2015年5月 May 2015

文章编号: 1004-0609(2015)-05-1117-11



Al₃(Sc,Zr)粒子与剪切带对 Al-Mg-Sc-Zr 合金

再结晶及断裂行为的影响

黄宏锋1,姜锋1,刘兴涛1,周江2,钟沐春1,韦莉莉1

(1. 中南大学 材料科学与工程学院,长沙 410083;2. 中国铝业公司,北京 100082)

摘 要:利用光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)和透射电子显微镜(TEM)研究大变形冷轧 Al-6Mg-0.4Mn-0.25Sc-0.1Zr(质量分数,%)合金在不同稳定化退火过程中的组织演变及单轴拉伸断裂行为。结果表明:在大变形 冷轧过程中,弥散分布的纳米级 Al₃(Sc,Zr)粒子阻碍位错运动和晶界迁移,位错密度显著增加。高密度的位错缠 结诱发局部不均匀变形,形成大量剪切变形带。冷轧状态下,合金组织分布不均匀,剪切带区域位错密度较大,变形储能较高,在单轴拉应力状态下,合金沿着剪切带方向发生剪切断裂。在稳定化退火过程中,剪切变形带中 优先发生形核与晶粒长大。随着稳定化退火温度的不断提高,亚晶发生合并长大,剪切变形组织逐渐消失,合金 的断裂行为由剪切断裂转变为混合型韧性断裂。经过高温稳定化退火处理后,部分 Al₃(Sc,Zr)粒子发生粗化,析 出相弥散强化作用减弱,少量粗大粒子转变为裂纹源,合金强度逐渐减弱。

中图分类号: TG146.2; TG115.52 文献标志码: A

Effects of Al₃(Sc, Zr) particles and shear bands on recrystallization and fracture behaviors of Al-Mg-Sc-Zr alloy

HUANG Hong-feng¹, JIANG Feng¹, LIU Xing-tao¹, ZHOU Jiang², ZHONG Mu-chun¹, WEI Li-li¹

School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China;
 Aluminum Corporation of China, Beijing 100082, China)

Abstract: The microstructure evolution and uniaxial testing fracture behaviors of Al-6Mg-0.4Mn-0.25Sc-0.1Zr (mass fraction, %) alloys after high strain cold rolling were investigated during annealing treatment by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). The results indicate that the presence of nano-scale Al₃(Sc,Zr) particles will increase the dislocation density due to its great pinning effect on migration of dislocations and grain boundaries during cold rolling. These dislocation tangles induce the occurrence of inhomogeneous deformation in local area and promote the formation of shear bands. When loaded with uniaxial tensile stress, the as cold-rolled specimens tend to fracture along shear bands in which the dislocation density, as well as deformed store energy is higher than that in other regions. The nucleation and growth of new grains occur preferentially in shear bands during stabilizing annealing treatment. The annealed specimens perform a hybrid ductile fracture behavior with the coarsening of subgrains and elimination of shear bands when elevating the annealing temperatures. Meanwhile, the precipitation strengthening effect of Al₃(Sc,Zr) particles diminishes gradually due to the coarsening of some particles after high-temperature stabilizing annealing. Some over-size particles even turn to be crack initiation and the mechanical properties of alloys decrease.

Key words: Al-Mg-Sc-Zr alloy; stabilizing annealing; recrystallization; Al₃(Sc,Zr) particles; mechanical property

基金项目:中南大学贵重仪器设备开放共享基金资助项目(CSUZC20140010);中南大学本科生自由探索计划项目(2282014bks066) 收稿日期: 2014-10-13;修订日期: 2015-01-22

通信作者: 姜 锋,教授,博士; 电话: 13787009528; E-mail: jfeng2@csu.edu.cn

Al-Mg 系合金具有易加工成型、耐腐蚀性好、比 强度高等优点而被广泛应用于航空航天工业及汽车制 造等民用工业领域^[1-4]。与可热处理强化的 Al-Zn-Mg-Cu 系合金不同, Al-Mg 系合金属于中强不可热处 理强化合金,不能采用传统的固溶+时效等热处理工 艺来提高合金的性能。为了弥补 Al-Mg 合金强度上的 不足,通常采用加工硬化(亚结构强化)及固溶强化(提 高 Mg 含量)方式来提高 Al-Mg 系合金的性能^[1-3, 5]。 在此基础上,研究发现,在 Al-Mg 系合金的性能^[1-3, 5]。 在此基础上,研究发现,在 Al-Mg 系合金的传态组织, 而且能显著提高 Al-Mg 系合金的再结晶温度,促进亚 结构的强化效果,从而在原有基础上极大程度地提高 合金的综合性能^[6-9]。新型 Al-Mg-Sc-Zr 合金比传统 Al-Mg 合金强度更高、应用领域更广,因而引起了科 学工作者的极大关注。

