

# 自然时效对 6061 铝合金锯齿形屈服的影响

符师桦, 蔡玉龙, 张青川, 伍小平

(中国科学技术大学 中国科学院材料力学行为和 design 重点实验室, 安徽 合肥 230027)

**摘要:** 对固溶处理淬火后自然时效时间不同的 6061 铝合金在室温下进行恒定应变率的拉伸试验, 研究了自然时效对锯齿形屈服效应 (Portevin-Le Chatelier, PLC) 的影响。实验发现, 材料强度、锯齿周期和临界应变三者在自然时效 0~1 h 期间均无明显变化, 在自然时效超过 1 h 以后随自然时效时间延长而增大; 锯齿幅值在自然时效 0~2 h 期间随自然时效时间延长而减小, 在自然时效超过 2 h 后趋于稳定值。自然时效过程中, 强化效果明显的  $\beta''$  相在自然时效时间 1~2 h 之间开始形成并随自然时效时间线性增加。结合动态应变时效模型的分析结果与实验相符合, 揭示了有强化效果的析出相对 PLC 效应的作用机制: 具有强化效果的析出相含量增多将缩短可动位错的等待时间, 使得可动位错更难被钉扎, 从而导致锯齿周期和临界应变增大。分析结果还表明, 该合金中溶质原子主要以体扩散方式向可动位错聚集从而实现可动位错钉扎。

**关键词:** Portevin-Le Chatelier 效应; 动态应变时效; 6061 铝合金; 自然时效

**中图分类号:** O341

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2017)12-3728-05

铝是地壳含量最高的金属元素, 其合金材料具有优良的物理和力学性能, 在工业中受到广泛应用。然而, 许多铝合金在一定条件下会出现反复的锯齿形屈服现象<sup>[1-3]</sup>, 也称为 PLC (Portevin-Le Chatelier) 效应。这会给材料带来延展性降低、疲劳周期缩短和表面粗糙化等负面影响, 限制了材料的应用范围。PLC 效应的具体表现为锯齿形的应力应变曲线和试样变形集中在局部区域<sup>[4-6]</sup>。其微观机制普遍认为是动态应变时效 (dynamic strain aging, DSA)<sup>[7-9]</sup>, 即可动位错与溶质原子动态相互作用。晶体中的位错运动是不连续的。当可动位错在运动过程中被障碍阻拦时, 溶质原子将通过管扩散向可动位错偏聚, 并形成溶质原子气团实现对可动位错的钉扎, 引起应力上升。在外加应力的作用下, 可动位错通过热激活的方式克服溶质原子的钉扎从而实现脱钉, 集体的脱钉行为引起应力跌落。这种反复的“钉扎-脱钉”过程形成了宏观应力空间中周期性锯齿形发展。

在大部分铝合金中, 热处理方式(如热处理温度、时效温度、时效时间等)改变, 材料的力学性能也有所不同, 这主要是因为材料内部的析出相种类和分布发生了变化, 从而影响了位错运动。诸多研究表明析出相对 PLC 效应也产生着一定的影响。通过淬火后不同的自然时效时间以改变铝铜合金中析出相的种类和含

量, 发现随着自然时效时间的延长, 锯齿幅值减小而临界应变和锯齿周期均增大, 直至 PLC 效应完全受抑制<sup>[10]</sup>。通过改变热处理温度的研究发现: 热处理温度高于 300 °C 时, 锯齿幅值随热处理温度降低而减小; 热处理温度低于 300 °C 时, 锯齿幅值随热处理温度降低而增大<sup>[11]</sup>。对于析出相的作用方式, 有研究<sup>[12]</sup>认为是析出相以被位错切割下的溶解和重新沉淀影响了 PLC 效应, 但声发射实验结果<sup>[13]</sup>并不支持此观点。而且在铝铜合金中, 位错运动并不足以切割析出相。进一步的低温实验还表明, 没有溶质原子的参与, 仅依赖析出相并不能产生 PLC 效应<sup>[14]</sup>。胡琦等<sup>[15]</sup>指出, 铝镁合金中随着析出相含量增多, 溶质原子扩散由单一管扩散方式转变为更复杂的方式。直至目前, 析出相在 PLC 效应中的作用方式仍存在较大分歧。

