

纯铌体材料的热压缩本构关系研究

梁 明, 邹立颖, 徐晓燕, 王鹏飞, 李成山, 张平祥

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘 要: 采用 Gleeble-3500 热模拟机测试了纯铌体材料的热压缩变形曲线, 研究了 200~700 °C 变形温度和 0.001~10 s⁻¹ 应变速率条件下材料的流变应力行为和热压缩变形组织特征, 结果表明: 材料的流变应力随变形温度的升高和应变速率的降低而减小。随着变形温度的升高, 材料中拉长的晶粒粗化, 材料发生动态回复, 材料的软化主要通过动态回复得以实现。进而通过修正的 Arrhenius 双曲正弦关系式, 结合 Zener-Hollomon 参数因子推导了材料应变速率随材料变形温度、应力和激活能等参数变化的本构方程, 采用简化的关系式拟合了不同变形温度下的材料流变应力应变曲线, 拟合效果较好。

关键词: Nb 体材料; 显微组织; 热压缩; 本构关系

中图分类号: TG146.4⁺16

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)04-0985-05

纯 Nb 材料作为一种典型的有色金属材料, 具有良好的加工塑性, 抗腐蚀性以及超导性能, 广泛应用于 NbNi、NbFe 等高温合金^[1-3], 航空航天用铌基合金, Nb-Ti、Nb₃Sn 等低温超导材料以及 Cu-Nb 高场脉冲磁体用材料^[4-6]。近年来, 我国航空航天产业迅速发展, 国际 ITER (国际热核聚变反应堆) 项目逐步深入, 我国脉冲磁体也获得了 90.6 T 的亚洲脉冲高场磁体纪录, 这些都大力推动了含 Nb 及其合金材料的研究进程^[7]。

以低温超导 Nb₃Sn 材料和脉冲磁体用 Cu-Nb 材料为例, 在加工过程中 Nb 与 Cu 整体协调变形, 而 Nb 在 Cu 中的固溶度极小, Nb 均以单质形态存在; 而且这两类材料都是通过多次的多芯集束过程加工获得, 需要经历大塑性变形加工。因此, 研究 Nb 单质材料的塑性变形规律, 流变应力特征就具有重要指导意义。

近年来, 热加工工艺模拟技术逐步成为研究不同加热、受力的高温动态条件下材料的变形行为、力学性能和物理冶金的有效手段, 广泛应用于铝合金、铜合金和钛合金等有色金属领域^[8-11]。而且, 随着温度场、应力和应变场数值模拟的日益成熟, 该技术可为材料的本构关系研究提供有效支撑。本构关系, 通常指应力张量与应变张量的关系。材料热变形过程中, 流变应力常受到应变程度、变形温度、应变速率, 以及变形体内部显微组织结构等诸多因素的影响。本研究从宏观变量(温度、应变及应力等)入手, 建立材料流动应力与应变、应变速率及变形温度间的关系的本构模型, 为 Nb 材料的工

程化应用奠定基础。

1 实 验

采用纯度 99.9% 铌作为原材料, 圆柱体压缩样品, 样品尺寸为 $\Phi 10 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$, 加工方式沿原材料轴向线切割加工, 用砂纸对圆柱体上下表面进行打磨, 表面粗度达到 0.2 μm 。试验前对样品进行退火处理, 处理制度为 1100 °C 保温 3.5 h。压缩试验在 Gleeble-3500 热模拟机上进行, 采用单道次压缩法, 升温速率为 10 °C/s, 保温 3 min 后开始压缩测试, 变形量为 50%。试验完毕后水淬处理以保持高温变形组织, 采用金相观察压缩组织结构。

2 结果与讨论

图 1 为 Nb 体材料在不同应变速率条件下的应力—应变曲线。由图可见, 在一定应变速率和变形温度条件下, 起始阶段材料真应力随着真应变的增加而迅速升高, 当真应变值大于 0.1 时, 应力值继续增大, 但增大速率明显降低, 最终应力值趋于稳定, 表现为稳态流变特征。在一定应变速率条件下, 随着变形温度的升高, 尤其在 700 °C 变形时真应力降幅明显; 在室温条件下, 随着应变速率的增加, 应力值变化趋势更加平稳。分析认为, 在压缩变形过程中, 真应变值小于 0.1 时, 材料处于弹性变形阶段, 随着应变进一步增加, 曲线斜率开始逐渐减小。在此状态下, 材料中位错重排, 由高层错

