

文章编号: 1004-0609(2004)05-0741-05

7475 铝合金 ECAP 的晶粒细化极限^①

张 郑, 王经涛, 赵西成

(西安建筑科技大学 冶金工程学院, 西安 710055)

摘 要: 将等径弯曲通道变形应用于 7475 铝合金, 等效真应变达 12。对 7475 铝合金在不同温度下 ECAP 变形后显微组织特征和晶粒细化极限进行了研究。结果表明: 变形温度从 273 K 到 773 K, 7475 铝合金的晶粒细化极限为 0.29 ~ 1.90 μm , 且极限晶粒尺寸的倒数与变形温度的倒数成正比关系。在较高温度下, 组织中产生大量的沉淀相粒子能有效钉扎晶界, 阻碍晶粒长大, 使合金具有较好的组织热稳定性。

关键词: 7475 铝合金; 等径弯曲通道变形; 晶粒细化极限; 沉淀相粒子

中图分类号: TG 146.2⁺1

文献标识码: A

Microstructure and grain refinement limit of 7475 aluminum alloy after equal channel angular pressing

ZHANG Zheng, WANG Jing-tao, ZHAO Xi-cheng

(School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

Abstract: Equal channel angular pressing was conducted on a 7475 aluminum alloy at temperature from room temperature to 773 K up to an equivalent true strain of 12. The grain refinement limit was dependent upon the precise pressing temperature, and the grain was refined to within the range from 0.29 to 1.9 μm by ECAP at these different temperatures. At higher temperature, it is apparent that these precipitates may be important in pinning the grain boundaries and thus increasing the thermal stability of the sub-micrometer-grained structure.

Key words: aluminum 7475 alloy; equal channel angular pressing; grain refinement limit; precipitate

等径弯曲通道变形(ECAP)作为一种细化晶粒的有效手段, 现已得到广泛的研究^[1-3]。已有报道说明 ECAP 可用于纯铝, 1100, 2024, 3004, 5083, 6061 合金和 7075 铝合金^[4-7], 但其用于可热处理强化铝合金的研究非常有限^[8, 9], 这与 ECAP 用于这些合金产生的沉淀强化和塑性不断降低有关。本文作者的目的是开发 ECAP 用于 7475 铝合金。实验中采用 C 和 B_c 2 种变形方式, 分别为试样每次通过 ECAP 模具时顺次沿其轴线翻转 180° 和 90°^[10]。研究了 7475 铝合金 ECAP 变形后的显微组织特征。

1 实验

实验材料为热轧 7475 铝合金板材, 晶粒平均长度约为 130 μm , 宽度约 20 μm 。合金的化学成分见表 1。从热轧板材上沿轧制方向切割 ECAP 试样, 试样尺寸为 15 mm × 15 mm × 60 mm。

等温 ECAP 实验温度为 273, 523, 573, 773 K。将 ECAP 试样和模具同时放入加热炉中加热到指定温度, 保温一段时间后进行 ECAP 变形。由于 ECAP 变形试样经过一道次变形后其外形尺寸不变, 这样就可以进行重复变形, 直到获得所需的剧

① 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(59974018)

收稿日期: 2003-09-02; 修订日期: 2003-11-27

作者简介: 张 郑(1971-), 女, 讲师, 硕士。

通讯作者: 张 郑, 电话: 029-82202923; E-mail: zhangz90@hotmail.com

烈变形量。本次实验中采用的 ECAP 模具, 2 个等径通道的夹角为 $\pi/2$, 试样的道次等效真应变可达 $12^{[11]}$ 。

表 1 实验合金的化学成分

Table 1 Compositions of experimental 7475 alloy (mass fraction, %)

Zn	Mg	Cu	Mn	Cr
5.960	2.250	1.600	0.060	0.220
Fe	Si	Ti	Al	
0.064	0.028	0.060	Bal.	