本研究选取铝镁硅系合金进行淬火自然时效处理, 通过调整自然时效时间以形成不同含量的析出相, 研究不同自然时效时间下 PLC 效应各种特征量的变化, 并结合动态应变时效和材料析出序列讨论了析出相的作用机制。硅在铝基体中溶解度极小, 主要存在于析出相中, 可以忽略基体中硅原子的影响。该合金中主要溶质原子是镁原子, 与铝镁合金比较, 可以近似认为二者基体和溶质原子相同而析出相不同, 从而反映出不同析出相对 PLC 效应的不同影响。

**收稿日期:** 2016-12-30

**基金项目:** 国家自然科学基金 (11332010, 51271174, 51571013)

**作者简介:** 符师桦, 男, 1985 年生, 博士, 副研究员, 中国科学技术大学, 安徽 合肥 230027, 电话: 0551-63601248, E-mail: fushihua@ustc.edu.cn

### 1 实验

实验材料为铝镁硅系变形铝合金，GB 牌号为 6061，主要化学成分（质量分数，%）为：Si 0.4~0.8，Mg 0.8~1.2，Fe 0.7，Cu 0.1~0.4，Mn 0.15，Cr 0.04~0.35，Zn 0.25，Ti 0.15，Al 为基体。拉伸试验试件通过电火花线切割从大块板材中切割成所需要尺寸，其中试验段标记尺寸为：长 55 mm，宽 20 mm，厚 3 mm。拉伸方向与压延方向一致。在拉伸试验进行之前，试件均经过 500 °C 保温 3 h 后淬火处理，冷却介质是室温下的水。淬火后的试件根据自然时效试件的差异分成不同的组，再进行拉伸试验。自然时效时间分别为：0（淬火后不经过时效立即进行拉伸试验）、1、2、3、5 和 7 h。实验拉伸速度为 3 mm/min，对应的名义应变率为  $9.1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。拉伸过程同时，记录下载荷信号和时间信号，信号采样频率为 100 Hz。为确保试验的可重复性，对于每一个自然时效时间下的试验，均重复不少于 3 次。

### 2 实验结果

经过不同时效时间后得到的拉伸曲线如图 1 所示。可以看出，不同自然时效时间拉伸曲线的弹性段基本重合，说明自然时效对材料的弹性模量并无影响。而材料的塑性变形阶段，不论是整体的应力行为还是锯齿形屈服行为（插图），不同自然时效时间拉伸曲线截然不同。根据锯齿的分类<sup>[16]</sup>，锯齿类型随着自然时效时间的延长从 B 类(0~2 h)逐渐向 A 类(3~7 h)转化。为了更好揭示自然时效对 PLC 效应的影响，分别考察屈服强度和抗拉强度，平均锯齿幅值，临界应变变以及平均锯齿周期等参数随自然时效时间的变化。其中，屈服强度和抗拉强度是表征材料力学性能的最基本的参数，而后三者则是表征 PLC 效应的重要特征量。

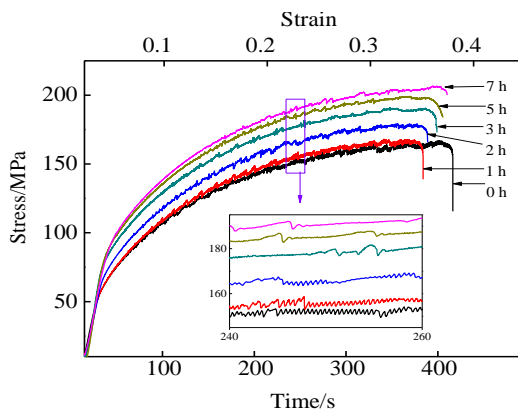


图 1 不同自然时效时间试件的应力曲线

Fig.1 Nominal stress-strain curves at different nature aging time

首先，在屈服强度和抗拉强度方面，这也是材料最基本的力学参数，二者随自然时效时间演化趋势基本一致，如图 2 所示。在自然时效 0~1 h 期间，强度基本不变；在自然时效 1 h 以后，强度随自然时效试件延长明显增大。其中，自然时效 1~3 h 强化速率显著，而自然时效 3~7 h 强化速率减弱。

