

累积叠轧工艺对 AZ31 镁合金板材组织和性能的影响

Microstructure and Mechanical Properties Evolution of AZ31 Sheets During Accumulative Roll-bonding

詹美燕^{1, 2}, 李元元², 陈维平², 陈宛德²

(1 华南理工大学 分析测试中心, 广州 510640;

2 华南理工大学 金属新材料制备与成形广东省重点实验室, 广州 510640)

ZHAN Meiyan^{1, 2}, LI Yuan yuan², CHEN Wei ping², CHEN Wan de²

(1 Analytical and Testing Center, South China University of Technology,

Guangzhou 510640, China; 2 Guangdong Key Laboratory for Advanced Metallic

Materials Processing, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

摘要: 采用累积叠轧工艺对 AZ31 镁合金薄板进行剧烈塑性变形, 研究了累积叠轧变形过程中镁合金板材的组织及性能演变。实验结果表明, 累积叠轧可以有效细化 AZ31 镁合金板材的晶粒组织, 显著改善室温延伸率, 是制备大尺寸、高性能细晶镁合金板材的一种有效、经济而且可以实现工业化生产的技术。累积叠轧 5 道次后 AZ31 镁合金板材组织均匀, 晶粒尺寸为 1~2 μm 左右, 晶粒细化源于大的累积变形及表面剪切变形; 室温抗拉强度和延伸率可达到 349MPa 和 22.46%, 可归因于晶粒细化对镁合金强度和塑性的改善。累积叠轧板材的道次间的加热使 ARB 组织粗化, 减小了累积叠轧过程中晶粒持续细化的效果。

关键词: 累积叠轧; 镁合金; 组织; 性能

中图分类号: TG146.2 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2008)03-0022-06

Abstract: Accumulative roll bonding was performed on AZ31 magnesium alloys. The evolution of microstructure and mechanical properties of AZ31 sheets during accumulative roll bonding was researched. The results show that accumulative roll bonding provides a simple, effective and inexpensive technology to prepare large sized AZ31 Mg alloy sheets with fine grains and improved ductility at ambient temperature. AZ31 sheets with fine grains about 1~2 μm was successfully achieved by accumulative roll bonding after 5 cycles. The grain refinement during ARB can be owing to the severe accumulated strain and shear strain in the surface of the sheets. The best compromise between strength and ductility of ARBed AZ31 sheets is obtained after 5 cycles. In this case, the average ultimate tensile stress is 349MPa and average tensile elongation is 22.46%. The strengthening and ductility increasing can be attributed to the occurrence of significant grain refinement. However, grain growth occurs easily by reheating between ARB cycles, which will partly cancel out the grain refinement causing by accumulated strain.

Key words: accumulative roll bonding; magnesium alloy; microstructure; mechanical property

镁合金具有很多独特的优异性能, 但是作为结构材料, 与其他结构材料相比较, 镁合金的延性和强度相对较低^[1, 2]。制备具有更高强度和延性的变形镁合金材料具有重要的现实意义, 而开发成本经济、适合于工业推广应用的工艺尤其重要。

近年来, 关于纳米晶 ($d < 100\text{nm}$) 和超细晶 ($100\text{nm} < d < 1\mu\text{m}$) 的加工工艺、组织和性能的研究很热。这类材料具有优良的高温强度、耐磨性能、高的韧

性, 以及具有潜在的低温超塑性和高应变速率超塑性。根据 Hall - Petch 关系, 晶粒细化可以增加材料的强度。晶粒细化对镁合金强度的影响比铝合金大, 因为 Hall-Petch 公式中, 镁合金的斜率是 $(210 \pm 60)\text{MPa} \cdot \mu\text{m}^{0.5}$, 而铝合金的是 $115\text{MPa} \cdot \mu\text{m}^{0.5[3]}$ 。

剧烈塑性变形 (Severe Plastic Deformation, SPD) 技术, 如等通道转角挤压 (Equal channel Angular Extrusion, ECAE)、累积叠轧 (Accumulative Roll Bonding,

