

120°模具室温 ECAP 制备工业纯钛的压缩变形本构关系

刘晓燕¹, 赵西成¹, 杨西荣¹, 王 成²

(1. 西安建筑科技大学 冶金工程学院, 西安 710055; 2. 武汉钢铁股份有限公司, 武汉 430080)

摘 要: 在 Gleeble-1500 热模拟机上对 120°模具室温 Bc 方式 ECAP 变形 8 道次制备的平均晶粒尺寸约为 200 nm 的工业纯钛进行等温变速压缩实验, 研究超细晶工业纯钛在变形温度为 298~673 K 和应变速率为 $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ 条件下的流变应力行为。结果表明: 变形温度和应变速率均对流变应力具有显著影响, 峰值应力随变形温度的升高和应变速率的降低而降低; 流变应力在变形初期随应变的增加而增大, 出现峰值后逐渐趋于平稳, 呈现稳态流变特征。采用双曲正弦模型确定了超细晶工业纯钛的变形激活能 $Q=104.46 \text{ kJ/mol}$ 和应力指数 $n=23$, 建立了相应的变形本构关系。

关键词: 超细晶工业纯钛; 热压缩变形; 流变应力; 本构关系; 变形激活能

中图分类号: TG146

文献标志码: A

Constitutive relationship of compression deformation of ultrafine-grained commercially pure titanium processed by ECAP at room temperature with 120° die

LIU Xiao-yan¹, ZHAO Xi-cheng¹, YANG Xi-rong¹, WANG Cheng²

(1. School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China;

2. Wuhan Iron and Steel Company Limited, Wuhan 430080, China)

Abstract: The hot compression deformation behavior of ultrafine-grained (UFG) commercially pure (CP) Ti with the average grain size of about 200 nm was studied by isothermal simulation tests at the deformation temperature of 298–673 K and the strain rate of $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ on the Gleeble-1500 thermal-mechanical simulator. UFG CP-Ti was produced by ECAP up to 8 passes with a die of 120° using route Bc at room temperature. The results show that the deformation temperature and strain rate greatly affect the flow stress. The peak stress decreases with increasing deformation temperature and decreasing strain rate. The flow stress increases with increasing strain and tends to be constant after a peak value which is the characteristic of the steady flow state. The deformation activation energy and stress exponent were obtained using the hyperbolic-sine mathematics model to be $Q=104.46 \text{ kJ/mol}$ and $n=23$, and the hot deformation constitutive relationship was established.

Key words: ultrafine-grained commercially pure (CP)-Ti; hot compression deformation; flow stress; constitutive relationship; deformation activation energy

等径弯曲通道变形(Equal channel angular pressing, ECAP)是目前制备高性能块状超细晶材料最有效的剧烈塑性变形方法, 也是目前最具工业化应用前景的技

术, 已引起材料科学工作者的广泛关注^[1-3]。本文作者采用该技术在室温制备超细晶工业纯钛^[4-5]。由于 ECAP 变形制备的块体超细晶材料的形状和尺寸与实

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50874086); 高等学校博士学科点专项科研基金资助项目(20116120110012); 陕西省自然科学基金资助项目(2010JM6010)

收稿日期: 2011-09-18; 修订日期: 2012-03-01

通信作者: 刘晓燕, 讲师, 博士研究生; 电话: 029-85530856; E-mail: xauat-lxayan@hotmail.com

际应用产品还有一定差距,通常需要进行二次成形加工,如锻造、轧制或挤压,以达到最终形状要求。在金属塑性成形过程中,本构方程作为描述材料变形时热力学参数之间关系的模型,在制定和优化成形工艺参数中十分重要,其主要表现为流变应力受变形温度、应变速率和变形程度影响的变化规律,因此,建立精确的本构方程对制定合理的热加工工艺以及在金属塑性变形理论研究方面都极其重要。压缩实验过程与锻造过程相似,因此,对于工业纯钛本构方程的建立主要采用热压缩实验来获得流变应力曲线,进而按照不同的本构模型建立一些经验公式以满足工程技术要求^[6-9]。ZENG 等^[10]研究了粗晶工业纯钛在变形温度为 673~973 K 和应变速率为 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ 条件下的热压缩流变应力行为,采用 Arrhenius 本构关系模型建立了粗晶工业纯钛的本构方程。LONG 等^[11]研究了采用 90°模具 450 °C ECAP 变形制备超细晶工业纯钛在恒定应变速率($1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$)下的热压缩变形行为。结果表明:超细晶工业纯钛的压缩应力—应变响应强烈依赖于变形温度。在再结晶温度以下,超细晶工业纯钛显示出不同于粗晶的硬变软化现象。ALEXANDROV 等^[12]应用运动学模型对不同晶粒尺寸工业纯钛的变形行为进行分析。其中,超细晶工业纯钛(在 723~673 K ECAP 变形制备)的真应力—真应变曲线表现出应变硬化缓慢衰减的单一特征,当真应变达到 0.2 时,流变应力饱和,达到稳态流变阶段。JIA 等^[9]对超细晶工业纯钛室温变形行为的研究表明:随着应变速率的增加,超细晶工业纯钛的流变应力增加,且变形越不均匀促进绝热剪切带形成,从而导致塑性失稳。

