FSP 表面改性纯钛的微结构和织构

许 峰,林芷民,缪茹萍,谭 珊

(常熟理工学院 汽车工程学院, 江苏 常熟 215500)

摘 要:研究了含氮气氛下搅拌摩擦加工(FSP)表面改性纯钛的微结构和织构。结果表明:FSP 纯钛搅拌区为等轴晶 粒,靠近 AS(advancing side)侧和 RS(retreating side)侧的动态再结晶晶粒平均尺寸为 2.29 μm,近表面和中心区受 温升和摩擦搅拌的综合作用,平均晶粒尺寸分别长大至 6.48 和 8.64 μm。FSP 热机影响区呈梯度分布,靠近搅拌区部分 晶粒细化破碎严重;远离搅拌区部分,原始晶粒变形小,以形变孪生机制为主。AS 侧、底部和 RS 侧的热机影响区宽 度分别为 900、700 和 480 μm。热机影响区内主要形成{1012}拉伸孪晶。搅拌针形状是 FSP 纯钛微区织构演变的重要 影响因素,搅拌区晶粒的 *c* 轴接近于加工前进方向(PD)方向。受搅拌区晶粒细化和加工硬化共同作用,搅拌区硬度 整体高于母材,硬度(HV_{0.5})最大值达到 2192.26 MPa。

关键词: FSP; TA1; 微结构; 织构

中图法分类号: TG174.4 文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)09-3206-07

纯钛具有比强度高、生物相容性好、优良的高低温 性能和耐腐蚀性能,被广泛应用于航空、航天、化 工、能源、生物技术领域^[1-3]。作为典型密排六方结构金 属,纯钛具有良好的塑性,其轴比 c/a 为 1.587,主要滑 移面为{0002}基面和{1010}柱面,仅具有 4 个独立滑移 系,无法满足多晶体金属连续塑性变形所需最少 5 个独立 滑移系的要求,因此还需要形变孪生机制的辅助^[4]。室温 下纯钛的主要孪生类型为{1012}拉伸孪晶、{1121}拉伸 孪晶和{1122}压缩孪晶^[5]。受其晶体结构和变形机制的 影响,纯钛的剪切抗力和加工硬化性能较低,耐磨损性 能相对较差,限制其进一步应用。

搅拌摩擦加工(friction stir processing, FSP)是一种 在搅拌摩擦焊技术上发展而来的新型表面改性技术,利用 搅拌头的摩擦产热和"旋转-搅拌-前进"机械运动,使搅 拌区金属剧烈塑性变形和流动,反复发生动态再结晶,促 使加工组织细晶化和均匀化^[6-7]。王快社等^[8]通过 FSP 加 工获得等轴均匀细晶粒,同时加入 SiC 强化相粒子,提高 材料显微硬度和耐磨性能。Li 等^[9]对 TC4 钛合金 FSP 氮 化处理,制备出 180 μm 厚度的氮化层,表面硬度(HV) 增加至 9800 MPa 以上^[9]。六方晶体结构的纯钛综合塑性 流变能力要低于 Al,容易形成强烈变形织构,使得其 FSP 搅拌区流变能力显著低于铝合金,形变织构也成为搅拌区 微结构、力学性能和耐腐蚀能力的重要因素,目前针对 FSP 纯钛微区微结构和织构的研究尚不充分。

本研究对TA1 纯钛进行含氮保护气氛下的FSP表面 改性加工,使用 EBSD 技术研究了加工区不同区域的微 结构和织构,及加工区硬度分布情况,为 FSP 表面改性 工艺优化和机制研究提供参考。

1 实 验

试验材料选用 TA1 纯钛轧制退火板,尺寸为 150 mm×150 mm×6 mm,其化学成分见表 1。

搅拌摩擦加工试验在 GWM850 型搅拌加工机床上 进行,上覆箱式保护气氛装置,通入含氮气的保护气 氛:50%高纯 Ar+50%高纯 N₂。搅拌头材质选用钨铼合 金,轴肩直径为12 mm,搅拌针采用锥形设计,顶端直 径为3 mm,底端直径为5 mm,长度为2 mm。试验参 数选用优化后结果:搅拌头转速为250 r/min,下压量为 0.2 mm,前进速度为60 mm/min。

如图 1 所示,在样品加工区使用线切割切取出适当 长度的表征样品,剖面经磨制、抛光、电解抛光,使用 Keller 试剂腐蚀,在 Axio Imager Z1m 型光学金相显微镜 上进行金相分析。使用 Jeol-7001F 扫描电子显微镜对原 始材料和加工后样品进行 EBSD 微结构和织构分析,并 使用 Channel-5 软件对 EBSD 数据进行处理。使用 Tukon-2500 型全自动维氏硬度计进行硬度测量。

