

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.
G01N 1/28 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200510089151.X

[45] 授权公告日 2008年6月4日

[11] 授权公告号 CN 100392373C

[22] 申请日 2005.8.4

[21] 申请号 200510089151.X

[73] 专利权人 中国科学院力学研究所

地址 100080 北京市海淀区北四环西路 15 号

[72] 发明人 上官丰收 洪友士 谢季佳 周承恩
武晓雷

[56] 参考文献

US3811308A 1974.5.21

US6895795B 2005.5.24

CN2589127Y 2003.12.3

CN1446935A 2003.10.8

US2005/0081594A 2005.4.21

CN1533857A 2004.10.6

SPD 法及 P/M 法制备金属纳米体材料进展.
王磊等. 稀有金属, 第 26 卷第 2 期. 2002

SPD 纳米材料制备方法及其力学特性. 邓
忠民等. 力学进展, 第 33 卷第 1 期. 2003

大塑性变形法制备块体纳米材料. 毕见强
等. 金属成形工艺, 第 20 卷第 6 期. 2002

制备块体纳米/超细晶材料的大塑性变形技
术. 赵新等. 材料导报, 第 17 卷第 12 期.
2003

审查员 飞竹玲

[74] 专利代理机构 北京中创阳光知识产权代理有
限责任公司

代理人 尹振启

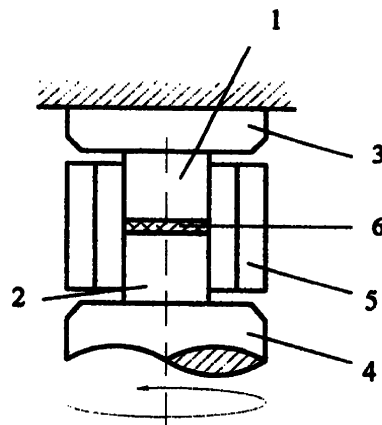
权利要求书 1 页 说明书 3 页 附图 2 页

[54] 发明名称

一种致试样细晶化的高压扭转实验方法

[57] 摘要

本发明公开了一种致试样细晶化的高压扭转实验方法, 包括如下步骤: 1) 在压力机的上、下压头上分别安装圆柱状上、下砧头, 上、下砧头之一可轴向转动, 上、下砧头的端部经过毛化处理; 2) 在上、下砧头上套装有侧环, 侧环与上、下砧头之间为零间隙配合; 3) 待处理试样放置在侧环内, 上、下砧头之间, 待测试样的直径与侧环的内径相同; 4) 压力机向待测试样施加 1~9GPa 的垂直压力, 然后保持不变, 并转动可旋转的砧头 0.1~10 圈。本发明侧环和砧头之间的配合设计成零间隙配合, 承受压力 P 时砧头的直径变粗, 它们之间的配合将变成过盈配合, 这样试样材料在变形过程中很难从砧头和侧环的接触面之间挤出, 保证了试样的厚度不会变化。



1、一种致试样细晶化的高压扭转实验方法，其特征在于，包括如下步骤：

1) 在压力机的上、下压头上分别安装圆柱状上、下砧头，所述上、下砧头之一可轴向转动，上、下砧头的端部经过毛化处理；

2) 在上、下砧头上套装有侧环，侧环与上、下砧头之间为零间隙配合；

3) 待处理试样放置在侧环内，上、下砧头之间，待测试样的直径与侧环的内径相同；

4) 压力机向待测试样施加 1~9GPa 的垂直压力，然后保持不变，并转动可旋转的砧头 0.1~10 圈。

2、根据权利要求 1 所述的一种致试样细晶化的高压扭转实验方法，其特征在于，所述侧环为内外双层结构，内层选择高硬度和高韧性的工具钢，外层选择高韧性的中碳钢。

3、根据权利要求 2 所述的一种致试样细晶化的高压扭转实验方法，其特征在于，所述工具钢的型号为 ASSAB88。

4、根据权利要求 1 至 3 任一所述的一种致试样细晶化的高压扭转实验方法，其特征在于，所述上砧头或下砧头通过推力轴承可转动安装在所述上压头或下压头上。

一种致试样细晶化的高压扭转实验方法

技术领域

本发明涉及一种纳米结构金属材料的制备方法，特别涉及一种在材料试验机上使用的高压扭转（High Pressure Torsion (HPT)）夹持实验方法。

背景技术

利用剧烈塑性变形SPD技术（Progress in Materials, 2000, 45(2): 103~189）可以将金属材料的晶粒尺寸细化到亚微米甚至纳米量级。与其它纳米结构材料制备技术相比较，它可以获得无污染、全致密的块体试样，这对于纳米晶材料本征性能的研究以及将来的工业应用有重大的意义。

