



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107723638 A

(43)申请公布日 2018.02.23

(21)申请号 201710806326.7

(22)申请日 2017.09.08

(71)申请人 洛阳双瑞精铸钛业有限公司

地址 471000 河南省洛阳市高新技术开发  
区滨河北路38号

(72)发明人 刘喜波 陈涛 刘茵琪

(74)专利代理机构 洛阳公信知识产权事务所  
(普通合伙) 41120

代理人 陈利超

(51) Int. Cl.

C22F 1/18(2006.01)

权利要求书1页 说明书6页

(54)发明名称

一种深冲用钛板的制备方法

(57)摘要

一种深冲用钛板的制备方法,利用O含量 $\leq$ 0.05%、N含量 $\leq$ 0.006%、Fe含量 $\leq$ 0.05%的不低于0A级的海绵钛作为原料,对其进行熔炼铸造和锻造,并在锻造过程中进行不少于两次的拔长和/或镦粗,以制备具有良好的组织、轻微织构的板坯,随后板坯经热轧、冷轧、换向轧制并结合退火以及后续处理的步骤获得晶粒适宜、性能合格、杯突值较高的纯钛板材。本方法可使纯钛板材的生产流程较短、效率较高、深冲性能好。

1. 一种深冲用钛板的制备方法,其特征在于,钛板的制备方法包括如下步骤:

(1) 使用粒度为3~12.7mm、不低于0<sub>A</sub>级的海绵钛进行熔炼铸锭,接着对铸锭锻造不少于两火次,并在锻造过程中进行不少于两次的拔长和/或镦粗,每次镦粗或拔长变形量不小于30%,将铸态组织破碎获得再结晶组织、晶粒较均匀的TA1板坯,所述海绵钛的成分中要求O含量≤0.05%、N含量≤0.006%、Fe含量≤0.05%;

(2) 利用天然气将步骤(1)所获得的TA1板坯加热到850~930℃并保温,经轧制获得3~6mm厚度的热轧卷,随后进行(720~780)℃×(2~30)min大气连续退火获得再结晶组织,接着进行抛丸和酸洗将表面氧化层去除;

(3) 采用可逆轧机将步骤(2)处理所得的热轧卷在张力作用下沿钛卷的长度方向进行多道次冷轧,单道次变形量≥5%、轧程总变形量≥50%,总轧程数不超过2个,两个轧程间进行半成品退火;当一轧程轧制后,钛卷表面脱脂除油,然后进行半成品退火和表面缺陷处理,可将钛卷分切成长度不超过1300mm的单张钛板,接着沿钛板的宽度方向进行换向冷轧,换向冷轧中轧制的速率≤3m/s,换向冷轧总变形量≥30%;经钛卷长度方向的冷轧以及分切后钛板宽度方向的冷轧后,获得成品钛板;

(4) 将步骤(3)所获得的成品钛板进行退火,得到合格的TA1成品板。

2. 根据权利要求1所述的一种深冲用钛板的制备方法,其特征在于:在对成品钛板退火时,采用大气气氛退火,将钛板在电阻炉中进行压矫形退火,退火温度650~700℃、保温时间2~10h,具体退火保温、保温时间根据钛板的成分、总厚度和冷轧变形量确定。

3. 根据权利要求1所述的一种深冲用钛板的制备方法,其特征在于:在对成品钛板退火时,采用真空退火,真空度优于10<sup>-1</sup>Pa,退火温度630~700℃、保温时间3~10h,升温到500℃以上时充氩气加强热量循环,退火制度根据钛板成分、冷轧变形量确定。

4. 根据权利要求2所述的一种深冲用钛板的制备方法,其特征在于:采用大气气氛退火后,对钛板的表面采用碱酸洗处理或喷砂+酸洗处理或砂光处理;若钛板表面有缺陷,则在机械修磨后进行碱酸洗处理或喷砂+酸洗处理或砂光处理。

5. 根据权利要求1所述的一种深冲用钛板的制备方法,其特征在于:所述的半成品退火的方法是:退火温度为660℃,退火后冷却到200℃以下,再出炉空冷至室温。

## 一种深冲用钛板的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于钛板加工的技术领域,具体涉及一种深冲用钛板的制备方法。

### 背景技术

[0002] 钛是所有金属里唯一对人体有亲和作用的金属、对人体没有任何伤害,与人体结合不会产生排异反应。钛具有很多优异的性能,如密度小、比强度高和耐腐蚀等,钛制成的生活用品具有质轻牢固、不生锈、无毒无害、抑菌和无过敏性的优点,因此在日常生活用品领域具有广阔的应用前景。

