

冷轧 TA18 钛合金管材退火织构的形成机制

杨 奇^{1,2,3,4}, 惠松骁^{1,2,3}, 叶文君^{1,2,3}, 徐 哲⁴, 代 春⁴, 王 俭⁴, 高 颀⁴

(1. 有研科技集团有限公司 有色金属材料制备加工国家重点实验室, 北京 100088)

(2. 有研工程技术研究院有限公司, 北京 101407)

(3. 北京有色金属研究总院, 北京 100088)

(4. 宝钛集团有限公司, 陕西 宝鸡 721014)

摘 要: TA18 钛合金管材因使用环境要求应具有特定的径向基面织构, 退火温度是其重要影响因素之一, 为了揭示管材退火织构的形成机制, 选取 $\phi 8 \text{ mm} \times 0.6 \text{ mm}$ 冷轧管材以及经 450、500、550、600、650、700、750 $^{\circ}\text{C}/3 \text{ h}$ 等温度退火管材为试验材料, 利用电子背散射衍射 (EBSD) 技术研究了管材晶粒在不同退火温度下的取向特性。结果表明: 初始冷轧管材具有较强的径向基面织构, 且 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 晶向主要平行于管材轴向; 管材在 450~550 $^{\circ}\text{C}$ 、550~650 $^{\circ}\text{C}$ 、650~750 $^{\circ}\text{C}$ 退火时分别发生了回复、再结晶及晶粒长大, 管材织构的转变主要发生在再结晶及晶粒长大阶段, 随着再结晶的发生, 管材径向织构不断增强, 再结晶后的 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 晶向主要平行于管材轴向。再结晶退火使管材径向织构增强的主要原因是, 原冷轧管材中的细小晶粒具有比基体更强的径向取向, 再结晶晶粒优先在这些细小晶粒处形核生长, 并获得了强径向取向, 在随后的晶粒长大过程中, 这些强径向取向晶粒不断长大并占据优势, 从而使管材表现出强径向分布的“再结晶织构”。

关键词: TA18 钛合金; 再结晶退火; 织构; Kearns 系数

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)03-0899-12

TA18(Ti-3Al-2.5V)钛合金以其高强度、高耐腐蚀性和优异的冷成型性, 常被用来制造无缝管材, 并广泛应用于航空航天液压管路系统^[1-7]。由于管路内压主要作用方向为管材径向, 容易造成管材壁厚减薄, 这就使得管材应具有抵抗壁厚减薄的能力。TA18 钛合金具有以 α 相为主的 hcp 结构, 各向异性特征明显, 当 α 晶粒 c 轴集中沿管材径向分布时, 管材将具有良好的抵抗壁厚变形的能力。因此, 实际工业生产中, 常通过控制轧制工艺来获得径向织构管材, 以满足管路系统使用要求。TA18 管材实际生产工艺一般采用多道次冷轧成型, 每道次冷轧后的管材塑性均会变差, 为了恢复管材塑性, 常在轧制道次之间进行中间再结晶退火, 同时成品管材需进行去应力退火。在此过程中, 退火温度也是其重要影响因素之一, 有必要进行研究。

合金的退火主要由回复、再结晶以及晶粒长大等过程综合而成, 回复主要是使畸变组织获得恢复的过程, 显微组织几乎不发生变化, 而再结晶是无畸变能或畸变能较低的晶粒在畸变能较高的基体中进行生核和成长的过程, 是一个显微组织彻底重新改组的过程^[8]。再结晶虽然不同于相变那样使晶体结构发生变化, 但

其重新成核生长的过程会对原晶体取向造成影响, 对于再结晶织构的形成机制, 为人们所接受的理论主要有定向形核和定向生长理论。定向形核理论(ON 理论)认为, 再结晶时的核心与形变基体具有一定取向关系, 再结晶晶粒的择优取向是由基体的取向所决定的, 这些定向晶核靠消耗变形基体而生长, 必然形成一定的取向关系^[9]。定向生长理论(OG 理论)认为, 经过塑性变形的金属中存在着多种取向的晶核, 但是晶核长大的速度取决于变形基体与晶核的位向差, 只有与变形基体有一定取向差的晶核才能通过消耗基体而长大, 抑制其它取向的晶粒生长而形成再结晶织构^[10]。对于密排六方金属, 许多研究者进行了大量的关于晶界迁移率与晶粒取向关系的研究, 认为具有 $30^{\circ} \langle 0001 \rangle$ 方向取向关系的新晶粒具有较高的生长速率^[11-13]。在钛、锆合金研究中, 大多研究者用 $\{10\bar{1}0\}$ 极图揭示了再结晶织构的发展过程, 主要观察到了 $\{10\bar{1}0\}$ 棱柱面的取向变化, 再结晶过程中晶粒绕其 c 轴连续旋转 30° , 最终稳定时, $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 方向平行于轧制方向或管材轴向, 但对于钛、锆合金管材所关心的基面织构的变化, 发表的研究文献相对少得多^[14-16]。

收稿日期: 2022-03-15

作者简介: 杨 奇, 男, 1982 年生, 博士生, 有研科技集团有限公司有色金属材料制备加工国家重点实验室, 北京 100088, 电话: 010-60662623, E-mail: yangqi@baoti.com

关于退火温度对钛、锆合金管材径向基面织构的影响, Tenckhoff^[17]认为 Zr-2 合金的基面极图在退火过程中(500~1000 °C)变化不大, 部分可以观察到基极沿径向集中, 极密度略微降低。Linga^[18]在研究退火温度对 TA18 合金管材组织和蠕变各向异性的影响时, 认为具有径向织构的冷轧管材, 在 300~700 °C 退火过程中, 径向因子 Kearns f_r 逐渐降低。Bayona-Carrillo^[19]根据 XRD 测试结果, 利用 Hielscher^[20]提出的 MTEX 方法计算了取向密度函数(ODF), 研究了再结晶过程中 TA18 钛合金管材织构强度的变化, 经过 66%道次变形的初始周向织构管材, 在 560~720 °C/2 h 再结晶退火过程中, 随再结晶体积分数 R_x 增大管材收缩应变比 CSR 不断接近 1, 认为随着再结晶程度的增加, 管材趋于各向同性。以上研究充分说明了退火温度对管材基面织构产生了影响, 但对其形成原因的解释非常有限, 对于要求径向基面织构的 TA18 管材有必要进行详细的研究。

1 实验

选用宝鸡钛业股份有限公司经过皮尔格轧机冷轧生产的 $\Phi 8 \text{ mm} \times 0.6 \text{ mm}$ 管材(CR)为试验材料, 化学成分见表 1, 管材最终冷轧道次控制以减壁变形为主, 道次变形量为 74%。经过对管材进行 450、500、550、600、650、700、750 °C/3 h 真空退火处理(annealing), 获得不同温度下的退火态管材, 退火温度范围是参照工业生产中 490 °C/3 h 去应力退火及 750 °C/3 h 再结晶退火制度选取。

显微组织及织构测试样品采用展开法制样, 先将管材通过机械减薄去除内外表面, 得到中间层圆环, 再经酸洗减薄得到约 0.05 mm 厚的环状薄片, 薄片经剪裁并弹性展开后粘贴在预制好的长方体铜衬底表面, 保持管材薄片周向、轴向分别与铜块的长、宽方向一致, 最后通过对展平的管材样品机械磨抛、电解抛光制备出待测样品, 如图 1 所示。酸洗减薄选用配比为 1:3:7 的 HF:HNO₃:H₂O 溶液, 电解抛光选用 5% 高氯酸+95%冰醋酸溶液。

显微组织及织构测试选用 JEOL F7900 扫描电镜及牛津 EBSD 仪器, 测试平面为管材径向平面, AD、

TD、RD 分别表示管材轴向、周向和径向, 测试参数选取放大倍数 300×, 步长 0.5, 以保证统计的晶粒数目超过 1000 个, 管材晶粒取向数据由 EBSD 仪器配套的 OIM 软件通过取向成像图、极图、Kearns 系数等形式导出。{0001}面 Kearns 系数是定量表征密排六方晶系材料织构的重要参数, 它表示基极取向沿参考方向所占的比例, 可用来统计 TA18 钛合金管材晶粒 {0001} 晶面的整体取向分布情况, f_r 、 f_t 、 f_a 分别表示密排六方晶粒基极沿径向、周向、轴向分布所占的比例, 且 $f_r+f_t+f_a=1$ 。Kearns 系数是通过 Kearns 等人在相关文献中的计算方法得到的, 其原理参照公式(1)^[21-22]:

$$f = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N \cos^2 \phi_i \quad (1)$$

