

文章编号: 1004-0609(2004)07-1112-05

ECAP 法制备超细晶铝合金材料的超塑性行为^①

王立忠¹, 王经涛², 郭 成¹, 陈金德¹

(1. 西安交通大学 机械工程学院, 西安 710049; 2. 南京理工大学 材料系, 南京 210094)

摘 要: 研究经多道次等径弯曲通道变形后 Al-3% Mg-0.5% Zr 铝合金的超塑性行为。研究表明: 晶粒尺寸由变形前的 50 μm 经过 8 道次等径弯曲通道变形后细化为 0.3 μm ; 随后, 在 330 $^{\circ}\text{C}$ 退火保温 1 h 的条件下, 其晶粒尺寸长大至 10 μm ; 在 500 $^{\circ}\text{C}$ 、应变速率 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 的拉伸实验中, 该超细晶材料的最大延伸率高达 370%, 呈现出良好的超塑性。

关键词: 等径弯曲通道变形; 超细晶材料; Al-3% Mg-0.5% Zr 合金

中图分类号: TG 376.3

文献标识码: A

Superplastic behavior of ultrafine-grained aluminum-based alloy processed by ECAP

WANG Li-zhong¹, WANG Jing-tao², GUO Cheng¹, CHEN Jin-de¹

(1. School of Mechanical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China;

2. Department of Materials Science and Engineering,

Nanjing University of Science and Technology, Nanjing 210094, China)

Abstract: Superplastic behavior of ultrafine-grained Al-3% Mg-0.5% Zr alloy by multi-pass equal channel angular pressing was researched. Investigation shows that the grain size is reduced from 50 μm in the as-received microstructure to 0.3 μm after equal channel angular pressing to a total of 8 passes. The grain size is increased to 10 μm on subsequent annealing at 330 $^{\circ}\text{C}$ for 1 h. A maximum elongation of 370% is achieved at 500 $^{\circ}\text{C}$ with an initial strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ when testing in tension and better superplastic behavior is obtained in the ultrafine-grained material.

Key words: equal channel angular pressing; ultrafine-grained material; Al-3% Mg-0.5% Zr alloy

强烈塑性变形^[1]可制备超细晶材料(晶粒尺寸介于 10~1 000 nm)。其主要方法有 2 种: 一是等径弯曲通道变形(ECAP)^[2, 3]; 另一种是强烈塑性扭转变形(SPTS)^[4]。ECAP 法由于可制备块状大试样的超细晶材料, 而 SPTS 法仅限于直径 10~20 mm、厚度为 0.2~0.3 mm 的圆形试样, 因此 ECAP 法更具有潜在的发展前景。由 Segal 提出的等径弯曲通道变形方法是将试样放入横截面形状完全相同、并成一定交角 φ 的弯曲通道中(如图 1 所

示), 试样在冲头作用下通过弯曲通道时, 发生强烈的剪切变形。改变通道弯曲角度, 可控制试样一道次的变形量。在 φ 为 90° 时, 每道次的等效应变约为 1^[5]。变形前后试样的外形尺寸不变, 可用同一试样重复进行多道次变形, 即可获得很高的等效应变。目前, 用等径弯曲通道挤压法已经制备出多种致密的块状超细晶材料, 如铝及铝合金^[6-9]、铜及铜合金^[10]、镁及镁合金^[11]、钛及钛合金^[12]、复合材料^[13]、低碳钢^[14]和金属间化合物^[15]等。

① 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(59974018)

