

变形温度对镁合金等通道转角挤压晶粒尺寸演变影响的有限元模拟

金朝阳，殷凯，史伟伟，马恒，严凯

(扬州大学 机械工程学院，江苏 扬州 225001)

摘要：目的 研究变形温度对 AZ31B 镁合金等通道转角挤压(ECAP)过程中晶粒尺寸演变的影响。**方法** 建立 AZ31B 镁合金动态再结晶和晶粒长大数学模型，采用 Fortran 语言编写晶粒演变子程序，并通过商用有限元软件 MARC 的二次开发接口，建立耦合微观组织演变的 AZ31B 镁合金等通道转角挤压有限元模型，研究变形温度对等通道转角挤压过程应变场、再结晶百分数和晶粒尺寸的影响规律，并与实验结果进行比较。**结果** 随变形温度从 200 °C 增至 400 °C，原子热激活效应增强，再结晶百分数从 75.37% 增加至 99%，平均晶粒尺寸从 6.67 μm 增加至 25.7 μm，且晶粒尺寸分布均匀性增大，但是 200 °C 变形的 ECAP 试样出现开裂。**结论** 在 250~300 °C 温度区间内进行 ECAP 变形，有助于获得细小均匀的微观组织，同时避免出现变形开裂。

关键词：镁合金；晶粒尺寸演变；等通道转角挤压；有限元；变形温度

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2017.03.004

中图分类号：TH142.2；TG111.7 文献标识码：A 文章编号：1674-6457(2017)03-0019-06

Deformation Temperature Dependence of Grain Size Evolution in Magnesium Alloys Processed by Equal Channel Angular Pressing in Finite Element Method

JIN Zhao-yang, YIN Kai, SHI Wei-wei, MA Heng, YAN Kai

(School of Mechanical Engineering, Yangzhou University, Yangzhou 225001, China)

ABSTRACT: The paper aims to study effects of deformation temperature on grain size evolution in AZ31B magnesium alloys processed by equal channel angular pressing (ECAP). Mathematical models were established for dynamic recrystallization (DRX) and grain growth (GG) of AZ31B magnesium alloy, and grain evolution subprogram was written in FORTRAN language. ECAP finite element model was developed for AZ31B magnesium alloys subject to coupled microstructure evolution via second development interface of commercial finite element software MARC. Influence law of deformation temperature on strain field, recrystallization fraction and grain size during ECAP was studied and compared with experimental results. As the deformation temperature increased from 200 °C to 400 °C, atomic thermal activation effect was enhanced, the recrystallization fraction increased from 75.37% to 99%, the average grain size increased from 6.67 μm to 25.7 μm, and its distribution was more uniform at higher temperature. However, the ECAP sample was subject to cracking at 200 °C deformation. ECAP deformation of AZ31B at 250~300 °C can not only provide fine and uniform microstructure, but also prevent it from cracking.

KEY WORDS: magnesium alloys; grain size evolution; equal channel angular pressing; finite element method; deformation temperature.

收稿日期：2017-03-20

基金项目：国家自然科学基金（51301151, 51105328）

作者简介：金朝阳（1973—），女，博士，副教授，主要研究方向为金属塑性变形过程数值模拟研究。

镁及镁合金是目前可工业化应用的最轻的金属结构材料，在航空航天、汽车、3C 产品、化工和军工等领域具有广阔的应用前景，被誉为“21 世纪绿色工程材料”^[1]。由于镁及镁合金具有密排六方晶体结构，常温和低温下塑性变形性能差，高温下易于发生晶粒粗大，严重限制了变形镁合金的应用。等通道转角挤压(ECAP)是一种以近于理想纯剪切变形的方式获得超细晶块体金属材料的大塑性变形工艺^[2-5]。目前，对镁合金 ECAP 变形过程中微观组织演变的研究主要集中在实验研究。ECAP 处理后的镁合金晶粒显著细化，组织均匀性明显改善，并且强度、硬度和延伸率都得到增强^[6-8]。AVVARI M^[9]实验测量了 AZ61 镁合金在不同变形温度下，经 4 道次 ECAP 变形后的微观组织和力学性能，发现随着变形温度的升高，晶粒细化效果减弱，但是延伸率有增加趋势。何运斌^[10]测量了 ZK60 镁合金在不同道次和不同温度下 ECAP 变形后的合金组织与性能，发现在 210~240 °C 温度范围内进行 ECAP 挤压能获得较好的晶粒细化效果。

