搅拌摩擦加工 Al-Pb 表面复合材料 的微结构和织构

许峰¹,杨 莉²,熊义峰¹,刘 坡²,张尧成¹

(1. 常熟理工学院 汽车工程学院, 江苏 常熟 215500)(2. 桂林航天工业学院 机械工程学院, 广西 桂林 541004)

摘 要:采用搅拌摩擦加工(FSP)方法制备 Al-Pb 表面复合材料,以提高其减摩抗磨性能,使用 SEM、EBSD、纳米压 痕仪和显微硬度计等分析其微观组织、织构和硬度分布。结果表明:使用 FSP 方法制备 Al-Pb 表面复合材料,Pb 颗粒 受到重力和搅拌作用,主要分布于盆状搅拌加工区的底部。塑性金属对流形成的洋葱环结构中,存在富 Pb 片层和形变 铝基体片层。富 Pb 片层内的 Pb 颗粒,起到了良好的细化晶粒作用。形变铝基体片层分布有少量直径约 100 nm 的新生 Pb 粒。受到细晶强化作用影响,富 Pb 颗粒区的硬度显著高于形变铝基体。加工区底部的 SZ-AS 区形成强 Cube 再结晶 织构;SZ-RS 区形成 Cube 织构和少量 Brass 织构;CSZ 区的 Cube 织构较少, {111}织构增强;上部的 AS 区形成强 Goss 织构,RS 区织构相对随机。

关键词:搅拌摩擦加工;电子背散射衍射(EBSD);微结构;织构
中图法分类号:TB331
文献标识码:A
文章编号:1002-185X(2021)03-0957-06

铝基复合材料具有比刚度高、热稳定性好等优点, 在航空航天、汽车等工程领域得到了广泛的应用^[1-4]。 在铝基体中添加 Pb 粉末,制备金属自润滑铝基复合材 料,其具有优良的摩擦学性能,广泛应用于无油轴承、 轴瓦、滑块、轴套和轴承保持架中^[5]。由于 Al 和 Pb 元素原子序数相差大,难以互溶,Al-Pb 复合材料传 统制备方法有机械合金化^[6]或流变压铸法^[7],在机械 合金化过程中易形成气孔和粗大晶粒等缺陷,在压铸 凝固过程中铅元素偏析严重,均难以制备出致密均匀 的 Al-Pb 复合材料^[8]。而使用快速凝固法制备 Al-Pb 复合材料,特别是铅含量大于 10%(质量分数)时,存 在比较严重的偏析现象^[9]。

利用塑性固态加工,即搅拌摩擦加工(FSP),可 以避免偏析,获得均匀的组织^[10-12]。FSP 制备复合材料, 特别是铝基复合材料方面受到广泛关注^[13-16]。Huang 等^[17,18]采用 FSP 向铝基材料中添加 WC 和 W 增强颗 粒,发现增强颗粒与铝基体结合良好、组织均匀、无气 孔,力学性能显著提高。Devaraju 等^[19]使用 FSP 向 6061 铝合金中复合添加 Al₂O₃ 和 SiC,结果发现晶粒获得明 显细化,显微硬度和耐磨损性能增强。Yuvaraj 等^[20]发 现,由于硬质 B₄C 增强颗粒的均匀分散和 FSP 的晶粒 细化,添加的增强颗粒改善了 5083 铝合金的磨损性能。 通过添加硬质颗粒增强铝基复合材料的方法研究地较 多,而利用 FSP 方法将 Pb 颗粒添加到铝合金基体中对 复合材料微观组织、拉伸性能和耐磨性的影响却鲜有报 道。本研究采用在铝合金中加入 Pb 颗粒的方法制备 Al-Pb 表面复合材料,研究其微观组织、微区织构和硬 度分布,探讨了快速制备 Al-Pb 表面复合材料的可行 性,对低成本、高效率生产制备 Al-Pb 表面复合梯度材 料具有重要的工程意义。