平均锯齿幅值，表征着锯齿形失稳的剧烈程度，其演化趋势如图 3 所示。从图 3 中可以发现，平均锯齿幅值随时效时间的增长而减小。其中在自然时效 0~2 h 之间下降趋势剧烈，在自然时效 2 h 以后平均锯齿幅值下降趋势很微弱，可以认为是趋于稳定值。

临界应变变，即首次应力锯齿跌落出现时的应变变，是塑性失稳的发生条件之一，其演化趋势如图 4 所示。可以看出，自然时效 0~1 h 试件的临界应变基本相同，自然时效 1 h 以后，临界应变随着时效时间增长而增大，其整体演化趋势与图 2 中屈服强度和抗拉强度相似。

平均锯齿周期，表征着塑性失稳的频繁程度，其演化趋势如图 5 所示。从图 5 可以看出，对于自然时效 0~1 h，平均锯齿周期基本相同，且处于较低的水平，约

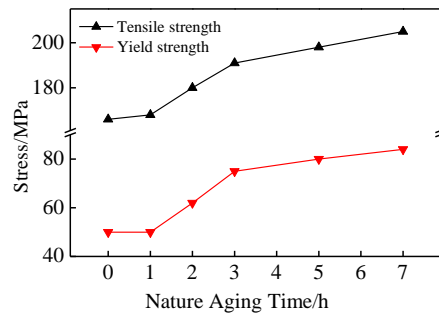


图 2 材料强度随自然时效时间的演化

Fig.2 Variations of yield strength and tensile strength with nature aging time

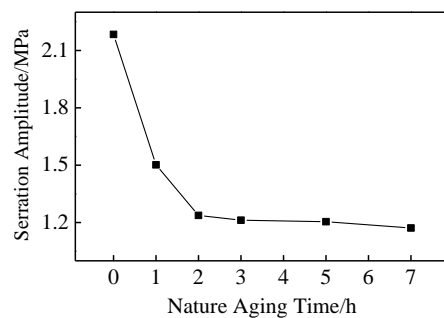


图 3 平均锯齿幅值随自然时效时间的演化

Fig.3 Variation of serration amplitude with nature aging time

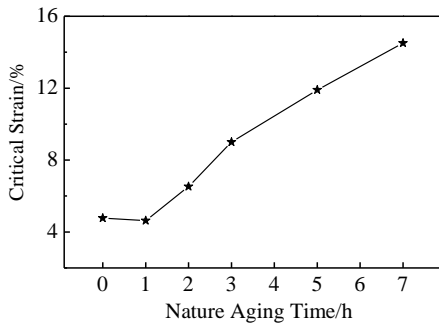


图 4 临界应变随自然时效时间的演化

Fig.4 Variation of critical strain with nature aging time

0.5 s; 自然时效 1 h 以后, 平均锯齿周期急促上升。其演化趋势与材料强度和临界应变相似。

### 3 分析与讨论

#### 3.1 材料析出过程

大量研究表明, Al-Mg-Si 系合金在时效过程中的析出序列为: 过饱和固溶体→ GP 区→β''相→β'相→β相, 其完全时效温度约为 180 °C<sup>[17]</sup>。其中, GP 区尺寸较小, 为 3~5 nm 或更小, 其结构未定或为球状, 无强化效果; β''相由 GP 区演化而来, 呈针状, 为 10~30 nm, 具有最好的强化效果, 其含量最大时对应着时效峰值<sup>[18]</sup>; β'相呈棒状, 为 300~500 nm, 强化效果减弱, 其形成对应着过时效阶段, 材料强度硬度降低。β相 (Mg<sub>2</sub>Si) 为稳定相, 呈片状, 强化效果进一步减弱。

