

挤压温度对 Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 镁合金组织和性能的影响

Effect of Extruded Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Mg-2Zn-Mn-0.5Nd Alloy

彭 建^{1,2}, 彭 毅¹, 韩 韩¹, 潘复生^{1,2}

(1 重庆大学 材料科学与工程学院, 重庆 400044;

2 重庆市科学技术研究院, 重庆 401123)

PENG Jian^{1,2}, PENG Yi¹, HAN Wei¹, PAN Fu-sheng^{1,2}

(1 College of Materials Science and Engineering, Chongqing University,

Chongqing 400044, China; 2 Chongqing Academy of Science and

Technology, Chongqing 401123, China)

摘要: 研究了 Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 镁合金不同挤压温度对其制品组织和性能的影响及作用机理。结果显示:挤压温度从 340℃ 提高到 420℃ 时,合金的室温伸长率可从 14% 左右提高到 26% 以上,伴随强度明显下降。挤压温度从 340℃ 降低到 260℃ 时,合金的伸长率也提升到 19%,而强度减弱不明显。分析表明:合金的晶粒尺寸和织构强弱等因素,共同决定该合金挤压制品的室温力学性能。

关键词: Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 合金;挤压温度;组织;力学性能;织构

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2015.03.005

中图分类号: TG379 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2015)03-0023-05

Abstract: The effects and the action mechanism of extruded temperature on microstructure and mechanical properties of as-extruded Mg-2Zn-Mn-0.5Nd alloy were investigated. The result shows that when the extruded temperature changes from 340℃ to 420℃, the room temperature elongation raises from 14% to 26%, meanwhile the strength obviously decreases; When the extruded temperature changes from 340℃ to 260℃, the room temperature elongation can also be increased from 14% to 19%, but ultimate tension strength (UTS) and yield strength (YS) have no obvious decrease. The analysis shows that the grain size and the texture intensity of the alloy are the joint factors to decide the mechanical properties of the as-extruded Mg-2Zn-Mn-0.5Nd alloy.

Key words: Mg-2Zn-Mn-0.5Nd alloy; extruded temperature; microstructure; mechanical property; texture

挤压是变形镁合金最常用的生产方式,通过改变挤压温度、挤压速度和挤压比等工艺参数可调整合金的组织 and 性能。镁合金在热挤压变形过程中发生再结晶细化,可使力学性能显著改善^[1-4]。其中,挤压温度对挤压态合金的晶粒尺寸具有决定性影响,通常低温挤压可获得晶粒更细小的挤压态合金,从而获得更好的力学性能^[3,5]。现有研究表明,挤压温度还对挤压态合金的织构种类和强弱产生影响^[5-7]。通过控制挤压温度调整挤压态合金的晶粒尺寸和织构强弱,可调整挤压态合金的室温力学性能。

ZM21 合金在德国、英国和澳大利亚都有各自的牌号及成分范围规定,得益于其所含合金元素含量较

低,表现出良好的热加工成形性^[8,9]。德国 GKSS 研究中心采用静液挤压该合金,实现了每分钟大于 120m 的高速挤压^[10];澳大利亚 CAST 研究中心也研究了 ZM21 镁合金热加工性能^[11,12]。该合金已成为近几年开发高塑性变形镁合金的研究热点。大量的研究着眼于在 ZM21 合金的基础上改变化学成分而达到改性的目的,其中在合金中添加稀土对性能的改变更是显著。现有研究表明,在镁铝系及镁锌系合金中添加稀土元素 Nd,能有效地改善镁合金的室温力学性能^[13-15]。Zhao 等^[14], Wang 等^[15]的研究结果表明添加 0.5% (质量分数,下同)的 Nd 可以获得最佳的力学性能。

本工作选用 ZM21 合金添加 0.5% 的 Nd,采用半

连续铸造制备出 Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 合金铸棒,将其用于挤压工艺实验。通过改变 Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 合金的挤压温度,获取挤压温度对制品力学性能的影响规律,并结合组织观察和织构检测结果,进行机理分析,进而为通过调整挤压工艺而实现对制品强度和塑性的调控建立理论依据。

