

doi:10.11835/j.issn.1000-582X.2019.08.008

# 工业纯钛板材冷轧及退火微观组织和织构演变规律

吴佳欣<sup>1</sup>, 王莹<sup>1,2</sup>, Adrien CHAPUIS<sup>1</sup>, 何维均<sup>1</sup>, 栾佰峰<sup>1</sup>, 刘庆<sup>1</sup>

(1. 重庆大学材料科学与工程学院, 重庆 400044; 2. 攀钢研究院, 成都 610031)

**摘要:**采用先进电子背散射衍射(EBSD)技术,深入研究了冷轧工艺变化和道次间退火处理对工业纯钛板材微观组织和织构演变的影响规律。通过对比不同一次冷轧变形量样品经退火和二次冷轧加工后的EBSD取向分布图、取向差角分布图和极图得知,一次冷轧产生的孪晶对退火再结晶晶粒尺寸及晶粒取向(织构)产生重要的影响,进而又影响二次冷轧的变形组织和织构特征,使二次冷轧变形孪晶的生成受到一定程度的抑制,孪晶分数随着轧制变形量的提高呈现先升高后降低的规律,同时会降低二次冷轧组织中{0001}基面织构组分。

**关键词:**工业纯钛;轧制;退火;孪晶;织构

**中图分类号:**TG

**文献标志码:**A

**文章编号:**1000-582X(2019)08-067-07

## Microstructure and texture evolution of commercial pure titanium sheet during cold rolling and annealing

WU Jiaxin<sup>1</sup>, WANG Ying<sup>1,2</sup>, Adrien CHAPUIS<sup>1</sup>, HE Weijun<sup>1</sup>, LUAN Baifeng<sup>1</sup>, LIU Qing<sup>1</sup>

(1. College of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400044, P. R. China;  
2. Panzhihua Iron and Steel Research Institute, Chengdu 610031, P. R. China)

**Abstract:** The effects of cold rolling process and interannealing on the microstructure and texture evolution of commercial pure titanium sheets are studied by advanced electron backscatter diffraction (EBSD) technique. Through comparing the EBSD orientation distribution, orientation difference angle distribution and pole diagram of samples with different primary cold rolling deformation after annealing and secondary cold rolling, it is known that the twins produced by first cold rolling process have an important effect on the grain size and orientation (texture) of annealed recrystallized grains, which proceeds to affect the deformation structure and texture characteristics of secondary cold rolling, and the formation of deformation twins in secondary cold rolling is restrained to a certain extent. The twin fraction increases first and then decreases with the increasement of rolling deformation. At the same time, the {0001} basal texture component in secondary cold rolling decreases.

**Keywords:** commercial pure titanium; rolling; annealing; twinning; texture

工业纯钛具有轻质高强、优异的抗腐蚀性能,以及相对易制造性和良好的生物相容性<sup>[1]</sup>,是新型的功能

**收稿日期:**2019-03-01

**基金项目:**国家自然科学基金项目(51505046,51421001)。

Supported by National Natural Science Foundation of China (51505046,51421001).

**作者简介:**吴佳欣(1994—),女,重庆大学硕士研究生,主要研究方向为纯钛塑性变形中的织构演变分析,(E-mail) 674473295@qq.com。

**通信作者:**栾佰峰,男,重庆大学教授,博士生导师,(E-mail)bfluan@cqu.edu.cn。

材料和重要的生物工程材料<sup>[2]</sup>。在室温下,工业纯钛为滑移系较少、对称性较差的密排六方结构,塑性变形机制相对比较复杂。在加工过程中,工业纯钛极易形成变形织构<sup>[3-5]</sup>,而不同的变形机制会影响织构的演变,从而影响材料的成形性能<sup>[6-9]</sup>,比如会导致材料的各向异性。所以,分析工业纯钛变形机制和织构演变,能够有助于控制工业纯钛的性质,并有助于探求调整织构的现实可行的工艺方法(如交叉轧制、循环相变、变形方式等),通过对织构组分/类型的控制可有效地改善冷轧纯钛板的塑性应变比  $r$  值<sup>[10]</sup>,对板材深冲性能的提高具有重要的影响。

