

## ECAP 制备纯 Cu 的热处理工艺与力学性能

刘志华<sup>1,2,3</sup>, 武晓雷<sup>2,3</sup>, 韩培德<sup>1</sup>

(1. 太原理工大学 材料科学与工程学院, 山西 太原 030024;

2. 中国科学院力学研究所 非线性力学国家重点实验室, 北京 100190;

3. 中国科学院大学 工程科学学院, 北京 100049)

**摘要:** Cu 经过等径角挤压 (ECAP) 变形后, 屈服强度达到了约 400 MPa, 然而加工硬化能力不足导致其小应变阶段就开始颈缩 ( $\leq 2\%$ )。研究发现, 可以通过部分再结晶退火调控变形 Cu 的室温准静态拉伸性能。在 275 °C 退火 10 min 后, 其准静态拉伸强度和塑性得到了良好的匹配: 在保持屈服强度为 330 MPa 的前提下, 均匀伸长率达 5%。

**关键词:** ECAP; 热处理; 力学性能; 强塑匹配

**中图分类号:** TG156.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 0254-6051(2018)03-0120-04

## Heat treatment and mechanical properties of pure Cu processed by equal channel angular pressing

Liu Zhihua<sup>1,2,3</sup>, Wu Xiaolei<sup>2,3</sup>, Han Peide<sup>1</sup>

(1. College of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan Shanxi 030024, China;

2. State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;

3. School of Engineering Science, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

**Abstract:** After equal channel angular pressing (ECAP) deformation, Cu obtains yield stress up to about 400 MPa in quasi-static tensile test, however, its insufficient strain hardening ability leads to necking after plastic deformation of only  $\leq 2\%$ . It is found that the quasi-static tensile properties at room temperature of the deformed Cu can be adjusted and controlled by partial recrystallization annealing. After annealing at 275 °C for 10 min, the strength and ductility matches well, i. e. a yield stress of 330 MPa can be kept with a uniform elongation of 5%.

**Keywords:** ECAP; heat treatment; mechanical properties; strength-ductility match

Segal<sup>[1]</sup>于1977年利用等径角挤压 (equal channel angular pressing, ECAP) 技术, 通过实现大应变剪切变形得到了超细晶 (ultra-fine grain, UFG) 金属材料。Valiev 等<sup>[2]</sup>研究了金属材料经 ECAP 变形后的微结构演化, 对这种方法制备获得的超细晶变形机理做出了解释。随后 ECAP 技术逐渐受到重视, 并以其工艺简单、成本低廉的特点被材料学家广为研究。ECAP 也成为超细晶和纳米结构金属材料的制备方法。

ECAP 技术顾名思义, 其模具包含两个等截面的相接的通道, 材料在经过模具后可以发生大塑性变形而尺寸厚度不发生变化, 导致大应变量的累积。应变量的决定因素包括两部分: 通道交接处的内角和外角。ECAP 的原理如图 1 所示<sup>[3]</sup>。在外加作用力下材料通过模具由两个横截面处发生剪切变形, 横截面处即拐

角处, 材料通过这里后尺寸不发生变化, 但是可以通过多道次变形实现大应变量的累积。对于材料, 相比前一道是否旋转又可将 ECAP 技术分为 4 种类型<sup>[3]</sup>: A 路径, 每道次变形后样品不旋转, 以原方式挤压; B 路径又分为 Ba 和 Bc, 前者每次变形时旋转 90°, 旋转顺时针与逆时针方向交替变化; 而后者同样每道次旋转 90°但方向不变。C 路径为每道次变形后下一道旋转 180°。由于 ECAP 技术是在室温或材料加热状态下进行的, 应变速率较低, 通过此方式获得的材料晶粒细化程度只能到微米级别。经 ECAP 技术制备的材料, 随着塑性变形量的增大, 其微结构首先会经历粗晶碎化、层片状组织层间距减小、粗晶变成亚晶的过程, 其次组织中发生回复, 位错行为趋于稳定。多晶 Cu 在 ECAP 变形过程中, 组织中晶粒内部主要发生了滑移和机械孪生两类形变机制。首先, 晶界在剪切力作用下移动, 晶粒转动的同时被拉长, 形成了位错亚结构, 随着应变量的增加, 亚晶变成具有小角度晶界的等轴晶, 之后随着道次的进一步增加, 产生细小的具有大角度晶界的晶粒。大角度晶界的增加而且晶界取向差梯度逐渐降