ARB)、高压扭转 (High Pressure Torsion, HPT) 等^[4,5], 在制备超细晶(Ultrafine grains, UFG) 组织方面很有效, 已被应用于多种材料^[3]。与它们相应的粗晶组织相比较, UFG 组织既能提高强度又能有效改善延性, 同时表现出更好的超塑性性能。因此 SPD 工艺是一种很有潜力的改善镁合金强度和延性的工艺技术。近年来在镁合金晶粒细化方面进行了一些研究, 主要是 ECAE 和快速凝固粉末的挤压, 可以制备晶粒尺寸小于 1μm 的材料, 然而两者均有局限性, ECAE 只能制备小尺寸的材料, 而粉末冶金-挤压工艺的成本很高^[6]。镁合金在剧塑性变形方面的其他工艺研究很少, 最近有报道, 大变形的热轧工艺可以获得组织均匀的 UFG 镁合金, 包括 ARB 工艺和道次变形量很大的热轧^[6,7]。累积叠轧已经被成功应用于制备具有 UFG 组织的钢铁和铝合金^[8]。与 ECAE 相比, ARB 的优势在于成本较低, 工艺简单, 可以制备大规格的细晶组织板带材, 可以比较容易地实现工业化生产。

本工作对 AZ31 镁合金板材进行 ARB 轧制变形, 研究了材料在 ARB 变形过程中的组织和性能演变。

1 实验方法

采用自行制备的 AZ31 镁合金铸锭, 合金成分见表 1。铸锭在 φ400 × 600 轧机上轧制获得 1.3mm 薄板, 轧机转速 23r/min。ARB 坯料尺寸为 30mm × 100mm × 1.3mm。板材表面用砂纸打磨, 用丙酮清洗, 2 块坯料重叠用细钢丝固定。ARB 之前的加热制度为 300℃ × 30min+ 400℃ × 10min。轧辊不润滑也不加热。一道次轧制后厚度为 1.3mm, 轧制变形量为 50%, 标记为 ARB1。然后锯成两段, 再重复进行 ARB 工艺, ARB 之间加热 400℃ × 5min, 标记为 ARB2,

表 1 AZ31 合金成分

Table 1 Chemical compositions of the AZ31 magnesium alloy

Element	Al	Zn	Ce	Mn	Mg
Mass fraction / %	2.72	0.96	0.8	0.06	Bal

表 2 ARB 工艺过程中材料的几何变化(假设原始厚度 1mm, 道次变形量 50%)^[10]

Table 2 Geometrical change of the materials during the ARB
(where two pieces of the sheets 1mm thick are roll bonded by 50% reduction per cycle)^[10]

Number of cycles	1	2	3	4	5	6	7	n
Number of layers	2	4	8	16	32	64	128	2 ⁿ
Number of bonded boundaries	1	3	7	15	31	63	127	2 ⁿ -1
Layer interval / μm	500	250	125	62.5	31.2	15.6	7.8	H ₀ /2 ⁿ
Total reduction / %	50	75	87.5	93.75	96.875	98.44	99.22	(1-1/2 ⁿ) × 100
Equivalent strain	0.8	1.6	2.4	3.2	4.0	4.8	5.6	0.8n

依次类推, 共轧制 6 道次, 记为 ARB6。ARB 工艺的原理示意图见图 1^[9]。在 OLYMPUS PME3 光学显微镜下观察材料的微观组织。力学性能在本实验室 SANSCMT5105 微机控制万能材料试验机上进行, 试验的拉伸速度为 2.5mm/min, 标距 L₀=25mm。

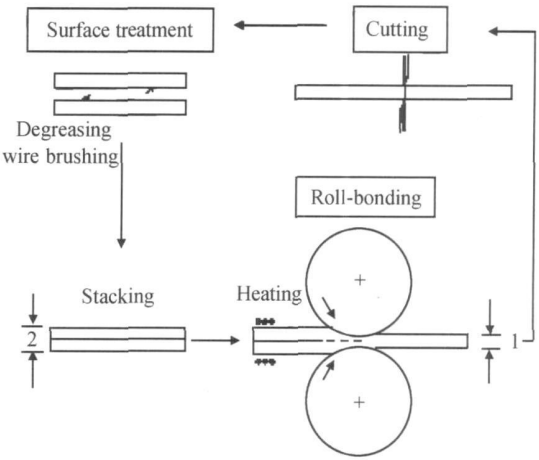


图 1 累积叠轧工艺原理示意图^[9]

Fig. 1 Schematic diagram of the Accumulative Roll Bonding (ARB) process^[9]

