

不同温度和应变速率下超细晶铝的力学行为

汪存显, 索 涛, 李玉龙, 谢 奎

(西北工业大学 航空学院, 西安 710072)

摘 要: 以 99.9% 的高纯铝为实验材料, 利用等径通道转角挤压技术制备超细晶铝, 研究其在 77~473 K 温度范围内的准静态和动态压缩力学性能, 并研究晶粒细化对纯铝应变硬化行为及其温度和应变率敏感性的影响。结果表明: 晶粒细化导致准静态压缩时纯铝应变硬化能力丧失, 甚至在较高实验温度下出现应变软化。此外, 材料力学行为的温度和应变率敏感性也显著升高。随着实验温度的升高, 材料力学行为的应变率敏感性显著增大。

关键词: 超细晶铝; 等径通道挤压; 力学性能; 应变率敏感性; 温度敏感性; 应变软化

中图分类号: O346

文献标志码: A

Mechanical behavior of ultra-fine grained aluminum at different temperatures and strain rates

WANG Cun-xian, SUO Tao, LI Yu-long, XIE Kui

(School of Aeronautics, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: An available aluminum with a purity of more than 99.9% (mass fraction) was used to produce ultra-fine grained aluminium (UFG-Al) by equal channel angular pressing (ECAP) method. The mechanical behaviour of UFG-Al at temperatures ranging from 77 to 473 K under quasi-static and dynamic compression was investigated. The effects of grain refinement on the strain hardening behavior, temperature and strain rate sensitivities of mechanical properties of pure aluminum were studied. The grain refinement leads to the lost of stain hardening abilities, and the corresponding temperature and strain rate sensitivities also significantly increase. Meanwhile, as the temperature rises, the strain rate sensitivity of mechanical properties increases significantly.

Key words: ultra-fine grained aluminum; equal channel angular pressing; mechanical behaviours; strain rate sensitivity; temperature sensitivity; strain softening

近几十年来, 越来越多的学者希望寻找到更轻、更强、更经济的材料用于工程结构中。虽然复合材料的出现为工程材料打开了一个新的时代, 但是如何提高传统金属材料的力学性能依旧是材料科学领域的一个永恒的话题。在 20 世纪 50 年代, 人们发现, 尽管材料的力学性能由诸多因素决定, 但晶粒尺寸被认为是最重要的因素之一。HALL 和 PETCH 在钢的实验工作基础上发表了一系列论文, 建立了材料强度与晶粒尺寸的关系, 就是著名的 Hall-Petch 关系, 即晶粒尺寸的减小将导致材料的流动应力急剧增大^[1-2]。正因

为如此, 晶粒尺寸较小的超细晶材料和纳米材料便成为高强度材料的重要选择之一, 吸引了相当多的关注^[3]。

众所周知, 材料塑性变形过程中表现出的流动应力主要取决于材料的微观结构、应变率以及温度^[4]。因此, 对超细晶材料力学性能的应变率和温度敏感性的研究对于扩展人们对这些材料的了解尤为重要^[5-6]。超细晶材料由于其独特的微观结构、非平衡晶界和高位错密度, 其力学行为对温度和应变率的依赖性相比于粗晶材料更为复杂。最新研究结果表明, 金属材料

流动应力的应变率敏感性(SRS)不仅取决于金属材料的位错密度,也与金属的晶粒尺寸密切相关^[5-6]。人们普遍观察到,面心立方金属材料流动应力的 SRS 随晶粒尺寸的增加而减小,而体心立方金属表现出相反的趋势^[7]。人们认为,不同晶粒尺寸下,金属材料流动应力的 SRS 的变化与速率控制机制的变化有关^[8]。对于粗晶面心立方金属,林错位切割是决定材料流动应力的 SRS 的主要机制。但是对于晶粒尺寸极小的金属材料,位错-晶界相互作用以及晶界滑移剪切便成为新的主导机制^[5,8]。

除了应变率敏感性,研究温度对超细晶和纳米材料变形行为的影响在实际工程应用中同样尤为重要。有关实验表明,相对于粗晶材料,面心立方超细晶材料的流动应力与应变率敏感性对温度具有极强的依赖性^[9-10],其值甚至高达 0.4~0.5^[11]。然而值得注意的是,如此高的 SRS 值只是在非常低的应变速率下($1 \times 10^{-6} \sim 1 \times 10^{-4}$)获得的。在如此低的应变速率下,诸如 Coble 蠕变等扩散机制在塑性变形过程中起很大的作用,这会导致应变率敏感性的显著增大。而在较高的应变速率下($>1 \times 10^{-3}$),超细晶材料均未表现出如此高的应变率敏感性^[12-13]。

