第 20 卷第 8 期 Vol.20 No.8

文章编号:1004-0609(2010)08-1455-06

AZ91D 变形镁合金的动态应变时效现象

林 娜¹,曾绍峰^{1,2},彭开萍¹,陈文哲^{1,2}

(1. 福州大学 材料科学与工程学院,福州 350108;
 2. 福建工程学院 材料科学与工程系,福州 350108)

摘 要:在应变速率为 1.11 × 10⁻⁴~1.67 × 10⁻³ s⁻¹、温度为 248~523 K 的条件下,对固溶态 AZ91D 变形镁合金进 行拉伸试验。结果表明:在一定的拉伸应变速率和温度区间拉伸时,AZ91D 镁合金在形变过程中发生动态应变时 效(DSA)现象,其典型特征表现为其拉伸曲线出现锯齿波,所对应的锯齿波类型分别呈 A 型及 A+B 混合型;应变 速率敏感性系数为负值;且出现加工硬化速率峰值;出现锯齿屈服的临界应变量随变形温度升高而减小,而随应 变速率增加而增大;当形变温度大于 323 K 时,加工硬化速率随着温度升高反而急剧增大,在 368 K 时达到峰值。 关键词:AZ91D 变形镁合金;动态应变时效;锯齿屈服;负应变速率敏感系数;加工硬化速率 中图分类号:TG113 文献标志码:A

Dynamic strain aging phenomenon of AZ91D wrought magnesium alloys

LIN Na¹, ZENG Shao-feng^{1, 2}, PENG Kai-ping¹, CHEN Wen-zhe^{1, 2}

College of Materials Science and Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350108, China;
 Department of Materials Science and Engineering, Fujian University of Technology, Fuzhou 350108 China)

Abstract: A series of tensile tests of as-solid-solution treated AZ91D wrought magnesium alloys were carried out at strain rates ranging in 1.11×10^{-4} – 1.67×10^{-3} s⁻¹ and temperatures ranging in 248–523 K. The results show that there occurs a dynamic strain aging (DSA) phenomenon during deformation of AZ91D magnesium alloy in certain ranges of temperature and strain rate. The typical characteristics of DSA include serrated flow, the corresponding related serrated types are defined as type A and type A+B. Negative strain-rate sensitivity and peak of work-hardening rate appear. The critical plastic strain for the onset of serrations decreases with increasing deformation temperature, while it increases with increasing strain rate. Moreover, the work-hardening rate increases sharply with increasing temperature when the deformation temperature is higher than 323 K, and reaches the peak value at 368 K.

Key words: AZ91D wrought magnesium alloy; dynamic strain aging; serrated yielding; negative strain-rate sensitivity; work-hardening rate

许多工业上常用的合金在塑性变形过程中会出现 不稳定流变,其拉伸曲线不再光滑而表现反复的锯齿 屈服流变。研究表明^[1-3],这种现象是由于动态应变时 效(Dynamic strain aging,简称 DSA)效应引起的,动态 应变时效的本质是运动的位错和扩散的溶质原子交互 作用的结果。迄今为止,大多数研究主要是针对低碳 钢和面心立方合金产生此效应的宏观现象、影响因素、 微观组织、产生的机理和各种模型进行研究^[3–8],但对 密排六方结构材料 DSA 的研究报道还比较少见^[9–11]。

镁合金的比强度和比刚度均优于钢及铝合金,且 具有良好的减震降噪性能、电磁屏蔽性能、机械加工 性能和易于回收等优点,被广泛应用于汽车、航空领

基金项目:国家自然科学基金资助项目(50441013)

收稿日期:2009-09-29;修订日期:2010-02-01

通信作者:陈文哲,教授,博士;电话:0591-22863009;E-mail:chenwz@fzu.edu.cn

域^[12]。近几年,国际上对变形镁合金进行了大量的研究,为变形镁合金的应用提供了一定的基础。但目前关于变形镁合金的 DSA 效应的系统研究较少,本文作者试图通过对固溶态 AZ91D 变形镁合金在拉伸时出现的 DSA 现象及锯齿波型的研究,以期了解该材料在塑性变形中的不稳定塑性变形规律,为其塑性变形研究和应用提供更好的理论指导,同时也为密排六方结构材料产生 DSA 机理研究和模型建立提供理论依据。

