

粉末冶金 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金热变形行为

Hot Deformation Behavior of Powder Metallurgy
Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr Alloy

马琳, 李伟, 白娇娇, 赵丰停

(贵州大学材料与冶金学院, 贵阳 550025)

MA Lin, LI Wei, BAI Jiao-jiao, ZHAO Feng-ting

(College of Materials and Metallurgy, Guizhou

University, Guiyang 550025, China)

摘要: 在 Gleeble-1500D 热模拟机上对粉末冶金制备的新型医用 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金进行等温热压缩实验, 研究该合金在温度为 780~960℃, 应变速率为 $0.001\sim 1\text{s}^{-1}$, 变形为 60% 的条件下的高温变形及动态再结晶行为。采用包含变形激活能 Q 和温度 T 的双曲正弦形式修正的 Arrhenius 关系来描述该合金高温压缩变形时的最大变形抗力方程; 并引入参数 $\alpha(\epsilon)$, $n(\epsilon)$, $Q(\epsilon)$ 和 $A(\epsilon)$ 得到包含 σ , $\dot{\epsilon}$, T , ϵ 的本构方程。结果表明: 由本构方程计算得到的应力值和实验值有较好相关性 ($R=0.99430$), 平均相对误差为 5.327%; 最后采用加工硬化率法通过对 $\theta\sigma$ 和 $\ln\theta\epsilon$ 曲线进行三次多项式拟求解拐点的方法, 得到了不同变形条件下发生动态再结晶的临界应力和临界应变值, 建立了临界应力和 Z 参数的关系, 获得动态再结晶的临界应力方程, 而临界应变 ϵ_c 主要集中在 0.01~0.04, 不同变形条件下该合金发生动态再结晶的临界应变变化极小。

关键词: 粉末冶金; Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金; 热压缩; 本构方程; 动态再结晶

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2016.000907

中图分类号: TG146.2⁺3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2018)10-0047-08

Abstract: The new medical Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr alloy was prepared by powder metallurgy. The high temperature compression behavior and the dynamic recrystallization behavior of the alloy were investigated by hot compression tests. The tests were performed with a Gleeble-1500D simulator at 780-960℃ and stain rate of $0.001\sim 1\text{s}^{-1}$ up to a deformation of 60%. The hyperbolic sine modified Arrhenius model, which included deformation activation energy Q and temperature T , was used to describe the hot compression deformation equation of maximum deformation resistance; and the material parameter function of $\alpha(\epsilon)$, $n(\epsilon)$, $Q(\epsilon)$ and $A(\epsilon)$, was introduced to obtain the constitutive equations. The results show that the flow stress values predicted by the proposed model have a good agreement with experimental results, high value of correlation coefficient ($R=0.99430$) and low value of average absolute relative error (5.327%); the critical stress and critical stain for dynamic recrystallization (DRX) under different deformation conditions are accurately calculated based on the method of work hardening rate and the inflection points, which are determined by fitting a third order polynomial to the $\theta\sigma$ and $\ln\theta\epsilon$ curves. Then the mathematical models of critical stress *versus* Z parameter and the critical stress equations of dynamic recrystallization are deduced, the critical strain ϵ_c mainly concentrates in the 0.01-0.04 and the critical strains of dynamic recrystallization alloy under different deformation conditions change in tiny.

Key words: powder metallurgy; Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr alloy; hot compression; constitutive equation; dynamic recrystallization

生物医用钛合金因其良好的生物相容性、耐腐蚀性和综合力学性能得到广泛的应用, 大量的人工关节、齿

根等硬组织植入和修复材料都由钛合金制造。目前临床上应用广泛的 Ti-6Al-4V 合金因弹性模量过高, 导

致植入物与人体骨骼之间出现“应力屏蔽”问题,致使金属植入物失效^[1-2],且其含有对人体有毒的元素 Al, V^[3-4],因此具有较低弹性模量且添加无毒 Zr, Sn, Nb, Mo, Ta 等元素的 β 型钛合金,成为新一代医用钛合金主要研究方向,最为典型的是 Ti-Nb 系、Ti-Mo 系和 Ti-Ta 系^[5-6]。而钛合金在加工过程中会受到温度、变形量和应变速率等的影响,对于钛合金不同条件下的等温压缩变形行为的研究也较多,如 Jiang 等^[7]对 γ -TiAl 合金的热压缩行为进行研究;Chen 等^[8]对 Ti-6Al-3Nb-2Zr-1Mo 合金的热变形行为进行研究;王国等^[9]对 Ti-3.0Al-3.7Cr-2.0Fe 合金的热压缩变形行为进行研究;王琪等^[10]对粉末冶金 TA15 钛合金的高温塑性变形进行研究,对合金热变形条件下的应力-应变曲线进行分析,建立本构方程表征流变应力随变形温度和应变速率的变化关系,然而关于合金发生动态再结晶的临界条件的研究鲜有报道。本工作通过对粉末冶金法制备的新型医用 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金进行热压缩实验,研究其在高温热变形过程中流变应力随应变的变化情况,建立热变形条件下该合金的本构方程,分析该材料发生动态再结晶的临界条件,为制定合理的热加工工艺提供可靠的理论依据。

1 实验材料与方法

实验原材料为 99.5%(质量分数,下同)钛粉(325

目)、99.9%钼粉(500 目)、99.8%钽粉(500 目)、99.5%铌粉(500 目)、99.6%锆粉(300 目),根据 Mo 当量理论以及平均价电子数 e/a 理论优化低模量 β 钛合金成分,采用粉末冶金制备 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金。利用 DIL 402C 热膨胀仪测出该合金 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变点温度约为 740℃。通过数控线切割机将合金切割成 $\phi 8\text{mm} \times 12\text{mm}$ 的圆柱形试样,试样表面均磨光后采用 Gleeble-1500D 热模拟试验机进行热压缩实验。将试样以 10℃/s 的速率加热至变形温度,保温 5min,以不同变形速率进行等温压缩。实验变形温度分别为 780, 840, 900℃ 和 960℃;应变速率分别为 0.001, 0.01, 0.1s⁻¹ 和 1s⁻¹,变形量为 60%,变形完成后立即水淬。

