

ZA73 镁合金热变形行为研究

Hot Tensile Deformation Behavior of ZA73 Magnesium Alloy

张 静, 廖 骞, 豆雨辰, 何曲波, 罗晓东
(重庆大学 材料科学与工程学院 国家镁合金
材料工程技术研究中心, 重庆 400044)

ZHANG Jing, LIAO Qian, DOU Yur chen,
HE Qur bo, LUO Xiaor dong
(National Engineering Research Center for Magnesium
Alloys, College of Materials Science and Engineering,
Chongqing University, Chongqing 400044, China)

摘要: 在应变速率为 0.001s^{-1} 和 0.1s^{-1} 、温度为 $150\sim 300\text{℃}$ 的条件下, 采用热模拟对 ZA73 镁合金的高温拉伸变形行为进行了研究, 并结合显微组织观察和挤压试验, 分析确定了适合该合金的热加工工艺。结果表明: 变形温度和应变速率是影响 ZA73 合金流变应力和塑性的关键参数, 应变速率一定时, 流变应力随温度的增加而降低; 温度一定时, 流变应力随应变速率的提高而增加。低应变速率下, 温度高于 200℃ 塑性反而降低; 高应变速率下, 合金的塑性随着温度的增加而提高, 但在 250℃ 时塑性出现反常变化。在 $200\sim 250\text{℃}$ 范围内变形时, 铸态枝晶网状组织特征消失, 第二相化合物呈颗粒状弥散分布于基体中, 尺寸明显细化; 300℃ 变形时, 低应变速率下合金组织明显粗大。细小第二相粒子增多和组织粗化导致合金热塑性降低。较高的应变速率和较高的温度有利于合金的热变形。在 350℃ 和较高应变速率(约 0.1s^{-1}) 下, 挤压棒材的抗拉强度达 355MPa , 延伸率仍保持 19% , 晶粒尺寸细化至 $3\sim 6\mu\text{m}$ 。

关键词: 变形行为; 热模拟; 镁合金; ZA 合金; 显微组织

中图分类号: TG146.2 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2011)03-0073-05

Abstract: The hot tensile deformation behavior of ZA73 magnesium alloy were investigated in the temperature range of $150\sim 300\text{℃}$ and strain rates of 0.001s^{-1} and 0.1s^{-1} , respectively, by thermo-mechanical simulation. The hot forming processing parameters were then determined, combined with microstructural observation and real extrusion experiment. The results showed that the deformation temperature and strain rate are the key factors influencing the flow stress and plasticity. The flow stress decreases with the increase of temperature and the decrease of strain rate. At lower strain rate, the plasticity becomes worse when the deformation temperature is higher than 200℃ . Comparatively, at higher strain rate, the plasticity improves with the temperature raising except at 250℃ . Moreover, when deformed in the temperature range of $200\sim 250\text{℃}$, net-worked dendritic microstructural feature disappears, instead, the second phases disperse in the matrix in the form of particles of smaller size. The microstructure goes coarse when deformed at 300℃ under lower strain rate. It is concluded that the increase of the amount of small particles and the coarsening of microstructure lead to the deterioration of hot plasticity. Higher strain rate and temperature is considered to favour hot deformation. Bars were extruded at 350℃ under higher strain rate of about 0.1s^{-1} . The tensile ultimate strength of the as-extruded bar reaches 355MPa , in the mean time maintaining a high elongation of 19% . In addition to, the grain size was refined to $3\sim 6\mu\text{m}$.

Key words: deformation behavior; thermo-mechanical simulation; magnesium alloy; ZA alloy; microstructure

现代汽车的重要发展方向是减重、节能、降低排放和提高安全性。21 世纪重要的商用轻质结构材

料——镁合金, 由于密度小, 比强度、比刚度高、减震降噪等优点, 日益成为汽车工业关注的焦点。开发综合

性能优良、价格低廉的镁合金是实现镁合金在民用产品上大规模应用的瓶颈问题之一。

经过挤压、锻造、轧制等工艺生产出的变形产品具有更高的强度、更好的延展性,更多样化的力学性能,同时生产成本更低,可以满足更多样化结构件的需要。但镁和多数镁合金金属密排六方结构,室温滑移系较少,塑性较差,成形困难,通常需要进行热加工来生产变形镁合金产品。

