

搅拌摩擦加工 AZ31 细晶镁合金超塑性行为

高 雪, 张 郑, 王 文, 海敏娜, 贾少伟, 王快社

(西安建筑科技大学, 陕西 西安 710055)

摘 要: 借助搅拌摩擦加工工艺制备了 AZ31 细晶镁合金, 研究对比了原始母材和各种晶粒尺寸细晶镁合金的超塑性行为。结果表明: AZ31 板材平均晶粒尺寸由 7.67 μm 细化到 0.94~3.21 μm 。在 450 $^{\circ}\text{C}$, 应变速率 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 时原始母材最大延伸率为 630%, 搅拌摩擦加工后的材料最大延伸率为 405%, 说明晶粒尺寸与超塑性性能没有线性关系。超塑性变形机制主要是晶界滑移, 孪生对变形也有一定影响。断裂机制是晶间微小空洞的形成、长大和连接。

关键词: 搅拌摩擦加工; AZ31 镁合金; 超塑性

中图分类号: TG146.2⁺2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)07-1855-06

镁合金因其密度低、可再生、比强度和比刚度高等优点, 在航空航天、汽车、电子等行业得到广泛应用^[1]。但由于其密排六方晶体结构, 镁合金室温下塑性变形能力较差, 而 Mg-Al-Zn 系镁合金在高温下表现出良好的塑性^[2-7], 一般认为, 晶粒细小是获得超塑性的前提^[8], 搅拌摩擦加工 (Friction Stir Processing, FSP) 技术因其显著的晶粒细化能力得到关注。FSP 是在搅拌摩擦焊 (Friction Stir Welding, FSW) 的基础上发展起来的一种新型固态加工技术, 利用搅拌头造成加工区域材料的剧烈塑性变形、混合、破碎, 实现材料微观组织的细化、均匀化和致密化^[9-13]。在材料加工过程中采用冷却手段, 能在一定程度上抑制晶粒长大, 得到更细的组织^[14]。所以在冷却介质中 FSP, 能在搅拌区 (Stir Zone, SZ) 得到更细的组织^[15,16]。目前, 国内外已有不少文献^[4,5,17-20]报道了 AZ31 镁合金在一定温度和应变速率下表现出良好超塑性。但对于晶粒尺寸与超塑性的关系还未见详细报道, 本研究对 AZ31 镁合金板材进行循环水冷却条件下不同加工参数的 FSP, 制备出不同晶粒尺寸的细晶镁合金, 进行高温拉伸试验, 观察超塑性变形的断裂行为, 探究晶粒尺寸与超塑性性能的关系。

1 实 验

实验材料为 3 mm 厚 AZ31 镁合金轧制板材, 其化学成分见表 1。实验在改造的 X5032 铣床上进行, 冷却介质为循环水, 加工方向平行于轧制方向。搅拌头工具材料为 W18Cr4V, 形状为圆柱形, 轴肩直径为 12 mm, 搅拌针长 2.7 mm、直径为 3.2 mm。加工前,

表 1 AZ31 镁合金的化学成分
Table 1 Chemical compositions of AZ31 magnesium alloy ($\omega/\%$)

Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Mg
2.7	0.9	0.4	<0.01	0.004	<0.01	Bal.

用钢刷将板材表面刷干净, 用夹具将其紧压在垫板上, 并保持工件与搅拌头纵轴垂直, 加工过程中控制轴肩压入工件表面深度约为 0.2 mm。实验中选择 7 组旋转速度 (r/min)/ 前进速度 (mm/min) 进行加工, 分别为 475/118、600/118、750/150、750/60、750/30、950/118、1500/118。在垂直于加工方向的横截面上制取金相试样, 腐蚀剂为 5 g 苦味酸+5 mL 乙酸+90 mL 乙醇+10 mL 蒸馏水, 用 OLYCIA m3 金相显微镜观察显微组织, 用 JEM-200CX 透射电镜观察第二相粒子的形态和分布, 采用截线法测量平均晶粒尺寸。拉伸试样垂直于 FSP 加工方向制备, 其尺寸如图 1 所示, 厚 2 mm。用 Instron 8801 型拉伸机进行高温拉伸试验, 拉伸温度为 350~450 $^{\circ}\text{C}$, 应变速率为 $5 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 。用 JSM- 6460 钨灯丝扫描电镜进行拉伸断口分析。

