

## 撤稿声明

撤稿文章名: 基于 t-HPS 加工的 Pb-Sn 合金室温下超塑性研究  
作者: 杨千典, 刘瑛, 邹运兰  
通讯作者邮箱: 121485978@qq.com

期刊名: 材料科学 (MS)  
年份: 2022  
卷数: 12  
期数: 10  
页码 (从X页到X页): 1039-1050  
DOI (to PDF): <https://doi.org/10.12677/MS.2022.1210116>  
文章ID: 1281395  
文章页面: <https://www.hanspub.org/journal/PaperInformation.aspx?paperID=57>  
317  
撤稿日期: 2022-11-23

### 撤稿原因 (可多选):

- 所有作者  
 部分作者:  
 编辑收到通知来自于
- 出版商  
 科研机构:  
 读者:  
 其他:
- 撤稿生效日期: 2022-11-23

### 撤稿类型 (可多选):

- 结果不实  
 实验错误  
 数据不一致  
 分析错误  
 内容有失偏颇  
 其他:
- 结果不可再得  
 未揭示可能会影响理解与结论的主要利益冲突  
 不符合道德
- 欺诈  
 编造数据  
 虚假出版  
 其他:  
 抄袭  
 自我抄袭  
 重复抄袭  
 重复发表 \*
- 侵权  
 其他法律相关:
- 编辑错误  
 操作错误  
 无效评审  
 决策错误  
 其他:
- 其他原因: 实验结果未经课题组核实、验证。

### 出版结果 (只可单选)

- 仍然有效.  
 完全无效.

### 作者行为 失误(只可单选):

- 诚信问题  
 学术不端  
 无 (不适用此条, 如编辑错误)

\* 重复发表: "出版或试图出版同一篇文章于不同期刊."

历史

作者回应:

是, 日期: yyyy-mm-dd

否

信息改正:

是, 日期: yyyy-mm-dd

否

说明:

“基于 t-HPS 加工的 Pb-Sn 合金室温下超塑性研究”一文刊登在 2022 年 10 月出版的《材料科学》2022 年第 12 卷第 10 期第 1039-1050 页上。因数据未经课题组验证、核实, 可能存在重大风险。根据国际出版流程, 编委会现决定撤除此稿件, 保留原出版出处:

杨千典, 刘瑛, 邹运兰. 基于 t-HPS 加工的 Pb-Sn 合金室温下超塑性研究[J]. 材料科学, 2022, 12(10): 1039-1050. <https://doi.org/10.12677/MS.2022.1210116>

所有作者签名:

刘瑛 杨千典 邹运兰

# 基于 $t$ -HPS加工的Pb-Sn合金室温下超塑性研究

杨千典<sup>1</sup>, 刘 璞<sup>1</sup>, 邹运兰<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>南京理工大学材料科学与工程学院, 江苏 南京

<sup>2</sup>浙江万里学院大数据与软件工程学院, 浙江 宁波

收稿日期: 2022年9月27日; 录用日期: 2022年10月22日; 发布日期: 2022年10月28日

## 摘 要

晶粒尺寸对金属实现超塑性变形有很大的影响,传统的剧烈塑性变形该方法对金属的晶粒细化程度有限,需要新的加工技术和方法来改善。超塑性变形过程中晶粒的过快长大,往往会破坏超塑性材料的组织稳定性进而降低断裂延伸率。如何有效的抑制晶粒长大,是超塑性研究的重点之一。本文对特定成分点的铅锡合金在进行周向高压剪切( $t$ -HPS)加工后的组织和室温超塑性性能进行了研究,结果显示Pb-40% Sn的断裂延伸率最高,达到1150%。EBSD图显示: $t$ -HPS加工后的样品的平均晶粒尺寸在1.5  $\mu\text{m}$ 左右, $t$ -HPS的晶粒细化效果显著,在wt% Sn < 40%后,相比(Pb相:Sn相)从46:54增加至59:41,即两相界面数量有一个先增加后减少的过程,拉伸实验中Pb-40% Sn的断裂延伸率达到了1150%,但Pb-30% Sn的断裂延伸率仅690%,结合文献中两相晶粒互相抑制晶粒长大理论和实验中两相界面数量的变化,推测铅锡合金室温下超塑性最好的成分点在铅质量占比60%~70%的区间内。

## 关键词

铅锡合金, 超塑性,  $t$ -HPS加工, 晶粒生长速率

## Study on Superplasticity of Pb-Sn Alloy Processed by $t$ -HPS at Room Temperature

Qiandian Yang<sup>1</sup>, Ying Liu<sup>1</sup>, Yunlan Zou<sup>2\*</sup>

<sup>1</sup>School of Materials Science and Engineering, Nanjing University of Science and Technology, Nanjing Jiangsu

<sup>2</sup>School of Big Data and Software Engineering, Zhejiang Wanli University, Ningbo Zhejiang

Received: Sep. 27<sup>th</sup>, 2022; accepted: Oct. 22<sup>nd</sup>, 2022; published: Oct. 28<sup>th</sup>, 2022

\*通讯作者。

文章引用: 杨千典, 刘璞, 邹运兰. 基于  $t$ -HPS 加工的 Pb-Sn 合金室温下超塑性研究[J]. 材料科学, 2022, 12(10): 1039-1050. DOI: 10.12677/ms.2022.1210116

## Abstract

The grain size has a great influence on the superplastic deformation of metal. The traditional severe plastic deformation method has limited grain refinement of metal, which needs new processing technologies and methods to improve. The rapid growth of grains in the process of superplastic deformation often destroys the structural stability of superplastic materials, and then reduces the fracture elongation. How to effectively inhibit grain growth is one of the key points of superplasticity research. In this paper, we studied the microstructure and room temperature superplasticity of the lead-tin alloy with specific composition points which through circumferential high pressure shearing (*t*-HPS). The results show that the fracture elongation of pb-40% Sn is the highest, reaching 1150%. EBSD diagram shows that the average grain size of the sample processed by *t*-HPS is 1.5  $\mu\text{m}$ , the grain refinement effect of *t*-HPS is significant; When  $x(\text{wt}\% \text{Sn}) < 40\%$ , the phase ratio (Pb:Sn) increases from 46:54 to 59:41, that is, the number of two-phase interfaces increases first and then decreases. In the tensile test, the fracture elongation of pb-40% Sn reached 1150%, but the fracture elongation of pb-30% Sn was only 690%. Combined with the theory of mutual inhibition of grain growth in the literature and the change of the number of two-phase interfaces in the experiment, it is speculated that the component point with the best superplasticity of lead tin alloy at room temperature is in the range of 60%~70% of lead mass.

