

非真空熔铸 Cu-Cr-Zr 合金的热变形行为及动态再结晶临界条件

丁宗业¹, 贾淑果^{1,2}, 郭望望¹, 邓 猛¹, 宋克兴¹, 刘 平¹

(1. 河南科技大学, 河南 洛阳 471023)

(2. 河南省有色金属材料科学与加工技术重点实验室, 河南 洛阳 471023)

摘 要: 采用 Gleeble-1500 热模拟实验机对 Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金在变形温度为 500~800 °C、应变速率为 0.01~1 s⁻¹ 变形条件下进行热压缩变形实验, 研究该合金的流变应力、本构方程及动态再结晶临界条件。结果表明: Cu-Cr-Zr 合金的流变应力随变形温度的升高而降低, 随应变速率的增加而增加, 计算出该合金的热变形激活能为 584.87 kJ/mol 并构建本构方程; 利用合金的 $\ln\theta-\varepsilon$ 曲线出现拐点及 $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon-\varepsilon$ 曲线出现最小值来研究动态再结晶临界应变。

关键词: Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金; 流变应力; 本构方程; 动态再结晶临界应变

中图分类号: TG146.1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2014)02-0408-05

目前关于 Cu-Cr-Zr 合金的研究主要集中在制备、组织性能等方面, 但关于其热变形行为、加工图及动态再结晶临界应变方面的报道较少^[1-5]。通过热变形行为研究流变应力与变形温度、应变速率之间的关系, 可表征金属塑性变形能力; 基于动态材料模型的加工图, 描述了材料微观组织变形机制及热变形中应避免的失稳区, 为材料的热加工提供合适的工艺参数范围。动态再结晶临界应变是材料刚开始发生动态再结晶时所对应的应变, 可判断材料在热变形过程中是否发生动态再结晶, 是建立临界应变预测模型的关键, 对材料热变形工艺控制提供理论意义^[6-10]。单单根据真应力-真应变曲线或微观组织来判断动态再结晶临界应变都存在偏差, 而根据真应力-真应变曲线得到的加工硬化率曲线能反映材料内部微观组织变化, Poliak 和 Jonas^[11,12]根据热力学不可逆原理提出 $\ln\theta-\varepsilon$ 曲线的拐点及 $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon-\varepsilon$ 曲线的最小值与动态再结晶临界条件相对应。本实验对非真空熔铸 Cu-Cr-Zr 合金进行热压缩变形, 研究流变应力、变形温度与形变速率的相关性, 计算热变形激活能并建立本构方程, 通过加工硬化率曲线来确定该合金的动态再结晶临界条件。

1 实 验

试验选用的原料为纯铜、纯铬和 Cu-50Zr 中间合金, 覆盖剂为木炭、石墨粉和萤石粉, 脱氧剂为少量

Cu-18Mg 中间合金, 非真空熔炼在中频感应熔炼炉中进行, 然后浇铸并锻造成形, 铸态 Cu-Cr-Zr 合金成分如表 1。

将原材料加工成 $\Phi 6.6 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ 的圆柱试样。在 Gleeble-1500D 热模拟机上进行热压缩变形, 试样压缩率为 60%, 变形温度为 500~800 °C, 应变速率为 0.01~1 s⁻¹, 以 10 °C/s 升温至 800 °C, 保温 5 min 后, 以 5 °C/s 冷至设定的变形温度(500, 600, 700 °C)并进行压缩变形, 变形后进行淬水以保留热变形组织。采用 OLYMPUSPMG3 金相显微镜进行微观组织观察。

2 结果与分析

2.1 真应力-真应变曲线

图 1 为 Cu-Cr-Zr 合金在变形温度为 500~800 °C 和应变速率为 0.01~1 s⁻¹ 条件下热压缩变形时的真应力-真应变曲线。从图中可看出, 合金的流变应力曲线呈现动态回复和动态再结晶两种变化趋势。当变形温度一定时, 流变应力随应变速率增加而增加; 当应变速率一定时, 流变应力随变形温度升高而下降。

表 1 铸态 Cu-Cr-Zr 合金化学成分

Table 1 Chemical composition of cast Cu-Cr-Zr alloy

Element	Cu	Cr	Zr	Mg
$\omega/\%$	98.892	0.90	0.18	0.028

收稿日期: 2013-01-15

基金项目: 国家自然科学基金(50571035); 河南省高校科技创新团队支持计划(2012IRTSTHN008); 河南省高等学校青年骨干教师资助计划(09003047); 河南科技大学科研创新培育基金(2010CZ0008)