与传统 Al-Mg 合金相比,新型 Al-Mg-Sc-Zr 合金 综合性能显著提升的主要原因是在合金中形成了热稳 定性好,强度高的Al₃(Sc,Zr)粒子。在铸造过程中一次 析出的 Al₃(Sc,Zr)粒子能作为新晶粒形核核心,从而显 著细化晶粒,减少铸造过程中枝晶偏析的形成^[10]。经 过均匀化处理后,在基体中二次析出弥散分布的纳米 级 Al₃(Sc,Zr)粒子具有与基体相类似的晶体学结构并 与基体完全共格,在变形过程及后续热处理过程中能 显著钉扎位错滑移及晶界运动,从而有效抑制再结晶 的发生,显著提高合金的强度。近几年来,许多科学 工作者对新型 Al-Mg-Sc-Zr 合金的性能, 粒子析出特 性及强韧化机理进行了大量的研究报道,系统阐述了 Al₃(Sc,Zr)粒子特性及其对提高 Al-Mg 系合金强度的 重要贡献^[11-15]。然而很少有研究涉及到 Al₃(Sc,Zr)粒 子的析出对 Al-Mg-Sc-Zr 合金变形行为及变形过程中 组织演变的影响。Al-Mg-Sc-Zr 合金变形组织的演变 特性与后续再结晶行为和断裂行为之间的内在联系也 没有得到系统阐述。早期的研究已发现, Al-Mg 系合 金在冷变形过程中倾向于发生局部不均匀变形,形成 剪切带组织,随着 Mg 含量的增加,这种倾向更加明 显^[16]。在 Al-Mg-Sc-Zr 合金中,由于存在 Al₃(Sc,Zr) 粒子的钉扎作用,变形过程中的位错运动会变得更加 困难,组织变形抗力也随之增加。显著增强的加工硬 化效果使合金的变形变得越来越困难,加剧了合金局 部变形的不均匀性。不均匀冷变形组织对 Al-Mg-Sc-Zr 合金在后续热处理过程中的再结晶行为及断裂行为有 显著影响。

因此,本文作者以高 Mg(6.0%(质量分数))含量的 Al-Mg-Sc-Zr 合金作为研究对象,研究 Al-Mg-Sc-Zr 合金在较大变形量条件下的微观组织特征,揭示在 Al₃(Sc,Zr)粒子的影响下 Al-Mg-Sc-Zr 合金的变形特性。并通过对不同再结晶程度下合金的组织观察及性能测试,阐明不均匀的变形组织对合金再结晶及断裂行为的影响。此次研究成果为进一步优化合金综合性能提供理论及实验依据。

1 实验

研究材料为工厂条件下生产的铸锭及 14 mm 厚 热轧板,具体成分如表1所列。在靠近铸锭中心部位 截取样品进行 350 ℃均匀化处理 12 h。将热轧板进行 多道次冷轧为最终厚度为3 mm 的冷轧板,冷轧总变 形量为 78%。分别对冷轧板在 250、320、450 和 550 ℃ 下进行稳定化退火处理 1h, 出炉后空冷。用于性能测 试及组织分析的样品均从板材中心部位截取。按照国 标 GB/T228-2002 沿着轧制方向准备单轴拉伸试样, 拉伸试验在 MTS-810 力学试验机上进行, 拉伸速度 为2 mm/min。采用 Leica DFC295 金相显微镜在偏光 模式下对铸锭及不同状态板材样品的纵截面组织进行 观察。所有金相样品在观察前都经过机械抛光后再进 行电解抛光和阳极覆膜处理。电解抛光液为 10 mL HClO₃+90 mL C₂H₅OH, 抛光电压为 25 V, 时间为 30 s; 阳极覆膜液为 38mL H₂SO₄+43mL H₂PO₃+19m LH₂O, 覆膜电压为 20 V,时间为 180 s。拉伸试样的断口形 貌观察在 FEI QUANTA-200 扫描电镜上进行, 配合 EDX 对析出相粒子进行能谱分析。透射样品的显微组 织分析在 Tecnai G² 20ST 上进行,加速电压为 200 kV。 所有透射样品经机械减薄至 100 µm 后再双喷减薄, 减薄双喷液为 30%HNO3+75%CH3OH(体积分数), 电 流为 55 mA,减薄温度控制在-30~-20 ℃之间。

表1 实验合金的化学成分

Table 1Chemical composition of experimental alloy (massfraction, %)

Mg	Mn	Sc	Zr	Fe	Si	Ti	Zn	Al
6.0	0.4	0.25	0.10	0.01	0.01	0.004	0.001	Bal.

