

# 粗大晶粒 TA2 纯钛的准静态拉伸行为及其机制

石晓辉, 曹祖涵, 范智渊, 郭瑞鹏, 乔珺威

(太原理工大学, 山西 太原 030024)

**摘要:** 采用 OM、SEM、EBSD 等方法对 41、63、323  $\mu\text{m}$  3 种晶粒尺寸 TA2 纯钛的准静态拉伸行为及其机制进行研究。结果表明: 晶粒粗化导致 TA2 具有更高的均匀变形能力。究其原因, 晶粒尺寸越大, 变形时孪晶活性越强。孪晶界起到分割晶粒的作用, 可减少位错有效滑移距离, 阻碍位错运动, 故对材料的整体应变硬化率起到正向作用。当晶粒尺寸由 41  $\mu\text{m}$  增至 323  $\mu\text{m}$  左右时, 应变硬化率曲线可由持续降低趋势转变为降-升-降 3 阶段变化趋势。粗大晶粒中孪晶所引发的高应变硬化率是 TA2 呈现高均匀变形能力的根本原因。

**关键词:** TA2; 晶粒尺寸; 应变速率; 拉伸; 孪晶

**中图分类号:** TG146.23

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2021)07-2536-05

相较于传统钛合金, 工业纯钛具有成本低、变形能力强、抗腐蚀性能优异、生物相容性好等优点, 因此在化工、医学等领域应用前景广阔。为拓宽其应用渠道, 各国学者进行了大量研究, 以实现对其力学行为的精准把控<sup>[1-5]</sup>。例如, Ren 等<sup>[1]</sup>研究了高纯钛在室温动态冲击下的组织演变行为。他们发现动态加载有利于提高孪晶活性, 可激活四类初级孪晶及部分二次孪晶。Liu 等<sup>[3]</sup>研究了超细晶纯钛在 250~450  $^{\circ}\text{C}$  不同应变速率下的压缩变形行为, 发现材料在稳定变形阶段呈流动软化, 其应变速率敏感性则随变形温度升高而升高。Zhu 等<sup>[4]</sup>设计了一种两阶段变形工艺, 可将纯钛的塑性提升至 243%。Dyakov 等<sup>[5]</sup>基于等径转角挤压技术制备出超细晶纯钛并获得了超过 1000 MPa 的拉伸屈服强度。他们综合考虑固溶强化、细晶强化及位错强化机制, 构建了其屈服强度预测模型。

众所周知, 纯钛在室温下为单一  $\alpha$  相结构, 故改变晶粒尺寸是调控其力学性能的主要渠道。然而, 上述研究多集中于超细晶纯钛的制备、强度塑性提升以及织构演变等方向, 却少有学者对粗晶纯钛的力学行为展开分析。为了更为全面地理解纯钛的组织-性能相关性, 本实验对粗晶纯钛在准静态拉伸条件下的力学行为进行了研究, 并对其内在机制进行了讨论。

## 1 实验

原材料为 TA2 棒材, 成分(质量分数)为 Fe 0.019%,

C 0.016%, N 0.003%, H 0.001%, O 0.123%, 其余为 Ti。为了制备粗晶组织, 需在  $\alpha$  单相区进行长时保温。鉴于此, 本研究设计 2 种退火工艺, 分别为 850  $^{\circ}\text{C}/4\text{ h}$ , AC 及 850  $^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$ , AC+850  $^{\circ}\text{C}/6\text{ h}$ , AC (后文描述为 850  $^{\circ}\text{C}/8\text{ h}$ , AC)。热处理完成后, 从包含初始组织在内的 3 种晶粒尺寸的坯料上切取板状拉伸试样, 试样厚度为 2 mm, 标距段长宽为 10 mm $\times$ 3 mm。本研究设计 0.002 及 0.5  $\text{s}^{-1}$  2 种变形速度, 以了解应变速率对不同晶粒尺寸 TA2 拉伸行为的影响。所有拉伸测试均在 Instron 5969 拉伸试验机上进行。为了解孪生变形行为, 试样拉断后, 从其均匀变形段截取金相试样, 经磨、抛、腐蚀 (Kroll 腐蚀剂) 后在莱卡显微镜上进行观察。更深入地, 本研究选取部分拉伸试样的均匀变形段进行 EBSD 分析。EBSD 表征利用 OXFORD 公司生产的 NordlysMax3 模块完成。为进行断裂机制分析, 采用 LYRA3 TESCAN 型扫描电镜进行拉伸断口表征。