目前,关于应变速率和变形温度对超细晶工业纯钛热变形流变应力影响的研究报道较少。为此,本文作者在 Gleeble-1500 热模拟机上对室温 ECAP 制备的超细晶工业纯钛圆柱试样进行等温变速压缩实验,研究超细晶工业纯钛在压缩变形时流变应力与变形温度和应变速率之间的关系,建立相应的流变应力模型,为制定与优化超细晶工业纯钛热加工工艺流程以及工业生产提供理论依据。

1 实验

1.1 实验材料

实验材料为 120°模具室温以 Bc 方式 ECAP 变形 8 道次工业纯钛(TA1),平均晶粒尺寸约为 200 nm,化学成分(质量分数)如下:0.100% O、0.001% H、0.010%

N、0.007% C、0.030% Fe、余量为 Ti。图 1 所示为超细晶工业纯钛的 TEM 像。从图 1 可知,晶界较清晰,晶粒大小比较均匀,晶内位错密度低,基本为等轴状的超细晶组织,并伴有少量亚晶。

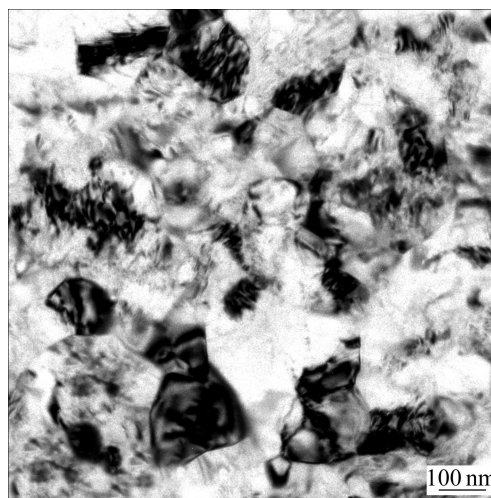


图 1 超细晶工业纯钛变形组织的 TEM 像

Fig. 1 TEM image of UFG CP-Ti deformation microstructure

1.2 实验方法

将超细晶工业纯钛(从 ECAP 变形试样的中径处截取)加工成 $d 6 \text{ mm} \times 9 \text{ mm}$ 圆柱形试样,在 Gleeble-1500 热模拟实验机上进行等温变速率热压缩实验。实验温度为 298、373、573 和 673 K,所有试样均利用自身电阻进行加热,试样以 10 °C/s 的加热速度升温到预定温度,变形前保温 5 min;应变速率为 1×10^{-4} 、 1×10^{-3} 、 1×10^{-1} 和 $1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$,所有压缩变形试样的初始应变速率和最终应变速率保持相同;最大变形程度为 40%,压缩变形后的试样立即进行水淬处理,以保留变形后的组织;压缩试样前两端填充石墨及机油的混合润滑剂以减小摩擦,避免出现腰鼓和侧翻等不均匀变形现象;在整个实验过程中,由 Gleeble-1500 热模拟实验机的微机处理系统自动采集应力、应变、压力、位移、温度及时间等数据,绘制真应力—真应变曲线。

2 结果与讨论

2.1 超细晶工业纯钛的真应力—真应变曲线

超细晶工业纯钛等温变速压缩变形的真应力—真应变曲线如图 2 所示。

由图 2 可见,在变形温度为 298~673 K 和应变速率为 $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ 的条件下,流变应力曲线表现

