



研究生教育“十二五”规划教材

大塑性变形及材料微结构表征

史庆南 陈亮维 王效琪 编著



科学出版社

研究生教育“十二五”规划教材

大塑性变形及材料微结构表征

史庆南 陈亮维 王效琪 编著

科学出版社

北 京

内 容 简 介

本书是关于大塑性变形制备超细晶增强增韧机制及材料微结构表征的教材。全书共 9 章。第 1 章论述大塑性变形的原理和工艺、制备超细晶增强增韧的机制；第 2~5 章介绍 X 射线衍射分析的理论基础，在晶粒大小、残余应力和晶格畸变、小角衍射和散射、指标化等方面的应用，以及粉末衍射晶体结构精修、X 射线衍射宏观组织的表征和应用；第 6 章介绍 EBSD 微观组织的表征及应用；第 7 章介绍透射电子衍射斑点的表征及应用；第 8 章介绍扫描电镜微观形貌观察操作指导；第 9 章介绍国产的短波长 X 射线衍射应力分析仪、衍射仪和扫描电镜的发展。本书注重科学仪器实际操作技巧与检测经验的传承，是硕士研究生、材料科技工作者和从事材料检测工作者的入门书和工具书，与其他现代分析检测技术教材形成很好的互补。

本书可作为高等院校和科研院所冶金材料类专业研究生教学用书，也可供相关专业的科技人员和分析测试人员参考使用。

图书在版编目(CIP)数据

大塑性变形及材料微结构表征/史庆南，陈亮维，王效琪编著. —北京：科学出版社，2016.9

研究生教育“十二五”规划教材

ISBN 978-7-03-049477-1

I. ①大… II. ①史… ②陈… ③王… III. ①金属-塑性变形-研究生-教材②金属-组织-研究生-教材 IV. ①TG111.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2016)第 179991 号

责任编辑：毛 莹 张丽花 / 责任校对：蒋 萍
责任印制：徐晓晨 / 封面设计：迷底书装

科学出版社出版

北京东黄城根北街 16 号

邮政编码：100717

<http://www.sciencep.com>

北京厚诚则铭印刷科技有限公司 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2016 年 9 月第 一 版 开本：787×1092 1/16

2016 年 9 月第一次印刷 印张：19

字数：498 000

定价：98.00 元

(如有印装质量问题，我社负责调换)

前 言

我们在从事大塑性变形制备有色金属块体超细晶材料的研究工作中,对材料微观结构及性能表征进行了较为系统的研究,结合研究生培养需要,将研究内容贯穿到教学过程中,培养学生在这方面的知识应用和技能是十分必要的。恰逢昆明理工大学研究生院为提高研究生的培养水平,拔专项经费开展研究生百门核心课程的建设,希望在科研一线工作的教师结合自己多年的科研成果和工作经验编写新教材,使新的研究成果进入课堂,提高硕士研究生掌握最新的科学技术、提高解决实际问题的能力。在此背景下,史庆南教授通过竞争获得了该项目的支持,承担“材料先进塑性变形及其微结构表征”核心课程建设任务,指导教学团队根据教学实践的需要,针对教学的重点和难点,并结合科研成果编著了本书。

史庆南教授是昆明理工大学材料学专业的博士生导师,在大塑性变形制备有色金属块体超细晶材料方面共承担国家自然科学基金项目 3 项、云南省自然科学基金重点项目 1 项,获云南省 2015 年度自然科学类三等奖。陈亮维和王效琪都是史庆南教授的博士生。陈亮维在 2004 年度被遴选为云南省分析检测领域中青年学术技术带头人后备人才,于 2009 年获云南省中青年学术技术带头人称号和博士学位。陈亮维从 1991 年 7 月至今一直在分析检测领域从事材料微结构和性能的表征工作,建立了国际粉末衍射数据标准约 50 项,其中包括了屠呦呦发明的青蒿素、蒿甲醚,昆明贵金属研究所研发的抗类风湿药物金诺芬、抗癌药物卡铂等药物的晶体结构和晶体衍射数据;在利用 X 射线衍射方法表征焊缝的残余应力、人造超晶格的小角衍射、晶粒大小和晶格畸变方面做了大量的工作;在晶粒取向织构分析表征方面积累了丰富的经验,其中建立了立方晶系任意织构对应的理论极图的计算方法,获得了国家发明专利授权。本书的编写分工如下:第 1 章由王效琪编写,第 2~9 章由陈亮维编写。史庆南对全书进行了审校。

在原来的教学实践中,以大塑性变形为主线,讲授大塑性变形如何影响材料的微观组织和性能、表征微观组织和性能的表征方法,以及成分、组织结构与性能之间的内在关系,让硕士生获得最接近科研实践的培养。尽管研究生已经学习过现代分析检测技术,在授课过程中仍发现多数学生看不懂极图和取向分布函数截面图(ODFs)所反映的织构信息、透射电镜电子衍射花样所反映的晶体结构与物相成分的信息,也不会解析未知物相的晶体结构和晶体结构精修,更不会做残余应力检测与分析,等等。因此,在后来的教学中主要针对学生在微结构与性能表征方面的难点问题,成形了目前的教学内容。

目前多数现代分析检测技术教材往往注重理论知识的讲解,分析仪器的的工作原理编写得很深入、透彻,内容很广泛,仪器的校对、仪器参数调整等操作细节和数据处理细节常常被忽略了。本书恰好相反,微结构表征部分的编写者陈亮维近 25 年来一直在分析检测前线做具体的分析工作,每天要做数十上百种样品,把全部精力放在仪器校对、仪器工作参数的调整和实验数据处理上,力求每个实验数据准确可靠,能客观公正地反映样品的性质。本书的突出特点是尽量把复杂问题简单化,注重实际操作技巧与检测经验的传承,就如驾校教练培养新学员一样,把每步操作分解得很详细、很具体,经过短期培训,绝大多数学员能取得驾驶证,能很快单独开车上路。