1 实 验

选用平均颗粒尺寸 20 μm 的 Pb 粉末(纯度为 99.9%, 密度 5.62 g/cm³)添加到尺寸为 150 mm×100 mm×6 mm 的热轧态 1060 铝合金板材中。沿铝板中心 线加工出一道宽 0.58 mm、深 4 mm、长 120 mm 的沟 槽,于槽内填满 Pb 粉。根据 Thangarasu^[16]提出的计 算复合材料质量分数方法,建立公式(1):

$$M_{\rm AI} = \frac{b\rho_{\rm Pb}}{(D-b)\rho_{\rm AI} + b\rho_{\rm Pb}} \times 100\%$$
(1)

式中: M_{Al} 为 Al 元素的质量分数, b 为沟槽宽度, D 为搅拌针的直径, ρ_{Al} 和 ρ_{Pb} 分别为铝材和铅的密度。

基金项目: 江苏省高等学校自然科学研究重大项目(18KJA460001)

收稿日期: 2020-03-10

作者简介: 许 峰, 男, 1982年生, 博士, 高级工程师, 常熟理工学院汽车工程学院, 江苏 常熟 215500, 电话: 0512-62252016, E-mail: xufeng388@163.com

参考前期研究结果,确定添加 Pb 的含量为 18%时, 复合材料耐磨损性能最佳^[21]。沟槽压实后使用无针搅 拌头进行预搅拌加工,以封闭 Pb 粉,防止其在 FSP 加工过程中被挤出。

搅拌头轴肩直径 22 mm,长度 32 mm,搅拌针长 4 mm,直径 6 mm。以转速 1000 r/min,行进速度 50 mm/min,行进方向垂直于轧制方向,倾斜角度 2.5°,轴肩压入深度 0.3 mm 的优选试验参数对 Pb 粉沟槽进行搅拌摩擦加工,加工过程如图 1 所示。FSP 后样品沿轧制铝板的横截面剖开,对该截面打磨抛光,使用Keller试剂腐蚀后进行铝基体和加工区的微结构观察。

使用 Jeol-7001F 扫描电子显微镜进行形貌观察、 EDS 元素浓度分布和 EBSD 分析,并使用 Channel-5 软件对 EBSD 数据进行处理。在 G-200 型纳米压痕仪 上对 FSP 样品进行微观尺度连续刚度点测量,在 Tukon-2500 型全自动维氏硬度计上进行 FSP 加工区域 硬度矩阵测量。

2 结果与讨论

2.1 微结构分析

图 2 为 1060 铝板横截面的初始组织和织构, 铝基体呈热轧态, 轧制晶粒沿水平轧制方向拉长变形, 晶粒平均长度约 120 μ m, 平均宽度约 28 μ m。图 2b 选取铝基体 q_2 =45°的 ODF 截面图。结果表明, 热轧态的铝基体存在较强的典型热轧织构^[22], 极密度最大值为 8.2。对主要织构组分百分含量计算结果显示: (123)<634> S 织构约占 39.1%, (112)<111> Copper 织构约占 24.6%。

图 3a 为搅拌摩擦加工后样品横截面的宏观组织, 整个搅拌摩擦加工区呈盆状。整个加工区域可分为 Pb 颗粒水平方向分布的中心搅拌区(center-SZ, CSZ)、 Pb 颗粒垂直方向分布的两侧搅拌区(SZ-AS和 SZ-RS) 和无明显 Pb 颗粒的近表面区(AS和 RS)。中心搅拌 区为白色 Pb 颗粒水平方向层状分布的洋葱环结构。表 明基体和 Pb 颗粒受搅拌针端部平面的旋转摩擦作用