本实验中, 时效温度(室温)远低于材料的完全时效温度(180 °C), 属于不完全时效, 其强度演化未出现下降趋势也说明了还未进入过时效阶段。其微观结构演化上应对应着 GP 区和 β''相形成期。从材料的强度演化趋势可推断, 在自然时效 1 h 时, 材料强度没有变化, 说明材料内部无 β''相, 仅为过饱和溶质原子析出并形成 GP 区; 在自然时效 2 h 以后, 材料强度逐

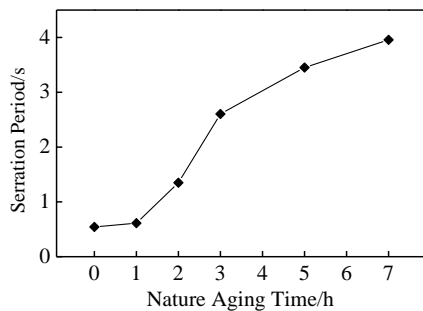


图 5 平均锯齿周期随自然时效时间的演化

Fig.5 Variation of serration period with nature aging time

渐增大, 表明在 β''相自然时效 1~2 h 之间开始形成并逐渐增多, 溶质原子浓度应逐渐趋于稳定。

将自然时效强化效果表示为各自然时效时间下的材料强度减去自然时效 0 h 时的材料强度, 即  $\Delta\sigma_s = \sigma_{ten}(t) - \sigma_{ten}(0h)$ ,  $\sigma_{ten}(t)$  为自然时效  $t$  时刻的抗拉强度。该合金中时效强化主要以位错切割 β''相的方式实现, 其强化效果依赖于 β''相的密度  $\rho_p$ , 可表示为  $\Delta\sigma_s \propto \rho_p^{1/2}$  或  $\Delta\sigma_s^2 \propto \rho_p$ <sup>[19]</sup>。因此, 我们绘出  $\Delta\sigma_s^2-t$  的关系图, 从而反映出析出相密度随自然时效时间的演化规律。如图 6 所示, 在自然时效 2 h 以后,  $\Delta\sigma_s^2-t$  呈现出线性关系, 表明 β''相随自然时效时间线性增多。因此, β''相密度可表示为

$$\rho_p = kt + d \tag{1}$$

其中,  $k$  和  $d$  为待定参数。

#### 3.2 锯齿幅值

在动态应变时效中, 锯齿幅值取决与聚集在位错周围的溶质原子浓度。本实验中, 温度和应变率恒定, 锯齿幅值取决于基体中的溶质原子浓度, 故我们由此可反推出溶质原子浓度的变化。应力跌幅先在自然时效 0~2 h 下降随后趋于稳定的演化表明, 基体中过饱和溶质原子的析出主要在自然时效 0~2 h 期间, 溶质原子浓度在自然时效 0~2 h 呈下降趋势, 在自然时效 2 h 后溶质原子浓度已经趋于稳定。

3.1 节中提到, 过饱和溶质原子的析出主要在 GP 区的形成时期, β''相的开始析出则意味着基体中溶质原子浓度逐渐趋于稳定。β''相在自然时效 1~2 h 之间开始形成, 同样表明基体中溶质原子浓度在自然时效 0~2 h 呈下降趋势, 在自然时效 2 h 以后趋于稳定, 这和从锯齿幅值的推导结果是相同的。二者的一致性也从侧面说明了 2 种分析过程的合理性。

#### 3.3 临界应变

本实验中, 应力锯齿是朝上的(3~7 h)或无明显方向(0~2 h), 其临界应变机制应遵从正常临界机制, 即

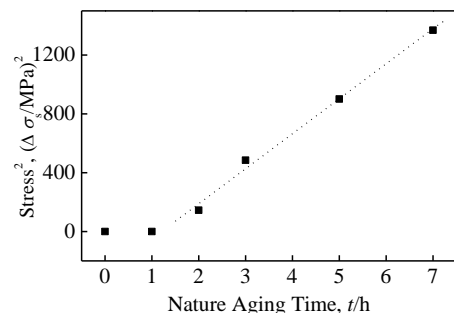


图 6  $\Delta\sigma_s^2-t$  关系图 (虚线为后 4 点拟合的直线)

