

高应变速率轧制 ZK60 板材的超塑性行为

郑 翊^{1,2}, 严红革^{1,2}, 陈吉华^{1,2}, 余海洋^{1,2}, 苏 斌^{1,2}

(1. 湖南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410082;

2. 湖南大学 喷射沉积技术及应用湖南省重点实验室, 长沙 410082)

摘 要: 研究高应变速率轧制 ZK60 镁合金板材在 523~673 K、 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 初始应变速率下的超塑变形行为及其特征。研究发现: 轧制态 ZK60 板材在 648 K、 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 拉伸时, 可获得最大伸长率 650%, 应变速率敏感性指数高达 0.53; 在 623 K、 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 拉伸时, 可获得伸长率 584.5%, 应变速率敏感性指数为 0.47, 呈现出较好的高应变速率超塑性。微观组织与理论分析表明: ZK60 合金板材在高应变速率下的超塑性变形过程中主要的变形机制为晶界滑移机制(GBS), 主要协调机制为晶界扩散控制的位错蠕变, 同时还伴有一定程度的液相辅助协调机制。

关键词: ZK60 镁合金; 高应变速率超塑性; 高应变速率轧制; 细晶镁合金

中图分类号: TG33

文献标志码: A

Superplasticity behavior of ZK60 alloy sheet prepared by high strain rate rolling process

ZHENG Yi^{1,2}, YAN Hong-ge^{1,2}, CHEN Ji-hua^{1,2}, YU Hai-yang^{1,2}, SU Bin^{1,2}

(1. College of Materials Science and Engineering, Hunan University, Changsha 410082, China;

2. Hunan Provincial Key Laboratory of Spray Deposition Technology and Application, Hunan University, Changsha 410082, China)

Abstract: The superplastic deformation characteristics of the high strain rate rolling ZK60 magnesium alloys at temperature ranging from 523 K to 673 K and at an initial strain rates ranging from $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ to $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ were investigated. The results show that the maximum elongation to failure of 650% is obtained at 648 K and the strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ in the as-rolled ZK60 magnesium alloys and its strain rate sensitivity (m) is high up to 0.53. An excellent high strain rate superplasticity with the elongation to failure of 584.5% is obtained at 623 K and the strain rate of $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ and its strain rate sensitivity (m) is 0.47. The microstructure and theoretical analysis shows that, at temperature above 573 K, the dominant deformation mechanism in high strain rate superplasticity is grain boundary sliding (GBS), which was studied systematically. The dislocation creep controlled by grain boundary diffusion was considered the main accommodation mechanism, and high strain rate superplasticity was also accompanied by a certain degree of inter-granular liquid phase aiding mechanism, which was observed.

Key words: ZK60 magnesium alloy; high strain rate superplasticity; high strain rate rolling; fined grain magnesium alloy

镁合金由于密度小、减震及屏蔽性能优异以及可回收利用等特点, 从而作为结构材料的需求量正在日

益增加, 广泛应用于汽车、航空航天等领域。然而, 镁合金由于为密排六方结构, 室温下的塑性较差, 限

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51274092); 高等学校博士学科点专项科研基金资助项目(20120161110040)

收稿日期: 2013-08-27; 修订日期: 2013-11-20

通信作者: 严红革, 教授, 博士; 电话: 0731-88664005; E-mail: yanhg68@163.com

制了其在工业生产中的实际应用^[1-4]。超塑性成形工艺是制备镁合金复杂结构件的重要方法之一^[5]。

ZK60 是一种综合性能优异的商业镁合金,国内外学者针对 ZK60 镁合金的超塑性性能开展了大量研究^[6-14],如表 1 所列。目前,ZK60 镁合金超塑性研究主要集中在以等径角挤压技术(ECAP)为代表的大塑性变形(SPD)工艺制备的超细晶棒材上^[6-8],而超细晶板材超塑性的研究报道很少。KIM 等^[13]通过高比例差速轧制(HRDSR)工艺制备出了晶粒尺寸在 1~2 μm 的超细晶 ZK60 板材,在 553 K 下以 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 应变速率拉伸时的最大伸长率达 1000%。GALIYEV 等^[14]通过挤压-压制-轧制热加工工艺(TMP)制备的 ZK60 板材在 523 K 下以 $1.4 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的应变速率拉伸时最大伸长率达 1330%。虽然 KIM 等^[13]和 GALIYEV 等^[14]的研究均获得较好的超塑性性能,但是上述的方法都存在着材料制备工艺繁琐、生产设备要求较高和超塑性拉伸时应变速率偏低等问题。因此,开展简化细晶 ZK60 镁合金板材的制备工艺和实现高应变速率超塑性成形的研究具有重要的意义。

本文作者所在课题组采用高应变速率轧制工艺制备出了细晶 ZK60 镁合金板材,并发现这种板材有着优良的力学性能^[15]以及良好的可焊性^[16],而高应变速率轧制工艺是一种短流程高效率制备细晶镁合金板材的有效方法,目前,尚未发现以这种方法制备的 ZK60 镁合金板材超塑性性能的研究。本文作者拟研究这种细晶 ZK60 板材的超塑性性能,探讨其超塑性变形机制。

表 1 不同制备方法下 ZK60 镁合金超塑性性能

Table 1 Superplastic properties of ZK60 alloys processed using different techniques

Processing	$d/\mu\text{m}$	T/K	$\dot{\varepsilon}/\text{s}^{-1}$	$\delta/\%$	Reference
ECAP	0.8	473	2×10^{-4}	1310	[6]
ECAE	1.4	473	1×10^{-5}	1083	[7]
ECAP	0.5	493	3×10^{-4}	2040	[8]
Extrusion	2	450	1×10^{-5}	220	[9]
RE	5	523	3.3×10^{-4}	270	[10]
FSP	3	598	1×10^{-3}	1800	[11]
P/M	2.2	523	1×10^{-3}	450	[12]
HRDSR	1-2	553	1×10^{-3}	1000	[13]
TMP	3.7	523	1.4×10^{-4}	1330	[14]

ECAE—Equal channel angular extrusion; RE—Reciprocating extrusion; FSP—Friction stir processing; P/M—Powder metallurgy.

