

# 高压扭转致纯铜晶粒细化及与应变的关系\*

上官丰收 谢季佳 洪友士

(中国科学院力学研究所 非线性力学国家重点实验室 北京 100080)

**摘 要** 设计并加工了在材料试验机上使用的高压扭转夹持装置,并用装置获得了不同扭转变形量的纯铜试样.使用电子背散射衍射技术测量了处理后试样晶粒尺寸沿径向的分布.对比分析了晶粒细化程度和应变量的关系,提出了一个描述晶粒细化的简单剪切球模型.结果表明,晶粒细化程度随着应变量的增大而增强,平均晶粒尺寸为原始平均尺寸的 1/50.当剪切应变小于 10 时,晶粒尺寸随着剪切应变的增大迅速变小;当剪切应变大于 10 时,晶粒尺寸的变化趋于缓慢,晶粒细化程度与 Stuve 等效应变之间有幂函数关系.依据简单剪切球形晶粒的模型,得到了晶粒细化程度随剪切应变增大而增强的规律,并与实验数据的变化趋势一致.

**关键词** 金属材料, 纯铜, 高压扭转, 电子背散射衍射, 晶粒尺寸, 晶粒细化

**分类号** TG146

**文章编号** 1005-3093(2007)01-0072-05

## Grain refinement and its correlation with strain for pure copper subjected to high pressure torsion

SHANGGUAN Fengshou XIE Jijia HONG Youshi\*\*

(State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics (LNM),  
Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100080)

\* Supported by National Natural Science Foundation of China No.10472117.

Manuscript received February 27, 2006; in revised form October 17, 2006.

\*\* To whom correspondence should be addressed, Fax: (010)62561284, E-mail:hongys@imech.ac.cn

**ABSTRACT** A holding apparatus for high pressure torsion (HPT) treatment equipped with materials testing machine was designed and manufactured. Samples of pure copper were HPT treated by different counts of revolution i.e. experienced different extent of strain. Electron back scattered diffraction (EBSD) was used to measure the grain size of HPT treated samples. The relationship between grain refinement and strain was analyzed and a model of simple shear sphere was proposed to account for grain refinement. The results revealed that grain refinement dramatically develops with increasing strain, with the average grain size down to one fiftieth of its original average size. The grain size decreases significantly when shear strain is less than 10, whereas when shear strain is larger than 10, the reduction of grain size is greatly decelerated. There is a power law relation between Stuve equivalent strain and grain size variation. Based on the proposed model, the tendency of grain refinement as a function of increasing shear strain was obtained. The predicted grain size reduction with increasing strain from the model is in good agreement with experimental results.

**KEY WORDS** metallic materials, pure copper, high pressure torsion, EBSD, grain size, grain refinement

剧烈塑性变形 (severe plastic deformation, SPD)<sup>[1]</sup>是在相对低的温度 ( $<0.4T_m$ ,  $T_m$  为熔点温度) 下对金属材料施加压应力并使其发生很大程度的塑性变形 (剪应变  $\gamma \gg 1$ ), 位错的不断增殖、演化和交互作用导致微结构 (晶粒) 显著细化. 使用 SPD 技

术, 可以将金属材料的晶粒尺度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, 使用 SPD 可获得无污染、全致密的块体试样, 对纳米晶材料本征性能的研究和工业应用有重大的意义. SPD 技术是一种力致材料微结构细化的方法, 大塑性变形是一个重要特征<sup>[2~4]</sup>. 高压扭转 (high pressure torsion, HPT) 是一种典型的 SPD 方法. HPT 是在几个 GPa 的静水压力作用下盘状的试样经受大程度的扭转剪切变形. Zhilyaev 等<sup>[5,6]</sup>研究了纯镍的 HPT 工

\* 国家自然科学基金 10472117 资助项目.

2006 年 2 月 27 日收到初稿; 2006 年 10 月 17 日收到修改稿.

本文联系人: 洪友士, 教授

艺参数(扭转圈数、静水压力等)对晶粒细化的影响,发现所获得的晶粒尺寸随着扭转圈数的增大而减小. Vorhauer 等<sup>[7]</sup>进一步研究了奥氏体不锈钢试样晶粒细化程度的均匀性,表明晶粒尺寸随试样中心距的增大而减小. 虽然 Dimitrov<sup>[8]</sup>、Enikeev<sup>[9]</sup>和 Stuwe<sup>[10]</sup>等对 HPT 变形过程作了表征,但 Zhilyaev<sup>[5,6]</sup>和 Vorhauer 等<sup>[7]</sup>的研究仍然局限于用工艺参数描述变形过程,没有分析晶粒细化与应变的关系.