Fig.1 Schematic illustration of FSP process





被塑化,在水平方向进行金属回旋流动;两侧搅拌区中, 基体和 Pb 颗粒受金属塑性流动影响呈接近垂直方向分 布的洋葱环结构。研究表明,与搅拌针端面直接接触的 塑性金属所受到的横向挤压力最大,随着距此水平线的 距离越远,其受到的横向挤压力最大,随着距此水平线的 距离越远,其受到的横向挤压力越小,直至消失。搅拌 针端部挤压的塑性金属在搅拌针端部和侧面摩擦驱动 力的作用下,被迫向两侧方向挤压迁移,受到外侧基体 的强大约束后沿径向向上流动^[23]。在水平方向,中心 搅拌区与两侧搅拌区宽度的比值约为 1:4。两侧搅拌区 的宏观结构存在不对称性,后退侧金属流动性较前进侧 弱,且其塑性金属流动方向与 FSP 加工前进方向相反, SZ-RS 区呈现流线结构和挤压堆积,导致白色 Pb 颗粒 的富集。整个搅拌区上部,受塑性金属流动影响,在无 针搅拌摩擦封闭 Pb 粉加工时出现一层水平方向分布的 富 Pb 颗粒带, FSP 加工后同样存在。

由图 3a 可见,在不同区域 Pb 颗粒分布的情况也 不尽相同,在上部的 AS 区和 RS 区则未见明显的白色 Pb 颗粒分布。由于 Pb 金属的密度远大于 Al 金属,受 到 Pb 颗粒的重力作用和搅拌头的搅拌作用,Pb 颗粒 主要分布在加工区底部的 CSZ 区、SZ-AS 区和 SZ-RS 区。FSP 加工过程中,Pb 颗粒随着搅拌针运动与基体 发生混合和塑性流动,塑性金属对流形成重叠帽状结 构,从横截面上观察到富 Pb 片层与形变铝基体片层间 隔形成间距不等的片层状洋葱环结构。对图 3b 中 SZ-AS 区内一处亮暗分明的洋葱环结构进行沿标注线 的 EDS 元素线扫描分析,结果如图 3c 所示。结果表 明,亮暗相间的洋葱环结构中,在白亮区域中 Pb 含量 较高,BSE 成像照片 Pb 颗粒呈白亮色是由于 Pb 元素 的原子序数大,重元素原子成像更白。

图 4a 对 SZ-RS 区的洋葱环片层结构进行高倍观 察,图 4b 为白亮色大颗粒富 Pb 片层的显微形貌,发 现白色大颗粒尺寸的 Pb 颗粒嵌在铝基体上,图 4c 灰 色区为形变铝基体中嵌入少量纳米级别 Pb 颗粒。在 FSP 的初始阶段,通过搅拌头的搅拌作用将一部分塑化 铝合金搅拌到槽中,进行剧烈的搅拌,使槽中填充的 Pb 颗粒分散到 Al 基体中,形成富 Pb 片层。同时,搅 拌加工过程中的摩擦热将搅拌区温度提高到 400 ℃, 这一温度介于 Pb 金属和 Al 金属的熔点之间。更高放 大倍数的 SEM 照片表明,少量 Pb 颗粒发生熔化并迁 移到另一部分形变铝基体内,生成直径约 100 nm 的小 颗粒,形成灰色的含少量纳米尺寸 Pb 颗粒的形变铝基 体片。此外,由于后退侧金属流动性较前进侧弱,易 出现 Pb 颗粒的堆积。当搅拌头向前移动时,RS 侧出 现瞬时空腔,周边塑性金属被轴肩推动进行填充,堆 积的 Pb 颗粒很难密实地填满空腔。SZ-RS 区容易出现 不连续的微孔和连续的隧道缺陷,导致裂纹的萌生和 扩展。SZ-AS 区位于前进侧,塑性变形剧烈,Pb 颗粒 分布均匀,未出现 Pb 颗粒的堆积和微孔聚集。这些缺 陷可以通过多道次 FSP 加工,来改善 Pb 颗粒的分布 均匀性,避免其聚集危害。



图 3 Al-Pb 表面复合材料横截面宏观形貌及洋葱环微区形貌和 EDS 元素线扫描

Fig.3 Macroscopic microstructure of cross section of the Al-Pb surface composites (a), microstructure of the onion ring (b), and EDS line scanning along marked line in Fig.3b (c)



图 4 SZ-RS 区的洋葱环片层结构及微区放大照片

Fig.4 Microstructures of the onion ring in SZ-RS zone (a) and enlarged microstructures of microregion (b, c): (b) Pb-rich zone A in Fig.4a and (c) deformed aluminum matrix zone B in Fig.4a