式中, N 为扫描过的晶粒数目, ϕ_i 是基极相对于特定参考方向的角度。

2 实验结果

2.1 显微组织

原始冷轧管材及 7 种温度退火管材显微组织取向成像图及晶界取向差分布如图 2 所示, 原始管材呈现沿轴向 AD 拉长的变形态晶粒组织, 经 450、500 及 550 °C 退火后, 管材组织未发生较大变化, 呈现与原始冷轧管材类似的变形组织, 且晶界取向差以小角晶界 LAGBs 分布为主, 小于 10°的小角晶界占比 65%~70%, 说明在较低温度退火, 管材主要发生回复作用, 并未发生明显再结晶。经 600 °C 退火后, 原变形组织中出现了一定量的等轴晶粒组织, 且晶界取向差以大角晶界 HAGBs 为主, 占比约 55%, 说明在此温度, 变形晶粒发生了部分再结晶。当退火温度进一步提高, 达到 650、700 及 750 °C 时, 原拉长变形组织全部转变为等轴再结晶组织, 平均晶粒尺寸约 7.4、8.4、9.8 μm , 且大角晶界占比急剧增大, 大于 10°的大角晶界 HAGBs 占比达到 93%以上, 说明此时管材晶粒发

表 1 TA18 合金管材化学成分

Al	V	Fe	O	N	C	Ti
3.1	2.5	0.16	0.08	0.01	0.01	Bal.

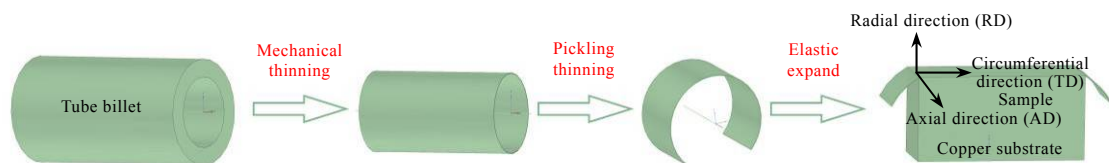


图 1 EBSD 样品制备示意图

Fig.1 Schematic diagram of specimen preparation

生了完全再结晶及晶粒长大。晶界取向差分布图中“相关”曲线表示从相邻点计算出的取向差,“不相关”曲线表示扫描中的随机点计算出的取向差,在取向差角 30°附近,“不相关”曲线出现峰值,这表明在管材基体中存在择优取向或织构。从取向成像图的取向信息可以看出,冷轧及退火态管材均以{0001}取向分布为主。

为了更清楚地分析管材在不同温度下的再结晶程度,通过 OIM 软件绘制了管材晶粒内部取向差分布图(GOS 图),如图 3 所示。再结晶后的晶粒,由于重新形核生长,晶粒内部取向差很小,将晶粒内部取向差分别按 0°~0.5°、0.5°~1°、1°~2° 3 个小角度差范围进行统计,认定取向差角小于 0.5°(蓝色)的部分为发生了再结晶的晶粒,不同温度退火管材的再结晶

晶粒体积分数(R_x)可用其比例来表示。图 4 给出了管材晶粒再结晶体积分数 R_x 及 HAGBs 占比随退火温度的变化曲线,由统计结果可知,500 °C 以下退火管材取向差小于 0.5°的晶粒占比很低,表明在 500 °C 以下退火温度,管材主要以回复作用为主,550 °C 退火管材小于 0.5°取向差占比为 9%,此温度下管材晶粒发生了初始再结晶,600 °C 退火管材小于 0.5°取向差占比为 56%,此温度下管材晶粒发生了部分再结晶,650 °C 以上退火,小于 0.5°取向差占比超过 93%,可见管材晶粒发生了完全再结晶。550~650 °C 温度区间为管材晶粒主要的成核生长阶段,650 °C 以上为完全再结晶晶粒长大阶段。从图可以看出,随着温度的升高,大角晶界 HAGBs 占比与再结晶体积分数 R_x 呈现很好的相关性。

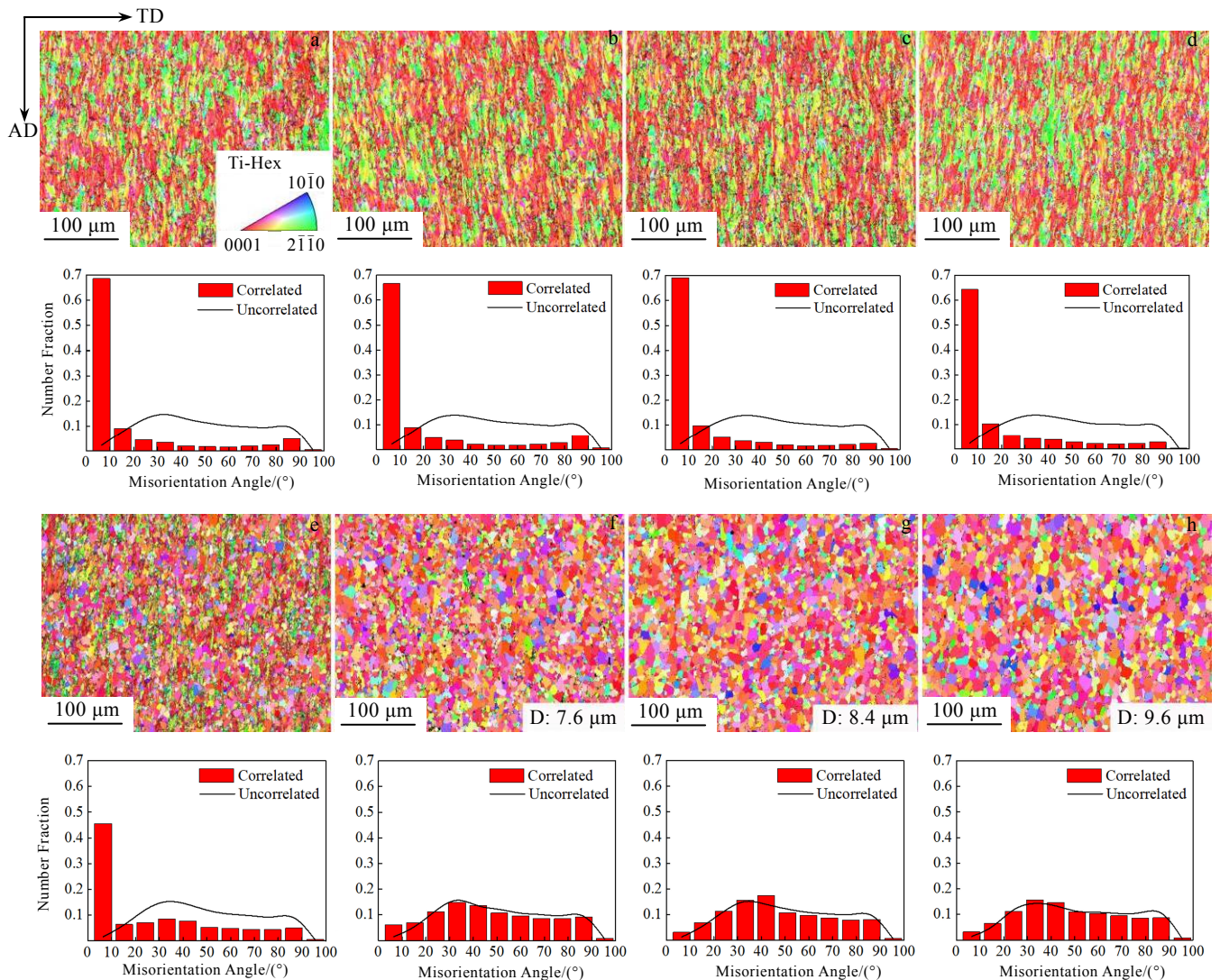


图 2 冷轧及退火管材取向成像图及取向差分布图

Fig.2 Orientation images and misorientation distributions of grain boundary of cold rolled and annealed tubes: (a) CR; (b) 450 °C/3 h; (c) 500 °C/3 h; (d) 550 °C/3 h; (e) 600 °C/3 h; (f) 650 °C/3 h; (g) 700 °C/3 h; (h) 750 °C/3 h

