

Classified Index: TG244



Dissertation for the Master Degree in Engineering

**Study on Microstructure Analysis and
Numerical Simulation of Equal Channel
Angular Pressing for ZK60 Magnesium
Alloys**

Candidate:	Zhou Hao
Supervisor:	Yu Yandong
Academic Degree Applied for:	Master of Engineering
Specialty:	Material Processing Engineering
Date of Oral Examination:	March, 2010
University:	Harbin University of Science and Technology

哈尔滨理工大学硕士学位论文原创性声明

本人郑重声明：此处所提交的硕士学位论文《ZK60 镁合金等通道角加工组织分析和数值模拟》，是本人在导师指导下，在哈尔滨理工大学攻读硕士学位期间独立进行研究工作所取得的成果。据本人所知，论文中除已注明部分外不包含他人已发表或撰写过的研究成果。对本文研究工作做出贡献的个人和集体，均已在文中以明确方式注明。本声明的法律结果将完全由本人承担。

作者签名：周浩 日期：2010年3月19日

哈尔滨理工大学硕士学位论文使用授权书

《ZK60 镁合金等通道角加工组织分析和数值模拟》系本人在哈尔滨理工大学攻读硕士学位期间在导师指导下完成的硕士学位论文。本论文的研究成果归哈尔滨理工大学所有，本论文的研究内容不得以其它单位的名义发表。本人完全了解哈尔滨理工大学关于保存、使用学位论文的规定，同意学校保留并向有关部门提交论文和电子版本，允许论文被查阅和借阅。本人授权哈尔滨理工大学可以采用影印、缩印或其他复制手段保存论文，可以公布论文的全部或部分內容。

本学位论文属于

保密 ，在 年解密后适用授权书。

不保密 。

(请在以上相应方框内打v)

作者签名：周浩 日期：2010年3月19日
导师签名：于海 日期：2010年3月19日

ZK60 镁合金等通道 加工组织分析和数值模拟

摘要

镁及其合金是目前可应用的最轻的结构材料金属，它具有高的比刚度和比强度、优良的热传导性、易于机械加工和方便回收利用等优点。它被广泛地应用于航空航天、汽车工业和电子工业等领域。但是，由于镁合金的密排六方结构，使它具有室温塑性差、成形困难等诸多不利因素，其应用的更进一步受到了限制。众所周知，细晶强化机制不但提高材料的强度，同时其塑性也能得到提高。因此，研究镁合金的晶粒细化方法具有重要的理论和应用意义。

作为获得超细晶方法之一，等通道角加工(Equal-Channel Angular Pressing, ECAP)得到了广泛的研究。该技术对很多金属和合金都能达到有效的强化作用。由于铸造镁合金塑性差，能成功挤压的道次有限，在进行 ECAP 变形时容易产生裂纹，因此本文设计在 ECAP 加工前先对其进行常规挤压，使 ZK60 合金变形过程中更容易成形。再通过 ECAP 产生大塑性变形，使加工后试样能保持变形均匀、无缺陷和死区，晶粒组织成等轴晶状态，并对 ECAP 变形的工艺路线、背压方式、模具结构、挤压温度和速度等工艺参数进行设计和确定。

利用有限元软件 DEFORM-3D，模拟了 ZK60 合金单道次 ECAP 过程，分析了挤压件的材料流动速度、温度场分布、等效应力对 ECAP 变形的影响。同时对 ECAP 加工过程中 ZK60 合金晶粒组织演变及动态再结晶过程进行数值模拟，得到 ECAP 加工前后晶粒组织变化情况及其动态过程。对 ZK60 合金铸锭、常规挤压、一道次 ECAP 变形挤压件进行光学显微分析，研究 ECAP 变形组织变化机制。对四道次 ECAP 变形挤压件进行 SEM 分析，并对扫描电镜照片中发现的析出相进行能谱分析，确定其化学成分与基体金属的差异。通过与有限元模拟结果对比分析挤压前后晶粒组织变化情况，模拟结果与实验结果表现出较高的吻合性，验证了数值模拟指导实验的必要性。

关键词 ZK60 镁合金；等通道转角挤压(ECAP)；晶粒细化；组织模拟

Study on Microstructure Analysis and Numerical Simulation of Equal Channel Angular Pressing for ZK60 Magnesium Alloy

Abstract

In recent years, magnesium and its alloys are the lightest applicable structural material. They have many good properties such as specific strength, specific stiffness, good thermal conductivity, ease of machining and facilitate recycling. Therefore, it has been widely used in the area of aerospace, automotive and electronic industries. However, it also has the poor ductility and plastic deformation for the hexagonal close-packed at room temperature, which limited its extensive application. It is well known that fine-grain strengthening mechanism can not only enhance the strength but also improve the plastic of material. Therefore, the study on the method of grain refinement has important meaning in theory and application.

As one of the methods to obtain ultra-fine grain structure, Equal-channel Angular Pressing (ECAP) has been widely studied. Many metals and alloys can be effectively enhanced by the technology. As the plastic of cast magnesium is poor, the pass of successfully extrusion is limited, and the cracks of appear during ECAP deformation. Consequently, a hot extruding was designed before ECAP processing to make the deformation of ECAP easier. By mean of severe plastic deformation of ECAP, the material can be remained uniform deformation, defect-free and no dead area, and the microstructure can be changed into equiaxed crystals. The technological parameters such as process route, back pressure methods, structure of die, temperature and velocity of extrusion were determined.

The first pass of ECAP processing was simulated by using a finite element software DEFORM-3D. The influence of velocity of material flow, temperature distribution and effective stress on extrusion part was analyzed. The evolution of

microstructure and the process of dynamic recrystallization were also simulated. In this way, the dynamic process of microstructure before and after experiment was obtained. The optical microscopic analysis of the samples produced by casting, hot-extruding, one pass ECAP was taken, and the mechanism of microstructure changes during ECAP processing was studied. The SEM was employed to analyze the extruding part after 4 passes ECAP processing, and the precipitates in the stereoscan photograph were subjected to energy spectrum analysis, in order to determine its chemical composition and the differences to the substrate metal. The changes of grain structure before and after experiment were analyzed by a combination of finite element simulation and experiment. The results of simulation and experiment show that there is a good fit between the two.

Keywords ZK60 magnesium alloy, equal channel angular pressing(ECAP), grain refinement, microstructure simulation

目录

摘要.....	I
Abstract.....	III
第 1 章 绪论.....	1
1.1 镁及其合金概况.....	1
1.2 镁合金 ECAP 技术.....	1
1.2.1 镁合金 ECAP 技术的特点.....	1
1.2.2 ECAP 的工艺路线.....	3
1.2.3 ECAP 背压技术.....	4
1.3 有限元模拟在 ECAP 方面的研究.....	6
1.4 本课题研究意义.....	6
1.5 本课题的主要内容.....	7
第 2 章 ECAP 组织模拟的理论基础.....	8
2.1 有限元方法概述.....	8
2.1.1 有限元法分析的一般过程.....	8
2.1.2 有限元法的应用.....	9
2.2 线性回归方法.....	10
2.2.1 线性最小二乘法.....	10
2.2.2 非线性模型的参数估算方法.....	12
2.3 ECAP 过程中镁合金的晶粒细化及其机理.....	12
2.3.1 晶粒度的定义.....	12
2.3.2 不同类型的再结晶种类.....	12
2.3.3 ECAP 超细晶粒细化方法.....	13
2.3.4 ECAP 超细晶粒形成机制.....	14
2.4 细晶强化对镁合金机械性能的影响.....	14
2.5 本章小结.....	15
第 3 章 ZK60 镁合金 ECAP 有限元模拟.....	16
3.1 Deform 软件简介.....	16
3.1.1 Deform 软件的功能.....	16
3.1.2 Deform 软件的特点.....	17

3.1.3 Deform 模拟体积成形的基本原理和求解步骤	17
3.2 ECAP 有限元模型建立和参数定义	17
3.2.1 有限元模型的建立	18
3.2.2 模拟设置	19
3.2.3 几个关键问题的处理	20
3.3 ECAP 模拟结果分析	20
3.3.1 流动速度模拟	20
3.3.2 温度场模拟	22
3.3.3 应力场模拟	24
3.3.4 组织模拟	26
3.4 本章小结	29
第 4 章 ZK60 镁合金 ECAP 实验过程	31
4.1 等通道角挤压实验	31
4.1.1 实验材料	31
4.1.2 热挤压工艺	31
4.1.3 ECAP 工艺	33
4.2 显微组织分析	36
4.3 本章小结	41
结论	42
参考文献	44
攻读硕士学位期间发表的学术论文	49
致谢	50

第1章 绪论

1.1 镁及其合金概况

金属镁及其合金是最轻的结构金属材料之一，具有较低的密度、较高的比强度和比刚度、比弹性模量也比较高、减震性能良好、导热性优异、电磁屏蔽能力强、加工性能优越、成形的零件尺寸稳定、并且易于回收。在自然条件下，镁合金降解较易，有 85% 以上的废料可被回收利用，并且费用很低，只是相应新材料的 4% 左右，被称作是 21 世纪的“绿色材料”^[1-3]。金属镁现已被应用于航空航天、汽车工业、计算机通讯产业和家用电器行业。但因为对镁合金的研究还不充分，所以在制备材料以及加工技术方面仍然处于比较落后水平。镁的价格较高，因此镁合金的应用范围比钢铁和铝的落后。近些年来，由于环境保护和汽车轻量化要求，特别是变形镁合金技术的进一步发展，人们对镁的研究兴趣又一次被激发，许多人认为金属镁正在赶超铝金属。一些汽车制造商也正在着手考虑将铝合金和钢铁的零部件换成镁合金的

由于镁和铝有很多相似的地方，人们在铝合金的研究技术的基础上进行对镁合金的研究。在加工应用上更是借鉴了铝合金的很多研究成果。但这两种金属本身在性质上存在着差异，因此镁合金研究与铝合金研究的方式也存在着差别。目前的一个热点研究方向是探索镁合金自身的结构特点，研究镁合金作为结构材料的变形性能。

1.2 镁合金 ECAP 技术

1.2.1 镁合金 ECAP 技术的特点

等通道角挤压 ECAP 方法具有原理简单，对设备要求低，而且制备的样品结构均匀，三维尺寸大等特点，已发展成制备亚微米金属材料的主要方法。等通道角挤压的优越性^[4]：(1) 减小了挤压和挤压压强；(2) 由于挤压出来的试样横截面积保持不变，可以实现反复挤压；(3) 每次挤压都会产生很大的应变量，在多次挤压后剪切变形大大提高，形成亚微米超精细结构；(4) 挤压后的试样没有任何空洞；(5) 可以实现大块超细晶材料的制备。

ECAP 的模具比较特殊，它的原理如图 1-1 所示，该模具由冲头(Punch)、模具(Die)组成。挤压件在 ECAP 模具中发生了剪切变形，如图 1-2 所示。模具中的两个通道横截面为圆形，其直径完全相同，成一定交角 F ，称其为模具内角，和内角相对的圆心角 Ψ 是 ECAP 模具的外角，模具的圆心角半径 r 和外角成一一对应关系。挤压件被冲头压入模具的进口通道，并在拐角通道处发生剧烈的剪切变形，并从出口通道挤出，变形后挤压件的形状和面积基本不发生变化。这给实施反复挤压获得较大的总应变量提供了前提条件。

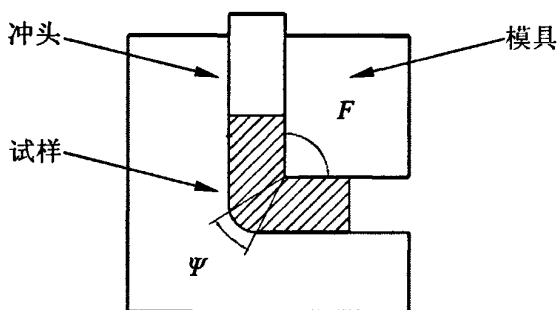


图 1-1 ECAP 工艺示意图

Fig. 1-1 Process schematic diagram of ECAP

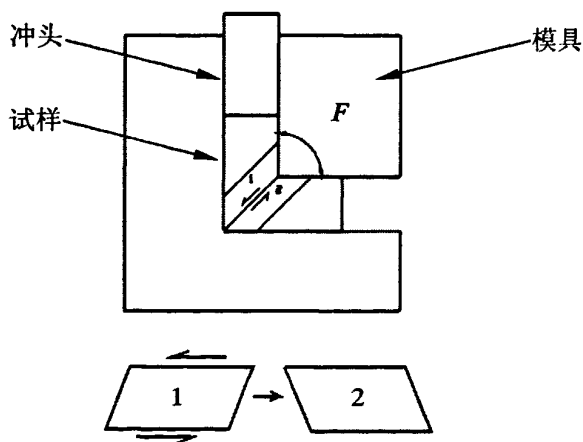


图 1-2 ECAP 剪切示意图

Fig. 1-2 Shearing schemes of ECAP

由于镁合金成型能力差，一般在高于 200°C 下进行 ECAP 变形，需要考虑润滑剂的问题，因为挤压温度提高，相应的对润滑剂的要求也要改变，在 250

℃挤压时可采用 MoS_2 作为润滑剂^[5]。由于镁合金的塑性差，能成功挤压的道次有限，挤压路线的设计相对于 Al 合金来说比较单一。镁合金本身塑性差，在进行 ECAP 变形时很容易产生裂纹，一些研究对工艺进行改进，在进行 ECAP 变形前热轧^[6]和进行常规挤压^[7]。

1.2.2 ECAP 的工艺路线

研究 ECAP 时剪切变形的特征与变形路径有很大关系，根据挤压件每一道次之间旋转的角度和方向不同，把 ECAP 工艺分成四种基本路径^[8]，见图 1-3 所示。A 路径，挤压件在每道次加工结束后不旋转直接进入下一道次 ECAP 挤压加工； B_A 路径，挤压件在加工结束后旋转 90° ，并且旋转的方向交替改变； B_C 路径，挤压件每道次加工后，也旋转 90° 但旋转方向不发生改变；C 路径，每道次加工结束后，挤压件旋转 180° 。选择路径 A 加工时由于在相同方向发生的剪切变形逐渐增大，可以得到片状的晶粒；路径 C 由于剪切面不变，但剪切方向在两个道次之间变换，可以得到等轴晶粒；路径 B_A 和 B_C 由于各道次剪切面相垂直，可以得到纤维状结构。

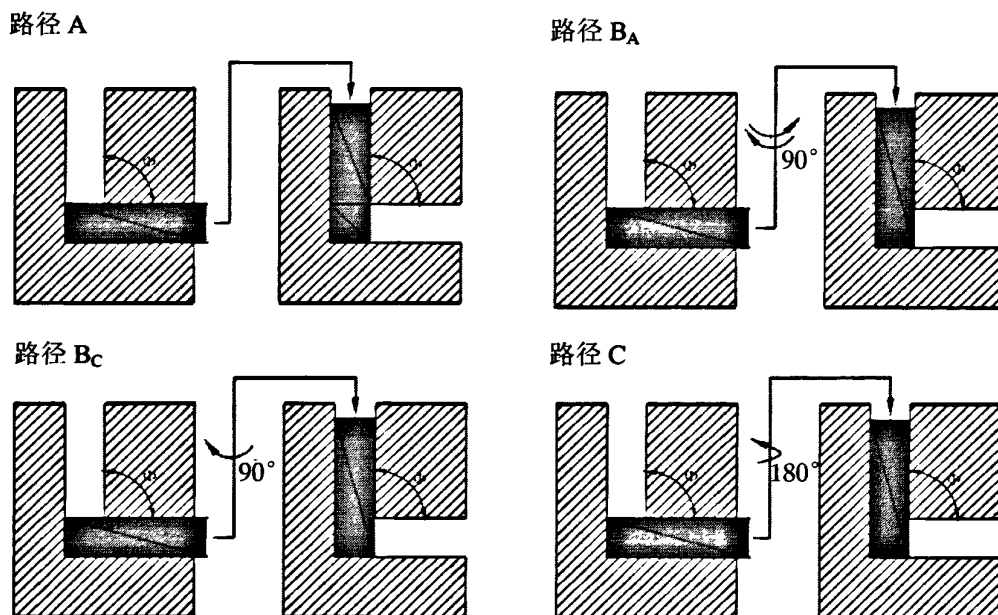


图 1-3 ECAP 路径图

Fig.1-3 Schematic illustration of ECAP route

1.2.3 ECAP 背压技术

ECAP 挤压过程中, 工件变形的不均匀一直是影响材料性能的主要原因之一^[9, 10], 许多学者对这方面进行了大量研究。结果表明, 这主要是受摩擦力影响, 材料在外转角形成死区, 导致不同区域材料流动应力相差较大, 使工件应变分布不均^[11, 12]。死区最早是通过模拟发现的^[13], 后来 SHAN 等人^[14]、WU 和 BAKER^[15]通过实验证实了死区的存在。

