

# 电脉冲对轧制 AZ31 镁合金组织与性能的影响

刘 阳, 樊建锋, 靳 伟, 张 华, 董洪标, 许并社

(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)

**摘 要:** 研究了电脉冲处理 (EPT) 对轧制变形 AZ31 镁合金组织演化与力学性能的影响。使用脉冲电源产生的高电流密度低占空比电脉冲促进了变形 AZ31 镁合金内部的再结晶进程。通过对不同参数脉冲处理的对比分析, 研究了电脉冲的热效应与非热效应的作用, 揭示了电脉冲促进再结晶的作用机理。结果表明: AZ31 镁合金经过脉宽为 20  $\mu\text{s}$ 、电流密度  $3.508 \times 10^9 \text{ A/m}^2$ 、占空比为 0.002 的电脉冲处理 5.5 min 后, 在电脉冲的非热作用下发生再结晶, 平均晶粒尺寸由 72  $\mu\text{m}$  减小至 2  $\mu\text{m}$ , 抗拉强度提升 85%, 达到 295 MPa, 延伸率达到 20%。

**关键词:** 电脉冲处理; AZ31 镁合金; 再结晶; 力学性能

**中图分类号:** TG146.2<sup>+</sup>2

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2016)10-2687-05

随着汽车行业向轻量化、环保化转变, 尤其是近年来新能源汽车的发展, 镁合金吸引了越来越多的注意。作为目前实际应用中最轻的金属结构材料, 镁合金具有许多优异的性能, 如比强度和比刚度高, 电磁屏蔽性、减震性、散热性好, 承受冲击载荷能力比铝合金大, 耐有机物和碱的腐蚀, 加工性能优异等<sup>[1]</sup>。但是, AZ31 镁合金的室温韧性低、屈服强度低、综合力学性能较差, 长期以来阻碍了其发展与应用<sup>[2]</sup>。镁合金具有较高的 Hall-Petch 斜率常数 ( $280 \text{ MPa m}^{1/2}$ ), 其晶粒尺寸对强度的影响很明显<sup>[3]</sup>。因此, 实现镁合金晶粒的细化与均匀化并保持细化后组织的稳定性, 是利用细晶强化手段改善合金综合力学性能的关键。

电脉冲处理 (EPT) 作为一种改善合金显微组织、细化晶粒、提高综合力学性能的新型处理方法, 具有广阔应用前景。Conrad 等人<sup>[4,5]</sup>对 Cu 通过电脉冲后的再结晶现象进行了研究, 电脉冲能够降低金属退火再结晶的起始温度, 缩短回复与再结晶的时间, 显著细化再结晶晶粒。Xu 等人<sup>[6]</sup>则认为在电脉冲作用下金属中会出现大量空位, 这样的转变能够加速位错的运动。R. S. Qin 等<sup>[7]</sup>通过给冷变形的 Fe-0.8C-0.2Si-0.5Mn 合金施加强电流密度超短脉冲获得了尺度约 30 nm 的渗碳体等轴晶, 发现电脉冲的非热效应促进了渗碳体的转变。刘志义等<sup>[8]</sup>发现脉冲电流能促进铝锂合金的再结晶过程中位错墙的形成及其角度的增大, 促进位

错在晶界上的攀移并加快再结晶晶核的形成。在镁合金方面, Guan 等人<sup>[9]</sup>与 Jiang 等人<sup>[10]</sup>对 AZ31 与 AZ91 轧板经过电脉冲处理后的组织演变情况进行了分析, 发现在电脉冲带来的热效应与非热效应耦合作用下能够发生再结晶并将弱化了组织, 相应的, 合金的力学性能也会有所提高。Du 等人<sup>[11]</sup>使用电脉冲处理了经过 ECAP 处理的 AZ31 合金块, 结果表明在电脉冲处理后合金组织略有长大但趋于均匀化, 合金内的组织并无变化, 这导致合金的强度略微下降而合金的断裂延伸率明显增大。以上关于电脉冲在镁合金上的应用, 为细化镁合金显微组织, 提高其力学性能提供了新的思路。

