# 塑性成形

# Nb47Ti 合金热变形行为及微观组织

胡炽<sup>1</sup>,刘君<sup>1</sup>,刘燕红<sup>1</sup>,赵散<sup>1</sup>,孙霞光<sup>2</sup>,唐文亭<sup>1</sup>

(1. 西安理工大学 材料科学与工程学院,西安 710048;

2. 西部超导材料科技股份有限公司 超导材料国家工程实验室, 西安 710018)

摘要:目的研究 Nb47Ti 合金在变形温度为 600~750 ℃、应变速率为 0.001~1 s<sup>-1</sup> 条件下的热变形行为和微观组织。方法 采用 Gleeble-3500 型热/力模拟试验机进行等温恒应变速率压缩实验,获得 Nb47Ti 合金热变形的真应力应变曲线,并利用 EBSD 技术手段分析热变形后的微观组织。结果 Nb47Ti 合金在变形温度小于 650 ℃、应变速率小于 0.1 s<sup>-1</sup>下热变形的真应力-应变曲线为动态再结晶型曲线,变形温度大于等于 700 ℃ 时呈现为动态回复型曲线;峰值应力随变形温度的升高和应变速率的减小而减小;在变形温度为 650 ℃、应变速率为 0.001 s<sup>-1</sup>下热变形组织以再结晶晶粒和亚晶粒为主,随着应变速率的增大,动态再结晶晶粒不断减少,而亚晶粒和变形晶粒增多,晶粒得到显著细化。当应变速率为 0.1 s<sup>-1</sup>时,随着变形温度的增加,晶粒尺寸增大,变形温度升高至 750 ℃,热变形组织中亚晶粒所占比例高达 50.5%。结论 Nb47Ti 合金是温度和正应变速率敏感材料,随变形温度的升高和应变速率的增大,变形过程中动态回复软化机制更为显著,低温、高应变速率下变形获得的再结晶晶粒尺寸小。

关键词: NbTi 合金; 热变形; 动态再结晶; 微观组织

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2020.04.016

中图分类号: TG146.4 文献标识码: A 文章编号: 1674-6457(2020)04-0132-07

#### Hot Deformation Behavior and Microstructures of Nb47Ti Alloy

HU Chi<sup>1</sup>, LIU Jun<sup>1</sup>, LIU Yan-hong<sup>1</sup>, ZHAO San<sup>1</sup>, SUN Xia-guang<sup>2</sup>, TANG Wen-ting<sup>1</sup>

School of Materials Science & Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China;
 National Engineering Laboratory for Superconducting Materials, Western Superconducting

Technologies Co., Ltd., Xi'an 710018, China)

**ABSTRACT:** The paper aims to research hot deformation behavior and microstructures of Nb47Ti alloy at the deformation temperatures between 600 °C and 750 °C with strain rates between 0.001 s<sup>-1</sup> and 1s<sup>-1</sup>. The compression experiments with isothermal and constant strain rate were performed on the Gleeble-3500 thermal/mechanical simulator; and then the true stress-strain curves of the thermal deformed Nb47Ti alloy were obtained; and the microstructures after thermal deformation were also analyzed by EBSD technology. The results showed that the true stress-strain curves of the hot deformed Nb47Ti alloy were dynamic recrystallization curves when the deformation temperatures and the strain rates were less than 650 °C and 0.1 s<sup>-1</sup> respectively; and were dynamic recovery curves when the deformation temperatures were more than or equal to 700 °C. The peak stress decreased with the increase of deformation temperature and the decrease of strain rate. The microstructures deformed at the temperature of 650 °C with a strain rate of 0.001 s<sup>-1</sup> were mainly composed of the recrystallized grains and sub-grains. And the dynamic recrystallization fraction continuously decreased, while the fractions of sub-grains and deformed grains in-

收稿日期: 2020-03-23

**基金项目:**国家自然科学基金(51605383);国家重点研发计划(2017YFE0301402);凝固技术国家重点实验室开放课 题(SKLSP201641)

作者简介: 胡炽(1994-), 男, 硕士生, 主要研究方向为超导材料及其塑性成形。

通讯作者:刘君(1976-),女,博士,副教授,硕士生导师,主要研究方向为精确塑性成形制造及模拟仿真。

creased with the increase of strain rate; at the same time, the grains were also refined significantly. However, the grain sizes increased with the increase of the deformation temperature when the strain rate was  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , and that the proportion of sub-grains was as high as 50.5% when the deformation temperature rose to 750 °C. Then it can be concluded that Nb47Ti alloy is sensitive to temperature and positive strain rate. And the dynamic recovery softening mechanism becomes more significant with deformation temperature and the strain rate increasing during the deformation process; meanwhile, the dynamic recrystallization grains with a smaller size can be obtained at low temperatures and high strain rates.