1 实验材料和方法

合金原料采用纯 Mg(99.98%)、纯 Zn(99.7%)、Mg-3.4%Mn 和 Mg-20%Nd 中间合金,5 号熔剂作精炼剂,用低碳钢坩埚在 60kW 电阻炉中精炼,经水冷半连续铸造系统浇铸成 $\phi 92\text{mm}$ 的铸锭。熔炼和浇注过程中用 CO_2 和 SF_6 混合气体进行保护。铸态合金经激光光谱仪检测的化学成分如表 1 所示。

表 1 Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 合金成分(质量分数/%)

Table 1 Chemical component of the alloy (mass fraction/%)

Zn	Mn	Nd	Fe	Si	Mg
1.94	0.88	0.47	0.01	0.04	Bal

将铸态合金锭坯在风循环的 12kW 箱式电阻炉中进行 $420^\circ\text{C}\times 12\text{h}$ 均匀化退火,车削成 $\phi 80\text{mm}\times 20\text{mm}$ 圆柱状,在 XJ-500T 卧式挤压机上挤压成 $\phi 16\text{mm}$ 棒材。挤压比为 28:1,挤压杆速度 3.5mm/s,挤压温度分别选用 260,300,340,380,420 $^\circ\text{C}$ 。

采用 CMT-5105 电子万能材料试验机对挤压态合金进行室温拉伸测试,拉伸速率为 4mm/min。用 5g 苦味酸+13mL 乙酸+80mL 酒精溶液作为金相腐蚀剂,在 OLS4000 激光共聚焦电子显微镜下观察显微组织。用 Image-pro plus 软件对不同挤压温度下晶粒尺寸进行了统计,并计算了不同挤压温度下平均晶粒尺寸。采用 D/max-1200 型 X 射线衍射仪(Cu 靶, K_α)进行物相分析及织构分析。

2 实验结果

2.1 显微组织

铸态 Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 合金经过 $420^\circ\text{C}\times 12\text{h}$ 均匀化热处理后的显微组织如图 1 所示,晶粒较粗大,占大多数体积比例的晶粒尺寸接近 200 μm ,晶粒内部较干净,仅残留极少量化合物颗粒,表明绝大多数合金元素固溶在基体中。

经不同温度挤压后合金的组织得到明显细化,温度越低变形细化效果越明显,其显微组织如图 2 所示。挤压温度为 260 $^\circ\text{C}$ 和 300 $^\circ\text{C}$ 时,合金组织由大量的极细

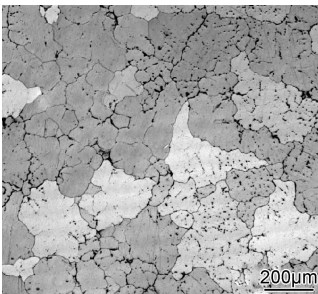


图 1 均匀化态合金显微组织
Fig. 1 Microstructure of homogenized alloy

小再结晶晶粒和少量纤维状变形组织组成,其中 260 $^\circ\text{C}$ 挤压合金中的显微组织更细小,分布更均匀。当挤压温度在 340 $^\circ\text{C}$ 以上时,挤压态合金均为完全的再结晶组织,随着挤压温度的升高,再结晶晶粒的平均尺寸增大,大小越均匀。经不同温度挤压的合金中均存在第二相颗粒,低温挤压的合金中第二相颗粒尺寸不超过 2 μm ,高温挤压的合金中的颗粒平均尺寸在 5 μm 左右。

