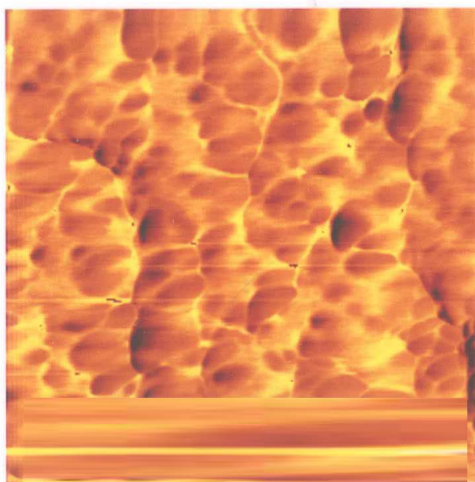


CHAOXI JINGTONGCAI DABIANXING YIBU DIEZHA ZHIBEI JISHU

超细晶铜材 大变形异步叠轧制备技术

王军丽 著



冶金工业出版社
Metallurgical Industry Press

超细晶铜材 大变形异步叠轧制备技术

王军丽 著

冶金工业出版社

2011

内 容 提 要

本书系统阐述了大变形法制备超细晶材料制备技术及理论研究的相关进展,考察了同步叠轧和异步叠轧过程工艺条件对制备的超细晶铜材组织的影响,进行了异步叠轧制备过程及热处理过程的制备工艺和热处理工艺的优化,探讨了大变形异步叠轧制备超细晶铜材的形成机制、取向演变过程及组织形成机制;考察了超细晶铜材的性能,探明了大变形异步叠轧制备超细晶铜材的制备技术体系以及具有良好性能超细晶铜材的形成机制,进行了超细晶铜材的扩大规模试验。

本书适用于新材料制备、材料加工、机械、电子、冶金、化工、航空航天等领域从事科研及生产的技术人员以及高等院校的师生阅读和参考。

图书在版编目(CIP)数据

超细晶铜材大变形异步叠轧制备技术/王军丽著.

—北京:冶金工业出版社,2011.3

ISBN 978-7-5024-5534-7

I. ①超… II. ①王… III. ①超细晶粒—铜合金—
塑性变形—异步轧制:带材轧制—制备 IV. ①TG339

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2011)第 038936 号

出 版 人 曹胜利

地 址 北京北河沿大街嵩祝院北巷 39 号,邮编 100009

电 话 (010)64027926 电子信箱 yjcb@cnmip.com.cn

责任编辑 宋 良 王雪涛 美术编辑 彭子赫 版式设计 葛新霞

责任校对 卿文春 责任印制 张祺鑫

ISBN 978-7-5024-5534-7

北京百善印刷厂印刷;冶金工业出版社发行;各地新华书店经销

2011 年 3 月第 1 版,2011 年 3 月第 1 次印刷

148mm×210mm;4.625 印张;134 千字;136 页

19.00 元

冶金工业出版社发行部 电话:(010)64044283 传真:(010)64027893

冶金书店 地址:北京东四西大街 46 号(100010) 电话:(010)65289081(兼传真)

(本书如有印装质量问题,本社发行部负责退换)

前 言

超细晶材料由于其特殊的结构而体现出优异的性能。大变形异步叠轧技术是制备块体超细晶材料的一种非常有效的方法。与同步叠轧或累积叠轧焊技术相比，大变形异步叠轧技术在轧制方式上不同于普通叠轧，既具有常规轧制的特点，也是一种优于普通叠轧法，能够有效降低轧制压力、增大变形量并提高产品精度的轧制方法。该技术综合了同步累积叠轧技术和异步轧制技术的特点，在制备超细晶材料方面有很大的优势。

目前，国内外采用大变形制备超细晶材料的方法很多，但大部分方法都只是处于研究阶段。国内外关于异步轧制和叠轧法制备超细晶材料的研究也较多，但关于异步叠轧技术制备超细晶材料的研究报道则较少。

