

强变形微纳米化工工艺

骆俊廷 贾建波 徐岩 编著

 燕山大学出版社
YANSHAN UNIVERSITY PRESS

强变形微纳米化工艺

骆俊廷 贾建波 徐 岩 编著

 燕山大学出版社

2019·秦皇岛

图书在版编目 (CIP) 数据

强变形微纳米化工艺/骆俊廷, 贾建波, 徐岩编著. —秦皇岛: 燕山大学出版社, 2019. 7

ISBN 978-7-81142-801-8

I. ①强… II. ①骆… ②贾… ③徐… III. ①变形—纳米技术 IV. ①TB383

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2019)第 145415 号

强变形微纳米化工艺

骆俊廷 贾建波 徐 岩 编著

出版人: 陈 玉

责任编辑: 朱红波

封面设计: 赵小雨

出版发行:  燕山大学出版社
YANSHAN UNIVERSITY PRESS

地 址: 河北省秦皇岛市河北大街西段 438 号

邮政编码: 066004

电 话: 0335-8387555

印 刷: 北京建宏印刷有限公司

经 销: 全国新华书店

开 本: 700 mm×1000 mm 1/16 印 张: 9.75 字 数: 180 千字

版 次: 2019 年 7 月第 1 版 印 次: 2019 年 7 月第 1 次印刷

书 号: ISBN 978-7-81142-801-8

定 价: 29.00 元

版权所有 侵权必究

如发生印刷、装订质量问题, 读者可与出版社联系调换

联系电话: 0335-8387718

前 言

随着航空航天工业、现代国防工业、化学和动力工业的发展,具有特殊物理-化学性能的结构材料应用越来越多。除了钢铁之外,这些具有特殊性能的结构材料主要包括:工程陶瓷、金属间化合物、高温合金、钛合金、镁合金以及铝合金等,这些材料在组织、力学性能和加工制造等方面有许多特点,其中塑性差、变形困难是其重要特点之一。塑性加工工作者称这些在通常的变形条件下发生一定塑性变形较为困难的材料为“难变形材料”。微纳米技术是21世纪初得到快速发展的一门新兴技术,由于其具有明显的军事潜力,因此极大地刺激着人们寻求微纳米技术在军事上的应用。微纳米技术与信息技术、生物技术是21世纪的三大关键技术。微纳米技术是工业化国家发展的关键技术,它在未来数年内将成为众多技术的重要革新动力。强变形即强烈塑性变形,也称剧烈塑性变形(Severe Plastic Deformation, SPD),是一种新兴的塑性变形方法,可以在变形过程中引入大的应变量(传统的塑性变形很难实现应变量大于1的真实应变),从而有效细化(亚微米或纳米量级)材料,且获得完整大尺寸块体试样;通过在变形过程中微观组织的控制,可以同时获得具有高强度与大塑性的块体微纳米材料。难变形材料的成形加工往往与微纳米化和SPD强变形技术相结合,使材料的晶粒尺寸充分细化,从而达到提高其塑性变形能力和其他力学性能的目的。

本书针对目前难变形材料塑性变形研究和发展的现状及高校研究生微纳米和强变形等相关课程教学科研的基本情况,重点介绍如下内容:微纳米与塑性加工的关系;难变形材料强变形微纳米化物理基础;锻轧复合、等通道挤压、高压扭转、累积叠轧焊接、循环往复挤压及多向锻造等难变形材料常用剧烈塑性变形工艺;粉末冶金锻造成形、超塑性成形、等温锻造成形和强力旋压成形等难变形材料的常用成形工艺。

