

中间退火工艺对冷轧纯钛板微观组织及织构的影响

唐 敏^{1,2}

(1. 攀钢集团研究院有限公司, 四川 成都 610300; 2. 成都先进金属材料产业技术研究院股份有限公司, 四川 成都 610300)

摘 要:采用电子背散射衍射 (EBSD) 等测试手段和分析方法, 系统地研究了不同退火温度对冷轧纯钛板微观组织及织构的影响。结果表明: 中间退火温度为 700 °C 时, 0.6 mm 冷轧至 0.25 mm 后经 700 °C/1 h 退火得到的再结晶组织更加均匀, 残余应力更小, {0001}、{10-10} 及 {11-20} 三个极图上的织构更加散漫, 织构强度整体较弱, 取向分布更加随机。

关键词:冷轧纯钛板; 中间退火; 再结晶; 织构

中图分类号: TF823, TG146.23 文献标志码: A

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2024.04.009

文章编号: 1004-7638(2024)04-0054-08

开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID):



听
语
音
与
作
者
互
动
聊
科
研

Effect of intermediate annealing on the microstructure and texture of cold rolled pure titanium plates

Tang Min^{1,2}

(1. Pangang Group Research Institute Co., Ltd., Chengdu 610300, Sichuan, China; 2. Chengdu Advanced Metal Industry Technology Research Institute Co., Ltd., Chengdu 610300, Sichuan, China)

Abstract: A comparative and systematic study was conducted on the effects of annealing temperatures on the microstructure and texture of cold-rolled pure titanium plates using testing methods and analysis methods such as Electron Backscatter Diffraction (EBSD). The results show that when the intermediate annealing temperature is 700 °C, the recrystallized structure of 0.25 mm plate obtained by cold rolling from 0.6 mm plate and 700 °C/h treatment is more uniform with smaller residual stress. The textures on the {0001}, {10-10} and {11-20} three pole figures are more scattered with weaker overall texture intensity, and the orientation distribution is more random.

Key words: cold rolled pure titanium plate, intermediate annealing, recrystallization, texture

0 引言

钛及钛合金具有较高的比强度、优良的耐腐蚀性和耐热性等特点, 广泛应用于航空航天、舰船工程、化工机械和医疗卫生等领域^[1]。室温下, 工业纯

钛为滑移系较少、对称性较差的密排六方结构, 因此在变形过程中极易形成强烈的基面织构^[2-3]。

钛及钛合金经加工后出现加工硬化, 导致强度升高, 塑性下降, 对材料的后续机械加工造成了困难, 因此在进一步加工前需对其进行退火处理, 使材料

收稿日期: 2023-08-29

基金项目: 国家重点研发计划资助 (2020YFB1505900)。

作者简介: 唐敏, 1994 年出生, 女, 四川江油人, 硕士, 工程师, 主要从事金属材料微观组织的相关研究, E-mail: 1240594460@qq.com。

软化。热处理是工业控制改变金属材料组织、结构和性能的重要手段^[4-5]。朱知寿等^[6]研究了不同轧制工艺和退火工艺对工业纯钛板组织的影响,结果表明,冷轧后的板材在退火后形成的退火组织为棱锥型组织;板材在热轧后换向进行单向冷轧,再进行退火之后纯钛的组织强度略有降低。徐国富^[7]系统地研究了冷轧纯钛的退火再结晶行为,发现晶粒长大过程的前期组织变化非常显著,但随着晶粒的长大和退火时间的延长,组织变化越来越缓慢。

目前,国内外科研人员对金属材料再结晶退火行为研究较多,但有关冷轧过程中的中间退火工艺对冷轧纯钛板的组织及组织影响的研究较少,其微观组织与组织演变的相互关系以及组织对各向异性的影响规律还需要进一步系统研究。笔者从钛箔材的中间板材取样开展退火工艺试验,研究了不同中间退火工艺对纯钛板微观组织及组织的影响,为钛箔材在工业化生产中的退火工艺提供了参考依据。

1 试验材料与方法

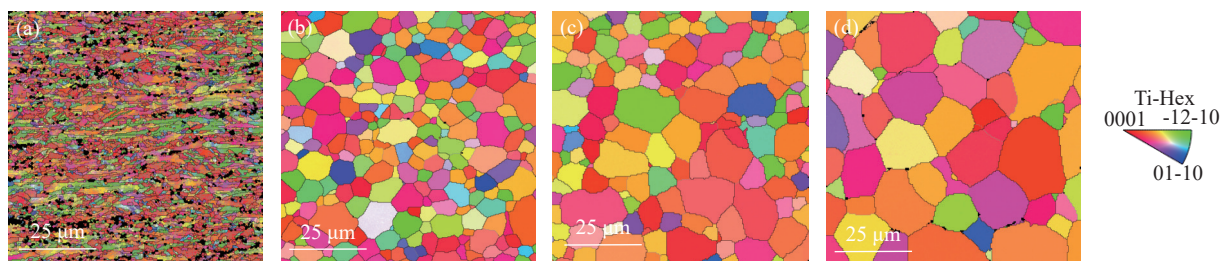
为研究不同中间退火温度对冷轧纯钛板微观组织及组织的影响,选取中间轧程的厚度为 0.6 mm 的纯钛板作为试验材料,利用电火花线切割设备将样品加工为 10 mm×8 mm×5 mm 块体,并进行等时差退火 (650、700、750 °C/1 h),接着冷轧至 0.25 mm,再经 700 °C/1 h 成品退火。随后将各流程的样品用热镶嵌机镶嵌,利用司特尔自动磨抛机将镶嵌好的样品横向(TD)×轧向(RD)面抛光至镜面,随后利用二氧化硅悬浮液振动抛光 1 h,得到电子背散射衍射 (EBSD) 检测所需的样品。采用 JEOL 7 900F 场发射扫描电子显微镜上 EBSD 探头进行样品晶体取向分析,测试软件为 AZtec,电镜参数设置为加速电压 20 kV,工作距离 15 ~ 17 mm,扫描步长 0.7 μm。试验结果标定率大于 85%。