死区是导致工件变形不均匀的主要因素^[16], 为消除死区, 通常把模具外转角加工成过渡半径, 即 R 值。但是, 这样就存在一个问题: 过渡半径的存在使工件挤压后形变量降低, 削弱了该工艺的意义。为了既能得到均匀的应变分布, 又不降低工件形变量, 在工件出口端施加背压, 可有效的提高工件的形变量^[17]。

施加了背压以后, 挤压件内部的应力状态发生了改变, 从而致使挤压变形效果的变化。图 1-4 是带背压和不带背压两种工艺在 ECAP 过程中的挤压件的网格图。显然, 带背压工艺的挤压件由于背压的作用, 在通过模具转角时形成的外圆角比无背压的小, 挤压件获得的塑性变形量较大。

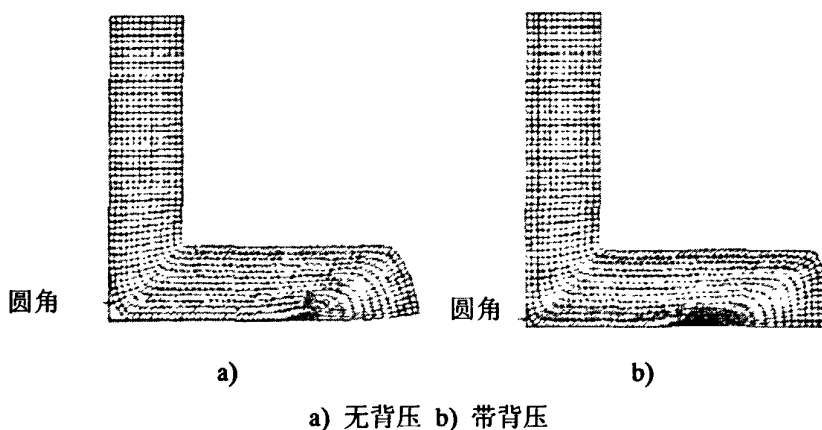


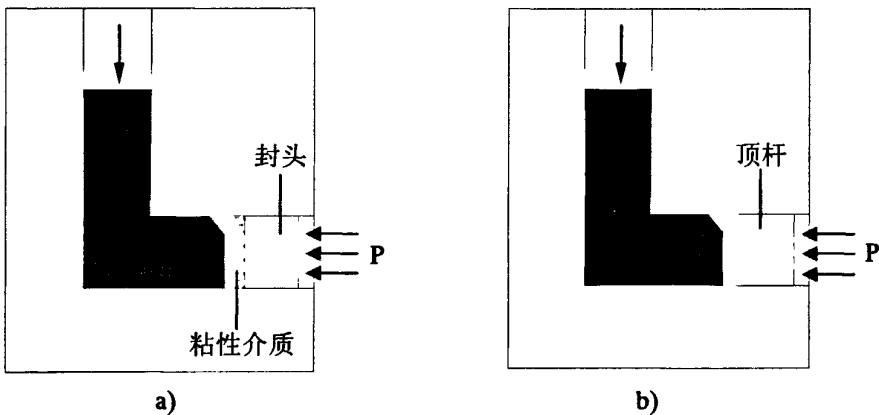
图 1-4 背压对试件外圆角大小的影响

Fig.1-4 Influence of backpressure to the round size of the part

但是, 在实际挤压过程中发现, 背压过大使挤压过程困难, 对应变分布也没有明显改善。这就需要选择适当的背压, 既能得到提高工件的形变量, 又能使挤压顺利进行。目前主要通过模拟分析^[18, 19]验证了变形不均匀与模具结构尺寸有密切关系, 但都没有给出具体的解决方案。另外, 背压在挤压过程中对材料流动的影响比较复杂, 有待进一步研究。

如果所采用的背压方式不同，产生的效果也不一样，可见对背压方式进行深入分析比较是有必要的。顶杆加压法和粘性介质加压法由于便于设置压力大小和确定施压位置，是公认的两种最有效的背压方式^[20]。粘性介质加压法是在型腔内注入粘性的物质，用封头把挤出端封住，并对其加压，在挤压件的挤出端因此受到的作用力比较均匀(图 1-5a)。顶杆加压法是直接在挤出端放置顶杆(图 1-5b)，当挤压件接触顶杆时，顶杆开始作用，随着接触面积增大接触力也增大，当作用力超过设备所施加的背压力时，顶杆随着挤压件一起开始移动，并逐步被推出出口通道。

当背压增大，挤压件底部变形量也增大，其余部分却不受影响，这使得挤压件整体的变形均匀性逐渐提升。和粘性介质加压法相比，顶杆加压法在加工开始时顶杆接触部位在挤压件下部，底部金属变形作用力强，这种方法可有效提升变形的均匀性。但是使用这两种方式，当压力增加到一定程度时，会使底部变形量增大加剧，导致挤压件整体变形不均匀。



a) 粘性介质加压法 b) 顶杆直接加压法

图 1-5 等通道两种加压方式

Fig.1-5 Two kinds of pressure of ECAP

不施加背压时，在挤压件的表面和心部的损伤程度较深，并且背压增加了挤压件内部的静水压力，使拉应力对材料产生的不良影响得到明显的降低，从而有效的减少了试件内部材料破坏的可能性。

与顶杆加压法相比，由于背压的压力是通过粘性介质均匀传递在挤压件的挤出端，粘性介质加压法挤压后的挤压件内部的损伤值很小。

研究表明，带背压的 ECAP 工艺与传统的相比，挤压件产生了较大的塑性变形量，可以有效减材料产生破坏的可能性，并在一定压力范围内可以提高挤

压件内部的均匀性。通过深入比较,粘性介质加压法在可以获得比顶杆加压法更好的静水压力效果,而顶杆加压法比粘性介质加压法更能获得大变形量且变形均匀性也较好。

1.3 有限元模拟在 ECAP 方面的研究

随着科学技术的快速发展,有限元模拟技术已经在很多领域得到广泛应用,在金属塑性成形的理论研究和实际生产中已显示出重要的作用。金属塑性成形过程的有限元数值模拟是科学预测塑性成形、优化工艺参数和定量控制的有效的方法,已经广泛应用在塑性加工领域。

利用有限元技术来模拟研究 ECAP 变形过程是一种重要的途径,国内外的许多专家学者利用有限元技术对 ECAP 进行了研究。首先是 Prangnell 等人^[21]通过有限元研究了挤压过程以及摩擦对其的影响。Semiaï 等人^[22]分析了试样 ECAP 过程的流动规律、应力场和应变场。Kim 等学者^[23]利用有限元探索了 ECAP 过程中材料变形的分布。Raghavan^[24]研究了转角角度 F 、 Ψ 和外弧半径 R 对等效应变的影响,发现了 F 和 R 的值决定最大应变。Suh^[25]假设摩擦为理想条件下研究挤压过程中的非均匀变形现象。Shan^[26]在实验初期也观测到非均匀切变。李永霞^[27]等人从内角、外角和摩擦三个因素出发,对挤压过程中的载荷进行了分析。Rosochowski^[28]用有限元研究了两弯角的挤压过程。Hyoung^[29]等利用有限元软件 DEFORM-2D 模拟了 1100Al 材料 ECAP 加工时的塑性变形行为。上述文献从不同侧面对 ECAP 进行了有限元模拟研究,而且也取得了一定的研究成果,但上述有限元模拟没有涉及带背压情况下 ECAP 的有限元模拟,而且所作的模拟多是针对材料在 ECAP 加工过程的受力或形变等宏观现象,并没有利用有限元模拟深入分析材料微观组织的变化情况,利用组织模拟辅助分析塑性变形的机理,探索金属变形的规律。这是由于微观组织的有限元模拟需要对有限元软件进行一些二次开发,而这方面的研究还处于起步阶段。因此,本课题准备从这几个方面进行一些有益的尝试。

1.4 本课题研究意义

金属镁的晶体结构为密排六方,在室温下只有一个滑移面(0001),该滑移面上有 3 个滑移方向[1120]、[2110]和[1210],因此密排六方晶体在室温下只有 3 个滑移系,这是导致它的塑性比面心和体心立方金属都低的重要原因。此

时，塑性变形需要依赖更多滑移和孪生协调机制，并最终受孪生制约；滑移和孪生的协调机制是镁合金塑性成形的重要特点^[30]。

等通道角挤压是近年来研究镁合金塑性成形的热点，它工艺简单，成本较低以及能获得较大体积的亚微米晶粒、纳米晶粒材料，受到了很多学者的关注。研究镁合金 ECAP 成形可以为航空航天领域等国防民用领域提供成本低、性能高的新型结构材料。研究镁合金 ECAP 工艺具有可观的理论意义和实际价值。然而，仅仅通过实验研究镁合金 ECAP 工艺工作量较大、成本较高，并且由于变形过程很复杂，对材料内部流动规律和加工过程的各种场的大小分布难以通过实验或计算的方法得到，通过利用有限元模拟可直观动态观测 ECAP 的整个变形过程，获得任意时刻各种场的大小和分布。因此有必要开展有限元法对 ECAP 变形的研究，以便辅助探索 ECAP 变形过程中变形的机理和规律。

1.5 本课题的主要内容

1. 采用有限元分析 ECAP 过程的变形行为，进行第一道次 ECAP 加工的组织模拟，辅助分析 ZK60 镁合金在 ECAP 加工过程中的变形规律；
2. 确定 ZK60 镁合金进行常规挤压工艺，制备 ECAP 实验试样；
3. ZK60 镁合金 ECAP 工艺的确定，并对试样进行 4 道次的 ECAP 实验；
4. ZK60 镁合金铸态、常规挤压和各道次 ECAP 后光学显微组织和 SEM 的分析；结合 ECAP 工艺参数和材料测试手段分析 ECAP 过程中 ZK60 镁合金的微观组织演变机理。

第2章 ECAP 组织模拟的理论基础

2.1 有限元方法概述

2.1.1 有限元法分析的一般过程

有限元法的解题过程可分为六个步骤，如下：

1. 连续体的离散化。将有关连续体离散成若干个单元，由结点连接各个单元，新的单元集合体取代原来的连续变形体做变形分析。通过求解出各个单元的结点参量，如速度、位移等后，可得到各个单元的物理量，从而求解整个连续体^[31]。

2. 位移模式的选择连续体离散化后，要对典型单元进行特性分析。为了能用结点位移(速度)表示单元体的位移、应变和应力，必须对单元中的位移分布做出假定。即假定一种位移模式(形函数)来近似地模拟其真实位移，其矩阵形式如(2-1)所示：

$$\{u\} = [N]\{d\}^e \quad (2-1)$$

式中： $\{u\}$ 为单元中任一点位移列阵； $[N]$ 为形函数矩阵； $\{d\}^e$ 为单元结点位移阵列。

位移模式选定以后，下一步就可以进行单元力学特性分析。根据几何方程确定应变与单元结点位移的关系式如(2-2)所示：

$$\{\varepsilon\} = [B]\{d\}^e \quad (2-2)$$

式中： $\{\varepsilon\}$ 为应变列阵； $[B]$ 为几何矩阵。

公式(2-3)表示利用物理方程给出单元体内任一点的应力状态：

$$\{\sigma\} = [D][B]\{d\}^e \quad (2-3)$$

式中： $\{\sigma\}$ 为单元体内任一点应力矩阵； $[D]$ 为与单元材料相关的本构矩阵。

3. 建立单元刚度矩阵。利用虚功原理来建立作用于各个单元上的结点力和结点位移之间的关系式。即确定单元刚度方程如式(2-4)所示：

$$\{F\} = [K]\{d\}^e \quad (2-4)$$

式中： $[K]$ 为单元刚度列阵，如式(2-5)所示。

$$[K] = \iiint [B]^T [D] [B] dv \quad (2-5)$$

4. 计算等效结点力；

5. 将单元刚度矩阵组合成整体刚度矩阵。根据连续体平衡条件，建立联系整体结点位移和结点载荷的一个大型线性(或非线性)方程组，求解这个方程组得到结点位移如式(2-6)所示：

$$[K]\{d\} = \{F\} \quad (2-6)$$

式中： $[K]$ 为总体刚度矩阵； $\{d\}$ 为整个连续体结点位移列阵； $\{F\}$ 为结点载荷列阵。

6. 求解未知结点位移、计算结点力非线性有限元是一种新型数值计算方法，它是在线弹性有限元基础上发展起来的。它的基本解题思想同上述线弹性问题有着相近的求解过程。随着材料科学以及金属加工业的发展，工程结构非线性形态再也不能用经典线弹性本构关系描述了。如高分子材料、金属压力加工、合成橡胶等一系列非线性本构关系不断启示人们运用更严格的数学方法来解决这些复杂的工程问题^[32-36]。

2.1.2 有限元法的应用

根据有限元法处理问题的特点，使其具有不同于其他方法的优越性。主要表现为如下：

1. 能够分析形状复杂的结构。单元大小可以不同，形状有一定任意性，所分析的结构可以是复杂平面或轴对称结构，也可以是三维曲面。

2. 能够处理复杂的边界条件。在有限单元法中，边界条件不需引入每个单元的特性方程，而是在求得整个结构的代数方程后，对有关特性矩阵进行必要的处理，所以对内部和边界上的单元都采用相同的场变量函数。而当边界条件改变时，场变量函数不需要改变，因此边界条件的处理和程序编制非常简单。

3. 能够保证规定的工程精度。当插值函数的阶次增加或单元尺寸减小时，有限元解收敛于实际问题的精确解。因此可以通过采用高阶插值函数或加密网格来提高解的精度，从而使分析解具有一定的实用价值。

最初,有限元法是用于解决固体力学问题。现在已广泛应用于温度场、电磁场、流体场等其它连续介质领域。有限元法可以用于动态分析,还可用于非线性、热应力、断裂、接触、蠕变、加工模拟等特殊问题的研究,已成为现代设计方法的一个重要组成部分^[37]。

2.2 线性回归方法

2.2.1 线性最小二乘法

工程试验中,实验通常从一类所允许的函数中进行选择,来产生一组数据 $(x_1, y_1), \dots, (x_n, y_n)$,并最终确定它们的系数,线性最小二乘法就是利用求解均方根误差最小的过程来确定所求系数^[38-40]。

设有 N 个数据点 $\{(x_k, y_k)\}$,并给定 M 个线性独立函数 $\{f_j(x)\}$ 。通过由线性组合形成的函数 $f(x)$,求 M 个系数,如式(2-7)所示:

$$f(x) = \sum_{j=1}^M c_j f_j(x) \quad (2-7)$$

求解最小误差平方和,如式(2-8)所示:

$$E(c_1, c_2, \dots, c_M) = \sum_{k=1}^N (f(x_k) - y_k)^2 = \sum_{k=1}^N \left(\left(\sum_{j=1}^M c_j f_j(x_k) \right) - y_k \right)^2 \quad (2-8)$$

为求解 E 的最小值,每个偏导数必须为零(即 $\partial E / \partial c_i = 0, i=1, 2, \dots, M$),这样可得到方程组如式(2-9)所示:

$$\sum_{k=1}^N \left(\left(\sum_{j=1}^M c_j f_j(x_k) \right) - y_k \right) (f_i(x_k)) = 0, \quad i=1, 2, \dots, M \quad (2-9)$$

交换(2-9)式中的求和顺序,可得到一个 $M \times M$ 线性方程组,未知数是系数 $\{c_j\}$,称为正规方程如式(2-10)所示:

$$\sum_{j=1}^M \left(\left(\sum_{k=1}^N f_j(x_k) f_i(x_k) \right) \right) c_j = \sum_{k=1}^N f_i(x_k) y_k, \quad i=1, 2, \dots, M \quad (2-10)$$

上式是一个含有 M 个未知数的 M 阶线性方程组,因此将它表示成矩阵形式可减少不必要的计算量。构造矩阵 F 如式(2-11)和 F' 如式(2-12)所示:

$$F = \begin{bmatrix} f_1(x_1) & f_2(x_1) & \cdots & f_M(x_1) \\ f_1(x_2) & f_2(x_2) & \cdots & f_M(x_2) \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ f_1(x_N) & f_2(x_N) & \cdots & f_M(x_N) \end{bmatrix} \quad (2-11)$$

$$F' = \begin{bmatrix} f_1(x_1) & f_1(x_2) & \cdots & f_1(x_N) \\ f_2(x_1) & f_2(x_2) & \cdots & f_2(x_N) \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ f_M(x_1) & f_M(x_2) & \cdots & f_M(x_N) \end{bmatrix} \quad (2-12)$$