本书由燕山大学骆俊廷、贾建波、徐岩编著,本书的第3章锻轧复合工艺、第5章高压扭转工艺的绝大部分内容,以及第1章强变形微纳米化概述、第7

章难变形材料常用成形工艺的部分相关内容为编者多年来研究成果的凝练,其余章节相关内容参考和引用了相关科研人员的研究成果,编者在此一并表示感谢。

本书的部分内容得到了国家自然科学基金(批准号:51775479)和河北省自然科学基金(批准号:E2012203086和E2017203046)的资助,本书的出版由燕山大学研究生课程建设经费资助。在本书的编写过程中也得到了燕山大学亚稳材料制备技术与科学国家重点实验室和先进锻造成形技术与科学教育部重点实验室的大力支持,在此表示感谢。

难变形材料强变形微纳米化工艺是一个新兴的科学研究方向,正在不断的发展和完善过程中。由于个人能力所限,一些相关内容和作者的研究成果可能会存在问题或错误,望读者批评指正。

编者
2018年12月

目 录

第 1 章 强变形微纳米化概述	1
1.1 微纳米技术与塑性加工的关系	1
1.2 难变形材料及其塑性	2
1.3 超塑性的概念及特点	3
1.4 难变形材料晶粒细化的常用手段	4
1.5 SPD 对金属材料力学性能的影响	6
1.5.1 对强度和延展性的影响	6
1.5.2 对超塑性的影响	7
1.5.3 SPD 应用前景与展望	8
第 2 章 材料强变形微纳米化物理基础	9
2.1 加工硬化及其位错模型	9
2.1.1 加工硬化与位错密度	9
2.1.2 位错密度分析方法	10
2.2 层错能	12
2.2.1 层错及层错能	12
2.2.2 层错能的计算方法	13
2.2.3 层错能的实验研究方法	15
2.3 回复与再结晶	16
2.4 Hall-Petch 关系及其适用条件	17
2.4.1 Hall-Petch 关系	17
2.4.2 Hall-Petch 关系的理论推导	17
2.4.3 Hall-Petch 关系的适用范围	21
2.4.4 Hall-Petch 关系适用的晶粒下临界尺寸	22

2.4.5	对上临界尺寸 d_{\max} 和下临界尺寸 d_{\min} 的分析	23
2.5	经典蠕变模型	24
第3章	锻轧复合工艺	25
3.1	工艺原理	25
3.2	高温合金锻轧复合工艺	25
3.2.1	实验材料与方案	25
3.2.2	锻造工艺	27
3.2.3	冷轧-热处理工艺	28
3.2.4	性能测试及晶粒细化机制	32
3.3	细晶合金超塑性	33
3.3.1	基本组织条件	33
3.3.2	细晶合金组织条件	34
3.4	常温拉伸与超塑性拉伸关联性	37
3.4.1	常温拉伸性能	37
3.4.2	高温超塑性拉伸性能	38
第4章	等通道转角挤压工艺	40
4.1	工艺概念	40
4.2	变形特点与工艺路线	41
4.2.1	变形特点	41
4.2.2	工艺路线	41
4.3	影响因素	44
4.3.1	压力	44
4.3.2	挤压温度	44
4.3.3	挤压速度	45
4.3.4	挤压道次	45
4.3.5	摩擦因数	45
4.3.6	试样的大小	46
4.3.7	挤压过程中的残余试样	46
4.4	总应变的计算	46
4.5	ECAP 法目前存在的问题	49
4.6	ECAP 材料的组织与性能	50
4.6.1	ECAP 对材料组织的影响	50



