DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2026.5247

医用 NiTi 形状记忆合金高温变形行为及显微组织演变研究

董子祥[1],王鹏伟[1],王润泽[1],郑天旭[2,3],唐　斌[1],付　全[2,3]

(1. 西北工业大学 凝固技术全国重点实验室,陕西 西安 710072;2. 贵研生物材料(上海)有限公司,上海 201602;3. 云南贵金属实验室有限公司 贵金属功能材料全国重点实验室,云南 昆明 650106)

摘　要:以医用高洁净 NiTi 合金为研究对象,通过热模拟压缩实验研究其在 700~1 000 ℃、应变速率 10^{-2}~10^{1} s^{-1} 及不同变形量下的高温变形行为及显微组织演变。结果表明,流变应力曲线呈现加工硬化、流变软化和稳态流动三阶段特征,峰值应力随温度升高和应变速率降低而显著降低。基于动态材料模型(dynamic materials model, DMM)与 Prasad 失稳判据构建了热加工图,发现失稳区分布于低温低应变速率与高温高应变速率区域,最佳热加工窗口为 850~900 ℃、10^{-2}~10^{-1} s^{-1}。随温度升高或应变速率降低,软化机制由动态回复(dynamic recovery, DRV)逐渐转变为不连续与连续动态再结晶(discontinuous dynamic recrystallization/continuous dynamic recrystallization, DDRX/CDRX),组织中小角度晶界比例下降,动态再结晶程度提高。此外,应变量增加会加剧晶粒压扁并形成明显织构。

关键词:生物医用 NiTi 合金;热变形行为;热加工图;显微组织演变

中图分类号:TG139+.6　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2026)10-1138-11

Research on the High–temperature Deformation Behavior and Microstructural Evolution of Medical NiTi Shape Memory Alloys

DONG Zixiang[1], WANG Pengwei[1], WANG Runze[1], ZHENG Tianxu[2,3], TANG Bin[1], FU Quan[2,3]

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. Guiyan Biomaterials (Shanghai) Co., Ltd., Shanghai 201602, China; 3. State Key Laboratory of Precious Metal Functional Materials, Yunnan Precious Metals Laboratory Co., Ltd., Kunming 650106, China)

Abstract: The high-temperature deformation behavior and microstructural evolution of a biomedical high-purity NiTi alloy were investigated through thermal mechanical compression simulation experiments, which were conducted at temperatures ranging from 700 ℃ to 1 000 ℃, strain rates between 10^{-2} s^{-1} and 10^{1} s^{-1}, and varying deformation levels. The results demonstrate that the flow stress curves exhibit characteristic three-stage patterns of work hardening, flow softening, and steady-state flow. The peak stress decreases significantly with increasing temperature or decreasing strain rate. On the basis of the dynamic material model (DMM) and Prasad instability criterion, a heat processing map was constructed, revealing that flow instability regions occur primarily under conditions of low temperature with a low strain rate and high temperature with a high strain rate. The optimal processing window is identified within the ranges of 850~900 ℃ and 10^{-2}~10^{-1} s^{-1}. As the deformation temperature increases or the strain rate decreases, the dominant softening mechanism gradually transitions from dynamic recovery (DRV) to discontinuous and continuous dynamic recrystallization (DDRX/CDRX). This transition is accompanied by a decrease in the proportion of low-angle grain boundaries and an increase in the degree of dynamic recrystallization. Furthermore, an increase in strain promotes more pronounced grain flattening and leads to the development of a distinct deformation texture.

Key words: biomedical Ni-Ti alloy; hot deformation behavior; processing map; microstructural evolution

收稿日期:2025-11-10

基金项目:云南贵金属实验室科技计划(YPML-20240502098)

作者简介:董子祥,2001 年生,硕士生.研究方向为镍钛形状记忆合金高温变形行为.Email:2023261182dzx@mail.nwpu.edu.cn

通信作者:付　全,1989 年生,博士,副研究员.研究方向为先进医用金属材料的基础研究与应用开发.Email: fq@ipm.com.cn

引用格式:董子祥,王鹏伟,王润泽,郑天旭,唐斌,付全.医用 NiTi 形状记忆合金高温变形行为及显微组织演变研究[J].铸造技术,2026,47(10):1138-1148.

DONG Z X, WANG P W, WANG R Z, ZHENG T X, TANG B, FU Q. Research on the high-temperature deformation behavior and microstructural evolution of medical NiTi shape memory alloys[J]. Foundry Technology, 2026, 47(10): 1138-1148.

中国知网　https://www.cnki.net

近等原子比 NiTi 形状记忆合金由于具有形状记忆效应、超弹性和热弹效应,以及优异的耐腐蚀性、耐磨性和生物相容性,被广泛应用于生物医学、航空航天、智能驱动等诸多领域[1-3]。传统生物医用金属材料(如 316L 不锈钢)在骨科等生物医学应用场景时面临两大局限:生物活性较差,以及弹性模量过高导致的骨骼应力屏蔽。NiTi 合金凭借其独特的形状记忆效应和超弹性,在提供足够支撑的同时,其弹性模量与骨骼更为匹配,极大地提升了植入体的柔韧性与生物力学适应性[4]。近年来,NiTi 形状记忆合金行业的应用与研究热点已经逐渐从工业和民用产品转变为超弹性介入医疗产品,就目前的形状记忆合金市场而言,医用形状记忆合金仅占总产量的 20%,但其产值却占总产值的 80%[5]。NiTi 形状记忆合金中 B2 奥氏体相与 B19′马氏体相之间的可逆相转变是保证其形状记忆效应、超弹性的核心控制机制,热加工过程通过影响 NiTi 合金的相变过程(相变温度、相变类型、相变潜热)与组织结构,从而决定了材料的功能特性和工程应用场景,NiTi 合金的形状记忆和超弹性与热加工工艺密切相关。

NiTi 合金具有热变形工艺窗口窄、软化现象不显著等难成形特征[6],成为限制其成品率提升和应用范围进一步扩大的瓶颈。热机械性能与功能特性强烈依赖于加工参数且对微观结构的演变非常敏感[7],因此,深入研究 NiTi 合金的热变形行为对其制造工艺的精确设计与稳定控制具有重要意义。关于 NiTi 合金的高温变形行为的研究已有较多报道,如热变形本构关系模型的建立[8-9]、热变形行为参数的计算[10-11]、热加工图的分析[12-13]、高温变形过程中的微观组织演变[14-16]等。综合以上研究发现,动态再结晶(dynamic recrystallization, DRX)是 NiTi 合金热变形过程中的主要软化机制,有利于细化晶粒,降低各向异性和变形抗力,提升合金的成形能力[17],最佳热变形区对 NiTi 形状记忆合金的组分非常敏感[18]。医用 NiTi 形状记忆合金对合金成分的精确控制和均匀性也提出了更严苛的要求,微小的成分偏差会显著改变相变温度[19],需要严格控制合金中的杂质含量,尤其是 C、O 等,C 一直被认为是 NiTi 合金中的有害元素,并尽可能控制在较低的水平。由于 C 会与合金中 Ti 生成 TiC 析出物,该脆性相会引发合金过早的疲劳结构失效,另一方面,富镍的 NiTi 合金中较高的碳含量还会导致相变温度的降低 [20],影响 NiTi 合金产品的应用温度范围,造成超弹性失效和形状记忆效应的延迟,导致医用支架撑不开或支撑力不足,无法有效支撑狭窄的血管或病变部位,从而产生一系列从性能失效到临床风险的重大影响[21]。因此,要想制备出合格可靠的医用 NiTi 形状记忆合金构件,需要在改进熔炼工艺降低杂质元素含量的基础上,进一步探索与之适配的热加工工艺参数,充分了解其热变形过程中的组织演化行为,以实现对医用高洁净 NiTi 合金高温变形过程中组织演变的精确控制,从而获得满足特点应用场景且性能优异的合金材料。

本文以高洁净 50.9%Ni-Ti(原子分数)形状记忆合金为研究对象,采用热模拟压缩实验研究不同高温变形条件下 NiTi 合金的热变形行为,建立基于动态材料模型的耗散率理论及 Prasad 失稳判据的热加工图,进一步探究不同变形工艺参数对显微组织的影响。阐明了 NiTi 合金的高温变形力学行为和软化机制,为医用高洁净 NiTi 合金的热变形工艺参数的制定和优化提供理论依据。

1　实验材料与方法

研究所用的医用高洁净 NiTi 形状记忆合金是经多次感应凝壳熔炼(induction skull melting, ISM)和真空感应熔炼(vacuum induction melting, VIM)相结合熔炼而来,具体化学成分如表 1 所示,国际商用 NiTi 合金中要求 C 含量不得超过 0.04%(质量分数),而本研究所用的 NiTi 合金中 C 含量仅为该标准的 1/10 左右水平。铸锭在 1100 ℃均匀化退火 8 h 后,进一步在 880~900 ℃下开坯锻造得到 50 mm×50 mm 的方坯,经 DSC 测试得到锻态 NiTi 合金的相变点分别为 M_f=-47.5 ℃,M_s=4.9 ℃,A_s=-3.3 ℃,A_f=16.9 ℃,因此在室温下锻态 NiTi 合金处于奥氏体状态。

表1 NiTi形状记忆合金化学成分
Tab.1 Chemical composition of the NiTi shape memory alloys

(mass fraction/%)

Element	Ni	C	O	N	Ti
Content	56.01	0.005	0.015	0.003	Bal.