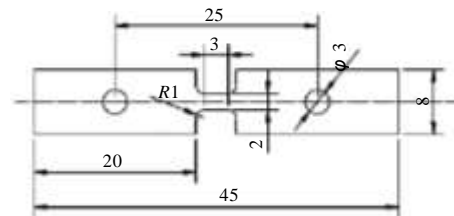


图 1 拉伸样尺寸

Fig.1 Size of tensile specimen (mm)

收稿日期: 2015-07-01

基金项目: 国家自然科学基金 (51274161, U1360105); 西安建筑科技大学青年科技基金 (QN1303)

作者简介: 高 雪, 女, 1989 年生, 硕士生, 西安建筑科技大学冶金工程学院, 陕西 西安 710055, E-mail: gaouxexuat@163.com

2 结果与分析

2.1 微观组织

图 2 为热轧 AZ31 镁合金板的原始显微组织和循环水冷却条件下 FSP 后 SZ 区的显微组织, 原始晶粒为尺寸不均匀的等轴晶粒, 平均晶粒尺寸为 $7.67 \mu\text{m}$ 。可以看出, 采用不同的旋转速度、前进速度在循环水冷却条件下 FSP 制备出了具有不同晶粒尺寸的细晶镁合金, SZ 区晶粒为均匀细小的等轴状再结晶晶粒 (平均晶粒尺寸详见表 2)。图 3 为参数 600/118 和 750/60 试样的 SZ 区透射电镜照片。可以看到材料为均匀细小的等轴晶, 在晶界处有片状 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 粒子, 在晶内和晶界处都分布有杆状 (Al, Mn) 粒子, 且在晶粒内部有大量的位错缠绕, 与 Shi Guodong 等^[17]的研究结果相符。

2.2 高温拉伸性能

图 4 为拉伸试样宏观形貌。拉伸结果见表 2。对比经过 FSP 的材料延伸率, 发现在本实验制备的晶

粒尺寸 ($0.94\sim 3.21 \mu\text{m}$) 范围内, 晶粒尺寸与超塑性非线性关系, 延伸率并没有随着晶粒的细化而增大, 且出现晶粒尺寸接近时延伸率差距较大的情况。母材在 $450 \text{ }^\circ\text{C}$, 应变速率 $5\times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下延伸率达到 630%, 为本实验取得最大延伸率, 对比母材与经过 FSP 的材料延伸率, 更进一步证明晶粒尺寸与超塑性非线性关系。A. Mohan 等^[4]对热轧 AZ31 板材进行 2 道次重合 FSP, SZ 区晶粒尺寸为 $0.8 \mu\text{m}$, 进行超塑性试验, 试样在 $210 \text{ }^\circ\text{C}$ 和应变速率 $1\times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的变形条件下延伸率达到 257%。张凯锋等^[18]对晶粒尺寸为 $4.5 \mu\text{m}$ 的热轧 AZ31 板材进行超塑性试验, 试样在 $400 \text{ }^\circ\text{C}$, $0.7\times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的变形条件下, 延伸率达到 362.5%。Zhang Datong 等^[19]对热轧 AZ31 板材进行 FSP, SZ 区晶粒尺寸为 $11.4 \mu\text{m}$ 。试样在 $450 \text{ }^\circ\text{C}$, $5\times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的变形条件下延伸率达到 1050%。Liu Manping 等^[20]对晶粒尺寸为 $37.5 \mu\text{m}$ 的挤压态 AZ31 镁合金进行超塑性试验, 试样在 $400 \text{ }^\circ\text{C}$, $3\times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ 的变形条件下延伸率达到