作者简介: 丁宗业, 男, 1987 年生, 硕士生, 河南科技大学材料学院, 河南 洛阳 471023, E-mail: dingzongye@163.com

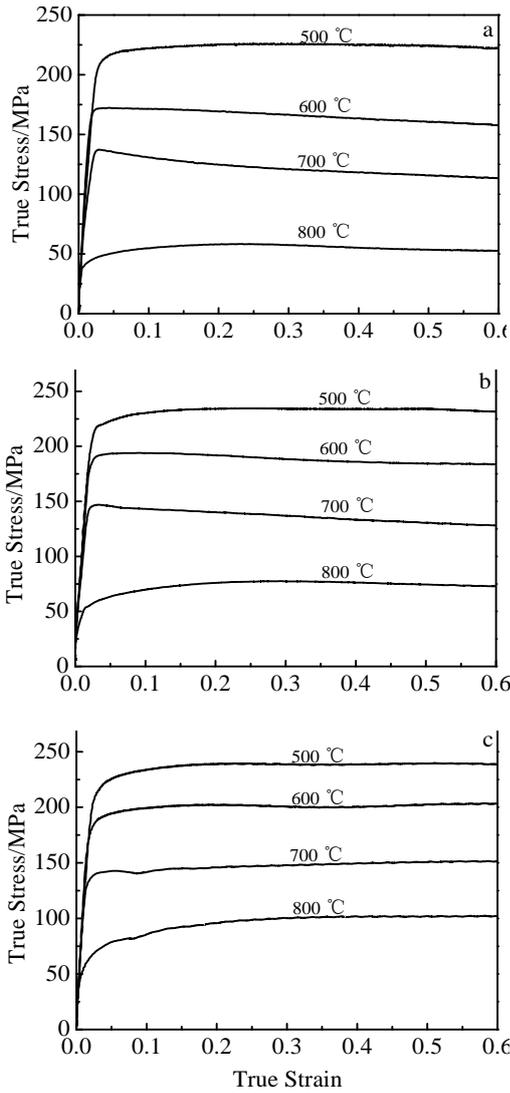


图 1 Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金的真应力-真应变曲线

Fig.1 Curves of true stress-true strain of Cu-0.90Cr-0.18Zr alloy: (a) $\dot{\epsilon}=0.01 \text{ s}^{-1}$, (b) $\dot{\epsilon}=0.1 \text{ s}^{-1}$, and (c) $\dot{\epsilon}=1 \text{ s}^{-1}$

该现象是加工硬化与动态软化相互作用的结果。随应变量的增加，流变应力增加，当发生动态回复时，通过位错交滑移，异号位错相互抵消，流变应力增速下降；当加工硬化和动态回复达到平衡时，流变应力趋于稳态值。当发生动态再结晶时，流变应力达到最高值后下降；当加工硬化和动态再结晶达到动态平衡时，流变应力趋于平缓。

2.2 显微组织

图 2 为 Cu-Cr-Zr 合金在不同变形条件下的显微组织。当应变速率为 1 s^{-1} 、温度较低为 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ 时，合金的晶粒为变形拉长的晶粒，拉长的方向与合金变形方向相垂直，发生动态回复，如图 2a 所示。