随着计算机技术的发展，有限元技术已成功应用于塑性成形过程的研究。PATIL B V^[11]应用商用有限元软件 ABAQUS，分析了 ECAP 模具参数对应变均匀性和载荷峰值的影响。ZHANG D T^[12]采用 DEFROM 软件模拟分析了变形道次对镍钛形状记忆合金应变均匀性的影响。张少睿^[13]基于位错演化方法模拟铝合金等通道挤压。任国成等^[14]应用 DEFORM-3D 研究了 ECAP 在不同变形温度下的变形均匀性。上述有限元模拟主要研究了金属材料在 ECAP 过程中的变形行为，对微观组织演变的模拟和预报尚未见报道。文中采用商用有限元软件 MARC 建立了耦合微观组织演变的有限元模型，考虑了 ECAP 变形过程中的动态再结晶(DRX)和通过转角前后高温停留时的晶粒长大(GG)现象，研究了变形温度对 AZ31B 镁合金 ECAP 变形过程中晶粒尺寸及其分布均匀性的影响，并将模拟结果与实验结果进行比较。

1 耦合晶粒尺寸演变的有限元模型

1.1 动态再结晶晶粒尺寸演变模型

镁合金 AZ31B 在经过 ECAP 模具转角时，由于剧烈的塑性变形会发生动态再结晶，高度畸变的变形晶粒被新形成的无畸变的动态再结晶晶粒取代。发生动态再结晶的变形区试样平均晶粒尺寸 D_a^{DRX} ，与发生动态再结晶前的初始晶粒尺寸 D_0^{DRX} 以及变形条件密切相关。动态再结晶晶粒尺寸 D_d 受温度补偿的应变速率因子 Z 控制，动态再结晶百分数 X 随应变 ε 的演变可由流动应力曲线推算得到^[15]。 D_d 和 X 的实测值可以通过等温和恒应变速率条件下的 Gleeble 热力模拟测试得到，对实验数据应用最小二乘回归法建

立如下 DRX 晶粒演变模型^[16]：

$$D_a^{\text{DRX}} = D_0^{\text{DRX}}(1-X) + XD_d \quad (1)$$

$$D_d = 408.2583Z^{-0.1105} \quad (2)$$

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (3)$$

$$X = \begin{cases} 0 & , \varepsilon < \varepsilon_{\text{cr}} \\ 1 - \exp\left[-0.693\left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_{\text{cr}}}{\varepsilon_{0.5} - \varepsilon_{\text{cr}}}\right)^{1.3152}\right] & , \varepsilon \geq \varepsilon_{\text{cr}} \end{cases} \quad (4)$$

$$\varepsilon_{\text{cr}} = 0.00178Z^{0.1380} \quad (5)$$

$$\varepsilon_{0.5} = 0.0343Z^{0.0783} \quad (6)$$

式中： $\dot{\varepsilon}$ 是应变速率； T 是变形温度； R 是理想气体常数； $Q=157.84 \text{ kJ/mol}$ ，是变形激活能； ε_{cr} 是动态再结晶启动的临界应变； $\varepsilon_{0.5}$ 是动态再结晶体积分数达到 50% 时的应变。

1.2 晶粒长大模型

AZ31B 圆柱试样在 ECAP 变形前需要加热保温，在通过等通道转角主要变形区后尽管不再发生明显的塑性变形，但是仍处于高温停留阶段，因此，变形前后试样内部会发生晶粒长大。未变形区试样平均晶粒尺寸 D_a^{GG} 随着加热温度的升高和保温时间的延长而增大，其与时间的演化符合幂函数关系，可用式(7)表示^[17]：

$$(D_a^{\text{GG}})^{1.683} = (D_0^{\text{GG}})^{1.683} + 3766.978t^{1.03} \exp\left(-\frac{Q'}{RT}\right) \quad (7)$$