1 实验

本研究所用合金为 ZK60 镁合金(Mg-5.5%Zn-0.6%Zr(质量分数))。铸造原材料为纯 Mg、纯 Zn 和 Mg-30%Zr 中间合金,按照比例进行配料,在电阻炉中使用钢坩埚进行熔炼。熔炼前对原材料和所用工具进行干燥,采用 XJ-5 熔剂进行熔体覆盖保护和精炼。熔炼温度为 720 $^{\circ}\text{C}$ 。熔炼时先在坩埚中加入 Mg 块,待 Mg 块熔化后加入 Zn,为防止中间合金烧损,最后加入 Mg-30%Zr(质量分数)。浇注全程采用 SO_2 气氛进行保护,铸锭尺寸为 150 mm $\times$ 150 mm $\times$ 110 mm。熔炼成铸锭后,为消除粗大铸造第二相,得到均匀固溶体,轧前需对铸锭进行均匀化热处理,均匀化工艺为 300 $^{\circ}\text{C}$ 保温 2 h+330 $^{\circ}\text{C}$ 保温 15 h,空冷。最后将均匀化态铸锭锯成 10 mm 厚的板坯,作为轧制坯料。在 d 350 mm $\times$ 450 mm 二辊热轧机上对均匀化态 ZK60 铸坯进行单道次中高应变速率轧制,轧辊转速为 436 mm/s。轧制前,合金在 400 $^{\circ}\text{C}$ 下预热 8 min,然后在 400 $^{\circ}\text{C}$ 下一道次从 10 mm 的厚度轧到 2 mm 厚。

应变速率为应变对时间的变化率,也称变形速度。由于轧制过程中应变速率不是常数,目前通用的方法是计算变形区各断面应变速率的平均值,称为平均应变速率。本研究采用的式(1)^[17]计算平均应变速率:

$$\bar{\dot{\varepsilon}} = \frac{H-h}{H} \cdot \frac{v}{\sqrt{r(H-h)}} \quad (1)$$

式中: r 为轧辊半径; v 为轧辊圆周速度; H 为轧前板材厚度; h 为终轧板材厚度。

当 $H=10 \text{ mm}$, $h=2 \text{ mm}$, $v=436 \text{ mm/s}$, $r=175 \text{ mm}$ 时(本研究中高应变速率轧制所采取的工艺参数),根据式(1)计算平均应变速率:

$$\bar{\dot{\varepsilon}} = \frac{H-h}{H} \cdot \frac{v}{\sqrt{r(H-h)}} = \frac{10-2}{10} \cdot \frac{436}{\sqrt{175(10-2)}} = 9.32 \text{ s}^{-1} \quad (2)$$

在相同的轧前原始板厚下($H=10 \text{ mm}$),常规轧制过程中,当道次压下量为 10%时,第一道次板材轧制后厚度 $h=9 \text{ mm}$,根据式(1)此时平均应变速率为

$$\bar{\dot{\varepsilon}} = \frac{H-h}{H} \cdot \frac{v}{\sqrt{r(H-h)}} = \frac{10-9}{10} \cdot \frac{436}{\sqrt{175(10-9)}} = 3.3 \text{ s}^{-1} \quad (3)$$

即此时高应变速率轧制的变形的应变速率约为常规轧制过程中的3倍。ZHU等^[15]对镁合金中高应变速率轧制可行性进行了分析, 结果表明在高应变速率轧制过程中, ZK60 镁合金板材中产生了极高的孪晶密度并随之形成了极高的动态再结晶程度, 从而使板材具有均匀的细晶粒微观组织, 板材的微观组织如图1所示。由图1可以看出, 通过高应变速率轧制合金坯料发生了较完全的再结晶, 平均晶粒尺寸大约为4.7 μm 。

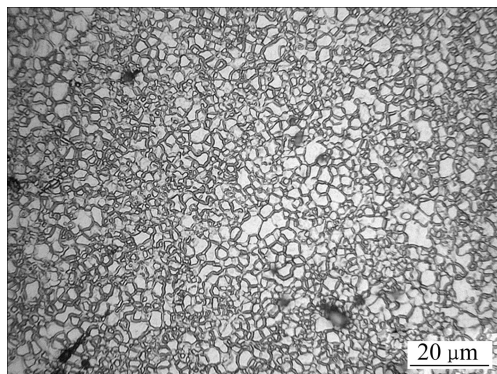


图1 高应变速率轧制后 ZK60 镁合金板材微观组织

Fig. 1 Microstructure of ZK60 alloy after high strain rate rolling process

采用电火花切割法从轧制板材上切取超塑性拉伸试样, 拉伸方向与轧制方向平行, 试样标距尺寸为12 mm×6 mm×2 mm。

试样均在 INSTRON3369 电子万能试验机上进行拉伸实验, 试验温度为523~673 K, 初始应变速率范围为 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 。开始拉伸之前, 试样在试验温度下保温15 min。加热装置为三区控温电阻炉, 温控误差为 $\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 实验均在空气中进行。采用应变速率突变法测量应变速率敏感性指数 m 值。

金相试样经镶嵌、预磨、抛光和腐蚀后, 用 Leitz MM-6 卧式金相显微镜观察轧制态 ZK60 镁合金超塑性变形前后的组织演变特征, 腐蚀液采用0.8 g 苦味酸+2 mL 冰醋酸+3 mL 水+20 mL 乙醇配制成的混合溶液, 并用截线法测量晶粒尺寸 $d(d=1.74L, L$ 为截线长度)。采用 FEI Quanta 200 扫描电镜(SEM)对超塑性拉伸断裂试样进行断口分析。

2 结果与讨论

2.1 超塑性变形行为

图2所示为试样在不同变形温度以不同应变速率拉伸时的宏观形貌照片。由图2(a)可见, 当初始拉伸

应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时, 在523 K下出现明显的缩颈现象, 而当温度升高到573~673 K时, 试样整个变形区内的变形很均匀, 进入了准稳定变形阶段, 没有明显的缩颈, 这表明超塑性变形中缩颈得到了很大程度的抑制。由图2(b)可见, 在623 K下进行拉伸时, 初始应变速率在 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 之间的试样无明显缩颈, 而当初始应变速率为 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 时试样出现明显的缩颈现象。以上结果表明, 采用高应变速率轧制工艺制备的细晶 ZK60 镁合金板材在一定温度和应变速率范围内具有较好的超塑性变形性能。