下面列举一些实例说明本书的主要特色。

实例 1 介绍中科院物理研究所董成研究员编写的 PowderX 程序的运行实例和运用手工解析法计算金诺芬($C_{20}H_{34}AuO_9PS$)的同质多晶型的 B 型晶体结构。多数初学读者通过本书学习后,能熟练运用软件算法或解析法求解未知物相的晶体结构。

实例 2 介绍人造超晶格小角衍射、残余应力检测、极图测量、电子衍射花样和 SEM 显微组织观察等实验操作技巧和工作经验,对初学者非常实用。

实例 3 介绍测量金属材料内部残余应力的新装备与新技术,其他现代分析检测技术教材很少涉及这部分内容。

实例 4 介绍 $PbSO_4$ 晶体结构的精修过程,演示了程序每一步的运行过程和结果,大大降低了初学者学习晶体结构精修的难度。

实例 5 介绍立方晶系任意织构对应的标准极图的绘制方法,极图分析有了标准可参照。在取向分布函数截面图的解析中,重点解释欧拉空间与取向之间的函数关系,教会学生从 ODFs 图中读出三个欧拉角,代入指定的公式,计算出具体织构取向,极大地降低了初学者对极图和 ODFs 图的理解难度。

实例 6 介绍运用材料的织构表征结果半定量地研究晶体材料的塑性变形行为和性能。提高了初学者运用织构知识解决实际问题的兴趣。

实例 7 利用学生熟悉的布拉格衍射方程来降低初学者对电子衍射花样的理解难度。

实例 8 介绍国产的 X 射线衍射仪、国内的扫描电镜和由中国工程物理研究院与四川艺精科技集团联合研制的国际领先的短波 X 射线应力和织构分析仪的工作参数与性能。如果各高校大量采购国产科学仪器,在现有经济状况下,完全有条件让学生亲自做微结构表征与性能测试实验,通过改善实验硬件水平来提高学生培养水平。

综上所述,本书的最大特点是强调工程应用性、实用性,传承分析检测工作经验,让初学者入门快,少走弯路。

本书得到了陈小龙、何崇智、麦振洪、谭伟石、王聪、王福、王沿东、曾令民、张鹏程等教授的悉心指导,在此对上述前辈或同行表示衷心的感谢。特别感谢 Fullprof-suite 软件的作者 Juan Rodríguez-Carvajal,提供了免费的国际同行认可的晶体结构精修软件,使该软件得到了极大的推广和应用。感谢美国 EDAX 公司和日本 JEOL 公司,允许引用它们的部分培训内容。书中还有很多内容很难一一溯源,作者对这些无名英雄表达歉意和敬意。衷心感谢四川艺精科技集团、丹东通达科技有限公司和北京中科科仪股份有限公司为本书出版提供的帮助。最后特别感谢国家自然科学基金委员会和云南省科技厅给予项目研究的经费支持,从而获得有关研究成果和知识积累。感谢昆明理工大学研究生院为本书的出版提供主要的经费支持。

由于作者的理论水平和认知水平有限,书中难免存在疏漏和不足之处,敬请读者批评指正。

作者

2016 年 6 月

目 录

前言

第 1 章 大塑性变形制备超细晶材料概述	1
1.1 大塑性变形的原理和工艺	1
1.1.1 大塑性变形的基本原理	1
1.1.2 SPD 工艺简介	2
1.2 有关大塑性变形的理论研究	8
1.2.1 细化机制	8
1.2.2 SPD 过程中形成的显微组织	12
1.2.3 强化机制	14
1.2.4 SPD 过程对第二相的影响	16
参考文献	17
第 2 章 X 射线衍射分析的理论基础和应用	21
2.1 X 射线衍射分析理论基础	21
2.1.1 晶体结构——点阵、晶胞和原子坐标	21
2.1.2 晶体学中的对称操作元素	22
2.1.3 晶系、点群和空间群	25
2.1.4 布拉格衍射定律	29
2.1.5 X 射线衍射强度理论基础	32
2.2 衍射样品的制备	44
2.3 X 射线衍射分析的应用	44
2.3.1 晶粒大小和晶格畸变的分析	44
2.3.2 残余应力分析	46
2.3.3 X 射线短波长应力测试的新技术和新装备	48
2.3.4 结晶度的计算	53
2.3.5 小角 X 射线散射	54
2.3.6 人造超晶格的测定	54
2.3.7 薄膜试样的测定	55
2.3.8 物相的定量分析	62
2.3.9 新物相衍射峰的指标化	62
参考文献	70
第 3 章 粉末衍射晶体结构精修	72
3.1 全谱拟合的理论要点	72
3.1.1 峰形函数	74
3.1.2 峰宽函数 H_k	76
3.1.3 背景函数 Y_b	77
3.1.4 择优取向校正	77