2 ARB 工艺的相关基本特性

轧制是制备板材最具优势的塑性变形工艺, 然而随着材料厚度的减小, 材料的总应变量受到限制。在 ARB 工艺中, 可以反复轧制, 累积应变可以达到很大。当道次变形量为 50%, 轧制 n 道次后原始材料的厚度为:

$$h = \frac{H_0}{2^n} \tag{1}$$

n 道次后的轧制总压下量为:

$$\varepsilon = 1 - \frac{h}{H_0} = 1 - \frac{1}{2^n} \tag{2}$$

变形遵守 Von Mises 屈服准则以及平面应变条件, 变形的等效应变为:

$$\bar{\varepsilon} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{1}{2}\right) \times n = -0.8n \tag{3}$$

ARB 工艺过程中材料的几何变化见表 2^[10]。

3 结果和讨论

3.1 组织演变

AZ31 板材轧制态和经过不同道次累积叠轧后沿

轧制纵向的金相组织见图 2。

由图 2a 可见, AZ31 板材轧制态的原始晶粒尺寸大约为 $10\mu\text{m}$ 左右, 晶粒形状不规则, 大小也不均匀, 而且在尺寸较大的晶粒内部存在大量孪晶组织。Von

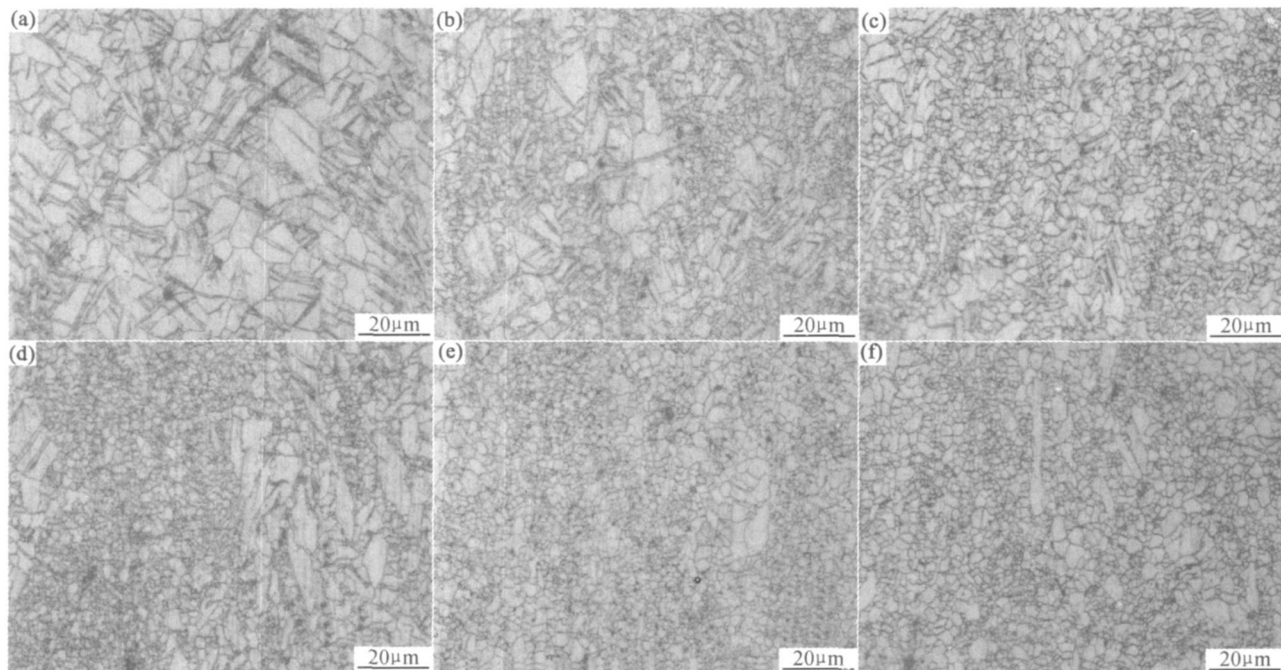


图 2 板材经过不同道次累积叠轧后的组织

(a) 轧制态; (b) ARB1; (c) ARB2; (d) ARB3; (e) ARB5; (f) ARB6

Fig 2 Microstructure of the AZ31 sheets after different ARB cycles

(a) as rolled; (b) ARB1; (c) ARB2; (d) ARB3; (e) ARB5; (f) ARB6

Mise 法则认为, 多晶材料在塑性变形时, 在每个单晶中必须激活 5 个独立的滑移系, 才能满足协调变形的要求, 使变形在晶界上不产生裂纹。在 HCP 结构的金属镁及合金中, 由于滑移系少, 滑移主要沿基面进行, 容易导致变形不均匀, 在大晶粒内部易出现高的应力集中, 此时孪生是一种重要的晶内塑性变形机制, 可以协调变形。在一个相当宽的温度范围内, 滑移、孪生和断裂是相互竞争的应力释放形式^[11]。经过 1 道次累积叠轧后, 出现大量的细晶组织, 尺寸大约为 $1\sim 2\mu\text{m}$ 左右, 但晶粒尺寸的不均匀程度增加(图 2b), 仍存在较多的大晶粒, 晶粒大小与叠轧前相近。随着累积叠轧的进行, 晶粒进一步细化, 出现了大量细小的再结晶等轴晶粒, 大部分晶粒尺寸约为 $1\sim 2\mu\text{m}$ 左右, 而且晶粒大小变得较均匀(图 2c)。此后的叠轧变形没有使晶粒发生明显的细化, 但是晶粒大小逐渐趋于均匀化, ARB5, ARB6 的组织较均匀, 与 ARB2 的组织相比稍有细化。

3.2 力学性能

