

铸态与轧制态纯铝等径角挤压变形后的组织与性能

丁桦¹, 赵文娟¹, 陈荣石², 任玉平², 郝士明¹

(1. 东北大学材料与冶金学院, 辽宁沈阳 110004; 2. 中国科学院金属研究所, 辽宁沈阳 110016)

摘要: 对铸态及轧制态的纯铝进行了等径角挤压(ECAP)变形, 用透射电镜观察了变形后的显微组织, 并对不同道次变形后的材料进行了硬度测定。结果表明: ECAP方法可使纯铝组织获得显著细化, 在相同的变形条件下, 铸态与轧制态纯铝均获得了等轴细晶组织, 且晶粒尺寸相差不大。1道次ECAP变形后材料的硬度明显增大, 随后每道次硬度的增大趋势明显变缓。这说明初始状态对ECAP变形后的组织和性能影响不大。

关键词: 纯铝; 等径角挤压; 铸态; 轧制态

中图分类号: TG146.2

文献标识码: A

文章编号: 1000-3738(2006)12-0036-04

Microstructure and Mechanical Properties of Cast and Rolled Pure Al Deformed by Equal Channel Angular Pressing

DING Hua¹, ZHAO Wen-juan¹, CHEN Rong-shi², REN Yu-ping², HAO Shi-ming¹

(1. Northeastern University, Shenyang 110004, China;

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

Abstract: Cast and rolled Al were deformed by equal channel angular pressing (ECAP). Microstructure before and after ECAP were observed and hardness of the materials were measured. The grains in the materials could be remarkably refined by ECAP and there is no obvious difference between the deformed microstructure of specimens which had different initial states. The Vickers hardness of the materials increased after 1st pass during ECAP process and the increasing trend become slower in the following passes. The initial states have no obvious impact on the microstructure and mechanical properties of the materials during ECAP process.

Key words: pure Al; equal channel angular pressing; cast; roll

0 引言

等径角挤压(equal channel angular pressing, ECAP)是一种新的超细晶制备方法, 近年来受到国内外材料界的关注。许多研究者对ECAP变形中的挤压方式、模具结构和工艺参数等对材料组织性能的影响进行了大量的研究, 对ECAP变形过程中超细晶组织的形成机制进行了探索^[1-5]。但ECAP过程中组织演化的理论仍不是十分清楚, 尤其是对于不同初始状态材料ECAP变形中组织演化的研究尚不多见。因此, 作者选择铸态和轧制态纯铝进行ECAP变形, 比较了不同原始状态纯铝变形后的组织和性能。

1 试样制备与试验方法

试验材料为高纯铝(纯度99.999%), 采用铸态及轧制态两种材料。轧制变形前对铸锭进行压缩开坯, 即在350℃保温1h后用100t油压机将铸锭压缩40%, 然后空冷至室温。室温轧制在457二辊不可逆式轧机上完成, 变形量为37%。ECAP变形在YA32-200型四柱式万能液压机上完成。模具的内模角 ϕ 为90°, 外模角 ψ 为0°。试样尺寸为10mm×10mm×60mm。变形过程中采用机油和二硫化钼的混合物作为润滑剂。压头的压下速度为1mm·s⁻¹, 变形道次为1, 2, 4, 8, 变形方式为B_c方式(即每次挤压后试样绕其纵轴旋转90°, 但旋转方向不变)。挤压后试样的三个互相垂直的面分别定义为X、Y和Z面(图1)。变形前的组织观察采用Ver-samet-2型光学显微镜。用线切割从挤压后试样的纵截面即从Y面中心部分取厚度为0.5mm的薄

收稿日期: 2006-01-19; 修订日期: 2006-04-21

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(59971015)

