

NiPt15 合金热变形行为及热加工图研究

谭志龙^{1,2}, 尹畅畅², 闻明^{1,2}, 郭俊梅^{1,2}, 陈家林^{1,2},
王传军^{1,2}, 宋志昊², 许彦亭^{1,2}

(1. 贵研铂业股份有限公司 稀贵金属综合利用新技术国家重点实验室, 云南 昆明 650106)

(2. 昆明贵金属研究所, 云南 昆明 650106)

摘要: 通过 Gleeble-3500 热模拟试验机在 950~1150 °C, 应变速率为 0.01~3 s⁻¹ 条件下的近等温热模拟压缩实验, 建立了 NiPt15 合金的流变应力-应变曲线及其热加工图。分析了 NiPt15 合金不同变形阶段的功率耗散情况; 阐明了 NiPt15 合金的损伤失稳机制; 基于 Prasad 动态材料模型获得了不同应变速率、温度条件下的能量耗散率和失稳系数; 研究了应变率、温度和应变速率对于能量耗散率和失稳系数的影响。结果表明: (1) 变形温度是影响曲线变化趋势及动态再结晶的主要因素, 且变形温度越高, 应变速率越低, 动态再结晶越充分; (2) 加工失稳机制主要包括局部塑性变形、剪切变形带以及开裂, 随真应变的增大先发生局部塑性变形, 而后由剪切变形带取代, 并最终向开裂演变; (3) NiPt15 合金较为优异的加工实验条件主要集中在非失稳区, 即变形参数 1000~1100 °C, 0.03~0.1 s⁻¹ 以及 1100~1130 °C, 0.01~0.03 s⁻¹ 范围内, 并通过显微组织分析对热加工图进行了验证。

关键词: NiPt15 合金; 热变形行为; 热加工图

中图分类号: TG146.1⁺5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)11-4149-08

镍铂硅化物由于具有能承受高温热处理、选择性腐蚀、薄膜电阻率低等特点, 在超大规模集成电路 (VLSI)、肖特基势垒二极管 (SBD)、金属氧化物半导体场效应管 (COMS) 制造中, 作为一种性能优良的接触材料得到广泛地应用^[1,2]。镍铂靶材作为制备镍铂硅化物层的关键原材料之一, 一般使用纯镍和纯铂作为原料, 通过真空感应熔炼获得铸锭, 然后经过冷热轧制与热处理配合获得具有均匀晶粒度及稳定磁透率的溅射靶材。因此, 研究镍铂合金高温热变形行为及其微观组织演变规律, 对于指导镍铂靶材加工工艺以及实现靶材微观组织可调可控具有重要的理论指导意义。

金属材料的热变形过程中, 加工硬化和软化同时发生, 二者相互竞争^[3,4]。软化程度由动态回复和动态再结晶进行的相对程度共同决定。材料热变形时, 一方面通过位错增殖和互相缠结作用导致加工硬化; 另一方面位错通过滑移和攀移发生动态回复和动态再结晶, 在这二者的相互竞争下最终表现为宏观的流变行为^[5,6]。变形温度、应变速率、变形量、材料成分等因素均会影响到材料的高温流变性^[7]。前期研究表明:

镍铂合金为置换型单相固溶体^[8]; 一般认为镍基合金属于低层错能的面心立方结构, 其滑移面上的层错带较宽且很难发生位错交滑移和攀移运动, 在热变形过程中产生的加工硬化不能被动态回复所平衡, 当变形程度达到临界变形量时, 材料开始发生动态再结晶^[9]。镍铂合金的热变形行为是否依然遵循这一规律, 其定量描述的热变形行为未见相关报道。近年来, 采用热模拟实验绘制热加工图来指导各类合金材料的热加工工艺的设计已成为行业共识和研究热点^[10-12]。

利用 Gleeble-3500 热模拟试验机, 以 NiPt15 合金为研究对象, 进行热压缩实验, 获得了真应力-应变曲线, 分析了热变形参数 (变形温度、应变速率等) 对镍铂合金流变力学行为的影响规律, 建立 NiPt15 合金热变形条件下的流动应力模型和热加工图, 分析获得较优的热加工条件, 为合理制定 NiPt15 合金热加工工艺提供指导。

1 实验

本实验选用高纯镍 (纯度 ≥ 99.99%)、高纯铂 (纯

收稿日期: 2021-03-05

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2017YFB0305503); 云南省创新团队项目 (2019HC024); 云南省第十八批技术创新人才 (2019HB107); 昆明市稀贵金属溅射靶材科技创新团队 (第 11 批); 云南省科技厅科研院所技术开发研究专项 (2018DC004)

作者简介: 谭志龙, 男, 1983 年生, 硕士, 高级工程师, 贵研铂业股份有限公司, 云南 昆明 650106, 电话: 0871-68338023, E-mail: tzl@ipm.com.cn

度 $\geq 99.99\%$)为原料采用真空感应熔炼方法制备 NiPt15 合金铸锭。采用线切割方法在铸锭中心制备 $\phi 8 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ 的圆柱体作为热压缩试验样品;选用 Gleeble-3500 热模拟试验机在 950、1000、1050、1100、1150 $^{\circ}\text{C}$ 变形温度和 0.01、0.1、1、3 s^{-1} 的应变速率下进行热压缩实验,设定升温速度为 5 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$,真空度优于 $1 \times 10^{-1} \text{ Pa}$,保温时间为 3 min,最大变形量为初始样品的 70%,试验结束后迅速水冷以保留其高温组织,并获得材料应力-应变曲线。为防止高温下砧子与样品粘接,以及减少摩擦力对实验数据的影响,在砧子与样品之间放置钽片并涂敷石墨膏^[13,14]。为观察各区域微观组织差异,腐蚀液为 10 mL 重铬酸+20 mL 浓盐酸混合溶液,采用尼康 MA100N 型金相显微镜分别观察样品的金相组织。