Fig.6 Relationship of  $\Delta\sigma_s^2-t$

临界应变代表溶质原子对可动位错第一次钉扎<sup>[20]</sup>。因此,在临界应变时,可动位错周围的溶质原子浓度  $C_d$  应等于临界最小值  $C_{min}$ , 即  $C_{min}=C_d(\varepsilon_c)$ ,  $C_{min}$  为溶质原子类型相关常数。考虑到应变率和温度恒定, 溶质原子浓度满足

$$C_d \propto ct_w^\theta \tag{2}$$

其中  $c$  为基体中溶质原子浓度,  $t_w$  为可动位错等待时间,  $\theta$  为扩散指数, 在体扩散时  $\theta=2/3$ , 管扩散时  $\theta=1/3$ 。根据 Orowan 方程可得  $t_w = \rho_m bl / \dot{\varepsilon}$ , 其中  $\rho_m$  为可动位错密度,  $b$  为 Burgers 矢量幅值,  $l$  为可动位错平均飞行距离。考虑到位错运动障碍主要为林位错和  $\beta''$  相, 平均飞行距离可表示为  $l=(\rho_f+\rho_p)^{-1/2}$ ,  $\rho_f$  为林位错密度。则等待时间可表示为

$$t_w = \rho_m b \dot{\varepsilon}^{-1} (\rho_f + \rho_p)^{-1/2} \tag{3}$$

自然时效 2 h 以后,  $\beta''$  相开始形成, 溶质原子浓度接近饱和值, 保持稳定, 此时临界条件变为  $C_d(\varepsilon_c) \propto t_w^\theta = \text{const}$ , 可简化为  $t_w(\varepsilon_c) = \text{const}$ 。考虑到面心立方结构有 4 个滑移面, 当 1 个滑移面的位错运动时, 其他滑移面上的位错即为林位错, 应有  $\rho_m = \rho_f/3$ 。结合表达式(3), 并注意到应变率不变, 则临界条件可写成  $\rho_f(\varepsilon_c)^2 / (\rho_f(\varepsilon_c) + \rho_p) = \text{const}$ 。一般地, 在稀合金中, 位错密度要大于析出相密度, 我们不妨假设  $\rho_f^2 \gg \rho_p^2$ , 则临界条件可化为:

$$\rho_f(\varepsilon_c) - \rho_p = \text{const} \tag{4}$$

根据文献[21]有  $\rho_f \propto (1 - \exp(-\varepsilon/\varepsilon_0))^2$ ,  $\varepsilon_0$  为加工硬化相关参数。将该式进行 Taylor 展开并略掉高次项, 可得  $\rho_f \propto \varepsilon^2$ 。将此式与式(1)代入式(4)可得

$$\varepsilon_c^2 = k't + d' \tag{5}$$

其中,  $k'$  和  $d'$  为待定参数。根据实验结果做出  $\varepsilon_c^2-t$  关系图, 如图 7 所示, 二者呈明显的线性关系, 分析结果与实验完全符合。

在自然时效 0~1 h 期间, 溶质原子浓度较大, 即便在塑性变形初期,  $t_w$  较小时,  $C_d$  也能达到  $C_{min}$ , 溶质原子依然较容易对可动位错进行钉扎, 故临界应变较小。在自然时效 2 h 以后, 一方面溶质原子浓度较低, 另一方面  $\beta''$  相的增多缩短了相同应变下的等待时间, 因此临界应变较大且随自然时效时间延长( $\beta''$  相增多)而增大。

### 3.4 锯齿周期

一个锯齿周期中, 根据位错的状态可分为: (1) 可动位错没有被溶质原子钉扎, 对应着应力平稳发展, 称为未钉扎期; (2) 可动位错被溶质原子钉扎但未能脱钉, 对应着应力额外增大, 称为钉扎期; (3) 可动位错克服钉扎而快速运动, 对应着锯齿, 称为脱钉期,

