

## 钛及钛合金剧烈塑性变形的研究进展

## Progress in Severe Plastic Deformation of Ti and Ti Alloy

东北大学材料与冶金学院 李卓梁 丁桦  
中航工业北京航空制造工程研究所 李继忠

**[摘要]** 结合目前剧烈塑性变形 (SPD) 方法的研究现状,介绍了等通道转角挤压 (ECAP)、高压扭转 (HPT)、搅拌摩擦加工 (FSP) 等剧烈塑性变形方法及其特点与变形机理;对剧烈塑性变形方法对钛及钛合金组织性能的影响规律进行了评述,并展望了剧烈塑性变形方法在钛及钛合金材料研究与应用的的前景。

**关键词:** 剧烈塑性变形 钛及钛合金 组织性能 变形机理

**[ABSTRACT]** Combined with the current research situation of the severe plastic deformation (SPD), the characteristics and deformation mechanism of equal channel angular pressing (ECAP), high pressure torsion (HPT), friction stir processing (FSP) and some other severe plastic deformation methods are introduced. The effects of severe plastic deformation on the microstructures, properties and influence law of titanium and titanium alloy are summarized. The research and application of severe plastic deformation on titanium and titanium alloy material is prospected.

**Keywords:** Severe plastic deformation (SPD) Ti and Ti alloy Microstructure and property Deformation mechanism

钛及钛合金具有密度小、比强度高、耐腐蚀性好、耐热性优良、无磁等一系列特性<sup>[1]</sup>。虽然自 1948 年达到工业生产规模至今只有半个多世纪的历史,但总体发展速度却超越了任何一种其他有色金属。目前全世界钛铁矿的产量逐年增长,制备的钛及钛合金被广泛应用于航空航天、石油化工、冶金、轻工、海水淡化和舰艇等工业生产中。

剧烈塑性变形 (Severe Plastic Deformation, SPD) 作为一种新兴的塑性变形方法,可在变形过程中引入大的应变,从而有效细化金属,获得亚微米甚至纳米尺寸的晶粒,通过变形过程中微观组织的控制,可以同时获得具有高强度与大塑性的块体纳米材料<sup>[2-3]</sup>。

本文介绍了 SPD 方法及其对钛及钛合金的组织性能的影响,并对钛及钛合金剧烈塑性变形的发展进行了展望。

## 1 钛及钛合金的 ECAP 研究

## 1.1 ECAP 变形机理

等通道转角挤压 (Equal Channel Angular Pressing, ECAP) 是将试样放入横截面相同并成一定交角的弯曲通道中,试样在压力作用下通过管道,在管道弯曲处产生近似理想的剪切变形。由于不改变材料的横截面积和形状,就使试样重复变形成为可能,从而通过多次变形过程得到具有亚微米甚至纳米级尺寸晶粒的超细晶组织<sup>[4]</sup>, ECAP 原理图见图 1。

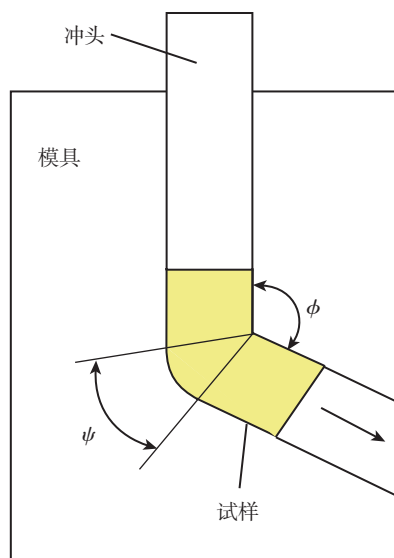


图1 ECAP原理图

Fig.1 Diagram of ECAP

根据 Iwahashi 等<sup>[5]</sup>的理论,在试样与模壁完全润滑的条件下,等通道转角挤压产生的总应变 $\epsilon_n$ 取决于挤压次数  $N$ 、两通道的内交角  $\phi$  和外接弧角  $\psi$  的大小,即:

$$\epsilon_n = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[ 2 \cot \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \cos ec \left( \frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right]$$