2 结果与讨论

2.1 镍铂合金的热变形行为

图 1 为 NiPt15 铸态合金在热压缩过程中获得的真应力-真应变曲线。众所周知,金属材料热变形过程是在金属材料再结晶温度以上进行的,实质上是形变硬化与动态软化同时进行的过程,动态软化包括了动态回复与动态再结晶 2 种方式,镍铂合金属于低层错能金属,不易发生交滑移和动态回复,动态再结晶是其动态软化的主要方式^[15]。由图 1 可见:(1)变形初期(真应变 $\epsilon \leq 0.2$)的微应变阶段,流变应力随变形量急剧上升,位错增殖、

攀移及位错之间相互作用增加,变形抗力增加,引起镍铂合金加工硬化;(2)变形中期(真应变 $0.2 \leq \epsilon \leq 0.8$),流变应力随应变量的增加趋于平缓,在 0.01、0.1 s^{-1} 的应变速率条件下,整体表现为先增大后减小,然后趋于平稳,流变应力峰值前加工硬化占主导地位,峰值后动态再结晶引起材料软化,导致流变应力下降,然后位错的增殖与湮灭达到动态平衡,流变应力趋于平缓,但在 1100 $^{\circ}\text{C}/0.01 \text{ s}^{-1}$ 和 1150 $^{\circ}\text{C}/0.1 \text{ s}^{-1}$ 的热变形条件下,流变应力不随变形量的增加而增大,基本保持不变,在 950 $^{\circ}\text{C}/0.1 \text{ s}^{-1}$ 的热变形条件下,流变应力随应变变量呈逐渐增加的趋势;在 1 和 3 s^{-1} 的应变速率条件下,流变应力随应变变量增大整体上呈上升趋势,温度越低,流变应力越大,上升趋势越陡峭;(3)变形后期(真应变 $\epsilon \geq 0.8$),随着应变量的增加,再结晶晶粒发生加工硬化,流变应力随之升高,低温高应变速率条件下,加工硬化占主导地位,流变应力继续升高,高温低应变速率,动态软化占据主导地位,流变应力趋于稳定^[16,17]。综上所述,随着温度的上升,动态软化现象越明显,流变应力逐渐减小;随应变速率的增大,加工硬化作用更加突出,流变应力逐渐增大;其中温度是真应力-应变曲线趋势变化的主要影响因素。

2.2 镍铂合金的热加工图

2.2.1 热加工图的绘制

根据 NiPt15 合金真应力-应变曲线,提取不同实验条件下的真应力值,表 1 为变形温度 950~1150 $^{\circ}\text{C}$,应变

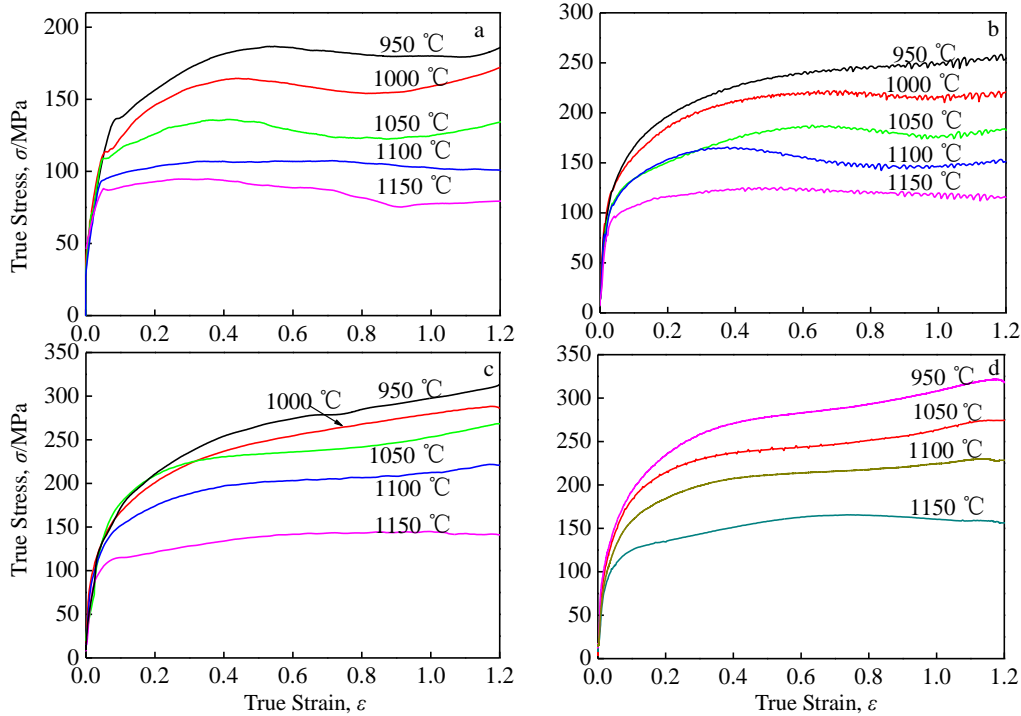


图 1 NiPt15 合金不同条件下的真应力-应变曲线

Fig.1 True stress-true strain curves of NiPt15 alloys under different deformation parameters: (a) 0.01 s^{-1} , (b) 0.1 s^{-1} , (c) 1 s^{-1} , and (d) 3 s^{-1}

速率为 0.01、0.1、1、3 s⁻¹ 下, 应变量为 0.2~1.2 的流变应力值。分别对表 1 中的流变应力及应变速率取对数, 通过 origin 软件进行三次多项式拟合, 得到如式(1)类型的 lgσ-lgε̇ 三次样条关系曲线:

$$\lg\sigma = a + b(\lg\dot{\epsilon}) + c(\lg\dot{\epsilon})^2 + d(\lg\dot{\epsilon})^3 \quad (1)$$