但是目前关于电脉冲热效应与非热效应在镁合金再结晶行为中作用机制的研究尚不深入, 尤其是电脉冲的非热效应对镁合金显微组织的影响缺少研究, 而众所周知, 晶粒尺寸越细小其对温度变化越敏感, 过高的热效应很可能造成合金组织长大。因此, 本实验以电脉冲处理为手段, 以其在镁合金再结晶过程中的具体作用机制为切入点, 重点研究电脉冲的非热效应, 从而优化 AZ31 镁合金组织、提高其综合力学性能。

## 1 实 验

本实验选取厚度为 3 mm 的商用 AZ31 镁合金板材作为研究对象, 原始材料的化学成分符合 AZ31B 标准。先将原始板材加热至 345  $^{\circ}\text{C}$  保温 1 h 后随炉冷却

收稿日期: 2015-10-10

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); 山西省高等学校科技创新项目 (2014118)

作者简介: 刘 阳, 男, 1991 年生, 硕士, 太原理工大学材料科学与工程学院, 山西新材料科学与工程研究中心, 山西 太原 030024, E-mail: ly1991tyut@163.com

使其组织均匀化(Homogenized)。随后,使用BKD  $\Phi 130$  mm 型同步双辊轧机对均匀化后的板材进行多道次轧制(Rolled),轧制温度为 150 °C,每道次压下量为 15%~25%,轧制道次间利用恒温电阻炉对板材在 150 °C 进行保温,轧制总变形量为 59.7%。经过轧制的板材利用线切割机切割为长 80 mm,宽 2 mm 的条状试样以方便后续实验处理。轧制后试样的电脉冲处理(EPT)过程如图 1 所示。高能电脉冲由一台定制的 JX-HP 电源产生,作为脉冲电流输出端的电极间距为 40 mm,材质为纯铜。为了保证电极与试样间的良好导电性,用砂纸磨平试样表面,并将轧制后试样紧固于电极上。实验中使用的高强度低占空比电脉冲脉宽为 20  $\mu$ s、电流密度为  $3.508 \times 10^9$  A/m<sup>2</sup>、占空比为 0.002。使用一台 RIGOL DS1052E 示波器与电源的测量端相连对各项参数进行监测。在电脉冲处理过程中使用表面热电偶对试样进行测温,测温位置同样见图 1。此外,为了研究本实验所用的高电流密度低占空比电脉冲的热效应对试样组织的影响,选取轧制后的试样进行了对照热处理(Annealed),试样在温度为 88 °C 的电阻炉中保温 10 min 后空冷降温处理。本实验中各试样的处理参数见表 1。

经过电脉冲处理后的试样分别进行了组织表征与性能测试,其中组织表征利用 LEICA DM 2700M 光学显微镜(OM)与配备了电子背散射衍射(EBSD)探头的 MIRA 3 扫描电子显微镜(SEM)完成,进行金相分析所用的腐蚀剂为苦味酸腐蚀剂,进行 EBSD 分析时选用商用 AC2 电解液对镁合金进行电解腐蚀。对试样的性能进行拉伸试验测试,拉伸试验测试在 SUNS 万能材料试验机上完成。