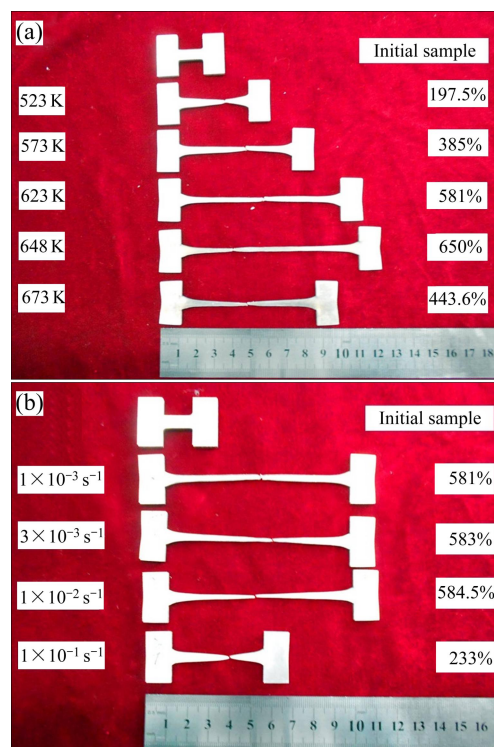


图2 拉伸变形前后 ZK60 镁合金板材的宏观形貌

Fig. 2 Macrographs of ZK60 magnesium alloy before and after tensile: (a) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; (b) 623 K

图3所示为高应变速率轧制 ZK60 细晶板材超塑性变形的真应力—真应变曲线。由图3(a)可见, 当变形温度为523 K时, 试样在拉伸变形初期发生明显的加工硬化现象, 随后又出现显著的加工软化现象, 未出现金属超塑性拉伸时特有的流动稳定性; 当变形温度升高到573 K以上后, 应力—应变曲线具有典型的超塑性特性, 曲线上无明显的应力峰, 有一个稳定的流动应力平台区。由图3(b)可见, 试样在623 K下变形时, 当应变速率较大时, 拉伸曲线出现明显的加工硬化和加工软化现象, 但随着应变速率的减小, 这种加工硬化和加工软化现象逐渐减弱, 在低应变速率下拉伸曲线上出现了明显的流变应力稳定平台区域, 而

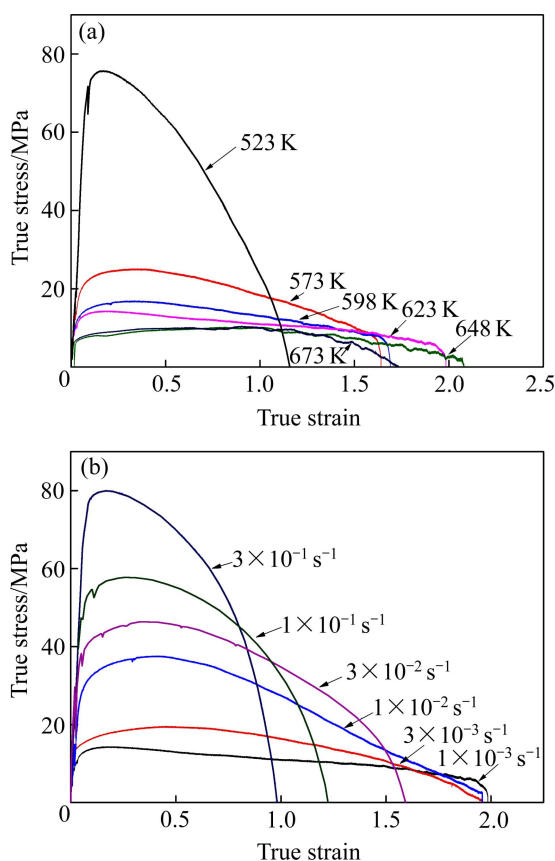


图3 ZK60 镁合金板材的超塑性变形的真应力—真应变曲线
Fig. 3 Typical true stress—true strain curves of ZK60 alloy in superplastic deformation: (a) $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; (b) 623 K

高应变速率则没有。

应变速率敏感性指数 m 值是表征材料超塑性变形性能的重要参数。实际上超塑性拉伸过程是一个缩颈位置发生不断转移和交替的过程。材料的 m 值越大, 则这种缩颈发生转移和交替过程延续的时间就越长, 因而变形量就越大。本研究中采用速率突变法来确定应变速率敏感性指数 m 值。

图4所示为623 K下采用速率突变法测定的真应力—真应变曲线, 应变速率范围为 $1 \times 10^{-4} \sim 2 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 。图5所示为试样在不同温度下采用速率突变法确定 m 值所获真应力—真应变的对数关系曲线图。根据超塑性本构方程, m 值定义为曲线的斜率。由图5中可以看出, 随着温度的提高, 曲线斜率增大, 则 m 值增大。

表2所列在不同温度下的应变速率敏感性指数 m 值。从表2可知, 由于573、598、623和648 K下应变速率敏感性指数 m 值在0.4~0.5左右, 表明在这些温度下进行超塑性拉伸时合金晶界结构并没有发生很大变化^[7]; m 值接近0.5, 则表明晶界滑移(GBS)机

制是主要的变形机制^[18], 由后续的表面形貌照片可以看到晶界滑移的痕迹。

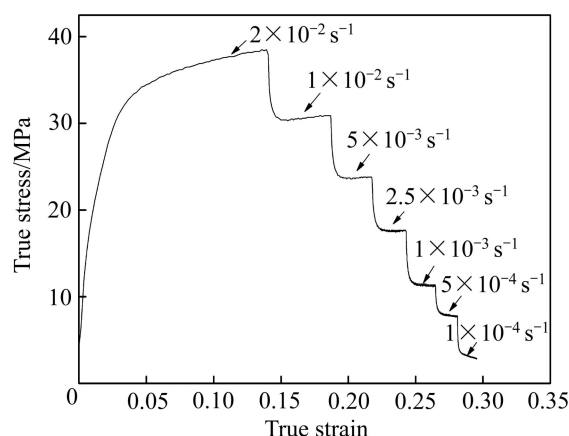


图4 623 K下采用速率突变法测定 ZK60 镁合金板材的真应力—真应变曲线

Fig. 4 True stress—true strain curve of ZK60 alloy obtained by strain rate jump test at 623 K

