

高应变速率载荷下 ZK60 镁合金的动态析出研究^①

胡丽香, 杨 扬

(中南大学 材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410081)

摘要: 采用霍普金森压杆(SHPB)对 T4 态变形 ZK60 镁合金进行了高应变速率动态加载实验, 结果表明, 随着应变速率增大, 合金流变应力增大。透射电子显微镜观测结果表明, 动态加载后合金内部有大量第二相析出。硬度测量结果表明, 3 000 s⁻¹ 应变速率加载后样品硬度由 T4 态的 64.40HV 提高到了 93.05HV。高应变速率形变过程中, 合金内部产生了高密度位错, 且基体中析出了大量 β'_1 、 β'_2 等强化相。

关键词: 高应变速率; 动态析出; ZK60 镁合金; 维氏硬度; 析出相; β'_1 相; β'_2 相

中图分类号: TG115

文献标识码: A

doi:10.3969/j.issn.0253-6099.2023.05.033

文章编号: 0253-6099(2023)05-0144-05

Dynamic Precipitation of ZK60 Magnesium Alloy Under High-Strain-Rate Loading

HU Lixiang, YANG Yang

(School of Material Science and Engineering, Central South University, Changsha, 410083, Hunan, China)

Abstract: An experiment on dynamic loading at high strain rate was conducted for T4 deformed ZK60 magnesium alloy by means of split Hopkinson pressure bar (SHPB). The experimental results show that the flow stresses of the ZK60 alloy samples increase with the increasing of strain rate. Observation of transmission electron microscopy results indicate that a large number of second phases precipitated in the alloy after dynamic loading. The hardness measurement results show that the hardness of material is elevated from 64.40HV to 93.05HV after dynamic loading at 3 000 s⁻¹. High-density dislocation is generated within the ZK60 alloy and numerous reinforcing phases (β'_1 and β'_2) precipitated in the matrix during deformation.

Key words: high strain rate; dynamic precipitation; ZK60 magnesium alloy; Vickers hardness; precipitated phases; β'_1 phase; β'_2 phase

镁合金具有低密度、高比强度、高比模量等特性^[1-2]。ZK60 镁合金在时效过程中析出的序列为: SSSS → G.P.区 → β'_1 → β'_2 → β 平衡相, 其中 β'_1 呈棒状, β'_2 呈圆盘状^[3]。在动态加载过程中, 动态相变能够显著影响金属材料的冲击性能和冲击响应行为^[4]。由于武器研究的牵引, 国内外动态相变的研究主要针对马氏体相变型合金, 缺乏对时效型合金(特别是镁合金)动态相变的研究^[5-6]。因此, 本文以固溶处理的 T4 态 ZK60 镁合金为研究对象, 借助霍普金森压杆(SHPB)动态加载和 TEM 观测, 研究了高应变速率载荷下, ZK60-T4 合金中第二相颗粒的瞬时析出规律, 为镁合金的工程

应用设计提供实验数据和理论指导。

1 实 验

实验用材料为商用轧制态 ZK60 镁合金, 其化学成分如表 1 所示。用电阻炉对 ZK60 镁合金进行固溶处理(T4)。进行 T4 处理的合金尺寸为 $\Phi 30$ mm × 6 mm, 热处理条件为 500 °C 保温 2 h, 然后进行水冷。

表 1 实验用 ZK60 镁合金化学成分(质量分数) %

Zn	Zr	Al	Si	Cu	Mn	Fe	Ni	Mg
5.6	0.64	0.001 4	0.001 6	0.001 6	0.012	0.002 1	0.000 68	余量

① 收稿日期: 2023-04-28

基金项目: 国家自然科学基金(51871243, 51574290)

作者简介: 胡丽香(1998—), 女, 湖南益阳人, 硕士研究生, 主要研究方向为材料动态行为。

通信作者: 杨 扬(1963—), 男, 湖南常德人, 博士, 教授, 主要研究方向为材料动态行为。

T4 态 ZK60 镁合金棒材经线切割, 得到 $\Phi 5 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$ 的样品, 随后进行 SHPB 动态加载实验, SHPB 装置如图 1 所示。调整加载气压, 使试样应变速率分别为 3000 s^{-1} 、 4500 s^{-1} 、 6000 s^{-1} 。加载过程中按照单轴弹性波理论建立试样的单轴应力-应变响应曲线^[7]。试样平均工程应力 σ 、平均工程应变 ε 、应变速率 $\dot{\varepsilon}$ 计算公式为^[7]:

