

原位合成 TiB₂/6351 复合材料的高温压缩流变行为

郭胜利¹, 李德富¹, 陈 东², 王浩伟²

(1. 北京有色金属研究总院 加工工程研究中心, 北京 100088;

2. 上海交通大学 金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200030)

摘 要: 在 Gleeble-1500D 热模拟机上采用等温压缩实验, 研究原位合成 TiB₂/6351 复合材料在变形温度为 300~550 °C 和应变速率为 10⁻³~10 /s 条件下的流变变形行为。结果表明: 在实验范围内, 该复合材料高温压缩时均存在稳态流变特征且属于正应变速率敏感材料; 在低应变速率和较高温度条件下, 随变形程度的增加, 流变应力增加到峰值后缓慢下降, 逐渐趋于平稳, 呈现明显的动态再结晶特征; 而在较高应变速率和较低温度下, 呈现明显动态回复特征; 可用包含 Arrhenius 项的 Zener-Hollomon 参数描述 TiB₂/6351 复合材料高温压缩流变行为。通过线性回归分析和优化计算, 得出流变应力 σ 解析表达式中 A 、 α 和 n 分别为 3.52×10^{10} /s、0.023 MPa⁻¹ 和 7.33, 其热变形激活能 Q 为 170.10 kJ/mol。

关键词: 原位 TiB₂/6351 复合材料; 热压缩变形; 流变应力; Zener-Hollomon 参数; 热变形激活能

中图分类号: TB 331

文献标识码: A

Flow stress behaviors of in-situ TiB₂/6351 composite during hot compression deformation at elevated temperatures

GUO Sheng-li¹, LI De-fu¹, CHEN Dong², WANG Hao-wei²

(1. Processing Engineering Research Center, General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, China;

2. State Key Laboratory of Metal Matrix Composite, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200030, China)

Abstract: The flow stress features of in-situ TiB₂/6351 composites were studied by isothermal compression at 300–550 °C and strain rate of 10⁻³–10 /s on Gleeble–1500D system. The results show that TiB₂/6351 composites have the steady-state flow characteristics and belong to positive strain rate sensitized materials during hot compression deformation. At lower strain rates and higher temperatures, with the increase of strain, the flow stress increases to peak value and then falls down, at last tends to smooth gradually. The curves express the feature of dynamic recrystallization. But at higher strain rates and lower temperatures, dynamic recovery occurs obviously. The flow stress of in-situ TiB₂/6351 composites during high temperature compression deformation can be represented by Zener-Hollomon parameter including Arrhenius term. A , α and n in the analytical expressions of flow stress are 3.52×10^{10} /s, 0.023 MPa⁻¹ and 7.33, respectively, by linear regression analysis and optimization calculation. The hot deformation activation energy of TiB₂/6351 composites during hot deformation is 170.10 kJ/mol.

Key words: in-situ TiB₂/6351 composite; hot compression deformation; flow stress; Zener-Hollomon parameter; deformation activation energy

颗粒增强金属基复合材料由于综合了金属基体高塑性、高韧性和增强相高强度、高模量的特点, 具备了高比强度、高比模量和耐磨性强等优点, 在航空航

天、汽车制造和先进武器系统等领域具有广阔的应用前景^[1]。人们对颗粒增强铝基复合材料的高温变形行为的研究已有较多的报道^[2-8], 而对原位合成 TiB₂/6351

复合材料热加工流变应力行为研究报道较少。为此,本文作者在 Gleeble-1500D 热模拟机上对该材料的圆柱试样进行等温压缩,研究 TiB₂/6351 复合材料热变形时流变应力与变形温度和应变速率间的关系,采用一元线性回归法建立应力应变本构方程,从而为合理制定 TiB₂/6351 复合材料的热挤压、锻造和热轧等热塑性加工工艺参数提供理论指导。

1 实验

1.1 实验材料

采用混合盐反应法制备含 TiB₂ 质量分数为 8% 的 TiB₂/6351 复合材料^[9];其化学成分(质量分数,%)为:Si 1.0, Mg 0.6, Mn 0.6, B 2.4, Ti 5.5, 余量 Al。