式 (1) 中 a、b、c、d 皆为三项式中的常数项, 在不同的变形温度及应变变量下, 4 个常数项数值各不相同。

将式(1)两侧对 lgε̇ 求偏导, 可以得到应变速率敏感因子 m 计算公式:

$$m = \frac{\partial \lg\sigma}{\partial \lg\dot{\epsilon}} = b + 2c(\lg\dot{\epsilon}) + 3d(\lg\dot{\epsilon})^2 \quad (2)$$

将所求的三次样条曲线常数项 b、c、d 代入式(2)中, 能够求出各项实验条件所对应的 m 值。由于功率耗散系数 η=J/J_{max}=2m/(m+1), 进而可以得到各个变形条件的 η 值。

失稳参数 ξ(ε̇) 可以通过对应的应变速率敏感因子值、应变速率以及三次样条方程常数项求得:

$$\xi(\dot{\epsilon}) = \frac{\partial \lg(\frac{m}{m+1})}{\partial \lg\dot{\epsilon}} + m = \frac{2c + 6d(\lg\dot{\epsilon})}{m(m+1)\ln 10} + m \quad (3)$$

针对真应变为 1.2 (变形量 70%), 表 2 汇总了真应变为 1.2 的各项加工图数据。

表 1 不同实验条件下 NiPt15 合金的流变应力

Table 1 Flow stress of NiPt15 alloy under different experimental conditions

Strain, ε	Strain rate ε̇ /s ⁻¹	Flow Stress/MPa			
		950 °C	1050 °C	1100 °C	1150 °C
0.2	0.01	176.96	134.96	106.25	94.6
	0.1	219.27	168.07	164.02	122.72
	1	242.22	230.23	192.86	130.67
	3	264.7	233.24	203.15	146.97
0.4	0.01	183.76	122.87	105.06	87.6
	0.1	242.1	185.49	150.13	122.65
	1	284.4	240.71	204.61	130.67
	3	286.78	246.3	215.53	146.97
0.6	0.01	183.52	127.34	102.55	78.9
	0.1	250.32	177.46	145.1	114.7
	1	299.12	240.71	212.45	142.7
	3	310.49	246.1	225.42	164.9
0.8	0.01	179.9	123.26	107.06	82.93
	0.1	246.79	182.33	147.81	121.09
	1	285.13	241.62	207.22	143.13
	3	292.85	251.25	217.93	165.06
1.0	0.01	178.01	128.39	104.17	76.41
	0.1	249.53	174.76	147.16	119.89
	1	298.63	253.14	212.08	144.32
	3	307.87	263.22	224.53	160.34
1.2	0.01	183.82	132.72	100.52	80.33
	0.1	256.88	184.14	152.42	115.84
	1	313.24	268.57	221.19	140.5
	3	318.17	274.3	227.94	156.36

表 2 NiPt15 合金在 ε=1.2 时的加工图数据

Table 2 Processing map data of NiPt15 alloy at ε=1.2

T/°C	ε̇/s ⁻¹	m	η	ξ(ε̇)
950	0.01	0.16127	0.27775	0.12477
	0.1	0.12339	0.21967	-0.06466
	1.0	0.04123	0.07910	-1.01390
	3.0	0.01357	0.02752	4.05471
1050	0.01	0.04275	0.08200	2.83570
	0.1	0.19710	0.32930	0.23763
	1.0	0.08679	0.15972	-1.03040
	3.0	0.05910	0.12563	2.82200
1100	0.01	0.12455	0.22151	0.67933
	0.1	0.20450	0.33956	0.17097
	1.0	0.08651	0.15924	-0.91594
	3.0	0.03954	0.08233	3.52193
1150	0.01	0.23356	0.37868	-0.04708
	0.1	0.10297	0.18671	-0.18382
	1.0	0.08356	0.15423	0.25710
	3.0	0.11348	0.20382	0.42016

Note: T-deformation temperature; ε̇-strain rate; m-strain sensitive factor; η-dissipation factor; ξ(ε̇)-instability parameter

将表 2 中的功率耗散系数 η 和失稳参数 ξ(ε̇) 分别代入 lg(ε̇)-T 坐标平面, 可以得到真应变为 1.2 时的关于 η 和 ξ(ε̇) 的等高线图, 图 2a 与 2b 分别为 NiPt15 合金真应变为 1.2 的功率耗散图和失稳图; 再通过流变失稳判据 ξ(ε̇)<0, 可以得到失稳区域, 一般在该区域内金属热变形流变过程不稳定, 且失稳数据越小, 材料出现流变失稳的机率越高。将 ξ(ε̇)<0 的区域在 lg(ε̇)-T 坐标平面内用阴影部分表示, 并与功率耗散图进行叠加, 就可以得到如图 2c 所示 NiPt15 合金真应变 1.2 的热加工图。

从图 2c 可以发现 NiPt15 合金在真应变为 1.2 时, 材料失稳主要集中在高温与应变速率 0.1~1 s⁻¹ 的区域; 变形温度 950~1100 °C, 失稳区域主要集中在应变速率 0.1~1 s⁻¹; 变形温度 1150 °C, 失稳区域应变速率在 0.01~1 s⁻¹; 当材料应变速率为 0.01 s⁻¹ 时, 材料只在 1150 °C 下出现失稳, 而其他温度下为稳态加工。

2.2.2 功率耗散效率分析

图 3a~3f 分别为真应变量为 0.2、0.4、0.6、0.8、1.0、1.2 时 NiPt15 合金的热加工图, 失稳区域由阴影指代, 功率耗散因子通过等高线进行表示。从图中可以看出 NiPt15 合金各个变形阶段的耗散因子随真应变增大呈下降趋势, 可分为 3 种情况: (1) 0.2 ≤ ε ≤ 0.4, 该真应变阶段的功率耗散峰值为 0.4 左右, 主要集中在温度 1050 °C、应变速率 0.01 s⁻¹ 条件附近, 等高线密集区域在 1050~1100 °C 的低应变速率范围内; (2) 0.4 ≤ ε ≤ 0.6, 在这一阶段耗散系数区域随温度升高和应变速率的下降而逐渐增大, 峰值在温度 1150 °C、应变速率 0.01 s⁻¹ 条件附近, 高应变速率下 η 值极小, 无明显的等高线聚集区域; (3) 0.6 ≤ ε ≤ 0.8, 在此真应变范围内, 功率耗散因子同样随温度升高和应变速率的下降而逐渐增大, 功率耗散因