## 2 结果与讨论

### 2.1 拉伸行为及机制分析

图 1 所示为 TA2 纯钛不同工艺下的真应力-应变曲线。需要说明的是, 所列曲线由拉伸均匀变形阶段工程应力-应变数据转化而来, 因此均为有效数据。分析可以发现, 在 0.002 及 0.5  $\text{s}^{-1}$  加载速率下, 拉伸试样随着保温时间的延长均整体表现出更低的强度及更

收稿日期: 2020-08-17

基金项目: 国家自然科学基金 (51801132)

作者简介: 石晓辉, 男, 1989 年生, 博士, 讲师, 太原理工大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030024, 电话: 0351-6010533, E-mail: sxhtough@126.com

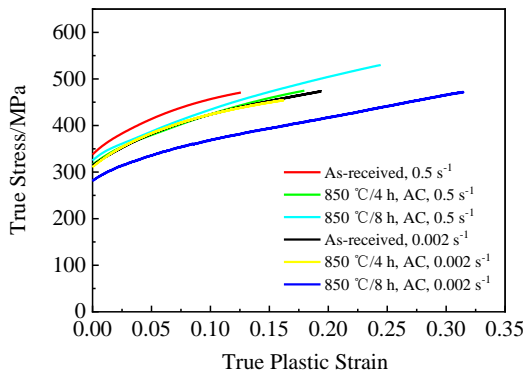


图 1 TA2 纯钛不同工艺下的真应力-应变曲线

Fig.1 True stress-strain curves of TA2 pure titanium under different conditions

高的均匀变形能力，这与晶粒的粗化是密不可分的。晶粒粗化可导致 TA2 细晶强化效应的削弱，进而降低其强度。然而，在解释其为何能引发 TA2 更高的均匀变形能力方面，则需要更深入地分析。

图 2 所示为不同工艺下 TA2 拉伸试样均匀变形区的金相组织。经过统计，经 850 °C 保温 4 和 8 h 后，TA2 平均晶粒尺寸可由最初的  $41_{-22}^{+29}$  μm 分别增大至  $63_{-23}^{+43}$  μm 及  $323_{-172}^{+291}$  μm。分别对比图 2a~2c 及图 2e~2g 可以发现，与晶粒粗化相对应的是变形组织中孪晶体积积分数的增多，这与 Ghaderi 等人<sup>[6]</sup>的研究结论相一致。在 323 μm 晶粒组织中甚至有多次孪晶的出现，见图 2d 及 2h。究其原因，晶粒尺寸越大，变形过程中在晶界处堆积的位错数目也越多，故可引发更强烈的局部应力集中，而此处往往是孪晶的优先形核位置<sup>[7]</sup>。因此，金属的临界孪晶应力往往随晶粒尺寸的增大呈降低趋势<sup>[7-9]</sup>，一般表现为 Hall-Petch 关系。晶粒尺寸越大，

变形时组织中孪晶活性越强，从而造成其拉伸行为异于常规。为了直观分析孪生对 TA2 纯钛拉伸行为的影响机制，以 0.5 s<sup>-1</sup> 为例，对其 3 种晶粒尺寸下的应变硬化率（即  $d\sigma/d\varepsilon$ ）曲线展开对比，如图 3 所示。

分析图 3 可知，不同晶粒尺寸 TA2 纯钛在 0.5 s<sup>-1</sup> 应变速率下呈现出截然不同的应变硬化率变化趋势。原始晶粒尺寸组织（ $41_{-22}^{+29}$  μm）应变硬化率随应变增加表现为连续降低趋势。当晶粒尺寸增加至 63 μm 左右时，应变硬化率曲线呈降-平-降 3 阶段变化趋势，即屈服后先快速降低，当塑性真应变约等于 0.043 时止降并维持在 930 MPa 左右，应变升至 0.068 后转为缓慢降低趋势直至变形结束。应变硬化率曲线的 3 阶段变化趋势在高熵合金<sup>[10]</sup>及纯钛<sup>[11,12]</sup>中都曾被发现。

