



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 103981472 B

(45) 授权公告日 2016. 01. 06

(21) 申请号 201410188967. 7

US 2006213592 A1, 2006. 09. 28,

(22) 申请日 2014. 05. 06

刘晓燕 等. 《120° 模具室温 ECAP 制备工业纯钛的压缩变形本构关系》. 《中国有色金属学报》. 2012, 第 22 卷 (第 5 期), 第 1292-1297 页.

(73) 专利权人 西北工业大学

地址 710072 陕西省西安市友谊西路 127 号

审查员 胡彬彬

(72) 发明人 李建国 郭亚洲 赵峰 李玉龙

孙翔宇

(74) 专利代理机构 西北工业大学专利中心

61204

代理人 慕安荣

(51) Int. Cl.

C22F 1/18(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101219444 A, 2008. 07. 16,

CN 101624690 A, 2010. 01. 13,

JP 2005105385 A, 2005. 04. 21,

US 2005126666 A1, 2005. 06. 16,

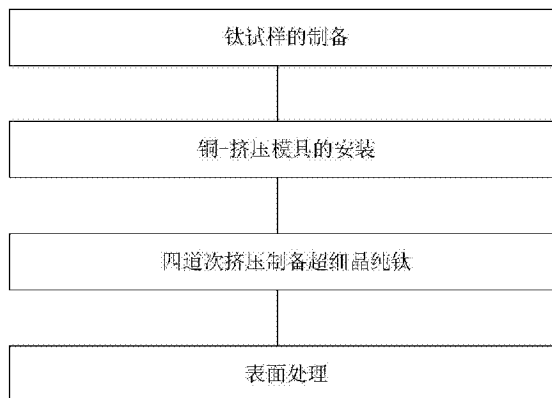
权利要求书1页 说明书9页 附图5页

(54) 发明名称

一种等径通道挤压制备超细晶纯钛的方法

(57) 摘要

一种等径通道挤压制备超细晶纯钛的方法, 在现有技术的基础上改善了试验条件, 将挤压试样设计为铜包裹着钛棒的形式, 减小了挤压过程中试样与通道接触产生的摩擦力, 将挤压力降低至不超过 150KN, 提高实验的可操作性, 能够在较小的挤压力下通过等径通道挤压变形在室温下完成对工业纯钛的细化处理。室温下, 晶粒在细化时很少产生回复和再结晶软化的现象, 从而可使晶粒细化效果显著, 只需较少道次的挤压就可得到高强度工业纯钛块材。对本发明制备的超细晶纯钛进行力学性能测试证明, 其综合力学性能改良十分显著, 块体超细晶纯钛可做实际应用, 扩展其应用范围。



1. 一种等径通道挤压制备超细晶纯钛的方法,其特征在于,具体过程是:

步骤 1,铜-钛试样的制备:

将工业纯钛制成多个钛棒;该钛棒的一端为锥形体;将纯铜制成多个铜棒;在该铜棒内沿轴向有锥形盲孔;将所述钛棒装入铜棒内,组装为一体即成为铜包裹着钛棒的铜-钛试样,将试样置于加热炉内在 300℃ 保温 2h 进行退火处理,以去除残余应力;得到多个铜-钛试样;

步骤 2,挤压模具的安装:

在模具通道内均匀涂覆复合润滑剂;将两个半模组装成一体置于万能材料试验机上,并使模具上的挤压杆与试验机的压头同轴;所述模具的通道夹角为 90°,所述模具的外圆角为 30°;或者所述模具的通道夹角为 120°,所述模具的外圆角为 20°;

步骤 3,四道次挤压制备超细晶纯钛:

通过四道次挤压制备超细晶纯钛,并在四道次之间增加一次对铜-钛试样的退火处理;具体是,

第一道次挤压制备超细晶纯钛:在得到的铜-钛试样表面均匀涂抹厚度为 0.1mm 的复合润滑剂,将铜-钛试样放入模具通道内,并通过挤压杆将铜-钛试样压入通道底部,直至铜-钛试样顶住通道弯角处,挤压杆留置于通道内;调节万能材料试验机的压头与挤压杆上表面接触,并通过万能材料试验机对铜-钛试样进行挤压,挤压速度为 0.1~1.5mm/s;当所述铜-钛试样完全通过模具中的弯角后,即完成第一道次的挤压;完成一道次挤压后的铜-钛试样尚停留在出口通道中,当放入第二根铜-钛试样进行挤压时将第一根试样顶出,即完成该铜-钛试样的第一次挤压制备过程;第二道次挤压制备超细晶纯钛:将经过第一次挤压的铜-钛试样再次放入模具通道内,并重复第一次挤压的制备过程,完成对该铜-钛试样的第二次挤压制备过程;退火处理:第二次挤压完成后,将该铜钛试样置于加热炉内,对经过两次挤压制备的铜钛试样进行退火处理,以去除由于大塑性变形产生的残余应力,保证后续挤压过程中更大的塑性应变不会造成试样的碎裂;退火处理温度为 200℃,保温时间为 1h;保温结束后,空冷至室温;

其余各道次挤压制备超细晶纯钛:不断重复第一次挤压的过程,完成设定的挤压制备过程,直至得到超细晶纯钛试样;步骤 4,表面处理:通过车削的方式或化学方法去除铜-钛试样外部的铜层,获得超细晶纯钛棒材。

2. 如权利要求 1 所述等径通道挤压制备超细晶纯钛的方法,其特征在于,所述复合润滑剂由 85% 石墨和 15% 二硫化钼配制而成,所述的百分比为质量百分比。

一种等径通道挤压制备超细晶纯钛的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及材料的塑性加工技术领域,具体是在室温下利用等径通道挤压技术制备超细晶纯钛的方法。

背景技术

[0002] 钛由于其比强度和比刚度高、耐腐蚀性能好并且具有优异的生物化学相容性和生物力学相容性,因此在航空航天、汽车、生物和医药等领域得到大量的应用。但其强度较低、耐磨性较差等缺点使其应用受到限制,而晶粒细化是提高纯钛力学性能、扩大其应用范围的有效途径。