4.6.2 ECAP 对材料性能的影响	50
4.7 典型材料的等通道挤压	51
4.8 等通道挤压工艺的有限元模拟	55
4.8.1 有限元模型	55
4.8.2 模拟结果分析	57
4.8.3 三种挤压路线的综合比较	59
第5章 高压扭转工艺	62
5.1 概念及分类	62
5.2 HPT 工艺的研究现状	63
5.3 HPT 应变的定义及计算	64
5.4 HPT 工艺的影响因素	65
5.4.1 摩擦因数	65
5.4.2 高径比	65
5.4.3 压力	65
5.4.4 下模扭转角度	66
5.5 高压扭转对材料组织性能的影响	66
5.6 GH4169 高温合金的高压扭转工艺	66
5.6.1 高压扭转工艺流程	66
5.6.2 实验设备	67
5.6.3 VF-1600 高真空高温热处理炉	68
5.7 实验结果分析	69
5.7.1 成形零件的尺寸变化	69
5.7.2 金相组织分析	70
5.7.3 试样硬度分析	76
5.7.4 GH4169 高温金相研究	77
5.8 晶粒细化机制分析	80
5.9 高压扭转工艺有限元模拟	84
5.9.1 几何模型的建立	84
5.9.2 高压扭转工艺	84
5.9.3 高压扭转变形过程分析	85
5.9.4 扭转角度对 HPT 工艺的影响	93
5.9.5 压力对 HPT 工艺的影响	94
5.10 高径比对高压扭转工艺的影响	95

5.10.1	工艺参数	95
5.10.2	高径比对高压扭转应力应变分布的影响	95
第6章 其他剧烈塑性变形工艺		103
6.1	累积叠轧焊合工艺	103
6.1.1	工艺原理及过程	103
6.1.2	应变的计算	104
6.1.3	工艺影响因素	104
6.1.4	制备材料的特性	105
6.2	限制模压变形	108
6.2.1	工艺原理	108
6.2.2	工艺分类	108
6.2.3	工艺过程	109
6.2.4	影响因素	110
6.2.5	对组织性能的影响	111
6.3	循环往复挤压工艺	112
6.3.1	工艺原理及应变计算	112
6.3.2	模具结构	113
6.3.3	工艺特点	114
6.3.4	晶粒细化机制	114
6.4	多向锻造	116
6.4.1	工艺原理	116
6.4.2	工艺特点	117
6.4.3	影响因素	117
6.4.4	对组织性能的影响	118
第7章 难变形材料常用成形工艺		121
7.1	粉末冶金成型及粉末锻造	121
7.1.1	粉末冶金	121
7.1.2	粉末冶金锻造	122
7.1.3	纳米 $\text{Si}_2\text{N}_2\text{O-Si}_3\text{N}_4$ 陶瓷齿轮的粉末冶金锻造	126
7.2	超塑性成形	128
7.2.1	超塑性成形特点及工艺	128
7.2.2	超塑性成形实例	129



7.3 等温成形	132
7.3.1 等温成形的概念及特点	132
7.3.2 等温锻造模具	134
7.3.3 等温锻造实例	135
7.4 差温成形	137
7.5 强力旋压成形	139
7.5.1 强力旋压的概念及特点	139
7.5.2 内旋压	141
7.5.3 曲母线薄壁筒形件内旋压	142
参考文献	144

第 1 章 强变形微纳米化概述

1.1 微纳米技术与塑性加工的关系

微纳米技术是一门新兴技术。由于其具有明显的军事潜力,因此极大地刺激着人们寻求微纳米技术在军事上的应用。有人把微纳米技术与信息技术、生物技术看作 21 世纪的三大关键技术。微纳米技术是工业化国家发展的关键技术,它已经成为众多技术的重要革新动力。

微纳米技术是指与微米级、亚微米级到纳米级尺寸相关的一系列技术。目前,在微纳米概念方面已基本形成的共识是:纳米的尺寸范围小于100 nm;亚微米的尺寸范围在 100 nm~1.0 μm 之间;微米的尺寸范围在1.0~5.0 μm 之间。

未来几乎所有现代技术领域的革新和进步都离不开微纳米技术,这些技术包括信息和通信技术、汽车技术、医药技术、生物技术、分析和诊断技术、化学技术、制造和生产技术、环保技术等。图 1-1 为用碳纳米管建成的地月载人电梯想象图。