为了研究材料热变形行为,材料在高温下的流变应力和塑性是重要的评价指标。在热变形过程中,流变应力和塑性一般受变形温度、应变速率、合金种类等的影响。 $Mg-ZrAl$ (ZA)系列镁合金具有耐热性能好、铸造性能优良、价格低廉等优势^[1-5]。目前,价格低廉且热加工性能优良的耐热镁合金牌号非常有限,对ZA系列合金变形行为的研究也尚未见相关报道。 $Mg-7Zr3Al$ (ZA73)合金^[6,7]是一种强度较高、低合金化的ZA系合金。本工作以该合金为研究对象,在变形温度为150~300℃和应变速率为0.001, 0.1s⁻¹条件下,通过高温拉伸热模拟实验研究,得出了流变应力和塑性与变形温度和应变速率间的关系,结合显微组织观察获得了可行的热加工工艺参数;并在制定的工艺下顺利挤出了性能优良的棒材。

1 实验材料和方法

实验中采用半连续铸造法铸成直径为90mm的ZA73镁合金锭,沿铸锭纵向截取试样,按照图1加工成热模拟拉伸试棒。热模拟试验在Gleeble 1500试验

机上进行,应变速率分别为0.001, 0.1s⁻¹,变形温度分别为150, 200, 250, 300℃。样品以10℃/s的速率加热到预设温度,保温60s以保证温度的均匀,然后拉伸至断裂。热模拟试样金相观察位置为距离断口1cm处的横截面,采用5%硝酸酒精腐蚀,在XJP-300显微镜下观察显微组织。

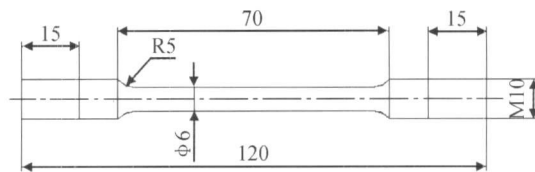


图1 热模拟拉伸试样尺寸

Fig. 1 Dimension of tensile testing sample for thermomechanical simulation

挤压试验在XJ-500卧式挤压机上进行,挤压筒直径80mm,挤压比25。力学性能试验在CTM5106电子万能力学性能试验机上进行,依据GB/T228—2002国家标准执行。

2 结果与讨论

2.1 热模拟曲线

伸长率是评价材料塑性好坏的一个重要指标,本工作通过拉伸变形断裂时的应变变量来表征材料的塑性。采用热模拟实验研究了ZA73镁合金试样在不同应变速率和变形温度条件下的高温塑性变形行为。试样在不同条件下的应力-应变曲线如图2所示。

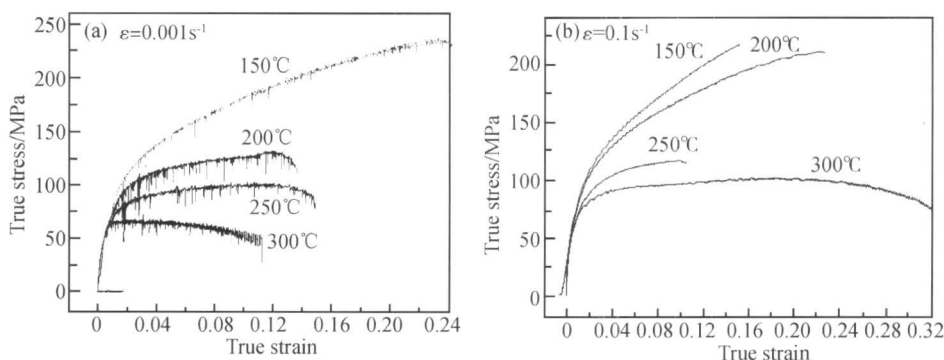


图2 不同应变速率和温度条件下的热模拟流变曲线 (a) $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$; (b) $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$

Fig. 2 The flow curves under various strain rates and temperatures (a) $\dot{\epsilon} = 0.001s^{-1}$; (b) $\dot{\epsilon} = 0.1s^{-1}$

从图2可以看出,合金变形行为受变形温度和应变速率影响显著:随着变形温度升高,流变应力降低;流变应力随着应变速率的提高而增加;低应变速率下,当温度大于200℃塑性很差,流变应力值出现了类似

屈服现象的波动,可能与位错和溶质原子的交互作用有关;高应变速率下,合金的塑性随着温度的增加而提高,但250℃时试样断裂时的应变变量最小,塑性很差。应变速率为0.1s⁻¹且温度达到300℃时,流变应力急