本书是一本系统阐述大变形异步叠轧制备超细晶铜材的制备工艺及理论研究方面的专著。借助于扫描电子显微镜、背散射电子衍射、透射电子显微镜、光学金相显微镜、X射线衍射仪、拉伸试验机等仪器设备，进行了异步叠轧制备过程及热处理过程的制备工艺和热处理工艺的优化，探讨了大变形异步叠轧制备超细晶铜材的形成机制、取向演变过程以及织构形成机制，考察了超细晶铜材不同阶段的性能，探明了大变形异步叠轧制备超细晶铜材的制备技术体系及具有良好性能超细晶铜材的形成机制，制备出了具有优良力学性能和导电性能的超细晶铜材。

本书的撰写工作，得到了昆明理工大学史庆南教授、徐瑞东

教授、周荣锋教授、孙勇教授、陈敬超教授、钱天才教授级高工、杨喜昆教授级高工、陈亮维教授级高工、王绍华高工以及王效琪、起华荣、周蕾、米辉、刘润、周建峰、陈步明、石照夏、张永春等人的大力支持。本书的出版得到了国家自然科学基金、云南省科技条件平台建设计划、稀贵及有色金属先进材料教育部重点实验室开放基金、云南省教育厅科学研究基金，昆明理工大学人才培养基金、稀贵及有色金属微结构材料创新团队建设基金及研究生百门核心课程建设基金的支持，在此一并表示衷心的感谢。

由于水平所限，书中不妥之处，诚请读者批评指正。

作 者

2011年1月

目 录

1 大变形法制备超细晶材料现状	1
1.1 超细晶材料的制备方法	1
1.1.1 电沉积法	1
1.1.2 气相沉积法	2
1.1.3 湿化学法	2
1.1.4 分子束外延法	3
1.1.5 溅射法	3
1.1.6 机械合金化法	3
1.2 大变形制备超细晶的国内外研究现状	4
1.2.1 等径角挤压法制备超细晶	4
1.2.2 高压旋转法制备超细晶	8
1.2.3 多向锻造和多向压缩制备超细晶	9
1.2.4 沙漏挤压法制备超细晶	9
1.2.5 连续剪切变形法	10
1.2.6 反复弯曲平直法	10
1.2.7 叠轧法制备超细晶	11
1.2.8 其他大变形制备超细晶	15
2 超细晶材料研究现状	18
2.1 制备超细晶方法的研究	18
2.2 制备超细晶材料组织演变过程的研究	18
2.2.1 晶粒细化机制	19
2.2.2 织构的研究	20
2.3 超细晶材料的性能研究	23
2.4 超细晶材料的研究现状分析	23

3 大变形异步叠轧制备超细晶材料原理与技术	25
3.1 异步轧制及其制备超细晶材料的研究现状	25
3.2 异步轧制原理	25
3.3 异步轧制的研究现状与发展	26
3.3.1 异步轧制在取向硅钢中的研究	26
3.3.2 异步轧制在其他钢中的研究	27
3.3.3 异步轧制在双金属或多金属复合方面的研究	28
3.3.4 异步轧制在有色金属及合金方面的应用	29
3.3.5 异步轧制的工艺、能耗、力学及摩擦学方面的 研究	30
3.4 异步轧制在制备超细晶方面的应用	32
3.5 大变形异步叠轧过程特征	33
3.5.1 搓轧区的形成及大小	33
3.5.2 异步叠轧搓轧区的形成对界面复合的影响	35
3.5.3 异步叠轧过程变形量的表示方法	36
4 大变形同步叠轧制备超细晶铜材工艺	37
4.1 大变形同步叠轧制备超细晶铜材工艺的确定	37
4.2 大变形同步叠轧及热处理工艺对变形铜材组织及性能 影响的探索	38
4.2.1 同步叠轧中间去应力退火试验	38
4.2.2 连续同步叠轧试验	43
5 大变形异步叠轧制备超细晶铜材工艺	46
5.1 大变形异步叠轧及热处理工艺对铜材组织及性能的 影响	46
5.2 大变形异步叠轧过程工艺的确定	50
5.2.1 五道次异步叠轧等效应变 $\varepsilon = 4.0$ 时变形铜材 再结晶退火工艺	52