1.2 实验方法

将锭坯在 460 °C, 6 h+520 °C, 6 h 进行双级均匀化处理。均匀化处理后的铸锭机加工成 $d10\text{ mm} \times 15\text{ mm}$ 的 Rastegaev^[10]型压缩试样。在 Gleeble-1500D 热模拟机上进行等温压缩实验。压缩前圆柱试样两端的浅槽内填充 BN 粉末作润滑剂,然后,两端贴上石墨片,以减少摩擦对应力状态的影响。压缩温度范围为 300~550 °C,应变速率范围为 $10^{-3} \sim 10\text{ /s}$,总压下量为 50%(真应变为 0.7),热模拟实验的升温速率为 2 °C/s,保温时间为 5 min。由 Gleeble-1500D 热模拟机的计算机自动采集应力、应变、压力、位移、温度以及时间等数据,绘制出真应力—真应变曲线。

2 结果及分析

复合材料在温度为 300 °C 和应变速率为 10 /s 热压缩过程中的形貌变化如图 1 所示。由图 1 可知,在



图 1 TiB₂/6351 复合材料在温度为 300 °C 和应变速率为 10 /s 热压缩过程中形貌变化

Fig.1 Morphologies change of TiB₂/6351 composites during hot compression under temperature of 300 °C and strain rate of 10 /s

实验范围内,在最低温度为 300 °C 和最高应变速率为 10 /s 变形条件下,试样经真应变为 0.1、0.3、0.5、0.7 和 0.9 压缩后,试样表面均未发现微裂纹。

2.1 真应力—真应变曲线

图 2 所示为 TiB₂/6351 复合材料在高温等温压缩变形时真应力—真应变曲线。从图 2 可看出,在应变速率为 $10^{-3} \sim 10\text{ /s}$ 和变形温度为 300~550 °C 的变形条件范围内,均存在真应力先随真应变的增加而迅速增大,随应变量的增加,应力应变曲线斜率逐渐减小。在较高温度和较低应变速率下,出现峰值应力呈现缓慢下降的趋势,表现出软化特征;在较低温度和较高应变速率下,应力—应变曲线上并未出现峰值应力,而是呈现缓慢上升趋势,表现出加工硬化的特征。在实验温度范围内,当应变速率一定时,流变应力随着温度的升高而下降;当变形温度保持不变时,流变应力随着应变速率的提高而增大。

2.2 流变应力方程的建立

SELLARS 和 TEGART 提出材料高温塑性变形的流变应力、应变速率和温度间的关系,可用包含变形激活能 Q 和温度 T 的双曲正弦形式修正的 Arrhenius 关系表示^[11]:

$$\dot{\varepsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp[-Q/(RT)] \quad (1)$$

研究表明,材料的 σ 和 ε 间的关系取决于变形速度 $\dot{\varepsilon}$ 和变形温度 T ,而对 $\dot{\varepsilon}$ 和 T 的依赖性可以用参数 Z 来表示^[12-13],即

$$\sigma = \sigma(Z, \dot{\varepsilon}) \quad (2)$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp[Q/(RT)] = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (3)$$

在低应力水平条件下, $\alpha\sigma$ ($\alpha\sigma < 0.8$) 值较小,忽略 $\sinh(\alpha\sigma)$ 泰勒级数展开后的高次项,可近似得到低应力水平时上述表达式为

$$\dot{\varepsilon} = B\sigma^n \exp[-Q/(RT)] \quad (4)$$

$$Z = B\sigma^n \quad (5)$$

在高应力水平条件下, $\alpha\sigma$ ($\alpha\sigma > 1.2$) 可以忽略。 $[\sinh(\alpha\sigma)]^n$ 泰勒级数展开后, $\exp(-\alpha\sigma)$ 项可近似得到高应力水平,上述表达式为