剧降低且趋于稳定, 塑性显著升高。

金属材料热变形过程中会同时发生形变硬化和形变软化。形变软化取决于形变过程中的动态复原行为, 即动态回复和动态再结晶。而温度对动态复原行为影响很大, 所以它是影响流变应力和塑性的一个重要因素。从图 2 可以看出, 在同一应变速率下, 应力随温度的增加而降低。因为随温度升高, 热激活能的作用增强, 原子间动能增大, 原子间的临界切应力减弱, 此外动态回复及动态再结晶引起的软化程度也随温度的升高而增大, 从而导致合金的真应力降低。当温度达到 250℃后, 流变应力显著降低, 且应力-应变曲线上几乎看不出加工硬化特征, 说明动态复原行为引起的流变软化远大于加工硬化。

通常情况下, 变形温度相同时, 材料的应力随应变速率的增大而增大。这主要是因为应变速率越大, 由动态回复、动态再结晶等提供的软化过程进行得不充分, 从而导致流变应力增大。另外, 通常当应变速率相同时, 材料的塑性随变形温度的升高而增加。但是本试验中, 在低应变速率下, 当温度高于 200℃时塑性反而降低; 高应变速率拉伸时, 250℃时塑性也出现了反常变化。这是因为在高温拉伸变形过程中, 合金中的过饱和合金元素在温度和应力的共同作用下析出, 发生动态时效硬化现象^[6], 从而成为影响流变应力的另一因素。应变速率较低时, 合金热变形过程时间较长,

时效相的析出相对较充分, 动态时效硬化效果较明显, 而塑性较低; 另一方面, 合金相的析出是元素脱溶和固溶的综合结果, 该过程还受温度的影响, 存在着有利于析出的温度范围。由图 2 的曲线可以推知, 250℃左右有利于动态时效析出, 因而导致低应变速率下, 当温度高于 200℃时塑性反而降低, 而高应变速率变形时塑性在 250℃出现反常降低。

2.2 热拉伸变形显微组织

ZA73 合金的铸态显微组织由 α -Mg 相和 τ 相 ($\text{Mg}_{32}(\text{Al}, \text{Zn})_{49}$, bcc, $a=1.416\text{nm}$) 组成^[2,7], τ 相沿晶界半连续网状分布, 少量 τ 相呈颗粒状分布于晶内, 呈典型的铸态枝晶组织。温度对变形后显微组织的影响显著: 150℃拉伸变形对金相组织影响较小, 合金中仍然保留较多的铸态组织特征, 如图 3(a), (b); 当拉伸变形温度达到 200℃后, 枝晶网状组织特征消失, 第二相化合物尺寸明显细化, 呈颗粒状弥散分布于基体中; 当拉伸变形温度达到 300℃后, 第二相化合物数量大大减少, 尺寸增加, 如图 3(g), (h)。应变速率是影响变形后显微组织另一个重要因素, 尤其在温度高于 200℃时组织特征差异很大: 200℃下低应变速率的试样中枝晶组织特征少于高应变速率的试样, 且第二相化合物尺寸细小得多; 而 250℃下高应变速率试样较低应变速率试样第二相化合物数量多且尺寸小; 温度升高至 300℃时, 低应变速率下组织明显粗大。

