

脉冲电流对 ZK60 镁合金板组织与性能的影响

靳 伟, 樊建锋, 张 华, 刘 阳, 董洪标, 许并社

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

摘 要: 利用光学显微镜(OM)、电子背散射衍射(EBSD)和扫描电子显微镜(SEM)对 ZK60 镁合金板组织与性能进行分析。利用高密度脉冲电流对轧制变形 ZK60 镁合金板进行处理, 使变形组织在较短时间内发生完全再结晶。再结晶晶粒的平均晶粒尺寸达到 3 μm , 抗拉强度可达 310 MPa, 伸长率达 30.7%。然而, 经过同样时间的等效热处理, 变形 ZK60 板并未发生完全再结晶。脉冲电流提高了轧制变形 ZK60 镁合金再结晶形核速率, 加速了再结晶转变过程。脉冲处理优化了 ZK60 镁合金组织, 使其获得了较高的综合力学性能。

关键词: ZK60 镁合金; 脉冲电流处理; 再结晶; 形核

中图分类号: TG146.2⁺2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)10-2677-06

汽车与航空领域的快速发展对于材料轻量化方面的要求越来越高^[1]。镁及其合金材料作为最轻的金属材料已经受到了广泛关注。然而, 由于其密排六方的晶体结构以及低温下较少的滑移系, 相对于其他金属材料, 镁合金表现出强度相对较低, 延展性较差等缺点^[2,3]。因此, 越来越多的研究致力于镁合金材料的改性方面。

脉冲电流对于材料的组织与性能的影响已在材料科学领域有了一定的共识, 如电致塑性, 电迁移理论以及可以利用脉冲处理来增强粉末的致密性等^[4]。高能脉冲电流有加热速率快, 处理时间短等优点, 被广泛应用于材料的组织处理与性能改性方面^[5,6]。Conrad^[7,8]等研究发现, 脉冲处理可以提高冷变形铜板的再结晶形核速率, 进而达到细化晶粒的目的。Zhou^[9]等认为脉冲电流可以显著加速材料内部原子的扩散, 促进相变过程的进行。Wang 等^[4]在包含铅元素的铜锌合金上施加脉冲电流, 发现脉冲电流可以促使铅元素向晶界处迁移, 原始组织中出现的铅夹杂物也会转变成小颗粒态弥散分布于基体, 并且发现这一现象只有在脉冲电流作用下才得以实现, 利用传统的热处理方式无法达到同样的效果。Xu^[10]等在 AZ31 镁合金轧制过程中引入脉冲电流, 结果表明, 脉冲电流处理细化了 AZ31 的再结晶组织。

晶粒细化是提高镁合金材料力学性能最有效的方式^[10]。根据上述研究表明, 脉冲电流可以起到细化材

料组织的作用, 并且该方法已在其他合金材料中得到广泛应用。但是, 脉冲电流处理对于镁合金材料的研究相对较少, 另外, 脉冲电流产生的热效应与非热效应对于金属材料的作用机理尚无定论。因此, 本实验旨在利用脉冲电流对轧制变形的 ZK60 镁合金板材进行处理, 在较短时间内使组织细化, 提高 ZK60 合金的综合力学性能。并对脉冲处理过程中轧制变形 ZK60 合金组织演变的机理进行了探索。

1 实 验

实验材料为商用 ZK60 镁合金, 主要成分 Zn 5.51%, Zr 0.46% (质量分数), 其余为 Mg。对铸态 ZK60 合金先进行均匀化热处理, 具体工艺为 360 $^{\circ}\text{C}$ 保温 6 h, 然后再将炉温升至 390 $^{\circ}\text{C}$ 保温 10 h 后空冷。将均匀化热处理后的合金加工成厚度为 3 mm 的板材。然后, 使用 BKD Φ 130 型同步双辊轧机对板材进行多道次轧制, 每道次压下量约为 18%~25%, 轧制温度为 150 $^{\circ}\text{C}$, 轧制总变形量为 60% \pm 5%, 经轧制后的板材厚度由 3 mm 变为 1.2 mm。最后, 将轧制变形后的板材用线切割机加工成标距部分为 50 mm \times 2 mm \times 1.2 mm 的拉伸试样。