2 试验结果与分析

2.1 中间退火工艺对 0.6 mm 冷轧纯钛板微观组织演变的影响

图 1 为经不同中间退火温度退火前后的取向成像 (IPF) 图, IPF 图中的晶粒颜色差异代表晶粒取向不同,颜色单一或者多样化代表了各晶粒的取向差异大小。经冷轧后的纯钛板组织由破碎的小晶粒和被拉长的难变形大晶粒组成,颜色呈多样性分布,如图 1(a) 所示;经 650 °C 退火 1 h 后,变形组织完全消失,由等轴均匀的再结晶组织组成,所示晶粒取向分布与冷轧态相似,如图 1(b) 所示;当退火温度升高至 700 °C 时,再结晶晶粒进一步长大,晶粒位向颜色分布趋于<11-20>及<0001>的取向,如图 1(c) 所示;当退火温度为 750 °C 时,再结晶晶粒进一步长大,这是因为退火温度升高,再结晶驱动力增强,原子振动和扩散能力增强,晶界迁移速度增加,形核孕育期缩短,再结晶速度提高,如图 1(d) 所示。

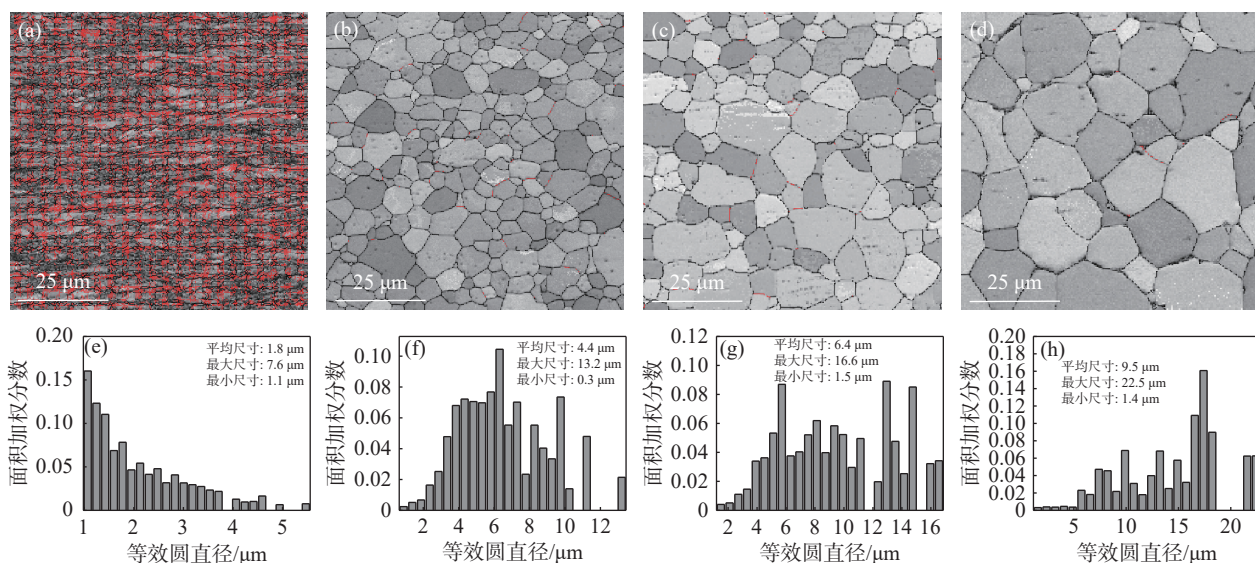
图 2 为经不同中间退火温度退火前后的带衬度 (BC) 图及晶粒尺寸分布图,红线代表小角度晶界 (2° ~ 15°),黑线为大角度晶界 (>15°)。冷轧纯钛板受到大量挤压变形时,产生大量小角度晶界,使得变形纯钛板内残留一定的储存能,成为退火再结晶的驱动力,此时平均晶粒尺寸为 1.8 μm,最大晶粒等效圆直径为 7.6 μm,如图 2(a)(e) 所示;经 650 °C 退火后,纯钛板发生完全再结晶,小角度晶界基本消失,呈等轴细小的再结晶组织,平均晶粒尺寸为 4.4 μm,最大晶粒尺寸为 13.2 μm,如图 2(b)(f) 所示;退火温度为 700 °C 时,再结晶驱动力提高,平均再结晶晶粒增大至 6.4 μm,最大晶粒长大至 16.6 μm,如图 2(c)(g) 所示;退火温度为 750 °C 时,平均晶粒尺寸长大至 9.5 μm,最大晶粒尺寸为 22.5 μm,如图 2(d)(h) 所示。此外,随着退火温度的升高,再结晶越充分,晶粒的衬度由暗逐渐变亮,残余应力明显减少,形成无畸变的均匀再结晶组织。