2 结果与分析

2.1 高温流变应力曲线特征

粉末冶金 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金在不同变形条件下的流变应力曲线如图 1 所示,可以看出,变形温度和应变速率对流变应力的影响均很明显,变形过程中动态回复、动态再结晶等软化机制对流变曲线均造成不同的影响。变形初期应力迅速增大,随后趋于缓慢,直至增大到峰值应力后开始逐渐降低,表现出典型的动态再结晶特征。此外,在相同应变速率或相同变形温度下,峰值应力随变形温度升高而降低,随

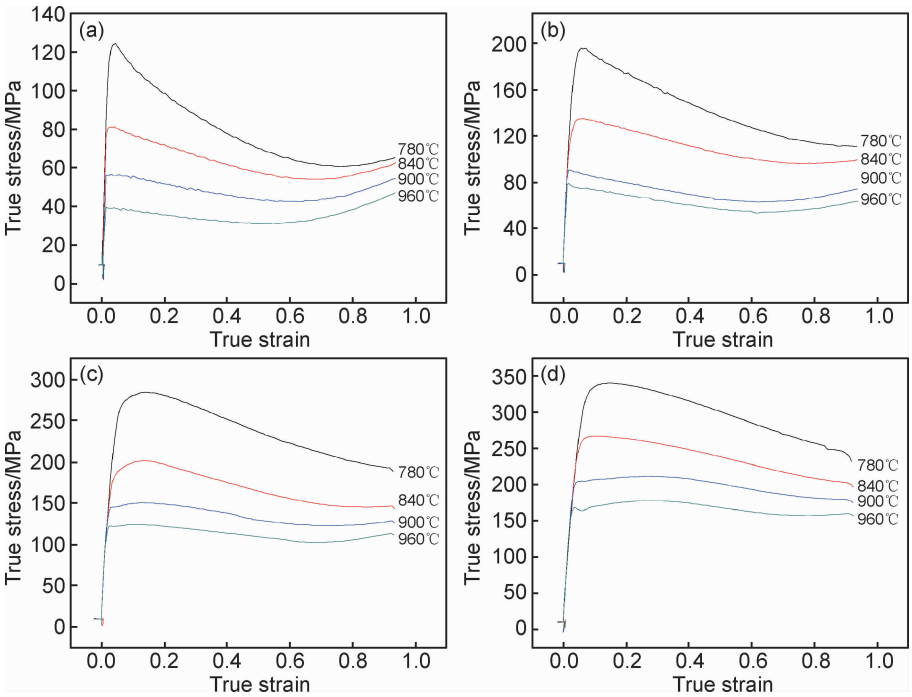


图 1 粉末冶金 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金的真应力-应变曲线 (a)0.001s⁻¹;(b)0.01s⁻¹;(c)0.1s⁻¹;(d)1s⁻¹

Fig.1 True stress-true strain curves of the powder metallurgy Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr alloy

(a)0.001s⁻¹;(b)0.01s⁻¹;(c)0.1s⁻¹;(d)1s⁻¹

应变速率的增加而升高。在 $0.001 \sim 0.01 \text{ s}^{-1}$ 应变速率范围内,流变应力达到峰值后迅速下降,真应力-真应变曲线波峰尖锐。当 $\dot{\epsilon} = 0.001 \text{ s}^{-1}$, 温度为 960°C 时,流变应力很小,没有明显峰值,真应力-真应变曲线平稳,可能发生了超塑性变形;在 $0.1 \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 应变速率范围内,流变应力经历了明显的加工硬化达到峰值,应力峰值范围较宽,然后再渐渐出现流变“软化”现象,并且温度越低,峰值应力范围越宽;当 $\dot{\epsilon} = 1 \text{ s}^{-1}$, 温度为 960°C 时,材料基本没有“软化”现象,材料的流变应力基本为定值。

变形刚开始时,压缩试样内的位错滑移受阻,造成位错密度迅速增加,加工硬化率 $\theta(\theta = d\sigma/d\epsilon, \sigma$ 是流变应力, ϵ 为应变)急剧增大到峰值;随着变形量的增大,加工硬化率逐渐减小到 0,即为峰值应力处。这是因为金属材料的基本变形机制是位错滑移,通常认为金属加工硬化是由于塑性变形导致空间晶格产生畸变,阻碍了位错滑移的进行,所以畸变越严重,越难进行塑性变形,加工硬化率就越大^[11]。但是加工硬化率并不是随变形程度的增加而一直增大,在材料发生加工硬化的同时,变形产生的位错通过攀移、交滑移等方式运动,使部分位错消失、重排,从而造成金属材料回复软化,整个软化过程由动态回复所控制。在特定的变形条件下,当变形量达到一定程度即临界应变时,位错应力场所造成的畸变能累积到一定程度,则发生动态再结晶^[12]。随后位错密度逐渐减小,应力也随之增加但应力增加的速率越来越小并逐渐达到峰值,由于亚晶和新晶粒的不断形核长大,变形过程中的动态再结晶造成的软化作用逐渐占主导作用,当加工硬化与动态再结晶的软化过程达到动态平衡时^[13],应力值降低至某一稳态值。

2.2 热变形本构方程的求解

2.2.1 热变形过程中最大变形抗力方程的求解

高温变形过程中,最大变形抗力决定设备的选择,因此有必要求得最大变形抗力的本构方程,预算出在规定变形条件下的变形抗力,进而可以确定所需设备的参数。研究表明,热变形过程取决于热激活过程控制的各种硬化和软化机制,而热变形过程可由流变应力、变形温度和应变速率构成的函数方程式来描述,不同热加工数据表明,低应力水平下流变应力和应变速率之间的关系可用指数关系描述^[14]

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma^{n_1}, \alpha\sigma < 0.8 \quad (1)$$

而在高应力水平下流变应力和应变速率之间的关系用幂指数关系描述^[15]