当变形温度升高至 $600 \text{ }^\circ\text{C}$ 时，变形晶粒的界面出现较多大小不一的再结晶晶核，即发生了动态再结晶，

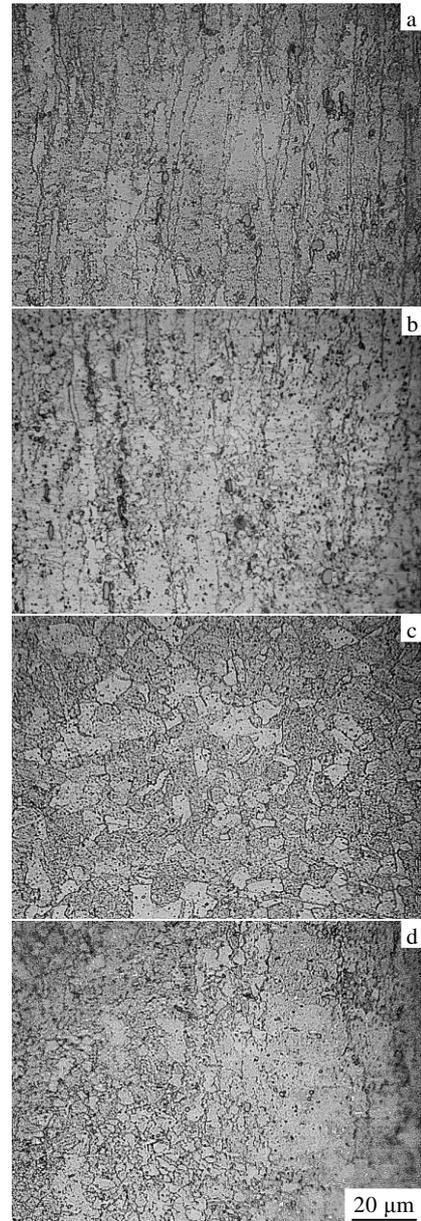


图 2 Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金的热压缩显微组织

Fig.2 Microstructures of Cu-0.90Cr-0.18Zr alloy: (a) $500 \text{ }^\circ\text{C}$, 1 s^{-1} ; (b) $600 \text{ }^\circ\text{C}$, 1 s^{-1} ; (c) $700 \text{ }^\circ\text{C}$, 1 s^{-1} ; (d) $600 \text{ }^\circ\text{C}$, 0.1 s^{-1}

晶界将逐渐开始被形成的再结晶晶粒所包围，如图 2b 所示；若温度继续达到 $700 \text{ }^\circ\text{C}$ 时，再结晶晶粒大量增加，将替代原有变形组织，吞噬变形晶粒并长大成等轴晶（见图 2c）。当变形温度为 $600 \text{ }^\circ\text{C}$ 、应变速率较低为 0.1 s^{-1} 时，再结晶晶核吞噬变形晶粒长大，形成等轴晶（见图 2d）。

Cu-Cr-Zr 合金动态再结晶受变形温度和应变速率影响，温度升高，位错的交滑移更易进行，晶界迁移加强，促进动态再结晶；应变速率增加，位错来不及

抵消而增多, 再结晶晶核增多, 晶粒细小, 动态再结晶进行不完全。

2.3 本构方程

材料进行热变形时, 变形温度 T 和应变速率 $\dot{\epsilon}$ 将强烈影响其流变应力 σ , Sellars 等用双曲正弦方程来描述其关系^[13,14]:

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma^{n_1} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\alpha\sigma < 0.8) \quad (1)$$

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp(\beta\sigma) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\alpha\sigma > 1.2) \quad (2)$$

$$\dot{\epsilon} = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (\text{all}) \quad (3)$$

$$Z = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (4)$$

式(1)、(2)、(3)和(4)中, A 、 A_1 、 A_2 为结构因子(s^{-1}), α 为应力水平参数常数($mm^{-2} N^{-1}$), n_1 、 n 为应力指数; α 、 n_1 和 β 之间满足 $\alpha = \beta/n_1$; $\dot{\epsilon}$ 为应变速率; Q 为热变形激活能; R 为气体常数; T 为绝对温度; Z 是温度修正的变形速率。其中函数(1)适用于低应力水平, 函数(2)适用于高应力水平。对式(1)和式(2)两端求导, 根据不同变形条件下的峰值应力, 可绘出 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 、 $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$ 曲线, 如图 3 所示。在一定变形温度和应变速率下, 对式(3)求偏导可得到式(5), 绘制出 $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 和 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$ 图, 如图 4 所示。

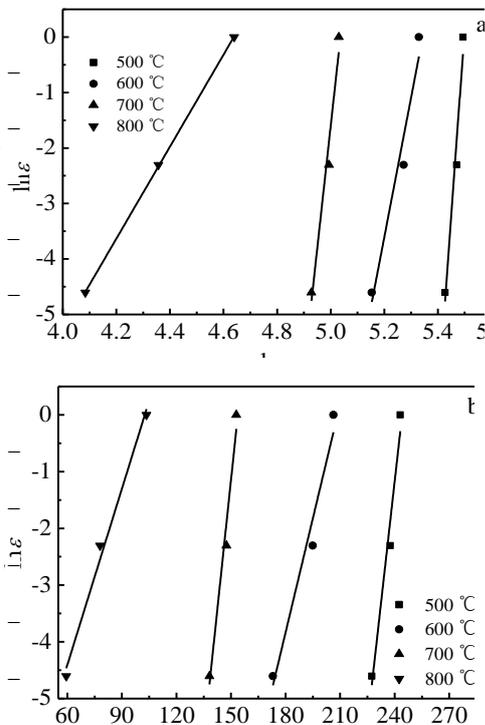


图 3 合金峰值应力与应变速率相关性

Fig.3 Relationship between peak stress and strain velocity

(a) $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ and (b) $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$