收稿日期: 2017-08-16

基金项目: 国家自然科学基金 51371123

作者简介: 刘志华 (1990—) 男, 硕士研究生, 主要从事纳米块体材料的力学性能与微结构研究, E-mail: liuzhihua@lnm.imech.ac.cn。通讯作者: 韩培德, 博士, E-mail: hanpeide@126.com

DOI: 10.13251/j.issn.0254-6051.2018.03.025

低,晶粒逐渐变得均匀化。

不同的变形路径挤压后,晶粒组织旋转方式、晶粒内部位错运动方式均不同。最终造成了晶粒取向差分布的差异性。研究表明<sup>[4-6]</sup>采用 A 路径进行 ECAP 变形后可以得到较为均匀的晶粒组织。

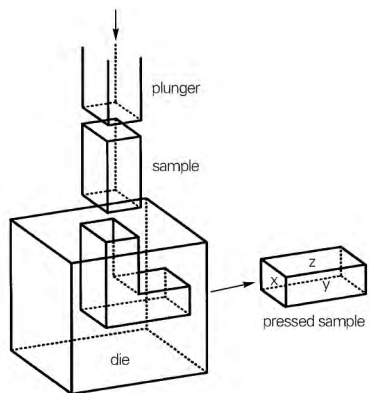


图 1 等通道转角挤压模具示意图  
Fig. 1 Schematic diagram of ECAP mould

### 1 试验材料及方法

试验所用的商业纯铜的化学成分如表 1 所示。材料为热拉拔态棒材,原始尺寸为  $\phi 30\text{ mm} \times 1000\text{ mm}$ 。

表 1 纯 Cu 的化学成分(质量分数,%)  
Table 1 Chemical composition of pure Cu( mass fraction, %)

Cu	Pb	Ar	Al	Fe	S	杂质
$\geq 99.0$	0.005	0.002	$\leq 0.006$	$\leq 0.005$	$\leq 0.002$	0.1

Cu 棒材收货态为热拉拔态组织,对棒材进行表面处理真空封装,然后进行固溶退火处理,加热温度为  $600\text{ }^\circ\text{C}$ ,保温时间 2 h。将试样在砂纸上打磨后做抛光处理。利用 Olympus PMG3 光学显微镜观察显微组织。在样品特定位置用线切割取样,利用环氧树脂对线切割样品进行镶嵌。然后依次用 150、400、800、1200、1500 和 2000 号碳化硅水砂纸对试样进行打磨并用丙酮进行超声波清洗。金相观察所用的腐蚀剂成分为盐酸(10 mL) + 氯化铁(5 g) + 蒸馏水(100 mL)。处理后的组织状态,其光学显微组织如图 2 所示。

原始棒材尺寸为  $\phi 30\text{ mm} \times 1000\text{ mm}$ ,棒材用于 ECAP 挤压的坯料尺寸为  $\phi 30\text{ mm} \times 110\text{ mm}$ 。坯料的需进行精加工,其一端为直径  $\phi 30\text{ mm}$  的球头,使用润滑剂  $\text{MoS}_2$  对模具内壁进行涂抹使得坯料与模具的通道之间的摩擦力尽可能小。本研究中制备纳米晶 Cu 的挤压道次为 2 道次,挤压路径为 A 路径,挤压等效应变约为 2.3。

对 ECAP 制备获得的均质纳米晶 Cu 进行部分再结

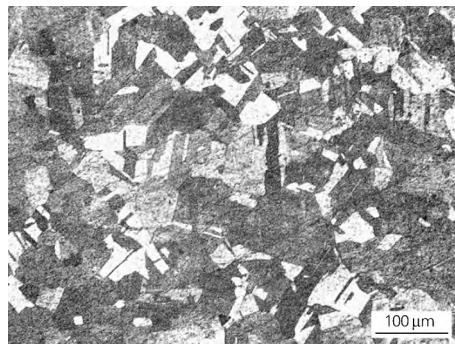


图 2 Cu 棒材固溶退火后的光学显微组织  
Fig. 2 Optical microstructure of the solid solution-annealed Cu bar