收稿日期: 2003-10-30; 修订日期: 2004-02-13

作者简介: 王立忠(1968-), 男, 博士研究生。

通讯作者: 王立忠, 电话: 029-82668607; E-mail: wanglz@mail.xjtu.edu.cn

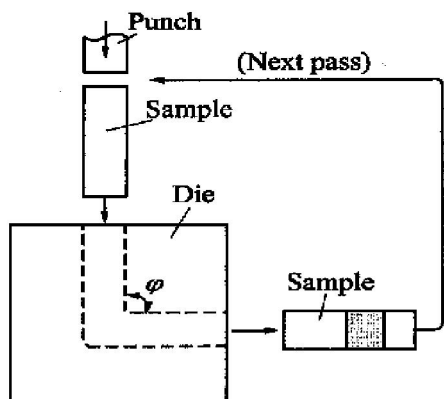


图 1 ECAP 示意图
Fig. 1 Sketch of ECAP

研究材料超塑性对于拓宽材料加工领域和促进其技术进步具有重要意义。目前常用的细晶超塑性需要具备以下 3 个条件: 材料具有细小、均匀、稳定的晶粒组织(一般小于 $10\ \mu\text{m}$), 且在高温下保持稳定; 变形温度一般在 $0.5\sim 0.7T_m$ (T_m 为绝对熔点温度); 应变速率很低, 一般为 $10^{-2}\sim 10^{-5}\text{s}^{-1}$ 。而用 ECAP 法能便捷高效地制备超细晶材料, 这就简化了细晶材料的预处理过程, 还为寻求降低超塑性温度和提高应变速率提供可能性。

1 实验

实验材料采用 Al-3% Mg-0.5% Zr 合金, 添加少量 Zr 有利于增加超细晶材料的热稳定性。将该合金于 $710\ ^\circ\text{C}$ 高温熔化后在水冷铜模中浇注, 铸块尺寸为 $300\text{ mm}\times 200\text{ mm}\times 20\text{ mm}$, 在 $450\ ^\circ\text{C}$ 保温 24 h 条件下进行均匀化退火, 然后热轧成厚度 15 mm 的板材, 并沿板料轧制方向裁切尺寸为 $15\text{ mm}\times 15\text{ mm}\times 60\text{ mm}$ 的 ECAP 试样; 再将试样在 $500\ ^\circ\text{C}$ 保温 4 h, 以获得均匀的晶粒组织, 测出其晶粒尺寸大小为 $50\ \mu\text{m}$ 。在 2 500 kN 挤压机上用自行研制的等径弯曲通道变形模具 ($\varphi=90^\circ$), 重复进行 8 道次冷变形, 每进行后续道次变形时, 试样置入模具的位向不变。

ECAP 变形后, 试样在 $330\ ^\circ\text{C}$, 保温 1 h, 水冷条件下进行退火, 用带偏振光的光学显微镜和透射电子显微镜观察其显微组织的热稳定性, 观察面沿试样长度方向的纵向剖面。

为了研究超塑性, 将退火后的材料加工成长 40 mm、截面尺寸 $2\text{ mm}\times 3\text{ mm}$ 的标准试样, 在 Instron 试验机上进行拉伸试验, 夹头恒速, 应变速率范围 $10^{-1}\sim 10^{-3}\text{s}^{-1}$; 变形温度范围 $450\sim 600\ ^\circ\text{C}$ 。

2 结果及分析

2.1 ECAP 变形后的显微组织

经过 8 道次 ECAP 变形后, 材料的显微组织如图 2 所示。其表现为细板条状显微组织, 平均晶粒尺寸约为 $0.3\ \mu\text{m}$ 。由图 2 的选区衍射谱(SAED)可见, 衍射斑点明显呈现出环状, 表明晶粒之间以大角度晶界分开, 该组织为多晶显微组织。