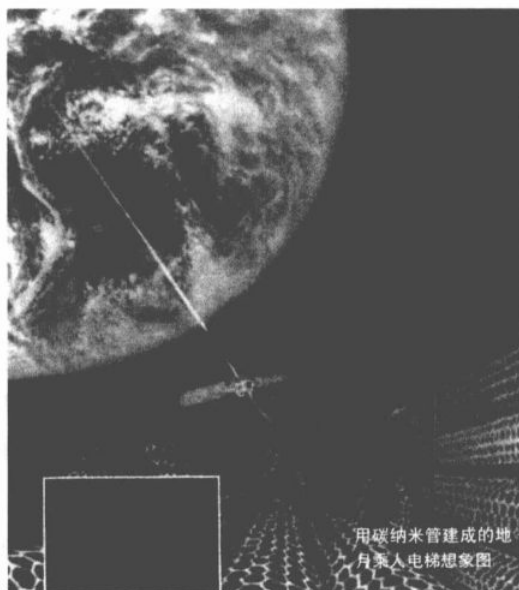


图 1-1 用碳纳米管建成的地月载人电梯想象图

微纳米技术与塑性加工有两方面的联系:其一,微纳米材料的制备与塑性加工一体化,这一方面主要应用对象是材料的强变形微纳米化及塑性加工技术;其二,微纳米尺度零件的塑性成形,它既和零件尺度有关,也和所用材料有关,其主要应用对象是微电子技术及其与机电技术相结合产生的微机电系统(MEMS, Micro-Electro-Mechanical Systems)技术,图 1-2 即为典型的微机电系统及部件。

难变形材料强变形微纳米化及塑性成形相关技术是一门介于材料工程与科学之间的工程技术科学,其既具有很强的工程应用背景,同时也具有很高的科学研究价值,是材料加工工程领域发展最为迅速、最前沿的研究领域之一。

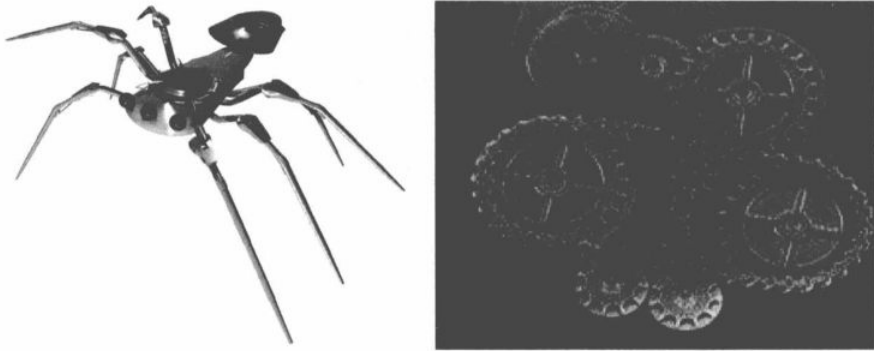


图 1-2 典型的微机电系统及部件

1.2 难变形材料及其塑性

随着航空航天工业、现代国防工业、化学和动力工业的发展,具有特殊物理-化学性能的结构材料应用越来越多。除了钢铁之外,这些具有特殊性能的结构材料主要包括:工程陶瓷、金属间化合物、高温合金、钛合金、镁合金以及铝合金等,这些材料在组织、力学性能和加工制造等方面有许多特点,其中塑性差、变形困难是其重要特点之一。塑性加工工作者通常称这些采用传统变形工艺和变形条件难以顺利进行热加工的材料为“难变形材料”。所谓传统的变形条件是指材料的晶粒尺寸较大、材料变形前其组织未经过特殊工艺处理、材料最普通的变形温度和屈服应力范围等变形条件。

难变形材料的塑性具有如下特点:(1)塑性低。难变形材料如果为金属材料,那么其合金化程度高,变形过程中容易出现开裂;如果为非金属材料,则是一些通常条件下基本不具有塑性的陶瓷材料。(2)变形抗力高。一般需要较大的能量或载荷才能变形。(3)成形加工温度范围窄。一般需要在特定的小温度