采用光学和电子显微镜观察变形后合金的微观组织。光学微观组织观察中, 试样用体积分数为 38% H_2SO_4 , 42% H_2PO_4 和 19% H_2O 混合溶液进行电化学阳极覆膜处理, 然后在偏振光下观察。在电子微观组织观察中, 采用 JEM-200CX 透射电镜, 加速电压 160 kV, 试样在室温下减薄并用体积分数为 10% HClO_4 , 20% $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}_3$ 和 70% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 溶液双面抛光。选区电子衍射实验 (SEAD), 选区光栅直径为 $2.5 \mu\text{m}$ 。晶粒尺寸测量采用直线截取法。

2 结果与分析

图 1 所示分别为 C 方式室温 ECAP 变形 5 道次后的微观组织和选区衍射谱。由图可见, 该组织处于高能非平衡状态, 但晶粒均匀分布且基本上是等轴的。尽管基体组织中单个晶粒的界线不明显,



图 1 7475 铝合金在 273 K 经 C 方式 ECAP 5 道次后的典型微观组织和选区电子衍射谱

Fig. 1 Typical microstructure and SAED pattern for 7475 aluminum alloy after ECAPed at 273 K for 5 passes using route C

但选区电子衍射谱显示其为多晶组织, 且具有较高的内应力。晶粒平均尺寸为 $0.4 \sim 0.6 \mu\text{m}$ 。另外, 组织中没有观察到明显的沉淀相。

图 2 显示了在 523 K 经 B_C 方式 ECAP 变形 12 道次后试样的典型微观组织和选区电子衍射谱。与图 1 相比, 组织由高能非平衡状态逐渐向平衡态转变, 但晶界仍然较模糊。晶粒仍为均匀分布的等轴晶粒, 一些晶粒内有大量位错, 表明这些晶粒处于不稳定状态。有研究者认为, ECAP 产生的微观组织特征就是非平衡的晶界^[12]。选区电子衍射光谱为多晶斑点, 表明其为多晶组织, 但是内应力相对降低, 组织处于较稳定状态。均匀分布的等轴晶粒平均尺寸为 $0.29 \mu\text{m}$ 。在图 2 中可观察到许多圆形沉淀相, 这是图 1 中所没有的, 这些沉淀相的出现与实验所采用的合金的化学成分有关。图 3 进一步表明, 这些沉淀相的尺寸约为 $20 \sim 40 \text{ nm}$ 。

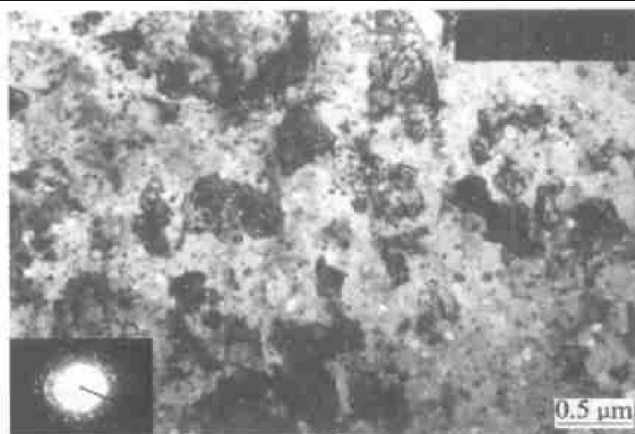


图 2 7475 铝合金在 523 K 经 B_C 方式 ECAP 12 道次后的典型微观组织和选区电子衍射谱

Fig. 2 Typical microstructure and SAED pattern for 7475 aluminum alloy after ECAPed at 523 K for 12 passes using route Bc

7475 铝合金在 523 K 经 B_C 方式 ECAP 8 和 10 道次后的研究结果也得到相似的组织特征, 其平均晶粒尺寸约为 0.35 和 $0.3 \mu\text{m}$, 比 ECAP12 道次后平均晶粒尺寸稍大^[13]。

图 4 所示为在 573 K 经 B_C 方式 ECAP12 道次后试样的典型微观组织和选区衍射谱。与图 2 相比, 组织稳定性明显提高且接近平衡状态, 晶粒仍处于均匀等轴分布状态。在高放大倍数下 (图 4(b)) 观察, 晶界明显且晶粒内部几乎没有位错, 平均晶粒尺寸约为 $0.5 \mu\text{m}$ 。选区电子衍射光谱进一步表明该组织接近平衡状态, 且为多晶组织。与图 2, 3

