

等通道转角挤压过程中 fcc 金属的 微观结构演化与力学性能 *

吴世丁 安祥海 韩卫忠 屈伸 张哲峰

(中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016)

摘要 系统总结了面心立方 (fcc) 金属材料在等通道转角挤压 (ECAP) 变形后的晶粒细化、微观结构演化规律和力学性能. 根据 ECAP 变形的特点, 利用具有特殊取向的 Al 单晶体和 Cu 双晶体, 经过一道次 ECAP 挤压发现: 材料在 ECAP 模具对角面附近发生严重塑性变形; 除了沿模具对角面切应力的作用外, 沿垂直于模具对角面的切应力也起重要作用. 此外, 通过设计特殊取向的 Cu 单晶体、Al 单晶体和粗晶 Cu-3%Si 合金经过一道次 ECAP 挤压, 系统研究了层错能、晶粒尺寸和晶体学取向对 fcc 金属形变孪生所需的孪生应力的影响. 对具有不同层错能的 Cu-Al 合金进行多道次 ECAP 挤压表明, 随着层错能降低, Cu-Al 合金的晶粒细化机制逐步从位错分割机制转变为孪生碎化机制, 最小晶粒尺寸逐步减小, 具有较高或较低层错能材料比中等层错能材料更容易获得均匀的微观组织; Cu-Al 合金的拉伸强度和均匀延伸率随着层错能的降低同步提高, 即随着层错能的降低, Cu-Al 合金的强度 - 塑性匹配性提高.

关键词 等通道转角挤压, fcc 金属, 微观结构, 晶粒细化, 力学性能

中图分类号 TF777.1

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2010)03-0257-20

MICROSTRUCTURE EVOLUTION AND MECHANICAL PROPERTIES OF FCC METALLIC MATERIALS SUBJECTED TO EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING

WU Shiding, AN Xianghai, HAN Weizhong, QU Shen, ZHANG Zhefeng

Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: ZHANG Zhefeng, professor, Tel: (024)23971043, E-mail: zhfzhang@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.50171072, 50571102, 50625103, 50890173, 50841024 and 50931005)

Manuscript received 2009-11-10, in revised form 2009-12-30

ABSTRACT Microstructure evolution, grain refinement mechanism and mechanical properties of face-centered cubic (fcc) metallic materials, subjected to equal channel angular pressing (ECAP), were systematically investigated. According to the special shear deformation mode of ECAP, Al single crystals with different orientations and Cu bicrystals with different initial grain boundary directions were subjected to ECAP for one pass, and it is found that shear deformations both parallel and perpendicular to intersection plane play important roles in the ECAP process. Moreover, Al single crystals, Cu single crystals and polycrystalline Cu-3%Si (mass fraction) alloy with different stacking fault energies (SFEs) and special crystallographic orientations, subjected to ECAP for one pass, were selected to experimentally and analytically explore the combined effects of crystallographic orientation, SFE and grain size on deformation twinning behaviors in several fcc crystals. Furthermore, ultrafine grained

* 国家自然科学基金项目 50171072, 50571102, 50625103, 50890173, 50841024 和 50931005 资助

收到初稿日期: 2009-11-10, 收到修改稿日期: 2009-12-30

作者简介: 吴世丁, 男, 1963 年生, 研究员

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2009.00748

(UFG) or nanocrystalline (NC) Cu–Al alloys with different Al contents were prepared using multiple-passes ECAP. The results show that the grain refinement mechanism is gradually transformed from dislocation subdivision to twin fragmentation, and the equilibrium grain size decreases with lowering the SFE of Cu–Al alloys. Meanwhile, the homogeneous microstructures of materials with high or low SFE are much more readily gained than those of medium-SFE metals. More significantly, the strength and uniform elongation can be simultaneously improved with lowering the SFE, i.e., the better strength–ductility combination is achieved in the Cu–Al alloy with lower SFE.

KEY WORDS equal channel angular pressing, fcc metal, microstructure, grain refinement, mechanical property

自 20 世纪 80 年代初 Gleiter^[1] 首次提出纳米材料概念以来, 由于其具有独特的物理、化学和力学性能, 纳米材料引起了学术界和工业界的广泛关注. 早期制备此种材料的方法主要是利用“bottom-up”的原理, 对用不同技术制得的粉体进行致密化. 然而利用这些方法制备的材料存在内部缺陷过多、制粉或者粉体团聚过程中的污染、材料的晶粒尺寸增大等问题. 随后, 研究者^[2–5] 将独特的塑性加工技术——等通道转角挤压技术 (equal channel angular pressing, ECAP) 用于超细晶金属材料的制备, 成功地获得了致密无污染的块体超细晶材料, 开辟了纳米材料制备的一种新方法——严重塑性变形法 (SPD). SPD 法是利用“top-down”的原理制备超细晶和纳米晶金属材料的方法之一, 可以制得块体/大尺寸的超细晶 (晶粒尺寸介于 1 μm 和 100 nm 之间) 和纳米晶 (晶粒尺寸 <100 nm) 材料, 因而受到研究者的普遍重视^[2].

SPD 技术有很多种, 主要包括 ECAP, 高压扭转 (high pressure torsion, HPT)^[6], 累积辊压接合 (accumulative roll bonding, ARB)^[7], 动态塑性变形 (dynamic plastic deformation, DPD)^[8], 搅拌摩擦加工 (friction stir processing, FSP)^[9], 其中 ECAP 是 SPD 技术中研究得最早和最广泛的技术^[3]. 图 1 给出了 ECAP 的原理示意图. 可见, 在进行 ECAP 挤压过程中, 样品的横截面积始终保持不变, 因此可以通过多道次挤压实现对材料的严重塑性变形, 成功获得亚微米晶甚至纳米晶材料. Valiev 和 Langdon^[3] 系统地研究了 ECAP 的变形方式、组织演化与变形机制、组织演化规律和制备

的超细晶、纳米晶材料的力学性能.

Segal^[10,11] 对 ECAP 的变形过程进行了详细的分析, 指出 ECAP 挤压过程中有两个最大切应力方向, 一个是沿模具对角面方向, 另一个则刚好沿垂直于对角面的方向. 目前仍然不清楚在 ECAP 过程中这两个方向的最大切应力分别起什么作用, 而只是强调沿模具对角面的切应力对材料的塑性变形和组织演变起主要作用. 为了更好地认识 ECAP 的变形过程, Wang 等^[12] 率先采用三个特定取向的 Cu 单晶体, 研究 ECAP 过程中的结构演化和变形机制, 并取得了初步的研究结果. 采用单晶体研究 ECAP 变形过程有以下几个特点: (1) 可以设计单晶体的初始取向, 根据研究目的设计一些特殊的实验; (2) 单晶体不存在晶界的影响, 变形过程相对简单, 易于在微观结构与变形机制之间建立联系; (3) 可以直接研究变形过程的均匀性, 并且能很好地展示摩擦力在挤压过程中的作用. 基于这些优点, 世界范围内开展了一系列利用单晶体在 ECAP 变形机制方面的研究工作^[13–15]. 虽然现有的 ECAP 变形机制普遍地认为变形是集中于模具对角面附近, 而且剪切方向是沿对角面施加的^[16–18], 但也有一些实验结果不能采用该剪切变形方式解释^[13,14]. 本文运用单、双晶体的特点, 设计了一组特殊的实验, 试图能更好地理解 ECAP 过程中单、双晶体的结构演化和 ECAP 的宏观变形方式对单晶体细化机制和晶界的影响. 在利用具有特殊取向的 Al 单晶揭示 ECAP 变形机制的基础上, 设计了其它取向的 Al 单晶、Cu 单晶, 并利用 Cu–3%Si (质量分数, 下同) 合金具有极低层错能 (3 mJ/m²) 的特点, 深入分析了晶体取向、层错能和晶粒尺寸对变形孪生行为的影响, 试图能给出一些合理的分析, 从而加深对 fcc 金属形变孪生行为的理解.

在研究初期, 人们利用 ECAP 过程对具有中、高层错能的 Al, Ni, Cu 等 fcc 金属材料的微观结构演化进行了细致研究^[2,3]. 中、高层错能材料在 ECAP 变形中的微观结构演化和晶粒细化机制主要是由塑性变形引入的位错及位错边界对大晶粒的分割所决定的, 这是晶粒细化的基本机制, 即位错分割机制^[17,18]. 在小应变下, 每个晶粒沿不同的滑移系被分割, 随着应变量的增加, 位错并不随机分布, 而是集中在位错边界, 形成几何必要位错边界 (geometrically necessary dislocation boundary, GNB)

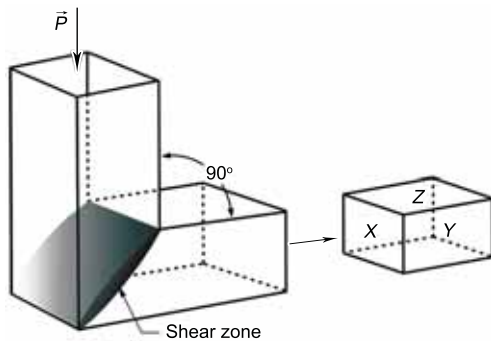


图 1 ECAP 过程示意图

Fig. 1 Schematic illustration of equal channel angular pressing (ECAP) process

和随机位错边界 (incidental dislocation boundary, IDB), 而位错边界之间是位错含量相对较低的区域, 从而使每个晶粒不同部分被几何必要位错分隔开. 随着塑性应变的进一步增加, 通过不断吸收和重组位错, 这些几何必要位错边界的取向差增大成为大角晶界, 同时已形成的亚晶粒通过自身滑移系统的运动分别旋转至互不相同的稳定取向位置, 最终使原始粗大晶粒细化成具有随机取向的细小晶粒. 严格上说, 由位错分割机制而得到的平均晶粒尺度只能达到超细晶尺度, 而不是真正的纳米尺度. 然而, 在具有中等层错能的 Cu 中, 纳米晶材料可以通过其它更为苛刻变形条件的 SPD 技术制备获得, 如球磨 (ball milling, BM)^[1] 和 DPD^[8]. 在这些制备技术中, 由于位错运动受到极大限制, 因此变形孪生在晶粒细化中起到了举足轻重的作用. 变形初期, 单一孪生系统生成的变形孪晶把晶粒分割成孪晶/基体层片状 (twin/matrix, T/M) 结构; 随着变形的增加, 由于位错与孪晶界的相互作用以及两套或两套以上孪生系统的启动, 使孪晶发生断裂、破碎, 形成了更小尺寸的纳米晶粒, 这种机制被称为孪晶破碎机制^[8,19]. 因此, 由于形变孪生是低层错能材料在塑性变形过程中的主要变形机制, 在低层错能材料中晶粒可能会细化到纳米尺度. 本文利用具有不同层错能的 Cu-Al 合金通过多道次 ECAP 挤压变形, 系统地研究层错能对其微观结构演化和晶粒细化的作用.

由 Hall-Petch 关系可以预测, 超细晶、纳米晶材料与传统的粗晶材料相比, 其强度和硬度明显提高. 然而, 较低的拉伸塑性成为超细晶、纳米晶材料实际应用的主要障碍^[20,21]. 众所周知, 金属材料的塑性取决于它的应变硬化能力, 而应变硬化主要是由晶体缺陷的累积能力所决定的. 超细晶、纳米晶材料由于在 SPD 加工过程中引入了几乎饱和的缺陷, 削弱了位错活动能力, 使其缺少位错的储存能力 (即应变硬化能力). 在宏观尺度上, Considère 准则决定着拉伸过程中应变局部化的开始, 也预测了由 SPD 加工获得的超细晶、纳米晶材料在屈服开始后将迅速丧失加工硬化能力, 在变形初期就会发生明显的应变局部化. 因此, 在超细晶、纳米晶材料中, 很难在提高材料强度的同时使材料的塑性维持在较好的水平^[21]. 最近, Zhao 等^[22] 提出, 金属晶体材料的强度和塑性可以通过改变层错能的方式来同时提高. 前期研究^[20] 也表明, 通过降低层错能, 可使 ECAP 一道次 Cu-Al 合金的强度和塑性同时得到提高. 本文也系统地研究了层错能对 ECAP 变形材料强度和塑性的影响.

自从 ECAP 概念提出后, 相关研究极大地推动了 ECAP 基础理论与相关技术的快速发展. 结合本课题组近期研究结果, 本文综述了在 ECAP 变形机制、变形孪生机理、微观结构演化、晶粒细化机制、力学性能等方面

的进展, 力求能够丰富和加深对 ECAP 变形机制、材料微观结构与性能之间的关系以及材料塑性变形理论的理解^[23-26].

1 Al 单晶体的晶粒细化方式及变形机制^[27]

首先, 为了排除多晶体中大量晶界的影响, 使变形过程相对简单化, 建立宏观变形行为与微观结构之间的关系, 选用 Bridgman 方法生长的高纯 (99.999%) Al 单晶作为研究材料, 依据 ECAP 模具的特点选取了三个特殊取向的 Al 单晶体, 分别定义为: 一号单晶体, 其取向相对于模具来说, 插入方向 (ID) 平行于 [110], 挤出方向 (ED) 平行于 $[\bar{1}11]$; 二号单晶体, 其取向为 $(\bar{1}11)$ 面平行于直角模具的理论剪切面/对角面, 而 [110] 方向沿着通常认为的 ECAP 的理论剪切方向; 三号单晶体, 其取向为 $(\bar{1}11)$ 垂直于 ECAP 的理论剪切面, [110] 方向也垂直于理论的剪切方向, 如图 2 所示.

图 3 为三个单晶体在 ECAP 挤压前后采用电子背散射衍射 (EBSD) 方法获得的极图. 可以看出, 在挤压过程中发生的晶体取向转动对初始取向有强烈的依赖作用. 一号单晶体的取向在 ECAP 过程中沿逆时针方向绕 [111] 转动了约 80° , 二号单晶体的取向沿逆时针方向转动了约 60° , 而三号单晶体则沿逆时针方向转动了约 90° . 从变形后的极图可以看出, 一号单晶体的取向均匀地分布于主要取向的周围, 表明在 ECAP 过程中一号单晶体经历了较为均匀的变形; 二号单晶体的取向则向一个特定的方向分散, 最大可达 50° 左右, 表明二号单晶体在 ECAP 中经历了非常不均匀的变形; 最特殊的结果来自三号单晶体, 其变形后的取向几乎没有任何的分散, 似乎仍然保持一个单晶体的特征.

