

文章编号: 1004-0609(2003)01-0021-06

纯铝等径角挤技术(I) ——显微组织演化^①

刘 咏, 唐志宏, 周科朝, 李志友
(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘 要: 研究了纯铝在 3 种(A、B 和 C)不同等径角挤工艺中的显微组织演化。结果表明: 纯铝经过等径角挤压变形后, 其显微组织特征与加工路线有很大的关系。提出了立方元素扭转模型, 分析了 3 种不同加工路线的剪切面和剪切方向, 较好地解释了采用 3 种不同路线挤压后材料显微组织的演化规律。在路线 C(各道次挤压间试样旋转 180°)中, 每次挤压样品总是在相同的剪切面上发生剪切, 每相邻道次之间的剪切方向相反, 前一次变形产生的剪切应变被随后紧接着的下一次挤压所抵消, 这导致了多余的剪切应变; 在路线 A(各道次挤压间试样不旋转)中, 有两个相交成 60°的剪切面, 剪切交替地在两个剪切面上进行; 在路线 B(各道次挤压间试样旋转 90°)中, 存在 4 个不同的剪切面和剪切方向, 挤压交替地在 4 个剪切面上进行, X、Y 和 Z 平面上的晶粒都发生了剪切, 这有利于等轴晶结构的形成。

关键词: 等径角挤; 纯铝; 显微组织

中图分类号: TG 146.2; TG 371

文献标识码: A

20 世纪 80 年代初, Segal 等^[1]在研究钢的变形组织和微观组织时, 为了获得纯剪切应变而开发出了等径角挤压(equal channel angular pressing, 简称 ECAP)技术, 并利用该技术不改变材料三维尺寸的特点, 对材料进行多次加工从而获得特殊的变形组织。进入 20 世纪 90 年代后, Valiev^[2]发现利用该技术可以使材料产生大应变从而细化多晶材料的晶粒, 获得亚微米级或纳米级的超细晶结构。自此, ECAP 技术受到材料学界和工业界的广泛重视, 世界各国竞相开展对这种新技术的研究。

目前, 对铝合金^[3~6]、铜合金^[7]、镁合金^[8,9]、低碳钢^[10]和金属间化合物^[11]等材料的研究表明, 利用 ECAP 技术可以获得良好的晶粒细化效果, 大大改善结构材料的性能。特别是 Valiev^[12]利用 ECAP 技术加工 1420 铝合金, 随后在高应变速率和 350 °C 下采用超塑性成形加工出了内燃机活塞, 大大提高了零件的生产效率, 具有重要的现实意义。随着对 ECAP 技术晶粒细化机理、微观结构和性能的关系以及工艺参数优化等研究的深入进行, ECAP 技术将展现广阔的研究潜力和应用前景。

研究者已对材料在等径角挤压过程中的显微组织和力学性能的变化进行了大量的研究。Iwahashi

等^[13]采用透射电镜研究了随着挤压应变的增加显微组织的演化特征, 并得到 3 点重要结论: 1) 纯铝经过单次挤压后, 晶粒尺寸可从约 1.0 mm 细化到微米范围(约 4 μm); 2) 挤压早期阶段的显微组织包括平行的亚晶带, 这些亚晶在随后的挤压过程中逐渐演变成一系列被大角度界面分隔的晶粒; 3) 在每次挤压之间样品旋转 180 °C 将导致亚晶界面更快地演化成大角度界面。随后, Gholinia 等^[14]采用高分辨电子背散射衍射分析了应变路径对变形结构演化的影响。但这些并没有提供显微组织演化与挤压路线的关系, 也没有将宏观挤压过程中的剪切模式与微观显微组织的演化特征联系起来。本文作者将通过光学显微镜从宏观上观察不同加工路线的显微组织特征, 并通过立方元素扭转模型和 3 种加工路线的特征剪切模式解释显微组织特征。

1 实验

实验用合金为工业纯铝(99.9%)。铸锭在石墨坩埚中熔炼, 熔炼温度为 900 °C, 熔炼时间为 1 h, 采用石墨模在室温下浇铸成长方形试样, 然后在 400 °C 均匀化退火 6 h 以消除疏松和缩孔等缺陷, 随后用电火花切割机切出 10 mm × 10 mm × 40 mm

