

等通道转角挤压 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的 循环形变行为*

刘世民 王中光

(中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 110016)

摘要 等通道转角挤压 (ECAP) 方法制备的 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金主要由晶粒小于 $1\ \mu\text{m}$ 的等轴晶组成。循环形变时, ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金在应变幅较小时先出现短暂软化, 然后持续硬化; 在应变幅较大时持续软化直至断裂。ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的 Coffin-Manson 曲线近似一条直线。这些特性均与文献报道的峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金有所不同。

关键词 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金, 疲劳, 等通道转角挤压, 峰时效

中图法分类号 TG111.8, TG146 文献标识码 A 文章编号 0412-1961(2004)03-0225-05

CYCLIC DEFORMATION BEHAVIOR OF ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr ALLOY

LIU Shimin, WANG Zhongguang

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

Correspondent: WANG Zhongguang, professor, Tel: (024)83978870, Fax: (024)23891320,

E-mail: zhgwang@imr.ac.cn

Supported by National Key Basic Research and Development Programme of China (No.G19990650)

Manuscript received 2003-03-31, in revised form 2003-06-09

ABSTRACT Equal-channel angular pressed (ECAP) Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy mainly consists of near equi-axial grains with size smaller than $1\ \mu\text{m}$. ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy cyclically softens continuously to failure at higher strain amplitude of $\Delta\varepsilon_p/2 = 5.5 \times 10^{-3}$, but cyclically softens initially and then harden continuously to failure at lower strain amplitudes of $\Delta\varepsilon_p/2 = 5 \times 10^{-4} \sim 2.6 \times 10^{-3}$. The Coffin-Manson curve of the ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy shows an ideal straight line. All these properties are different from those reported previously for the conventional peak-aged Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy.

KEY WORDS Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy, fatigue, Equal-channel angular pressing (ECAP), peak-age

等通道转角挤压技术 (ECAP) 是近年来发展起来的一种材料制备方法, 它使材料在横截面不变的情况下经受比较大的塑性变形。由于横截面不变, 材料可以经过多次挤压而产生很大的塑性变形。该方法制备的材料, 晶粒通常在 $100\ \text{nm} \sim 1\ \mu\text{m}$ 之间, 机械性能和物理性能与常规材料有所不同^[1]。等通道转角挤压技术已经大量应用于各种材料。但研究工作多集中于力学性能和微结构演化, 疲劳性能及循环形变的研究仅限于纯 Cu^[2-5], 工业纯 Ti^[6] 和 5056 Al-Mg 合金^[7,8]。

Al-Li 合金是含有可被位错切过的第二相沉淀强化材料, 因而被看作典型的平面滑移材料。本文对等通道转角挤压技术制造的 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的疲劳性能进行了研究。

1 实验方法

实验所用合金的成分 (质量分数, %) 为: Li 2.55, Cu 1.55, Mg 1.13, Zr 0.13, Fe 0.12, Si 0.11, 其余为 Al。挤压模具如图 1 所示, 每次挤压产生等效应变 $\varepsilon \approx 1$ 。挤压用的料棒为直径 $10\ \text{mm}$, 长 $80\ \text{mm}$ 的圆棒, 挤压前经过淬火处理。挤压在 $270\ \text{C}$ 下进行, 每次挤压前 $20\ \text{min}$ 放入料棒以保证达到热平衡。对每个料棒连续挤压 4 次, 每次挤压后将料棒沿挤压轴旋转 180° 后进行下一次挤压。用电火花技术从制备的料棒上截取截面为 $3\ \text{mm} \times 4\ \text{mm}$ 的疲