$$\dot{\varepsilon} = B_1 \exp(\beta\sigma) \cdot \exp[-Q/(RT)] \quad (6)$$

$$Z = B_1 \exp(\beta\sigma) \quad (7)$$

在所有应力水平条件下,

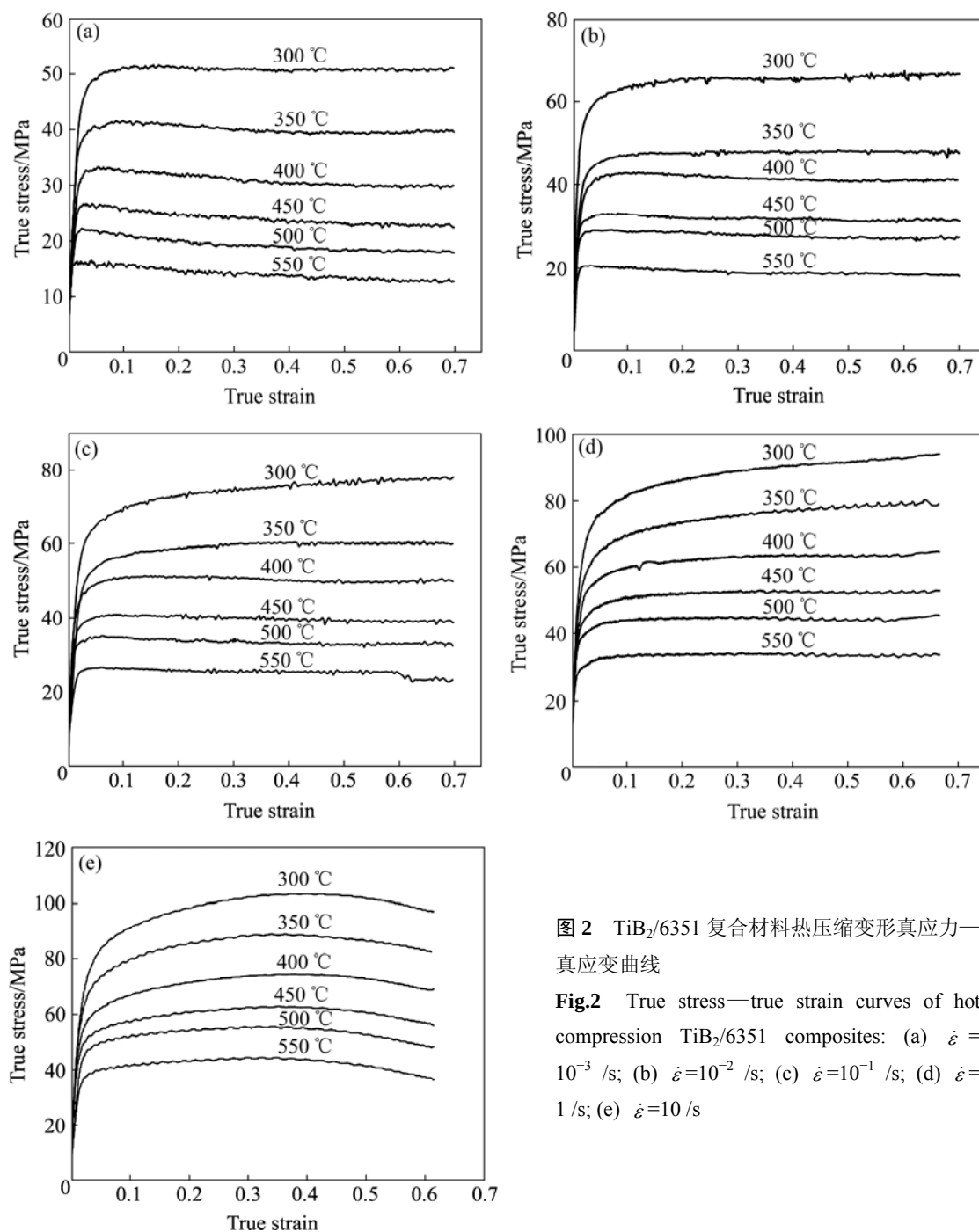


图2 TiB₂/6351 复合材料热压缩变形真应力—真应变曲线

Fig.2 True stress—true strain curves of hot compression TiB₂/6351 composites: (a) $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} /s$; (b) $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} /s$; (c) $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} /s$; (d) $\dot{\varepsilon} = 1 /s$; (e) $\dot{\varepsilon} = 10 /s$

$$\dot{\varepsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp[-Q/(RT)] \quad (8)$$

