

# 析出相在铝镁合金 Portevin-Le Chatelier 效应中的作用研究\*

胡琦 张青川<sup>†</sup> 符师桦 曹鹏涛 龚明

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

(2010年8月3日收到; 2010年12月7日收到修改稿)

本文研究了在相同退火热处理条件下, 不同析出相含量的两种铝镁合金 5456 和 5052 在不同加载应变率下的 P-LC 效应. 结果表明析出相对两种材料的 P-LC 效应有明显影响, 并且析出相含量的不同所产生的影响不同. 此外, 析出相含量较少的 5052 合金的溶质原子的扩散方式是管扩散, 而析出相含量较多的 5456 合金不再局限于管扩散的方式, 而是更为复杂.

**关键词:** Portevin-Le Chatelier effect, 动态应变时效, 铝镁合金

**PACS:** 62. 20. F -, 81. 40. Cd

## 1. 引言

在一定的温度和加载应变率下, 多种合金材料在拉伸实验中会出现一种不规则的塑性失稳现象, 其在时域上表现为应力-应变曲线上的“锯齿形”起伏现象; 空域上则表现为在试件实验段内反复传播的局部变形带, 这种现象被称为 Portevin-Le Chatelier (P-LC) 效应<sup>[1,2]</sup>. 根据局部变形带的传播特性和锯齿特征, 通常将其定性的分为三种类型<sup>[3-8]</sup>: 在较高应变率或较低温度下, A 类变形带连续的沿着拉伸轴方向传播, 应力锯齿微弱; 在中等应变率或温度下, B 类变形带沿着拉伸轴方向跳跃传播, 应力锯齿围绕着包络线上下摆动, 相对明显、规则; 在较低应变率或较高温度下, C 类变形带不再表现出传播特性, 而是在试件表面随机成核, 密集的应力锯齿通常都是在包络线的下方.

对该现象产生的原因, 目前被广泛接受的是由 Cottrell 提出的“动态应变时效”(dynamic strain aging, DSA) 理论, 即可动位错和溶质原子之间的动态相互作用<sup>[9]</sup>; 微观上可动位错的运动是不连续的, 在其运动过程中会被晶体中的“障碍”(如林位错, 晶界等) 所阻碍. 可动位错作为晶体中的线缺

陷, 将引起其临近区域的晶格畸变, 从而产生应力场. 溶质原子在应力场作用下, 通过扩散的方式向其偏聚, 形成溶质原子气团将其钉扎. 在外加应力场的作用下, 可动位错通过热激活的方式克服障碍, 摆脱钉扎后继续向前运动. 可动位错和溶质原子之间这种反复的动态钉扎、脱钉过程在宏观上就表现为锯齿形屈服现象.

由于关于 DSA 的具体微观机制还存在争论, 人们基于不同的理解对 P-LC 效应进行了大量的实验和理论研究<sup>[10-17]</sup>. 本课题组运用电子散斑干涉法 (digital speckle pattern interferometry, DSPI) 和电子散斑相关法 (digital speckle correlation, DSC) 实时观测并定量研究了 P-LC 带的成核, 倾角转变, 带的传播和局部塑性变形的分布等特征量的演化, 为 P-LC 效应的研究提供了很有价值的实验数据和实验方法<sup>[6,8,13]</sup>.

但是这些研究大都重点关注的是溶质原子和晶体中的各种缺陷 (林位错, 晶界等) 的相互作用. 随着研究的进行, 越来越多的研究表明析出相在合金的 P-LC 效应中也起到了重要的作用, 影响 P-LC 效应的产生和发展. 特别是在溶质原子含量高于极限溶解度的合金材料中, 除林位错外大量的沉淀相粒子的析出引起固溶体中晶格的畸变, 增加了位错运动的障碍, 使位错运动变得更加复杂<sup>[18,19]</sup>. 在孙

\* 国家自然科学基金 (批准号: 10732080, 10872189) 资助的课题.

<sup>†</sup> 通讯联系人. E-mail: zhangqc@ustc.edu.cn

亮等人的文献中<sup>[20-22]</sup>,我们通过在不同的温度下进行固溶处理来调节析出相的含量,研究了铝铜合金中的析出相对 P-LC 效应的影响,结果表明在固溶温度低于 300℃ 时,析出相含量较高,影响非常显著.

