晶粒尺寸对新型高强铝合金热变形行为的影响

冯 bai¹,张新明²,刘胜胆²,韩念梅³

(1. 江苏科技大学 江苏省先进焊接技术重点实验室, 江苏 镇江 212003)
(2. 中南大学, 湖南 长沙 410083)
(3. 苏州有色金属研究院有限公司, 江苏 苏州 215026)

摘 要:利用 Gleeble-3500 试验机,在300~450 ℃和0.1~10 s⁻¹的变形条件下,研究了大规格铸锭晶粒尺寸的不均匀性 对新型高强 Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr 合金热变形行为的影响。SEM 观察表明,大铸锭表层的晶粒尺寸比心层细 小。热变形过程中,细晶组织(铸锭表层)的流变应力在高温和低应变速率条件下低于粗晶组织(铸锭心层)。计算得到表 层和心层组织的热变形激活能分别为140 和125.4 kJ/mol。基于位错密度理论,利用一种两阶段型本构方程分别预测了 粗晶和细晶组织的流变应力,并建立了不同晶粒度组织的动态再结晶软化方程。电子背散射衍射(EBSD)观察表明,合 金在300~400 ℃条件下发生动态回复,在450 ℃和低应变速率速(0.1 s⁻¹)条件下出现动态再结晶(DRX)现象,动态再结 晶晶粒在原始大角度晶界上形核。由于表层(细晶)组织的晶界密度高,因此其动态再结晶程度高于心层(粗晶)组织。

关键词: Al-Zn-Mg-Cu 合金; 晶粒尺寸; 热变形; 动态再结晶

中图法分类号: TG146.2⁺1 文献标识码: A 文章编号: 1002-185X(2016)08-2104-07

新型高强 Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr(质量 分数,下同)合金热轧板是未来国产大飞机机翼壁板的 前序产品^[1-3],精确的热变形本构模型和热变形行为分 析,对制定合适的热轧工艺有着重要的意义。

通过对类似成分合金铸锭组织,以及中厚板再 结晶等组织的厚向不均匀性分析可知^[4],大尺寸铸 锭由于存在冷却速率及成分偏析问题,导致不同层 晶粒尺寸出现较大不同,而铸锭组织的不均匀性又 影响厚向组织的热变形行为,导致动态软化行为对 应的热变形参数区间发生变化,进而影响热变形组 织的均匀性,比如热轧板材厚向动态再结晶程度的 不同,继而进一步影响后续固溶再结晶和合金时效 态的力学和腐蚀性能^[5]。本实验针对新型高强 Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr 合金大尺寸扁锭晶 粒组织的不均匀性,通过热压缩实验和组织分析, 分别建立了铸锭表层和心层组织的动态回复和动态 再结晶本构方程,研究了各层热变形行为以及动态 再结晶软化程度的差异,进一步明确该新型高强 Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr 合金中厚板厚向再 结晶组织不均匀性产生的原因,以期为其中厚板热 轧工艺的制定提供理论指导。

1 实 验

实验用材料为新型高强Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr合金大尺寸扁锭,已经过均匀化处理, 分别从铸锭表层和心层取热压缩试样。样品为直径10 mm,高15 mm,两端带有0.2 mm深凹槽的圆柱试样, 压缩时凹槽内添加75%石墨+20%机油+5%硝酸二甲苯 脂(质量分数)以减少试样与夹头之间的摩擦。分层取 样位置见图1。



图 1 取样示意图(箭头所指为铸锭厚度和样品压缩方向)

Fig.1 Schematic diagram of sampling (arrow represents thickness of ingot and the compression direction)

收稿日期: 2015-08-18

基金项目:国家重点基础研究发展计划项目(2012CB619500);江苏高校优势学科建设工程资助项目

作者简介: 冯 迪, 男, 1984 年生, 博士, 讲师, 江苏科技大学材料科学与工程学院, 江苏省先进焊接技术重点实验室, 江苏 镇江 212003, E-mail: difeng1984@aliyun.com