式中： D_0^{GG} 是高温停留初始尚未发生晶粒长大时的晶粒尺寸； t 为保温时间； $Q'=33.112 \text{ kJ/mol}$ ，是晶粒长大激活能。

1.3 耦合晶粒尺寸演变的 ECAP 过程有限元模型

ECAP 方法采用 2 个以一定角度相互交截而成的等截面通道，通过试样多次挤压累积相当大的变形量，以达到细化晶粒、改善性能的目的。选用的模具结构见图 1，等截面通道内夹角 $\Phi=90^\circ$ 、外圆角 $\Psi=37^\circ$ 。

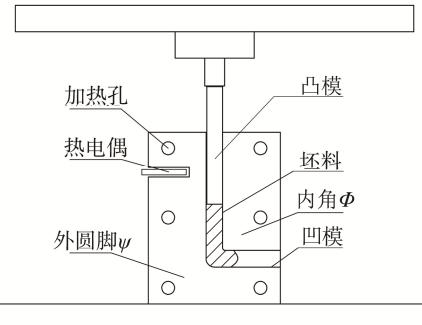


图 1 镁合金 ECAP 加工模具
Fig.1 Schematic diagram of ECAP die design

圆柱形镁合金试样的直径是 12 mm, 长度是 70 mm。由于镁合金在常温下塑性较差, 因此在常规的 ECAP 加工模具基础上增加了加热和保温装置, 通过热电偶和自制控温装置实时监控变形过程中的模具温度。

采用商用有限元软件 MARC 模拟 AZ31B 镁合金 ECAP 变形过程中晶粒尺寸演变。Gleeble 热力模拟测试得到的 AZ31B 镁合金高温流动应力数据由自定义材料库输入, 组织演变模型通过 UGRAIN 子程序模块输入。AZ31B 镁合金坯料设为变形体, 模具为刚体。ECAP 变形温度分别是 200, 250, 300, 350, 400 °C, 挤压速度是 1 mm/s, 试样和模具之间的摩擦因数取为 0.1。

2 实验方法与实验装置

为检验数值模拟结果, 选用 12 mm×70 mm 的预挤压态 AZ31B 镁合金进行 ECAP 变形实验, 试样的初始组织见图 2 (垂直于挤压方向), 平均晶粒尺寸约为 18.5 μm。试样表面涂抹黄油和石墨的混合润滑剂, 实验前将模具预热到 ECAP 变形温度, 放入试样并保温, 随后在 DNS100 电子万能试验机上加载实现 ECAP 变形, 变形温度和挤压速度与数值模拟相同, 实验装置见图 3a, 不同温度下 ECAP 变形 1 道次得到的试样外观形貌见图 3b。可以看出, 除了 200 °C

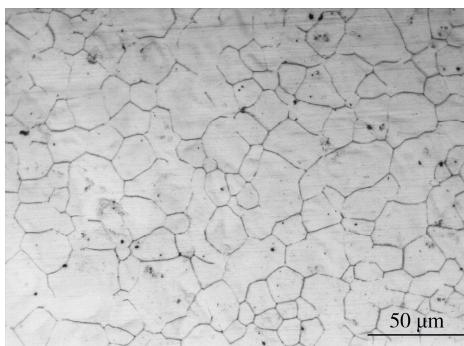


图 2 预挤压态 AZ31B 镁合金的初始组织

Fig.2 Initial microstructure of pre-extruded AZ31B magnesium alloys



a 实验设备

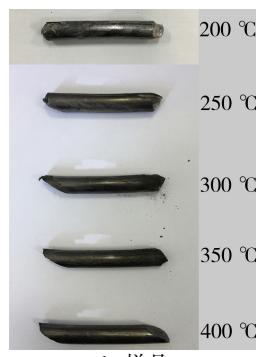


图 3 ECAP 实验装置及 1 道次 ECAP 成形后的试样外观

Fig.3 Photographs of ECAP experimental equipment and one-pass ECAPed samples at different temperatures