为了进一步研究三个单晶体变形后的微观组织, 分别对其 ID-ED 面中心部分进行了透射电子显微镜 (TEM)

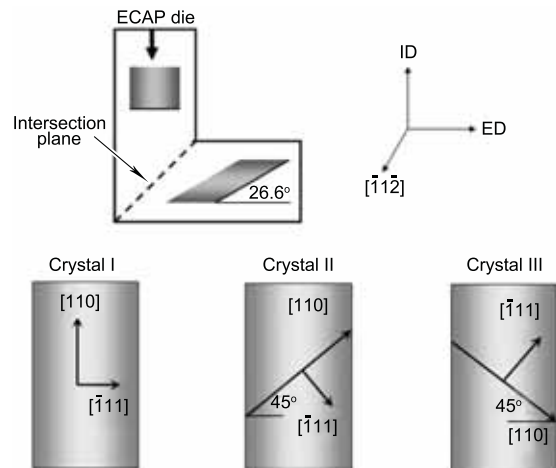


图 2 ECAP 模具坐标系和实验中单晶体设计的示意图

Fig.2 Schematic illustrations of the ECAP coordinates and the designed single crystal with three orientations (ID—insert direction, ED—extrusion direction)

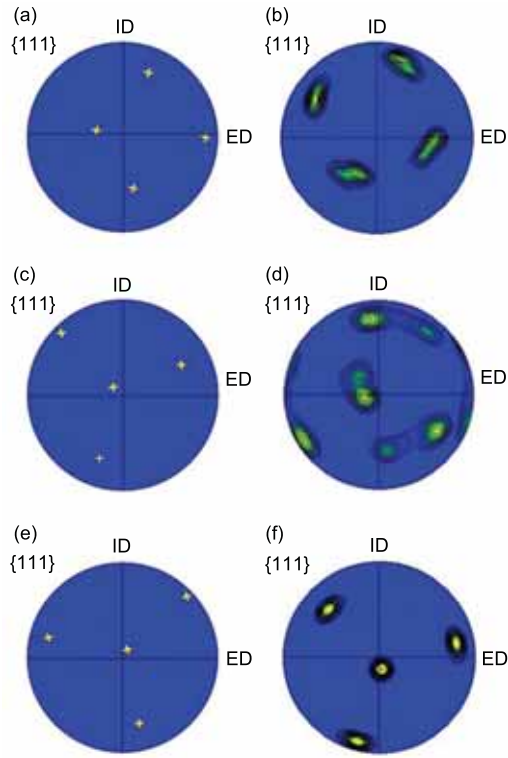


图 3 三个单晶体挤压前后采用 EBSD 方法在样品 ID-ED 面上测得的 (111) 极图
Fig.3 EBSD measured pole figures of ID-ED plane for Al single crystals I (a, b), II (c, d) and III (e, f) before (a, c, e) and after (b, d, f) one-pass ECAP

观察. 经一道次 ECAP 变形后, 一号单晶体 ID-ED 面的微观结构由图 4a 所示的近似矩形亚晶组成, 这种形状的亚结构是由两个方向几乎互相垂直的位错墙分割而成的, 但亚结构之间的取向差并不大. 图 4b 为放大的亚结构形貌. 这些亚结构的边界非常清晰, 亚晶之间的衬度变化也比较显著, 这些都是亚晶的典型特征. 图 5 表明二号单晶体的变形结构主要由两个方向的带状结构组成, 相互夹角约为 70° , 这与两个面之间的二面角是很接近的. 选区电子衍射由一些拉长的衍射斑点组成, 说明 ECAP 变形使二号单晶体内部结构取向差发生很大变化. 对比衍射花样与变形结构可以看出, 这两个方向的带状结构是由两个滑移面上的多个滑移系共同启动而形成的. 类似的结构也在 Fukuda 等^[13] 的实验中得到, 但他们认为在 ECAP 变形中只有一个主要的滑移面启动, 而两个方向的带状结构是由不同部分的晶体相互转动形成的, 这与本文将要阐述的观点有所不同. 三号单晶体变形后形成了平行于某一个特定滑移面的单一方向的带状结构, 在这些带状结构的边界积聚了大量的位错, 如图 6 所示. 这些带状结构平行于剪切变形的方向, 由一系列位错胞结构组成. 相应的选区电子衍射说明这一组特定的带状结构是由一个主要的滑移面上的滑移系启动而形成的.

因此, EBSD 和 TEM 观察充分表明, 晶体学取向对

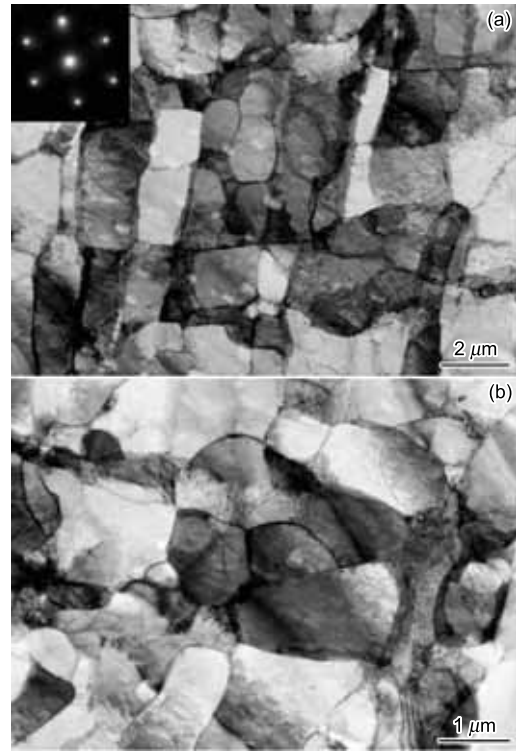


图 4 一号单晶体的典型 TEM 形貌和衍射谱
Fig.4 TEM micrograph and [110] oriented EDP of sub-grains (a) and its magnified image (b) for crystal I after one-pass ECAP

单晶体在 ECAP 过程中的位错结构演化和晶粒细化机制有显著影响. 三个单晶体在变形中形成的不同微观结构是由 ECAP 模具所施加的剪切变形与单晶内部滑移系统开动相互作用而产生的. 然而, 根据 ECAP 模具变形的特点, 利用 Fukuda 等^[13] 提出的剪切因子的概念和 ECAP 简单剪切变形观点, 并不能很好地解释二、三号单晶体在 ECAP 过程中的结构演化^[27]. 因此, 给出了一个 ECAP 过程中可能的变形模式, 如图 7 所示. 材料在 ECAP 模具对角面附近发生严重塑性变形, 除了沿模具对角面切应力的作用外, 沿垂直于模具对角面的切应力也起很重要的作用, 而这个方向也就是 Segal^[11] 指出的 ECAP 中的第二个最大切应力方向.

根据最新建议的 ECAP 的剪切方向, 对于二号单晶体, 相应的剪切面为 (110) 面, 而剪切方向为 $[\bar{1}11]$ 方向. 据此计算的二号单晶体中滑移系的剪切因子如表 1 所示. 可以看出, 根据新建议的剪切方向推测, 二号单晶体的 (111) 和 $(11\bar{1})$ 面上的四个滑移系具有较大的剪切因子 0.67, 在 ECAP 变形中容易开动. 这个预测与相应的实验结果非常一致, 如图 8 中所示的变形中, 有两个主要滑移面上的滑移系开动形成的两个方向的带状结构. 对于三号单晶体来说, 相应的剪切面为 $(\bar{1}11)$ 面, 剪切方向为 [110]. 根据垂直于对角面方向的剪切可以预测三号单晶中各个滑移系的剪切因子, 如表 2 所示. 预测结果表明,

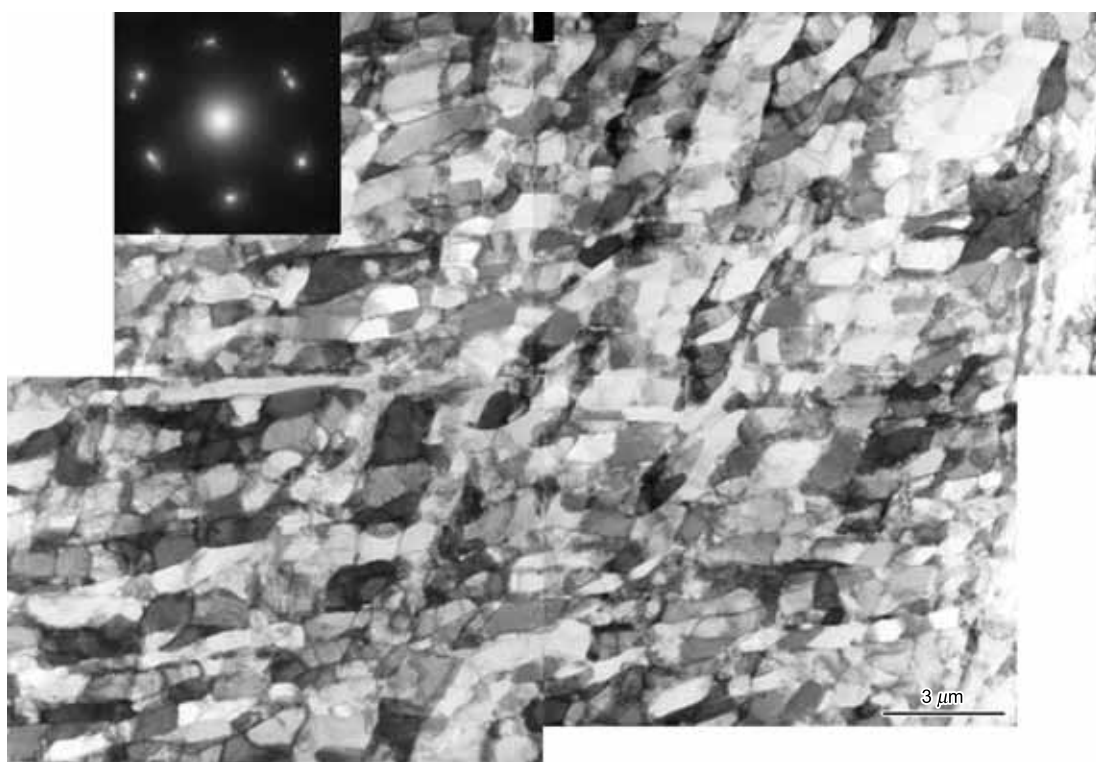


图 5 二号单晶体变形中形成的两个方向的带状结构

Fig.5 TEM micrograph and [110] oriented EDP of the two orientated band-like structures in crystal II after one-pass ECAP

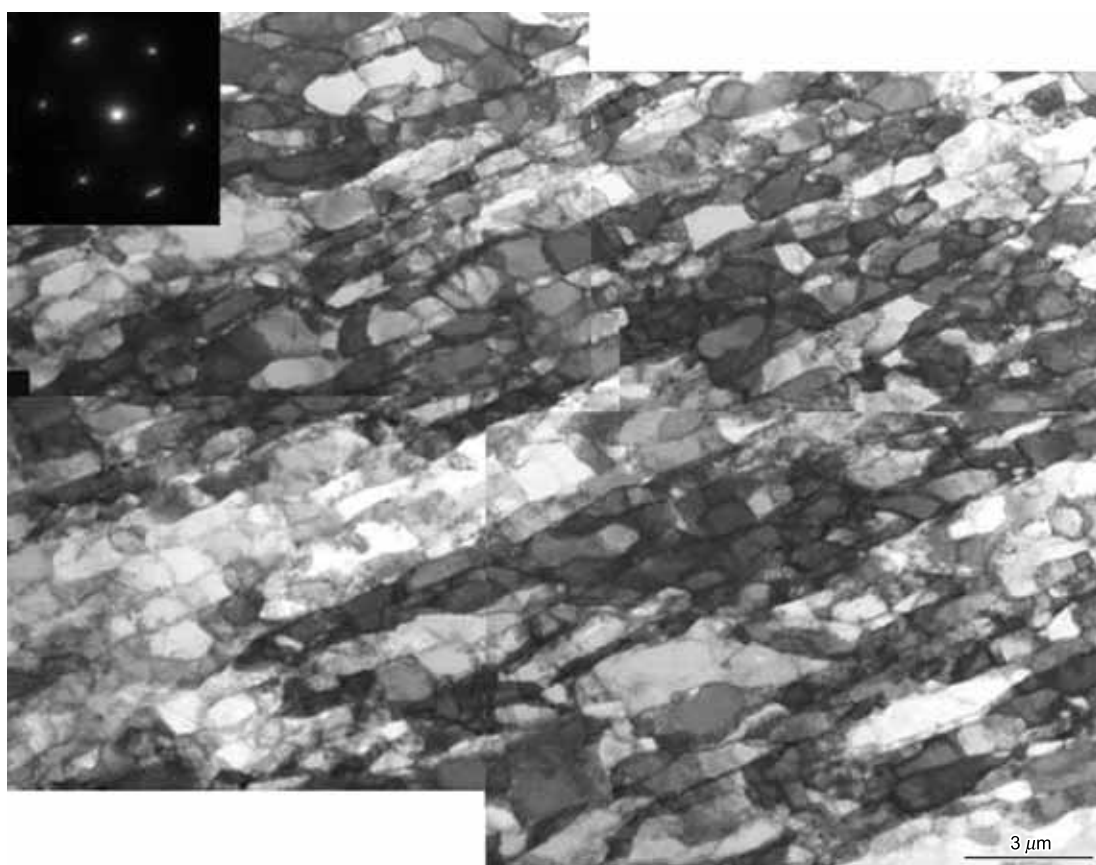


图 6 三号单晶体经一道次 ECAP 变形后的微观形貌

Fig.6 TEM micrograph and [110] EDP of deformation microstructures for crystal III after one-pass ECAP

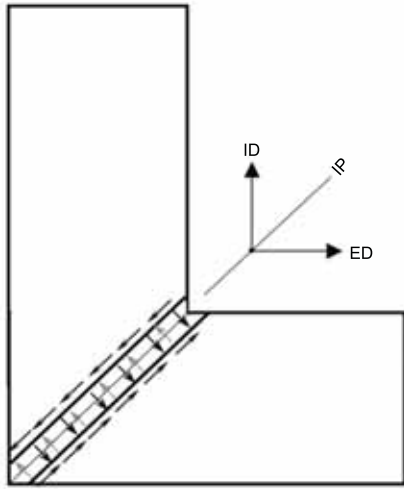


图 7 ECAP 可能的变形模式

Fig.7 Illustration of the deformation principle during ECAP for ideal state (IP—intersection plane)

表 1 二号单晶体中各个滑移系的剪切因子值及在变形中开动的次序

Table 1 The shear factors and their relevant importance for various slip systems in crystal II based on the general simple shear theory, the shear plane and the shear direction are (110) and $[\bar{1}11]$, respectively

Slip plane	Slip direction	Shear factor m	Order of shear factor
$\bar{1}11$	110	0.00	2
	$01\bar{1}$	0.00	2
	$\bar{1}0\bar{1}$	0.00	2
	111	0.00	2
111	$01\bar{1}$	0.00	2
	$10\bar{1}$	0.67	1
	$\bar{1}10$	0.67	1
$11\bar{1}$	$\bar{1}0\bar{1}$	0.00	2
	011	0.67	1
	$\bar{1}10$	0.67	1
$\bar{1}1\bar{1}$	110	0.00	2
	$10\bar{1}$	0.00	2
	011	0.00	2

ECAP 过程中三号单晶将只有一个主要的滑移面上的滑移系开动, 这与图 9 中由一个主要的滑移面开动所形成的单一方向的带状结构是完全一致的. 基于上述建议的 ECAP 剪切方向, 可以很容易理解二号和三号单晶体在 ECAP 过程中所形成的变形结构的差异.