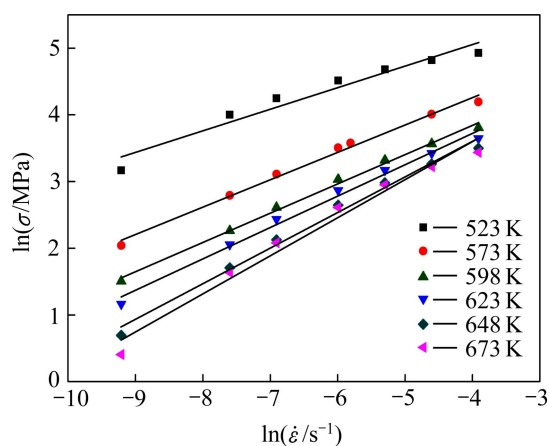


图5 各温度下采用速率突变法后 ZK60 镁合金板材真应力—真应变的关系

Fig. 5 Relationship between true stress and strain rate of ZK60 alloy by strain rate jump tests at various temperatures

表2 各温度下应变速率敏感性指数 m 值

Table 2 Strain rate sensitivity m at various temperature

Temperature/K	523	573	598	623	648	673
m	0.36	0.41	0.44	0.47	0.53	0.57

图6所示为试样经超塑性拉伸变形后的伸长率 δ 与应变速率和温度之间的关系曲线。由图6(a)可见, 在同一温度下, 试样的伸长率会随着应变速率的增加而减小。在648 K下初始应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时的伸长率最大, 为650%, 其 m 值为0.53; 随着应变速率增大, 伸长率下降, 初始应变速率为 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 时

伸长率为 254.3%; 在 623 K 时, 试样表现出了良好的超塑性性能, 在初始应变速率为 $1 \times 10^{-3} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 时伸长率变化不大, 保持在 580% 左右, m 值为 0.47, 而在初始应变速率为 $1 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ 时伸长率仍高达 233%, 这表明本研究中采用的细晶 ZK60 镁合金板材在高应变速率下有着优良的超塑性性能。

由图 6(b) 可见, 在同一变形速率下, 在低温区, 随着变形温度的提高, 伸长率增加, 但是超过一定温度之后, 伸长率急剧下降, 这是由于温度过高时试样的晶粒长大严重, 导致塑性变形能力急剧下降^[19]。

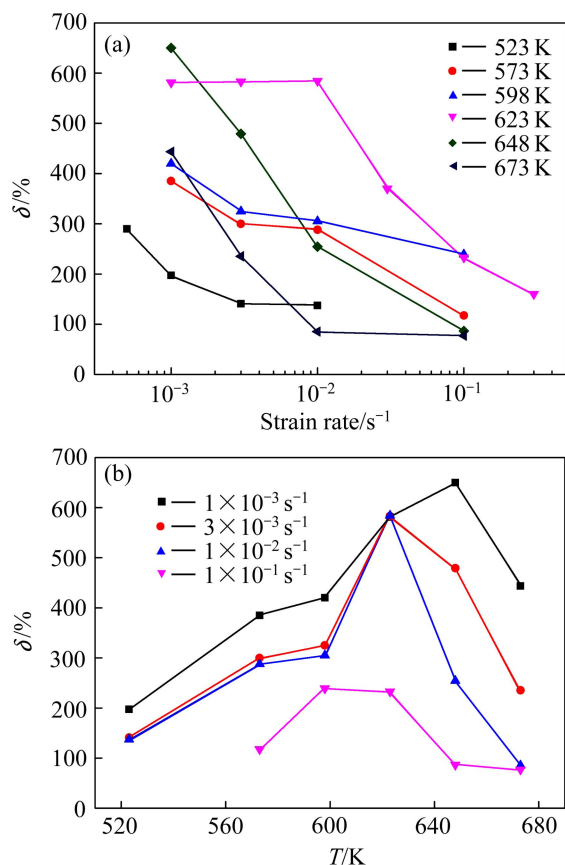


图 6 ZK60 镁合金板材超塑性变形至断裂的伸长率与应变速率和温度关系

Fig. 6 Relationships among elongation-to-failure and strain rate(a) and temperature(b) in superplastic deformation of ZK60 alloy

虽然高应变速率轧制细晶 ZK60 板材有着较好的高应变速率超塑性性能, 但比采用 HRDSR 法制备的 ZK60 板材^[13]的低得多, 其原因是本实验中板材的晶粒大小在 $4.7 \mu\text{m}$ 左右, 而后者板材的晶粒尺寸 $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 之间。文献[20]表明, 要获得高应变速率超塑性, 一般方法是提高变形温度或者降低晶粒尺寸, 但是晶粒也要有较好的尺寸稳定性。一般来说, 提高晶粒尺寸

稳定性有利于提高超塑成型时的应变速率^[21]。而 ZK60 镁合金中的含 Zr 第二相可以稳定细晶结构, 增加晶粒稳定性^[22]。

为了更好地探究 ZK60 细晶镁合金板材超塑性变形过程中的主要变形机制, 按照式(4)计算超塑性变形的激活能 Q :

$$Q = nR \frac{\partial(\ln \sigma)}{\partial(1/T)} \quad (4)$$

式中: σ 为流变应力; n 为应力指数($n=1/m$); R 为摩尔气体常数($R=8.314 \text{ J/K}$); T 为绝对温度。

图 7 所示为 ZK60 细晶镁合金板材超塑性变形过程中激活能曲线, $\frac{\partial(\ln \sigma)}{\partial(1/T)}$ 为图 7 中曲线的斜率值。