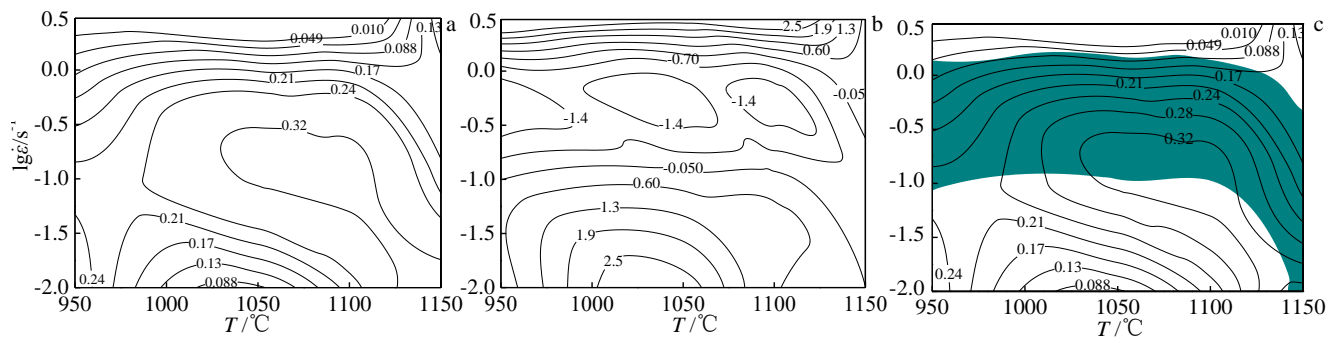


图 2 NiPt15 合金真应变为 1.2 下的功率耗散图、失稳图与加工图

Fig.2 Power dissipation diagram (a), instability diagram (b) and processing map (c) of NiPt15 alloy at true strain of 1.2

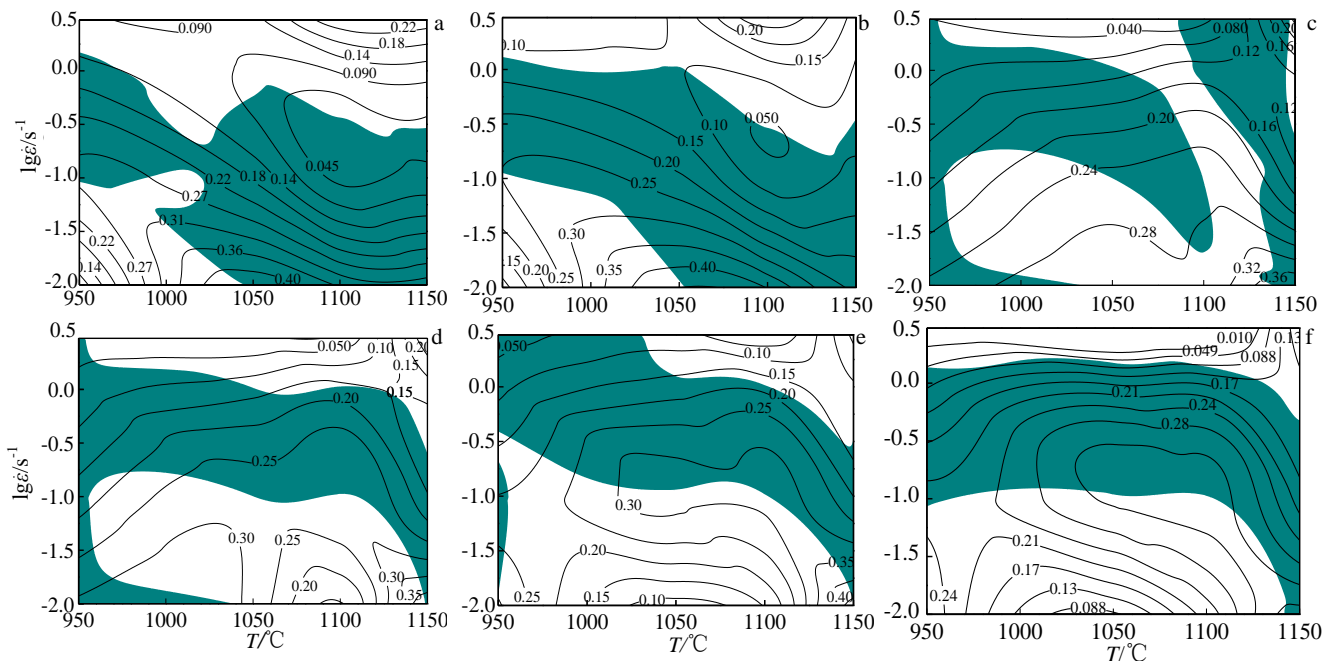


图 3 不同真应变的 NiPt15 合金热加工图

Fig.3 Processing maps diagram of NiPt15 alloys at different true strains: (a) 0.2, (b) 0.4, (c) 0.6, (d) 0.8, (e) 1.0, and (f) 1.2

子峰值在 1050~1100 °C、应变速率为 0.1 s⁻¹ 以及 1150 °C、应变速率 0.01 s⁻¹ 的条件范围内，在高应变速率下以及 1050 °C、应变速率 0.01 s⁻¹ 条件附近的 η 数值极小，等高线密集区域在 1050~1100 °C 的低应变速率，以及 1100~1150 °C 的高应变速率区域。这 3 种情况分别对应不连续动态再结晶真应力-应变曲线中的再结晶开始阶段、稳定流变阶段以及应力二次上升阶段，产生这些差异的原因可能是：(1) 对于再结晶开始阶段，温度、应变速率等对其再结晶临界点影响较为明显，导致该阶段各变形参数的功率耗散值各不相同，等高线变化显著，结合 NiPt15 合金热变形曲线，在该阶段当变形温度为 1050 °C、应变速率为 0.01 s⁻¹ 时，已经优先发生动态再结晶，所以功率耗散因子峰值集中在该区域；(2) 对于稳定流变阶段，各变形条件下基本都已经进入动态再结晶阶段，所以各条件