晶退火。进行退火处理的样品在退火之前先经石英管真空封装,防止材料表面氧化。热处理炉型号为 MF1060 马弗炉。表 2 给出了热处理的退火温度及退火时间。

表 2 退火工艺参数  
Table 2 Annealing process parameters

Sample No.	Temperature / $^\circ\text{C}$	Time /min
1	255	10
2	275	10
3	285	10
4	300	10

样品经部分再结晶退火后采用线切割设备加工成狗骨状拉伸试样,如图 3 所示。拉伸测试前对试样进行表面及侧面的打磨处理,以保证试样平行段无缺陷,防止拉伸时局部颈缩的发生。打磨处理好的拉伸试样在经过超声清洗后在平行段做标记,以计算断后伸长率。室温准静态拉伸在天水红山拉伸试验机上进行,所使用的拉伸应变速率为  $6 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ 。

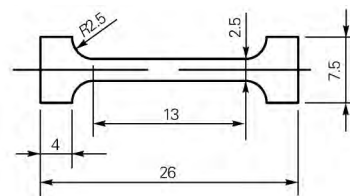


图 3 准静态拉伸试样的尺寸  
Fig. 3 Sample size of quasi static tensile experiment

### 2 结果与讨论

#### 2.1 准静态力学性能

为了对比说明,选取  $600\text{ }^\circ\text{C}$  固溶退火 2 h 的原始粗晶组织,经 2 道次的 ECAP 技术(晶粒细化)得到的超细晶组织和 ECAP 技术加部分再结晶退火得到的非均质组织进行准静态拉伸试验。图 4 为经不同温度进行部分再结晶退火后获得的非均质纳米晶 Cu、UFG 态

和粗晶态的应力-应变曲线。图 4(a) 所示为工程应力-应变曲线。原始粗晶 Cu 的屈服强度约为 45 MPa, 其均匀伸长率可以达到 40%。根据研究知道经 ECAP 技术的 2 道次剪切变形后, 原始粗晶组织可以得到明显的晶粒细化。经测得的 UFG 组织屈服强度达到了 400 MPa, 对比 CG 屈服强度为 46 MPa, 强度提升了约 10 倍, 符合 Hall-Petch 关系中屈服强度随晶粒尺寸减小而升高的关系。然而强度的提升是作为塑性的消失这一“trade-off”<sup>[7]</sup> 现象的存在, 使得材料在 UFG 态几乎没有均匀伸长率。

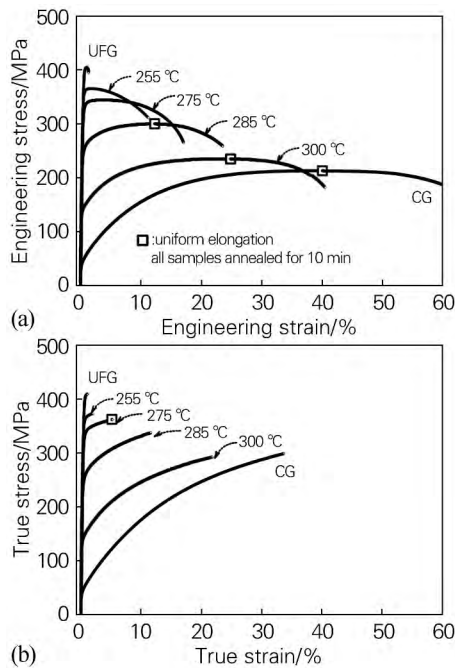


图 4 ECAP 制备的纯 Cu 经部分再结晶退火后的工程应力-应变曲线 (a) 和真应力-真应变曲线 (b)

Fig. 4 Engineering stress-strain curves (a) and true stress-strain curves (b) of the pure Cu prepared with ECAP and then with partial recrystallization annealed