将图中的曲线用线性回归法绘成一条直线, 直线的斜率为 $\frac{Q}{nR}$, 由此可得到平均激活能值。由图 7 中曲线斜率可以得知超塑性变形过程中激活能不是恒定的, 同一应变速率下, 随着变形温度的升高, 斜率有所增加, 相应的激活能有所增大, 平均激活能为 107 kJ/mol 左右, 此值位于纯镁晶格扩散激活能(134 kJ/mol)和纯镁晶界扩散激活能(92 kJ/mol)之间, 接近纯镁晶界扩散激活能, 这说明了在超塑性变形过程中同时存在晶界扩散和晶格扩散, 晶界扩散是主要途径。由此可见, ZK60 细晶镁合金板材超塑性变形过程中主要变形机制是 GBS 机制, 主要协调机制为由晶界扩散控制的滑移, 类似的结论在文献[23-25]的研究中被发现。

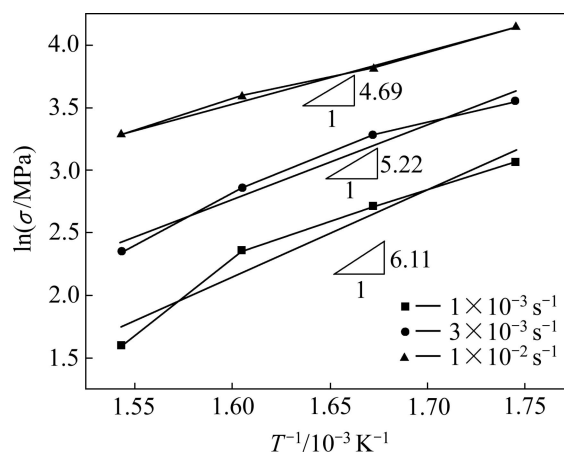


图 7 ZK60 镁合金板材超塑性变形过程中的 $\ln \sigma$ 和 T^{-1} 的关系

Fig. 7 Relationship between $\ln \sigma$ and T^{-1} of ZK60 alloy during superplastic deforming

2.2 微观组织演变

图 8 所示为初始应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时 573 K、623 K、673 K 下超塑性拉伸至断裂后标距部分微观组织和夹持部位微观组织, 图 8(a)、(c)和(e)所示为标距部分金相组织, 距离断口约 3~5 mm 处。图 8(b)、(d)和(f)所示为夹持部分金相组织。从图 8(a)和(b)中可以看出, 在 573 K 时, 标距部分组织和夹持部分组织晶粒均发生了一定程度的长大, 但是长大作用不明显, 但是随着温度升高, 从图中可以看出明显的晶粒粗化。同一温度下对比标距部分组织和夹持部分组织, 可以观察到标距部分晶粒组织较细, 这意味着可能在超塑性变形过程中由于应力的影响而发生了动态再结晶, 这种动态再结晶的作用在 AZ31 镁合金变形过程中也被发现^[26]。从图 8(a)、(c)和(e)可知, 超塑性拉伸变形

后晶粒组织呈等轴状, 并没有沿着拉伸方向伸长, 说明了晶界滑移和晶粒转动在超塑性过程中起到了重要的作用。绝大多数的研究者都认为, 晶界滑移机制 (GBS) 是超塑性的主要变形机制, 当超塑变形时晶粒保持等轴状, 这正是 GBS 机制的主要特征。从图 8(a)、(c)和(e)中还可以观察到超塑性拉伸变形后沿晶界分布或在三角晶界处分布的空洞, 空洞一般都会在晶界处形核, 一般为产生于三晶界交界处的 V 形空洞或者沿晶界、相界产生的 O 形空洞, 当空洞长大到相当程度时, 空洞之间互相发生连接、聚合, 这些大尺寸的空洞容易导致大量的或者较强的应力区, 限制材料变形的能力, 最终导致材料断裂^[19]。从图 8(b)、(d)和(f)可知, 夹持部分由于没有应力的作用未发生动态再结晶, 晶粒大小不一, 随着温度的升高, 晶粒发生了很