设 F' 和列矩阵 Y 的乘积如式(2-13)所示:

$$F'Y = \begin{bmatrix} f_1(x_1) & f_1(x_2) & \cdots & f_1(x_N) \\ f_2(x_1) & f_2(x_2) & \cdots & f_2(x_N) \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ f_M(x_1) & f_M(x_2) & \cdots & f_M(x_N) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ \vdots \\ y_N \end{bmatrix} \quad (2-13)$$

式(2-13)乘积 $F'Y$ 的行 i 的元素与式(2-12)中列矩阵的第 i 个元素相同, 如式(2-14)所示:

$$\sum_{k=1}^N f_i(x_k) y_k = \text{row}_i F' [y_1 \ y_2 \ \cdots \ y_N] \quad (2-14)$$

乘积 $F'F$, 是一个 $M \times M$ 矩阵, 如式(2-15)所示:

$$F'F = \begin{bmatrix} f_1(x_1) & f_1(x_2) & \cdots & f_1(x_N) \\ f_2(x_1) & f_2(x_2) & \cdots & f_2(x_N) \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ f_M(x_1) & f_M(x_2) & \cdots & f_M(x_N) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} f_1(x_1) & f_2(x_1) & \cdots & f_M(x_1) \\ f_1(x_2) & f_2(x_2) & \cdots & f_M(x_2) \\ \vdots & \vdots & \cdots & \vdots \\ f_1(x_N) & f_2(x_N) & \cdots & f_M(x_N) \end{bmatrix} \quad (2-15)$$

$F'F$ 中位于第 i 行和第 j 列的元素是式系数 c_{ij} , 如式(2-16)所示:

$$HV = HV_0 + k_{HV} d^{-1/2} \quad (2-16)$$

当 M 很小时, 有效计算式(2-7)中最小二乘系数的一种方式存储矩阵 F , 计算 $F'F$ 和 $F'Y$, 然后求解线性方程组如式(2-17)所示:

$$F'FC = F'Y \text{ (求解系数矩阵 } C) \quad (2-17)$$

2.2.2 非线性模型的参数估算方法

对于存在非线性相关关系的问题,若直接采用线性回归分析显然是不会得到满意的结果。通常采用两种方法来解决非线性模型的参数估计问题。第一种方法是将非线性模型化为线性模型(称为广义的线性模型),然后用线性回归的方法解决,主要有变量变换法和多项式回归分析法。第二种方法是对于那些无法化为线性模型的问题,即真正的非线性模型,则采用非线性回归分析方法,主要有 Gauss-Newton 法和 Marquardt 法^[41-44]。

2.3 ECAP 过程中镁合金的晶粒细化及其机理

2.3.1 晶粒度的定义

晶粒度是表示金属材料晶粒大小的程度,它是由单位面积内所包含晶粒个数来衡量,也可用晶粒平均直径大小(以 mm 或 μm 为单位)来表示。晶粒度级别越高,说明单位面积内包含晶粒个数越多,亦即晶粒越细。金属材料或零件的晶粒大小和形状与它所经受的工艺过程不同而不同的。晶粒大小对金属材料或零件的力学性能及理化性能带来很大影响,所以在生产实践中往往制定合理的工艺规程来控制晶粒的大小。一般情况下,晶粒细化可以提高金属材料的屈服强度(s_s)、疲劳强度(s_f)、塑性(d 、 Ψ)和冲击韧度(a_K)。因为晶粒越细,不同取向晶粒越多,变形能较为均匀的分散到各个晶粒,即可提高变形的均匀性。同时,晶界总长度越长,位错移动时阻力越大,所以能提高强度、塑性和韧性。因此,一般要求强度和硬度高、韧性和塑性好的有色金属,总希望获得细晶粒^[45]。

2.3.2 不同类型的再结晶种类

1. 不连续动态再结晶 在变形过程中,例如当局部储存的能量过大时以至于无法保持高度位错状态,在高密度位错部位可能会产生再结晶。因为这是在变形过程中产生的,于是被称为“动态”。由于结果是自然成核以及新的再结晶晶粒的长大,于是被称为“不连续”。

2. 连续动态再结晶 在变形过程中,位错在整个微观组织晶粒范围内移动,并且可以凝聚成晶胞的壁。这些晶胞壁之后可以“多边形化”成亚晶的

壁。慢慢积累的位错可以导致亚晶的晶界无序化，最终超越了取向的限制，从低角度晶界变化成高角度晶界，于是变成了新的“晶粒”，并再结晶。因为这是在变形过程中发生的，所以我们称之为“动态”，而由于结果是晶界取向逐步从低到高进行转变，而不是一个新的多边形的高角度晶界，于是我们称之为“连续”过程。本文发生的再结晶属于此类。

3. **亚动态再结晶** 在变形过程中，可能产生新的结晶核，但可能并不长大成再结晶晶粒。变形后，这些晶核在微观组织里存在，并且可以在变形后长大。这在变形结束后立刻发生(即晶核没有“潜伏期”的时段)。由于这些晶核是在变形过程中产生的(即动态)，但再结晶晶粒的长大时在变形停止后，所以这里称之为“亚动态”。

4. **静态再结晶** 在变形后，在微观组织里可能没有生成再结晶晶核(如果没有足够的能量产生)。然而，变形后，在一个较高的温度，在一个特定的潜伏期后，再结晶晶核可能会出现。一旦这些晶核产生了，它们将会成为再结晶晶粒，并长大。应为晶核的产生和再结晶长大都发生在变形停止后，这就被称之为“静态”再结晶。

5. **几何动态再结晶** 在变形过程中，晶粒可能变化成亚晶粒晶界。这些亚晶有低角度晶界；但是，因为这些晶粒由于变形包含其拉伸和伸长，亚晶可能会“突破”大晶粒，变成高角度小晶粒。即使没有发生晶核形成和再结晶的典型机制，但由于存在高角度晶界，这也被作为“再结晶”微观组织考虑。因为这是发生在变形过程中的，并且是一个晶界形状几何变化的结果，所以被称之为“几何动态”再结晶。

6. **粒子激发形核** 变形中，在局部变形区域，诸如硬化粒子等物质流包裹物积累的更多。这局部变形产生了更多的位错，因此更能刺激再结晶。这被称之为“粒子激发”形核再结晶。

2.3.3 ECAP 超细晶粒细化方法

细晶强化的方法有热处理和合金化，而机械合金化、气相沉积、大塑性变形和快速凝固等方法均可以得到超细晶的合金组织。其中的大塑性变形方法是通过剧烈的塑性变形，使合金的晶粒扭转、破碎，再经回复和再结晶使晶粒得以细化，比如传统的轧制和锻造，还有近几年来流行起来的等通道角挤压(ECAP)、高压扭转变形等加工方法。ECAP 成形是以不改变材料形状为前提，以获得超细晶粒为主要目的，通过使合金材料剧烈塑性变形来实现，最终材料

的塑性得到提升，同时提高了材料的屈服强度和拉伸强度。

进行 ECAP 加工时，晶粒细化可以分为三个步骤：大尺寸晶粒沿着剪切方向被拉成带状组织，粗大晶粒被粉碎后形成具有小角度晶界的亚晶粒；随着加工进行亚晶粒被继续破碎，出现了大角度晶界的等轴晶组织；这种等轴晶组织大量形成，已经无法再将其看成亚晶粒，必须将这些等轴晶粒视为独立的晶粒；随着变形的进一步深化，晶粒间位向差增大，大角度晶界形成，晶粒被显著细化，达到亚微米级甚至纳米级^[46]。

2.3.4 ECAP 超细晶粒形成机制

剧烈的纯剪切变形是 ECAP 加工的关键，它的交互作用能导致晶粒细化。多晶粒金属进行塑性变形时，由于晶粒取向不同，各晶粒的变形既相互阻碍，又相互促进。变形初始阶段是多系滑移，形成大量杂乱分布的位错缠结，变形量稍大时胞状结构随之形成。随着变形量进一步提升，位错胞数量相应提高，但其尺寸降低，位错胞内部无位错存在，位错缠结在胞壁处凝集，成为二维界面，形成了清晰的小角度亚晶界或大角度晶界，由此使组织得到了超细化。从理论上说，ECAP 的纯剪切变形区是无穷小的，材料均匀变形，并且变形速率无穷大。经过多次强烈的 ECAP 塑性变形后，所得到的超细组织满足：(1) 此超细晶粒为大角度晶界晶粒(使材料性质发生定性改变的主要因素)；(2) 超细晶组织大小均匀(使材料稳定性增强)；(3) 挤压件并未发生机械破坏和裂纹缺陷^[47]。

2.4 细晶强化对镁合金机械性能的影响

著名的 Hall-Petch 公式可以用来描述大多数情况下多晶材料的强度、硬度与平均晶粒尺寸的关系，如式(2-18)所示：

$$\sigma = \sigma_0 + K \cdot d^{-1/2} \quad (2-18)$$

式中： s 为屈服强度； s_0 为强度常数，即单晶体的屈服强度； K 为晶界对强度影响程度的常数； d 为平均晶粒尺寸，即晶粒的平均直径。

$$HV = HV_0 + K_{HV} d^{-1/2} \quad (2-19)$$

式中： HV 为试样的维氏硬度； HV_0 为晶粒无限大时的硬度； K_{HV} 是衡量晶界对强度贡献大小的常数； d 为平均晶粒尺寸。

公式(2-18)、(2-19)表明，平均晶粒尺寸的大小明显影响材料的强度和硬度。一般情况下，材料的晶粒越细小，其强度和硬度就越高，随着平均晶粒尺

寸的减少，延伸率提高，说明晶粒细化后，材料的强度和塑性同时得到提高。

多晶体合金的位错运动必须克服晶界的阻力。由于晶界两侧的晶粒的取向不同，其中一侧的晶粒中的滑移和位错不能穿越晶界进入另一侧的晶粒，于是在晶界处塞积了很多位错而导致应力集中。只有克服晶界阻力后，才能激发相邻晶粒中已有的位错运动，产生滑移。晶粒尺寸越小，晶界处可以塞积的位错数也越少，开动相邻晶粒位错的外应力就越大，且随晶界占有的比例递增，位错运动到晶界位置所受的阻力不断提高，所以晶粒尺寸减小、晶界数目增多，材料的强度就相应提高。此外，由于晶界在塑性变形中对相邻晶粒有协调作用，所以晶粒细化后，晶界数变多，材料的塑性也有改善^[48]。

2.5 本章小结

1. 论述了有限元法的基本理论，分析过程及应用；
2. 对晶粒组织模拟所用数学模型，确定该模型系数时所需的线性回归方法的原理及其计算方法进行了阐述；
3. 对晶粒度的概念、动态再结晶的种类、晶粒细化过程以及 ECAP 晶粒细化机制进行了论述；
4. 论述了晶粒细化对镁合金机械性能的改善。

第3章 ZK60 镁合金 ECAP 有限元模拟

3.1 Deform 软件简介

3.1.1 Deform 软件的功能

目前,国外已经实现了挤压成形有限元模拟软件的商品化,在产品的实际开发和工艺设计中逐步推广应用,较为典型的有限元软件有: MARC、ANSYS 和 DEFORM 等。

DEFORM 与其他通用模拟软件不同,它拥有良好的用户操作界面,数据的准备和处理相对简便,使设计者能够撇开复杂的计算机程序而专注于研究成形工艺。该软件的有其最鲜明的特点是能够分析大变形加工过程,这主要是因为它有基于变量密度的自适应网格自动划分功能,实用性很强。DEFORM 是有限元工艺仿真的系统,用来研究金属体积成形和相关工业的各种成形和热处理工艺。可以通过计算机模拟整个加工过程,其功能有^[49]:

1. 辅助工程师或设计师设计工具和产品的工艺流程,降低现场试验成本,节约时间;
2. 缩短模具设计耗费时间,提高效率,降低生产成本和材料消耗,达到提高经济效益的最终目的;
3. 减少新产品的开发周期;
4. 提供用户进行函数自定义功能,根据需要定义自己的材料、压力模型,破裂准则和其他类型的函数;
5. 有自动触发的网格重新划分器,生成优化的网格系统。在变形程度较高,要求精度高的部位,也可以进行网格细划分,从而达到显著提高数值模拟的计算效率的目标。

以下为 DEFORM 的分析对象:

1. 挤压、拉深、轧制、锻造、旋压、热处理等热塑性成形工艺;
2. 破坏、等效应力、弹性变形、残余应力、部分回弹;
3. 冷、热、温塑性成型和热传导耦合;
4. 多步塑性成形工艺;
5. 刚性、弹性和塑性金属材料、粉末烧结体材料、玻璃和聚合物材料。

3.1.2 Deform 软件的特点

DEFORM 是一个针对工程、面向用户、与 CAD 软件无缝连接的自动化锻造加工、热处理工艺模拟的完全商品化有限元分析软件系统，是现代虚拟制造技术产品。直接为使用者创造经济效益^[50]。通过使用 DEFORM 软件可以在计算机上虚拟塑性加工过程，显示加工过程中材料的流动情况、预测破坏可能出现的部位，从而优化模具的设计方案和工艺的制定，减少去实际现场所耗费的时间和经费，达到减少材料、节约能源的目的，并缩短了产品的开发周期，提高了产品的质量。

DEFORM 软件可以分为 DEFORM-2D 和 DEFORM-3D 两个独立的模块，它们分别用来处理二维和三维数据图形。DEFORM-2D 主要针对于轴对称和平面变形的问题进行研究，DEFORM 的图形建模系统有两种数据输入模式：直线圆弧和 XYR，也有.DXF, .IGES 等标准图形输入接口；但是 DEFORM-3D 却只有.STL, .PATRAN, .IDEAS 等图形输入接口，除此之外，这两个独立模块的其他功能基本相同，它们都可以分成前处理、有限元分析和后处理三大模块。

3.1.3 Deform 模拟体积成形的基本原理和求解步骤

DEFORM 挤压变形 CAE 求解步骤见图 3-1，用 DEFORM 进行体积成形工艺过程模拟，其主要原理包括：

1. 基于 Lagrange 格式形式的有限元方法数值模拟结构的形变和应力；
2. 用 Euler 格式的有限元体积法(FVM)描述材料流动情况；
3. 对变形坯料与模具之间的交互作用，采用动态接触算法，完成全耦合的流体结构相互作用模拟；
4. 采用快速而准确的显式时间积分格式求解。

3.2 ECAP 有限元模型建立和参数定义

由于 ECAP 变形过程的复杂性，对其内部材料流动规律和流动过程中的各种场的大小和分布还很难通过试验和计算的方法获得，所以有必要采用有限元的方法来模拟 ECAP 的变形过程。通过有限元模拟可以直观动态地观察 ECAP 的

变形过程，获得任意时刻各种场的大小和分布。

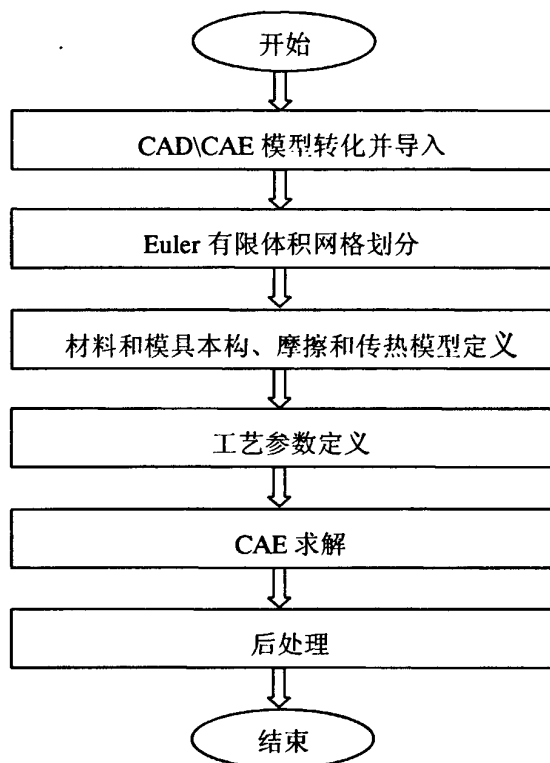


图 3-1 Deform 软件的 CAE 求解过程

Fig. 3-1 CAE solution process of Deform

3.2.1 有限元模型的建立

本研究的ECAP挤压模具由冲头(Punch)、凹模(Die)和背压顶杆(Plunger)组成，其模型在UG软件中建立。三维模型均以二进制格式保存，即扩展名为“.stl”。进入DEFORM-3D前处理窗口将几何模型导入。由于工件在ECAP加工过程中与凹模、冲头和背压顶杆都要发生热传递，且如果没有划分网格，则产生的变形热将全部被工件吸收，致使工件温度急剧上升，会造成计算结果不准确，因此凹模、冲头和背压顶杆也需要网格划分。凹模选用的网格数为200000；试样材料选为ZK60镁合金，选择网格数为8000；冲头和背压顶杆选择网格数为10000。