研究表明：第 1 阶段，变形由位错滑移控制；第 2 阶段，晶界局部应力超过临界孪晶应力，孪晶开始形核并参与变形。由于孪晶界起到分割晶粒的作用，因此减少了位错的有效滑移距离，阻碍了位错的运动，并对材料的整体应变硬化率起到正向作用，这正是 TA2 纯钛应变硬化率在第 2 阶段能够迅速止降的原因所在。第 3 阶段，孪晶饱和，其正向作用无法继续增加，故应变硬化率恢复降低趋势。然而，由于孪晶的存在，其降低速率明显低于第 1 阶段。

当晶粒尺寸增加至 323 μm 左右时，应变硬化率曲线呈降-升-降 3 阶段变化趋势，即屈服后先快速降低，当塑性真应变约等于 0.03 时止降（此时为 1010 MPa）并触底反弹，应变升至 0.05 后达到极大值（1060 MPa），随后转为缓慢降低趋势直至变形结束。同 63 μm 晶粒尺寸组织相比，323 μm 组织具有以下变形特点：首先，第 2 阶段开始较早（0.03 时就已开始），表明孪晶形核

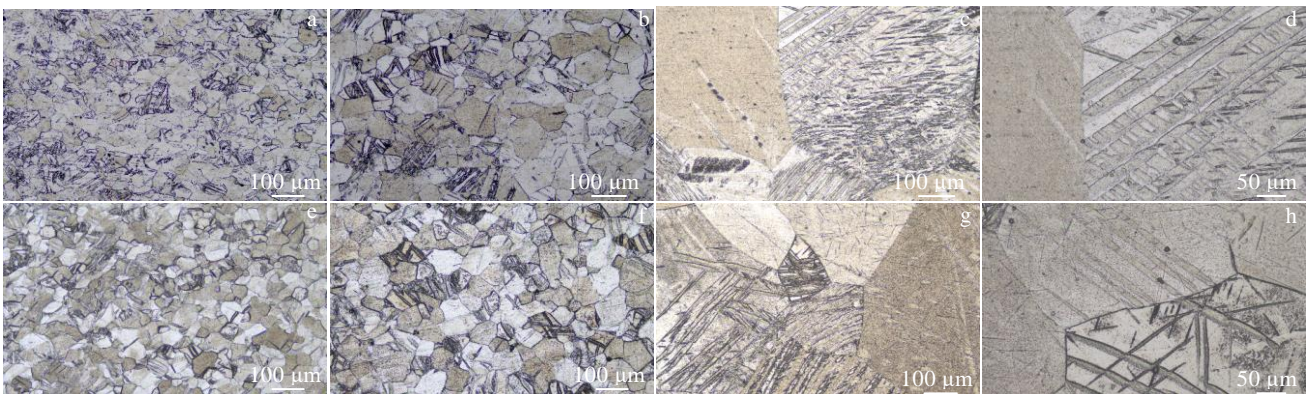


图 2 不同工艺下 TA2 拉伸试样均匀变形区金相组织

Fig.2 Metallographs of the uniformly deformed part in the tensile specimens of TA2 under different processes: (a) as received, 0.002 s<sup>-1</sup>; (b) 850 °C/4 h, AC, 0.002 s<sup>-1</sup>; (c, d) 850 °C/8 h, AC, 0.002 s<sup>-1</sup>; (e) as received, 0.5 s<sup>-1</sup>; (f) 850 °C/4 h, AC, 0.5 s<sup>-1</sup>; (g, h) 850 °C/8 h, AC, 0.5 s<sup>-1</sup>