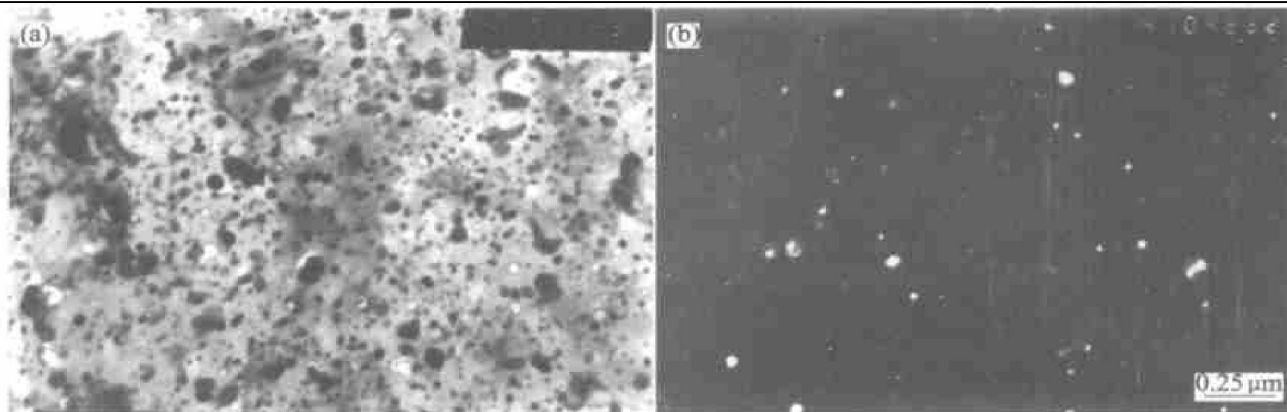


图 3 7475 铝合金在 523 K 经 B_C 方式 ECAP 12 道次后的典型沉淀相组织

Fig. 3 Typical bright (a) and dark field (b) images showing distribution of precipitates in 7475 aluminum alloy after ECAPed at 523 K for 12 passes using route B_C

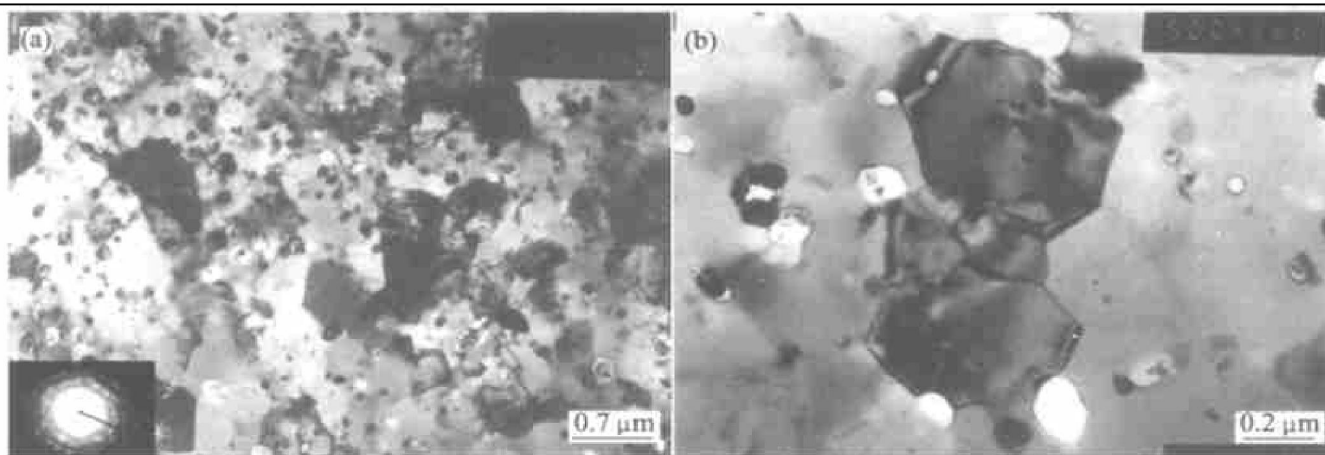


图 4 7475 铝合金在 573 K 经 B_C 方式 ECAP 12 道次后的典型组织及选区衍射谱

Fig. 4 Typical microstructure and SAED pattern (a) and sub-micrometer-grained structure (b) for 7475 aluminum alloy after ECAPed at 573 K for 12 passes using route B_C

相比, 图 5 所示的组织中沉淀相较少, 沉淀相粒子的平均尺寸约 20~40 nm。从图 4(b) 可清楚地观察到这些沉淀相粒子大多分布在晶界, 对晶界起到钉扎作用, 有助于提高亚微晶组织的热稳定性。