其有限元计算模型如图3-2所示。

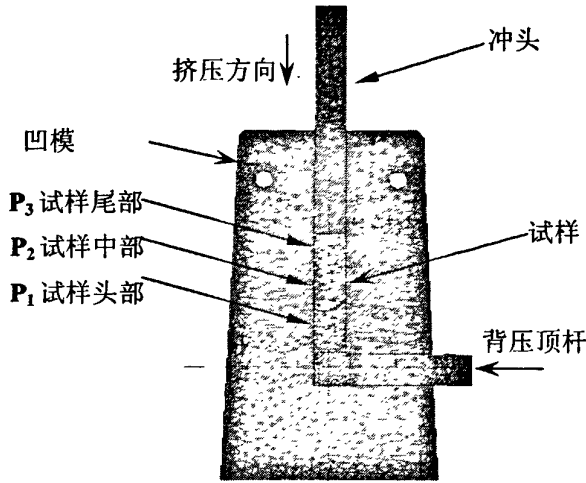


图3-2 ECAP有限元计算模型

Fig. 3-2 FEM model of ECAP

3.2.2 模拟设置

进入前处理，将单位改为国际标准，进入 simulation control 里面设定步数，步长，主冲头，冲头增量，几步保存，然后退出。选择加工时模具和坯料的初始温度均为 200℃。边界热交换系数为 11，边界摩擦系数为 0.3。模具出口施加一个背压，强度为 44MPa。P₁、P₂ 和 P₃ 分别是挤压件的头部、中部和尾部。挤压件头部 P₁，加工时率先进入通道转角；P₂ 位于材料中部；尾部 P₃ 与推杆相接触。

根据 Avrami 方程设定晶粒尺寸模拟数学模型参数。动态再结晶体积分数 X_r 和真应变 e 之间符合公式(3-1)：

$$X_r = 1 - \exp[-\beta(\epsilon - 0.83\epsilon_p)^k] \quad (3-1)$$

式中：β, k 为常数；ε_p 为峰值应变。

动态再结晶晶粒尺寸模型如式(3-2)：

$$d = A\epsilon^n \epsilon^m d_0^k \exp(Q/RT) \quad (3-2)$$

式中：A, n, m, k 为常数；d 为动态再结晶后平均晶粒尺寸；d₀ 为动态再结晶开始前的平均晶粒尺寸；Q 为动态再结晶形变激活能；R 为摩尔气体常数；T 为动态再结晶变形温度。

利用多元线性回归法计算出各常数的值，如式(3-3)所示：

$$d = 6.74 \times 10^{-6} \varepsilon^{0.5975} \dot{\varepsilon}^{-0.1393} d_0^{-2.4591} \exp(2.864978 \times 10^5 / RT) \quad (3-3)$$

3.2.3 几个关键问题的处理

1. 模拟步长的设置 由于 ECAP 变形阶段材料变形量剧烈, 易于产生网格剧变, 导致计算中断, 因此对于增量步长的设置要选择较小的值, 这样对迭代计算的收敛有利; 在有限元网格中, 锐角三角形是较好的单元形式, 相应的钝角三角形较差。如果步长选择较大, 工件的网格三角形就会大量变为钝角三角形, 使单元格恶化。选择步长时一般不大于最小单元边长的 1/3, 本文基于 ECAP 工艺的特点, 考虑挤压件变形剧烈这一因素, 对网格的细化程度高, 选择为最小单元尺寸的 1/20。

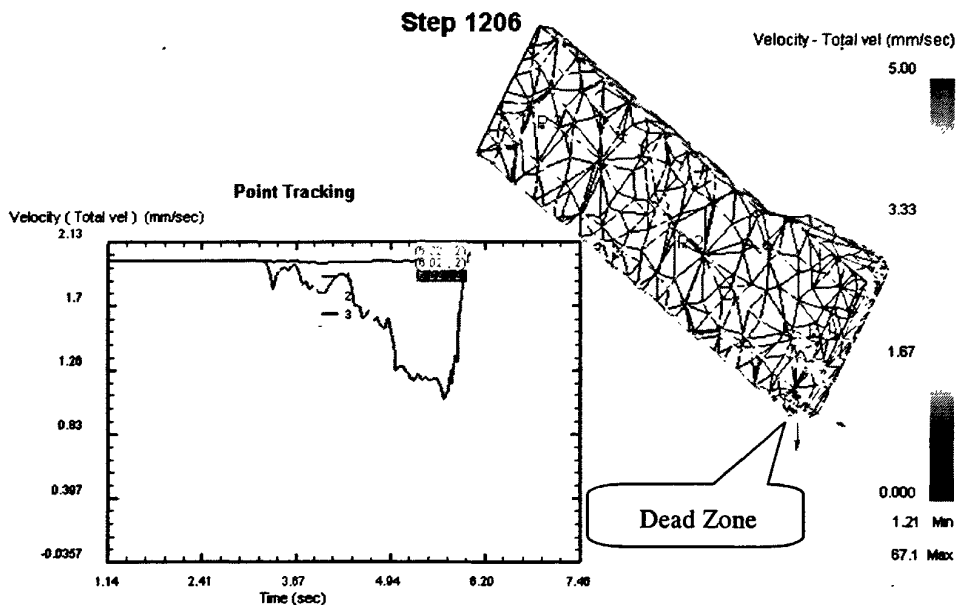
2. 模具接触点设置 在 ECAP 加工中, 模具与挤压件之间的摩擦是一个比较重要的参数, 数值模拟参数设定时根据本实验所使用的润滑剂为二硫化钼, 在对象关系设定模块里进行模具与挤压件之间相应的摩擦系数, 以及相应的热传导系数的设定。加工时摩擦的类型设置为剪切摩擦。此外, 在数值模拟计算过程中需要不断调整接触容差系数, 以避免因挤压件变形过于剧烈, 而出现过多钝角三角形单元格, 最终导致整个数值模拟过程进行不顺利, 模拟结果不准确。

3.3 ECAP 模拟结果分析

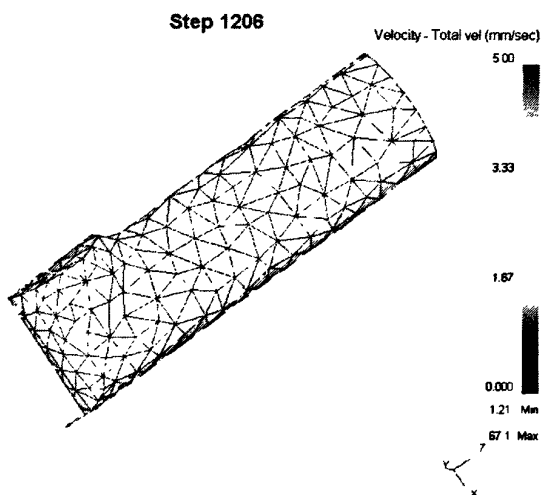
3.3.1 流动速度模拟

如图 3-3(a)所示为第一道次 ECAP 加工心部材料的流动速度-时间曲线, 可以看出, 在加工的前 3s 时间内 P_1 、 P_2 和 P_3 处材料的流动速度基本相同, 其值为 2mm/s, 与挤压速度相同。但从加工的第 3s 开始, P_1 处材料的流动速度呈波浪形变化, 并逐渐降低。当加工进行到第 5s 时, 该处的材料流动降到最小值(约为 1mm/s), 随后即呈迅速上升趋势, 并在加工进行到第 6s 时, 该点的流动速度已超过了挤压速度 2mm/s; P_2 处的总体趋势与 P_1 处相似, 只是流动速度的降幅和升幅都没有 P_1 处那么明显, 其最小流动速度约为 1.8mm/s; 而 P_3 点在加工的后 3s 也出现流动速度的波浪形浮动, 但基本没呈现出明显的上升或者下降趋势, 可以看作是维持了一个在 2mm/s 左右的动态平衡。关于材料

a)



b)



(a) 第一道次 ECAP 加工心部材料的流动速度

(b) 第一道次 ECAP 加工表面材料的流动速度

图 3-3 第一道次 ECAP 加工材料不同部位的流动速度

Fig. 3-3 Velocity of material at different areas during the first pass of ECAP

的 P_1 和 P_2 处的流动速度在加工过程中出现下降, 到达一定最小值后又迅速上升, 是由于材料流动速度数值表示的是该处的线速度, 而加工到第 3s 时, P_1 处材料已经进入等通道的转角处, 此时材料线速度降低, 但发生了材料转动的角速度。这从一个方面表明, 此时材料发生剪切变形, 该变形将导致材料内部位错缠结, 为动态再结晶提供必要的条件。

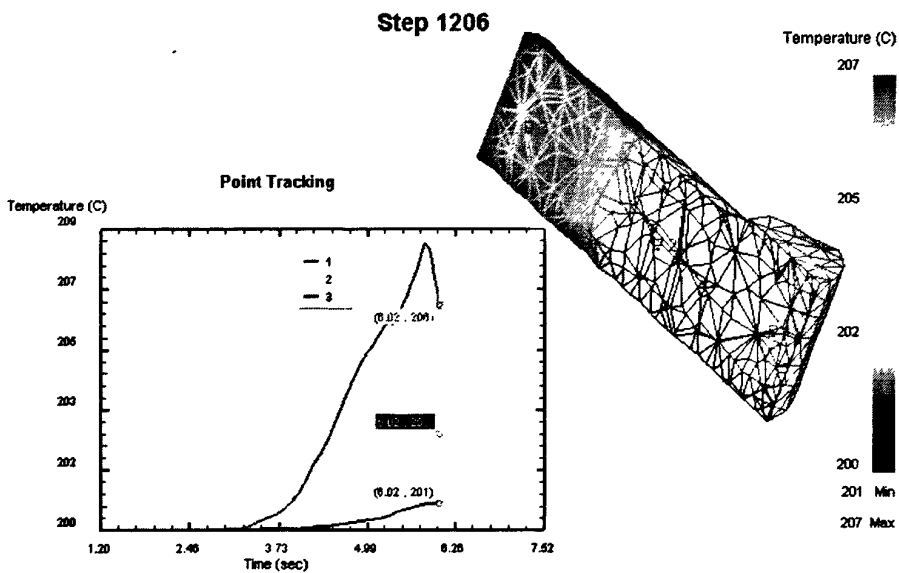
图 3-3(a)和(b)中箭头方向代表材料的流动的方向, 不同的箭头的颜色代表该箭头处材料的不同流动速度。根据文献^[51]研究表明, 当 $F=90^\circ$, $\Psi=0^\circ$ 时, 在图中标注部位容易出现变形死区。但从图中可以看出, 施加背压后, 该部位材料流动速度远大于挤压速度, 其方向也是与别的部位的流动方向不一致, 该部位的材料的流动方向是向着原容易出现死区的方向, 这样就能使模具型腔在 ECAP 加工过程中充分填充并避免死区的出现。这证明本文选用的背压方式, 对避免死区的产生有显著的效果, 并保证了 ECAP 加工获得充分的应变量。

3.3.2 温度场模拟

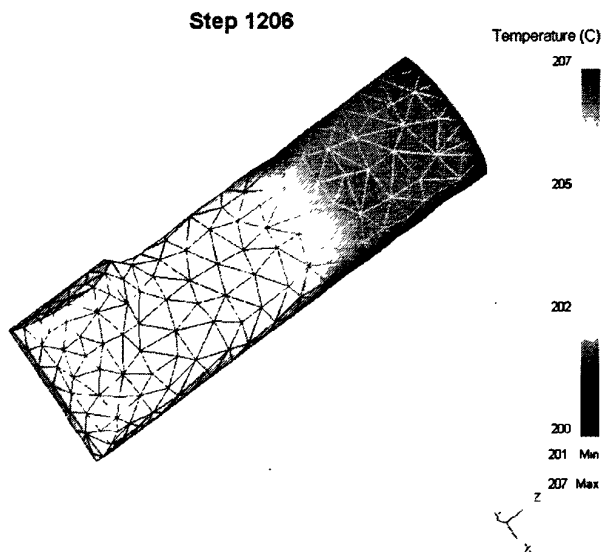
如图 3-4(a)所示的是第一道次 ECAP 加工心部材料的温度场分布。从温度—时间曲线可以看出, 在加工的前 3s, P_1 、 P_2 和 P_3 处材料的温度均为预热温度 200°C , 没有发生明显变化。从加工开始后的第 3s 开始, P_1 处材料首先开始发生上升现象; P_2 处材料的温度也随后在 3.7s 时开始上升; P_3 处材料温度上升现象发生的最晚, 约为加工开始后 4s 左右。从升幅上看, P_1 处材料最显著, 其最高值达到 207°C 以上; P_2 处次之, 其最高值达到 203°C ; P_3 处材料温度升幅最不明显, 其最大值也仅为 201°C 。这是由塑性变形过程中的温度效应所引起的。 P_1 处温度最高, 因为该处塑性变形最为剧烈, 由变形和摩擦做功所产生的热量无法短时间内被周围环境吸收, 只能以温度提升的形式表现出来。材料热能提升从一定程度上表示该区域能量的提升, 而连续动态再结晶中晶粒转动, 位错移动, 晶粒长大均需要能量。因此能量高的区域有利于再结晶现象的发生和进行。因此 P_1 处首先发生再结晶现象, 并且再结晶程度最高; P_2 处次之; P_3 处再结晶发生时间为三处中的最后一个, 其程度也必然小于 P_1 和 P_2 处。从 P_1 点的温度—时间曲线还可以看出在 5.5s 时温度上升到一个峰值后, 发生了一个小幅度的下降。出现这一现象主要是因为, 此时 P_1 已经转过弯角通道, 剪切变形已没有前面几秒那么剧烈, 而该处材料与凹模和背压顶杆紧密接触, 发生的热传递现象致使该处热能降低。

如图 3-4(b)所示的是, 第一道次 ECAP 加工末期的挤压件表面的温度场分

a)



b)



(a) 第一道次 ECAP 加工心部材料的温度场

(b) 第一道次 ECAP 加工表面材料的温度场

图 3-4 第一道次 ECAP 加工材料不同部位的温度场

Fig. 3-4 Temperature of material at different areas during the first pass of ECAP

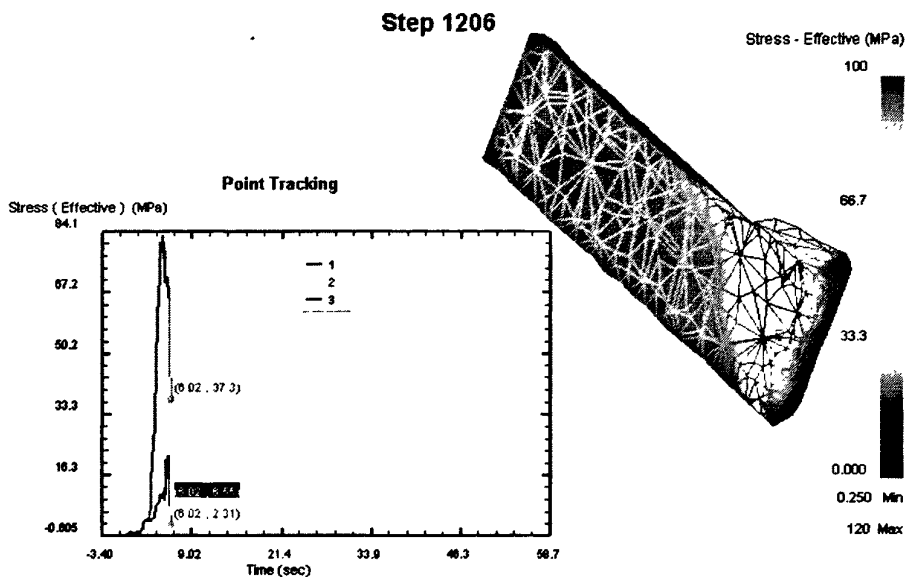
布。与图 3-4(a)对比可以看出,心部材料的温度要略高于表面材料。发生这一现象主要是因为凹模、推杆和背压顶杆在加工过程中与材料接触,并且它们的温度在加工过程保持在 200℃,当材料温度升高时必然与之发生热传递,因此表面材料的温度略低于心部材料的温度。但由于整个模拟加工过程只有 6s,所以发生的热传递现象并不明显,所以表面和心部材料之间的温度差并不大。