经研磨、抛光、腐蚀后利用配备 Oxford C-Nano EBSD 探头的 Tescan Clara GMH 扫描电子显微镜对试样截面进行扫描电子显微镜(scanning electron microscopy, SEM)及电子背散射衍射(electron backscatter diffraction, EBSD)观察,通过 SEM 和 EBSD 分别对合金的锻态组织进行了表征,如图 1a 和 b 所示。锻态 NiTi 合金在室温下(25 ℃)基体完全为粗大的变形 B2 晶粒,沿晶界有不连续呈链状分布的析出相,经 EDS 成分分析,可以判断该析出相为 Ti_2Ni 相,在组织中并未观察到有 TiC 夹杂物的出现。合金中大角度晶界(high angle grain boundarys, HAGBs>15°,以

中国知网　https://www.cnki.net

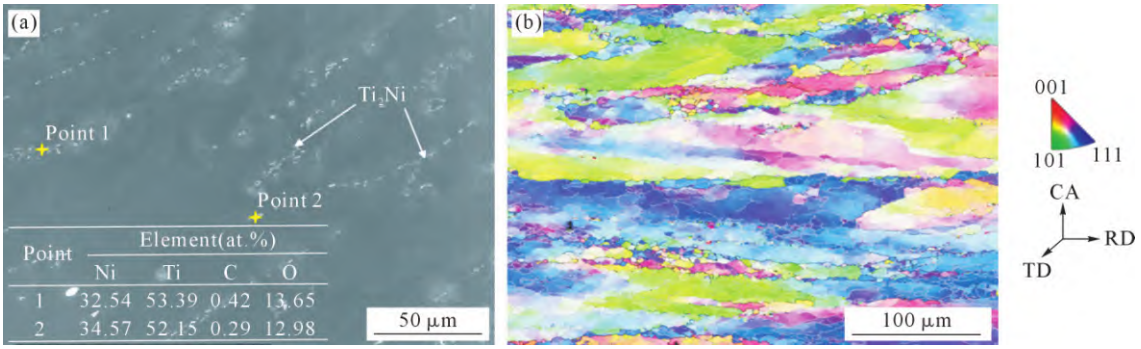


图 1 NiTi 合金锻态组织：(a) SEM 像；(b)EBSD 图

Fig.1 Microstructure of the as-forged NiTi alloy: (a) SEM image; (b) EBSD map

黑线标出)和小角度晶界(low angle grain boundarys, LAGBs>2°，以灰线标出)的分布如图 1b 所示。组织中粗大的柱状晶经锻造后压扁破碎，存在大量锻造过程中再结晶不充分留下的亚结构，且锻造过程中引入的畸变导致同一粗大晶粒内部取向关系也产生些微不同。

锻态 NiTi 合金的热压缩试验在 Gleeble3500 型热力模拟试验机上进行，从锻态 NiTi 坯中加工出 ϕ8 mm×12 mm 的圆柱试样。实验的热压缩温度为 700、800、900、1 000 ℃，应变速率为 10^{1}、10^{0}、10^{-1}、10^{-2} s^{-1}，变形量分别为 ε=0.3、0.5、0.7。为提升试样在试验过程中不同位置的温度均匀性，避免试样与压头之间的摩擦和粘连，在试样与压头之间放置石墨和钽片进行隔离和润滑处理。热压缩过程在真空环境下进行，采用的升温速率为 10 K/s，加热到设定温度后保温 5 min，实验完成后对试样进行水淬以保留合金的高温变形组织。把变形后的试样沿轴向从中间切开后进行机械研磨和电解抛光，电解抛光的电解液体积配比为 HNO_3:CH_3OH=3:7，电解抛的温度为 -10~-30 ℃，电流保持在 0.3~0.5 A，制成金相样后对热压缩后的试样心部位置进行显微组织表征。

2 实验结果及讨论

2.1 流变应力–应变曲线分析

图 2 给出了不同变形温度、应变速率的条件下 NiTi 合金的流变应力–应变曲线，可以看出曲线总体符合典型的合金流变应力变化特征[22-23]。流变曲线主要呈明显的加工硬化、流变软化和稳态流动 3 个阶段。在变形初期真应力迅速增加直至达到峰值应力，之后随着应变的增加应力略有下降，直至稳定流变状态。在初始变形阶段，主要特征表现为极高的加工硬化率，其显著高于动态软化率。这是由于晶界对位错滑移的阻碍作用，导致位错在晶界前沿不断累

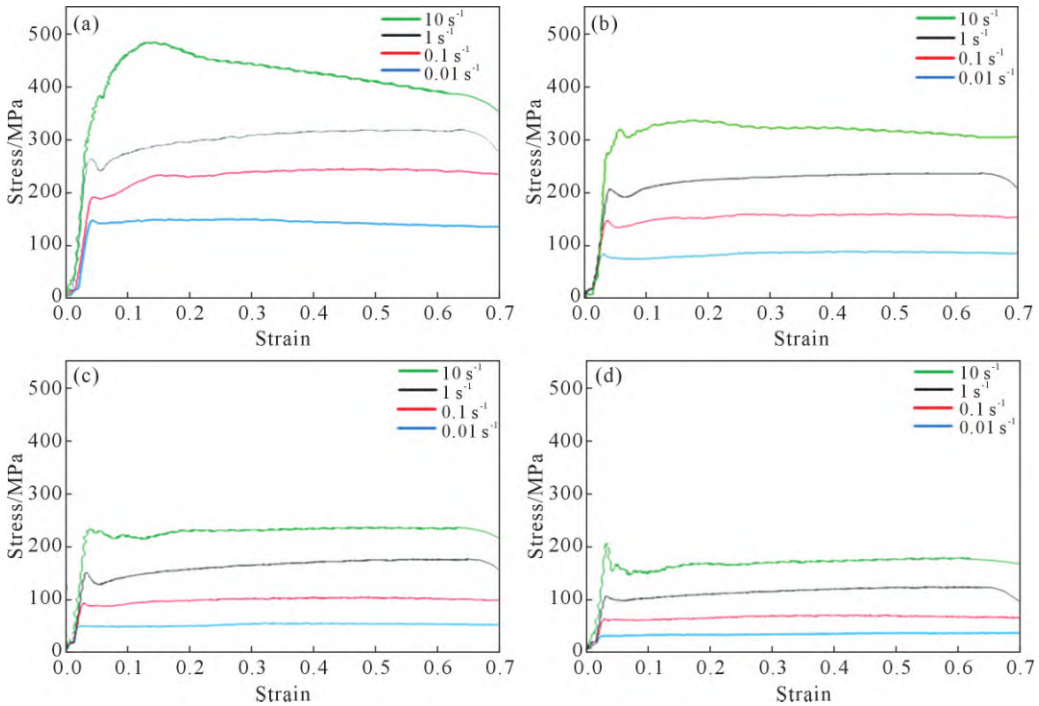


图 2 不同变形温度下的 NiTi 合金流变应力–应变曲线：(a) 700 ℃; (b) 800 ℃; (c) 900 ℃; (d) 1 000 ℃

Fig.2 Flow stress-strain curves of the NiTi alloy at different deformation temperatures: (a) 700 ℃; (b) 800 ℃; (c) 900 ℃; (d) 1 000 ℃