KEY WORDS: Nb47Ti alloy; hot deformation; dynamic recrystallization; microstructure

Nb47Ti 合金是一种典型的低温超导材料,因其 具有良好的中低磁场超导性能、机械加工性能以及低 廉的原材料与制造成本,是目前世界上实际应用最广 和用量最多的低温超导材料之一,在受控热核聚变、 核磁共振成像、高能物理、磁悬浮等高技术领域占有 极其重要的地位,并主要以NbTi/Cu多芯复合超导线 材的形式应用于上述领域<sup>[1-5]</sup>。通常采用多根 NbTi/ Cu 复合芯棒与铜包套组合,经热挤压和多道次集束 拉拔法成形获得 NbTi/Cu 多芯复合超导线材<sup>[6]</sup>。NbTi 合金变形过程的力学行为与组织演变对超导线材的 成形与质量控制有着重要的影响,成形过程中易出现 芯丝截面形状畸变、芯丝芯径不均匀、断芯等缺陷, 影响超导线内部芯丝宏观/微观尺度的均匀性,进而 最终影响 NbTi/Cu 多芯复合超导线材的性能,因而研 究分析了 NbTi 合金热变形行为及组织演变对于实现 超导线材成形成性协同控制 , 制备高均匀、高质量超 导线材具有重要的意义。

近年来,国内外学者在 NbTi 合金变形及微观组 织等方面开展了诸多的研究工作。张奕等<sup>[7]</sup>研究了 NbTi 合金在不同变形率和热处理制度下的显微组 织,发现变形率达到 80%以上时,采用合适的热处理 制度可获得均匀细小的显微组织。ParkSM 等<sup>[8]</sup>研究 了大塑性变形对 NbTi 合金显微组织和临界电流密度 的影响,表明增加变形量有利于时效过程中 α-Ti 的 析出,从而提高了临界电流密度。Su Lian-peng 等<sup>[9]</sup> 研究了 NbTi 合金在温度为 660~910 ℃、应变速率为 0.01 s<sup>-1</sup> 下压缩过程软化机制及组织演变,建立了动 态再结晶模型,指出变形温度低于 810 ℃时动态回复 强于动态再结晶。目前大多数研究主要集中在热处理 前的室温预变形对 NbTi 合金显微组织和性能的影响, 而针对 NbTi 合金在热成形条件下的变形行为和微观 组织演变的研究报道相对较少。文中针对 Nb47Ti 合 金进行了等温恒应变速率热模拟压缩试验,研究热变 形工艺参数对 Nb47Ti 合金热变形行为和微观组织的 影响规律,为 NbTi/Cu 多芯复合超导线材成形成性精 确制造提供理论依据。

## 1 实验

实验原材料为 Nb47Ti 合金棒材,其主要化学成分 如表 1 所示。将合金材料机加工成 Φ6 mm×9 mm 的圆 柱体压缩试样,在 Gleeble-3500 型热/力模拟实验机上 进行等温恒应变速率压缩实验,变形温度分别为 600, 650,700,750 ℃,应变速率分别为 0.001,0.01,0.1, 1 s<sup>-1</sup>,相对变形量为 50%。压缩前在试样两端与压头 接触面间垫上石墨润滑垫片以减少摩擦,避免出现明 显的腰鼓、侧翻等不均匀变形现象。实验时以 10 ℃/s 的升温速率将试样加热到变形温度,保温 3 min 后进 行恒应变速率热压缩变形,热/力模拟试验机自动采集 保存数据,变形结束后立即对试样进行水冷。将变形 后试样沿轴向剖开,依次进行机械研磨、抛光和振动 抛光制备 EBSD 分析试样。EBSD 测试分析在装配有 背散射电子衍射仪 Channel5 的 ZEISS 热场发射扫描电 镜下进行,并运用 HKL Channel5 软件进行数据分析。

	表 1	Nb47Ti	合金化	七学成	分	(质量	量分数	)
_								

Tab.1 Composition of Nb47Ti alloy (mass fraction)										%		
Nb	Ti	Ni	Al	Cr	Si	Fe	Та	С	Ν	0	Н	
余量	47	≤0.01	≤0.01	≤0.006	≤0.01	≤0.02	≤0.25	≤0.02	≤0.015	≤0.1	≤0.004	