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp(\beta\sigma), \alpha\sigma > 1.2 \quad (2)$$

综合考虑方程式(1)和(2)的局限性, Sellars 等^[16]

提出了包含变形激活能 Q 和温度 T 的双曲正弦形式修正 Arrhenius 关系来描述热变形过程:

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

式中: $\dot{\epsilon}$ 为应变速率; A 为结构因子, s^{-1} ; n 为应力常数; α 为应力水平参数, MPa^{-1} ; σ 为流变应力, MPa ; Q 为变形激活能, J/mol ; R 为气体常数, $\text{J/(mol} \cdot \text{K)}$; T 为变形温度, K 。

为了综合分析变形温度和应变速率对变形的影响,反映材料热变形的难易程度,引入 Zener-Hollomon 参数 Z 因子^[17]:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (4)$$

在低应力条件下,式(3)接近式(1),而在高应力水平下接近式(2),因此可以应用于整个应力范围。常数 α , β 和 n 之间满足:

$$\alpha = \beta/n \quad (5)$$

将式(1),(2)和(3)两边取对数,并将峰值应力和对应的应变速率代入式中,作图经一元线性回归后分别得到 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$, $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$ 和 $\ln \dot{\epsilon} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系曲线,根据数据的拟合结果,可以得到 $n_1 = 5.608$ 和 $\beta = 0.0406 \text{ MPa}^{-1}$, 从而根据式(5)得到 $\alpha = \beta/n_1 = 0.007233 \text{ MPa}^{-1}$ 。将计算得到的 α 代入式(3),同时将式两边取对数,可以得到 $\ln \dot{\epsilon} - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系曲线,由此求得斜率的平均值即应力指数 $n = \{\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]\}_T = 4.02528$ 。在相同应变速率下,由式(3)可以得到 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$ 关系曲线,由此求得 $Q = R \{\partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]\}_T \{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)] / \partial (1/T)\}_\epsilon = 304.59 \text{ kJ/mol}$ 。根据式(4)可以得到 $\ln Z - \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 之间的关系曲线如图 2 所示,经线性回归后得到方程 $\ln Z = 27.698 + 4.02528 \ln [\sinh(\alpha\sigma)]$, 故 $\ln A = 27.698$, 求出 $A = 1.06936 \times 10^{12}$ 。

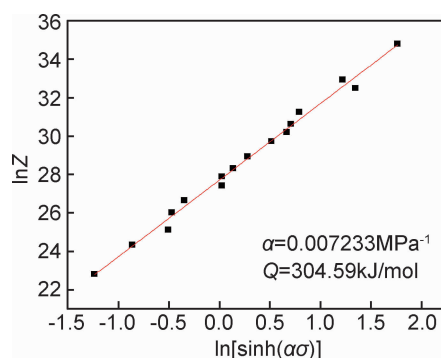


图 2 $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ 和 $\ln Z$ 的关系曲线

Fig. 2 Curve of relationship between $\ln [\sinh(\alpha\sigma)]$ and $\ln Z$

将以上求得的 A , n , Q , α 值,代入式(3)可得 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金的热变形过程中最大变形抗力方程:

$$\dot{\epsilon} = 1.06936 \times 10^{12} [\sinh(0.007233\sigma_p)]^{4.02528} \exp(-304590/RT)$$

(6)

2.2.2 热变形过程中本构方程的求解

由图 1 可知,流变应力取决于变形温度(T)、应变速率($\dot{\epsilon}$)和应变变量(ϵ),因此本构方程可以准确地描述出这些参数之间的固有关系。由式(4)推导可得:

$$\left(\frac{Z}{A}\right)^{\frac{1}{n}} = \frac{e^{a\sigma} - e^{-a\sigma}}{2}$$
$$e^{2a\sigma} - 2\left(\frac{Z}{A}\right)^{\frac{1}{n}} e^{a\sigma} - 1 = 0$$
$$\sigma = \frac{1}{a} \ln\left\{\left(\frac{Z}{A}\right)^{\frac{1}{n}} + \left[\left(\frac{Z}{A}\right)^{\frac{2}{n}} + 1\right]^{\frac{1}{2}}\right\}$$

(7)

只要求出参数 $\alpha(\epsilon)$, $n(\epsilon)$, $Q(\epsilon)$ 和 $A(\epsilon)$,就可以得到粉末冶金 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金的热变形本构方程。因此重复上述求解过程,分别计算出应变量为 0.08~0.92 间隔为 0.06 所有应变变量下的参数,所得结果如图 3 所示,通过多项式拟合可知,当为六次多项式时,拟合出的曲线和不同应变变量下的参数数据相关性最高,拟合结果见式(8)和表 1。

$$\begin{cases} \alpha(\epsilon) = F_0 + F_1\epsilon + F_2\epsilon^2 + F_3\epsilon^3 + F_4\epsilon^4 + F_5\epsilon^5 + F_6\epsilon^6 \\ n(\epsilon) = B_0 + B_1\epsilon + B_2\epsilon^2 + B_3\epsilon^3 + B_4\epsilon^4 + B_5\epsilon^5 + B_6\epsilon^6 \\ Q(\epsilon) = C_0 + C_1\epsilon + C_2\epsilon^2 + C_3\epsilon^3 + C_4\epsilon^4 + C_5\epsilon^5 + C_6\epsilon^6 \\ \ln A(\epsilon) = D_0 + D_1\epsilon + D_2\epsilon^2 + D_3\epsilon^3 + D_4\epsilon^4 + D_5\epsilon^5 + D_6\epsilon^6 \end{cases}$$

(8)