## Keywords

Lead-Tin Alloy, Superplasticity, *t*-HPS Processing, Grain Growth Rate

Copyright © 2022 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

金属在特定组织结构和变形温度速度条件下,可以表现出异常高的塑性,延伸率可以达到百分之几百甚至几千,同时变形抗力很小,这种性质称为超塑性[1]。多数金属的超塑性研究都是在加热条件下进行的,很少有室温下金属超塑性的研究。铅锡合金性能稳定、熔点低、流动性好、晶粒细、韧性良好,在工业、军事、航空航天、电子电器行业等领域有着广泛的应用。铅锡合金在共晶点的熔点为 183 $^{\circ}\text{C}$ ,这意味着铅锡合金可以在室温下实现超塑性,铅锡合金也因此广泛用于室温下金属超塑性的实验室研究。微米级及以下的晶粒尺寸是金属实现超塑性的重要条件之一,传统的剧烈塑性变形方法如等径角挤压变形 ECAP, 高压扭转 HPT 等都有可以有效起到细化晶粒的作用,但对铅锡合金的晶粒细化程度有限。目前常规的晶粒细化的方式无法达到超细晶的程度,且组织结构不稳定,因此需要新的加工技术和方法来改善。

超塑性加工技术在复杂形状产品制造中的优势引起了国内外众多研究者的兴趣和重视[2]。在超塑性加工逐渐应用到产品制造中后,人们开始研究超塑性的变形机理,现在普遍认为铅锡合金的超塑性变形机理是晶界扩散。1976年 A. E. Geckinli 和 C. R. Barrett [3]对铅锡合金在超塑性变形过程中的晶粒移动和晶粒形状变化进行了研究,认为晶界滑动在应变过程中起主导作用,且合金超塑性流动的活化能与晶界扩散的活化能基本一致,应变速率与晶粒直径的立方的倒数成正比。Langdon [4] [5]在 1977 年研究 Zn-22%Al 共析合金超塑性的报告中表明晶粒尺寸较小且组织结构相对稳定时,材料表现出高延伸性[6]。

D. K. Wilkinson [7]在 1984 年的研究报告里提到发现了许多伴随着晶粒长大的超塑性变形案例。合金的组织结构是否稳定也体现在合金中两相晶粒生长速率上，两相晶粒生长速率低且尽可能的接近，则合金组织结构越稳定，Park 等人[8]研究了 Pb-Sn 共晶合金，发现 Pb-Sn 相界的滑移高于 Sn-Sn 界面的滑移量。2022 年林逵等人与 Langdon [9]合作，通过 *t*-HPS 加工，将铅锡共晶合金获取最大断裂延伸率的应变速率提高了一个数量级以上。本文基于前人对铅锡合金的研究成果，采用 *t*-HPS 对铸态铅锡合金进行加工，从使合金组织结构更稳定的角度切入，在室温下寻找两相晶粒生长速率一致的合金成分点，结合晶界滑移理论，确定铅锡合金断裂延伸率最高的合金成分点。

## 2. 试样制备及实验方法

### 2.1. 确定实验所用合金的成分

现存的研究对共晶点(Pb-62%Sn)和铅锡两相体积相同点(Pb-40%Sn)合金的超塑性都有所涉及，因此选择这两个成分点作为参照。晶粒长大是界面连续迁移的一种现象，超塑性中的晶粒长大是受到合金成分，实验温度，应变速率和应变的复杂函数。在恒定应变速率和实验温度的条件下，假定铅锡合金超塑性变形过程中的晶粒长大，可视作遵循常规静态退火中的一般动力学，即静态晶粒长大模型。

因此选择对铅锡合金的三个成分点进行实验，分别是共晶点(Pb-62%Sn)、两相体积相等成分点(Pb-40%Sn)和静态晶粒长大模型中计算得到的两相晶粒长大速率一致的成分点。图 1 所示为铅锡合金相图。

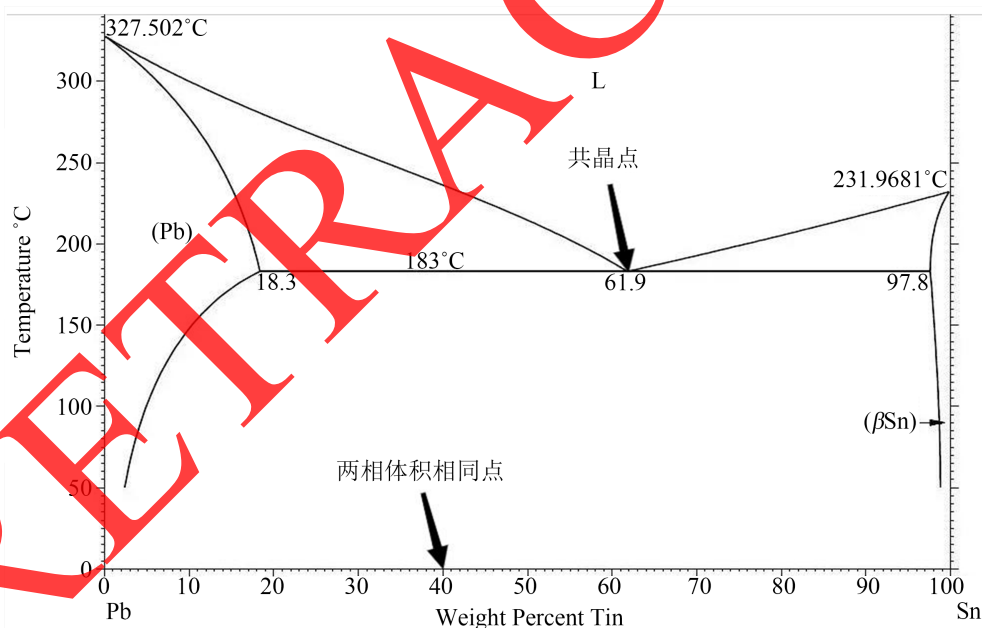


Figure 1. Pb-Sn alloy phase diagram [10]