将试样分成 A、B 2 组。A 组试样进行脉冲处理 (electropulsing treatment), 将试样的两端分别夹持在定制的 JX-HP 型脉冲发生器的 2 个铜电极上, 保证试样的标距部分不接触铜电极。脉冲处理实验参数如表 1

收稿日期: 2015-10-09

基金项目: 教育部新世纪优秀人才支持计划 (NCET-12-1040); 国家留学基金 (201308140098); 国家自然科学基金 (50901048, 51174143); 教育部科学技术研究重点项目 (2012017)

作者简介: 靳 伟, 男, 1989 年生, 硕士生, 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, E-mail: fightingrhythm@live.com

所示，同时在脉冲处理过程中用热电偶测量试样温度，结果如表 1 所示。B 组试样进行等效热处理(Equivalent heat treatment)，处理时间如表 2 所示，热处理温度采用 A 组试样实验过程中所测得的最高温度 393 K。

实验后，采用 VHX-1000 型超景深光学显微镜对试样进行金相组织分析，用配备了电子背散射(EBSD)探头的 MIRA3 扫描电子显微镜(SEM)对试样进行 EBSD 分析。通过 HVS-1000 型显微维氏硬度仪对试样进行硬度测试，测试载荷采用 0.49 N，加载时间为 15 s。最后利用 SUNS 万能材料试验机对试样进行室温拉伸性能测试，并使用 MIRA3 扫描电子显微镜对试样进行断口分析。

2 实验结果

2.1 ZK60 显微组织

图 1 为 ZK60 合金铸态、均匀化热处理后以及轧制变形后的显微组织。从图 1a 中可以看出，铸态组织存在粗大的枝晶，平均晶粒尺寸在 100 μm 左右。均

匀化热处理后，粗大的枝晶组织已基本溶入镁基体中，晶粒尺寸并没有发生较大变化，如图 1b 所示。轧制变形后，可以明显看到高密度的变形条带，如图 1c 所示。

图2为ZK60脉冲处理及等效热处理试样的金相显微组织，其中图2a~2d为脉冲处理试样的显微组织，图2e~2h为等效热处理试样的显微组织。从图2a和2e中可知，脉冲处理2.5 min时，试样A1的组织中变形孪晶清晰可见。而经相同时间热处理的试样B1中变形条带较轧制状态并无明显变化。延长处理时间至5 min，脉冲试样A2组织中可以看到极少量的再结晶晶粒，如图2b所示。对A2试样进行EBSD分析，结果如图3a所示，图中细实线代表小角度晶界，粗实线代表大角度晶界。从取向图中可以看出小角度晶界的比例高达47%，这也符合上述金相组织的分析结果，少量的再结晶晶粒的生成表现为大角度晶界，而大部分组织仍为包含小角度晶界的变形组织。而由图2f可知，等效热处理试样B2的显微组织仍由高密度的变形条带所组成。随着时间的继续延长，从图2c可以看出，脉冲处理7.5 min

表 1 脉冲处理实验参数

Table 1 Electropulsing parameters of samples

Sample number	Frequency/Hz	Duration/ μ s	Current density/ $\times 10^9$ A m^{-2}	Processing time/min	Measured temperature/K
A1	100	22	4.5	2.5	388
A2	100	22	4.5	5	392
A3	100	22	4.5	7.5	392
A4	100	22	4.5	10	393