3.3.3 应力场模拟

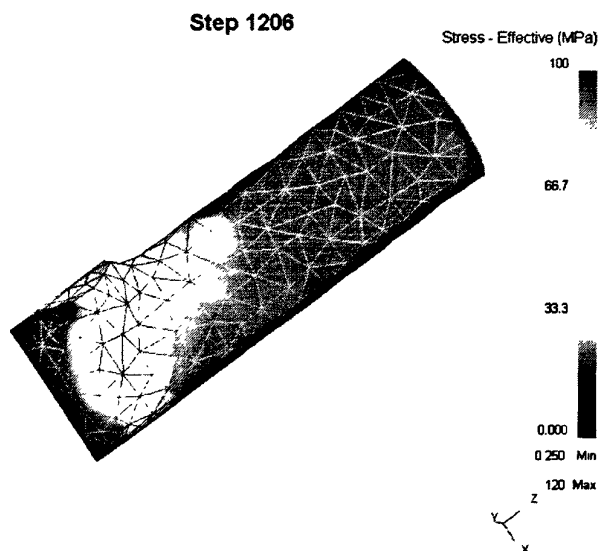
如图 3-5(a)所示的是第一道次 ECAP 加工心部材料的应力场分布模拟结果。从应力—时间曲线可以看出, P_1 处所受应力最大,达到 84MPa 以上; P_2 处所受应力大小比 P_1 处小,约为 33MPa 左右; P_3 处所受等效应力最小,约为 20MPa。这是由于在第一道次 ECAP 变形过程中,头部 P_1 进入通道转角,产生剧烈的剪切塑性变形,此剧烈变形的能量可通过应力场数值模拟结果体现,它导致了该区域材料高度的位错缠结,相互缠结的位错间存在较大的应力场,根据低能位错结构理论,这些位错会相互作用并重新排列,形成亚晶结构。而形成的亚晶界会进一步演化成小角度晶界和大角度晶界,引起了动态再结晶,从而使晶粒显著细化。这一类型的动态回复和再结晶是 ECAP 晶粒细化的主要机制。而 P_2 和 P_3 处挤压件并未进入转角通道,但由于背压的作用,使它受到一个较低的径向应力,其大小也可通过应力场数值模拟结果看出,所提供的能量引起的位错缠结较低,所以动态再结晶程度比 P_1 处小。在出口通道施加背压增加了挤压件内部的应力大小,有效地降低了 ECAP 过程中应力对材料产生的不利影响,从而明显降低挤压件内部材料产生破坏的可能性。

对比图 3-5(a)和(b)的应力场分布发现,表面材料在加工过程中所受的等效应力比心部材料所受应力略大。从应力分布云图可以看出,此时 P_1 处表面受到的等效应力达到 70MPa 左右,而心部受到的应力值仅为 40MPa 左右,这是因为挤压件和凹模之间的摩擦对拉应力的产生起着重要作用。因为当前模拟中将摩擦因子简化为一常数,因此剪切摩擦力与材料的流动应力呈线性关系变化,在表面处金属挤压实际温度比心部低(图 3-4),结果将引起流动应力增加,从而表面存在摩擦力。该摩擦力会引起挤压件横截面上流动速度不均匀(心部阻力较小流动较快而表面较慢),但由于金属的整体性限制了这一点的实现,容易出现纵向弯曲和扭拧,严重时甚至会导致挤压件表面出现横向裂纹。但本文的采用的背压顶杆和润滑措施对此现象有显著的限制作用,从图 3-3 中可以看出表面材料的流动速度与心部材料的流动速度几乎相等。可见施加背压对改

a)



b)



(a) 第一道次 ECAP 加工心部材料的应力场

(b) 第一道次 ECAP 加工表面材料的应力场

图 3-5 第一道次 ECAP 加工材料不同部位的应力场

Fig. 3-5 Effective stress of material at different areas during the first pass of ECAP

善 ECAP 挤压件表面质量有显著作用。

3.3.4 组织模拟

图 3-6 显示的是 ECAP 挤压加工初期，挤压件的各部分晶粒尺寸的变化情况。横坐标表示晶粒尺寸的数值，单位为 μm ；纵坐标表示晶粒数目。从图 3-6 中可以看出：头部 P_1 处晶粒尺寸范围为 $1\sim 6\mu\text{m}$ ，其平均晶粒尺寸约为 $2.40\mu\text{m}$ ，相对于初始晶粒明显减小。这是由于在 ECAP 挤压加工初期，挤压件的头部 P_1 先进入通道转角部位，产生剧烈的剪切塑性变形，此剧烈变形提供的能量导致该区域材料高度的位错缠结，相互缠结的位错间存在较大的应力场，根据低能位错结构理论，这些位错会相互作用并重新排列，形成亚晶结构。而形成的亚晶界会进一步演化为小角度晶界和大角度晶界，引起了动态再结晶，从而细化了晶粒。

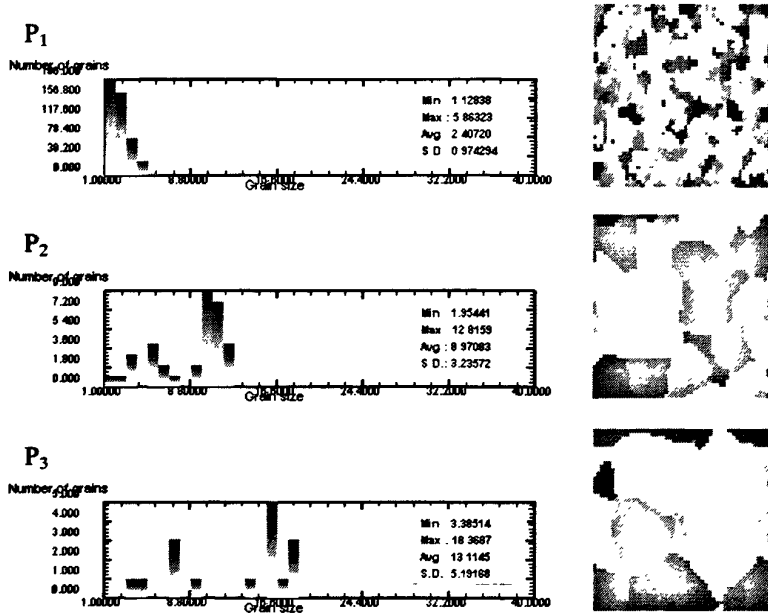


图 3-6 变形初期组织模拟结果

Fig. 3-6 Grain size simulation results at initial stage of deformation

挤压件中部 P_2 处晶粒尺寸范围为 $2\sim 13\mu\text{m}$ ，其平均晶粒尺寸约为 $8.97\mu\text{m}$ ，相对于初始晶粒略有减小。该处以 $10\mu\text{m}$ 以上的粗大晶粒为主，只在少数局部区域存在晶粒尺寸较小的晶粒。在 P_2 处的挤压件，由于背压的作用，受到了一个较小的径向应力，所提供的能量引起的位错缠结也较低，所以

只有少数动态再结晶现象发生。

挤压件尾部 P_3 处晶粒尺寸范围为 $3\sim 18\mu\text{m}$ ，其平均晶粒尺寸约为 $13.12\mu\text{m}$ ，接近于初始晶粒的尺寸为 $13.32\mu\text{m}$ 。由于 P_3 处挤压件受到的应力更小，相应的位错缠结最小，动态再结晶现象基本没有发生。综上所述，在 ECAP 加工初期，晶粒细化程度最高的是头部 P_1 处， P_2 处次之， P_3 处基本没有发生晶粒细化现象。

图 3-7 显示的是 ECAP 挤压加工变形末期挤压件的各部分晶粒尺寸的变化情况。从图中可以看出：头部 P_1 处晶粒尺寸范围为 $1.1\sim 5.4\mu\text{m}$ ，平均晶粒尺寸为 $2.3\mu\text{m}$ ；中部 P_2 处晶粒尺寸范围为 $1.1\sim 5.8\mu\text{m}$ ，平均晶粒尺寸为 $2.7\mu\text{m}$ ；尾部 P_3 处晶粒尺寸范围为 $1.1\sim 7.1\mu\text{m}$ ，平均晶粒尺寸为 $3.1\mu\text{m}$ 。在一道次 ECAP 加工完成后，挤压件的晶粒尺寸达到 $2.3\sim 3.1\mu\text{m}$ 。这一结果表明，ECAP 对 ZK60 镁合金有较为明显的细化晶粒作用。

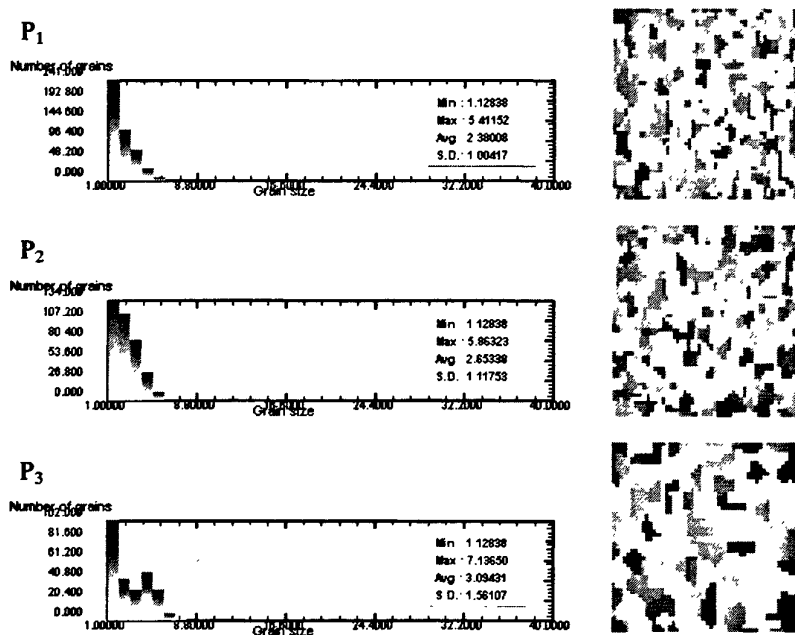


图 3-7 变形末期组织模拟结果

Fig.3-7 Grain size simulation results at final stage of deformation

通过对比分析图 3-6 和图 3-7 可知，ECAP 成形过程中，从头部 P_1 、中部 P_2 到尾部 P_3 晶粒细化程度明显减小。在变形初期头部 P_1 首先产生剧烈变形，导致其晶粒大小得到明显细化。随着成形过程的进一步深入，中部 P_2 再结晶程度开始加剧，晶粒得以细化。尾部 P_3 处是再结晶加剧最晚发生的部分，晶

粒细化程度比头部 P_1 和中部 P_2 小。上述模拟所得结果与本文 4.2 里金相实验所得结果(图 4-10)吻合良好。由此证明了本数值模拟的正确性,可见有限元模拟对研究 ECAP 成形过程中晶粒细化程度具有指导意义。

通过数值模拟,还可以观察晶粒再结晶的完整过程,如图 3-8 和图 3-9 所示。

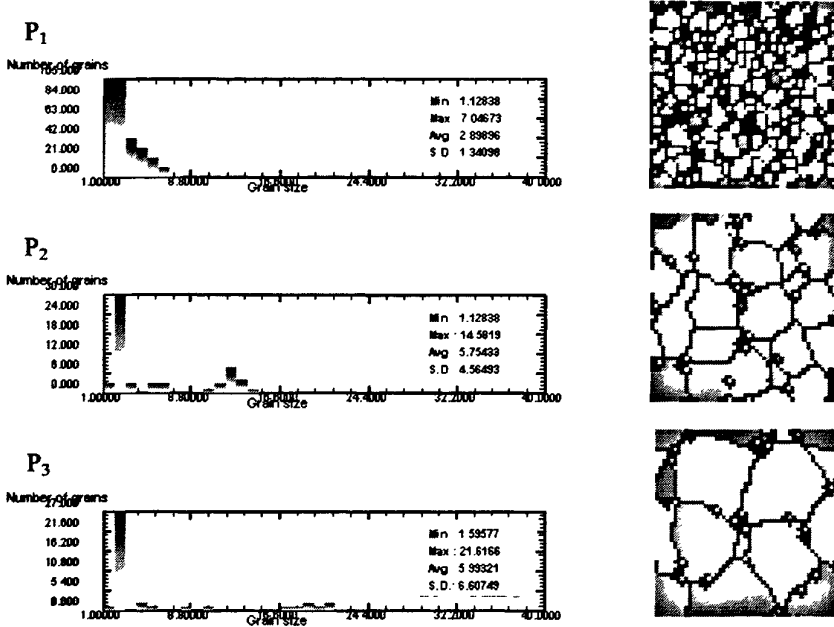


图 3-8 变形初期再结晶模拟结果

Fig. 3-8 Dynamic recrystallization at initial stage of deformation

图 3-8 和图 3-9 显示的是 ECAP 变形初期和变形中期挤压件各部分的再结晶情况。从图中可以看出: P_1 因为先进入转角通道,发生剧烈的剪切塑性变形,所以其晶粒再结晶已经完成的较为充分。而 P_2 和 P_3 处此时动态再结晶仍在进行中,并且发现再粗大晶粒周围有尺寸较小的晶粒分布,其规律为围绕晶界分布,这是由于晶界处能量较高,而再结晶晶粒在长大的过程中需要消耗周围的高能量区域,所以能量较高的晶界处可以提供亚晶迁移、晶粒转动、晶粒长大等晶粒细化机制所需的能量,所以从宏观上看再结晶晶粒围绕着初始晶粒的晶界处分布。对比图 3-8 和图 3-9 可以看出, P_2 和 P_3 处的再结晶小晶粒发生了明显的长大现象,这一现象导致了挤压件的平均晶粒尺寸(Avg.)的减小,并且晶粒的标准偏差值(S. D.)也减小,说明其均匀性通过这一现象得到提高。这是由于再结晶小晶粒借界面的移动而向周围畸变区域长大。界面迁移的推动力是无畸变的新晶粒本身与周围畸变的母体(即旧晶粒)之间的应变能差,晶界总

是背离其曲率中心，向着畸变区域推进，直到全部形成无畸变的等轴晶粒为止。

由此可见，利用有限元软件还能得到材料在塑性成形过程中各时间段晶粒变化状态，辅助分析镁合金微观组织的细化机理，并帮助探索微观组织的演变规律。

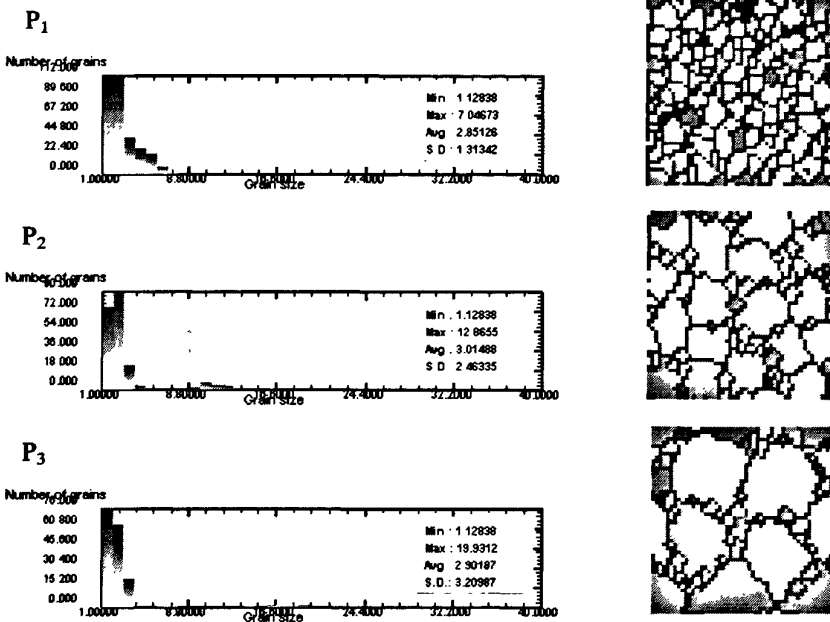


图 3-9 变形中期再结晶模拟结果

Fig. 3-9 Dynamic recrystallization at middle stage of deformation

3.4 本章小结

运用有限元分析软件 Deform-3D 建立了镁合金 ECAP 变形的有限元模型，并进行了模拟计算。通过对材料流动速度、温度场、应力场和微观组织等四个方面的模拟分析，得出如下结论：

1. 材料流动速度-时间曲线结果显示，在进行 ECAP 过程中，材料流动速度呈波浪形变化，并逐渐降低达到一最小值后又迅速上升。因为加工过程中材料发生剪切变形，使材料发生转动，导致局部部位材料流动方向偏移挤压方向，朝着填充易出现死区的部位。由此可见，背压对避免死区的产生有显著效果，并保证了 ECAP 加工获得充足的应变变量；