图 1. 铅锡合金相图[10]

静态晶粒长大方程：

$$d^q - d_0^q = kt \quad (1)$$

其中  $d$  为  $t$  时间后的晶粒尺寸； $d_0$  为初始( $t = 0$ )晶粒尺寸； $q$  为长大系数，反映抵抗晶界运动的能力； $k$  为长大速率因子， $k = k_0 \exp(-Q/RT)$ 。

假设超塑性过程中的相粗化遵循一般动力学与常规静态退火的关系： $d^n - d_0^n = kt$ ，其中  $d_0$  和  $d$  是初始和时间  $t$  时的晶粒尺寸， $n$  是晶粒生长指数， $k$  是晶粒生长常数。由于铅锡合金在超塑性中的晶粒生长是两相合金中相界面晶界扩散控制的，所以取  $n = 4$  [11] [12]，如表 1 所示。

**Table 1.** Relationship between grain growth control mechanism and grain growth index  $n$  [11]

**表 1.** 晶粒生长控制机制与晶粒生长指数  $n$  关系表[11]

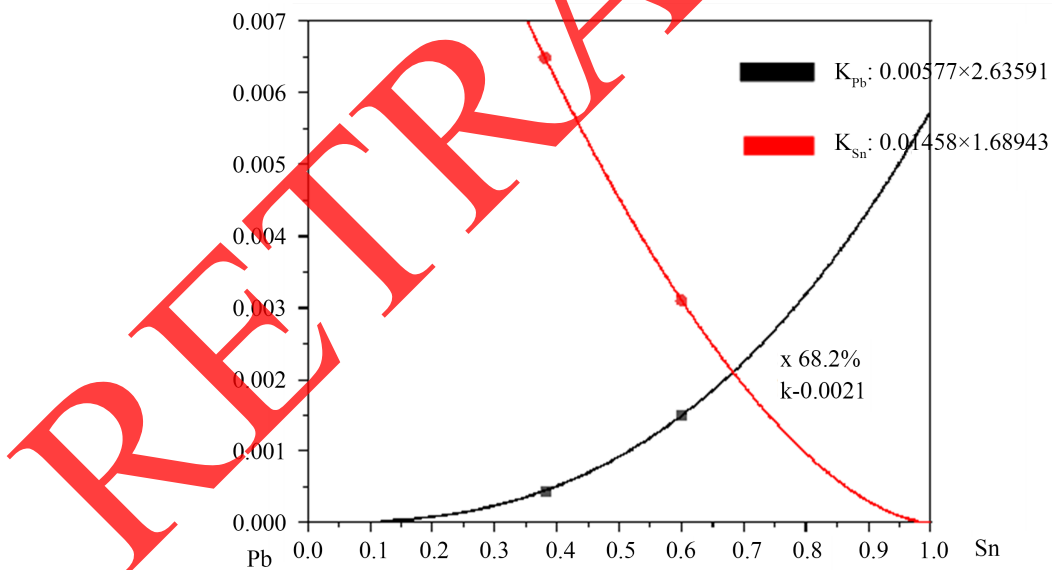
n 值	2	3	4	5
晶粒生长机制	溶质原子的体积扩散	晶格扩散	晶界溶质扩散	位错管扩散/晶界扩散

将已测得的两种成分点在拉伸前和拉伸后的晶粒尺寸代入式(1)，得表 2 所示不同成分的 Pb-Sn 合金拉伸前后晶粒尺寸及伸长率，模拟得到  $k$  值随金属在合金中占比的曲线如图 2 所示。曲线交点处即为铅锡两相晶粒生长速率一致的点，铅锡质量比为 7:3。

**Table 2.** Grain size and elongation of Pb-Sn alloys with different compositions before and after tension

**表 2.** 不同成分的 Pb-Sn 合金拉伸前后晶粒尺寸及伸长率

合金种类		$\alpha$ 相	$\beta$ 相	$\alpha$ & $\beta$ 相	伸长率	时间 $t$
		晶粒尺寸( $\mu\text{m}$ )				
Pb-62Sn	拉伸前	0.7	1.4	1.1	0	0
	拉伸后	1.6	2.6	2.4	600%	6000
Pb-40Sn	拉伸前	0.7	1.4	1.0	0	0
	拉伸后	1.8	2.7	2.3	800%	8000



**Figure 2.** Relationship between grain growth coefficient  $k$  and Pb-Sn alloy composition

**图 2.** 晶粒生长系数  $k$  与铅锡合金成分关系图

## 2.2. 周向高压剪切(Tube High-Pressure Shearing, $t$ -HPS)

本次实验采用的加工办法是周向高压剪切变形，周向高压剪切变形是一种能够在管状样品内部实现极大应变，简单切变(Simple Shear)的剧烈塑性变形新方法。研究表明，理想  $t$ -HPS 加工的样品，其内



部任意位置的等效应变与变形经历的旋转角度成正比，对于一般存在应变硬化材料，等效应变沿径向存在梯度，即等效应变从样品内壁至外壁逐渐降低，理想  $t$ -HPS 与样品高度方向无关，只在轴向平面间发生应变。

完整的  $t$ -HPS 变形过程大致可以分为加压阶段和  $t$ -HPS 变形阶段两个阶段。加压阶段通过压力机对模具压力环施加载荷并逐渐增加载荷，样品与模具间将产生极高的接触正应力，载荷足够大后使用压力机保压维持载荷不变； $t$ -HPS 变形阶段，即在高压下旋转外套筒或折旋转芯轴进行  $t$ -HPS 变形。通过  $t$ -HPS 制备的超塑性铅锡合金，可以进一步的合金化[13] [14]。

