

文章编号: 1004-0609(2004)12-2016-05

铝合金表面纳米化处理及显微结构特征^①

胡兰青¹, 李茂林¹, 王 科^{1, 2}, 刘 刚², 卫英慧¹, 许并社¹

(1. 太原理工大学 材料科学与工程学院, 太原 030024; 2. 中国科学院 金属研究所, 沈阳 110016)

摘 要: 采用高能喷丸技术在 1420 铝合金上制备出纳米晶结构表层, 利用 X 射线衍射仪、透射电子显微镜及高分辨电子显微镜研究由表层沿厚度方向的结构变化特征, 并对硬度沿厚度方向的变化进行分析。结果表明: 经过表面高能喷丸处理, 样品表面形成了厚度约为 20 μm 的纳米晶层, 平均晶粒尺寸由约 20 nm 逐渐增加到约 100 nm; 距表层约 20~50 μm 为亚微细晶层; 表面纳米化的程度与塑性变形量有关; 表面纳米化是通过位错滑移的塑性变形方式实现的; 与样品的内部相比, 表面硬度显著提高。

关键词: 铝合金; 高能喷丸; 表面纳米化; 显微结构; 硬度

中图分类号: TG 113.1; TG 146.2

文献标识码: A

Microstructure and characterization of surface nanocrystallization of aluminum alloy

HU Lan-qing¹, LI Mao-lin¹, WANG Ke^{1, 2}, LUI Gang²,
WEI Ying-hui¹, XU Bin-she¹

(1. College of Materials Science and Engineering,

Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China;

2. Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: A nanostructured surface layer was fabricated on an aluminum alloy 1420 by using a high-energy shot peening (HESP) technique. HESP induced structure along the depth of the treated sample surface layer was characterized by means of X-ray diffraction, transmission electron microscope and high-resolution electron microscope; and the hardness variation along the depth of the treated sample was examined. Experimental results show that nanostructured surface layer of about 20 μm of thickness is formed after HESP, the average grain size increases from about 20 nm in the surface layer to about 100 nm at a depth of 20 μm . In the region of 20~50 μm deep from the surface, there exists submicro-fine grained layer. The degree of the surface crystallization is related to the amount of the plasticity deformation. The surface nanocrystallization can realize by the method of the plastic deformation of dislocation slipping. The hardness of nanostructured surface layer is enhanced significantly after HESP compared with that of the initial sample.

Key words: aluminum alloy; high-energy shot peening; surface nanocrystallization; microstructure; hardness

纳米晶体材料自问世以来, 由于其晶粒尺寸小, 界面密度高, 以独特的物理化学性能、力学性能^[1, 2], 如高的硬度、强度^[3, 4]和优异的摩擦、磨损性能^[5, 6], 引起了各国学者的普遍重视。目前已

有多种纳米材料的制备方法, 如非晶晶化法^[2]、电解沉积法^[7]、机械研磨法^[8]、强烈塑性变形法^[9]等, 但这些方法由于制备技术复杂、成本高, 或因材料外形尺寸有限、内部缺陷多等缺点, 尚不足以

① 基金项目: 山西省青年科技研究基金资助项目(20011019)

收稿日期: 2004-05-25; 修订日期: 2004-08-20

作者简介: 胡兰青(1963-), 女, 副教授, 博士研究生。

通讯作者: 胡兰青, 副教授; 电话: 0351-6018685; E-mail: hlqy@126.com

制备出具有实际工程应用价值的大块金属纳米材料, 制约了纳米晶体材料在工业上的实际应用。

材料的许多失效行为是从表面开始的, 如果在传统金属材料表面制造出性能优异的纳米层, 即实现表面纳米化, 就可以利用纳米材料优异的功能特性提高材料的整体性能及服役行为。许多常规表面加工技术均可用于实现表面纳米化, 如利用高能喷丸技术可在材料的表面获得一定厚度的纳米晶组织, 从而为纳米技术在工程材料上的应用提供切实可行的途径。

为了探索金属材料表面纳米化结构特征及其对性能的影响, 本研究采用高能喷丸技术对 1420 铝合金进行表面处理, 在材料的表层获得纳米晶组织, 利用 XRD、TEM 和 HRTEM 对高能喷丸表面纳米化处理前后的样品进行结构表征。