学者用了非常多的方法来研究工业纯钛在变形和退火过程中的织构演变<sup>[11-13]</sup>。Chun 等<sup>[14]</sup>进行了从小到大变形量(0~90%)的轧制实验来分析其织构演变,他们发现,在变形量小于 40%时,孪生在织构演变中占据主要作用。Wagner 等<sup>[15]</sup>发现,低合金的钛板在经过 80%的冷轧变形后经过不同再结晶工艺处理,其再结晶织构呈现出不同的状态。

大多数关于工业纯钛变形机制和织构演变的研究都集中在一次变形及退火工艺方面,很少有对工业纯钛进行二次冷轧处理和分析。而本实验主要利用 EBSD 技术观察二次冷轧样品的微观组织、织构和取向差变化,其目的是通过二次轧制组织及织构研究,找到工业纯钛的织构、取向差与不同一次变形量之间对应的关系,进而提高冷轧  $r$  值。

## 2 实验方法和材料

本实验采用的是初始厚度为 4.6 mm 的工业纯钛 TA1 板材,其化学成分见表 1。

表 1 工业纯钛 TA1 的化学成分(质量分数)

| Table 1 The composition of TA1 commercial pure titanium |               |               |               |               | %              |
|---|---------------|---------------|---------------|---------------|----------------|
| $w(\text{Fe})$  | $w(\text{O})$ | $w(\text{N})$ | $w(\text{C})$ | $w(\text{H})$ | $w(\text{Ti})$ |
| 0.020   | 0.039         | 0.003         | 0.013         | 0.001         | 99.924         |

为了获得较均匀的初始组织,所用初始材料是热轧之后经过 550 °C 保温 1 h 退火处理后的板材。处理工艺为:对不同一次冷轧变形量(30%,50%,70%)样品分别进行 600 °C 保温 1 h 退火处理,而后再对各状态样品进行 20%变形量的二次冷轧。具体工艺及样品代号见表 2。

表 2 冷轧量及中间退火参数

Table 2 The cold rolling reductions and the intermediate annealing parameters

| 样品编号 | 一次轧制/% | 中间退火        | 二次轧制/% |
|------|--------|-------------|--------|
| 1    | 30     | 600 °C, 1 h | —      |
| 2    | 50     | 600 °C, 1 h | —      |
| 3    | 70     | 600 °C, 1 h | —      |
| 4    | 30     | 600 °C, 1 h | 20     |
| 5    | 50     | 600 °C, 1 h | 20     |
| 6    | 70     | 600 °C, 1 h | 20     |

本实验主要采用电子背散射衍射(EBSD)技术来研究微观组织和织构的演变规律。观测面为板材纵向剖面(RD-ND面),使用 CHANNEL5 软件进行取向测定及织构分析。

### 3 实验结果与分析

#### 3.1 微观组织

对不同变形量(30%,50%,70%)经中间退火和二次冷轧的纯钛板材进行微观组织研究,得到其取向分布图和取向衬度图,如图 1 所示。取向衬度图中用蓝色来标定 $\{11\bar{2}2\}$ 压缩孪晶,用红色来标定 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶。退火样品中,一次轧制变形量从 30%升高到 50%时,退火再结晶晶粒尺寸分别为 15  $\mu\text{m}$  和 14  $\mu\text{m}$ ,而随着轧制量进一步升高到 70%时,晶粒尺寸减小至 11  $\mu\text{m}$ 。当变形量较小(30%)时,变形主要依靠孪生和滑移共同作用,孪生占主导作用,在退火之前由于生成大量孪晶而使晶粒细化程度增大,但退火后孪晶消失;随着变形量的增大,滑移逐渐占据变形的主导地位,晶粒逐渐变形,冷轧板材呈现出非均匀的组织形貌。滑移主要在晶内进行,晶粒内部取向变化程度低,分割和细化晶粒的效果不如孪晶明显,表现在退火后 1#、2# 样品呈现出相近的晶粒尺寸;当变形量增大至 70%时,板材形成典型的冷轧纤维组织,即随着变形量的增大,退火后的组织和晶粒形状呈现越来越明显的不均匀分布。