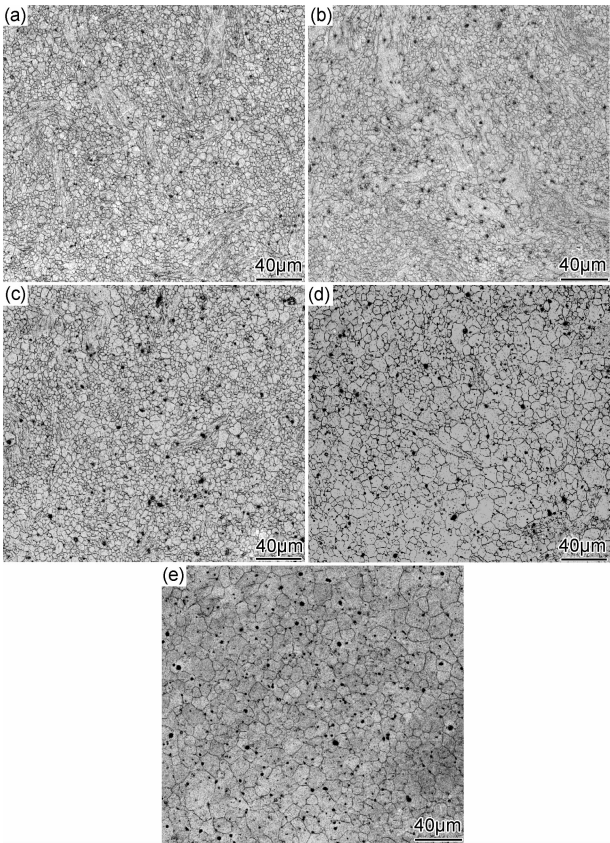


图 2 不同温度挤压后合金的显微组织
(a) 260 $^\circ\text{C}$; (b) 300 $^\circ\text{C}$; (c) 340 $^\circ\text{C}$; (d) 380 $^\circ\text{C}$; (e) 420 $^\circ\text{C}$
Fig. 2 Microstructure of alloy at different extruded temperatures
(a) 260 $^\circ\text{C}$; (b) 300 $^\circ\text{C}$; (c) 340 $^\circ\text{C}$; (d) 380 $^\circ\text{C}$; (e) 420 $^\circ\text{C}$

2.2 力学性能

经不同温度挤压的 Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 合金棒材

的力学性能如图 3 所示。挤压温度高于 340℃ 时,随着挤压温度的升高,合金的伸长率从 14% 左右提高到 26% 以上;而抗拉强度从 311MPa 减小到 233MPa,相差 78MPa,约减少了 25%;屈服强度从 273MPa 减小到 133MPa,相差 140MPa,减少了 51%。

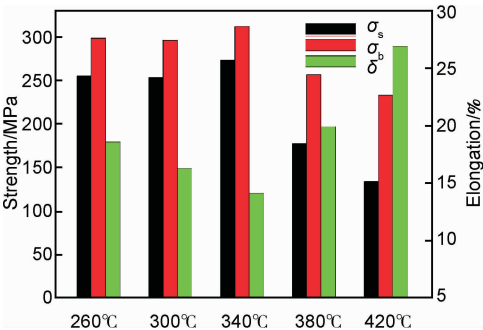


图 3 不同温度挤压合金的力学性能
Fig. 3 Mechanical properties of alloys at different extruded temperatures

与 340℃ 挤压的合金相比,采用 260℃ 和 300℃ 挤压的合金强度略有下降,抗拉强度仍处于 300MPa 左右,屈服强度仍在 250MPa 以上;室温塑性有不同程度的提高,300℃ 挤压合金伸长率为 16%,260℃ 挤压的合金伸长率为 19%。

2.3 物相分析

对不同温度挤压的Mg-2Zn-Mn-0.5Nd合金进行

XRD 分析,结果如图 4 所示。除 α-Mg 相外,挤压态合金中主要的第二相为 α-Mn, T₂ 相((Mg,Zn)_{11.5}Nd)) 和 T₃ 相((Mg,Zn)₃Nd),经过不同温度挤压的合金中各种第二相的衍射峰强度没有明显差异。

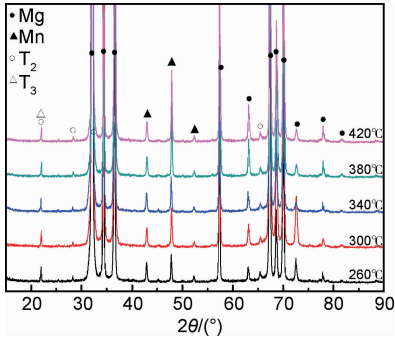


图 4 不同温度挤压的合金 XRD 图谱
Fig. 4 XRD patterns of the alloy extruded at different temperatures

3 分析与讨论

3.1 不同挤压温度合金的组织对力学性能的影响

挤压态合金的晶粒尺寸及大小分布结果如图 5 所示。与 260℃ 和 300℃ 挤压的合金相比,340℃ 挤压的合金组织更均匀细小,因而其强度略高。260℃ 和 300℃ 挤压的合金组织由大量极细小的再结晶晶粒和少量纤维状变形组织构成,如图 5(a),(b)所示,再结晶晶粒的平均尺寸非常接近,5μm 以下的极细小晶粒