收稿日期: 2016-04-20

基金项目: 国家自然科学基金 (51031002)

作者简介: 梁 明, 男, 1977 年生, 博士, 高级工程师, 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86231079, E-mail: mliang@c-nin.com

能导致的交滑移过程促使螺位错相抵消^[12]。此变化趋势证实了 Nb 体材料的典型动态回复变形机制。在同一应变速率下, Nb 块体的应力—应变曲线随温度的升高流变应力值下降明显。这是由于随变形温度的升高, 滑移阻力降低, 促进了位错间相互对消; 同时位错密度降低, 变形临界切应力减小, 晶界阻力降低, 导致材料流变应力值迅速下降。同一变形温度下, 特别是在室温时, 大应变速率下, 材料的真应力先快速升高后保持较高值。这归结于, 大应变速率导致材料塑性变形不充分, 弹性变形量相对增大, 从而引起流变应力的增大。

在一定温度条件下, Nb 块体受应变速率影响较小, 本实验着重对不同温度条件下的纵向热压缩变形组织进行了金相分析, 如图 2 所示。在室温下变形时 (图

2a), Nb 压缩组织的平均晶粒尺寸为 170 μm, 随着温度达到 200 °C, 平均晶粒尺寸变为 210 μm (图 2b), 当温度升高到 700 °C 时, 晶粒进一步粗化, 尺寸达到 428 μm (图 2d), 随着变形温度的升高, 晶界活性增大, 原子扩散能力增强, 晶界移动速率增大, 造成晶粒的长大, 同时, 晶粒伸长方向垂直于压缩方向。在金相组织中未观察到再结晶核心的形成, 这也证实了动态回复机制主导着材料的热压缩变形过程。

材料的本构方程描述了热变形条件下流变应力 σ 、应变速率 $\dot{\epsilon}$ 以及变形温度 T 之间的相互关系。由前面分析可知, Nb 块体在压缩变形过程中受到温度的影响较大, 因而其高温塑性变形过程主要受到热激活过程控制, 本研究以包含变形激活能 Q 和温度 T 的 Arrhenius

