

纯铜纳米晶切屑的等通道转角挤压块体成形工艺

吴春凌, 聂 斌

(湖北工业大学 机械工程学院, 湖北 武汉 430070)

摘要: 通过有限元和试验相结合的方法, 探究等通道转角挤压试验中挤压道次对由挤压纳米晶纯铜切屑制备的纯铜棒料所受的等效应变、挤压载荷和平均等效应力的影响规律, 研究在热压协同作用下挤压道次对纳米晶细化和纳米成形块体致密性的影响。结果表明: 随着挤压道次的增加, 试样的平均等效应变和等效应力逐渐增大, 变形区的等效应变分布的均匀性降低, 试样的硬度先增大后降低; 随着挤压道次的增加, 在低道次 (<4 道次) 下挤压后试样的固化成形效果越好, 在高道次 (>4 道次) 下由于挤压试样受热和高压的作用, 晶粒间难以融合固结, 且材料出现的孔隙和裂痕增多, 试样的变形抗力下降。

关键词: 纳米晶切屑; 等通道转角挤压; 热压协同; 挤压道次; 变形抗力

DOI: 10.13330/j.issn.1000-3940.2022.12.018

中图分类号: TG376

文献标志码: A

文章编号: 1000-3940 (2022) 12-0122-07

ECAP block forming process for pure copper nanocrystalline chips

Wu Chunling, Nie Bin

(School of Mechanical Engineering, Hubei University of Technology, Wuhan 430070, China)

Abstract: The influence laws of extrusion passes on equivalent strain, extrusion load and average equivalent stress for pure copper bar prepared by extruding nanocrystalline pure copper chips in equal channel angular pressing (ECAP) test were explored by the combination of finite element and experiment, and the influences of extrusion passes on nanocrystalline refinement and compactness of nano-formed block under hot pressing synergy were studied. The results show that with the increasing of extrusion passes, the average equivalent strain and equivalent stress of sample gradually increase, the uniformity of equivalent strain distribution in the deformation zone decreases, and the hardness of sample first increases and then decreases. With the increasing of extrusion passes, the curing forming effect of sample after extrusion at low passes (<4 passes) is better. However, at high passes (>4 passes), due to the effect of heating and high pressure on extruded sample, it is difficult for grains to fuse and consolidate, the pores and cracks in the material increase, and the deformation resistance of sample decreases.

Key words: nanocrystalline chips; equal channel angular pressing; hot pressing synergy; extrusion passes; deformation resistance

纳米晶材料具有晶粒细小 ($1\sim100\text{ nm}$)、晶粒缺陷密度高、晶界所占体积百分数大等特点, 比传统材料表现出更优异的力学性能, 被广泛应用于宇航、国防、化工、冶金、电子、生物工程和核工业等领域^[1-3]。大应变切削 (Large Strain Machining, LSM) 作为一种高效制备纳米晶切屑的工艺, 所制备的纳米晶切屑存在形态各异、尺寸过小的缺点, 难以实现大块纳米晶金属工程材料的制备, 无法满

足现代化工业对纳米晶块体金属材料的广泛需求^[4-5], 研究纳米晶切屑块体成形的制备方法意义重大。等通道转角挤压 (Equal Channel Angular Pressing, ECAP) 是一种有效制备大块纳米晶材料的大塑性变形工艺^[6-7], 通过施加累积应变达到纳米晶金属粉末和纳米晶切屑的固结成形要求, 能有效降低孔隙率, 改善材料的微观组织结构, 使材料的力学性能显著提高^[8-10]。

Ying T 等^[11]在 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下对 AZ91 镁合金切屑进行 ECAP 固结成形, 结果表明成形块体的晶粒细化显著, 块体的拉伸强度 (347 MPa) 和屈服强度 (287 MPa) 分别相较于原始切屑的拉伸强度 (285 MPa) 和屈服强度 (202 MPa) 均有明显的提升。Namur Ricardo Sanson 等^[12]在室温下通过 ECAP

收稿日期: 2021-12-30; 修订日期: 2022-04-03

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51505135)