AZ31 轧制板材及经过累积叠轧后板材的力学性

能见图 3。由图 3 可见, AZ31 镁合金板材经过累积叠轧后, 强度有所增加, 首道次累积叠轧后板材的抗拉强度由 319MPa 增加到 353.7MPa , 增加了 10.9% , 此后强度没有明显增加, 保持在 345MPa 左右。AZ31 板材的强化可归因于 ARB 变形过程中的塑性变形和动态再结晶造成的晶粒细化。值得注意的是, 经过累积叠轧, 材料的室温延伸率得到明显改善, 板材原始轧制态的延伸率为 15.88% , ARB 后延伸率均随着轧制道次的增加而提高, 在 ARB5 轧制后延伸率为 22.46% , 增加量约 41.44% , 此时材料的抗拉强度为 349MPa 。AZ31 板材室温延性的提高对于板材后续二次成形, 如冲压成形, 具有重要的意义。

3.3 讨论

3.3.1 晶粒细化机制

由图 2 可见, ARB 变形过程中镁合金组织发生了明显细化, 由原始轧制态的 $10\mu\text{m}$ 左右细化为 $1\sim 2\mu\text{m}$ 。通过变形工艺来使晶粒细化的原理是, 当塑性变形的 Zener-Hollomon 参数较大时, 即在高应变速率和低变形温度下变形, 可以制备细晶组织。AZ31 合

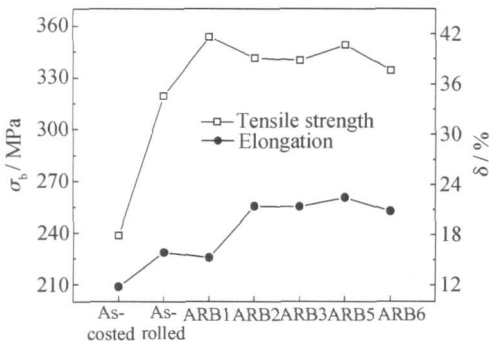


图3 累积叠轧对 AZ31 板材力学性能的影响

Fig. 3 Effects of ARB on the mechanical properties of AZ31 sheets

金通过大挤压比挤压可以制备 $1 \sim 4 \mu\text{m}$ 的细小晶粒组织^[6]。在累积叠轧变形中, 大的道次压下量轧制时变形速率很大。根据公式 $Z = \dot{\epsilon} \exp(\frac{Q}{RT})$, Z 参数随着应变速率的增加而增加, 因此采用大的道次压下量轧制可以细化晶粒, 根据组织演变规律, 晶粒细化机制是动态再结晶。下面计算本工艺中 AZ31 板材在 ARB 轧制变形过程中的 Zener-Hollomon 参数 $Z = \dot{\epsilon} \exp(\frac{Q}{RT})$ 。在本工艺中 AZ31 的 $Q = 135 \text{ kJ/mol}$ ^[4], 轧制应变速率约为 $23.9/\text{s}$, $T = 673 \text{ K}$, 计算得到 $Z = 23.9 \times e^{\frac{135000}{8.314 \times 673}} = 6.97 \times 10^{11} / \text{s}$ 。镁合金动态再结晶的 Z 参数的典型范围是 $10^9 \sim 10^{12} \text{ s}^{-1}$ ^[4]。计算表明, 在本工艺的累积叠轧中, Z 参数值处于镁合金动态再结晶 Z 参数的典型范围, AZ31 镁合金晶粒发生细化的机制是动态再结晶。通过进一步优化轧制加热温度和轧制道次变形量, 可以进一步细化晶粒组织。