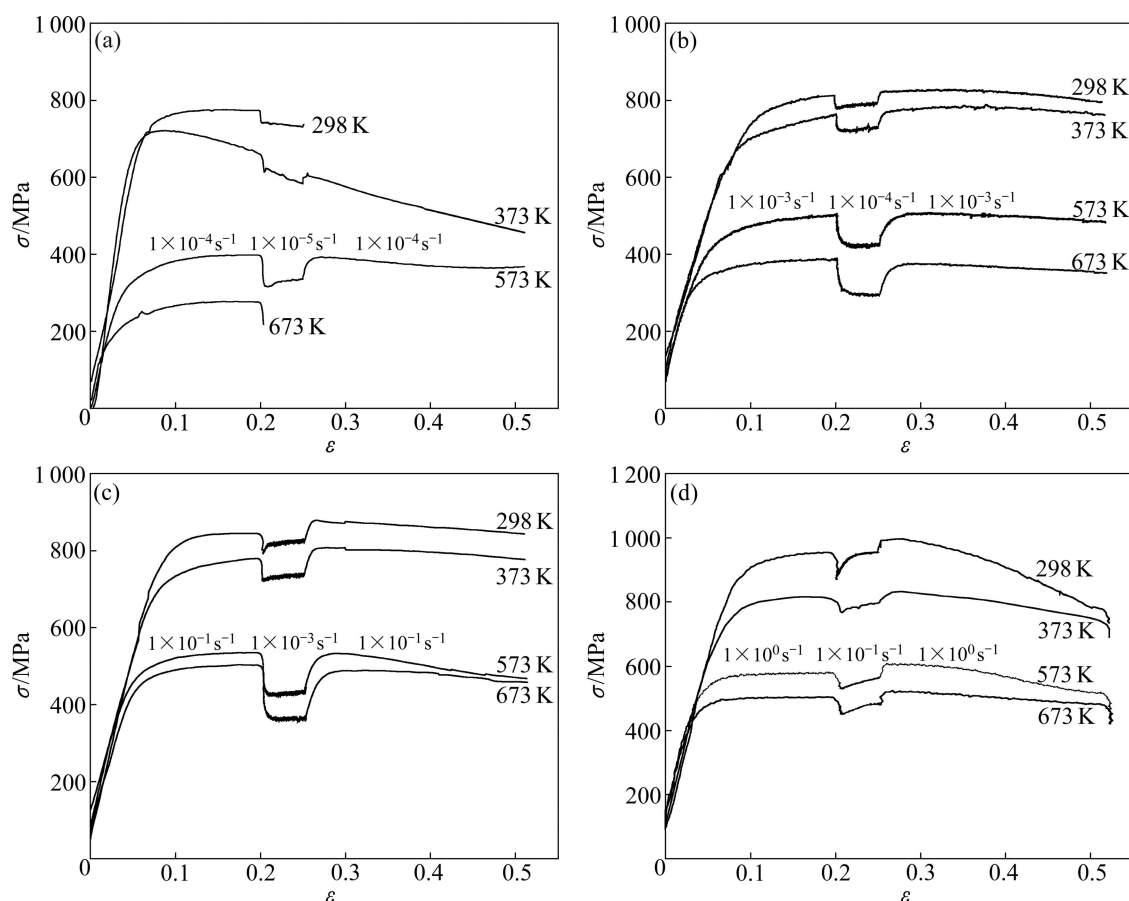


图2 不同应变速率下超细晶工业纯钛的真应力—真应变曲线

Fig. 2 True stress—true strain curves of UFG CP-Ti under different strain rates: (a) $\dot{\varepsilon}=1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$; (b) $\dot{\varepsilon}=1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; (c) $\dot{\varepsilon}=1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$; (d) $\dot{\varepsilon}=1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$

出明显的稳态流变特征。流变应力随应变量的增加而迅速升高,达到峰值后,继续变形,流变应力即进入稳态流变阶段。该现象是由于材料在塑性变形过程中,加工硬化和回复再结晶引起的动态软化同时存在^[13]。在变形初期,材料变形表现为加工硬化。在外应力和热激活的作用下,大量位错源开启,位错密度急剧增加,位错之间互相交割,形成位错网络,且位错间的交互作用增大了位错运动的阻力,使流变应力也急剧增大,此时加工硬化远远大于位错交滑移引起的软化,因此,在峰值应力之前加工硬化处于主导地位,应力迅速上升;随着应变量的继续增加,晶内储存能逐渐升高,使位错增值和位错间由于相互作用而引起的相互对消和重组达到动态平衡,加工硬化和动态软化达到动态平衡,从而使稳态变形阶段的流变应力基本不变。在相同的温度和变形速率下,与粗晶工业纯钛进行比较,孪晶的作用可忽略不计^[12]。图2(a)中373 K所对应的流变曲线在应变量较大时出现应力持续下降的异常情况。这可能是由于在较低温度和应

