



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 110129699 B

(45)授权公告日 2020.05.12

(21)申请号 201910509215.9

审查员 陈博勋

(22)申请日 2019.06.13

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 110129699 A

(43)申请公布日 2019.08.16

(73)专利权人 中国科学院力学研究所

地址 100190 北京市海淀区北四环西路15号

(72)发明人 武晓雷 杨沐鑫 袁福平

(74)专利代理机构 北京和信华成知识产权代理

事务所(普通合伙) 11390

代理人 胡剑辉

(51)Int.Cl.

G22F 1/18(2006.01)

G22C 14/00(2006.01)

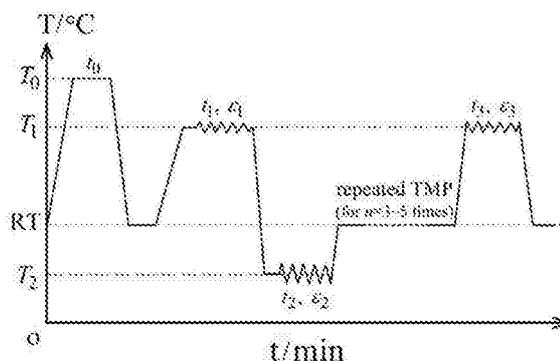
权利要求书2页 说明书9页 附图2页

(54)发明名称

一种高均匀伸长率GPa级钛及其制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种高均匀伸长率GPa级钛，钛板中的再结晶层片组织的体积分数为20-25%，纳米晶基体的体积分数为75-80%。本发明还公开了其循环热机械加工方法。最终得到的非均匀层片结构的钛薄板/带材既具有GPa级拉伸屈服强度，又具有≥10%的高均匀拉伸伸长率。本发明的产品能够通过工业上常规的轧制成型技术得到，因此很容易在工业上形成规模化生产。



1. 一种高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,其特征在于,包括如下步骤:

步骤101,对钛板进行预处理,所述预处理步骤包括固溶处理;

步骤201,在预定的 T_1 温度范围内,对预处理的固溶态钛板进行预定轧制时间及应变量 ε_1 的单一道次的高温轧制处理;

步骤301,在预定 T_2 温度范围内,对经步骤201高温轧制处理后的钛板再次进行预定轧制时间 t_2 及应变量 ε_2 的多道次数 n 的低温轧制处理;

步骤401,分别在预定的 T_1 和 T_2 两个不同温度范围内,重复所述步骤201和301,使固溶钛板共经历 N 次循环轧制处理, $N=3\sim 5$;

步骤501,在 T_1^N 温度范围的下限 T_3 ,对经所述步骤401处理后的钛板进行预定轧制时间 t_3 及压下量 ε_3 的最终温轧处理;

步骤601,对经所述步骤501处理后的钛板进行预定冷速 v_2 的冷却处理。

2. 根据权利要求1所述的高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,其特征在于,所述的预处理步骤包括:

步骤102,预先对所述钛板在预定 T_0 温度范围内进行预定退火时间为 t_0 的固溶处理;所述固溶处理温度范围 T_0 为所述钛板经预先差示扫描量热法测定的再结晶开始温度以上 $30\sim 50^\circ\text{C}$;

步骤103,对所述固溶处理钛板的上下表面进行机械磨削加工;

步骤104,对磨削加工后的纯钛板进行去污处理。

3. 根据权利要求2所述的高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,其特征在于:所述 T_0 为 $425\sim 550^\circ\text{C}$; t_0 根据钛板初始厚度 δ_0 决定, t_0/δ_0 为 $2\sim 5\text{min/mm}$;所述固溶处理在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1\geq 400^\circ\text{C/min}$;通过所述机械磨削加工,将所述钛板加工至预定的初始板厚 δ_0 ;所述初始板厚 $\delta_0\geq 10\text{mm}$;所述去污处理包括先用5%盐酸酒精溶液对所述钛板的表面做去污处理,然后再用无水乙醇清洗。

4. 根据权利要求1所述的高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,其特征在于,步骤201中,所述预定温度范围 T_1 的确定,由预先对所述固溶态钛板进行DSC测试所获得的静态再结晶温度 T_{SRX}^0 进行推算;所述 T_1 温度的推算方法为: $T_1 = (T_{\text{SRX}}^0 + 5\sim 15)^\circ\text{C}$;将所述钛板加热到所述预定温度范围 T_1 的处理过程在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1\geq 400^\circ\text{C/min}$;所述应变量 ε_1 ,为米塞斯等效应变 $0.05\sim 0.20$ 、或轧制压下量为 $5\sim 15\%$;所述轧制时间 t_1 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_1 下的保温时间为 $1\sim 5\text{min}$,以及所述钛板的轧制变形成型时间小于等于 1min 。

5. 根据权利要求1所述的高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,其特征在于:步骤301中,所述预定温度范围 T_2 为 $-196\sim -150^\circ\text{C}$;所述应变量 ε_2 ,为米塞斯等效应变 $0.20\sim 0.30$,或轧制压下量为 $15\sim 25\%$;所述轧制时间 t_2 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_2 下的保温时间, $t_2\geq 15\text{min}$;所述钛板在所述预定温度范围 T_2 下的轧制变形成型时间,为 $3\sim 10\text{min}$;所述轧制道次数 n 为 $5\sim 10$,单道次米塞斯等效应变 ≤ 0.05 ,或单道次轧制压下量 $< 5\%$;对所述钛板按照所述步骤301进行多道次轧制,当一个道次轧制完成后,将钛板相对轧制方向进行首尾对调和上下对调后,进行下一道次轧制,直至所述钛板厚度达到所述预定应变量 ε_2 时为止。

6. 根据权利要求1所述的高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,其特征在于:所述步骤401

中,所述循环轧制处理的每个单一道次包括:一次所述步骤201的高温轧制处理,以及后续的一次所述步骤301的轧制处理;进行第N道次反复轧制之前,对前一道次经所述步骤301低温轧制处理后的钛板进行DSC测试,获得在所述后续高温轧制处理之前所述钛板的再结晶温度 T_{SRX}^{N-1} ;根据公式 $T_1^N = (T_{SRX}^{N-1} + 5 \sim 15) ^\circ\text{C}$,确定所述后续高温轧制处理的温度范围 T_1^N ;每经过一次循环高温/低温轧制处理后,所述高温轧制温度范围均降低,按所述步骤201经行的第N道次的高温轧制温度范围,相较第N-1道次的高温轧制温度范围降低10~25 $^\circ\text{C}$ 。