[0003] 剧烈塑性变形 (Severe Plastic Deformation, 简称 SPD) 技术是目前国际材料学界公认的制备块体纳米和超细晶材料的最有前景的方法。它具有强烈的晶粒细化能力,可以直接将材料的微观组织细化到亚微米乃至纳米级。20 世纪 80 年代由前苏联科学家 Segal 提出一种等径通道挤压技术 (Equal Channel Angular Pressing, 以下简称 ECAP), 利用该技术他们对材料进行多次加工从而获得特殊的变形织构。进入 20 世纪 90 年代后, Valiev 等发现利用该技术可以有效地细化多晶材料的晶粒。该技术核心设计在于等截面直径的双通道交截而成, 截面几何形状完全相同, 按照一定的角度完全相连。挤压过程中, 将与通道紧密配合的试样放入通道内, 然后用压头沿通道挤压, 这样在试样经过通道交角时就产生近似于纯剪切的变形。由于模具的几何特点, 试样可实现多道次挤压, 从而累积得到大的等效塑性应变, 晶粒也因此细化到亚微米甚至纳米级别。

[0004] 国内外有很多对工业纯钛进行 ECAP 细化处理的实例。国外学者主要是通过提高挤压温度来实现工业纯钛的细化处理。S. L. Semiatin 等在《Metallurgical and Materials Transactions》上发表的题为“Workability of Commercial—purity Titanium and 4340 Steel during Equal Channel Angular Pressing at Cold—Working Temperature”的文献, 文中指出所采用模具通道内圆角 $\Phi = 90^\circ$, 选用石墨基润滑剂作润滑处理, 在 25℃ 到 325℃ 之间, 采用 0.0021/s 到 21/s 的应变率对工业纯钛进行 ECAP 变形处理, 结果室温 25℃ 时, 无论采用多大的挤压速度都未能成功制备超细晶工业纯钛, 所有试样均在通道弯角处被剪断, 甚至成为碎块; 对于其他温度, 如 125℃ 到 325℃ 的尝试, 由于挤压速度及润滑条件等因素的影响, 试样也表现出不同程度的损伤。随后 Vladimir V. Stolyrov, Yuntian T. Zhu 等通过升高挤压温度来提高金属流动性, 在 400℃—450℃ 对工业纯钛实现了 ECAP 细化处理, 最终获得表面无可见裂痕的块体细晶材料; Kim 等在 200—600℃ 也利用 ECAP 方法制备了超细晶纯钛。

[0005] 上海交通大学在专利号为 200510029663.7 的发明创造中公开了一种微 / 纳米晶工业纯钛等径弯角挤压制备方法, 该发明也是在 400—500℃ 对工业纯钛实施 ECAP 变形的。升高挤压温度可以成功实现 ECAP 变形, 从而达到细化晶粒的目的, 但高温将导致晶粒尺寸增大, 使得组织细化和性能强化效率下降, 与室温相比必须进行更多道次的变形才有可能达到相同的细化效果, 并且高温变形对模具材料要求更高。

[0006] 在专利号为 2008100172888 的发明创造中公开了一种高强度工业纯钛块材室温等径弯曲通道变形制备方法,在专利号为 200910023545.3 的发明创造中公开了一种难变形金属块材室温等径弯曲通道变形制备方法,在上述发明创造中,通过设计挤压模具参数,增大通道内夹角到 120° ,设计外圆角为 20° ,改进润滑方式—采用二硫化钼和石墨复合润滑剂,并在挤压过程中利用低温退火处理去除大变形过程很高的残余应力。

[0007] 但使用该方法制备超细晶纯钛时,高达 300-500KN 的挤压力极易导致挤压杆失稳,挤压杆同模具通道接触导致挤压力急剧上升,随之造成挤压杆断裂,因此这样的制备方式对挤压模具提出了极高的要求,试验的安全性存在问题,不可能实现块体超细晶纯钛的批量生产。

发明内容

[0008] 为克服现有技术中存在的挤压力过大的不足,本发明提出了一种等径通道挤压制备超细晶纯钛的方法。

[0009] 本发明的具体过程是:

[0010] 步骤 1,铜-钛试样的制备:

[0011] 将工业纯钛制成多个钛棒。该钛棒的一端为锥形体。将纯铜制成多个铜棒。在该铜棒内沿轴向有锥形盲孔。将所述钛棒装入铜棒内,组装为一体即成为铜包裹着钛棒的铜-钛试样,将试样置于加热炉内在 300°C 保温 2h 进行退火处理。得到多个铜-钛试样。

[0012] 步骤 2,挤压模具的安装:

[0013] 在模具通道内均匀涂覆复合润滑剂;将两个半模组装成一体置于万能材料试验机上,并使模具上的挤压杆与试验机的压头同轴。所述复合润滑剂由 85% 石墨和 15% 二硫化钼配制而成,所述的百分比为质量百分比。

[0014] 步骤 3,4 道次挤压制备超细晶纯钛:

[0015] 通过 4 道次挤压制备超细晶纯钛,并在 4 道次之间增加一次对铜-钛试样的退火处理。具体是,

[0016] 第一道次挤压制备超细晶纯钛:在得到的铜-钛试样表面均匀涂抹厚度为 0.1mm 的复合润滑剂,将铜-钛试样放入模具通道内,并通过挤压杆将铜-钛试样压入通道底部,直至铜-钛试样顶住通道弯角处,挤压杆留置于通道内。调节万能材料试验机的压头与挤压杆上表面接触,并通过万能材料试验机对铜-钛试样进行挤压。当所述铜-钛试样完全通过模具中的弯角后,即完成第一道次的挤压。完成一道次挤压后的铜-钛试样尚停留在出口通道中,当放入第二根铜-钛试样进行挤压时将第一根试样顶出,即完成该铜-钛试样的第一次挤压制备过程。

[0017] 第二道次挤压制备超细晶纯钛:将经过第一次挤压的铜-钛试样再次放入模具通道内,并重复第一次挤压的制备过程,完成对该铜-钛试样的第二次挤压制备过程。

[0018] 退火处理:第二次挤压完成后,将该铜钛试样置于加热炉内,对经过两次挤压制备的铜钛试样进行退火处理,以去除由于大塑性变形产生的残余应力,保证后续挤压过程中更大的塑性应变不会造成试样的碎裂。退火处理温度为 200°C ,保温时间为 1h。保温结束后,空冷至室温。