等温热压缩试验在 Gleeble-3500 热模拟试验机上 进行。热压缩量为 70%,变形温度为 300,350,400 和 450 ℃,表层试样的应变速率条件为 0.1,1,5 和 10 s⁻¹, 心层试样的应变速率条件为 0.1,1 和 10 s⁻¹。样品热 压缩后立即水冷至室温以保留变形组织。沿平行压缩 轴线方向(见图 1 箭头方向)切开变形后试样,取纵剖 面的中心部位作为组织观察面。初始组织(铸锭均匀化 态)和热压缩后组织的 EBSD 观察在 Sirion 200 场发 射扫描电镜(SEM)上进行,其中 EBSD 测试的扫描步 长为 2.5 µm, EBSD 结果分析未考虑晶粒取向差小于 2 °的晶界^[6,7]。

2 理论和分析方法

图 2 中 σ_{DRX} 曲线代表动态再结晶(DRX)曲线, σ_{recov} 曲线代表假设未发生动态再结晶的动态回复(DRV)曲 线。 σ_{recov} 稳定后对应的应力值定义为饱和应力 σ_{sat} ^[8,9]。 DRX 开始于临界应变 ε_c ,临界应变之后 DRX 软化所 占的比例越来越大,在达到峰值应力 σ_p 后,应力开始 下降。完全由动态再结晶导致的最大软化程度 $\Delta \sigma_{\text{max}}$ 可以由差值 $\sigma_{\text{sat}} - \sigma_{\text{ss}}$ 表示(图 2a),其中 σ_{ss} 对应动态再 结晶曲线的稳态应力水平^[10-12]。因此动态再结晶软化 随应变的演变可由 *X*- ε 表示,其中 *X* = $\Delta\sigma/\Delta\sigma_{\text{max}}=\Delta\sigma/(\sigma_{\text{sat}}-\sigma_{\text{ss}}), \Delta\sigma$ 为某一应变量对应的 DRV 曲线和 DRX 曲线的差值。



日之 快生多数小志日

为精确描述应力应变关系,本研究对 Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr 合金的本构方程进行动态回复 和动态再结晶两阶段建模。对于 DRX 型应力-应变曲 线,定义临界应变 ε_c 为 $0.8\varepsilon_p^{[12]}$ 。峰值应力 ε_p 和稳态 应力 σ_{ss} 的求解见图 2b,图中 $\theta = d\sigma/d\varepsilon$,代表加工硬 化率。以位错密度作为内变量来描述动态回复的软化 效果,即用 YLJ 模型^[8,12]来求解 DRV 曲线上的饱和应 力 σ_{sat} :

$$\sigma \frac{\mathrm{d}\sigma}{\mathrm{d}\varepsilon} = 0.5r\sigma_{\mathrm{sat}}^2 - 0.5r\sigma^2 \tag{1}$$

其中,r为回复软化参数,流变应力 σ 和其对应的应变 ε 从 σ_{DRX} 曲线中得到。

3 实验结果

3.1 均匀化态铸锭晶粒尺寸的不均匀性

图 3 所示为铸锭表层和心层位置的扫描组织图片, 取样方式见图 1。由图 3 可知:表层晶粒平均尺寸约为 100 μm,而心层约为 200 μm。这是因为铸锭心层冷却 速率低,导致心层晶粒有充足的时间长大。

3.2 应力应变曲线

铸锭心层和表层组织不同变形条件下对应的真应 力-应变曲线如图4和图5所示。



图 3 铸锭组织的不均匀性

Fig.3 Inhomogeneity of ingot microstructures: (a) surface of ingot and (b) center of ingot

Fig.2 Schematic diagrams of modeling parameters: (a) dynamic softening curves and (b) θ - σ relationship





Fig.4 True stress-strain curves (central microstructure) under different strain rates: (a) 0.1 s^{-1} , (b) 1 s^{-1} , and (c) 10 s^{-1}



图 5 不同应变速率条件下的应力-应变曲线(表层组织)

Fig.5 True stress-strain curves (surface microstructure) under different strain rates: (a) 0.1 s^{-1} , (b) 1 s^{-1} , (c) 5 s^{-1} , and (d) 10 s^{-1}