式中 A 、 B 和 B_1 为常数; σ 为高温流变应力; $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率; ε 为真应变; T 为变形温度; R 为摩尔气体常数; Z 为 Zener-Hollomon 参数, 其物理意义是温度补偿的变形速率因子; Q 为热变形激活能, 它反映材料热变形的难易程度, 也是材料在热变形过程中重要的力学性能参数。为了研究材料在变形时的力学行为, 还应了解与应变速率和温度有关的流变应力 σ 的变化规律。从式(3)可推出:

$$\sinh(\alpha\sigma) = (Z/A)^{1/n} \quad (9)$$

根据双曲正弦函数的定义可得:

$$\operatorname{arcsinh}(\alpha\sigma) = \ln[\alpha\sigma + (\alpha\sigma^2 + 1)^{1/2}] \quad (10)$$

由此可将流变应力表达成应变速率和温度的函数, 亦可表达成 Zener-Hollomon 参数 Z 的函数:

$$\sigma = (1/\alpha) \ln\left\{(Z/A)^{1/n} + [(Z/A)^{2/n} + 1]^{1/2}\right\} \quad (11)$$

假设 TiB₂/6351 复合材料高温塑性变形时的 σ 、 $\dot{\varepsilon}$ 和 T 之间关系满足式(1), 然后, 根据式(4)和(6), 求

出常数 n 、 α 和 β 。式中 B 和 B_1 为与温度无关的常数, 对式(4)和(6) 两边分别求对数得:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln B - Q/(RT) + n \ln \sigma \quad (12)$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln B_1 - Q/(RT) + \beta \sigma \quad (13)$$

由式(12)和(13)可知, 当温度一定时, n 和 β 分别为 $\ln \dot{\epsilon} - \ln B$ 和 $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$ 曲线的斜率。采用一元线性回归处理, 得 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 关系曲线如图 3 所示, $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$ 关系曲线如图 4 所示。回归分析的线性相关系数均大于 0.99。 n 值取图 3 中峰值应力较低时的值, 即温度为 400、450、500 和 550 °C 的 4 条直线斜率的平均值, 得到 $n=11.78$; β 值取图 4 中峰值应力较高时的值, 即温度为 300、400、450 和 500 °C 的 4 条直线的平均值, 得 $\beta=0.2$, 则 $\alpha=\beta/n=0.023 \text{ MPa}^{-1}$ 。假定热变形激活能 Q 与温度 T 无关, 对式(1)两边分别取对数可得:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A - Q/(RT) + n \ln[\sinh(\alpha\sigma)] \quad (14)$$

$$Q = R \left\{ \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \right\}_T \cdot \left\{ \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right\}_{\dot{\epsilon}} \quad (15)$$

根据图 2 中不同温度下 TiB/6351 复合材料变形时的峰值应力、应变速率和所求的 α 代入式(14), 再用最小二乘法线性回归, 绘制出相应的 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$ 关系曲线, 如图 5 所示。 $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系曲线如图 6 所示。式(15)中的第 1 项代表 $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系曲线的斜率, 第 2 项代表 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$ 关系曲线的斜率。2 组直线斜率的平均值分别为 7.83 和 2.63, 将此值代入式(15), 即可求出平均变形激活能 Q 为 171.21 kJ/mol。通过式(14)可计算出 $\ln A$ 的平均值为 26.34。同时, 可通过 $\ln \dot{\epsilon}$ 、 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 和 $1000/T$ 间的多元线性回归求得 $\ln A=25.11$, 激活能 $Q=$