区间才能进行塑性加工。(4)对应变速率敏感。需要选择速度平稳或速度较低的设备进行成形。(5)对应力状态敏感。一般需要在压应力状态下进行加工。(6)容易氧化或分解。一般需要在气体保护条件下进行成形加工。(7)不能采用热处理工艺调节成形零件的晶粒度,只能依靠成形工艺来保证最终零件的晶粒尺寸。(8)热导率低。变形时,一般需要慢的加热速度和长的保温时间。

1.3 超塑性的概念及特点

基于难变形材料的塑性特点,经特殊工艺处理后,在特定的变形条件下,其经常具有超塑性。所谓超塑性是指在一定的温度范围内和低的应变速率条件下,在单向拉伸应力作用下能获得比通常变形条件下大得多的延伸率的能力。

GB/T 8541—1997把超塑性定义为:金属在特定的组织、温度条件和变形速度下变形时,塑性比常态提高几倍到几百倍(如有的延伸率 $\delta > 1000\%$),而变形抗力降低到常态的几分之一至十分之一的异乎寻常的性质。超塑性这一定义是建立在当时超塑性技术发展状态基础之上的。到目前,各种材料的超塑性相继被发现,已经远远超出了金属材料的限定。

在1991年日本大阪先进材料超塑性国际会议上提出如下超塑性定义:超塑性指多晶材料以各向同性方式表现出很高的拉断伸长率的能力。

超塑性的主要变形特点:拉伸变形时无缩径、呈稳定的流动状态;延伸率大;较小的变形抗力;较大的应变速率敏感性指数。

超塑性有细晶超塑性和相变超塑性等,难变形合金的流动应力对应变速率的变化非常敏感,一般都可以通过工艺处理使其具有超塑性,难变形材料的超塑性一般属于细晶超塑性,实现超塑性的主要条件之一是材料具有极为细小的等轴晶粒(直径 $5\mu\text{m}$ 以下)。

Backofen等首先提出应变速率敏感性指数(m 值的概念)和著名的超塑性本构模型:

$$\sigma = k\dot{\epsilon}^m \quad (1-1)$$

其中, σ 为流动应力; k 为材料系数; $\dot{\epsilon}$ 为应变速率; m 为应变速率敏感性指数。

m 值是超塑性变形的重要特征参数,它表征材料抑制径缩扩展的能力,所以一般称其为流动应力对应变速率的敏感性指数。当 m 值大于1时,流动应力 σ 随应变速率 $\dot{\epsilon}$ 的提高而迅速增大。图1-3为ECAP挤压5083Al-0.2Sc超塑性拉伸实验结果,最大延伸率达到741%。