1

由图可知: (1) 高温 (400~450 ℃) 和低应变速率 (0.1 和 1 s⁻¹) 条件下,心层组织的流变应力高于表层组 织。当应变速率增大,表层试样与心层试样的流变应力 差距减小,在低温 (<400 ℃) 和高应变速率(>1 s⁻¹) 条 件下,表层组织与心层组织的流变应力基本相同。(2) 变 形温度为 450 ℃,应变速率达到 10 s⁻¹时,表层试样发 生流变失稳(图 5d 中未能测得 450 ℃条件下的应力应变 曲线)。(3) 应变速率较低时 (0.1 和 1 s⁻¹),表层试样在 不同变形温度下的应力差较心层试样大。

3.3 本构方程及动态再结晶软化方程

(1) 动态回复阶段

动态回复本构方程的建立依据包含Zener-Hollomon (*Z*)参数的Arrhenius关系式,该理论描述如下:

$$Z = \mathscr{E} \exp(Q/RT) \tag{2}$$

$$\&= AF(\sigma)\exp(\frac{-Q}{RT}) \tag{3}$$

其中, Z 即Zener - Hollomon参数, Q 为形变激活能, $\dot{\varepsilon}$, T 和R分别为应变速率,变形温度和气体常数。 $F(\sigma)$ 可描述为:

$$F(\sigma) = \begin{cases} \sigma_{\text{sat}}^{n}, \alpha \sigma_{\text{sat}} < 0.8\\ \exp(\beta \sigma_{\text{sat}}), \alpha \sigma_{\text{sat}} > 1.2\\ \left[\sinh(\alpha \sigma_{\text{sat}})\right]^{n}, \text{ 所有力 } (\sigma_{\text{sat}}) \text{ 水平} \end{cases}$$
(4)

将公式(4)中 $\alpha\sigma_{sat}$ <0.8 和 $\alpha\sigma_{sat}$ >1.2的关系式分别代入公 式(3),利用图4和5的应力应变数据,对其两边取自然 对数分别作图6和图7。对各图中曲线斜率的平均值取 倒数即可得到 n_1 和 β 值,并由此得到 $\alpha(\alpha=\beta/n_1)$ 。

当不考虑应力水平的限制时,有如下关系:

 $\ln \mathscr{E} \ln A + n[\ln \sinh(\alpha \sigma)] - Q/RT$ (5)

将 α 代入公式(5),建立 ln(sinh($\alpha\sigma_{sat}$))-ln(应变速 率)关系图。得到更为准确的n值(n_2)。将 n_2 再次代 入公式(5),作 ln(sinh($\alpha\sigma_{sat}$))-1/T 关系图(图8),得 到热变形激活能 $Q = Rn_2$ {d[ln(sinh($\alpha\sigma_{sat}$))]/d(1/T)}。 表层试样和心层试样的热变形激活能分别为140和 125.4 kJ/mol。

不同层试样对应的屈服应力与 Z 参数,回复因子 r与Z参数之间的关系分别见图9和图10。

对散点图做线性拟合得到不同层组织屈服应力, 位错因子与 Z 参数的关系式如下:

心层组织(粗晶):
$$\sigma_0 = 4.72 Z^{0.12}$$
 (6)

 $r=7.35 \times 102Z^{-0.12}$ (7)

表层组织(细晶):
$$\sigma_0 = 10.6Z^{0.07}$$
 (8)

 $r=2.4 \times 103Z^{-0.15}$ (9)

综上所述,不同层组织对应动态回复阶段的本构 方程可分别描述为:



图 6 应力应变参数的相关关系图 (心层组织)

Fig.6 Relationship of stress-strain related parameters (central microstructure): (a) $\ln(\text{strain rate}) - \ln \sigma$ and (b) $\ln(\text{strain rate}) - \sigma$



图 7 应力应变参数的相关关系图(表层组织)

Fig.7 Relationship of stress-strain related parameters: (surface microstructure) (a) $\ln(\text{strain rate}) - \ln \sigma$ and (b) $\ln(\text{strain rate}) - \sigma$



图 8 $\ln(\sinh(\alpha\sigma_{sat}))-1/T$ 关系

Fig.8 Relationships between $\ln(\sinh(\alpha\sigma_{sat}))-1/T$: (a) central microstructure and (b) surface microstructure