变形的试样在头部和尾部区域出现断裂以外, 其他试样表面都没有出现明显的开裂。在 ECAP 处理后试样的中段取样, 对横截面进行打磨、抛光和腐蚀后, 在 Leica DMI3000M 显微镜上进行观测, 应用截线法对试样平均晶粒尺寸进行测量统计。

3 结果与讨论

3.1 等效应变分布

不同变形温度条件下, 模拟得到的试样等效应变分布具有相似的特征。250 °C 下, ECAP 处理后 AZ31B 镁合金试样的等效应变分布见图 4。根据应变分布特性, 将 ECAP 试样分为 3 个区域: ① 料头区, 是 ECAP 变形时最先通过通道转角发生变形的区域, 该区域变形自由度大, 等效应变分布梯度大, 变形均匀性差; ② 主要变形区, 位于 ECAP 试样中部, 等效应变分布总体上比较均匀, 但是在试样与模具接触的局部区域, 由于摩擦力的作用导致应变量略有增加; ③ 正在变形区, 该区域呈现明显的剪切变形特征, 应变分布梯度很大, 随着变形持续进行, 这部分金属进入主要变形区。在实际应用时, 料头区和末端正在变形区作为废料去除, 仅针对主要变形区分析 ECAP 试样组织和性能。

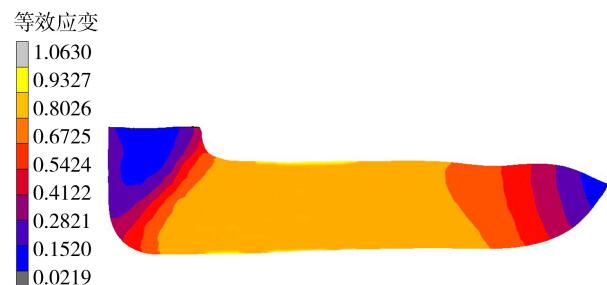
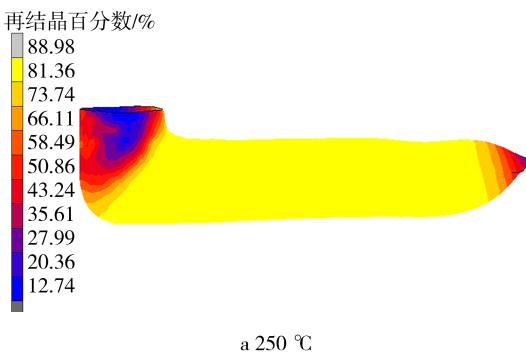


图 4 250 °C ECAP 处理后试样的等效应变分布

Fig.4 Effective strain distribution of the sample ECAPed at 250 °C

3.2 温度对再结晶百分数的影响

250 °C 下经 1 道次 ECAP 变形时试样内部再结晶百分数的模拟结果见图 5a。试样在等通道转角处由于发生了明显的动态再结晶, 再结晶百分数迅速由 12.74% 增加至 88.98%。通过转角后, 再结晶百分数没有明显变化。不同变形温度下主要变形区的动态再结晶百分数模拟值见图 5b。可以看出, 变形温度升高, 原子扩散能力增强, 有利于位错滑移和攀移, 动态回复和动态再结晶软化作用增加, 动态再结晶进行更为充分。当变形温度由 200 °C 增加至 400 °C 时, 再结晶百分数由 75.37% 增加至发生完成动态再结晶, 模拟结果和 3.3 中给出的金相测试结果基本吻合。