### 2.3. 实验流程

实验流程如图 3 所示，首先将纯铅和纯锡铸造成铅锡质量比为 3.8:6.2, 6:4, 7:3 的铸锭，线切割成合适的尺寸后利用  $t$ -HPS 进行塑性加工。将塑性加工后的样品中进行等应变速率下的拉伸实验，结合其应力应变曲线分析其变形机理，通过扫描电子显微镜下拉伸前后的样品的微观形貌分析  $t$ -HPS 对晶粒细化和组织均匀的效果，结合拉伸实验结果分析合金成分对其超塑性的影响。

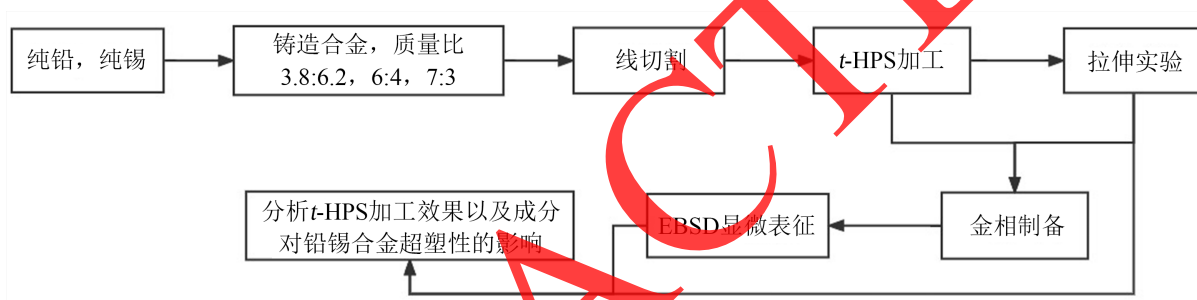


Figure 3. Experimental flow chart

图 3. 实验流程图

### 2.4. 实验方法

#### 2.4.1. 铸造铅锡合金试样的制备

本实验用的材料为商用纯铅和纯锡，其化学成分如表 3 和表 4 所示。

Table 3. Chemical composition of pure Pb (wt%)

表 3. 纯铅化学成分表(wt%)

成分	Pb	Sn	Cu	Zn	Fe	As	Ag	Bi	Sb
含量(wt%)	99.98	0.002	0.001	0.001	0.002	0.001	0.001	0.001	0.004

Table 4. Chemical composition of pure Pb (wt%, Impurity content, ppm,  $\times 10^{-4}$  %)

表 4. 纯锡化学成分表(wt%, 杂质含量, ppm,  $\times 10^{-4}$  %)

成分	Sn	Ca	Cu	Fe	Zn	Sb	In
含量	99.98	0.002	0.001	0.002	0.001	0.001	0.001

一共熔炼三种成分的样品，铅锡质量比分别为 3.8:6.2, 6:4, 7:3。将两种金属在石墨坩埚中熔化，冷铸成 1 cm 厚的铸锭，在室温下轧制成 0.25 cm 厚的板材。之后使用线切割机将铅锡合金板材切割成如图 4 所示的尺寸，所用线切割机为 DK7720 电火花数控线切割机床。

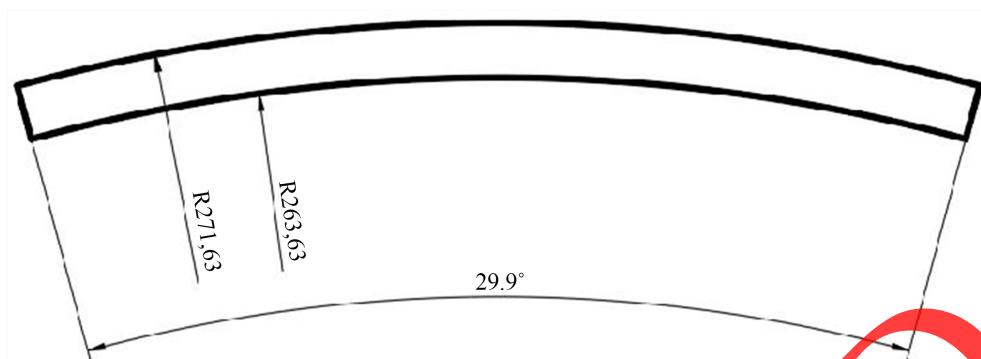


Figure 4. Dimension drawing of wire-cutting Pb-Sn alloy sample (unit: mm)

图 4. 线切割铅锡合金试样尺寸图(单位: mm)

#### 2.4.2. *t*-HPS 加工

*t*-HPS 加工所用设备为合肥海德数控液压设备有限公司生产的 SHP 61-315C 四柱立式液压机, 将样品弯曲后套在圆环形模具上, 装载在四柱立式液压机上, 载荷 150 kN~250 kN, 转速 0.3 r/min, 对切割试样进行 *t*-HPS 加工, 转数为 40 r。

#### 2.4.3. 拉伸实验

将 *t*-HPS 加工后的铅锡合金样品加工成如图 5 所示的尺寸, 首先使用砂纸磨去氧化层, 并进一步磨平表面, 保证在拉伸过程中受力均匀。测量各个拉伸样标距段长度和厚度, 做好记录整理。拉伸实验使用 AGS-10kNX TRViewX 120S 岛津拉伸机, 采用恒定应变速率模式, 应变速率为  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , 温度为室温(298 K), 得到应力应变曲线, 计算得到样品的断裂伸长率, 每种成分的样品分别进行三次拉伸实验, 以防止实验偶然性。