[0019] 其余各道次挤压制备超细晶纯钛:不断重复第一次挤压的过程,完成设定的挤压

制备过程,直至得到超细晶纯钛试样。

[0020] 步骤 4,表面处理:通过机械加工的方法或化学方法去除铜-钛试样外部的铜层,获得超细晶纯钛棒材。

[0021] 本发明在现有技术的基础上改善了试验条件,将挤压试样设计为铜包裹着钛棒的形式,提高实验的可操作性,能够在较小的挤压力下通过等径通道挤压变形在室温下完成对工业纯钛的细化处理。室温下,晶粒在细化时很少产生回复和再结晶软化的现象,从而可使晶粒细化效果显著,只需较少道次的挤压就可得到高强度工业纯钛块材。

[0022] 本发明的最大特征在于将挤压试样设计为铜包裹着钛棒的形式,利用铜层与钢模具通道间较小的摩擦系数,能够将控制挤压力在 150KN 以下,有效降低了对于模具选材的要求,也可以在更加苛刻的实验条件下完成对工业纯钛的 ECAP 变形。本发明试验时所选用模具的内圆角为 120° 、外圆角为 20° ,选用挤压路线为细化效果最好的 Bc 路线,即每道次挤压完成后铜-钛试样沿顺时针方向旋转 90° ,挤压速度为 0.5mm/s - 1.5mm/s 。也可以选用 90° 模具及其他挤压路线和速度进行材料制备。

[0023] 本发明通过四道挤压最终获得表面光滑无裂痕超细晶纯钛,挤压完成后 1、2、4 道次铜-钛试样及去除铜层后纯钛棒实物图如附图 2 所示。通过 SEM 和 TEM 观察其微观结构,结果显示晶粒细化效果显著。原始粗晶钛平均晶粒尺寸约为 $50\mu\text{m}$,如附图 3 所示,4 道次挤压后平均晶粒尺寸可达 0.3 - $0.4\mu\text{m}$,如附图 4 所示。

[0024] 挤压纯金属时,根据本发明所选用模具参数理论计算可知,每道次平均塑性应变约为 0.635 。通过 ABAQUS 对本发明进行模拟,从模拟结果来看,外部包裹铜层对于单道次等效塑性应变有所影响,但每道次平均塑性应变也达到 0.5 ,与单独挤压纯金属的变形量相差不大,这样 4 道次累积塑性应变约为 2 ,塑性应变是晶粒细化的根本原因,另外室温下制备回复也得到有效抑制,提高了细晶效率。在随后试验中发现,减薄铜层厚度可以增加内部纯钛棒的塑性变形量,有效地提高晶粒细化水平,同时外部铜层厚度的减小还可以获得体积更大的超细晶金属块材,扩大其实际应用范围。在获得超细晶纯钛后利用 HVS-1000 型数字显微维氏硬度计、CSS44100 电子万能试验机和 Hopkinson 压杆进行了一系列力学性能的测试。硬度变化如表 1 所示,由粗晶钛的 1498MPa 提高到 4 道次超细晶钛的 2458MPa 。原始粗晶纯钛和各道次超细晶纯钛的压缩真实应力-应变曲线如附图 6 和图 7 所示,准静态和动态压缩载荷作用下其 10% 应变处流动应力分别提升了 71% 和 86% ,根据经典的 Hall-Petch 关系 $\sigma = \sigma_0 + kd^{1/2}$,晶粒尺寸 d 的减小将有效地提升金属的强度。这主要是因为晶粒尺寸减小增加了晶体内部晶界的体积分数,而晶界对于位错的移动存在着阻碍作用,因此金属的强度会显著提高。

[0025] 本发明在实验前本发明利用大型有限元软件 ABAQUS 对 ECAP 变形过程进行了模拟,模拟结果表明,在进行金属材料等径通道挤压的过程中,挤压力主要有两部分组成,即金属试样在通过弯角时所需的剪切力及试样与通道间接触的摩擦力。利用有限元软件模拟挤压过程可以得到挤压力变化的趋势图,如附图 1 所示,发现在摩擦系数的影响下挤压力成倍地增加。因此工业纯钛 ECAP 处理的关键是在于解决试样与通道接触而产生摩擦力的问题。利用润滑剂可有效改善摩擦问题,但在制备大块体材料时较大的挤压力容易造成润滑膜层的破坏,从而引起润滑失效。本发明采用铜层包裹钛棒的挤压方式,利用铜层跟模具(钢)通道间很小的摩擦系数,有效降低挤压力。在工业中利用铜层降低摩擦的方式也广泛

应用于纯钛的拉拔等处理。同时铜也有较好的强度可以进行反复的挤压,因此可实现工业纯钛的多道次细化处理。

[0026] 通常金属的 ECAP 处理需要经过多道次的挤压,通过塑性应变的累积达到金属的大塑性变形,从而细化晶粒。如图 2. a 所示,从出口通道得到完成一次挤压的铜-钛试样后,需要沿原来的挤压方向重新放回入口通道进行第二次挤压,这样反复的挤压从而完成大塑性变形。然而由于出口通道直径与入口通道直径相同,而外部铜层较软,在完成一次挤压后铜-钛试样外径变得和通道尺寸相同,因此铜-钛试样不容易再次放入口通道,因此需要对铜-钛试样表面进行打磨,使该铜-钛试样能够放入模具入口通道内部进行再次挤压。

[0027] 重复第 1 道次 ECAP 变形处理的过程即可完成纯钛的多道次挤压。有限元模拟结果显示,完成一次挤压过程等效塑性应变约为 0.5,本发明共完成了 4 道次挤压,累积等效塑性应变约为 2。读者可根据自己的实验目的,需完成多大的变形来进行挤压次数的估算,但不宜过多道次的挤压,过大的塑性变形易造成试样的碎裂。最后一次挤压完成后不需要进行打磨处理。

[0028] 本发明中在第二道次挤压完成后将试样置于加热炉内在 200℃ 保温 1h 进行退火处理,去除由于大塑性变形产生的残余应力,保证后续挤压过程中更大的塑性应变不会造成试样的碎裂。在以往文献中可以看到每道次都退火或者直接不退火等情况,但过多的退火会降低晶粒细化的效率,而不退火又很难保证完整细晶材料的制备。本发明选择在中间 4 道次之间进行一次低温退火,有效提高了试样制备的成功率。