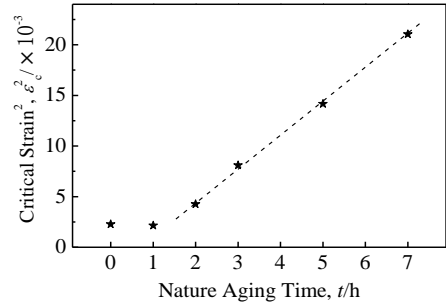


图 7  $\varepsilon_c^2-t$  关系图(虚线为后 4 点拟合的直线)

Fig.7 Relationship of  $\varepsilon_c^2-t$

此时期非常短暂, 可忽略不记。从溶质原子浓度和锯齿形状上可看成, 本实验中溶质原子对可动位错钉扎相对较难, 未钉扎期较长, 且钉扎强度较弱, 钉扎期较短。因此, 锯齿周期主要依赖于未钉扎期。

进一步考虑, 聚集在可动位错周围的溶质原子浓度  $C_d$  越大, 可动位错被钉扎概率越大, 未钉扎期就越短, 故锯齿周期  $T$  可用反比函数描述为  $T \propto C_d^{-1}$ 。将表达式(2)和(3)代入, 则有

$$T \propto c^{-1} (\rho_m b)^{-\theta} \dot{\varepsilon}^\theta (\rho_f + \rho_p)^{\theta/2} \tag{6}$$

在自然时效 2 h 以后, 溶质原子浓度保持不变, 考虑  $\beta''$  相是主要影响, 将其他参数视为常数, 并将式(1)代入表达式(6), 则有

$$T^{2/\theta} \propto (\rho_f + kt + d) \tag{7}$$

分别由实验结果绘出  $\theta=2/3$  和  $\theta=1/3$  时的  $T^{2/\theta}-t$  关系图, 如图 8 所示, 可以看出,  $\theta=2/3$  时呈明显的线性关系, 表明本实验中溶质原子主要以体扩散方式向可动位错偏聚。

在自然时效 0~1 h 期间, 溶质原子浓度较高, 容

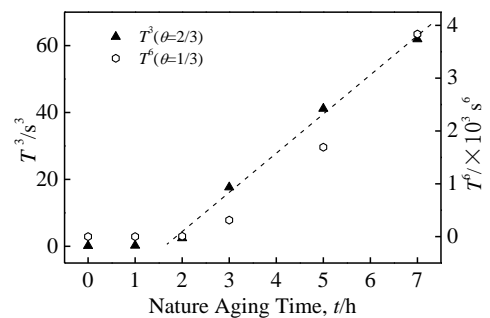


图 8  $\theta=2/3$  和  $\theta=1/3$  时的  $T^{2/\theta}-t$  关系图 (虚线为  $\theta=2/3$  时后 4 点拟合的直线)

Fig.8 Relationships of  $T^{2/\theta}-t$  for  $\theta=2/3$  and  $\theta=1/3$

易对可动位错进行钉扎, 未钉扎期均较短, 故锯齿周期较小且变化不大。在自然时效 2 h 以后, 一方面溶质原子浓度较低, 另一方面  $\beta''$  相的增多缩短了相同应变下的等待时间, 故锯齿周期较大且随自然时效时间延长( $\beta''$  相增多)而增大。

## 4 结 论

1) 材料强度、临界应变和锯齿周期在自然时效 0~1 h 期间保持不变, 而后随自然时效时间延长而增大。锯齿幅值在自然时效 0~2 h 期间随自然时效时间延长而减小, 在自然时效超过 2 h 后趋于稳定值。

2) 溶质原子浓度随自然时效时间延长而降低并在 2 h 后达到饱和值, 强化效果明显的  $\beta''$  相在自然时效时间 1~2 h 之间开始形成并随自然时效时间线性增加。

3) 基于动态应变时效理论, 揭示了  $\beta''$  相在 PLC 效应中的作用: 强化析出相含量增多, 缩短了相同应变下可动位错的等待时间, 使得可动位错更难被钉扎, 从而导致锯齿周期和临界应变增大。结合模型的计算结果与实验相一致, 计算结果还表明本实验中溶质原子主要以体扩散方式向可动位错聚集从而实现可对可动位错钉扎。