(a) 冷轧态; (b) 650 °C/1 h; (c) 700 °C/1 h; (d) 750 °C/1 h

图 1 不同退火温度条件下的 IPF 图

Fig. 1 IPF diagrams of specimens at different annealing temperatures



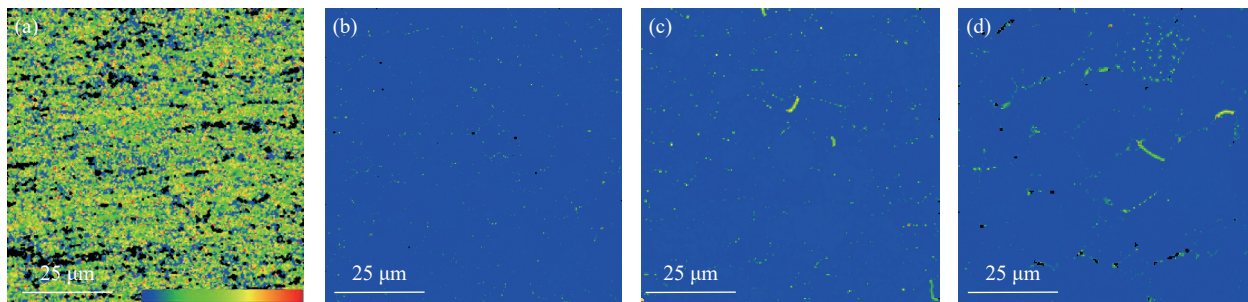
(a)(e) 冷轧态; (b)(f) 650 °C/1 h; (c)(g) 700 °C/1 h; (d)(h) 750 °C/1 h

图2 不同中间退火温度条件下的 BC 图和晶粒尺寸分布

Fig. 2 BC and grain size distribution diagrams of specimens at different intermediate annealing temperatures

图3为Channel 5软件计算得到的退火前后纯钛板核平均取向错位(Kernel Average Misorientation, KAM)图。从图(a)可看出退火前冷轧纯钛板

因严重的塑性变形在晶界及晶粒内部呈黄色,而退火后因发生再结晶消耗了内部晶体缺陷,整个图片基本呈蓝色,仅在晶界处还残留极小部分黄色区域。



(a) 冷轧态; (b) 650 °C/1 h; (c) 700 °C/1 h; (d) 750 °C/1 h

图3 不同中间退火温度条件下的 KAM 图

Fig. 3 KAM diagrams of specimens at different intermediate annealing temperatures

图4为不同中间退火温度条件下的取向差角图,冷轧纯钛板在64.4°及85°左右出现明显的峰值,分别对应{11-22}压缩孪晶及{11-12}拉伸孪晶,在其他文献中也出现同种现象^[8-9]。中间退火温度为650 °C时,峰值消失,呈均匀分布;随着中间退火温度升高至700 °C,整体呈均匀分布,但在30°左右出现一个弱小的峰值;继续升高中间退火温度至750 °C时,在20°~30°和70°~80°左右出现两个明显的峰值。该现象曾在文献中报道过,Bozzolo^[10]认为第一个峰值的出现和晶粒粗化有关,第二个峰和冷轧过程中晶粒间的取向向TD方向倾转有关。

2.2 中间退火工艺对0.25 mm纯钛板微观组织演变的影响

为进一步了解不同中间退火温度对后续轧制工

艺纯钛板微观组织演变的影响,对经不同退火温度的纯钛板进行冷轧,厚度由0.6 mm冷轧至0.25 mm。图5为不同中间温度退火钛板经0.6 mm→0.25 mm冷轧后对应的IPF图及BC图。由图5(a)~(c)可知,经等变形量冷轧后,IPF图颜色呈多样性分布,所有的等轴晶粒均沿着轧向破碎变形,并在一些晶粒内部产生了许多细长的孪晶组织,说明在变形过程中孪生系统启动。此外,经650 °C退火冷轧后的组织明显更加均匀,而随着退火温度的升高,再结晶晶粒长大以及均匀性变差,变形协调性变差,使得组织中存在难变形的大晶粒。图5(d)~(f)分别对应了不同温度对应的带衬度图,由于经历了大变形,均产生了大量小角度晶界。此外,可以看到大部分晶粒衬度较暗,只有部分难变形的大晶粒内部衬度较亮,为了协调变形,大晶粒内部还产生了孪晶。