在过去的几年中,尽管人们对超细晶和纳米材料力学行为的应变率和温度的耦合效应的了解已经有了很大进步,但仍有许多问题需要进一步研究。为了更全面地认识晶粒细化对超细晶材料和应变率敏感性的影响,本文作者对超细晶铝在不同温度下(77~473 K)进行准静态和动态压缩力学性能测试,定量地研究了晶粒细化对纯铝应变硬化行为及其相应的温度和应变率敏感性的影响。

1 实验

1.1 实验材料

本实验中所使用的超细晶铝采用等径通道转角挤压技术(ECAP)制备。所使用的原材料为纯度 99.9% 的工业纯铝,挤压之前,在 773K 的温度条件下将直径 10 mm、长度 60 mm 的铝棒置于惰性气体环境中退火 1 h,从而使得初始晶粒尺寸更加均匀。然后再使用 ECAP 方法在常温环境下制备超细晶材料,制备过程中挤压速度控制在 6 mm/min。所用 ECAP 模具的外交角 $\Phi=120^\circ$ 、内交角 $\psi=20^\circ$ 。根据 IWASHASHI 等^[14]和 SUO 等^[15]的理论,采用这样的挤压模具,每道次试样承受的等效应变约为 0.635。透射电镜(TEM)观察表明:经过 8 道次挤压后,晶粒尺寸平均为 800 nm(见

图 1)。

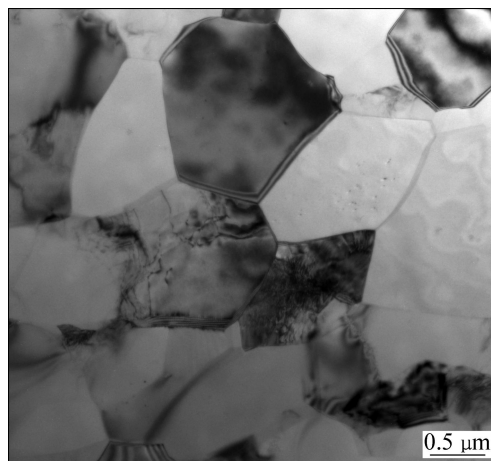


图 1 超细晶铝的 TEM 像

Fig. 1 TEM image of UFG-Al

1.2 材料的力学性能测试

本实验中准静态和动态力学性能测试均使用 $d 4 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$ 的试样,实验时应变率控制在 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$,实验温度范围为 77~473 K。其中,利用 CSS44100 电子万能试验机对超细晶铝进行了准静态压缩力学行为的实验,动态力学性能测试采用的是分离式霍普金森压杆(SHPB)。根据一维弹性应力波理论,应力、应变与试样应变率之间的关系可以被描述为^[16]

$$\sigma_s = E \left(\frac{A}{A_s} \right) \varepsilon_T \quad (1)$$

$$\varepsilon_s = \frac{2c_0}{l_s} \int_0^t \varepsilon_R d\tau \quad (2)$$

$$\dot{\varepsilon}_s = \frac{2c_0}{l_s} \varepsilon_R \quad (3)$$

式中: ε_R 为反射应变脉冲, ε_T 为透射应变脉冲,均可通过应变片测得; c_0 、 E 和 A 分别代表纵向弹性波速度、弹性模量和加载杆横截面面积; l_s 为试样长度; A_s 为试样横截面面积。

2 结果与讨论

2.1 材料的力学行为

图 2 所示为超细晶铝在不同温度和不同应变率下的真实应力-应变曲线。可以发现,与常用的粗晶纯铝相比,超细晶铝表现出更高的强度,很好地印证了 Hall-Petch 关系,即随着晶粒尺寸的变小,超细晶铝的强度有所提高。同时,在所有应变速率下,材料均表