1 实验

实验所用材料为 3 mm 厚的 1420 Al-Li 合金, 成分 (质量分数) 为: Li 1.50% ~ 2.60%, Mg 4.60% ~ 4.80%, Mn 0.21% ~ 1.00%, Zr 0.05% ~ 0.30%, Ti 0.05% ~ 0.15%, Cr 0.05% ~ 0.30%。将该合金切成尺寸为 100 mm × 100 mm 的片状试样, 样品表面经研磨、抛光, 随后在真空炉中进行固溶处理 (540 °C, 1 h)。金相分析表明, 样品晶粒尺寸约为 30 μm。采用高能喷丸技术^[10]进行样品的表面纳米化处理, 弹丸材料为不锈钢, 直径为 8 mm, 在真空条件下进行喷丸处理, 喷丸时间分别为 5 和 30 min。

X 射线衍射分析在理学 D/max2400 衍射仪上进行。实验采用 Cu 靶, 管电压为 50 kV, 管电流为 100 mA。用 H-800 透射电镜和 JEM-2010 高分辨透射电镜观测样品从表层至心部一定深度的微观组织, 透射电镜样品的制备采用电解液双喷减薄法。在 MVK-H3 显微硬度测量仪上测量样品沿厚度方向硬度的变化, 所加载荷为 10 g, 时间 10 s。

2 结果与讨论

2.1 组织结构

图 1 所示为高能喷丸前后 1420 铝合金样品的 X 射线衍射谱。可以看出, 同固溶态的晶粒相比, 高能喷丸处理后 X 射线 Bragg 衍射峰明显宽化。这是由晶粒细化和微观应变增加所致。

取高能喷丸处理 30 min 的样品进行显微组织结构观察。图 2 所示为喷丸样品中距表面约 100 μm 处的 TEM 明场像。由图可见, 晶粒内部形成了大量的位错缠结区, 变形金属中位错胞的形成不仅与变形量有关, 还决定于材料类型^[11~16]。具有高层错能的金属及合金进行塑性变形时会很快地形成胞状结构, 因为高层错能晶体中的位错不易分解, 能借交滑移来克服移动时所遇到的障碍, 具有较大的移动性, 直到与其他位错发生交互作用而聚成缠结, 故晶体变形后其位错呈不均匀分布, 将晶体分成许

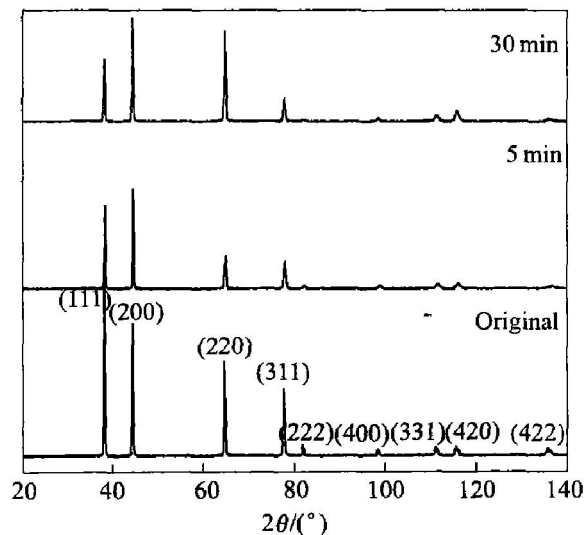


图 1 表面高能喷丸不同时间样品和固溶态样品的 X 射线衍射谱

Fig. 1 XRD patterns for Al alloy specimens after HESP treatment for different time



图 2 距样品表面 100 μm 处的 TEM 明场像

Fig. 2 Bright-field TEM image of layer at distance of about 100 μm from surface layer of HESP treated specimen

多高位错密度及低位错密度的地区,此即是位错胞的初始阶段。本研究所用铝合金的层错能比较大,其塑性变形主要依靠位错的运动,所以变形时易形成位错胞结构。随着进一步的塑性变形,位错的缠结区将转变成位错胞,位错胞可以进一步发展转化为亚晶粒。

图 3 所示为喷丸样品中距表面约 50 μm 处的 TEM 明场像。可以看到由排列整齐的位错墙构成的亚晶粒。亚晶最初是随着晶界上位错形成而形成的。随着变形量的增加,胞界上的位错相互作用,形成位错墙。随着位错密度的增加和位错间距的减小,位错墙可能发展成亚晶界,即原始晶粒细化成为边界由位错组成的亚晶,这是一种小角度晶界。



图 3 距样品表面 50 μm 处的 TEM 明场像

Fig. 3 Bright-field TEM image of layer at distance of about 50 μm from surface layer of HESP treated specimen