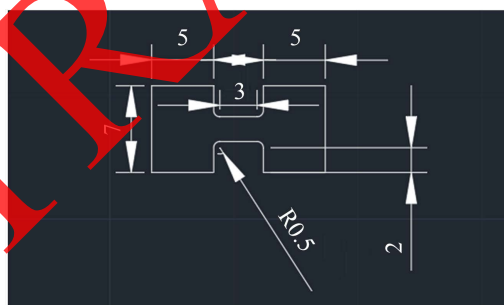


Figure 5. Dimension drawing of Pb-Sn alloy tensile sample (unit: mm)

图 5. 铅锡合金拉伸试样尺寸图(单位: mm)

#### 2.4.4. EBSD 显微表征

将拉伸前后的样品在扫描电子显微镜下进行显微表征, 观察 EBSD 图中相分布是否均匀, 测算各相晶粒度, 观察晶粒形态、晶粒晶界取向等, 最后结合拉伸实验结果分析合金成分对合金超塑性的影响。显微表征用的是 SU1510/EBSD/EDS 扫描电镜, 它是通过被散射电子束的衍射花样来进行表征的。

在观察之前先进行金相制备, 首先使用 800 目#砂纸, 设置磨抛机转速 80 r/min, 对样品表面进行初步打磨。再对样品进行电解腐蚀, 选用纯铅金属为工作电极, 配制体积比 1:9 的高氯酸和无水乙醇溶液为电解液, 在 10 V 电压下将样品表面电解 10 s。最后用丝绒布和二氧化硅抛光液, 设置磨抛机转速为 105 r/min, 对样品进行最后的抛光。



### 3. 实验结果与分析

#### 3.1. *t*-HPS 加工对铅锡合金组织的影响

Sn 含量 30%，40%，62% 的 Pb-Sn 合金经 *t*-HPS 加工后的 EBSD 图像和 IPF 图像如图 6 所示，表 5 统计了不同成分合金各相的晶粒尺寸。经过 *t*-HPS 加工的合金， $\alpha$ (Pb)相的平均晶粒尺寸都在 1.3  $\mu\text{m}$  左右， $\beta$ (Sn)相的平均晶粒尺寸在 1.5  $\mu\text{m}$  左右，两相区平均晶粒尺寸在 1.4  $\mu\text{m}$  左右。对比表 6 中铸造和轧制的 Pb-62%Sn 和 Pb-40%Sn 合金的 EBSD 图像如图 7 所示，*t*-HPS 加工后的 Pb-Sn 合金各相混合较为均匀，晶粒尺寸更小，且晶粒多为等轴晶。可以看出相较于传统塑性加工工艺，*t*-HPS 对铅锡合金的晶粒细化和组织混合效果更好。

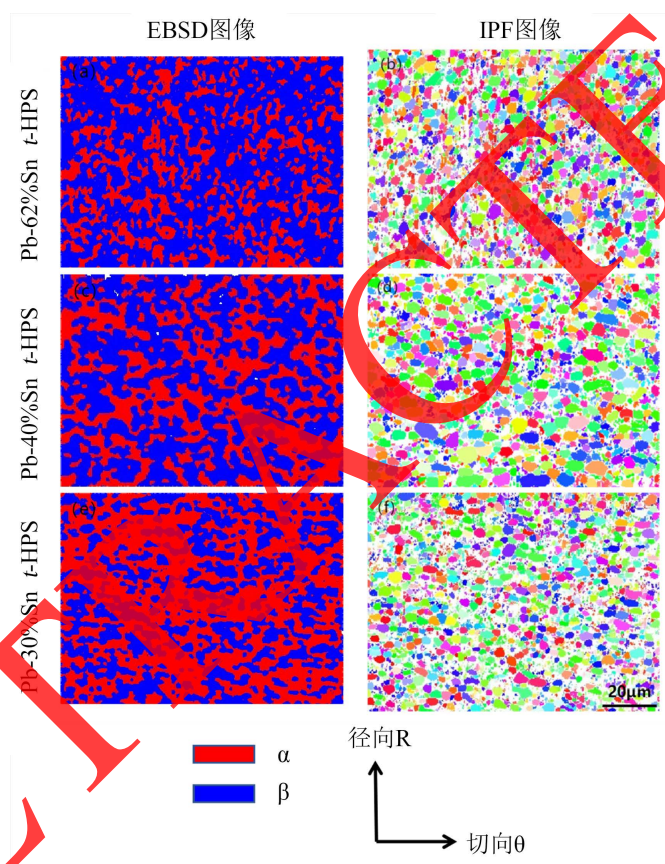


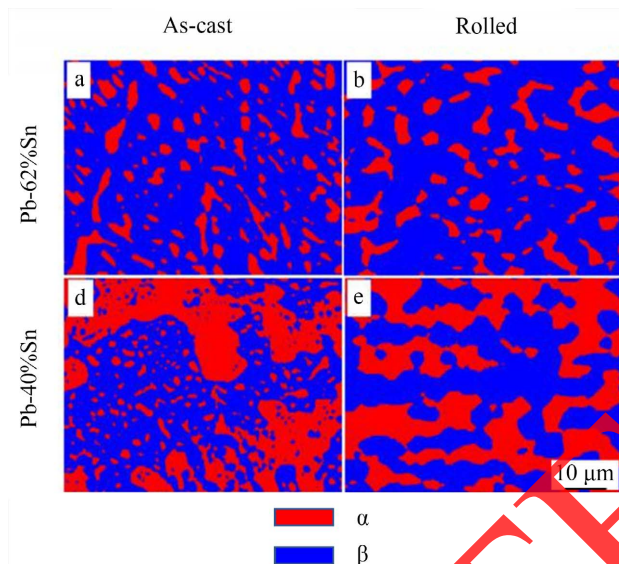
Figure 6. EBSD image and IPF image of Pb-Sn alloy processed by *t*-HPS