5.2.2	六道次异步叠轧等效应变 $\varepsilon = 4.8$ 时变形铜材再结晶退火工艺	55
5.2.3	七道次异步叠轧等效应变 $\varepsilon = 5.6$ 时变形铜材再结晶退火工艺	57
5.2.4	八道次异步叠轧等效应变 $\varepsilon = 6.4$ 时变形铜材再结晶退火工艺	58
5.2.5	九至十道次异步叠轧时变形铜材再结晶退火工艺 ..	58
5.2.6	大变形异步叠轧制备超细晶铜材再结晶退火温度探讨	59
5.2.7	大变形异步叠轧制备超细晶铜材工艺条件的确定 ..	62
6	大变形异步叠轧制备超细晶铜材晶粒细化机制及织构形成机制	67
6.1	大变形异步叠轧制备超细晶铜材晶粒细化机制	67
6.1.1	大变形异步叠轧制备超细晶铜材组织演变过程	67
6.1.2	大变形异步叠轧制备超细晶铜材过程的界面	86
6.1.3	叠轧法或累积叠轧焊法制备超细晶晶粒细化机制 ..	90
6.1.4	大变形异步叠轧制备超细晶铜材晶粒细化机制	91
6.1.5	异步叠轧法与叠轧法晶粒细化机制的异同	92
6.2	铜材再结晶形核取向变化及织构形成机制	93
6.2.1	变形铜材再结晶形核取向变化过程	93
6.2.2	普通轧制变形铜材再结晶织构形成机制	94
6.2.3	大变形异步叠轧制备超细晶铜材再结晶织构形成机制	96
7	大变形异步叠轧制备超细晶铜材性能及扩大试验	98
7.1	大变形异步叠轧制备超细晶铜材的力学性能及显微硬度	98
7.1.1	异步叠轧前铜材的力学性能及显微硬度	98

7.1.2	异步叠轧变形铜材的力学性能及显微硬度	99
7.1.3	超细晶铜材再结晶退火过程的力学性能及显微 硬度	103
7.1.4	异步叠轧再结晶后超细晶铜材加工过程中的力学 性能及显微硬度	107
7.1.5	异步叠轧不同阶段变形铜材的力学性能及显微 硬度	111
7.1.6	铜材的塑性及延展性	111
7.2	铜材的电导率	112
7.2.1	异步叠轧变形前铜材的电导率	113
7.2.2	超细晶铜材不同等效应变下的电导率	114
7.2.3	超细晶铜材 (等效应变 $\varepsilon = 4.8$) 再结晶过程的 电导率	116
7.3	扩大实验	118
7.3.1	基础研究设备与工艺	118
7.3.2	技术扩大试验	120
参考文献		123

1 大变形法制备超细晶材料现状

晶粒尺寸减小到超细晶量级（亚微米及其以下）的金属材料，在室温下性能会发生一系列巨大而有益的变化，特别是室温下超细晶金属可以获得加工硬化程度很小的延展性和导电性，这对材料的精细加工和塑性微成形具有重大的实用价值。具有超细晶结构的金属材料综合性能将获得显著提高。

1.1 超细晶材料的制备方法

超细晶材料作为一种新型材料，由于其优异的性能，已引起人们的广泛关注。制备超细晶材料的方法主要有电沉积法、气相沉积法、湿化学法、分子束外延法、溅射法、机械合金化法以及大塑性加工方法等。下面主要介绍除大塑性加工方法以外的几种超细晶材料的制备方法。

1.1.1 电沉积法

电沉积法可制备多种单金属与合金的纳米晶材料。电沉积法制备纳米晶材料又包括直流电沉积法、脉冲电沉积法、喷射电沉积法以及复合共沉积法等^[1,2]。脉冲电沉积是以高频下的断续电流（通电时间短，仅几十微秒，断开时间一般大于通电导电时间的几十倍）来代替常规直流电沉积。喷射电沉积是一种局部高速电沉积技术，电沉积时，一定流量和压力的电解液从阳极喷嘴垂直喷射到阴极表面，使电沉积反应在喷射与阴极表面冲击的区域发生。电解液的冲击不仅对镀层进行了机械活化，同时还有效地减小了扩散层的厚度，改善了电沉积过程，使镀层组织致密、晶粒细化及性能提高。复合电沉积是将固体微粒均匀分散在电镀液中，制成悬浮液进行电沉积。微粒弥散复合镀层可以提高金属或合金耐磨损、耐擦损和抗蠕变性能并提高其抗蚀性，可作为耐磨镀层、耐蚀镀层、抗氧化镀层、干性自润滑镀层、电接触镀层以及具有电催化或光催化镀层等复合材