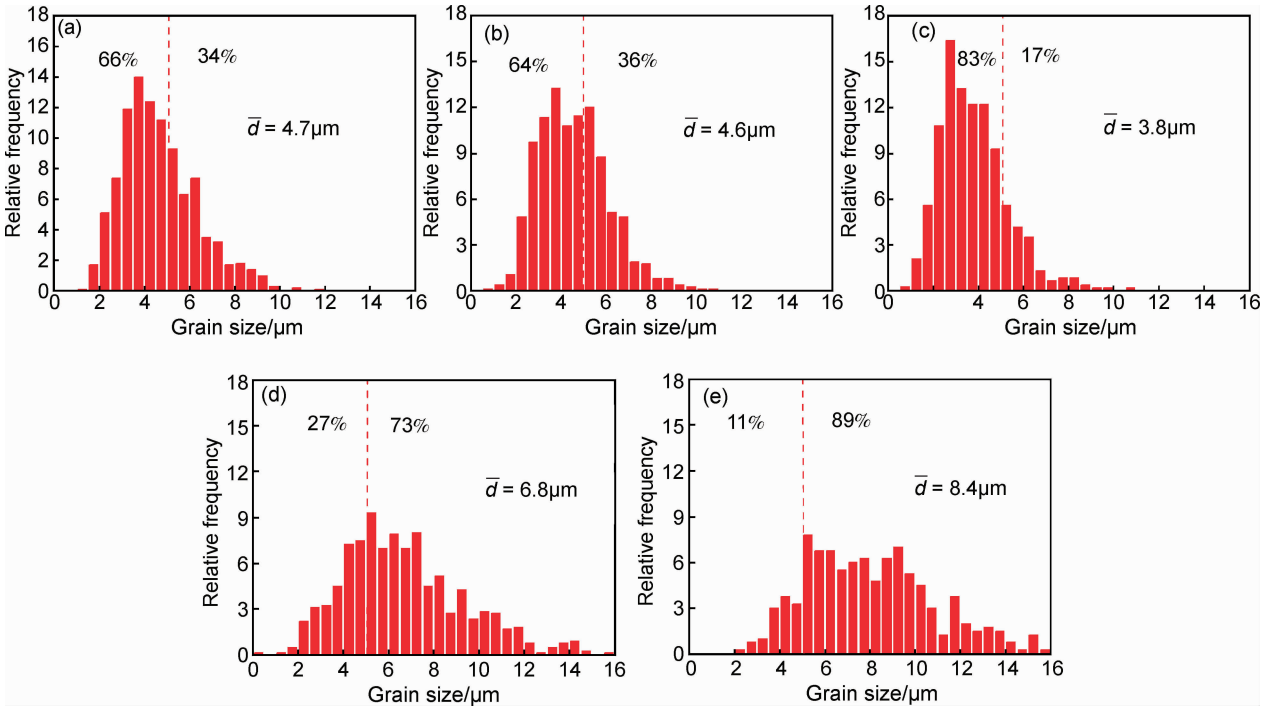


图 5 不同挤压温度合金再结晶晶粒尺寸及其分布统计 (a)260℃;(b)300℃;(c)340℃;(d)380℃;(e)420℃

Fig. 5 Grain size and its distribution at different extruded temperatures (a)260℃;(b)300℃;(c)340℃;(d)380℃;(e)420℃

的比例均在 60% 以上,因而均表现出良好的塑性。由于 260℃ 挤压合金中的显微组织更细小,分布更均匀,致使承受室温变形时,组织协调性更好,表现出更好的塑性^[16]。更高的挤压温度下新生再结晶小晶粒的晶界迁移速度更快,其迁移扩散速率随变形温度呈指数变化,高温时晶粒更易长大。由图 5(c),(d),(e) 对比可知,挤压温度从 340℃ 提高到 420℃ 时,变形态合金的平均晶粒尺寸变大,晶粒大小的分布更均匀。高的挤压温度致使合金晶粒较粗大,按照 Hall-Petch 公式,其强度将会下降,这与图 3 的实验结果中 340℃ 以上挤压,强度随温度变化的规律吻合。值得注意的是,340℃ 以上挤压的合金,随挤压温度升高,在晶粒变得更大的同时,其塑性指标室温伸长率却不断增大,从 14% 提高到 26%,这表明还有其他机制对塑性的提升起着主导作用。