ARB 变形使晶粒迅速细化的另外一个原因可能由于在 ARB 过程中发生的剪切变形。轧制板材的变形受轧辊和金属间摩擦条件的影响很大。众所周知, 在大的摩擦条件下, 如热轧时或在轧辊辊面没有润滑的情况下, 轧制过程中在板材的次表面会发生大的剪切变形^[10]。由于表面区域大的剪切变形, 金属在厚度方向上的变形是很不均匀的。ARB 工艺通常轧辊不进行润滑, 由于大的轧机和轧辊表面之间的摩擦, 在材料的次表面产生大的剪切应变。文献^[12]在板材的厚度方向钉入一枚钉子, ARB 变形后钉子发生大的剪切变形。根据钉子的变形计算出的板材沿厚度方向不同道次剪切应变的分布^[12], 在每个道次的 ARB 变形中, 剪切变形由表层至板材厚度中心逐渐减小; 多道次后剪应变分布很复杂, 因为每次叠轧后, 板材的表面又进入中心; 当 ϵ_m 很大时, 剪切变形沿板材厚度方向的分布逐渐均匀。

ARB 过程实际上是平面应变和剪切应变的共同作用, 但是剪切变形并不改变板材的厚度。在计算等效应变时必须加上剪切应变, 从而使等效应变远大于 $0.8n$ (道次变形量为 50% 时), 从而促进了组织细化。据计算, 道次等效应变为 0.8 时, 每 ARB 道次引入的剪切应变是 1.2 左右^[13]。文献^[14]比较了经过相同变形量的冷轧和 ARB 变形的 1100Al 的组织。研究结果表明, 当变形量 $\epsilon_m = 4.8$ 时, 1100Al 冷轧层状组织的尺寸 $0.33 \mu\text{m} \times 1 \mu\text{m}$, ARB 后层状组织的尺寸 $0.2 \mu\text{m} \times 0.57 \mu\text{m}$, 表明 ARB 的实际总应变量更高。文献^[15]认为, 在同样的应变下, 99%Al 通过 ARB 变形形成 UFG 组织的速度比常规轧制变形要快得多, 可能的原因之一是由于在 ARB 工艺中会发生大的剪切变形。

3.3.2 中间退火对细晶组织的影响

Y. Saito 等对纯铝累积叠轧组织演变的研究表明^[16], 在 200°C 下经过 6 道次 ARB 变形, 晶粒由 $37 \mu\text{m}$ 细化为 670 nm 左右, 抗拉强度由 80 MPa 增加到 300 MPa , 纯铝的强化归因于晶粒细化, 而延伸率则在第一道次后由 50% 下降到 8%, 此后基本不变。本研究中 AZ31 镁合金板材经过 400°C 下 ARB 变形, 2 道次后强度增加约 10%, 尤其是延伸率增加明显, 增加了 40%; 组织发生了明显的细化, 由原始轧制态的 $10 \mu\text{m}$ 左右细化为 $1 \sim 2 \mu\text{m}$, 但此后晶粒并没有随着 ARB 道次的增加而发生持续的细化, 尽管随着 ARB 道次的增加晶粒尺寸的均匀性不断增加。可见对于铝合金和镁合金, ARB 工艺对组织性能的影响不同, 这应该与镁合金的塑性变形特性有关。

铝合金由于塑性变形性能优良, ARB 变形通常在室温^[13]或低于再结晶温度(如 200°C ^[16]), ARB 的累积应变效应不会由于在加热过程中发生再结晶而被部分抵消。而对于 HCP 晶体结构的镁合金, 室温下只有 3 个滑移系, 室温下塑性变形性能较差。随着变形温度升高, 在 200°C 以上进行塑性变形时, 第一类角锥面 $\{10\bar{1}1\}$ 产生滑移, 塑性因此得到提高; 在温度高于 225°C 时, 第二类角锥面 $\{10\bar{1}2\}$ 也可能产生滑移, 同时棱柱面 $\{10\bar{1}0\}$ $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 滑移被激活, 这时镁合金呈现明显的延性转变, 塑性才得到大大提高^[11]。因此镁合金的塑性变形需要在更高的温度下进行, 同时在 ARB 工艺中, 更高的变形温度也有利于板材焊合面获得良好的冶金结合。而镁合金塑性变形的另一个特点是, 由于 Mg 的层错能低, 大约为 $6 \times 10^{-6} \sim 7.8 \times 10^{-6} \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}$ ^[17], 在塑性变形过程中和随后的加热过程中容易发生动态再结晶。