图 6. 经 *t*-HPS 加工的铅锡合金 EBSD 图像和 IPF 图像

Table 5. Two comparisons and grain size of Pb-Sn alloy processed by *t*-HPS

表 5. 经 *t*-HPS 加工的铅锡合金的两相比和晶粒尺寸

样品	相比比例 $\alpha/\beta$	平均晶粒尺寸( $\mu\text{m}$ )		
		$\alpha$ 相	$\beta$ 相	$\alpha$ & $\beta$ 相
Pb-62%Sn <i>t</i> -HPS	28/72	$1.3 \pm 0.1$	$1.6 \pm 0.1$	$1.4 \pm 0.1$
Pb-40%Sn <i>t</i> -HPS	46/54	$1.2 \pm 0.1$	$1.5 \pm 0.1$	$1.4 \pm 0.1$
Pb-30%Sn <i>t</i> -HPS	59/41	$1.5 \pm 0.1$	$1.6 \pm 0.1$	$1.5 \pm 0.1$



**Figure 7.** EBSD Diagram of Cast Rolled Pb-40% Sn and Pb-62%Sn [9]

**图 7.** 铸造、轧制 Pb-40%Sn 和 Pb-62%Sn 的 EBSD 图[9]

**Table 6.** Two comparisons and grain size of cast rolled Pb-40% Sn and Pb-62%Sn [9]

**表 6.** 铸造、轧制 Pb-40%Sn 和 Pb-62%Sn 的两相比和晶粒尺寸[9]

样品	相比比例 $\alpha/\beta$	平均晶粒尺寸( $\mu\text{m}$ )		
		$\alpha$ 相	$\beta$ 相	$\alpha$ & $\beta$ 相
Pb-62%Sn 铸造	/	$2.3 \pm 0.1$	$3.6 \pm 0.3$	$2.6 \pm 0.2$
Pb-62%Sn 轧制	27.2/72.8	$2.0 \pm 0.1$	$4.8 \pm 0.2$	$3.1 \pm 0.1$
Pb-40%Sn 铸造	/	$1.0 \pm 0.1$	$1.6 \pm 0.2$	$1.2 \pm 0.1$
Pb-40%Sn 轧制	51.0/49.0	$1.8 \pm 0.1$	$5.4 \pm 0.2$	$2.7 \pm 0.1$

### 3.2. 拉伸实验结果

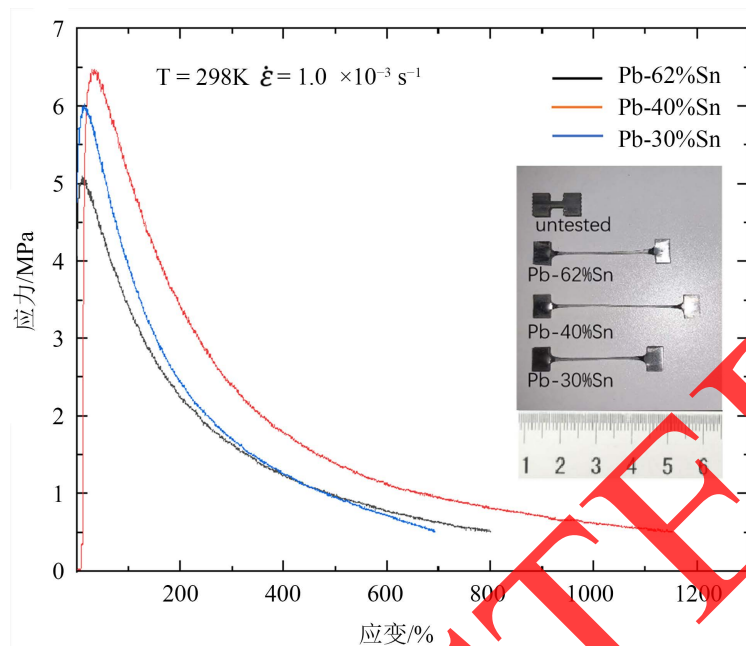
Sn 含量 30%，40%，62% 的 Pb-Sn 合金在室温下以  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  拉伸后得到的应力应变曲线如图 8 所示。应力应变曲线先急速上升，再缓慢下降，是典型的超塑性变形的应力应变曲线。如表 7 所示，Pb-62%Sn 的延伸率为 790%，Pb-40%Sn 的延伸率为 1150%，Pb-30%Sn 延伸率为 690%。参考表 8 中铸造和轧制的铅锡合金的断裂延伸率，经过 *t*-HPS 加工的铅锡合金表现出了很好的超塑性，说明这种塑性加工方法对实现铅锡合金室温下的超塑性是有效的，细小的晶粒尺寸和等轴晶粒形状更有利于晶界滑动。

经过 *t*-HPS 加工的样品，拉伸过程中的峰值应力相较于传统加工方法的样品低了很多，说明其组织稳定，在超塑性变形中由晶粒长大引起的应变硬化程度小。

**Table 7.** Tensile properties of Pb-Sn Alloy processed by *t*-HPS at an initial strain rate of  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

**表 7.** 经 *t*-HPS 加工的铅锡合金在初始应变速率为  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  下的拉伸性能

样品	峰值应力(MPa)	断裂延伸率(%)
Pb-62%Sn <i>t</i> -HPS	5.2	790
Pb-40%Sn <i>t</i> -HPS	6.5	1150
Pb-30%Sn <i>t</i> -HPS	6.0	690



**Figure 8.** Stress strain curve and sample diagram after tensile test of Pb-Sn alloy processed by *t*-HPS at initial strain rate of  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$

**图 8.** 经 *t*-HPS 加工的铅锡合金在初始应变速率为  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  下拉伸实验的应力应变曲线及拉伸后样品图

**Table 8.** Tensile properties of cast rolled Pb-40%Sn and Pb-62%Sn Alloys at an initial strain rate of  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [9]

**表 8.** 铸造、轧制 Pb-40%Sn 和 Pb-62%Sn 合金在初始应变速率为  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  下的拉伸性能[9]

样品	峰值应力(Mpa)	断裂延伸率(%)
Pb-62%Sn 铸造	34.1	74
Pb-62%Sn 轧制	21.2	184
Pb-40%Sn 铸造	37.4	107
Pb-40%Sn 轧制	22.1	116