3.2 挤压温度对组织的影响

Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 合金在 260℃,340℃ 和 420℃ 的挤压温度下的 {0002} 和 {10 $\bar{1}0$ } 极图如图 6 所示。在 {0002} 极图上,260℃ 挤压的合金组织强度主要分布在 1.9 左右,340℃ 挤压的合金中存在两种强度分别为 4.7 和 1.9 的组织,420℃ 挤压的合金中组织种类最多,强度较低的为 1.1 和 1.8,较高的为 3.2 以上。不同组织的 <0001>[11 $\bar{2}0$] 滑移系的 Schmid 因子存在差异,分别产生强化或软化^[17]。不同温度挤压的合金中

的组织种类不同,各种组织对应的基面 Schmid 因子及其强度水平如表 2 所示。

表 2 不同温度挤压合金的基面 Schmid 因子和强度水平
Table 2 The Schmid factor and level
at different temperatures

Extruded temperature /℃	Schmid factor(<i>m</i>)	Level
260	0.17	1.9
	0.32	4.5
340	0.08	4.7
	0.17	1.8
420	0.17	1.2
	0.32	1.8
	0.38	3.2

3.3 晶粒取向对塑性影响

根据单晶变形的 Schmid 定律:

$$\tau_c = \sigma_s \cos \lambda \cos \varphi = \sigma_s m \tag{1}$$

式中 τ_c 为临界剪切应力,属于晶体的本征参数,只有当应力达到材料的临界值 τ_c 时,滑移过程才开始,发生塑性变形; λ 为滑移方向与外力轴线的夹角; φ 为滑移面和滑移方向与外力间的取向关系。上式中,当 λ 或者 φ 为 90° 时, Schmid 因子为零,在外力作用下不能产生滑移。当 λ 和 φ 均接近 45° 时, m 值获得极小值,此时剪切变形发生所需的外力最小,塑性变形最容易发生,这种取向称为软取向。随着塑性变形的进行,晶体发生转动,软取向逐渐向不利于变形的硬取向转化,促使变形继续进行所需的外力越大,能够继续产生塑性变形的潜力变小。在多晶体中,软取向的晶粒比例越多,即软取向的组织强度越大,越有利于合金的塑性变形,合金能够承受更大的变形而保持基体的连续性。

图 6 中 260,340℃ 和 420℃ 挤压合金的 {0002} 极图中,靠近外围的深绿色圆环的极密度相近,分别为 1.9,1.8 和 1.2。该类组织的基面 Schmid 因子为 0.17。在 260℃ 和 420℃ 挤压合金中,还存在基面 Schmid 因子为 0.32 的组织组分,极密度分别为 4.5 和 1.8,该类取向因子的取向更有利于塑性变形,因而 260℃ 和 420℃ 挤压的合金,其室温塑性变形的延伸率高于 340℃ 挤压的合金。对于 340℃ 挤压的合金而言,对其塑性变形不利的因素还在于,如图 6(b) 所示, {0002} 极图中存在 m 值为 0.08 的组织,其取向接近基面组织,在外加拉伸力平行于基面时, <0001>[11 $\bar{2}0$] 滑移系难以启动,致使合金屈服强度升高,塑性降低^[18]。如图 3 所示,340℃ 挤压的合金强度最高,塑性最低。