中国知网 https://www.cnki.net

积并缠结,从而引起流变应力的快速上升。当变形达到峰值应力后流变应力呈现下降趋势,这归因于 DRX 以及 DRV 等软化机制逐渐占据主导地位。随着应变持续增加,材料最终进入应力相对稳定的流动阶段。值得注意的是,在应变速率为 10^1 和 10^0 s^{-1} 的高应变速率条件下,到达峰值应力后的跌落现象尤为显著。这是因为高应变速率抑制了动态回复过程的充分进行,使得位错被强烈钉扎,需要施加更高的应力以启动位错的运动,而一旦位错突破钉扎,其滑移过程与晶界迁移将迅速发生,引发较为剧烈的动态软化效应,导致应力突然下降。在后续变形过程中,由于试样内部形成难以发生塑性变形的"死区"区域,继续变形所需的能量增加,塑性变形困难,致使流变应力出现小幅回升。

通过不同变形参数下的流变曲线可以看出,峰值应力受温度和应变速率影响显著。峰值应力水平受变形温度与应变速率的共同影响,具体表现为随温度降低或应变速率提高而显著增大。在固定应变速率下,提升变形温度一方面增强了原子扩散能力,为位错运动提供了便利,从而改善了材料的塑性;另一方面也为动态软化过程提供了充足的驱动力,有效促进了晶界迁移以及动态再结晶晶粒的形核与长大。当温度一定时,较高的应变速率意味着变形时间减少,这会导致位错迅速累积,强化加工硬化效应,同时依赖于热激活过程的位错滑移、湮灭与重排(即 DRX 或 DRV)受到抑制,导致临界剪切应力增大,进而增加峰值应力。

2.2　热加工图的建立及分析

根据 Gleeble3500 型热力模拟实验机进行热压缩实验获得的数据,得到锻态 NiTi 合金在不同变形温度和应变速率下应变量分别为 0.3、0.5、0.7 时的流变应力值,如表 2 所示。

基于 DMM 的耗散率理论和 Prasad 失稳判据,分别根据式(1)和(2)建立功率耗散图,式(3)和(4)建立流变失稳图。采用 3 次样条插值函数来拟合 $\ln\sigma$ 和 $\ln\dot{\varepsilon}$ 的函数关系,并对该样条插值函数两边同时对 $\ln\dot{\varepsilon}$ 求偏导,得到式(5)。

$$m=\frac{\partial J}{\partial G}=\frac{\dot{\varepsilon}\partial\sigma}{\sigma\partial\dot{\varepsilon}}=\frac{\partial(\ln\sigma)}{\partial(\ln\dot{\varepsilon})} \tag{1}$$

$$\eta=\frac{J}{J_{\max}}=\frac{2m}{m+1} \tag{2}$$

$$\frac{\mathrm{d}D}{\mathrm{d}\dot{\varepsilon}}<\frac{D}{\dot{\varepsilon}} \tag{3}$$

$$\xi(\dot{\varepsilon})=\frac{\partial\ln J}{\partial\ln\dot{\varepsilon}}=\frac{\partial\ln\left(\frac{m}{m+1}\right)}{\partial\ln\dot{\varepsilon}}+m<0 \tag{4}$$

表 2 NiTi 合金在不同变形温度和应变速率下应变分别为 0.3、0.5、0.7 时的应力值

Tab.2 Stress values of the NiTi alloy as a function of deformation temperature and strain rate, corresponding to strains of 0.3, 0.5 and 0.7

ε	$\dot{\varepsilon}$/s^{-1}	700 ℃	800 ℃	900 ℃	1 000 ℃
0.3	10^{-2}	149.459	81.305	49.364	33.155
	10^{-1}	230.982	152.801	97.157	64.937
	10^{0}	296.635	244.166	157.160	109.900
	10^{1}	466.039	333.022	228.900	166.394
0.5	10^{-2}	146.289	87.187	53.701	34.731
	10^{-1}	245.353	159.033	103.790	70.396
	10^{0}	317.499	233.259	169.930	119.942
	10^{1}	427.745	320.733	233.834	173.186
0.7	10^{-2}	139.944	86.774	52.785	36.269
	10^{-1}	243.814	156.530	100.990	67.185
	10^{0}	318.149	235.711	174.390	123.311
	10^{1}	398.711	304.132	233.790	178.523

$$m=\frac{\mathrm{d}\ln\sigma}{\mathrm{d}\ln\dot{\varepsilon}}=b+2c\ln\dot{\varepsilon}+3d(\ln\dot{\varepsilon})^2 \tag{5}$$

式中,m 为应变速率敏感指数;J 为耗散协量;G 为耗散量;σ 为应力;ξ 为应变速率;η 为功率耗散率;D 为耗散函数;b、c、d 均为常数。

将不同条件下的应力值代入进行相关计算和拟合,最终将功率耗散图和流变失稳图进行叠加,得到医用 NiTi 合金的热加工图。功率耗散率以等值曲线形式存在,阴影区域为失稳区域,如图 3 所示。在功率耗散率较高的工艺参数区间内,通常伴随着显著的微观组织演变来消耗大量能量,从而使得材料在该区间内表现出更优的成形性能。从热加工图可以看出,应变分别为 0.3、0.5、0.7 条件下流变失稳区主要集中于低温低应变速率及高温高应变速率两种类型的区域,且随着应变的增大,流变失稳区域也在增加,逐渐向高温高应变速率区域扩大,以及低温高应变速率区域移动。应变量为 0.3 时稳态区 η 值最大值出现在变形条件 830~950 ℃,1×10^{-2}~3×10^{-2} s^{-1} 区域;应变为 0.5 时稳态区 η 值最大值出现在变形条件 925~1 000 ℃,10^{-2} s^{-1} 区域;应变为 0.7 时稳态区 η 值最大值出现在变形条件 700~750 ℃,10^{-2} s^{-1} 区域。在稳态区域内,当应变为 0.3、0.5 时,功率耗散率 η 值随着温度的升高或应变速率的降低而增大,而应变为 0.7 时,功率耗散率 η 值较大的区域位于温度和应变速率都较低的区域。这是由于在低应变阶段(0.3、0.5)时高温和低应变速率条件更容易触发 DRX 过程,在这个过程中发生晶界迁移和位错重排,消耗大量能量,导致功率耗散率 η 值较高,而随着应变的增加(0.7),此时合金已完成大部分 DRX 过程,在高温下再结晶趋于饱和,并进一步发生了晶粒的长大,

中国知网　https://www.cnki.net

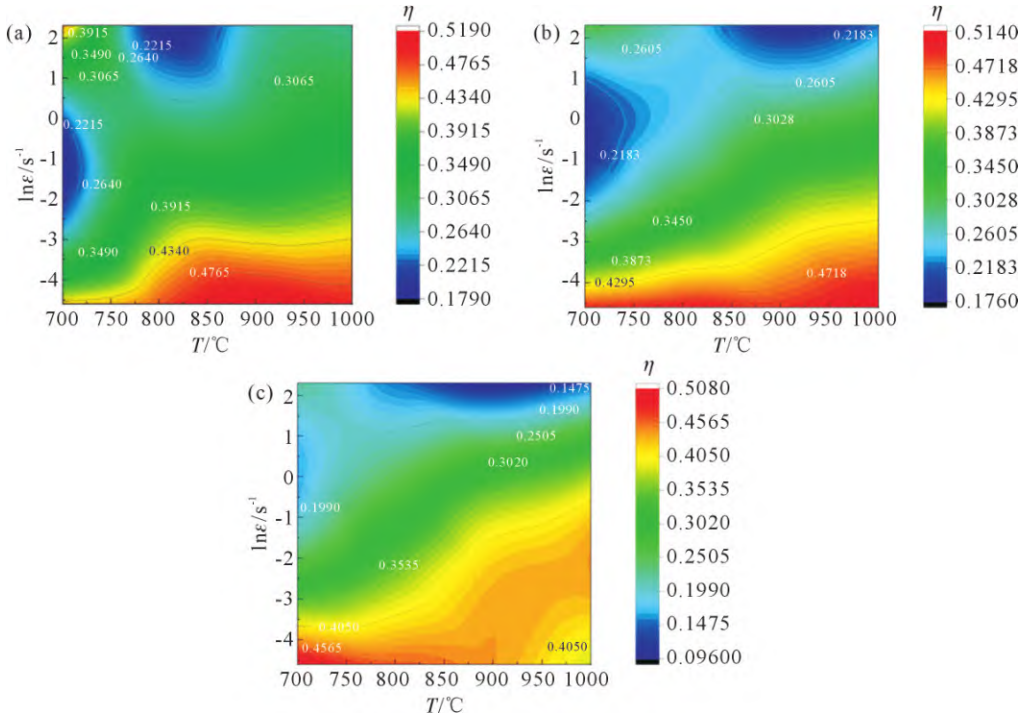


图 3 NiTi 合金在不同应变量下的热加工图:(a) ε=0.3; (b) ε=0.5; (c) ε=0.7

Fig.3 Hot processing maps of the NiTi alloy at different strain levels: (a) ε=0.3; (b) ε=0.5; (c) ε=0.7