收稿日期: 2022-09-15

基金项目: 江苏省高等学校自然科学研究重大项目(18KJA460001)

作者简介: 许 峰, 男, 1982 年生, 博士, 高级工程师, 常熟理工学院汽车工程学院, 江苏 常熟 215500, 电话: 0512-62252016, E-mail: xufeng388@163.com







图 1 搅拌摩擦加工示意图

Retreating side

Fig.1 Schematic diagram of the process of FSP

2 结果与讨论

2.1 试验材料初始微结构和织构

试验材料 EBSD 分析结果表明初始微结构为 α 相等 轴晶粒,如图 2a 所示,平均晶粒尺寸为 72.6 μm。对其 进行织构分析,如图 2b 中{0002}极图所示,原始样品存 在典型退火态双峰轧制织构,极密度最大值为 10.5。通 常认为这种双峰织构为压缩织构和拉伸织构复合而 成,双峰连线方向平行于板材轧制的 TD 方向^[10-11]。本 次试验搅拌摩擦加工前进方向(PD)沿轧制板的 TD 方 向进行。

2.2 不同加工区微结构分析

对加工后样品剖面进行观察,发现垂直截面中无明 显氮化层存在,表明 50%N₂气氛对氮化层的形成无显著 作用。对各典型区域进行详细的微结构表征,结果如



图 2 原始样品的微结构和极图 Fig.2 Microstructure (a) and pole figures (b) of the initial sample

图 3 所示。与铝合金中常观察到明显的洋葱环结构不 同[12-13],纯钛搅拌摩擦加工区中微观结构相对比较单一, 均为等轴晶,不同参数样品差异主要在于等轴晶的平均 晶粒尺寸不同。图 3c 和 3e 中侧 RS(retreating side)和 AS (advancing side) 侧的原始等轴晶粒受搅拌头的高速 摩擦搅拌变形作用,不断发生晶粒塑性变形、扭转、破碎、 细化和动态再结晶。靠近 RS 侧和 AS 侧的搅拌区内均发 现剧烈塑性变形导致的动态再结晶晶粒(DRX),其平 均晶粒尺寸仅为 2.29 µm。伴随金属的塑性流动,这些 再结晶晶粒流动到搅拌区近表面位置(图 3a)时,晶粒 受搅拌摩擦加工的温升和塑性变形的综合热-力作用而 发生长大,且呈一定的水平方向层流状分布,其平均晶 粒尺寸为 6.48 μm。图 3b 中搅拌区中心位置的晶粒同样 受综合热-力作用, 晶粒进一步长大, 平均晶粒尺寸为 8.64 μm。在搅拌加工的快速升温-降温过程中,近表面 处轴肩摩擦剧烈,该处的温升最高,但此处摩擦力和金

属流变最强,金属的塑性变形大,冷却速度快,晶粒长 大时间短。而中心处虽然温度相对较低,但摩擦切变作 用相对近表面更低,温度下降相对较慢,平均晶粒尺寸 更大。摩擦温升和摩擦搅拌的综合作用,导致近表面区 的平均晶粒尺寸小于中心区。

有研究表面纯钛在小应变时,变形机制以孪生为主, 滑移机制为辅;大应变时,孪生达到饱和,变形机制转 变为滑移机制为主,形变晶粒和孪晶开始扭折、破碎^[14]。 由图 3 发现热机影响区中大应变区和小应变区组织呈梯 度分布,靠近搅拌区边缘部分,应变量大,晶粒细化破 碎严重;距离搅拌区边缘越远,晶粒应变越小,原始晶 粒变形程度低,以形变孪生机制为主。通过观察发生孪 生的晶粒,可以清晰分辨出热机影响区的范围。图 3c~3e 中分别呈现 RS 侧、底部和 AS 侧搅拌区外的热机影响区 晶粒变形情况,可以发现 3 个区域由于受到综合作用力 的不同,晶粒发生塑性变形区域的宽度和晶粒变形程度



图 3 不同加工区域微结构 Fig.3 Microstructures of different processed regions

也不同。AS 侧热机影响区晶粒塑性变形最为剧烈,形 变晶粒扭转、破碎最严重,热机影响区宽度最大,约为 900 µm。底部的晶粒受到搅拌头摩擦力和搅拌针机械搅 拌作用,热机影响区宽度约 700 µm。而 RS 侧的热机影 响区宽度明显小于 AS 侧,约为 480 µm,表明该处的摩 擦剪切作用小于 AS 侧。从 AS 侧、底部到 RS 侧,热机 影响区宽度逐渐下降。