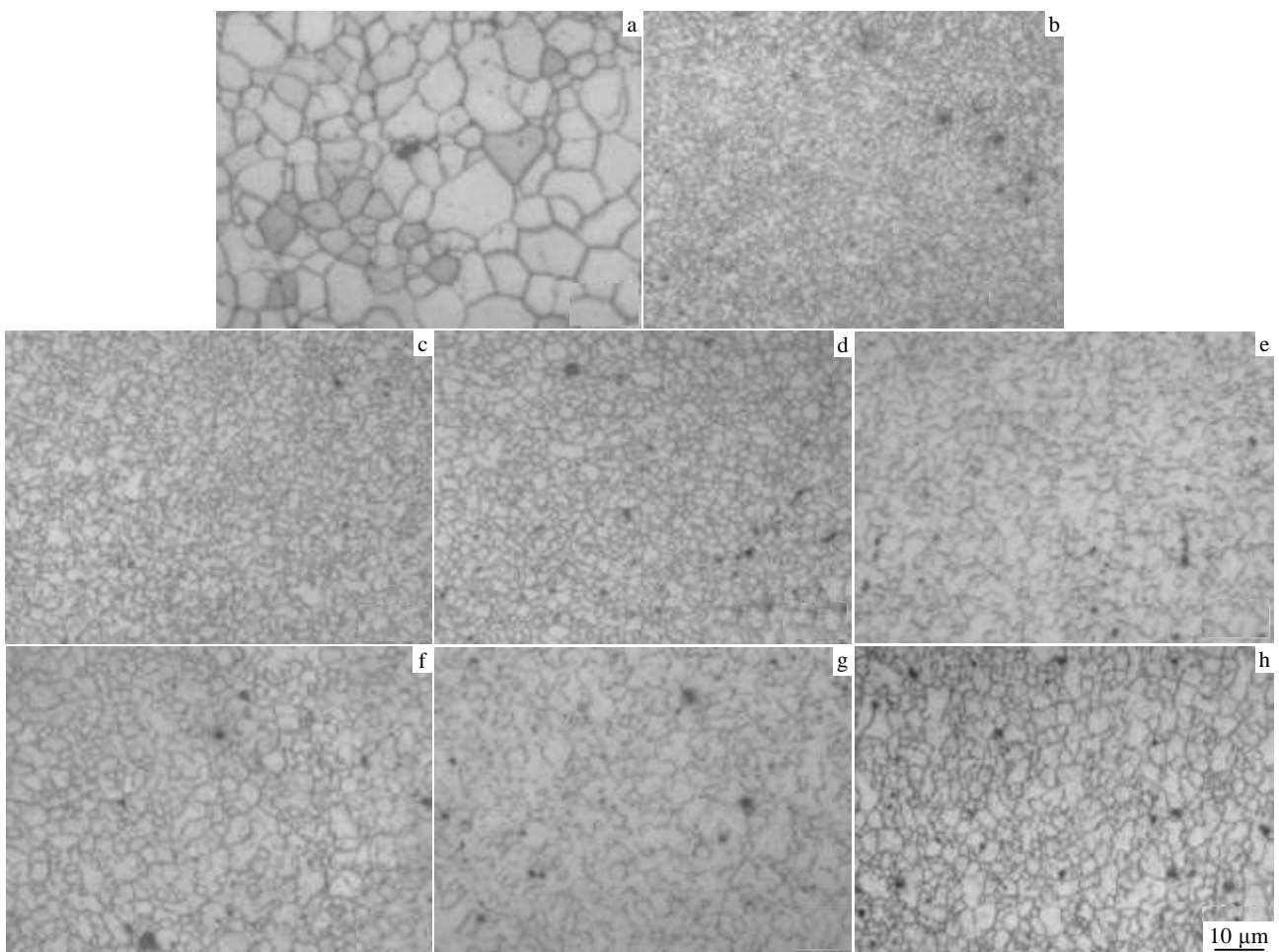


图 2 AZ31 母材 (BM) 和 FSP 后 SZ 区显微组织

Fig.2 Microstructures of BM and FSP specimen in SZ: (a) BM, (b) 475/118, (c) 600/118, (d) 750/150, (e) 750/60, (f) 750/30, (g) 950/118, and (h) 1500/118

表 2 AZ31 镁合金高温拉伸结果
Table 2 Superplasticity of AZ31 Mg alloy

FSP parameter/ $r \text{ min}^{-1} / \text{mm min}^{-1}$	Initial grain size/ μm	TEMP / $^{\circ}\text{C}$	Strain rate / $\times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$	EL/%
BM	7.67	450	5	630
			10	595
			5	405
475/118	0.94	450	10	320
			100	150
			5	350
600/118	1.35	450	10	300
			5	220
			10	148
750/150	1.62	450	5	160
			10	120
			5	235
750/60	2.26	450	10	300
			100	95
			5	210
750/30	2.77	450	10	130
			5	90
950/118	2.95	450	10	70
			5	145
1500/118	3.21	450	10	160