本文的工作是研究在相同的退火热处理后,5456 和 5052 两种不同镁含量的铝镁合金在不同加载应变率下的 P-LC 效应. 根据图 1 所示的铝镁合金的相图<sup>[23]</sup>,溶质原子镁在室温下的溶解度小于 1%,而本文所研究的两种铝镁合金的溶质原子含量在室温下都远大于 1%,多余的未能溶解的溶质原子将以析出相的形式存在(如  $Mg_5Al_8$ ,  $Mg_2Si$  等). 两种合金镁含量的不同,意味着室温下二者的析出相含量也是不同的,从而研究不同的析出相含量对临界应变,应力跌落幅度,等待时间,跌落时间等特征量的影响,为寻求 DSA 产生的深层机理提供实验依据.

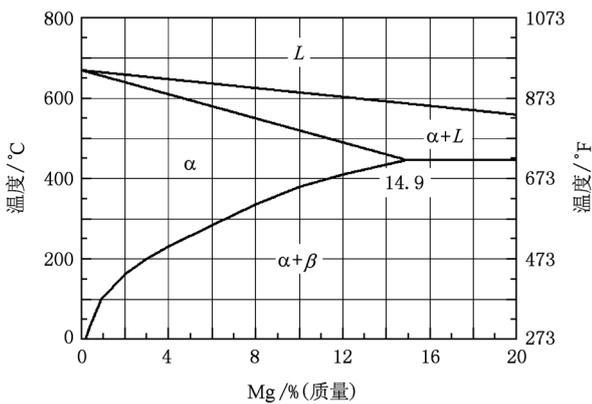


图 1 铝镁合金相图

## 2. 实验方法

研究的材料是 5456,5052 铝镁合金,其具体的化学成分(wt. %)如表 1 所示.

表 1 两种合金材料化学成分表(wt. %)

合金	镁	铜	锰	铁	硅	锌	铬	铝
5456	4.7—5.5	0.1	0.5	0.4	0.25	0.25	0.05—0.20	余量
5052	2.2—2.8	0.1	0.1	0.4	0.25	0.1	0.15—0.35	余量

拉伸试件试验段尺寸为长 55 mm,宽 20 mm,厚 3 mm,沿着板材的压延方向切割出来. 拉伸方向与压延方向一致. 在拉伸实验前,试件都经过了退火重结晶处理,处理工艺为:试件由室温经 50 min 加

热到 673 K,保温 3 h,使得其中的镁溶质原子全部溶解,然后随炉缓慢冷却至室温.

拉伸实验在室温下进行,五种拉伸速率是 20, 15, 7.2, 1.8 和 0.6 mm/min,对应的名义应变率分别是  $6.1 \times 10^{-3} s^{-1}$ ,  $4.5 \times 10^{-3} s^{-1}$ ,  $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$ ,  $5.5 \times 10^{-4} s^{-1}$  和  $1.8 \times 10^{-4} s^{-1}$ . 拉伸过程中,拉伸机记录下力信号和位移信号,根据加载应变率的不同,载荷采样频率取值在 25—100 Hz 之间.

合金的微观结构,特别是析出相的尺寸和分布是通过 JEOL-2011 透射电镜(TEM)得到. 试件的制备过程是先将试件加工成 0.5 mm 的薄片,接着用金相砂纸将其研磨至 50  $\mu m$ ,使用冲片器冲压出  $\phi 3$  mm 的圆片,最后在含 4%  $HClO_4$  的无水酒精溶液中进行双喷电解减薄.

## 3. 实验结果

图 2 给出了各加载应变率下,退火重结晶处理后的两种铝镁合金 5456 和 5052 的名义应力-名义应变曲线. 为了更清晰的显示每条曲线,所有的曲线相对于  $2.2 \times 10^{-3} s^{-1}$  应变率的拉伸曲线向上或向下分别平移了 20 MPa 或 40 MPa. 图 2(a) 中的插图是研究中用到的几个特征量的示意图. 结合此图,可以定义四个宏观特征量来描述应力曲线的主要特征.

应力跌幅  $\Delta\sigma$ : 应力曲线上某一应力峰值与相邻下一应力谷值的差值. 该参数反映了溶质原子气团对可动位错的钉扎强度.

等待时间  $t_w$ : 应力曲线上某一应力谷值时刻至相邻下一峰值时刻间应力近似线性增加的时间段长度. 该参数反映可动位错在障碍处被钉扎的过程.

跌落时间  $t_d$ : 应力曲线上某一应力峰值时刻至相邻的下一谷值时刻之间的时间段长度. 该参数反映可动位错在热激活辅助下克服障碍突然滑移即脱钉的过程.

临界应变  $\epsilon_c$ : 应力曲线上开始出现应力锯齿时的应变值. 该参数与加载应变率、试验温度、材料的成分、热处理方式以及试件尺寸等因素都有密切关系.