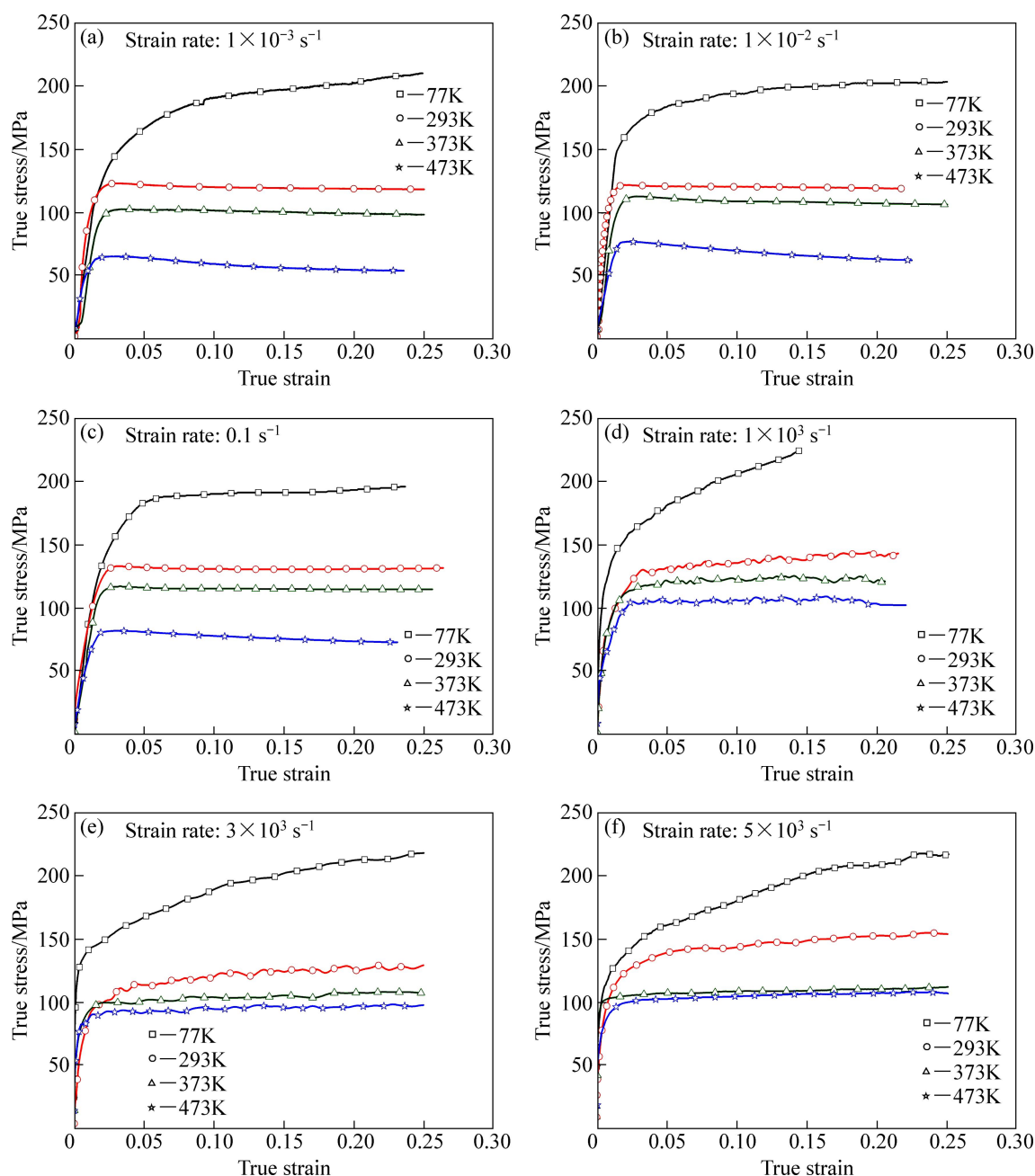


图 2 不同温度和不同应变速率下超细晶铝的真实应力-应变曲线

Fig. 2 True stress-true strain curves of UFG-Al at different temperatures and strain rates

现出显著的温度敏感性,即随着温度的升高,流动应力显著降低。另外,与传统粗晶材料不同的是,在本实验的温度范围内,准静态压缩时超细晶铝只在 77 K 温度下表现出金属材料常见的应变硬化行为;在常温条件下,这种应变硬化能力几乎消失;在温度达到 473K 时,曲线中能明显地观察到应变软化现象,即流动应力随着应变增大而减小。超细晶铝经常出现的应变硬化丧失、甚至出现应变软化行为,而这种现象在粗晶材料的塑性变形中几乎很难见到^[12]。

