

工艺参数对静液挤压 2024 铝合金 纳米晶组织性能的影响^①

胡连喜 李志民 王晓琳 王尔德

(哈尔滨工业大学材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001)

摘要 实验研究了以快速凝固和机械合金化复合工艺制备的 2024 铝合金纳米晶粉末为原料, 采用热静液挤压工艺在不同挤压工艺条件下固结成形的挤压态材料的显微组织与力学性能, 探讨了作为主要工艺参数的挤压温度和挤压比对材料组织性能的影响规律及其原因。在此基础上, 进一步确定了 2024 铝合金纳米晶粉末热静液挤压固结成形时的挤压温度与挤压比的合理取值范围。

关键词 2024 铝合金 纳米晶 静液挤压 晶粒长大 组织性能

中图分类号 TF124.34

近年来, 超细晶粒材料, 尤其是纳米晶材料由于其特殊的力学性能及潜在的应用前景而引起了人们的极大关注^[1-3]。关于纳米晶材料的制备方法, 目前主要有快速凝固、机械合金化、等离子技术及气相沉积等^[4]。但是, 这些方法制取的纳米晶材料, 一般为薄带或粉末形式, 无法直接作为结构材料应用。因此, 探索适合于纳米晶粉末材料固结成形的有效工艺途径, 以防止固结过程晶粒的过度长大和获得具有良好力学性能的块体纳米晶或超细晶粒材料, 具有非常重要的意义。

许多研究^[5-8]表明, 静液挤压是粉末体材料的塑性变形致密化固结成形的最有效工艺途径。文献[9]中, 曾报道了采用快速冷凝与机械合金化相复合的工艺制备 2024 铝合金纳米晶粉末材料, 并用热静液挤压工艺对其固结成形进行了初步尝试。这证明了快速冷凝与机械合金化相复合的工艺用于铝合金纳米晶粉末材料固结成形的可行性, 本文将进一步着重探讨其主要工艺参数对 2024 铝合金纳米晶粉末热静液挤压棒材的组织性能的影响规律, 以确定

合理的挤压工艺条件。

1 实验方法

快速凝固 2024 铝合金微晶粉末是在氩气保护下经雾化制得, 其标准成份为 Al-4.46Cu-1.45Mg-0.61Mn-0.31Fe-0.15Si。将快速凝固微晶粉末在自制搅拌式高能球磨机中经 25 h 球磨, 获得晶粒尺寸 ≤ 50 nm 并具有超饱和单相固溶体组织的纳米晶 2024 铝合金粉末^[10]。由该纳米晶合金粉末经冷压、200 °C 真空热压 1 h 制得相对密度为 0.95 左右的挤压坯料, 在挤压比为 9:1~25:1 和挤压温度为 200 °C~500 °C 的范围内, 选择不同的挤压比和挤压温度, 采用热静液挤压工艺将上述粉末坯料挤压成棒材。通过对不同挤压工艺条件下获得的挤压态棒材的组织性能分析测试, 考察挤压比和挤压温度对其组织性能的影响规律。

2024 铝合金纳米晶粉末热静液挤压棒材的力学性能采用室温拉伸试验测定。拉伸试验在 Instron 材料试验机上进行, 试样的形状尺

① 收稿日期: 1998-08-12; 修回日期: 1998-11-10 胡连喜, 男, 37 岁, 副教授, 博士

寸见图1。为准确测定材料的屈服强度和延伸率,拉伸时试样中段置引伸计,标距为12mm,拉伸速度为0.5mm/min。

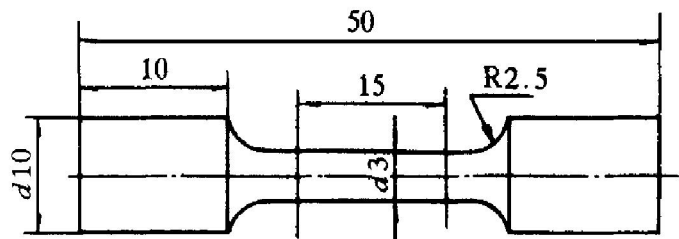


图1 拉伸试样形状与尺寸

Fig. 1 Geometry and size of tensile specimen(unit: mm)

2024 铝合金纳米晶粉末在经热静液挤压固结成棒材后,其晶粒尺寸变化采用 XRD 方法测定,其微观组织观察在 EM430 透射电镜上进行。电镜薄膜样品采用电解喷射抛光减薄法制备,电解液为 75% 甲醇+ 25% 硝酸溶液。