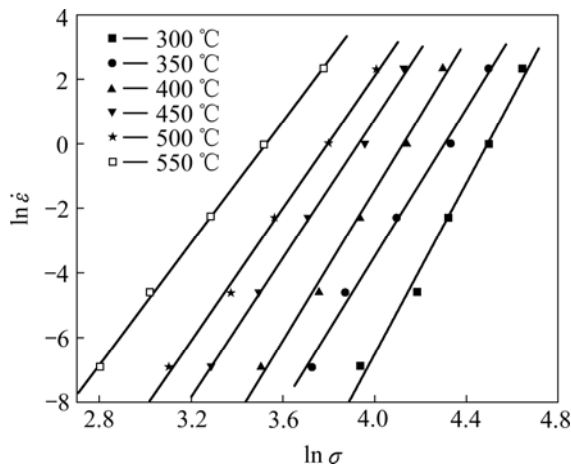


图 3 $\ln \dot{\epsilon}$ 和 $\ln \sigma$ 的关系

Fig.3 Relationship between $\ln \dot{\epsilon}$ and $\ln \sigma$

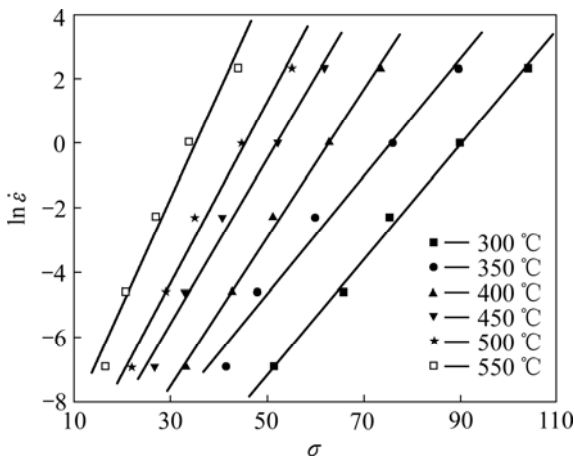


图 4 $\ln \dot{\epsilon}$ 与 σ 的关系

Fig.4 Relationship between $\ln \dot{\epsilon}$ and σ

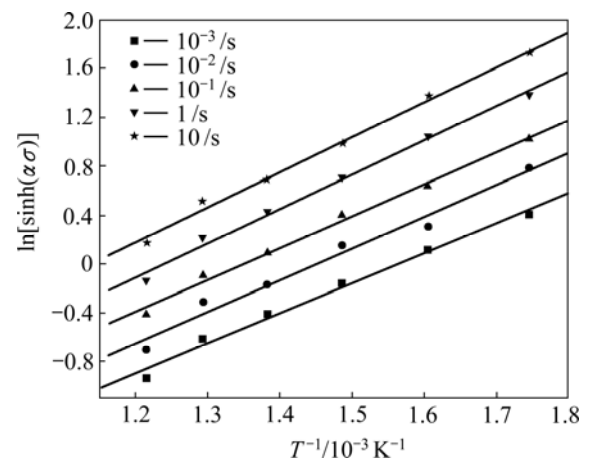


图 5 流变应力与变形温度的关系

Fig.5 Relationship between flow stress and deformation temperature

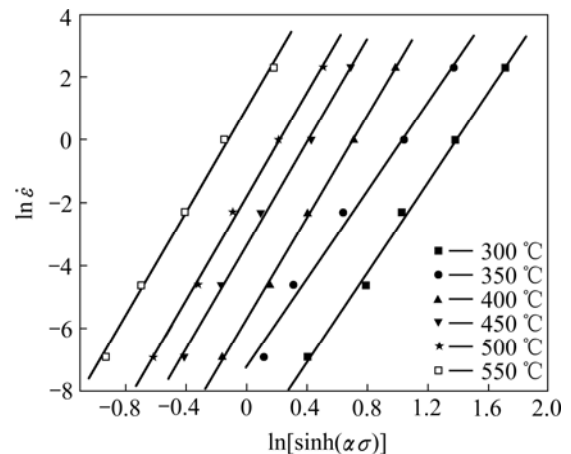


图 6 $\ln \dot{\epsilon}$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系

Fig.6 Relationship between $\ln \dot{\epsilon}$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$

170.10 kJ/mol。对式(3)两边取对数可以得到:

$$\ln Z = \ln \dot{\epsilon} + Q/(RT) = \ln A + n \ln[\sinh(\alpha\sigma)] \quad (16)$$

