

基于纳米压入法 AZ31 轧制镁合金的蠕变行为研究

王 在¹ 茹婷婷²

(1.太原科技大学应用科学学院;2,中国人民武装警察部队山西省总队医院)

摘 要 采用纳米压入法对 AZ31 轧制镁合金蠕变性能的各向异性行为进行了研究。采用连续刚度测试原理对沿轧制方向 0°、30°、45°、60°以及 90°的 AZ31 轧制镁合金板材进行纳米压入试验,基于 Nix-Gao 理论获得材料去除尺度效应的不同取向硬度值,并对材料 5 个方向的保载阶段蠕变行为的各向异性进行分析。结果表明,与宏观拉伸-压缩试验结果相似,基于纳米压入得到的不同取向 AZ31 轧制镁合金硬度值表现出明显的各向异性,蠕变应力指数沿着轧制方向的角度增大呈现增大趋势,0°和 30°的蠕变应力指数分别为 1.5 和 1.4,此时蠕变机理为扩散蠕变和晶界滑移协调作用。45°、60°和 90°取向的蠕变应力指数分别为 2.1、2.0 和 2.2,这 3 个取向的蠕变过程为晶界滑移为主导。

关键词 AZ31;纳米压入;各向异性;蠕变;应力指数

中图分类号 TG146.22 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.02.019

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Creep Behavior of AZ31 Rolled Magnesium Alloy Based on Nanoindentation

Wang Zai¹, Ru Tingting²

(1. School of Applied Science, Taiyuan University of Science and Technology;
2. Shanxi Provincial General Hospital of Chinese People's Armed Police Force)

Abstract: The anisotropic creep properties of rolled AZ31 magnesium alloy were investigated by micro-nanoindentation method. Nanoindentation test of AZ31 alloy with different orientations(0°,30°,45°,60° and 90° along rolled direction) by continuous stiffness mode was carried out. The hardness independent of the effect of indentation depth was obtained based on the Nix-Gao mode, and creep displacements in the load retaining phase were analyzed for different orientations of the material. The results reveal that the hardness and creep mechanism of the indentation retention stage of AZ31 rolled magnesium alloys by Nanoindentation test with different orientations exhibit significant anisotropy. Creep stress index shows an increasing trend with increasing in angle along the rolled direction. The creep stress indexes for 0° and 30° are 1.5 and 1.4, respectively, where the creep mechanism is characterized by the coordinated effect of diffusion creep and grain boundary slip. The 45°, 60° and 90° orientations have creep stress indexes of 2.1, 2.0 and 2.2, respectively, where the creep process in these three orientations is dominated by grain boundary slip.

Key Words: AZ31 Alloy, Nanoindentation, Anisotropy, Creep Mechanism, Stress Exponents

镁合金由于其较高的比强度、比刚度等特点,被广泛应用于汽车制造、航空航天以及日常生活等各个领域^[1-2]。相对于大多数的金属材料,镁合金较为特殊的密排六方(HCP)晶体结构导致其表现出较差的延性和塑性,通常需要进行塑性加工等手段对其力学性能进行改善^[3]。根据成形方式,镁合金可简单分为铸造合金和变形合金,而变形镁合金由于其更优异的性能被广泛应用^[4],其中轧制成形为镁合金变形加工的主要方法之一。通过轧制加工的镁合金板材在生产过程中经历了

塑性变形,晶粒生长有择优取向,这导致轧制镁合金板材的力学性能表现出各向异性。很多研究者对轧制镁合金的各向异性力学行为进行了研究,BOHLEN J 等^[5]对 Zn 和稀土含量不同的轧制镁合金进行研究,分析了织构对镁合金各向异性行为的影响。BROWN D W 等^[6]对 AZ31 镁合金的拉-压应力状态下强度的不对称性进行了研究。WANG G 等^[7]对 AZ31 轧制镁合金的各向异性力学行为进行了研究,并对轧制过程中的板料翘曲现象进行了分析,但目前对于镁合金

收稿日期:2022-04-25;修改稿收到日期:2022-06-12
基金项目:山西省高等学校科技创新项目(2021L327);太原科技大学科研启动支持项目(20212037)
第一作者简介:王在,男,1991 年出生,博士研究生,太原(030024),E-mail:wangzaityut@163.com
引用格式:王在,茹婷婷. 基于纳米压入法 AZ31 轧制镁合金的蠕变行为研究[J]. 特种铸造及有色合金,2023,43(2):241-244.
WANG Z, RU T T. Creep behavior of AZ31 rolled magnesium alloy based on nanoindentation[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(2):241-244.