### 3.3. 合金成分对合金超塑性的影响

图 9 为经 *t*-HPS 加工后的 Sn 含量 30%，40%，62% 的 Pb-Sn 合金在进行拉伸实验后的 EBSD 图像和 IPF 图像，表 9 统计了在进行拉伸实验后，不同成分合金各相的晶粒尺寸。表 10 展示了拉伸实验前后各相的晶粒长大量。对比拉伸前后的 EBSD 图像，经过拉伸的 Pb-Sn 合金各相依旧均匀，没有聚团偏析的迹象，晶粒没有发生伸长变形，依旧为等轴晶粒，说明拉伸过程中晶界滑移依旧是主要的变形机制。通过表 10 可以看出经过拉伸实验的合金，晶粒长大十分明显，且  $\beta$ (Sn) 相的晶粒长大速率始终大于  $\alpha$ (Pb) 相。

在实验中，在 wt%Sn < 40% 后，相比例(Pb 相:Sn 相)从 46:54 增加至 59:41，即随着铅含量的增加，相界面先增多后减少，Sn-Sn 一直在减少，Pb-Pb 边界数量一直在增加。即随着铅含量的增加，三种边界数量的比例发生改变，可滑移晶界的数量会有一个先增多后减少的过程，假定超塑性过程中晶粒不生长大，铅锡合金的延伸率随铅质量分数的增加是先增加后减小；锡的晶粒生长速率始终高于铅，说明铅锡两相晶粒生长速率一致的成分点不在  $60\% < \text{wt}\% \text{Pb} < 70\%$  的区间内，可以推测，随着铅含量的增加，铅相对锡相晶粒长大的抑制效果始终在增加。合金组织稳定始终对超塑性有益，并且随着铅质量分数的增加，组织是越来越稳定。 $60\% < \text{wt}\% \text{Pb} < 70\%$  的区间内，随着 Pb 含量的增加，可滑移晶界的数量先增

加后减少, 组织结构稳定性增加, 但拉伸实验结果显示, wt%Pb = 70%时, 铅锡合金的延伸率小于 wt%Pb = 70%时的延伸率。这说明存在三种可能: 第一, 等体积成分点(Pb-40%Sn)即为铅锡合金超塑性最好的成分点, 随着铅含量的增加, 合金组织越来越稳定, 可滑移晶界数量虽然会有短暂上升的区间, 但二者无法抵消不可滑移晶界的消极作用, 则合金超塑性下降; 第二, 等体积成分点至 wt%Pb < 70%之后的某一点为铅锡合金超塑性最好的成分区间, 在区间内, 合金超塑性延伸率不发生变化。即可滑移晶界和之后随着铅含量的增加, 合金超塑性会下降, 在这个区间内可滑移晶界和组织稳定的作用可以抵消不可滑移晶界的消极影响; 第三, wt%Pb > 60%后随着铅含量的增加, 合金超塑性先上升后下降, 由于相界滑移优于边界滑移, 铅含量的增加相界含量增加延伸率增加, 但是铅含量的继续增加, 不可滑移边界增加, 相界数量降低, 延伸率大幅降低, 组织稳定的益处无法抵消不可滑移晶界的消极影响, 则超塑性最好的成分点在铅含量 60%~70%之间。

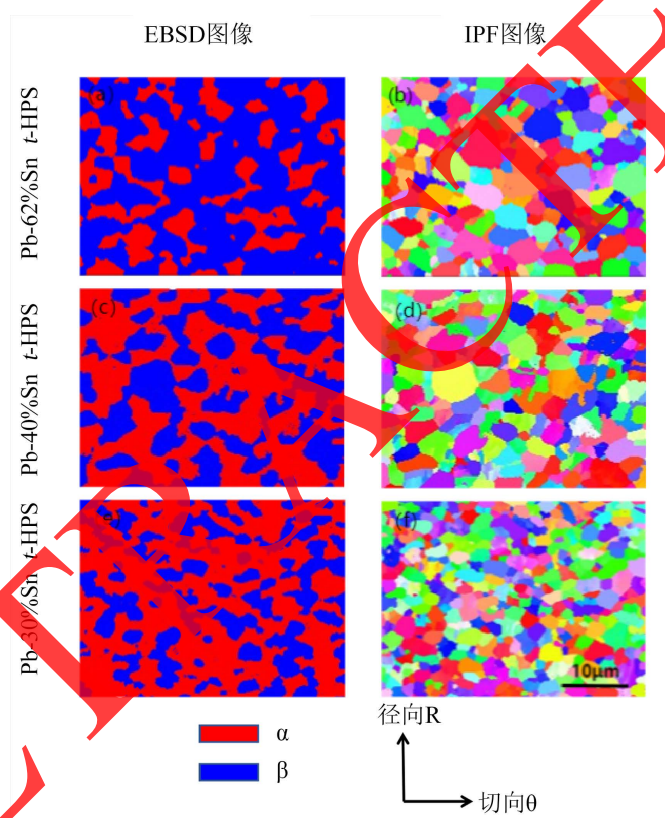


Figure 9. EBSD image and IPF image of Pb-Sn alloy processed by *t*-HPS after stretching

图 9. 经 *t*-HPS 加工的铅锡合金拉伸后的 EBSD 图像和 IPF 图像

Table 9. Grain size of Pb-Sn alloy processed by *t*-HPS after stretching

表 9. 经 *t*-HPS 加工的铅锡合金拉伸后的晶粒尺寸

样品	平均晶粒尺寸(μm)		
	$\alpha$ 相	$\beta$ 相	$\alpha$ & $\beta$ 相
Pb-62%Sn 690%	$1.7 \pm 0.1$	$2.4 \pm 0.1$	$2.2 \pm 0.1$
Pb-40%Sn 1000%	$2.0 \pm 0.1$	$2.8 \pm 0.1$	$2.4 \pm 0.1$
Pb-30%Sn 790%	$2.1 \pm 0.1$	$2.5 \pm 0.1$	$2.3 \pm 0.1$



**Table 10.** Grain size change of Pb-Sn alloy processed by *t*-HPS before and after tension  
**表 10.** 经 *t*-HPS 加工的铅锡合金拉伸前后的晶粒尺寸变化量