[0003] 相对于其他机械加工方法,冲压制品具有质量稳定、互换性好、可直接使用、能源消耗低、生产效率高等优点。钛属于难冲压成形的金属,钛板冲压成形件的应用相对较少,针对钛的冲压成形技术有待开发与提高,对于冲压成形用钛板的生产工艺也研究较少。冲压用钛板要求有良好的工艺性能,即较好的冲压性能,保证有足够的塑性、不产生裂纹,由于钛的屈强比高、塑性变形区小,不利于深冲成形。金属钛为密排六方结构,塑性远不如钢、铝和铜等金属,冲压性能相对较差,钛具有明显的各向异性、其成形性能受各向异性的影响很大。

[0004] 影响钛板冲压成形性的因素很多,包括钛材的成分、力学性能、工艺性能和组织,外部因素还有模具、冲压工艺参数和润滑剂等等,需要用综合性指标来衡量。力学性能包括强度、屈强比、塑性、应变比和硬化指数等;工艺性能包括冷弯、弯曲回弹、冲压极限和冲压性能等。

[0005] 冲压成形的变形较剧烈,钛板中O、N、Fe等杂质含量低,则材料的塑性高、屈服强度低,有利于冲压成形。材料的强度高、成形性能好,屈服强度越小则冲压成形的形状精度越高,延伸率越大胀形性能越好;弹性模量高,则回弹量小、成形后零件精度高。冲压用钛板以等轴 $\alpha$ 组织为主,晶粒较大有利于冲压成形、但晶粒过于粗大时冲压变形会引起表面起皱,过大或过小的晶粒会造成杯突值下降,因此需要适宜的晶粒尺寸。硬化指数 $n$ 和宽厚向的应变比 $r$ 对冲压性能有较大影响,这两个指数具有各向异性, $n$ 值大代表材料均匀变形能力强、拉胀的总变形量更大; $r$ 值越高深冲性越好, $r$ 值较高表示在板宽方向的变形抗力小、而在板厚方向的变形抗力大,材料不容易减薄、不易破裂;加工硬化指数 $n$ 值大的材料冲压性能好,杯突值越高胀形性能越好,另外,板料较厚则杯突值越大、成形性也越好些。

[0006] 另外,织构对冲压性能也有较大影响,纯钛轧制时进行滑移变形, $c$ 轴方向产生变形比较困难,故纯钛板的织构组织一般以底面极图表示,纯钛的织构用极图表示主要有三种:中心极点型、 $\alpha$ 轧制稳定方位型和边界型。中心极点型是在 $\alpha$ 温度区间进行交叉轧制和环轧中形成;稳定方位型是在 $\alpha$ 温度区间单向轧制形成;边界型是在 $\beta$ 温度区间加热,而在 $\alpha$ 温度区间开始轧制和结束的单向轧制中形成。采用卷带式方式生产钛板带具有产量大、效率高、流程短、成本低、性能均匀和厚度精确等优点,可生产更薄规格的板(最薄0.5mm左右)、厚度精确高(最小可实现0~0.05mm公差)、同板差小(薄板实现0~0.1mm),冷轧纯钛卷板是在 $\alpha$ 温度区间单向轧制成带的方式生产的,所以织构都是第2种类型,为了改变织构组

织、减轻对冲压的不利影响,就需要适当调整轧制变形方式。

[0007] 日常用品使用的钛板厚度一般为0.5~1.5mm,制作生活用品如餐具的钛板片,一般要进行冲压或深冲加工,对钛的成分、力学性能、工艺性能和晶粒组织等都有特别要求,因此,需要专门设计材料的成分、生产工艺和退火工艺。本发明介绍了适合于深冲用的纯钛板成分选择、熔炼生产和轧制工艺等。