$$\sigma = E \frac{A}{A_s} \varepsilon_i \quad (1)$$

$$\varepsilon = -2 \frac{C_0}{L} \int \varepsilon_r dt \quad (2)$$

$$\dot{\varepsilon} = -2 \frac{C_0}{L} \varepsilon_r \quad (3)$$

式中 ε_i 为入射波脉冲; E 为霍普金森压杆自身的杨氏模量, $E=2 \times 10^{11} \text{ Pa}$; A 为压杆截面面积, $A=165.13 \text{ mm}^2$; A_s 为试样横截面积, $A_s=19.63 \text{ mm}^2$; ε_r 为反射波脉冲; C_0 为纵向波运动速度, $C_0=5064 \text{ m/s}$; L 为试样有效标距。

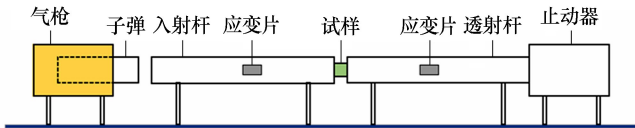


图1 SHPB压杆实验示意图

真应力 σ_i 和真应变 ε_i 按以下公式计算^[8]:

$$\sigma_i = \sigma(1 + \varepsilon) \quad (4)$$

$$\varepsilon_i = \ln(1 + \varepsilon) \quad (5)$$

在本实验中, 加载应变速率 3000 s^{-1} 时, 试样产生了明显压缩变形, 并且沿着 45° 方向产生较大裂纹; 加载应变速率 4500 s^{-1} 时, 进行压缩实验的试样粉碎成 4 小块以及几个细小的长条状样品; 加载应变速率 6000 s^{-1} 时, 试样已经处于完全粉碎的状态, 只剩下几个细小的长条状样品。后两种应变速率加载后得到的样品不能满足 TEM 制样条件, 不能进行 TEM 观测。加载应变速率低于 3000 s^{-1} 时, 动态相变特征并不明显, 所以本实验只对应变速率为 3000 s^{-1} 的样品进行 TEM 分析。

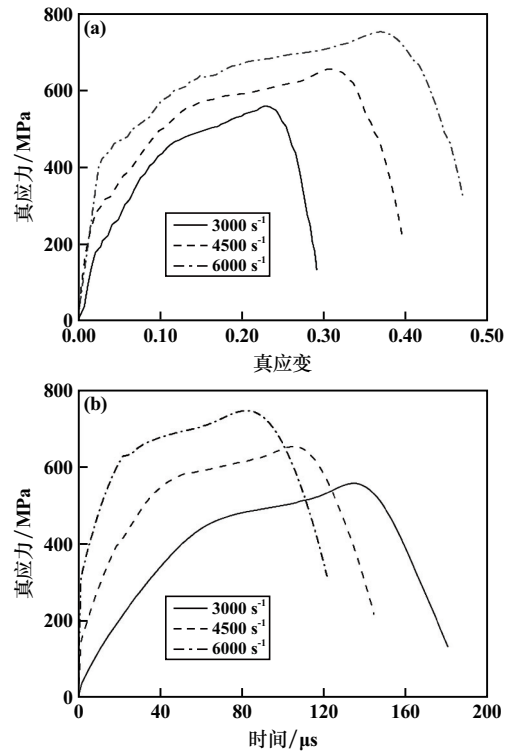
采用维氏显微硬度计(型号为 HV-1000Z)测试硬度, 载荷为 3.0 N , 加载持续时间为 10 s , 测量试样 12 个点的硬度值, 去除最大值、最小值, 计算平均值, 用以表示材料硬度。

2 实验结果及讨论

2.1 动态加载曲线

图 2 为 ZK60-T4 镁合金在不同应变速率下的真应

力-真应变曲线、真应力-时间曲线。从图 2 可以看出, ZK60 镁合金是应变速率敏感材料, 其流变应力随应变速率增大而增大; 在 3000 s^{-1} 、 4500 s^{-1} 、 6000 s^{-1} 的应变速率下, ZK60 镁合金最大流变应力分别为 557.70 MPa 、 654.17 MPa 、 751.31 MPa 。在整个变形过程中, 由于应变速率高, 形变热来不及传导而产生绝热温升, 绝热温升引起的材料热软化会抵消一部分应变硬化和应变速率硬化^[9]。随着应变速率提高, ZK60 镁合金达到最大流变应力的时间不断缩短, 不同应变速率下, 动态载荷持续时间不相同; 应变速率 3000 s^{-1} 时, 脉冲持续时间为 $180 \mu\text{s}$ 。