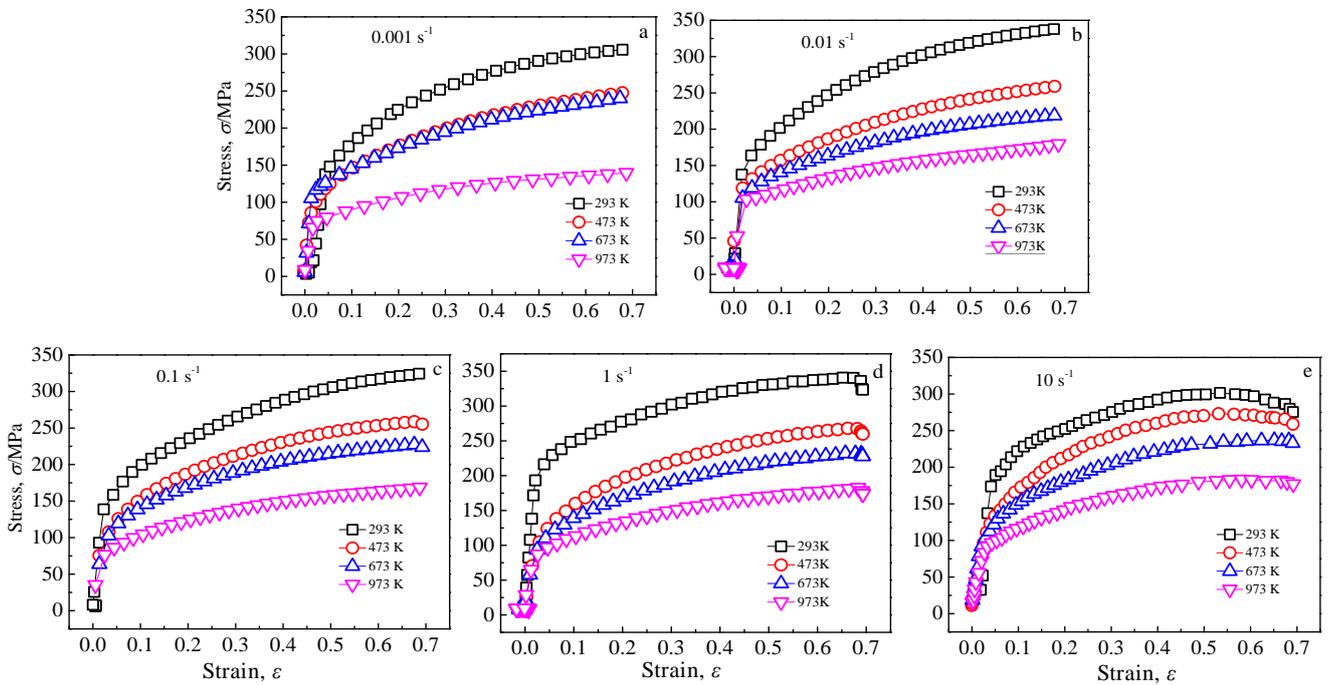


图 1 不同应变速率下样品的热压缩应力-应变曲线

Fig.1 Hot compression stress-strain curves of Nb at different strain rates: (a) 0.001 s^{-1} , (b) 0.01 s^{-1} , (c) 0.1 s^{-1} , (d) 1 s^{-1} , and (e) 10 s^{-1}

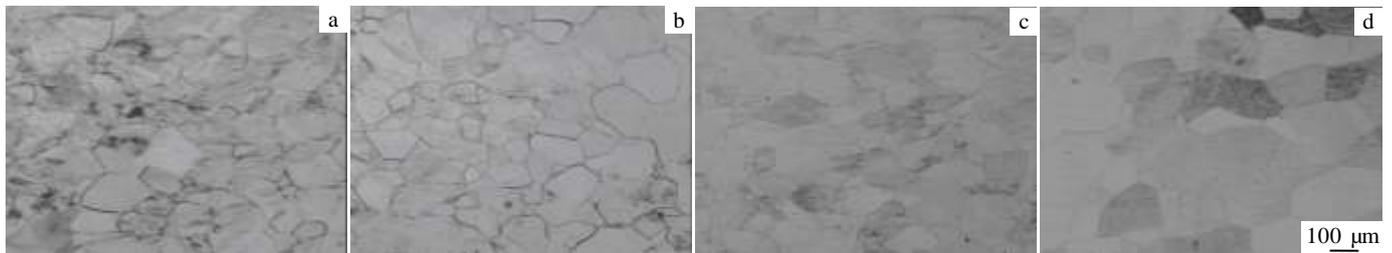


图 2 纯铌材料在 0.01 s^{-1} 时不同温度热压缩金相组织

Fig.2 Optical microstructures of Nb bulk materials at the strain rate of 0.01 s^{-1} and different temperatures: (a) 293 K, (b) 473 K, (c) 673 K, and (d) 973 K

关系和双曲正弦形式的修正 Arrhenius 关系为依据来建立纯 Nb 体材料的本构方程。本研究分别引入了考虑变形激活能 Q 的低应力水平 ($\alpha\sigma < 0.8$)、高应力水平 ($\alpha\sigma > 1.2$) 下的材料变形的关系模型以及包含变形激活能 Q 和温度 T 的双曲正弦形式的修正 Arrhenius 关系模型,在此基础上对关系式两边取自然对数得到材料本构方程见式 (1)、(2) 和 (3)。

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_1 + n \ln \sigma - Q/RT \quad (1)$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_2 + \beta \sigma - Q/RT \quad (2)$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \ln [\sinh(\alpha\sigma)] - Q/RT \quad (3)$$

式中 A_1 、 A_2 、 A 为结构因子, $A_1 = A\alpha^n$, $A_2 = A/n^2$; n 为应力指数, α 为材料常数, $\beta = \alpha n$, R 为气体常数, 值为 $8.314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$ 。由式 (1) 和式 (2) 可知, 选取不同应变速率、不同温度条件下的应力峰值, 可绘制流变应力与应变速率的关系, 如图 3 所示, 可以看出, 在室温条件下, 流变应力随应变速率变化较大, 很难按照本构关系模型描述。在 $200\sim 700 \text{ }^\circ\text{C}$ 范围, 尤其是较大应变速率条件下材料曲线变化规律性较强。分析认为, 室温条件下, 晶内位错滑移和增殖促使流变应力的升高, 此时开动位错数量仅与应变大小有关, 而不受应变速率的影响, 故曲线变化起伏较大。随着温度的升高, 材料压缩变形过程中则同时发生材料硬化和软化 2 种相对