在本实验中, 为了改善镁合金的轧制性能, 并且考

虑到轧制时轧辊无法加热和更高的温度有利于轧制板材界面的冶金焊合,因此在累积叠轧变形前及 ARB

道次间对板材进行加热,加热制度为 $300^{\circ}\text{C} \times 30\text{min} + 400^{\circ}\text{C} \times 10\text{min}$ 。加热后的合金组织见图 4。

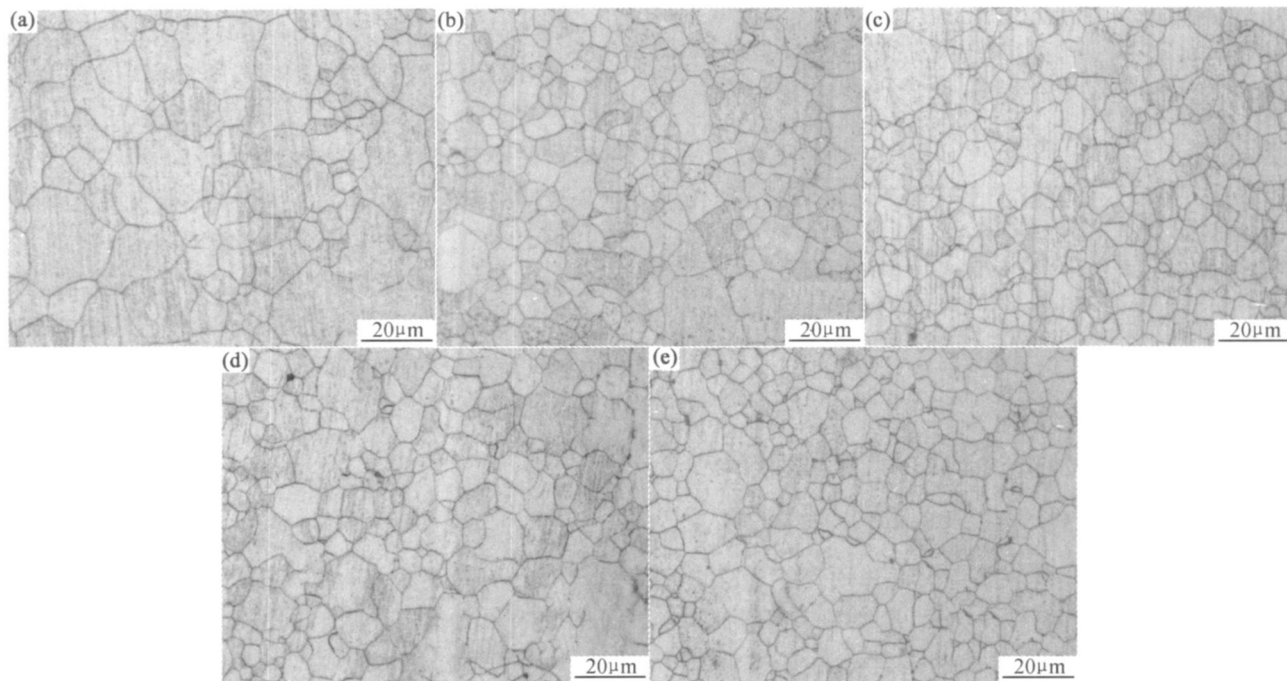


图 4 中间退火对 ARB 组织的影响

(a) 轧制态+ 加热; (b) ARB1+ 加热; (c) ARB2+ 加热; (d) ARB4+ 加热; (e) ARB5+ 加热

Fig 4 Effects of reheating between ARB cycles on the microstructure of the ARBed sheets

(a) as rolled + heated; (b) ARB1 + heated; (c) ARB2 + heated; (d) ARB4 + heated; (e) ARB5 + heated