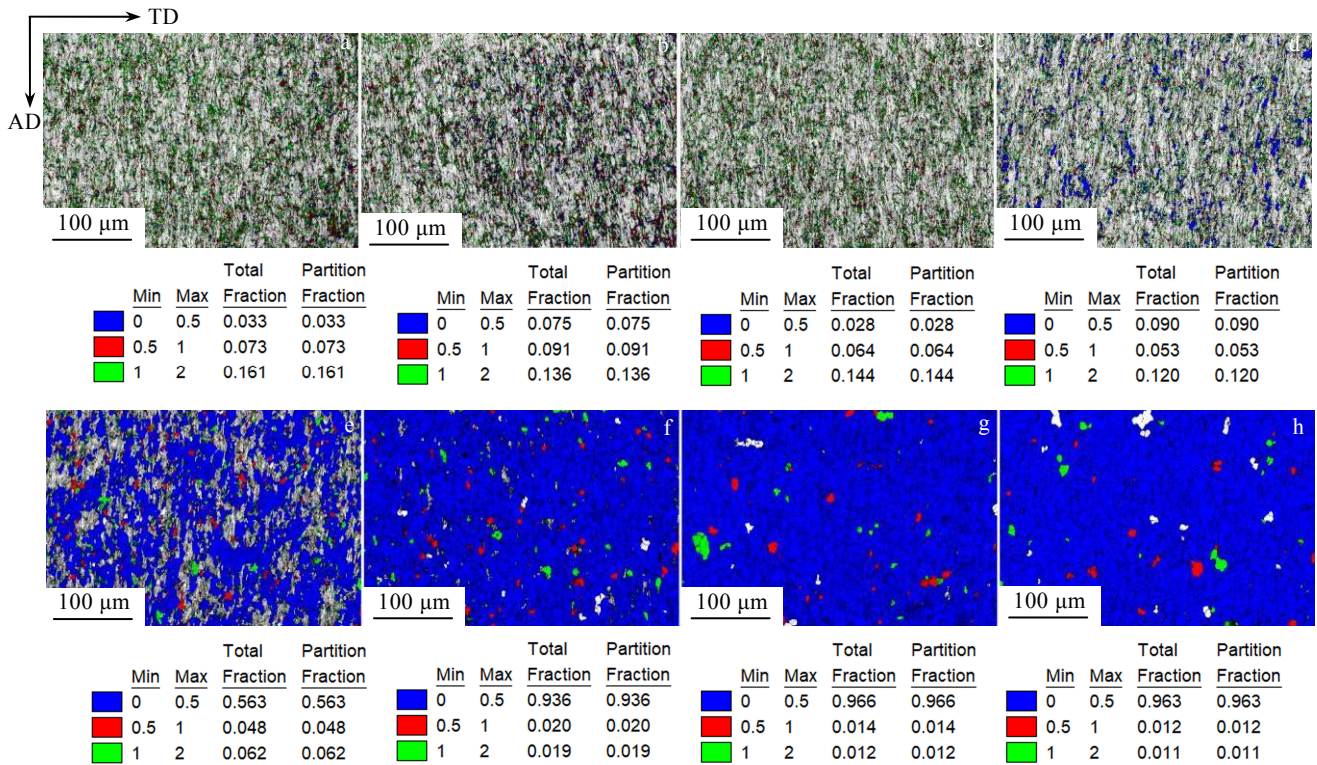


图 3 冷轧及退火管材晶粒内部取向差分布 (GOS)

Fig.3 Grain orientation distributions of cold rolled and annealed tubes (GOS): (a) CR; (b) 450 °C/3 h; (c) 500 °C/3 h; (d) 550 °C/3 h; (e) 600 °C/3 h; (f) 650 °C/3 h; (g) 700 °C/3 h; (h) 750 °C/3 h

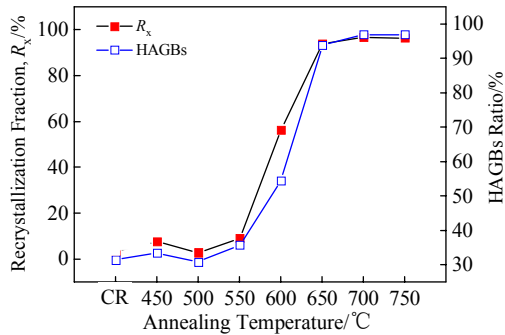


图 4 退火管材再结晶体积分数(R_x)及 HAGBs 占比

Fig.4 Recrystallization fraction (R_x) and HAGBs ratio of annealed tube

2.2 织 构

TA18 钛合金冷轧管材以及经 450、500、550、600、650、700、750 °C/3 h 等温度退火管材的{0001}、{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0}极图及极密度分布如图 5 所示。为了便于对比,极图按同等级强度分布图绘制,以极密度强度 6 作为参考水平,从图 5a 可以看出,冷轧态管材{0001}

极图的极密度点主要分布在管材径向 RD 及周向 TD 平面内,极密度值较强的部分沿径向两侧分裂分布,极密度极大值点与法线夹角为 $\pm 35^\circ$,极密度最大值为 5.3,表明冷轧管材具有较强的径向织构,同时,{10 $\bar{1}$ 0}极图极密度均沿着管材轴向(AD)集中。

经 450、500、550 °C/3 h 退火后,管材{0001}、{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0}极图如图 5b~5d 所示,{0001}极图的极密度较强的部分沿径向 RD 两侧分裂分布,极密度最大值分别为 5.9、4.8、4.8,极密度极大值点偏离径向轴 $35^\circ \sim 40^\circ$,{10 $\bar{1}$ 0}极图极密度沿着管材轴向 AD 集中分布。可见,较低温度退火管材与冷轧管材具有相似的极密度分布特征,在此温度下,管材以变形特征的径向织构为主。管材经 600 °C/3 h 退火后的极图如图 5e 所示,{0001}极图的极密度沿径向 RD 两侧分裂分布,极密度峰值为 5.0,偏离径向轴约 35° ,相比于 550 °C 以下较低温退火管材,该管材{0001}极图整体极密度分布更偏径向集中,同时,{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0}极图极密度分布开始变得散漫,{11 $\bar{2}$ 0}极图部分极密度沿管材轴向 AD 集中。管材经较高温度 650、700、750 °C/3 h 退火后,极图如图 5f~5h 所示,{0001}极