7. 根据权利要求1所述的高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,其特征在于:所述步骤501中,所述预定温度范围 T_3 的确定,由预先对所述经步骤401处理后钛板进行DSC测试所获得的静态再结晶温度 T_{SRX}^N 进行推算,所述 T_3 温度的推算方法为: $T_3 = (T_{SRX}^N + 5 \sim 10) ^\circ\text{C}$;所述应变 ϵ_3 ,为米塞斯等效应变0.19~0.41,或轧制压下量为15-30%;所述步骤501中,所述轧制时间 t_3 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_3 下的保温时间为1~2min;所述钛板的轧制变形成型时间小于等于0.5min。

8. 根据权利要求1所述的高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,其特征在于:所述步骤601中,所述预定冷速 v_2 ,为500~1000 $^\circ\text{C}/\text{min}$ 、或将经所述步骤601处理后的钛板直接淬入液氮中进行冷却。

一种高均匀伸长率GPa级钛及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及先进结构材料力学性能领域,特别是涉及一种高均匀伸长率GPa级钛及其可控制备方法。

背景技术

[0002] 金属纯钛作为一种重要的轻质结构材料,凭借优异生物相容性和耐蚀性,在生物医学工程领域具有无可替代的应用价值和广阔前景。间隙固溶强化是金属纯钛的主要强化方式,工业上通常在钛中添加100-3000ppm浓度的氧、氮、铁等间隙元素,以获得高强度。例如,与高纯钛(典型屈服强度约100MPa)相比,牌号为TA₁-TA₄的工业纯钛强度可提高约1-4倍。然而,大量研究表明,钛的生物相容性/耐蚀性对氧、氮等杂质元素极其敏感,随杂质含量提高其生物相容性/耐蚀性难以满足医学应用条件。因此,本领域亟需解决的问题在于:如何在高纯钛中获得不低于600MPa的高拉伸屈服强度?解决这一问题,传统上位错强化和细晶强化是惟一可行的两条途径。这两种强化方式的共同特点是,利用塑性变形的手段向材料内部引入大量晶体缺陷造成强化;共同的不足是当将金属纯钛的屈服强度强化至600MPa以上时导致其拉伸塑性迅速恶化,均匀伸长率通常不足5%。

[0003] 众所周知,高拉伸屈服强度($\geq 600\text{MPa}$)和高均匀伸长率(即均匀塑性,高均匀伸长率特指 $\geq 10\%$ 的均匀伸长率)是商业金属纯钛在加工、服役过程中两个最基础、最关键的力学性能指标。高屈服强度可使金属在发生塑性变形之前承担大的载荷,而大均匀塑性则使其在宏观颈缩之前进行较大的加工硬化,避免发生突然的破坏。这两个指标均对晶粒尺寸(当 $\bar{d} \leq 1\ \mu\text{m}$ 时)具有强烈的依赖性。传统粗晶材料强度低却具有很大的均匀塑性,当晶粒尺寸减小到亚微米尺寸时,强度显著提高、却几乎丧失了全部的均匀塑性。金属纯钛强韧化所面临的极大挑战是怎样同时获得这两个极端的性能,这也成为高强度超细晶结构钛由科学研究迈向生物医学应用的关键技术瓶颈问题。为此,本专利提出一种非均匀层片纳米结构钛板材的热机械加工方法,用以解决现有技术中金属纯钛难以实现协同强韧化的技术瓶颈问题。

发明内容

[0004] 本发明公开了一种拉伸屈服强度近1GPa且拉伸均匀伸长率 $\geq 10\%$ 金属钛的热机械加工方法,用以解决现有技术中金属纯钛无法同时获得高强度和大拉伸塑性的技术瓶颈问题。

[0005] 本发明的技术方案为:

[0006] 一种高均匀伸长率GPa级钛,钛板中的再结晶层片组织的体积分数为20-25%,纳米晶基体的体积分数为75-80%。进一步的,所述钛板中的再结晶层片的间距为不大于 $5\ \mu\text{m}$;纳米晶基体的平均晶粒尺寸小于200nm;所述钛板拉伸屈服强度为0.8-1GPa,拉伸均匀伸长率 $\geq 10\%$ 。

[0007] 一种高均匀伸长率GPa级钛的制备方法包括如下步骤:

[0008] 步骤101,对所述钛板进行预处理,所述预处理步骤包括固溶处理;

[0009] 步骤201,在预定的 T_1 温度范围内,对预处理的固溶态钛板进行预定轧制时间及应变量 ϵ_1 的单一道次的高温轧制处理;利用 T_1 温度进行的高温轧制,控制层状动态再结晶过程,通过 T_1 与 ϵ_1 的控制,实现非均匀层片组织中再结晶比例、再结晶层片体积分数、分布及微观形态的优化及可控制备;

[0010] 步骤301,在预定 T_2 温度范围内,对经步骤201温轧制处理后的钛板再次进行预定轧制时间 t_2 及应变量 ϵ_2 的多道次数 n 的低温轧制处理;采用在 T_2 温度进行的低温轧制,通过 T_1 , t_2 及 ϵ_2 的控制,实现对多尺度非均匀层状动态再结晶的形核位置和形核率,以及对非均匀层片组织内的缺陷密度、再结晶晶粒及(这些晶粒所组成的)再结晶层片间距等微观参数的优化及控制;

[0011] 步骤401,分别在预定的 T_1 和 T_2 两个不同温度范围内,重复所述步骤201和301,即对经所述步骤301处理后的钛板再反复进行预定轧制温度、时间及应变量的高温/低温循环轧制处理,使固溶钛板共经历 N 次, $N=3\sim 5$,循环轧制处理;通过循环热机械轧制加工,一方面高温加工实现对层状局部动态再结晶层片的比例、间距和微观形态的优化及可控加工,另一方面利用低温加工实现对晶体缺陷密度,基体晶粒尺寸和再结晶层片形态的优化及可控加工。相比于室温冷轧及后续退火的传统加工方法,不仅实现了非均匀层片结构的优化与可控制备,而且最大限度地保留了微结构内部的晶体缺陷密度,从而获得了更加优异的力学性能