下的功率耗散因子差异较小，并且随温度的上升以及应变速率的下降，再结晶比例逐渐增高，功率耗散因子随之下降，峰值集中于高温低应变速率下；(3) 对于 1.0 ≤ ε ≤ 1.2 阶段，由于部分低温高速条件下再结晶过程尚未完全进行，为不完全动态再结晶，部分高温低速下动态再结晶完成，出现不连续动态再结晶，各条件下再结晶情况存在差异，所以导致耗散因子不同，等高线再次聚集。

2.2.3 损伤失稳分析

失稳区域主要微观组织特点包括开裂、局部塑性变形、绝热变形带以及断裂等^[16]。其中局部塑性变形是在材料发生局部变形时，其组织结构上出现与主应力方向上呈 30°~45° 的锯齿形微观带；而绝热剪切带通常与主应力方向呈 45°，主要分为相变剪切带和形变剪切带 2 种^[16]，相变剪切金相显微照片中呈白色，主要存在于钢

材与钛合金;剪切变形带主要存在于纯金属或无相变合金中,产生原因与局部塑性变形类似,但一般出现在真应变较大的条件下^[17]。由于合金成分及变形条件的不同,各个材料不同变形阶段的失稳特征存在明显差异。由图 3a~3f 中各真应变失稳区域的差异,大致可以分为 3 种情况:(1) $0.2 \leq \varepsilon \leq 0.4$, 该阶段 950~1000 °C 失稳区域集中于应变速率 $0.1 \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 之间, 1050~1150 °C 失稳区域在低应变速率范围内;(2) $0.6 \leq \varepsilon \leq 0.8$, 此真应变范围内失稳区域较为分散,安全区域集中于 1000~1100 °C 低应变速率以及 1150 °C 的高应变速率内;(3) $1.0 \leq \varepsilon \leq 1.2$; 这部分失稳区域主要围绕应变速率 $0.1 \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 以及 1150 °C 的低应变速率范围内。其中在温度 1150 °C、应变速率 0.01 s^{-1} 下各阶段基本上都处于失稳状态,所以通过对比该阶段微观结构能够分析 NiPt15 合金失稳区域组织特点。

图 4a~4c 对应 1150 °C、应变速率 0.01 s^{-1} 时,真应变为 0.35、0.7、1.2 的纵截面金相组织,可以看出其分别处于上述 3 种类型的失稳区间内。当真应变为 0.35 时,样品与模具接触的两端微观组织存在明显差异,图片上端晶粒发生变形,并存在与受力方向呈 30° 左右的带状变形区域,而下端晶粒仍保持初始状态的树枝晶;真应变为 0.7 时,各区域上下端的变形情况一致,但存在与受力方向呈 45° 左右的带状变形区域以及少量裂纹;而真应变为 1.2 时,该条件下的开裂情况比较明显,变形带较少。这说明 1150 °C、应变速率 0.01 s^{-1} 、真应变 $0.2 \leq \varepsilon \leq 0.4$ 时,材料变形过程受力不均匀,各区域变形情况不稳定,出现局部塑性变形情况; $0.6 \leq \varepsilon \leq 0.8$, 材料上下两端受力基本稳定,但材料内部的存在剪切变形带以及开裂等失稳情况;而 $0.8 \leq \varepsilon \leq 1.2$ 真应变范围内,失稳情况仍在持续,剪切变形带作为一种金属破裂的重要机制,促进裂纹的萌生与扩展,导致该条件下剪切变形带减少、裂纹增多^[18];所以 NiPt15 合金热变形过程中,随真应变的增大主要包括局部塑性变形、剪切变形带以及开裂 3 种损伤失稳机制。

2.2.4 最佳工艺区间分析

图 5 为变形温度 1150 °C、真应变 1.2 的热加工图,通过对该图中 A、B、C、D 4 个典型区域进行金相分析,选取该变形条件下的热加工最佳工艺区间。A、B、C 3 个区位于加工安全区内,其中 A 区域在变形温度 950~1000 °C,应变速率 $0.01 \sim 0.1 \text{ s}^{-1}$ 之间,功率耗散因子等高线稀疏,区域内 η 值差异较小;B 区和 C 区在变形温度 1000~1100 °C,应变速率 $0.01 \sim 0.1 \text{ s}^{-1}$ 以上,但 B 区功率耗散因子值小、等高线密集,变形条件对 η 值影响较大,而 C 区则接近功率耗散因子峰值区域且等高线稀疏;D 区位于变形温度 1100~1150 °C,应变速率 $0.01 \sim 0.1 \text{ s}^{-1}$ 范围内,既存在加工安全区也存在失稳区域,功率耗散因子峰值位于 D 区域内, η 值差异同样较小,但其峰值区域处于失稳区内。

图 6a~6d 分别对应图 5 中 A、B、C、D 4 个区域中不同变形条件下的金相组织。图 6a 为变形参数为 950 °C、 0.01 s^{-1} 时材料心部的金相组织,可以看出 A 区域的微观组织分布不均匀,存在部分变形晶粒尚未完全破碎,仅发生了部分动态再结晶,再结晶晶粒尺寸极小;这是由于该区域的功率耗散值在 0.24 左右,只存在少部分能量被用于发生动态再结晶,从而导致其组织结构和晶粒尺寸的差异,导致该加工区域并不适合作为加工条件。