研究晶粒尺度细化与变形量之间的关系对 SPD 技术的进一步发展有重要的意义. 本文研究 SPD 致纯铜晶粒细化过程中晶粒细化与变形量之间的关系.

## 1 实验方法

图 1 是实验所用 HPT 装置的简图,试样所在部分由两个砧头和侧环组成. 试样置于由两个砧头和侧环围成的空腔. 在几个 GPa 的静水压力  $P$  作用下,两个砧头相对转动,试样在砧头端面摩擦力的作用下发生扭转剪切变形. 实验中 HPT 变形前、后试样的厚度变化小于 5%. 砧头的端面经过粗糙化处理,以保证它和试样之间有足够的摩擦力从而驱动试样变形. 实验中用划线法验证试样的扭转变形情况. 为简化分析,设定试样的变形是纯扭转过程. 由于模具侧边存在摩擦力,在试样的边缘部分偏离纯扭转的变形,因此不考虑样品边缘的数据.

实验用材料为纯铜 T2(铜的质量分数  $\geq 99.90\%$ ),

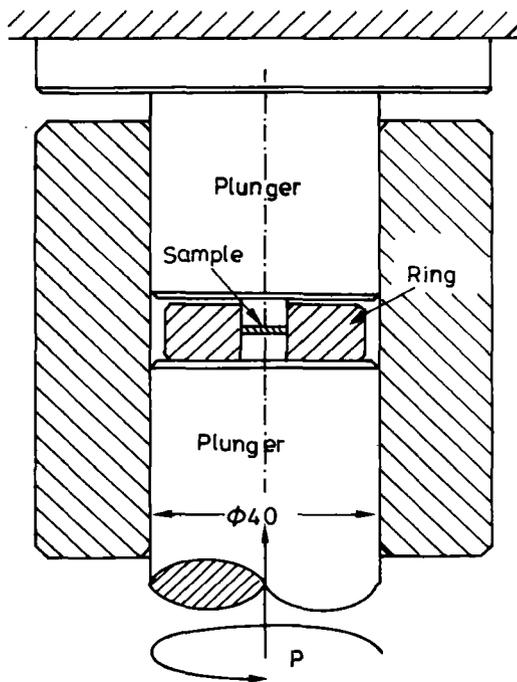


图 1 HPT 装置简图, 单位: mm

Fig.1 Schematic of holding apparatus for HPT, dimensions in mm

将加工成直径 8 mm 厚度 0.86 mm 的试样在 650 °C 真空退火 100 min, 得到原始态试样. HPT 处理: 在室温和 1.2 GPa 压力条件下, 对各个试样分别扭转不同圈数  $n$ : 0.25、0.5、8 和 10.

采用与扫描电子显微镜 (SEM) 联合的电子背散射衍射 (EBSD) 方法, 获得试样表面晶体取向的信息<sup>[11,12]</sup>. 对试样表面进行面扫描, 可以显示晶粒取向的面分布, 而给定判定晶粒的晶界取向差门限值获得试样晶粒尺寸的基本要素. 晶界取向差门限值 15° 时, 用 EBSD 获得的晶粒尺寸和利用光学显微镜获得的晶粒尺寸相当<sup>[11,12]</sup>. 每个晶粒内的像素应不小于 8, 以便控制测量误差不大于 5%. 本文取 8 个像素和晶界取向差 15° 作为判断晶粒存在的门限值.

晶粒尺寸测量是 FEI-Sirion400NC 的 SEM 上用 Oxford-INCA300 的 EBSD 系统及 INCACrystal v14 软件分析完成. 试样上晶粒尺寸沿径向分布的测量从试样的中心开始沿径向每隔 0.5 mm, 分别做面扫描. 每个位置的数据是两次面扫描的叠加, 统计分析获得试样上晶粒尺寸  $d$  沿径向的分布如表 1 所示, 原始态样品的晶粒尺寸  $d_0=13.24 \mu\text{m}$ .