为了定量地研究温度对应变硬化行为的影响,定义应变硬化率 θ 为

$$\theta = \frac{\partial \sigma}{\partial \varepsilon} \quad (4)$$

式中: σ 和 ε 分别表示真实应力和真实应变。图 3 分别给出了超细晶铝和粗晶铝在准静态(应变率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)加载下不同温度时对应的应变硬化率。为了便于比较,图 4 给出了超细晶铝在动态加载下(应变率为 $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$)不同温度时压缩的应变硬化率。由图

3和4可以看到:在给定的实验温度范围内,退火粗晶铝的应变硬化率随着应变的增大而降低,即使在高温环境下动态回复增强使得应变硬化率出现一定程度的下降,但是仍旧可以观察到明显的应变硬化行为,类似的现象在粗晶FCC材料中(如铜)也存在。而对于超细晶铝,虽然在塑性变形的初始阶段表现出显著的应变硬化行为,但随着应变的增大,超细晶铝的应变硬化率急剧下降。在准静态实验条件下,当应变超过7%时,即使应变不断增加,超细晶铝的应变硬化率仍几乎保持不变,处于一个较为稳定的塑性变形阶段^[17]。在77 K下,应变硬化率为正值,在293、373和473 K下,应变硬化率均为负值,即材料表现出明显的应变软化行为。通常认为:超细晶材料应变硬化能力显著降低甚至出现应变软化的现象与位错的动态回复有关^[18]。在塑性变形初始阶段,材料内部大量位错形成并相互作用,从而导致高应变硬化率的出现。但是随着动态回复过程的不断增强,位错的产生和湮灭达到平衡,位错密度趋于饱和,超细晶铝经历一个较长的塑性变形阶段。在这个阶段,应变硬化率的变化较小。众所周知,发生动态回复必须满足一定的热

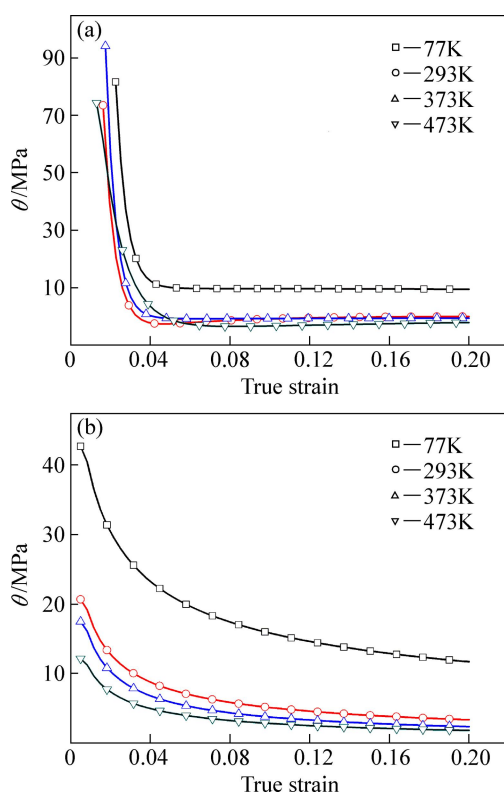


图3 应变率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时在不同温度下超细晶铝与粗晶的准静态加载过程中对应的应变硬化率

Fig. 3 Strain hardening rate for UFG-Al and coarse-grained Al during quasi-static loading at different temperatures and strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

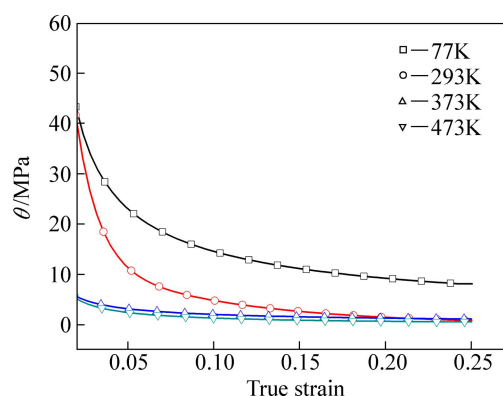


图4 应变率为 $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时不同温度下超细晶铝的动态加载过程中的应变硬化率

