

热轧 AZ31 镁合金超塑变形中的 微观组织演变及断裂行为

张凯锋, 尹德良, 王国峰, 韩文波

(哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001)

摘要: 通过热轧工艺制备了具有细晶微观组织的 AZ31 镁合金薄板。在 250 ~ 450℃ 的温度范围和 $0.7 \times 10^{-3} \sim 1.4 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 的初始应变速率范围内研究了热轧 AZ31 镁合金板的超塑性流变行为。分别通过光学显微镜和扫描电镜 (SEM) 观察了 AZ31 镁合金超塑性变形中的微观组织演变和断裂行为, 并计算了不同温度下的变形激活能。结果表明, 从 300℃ 开始, 热轧 AZ31 镁合金开始表现出超塑性的流变特征。在 400℃, $0.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的变形条件下, 最大延伸率可达 362.5%, 显示了良好的超塑性能。在 300 ~ 400℃ 的超塑变形温度范围内, AZ31 镁合金超塑变形的机制是由晶界扩散控制的晶界滑移, 而变形温度和应变速率对 AZ31 镁合金断裂行为的影响主要体现在变形机制从晶内滑移到晶界滑移的转变。

关键词: AZ31 镁合金; 超塑变形; 微观组织演变; 断裂行为

中图分类号: TG146.2; TB31 **文献标识码:** A **文章编号:** 1005-5053(2005)01-0005-06

作为最轻的结构金属材料之一, 镁合金的低密度和高比强度使之在航空航天, 汽车制造等工业部门有着广阔的应用前景^[1]。但由于密排六方晶体结构, 镁合金室温下仅表现出有限的塑性^[2,3]。与室温下的低塑性相比, Mg-Al-Zn 合金在高温下表现出良好的塑性, 因此, 人们正在从一个实用化的角度对 Mg-Al-Zn 合金的高温成形工艺, 特别是超塑成形工艺进行研究。目前国内外已有少数文献^[4~8]报道了 Mg-Al-Zn 镁合金在一定温度和变形速度下具有较好的超塑性, 并对该类合金的超塑变形机理和动态软化机制进行了探讨。尽管如此, 有关该类合金在超塑变形时的微观组织演变和断裂行为的研究还很少^[9]。本工作以 AZ31 变形镁合金为例, 通过热轧工艺制备了细晶 AZ31 镁合金薄板, 分别通过金相显微镜和扫描电镜 (SEM) 对 AZ31 镁合金超塑变形过程中的微观组织演变和断裂行为进行了观察, 进而结合不同变形温度下的变形激活能对 AZ31 镁合金超塑变形行为进行分析。

1 实验材料及过程

本实验中用到的材料是一种热挤压态 AZ31 镁合金, 板厚为 1.2mm, 其化学成分列于表 1, 显微组

织如图 1 所示。可以看到, 热挤压状态的 AZ31 镁合金板的微观组织很不均匀, 在大晶粒之间存在很多小晶粒; 平均晶粒尺寸较大, 为 15 μm 。为了获得适于超塑变形的均匀细晶镁合金薄板, 对 AZ31 挤压态镁合金进行了热轧处理。将镁合金板加热至 320℃, 而后进行四个道次的轧制。随着镁合金板的变薄, 压下率逐渐减小。在每道次轧制之后, 将板料重新加热至 320℃, 再进行后续道次的轧制, 以防板料和轧辊的温降削弱镁合金的塑性, 造成轧裂。经过上述处理, 获得了具有细晶微观组织 (平均晶粒尺寸为 4.5 μm) 的 AZ31 镁合金薄板 (图 2)。

表 1 AZ31 热轧镁合金板的化学成分/wt%

Table 1 Chemical composition of AZ31 magnesium sheet/wt%

Al	Zn	Mn	Ca	Si	Cu	Mg
2.5~3.5	0.6~1.4	0.2~1.0	0.04	0.1	0.01	Bal

单向拉伸试样通过电火花线切割制备, 试样的标距和宽度分别为 12mm 和 5mm。单向拉伸试验在 SHIMADZU AG-200kN 材料试验机上进行。试验过程中拉伸轴线平行于轧制方向并保持拉伸速度恒定。为保留变形中的微观组织, 试样拉伸到指定的应变后, 立即卸载取出并用水淬冷。在单向拉伸试样标距内取样后使用树脂进行镶嵌, 经机械研磨后, 再用 10% 硝酸甲醇溶液进行化学抛光, 最后用 3% 苹果酸 + 2% ml 硝酸 + 蒸馏水溶液浸蚀。