## 2 结果与讨论

### 2.1 电脉冲处理热效应

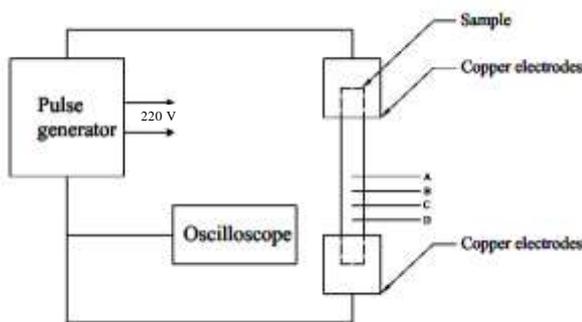


图 1 电脉冲处理示意图

Fig.1 Schematic view of electropulsing treatment (EPT) processing

电脉冲处理过程中的热效应主要是由电脉冲的焦耳热效应引入的<sup>[11]</sup>,因此在试样两端散热条件相同的情况下,仅需取试样的一半进行测温。电脉冲处理过程中各点的温度如表 2 所示。实验数据显示,在电脉冲处理过程中,试样的温度从中心到两端近似呈线性趋势不断下降,直至与铜电极接触处试样温度近似室温。这是由于,在电脉冲处理过程中试样主要以非稳态热传导的方式沿长度方向散热,而与试样相比铜电极面积大且导热速率较高,故试样的温度分布呈现中心点最高,两端近似室温,总体分布近似线性。根据 Chao 等人对总变形量为 61% 的 AZ31 合金退火过程中组织转变的相关研究<sup>[12]</sup>,本实验采用的高电流密度低占空比电脉冲给试样带来的温升明显低于 AZ31 镁合金的再结晶温度(约 250 °C),从而可以推断出实验过程中电脉冲的热效应对合金的再结晶过程影响甚微。

### 2.2 微观组织

经过均匀化处理后的 AZ31 板材的显微组织如图 2a 所示,由于对板材进行了 345 °C 保温 1 h 的均匀化处理,试样 1 内部晶粒为粗大的等轴晶,平均晶粒尺寸约为 72  $\mu$ m。图 2b 为经过多道次轧制后试样 2 的金相,可以看出其显微组织呈现典型的含有大量畸变与缺陷的变形组织形貌<sup>[13]</sup>,晶粒沿着变形方向被拉长,大量的变形孪晶存在于变形晶粒内部。在显微组织中可以观察到部分晶粒内部的孪晶并非呈现直线形态,这是由于本实验采用的多道次轧制使得部分先出现孪晶的晶粒在后续的轧制过程中发生变形,导致这一部分晶粒内部的孪晶面发生了弯曲。此外,在合金晶界处以及孪晶集中处存在少量细小的再结晶晶粒。这些

表 1 不同试样的处理工艺

Table 1 Treating techniques of different samples

Sample No.	Treatment
1	Homogenized
2	Rolled
3	EPT for 2 min
4	EPT for 5.5 min
5	EPT for 10 min
6	Annealed

表 2 试样测温结果

Table 2 Measured temperatures of different points for the samples (°C)

Sample No.	Point A	Point B	Point C	Point D
3	87	73	42	20
4	86	70	48	20
5	88	72	49	20

无畸变的新晶粒是板材在轧制过程中因强烈塑性变形而产生大量晶体缺陷并进一步使得局部能量升高,最终导致合金内部通过应变诱导晶界迁移机制(strain induced grain boundary migration, SIBM)发生动态再结晶而产生的动态再结晶晶粒<sup>[9]</sup>。由于轧制试样总变形量非常大(约 59.7%),因此在对轧制试样进行 EBSD 测试时,试样内部过高的应力作用导致试样的解析度非常低,无法获取足够的信息进行组织分析。

试样 3 的金相组织如图 2c 所示,可以看出,经过 2 min 的电脉冲处理后,试样的显微组织较轧制变形后的显微组织有回复现象,但仍含有较多孪晶与畸变,总体仍呈现变形组织的特征。与轧制组织不同的是,经过电脉冲处理后的试样在孪晶集中及晶界交汇等畸变较大、变形储存能较高处出现了新的再结晶晶粒。因为此时对试样的变形处理已经结束,这些新晶粒的形成机制与通过 SIMB 机制形成的动态再结晶晶粒有明显区别,又由于除电脉冲处理外并未对试样施加其他作用,因此可以确定这些新生成的晶粒是由于电脉冲作用而形成的静态再结晶晶粒。对试样 3 进行 EBSD 测试发现试样整体解析度依然非常低,因此可以断定,虽然发生了明显的回复现象,也出现了部分静态再结晶晶粒,但此时的再结晶过程尚未完成,合金内部仍以轧制后的变形组织为主。