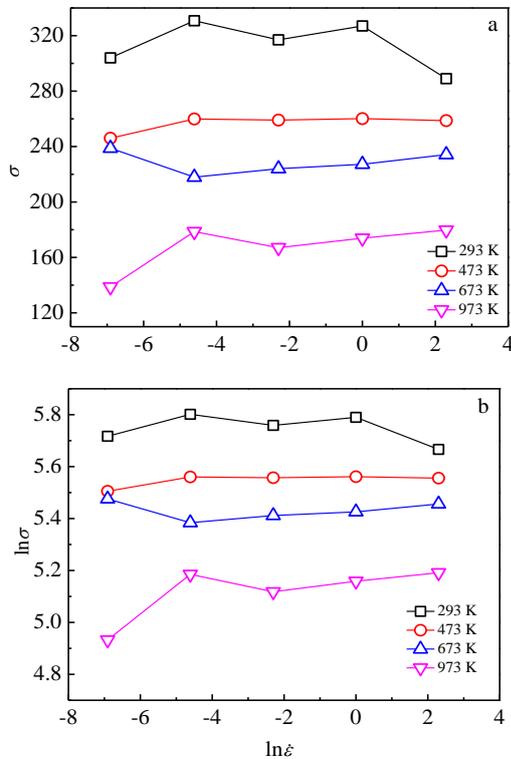


图 3 样品流变应力与应变速率的关系

Fig.3 Relationships between flow stress and strain rate of the samples: (a) $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ and (b) $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$

过程。硬化主要是由晶内位错滑移堆积造成的, 软化则主要通过动态回复得以实现。在低应变速率条件下, 扩散协调下的晶界滑动占主导地位, 晶内位错滑移较少, 也不会产生由位错滑移堆积而引起的应变硬化; 在高应变速率条件下, 晶内位错滑移堆积造成的材料硬化得不到及时松弛, 软化过程进行不充分, 促使了材料应力的逐步提升。因此本研究重点关注 $200\sim 700 \text{ }^\circ\text{C}$ 范围, $0.1\sim 10 \text{ s}^{-1}$ 条件下的材料热压缩本构关系模型。由图中曲线线性拟合获得其斜率, 可得到 $\beta = 0.389$, $n = 88.065$, 故推导出 $\alpha = 0.00442$ 。

假设材料的变形激活能与变形温度无关, 由式 (3) 推导可得式 (4):

$$Q = R \cdot \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \cdot \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \quad (4)$$

由此绘制 $\ln \dot{\epsilon} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 和 $T^{-1} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系图, 如图 4 所示。通过线性拟合得到斜率, 从而计算获得材料的变形激活能 $Q = 270.055 \text{ kJ mol}^{-1}$ 。

变形过程中, 原子的热激活与变形温度和变形速率等条件有关, 因此可以通过材料的温度补偿应变速率因子 Zener-Hollomon 参数 Z 来进一步描述, 见式 (5):

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (5)$$

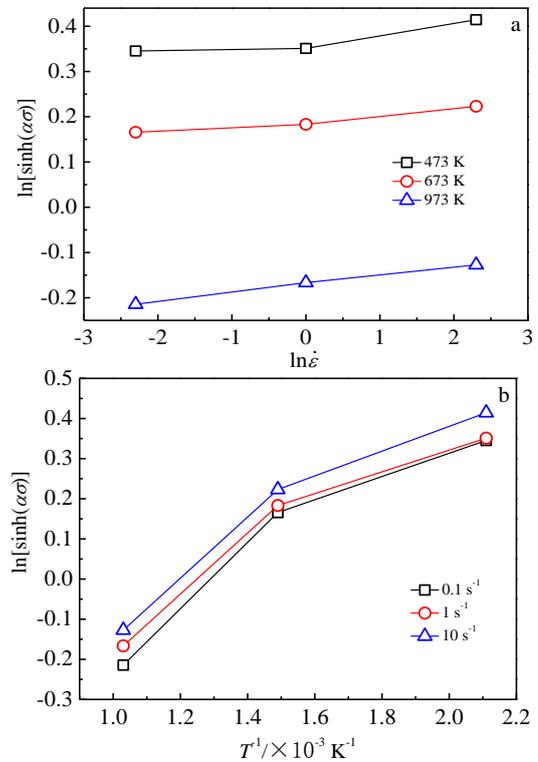


图 4 样品流变应力与应变速率和变形温度的关系

Fig.4 Relationships between flow stress, strain rate and deformation temperature: (a) $\ln \dot{\epsilon} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ and (b) $T^{-1} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$