2 实验结果

2.1 冷轧及稳定化退火过程中合金的显微组织演变

合金在不同稳定化退火过程中的金相组织演变如 图 1 所示。从图 1(a)可以看出,在冷轧状态下,合金 的晶粒在纵截面上沿轧制方向被拉长,呈煎饼状沿轧



图1 不同稳定化退火处理后合金的金相组织

Fig. 1 Optical microstructures of samples annealed at different temperatures: (a) Cold rolling; (b) (250 °C, 1 h); (c) (320 °C, 1 h); (d) (550 °C, 1 h)

制方向分布。在局部区域发生不均匀变形,形成剪切 带组织。这些剪切变形组织与轧制方向成 36°~40°, 相互交叉呈网状在合金冷轧板的纵截面上分布。随着 稳定化退火处理的进行,剪切带组织及煎饼状冷变形 组织逐渐粗化变宽。经在 250 ℃、1 h 稳定化退火处 理后,合金仍保留冷轧态组织特征,此时合金处于回 复阶段,没有出现大规模的晶粒粗化(见图 1(b))。经 过 320 ℃、1 h 稳定化处理,在剪切变形带内优先发 生再结晶形核及晶粒长大,处在不均匀变形区域的新 晶粒尺寸要比其他区域的尺寸大(见图 1(c))。继续将 稳定化退火温度升高,此时合金发生大规模的再结晶 及晶粒长大,剪切带内的晶粒生长速率比均匀变形区 域内晶粒的长大速率快。当退火温度升高至 550 ℃ 时,剪切带变形组织全部消失,合金完全发生再结晶 并伴随有局部晶粒粗化,晶粒尺寸约为 30~70 μm(见 图 1(d))。

图 2 所示为 Al-Mg-Sc-Zr 合金在退火过程中微观 组织演变的透射电子显微分析。在轧制力作用下,晶 粒内部各区域开动的滑移系数目不同而使晶粒各部位 发生变形程度不同。这中不同程度的变形导致一个晶 粒在冷变形过程中"碎化"为多个变形区,如图 2(a)所 示。"碎化"的变形区被大量的位错相互缠结形成位错 墙和过渡带所隔离。在冷轧过程中,一个位错墙或过 渡带衍变为两个或多个平行的位错墙或过渡带,这些 转变被认为是协调形变所必需的,因而将这些分隔不 同变形区域的位错墙和胞状组织边界称为几何必需边 界组织(Geometrically necessary boundary, GNB)。被 几何必需边界所分隔的变形组织彼此相互平行, 平均 间距为 0.5~1 um。它们之间存在相对较大的晶体学取 向差,在透射电镜下呈现明显的衬度差异。在剪切力 作用下,这些变形组织逐渐转变为剪切变形带,并与 轧制方向成近似40°的方向延伸。由于形变程度不同, 在变形带组织局部区域内分布有高密度的位错缺陷及 位错胞状组织,这些区域在相同成像条件下呈现较暗 的衍射衬度。与几何必需边界不同,这些位错胞壁能 量低, 胞壁之间的晶体学位相差异较小, 被称为伴生 位错边界(Incidental dislocation boundary, IDB)。相比 之下, 位错更容易穿过伴生位错边界发生移动。冷轧 态合金经过 250 ℃、1 h 退火后,剪切带中的伴生位 错边界逐渐消失,取而代之的是新形核的亚晶组织, 此时几何必需边界在透射电镜下依然清晰可辨(见图 2(b))。经过 320 ℃、1 h 稳定化退火以后,位于剪切 带中的亚晶优先发生粗化,此时合金位错密度显著降 低,伴生位错边界组织基本消失,几何必需边界的衬 度也逐渐减弱。随着合金内部因形变而产生的应力应 变衬度的减弱,在亚晶内部可以清晰的观察到与基体 共格的 Al₃(Sc,Zr)粒子。随着稳定化退火温度升高至 450 ℃,再结晶进程加快,晶粒尺寸由 0.5 μm(见



图 2 不同稳定化退火处理后合金的 TEM 像

图 2(c))长大到 1 μm,在晶界和晶粒内部可以观察到大量的 Al₃(Sc,Zr)粒子(见图 2(d))。合金由变形组织向再结晶组织转变。随着稳定化退火温度的不断升高,晶界变得细长平直,在晶粒内部析出大量弥散的 Al₃(Sc,Zr)粒子,合金完全发生再结晶,冷变形组织被等轴晶组织取代。