根据孪晶界的特征,孪晶与基体间存在特定的取向关系,通过测定旋转角及旋转轴就可以确定和区分特定的晶界类型,如表 3 所示。

表 3 不同一次轧制变形量(30%,50%和 70%)样品二次冷轧的孪晶面积分数

Table 3 Twin area fraction of secondary cold rolled samples

| 孪晶类型 | 取向差/转轴                                | 孪晶面积分数/% |         |         |
|------|---------------------------------------|----------|---------|---------|
|      |                                       | 变形量 30%  | 变形量 50% | 变形量 70% |
| 压缩孪晶 | $65^\circ/\langle 11\bar{2}2 \rangle$ | 9.85     | 10.70   | 8.05    |
| 拉伸孪晶 | $85^\circ/\langle 10\bar{1}2 \rangle$ | 3.57     | 5.12    | 5.52    |
| 全部   | —                                     | 13.42    | 15.82   | 13.57   |

刘娜<sup>[16]</sup>的研究指出,TA1 板材在变形量为 10%~40%的冷轧变形条件下,孪晶分数在变形量为 20%时达到最大值,之后随着变形量的增加而下降。而当变形量 $>40\%$ 时,滑移成为主要的变形机制。由表 3 可知,一次轧制变形量为 30%的样品经二次冷轧 20%后已有大量孪晶形成,主要类型为 $\{11\bar{2}2\}\langle 11\bar{2}3 \rangle$ 压缩孪晶,面积分数为 9.85%,同时存在较少的 $\{10\bar{1}2\}\langle 10\bar{1}1 \rangle$ 拉伸孪晶,面积分数为 3.57%;当一次轧制变形量增大为 50%时, $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶的数量增多至 5.12%,相比 $\{11\bar{2}2\}$ 压缩孪晶的 10.7%变化明显;一次轧制量为 70%的样品,其 $\{11\bar{2}2\}$ 压缩孪晶分数有所降低, $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶分数大体保持稳定。由取向衬度图可知,4# 样品晶粒中出现了拉伸孪晶或压缩孪晶;5# 样品孪晶总量增多,同时可以观察到一部分压缩孪晶中产生了二次拉伸孪晶;6# 样品中出现更多的二次拉伸孪晶而晶粒内衬度增大,说明应变梯度增大,所以样品中产生了较多的位错滑移来协调变形。对一次冷轧变形 30%和 50%的样品来说,其变形机制分别为孪生占主导和滑移占主导的混合变形方式,经过中间退火后形成晶粒尺寸相似的再结晶织构,而在二次冷轧变形后,样品中激发的孪晶分数出现较为明显的改变,说明第一次变形的机制对二次冷轧孪晶的激发有一定的影响;对一次变形为 50%和 70%的样品来说,变形都由滑移主导,而经过中间退火后变形量大的样品组织中晶粒更细小,但越细小的晶粒越不利于孪晶的生成,这与本实验数据一致,说明一次冷轧变形的滑移变形机制对二次变形的孪晶激活并没有明显的影响。综上,说明除了晶粒尺寸,一次冷轧变形组织和变形机制的差异(滑移和孪晶的多少)可能影响了 4#、5# 二次冷轧样品的孪晶生成。