对于轴向为 [110] 的一号单晶体, 由于常规压缩实验中将有二个滑移面上的四个对称的滑移系同时启动, 所以变形过程中其轴向将保持不变^[13]. 这种对称滑移系的同时启动也是该单晶体在 ECAP 后能够形成较均匀的结构以及晶界取向差较小的原因. 一号单晶体不仅有较为特殊

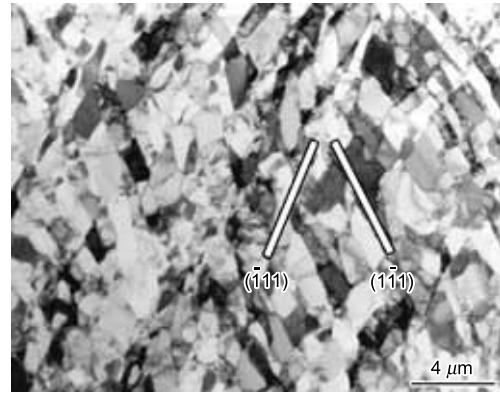


图 8 二号单晶体的典型变形形貌, 由两个方向的带状结构组成

Fig.8 TEM micrograph of deformation microstructure for crystal II in the central portion of the deformed materials showing the presence of two set of sub-grain structures induced by two primary slip planes activated

表 2 三号单晶体中各个滑移系的剪切因子值及在变形中开动的次序

Table 2 The shear factors and their relevant importance for various slip systems in crystal III based on the general simple shear theory, the shear plane and the shear direction are $(\bar{1}11)$ and [110], respectively

Slip plane	Slip direction	Shear factor m	Order of shear factor
$\bar{1}11$	110	1.00	1
	$01\bar{1}$	0.50	2
	$\bar{1}0\bar{1}$	0.50	2
111	$01\bar{1}$	0.17	4
	$10\bar{1}$	0.17	4
	$\bar{1}10$	0.00	5
$11\bar{1}$	$\bar{1}0\bar{1}$	0.17	4
	011	0.17	4
	$\bar{1}10$	0.00	5
$\bar{1}1\bar{1}$	110	0.33	3
	$10\bar{1}$	0.17	4
	011	0.17	4

的插入方向 [110], 而且挤出方向为 $[\bar{1}11]$. 这种特殊性使一号单晶体在挤压过程中不仅有对称滑移系的启动, 而且可以更好地配合 ECAP 剪切变形. 由于以上几个特点, 一号单晶体在 ECAP 变形后具有取向差较小及组织均匀的特征.

总之, 晶体学取向对晶体材料在 ECAP 过程中的位错结构演化和晶粒细化机制有重要影响. 从上述建议的 ECAP 剪切方式, 即沿垂直于对立面方向, 能够合理地解释三个不同取向单晶体在 ECAP 过程中的结构演化差别, 比一般认为的简单剪切理论在分析单晶体变形时更加合理.

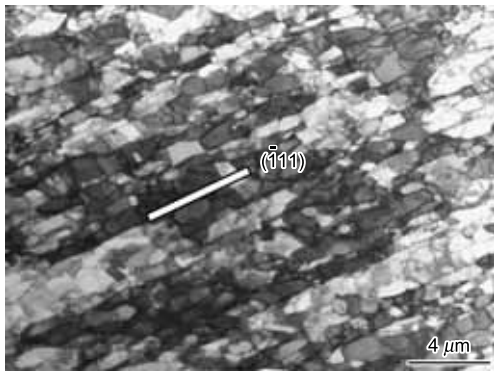


图 9 三号单晶体的典型变形形貌, 由一个方向的带状结构组成
 Fig.9 TEM micrograph of deformation microstructure for crystal III in the central portion of the deformed materials showing the presence of one set of sub-grain structures induced by a primary slip plane activated

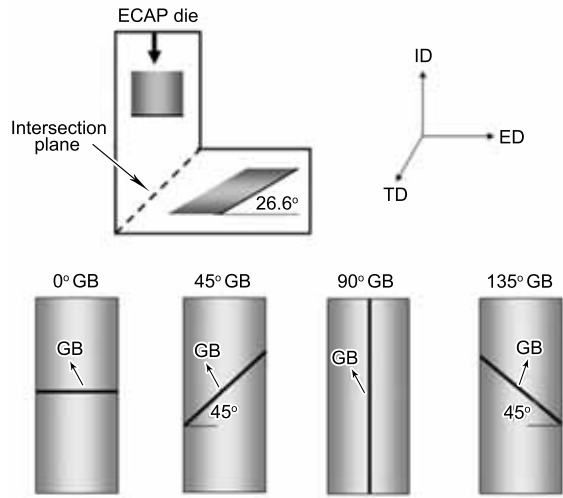


图 10 根据 ECAP 模具变形的特点所设计的四个 Cu 双晶体的示意图
 Fig.10 Schematic illustrations of the specially designed four Cu bicrystals according to the feature of ECAP deformation (TD—transverse direction, GB—grain boundary)

2 Cu 双晶体的剪切变形行为 [28]

晶界在金属的塑性变形过程中起着至关重要的作用. 它作为晶粒与晶粒之间的界面, 在晶粒发生塑性变形时对位错的运动起到阻碍作用, 从而使金属在变形时表现出加工硬化 [1], 也使金属材料的强度随晶粒尺寸的减小而增加, 即服从 Hall-Petch 关系. 当材料承受循环变形时, 晶界往往又是最先发生疲劳开裂的位置, 成为金属材料最薄弱的环节 [29,30]. 在纳米晶材料变形中, 晶界又作为有效的位错源, 对其塑性变形起非常重要的协调作用 [31]. 金属材料的初始晶界在严重塑性变形加工中对晶粒细化起着重要的作用 [2-4]. 为进一步研究晶界在 ECAP 变形中的作用, 本文利用双晶体具有单一平直晶界的特点, 选取了如图 10 所示的一系列 Cu 双晶体, 研究一道次 ECAP 变形过程中晶界的变形和演化规律. 这四个双晶体均从同一块双晶体上切取, 主要考虑晶界在 ECAP 过程中的演化, 不考虑 2 个晶粒取向的影响.

实验表明, 当剪切变形的方向与晶界成不同的角度时, 晶界的演化规律和变形行为有显著的区别, 这可以利

用 ECAP 过程中的塑性流变和剪切变形角度得到很好的分析 [21]. ECAP 过程中, 原始晶界取向不仅对晶界演化有明显的影 响, 还决定剪切变形与晶界的交互作用行为.

具有 0° 晶界的双晶体经 ECAP 挤压后其晶界基本保持平直, 在晶界附近区域为了协调晶界的整体流变, 两侧的晶粒沿各自 (111) 面形成了不同方向的变形带结构. 这些变形带结构是随着晶界的变形同时产生的, 其形成过程如图 11 所示.

具有 45° 晶界的双晶体, 其晶界在挤压后已经变得弯曲, 有明显的剪切带与晶界交互作用的痕迹, 剪切变形与晶界的交互作用可以分为两种类型, 如图 12 所示. ECAP 剪切变形后形成了很多剪切带, 剪切带遇到双晶体的晶界时, 会发生强烈的交互作用, 有的剪切带可以穿过双晶体的大角晶界, 使晶界处出现剪切变形台阶; 有的剪切带与

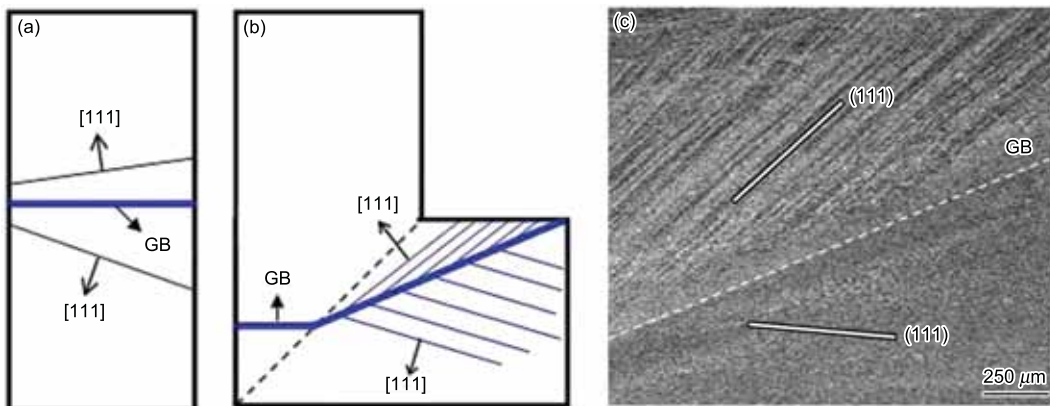


图 11 具有 0° 晶界的双晶体的晶界在 ECAP 过程中的演化过程示意图
 Fig.11 Deformation process of the bicrystal with 0° grain boundary during ECAP
 (a) initial state (b) during deformation (c) final state observed

晶界的交互作用可以使晶界发生扭曲或弯折. 值得注意的是, 这些剪切带的形成方向刚好垂直于晶界, 这进一步证明了沿垂直于模具对角面方向的切应力在 ECAP 变形中起很重要的作用, 这一点与利用单晶 Al 所得到结果是一致的 [27].

具有 90° 晶界的双晶体, 其晶界在 ECAP 挤压后也基本保持平直, 晶界两侧的晶粒为了协调晶界的宏观流变, 其内部形成了不同方向的变形带结构. 然而这些变形带结构并没有发展到晶界处, 而仍然与双晶体的晶界保持一定的距离, 这可能是由于晶界的存在使晶界附近区域的变形不同于其它位置而造成的. 与晶界约成 45° 方向的剪切带结构恰好反映了沿垂直于模具对角面的剪切变形. 双晶体的晶界在 ECAP 过程中发生 90° 的转动, 而沿垂直于模具对角面的剪切形成的剪切带, 再绕逆时针方向转动 90° 后就是实验中观察到的与挤出方向成 45° 的剪切带结构, 如图 13 所示.

具有 135° 晶界的双晶体, 其晶界在 ECAP 挤压后也基本保持平直, 其显著的特点是沿晶界拉长的方向形成了一系列方向相近的变形带结构, 在平行于晶界的方向还观察到了一系列剪切带结构. 这些变形带和平行于晶界的剪切带的形成与垂直于模具对角面的剪切密切相关. 由于初始晶界垂直于模具对角面, 所以沿平行于晶界的方向将形成很多的变形带和剪切带结构. 挤压过程中晶界也发生了大角度的转动, 所以得到最终观察到的剪切带结构, 其变形过程可以用图 14 表示. 该双晶体的变形过程也充分表明, 在 ECAP 过程中, 沿垂直于模具对角面的剪切变形对晶体材料微观结构的演化起非常重要的作用.

总之, 在 ECAP 剪切变形过程中, 原始的晶界取向对晶界面的演化以及晶界与剪切变形的交互作用有明显的影响. 而且通过特殊设计的双晶体, 再一次验证了沿垂直于模具对角面的剪切变形在 ECAP 变形中有很重要的作用.