图 2 中的拉伸曲线通过对比表明,在不同的加载应变率下,镁含量不同时,无论是拉伸曲线的整体形貌还是局部应力锯齿的形态,都出现了很大的

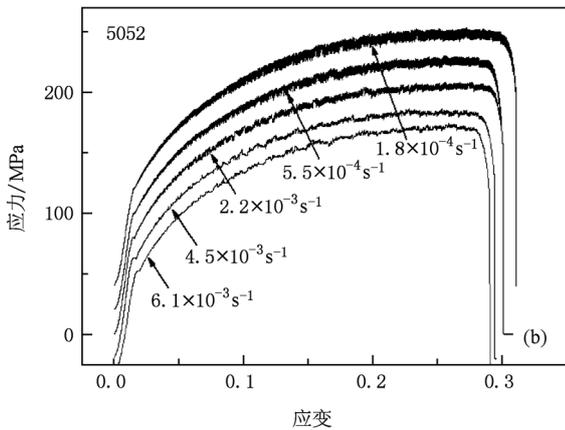
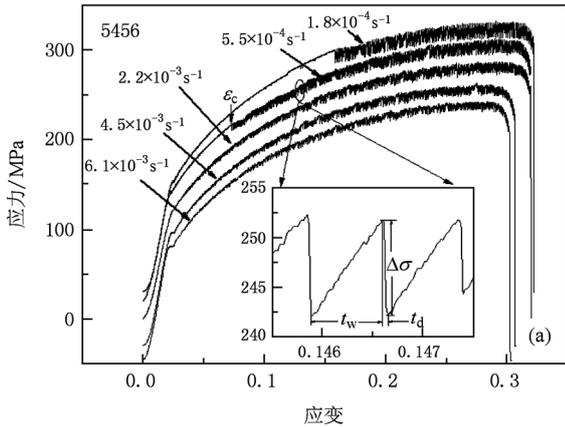


图2 各加载应变率下两种合金的名义应力-名义应变曲线 (a)5456合金;(b)5052合金

差异. 并且随着镁含量的增加,材料的强度和延展性以及应力锯齿的跌落幅度等都有显著的提高. 根据前面所述的 P-LC 效应的分类方法可知,随着应变率的减小,锯齿的类型也发生了转变,对于 5456 合金是由 B 型转变成 C 型,而对于 5052 合金是由 A 型转变成 B 型.

图 3 给出了临界应变随应变率的变化曲线. 从图中可以看出,随着应变率的增加,两种材料的临界应变表现出截然不同的变化特性. 对于 5456 合金,临界应变随着应变率的增加而减小(称为“反常”特性),变化趋势近似于指数型衰减变化. 而对于 5052 合金来说,临界应变随着应变率的增加而近似于线性增加(称为“正常”特性).

图 4 是各加载应变率下,两种铝镁合金的平均应力跌落幅度随应变的变化曲线.

从图 4 中可以看到,随着应变的增加,两种合金的锯齿幅值也随之增大. 随着应变率的减少,锯齿幅值逐渐增大. 其中,5456 合金各个应变率下的平

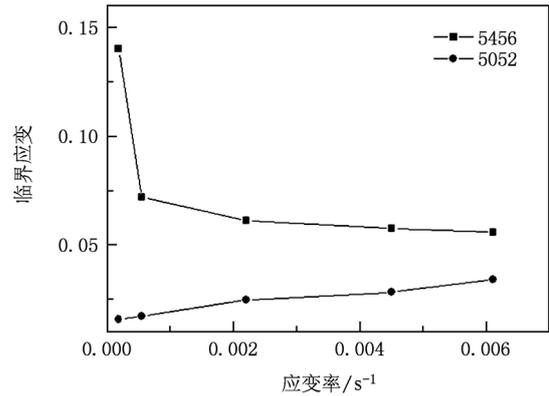


图3 临界应变-应变率曲线

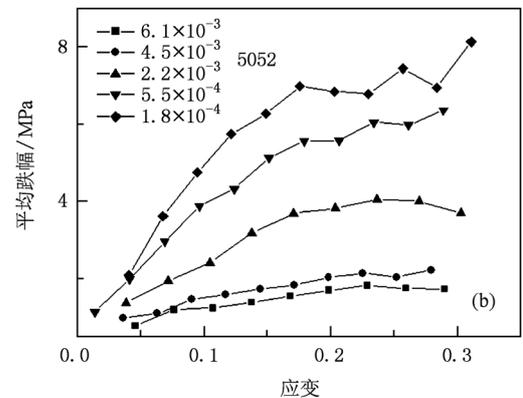
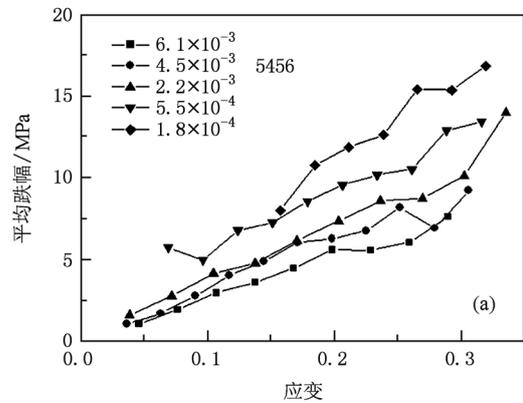