由式 (5) 两边取对数可推导式 (6):

$$\ln Z = \ln A + n \ln [\sinh(\alpha\sigma)] \quad (6)$$

参数 Z 可由激活能、应变速率和变形温度等参数计算获得, 同时可对应地获得 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$, 从而绘制出 $\ln Z - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系图, 如图 5 所示。由图线性拟合可得到更加准确的 $n = 61.862$, 以及 $\ln A = 42.032$, 结合式 (3) 从而最终获得材料的本构关系可表示为:

$$\dot{\epsilon} = e^{42.032} [\sinh(0.00442\sigma)]^{61.862} \exp(-270.055 \times 10^3 / RT) \quad (7)$$

材料在变形过程中, 受到材料结构、应变速率、应变和变形温度等条件的影响, 假定材料的变形激活能不受温度的影响, 结合式 (3) 可推导出流变应力与变形温度、应变速率和应变的关系公式如下:

$$\ln \sigma = A + B(1/T) + C(\ln \dot{\epsilon}) + D(\ln \epsilon) \quad (8)$$

根据前面分析可知, 纯铌的热压缩流变应力值随应变速率的增大无明显变化, 因此假设流变应力不受材料应变速率的影响, 选用温度和应变作为自变量, 式 (8) 可简化为:

$$\ln \sigma = A + B(1/T) + D(\ln \epsilon) \quad (9)$$

为了精确描述纯 Nb 材料的热压缩变形行为, 式 (9) 可写为:

$$\ln \sigma = A_0 + A_1(1/T) + A_2(\ln \epsilon) + A_3(\ln \epsilon)^2 \quad (10)$$

其中 T 为变形温度, $A_0 \sim A_3$ 为材料常数。在模拟过程中, 选取确定要进行拟合的曲线和曲线上的分散点, 基于 MATLAB 平台计算出材料常数 A_0 、 A_1 、 A_2 、 A_3 。不同应变速率条件下的材料常数计算结果如表 1 所示。

将表 1 所得数据代入式 (10), 即可得到不同应变速率下包含温度和应变变量的本构关系模型。为确定所得本构关系模型的准确性, 分别对其进行了验证, 验证结果如图 6 所示。应变速率在 $0.01 \sim 10 \text{ s}^{-1}$, 不同温度条件下, 纯铌体材料下的拟合点与应力应变曲线对比表

明: 理论计算和实验所得应力值误差小于 10% 的数据点约占总数据点的 91%, 其余 9% 的数据点误差在 10%~15% 之间, 该关系式较好地描述了纯 Nb 体材料的流变应力随温度、材料应变的变化规律。

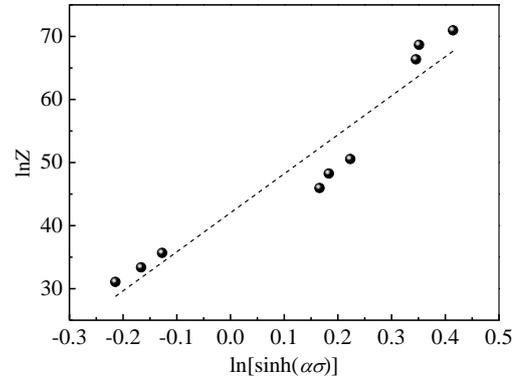


图 5 样品流变应力与参数因子 Z 的关系

Fig.5 Relationship between flow stress and Z parameter of the samples

表 1 不同应变速率下本构关系模型对应的材料常数

Table 1 Material constant values of constitutive relation model at different strain rates

Strain rate/s ⁻¹	Constant values			
	A ₀	A ₁	A ₂	A ₃
0.01	5.1133	242.4731	0.2701	0.0123
0.1	5.0610	249.3387	0.2102	-0.0177
1	5.0451	285.4201	0.2282	-0.0031
10	5.1285	229.1953	0.1584	-0.0255