2.2 不同状态下合金的力学性能

冷轧态及不同稳定化处理态下合金的力学性能如 图 3 所示。合金在冷轧态具有最高的抗拉强度(*R*_m)和 (*R*_{p0.2})屈服强度,分别是 501 MPa 和 447 MPa,此时合 金的伸长率最低。随着稳定化退火温度的不断提高, 抗拉强度和屈服强度整体呈现逐渐降低的趋势而伸长 率不断提高。具体来说,当稳定化退火温度低于 250 ℃时,抗拉强度和屈服强度下降平缓,伸长率缓 慢上升;当稳定化退火温度超过 250 ℃后,合金的强 度有一个较为明显的降低过程,并且屈服强度的衰减 速率明显快于抗拉强度,同时伴随着伸长率的显著提 高。稳定化退火温度达到 550 ℃时,合金性能持续下 降至最低,抗拉强度和屈服强度分别为 335 和 165 MPa,此时合金塑性最佳,伸长率达到 26%。

2.3 不同状态下合金的断口形貌

根据合金力学性能在稳定化退火过程的变化规







Fig. 2 TEM images of samples at various annealing temperatures: (a) Cold rolling; (b) (250 °C, 1 h); (c) (320 °C, 1 h); (d) (450 °C, 1 h)

律,分别选取冷轧态、(320 ℃、1 h)和(550 ℃、1 h) 具有代表性状态的试样进行断口形貌分析。图 4 所示 为不同状态下试样的拉伸应力-应变曲线及对应的宏 观断口形貌。从图 4 中可以发现,在沿着轧制方向的 拉力作用下,冷轧态试样呈现显著的加工硬化效果, 在较低的应变量下达到最高的强度并发生断裂,断口 表现为明显的剪切断裂,剪切角 θ_T(断裂面与受力方向 形成的角度)为 37°。随着稳定化退火温度的不断提 高,退火态试样的加工硬化效果有所降低,但伸长率 显著提高,颈缩现象也越来越明显,剪切角度也在逐 渐增大,在 550 ℃退火后 θ_T 为 45°。说明合金的断裂 行为正由剪切断裂逐渐向非剪切断裂方式转变。



图 4 不同稳定化退火处理后合金的应力-应变曲线及样品 1 对应的宏观断口形貌

Fig. 4 Stress-strain curves of samples annealed at different temperatures (a) and corresponding macro fracture morphologies (b) of specimen 1

采用扫面电子显微分析技术对试样断裂面的微观 形貌做进一步分析,其结果如图 5 所示。从图 5(a)和 (b)可以发现,冷轧态试样在最大切应力作用下合金组 织沿着特定方向发生滑移,在断裂面上沿着滑移方向 分布有大量的剪切滑移平面,这些滑移平面光滑平直, 是典型的剪切断裂断口特征形貌。随着稳定化退火温 度的升高,在断裂面上平直的剪切滑移平面逐渐消失, 取而代之的是大小各异、深浅不一的韧窝状断口组织, 在较大的韧窝中还残留有粗大的第二相粒子及开裂的 晶粒(见图 5(c)和(d))。随着稳定化退火温度的进一步 升高到 550 ℃,剪切滑移平面完全消失,韧窝在断裂 面上分布更加密集,深度更深,尺寸更大,分布在韧 窝中的粗大相粒子也逐渐增多(见图 5(c)和(f))。在扫 描电镜下进行能谱分析,发现这些粗大相粒子均是 Sc、Zr 富集的 Al(Sc,Zr)相(见图 5(g))。

3 分析与讨论

3.1 Al₃(Sc,Zr)对合金组织演变的影响

Al-Mg-Sc-Zr 合金不能使用常规热处理来提高合 金性能,而是通过提高 Mg 含量(达到 6.0%(质量分数)) 和复合添加 Sc 和 Zr 两种微量元素的方法来达到强化 效果。主要原因是提高 Mg 含量可显著提高固溶强化 效果^[5],添加 Sc 和 Zr 则可以在基体中析出弥散分布 的 Al₃(Sc,Zr)粒子,利用粒子与位错的相互作用使合金 的性能得到进一步的强化。相比于传统的 Al-Mg 系合 金,添加 Sc 和 Zr 除了可以减少合金铸态组织偏析外, 还起到显著的细化晶粒效果。从图 6(a)可以看出,新 型 Al-Mg-Sc-Zr 合金铸态组织均匀, 晶粒细小(粒径为 20~50 µm), 无枝晶偏析形成。通过扫描电镜对铸态组 织进行分析发现,在晶粒中心可观察到少量一次析出 的 Al₃(Sc,Zr)粒子(见图 6(b))。在凝固过程中,由于冷 却速率较快,大部分 Sc、Zr 以固溶体形式保留在基体 中,只有在局部冷却速率慢的区域一次析出 Al₃(Sc,Zr) 粒子,这些粒子大多呈多边形形态,粒径约为10 µm, 在凝固过程中可作为新晶粒的核心,从而起到细化晶 粒和抑制枝晶偏析的作用。铸锭经过350℃、12h均 匀化处理后,大量的纳米级Al₃(Sc,Zr)粒子从基体中弥 散析出,这类粒子称之为二次析出粒子。与一次析出 粒子不同,二次析出的粒子呈球形,尺寸为纳米级(2~ 3 nm),在基体中弥散分布且与基体保持完全共格(见 图 6(c))。共格应变效应进一步增强了 Al₃(Sc,Zr)粒子 钉扎位错和晶界的能力。