3.2	粉末衍射全谱拟合实验基础——高分辨、高准确的数字粉末衍射谱	78
3.3	从头晶体结构测定	79
3.3.1	X 射线衍射测定单晶结构的一般步骤与传统粉末法的困难	80
3.3.2	粉末衍射测定晶体结构的步骤	80
3.3.3	粉末衍射从头晶体结构测定举例	81
3.3.4	Fullprof 运行演示	83
3.4	全谱拟合法在物相分析中的应用	93
3.4.1	物相定性分析	94
3.4.2	物相定量分析	96
	参考文献	98
第 4 章	X 射线衍射宏观织构表征	100
4.1	织构的定义、分类命名和测试	100
4.2	极图的常规分析	101
4.3	立方晶系中任意织构的理论极图计算及常见织构的标准极图	104
4.3.1	理论极图的计算	104
4.3.2	常见织构的标准极图	106
4.3.3	部分理论极图织构的实测验证	110
4.4	反极图的定义与分析	111
4.5	织构的 ODF 表示法	113
4.6	ODF 分析结果的验算及 ODF 截面图的特征	116
4.7	采集极图数据的实验技巧	136
	参考文献	138
第 5 章	金属材料在加工中的织构与性能	140
5.1	立方晶体生长织构	140
5.1.1	定向凝固 Au 铸态织构	140
5.1.2	化学气相沉积 Ta 晶体织构	142
5.1.3	离子溅射 Ag 织构	143
5.1.4	电镀 Au 织构	144
5.2	立方结构金属的变形织构和退火织构	145
5.2.1	锻压、挤压和拉拔形成的变形织构和退火织构	145
5.2.2	轧制变形织构和退火织构	147
5.3	织构对抗拉强度的影响	154
5.3.1	AgCu ₂₈ 合金和纯 Ag 金相组织	154
5.3.2	AgCu ₂₈ 合金和纯 Ag 的抗拉强度的各向异性	155
5.4	面心立方金属材料织构与滑移系的关系	157
5.4.1	面心立方晶体塑性变形时织构与滑移系的关系	158
5.4.2	外力 F 沿 $\langle 215 \rangle$ 方向时滑移系的计算	158
5.4.3	立方织构、剪切织构和铜织构的滑移系计算	159
	参考文献	160

第 6 章 EBSD 微观组织的表征	162
6.1 EBSD 分析中常用的术语	162
6.2 EBSD 样品制备方法	165
6.3 EBSD 分析数据的采集	170
6.4 EBSD 分析实例	189
参考文献	194
第 7 章 透射电子衍射斑点分析	195
7.1 标定花样前需要注意的问题	195
7.2 花样特征	196
7.3 多晶电子衍射谱的标定	197
7.4 单晶带或零阶劳厄带花样的指数标定	198
7.5 多晶带、高阶劳厄带衍射花样的标定	211
7.6 透射电镜电子衍射花样的应用	213
参考文献	219
第 8 章 扫描电子显微镜观测指南	220
8.1 图像干扰类型	220
8.2 电子探针和试样的相互作用对图像质量的影响	221
8.2.1 加速电压	221
8.2.2 束流、束斑直径	224
8.2.3 边缘效应	225
8.2.4 试样倾斜	226
8.2.5 背散射电子信号	228
8.2.6 充电	230
8.2.7 电子束	232
8.2.8 污染	232
8.3 操作技术、样品制备技术、外部干扰等对图像质量的影响	233
8.3.1 工作距离和物镜光阑	233
8.3.2 像散	235
8.3.3 显微图片对比度和亮度	236
8.3.4 为获得 X 射线图像的曝光时间	237
8.3.5 外部干扰	238
8.3.6 试样制备过程中的变形和杂质沉积	239
8.3.7 图像畸变及其原因	239
8.3.8 涂层	241
8.4 设备缺陷对图像质量的影响	242
8.4.1 灯丝预热不够	242
8.4.2 不正确的像散和物镜光阑对中	243
8.4.3 探头的 10kV 放电	244
8.4.4 烧坏或肮脏的 CRT 表面	244

8.5 技术术语	245
参考文献	246
第9章 国产现代分析仪器的进展	247
9.1 国产短波长 X 射线衍射应力无损分析仪	247
9.2 国产 X 射线衍射仪	250
9.3 国产扫描电镜	255
附录	258
附录 A Fullprof-Suite 软件的介绍	258
附录 B Orientation Imaging Microscopy 相关知识	269

第 1 章 大塑性变形制备超细晶材料概述

合金化强化、形变强化、细晶强化和固溶-沉淀强化是提升材料组织性能的主要途径，近年来的大量研究成果证明，单纯依赖某一两种强化机制来提升材料的综合性能是十分有限的，将多种机制有机组合，不仅能充分挖掘材料的性能，也是材料科学发展的必然趋势。在大变形及超细晶材料研究中发现，根据大变形的加工路径和加工条件再结合恰当的热处理，当材料的晶体粒度达到超细晶范围(100~1000nm)时，将产生多种强化机制共同参与的结果，对材料有更高效率的强化作用，因此该研究方向也成为各国研究的重点。

机械合金化、电沉积、化学合成等方法大多制备的是超细晶或纳米粉体、附于基体上的超细晶或纳米薄膜，要制备超细晶或纳米块体材料还需要对这些粉体进行压制等后续处理。这就存在着超细晶粉体的稳定保存和粉体压制过程中纳米粉末团聚长大的问题，对于这些问题至今还没有经济可靠的解决方案。此外，还存在着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、产业化困难等不足。鉴于此，有研究学者就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，使晶体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是远远达不到预期目的的，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，即大塑性变形(Severe Plastic Deformation, SPD)。

1.1 大塑性变形的原理和工艺

1.1.1 大塑性变形的基本原理

多晶体颗粒的屈服强度取决于颗粒的直径大小，可以用霍尔-佩奇公式表达：

$$\sigma = \sigma_0 + kd^{-1/2}$$

式中， σ_0 表示初始屈服强度； k 为常数。

该式表明晶体的屈服强度与晶粒的二次方根的倒数成正比，与热处理等其他强化方式不同，晶粒减小导致抗拉强度增加，但不会导致晶体的韧性下降。对此 Azushima 等引用了两个实例说明，分别如图 1.1 和图 1.2 所示。