图 6b 对应变形条件为变形温度 1050 °C、应变速率 0.01 s^{-1} ,用于反映 B 区域材料心部的微观组织结构,该区域的微观组织与 A 区域类似,晶粒尺寸存在较大差异,发生部分动态再结晶;从加工图中 B 区域的功率耗散情况来看,该区域等高线密集, η 值差异明显;这说明该区域变形参数对组织的影响较大,各区域受力情况的差异产生的局部温升或变形不均匀,会引起微观组织存在较大区别,不利于产品质量的控制,不适合用作加工条件。

图 6c 是变形参数为 1050 °C、 0.1 s^{-1} 的心部金相组织,该变形条件位于 C 区中,其心部区域主要由尺寸均匀、平均晶粒尺寸由 $9.9 \mu\text{m}$ 的等轴晶粒组成;由加工图可知 C

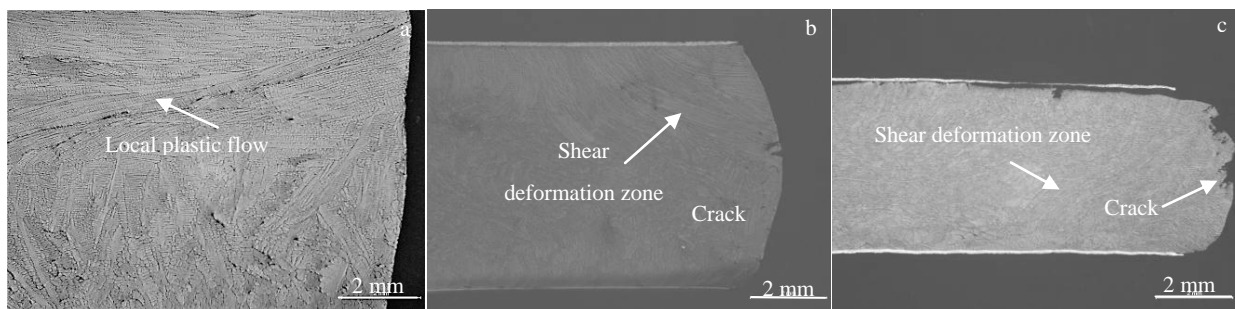


图 4 在变形温度 1150 °C, 应变速率 0.01 s^{-1} , 及真应变为 0.35、0.7、1.2 的 NiPt15 合金纵截面金相组织

Fig.4 Longitudinal metallography microstructures of NiPt15 alloys at deformation temperature of 1150 °C, strain rate of 0.01 s^{-1} and true strains of 0.35 (a), 0.7 (b), and 1.2 (c)

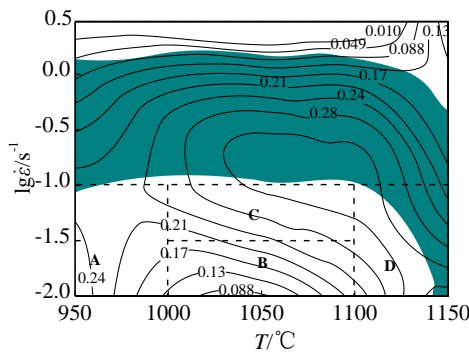


图 5 真应变 1.2 的热加工图

Fig.5 Processing maps diagram of true strain 1.2

区域的功率耗散值较高接近峰值、分布较为均匀，说明区域的加工参数能够保证存在较高比例的能量被用于材料的微观组织演变，材料发生充分的动态再结晶且尺寸较小，所以该区域的加工参数适合用于实际生产加工中。

对于 D 区域而言存在部分区域处于加工安全区，部分区域处于加工失稳区，其中加工安全区域的功率耗散情况与 C 区域类似，所以该区域参数属于加工性能较好的实验条件。而对于处于失稳条件下的区域，虽然加工过程处于失稳状态，但其功率耗散因子值较高。例如变形参数为 1150 °C、0.01 s⁻¹ 的 η 值大于 0.36，处于真应变 1.2 时的功率耗散峰值范围内，所以对其进行研究，可以分析失稳区域内的高 η 值变形参数是否有可能用于实际加工。

图 6d 为变形温度 1150 °C、应变速率 0.01 s⁻¹ 的显微组织，图中可以看出该条件下虽然发生了完全动态再结晶，但晶粒尺寸异常粗大，且存在二次变形等区域，各区域的

组织结构难以保证，所以不适合用于实际加工过程中。

综上所述，可以得出 NiPt15 合金较为优异的加工实验条件在功率耗散值高而变化小的加工安全区域内，主要集中在 C 区域以及 D 区域中的非失稳区，即变形参数 1000~1100 °C, 0.03~0.1 s⁻¹ 以及 1100~1130 °C, 0.01~0.03 s⁻¹ 范围内。

2.3 热加工图准确性验证

由于材料处于失稳加工区间时，材料流变过程不稳定，容易产生多种缺陷，其中裂纹作为一种比较直观的验证方法，可以在材料进行大变形生产加工时，简便地判断材料是否处于失稳阶段。

图 7 为真应变 1.2 时，1150 °C 各应变速率的 NiPt15 合金横截面金相组织，其中图 7a 和图 7b 有比较明显的裂纹存在，而图 7c 和图 7d 中横截面金相组织比较完整，仅在部分样品中存在较大的孔洞。在应变速率为 0.01~1 s⁻¹ 时，裂纹的存在印证了该变形条件下，材料处于流变失稳状态；而在应变速率为 1~3 s⁻¹ 时，材料无明显裂纹，说明加工过程稳定，处于稳态加工阶段；部分样品中存在孔洞，则是由于材料热变形实验前，需要对样品柱面中心区域进行打孔，以便于插入热电偶丝，与材料热变形情况无关；所以在真应变 1.2 时变形温度 1150 °C 的 NiPt15 合金热变形稳态区域与热加工图相吻合，热加工图在该条件下具有参考价值。

