

ZK60 镁合金高温压缩道次间软化规律的研究

Study on Softening Law of ZK60 Magnesium Alloy During Interval Between Hot Compression Deformations

郭 强, 严红革, 陈振华, 张 辉

(湖南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410082)

GUO Qiang, YAN Hong-ge, CHEN Zheng-hua, ZHANG Hui

(College of Materials Science and Engineering, Hunan University, Changsha 410082, China)

摘要: 在 Gleeble-1500 热力模拟机上, 采用双道次间隙式等温热压缩实验, 对 ZK60 镁合金双道次热变形过程中的道次间软化规律进行了研究。变形温度为 200℃ 和 300℃, 应变速率为 0.005s^{-1} 和 0.05s^{-1} , 道次间隙停留时间在 1~300s 之间变化。结果表明: 材料在变形道次间的主要静态软化机制是亚动态再结晶, 建立了亚动态再结晶动力学模型, 相应的亚动态再结晶激活能约为 50.12kJ/mol, 远小于动态再结晶激活能。

关键词: ZK60 镁合金; 高温压缩; 亚动态再结晶

中图分类号: TG146.2⁺2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2006)08-0008-04

Abstract: The static softening behavior during double-stage hot deformations of ZK60 magnesium alloy was studied by isothermal interrupted hot compression on Gleeble-1500 at temperatures of 200℃ and 300℃ and strain rates of 0.005s^{-1} and 0.05s^{-1} , respectively. The interrupted deformations were conducted with delay times between 1s and 300s. The results showed that the main static softening mechanism of the samples was metadynamic recrystallization. The metadynamic recrystallization model of ZK60 has also been established with the activation energy of approximately 50.12kJ/mol, which was much smaller than that of dynamic recrystallization.

Key words: ZK60 magnesium alloy; hot compression; metadynamic recrystallization

在锤上锻造和多道次连续轧制等由多次累积变形完成的热加工过程中, 变形结束后材料在高温滞留阶段将发生静态软化过程, 如亚动态再结晶、静态再结晶和静态回复等, 在随后的变形中表现出不同的力学行为, 同时材料的组织发生相应的演变^[1,2]。

镁及镁合金是迄今在工程应用中最轻的金属结构材料, 层错能较低, 动态回复过程缓慢, 亚组织中位错密度较高。与铝等具有高层错能金属相比, 镁合金在热变形过程中极易发生动态再结晶。变形结束时未完成的动态再结晶过程会遗留下来, 在后续高温阶段发生无孕育期的亚动态再结晶过程, 其过程的进行异常快速, 并随着变形温度和应变速率的不同而有所差异。目前对该过程的研究多集中在钢、铝等材料^[1~4], 对镁合金的相关研究报道较少。因此本工作对 ZK60 镁合金热变形道次间的软化规律进行了研究, 以便为实际生产工艺的制定和材料性能的控制提供理论依据。

1 实验方法

实验用材料为 ZK60 镁合金, 其成分为 Mg-6.0Zn-0.4Zr, 在 10kg 中频感应炉中熔炼后铁模铸造

成锭坯, 在温度 400℃ 下对铸锭保温 15h 进行均匀化处理。沿铸锭轴向将试样加工成 $\phi 10\text{mm} \times 15\text{mm}$ 圆柱。双道次间隙式等温热压缩实验在 Gleeble-1500 热模拟机上进行。压缩时在试样两端均匀涂敷润滑剂(石墨+机油), 以减小试样与压头之间的摩擦影响。变形温度为 200℃ 和 300℃, 应变速率为 0.005s^{-1} 和 0.05s^{-1} 。试样加热速度为 200℃/min。压缩前试样在变形温度下保温 3min。第一道次压缩到 30%, 第二道次压缩到 50%, 总压缩变形量为 0.69(真应变)。道次间隙停留时间在 1~300s 内变化。变形后立即水淬, 以保留热变形组织。

2 结果与讨论

2.1 动态软化特性

图 1-3 为 ZK60 镁合金在不同温度和应变速率下的双道次高温压缩流变应力曲线。可以看出: ①不同条件下的流变应力达到某一峰值后随应变的增加而降低; ②在同一温度下, 应变速率越低, 流变应力随应变的增加下降越快(图 1, 2); ③在同一应变速率下, 温度越高, 流变应力随应变的增加其值下降越快(图 1, 3)。