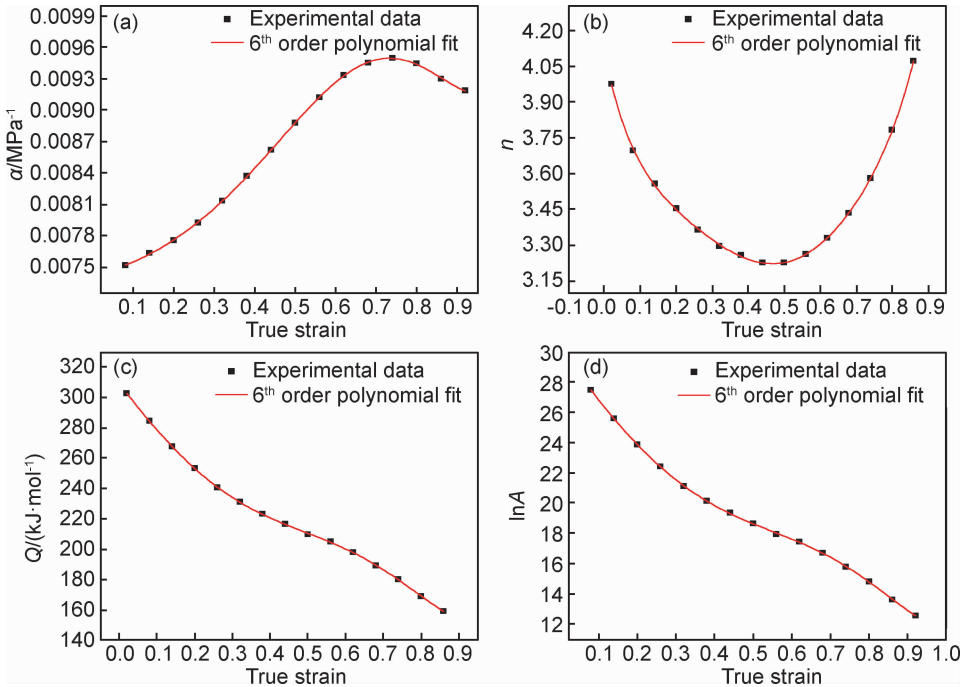


图 3 参数 α, n, Q, A 与应变关系曲线图 (a) $\alpha\epsilon$; (b) $n\epsilon$; (c) $Q\epsilon$; (d) $\ln A\epsilon$
Fig. 3 Relationship between α, n, Q, A and strain (a) $\alpha\epsilon$; (b) $n\epsilon$; (c) $Q\epsilon$; (d) $\ln A\epsilon$

表 1 α, n, Q 和 $\ln A$ 多项式拟合的系数

Table 1 Coefficients of the polynomial for α, n, Q and $\ln A$

No	α	No	n	No	Q	No	$\ln A$
F_0	0.00748	B_0	4.10496	C_0	309.25318	D_0	30.30716
F_1	-0.00041	B_1	-7.28986	C_1	-324.26177	D_1	-37.51596
F_2	0.01626	B_2	36.96179	C_2	153.71913	D_2	27.87896
F_3	-0.05732	B_3	-121.27373	C_3	336.26342	D_3	-31.18243
F_4	0.14316	B_4	219.35654	C_4	359.99242	D_4	173.68777
F_5	-0.17118	B_5	-195.34393	C_5	-1846.45765	D_5	-287.52671
F_6	0.07128	B_6	69.06746	C_6	1169.21528	D_6	136.05209

由此得到粉末冶金 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金的热变形过程中包含变形温度(T),应变速率($\dot{\epsilon}$)和应变变量(ϵ)的本构方程如式(9)所示:

$$\sigma(T, \dot{\epsilon}, \epsilon) = \frac{1}{\alpha(\epsilon)} \ln\left\{\left(\frac{Z(T, \dot{\epsilon}, Q(\epsilon))}{A(\epsilon)}\right)^{\frac{1}{n(\epsilon)}}\right\} +$$

$$\left[\left(\frac{Z(T, \dot{\epsilon}, Q(\epsilon))}{A(\epsilon)} \right)^{\frac{2}{n(\epsilon)}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \quad (9)$$

为了验证本构方程的准确性, 将应变量为 0.08~0.92 间隔为 0.02 所有应变值代入式(9), 计算得到

各应变值对应的流变应力值, 并与实验得到的应力值进行比较如图 4 所示, 可以看出计算值和实验值有较好的吻合度。

为进一步验证模型, 以实验值为横坐标、计算值为

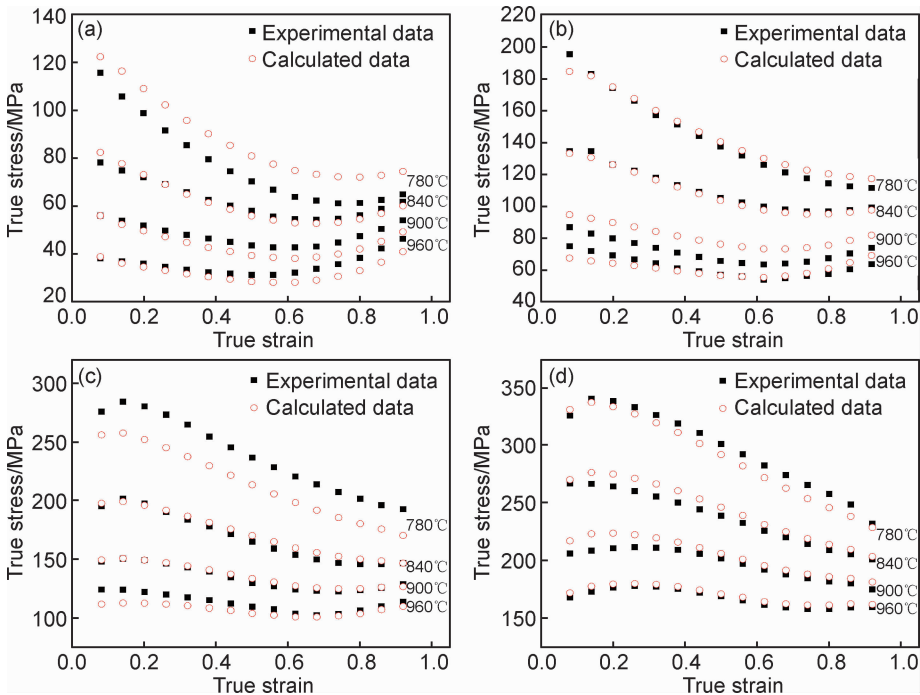


图 4 不同变形条件下本构方程计算值和实验流变应力值的比较 (a)0.001s⁻¹; (b)0.01s⁻¹; (c)0.1s⁻¹; (d)1s⁻¹
Fig. 4 Comparison between the calculated and experimental flow stress values at different deformation conditions
(a)0.001s⁻¹; (b)0.01s⁻¹; (c)0.1s⁻¹; (d)1s⁻¹