图 4 所示为喷丸样品中距表面约 20 μm 处的 TEM 明场像。可以看出,其晶粒尺寸大约为 80~120 nm,且同一晶粒内部衍射衬度发生明显变化,表明存在一定的内应力。

图 5 所示为喷丸处理后样品距表层约 5 μm 处的 TEM 明场像和选区电子衍射花样。由 TEM 明场像可以看出,喷丸处理后,样品表面层晶粒尺寸均匀,为等轴晶粒,最小晶粒尺寸约 10 nm,最大约 50 nm,一些晶粒边界是可见的,但许多晶界是不清晰的。由环形衍射图可知,各晶粒的晶体学取向随机,表明有很高的晶界取向差。

以上观察(图 3~5)表明,随着距表层距离的减小,变形组织由距表层较深处的亚晶粒变为约 100

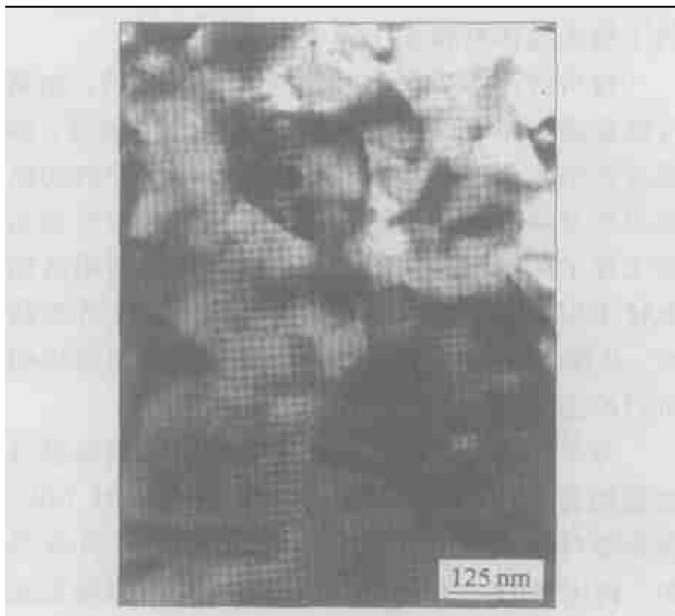


图 4 距样品表面 20 μm 处的 TEM 明场像

Fig. 4 Bright-field TEM image of layer at distance of 20 μm from surface layer of HESP treated specimen

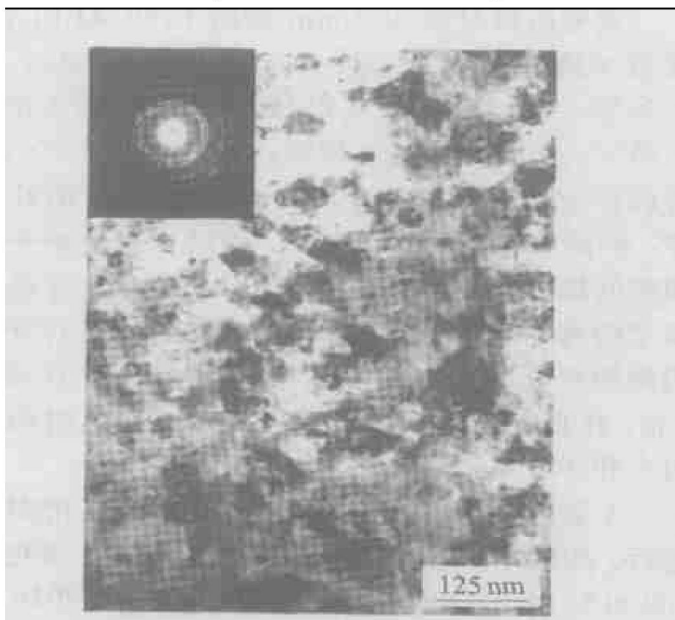


图 5 距样品表面 5 μm 处的 TEM 明场像和选区电子衍射花样

Fig. 5 Bright-field TEM image and corresponding SAED pattern of layer at distance of 5 μm from surface layer of HESP treated specimen

nm 的大角晶粒再变为近表层的约 20 nm 的大角晶粒,说明随着变形量的增加(由内部到表层),变形组织经历了由大量位错缠结到形成位错胞、再形成位错墙,从而形成亚晶粒的变化过程;变形量继续增加,产生的大量位错滑移向亚晶界,使亚晶间取向不断增大变为大角度晶界。