241

的各向异性力学行为研究主要集中在其强度各向异性。

金属的蠕变是指温度和应力不变而金属材料应变随时间增长而发生增长^[8,9],应变的增长是应力长时间作用的结果,因此分析金属材料的蠕变性能对于金属材料失效及可靠性分析有着重要意义。

对于金属材料的蠕变性能进行研究,通常采用单轴拉伸试验进行测试^[10]。张扬等^[11]对挤压铸造 AZ91-Ca 合金的蠕变性能进行了研究,得到了材料温度为 200 ℃ 和应力为 500 MPa 时的应力指数。由于镁合金本身蠕变性能较弱,且镁合金轧板蠕变性能的方向相关性不适用于常规单轴拉伸测试,因此,宏观的力学测试难以得到镁合金轧制板材的蠕变性能参数。KABIRI-AN F 等^[12]通过拉伸和压缩两种测试手段对材料蠕变行为进行了研究,发现相同的测试条件下两种试验方法对于应力指数及蠕变激活能指数的预测结果基本一致。

随着材料力学测试技术的不断发展,通过纳米压入技术可以实现对金属材料的高精度力学测试。对于镁合金轧制板材的蠕变性能研究,纳米压入技术的无损测试及对试样小尺寸的要求可以满足其需求。轧制镁合金材料在实际服役工况下会承受不同方向的载荷作用,因此了解其不同取向的蠕变行为对材料的应用有着积极作用。本研究基于纳米压入技术,通过轧制镁合金不同取向的力学性能进行测试,对其硬度的各向异性进行研究,并通过不同取向其蠕变应力指数分析各向异性特点对蠕变性能的影响^[13],旨在为其应用提供参考。

1 试样制备

以厚度为 5 mm 的 AZ31 镁合金冷轧板材为研究对象,用线切割沿轧制方向的 0°、30°、45°、60° 及 90° 方向,将其加工为 5 mm×5 mm×5 mm 的立方块试样,见图 1,依次采用 SiC 砂纸(600、800、1000、1200、1500、2000 和 2500 号)及金刚石抛光液对 5 个取向镶嵌的试样表面进行打磨抛光(见图 2),制得符合纳米压入测试要求的平整光滑表面。

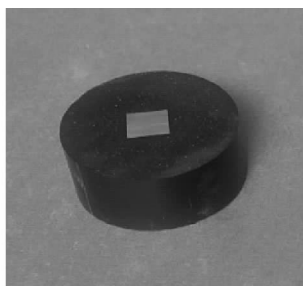
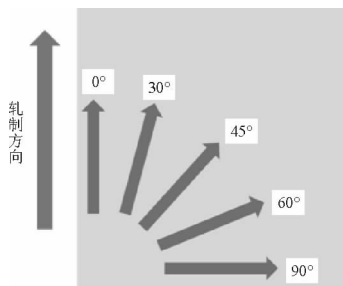


图 1 试样取向示意图
Fig.1 Schematic diagram of specimen orientation

图 2 AZ31 纳米压痕试样
Fig.2 The nanoindentation specimen of AZ31

2 测试原理与方法

2.1 纳米压入硬度理论模型

根据不同材料的纳米压入测试需求选择不同类型的压头,采用三棱锥 Berkovich 压头,其面积函数 A_c 与接触深度 h_c 可表示为:

$$A_c = 24.56h_c^2 \quad (1)$$

$$h_c = h - \epsilon \frac{p}{s} \quad (2)$$

式中, p 为接触荷载; s 为接触刚度; h 为压入深度。

对设备采集到的数据进行处理,在纳米压入试验中,压入硬度定义为^[14]:

$$H = \frac{P}{A_c} \quad (3)$$

式中, P 为压入荷载。

2.2 纳米压入硬度与强度理论关系

基于连续刚度测量法测量压痕硬度随着深度的变化值。材料硬度值 H 可以近似为压痕试验的平均接触压力,根据理想塑性理论,可以建立材料硬度 H 与材料屈服强度 σ_y 之间的关系^[15]:

$$H = C\sigma_y \quad (4)$$

式中,常数 C 为与压头形状与压入试样摩擦力相关的参数,AZ31 镁合金通常定义 C 为 3。

在宏观拉伸试验中,稳定阶段的蠕变应变速率与应力之间满足关系式^[16]:

$$\dot{\epsilon} = \lambda \sigma^n \quad (5)$$

式中, λ 为材料性质相关参数; n 为蠕变应力指数,是蠕变应变率与应力之间敏感度关系的指标,常作为反映材料蠕变性能的主要参数。对于本试验,压痕进入稳态阶段后,材料的蠕变应变率与应力之间同样符合上述关系,进而可以通过式(5)对稳态蠕变应力指数进行求解。纳米压痕试验中,应变率 $\dot{\epsilon}$ 可定义为:

$$\dot{\epsilon} = \frac{\dot{h}}{h} \quad (6)$$

进一步对式(5)两边取对数,结合式(3),式(4)和式(6)得到 $\ln \dot{\epsilon}$ 与 $\ln H$ 之间的关系,即曲线斜率为材料进入稳态蠕变阶段的应力指数,是表征金属材料蠕变机制重要参数。当温度不变时可以得到应力指数 n 的值,其表达式如下:

$$n = \partial \ln \dot{\epsilon} / \partial \ln \sigma_\theta \quad (7)$$

采用 Nano-indenter G200 纳米压痕测试系统,使用连续刚度法(CSM)对 5 个不同取向的 AZ31 轧制镁合金进行测试,使用锥形压头,应变速率为 0.1 s^{-1} ,最大压入深度为 2 000 nm,达到最大深度后,保载 300 s

释放蠕变,最后采用固定卸载速率进行卸载,分别对 5 个取向的试样测试 5 个点取其平均值。

3 试验结果与讨论

使用 OLYMPUS GX53 光学显微镜对抛光腐蚀处理后的 AZ31 镁合金在 0°、30°、45°、60°及 90°方向的形貌进行观察,见图 3。可以发现,沿轧制方向 0°、30°、

45°、60°及 90°的轧制镁合金晶粒均表现为不均匀分布,且晶粒尺寸从 3 μm 至 60 μm 不等。

5 个不同取向的轧制镁合金的压入荷载-压入深度曲线见图 4。可以看出,随着压入深度增大荷载逐渐增大,不同取向的试样在同一深度下所需荷载明显不同,达到最大压入深度的荷载也有明显差异,表现出明显的各向异性。

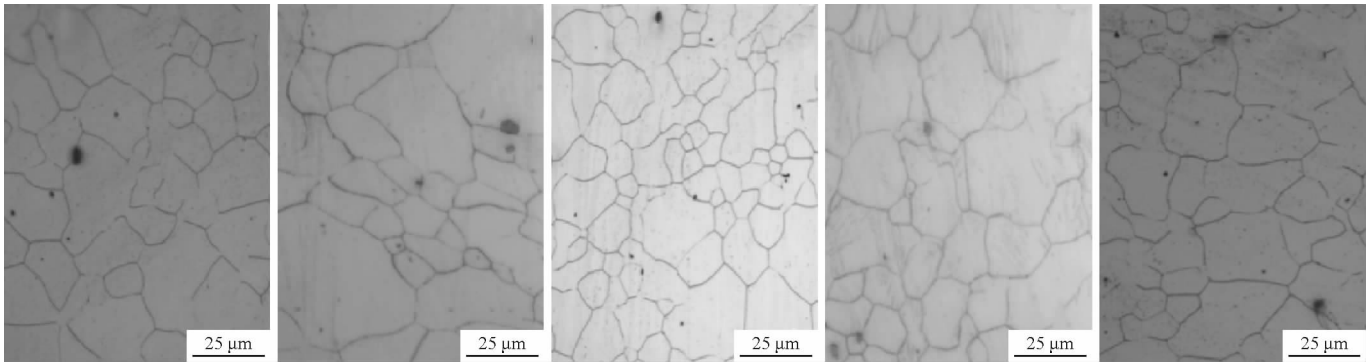


图 3 不同取向的 AZ31 合金试样晶相组织

Fig.3 Optical microscopy image of the rolled AZ31 at different orientations

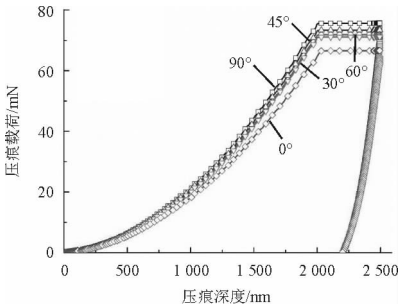


图 4 不同方向加载下载荷-位移曲线

Fig.4 Load-displacement curves at different orientations

基于连续刚度法模型,接触刚度 S 的表达式为:

$$S = \left[\frac{1}{(F_{amp}/h_{amp}) \cos \phi - (k_s - m\omega^2)} - \frac{1}{k_f} \right]^{-1} \quad (8)$$