ECAP 的挤压过程可连续进行。根据相邻挤压道次间试样相对于模具的轴向旋转方向和角度的不同,可将 ECAP 工艺路线分为 3 种,即 A、B 和 C; 根据旋转方向的不同,路径 B 又细分为  $B_A$  和  $B_C$  2 种方式。

## 1.2 ECAP 对钛及钛合金性能的影响

采用 ECAP 技术制备的钛及钛合金,在强度、超塑

性、疲劳极限和耐腐蚀性等方面都有显著提高。Ko 等<sup>[6-7]</sup>在温度 600℃ 应变速率  $0.3s^{-1}$  条件下对 Ti-6Al-4V 合金进行挤压。结果表明晶粒细化效果随道次的增加而增加,晶粒尺寸由原始的  $11\mu m$  细化到  $0.3\mu m$ ,四道次后,晶粒尺寸无明显变化,但晶粒间的位相差随道次的增加而增大。Stolyarov 等<sup>[8]</sup>在 400~450℃ 范围内分别通过  $B_C$ 、 $B_A$ 、 $C$  3 种路径对工业纯钛的 ECAP 变形性能进行了研究。研究发现,3 种路径经多道次变形后均可使晶粒细化,但采用  $B_C$  方式变形对晶粒的细化效果最有效,可获得平均晶粒尺寸 260~350nm 的等轴晶试样;而其他 2 种方式只能获得拉长的非等轴晶。作者认为剪切方式、晶体结构及变形织构的相互作用是影响晶粒细化的主要因素。Luo 和 Xia 等<sup>[9]</sup>利用回收的钛片进行 ECAP 过程,得到了晶粒尺寸小于  $0.8\mu m$  的细晶组织。材料的屈服强度达到 650MPa,延伸率达到 16%。作者认为,较高的层错能和动态再结晶是导致晶粒细化的主要因素,屈服强度的提高符合 Hall-Patch 关系,并利用改进的 Griffith 准则对延伸率的改善进行了解释。此外,ECAP 变形后,钛及钛合金的疲劳强度和耐腐蚀性也显著提高<sup>[10-11]</sup>。

### 1.3 ECAP 制备粉末材料

引入背压后,ECAP 工艺能有效地将粉末挤压成形,制备出纳米块体材料。对于 ECAP 粉末成形,在挤压过程中剪切变形有利于粉末表面的氧化膜破碎,这些氧化物颗粒均匀地分散在基体内能起到一定的强化作用。H. P. Ng 等<sup>[12]</sup>用工业纯钛和 Al60V40 中间合金(MA)通过 ECAP 得到 Ti-6Al-4V 块体材料。作者认为 ECAP 过程中 Ti 颗粒的相互剪切变形有效地去除了颗粒表面的氧化层,促进了 Ti-Ti 颗粒的联接;Ti 与 MA 颗粒之间则存在 20nm 左右的非晶氧化物,氧化层并未成为扩散的阻碍,Ti 和 Al 原子的相互扩散可以跨过氧化层甚至在氧化层中发生。Haase 等<sup>[13]</sup>的工作表明通过合适的温度、静水压力及剪切变形可以得到致密度高达 99.26% 的 Ti-6Al-4V 块体材料;ECAP 可将烧结温度降低 150~250℃ 并且得到的材料组织均匀致密度较高;最终得到的 Ti-6Al-4V 块体材料最大致密度达到 99.88%,维氏硬度 445HV,最大抗拉强度 1080MPa。Lui 和 Xia 等<sup>[14]</sup>将 Ti 和 Al 粉末机械混合后在 350℃ 温度下进行了 12 道次的 ECAP 挤压,得到了晶粒尺寸达到 300~500nm 的超细晶 Ti-47Al 合金,且得到的合金组织均匀,强度和塑性均有较大幅度提高。