料使用。

1.1.2 气相沉积法

气相沉积法主要用于制备超细晶纳米粉体和薄膜。气相沉积主要有化学气相沉积和物理气相沉积两种方法。化学气相沉积技术主要有金属有机物化学气相沉积、等离子增强化学气相沉积、激光化学气相沉积、真空化学气相沉积、射频加热化学气相沉积、紫外光能量辅助化学气相沉积等技术,其应用已不再局限于无机材料方面,现已推广到诸如提纯物质、研制新晶体、沉积各种单晶、多晶或玻璃态无机薄膜材料等众多领域^[3-7]。物理气相沉积是在真空条件下,利用各种物理方法将镀料气化成为原子、分子或离子直接沉积到基体表面的方法,工艺方法又有空心阴极离子镀、多弧离子镀、微波等离子体辅助化学气相沉积以及电子束物理气相沉积法等。

1.1.3 湿化学法

湿化学法工艺主要适用于纳米氧化物粉末,具有无需真空等苛刻的物理条件和易放大等特点,而且得到的粉体性能较优异。采用的方法主要有共沉淀法、乳浊液法、水解沉淀法、直接沉淀法、均相沉淀法、化合物沉淀法、喷雾热解法、溶胶-凝胶法等^[8]。共沉淀法将各种阴离子在溶液中实现原子级的混合^[9,10]。溶胶-凝胶法是从金属的有机物或无机化合物的溶液出发,在溶液中通过化合物的水解或醇解,反应生成物经聚合后,把溶液制成有金属氧化物微粒子的溶胶液,进一步反应产生凝胶,再把凝胶加热,可制成凝胶化玻璃、多晶体陶瓷^[11]。水解沉淀法是通过配制无机盐的水合物,控制其水解条件,合成单分散性的球状、立方体等形状的纳米粒子。喷雾热解法^[12]是将含所需正离子的某金属盐溶液喷成雾状,送入加热设定的反应室,通过化学反应生成微细的粉末粒子。水热合成法^[13]一般是在100~350℃和高气压环境下使无机或有机化合物与水化合,通过对加速渗析反应和物理过程的控制,得到改进的无机物,再经过滤、洗涤和干燥处理,从而得到高纯、超细的各类微粒子。

1.1.4 分子束外延法

分子束外延法^[14,15] (MBE) 及其相关的方法主要用来制备半导体纳米线或薄膜。这些方法制备的纳米线容易操作, 对于研究物质的性质与尺寸、形貌关系都特别合适。分子束外延生长方法优于液相外延法和气相外延法, 晶体 (薄膜) 的生长过程是在非热平衡条件下完成的, 受基片动力学条件制约, 这是分子束外延法与在近平衡条件下进行的液相外延生长的根本区别。

1.1.5 溅射法

溅射法^[16~19] 是用经加速的高能离子撞击材料表面使材料蒸发, 发射出中性的及电离的原子和原子团粒, 从而形成纳米颗粒。该方法又可分为离子溅射法, 常用 Ar^+ 、 Kr^+ 和 H^+ 轰击块体, 在低压惰性气氛中形成纳米粒子; 激光侵蚀法, 用激光侵蚀块体, 造成气化; 等离子体溅射法, 即以等离子体为轰击源, 溅射块体。溅射法的优点是可以使几乎所有物质气化, 但通常只产生少量的团粒, 主要用来制备纳米薄膜, 也用于制备纳米金属和纳米陶瓷。

1.1.6 机械合金化法

机械合金化是将欲合金化的元素粉末按一定配比机械混合, 在高速球磨机等设备中长时间运转, 将回转机械能传递给粉末, 同时粉末在球磨介质的反复冲撞下承受冲击、剪切、摩擦和压缩多种力的作用。经历反复的挤压、冷焊合及粉碎过程, 成为弥散分布的超细粒子, 在固态下实现合金化^[20,21]。机械合金化所用的设备有行星式球磨机、振动式球磨机、搅拌式球磨机和高能球磨机 (振动 + 搅拌) 等。球磨介质为磨球, 主要有淬火钢球、玛瑙球和刚玉、碳化钨球等。机械合金化强度与所选用的球磨机的种类、磨球的种类和球磨工艺 (球磨机功率、球磨时间和球料比) 密切相关。

