

经电脉冲处理的轧制 AZ31 镁合金组织与性能演变

李贝贝^{1,2,3,4}, 樊建锋^{1,2,3,4}, 曾 勋⁴, 张 华^{1,2,3}, 张 强^{1,2,3},
王晓丹⁴, 董洪标³, 许并社³

(1. 太原理工大学 新材料界面科学与工程教育部重点实验室, 山西 太原 030024)

(2. 太原理工大学 先进镁基材料山西省重点实验室, 山西 太原 030024)

(3. 太原理工大学 山西省新材料工程技术研究中心, 山西 太原 030024)

(4. 太原理工大学 材料科学与工程学院, 山西 太原 030024)

摘 要: 利用超景深显微镜、扫描电镜 (SEM)、电子背散射衍射 (EBSD) 研究了高能量脉冲电流对 10%、15%、20% 不同轧制变形量 AZ31 镁合金组织演化与力学性能的影响。当变形量为 20% 的轧制板材经电流密度为 $4.16 \times 10^9 \text{ A/m}^2$ 、脉宽为 30 μs 、频率为 100 Hz 的脉冲电流处理 10 min 后, 平均晶粒尺寸由 150 μm 细化至 20 μm , 抗拉强度提升至 265 MPa, 伸长率可达 19.7%。同时, 分析了此实验参数下电脉冲处理过程中热效应与非热效应对再结晶的影响, 发现热效应在再结晶过程中占主导作用, 并揭示了非热效应的作用机理。

关键词: AZ31 镁合金; 脉冲电流处理; 形核; 再结晶

中图分类号: TG146.2²

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)09-2695-07

镁合金具有优良的物理化学性能, 例如低密度、高比强度和比刚度、高的导热系数、良好的电磁屏蔽性和极高的震动阻尼容量^[1]等, 这使其在汽车、航天、电子等领域具有极其重要的应用价值和广阔的应用前景。但是由于其密排六方晶体结构与合金中缺乏有效的强化相, 镁合金的成形性及力学性能较差, 从而限制了其更广泛的应用^[2]。

电脉冲处理具有加热速率快, 处理时间短等诸多优点, 被广泛用于材料的组织处理和性能改性, 具有广阔的应用前景^[3,4]。Conrad 等人^[5,6]研究发现对 Cu 进行电脉冲处理后, 可以增加其再结晶过程中的形核率, 从而显著细化再结晶晶粒。Liu 等人^[7]发现电脉冲处理可以增强 Fe 基形状记忆合金的形状记忆效应, 这是由于电脉冲处理加速了 NbC 碳化物的沉淀。Song^[8]研究了电脉冲处理对冷轧 TA15 钛合金板材力学性能的影响, 他们发现电脉冲处理可以引起局部再结晶, 这引起了伸长率的显著增大。Qin 等人^[9]使用电脉冲处理变形珠光体钢丝, 在室温下通过强密度短时电流脉冲得到了尺度约为 30 nm 的超细渗碳体颗粒。Xu 等人^[10]使用电脉冲处理冷轧 AZ31 板材获得了超细晶, 这是由于电脉冲加速了位错的增殖和吞并而产生了更

大的空位迁移。Jiang 等人^[11]分析了电脉冲处理对冷轧 AZ91 板材微观组织的影响以及织构的演变, 发现电脉冲产生的热效应与非热效应共同作用引起了再结晶从而弱化了变形组织。Du^[12]将电脉冲作用于经 ECAP 处理过的 AZ31 合金, 改善了微观组织。

电脉冲处理产生了热效应与非热效应, 但两者的作用机制尚不明确。尤其是关于电脉冲处理非热效应的研究较少, 本研究通过利用高密度、高空占比脉冲电流处理轧制变形 AZ31 镁合金, 在极大程度上抑制了其热效应, 重点研究了电脉冲的非热效应对变形镁合金微观组织与力学性能的影响, 讨论了非热效应的作用机理。