1 实验

1.1 试样制备

本研究采用的材料为热挤压 AZ91D 镁合金,其 化学成分如表 1 所列。将 AZ91D 镁合金棒按 GB/T 6397—1986 标准加工成 d6 mm × 30 mm, 端部为 M12 螺纹的标准短拉伸试样。试验前先对试件进行固溶处 理,固溶工艺如下:(683 ± 3) K,保温 24 h(加 Al₂O₃ 粉末作保护剂以防止氧化),水冷。

表1 AZ91D 镁合金的化学成分

Table 1Chemical composition of AZ91D Mg alloy (massfraction, %)

Al	Zn	Mn	Cu	Ni
8.600 69	0.801 84	0.245 12	0.003 13	0.000 95
Fe	Si		Ca	Mg
0.003 92	0.049	47 0.	000 18	Bal.

1.2 拉伸试验

拉伸试验在 Instron 1185 型电子拉伸机上进行。 应变速率分别为 1.11×10^{-4} 、 3.33×10^{-4} 、 1.67×10^{-3} s⁻¹。在每个应变速率下,从 248~523 K 进行系列温度 拉伸试验,温度间隔为 25 K。其中 248 和 273 K 下的 拉伸试验在无水酒精溶液中进行,用液氮作冷却剂; 323~373 K 的试样采用水浴加热,试验温度误差控制 在 ± 1 K 范围内; 398~523 K 时采用 Instron 可控式三 段控温电阻炉加热,试验温度误差控制在 ± 3 K 范围 内。

1.3 应变速率敏感性试验

应变速率敏感性试验是在某一温度下以应变速率 1.11×10⁻⁴ s⁻¹将合金拉伸至应变量为 2%时,应变速率 迅速切换到 1.67×10⁻³ s⁻¹,测出此时应力的变化值 $\Delta \sigma$,然后根据应变速率敏感性系数 *m* 的计算公式: *m*=ln $\Delta \sigma$ /ln($\dot{\epsilon}_2 / \dot{\epsilon}_1$),得出应变速率敏感性系数。在 248~523 K 的范围内,每间隔 25 K 进行应变速率敏感 性实验,每个温度至少进行3次试验,取应力变化的 平均值。

2 结果与分析

2.1 固溶态 AZ91D 变形镁合金的 DSA 现象

图 1 所示为在应变速率为 1.67×10^{-3} s⁻¹, 温度分 别为 273、298、323、423 K 下固溶态 AZ91D 镁合金 的应力—应变曲线。由图 1 可见,当拉伸达到一定的 变形量时(称为临界应变量 ε_c ,即产生锯齿屈服并开始 出现第一锯齿的应变量),拉伸曲线不再光滑而出现锯 齿屈服,即出现 DSA 现象;且在恒定的应变速率下, 临界应变量 ε_c (见图 1 中箭头所指)随着温度的升高逐 渐减小。



图 **1** 在应变速率为 1.67 × 10⁻³ s⁻¹、不同温度时固溶态 AZ91D 镁合金的应力—应变曲线

Fig.1 Stress — strain curves of as-solid-solution treated AZ91D Mg alloys at strain rate of $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and different temperatures

试验结果表明,在不同应变速率条件下,固溶态 AZ91D 变形镁合金都发生 DSA 现象,临界应变量 ε_c 也出现相似的温度影响规律,即随着温度升高而减小。 但是,出现 DSA 的温度范围有所变化,随着应变速率 的升高,DSA 的温区往高温方向漂移,如表 2 所列。

表 2 不同应变速率出现 DSA 对应的温区

Table 2Temperature range corresponding to courrence ofserrated flow phenomenon at different strain rates

Strain rate/s ⁻¹	1.11×10^{-4}	3.33×10^{-4}	1.67×10^{-3}
Temperature range/K	248-398	273-373	273-423

此外,锯齿波的波形也与应变速率及温度有关。

根据"钱-萧-李判据模型"^[3]所预示的出现锯齿 屈服现象的应变速度—温度区间,发生 DSA 的温度位 于 $0.2T_m$ ~0.5 T_m 的范围内。而 AZ91D 镁合金的熔点 T_m 约为 922 K,发生 DSA 的温度区间为 248~423 K,也 符合这个规律。