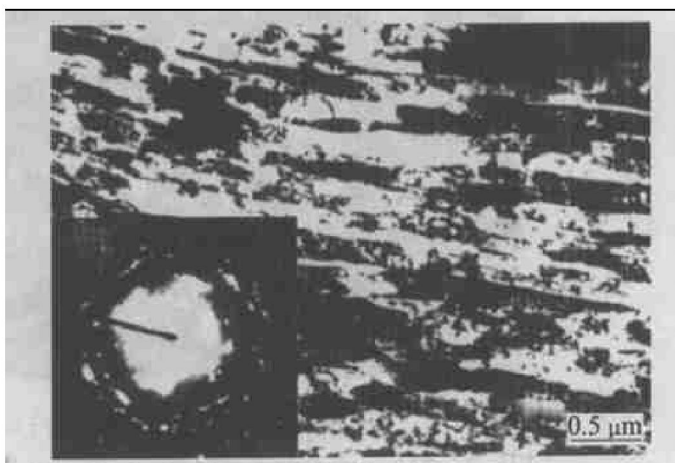


图 2 8 道次变形后的显微组织和
相应的选区衍射谱

Fig. 2 Microstructure and associated SAED pattern after ECAP for 8 passes

2.2 退火后的显微组织和硬度

经过多道次的变形后试样在 $330\ ^\circ\text{C}$ 保温 1 h 的退火条件下, 其显微组织如图 3 所示, 均为再结晶等轴晶粒组织, 图 3(b)~ 3(d) 分别对应于 ECAP 变形 2 道次、4 道次、8 道次。

研究表明, 随着变形道次的增加, 试样的晶粒尺寸由变形前 $50\ \mu\text{m}$ 逐渐细化为 1 道次的 $25\ \mu\text{m}$, 2 道次的 $15\ \mu\text{m}$, 4 道次的 $10.4\ \mu\text{m}$ 。4 道次以后, 晶粒尺寸基本保持不变, 约为 $10\ \mu\text{m}$ (如图 4 所示)。

经过 8 道次变形后的试样在不同退火温度保温均为 1 h 的条件下, 其维氏显微硬度(HV) 与退火温度的关系曲线如图 5 所示。结果显示, HV 值随着退火温度由 $127\ ^\circ\text{C}$ 增加至 $327\ ^\circ\text{C}$ 而逐渐递减。 $327\ ^\circ\text{C}$ 以后, 显微硬度基本保持不变。

2.3 力学性能

对于 8 道次 ECAP 变形和退火后的试样, 在拉伸温度为 $500\ ^\circ\text{C}$ 和不同应变速率条件下所得的真实应力—应变曲线如图 6 所示。由图可见, 材料的真