2. 温度-时间曲线结果显示，材料温度在加工开始后 3s 左右开始上升，P₁

处温度上升最为明显， P_2 次之， P_3 处为上升最不明显的部位。表明温度改变与变形过程中做功和摩擦产生的温度效应有关。材料表面温度比心部略低，说明变形过程中材料与模具间发生了热传递；

3. 等效应力模拟结果显示，模具拐角处等效应力最大。由于背压作用，挤压件心部的等效应力得到增加，有效降低了 ECAP 过程因表面应力过高而产生的不利影响，显著降低了挤压件内部材料产生破坏的可能性；

4. 组织模拟结果显示，经过一道次 ECAP，晶粒尺寸得到明显细化。从 $13.5\mu\text{m}$ 减小到 $2.3\sim 3.1\mu\text{m}$ 。晶粒尺寸分布不均匀，从头部 P_1 、中部 P_2 到尾部 P_3 晶粒细化程度明显减小。能量较高的晶界处是动态再结晶发生的活跃区域，通过晶界处再结晶细小晶粒的长大及等轴化，完成了整个动态再结晶过程，挤压件的晶粒得以细化。组织模拟对辅助研究镁合金 ECAP 变形的机理有重要的作用。

第4章 ZK60 镁合金 ECAP 实验过程

4.1 等通道角挤压实验

4.1.1 实验材料

本课题所用的原材料为：Mg-Zn-Zr 系镁合金，牌号为 ZK60，本实验所采用的 ZK60 镁合金实心铸锭如图 4-1，直径为 $\phi 192\text{mm}$ 。其成分见表 4-1。

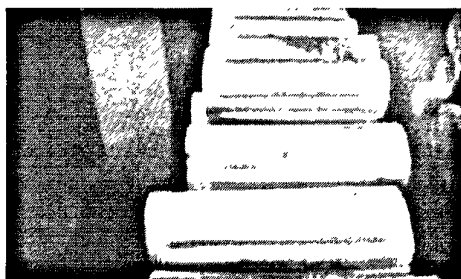


图 4-1 实心圆铸锭

Fig.4-1 Solid round ingot

表 4-1 ZK60 镁合金的化学成分(%)

Table 4-1 Chemical composition of ZK60 magnesium alloy

Zn	Zr	Al	Mn	Cu	Ni	Si	Fe	杂质	其余
5.0-6.0	0.3-0.9	=0.05	0.10	=0.05	=0.005	=0.05	=0.05	0.3	Mg

4.1.2 热挤压工艺

因为 ECAP 变形每道次间变形量大，变形时要求初始材料有一定的塑性，所以对铸态 ZK60 镁合金在变形前进行了常规挤压。挤压前对均匀化后的铸锭进行去皮处理，并在 300°C 的保温炉中预热。

本文采用的常规挤压示意图如图 4-2 所示。常规挤压采用挤压轴将挤压筒内的材料压出没孔或压入特定的孔隙的塑性加工成形方法。挤压件在变形过程中处于强烈的三向压应力状态可充分发挥它的塑性，从而提升材料变形能力，

得到大变形量。因此，对于密排六方的镁合金金属，由于其塑性较差，采用挤压成形是最容易实现塑性成形方式。挤压时应力状态为三向压缩，应变为两个方向缩短一个方向伸长。

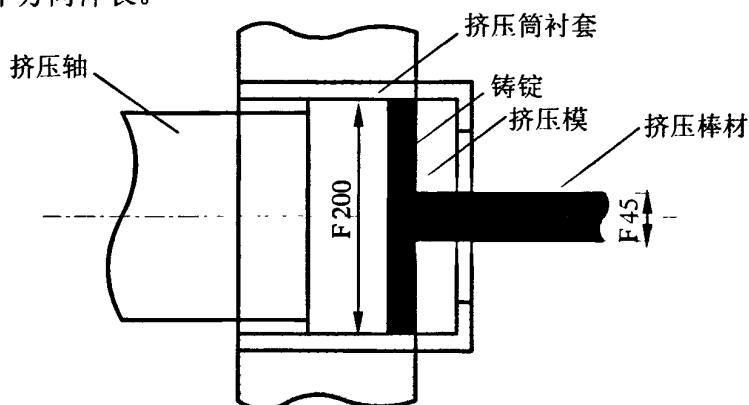


图 4-2 挤压原理图

Fig. 4-2 Schematic illustration of extrusion

挤压实验在 20MN 成形水压机上进行。挤出材料的直径为 $\phi 45\text{mm}$ ，从材料的心部取样，利用线切割和车削加工，把材料加工成尺寸为直径 $\phi 10\text{mm}$ ，长 35mm 的圆柱形 ECAP 加工试样，如图 4-3 所示。

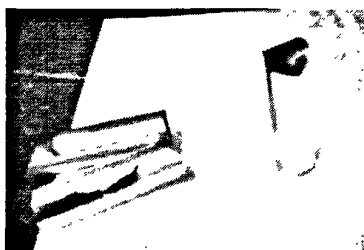


图 4-3 ECAP 加工试样

Fig. 4-3 Workpiece of ECAP processing

加工工艺参数确定：

1. 加工温度 挤压工艺参数中挤压温度是十分重要的一项，它是根据合金的相图、再结晶图和塑性图确定的，选择的挤压温度应该比合金的固相线温度低，但比再结晶温度高。ZK60 合金的挤压温度一般为 $300\sim 400^\circ\text{C}$ 之间。挤压工艺金属的变形程度比轧制工艺高，因此挤压温度比轧制温度稍高，所以 ZK60 合金选择 300°C 以上较好。为了获得均匀细小的晶粒组织，本实验选择 370°C 作为挤压温度。

2. 挤压速度 由切应变与软化过程的相互关系影响了挤压速度对塑性与变形抗力的影响。当变形速率比较高的时候, 由变形导致的热效应, 会使挤压件的温度升高, 于是材料的流动应力显著降低; 当变形速率再增大时, 虽然挤压件的温度升高也很快, 但由于变形过程金属产生了加工硬化, 并且速度比再结晶过程的软化速度快, 材料的流动应力不但不减小, 反而成增大趋势。因此在实施挤压加工的过程中必须仔细选择挤压速度。挤压速度对变形均匀性、变形的温度效应、再结晶、产品力学性能和表面质量均有重要影响。当挤压速度过快时产品会出现质量问题, 如: 表面出现麻点、裂纹缺陷等。并且挤压速度增大还会导致变形不均匀。ZK60 合金对挤压速度是很敏感的, 建议采用比较低的挤压速度进行加工, 本文采用的是 5mm/s。

3. 模具预热温度 ZK60 合金加工温度范围比较窄, 且导热性能良好, 如果遇到冷的模具会产生激冷而出现裂纹。在挤压前需要对模具进行预热, 防止与模具接触时急剧降温, 那样会引起塑性降低, 变形抗力升高, 甚至出现裂纹; 同时还可以使挤压件免于表面和中心温度产生差异, 降低附加应力。模具加热温度需要比挤压件略低, 因此选用 300℃。

4. 润滑条件 为了防止出现粘模, 降低 ZK60 合金与挤压筒及工作带之间的摩擦, 有利于金属流动, 需要添加润滑剂进行润滑。润滑剂同时还能起到隔热的作用, 可以帮助提高模具的寿命, 本实验采用胶体石墨为润滑剂。

5. 变形程度的选择 ZK60 合金挤压件的组合和机械性能与变形程度关系很大。变形程度较大的 ZK60 合金的机械性能比较高。为了使镁合金挤压件能够获得较为均匀的机械性能, 挤压的总变形程度应该不比 75%小。本文的变形程度约为 95%。

4.1.3 ECAP 工艺

实验模具材料选用工具钢(X38CrMoV51), 其硬度为 48~49HRC。模具由冲头、凹模和背压顶杆三部分组成, 如图 4-4 所示, 模具通道直径为 10mm。

实验工艺参数的确定:

1. 模具内角 ϕ 和模具外角 ψ ECAP 细化晶粒的途径是通过使材料在加工过程中发生剪切变形。实验证明, 不同的模具内角 F , 材料的微观组织会有显著的差异。为了研究外角对 ECAP 加工后组织结构和性质的影响, Nakshima 等人利用 F 位于 90~157.5°之间的不同模具在室温下进行 ECAP 实验, 发现挤压件可以通过大角度 F 值的模具挤压数次后达到较大的塑性变形, 但通常无

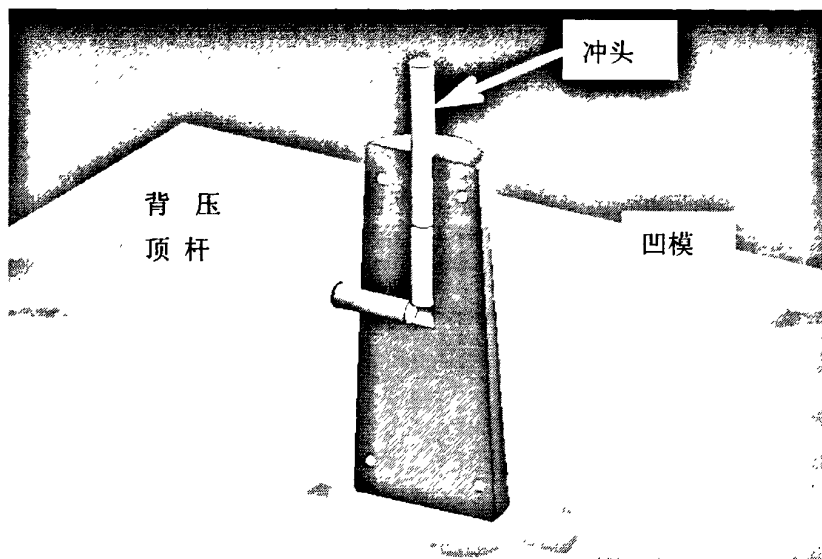


图 4-4 ECAP 模具

Fig. 4-4 Die of ECAP

法产生一系列超细晶；与之相反的是在 F 值接近 90° 时，每一道次对挤压件造成了一个较大的塑性变形，且容易得到具有大角度晶界的超细微观结构。因此得到当 $F=90^\circ$ 时角度因素最优^[52]。本实验据此选择模具内角 F 的角度为 90° 。

ECAP 加工产生的塑性变形的大小与晶粒细化效果密切相关，Iwahashi 等人^[53]在忽略摩擦的前提下提出总应变可按公式(4-1)所示进行计算：

$$\varepsilon_N = \frac{N}{\sqrt{3}} \left[2 \cot \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) + \psi \csc \left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2} \right) \right] \quad (4-1)$$

式(4-1)表明每道次挤压所获应变量与 F 和 ψ 有关， F 值一定时，应变值随 ψ 的增大而减小。据此，为获得尽可能大的应变值，本实验采用的 ψ 值为 0° 。

2. 工艺路线 ECAP 有四种基本工艺路线，在本文的 1.2.3 中已经做了介绍。选择不同的工艺路线材料的变形特征也不同。一些学者已经针对不同工艺路线所能达到的晶粒细化效果做了一些探索，Furukawa 等人^[54]认为：当 $F=120^\circ$ 时路线 A 更能有效地细化晶粒；而当 $F=90^\circ$ 时路线 B_C 具有更有效的晶粒细化的效果。考虑本文采用的模具内角 F 为 90° ，故选用 B_C 路线进行 ECAP

加工。

3. 背压方式 为了获得尽可能大的应变值, 本实验所采用的模具外角 Ψ 值为 0° 。但是, 等人通过有限元模拟分析表明, 当 $F=90^\circ$, $\Psi=0^\circ$ 时, 容易形成死区。而当 $F=90^\circ$, $\Psi=20^\circ$ 时才可以避免死区的产生^[55]。但增大 Ψ 值必然导致应变值的减小, 为了既不减小应变值, 又避免死区的产生, 本实验采用在出口通道处施加一个背压的方式。SON 等人^[56], 已经证明施加背压后可以有效提高工件的变形量, 并限制死区的出现。

在背压方式的选择时, 顶杆加压法直接在挤出端设置一个顶杆, 接触顶杆时, 顶杆开始作用, 两者之间接触力随着接触面积不断增加而增大, 当作用力大于设备所施加的力时, 顶杆随试件开始移动, 被逐步挤出水平通道。同粘性介质加压法相比, 顶杆加压法由于开始时顶杆接触部位主要是靠近试件的下部, 对底部金属的变形作用强, 因此这种方式在提高变形均匀性的效果上更加明显。但在这种方式下, 当压力增至一定值时均会使底部变形量急剧加大, 导致试件整体变形不均匀性的加剧。据此, 本实验选择采用顶杆加压法, 但与传统顶杆加压法不同, 本实验所用顶杆不随试件移动, 而是在加工过程中相对于模具保持静止, 这样限制了底部变形量的急剧加大, 从而获得更均匀的材料。

4. 挤压道次 ECAP 的重复挤压加工次数称为挤压道次, 也是一个重要工艺参数, 它可以通过影响 ZK60 合金的塑性变形量来影响镁合金坯料的晶粒细化程度。随着挤压道次的增加, 合金的变形总量也增加, 从而晶粒得到进一步细化。但试验结果表明并不完全是这样, 当加工道次达到一次次数后, 晶粒的尺寸不再改变, 但是晶粒间的位向差发生了变化, 随着挤压道次的增加而增大, 大角度晶界也逐渐增加。这一结果是因为塑性变形过程中位错不断的增殖、湮灭和回复的多种因素作用。变形不大时, 位错密度较小, 合金内部积累的内能也较小, 这是位错的湮灭速度比增殖速度小, 回复作用也不明显, 从总体的效果看位错增加, 位错密度也增大, 晶粒的细化作用比较明显。当变形量达到一定程度后, 位错的湮灭和增殖速度达到平衡, 同时随着内能的增加回复作用也显著增加, 再次挤压的时候晶粒大小和纵横比基本不再变化^[57]。本文采用的加工路径是 B_C 路径, 采用 4 道次作为挤压道次。

5. 挤压温度和速度 挤压温度越低, 挤压速度余越快, 则合金晶粒越细小。这是因为在较低温度快速挤压时再结晶晶粒难以长大。但是挤压温度过低或挤压速度过快时, ZK69 合金的塑性得不到充分利用, 容易导致挤压过程中材料出现裂纹缺陷。提高挤压温度可以提高合金微观组织的均匀性, 但容易致使晶粒粗化。因此, 需要采用低温多道次的挤压来实现组织的细小和均匀。如

果预热温度过高, ZK60 合金会出现氧化现象; 挤压温度过低, 塑性变形能力差, 影响挤压过程。结合 ZK60 合金的塑性变形能力差, 以挤压后挤压件具有细小均匀组织并工艺顺利为前提条件考虑, 本文 ECAP 实验中选取挤压温度为 200℃, 挤压速度为 2mm/s。

6. 润滑 有限元分析结果表明^[58-60], ECAP 过程中的摩擦不仅能影响塑性变形区的分布, 还能影响塑性变形过程和挤压件的微观组织的均匀性。摩擦可以使材料和模具接触部分的流动速度降低, 使挤压件中心部位的变形比两侧与模具接触部分大, 这样材料的变形就会变得不均匀, 影响组织的均匀性。当摩擦比较小时, 变形的区域主要集中在转角心部, 当摩擦比较大时, 变形区延伸到转角区后, 区域也进一步扩大。本文使用的润滑剂是二硫化钼, 当坯料和模具预热到 100℃左右, 在坯料表面涂抹二硫化钼润滑剂, 这样在挤压过程中坯料和模具表面间形成薄润滑层, 该润滑层在挤压加工过程中起到良好的润滑作用。

根据上面制定的工艺参数进行 ECAP 实验, 实验完成后挤压件形状如图 4-5 所示。可见挤压件表面光滑无裂纹, 也不存在变形死区, 由此可见背压对避免变形死区的出现有显著的效果。