在 573 K 经 B_C 方式 ECAP 8, 9, 10 和 11 道次得到的微观组织与 12 道次相似, 其平均晶粒尺寸分别为 0.8, 0.6, 0.55 和 0.5 μm, 较 12 道次的晶粒尺寸稍大^[13]。

图 6 所示为 773 K 经 B_C 方式 ECAP 5 道次后试样的典型微观组织。由图可见, 部分区域有明显的晶界, 晶粒平均尺寸约为 1.9 μm。另外组织中有大量粗大沉淀相产生。在较高温度下 ECAP 变形, 虽然能将组织有效细化, 但未能达到亚微晶状态。

3 讨论

研究发现, 采用不同的 ECAP 变形工艺, ECAP

后亚微晶晶粒尺寸与变形道次的关系如图 7 所示。随着 ECAP 变形道次的增加, 亚微晶晶粒尺寸下

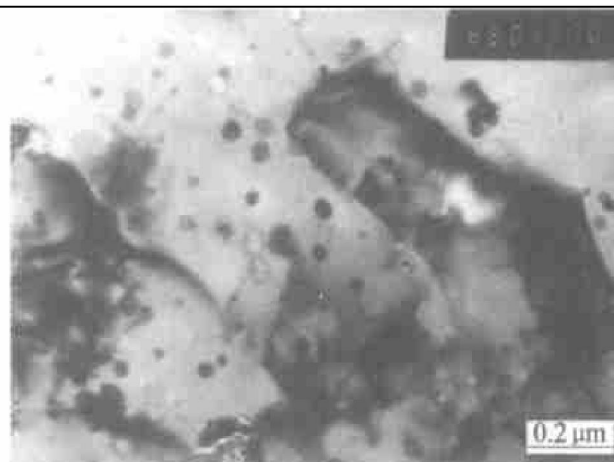


图 5 7475 铝合金在 573 K 经 B_C 方式 ECAP 12 道次后的沉淀相分布

Fig. 5 Distribution of precipitates after ECAPed at 573 K for 12 passes using route B_C

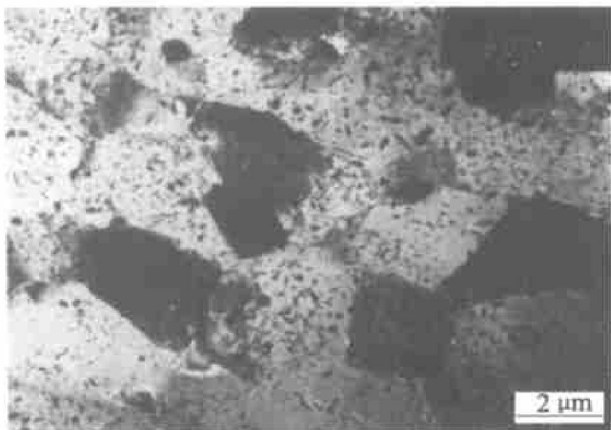


图 6 7475 铝合金在 773 K 经 B_C 方式 ECAP12 道次后的典型组织

Fig. 6 Typical microstructure after ECAPed at 773 K for 5 passes using route B_C

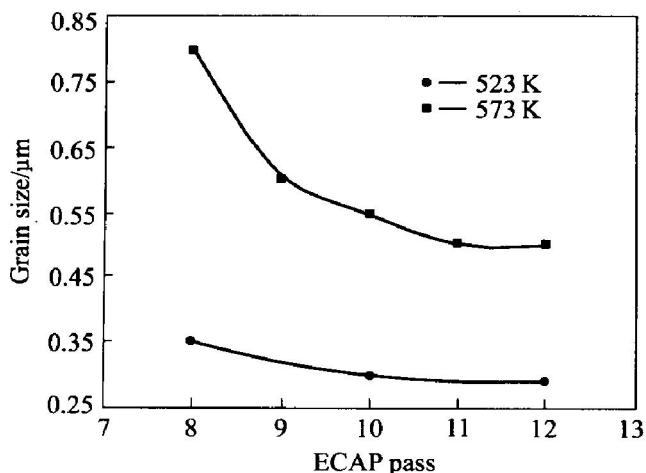


图 7 7475 铝合金 ECAP 后亚微晶晶粒尺寸与变形道次的关系

Fig. 7 Relation between average grain size and ECAP passes for 7475 aluminum after ECAPed at 523 and 573 K using route B_C