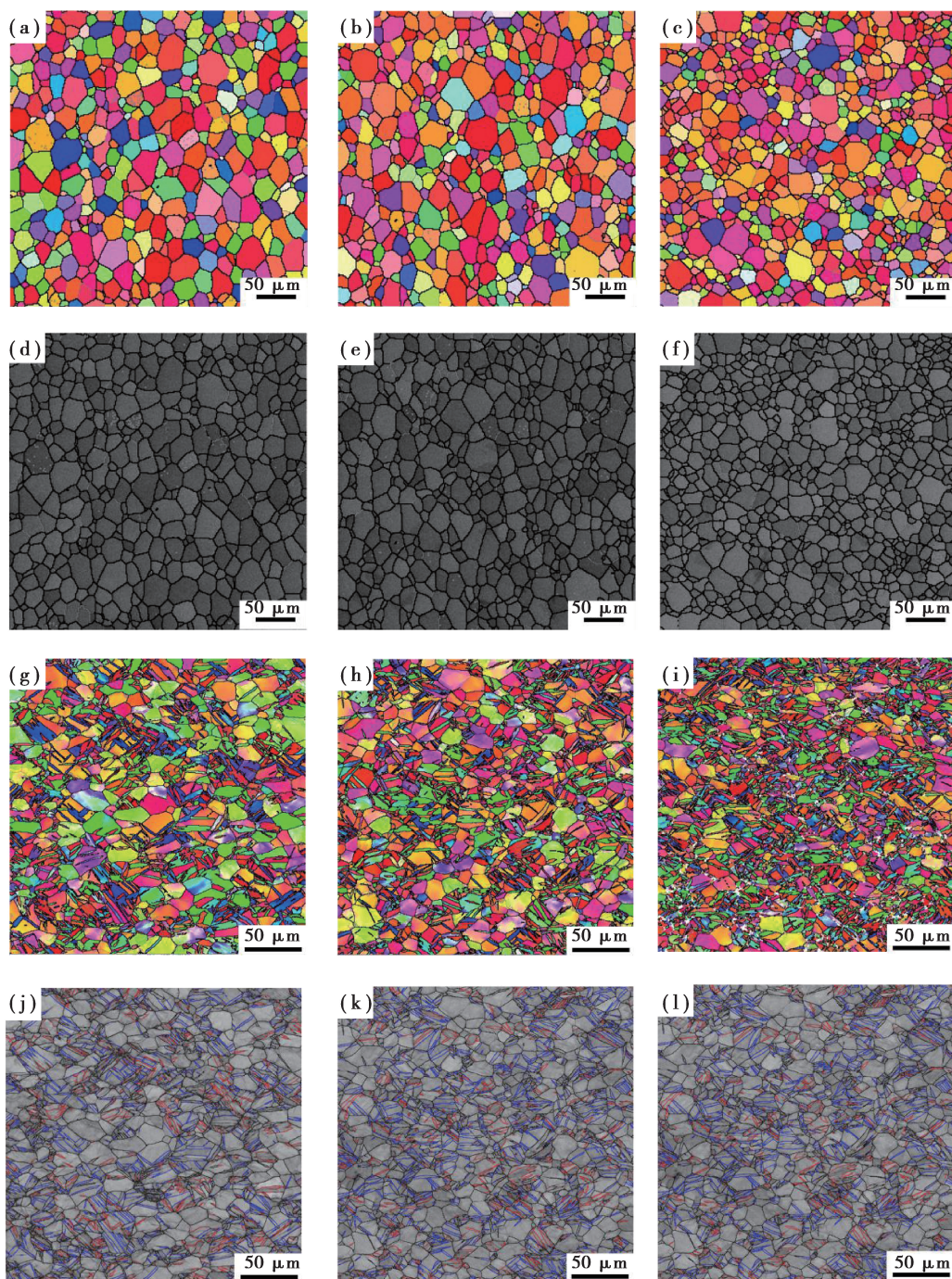


图 1 工业纯钛 EBSD 取向分布图、取向衬度图:(a),(d)1#样品;(b),(e)2#样品;  
(c),(f)3#样品;(g),(j)4#样品;(h),(k)5#样品;(i),(l)6#样品

Fig. 1 The EBSD inverse pole figure coloring maps and band contrast maps of commercial pure titanium:  
(a,d)sample No.1,(b,e)sample No.2,(c,f)sample No. 3,(g,j)sample No. 4,(h,k)sample No. 5,(i,l)sample No.6