2.2 硬度分析

图 5 是图 4 洋葱环结构内白亮色富 Pb 片层(A) 和形变铝基体片层(B)的纳米硬度与压入深度的曲 线。富 Pb 片层的平均纳米硬度值为 0.80 GPa,而形变 铝基体片层为 0.52 GPa,富 Pb 片层的硬度明显高于形 变铝基体片层。富 Pb 片层中 Pb 金属并未与铝基体形 成金属间化合物,仍呈颗粒状嵌在 Al 基体中。这些 Pb 颗粒作为增强相,在搅拌区动态再结晶及长大过程 中阻碍了再结晶晶粒的长大,细化铝基体的平均晶粒 尺寸,导致富 Pb 片层的硬度高于形变铝基体片层。而 形变铝基体区受到搅拌加工过程中的摩擦热作用,动 态再结晶晶粒受热发生晶粒长大,这在后续的 EBSD 微区晶粒表征结果中也得到了证明,晶粒粗化导致该 区域硬度值下降。

图 6 是 FSP 加工区截面的二维平面显微硬度分布 图,截面内存在硬度较高的条带区,对比图 3a 的 FSP 加工区宏观形貌,可以发现这些硬度较高的区域均为 含 Pb 颗粒较多的区域。这表明 Pb 颗粒在铝合金基体 中起到了良好的增强相作用,通过细化晶粒提高了该 区域的硬度。摩擦磨损试验结果也表明:铝基体添加 Pb 颗粒后,提高了表面显微硬度,并在表面摩擦过程 中生成一层 2 μm 厚含 Pb 固体润滑膜,起到良好的减 摩抗磨效果^[21]。

2.3 微区晶粒取向

图 7 为搅拌加工区各区域的 EBSD 表征晶粒形貌



图 5 洋葱环片层的纳米压痕硬度

Fig.5 Nano-indentation hardness of onion ring lamellas



图 6 Al-Pb 复合材料搅拌摩擦加工区平面硬度分布 Fig.6 Hardness (HV) profile of FSPed Al-Pb composites



图 7 Al-Pb 复合材料搅拌摩擦加工各区域晶粒取向图

Fig.7 Grain orientation maps of different regions in FSPed Al-Pd composite

和晶粒取向着色图。由图可见 SZ-AS 搅拌区内晶粒尺 寸最为细小,完全等轴的再结晶晶粒平均晶粒尺寸约 为 2.4 μm。该区域的金属流动线速度最高,塑性变形 剧烈,剪切应变值最大,伴随 Pb 颗粒均匀分布在铝基 体中,发生动态再结晶显著细化了晶粒。SZ-AS 区外 热机影响区的晶粒受热-力作用,沿金属流动方向发生 拉长变形。SZ-RS 区为搅拌区后退侧,Pb 颗粒的堆积 和微孔聚集导致部分区域难以表征,该区域的金属流 动性较弱,受摩擦热作用,洋葱环中塑性变形铝基体 片层内的再结晶晶粒发生晶粒长大,平均晶粒尺寸增 至 8.6 μm。CSZ 区为中心搅拌区,受摩擦热作用,部 分晶粒发生长大,平均晶粒尺寸约为 9.1 μm,同时搅 拌头端部的挤压力使晶粒沿水平方向发生变形。

AS 和 RS 区位于加工区上部,靠近表面,在无针 搅拌头封闭 Pb 粉预处理过程中就已经发生剪切再结 晶,晶粒呈等轴状;经 FSP 加工后,受到摩擦热作用 该区域发生晶粒长大,平均晶粒尺寸约为 16.2 μm。