变速率变形下且应变量较大时,材料内部局部组织发生开裂,导致流变应力持续下降。当应变速率较大时,若有裂纹产生也会在很短的时间内焊合,从而不会出现应力持续下降的现象^[13]。

在同一应变速率下,随变形温度的升高,超细晶工业纯钛的流变应力明显减小,这主要是由于温度升高,热激活作用加强,原子的活动能力增强,各滑移系由于临界切应力大幅下降而被激活,从而导致该材料的变形抗力降低^[14-15]。在同一变形温度下,随着应变速率的增大,超细晶工业纯钛的流变应力也增大,说明超细晶工业纯钛在该实验条件下具有正的应变速率敏感性。此外,在高应变速率下,材料变形时间短,在短时间内所产生的变形热来不及散发到周围介质中,提高了超细晶工业纯钛内部温度,而使流变应力下降。变形温度越低,软化的效果越大,如图2(d)中298 K时的真应力—真应变曲线。因此,综合以上变化规律及影响作用,制定超细晶热塑性成形工艺方案时,必须充分考虑变形温度和应变速率对流变应力的影响。

由图2(b)和(c)可知: 当应变速率为 $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 和 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时, 变形温度为 298~673 K 时的 4 条曲线上均出现明显锯齿状, 这种现象称为动态应变时效效应或 PLC 效应。

2.2 超细晶工业纯钛的流变应力模型

在材料高温变形过程中, 流变应力与变形温度、应变速率和应变量之间的关系即本构关系, 体现了材料在热加工过程中对热加工参数的动态响应。正确理解材料在热变形条件下的这种动态关系对于了解材料的高温变形特征、探明材料的变形本质以及实现材料塑性成形工艺的优化设计非常重要。

由于材料在塑性加工过程中的动态响应是材料内部组织结构演化过程引起的硬化和软化过程综合作用的结果, 所以, 本构关系是高度非线性的, 不存在普遍适用的构造方法。本研究采用已广泛用于金属材料热变形的包含变形激活能和变形温度的双曲正弦形式修正的 Arrhenius 本构关系模型来描述流变应力与变形温度和应变速率的关系^[16], 即

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

式中: σ 为流变应力; $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率; T 为变形温度; n 为应力指数; α 为应力水平参数; A 为结构因子; R 为摩尔气体常数; Q 为热变形激活能, 是材料在热变形过程中重要的力学性能参数, 它反映高温塑性变形时应变硬化与动态软化过程之间的平衡关系, 其大小取决于材料的组织状态。求出 α 、 n 、 A 和 Q , 即可描述材料的高温流变特性。大量的研究表明: 式(1)能较好地描述拉伸、压缩及扭转等常规的热加工变形。

对不同的金属材料热加工数据的研究结果表明: 低应力状态下和高应力状态下流变应力和应变速率之间分别可用指数关系和幂指数关系进行描述, 即低应力水平($\alpha\sigma < 1.2$)时, 可以用指数关系模型描述, 即

$$\dot{\varepsilon} = A_1 \sigma^{n_1} \exp[-Q/(RT)] \quad (2)$$

高应力水平($\alpha\sigma > 1.2$)时, 可以用幂指数关系模型描述, 即

$$\dot{\varepsilon} = A_2 \exp(\beta\sigma) \exp[-Q/(RT)] \quad (3)$$

式中: A_1 、 A_2 、 n_1 和 β 均是常数。

分别对式(2)和(3)两边取对数得:

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A_1 + n_1 \ln \sigma - \frac{Q}{RT} \quad (4)$$

$$\ln \dot{\varepsilon} = \ln A_2 + \beta\sigma - \frac{Q}{RT} \quad (5)$$

由式(4)和(5)可知: 当温度一定时, 变形激活能 Q

为一定值, n_1 和 β 分别是 $\ln \dot{\varepsilon} - \ln \sigma$ 和 $\ln \dot{\varepsilon} - \sigma$ 曲线 (见图3) 的斜率。采用最小二乘法进行线性回归处理, 得到不同条件下的 n_1 和 β , 取其平均值, 进而确定 α ($\alpha = \beta/n_1$)。