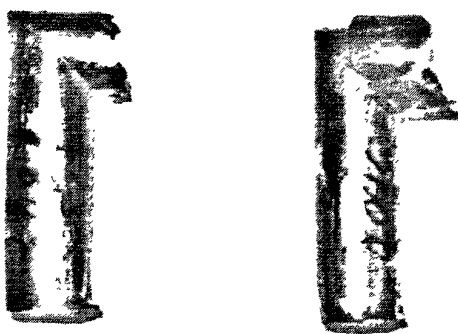


图 4-5 ECAP 挤压后形状

Fig. 4-5 Shape after ECAP processing

4.2 显微组织分析

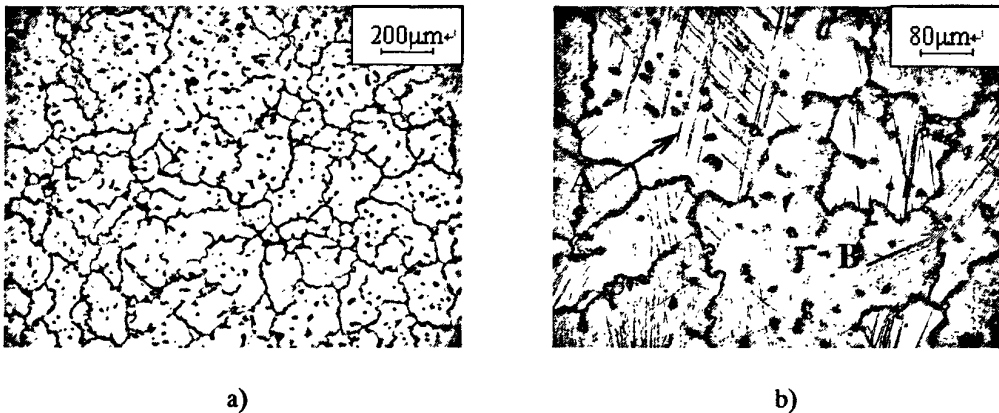
分别对铸锭, 常规挤压锭和 ECAP 挤压锭进行光学显微组织分析。利用金相实验作为研究手段对这几种不同工艺的试样进行分析研究。为了能够观察到真实、清晰的光学显微组织, 必须成功制备金相样品, 并正确掌握金相显微镜的使用方法。本实验金相制备包括磨光-抛光-腐蚀等 3 个步骤:

1. 磨光 依次使用 400, 600, 800, 1200 目金相砂纸进行试样磨光, 磨光时注意由于 ZK60 合金比较软, 磨光面易产生划痕, 为了防止划痕的产生, 磨光时要注意清理砂纸表面的粗砂粒。

2. 抛光 通过抛光可以去除待观测表面上的细磨痕从而获得平整无暇的试样表面, 还能去除变形层从而有利于观察到试样的显微组织。本实验采用呢子布作为抛光布并用三氧化二铬作为抛光剂。实验抛光机型号为 P-2, 抛光直径 200 毫米, 转速 1400 转/分。机械抛光完成后, 利用鹿皮和氧化镁进行手工抛光, 最终消除待观测表面所有的磨痕。

3. 腐蚀 采用适当的腐蚀方法, 使不同组织、位向的晶粒及其内部与晶界各处受到不同程度的腐蚀, 由此产生差别从而可以在光学显微镜下清晰的看出。本实验所用腐蚀剂: 某比例水加硝酸加醋酸加草酸溶液。当金相样品完成制备后, 采用数码金相显微镜进行观测并拍去照片。

如图 4-6 所示的是 ZK60 原始铸锭(as-cast)的显微结构。



a) 铸态 ZK60 镁合金显微组织(100 倍) b) 铸态 ZK60 镁合金显微组织(200 倍)

图 4-6 铸态 ZK60 镁合金显微组织

Fig. 4-6 Optical microstructure of the magnesium alloy ZK60 as-cast

ZK60 原始铸锭(as-cast)的显微结构是由平均尺寸为 $150\mu\text{m}$ 的粗大晶粒组成的。铸态组织很不均匀, 由大小不均匀的等轴晶和枝晶构成, 在晶粒内部存在较多的第二相小颗粒。共晶组织成分不均匀, 有共晶产物沿晶界或枝晶边界断续分布, 存在明显的晶界偏析。在较高的放大倍数下, 共晶主要呈片状, 且存在大量的孪晶组织, 孪晶组织有两种形态, 如图 4-6(b)中 A、B 所示, A 呈细长的扁平状, B 呈凸镜状。

ZK60 镁合金的原始组织是大小不均匀的等轴晶组织和枝晶组织, 这主要

是由内因(合金相图和形核剂)和外因(冷却速度)共同决定的。ZK60 镁合金熔液在凝固过程中, Zr 首先以 α -Mg 的结晶核心, 从而细化晶粒, 有利于等轴晶的形成, 同时合金液在冷却过程中, 由于存在温差, 使边缘区域的合金液以较大的冷却速度凝固而保持了较大的温度梯度, 从而获得了枝晶组织。由于 ZK60 镁合金中含 Zn 量较高, 且合金的凝固系非平衡过程, 所以 Zn 大多富集在枝晶网边界^[61], 造成枝晶偏析的现象非常严重。

如图 4-7 所示为 ZK60 镁合金经常规挤压变形后的显微组织, 从图中可以看出, ZK60 镁合金经常规挤压后, 合金的晶粒被挤压破碎, 并发生了明显的动态再结晶, 但动态再结晶仍不充分, 合金的晶粒得到明显的细化, 达到了 $13.5\mu\text{m}$ (约为初始状态的 1/10)。从照片中还可以看出, 合金中有第二相的析出。经过常规挤压后, 原本塑性较差的铸造镁合金的塑性得到了明显的提高, 满足了 ECAP 变形的需要, 从而避免了镁合金在 ECAP 加工过程中因变形过于剧烈而破坏。

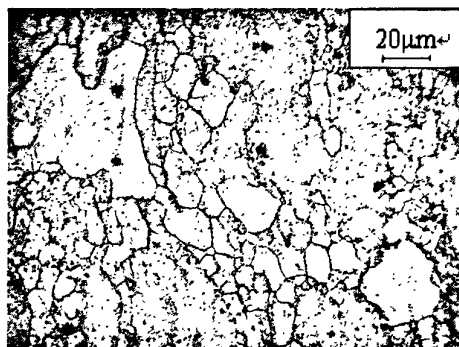


图 4-7 ZK60 常规挤压态的显微结构

Fig. 4-7 Optical microstructure of the magnesium alloy ZK60 hot-extruding

如图 4-8 所示为 ZK60 镁合金经过一次 ECAP 变形后的显微组织, P_1 、 P_2 和 P_3 分别是挤压件的头部、中部和尾部。一次 ECAP 实验完成后, 在头部 P_1 、中部 P_2 和尾部 P_3 截取材料做光学显微分析。从光学显微分析金相显微照片中可以看出: 挤压件 P_1 处晶粒尺寸最小, 平均晶粒尺寸约为 $1.9\mu\text{m}$, 而且晶粒大小最为均匀。这是由于在一次 ECAP 后, 该点处的晶粒再结晶程度比较充分, 绝大多数的粗大晶粒已经通过由大塑性变形引起的动态再结晶而得到了细化; P_2 处的晶粒大小和均匀性次之, 晶粒尺寸约为 $2.1\mu\text{m}$; 而 P_3 处晶粒尺寸为三者最大, 平均晶粒尺寸约为 $2.6\mu\text{m}$, 且晶粒大小和均匀性都比 P_1 、 P_2 处差, 该部位合金的微观组织呈现出粗大晶粒和细小晶粒混合分布状态, 这一现象表明了合金的 P_3 部位再结晶不够充分, 其晶粒细化程度比 P_1 、 P_2 处的低。

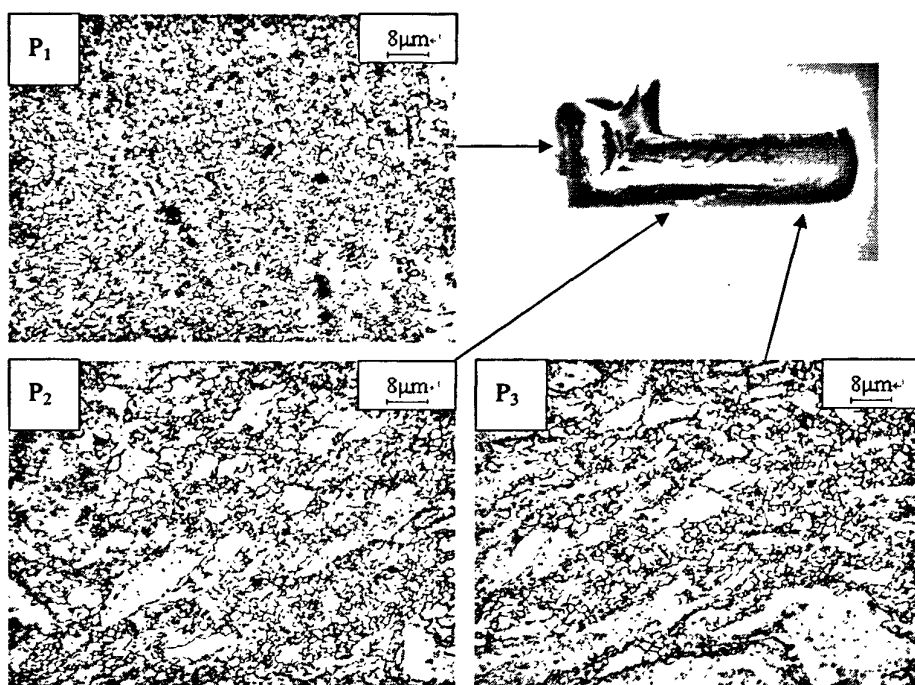


图 4-8 一道次 ECAP 后挤压件各部位显微组织

Fig. 4-8 Microstructure of the sample after ECAP processing within one passes

这是由于在第一道次 ECAP 变形过程中，头部 P_1 首先进入通道转角，产生了剧烈的剪切塑性变形，此剧烈变形导致该区域材料高度的位错缠结，相互缠结的位错间存在较大的应力场，根据低能位错结构理论，这些位错会相互作用并重新排列，形成亚晶结构。而形成的亚晶界会进一步演化成小角度晶界和大角度晶界，引起了动态再结晶，从而使晶粒显著细化。这一类型的动态回复和再结晶是 ECAP 晶粒细化的主要机制。而挤压件的 P_2 和 P_3 部位并未进入转角通道，但由于背压的作用，使这两个部位的合金材料受到一个较低的径向应力，所提供的能量引起的位错缠结较低，所以动态再结晶程度比 P_1 处小。在出口通道施加的背压增加了挤压件内部的应力大小，这一方法有效地降低了 ECAP 过程中应力对材料产生的不利影响，从而明显降低挤压件内部材料产生破坏的可能性。材料在一次 ECAP 后的晶粒细化程度不均匀的问题可以通过利用多次的 ECAP 加工而得到解决。

ZK60 镁合金在经过四道次 ECAP 加工后，晶粒尺寸进一步减小，为了更准确的观测合金各部位晶粒组织的尺寸，采用具有较大放大倍数的 SEM 照片进行分析。如图 4-9 所示为四次 ECAP 后挤压件 P_1 、 P_2 和 P_3 处的 SEM 显微结构。

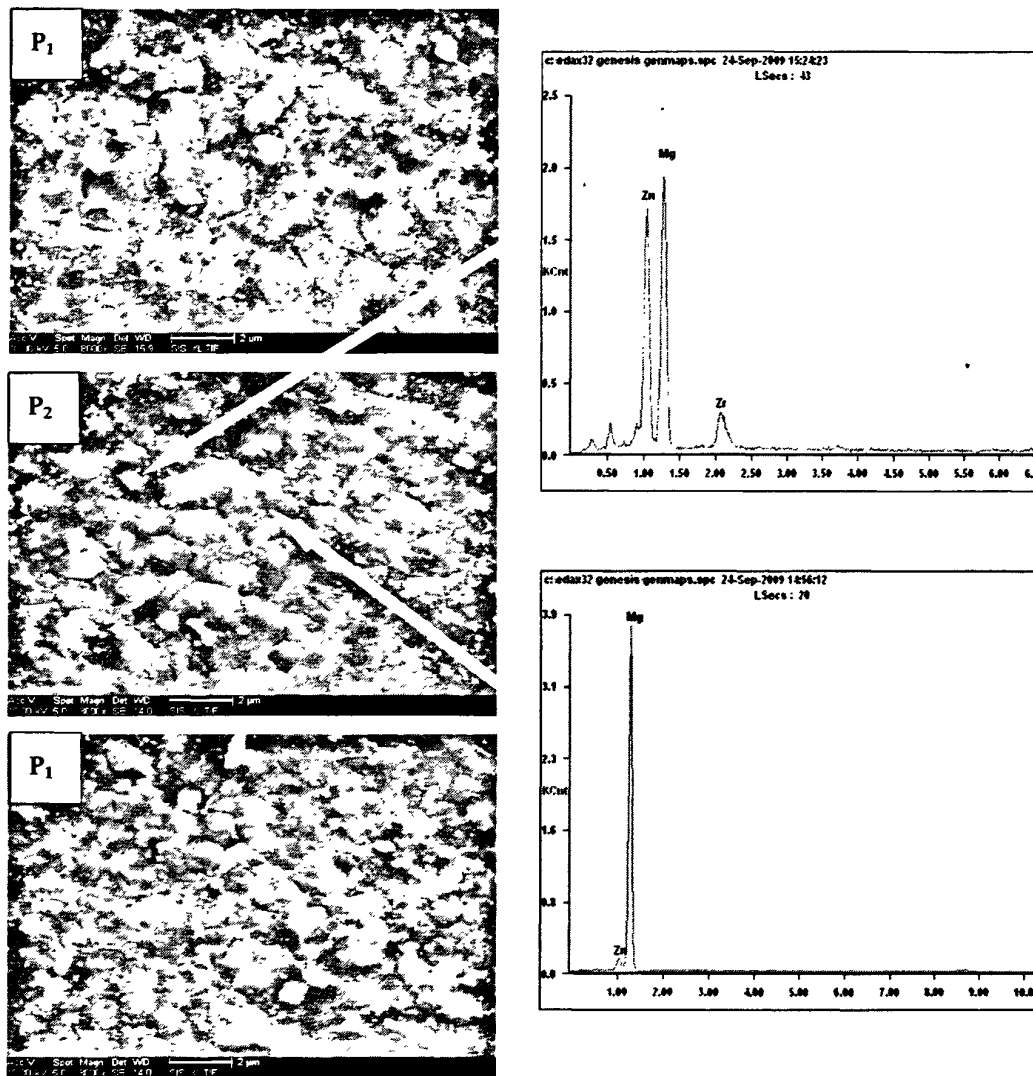


图 4-9 四次 ECAP 后挤压件各部分 SEM 显微组织

Fig. 4-9 SEM image of the sample after 4-passes ECAP processing

从图中可以看出经过四次 ECAP 后，各部位平均晶粒尺寸进一步减小达到 $1.5\mu\text{m}$ 左右，并且大小也变得比较均匀，并出现等轴晶特征。此时 P_1 、 P_2 和 P_3 处的微观结构大小和均匀性基本相同，可见此时经过四道次 ECAP 塑性变形后，挤压件各部分的晶粒细化充分，从头部到尾部挤压件的细化程度趋于一致，解决了一次 ECAP 后的晶粒细化程度不均匀的问题。

从 SEM 显微照片中可以看出，在晶粒的周围和内部弥散分布了许多“白

点”，其中颗粒较大的“白点”约为几百纳米，颗粒较小的仅为几十纳米。为确定这些是什么物质，分别对“白点”处和无“白点”的基体处做能谱分析。从能谱分析可以看出：“白点”处元素成分的含锌量很高，并且 Zr 元素的峰值也较明显。因此这些白点是加工过程析出的第二相。颗粒较大的第二相粒子主要分布在晶界上，颗粒较小的第二相粒子在晶粒内部分布，这些第二相粒子整体呈弥散分布。从尺寸上看，晶界处的较大第二相粒子约为 200nm~500nm；而晶粒内部的较小的第二相粒子更小，约为 20nm 左右。较大第二相粒子(微米级)的存在，阻碍了位错滑移，变形过程容易在粒子周围产生位错缠结。位错缠结的交互作用使得形成新的亚晶界或位错界面。从而加速深度塑性变形过程中晶粒细化的速度，因为第二相增加，会提高位错产生的速率^[62,63]，于是在相对较低的变形程度下便可获得亚微米级晶粒。而第二相粒子的大小对合金组织演变的影响也有区别，晶粒内部的较小的第二相粒子的弥散分布，会抑制位错回复的进程和晶界的滑动，所以细小粒子的存在会导致相对较低的位向差，从而抑制大角度晶界的形成。

4.3 本章小结

1. 确定 ECAP 实验方案，模具内角 $F=90^\circ$ 、模具外角 $\Psi=0^\circ$ 、工艺路线 B_C、挤压道次 4 次、挤压温度 200℃、挤压速度 2mm/s 以及润滑剂二硫化钼。并根据此工艺方案进行 ECAP 实验；

2. 对 ZK60 铸锭、常规挤压棒材、一道次 ECAP 挤压棒材头部 P₁、中部 P₂ 和尾部 P₃ 分别进行光学显微分析。得到 ECAP 实验前后挤压件的平均晶粒尺寸分别为 13.32 μm 和 2.2 μm 。头部 P₁ 处、中部 P₂ 处和尾部 P₃ 处平均晶粒尺寸分别为 1.9 μm 、2.1 μm 和 2.6 μm 。且晶粒大小的均匀性 P₃ 处比 P₁、P₂ 处差，呈现出粗大晶粒和细小晶粒混合分布，表明 P₃ 处再结晶不够充分，晶粒细化程度比 P₁、P₂ 处的低；