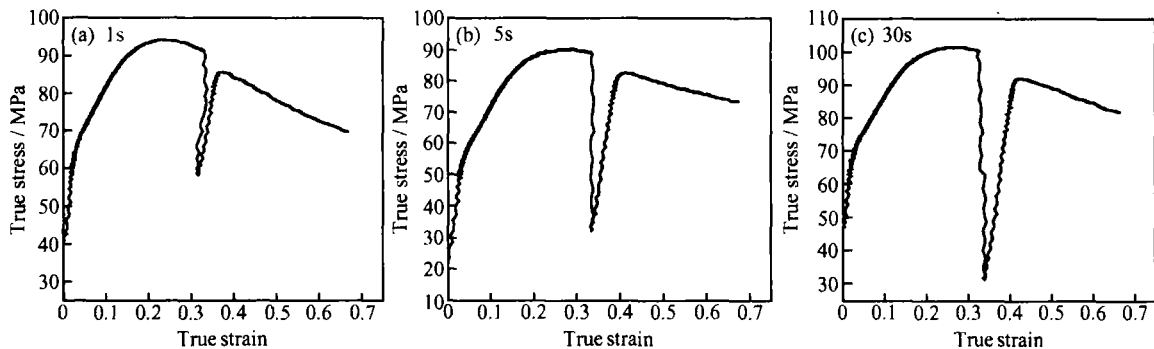


图1 ZK60 镁合金双道次高温压缩流变应力曲线 (300℃, 0.05s⁻¹) (a) 1s; (b) 5s; (c) 30s

Fig. 1 Flow stress curves of ZK60 magnesium alloy during double-stage hot compression at 300℃ and 0.05s⁻¹ (a) 1s; (b) 5s; (c) 30s

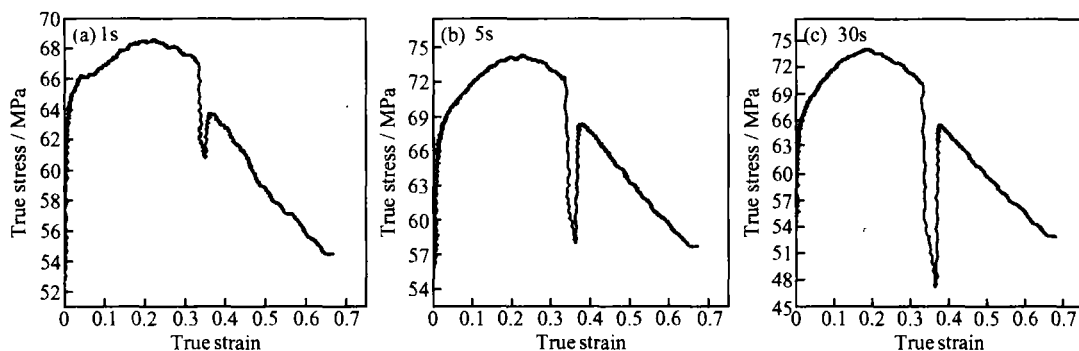


图2 ZK60 镁合金双道次高温压缩流变应力曲线 (300℃, 0.005s⁻¹) (a) 1s; (b) 5s; (c) 30s

Fig. 2 Flow stress curves of ZK60 magnesium alloy during double-stage hot compression at 300℃ and 0.005s⁻¹ (a) 1s; (b) 5s; (c) 30s

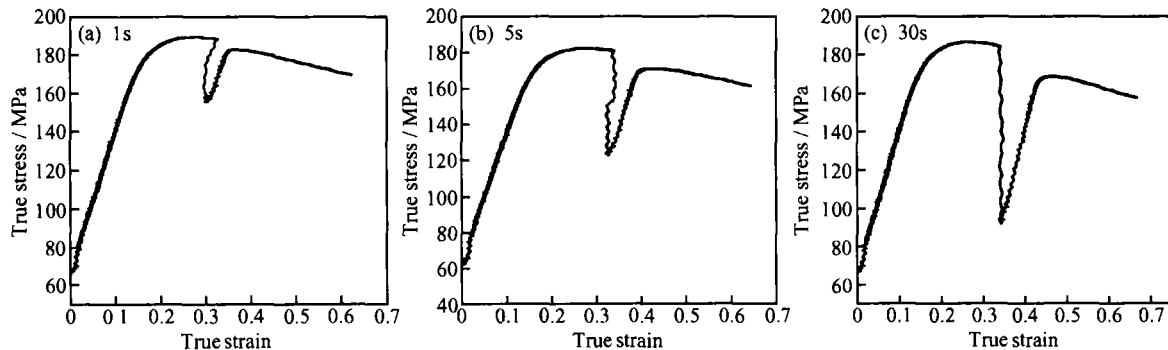


图3 ZK60 镁合金双道次高温压缩流变应力曲线 (200℃, 0.05s⁻¹) (a) 1s; (b) 5s; (c) 30s

Fig. 3 Flow stress curves of ZK60 magnesium alloy during double-stage hot compression at 200℃ and 0.05s⁻¹ (a) 1s; (b) 5s; (c) 30s