纵坐标作图, 如图 5 所示, 可以看出, 两者之间具有较高的线性相关性 ($R=0.99430$), 并对所有数据进行相对误差计算得到平均相对误差为 5.327%, 由此说明本构方程能较准确地预测出不同变形条件对应的流变应力。

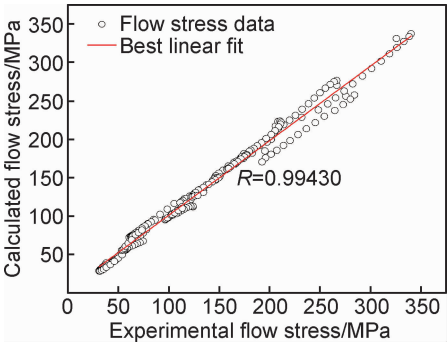


图 5 本构方程计算和实验流变应力值相关性
Fig. 5 Correlation between the calculated and experimental flow stress data from the proposed constitutive equation

2.3 动态再结晶的临界条件

动态再结晶是一个热激活的过程, 并非是在达到

峰值应力时才发生动态再结晶, 而是开始于峰值应变前某一临界应变值^[18]。动态再结晶的发生除了受材料本身性质影响外, 合金元素的种类、存在形式分布及尺寸都会影响动态再结晶; 此外, 热变形过程中变形速率、变形温度和变形量等因素也会显著影响动态再结晶发生^[11]。对于动态再结晶临界条件的确定, 可以采用金相法和数学模型来确定, 然而金相法工作量大且实际操作困难, 而作图法可以较准确方便地计算出临界值。权国政等^[19]在研究 Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V 合金热变形激活动态再结晶临界条件时认为, 出现峰值应力的流变曲线, 其加工硬化率 θ 和应力 σ 关系曲线呈现拐点特征。而 Poliak 等^[20]根据热力学不可逆原则建立动态再结晶模型, 认为动态再结晶的产生需满足两个条件: 最大储存能和最小耗散速率, 此时 $|\partial\theta/\partial\sigma|$ 达到最小值, 即 $\theta\sigma$ 曲线上出现的拐点处, 此处 $\frac{\partial^2\theta}{\partial\sigma^2} = 0$, 由此可以计算出发生再结晶的临界应力。然而热变形时夹具与试样因震动导致接触不稳定, 同时采集数据的频率很高, 所以得到的流变应力曲线并非数学意义上的光滑曲线, 进行微分得到的 $\theta\sigma$

曲线也是如此,不易找到曲线拐点,基于此,Najafizadeh 和 Jonas^[21]对 $\theta\sigma$ 曲线进行三次多项式拟合,得到 θ 和 σ 之间的三次多项式,对多项式求二阶导数,得到 $\frac{\partial^2\theta}{\partial\sigma^2} = 0$ 即可求出临界应力。将 $\partial\theta/\partial\sigma$ 等价变形可得 $\partial\theta/\partial\sigma = \partial\ln\theta/\partial\epsilon$,得到 $\ln\theta\epsilon$ 曲线,在曲线上同样存在拐点,即 $\frac{\partial^2\ln\theta}{\partial\epsilon^2} = 0$,由此可以计算出发生再结晶的临界应变。

图 6 显示了变形温度为 780°C ,应变速率为 0.1s^{-1} 时的临界应力和临界应变求解过程,由图 6(a) 流变应力曲线局部分放大可知曲线呈波浪状,为此,首先采用 Origin8.5 作图软件对原始曲线进行平滑处理,接着对其进行一阶求导后得到 $\theta\sigma$ 和 $\ln\theta\epsilon$ 曲线,

经三次多项式拟合后可得曲线与其实验数据有较高的吻合度,拟合的多项式表达式如下:

$$\theta = A_1\sigma^3 + A_2\sigma^2 + A_3\sigma + A_4 \quad (10)$$

$$\ln\theta = B_1\epsilon^3 + B_2\epsilon^2 + B_3\epsilon + B_4 \quad (11)$$

其中 $A_1 \sim A_4, B_1 \sim B_4$ 为不同变形参数下的常数。将式(10), (11)两边分别同时对 σ 和 ϵ 求二阶导数可得:

$$\frac{\partial^2\theta}{\partial\sigma^2} = 6A_1\sigma + 2A_2, \frac{\partial^2\ln\theta}{\partial\epsilon^2} = 6B_1\epsilon + 2B_2 \quad (12)$$

动态再结晶发生的临界应力和应变处,即图 6(b) 中 $-\partial\theta/\partial\sigma$ 曲线及图 6(c) 中 $-\partial\ln\theta/\partial\epsilon$ 曲线的最低点处,此处 $\frac{\partial^2\theta}{\partial\sigma^2} = 6A_1\sigma + 2A_2 = 0, \frac{\partial^2\ln\theta}{\partial\epsilon^2} = 6B_1\epsilon + 2B_2 = 0$,由此得到:

$$\sigma_c = -A_2/3A_1, \epsilon_c = -B_2/3B_1 \quad (13)$$

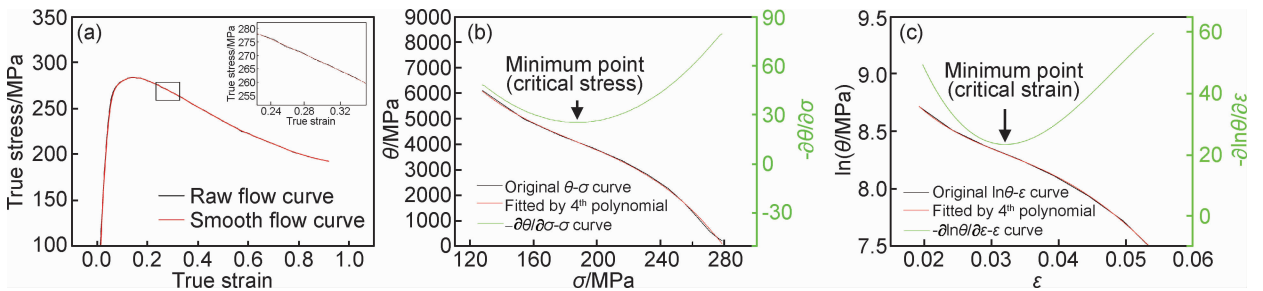


图 6 $T=780^\circ\text{C}, \dot{\epsilon}=0.1\text{s}^{-1}$ 时临界应力和临界应变求解过程

(a) 原始和平滑处理后应力-应变曲线; (b) $\theta\sigma$ 和 $-\partial\theta/\partial\sigma$; (c) $\ln\theta\epsilon$ 和 $-\partial\ln\theta/\partial\epsilon$

Fig. 6 Solution process of critical stress and critical strain at $T=780^\circ\text{C}, \dot{\epsilon}=0.1\text{s}^{-1}$

(a) raw flow curve versus smooth flow curve; (b) $\theta\sigma$ and $-\partial\theta/\partial\sigma$; (c) $\ln\theta\epsilon$ and $-\partial\ln\theta/\partial\epsilon$

根据上述方法作图得到不同变形参数下 $\theta\sigma$, $-\partial\theta/\partial\sigma$ 曲线及 $\ln\theta\epsilon$, $-\partial\ln\theta/\partial\epsilon$ 曲线,如图 7 所示。从 $\theta\sigma$, $-\partial\theta/\partial\sigma$ 曲线可以看出,初始阶段硬化率 θ 值迅速下降,之后趋于平缓,当达到 $-\partial\theta/\partial\sigma$ 的极小值时,位错积累所引起的能量储蓄最大,而能量消耗速率最小,此时开始发生动态再结晶,之后, θ 值下降速率开始增加,其动态再结晶作用明显抑制了加工硬化过程。此外,所有变形条件下,曲线 $-\partial\theta/\partial\sigma$ 的极小值都较为明显,且随变形温度的降低,极小值处应力增大,而当应变速率减小时,应力减小。进一步发现,在同一应变速率或同一变形温度下,随变形温度降低或应变速率的增大, $-\partial\theta/\partial\sigma$ 曲线逐渐趋于平缓,极小值对应点变得不明显。这说明随变形温度降低和应变速率的增大,动态再结晶引起的软化作用减弱。这是由于当变形温度降低时,原子的热激活过程减弱,位错的运动能力下降,变形过程中位错的滑移、攀移进行困难,从而使软化作用减弱,流变应力值增大;而随应变速率的增加,相同应变下所需时间缩短,致使位错攀移及位错反应等引起的软化作用速率相对降低,从而

导致材料内的位错大量塞积,硬化增强,使合金的临界切应力升高,导致流变应力增大^[22]。由此可以求出不同变形条件下 $\theta\sigma$ 和 $\ln\theta\epsilon$ 曲线拐点处对应的值,即开始动态再结晶的临界应力与临界应变。

根据上述方法将求得的不同变形参数条件下的临界应力 σ_c 、峰值应力 σ_p 和临界应变 ϵ_c 、峰值应变 ϵ_p 分别与 $\ln Z$ 作图,如图 8 所示,可以看出:不同 Z 值下的应力值分布较为有规律,且经一元线性拟合后,如图 8(a) 所示,线性相关性较好,得到式(14), (15),并得出 σ_c 与 σ_p 之间的关系方程式(16);而在不同 Z 值下的应变分布线性相关性较差,但分布较为集中,如图 8(b) 所示,其中临界应变 ϵ_c 主要集中在 $0.01 \sim 0.04$,可见在不同变形条件下 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金发生动态再结晶的临界应变变化极小,故临界应变 ϵ_c 分布线性相关性较差的原因是变形温度、应变速率等因素对该合金发生动态再结晶的影响较小。