作者简介: 丁桦(1958—), 女, 安徽合肥人, 教授, 博士生导师。

片,用 Philips EM 400T 型透射电镜(TEM)观察试样组织,并用图像分析软件测量晶粒尺寸。

用 430/450SVD™ 维氏硬度计测量维氏硬度。在试样长轴方向的中部取边长为 10 mm 的立方体,将其沿 Y 轴方向从中心处剖成两半,取其一测量其内表面上的硬度,负荷为 49 N,加载时间为 15 s,每个试样测量 3 点取平均值。

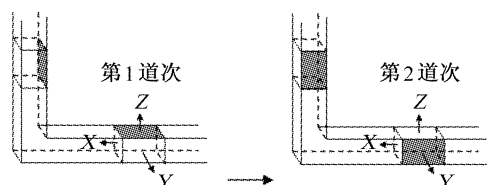


图1 B_c方式挤压示意

Fig. 1 Schematic illustration of Route B_c

2 试验结果

由图2可见,铸态纯铝的组织粗大,晶粒尺寸为

1.0~1.5 mm。由图3可见,1道次变形后,在粗大的原始晶粒中出现了一系列亚晶,这些亚晶晶界之间的取向差很小,并且这些亚晶均被拉长,形成亚晶带;2道次变形后,由于试样沿X轴方向旋转了90°再次受到强烈的剪切变形,使得亚晶破碎;进一步增加挤压道次,位错不断增多,亚晶继续破碎,亚晶之间的取向差增大,逐渐形成大角度晶界;8道次后,晶粒细化至1.4 μm左右。

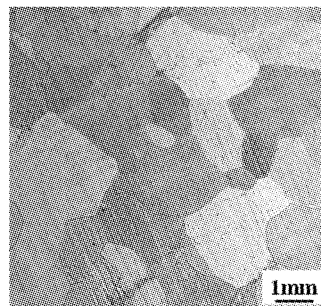


图2 铸态纯铝的光学显微组织

Fig. 2 The microstructure of as-cast pure Al

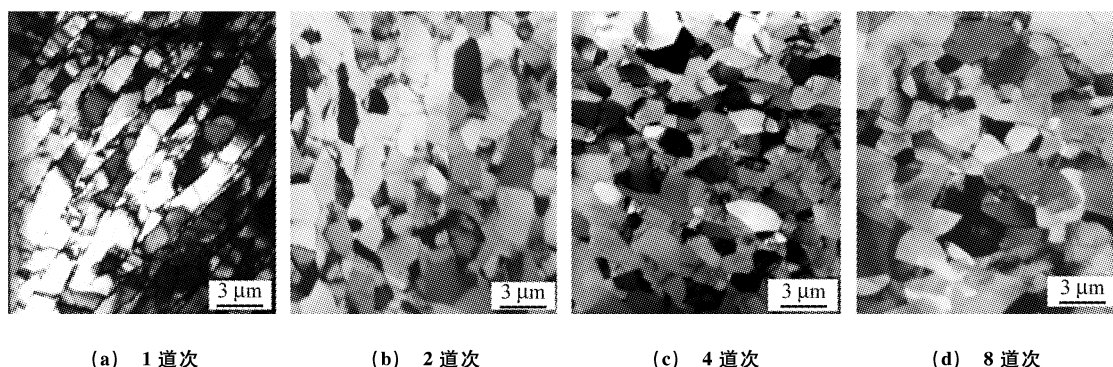


图3 铸态纯铝不同道次ECAP变形后Y面的TEM形貌

Fig. 3 The microstructure of as-cast pure Al after different passes of ECAP process

(a) one pass (b) two passes (c) four passes (d) eight passes

由图4可见,晶粒I和晶粒III对应的晶带轴为[001],晶粒II和晶粒IV对应的晶带轴为[112],这两个方向间的夹角为35°,表明所示的晶粒III/II及晶粒III/IV之间的取向差很大,晶界为大角度晶界。同时,可以看出晶粒I和晶粒III具有相同的取向。这说明晶粒I和晶粒III很可能是同一个亚晶带上的亚晶,即使经过了8道次的变形仍然可以看到亚晶带留下的痕迹。