表 1 HPT 处理不同圈数后纯铜试样上晶粒尺寸分布

Table 1 Grain size ( $\mu\text{m}$ ) distribution of pure copper samples subjected to different HPT revolutions

| Distance from center/mm | $n=0.25$ | $n=0.5$ | $n=8$ | $n=10$ |
|-------------------------|----------|---------|-------|--------|
| 0.00                    | 10.43    | 10.52   | /     | 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   |

HPT 过程中剪切应变  $\gamma$  正比于扭转角和中心距  $r$ <sup>[1]</sup>, 即

$$\gamma = \frac{2\pi nr}{h} \quad (1)$$

其中  $h$  为试样的原始厚度,  $n$  为扭转圈数. 相对应的 von Mises 等效应变  $\varepsilon_v$  和 Tresca 等效应变  $\varepsilon_T$  分别为

$$\varepsilon_v = \frac{2\pi nr}{\sqrt{3}h} \quad (2)$$

$$\varepsilon_T = \frac{\pi nr}{h} \quad (3)$$

是 Cauchy 应变按照既定的屈服轨迹的分析得来的, 而 Cauchy 应变是 Green 应变在小变形条件下略去

二阶量的结果. 在大变形时, 该二阶量非小量, 不可忽略. 此时, von Mises 和 Tresca 等效应变将失去原有的物理意义.

Stuwe<sup>[10]</sup> 基于变形几何学和等量塑性功分析了简单剪切过程的等效应变, 并定义单元体中在最大伸长方向 (即最大主应变所在的方向) 上的真应变  $\varphi$  为简单剪切变形的等效应变, 即

$$\varphi = \ln\left(\frac{\gamma}{2} + \sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{4}}\right) \quad (4)$$

式 (4) 可以近似写成

$$\varphi \approx \frac{\gamma}{2} \quad \gamma \ll 2 \quad (5)$$

$$\varphi \approx \ln\gamma \quad \gamma \gg 2 \quad (6)$$

从式 (5) 和 (6) 可以看出, 小变形时  $\varphi$  退化成 Tresca 等效应变; 大变形时,  $\varphi$  趋向于剪应变的对数.

## 2 结果与讨论

### 2.1 晶粒细化与变形量的关系

图 2 表明, HPT 处理后试样的平均晶粒尺寸  $d$

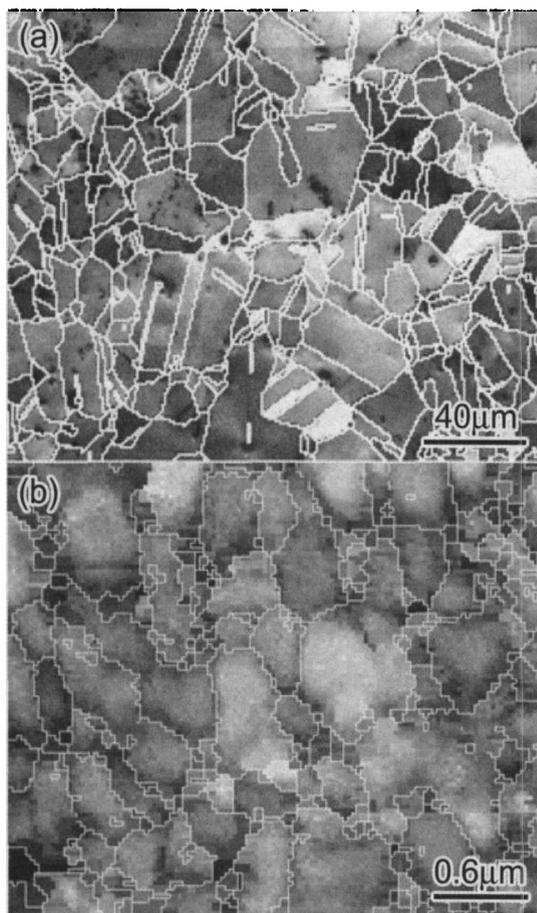


图 2 HPT 处理前、后的 EBSD 图例

Fig.2 EBSD pattern showing grain image (a) original, (b) after HPT treatment ( $n=8$ ,  $r=2.5$  mm)

为  $0.27 \mu\text{m}$ , 与原始态的晶粒尺寸  $d_0 (=13.24 \mu\text{m})$  相比, 晶粒细化相当显著, 即细化了 1.5 个数量级. 可见, 用 HPT 方法可以将纯铜的晶粒显著细化.