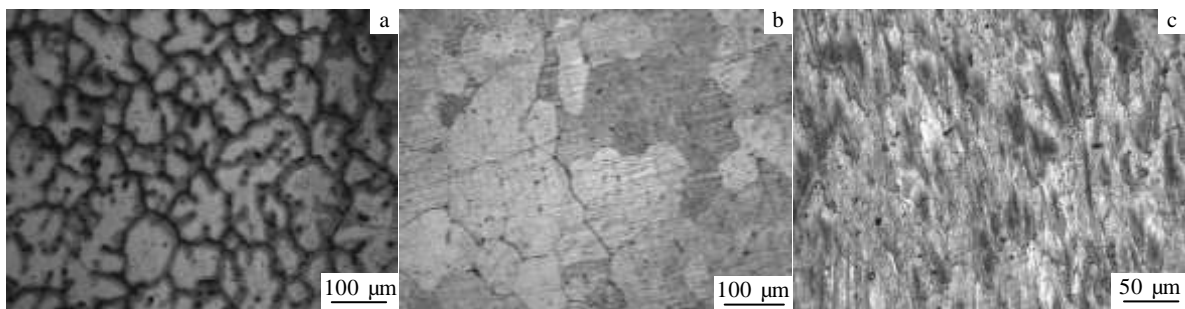


图1 ZK60金相显微组织

Fig.1 Optical microstructures of ZK60 alloy: (a) as-cast, (b) after homogenization heat treatment, and (c) after rolling

后，变形组织已基本被重新形核并长大的再结晶晶粒所取代，只有少部分变形孪晶存在于组织中。处理10 min后，变形组织发生完全再结晶，如图2d所示。根据EBSD对晶粒尺寸的分析可知A4试样的再结晶晶粒的平均晶粒尺寸为3 μm。由取向分布图可知，脉冲处理后，小角度晶界的比例仅为10%，如图3b所示。这说明脉冲处理10 min后，在变形组织中占据主导的小角度晶界比例降低，大角度晶界的比例增加，变形组织

表 2 等效热处理实验参数

Table 2 Equivalent heat treatment parameters of samples

Sample number	Processing time/min	Heat treatment temperature/K
B1	2.5	393
B2	5	393
B3	7.5	393
B4	10	393

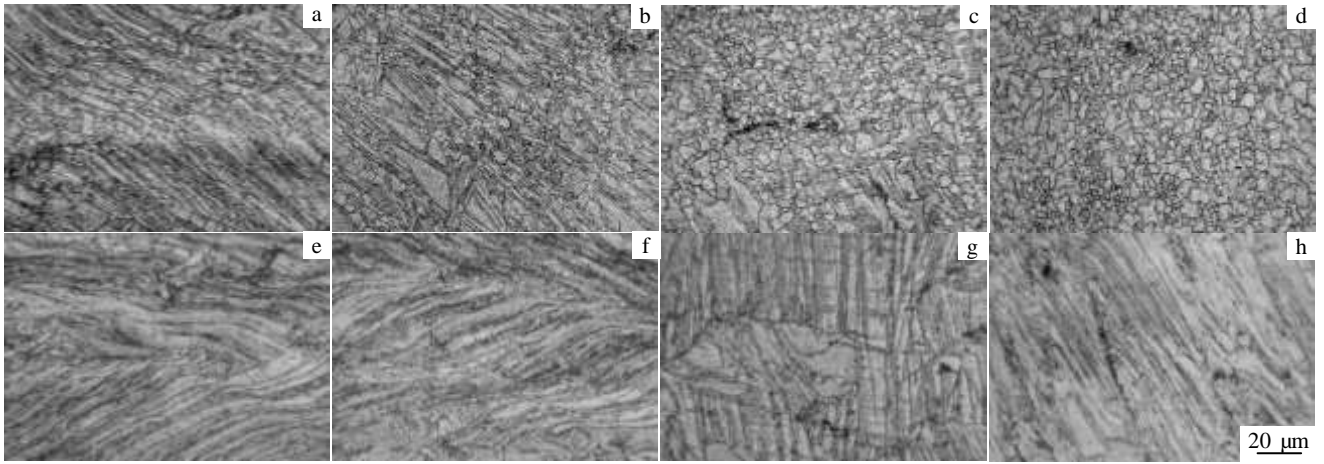


图 2 脉冲处理及等效热处理试样的金相显微组织

Fig.2 Optical microstructures of ZK60 alloy samples during electropulsing treatment and equivalent heat treatment: (a) sample A1, (b) sample A2, (c) sample A3, (d) sample A4, (e) sample B1, (f) sample B2, (g) sample B3, and (h) sample B4