### 3.2 组织演变

由图 2 可知,退火样品都呈现出基面双峰织构。对于一次冷轧变形 30%的退火板材来说,主要以棱锥面织构为主,同时存在较强的基面织构组分,取向强度最大值为 6.69。一次冷轧变形 50%的样品退火后,棱锥面织构强度增强,基面织构强度减弱,取向强度最大值为 7.93。对于一次变形 70%的退火样品来说,其后期变形主要以滑移为主,织构类型为棱锥面织构,退火后仍呈现为典型的分裂双峰织构特征,峰值集中在 ND 向 TD 偏转  $40^\circ$  左右,最大值为 10.81。退火样品经过二次冷轧后依然保持分裂的基面双峰织构且三组样品中的基面织构都不同程度地增强。实际实验结果为:与退火样品相比,一次变形量为 30%的二次轧制样品中



基面织构强度减弱,强度最大值出现在棱锥面织构处,取向强度最大值为 6.09。一次轧制为 50% 的样品经二次轧制后,其织构变化与 30% 变形样品类似,取向强度最大值为 7.97。冷轧变形 70% 的退火样品经二次冷轧后,与退火样品相比出现了明显的基面织构组分,且取向强度明显减小至 6.28,这是由于不同类型和数量的孪晶会使晶体的取向发生转动,从而影响织构分布。二次轧制样品的极图差异说明,一次变形的孪生机制对二次轧制的织构分布有一定影响,具体表现在一次冷轧的孪生变形会抑制某些与基面织构成分有关的孪晶的形成。