[0029] 综上所述,本发明通过铜-钛试样减小了挤压过程中试样与通道接触产生的摩擦力,有效降低了挤压力,最大挤压力不超过 150KN,这样可以在通常实验条件下大批量的生产超细晶纯钛,通过后续力学性能测试实验发现,本发明制备出超细晶块材的综合力学性能改良十分显著,块体超细晶纯钛可做实际应用,扩展其应用范围。

[0030] 表 1 是各道次超细晶纯钛硬度变化

[0031]

不同道次	Hv (MPa)
0pass	1498
1pass	2036
2pass	2289
4pass	2458

附图说明

[0032] 图 1 是利用有限元软件 ABAQUS 模拟在有摩擦与无摩擦条件下 ECAP 处理铜包裹钛棒试样的挤压力大小随时间变化的趋势图;图中 1 表示有摩擦、2 表示无摩擦。

[0033] 图 2 是本发明纯钛 ECAP 变形所采用模具的半模及挤压杆示意图,其中 2a 是半模的结构示意图,2b 是挤压杆的结构示意图。

[0034] 图 3 是四道次挤压完成后 1、2、4 道次铜-钛试样及去除铜层后纯钛棒实物图,其

中图 3a 中的 I 为 1 道次挤压后尚未去除外部铜层的铜 - 钛试样, II 为 2 道次挤压后尚未去除外部铜层的铜 - 钛试样, III 为 4 道次挤压后尚未去除外部铜层的铜 - 钛试样。图中 3b、3c 和 3d 分别为 1、2 和 4 道次挤压后去除外部铜层后内部纯钛棒的实物图。

[0035] 图 4 是 SEM 观察原始粗晶纯钛微观结构图;

[0036] 图 5 是 TEM 观察 4 道次挤压完成后超细晶纯钛的微观结构图, 其中, 5a 是 TEM 明场拍摄结果, 5b 是暗场拍摄结果;

[0037] 图 6 是原始粗晶纯钛和 1、2、4 道次挤压后超细晶纯钛准静态压缩力学性能; 图中: 1. 原始粗晶纯钛准静态压缩应力 - 应变曲线; 2. 第 1 道次挤压后超细晶纯钛的准静态压缩真实应力 - 应变曲线; 3. 第 2 道次挤压后超细晶纯钛的准静态压缩真实应力 - 应变曲线; 4. 第 4 道次挤压后超细晶纯钛的准静态压缩真实应力 - 应变曲线;

[0038] 图 7 是原始粗晶纯钛和 1、2、4 道次挤压后超细晶纯钛动态压缩力学性能, 图中: 5. 原始粗晶纯钛动态压缩应力 - 应变曲线; 6. 第 1 道次挤压后超细晶纯钛的动态压缩真实应力 - 应变曲线; 7. 第 2 道次挤压后超细晶纯钛的动态压缩真实应力 - 应变曲线; 8. 第 4 道次挤压后超细晶纯钛的动态压缩真实应力 - 应变曲线;

[0039] 图 8 是本发明的流程图。

具体实施方式

[0040] 本实施例是一种室温下等径通道挤压制备超细晶纯钛的方法, 是采用基于等径通道挤压技术是在室温下成功制备超细晶纯钛的方法。所述基于等径通道挤压技术的全称为 Equal Channel Angular Pressing, 简称 ECAP, 能够在室温下成功制备超细晶纯钛。

[0041] 下面给出具体实施操作的完整步骤, 按照以下步骤即可在室温下获得超细晶纯钛。

[0042] 实施例 1

[0043] 本实施例所使用的模具采用现有技术, 包括两个半模、挤压杆以及若干螺栓, 如图 2a 和 2b 所示。挤压前在通道内部均匀的涂抹一层复合润滑剂, 并将挤压杆放入通道内部, 这样挤压杆可以起到定位的作用, 防止安装时两部分半模发生错位; 然后用螺栓将两部分对称的半模组装在一起, 形成完整的模具, 通道内角为 120° 、外圆角为 20° 。挤压路线选用细化效果最好的 Bc 路线, 即每道次挤压完成后将挤压试样沿顺时针旋转 90° 后再次放进出口通道; 调整万能材料试验机横梁的下移速度, 使挤压杆沿通道以 $0.5 \sim 1.5 \text{mm/s}$ 速度下移。本实施例中, 挤压杆的下移速度为 0.5mm/s 。

[0044] 本实施例在常温下进行操作。

[0045] 本实施例的具体过程是:

[0046] 步骤 1, 铜 - 钛试样的制备:

[0047] 将工业纯钛 TA2 热轧板材切割加工成长度为 60mm 、直径为 5mm 的圆柱体, 制成钛棒。该钛棒的一端为锥形体。

[0048] 将纯铜切割加工成长 80mm 、直径 10mm 的圆柱体, 制成铜棒。在该铜棒内沿轴向加工有直径为 5mm 、深度为 60mm 的锥形盲孔。该锥形盲孔与所述铜棒同轴。本实例中所加工锥形角度为 90° 。

[0049] 将所述钛棒装入铜棒内, 组装为一体即成为铜包裹着钛棒的铜 - 钛试样, 将试样

置于加热炉内在 300℃保温 2h 进行退火处理。得到铜 - 钛试样。本实例按上述步骤共加工试样 10 个,读者可根据需要决定试样加工数量。

[0050] 步骤 2, 挤压模具组装:

[0051] 在模具通道内均匀涂抹厚度为 0.1mm 的 85% 石墨 +15% 二硫化钼复合润滑剂以润滑该模具通道,所述复合润滑剂的比例为质量百分比。将两个半模组用螺栓组装成一体置于 60t 万能材料试验机上,并使模具上的挤压杆与试验机的压头同轴。

[0052] 步骤 3, 多道次挤压制备超细晶纯钛:

[0053] 本实施例通过 4 道次挤压制备超细晶纯钛,并在 4 道次之间增加一次对铜 - 钛试样的退火处理。具体是,

[0054] 第一道次挤压制备超细晶纯钛:在得到的铜 - 钛试样表面均匀涂抹厚度为 0.1mm 的复合润滑剂,将铜 - 钛试样放入模具通道内,用挤压杆将铜 - 钛试样压入通道底部,直至铜 - 钛试样顶住通道弯角处,挤压杆留置于通道内。调节万能材料试验机的压头与挤压杆上表面接触。调整试验机横梁下降速度,以 0.5mm/s 的速度对铜 - 钛试样进行挤压。当所述铜 - 钛试样完全通过模具中的弯角后,即完成第一道次的挤压。完成一道次挤压后的铜 - 钛试样尚停留在出口通道中,当放入第二根铜 - 钛试样进行挤压时将第一根试样顶出,即完成该铜 - 钛试样的第一次挤压制备过程。

[0055] 第二道次挤压制备超细晶纯钛:将经过第一次挤压的铜 - 钛试样再次放入模具通道内,并重复第一次挤压的制备过程,完成对该铜 - 钛试样的第二次挤压制备过程。

[0056] 退火处理:第二次挤压完成后,将该铜钛试样置于加热炉内,对经过两次挤压制备的铜钛试样进行退火处理,以去除由于大塑性变形产生的残余应力,保证后续挤压过程中更大的塑性应变不会造成试样的碎裂。退火处理温度为 200℃,保温时间为 1h。保温结束后,空冷至室温。

[0057] 由于过多的退火会降低晶粒细化的效率,而不退火又很难保证完整细晶材料的制备,故本实施例在选择在多道次挤压制备超细晶纯钛的过程中进行退火处理。

[0058] 其余各道次挤压制备超细晶纯钛:不断重复第一次挤压的过程,完成设定的挤压制备过程,直至得到超细晶纯钛试样。

[0059] 步骤 4, 表面处理:通过机械加工的方法或化学方法去除铜 - 钛试样外部的铜层,获得超细晶纯钛棒材。本实施例采用车削方式对得到的超细晶纯钛试样进行表面加工。

[0060] 通过 SEM、TEM 观察本实施例得到的超细晶纯钛的微观结构,4 道次挤压后,所得超细晶纯钛的平均晶粒尺寸达到 0.3 ~ 0.4 μm ,有效地细化了晶粒。利用数字维氏硬度计、万能试验机和 Hopkinson 杆进行了力学性能测试,结果显示细化处理后材料的力学性能有了很大的提高,硬度由粗晶钛的 1498MPa 提高到 4 道次超细晶钛的 2458MPa。相较于原始粗晶纯钛,4 道次超细晶纯钛在准静态压缩载荷作用下其 10% 应变处流动应力由 475MPa 增长到 813MPa;在动态载荷作用下其 10% 应变处流动应力由 652MPa 增长到 1215MPa,分别提升了 71% 和 86%。

[0061] 实施例 2

[0062] 本实施例所选用模具为通道夹角为 120°,外圆角为 20° 的两半模组成的模具,挤压路线选用细化效果最好的 Bc 路线,即每道次挤压完成后将挤压试样沿顺时针旋转 90° 后再次放入口通道;挤压杆沿通道下移速度为 0.5mm/s,调整万能材料试验机横梁

下移速度即可控制。本实施例在常温下进行操作。

[0063] 本实施例的具体过程是：

[0064] 步骤 1, 铜 - 钛试样的制备：

[0065] 将工业纯钛 TA2 热轧板材切割加工成长度为 70mm、直径为 8mm 的圆柱体, 制成钛棒。该钛棒的一端为锥形体。

[0066] 将纯铜切割加工成长 80mm、直径 10mm 的圆柱体, 制成铜棒。在该铜棒内沿轴向加工有直径为 8mm、深度为 70mm 的锥形盲孔。该锥形盲孔与所述铜棒同轴。本实例中所加工锥形角度为 120° 。

[0067] 本发明中外部铜层起到的作用是减小挤压试样同挤压通道之间的摩擦, 有效降低挤压力, 从而提高超细晶纯钛室温情况下的可制备性。外部铜层厚度的改变将会影响到内部纯钛棒塑性变形的累积, 外部铜层变薄使得内部纯钛棒在每道次挤压时得到更大的变形, 从而晶粒细化效果更加明显, 力学性能有更大的改善。同时, 减薄外部铜层厚度能够得到更大体积的超细晶纯钛。

[0068] 另外, 本实例中改变了铜棒中锥形盲孔内部锥形角度, 根据 ABAQUS 有限元模拟结果的分析, 挤压试样在挤压的过程中不同的锥形角度将导致内部纯钛棒前端同外部锥形盲孔内侧接触状态的改变, 过大的锥角在多次挤压后容易产生纯钛棒前端与铜棒锥形盲孔前端的分离, 纯钛棒多次挤压后易发生碎裂。

[0069] 将所述钛棒装入铜棒内, 组装为一体即成为铜包裹着钛棒的铜 - 钛试样, 将试样置于加热炉内在 300°C 保温 2h 进行退火处理。得到铜 - 钛试样。本实例按上述步骤共加工试样 10 个, 读者可根据需要决定试样加工数量。

[0070] 步骤 2, 挤压模具组装：

[0071] 在模具通道内均匀涂抹厚度为 0.1mm 的 85% 石墨 + 15% 二硫化钼复合润滑剂以润滑该模具通道, 所述复合润滑剂的比例为质量百分比。将两个半模组用螺栓组装成一体置于 60t 万能材料试验机上, 并使模具上的挤压杆与试验机的压头同轴。

[0072] 步骤 3, 多道次挤压制备超细晶纯钛：

[0073] 本实施例通过 4 道次挤压制备超细晶纯钛, 并在 4 道次之间增加一次对铜 - 钛试样的退火处理。具体是,

[0074] 第一道次挤压制备超细晶纯钛: 在得到的铜 - 钛试样表面均匀涂抹厚度为 0.1mm 的复合润滑剂, 将铜 - 钛试样放入模具通道内, 用挤压杆将铜 - 钛试样压入通道底部, 直至铜 - 钛试样顶住通道弯角处, 挤压杆留置于通道内。调节万能材料试验机的压头与挤压杆上表面接触。调整万能材料试验机横梁的下移速度, 使挤压杆沿通道以 $0.5 \sim 1.5\text{mm/s}$ 速度下移对铜 - 钛试样进行挤压。本实施例中, 挤压杆的下移速度为 1.0mm/s 。