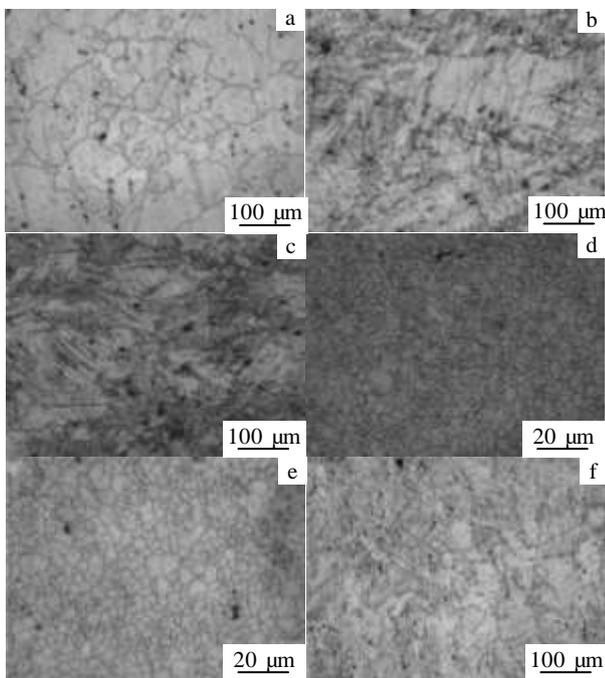


图 2 各试样的光学显微组织

Fig.2 Optical microstructures of different samples: (a) sample 1, (b) sample 2, (c) sample 3, (d) sample 4, (e) sample 5, and (f) sample 6

随着电脉冲处理时间的延长,变形组织逐步被无畸变的再结晶晶粒取代,当电脉冲处理时间为 5.5 min 时,试样的金相组织如图 2d 所示,此时在试样金相中已经观察不到轧制变形后的组织,新生成的等轴晶粒平均晶粒尺寸为 2 μm,对试样 4 进行 EBSD 分析,其晶粒取向分布如图 3a 所示,其中,粗实线代表角度大于 15 度的大角度晶界,细实线代表角度小于 15 度的小角度晶界。可以看出,试样内部存在大量无畸变的细小等轴晶粒,且大角度晶界占绝大多数,因此可以推断合金内部轧制后的变形组织已经完全被再结晶晶粒所取代。而对于变形 AZ31 镁合金来说,通常需要至少在 250 °C 下退火 10 min 才能获得平均晶粒尺寸约为 5 μm 的完全再结晶组织<sup>[14]</sup>。通过与传统热处理再结晶对比不难看出,电脉冲处理不仅加速了变形 AZ31 内的组织转化,促进了再结晶的进行,而且由于其较低的再结晶温度(实验过程中测得的试样最高温度仅为 88 °C)晶粒长大较慢,从而获得了较细的晶粒尺寸。

在电脉冲处理过程中变形合金出现的再结晶现象可以用 Qin 等人的理论加以解释,变形金属在通过高强度电流脉冲时,其吉布斯自由能的变化  $\Delta G$  可由如下公式表示<sup>[15]</sup>:

$$\Delta G = \Delta G^d + \Delta G^e \tag{1}$$

其中,  $\Delta G^d$  为金属的变形储存能,  $\Delta G^e$  是由于电脉冲的非热效应而使材料获得的附加自由能变化。而根据经典形核理论,形核率  $I_e$  可以表示为<sup>[16]</sup>:

$$I_e = I_0 \left( \frac{D}{\lambda^2} \right) \exp \left( - \frac{\Delta G^d + \Delta G^e}{RT} \right) \tag{2}$$