图 8 为各区域 φ_2 =45°截面的 ODF 图,并对主要 几种织构进行百分含量统计分析(见表 1)。SZ-AS 区 处于搅拌区前进侧,受剧烈摩擦的剪切作用发生动态 再结晶,织构类型由初始的热轧织构完全转变为典型 的再结晶织构,(112)<111> Copper 织构和(123)<634> S 织构明显减弱,(001)<0 10 > Cube 织构百分含量增 至 16.0%。SZ-RS 区为搅拌区后退侧,金属流动性较 弱,形成的织构包括(001)<0 10 > Cube 再结晶织构和 少量(011)<211> Brass 织构。CSZ 区位于搅拌区的中 心,受到端部的 ND 方向的挤压力作用,再结晶晶粒 发生长大和变形,导致其(001)<0 10 > Cube 织构有所 减弱,同时形成{111}织构和少量(110)<233>形变织 构。通常认为{111}织构的形成是由于搅拌针端面产生 的垂直方向挤压力导致位错滑移在{111}易滑移面上 开动,部分晶粒转动到{111}//ND 方向^[24,25]。





Table 1 Main texture components of different regions in

FSPed Al-Pd composites (%)

			-			
Туре	Substrate	AS	RS	SZ-AS	CSZ	SZ-RS
Copper	24.6	12.8	4.4	6.7	6.1	7.9
Brass	15.0	9.5	9.9	9.0	6.4	12.0
Goss	7.1	13.7	4.2	1.0	3.6	5.1
Cube	8.8	1.4	5.4	16.0	6.9	9.1
S	39.1	22.5	14.9	15.9	11.8	17.1

AS 区经再结晶和晶粒长大后,在搅拌头上部发生 塑性金属流动,统计结果表明再结晶(001)<010> Cube 织构降至 1.4%,(011)<100> Goss 织构得到显著 增强,达到 13.7%,另有少量(112)<111>Copper 织构 和(110)<233>织构形成。RS 区同样经过再结晶和晶粒 长大后,当该区域的金属流动性要远低于 AS 区和搅 拌区,金属流动方向也更为复杂,织构相对随机。

3 结 论

1) 使用 FSP 方法制备 Al-Pb 表面复合材料, Pb 颗粒受到重力作用和搅拌头搅拌作用,主要分布于盆 状搅拌加工区的底部。

2) 塑性金属对流形成的洋葱环结构中,存在富 Pb片层和形变铝基体片层。富 Pb片层内分布的 Pb颗粒作为增强相,起到细晶强化作用。后退侧受到 Pb颗粒堆积影响,容易在富 Pb片层出现不连续的微孔和连续的隧道缺陷。形变铝基体片层分布有少量直径约100 nm 的新生 Pb粒。

3) Pb 颗粒作为增强相,起到了良好的细化晶粒作用,洋葱环结构内的富 Pb 片层硬度显著高于形变铝基体片层。富 Pb 颗粒区的硬度高于其他区域。

4) Al-Pb 表面复合材料 FSP 后, 底部的 SZ-AS 区 形成(001)<010>Cube 再结晶织构; SZ-RS 区形成 (001)<010>Cube 织构和少量(011)<211>Brass 织构; CSZ 区的(001)<010>Cube 织构较弱, {111}织构增 强; 上部的 AS 区形成强 Goss 织构, RS 区织构相对 随机。

参考文献 References

- Sarkari Khorrami M, Saito N, Miyashita Y et al. Materials Science and Engineering A[J], 2019, 744: 349
- [2] Wei Shaohua(魏少华), Nie Junhui(聂俊辉), Liu Yanqiang(刘 彦强) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属 材料与工程)[J], 2017, 46(11): 3464
- [3] Zhu Dezhi(朱德智), Qi Longfei(戚龙飞), Ding Xia(丁 霞). Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(2): 614