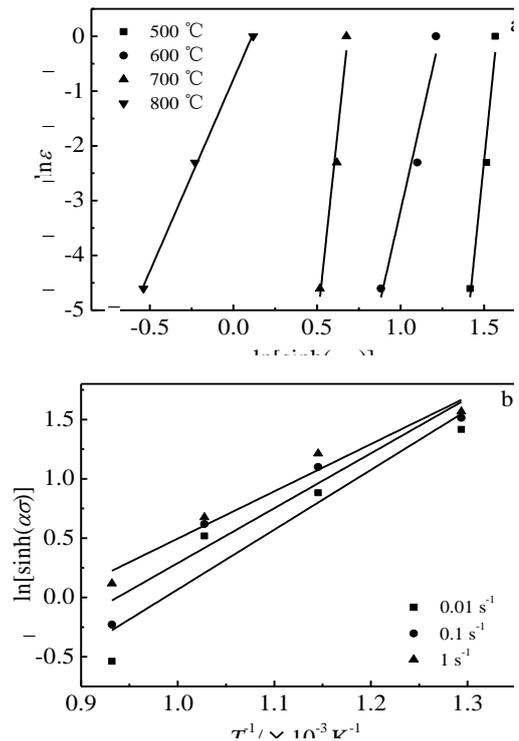


图 4 峰值应力、应变速率、变形温度的关系

Fig.4 Relationship between σ , $\dot{\epsilon}$ and T : (a) $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ and (b) $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$

$$Q = R \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial(1/T)} \bigg|_{\dot{\epsilon}} \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \bigg|_T \quad (5)$$

采用最小二乘法线性回归, $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 曲线斜率 n_1 取低应力峰值线性回归的平均值, $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$ 曲线斜率 β 取高应力峰值线性回归的平均值, 分别得 $n_1=25.82$ 、 $\beta=0.24$, 由 $\alpha = \beta/n_1$ 可得 $\alpha=0.009339$ 。设直线 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$ 斜率的平均值设为 S , 直线 $\ln \dot{\epsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 斜率的平均值设为 n , 可求得 $S=4.31$ 、 $n=16.33$ 。

由式(5)可得: $Q=584.87$ kJ/mol。利用 $\dot{\epsilon}$ 与 T , 求出对应的 $\ln Z$, 可绘出 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - \ln Z$ 图, 如图 5 所示。其斜率的自然对数即 $\ln A$ 为 101.43。

将上述所求参数值代入式(3), 即可得到非真空熔铸的 Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金的高温热变形流变应力本构方程:

$$\dot{\epsilon} = e^{101.43} [\sinh(0.009339\sigma)]^{16.33} \cdot \exp\left(-\frac{584870}{8.31T}\right) \quad (6)$$

2.4 动态再结晶临界条件

流变应力曲线是材料微观组织的宏观表现, 曲线出现峰值表明材料发生了动态再结晶行为, 但不能直

接从流变应力曲线中确定动态再结晶临界条件或临界

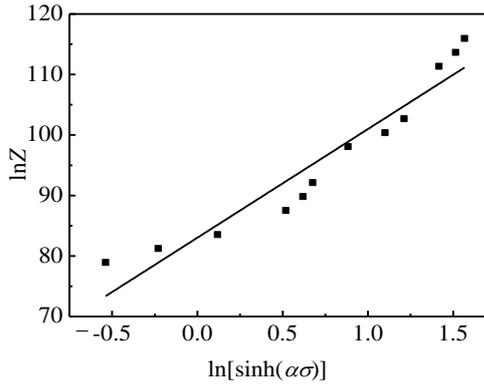


图 5 Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金 Z 参数与流变应力的关系
Fig.5 Relationship between parameter Z and flow stress