通常认为小角晶界是由位错滑移产生的,小角晶界 的多少也一定程度上反映出位错滑移的多少^[15]。对图 3a 和图 3b 进行晶界取向差分布统计,大角晶界(HAGB) 和小角晶界(LAGB)分别用黑色和红色线标识,其结 果如图 4 所示。结果表明,两处晶粒虽然经过完全再结





Fig.4 LAGBs and HAGBs figures (a-b), misorientation angle distributions (c-d) of the processed regions: (a, c) surface and (b, d) center

晶,但金属受到再结晶后的搅拌作用发生塑性流动,再 结晶等轴晶粒发生塑性变形,晶内位错缠结增多,小角 晶界数量增加。搅拌区近表面处的小角晶界含量为 41.8%,高于中心区 38.9%。与中心区相比,近表面处轴 肩摩擦的复合剪切作用,摩擦力和金属流变最强,增强 了近表面处的变形程度,导致其平均晶粒尺寸更小,小 角晶界含量更高。

纯钛是一种典型密排六方结构金属,可开动滑移系 数量较少,位错滑移机制变形能力弱,为满足剧烈塑性 变形要求,形变孪生机制起重要辅助作用。通过研究孪 晶界的类型和数量可以分析孪生机制在搅拌摩擦加工中 的作用,以及发生孪生行为的晶粒受力情况。如图 5 所 示,在搅拌加工过程中不同区域主要产生 3 种类型的形 变孪晶,分别是:{1012}<1011>和{1121}<1126>拉伸 孪晶,{1122}<1123>压缩孪晶。通过 EBSD 技术对这 3 孪晶进行标定,图中分别用 3 种颜色的线条标识这 3 种 形变孪晶界:红色标识{1012}孪晶,蓝色标识{1122} 孪晶,绿色标识{1121}孪晶。对 3 种类型孪晶界长度进 行统计,其结果如表2所示。

与普通单轴拉伸或压缩变形不同,搅拌摩擦加工过 程中单个晶粒的受力方向不唯一,特别是搅拌过程晶粒 受多向作用力发生变形和细化,晶粒内部的形变孪晶也 产生扭折、破碎作用,导致其晶体学对称性被破坏,将 特定对称角度的孪晶界转变为普通大角晶界。另一方面 晶粒塑性变形导致小角晶界增多。两者综合作用导致孪 晶界的含量相对较低。这个孪晶界的破坏行为可以认为是 随机的,3种类型孪晶界长度百分比下降比率相等。因此, 剩余形变孪晶界长度百分比的相对比率可以反映出加工 过程中3种类型孪晶界的形成机制。从图5c、5d和5e 中可以发现最主要的孪晶类型是{1012}拉伸孪晶,表明 在搅拌过程中,整个热机影响区的晶粒主要受拉伸应力 影响。即使是搅拌区底部,搅拌头垂直向下的压力也被 搅拌区分散掉,并没有作用到底部热机影响区,从而导 致大量压缩孪晶形成。

2.3 不同加工区织构和晶体取向分析

使用 EBSD 技术分析横截面各加工区域的微区织



图 5 不同加工区域 KBC 图和孪晶界分布

Fig.5 KBC maps and twin boundary distribution of different processed regions (red: {1012} twins; blue: {1122} twins; green: {1121} twins)

表 2 不同加工区域各种类型孪晶界长度百分比

 Table 2
 Boundary length frequencies of twins for different

processed regions (%)					
Region	Surface	Center	RS	AS	Bottom
$\{10\overline{1}2\}$ twins	0.09	0.23	1.39	0.23	4.87
$\{11\overline{2}2\}$ twins	0.01	0.03	0.05	0.04	0.04
$\{11\overline{2}1\}$ twins	0.01	0.03	0.04	0.03	0.02

构,如图6所示,其中灰色区域为搅拌针位置。图7为 母材织构和不同加工区域主要织构的晶体取向示意 图,可以更直观地观察{0001}面和 *c* 轴的偏转方向。

由图 6 中{0002}极图可见整个搅拌区的晶粒呈 c 轴 接近于平行 PD 方向分布。图 6a 中,近表面处的{0001} 极图中极密度最大值达到 26.6,强度最高,其位置接近 于中心,即平行于 PD 方向,向 ND 反方向偏转 10 空右。 图 6b 中,中心处的{0001}极图中极密度最大值为