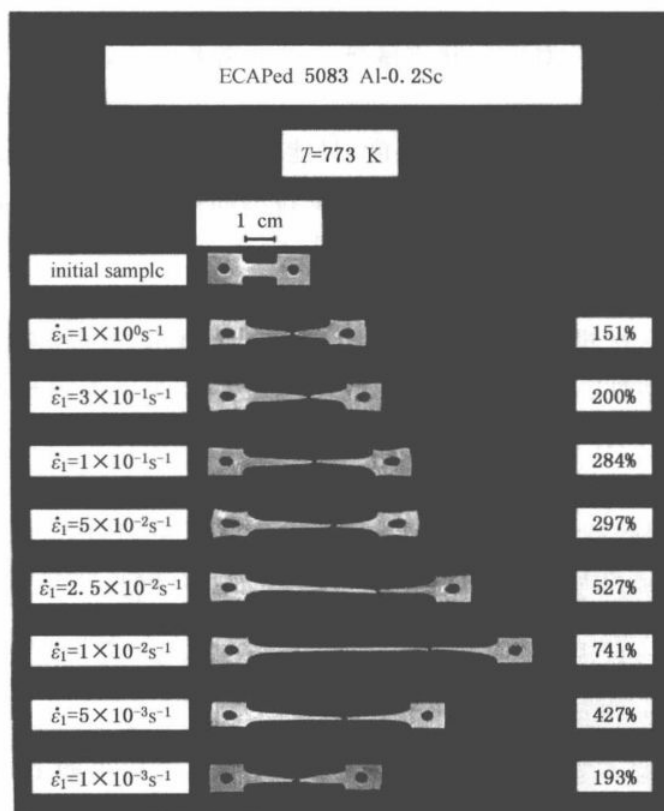


图 1-3 ECAP 挤压 5083Al-0.2Sc 超塑性

1.4 难变形材料晶粒细化的常用手段

图 1-4 为晶粒细化方法示意图。化学法是目前制备微纳米材料最有效的方法,而且制备的材料晶粒尺寸最为细小,图 1-5 为采用电解沉积技术制备的纳米铜的室温超塑性,轧制应变达到 5 100%。粉末冶金技术也是制备微纳米材料的有效方法之一,图 1-6 为采用粉末冶金技术制备的纳米陶瓷材料,具有超强的超塑性变形能力。

除此之外,金属材料在较低温下剧烈变形也可以使其晶粒得到明显细化,该方法称为强烈塑性变形方法或者剧烈塑性变形方法(Severe Plastic Deform, SPD)。SPD 方法是在低温大应力条件下变形,实现材料的微纳米化,材料微观结构特征是大角晶界的超细晶结构。采用 SPD 方法制备块体纳米材料还需要考虑以下两点:整个样品内部组织结构要求均匀;样品在变形过程中不产生机械损伤或裂纹。目前制备块体微纳米材料的 SPD 方法主要有:等通道转角挤压法(ECAP, Equal Channel Angular Pressing)、高压扭转法(HPT, High Pressure and Torsion)、累积叠轧焊合法(ARB, Accumulative Roll Bonding)、反复

折皱-压直法 (RCS, Repetitive Corrugation and Straightening)、多向锻造法 (MF, Multiple Forging)、锻轧复合法 (CFR, Combined Forging and Rolling) 以及由 ECAP 衍生出来的旋转模等径侧向挤压法 (RD-ECAP, Rotary-die ECAP)、多级连续等通道挤压法 (MP-ECAP, Multi-pass ECAP)、板材连续剪应变变形法 (C2S2, Continuous Confined Strip Shearing) 等。