图 4 拉伸试样宏观形貌

Fig.4 Macrograph of tensile specimens at 450 °C with strain rate of $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

与材料的结构、析出相、热稳定性等因素有关^[22]。

图 5 为 AZ31 镁合金的流变应力与应变速率关系曲线。流变应力为真应变 0.2 时的真应力。应变速率敏感系数 m 是衡量材料超塑性变形能力的一个重要指标,通常将 $m > 0.3$ 的变形过程定义为超塑性变形^[23,24]。从图中可以看出,在 450 °C 时,除了 750/150, 950/118 和 1500/118, 其他参数都达到超塑性, 应变速率敏感系数 m 最大值 0.633 为参数 475/118 在 450 °C 时获得, 此时流变应力为 7.4 MPa。

2.3 断裂行为

图 6 为参数 475/118, 600/118, 750/60 试样在 450 °C, 应变速率 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下拉伸断裂后 SZ 区显微组织。可以看到经过高温拉伸, 这 3 个参数在 SZ 区出现大量细长的孪晶, 表明孪生对变形产生了影响。图 7 为母材, 475/118, 600/118 试样在 450 °C, 应变速率 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下, 拉伸断口断裂处显微组织。拉伸方向为水平方向。由图可知, 经过高温拉伸后, 晶粒依然保持等轴状, 但晶粒长大, 平均晶粒尺寸依次为 15.59、15.12、15.35 μm 。母材在 450 °C 下被拉伸 3.5 h 后延伸率达到最大 630%, 而参数 475/118 试样在 450 °C 下被拉伸 2.37 h 后达到最大延伸率为 405%, 说明母材虽然初始晶粒尺寸较大, 但热稳定性比 FSP 后的材料更好。从图中可以清楚的看到空洞, 在超塑性变形过程中空洞不断聚集, 表明晶界滑移在拉伸中起重要作用, 晶界滑移引起的晶间空洞的形成、长大、连接, 最终导致断裂发生。

图 8 为拉伸断口 SEM 照片。可以看出断裂面由许多大小不同连成网状的等轴空洞组成。由图 8a、8b 可知, 350 °C 下空洞数量较多体积较小, 450 °C 下空洞数量较少体积较大。说明在实验温度范围内, 温度升高, $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 溶解留下的空洞在外力作用下不断扩展导致断裂, 断口由韧窝断裂变为沿晶断裂。由图 8c、8d 可知, 450 °C 时, 在较低应变速率 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 下, 断

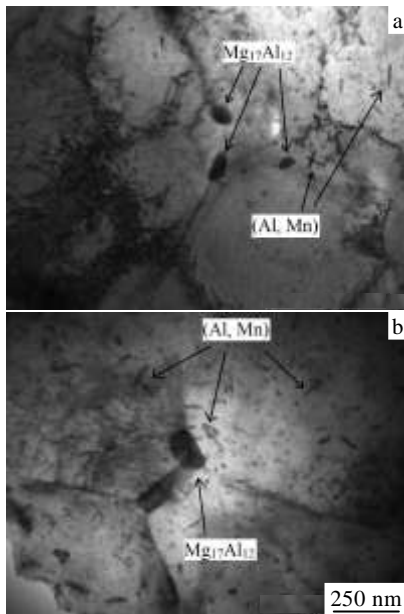


图 3 参数 600/118 和 750/60 的 S2 区 FSP 试样 TEM 照片

Fig.3 TEM images of FSP specimen in S2: (a) 600/118 and (b) 750/60

314%, 通过本试验及参考以往报道^[4,18-20]的结果证明, 晶粒细小虽然是取得超塑性的前提, 但对于 AZ31, 晶粒尺寸与超塑性不是线性关系, 并非晶粒越细超塑性越好。王赛香等^[21]在热轧 MB8 镁合金超塑性研究中也认为并非晶粒越细小合金超塑性能力越强, 这可能