### 1.4 钛及钛合金 ECAP 数值模拟

Deform 软件在模拟过程中可以根据网格的集变量进行自动划分网格,因此可以实现剧烈塑性变形的数值模拟。Delo 和 Semiatin<sup>[15]</sup>最早使用 Deform 有限元软件

模拟了 ECAP 挤压过程,通过模拟研究发现模具结构和摩擦系数是影响材料流动最重要的因素,TC4 钛合金在 900℃ 条件下挤压试样出现明显的裂纹,采用数值模拟的方法可以预测挤压过程的变形特征及裂纹产生原因,从而达到避免裂纹实现变形均匀化的目的。

对 ECAP 挤压通过施加背压的方法使材料处于静水压力状态,可以有效提高材料的塑性变形能力,并且可降低塑性变形温度,实现材料的晶粒细化和提高力学性能。李继忠等<sup>[16]</sup>模拟了施加背压后的纯钛 ECAP 变形,结果表明施加背压能有效地提高材料的塑性变形能力,但增加被压导致变形不均匀,试样下表面畸变严重;为了提高试样变形的均匀性,在施加背压的同时调整模具外转角半径能有效消除试样下表面畸变,且施加被压后试样单道次变形量显著增加。

## 2 钛及钛合金的 HPT 成形

### 2.1 HPT 变形机理

高压扭转(High Pressure Torsion, HPT)作为一种剧烈塑性变形方法,高压扭转是在轴向压缩的同时在横截面上施加一扭矩,就可以变摩擦阻力为摩擦动力,从而既实现了一定的扭转变形,又实现了简单的压缩变形。

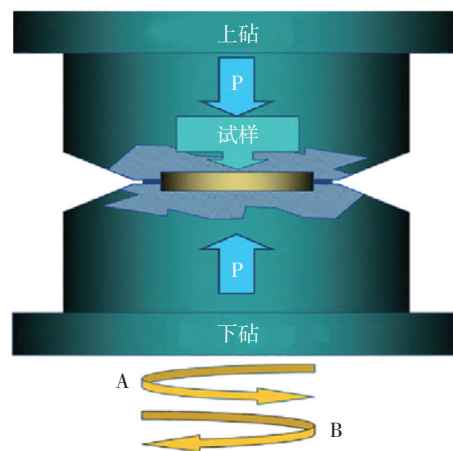


图2 HPT原理示意图  
Fig.2 Principle diagram of HPT

HPT 过程中剪切应变  $\gamma$  正比于扭转圈数和中心距  $r$ , 即  $\gamma = \frac{2\pi Nr}{h}$ , 其中  $h$  为试样的原始厚度,  $N$  为扭转圈数。目前,用 HPT 方法已经对钢铁、铝及铝合金、钛及钛合金、镍合金、纯铬、铜及铜合金、Co-NiO 复合材料进行了试验研究。

### 2.2 HPT 对钛合金组织性能的影响

Islamgaliev 等<sup>[17]</sup>对纯钛先进行 ECAP—锻造—拉拔,然后在室温下进行 HPT,将晶粒细化至 105~120nm。所得材料抗拉强度为可达 1600MPa。Stolyarov 等<sup>[18]</sup>在

对纯钛进行 ECAP 后,使其晶粒尺寸达到 300nm,再进行 HPT,使硬度增加 33%。Wang 等<sup>[19]</sup>研究了工业纯钛的微磨损行为。原始样品的晶粒尺寸为 8.6 $\mu\text{m}$ ,经 HPT 后,晶粒尺寸为 130nm。结果表明:不同晶粒尺寸的纯钛有相似的摩擦系数,但磨损机制不同。细晶的磨损更为均匀,同时磨损速率低。

$\beta$  钛合金与人体的杨氏模量基本相当,可作为生物植入材料。 $\beta$  型钛合金(Ti-29Nb-13Ta-4.6Zr) 固溶态的强度低于 TC4,如果用形变热处理提高强度,会析出大量的沉淀相粒子,同时也会提高弹性模量。Yilmazer 等<sup>[20]</sup>采用 HPT 方法,以在提高强度的同时保证低的弹性模量。他们对不同转数的 HPT 进行了研究,发现当转数高于 20 时,组织较为均匀,硬度分布也趋于均匀。