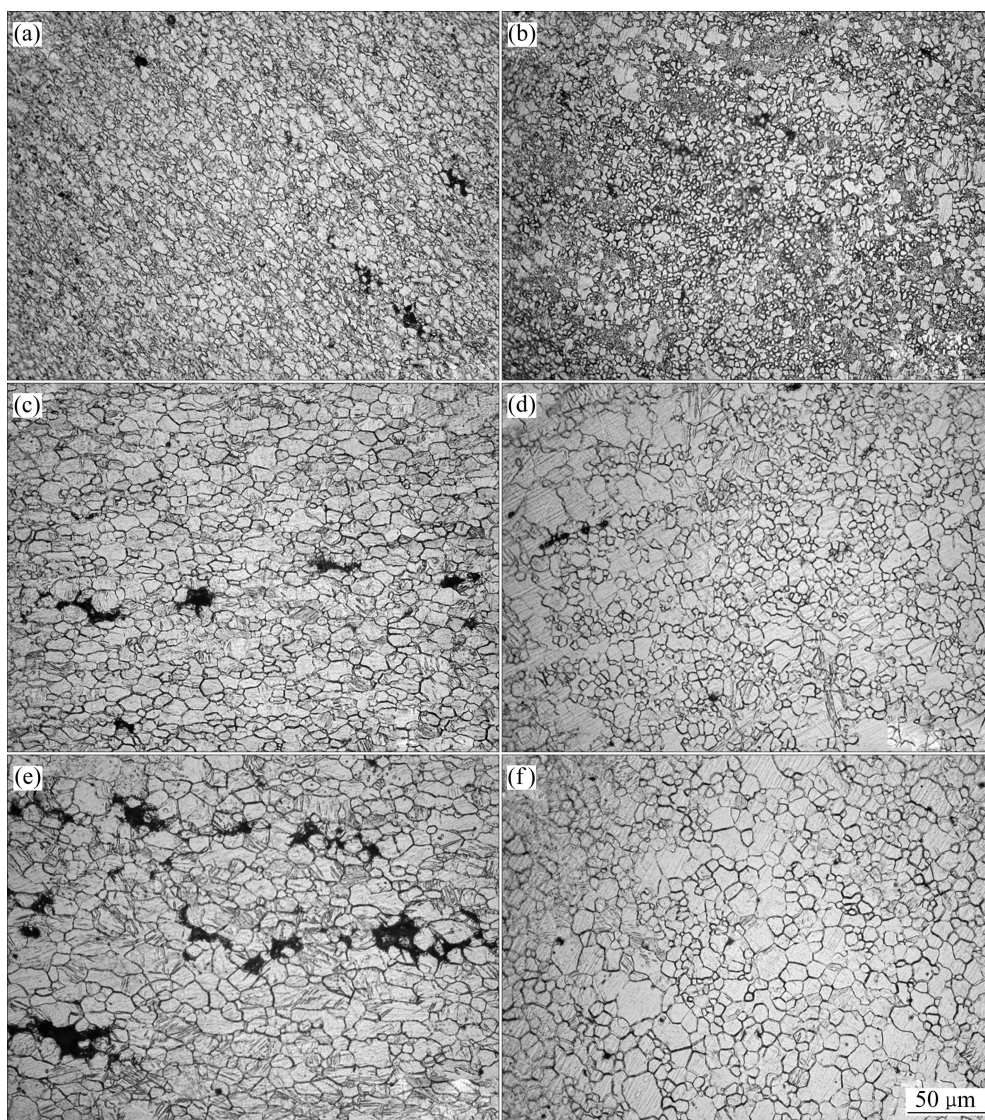


图 8 应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时不同温度下超塑性拉伸至断裂后 ZK60 镁合金板材标距部分和夹持部位的金相组织

Fig. 8 Microstructures in grip and gauge sections of ZK60 alloy tensiled to fracture at given strain rate of $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ and different temperatures: (a), (b) 573 K; (c), (d) 623 K; (e), (f) 673 K

明显的长大。

2.3 断口形貌

图 9 所示为轧制态 ZK60 镁合金在 648 K 下以 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 的应变速率拉伸后断口形貌。从图 9 可见, 断口表面有很多完整的细小晶粒, 保持最初的形貌, 这是明显的晶界滑移的结果; 断口表面大部分为小晶粒之间的解理刻面, 断裂面深度较大, 空洞分布较均匀且接近等轴状。同时也能观察到空洞附近的撕裂棱(图 9 中箭头所示), 这是由于晶格扩散或者晶界扩散控制下位错蠕变过程所形成的^[24], 说明位错蠕变在变形过程中起到了重要的作用。超塑性变形在初期阶段主要依赖于晶界滑移, 而随着超塑变形的进行, 晶界滑移越来越难, 为了缓和应力集中, 在沿着晶界的凸台处或者是三角晶界处容易产生位错, 通过晶内和晶界的位错运动松弛内应力来协调晶界滑移^[19]。由此可见, 超塑性变形过程中晶界扩散或者晶格扩散控制下的位错蠕变机制协调了晶界的滑移。

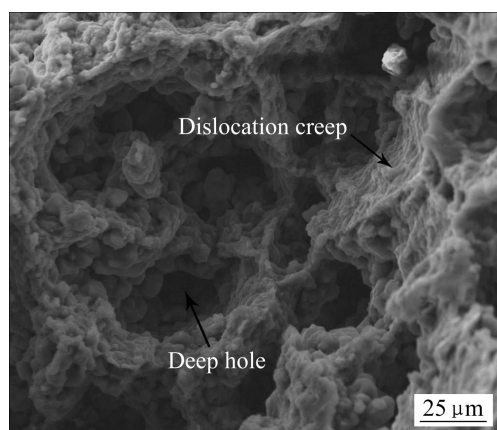


图 9 在 648 K 及应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 下获得最佳伸长率 650% 后 ZK60 镁合金板材拉伸断口的形貌

Fig. 9 Morphologies of fracture surfaces of ZK60 alloy after obtaining best superplastic deformation with elongation to failure of 650% at 648 K and $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

图 10 所示为试样在 648 K、 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 条件下获得最佳伸长率拉伸后 ZK60 镁合金的断口侧面形貌。图 10(a) 为断口附近侧面的宏观形貌, 可以看出断口为撕裂断裂, 在断口附近有空洞拉长痕迹, 仍可以观察到很多 O 形的空洞。图 10(b) 为断口侧面的微观形貌, 可以看出很明显的流变痕迹, 晶粒保持为等轴状, 晶粒之间有着明显的滑移间隙以及粘流状的塑性变形痕迹, 这说明晶粒发生了移动, 而晶粒之间有较宽的大角度晶界区, 可以说明 GBS 机制是主要的变形机制。

在两个晶粒间还有粘性流动的丝状物, 这些丝状物连接着相邻的晶粒, 丝状物沿着晶界分布, 从图中可以看出丝状物的取向并不是完全一致的, 这就说明在晶界滑移过程中, 位错蠕变过程协调了滑移的进行, 促使晶粒发生了转动或者变位^[27]。因此, 超塑性变形后晶粒伸长较少或者没有伸长(图 8)。

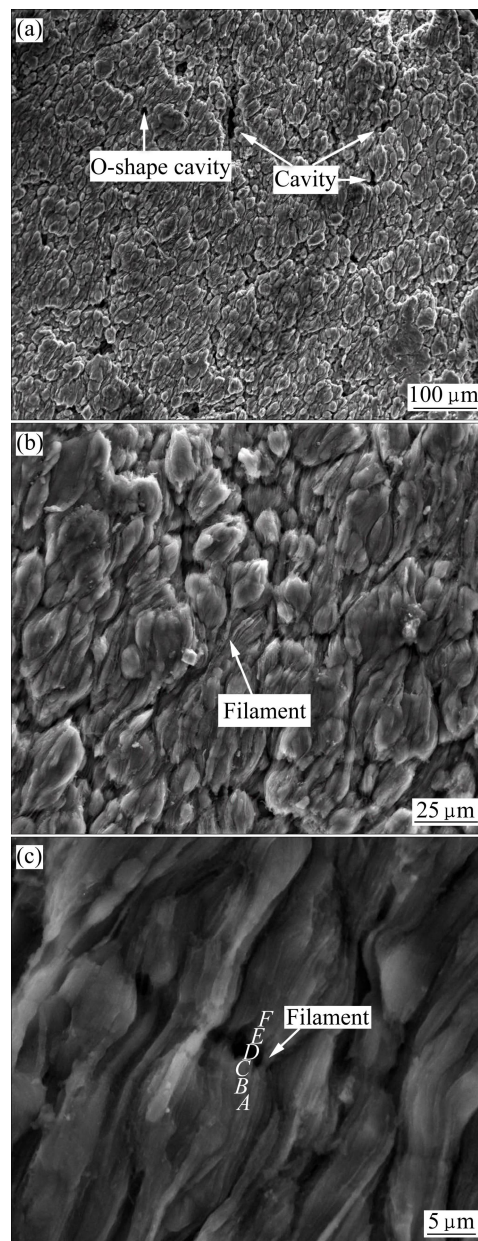


图 10 648 K 和 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 条件下获得最佳伸长率后 ZK60 镁合金的断口侧面形貌