每道次流变应力达到峰值后出现相当强的动态软化, 部分软化尤其是高温变形条件下是由于动态再结晶和回复。为了定量测定这种软化, Verlinden 和 Wouters 等^[5] 提出将峰值应力 σ_p 和峰值后应变为 0.25 所对应的 $\sigma_{p+0.25}$ 偏差, 定义为“相对软化”RS:

$$RS = \frac{\sigma_p - \sigma_{p+0.25}}{\sigma_p} \quad (1)$$

当 $RS < 0$ 时, 发生动态硬化; 当 $RS = 0$ 时, 发生动态回复; 当 $RS > 0$ 时, 发生动态再结晶。在本次实验

条件下试样均发生较强的动态软化(见图1-3), 其软化程度分别为 14.9%, 9.3% 和 5.8%。

在热加工工艺中, 动态回复和动态再结晶是金属材料主要的软化机制, 它能明显地影响流变应力曲线和阻碍裂纹的形成, 从而提高材料的延性。但对镁合金而言, 动态再结晶是其主要软化机制^[6,7]。这是由于镁合金层错能低, 扩展位错很宽, 难于从节点和位错网中解脱出来, 也难于通过交滑移和攀移与异号位错相互抵消, 动态回复过程很慢, 亚组织中位错密度较

高, 剩余的储能足以引起再结晶, 因此这类金属在热加工时有利于动态再结晶发生。

2.2 静态软化特性

由图 1-3 可知, ZK60 镁合金在高温压缩道次间发生了静态软化, 可采用应力偏移法定量描述静态软化程度, 软化率 FS (Fractional Softening) 定义为^[4]:

$$FS = \frac{\sigma_1 - \sigma_2}{\sigma_1 - \sigma_y} \times 100\% \quad (2)$$

式中: σ_1 是第一道次热变形的应变相对应的流变应力值; σ_y 和 σ_2 分别是第一、第二道次热变形的屈服应力。对第一道次变形的屈服应力 σ_y 有三种方法: ①应变偏移 0.002 处流变应力; ②应变偏移 0.02 处流变应力; ③平均流变应力。本研究采用第二种方法。

FS 表示材料在变形中软化程度, 当 $FS = 0$ 时表示在两道次热变形的间隔时间内没有任何程度的软化现象发生; 当 $FS = 1$ 时表示在道次间隔时间内, 加工硬化完全得以消除, 材料回复到变形前的原始状态, 这是完全再结晶的结果; 当 FS 处于 0 到 1 之间时表示在道次间隔时间内, 发生了不同程度的再结晶与回复。

ZK60 镁合金两道次热变形软化率 FS 与道次间停留时间的关系如图 4 所示。由图 4 可知, 在三种不同变形条件下试样均处于不完全软化状态, 在较短时间内 ($t \leq 5s$) 软化率随停留时间的增加而迅速升高, 随后上升缓慢, 此外道次间软化率很小 (低于 50%)。造成这种现象的原因是由于镁合金发生和完成动态再结晶的临界变形量较小。当预应变超过动态再结晶的临界应变后 ($\epsilon > 0.85\epsilon_c$), 在第一道次中已有动态再结晶发生, 在道次停留时间内未长大的动态再结晶晶核将继续长大, 即发生亚动态再结晶。同时由于前道次动态再结晶大量发生, 消耗了大量的形变储存能, 以致卸载时的形变储存能小, 不足以发生静态再结晶, 加上在前道次中已经长大的动态再结晶晶粒晶界附近的位错大部分已被吞噬, 没有足够的应变储存能发生静态再结晶, 只有位错的消除和重排过程, 即发生亚动态回复过程, 从而导致材料的不完全软化^[8]。

在任一变形条件下, 随着道次停留时间的增加, 软化率随之不断增加; 在相同变形温度和道次停留时间下, 应变速率越低, 相应的软化率越大; 在相同应变速率和道次停留时间下, 变形温度越高, 相应的软化率也越大。这是因为镁合金多道次热压缩变形是加工硬化同动态回复和动态再结晶软化过程的一个动态平衡过程, 在此过程中的任何阶段都不能完全地消除加工硬化, 造成了组织结构的不稳定。在道次停留过程中将继续发生变化, 力图消除加工硬化组织, 使材料组织结构达到稳定状态。该过程是热激活过程, 变形及随后