收稿日期: 2004-01-08; 修订日期: 2004-04-15

作者简介: 张凯锋 (1951-) 男, 教授, 博士生导师, (E-mail)

d-l-yin2000@hit.edu.cn

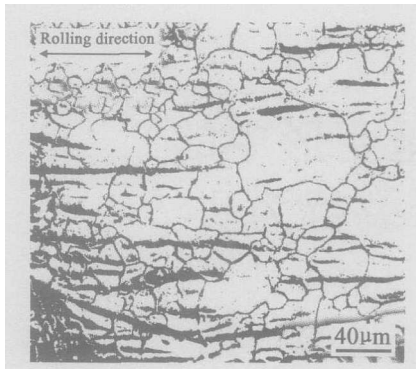


图1 挤压态 AZ31 镁合金的微观组织

Fig.1 Microstructure of hot-extruded AZ31 Mg alloy

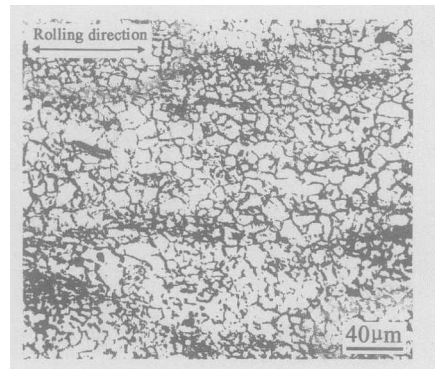


图2 热轧态 AZ31 镁合金的微观组织

Fig.2 Microstructure of hot-rolled AZ31 Mg alloy

2 结果与讨论

2.1 超塑变形中的微观组织演变

在 250 ~ 450℃ 温度范围, 初始应变速率 $\dot{\epsilon}_0$ 率为 $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的条件下, AZ31 镁合金的单向拉伸曲线如图 3 所示。其中 (a) 为拉伸力-伸长量曲线, (b) 为真实应力-真实应变曲线。可以看到, 随着温度的升高, AZ31 镁合金的延伸率不断增加, 当变形

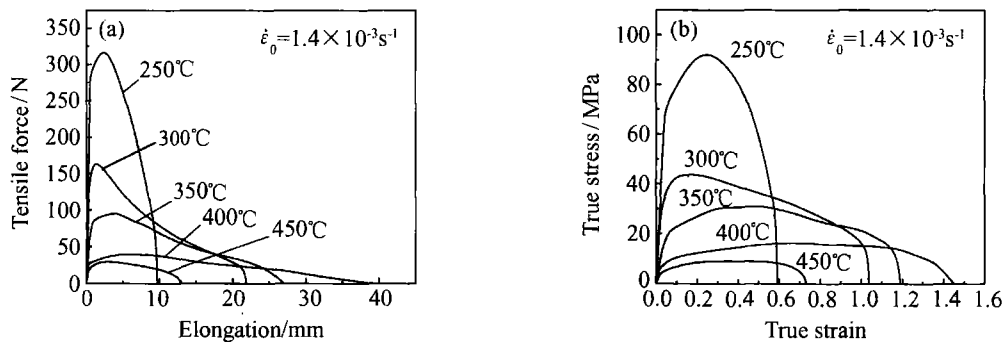


图3 不同温度下的拉伸曲线 (a) 拉伸力-伸长量曲线; (b) 真实应力-真实应变曲线

Fig.3 Tensile curves at various temperatures (a) tensile force vs elongation curves; (b) true stress vs true strain curves

图 4 为初始应变速率为 $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 温度分别为 250℃, 300℃, 350℃ 和 400℃, 试样拉断时的微观组织 (垂直方向为拉伸方向)。可以看出, 250℃ 下变形后的微观组织发生了明显的细化, 这是由于在此温度下 AZ31 镁合金发生了明显的动态再结晶^[5], 而变形仍然为一般的塑性变形。当温度由 300℃ 升至 400℃, 经过较大的超塑变形后, 平均晶粒尺寸略有增大, 晶粒沿着变形方向有所伸长, 但晶粒形状基本保持为等轴状, 表明在 300 ~ 400℃ 的温度范围内, AZ31 镁合金超塑性变形的机理为晶界滑移^[10], 而晶粒沿变形方向的略有伸长也表明 AZ31 镁合金超塑变形中伴有晶内滑移现象^[11]。