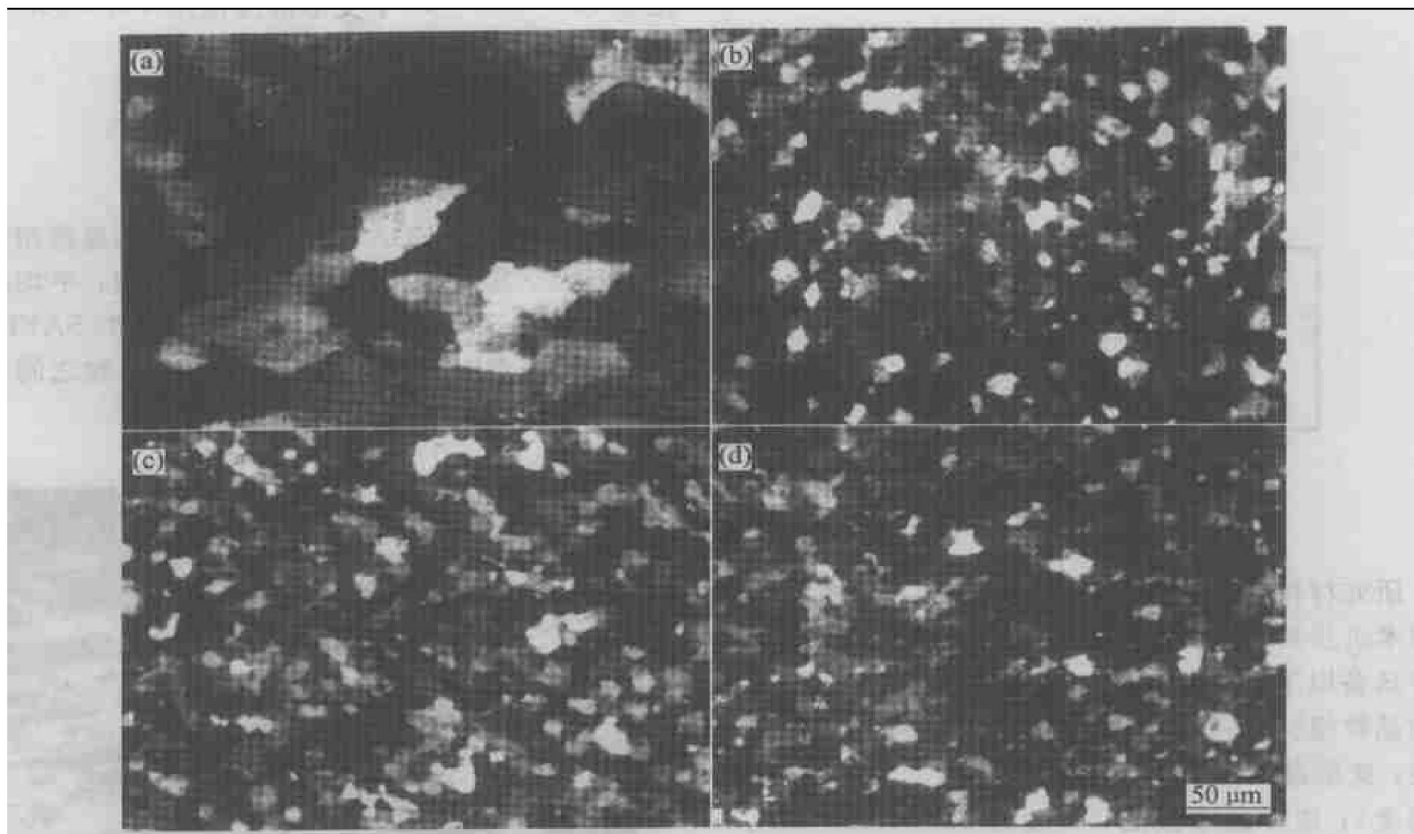


图 3 330 °C 退火保温 1 h 后合金经不同变形道次的再结晶组织

Fig. 3 Microstructures of alloy before ECAP (a), and after annealing at 330 °C for 1 h following ECAP for 2 passes (b), 4 passes (c) and 8 passes (d)

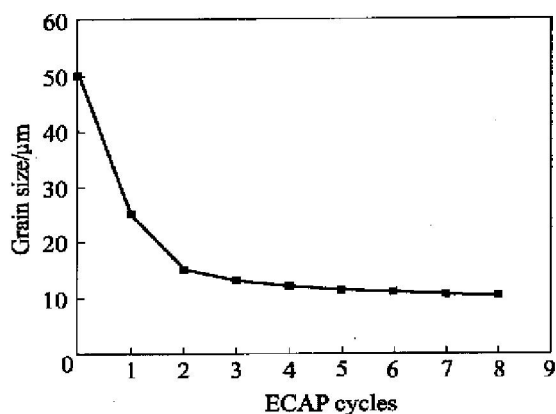


图 4 330 °C 退火保温 1 h 后
合金晶粒尺寸与变形道次的关系

Fig. 4 Variation of grain size with number of passes for alloy after annealing at 330 °C for 1 h

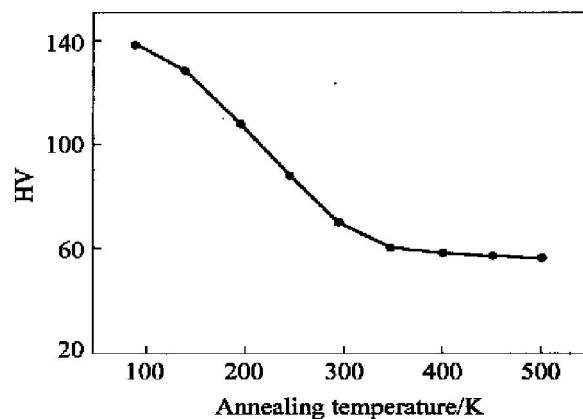


图 5 8 道次变形后合金硬度与退火温度的关系

Fig. 5 Variation of hardness with annealing temperature for alloy after ECAP for 8 passes

实应力随应变速率的降低而减小，而塑性指标随应变速率的减小而增大，且无明显的硬化特征。

在应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时，延伸率与拉伸温度的关系如图 7 所示。由图可见，最佳的拉伸温度为 500 °C 左右时，其延伸率高达 370%。又在同样的应变速率条件下，且拉伸温度为 500 °C 时，延伸率与变形道次的关系如图 8 所示。从图 8 可以看