而在温度较低的区域,在应变较低时再结晶过程并未充分激活,使得此时温度较低时 η 值反超高温区域。

在不同应变下,当应变速率较高($\dot{\varepsilon}\geqslant 10^0\ s^{-1}$)时合金成形困难,功率耗散率 η 值都很低。当应变为 0.3 时,在 700 ℃应变速率为 10 s^{-1} 的条件下出现了 η 值较高的情况,对比同一温度不同应变速率,是由于在高应变速率下位错快速增殖和缠结,以及局部应力集中或微观剪切带的形成消耗了更多的能量,且高应变速率下的塑性变形产生的绝热温升可能导致局部温度的升高,而低应变速率时以 DRV 作为主导,位错的活动较弱,故功率耗散率 η 值较低。而当应变进一步增加时,一方面由于 700 ℃时对于 NiTi 合金仍属中低温,在高应变速率下 DRX 难以充分进行,位错形成了较为稳定的亚晶结构,另一方面应变的增加导致合金中变形死区进一步增加,故导致功率耗散率 η 值降低。

2.3 热变形参数对微观组织的影响

2.3.1 变形温度对微观组织的影响

为分析热压缩过程中变形温度对 NiTi 形状记忆合金组织的影响,选取应变速率为 $10^{-1}\ s^{-1}$,变形量为 ε=0.5 条件下温度分别为 700、800、900、1 000 ℃的热压缩样品进行了分析。不同变形温度下热压缩后的显微组织如图 4 所示。随着变形温度的升高,NiTi 合金的微观组织经历由 DRV 为主到发生 DRX 以及等轴晶长大的转变过程。

当变形温度为 700 ℃时(图 4a),NiTi 形状记忆合金的显微组织由拉长的奥氏体晶粒组成,方向垂直于压缩轴,在同一晶粒内部出现明显的晶格取向连续变化,意味着晶内存在极高密度的几何必须位错和亚晶界。在较低的变形温度下热激活能不足,晶界迁移率低,无法克服再结晶形核的能量势垒,故位错缠结形成胞状结构,而非再结晶晶核,因此在该温度下 NiTi 形状记忆合金的软化机制以 DRV 为主,LAGBs 的比例为 71.8%。当变形温度为 800 ℃时(图 4b),NiTi 形状记忆合金发生较为明显的 DRX,原始的大变形晶粒依然存在,再结晶晶粒大多存在于拉长的晶界处,呈现“项链状”的组织特征,这是不连续动态再结晶的典型特征,原始平直晶界逐渐变为锯齿状或波浪状,以晶界弓出的方式形核产生再结晶晶粒。此外,在拉长的奥氏体晶粒内部存在许多子边界的相邻性,这是连续动态再结晶发生的重要前提,LAGBs 的比例为 65.2%。当变形温度为 900 ℃时(图 4c),拉长的大晶粒体积分数显著减少,被大量的等轴再结晶晶粒所取代。高位错密度区域形成的亚晶吸收周围的位错结构,通过亚晶旋转形成再结晶晶粒,这是连续再结晶的典型特征,此时 CDRX 开始占据主导地位,且一些动态再结晶晶粒在晶界迁移激活能的帮助下开始长大,LAGBs 的比例为 57.6%。当变形温度为 1 000 ℃时(图 4d)时,组织几乎完全由等轴状的多边形晶粒组成,此时等轴晶粒的晶粒尺寸相比 900 ℃有显著的粗化,在 1 000 ℃

中国知网 https://www.cnki.net

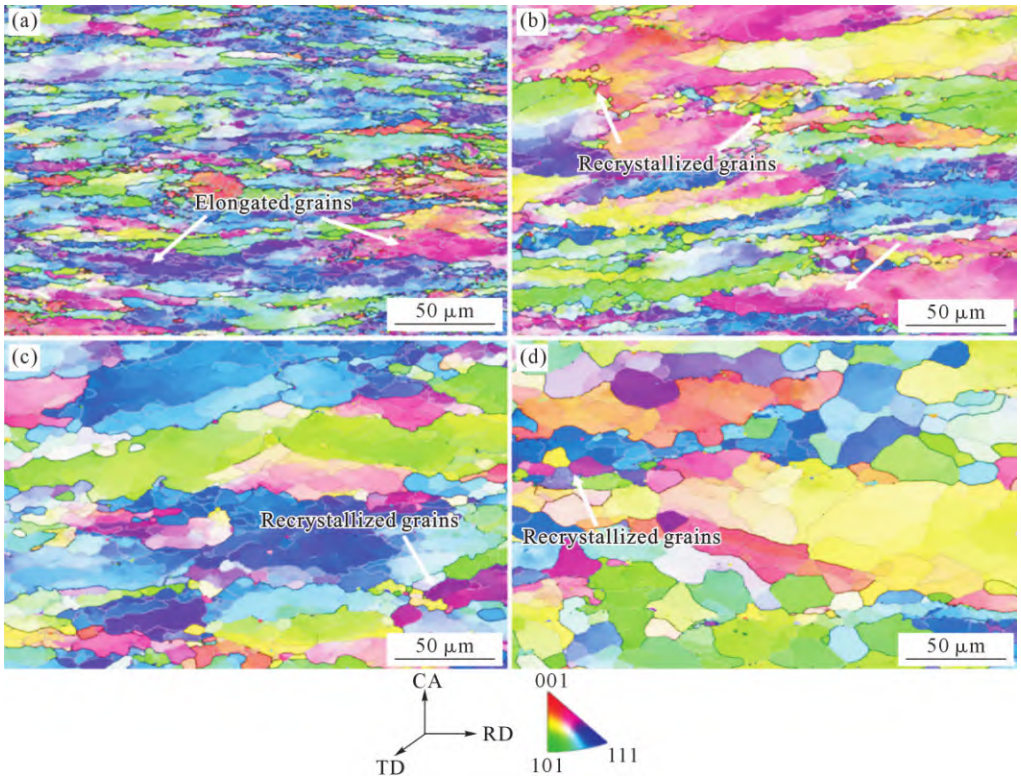


图 4　不同变形温度下 NiTi 合金在 $\dot{\varepsilon}$=10^{-1} s^{-1}，ε=0.5 的 IPF 和晶界叠加图：(a) 700 ℃; (b) 800 ℃; (c) 900 ℃; (d) 1 000 ℃

Fig.4　IPF maps with grain boundary superposition of the NiTi alloy at $\dot{\varepsilon}$=10^{-1} s^{-1} and ε=0.5 for various deformation temperatures: (a) 700 ℃; (b) 800 ℃; (c) 900 ℃; (d) 1 000 ℃

的高温下，CDRX 过程迅速完成，随后为降低体系总界面能，晶界快速迁移导致大晶粒吞并小晶粒，连续动态再结晶的晶粒所占比例进一步增加，LAGBs 比例为 49.9%。

图 5 为不同变形温度条件下的核平均取向差图(kernel average misorientation, KAM)和平均 KAM值的计算结果。通过进一步分析发现，随着变形温度的升高，平均 KAM 值不断降低，组织中位错密度呈不断下降的趋势。变形温度为 700 ℃时由于位错滑移和攀移的速率较低，难以有效重排，导致在同一拉长晶粒内部形成取向略微出现差异的亚晶，但无法进一步演化为大角度晶界。KAM_{ave} 值为 0.959，在整个组织区域内都几乎处于较高的水平，也说明亚结构的广泛存在。800 ℃时在变形晶粒的晶界处新生成了细小再结晶晶粒，内部几乎没有位错，而在未发生再结晶的原始变形晶粒内部，保留了高密度的位