a 250 °C

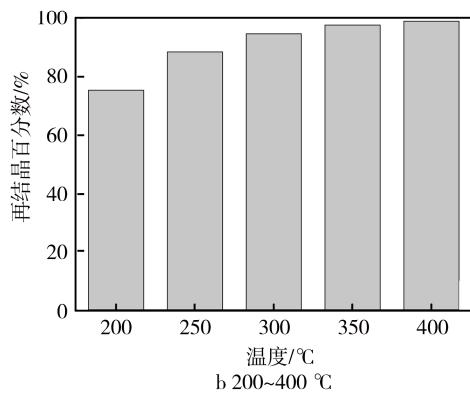


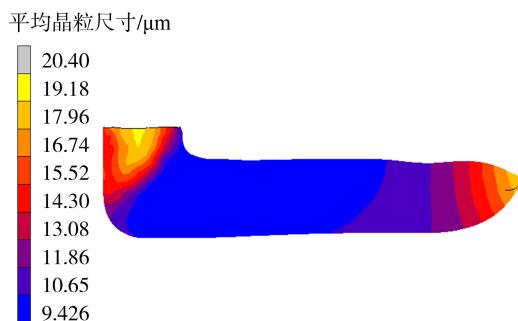
图 5 不同温度 ECAP 变形试样的再结晶百分数

Fig.5 Simulated recrystallization fraction for samples ECAP processed at different temperatures

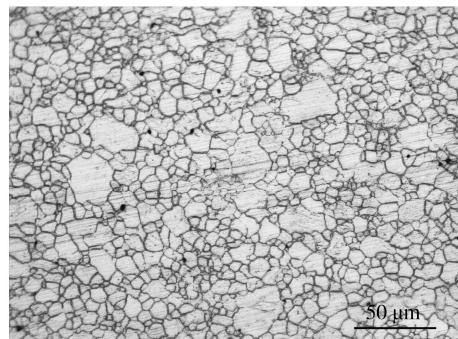
3.3 温度对平均晶粒尺寸的影响

250 °C下经 1 道次 ECAP 变形时试样内部平均晶粒尺寸分布的模拟结果见图 6a。可以看出，变形前保温过程中，发生了晶粒长大，其平均晶粒尺寸由预挤压态的 18.50 μm 增加至 20.53 μm。当试样经过通道转角时，在剪切塑性变形作用下，等效应变由 0.21 迅速增加至 0.93（见图 4），试样内部出现明显的动态再结晶，再结晶百分数迅速增加，平均晶粒尺寸迅速降至 9.43 μm 左右。经过通道转角后，试样内部应变量没有显著增加，动态再结晶晶粒细化效应大大降低，同时由于试样的高温停留导致平均晶粒尺寸有所增加，凹模出口处试样主要变形区平均晶粒尺寸约为 10.65 μm。试样在 250 °C下、ECAP 变形得到的微观组织见图 6b。试样以细小的等轴晶为主，仅有少量的初始粗大晶粒尚未被再结晶晶粒取代，动态再结晶完成得比较充分，定量金相法测量得到平均晶粒尺寸实测值是 11.04 μm，与模拟结果接近。

不同温度下经 1 道次 ECAP 变形试样的晶粒形貌见图 7。在 200 °C下 ECAP 变形时，粗大原始晶界周围出现大量细小的动态再结晶晶粒，形成典型的“项链”结构（见图 7a）。尽管动态再结晶晶粒尺寸非常细小，但是动态再结晶百分数只有约 75.37%，部分动态再结晶导致不均匀的晶粒尺寸分布，这和文献[18]