- [4] Wang Z, Scudino S, Stoica M et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2015, 651: 170
- [5] Mittal R, Tomar A, Singh D. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2014, 23(3): 975
- [6] Zhu M, Gao Y, Chung C Y et al. Wear[J], 2000, 242(1): 47
- [7] Fang X, Fan Z. Scripta Materialia[J], 2006, 54(5): 789
- [8] Qian S, Xiang J H, Zhou Z J. Materials Science Forum[J], 2016, 879: 2439
- [9] Ahmed T, Jiang H X, Li W et al. Acta Metallurgica Sinica[J], 2018, 31(8): 842
- [10] Ma Z Y, Feng A H, Chen D L et al. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences[J], 2017, 43(4): 269
- [11] Mishra R S, Ma Z Y. Materials Science and Engineering R[J], 2005, 50(1): 1
- [12] Hovanski Y, Mishra R, Sato Y et al. Friction Stir Welding and Processing IX[M]. Switzerland: Springer, 2017
- [13] Wang Yunhai(汪云海), Xia Chun(夏春), Huang Chunping (黄春平) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有 金属材料与工程)[J], 2018, 47(12): 3829
- [14] Xiao Changyuan(肖长源), Chen Bing(陈兵), Zhang Minmin(张敏敏) et al. Transactions of the China Welding Institution(焊接学报)[J], 2016, 37(12): 66
- [15] Qiang Jinli(强金丽), Huang Chunping(黄春平), Zhang Haijun

(张海军) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有 金属材料与工程)[J], 2015, 44(7): 1763

- [16] Thangarasu A, Murugan N, Dinaharan I et al. Archives of Civil and Mechanical Engineering[J], 2015, 15(2): 324
- [17] Huang G, Hou W, Shen Y. Materials Characterization[J], 2018, 138: 26
- [18] Huang G Q, Shen Y F, Guo R et al. Materials Science and Engineering A[J], 2016, 674: 504
- [19] Devaraju A, Kumar A, Kumaraswamy A et al. Materials & Design[J], 2013, 51: 331
- [20] Yuvaraj N, Aravindan S, Vipin D. Journal of Materials Research and Technology[J], 2015, 4(4): 398
- [21] Yang L, Xiong Y, Liu P et al. Materials Research Express[J], 2019, 6(8): 0865i9
- [22] Yuan Xiaokun, Cui Li. Rare Metal Materials and Engineering[J], 2019, 48(9): 2768
- [23] Sun Hongyu(孙宏宇), Zhou Qi(周琦), Zhu Jun(朱军) et al. Transactions of the China Welding Institution(焊接学报)[J], 2019, 40(1): 137
- [24] Woo W, Choo H, Brown D et al. Acta Materialia[J], 2006, 54(15): 3871
- [25] Moradi M M, Aval H J, Jamaati R et al. Materials Characterization[J], 2019, 152: 169

Microstructure and Texture of Al-Pb Surface Composites Fabricated by Friction Stir Processing

Xu Feng¹, Yang Li², Xiong Yifeng¹, Liu Po², Zhang Yaocheng¹

(1. School of Automotive Engineering, Changshu Institute of Technology, Changshu 215500, China)

(2. School of Mechanical Engineering, Guilin University of Aerospace Technology, Guilin 541004, China)

Abstract: Al-Pb surface composites were prepared by friction stir processing (FSP) to improve their friction and wear properties. The microstructure, texture and hardness distribution of Al-Pb surface composites were analyzed by SEM, EBSD, nano indentation and microhardness tester. The results show that the Pb particles are mainly distributed at the bottom of processing area under the action of gravity and agitation. The onion ring structure is formed by the flow of the plastic material. There are Pb-rich lamellae and deformed aluminum matrix lamellae in the onion ring structure. The Pb particles in the Pb-rich lamellae play an important role in grain refinement. Meanwhile, a small amount of new Pb particles (about 100 nm) form in the deformed aluminum matrix. The grain refinement results show that the microhardness of Pb-rich lamellae is significantly higher than that of deformed aluminum matrix. Furthermore, there are different types of texture in the different zones. At the bottom of the processing area, there is a strong Cube texture on SZ-AS. SZ-RS has Cube texture and a small amount of brass texture, and CSZ has weak Cube texture and {111} texture. At the top, there is a strong Goss texture on AS, and the texture on RS is relatively random. **Key words:** friction stir processing; EBSD; microstructure; texture

Corresponding author: Xu Feng, Ph. D., Senior Engineer, School of Automotive Engineering, Changshu Institute of Technology, Changshu 215500, P. R. China, Tel: 0086-512-52252016, E-mail: xufeng388@163.com