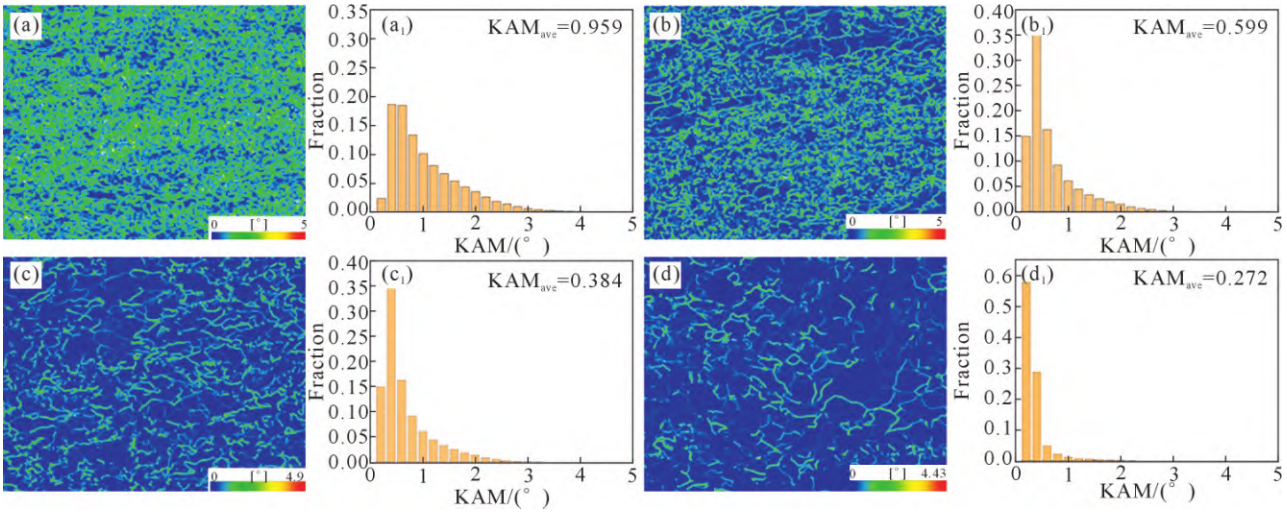


图 5　不同变形温度下 NiTi 合金在 $\dot{\varepsilon}$=10^{-1} s^{-1}，ε=0.5 的 KAM 图分析：(a, a_1) 700 ℃; (b, b_1) 800 ℃; (c, c_1) 900 ℃; (d, d_1) 1 000 ℃

Fig.5　KAM analysis of the NiTi alloy at $\dot{\varepsilon}$=10^{-1} s^{-1} and ε=0.5 for various deformation temperatures:(a, a_1) 700 ℃; (b, b_1) 800 ℃; (c, c_1) 900 ℃; (d, d_1) 1 000 ℃

中国知网　https://www.cnki.net

错。随着温度进一步的升高，DRX 过程逐渐完成，且晶粒长大过程通过晶界的迁移进一步消除了晶格缺陷，此时材料内部的位错密度极低，处于热力学低能态，KAM_{ave} 值降低至 0.272，此时残留的较高 KAM 值的位置主要来自于晶界附近以及少量的亚晶界。

2.3.2 应变速率对微观组织的影响

图 6 分析了热压缩过程中应变速率对 NiTi 形状记忆合金微观组织的影响，选取变形温度为 800 ℃，变形量为 ε=0.5，应变速率分别为10^{-2}、10^{-1}、10^{0}、10^{1} s^{-1} 4 个不同应变速率条件下的热压缩样品进行了 EBSD 分析。当应变速率为 10^{-2} s^{-1} 时(图 6a)，充足的变形时间为位错重排、再结晶晶核和亚晶旋转提供了机会，导致 DRX 增加，此时 LAGBs 的比例为66.7%。当应变速率为 10^{-1} s^{-1} 时(图 6b)，可以看到一些细小的等轴 DRX 晶粒分布在被拉长的奥氏体晶界上，且在奥氏体晶粒内部存在亚晶界的相邻性，LAGBs 的比例为 70.7%。当应变速率为 10^{0} s^{-1} 时(图 6c)，显微组织由细长的奥氏体晶粒组成，微观结构具有明显的取向特征，变形过程中位错累计速率很快，在较短的变形时间内只为位错重排提供了机会，此时 NiTi 形状记忆合金的软化机制以动态回复为主，LAGBs 的比例为 75.4%。当应变速率为 10^{1} s^{-1} 时(图 6d)，由于应变速率过高，NiTi 合金的变形过程严重不均匀，呈现明显的塑性流动失稳现象，形成局部变形带，此时 LAGBs 的比例为 77.2%。

不同应变速率条件下 KAM 图的结果和分析如图 7 所示，可进一步发现，当应变速率由 10^{-2} s^{-1} 增加到 10^{0} s^{-1} 时，组织中位错密度呈现不断升高的趋势，而应变速率为 10^{1} s^{-1} 时又出现下降的现象。这是因为当应变速率较小时，由于位错有足够时间通过滑移湮灭，位错主要在晶界和亚晶界处聚集，动态再结晶发生的区域 KAM 值接近 0，随着应变速率的增加位错快速增殖，由于再结晶形核不足，高密度的位错形成位错塞积，形成稳定的位错胞，并进一步形成亚晶。当应变速率为 10^{0} s^{-1} 时，KAM_{ave} 很高为1.468，且可以看到中等 KAM 值(1°~3°)所占比例较大，这是动态回复主导区的标志，此时组织含有少量的再结晶晶粒和高位错密度的变形晶粒共存，表现为较均匀的亚晶结构。当应变速率为 10^{1} s^{-1} 时，相较于应变速率为 10^{0} s^{-1} 平均 KAM 值从 1.468 降低至 1.129，结合 KAM 图是由于过高的应变速率导致晶粒的变形极度不均匀，一些粗大的晶粒受热变形的影响较小，造成了合金的失稳，故在这些晶粒内部的 KAM 值仍处于较低的水平。

2.3.3 变形量对微观组织的影响

为进一步分析热压缩过程中变形量对锻态 NiTi 合金微观组织的影响，选取了变形温度为800 ℃，应变速率为10^{-1} s^{-1}，变形量分别为 ε=0.3、ε=0.5、ε=

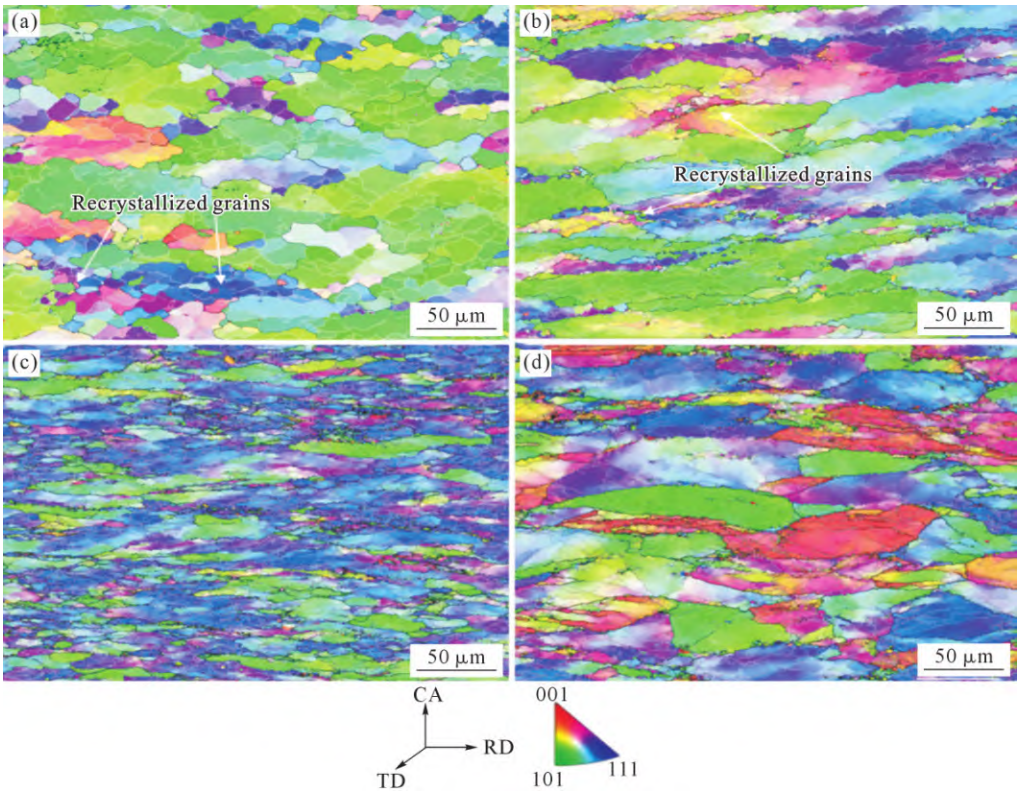


图 6 不同应变速率下 NiTi 合金在 800 ℃，ε=0.5 的 IPF 和晶界叠加图：(a) 10^{-2} s^{-1}; (b) 10^{-1} s^{-1}; (c) 10^{0} s^{-1}; (d) 10^{1} s^{-1}