3. 对 ZK60 四道次 ECAP 棒材头部 P₁、中部 P₂ 和尾部 P₃ 分别进行了 SEM 显微分析和能谱分析，得出 ECAP 挤压件中存在着第二相成分；

结论

本文对 ZK60 镁合金的铸锭、常规挤压、ECAP 工艺进行了研究,观察了各项工艺后的挤压件的显微组织。采用有限元软件 Deform-3D 对 ZK60 镁合金 ECAP 过程第一道次加工过程进行了数值模拟。得出以下结论:

1. 利用有限元分析了 ZK60 镁合金第一道次 ECAP 过程。从速度-时间曲线看出,材料流动速度在加工开始后 3s 左右呈波浪形逐渐降低,当加工进行到 5s 时,降到最小值并迅速上升。在加工进行到第 6s 时,超过了挤压速度 2mm/s。证明了材料在加工过程中发生了剪切变形,材料发生转动的角速度。并且局部部位材料流动方向并不是沿着挤压方向,而是朝着填充原先容易出现死区的方向,说明施加的背压对避免死区的产生有显著的效果,保证了 ECAP 加工获得充分的应变量。

2. 从温度-时间曲线看出,材料温度在加工开始后 3s 左右开始逐渐上升, P_1 处温度上升现象最明显, P_2 次之, P_3 为上升现象最不明显的部位。分析温度改变与变形过程中因做功和摩擦产生温度效应有关。材料表面温度比心部略低,该现象出现的原因跟变形过程中材料和模具间发生了热传递。

3. 等效应力模拟结果显示,等效应力分布不均匀,模具拐角对应处等效应力最大。施加的背压增加了挤压件心部的等效应力大小,有效降低了 ECAP 过程因表面应力过高而对材料产生的不利影响,明显降低了挤压件内部材料产生破坏的可能性。同时背压作用使表面材料和心部材料的流动速度几乎相等,对改善 ECAP 挤压件表面质量有显著作用。

4. 组织模拟结果表明挤压件在一道次 ECAP 加工后,晶粒尺寸得到了明显细化。从初始晶粒尺寸为 $13.5\mu\text{m}$,减小到晶粒尺寸在 $2.3\sim 3.1\mu\text{m}$ 范围内。对比 ECAP 成形初期和末期晶粒组织模拟结果是从头部 P_1 、中部 P_2 到尾部 P_3 晶粒细化程度明显减小。组织模拟结果显示,高能级的晶界处是动态再结晶发生的活跃区域,通过晶界处再结晶细小晶粒的长大和等轴化,最终完成了动态再结晶过程,材料的晶粒得到细化。数值模拟对辅助研究镁合金 ECAP 变形的机理有重要的作用。

5. 通过显微组织观察得出铸态 ZK60 镁合金经过 ECAP 后晶粒细化到初始状态的 1/100。第一道次 ECAP 实验前后挤压件的平均晶粒尺寸分别为 $13.5\mu\text{m}$ 和 $2.2\mu\text{m}$ 。头部 P_1 处、中部 P_2 处和尾部 P_3 处平均晶粒尺寸分别为 $1.9\mu\text{m}$ 、 $2.1\mu\text{m}$ 和 $2.6\mu\text{m}$ 。且晶粒大小的均匀性 P_3 处比 P_1 、 P_2 处差,呈现出粗大晶粒和

细小晶粒混合分布。经过四次 ECAP 加工后， P_1 、 P_2 和 P_3 处挤压件的平均晶粒尺寸进一步减小，达到 $1.5\mu\text{m}$ 左右，并且晶粒大小较均匀，呈现出等轴晶特点。

参考文献

- [1] 王国军. 变形镁合金挤压材生产技术及其产品标准[J]. 冶金标准化与质量, 2002, 40(4): 50-54.
- [2] ZHANG X H, RUAN X Y, SAKADA K O. Forgeability of AZ31B Magnesium Alloy in Warm Forging[J]. Trans. Nonferrous Met. Soc. China, 2007, 13(3): 632-635.
- [3] 陈振华, 严红革, 陈吉华. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 280-360.
- [4] SEGAL V M. Engineering and Commercialization of Equal Channel angular Extrusion (ECAE)[J]. Materials Science and Engineering A, 2007, 386(2): 269-276.
- [5] LAWRENCE C, YU Y, SHIGEHARE K, et al. Development of High Strength and Ductile Magnesium Alloys for Automobile Applications[J]. Materials Science Forum Vols, 2003, 414: 249-254.
- [6] CHANG S Y, LEE K S, LEE S, et al. Effect of Al Content and Pressing Temperature on ECAP of Cast Mg Alloys[J]. Materials Science Forum Vols, 2003, 413: 491-496.
- [7] KIYOSHI M, MIYAHARA Y C, MAKII K. Using Extrusion and ECAP Processing to Achieve Low Temperature and High Strain Rate Superplasticity[J]. Materials Science Forum Vols, 2006, 419: 497-502.
- [8] FURUKAWA M, HORITA Z J, LANGDON T G. Factors Influencing the Shearing Patterns in Equal-channel Angular Pressing[J]. Materials Science and Engineering A, 2006, 332(2): 97-109.
- [9] NAGASEKHAR A V, YIP T H. Effect of Acute Tool-angles on Equal Channel Angular Extrusion/Pressing[J]. Mater Sci Eng A, 2005, 411: 269-272.
- [10] LI S, BOURKE M A M, BEYERLEIN I J, et al. Finite Element Analysis of the Plastic Deformation Zone and Working Load in Equal Channel Angular Extrusion[J]. Mater Sci Eng A, 2005, 382: 217-236.
- [11] OH S J, KANG S B. Analysis of the Billet Deformation During Equal Channel Angular pressing[J]. Mater Sci Eng A, 2006, 343: 107-115.
- [12] PARK J W, SUH J Y. Finite Element Analysis of Material Flow in Equal

- Channel Angular Pressing[J]. Scripta Mater, 2001, 44: 677-681.
- [13] PRANGNELL P B, HARRIS C, ROBERTS S M. Finite Element Modeling of Equal Channel Angular Extrusion[J]. Scripta Mater, 1997, 37: 983-989.
- [14] SHAN A, MOON I G, KO H S, et al. Direct Observation of Shear Deformation During Equal Channel Angular Pressing of Pure Aluminum[J]. Scripta Mater, 1999, 41: 353-357.
- [15] WU Y, BAKER I. An Experimental Study of Equal Channel Angular Extrusion[J]. Scripta Mater, 1997, 37: 437-442.
- [16] SUH J Y, KIM H S, PARK J W, et al. Finite Element Analysis of Material Flow in Equal Channel Angular Pressing[J]. Scripta Mater, 2001, 44: 677-681.
- [17] SON I H, LEE J H, IM Y T. Finite Element Investigation of Equal Channel Angular Extrusion with Back Pressure[J]. Mater Processing Technology, 2006, 171: 480-487.
- [18] ZHERNAKOV V S, BUDILOV I N, RAAB D I, et al. A Numerical Modeling and Investigations of Flow Stress and Grain Refinement During Equal-channel Angular Pressing[J]. Scripta Mater, 2005, 44: 1765-1769.
- [19] CHUNG S W, SOMEKAWA H, KINSHITA T, et al. The non-uniform Behavior During ECAE Process by 3-D FVM Simulation[J]. Scripta Mater, 2007, 50: 1079-1083.
- [20] VALIEV R Z, LANGDON 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.
- [21] PRANGNELL P B, HARIS C, ROBERTER S M. Finite Element Modeling of Equal Channel Angular Extrusion[J]. Scripta Materialia, 1997, 37(7): 983-989.
- [22] SEMIATIN S L, DELO D P, SHELL E B. The Effect of Material Properties and Tooling Design on Deformation and Fracture during Equal Channel Angular Extrusion[J]. Acta Materialia, 2005, 48(8): 1841-1851.
- [23] KIM H S, SEO M H, HONG S I. Finite Element Analysis of Equal Channel Angular Pressing of Strain Rate Sensitive Metals[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 131: 497-503.
- [24] RANHAVAN S. Computer Simulation of The Equal Channel Angular Extrusion(ECAE) Process[J]. Scripta Materialia, 2006, 44(1): 91-96.
- [25] SUH J Y, KIM H S, PARK J W, et al. Finite Element Analysis of Material Flow

- in Equal Channel Angular Pressing[J]. Scripta Materialia, 2007, 44(4): 677-681.
- [26] SHAN A, MOON I, KO H S, et al. Direct Observation of Shear Deformation during Equal Channel Angular Pressing of Pure Aluminum[J]. Scripta Materialia, 1999, 41(4): 353-357.
- [27] 李永霞, 周铁涛, 金泉林, 等. 等截面通道角形挤压过程中载荷的有限元模拟[J]. 中国有色金属学报, 2007, 12: 184-188.
- [28] ROSOCHOWSKI A, OLEJINIK L. Numerical and Physical Modeling of Plastic Deformation in 2-turn Equal Channel Angular Extrusion[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2002, 125-126: 309-316.
- [29] HYOUNG S K. Finite Element Analysis of Equal Channel Angular Pressing Using a Round Corner Die[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 315(2): 122-128.
- [30] 王渠东, 丁文江. 镁合金及其成形技术的国内外动态与发展[J]. 世界科技研究与发展, 2006, 26(3): 39-46.
- [31] 任俊威. 棒材粗轧过程的有限元模拟和晶粒尺寸预报[D]. 秦皇岛: 燕山大学(硕士论文), 2005: 11-14.
- [32] 谢贻权, 何福保. 弹性和塑性力学中的有限元单元法[M]. 北京: 机械工业出版社, 1989: 1-5.
- [33] 谢贻权. 弹性和塑性力学中的有限元单元法[M]. 北京: 机械工业出版社, 1981: 181-199.
- [34] 汪大年. 金属塑性成型原理[M]. 北京: 机械工业出版社, 1982, 6: 115-125.
- [35] 陈如欣. 塑性有限元法及其在金属成形过程中的应用[M]. 重庆: 重庆大学出版社, 1989: 103-129.
- [36] 赵志业. 金属塑性变形与轧制理论[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1980: 11-20.
- [37] 杜平安, 甘娥忠, 于亚婷. 有限元法—原理建模及应用[M]. 北京: 国防工业出版社, 2005: 6: 5-20.
- [38] MATHEWS J H, FINK K D. 数值方法(MATLAB 版)[M]. 北京: 电子工业出版社, 2002: 188-195.
- [39] 精锐创作组编著. MATLAB6.0 科学运算完整解决方案[M]. 北京: 人民邮电出版社, 2001: 168-187.
- [40] 李庆扬, 莫孜中. 非线性方程组的数值解法[M]. 北京: 科学出版社, 1987:

- 54-59.
- [41] 杨节. 轧制过程数学模型[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1983: 76-195.
- [42] 高珊, 王国栋, 张强. D2 钢高温变形动态再结晶软化率数学模型的建立[J]. 钢铁, 1998, 1: 10-12.
- [43] ROBERTERS H. A Comparative Study of Observed and Predicted Austenite Microstructure during Hot Rolling of a Medium Carbon Steel[J]. Met. Sci., 1979, 3: 197-198.
- [44] BEYNON J H, SELLARS C M. Modelling Microstructure and Its Effects during Multipass Hot Rolling[J]. ISIJ International, 1992, 1(3): 359-367.
- [45] 俞汉清, 陈金德. 金属塑性成形原理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2008: 36-37.
- [46] 张忠明, 王锦程. 等通道转角挤压(ECAP)工艺的研究现状[J]. 铸造技术, 2006, 25(1): 10-11.
- [47] SWGAL V M. Materials Processing by Simple Shear[J]. Mater Sci Eng, 1995, 97(2): 157-164.
- [48] 毕见强. 2A12 铝块体超细晶材料的制备、模拟及细化机制的研究[D]. 山东: 山东大学(博士学位论文), 2005, 4: 104-105.
- [49] 阮霞. 板料冲压成形过程的三维动态模拟[J]. 锻压机械, 2001, 6(5): 42-44.
- [50] 朱正才. 半轴锻件的胎模锻造[J]. 锻压装备与锻造技术, 2006, 3(1): 46-48.
- [51] 李继忠, 丁桦, 赵文娟, 等. 数值模拟外转角半径及背压对纯钛 ECAP 变形的影响[J]. 中国有色金属学报, 2008, 12: 2178-2184.
- [52] SEGAL V M. Materials Processing by Simple Shear[J]. Mater Sci Eng, 1995, 97(2): 157-164.
- [53] YAN J, WANG J, HORITA Z, et al. Principle of Equal Channel Angular Pressing for the Processing of Ultra Fine Grained Materials[J]. Scripta Materialia, 1996, 35(2): 143-146.
- [54] FURUKAWA M, IWAHASHI Y, HORITA Z. The Shearing Characteristics Associated with Equal-Channel Angular Pressing[J]. Mater Sci Eng, 1998, 257(2): 328-332.
- [55] IWASHASHI Y, HORITA Z, NEMOTO N, et al. An Investigation of Microstructural Evolution during Equal-channel Angular Pressing[J]. Acta Materialia, 1997, 45(11): 4733-4741.
- [56] SON I H, LEE J H, IM Y T. Finite Element Investigation of Equal Channel

- Angular Extrusion with Back Pressure[J]. Mater Processing Technology, 2006, 171: 480-487.
- [57] 索涛, 李玉龙. 等径通道挤压中晶粒细化影响因素的研究进展[J]. 材料科学与工程学报, 2004, 22(1): 133-135.
- [58] 郝南海, 王全聪. 等径侧向挤压变形均匀程度的有限元分析[J]. 中国有色金属学报, 2001, 11(2): 230-233.
- [59] 张建, 崔宏祥, 赵润娴, 等. 等通道转角挤压过程有限元模拟[J]. 重型机械, 2002, 1(3): 43-46.
- [60] 刘祖岩, 刘钢, 王尔德. 等径侧向挤压等效应变分析的有限元模拟[J]. 哈尔滨工业大学学报, 1999, 31(3): 65-67.
- [61] 《轻金属材料加工手册》编写组. 轻金属材料加工手册(下册)[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1988: 40-45.
- [62] HUMPHREYS F J, ARDAKANI M G. Deformation of Particle-containing Aluminum Single Crystals[J]. Acta Metal Mater, 1994, 42: 749-761.
- [63] HUMPHREYS F J. Local Lattice Rotations at Second Phase Particles in Deformation Metals[J]. Acta Materialia, 1979, 27: 1801-1841.

攻读硕士学位期间发表的学术论文

- [1] 于彦东, 周浩. MB15 合金等通道转角挤压晶粒组织模拟和实验分析[J]. 中国有色金属学报, 2009(已录用).
- [2] 于彦东, 周浩. 镁合金方形棒材等通道旋形型腔的挤压模具: 中国, ZL200920098902.8[P]. 2009, 12, 23.
- [3] 席海霞, 于彦东, 周浩, 等. ZK60 镁合金棒材挤压过程有限元分析[J]. 哈尔滨理工大学学报, 2009(已录用).

致谢

本文是在导师于彦东教授的悉心指导下完成的。在论文的选题、理论解析、模拟方案、模具设计、实验的指导与实施、论文的构思与写作等方面得到了导师耐心细致地指导和热情帮助。导师渊博的知识、科学的风范、严谨的治学作风、深邃的洞察能力、勇于探索而无私奉献的精神，都对学生影响颇深，终生受益。导师不仅在宏观上把握最新科研动向，而且对具体工作给予有力的指导，亲历亲为；不仅在学术上得到了导师的谆谆教导，在生活上也给予了我深切的关怀。值此论文完成之际，谨向培养、教育我的导师致以最崇高的敬意和深深的谢意！

在整个研究过程中，得到了李超老师、李彩霞老师，硕士生宁慧燕的帮助，在此致以诚挚的谢意！

此外，我要感谢实验室的兄弟姐妹，在论文的撰写期间，硕士生江鹏、冯娟在生活中给了我很多鼓励，硕士生张晓晨、陈昌平、张广辉在学习中给了我无私的帮助。再一次感谢实验室的兄弟姐妹，是他们给了我一个和睦而融洽的学习生活环境，我很高兴能在这样一个和睦融洽的环境中完成研究生的学习生活，除了感谢外也祝他们学业有成！

最后，再次向所有曾经给予关心和帮助我的老师和同学表示衷心的感谢。