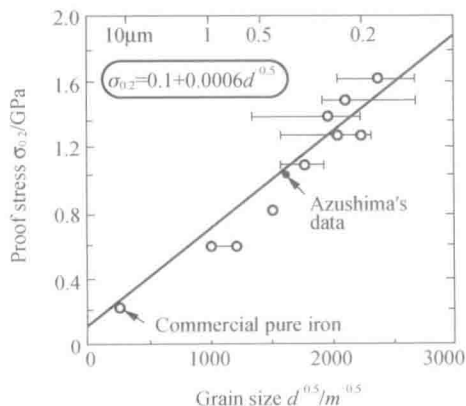


图 1.1 纯铁晶粒大小与弹性极限之间的关系

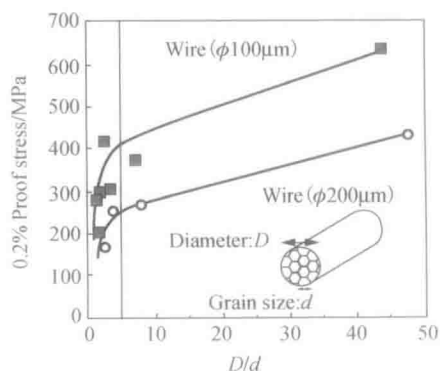


图 1.2 电线微元件样品的力学性能和 D/d 的关系

弹性极限应力与纯铁中晶粒大小的关系如图 1.1 所示, 和霍尔-佩奇公式相类似, 弹性极限应力和晶粒大小的二次方根成反比, 从图上可以看出亚微米级的超细晶材料的弹性极限应力是商业纯铁的 5 倍, 因此具有超细晶的传统结构金属具有较高的强度, 在达到相同的使用强度条件下, 使用的金属的量较少。

从图 1.2 中可以看出, 用大塑性变形制造的电线样品的机械性能和电线的直径 D 与晶粒的直径 d 的比值成反比。当 D/d 小于 100 时, D/d 越小, 弹性极限应力越小。尤其, 当 D/d 小于 5 时, D/d 减小, 弹性极限应力下降得更快。从这些结果可以看出, D/d 只有大于 100 时, 才能保证输电线材的安全性和可靠性。在多数情况下, 电线(电缆)制品的直径 D 是确定的, 故提高线材强度的最直接的方式是细化晶粒(减小 d); 这里还需要着重考虑线材的电导率因素, 故如添加合金元素及弥散强化等会较大影响材料导电率的强化方式将受限使用, 也使得细晶强化的作用体现得更明显。从中可以看出, 大塑性变形与传统细晶强化的区别是把大塑性变形量施加于材料本身, 根据具体实验的加工路径和加工条件, 材料晶粒小到一定程度之后(特别是晶粒达到亚微米及纳米尺度之后), 起强化作用的往往并不单纯是细晶强化一种强化机制, 而是多种强化机制共同参与作用, 因此, 大塑性变形有更高效率的强化作用。

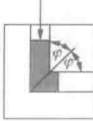
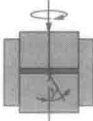
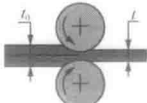
为了达到细晶强化的效果需要得到细晶组织, 而通过塑性变形的方式使材料晶粒细化是最简单和直接的办法。但传统的金属塑性加工方法, 如扭转、锻造、挤压等, 其塑性应变都较小, 一般小于 2.5(板带轧制压下率约为 90%时)。如果扭转、挤压、拉拔的道次增加使其塑性应变达到 2.5 以上, 被加工材料的厚度和直径将变得很小, 多数情况下不再适合作结构零件, 而较小的塑性应变不足以使材料晶粒细化到足够小的程度, 影响细晶强化的效果。根据实验研究, 真应变达到 4.0 及以上才能够获得微米及亚微米晶粒, 体现出较好的细晶强化效果, 选择新的塑性加工工艺, 使材料能够获得更大的塑性应变, 是细化晶粒的有效途径, SPD 技术就是一种较好的解决方案。

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, 通过这样的方式试样可以获得极大的累积形变量, 通过控制加工道次使试样获得预期的形变量, 从而获得预期细化效果的材料。

1.1.2 SPD 工艺简介

最早奠定大塑性变形技术基础的是 Bridgeman 在 20 世纪四五十年代的相关工作, 这些工作使人们对金属材料在高压和剧烈变形状态下的行为有了初步认识。20 世纪 70 年代初期, 苏联科学家 Segal 及其合作者最早提出并研究了获得纯剪切变形的等径角挤压技术(表 1.1), 即 ECAE (Equal Channel Angular Extrusion) 技术, 又称 ECAP 技术, 将其作为制取超细晶(亚微米晶和纳米级晶粒组织)材料的新方法在各国得到进一步的研究和应用。依据 ECAP 的思路, 选择恰当的塑性加工工艺, 使材料在加工前后保持加工方向尺寸的稳定(不变), 则材料可以反复以相同的工艺进行加工而获得大的累积应变(真应变), Valiev 等在 1989 年发明了 HPT(High Pressure Torsion)技术, Saito 等在 1998 年发明了 ARB(Accumulative Roll Bonding)技术。20 世纪 90 年代, Valiev 等的经典论文极大地推动了 ECAP 与相关技术的发展, 2000 年, Valiev 等综述了 SPD 相关研究的广度、深度与美好前景, 有力促进了 SPD 基础理论与相关技术的快速发展。

表 1.1 大塑性变形技术最早的几种形式

Process name	Schematic representation	Equivalent plastic strain
Equal Channel Angular Extrusion (ECAE) (Segal, 1977)		$\varepsilon = n \frac{2}{\sqrt{3}} \cot(\varphi)$
High Pressure Torsion (HPT) (Valiev et al., 1989)		$\varepsilon = \frac{\gamma(r)}{\sqrt{3}}, \quad \gamma(r) = n \frac{2\pi r}{t}$
Accumulative Roll Bonding (ARB) (Saito, Tsuji, Utsunomiya, Sakai, 1998)		$\varepsilon = n \frac{2}{\sqrt{3}} \ln \left(\frac{l_0}{t} \right)$

1. 等径角挤压 (Equal Channel Angular Pressing, ECAP) 技术

ECAP 是最早的 SPD 工艺，图 1.3 (a) 为 ECAP 的原理示意图。其中， ϕ 为内径角的角度， ψ 为外径角的角度。其原理是利用一个互成一定角度的角来挤压金属，给试样以 45° 方向的纯剪切应力，以获得大的塑性变形，见图 1.3 (b)。