2 实验结果与分析

2.1 晶粒尺寸与微观组织

图2为2024 铝合金纳米晶粉末经热静液挤压固结成棒材后的平均晶粒尺寸与挤压温度的关系。由图可知,挤压温度低于350℃时,

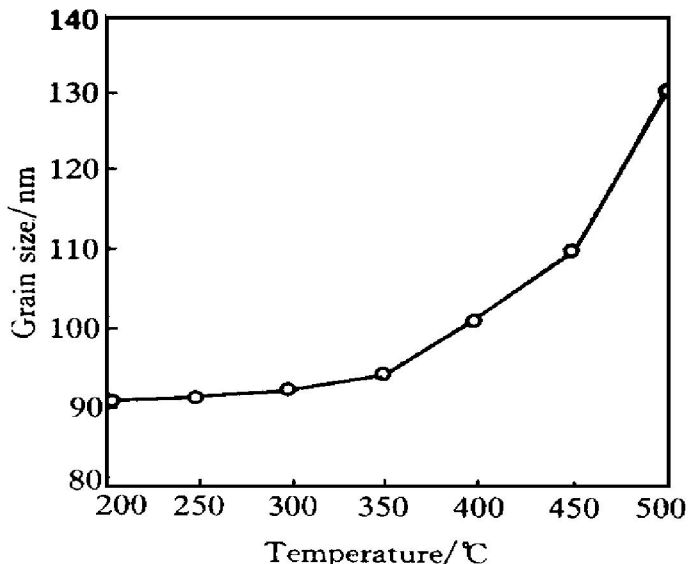


图2 晶粒尺寸与挤压温度的关系

Fig. 2 Relationship of grain size versus extrusion temperature

晶粒长大现象并不明显,挤压温度的变化对晶粒长大的影响也较小,晶粒平均尺寸在90nm~95nm左右。但当挤压温度高于350℃时,晶粒长大现象非常明显,而且随着挤压温度的升高,晶粒长大程度迅速增加,在500℃进行挤压后,晶粒尺寸已长大至130nm左右。

挤压温度对材料晶粒长大的上述影响,可根据晶粒长大动力学方程进行解释。多晶材料在定温加热时,其晶粒长大随时间的关系可用如下动力学方程描述:

$$d^n - d_0^n = K\tau \quad (1)$$

式中 d_0, d 分别为材料加热前后的晶粒尺寸; τ 为加热时间; n 为晶粒长大指数,其值与合金类型有关; K 为晶粒长大动力学常数,它可进一步由下式表示:

$$K = K_0 \exp(-Q/RT) \quad (2)$$

式中 K_0 为常数, Q 为晶粒长大时晶界迁移所需的激活能, R 为气体常数, T 为加热温度。

2024 铝合金纳米晶粉末材料在不同温度下的静液挤压成形过程中,晶粒长大行为有差异,这是由于不同温度下材料具有不同的 K 值。纳米晶材料由于晶粒极细,其 Q 值一般较高。因此当在较低温度下对2024 铝合金纳米晶粉末进行挤压时,由式(2)可知其晶粒长大动力学常数 K 值将较小,故晶粒长大缓慢,材料经挤压后其晶粒长大程度并不明显。随着温度的提高,由式(2)可知将有利于 K 值增大。但是,由于快速凝固与机械合金化复合工艺制备的2024 铝合金纳米晶粉末材料为超饱和单相固溶体结构^[9-10],因此当在相对较低的温度范围内进行挤压时,随着挤压温度的提高,将会在纳米晶晶界析出大量细小弥散分布的第二相粒子,对晶粒长大时的晶界移动起阻碍钉扎作用,即提高材料的 Q 值。因此,当在温度小于350℃的条件下对2024 铝合金纳米晶粉末进行静液挤压时,其晶粒长大常数 K 值能维持在较低水平,晶粒长大现象并不明显,晶粒长大程度随温度的升高仅略有提高。但当挤压温度较高(350℃以上)时,由于随温度的提高,

一方面 2024 铝合金中的析出相将相继发生长大、粗化和再溶解,使其阻碍晶粒长大的作用消失,材料的 Q 值下降;另一方面温度升高本身对提高 K 值的作用也越来越大,从而使得材料此时的晶粒长大常数 K 值随温度的升高而明显增加。因此,当挤压温度高于 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,随温度的提高晶粒长大程度急剧增加。