图 9 心层组织的屈服应力/位错因子与 Z 参数的关系图

Fig.9 Relationships between yield strength/dislocation factor and Z parameter of central microstructure: (a) $\ln \sigma_0 - \ln Z$ and (b) $\ln r - \ln Z$



图 10 表层组织的屈服应力/位错因子与 Z 参数的关系图

Fig.10 Relationships between yield strength/dislocation factor and Z parameter of surface microstructure: (a) $\ln \sigma_0 - \ln Z$ and (b) $\ln r - \ln Z$

(2) 动态再结晶阶段

根据图 2a 可知,完全由动态再结晶产生的软化程度 X 可以具体表述如下:

$$X = \Delta \sigma / \Delta \sigma_{\text{max}} = (\sigma_{\text{DRV}} - \sigma_{\text{DRX}}) / (\sigma_{\text{sat}} - \sigma_{\text{ss}}), \ \varepsilon > \varepsilon_{\text{c}}$$
(12)

由应力应变关系可知,合金铸锭不同层组织都在 高变形温度下和低应变速率(低Z值)条件下产生较大 程度的动态软化,因此选取0.1⁻¹,450℃下应力应变曲 线作为目标曲线,建立动态再结晶阶段的热变形本构 方程。根据 Avrami 方程^[13],完全由动态再结晶产生的软化程度X 还可以表示成如下形式:

$$X = 1 - \exp\{-\beta_{d} \left[\frac{\varepsilon - a_{1}\varepsilon_{p}}{\varepsilon_{0.5}}\right]^{R_{d}}\}$$
(13)

式中, β_d, *a*₁和 *R*_d为材料常数。ε_{0.5} 表示动态再结晶完成50%对应的应变量大小。其中常数*a*₁一般设置为0.8。 将公式(13)代入公式(12)可得:

$$\frac{(\sigma_{\rm DRV} - \sigma_{\rm DRX})}{(\sigma_{\rm sat} - \sigma_{\rm ss})} = 1 - \exp\{-\beta_{\rm d} [\frac{\varepsilon - 0.8\varepsilon_{\rm p}}{\varepsilon_{0.5}}]^{R_{\rm d}}\}$$
(14)

式中, σ_{DRV} 和 σ_{sat} 由已建立的动态回复阶段本构方程式 计算得到。峰值应力对应的 ε_p 和 σ_{ss} 由第2节方法得 到。其中 ε_p 与Z参数之间的关系通过线性拟合得到如下:

心层组织: $\varepsilon_{p} = 2.7 \times 10^{-3} Z^{0.172}$ (15)

表层组织:
$$\varepsilon_{p} = 2 \times 10^{-3} Z^{0.16}$$
 (16)

将所选动态再结晶行为对应的应力应变曲线相关 参数代入公式(14)左侧,得到动态再结晶软化程度与 应变的相互关系,得到动态再结晶软化50%对应的真 应变数值,对该值与Z参数进行双对数关系的线性拟 合,建立如下关系式:

心层组织:
$$\varepsilon_{0.5}=0.044Z^{0.072}$$
 (17)
表层组织: $\varepsilon_{0.5}=0.012Z^{0.1}$ (18)

将峰值应变、动态再结晶发生50%对应的应变以 及动态再结晶软化程度等参数再次代入公式(14),并 对其进行对数关系的线性回归得到材料常数β_d和R_d。

综上所述,不同层组织对应动态再结晶阶段的本 构方程可分别描述为:

心层组织:

$$\sigma_{\text{DRX}} = \sigma_{\text{DRV}} - (\sigma_{\text{sat}} - \sigma_{\text{ss}}) \{1 - \exp[-0.85(\frac{(\varepsilon - 0.8\varepsilon_{\text{p}})}{\varepsilon_{0.5}})^{1.2}]\}$$

$$\varepsilon_{\text{p}} = 2.7 \times 10^{-3} Z^{0.172}$$

$$\varepsilon_{0.5} = 0.044 Z^{0.072}$$
(19)