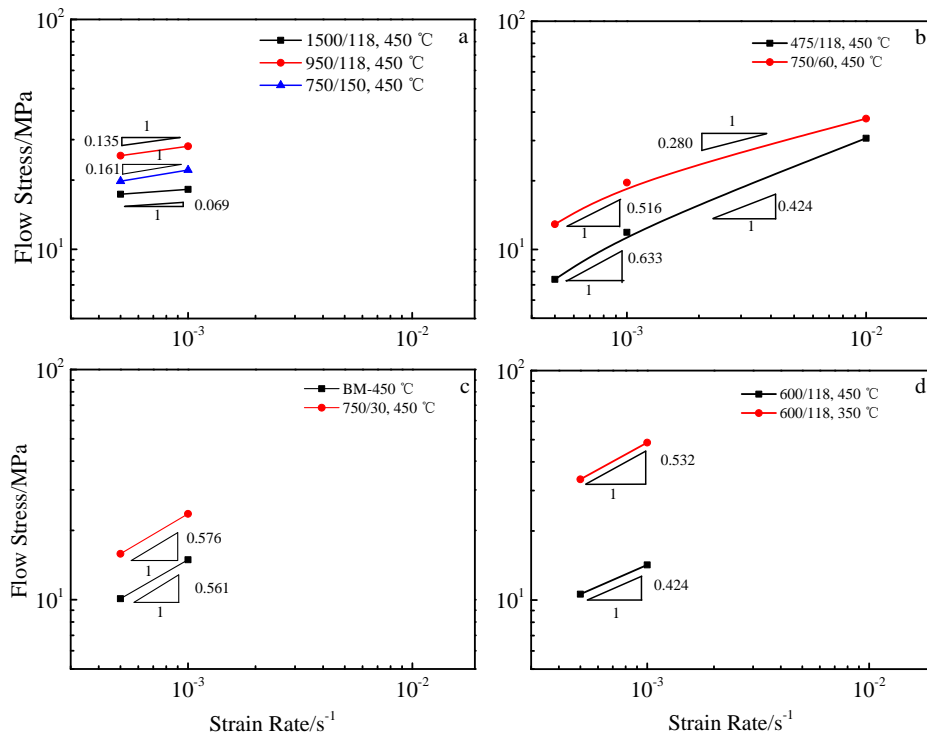


图 5 母材和 FSP 试样的流变应力与应变速率曲线

Fig.5 Flow stress of BM and FSP specimens: (a) 950/118, 750/150, 1500/118; (b) 750/60, 475/118; (c) 750/30, BM; (d) 600/118

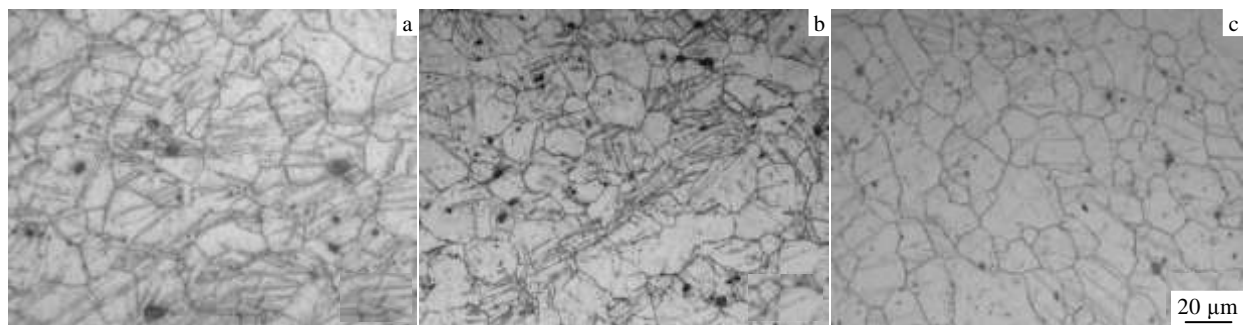


图 6 FSP 试样拉伸断裂后 SZ 区显微组织

Fig.6 Optical microstructures of FSP specimens in SZ after tensile test at 450 °C with strain rate of $5 \times 10^{-4} s^{-1}$: (a) 475/118, (b) 600/118, and (c) 750/60