① 基金项目: 高等学校博士点基金资助项目(99053309)

收稿日期: 2002-07-17; 修订日期: 2002-11-11

作者简介: 刘 咏(1973-), 男, 副教授, 博士

通讯联系人: 刘 咏, 0731-8876630, yonliu@mail.csu.edu.cn

的长方形试样, 试样表面用砂纸打磨光滑, 以减少挤压过程中试样与模壁之间的摩擦。在本实验中, 模具材料为合金钢, 模具中两通道的横截面积都为 $10\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ 。所有样品的 ECAP 都在室温下进行, 挤压速度为 2 mm/s , 挤压压力为 $50 \sim 120\text{ MPa}$ 。实验中, 样品采用 3 种不同的加工路线, 如图 1 所示。路线 A: 每道次挤压后, 样品不旋转, 直接进入下一道次挤压; 路线 B: 每道次挤压后, 样品旋转 90° , 进入下一道次; 路线 C: 每道次挤压后, 样品旋转 180° , 进入下一道次。挤压样品采用 SiC 砂纸抛光处理, 随后用 $10\% \text{ HClO}_4 + 20\% \text{ C}_3\text{H}_8\text{O}_3 + 70\% \text{ C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 溶液进行电解抛光, 最后在 $4\% \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 溶液中阳极覆膜处理 40 min 。利用光学显微镜观察样品 X, Y 和 Z 3 个相互垂直平面上的微观组织。

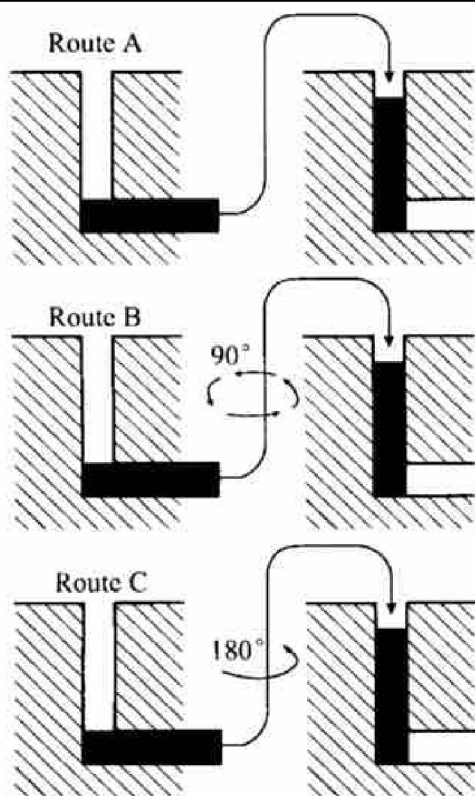


图 1 等径角挤压加工路线示意图

Fig. 1 Schematic map of ECAP routes

2 实验结果

2.1 一次挤压

图 2 所示是铸态商业纯铝的微观结构。由图可知, 铸态纯铝具有粗大的等轴晶组织, 晶粒尺寸为 $500 \sim 1\,000\text{ }\mu\text{m}$ 。