Fig. 4 Strain hardening rate for UFG-Al during dynamic loading at different temperature and strain rate of $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

力学条件和动力学条件。由SPD方法制备的超细晶铝,其位错增殖使其位错密度增大,再加上弹性应力的存在导致变形储能增高,金属的熵变 ΔS 却并不大, $T\Delta S$ 项可以忽略不计,超细晶铝的吉布斯自由能($\Delta G = \Delta H - T\Delta S \approx \Delta E$)升高,处于热力学不稳定状态,容易发生变化以降低能量,而这种变形储能则成为动态回复的驱动力。需要注意的是,这种变形储能虽然提供了驱动力让超细晶铝在加热时有发生动态回复和动态再结晶的趋势,但是能否发生变化还受到动力学条件的制约。研究发现,金属加热时发生的动态回复主要是通过空位移动和原子扩散进行,而原子扩散的能力取决于温度,如果温度升高,原子的扩散能力增强,但是相反地,如果温度不够高,扩散也会变得困难^[19]。正是由于77 K的低温使得原子扩散变得困难,不能够为动态回复和动态再结晶提供好的动力学条件,所以超细晶铝在77 K的温度条件下表现出明显的应变硬化行为。而随着温度的升高,动态回复增强,材料表现出应变硬化能力丧失,甚至应变软化。

必须注意的是,动态回复过程依旧有应变率效应。ESTRIN^[20]给出了位错动态回复率与应变率之间的关系

$$D = k_0 \left(\frac{\dot{\epsilon}_{\text{disl}}}{\dot{\epsilon}_0} \right)^{-1/p} \quad (5)$$

式中: $\dot{\epsilon}_{\text{disl}}$ 为塑性变形应变率; $\dot{\epsilon}_0$ 为参考应变率; k_0 是常数,与材料本身的微观组织有关; p 为温度常数。由此可以推断,应变率的提升将会抑制位错的动态回复,从而增强应变硬化行为。因此,随着应变率的升高,超细晶铝的应变硬化率将会升高,这也导致超细

晶铝在准静态高温实验条件下表现的应变软化行为并没有在高应变率下观察到。

2.2 温度敏感性与应变率敏感性

由于金属的塑性变形是典型的热激活过程,因此,温度与应变率就成为超细晶铝塑性变形过程中相当重要的影响因素,因此,有必要系统地研究温度与应变率对于超细晶铝塑性变形的影响。通常情况下,定义温度敏感性因子(S_T)为

$$S_T = \left(\frac{\partial \sigma}{\partial T}\right)_{T,\epsilon} \tag{6}$$

图 5 给出了超细晶铝在不同温度、不同应变速率下 10%应变对应的流动应力,同时图中加入粗晶铝的相关实验数据作为对比。可以发现,无论是准静态或者动态变形时,与粗晶铝相比,超细晶铝的流动应力对试验温度表现出更强的敏感性。这意味着随着晶粒的细化,铝的温度敏感性也随之提高。文献[9, 13]的研究表明,超细晶铜和超细晶镍也表现出相同的现象[9, 13]。

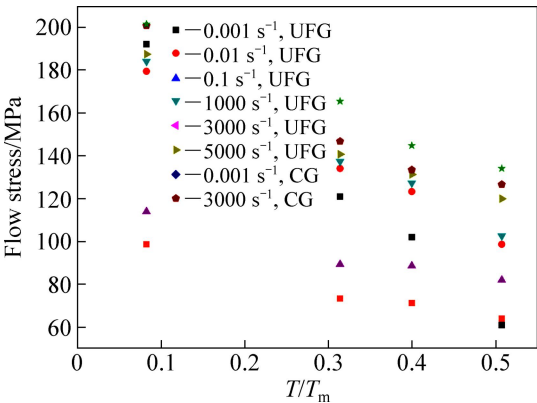


图 5 不同应变率下粗晶铝(CG-Al)和超细晶铝(UFG-Al)变形至应变量为 10%时的流动应力

Fig. 5 Flow stress of CG-Al and UFG-Al with experimental temperature at fixed strains of 0.10 and different strain rates