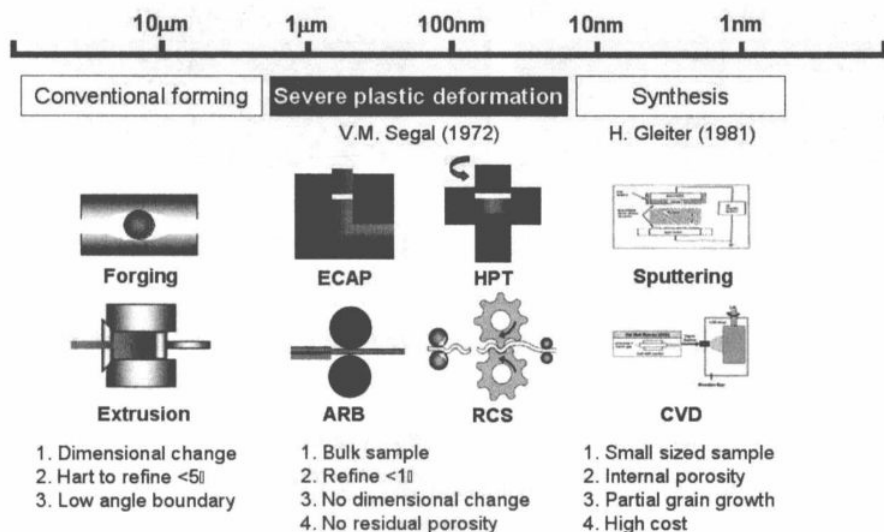


图 1-4 晶粒细化方法示意图

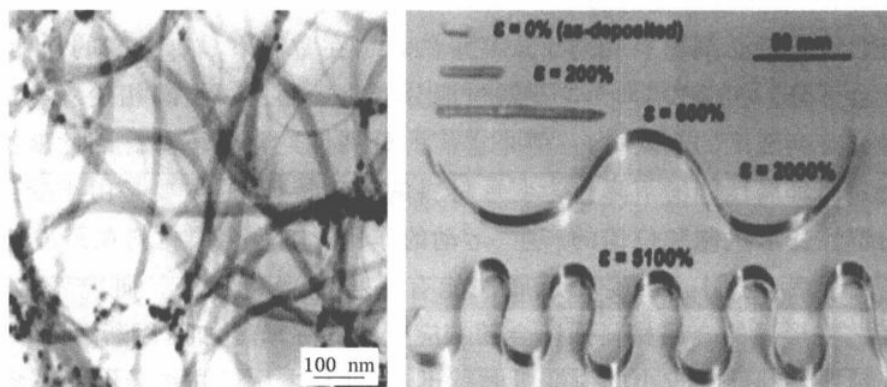


图 1-5 纳米铜的室温超塑性

强烈塑性变形工艺制备微纳米材料有着广阔的应用前景,目前在工业领域有三方面的应用:(1)材料通过 SPD 使组织明显细化,位错密度显著增加,从而具有高应变速率或低温超塑性;(2)经过 SPD 加工后材料的强度是传统形变热处理材料的两倍多;(3)提高塑性较差合金的机械性能和成形性能,如密排六方结构的镁及镁合金,室温下塑性有限,经过 SPD 后晶粒细化,塑性和强度显著提高。

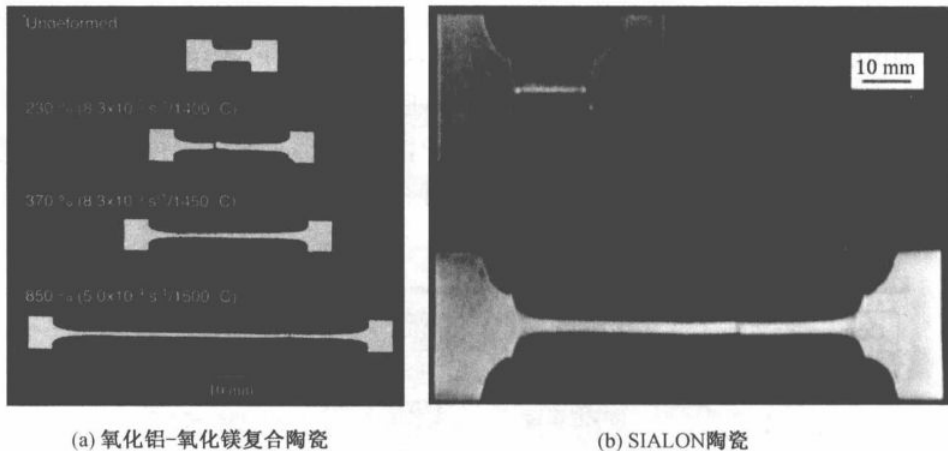


图 1-6 粉末冶金制备纳米陶瓷材料的超塑性拉伸变形

目前 SPD 的研究还处于初期发展阶段,要想实现这种新技术的广泛应用,还需要解决如下问题:(1)加工工艺、参数及材料的组织、结构和性能对纳米化的影响;(2)纳米化的微观机制及形成动力学;(3)纳米结构的组织相变问题;(4)纳米结构与性能的关系;(5)纳米结构的热稳定性与化学性能;(6)强烈塑性变形过程中材料变形行为、变形机制的计算机模拟等。

1.5 SPD 对金属材料力学性能的影响

1.5.1 对强度和延展性的影响

SPD 变形后金属材料相对于未变形的材料在室温下具有更高的强度,但是延展性会下降。实验表明,无论是通过成分变化还是通过金属相变等方法都可以获得具有高强度的金属材料,但是它们的延展性通常会下降。因此就把金属强度增大而延展性能的下降作为变形材料的一种特征,这主要是由于受到金属材料的塑性变形机制和位错的产生、运动的作用影响。金属材料在经过 SPD 加工工艺变形后,它们的强度和延展性能有一样的变化趋势。研究发现,经过 SPD 工艺变形后的金属材料强度会随着应变量的逐渐增加而逐渐达到最大值;但是其延展性却能在较小的应变量时就迅速下降,之后就几乎会保持平衡。