二次析出的 Al₃(Sc,Zr)粒子具有高的热稳定性,在 热轧变形过程中不发生粗化,对位错运动和晶界迁移 具有很强的抑制作用。同时,Al₃(Sc,Zr)粒子具有很高



的强度,在后续大变形量的冷轧过程中粒子不随基体 发生变形,因而在粒子与基体之间形成一个不相容的 应变区,在应变区内Al₃(Sc,Zr)对位错及晶界运动的阻 力增大,促进了几何必需边界和伴生位错边界的产生, 使得该区域的位错密度会比基体其它地方的位错密度 高,高密度的位错缠结导致局部发生不稳定的塑性变 形(见图 7)。随着变形量的不断增大,高密度的位错缠 结使基体局部变形抗力显著提高,从而进一步加剧了

Energy/keV

Fig. 5 SEM fractographs of cold rolled samples at different annealing conditions ((a)~(f)) and EDX spectrum of position A in Fig.(f) (g): (a), (b) Cold rolling; (c), (d) (320 °C, 1 h); (e),

基体的局部塑性变形的不均匀性。这些局部不均匀塑 性变形诱发大量剪切变形发生,因而,合金在冷轧过 程中的剪切变形带组织密度显著增加(见图 1(a)和图 2(a))。相比于均匀变形区域,在剪切带内部存在大量 的位错缠结和应变储能,在受热条件下,这些有利条 件促进新晶粒的形核。因此,在稳定化退火过程中, 再结晶优先在剪切变形带中发生,并随着稳定化温度 的不断提高,剪切带内的晶粒长大速率也高于基体中



图 6 不同状态下试验合金的微观组织

Fig. 6 Microstructures of experimental alloy under different conditions: (a) Optical microscopy of as-casting microstructure; (b) SEM image showing morphology of primary $Al_3(Sc,Zr)$ particles in casting ingot; (c) TEM image showing morphologies of nano-scale $Al_3(Sc,Zr)$ particles in sample homogenized at 350 °C for 12 h



图 7 在变形过程中硬质 Al₃(Sc,Zr)粒子对变形组织演变的 示意图



均匀变形的区域(见图 1 和 2)。结合力学性能及透射显 微组织分析可知,在低温稳定化退火过程中,Al₃(Sc,Zr) 粒子阻碍了位错和晶界的运动,从而抑制再结晶的发 生,极大程度地降低了合金在稳定化退火过程中的软 化速率(见图 3(a))。

3.2 剪切变形带及再结晶组织对合金断裂行为的影响

从以上实验分析发现在试验合金冷轧板中分布有 大量与轧制方向成一定角度呈网状交叉分布的剪切变 形带组织(见图 1(a)和 2(a))。合金中弥散分布的 Al₃(Sc,Zr)粒子在轧制过程中诱发局部组织发生不均 匀变形,从而促进了剪切变形的形成(见图 7)。由于局 部变形的不均匀性,导致剪切带内位错密度较高,形 变储能增大, 在较低温度的稳定化退火过程中优先发 生再结晶,通过微观组织分析也发现在剪切带内部优 先形成细小的亚晶组织(见图 1(c)和 2(b))。经过 550 ℃ 退火后,剪切带消失,合金由冷变形组织转变为完全 再结晶组织(见图 1(d))。伴随着合金组织的演变,在 稳定化退火过程中合金的性能也在发生变化。整体而 言,合金强度随着稳定化退火温度的不断提高而逐渐 降低,同时伸长率显著提高。从合金的力学性能变化 曲线以及宏观断口形貌分析可知,合金在各个再结晶 阶段的断裂行为呈现不同特点。