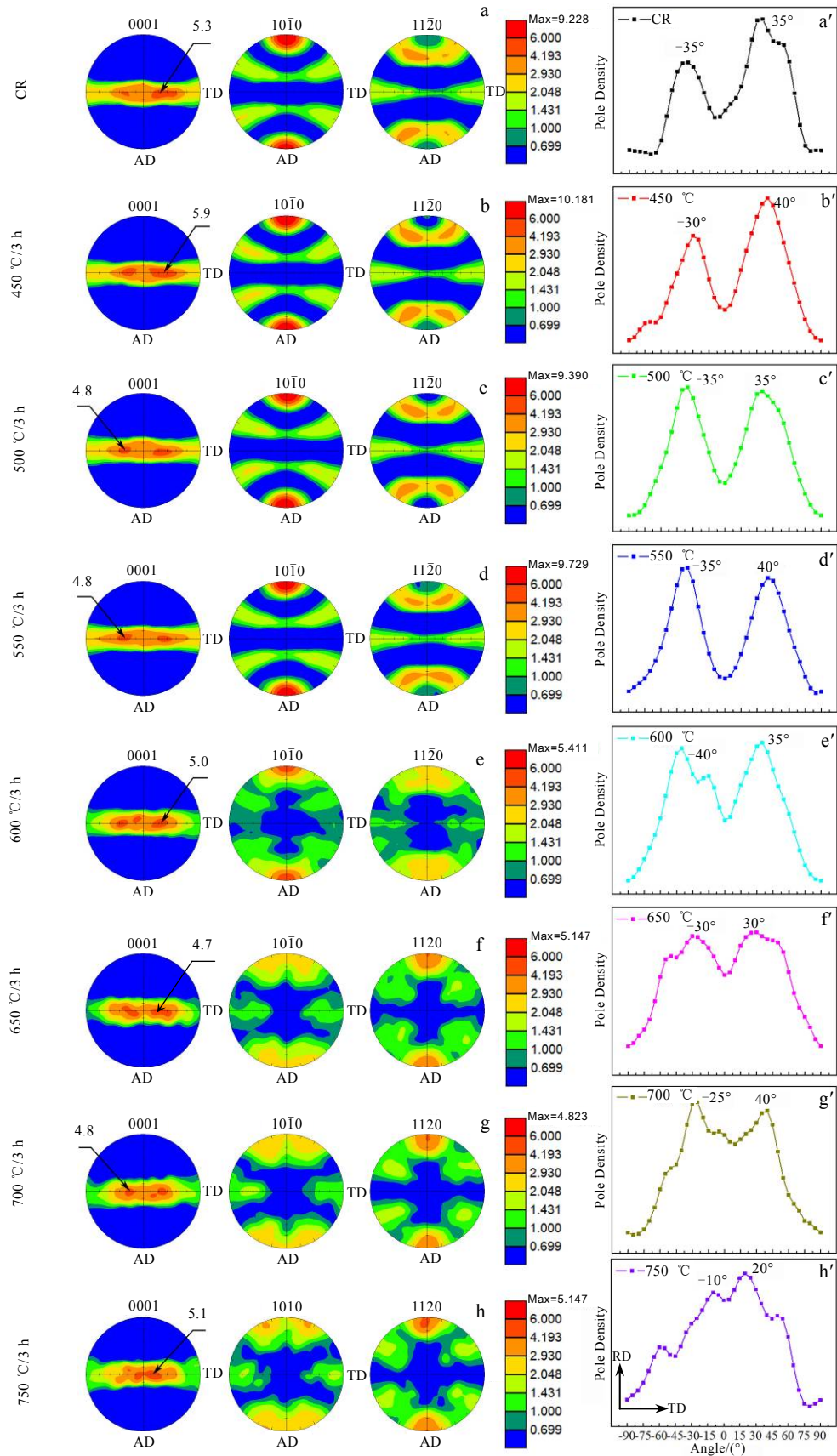


图 5 冷轧及退火管材{0001}、{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0}极图及{0001}极图 RD-TD 截面极密度分布

Fig.5 {0001}, {10 $\bar{1}$ 0}, {11 $\bar{2}$ 0} pole figures (a-h) and pole density distributions (a'-h') of {0001} RD-TD section of cold rolled and annealed tubes

图极密度分布逐渐向径向中心集中, 极密度最大值分别为 5.1、4.8、5.1, 极密度极大值点偏离径向 RD 轴 20°~25°, 相比于较低温度退火管材, 650 °C 以上温度退火管材极密度峰值点更靠近径向轴, 同时, 经 650 °C 以上温度退火后, 管材 {10 $\bar{1}$ 0} 极图极密度分布开始变得散漫, {11 $\bar{2}$ 0} 极图极密度沿管材轴向 AD 集中。从管材 {0001} 极图 RD-TD 截面极密度分布图 5a'~5h' 可以看出, 冷轧及 450、500 °C 退火管材极密度峰值夹角 70° 左右, 经 550、600 °C 退火后, 管材极密度峰值夹角略有增加约 75°, 这可能与再结晶织构的开始形成有关, 经 650 及 700 °C 完全再结晶退火管材极密度峰值夹角由原 70° 减小到 65°, 750 °C 再结晶退火管材极密度峰值夹角更小, 约 30°, 从极密度峰值夹角的减小可以看出, 管材晶粒 *c* 轴取向越来越偏向径向轴 RD, 表明随着再结晶及晶粒长大的发生管材径向织构出现增强趋势。

2.3 {0001}面 Kearns 系数

表 2 是由 OIM 软件通过取向信息计算得到的冷轧及不同温度退火管材的 Kearns 系数, 用于统计所有晶粒基极沿管材径向、周向、轴向所占的比例。冷轧及退火管材径向织构因子 f_r 均高于周向织构因子 f_t , 轴向织构因子 f_a 相对较低, 表明冷轧及退火管材均以径向基面织构为主。通过径向 Kearns 因子的变化可以知道, 在 500 °C 以下温度退火, 管材径向因子 f_r 变化很小, 随着再结晶的发生, 550 °C 以上退火管材径向因子 f_r 基本呈增长趋势, 表明再结晶发生后径向织构不断增强, 这与 {0001} 极图中极密度变化是相吻合的。

3 讨论与分析

3.1 形核及生长过程再结晶晶粒取向特性

管材径向织构随温度升高而增强, 这与再结晶晶粒形核生长及晶粒长大这些因素密切相关。由本试验

结果可知, 550 °C 退火管材主要发生了初级再结晶, 600 °C 退火管材主要发生了部分再结晶。为了更清楚研究再结晶过程中晶粒取向的变化, 对 550、600 °C 2 个温度退火管材进行了更微观的 EBSD 分析, 图 6a、6b 分别为 550 °C 退火管材的 IPF 图和晶粒内部取向差分布 GOS 图, 初级再结晶管材以拉长的变形晶粒为主, 在较为完整的拉长晶粒之间分布着一定数量的细小等轴晶粒, 其中, 晶内取向差小于 0.5° 的无畸变晶粒主要存在于这些晶粒中, 这部分晶粒即为形核后并未完全长大的初级再结晶晶粒。可以发现, 初级再结晶晶粒主要在原始拉长晶粒之间的大形变量区域形核, 原因是在形变量较大的区域, 原管材冷轧变形时储存的畸变能较高, 该高畸变能区域使晶粒发生再结晶所要求的温度 $T_{\text{再}}$ 较低, 易于优先形核。图 6c、6d 分别为 600 °C 退火管材的 IPF 图及 GOS 图。可以看出, 600 °C 退火管材发生了部分再结晶, 大量的无畸变晶粒同样出现在原拉长晶粒之间大形变区域, 并且发生了迅速的生长, 晶粒尺寸远大于初级形核再结晶晶粒, 无畸变晶粒占比超过了 50% 以上。同时, 从晶界取向差分布可以看出, 无畸变的新晶粒基本都在 >15° 的大角晶界 (HAGBs) 上成核生长, 如图 6e~6h 所示这与晶界能的高低有关, 小角度晶界晶界能总是小于大角晶界, 相比之下, 大角度晶界的活动性更强^[8]。另一方面, Barrett 等定向生长理论的研究者们认为, 经过塑性变形的金属中, 晶核长大的速度取决于变形基体与晶核的位向差, 只有与变形基体有一定位向差的晶核才能通过消耗基体而长大, 抑制其它取向的晶粒生长而形成再结晶织构, 对于密排六方金属在 30° <0001> 方向新晶粒具有较高的生长速率^[11-13], 本研究中无畸变的再结晶晶粒普遍生长于大角晶界上, 完全是因为在大角晶界的取向关系下, 新晶粒获得了较高的生长速率。

为了进一步了解初级再结晶及部分再结晶晶粒的取向特点, 首先对 550 °C 退火管材再结晶晶粒的取向进行了分析, 如图 7 所示。在 550 °C 退火管材再结晶晶粒的 IPF 图中 (图 7a), 发生初级再结晶的晶粒主要由红色和绿色 2 种颜色构成, 说明初级再结晶晶粒具有 2 种主要的取向分布, 根据其带取向颜色的晶粒散点极图 (图 7b) 可以知道, 2 种颜色晶粒具有各自特定的择优取向分布, 红色晶粒主要为以 A 晶粒为代表的 {0001} <10 $\bar{1}$ 0> 取向, 绿色晶粒为以 B 晶粒为代表的 {11 $\bar{2}$ 0} <10 $\bar{1}$ 0> 取向。其次, 对 600 °C 退火管材再结晶晶粒进行分析, 如图 8 所示, 发生部分再结晶的晶粒主要由 3 种颜色构成: 红色、绿色、蓝色 (图 8a), 从带取向颜色的晶粒散点极图 (图 8b) 中可以看到,