图 3 是不同挤压温度下获得的 2024 铝合金纳米晶粉末挤压棒材微观组织的透射电镜照

片。透射电镜观察到的材料晶粒尺寸,与 XRD 方法获得的结果(图 2)相一致。此外,由图 3 可以看出:在 $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 挤压获得的材料中,其晶界并无明显的析出相(图 3(a));在 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 挤压的材料中,其晶界上有许多细小弥散分布的析出相(图 3(b));在 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下挤压时,材料中的析出相已经明显长大、粗化(图 3(c));而在 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 挤压获得的材料中,二次析出相的数量明显减少,表明该温度下合金元素在母体中

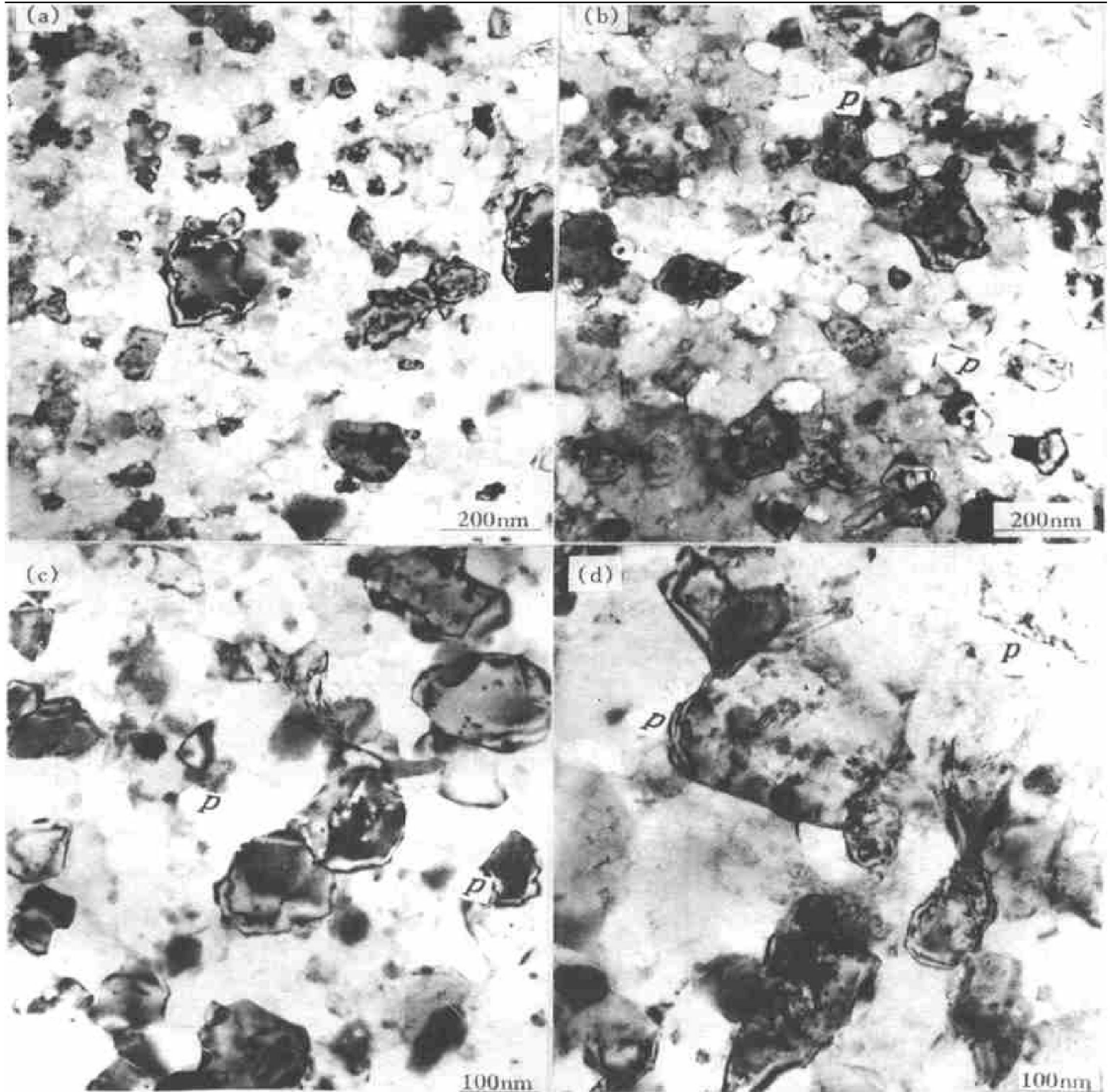


图 3 不同挤压温度获得的挤压材料的 TEM 像

Fig. 3 TEM morphologies of alloy consolidated at various temperatures

(a) $200\text{ }^{\circ}\text{C}$; (b) $300\text{ }^{\circ}\text{C}$; (c) $400\text{ }^{\circ}\text{C}$; (d) $500\text{ }^{\circ}\text{C}$