用比值  $d/d_0$  描述晶粒的细化程度. 在试样中心区域,  $d/d_0$  在 0.56 至 0.79 之间. 这表明, 试样中心的晶粒细化程度不显著. 从图 3 可见,  $d/d_0$  随中心距增大而减小, 即距离中心越远, 晶粒细化越显著; 同时,  $d/d_0$  随着扭转圈数  $n$  增大而减小, 即扭转圈数越多晶粒细化越显著. 这与 Valiev 等<sup>[1~3]</sup> 的实验结果不同. 他们观察到, 整个试样有均匀的细化效果. 这可能是处理样品所用模具结构不同和试样的承载条件不同等原因造成的. 在这一点上, 本文的结果进一步支持了 Vorhauer 关于 HPT 变形的不均匀性的讨论<sup>[7]</sup>.

图 4 表明, 剪切应变  $\gamma \leq 10$ , 晶粒尺寸  $d$  随着变形的增大剧烈减小; 当  $\gamma > 10$ ,  $d$  的变化明显缓慢. 由式 (1) 可见, 剪切应变  $\gamma$  在试样的几何中心 ( $r=0$ ) 为零, 并随着中心距  $r$  和扭转圈数  $n$  的增大而增大. 从图 3 和图 4 可以看出: 当剪切应变  $\gamma$  较小时, 晶粒

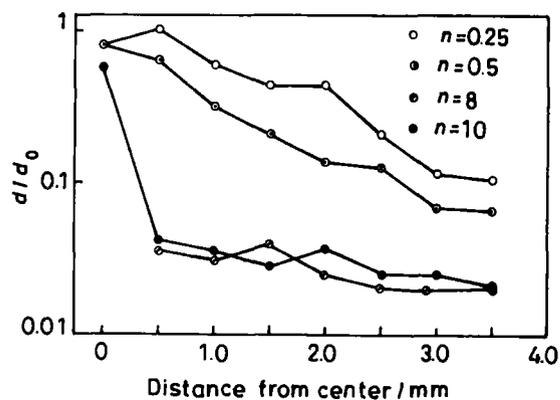


图 3 HPT 处理不同  $n$  试样的晶粒细化程度 ( $d/d_0$ ) 沿试样径向分布

Fig.3 Distribution of grain refinement ( $d/d_0$ ) along radical direction of samples for different  $n$

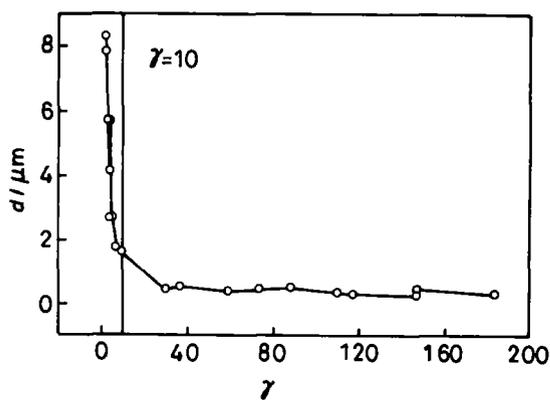


图 4 HPT 处理后晶粒尺寸与剪切应变的关系

Fig.4 Relationship between grain size after HPT treatment and shear strain

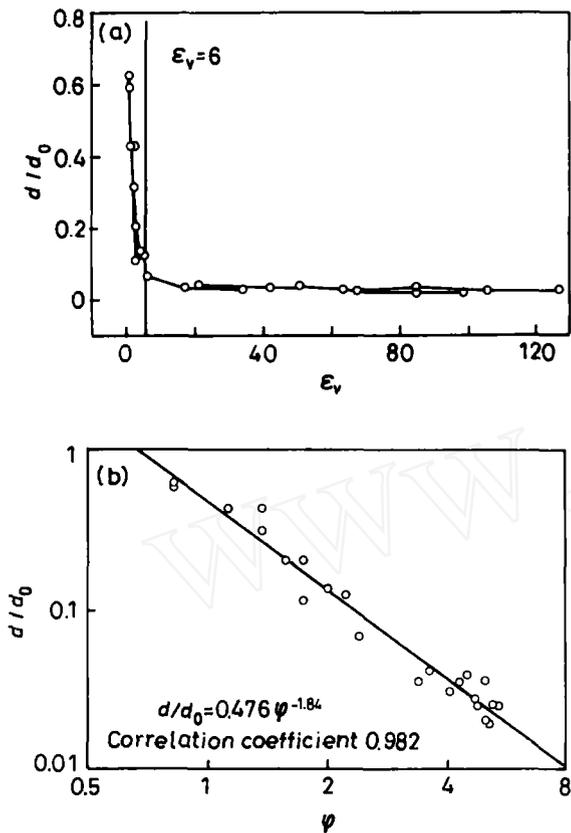


图5 晶粒细化程度与 von Mises 和 Stuve 等效应变的关系  
Fig.5 Relationship between grain refinement after HPT treatment and von Mises (a) and Stuve (b) equivalent strain

细化不明显; 随着剪切应变  $\gamma$  的增大晶粒快速细化; 而后随着  $\gamma$  的继续增大, 晶粒尺寸变化趋于平缓.