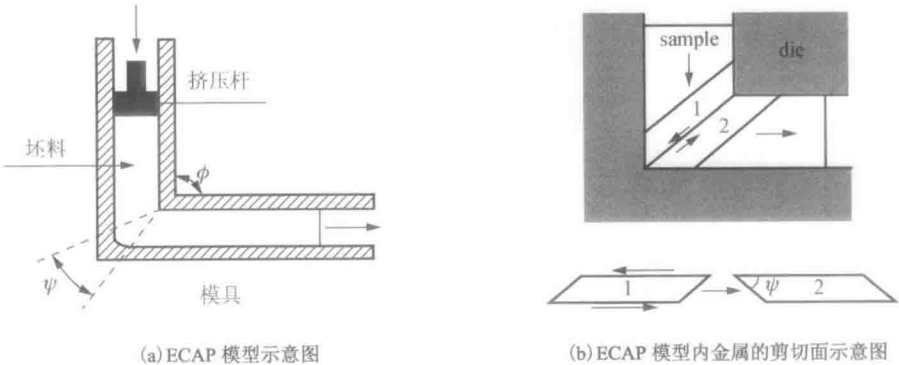
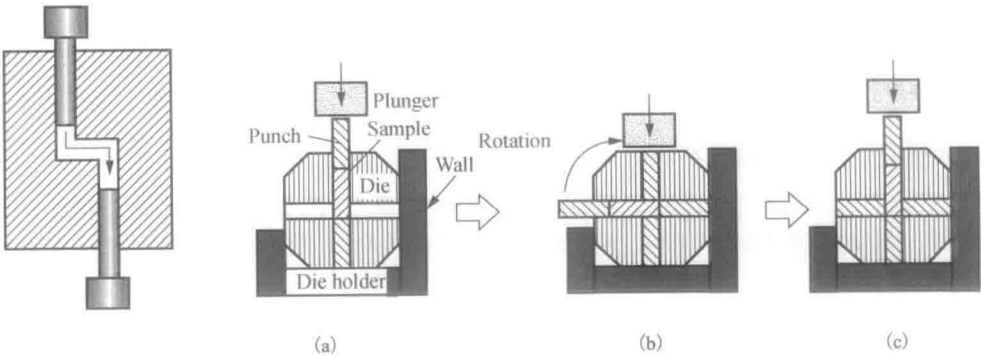