图 6 所示为高能喷丸处理 30 min 后样品表层的高分辨像。可以看出各晶粒取向差很大, 属于大角度晶界。进一步说明随着变形量的增加, 晶粒的取向差增加, 由小角度晶界的亚晶转化为大角度晶界的纳米晶。

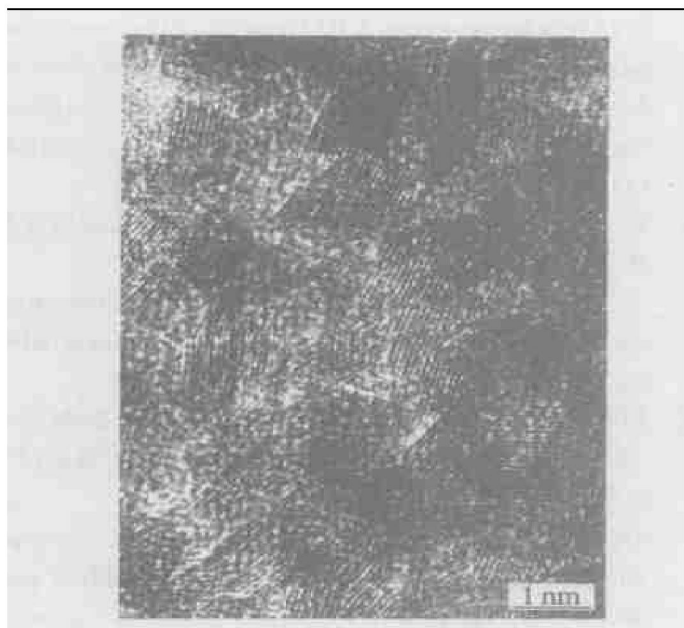


图 6 样品表层的高分辨像
Fig. 6 HRTEM image of surface layer

以上实验结果说明, 高能喷丸方法可在材料表层形成纳米晶组织, 由于塑性变形量的不同, 晶粒尺寸沿样品深度方向不同, 晶粒尺寸由接近表层的约 20 nm 增大到深 20 μm 处的 80~120 nm, 距表层约 20~50 μm 为亚微细晶层, 直至基体的较大晶粒组织。

2.2 硬度变化

图 7 所示为经过高能喷丸处理 30 min 的样品, 其硬度沿厚度方向的变化。可以看出, 高能喷丸处理后样品表面的硬度明显增大, 并随着深度的增加而逐渐减小, 与显微组织未发生变化的心部相比, 样品表面硬度提高一倍以上, 表面以下 20 μm 深度范围内的硬度也明显增大。随着深度的进一步增加, 硬度值趋于稳定。高能喷丸后表面硬度的提高可归因于晶粒细化和加工硬化两种效应的共同作用。由样品组织与性能的对对应关系可以看出, 晶粒尺寸沿样品的厚度方向逐渐增大, 而硬度逐渐减小, 这种现象与传统的 Hall-Petch 关系一致, 也与其他超细晶材料的力学性能研究结果相符^[3], 因此可以确定表面纳米化对材料表面的强化有一定的贡献。

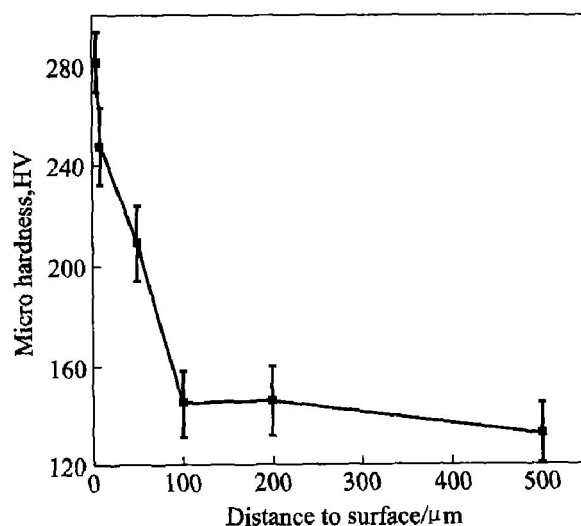


图 7 高能喷丸处理 30 min 样品硬度沿厚度方向的变化

Fig. 7 Hardness variation along depth of specimen after HESP treatment for 30 min