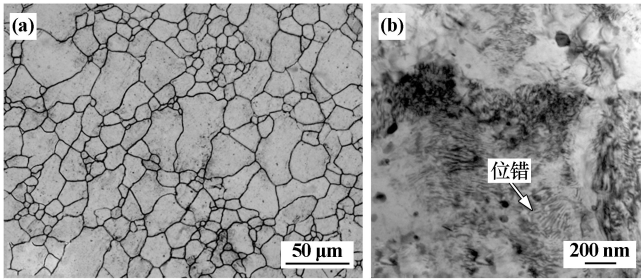


(a) 真应力-真应变曲线; (b) 真应力-时间曲线

图2 ZK60-T4 镁合金在不同应变速率下的真应力-真应变曲线和真应力-时间曲线

2.2 显微组织演变

图 3 为 T4 态 ZK60 镁合金的金相组织及 3000 s^{-1} 应变速率下加载后样品的位错组态。从图 3(a) 可以看出, 经过 T4 处理, 合金晶粒基本呈现等轴状, 基体组织较均匀。使用 Image Pro plus 软件选取超过 200 个晶粒进行尺寸计算, 平均晶粒尺寸为 $11.02 \mu\text{m}$ 。从图 3(b) 看出, 经过高应变速率加载后, 材料内部出现了大量位错缠结, 位错密度极高。Meyers 等人^[10]认为, 在高应变速率动态加载后, 材料内部会产生高密度的位错, 位错密度值可以达到准静态加载下的 $10^3 \sim 10^4$ 倍。



(a) 金相组织; (b) 位错组态

图3 T4态ZK60镁合金的金相组织及3000 s⁻¹应变速率下加载后样品的位错组态

2.3 第二相粒子的动态演化特征

在ZK60镁合金中主要的强化析出相是 β'_1 相以及 β'_2 相。图4为T4态ZK60镁合金不同视场不同放大倍数的TEM图片以及沿 $[10\bar{1}0]$ 方向的衍射花样。由图4可见,经过T4热处理后,ZK60合金内的析出相大部分已经重新溶入基体中,只有少量Mg-Zn(Zr)相残存。由于Mg-Zn(Zr)是非常稳定的高熔点化合物^[11-14],在本研究中不考虑它的变化。

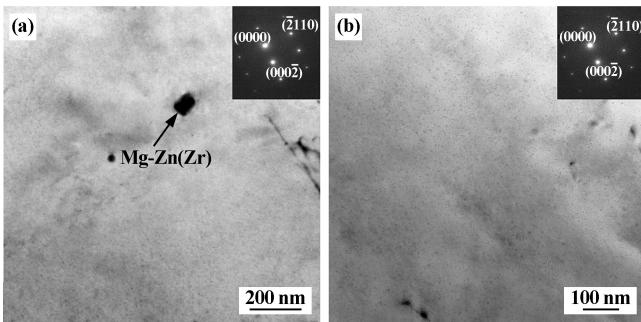
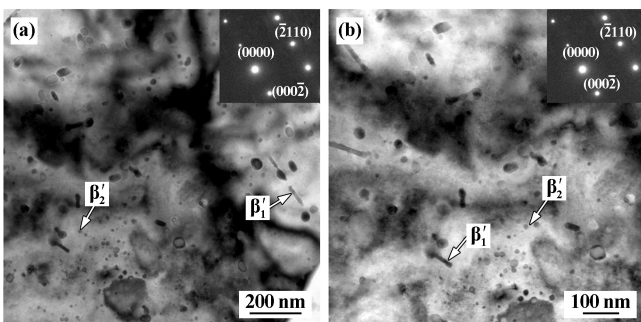
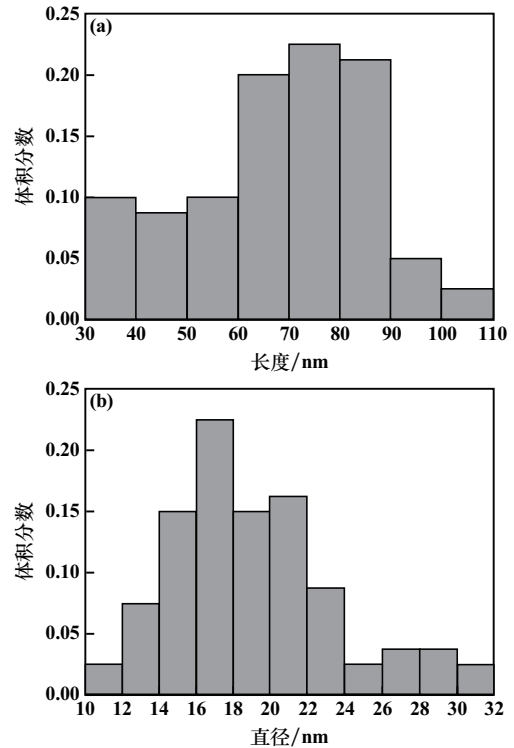
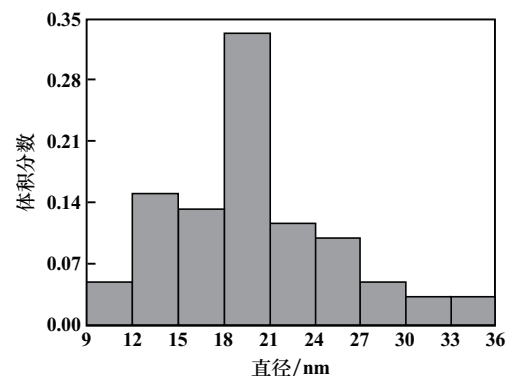