式中, h_{amp} 为振幅; $\omega = 2\pi f$ 是角频率 ($f = 45 \text{ Hz}$); m , k_s 和 k_f 分别为压头质量,垂直方向的弹性常数及刚度常数。

图 5 为 5 种方向的 AZ31 镁合金接触刚度-深度

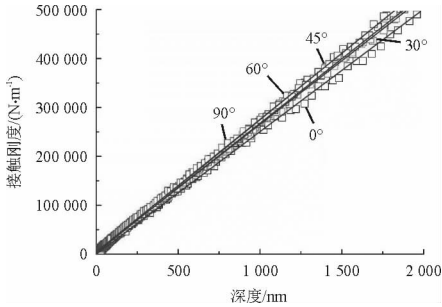


图 5 5 种方向的 AZ31 镁合金接触刚度-深度曲线

Fig.5 Representative nanoindentation contact stiffness-depth for the AZ31 alloy at 5 kinds of orientations

曲线。可以看出,5 种取向的压入接触刚度与压入深度之间呈线性关系。

通过式(8)求得 5 个不同取向轧制镁合金的硬度-压入深度关系,见图 6。可以看出,压入深度达到 1 000 nm 时,硬度值趋于稳定,且不同取向的材料硬度表现出明显的各向异性。其中,0°到 90°随着沿轧制角度的增大材料硬度表现出增大的趋势,而 30°与 45°取向的硬度比较接近。结果与轧制镁合金材料宏观尺度下 5 种取向的屈服强度基本耦合。

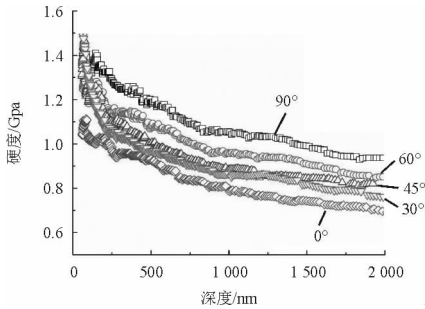


图 6 5 种加载方向轧制 AZ31 镁合金的硬度-深度曲线

Fig.6 Representative nanoindentation hardness-depth curves during loading for the rolled AZ31 under different orientations

图 7 为不同取向 AZ31 轧制镁合金材料进入蠕变阶段的后入载荷-位移曲线。可以看出,保载 50 s 内曲线斜率较大,即纳米压入蠕变阶段的位移先呈现出迅速增长,此时的蠕变应变率较大,材料抵抗变形能力较弱,使得蠕变位移迅速增长。随着保载时间增加,由于材料产生塑性变形发生强化行为,蠕变位移进入缓慢增长阶段并趋于平稳。轧制镁合金不同取向的纳米压入蠕变

行为总体上表现为两个阶段,即快速蠕变阶段和稳态蠕变阶段。与硬度值的变化不同,轧制镁合金不同取向的蠕变行为虽然有明显的各向异性表现,但没有明确的变化规律。进入稳态阶段后 90°的蠕变位移最大,0°次之,而 60°最小,这是由于轧制形成的织构对不同取向位错激活造成的影响。

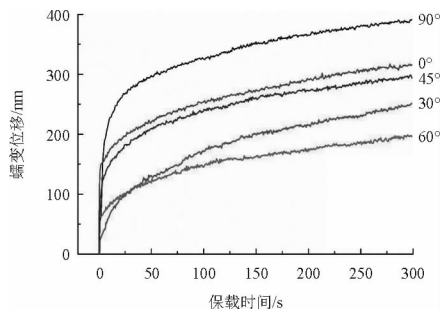


图 7 不同加载取向轧制 AZ31 镁合金的蠕变位移-时间曲线
Fig.7 Creep displacement-time curves of rolled AZ31 magnesium alloy at different loading orientations

进一步分析轧制镁合金的蠕变力学行为,需要求解材料不同取向的蠕变应力指数。对图 7 中不同取向进入稳态阶段的数据进行处理,基于不同取向的蠕变位移-时间关系与式(7),对数据进行拟合得到 $\ln\dot{\epsilon}$ - $\ln H$ 曲线,通过曲线求得斜率为 AZ31 轧制镁合金的压痕蠕变应力指数。从试验数据可知,0°和 30°的蠕变应力指数分别为 1.5 和 1.4,此时蠕变机理为扩散蠕变和晶界滑移协调作用。而 45°、60°和 90°取向的蠕变应力指数分别为 2.1、2.0 和 2.2,当蠕变指数约为 2 时,蠕变过程为晶界滑移为主导。因此,纳米压入蠕变机理的不同导致 5 种取向轧制镁合金蠕变性能表现出各向异性特点,这也符合由于镁合金密排六方晶体结构形成的复杂变形机理导致的各向异性力学行为。