表 2 CR 及不同温度退火管材 Kearns 系数

Table 2 Kearns factor of CR tube and tubes at different annealing temperatures

CR and tube annealing	Kearns factor		
	f_r	f_a	f_t
CR	0.579	0.045	0.376
450 °C/3 h	0.583	0.042	0.375
500 °C/3 h	0.58	0.043	0.377
550 °C/3 h	0.558	0.04	0.401
600 °C/3 h	0.588	0.049	0.363
650 °C/3 h	0.588	0.05	0.362
700 °C/3 h	0.598	0.055	0.347
750 °C/3 h	0.595	0.051	0.354

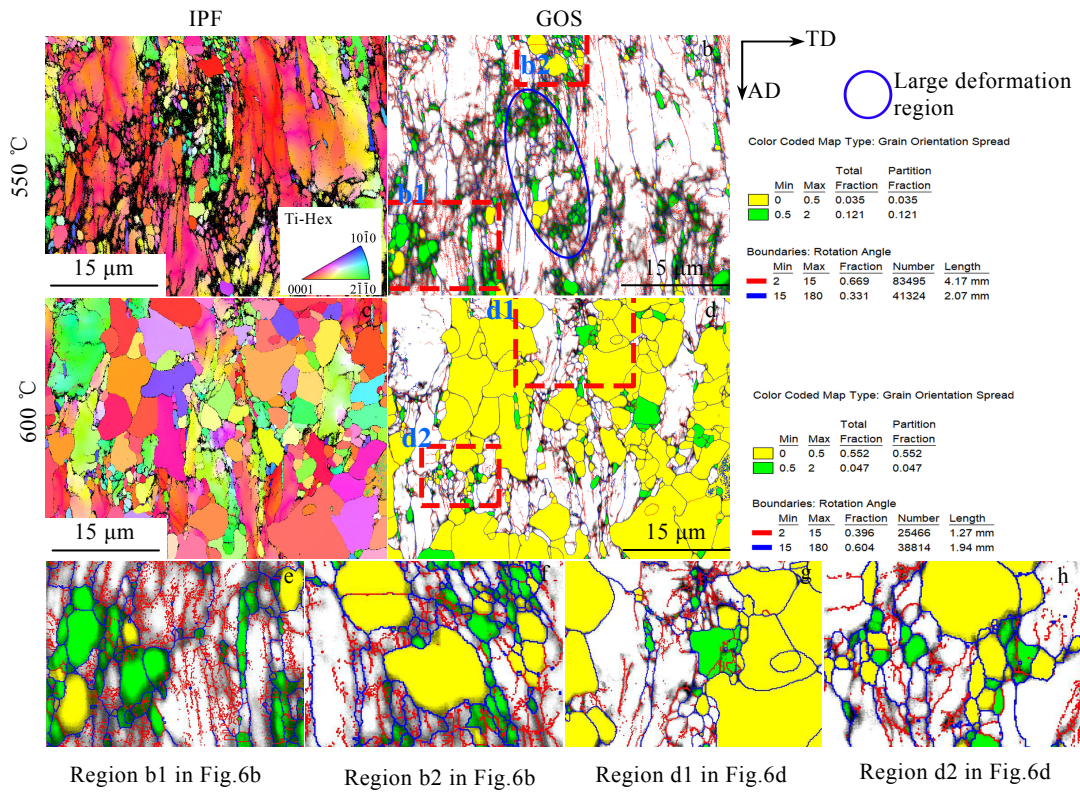


图 6 退火管材取向成像图 (IPF) 及晶内取向差分布图 (GOS)

Fig.6 Orientation images (a, c) and grain orientation distributions (b, d, e-h) of annealed tubes

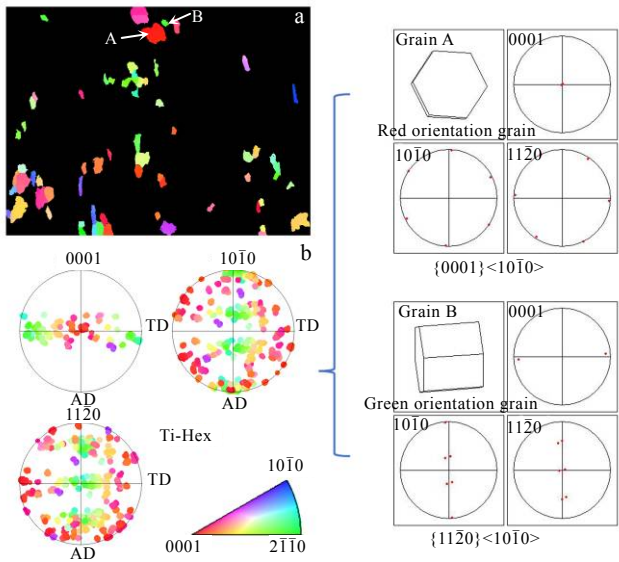


图 7 初级再结晶晶粒的取向成像图及散点极图和图 7a 中 A、B 晶粒取向

Fig.7 Orientation image of primary recrystallized grains (a); scatter pole figure and grain orientation of grains A and B in Fig.7a (b)

3 种颜色晶粒同样具有各自特征的择优取向分布, 红色晶粒在 {0001} 极图中主要沿管材径向集中, 在 {10 $\bar{1}0$ }、{11 $\bar{2}0$ } 极图中呈随机分布; 绿色晶粒取向与 550 °C 退火管材中的绿色晶粒相似, 主要为以 E 晶粒为代表的 {11 $\bar{2}0$ }<10 $\bar{1}0$ > 取向; 蓝色晶粒主要为以 F 晶粒为代表的 {10 $\bar{1}0$ }<11 $\bar{2}0$ > 取向。进一步分析红色晶粒, 如图 8c 所示, 因红色晶粒在 {10 $\bar{1}0$ }、{11 $\bar{2}0$ } 极图中随机分布, 并没有统一的择优取向, 但根据每个晶粒的取向可以发现, 其主要由 2 种取向晶粒混合在一起, 一类是以 C 晶粒为代表的 {0001}<10 $\bar{1}0$ > 取向, 这类红色晶粒与 550 °C 退火管材中红色晶粒取向一致, 另一类是以 D 晶粒为代表的 {0001}<11 $\bar{2}0$ > 取向, 这 2 类红色晶粒混合在一起造成了 {10 $\bar{1}0$ }、{11 $\bar{2}0$ } 极图中的随机分布特征。

通过对比 550、600 °C 2 种管材再结晶 (无畸变) 晶粒取向可以发现, 初级再结晶晶粒主要由红色 {0001}<10 $\bar{1}0$ > 取向及绿色 {11 $\bar{2}0$ }<10 $\bar{1}0$ > 取向组成, 部分再结晶晶粒中除了以上 2 种取向外, 又增加了红色 {0001}<11 $\bar{2}0$ > 及蓝色 {10 $\bar{1}0$ }<11 $\bar{2}0$ > 2 种取向。进一步可以发现, 当初级再结晶中的红色晶粒或者部分再结

晶中第 1 类红色晶粒, 沿自身晶粒 c 轴旋转 30° 后, 就可以得到部分再结晶中的第 2 类红色晶粒; 而初级再结晶或者部分再结晶中的绿色晶粒, 沿自身晶粒 c 轴旋转 30° 后, 就可以得到部分再结晶中的蓝色晶粒。由此表明, 部分再结晶中新出现的 2 类取向晶粒是由初级再结晶中的取向晶粒转动 30° 而来的。并且, 从 600°C 退火管材中的 2 类红色无畸变晶粒的尺寸大小 (图 8c, IPF) 可以判断, 第 1 类红色晶粒主要具有小尺寸特征, 第 2 类红色晶粒具有大尺寸特征, 这大

概可以说明第 1 类红色取向晶粒是在晶粒长大时向第 2 类红色取向晶粒转化的, 也就是说, 管材再结晶组织的形成是在晶粒生长时发生的。

然而, 从以上细微的观察主要看到了晶粒沿自身 c 轴发生了 30° 的转动, 但对于管材径向的变化并不明确, 为了探究再结晶晶粒沿径向的取向变化, 本研究对 600°C 部分再结晶退火管材中的再结晶晶粒组织与变形组织进行了分离, 统计了这 2 部分晶粒的取向变化。如图 9 所示, 在变形晶粒的 $\{0001\}$ 极图中, 极密