1 实 验

实验材料为 3 mm 厚的商用 AZ31 镁合金板材 (3.1%Al, 0.9%Zn, 0.4%Mn, 其余为 Mg, 质量分数), 先将原始板材加热至 345 °C 保温 1 h 后随炉冷却, 使其组织均匀化。随后, 使用 BKD $\Phi 130$ 型同步双辊轧机对均匀化后的板材进行轧制, 轧制温度为室温, 轧制道次为一道次, 不同试样的下压变形量为分别为 10%、15%、20%。接下来将经过轧制变形的 AZ31

收稿日期: 2016-09-13

基金项目: 国家自然科学基金 (51504162, 50901048, 51174143); 教育部新世纪优秀人才支持计划 (NCET-12-1040); 山西省自然科学基金 (2015011033, 2015021073); 教育部科学技术研究重点项目 (2012017); 山西省高等学校科技创新项目 (2014118); 山西省留学人员科技活动择优资助项目; 太原理工大学 2014 年校专项/青年基金 (2014TD016)

作者简介: 李贝贝, 男, 1990 年生, 硕士, 太原理工大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030024, E-mail: libb@boe.com.cn

板材利用 DK77 型电火花线切割机加工成长 80 mm、宽 1 mm 的长条试样为后续电脉冲处理做准备。在电脉冲处理前,将试样打磨光洁,去除表面氧化皮,保证 3 个不同变形量的试样尺寸保持一致,厚度方向均为 2.4 mm,使试样与铜电极之间有良好的导电性。然后将试样硬连接在两个铜电极之间,高能脉冲电流由一台定制 JX-HP 型电源产生。同时通过一台 RIGOL DS1052E 示波器监测实验过程中各参数的变化。各试样处理参数如表 1 所示。利用表面热电偶对电脉冲处理的试样进行温度监测,测量位置如图 1 所示。并利用实验中所测得温度对轧制试样进行对比热处理实验,研究电脉冲处理过程中热效应对试样组织的影响。

采用 VHX-2000 型超景深光学显微镜对经过电脉冲处理之后的轧制试样进行组织观察,选用苦味酸腐蚀剂进行腐蚀。利用配置了电子背散射(EBSD)探头的 MIRA3 扫描电子显微镜(SEM)对试样进行 EBSD 分析,选用商用 AC_{II} 电解液进行电解腐蚀。室温拉伸试验在 SUNS 万能试验机上完成,并用 MIRA3 扫描电子显微镜(SEM)进行断口分析。

2 实验结果

2.1 AZ31 轧制组织

AZ31 镁合金均匀化热处理后以及不同变形量的轧制变形显微组织如图 2 所示,可以看出,对板材进行 345 °C 保温 1 h 的均匀化处理后,其组织为粗大的等轴晶(图 2a),平均晶粒尺寸约为 130 μm。经过 10% 变形量的轧制后,图 2b 可以看出,晶粒内部大部分是未变形组织,同时产生了少量的变形孪晶,随着轧制变形量进一步增加至 20% (图 2c、图 2d),孪晶数量也随之增加,并且变形孪晶的交叠变得严重。在局部的晶界处也产生了少量的再结晶晶粒(图 2e),这是由于在轧制过程中因强烈塑性变形产生大量晶体缺陷使局部能量升高,导致合金内部通过应变诱导晶界迁移机制发生动态再结晶^[5]。

图 3 是不同轧制变形量的 AZ31 合金经电脉冲处理之后的金相显微组织图。试样 1 经电脉冲处理后,孪晶内部发生了再结晶,部分再结晶晶粒沿着孪晶界生长成类似带状晶粒,整体仍呈现原始孪晶的取向特性。试样 2 在延长电脉冲脉宽后,基本形成了等轴晶,也有很少量的扁条状的晶粒,显微组织均匀性较差,这是由于变形量较低,产生的变形孪晶数量少,而再结晶晶粒与原始晶粒尺寸相差较大,使得其均匀性不佳。当变形量提高至 15% 之后,试样 3 孪晶内部的再

表 1 脉冲处理实验参数

Table 1 Electropulsing parameters of samples

Sample number	Frequency /Hz	Duration /μs	Current density/ × 10 ⁹ A m ⁻²	Duty ratio	Processing time/min	Deformation ratio/%
1	100	25	4.16	0.0025	10	10
2	100	30	4.16	0.003	10	10
3	100	25	4.16	0.0025	10	15
4	100	30	4.16	0.003	10	15
5	100	25	4.16	0.0025	10	20
6	100	30	4.16	0.003	10	20