图4 T4态镁合金TEM形貌相及其对应的衍射花样

图5为ZK60镁合金在3000 s⁻¹应变速率加载下不同位置的TEM明场像及其对应的衍射花样(电子束入射沿 $[10\bar{1}0]$ 方向)。由图5可见,在3000 s⁻¹应变速率动态加载后,基体中析出了大量棒状 β'_1 相以及少量盘状 β'_2 相。

图5 3000 s⁻¹应变速率加载后镁合金不同位置TEM明场像及其对应的衍射花样

利用Digital Micrograph软件测量了100~150个 β'_1 相、 β'_2 相的长度和直径,得到如图6所示的 β'_1 相尺寸分布图和如图7所示的 β'_2 相直径分布图。经过统计分析可得:应变速率3000 s⁻¹动态加载条件下,在180 μ s动态变形时间内,析出的 β'_1 相平均长度为81.09 nm,平均直径为16.63 nm;析出的 β'_2 相平均直径为20.31 nm。

(a) β'_1 相长度分布图; (b) β'_1 相直径分布图图6 3000 s⁻¹应变速率动态加载后 β'_1 相尺寸分布图图7 3000 s⁻¹应变速率动态加载后 β'_2 相直径分布图

2.4 加载前后的显微硬度变化

图8为高速动态加载前后ZK60镁合金硬度。从图8可以看出,合金硬度由T4态的64.40HV提高到了3000 s⁻¹应变速率加载后的93.05HV,硬度值增加了44.49%。这是因为在高应变速率下产生大量高密

度位错,并且加载后基体中析出了大量强化第二相,位错运动阻力大大加强,硬度值增大。

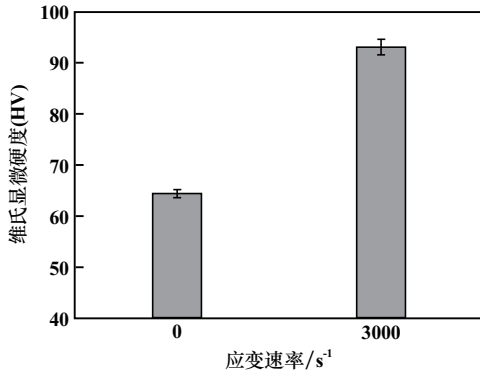


图8 T4态 ZK60 镁合金高应变速率加载前后硬度值

在高应变速率动态加载下,整个塑性变形过程时间短暂(μs 量级),在如此短的时间里,绝大部分塑性功转化为热量并且来不及散失(近似绝热过程),导致变形金属温度升高。在一定应变速率下,材料所吸收的能量 ΔE 可以通过对真应力-真应变曲线下的面积积分求得^[15],计算公式如下:

$$\Delta E = \int_0^{\varepsilon_m} \sigma_i d\varepsilon_i \quad (6)$$

式中 ε_m 为材料的最大真应变值; σ_i 和 ε_i 分别为加载以后所得到的真应力和真应变值。

在加载过程中,试样吸收能量而引起的绝热温升可通过下式估算^[7,16]:

$$T = T_0 + \beta\rho^{-1}C_v^{-1} \int_0^{\varepsilon_m} \sigma_i d\varepsilon_i \quad (7)$$