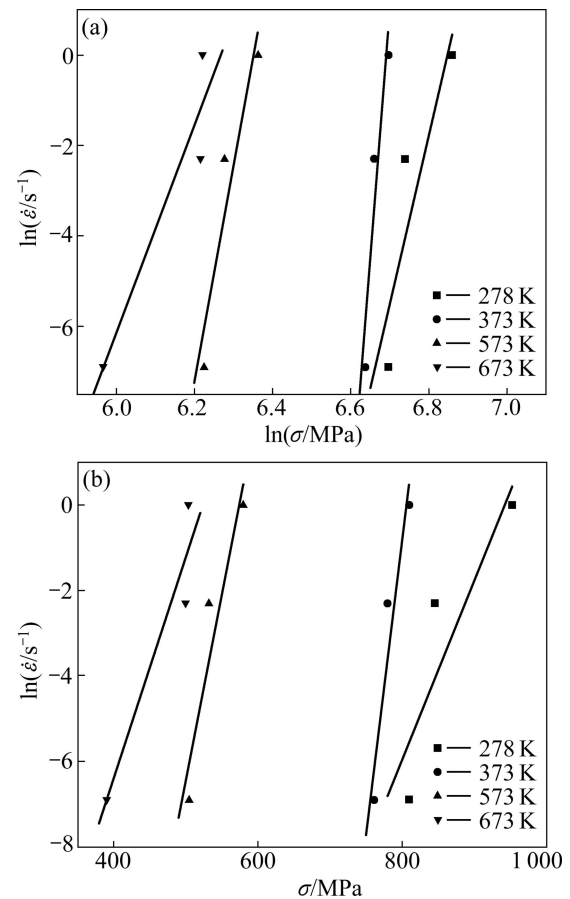


图3 不同温度条件下流变应力与应变速率的关系曲线

Fig. 3 Relationships between strain rate and flow stress at different temperatures: (a) $\ln \dot{\varepsilon} - \ln \sigma$; (b) $\ln \dot{\varepsilon} - \sigma$

Zener-Hollomon(Z)参数综合了材料的热变形条件, 其物理意义是温度补偿的应变速率因子, 表示热变形温度以及应变速率对热变形过程的综合作用。Z参数表达式如下:

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp[Q/(RT)] \quad (6)$$

联立式(1)和(6)可得:

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp[Q/(RT)] = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (7)$$

对式(1)两边分别取对数, 整理可得

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

由式(8)可知, 当变形温度恒定时, 有

$$n = \left\{ \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \right\}_T \quad (9)$$

当应变速率恒定时, 有

$$\frac{Q}{Rn} = \left\{ \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right\}_{\dot{\epsilon}} \quad (10)$$

联立式(9)和(10)可得:

$$Q = R \left\{ \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \right\}_T \cdot \left\{ \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right\}_{\dot{\epsilon}} \quad (11)$$

根据真应力—真应变曲线, 绘制 $\ln \dot{\epsilon}$ — $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系曲线, 如图 4 所示。 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ — $1/T$ 的关系曲线如图 5 所示。 n 和 $Q/(Rn)$ 分别为 $\ln \dot{\epsilon}$ — $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 和 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ — $1/T$ 曲线的斜率。对图 4 和 5 的数据采用最小二乘法进行线性拟合, 可获得不同应变条件下的应力指数 n 以及 $Q/(Rn)$ 值, 由式(11)可求得在 298~673 K 温度范围内的平均变形激活能为

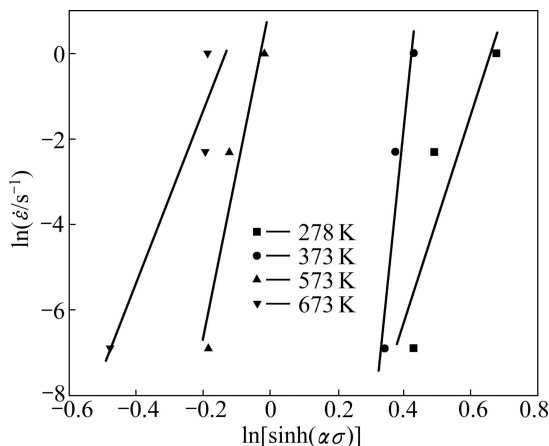


图 4 不同温度下 $\ln \dot{\epsilon}$ — $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系曲线