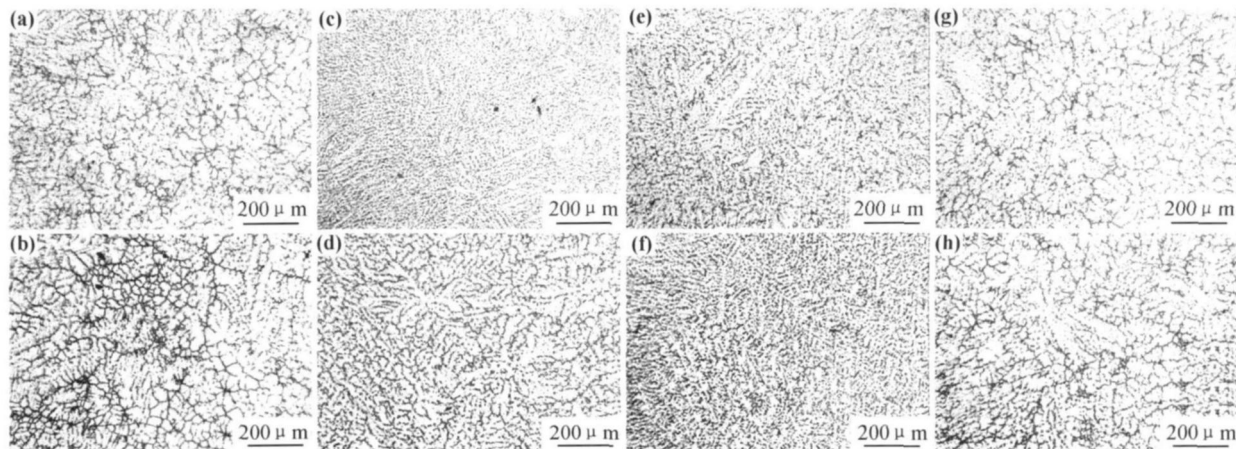


图 3 合金热拉伸变形形态金相显微组织 (a) 150℃×0.001s⁻¹; (b) 150℃×0.1s⁻¹; (c) 200℃×0.001s⁻¹; (d) 200℃×0.1s⁻¹; (e) 250℃×0.001s⁻¹; (f) 250℃×0.1s⁻¹; (g) 300℃×0.001s⁻¹; (h) 300℃×0.1s⁻¹

Fig. 3 As deformed microstructures under thermomechanical simulation conditions (a) 150℃×0.001s⁻¹; (b) 150℃×0.1s⁻¹; (c) 200℃×0.001s⁻¹; (d) 200℃×0.1s⁻¹; (e) 250℃×0.001s⁻¹; (f) 250℃×0.1s⁻¹; (g) 300℃×0.001s⁻¹; (h) 300℃×0.1s⁻¹

镁合金的再结晶温度约为 230℃, 但 230℃下发生动态再结晶需要的临界变形量较大, 显然试验中拉伸过程不发生断裂的应变量还不足以达到所需的临界变形量。没有经过固溶处理的 ZA73 镁合金中含有大量的第二相化合物 τ 相。在温度和外力的作用下, 粗大

的第二相化合物 τ 相以及枝晶组织在变形时破碎, 使尺寸减小, 但破碎时可能会遗留下很多微裂纹, 继续变形时容易扩展, 最终发生断裂, 降低材料的塑性。另一方面, 热变形过程中的动态时效析出也将造成化合物细化和数量增多。动态时效硬化的实质是变形诱导析

出。位错线的能量较高,新相在母相的位错线上生核,被释放出来的能量成为相变的驱动力,所以变形时位错增殖可以促进第二相析出,产生动态时效硬化效果。如果动态时效析出充分,例如在较低的应变速率下变形,则硬化效果明显,而塑性较低。

结合热模拟拉伸试验结果可知,显微组织中第二相数量多、尺寸细小的样品塑性越低。这和前面的分析是一致的。如图 3(c), (e) 和 (f), 250 °C 下和 200 °C 低应变速率变形后第二相颗粒细化程度较大且数量多,所以塑性很低;相反, 150 °C 下和 200 °C 高应变速率下第二相化合物细化程度较小且数量减少,如图 3(a), (b) 和 (d), 所以塑性较高。变形温度升高至 300 °C 时,低应变速率下一方面时效相的析出相对较充分,另一方面因高温的作用使晶粒长大、组织粗化,所以塑性远远低于高应变速率变形的试样。

2.3 挤压变形试验

热模拟试验结果表明,低应变速率变形时合金的

塑性较低; 300 °C × 0.1 s⁻¹ 条件下变形时流变应力较低、塑性较好。随着温度和应变速率的增加,动态再结晶更容易发生,同时可以有效抑制变形加工过程中的动态时效析出,塑性可能进一步提高。因此,该合金的热加工宜在 300 °C 以上、应变速率较高的情况下进行。

合金经 325 °C × 50h 均匀化处理^[2]以后,非平衡第二相化合物溶解,第二相化合物体积分数减少,如图 4(a) 所示,这样的组织可以改善合金的热加工性能,因此挤压前对铸锭进行了均匀化处理。同时根据该合金熔化和凝固过程的相变特征温度^[7],该合金热加工温度不宜高于 350 °C。经过 350 °C × 2h 挤压前预热,并在该温度下采用较高的应变速率(约 0.1 s⁻¹) 顺利挤出了 φ16mm 棒材。棒材金相显微组织如图 4(b) 所示,可以看出挤压变形后合金发生了动态再结晶,晶粒尺寸由均匀化态的 100~200 μm 减小到 3~6 μm,呈均匀细小的等轴晶粒。