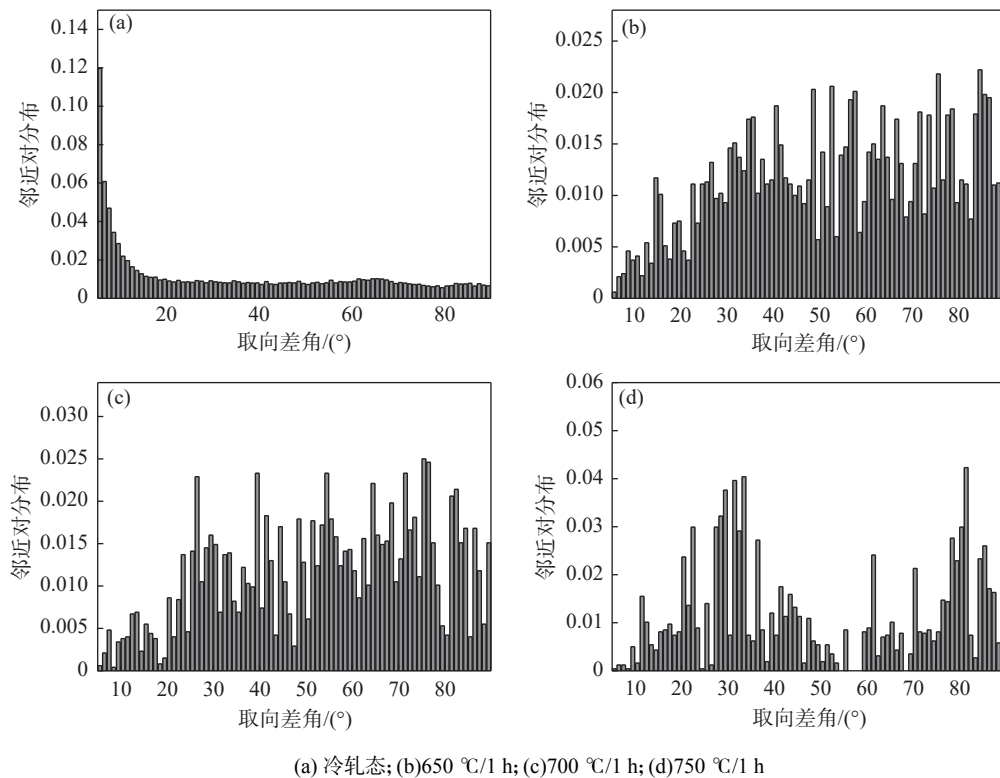


图4 不同中间退火温度条件下的取向差角

Fig. 4 Misorientation angle distribution of specimens at different intermediate annealing temperatures

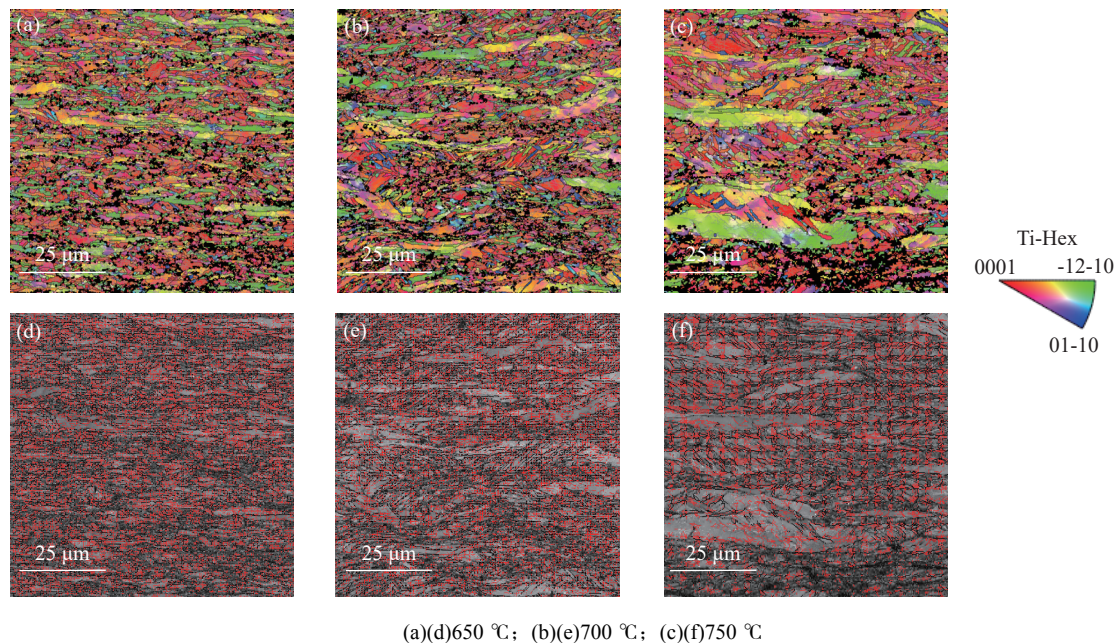


图5 不同中间温度退火钛板经 0.6 mm→0.25 mm 冷轧后对应的 IPF 图及 BC 图

Fig. 5 IPF and BC diagrams of titanium plates annealed at different intermediate temperatures after cold rolling from 0.6 mm to 0.25 mm

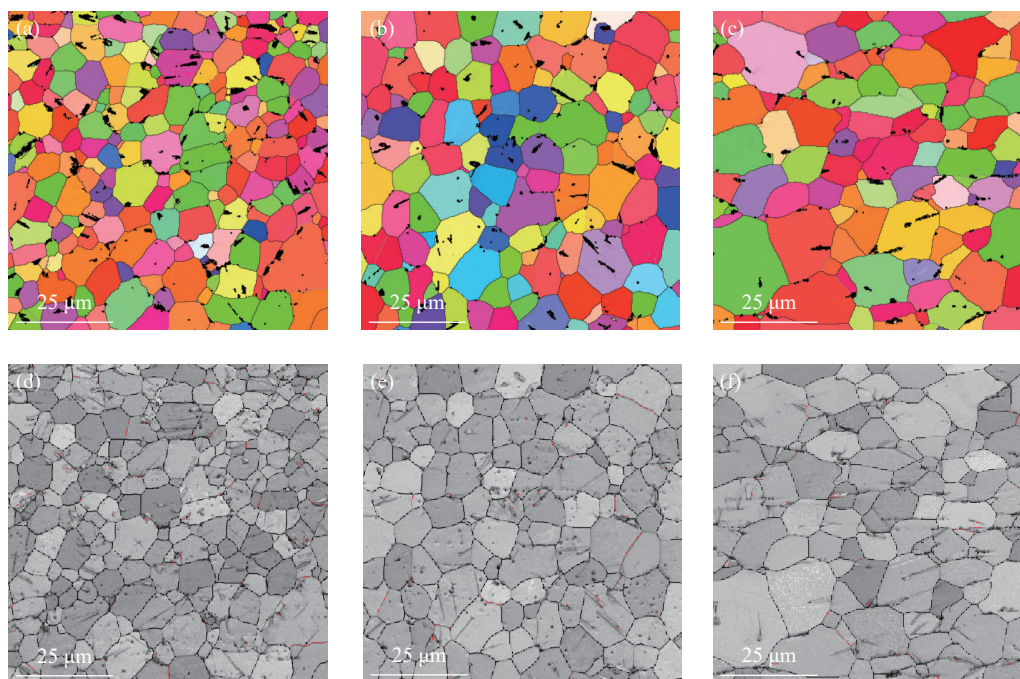
图6 为经不同中间温度退火后纯钛板冷轧至 0.25 mm 再经 700 °C/1 h 退火后得到的微观组织。可以看到 0.25 mm 冷轧纯钛板退火后均发生完全再结晶, 变形组织消失, 由等轴的再结晶组织组成。在取向成像图中, 许多晶粒内部有细小的针状组织未被标定, 这是因为孪晶组织太过细小而未被识别。