在温度为 400℃, 应变速率在 $0.7 \times 10^{-3} \sim 1.4 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 范围内的真实应力-真实应变曲线如图 5

温度从 250℃ 的升高到 300℃, AZ31 镁合金的延伸率从 80.8% 迅速增至 182.1% (图 3(a)), 同时流动应力显著下降 (图 3(b)), 这说明从 300℃ 开始, AZ31 镁合金表现出超塑性; 继续升温至 400℃, 最大延伸率达到 327.5%。当温度的继续增至 450℃, 由于高温氧化, AZ31 镁合金的延伸率急剧下降为 108.3%, 延伸率随温度的这种非单调变化表明 400℃ 是 AZ31 镁合金超塑变形的最佳温度。

所示。可以看出, 在较高的应变速率范围 $2.8 \times 10^{-2} \sim 1.4 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 内, 流动应力达到峰值之后迅速下降, 经较小的伸长量后断裂, 未出现超塑性变形所特有的准稳定变形阶段^[12], 该特点与较低温度下 (如 250℃) 的变形特征相似。

随着变形速度的继续降低, 流动应力明显下降, 而延伸率显著增大, 到初始应变速率为 $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时, 流动曲线呈现出明显的平稳性。继续降低应变速率至 $0.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时, 延伸率从 327.5% 增至 362.5% (图 6), 这说明低应变速率有利于提高热轧 AZ31 镁合金板的超塑性。为了更清楚地了解 AZ31 镁合金的超塑性变形行为, 对不同变形程度下的微观组织进行了观察。图 7 所示为 400℃, 初始应变速率为 $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 变形程度 δ 分别为 10%,

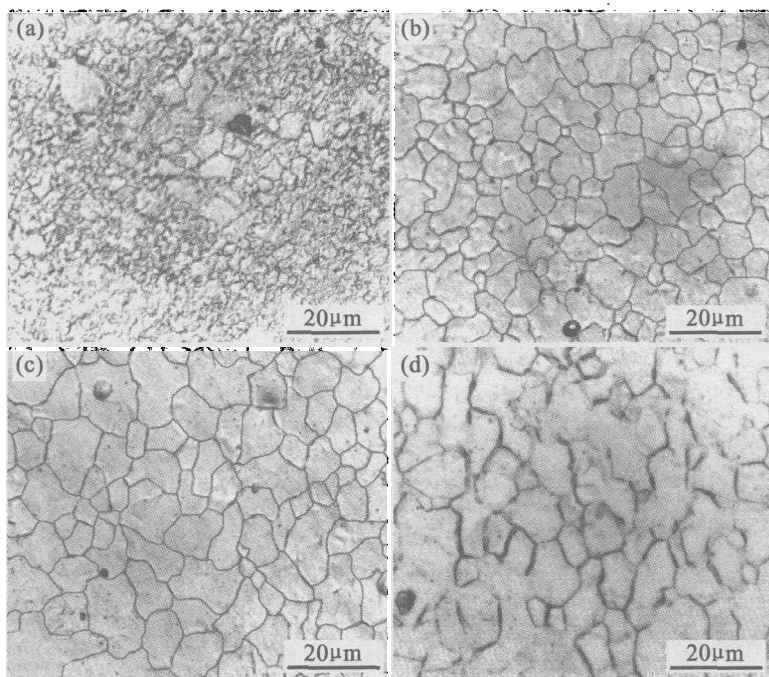


图 4 不同温度下拉伸试样断裂时的微观组织

Fig. 4 Microstructure of fractured specimens at various temperatures (a) 250°C ;(b)300°C ;(c)350°C ;(d) 400°C

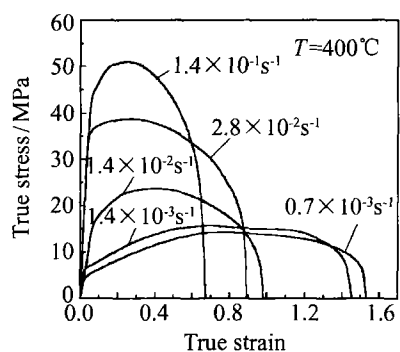


图 5 400°C ,不同应变速率下的真实应力-真实应变曲线
Fig. 5 True flow curves under various strain rates at 400°C