出，ECAP 变形从 5 道次至 7 道次时，其延伸率在 200% ~ 300% 的范围内变化。目前，关于“超塑性”一词尚无物理本质上的确切定义，一般认为拉伸实验的延伸率大于 200%，即为超塑性。因此，可以认为在上述条件下，该铝合金已呈现出良好的超塑性。

此外，从图 7 可以看出，在变形温度为 450 °C 和

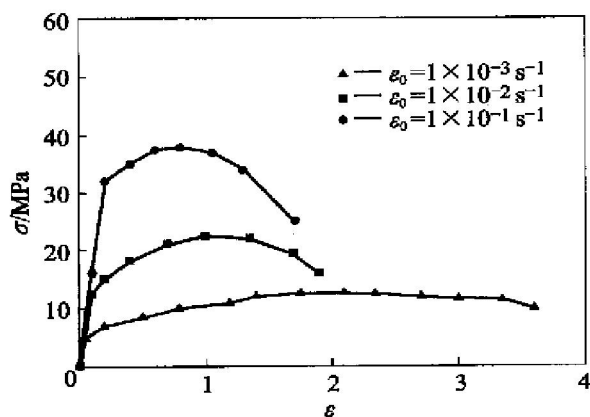


图 6 8 道次变形后合金于 500 °C 拉伸时
应力与应变的关系

Fig. 6 Relationship of stress versus strain for alloy tested at 500 °C after ECAP for 8 passes

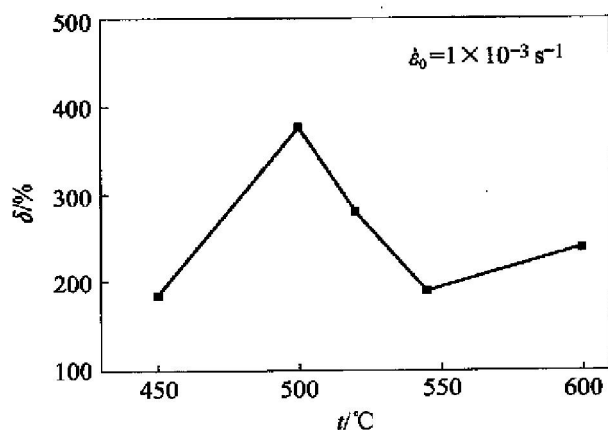


图 7 8 道次变形后合金延伸率与拉伸温度的关系

Fig. 7 Relationship of elongation versus testing temperature for alloy after ECAP for 8 passes

应变速率 10^{-3} s^{-1} 的条件下, 材料的延伸率已非常接近 200%。但在本实验中未达到降低变形温度和提高应变速率的预期效果, 这可能与超细晶材料预处理中的退火规范不够完善有关, 对此还需作进一步研究。

3 结论

1) 用 ECAP 法制备出超细晶 Al-3% Mg-0.5% Zr 铝合金材料, 累计等效应变为 8。晶粒尺寸由变形前的 50 μm 经过 8 道次 ECAP 变形后细化至 0.3 μm 。

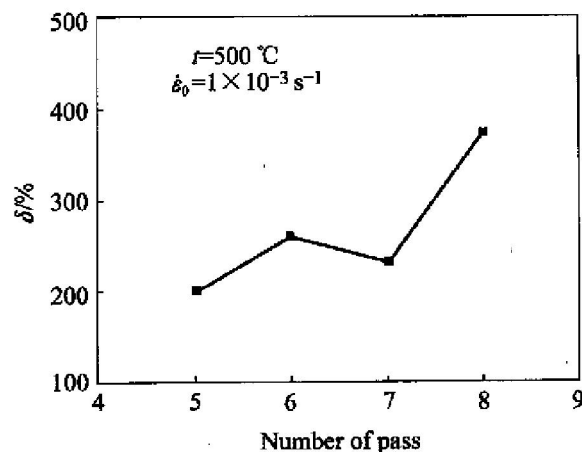


图 8 合金延伸率与变形道次的关系

Fig. 8 Variation of elongation with ECAP cycles for alloy

2) 材料经 4 道次 ECAP 变形后, 在 330 °C 保温 1 h 的退火条件下, 变形材料发生再结晶, 等轴晶粒尺寸约为 10 μm 。随着变形道次的增加, 晶粒尺寸基本保持不变。