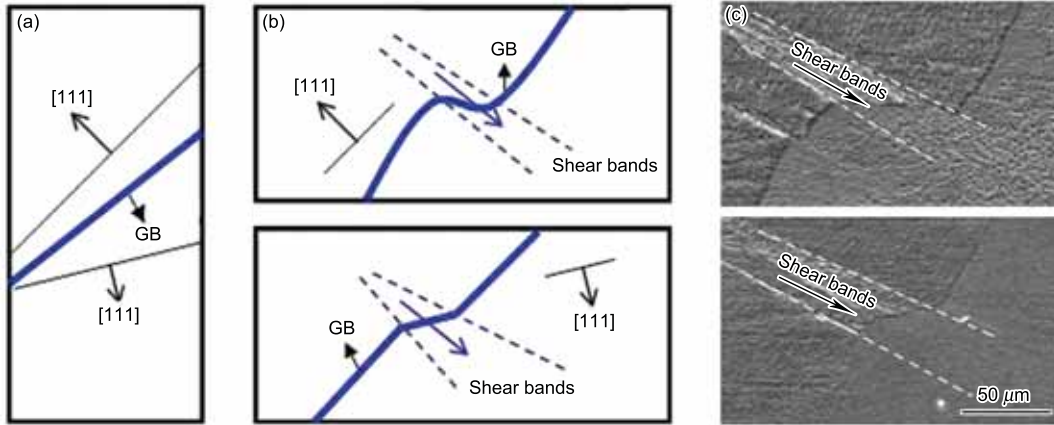


图 12 具有 45° 晶界的双晶体的晶界在 ECAP 过程中的演化过程示意图
 Fig.12 Deformation process of the bicrystal with 45° grain boundary during ECA
 (a) initial state (b) during deformation (c) final state observed

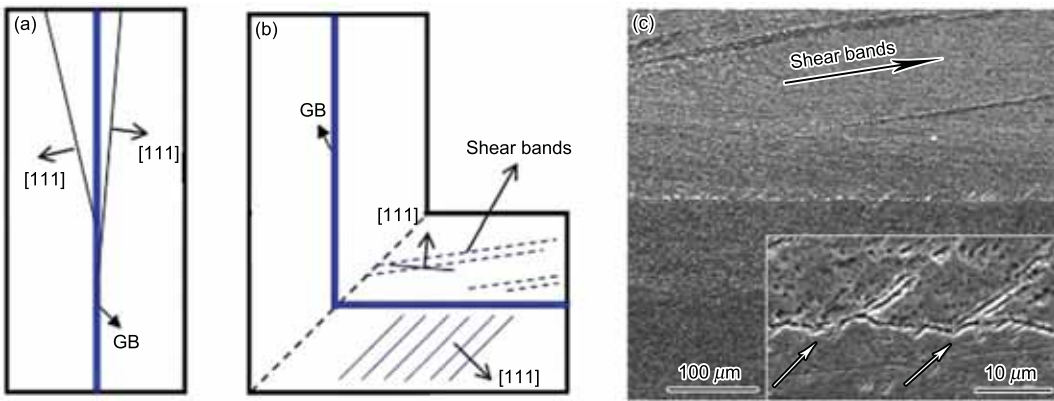


图 13 具有 90° 晶界的双晶体在 ECAP 过程中的演化过程示意图
 Fig.13 Deformation process of the bicrystal with 90° grain boundary during ECAP
 (a) initial state (b) during deformation
 (c) final state observed (the white arrows in the magnified figure mean the shear direction)

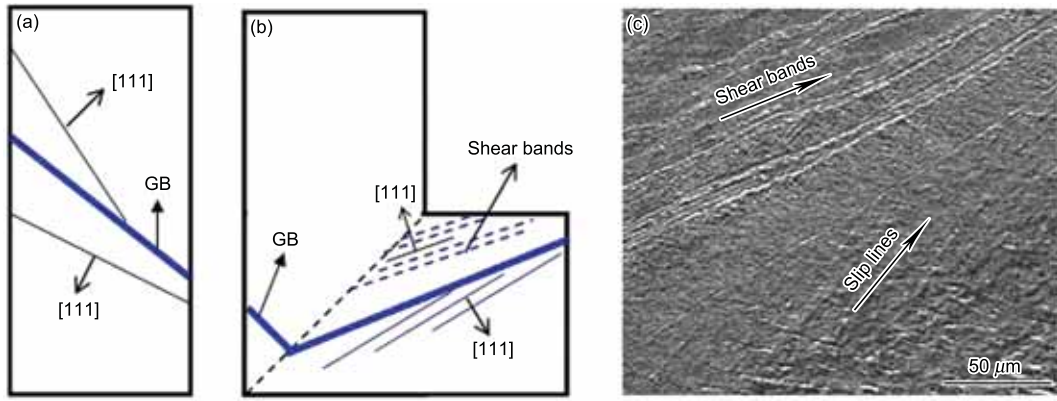


图 14 具有 135° 晶界的双晶体在 ECAP 过程中的演化过程示意图
 Fig.14 Deformation process of the bicrystal with 135° grain boundary during ECAP
 (a) initial state (b) during deformation (c) final state observed

3 单晶 Cu, Al 和多晶 Cu-3%Si 合金的形变孪生行为^[32-35]

孪生是金属材料发生塑性变形的一种重要机制，与位错滑移是两个相互竞争的过程。形变孪晶在密排六方、体心立方 (bcc) 以及一些结构对称性不高的金属材料中是非常普遍的^[36]。随着研究的深入，人们发现形变孪生在 fcc 金属中也大量存在。影响 fcc 金属形变孪生的因素很多，其中内部因素包括层错能、晶体取向、晶粒尺寸等，而外部因素包括变形温度、变形速率、应变量和变形方式。

到目前为止，关于 fcc 金属形变孪生的研究已经开展了大量的工作，但仍然存在一些矛盾的结论和难以理解的实验现象。本文利用 ECAP 变形的特殊性，设计了具有特殊取向的单晶 Cu 和 Al，即将晶体的孪生面和孪生方向与 ECAP 模具的剪切面和剪切方向刚好重合，如图 15

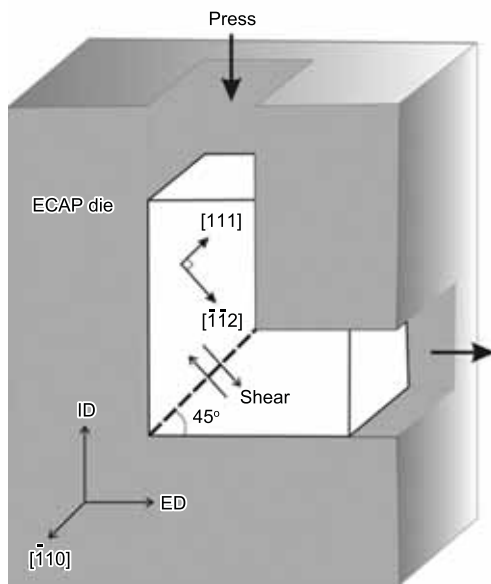


图 15 单晶 Cu, Al 的实验设计示意图
 Fig.15 Experimental design of single crystals Cu and Al

所示，同时结合层错能极低 (3 mJ/m²) 的多晶 Cu-3%Si 合金，从最基本的位错反应机制出发，从影响形变孪生的内因和外因两方面重新审视 fcc 金属的孪生行为，从而加深对 fcc 金属形变孪生行为的理解。

3.1 Cu 单晶的形变孪生行为

图 16 为经一道次 ECAP 处理的 Cu 单晶体剪切带附近的 SEM 和 TEM 像。图 16a 为 SEM 像，图中三个黑色方框分别对应于基体与剪切带边界、基体区和剪切带区，相应的 TEM 像如图 16b—d 所示。剪切带内组织与基体组织具有不同的方向，它们之间的夹角约为 70°。基体区由沿平行于 (111) 面的位错墙分割而成的带状组织构成，这一部分的带状结构又被另一个方向的位错墙进一步分割，如图 16c 所示。虽然此区域的位错密度很高，但选区衍射斑点显示取向差并不大。不同于基体区的位错墙结构，剪切带区由宽度约为 500 nm 的带状结构组成，这些带状结构具有很明显的边界，相应的选区电子衍射表明，这些带状结构的取向差很大，如图 16d 所示。对剪切带区域进一步放大观察发现，其中形成了大量的变形孪晶。图 17a 为剪切带中的条带状组织。图中白色虚线所包围区域的电子衍射谱表明剪切带中有孪晶形成。图 17b 为剪切带区域的明场像，可以看出有很多针状孪晶分布其中，如黑色箭头所示。

根据 ECAP 挤压过程中形成的孪晶形状和分布特点，可以把形变孪晶分为三类^[35]：第一类形变孪晶的生长方向与剪切带的扩展方向相同，此类孪晶数量较多，尺寸也相对较大；第二类形变孪晶位于基体中靠近剪切带区域，呈针状，这类孪晶宽度很小，量也很少；第三类形变孪晶形成于剪切带内部的带状组织中，生长方向与剪切带扩展方向夹角约为 70°，此类形变孪晶普遍地存在于剪切带中的带状组织中，尺寸都在纳米量级。这三种形变孪晶由极轴机制和晶界发射不全位错机制^[31,37]形成。因此，通过对单晶体的取向特殊设计，可以在相对温和的变形条件

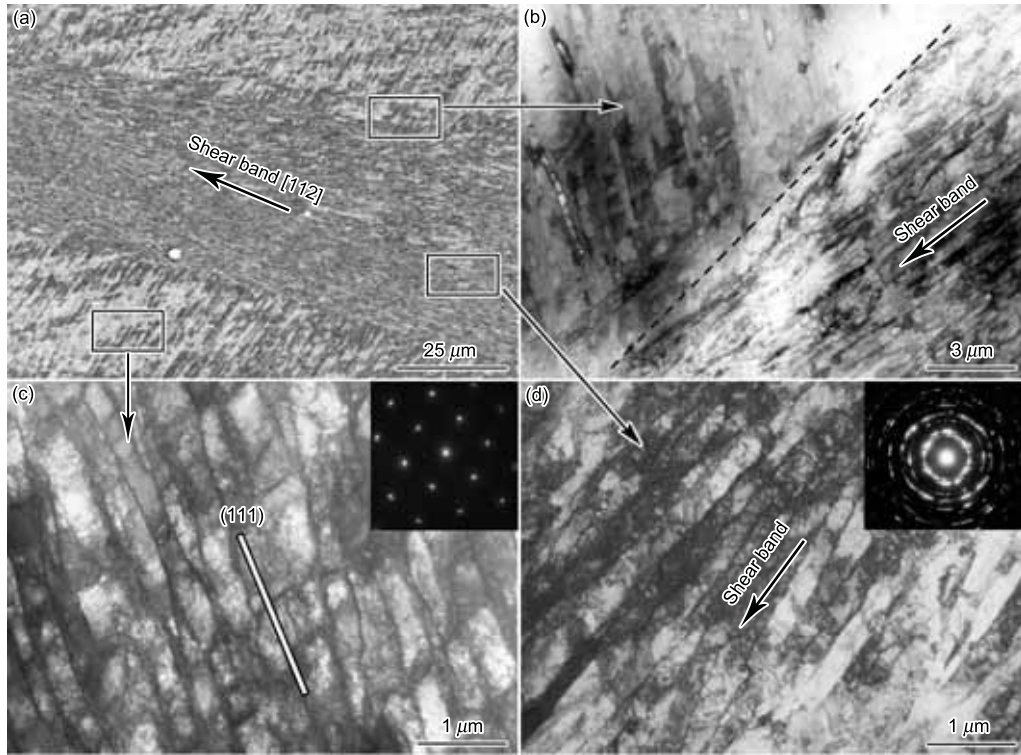


图 16 经一道次 ECAP 后 Cu 单晶体的剪切带与基体边界、基体区以及剪切带区的 SEM 和 TEM 像及选取电子衍射

Fig.16 SEM (a) and TEM (b—d) micrographs of the deformation microstructure for copper single crystal
 (a) a typical shear band
 (b) the interface between matrix and shear band shown by dash line
 (c) the dense dislocation walls formed in the region of matrix
 (d) the fine strip-like structure in the shear band

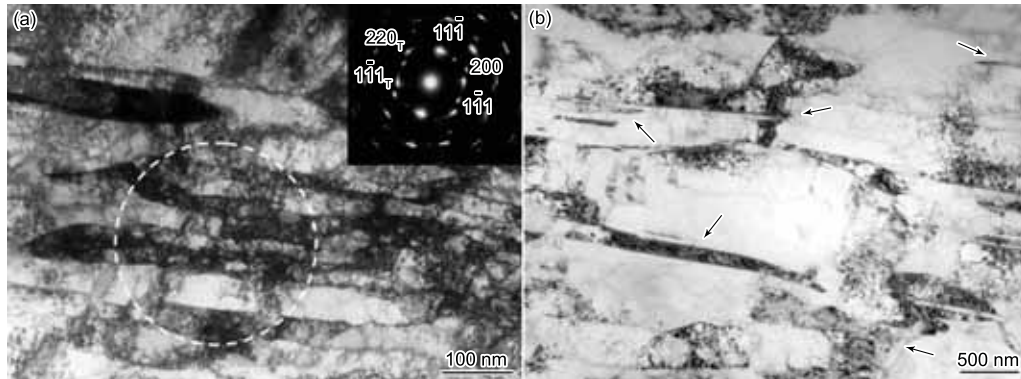


图 17 经一道次 ECAP 后 Cu 单晶体剪切带中形成的形变孪晶

Fig.17 Profuse deformation twins, nucleated in the shear band region of the Cu single crystal after one-pass ECAP
 (a) deformation twins formed in the shear bands (b) profuse deformation twins, as shown by arrows

下^[38], 在 Cu 单晶体中获得丰富的形变孪晶, 表明形变孪生有很强的取向依赖性。

3.2 Al 单晶的形变微观结构

图 18 为 Al 单晶体变形后形成的一条剪切带的 TEM 像。与 Cu 单晶不同, 剪切带内、外组织均为几个微米左右, 剪切带内、外的位错密度均不是很高。选区电子衍射表明该区内的组织取向差不大。TEM 观察表明,

即使在 Al 单晶体的剪切带区也没有发现形变孪晶。对 Al 单晶体经 ECAP 后的变形组织进一步放大可观察到大量的位错结构, 如图 19 所示。但仍然未观察到形变孪晶。因此, 虽然设计了特殊取向的单晶体, 由于 Al 具有很高的层错能 (166 mJ/m²), 在常温下和低应变速率下发生形变孪生是非常困难的, 其形变微观结构仍然以位错演化为主。