Fig.6 IPF maps with grain boundary superposition of the NiTi alloy at 800 ℃ and ε=0.5 for various strain rates: (a) 10^{-2} s^{-1}; (b) 10^{-1} s^{-1}; (c) 10^{0} s^{-1}; (d) 10^{1} s^{-1}

中国知网 https://www.cnki.net

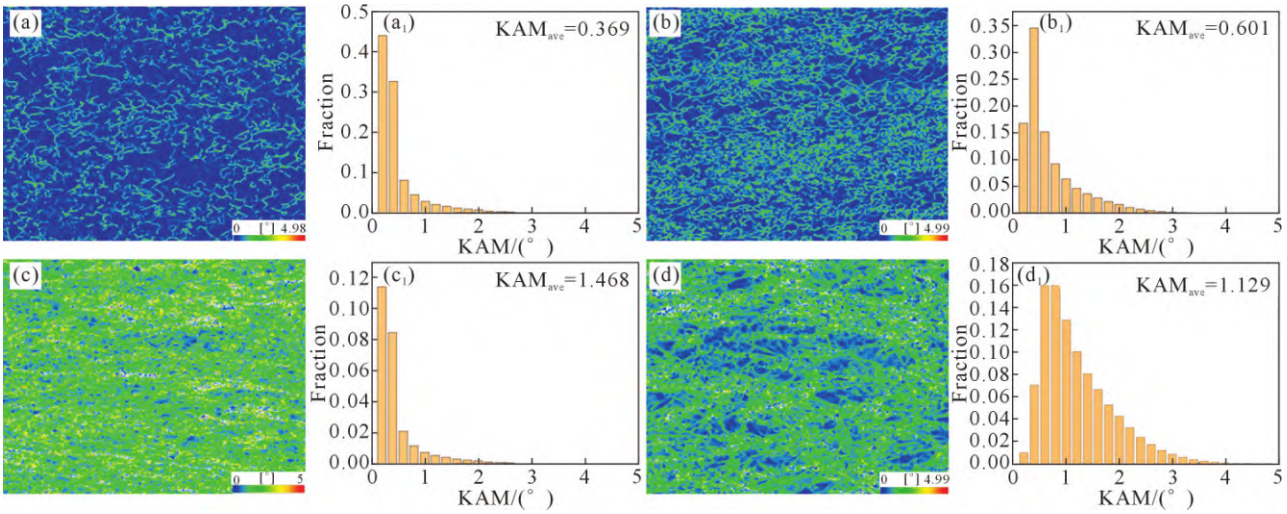


图 7　不同应变速率下 NiTi 合金在 800 ℃，ε=0.5 的 KAM 图分析：(a, a_1) 10^{-2} s^{-1}; (b, b_1) 10^{-1} s^{-1}; (c, c_1) 10^{0} s^{-1}; (d, d_1) 10^{1} s^{-1}

Fig.7　KAM analysis of the NiTi alloy at 800 ℃ and ε=0.5 for various strain rates: (a, a_1) 10^{-2} s^{-1}; (b, b_1) 10^{-1} s^{-1}; (c, c_1) 10^{0} s^{-1}; (d, d_1) 10^{1} s^{-1}

0.7 条件下的热压缩样品进行了分析，如图 8 所示。当变形量为 ε=0.3 时，奥氏体晶粒沿垂直于 CA 方向被压缩具有轻微的取向特征，在变形晶粒内部大量 LAGBs 存在，LAGBs 的占比为 73.7%，由于变形量较小，NiTi 形状记忆合金在等温压缩过程中储存的能量不足以提供在较低应变下再结晶的驱动力，还可以看到组织中还存在有较多粗大的未压扁晶粒。当变形量为 ε=0.5 时，奥氏体晶粒沿垂直于CA 方向进一步被压扁，在晶粒内部亚晶界的发展相比 ε=0.3 时更加充分，在变形晶粒内部存在许多具有较大局部曲线差甚至再生 HAGB 的亚晶，此时 LAGBs 占比 77.2%。当变形量为 ε=0.7 时，变形晶粒被压缩的更加平整，且出现了非常强烈的取向关系，这是由于奥氏体为 BCC 结构，在高温变形过程中容易形成纤维织构，在外力作用下晶粒发生转动，使 <111> 方向逐渐平行于主变形方向，另外再结晶晶粒也倾向于以 <111> 方向作为优势方向生长以降低变形储能，故形成了较显著的 γ{111}织构。观察到有一定体积分数的等轴再结晶奥氏体晶粒，当应变较低时再结晶晶粒首先在初始组织中晶粒的晶界处形核，随着应变量的增加，形成了更多的再结晶晶核，且随着塑性变形的进行再结晶晶粒会停止长大，发生一定的塑性变形，故新的晶核出现在先前形成的再结晶晶粒晶界处，新的再结晶晶粒会反复出现，这也是流变曲线中大多数高温变形条件下在进入稳态流变阶段后流变应力又呈现出略微增大趋势的原因。在变形初期，动态回复参与了材料的软化，随着应变量的进一步增加，动态回复和再结晶均为主要的软化机制，导致奥氏体晶粒尺寸开始不断减小，在变形末期流变应力呈现略有增加的趋势，这归因于经典的 Hall-Petch 效应。

通过 KAM 图的结果可进一步分析，如图 9 所示，当变形量由 ε=0.3 增加到 ε=0.7 时，组织中位错密度始终保持较低的水平，出现随着变形量的增加平均 KAM 值先减少后略微增加的趋势。结合 IPF 图的结果可以发现，在变形量 ε=0.3 时，即使应变量较小，

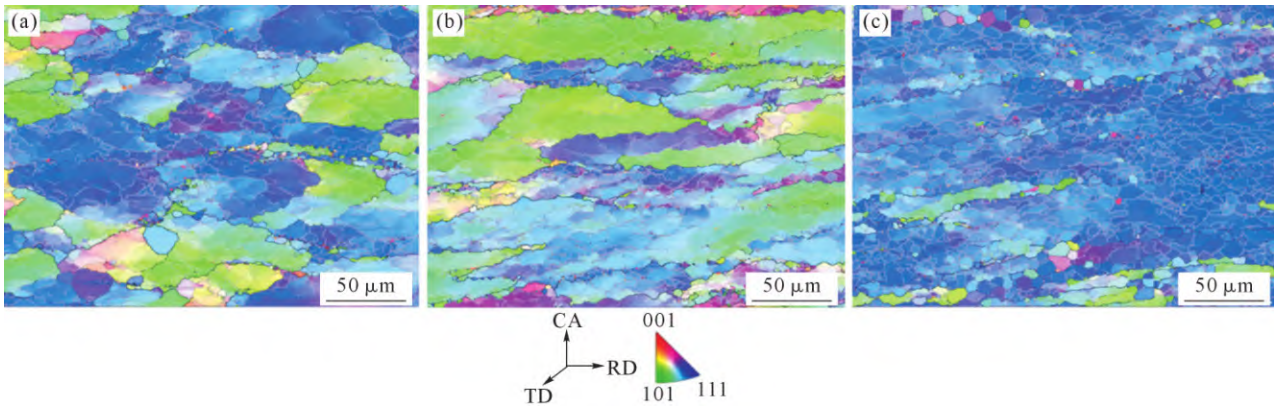


图 8　不同应变量下 NiTi 合金在 800 ℃，$\dot{\varepsilon}$=10^{-1} s^{-1} 的 IPF 和晶界叠加图：(a) ε=0.3; (b) ε=0.5; (c) ε=0.7

Fig.8　IPF maps with grain boundary superposition of the NiTi alloy at 800 ℃ and a strain rate of 10^{-1} s^{-1} under different strain rates: (a) ε=0.3; (b) ε=0.5; (c) ε=0.7