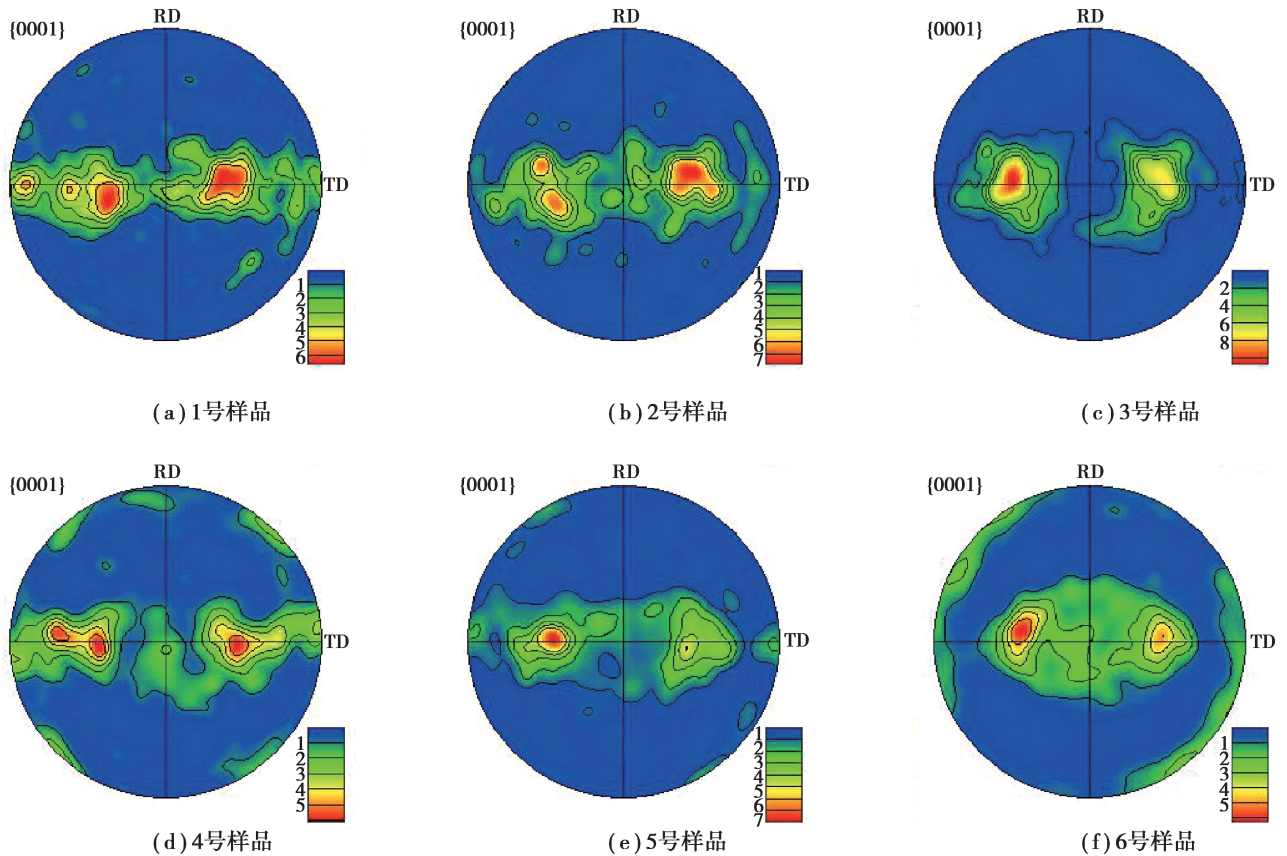


图 2 工业纯钛 EBSD{0001}极图

Fig. 2 Pole figures of commercial pure titanium

另外,1#样品织构比较分散,且存在较多 TD 附近的晶粒,这些取向的晶粒在二次轧制时部分以柱面滑移为主要机制来协调变形,部分则发生一次拉伸孪晶,同时取向在双峰区域的晶粒容易产生一次压缩孪晶;2#样品织构比较集中,不利于柱面滑移的产生,需引入更多的压缩孪晶和少量一次拉伸孪晶来协调变形,而压缩孪晶在变形过程中产生了二次拉伸孪晶,导致压缩孪晶和拉伸孪晶体积分数都增加;3#样品织构更加集中,柱面滑移的产生更加困难,这种情况下激发了更多的压缩孪晶以及更多的二次拉伸孪晶,同时有更多晶粒的  $c$  轴平行于 ND 或偏向 RD,所以为了协调变形样品中还发生了锥面滑移<sup>[17]</sup>,这点可以从图 1(d)中晶粒内应变梯度增大的现象中得到证实,这种锥面滑移作用很大程度上破坏了基体与压缩孪晶的取向关系,所以呈现出压缩孪晶体积分数减小而二次拉伸孪晶增大的变化。

### 3.3 取向差角

对不同冷轧变形及退火的样品进行取向差角分布的分析,如图 3 所示,得到以下结论。总体来说,经过中间退火后的样品取向差角基本呈均匀分布,不存在明显的峰值,其小角度晶界(LAGB)数量总体都在 10% 以下,随着一次冷轧变形量的增大而逐渐减小。这是由于变形量越大,储存能越多,越有助于激活亚晶界形核形成再结晶晶粒。当一次冷轧变形量为 30% 和 50% 的样品经过二次冷轧后,LAGB 的体积分数分别为 45.6% 和 44.6%,并未发生明显的变化;而当一次冷轧变形量进一步增大至 70% 时,LAGB 的体积分数增大至 50.1%。LAGB 可视为由一系列的位错所组成的位错墙等亚结构。对于一次冷轧变形量为 30% 的样

品,由于一次冷轧变形产生的孪生会抑制二次冷轧变形产生的孪晶,使样品在二次冷轧变形时产生的孪晶分数减少,为了弥补并协调变形,基体中又激发更多的位错来进行滑移,导致位错密度提高,变形量进一步增大后,随着孪生不再主导变形,滑移使板材内部产生越来越多的位错,从而LAGB数量逐渐增多。另外,图2(d),(e),(f)中样品在取向差角为 $64^\circ$ 和 $85^\circ$ 时出现了2个峰值,分别对应 $\{11\bar{2}2\}$ 压缩孪晶和 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶。一次冷轧变形70%的样品经二次冷轧后,其 $65^\circ$ 和 $85^\circ$ 附近的晶界峰值变得较为平缓,孪晶和基体之间的取向关系逐渐偏离理想状态。这是由于该样品在一次冷轧变形后期,滑移代替孪生成为主要的变形机制,导致孪生后的晶界也不断倾转或扭转;经二次冷轧后,随着变形量增大晶粒尺寸不断减小,更不利于孪生的发生,晶粒产生大量位错来协调变形,从而使孪晶分数进一步降低,其特征角度峰值也对应减弱。