此外, 图 (a)(c) 中晶粒主要呈绿色和红色, 而图 (b) 中还有许多蓝色的晶粒, 说明经 700 °C 中间退火后晶粒取向更加随机。由 (d)~(f) 图可知, 对应中间退火温度为 650 °C 的晶粒较小, 存在细小的再结晶晶核; 700 °C 对应的再结晶组织更加均匀, 衬度变亮, 残余应力减小; 而 750 °C 对应的组织较大, 在晶界

处存在再结晶晶核,组织不均匀。

图7为经中间退火后钛板冷轧前后对应的晶粒大小分布图。由图可知,经冷轧后,中间退火温度越高,冷轧后最大晶粒尺寸逐渐增加,分别对应10.1、11.1 μm 及24.7 μm 。这是因为中间退火温度越高,再结晶晶粒越大,变形过程中存在更多的大变

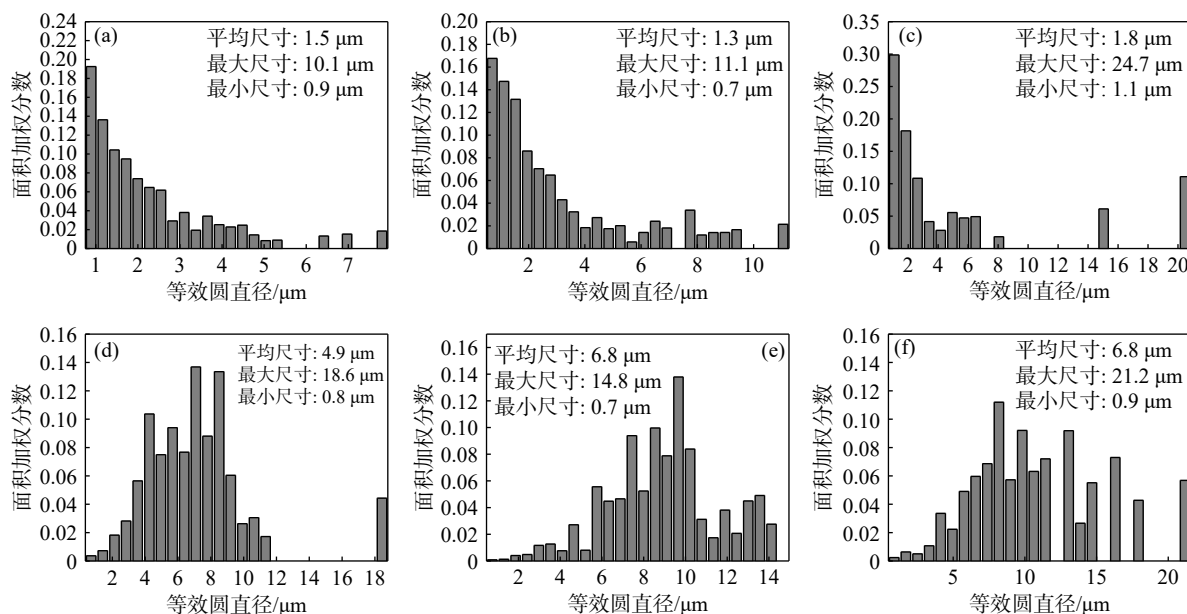
形晶粒。而经700 $^{\circ}\text{C}$ /1 h退火后所对应的最大晶粒尺寸分别为18.6、14.8 μm 、21.2 μm ,这和上述组织图相符。此外,中间退火温度为700 $^{\circ}\text{C}$ 时,退火前对应平均晶粒尺寸最小,说明该条件下变形更加均匀,退火后平均晶粒尺寸为6.8 μm ,晶粒尺寸分布更加均匀。



(a)(d)650 $^{\circ}\text{C}$; (b)(e)700 $^{\circ}\text{C}$; (c)(f)750 $^{\circ}\text{C}$

图6 不同中间温度退火钛板经0.6 mm→0.25 mm冷轧后700 $^{\circ}\text{C}$ /1 h退火对应的IPF图及BC图

Fig. 6 IPF and BC diagrams of titanium plates annealed at different intermediate temperatures after cold rolling from 0.6 mm to 0.25 mm and annealing at 700 $^{\circ}\text{C}$ for 1 h



(a)(d)650 $^{\circ}\text{C}$; (b)(e)700 $^{\circ}\text{C}$; (c)(f)750 $^{\circ}\text{C}$

图7 不同中间温度退火钛板经0.6 mm→0.25 mm冷轧后经700 $^{\circ}\text{C}$ /1 h退火前后对应的晶粒大小分布

Fig. 7 Grain size distribution of titanium plates annealed at different intermediate temperatures before and after cold rolling from 0.6 mm to 0.25 mm and annealing at 700 $^{\circ}\text{C}$ for 1 h