3) 经过 8 道次 ECAP 变形和退火后的试样, 在拉伸温度为 500 °C、应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的条件下, 该超细晶材料的最大延伸率高达 370%, 真实应力仅为 10 MPa, 无明显的硬化特征, 呈现出良好的超塑性。

4) 采用的 ECAP 法能便捷高效地产生强烈的塑性变形和细化晶粒, 使得预处理过程比较简便, 这对于研究其他材料的细晶超塑性具有参考价值。

REFERENCES

- [1] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation [J]. Progress in Material Science, 2000, 45(2): 103 - 189.
- [2] Segal V M, Reznikov V I, Drobyshvskiy A D, et al. Plastic working of metals by simple shear [J]. Russian Metall, 1981, 1: 99 - 105.
- [3] Wang J, Horita Z, Furukawa M, et al. An investigation of microstructural stability in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size [J]. Acta Mater, 1996, 44(7): 2973 - 2982.
- [4] Alexandrov I V, Zhu Y T, Lowe T C, et al. Consolidation of nanometer sized powders using severe plastic torsional straining [J]. Nano Structured Material, 1998, 110(1): 45 - 54.
- [5] Iwahashi Y, Wang J, Horita Z, et al. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultrafine

- grained materials[J]. Scripta Mater, 1996, 35(2): 143 - 146.
- [6] Horita Z, Smith D, Furukawa M, et al. Evolution of grain boundary structure in submicrometer-grained Al-Mg alloy[J]. Materials Characterization, 1996, 37: 285 - 294.
- [7] LIU Zuryan, LIANG Guo-xian, WANG Er-de, et al. Effect of equal channel angular pressing on structure of Al alloy 2024[J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 1997, 7(2): 160 - 162.
- [8] 郑立静, 张 焱, 曾梅光, 等. ECAP 制备的亚微米 7050 铝合金的力学性能和微观结构[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(5): 1012 - 1015.
- ZHENG Lǐ-jìng, ZHANG Yǎn, ZENG Mēi-guāng, et al. Microstructure and mechanical properties of submicrometer 7075 aluminum alloy prepared by ECAP[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(5): 1012 - 1015.
- [9] 刘 咏, 唐志宏, 周科朝, 等. 纯铝等径角挤压技术 (I) —显微组织演化[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(1): 21 - 26.
- LIU Yong, TANG Zhǐ-hóng, ZHOU Kē-chāo, et al. Equal channel angular pressing process (ECAP) of pure Al (I) —microstructure evolution[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(1): 21 - 26.
- [10] Neishi K, Uchida T, Yamauchi A, et al. Low-temperature superplasticity in a Cu-Zr-Sn alloy processed by severe plastic deformation[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 307(1/2): 23 - 28.
- [11] Yamashita A, Horita Z, Langdon T G. Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 300(1/2): 142 - 147.
- [12] Stolyarov V V, Zhu Y T, Lowe T C, et al. Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 303(1/2): 82 - 89.
- [13] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Kuzmina N F. Strengthening and grain refinement in an Al-6061 metal matrix composite through intense plastic straining[J]. Scripta Materialia, 1999, 40(1): 117 - 122.
- [14] Fukuda Y, Oh-ishi K, Horita Z, et al. Processing of a low-carbon steel by equal-channel angular pressing[J]. Acta Materialia, 2002, 50: 1359 - 1368.
- [15] Sastry S M, Mahapatra R N, Hasson D F. Microstructural refinement of Ti-44Al-11Nb by severe plastic deformation[J]. Scripta Mater, 2000, 42: 731 - 736.

(编辑 陈爱华)