由图5可见,铸态纯铝经室温轧制后原来等轴的晶粒沿着轧制方向被拉长,晶粒内部产生了亚晶。由图6可见,轧制态的纯铝经过8道次的ECAP变形后也获得了等轴组织,平均晶粒尺寸也为1.4 μm左右。电镜观察还表明,绝大部分晶界为大角晶界。

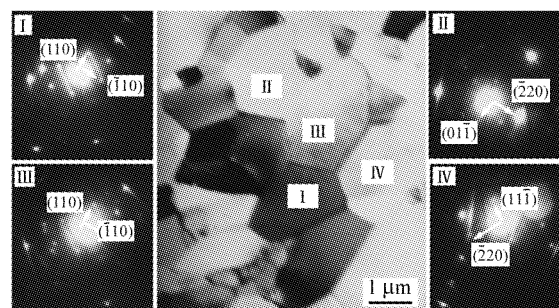
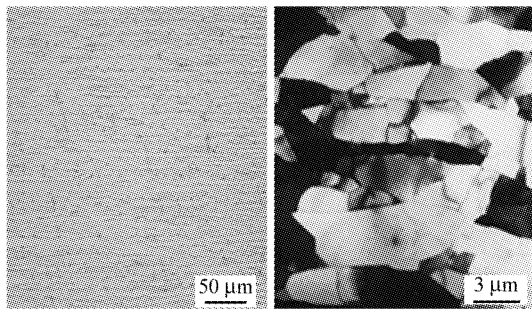


图4 铸态纯铝8道次变形后Y面的TEM形貌及衍射花样

Fig. 4 The morphology and diffraction patterns of as-cast pure Al after eight passes

由图7可见,无论是铸态纯铝还是轧制态纯铝,在ECAP变形过程中材料的硬度值均持续增大。1



(a) 光学形貌 (b) TEM 形貌

图5 纯铝轧制态的组织

Fig. 5 The microstructure of rolled pure Al (a) OM (b) TEM

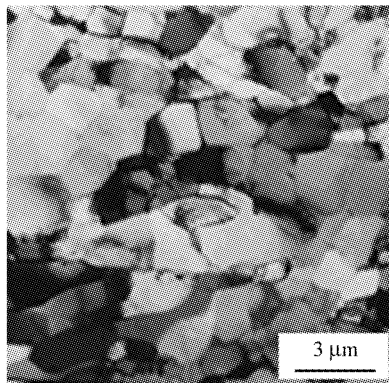


图6 轧制态纯铝8道次变形后Y面的TEM形貌

Fig. 6 The microstructure of rolled pure Al after eight passes

道次 ECAP 变形后硬度的增大尤为显著,随后增大的趋势变缓;且铸态与轧制态纯铝变形后的硬度变化趋势一致。同时,轧制态纯铝由于发生了塑性变形,内部位错密度增大,产生了加工硬化,故其初始硬度比铸态纯铝的要高一些。

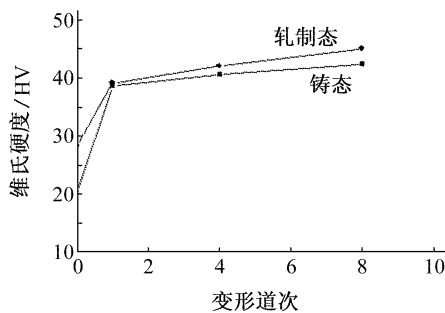


图7 材料的维氏硬度与变形道次的关系

Fig. 7 Vickers hardness vs number of passes

3 讨论

本试验中所采用的模具角度 ϕ 为 90° , 材料以 B_c 方式进行 ECAP 变形, 此情况下的剪切特征可参见文献[6]。面心立方 (fcc) 金属的主要滑移系为 $\{111\}\langle 110 \rangle$, 同时 fcc 金属的变形还要受到层错能