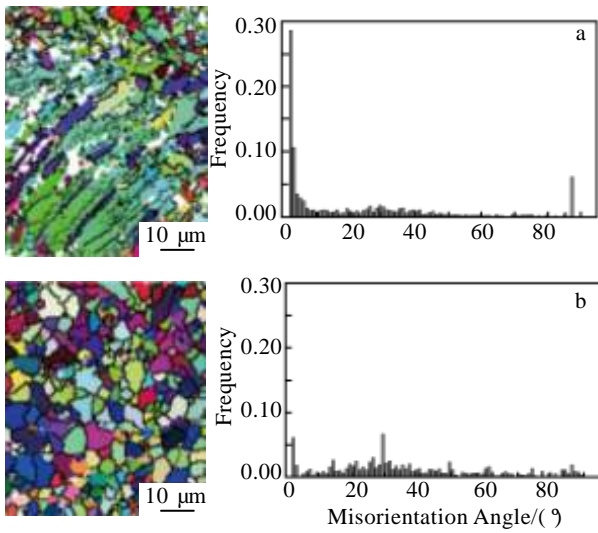


图 3 ZK60 试样的 EBSD 图及其对应的取向差分布

Fig.3 EBSD maps of ZK60 alloy samples and the corresponding misorientation angle distribution: (a) sample A2 and (b) sample A4

在脉冲的作用下完成了再结晶过程。而从图 2g 和 2h 可以看出, 作为对比的等效热处理试样 B3 和 B4 的显微组织仍为变形组织, 只是变形条带的密度较之前有所降低, 但并无再结晶晶粒生成。

2.2 ZK60 显微硬度

图 4 为利用脉冲和等效热处理 2 种方式处理过程中 ZK60 合金的显微维氏硬度变化情况。从图中可以看出, 轧制变形的 ZK60 合金经过脉冲和热处理后,

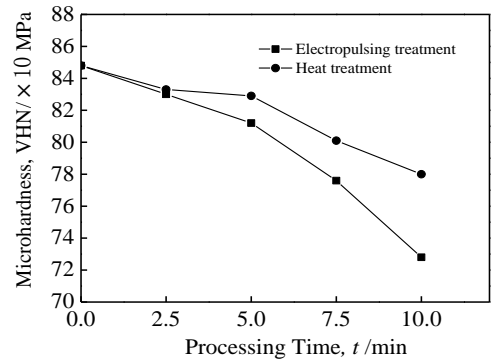


图 4 处理不同时间的 ZK60 合金的显微硬度

Fig.4 Micro-hardness of ZK60 alloy after treated for different processing time

硬度都有很大程度的降低。轧制态的 ZK60 合金由于变形过程中的加工硬化, 硬度可达 848 MPa。然而, 经过脉冲处理 10 min 后, 硬度值降低至 728 MPa 左右。经过同样的处理时间, 热处理后的 ZK60 合金硬度值为 786 MPa, 硬度值远高于脉冲处理后的试样。由 2 种方式处理后 ZK60 合金的硬度变化情况可知, 脉冲处理对于变形 ZK60 合金软化的程度要高于热处理。这与之前显微组织的分析结果保持一致, 脉冲处理 10 min, 组织发生完全再结晶, 其硬度值为 728 MPa, 而要通过热处理的方式使变形 ZK60 试样发生完全再结晶, 硬度降低至 728 MPa, 需要更长的处理时间。

2.3 ZK60 力学性能

图5为ZK60试样的室温拉伸应力-应变曲线。从图中可以看出，原始铸态板材的抗拉强度仅为210 MPa，伸长率为14.3%，而经轧制变形后，由于加工硬化的影响，抗拉强度提高到360 MPa，伸长率降低至5%，这是由于强烈塑性变形材料组织内部存在着大量的缺陷。较高的轧制变形量导致材料内部存在高密度的位错和孪晶结构，这些因素都会导致材料的抗拉强度急剧提高，伸长率明显下降。