[0075] 当所述铜 - 钛试样完全通过模具中的弯角后, 即完成第一道次的挤压。完成一道次挤压后的铜 - 钛试样尚停留在出口通道中, 当放入第二根铜 - 钛试样进行挤压时将第一根试样顶出, 即完成该铜 - 钛试样的第一次挤压制备过程。

[0076] 第二道次挤压制备超细晶纯钛: 将经过第一次挤压的铜 - 钛试样再次放入模具通道内, 并重复第一次挤压的制备过程, 完成对该铜 - 钛试样的第二次挤压制备过程。

[0077] 退火处理: 第二次挤压完成后, 将该铜钛试样置于加热炉内, 对经过两次挤压制备的铜钛试样进行退火处理, 以去除由于大塑性变形产生的残余应力, 保证后续挤压过程中

更大的塑性应变不会造成试样的碎裂。退火处理温度为 200℃,保温时间为 1h。保温结束后,空冷至室温。

[0078] 由于过多的退火会降低晶粒细化的效率,而不退火又很难保证完整细晶材料的制备,故本实施例在选择在多道次挤压制备超细晶纯钛的过程中进行退火处理。

[0079] 其余各道次挤压制备超细晶纯钛:不断重复第一次挤压的过程,完成设定的挤压制备过程,直至得到超细晶纯钛试样。

[0080] 步骤 4,表面处理:通过机械加工的方法或化学方法去除铜-钛试样外部的铜层,获得超细晶纯钛棒材。本实施例采用车削方式对得到的超细晶纯钛试样进行表面加工。

[0081] 实施例 3

[0082] 本实施例所选用模具为通道夹角为 90°,外圆角为 30° 的两半模组成的模具。模具通道夹角和外圆角是影响挤压试样每道次挤压完成后变形量大小的重要参数,减小通道夹角可有效增加每道次挤压试样塑性变形量,增大外圆角可以使试样较容易的通过弯角。挤压路线选用细化效果最好的 Bc 路线,即每道次挤压完成后将挤压试样沿顺时针旋转 90° 后再次放入口通道;挤压杆沿通道下移速度为 1.5mm/s,调整万能材料试验机横梁下移速度即可控制。本实施例在常温下进行操作。

[0083] 本实施例的具体过程是:

[0084] 步骤 1,铜-钛试样的制备:

[0085] 将工业纯钛 TA2 热轧板材切割加工成长度为 70mm、直径为 8mm 的圆柱体,制成钛棒。该钛棒的一端为锥形体。

[0086] 将纯铜切割加工成长 80mm、直径 10mm 的圆柱体,制成铜棒。在该铜棒内沿轴向加工有直径为 8mm、深度为 70mm 的锥形盲孔。该锥形盲孔与所述铜棒同轴。本实例中所加工锥形角度为 90°。

[0087] 将所述钛棒装入铜棒内,组装为一体即成为铜包裹着钛棒的铜-钛试样,将试样置于加热炉内在 300℃保温 2h 进行退火处理。得到铜-钛试样。本实例按上述步骤共加工试样 10 个,读者可根据需要决定试样加工数量。

[0088] 步骤 2,挤压模具组装:

[0089] 在模具通道内均匀涂抹厚度为 0.1mm 的 85%石墨+15%二硫化钼复合润滑剂以润滑该模具通道,所述复合润滑剂的比例为质量百分比。将两个半模组用螺栓组装成一体置于 60t 万能材料试验机上,并使模具上的挤压杆与试验机的压头同轴。

[0090] 步骤 3,4 道次挤压制备超细晶纯钛:

[0091] 本实施例通过 4 道次挤压制备超细晶纯钛,并在 4 道次之间增加一次对铜-钛试样的退火处理。具体是:

[0092] 第一道次挤压制备超细晶纯钛:在得到的铜-钛试样表面均匀涂抹厚度为 0.1mm 的复合润滑剂,将铜-钛试样放入模具通道内,用挤压杆将铜-钛试样压入通道底部,直至铜-钛试样顶住通道弯角处,挤压杆留置于通道内。调节万能材料试验机的压头与挤压杆上表面接触。调整试验机横梁下降速度,以 1.5mm/s 的速度对铜-钛试样进行挤压。当所述铜-钛试样完全通过模具中的弯角后,即完成第一道次的挤压。完成一道次挤压后的铜-钛试样尚停留在出口通道中,当放入第二根铜-钛试样进行挤压时将第一根试样顶出,即完成该铜-钛试样的第一次挤压制备过程。

[0093] 第二道次挤压制备超细晶纯钛 :将经过第一次挤压的铜 - 钛试样再次放入模具通道内,并重复第一次挤压的制备过程,完成对该铜 - 钛试样的第二次挤压制备过程。

[0094] 退火处理 :第二次挤压完成后,将该铜钛试样置于加热炉内,对经过两次挤压制备的铜钛试样进行退火处理,以去除由于大塑性变形产生的残余应力,保证后续挤压过程中更大的塑性应变不会造成试样的碎裂。退火处理温度为 200℃,保温时间为 1h。保温结束后,空冷至室温。

[0095] 由于过多的退火会降低晶粒细化的效率,而不退火又很难保证完整细晶材料的制备,故本实施例在选择在多道次挤压制备超细晶纯钛的过程中进行退火处理。

[0096] 其余各道次挤压制备超细晶纯钛 :不断重复第一次挤压的过程,完成设定的挤压制备过程,直至得到超细晶纯钛试样。

[0097] 步骤 4,表面处理 :通过机械加工的方法或化学方法去除铜 - 钛试样外部的铜层,获得超细晶纯钛棒材。本实施例采用车削方式对得到的超细晶纯钛试样进行表面加工。