由图 4a 可见,轧制态组织加热后,孪晶组织消失,大部分晶粒发生了明显长大,有相当部分晶粒尺寸超过 $20\mu\text{m}$,晶粒大小很不均匀。该组织通过累积叠轧,轧制变形量为 50%,变形组织由细小的再结晶组织和部分未变形的大晶粒共同组成(图 2b),其中细小晶粒尺寸约为 $1\sim 2\mu\text{m}$ 左右。但是在随后的中间加热过程中,细晶组织发生长大(图 4b)。经过不同道次累积叠轧的组织,经过加热后组织形貌没有很明显的差异,组织均发生了再结晶及晶粒长大,晶粒大小约 $5\sim 10\mu\text{m}$ 。随着累积叠轧次数的增加,加热后的组织有所细化,组织均匀性也有所增加(图 4c-e)。累积叠轧变形虽然使加热组织细化,但随后的加热过程晶粒却发生了动态再结晶和晶粒长大,因此在本实验的轧制加热制度下,累积叠轧实际上的累积应变效应部分被再结晶和晶粒长大所抵消,ARB 变形没有起到象在铝合金 ARB 变形过程中一样的持续细化晶粒的效果,镁合金组织也没有细化到亚微米的尺度。

4 结论

(1) 累积叠轧可以有效细化镁合金板材的晶粒组

织,2 道次后大部分晶粒尺寸为 $1\sim 2\mu\text{m}$ 左右,此后进一步的细化不明显,但是晶粒组织均匀性增加。

(2) 累积叠轧 5 道次后板材室温强度增加约 10% 左右,延伸率改善明显,比原始粗晶板材提高 40%,可归因于晶粒细化对镁合金塑性的改善。晶粒细化源于大的累积变形以及表面剪切变形。5 道次后累积叠轧 AZ31 镁合金板材的室温抗拉强度和延伸率分别可达到 349MPa 和 22.46%。

(3) 道次间的加热使累积叠轧细晶组织粗化,减小了累积叠轧过程中晶粒的持续细化的效果。

参考文献

- [1] COLLEEN J BETTLES, MARK A GIBSON. Current wrought magnesium alloys: strengths and weaknesses[J]. JOM, 2005, 57 (5): 46- 49.
- [2] 余琨,黎文献,王日初,等. 变形镁合金的研究、开发及应用[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(2): 277- 288.
- [3] PE REZ-PRADO M T, DEL VALLE J A, RUANO O A. Achieving high strength in commercial Mg cast alloys through large strain rolling[J]. Materials Letters, 2005, 59: 3299- 3303.
- [4] PE REZ-PRADO M T, DEL VALLE J A, RUANO O A. Grain refinement of Mg Al Zn alloys via accumulative roll bonding[J].

- Scripta Materialia, 2004, 51: 1093– 1097.
- [5] VALIEV R Z, ISLAMGALIEV R K, ALEXANDROV I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation[J]. Progress in Materials Science, 2000, 45: 103– 189.
- [6] PE REZ-PRADO M T, DEL VALLE J A, CONTRERAS J M, et al. Microstructural evolution during large strain hot rolling of an AM60 Mg alloy[J]. Scr Mater, 2004, 50: 661– 665.
- [7] DEL VALLE J A, PE REZ-PRADO M T, RUANO O A. Accumulative roll bonding of a Mg based AZ61 alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 410–411: 353– 357.
- [8] KARL IK M, HOMOLAA P, SLAMOVA M. Accumulative roll bonding: first experience with a twirl roll cast AA8006 alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2004, 378: 322– 325.
- [9] SAITO Y, UTSUNOMIYA H, TSUJI N, et al. Novel ultra high straining process for bulk materials development of the accumulative roll bonding(ARB) process[J]. Acta Mater, 1999, 47 (2): 579– 583.
- [10] NOBUHIRO, YOSHIHIRO, LEES H, et al. ARB (Accumulative Roll Bonding) and other new techniques to produce bulk ultrafine grained materials[J]. Advanced Engineering Materials, 2003, 5(5): 338– 344.
- [11] 陈振华, 严红革, 陈吉华, 等. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004.
- [12] KIM H W, KANG S B, NOBUHIRO TSUJI. Elongation increase in ultrafine grained Al-Fe-Si alloy sheets[J]. Acta Materialia, 2005, 53: 1737– 1749.
- [13] LEE S H, SAITO Y, TSUJI N, et al. Role of shear strain in ul-

- trigrain refinement by accumulative roll bonding (ARB) process [J]. Scripta Materialia, 2002, 46: 281– 285.
- [14] HANSEN N, HUANG X, UEJI R, et al. Structure and strength after large strain deformation[J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 387–389: 191– 194.
- [15] HUANG X, TSUJI N, HANSEN N. Microstructural evolution during accumulative roll bonding of commercial purity aluminum [J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 340: 265– 271.
- [16] SAITO Y, TSUJI N, UTSUNOMIYA H, et al. Ultrafine drained bulk aluminium produced by accumulative roll bonding (ARB) process[J]. Scripta Materialia, 1998, 39(9): 1221– 1227.
- [17] AVEDESIAN M M, BAKER H. ASM specialty handbook magnesium and magnesium alloy [M]. Materials Park, OH, ASM international, 1999.