图 6 给出了超细晶铝在不同应变率、不同温度下应变为 10%对应的流动应力,同样地,图 6 加入了常温下退火粗晶铝的数据作为对比。从图 6 可以明显看出,与退火粗晶铝相比,应变率对超细晶铝流动应力的影响更为明显;在动态测试条件下,随着应变率的增大,超细晶铝的流动应力上升的幅度更大。为了定量地分析温度对应变率敏感性的影响,定义应变率敏感性因子(m)为

$$m = \left(\frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}}\right)_{T,\epsilon} \tag{7}$$

表 1 给出了超细晶铝应变率敏感性因子在准静态和动态条件下随温度的变化。由表 1 可以看到,与粗晶铝相比,晶粒的细化导致应变率敏感性因子增大。WEI 等[21]研究发现,这种现象与晶粒细化引起的热激活体积的减小有关。从表 1 可以明显看到,准静态条件及动态条件下,超细晶铝的应变率敏感性因子均随着温度的升高而增大,这与很多学者在超细晶铜、铝中所观察到的现象一致[9, 12],同时,动态条件下超细晶铝的应变率敏感性因子要高于准静态条件下的,这意味着超细晶铝流动应力在动态加载条件下对应变率表现出更强的敏感性。在温度为 473 K 的动态加载条件下,超细晶铝的应变率敏感性因子高达 0.232。另外,值得注意的是,本实验中所测得的应变率敏感性因子要小于 MAY 等[22]在很低的应变率下所获得的应变率敏感性因子。这意味着如 Coble 蠕变等扩散主导的超细晶材料塑性变形机制在本实验的温度和应变率范围内并不适用,因为这些机制很难达到本实验中的应变

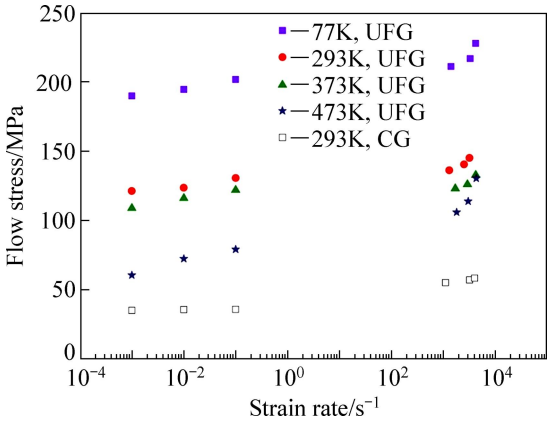


图 6 不同温度下粗晶铝(CG-Al)和超细晶铝(UFG-Al)应变为 10%时流动应力-应变率曲线

Fig. 6 Curves of flow stress vs strain rate for CG-Al and UFG-Al at strain of 10%

表 1 不同条件下超细晶铝应变率敏感性因子随温度的变化

Table 1 Changes of strain rate sensitivity factors of UFG-Al with temperature under different conditions

T/K	Strain rate sensitivity factor	
	Quasi-static load	Dynamic compression load
77	0.01311	0.05865
293	0.01617	0.06543
373	0.02562	0.09173
473	0.05796	0.23179

率水平。因此,对于超细晶铝在准静态甚至动态载荷下的塑性变形机制尚有待进一步的研究。

3 结论

1)与粗晶铝相比,超细晶铝由于晶粒细化其流动应力显著增大。但是,由于超细晶铝在制备过程中发生剧烈塑性变形,材料内部位错密度很高,在加载过程中由于位错的动态回复表现出应变硬化能力的丧失,在高温准静态加载条件下甚至出现应变软化行为。

2)准静态及动态变形条件下,超细晶铝的流动应力对试验温度和应变率表现出更强的敏感性;无论是准静态条件还是动态条件下,超细晶铝的应变率敏感性因子均随着温度的升高而增大。同时,动态条件下超细晶铝的应变率敏感性因子要高于准静态条件下的。