作者简介: 聂 斌 (1996-), 男, 硕士研究生

E-mail: nie_bin2019@163.com

通信作者: 吴春凌 (1976-), 女, 博士, 副教授

E-mail: chunling_wu@126.com

对铁、锰和铝的混合粉末 (Fe-25Mn-15Al%, 质量分数) 进行固结, 结果表明, 经 2 道次挤压的试样的致密度达到 96%, 晶粒间产生结合良好的金属-金属界面。Hsiao-Chien Lee 等^[13]探究了 ECAP 工艺中温度和挤压道次对镁粉固结的影响规律, 结果表明在 573 K 温度下, 4 道次 ECAP 挤压后材料的致密度达到最佳 (约为 98.4%), 晶粒尺寸达到 92.8 nm, 样品的力学性能也达到最好, 显微硬度、极限压缩应力和压缩屈服应力分别达到 49 HV、193 MPa 和 100 MPa。Ceren Gode^[14]采用 ECAP 工艺对纳米晶铜粉进行固结, 4 道次挤压后材料的晶粒平均尺寸由 120 nm 细化至 50~70 nm, 致密度达到 95.8%。Chandra Sekhar K 等^[15]在 20 MPa 背压条件下通过 ECAP 工艺对 Al5083 粉末进行固结, 制备出尺寸范围为 4~8 μm 的纳米晶结构, 试样表面氧化层的破碎促进了晶粒间界面的粘合, 试样的致密度达到 96%。Li Y L 等^[16]在室温下通过 BP-ECAP 工艺将纯铝粉末加工成完全致密的材料, 4 道次挤压后材料的平均晶粒尺寸从 35 μm 细化至 10.62 μm , 硬度从 32.6 HV 增长至 44 HV, 试样致密度达到 99.2%, 接近纯铝的理论密度。

ECAP 在不改变试样横截面积的条件下对试样施加剧烈的塑性变形, 导致金属粉末和切屑材料的颗粒破碎、晶粒细化, 使晶粒内部孔隙有效收缩和快速固化融合, 提高了试样的致密性^[17]。目前, 采用 ECAP 使切屑固态成形的研究中缺乏对纳米晶切屑固态成形方法的探讨, 本文利用有限元方法探究 ECAP 挤压试验中挤压道次对由挤压纳米晶纯铜切屑所制备的纯铜棒料所受的等效应变、挤压载荷和平均等效应力的变化规律, 并研究在热压协同作用下挤压道次对纳米晶细化和纳米成形块体致密性的影响。

1 模拟与分析

1.1 离散单元模型的建立

采用 Deform-3D 软件对由挤压纳米晶纯铜切屑制备的纯铜棒料 (晶粒尺寸设置为 1 μm) 进行有限元模拟^[18], 如图 1 所示。有限元网格类型为四面体单元格, 划分网格数量为 20000 个, 模型选用剪切摩擦模型, 设置试样在 400 $^{\circ}\text{C}$ 下进行加工。表 1 为有限元模拟的工艺参数。

1.2 挤压过程分析

图 2 为 400 $^{\circ}\text{C}$ 下, 试样经 1、4、8 和 12 道次挤压得到的等效应变云图。

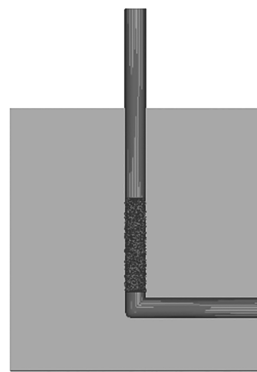


图 1 有限元仿真模型

Fig. 1 Finite element simulation model

表 1 模拟工艺参数

Table 1 Simulated process parameters

参数	数值
挤压速度 $V/(\text{mm} \cdot \text{s}^{-1})$	1
挤压路径	Bc 路径 (试样在相邻挤压道次间按照同一方向旋转 90°)
摩擦因数 μ	0.12
挤压温度 $T/^{\circ}\text{C}$	400
热传导系数 m	1
孔隙率	0.7