图4 不同加载应变率下两种铝镁合金的平均应力跌落幅值随应变的变化 (a)5456合金;(b)5052合金

均应力跌落幅值的变化近似于线性增加,而 5052 合金的幅值在高应变率下( $10^{-3}$ )是近似于线性变化,随着应变率的减小趋向于指数型增长. 同时,镁含量越多的试件,其锯齿幅值的增量越大.

为了进一步研究平均跌落幅值的变化规律,图 5 给出了一定的应变区间内(6%—8%, 12%—14%, 18%—20%)两种铝镁合金的平均跌落幅值

随加载应变率的变化曲线。

从图 5 可以看出,随着应变率的增加,两种合金各应变区间内的平均跌落幅值逐渐减小,体现出明

显的负应变率敏感性(negative strain rate sensitivity, NSRS),并且二者都呈指数型衰减,这里近似的表示为

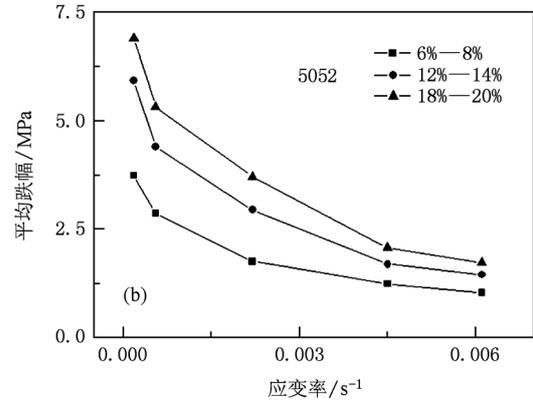
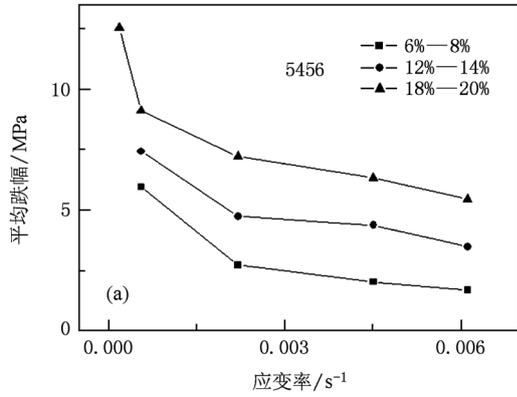


图 5 不同应变区间内,两种铝镁合金的平均应力跌落幅值随应变率的变化 (a)5456 合金;(b)5052 合金

$$\Delta\sigma \propto k\dot{\epsilon}^{-\theta} \quad (1)$$

为了确定关系式(1)中的参数,我们做出图 6 所示的对数平均跌落幅值-对数应变率关系曲线。

由图 6(a)和(b)看出,二种合金 5456 和 5052 的对数平均跌落幅值-对数应变率关系曲线上均明显呈现出线性的关系,则由(1)式可知,其斜率即为

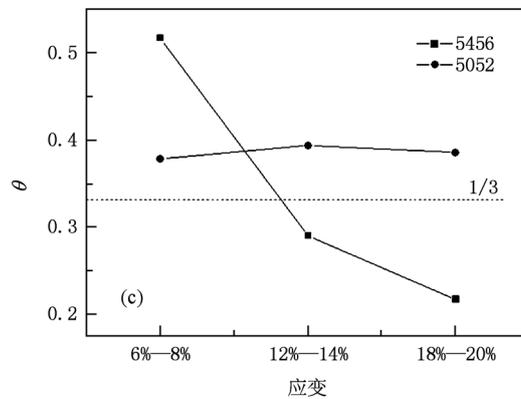
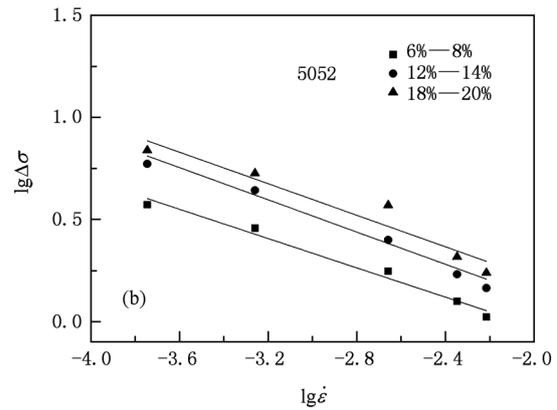
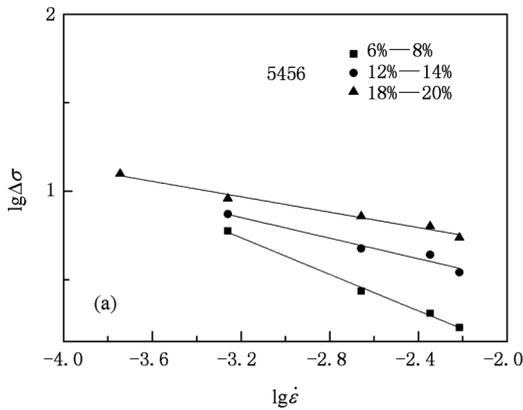