图8为经中间退火后钛板冷轧前后对应的取向差角分布图。退火前的冷轧钛板对应的取向差角分布如图8(a)~(c)所示,在 41° 、 64.4° 及 85° 左右出现明显的峰值,中间退火为 700°C 时冷轧后呈现的峰值越明显,分别对应 $\{10\cdot12\}$ - $\{11\cdot22\}$ 多重孪晶, $\{11\cdot22\}$ 压缩孪晶及 $\{10\cdot12\}$ 拉伸孪晶,即变形过程中,该

合金的孪生系统启动。这是由于密排六方金属在变形过程中位错与孪晶产生交互作用,从而导致在晶界及孪晶界处出现位错堆积及应力集中,产生大量的亚晶界。如图8(d)~(f)所示,经退火后峰值明显减弱,取向分布更加均匀。

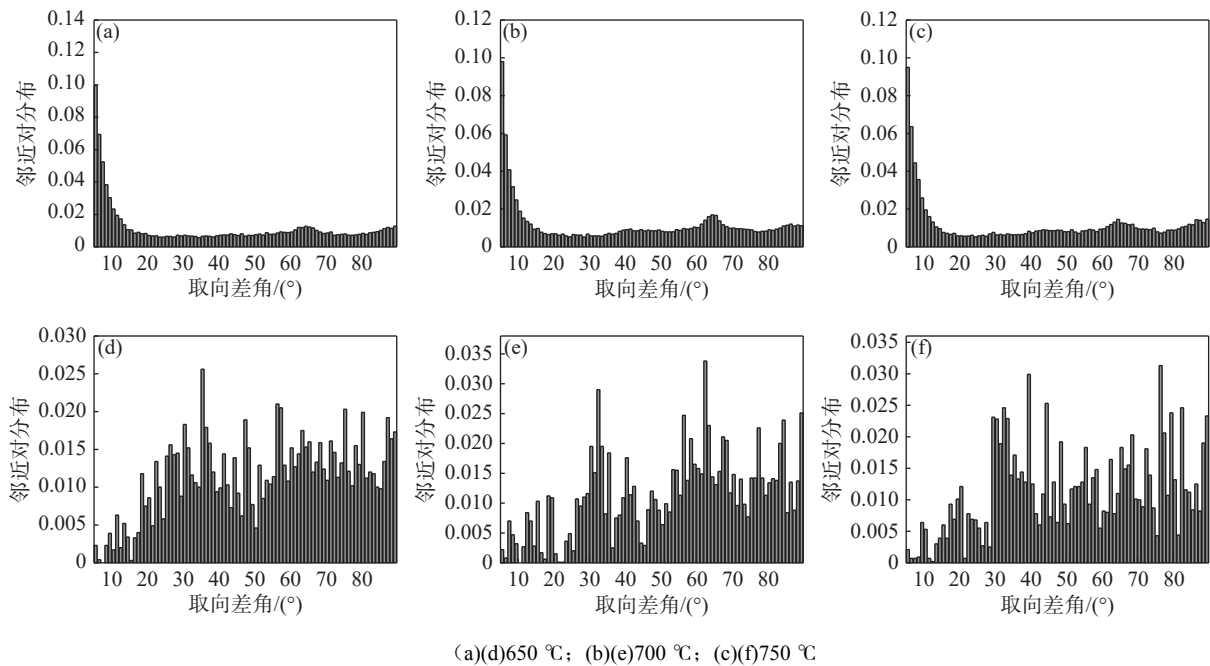


图8 不同中间温度退火钛板经 $0.6\text{ mm}\rightarrow 0.25\text{ mm}$ 冷轧后经 $700^\circ\text{C}/1\text{ h}$ 退火前后对应的取向差角分布

Fig. 8 Misorientation angle distribution of titanium plates annealed at different intermediate temperatures before and after cold rolling from 0.6 mm to 0.25 mm and annealing at 700°C for 1 h

2.3 中间退火工艺对钛合金板材织构演变的影响

纯钛板经变形后,晶粒发生大幅度扭转,最终各晶粒往往会使晶粒取向聚集在某一或某些取向附近,从而形成织构。图9是厚度为 0.6 mm 的冷轧钛板及退火后的 $\{0001\}$ 、 $\{10\cdot10\}$ 及 $\{11\cdot20\}$ 极图。由图可知冷轧态钛板在基面上形成了基面ND织构、基面TD织构及较强的基面双峰织构,织构强度为6.16,还存在一定含量的 $\langle 10\cdot10 \rangle // \text{RD}$ 织构及 $\langle 11\cdot20 \rangle$ 织构。当中间退火温度为 650°C 时,与冷轧织构相比,基面ND织构消失,主要由基面双峰织构及少量基面TD织构组成,基面织构强度由6.16增大至8.48。 $\langle 10\cdot10 \rangle // \text{RD}$ 织构强度由6.17降低至4.49, $\langle 11\cdot20 \rangle$ 织构强度由3.12增高至4.37。退火温度为 700°C 时,基面ND织构及TD织构均消失,由典型的基面双峰织构组成,织构强度增加至16.10。 $\langle 10\cdot10 \rangle // \text{RD}$ 织构强度增加至5.45, $\langle 11\cdot20 \rangle$ 织构强度增强至6.51。退火温度为 750°C 时,织构类型不变,

$\{0001\}$ 面上织构强度继续增加至24.22, $\{10\cdot10\}$ 及 $\{11\cdot20\}$ 面上出现其他类型织构,且织构强度与 700°C 相比均有所提高。