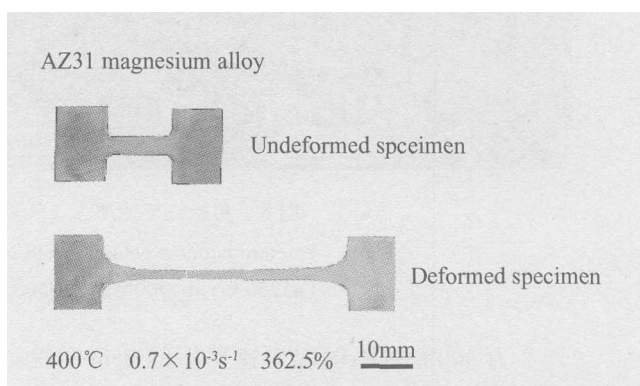


图 6 400°C ,应变速率为 $0.7 \times 10^{-3} s^{-1}$ 时得到最大延伸率 362.5%
Fig. 6 Elongation of 362.5% obtained under $0.7 \times 10^{-3} s^{-1}$ at 400°C

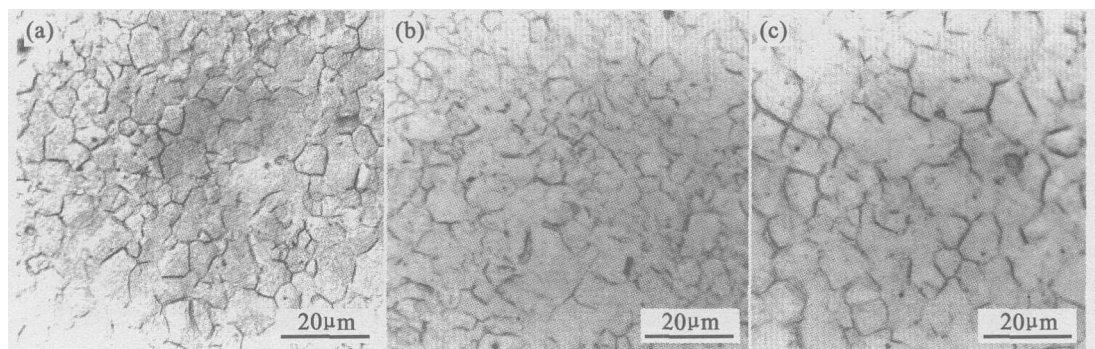


图 7 400°C ,应变速率为 $1.4 \times 10^{-3} s^{-1}$,不同变形程度下的微观组织
Fig. 7 Microstructures of AZ31 alloy of various deformation severity at $1.4 \times 10^{-3} s^{-1}$,400°C
(a) $\delta = 10\%$;(b) $\delta = 48.3\%$;(c) $\delta = 116.7\%$

48.3%和116.7%时的微观组织。可以发现,当变形量从10%(图7(a))增加到48.3%(图7(b))时,晶粒尺寸没有明显变化;当变形程度增加至116.7%时(图7(c)),晶粒发生了一定程度的长大,但晶粒的基本没有变化,仍保持为等轴状;这说明AZ31镁合金超塑变形的主要机制为晶界滑移,而晶粒的长大开始于超塑变形的中间阶段。

2.2 超塑变形中的断裂行为

初始应变速率为 $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$,不同温度下的断口形貌如图8所示。可以看出,250℃(图8(a))时的断口布满了大小不一,深度不同的等轴韧窝,为典型的韧窝聚合型断口。当温度上升至300℃(图8(b)),断口基本上还是韧窝聚合型断口,但韧窝的深度和直径明显大于250℃的断口。同时发现,在

等轴韧窝的边缘有一些细小的晶粒,说明发生了一定程度的沿晶断裂。当温度继续升至350℃(图8(c)),断口开始呈现明显的沿晶断裂特征,到400℃(图8(d))时,沿晶断裂的特征更加明显,且晶界滑移引起的晶间微小空洞连接成较大的空洞而导致断裂发生。这说明在超塑性温度范围内,随着温度的升高,断裂类型由韧窝型断裂转变为沿晶断裂,而300℃时的断裂正是从韧窝型断裂朝沿晶断裂过渡的中间温度。由于韧窝型断口基本上产生于位错塞积引起的应力集中^[13],因此可以认为AZ31镁合金在较低温度(如250℃)下的变形主要受位错运动控制,而随着温度的升高(300℃以上),原子扩散能力的增强,受扩散控制的晶界滑移开始取代了位错运动并开始主导AZ31镁合金的超塑性变形过程。