[0012] 步骤501,在 T_1^N 温度范围的下限 T_3 ,对经所述步骤401处理后的钛板进行预定轧制时间 t_3 及压下量 ϵ_3 的最终温轧处理;

[0013] 步骤601,对经所述步骤501处理后的钛板进行预定冷速 v_2 的冷却处理。

[0014] (所述步骤501和601是对所述步骤401的进一步限定,目的是控制产品内部最终的晶体缺陷密度含量,使产品强度符合不同的使役要求。对比传统工艺中的强度-塑性倒置关系,通过该工艺的调整,可使钛板的拉伸均匀伸长率在5%-15%,且强度在800-1100MPa范围内可控调节,不仅拓宽了产品性能范围,而且增加了产品的性能裕度。

[0015] 进一步的,所述的预处理步骤包括:

[0016] 步骤102,预先对所述钛板在预定 T_0 温度范围内进行预定退火时间为 t_0 的固溶处理;所述固溶处理温度范围 T_0 为所述钛板经预先差示扫描量热法(DSC)测定的再结晶开始温度以上30~50℃;进一步限定了所述预订 T_0 温度范围为DSC测试原始钛板再结晶温度以上30~50℃,优化地控制了初始晶粒尺寸,实现产品基体组织更加有效的细化;

[0017] 步骤103在对所述固溶处理钛板的上下表面进行机械磨削加工;

[0018] 步骤104,对磨削加工后的所述纯钛板进行去污处理。优选的,所述 T_0 为425~550℃; t_0 根据钛板初始厚度 δ_0 决定, t_0/δ_0 为2~5min/mm;所述固溶处理在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1\geq 400^\circ\text{C}/\text{min}$;通过所述机械磨削加工,将所述钛板加工至预定的初始板厚 δ_0 ;所述初始板厚 $\delta_0\geq 10\text{mm}$;所述去污处理包括先用5%盐酸酒精溶液对所述钛板的表面做去污处理,然后再用无水乙醇清洗;进一步限定了初始样品尺寸,保障后续多道次循环热机械加工所需要的大应变量。优选的,步骤201中,所述预定温度范围 T_1 的确定,由预先对所述固溶态钛板进行DSC测试所获得的静态再结晶温度 T_{SRX}^0 进行推算;所述 T_1 温度的推算方法为:

$T_1 = (T_{SRX}^0 + 5 \sim 15) ^\circ C$; 将所述钛板加热到所述预定温度范围 T_1 的处理过程在盐浴炉中进行, 加热速率 $v_1 \geq 400 ^\circ C/min$; 所述应变变量 ϵ_1 , 为米塞斯等效应变 $0.05 \sim 0.20$ 、或轧制压下量 $\sim 5-15\%$; 所述轧制时间 t_1 , 包括轧制前在所述预定温度范围 T_1 下的保温时间为 $1 \sim 5min$, 以及所述钛板的轧制变形成型时间小于等于 $0.5 \sim 1min$; 进一步限定了 T_1, t_1 及 ϵ_1 , 实现层状局部动态再结晶组织的可控加工。

[0019] 进一步的, 步骤301中, 所述预定温度范围 T_2 为 $-196 \sim -150 ^\circ C$; 所述应变变量 ϵ_2 , 为米塞斯等效应变 $0.20 \sim 0.30$, 或轧制压下量 $\sim 15-25\%$; 所述轧制时间 t_2 , 包括轧制前在所述预定温度范围 T_2 下的保温时间, $t_2 \geq 15min$; 所述钛板在所述预定温度范围 T_2 下的轧制变形成型时间, 为 $3 \sim 10min$; 所述轧制道次数 n 为 $5 \sim 10$, 单道次米塞斯等效应变 ≤ 0.05 , 或单道次轧制压下量 $< 5\%$; 对所述钛板按照所述步骤301进行多道次轧制, 当一个道次轧制完成后, 将所述纯板相对轧制方向进行首尾对调和上下对调后, 进行下一道次轧制, 直至所述钛板厚度达到所述预定应变变量 ϵ_2 时为止。

[0020] 优选的, 所述步骤401中, 所述循环轧制处理的每个单一道次包括: 一次所述步骤201的高温轧制处理, 以及后续的一次所述步骤301的高温轧制处理; 进行第 N 道次反复轧制之前, 对前一道次经所述步骤301低温轧制处理后的钛板进行DSC测试, 获得在所述后续高温轧制处理之前所述钛板的再结晶温度 T_{SRX}^{N-1} ; 根据公式 $T_1^N = (T_{SRX}^{N-1} + 5 \sim 15) ^\circ C$, 确定所述后续高温轧制处理的温度范围 T_1^N ; 每经过一次循环高温/低温轧制处理后, 所述高温轧制温度范围均降低, 按所述步骤201经行的第 N 道次的高温轧制温度范围, 相较第 $N-1$ 道次的高温轧制温度范围降低 $10 \sim 25 ^\circ C$ 。本发明限定了 T_2, t_2 及 ϵ_2 , 实现非均匀层片组织内晶体缺陷密度的优化与可控, 并进一步优化了再结晶层片的组织形态和空间分布。优选的, 所述步骤501中, 所述预定温度范围 T_3 的确定, 由预先对所述经步骤401处理后钛板进行DSC测试所获得的静态再结晶温度 T_{SRX}^N 进行推算, 所述 T_3 温度的推算方法为:

$T_3 = (T_{SRX}^N + 5 \sim 10) ^\circ C$; 所述应变变量 ϵ_3 , 为米塞斯等效应变 $0.19 \sim 0.41$, 或轧制压下量 $\sim 15-30\%$; 所述步骤501中, 所述轧制时间 t_3 , 包括轧制前在所述预定温度范围 T_3 下的保温时间为 $1 \sim 2min$; 所述钛板的轧制变形成型时间小于等于 $0.5min$ 。所述权利要求7和8进一步限定了终轧温度和应变变量, 实现产品性能域的拓宽和性能裕度的提升。

[0021] 优选的, 所述步骤601中, 所述预定冷速 v_2 , 为 $500 \sim 1000 ^\circ C/min$ 、或将经所述步骤601处理后的钛板直接淬入液氮中进行冷却。