图 6 不同加工区域极图 Fig.6 Pole figures of different processed regions





Fig.7 Schematic diagram of crystal orientation of different processed regions

19.0,强度低于表面,其位置偏离中心,向 ND 反方向 偏转 25 空右。本研究中圆锥状搅拌针的圆锥面与端面 的斜度为 63°,{0001}滑移面平行于圆锥面时,则在 {0001}极图中,*c*轴与水平面理论偏转角度为 27°。图 6b 中实际偏转角度为 25°,与理论值基本相符。分析结 果表明搅拌区中心处的金属主要受圆锥面切向力作用 围绕圆锥状搅拌头流动,塑性变形过程中位错主要沿 {0001}面滑移,晶粒取向转到{0001}面平行搅拌头圆锥 面方向,图 7 中表现为中心处 *c* 轴的方向向下偏转 25° 左右,同时受搅拌头水平方向搅拌作用,向 TD 方向略 有偏转。而近表面处受到轴肩的水平切向力和搅拌头圆 锥面切向力的共同作用,{0001}滑移面向垂直水平面方 向偏转,图 7 中表现为近表面处 *c* 轴的方向相比中心处 更靠近水平面方向。

Knipling 等人^[16-18]的研究也发现搅拌加工钛金属的 织构与搅拌工具的剪切变形有关, {0001}面平行于搅拌 头的回转面。搅拌针形状,特别是圆锥面与底端面的斜 度是搅拌加工钛金属中微区织构演变的重要影响因 素,搅拌针形状的不同会导致搅拌区微区织构的不同。

图 6d 和图 6f 分别为 RS 侧和 AS 侧的搅拌区边缘处

极图,结合图 3c 和图 3e 中两处微结构发现两处均为再结晶等轴细晶粒。与 FSP 铝合金不同,FSP 纯钛的 RS 侧晶粒并没有发生明显的晶粒长大、变形等现象,两者的微织构取向存在较大差异。微区织构分析表明,AS 侧搅拌区的原始晶粒受到复杂切应力发生剧烈塑性变形,再结晶晶粒形成强织构,图 7 中表现为 c 轴的方向由平行 PD 方向向 TD 方向偏转 30 空右。RS 侧搅拌区晶粒仍保持细晶粒,无明显长大,这可能与该处温度较低有关。{0001}极图显示 RS 侧搅拌区织构发生明显弱化和分散,强度值由 AS 侧的 18.1 降低至 7.4,最强点位置由平行 PD 方向向 TD 反方向偏转 30 空右,同时向ND 方向略有偏转。两处的位置远离搅拌头和轴肩,主要受到金属搅拌流动和母材的共同影响,受力方向复杂,在 TD 方向上的偏离程度高于近表面处和中心处。

图 6c、6e、6g 分别为 RS 侧、AS 侧和底部热机影 响区的极图。三处热机影响区分别受到不同的综合作用 力,晶粒发生形变孪生和滑移变形,其微区织构由原始 的双峰织构发生偏转^[14]。根据孪晶类型分析结果,热机 影响区晶粒主要受拉应力作用,但其金属流动方向和所 受力在三维空间中的方向非常复杂,对于其织构的形成 原因有待更深入的研究。

2.4 加工区硬度分布

对 FSP 纯钛横截面进行显微硬度测量,结果如图 8 所示。母材平均硬度(HV_{0.5})为1585.64 MPa,搅拌区显微硬度整体高于母材,曲线呈现中间高,两边低的近正态分布,中心最大显微硬度(HV_{0.5})值为2192.26 MPa,较母材提高了38.3%。搅拌区硬度提高主要受 2 个因素影响: (1)根据 Hall-Petch 公式,平均晶粒尺寸与强度和硬度成反比,搅拌摩擦加工导致的搅拌区晶粒细化提高了加工区的硬度。(2)搅拌区小角晶界含量较大(如图 4 所示),晶粒内位错密度高,存在显著加工硬化。



图 8 加工区硬度分布



3 结 论

1) 50%N₂对氮化层形成无显著作用。FSP 纯钛搅拌 区为等轴晶粒,靠近 AS 侧和 RS 侧的动态再结晶晶粒 平均晶粒尺寸为 2.29 μm,近表面和中心区受温升和 摩擦搅拌的综合作用,平均晶粒尺寸分别长大至 6.48 和 8.64 μm。

2) 热机影响区呈梯度分布,靠近搅拌区部分晶粒细 化破碎严重; 远离搅拌区部分,原始晶粒变形小,以形 变孪生机制为主。AS 侧、底部和 RS 侧搅拌区外的热机 影响区宽度分别为 900、700 和 480 μm。热机影响区内 主要形成{1012}拉伸孪晶。