在单轴拉应力作用下试样在断裂位置处的应力状态如图 8(a)所示。在载荷 F 的作用下沿着受力方向产生应力大小为 σ ,通过正交分解在断裂面 PP 上产生的剪切应力为 τ_P ,沿 PP 面法线方向产生的正应力为 σ_n 。它们存在如下关系:

$$\sigma_{\rm n} = \sigma \sin^2(\theta_{\rm T}) \tag{1}$$

$$\tau_P = \frac{\sigma}{2}\sin(2\theta_{\rm T}) \tag{2}$$

通过以上式子可知当剪切角 θ_T=45°时产生最大剪 切应力,因此材料容易在该方向上发生剪切断裂。如 果试样为立方单晶体,在载荷作用下晶体通过滑移来 发生塑性变形,假设断裂面 PP 为单晶体的滑移面(见 图 8(b)中的阴影部分), Φ 和 λ 分别是滑移面法线 n, 滑移方向 b 与载荷方向 F 之间的夹角。试样的最大临 界分切应力被认为与施密特因子有关,不同晶体学方 向上的施密特因子大小不同,施密特因子越大,在载 荷作用下越有利于晶体滑移系的开动,材料容易发生 屈服断裂。施密特因子(m)可以用式(3)表示:

$$m = \cos \Phi \cos \lambda$$



图8 单轴拉伸状态下断裂面的应力状态示意图[17]

Fig. 8 Schematic diagrams showing stress state of fracture plane during uniaxial tensile testing (a) and Schmid theory (b)^[17]

从试验合金在不同状态的拉伸断口宏观形貌看, 冷轧态拉伸试样的断裂方式为典型的剪切断裂,但是 断裂剪切角 θ_T不等于 45°(见图 4(b)),该结果与根据 式(2)预测在 45°方向发生最大剪切作用力的结果不一 致。当试样经过 550 ℃退火完全发生再结晶后, 拉伸 试样的断裂剪切角度才与理论预测的 45°相符(见图 4(b))。通过对试样进行透射电子显微组织分析,结合 拉伸试样断裂面的扫描电子显微分析结果,发现试样 断裂行为的变化是由于材料组织发生转变引起的。通 过金相和透射显微组织观察发现在冷轧态合金试样中 存在大量的剪切变形带,剪切变形带结构被认为是材 料发生变形损伤的重要形式之一[18]。在载荷作用下, 微裂纹极易在剪切带中萌生并沿着剪切带方向迅速扩 展,最后导致材料沿剪切带方向发生剪切断裂(见图 5(a))。在这种情况下,试样的断裂面较为平直,且断 裂方向(即断裂剪切角)与剪切带组织结构及分布有 关。在冷轧态试样中剪切带与载荷方向成 36°~45°关 系,在载荷作用下材料会沿着优先失稳的剪切带方向 发生断裂,此时断裂方向由引起材料失稳的剪切带分 布方向决定。因此,断裂剪切角就不是理论值 45°, 其实际大小应该是失稳剪切带方向与载荷方向的夹 角。除了剪切带的组织特点及位错结构有利于裂纹萌 生和扩展外,从晶体学层面分析也可以得到相同的结 论。面心立方金属在载荷作用下滑移系会优先沿着最

密排面{111}及最密排方向〈110〉发生滑移而发生塑性 变形,前阶段研究发现,试验合金冷变形过程中主要 形成黄铜{110}〈112〉晶粒取向^[19]。剪切带中的(110) [012] 晶粒与(111)[011]和(111)[101]两个主滑移系 的晶体学角度分别为 Φ=61°和 λ=30°。采用公式(3)计 算出在载荷作用下该晶体学方向上的施密特因子 m=0.408,这是一个比较高的数值。根据施密特理论, 在载荷作用下,该晶粒优先在(111)[011]和(111)[101] 滑移系上发生滑移,因此,冷轧态拉伸试样比较容易





沿着剪切带发生断裂。从图 9(a)中可以清晰观察到在 断裂面附近的剪切变形带中形成的微小裂纹,这些微 裂纹沿着剪切方向扩展且平行于断裂面。冷轧态试样 经过稳定化退火处理,在剪切带内优先发生再结晶和 晶粒长大(见图 1(c)和 2(b)),剪切带内的位错密度降 低,新生成的亚晶使变形黄铜织构{110}(112)的强度 减弱,亚晶逐渐由小角度晶界向大角度晶界转变。在 这种情况下, 当裂纹在剪切带中扩展时会受到新形核 晶粒的阻碍,由于各晶粒处在不同的晶体学取向,每 个晶粒对裂纹阻碍作用不同,因此裂纹在剪切带亚晶 区域扩展时,裂纹扩展方向会优先向阻碍作用较弱的 亚晶区域发生偏转,因此合金断裂面会呈现锯齿状分 布(见图 9(b)),在扫描电镜下拉伸试样断口表面也可 以观察到亚晶粒破碎而造成的细小韧窝(见图 5(d))。 这些特征表明合金由冷轧态的纯剪切断裂向韧性断裂 转变,断裂剪切角 $\theta_{\rm T}$ 也随之逐渐增大。当冷轧态试样 经过 550 ℃退火后,剪切带组织全部消失,位错密度 也显著降低,合金发生完全再结晶(见图 1(d))。再结 晶消除了由于变形带等不均匀组织而引起的性能各向 异性,在载荷作用下,合金沿着最大切应力方向 $(\theta_T=45^\circ)$ 发生均匀塑性变形和断裂,拉伸试样具有明显 的颈缩现象,在断口上能观察到有大量韧窝分布,这 是典型的韧性断裂特征(见图 4(b)和 5(f))。在断裂面附 近还可以清晰观察到有大量密集的滑移带生成,这些 新生成的滑移带平行于断裂面和拉伸方向交叉分布 (见图 9(c)),这些新生成的滑移带能使单个晶粒发生更 大的塑性变形,从而有助于合金伸长率的显著提高, 达到 26%(见图 3(b))。