ZA73 合金挤压态棒材的室温拉伸应力-应变曲线

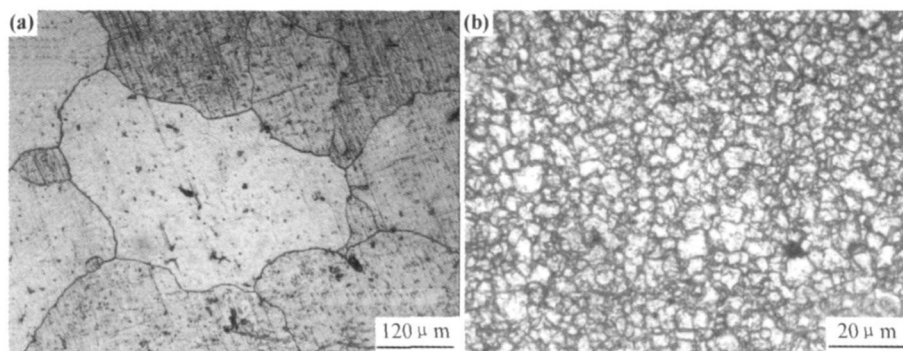


图4 合金均匀化态(a)和挤压态(b)的金相显微组织

Fig. 4 As-homogenized (a) and as-extruded (b) microstructures

如图 5 所示。由图 5 可见挤压态 ZA73 镁合金力学性能大幅度提高: 铸态时合金的抗拉强度 $\sigma_b = 205 \text{ MPa}$, 伸长率 $\delta = 6\%$; 挤压后抗拉强度 $\sigma_b = 355 \text{ MPa}$, 伸长率 $\delta = 19\%$, 强度伸长积达到 $6000 \text{ MPa} \cdot \%$ 。铸态试样没有明显的屈服点,也没有颈缩现象,断裂形式为脆性断裂;挤压加工后,试样出现明显屈服点,并发生较大的均匀塑性变形,达到最大应力后,颈缩开始,不过这个阶段应变很小就发生断裂。

材料的屈服强度与晶粒大小符合 Hall-Petch 公式,即

$$\sigma_s = \sigma_0 + K d^{-1/2}$$

式中: σ_s 为屈服强度; σ_0 为单晶体的屈服极限; K 为常数; d 为晶粒大小。其中 K 值随泰勒系数的增加而增加,而泰勒系数通常取决于滑移系的多少。由于镁是密排六方结构,与面心立方和体心立方金属相比,镁的泰勒系数大,因此 K 值也较大^[8]。镁合金晶粒的大小对屈服强度的影响比铁合金和铝合金的都大。随着晶

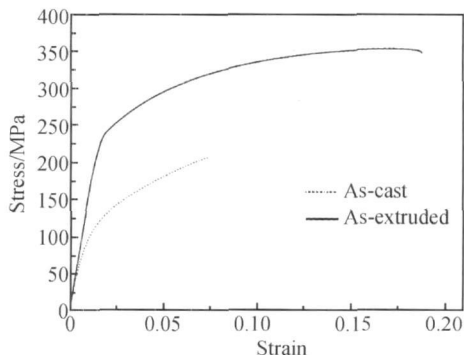


图5 合金铸态和挤压态的室温拉伸应力-应变曲线

Fig. 5 Tensile stress curves of as cast and as extruded alloys

粒尺寸的降低,镁合金强度大大提高,因此合金挤压态力学性能明显高于铸态。

3 结论

(1) 变形温度和应变速率是影响 ZA73 镁合金流变应力和塑性的关键参数。应变速率一定时, 流变应力随温度的增加而降低; 温度一定时, 流变应力随着应变速率的提高而增加。低应变速率下, 温度高于 200 °C 塑性反而降低; 高应变速率下, 合金的塑性随着温度的增加而提高, 但在 250 °C 时塑性出现反常变化。

(2) 变形温度和应变速率显著影响显微组织特征。在 200~ 250 °C 范围内, 第二相化合物呈颗粒状弥散分布于基体中, 尺寸明显细化, 数量增多; 300 °C 时, 低应变速率下组织明显粗大。细小第二相粒子增多和组织粗化都使合金热塑性降低。

(3) 热变形过程中的动态时效析出和第二相化合物破碎引发微裂纹是影响 ZA73 合金热塑性的主要因素。ZA73 镁合金在较高的应变速率和较高的变形温度下具有更好的塑性。

(4) 350 °C 下采用较高的应变速率进行挤压试验, 挤压变形后的 $\phi 16\text{mm}$ 镁合金棒材发生了动态再结晶, 晶粒尺寸由 100~ 200 μm 减小到 3~ 6 μm 。合金力学性能较铸态大幅度提高, 抗拉强度达 355 MPa, 延伸率仍保持 19%。