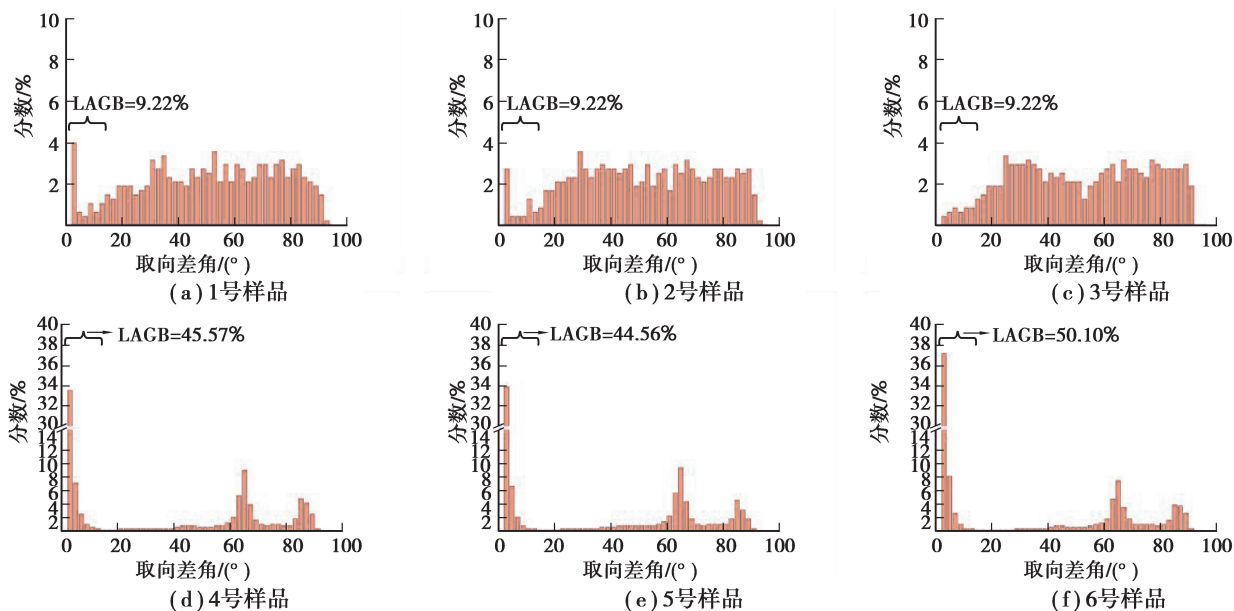


图 3 工业纯钛 EBSD 取向差角分布图

Fig. 3 The EBSD misorientation angle distribution maps of commercial pure titanium