图 3 所示为样品一次挤压后在 X, Y 和 Z 平面上的显微组织。从图中可以看出样品单次挤压后的微观结构特征: 在 X 平面上, 变形前的等轴晶沿 y

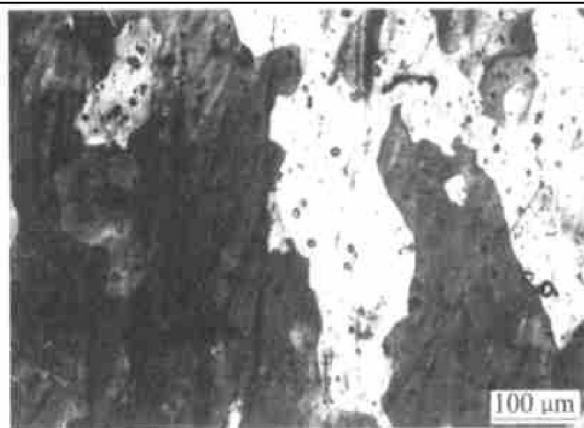


图 2 铸态商业纯铝的微观结构

Fig. 2 Microstructure of as-cast commercial pure aluminum

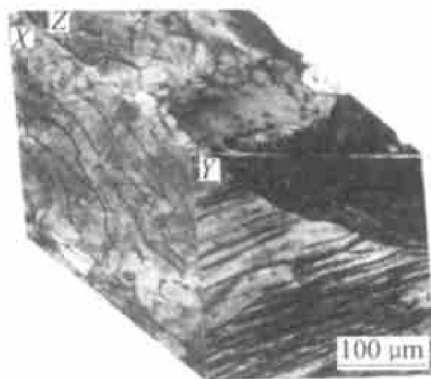


图 3 一次挤压后 X, Y 和 Z 平面上的微观结构

Fig. 3 Microstructure at X, Y and Z planes after first extrusion

轴方向被拉长; 在这些晶粒内部, 可明显地看到沿与 y 轴平行的剪切痕迹。在 Y 平面上, 晶粒沿与 x 轴成 $35^\circ \sim 40^\circ$ 角的方向被拉长; 在单个晶粒的内部, 可明显看到在与 x 轴成 $20^\circ \sim 70^\circ$ 角的方向发生了剪切, 同时也可知剪切方向主要是与 x 轴成 60° 角。在 Z 平面上, 相比于 X 和 Y 平面, 虽然在晶粒内部有剪切的痕迹, 但晶粒形貌保持不变, 仍为等轴晶, 晶粒大小也基本没有发生变化。

2.2 二次挤压

图 4 所示是样品分别采用路线 A、路线 B 和路线 C 进行二次挤压后的显微组织。采用路线 A 挤压后, 在样品 X 平面上晶粒形貌与图 3 中 X 平面的类似, 晶粒沿 y 轴进一步被拉长, 并且在与 y 轴平行的方向有剪切痕迹; 在 Y 平面, 晶粒被拉长, 且与 x 轴约成 25° 夹角, 在晶粒内部, 在与 x 轴成 $20^\circ \sim 60^\circ$ 夹角的方向发生了剪切; 在 Z 平面上, 虽然有剪切发生, 但晶粒形貌仍与铸态组织的相似。采用路线 B 进行挤压后的显微组织与路线 A 的不同, 在 X, Y 和 Z 3 个平面上, 晶粒都不再是变形前最