的固溶度提高、析出相发生回溶(图 3(d))。可见,透射电镜观察结果与前述分析一致。

2.2 力学性能

由文献[11]可知,对于铝合金颗粒材料挤压成形,当挤压比达 18:1 以上时,挤压变形即可使粉末颗粒表面氧化膜充分破碎并获得足够的颗粒界面结合强度与完全致密效果。因此,我们选择在挤压比为 21:1 的条件下进行静液挤压温度对挤压件力学性能影响的研究。由图 4 可知,材料的延伸率 δ 随挤压温度的提高而提高,但是,在挤压温度相对较低时,材料的延伸率提高并不明显;当温度在 400 °C~450 °C 时,延伸率突然大幅度提高;然后,其值基本保持不变。由于以粉末颗粒为原料固结成形的材料其延伸率主要取决于材料的致密效果和颗粒界面结合状况,因此可以认为只有当挤压温度达到 400 °C 以上时,才能使 2024 铝合金纳米晶粉末材料获得良好的固结效果。材料的强度性能 σ_s 和 σ_b 随挤压温度的变化规律大致相同。当挤压温度在 200 °C~250 °C 时,尽管挤压后粉末颗粒的结合效果较差,但由于该温度下纳米晶晶粒长大程度并不明显以及晶粒内过饱和溶质元素的沉淀强化作用,其 σ_s 和 σ_b 值较高;当挤压温度在 300 °C~350 °C 时,其 σ_s 和 σ_b 值均有一定程度下降,这可能是由

于该温度下母体材料中的沉淀相粗化并与母体失去共格关系、使其沉淀强化作用消失、以及该温度下挤压时粉末颗粒的结合效果仍然较差的结果。当挤压温度进一步提高至 400 °C~450 °C 时,由于粉末颗粒的结合效果显著改善、第二相粒子析出量减少而母体铝晶粒中合金溶质元素固溶度的提高,因此尽管在该温度范围进行挤压时晶粒长大程度进一步增加,但其 σ_s 和 σ_b 均有较大幅度的提高。当挤压温度超过 450 °C 时,随温度的升高晶粒长大程度急剧增加,导致材料的 σ_s 和 σ_b 均有较大幅度回落。显然,为使材料具有优良的综合力学性能,2024 铝合金纳米晶粉末静液挤压时其挤压温度宜选择为 430 °C~450 °C 左右。

图 5 为挤压温度 450 °C 的条件下获得的挤压棒材的室温力学性能与挤压比的关系。由图 5 可知,随着挤压比的提高,由于在挤压过程中材料所承受的静液压力和剪切变形程度均增加,有利于颗粒表面氧化膜充分破碎、增加颗粒间的结合强度和材料致密化效果,故材料的延伸率和强度性能均随之提高。但当挤压比达 21:1 以上时,材料的力学性能已不再随挤压比的提高而进一步明显提高,表明该挤压比下获得的挤压棒材已具有良好的颗粒结合强度和致密效果。因此,2024 铝合金纳米晶粉末

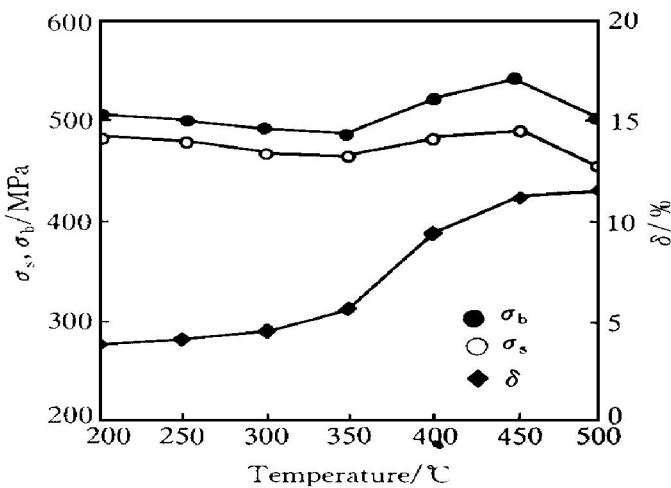


图 4 材料室温力学性能与挤压温度的关系
Fig. 4 Dependence of room-temperature tensile properties on extrusion temperature