应变。材料加工硬化率 θ ($\theta=d\sigma/d\varepsilon$) 是应力对应变的导数, 表明流变应力随应变速率的变化。当材料发生动态再结晶行为时, Poliak 和 Jonas^[15]认为 $\ln\theta-\varepsilon$ 曲线存在拐点, $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon-\varepsilon$ 曲线存在最小值, 即动态再结晶临界应变点。

图 6 和图 7 是 Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金在不同变形条件下 $\ln\theta-\varepsilon$ 和 $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon-\varepsilon$ 曲线, 从图 6a 和图 7a 中可看出, $\ln\theta-\varepsilon$ 曲线都存在拐点, 由图 6b 和图 7b 可看出, $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon-\varepsilon$ 曲线都存在最小值, 与拐点位置相对应。

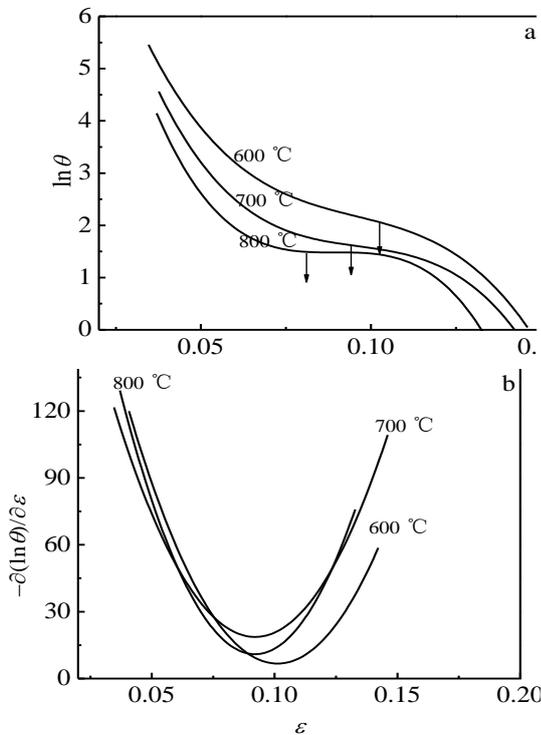


图 6 应变速率为 0.1 s^{-1} 时在不同变形温度下 $\ln\theta$ 与 ε 及 $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon$ 与 ε 之间的关系

Fig.6 Relationship between $\ln\theta$ (a) and $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon$ (b) and

strain ε at strain rate of 0.1 s^{-1}

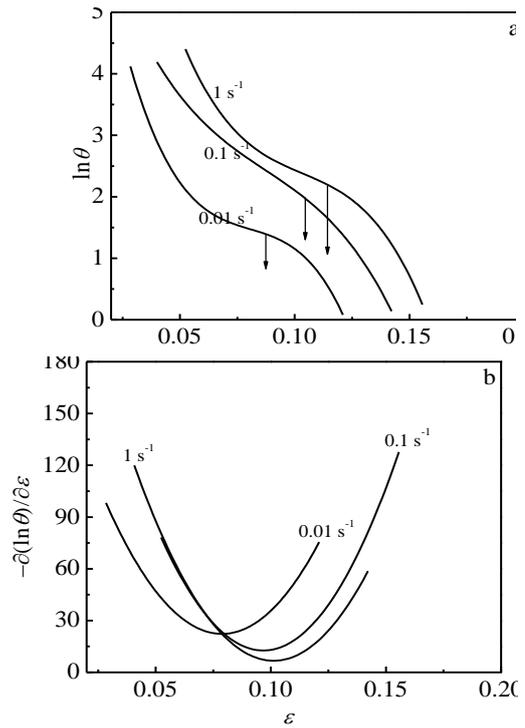


图 7 变形温度 700 °C 时不同应变速率下 $\ln\theta$ 与 ε 及 $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon$ 与 ε 之间的关系

Fig.7 Relationship between $\ln\theta$ (a) and $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon$ (b) and strain ε at temperature of 700 °C

图 6b 反映了变形温度对动态再结晶临界应变的影响, 随变形温度升高, 位错迁移的驱动力增加, 位错更易迁移, 临界应变降低。图 7a 表明变形温度对动态再结晶临界应变的影响, 随应变速率增加, 变形晶粒内位错没有足够时间迁移, 需增加应变量以提高位错密度及位错迁移时间, 促进形成大角度晶界, 使动态再结晶临界应变量增大。