从图 5 可以看出  $d/d_0$  随着  $\varepsilon_v$  的增大而迅速减小, 并当  $\varepsilon_v$  增大到 6 左右开始进入一个应变变化不敏感区 (图 5a). 当  $n=0.25$  和  $0.5$  时, 试样上大部分区域的  $\varepsilon_v$  小于 6;  $n=8$  和  $10$  时, 试样上大部分区域 (除中心区域  $r < 0.18$  mm 和  $r=0.14$  mm 外) 的应变  $\varepsilon_v$  均大于 6. 相应地在图 3 观察到, 当  $n=0.25$  和  $0.5$  时,  $d/d_0$  随中心距  $r$  的增大而减小; 当  $n=8$  和  $10$  时,  $d/d_0$  随  $r$  的增大先明显下降再趋于平缓. 随着  $\varphi$  的增大  $d/d_0$  减小 (图 5b),  $d/d_0=0.476\varphi^{-1.84}$ . 将实验数据按此式拟合, 其相关系数为 0.982. 由此可见, Stuve 应变与  $d/d_0$  在双对数坐标上呈现很好的线性关系. Hughes 和 Hansen<sup>[13]</sup> 在研究表面划擦致纯铜的晶粒细化过程中也观察到了类似的现象.

实验结果表明, 随着变形量的增大晶粒细化效果增强. HPT 处理样品变形的这种不均匀性, 应当导致晶粒细化效果的不均匀性. 但是, 当试样上的变形达到一定水平, 试样 (除中心区域外) 晶粒尺寸的

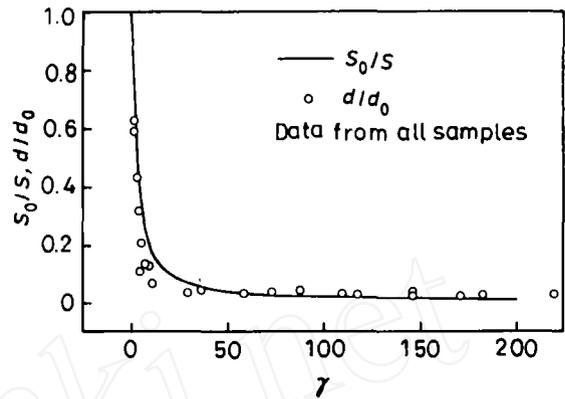


图6 界面面积的相对密度和晶粒细化程度与剪切应变的关系  
Fig.6 Relationship between grain boundary density ratio and grain refinement data and shear strain

差别不显著. 同时, 由于 HPT 装置的加工过程和试样处理过程的偏差, 试样几何中心的变形往往不等于零<sup>[7]</sup>. 因此, 在 HPT 处理的大  $n$  试样上往往观察到均匀的细化效果<sup>[1,5,6]</sup>.

另一种典型的 SPD 方法 (等通道角向挤压方法) 也观察到当挤压次数大于 8 (即  $\varepsilon_v > 8$ ) 时, 细化的晶粒尺寸趋于稳定<sup>[1]</sup>. 可见, 在 HPT 处理时, 若控制变形量  $\gamma < 10$  (或  $\varepsilon_v < 6$ ), 将得到显著的晶粒细化效果; 当变形量  $\gamma > 10$ , 晶粒继续细化的效果很有限.