图 6 对数平均跌落幅值和对数应变率的关系曲线 (a)5456 合金;(b)5052 合金;(c)由(a),(b)两图拟合得出指数  $\theta$  与应变的关系

指数  $-\theta$ .

假设加载应变率与可动位错在障碍前的等待时间  $t_w$  成反比<sup>[24]</sup>,

$$\dot{\epsilon} = \frac{\Omega}{t_w}, \quad (2)$$

这里  $\Omega$  是元应变(即可动位错完成一次成功的热激活所引起的变形量).

代入关系式(1)得

$$\Delta\sigma \propto at_w^\theta, \quad (3)$$

其中  $a = k/\Omega^\theta$ .

由图 6(a), (b) 的拟合直线, 我们得到指数  $\theta$  与应变的关系, 如图 6(c) 所示. 对于 5456 合金来说, 随着应变的增加, 指数  $\theta$  逐渐减小; 而对于 5052 合金, 指数  $\theta$  的值几乎不变, 约为 0.36.

图 7 给出了两种合金在拉伸过程中, 不同加载应变率下的等待时间( $t_w$ ) 的变化趋势.

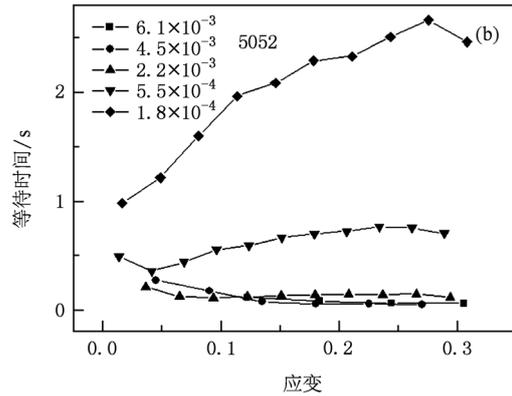
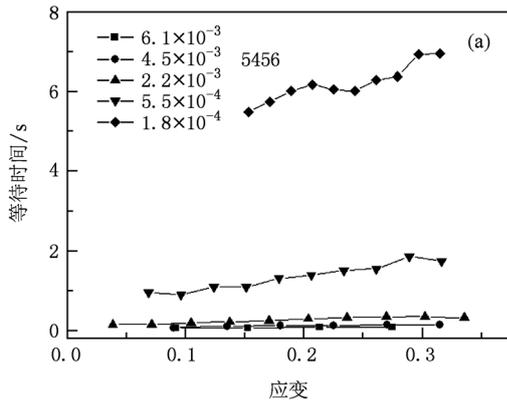


图 7 不同加载应变率下两种铝镁合金的等待时间随应变的变化 (a)5456 合金;(b)5052 合金

从图 7 可以看到, 随着加载应变率的减小, 二者的等待时间都随着应变的增加而逐渐增加, 并且应变率越小则增加量越大. 在高应变率下 ( $10^{-3}$ ), 5456 合金在各应变率下的等待时间随着应变的增加保持不变, 而 5052 合金则是缓慢减小直到趋于一个稳定值. 而在低应变率下, 5456 合金中等待时间要远大于 5052 合金.

图 8 是两种合金在拉伸过程中, 不同加载应变率下的跌落时间( $t_d$ ) 的变化趋势.

与图 7 的等待时间的变化类似, 在图 8 中, 两种合金各应变率下的平均跌落时间随着应变的增加保持不变, 随着应变率的减小而增大. 并且, 各加载应变率下, 两种合金的跌落时间都对应相等.

上述宏观实验结果总是与微观结构的变化有关, 因此需要从微观上研究相关的变化. 实验所用的 5456 和 5052 两种铝镁合金, 其镁含量分别为 5% 和 2.5%, 而在室温时镁原子在 Al 基中的溶解度小于 1%, 未能溶解的镁原子以析出相的形式存在.