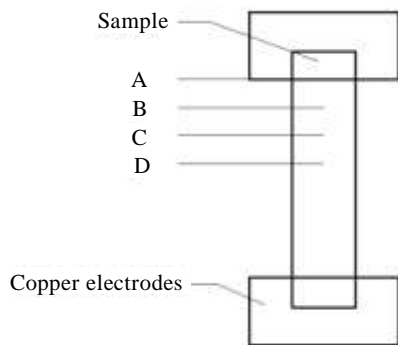


图 1 电脉冲处理过程中试样测温示意图

Fig.1 Schematic view of temperature measurement on samples during EPT processing

结晶晶粒与试样 1 相比更加细小,再结晶晶粒的平均尺寸约为 6 μm,变形量进一步提高至 20% 后,试样 5 孪晶内部形成的再结晶晶粒的平均尺寸约为 2 μm。当电脉冲处理脉宽增加至 30 μs 时,不同变形量的 3 个试样相对于 25 μs 的脉宽处理参数再结晶程度更高,无畸变的再结晶晶粒进一步取代了初始的变形组织。但试样 2 与试样 4 由于其变形量不高,组织中仍存在一部分扁条状的再结晶晶粒,在某些区域呈择优取向。轧制变形量为 20% 时,试样 6 的均匀性有了很大的改善,平均晶粒尺寸约为 20 μm。

为了进一步研究再结晶情况,取试样 4 与试样 6 进行 EBSD 分析如图 4 所示。图中,粗实线代表角度大于 15° 的大角度晶界(High angle boundaries, HAB),

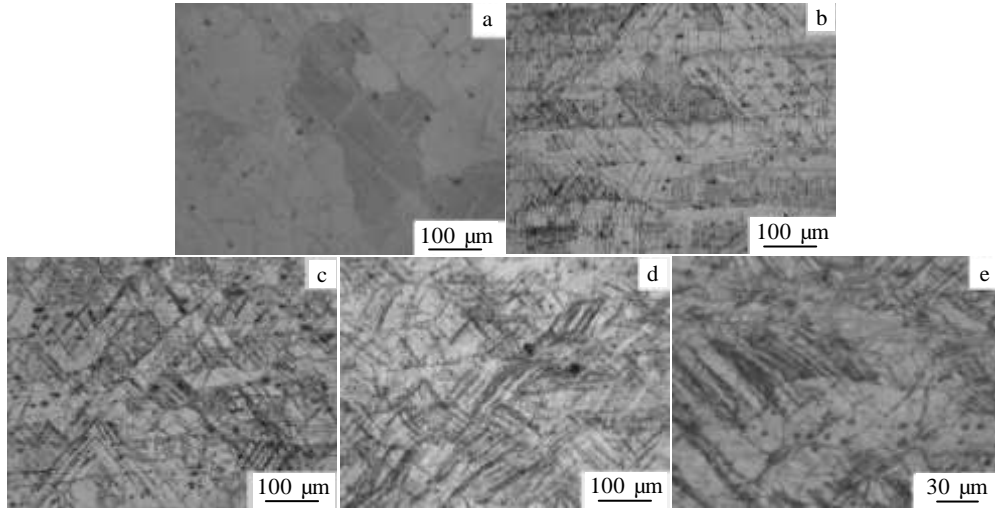


图 2 AZ31金相显微组织

Fig.2 Optical microstructures of AZ31 alloy: (a) after homogenization heat treatment, (b) rolling deformation ratio with 10%, (c) rolling deformation ratio with 15%, and (d, e) rolling deformation ratio with 20%