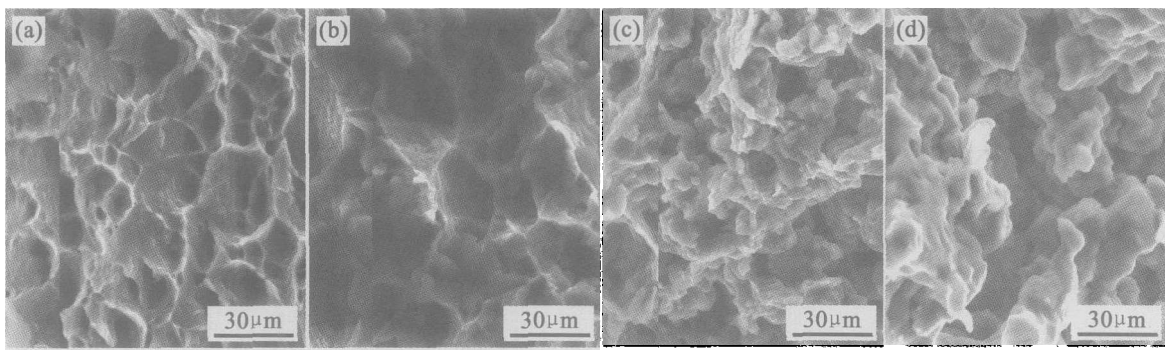


图8 初始应变速率为 $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$,不同温度下的断口形貌

Fig. 8 Fracture patterns obtained with strain rate of $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at various temperatures (a)250℃;(b)300℃;(c)350℃;(d)400℃

图9为400℃时不同应变速率下的断口形貌。可以看出,在较低的应变速率 $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (图9(a)),断裂类型为明显的沿晶断裂,断口处的晶粒基本为等轴晶。随着应变速率的增大至 1.4×10^{-2}

 s^{-1} (图9(b)),断口呈现出准解理的特征,出现了较多明显的撕裂棱和尺寸较小的空洞。当应变速率继续增大至 $1.4 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$,断口类型变为解理断裂,在断裂表面上有明显的解理纹。

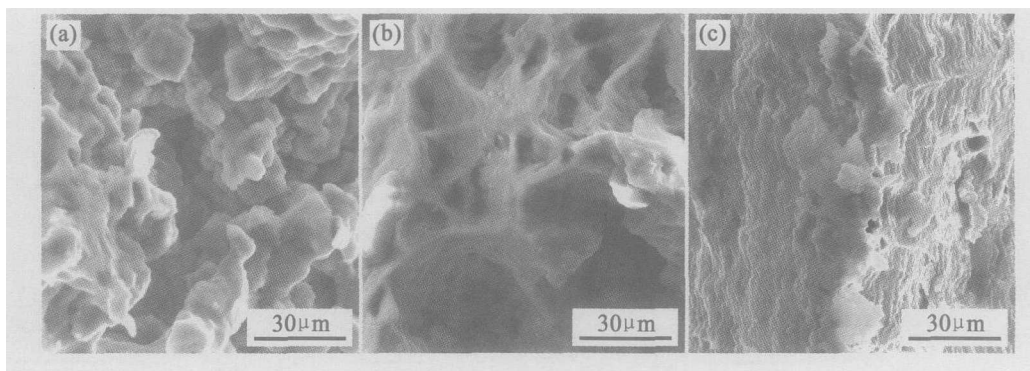


图9 温度为400℃,不同应变速率下的断口形貌

Fig. 9 Fracture patterns obtained with various strain rates at 400℃ (a) $1.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$;(b) $1.4 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$;(c) $1.4 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$

应变速率对断裂行为的影响表明,从沿晶断裂到解理断裂的转变是AZ31镁合金超塑变形中应变

速率敏感性的微观表现,而这种转变正是镁合金的超塑性变形的主导机制从低应变速率下的晶界滑移

转变为高应变速率下的晶内滑移的必然结果。

2.3 变形激活能的计算

通常,超塑性变形在稳态流动阶段遵循以下幂律行为^[14]:

$$\dot{\epsilon} = A \left(\frac{\sigma}{G} \right)^n \exp \left(- \frac{Q}{RT} \right) \quad (1)$$