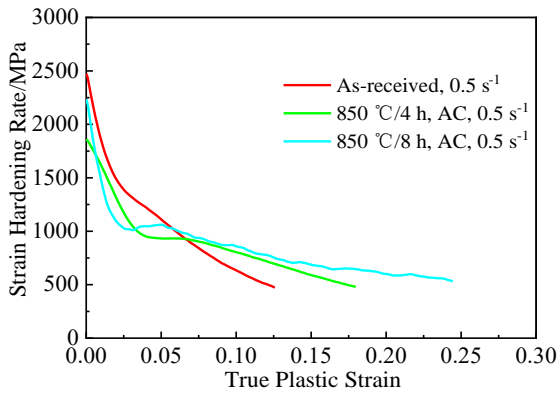


图 3 不同晶粒尺寸 TA2 在 0.5 s<sup>-1</sup> 应变速率下的应变硬化率曲线  
Fig.3 Strain hardening rate curves of TA2 with different grain sizes at the strain rate of 0.5 s<sup>-1</sup>

更容易；其次，第 2 阶段应变硬化率表现为上升趋势，表明其孪晶活性及其对应应变硬化率的正向作用更强；最后，第 3 阶段应变硬化率降低速率更慢，表明组织中孪晶保有量更高。

综上可知，对 TA2 纯钛而言，晶粒越粗大，孪晶形核越容易，孪晶活性就越强。组织中高的孪晶活性使得拉伸过程中应变硬化率保持在较高水平。正因如此，材料具有更高的均匀变形能力，即在颈缩前表现出更高的均匀延伸率。

为了佐证上述论断，本研究对 850 °C/8 h, AC, 0.5 s<sup>-1</sup> 条件下拉伸均匀变形区的组织进行 EBSD 表征，结果如图 4 所示。图 4a 为在法向的反极图，可以看到大量孪晶自晶界处形核。由于不同晶粒取向不同，所形核

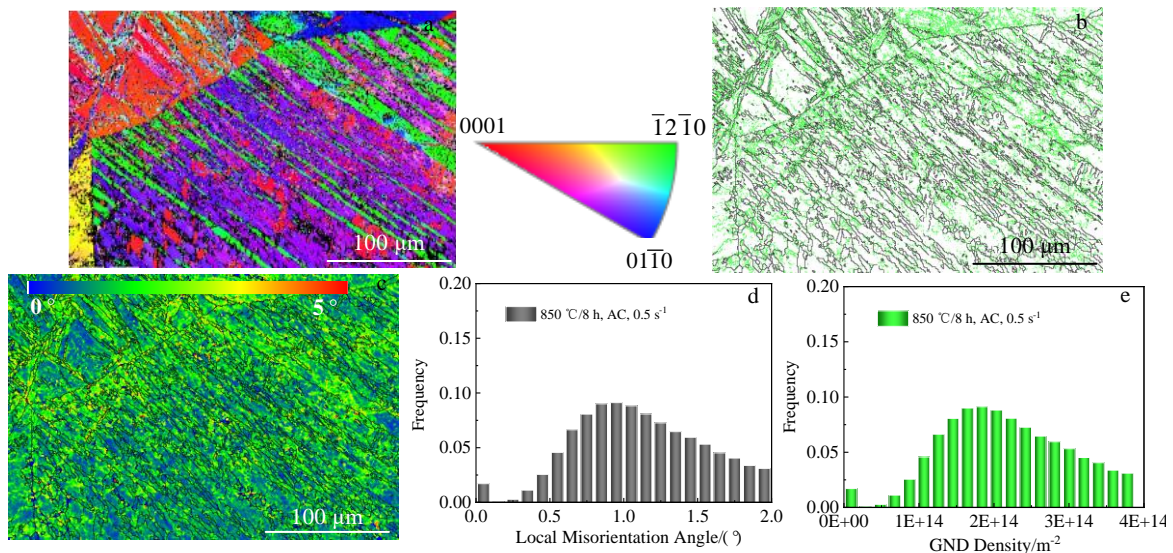


图 4 850 °C/8 h, AC, 0.5 s<sup>-1</sup> 工艺下拉伸试样均匀变形区 EBSD 表征结果

Fig.4 EBSD results of the uniformly deformed part in the tensile specimen under the process of 850 °C/8 h, AC, 0.5 s<sup>-1</sup>: (a) inverse pole figure in normal direction, (b) grain boundary figure, (c) local misorientation figure, (d) probability distribution figure of local misorientation, and (e) probability distribution figure of GND density