* 国家重点基础研究规划发展资助项目 G19990650

收到初稿日期: 2003-03-31, 收到修改稿日期: 2003-06-09

作者简介: 刘世民, 男, 1974 年生, 博士生

劳试样和截面为 $1.5\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 的拉伸试样, 表面经细砂纸磨光以避免应力集中. 疲劳实验和拉伸实验在 MTS 液压伺服疲劳试验机上进行. 疲劳实验采用恒定总应变控制方式, 波形为三角波, 总应变幅为 10^{-3} — 10^{-2} , 频率为 1 Hz . 采用半寿命 $N_f/2$ 时的塑性应变幅 $\Delta\varepsilon_p/2$ 与寿命值 N_f 构成 Coffin-Manson 曲线. 垂直于挤压方向切割透射电镜样品, 机械减薄至 $60\text{ }\mu\text{m}$ 后, 进一步用 25% 硝酸 + 75% 甲醇溶液在 $-20\text{ }^\circ\text{C}$ 下进行电解双喷减薄. 透射电镜观察在 JEM 2000FX II 上进行, 工作电压为 200 kV . 疲劳断口观察在扫描电镜上进行.

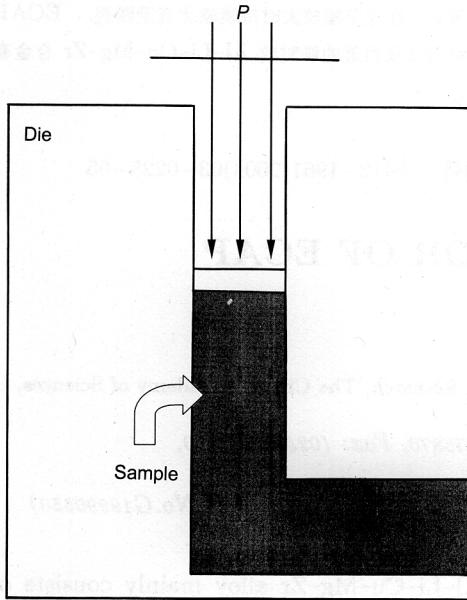


图 1 ECAP 过程示意图

Fig.1 Schematic illustration of the ECAP

2 实验结果与讨论

2.1 微观组织观察

已有大量文献对 ECAP 过程中纯 Al 的结构演化进行了详细地报道^[9,10]. 一般认为, 当材料经过一次等通道挤压时, 获得狭长的亚结构; 当材料经过多次等通道挤压, 可能获得等轴晶. 图 2a 为 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的微观组织照片, 可以看到晶粒尺寸小于 $1\text{ }\mu\text{m}$. 而传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的晶粒一般在 $40\text{ }\mu\text{m}$ 左右^[11]. 与一般 ECAP 材料不同, 实验中 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的晶粒内部位错较少, 由图 2b 可以看到粗大的 δ' 沉淀相. 这些都是由于 ECAP 过程是在较高温度进行, 发生了动态回复及部分 δ' 沉淀相的长大. 图 3 给出了传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金中的 δ' 沉淀相的 TEM 暗场像以作对比^[12].

2.2 单向拉伸力学性能及循环应力响应

表 1 给出了 ECAP 及传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的单向拉伸力学性能. 纯金属通过 ECAP 过程可以获得高强度, 这是由于 ECAP 过程使晶粒细化, 晶内

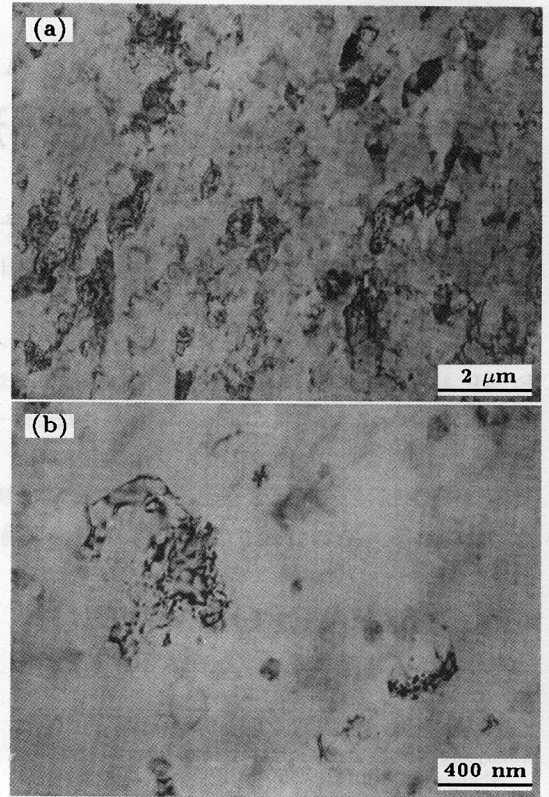


图 2 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的微观组织

Fig.2 TEM morphologies of ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy

(a) equi-axial grains and subgrains formed, only little amount of dislocations in grains and grain size not over $1\text{ }\mu\text{m}$