Fig. 4 Relationship between $\ln \dot{\epsilon}$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ at different temperatures

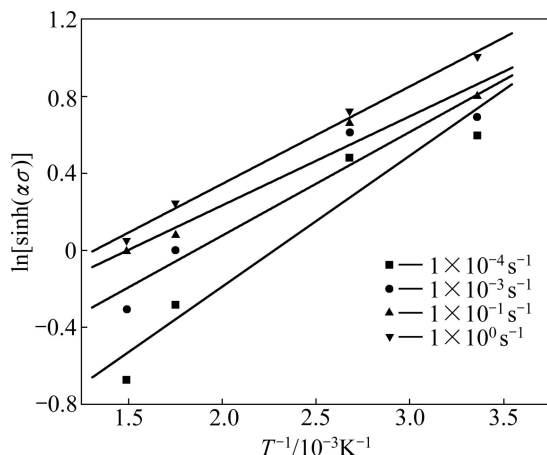


图 5 不同温度下 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ — $1/T$ 关系曲线

Fig. 5 Relationship between $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ and $1/T$ at different temperatures

104.46 kJ/mol, 该值接近文献[17]中给出 α -Ti 的晶界扩散激活能(97 kJ/mol), 说明 ECAP 制备超细晶工业纯钛在压缩时变形主要受到晶界控制, 如晶界滑移、晶界扩散和 Coble 蠕变等^[3,11,18]。事实上, 具有非平衡高应力晶界的超细晶工业纯钛, 其晶界内部(或位错胞壁/墙)的动态扩散过程在高温的驱动力下更加明显。晶界滑移的微观物理本质目前还不清楚, 需要进行更深入的研究。

对式(7)两边取对数得

$$\ln Z = \ln A + n \ln[\sinh(\alpha\sigma)] \quad (12)$$

绘制 $\ln Z$ — $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系曲线, 如图 6 所示。由图 6 可见: 超细晶工业纯钛 $\ln Z$ 和 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 的数据经过最小二乘法线性拟合后, 具有较高的相关系数。求得该直线的截距为 $\ln A$, 进而可求得材料常数 A 值。

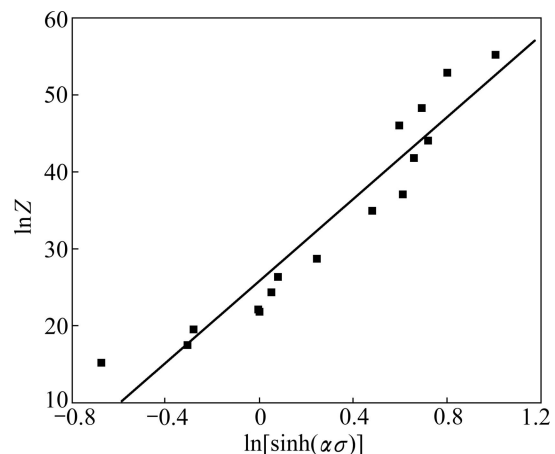


图 6 $\ln Z$ — $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系曲线

Fig. 6 Relationship between $\ln Z$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$

将求得的 Q 、 α 、 n 和 A 等材料参数值代入式(1), 得到超细晶工业纯钛热压缩时的流变应力方程为

$$\dot{\epsilon} = 1.06 \times 10^{11} [\sinh(0.00175\sigma)]^{23} \cdot \exp[-104460/(RT)] \quad (13)$$

3 结论

1) 超细晶工业纯钛热压缩变形时的流变应力随着真应变的增加而增大, 达到峰值后逐渐趋于平稳; 峰值应力随着变形温度的升高和应变速率的减小而减小。

2) 基于双曲正弦本构关系模型, 建立了 120°模具室温 ECAP 制备超细晶工业纯钛高温变形时的本构关系, 即

$$\dot{\epsilon} = 1.06 \times 10^{11} [\sinh(0.00175\sigma)]^{23} \cdot \exp[-104460/(RT)]$$