$$\sigma_p = 25.65206\ln Z - 576.3042 \quad (14)$$

$$\sigma_c = 12.18463\ln Z - 236.60536 \quad (15)$$

$$\sigma_c = 0.4567\sigma_p \quad (16)$$

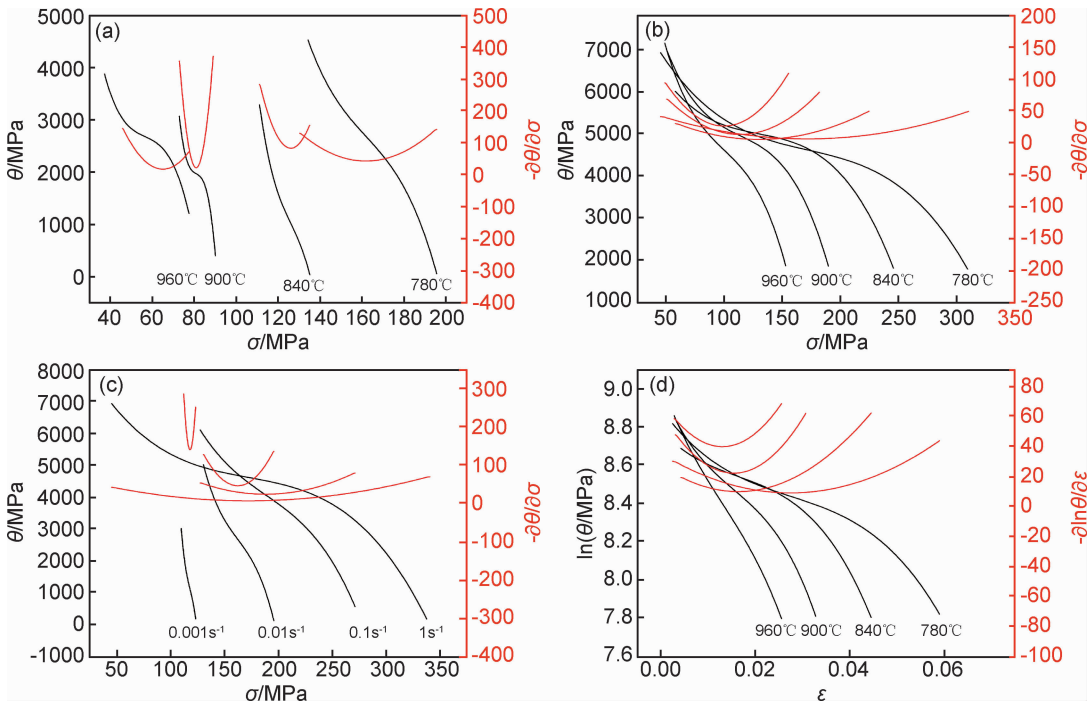


图 7 不同变形参数下 $\theta\sigma$, $\ln\theta\epsilon$ (黑色曲线)和 $-\partial\theta/\partial\sigma\sigma$, $-\partial\ln\theta/\partial\ln\epsilon\epsilon$ (红色曲线)关系曲线
(a) 0.01s^{-1} ; (b) 1s^{-1} ; (c) $780\text{ }^{\circ}\text{C}$; (d) 1s^{-1}

Fig. 7 $\theta\sigma$, $\ln\theta\epsilon$ (the black color curves) and $-\partial\theta/\partial\sigma\sigma$, $-\partial\ln\theta/\partial\ln\epsilon\epsilon$ (the red color curves) curves obtained at different deformation parameters
(a) 0.01s^{-1} ; (b) 1s^{-1} ; (c) $780\text{ }^{\circ}\text{C}$; (d) 1s^{-1}

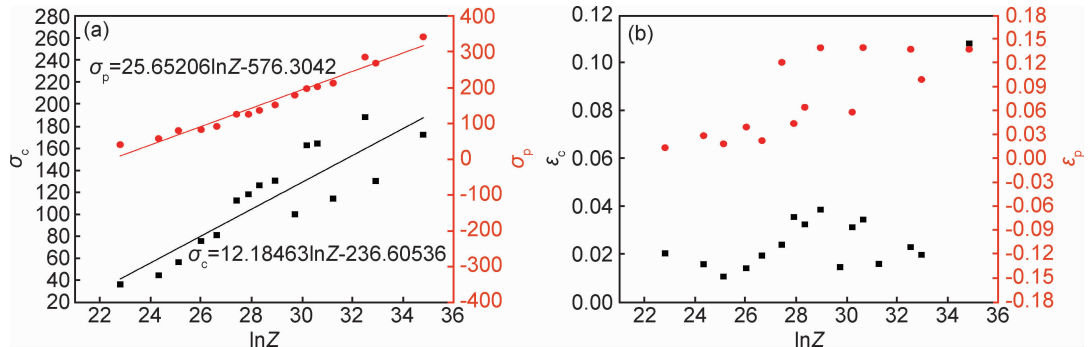


图 8 峰值应力、临界应力、峰值应变和临界应变与 Z 参数关系 (a) σ_c, σ_p ; (b) ϵ_c, ϵ_p

Fig. 8 Relationship between peak stress, the critical stress, peak strain, the critical strain and parameter Z (a) σ_c, σ_p ; (b) ϵ_c, ϵ_p

3 结论

(1)粉末冶金 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金变形流变应力曲线表现出典型的动态再结晶特征。

(2)建立了本实验条件下粉末冶金 Ti-14Mo-2.1Ta-0.9Nb-7Zr 合金的最大变形抗力方程为 $\dot{\epsilon} = 1.06936 \times 10^{12} [\sinh (0.007233\sigma_p)]^{4.02528} \exp (-304590/RT)$,再引入参数 $\alpha(\epsilon)$, $n(\epsilon)$, $Q(\epsilon)$ 和 $A(\epsilon)$ 得到包含 $\sigma, \dot{\epsilon}, T, \epsilon$ 的本构方程为 $\sigma(T, \dot{\epsilon}, \epsilon) = \frac{1}{\alpha(\epsilon)} \ln$

它可以较准确地描述该合金的热变形行为,由本构方程得到的应力值和实验值有较好相关性($R = 0.99430$),平均相对误差为 5.327%。

(3)通过对 $\theta\sigma$ 和 $\ln\theta\epsilon$ 曲线的三次多项式拟合,采用求导法求得其拐点,确定了发生动态再结晶的临界应力和临界应变,得到临界应力与峰值应力的比值,建立了临界应力和峰值应力与 Z 参数的关系式,发现临界应变 ϵ_c 主要集中在 0.01~0.04,不同变形条件下该合金发生动态再结晶的临界应变变化极小。

参考文献

[1] SAHAGUCHI N, MITSUO N, AKAHORI T, et al. Effects of

$$\left\{ \left(\frac{Z(T, \dot{\epsilon}, Q(\epsilon))}{A(\epsilon)} \right)^{\frac{1}{n(\epsilon)}} + \left[\left(\frac{Z(T, \dot{\epsilon}, Q(\epsilon))}{A(\epsilon)} \right)^{\frac{2}{n(\epsilon)}} + 1 \right]^{\frac{1}{2}} \right\}.$$