DSA 的本质是扩散的溶质原子与运动中的位错 交互作用的结果,与传统静态应变时效不同的是,材 料在塑性变形的同时产生时效现象。因此,要发生 DSA 现象,溶质原子要能形成足够大的 Cottrell 气团, 以便有效地钉扎位错。这就要求有一个临界塑性应变 量 ε_c ,在变形初期,由于溶质扩散速度慢,不足以产 生时效,应力—应变曲线呈现光滑状,而随着应变的 增大,溶质原子在应变诱生空位的帮助下扩散速度加 快,当变形增加到临界应变量 ε_c ,即达到位错密度的 临界值^[13]以后,钉扎住运动的位错,若位错继续运动, 则需加大外力使位错脱钉,表现在拉伸曲线上不再是 光滑的,而是出现了某种形式的锯齿波。临界应变量 还与温度有关,温度越高,溶质原子扩散的能力越强, 形成钉扎气团所需要的临界应变量 ε_c 就越小。

除了锯齿屈服外,DSA的另一个典型特征是负的 应变速率敏感性。图 2显示了固溶态 AZ91D 变形镁 合金在应变量为 2%时的应变速率敏感系数 m 随温度 变化分布情况,在 248~398 K 的温度区间,m 为负值 或者接近于零的正值,而在温区以外的 m 值大于零, 这进一步表明固溶态 AZ91D 镁合金在这个温区发生 了 DSA 现象,此时, ε, 在此温度区间内具有负的温度 系数。在 DSA 发生的温区内进行拉伸试验时,当应变 速率突变时,相对于高的应变速率,低的应变速率下 产生空位较少,溶质原子向运动位错扩散所需要的时 间会比在高的应变速率下所需要的时间长。随着时效



图 2 应变速率敏感系数与温度的关系曲线

Fig.2 Relationship between strain rate sensitivity and temperature at strain of 2%

时间的延长,将有更多的溶质原子扩散到位错周围, 从而提高了位错与扩散溶质原子间的相互作用力,因 此流变应力增大,出现负的应变速率敏感性。运动位 错与溶质原子相互作用的结果,其强弱还与溶质原子 气团钉扎程度有关。只有当溶质原子气团对位错的钉 扎作用足够大时,应力-应变曲线上才会出现锯齿屈 服。如果溶质原子气团对位错有微弱的钉扎作用,虽 然在应力-应变曲线上不会出现锯齿波,却能从应变 速率敏感性上反映出来,使得应变速率敏感性系数变 为负值。从某种意义上讲,负的应变速率敏感性系数 作为 DSA 发生的判据比在应力—应变曲线上出现锯 齿波作为 DSA 的判据更为准确^[14]。

2.2 锯齿屈服曲线类型特征分析

产生锯齿屈服的锯齿波型与应变速率、形变温度、 应变量大小密切相关^[3,15]。图 3 所示为固溶态 AZ91D 镁合金在 306 K 时,3 种不同应变速率下的拉伸曲线。 从图 3 可知,该材料发生锯齿屈服时的锯齿波波形与 应变速率以及应变量密切相关。当应变速率 $\dot{\epsilon}$ 为 3.33 × 10⁻⁴、1.67 × 10⁻³ s⁻¹ 的曲线所对应的类型为 A 型,而在相对较低的应变速率 $\dot{\epsilon}$ =1.11 × 10⁻⁴ s⁻¹,当应 变量较小时表现为 B 型锯齿波,而当应变量较大时又 表现为 A 型锯齿波。在一种应变速率下,随应变量的 变化,波形发生变化,属于 A、B 混合波形齿波,故 在此把其称为 A+B 混合波形齿波。





Fig.3 Curves of stress—strain for as-solid-solution treated AZ91D Mg alloy at different strain rates and 306 K