上述方法存在超细晶粉体的稳定保存和粉体压制过程中纳米粉末团簇长大的问题, 至今还没有经济可靠的解决方案。还存在不能获得大尺寸块体, 材料内部有微孔隙存在, 工艺过程复杂以及规模

化生产困难等不足。鉴于此,有的研究学者回避了粉体压制成块体的难题,直接对金属块体材料进行强烈塑性变形加工,直接细化金属晶粒,使晶粒度达到超细晶量级(亚微米及其以下)。当然,普通的塑性加工对金属的细化作用远远达不到预期目的,要获得超细晶的细化效果,必须对金属进行极大的形变加工或使金属获得极大的累积变形量,即大塑性加工,也称为大变形法。

1.2 大变形制备超细晶的国内外研究现状

大变形克服了制备块体材料方面超细晶稳定性问题,而且可以直接制备出大体积的金属材料,从而又解决了超细晶材料制备的量的问题,因此已发展成为各国学者研究的焦点。采用大变形来获得超细晶粒结构材料,金属材料能在不牺牲甚至提高材料的塑性和韧性的同时大幅度提高材料的室温强度,从而改善材料的综合性能。大塑性变形的主要原理是控制试样在加工前和加工后尺寸保持不变,从而可以对试样反复进行相同过程的塑性变形,每次变形晶粒都会得到细化,通过这样的方式可以获得极大的累积形变量,也可以通过控制加工道次获得预期的形变量,从而获得预期细化效果的材料。目前开展的大塑性变形方法主要有等径角挤压、高压旋转、叠轧法、连续剪切法、连续细化剪切法、循环挤压法、折皱-压直法等。这些方法都是通过对块体金属材料直接进行大塑性变形,使材料内部的晶粒发生反复的相互剪切应变。在这种反复的剪切作用下,晶粒被切碎,逐步细化,最终达到超细晶(或纳米)尺寸,同时,材料的性能也会发生根本性突变,最终获得高性能的超细晶材料而得到广泛应用。目前制备超细晶的大变形或深度塑性变形的的方法很多,下面就每种方法制备超细晶材料的国内外研究现状进行论述。

1.2.1 等径角挤压法制备超细晶

等径角挤压法是一种以纯剪切方式实现块体材料大塑性变形的金属成形工艺。技术原理如图 1.1 所示。试样垂直放入模具型腔,然后从水平型腔挤出,从而完成一个道次的挤压过程。在不改变材料横截面积和横截面形状的条件下,只经过数次变形所产生的剪切

应变量就相当于正应力作用下完成 100 : 1 甚至产生 1000 : 1 压下率的累积应变量。

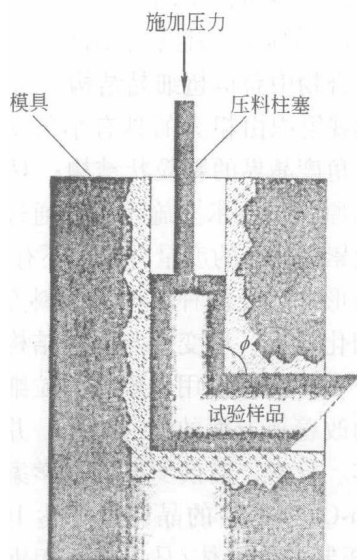


图 1.1 等径角挤压法技术原理示意图

目前等径角挤压已开发出以下四种工艺路线。一是每道次挤压后，试样不旋转，直接进行下一道次的挤压；二是每道次挤压后，试样旋转 90° ，进行下一道次的挤压，旋转方向交替改变；三是每道次挤压后，试样旋转 90° ，进行下一道次的挤压，旋转方向不改变；四是每道次挤压后，试样旋转 180° ，再进行下一道次挤压。四种工艺对被加工材料的最终组织及性能有很大影响。

1.2.1.1 等径角挤压法制备超细晶工艺研究

用等径角挤压法制备超细晶的研究较多。国内研究者^[22]采用 ECAP 法制备了超细晶铝合金材料，随着剧烈塑性变形的增加，显微组织中开始形成大量晶粒尺寸小于 $1\mu\text{m}$ 的位错胞组织。当其晶界取向差增大时，亚晶粒变为越来越细的板条状组织。当经过 8 道次 ECAP 变形后，晶粒尺寸由变形前的约 $50\mu\text{m}$ 细化为约 $0.2\mu\text{m}$ ；纳米