## 2 结果与讨论

#### 2.1 真应力-应变曲线

图 1 所示为 Nb47Ti 合金在温度为 600~750 ℃、 应变速率为 0.001~1 s<sup>-1</sup> 下热压缩变形的真应力-应变 曲线。可以看出,合金在变形初始阶段,位错密度增 加所产生的加工硬化显著,流动应力随应变的增加急 剧增大。当变形温度小于 650 ℃、应变速率较小 (≤0.1 s<sup>-1</sup>)时,合金的真应力-应变曲线变化趋势一 致,当流动应力值随应变增加快速达到峰值后,流动 应力出现下降的趋势,呈现出一定的软化特征且应变 速率越小越显著,真应力应变曲线表现为动态再结晶 曲线,这是因为随着变形进行,位错增殖速率大于异



图 1 Nb47Ti 合金不同变形温度下真应力-应变曲线 Fig.1 True stress strain curves of Nb47Ti alloy deformed at different temperatures

号位错抵消速率,达到临界位错密度后发生动态再结 晶,软化作用增加,流动应力降低。变形温度小于 700℃、应变速率为1s<sup>-1</sup>时,流动应力达到峰值后, 随应变的增加,应力下降不明显,真应力应变曲线更 类似于动态回复型曲线。当变形温度大于 700℃、应 变速率不同时,随着应变的增加,流动应力急剧上升 至一定值后,应力值随应变增加变化不显著,真应力-应变曲线存在较明显的稳态流变阶段,类似于动态 回复型曲线。变形温度的升高,位错在热激活作用 下可动性增强,变形过程中软化作用增加,当软化 速率与加工硬化速率达到动态平衡时,应力呈现出 稳态流动特征。

图 2 为变形温度和应变速率对 Nb47Ti 合金峰值 应力的影响。可以看出, NbT47i 合金对变形温度和 应变速率较为敏感。在相同应变速率下,峰值应力随 变形温度升高而降低。在相同变形温度下,峰值应力随 变形温度升高而降低。在相同变形温度下,峰值应力 随应变速率的增大而增大,合金为正应变速率敏感材 料。合金在热变形过程中,应变速率越大,合金达到 一定变形量所需的变形时间越短,缩短位错积累时 间,不利于动态软化的进行。此外,增大应变速率, 位错增殖率增大,位错之间交错、缠结相互作用致使 位错运动阻力增大,变形抗力增加,导致合金的峰值 应力增大<sup>[10]</sup>。





### 2.2 应变速率对微观组织的影响

材料的宏观变形与微观组织有着密不可分的联 系,宏观变形影响材料的微观组织,进一步决定材料 的性能。图 3 为 Nb47Ti 合金在变形温度为 650 ℃、 不同应变速率条件下压缩变形组织的动态再结晶晶 粒分布。应变速率为 0.001 s<sup>-1</sup>时,变形组织以动态再 结晶晶粒和亚晶粒为主,再结晶晶粒尺寸较大。随着 应变速率的增大,再结晶晶粒尺寸变得细小。这是由





c  $0.1 \, \text{s}^{-1}$ 



d 1 s<sup>-1</sup>

图 3 Nb47Ti 合金在变形温度 650 ℃,不同应变速率下变形组织的再结晶晶粒分布 Fig.3 Recrystallization distribution of Nb47Ti alloy deformed at 650 ℃ with different strain rates

于应变速率增大,加快位错运动塞积,位错密度增大, 利于激发再结晶形核,但由于变形时间短、再结晶晶 粒没有足够时间长大,再结晶晶粒细化<sup>[11-12]</sup>。随着 应变速率进一步增大至 1 s<sup>-1</sup>时,变形时间缩短使再 结晶晶粒来不及形核和长大,动态再结晶晶粒尺寸减 小,变形组织主要以亚晶粒和变形晶粒为主,变形过 程中动态回复强于动态再结晶程度,软化机制侧重于 动态回复,与 Nb47Ti 合金热变形真应力-应变曲线宏 观表现出的特征相吻合。