(b) δ' precipitates with larger size

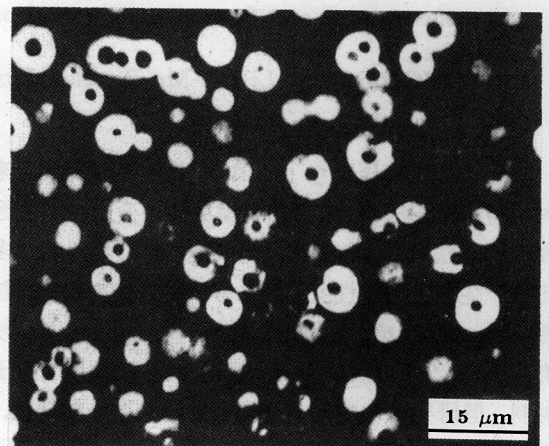


图 3 传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金中的 δ' 沉淀相

Fig.3 Dark field TEM image showing δ' precipitates with little size in conventional peak-aged Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy^[12]

和晶界附近位错密度增高^[1]. 工业用合金很难通过 ECAP 方法提高材料强度, 这是因为工业用合金的高强

表 1 ECAP 和传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的拉伸性能

Table 1 Tensile properties of ECAP and conventional peak-aged Al-Li-Cu-Mg-Zr alloys

Sample	σ_y , MPa	σ_u , MPa	El, %
ECAP	213	330	9
Peak-aged ^[12]	393	485	7

度主要由沉淀相提供, 而且材料强度对沉淀相的种类和尺寸非常敏感. ECAP 过程可以使材料的晶粒细化, 但很难得到峰时效时沉淀相的种类和尺寸. Furukawa 等^[13]指出在 Al-Li 合金峰时效态中, δ' 沉淀相直径小于 50 nm, 位错切过 δ' 沉淀相, 材料强度较高; 在过时效态中, δ' 沉淀相直径大于 50 nm, 位错绕过 δ' 沉淀相, 材料强度降低. 本实验中 ECAP 样品的强度低于传统峰时效样品的强度, 也是由于在较高温度下的 ECAP 过程使得合金中 δ' 沉淀相长大, 超过临界尺寸, 位错不再切过而是绕过 δ' 沉淀相, 从而造成了材料的强度下降.

已有的研究表明, 多数 ECAP 材料在经受循环变形时, 均表现出明显的循环软化特征^[3,8]. 软化是由于挤压过程使得样品位错密度增大, 疲劳时大量位错发生湮灭, 位错密度降低, 从而引起软化. 实验中 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的循环应力响应表现得异常复杂, 这是样品中的晶界、位错和 δ' 沉淀相共同作用造成的. 图 4a 是 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金在恒定总应变幅控制下的循环应力响应曲线. 由图可见, 无论应变幅大小, ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金在循环变形的最初几周均出现短暂软化, 随后的应力响应随应变幅的不同而表现出不同的趋势: 应变幅较小时样品硬化直至断裂; 应变幅较大时样品继续软化直至断裂. 最初的软化与多数 ECAP 材料的循环软化一样, 是由于循环变形过程位错湮灭引起位错密度降低引起的. 只是由于实验中 ECAP 过程的温度较高, 材料发生了一定程度的动态回复, 所以位错密度不如多数 ECAP 材料那样高, 循环几周就达到了平衡.

ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金在应变幅较小时的硬化可能是由于粗大的 δ' 沉淀相被位错绕过, 留下环绕 δ' 沉淀相的位错环的缘故. 由于 δ' 沉淀相直径大于临界尺寸, 位错绕过而不是切过 δ' 沉淀相, 其循环应力响应也不同于传统峰时效材料. 图 4b 表明, 传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金在经受拉压对称循环变形时, 先出现短暂硬化, 然后一直软化直至断裂^[14]. 短暂硬化是由于原始态位错密度很低, 疲劳初期位错增殖, 相互缠结以及位错与沉淀强化相相互作用引起硬化; 随后的软化则是由于循环变形过程位错反复切割有序沉淀强化相 δ' , 使得沉淀相变得无序, 有序强化失去而引起软化.

含有不被位错切过的沉淀相的合金在经受循环变

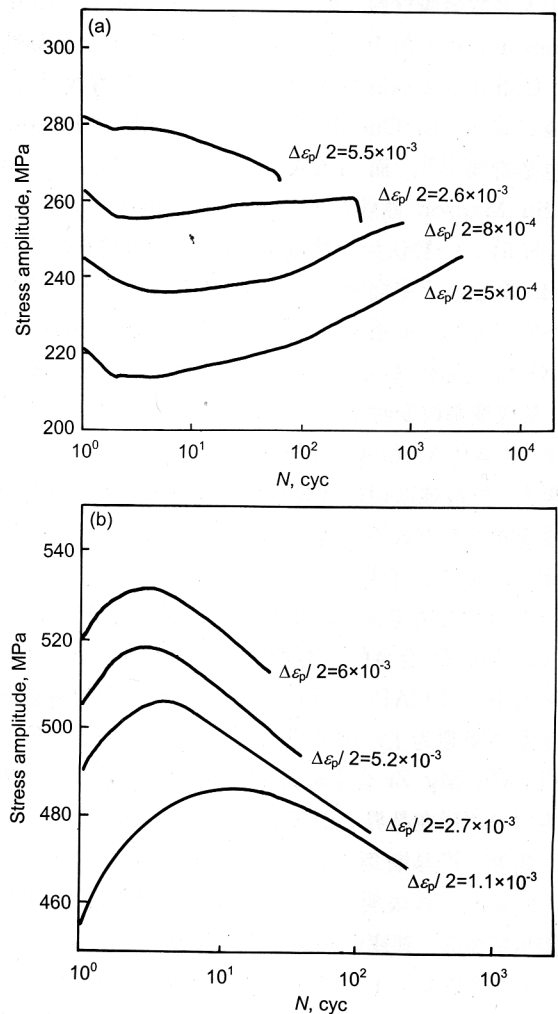


图 4 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金和传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的循环应力响应曲线^[14]

Fig.4 Curves of cyclic stress response of ECAP (a) and conventional peak-aged^[14] (b) Al-Li-Cu-Mg-Zr alloys

时一般表现为循环硬化并达到饱和^[15]. Stolz 和 Pineau^[16]发现含有不被位错切过的 γ' 沉淀相的 WASPALLOY 合金循环变形时先硬化然后软化, 并认为裂纹萌生导致材料的软化. 前面提到的机制均不能很好解释 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金在应变幅较大时出现的循环软化. 软化很可能是由于应变幅较大时位错穿过一些高能晶界引起的. 正如 Valiev 等^[17]指出, ECAP 材料中的晶界处于高能非平衡态, 当所加的应变幅比较大时, 很容易被位错切过.

2.3 Coffin-Manson 曲线及疲劳断裂方式

材料低周疲劳的 Coffin-Manson 关系, 即塑性应变幅与载荷反向次数之间的经验关系, 通常表达为

$$\Delta\epsilon_p/2 = \epsilon'_f (2N_f)^c$$

其中 $\Delta\epsilon_p/2$ 是塑性应变幅, ϵ'_f 是疲劳延性系数, $2N_f$ 是发生破坏的载荷反向次数, c 是疲劳延性指数. 该式适