晶合金-掺硼 Ni_3Al 金属间化合物和铝合金 1420 ($\text{Al}-5.5\% \text{Mg}-2.2\% \text{Li}-0.12\% \text{Zr}$) 以及亚微米晶铝合金 1420, 经过施加大压力状态下的扭曲应变的加工和等径斜向挤压加工^[23], 表现出在相对低的温度和/或高应变速度条件下增强超塑性; 利用等径角挤压可在许多纯金属、合金、金属间化合物中获得超细晶结构, 晶粒尺寸从 1mm 细化到 $0.1 \sim 1\mu\text{m}$ ^[24]。微观组织由粗大的具有小角度晶界的等轴晶逐渐演变为细小的具有大角度晶界的颗粒状结构; 罗蓬等^[25]研究了铸造镁合金等径角挤压的原理与技术实施手段, 通过设计模具的几何结构, 研究了剪切应变累积效应的度量方法。还有学者^[26~29]阐述并总结了等径角挤压的变形原理及四种典型的装料方式, 不同的装料方式产生不同的晶粒细化效果; 切变面与晶体结构以及变形织构的交互作用在晶粒细化中发挥主要作用; 影响晶粒细化的因素及挤压后材料宏观力学性能的改善等方面的研究进展, 并提出了几项需要进一步深入研究工作。日本、白俄罗斯科学家们共同合作, 用等径角挤压法使 Cu-Zn-Cr 合金中的晶粒尺寸达 160nm ^[30]。K. T. Park 等^[31]采用等径角挤压制备铁素体/马氏体双相钢, 位错增加使应力增强, 控制退火工艺可以控制马氏体在基体铁素体中的分布。R. Z. Valiev 等^[32]回顾了過去等径角挤压制备超细晶金属和合金技术, 包括如何提高等径角挤压在细化晶粒方面的作用、利用等径角挤压过程中应力的原理、滑移系、剪切带、实验因素包括几何形状等。V. G. Pushin 等^[33]采用大变形法制备纳米结构 TiNi 基形状记忆合金, 研究表明大变形不会改变合金的相变但改变马氏体形貌, 合金形成纳米结构后力学性能和形状记忆性能得到提高。M. Ferry 等^[34]研究了大变形制备超细晶 $\text{Al}-0.3\% \text{Sc}$ (质量分数, 下同) 合金在高温下的组织演变过程。D. Nagarajan 等^[35]研究了冷挤对等径角挤压铝合金组织及性能的影响。P. Leo 等^[36]研究了大变形铝合金的性能及变形特征。F. D. Torre 等^[37]研究了等径角挤压 1~16 道次的铜的组织及性能。W. S. Zhao 等^[38]研究了动态塑性变形铜过程中的高密度纳米级孪晶。