### 3 钛及钛合金的 FSP 成形

#### 3.1 FSP 成形方法及机理

搅拌摩擦加工(Friction Stir Processing, FSP)是在搅拌摩擦焊接工艺的基础上发展的一种新型材料加工和制备的工艺,其加工原理与搅拌摩擦焊接类似(图 3),即搅拌工具旋转扎入待加工板材上,通过搅拌工具与材料之间的摩擦和剧烈塑性变形产热将金属塑化,在搅拌工具带动下填充至搅拌针后端,再在轴肩的挤压作用下形成致密的塑性加工区。搅拌摩擦加工过程中,由于材料未达到融化状态而是处于固相状态,同时材料在搅拌工具的旋转挤压作用下发生了剧烈塑性变形,因此搅拌区晶粒可细化到亚微米级别。

#### 3.2 FSP 成形对钛合金组织性能的影响

搅拌摩擦加工由 Pilchak 等<sup>[21]</sup>首先应用于钛合金的加工,加工后焊核区晶粒由初始状态的 1.5mm 细化成 1~2 $\mu\text{m}$  的等轴晶,加工前后的显微组织如图 3 所示。

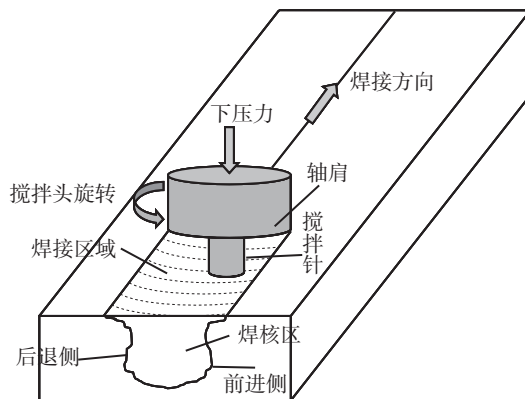


图3 搅拌摩擦加工原理示意图  
Fig.3 Principle diagram of FSP

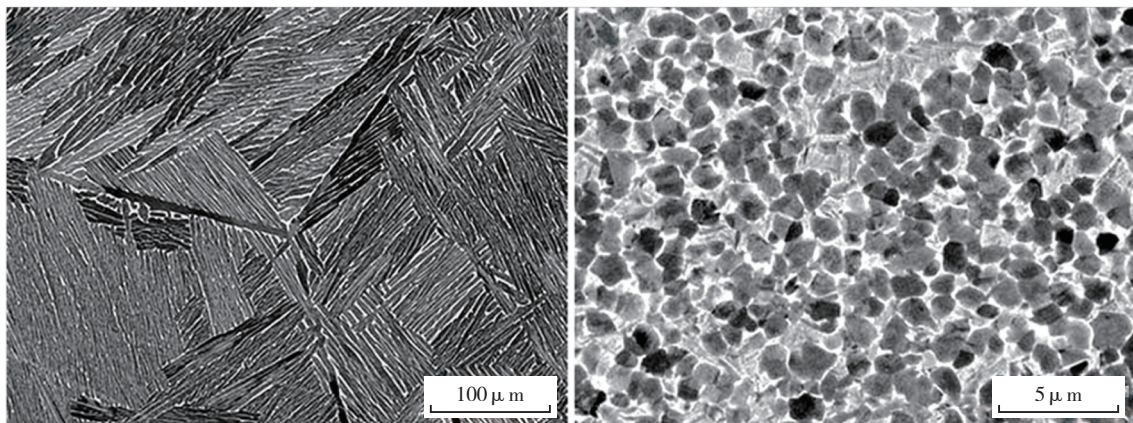
在搅拌摩擦加工过程中,通过调整工具结构、焊速和转速可以控制加工区组织结构。在低热输入条件下,加工温度低于  $\beta$  相转变温度,晶粒细化显著,可得到超细晶甚至亚微米晶;在高热输入条件下,可得到  $\alpha$ - $\beta$  片层状组织,该组织结构有利于提高材料强度。