a 模拟结果



b 实验结果

图 6 250 °C一道次 ECAP 试样的平均晶粒尺寸分布

Fig.6 Distribution of average grain size in one-pass ECAP processed at 250 °C

的研究结果一致。同时在试样中还观察到大量的裂纹，其原因是低于 250 °C 进行 ECAP 变形时，变形过程依赖于滑移和孪生机制，材料塑性变形能力较弱，容易出现变形开裂。试样在 300, 350, 400 °C 下 ECAP 变形时组织形貌见图 7b—d，可以看出，整个视场内的晶粒均呈现等轴晶状态，表明动态再结晶已基本完成，同时试样内也没有发现裂纹。这是因为提高变形温度能够促进动态再结晶。同时，随着变形温度升高，非基面滑移启动，锥面滑移成为主要变形机制，材料塑性变形能力增强。平均晶粒尺寸实测值分别是 16.7, 28, 45.5 μm，不同变形温度下平均晶粒尺寸模拟值和实验值见图 8。可见，当温度高于 300 °C 时，由于晶界迁移率随温度的增加而迅速增长，容易产生粗大的动态再结晶晶粒，并且其在随后的高温停留阶段会进一步长大。总体来说，晶粒尺寸模拟结果和实测结果较好吻合，但是温度为 400 °C 时，晶粒尺寸模拟值和实测值存在较大偏差，其原因可能是模拟时没有考虑用新试样将 ECAP 变形试样挤出模具所需的操作时间。综上，考虑到 ECAP 变形可以通过多道次挤压累积相当大的应变量，因此 250~300 °C 是 AZ31B 镁合金适宜进行 ECAP 变形的温度区间，在该区间内不仅能够保证成形顺利进行，而且有利于获得细小均匀的微观组织。

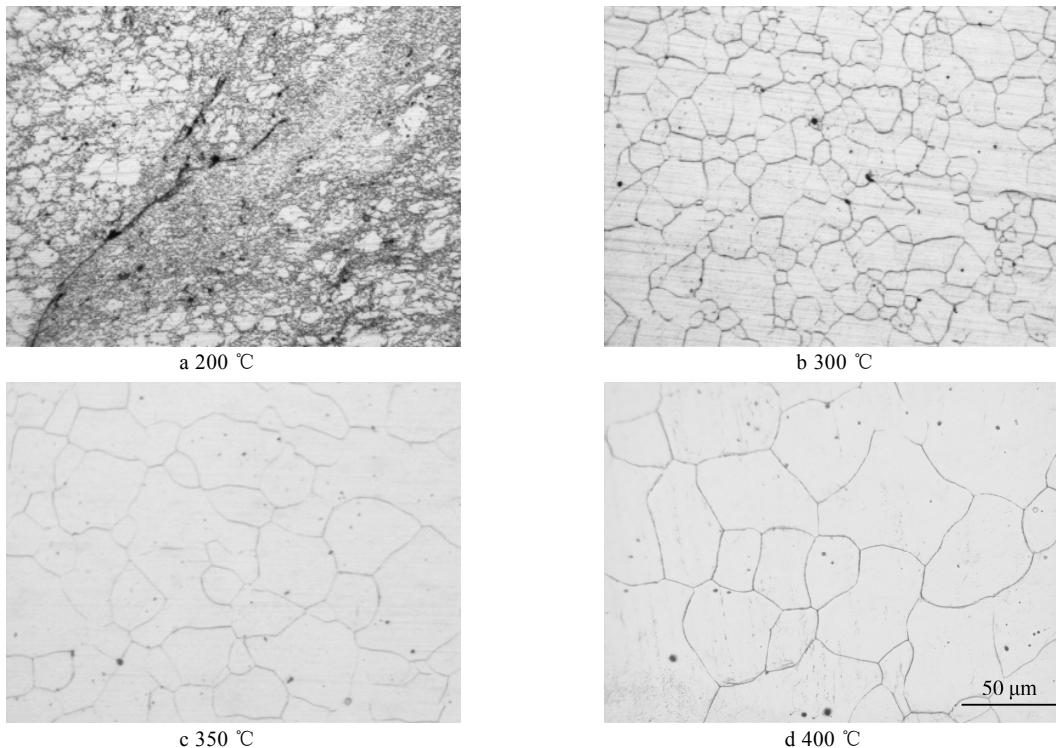


图 7 不同变形温度 ECAP 处理试样的晶粒形貌
Fig.7 Optical microstructures in samples ECAP-processed at temperatures

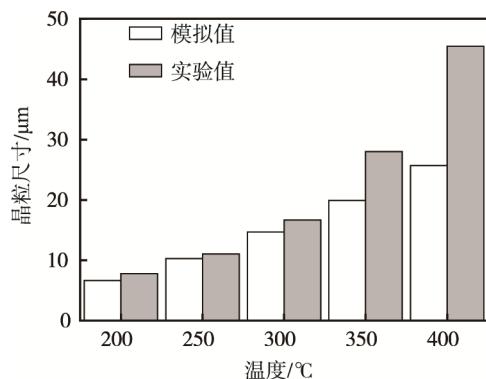


图 8 ECAP 试样平均晶粒尺寸模拟值和试验值比较
Fig.8 Comparison between simulated and measured average grain sizes in ECAP-processed samples