研究发现^[20], Al₃(Sc,Zr)粒子尺寸对热处理温度比 较敏感,其形态和尺寸的演变主要集中在冷变形后从 低温到高温的稳定化退火处理过程。在稳定化退火过 程中, Al₃(Sc,Zr)粒子通过钉扎位错运动及亚晶界迁移 起到显著抑制再结晶的作用,但是随着稳定化退火温 度的不断提高, Al₃(Sc,Zr)粒子逐渐长大,对位错和晶 界的钉扎能力也在减弱,合金逐渐由煎饼状冷变形组 织转变为再结晶组织(见图 1 和 2)。值得注意的是,在 经过较高温度的稳定化退火后,在断裂韧窝中也发现 越来越多的粗大 Al₃(Sc,Zr)粒子。通过对断裂面做进一 步扫描电子显微分析发现,在拉伸过程中,个别粗大 的 Al₃(Sc,Zr)粒子不但没有起到强化作用,反而成为裂 纹源,加快了裂纹扩展的速率,使合金性能显著降低 (见图 10)。



图 10 粗大的 Al₃(Sc,Zr)粒子加快裂纹萌生和扩展的 SEM 像 Fig. 10 SEM images of oversize Al₃(Sc,Zr) particles serving as crack initiation (a), (b) and EDX spectrum of oversize particles (c): (a) (320 ℃, 1 h); (b) (550 ℃, 1 h) (c) EDX spectrum

4 结论

 Al-Mg-Sc-Zr 合金铸态组织均匀,无枝晶偏析 形成,晶粒细小(约 30 μm)。在均匀化过程,析出的纳 米级 Al₃(Sc,Zr)粒子在大变形过程中阻碍位错运动和 晶界迁移,显著提高合金位错密度,增强加工硬化效 果,提高合金性能;在退火过程中,Al₃(Sc,Zr)粒子能 显著抑制再结晶发生,降低合金软化速率。

2) 冷轧过程中大量的位错缠结引发局部发生不 均匀变形,促进大量剪切带形成。剪切带内变形储能 和位错密度较高,经320 ℃、1 h 稳定化退火后,在 剪切带内优先发生再结晶。随着稳定化退火温度的不 断增加,剪切带内的亚晶优先长大。

3) 在外力作用下冷轧态合金中的剪切带成为微裂纹萌生和扩展的快捷通道,导致合金沿剪切带方向发生剪切断裂。随着再结晶的进行,剪切变形组织逐渐消失,合金的断裂方式由剪切断裂转变为韧性混合断裂。在高温稳定化退火过程中少量 Al₃(Sc,Zr)粒子发生长大粗化,粗大的 Al₃(Sc,Zr)粒子会发展成为裂纹源,使合金性能降低。

REFERENCES

- POLMEAR I J. Light alloys[M]. 4th ed. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2005: 97–204.
- [2] VARGEL C, JACQUES M, SCHMIDT M P. Corrosion of aluminium[M]. Amsterdam: Elservier, 2004: 61–69.
- [3] GUPTA R K, SUKIMAN N L, CAVANAUGH M K, HINTON B R W, HUTCHINSON C R, BIRBILIS N. Metastable pitting characteristics of aluminium alloys measured using current transients during potentiostatic polarisation[J]. Electrochimica Acta, 2012, 66(8): 245–254.
- [4] PENG Yong-yi, YIN Zhi-min, LEI Xue-feng, PAN Qing-lin, HE Zhen-bo. Microstructure and properties of friction stir welded joints of Al-Mg-Sc alloy plates[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2011, 40(2): 201–205.
- [5] DAVIS J R. Metals Park. ASM handbook[M]. OH: ASM International, 1990: 29–35.
- [6] 潘青林, 尹志民, 邹景霞, 陈显明, 张传福. 微量 Sc 在 Al-Mg 合金中的作用[J]. 金属学报, 2001, 37(7): 749-753.
 PAN Qing-lin, YIN Zhi-min, ZHOU Jing-xia, CHEN Xian-ming, ZHANG Chuan-fu. Effect of minor Sc addition on microstructure and tensile property of Al-Mg alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica. 2001, 37(7): 749-753.
- [7] CHEN Qin, PAN Qing-lin, WANG Ying, ZHANG Zhi-ye, ZHOU Jian, LIU Chang. Microstructure and mechanical properties of Al-5.8Mg-Mn-Sc-Zr alloy after annealing treatment[J]. Journal of Central South University, 2012, 19(7): 1785–1790.
- [8] JIA Zhi-hong, RØYSET J, SOLBERG J K, LIE Qing. Formation

of precipitates and recrystallization resistance in Al-Sc-Zr alloys[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(8): 1866–1871.