- alloying elements on elastic modulus of Ti-Nb-Ta-Zr system alloy for biomedical applications[J]. *Materials Science Forum*, 2004, 449/452:1269-1272.
- [2] 胡海波, 刘会群, 王杰恩, 等. 生物医用多孔钛及钛合金的研究进展[J]. *材料导报*, 2012, 26(增刊 1):262-266.
HU H B, LIU H Q, WANG J E, et al. Research progress of bio-medical porous titanium and its alloys[J]. *Materials Review*, 2012, 26(Suppl 1):262-266.
- [3] 梁丹丹, 王德志, 王小鹰, 等. 医用 Ti-Mo 合金的制备及性能分析[J]. *稀有金属材料与工程*, 2013, 42(12):2607-2612.
LIANG D D, WANG D Z, WANG X Y, et al. Preparation and characteristics of the medical Ti-Mo alloys[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2013, 42(12):2607-2612.
- [4] 金哲, 张万明. 生物医用 Ti-6Al-7Nb 合金高温变形行为研究[J]. *稀有金属*, 2012, 36(2):218-223.
JIN Z, ZHANG W M. High temperature deformation behaviors of biomedical titanium alloy Ti-6Al-7Nb[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2012, 36(2):218-223.
- [5] RACK H J, QAZI J I. Titanium alloys for biomedical applications[J]. *Materials Science and Engineering: C*, 2006, 26(8):1269-1277.
- [6] GEETHA M, SINGH A K, ASOKAMANI R, et al. Ti based biomaterials, the ultimate choice for orthopaedic implants—a review[J]. *Progress in Materials Science*, 2009, 54(1):397-425.
- [7] JIANG H T, ZENG S W, ZHAO A M, et al. Hot deformation behavior of β phase containing γ -TiAl alloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 661:160-167.
- [8] CHEN H S, LIU X H, LIU G F, et al. Hot deformation behavior and processing map of Ti-6Al-3Nb-2Zr-1Mo titanium alloy[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2016, 45(4): 901-906.
- [9] 王国, 惠松骁, 叶文君, 等. Ti-3.0Al-3.7Cr-2.0Fe 低成本钛合金的热压缩变形行为[J]. *中国有色金属学报*, 2012, 22(8):2223-2229.
WANG G, HUI S X, YE W J, et al. Hot compressive behavior of Ti-3.0Al-3.7Cr-2.0Fe low cost titanium alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2012, 22(8):2223-2229.
- [10] 王琪, 钱锋, 易丹青, 等. 粉末冶金 TA15 钛合金高温塑性变形加工图[J]. *稀有金属材料与工程*, 2013, 42(9):1854-1858.
WANG Q, QIAN F, YI D Q, et al. Processing map of powder metallurgy TA15 titanium alloy for high temperature plastic deformation[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2013, 42(9):1854-1858.
- [11] SAKAI T, JONAS J J. Dynamic recrystallization: mechanical and microstructural considerations[J]. *Acta Metallurgica*, 1984, 32(2):189-209.
- [12] 任军帅. 粉末冶金 Ti-47Al-2Nb-2Cr 合金高温变形行为及组织演变规律研究[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2014.
REN J S. Hot deformation behavior and microstructure evolution law of PM Ti-47Al-2Nb-2Cr alloy[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2014.
- [13] 刘丽娟, 吕明, 武文革. 钛合金 Ti-6Al-4V 热变形中的动态再结晶研究[J]. *热加工工艺*, 2014, 43(24):1-6.
LIU L J, LYU M, WU W G. Dynamic recrystallization of Ti-6Al-4V during hot deformation[J]. *Hot Working Technology*, 2014, 43(24):1-6.
- [14] 郭爱红, 余巍, 张永强, 等. 医用 β -Ti30Nb13Zr0.5Fe 合金的热变形行为[J]. *中国有色金属学报*, 2010, 20(增刊 1):357-364.
GUO A H, YU W, ZHANG Y Q, et al. Hot deformation behaviors of biomedical β -Ti30Nb13Zr0.5Fe alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2010, 20(Suppl 1):357-364.
- [15] McQUEEN H J, RYAN N D. Constitutive analysis in hot working[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2002, 322(1/2):43-63.
- [16] SELLARS C M, McTEGART W J. On the mechanism of hot deformation[J]. *Acta Metallurgica*, 1966, 14(9):1136-1138.
- [17] 曲凤盛, 周杰, 刘旭光, 等. TC18 钛合金热压缩本构方程及热加工图[J]. *稀有金属材料与工程*, 2014, 43(1):120-124.
QU F S, ZHOU J, LIU X G, et al. Constitutive equation and processing map of thermal deformation for TC18 titanium alloy[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2014, 43(1):120-124.
- [18] 欧阳德来. TB6 和 TA15 钛合金 β 组织演变及动态再结晶行为研究[D]. 南京:南京航空航天大学, 2011:61.
OUYANG D L. Research on microstructure evolution and dynamic recrystallization behavior of titanium alloy TB6 and TA15 during β forging[D]. Nanjing: Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, 2011:61.
- [19] 权国政, 赵磊, 张艳伟, 等. Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V 合金热变形激活动态再结晶的临界条件识别及表征[J]. *功能材料*, 2012, 43(2):222-226.
QUAN G Z, ZHAO L, ZHANG Y W, et al. An identification and characterization for the dynamic recrystallization critical conditions of Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V alloy[J]. *Journal of Functional Materials*, 2012, 43(2):222-226.
- [20] POLIAK E I, JONAS J J. A one-parameter approach to determining the critical conditions for the initiation of dynamic recrystallization[J]. *Acta Materialia*, 1996, 44(1):127-136.
- [21] NAJAFIZADEH A, JONAS J J. Predicting the critical stress for initiation of dynamic recrystallization[J]. *ISIJ International*, 2006, 46(11):1679-1684.
- [22] GAO W L, BAI G R, ZHOU Z M. An evolution model of dislocation patterns in plastic deformation and its applications[J]. *Science in China Series A*, 1995, 38(7):875-883.

基金项目:贵州省科学技术基金项目(黔科合 J 字[2013]2102 号);贵州大学研究生创新基金资助项目(研理工 2016022 号)

收稿日期:2016-07-27; **修订日期:**2018-05-14

通讯作者:李伟(1980—),男,博士,副教授,研究方向:生物基金金属材料,联系地址:贵州省贵阳市花溪区贵州大学西校区材料与冶金学院(550025),E-mail:liweiem@163.com

(本文责编:寇凤梅)