将求得的变形激活能 Q 、不同变形温度和不同应变速率代入式(16)求出 Z ，再绘制成 $\ln Z - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系曲线，并进行线性回归如图 7 所示。相关参数如表 1 所示。文献[14]研究表明：将 n 代入 $\alpha=\beta/n$ ，便可求出新的 α ，再代入式(14)第 2 次求出 Q 。如此进行迭代计算，直到最后计算 n 的平均标准偏差最小。由此求得的材料常数 A 、 n 、 α 和 Q 更为真实和可靠。采用式(14)和多元线性回归 2 种方法确定材料常数，计算结果如表 1 所列。由表 1 可知，当 $Q=170.10$ kJ/mol， $\alpha=0.023$ ， $\ln A=24.28$ 时，平均标准偏差 D_S 具有最小值($D_S=0.48$)，回归分析的线性相关系数(R_1)均大于 0.99。显然，复合材料流变应力双曲正弦项的自然对数与 Z 参数的自然对数间满足线性关系。由此可见，TiB₂/6351 复合材料高温压缩变形时的流变行为可采用包含 Arrhenius 项的 Z 参数描述。将优化后的 Q 、 α 、 n 和 A 等材料参数值代入式(1)，得到该材料热压缩时的流变应力方程为

$$\dot{\epsilon} = 3.52 \times 10^{10} [\sinh(0.023 \ 24\sigma)]^{7.33} \cdot \exp[-170.10 \times 10^3 / (RT)] \quad (17)$$

其 Z 参数可表述为 $Z = \dot{\epsilon} \exp[(170.10 \times 10^3)/(RT)]$

流变应力方程亦可用 Z 参数表述为

$$\sigma = 43.03 \ln \{ [Z / (3.52 \times 10^{10})]^{1/7.33} + \{ [Z / (3.52 \times 10^{10})]^{2/7.33} + 1 \}^{1/2} \} \quad (18)$$

3 讨论

上述分析表明，TiB₂/6351 复合材料高温压缩变形时的流变应力强烈地取决于应变速率和变形温度，可

用 Zener-Hollomon 参数来描述其流变应力。该材料在高温塑性变形时，存在加工硬化和动态软化 2 个过程。复合材料在 300 和 350 ℃变形时出现较强的加工硬化效应，这是由于 TiB₂ 陶瓷颗粒的存在，在变形过程中位错会在其附近塞积，使材料中的位错密度增加，而要使位错攀移越过增强颗粒时，需要较高应力。

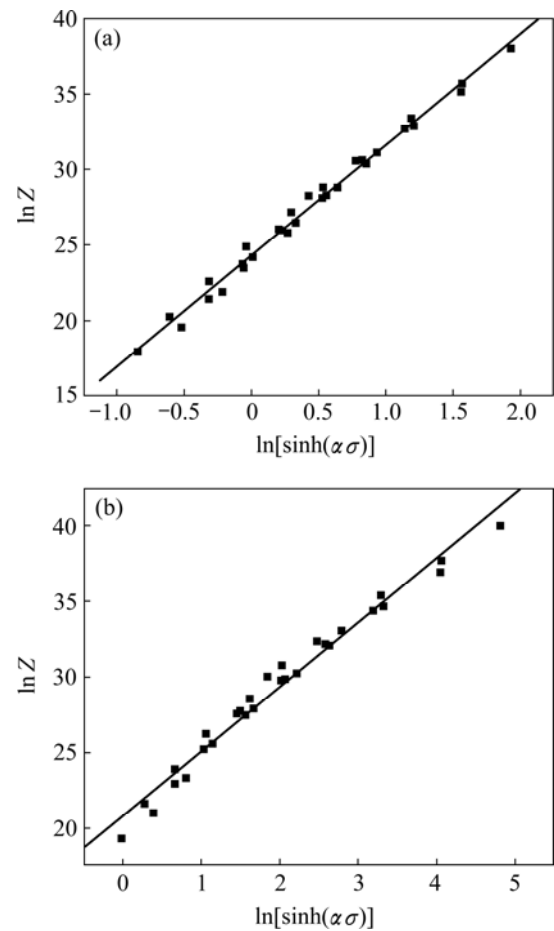


图 7 流变应力与 Z 参数的关系曲线
Fig.7 Relationship between flow stress and Zener-Hollomon parameter: (a) $D_S=0.48$; (b) $D_S=0.77$