其中,  $I_0$  为常数,  $\lambda$  为原子跃迁间距,  $D$  为扩散系数,  $R$  为玻尔兹曼常数,  $T$  为绝对温度。公式(2)可以被简化为如下形式:

$$I_e = I_r \exp \left( - \frac{\Delta G^e}{RT} \right) \tag{3}$$

其中,  $I_r$  代表了无电脉冲作用时变形合金的形核率。由

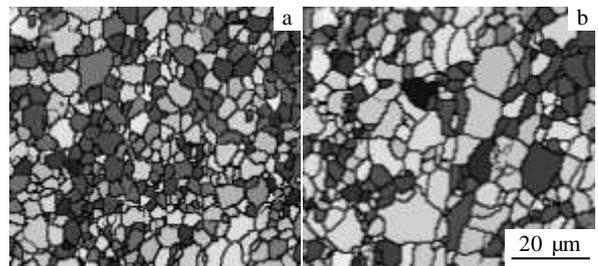


图 3 试样 4 与试样 5 的 EBSD 晶粒取向分布图

Fig.3 EBSD orientation maps of sample 4 (a) and sample 5 (b)

于 $\Delta G^e < 0^{[17]}$ ，故由公式(3)可以推出 $I_e > I_r$ 。公式(3)表明，电脉冲的非热作用提高了变形合金内部的形核率。

继续延长电脉冲处理时间至 10 min，试样的金相组织如图 2e 所示。可以观察到再结晶晶粒发生了明显的长大，长大后的晶粒尺寸均匀性有所增加且平均尺寸增大为约 5  $\mu\text{m}$ 。试样 5 的 EBSD 测试结果如图 3b 所示，分析试样 5 的 EBSD 晶粒取向分布图可知，经过电脉冲处理后，晶粒发生粗化，小角度晶界出现在部分大晶粒内部，这是晶粒合并长大的标志。通过公式(1)可知，由于电脉冲的作用使得试样获得了附加自由能 $\Delta G^e$ ，因此试样内部的能量升高，使得再结晶晶粒发生了轻微的长大。

为了进一步研究电脉冲处理中的热效应对变形 AZ31 镁合金再结晶过程的影响，选取电脉冲处理中测得的最高温度 88  $^{\circ}\text{C}$ 作为保温温度对轧制板材进行了热处理，处理时间为 10 min。热处理后试样的金相组织如图 2f 所示，可以观察到，相较于轧制板材，热处理后合金的金相组织并无明显变化。试样 6 的金相组织进一步证明，本实验所采用的电脉冲处理的热效应对变形 AZ31 镁合金的再结晶过程影响很小，即在电脉冲处理过程中变形 AZ31 镁合金的再结晶现象是电脉冲的非热效应产生的。

### 2.3 拉伸性能

对试样 1~5 分别进行了拉伸试验测试，各试样的应力-应变曲线如图 4 所示。

其中，试样 1 的延伸率达到 18%但是其抗拉强度仅为 158 MPa，这是由其较为粗大的显微组织决定的。相较于试样 1，试样 2 抗拉强度有明显提高，达到了 310 MPa，但是延伸率不到 5%。这是因为经过多道次轧制处理后，试样出现了严重的加工硬化所造成的。试样 3 的强度较试样 2 略有降低，延伸率也稍有增长，这是由于在电脉冲的作用下，合金内部发生了回复，

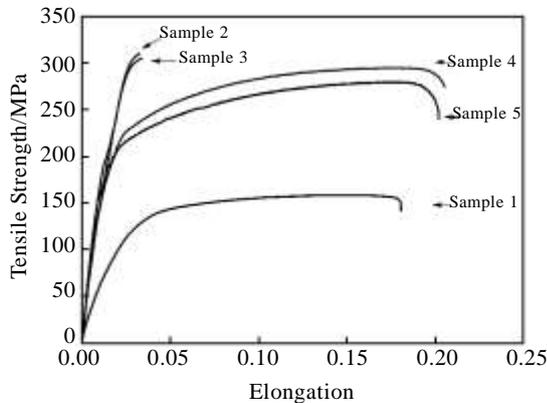


图 4 试样的应力-应变曲线

Fig. 4 Stress-strain curves of the samples

且部分变形较大、缺陷集中、储存能较高的组织发生了再结晶，加工硬化得到缓解，相应的延伸率有所增加。试样 4 的强度为 295 MPa，延伸率达到了约 20%，这是因为在电脉冲作用下变形 AZ31 镁合金发生完全再结晶且晶粒得到了细化，其综合力学性能较原始材料得到大幅度的改善。进一步延长电脉冲时间，由于晶粒粗化，试样 5 的抗拉强度较试样 4 有所下降，延伸率基本维持不变。