3 结论

1) 采用高能喷丸技术可在铝合金样品上制备出具有纳米晶结构的表面层, 表面纳米化的程度与塑性变形量有关; 样品晶粒尺寸由表层的约 20 nm 增加到深 20 μm 处的 80~120 nm, 距表层约 20~50 μm 为亚微细晶层, 直至基体的较大晶粒组织。

2) 铝合金的表面纳米化是通过位错滑移的塑性变形方式实现的。

3) 表面纳米化使材料的表层明显强化, 与样品的心部相比, 表层的硬度可提高一倍以上。

REFERENCES

- [1] Gleiter H. Nanocrystalline materials[J]. Prog Mater Sci, 1989, 33: 223 - 315.
- [2] Lu K. Nanocrystalline metals crystallized from amorphous solids: Nanocrystallization, structure and properties[J]. Mater Sci Eng R, 1996, 16: 161 - 221.
- [3] Jang J S C, Koch C C. Hall-Petch relationship in nanocrystalline iron produced by ball milling[J]. Scr Metall Mater, 1990, 24: 1599 - 1604.
- [4] Brun P L, Gaffet E, Froye L, et al. Structure and properties of Cu, Ni and Fe powders milled in a planetary ball mill[J]. Scr Metall Mater, 1992, 26: 1743 - 1748.
- [5] Jeong D H, Gonzalez F, Palumbo G, et al. The effect of grain size on the wear properties of electrodeposited nanocrystalline nickel coatings[J]. Scripta Mater, 2001, 44: 493 - 499.
- [6] Robertson A, Erb U, Palumbo G. Practical applications

- for electrodeposited nanocrystalline materials[J]. *Nanostruct Mater*, 1999, 12: 1035 - 1040.
- [7] Erb U, Efsherik A M, Palumbo G, et al. Synthesis, structure and properties of electroplated nanocrystalline materials[J]. *Nanostr Mater*, 1993, 2(4): 383 - 390.
- [8] Koch C C. Synthesis of nanostructured materials by mechanical milling problems and opportunities[J]. *Nanostr Mater*, 1997, 9(1): 13 - 22.
- [9] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation[J]. *Progr Mat Sci*, 2000, 45: 103 - 189.
- [10] 卢柯, 吕坚. 一种金属材料表面纳米层的制备方法[P]. 中国专利 99122670.4, 1999 - 12 - 24.
- LU Ke, Lǚ Jian. A preparation method of surface nanocrystalline layer of metal materials [P]. CN 99122670.4, 1999 - 12 - 24.
- [11] Liu G, Wang S C, Lu K, et al. Low carbon steel with nanostructured surface layer induced by high-energy shot peening[J]. *Scr Mater*, 2001, 44: 1791 - 1795.
- [12] Wu X L, Tao N R, Lu K, et al. Microstructure and evolution of mechanically-induced ultrafine grain in surface layer of Al alloy subjected to USSP[J]. *Acta Materialia*, 2002, 50: 2075 - 2084.
- [13] Liu G, Lu J, Lu K. Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by nltrasonic shot peening[J]. *Mater Sci Eng A*, 2000, 286: 91 - 95.
- [14] 张洪旺, 刘刚, 卢柯, 等. 表面机械研磨诱导 AISI304 不锈钢表层纳米化(I): 组织与性能[J]. *金属学报*, 2003, 39(4): 342 - 346.
- ZHANG Hong-wang, LIU Gang, LU Ke, et al. Surface nanocrystallization of AISL304 stainless steel induced by surface mechanical attrition treatment (I): structure and property[J]. *Acta Metall Sin*, 2003, 39(4): 342 - 346.
- [15] 刘刚, 雍兴平, 卢柯. 金属表面纳米化的研究现状[J]. *中国表面工程*, 2001, 52(3): 1 - 5.
- LIU Gang YONG Xing-ping, LU Ke. Present situation of investigation about surface nanocrystalline metals[J]. *Chin Surf Eng*, 2001, 52(3): 1 - 5.
- [16] 张洪旺, 刘刚, 卢柯, 等. 表面机械研磨诱导 AISI304 不锈钢表层纳米化(II): 晶粒细化机理[J]. *金属学报*, 2003, 39(4): 347 - 350.
- ZHANG Hong-wang, LIU Gang, LU Ke, et al. Surface nanocrystallization of AISL304 stainless steel induced by surface mechanical attrition treatment (II): grain refinement mechanism [J]. *Acta Metall Sin*, 2003, 39(4): 347 - 350.

(编辑 陈爱华)