当挤压道次分别为 1、4、8 和 12 时, 试样的平均等效应变分别为 0.947、3.480、7.040 和 10.600。试样的平均等效应变随着挤压道次的增加而增大, 符合 ECAP 累积应变公式 (式 (1)), 平均每道次产生大约 0.900 的应变, 等效应变的标准差值 $S.D.$ 的变化表明, 随着挤压道次的增加, 变形区的等效应变分布的均匀性逐渐降低。

$$\varepsilon_N = \frac{1}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) + \Psi \csc \left(\frac{\Phi}{2} + \frac{\Psi}{2} \right) \right] \quad (1)$$

式中: ε_N 为挤压道次为 N 时的累积应变; Φ 为模具内角; Ψ 为模具外角。

图 3 为 400 $^{\circ}\text{C}$ 下 ECAP 成形过程中试样所受挤压载荷随时间变化的曲线图, 每道次产生的载荷曲线基本保持一致, 且每道次曲线的峰值波动较小, 说明 ECAP 工艺具有较高的变形稳定性。

图 4 为 400 $^{\circ}\text{C}$ 下, 试样经 12 道次挤压后得到的平均等效应力曲线图, 在挤压过程中最大等效应力集中在通道拐角处 (即图 4 中试样的状态), 即发生塑性变形的主变形区, 表明试样在通道拐角处受到较大的剪切变形。随着挤压道次的增加,