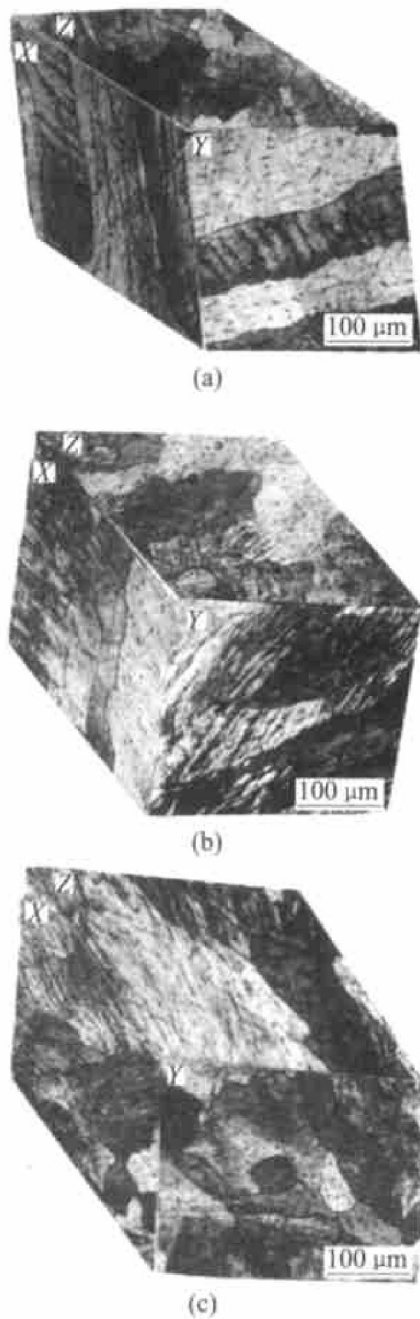


图 4 二次挤压后试样的显微组织

Fig. 4 Microstructures after second extrusion

(a) —Route A; (b) —Route B; (c) —Route C

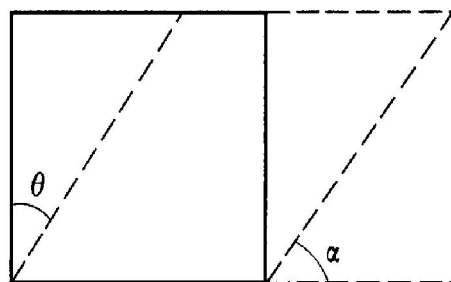
初的等轴晶结构, 而是沿不同方向被拉长。在 X 平面, 晶界与 y 轴成 60° 夹角, 在晶粒内部可看到, 在与 y 轴成 $20^\circ \sim 60^\circ$ 夹角方向和平行于 y 轴方向都发生了剪切; 在 Y 平面, 晶粒形貌与一次挤压 Y 平面的晶粒形貌类似, 只是晶粒内部剪切发生在与 x 轴成 $30^\circ \sim 50^\circ$ 夹角的方向; 在 Z 平面上, 晶粒沿 y 轴方向被拉长, 剪切发生在平行于 y 轴的方向。采用路线 C 进行挤压后, 在 X , Y 和 Z 3 个平面上, 晶粒都为等轴晶, 这说明在 X 和 Y 平面上单次挤压产生的变形结构被第二次挤压所抵消。在 3 个面上仍可观察到剪切的痕迹, 在 X 和 Z 平面它近似地平行于 y 轴方向, 在 Y 平面上, 它发生在与 x 轴成 $30^\circ \sim 50^\circ$ 夹角的方向。

3 分析与讨论

由实验结果可知, 利用 ECAP 技术使材料产生大塑性变形, 可导致不同平面上粗大的等轴晶沿不同方向发生强烈扭转。为了理解这种现象, 有必要将这种显微组织特征和不同挤压路线所产生的剪切特征的变化联系起来分析。

3.1 一次挤压的剪切特征

样品经过一次挤压后, 仅仅在 Y 平面上发生了剪切, 其剪切变形可用图 5 表示。

图 5 一次挤压后 Y 平面上的剪切特征Fig. 5 Shear characteristic at Y plane after first extrusion

θ 为剪切角, 并有:

$$\tan \theta = \gamma = 2N \cot \varphi = \sqrt{3} \varepsilon_y \quad (1)$$

α 为晶粒拉长的倾斜角, 由图 5 可得

$$\alpha = \pi/2 - \theta \quad (2)$$

在目前实验采用的模具中, $\varphi = 120^\circ$, $\psi = 55^\circ$, $\varepsilon_1 = 0.6061$ 。依据式 (1) 和 (2), 一次挤压后, $\theta = 48.5^\circ$, $\alpha = 41.5^\circ$ 。由于每次挤压都仅仅在材料的纵截面上发生剪切变形, 因此在一次挤压的基础上, 可以分析出采用不同路线进行多次挤压的剪切特征。

图 6 所示是一次挤压过程剪切行为的简单描述。图中的立方元素通过理论的纯剪切变形后, 被剪切成菱柱体。根据立方元素在 X , Y 和 Z 3 个平面上的宏观晶粒拉长方向和相应的单个晶粒内部剪切面, 可采用 3 个嵌入物描述变形行为。

从与晶界有关的方向和单个晶粒内部主导的剪切方向来看, 图 6 中预测的行为与图 3 中的实验观察具有很好的一致性。特别值得一提的是, 实验观察在 Y 平面上晶界与 x 轴近似成 $35^\circ \sim 40^\circ$, 这与图中预测的 Y 平面上晶粒沿与 x 轴成 41° 方向拉长一致。