孪晶取向也不同。图 4b 所示为晶界图，大量孪晶将原始粗大的 α 晶粒分割。由于位错较难穿过孪晶界运动，因此它们被束缚在孪晶或基体内并形成位错堆积。在组织不同位置，其位错堆积密度不同。本研究尝试对拉伸均匀变形区的几何必须位错 (GND) 密度进行评估。根据前人研究<sup>[13,14]</sup>，Calcagnotto 等人<sup>[15]</sup> 建立了几何必须位错计算模型，见公式(1)：

$$\rho_{\text{GND}} = \frac{2\nu}{ub} \quad (1)$$

其中，*u* 为扫描步长 (750 nm)，*ν* 为组织各部分的局域取向差 (单位为 rad)。\*b\* 为伯氏矢量  $\frac{a}{3} \langle 1\bar{1}20 \rangle$  的模<sup>[16]</sup>，

计算为 0.24 nm。

图 4c 所示为组织中小于 5° 的局部取向差的表征结果。为了实现更精确的评估，本研究仅对 *ν* 小于 2° (即 π/90 rad) 的点进行概率分布统计，见图 4d。基于图 4d 数据及公式(1)，可算出 GND 的概率分布，见图 4e。最终，通过加权平均，得到 GND 的平均密度值为 2.15 × 10<sup>14</sup> m<sup>-2</sup>。对比文献[17]可知，本工作所计算出的 GND 密度较低。这是由于大量孪晶参与变形，很大程度上分担了变形过程对位错数量的需求。

上文分析了晶粒尺寸对 TA2 拉伸行为的影响机制。相较于晶粒尺寸，应变速率对拉伸行为的影响则较为简单，表现为：同一晶粒尺寸组织在更高应变速率下

呈现出更高的强度及更低的均匀变形能力。一般而言，高的应变速率有利于变形过程中孪晶的形核。然而在本工作研究框架内，应变速率对孪晶行为的影响远低于晶粒尺寸的影响。因此，其对拉伸行为的影响主要通过影响位错行为而实现。受高的应变速率驱动，需要更高的流动应力实现可动位错的形核及运动速度的提升<sup>[18]</sup>，体现为强度的升高。众所周知，高的应变速率不利于材料各部分的协调变形，故体现为均匀变形能力的削弱。

2.2 断裂机制分析

断裂机制分析是了解 TA2 纯钛拉伸行为的另一途径。图 5 所示为不同工艺下 TA2 的拉伸试样断口形貌。

可以发现，无论在何种应变速率下变形，断口韧窝尺寸均随着晶粒尺寸的增大呈现下降趋势。例如，原始组织试样经  $0.5\text{ s}^{-1}$  拉伸后断口韧窝尺寸约为  $20\text{ }\mu\text{m}$ ，而经  $850\text{ }^\circ\text{C}/8\text{ h}$ ，AC 退火处理试样的断口韧窝尺寸一般小于  $10\text{ }\mu\text{m}$ 。经分析，作者认为晶粒粗化所导致的孪晶活性增强是引发该现象的根本原因。晶粒越粗，孪晶体积分数越高，对晶粒的分割作用就越显著。由于孪晶界对位错的阻碍作用，孪晶及被其分割细化的基体成为变形单元，在断裂过程中，这些变形单元会成为断裂单元，从而产生更细的韧窝。细小的韧窝是试样良好均匀变形能力的象征，这与上节所得结论一致。