上述等径角挤压法制备超细晶工艺研究表明, 采用不同的挤压通道角度、剪切应变量、不同道次之间试样的挤压角度以及退火温度,

可以使纯金属（纯铝、纯铜等）、合金（铝合金、铜合金等）以及钢（铁素体/马氏体双相钢等）组织得到细化，达到超细晶尺寸。

1.2.1.2 等径角挤压法制备超细晶的组织、性能

S. D. Wu 等^[39~41]对采用等径角挤压法制备的超细晶铜进行循环变形，发现在此过程中有两种剪切带，随着循环变形过程中温度的升高，超细晶粗化，位错墙转化为规则的细小孔，不同晶粒尺寸的铜变形过程孪晶转变机制不同。M. K. Wong 等^[42]对不同大小的超细晶铝进行反复变形，超细晶的疲劳寿命比粗大晶粒的短。对于超细晶铝，随着晶粒变小，疲劳寿命降低。王立忠等^[43]研究经多道次等径弯曲通道变形后 Al-3% Mg-0.5% Zr 铝合金的超塑性行为：晶粒尺寸由变形前的 $50\mu\text{m}$ 经过八道次等径弯曲通道变形后细化为 $0.3\mu\text{m}$ ；随后在 330°C 退火保温 1h 的条件下其晶粒尺寸长大至 $10\mu\text{m}$ ；在 500°C 、应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 的拉伸实验中，该超细晶材料的最大伸长率高达 370%，呈现出良好的超塑性。刘睿等^[44]介绍了等径角挤压处理对提高材料的强度、疲劳寿命、超塑性等的贡献以及影响等径角挤压法工艺的因素，分析了存在的问题，并对其应用前景进行了展望。黄崇湘等^[45]研究了循环形变处理对等径角挤压法制备的超细晶铜室温拉伸行为的影响，与制备态相比，循环形变处理后超细晶铜的塑性变形行为发生了明显的变化，在应力-应变曲线上出现流变应力的平台区，在此区域没有应变硬化和颈缩发生，均匀伸长率由制备态的约 2% 提高到约 6%，探讨了该阶段变形的机制以及导致这种变化的可能因素。国外 H. Mughrabi 等^[46]研究了等径角挤压制造的超细晶铜的循环变形行为，认为循环晶粒粗化和某些程度的软化是由于动态再结晶机制；K. R. McNee 等^[47]利用原子力显微镜研究铜的显微结构和扩散蠕变行为；Z. F. Zhang 等^[48]研究了疲劳铜单晶体变形带的演变和微观结构特征，研究了在高应力振幅下单晶体循环变形铜变形带的位错排列、晶体学特征及疲劳断裂开始，从疲劳铜晶体的表面形貌能观察到许多特征。H. J. Maier 等^[49,50]研究了等径角挤压制备的超细晶铜的循环应力应变过程。H. W. Höppel 等^[51,52]对等径角挤压制备的超细晶金属和合金的疲劳行为进行了回顾，对等径角挤压制备的

超细晶进行恰当的热处理,其疲劳寿命将得到显著提高,否则和传统晶粒的一样。L. Kunz 等^[53]对等径角挤压制备的超细晶铜的疲劳强度、组织稳定性和应变场进行了研究。M. Goto 等^[54]观察了等径角挤压制备的超细晶铜在高和低循环应力振幅下的形貌特征。Z. Pakiela^[55]等对近年来大变形制备超细晶的方法进行了介绍。V. M. Segal 等^[56]对超细晶金属进行拉伸实验,获得不同阶段变形机制。

目前对等径角挤压法制备超细晶材料组织及性能的研究表明,采用该方法制备的超细晶因具有细晶结构而表现出了高强度;部分材料在特定的温度和拉伸速率条件下具有超塑性;部分材料的伸长率得到提高,而部分材料的伸长率变化不大或有所下降;同时,超细结构材料的疲劳寿命较传统粗晶材料下降,但经过退火之后,超细结构材料的疲劳寿命得到恢复。

1.2.2 高压旋转法制备超细晶

高压旋转法制备超细晶材料的技术原理如图 1.2 所示:在室温条件下,模具中的试样被施以 GPa 级的高压,同时通过转动冲头来扭转试样样品在高压冲头高速旋转产生的摩擦力和剪切力的共同作用下制得纳米块体材料。高压旋转技术不仅适合制备金属纳米材料,而且还适合金属-陶瓷纳米复合材料等脆性材料的制备。Cheng Xu 等^[57]研究了高压扭转纯铝工艺的均匀性,包括压力和扭转次数的影响。T. Ungúr 等^[58]用 X 射线衍射选区测定了高压扭转获得样品的晶粒尺寸,并测量了样品的硬度,在样品盘中心晶粒最大而硬度最低。

目前,高压旋转法可制备的样品尺寸为 $(12 \sim 20) \text{ mm} \times (0.2 \sim 1) \text{ mm}$ 、

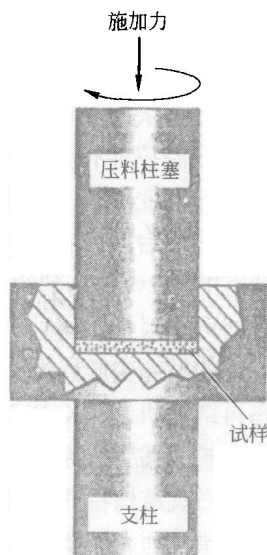


图 1.2 高压旋转法技术原理示意图