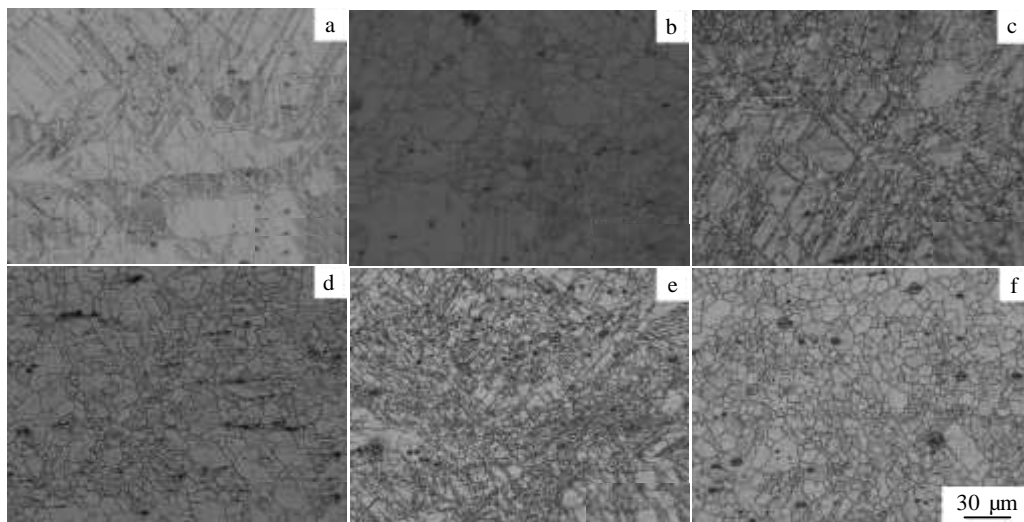


图 3 脉冲处理试样的金相显微组织

Fig.3 Optical microstructures of AZ31 alloy samples during electropulsing treatment: (a) sample 1, (b) sample 2, (c) sample 3, (d) sample 4, (e) sample 5, and (f) sample 6

细实线代表角度小于 15° 的小角度晶界(Low angle boundaries, LAB)。可以看出, 试样 4 的小角度晶界的占比依然非常大, 虽然出现了很多再结晶晶粒, 但整体上小角度晶粒所占比重仍很大, 而且在 85° 附近比例也很高, 这正是拉伸孪晶出现的角度^[13], 从 EBSD 图上也可以看出, 部分晶粒内部仍存在少量扁条状的晶粒, 由此可以推断 15% 变形量的板材在经 30 μs 电脉冲处理之后, 仍然有部分的拉伸孪晶没有再结晶。而当变形量提高至 20% 后, 可以发现在试样 6 内部无畸变的等轴晶占大部分, 平均晶粒尺寸约为 20 μm,

这与上述金相组织分析相符, 且大角度晶界的比例增加, 小角度晶界的比例减小, 取向差分布更加趋于均匀化。此外 85° 附近的角度的占比与试样 4 相比已大幅减小, 由此可以判断, 试样 6 的再结晶过程更为完全, 其变形组织基本被再结晶晶粒完全取代。

图 5 是 AZ31 板材经电脉冲处理之后 {0001} 基面织构极图(X0 为 TD 方向, Y0 为 RD 方向)。可以看出试样 4 依然保留了 {0001} 基面织构, 而试样 6 就进一步削弱了 {0001} 基面织构, 基面织构强度从 22.59 降低至 9.10, 这与之前的分析结果均保持一致, 说明试

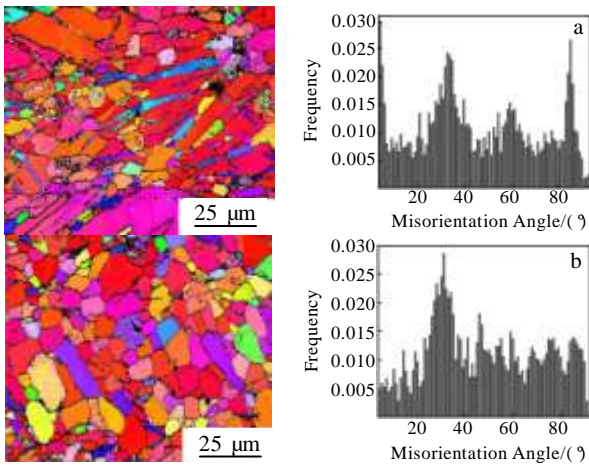


图 4 AZ31 试样的 EBSD 图及其对应的取向差分布

Fig.4 EBSD maps of AZ31 alloy samples and the corresponding misorientation angle distribution: (a) sample 4 and (b) sample 6