实验观察还表明, Y 平面上主要在与 x 轴成 60° 方向发生剪切, 这又与图 6 中的纯剪切方向基

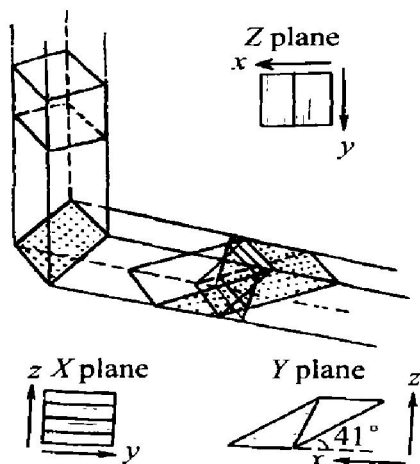


图 6 一次挤压的剪切模式

Fig. 6 Shear model of first extrusion

本吻合。而不同的是, 实验未在与 x 轴成 $20^\circ \sim 70^\circ$ 角的方向观察到剪切痕迹, 这是由于面心立方金属中晶体学剪切方向的限制和周围晶粒对变形的阻碍作用所致。

3.2 二次挤压的剪切特征

图 7 所示为分别采用路线 A、路线 B 和路线 C 进行二次挤压对剪切变形的影响。图 7(a) 描述的剪切特征和图 4(a) 的实验观察基本一致, 特别值得一提的是, 图 7(a) 预测了在 X 平面上晶粒沿 y 方向被拉长, 在 Y 平面上晶粒在与 x 轴成 23.5° 夹角的方向被拉长, 都与实验观察基本吻合。图 7(a) 的剪切模型还表明经过二次挤压后, 在 Y 平面上存在两个剪切面, 这解释了在 Y 平面上两个不同的方向都存在剪切痕迹。剪切模型表明了路线 A 的一个更重要特征: Y 平面上的剪切方向在每道次挤压之后都发生了改变, 并且随着挤压道次的增加, Y 平面上的晶粒进一步被拉长。

图 7(b) 所示是采用路线 B 进行二次挤压的剪切模型, 它与图 4(b) 的实验观察基本一致。特别是模型预测了在 3 个相互垂直的平面上晶粒都被拉长, 并且每个面上单个晶粒包含两个不同的剪切方向。

图 7(c) 是采用路线 C 进行二次挤压的剪切特征模型。一个重要的特征是采用路线 C 在二次挤压后导致了等轴晶的形成, 并且每个晶粒仅包含一个剪切方向。模型预测在 X 平面上与 y 轴平行方向, 在 Y 平面上与 x 轴成 45° 角方向, 以及在 Z 平面上与 y 轴平行方向发生剪切。