[0022] 本发明通过对所述钛板进行所述步骤201的高温轧制处理及后续快速冷却处理, 使显微组织发生层状局部再结晶, 又通过所述步骤301的低温轧制处理使层状再结晶组织进一步发生拉长变形, 并反复进行所述步骤401的高温/低温循环轧制处理, 以及所述步骤501的最终高温轧制处理, 使所述钛板反复经历严重不均匀的再结晶-后续拉长变形过程, 得到以纳米晶粒结构为基体, 层状动态再结晶微区与层状变形回复微区交替分布于所述纳米晶基体之中的非均匀层状微观结构, 最终得到具有非均匀层片结构的钛薄板/带材, 其中, 纳米晶基体的平均晶粒尺寸 $\leq 200nm$, 同时层状再结晶组织的平均层片间距小于 $5\mu m$ 。所述循环热机械处理使最终得到的非均匀层片结构的钛薄板/带材既具有纳米结构钛的高拉伸屈服强度, 又具备传统粗晶结构钛的高均匀伸长率。本发明制备产品能够通过工业上常

规的轧制成型技术得到,因此很容易在工业上形成规模化生产,且产品质量稳定,性能优越,制备过程可控。

附图说明

[0023] 图1:实施例1的循环热及机械加工方法流程示意图;

[0024] 图2:根据本发明加工方法得到的均匀粗晶结构向非均匀层片纳米结构转变的示意图;

[0025] 图3:根据本发明加工方法得到非均匀层片结构钛薄板的拉伸工程应力-应变曲线。

具体实施方式

[0026] 本发明实施例的核心思想之一是提出一种可同时获得纳米晶强度和粗晶塑性的非均匀层片结构钛薄板的新思路,特别地,相应提出一种非均匀层片结构钛板材的循环热机械加工方法。

[0027] 本发明实施例的方法虽然是以金属钛作为描述,但该方法还可以应用于其它金属材料的制备,尤其是以孪生为主要塑性变形机制的单相金属和合金材料,在应用到其它金属材料的制备时,只需要根据该金属材料的特性做适应的参数调整即可。以下的实施例以金属钛板作为优选实施例进行介绍。

[0028] 实施例1:

[0029] 如图1所示,示出了本发明一个实施例的循环热机械加工方法流程示意图,具体可以包括如下步骤:

[0030] 步骤101,对所述钛板进行预处理,所述预处理步骤包括:

[0031] 步骤102,预先对所述钛板在预定温度范围 $T_0=425\sim 550^\circ\text{C}$ 内进行预定时间为 $t_0\approx 40\text{min}$ 的固溶处理。所述固溶处理在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1\approx 400^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

[0032] 在经所述预订温度范围 T_0 、退火时间 t_0 和加热速率 v_1 的固溶处理后,本实例的钛板平均晶粒尺寸约 $20\mu\text{m}$,微观结构为均匀的等轴状粗晶。

[0033] 步骤103,在对所述固溶处理钛板的上下表面进行机械磨削加工,将所述钛板加工至预定的初始板厚 $\delta_0=10\text{mm}$ 。

[0034] 步骤104,再对磨削加工后的所述纯钛板进行去污处理,包括先用5%盐酸酒精溶液对所述钛板的表面做去污处理,然后再用无水乙醇清洗。

[0035] 步骤201,在预定的 $T_1=475\sim 500^\circ\text{C}$ 温度范围内,对预处理(固溶态)钛板进行预定米塞斯等效应变为 $0.05\sim 0.20$,即轧制压下量 $\sim 5\sim 15\%$ 的单道次高温轧制处理。所述轧制时间 $t_1\approx 1.5\sim 6\text{min}$,包括轧制前在所述预定温度范围 T_1 下的保温约 $1\sim 5\text{min}$,以及所述钛板的轧制变形成型时间 $\leq 0.5\sim 1\text{min}$ 。将所述钛板加热到所述预定度范围 T_1 的处理过程应在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1\geq 400^\circ\text{C}/\text{min}$ 。

[0036] 在经所述预订温度范围 T_1 、应变量 ε_1 、退火时间 t_1 和加热速率 v_1 的高温轧制处理后,本实施例内部微观结构发生层状局部动态再结晶,一方面,所述粗大等轴晶被显著拉长,沿轧制方向延展,另一方面,在局部变形集中的层状区域内形成再结晶晶核。特别地,在本实施例的钛板内部形成拉长晶粒组织与等轴再结晶晶核混杂分布的微观结构特征。

[0037] 步骤301,在预定 $T_2 = -196 \sim -150^\circ\text{C}$ 温度范围内,对经步骤201高温轧制处理后的钛板再次进行预定米塞斯等效应变 $0.20 \sim 0.30$,即轧制压下量 $\sim 15\text{-}25\%$ 的多道次($n \approx 5 \sim 10$)的低温轧制处理。所述轧制道次数 $n \approx 5 \sim 10$,且单道次米塞斯等效应变 ≤ 0.05 ,即单道次轧制压下量 $< 5\%$ 。所述轧制时间 $t_2 \approx 20\text{-}30\text{min}$,包括轧制前在所述预定温度范围 T_2 下的保温时间 $\geq 15\text{min}$,以及所述钛板在所述预定温度范围 T_2 下的轧制变形成型时间约 $3 \sim 10\text{min}$ 。

[0038] 在经所述预订温度范围 T_2 、应变 ϵ_2 和退火时间 t_2 的多道次高温轧制处理后,本实施例的微观结构内部被引入大量形变孪晶和位错等晶体缺陷,这一方面为后续循环高温热机械处理过程中形成更多再结晶形核位置提供有力保障,另一方面利用降低轧制温度使孪生倾向性尽可能地增加,最大限度地提高了本实施例钛板内部的晶体缺陷密度。

[0039] 步骤401,分别在预定的 $T_1 = 400 \sim 480^\circ\text{C}$ 和 $T_2 = -196 \sim -150^\circ\text{C}$ 两个不同温度范围内,对所述钛板进行所述步骤201和301处理,即高温/低温循环热机械(轧制)处理,使所述固溶钛板共经历 N 次($N=4$)循环轧制处理。