[9] 杨福宝,刘恩克,徐 骏,张志峰,石力开. Sc、Zr和 Er 微合 金化 Al-5Mg 填充合金的焊接热裂敏感性[J].中国有色金属 学报,2010,20(4): 620-627.

YANG Fu-bao, LIU En-ke, XU Jun, ZHANG Zhi-feng, SHI Li-kai. Hot-cracking susceptibility of (Sc, Zr, Er)-microalloyed Al-5Mg filler metals[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(4): 620–627.

- [10] ZHANG Wei, XING Yuan, JIA Zhi-hong, YANG Xiao-fang, LIU Qing, ZHU Chang-luo. Effect of minor Sc and Zr addition on microstructure and properties of ultra-high strength aluminum alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(12): 3866–3871.
- [11] MARQUIS E A, SEIDMAN D N. Nanoscale structural evolution of Al_3Sc precipitates in Al(Sc) alloys[J]. Acta Materialia, 2001, 49(11):1909–1919.
- [12] 聂 波, 尹志民, 姜 锋, 蒋春丽, 丛福官. 稳定化退火工艺 对铝镁钪合金力学和腐蚀性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2008, 29(3): 58-61.

NIE Bo, YIN Zhi-min, JIANG Feng, JIANG Chun-li, CONG Fu-guan. Influence of stabilizing annealing on tensile property and exfoliation corrosion resistance of Al-Mg-Sc alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment. 2008, 29(3): 58–61.

[13] 陈 琴, 潘清林, 王 迎, 彭 虹, 张志野, 尹志民. 微量 Sc 和 Zr 对 Al-Mg-Mn 合金组织与力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2012, 22(6): 1555-1563.
CHEN Qin, PAN Qing-lin, WANG Ying, PENG Hong, ZHANG Zhi-ye, YIN Zhi-min. Effects of minor scandium and zirconium

on microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Mn alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2012, 22(6): 1555–1563.

[14] 杜 刚,杨 文,闫德胜,戎利建. Al-Mg-Sc-Zr 合金中初生 相的析出行为[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(6): 1083-1087.

DU Gang, YANG Wen, YAN De-sheng, RONG Li-jian. Precipitation behaviors of primary phases in Al-Mg-Sc-Zr alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(6): 1083–1087.

- [15] MENG Yi, ZHAO Zhi-hao, CUI Jian-zhong. Effect of minor Zr and Sc on microstructures and mechanical properties of Al-Mg-Si-Cu-Cr-V alloys[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013, 23(7): 1882–1889.
- [16] WAGNER P, ENGLER O, LÜCKE K. Texture development in

Al-3%Mg influenced by shear bands[J]. Textures and Microstructures, 1991, 20(18): 927–932.

- [17] 毛卫民,杨 平,陈 冷. 宏观织构定量分析. 材料织构分析 原理与检测技术[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2008: 49-55.
 MAO Wei-min, YANG Ping, CHEN Leng. Fundament and detection technology of material texture analysis[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2008: 49-55.
- [18] 徐永波, 白以龙. 动态载荷下剪切变形局部化、微结构演化与 剪切断裂研究进展[J]. 力学进展, 2007, 37(4): 496-516.
 XU Yong-bo, BAI Yi-long. Shear localization, microstructure evolution and fracture under high-strain rate[J]. Advances in Mechanics, 2007, 37(4): 496-516.
- [19] 姜 锋,黄宏锋,赵 娟,韦莉莉.不同温度退火处理后
 Al-Mg与Al-Mg-Sc合金板材的织构演变[J].中国有色金属学
 报,2010,20(12):2283-2290.
 JIANG Feng, HUANG Hong-feng, ZHAO Juan, WEI Li-li.
 Texture evolution of Al-Mg and Al-Mg-Sc alloy sheets after
 annealing at different temperatures[J]. The Chinese Journal of
- [20] FULLER C B, SEIDMAN D N, DUNAND D C. Mechanical properties of Al(Sc,Zr) alloys at ambient and elevated temperatures[J]. Acta Materialia, 2003, 51(16): 4803-4814. (编辑 李艳红)

Nonferrous Metals, 2010, 20(12): 2283-2290.

1127