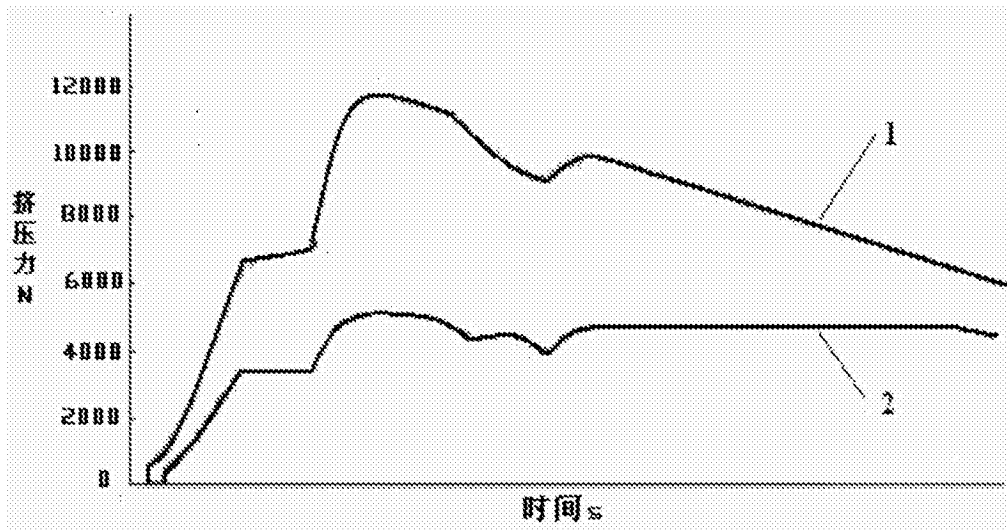


图 1

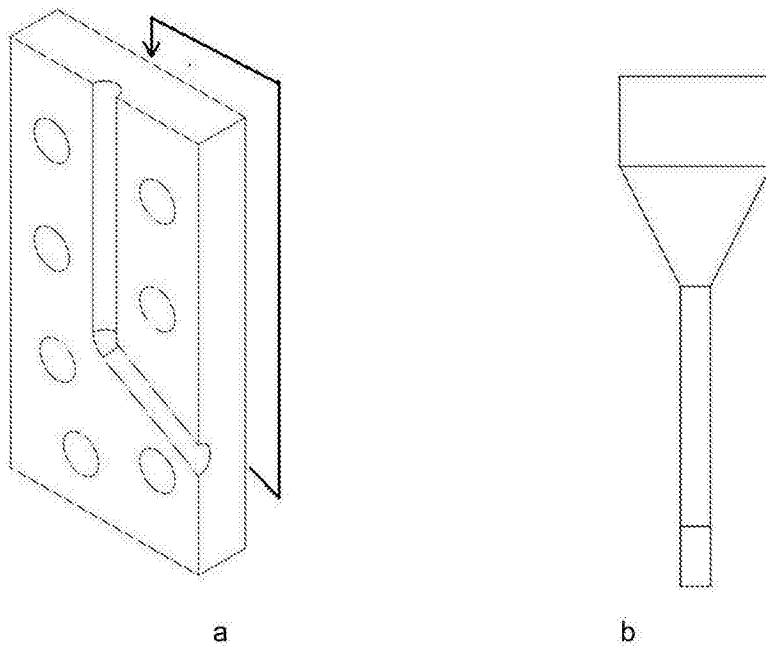
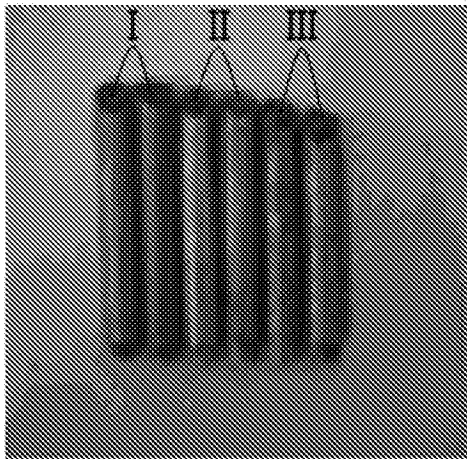
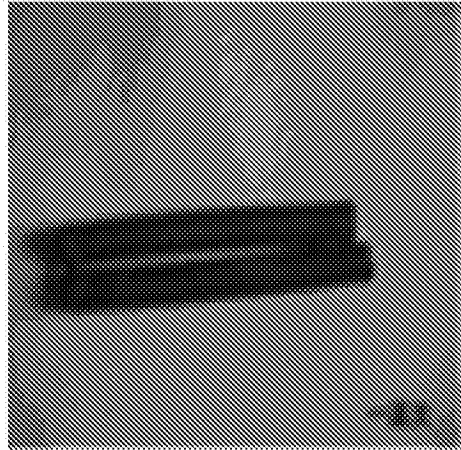