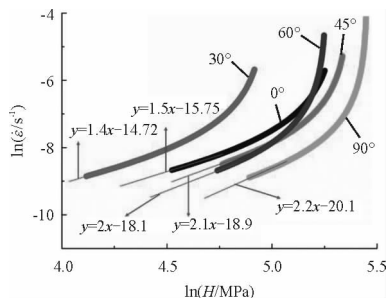


图 8 不同加载方向轧制 AZ31 镁合金的蠕变应力指数
Fig.8 Creep stress exponents of rolled AZ31 magnesium alloy at different orientation

4 结 论

与宏观拉伸及压缩试验结果相似,AZ31 轧制镁合金去除尺寸效应的硬度值表现为明显的方向相关性。压入深度相同,不同取向材料对应的最大压入载荷及保载段蠕变位移呈现出各向异性的特点,整体为两阶段式

压痕蠕变,进入稳态阶段后沿轧制方向 90°的蠕变位移最大,0°次之,而 60°最小。基于理论求得 5 个方向的压痕应力指数,0°和 30°的蠕变应力指数分别为 1.5 和 1.4,此时蠕变机理为扩散蠕变和晶界滑移协调作用。45°、60°和 90°取向的蠕变应力指数分别为 2.1、2.0 和 2.2,这 3 个取向的蠕变过程为晶界滑移为主导。蠕变机理的不同导致不同取向的蠕变性能表现出各向异性特点,晶界滑移为主导机制。

参 考 文 献

- [1] DECKER R F. Renaissance in magnesium[J]. Advanced Materials & Processes, 1998, 154(3): 31-33.
- [2] KULEKCI M K. Magnesium and its alloys applications in automotive industry[J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2008, 39(9-10): 851-865.
- [3] AGNEW S R, SENN J W, HORTON J A. Mg sheet metal forming: lessons learned from deep drawing Li and Y solid-solution alloys[J]. JOM, 2006, 58(5): 62-69.
- [4] CHEN L. Finite element simulation of springback in sheet metal forming[J]. Applied Mechanics Materials, 2002, 50(1): 615-618.
- [5] BOHLEN J, MARCUS R, SENN J W, et al. The texture and anisotropy of magnesium-zinc-rare earth alloy sheets[J]. Acta Materialia, 2007, 55(6): 2 101-2 112.
- [6] BROWN D W, JAIN A, AGNEW S R, et al. Twinning and detwinning during cyclic deformation of Mg alloy AZ31B[J]. BibTex, 2007(1): 3 407-3 413.
- [7] WANG G, QIAN X, LI X, et al. A study on compressive anisotropy and nonassociated flow plasticity of the AZ31 magnesium alloy in hot rolling[J]. Mathematical Problems in Engineering, 2014(2-3): 1-9.
- [8] 张俊善.材料的高温变形与断裂[M].北京:科学出版社, 2007.
- [9] 曾明,陈正周,沈保罗. Sn-3.5Ag-2Bi 无铅焊料的压入蠕变性能[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(4): 620-625.
- [10] TURATSINZE A, RANAIVOMANANA N, MULTON S. Basic creep of concrete under compression, tension and bending[J]. Construction & Building Materials, 2013, 38(1):173-180.
- [11] 张扬,封爱成,李小平,等. 挤压铸造 AZ91-Mg 镁合金的压缩蠕变行为[J]. 金属热处理, 2017, 42(11): 6-10.
- [12] KABIRIAN F, MAHMUDI R. Effects of rare earth element additions on the impression creep behavior of AZ91 magnesium alloy [J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2009, A40(9): 2 190-2 201.
- [13] LI X D, BHARAT B. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications. [J]. Materials Characterization, 2002, 48(1): 11-36.
- [14] LUCAS B N, OLIVER W C. Indentation power-law creep of high-purity indium[J]. Metallurgical & Materials Transactions, 1999, A30(3): 601-610.
- [15] WANG Z, HAO X, QIU J, et al. Anisotropic yield criterion of rolled AZ31 magnesium alloy via nanoindentation[J]. Applied Sciences, 2020, 10(24): 8 997-89 M002.
- [16] ASHBY M F. Indentation creep[J]. Materials Science and Technology, 1992, 8(7): 594-601.

(编辑:张正贺)