的影响。铝作为具有高层错能的金属, 其塑性变形主要是位错在 $\{111\}$ 面上的滑移, 四个 $\{111\}$ 滑移面之间的夹角是 70.5° 。纯铝 ECAP 变形奇数道次时晶粒拉长方向与 X 轴成 26.6° (β 角)。晶粒拉长方向与下一道次的剪切面之间的夹角为 71.6° [6], 相邻道次剪切面间的夹角为 60° , 与 70.5° 很接近。这样, 很大一部分晶粒的 $\{111\}$ 面取向接近于下一道次的剪切面方向, 从而易于激活后一个 $\{111\}$ 面上的滑移系, 促进了剪切变形的进行。与此同时, 这种特殊的取向关系能够促进亚晶的转动, 使得小角度亚晶界间的取向差增大。因此, 晶粒拉长方向与剪切面间的这种特殊取向关系 ($\theta = 71.6^\circ$) 有效地促进了晶粒细化。

当纯铝的纯度提高到 99.99% 时, 再结晶温度即降低到 16°C 左右 [7], 因此本试验中室温时纯铝的 ECAP 变形均为发生在再结晶温度以上的塑性变形。目前的研究表明, 纯铝、铝-镁系、铝-锌系合金等在热变形中也可发生动态再结晶 [8-10]。一般来说, 动态再结晶的两种主要形式为不连续动态再结晶和连续动态再结晶 [10]。在本试验中, 随着 ECAP 道次的增加, 在剪切变形的反复作用下, 亚晶不断破碎, 尺寸逐渐减小。当道次增加到一定程度时, 继续变形已经不能再使亚晶尺寸减小, 亚晶界发生转动、合并, 使得亚晶界之间的取向差增大, 逐渐形成大角度晶界, 从而使亚晶界逐渐形成晶界, 最终获得均匀的等轴细晶组织。由于这一过程没有伴随新晶粒的形成和生长, 有别于通过形核长大的不连续动态再结晶, 因此在此过程中可认为是发生了连续动态再结晶。另外, 8 道次变形后的组织其晶粒尺寸略微大于 4 道次变形后的晶粒尺寸 (图 3), 经电镜观察表明 4 道次变形后的材料内存在大量小角度晶界, 而 8 道次变形后基本为大角度晶界。

将轧制态纯铝与铸态纯铝 ECAP 变形后的组织进行比较可以看出, 尽管初始时这两种状态的组织差别很大, 但经过多道次 ECAP 变形后均获得了等轴细晶组织, 而且晶粒平均尺寸相差不多。这是由于 ECAP 多道次变形后所获得的组织状态主要取决于变形过程中所承受的强烈剪切应变 (根据文献[6]中的公式, 8 道次 ECAP 变形累积的等效真应变约为 9), 因而初始组织状态对组织细化的影响作用就变得很微弱了。变形过程中的硬度变化趋势也支持这一观点。1 道次 ECAP 变形中发生了剧烈剪切塑性变形, 材料内部均出现了大量的亚晶界和胞

状结构,故而两者 1 道次变形后的硬度值几乎相同。而随着变形道次的增加,两者均承受多道次剪切变形,硬度变化的趋势相同,且硬度值差异不大。因此,如不考虑其它因素,利用 ECAP 变形获得超细晶材料无需对变形前的材料进行复杂的预处理,这样可以在不损失细化效果的前提下简化材料的变形工艺,从而降低成本、提高效率。

4 结 论

(1) 虽然铸态与轧制态的原始组织差别较大,但在相同的条件下经过 8 道次 ECAP 变形后均形成了等轴细晶组织,且晶粒尺寸差别不大,同时材料的性能相当。这说明初始状态对 ECAP 变形后的组织和性能影响不大。

(2) 1 道次变形时,在强烈的剪切应变作用下,在原始的粗大晶粒内形成了一系列具有小角度晶界的亚晶带。随着变形道次增加,亚晶发生转动,亚晶之间的取向差增大,逐渐形成大角度晶界。可认为在此过程中发生了连续动态再结晶。