降。在 573 K 下, 随着 ECAP 变形道次的增加, 晶粒尺寸逐渐趋于一极限值, 把这一极限尺寸称为该条件下 ECAP 的细化极限。对该温度 ECAP 后晶粒尺寸 d (μm) 和变形道次 n 进行回归分析发现, d 与 n 之间服从下列关系:

$$d = 910.6 \exp(-n) + 0.4941$$

回归相关系数 $R^2 > 0.997$, 说明回归关系十分准确地描述了晶粒尺寸和变形道次之间的关系。由此可得 7475 铝合金在 573 K 经 B_C 方式 ECAP 变形的晶粒细化极限为 0.49 μm, 超过 12 道次变形, 亚微晶晶粒的尺寸几乎不变。

在 523 和 773 K 下 ECAP 后晶粒尺寸 d 与变形道次 n 服从同样的关系, 即:

$$d = A \exp(-n) + B$$

式中 A, B 为常数。

将这 2 个温度下实验数据进行回归分析得出, 7475 铝合金在 523 和 773 K 下 ECAP 的晶粒细化极限分别为 0.29 和 1.9 μm。这与 Langdon 等^[14] 和 McQueen 等^[15] 等的实验结果相一致。

进一步研究 7475 铝合金在 523, 573 和 773 K 下经 ECAP 后晶粒细化极限与温度的关系如图 8 所示。在金属常规热变形中, 当动态回复达到稳定状态时, 亚晶尺寸的大小 d 取决于变形温度 T 和变形速率 $\dot{\epsilon}$ 有以下关系:

$$d^{-1} = a + b \ln Z$$

式中 $Z = \dot{\epsilon} \exp(E/(RT))$, 为与应变速率和温度有关的函数(其中 E 为晶粒长大激活能, R 为气体常数); a 和 b 为常数。

由式中可以看出, 随应变速率减小、变形温度升高, 亚晶尺寸增大。将 Z 带入上式得:

$$d^{-1} = a + b \ln(\dot{\epsilon} \exp(E/(RT)))$$

假设 $\dot{\epsilon}$ 为常数, 等式变为

$$d^{-1} = \alpha + \beta/T$$

式中 α, β 为常数。

$$\alpha = a + b \ln \dot{\epsilon}, \beta = bE/R.$$

借用上式来处理本实验的细化极限与 ECAP 变形温度之间的关系得:

$$d^{-1} = 4421.9T^{-1} - 5.2928$$

因而, ECAP 后的极限晶粒尺寸的倒数与变形温度的倒数成正比关系, 即变形温度越高, 极限晶粒尺寸越大。

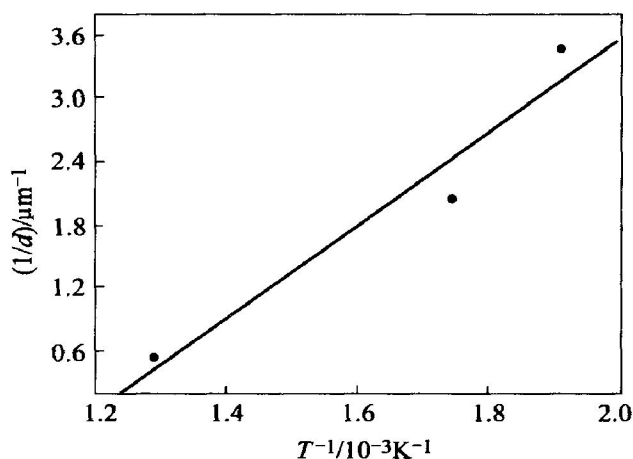


图 8 7475 铝合金在 523, 573, 773 K 下经 B_C 方式 ECAP 后晶粒细化极限与温度的关系

Fig. 8 Relation of grain size limit with temperature for 7475 aluminum after ECAPed at 523, 573 and 773 K using route B_C