图 4(b) 为各个状态的真应力-真应变曲线。金属晶粒的回复和再结晶是其从热力学上的不稳定状态转变为稳定的新组织的过程。从曲线上来看, 随着退火温度的增加, 曲线的屈服强度呈现递减的趋势。而均匀伸长率随着退火温度的增加而得到了恢复。275 °C 退火 10 min 后屈服强度为 330 MPa, 同时均匀伸长率达到了 5%。285 °C 退火 10 min 屈服强度降低到了 260 MPa, 而均匀伸长率恢复到了 10%。从真应力-真应变曲线上看, 引入部分再结晶晶粒后, 均匀伸长率随着退火温度的升高而逐渐增大, 推断随着退火温度的升高加工硬化能力得到了逐步的恢复。其中强度塑性匹配最佳的退火温度为 285 °C 退火态组织, 屈服强度为 250 MPa 的同时还恢复了 12% 的均匀伸长率。

## 2.2 应变硬化行为

对各个状态准静态拉伸曲线的加工硬化率曲线进行拟合分析, 如图 5 所示。 $\Theta$  代表加工硬化率, 图中的实线为加工硬化率-真应变曲线, 虚线为真应力-真应变曲线。从结果中看到 255 °C 退火态其屈服行为与超细晶态接近, 加工硬化率曲线直接下降。从 275 °C 开始随着退火温度的升高材料加工硬化率曲线的下降趋势逐渐变缓, 表明材料的加工硬化率在逐步增强。加工硬化率提升较为明显的为 285 °C 退火态样品。300 °C 退火态试样的硬化行为与粗晶相似, 为连续屈服, 其均匀伸长率达到了 20%。

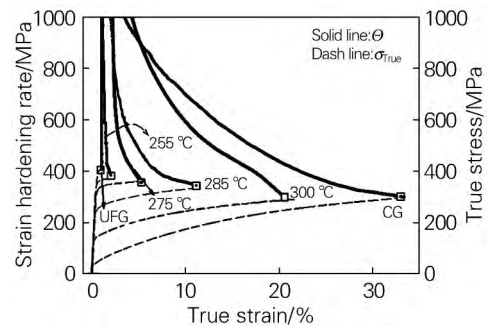


图 5 ECAP 制备的纯 Cu 经部分再结晶退火后的加工硬化率-真应变曲线

Fig. 5 Strain hardening rate vs true strain curves of the pure Cu prepared with ECAP and then with partial recrystallization annealed

## 3 结论

1) 初始组织为固溶态的 Cu 经 A 路径 2 道次的 ECAP 变形后, 屈服强度提高, 从 46 MPa 提高到了约 400 MPa。

2) ECAP 变形后经过部分再结晶得到的组织随着部分再结晶退火的温度变化, 其强度塑性可以得到良好匹配。275 °C 退火 10 min 后的屈服强度为 330 MPa, 均匀伸长率为 5%。

3) 随着退火温度的升高, 加工硬化率逐渐升高, 均匀伸长率随之升高。而屈服强度也随退火温度的升高而降低。

### 参考文献:

- [1] Segal V M. Severe plastic deformation: simple shear versus pure shear [J]. Materials Science and Engineering A, 2002, 338: 331-344.
- [2] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation [J]. Progress in Materials Science, 2000, 45(2): 886-891.
- [3] Valiev R Z, Longdon T G. Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement [J]. Progress in Materials Science, 2006, 51(7): 881-981.

## 高温调质工艺对4Cr5MoSiV1钢组织及性能的影响

彭飞<sup>1</sup>, 张立德<sup>2</sup>, 王鹏<sup>3</sup>

- (1. 歌美飒风电(天津)有限公司上海分公司, 上海 200000;
2. 哈电集团(秦皇岛)重型装备有限公司, 河北 秦皇岛 066206;
3. 天津赛瑞机器设备有限公司, 天津 300301)

**摘要:** 常规热处理的4Cr5MoSiV1钢易出现带状组织, 偏析带中存在条状和块状碳化物, 不仅基体内含有较大的颗粒状碳化物, 晶界处也聚集大量碳化物, 横向冲击性能较低。本文在常规调质热处理前增加一道1100~1130℃高温调质工艺, 通过力学性能测试、光学显微镜以及扫描电镜等手段研究了该工艺对4Cr5MoSiV1钢组织及性能尤其是冲击性能的影响。结果显示该工艺下无明显的带状组织, 晶界处有极少量的碳化物, 基体处均匀弥散着细小的颗粒状碳化物, 组织均匀性明显提高, 横向冲击性能提高约78%。