REFERENCES

- [1] HALL E O. The deformation and ageing of mild steel: III discussion of result[C]//Proceedings of the Physical Society of London Section B, 1951, 64: 747–753.
- [2] PETCH N J. The cleavage strength of polycrystals[J]. Journal of the Iron and Steel Institute, 1953, 174: 25–28.
- [3] OSTAPOVETS A, ŠEDA P, JAGER A, LEJCEK P. New misorientation scheme for a visco-plastic self-consistent model: Equal channel angular pressing of magnesium single crystals[J]. International Journal of Plasticity, 2012, 41: 1–12.
- [4] PANDEY A, KHAN A S, KIM E, CHOI S, GNÄUPEL-HEROLD T. Experimental and numerical investigations of yield surface, texture, and deformation mechanisms in AA5754 over low to high temperatures and strain rates[J]. International Journal of Plasticity, 2012, 29: 165–188.
- [5] LI J C M. Mechanical properties of nanocrystalline materials[M]. New York, USA: Pan Stanford Publishing Press, 2011: 1–344.
- [6] MEYERS M A, MISHRA A, BENSON D J. Mechanical properties of nanocrystalline materials[J]. Progress in Materials Science, 2006, 51: 427–556.
- [7] WEI Q M. Strain rate effects in the ultrafine grain and nanocrystalline regimes-influence on some constitutive responses[J]. Journal of Materials Science, 2007, 42: 1709–1727.
- [8] SAADA G, KRÜML T. Deformation mechanisms of nanograined metallic polycrystals[J]. Acta Materialia, 2011, 59: 2565–2574.
- [9] SUO T, LI Y, XIE K, ZHAO F, ZHANG K, LIU Y. The effect of temperature on mechanical behavior of ultrafine-grained copper by equal channel angular pressing[J]. Materials Science and Engineering A, 2010, 527: 5766–5772.
- [10] FARROKH B, KHAN A S. Grain size, strain rate, and temperature dependence of flow stress in ultra-fine grained and nanocrystalline Cu and Al: Synthesis, experiment and constitutive modeling[J]. International Journal of Plasticity, 2009, 25: 715–732.
- [11] LANGLOIS C, GUERIN S, SENNOUR M, HYTCH M J, DUHAMEL C, CHAMPION Y. Thermo-mechanical behaviour of nanostructured copper[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2007, 434/435: 279–282.
- [12] 谢奎, 索涛, 李玉龙, 赵峰. 不同温度下超细晶铜的准静态压缩力学行为[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(8): 1862–1868.
XIE Kui, SUO Tao, LI Yu-long, ZHAO Feng. Quasistatic compressive behavior of ultrafinegrained copper at different temperatures[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(8): 1862–1868.
- [13] WANG Y M, HAMZA A V, MA E. Temperature-dependent strain rate sensitivity and activation volume of nanocrystalline Ni[J]. Acta Materialia, 2006, 54: 2715–2726.
- [14] IWAHASHI Y, WANG J, HORITA Z, NEMOTO M, LANGDON T G. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials[J]. Scripta Materialia, 1996, 35: 143–146.
- [15] SUO T, LI Y, GUO Y, LIU Y. The simulation of deformation distribution during ECAP using 3D finite element method[J]. Materials Science and Engineering A, 2006, 432: 269–274.
- [16] KOLSKY H. An Investigation of the mechanical properties of materials at very high rates of loading[C]//Proceedings of the Physical Society B, 1949, 62: 676–700.
- [17] HUSKINS E, CAO B, LI B, RAMESH K. Temperature-dependent mechanical response of an UFG aluminum alloy at high rates[J]. Exp Mech, 2012, 52: 185.
- [18] YU Z Y, JIANG Q W, LI X W. Temperature-dependent deformation and damage behaviour of ultrafine-grained copper under uniaxial compression[J]. Physica Status Solidi Applications and Materials Science, 2008, 205: 2417–2421.
- [19] 潘金生, 全健民, 田民波. 材料科学基础[M]. 修订版. 北京: 清华大学出版社, 2011: 512–513.
PAN Jin-sheng, TONG Jian-min, TIAN Min-bo. Foundation of material science[M]. Revised Ed. Beijing: Tsinghua University Press, 2011: 512–513.
- [20] ESTRIN Y. Unified constitutive laws of plastic deformation[M]. New York, USA: Academic Press, 1996: 69–106.
- [21] WEI Q M, CHENG S, RAMESH K T, MA E. Effect of nanocrystalline and ultrafine grain sizes on the strain rate sensitivity and activation volume: fcc versus bcc metals[J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 381: 71–79.
- [22] MAY J, HÖPPEL H W, GÖKEN M. Strain rate sensitivity of ultrafine-grained aluminium processed by severe plastic deformation[J]. Scripta Materialia, 2005, 53: 189–194.

(编辑 龙怀中)