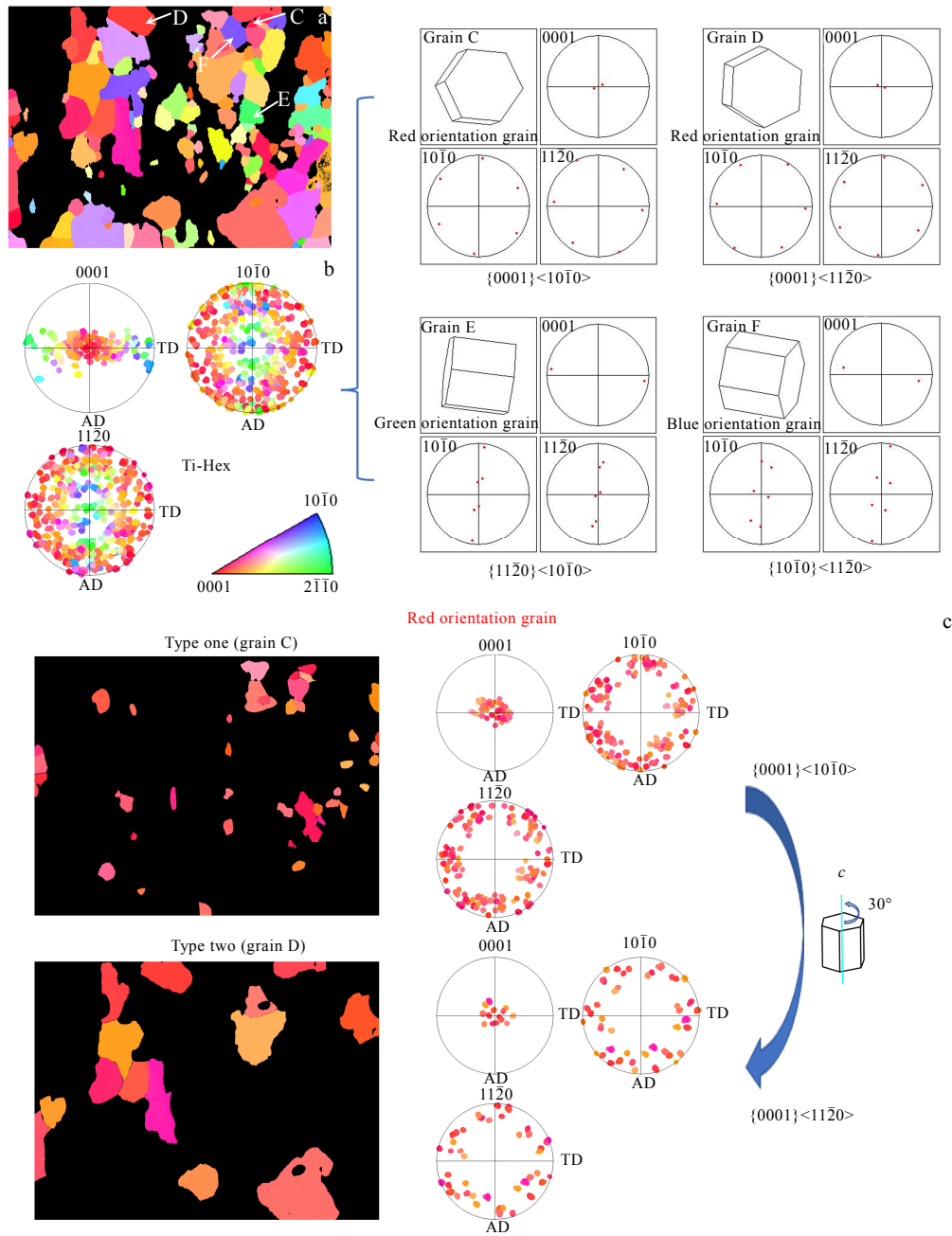


图 8 部分再结晶晶粒的取向成像图及散点极图和图 8a 中 C、D、E、F 晶粒取向

Fig.8 Orientation image of partial recrystallized grains (a); scatter pole figure and grain orientation of grains C, D, E and F in Fig.8a (b); orientation image and scatter pole figure of red grains C and D (c)

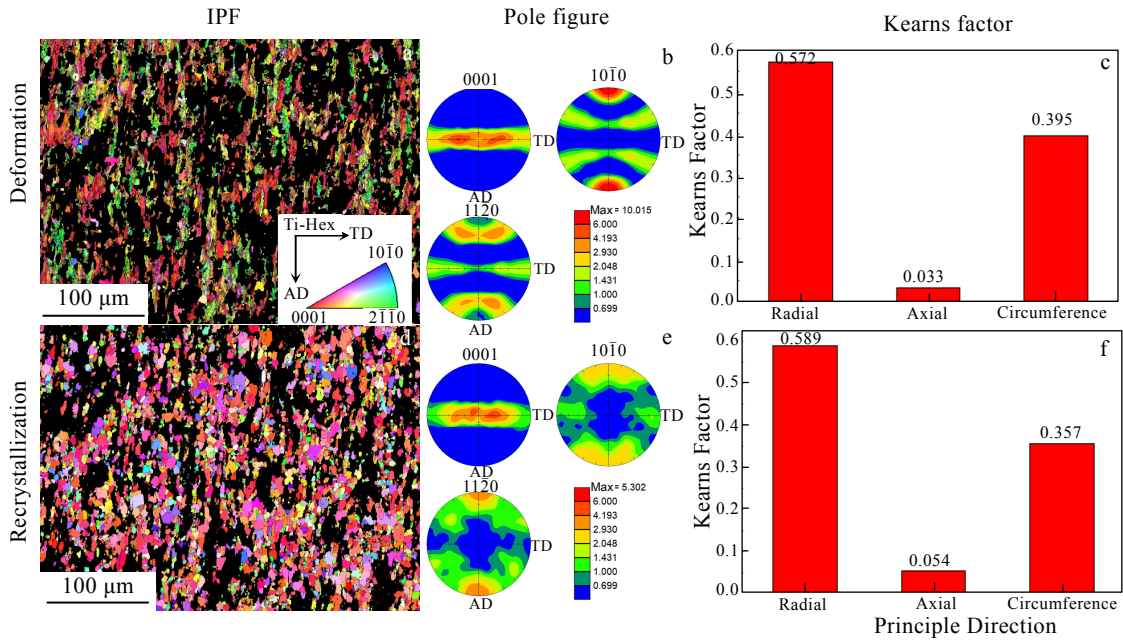


图 9 600 °C 退火管材变形晶粒及再结晶晶粒取向成像图; {0001}、{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0} 极图及 Kearns 系数

Fig.9 Orientation image (a, d); {0001}, {10 $\bar{1}$ 0}, {11 $\bar{2}$ 0} pole figures (b, e) and Kearns factors (c, f) of deformed and recrystallized grains of annealed tube at 600 °C