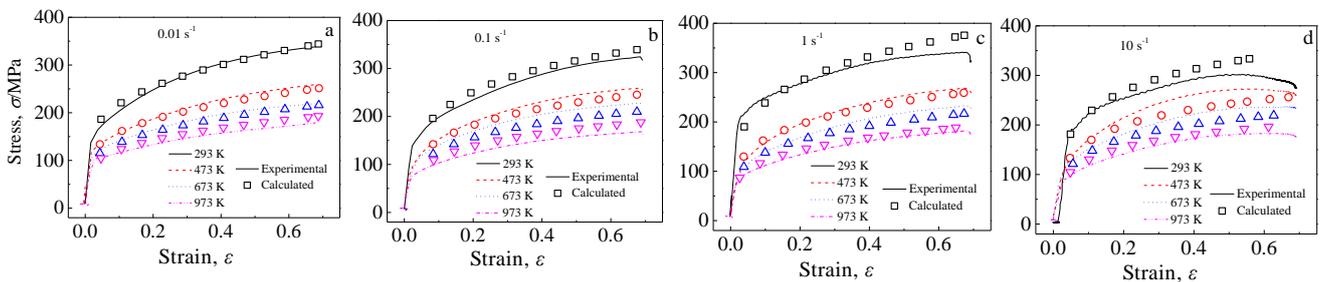


图 6 样品实验数据与模型数据的对比

Fig.6 Comparison of experimental and calculated data of the samples at different strain rates: (a) 0.01 s^{-1} , (b) 0.1 s^{-1} , (c) 1 s^{-1} , and (d) 10 s^{-1}

3 结论

1) 不同应变速率、变形温度条件下的应力—应变曲线表明 Nb 体材料的热压缩变形过程中软化机制主要

为动态回复, 随着变形温度的升高, 晶界活动性增大, 晶粒长大, 无再结晶核心形成。

2) 通过修正的 Arrhenius 方程推导了应变速率的本构关系方程:

$$\sigma = e^{42.032} [\sinh(0.00442\sigma)]^{61.862} \exp(-270.055 \times 10^3 / RT)$$

进而拟合了稳态流变应力在不同变形温度条件下的本构关系模型, 经验证拟合效果较好。

参考文献 References

- [1] Liu Aihui(刘爱辉), Xu Jilin(徐吉林). *Rare Metal Mat Eng*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(11): 2763
- [2] Liu Z Y, Cui L S, Liu Y N *et al. Scripta Mater*[J], 2014, 77: 75
- [3] Ishikawa K, Watanabe S, Aoki K. *J Alloy Compd*[J], 2013, 566: 68
- [4] Ghate M, Raj P, Singh A *et al. Cryogenics*[J], 2014, 63: 166
- [5] Wang T N, Chiesa L, Takayasu M *et al. Cryogenics*[J], 2014, 63: 275
- [6] Pantsyrny V I, Khlebova N E, Sudyev S V *et al. IEEE Appl Supercon*[J], 2014, 24(3): 0 502 804
- [7] Peng T, Jiang F, Sun Q Q *et al. IEEE Appl Supercon*[J], 2014, 24(1): 4 300 604
- [8] Huang X D, Zhang H, Han Y *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527(3): 485
- [9] Zhang H, Zhang H G, Li L X. *J Mater Process Tech*[J], 2009, 209(6): 2892
- [10] Zhang L, Li Z, Lei Q *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2011, 528(3): 1641
- [11] Miller R M, Bieler T R, Semiatin S L. *Scripta Mater*[J], 1999, 40(12): 1387
- [12] Zhang Yi(张毅), Li Ruiqing(李瑞卿), Xu Qianqian(许倩倩) *et al. Chin J Nonferrous Met*(中国有色金属学报)[J], 2014, 24(3): 745

Constitutive Relationship of Nb Bulk Materials during Hot Compression

Liang Ming, Zou Liying, Xu Xiaoyan, Wang Pengfei, Li Chengshan, Zhang Pingxiang

(Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: The hot compression curves of Nb bulk materials were measured by Gleeble-3500 thermal simulation machine. The flow stress behavior and the deformation microstructures of the materials were analyzed in the temperature range of 200~700 °C and the strain rate range of 0.001~10 s⁻¹. Results show that the flow stress declines with increasing of the deformation temperature or decreasing of the strain rate. The elongated grains are coarsened with the increasing of the temperature, and the dynamic recovery occurs during the hot compression. The softening mechanism also works by the dynamic recovery. Moreover, the constitutive equation of the strain rate affected by the temperature, strain and the hot deformation activation energy was induced with the help of the modified hyperbolic sine function of Arrhenius and factor of Zener-Hollomon parameters. The simplified relation was adopted to fit the curves of the flow stress versus the strain at different temperatures, resulting in effective fitting.

Key words: Nb bulk materials; microstructure; hot compression; constitutive relationship

Corresponding author: Li Chengshan, Ph. D., Professor, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231079, E-mail: csli@c-nin.com