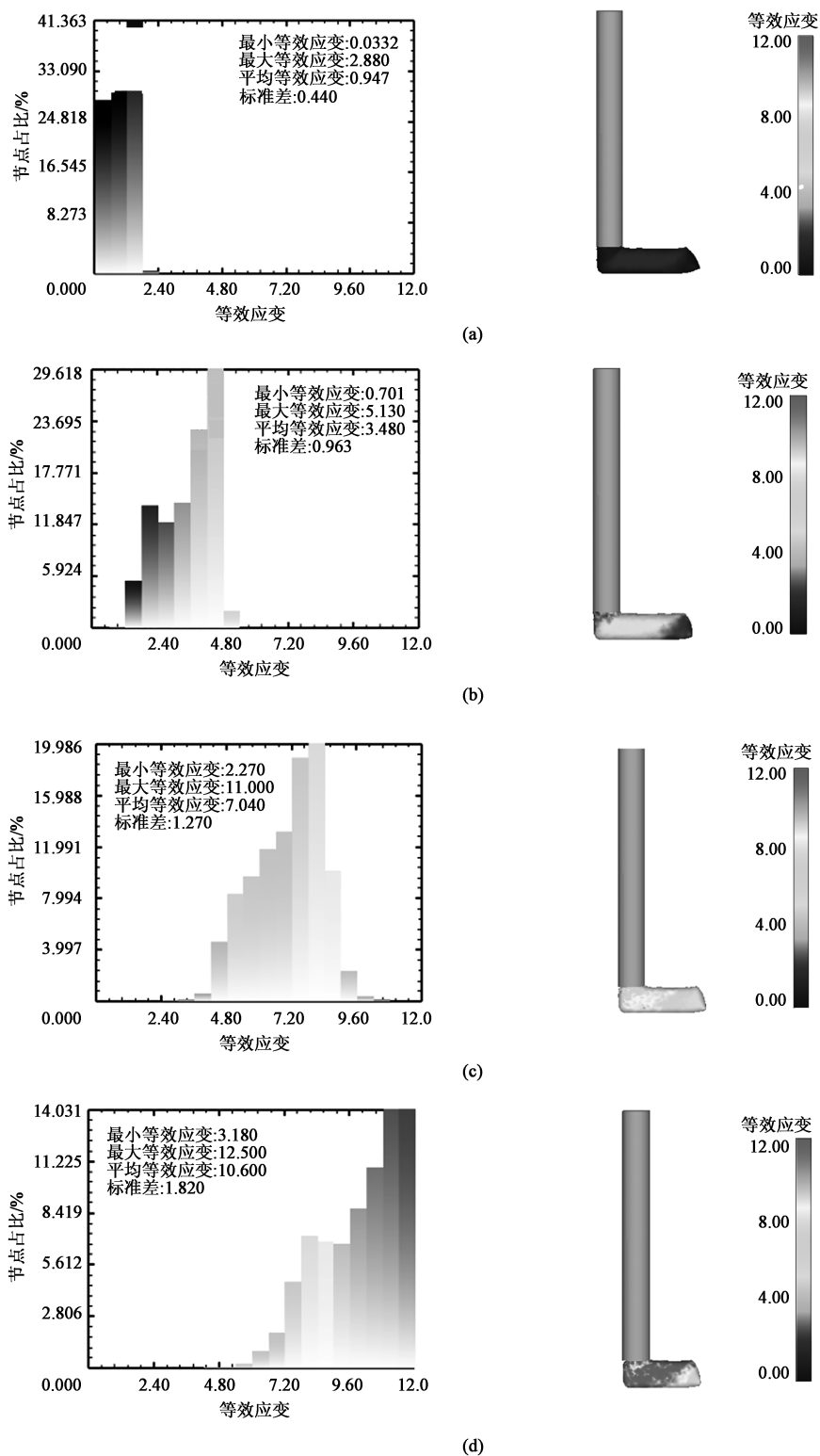


图 2 不同挤压道次下试样的等效应变云图

(a) 1 道次 (b) 4 道次 (c) 8 道次 (d) 12 道次

Fig. 2 Equivalent strain cloud diagrams of samples under different extrusion passes

(a) 1 pass (b) 4 passes (c) 8 passes (d) 12 passes

试样整体所受到的平均等效应力值呈上升趋势, 其中 4 道次和 10 道次的平均等效应力的上升幅度

比其他道次大, 说明试样经 4 道次和 10 道次挤压后变形更剧烈。

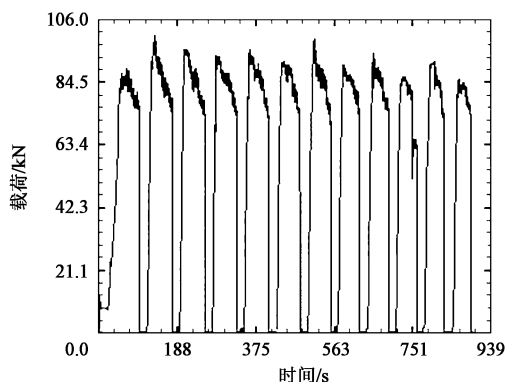


图 3 400 °C 下 ECAP 成形过程中试样所荷载随时间变化曲线
Fig. 3 Variation curves of load on specimen with time during ECAP forming process at 400 °C

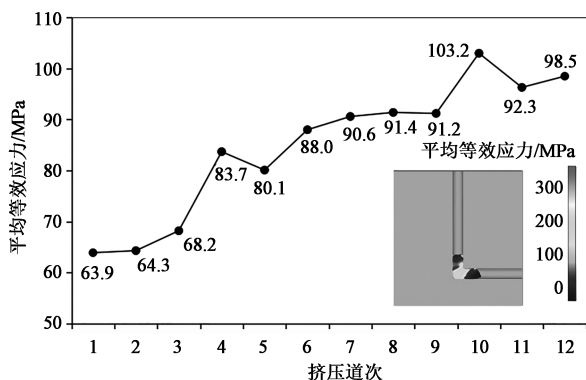


图 4 不同挤压道次下平均等效应力曲线图
Fig. 4 Average equivalent stress curve diagram under different extrusion passes

2 试验与结果

2.1 试验技术路线

试验流程主要分为纳米晶切屑的制备、预挤压、

压缩挤压和 ECAP 挤压共 4 个部分，试验流程如图 5 所示。

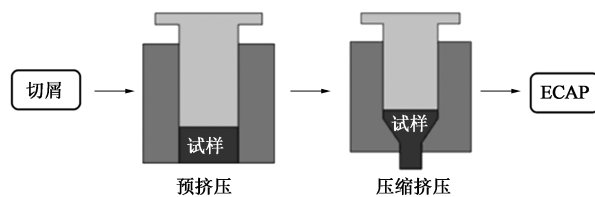


图 5 试验技术路线

Fig. 5 Experimental technical route

(1) 纳米晶切屑的制备：对紫铜管进行大应变切削，切削的实验装置为 CA6140 车床，刀具材料为高速钢，切削时采用自动进给（进给速度为 $0.1 \text{ mm} \cdot \text{r}^{-1}$ ），相关工艺参数如表 2 所示，所制备的纳米晶切屑的 EBSD 晶粒图和取向图如图 6 所示，晶粒的平均尺寸为 $0.32 \mu\text{m}$ ，晶粒分布均匀。