各试样拉伸断口的显微形貌 SEM 照片如图 5 所示。图 5a 为试样 1 的断口显微形貌，其断口中含有大量韧窝以及被韧窝分隔开的明显的解理面，总体呈现典型的准解离断裂的特点，这是具有密排六方结构的镁合金的典型断裂形式<sup>[18]</sup>。经过多道次轧制后，试样 2 的断裂机制转变为脆性断裂，具体表现为断口显微形貌中韧窝数量明显减少，解理面增多增大且出现了明显的解理台阶，具体如图 5b 所示。随着电脉冲逐步施加在变形合金上，合金内部发生静态再结晶，合金的断口显微形貌又出现细小均匀的韧窝，解理面也随之消失，合金的塑性得到了提高，如图 5c~5e 所示。

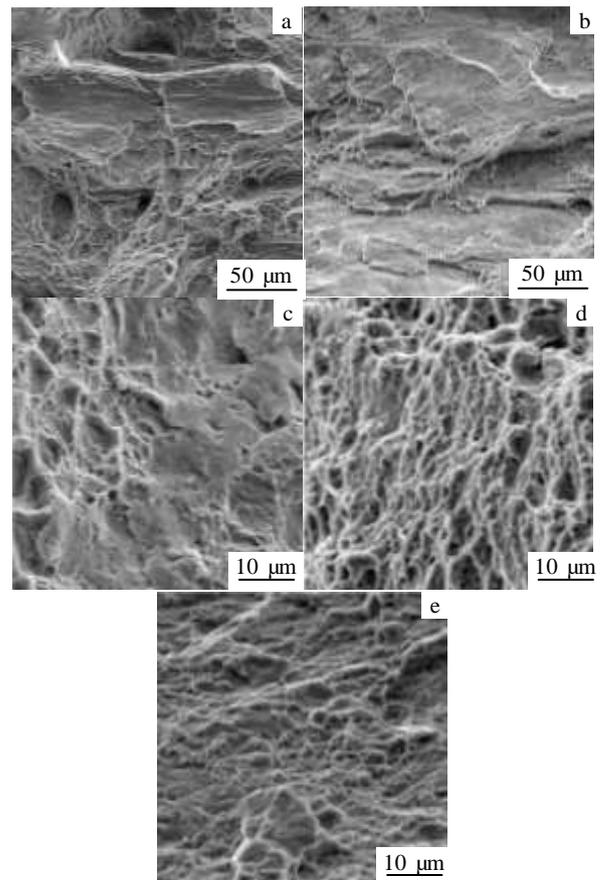


图 5 试样的断口形貌

Fig.5 Fracture morphologies of sample 1(a), sample 2(b), sample 3(c), sample 4(d), and sample 5(e)

由以上分析可知,合金的断口形貌与其应力-应变曲线是对应的,其中试样4断口的显微形貌中含有大量细小均匀的韧窝,其塑性也是最好的。

### 3 结 论

1) 经过多次道次轧制的变形 AZ31 镁合金在经过脉宽为 20  $\mu\text{s}$ 、电流密度  $3.508 \times 10^9 \text{ A/m}^2$ 、占空比为 0.002 的电脉冲处理 5.5 min 后获得了平均晶粒尺寸为 2  $\mu\text{m}$  的细晶组织。

2) 低占空比高电流密度电脉冲处理能够加速变形 AZ31 合金内部的组织转变,促进合金静态再结晶的发生。在这一过程中,合金显微组织的细化主要是由于电脉冲的非热效应使其获得了附加自由能,进而提高了形核率,在低温下出现了再结晶现象。而根据实验测温数据与对照热处理表明,电脉冲的热效应对合金再结晶过程影响甚微。

3) 经过轧制加电脉冲处理后, AZ31 合金的抗拉强度及延伸率均较处理前有明显提升,其中抗拉强度提升 85% 达到 295 MPa,延伸率提升约 12% 达到 20%。