表层组织:

$$\begin{bmatrix}
\sigma_{DRX} = \sigma_{DRV} - (\sigma_{sat} - \sigma_{ss})\{1 - \exp[-0.54(\frac{(\varepsilon - 0.8\varepsilon_{p})}{\varepsilon_{0.5}})^{1.1}]\} \\
\varepsilon_{p} = 2 \times 10^{-3} Z^{0.16} \\
\varepsilon_{0.5} = 0.012 Z^{0.1}
\end{bmatrix}$$
(20)

相应的,各层组织对应的动态再结晶软化方程为:

心层组织:
$$X = 1 - \exp[-0.85(\frac{\varepsilon - 0.8\varepsilon_{p}}{\varepsilon_{0.5}})^{1.2}]$$
 (21)

表层组织:
$$X = 1 - \exp[-0.54(\frac{\varepsilon - 0.8\varepsilon_p}{\varepsilon_{0.5}})^{1.1}]$$
 (22)

4 分析与讨论

图11所示为心层(粗晶)组织典型热变形条件下的 EBSD照片,图中晶界不同颜色代表不同大小的晶粒取 向差,一般规定小于或等于15°的晶界为小角度晶界 (LAB),大于15°的晶界为大角度晶界(HAB),包含该 晶界的小尺寸等轴晶即被认为是动态再结晶晶粒(原 始大角度晶界除外)。

由图可知,合金基体主要仍由变形晶粒组成,晶 内存在大量的亚晶(图 11a),且尺寸较小。随着应变速 率的减小,亚晶尺寸也逐渐增大,细小等轴晶粒开始 在原始大角晶界上出现(图 11b),其晶粒取向差分布在 15 ~60 ℃间,根据已有的研究结果可知,这是高层错 能合金中发生动态再结晶的标志^[13,14]。除此之外,部 分原始大角度晶界呈锯齿状(见图 11b 中黑色虚线框 所示),这是再结晶晶粒正以晶界弓出机制形核^[15]。可 以认为心层组织在 450 ℃和 0.1 s⁻¹条件下发生了动态 再结晶。

图12所示为表层(细晶)组织典型热变形条件下的 EBSD照片,其再结晶演变规律类似于心层组织,即应 变速率较高时,动态再结晶不明显(图12a),而高温低速 条件下在原始大角度晶界上出现大量升温等轴状细小再 结晶晶粒(见图12b),其晶界取向差介于15 ~60 空间。

比较两种组织在相同条件下的动态再结晶程度可 知,表层组织的再结晶晶粒数量明显增加,在原始晶 界上呈链状分布(见图12b中黑色虚线框所示)。由初始 组织可知,表层材料晶粒较细,晶界密度增大。在热 变形时,细晶组织导致晶界处位错塞积的几率和密度 更大,发生动态再结晶的临界位错密度就更容易达到, 因此相同变形条件下更容易发生动态再结晶。



图 11 典型热变形条件下心层组织的EBSD图片

Fig.11 EBSD images of central microstructure under typical hot deformation conditions (The black arrow represents the hot compression direction): (a) 450 $^{\circ}$ C-1 s⁻¹ and (b) 450 $^{\circ}$ C -0.1 s⁻¹



图 12 典型热变形条件下表层组织的 EBSD 图片

Fig.12 EBSD images of surface microstructure under typical hot deformation conditions (The black arrow represents the hot compression direction): (a) 450 \degree C-1 s⁻¹ and (b) 450 \degree C -0.1 s⁻¹

5 结 论

 新型高强Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr合金
 mm厚大尺寸扁铸锭的表层晶粒组织比心层组织细 小。表层晶粒尺寸平均大小为100 μm,心层平均晶粒 尺寸为200 μm。铸锭冷却过程中表层冷却速率快,心 层冷却速率慢是产生铸锭晶粒组织不均匀性的原因。

2) 表层和心层组织的热变形表观激活能分别为 140和125.4 kJ/mol。分别建立了不同晶粒尺寸组织对 应的包含动态回复和动态再结晶行为描述的两阶段本 构方程。

3) 新型高强Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr 合 金的热变形行为以动态回复为主,在450 ℃和0.1 s⁻¹ 条件下发生明显的部分动态再结晶。再结晶晶粒在原 始大角度晶界上以晶界弓出机制形核。表层组织细 小,晶界密度高,再结晶晶粒可形核位置增多,表层 组织动态再结晶程度高于心层组织。