REFERENCES

- [1] LATYSH V, KRALLICS G, ALEXANDROV I V, FODOR A. Application of bulk nanostructured materials in medicine [J]. *Current Applied Physics*, 2006, 6(2): 262–266.
- [2] ZHERNAKOV V S, LATYSH V V, STOLYAROV V V, ZHARIKOV A I, VALIEV R Z. The developing of nanostructured SPD Ti for structural use [J]. *Scripta Materialia*, 2001, 44(8/9): 1771–1774.
- [3] VALIEV R Z, ALEXANDROV I V, ZHU Y T, LOWE T C. Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation [J]. *Journal of Materials Research*, 2002, 17(1): 5–8.
- [4] ZHAO X C, FU W J, YANG X R, LANGDON T G. Microstructure and properties of pure titanium processed by equal-channel angular pressing at room temperature [J]. *Scripta Materialia*, 2008, 59(5): 542–545.
- [5] ZHAO X C, YANG X R, LIU X Y, WANG X Y, LANGDON T G. The processing of pure titanium through multiple passes of ECAP at room temperature [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527(23): 6335–6339.
- [6] NEMAT-NASSER S, GUO W G, CHENG J Y. Mechanical properties and deformation mechanisms of a commercially pure titanium [J]. *Acta Materialia*, 1999, 47(13): 3705–3720.
- [7] CHENG J Y, NEMAT-NASSER S. A model for experimentally-observed high-strain-rate dynamic strain aging in titanium [J]. *Acta Materialia*, 2000, 48(12): 3131–3144.
- [8] XU C, ZHU W F. Transformation mechanism and mechanical properties of commercially pure titanium [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20(11): 2162–2167.
- [9] JIA D, WANG Y M, RAMESH K T, MA E. Deformation behavior and plastic instabilities of ultrafine-grained titanium [J]. *Applied Physics Letter*, 2001, 79(5): 611–613.
- [10] ZENG Z P, JONSSON S, ZHANG Y S. Constitutive equations for pure titanium at elevated temperatures [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2009, 505(1/2): 116–119.
- [11] LONG F W, JIANG Q W, XIAO L, LI X W. Compressive deformation behaviors of coarse- and ultrafine-grained pure titanium at different temperatures: A comparative study [J]. *Materials Transactions*, 2011, 52(8): 1617–1622.
- [12] ALEXANDROV I V, CHEMBARISOVA R G, SITDIKOV V D. Analysis of the deformation behavior of CP Ti with different grain sizes by means of kinetic modeling [J]. *Archives of Metallurgy and Materials*, 2008, 53(1): 11–16.
- [13] 王宏伟, 易丹青, 王斌, 蔡金伶, 钱峰, 陈缙萦. Mg-6.3Zn-0.7Zr-0.9Y-0.3Nd 镁合金的高温塑性变形行为的热压缩模拟[J]. *中国有色金属学报*, 2010, 20(3): 378–384.
- WANG Hong-wei, YI Dan-qing, WANG Bing, CAI Jin-ling, QIAN Feng, CHEN Ti-ying. Hot compressive deformation simulation of Mg-6.3Zn-0.7Zr-0.9Y-0.3Nd magnesium alloy at elevated temperature [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2010, 20(3): 378–384.
- [14] 李庆波, 叶凡, 周海涛, 钟建伟, 赵仲恺, 王孟君. Mg-9Y-3Zn-0.5Zr 合金的热变形行为[J]. *中国有色金属学报*, 2008, 18(6): 1012–1019.
- LI Qing-bo, YE Fan, ZHOU Hai-tao, ZHONG Jian-wei, ZHAO Shen-kai, WANG Meng-jun. Hot deformation behavior of Mg-9Y-3Zn-0.5Zr alloy [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2008, 18(6): 1012–1019.
- [15] 李慧中, 李洲, 刘咏, 张伟, 王海军. TiAl 基合金的高温塑性变形行为[J]. *中国有色金属学报*, 2010, 20(1): 79–85.
- LI Hui-zhong, LI Zhou, LIU Yong, ZHANG Wei, WANG Hai-jun. Plastic deformation behavior of TiAl based alloy at high temperature [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2010, 20(1): 79–85.
- [16] POIRTIER 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: 56.
- POIRTIER J P. Plastic deformation of crystal at elevated temperature [M]. GUAN De-lin, transl. Dalian: Dalian University of Technology Press, 1989: 56.
- [17] FROST H J, ASHBY M F. Deformation-mechanism maps [M]. Oxford: Pergamon Press, 1982: 1–6.
- [18] ZHENG M Y, XU S W, QIAO X G, WU K, KAMADO S, KOJIMA Y. Compressive deformation of Mg-Zn-Y-Zr alloy processed by equal channel angular pressing [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 483/484(15): 564–567.

(编辑 陈卫萍)