然而，经过不同时间的脉冲和等效热处理后，材料的抗拉强度较轧制态略有下降，伸长率有不同程度的增加。在处理时间相同的条件下，脉冲处理后的 A 组试样抗拉强度略低于等效热处理试样，而伸长率却远高于等效热处理试样。综合分析试样的显微组织和拉伸性能可知，经过相同的时间，脉冲处理试样相较于等效热处理试样更趋于再结晶化。在较短的处理时间内，等效热处理试样由于未发生完全再结晶，由轧制过程所引起的加工硬化效应仍然存在，因此，抗拉强度略高，伸长率很低。而脉冲处理试样则表现出较好的综合力学性能。从图 5 中可以看出，处理 10 min 后，脉冲试样 A4 的抗拉强度为 310 MPa，伸长率为 30.7%。

图6为ZK60试样的拉伸断口形貌。其中图6a~6d为脉冲处理试样的拉伸断口形貌图，图6e~6h为等效热处理试样的拉伸断口形貌图。处理时间为2.5 min时，从图6a中可以看出脉冲处理试样A1的断口呈现出细小的韧窝形态。而等效热处理试样B1为典型的脆性断口，河流花样明显，并且有清晰的解理平面，如图6e

所示。当处理时间延长至5 min时，如图6b所示，脉冲试样A2相较于A1，韧窝有所长大。等效热处理试样B2仍为脆性断口形貌，相较于B1试样，出现了极少量的韧窝，如图6f所示。从图6c和6d可以看出，随着处理时间的继续延长，脉冲试样A3和A4呈现出韧性断裂的迹象愈发明显，韧窝的大小和数量均有所增加，且韧窝的深度也在增加。而由图6g和6h可知，等效热处理试样B3和B4的断口呈现出一种准解理形态，韧窝和解理平面共存，并且部分区域的撕裂棱可以清晰的看到。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。在处理时间相同的条件下，脉冲处理试样较等效热处理试样，拉伸断口呈现出韧性形态，无论是韧窝的大小还是数量，脉冲处理试样均比热处理试样要多。

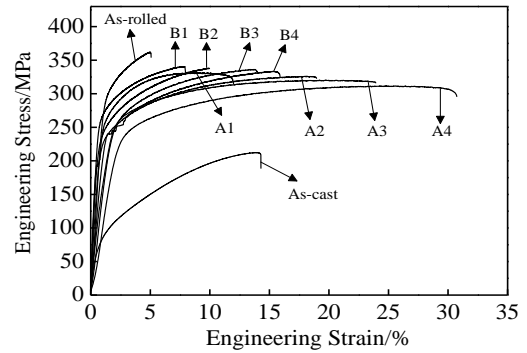


图 5 ZK60试样的室温拉伸应力-应变曲线
Fig.5 Tensile stress-strain curve of ZK60 samples at room temperature