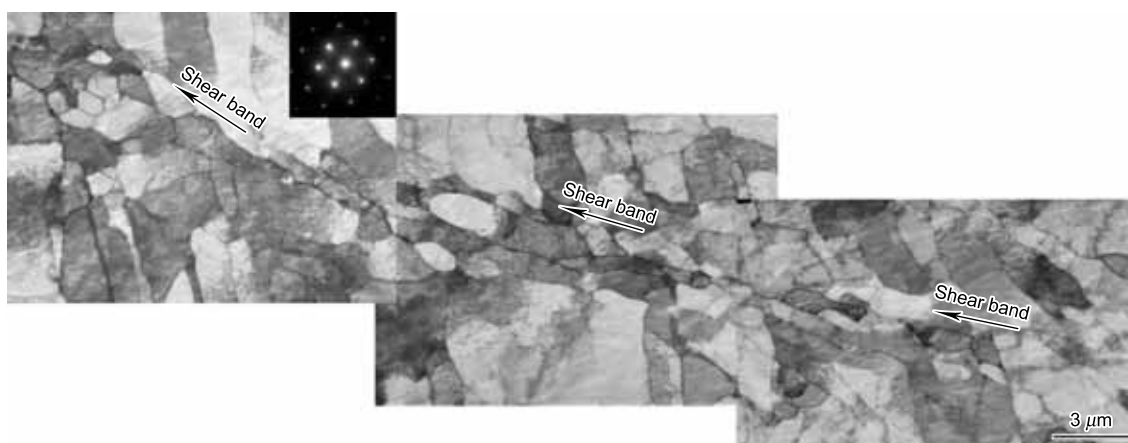


图 18 ECAP 后 Al 单晶体中一条剪切带的 TEM 像

Fig.18 TEM morphology of a shear band formed in Al single crystal after one-pass ECAP

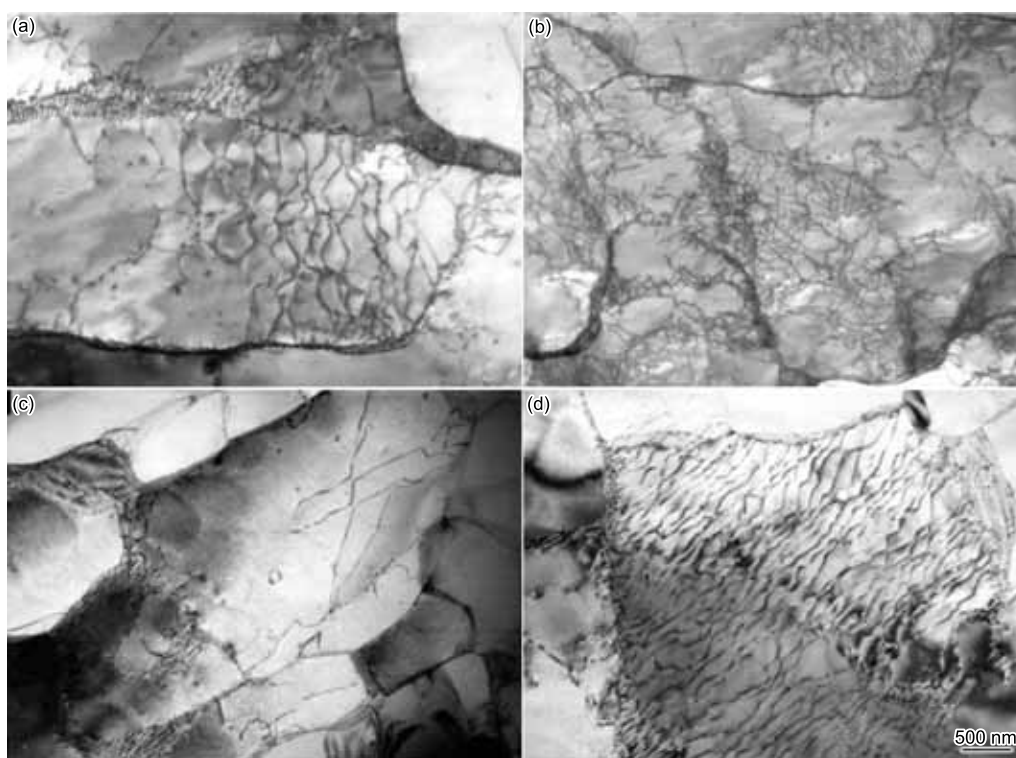


图 19 ECAP 后 Al 单晶体中形成的位错结构

Fig.19 Dislocation structures of Al single crystal after one-pass ECAP

(a, b) dislocations pinned by the grain boundary (c) the formation of subgrains (d) dislocation network

3.3 Cu-3%Si 合金的形变孪生行为

图 20a 是 Cu-3%Si 合金多晶体 ECAP 后由平面滑移而形成的带状组织图。可以很清楚地看出，这些长带中有与其成一定角度的精细带状结构，从选区电子衍射谱可以判断出，这些密集的精细带状结构为微孪晶和层错，如图 20b 所示。从 [001] 方向观察可发现大量层错基本沿两个方向分布，如图 20c 和 d 所示。可以看出，在变形的初期，首先由平面位错开动形成一系列带状结构，而后在这些窄带中再发生形变孪生或层错。这在一定程度上可以认为是尺度效应发挥了作用。即使在层错能很低的 Cu-

3%Si 合金中，开始阶段位错滑移还是最有效的变形机制，随着带状结构的形成，位错滑移逐渐变得困难，而孪生或层错则成了具有竞争力的变形机制，因而出现大量的形变孪晶和层错。图 21 是 ECAP 过程中 Cu-3%Si 合金中形成的大量形变孪晶的形貌。Cu-3%Si 合金在这一区域主要以孪生变形为主，而在其它几个区域则主要以位错滑移或位错滑移 + 孪生混合变形为主。以上观察充分表明，即使 Cu-3%Si 合金具有很低的层错能，在发生严重变形时也不全部以孪生机制变形，在不同的区域差别很大，说明晶体学取向对低层错能金属的孪生行为也有很大影响。

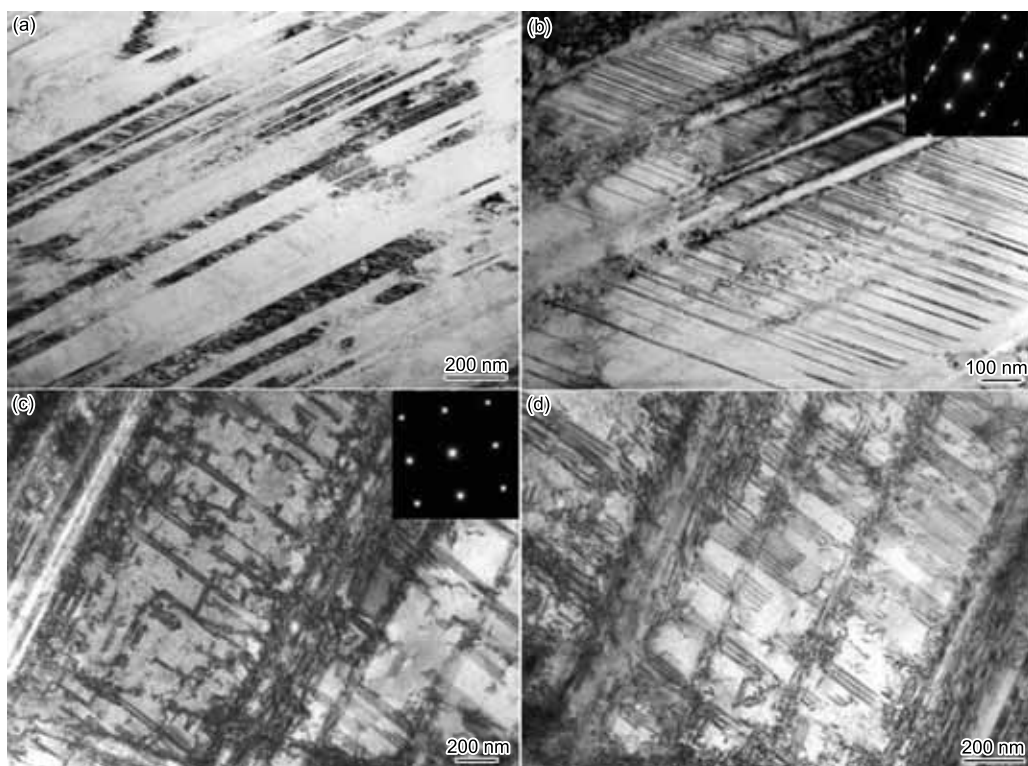


图 20 经一道次 ECAP 后 Cu-3%Si 合金中形成的条带状组织和在这些带中发生孪生和层错的形貌
Fig.20 TEM micrographs of the numerous twins and stacking faults formed within the relatively fine banding structures in the Cu-3%Si alloy after one-pass ECAP

(a, b) fine twins and stacking faults in the band structures
 (c, d) images of stacking faults viewed from the [001] direction

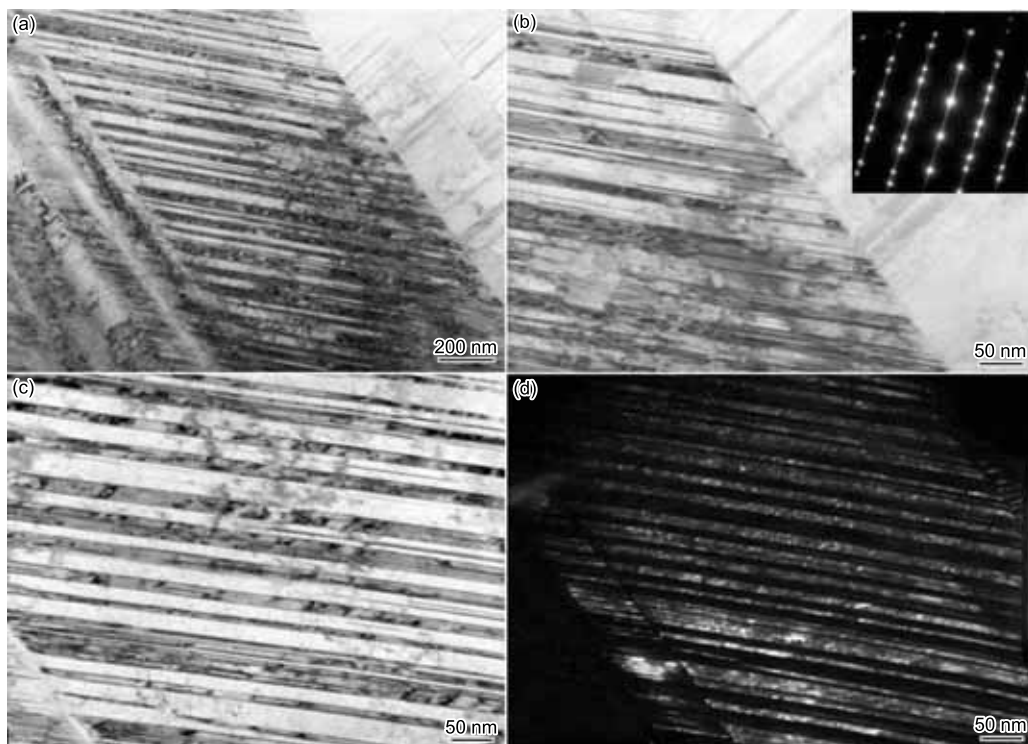


图 21 经一道次 ECAP 挤压后 Cu-3%Si 合金中形成的密集的形成孪晶
Fig.21 Formation of dense deformation twins in Cu-3%Si alloy after one-pass ECAP

(a, b) low and high magnified images of deformation twins
 (c, d) bright and dark images of deformation twins

3.4 影响 fcc 金属形变孪生的因素

fcc 金属的主要滑移位错为 $1/2\langle 110 \rangle$ 刃型位错. 在滑移过程中往往分解为两个 Shockly 不全位错加中间一个层错的扩展位错组态. 在外力情况下, 两个不全位错的距离 d 也将逐渐增加, 可以表示为 [39]

$$d = \frac{G}{8\pi\gamma - \tau b_p} b_p^2 \quad (1)$$

式中, $b_p = a_0/\sqrt{6}$ 为 Shockly 不全位错的 Burgers 矢量, a_0 为晶格常数, G 为剪切模量, γ 为层错能, τ 为所施加的剪切应力. 层错能是金属材料的本征参数, 即内因, 而所施加的切应力则反应了金属材料所处的变形状态, 即外因. 可以看出, 金属中层错的宽度是由内因和外因共同决定的. 从图 22 中曲线变化可以看出, 在特定的金属中, 孪生应力应当大于或等于层错无限扩展的临界应力.

实验表明, 形变孪生只出现在一些特殊取向的晶粒中. 因为晶体滑移系或者孪生系所获得的剪切应力很大程度地受晶粒晶体学取向的控制, 考虑晶体取向的影响后, 式 (1) 中的层错宽度可以表示为

$$d = \frac{G}{8\pi\gamma - m\tau b_p} b_p^2 \quad (2)$$

式中, m 代表剪切因子. 图 23 给出了不同取向 Cu 晶粒中层错宽度随外界切应力变化的曲线. 可以看出, 只有 $m > 0.75$ 的晶粒, 其所需的孪生应力才小于 400 MPa, 而其它取向的晶粒, 孪生应力随剪切因子的减小而迅速增加. 在 Cu 的 ECAP 过程中, 内应力很容易达到 400 MPa 以上 [38]. 因此, 所设计取向的 Cu 单晶体, 在 ECAP 后的组织中会观察到大量的形变孪晶. 但在其它实验条件下, 仅能观察到很少的形变孪晶 [38].