## 发明内容

[0008] 本发明的目的是提供一种深冲用的钛板制备方法,选用合适的原料熔炼铸锭,锻造后获得良好的组织、轻微织构,热轧结合冷轧与退火,获得晶粒适宜(晶粒度3.5~7.5级)、性能合格、杯突值较高的纯钛板材,使纯钛板材的生产流程较短、效率较高、深冲性能好。

[0009] 为了解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案是:一种深冲用钛板的制备方法,包括如下步骤:

(1) 使用粒度为3~12.7mm、不低于0<sub>A</sub>级的海绵钛熔炼铸锭,接着对铸锭锻造不少于两火次,并在锻造过程中进行不少于两次的拔长和/或镦粗,每次镦粗或拔长变形量不小于30%,将铸态组织破碎获得再结晶组织、晶粒较均匀的TA1板坯,所述海绵钛的成分中要求O含量 $\leq 0.05\%$ 、N含量 $\leq 0.006\%$ 、Fe含量 $\leq 0.05\%$ ;

(2) 利用天然气将步骤(1)所获得的TA1板坯加热到850~930℃并保温,经轧制获得3~6mm厚度的热轧卷,随后进行(700~780)℃ $\times$ (2~30)min大气连续退火获得再结晶组织,接着进行抛丸和酸洗将表面氧化层去除;

(3) 采用可逆轧机将步骤(2)处理所得的热轧卷在张力作用下沿钛卷的长度方向进行多道次冷轧,单道次变形量 $\geq 5\%$ 、轧程总变形量 $\geq 50\%$ ,总轧程数不超过2个,当一轧程轧制后,在钛卷表面脱脂除油,然后进行半成品退火,之后对表面缺陷进行处理,并将钛卷分切成长度不超过1300mm的单张钛板,接着沿钛板的宽度方向进行换向冷轧,换向冷轧中轧制的速率 $\leq 3\text{m/s}$ ,换向冷轧总变形量 $\geq 30\%$ ;经钛卷长度方向的冷轧以及分切后钛板宽度方向的冷轧后,获得成品钛板;

(4) 将步骤(3)所获得的成品钛板进行退火,并对退火后的钛板表面进行处理,得到合格的TA1成品板。

[0010] 优选的,在对成品钛板退火时,采用大气气氛退火,将钛板在电阻炉中进行压矫形退火,退火温度630~700℃、保温时间2~10h,具体退火保温、保温时间根据钛板的成分、总厚度和冷轧变形量确定。

[0011] 优选的,在对成品钛板退火时,将钛板放置于真空罩式炉中进行真空退火,真空度优于 $10^{-1}\text{Pa}$ ,退火温度630~700℃、保温时间3~10h,升温到500℃以上时充氩气加强热量循环,退火制度根据钛板成分、冷轧变形量和钛卷的卷径确定。

[0012] 优选的,所述步骤(4)中,对退火后钛板的表面进行处理时,采用碱酸洗处理或喷砂+酸洗处理或砂光处理;若钛板表面有缺陷,则在机械修磨后进行碱酸洗处理或喷砂+酸洗处理或砂光处理。

[0013] 优选的,所述的半成品退火的方法是:退火温度为660℃,退火后冷却到200℃以下,再出炉空冷至室温。

[0014] 与现有技术相比,本发明的有益效果是:

### (1) 深冲用钛板冲压效果

深冲用钛板冲压制备钛锅、钛杯和钛壳体,可以实现最大冲压深度不低于90mm;钛板的各向异性较小,强度指标各向异性差异不超过20%。

### [0015] (2) 深冲用钛板的成分、规格和质量

纯钛铸锭中主要杂质元素含量满足 $0 \leq 0.06\%$ 、 $N \leq 0.008\%$ 、 $Fe \leq 0.1\%$ ,其他杂质含量满足GB/T 3621.1-2007中TA1要求,铸锭重量3~8t。可生产厚度范围0.5~1.5mm的深冲用TA1板带、单卷最大重量3~8t,钛板最大宽度可达到1250mm,生产效率高、外观质量好、成本较低,同批次板材的力学性能和微观组织的均匀一致程度较高;同板差可稳定控制到 $\leq 0.1\text{mm}$ 、整板(厚度\*1000\*2000mm)不平度 $\leq 8\text{mm/m}$ 。