除了从锯齿屈服特征直接定义锯齿波型外,目前, 还采用锯齿的应力跌落概率统计的函数曲线分布规律 来定义锯齿波型。文献[14,16-17]对 Al-Mg 拉伸试验

中应力跌落的概率统计分布规律的研究证明存在一定 的特征尺度:当应力跌落的概率统计表现为单峰型二 次函数曲线分布,则定义为 B 型;而 A 型的应力跌落 概率统计遵循幂函数规律分布;当介于两者的分布情 况,称之为双峰型分布,即为A+B型。本研究试验选 取应力跌落幅度大于 0.1 MPa 的锯齿进行统计。为了 考察其分布规律,将应力序列平均划分为10个区间, 对提取出的各特征量取平均值。各组试验在相同的条 件下至少进行 3 次,以保证实验结果的准确度。图 4 所示为应变速率分别为 1.11 × 10⁻⁴ s⁻¹、3.33 × 10⁻⁴ s⁻¹ 时应力跌落—频数曲线。当 $\dot{\epsilon}$ =3.33 × 10⁻⁴ s⁻¹ 时应力跌 落分布为幂函数 即 A 型 而当应变速率 $\dot{\varepsilon}$ =1.11 × 10⁻⁴ s⁻¹时应力跌落频率分布为双峰型,即A+B型。这与 很多研究者通过应力跌落和随机的时空耦合相联系, 对拉伸实验中的应力跌落的概率统计分布规律的研究 是一致的^[16-18]。

锯齿波的特征量包括 $^{[13, 19-22]}$:两锯齿加载时间 t_L ,



图4 306 K 下不同应变速率时固溶态 AZ91D 变形镁合金的 应力跌落—频数曲线

Fig.4 Curves of stress drop vs frequency for as-solid-solution treated AZ91D Mg alloy at 306 K and different strain rates

即前一个波谷到下一个波峰的时间;塑性松弛和回复 时间 t_R;内应力激活未变形区域的特征长度尺度 l_n。 t₁ 主要取决于加载的应变速率和塑性应变行为,加载 的过程是一个非弹性的过程,随着加载速率的降低, t_L 增大;当应变强化达到饱和时, t_L 为常数。 t_R 内应 力塑性松弛与回复时间受局部变形行为的影响。当应 变速率一定时, t_L减小并无限接近 t_R并且在再加载过 程中内应力松弛程度较小,以致内应力激活未变形区 域的特征长度尺寸 4. 增大。因而, 与塑性变形带相关 的时空耦合增强,应力跌落分布呈现规律性,表现为 对称的抛物线分布,即B型锯齿发生。当应变速率进 一步增大, t_R/t_L 的比值随之增大, 对应的塑性变形过 程中几乎不存在应力松弛。因而,空间耦合变得相当 活跃 从而诱导 Luders 带繁殖。在空域上表现为 Luders 带数量增加,且伴随应力跌落振幅广泛地发散,与此 同时,渐渐地产生大量的小振幅应力跌落;在时域上 表现为应力跌落频率分布为幂函数型 即 A 型锯齿波。 而 C 型锯齿通常发生于较低的应变速率下,此时 t_L很 大并无限大于 $t_{\rm R}$, 即 $t_{\rm L} \gg t_{\rm R}$, 此时 $l_{\rm h}$ 非常小。由于本 试验所设定的应变速率区间属于固溶态 AZ91D 镁合 金产生动态应变时效的高应变速率范围,所以在整个 拉伸变形过程中,曲线不存在C型锯齿而表现为A型 和 A+B 型锯齿。

2.3 DSA 对 AZ91D 镁合金性能的影响

图 5 所示为固溶态 AZ91D 镁合金在 1.67 × 10^{-3} s⁻¹ 的应变速率下加工硬化速率与温度的关系曲线。加工 硬化速率 θ 的计算式如下^[15,23] : θ =(σ_2 - $\sigma_{0.2}$)/ $\Delta \varepsilon$ 。式中 : σ_2 表示残余应变为 2%时的应力 ; $\sigma_{0.2}$ 表示残余应变为 0.2%时的应力 ; $\Delta \varepsilon$ = 0.018。

由图 5 可见,在 248~323 K 时,加工硬化速率随



图 5 加工硬化速率 θ 与温度的关系

Fig.5 Relationship between work-hardening rate and temperature at strain rate of $1.67 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