有时,经过 SPD 加工工艺后的变形材料的强度和延展性能均得到提高,目前对其原因有三种解释。第一种解释认为:随着应变量的逐渐增加,非平衡晶界和大角度晶界的含量会不断地增加,而这些具有大角度晶界的超细等轴晶粒将会严重阻碍位错的运动,因此就提高了金属材料的强度;当非平衡晶界不断出现时,金属滑移就会变得比较容易,晶界滑移和晶格转动的增加直接导致后来的变形机制发生重大改变,普遍认为粗大晶粒的主要变形机制是位错蠕变,超细晶粒的主要变形机制是晶界滑移,不过相同点是晶界滑移及晶格转动均可

提高材料的延展性能。第二种解释认为:因晶粒尺寸是纳米晶超细晶的双峰式分布状态,从而使材料的延伸性能得到提高。第三种解释认为:是基于纳米结构的金属体内形成的第二相颗粒提高了材料的强度和延展性能,这些第二相颗粒的作用是可对应变过程中的剪切带传播进行修改,提高金属合金的延展性能。除了上述三种解释外,现在还有一些其他关于同时提高强度和塑性的理论研究。有的人发现,如果在纯铜的加工过程中能获得纳米孪晶结构就可以提高这种材料的强度,同时也能保持其良好的塑性。

1.5.2 对超塑性的影响

经过 SPD 加工方法加工金属材料具有超塑性变形特性是由于金属材料经 SPD 变形后可获得超细晶粒组织。在超塑性变形过程中,材料中加入某些合金元素会抑制晶粒的长大,从而使金属材料具有晶粒尺寸的热稳定性,金属的热稳定性对材料的超塑性具有较大的影响。一些研究者对没有加入稳定晶粒尺寸的合金元素的材料进行了超塑性变形研究,认为 SPD 工艺使晶粒变得细小是保证金属材料获得超塑性的主要原因。另一方面则是金属合金经 SPD 变形后可得到含量更高的大角度晶界。晶界是晶界滑移和超塑流变的首要条件,大角度晶界含量的增加有利于更多的晶界参与晶界滑移和超塑流变。现在,关于超细晶材料超塑性的研究普遍认为,晶界滑移是主要的变形机制,通过 SPD 方法获得的细小晶粒将有利于材料晶界滑移的继续进行,这也就保证了金属材料能获得更好的超塑性。表 1-1 为 SPD 工艺变形获得超细晶金属材料的超塑性。从表 1-1 可以看出:经 SPD 工艺获得的超细晶材料不仅在适当的条件下可获得优良的超塑性,同时还可实现高应变速率超塑性和/或低温超塑性。

表 1-1 SPD 工艺变形获得超细晶金属材料的超塑性

材料	SPD 工艺	晶粒尺寸/ μm	温度/ $^{\circ}\text{C}$	应变速率/ s^{-1}	延伸率/ %
Al-3%Mg-0.2%Sc	ECAP	~0.2	500	$1.0 \times 10^{-2} /$ 3.3×10^{-3}	2 100/2 580
Al-7034	ECAP	~0.3	400	1×10^{-2}	1 090
Cu-30%Zn-0.1%Zr	ECAP	~0.1-0.4	400	1×10^{-4}	400
Al-3%Mg-0.2%Sc	HPT	~0.13	300	3.3×10^{-3}	1 600
Ti-6Al-4V	HPT	~0.1-0.2	650	$1 \times 10^{-2} /$ 1×10^{-4}	305/530
Mg-9%Al	HPT	0.33	200	5.0×10^{-4}	810