[0040] 按照所述步骤401对所述钛板进行第 N 道次反复轧制之前,应对前一道次(第 $N-1$ 道次)经所述步骤301低温轧制处理后的钛板进行DSC测试,获得在所述后续高温轧制处理之前所述钛板的再结晶温度 T_{SRX}^{N-1} 。通常,可以根据经验公式 $T_1^N = (T_{\text{SRX}}^{N-1} + 5 \sim 15)^\circ\text{C}$,确定所述后续高温轧制处理的温度范围 T_1^N 。进一步地,通常每经过一次所述步骤401的循环高温/低温轧制处理后,所述高温轧制温度范围均有所降低。因此,按所述步骤201经行的第 N 道次的高温轧制温度范围 T_1^N ,相较第 $N-1$ 道次的高温轧制温度范围 T_1^{N-1} 降低 $10 \sim 25^\circ\text{C}$,即 $T_1^N - T_1^{N-1} \approx 10 \sim 25^\circ\text{C}$ 。

[0041] 特别地,在所述实施实例中,共进行4次循环轧制处理,相应地在1-4道次的所述循环轧制过程中所述的高温轧制温度 T_1^1 、 T_1^2 、 T_1^3 和 T_1^4 分别优选为: $475 \pm 15^\circ\text{C}$ 、 $455 \pm 15^\circ\text{C}$ 、 $425 \pm 15^\circ\text{C}$ 和 $400 \pm 15^\circ\text{C}$ 。

[0042] 在所述 T_1 和 T_2 一高一低两个温度范围内,经多道次高温/低温循环轧制处理后,本实施例内部形成所述非均匀层片纳米结构,即以纳米晶粒结构为基体,层状动态再结晶微区交替分布于所述纳米晶基体之中的微观结构。所述纳米晶基体的平均晶粒尺寸 $\leq 200\text{nm}$,所述再结晶层片的平均间距 $\leq 5\mu\text{m}$ 。

[0043] 步骤501,在在预定 $T_3 = 370 \pm 10^\circ\text{C}$ 温度范围内,对经所述步骤401处理后的钛板进行预定米塞斯等效应变 $\epsilon_3 = 0.19 \sim 0.41$,即轧制压下量 $\sim 15\text{-}30\%$ 的最终温轧处理。所述轧制时间 t_3 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_3 下的保温时间约 $1 \sim 2\text{min}$,以及所述钛板的轧制变形成型时间 $\sim 0.5\text{min}$ 。

[0044] 步骤601,对经所述步骤501处理后的钛板进行预定冷速 v_2 约 $500 \sim 1000^\circ\text{C}/\text{min}$ 的冷却处理。

[0045] 经所述步骤501和601处理后,最终得到的所述钛板中的再结晶层片组织的体积分数约 $20 \sim 25\%$,纳米晶基体的体积分数约 $75 \sim 80\%$ 。

[0046] 经所述步骤501和601处理后,再结晶层片的间距为不大于 $5\mu\text{m}$ 。

[0047] 经所述步骤501和601处理后,纳米晶基体的平均晶粒尺寸小于 200nm 。

[0048] 以纳米晶为基体并含有再结晶层片的钛板在所述高温终轧加工及最终冷却过程

中,微结构形态与在所述终轧温度 T_3 、应变 ε_3 及冷速 v_2 的大小均有关,大致上,终轧时间越长、应变越大、冷速越慢,在所述钛板组织内形成的再结晶层片则越多,因此,可以根据预定得到的钛板的强度和拉伸塑性要求调整终轧加工参数。如:

[0049] 在本实施例中,优选的所述终轧温度 T_3 和时间 t_3 分别为:375℃和5min,再结晶层片体积分数约20%,纳米晶基体的体积分数约80%。

[0050] 所述轧制时间为15秒,再结晶层片体积分数约10%,纳米晶基体的体积分数约90%。

[0051] 如图2所示,本实施例将所述终轧温度和时间分别设置为375℃和5min,以使再结晶层片组织的体积分数达到约20%,而所述再结晶层片的平均间距介于1 μ m和5 μ m之间,纳米晶基体的平均晶粒尺寸 \leq 200nm。在所述处理完成后,实现了所述钛板微观结构由初始粗晶结构(图2上部)向本实施例后所得到的非均匀层片纳米结构(图2下部)的转变,如图中箭头所示。

[0052] 如图3所示,与传统商业纯钛TA₂(曲线0)相比,或与87.5%室温冷制后简单退火(475℃,5min)的钛板(曲线1)相比,具有所述非均匀层片结构的钛薄板/带材(曲线2)性能具有加大优势,能够实现近1GPa拉伸屈服强度,且具有 \geq 10%的均匀伸长率,实现优异的协同强韧化。并且本发明实施例能够通过工业常规轧制成型技术实现,易于工业上的规模化生产。

[0053] 实施例2:

[0054] 一种高均匀伸长率GPa级钛,其特征在于:钛板中的再结晶层片组织的体积分数为20-25%,纳米晶基体的体积分数为75-80%。

[0055] 实施例3:

[0056] 一种高均匀伸长率GPa级钛,其特征在于:钛板中的再结晶层片组织的体积分数为20-25%,纳米晶基体的体积分数为75-80%;所述钛板中的再结晶层片的间距为不大于5 μ m;纳米晶基体的平均晶粒尺寸小于200nm;所述钛板拉伸屈服强度为0.8-1.2GPa,拉伸均匀伸长率 \geq 10%。

[0057] 实施例4:一种高均匀伸长率GPa级钛的制备方法,包括如下步骤:

[0058] 步骤101,对所述钛板进行预处理,所述预处理步骤包括固溶处理;

[0059] 步骤201,在预定的 T_1 温度范围内,对预处理的固溶态钛板进行预定轧制时间及应变 ε_1 的单一道次的高温轧制处理;

[0060] 步骤301,在预定 T_2 温度范围内,对经步骤201温轧制处理后的钛板再次进行预定轧制时间 t_2 及应变 ε_2 的多道次数 n 的低温轧制处理;

[0061] 步骤401,分别在预定的 T_1 和 T_2 两个不同温度范围内,重复所述步骤201和301,使固溶钛板共经历 N 次($N=3\sim 5$)循环轧制处理;

[0062] 步骤501,在 T_1^N 温度范围的下限 T_3 ,对经所述步骤401处理后的钛板进行预定轧制时间 t_3 及压下量 ε_3 的最终温轧处理;