式中 T 为加载过程中材料的绝热温升值; T_0 为室温,取293.15 K; β 为Taylor-Quinney参量,取0.90; ρ 为冲击试样密度,为1.80 g/cm³; C_v 为ZK60镁合金的比热容,取值1.03 J/(g·K)。

图9为不同应变速率下加载时试样的绝热温升变化曲线。从图9可以看出,随着真应变值提高,试样绝热温升值不断上升。在3000 s⁻¹、4500 s⁻¹、6000 s⁻¹应变速率下,ZK60镁合金绝热温升最大值分别为349.97 K、390.71 K、430.92 K。

ZK60镁合金在高应变速率变形条件下,只有少部分塑性变形功转化为相界面能和由位错导致的弹性应变能,还有一部分变形功使材料发生不可逆的结构变化。依据Mg-Zn合金在温度 T 时的自由能 G 随Zn浓度变化的规律可知^[17],第二相析出的主要驱动力为 ΔG 。而各相的析出都会使得体系自由能下降,即 ΔG 均为负值。在高速动态加载过程中,绝热温升值越高,溶质Zn原子扩散系数越大,体系总自由能 ΔG 就会降

低,第二相析出以及亚稳相进一步向稳定相转变的概率越大。因此,高速冲击载荷下,固溶态ZK60镁合金第二相的动态析出在热力学上可行。

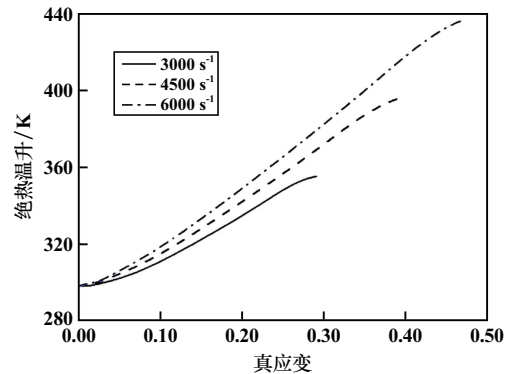


图9 ZK60-T4 镁合金在不同应变速率下加载的绝热温升曲线

ZK60镁合金是典型的时效型合金,其内部 β'_1 、 β'_2 相的动态析出主要是原子扩散引起的^[18]。前面分析表明,在3000 s⁻¹应变速率下,ZK60镁合金的绝热温升最大值为349.97 K。在绝热温升作用下,溶质原子扩散速度得到明显加强。

位错能够为溶质原子提供有效的快速扩散通道,位错密度激增使溶质原子扩散速率激增,导致溶质原子在位错处出现大量聚集^[19],从而使得 β'_1 、 β'_2 相在位错处形核并析出。随着高应变速率动态加载时间延长,溶质原子在位错处的聚集数目不断上升,进而促进 β'_1 、 β'_2 相长大,即经过高速动态加载后产生的高密度位错,可以从动力学上极大地促进第二相的动态形核和长大。以上原因最终导致高速动态加载后,T4态ZK60镁合金在极短时间内(180 μs)析出大量 β'_1 、 β'_2 相粒子。

3 结 论

1) 在高应变速率加载作用下,合金流变应力随应变速率增加而大幅增加,但加载过程中试样内部存在绝热温升导致的软化作用,这会减缓合金流变应力的增加。

2) 经T4热处理后,ZK60合金内部第二相粒子基本固溶于基体内部;应变速率3000 s⁻¹加载条件下, β'_1 、 β'_2 相在180 μs 内瞬间析出。

3) 在高应变速率变形过程中,由于位错的增殖以及沉淀相的析出,由此产生的应变硬化和沉淀强化在宏观上表现为合金硬度值大幅提高。

参考文献:

[1] 冯旭辉,孙有平,何江美,等. 热处理对ZK60镁合金显微组织和

- 力学性能的影响[J]. 热加工工艺, 2021, 50(22):149-152.
- [2] JIN Z Z, ZHA M, WANG S Q, et al. Alloying design and microstructural control strategies towards developing Mg alloys with enhanced ductility[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2022, 10(5):1191-1206.
- [3] 张二雨, 常峰. ZK60 镁合金时效热处理工艺研究[J]. 热加工工艺, 2018, 47(24):208-210.
- [4] Nataraj M V, Swaroop S. Deformation-induced phase transition and nanotwins in SS 304 steel during cryogenic laser shock peening without coating[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2022, 19:2611-2622.
- [5] LUO A A, Sachdev A K, Apelian D. Alloy development and process innovations for light metals casting[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2022, 306:117606.
- [6] WANG J, ZHANG L, JIN P, et al. Microstructure evolution and constitutive relation establishment of extruded Mg-1Al-6Y alloy under high speed impact[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2022, 908:164540.
- [7] YE T, WU Y, LIU A, et al. Mechanical property and microstructure evolution of aged 6063 aluminum alloy under high strain rate deformation[J]. Vacuum, 2019, 159:37-44.
- [8] ZHANG F, LIU Z, YANG M, et al. Microscopic mechanism exploration and constitutive equation construction for compression characteristics of AZ31-TD magnesium alloy at high strain rate[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 771:138571.
- [9] LI P, YUAN K, GUO W, et al. Dynamic compressive behavior of a single crystal nickel-base superalloy at ultra-high temperature: mechanism investigation with a modified electric synchronous SHPB technique[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2022, 18:637-657.
- [10] Meyers M. Dynamic behavior of materials[M]. New York: Wiley, 1994.
- [11] Cho J H, Han S H, Jeong H T, et al. The effect of aging on mechanical properties and texture evolution of ZK60 alloys during warm compression[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 743:553-563.
- [12] LI Z, PENG Z, QIU Y, et al. Study on heat treatment to improve the microstructure and corrosion behavior of ZK60 magnesium alloy[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2020, 9(5):11201-11219.
- [13] TIAN L N, LIU L, HOU N, et al. Quantitative assessment of multi-scale second phase particles and their roles in the deformation response of ZK60 alloy[J]. Materials Today Communications, 2021, 26:101708.
- [14] LI C, YU Y D. The effect of solution heat treatments on the microstructure and hardness of ZK60 magnesium alloys prepared under low-frequency alternating magnetic fields[J]. Materials Science and Engineering: A, 2013, 559:22-28.
- [15] Malik A, Chaudry U M, Yan T, et al. Achieving higher dynamic mechanical response by adjusting texture through twinning in a ZK61 Mg alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2022, 902:163755.
- [16] ZHANG L. Thermo-mechanical characterization and dynamic failure of a CoCrFeNi high-entropy alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 844:143166.
- [17] NIE J F. Precipitation and Hardening in Magnesium Alloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2012, 43(11):3891-3939.
- [18] YANG Y, WANG Z, JIANG L H. Evolution of precipitates in ZK60 magnesium alloy during high strain rate deformation[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 705:566-571.
- [19] HUA L, ZHOU P, SONG Y, et al. Characterization of strain rate sensitivity of 7075 aluminum alloy at different solution temperatures by novel kinetic models[J]. Materials Science and Engineering: B, 2022, 282:115751.
- 引用本文: 胡丽香, 杨扬. 高应变变速率载荷下 ZK60 镁合金的动态析出研究[J]. 矿冶工程, 2023, 43(5):144-148.

(上接第 143 页)

- [6] 刘明明, 李全安, 陈晓亚, 等. 热处理对 Mg-10Y-1Zn-0.5Zr 镁合金显微组织和力学性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2022, 43(6):34-41.
- [7] 张举, 胡小东, 赵红阳, 等. 热处理对镁合金第二相析出及性能的影响[J]. 辽宁科技大学学报, 2020, 43(5):332-337.
- [8] 张海艳, 龚志华, 李振亮, 等. 热处理对 Mg-Y-Gd-Nd-Zr 显微组织及力学性能的影响[J]. 内蒙古科技大学学报, 2021, 40(2):152-156.
- [9] 张玉, 李明, 杨文龙, 等. 热处理工艺对 Mg-6Zn-2.5Cu 镁合金显微组织和力学性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2020, 41(4):40-46.
- [10] 石章智, 张敏, 黄雪飞, 等. 可时效强化 Mg-Sn 基合金的研究进展[J]. 金属学报, 2019, 55(10):1231-1242.
- 引用本文: 马冬, 张建新. 热处理对铸态 Mg-Sn-Al-Zn-Si 合金组织和性能的影响[J]. 矿冶工程, 2023, 43(5):140-143.