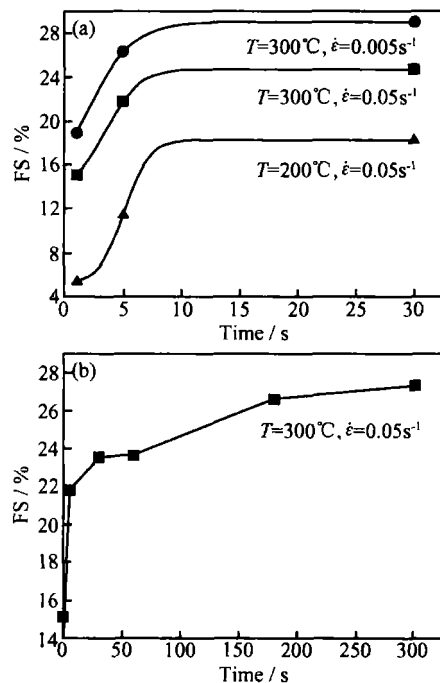


图 4 软化率与道次间停留时间的关系

(a) 不同温度和应变速率下的软化曲线;

(b) $300^{\circ}\text{C}, 0.05\text{s}^{-1}$ 下 1~300s 内软化曲线

Fig. 4 Relationship of fractional softening and delay times

(a) soften curves of different deformation condition;

(b) soften curve at 300°C and 0.05s^{-1} within 300s

保持温度越高, 亚动态再结晶越明显, 软化率越大。

2.3 亚动态再结晶动力学模型

亚动态再结晶行为是动态再结晶的晶核在道次停留时间内长大的过程, 其机制与静态再结晶机制有很大不同, 主要表现在: ①亚动态再结晶激活能明显小于静态再结晶激活能, 这是由于前者过程是没有孕育期造成的; ②应变速率对亚动态再结晶有较大影响, 应变对其影响很小, 而静态再结晶正好相反。

多道次热变形中的亚动态再结晶的动力学规律一般满足如下表达式^[9]:

$$X = 1 - \exp[-0.693(t/t_{0.5})^n] \quad (3)$$

式中: X 为再结晶百分数; t 为道次停留时间; $t_{0.5}$ 为发生 50% 软化所需的时间; n 为 Avrami 指数。

在本次实验条件下试样在道次间软化率低于 50%, 因此无法使用 Avrami 方程中的参量 $t_{0.5}$ 来建立铸态 ZK60 镁合金多道次热变形道次间亚动态再结晶动力学模型。参照 Sellars^[10] 提出的方法, 根据本实验情况, 改为参量 $t_{0.2}$ 。故亚动态再结晶动力学模型为:

$$X = 1 - \exp[-0.22314(t/t_{0.2})^n] \quad (4)$$

考虑到应变速率对亚动态再结晶有较大影响, 而应变对其影响很小, 因此:

$$t_{0.2} = C \epsilon^r \exp(Q/RT) \quad (5)$$

式中: Q 为亚动态再结晶激活能; T 为绝对温度; R 为气体常数; C 和 r 均为常数; ε 为应变速率。

对式(5)两端取对数进行多元线性回归, 得到亚动态再结晶激活能及各系数分别为: $Q = 50.12 \text{ kJ/mol}$, $r = -0.393$, $C = 3.44$ (见图 5)。在实验中试样的亚动态再结晶激活能 Q 值明显小于文献[6]中所报道的动态再结晶激活能 ($92 \sim 135 \text{ kJ/mol}$), 这是由于亚动态再结晶没有孕育期, 而动态再结晶与静态再结晶一样, 也是一个形核和核心长大的过程, 其中形核过程是动态再结晶的主要控制过程。因此相对动态再结晶过程而言, 亚动态再结晶所需的能量更小, 更加容易进行。

对式(4)取两次对数, 可得:

$$\ln \ln \frac{1}{1-X} = \ln C + n \ln \left(\frac{t}{t_{0.2}} \right) \quad (6)$$