图 1.3 ECAP 模型及其内金属的剪切示意图

目前，基于 ECAP 改进的大塑性变形工艺还有如图 1.4 所示的几种。



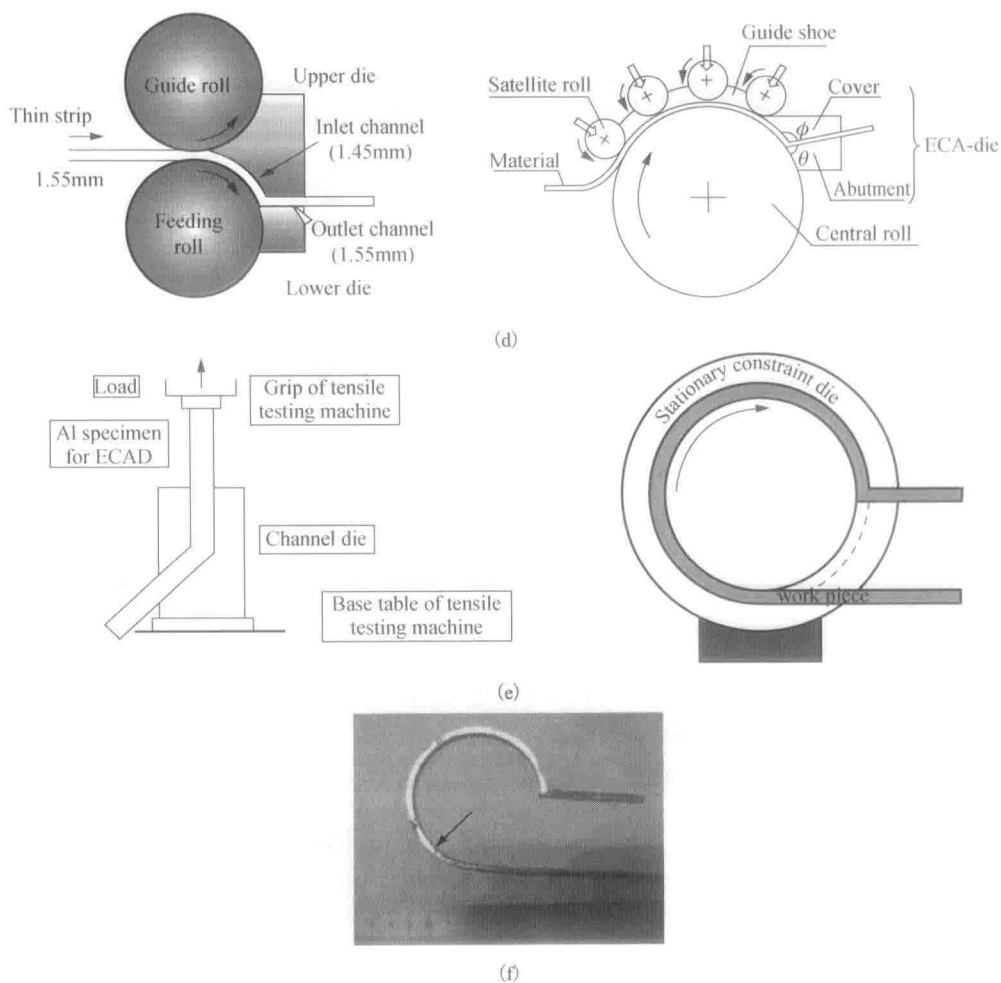


图 1.4 较有代表性的几种 ECAP 工艺

2. 累积叠轧 (Accumulative Roll Bonding, ARB) 技术

日本学者 Saito 等 20 世纪 90 年代提出了累积叠轧的方法制备纳米结构材料。将表面处理过的原始板材双层叠合后进行轧制，压下量为 50%，轧制后试样厚度与母材相当，将轧制后的试样从中间切成 2 块，重新叠合并轧制，重复上面的工艺过程，如图 1.5 所示，经过 8 道次 ARB，获得了大约 $0.5\mu\text{m}$ 超细晶的纯铝组织，抗拉强度从 84MPa 提高到 304MPa。目前许多学者用该方法对铝、铜、镁、钛及其合金进行了同类材料的复合，以及异类材料的复合如 Al/Ni、Al/Mg、Cu/Zr 等；在此基础上，昆明理工大学史庆南等提出了异步叠轧工艺，对纯铜进行 6 道次变形后 $220^\circ\text{C} \times 35\text{min}$ 退火处理，获得平均晶粒大小为 200nm 左右，抗拉强度、屈服强度分别为 424MPa、323MPa，电导率为 76.3MS/m 的高强度高导超细晶铜。

3. 高压扭转变形 (High Pressure Torsion, HPT) 技术

高压扭转变形技术原理如图 1.6 所示，在室温或低于 $0.4T_m$ 温度的条件下，对置于模槽中的原始样品 (块或粉) 施加数个 GPa 的压力，同时下模转动，通过主动摩擦在其横截面上产生扭矩，促使变形体产生轴向压缩和切向剪切变形，该工艺可以获得大小约为 $0.1\mu\text{m}$ 均匀的纳米晶材料；与其相似的是高压管扭 (High Pressure Tube Twisting, HPTT) 技术，通过圆柱形轴心沿轴向挤压试样，借助于外部力矩使试样扭转变形，HPTT 已经用于纯铜、纯铝和 IF 钢等材料的实验研究。

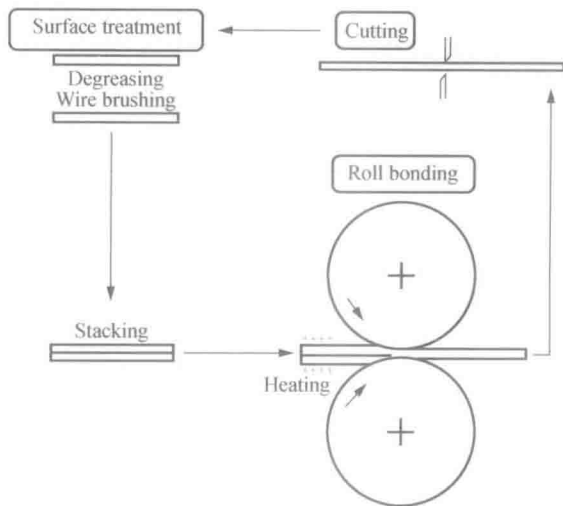


图 1.5 累积叠轧工艺原理

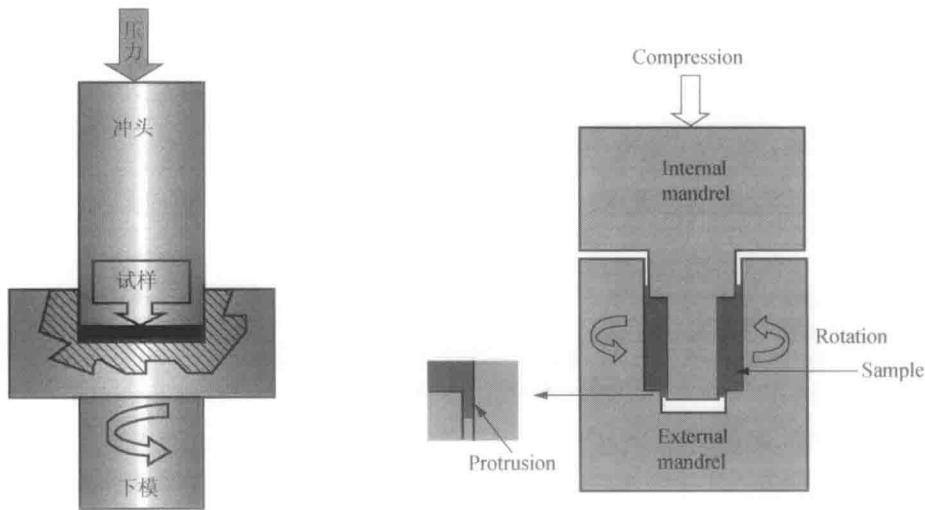


图 1.6 高压扭转变形技术与高压管扭技术原理图

4. 往复挤压 (Cyclic Extrusion Compression, CEC) 技术

由 Richert 等提出的往复挤压技术原理如图 1.7 所示，与往复挤压相似的是往复膨胀挤压 (Cyclic Expansion Extrusion, CEE) 技术，其原理如图 1.8 所示。

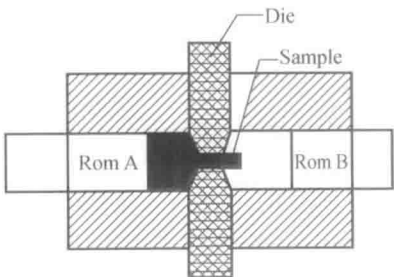


图 1.7 往复挤压原理图

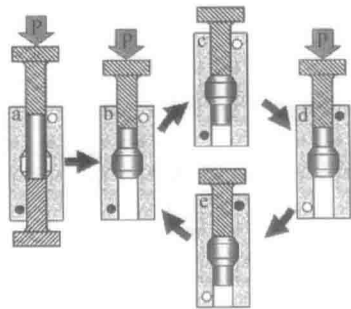


图 1.8 往复膨胀挤压步骤

5. 折皱-压直 (Repetitive Corrugation and Straightening, RCS) 法

在不改变工件断面形状的情况下, 工件经过多次反复折皱、压直后获得很大的塑性变形, 其原理见图 1.9。图 1.9(a) 为不连续变形, 图 1.9(b) 为连续变形。Huang 等对纯铜棒经过 14 次 RCS 循环变形后, 获得平均晶粒尺寸为 $20\sim 500\text{nm}$ 的超细晶材料, 其微观硬度值达到 $(1395 \pm 9)\text{MPa}$, 是未变形前硬度值 $(678 \pm 8)\text{MPa}$ 的 2 倍; Pandey 分别对 Al-Cu 和 Al-Cu-Sc 合金四次 RCS 循环变形, Al-Cu 合金铸态硬度为 44Hv , 变形后维氏硬度为 120Hv , 抗拉强度从 180MPa 增加到 370MPa , 而 Al-Cu-Sc 合金的硬度为 180Hv , 抗拉强度从 250MPa 增加到 470MPa 。