图 8 为应变速率 0.01 s⁻¹、真应变 1.2 时，各变形温度下的 NiPt15 合金横截面金相组织，其中图 8a~8c 中无明显裂纹存在，仅在图 8d 中存在大量裂纹。说明在应变速率 0.01 s⁻¹、真应变 1.2 下，仅在 1150 °C 时材料处于

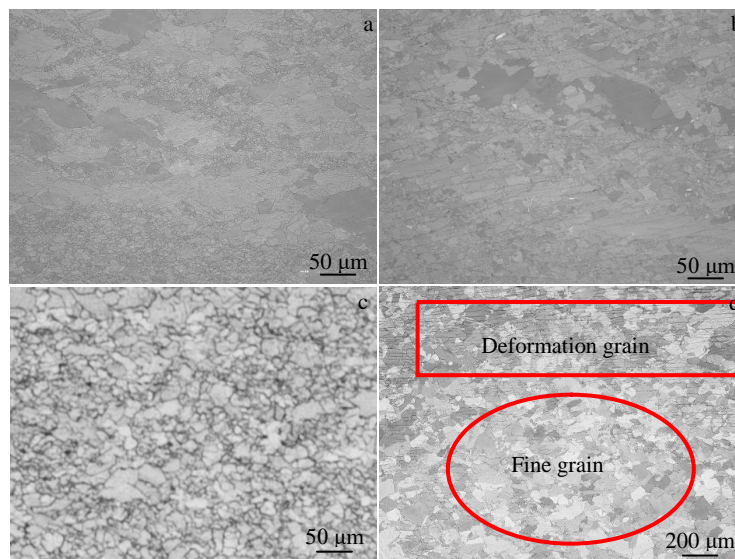


图 6 不同变形参数下 NiPt15 的 A, B, C 和 D 区域 (见图 5) 金相组织

Fig.6 Metallographic microstructures of NiPt15 under different experimental parameters: (a) 950 °C, 0.01 s⁻¹ (area A); (b) 1050 °C, 0.01 s⁻¹ (area B); (c) 1050 °C, 0.1 s⁻¹ (area C); (d) 1150 °C, 0.01 s⁻¹ (area D)

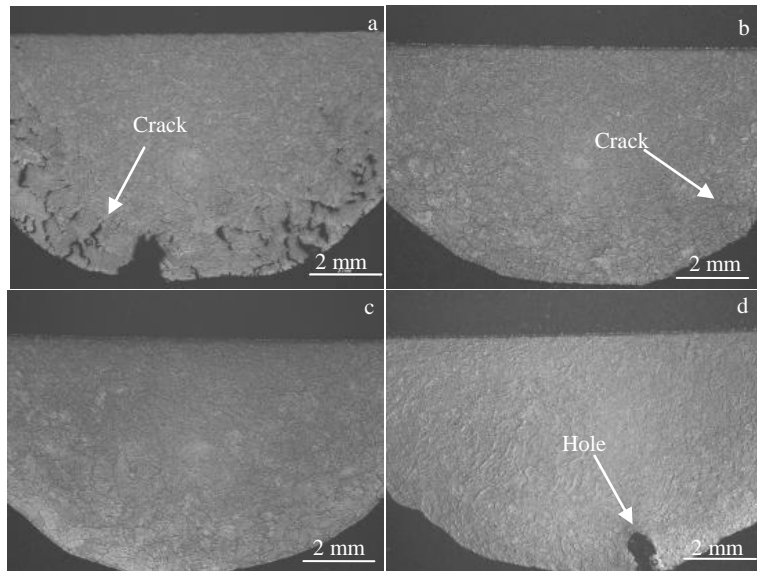


图 7 在温度 1150 °C、真应变 1.2 下不同应变速率的 NiPt15 合金横截面金相组织

Fig.7 Metallographic microstructures of cross-section for NiPt15 alloy at temperature of 1150 °C, deformation true strain of 1.2 and various strain rates: (a) 0.01 s⁻¹, (b) 0.1 s⁻¹, (c) 1 s⁻¹, and (d) 3 s⁻¹

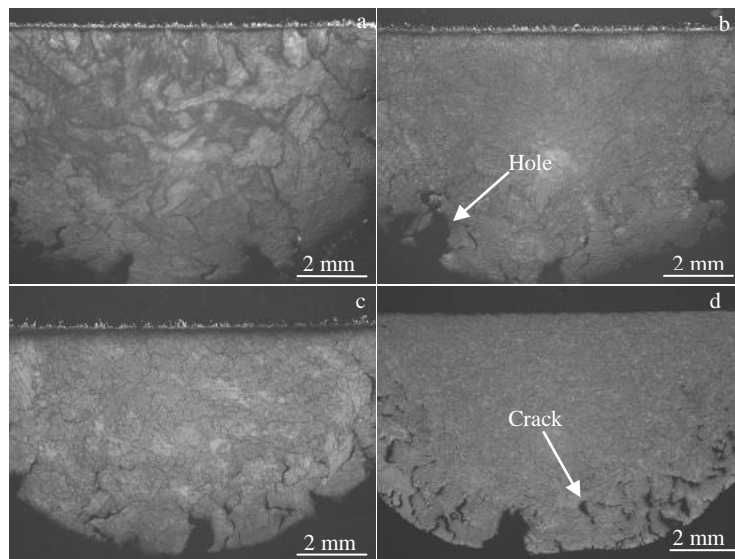


图 8 在应变速率 0.01 s⁻¹、真应变 1.2 下不同变形温度的 NiPt15 合金横截面金相组织

Fig.8 Metallographic microstructures of cross-section for NiPt15 alloy at strain rate of 0.01 s⁻¹, true strain of 1.2 and various deformation temperatures: (a) 950 °C, (b) 1050 °C, (c) 1100 °C, and (d) 1150 °C

失稳阶段, 而 950~1100 °C下该合金为稳态加工过程。这种现象同样证明了本实验构建的热加工图数据准确, 可以用于后续分析。

3 结 论

1) 不同条件下 NiPt15 合金的真应力-应变主要分为 3 个阶段, 其中变形前期和变形后期流变应力持续增大, 变形中期流变应力主要为先增加后趋于平缓, 部分条件