3.3 多次挤压的剪切特征

基于上述模型, 对分别采用路线 A、B 和 C 进

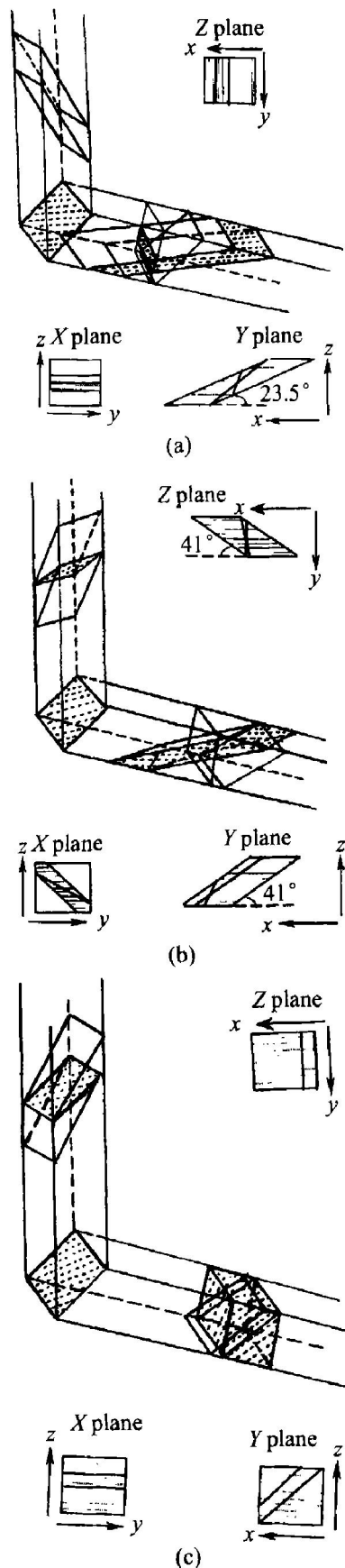


图 7 二次挤压的剪切模式

Fig. 7 Shear model of second extrusion

(a) —Route A; (b) —Route B; (c) —Route C

行 3 次和 4 次的剪切特征进行分析。结果发现, 对于路线 A, 多次挤压导致了立方元素在 X 和 Y 平面上的进一步扭转, 而 Z 平面上仍保持不变。对于

路线 C, 每隔一次挤压, 扭转成菱形的立方元素恢复成立方形。

而采用路线 B 有两个重要的特征: 1) 经过 4 次挤压后, 也形成了等轴晶; 2) 在两个相交成 60° 的剪切面上有两个剪切方向。由于剪切方向的两重性, 在多次挤压时显微组织沿两组独立的且相互交叉的平面发展, 这导致了界面结构快速演变成一系列大角度界面的等轴晶。比较 3 种路线的剪切特征, 对于路线 C, 前一次变形产生的剪切应变被随后紧接着的下一次挤压所抵消, 这导致了多余的剪切应变, 前一次等径角挤压所产生的显微组织和织构也被消除; 而路线 A, 虽然每次挤压 Y 平面都发生了剪切, 但 X 和 Z 平面却很少发生剪切; 而路线 B, 虽然每 4 次挤压后, 变形的菱柱体回复成立方体, 但是由于在这 4 次变形中, X, Y 和 Z 平面上的晶粒都发生了剪切, 因而有利于形成等轴晶。这与 Iwahashi^[15]对微观结构的 TEM 观察结果一致。

3.4 不同加工路线的剪切模式

图 8 所示是等径角挤压 3 种不同加工路线的剪切模式。从图中可以看出, 剪切模式依赖于加工路线。在路线 C 中, 每次挤压样品总是在相同的剪切面上发生剪切, 只是每相邻道次之间的剪切方向相反; 在路线 A 中, 有两个相交成 60° 的剪切面, 剪切交替地在两个剪切面上进行; 在路线 B 中, 存在 4 个不同的剪切面, 每 4 次挤压构成一循环, 在这 4 次挤压过程中, 其中的每一次挤压的剪切面和剪切方向都不同, 因此, 材料在 X, Y 和 Z 3 个平面都发生剪切, 这有利于等轴晶结构的形成。

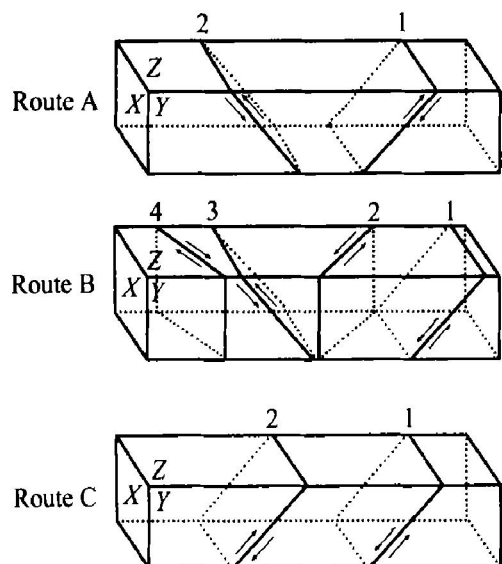


图 8 3 种加工路线的剪切模式

Fig. 8 Different shear models of three kinds of route

4 结论

1) 纯铝经过等径角挤压变形后, 其显微组织特征与加工路线有很大的关系。3 种不同的加工路线具有各自不同的剪切模式, 从而影响了显微组织的演化。

2) 在理论分析的基础上, 提出了立方元素扭转模型, 较好地解释了采用 3 种不同挤压路线的剪切模式。

3) 在路线 C 中, 每次挤压样品总是在相同的剪切面上发生剪切, 只是每相邻道次之间的剪切方向相反, 前一次变形产生的剪切应变被随后紧接着的下一次挤压所抵消, 这导致了多余的剪切应变; 在路线 A 中, 有两个相交成 60° 的剪切面, 剪切交替地在两个剪切面上进行; 在路线 B 中, 存在 4 个不同的剪切面和剪切方向, 挤压交替地在 4 个剪切面上进行, X, Y 和 Z 平面上的晶粒都发生了剪切, 这种挤压路线有利于等轴晶的形成。