[0063] 步骤601,对经所述步骤501处理后的钛板进行预定冷速 v_2 的冷却处理。

[0064] 实施例5:

[0065] 步骤101,对所述钛板进行预处理,所述预处理步骤包括固溶处理;

[0066] 步骤201,在预定的 T_1 温度范围内,对预处理的固溶态钛板进行预定轧制时间及应

变量 ε_1 的单一道次的高温轧制处理；

[0067] 步骤301,在预定 T_2 温度范围内,对经步骤201温轧制处理后的钛板再次进行预定轧制时间 t_2 及应变量 ε_2 的多道次数 n 的低温轧制处理；

[0068] 步骤401,分别在预定的 T_1 和 T_2 两个不同温度范围内,重复所述步骤201和301,使固溶钛板共经历 N 次($N=3\sim 5$)循环轧制处理；

[0069] 步骤501,在 T_1^N 温度范围的下限 T_3 ,对经所述步骤401处理后的钛板进行预定轧制时间 t_3 及压下量 ε_3 的最终温轧处理；

[0070] 步骤601,对经所述步骤501处理后的钛板进行预定冷速 v_2 的冷却处理；

[0071] 所述的预处理步骤包括：

[0072] 步骤102,预先对所述钛板在预定 T_0 温度范围内进行预定退火时间为 t_0 的固溶处理；所述固溶处理温度范围 T_0 为所述钛板经预先差示扫描量热法(DSC)测定的再结晶开始温度以上 $30\sim 50^\circ\text{C}$ ；

[0073] 步骤103,对所述固溶处理钛板的上下表面进行机械磨削加工；

[0074] 步骤104,对磨削加工后的所述纯钛板进行去污处理。

[0075] 所述 T_0 为 $425\sim 550^\circ\text{C}$ ； t_0 根据钛板初始厚度 δ_0 决定, t_0/δ_0 为 $2\sim 5\text{min/mm}$ ；所述固溶处理在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1\geq 400^\circ\text{C/min}$ ；通过所述机械磨削加工,将所述钛板加工至预定的初始板厚 δ_0 ；所述初始板厚 $\delta_0\geq 10\text{mm}$ ；所述去污处理包括先用5%盐酸酒精溶液对所述钛板的表面做去污处理,然后再用无水乙醇清洗。

[0076] 实施例6：

[0077] 步骤101,对所述钛板进行预处理,所述预处理步骤包括固溶处理；

[0078] 步骤201,在预定的 T_1 温度范围内,对预处理的固溶态钛板进行预定轧制时间及应变量 ε_1 的单一道次的高温轧制处理；

[0079] 步骤301,在预定 T_2 温度范围内,对经步骤201温轧制处理后的钛板再次进行预定轧制时间 t_2 及应变量 ε_2 的多道次数 n 的低温轧制处理；

[0080] 步骤401,分别在预定的 T_1 和 T_2 两个不同温度范围内,重复所述步骤201和301,使固溶钛板共经历 N 次($N=3\sim 5$)循环轧制处理；

[0081] 步骤501,在 T_1^N 温度范围的下限 T_3 ,对经所述步骤401处理后的钛板进行预定轧制时间 t_3 及压下量 ε_3 的最终温轧处理；

[0082] 步骤601,对经所述步骤501处理后的钛板进行预定冷速 v_2 的冷却处理；

[0083] 所述的预处理步骤包括：

[0084] 步骤102,预先对所述钛板在预定 T_0 温度范围内进行预定退火时间为 t_0 的固溶处理；所述固溶处理温度范围 T_0 为所述钛板经预先差示扫描量热法(DSC)测定的再结晶开始温度以上 $30\sim 50^\circ\text{C}$ ；

[0085] 步骤103,对所述固溶处理钛板的上下表面进行机械磨削加工；

[0086] 步骤104,对磨削加工后的所述纯钛板进行去污处理。

[0087] 所述 T_0 为 $425\sim 550^\circ\text{C}$ ； t_0 根据钛板初始厚度 δ_0 决定, t_0/δ_0 为 $2\sim 5\text{min/mm}$ ；所述固溶处理在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1\geq 400^\circ\text{C/min}$ ；通过所述机械磨削加工,将所述钛板加工至预定的初始板厚 δ_0 ；所述初始板厚 $\delta_0\geq 10\text{mm}$ ；所述去污处理包括先用5%盐酸酒精溶液对所述钛板的表面做去污处理,然后再用无水乙醇清洗；

[0088] 步骤201中,所述预定温度范围 T_1 的确定,由预先对所述固溶态钛板进行DSC测试所获得的静态再结晶温度 T_{SRX}^0 进行推算;所述 T_1 温度的推算方法为:

$T_1 = (T_{SRX}^0 + 5 \sim 15) ^\circ C$;将所述钛板加热到所述预定度范围 T_1 的处理过程在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1 \geq 400 ^\circ C/min$;所述应变变量 ε_1 ,为米塞斯等效应变0.05~0.20、或轧制压下量~5-15%;所述轧制时间 t_1 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_1 下的保温时间为1~5min,以及所述钛板的轧制变形成型时间小于等于0.5~1min;

[0089] 步骤301中,所述预定温度范围 T_2 为-196~-150 $^\circ C$;所述应变变量 ε_2 ,为米塞斯等效应变0.20~0.30,或轧制压下量~15-25%;所述轧制时间 t_2 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_2 下的保温时间, $t_2 \geq 15min$;所述钛板在所述预定温度范围 T_2 下的轧制变形成型时间,为3~10min;所述轧制道次数 n 为5~10,单道次米塞斯等效应变 ≤ 0.05 ,或单道次轧制压下量 $< 5\%$;对所述钛板按照所述步骤301进行多道次轧制,当一个道次轧制完成后,将所述纯板相对轧制方向进行首尾对调和上下对调后,进行下一道次轧制,直至所述钛板厚度达到所述预定应变变量 ε_2 时为止。

[0090] 实施例7:

[0091] 步骤101,对所述钛板进行预处理,所述预处理步骤包括固溶处理;

[0092] 步骤201,在预定的 T_1 温度范围内,对预处理的固溶态钛板进行预定轧制时间及应变变量 ε_1 的单一道次的高温轧制处理;