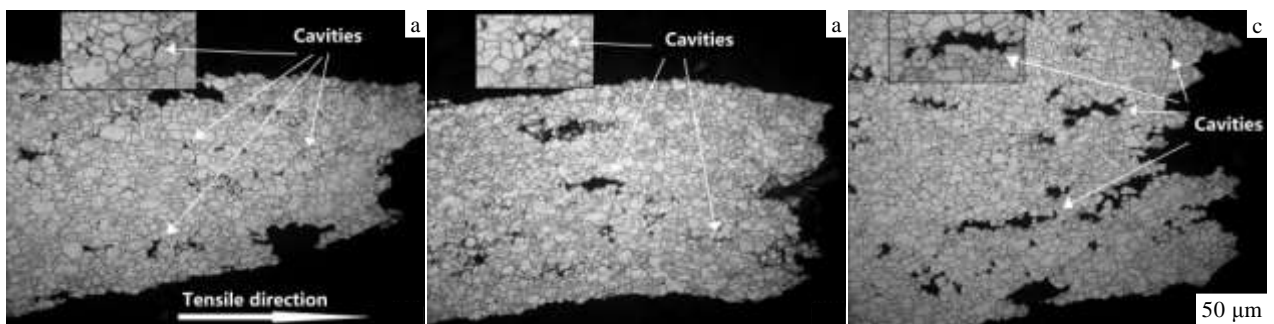


图 7 试样拉伸断裂后显微组织

Fig.7 Optical microstructures of specimens after tensile test at 450 °C with strain rate of $5 \times 10^{-4} s^{-1}$: (a) BM, (b) 475/118, and (c) 600/118

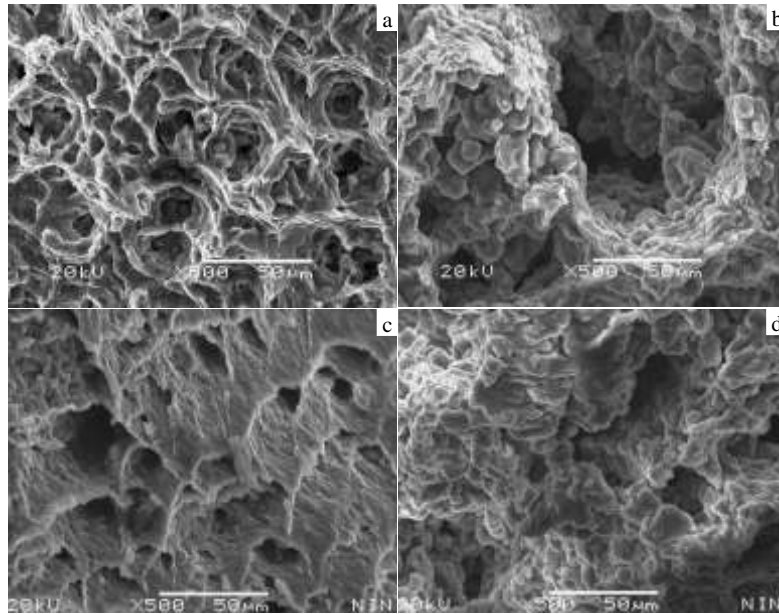


图8 600/118 试样和 750/60 试样拉伸断口扫描电镜照片

Fig.8 SEM morphologies of 600/118 specimen with strain rate of $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ at 350 °C (a) and 450 °C (b); SEM morphologies of 750/60 specimen at 450 °C with strain rate of $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ (c) and $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ (d)

口类型为沿晶断裂, 应变速率增大至 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$, 断口类型为解理断裂, 在断裂表面上有解理纹, 说明随着应变速率的增大, 断口由沿晶断裂转变为解理断裂。

3 结 论

1) FSP AZ31 细晶镁合金在本实验范围内可产生良好的超塑性, 原始母材比经过 FSP 的材料超塑性更好。晶粒尺寸与超塑性非线性关系, 并非晶粒越细超塑性越好, 这可能与材料的织构、析出相、热稳定性等因素有关。

2) 原始母材在 450 °C, 应变速率 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 时达到最大延伸率 630%。经过 FSP 的镁合金中, 参数为 475/118 的试样在 450 °C, 应变速率 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 时达到最大延伸率 405%。应变速率敏感系数 m 最大值为 0.633。

3) AZ31 镁合金的超塑性变形机制主要是晶界滑移, 孪生对变形也有一定影响。合金在超塑性变形过程中发生了晶粒长大。断裂机制是晶界滑移引起的晶间微小空洞的形成、长大和连接。高温拉伸断口随着温度升高由韧窝断裂转变为沿晶断裂, 随着应变速率增大由沿晶断裂转变为解理断裂。