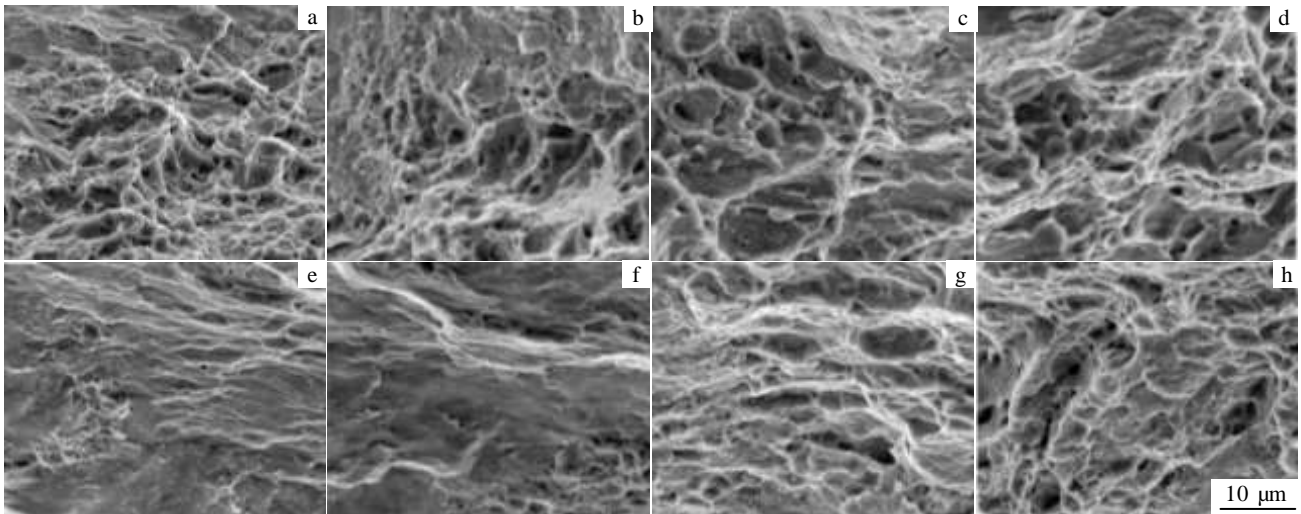


图 6 ZK60试样的拉伸断口形貌

Fig.6 SEM images of the fracture surfaces in the ZK60 samples: (a) sample A1, (b) sample A2, (c) sample A3, (d) sample A4, (e) sample B1, (f) sample B2, (g) sample B3, and (h) sample B4

3 分析与讨论

脉冲电流作用于金属材料时, 主要有两方面的影响, 一方面是热效应, 另一方面是非热效应。在本实验中, 热效应的影响已通过 B 组等效热处理实验呈现, 由 B 组实验结果可知, 单纯依靠热效应, 轧制变形 ZK60 合金无法发生完全再结晶。可见, 脉冲处理条件下, 变形 ZK60 镁合金的再结晶过程是由非热效应导致的。脉冲处理过程中, 材料由轧制变形状态转变成完全再结晶状态。这一转变过程中的吉布斯自由能可以由以下公式来表示^[11,12]:

$$\Delta G_{\text{EPT}} = \Delta G_0 + \Delta G_e \quad (1)$$

其中,

$$\Delta G_e = K\zeta(\sigma_2, \sigma_1)\Delta Vj^2 \quad (2)$$

式中, ΔG_0 是未加脉冲时材料的自由能变化, ΔG_e 是由于脉冲电流引入所带来的自由能的变化, K 是与材料本身相关的正常数, ΔV 是再结晶形核体积, j 是电流密度。

$$\zeta(\sigma_2, \sigma_1) = (\sigma_1 - \sigma_2)/(\sigma_2 + 2\sigma_1) \quad (3)$$

式中, σ_1 和 σ_2 分别代表变形状态和再结晶状态的电导率, 由于变形材料中有很多位错孪晶等晶体缺陷, 因此, $\sigma_1 < \sigma_2$ 。通过运算可以得出 $\Delta G_e < 0$ 。根据再结晶形核理论, 有脉冲电流作用下的再结晶形核速率可以表示为^[12]:

$$I_{\text{EPT}} = I \exp\left(-\frac{\Delta G_e}{R \cdot T}\right) \quad (4)$$

其中,

$$I = I_0 \cdot \left(\frac{D}{\lambda^2}\right) \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{R \cdot T}\right) \quad (5)$$

式中, I 表示没有脉冲电流作用下的再结晶形核率。由于 $\Delta G_e < 0$, 因此 $I_{\text{EPT}} > I$, 由此可以得出脉冲电流增加了再结晶形核速率。

综上所述, 脉冲处理显著增加了材料再结晶的形核速率, 降低了热力学势垒, 这正是脉冲处理与常规热处理的区别。根据 Conrad^[7,8]等人的研究, 脉冲电流作用于材料中还会形成电子风, 对位错的滑移与攀移等过程造成影响^[13]。材料的再结晶过程主要依靠位错的滑移与攀移来实现^[7,8], 脉冲电流的引入, 加速了位错向亚晶界的滑移, 促进了再结晶形核过程。

对于冷加工镁合金, 由于脉冲电流的影响, 在较低温度下(393 K), 较短时间内(10 min)发生了完全再结晶, 消除了材料由加工硬化带来的影响。材料的抗拉强度由原始的 210 MPa 提高到 310 MPa, 伸长率提