4 结论

1) 7475 铝合金从 273~ 773 K 经 C 和 B_C 方式 ECAP 变形, 等效真应变达到 12。

2) 在 273 K 经 C 方式 ECAP 变形 5 道次后, 晶粒尺寸达到 0.4~ 0.6 μm, 在 523, 573 K 经 B_C 方式 ECAP 12 道次和 773 K 下变形 5 道次, 晶粒尺寸分别为 0.3, 0.5 和 1.9 μm。

3) 在较高温度下, 组织中出现了大量沉淀相, 随着温度的升高, 沉淀相的形状和尺寸变化不大, 这些沉淀相大多钉扎晶界, 有助于提高合金的组织热稳定性。

4) 对高温 ECAP 变形道次和晶粒尺寸关系的回归分析得出, 在 523, 573 和 773 K 经 B_C 方式 ECAP 变形的晶粒细化极限分别为 0.29, 0.49 和 1.9 μm。

5) ECAP 后的极限晶粒尺寸的倒数与变形温度的倒数成正比关系, 即变形温度越高, 极限晶粒尺寸越大。

REFERENCES

- [1] Segal V M. Materials processing by simple shear[J]. Mater Sci Eng A, 1995, A197: 157 - 164.
- [2] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation [J]. Prog Mater Sci, 2000, 45: 103 - 189.
- [3] 刘 咏, 唐志宏, 周科朝, 等. 纯铝等径角挤技术 (II) —变形行为模拟[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(1): 294 - 299.
LIU Yong, TANG Zhihong, ZHOU Kechao, et al. Equal channel angular pressing process of pure aluminum (II) —simulation of deformation behavior[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(2): 294 - 299.
- [4] Horita Z, Fujinami T, Nemoto M, et al. Equal channel angular pressing of commercial aluminum alloys: grain refinement, thermal stability and tensile properties [J]. Metall Mater Trans A, 2000, 31A: 691 - 701.
- [5] 刘 咏, 唐志宏, 周科朝, 等. 纯铝等径角挤技术 (I) —显微组织演化[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(1): 21 - 26.
LIU Yong, TANG Zhihong, ZHOU Kechao, et al. Equal channel angular pressing process of pure aluminum (II) —simulation of deformation behavior[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(1): 21 - 26.
- [6] WANG Jingtao, Patrick B S, XU Yuzhong, et al. Superplastic properties of an aluminum-based alloy after equal channel angular pressing [J]. Mat Res Soc Symp, 2000, 601: 353 - 358.
- [7] Furukawa M, Horita Z, Nemoto M, et al. Microhardness measurements and the Hall-Petch relationship in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size [J]. Acta Mater, 1996, 44(11): 4619 - 4629.
- [8] Sherwood D J, Hamilton C H. Grain growth of a superplastic 7475 Al alloy [J]. Metall Mater Trans A, 1993, 24A: 493 - 495.
- [9] 张 郑, 席明哲, 王经涛. 7475 铝合金的组织细化 [J]. 轻合金加工技术, 2000, 10(28): 37 - 39.
ZHANG Zheng, XI Mingzhe, WANG Jingtao. Investigation on grain refinement of 7475 aluminum alloy through ECAP [J]. Light Alloy Fabrication Technology, 2000, 10(28): 37 - 39.
- [10] Furukawa M, Iwahashi Y, Horita Z, et al. The shearing characteristics associated with equal channel angular pressing [J]. Mater Sci Eng A, 1998, A257: 328 - 332.
- [11] 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: 143 - 146.
- [12] Ohishi K, Horita Z, Smith D J, et al. Grain boundary structure in Al-Mg and Al-Mg-Sc alloys after equal channel angular pressing [J]. J Mater Res, 2001, 16: 583 - 589.
- [13] 张 郑. 7475 铝合金的 ECAP 晶粒细化及组织稳定性研究 [D]. 西安: 西安建筑科技大学, 2001.
ZHANG Zheng. The Investigation of Grain Refinement in 7475 Aluminum Alloy by ECAP and Grain Stability [D]. Xi'an: Xi'an University of Architecture & Technology, 2001.
- [14] Semiatin S L, Berbon P B, Langdon T G. Deformation heating and its effect on grain size evolution during equal channel angular extrusion [J]. Scripta Mater, 2001, 44: 135 - 140.
- [15] McQueen H J, Hockett J E. Microstructures of aluminum compressed at various rates and temperatures [J]. Metall Mater Trans, 1970, 1: 2997 - 3004.

(编辑 陈爱华)