#### 参考文献 References

- [1] Chen Zhenhua(陈振华), Yan Hongge(严红革), Chen Jihua(陈吉华) *et al. Magnesium Alloy*(镁合金)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004: 15
- [2] Colleen Bettles, Matthew Barnett. *Advance in Wrought Magnesium*[M]. Cambridge: Woodhead Publishing Limited, 2012: 4
- [3] Chang Tien-Chan, Wang Jian-Yi, O Chia-Ming *et al. Journal of Materials Processing Technology*[J], 2003, 140: 588
- [4] Conrad Hans, Karam Nasser, Mannan S. *Scripta Metallurgica* [J], 1984, 18: 275
- [5] Conrad Hans, Cuo H, Sprecher A E. *Scripta Metallurgica*[J], 1990, 24(2): 359
- [6] Xu Qing, Guan Lei, Jiang Yanbin *et al. Materials Letters*[J], 2010, 64: 1085
- [7] Qin R S, Samuel E I, Bhowmik A. *J Mater Sci*[J], 2011, 46: 2838
- [8] Liu Zhiyi(刘志义), Deng Xiaotie(邓小铁), Wang Yinzhen(王引真). *Chinese Journal of Material Research*(材料研究学报)[J], 2001, 15(3): 359
- [9] Guan Lei, Tang Guoyi, Jiang Yanbin *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2009, 487: 309
- [10] Jiang Yanbin, Tang Guoyi, Shek Chanhung *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509: 4308
- [11] Du X N, Yin S M. *J Mater Res*[J], 2008, 23(6): 1570
- [12] Chao H Y, Sun H F, Chen W Z *et al. Materials Characterization* [J], 2011, 62: 312
- [13] Li Xiulian(李秀莲), Wang Maoyin(王茂银), Xin Renlong(辛仁龙) *et al. Transactions of Material and Heat Transfer*(材料热处理学报)[J], 2010, 31(5): 61
- [14] Liu Guirong(刘桂荣), Wang Zhongtang(王忠堂), Zheng Wentao(郑文涛) *et al. Transaction of Shenyang Ligong University*(沈阳理工大学学报)[J], 2007, 6: 66
- [15] Zhou Yizhou, Zhang Wei, Wang Baoquan *et al. J Mater Res*[J], 2002, 17(8): 2105
- [16] Qin Rongshan(秦荣山), Yan Hongchun(鄢红春), He Guanhu(何冠虎) *et al. Chinese Journal of Material Research*(材料研究学报)[J], 1995, 9(3): 219
- [17] Qin Rongshan(秦荣山), Zhou Benlian(周本濂). *Chinese Journal of Material Research*(材料研究学报)[J], 1997, 11(1): 69
- [18] Zhan Meiyuan(詹美燕), Li Yuanyuan(李元元), Chen Weiping(陈维平) *et al. Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2007, 32(7): 8

## Effect of Electropulsing Treatment on Microstructure and Properties of Rolled AZ31 Alloy

Liu Yang, Fan Jianfeng, Jin Wei, Zhang Hua, 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:** The effect of electropulsing treatment (EPT) on the microstructure evolution and the mechanical properties of rolled AZ31 magnesium alloy was studied. The recrystallization of the deformed AZ31 magnesium alloy was accelerated by EPT with high current density and low duty ratio. EPT with different parameters was analyzed. The thermal and athermal effect of EPT was researched and the mechanism of the recrystallization under EPT was also revealed. The results indicate that after EPT with a pulse-width of 20  $\mu\text{s}$ , a current density of  $3.508 \times 10^9 \text{ A/m}^2$ , a duty ratio of 0.002 and processing time of 5.5 min, recrystallization occurs due to the athermal effect, the average grain size of AZ31 alloy is refined from 72  $\mu\text{m}$  to 2  $\mu\text{m}$ , the tensile strength is 295 MPa, and the elongation is 20%.

**Key words:** electropulsing treatment; AZ31 alloy; recrystallization; mechanical properties

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