## 4 结 论

1) 纯钛板材一次冷轧过程中孪生导致的晶粒细化和织构差异会显著地影响二次冷轧组织中的孪晶分数,导致变形样品中孪晶面积分数降低,位错密度升高,LAGB 数量增加。

2) 二次冷轧变形后的织构受一次冷轧变形程度影响,随着变形量增大,双峰基面织构更集中,极密度增强。

### 参考文献:

- [1] Wang Y, He W J, Liu N, et al. Effect of pre-annealing deformation on the recrystallized texture and grain boundary misorientation in commercial pure titanium[J]. *Materials Characterization*, 2018, 136: 1-11.
- [2] Leyens C, Peters M. Titanium and titanium alloys: fundamentals and applications[M]. Wiley, 2003.
- [3] 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.  
ZHU Zhishou, GU Jialin, CHEN Nanping. The influence of cold rolling on the formation of recrystallization texture in titanium sheet[J]. *Material Science and Technology*, 1995, 3(2): 49-52. (in Chinese)
- [4] Chen Y J, Li Y J, Xu X J, et al. Novel deformation structures of pure titanium induced by room temperature equal channel angular pressing[J]. *Materials Letters*, 2014, 117: 195-198.
- [5] Won J W, Kim D, Hong S G, et al. Anisotropy in twinning characteristics and texture evolution of rolling textured high purity alpha phase titanium[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 683: 92-99.
- [6] Won J W, Park C H, Hong S G, et al. Deformation anisotropy and associated mechanisms in rolling textured high purity titanium[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, 651: 245-254.

- [7] Haase C, Kühbach M, Barrales-Mora L A, et al. Recrystallization behavior of a high-manganese steel: experiments and simulations[J]. *Acta Materialia*, 2015, 100: 155-168.
- [8] Ghosh A, Gurao N P. Effect of crystallographic texture on ratcheting response of commercially pure titanium[J]. *Materials & Design*, 2017, 115: 121-132.
- [9] Yamamoto A, Kajiura T, Tsukamoto M, et al. Effects of intermediate annealing and cold-rolling on recrystallization texture in 1050 aluminum[J]. *Procedia Engineering*, 2014, 81: 215-220.
- [10] 朱知寿, 顾家琳, 陈南平. 钛的织构控制方法与力学性能各向异性的研究[J]. *机械工程材料*, 1994, 18(6): 8-10,46.  
ZHU Zhishou, GU Jialin, CHEN Nanping. On the texture controlling methods and mechanical property anisotropy in commercially pure titanium sheet[J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 1994, 18(6): 8-10,46.(in Chinese)
- [11] 姜庆伟, 杨杰. 二次退火对工业纯钛组织及性能的影响[J]. *钢铁钒钛*, 2016, 37(1): 37-40.  
JIANG Qingwei, YANG Jie. Effect of second annealing on properties and microstructures of commercial pure titanium[J]. *Iron Steel Vanadium Titanium*, 2016, 37(1): 37-40. (in Chinese)
- [12] Liu N, Wang Y, He W J, et al. Microstructure and textural evolution during cold rolling and annealing of commercially pure titanium sheet[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2018, 28(6): 1123-1131.
- [13] 詹从堃, 陈志永, 唐林. 退火纯钛板压缩力学性能的各向异性[J]. *中南大学学报(自然科学版)*, 2012, 43(11): 4253-4258.  
ZHAN Congkun, CHEN Zhiyong, TANG Lin. Anisotropy of compressive mechanical properties of annealed pure titanium sheet[J]. *Journal of Central South University(Science and Technology)*, 2012, 43(11): 4253-4258.(in Chinese)
- [14] 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]. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, 398(1/2): 209-219.
- [15] Wagner F, Bozzolo N, van Landuyt O, et al. Evolution of recrystallisation texture and microstructure in low alloyed titanium sheets[J]. *Acta Materialia*, 2002, 50(5): 1245-1259.
- [16] 刘娜. 工业纯钛板材冷轧和退火过程中的微观组织及织构演变[D]. 重庆: 重庆大学, 2017.  
LIU Na. Microstructure and texture evolution during cold rolling and annealing of commercially pure titanium sheet [D]. Chongqing: Chongqing University, 2017.(in Chinese)
- [17] 余泓冰, 栾佰峰, 陈建伟, 等. 冷轧锆合金晶粒内取向差轴分布规律的 EBSD 研究[J]. *电子显微学报*, 2011, 30(4): 365-368.  
YU Hongbing, LUAN Baifeng, CHEN Jianwei, et al. EBSD analysis of the distribution of in-grain misorientation axes in cold-rolled Zr alloy[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2011, 30(4): 365-368.(in Chinese)

(编辑 郑洁)