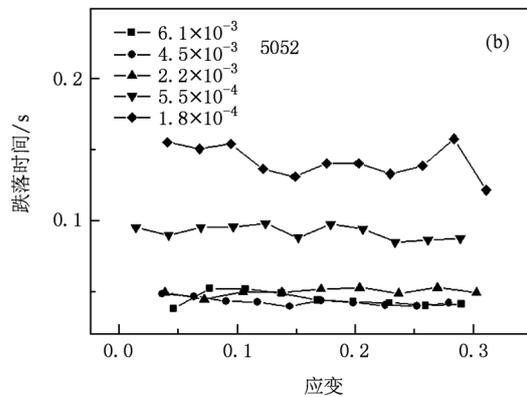
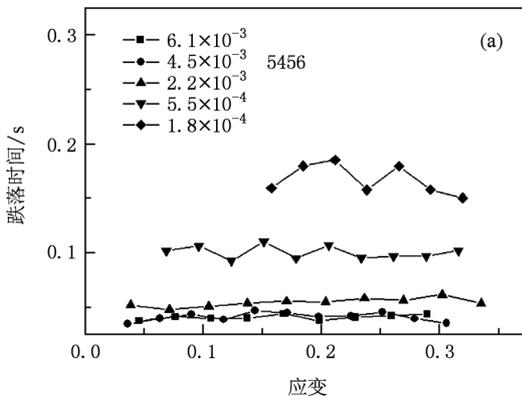


图 8 不同加载应变率下两种铝镁合金的跌落时间随应变的变化 (a)5456 合金;(b)5052 合金

图9给出了上述不同镁含量的铝镁合金的退火状态的透射电镜照片. 可以看出, 镁含量的不同对试样中析出颗粒的尺寸和分布影响显著. 在5456合金中(图9(a)), 析出相的含量很高, 且分布比较

均匀, 数十到数百纳米的析出颗粒都能观察到. 在5052合金中(图9(b)), 析出相的含量较低, 且分布稀疏, 其析出颗粒的尺寸较大, 约为数百纳米. 从图9可以看出, 随着镁含量的增加, 铝镁合金中的析出

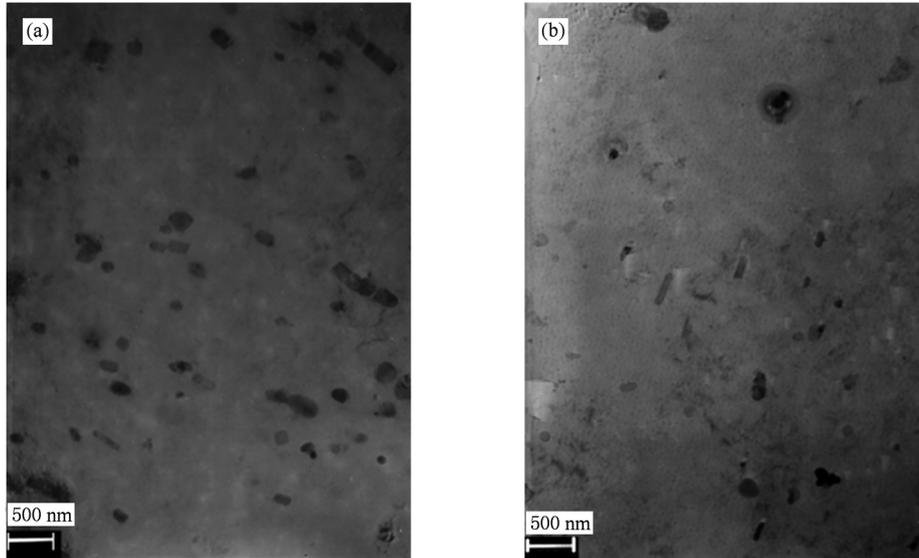


图9 透射电镜照片 (a)5456合金;(b)5052合金

相含量逐渐增大.

#### 4. 讨 论

相同实验条件下, 考虑到两种合金材料在其他方面的一致性, 如热处理方式、添加的其他溶质原子、析出相的成分等, 可以推断它们在力学性质上的差异主要是由于析出相含量的不同引起的. 析出相含量越高, 塑性变形过程中对位错的阻碍作用越强, 弥散强化作用就越大, 此种材料便具有更高的屈服强度和断裂强度(图2); 同时, 可动位错为了克服更多的析出相颗粒的阻碍作用, 需要更多的能量积累, 必然导致更大的应力跌落幅值(图4). 这一结果表明析出相是影响 P-LC 效应的重要因素.