### [0016] (3) 深冲用钛板性能和组织

深冲板材成形的重要参数是屈服强度、屈强比、杯突、硬化指数 $n$ 和塑性应变值 $r$ 等,另外这些参数与各向异性关系很大。制成厚度为0.5~1.5mm的钛板,强度 $\leq 350\text{MPa}$ 、屈服强度 $\leq 270\text{MPa}$ ,杯突值 $> 10\text{mm}$ 。拉伸应变硬化指数 $n$ 为0.1以上,塑性应变值 $r$ 在0.4以上;另外,通过较充分的锻造和再结晶,钛板的各向异性不显著、轧制方向到垂直轧向的性能变化 $\leq 20\%$ 。钛板的晶粒范围3.5~7级,整卷板带材的晶粒度差异不超过1.5级、单张钛板组织较均匀、晶粒度级别差异不超过0.5级。

### [0017] (4) 钛卷的生产过程控制

通过锻造获得成分和组织较均匀的板坯,并减轻了织构情况。钛卷材轧制时轧程变形率不低于50%,卷轧后再进行换向单张板冷轧的轧程变形量不低于30%,使变形能够深入整个厚度并使晶粒的破碎和再结晶充分,获的较均匀晶粒组织,同时钛板的塑性较高、深冲性能良好。

## 具体实施例

[0018] 以下详细说明本发明的部分实施例,但本发明不局限于此,对于本领域的技术人员来说,在不脱离本发明方法的前提下,还可以做出若干变形和改进,均应属于本发明的保护范围。

[0019] 实施例1:一种深冲用钛板的制备方法,包括如下步骤:

(1) 选用粒度为3~8mm的不低于0<sub>A</sub>级海绵钛,采用德国ALD真空自耗电弧炉进行二次熔炼,制备成直径 $\Phi 800\text{mm}$ 左右的TA1铸锭,铸锭中O含量 $\leq 0.06\%$ 、N含量 $\leq 0.006\%$ 、Fe含量 $\leq 0.03\%$ ,接着对铸锭锻造三火次,共进行两次拔长和两次镦粗,每次镦粗及拔长变形量不小于30%,再经过整形、铣面后得到探伤级达到A级的、且再结晶组织、晶粒较均匀的TA1板坯,板坯名义尺寸为 $150 \times 1270 \times 5000\text{mm}$ ,所述不低于0<sub>A</sub>级海绵钛的成分中要求O含量 $\leq 0.05\%$ 、N含量 $\leq 0.006\%$ 、Fe含量 $\leq 0.05\%$ ;

(2) 利用天然气将步骤(1)所获得的TA1板坯加热到 $900 \pm 15^\circ\text{C}$ 并保温,经轧制获得4mm厚度的热轧卷,随后进行 $750^\circ\text{C} \pm 15^\circ\text{C} \times 10\text{min}$ 大气连续退火获得再结晶组织,接着进行抛丸和酸洗将表面氧化层去除,热轧退火TA1卷晶粒度为8级左右;

(3) 采用可逆轧机将步骤(2)处理所得的热轧卷在张力作用下沿钛卷的长度方向进行多道次冷轧,单道次变形量 $\geq 5\%$ 、轧程总变形量 $\geq 50\%$ ,总轧程数为2个,两个轧程变形率分别是52%和63%;当一轧程轧制后,对钛卷表面脱脂除油,之后对表面缺陷进行处理,并将钛

卷分切成长度不超过1300mm的单张钛板,接着沿钛板的宽度方向进行换向冷轧,换向冷轧中轧制的速率 $\leq 3\text{m/s}$ ,换向冷轧总变形量 $\geq 30\%$ ;经钛卷长度方向的冷轧以及分切后钛板宽度方向的冷轧后,获得厚度为0.7mm的成品钛板;

(4)将步骤(3)所获得的成品钛板进行真空退火,真空度优于 $10^{-1}\text{Pa}$ 、退火温度为 $680^\circ\text{C}$ 、保温时间为8h,升温到 $500^\circ\text{C}$ 以上时充氩气加强热量循环, $550^\circ\text{C}$ 以上的降温过程适当缓慢、防止降温过快造成钛板粘接,以得到合格的TA1成品板。