表 2 切削工艺参数

Table 2 Cutting process parameters

参数	数值
紫铜管外径 D/mm	$\Phi 70$
紫铜管壁厚 H/mm	5
车削速度/ $(\text{mm} \cdot \text{s}^{-1})$	42.5
刀具前角 $\gamma_0/(\circ)$	-30
刀具后角 $\alpha_0/(\circ)$	5
切削深度/mm	0.1

(2) 预挤压：将纳米晶纯铜切屑放入预挤压模具中，在 100 MPa 的压力下进行多级挤压，每次挤压保压 1 min，制备尺寸为 $\Phi 50 \text{ mm} \times 40 \text{ mm}$ 的圆

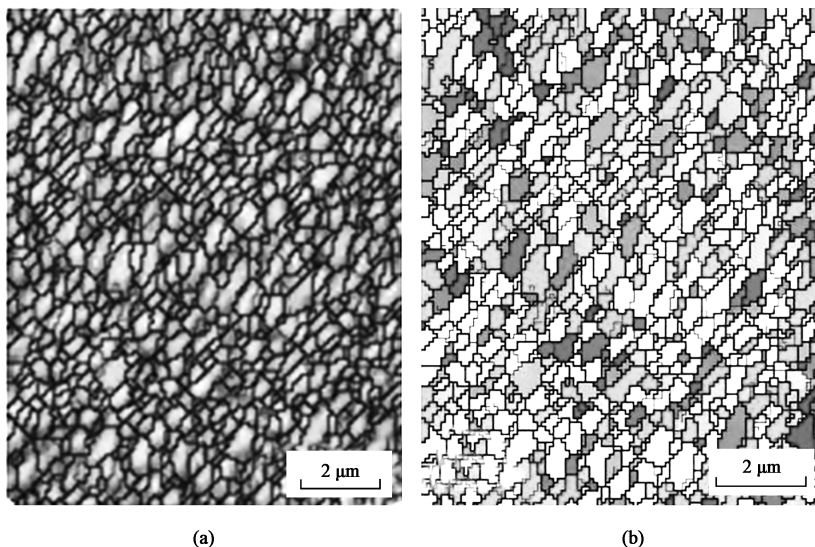


图 6 刀具角度为 -30° 下所制切屑的 EBSD 晶粒图 (a) 及取向图 (b)

Fig. 6 EBSD grain diagram (a) and IPF diagram (b) of chips made at tool angle of -30°

锭试样。

(3) 压缩挤压：将圆锭试样和压缩挤压模具（模具进出口直径比为 2.5 : 1）在 400 ℃ 下保温 1 h，保温结束后立即对试样进行压缩挤压，试验得到 $\Phi 20\text{ mm} \times 90\text{ mm}$ 的棒状试样。

(4) ECAP 挤压：将棒状试样置于 400 ℃ 下密封保温 40 min 后，迅速放入 ECAP 挤压模具中，在 Bc 路径下进行 12 道次挤压。试验所得的棒状试样如图 7 所示。



图 7 经 ECAP 工艺加工制备的纯铜棒料

Fig. 7 Pure copper bar processed by ECAP process

2.2 试样微观组织 SEM 分析

在 400 ℃ 下试样经 ECAP 挤压 1、4、8 和 12 道次后的 SEM 微观组织形貌的变化情况如图 8 所示。试样经 1 道次挤压后的微观组织与图 6 所示纳米晶切屑的微观组织相比，晶粒尺寸更粗大，晶界更明显，组织中存在大量缺陷，以裂缝和孔隙居多，表明晶粒间没有完全融合。试样经 4 道次挤压后，晶粒受强剪切变形后的挤压破碎程度提高，晶粒进一步细化，晶界的融合程度更高，晶粒间缠绕良好，孔隙明显减小，试样的固结效果得到改善。试样经 8 道次挤压后，整体上看晶粒度无明显变化，晶粒间出现孔隙，孔隙处晶粒的排列方向发生改变，晶粒呈多方向性。试样经 12 道次挤压后，试样组织内部的孔隙和裂纹明显增加，由于切屑通过变形进行固结，切屑间的扩散行为不明显，导致晶粒的结合并不紧密。随着累积应变的增大，试样组织变形更加剧烈，变形机理从晶内位错运动为主过渡到晶界滑移为主，切屑间发生面与面之间的滑移，切屑表