Fig. 10 Fracture profile surface morphologies of ZK60 alloy after best superplastic deformation at 648 K and $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$: (a) Macroscopic; (b) Microscopic; (c) Filament morphology

图 10(c) 为断口侧面丝状物的形貌。沿着拉伸方向, 在晶粒、晶界以及丝状物上取点 A、B、C、D、E、

F 进行 EDX 分析, 其结果如图 11 所示。从图 11 中可以看出, Zn 元素含量随位置不同而有变化, 从晶粒内部 *A* 至丝状物处 *D* 的 Zn 含量是逐渐增加的, *D* 点的 Zn 含量最大, 为 10.69%, 再从丝状物中间的 *D* 至晶粒内 *F*, Zn 元素含量依次减少。由于 ZK60 成分为 Mg-5.5%Zn-0.6%Zr(质量分数), Zn 含量的变化反映了超塑性拉伸时原子的流动情况, 造成这种现象有可能是由于超塑性拉伸中发生了扩散蠕变。根据扩散蠕变机理的超塑性理论, 在拉应力的作用下, 垂直于拉伸轴的晶界处于高势能态, 平行于拉伸轴的晶界处于低势能态, 因而会导致空位由高势能的界面向低势能的界面移动, 与此同时, 物质原子则沿相反的方向扩散, 造成晶界处的 Zn 含量比晶内 Zn 含量高, 而丝状物中 Zn 含量比晶界处高, 则有可能是 Zn 原子从晶界处扩散到丝状物, 导致晶界处 Zn 含量的下降, 表明这些丝状物的形成是由于相邻晶界处 Zn 原子的扩散而形成的^[28]。而对于这些丝状物形成另一种更加可能的解释为高温下液相的沿晶界存在而形成的产物, 由于高温的作用, 会导致合金元素在晶界上成分的变化, 降低了晶界的熔点, 继续升高温度, 在三晶粒交界处最初产生液相^[29], 液相会沿着晶界扩展, 在拉伸力的作用下液相被拉长冷却形成细丝状物质。液相的存在会对超塑性变形具有促进作用, 这些液相会释放应力集中以及协调晶界滑移。可以看出, 丝状物沿着晶界滑移的方向分布, 在超塑性变形过程中, 随着晶界滑移过程的进行, 晶界间产生了粘滞性流动, 而产生的这些丝状物都连接着晶粒, 一定程度上可以使晶界滑移更容易进行。由以上分析可知, 高应变速率轧制 ZK60 镁合金的超塑性变形过程是多种机制综合作用的过程, 其中晶界滑移是主要变形机制, 同时也存在扩散蠕变、液相辅助等多种协调机制。

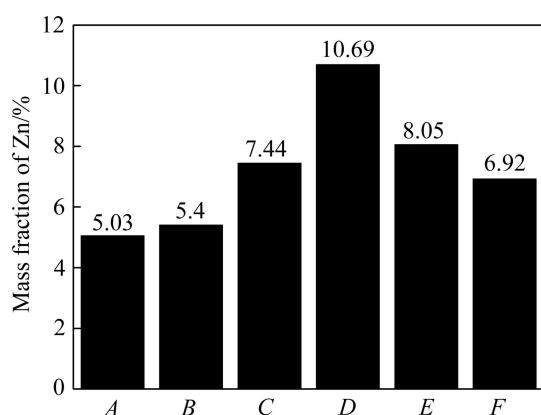


图 11 图 10(c)中 *A*、*B*、*C*、*D*、*E*、*F* 各点 Zn 元素含量

Fig. 11 Element content of Zn detected at points *A*, *B*, *C*, *D*, *E* and *F* in Fig. 10(c)

3 结论

1) 高应变速率轧制细晶 ZK60 镁合金板材在高应变速率下显示出较好的超塑性能。在 648 K 下初始应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时获得最大伸长率 650%, 应变速率敏感性指数 m 为 0.53; 在 623 K 下初始应变速率为 $1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 时, 伸长率达到了 584.5%, 应变速率敏感性指数 m 为 0.47。

2) 在 523~673 K 之间, 细晶 ZK60 镁合金板材的应变速率敏感性指数 m 值随着温度升高而增大, 在 623 K、648 K 时接近 0.5, 其超塑性平均激活能为 107 kJ/mol 左右。

3) 高应变速率轧制细晶 ZK60 镁合金的超塑性变形过程是多种机制综合作用的过程, 其中晶界滑移是主要变形机制, 主要协调机制为晶界扩散控制的位错蠕变, 同时还伴有液相辅助协调机制。

REFERENCES

- [1] 陈振华, 严红革, 陈吉华, 全亚杰, 王慧敏, 陈鼎. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 1-100.
CHEN Zhen-hua, YAN Hong-ge, CHEN Ji-hua, QUAN Ya-jie, WANG Hui-min, CHEN Ding. Magnesium alloy[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004: 1-100.
- [2] 余琨, 黎文献, 王日初, 马正青. 变形镁合金的研究、开发及应用[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(2): 277-288.
YU Kun, LI Wen-xian, WANG Ri-chu, MA Zheng-qing. Research, development and application of wrought magnesium alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(2): 277-288.
- [3] 余琨, 黎文献, 王日初. 镁合金塑性变形机制[J]. 中国有色金属学报, 2005, 15(7): 1081-1086.
YU Kun, LI Wen-xian, WANG Ri-chu. Plastic deformation mechanism of magnesium alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2005, 15(7): 1081-1086.
- [4] 丁文江, 靳丽, 吴文祥, 董杰. 变形镁合金中的织构及其优化设计[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(10): 2371-2381.
DING Wen-jiang, JIN Li, WU Wen-xiang, DONG Jie. Texture and texture optimization of wrought Mg alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(10): 2371-2381.
- [5] 陈振华, 刘俊伟, 陈鼎, 严红革. 镁合金超塑性的变形机理、研究现状及发展趋势[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(2): 193-202.
CHEN Zhen-hua, LIU Jun-wei, CHEN Ding, YAN Hong-ge. Deformation mechanisms, current status and development direction of superplastic magnesium alloys[J]. The Chinese