中国知网　https://www.cnki.net

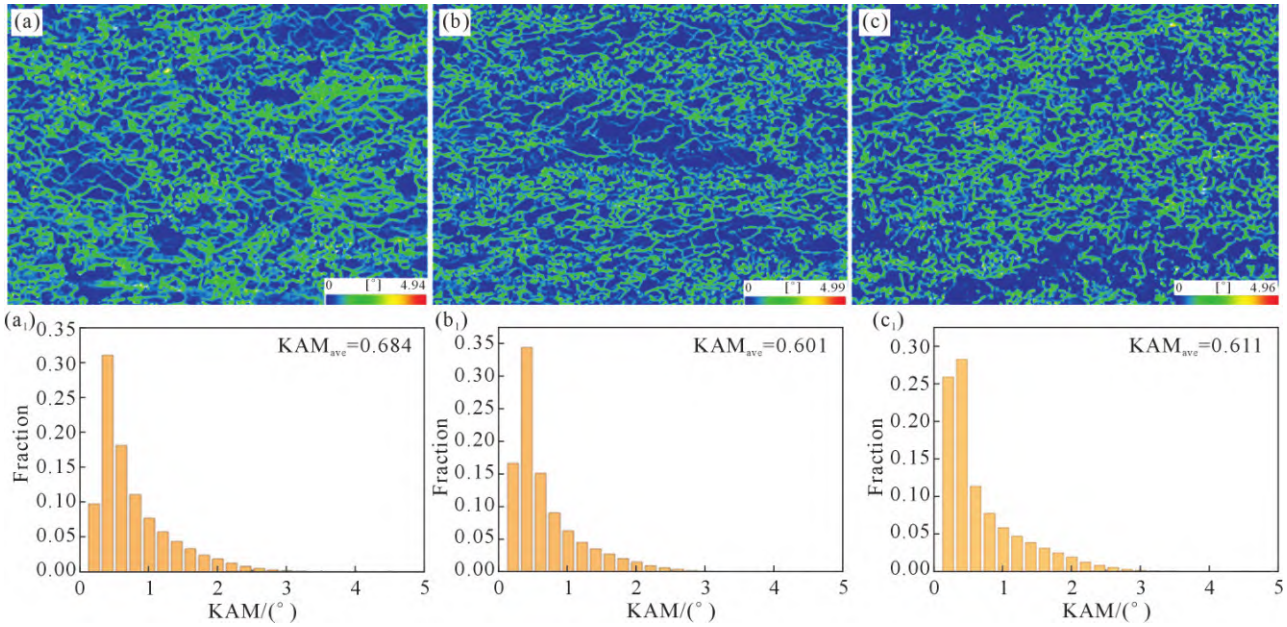


图 9 不同应变量下 NiTi 合金在 800 ℃，$\dot{\varepsilon}$=10^{-1} s^{-1} 的 KAM 图分析：(a, a_1) ε=0.3; (b, b_1) ε=0.5; (c, c_1) ε=0.7

Fig.9 KAM analysis of the NiTi alloy at 800 ℃ and a strain rate of 10^{-1} s^{-1} under different strain rates: (a, a_1) ε=0.3; (b, b_1) ε=0.5; (c, c_1) ε=0.7

变形时间短，但储存能能累积到临界值发生DRX 的形核，新再生无位错的再结晶晶粒逐步取代高位错密度的变形基体，故整体 KAM 值处于较低的水平。在变形量 ε=0.5 时，奥氏体晶粒被进一步压扁，位错通过动态回复过程在变形晶粒内部重新排列，进一步形成亚晶界，应变集中得到一定的缓解，平均 KAM 值下降。当变形量 ε=0.7 时，平均 KAM 值出现略微的上升是由于此时变形量较大，奥氏体晶粒被充分压扁，呈现出明显的取向关系，但即使部分区域发生了连续动态再结晶，形成的新再结晶晶粒消耗掉一部分位错，但由于变形量过大被压扁的奥氏体晶粒中位错增殖的速率高于动态软化的速率，故压扁晶粒内部存在着丰富的亚晶结构。

为分析不同变形量下组织的织构变化情况，通过极图来进一步说明，如图 10 所示，NiTi 形状记忆合金作为一种 BCC 结构材料，在变形或轧制过程中容易形成纤维织构，当变形量由 ε=0.3 增加到 ε=0.7 时，材料形成了较强的 γ{111}织构，织构强度的最大值呈现先下降后升高的非线性特征，这是典型的变形织构与再结晶织构竞争的结果。当 ε=0.3 时织构强度较高，是由于变形初期，晶粒在外力作用下发生转动，使 <111> 方向逐渐平行于主变形方向，进一步当 ε=0.5 时织构强度下降，且极图上的高密度区变得更加弥散，此时正是 DRX 的形核初期，大量细小的再结晶晶粒在原始晶界处形核，随机取向的新晶粒的形成，导致整体织构的强度弱化。当 ε=0.7 时 <111> 方向织构强度显著增加，一方面是由于再结晶新晶粒在外力作用下的二次变形，另一方面是 B2 相的 <111> 方向是滑移方向，再结晶晶粒倾向于以 <111> 方向为优势生长方向，以降低变形储能。

3 结论

(1)锻态 NiTi 合金的高温变形流变曲线呈现典型的加工硬化、流变软化、稳态流动三阶段特征。峰值应力对热力参数高度敏感，随变形温度降低或应变速率的增加而显著升高，应变速率较高($\dot{\varepsilon}$=10^0、10^1 s^{-1})时流变应力在达到稳态后呈现轻微回升趋势，这主要归因于高应变速率下位错增殖速率远高于湮灭速率，以及变形死区导致的能量耗散增加。

(2)锻态 NiTi 合金在变形温度 700~1 000 ℃、应变速率 10^{-2}~10^1 s^{-1} 热变形时存在两个失稳区，分别为低温低应变速率区域和高温高应变速率区域，合金最佳热加工区域位于 850~900 ℃、$\dot{\varepsilon}$=10^{-2}~10^{-1} s^{-1} 范围内，在此区间内，材料具有较高的功率耗散率，有利于获得均匀细小的再结晶组织。

(3)随着变形温度升高或应变速率的降低，合金的软化机制由 DRV 逐渐转变为 DDRX 和 CDRX，在应变速率为 10^{-1} s^{-1} 时，700 ℃下以 DRV 为主，800 ℃时过渡为 DRV 和 DDRX 共存，900 ℃以上 CDRX 占据主导。在变形温度 800 ℃下，应变速率 10^{-2} 和 10^{-1} s^{-1} 时软化机制主要分别为 CDRX 和 DDRX，当应变速率为 10^0 和 10^1 s^{-1} 时以 DRV 为主。