Zhorin等(1984)和Kuznetsov等(1985)首次采用了高压下剧烈扭转变形的方法进行实验，所用的装置如图1所示，砧头和砧座做成一体，形成具有凹坑的上、下砧骨。试样的直径和上、下砧骨的内径相当，试样的厚度大于上、下砧骨形成腔体的高度。这样在整个加载变形过程，试样材料将完全充满由上、下砧骨共同形成的空腔，并有部分试样材料从砧骨的接触面之间挤出。这样试样厚度将会变小（一般会降到原始的一半（Progress in Materials, 2000, 45(2): 103~189）），试样的变形过程是压缩和扭转的复合变形，这样不便于变形的定量分析。静水压力P一般是由上、下砧骨之间施加一个恒定的载荷来实现的。在加载、变形过程中，从砧骨之间挤出的试样材料改变了承受载荷的面积。这样由于承受面积的变化，静水压力P的大小将发生变化。因此很难用量化研究HPT过程的工艺参数（变形量、压力）对晶粒细化的影响。

发明内容

针对上述存在的问题，本发明的目的在于提供一种致试样细晶化的高压扭转实验方法，能够克服现有技术中加工过程的静水压力P不可控制，以及在处理过程的变形量难以定量分析的困难。

为实现上述目的，本发明一种致试样细晶化的高压扭转实验方法包括如下步骤：

1) 在压力机的上、下压头上分别安装圆柱状上、下砧头，所述上、

下砧头之一可轴向转动，上、下砧头的端部经过毛化处理；

2) 在上、下砧头上套装有侧环，侧环与上、下砧头之间为零间隙配合；

3) 待处理试样放置在侧环内，上、下砧头之间，待测试样的直径与侧环的内径相同；

4) 压力机向待测试样施加 1~9GPa 的垂直压力，然后保持不变，并转动可旋转的砧头 0.1~10 圈。

进一步地，所述侧环为内外双层结构，内层选择硬度和韧性都较高的材质，如工具钢；外层选择韧性较高的材质，如中碳钢或工具钢。

进一步地，所述工具钢的型号为 ASSAB88。

进一步地，所述上砧头或下砧头通过推力轴承可转动安装在所述上压头或下压头上。

本发明的有益效果是：侧环和砧头之间的配合设计成零间隙配合，承受压力 P 时砧头的直径变粗，它们之间的配合将变成过盈配合，这样试样材料在变形过程中很难从砧头和侧环的接触面之间挤出，保证了试样的厚度不会变化，因此够克服现有技术中加工过程的静水压力 P 不可控制，以及在处理过程的变形量难以定量分析的困难；另外，模具侧环设计成双层环结构，有效提高侧环的承载能力，降低了对侧环材料强度的要求。

附图说明

图 1 为现有技术所采用的试验装置的结构示意图。

图 2 为本发明所采用的试验装置的结构示意图。

图 3a、b 为本发明 HPT 处理前、后的 EBSD 图。

图 4 为晶粒细化程度 (d/d_0) 沿试样径向分布曲线图。

具体实施方式：

图 2 为本发明所采用的试验装置的结构示意图。本发明的具体步骤如下：

1) 在压力机的上、下压头 3、4 上分别安装圆柱状上、下砧头 1、2，下砧头 2 与下压头 4 之间还安装有推力轴承，通过该推力轴承下砧头 2 可轴向转动，上、下砧头 1、2 的端部经过毛化处理；

2) 在上、下砧头 1、2 上套装有侧环 5，侧环 5 为内外双层结构，内层选择型号为 ASSAB88 的工具钢，其硬度和韧性都较高，外层选择中碳钢，其韧性较高，侧环 5 与上、下砧头 1、2 之间为零间隙配合；

3) 待处理试样 6 放置在侧环 5 内，上、下砧头 1、2 之间，待测试

样 6 的直径与侧环 5 的内径相同；

4) 压力机向待测试样 6 施加 1.2GPa 的垂直压力，然后保持不变，并通过推力轴承转动砧头 2 0.25、0.5、8、10 圈。

其中，待处理试样 6 材料为纯铜 T2 ($\geq 99.90\%$ wt)，机加工成几何尺寸 $\Phi 8.00\text{mm} \times 0.86\text{mm}$ ，再经过 650°C 真空退火 100min，获得原始态试样。如下表所示，不同圈数 HPT 处理后纯铜试样 6 上晶粒尺寸分布：