[0020] 在本实施例中,对成品钛板的退火也可采用大气气氛退火,退火温度为 $680^\circ\text{C}$ 、保温时间为8h, $550^\circ\text{C}$ 以上的降温过程适当缓慢、防止降温过快造成钛板变形,对退火后的钛板表面进行处理,得到合格的TA1成品板。

[0021] 采用以上方法所制备的钛板的性能和组织见表1:

表1 深冲用0.7mm厚成品TA1板性能和组织

位置	抗拉强度 (MPa)	屈服强度 (MPa)	伸长率 (%)	晶粒度 (级)	杯突 (mm)	n	r
轧向	295	169	71.5	5.5	平均 10.7	0.17	0.4
30°	302	175	68.5			0.15	0.45
45°	291	165	72.5			0.13	0.5
60°	309	188	67			0.12	0.5
横向	312	210	65			0.12	0.5

\*伸长率使用15mm标距;n和r的测量在拉伸应变3~10%条件下。

[0022] 从上表中可以看出,采用本发明的方法制备0.7mm钛板后,强度较低塑性较好,沿着轧制方向的强度最低、硬化指数n最高、塑性应变值r最低;横向强度最高、塑性最差,硬化指数n最低、应变值较高; $45^\circ$ 方向强度和屈服强度最低、伸长率最高、应变值r较高、硬化指数n较低。从轧向到横向的不同角度看,钛板有一定的各向异性、但差异不太大。

[0023] 这批钛板冲压制备 $\Phi 220 \times 110\text{mm}$ 、 $\Phi 240 \times 130\text{mm}$ 、 $\Phi 260 \times 150\text{mm}$ 和 $\Phi 300 \times 180\text{mm}$ 的钛锅,使用专用润滑油、冲压工艺适宜,冲压过程顺利,冲压成型合格率超过96%,侧面、底面和圆弧过渡处的减薄过渡较均匀,压边没有折皱、制耳较小。后续的加工、去油、喷砂、酸洗和表面处理等工序顺利,钛锅内外质量合格。

[0024] 用类似的工艺冲压制备 $\Phi 150 \times 120\text{mm}$ 钛锅,冲压成型合格率超过93%,制耳较小,制备过程顺利,产品质量合格。

[0025] 实施例2:一种深冲用钛板的制备方法,包括如下步骤:

(1)选用粒度为8~12.7mm的、不低于0<sub>A</sub>级海绵钛,采用EB炉(电子束冷床炉)方法制备成TA1铸锭,铸锭厚度为400mm、宽度1300mm,铸锭中O含量 $\leq 0.055\%$ 、N含量 $\leq 0.0058\%$ 、Fe含量 $\leq 0.03\%$ ,接着对铸锭锻造三火次,并在锻造的过程中共进行两次拔长和镦粗,每次镦粗及拔长变形量不小于30%,再经过整形、铣面后得到探伤级达到A级的、且再结晶组织、晶粒较均匀的TA1板坯,所述不低于0<sub>A</sub>级海绵钛的成分中要求O含量 $\leq 0.05\%$ 、N含量 $\leq 0.006\%$ 、Fe含量 $\leq 0.05\%$ ;

(2)利用天然气将步骤(1)所获得的TA1板坯加热到 $930^\circ\text{C}$ 并保温,经轧制获得3mm厚度的热轧卷,随后进行 $720^\circ\text{C} \times 30\text{min}$ 大气连续退火获得再结晶组织,接着进行抛丸和酸洗将

表面氧化层去除,热轧退火TA1卷晶粒度为7.5级左右;

(3)采用可逆轧机将步骤(2)处理所得的热轧卷在张力作用下沿钛卷的长度方向进行多道次冷轧,单道次变形量 $\geq 6\%$ 、轧程总变形量71%,总轧程数为2个;当一轧程轧制后,在钛卷表面脱脂除油,然后进行半成品退火,半成品退火温度660℃、退火后冷却到200℃以下,出炉空冷;冷却到室温后,进行变形量 $\leq 2\%$ 的平整,改善板形、减小不平度;随后利用矫直机分切机,矫直后分切为1×1250(卷宽)×1200mm成品板材;接着沿钛板的宽度方向进行换向冷轧,换向冷轧中轧制的速率 $\leq 3\text{m/s}$ ,换向冷轧总变形量40%;经钛卷长度方向的冷轧以及分切后钛板宽度方向的冷轧后,获得厚度为0.6mm的成品钛板;