REFERENCES

- [1] Segal V M, Reznikov V I, Drobyshvskii A E, et al. Plasticheskaya obrabotka metallov prostym sdvigom (plastic metal working by simple shear) [J]. Metally, 1981, 1: 115 - 123.
- [2] Valiev R Z, Krasilnikov N A, Tsenev N K. Plastic deformation of alloys with submicron-grained structure [J]. Materials Science & Engineering A, 1991, 137(15): 35 - 40.
- [3] Wang J, Furukawa M, Horita Z, et al. Enhanced grain growth in an Al-Mg alloy with ultrafine grain size [J]. Materials Science & Engineering A, 1996, 216(1-2): 41 - 46.
- [4] Wang J, Iwahashi Y, Horita Z, et al. Investigation of microstructural stability in an Al-Mg alloy with submicrometer grain size [J]. Acta Materialia, 1996, 44(7): 2973 - 2982.
- [5] 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 Materialia, 1996, 44(11): 4619 - 4629.
- [6] Kawazoe M, Shibata T, Mukai T, et al. Elevated temperature mechanical properties of a 5056 Al-Mg alloy processed by equal-channel angular extrusion [J]. Scripta Materialia, 1997, 36(6): 699 - 705.

- [7] Valiev R Z, Kozlov E V, Ivanov Yu F, et al. Deformation behaviour of ultrafine grained copper[J]. *Acta Metallurgica et Materialia*, 1994, 42(7): 2467 - 2475.
- [8] Mabuchi M, Iwasaki H, Higashi K. Low temperature superplasticity of magnesium alloys processed by ECAP[J]. *Materials Science Forum*, 1997, 243 - 245 (29 - 31): 547 - 552.
- [9] Mabuchi M, Iwasaki H, Yanase K, et al. Low temperature superplasticity in an AZ91 magnesium alloy processed by ECAP[J]. *Scripta Materialia*, 1997, 36(6): 681 - 686.
- [10] Shin D H, Kim B C, Kim Y S. Microstructural evolution in a commercial low carbon steel by equal channel angular pressing[J]. *Acta Mater*, 2000, 48: 2247 - 2255.
- [11] Semiatin S L, Segal V M, Goetz R L, et al. Workability of a gamma titanium aluminide alloy during equal channel angular extrusion[J]. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1995, 33(4): 535 - 540.
- [12] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation[J]. *Progress in Materials Science*, 2000, 45(2): 103 - 189.
- [13] Iwahashi Y, Wang J, Horita Z. Principle of equal channel angular pressing for the processing of ultrafine grained materials[J]. *Scripta Materialia*, 1996, 35(2): 143 - 146.
- [14] Gholinia A, Prangnell P B, Markushev M V. Effect of strain path on the development of deformation structures in severely deformed aluminium alloys processed by ECAP[J]. *Acta Materialia*, 2000, 48(5): 1115 - 1130.
- [15] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, et al. Investigation of microstructural evolution during equal channel angular pressing[J]. *Acta Materialia*, 1997, 45(11): 4733 - 4741.

Equal channel angular pressing process (ECAP) of pure Al(I) ——microstructure evolution

LIU Yong, TANG Zhihong, ZHOU Kechao, LI Zhiyou

(State Key Laboratory for Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The microstructure evolution of pure aluminum in different equal channel angular pressing (ECAP) routes was investigated. The results show that the microstructure of pure Al highly depends on the routes of ECAP. In order to analyze the shearing plane and shearing direction of the three routes, and to extrapolate the microstructure evolution during these routes, a cubic-unit-based torsion model was suggested. In route C, every shear deformation happens on the same shearing plane, but the shearing direction reverses in two preceded steps, and excessive deformation remains after one shear deformation is counteracted by the subsequent shear deformation. In route A, there are two shearing planes intersecting by 60° . In route B, there are four different shearing directions, alternating on four different shearing planes, so all of the crystals on X , Y and Z planes are deformed, leading to the formation of equiaxed structure.

Key words: equal channel angular pressing; pure aluminum; microstructure

(编辑 杨 兵)