- Journal of Nonferrous Metals, 2008, 18(2): 193–202.
- [6] FIGUEIREDO R B, LANGDON T G. The development of superplastic ductilities and microstructural homogeneity in a magnesium ZK60 alloy processed by ECAP[J]. Materials Science and Engineering A, 2006, 430(1/2): 151–156.
- [7] WATANABE H, MUKAI T, KOHZU M, TANABE S, HIGASHI K. Low temperature superplasticity of a fine-grained ZK60 magnesium alloy processed by equal-channel-angular extrusion[J]. Scripta Materialia, 2002, 46(12): 851–856.
- [8] LAPOVOK R, THOMSON F, COTTAM R, ESTRIN Y. Processing routes leading to superplastic behaviour of magnesium alloy ZK60[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 440/441: 390–393.
- [9] BUSSIBA A, BEN A A, SHTECHMANA, IFERGANS, KUPIEC M. Grain refinement of AZ31 and ZK60 Mg alloys towards superplasticity studies[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 302: 56–62.
- [10] YANG Wen-peng, GUO Xue-feng, YANG Kai-jun. Low temperature quasi-superplasticity of ZK60 alloy prepared by reciprocating extrusion[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(1): 255–261.
- [11] XIE G M, LUO Z A, MA Z Y, XUE P, WANG G D. Superplastic behavior of friction stir processed ZK60 magnesium alloy[J]. Materials Transactions, 2011, 52(12): 2278–2281.
- [12] MABUCHI M, ASAHINA T, IWASAKI H, HIGASHI K. Experimental investigation of superplastic behaviour in magnesium alloys[J]. Materials Science and Technology, 1997, 13: 825–831.
- [13] KIM W J, KIM M J, WANG J Y. Superplastic behavior of a fine-grained ZK60 magnesium alloy processed by high-ratio differential speed rolling[J]. Materials Science and Engineering A, 2009, 527: 322–327.
- [14] GALIYEV A, KAIBYSHEV R. Superplasticity in a magnesium alloy subjected to isothermal rolling[J]. Scripta Materialia, 2004, 51: 89–93.
- [15] ZHU S Q, YAN H G, CHEN J H, WU Y Z. Effect of twinning and dynamic recrystallization on the high strain rate rolling process[J]. Scripta Materialia, 2010, 63(10): 985–988.
- [16] YU Z H, YAN H G, CHEN S J, CHEN Z H, ZENG P L. Method for welding Highly crack susceptible magnesium alloy ZK60[J]. Science and Technology of Welding and Joining, 2010, 15(5): 354–360.
- [17] 赵德文, 铁维麟. 轧制应变速率参数的精确计算方法[J]. 应用科学学报, 1995, 13(1): 103–107.
- ZHAO De-wen, TIE Wei-lin. Method for accurate calculation of rolling strain rate parameters[J]. Journal of Applied Sciences, 1995, 13(1): 103–107.
- [18] SHERBY O D, WADSWORTH J. Superplastic-recent advances and future direction[J]. Prog Mater Sci, 1989, 33: 169.
- [19] 吴诗惇. 金属超塑性变形理论[M]. 北京: 国防工业出版社, 1997: 34–104.
- WU Shi-chun. Metallic superplastic deformation theory[M]. Beijing: National Defence Industry Press, 1997: 34–104.
- [20] FIGUEIREDO R B, LANGDON T G. Strategies for achieving high strain rate superplasticity in magnesium alloys processed by equal-channel angular pressing[J]. Scripta Materialia, 2009, 61: 84–87.
- [21] KIM W J, LEE B H, LEE J B, LEE M L, PARK Y B. Synthesis of high-strain-rate superplastic magnesium alloy sheets using a high-ratio differential speed rolling technique[J]. Scripta Materialia, 2010, 63: 772–775.
- [22] GALIYEV A, KAIBYSHEV R, GHOSH A K, BIELERT R. Low temperature superplastic in a magnesium alloy[C]// Proceedings of Superplasticity and Superplastic Forming Supplementary. Warren-dale, PA: TMS, 1998: 20–29.
- [23] WATANABE H, MUKAI T, HIGASHI K. Superplasticity in a ZK60 magnesium alloy at Low temperature[J]. Scripta Materialia, 1999, 40(4): 477–484.
- [24] WE Y H, WANG Q D, ZHU Y P, ZHOU H T, DING W J, CHINO Y, MABUCHI M. Superplasticity and grain boundary sliding in rolled AZ91 magnesium alloy at high strain rates[J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 360: 107–115.
- [25] WATANABE H, MUKAI T, KOHZU M, TANABE S, HIGASHI K. Low temperature superplasticity in a ZK60 magnesium alloy[J]. Materials Transactions, JIM, 1999, 40(8): 809–814.
- [26] FATEMI-VARZANEH S M, ZAREI-HANZAKI A, BELADI H. Dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2007, 456: 52–57.
- [27] CHANDRA N. Constitutive behavior of superplastic materials[J]. International Journal of Non-Linear Mechanics, 2002, 37: 461–484.
- [28] TAN J C, TAN M J. Superplasticity and grain boundary sliding characteristics in two stage deformation of Mg-3Al-1Zn alloy sheet[J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 339: 81–89.
- [29] 尉胤红. Mg-Al-Zn 镁合金超塑变形行为研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2002: 82–84.
- YU Yin-hong. Superplastic behaviors of Mg-Al-Zn magnesium alloys[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2002: 82–84.

(编辑 李艳红)