式中, $\dot{\epsilon}$ 为应变速率, A 为材料常数, G 为剪切弹性模量, σ 为流动应力, n 为应力指数, Q 表示变形激活能, R 为气体常数, T 为绝对温度。从公式(1)可以导出

$$Q = nR \left(\frac{\partial \lg(\sigma/G)}{\partial (1/T)} \right) \quad (2)$$

式中, $n = 1/m$, m 为应变速率敏感性指数。其值可以根据不同应变速率下的流动曲线由下式确定

$$m = \frac{\partial \lg \sigma}{\partial \lg \dot{\epsilon}} \quad (3)$$

从图 10 可以看出,当温度从 250℃ 增加至 400℃,应力指数 n 值从 8.3 单调下降至 2.8,而应变速率敏感性指数 m 值从 0.12 上升到 0.36,这说明随着温度的升高,AZ31 镁合金的应变速率敏感性更加明显,抵抗缩颈的能力不断提高,超塑性能也不断增强。图 11 所示为 250 ~ 400℃ 的变形激活能。可以看出,AZ31 镁合金的变形激活能随着温度的升高而单调增加,从 250℃ 的 42.5kJ/mol 升高到 400℃ 的 76.9kJ/mol,接近于纯镁的晶界扩散激活能 92kJ/mol^[15],而远低于纯镁的自扩散激活能 136 kJ/mol^[16],这说明热轧细晶 AZ31 镁合金在超塑变形中的晶界滑移不是由晶内扩散控制,而是由晶界扩散控制。该结论与文献[8]中 AZ31 镁合金的变形机理图的预测结果一致。变形激活能随温度单调增加的特征还说明,随着温度的升高,AZ31 镁合金超塑变形中晶界滑移的控制方式有从晶界扩散向晶内扩散转变的趋势。

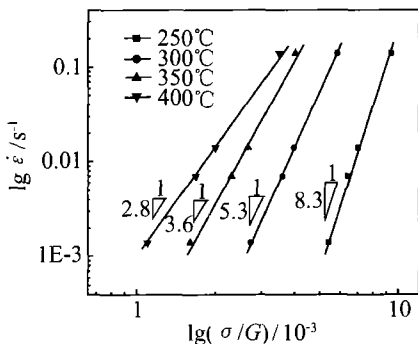


图 10 不同温度下的 $\lg \dot{\epsilon} - \lg(\sigma/G)$ 关系图

Fig. 10 $\lg \dot{\epsilon} - \lg(\sigma/G)$ relations at various temperatures

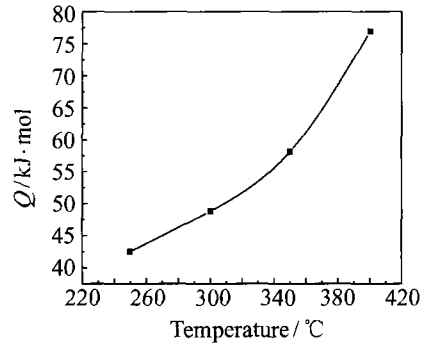


图 11 不同温度下的变形激活能

Fig. 11 Deformation activation energy values at various temperatures

3 结论

(1) 在 320℃ 的温度下对挤压态 AZ31 镁合金板进行热轧可获得具有良好细晶显微组织的 AZ31 镁合金板。

(2) 从 300℃ 开始,热轧 AZ31 镁合金开始表现出超塑性。在 400℃, $0.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的变形条件下,最大延伸率可达 362.5%,说明热轧 AZ31 镁合金板具有良好的超塑性能。

(3) AZ31 镁合金超塑性变形中的微观组织演变和变形激活能的计算结果表明,AZ31 镁合金超塑变形的的主要机制是由晶界扩散控制的晶界滑移。

(4) 随着温度的升高,AZ31 镁合金的断裂由韧窝聚合型断裂向沿晶断裂转变;随着应变速率的增大,AZ31 镁合金的断裂由沿晶断裂向解理断裂转变。尽管温度和应变速率对断裂行为的影响不同,但都说明了由晶界滑移变形机制产生的沿晶断裂是 AZ31 镁合金获得最佳超塑性能时的断裂方式。