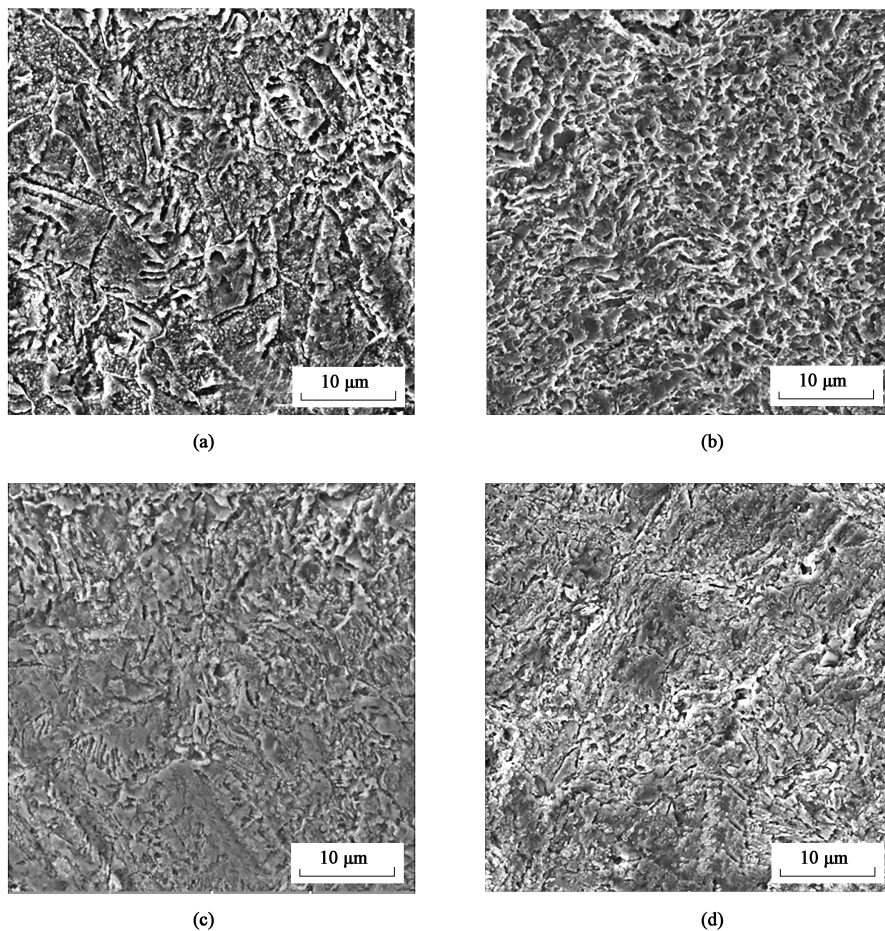


图 8 400 ℃ 下不同挤压道次下 ECAP 后试样的 SEM 图像

(a) 1 道次 (b) 4 道次 (c) 8 道次 (d) 12 道次

Fig. 8 SEM images for samples after different extrusion passes of ECAP at 400 ℃

(a) 1 pass (b) 4 passes (c) 8 passes (d) 12 passes

面之间未实现完全的化学结合。同时, 切屑固结过程中受氧化物和空气等不确定因素的影响, 切屑晶粒之间的相邻表面在热压状态下难以实现以热和高压耦合机制为主导的块体成形。并且, 由于挤压温度高于纯铜的再结晶温度, 在挤压过程中出现晶粒回复和局部长大的现象, 导致在高挤压道次下, 相邻晶界的融合受到阻碍, 晶粒间距离扩大, 孔隙逐渐增多。