参考文献 References

[1] Chen Zhenhua(陈振华). *Wrought Magnesium Alloys(变形镁合金)*[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005: 1

- [2] Chai Fang, Zhang Datong, Li Yuanyuan *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2013, 568: 40
- [3] Zhang Datong, Wang Saixiang, Qiu Chen *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2012, 556: 100
- [4] Mohan A, Yuan W, Mishra R S. *Materials Science & Engineering A*[J], 2013, 562: 69
- [5] Wang Q F, Xiao X P, Hu J *et al. Proceedings of Sino-Swedish Structural Materials Symposium*[J], 2007, 14(5): 167
- [6] Chai Fang, Zhang Datong, Zhang Weiwen *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 590: 80
- [7] Wang Qudong, Wei Yinhong, Chino Y *et al. Rare Metals*[J], 2008, 27(1): 46
- [8] Gao Xue(高雪), Zhang Zheng(张郑), Wang Kuishe(王快社) *et al. Materials Review(材料导报)*[J], 2014, 28(5): 138
- [9] Huang Chunping(黄春平), Ke Liming(柯黎明), Xing Li(邢丽) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2011, 40(1): 183
- [10] Ma Z Y. *Metallurgical and Materials Transactions*[J], 2008, A39: 642
- [11] Mishra R S, Ma Z Y. *Materials Science and Engineering*[J], 2005, 50(1-2): 1
- [12] Wang Kuishe(王快社), Wang Wen(王文), Guo Wei(郭韡) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2010, 39(7): 1275
- [13] Wang Wen(王文), Wang Kuishe(王快社), Guo Wei(郭韡)

- et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2012, 41(9): 1522
- [14] Thomas W M, Nicholas E D, Needham J C *et al. US Patent*, 5460317[P]. 1995
- [15] Chai Fang(柴方), Zhang Datong(张大童), Zhang Wen(张文) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2012, 32(4): 32
- [16] Basil Darras, Emad Kishta. *Materials and Design*[J], 2013, 47: 133
- [17] Shi Guodong, Qiao Jun, He Ming *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2013, 23(7): 1796
- [18] Zhang Kaifeng(张凯锋), Yin Deliang(尹德良), Wang Guofeng(王国峰) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2005, 25(1): 5
- [19] Zhang Datong, Xiong Feng, Zhang Weiwen *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2011, 21: 1911
- [20] Liu Manping, Ma Chunjiang, Wang Qudong *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2002, 12(4): 797
- [21] Wang Saixiang(王赛香), Zhang Datong(张大童), Zhang Wen(张文) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment* (材料热处理学报)[J], 2012, 9(33): 17
- [22] Shanga L, Yuea S, Vermab R *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(10-11): 3761
- [23] Liu Qin(刘勤). *Superplasticity of Metal*(金属的超塑性)[M]. Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press, 1989: 145
- [24] Wu Shibe(吴诗悖). *Metal Superplastic Deformation Theory* (金属超塑性变形理论)[M]. Beijing: National Defence Industry Press, 1997: 32

Superplasticity of Fine-grained AZ31 Magnesium Alloy Prepared by Friction Stir Processing

Gao Xue, Zhang Zheng, Wang Wen, Hai Minna, Jia Shaowei, Wang Kuaishe
(Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, China)

Abstract: AZ31 magnesium alloy with fine-grained microstructure was prepared by friction stir processing (FSP). The superplasticity of base metal (BM) and fine-grained AZ31 magnesium alloy with different grain sizes were compared. The results show that microstructure of the AZ31 hot-rolled plate with an average grain size of 7.67 μm is refined to 0.94~3.21 μm . The maximum elongation of the BM is 630% at 450 $^{\circ}\text{C}$ and $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, while that of the FSP AZ31 alloy is 405% in the same situation, indicating there is no linear relationship between grain size and superplastic performance. Superplastic deformation mechanism is mainly grain boundary sliding, and twin crystal also affects the deformation. The failure mechanism is cavity generation, growth and coalescence.

Key words: friction stir processing; AZ31 magnesium alloy; superplasticity

Corresponding author: Gao Xue, Candidate for Master, School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture and Technology, Xi'an 710055, P. R. China, E-mail: gaouxexuat@163.com