3) 搅拌区晶粒的 c 轴接近于 PD 方向。中心处晶粒 取向为{0001}面平行搅拌头圆锥面方向; 搅拌区 AS 侧 和 RS 侧晶粒由平行 PD 方向分别向 TD 方向和 TD 反方 向偏转 30 空右; 热机影响区金属流动方向和受力非常 复杂, 织构混乱。

 4)受搅拌区晶粒细化和加工硬化共同作用,搅拌 区硬度整体高于母材,硬度(HV_{0.5})最大值达到
 2192.26 MPa。

参考文献 References

- [1] Fu Tianlin(付天琳), Mei Changyun(梅长云), Chen Feifan(陈飞帆) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(3): 835
- [2] Luo Lei(罗 雷), Duan Ximing(段西明), Ma Weijie(马炜杰) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(7): 2420
- [3] Geetha M, Singh A K, Asokamani R et al. Progress Materials Science[J], 2009, 54(3): 397
- [4] Yoo M H. Metall Trans A[J], 1981, 12A: 409
- [5] Christian J W, Mahajant S. Progress Materials Science[J], 1995, 39:1
- [6] Mishra R S, Ma Z Y. Materials Science and Engineering R[J], 2005, 50(1): 1
- [7] Ding Z, Fan Q, Wang L. Metallurgica and Materials Transactions B[J], 2019, 50(5): 2134
- [8] Ma Honggang(马宏刚), Wang Kuaishe(王快社), Liu Jixiong(刘 继雄). Metal World(金属世界)[J], 2017(3): 28
- [9] Li B, Shen Y F, Hu W Y. Materials Manufacturing Processes[J], 2014, 29(4): 493
- [10] Singh A K, Schwarzer R A. Materials Science and Engineering A[J], 2001, 307: 151
- [11] Xu F, Zhang X Y, Ni H T et al. Materials Science and Engineering A[J], 2012, 541: 190

- [12] Xu Feng (许峰), Yang Li (杨 莉), Xiong Yifeng (熊义峰) et al.
 Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(3): 957
- [13] Ma Z Y, Feng A H, Chen D L et al. Crit Rev Solid State Mater Sci[J], 2017, 43(4): 269
- [14] Xu F, Zhang X Y, Ni H T et al. Materials Science and Engineering A[J], 2013, 564: 22
- [15] Liu Q, JensenD J, Hansen N. Acta Materialia[J], 1998, 46(16):

5819

- [16] Knipling K E, Fonda R W. Scripta Materialia[J], 2009, 60(12): 1097
- [17] Mironov S, Sato Y S, Kokawa H. Acta Materialia[J], 2009, 57: 4519
- [18] Liu F C, Liao J, Gao Y et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2015, 626: 304

Microstructure and Texture of Pure Titanium Surface Modificated by Friction Stir Processing

Xu Feng, Lin Zhimin, Miao Ruping, Tan Shan

(School of Automotive Engineering, Changshu Institute of Technology, Changshu 215500, China)

Abstract: The microstructure and texture of pure titanium surface modified by friction stir processing (FSP) in nitrogen atmosphere were investigated. The results show that there are equiaxed grains in the stir zone. The average grain size of dynamic recrystallized grains near AS (advancing side) side and RS (retreating side) side 2.29 μ m. In the near surface and central zone, the average grain size grows to 6.48 μ m and 8.64 μ m, respectively, due to the comprehensive effect of temperature increasing and friction stirring. The thermal-mechanical affect zone presents a gradient distribution of microstructure. The grains near the stir zone has been seriously broken and refined. In the zone far away from the stir zone, the deformation of the original grains is slight, and the deformation mechanism is dominated by deformation twinning. The width of the thermal-mechanical affect zone at AS side, bottom and RS side is 900, 700 and 480 μ m, respectively. The main deformation twins in the thermal-mechanical affect zone are {1012} tensile twins. The structure of stirring pin is an important factor in the texture evolution of FSP pure titanium. Moreover, the *c*-axis of the grains in the stir zone are close to the PD direction. Due to the combined effect of grain refinement and work hardening, the hardness in the stir zone are overall higher than that of the initial material, and the maximum hardness (HV_{0.5}) reaches to 2192.26 MPa.

Key words: friction stir processing; TA1; microstructure; texture

Corresponding author: Xu Feng, Ph. D., Senior Engineer, School of Automotive Engineering, Changshu Institute of Technology, Changshu 215500, P. R. China, Tel: 0086-512-52252016, E-mail: xufeng388@163.com