(3) 纯铝原始晶粒尺寸为 1.5 mm 的铸锭经 8 道次变形后获得等轴细晶组织,晶粒尺寸为 1.4 μm 。同时,变形后材料的硬度增加。1 道次变形后硬度增大尤为明显,随后硬度增大的趋势变缓。

参考文献:

- [1] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandron I V. Bulk nano-structured materials from severe plastic deformation[J]. Progress in Materials Science, 2000, 45: 103—189.
- [2] Iwahash Y, Horita Z, Nemoto M, *et al.* The process of grain refinement in equal-channel angular pressing[J]. Acta Mater, 1998, 46(9): 3317—3331.
- [3] 程永奇,陈振华,夏伟军. 镁合金等径角挤压的研究与发展[J]. 机械工程材料, 2005, 29(9): 1—4.
- [4] 吴世丁,李强,姜传斌,等. 铜单晶 ECAP 过程的剪切特征[J]. 金属学报, 2000, 36(6): 602—607.
- [5] Zhu Y T, Lowe T C. Observations and issues on mechanisms of grain refinement during ECAP process[J]. Mater Sci Eng, 2000, A291: 46—53.
- [6] 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.
- [7] 林肇琦. 有色金属材料学[M]. 沈阳: 东北工学院出版社, 1986.
- [8] 林均品,安希塘,雷廷权. 铝合金动态再结晶模型[J]. 北京科技大学学报, 1993, 15(3): 262—266.
- [9] 周建. 7075 铝合金在锻造过程中显微组织的演变和工艺模拟[D]. 沈阳: 东北大学, 2003.
- [10] Gourdet S, Montheillet F. An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminum[J]. Mater Sci Eng, 2000, A283: 274—288.

(上接第 35 页)

表 3 30Mn2SiV 结构钢三种组织状态的分类识别
Tab. 3 Identification of the microstructure of 30Mn2SiV steel

测试项目	样本类别实际情况球化		
	P+F	片状 P+F	P+F+B _上
正确识别的组数	32	36	38
错误识别的组数	8	4	2
识别率/%	80	90	95

5 结 论

(1) 利用小波变换提取特征参量,基于 BP 神经网络对 20 钢高温时效组织状态和 30Mn2SiV 结构钢三种组织状态进行无损识别是可行的,总体识别率达到 86.6%和 88.3%。为钢铁材料组织分析提供了一种先进而有效的新方法。

(2) 利用小波变换提取的特征参量对 BP 神经网络具有较强的适应性。

参考文献:

- [1] 章启贞. 金属材料的组织与性能的关系[J]. 龙岩师专学报, 1996, 14(3): 58—59.
- [2] 李萍,李喜孟,王来,等. 时域特征用于 20# 钢球化组织状态无损评价[J]. 石油化工高等学校学报, 2004, 17(2): 72—74.
- [3] 李萍,李喜孟,谭家隆,等. 信号特征在 20# 钢高温时效组织状态无损评价中的应用[J]. 机械工程材料, 2004, 28(12): 23—25.
- [4] 李萍,李喜孟,谭家隆,等. 基于贝叶斯方法无损识别 20# 钢高温时效状态[J]. 石油化工设备, 2004, 33(4): 8—10.
- [5] 飞思科技产品研发中心. 辅助小波分析与应用[M]. 北京: 电子工业出版社, 2003.
- [6] 袁曾任. 人工神经网络及其应用[M]. 北京: 清华大学出版社, 1999.
- [7] 高隽. 人工神经网络原理及仿真实例[M]. 北京: 机械工业出版社, 2003.
- [8] 飞思科技产品研发中心. 辅助神经网络分析与设计[M]. 北京: 电子工业出版社, 2003.
- [9] 刘镇清,张海燕. 人工神经网络及其在超声检测中的应用[J]. 无损检测, 2001, (5): 221—225.
- [10] 林莉,李喜孟,张俊善,等. 超声波无损评价 40Cr 钢显微组织的探讨[J]. 无损探伤, 2000, (4): 28—30.