图 6 所示为不同工艺下 TA2 拉伸试样断裂侧面形貌

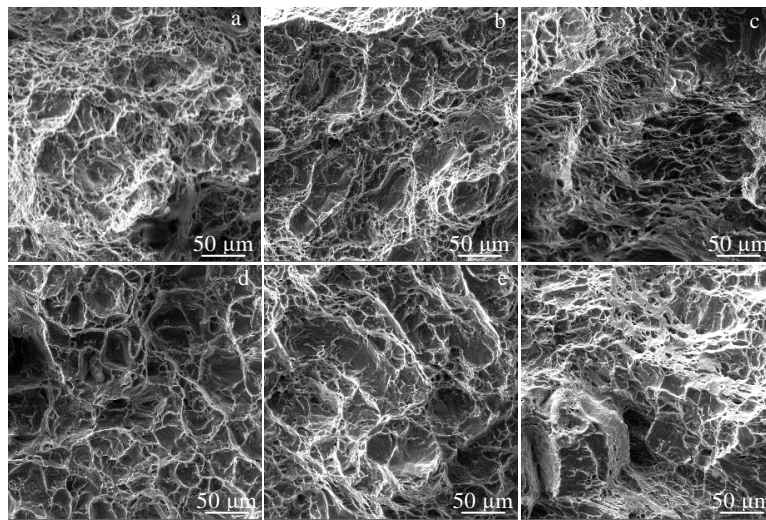


图 5 不同工艺下 TA2 拉伸试样断口形貌

Fig.5 Fracture morphologies of the tensile specimens of TA2 under different processes: (a) as received,  $0.002\text{ s}^{-1}$ ; (b)  $850\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ h}$ , AC,  $0.002\text{ s}^{-1}$ ; (c)  $850\text{ }^\circ\text{C}/8\text{ h}$ , AC,  $0.002\text{ s}^{-1}$ ; (d) as received,  $0.5\text{ s}^{-1}$ ; (e)  $850\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ h}$ , AC,  $0.5\text{ s}^{-1}$ ; (f)  $850\text{ }^\circ\text{C}/8\text{ h}$ , AC,  $0.5\text{ s}^{-1}$

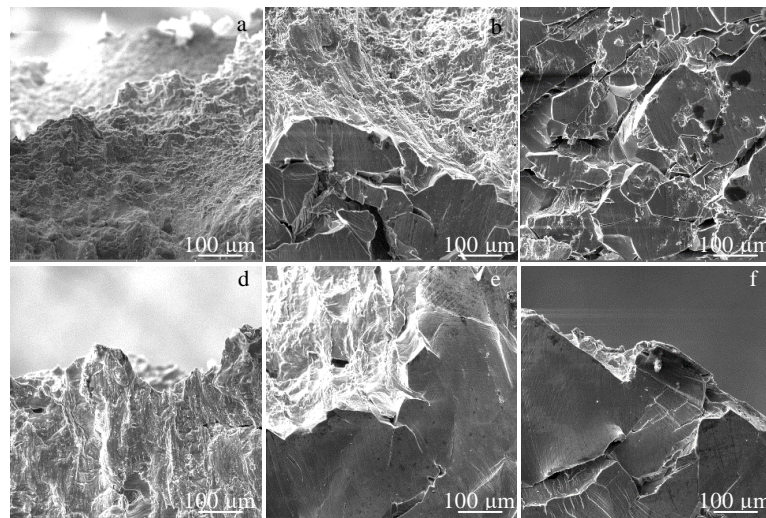


图 6 不同工艺下 TA2 拉伸试样断裂侧面形貌

Fig.6 Side surface morphologies of the fractured tensile specimens of TA2 under different processes: (a) as received,  $0.002\text{ s}^{-1}$ ; (b)  $850\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ h}$ , AC,  $0.002\text{ s}^{-1}$ ; (c)  $850\text{ }^\circ\text{C}/8\text{ h}$ , AC,  $0.002\text{ s}^{-1}$ ; (d) as received,  $0.5\text{ s}^{-1}$ ; (e)  $850\text{ }^\circ\text{C}/4\text{ h}$ , AC,  $0.5\text{ s}^{-1}$ ; (f)  $850\text{ }^\circ\text{C}/8\text{ h}$ , AC,  $0.5\text{ s}^{-1}$

貌。可以发现, 裂纹有沿晶界萌生及扩展的趋势, 该现象在大晶粒组织中更加明显, 如图 6c 及 6f 所示。分析可知, 对于 TA2 纯钛而言, 其粗大晶粒晶界处为强度较为薄弱地带, 在后续应用时应加以重视。