### 4 其他 SPD 方法

#### 4.1 累积叠轧(Accumulative Roll-Bonding, ARB)

Milner 等<sup>[22]</sup>在 450 $^{\circ}\text{C}$ 对纯 Ti 进行叠轧,7 道次后,晶粒尺寸为 100nm。该研究结果表明,温叠轧和冷叠轧的效果相当,对工业应用有其优越性。通过 SPD 方法提高工业纯钛的强度,可用于替代 Ti-6Al-4V 用于航空工业、汽车工业和作为生物材料,显著降低成本,并有利于可循环制造。Raducanu<sup>[23]</sup>对 Ti-Zr-Ta-Nb 合金进行了三次叠轧,叠轧后材料具有较高的抗拉强度。同时腐蚀实验结果表明叠轧后材料的电化学性能得到改善,耐蚀能力提高。

#### 4.2 连续 ECAP



(a) 铸态显微组织 (b) 加工区显微组织

图4 TC4钛合金搅拌摩擦加工前后显微组织<sup>[21]</sup>

Fig.4 Microstructure of TC4 titanium alloy before and after FSP

采用 ECAP 和连续挤压及后续拉拔相结合的方法可制备长度较长的棒材。Gunderov 等<sup>[24]</sup>对工业纯钛在 200℃进行了 ECAP-C (conform) 变形, 然后将其在 200℃拉拔。晶粒尺寸达到 150nm。

#### 4.3 多向锻造 (Multiple Forging, MF)

Imayev 等<sup>[25]</sup>对退火态 Ti-48Al-2Nb-2Cr 合金进行多向锻造, 使晶粒由 0.3mm 细化至 400 μm 以下。在 800℃时材料的延伸率达到 355%, 应变速率敏感性指数高于 0.5, 体现出良好的超塑性。

### 5 钛合金剧烈塑性变形发展展望

近年来, 对钛及钛合金剧烈塑性变形的研究取得了重要进展。目前大多数钛及钛合金剧烈塑性变形的研究集中在变形过程中组织演变机理、细化机理和变形后力学性能及组织稳定性等方面。目前多数 SPD 方法可加工的工件尺寸往往很小, 并且需要大功率的设备或昂贵的模具, 以致于难以广泛应用于工业生产中, 钛及钛合金剧烈塑性变形的研究大多尚处于实验室阶段。另外, 在钛及钛合金 SPD 复合加工方法 (如 ECAP+冷挤压; ECAP+锻造; ECAP+Conform+拉拔; ECAP+轧制等)、变形机理研究与性能改进以及钛及钛合金 SPD 粉末成形等方面的研究还有待深入。钛及钛合金的 SPD 的工业化应用方面有着广阔的应用前景, 尚需广大科研工作者进行进一步的研究和探索。

#### 参考文献

[1] 林信平, 曹顺华, 李炯义. 温压工艺在粉末冶金 Ti 合金制备中的应用. 稀有金属与硬质合金, 2004(3):36-39.

[2] 汪程鹏, 李付国, 陆红亚, 等. 剧烈塑性变形制备微米材料的变形细化机理. 金属热处理, 2012, 37(2):14-19.

[3] Azushima A, Kopp R, Korhonen A, et al. Severe plastic deformation (SPD) processes for metals. CIRP Annals-Manufacturing Technology, 2008, 57(2): 716-735.

[4] Ferrasse S, Segal V M, Kalidindi S R, et al. Texture evolution during equal channel angular extrusion-Part I: effect of route, number of passes and initial texture. Materials Science & Engineering A, 2004(368): 28-40.

[5] Iwahashi Y, Wang J, Horita Z, et al. Principle of equal channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials. Scripta Materialia, 1996, 35(2): 143-146.

[6] Ko Y G. Low-temperature superplasticity of ultra-fine-grained Ti-6Al-4V processed by equal-channel angular pressing. Metallurgical and Materials Transactions A, 2006, A37(2):381.