参考文献:

- [1] PEREZ-PRADO M T, RUANO O A. Texture evolution during annealing of magnesium AZ31 alloy [J]. Scripta Materialia, 2002, 46 : 149 - 155.
- [2] TAKUDA H, YOSHII T, HATTA N. Finite-element analysis of the formability of a magnesium-based alloy AZ31 sheet [J]. Journal of Material Processing Technology, 1999, 89 - 90: 135 - 140.
- [3] DOEGE E, DRODER K. Sheet metal forming of magnesium wrought alloys-formability and process technology [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2001, 115: 14 - 19.
- [4] KITAZONO K, SATO E, KURIBAYASHI K. Internal stress superplasticity in polycrystalline AZ31 magnesium alloy [J]. Scripta Mater, 2001, 44: 2695 - 2702.
- [5] TAN J C, TAN M J. Dynamic continuous recrystallization characteristics in two stage deformation of Mg-3Al-1Zn al-

- loy sheet [J]. *Material Science and Engineering (A)*, 2003, 339: 124 - 132.
- [6] WU X, LIU Y. Superplasticity of coarse-grained magnesium alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2002, 46: 269 - 274.
- [7] 刘满平, 马春江, 王渠东, 等. 工业态 AZ31 镁合金的超塑性变形行为[J]. *中国有色金属学报*, 2002, 12(4): 797 - 801.
- [8] KIM W J, CHUNG S W, CHUNG C S. Superplasticity in thin magnesium alloy sheets and deformation mechanism maps for magnesium alloys at elevated temperatures[J]. *Acta mater*, 2001, 49: 3337 - 3345.
- [9] MOHRI T, MABUCHI M, NAKAMURA M. Microstructural evolution and superplasticity of rolled Mg-9Al-1Zn. *Materials Science and Engineering (A)*, 2000, 290: 139 - 144.
- [10] 陈浦泉. 组织超塑性[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社. 1988.
- [11] 林兆荣. 金属超塑性成形原理及应用[M]. 北京: 航空工业出版社. 1990.
- [12] 吴诗婷. 金属超塑性变形理论[M]. 北京: 国防工业出版社. 1997.
- [13] 航空航天工业部航空装备失效分析中心. 金属材料断口分析及图谱. 北京: 科学出版社, 1991.
- [14] GAIYEV A, KAIBYSHEV R, GOTTSTEIN G. Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60[J]. *Acta mater*, 2001, 49: 1199 - 1207.
- [15] FROST H J, ASHBY M F. *Deformation-mechanisms maps*. Oxford: Pergamon Press, 1982.
- [16] TAKUDA H, FUJIMOTO H, HATTA N. Modelling on flow stress of Mg-Al-Zn alloys at elevated temperatures [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 1998, 80 - 81: 513 - 516.

Microstructure Evolution and Fracture Behavior in Superplastic Deformation of Hot-rolled AZ31 Mg Alloy

ZHANG Kai-feng, YIN De-liang, WANG Guo-feng, HAN Wen-bo

(School of Material Science and Technology, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: Fine-grained AZ31 magnesium alloy sheets were prepared through hot rolling process. The super-plastic deformation behavior of hot-rolled AZ31 magnesium alloy was investigated at a temperature range 250 ~ 450°C and an initial strain rate range $0.7 \times 10^{-3} \sim 1.4 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$. Optical microscope and scanning electronic microscope (SEM) were employed to observe the microstructure evolution and fracture behavior in superplastic deformation of AZ31 Mg alloy and the values of deformation activation energy at various temperatures were calculated. It is shown that the hot-rolled AZ31 Mg alloy begins to exhibit superplasticity from 300°C and the maximum elongation of 362.5% is obtained at 400°C and an initial strain rate of $0.7 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. In the temperature range 300 ~ 400°C for superplastic deformation of AZ31 Mg alloy, the predominate deformation mechanism is grain boundary sliding (GBS) controlled by grain boundary diffusion and the influences of strain rates and temperatures on the fracture behavior of AZ31 Mg alloy are embodied by the transformation of deformation mechanism from intracrystalline slip to GBS.

Key words: AZ31 Mg alloy; superplastic deformation; microstructure evolution; fracture behavior