2.3 力学性能检测

经不同挤压道次后试样的维氏硬度变化如图 9 所示。随着挤压道次的增加, 晶粒的显微硬度先增加后减小, 经 4 道次挤压后试样的显微硬度达到峰值。从 1 道次 ~ 12 道次, 显微硬度先由 108 HV 增至 118.6 HV, 再逐渐减少至 95.7 HV。总体上看, 经 ECAP 加工后的试样的硬度高于铸造纯铜的硬度 (85 HV)。试样经 4 道次挤压后, 晶粒细化显著, 显微硬度大幅提高, 随着挤压道次进一步增加, 显微硬度反而呈下降趋势。一方面是由于在热和高压作用下, 切屑通过塑性变形固压在一起, 晶界间未完全融合, 试样经高道次挤压后晶粒细化不明显, 在剧烈塑性变形下晶粒间出现更多的孔隙和裂纹, 晶界间产生大面积滑移, 晶粒未完全融合固结而分离, 导致合金的变形抗力下降; 另一方面是由于挤压温度高于纯铜的再结晶温度, 挤压过程中试样出现软化效应, 导致试样的显微硬度降低。

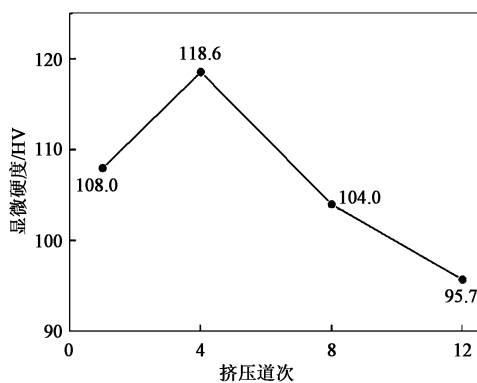


图 9 不同挤压道次后试样的显微硬度

Fig. 9 Microhardnesses of samples after different extrusion passes

3 结论

(1) 400 °C 下纯铜棒料的 ECAP 数值模拟结果表明, 随着挤压道次的增加, 试样所受的挤压载荷平稳, 试样的平均等效应变和等效应力增大, 变形

区的等效应变分布的均匀性逐渐降低。

(2) 通过 SEM 观测技术和力学性能检测可知, 试样的显微硬度呈现先增后减的趋势。试样经低道次 (<4 道次) 挤压后能够细化晶粒、提高硬度, 具有良好的固化成形效果, 高道次 (>4 道次) 挤压导致晶界大面积滑移, 块体成形受到阻碍, 在热和高压耦合机制作用下, 晶粒间的融合固结变差, 出现孔隙和裂纹, 试样的变形抗力下降。

(3) 经 4 道次的 ECAP 后试样的综合性能最好, 表现为晶粒的固结效果好, 显微硬度达到峰值。

参考文献:

- [1] 肖宏, 高亚男, 赵铁勇. 铁屑材料压制工艺及性能研究 [J]. 材料科学与工艺, 2011, 19 (1): 65-70.
Xiao H, Gao Y N, Zhao T Y. Compacting technology and property of iron scrap material [J]. Materials Science and Technology, 2011, 19 (1): 65-70.
- [2] 宋洪伟. 微米、亚微米与纳米超细晶粒钢的研究进展 [J]. 世界科技研究与发展, 2002, (6): 31-35.
Song H W. Progress in the R & D of ultrafine grained steels on the micro-submicro- and nano- scale [J]. World Sci-Tech R & D, 2002, (6): 31-35.
- [3] Srinivasan Swaminathan, Ravi Shankar M, Seongy Lee, et al. Large strain deformation and ultra-fine grained materials by machining [J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 410: 358-363.
- [4] Gigax Jonathan G, El Atwani Osman, McCulloch Quinn, et al. Micro- and mesoscale mechanical properties of an ultra-fine grained CrFeMnNi high entropy alloy produced by large strain machining [J]. Scripta Materialia, 2019, 178: 508-512.
- [5] 梁博, 王庆娟, 周晓, 等. 大塑性变形制备超细晶金属材料的研究现状 [J]. 特种铸造及有色合金, 2017, 37 (8): 840-844.
Liang B, Wang Q J, Zhou X, et al. Research status of ultra-fine grained metallic materials processed by severe plastic deformation [J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2017, 37 (8): 840-844.
- [6] Krishna Mohan Agarwal, Tyagi R K, Anurag Dixit. Theoretical analysis of equal channel angular pressing method for grain refinement of metals and alloys [J]. Materials Today: Proceeding, 2020, 25 (4): 688-673.
- [7] 章震威, 王军丽, 张清龙, 等. 等通道转角挤压制备超细晶材料的研究与发展 [J]. 材料导报, 2017, 31 (1): 116-125.
Zhang Z W, Wang J L, Zhang Q L, et al. Producing ultrafine-grained materials by equal channel angular pressing: A review [J]. Materials Reports, 2017, 31 (1): 116-125.
- [8] Hernández-Martínez S E, Cruz-Rivera J J, Martínez-Sánchez R, et