[7] Ko Y G, Kim W G. Microstructural influence on low-temperature superplasticity of ultrafine-grained Ti-6Al-4V alloy. Materials Science & Engineering A, 2005, (156):410-411.

[8] Stolyarov V V, Zhu Y T, Alexandrov I V, et al. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti. Materials Science & Engineering A, 2001(299):59.

[9] Luo P, McDonald D T, Xia K, et al. Ultrafine-grained pure Ti recycled by equal channel angular pressing with high strength and good ductility. Journal of Materials Processing Technology. 2013 (213): 469-476.

[10] Chang Y H, Ho K K. Fatigue crack growth of ultrafine grained pure Ti after severe plastic deformation. Diffusion and Defect Data Part B (Solid State Phenomena), 2007(124-126):1385.

[11] Balyanov A, Kutnyakova J. Corrosion resistance of ultra fine-grained Ti. Scripta Materialia, 2004(51):225.

[12] Ng H P, Haase C. Improving sinter ability of Ti-6Al-4V from blended elemental powders through equal channel angular pressing. Materials Science & Engineering A, 2013(565):396-404.

[13] Haase C, Lapovok R. Production of Ti-6Al-4V billet through compaction of blended elemental powders by equal-channel angular pressing. Materials Science & Engineering A, 2012(550): 263-272.

[14] Liu E W, Xu W, Xia K, et al. Multiscale two-phase Ti-Al with high strength and plasticity through consolidation of particles by severe plastic deformation. Scripta Materialia. 2011(65): 711-714.

[15] Delo D P, Semiatin S L. Finite-element modeling of nonisothermal equal-channel angular extrusion. Metallurgical and Materials Transactions A, 1999(30): 1391-1402.

[16] 李继忠, 丁桦, 赵文娟, 等. 数值模拟外转角半径及背压对纯钛 ECAP 变形的影响. 中国有色金属学报, 2008, 18(12):2178-2184.

[17] Islamgaliev R K, Kazyhanov V U, Shestakova L O, et al. Microstructure and mechanical properties of titanium (Grade 4) processed by high pressure torsion. Materials Science & Engineering A 2008 (493):190-194

[18] Stolyarov V V, Zhu Y T, Lowe T C, et al. A two step SPD processing of ultrafine-grained titanium. NanoStructured Materials, 1999,11(7):947-954.

[19] Wang C T, Gao N, Langdon T G, et al. Processing of an ultrafine-grained titanium by high-pressure torsion: An evaluation of the waer properties with and without a TiN coating. J. Mechanical Evaluation of Biomedical Materials, 2013 (17):166-175.

[20] Yilmazer H, Niinomi M, Nakai M, et al. Mechanical properties of a medical  $\beta$ -type titanium alloy with specific microstructural evolution through high-pressure torsion. Materials Science & Engineering C, 2013 (33):2499-2507.

[21] Pilchak A L, Juhas M C, Williams J C. Microstructural changes due to friction stir processing of investment-cast Ti-6Al-4V. Metallurgical and Materials Transactions A, 2007(38): 401-408.

[22] Milner J L, Farha F A, Bunget C, et al. Grain refinement and mechanical properties of CP-Ti processed by waem accumulative roll bonding. Materials Science & Engineering A, 2013 (561):109-117.

[23] Raducanu D, Vasilescu E, Cojocaru V D, et al. Mechanical and corrosion resistance of a new nanostructured Ti-Zr-Ta-Nb alloy. J. Mechanical Behavior of Biomedical Materials, 2011 (4):1421-1430.

[24] Gunderov D V, Polyakov A V, Semenova I P, et al. Evolution of microstructure, macrotexture and mechanical properties of commercially pure Ti during ECAP-conform processing and drawing. Materials Science & Engineering A, 2013(562):128-136.

[25] Imayev V M, Salishchev G A, Shagiev M R, et al. Low-temperature superplasticity of submicrocrystalline Ti-48Al-2Nb-2Cr alloy produced by multiple forging. Scripta Materialia, 1999(40): 183-190.

(责编 小城)