表 1 TiB₂/6351 复合材料高温变形常数

Table 1 High temperature deformation constants of TiB₂/6351 composition

$Q/(\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1})$	α/MPa^{-1}	n	D_S	R_1	$\ln A$
170.100 ¹⁾	0.023	7.330	0.480	0.990	24.280
168.330 ¹⁾	0.037	5.550	0.620	0.990	20.940
166.640 ¹⁾	0.049	4.350	0.720	0.990	19.230
171.210 ²⁾	0.023	7.350	0.480	0.990	24.470
147.320 ²⁾	0.037	5.170	0.690	0.990	17.720
179.440 ²⁾	0.053	4.260	0.770	0.990	20.840

1) Q calculated using multiple linear regression; 2) Q calculated by Eqn.(14).

在同一应变条件下,变形温度越高,所对应的流变应力越低,这主要是由于温度升高,基体合金的流动能力增强。同时,由于基体合金的动态回复和动态再结晶的发生使得 TiB₂陶瓷颗粒附近塞积的位错减少,减少了对复合材料流变应力的影响,以至于复合材料的变形抗力降低。在同一变形温度下,随着应变速率的增加,真应力水平升高,说明复合材料在该实验条件下具有正的应变速率敏感性;当应变速率极大时,位错的运动和空位的扩展来不及充分进行,协调变形的颗粒转动和界面滑移都不容易充分进行,位错来不及绕过增强颗粒而造成位错的大量塞积,从而使变形抗力提高。在较小应变阶段,应力上升较快,说明在此阶段加工硬化起主要作用,随变形量的增加,位错密度不断增加,基体合金的异号位错相互抵消,出现软化作用,此时表现为曲线斜率逐渐减小,当复合材料变形基体组织中的亚晶平均尺寸、亚晶间平均取向差以及平衡位错密度均保持基本不变时,基体合金中发生“重复多边形化”^[13,15],表现强烈的动态回复行为。在较高温度和较低的应变速率下,流变应力达到峰值,流变应力继续下降,最后达到一个稳定值,这是由于基体合金发生动态再结晶可以消除或改变原来的形变组织,发生动态再结晶软化。同时,位错的攀移在达到峰值应力前也参与软化过程,当软化速率与硬化速率平衡时流变应力达到最大值。尽管复合材料基体属于高层错能的铝合金,但铝合金在热加工时也可以发生动态再结晶,随着动态再结晶的继续进行,软化速率大于硬化速率,应力逐渐下降;当发生完全动态再结晶后,其晶粒组织和流变应力不随形变量变化^[16]。

4 结论

1) 在实验条件范围内, TiB₂/6351 复合材料在同一温度和变形量下,复合材料的流变应力随应变速率的增大而增大;在本研究范围内,复合材料属于正应变速率敏感材料。

2) 采用包含 Arrhenius 项的 Zener-Hollomon 参数描述 TiB₂/6351 复合材料高温变形时的流变行为,热压缩变形的流变应力方程为

$$\dot{\epsilon} = 3.52 \times 10^{10} [\sinh(0.023 \ 24\sigma)]^{7.33} \cdot \exp[-170.10 \times 10^3 / (RT)]$$

其 Z 参数可表述为 $Z = \dot{\epsilon} \exp[170.10 \times 10^3 / (RT)]$, 采用

Z 参数表述的流变应力方程为

$$\sigma = 43.03 \ln \{ [Z / (3.52 \times 10^{10})]^{1/7.33} + \{ [Z / (3.52 \times 10^{10})]^{2/7.33} + 1 \}^{1/2} \}$$