图 4 为 Nb47Ti 合金在变形温度为 650 ℃、对数 应变速率不同条件下压缩变形组织的动态再结晶分 数。由图 4 可知,应变速率为 0.001,0.01,0.1,1 s<sup>-1</sup> 时,动态再结晶分数分别为 69.19%, 54.48%, 33.6%, 13.61%,随着应变速率的增加,动态再结晶分数不断 减少,动态再结晶程度降低。图5为Nb47Ti合金在 变形温度为 650 ℃、不同应变速率下压缩变形组织的 晶粒尺寸分布。变形速率为 0.001 s<sup>-1</sup>时,变形时间较 长,再结晶晶粒和亚晶粒生长较为充分,晶粒尺寸较 大, 尺寸为 1.25~3.75 µm 晶粒所占比例为 78.4%。随着 应变速率的增加,晶粒尺寸变得细小且均匀,主要集中 分布于 0.25~1.25 μm 之间。当应变速率增加至 1 s<sup>-1</sup> 时, 晶粒尺寸进一步减小,晶粒尺寸在0.75 μm 以下的晶粒 所占比例达到 72.1% 这是由于变形组织以亚晶粒和变 形晶粒为主,应变速率大,位错密度增加,晶粒内含 有更多的运动位错,且位错在晶粒中分布更加随机均 匀<sup>[13]</sup>,使晶粒细化的驱动力增大,晶粒尺寸减小。



图 4 Nb47Ti 合金在变形温度 650 ℃,不同应变速率 下变形组织的动态再结晶分数



#### 2.3 变形温度对微观组织的影响

变形温度是影响材料热变形微观组织的重要因素。图 6 为 Nb47Ti 合金在应变速率为 0.1 s<sup>-1</sup>、不同 变形温度条件下压缩变形组织的再结晶晶粒分布。

变形温度为 600 ℃时,变形组织以再结晶晶粒和 亚晶粒为主,再结晶晶粒分数为 35.3%, 亚晶粒所占 比例为 44.2%。温度是影响动态再结晶形核和长大两 个阶段的重要因素<sup>[14]</sup>,随着变形温度升高,原子热运 动和位错运动能力增强,加快位错重组、汇聚相互抵 消,动态回复再结晶的程度增强,动态再结晶晶粒和



图 5 Nb47Ti 合金在变形温度 650 ℃,不同应变速率下变形组织的晶粒尺寸分布 Fig.5 Grain size distribution of Nb47Ti alloy deformed at 650 ℃ with different strain rates



图 6 Nb47Ti 合金在应变速率为  $0.1 \text{ s}^{-1}$ 时,不同变形温度下变形组织的再结晶晶粒分布 Fig.6 Recrystallization distribution of Nb47Ti alloy deformed with a strain rate of  $0.1 \text{ s}^{-1}$  at different temperatures

亚晶粒所占例增大,当变形温度升至 750 ℃时,再结 晶晶粒分数为 36.5%,亚晶粒所占比例高达 50.5%, 变形过程中动态回复软化机制更为显著。此外,随着 变形温度的提高,合金组织的晶粒尺寸增大,图 7 为 Nb47Ti 合金在应变速率为 0.1 s<sup>-1</sup>、不同变形温度下压 缩变形组织的晶粒尺寸分布情况。变形温度为 600 ℃ 时, 晶粒尺寸为 0.25~1.25 µm 的晶粒所占比例为 79.96%, 当变形温度升高至 750 ℃时, 晶粒尺寸变得 粗大, 主要集中分布 0.75~2.75 µm 之间, 所占比例为 79.6%。这是由于动态再结晶过程和晶粒长大均与晶 界迁移有关<sup>[15]</sup>, 变形温度升高, 晶界迁移速率加快, 促进了亚晶粒和动态再结晶晶粒的长大。



图 7 Nb47Ti 合金在应变速率  $0.1 \text{ s}^{-1}$ ,不同变形温度下变形组织的晶粒尺寸分布 Fig.7 Grain size distribution of Nb47Ti alloy deformed with a strain rate of  $0.1 \text{ s}^{-1}$  at different temperatures

## 3 结论

Nb47Ti 合金在变形温度小于 650 ℃、应变速率小于等于 0.1 s<sup>-1</sup>条件下热压缩变形的真应力-应变曲线表现为动态再结晶型曲线,当变形温度大于等于700 ℃时,真应力-应变曲线表现为动态回复型曲线;应变速率一定时,变形温度升高则峰值应力随之下降;变形温度一定时,增大应变速率则峰值应力随之增大。

2) Nb47Ti 合金在变形温度为 650 ℃、应变速率 为 0.001 s<sup>-1</sup>条件下,热压缩变形组织以再结晶晶粒和 亚晶粒为主,随着应变速率的增大,动态再结晶分数 不断减少,亚晶粒和变形晶粒增多,晶粒尺寸变得细 小且均匀。

3)Nb47Ti 合金在应变速率为 0.1 s<sup>-1</sup>下热压缩变 形时,随着变形温度的增加,晶粒尺寸增大,变形温 度升高至 750 ℃, 亚晶粒所占比例高达 50.5%, 变形 过程动态回复软化机制更为显著。