基金项目: 中国博士后科学基金资助项目(20060400748); 华南理工大学金属新材料制备与成形广东省重点实验室开放基金资助项目(2007001)

收稿日期: 2007-04-03; 修订日期: 2007-07-23

作者简介: 詹美燕(1973—), 女, 博士后, 研究方向为变形镁合金的制备、塑性变形工艺及机理研究, 联系地址: 广州市天河区五山路华南理工大学机械工程学院(510640)。E-mail: meiyanzhan@sina.com

(上接第 21 页)

分散剂分散效果好, 其用量为 ZrO_2 粉体体积的 2% ~ 2.5%。

(2) 料浆 pH 值以 10~ 11 为宜, 此时 Zeta 电位达到最大负值, 料浆黏度最低。

(3) 随着固相含量提高, 料浆黏度上升, 坯体强度出现极值。综合考虑料浆黏度和坯体强度, 固相含量的极限值确定为 54%。

(4) 超细 ZrO_2 粉体粒径小, 研磨以混合为主, 研磨时间以 12h 为宜。

(5) 注凝成型制备出了致密的 ZrO_2 陶瓷烧结体。

参考文献

- [1] GILISSEN R, ERAUW J P, SMOLDERS A, et al. Gelcasting, a near net shape technique [J]. Materials and Design, 2000, 21: 251– 257.
- [2] 薛义丹, 徐廷献, 郭文利, 等. 注凝成型(gelcasting)工艺及其新进展[J]. 硅酸盐通报, 2003, (5): 69– 73.
- [3] 王刚, 阎逢元, 石雷, 等. 精密陶瓷凝胶注模成型工艺评述[J]. 材料科学与工程学报, 2003, 21(4): 602– 606.
- [4] 白占鸿, 易中周, 姚立华. 粗颗粒氧化锆粉体凝胶注模成型工艺研究[J]. 红河学院学报, 2003, 1(2): 73– 76.

- [5] 高友谊, 杨世伟. Al_2O_3 陶瓷凝胶注模成型工艺的研究[J]. 应用科技, 2003, (5): 4– 6.
- [6] 周竹发, 王淑梅. 氧化铝陶瓷凝胶注模成型工艺的研究[J]. 材料工程, 2005, (7): 55– 58.
- [7] 易中周, 黄勇, 谢志鹏. 凝胶注模成型氧化锆耐火材料的研究[J]. 耐火材料, 2002, 36(1): 9– 12.
- [8] 巩甘雷, 唐骥, 茹红强, 等. Sialon 结合刚玉材料凝胶注模成型及其性能[J]. 铸造, 2004, 53(12): 992– 996.
- [9] TONG J F, CHEN D M. Preparation of alumina by aqueous gelcasting[J]. Ceramics International, 2004, 30: 2061– 2066.
- [10] 廖荣, 陈达谦, 范景林. Si_3N_4 -Mg Al_2O_4 - ZrO_2 系陶瓷凝胶注模成型的研究[J]. 现代技术陶瓷, 1999, 4: 26– 29.
- [11] 焦宝祥, 丘泰, 沈春英, 等. ZTA 陶瓷注凝成型料浆流变性能的研究[J]. 材料工程, 2004, (1): 25– 28.
- [12] 李宝伟, 陈大明, 全建峰, 等. 含滑石水基氧化铝陶瓷料浆流变性能研究[J]. 航空材料学报, 2004, 24(5): 49– 52.

基金项目: 国家 973 项目课题(G2000067204-01)

收稿日期: 2006-12-05; 修订日期: 2007-04-20

作者简介: 王金锋(1966—), 男, 在职博士, 副教授, 从事结构陶瓷研究, 联系地址: 河北理工大学轻工学院(063020)。E-mail: wj2000106@sina.com