参考文献 References

- Zhang Xinming(张新明), Liu Shengdan(刘胜胆). Materials China(中国材料进展)[J], 2013, 32(1): 39
- [2] Cao Jingzhu(曹景竹), Wang Zhutang(王祝堂). Light Alloy Fabrication Technology(轻合金加工技术) [J], 2013, 41(3): 1
- [3] Liu Bing(刘 兵), Peng Chaoqun(彭超群), Wang Richu(王日 初) et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有 色金属学报)[J], 2010, 20(9): 1705
- [4] Robson J D. Materials Science and Engineering A[J], 2004, 382: 112
- [5] Liu S D, You J H, Zhang X M et al. Materials Science and Engineering A[J], 2010, 527: 1200
- [6] Deng Y, Yin Z M, Huang J W. Materials Science and

Engineering A[J], 2011, 528(3): 1780

- [7] Feng D, Zhang X M, Liu S D et al. Materials Science and Engineering A[J], 2014, 608: 63
- [8] Medina S F, Hernandez C A. Actamater[J], 1996, 44: 165
- [9] Wang L, Liu F, Zuo Q et al. Materials and Design[J], 2013, 47: 737
- [10] Zhao Xiaodong(赵晓东), Tao Lexiao(陶乐晓), Wang Jinliang (王金亮) et al. Rare Metal Materials and Engineering (稀有 金属材料与工程)[J], 2014, 43(9): 2172
- [11] Wu B, Li M Q, Ma D W. Materials Science and Engineering A[J], 2012, 542: 79

- [12] Jonas J J, Quelennec X, Jiang L et al. Acta Materialia[J], 2009, 57: 2748
- [13] Zuo Yubo(左玉波), Cui Jianzhong(崔建忠), Zhao Zhihao(赵 志浩) et al. Chines Journal of Rare Metals(稀有金属)[J], 2008, 32(5): 589
- [14] Feng D, Zhang X M, Liu S D et al. Trans Nonferrous Met Soc China[J], 2014, 24(1): 28
- [15] Cerri E, Evangelista E, Focellese A et al. Materials Science and Engineering A[J], 1995, 197: 181

Effect of Grain Size on Hot Deformation Behavior of a New High Strength Aluminum Alloy

Feng Di¹, Zhang Xinming², Liu Shengdan², Han Nianmei³

Provincial Key Laboratory of Advanced Welding Technology, Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, China)
 (2. Central South University, Changsha 410083, China)

(3. Suzhou Nonferrous Metals Research Institute, Suzhou 215026, China)

Abstract: The effects of grain size inhomogeneity in large size ingots on hot deformation behaviors of a new high strength Al-7.68Zn-2.12Mg-1.98Cu-0.12Zr alloy were investigated using Gleeble-3500 test machine at 300~450 °C with strain rates from 0.1 to 10 s⁻¹. SEM observation shows that the grain size in surface layer of the ingot is finer than that in central layer. During hot deformation, the flow stress of the sample with fine grain (surface layer) is lower than that of the sample with coarse grain (central layer) under high temperature and low strain rate conditions. The hot deformation activation energies (*Q*) of 140 and 125.4 kJ/mol are obtained for fine grain microstructure, respectively. The flow stresses were predicted by a two-stage type constitutive model based on the dislocation density theory, and the dynamic recrystallization softening equations were established for the microstructures of fine grain and coarse grain. Electron Back-Scattered Diffraction (EBSD) observations reveal that the alloy exhibits dynamic recovery at temperatures ranging from 300 to 400 °C and dynamic recrystallization (DRX) at 450 °C with low strain rate (0.1 s⁻¹). The DRX grains nucleate at the original grain boundaries. As a result, the DRX fracture is higher in finer grain (surface layer) microstructure due to the higher grain boundary density.

Key words: Al-Zn-Mg-Cu alloy; grain size; hot deformation; dynamic recrystallization

Corresponding author: Feng Di, Ph. D., Lecturer, Provincial Key Laboratory of Advanced Welding Technology, Department of Materials Science and Engineering, Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, P. R. China, E-mail: difeng1984@aliyun.com