4 结论

应用商用有限元软件 MARC 建立了耦合晶粒尺寸演变的 AZ31B 镁合金 ECAP 变形过程的有限元模型, 所建立的模型能够成功预测 ECAP 试样正在变形区和变形前后高温停留期间的晶粒尺寸演变。

1) AZ31B 镁合金试样在经过模具转角时, 会发生剧烈的剪切塑性变形和明显的动态再结晶, 再结晶百分数迅速增加, 平均晶粒尺寸显著变化, 存在明显的应变梯度和晶粒尺寸梯度。变形前和经过模具转角后, 试样没有发生明显的塑性变形, 但是由于高温停留导致平均晶粒尺寸有所增加。

2) AZ31B 镁合金的 ECAP 变形过程对温度敏感。

当变形温度低于 250 °C 时, 经 1 道次 ECAP 变形试样内部发生部分动态再结晶, 导致不均匀的晶粒尺寸分布。塑性变形机制主要是基面滑移和孪生, 试样内部出现大量的裂纹。随着变形温度的增加, 非基面滑移成为主要变形机制, 塑性变形能力增强, 试样内部无开裂现象; 同时原子热激活效应增强, 有效促进动态回复和动态再结晶, 再结晶百分数增加, 晶粒尺寸分布均匀性增大, 平均晶粒尺寸亦增加。当温度高于 300 °C 时出现明显的晶粒粗化。因此, AZ31B 镁合金适宜进行 ECAP 变形的温度区间是 250~300 °C, 在该区间内不仅可以保证成形顺利进行, 而且能够获得细小均匀的微观组织。

参考文献:

- [1] 符韵, 沈蕾芳, 项运良, 等. Mg-5Gd-4Y-0.3Zr 合金组织和力学性能研究[J]. 精密成形工程, 2015, 7(5): 130—134.
FU Yun, SHEN Lei-fang, XIANG Yun-liang, et al. Microstructure and Mechanical Properties of Mg-5Gd-4Y-0.3Zr[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2015, 7(5): 130—134.
- [2] 章震威, 王军丽, 张清龙. 等通道转角挤压制备超细晶材料的研究与发展[J]. 材料导报 A: 综述篇, 2017, 31(1): 116—125.
ZHANG Zhen-wei, WANG Jun-li, ZHANG Qing-long. Producing Ultrafine-grained Materials by Equal Channel