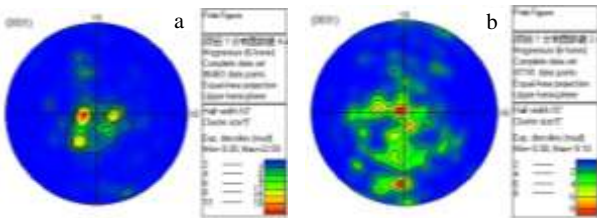


图 5 电脉冲处理后 AZ31 试样{0001}面极图

Fig.5 {0001} pole figures of the AZ31 alloy after EPT: (a) sample 4 and (b) sample 6

样 6 的再结晶状态相较于试样 4 更为完全。

2.2 AZ31 拉伸性能

将试样 1~5 在万能试验机上进行了室温拉伸测试，得到的应力应变曲线如图 6 所示，可以看出，经均匀化热处理后的板材抗拉强度仅为 159 MPa，但伸长率达到了约 18%。板材经 20%变形量的轧制之后，强度达到了 243 MPa，但伸长率仅为 8%，10%变形量

与 15%变形量轧板抗拉强度分别为 210 MPa 与 220 MPa，伸长率均为 10%。这是由于轧制变形对试样带来的加工硬化效应所引起的。轧制产生大量位错，位错的交互作用使得材料的抗拉强度大幅升高。而经电脉冲处理之后的试样可以发现，3 个变形量的试样与轧制态相比抗拉强度与伸长率均有所提高，这是由于电脉冲处理之后的试样变形组织消除且更加趋于再结晶化。虽然经 25 μs 处理的试样再结晶晶粒还有一定的择优取向，但由于其大量再结晶晶粒非常细小，这些细小的晶粒与大晶粒相互协调配合，使得力学性能提高也较为明显。在同一变形量时，经过 30 μs 处理的试样均比经 25 μs 处理的试样抗拉强度和延伸率均有所提升，例如试样 5 的抗拉强度为 260 MPa，伸长率为 17.2%，而经 30 μs 处理的试样 6 抗拉强度小幅提升为 265 MPa，但伸长率达到了 19.76%。这是由于 30 μs 处理的试样再结晶状态相对于 25 μs 处理的试样较为完全，组织均匀性也有所提升。其中试样 6 的再结晶状态最为完全，故其力学性能达到了最佳。此外，在同一脉冲处理参数下，随着变形量的增加，其力学性能也逐步提高。

图 7 是各试样的拉伸端口的显微形貌图。当 10% 变形量合金进行电脉冲处理之后可以看出，试样 1 的断口呈现了较大较清晰的解理平面，但同时也出现了少量的韧窝，如图 7a 所示，这是典型的脆性断裂。随着脉冲处理脉宽增加至 30 μs，试样 2 韧窝数量明显增加，解理面也随之减少，当合金变形量增加至 15% 时，如图 7c、7d 所示，试样 3 相较于试样 2，出现了更加细小的韧窝，韧窝大小不均匀，这是由其再结晶状态所决定的，具体可参考之前的显微组织分析。在此变形量下，经 30 μs 电脉冲处理的试样 4 韧窝数量与韧窝深度明显增加，解理平面几乎消失，但出现一定量解理台阶，这说明合金的断裂机制逐步由脆性断裂向脆韧性断裂转变。由图 7e、7f 可以看出，20% 变形量的合金进行电脉冲处理之后，出现了一定量非常细小

表 2 试样力学性能结果

Table 2 Mechanical properties of the samples

Sample state	Deformation ratio/%	Tensile strength/MPa	Tensile elongation/%
As-annealed	—	159	18.1
As-rolled	10	210	10.7
As-rolled	15	220	10.2
As-rolled	20	243	8.0
Sample 1	10	245	10.8
Sample 2	10	251	13.68
Sample 3	15	256	15.12
Sample 4	15	260	16.46
Sample 5	20	260	17.2
Sample 6	20	265	19.76