3) 所获得的 TiB₂/6351 复合材料流变应力本构方程可为 TiB₂/6351 复合材料变形组织的预测、控制以及热加工工艺的确定提供理论依据。

REFERENCES

- [1] LLOYD D J. Particle reinforced aluminum magnesium composites[J]. International Materials Reviews, 1994, 39(1): 1-22.
- [2] TONG G Q, CHAN K C. Deformation behavior of a PM Al6013/15SiC_p composite sheet at elevated temperature[J]. Materials Letters, 1999, 38: 326-330.
- [3] GANESAN G K, KARTHIKEYAN R. Development of processing map for 6061 Al/15%SiC_p through neural networks[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 166: 423-429.
- [4] RAMANATHAN S, KARTHIKEYAN R, GANASEN G. Development of processing maps for 2124Al/SiC_p composites[J]. Mater Sci Eng A, 2006, 441: 321-325.
- [5] CAVALIERE P, CERRI E, LEO P. Hot deformation and processing maps of a particulate reinforced 2618/Al₂O₃/20p metal matrix composite[J]. Composites Science and Technology, 2004, 64: 1287-1291.
- [6] CAVALIERE P, CERRI E, EVANGELISTA E. Isothermal forging of AA2618+20%Al₂O₃ by means of hot torsion and hot compression tests[J]. Mater Sci Eng A, 2004, 387/389: 857-861.
- [7] VEDANI M, ERRICO F D, GARIBOLDI E. Mechanical and fracture behaviour of aluminium-based discontinuously reinforced composites at hot working temperatures[J]. Composites Science and Technology, 2006, 66: 343-349.
- [8] NARAYANA MURTY S V S, NAGESWARA RAO B, KASHYAP B P. On the hot working characteristics of 6061Al-SiC and 6061-Al₂O₃ particulate reinforced metal matrix composites[J]. Composites Science and Technology, 2003, 63: 119-135.
- [9] 白亮, 陈东, 马乃恒, 王浩伟. 原位生成 TiB₂/6351 复合材料的组织和性能[J]. 热加工工艺, 2007, 36(12): 30-33.
BAI Liang, CHEN Dong, MA Nai-heng, WANG Hao-wei. Microstructure and mechanical properties of in-situ TiB₂/6351 composite[J]. Hot Working Technology, 2007, 36(12): 30-33.
- [10] 沈健. 2091 铝锂合金高温塑性变形行为研究[D]. 长沙: 中南工业大学, 1996.
SHEN Jian. Study on the plastic deformation behavior of 2091 Al-Li alloy at elevated temperatures[D]. Changsha: Central

- South University of Technology, 1996.
- [11] SELLARS C M, TEGART W J M. On the mechanism of hot deformation[J]. *Acta Metallurgica*, 1996, 14(9): 1136–1138.
- [12] SHI H, MCLAREN A J, SELLARS C M, SHAHANI R. Constitutive equations for high temperature flow stress of aluminum alloys[J]. *Mater Sci Eng A*, 1997, 13(3): 210–216.
- [13] 林高用, 张 辉, 郭武超, 彭大暑. 7075 铝合金热压缩变形流变应力[J]. *中国有色金属报*, 2001, 11(3): 412–415.
LIN Gao-yong, ZHANG Hui, GUO Wu-chao, PENG Da-shu. Flow stress of 7075 aluminum alloy during hot compression deformation[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2001, 11(3): 412–415.
- [14] POIRIER J P. 晶体的高温塑性变形[M]. 关德林, 译. 大连: 大连理工大学出版社, 1989.
- POIRIER J P. Elevated temperature deformation of crystal[M]. GUAN De-lin, transl. Dalian: Dalian University of Technology Press, 1989.
- [15] MCQUEEN H J, FRY E, BELLING J. Comparative constitutive constants for hot working of Al-414Mg-0.7Mn(AA5083)[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2001, 10(2): 164–172.
- [16] 甘卫平, 王义仁, 陈铁平, 杨伏良, 刘 泓. 6013 铝合金热变形行为研究[J]. *材料导报*, 2006, 20(5): 111–113.
GAN Wei-ping, WANG Yi-ren, CHEN Tie-ping, YANG Fu-liang, LIU Hong. Research of hot deformation behavior of 6013 aluminum alloy[J]. *Materials Review*, 2006, 20(5): 111–113.

(编辑 李艳红)