[0093] 步骤301,在预定 T_2 温度范围内,对经步骤201温轧制处理后的钛板再次进行预定轧制时间 t_2 及应变变量 ε_2 的多道次数 n 的低温轧制处理;

[0094] 步骤401,分别在预定的 T_1 和 T_2 两个不同温度范围内,重复所述步骤201和301,使固溶钛板共经历 N 次($N=3\sim 5$)循环轧制处理;

[0095] 步骤501,在 T_1N 温度范围的下限 T_3 ,对经所述步骤401处理后的钛板进行预定轧制时间 t_3 及压下量 ε_3 的最终温轧处理;

[0096] 步骤601,对经所述步骤501处理后的钛板进行预定冷速 v_2 的冷却处理;

[0097] 所述的预处理步骤包括:

[0098] 步骤102,预先对所述钛板在预定 T_0 温度范围内进行预定退火时间为 t_0 的固溶处理;所述固溶处理温度范围 T_0 为所述钛板经预先差示扫描量热法(DSC)测定的再结晶开始温度以上30~50 $^\circ C$;

[0099] 步骤103,对所述固溶处理钛板的上下表面进行机械磨削加工;

[0100] 步骤104,对磨削加工后的所述纯钛板进行去污处理。

[0101] 所述 T_0 为425~550 $^\circ C$; t_0 根据钛板初始厚度 δ_0 决定, t_0/δ_0 为2~5min/mm;所述固溶处理在盐浴炉中进行,加热速率 $v_1 \geq 400 ^\circ C/min$;通过所述机械磨削加工,将所述钛板加工至预定的初始板厚 δ_0 ;所述初始板厚 $\delta_0 \geq 10mm$;所述去污处理包括先用5%盐酸酒精溶液对所述钛板的表面做去污处理,然后再用无水乙醇清洗;

[0102] 步骤201中,所述预定温度范围 T_1 的确定,由预先对所述固溶态钛板进行DSC测试所获得的静态再结晶温度 T_{SRX}^0 进行推算;所述 T_1 温度的推算方法为:

$T_1 = (T_{SRX}^0 + 5 \sim 15) ^\circ C$;将所述钛板加热到所述预定度范围 T_1 的处理过程在盐浴炉中

进行,加热速率 $v_1 \geq 400^\circ\text{C}/\text{min}$;所述应变变量 ε_1 ,为米塞斯等效应变 $0.05 \sim 0.20$ 、或轧制压下量 $\sim 5\text{-}15\%$;所述轧制时间 t_1 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_1 下的保温时间为 $1 \sim 5\text{min}$,以及所述钛板的轧制变形成型时间小于等于 $0.5 \sim 1\text{min}$;

[0103] 步骤301中,所述预定温度范围 T_2 为 $-196 \sim -150^\circ\text{C}$;所述应变变量 ε_2 ,为米塞斯等效应变 $0.20 \sim 0.30$,或轧制压下量 $\sim 15\text{-}25\%$;所述轧制时间 t_2 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_2 下的保温时间, $t_2 \geq 15\text{min}$;所述钛板在所述预定温度范围 T_2 下的轧制变形成型时间,为 $3 \sim 10\text{min}$;所述轧制道次数 n 为 $5 \sim 10$,单道次米塞斯等效应变 ≤ 0.05 ,或单道次轧制压下量 $< 5\%$;对所述钛板按照所述步骤301进行多道次轧制,当一个道次轧制完成后,将所述纯板相对轧制方向进行首尾对调和上下对调后,进行下一道次轧制,直至所述钛板厚度达到所述预定应变变量 ε_2 时为止;

[0104] 所述步骤401中,所述循环轧制处理的每个单一道次包括:一次所述步骤201的高温轧制处理,以及后续的一次所述步骤301的高温轧制处理;进行第 N 道次反复轧制之前,对前一道次经所述步骤301低温轧制处理后的钛板进行DSC测试,获得在所述后续高温轧制处理之前所述钛板的再结晶温度 T_{SRX}^{N-1} ;根据公式 $T_1^N = (T_{\text{SRX}}^{N-1} + 5 \sim 15)^\circ\text{C}$,确定所述后续高温轧制处理的温度范围 T_1^N ;每经过一次循环高温/低温轧制处理后,所述高温轧制温度范围均降低,按所述步骤201经行的第 N 道次的高温轧制温度范围,相较第 $N-1$ 道次的高温轧制温度范围降低 $10 \sim 25^\circ\text{C}$;

[0105] 所述步骤501中,所述预定温度范围 T_3 的确定,由预先对所述经步骤401处理后钛板进行DSC测试所获得的静态再结晶温度 T_{SRX}^N 进行推算,所述 T_3 温度的推算方法为:

$T_3 = (T_{\text{SRX}}^N + 5 \sim 10)^\circ\text{C}$;所述应变变量 ε_3 ,为米塞斯等效应变 $0.19 \sim 0.41$,或轧制压下量 $\sim 15\text{-}30\%$;所述步骤501中,所述轧制时间 t_3 ,包括轧制前在所述预定温度范围 T_3 下的保温时间为 $1 \sim 2\text{min}$;所述钛板的轧制变形成型时间小于等于 0.5min ;

[0106] 所述步骤601中,所述预定冷速 v_2 ,为 $500 \sim 1000^\circ\text{C}/\text{min}$ 、或将经所述步骤601处理后的钛板直接淬入液氮中进行冷却。

[0107] 以上对本发明所提供的一种同时提高金属钛强度和拉伸塑性的制备方法,进行了详细介绍,本文中应用了具体个例对本发明的原理及实施方式进行了阐述,以上实施例仅用以说明本发明的技术方案,而非对其限制;尽管参照前述实施例对本发明进行了详细的说明,本领域的普通技术人员应当理解:其依然可以对前述各实施例所记载的技术方案进行修改,或者对其中部分技术特征进行等同替换;而这些修改或者替换,并不使相应技术方案的本质脱离本发明各实施例技术方案的精神和范围。

[0108] 至此,本领域技术人员应认识到,虽然本文已详尽示出和描述了本发明的多个示例性实施例,但是,在不脱离本发明精神和范围的情况下,仍可根据本发明公开的内容直接确定或推导出符合本发明原理的许多其他变型或修改。因此,本发明的范围应被理解和认定为覆盖了所有这些其他变型或修改。