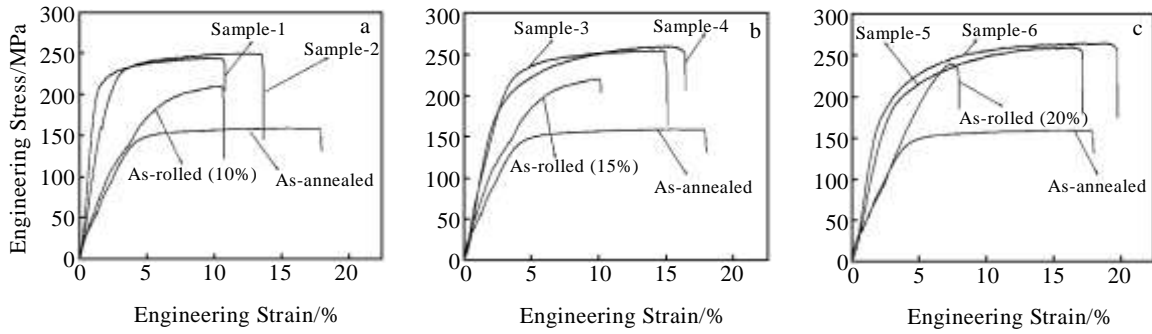


图 6 AZ31 试样的室温拉伸应力应变曲线

Fig.6 Tensile stress-strain curves of AZ31 samples at room temperature

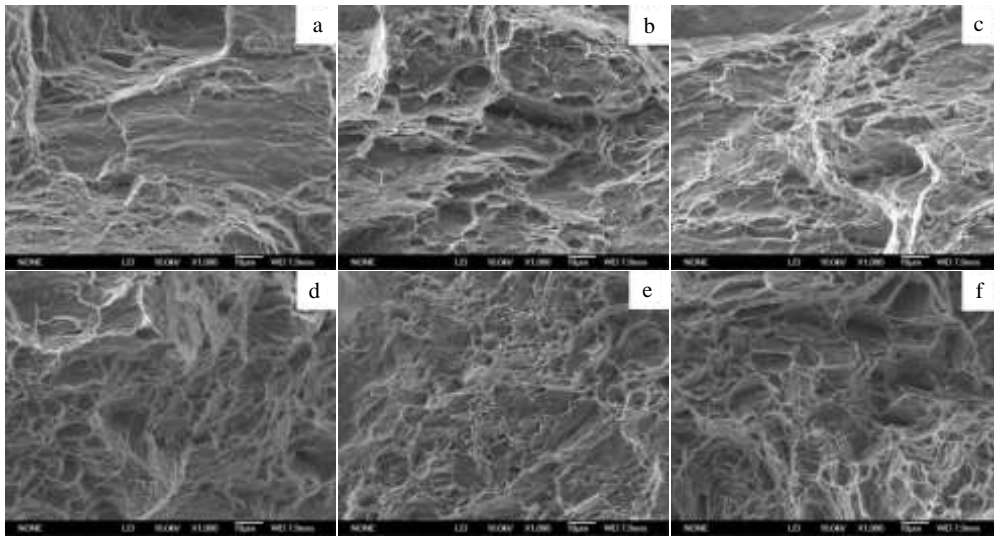


图 7 AZ31 试样的拉伸断口形貌

Fig.7 SEM micrographs of the fracture surfaces in the AZ31 samples: (a) sample 1, (b) sample 2, (c) sample 3, (d) sample 4, (e) sample 5, and (f) sample 6

局部较为均匀的韧窝，同时仍存在少量大韧窝，当脉宽提升至 30 μs 时，韧窝深度有所增加，均匀性也相对提高，但存在少量解理台阶。可见，试样拉伸断口的分析结果与之前显微组织和性能的分析结果保持一致。

3 分析与讨论

在脉冲处理过程中，脉冲电流在材料中主要产生了两方面的作用，其一是由焦耳热引起的热效应，其二是非热效应^[14]。脉冲处理过程中测得试样各处温度（见图 1）如表 3 所示，针对热效应，选取实验中所测温度中最高温度做对比试验。将 20% 变形量的板材在 438 K 下保温热处理 10 min，所得结果如图 8 所示，可以看出，经过等效热处理后的显微组织与轧制态相比基本没有变化，仍是由变形组织构成。由此可知在电脉冲处理过程中，非热效应起主要作用，而热效应对板材的再结晶过程几乎没有影响。