随着析出相含量的不同, 两种合金的临界应变表现出不同的变化趋势(图3). 对于析出相含量多的5456合金, 随着应变率的减小, 位错的运动速度更为缓慢, 大量析出相的存在导致对位错运动的阻碍作用更强, 所以可动位错需要更多的时间来积累能量才能克服阻碍继续开动, 这导致了临界应变随应变率减少而增加(“反常”特性); 而对于5052合金, 由于其析出相含量较少, 对位错的阻碍作用不明显, 随着应变率的增加, 较高的位错运动速率使

得溶质原子难以在可动位错周围偏聚形成气团, 实行有效的钉扎, 要等到材料中位错密度增加至足够大, 使得位错的运动速度相应的降低, 动态应变时效过程才能发生(“正常”特性).

根据 DSA 理论, P-LC 效应的发生是由于可动位错和溶质原子之间的相互作用导致的钉扎和脱钉效应之间的竞争的结果, 那么钉扎作用的强度即应力的跌落幅度与位错周围的溶质原子浓度有关. 在理论研究中, 根据 Cottrell-Bilby 型动力学<sup>[25]</sup>, 位错线周围的溶质原子浓度满足

$$c_s = c_m [1 - \exp(-pt^\theta)], \quad (4)$$

其中,  $c_s$  是溶质原子浓度,  $c_m$  是其饱和值,  $t$  是溶质原子向位错扩散的有效时间, 即等待时间  $t_w$ ,  $p$  是与溶质原子扩散能力有关的常数.  $\theta$  是常数, 在管扩散时  $\theta = 1/3$ . 在本文中, 两种合金中根据实验数据得到的  $\theta$  并不相同. 对于5456合金, 我们发现不同应变阶段的  $\theta$  随着应变的增加, 由0.52下降至0.22; 而对于5052合金来说,  $\theta$  的值近似不变, 约等于1/3. 结合图9所示的电镜照片, 由于二者的析出相颗粒尺寸都较大, 因此当位错被析出相阻拦时, 应遵循 Orowan 机理, 绕过析出相颗粒后继续滑移. 对于5052合金, 由于析出相较少且分布比较离散, 对位错的阻碍作用不强, 对 P-LC 效应产生的影响不大,

可动位错主要是被林位错等障碍所阻拦,溶质原子是通过管扩散的方式向其偏聚,形成溶质原子气团对其产生钉扎。而对于 5456 合金则不再局限于这种扩散方式。这是因为除了林位错等对可动位错形成阻碍之外,5456 合金的析出相颗粒多且分布较为密集,对可动位错的阻碍作用更为明显,除了导致合金硬化之外,同时也影响了 P-LC 效应。这种影响体现在溶质原子的扩散方式的改变,其具体的作用机理还需要进一步地进行研究。

同样的,析出相颗粒越多意味着对可动位错产生阻碍作用发生的概率越大并且阻碍能力越强,必然导致可动位错在障碍前需要更多的等待时间来积蓄能量才能克服阻碍继续滑移。从图 7 两种合金的等待时间曲线上可以清晰的看出其差距。在高应变率下( $10^{-3}$ ),由于可动位错的运动速度很快,析出相对两种合金等待时间的影响差别不大,5456 合金略大于 5052 合金。但在低应变率下( $10^{-4}$ ),由于可动位错没有那么大的运动速度,此时析出相对其阻碍作用明显加强,析出相越多则阻碍越强,可动位错必然需要更多的等待时间才能继续开动。

由于两种合金其他的成分和外部环境等因素一样,导致可动位错在克服障碍后,各加载应变率

下其所对应的应力跌落时间相等(图 8)。

## 5. 结 论

本文研究了具有不同析出相含量的两种铝镁合金在相同退火处理状态下,在不同的加载应变率下的 P-LC 效应。从当前的工作中可以得出以下结论:

1. 在引起 P-LC 效应发生的动态应变时效理论中,可动位错除了被林位错、晶界等障碍阻拦后导致溶质原子向其偏聚形成溶质原子气团对其钉扎之外,析出相在其中也起到重要的作用,大量析出相的存在增强了对可动位错的阻碍作用,对 P-LC 效应产生影响。

2. 不同析出相含量对 P-LC 效应的影响不同。析出相含量越大,则其产生的影响越大。

3. 在析出相含量较低的 5052 合金中,溶质原子浓度满足的 Cottrell-Bilby 型动力学的参数  $\theta$  约为 1/3,表明溶质原子是通过管扩散的方式向可动位错进行偏聚;而析出相含量较高的 5456 合金中,由于更多的析出相颗粒参与动态应变时效过程导致溶质原子的扩散不再局限于管扩散的方式,而是更为复杂。