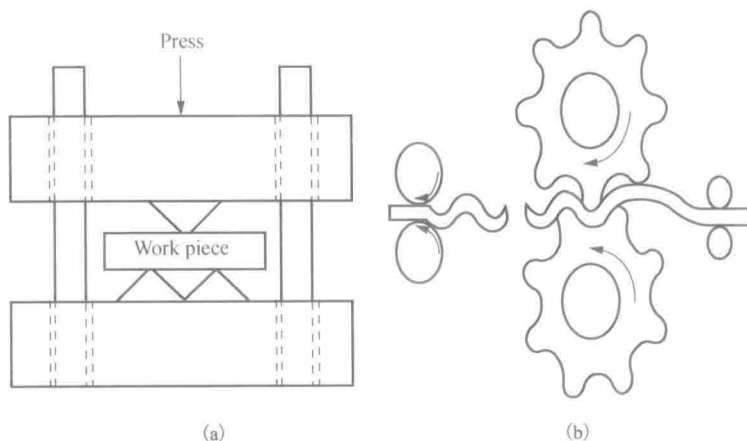


图 1.9 RCS 原理示意图

6. 涡流挤压 (Vortex Extrusion, VE) 法

2011 年, Shahbaz 等提出了一种新的大塑性变形方法——涡流挤压法, 此方法改进了传统挤压模, 采用了特别设计的螺旋滑道, 在挤压的同时引入特殊的扭转应变, 如图 1.10 所示。根据有限元模拟分析的结果, VE 变形过后能得到均匀分布的高应变, 考虑到 VE 与传统挤压有较高的相似度, 如果对传统挤压进行简单改进就可以完成对材料的大塑性变形加工, 故 VE 有希望成为能基于任何标准挤压的单道次大塑性变形方法。

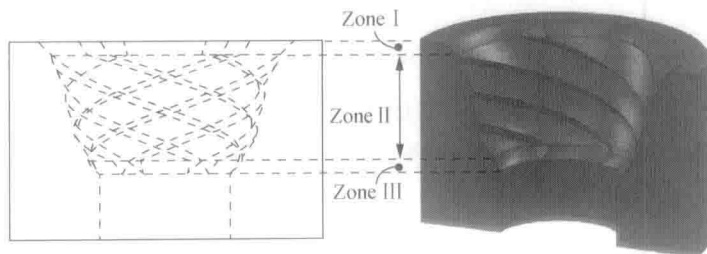


图 1.10 涡流挤压示意图

7. 循环向前向后挤压 (Cyclic Forward-Backward Extrusion, CFBE) 法

2012 年, Alihosseini 等提出了循环向前-向后挤压法, 如图 1.11 所示, 实验中, AA1050 铝合金第一道次 CFBE 变形后, 晶粒从 $47\mu\text{m}$ 显著细化到 $1\mu\text{m}$, 从 25Hv 明显增加到 $47\sim 52\text{Hv}$; 第三道次后晶粒下降到 315nm , 屈服强度和抗拉强度分别增加了 3.5 倍和 3 倍; 与此类似的是 Zangiabadi 和 Kazemine Zhad 提出了一种新的大塑性变形方法——管通道挤压 (Tube Channel Pressing, TCP) 法, 其原理是将管状试样挤压通过一个缩颈的管状模具, 如图 1.12 所示, 在第