表 3 试样测温结果

Table 3 Temperatures of the samples (K)

Sample No.	Measured positions in Fig.1			
	A	B	C	D
1	373	351	318	293
2	404	368	335	293
3	385	362	328	293
4	421	371	342	293
5	410	379	339	293
6	438	381	347	293

从理论上来说，变形金属的再结晶过程可以在任何高于 0 K 的温度发生，但是却需要耗费较长的时间^[15]。本研究利用高能量脉冲电流，在低变形量下探究了 AZ31 镁合金的再结晶过程，并且认为在电脉冲非热效应的作用下变形镁合金完成了其再结晶过程。关于非热效应的作用机理，可以用 Qin^[16]提出的理论

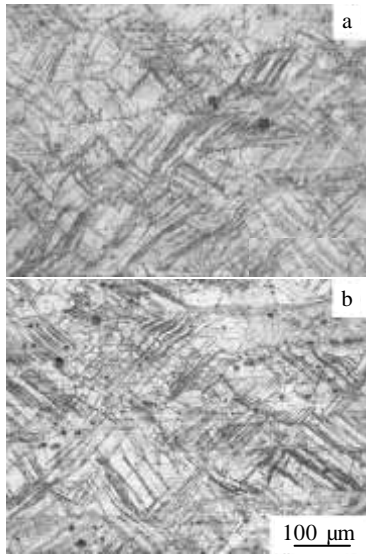


图 8 AZ31金相显微组织

Fig.8 Optical microstructures of AZ31 alloy: (a) after homogenization heat treatment and (b) after rolling

和模型来加以解释，再结晶过程中的吉布斯自由能的变化可以表示为如下公式：

$$\Delta G_r^{EPT} = \Delta G_r^d + \Delta G_r^c \quad (1)$$

$$\Delta G_r^c = K\xi(\alpha_r, \alpha_d)j^2\Delta V \quad (2)$$

$$\xi(\alpha_r, \alpha_d) = (\alpha_d - \alpha_r) / (\alpha_r + 2\alpha_d) \quad (3)$$

ΔG_r^d 是金属轧制后未进行电脉冲处理前的变形储存能， ΔG_r^c 是脉冲电流引起的材料的自由能变化，即上文所说的非热效应。其中， $K=g\mu_0$ ， g 是粗晶材料的正影响因子， μ_0 是材料真空磁化率， α_r 表示材料再结晶态的电导率， α_d 表示材料变形态的电导率， j 表示脉冲过程中材料的电流密度， ΔV 表示材料的再结晶形核体积，由于变形态组织缺陷较多，故 $\alpha_r > \alpha_d$ ，根据公式(2)与公式(3)可以得到 $\Delta G_r^c < 0$ 。

此外，根据形核理论，可以将电脉冲处理过程中的再结晶形核率用如下公式表示^[17]：

$$I_r^{EPT} = I_f \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G_r^c}{RT}\right) \quad (4)$$

$$I_f = I_r^0 \cdot (D/\lambda^2) \cdot \exp[-\Delta G_r^d / (RT)] \quad (5)$$

其中， T 表示绝对温度值， R 表示玻尔兹曼常数， I_r^0 为常数， I_f 表示当前无脉冲作用自由系统中再结晶形核率， D 表示扩散系数， λ 表示原子跃迁距离。根据之前推导 $\Delta G_r^c < 0$ ，可以得到， $I_r^{EPT} > I_f$ 。故在脉冲处理过程中，脉冲电流使得合金的再结晶形核率提高。

此外，脉冲电流能形成电子风，加速位错的滑移与攀移，降低热力学势垒，促进板材再结晶的形核过程^[10]。

4 结 论

1) 探究了不同电脉冲处理参数对 10%、15%、20% 3 个轧制变形量合金的再结晶过程影响，整体上看，同一变形量下，30 μs 处理的试样比 25 μs 处理的试样再结晶状态要完全。在同一脉冲参数下，随着变形量的增加，再结晶也更趋于完全，组织均匀性也逐步增加。当脉宽为 30 μs，变形量为 20% 时，再结晶状态最为完全。