下表现为持续增大; 随着温度的上升, 再结晶等软化现象越明显, 流变应力逐渐较小, 对真应力-应变曲线趋势起主导作用; 随应变速率的增大, 加工硬化作用更加突出, 流变应力逐渐增大。

2) 绘制 0.2~1.2 不同真应变下的热加工图, 分析了 NiPt15 合金再结晶开始阶段、稳定流变阶段以及应力二次上升阶段的功率耗散情况; 阐明了 NiPt15 合金的损伤失稳机制, 其加工失稳机制主要包括局部塑性变形、剪

切变形带以及开裂, 随真应变的增大先发生局部塑性变形, 而后由剪切变形带取代, 并最终向开裂演变。

3) NiPt15 合金较为优异的加工实验条件在功率耗散值高而变化小的加工安全区域内, 主要集中在 C 区域以及 D 区域中的非失稳区, 即变形参数 1000~1100 °C, 0.03~0.1 s⁻¹ 以及 1100~1130 °C, 0.01~0.03 s⁻¹ 范围内。

参考文献 References

- [1] Cai D, Xiong L, Liu W *et al. Materials and Design*[J], 2009, 30(3): 921
- [2] Zhou Ge(周 舸), Han Yinben(韩寅奔), Qu Jinglong(曲敬龙) *et al. Journal of Northeastern University, Natural Science*(东北大学学报, 自然科学版)[J], 2012, 33(5): 702
- [3] Fu Gaosheng(傅高升), Chen Wenzhe(陈文哲), Qian Kuangwu(钱匡武). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2002, 12(S): 140
- [4] Li Huizhong(李慧中), Zhang Xinming(张新明), Chen Ming'an(陈明安) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2005, 15(4), 621
- [5] Yin X Q, Park C H, Li Y F *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 693: 426
- [6] Sun Y, Zeng W D, Han Y F *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2011, A528: 8757
- [7] Sellars C M, Tegart W J M. *Acta Metallurgica*[J], 1996, 14(9): 1136
- [8] Pu E X, Feng H, Liu M *et al. Journal of Iron and Steel Research International*[J], 2016, 23: 178
- [9] Ravichandran N, Prasad Y V R K. *Materials Science & Engineering A*[J], 1992, 156(2): 195
- [10] Cheng J, Du Z, Zhang X *et al. Frontiers in Materials*[J], 2020, 7: 23
- [11] Cheng J, Li J, Yu S *et al. Frontiers in Bioengineering and Biotechnology*[J], 2020, 8: 87
- [12] Cheng J, Wang H, Li J *et al. Frontiers in Materials*[J], 2020, 7: 228
- [13] Qi Yunlian(戚运莲). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2007
- [14] Tan Chengwen(谭成文), Wang Fuchi(王富耻), Li Shukui(李树奎) *et al. Acta Armamentar II*(兵工学报)[J], 2004, 25(2): 197
- [15] Zhao Meilan(赵美兰), Sun Wenru(孙文儒), Yang Shuliao(杨树撩) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2009, 45(1): 79
- [16] Bo Guanghai(柏广海), Xue Fei(薛 飞), Zhang Yanwei(张晏玮) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(7): 2340
- [17] Quan Sijia(权思佳), Song Kexing(宋克兴), Zhang Yanmin(张彦敏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(11): 3600
- [18] Luo Liangshun(骆良顺), Wang Fuxin(王富鑫), Wu Xiaoming(吴晓明) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(7): 2049

Hot Deformation Behavior and Hot Processing Maps of NiPt15 Alloys

Tan Zhilong^{1,2}, Yin Changchang², Wen Ming^{1,2}, Guo Junmei^{1,2}, Chen Jialin^{1,2}, Wang Chuanjun^{1,2}, Song Zhihao², Xu Yanting^{1,2}

(1. State Key Laboratory of New Technologies for Comprehensive Utilization of Platinum Metals,

Sino-Platinum Metals Co., Ltd, Kunming 650106, China)

(2. Kunming Institute of Precious Metals, Kunming 650106, China)

Abstract: Based on the isothermal compression tests of NiPt15 alloys at temperature ranging from 950 °C to 1150 °C and strain rate from 0.01 s⁻¹ to 3 s⁻¹ performed on Gleeble-3500 thermo-simulation machine, the stress-strain relationship curve and hot processing maps of NiPt15 during the hot deformation process were established. The power dissipation situation of NiPt15 alloy at different stages was analyzed. The damage instability mechanism of NiPt15 alloy was elucidated. According to the dynamic material model presented by Prasad, the power dissipation rate and instability coefficient were obtained under different strain rates and temperature. And then the effects of strain, temperature and strain rates on power dissipation rate and instability coefficient were investigated. The results show that the deformation temperature is the main factor affecting the curve variation trend and dynamic recrystallization. Moreover, the higher the deformation temperature is and the lower the strain is rate, the more sufficient the dynamic recrystallization will be. Subsequently, the instability mechanism of NiPt15 alloy in thermal processing mainly includes local plastic deformation, shear deformation zone and cracking. With the increase of true strain, local plastic deformation occurs firstly, then shear deformation zone replaces it, and finally it evolves into cracking. The excellent safe processing zone for NiPt15 alloy is mainly concentrated in the non-instability zone. That is to say, the deformation parameters are within the range of 1000~1100 °C, 0.03~0.1 s⁻¹ and 1100~1130 °C, 0.01~0.03 s⁻¹. Moreover, the thermal processing map was verified by microstructure analysis.

Key words: NiPt15 alloys; thermal deformation behavior; processing map

Corresponding author: Guo Junmei, Master, Professor, R&D Center, Sino-Platinum Metals Co., Ltd, Kunming 650106, P. R. China, Tel: 0086-871-68328032, E-mail: gjm@ipm.com.cn