样品	晶粒尺寸变化量( $\mu\text{m}$ )		
	$\alpha$ 相	$\beta$ 相	$\alpha$ & $\beta$ 相
Pb-62%Sn	$0.4 \pm 0.1$	$0.8 \pm 0.1$	$0.8 \pm 0.1$
Pb-40%Sn	$0.8 \pm 0.1$	$1.3 \pm 0.1$	$1.0 \pm 0.1$
Pb-30%Sn	$0.6 \pm 0.1$	$0.9 \pm 0.1$	$0.8 \pm 0.1$

#### 4. 结论

采用周向高压剪切变形(*t*-HPS)作为细化晶粒的加工办法,对铸态铅锡合金进行加工,从双相合金中母相与第二相互抑制晶粒长大的角度切入,在室温下寻找两相晶粒生长速率一致的合金成分点,结合晶界滑移理论,确定铅锡合金超塑性最好的合金成分点。主要结论如下:

1) 本文设置了 Pb-62%Sn, Pb-40%Sn, Pb-30%Sn 三个合金成分点的样品。发现经周向高压剪切变形(*t*-HPS)加工,合金平均晶粒度在  $1.5 \mu\text{m}$  左右,属于亚微米级,组织混合更加均匀,拥有更好的超塑性。

2) 对比文献中铸态和传统塑性加工工艺的铅锡合金与 *t*-HPS 加工的铅锡合金在室温下拉伸的应力应变曲线,发现后者的峰值应力小于 7 Mpa,远低于前两者,即后者拥有更稳定的组织,在拉伸过程中的应变硬化程度较低。

3) 在 wt%Sn < 40%后,相比(Pb 相:Sn 相)从 46:54 增加至 59:41,即两相界面数量有一个先增加后减少的过程。拉伸实验中 Pb-40%Sn 的断裂延伸率达到了 1150%,但 Pb-30%Sn 的断裂延伸率仅 690%,结合文献中两相晶粒互相抑制晶粒长大理论和实验中两相界面数量的变化,有三种可能性有待进一步确认: 1) 等体积成分点(Pb-40%Sn)即为铅锡合金超塑性最好的成分点,在此成分点之上,随着铅含量的增加,合金超塑性下降; 2) 等体积成分点至 wt%Pb < 70%的某一点之间为铅锡合金超塑性最好的成分区间,在区间内,合金超塑性不发生变化,之后随着铅含量的增加,合金超塑性会下降; 3) wt%Pb > 60%时,随着铅含量的增加,合金超塑性先上升后下降; 综上,铅锡合金超塑性最好的成分点在铅质量占比 60%~70%的区间内。

#### 参考文献

- [1] 陈锦, 廖荣跃, 孙泉, 刘晓东, 叶凌英. 晶粒组织对 7B04 铝合金超塑性变形机理的影响[J]. 中南大学学报(自然科学版), 2021(9): 3121-3131
- [2] 吴诗惇. 金属超塑性变形理论[M]. 北京: 国防工业出版社, 1997: 1-98.
- [3] Geckinli, A.E. and Barrett, C.R. (1976) Superplasticity Deformation of the Pb-Sn Eutectic. *Journal of Materials Science*, **11**, 510-521. <https://doi.org/10.1007/BF00540932>
- [4] Ma, Y. and Langdon, T.G. (1994) Factors Influencing the Exceptional Ductility of a Superplasticity Pb-62 Pct Sn Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **25**, 2309-2311. <https://doi.org/10.1007/BF02652333>
- [5] Mohamed, F.A., Ahmed, M. and Langdon, T.G. (1977) Factors Influencing Ductility in the Superplastic Zn-22 Pct Al Eutectoid. *Metallurgical Transactions A*, **8**, 933-938. <https://doi.org/10.1007/BF02661575>
- [6] Ahmed, M.M.I. and Langdon, T.G. (1983) The Effect of Grain Size on Ductility in the Superplastic Pb-Sn Eutectic. *Journal of Materials Science Letters*, **2**, 337-340. <https://doi.org/10.1007/BF00726322>
- [7] Wilkinson, D.S. and Caceres, C.H. (1984) An Evaluation of Available Data for Strain-Enhanced Grain Growth during Superplastic Flow. *Journal of Materials Science Letters*, **3**, 395-399. <https://doi.org/10.1007/BF00724376>
- [8] Sato, E. and Kuribayashi, K. (1993) Superplasticity and Deformation Induced Grain Growth. *ISIJ International*, **33**, 825-832. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.33.825>
- [9] Lin, K., Li, Z., Liu, Y., et al. (2022) Exploiting Tube High-Pressure Shearing to Prepare a Microstructure in Pb-Sn Al-

loys for Unprecedented Superplasticity. *Scripta Materialia*, **209**, Article ID: 114390.  
<https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2021.114390>

- [10] Karakaya, I. and Thompson, W.T. (1988) The Pb-Sn (Lead-Tin) System. *Journal of Phase Equilibria*, **9**, 144-152.  
<https://doi.org/10.1007/BF02890552>
- [11] Kang, J. and Conrad, H. (2001) Microstructure Coarsening during Static Annealing of 60Sn40Pb Solder Joints: II Eutectic Coarsening Kinetics. *Journal of Electronic Materials*, **30**, 1303-1307.  
<https://doi.org/10.1007/s11664-001-0115-y>
- [12] 曹富荣, 雷方, 崔建忠, 等. 超塑变形晶粒长大模型的修正与实验验证[J]. 金属学报, 1999, 35(7): 770-772.
- [13] Wang, J.T., Li, Z., Wang, J. and Langdon, T.G. (2012) Principles of Severe Plastic Deformation Using Tube High Pressure Shearing. *Scripta Materialia*, **67**, 810-813. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2012.07.028>
- [14] 孟佳杰. 高纯铝周向高压剪切变形过程的数值模拟及试验研究[D]: [硕士学位论文]. 南京: 南京理工大学, 2020: 1-19.

RETRACTED