**关键词:** 4Cr5MoSiV1钢; 高温调质; 碳化物; 带状组织; 冲击性能

**中图分类号:** TB31 **文献标志码:** A **文章编号:** 0254-6051(2018)03-0123-05

## Effect of high temperature quenching and tempering process on microstructure and properties of 4Cr5MoSiV1 steel

Peng Fei<sup>1</sup>, Zhang Lide<sup>2</sup>, Wang Peng<sup>3</sup>

- (1. Gamesa Wind (Tianjin) Ltd. Company Shanghai Branch Company, Shanghai 200000, China;
2. Harbin Electric Corporation(QHD) Heavy Equipment Co., Ltd., Qinhuangdao Hebei 066206, China;
3. Tianjin Sairui Machine Equipment Co., Ltd., Tianjin 300301, China)

**Abstract:** The banded structure with stripped and massive carbides in the segregation band zone often exists in 4Cr5MoSiV1 steel undergone conventional heat treatment. Not only large size granular carbides scatter in the matrix, but also lots of granular carbides gathered in grain boundary, so that the impact property is very low on transverse direction. In this paper a high temperature quenching and tempering process was added before conventional quenching and tempering process, and the effect of such a heat treatment process on the microstructure and mechanical properties (especially impact toughness) of 4Cr5MoSiV1 steel was studied by means of mechanical test, OM and SEM. The results show that no obvious banded structure is observed under this process, and very few carbides exist in grain boundary, dispersive fine granular carbides uniformly scatter in the matrix, the homogeneity of the material structure is improved obviously, the impact property on transverse direction increases about 78%.

**Keywords:** 4Cr5MoSiV1 steel; high temperature quenching and tempering process; carbides; banded structure; impact property

收稿日期: 2018-01-03

作者简介: 彭飞(1983—)女, 工程师, 硕士, 主要从事金属材料的锻造、热处理以及焊接的工作, 联系电话: 13810120862, E-mail: pengfeihit@126.com

DOI: 10.13251/j.issn.0254-6051.2018.03.026

4Cr5MoSiV1钢具有良好的热强性和红硬性, 以及较高的韧性和抗热疲劳性能, 是一种高强韧热作模具钢, 适用于制造压铸模、挤压模、热锻模等, 已成为国内外应用最为广泛的热作模具钢种之一<sup>[1-5]</sup>。

[4] Dong H S, Park J J, Kim Y K, et al. Effect of pressing temperature on microstructure and tensile behavior of low carbon steels processed by equal channel angular pressing[J]. Materials Science and Engineering A, 2002, 323(1-2): 409-415.

[5] Valiev R Z, Alexandrov I V, Zhu Y T, et al. Paradox of strength and ductility in metals processed by severe plastic deformation[J]. Journal of Materials Research, 2002, 17: 5-8.

[6] Furukawa M., Horita Z., Nemoto M., et al. The use of severe plastic deformation for microstructural control[J]. Materials Science and Engineering A, 2002, 342: 82-89.

[7] Yinmin Wang, Mingwei Chen, Fenghua Zhou, En Ma. High tensile ductility in a nanostructured metal[J]. Nature, 2002, 419: 912-915.

[8] 龚志华, 王宝峰, 杨钢, 等. 等通道挤压变形奥氏体不锈钢中孪晶细化机理[J]. 金属热处理, 2009, 34(8): 36-39.

Gong Zhihua, Wang Baofeng, Yang Gang, et al. Refinement mechanism of twins in austenitic stainless steel by equal channel angular pressing[J]. Heat Treatment of Metals, 2009, 34(8): 36-39.

[9] 赵琦. 等通道转角挤压高铝镁合金的微观组织和力学性能[D]. 太原: 太原理工大学.

[10] 苗润生, 许晓静. 600℃退火对等通道转角变形40Cr钢强度和位错强化的影响[J]. 金属热处理, 2011, 36(11): 66-69.

Miao Runsheng, Xu Xiaojing. Effect of 600℃ annealing on strength and dislocation strengthening of 40Cr steel processed by equal-channel angular pressing[J]. Heat Treatment of Metals, 2011, 36(11): 66-69.