一道次过后，将模具上下倒置，这样在第二道次挤压时，方向就相反。纯铝经过 5 道次变形过后，屈服强度、抗拉强度和硬度是退火态的 2 倍。

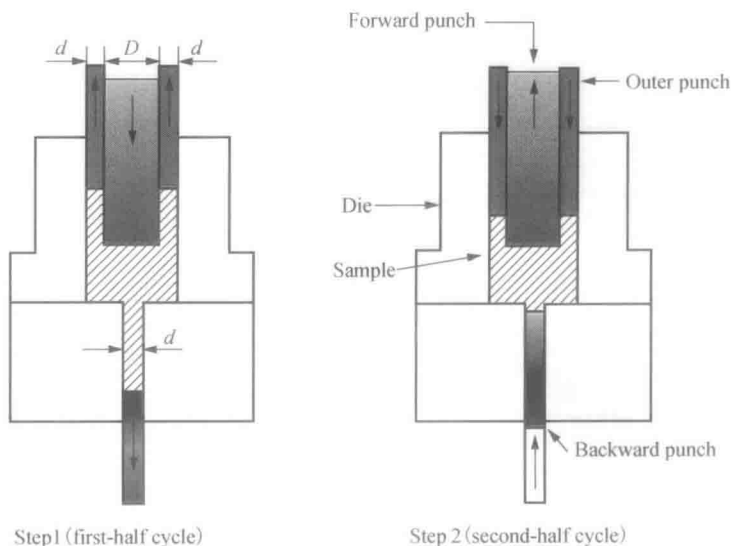


图 1.11 CFBE 原理示意图

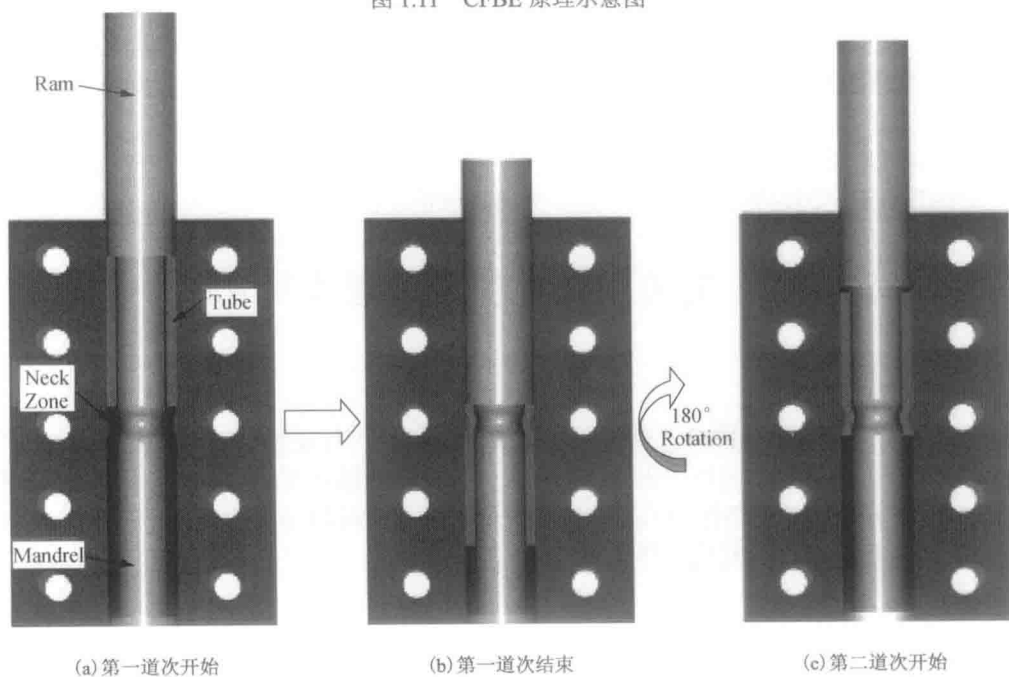


图 1.12 TCP 原理示意图

8. 纯剪切变形 (Simple Shear Extrusion, SSE) 法

SSE 是使挤压试样通过特殊变形的直通道，原理如图 1.13 所示。挤压试样通过特殊变形的直通道，横截面积发生剧烈变形，最后能保持试样截面不变。反复进行 SSE 变形能够通过累积应变来达到高应变值，这是制备超细晶或纳米晶材料的一个大的进展。

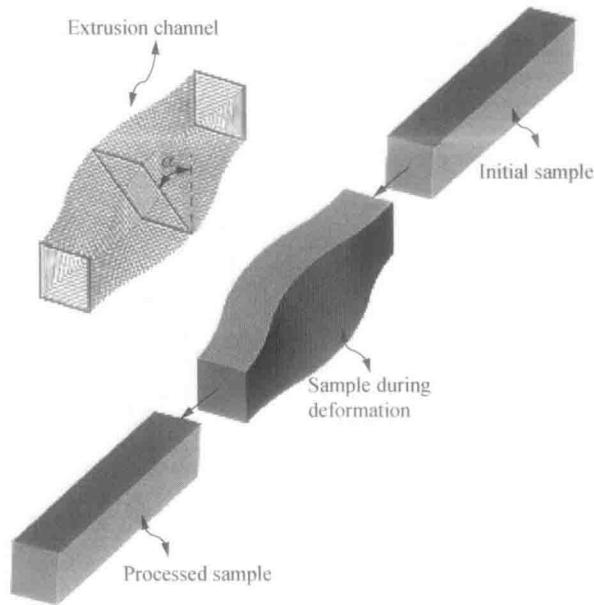


图 1.13 纯剪切变形 SSE 原理图

总而言之，对大塑性变形（简称大变形）的认识是一个逐步深入的过程，特别是对其实用化的研究使人们认识到，大变形工艺烦琐的加工过程是限制其商业应用的主要原因之一。为了达到细化晶粒至超细晶（甚至纳米晶）的目的，需要对材料进行反复的加工（即大变形加工），然而对于很多结构材料而言，不必达到超细晶的程度就能够有很大程度的强度提高（或者说达到了理想的使用强度），故如何简化大变形加工过程，提高单道次的应变量，提高细化晶粒的效率，成为大塑性变形工艺的研究方向之一，近年来所提出的新的 SPD 技术也反映了这种趋势。

1.2 有关大塑性变形的理论研究

1.2.1 细化机制

通过扫描电子显微镜（SEM）、透射电子显微镜（TEM）可以观察到不同大变形方法的特征显微结构及组织，进而对大变形细化机制进行深入研究，获得真实的结果。目前，根据具体材料的特性，国内外学者对大塑性变形方法制备块体纳米晶材料的细化机制存在三种观点：位错细化机制、孪晶细化机制和相变细化机制。

1. 位错细化机制

对于高层错能的立方结构金属来说，大塑性变形造成的位错以及位错间界对大晶粒的分割是晶粒细化的基本机制，即位错分割机制。

多晶体塑性变形时，由于各个晶粒取向不同，各晶粒的变形既相互阻碍，又相互促进。塑性变形初期是多系滑移，形成分布杂乱的位错缠结，变形量稍大，就形成了胞状结构。随着变形量的提高，位错胞数量增加，尺寸减小，胞内几乎没有位错存在，胞壁的位错却愈加稠密。当位错胞的直径达到极小值时，不再随变形量的增加而减小。随着过程的不断进行，胞壁位错缠结不断地凝集，变为二维界面，形成清晰的小角度的亚晶界或大角度晶界，从而实现组织的超细化。

中国科学院金属研究所邹途祥等对纯铝进行表面机械研磨处理（SMAT），在试样表面形成纳米层。实验结果表明：①在表面机械研磨的处理下，随着应变的增加，纯铝的显微结构特征