### 2.2 晶粒细化模型

随着变形量增大和相应的晶粒尺寸减小, 晶界的相对面积增大<sup>[14]</sup>. 另一方面, 多晶材料中晶界面积的密度 ( $S_v$ , 晶界界面面积/体积) 与晶粒尺寸  $d$  之间存在反比关系. 因此, 研究变形过程中界面面积的变化 ( $S_0/S$ , 初始界面面积/变形后界面面积) 可以获得晶粒尺寸细化的信息. 假定晶粒的原始状态为球体, 经过简单剪切变形  $\gamma$  后变成椭球, 椭球的三个半轴为  $\{\lambda, 1, \frac{1}{\lambda}\}$ , 其中  $\lambda = \frac{\gamma}{2} + \sqrt{\frac{\gamma^2}{4} + 1}$ , 晶粒的表面积从  $S_0 (=4\pi \times r^2)$  变成  $S = 8 \int_0^1 dy \int_0^{\sqrt{(1-y^2)\lambda^2}} \sqrt{\frac{x^2\lambda^4 + y^2\lambda^6 - \lambda^6 - x^2 - y^2\lambda^4}{\lambda^4(x^2 + \lambda^2 + \lambda^2 y^2 - \lambda^2)}} dx$ . 此式表明, 界面面积的相对变化  $S_0/S$  随着  $\gamma$  的增大而减小, 与  $d/d_0$  实验数据具有一致性 (图 6).

### 3 结 论

1. 使用 HPT 方法可以将纯铜的晶粒尺寸显著细化, 从原始晶粒尺寸  $13.24 \mu\text{m}$  细化到  $0.27 \mu\text{m}$ .
2. 晶粒的细化程度  $d/d_0$  随着应变量的增大而增强. 当剪切应变  $\gamma < 10$ ,  $d/d_0$  急剧减小; 当  $\gamma > 10$ ,  $d/d_0$  趋于平缓. 控制变形量  $\gamma < 10$  (或  $\varepsilon_v < 6$ ) 可以得

到显著的细化效果.  $d/d_0$  与 Stuwe 等效应变  $\varphi$  之间存在幂函数关系:  $d/d_0=0.476\varphi^{-1.84}$ .

3. 简单剪切球模型表明, 晶粒细化程度随着剪切应变的增大而增强. 此模型也表明, HPT 过程晶粒细化效果  $d/d_0$  随着剪切变形量的演化.

#### 参考文献

- 1 R.Z.Valiev, R.K.Islamgaliev, I.V.Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Progress in Materials*, **45**(2), 103(2000)
- 2 R.Z.Valiev, A.V.Korznikov, R.R.Mulyukov, Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation, *Materials Science Engineering A*, **168**(2), 141(1993)
- 3 R.Z.Valiev, Yu.V.Ivanisenko, E.F.Rauch, B.Baudelet, Structure and deformation behaviour of Armco iron subjected to severe plastic deformation, *Acta Materialia*, **44**(12), 4705(1996)
- 4 Y.T.Zhu, H.Jiang, J.Huang, T.C.Lowe, A new route to bulk nanostructured metals, *Metallurgical and Materials Transactions*, **32A**(6), 1559(2001)
- 5 A.P.Zhilyaev, G.V.Nurislamova, B.K.Kim, M.D.Bar, J.A.Szpunar, T.G.Langdon, Experimental parameters influencing grain refinement and microstructural evolution during high-pressure torsion, *Acta Materialia*, **51**(3), 753(2003)
- 6 A.P.Zhilyaev, S.Lee, G.V.Nurislamova, R.Z.Valiev, T.G.Langdon, Microhardness and microstructural evolution in pure nickel during high-pressure torsion, *Scripta Materialia*, **44**(12), 2753(2001)
- 7 A.Vorhauer, R.Pippan, On the homogeneity of deformation by high pressure torsion, *Scripta Materialia*, **51**(9), 921(2004)
- 8 O.Dimitrov, Nominal and equivalent strains in severe plastic deformation process, *Annales de Chimie Science des Matériaux*, **27**(3), 15(2002)
- 9 F.U.Enikeev, Kinematics of the process of extension with torsion of a homogeneous cylindrical bar of superplastic material, *Metally (in Russian)*, (2), 89(1999)
- 10 H.P.Stuwe, Equivalent strains in severe plastic deformation, *Advanced Engineering Materials*, **5**(5), 291(2003)
- 11 F.J.Humphrerys, Review grain and subgrain characterization by electron backscatter diffraction, *Journal of Materials Science*, **36**(16), 3833(2001)
- 12 F.J.Humphrerys, Characterization of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD), *Scripta Materialia*, **51**(8), 771(2004)
- 13 D.A.Hughes, N.Hansen, Graded nanostructures produced by sliding and exhibiting universal behavior, *Physical Review Letters*, **87**(13), 135503(2001)
- 14 P.S.Bate, W.B.Hutchinson, Grain boundary area and deformation, *Scripta Materialia*, **52**(3), 199(2005)