### 3 结 论

1) 晶粒粗化导致 TA2 具有更低的强度及更高的均匀变形能力。

2) 晶粒尺寸越大, 变形时组织中孪晶活性越强。孪晶界起到分割晶粒的作用, 因此减少了位错的有效滑移距离, 阻碍了位错的运动, 并对材料的整体应变硬化率起到正向作用。正因如此, TA2 在颈缩前呈现出更高的均匀变形能力。

3) 晶粒尺寸增加至 323  $\mu\text{m}$  左右时, 应变硬化率曲线呈降-升-降 3 阶段变化趋势。

#### 参考文献 References

- [1] Ren Y, Zhang X Y, Xia T *et al. Materials & Design*[J], 2017, 126: 123
- [2] Gurao N P, Kapoor R, Suwas S *et al. Acta Materialia*[J], 2011, 59(9): 3431
- [3] Liu X Y, Zhang Q, Yang X R *et al. Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2020, 49(6): 1867
- [4] Zhu X J, Tan M J, Zhou W *et al. Scripta Materialia*[J], 2005, 52(7): 651
- [5] Dyakonov G S, Mironov S, Semenova I P *et al. Materials Letters*[J], 2017, 192: 165
- [6] Ghaderi A, Barnett M R. *Acta Materialia*[J], 2011, 59: 7824
- [7] Meyers M A, Vöhringer O, Lubarda V A. *Acta Materialia*[J], 2001, 49(19): 4025
- [8] Barnett M R. *Scripta Materialia*[J], 2008, 59: 696
- [9] Sun S J, Tian Y Z, Lin H R *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2018, 712: 603
- [10] Kim J H, Lim K R, Won J W *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2018, 712: 108
- [11] Salem A A, Kalidindi S R, Doherty R D *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2006, 37: 259
- [12] Roth A, Lebyodkin M A, Lebedkina T A *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 596: 236
- [13] Gao H, Huang Y, Nix W D *et al. Journal of the Mechanics and Physics of Solids*[J], 1999, 47: 1239
- [14] Kubin L P, Mortensen A. *Scripta Materialia*[J], 2003, 48: 119
- [15] Calcagnotto M, Ponge D, Demir E *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527: 2738
- [16] Wang Hao(王 犛), Xu Dongsheng(徐东生), Yang Rui(杨锐). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20: 463
- [17] Shi Xiaohui(石晓辉), Cao Zuhan(曹祖涵), Zhang Min(张敏) *et al. Materials Reports*(材料导报)[J], 2020, 34: 12 104
- [18] Shi X H, Zhao C, Cao Z H *et al. Progress in Natural Science: Materials International*[J], 2019, 29: 432

## Quasi-Static Tensile Behavior and Relevant Mechanisms of Coarse-Grained TA2 Pure Titanium

Shi Xiaohui, Cao Zuhan, Fan Zhiyuan, Guo Ruipeng, Qiao Junwei  
(Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

**Abstract:** The quasi-static tensile behavior and mechanism of TA2 pure titanium with three grain sizes of 41, 63, and 323  $\mu\text{m}$  were studied using OM, SEM, EBSD, etc. The results show that the coarsening of the grains results in a higher uniform deformability of TA2. The reason is that the larger the grain size, the stronger the twinning activity during deformation. The twin boundaries divide the grains and reduce the effective sliding distance and hinder the movement of dislocations, so it has a positive effect on the strain hardening rate of the material. When the grain size increases from 41  $\mu\text{m}$  to about 323  $\mu\text{m}$ , the strain hardening rate curve changes from a continuous decreasing trend to a three-stage change trend of decreasing-increasing-decreasing. The high strain hardening rate induced by twins in the coarse grains is the root cause of TA2's high uniform deformability.

**Key words:** TA2; grain size; strain rate; tension; twinning

Corresponding author: Shi Xiaohui, Ph. D., Lecturer, College of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, Tel: 0086-351-6010533, E-mail: sxhtough@126.com