即 $\ln \ln \frac{1}{1-X}$ 与 $\ln \left(\frac{t}{t_{0.2}} \right)$ 之间呈线性关系, n 为直线的斜率。采用 ZK60 镁合金亚动态再结晶百分数和 $t_{0.2}$ 的实测数据, 可得到图 6 所示直线族, 直线族中三条直线的斜率分别为: 0.118, 0.143 和 0.288。由图 6 可知, 不同温度下 n 值相差较大, 而同一温度不同应变速率下 n 值基本不变, 说明在本实验中, 温度对于试样亚动态再结晶的影响要高于应变速率对其影响。

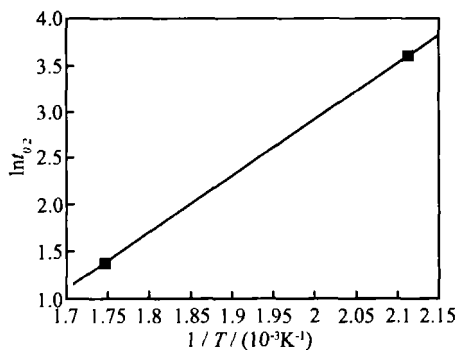


图 5 $\ln t_{0.2}$ 与 $1/T$ 之间的线性关系

Fig. 5 The linear relationship of $\ln t_{0.2}$ with $1/T$

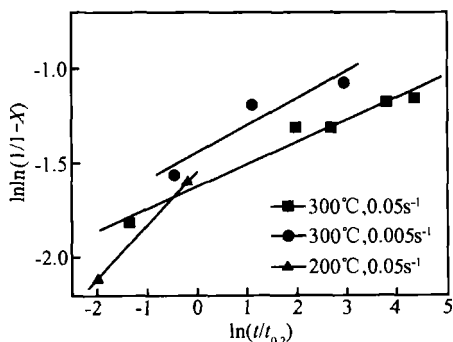


图 6 Avrami 指数的确定

Fig. 6 Determination of Avrami exponent

3 结论

(1) ZK60 镁合金在高温压缩变形中呈现明显的动态再结晶行为。

(2) ZK60 镁合金在高温压缩道次间的静态软化程度较低, 静态软化行为以亚动态再结晶为主, 亚动态再结晶激活能远小于动态再结晶激活能, 约为 50.12 kJ/mol 。

(3) 变形温度对亚动态再结晶过程影响较大, 高于应变速率对其影响。

参考文献

- [1] 胡建平, 庄景云, 杜金辉, 等. In718 合金锤击锻造过程中的本构方程[J]. 金属学报, 2000, 36 (9): 952-955.
- [2] DUTTA B. Effect of prestrain and deformation temperature on the recrystallization behavior of steels microalloyed with niobium [J]. Metall Mater Trans A, 2003, 34: 1237-1247.
- [3] 刘国金, 张辉, 林高用, 等. 铝合金多道次热变形过程的动态和静态软化[J]. 热加工工艺, 2002, (6): 13-15.
- [4] RAO K P, PRASAD Y K D V, HAWBOLY E B. Study of fractional softening in multi-stage hot deformation [J]. J Mater Process Tech, 1998, 77: 166-174.
- [5] VERLINDEN B, WOUTERS P, MCQUEEN H J. Effect of different homogenization treatments on the hot workability of aluminum alloy AA2024 [J]. Mater Sci Eng A, 1990, 123: 229-237.
- [6] GALIYEV A, KAIBYSHEV R, GOTTSTEIN G. Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60 [J]. Acta Mater, 2001, 49: 1199-1207.
- [7] BARNETT M R. Influence of deformation conditions and texture on the high temperature flow stress of magnesium AZ31 [J]. Journal of Light Metals, 2001, 1: 167-177.
- [8] ION S E, HUMPHREYS F J, WHITES H. Dynamic recrystallization and the development of microstructure during the high temperature deformation of magnesium [J]. Acta Mater, 1982, 30: 1909-1919.
- [9] ANDRADE H L, AKBEN M G, JONAS J J. Effect of molybdenum, niobium and vanadium on static recovery and recrystallization and on solute strengthening in microalloyed steels [J]. Metall Mater Trans A, 1983, 14: 1967-1977.
- [10] BARRACLOUGH D R, SELLARS C M. Static recrystallization and restoration after hot deformation of type 304 stainless steel [J]. Metal Science, 1978, 13: 257-267.

基金项目: 湖南省科技重大专项计划资助项目(04GK1008-1); 湖南省科技厅重点资助项目(03JKY1016)

收稿日期: 2005-09-25; 修订日期: 2006-05-25

作者简介: 郭强(1979-), 男, 博士研究生, 研究方向为镁合金塑性加工成形, 联系地址: 湖南大学材料科学与工程学院金属所(410082)。