图10为不同中间温度退火钛板经 $0.6\text{ mm}\rightarrow 0.25\text{ mm}$ 冷轧后对应的极图。冷轧后 $\{0001\}$ 面上不再是分裂的基面双峰织构。 650°C 及 700°C 退火板材等变形量冷轧后,基面ND织构、织构强度最强的基面双峰织构及基面TD织构出现,织构强度减弱,分别为6.79和5.84; 750°C 退火板材冷轧后,由基面ND织构和基面双峰织构组成,织构强度降低至7.35。而对于 $\{10\cdot10\}$ 面上的极图分布,织构类型为典型的 $\langle 10\cdot10 \rangle$ 织构,织构强度分别对应5.99、4.96及6.32。 $\{11\cdot20\}$ 面上为典型的 $\langle 11\cdot20 \rangle$ 织构,织构强度减弱,分别对应3.26、2.99及4.15。相比之下,中间退火为 700°C 的试样经冷轧后对应的织构强度最弱。

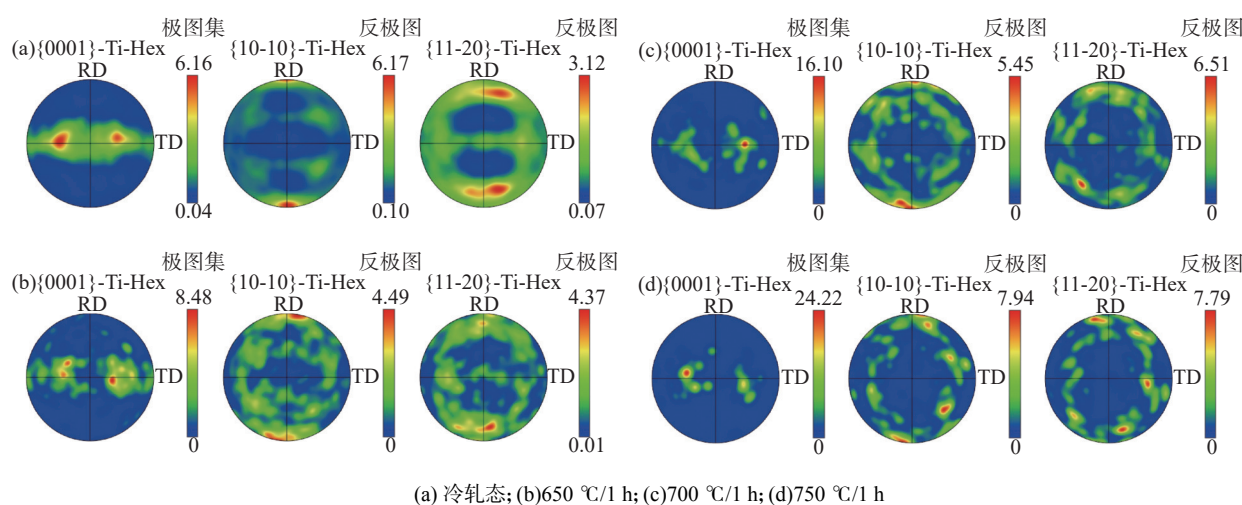


图 9 不同条件下的极图
Fig. 9 Pole figures under different conditions

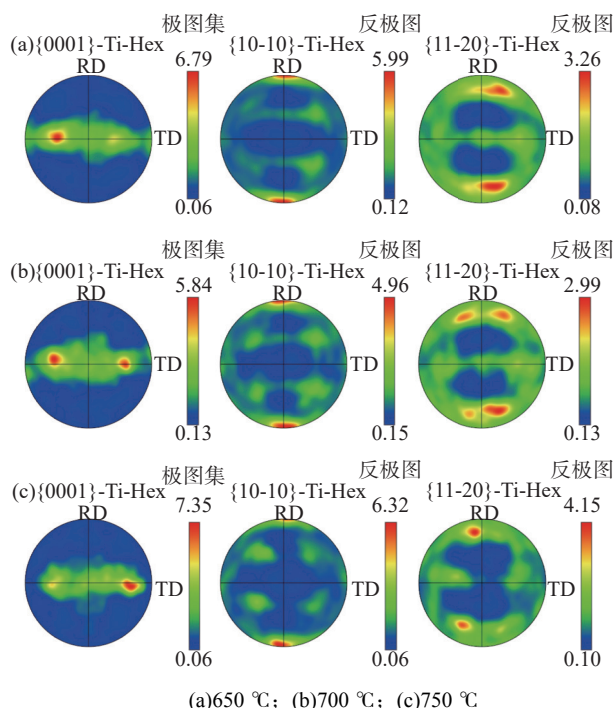


图 10 不同中间温度退火钛板经 0.6 mm→0.25 mm 冷轧后对应的极图

Fig. 10 Pole figures of titanium plates annealed at different intermediate temperatures after being cold-rolled from 0.6 mm to 0.25 mm

图 11 为不同中间温度退火钛板经 0.6 mm→0.25 mm 冷轧后再经 700 °C/1 h 退火后对应的极图。退火后, {0001} 面上的基面 ND 织构消失, 形成了分裂的基面双峰织构, 并在基面上形成了许多分散的基面弥散织构, 织构强度增强, 分别增强至 8.63、8.33 及 10.07。{10-10} 面除<10-10>织构外, 还在整个面上形成了许多分散的织构, 织构强度减弱, 分别为 5.62、4.16 和 5.39。{11-20} 面上除了<11-20>织