用于大多数金属材料, 当用双对数坐标绘图时, Coffin-Manson 曲线近似为直线. 但对于很多高强度、低韧性材料, Coffin-Manson 曲线表现为折线而不是直线^[18]. 传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的 Coffin-Manson 曲线也是折线^[14], 而 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的 Coffin-Manson 曲线与通常金属材料相同, 近似一条直线(图 5). 一般认为可被位错切过的 δ' 沉淀相的存在使 Al-Li 合金在应变幅较大时以均匀变形为主, 而在应变幅较小时以非均匀变形为主^[14]. Sanders 和 Starke^[19] 提出 Al-Li 合金的 Coffin-Manson 曲线之所以出现斜率变化, 与应变幅改变时变形方式的改变有着密切的关系. 而对于 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金, 由于 δ' 沉淀相过于粗大, 位错难以切过沉淀相而采取绕过方式, 因而应变幅改变时变形方式不会改变, 都是均匀变形, 所以 Coffin-Manson 曲线是直线.

变形方式决定材料的断裂方式. 图 6 是 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的疲劳断口照片. 可以看出, 无论应变幅大小, ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的断裂方式均以沿晶断裂为主. 这是因为无论应变幅大小, ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金都是位错绕过 δ' 相的均匀变形, 滑移均匀作用在晶界上引起沿晶断裂.

此外, 沿晶断裂方式还与材料中的大角晶界较多有关. 此前的工作表明^[20], 同样的材料只经过 1 次等通道转角挤压时, 其疲劳断裂方式穿晶断裂, 看不到沿晶特征. 这主要是由于 1 次挤压产生的晶界多为小角晶界, 滑移易穿过晶界进入邻近晶粒, 因而不容易产生裂纹, 最终导致穿晶断裂, 而 4 次挤压产生了较多的大角晶界, 滑移不容易穿过晶界, 位错在晶界堆积产生疲劳裂纹, 最终导

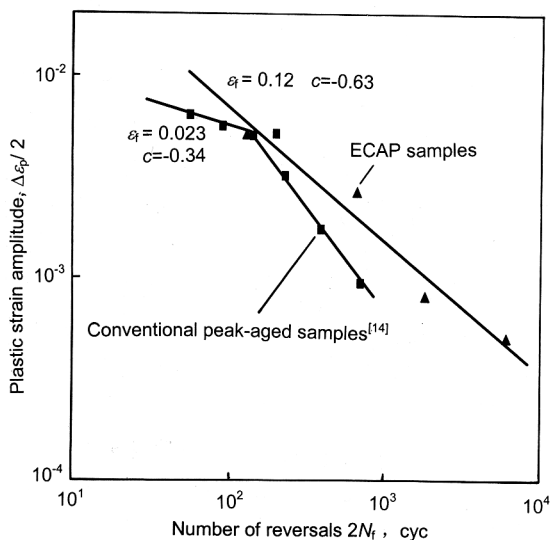


图 5 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金和传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的 Coffin-Manson 曲线

Fig.5 Coffin-Manson plots of ECAP and conventional peak-aged Al-Li-Cu-Mg-Zr alloys

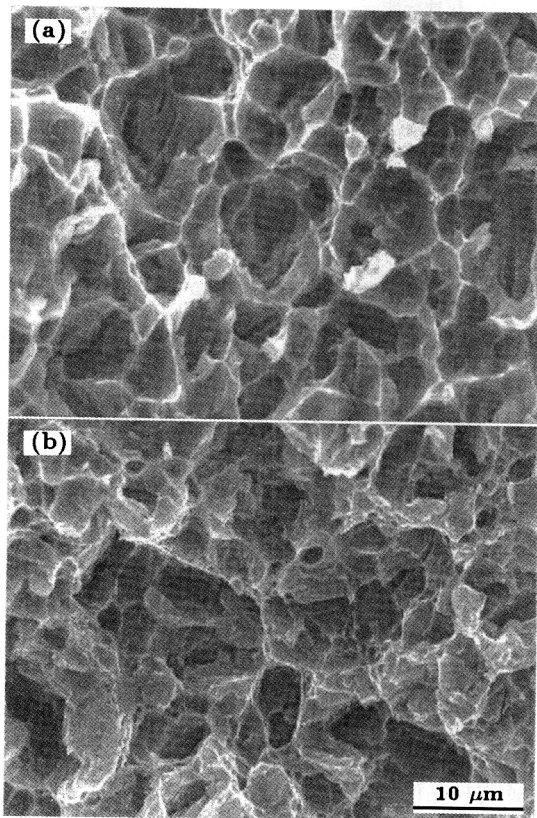


图 6 ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的疲劳断口形貌

Fig.6 SEM micrographs of fatigue fracture surface of ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr alloy, indicating intergranular fracture at different strain amplitudes (a) $\Delta\epsilon_p/2 = 5.5 \times 10^{-3}$ (b) $\Delta\epsilon_p/2 = 8 \times 10^{-4}$