2) 通过电脉冲处理轧制板材，在较短时间内实现了 AZ31 合金变形组织的再结晶转变，AZ31 合金的组织得到细化，晶粒尺寸从原始的 150 μm 细化至 20 μm，抗拉强度由原始 159 MPa 提高到 265 MPa，伸长率提高到 19.76%，合金获得了优良的综合力学性能。

3) 脉冲电流使合金获得了额外的自由能，加速了再结晶过程，提升了其再结晶形核率。通过对比热处理实验可知，在本实验电脉冲参数处理下，其非热效应占主导作用，热效应对再结晶过程几乎没有影响。

参考文献 References

[1] Wang Lifei, Mostaed Ehsan, Cao Xiaoqing *et al. Materials & Design*[J], 2016, 89: 1

[2] Staroselsky A, Anand L. *International Journal of Plasticity*[J], 2003, 19: 1843

[3] Wei Jin, Fan Jiangfeng, Zhang Hua *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 646: 1

[4] Xu Z H, Tang G Y, Ding F *et al. Appl Phys A*[J], 2007, 88(2): 429

[5] Conrad H, Karam N, Mannan S *et al. Scripta Metallurgical*[J], 1988, 22: 235

[6] Conrad H, Karam N, Mannan S. *Scripta Metallurgical*[J], 1984, 18: 275

[7] Liu W B, Wen Y H, Li N *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2009, 472: 591

[8] Wang Z J, Song H. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2009, 470(1-2): 522

[9] Qin R S, Samuel E I, Bhowmik A. *J Mater Sci*[J], 2011, 46: 2838

[10] Xu Z H, Tang G Y, Ding F *et al. Appl Phys A*[J], 2007, 88: 429

[11] Jiang Yanbin, Tang Guoyi, Shek Chanhung. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509: 4308

[12] Du X N, Yin S M. *J Mater Res*[J], 2008, 23(6): 1570

[13] Barnett M R. *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 464: 1

- [14] Liu Yang, Fan Jianfeng, Zhang Hua *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 622: 229
- [15] Mao W M, MacKenzie D S. *Handbook of Aluminum Volume 1 Physical Metallurgy and Processes*[M]. New York: Marcel Dekker Inc, 2003: 220
- [16] Qin R S, Bhowmik A. *Journal of Materials Science*[J], 2011, 46(9): 2838
- [17] Qin Rongshan(秦荣山), Yan Hongchun(鄢红春), He Guanhu(何冠虎) *et al.* *Chinese Journal of Material Research*(材料研究学报)[J], 1995, 9(3): 219

Microstructure and Mechanical Properties of Rolled AZ31 Alloy Sheets Processed by Electropulsing Treatment

Li Beibei^{1,2,3,4}, Fan Jianfeng^{1,2,3,4}, Zeng Xun⁴, Zhang Hua^{1,2,3}, Zhang Qiang^{1,2,3},
Wang Xiaodan⁴, Dong Hongbiao³, Xu Bingshe³

(1. Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials, Ministry of Education, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

(2. Shanxi Key Laboratory of Advanced Magnesium-Based Materials, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

(3. Shanxi Research Center of Advanced Materials Science and Technology, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

(4. College of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: The microstructure evolution of rolled AZ31 alloy sheets with 10%, 15% and 20% rolling reduction by electropulsing treatment (EPT) was investigated by VHX-2000 optical microscope and scanning electron microscope equipped with electron backscattered diffraction (EBSD). After EPT with 30 μs in pulse-width, $4.16 \times 10^9 \text{ A/m}^2$ in current density and 0.003 in duty ratio for 10 min processing time, the average grain size of AZ31 alloy is refined from 150 μm to 20 μm , the tensile strength is improved to 265 MPa and the elongation can reach 19.7%. The effect of the thermal and athermal effect on the recrystallization during EPT was analyzed. The result shows that the athermal effect plays a major role in recrystallization and the mechanism of the athermal effect was also revealed.

Key words: AZ31 magnesium alloy; electropulsing treatment; nucleation; recrystallization

Corresponding author: Fan Jianfeng, Ph. D., Professor, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, Tel: 0086-351-6014852, E-mail: fanjianfeng77@hotmail.com