参考文献

- [1] BALASUBRAMANI N, SRINIVASAN A, PILLAI U T S, et al. Effect of antimony addition on the microstructure and mechanical properties of ZA84 magnesium alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 455(1– 2): 168– 173.
- [9] 薛山, 孙扬善, 朱天柏, 等. 二元稀土镁合金 Mg-La 和 Mg-Nd 的组织 and 性能[J]. 铸造, 2005, 54(9): 888– 891.
- [10] 朱蓓蓓, 孙扬善, 贾迪, 等. Mg-Sm 系合金的显微组织及力学性能[J]. 东南大学学报: 自然科学版, 2009, 39(3): 610– 614.
- [11] 董定乾. 稀土 La 对 Mg-4.5% Zn 合金铸态组织细化的影响[J]. 轻合金加工技术, 2008, 36(10): 11– 14.
- [12] 刘生发, 黄尚宇, 徐萍. Ce 对 AZ91 镁合金铸态组织细化的影响[J]. 金属学报, 2006, 42(4): 443– 448.
- [13] 刘生发, 王慧源, 康柳根, 等. 钕对 AZ91 镁合金铸态组织的影响[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(3): 464– 469.
- [14] 许春香, 吕正玲. 钕对 AZ91 镁合金晶粒大小显微组织及力学性能的影响[J]. 铸造, 2009, 58(1): 53– 56.
- [15] SON H T, LEE J S, HONG J M, et al. Microstructure and mechanical properties of Mg-Al-Ca-Sm alloys at high temperature

- [2] ZHANG J, ZUO R L, CHEN Y X, et al. Microstructure evolution during homogenization of a β -type Mg-Zr-Al alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 448(1– 2): 316– 320.
- [3] ZHANG Z, COUTURE A, LUO A. An investigation of the properties of Mg-Zr-Al alloys[J]. Scripta Materialia, 1998, 39(1): 45– 53.
- [4] OH-ISHI K, HONO K, SHIN K S. Effect of pre aging and Al addition on age hardening and microstructure in Mg-6 wt% Zn alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 496: 425– 433.
- [5] REN Y P, QIN G W, PEI W L, et al. The α -Mg solvus and isothermal section of Mg-rich corner in the Mg-Zr-Al ternary system at 320 °C[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 481(1– 2): 176– 181.
- [6] ZHANG J, HE Q B, PAN F S, et al. Effects of erbium on the microstructure and mechanical properties of as cast Mg-7Zr-3Al alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2008, A01: 22– 26.
- [7] 张静, 潘复生. 金属型铸造 ZA73 镁合金凝固特征和组织研究[J]. 材料热处理学报, 2006, 27(3): 68– 70.
- [8] KUBOTA K, MABUCHI M, HIGASHI K. Processing and mechanical properties of fine grained magnesium alloys[J]. Journal of Materials Science, 1999, 34(10): 2255– 2262.

基金项目: 重庆市杰出青年基金(CSTC, 2008BA4036); 重庆市科技攻关项目(CSTC, 2009AB4007); 中央高校基本科研业务费资助项目(CD-JXS10131159)

收稿日期: 2010-01-18; 修订日期: 2010-10-09

作者简介: 张静(1970—), 女, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事铝、镁轻合金材料加工技术、新型合金设计以及组织控制等方面的研究, 联系地址: 重庆大学材料科学与工程学院(400044), E-mail: jingzhang@cqu.edu.cn

(上接第 72 页)

- [J]. Key Engineering Materials, 2007, 345– 346: 653– 656.
- [16] LI K J, LI Q A, JING X T, et al. Effects of Sm addition on microstructure and mechanical properties of Mg-6Al-0.6Zn alloy[J]. Scripta Materialia, 2009, 60(12): 1101– 1104.

基金项目: 河南省杰出人才计划项目(084200510018); 河南省基础与前沿技术研究计划项目(092300410184)

收稿日期: 2010-01-22; 修订日期: 2010-11-29

作者简介: 张清(1974—), 男, 博士研究生, 讲师, 研究方向为先进镁合金, 联系地址: 河南省洛阳市 河南科技大学材料学院 76# (471003), E-mail: foxzq@126.com

通讯作者: 李全安(1964—), 男, 博士, 教授, 博士生导师, “新世纪国家百千万人才工程”国家级人选, E-mail: qali@163.com