- al. Consolidation of AA 7075-2wt% ZrO_2 composite powders by severe plastic deformation via ECAP [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2016, 29 (10): 895-901.
- [9] 李凌风, 巩子天纵, 李萍. 纯铝粉末等径角挤压固结模拟及实验研究 [J]. 精密成型工程, 2014, 6 (4): 24-30.
Li L F, Gong Z T Z, Li P. Consolidation simulation and experimental research of pure aluminum powder materials during equal channel angular pressing [J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2014, 6 (4): 24-30.
- [10] Karaman I, Haouaoui M, Maier H J. Nanoparticle consolidation using equal channel angular extrusion at room temperature [J]. Journal of Materials Science, 2007, 42 (5): 1561-1576.
- [11] Ying T, Zheng M Y, Hu X S, et al. Recycling of AZ91 Mg alloy through consolidation of machined chips by extrusion and ECAP [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2010, 20 (S2): 604-607.
- [12] Namur Ricardo Sanson, Krapp Ferreira Ana Carolina, Feitosa Lorena Moraes, et al. Equal channel angular pressing consolidation and heat treatment of blended elemental powders of Fe-Mn-Al [J]. Materials Science Forum, 2020, 6122: 291-295.
- [13] Hsiao-Chien Lee, Chuen-Guang Chao, Tzeng-Feng Liu, et al. Effect of temperature and extrusion pass on the consolidation of magnesium powders using equal channel angular extrusion [J]. Materials Transactions, 2013, 45 (5): 765-768.
- [14] Ceren Code. Enhancing mechanical properties of consolidated nanocrystalline copper powder by means of equal channel angular pressing method [J]. The Journal of Strain Analysis for Engineering Design, 2021, 56 (8): 531-538.
- [15] Chandra Sekhar K, Umamaeshwar Rao Y, Balasubramanian Ravisankar, et al. Effect of milling time on consolidation of Al5083 nano composite by equal channel angular pressing [J]. Materials Science Forum, 2019, 4783: 662-668.
- [16] Li Y L, He L Z, Zhang L. Back pressure equal channel angular pressing of consolidate pure Al particles [J]. International Journal of Materials Science and Applications, 2020, 9 (1): 1-6.
- [17] 代晓军, 杨西荣, 荆磊, 等. 等通道挤压变形技术制备超细晶镁合金的研究进展 [J]. 稀有金属, 2020, 44 (12): 1325-1332.
Dai X J, Yang X R, Jing L, et al. Research progress in ultrafine grain magnesium alloy by equal channel angular pressing [J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2020, 44 (12): 1325-1332.
- [18] 张智敏, 潘健怡, 陈宇星, 等. 铜铝复合板等通道转角挤压模具设计及数值模拟 [J]. 锻压技术, 2021, 46 (1): 136-141.
Zhang Z M, Pan J Y, Chen Y X, et al. Die design and numerical simulation of equal-channel angular pressing for Cu-Al composite plate [J]. Forging & Stamping Technology, 2021, 46 (1): 136-141.

欢迎关注“锻压技术杂志”微信公众号

@杂志动态 @行业信息 @企业宣传



· 锻造 · 冲压 · 钣金 · 模具 · 加热 · 标准化 ·