### 参考文献 References

- [1] Fu S H, Cai Y L, Yang S L *et al.* *Chin Phys Lett*[J], 2016, 33(2): 026 201
- [2] Ma P C, Zhang D, Zhuang L Z *et al.* *Int J Min Met Mater*[J], 2015, 22(2): 175
- [3] Feng X, Fischer G, Zielke R *et al.* *Mat Sci Eng A*[J], 2012, 539: 205
- [4] Yuan Zhanwei(袁战伟), Li Fuguo(李付国), He Min(何敏). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(S2): 693
- [5] Cui C Y, Gu Y F, Yuan Y *et al.* *Scripta Mater*[J], 2011, 64(6): 502
- [6] Zhang Q C, Jiang Z Y, Jiang H F *et al.* *Int J Plasticity*[J], 2005, 21: 2150
- [7] Soare M A, Curtin W A. *Acta Mater*[J], 2008, 56: 4091
- [8] Springer F, Nortmann A, Schwink C. *Phys Status Solidi*[J], 1998, 170(1): 63
- [9] McCormick P G. *Acta Metall*[J], 1988, 36(12): 3061
- [10] Jiang Huifeng(江慧丰), Zhang Qingchuan(张青川), Xu Haoyi(徐豪毅) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2006, 42: 139
- [11] Sun L, Zhang Q C, Cao P T. *Chin Phys B*[J], 2009, 18(8): 3500
- [12] Li H X, Park J K. *Mat Sci Eng A*[J], 2000, 280(1): 156
- [13] Chmelika F, Pinkb E, Krolc J *et al.* *Acta Mater*[J], 1998, 46(12): 4435
- [14] Xiong Shaomin(熊少敏), Zhang Qingchuan(张青川), Cao Pengtao(曹鹏涛) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2009, 45(7): 892
- [15] Hu Qi(胡琦), Zhang Qingchuan(张青川), Fu Shihua(符师桦) *et al.* *Acta Physica Sinica*(物理学报)[J], 2011, 60: 096 201
- [16] Lebedkina T A, Lebyodkin M A. *Acta Mater*[J], 2008, 56(19): 5567
- [17] Farshidi M H, Kazeminezhad M, Miyamoto H. *Mat Sci Eng A*[J], 2015, 640: 42
- [18] Wang Bo(汪波), Wang Xiaojiao(王晓姣), Song Hui(宋辉) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2014, 50(6): 685
- [19] Esmaili S, Lloyd D J, Poole W J. *Acta Mater*[J], 2003, 51(12): 3467
- [20] Fu S H, Cheng T, Zhang Q C *et al.* *Acta Mater*[J], 2012, 60: 6650
- [21] Keralavarma S M, Bower A F, Curtin W A. *Nat Commun*[J], 2014, 5: 4604

## Influence of Nature Aging on Serrated Yielding of 6061 Al-based Alloy

Fu Shihua, Cai Yulong, Zhang Qingchuan, Wu Xiaoping

(CAS Key Laboratory of Mechanical Behavior and Design of Material, University of Science and Technology of China, Hefei 230027, China)

**Abstract:** The influence of nature aging (NA) on the Portevin-Le Chatelier (PLC) effect was investigated via tension tests in solution treated 6061 Al alloy. The results show that the yielding strength, the tensile strength, the critical strain and the serration period change little in the NA time range of 0~1 h and then they increase with increasing NA time. The serration amplitude decreases in the NA time range of 0~2 h and keeps constant over 2 h. The precipitation sequence of the alloy suggests that the precipitates  $\beta''$  that can significantly strengthen the alloy form after NA for 1 h and increase linearly with NA time. These precipitates inhibit the dislocation motion and shorten the waiting time. It is more difficult to produce the pinning process and thus the serration period and the critical strain increase. Moreover, the solute atoms gather to mobile dislocations by body diffusion rather than pipe diffusion in this alloy.

**Key words:** Portevin-Le Chatelier effect; dynamic strain aging; 6061 Al-based alloy; nature aging

Corresponding author: Zhang Qingchuan, Ph. D., Professor, University of Science and Technology of China, Hefei 230027, P. R. China, Tel: 0086-551-63607613, E-mail: zhangqc@ustc.edu.cn