- Angular Pressing[J]. Materials Review A: Review, 2017, 31(1): 116—125.
- [3] SOUZA V A D, WATANABE I, YANAGIDA A. Numerical Estimation of Frictional Effects in Equal Channel Angular Extrusion[J]. Materials Transactions, 2016(9): 1399—1403.
- [4] 董蔚霞, 王晓溪, 夏华明, 等. 新型等径角挤压工艺下的 5052 铝合金变形行为的有限元模拟[J]. 精密成形工程, 2015, 7(3): 43—47.
DONG Wei-xia, WANG Xiao-xi, XIA Hua-ming, et al. Finite Element Simulation of 5052 Aluminum Alloy Deformation Behavior in a New Type of Equal Channel Angular Process[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2015, 7(3): 43—47.
- [5] 王玉梅, 张会. 等径角挤压工艺的研究进展[J]. 材料导报 A: 综述篇, 2014, 28(5): 87—91.
WANG Yu-mei, ZHANG Hui. Research Progress of Equal Channel Angular Pressing[J]. Materials Review A: Summarize, 2014, 28(5): 87—91.
- [6] GZYL M, ROSOCHOWSKI A, BOCZKAL S, et al. The Role of Microstructure and Texture in Controlling Mechanical Properties of AZ31B Magnesium Alloy Processed by I-ECAP[J]. Materials Science & Engineering A, 2015(638): 20—29.
- [7] ZHANG J Y, KANG Z X, ZHOU L L. Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Mg-Gd-Nd-Zn-Zr Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing[J]. Materials Science & Engineering A, 2015(647): 184—190.
- [8] XU J, SHIROOYEH M, WONGSA-NGAM J, et al. Hardness Homogeneity and Micro-tensile Behavior in a Magnesium AZ31 Alloy Processed by Equal-channel Angular Pressing[J]. Materials Science & Engineering A, 2013(586): 108—114.
- [9] AVVARI M, NARENDRANATH S, MASHAMBA A. Microstructure Evolution in AZ61 Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing[J]. Advances in Mechanical Engineering[J], 2016(6): 1—9.
- [10] 何运斌, 潘清林, 刘晓艳, 等. ECAP 法制备细晶 ZK60 镁合金的微观组织与力学性能[J]. 材料工程, 2011(6): 32—38.
HE Yun-bin, PAN Qing-lin, LIU Xiao-yan, et al. Microstructure and Mechanical Properties of ZK60 Magnesium Alloy Produced by Equal Channel Angular Processing[J]. Material Engineering, 2011(6): 32—38.
- [11] PATIL B V, CHAKKINGAL U, KUMAR T S P. Effect of Geometric Parameters on Strain, Strain Inhomogeneity and Peak Pressure in Equal Channel Angular Pressing-A Study Based on 3D finite Element Analysis[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2014, 17(1): 88—97.
- [12] ZHANG D T, OSMAN M, LI L, et al. Simulation and Experimental Investigation for the Homogeneity of Ti49.2Ni50.8Alloy Processed by Equal Channel Angular Pressing[J]. Metals-Open Access Metallurgy Journal, 2016, 6(3):45.
- [13] ZHANG S R, PENG Y H, LI D Y. FEM Simulation of Micro-crystalline Materials during ECAP Based on the Dislocation Evolution Method[J]. Chaos Solitons & Fractals the Interdisciplinary Journal of Nonlinear Science & Nonequilibrium & Complex Phenomena, 2016, 89: 139—146.
- [14] 任国成, 赵国群. 变形温度对 AZ31 镁合金等通道转角挤压变形行为的影响[J]. 中国有色金属学报, 2013, 23(7): 1790—1795.
REN Guo-cheng, ZHAO Guo-qun. Effects of Deformation Temperature on Deformation Behavior of AZ31 Magnesium Alloy during Equal Channel Angular Pressing[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013, 23(7): 1790—1795.
- [15] 刘娟, 李居强, 崔振山, 等. 新的单参数动态再结晶动力学建模及晶粒尺寸预测[J]. 金属学报, 2012, 48(12): 1510—1519.
LIU Juan, LI Ju-qiang, CUI Zhen-shan, et al. A New One-parameter Kinetics Model of Dynamic Recrystallization and Grain Size Prediction[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2012, 48(12): 1510—1519.
- [16] 金朝阳, 李南南, 李克严, 等. 压下模式对镁合金宏观塑性变形和微观组织演变的影响[J]. 上海交通大学学报, 2017, 51(1): 119—123.
JIN Zhao-yang, LI Nan-nan, LI Ke-yan, et al. Effect of Compressive Mode on Macro Plastic Deformation and Microstructure Evolution of Magnesium Alloy[J]. Journal of Shanghai Jiao Tong University, 2017, 51(1): 119—123.
- [17] 王忠堂, 刘立志. AZ31 镁合金等温条件下晶粒长大模型[J]. 材料热处理学报, 2015, 36(7): 222—227.
WANG Zhong-tang, LIU Li-zhi. Grain Growth Model of AZ31 Magnesium Alloy under the Isothermal Condition[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2015, 36(7): 222—227.
- [18] CHEN W Z, YU Y, WANG X, et al. Optimization of Rolling Temperature for ZK61 Alloy Sheets via Microstructure Uniformity Analysis[J]. Materials Science & Engineering A, 2013, 575(13): 136—143.