(4)变形织构和动态再结晶行为导致了γ{111}

中国知网 https://www.cnki.net

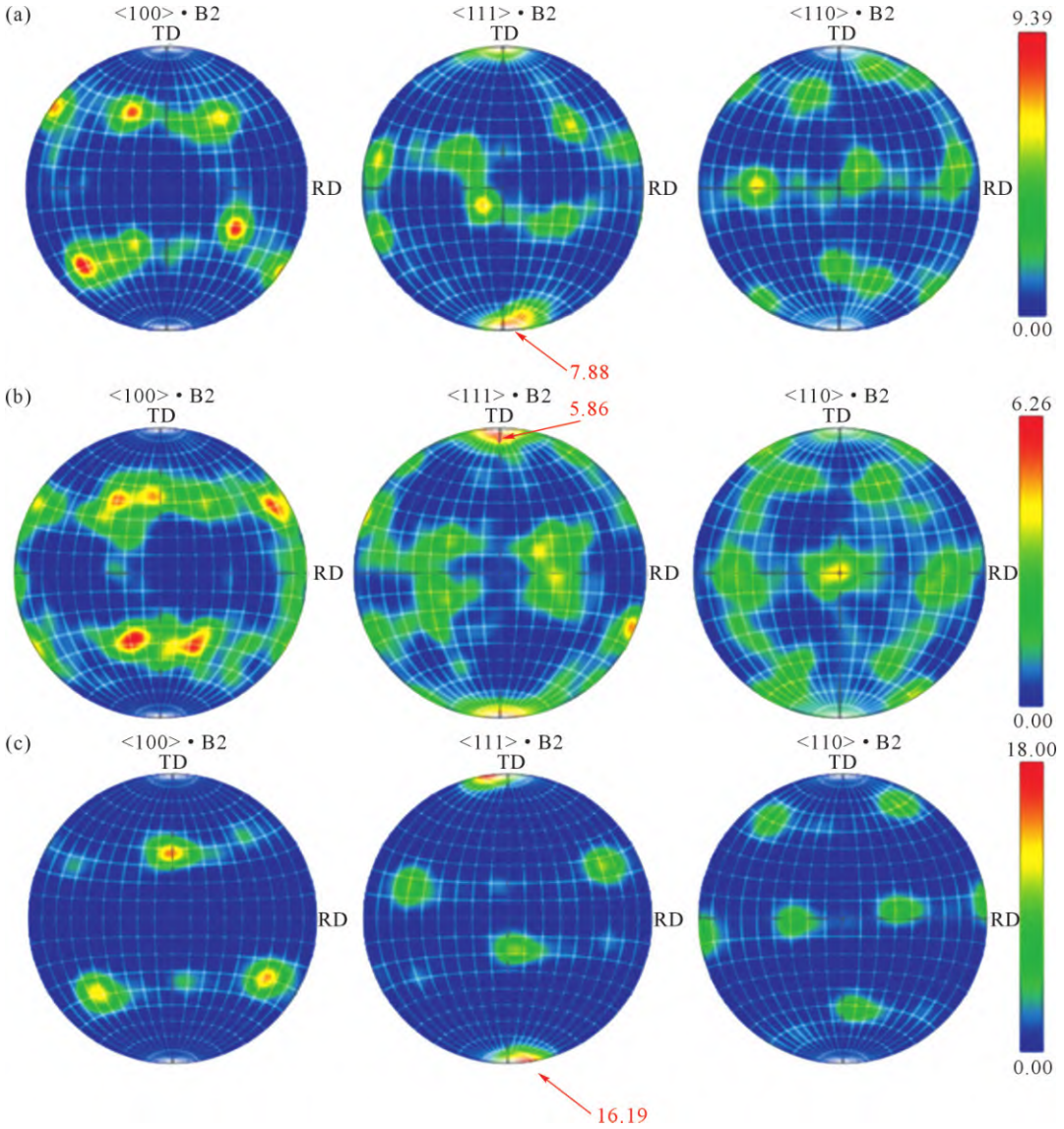


图 10　不同应变量下 NiTi 合金在 800 ℃，$\dot{\varepsilon}$=10^{-1} s^{-1} 的极图分析：(a) ε=0.3; (b) ε=0.5; (c) ε=0.7

Fig.10　Pole figure analysis of the NiTi alloy at 800 ℃ and a strain rate of 10^{-1} s^{-1} under different strain rates: (a) ε=0.3; (b) ε=0.5; (c) ε=0.7

织构强度的非单调演变规律，ε=0.3 以变形织构为主，晶体转动导致初步的织构强化，ε=0.5 时 DRX 大量形核引入随机取向的新晶粒，导致织构强度显著降低，ε=0.7 时随着变形继续，择优生长与晶体的转动再次主导，最终形成极强的 γ{111}织构。

参考文献：

[1] FARBER E, ZHU J N, POPOVICH A, POPOVICH V. A review of NiTi shape memory alloy as a smart material produced by additive manufacturing[J]. Materials Today: Proceedings, 2020, 30: 761-767.

[2] WEI S S, ZHANG J L, ZHANG L, ZHANG Y J, SONG B, WANG X B, FAN J X, LIU Q, SHI Y S. Laser powder bed fusion additive manufacturing of NiTi shape memory alloys: A review[J]. International Journal of Extreme Manufacturing, 2023, 5(3): 032001.

[3] MITCHELL A, LAFONT U, HOLYŃSKA M, SEMPRIMOSCHNIG C. Additive manufacturing - A review of 4D printing and future applications[J]. Additive Manufacturing, 2018, 24: 606-626.

[4] IBRAHIM M Z, SARHAN A A D, YUSUF F, HAMDI M. Biomedical materials and techniques to improve the tribological, mechanical and biomedical properties of orthopedic implants - A review article[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 714: 636-667.

[5] WANG Z, XU X W, ZHANG B. Hot compression deformation behavior of biomedical Ni-Ti alloy[J]. Rare Metals, 2019, 38: 609-619.

[6] ALANEME K K, ANAELE J U, BODUNRIN M O. Hot deformation processing of shape memory alloys: A review of effects on plastic flow behaviour, deformation mechanisms, and functional characteristics [J]. Alexandria Engineering Journal, 2022, 61 (12): 12759-12783.

[7] NAYAN N, SINGH G, MURTY S V S N, NARAYAN P R, MOHAN M, VENKITAKRISHNAN P V, RAMAMURTY U. Effect of ternary additions of Cu and Fe on the hot deformation behavior of NiTi shape memory alloy - A study using processing maps [J]. Intermetallics, 2021, 131: 107084.

[8] **王臻，徐效文. 锻态镍钛合金的热变形行为**[J]. **锻压技术**，2018,

中国知网　https://www.cnki.net

43(10): 167-175.
WANG Z, XU X W. Hot deformation behavior of forged Ni-Ti alloy[J]. Forging & Stamping Technology, 2018, 43(10): 167-175.

[9] 朱绍珍，王杰. 医用镍钛合金温变形过程中的本构关系和组织演变[J]. 钢铁钒钛，2022, 43(6): 51-57.
ZHU S Z, WANG J. Constitutive relationship analysis and microstructural evolution of biomedical Ni-Ti alloy during warm deformation[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2022, 43(6): 51-57.

[10] SANTOSH S, SAMPATH V, MOULISWAR R R. Hot deformation characteristics of NiTiV shape memory alloy and modeling using constitutive equations and artificial neural networks[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2022, 901: 163451.

[11] MIRZADEH H, PARSA M H. Hot deformation and dynamic recrystallization of NiTi intermetallic compound[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 614: 56-59.

[12] 陈强. 铸态 NiTi 合金的热变形行为及其加工图研究[D]. 南昌：南昌航空大学，2016.
CHEN Q. Study on hot deformation behavior and processing map of as-cast NiTi alloy[D]. Nanchang: Nanchang Hangkong University, 2016.

[13] CHEN X C, CHEN H S, NIE H H, WANG W X, ZHENG L W, ZHOU J. Research on hot deformation behavior and microstructure characterization of the NiTi alloy fabricated by wire arc additive manufacturing[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 33: 9180-9194.

[14] LUO J, XU K F, LI C J, LI M Q, LIN Y Y. The evolution of dynamic recrystallization and recrystallization texture during isothermal compression of NiTi shape memory alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 820: 141424.

[15] CHEN D, YANG Q R, YANG N C, WANG M, XU Q, WU J Y, JIANG Y B, LI Z, XIAO Z, WEI H G. Hot compressive deformation and microstructural evolution of 60NiTi alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2023, 33(1): 189-200.

[16] 于雪梅. NiTi 形状记忆合金热变形行为及变形机理的研究[D]. 沈阳：沈阳工业大学，2019.
YU X M. Study on hot deformation behavior and deformation mechanism of NiTi shape memory alloys[D]. Shenyang: Shenyang University of Technology, 2019.

[17] TAO C C, ZHOU G, HUANG H J, ZHENG B W, ZUO X J, CHEN L J, YUAN X G. Research on energy dissipation and dynamic recrystallization microstructure evolution behavior of NiTi alloy during hot deformation[J]. Materials Characterization, 2024, 208: 113673.

[18] BUCSEK A N, HUDISH G A, BIGELOW G S, NOEBE R D, STEBNER A P. Composition, compatibility, and the functional performances of ternary NiTiX high-temperature shape memory alloys[J]. Shape Memory and Superelasticity, 2016, 2: 62-79.

[19] FRENZEL J, GEORGE E P, DLOUHY A, SOMSEN C, WAGNER M F X, EGGELER G. Influence of Ni on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys[J]. Acta Materialia, 2010, 58(9): 3444-3458.

[20] FRENZEL J, ZHANG Z, SOMSEN C, NEUKING K, EGGELER G. Influence of carbon on martensitic phase transformations in NiTi shape memory alloys[J]. Acta Materialia, 2007, 55(4): 1331-1341.

[21] 黄亦成，宓蓉. 镍钛合金在医疗领域应用研究进展[J]. 生物医学工程学进展，2015, 36(3): 169-172.
HUANG Y C, MI R. Research progress of nitinol alloy in application of medical field [J]. Shanghai of Biomedical Engineering, 2015, 36(3): 169-172.

[22] 赵亚楠，江树勇，张艳秋，朱晓明. NiTi 形状记忆合金的热变形行为及热加工图[J]. 应用科技，2017, 44(1): 76-81.
ZHAO Y N, JIANG S Y, ZHANG Y Q, ZHU X M. Hot deformation behavior and processing map of NiTi shape memory alloy[J]. Applied Science and Technology, 2017, 44(1): 76-81.

[23] 马昕，许斯洋，周舸，丁桦. $Ni_{60}Ti_{40}$ 形状记忆合金的热变形行为[J]. 中国冶金，2022, 32(9): 26-36.
MA X, XU S Y, ZHOU G, DING H. Thermal deformation behavior of $Ni_{60}Ti_{40}$ shape memory alloy[J]. China Metallurgy, 2022, 32(9): 26-36.

(责任编辑：杨浩雪)

中国知网 https://www.cnki.net