前面的分析中已考虑了层错能和晶体学取向的影响, 据此已经能够解释一些问题, 然而在研究粗晶和纳米晶材料时, 关于晶粒尺寸效应似乎仍然存在着矛盾. 晶粒尺寸

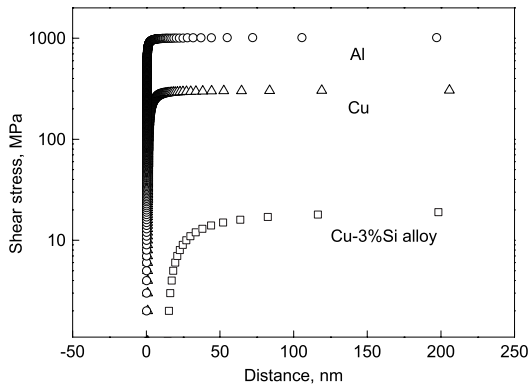


图 22 Al, Cu 和 Cu-3%Si 合金中层错宽度与外界施加切应力的关系

Fig.22 Relationships between the split distance of an extended dislocation and applied shear stress for Al, Cu and Cu-3%Si alloy

效应主要体现在对位错形核和滑移过程的限制作用. 如把晶体学取向、层错能和晶粒尺寸效应综合考虑, 则可以得出相应的孪生应力 τ_T 表达式 [32]

$$\begin{aligned} \tau_T &\geq \tau_{DS} + \tau_{SF} = \frac{Gb_p}{Dm} + \frac{\gamma}{mb_p} \\ &= \frac{1}{m} \left(\frac{Gb_p}{D} + \frac{\gamma}{b_p} \right) \end{aligned} \quad (3)$$

式中, τ_{DS} 为开动一个 F-R 位错源所需的切应力, τ_{SF} 为层错无限扩展的临界应力, D 为超细晶或纳米晶材料的晶粒尺寸. 式 (3) 表明, 层错能和晶粒尺寸效应在不同的尺度下将会起不同的作用, 如图 24 所示. 对于区域 I, 晶粒尺寸效应和晶体学取向共同决定孪生应力的大小. 但在这一区域孪生并不是主导的变形机制, 因为孪生应力已经很高, 而其它一些变形机制可能相对于孪生和滑移会更加容易, 如晶界滑移和晶粒转动等机制 [40,41]. 在区域 II, 孪生应力由层错能、晶粒尺寸和晶体学取向三个因素共同控制, 而在这一区域的变形由滑移和孪生共同来完成. 在区域 III, 孪生应力主要由层错能和晶体学取向来控制, 但孪生应力相对于滑移应力已经很高, 所以这一区域的变形机

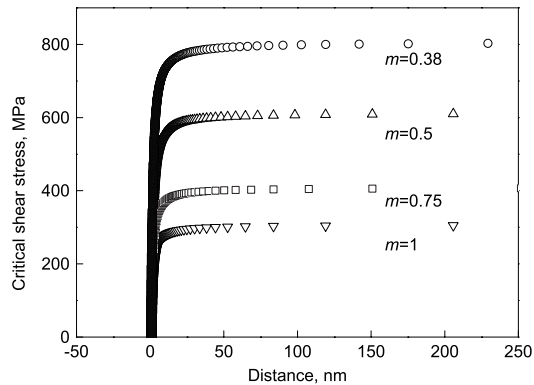


图 23 不同晶体学取向的 Cu 晶粒中层错宽度随外界施加切应力的变化曲线

Fig.23 Plots of the critical shear stress vs split distance of Shockley partials under different values of shear factor (m) for Cu

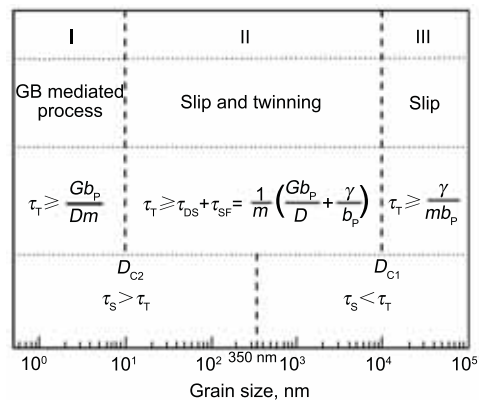


图 24 根据不同尺度下 Cu 的孪生应力的控制因素, 可以分为三个不同的区域

Fig.24 Three regions divided according to the controlling factor of twinning stress in Cu (τ_s —slip stress)

制以位错滑移为主, 而孪生只是在一些特殊情况下的辅助变形方式. 虽然当 Cu 的晶粒尺寸小于 350 nm 时滑移应力将超过孪生应力, 但变形不一定就以孪生为主, 因为晶体取向还会起很重要的作用. 这也是在纳米晶 Cu 变形后只在一些特殊取向的晶粒中观察到形变孪晶的原因. 因此, 滑移和孪生不一定是一种互相竞争的变形机制, 如果应力水平同时达到孪生和滑移移动的要求, 它们将可能会同时启动.

4 层错能对微观结构演化、晶粒细化机制和力学性能的影响

层错能是密排结构金属中最为重要的参数之一, 它不仅决定位错滑移方式, 同时也影响材料的变形机制^[39]. 从上述讨论中可知, 降低 fcc 金属的层错能有助于形成大量形变孪晶. 下面将利用这个机制, 分别选择具有不同层错能的 Cu-Al 合金为研究对象, 系统地研究 ECAP 变形过程中层错能对 Cu-Al 合金微观结构演化、晶粒细化机制和力学性能的影响.

4.1 Cu-Al 合金的微观结构演化

图 25 表明经一道次 ECAP 挤压后, 层错能对于 Cu-Al 合金微观结构和塑性变形的影响^[25]. 随着层错能的降低, 位错组态的形貌从由位错墙分割而成的层状结构逐步转化为平面滑移; 形变孪晶的密度也逐步增加, 在层错能较低的 Cu-Al 合金中可以观察到孪晶交割现象; 微观剪切带也逐步从“铜型”剪切带转变为“黄铜型”剪切带. 在承担塑性变形方面, 随着层错能的降低, 逐步从位错滑移为主转变为形变孪晶为主, 而且剪切带对承担塑性变形起

着越来越重要的作用^[23]. 可以推测, 随着层错能的降低, Cu-Al 合金晶粒细化机制会逐步从位错细化机制转变为孪晶碎化机制.

以具有中、低层错能的 Cu-5%Al(原子分数, 下同)为例, 图 26 为 TEM 观察的 ECAP 一至四道次的微观结构演化. 经过一道次 ECAP 变形后, 如图 26a 所示, 形成了由位错墙分割而成的层状结构, 平均层间距约为 200—400 nm, 层内为拉长的位错胞; 在一些变形晶粒中可以观察到少量的形变孪晶(图 26b). 二道次后, 层状边界间距减小, 平均尺寸约为 100 nm, 同时有一些小尺度剪切带形成(图 26c). 由于层错能的降低和孪晶生长的有利取向, 在一些区域形成了大量相交的孪晶片层, 如图 26d 所示. 三道次后, 拉长的层状结构大量减少. 不同滑移系的开动切割了胞结构和层状结构, 使其演化为相对等轴的亚晶粒(图 26e). 在孪晶片层中可以观察到高密度的位错, 说明这些区域存在着很高的应力集中, 如图 26f 所示. 继续变形, 在这些区域会发生孪晶断裂, 使晶粒细化^[19]. 四道次后, 如图 26g 所示, 从相应的选区衍射可以看出, 大部分区域亚晶粒间的取向差较大, 说明形成了比较均匀的等轴亚晶粒结构. 同时, 在一些超细晶粒内部形成了少量纳米尺度孪晶(图 26h). 因此, 虽然 Cu-5%Al 合金的细化机制主要依赖于位错运动, 但孪晶断裂使细化机制由位错分割向孪晶细化机制转变, 但是整个试样的最终结构还不是很均匀.

以具有很低层错能的 Cu-8%Al 为例, 一道次后, 如图 27a, 大部分形变晶粒内部都形成了丰富的细小变形孪

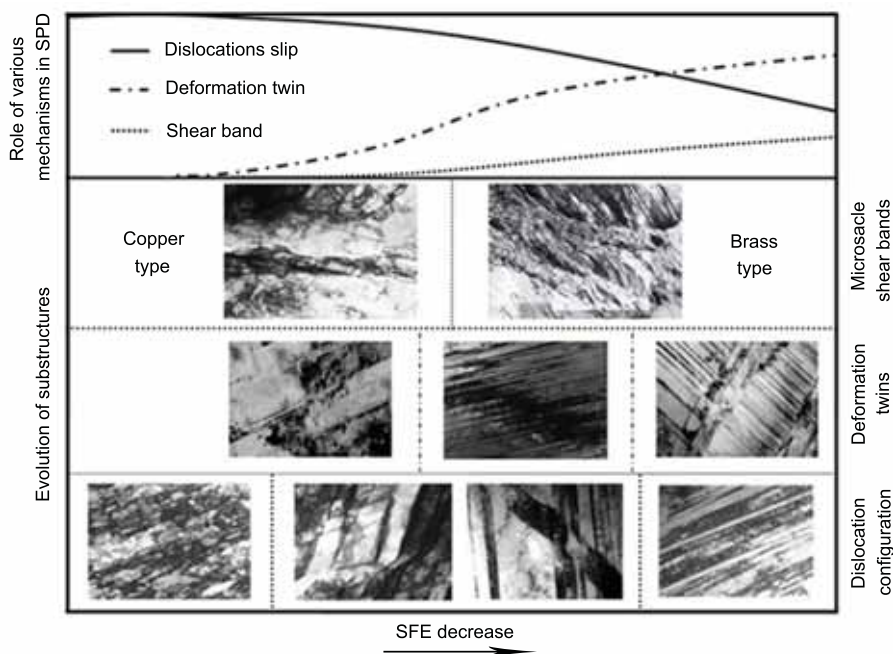


图 25 Cu-Al 合金在严重塑性变形过程中层错能对位错结构、形变孪晶和剪切带演化的影响示意图^[25]

Fig. 25 Schematic diagram showing the influence of stacking fault energy (SFE) on the evolution of dislocation configuration, deformation twins and shear bands in Cu-Al alloy during severe plastic deformation^[25]

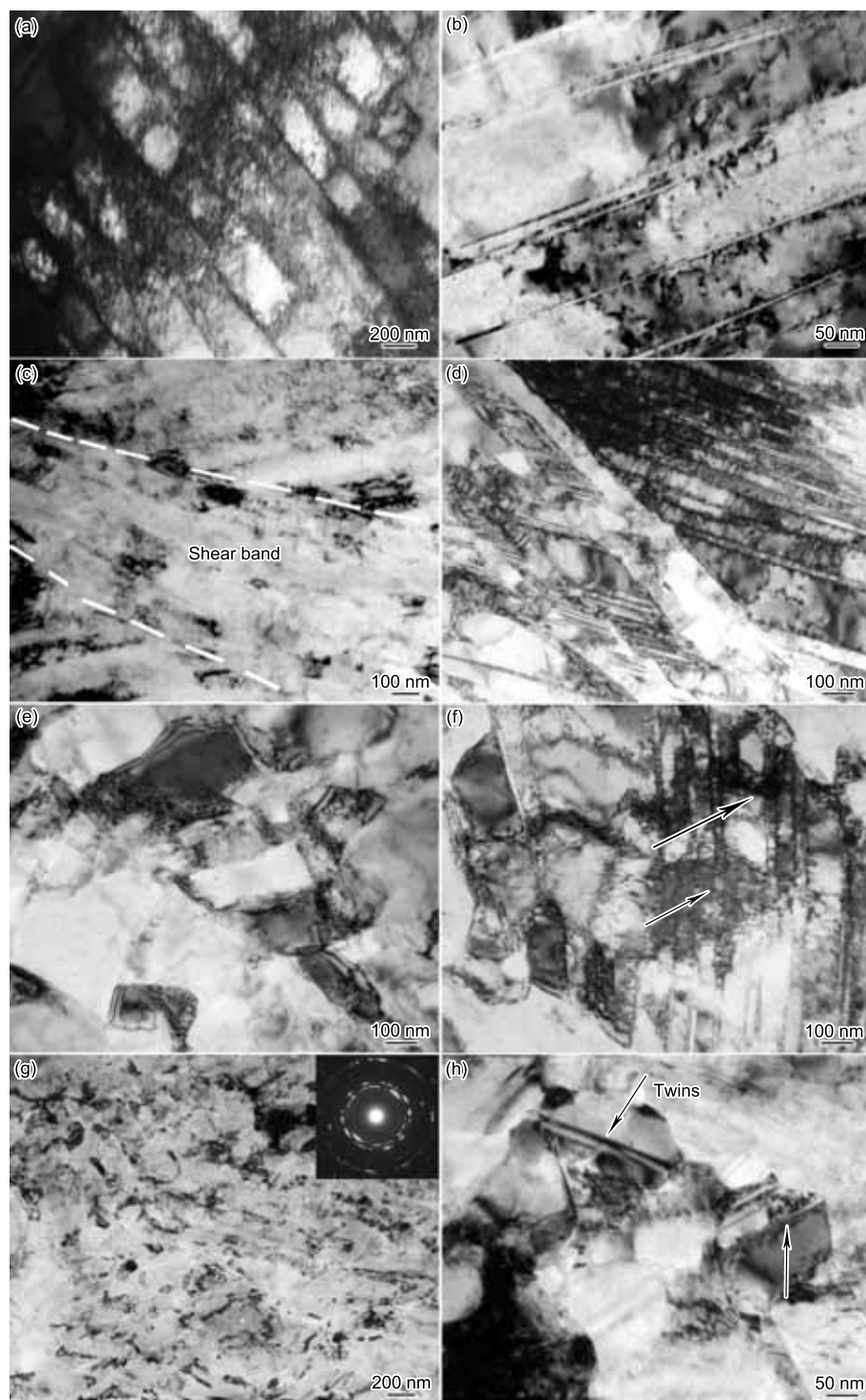


图 26 ECAP 后 Cu-5%Al(原子分数) 合金的组织结构

Fig.26 TEM images of the ECAPed Cu-5%Al (atomic fraction) samples

- (a) 1 pass, elongated subgrains/cells
- (b) 1 pass, a few mechanical twins
- (c) 2 passes, several microscale shear bands shown by dashed line
- (d) 2 passes, twin/matrix (T/M) lamellae subdivide the dislocation configuration
- (e) 3 passes, approximately equiaxed subgrains
- (f) 3 passes, extremely high-density dislocations locating at the T/M lamellae as shown by arrows
- (g) 4 passes, uniformly distributed equiaxed grains
- (h) 4 passes, a few nano-sized twins in ultrafine Cu-5%Al grains indicated by arrows