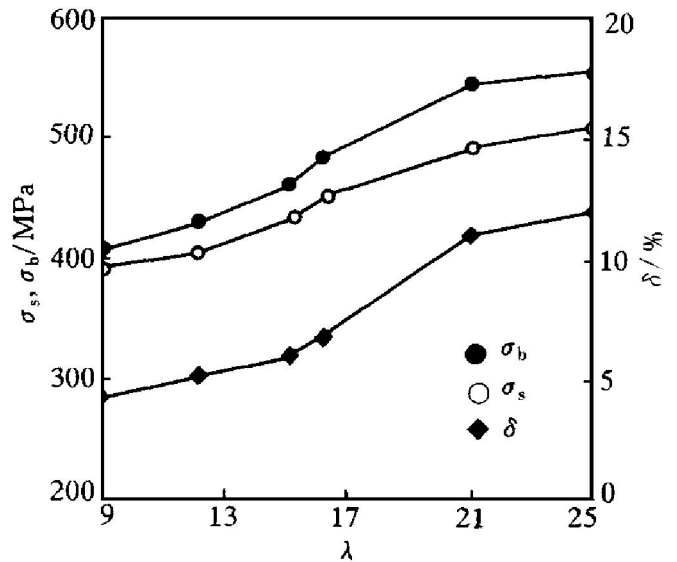


图 5 材料室温力学性能与挤压比的关系
Fig. 5 Dependence of room-temperature tensile properties on extrusion ratio λ

静液挤压固结成形时挤压比宜选择为 21: 1~25: 1 左右。过高的挤压比对挤压模具和设备要求苛刻, 无太大实际意义。

REFERENCES

- 1 Birringer R. *Mater Sci Eng*, 1989, A117: 33.
- 2 Suryanarayana C. *Bull Mater Sci*, 1994, 17: 307.
- 3 Siegel R W. *Mater Sci Eng*, 1993, A168: 189.
- 4 Suryanarayana C. *Inter Mater Rev*, 1995, 40(2): 41.
- 5 Ohuchi K and Takahashi H. *J Jap Inst Met*, 1983, 47(3): 258.
- 6 Liang Guoxian *et al.* *J Mater Sci Tech*, 1995, 5: 100.
- 7 Inoue N and Nishara M. *Hydrostatic Extrusion Theory and Application*. Elsevier Applied Science Publisher Ltd, 1985.
- 8 Li Zhimin (李志民) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals (中国有色金属学报)*, 1995, 5(4): 102.
- 9 Liang Guoxian *et al.* *J Mater Proc Tech*, 1996, 58: 247.
- 10 Li Zhimin(李志民). PhD Thesis. Harbin: Harbin Institute of Technology: 1997.
- 11 Colldashnikov A E and Yeffimov A V eds. Zhou Guangai (周光垓) *et al* transl. *Particle Materials (颗粒材料)*. Beijing: National Defense Industry Press, 1986.

INFLUENCE OF TECHNICAL PARAMETERS ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF NANOCRYSTALLINE 2024 ALUMINIUM ALLOY CONSOLIDATED BY HYDROSTATIC EXTRUSION

Hu Lianxi, Li Zhimin, Wang Xiaolin and Wang Erde

School of Materials Science & Engineering,

Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, P. R. China

ABSTRACT Nanocrystalline 2024 aluminium alloy powders prepared by a unique technique which combines rapid solidification and mechanical alloying together were consolidated under various technical conditions by hot hydrostatic extrusion, and the microstructure and mechanical properties of the consolidated alloy were experimentally investigated. The influence of both the extrusion temperature and the extrusion ratio on the microstructure and mechanical properties of the as-extruded alloy was made clear, and the reasons why these two parameters so influenced the microstructure and mechanical properties of the alloy were also discussed. Furthermore, suggestions were given for rationalizing the extrusion temperature and the extrusion ratio for the consolidation of nanocrystalline 2024 aluminium alloy powders by hot hydrostatic extrusion.

Key words 2024 aluminium alloy nanocrystalline hydrostatic extrusion grain growth microstructure and mechanical properties

(编辑 何学锋)