构外, 在该面上还出现许多织构强度较高的织构成分, 织构强度增强至 3.80、4.27 和 7.04。因此可知, 经退火后, 钛板的织构组分发生改变, 在三个面上形成了许多分散的织构, {0001} 及 {11-20} 面上的织构强度增强, 而 {10-10} 面上的织构强度减弱。值得注意的是 700 °C 对应的三个极图上的织构分散类型最多, 织构强度整体较弱, 取向分布更加随机。

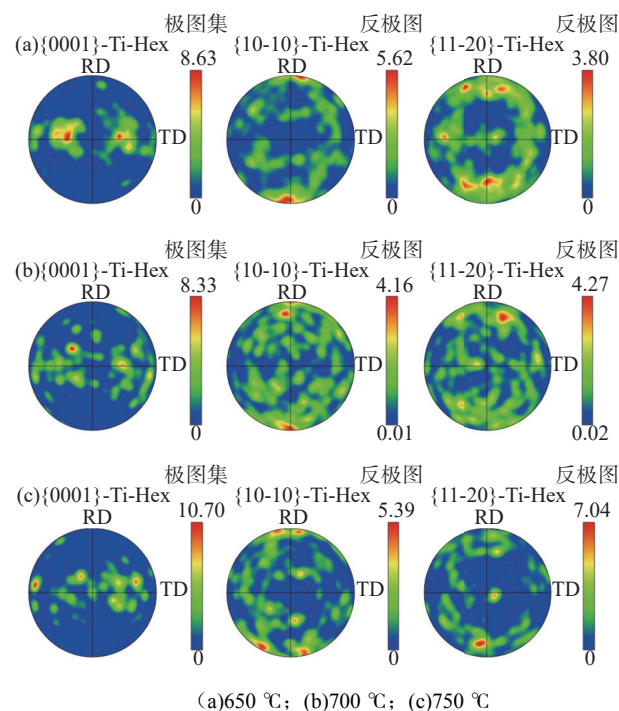


图 11 不同中间温度退火钛板经 0.6 mm→0.25 mm 冷轧后再经 700 °C/1 h 退火对应的极图

Fig. 11 Pole figures of titanium plates annealed at different intermediate temperatures after being cold-rolled from 0.6 mm to 0.25 mm and annealed at 700 °C for 1 h

3 结论

1) 钛合金板材经冷轧后, 小角度晶界剧增, 组织由破碎的小晶粒和被拉长的难变形大晶粒组成, {11-22} 压缩孪晶及 {10-12} 拉伸孪晶被激活; 退火后, 孪晶基本消失, 由等轴无畸变的再结晶晶粒组成。

2) 对不同中间退火工艺条件下的组织演变进行对比发现, 中间退火温度为 700 °C 时, 终态组织取

向呈多样性分布, 平均晶粒尺寸越小, 分布越均匀。

3) 对不同中间退火工艺条件下的织构演变进行对比发现, 退火后冷轧基面 ND 织构消失, 形成分裂的基面双峰织构, {0001} 及 {11-20} 面上织构强度提高, 织构变得分散, 形成较多基面弥散织构。值得注意的是, 中间退火为 700 °C 时, 在整个过程中, 织构强度较其他两种工艺较弱。

参考文献

- [1] Roodposhti P S, Sarkar N F A, Murty K L, *et al.* Microstructural approach to equal channel angular processing of commercially pure titanium—A review[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2015, 25(5): 1353-1366.
- [2] Nixon M, Cazacu O, Lebensohn R. Anisotropic response of high-purity α -titanium: Experimental characterization and constitutive modeling[J]. International Journal of Plasticity, 2010, 26: 516-532.
- [3] Huang Xinsheng, Suzuki K, Chino Y. Improvement of stretch formability of pure titanium sheet by differential speed rolling[J]. Scripta Materialia, 2010, 63: 473-476.
- [4] Krishna Chenna S, Srinath J, Abhay K J. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 12Cr-10Ni-0.25Ti-0.7Mo stainless steel[J]. Metallography, Microstructure and Analysis, 2013, 2: 234-241.
- [5] Wang Wei, Zhao Wengui, Qu Jinbo. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 2.25Cr-1Mo steel[J]. Steel Research International, 2013, 84(2): 178-183.
- [6] Zhu Zhishou, Gu Jialin, Chen Nanping. The effect of cold rolling deformation on the formation of recrystallization texture in titanium sheets[J]. Materials Science and Technology, 1995, 3 (2): 49-52.
(朱知寿, 顾家琳, 陈南平. 冷轧形变量对钛板材再结晶织构形成的影响 [J]. 材料科学与工艺, 1995, 3(2): 49-52.)
- [7] Xu Guofu, Cui Xuemin, Peng Xiaoyan, *et al.* Annealing recrystallization behavior of cold rolled industrial pure titanium[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2013, 42(11): 2263-2268.
(徐国富, 崔学敏, 彭小燕, 等. 冷轧工业纯钛的退火再结晶行为 [J]. 稀有金属材料与工程, 2013, 42(11): 2263-2268.)
- [8] Bozzolo N, Chan L, Rollett A D. Misorientations induced by deformation twinning in titanium[J]. Journal of Applied Crystallography, 2010, 43: 596-602.
- [9] Chun Y B, Yu S H, Semiatin S L, *et al.* Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium[J]. Material Science and Engineering: A, 2005, 398(1-2): 209-219.
- [10] Bozzolo N, Dewobroto N, Grosdidier T, *et al.* Texture evolution during grain growth in recrystallized commercially pure titanium[J]. Material Science and Engineering: A, 2005, 398(1-2): 346-355.

编辑 张维娜