- [1] Portevin A, Le Chatelier F 1923 *Comp. Rend Acad. Sci. Paris* **176** 507
- [2] Mulford R A, Kocks U F 1979 *Acta Metall.* **27** 1125
- [3] Pink E, Grinberg A 1981 *Mater. Sci. Eng. A* **51** 1
- [4] Lebyodkin M, Dunin-Barkovskii L, Bréchet Y, Estrin Y, Kubin L 2000 *Acta Mater.* **48** 2529
- [5] Chihab K, Estrin Y, Kubin L P, Vergnol J 1987 *Scrip. Metall.* **21** 203
- [6] Zhang Q C, Jiang Z Y, Jiang H F, Chen Z J, Wu X P 2005 *Int. J. Plasticity* **21** 2150
- [7] Lebedkina T A, Lebyodkin M A 2008 *Acta Mater.* **56** 5567
- [8] Xiang G F, Zhang Q C, Liu H W, Jiang H F, Wu X P 2006 *Chin. Phys.* **15** 2378
- [9] Cottrell A H 1953 *Dislocations and Plastic Flow in Crystals* (London: Oxford University Press) p134
- [10] Estrin Y, Kubin L P 1986 *Acta Metall.* **34** 2455
- [11] Ananthakrishna G, Sahoo D 1981 *J. Phys. D: Applied Phys.* **14** 2081
- [12] Rizzi E, Hähner P 2004 *Int. J. Plasticity* **20** 121
- [13] Jiang H F, Zhang Q C, Chen X D, Chen Z J 2007 *Acta Mater.* **55** 2219
- [14] Tong W, Tao H, Zhang N, Hector Jr L G 2005 *Scr. Mater.* **53** 87
- [15] Benallal A, Berstad T, Børvik T, Hopperstad O S, Koutiri I, Nogueira de Codes R 2008 *Int. J. Plasticity* **24** 1916
- [16] Lu J Y, Jiang Z Y, Zhang Q C, Jiang H F, Liu H W 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 3558 (in Chinese) [卢俊勇、蒋震宇、张青川、江慧丰、刘颖文 2006 物理学报 **55** 3558]
- [17] Cao P T, Zhang Q C, Xiao R, Xiong S M 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 5591 (in Chinese) [曹鹏涛、张青川、肖锐、熊少敏 2009 物理学报 **58** 5591]
- [18] Brechet Y, Estrin Y 1995 *Acta Metall.* **43** 955
- [19] Thevenet D, Mliha-Touati M, Zeghloul A 1999 *Mater. Sci. Eng. A* **266** 175
- [20] Sun L, Zhang Q C, Cao P T 2009 *Chin. Phys. B* **18** 3500
- [21] Sun L, Zhang Q C, Yan S P, Jiang H F, Liu H W, Lu J Y, Wu X P 2007 *Acta Phys. Sin.* **56** 3411 (in Chinese) [孙亮、张青川、晏顺平、江慧丰、刘颖文、卢俊勇、伍小平 2007 物理学报 **56** 3411]
- [22] Jiang H F, Zhang Q C, Sun L, Wu X P 2006 *Chin. Phys.* **15** 1051
- [23] Murray J L 1982 *Bulletin of Alloy Phase Diagrams* **3** 60
- [24] Zhang S, McCormick P G, Estrin Y 2001 *Acta Mater.* **49** 1087
- [25] McCormick P G, Ling C P 1995 *Acta Metall.* **43** 1969

## Effect of precipitation on Portevin-Le Chatelier effect in Al-Mg alloys<sup>\*</sup>

Hu Qi Zhang Qing-Chuan<sup>†</sup> Fu Shi-Hua Cao Peng-Tao Gong Ming

(Key Laboratory of Mechanical Behavior and Design of Materials, University of Science and Technology of China,

Chinese Academy of Sciences, Hefei 230027, China)

(Received 17 October 2010; revised manuscript received 19 November 2010)

### Abstract

In the alloy with solute content higher than the limiting solubility, the solute atoms failing to dissolve will precipitate from the solid solution and form precipitations. In this study, the Portevin-Le Chatelier (P-LC) effects in annealed 5456 and 5052 aluminum alloys with different precipitation content are investigated under different applied strain rates respectively. The findings suggest that precipitations have a significant effect on the P-LC effect and different precipitation content has different effects. Furthermore, the solute diffusion is pipe diffusion in 5052 alloy with lower precipitation content. However, for 5456 alloy with higher precipitation content, the diffusion is no longer the case but more complex.

**Keywords:** Portevin-Le Chatelier effect, dynamic strain aging, Al-Mg alloys

**PACS:** 62.20.F-, 81.40.Cd

---

<sup>\*</sup> Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 10732080, 10872189).

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: zhangqc@ustc.edu.cn