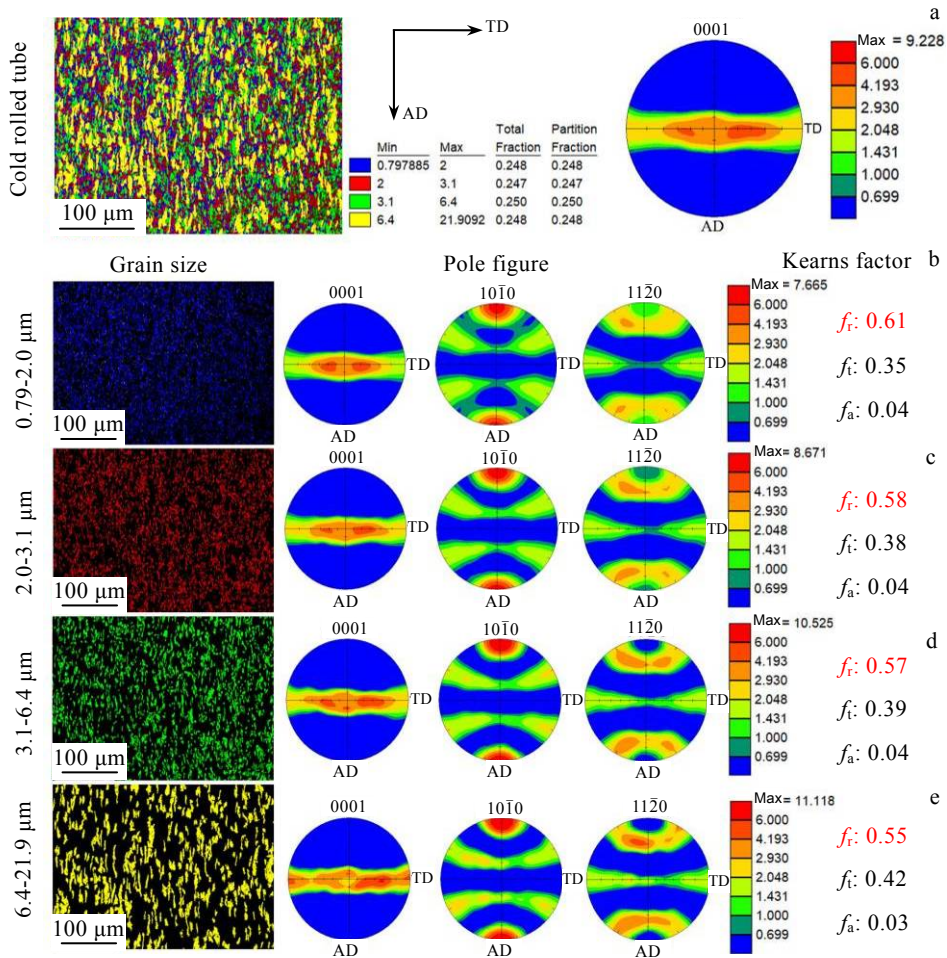


图 10 原始冷轧管材不同尺寸晶粒组织; {0001}、{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0} 极图及 Kearns 系数

Fig.10 Microstructures and {0001}, {10 $\bar{1}$ 0}, {11 $\bar{2}$ 0} pole figures and Kearns factors of different size grains of cold rolled tube

度主要沿径向分裂分布,极密度峰值夹角约 80°,发生再结晶后的晶粒其极密度峰值夹角减小到 50°左右,说明再结晶后的晶粒基极更偏向径向分布,同时从 Kearns 系数的变化可以看出,变形晶粒组织的径向因子 f_r 约为 0.572,再结晶后的晶粒径向因子 f_r 增大到 0.589,说明再结晶后的晶粒具有更强的径向织构。

综上所述,纵观管材再结晶退火过程,开始形核的核心主要存在于变形组织的细小晶粒中,初级再结晶晶粒是从这部分晶粒中形核生长起来的,到部分再结晶时,新成核晶粒开始生长并且晶粒取向发生了转变,一方面晶粒沿自身 c 轴旋转 30°;另一方面,再结晶晶粒 c 轴更靠近管材径向分布,且随着管材再结晶晶粒的成核生长,晶粒尺寸是不断增大的。

3.2 再结晶晶粒长大对管材径向织构的影响规律

再结晶本身就是一个晶粒长大过程,既然管材织构表现出与晶粒尺寸的联系,本研究进一步统计分析了原始冷轧管材及 750 °C 完全再结晶退火管材中不同尺寸晶粒的取向特征。图 10 为冷轧态管材不同尺寸晶

粒的显微组织、{0001}、{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0}极图及 Kearns 系数,将晶粒尺寸按同等体积比划分为 $D < 2.0 \mu\text{m}$ 、 $2.0 \mu\text{m} < D < 3.1 \mu\text{m}$ 、 $3.1 \mu\text{m} < D < 6.4 \mu\text{m}$ 、 $D > 6.4 \mu\text{m}$ 4 个等级,各等级体积占比 25%左右,以保证不同尺寸晶粒拥有同等机会来统计织构。可以发现,在 {0001} 极图中,极密度分布随着晶粒尺寸的增大逐渐远离径向,极密度峰值与径向 RD 夹角逐渐增大,同时,4 种尺寸等级的径向织构因子 Kearns f_r 依次为 0.61、0.58、0.57、0.55,表明在原始冷轧管材中,小尺寸晶粒具有强的径向取向,大尺寸晶粒具有较弱的径向取向。图 11 为 750 °C/3 h 退火管材不同尺寸晶粒显微组织、{0001}、{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0}极图及 Kearns 系数,晶粒尺寸按同等体积比划分为 $D < 7.1 \mu\text{m}$ 、 $7.1 \mu\text{m} < D < 9.7 \mu\text{m}$ 、 $9.7 \mu\text{m} < D < 12.6 \mu\text{m}$ 、 $D > 12.6 \mu\text{m}$ 4 个等级,可以看出,在 {0001} 极图中,极密度分布随着晶粒尺寸的增大逐渐向径向集中,4 种尺寸等级的径向织构因子 Kearns f_r 依次为 0.56、0.57、0.60、0.63,表明,与冷轧管材相反,再结晶后的管材,尺寸越大的晶粒其径向取向越强。

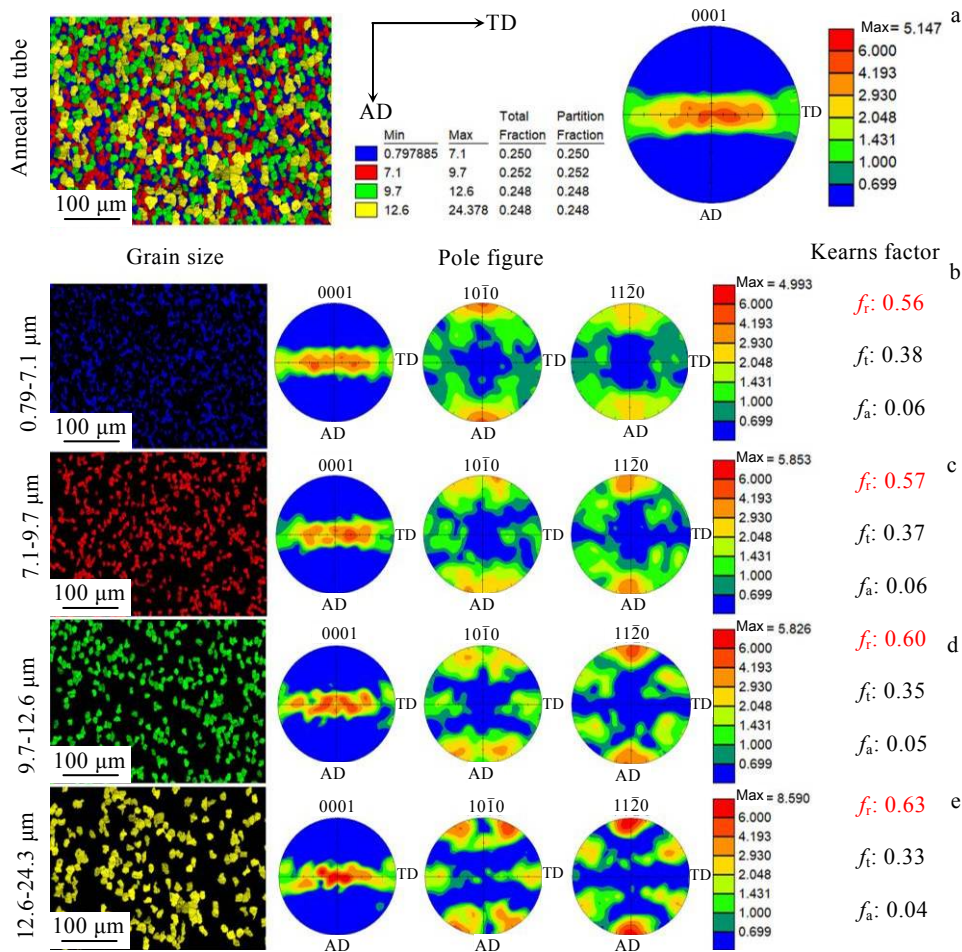


图 11 750 °C/3 h 退火管材不同尺寸晶粒组织、{0001}、{10 $\bar{1}$ 0}、{11 $\bar{2}$ 0}极图及 Kearns 系数

Fig.11 Microstructures and {0001}, {10 $\bar{1}$ 0}, {11 $\bar{2}$ 0} pole figures and Kearns factors of different size grains of 750 °C/3 h annealed tube