着温度升高而缓慢降低,然而,当温度大于 323 K时, 加工硬化速率随着温度升高而急剧升高,在 368 K时 达到峰值。这主要是由于 DSA 的出现引起的强化效应 减缓了合金加工硬化系数随温度的上升而下降的趋 势。特别是在含有间隙原子如 C、N 或 O 的体心立方 或者密排六方金属中,DSA 对加工硬化有很强的影 响。

AZ91D 镁合金在不同的应变速率内和温度区间 塑性变形过程中,出现宽大的 DSA 温度区间(248~423 K)、锯齿屈服流变以及加工硬化速率峰值等特征,这 对密排六方材料的塑性变形规律的研究以及塑性加工 工艺制订和控制都有重要意义。

3 结论

1) 在所设定的应变速率下和试验温度范围内,固 溶态 AZ91D 镁合金发生 DSA 现象,表现出为拉伸曲 线中出现锯齿屈服,在一定的温区内,出现负的应变 速率敏感性,以及加工硬化速率出现峰值。

2) 在所设定的应变速率下,只有在一定的温区内 拉伸曲线才会出现锯齿屈服。在一定的应变速率下, 出现锯齿屈服的临界应变量 ε_c 随变形温度升高而减 小;而在一定的温度范围内,临界应变量 ε_c随应变速 率增加而增大。

3) AZ91D 镁合金发生锯齿屈服时的锯齿波波形 与应变速率以及应变量密切相关。当应变速率 $\dot{\epsilon}$ 为 3.33×10⁻⁴ s⁻¹、1.67×10⁻³ s⁻¹时,曲线所对应的锯齿 波类型为典型的 A 型,所反映的应力跌落条形图分布 呈 幂 函 数 分 布;而在相对较低的应变速率 $\dot{\epsilon}$ = 1.11×10⁻⁴ s⁻¹时,锯齿波类型为 A+B 混合型,所反映 的应力跌落条形图分布为双峰分布。

4) DSA 的强化效应使 AZ91D 镁合金的加工硬化 速率出现峰值,延缓合金加工硬化系数随着温度上升 而下降的趋势,当温度大于 323 K 时,加工硬化速率 随着温度升高而急剧升高,并在 368 K 时达到峰值。

致谢

感谢福州大学测试试验中心在材料拉伸试验中给 予的帮助!感谢杨开怀博士研究生在试验过程中的帮 助!

REFERENCES

[1] KUNG J F, BAO H Y, GALLIGN J M. Collective behavior of

dislocation[J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1995, 33: 301-305.

- [2] TONG Wei, TAO Hong, ZHANG Nian, LOUIS G, HECTOR J. Time-resolved strain mapping measurements of individual Portevin-Le Chatelier deformation bands[J]. Scripta Materialia, 2005, 53: 87–92.
- [3] 钱匡武,李效琦,萧林钢,陈文哲,张好国,彭开萍.金属和 合金中的动态应变时效现象[J]. 福州大学学报, 2001, 29(6): 8-23.
 QIAN Kuang-wu, LI Xiao-qi, XIAO Lin-gang, CHEN Wen-zhe, ZHANG Hao-guo, PENG Kai-ping. Dynamic strain aging phenomenon in metals and alloys[J]. Journal of Fuzhou
- [4] SCHUH C A, NIEH T G. A nanoindentation study of serrated flow in bulk metallic glasses[J]. Acta Materialia, 2003, 51: 87–99.

University, 2001, 29(6): 8-23.