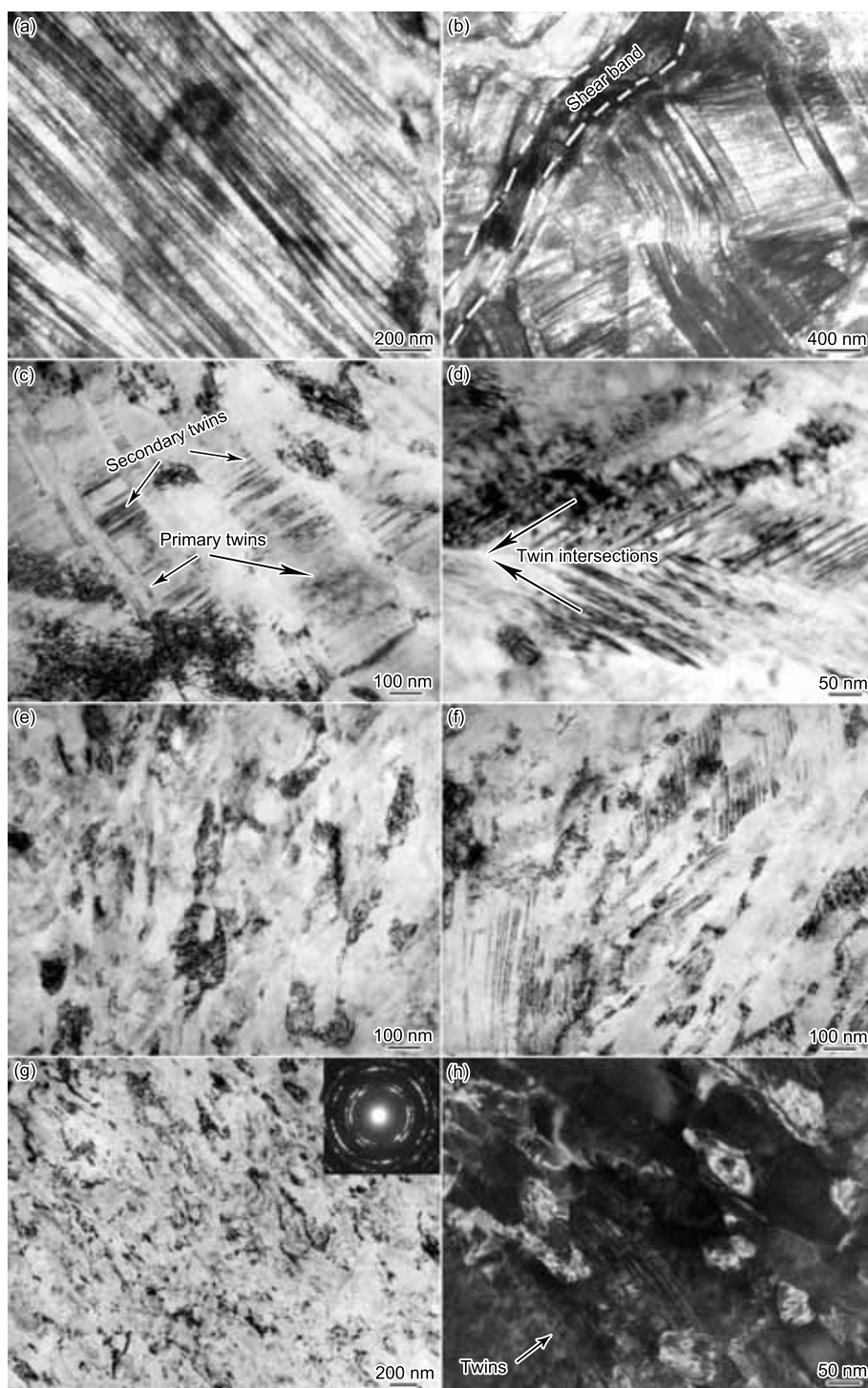


图 27 ECAP 后 Cu-8%Al 合金的组织结构

Fig.27 TEM images of the ECAPed Cu-8%Al samples

- (a) 1 pass, profuse thin mechanical twins
- (b) 1 pass, shear bands
- (c) 2 passes, profuse secondary twins formed in primary twins as indicated by arrows
- (d) 2 passes, twin intersections shown by arrows
- (e) 3 passes, roughly equiaxed grains
- (f) 3 passes, resultant twins
- (g) 4 passes, equiaxed nanocrystallites with random orientations
- (h) 4 passes, the formation of nanograins inside T/M lamellae shown by arrows

晶, 孪晶的宽度约为几十个纳米. 而在一些区域, 如图 27b 所示, 除形变孪晶外, 偶尔也会观察到宽约 400 nm 的剪切带. 二道次后, 如图 27c 和 d 所示, 由于形成了大量的二次孪晶和孪晶交割, 使得孪晶网络更加细化. 三道次后, 如图 27e 和 f 所示, 有较为等轴的亚晶形成. 在亚晶间分布着一些尺寸很小的孪晶束. 在很高的应力作用下, 由于孪晶界与位错的相互作用, 使孪晶发生断裂, 形成纳米尺度晶粒, 导致孪晶的密度有所下降. 四道次后, 如图 27g 所示, 大部分区域形成了等轴纳米尺度晶粒, 相应的选区衍射为几乎连续的环状, 说明纳米晶粒间的取向差很大. 暗场像表明在孪晶片层中形成了大量的等轴纳米晶粒, 这证明孪晶碎裂在晶粒细化中起到了重要作用. 同时 ECAP 变形 Cu-8%Al 合金的最终结构比 Cu-5%Al 合金均匀 [25].

图 28 总结了形成均匀微观结构所需要的 ECAP 道次与层错能的关系. 可以看出, 层错能对材料变形结构演化有两方面的影响: 一方面, 相对高层错能材料, 中等层错能材料中的位错运动能力相对较弱, 具有较低的动力学回复率, 这延缓了均匀微观结构的形成; 另一方面, 形变孪晶使金属材料在变形后具有很细的均匀层状结构, 这些层状结构将通过与位错交互作用或者孪晶交割而发生碎化的方式继续细化, 这些行为加速了均匀分布的纳米晶的形成. 然而, 在 ECAP 变形条件下, 与低层错能材料相比, 中等层错能材料很难形成均匀的孪晶结构. 因此, 在 ECAP 变形过程中, 相对较高或较低层错能材料要比中等层错能材料更容易形成均匀的微观组织 [42].

4.2 平衡晶粒尺寸

早期研究 [2,29,43] 指出, 平衡晶粒尺寸会随层错能 γ 的降低而减小. 伴随晶粒细化机制的转变, ECAP 变形的 Cu-Al 合金随层错能降低, 最小晶粒尺度可以由超细晶粒达到纳米晶粒. 图 29 为根据 ECAP 变形 fcc 金属材料的一些数据 [42-44] 总结的归一层错能 γ/Gb 与最小晶粒尺寸 d_{min}/b 之间的关系图. 可见, 它们之间大致遵循

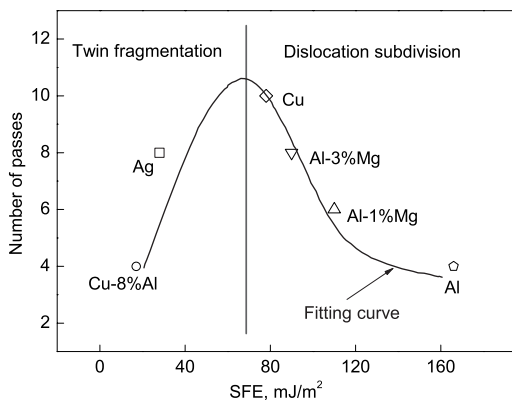


图 28 形成均匀微观结构所需 ECAP 道次与层错能的关系
Fig.28 Relationship between the numbers of ECAP passes and SFE required for homogeneous microstructures

线性关系, 类似的关系也可以在其它变形方式中得到证实, 例如 BM [45] 和 HPT [46]. 然而, 如图 29 所示, 对比两种不同变形方式的斜率值可以得出, ECAP 变形的斜率值显著高于 BM. 这说明随变形程度的加剧, 最小晶粒尺寸 d_{min}/b 受层错能的影响变小. 因此, 无论外部变形条件如何, 最小晶粒尺寸都会随层错能降低而减小. 然而, 层错能 γ/Gb 对最小晶粒尺寸 d_{min}/b 的影响程度, 即斜率值大小, 也取决于外部变形条件的剧烈程度.

4.3 层错能和 Zener-Holloman (Z) 参数对材料结构的影响 [42]

众所周知, 塑性变形机制的选择很大程度上取决于材料的种类、层错能和外部加载条件. 因此, 如同最小晶粒尺寸, 最终变形结构也会受到各种内部和外部因素的影响. 事实上, 应变速率 $\dot{\epsilon}$ 和变形温度 T 对于最终变形结构和力学性能的影响可以用参数 Z (即 $\ln Z$) 表示 [8]. 图 30 总结了大应变 ($\epsilon > 2$) 变形后层错能和 Z 参数对结构的影响. 对于高层错能或低层错能材料, 变形后的结构基本不受外部因素的影响. 高层错能材料变形结构主要包括胞

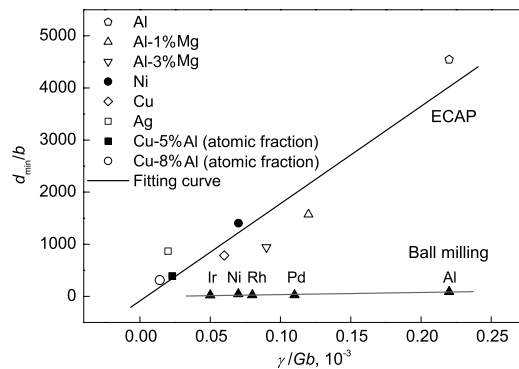


图 29 不同层错能材料 ECAP 变形和球磨变形后的归一化平衡晶粒尺寸
Fig.29 Normalized equilibrium grain size obtained by ECAP and ball milling as a function of the normalized SFE

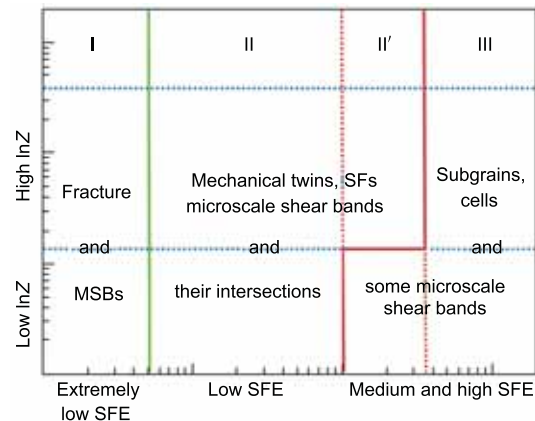


图 30 大型性应变下根据不同的 Z 系数和层错能材料相应的变形结构示意图
Fig.30 Schematic of deformation microstructure map of materials at large plastic strain determined by the relationship between $\ln Z$ and SFE

结构和亚晶。这样的结构主要依靠位错的动态恢复来实现,在胞壁上积聚了大量的位错,而在胞内部几乎没有位错存在。相反,在低层错能材料中,由于位错很容易被分解为两个分位错,形成层错的平面排列,从而导致大量孪晶的形成。因此,在低层错能材料变形结构中存在着大量的形变孪晶、层错、小尺度剪切带以及它们之间的相互作用。而且,对于低层错能材料,由于不能形成更多的小尺度剪切带,在较低 $\ln Z$ 值变形条件下,宏观剪切带也很容易形成,并且穿过整个试样导致材料的剪切开裂。对于中等层错能材料的变形结构,受外部变形条件影响很大。在很缓和的变形条件下, $\ln Z$ 值很低,由于位错活动比较活跃,所以变形结构类似于高层错能材料。相反,如果变形很剧烈, $\ln Z$ 值很高,则位错活动会被抑制,其变形结构趋向于低层错能材料。因此,对于材料的变形机制和相应的变形结构,在某种程度上降低层错能和提高 $\ln Z$ 值能起到同样的作用。

4.4 Cu-Al 合金 ECAP 变形后的拉伸性能

图 31 为 3 种经 0—4 道次 ECAP 处理的 Cu-Al 合金的拉伸工程应力—应变曲线。其中强度包括屈服强度和最高强度。可以看出,在变形的开始阶段,应力急剧增加,进一步变形后增加缓慢,三道次后几乎达到饱和,这与早先的研究结果^[3]一致。ECAP 变形后的 3 种 Cu-Al 合金在拉伸变形的开始阶段就发生了塑性失稳,即缩颈。然而,随着 ECAP 道次的增加,均匀延伸率却略有增加。除此之外,3 种 Cu-Al 合金 1—4 道次的断裂延伸率相对较低,基本保持在 10%—15% 之间。

更为重要的是,在强度和均匀延伸率随 ECAP 道次增加而增加的同时,强度和延伸率也同时随着层错能的降低而增加,如图 32 所示。与文献^[5]中的数据相比,Cu-16%Al 合金(层错能约为 6 mJ/m^2) 尽管只能进行 2 道次的 ECAP 变形,变形后的最高强度和均匀延伸率几乎为超细晶纯 Cu(层错能约为 78 mJ/m^2) 的两倍。这种严重塑性变形 Cu-Al 合金的均匀延伸率随层错能的降低而显著增加,这主要归因于应变硬化率的提高。这说明,通过位错的积聚而获得了加工硬化能力,从而提高了均匀延伸率。因此,可以合理地推测 ECAP 处理后三种 Cu-Al 合金的不同组织结构导致了应变硬化率的不同。此外,通过对 ECAP 制备态的超细晶 Cu-Al 合金进行了进行一系列的退火和拉伸实验发现,Al 含量高的 Cu-Al 合金(层错能较低)的拉伸强度和均匀延伸率均高于 Al 含量低的合金,这进一步证实了层错能对合金强度和塑性的重要作用,如图 33 所示^[26]。