分析以上原因,再结晶晶粒长大主要是依靠晶界移动“大吞并小”的过程^[8],越早成核生长的晶粒尺寸就越大,因而再结晶后的大尺寸晶粒极有可能是率先在变形组织中成核生长的,根据前面观察到的初级再结晶晶粒形核的特点,初级再结晶晶粒主要在大形变区域的细小晶粒中成核生长,而原始冷轧管材中大形变区域的细小晶粒恰恰具有强径向取向,新再结晶晶粒在这类晶粒组织中成核生长时,同样具有强径向取向,随着这部分晶粒的不断长大并吞噬掉周围的弱径向取向的变形晶粒,并占据优势,从而使再结晶之后的管材表现出强径向织物的特点。对于再结晶织物的形成机制,定向形核理论认为,再结晶时的核心与形变基体具有一定取向关系,再结晶晶粒的择优取向是由基体的取向所决定的,这些定向晶核靠消耗变形基体而生长,必然形成一定的取向关系^[9],原始管材细小晶粒基体具有强径向取向的特征,因此,在此位置定向形核的再结晶晶粒同样具有沿径向的择优取向。

同时,管材发生完全再结晶之后,随着退火温度的升高晶粒还会继续长大,而这个长大过程,依然是这部分大尺寸的强径向取向晶粒不断吞噬小尺寸的较弱径向取向晶粒的过程,这就使得再结晶过程及后续晶粒长大过程均表现出管材径向织物的不断增强。

4 结 论

1) TA18 钛合金管材在 450~550 °C、550~650 °C、650~750 °C 退火时分别发生了回复、再结晶及晶粒长大,管材织物的转变主要发生在再结晶及晶粒长大阶段。冷轧态管材 {0001} 极图极密度峰值点与法线夹角约为 ±35°, 径向 Kearns 系数 f_r 约 0.579, 表明初始冷轧管材具有较强的径向织物; 再结晶退火后的管材 {0001} 极密度峰与径向轴夹角减小, 且径向 Kearns 系数 f_r 增大, 表明径向织物不断增强。同时, 冷轧态管材极图中, $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 晶向主要平行于管材轴向, 再结晶退火管材极图中, 转变为 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 晶向平行于管材轴向。

2) 在 550、600 °C 退火管材中, 观察到初级再结晶晶粒的形核特点, 无畸变的新晶粒主要在原变形组织中的细小晶粒处成核生长, 且再结晶晶粒基本都在 >15° 的大角晶界 (HAGBs) 上分布。

3) 从初级再结晶及部分再结晶晶粒的取向变化可知, 新再结晶晶粒在形核后的生长过程中沿 c 轴发生 30° 旋转, 表明在新晶粒形核生长时发生了再结晶织物转变。同时, 部分再结晶退火管材中新晶粒的基极比原变形晶粒更偏向径向分布, 径向因子 f_r 更大,

说明再结晶后的新晶粒具有比原变形晶粒更强的径向取向。

4) 原冷轧管材中的细小晶粒具有比基体更强的径向取向, 再结晶晶粒优先在这些细小晶粒处形核生长, 并同样具有强径向取向, 在随后的晶粒长大过程中, 这些强径向取向晶粒不断长大并占据优势, 从而使管材表现出强径向分布的“再结晶织物”。

参考文献 References

- [1] Forney C E, Meredith Steven E. *Ti-3Al-2.5V Seamless Tubing Engineering Guide*[M]. Washington: Sandvik Special Metals Corporation, 1990: 152
- [2] Li Zhixin(李志欣), Zhan Mei(詹 梅), Guo Kun(郭 坤) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(11): 3169
- [3] Liu Fan(刘 凡), Li Yun(李 贇), Wang Wenrui(王文睿) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(6): 2011
- [4] Sheng Zemin(盛泽民), Zhang Hui(张 晖), Zhang Wangfeng(张旺峰) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(10): 3073
- [5] Huang Tao(皇 涛), Yang Fangfang(杨方方), Zhan Mei(詹 梅) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(8): 2347
- [6] Yang J C, Li H, Huang D *et al. International Journal of Mechanical Sciences*[J], 2019, 171: 105 367
- [7] Wang W R, Yuan L H, Li Y *et al. Journal of Applied Crystallography*[J], 2020, 53(2): 419
- [8] Song Weixi(宋维锡). *Metallography*(金属学)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1980
- [9] Yukio I, Chizuko M, Shimanaka I Y *et al. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*[J], 1983, 23(5): 440
- [10] Wang Yinong(王轶农). *Study on Recrystallization Texture of Metal Under Electric Field* (电场作用下金属再结晶织物的研究)[D]. Shenyang: Northeastern University, 1999
- [11] Olaf Engler, Valerie Randle. *Introduction to Texture Analysis: Macrotecture, Micro-Texture, Orientation Mapping*[M]. Boca Raton: CRC Press, 2010: 490
- [12] Bozzolo N, Dewobroto N, Grosdidier T *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 397(1-2): 346
- [13] Zhu K Y, Bacroix B, Chauveau T *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2009, 40: 2423
- [14] Wagner F, Bozzolo N, Van L O *et al. Acta Materialia*[J], 2002, 50(5): 1245
- [15] Singh A, Schwarzer R. *Zeitschrift Fuer Metallkunde*

- Materials Research and Advanced Techniques*[J], 2000, 91(9): 702
- [16] Tenckhoff E. *ASTM Special Technical Publication*, STP 966 [S]. 1988
- [17] Tenckhoff E, Rittenhouse P L. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1970, 35(1): 14
- [18] Linga M K, Kishore R, Yan J *et al. Materials Science Forum*[J], 2005, 495-497: 1645
- [19] Bayona-Carrillo N, Bozzolo N, Fundenberger J J *et al. Advanced Engineering Materials*[J], 2011, 13(5): 383
- [20] Hielscher R, Schaeben H. *Journal of Applied Crystallography*[J], 2008, 41(6): 1024
- [21] Kearns J J. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2001, 299(2): 171
- [22] Evans W M, Gessner R F, Goodwin J G. *Metallurgical and Materials Transactions B*[J], 1972, 3(11): 2879

Formation Mechanism of Annealing Texture of Cold Rolled TA18 Titanium Alloy Tube

Yang Qi^{1,2,3,4}, Hui Songxiao^{1,2,3}, Ye Wenjun^{1,2,3}, Xu Zhe⁴, Dai Chun⁴, Wang Jian⁴, Gao Qi⁴

(1. State Key Laboratory of Non-ferrous Metals and Processes, GRINM Group Co., Ltd, Beijing 100088, China)

(2. GRIMAT Engineering Institute Co., Ltd, Beijing 101407, China)

(3. General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, China)

(4. BAOTI Group Co., Ltd, Baoji 721014, China)

Abstract: TA18 titanium alloy tube has specific radial basal texture due to the requirement of its service environment and the annealing temperature is one of the important factors. In order to reveal the formation mechanism of annealing texture of the tube, the $\Phi 8 \text{ mm} \times 0.6 \text{ mm}$ cold rolled tube and the annealed tube at 450, 500, 550, 600, 650, 700, 750 °C/3 h were selected as experimental materials. The grain orientation characteristics of the tubes at different annealing temperatures were studied by electron backscatter diffraction (EBSD). The results show that the cold rolled tube has great radial basal texture and $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ direction is mainly parallel to the axial direction of tube. The grain recovery, recrystallization and growth occur at annealing temperature of 450-550 °C, 550-650 °C, 650-750 °C, respectively, and the transformation of texture occurs during the stage of grain recrystallization and growth. With the occurrence of recrystallization, the radial texture of tube is enhanced and the $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ direction is mainly parallel to the axial direction. The main cause of radial texture enhancement is that the fine grain of original cold rolled tube has more obvious radial orientation than the matrix, and the crystallization grain is prior to nucleation and growth around the fine grain and obtains strong radial orientation. During the following process of grain growth, the grain with strong radial orientation can grow dominantly, so that the tube can perform obvious radial distributed “recrystallization texture”.

Key words: TA18 titanium; recrystallization annealing; texture; Kearns factor

Corresponding author: Ye Wenjun, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Non-ferrous Metals and Processes, GRINM Group Co., Ltd, Beijing 100088, P. R. China, Tel: 0086-10-60662623, E-mail: yewenjun@grinm.com