3 结 论

1) 进行高温热压缩变形时, 合金显微组织在较低温度下呈拉长晶粒, 随形变温度升高, 变形晶粒内出现再结晶晶核, 数量不断增多并吞噬变形晶粒长大成等轴晶。

2) 根据流变应力、应变速率和变形温度的关系, 计算出非真空熔铸 Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金高温热压缩时的热变形激活能为 584.87 kJ/mol , 流变应力本构方程为:

$$\dot{\varepsilon} = e^{101.43} [\sinh(0.009339\sigma)]^{16.33} \cdot \exp\left(-\frac{584870}{8.31T}\right)$$

3) Cu-0.90Cr-0.18Zr 合金发生动态再结晶时, $\ln\theta-\varepsilon$

曲线存在拐点, $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon-\varepsilon$ 曲线存在最小值, 拐点位置与最小值相对应, 以此可确定动态再结晶临界应变。

参考文献 References

- [1] Meng Gang(孟刚), Li Bolong(李伯龙), Huang Hui(黄晖) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报)*[J], 2010, 31(2): 95
- [2] Li Qingbo(李庆波), Ye Fan(叶凡), Zhao Haitao(周海涛) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2008, 18(6): 1012
- [3] Kou Linyuan(寇琳媛), Jin Nengping(金能萍), Zhang Hui(张辉) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2010, 20(1): 43
- [4] Poirier J P. *The Plastic Deformation of Crystals at High Temperature(晶体的高温塑性变形)*[M]. Dalian: Dalian University of Science and Technology Press, 1988: 42
- [5] He Yunbin(何运斌), Pan Qinglin(潘清林), Qin Yinjiang(覃银江) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2011, 21(6): 1205
- [6] Ouyang Delai(欧阳德来), Lu Shiqiang(鲁世强), Cui Xia(崔霞) *et al. Journal of Aeronautical Materials(航空材料学)*[J], 2010, 30(2): 17
- [7] Huang Guangjie(黄光杰), Qian Baohua(钱宝华), Wang Lingyun(汪凌云) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2007, 36(12): 2080
- [8] Cao Jinrong(曹金荣), Liu Zhengdong(刘正东), Cheng Shichang(程世长) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2007, 43(1): 35
- [9] Samantaray D, Mandal S, Phaniraj C *et al. Mat Sci & Eng A* [J], 2011, 528(29-30): 8565
- [10] Yu Baojun(禹宝军), Guan Xiaojun(关小军), Zhao Jian(赵健) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报)*[J], 2011, 32(1): 150
- [11] Poliak E I, Jonas J. *ISIJ International*[J], 2003, 43(5): 692
- [12] Najafizadeh A, Jonas J J. *ISIJ International*[J], 2006, 46(11): 1679
- [13] Puhci E S, Staia M H. *Metall Mater Trans A*[J], 1998, 29(9): 2345
- [14] Sellars C M, McTegart W J. *Acta Metall*[J], 1966, 14: 1136
- [15] Poliak E I, Jonas J J. *ISIJ International*[J], 2003, 43(5): 684

Thermal Deformation Behavior and Critical Conditions of Dynamic Recrystallization of Cu-Cr-Zr Alloy Melted under Non-vacuum Condition

Ding Zongye¹, Jia Shuguo^{1,2}, Guo Wangwang¹, Deng Meng¹, Song Kexing¹, Liu Ping¹

(1. Henan University of Science and Technology, Luoyang 471023, China)

(2. Henan Key Laboratory of Advanced Non-ferrous Metals, Luoyang 471023, China)

Abstract: The thermal deformation tests of Cu-0.90Cr-0.18Zr alloy were conducted at the deformation temperature of 500~800 °C and the strain rate of 0.01~1 s⁻¹ on the Gleeble-1500 thermal-mechanical simulator. The flow stress, the constitutive equation and the critical conditions of dynamic recrystallization were studied. The results show that the flow stress decreases with the increasing of deformation temperature or with the decreasing of strain rate, The constitutive equation was established with the activation energy 584.87 kJ/mol. The critical strain of dynamic recrystallization was studied by inflection point of $\ln\theta-\varepsilon$ curve and minimum value of $-\partial(\ln\theta)/\partial\varepsilon-\varepsilon$ curve.

Key words: Cu-0.90Cr-0.18Zr alloy; flow stress; constitutive equation; critical strain of dynamic recrystallization

Corresponding author: Jia Shuguo, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Henan University of Science and Technology, Luoyang 471023, P. R. China, E-mail: sgjia@mail.haust.edu.cn