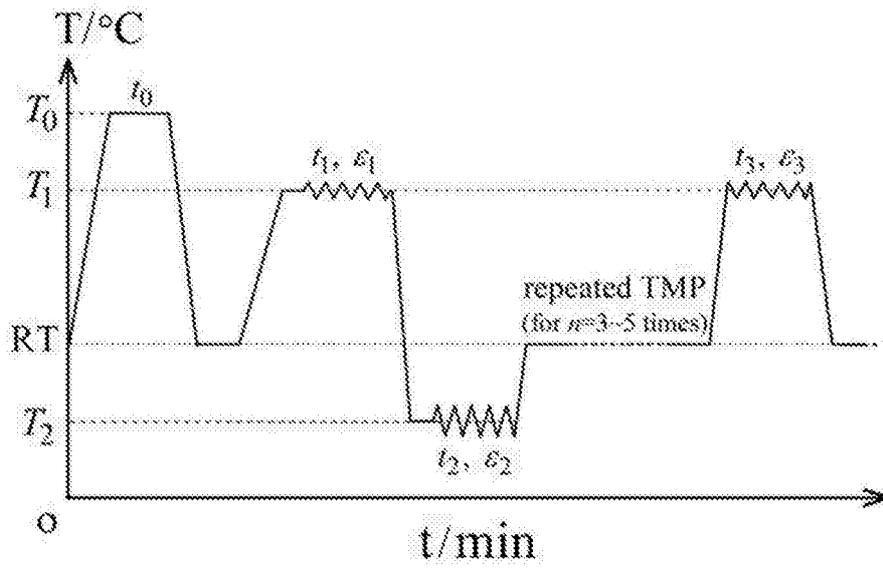


图1

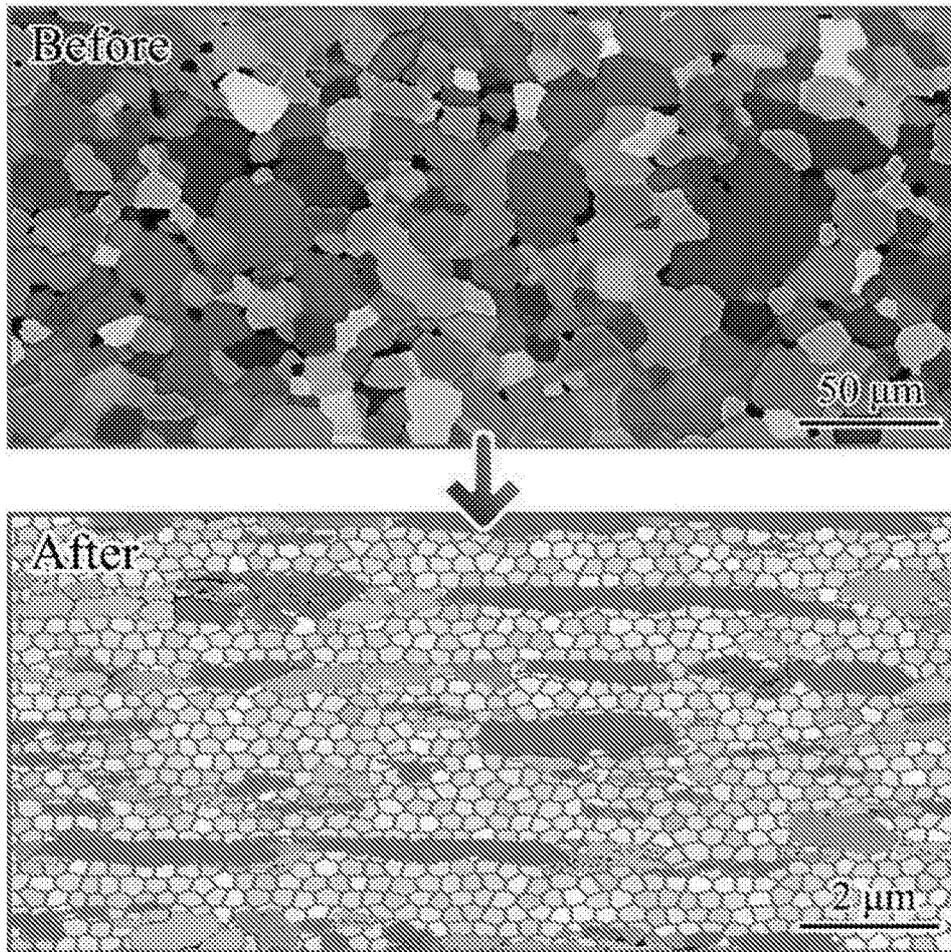


图2

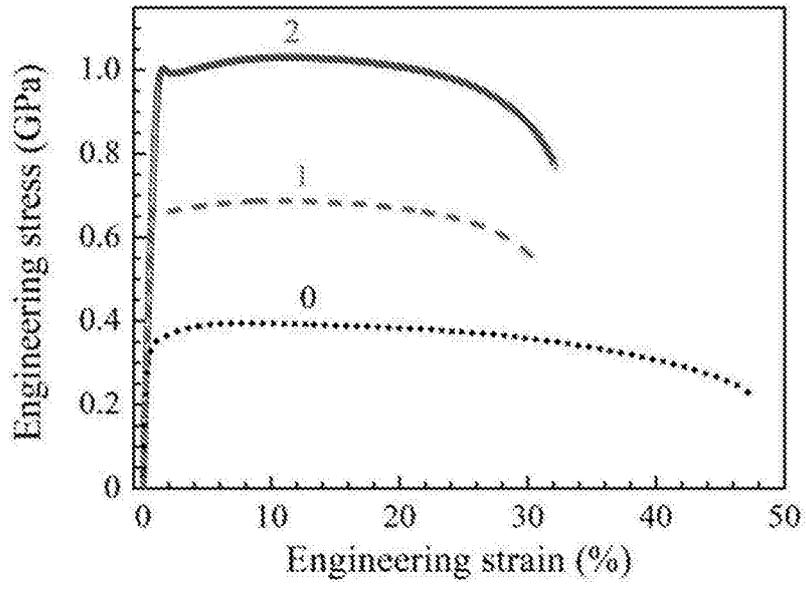


图3