表1 不同圈数HPT处理后纯铜试样上晶粒尺寸分布

离试样中心的距离(mm)	单位: μm			
	n=0.25	n=0.5	n=8	n=10
0.00	10.43	10.52	8	7.40
0.50	13.35	8.31	0.47	0.55
1.00	7.81	4.16	0.41	0.47
1.50	5.71	2.72	0.52	0.37
2.00	5.69	1.79	0.33	0.48
2.50	2.70	1.65	0.27	0.33
3.00	1.50	0.90	0.26	0.33
3.50	1.36	0.86	0.27	0.28

经过 HPT 处理后，纯铜试样的晶粒尺寸从原始的 $13.24\mu\text{m}$ 细化到 $0.27\mu\text{m}$ ，晶粒尺寸细化将近两个量级。

图 4 为晶粒细化程度 (d/d_0) 沿试样径向分布曲线图。

另外，对于样品的尺寸一般是直径为 8~20mm，厚度为 1-2mm。

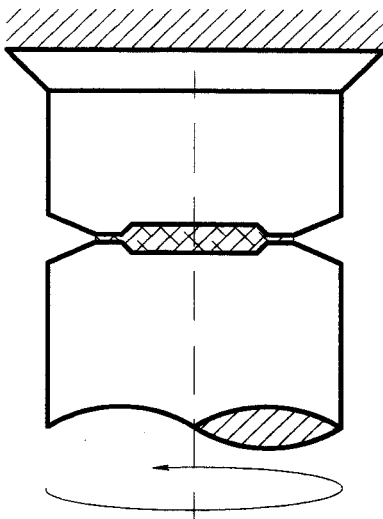


图 1

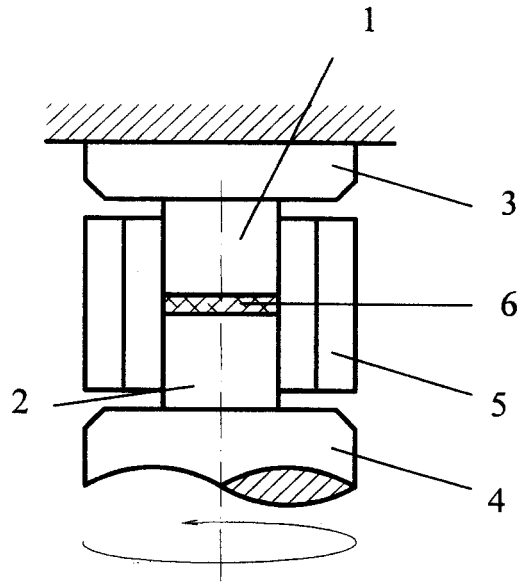
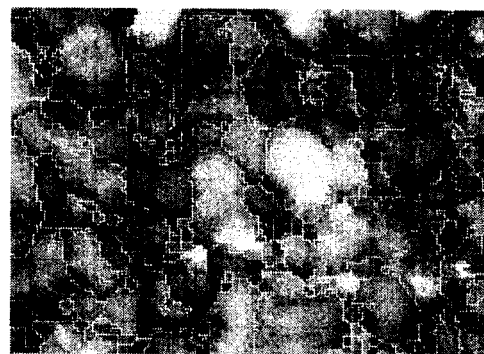


图 2



100 μ

图 3a



1 μm

图 3b

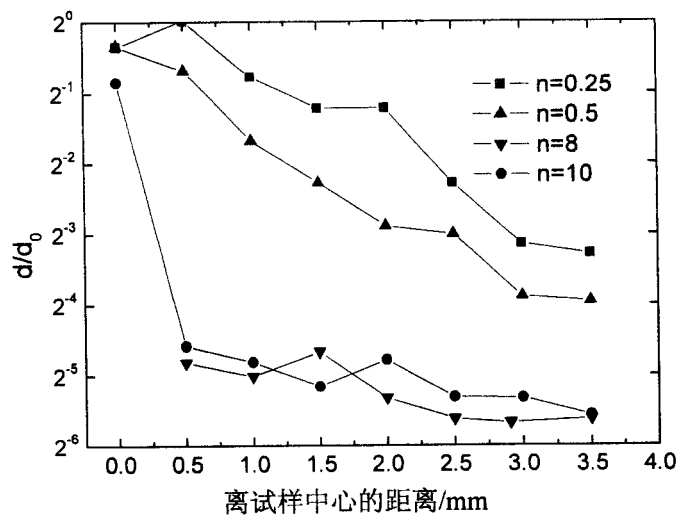


图 4