结合前人研究的结果^[47-50],图 34 表达了力学性能与微观变形结构之间的关系。通过严重塑性变形,可以增加材料的位错和晶界密度,进而提高材料的强度。然而这

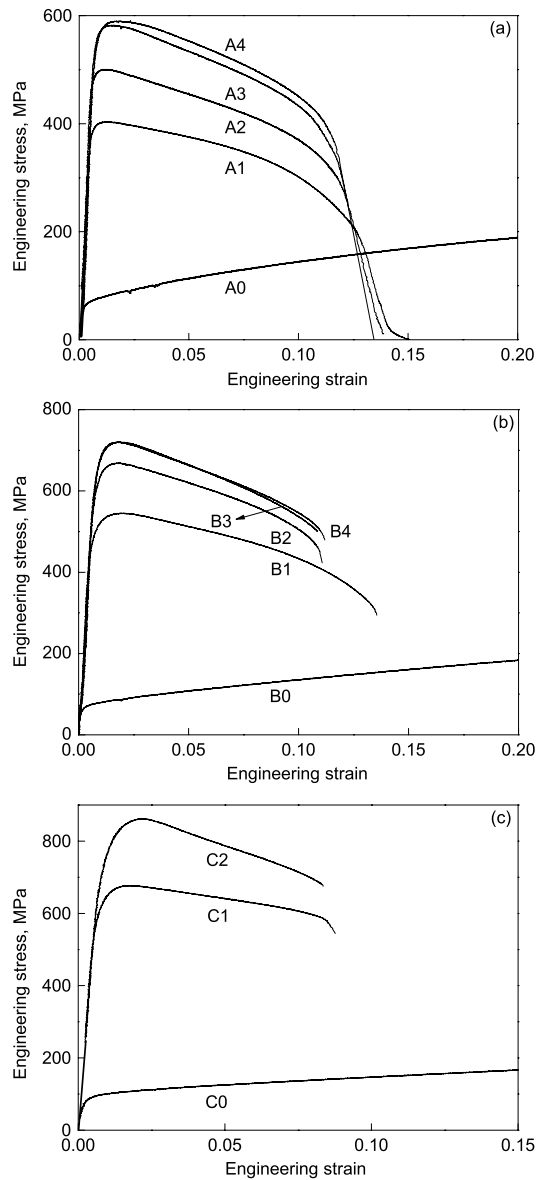


图 31 ECAP 前后 Cu-Al 合金的拉伸工程应力—应变曲线
Fig.31 Tensile engineering stress-strain curves of Cu-Al alloys before and after ECAP
(a) Cu-5%Al ECAPed by 0 (A0), 1 (A1), 2 (A2), 3 (A3) and 4 passes (A4)
(b) Cu-8%Al ECAPed by 0 pass (B0) to 4 passes (B4)
(c) Cu-16%Al ECAPed by 0 pass (C0) to 2 passes (C2)

不可避免地会损失材料的塑性。对比强度与塑性之间的倒置关系,可以通过不同的加工方法,引入大量的孪晶和层错,从而同时提高材料的强度和塑性。这些结果不仅丰富了层错能对超细晶金属材料塑性变形机制、晶粒细化和强韧化机制影响的理解,同时也加深和拓展了对超细晶金属材料组织与力学性能关系的理解,并对超细晶材料组织和性能的控制、优化具有一定的参考价值。

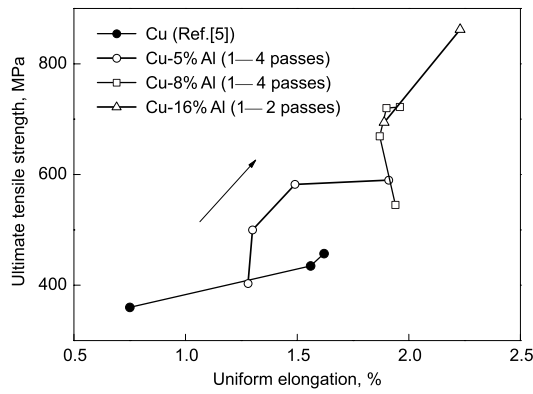


图 32 不同 ECAP 道次下纯 Cu 和 Cu-Al 合金的拉伸最高强度和均匀延伸率关系

Fig.32 Relationships between ultimate tensile stress and uniform elongation of Cu and Cu-Al alloys with the numbers of pressing

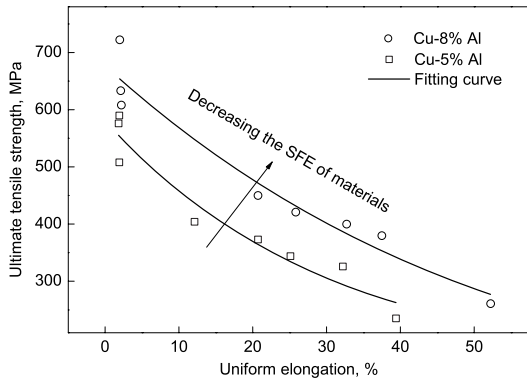


图 33 层错能对 Cu-Al 合金强度 - 塑性匹配性的影响

Fig.33 Effect of decreasing SFE on the strength-ductility combination of Cu-Al alloy

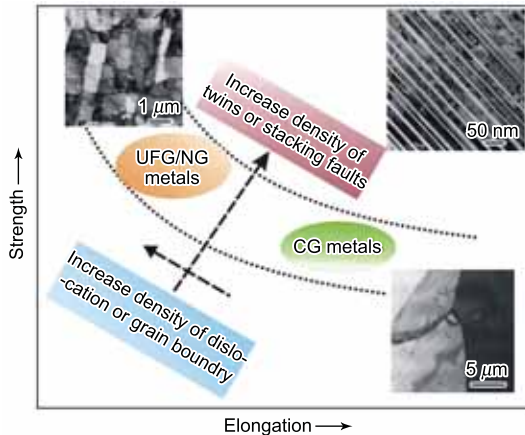


图 34 在不同加工条件下材料的结构与力学性能之间的关系

Fig.34 Relationship between mechanical properties and microstructures of materials processed by various techniques

5 结论与展望

(1) 单晶体的初始取向对其在 ECAP 过程中的位错结构演化和晶粒细化有重要的影响。根据不同取向单晶体

在 ECAP 中的变形特点，可以认为沿垂直于模具对角的面的切应力在变形中也起重要作用。

(2) 四个 Cu 双晶体晶界在 ECAP 过程中的演化过程，尤其是具有 45° 晶界和 135° 晶界的双晶体的变形，充分表明沿垂直于模具对角的面的剪切在 Cu 双晶体的 ECAP 中同样具有重要的作用。

(3) 通过特殊设计 Cu 单晶体和 Al 单晶体的取向，结合铸态 Cu-3%Si 合金在 ECAP 过程中的形变孪生行为，从基本的位错理论出发，全面分析了控制 fcc 金属形变孪生的若干因素，表明 fcc 金属形变孪生所需的孪生应力由层错能、晶粒尺寸和晶体学取向三方面因素共同决定。在不同的尺度下，控制 fcc 金属形变孪生的主要因素是不同的。

(4) 利用具有不同层错能的 Cu-Al 合金揭示了在 ECAP 变形中，随着层错能的降低，晶粒细化机制由位错分割转化为孪晶分裂机制，变形后材料的极限晶粒尺寸减小。Cu-Al 合金大塑性变形后的微观结构分析表明，具有较高或较低层错能材料，变形后的结构受外部变形条件影响较小，更容易形成均匀结构。反之，具有中等层错能材料变形后的结构受外部变形条件影响较大。通过降低层错能，可以使 Cu-Al 合金的强度和塑性同时提高。此外，退火和拉伸实验表明，随层错能的降低，Cu-Al 合金的强度 - 塑性匹配性明显提升。

(5) 历经 20 余年的研究和探索，材料科学工作者在超细晶和纳米晶材料的制备工艺、微观结构表征、形变机制和力学性能等方面取得了长足的进步，尤其是在微观结构与力学性能的关系方面有了较为深入的理解。然而，超细晶和纳米晶材料普遍存在强度与塑性之间倒置关系的问题，这也是阻碍超细晶和纳米晶材料广泛应用的主要原因之一。因此，强韧化成为超细晶和纳米晶材料研究的关键性科学问题，这也必将成为材料科学家和工程师们不断追求的目标。

参考文献

- [1] Gleiter H. *Prog Mater Sci*, 1989; 33: 223
- [2] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. *Prog Mater Sci*, 2000; 45: 103
- [3] Valiev R Z, Langdon T G. *Prog Mater Sci*, 2006; 51: 881
- [4] Valiev R Z, Korznikov A V, Mulyukov R R. *Mater Sci Eng*, 1993; A168: 141
- [5] Torre F D, Lapovok R, Sandlin J, Thomson P F, Davies C H J, Pereloma E V. *Acta Mater*, 2004; 52: 4819
- [6] Zhilyaev A P, Langdon T G. *Prog Mater Sci*, 2008; 53: 893
- [7] Saito Y, Utsunomiya H, Tsuji N, Sakai T. *Acta Mater*, 1999; 47: 579
- [8] Li Y S, Tao N R, Lu K. *Acta Mater*, 2008; 56: 230
- [9] Cui G R, Ma Z Y, Li S X. *Acta Mater*, 2009; 57: 5718
- [10] Segal V M. *Mater Sci Eng*, 1995; A197: 157
- [11] Segal V M. *Mater Sci Eng*, 2003; A345: 36

- [12] Wang Z G, Wu S D, Jiang C B, Liu S M, Alexandrov I V. *Proc Fatigue*, vol.3, West Midlands: Engineering Advisory Services, 2002: 1541
- [13] Fukuda Y, Oh-ishi K, Furukawa M, Horita Z, Langdon T G. *Mater Sci Eng*, 2006; A420: 79
- [14] Fukuda Y, Oh-ishi K, Furukawa M, Horita Z, Langdon T G. *Acta Mater*, 2004; 52: 1387
- [15] Miyamoto H, Erb U, Koyama T, Mimaki T, Vinogradov A, Hashimoto S. *Philos Mag Lett*, 2004; 84: 235
- [16] Zhu Y T, Lowe T C. *Mater Sci Eng*, 2000; A291: 46
- [17] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon T G. *Acta Mater*, 1997; 45: 4733
- [18] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon T G. *Acta Mater*, 1998; 46: 3317
- [19] Tao N R, Lu K. *Scr Mater*, 2009; 60: 1039
- [20] An X H, Han W Z, Huang C X, Zhang P, Yang G, Wu S D, Zhang Z F. *Appl Phys Lett*, 2008; 92: 201915
- [21] Wang Y M, Ma E. *Acta Mater*, 2004; 52: 1699
- [22] Zhao Y H, Zhu Y T, Liao X Z, Horita Z, Langdon T G. *Appl Phys Lett*, 2006; 89: 121906
- [23] Han W Z. *PhD Thesis*, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2008
(韩卫忠. 中国科学院金属研究所博士论文, 沈阳, 2008)
- [24] Qu S. *PhD Thesis*, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang, 2009
(屈伸. 中国科学院金属研究所博士论文, 沈阳, 2009)
- [25] An X H, Lin Q Y, Qu S, Yang G, Wu S D, Zhang Z F. *J Mater Res*, 2009; 24: 3636
- [26] An X H, Qu S, Wu S D, Zhang Z F. *J Mater Res*, submitted
- [27] Han W Z, Zhang Z F, Wu S D, Li S X. *Acta Mater*, 2007; 55: 5889
- [28] Han W Z, Yang H J, An X H, Yang R Q, Li S X, Wu S D, Zhang Z F. *Acta Mater*, 2009; 57: 1132
- [29] Zhang Z F, Wang Z G. *Acta Mater*, 2003; 51: 347
- [30] Zhang Z F, Wang Z G. *Prog Mater Sci*, 2008; 53: 1025
- [31] Yamakov V, Wolf D, Phillpot S R, Mukherjee A K, Gleiter H. *Acta Mater*, 2001; 49: 2713
- [32] Han W Z, Zhang Z F, Wu S D, Li S X. *Philos Mag*, 2008; 88: 3011
- [33] Han W Z, Wu S D, Li S X, Zhang Z F. *Appl Phys Lett*, 2008; 92: 221909
- [34] Han W Z, Cheng G M, Li S X, Wu S D, Zhang Z F. *Phys Rev Lett*, 2008; 101: 115505
- [35] Han W Z, Wu S D, Huang C X, Li S X, Zhang Z F. *Adv Eng Mater*, 2008; 10: 1110
- [36] Christian J W, Mahajan S. *Prog Mater Sci*, 1995; 39: 1
- [37] Venables J A. *Philos Mag*, 1961; 6: 379
- [38] Hang C X, Wang K, Wu S D, Zhang Z F, Li G Y, Li S X. *Acta Mater*, 2006; 54: 655
- [39] Hirth J P, Lothe J. *Theory of Dislocations*. 2 Ed., John Wiley & Son Inc., Canada, 1982: 1
- [40] Shan Z W, Stach E A, Wieszorek J M K, Knapp J A, Follstaedt D M, Mao S X. *Science*, 2004; 305: 654
- [41] Van Swygenhoven H. *Science*, 2002; 296: 66
- [42] Qu S, An X H, Yang H J, Huang C X, Yang G, Zang Q S, Wang Z G, Wu S D, Zhang Z F. *Acta Mater*, 2009; 57: 1586
- [43] Komura S, Horita Z, Nemoto M. *J Mater Res*, 1999; 14: 4044
- [44] Zhilyaev A P, Kim B K, Szpunar J A. *Mater Sci Eng*, 2005; A391: 377
- [45] Mohamed F A. *Acta Mater*, 2003; 51: 4107
- [46] Balogh L, Ungár T, Zhao Y H, Zhu Y T, Horita Z, Xu C, Langdon T G. *Acta Mater*, 2008; 56: 809
- [47] Lu L, Shen Y, Chen X, Qian L, Lu K. *Science*, 2004; 304: 422
- [48] Lu L, Chen X, Huang X, Lu K. *Science*, 2009; 323: 607
- [49] Shen Y, Lu L, Lu Q H, Jin Z H, Lu K. *Scr Mater*, 2005; 52: 989
- [50] Li Y S, Zhang Y, Tao N R, Lu K. *Acta Mater*, 2009; 57: 761