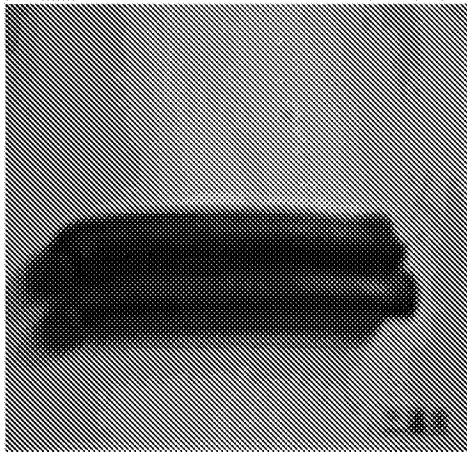
图 2



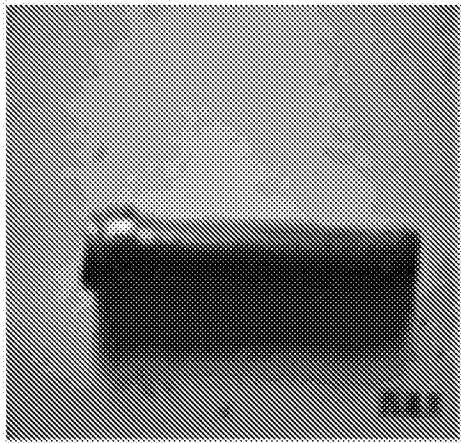
a



b



c



d

图 3

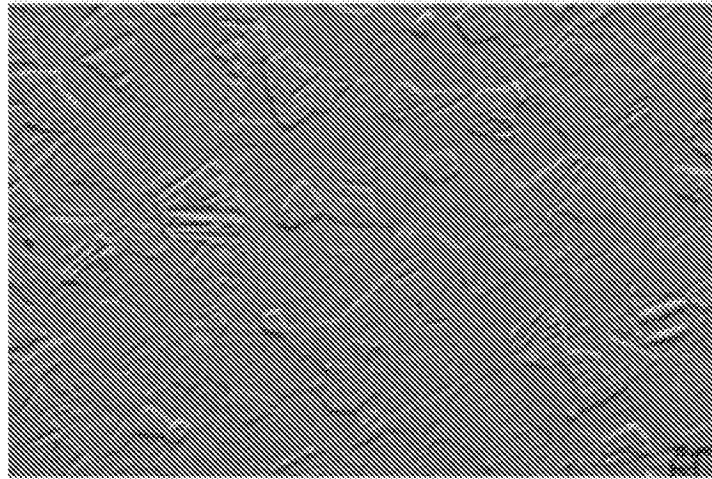
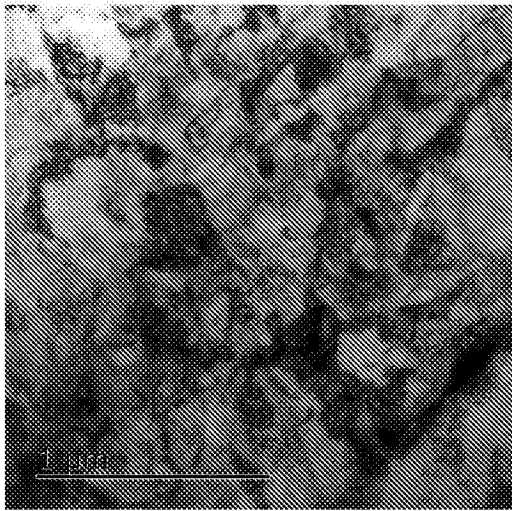
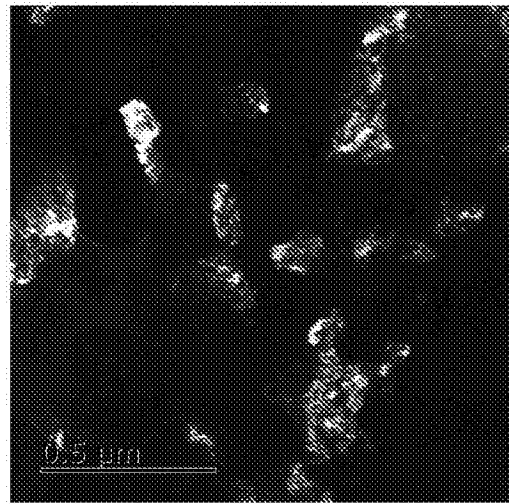


图 4



a.



b.

图 5

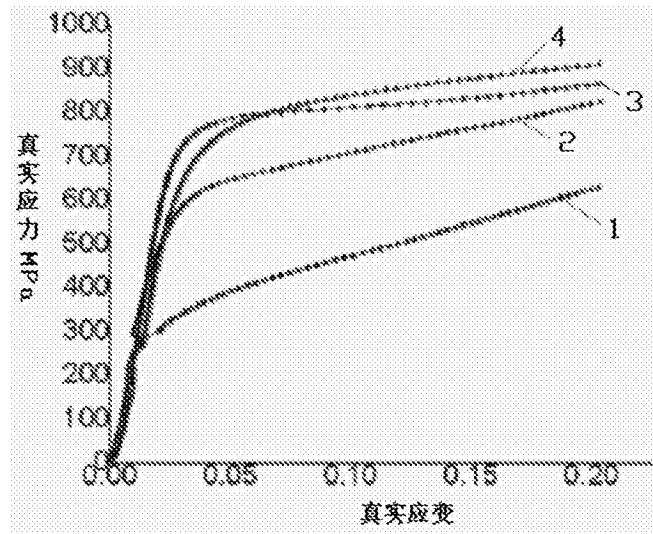


图 6

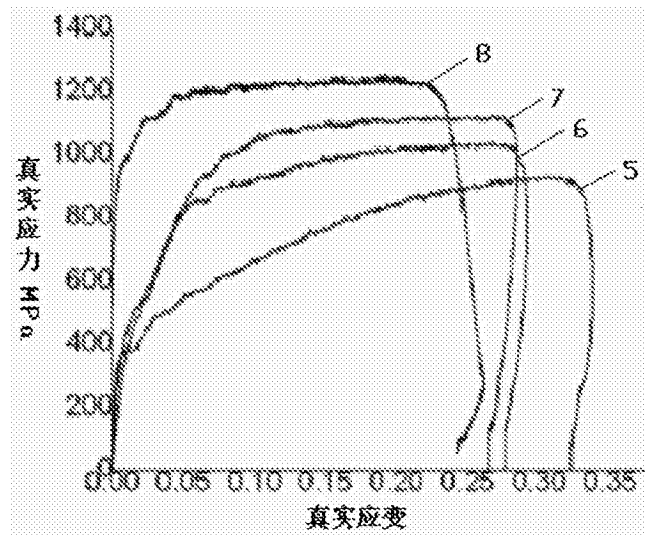


图 7

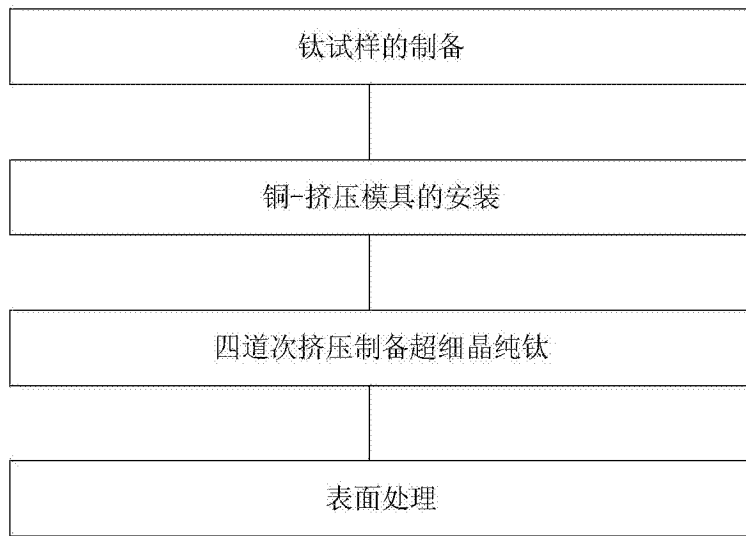


图 8