(4)将步骤(3)所获得的成品钛板进行大气气氛退火,退火温度为650℃、保温时间为6h,550℃以上的降温过程适当缓慢、防止降温过快造成钛板变形,对退火后的钛板表面进行处理,得到合格的TA1成品板。

[0026] 在本实施例中,成品钛板也可采用真空退火,真空度优于 $10^{-1}\text{Pa}$ 、退火温度为700℃、保温时间为10h,升温到500℃以上时充氩气加强热量循环,550℃以上的降温过程适当缓慢、防止降温过快造成钛板粘接,以得到合格的TA1成品板。

[0027] 所得TA1成品板整板不平度 $\leq 8\text{mm/m}$ ,钛板晶粒度为4.5级,横向强度不超过330MPa、伸长率超过60%,不同方向性能值差异不超过15%,各向异性较小。

[0028] 用这批钛板冲压制备 $\Phi 180 \times 90\text{mm}$ 、 $\Phi 200 \times 100\text{mm}$ 、 $\Phi 220 \times 110\text{mm}$ 和 $\Phi 240 \times 130\text{mm}$ 的钛锅,冲压过程顺利,冲压成型合格率超过95%,钛锅没有可发现的冲压不平滑现象,制耳较小;还可以冲压制备锥形或柱状钛杯,上下底面直径40~120mm、高度60~140mm,冲压后的钛杯内外质量合格,表面平滑。后续的加工、去油、喷砂、酸洗和表面处理等工序顺利,钛锅和钛杯内外质量合格。

[0029] 实施例3:一种深冲用钛板的制备方法,包括如下步骤:

(1)选用粒度为3~12.7mm、不低于0<sub>A</sub>级海绵钛,采用VAR炉制备成TA1铸锭,铸锭中O含量 $\leq 0.055\%$ 、N含量 $\leq 0.0058\%$ 、Fe含量 $\leq 0.03\%$ ,接着对铸锭锻造三火次,并在锻造的过程中进行两次拔长和两次镦粗,每次镦粗及拔长变形量不小于30%,再经过整形、铣面后得到探伤级达到A级的、且再结晶组织、晶粒较均匀的TA1板坯,所述不低于0<sub>A</sub>级海绵钛的成分中要求O含量 $\leq 0.05\%$ 、N含量 $\leq 0.006\%$ 、Fe含量 $\leq 0.05\%$ ;

(2)利用天然气将步骤(1)所获得的TA1板坯加热到850℃并保温,经轧制获得6mm厚度的热轧卷,随后进行780℃×2min大气连续退火获得再结晶组织,接着进行抛丸和酸洗将表面氧化层去除,热轧退火TA1卷晶粒度为7.5级左右;

(3)采用可逆轧机将步骤(2)处理所得的热轧卷在张力作用下沿钛卷的长度方向进行多道次冷轧,单道次变形量 $\geq 6\%$ 、轧程总变形量71%,总轧程数为2个;当一轧程轧制后,在钛卷表面脱脂除油,然后进行半成品退火,半成品退火温度660℃、退火后冷却到200℃以下,出炉空冷;冷却到室温后,进行变形量 $\leq 2\%$ 的平整,改善板形、减小不平度;随后利用矫直机分切机,矫直后分切为1×1250(卷宽)×1200mm成品板材;接着沿钛板的宽度方向进行换向冷轧,换向冷轧中轧制的速率 $\leq 3\text{m/s}$ ,换向冷轧总变形量40%;经钛卷长度方向的冷轧以及分切后钛板宽度方向的冷轧后,获得厚度为0.6mm的成品钛板;

(4)将步骤(3)所获得的成品钛板在真空炉内进行真空退火,真空度优于 $10^{-1}\text{Pa}$ 、退火温度为640℃、保温时间为5h,升温到500℃以上时充氩气加强热量循环,550℃以上的降温

过程适当缓慢、防止降温过快造成钛板粘接,最后得到合格的TA1成品板。

[0030] 在实施例3中,成品钛板的退火也可采用大气气氛退火,在采用大气气氛退火时,将钛板在电阻炉中进行压矫形退火,退火温度700℃、保温时间10h,并对退火后的钛板表面进行处理,最后得到合格的TA1成品板。