高到 30.7%, 在较短的处理时间内使材料获得了优良的综合力学性能。

4 结 论

1) 通过轧制, 脉冲电流处理, 实现了 ZK60 合金的组织细化, 晶粒尺寸由原始的 100 μm 细化至 3 μm , 抗拉强度由原始 210 MPa 提高到 310 MPa, 伸长率由原来的 14.3% 提高到 30.7%, 提高了材料的综合力学性能。

2) 脉冲处理在较低温度下、较短时间内实现了 ZK60 合金变形组织向再结晶组织的转变过程。

3) 通过等效热处理对照实验可知, 脉冲电流引起的热效应无法使变形组织完成再结晶。脉冲处理过程中, 变形 ZK60 组织的再结晶过程是由非热效应导致的。

4) 脉冲电流增加了变形 ZK60 合金再结晶过程中的自由能, 降低了再结晶晶粒的形核势垒, 提高了再结晶形核速率, 加速了再结晶转变过程。

参考文献 References

- [1] Mordike B L, Ebert T. *Mater Sci Eng A*[J], 2001, 302(1): 37
- [2] Mukai T, Yamanoi M, Watanabe H *et al. Sci Mater*[J], 2001, 45(1): 89
- [3] Sambasive R G, Prasad Y V R K. *Matall Trans A*[J], 1982, 13(12): 2219
- [4] Wang X L, Guo J D, Wang Y M *et al. Appl Phys Lett*[J], 2006, 89(6): 061 910
- [5] Potapova A A, Stolyarov V V. *Mater Sci Eng A*[J], 2013, 579: 114
- [6] Ye X X, Kuang J, Li X P *et al. J Alloy Compd*[J], 2014, 599: 1
- [7] Conrad H, Karam N, Mannan S *et al. Scripta Metall*[J], 1988, 22: 235
- [8] Conrad H, Karam N, Mannan S. *Scripta Metall*[J], 1984, 18: 275
- [9] Zhou Y Z, Zhang W, Guo J D *et al. Philos Mag Lett*[J], 2004, 84: 341
- [10] Xu Z H, Tang G Y, Ding F *et al. Appl Phys A*[J], 2007, 88(2): 429
- [11] Zhou Y Z, Zhang W, Wang B Q *et al. J Mater Res*[J], 2002, 17(8): 2105
- [12] Zhou Y Z, Zhang W, Wang B Q *et al. J Mater Res*[J], 2003, 18(8): 1991
- [13] Xu Q, Guan L, Jiang Y B *et al. Mater Lett*[J], 2010, 64(9): 1085

Influence of Electropulsing Treatment on Microstructure Evolution and Properties of ZK60 Alloy Sheets

Jin Wei, Fan Jianfeng, Zhang Hua, Liu Yang, Dong Hongbiao, Xu Bingshe

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

Abstract: Rolled ZK60 magnesium alloy sheets were processed by electropulsing treatment or equivalent heat treatment. Then, the microstructure evolution of the rolled sheets was investigated by optical microscope (OM) and electron backscattered diffraction (EBSD). The properties were also evaluated by tensile testing at room temperature. Results show that complete recrystallization occurs in a short time when the deformed ZK60 sheets are treated by electropulsing. The average size of recrystallized grains can reach 3 μm , the tensile strength increases to 310 MPa, and the elongation is up to 30.7%. However, the incomplete recrystallization occurs in rolled ZK60 alloy which is treated by equivalent heat treatment with the same processing time. Therefore, the electropulsing increases the nucleation rate of recrystallization for the rolled ZK60 alloy and then accelerates the process of recrystallization. The electropulsing treatment optimizes the microstructure of the ZK60 alloy, resulting in high comprehensive mechanical properties.

Key words: ZK60 magnesium alloy; electropulsing treatment; recrystallization; nucleation

Corresponding author: Fan Jianfeng, Ph. D., Professor, Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials, Ministry of Education, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, E-mail: fanjianfeng77@ hotmail.com