#### 参考文献:

- [1] GHATE M, RAJ P, SINGH A, et al. Abdulla, Design, Development and Fabrication of Indigenous 30 kA NbTi CICC for Fusion Relevant Superconducting Magnet[J]. Cryogenics, 2014, 63: 166—173.
- [2] 付宝全,张平祥,李金山,等. NbTi 合金的主要缺陷 及形成机制[J]. 稀有金属材料与工程, 2014, 43(11): 2702—2707.
  FU Bao-quan, ZHANG Ping-xiang, LI Jin-shan, et al. Main Defects of NbTi Alloy and the Formation Mechanism[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2014, 43(11): 2702—2707.
- [3] 戴超, 刘勃, 秦经刚, 等. NbTi、Nb<sub>3</sub>Sn 超导线拉伸性 能研究[J]. 低温物理学报, 2014, 36(6): 475—481.

DAI Chao, LIU Bo, QIN Jing-gang, et al. Study on the Mechanical Properties NbTi and Nb<sub>3</sub>Sn Superconducting Strand[J]. Journal of Low Temperature Physics, 2014, 36(6): 475–481.

- [4] 马衍伟. 实用化超导材料研究进展与展望[J]. 物理, 2015, 44(10): 674—683.
  MA Yan-wei. Recent Developments of Practical Superconducting Materials[J]. Physical, 2015, 44(10): 674—683.
- [5] SANTRA S, DAVIES T, MATTHEWS G, et al. The Effect of the Size of NbTi Filaments on Interfacial Reactions and the Properties of InSn-based Superconducting Solder Joints[J]. Materials and Design, 2019, 176: 1–14.
- [6] ZHANG Ping-xiang, LI Jian-feng, GUO Qiang, et al. NbTi Superconducting Wires and Applications, Titanium for Consumer Applications[M]. 2019, 279–296.
- [7] 张奕,郑永健,唐晓东,等.变形率和热处理制度对 Nb47Ti 合金显微组织的影响[J].中国有色金属学报, 2010, 20(1): 331—335.
  ZHANG Yi, ZHENG Yong-jian, TANG Xiao-dong, et al. Effect of Deformation Rate and Heat Treatment on Microstructure of Nb47Ti Alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(1): 331—335.
- [8] PARK S M, OH Y S, KIM S J, et al. Effect of ECAP on Change in Microstructure and Critical Current Density of Low Temperature Super-conducting Monowire[J]. International Journal of Precision Engineering and Manufacturing, 2019, 20: 1563—1572.
- [9] SU Lian-peng, LIU Han-yuan, JING Lei, et al. Flow Stress Characteristics and Microstructure Evolution during Hot Compression of Nb-47Ti Alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 797: 735–743.

- [10] LUO J, LI M Q. Strain Rate Sensitivity and Strain Hardening Exponent during the Isothermal Compression of Ti60 Alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2012, 538: 156—163.
- [11] MATSUMOTO H, KITAMURA M, LI Yun-ping, et al. Hot Forging Characteristic of Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr Alloy with Single Metastable  $\beta$  Microstructure[J]. Materials Scienceand Engineering: A, 2014, 611: 337–334.
- [12] 朱鸿昌,罗军明,朱知寿. TB17 钛合金高温压缩变形 行为[J]. 航空材料学报, 2019, 39(3): 44—52.
  ZHU Hong-chang, LUO Jun-ming, ZHU Zhi-shou. High Temperature Compression Deformation Behavior of TB17 Titanium Alloy[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2019, 39(3): 44—52.
- [13] YASUNAGA K, ISEKI M, KIRITANI M. Dislocation Structures Introduced by High-speed Deformation in bcc Metals[J]. Materials Science and Engineering: A, 2003, 350: 76-80.
- [14] 莫戈, 曾攀. 纯镍 N6 挤压坯料的高温变形行为及加 工图[J]. 精密成形工程, 2016, 8(3): 1—6.
  MO Ge, ZENG Pan. Hot Deformation Behavior and Processing Map of Nickel N6 from Extrusion Billet[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2016, 8(3): 1—6.
- [15] 王冠, 卞东伟, 寇琳媛, 等. 多尺度铝合金变形组织 演变模型研究进展[J]. 精密成形工程, 2017, 9(1): 10—16.

WANG Guan, BIAN Dong-wei, KOU Lin-yuan, et al. Research Progress in Multi-scale Modelling of Microstructure Evolution during Hot Deformation of Aluminum Alloy[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2017, 9(1): 10—16.