致沿晶断裂. Zhang 和 Wang^[21] 的工作也表明, Cu 双晶循环形变时, 驻留滑移带容易穿过小角晶界, 却难以穿过大角晶界, 位错在大角晶界堆积导致沿晶断裂.

3 结论

(1) ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金主要由晶粒小于 $1 \mu\text{m}$ 的等轴晶组成.

(2) 循环形变时, ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金在应变幅较小时先出现短暂软化, 然后持续硬化; 在应变幅较大时持续软化直至断裂.

(3) 与传统峰时效 Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金不同, ECAP Al-Li-Cu-Mg-Zr 合金的 Coffin-Manson 曲线近似一条直线.

参考文献

- [1] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. *Prog Mater Sci*, 2000; 45: 103
- [2] Vinogradov A, Kaneko Y, Kitagawa K, Hashimoto S, Stolyarov V, Valiev R. *Scr Mater*, 1997; 36: 1345
- [3] Agnew S R, Weertman J R. *Mater Sci Eng*, 1998; A244:

- 145
- [4] Wu S D, Wang Z G, Jiang C B, Li G Y. *Philos Mag Lett*, 2002; 82: 559
- [5] Wu S D, Wang Z G, Jiang C B, Li G Y, Alexandrov I V, Valiev R Z. *Scr Mater*, 2003; 48: 1605
- [6] Stolyarov V V, Alexandrov I V, Kolobov Yu R, Zhu M, Zhu Y, Lowe T, Valiev R Z. In: Wu X R, Wang Z G eds, *Proc of the 7th Int Fatigue Congress*, Beijing: Higher Education Press, 1999; 3: 1435
- [7] Patlan V, Vinogradov A, Higashi K, Kitagawa K. *Mater Sci Eng*, 2001; A300: 171
- [8] Vinogradov A, Nagasaki S, Patlan V, Kitagawa K, Kawazoe M. *Nano Struct Mater*, 1999; 11: 925
- [9] Chang C P, Sun P L, Kao P W. *Acta Mater*, 2000; 48: 3377
- [10] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon T G. *Acta Mater*, 1998; 46: 3317
- [11] Venkateswara Rao K T, Ritchie R O. *Mater Sci Technol*, 1989; 5: 882
- [12] Wang Z G, Zhang Y, Hu Z Q, He S Y, Li Q J. *Acta Metall Sin*, 1992; 28A: 230
(王中光, 张 匀, 胡壮麒, 何世禹, 李清健. 金属学报, 1992; 28A: 230)
- [13] Furukawa M, Miura Y, Nemoto M. *Trans JIM*, 1985; 26: 230
- [14] Srivatsan T S, Coyne E J Jr. *Mater Sci Technol*, 1989; 5: 548
- [15] Calabrese C, Laird C. *Mater Sci Eng*, 1974; 13: 159
- [16] Stoltz R E, Pineau A G. *Mater Sci Eng*, 1978; 34: 275
- [17] Valiev R Z, Kozlov E V, Ivanov Y F, Lian J, Nazarov A A, Baudalet B. *Acta Metall Mater*, 1994; 42: 2467
- [18] Coffin L F Jr. *J Mater*, 1971; 6: 388
- [19] Sanders T H Jr, Starke E A Jr. *Metall Trans*, 1976; 7: 1407
- [20] Liu S M, Wang Z G. *Scr Mater*, 2003; 48: 1421
- [21] Zhang Z F, Wang Z G. *Acta Mater*, 2003; 51: 347