- [5] BARLAT F, GLAZOV M V, BREN J C, LEGE D J. A simple model for dislocation behavior, strain and strain rate hardening evolution in deforming aluminum alloys[J]. International Journal of Plasticity, 2002, 18: 919–939.
- [6] VOYIADJIS G Z, ABED F H. Microstructural based models for bcc and fcc metals with temperature and strain rate dependency[J]. Mechanics of Materials, 2005, 37: 355–378.
- [7] SOAR M A, CURTIN W A. Solute strengthening of both mobile and forest dislocations: The origin of dynamic strain aging in fcc metals[J]. Acta Materialia, 2008, 56: 4046–4061.
- [8] 彭开萍,陈文哲,钱匡武. 3004 铝合金动态应变时效的微观机 理[J].材料热处理学报,2005,26(6):57-61.
 PENG Kai-ping, CHEN Wen-zhe, QIAN Kuang-wu. The microsmics of dynamic strain aging in 3004 Al alloy[J].
 Transation of Materials and Heat Treatment, 2005, 26(6): 57-61.
- [9] WANG Cong, XU Yong-bo, HAN En-hou. Serrated flow and abnormal strain rate sensitivity of a magnesium-litihium alloy[J]. Materials Letters, 2006, 60: 2941–2944.
- [10] TROJANOV Z , LUKAC P, MILICKA K, SZARAZ Z. Characterision of dynamic strain ageing in two magnesium alloys[J]. Material Science and Engineering A, 2004, 387/389: 80–83.
- [11] CORBY C, CACERES C H, LUKAC P. Serrated flow in magnesium alloy AZ91[J]. Material Science and Engineering A, 2004, 387/389: 22–24.
- [12] 陈振华. 变形镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 1-15.
 CHEN Zhen-hua. Deformed magnesium alloys[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005: 1-15.
- [13] BHARATHI M S, LEBYODKIN M, ANANTHAKRISHNA G, FRESSENGEAS C, KUBIN L P. The hidden order behind Jerky flow[J]. Acta Materialia, 2002, 50: 2813–2824.
- [14] 田宝辉,李焕喜,张永刚,陈昌麒. Al-Li 单晶体流变应力的应
 变速率敏感性[J]. 兵器材料科学与工程,1997,20(4):14-19.
 TIAN Bao-hui, LI Huan-xi, ZHANG Yong-gang, CHEN

Chang-qi. Strain rate sensitivity of flow stress in Al-Li single crystals[J]. Ordnance Material Science and Engineering, 1997, 20(4): 14–19.

 [15] 彭开萍. 面心立方合金动态应变时效的研究[D]. 福州: 福州 大学材料科学与工程学院, 2007.
 PENG Kai-ping. Study of dynamic strain aging in fcc alloys[D].

Fuzhou: College of Materials Science and Engineering, Fuzhou University, 2007.

- [16] LEBYODKIN M, BRECHEK Y, ESRAIN Y, KUBIN L. Statistical behavior and localization patterns in the Portevin-Le Chatetlier effect[J]. Acta Materialia, 1996, 44: 4531–4541.
- [17] CHATTERJEE A, SARKAR A, BARAT P, GAYATHRI N. Character of the deformation bands in the (A+B) regime of the Portevin-Le Chatelier effect in Al-2.5%Mg alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2009, 508: 156–160.
- [18] LEBYODKIN M, BRECHET Y, DUNIN-BATKOVSKII L, ESTRIN Y, KUBIN L P. Spatio-Temporal dynamics of the Portevin-Le Chatelier effect: experiment and modelling[J]. Acta Materialia, 2000, 48: 2529–2541.
- [19] LEBYODKIN M A, DUNIN-BATKOVSKII L R, BOBROV V

S. Statistic aspects of low temperature discontinuous deformation[J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1995, 33: 773–780.

- [20] BOHLE T, BONDAR G, ESTRIN Y, LEBYODKIN M A. Geometrically non-linear modeling of the Portevin–Le Chatelier effect[J]. Computational Materials Science, 2009, 44: 1076–1088.
- [21] CHIHAB K, FRESSENEAS C. Time distribution of stress drops, critical strain and crossover in the dynamics of Jerky flow[J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 356: 102–107.
- [22] 卢俊勇,蒋震宇,张青川. A1-4%Cu 多晶合金中锯齿形屈服 现象的初步时序分析[J]. 金属学报, 2006, 42(6): 611-618.
 LU Jun-yong, JIANG Zhen-yu, ZHANG Qing-chuan.
 Preliminary time series analysis of serrated yielding in Al-4%Cu alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2006, 42(6): 611-618.
- [23] KANG D H, KIM D W, KIN S, BAE G T, KIM K H, KIM N J. Relationship between stretch formability and work-hardening capacity of twin-roll cast Mg alloys at room temperature[J]. Scripta Materialia, 2009, 61: 768–771.

(编辑 龙怀中)