420℃ 挤压合金具有最高的室温延长伸率,但其屈

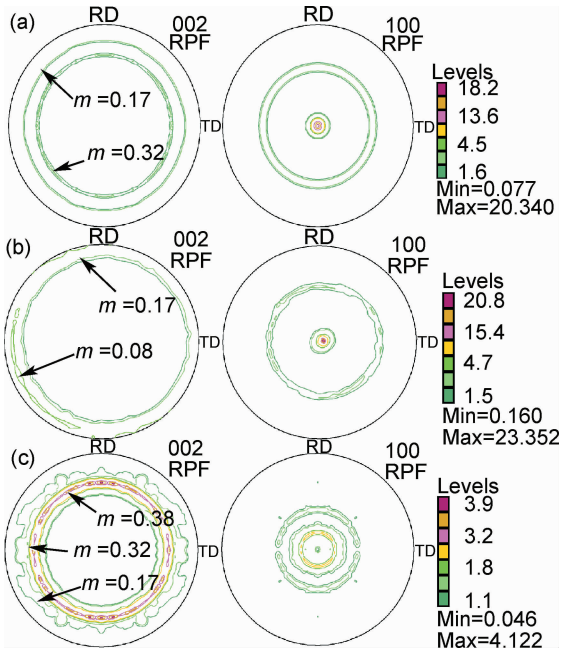


图 6 不同挤压温度合金 {0002}, {10 $\bar{1}0$ } 极图
(a) 260℃; (b) 340℃; (c) 420℃

Fig. 6 Pole figures of extruded alloy {0002}, {10 $\bar{1}0$ } texture
(a) 260℃; (b) 340℃; (c) 420℃

服强度最低,还益于合金中存在 Schmid 因子值高达 0.38 的组织组分,且其极密度高达 3.2。从表 2 对比分析 420℃ 和 260℃ 挤压合金的基面 Schmid 因子和强度水平,可知 420℃ 挤压的合金屈服强度更低,而塑性更好。

4 结论

(1)Mg-2Zn-Mn-0.5Nd 合金在 260℃ 和 300℃ 挤压,得到不完全的再结晶组织,再结晶晶粒均极细小均匀,未再结晶组织随温度降低更细小均匀;在 340℃ 以上挤压获得完全再结晶组织,温度越低变形细化效果越明显,但温度较高时晶粒的尺寸分布更均匀。

(2)挤压温度从 340℃ 提高到 420℃ 时,室温伸长率从 14% 提高到 26%,强度明显下降。挤压温度从 340℃ 降低到 260℃ 时,伸长率可提升到 19%,强度减弱不明显。

(3)通过改变挤压温度,控制挤压合金的组织细化和织构强度,满足不同的强度和塑性组合。在 260℃ 和 420℃ 挤压分别获得 19% 和 26% 的伸长率,但 260℃ 挤压合金的综合性能更好,屈服强度和抗拉强度分别为 255,298MPa。

参考文献

- [1] FATERMI-VARZANEH S M, ZAREI-HANZAK A, BELADI H. Dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2007, V456:52—57.
- [2] CHEN Q, SHU D Y, ZHAO Z D, et al. Microstructure development and tensile mechanical properties of Mg-Zn-RE-Zr magnesium alloy [J]. Materials & Design, 2012, 40:488—496.
- [3] 张丁非,耿青梅,杨绪盛,等. 新型复合挤压工艺中温度对 AZ61 组织和性能的影响[J]. 材料工程, 2014, (7): 1—4.
ZHANG Ding-fei, GENG Qing-mei, YANG Xu-sheng, et al. Effects of temperature in the new compound extrusion on microstructures and properties of AZ61[J]. Journal of Materials Engineering, 2014, (7): 1—4.
- [4] 汪清,王敬丰,黄崧,等. 加工工艺对 AZ61 镁合金拉压不对称性的影响[J]. 材料工程, 2013, (11): 57—61,88.
WANG Qing, WANG Jing-feng, HUANG Song, et al. Effect of machining techniques on tension-compression yield asymmetry of AZ61 magnesium alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2013, (11): 57—61,88.
- [5] 吕滨江,彭建,童小山,等. 挤压温度对 Mg-2.0Zn-0.3Zr-0.9Y 新型镁合金组织和性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2013, 42(4): 841—844.
LV Bin-jiang, PENG Jian, TONG Xiao-shan, et al. Effect of extruding temperature on microstructure and mechanical properties of Mg-2.0Zn-0.3Zr-0.9Y alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2013, 42(4):841—844.
- [6] 梁书锦,王欣,刘祖岩,等. AZ31 镁合金不同温度挤压后组织性能研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(7):1276—1279.

- LIANG Shu-jin, WANG Xin, LIU Zu-yan, et al. Mechanical properties of AZ31 Mg alloy extruded at different die temperature [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2009, 38(7):1276—1279.
- [7] ZHANG B P, GENG L, HUANG L J. Enhanced mechanical properties in fine-grained Mg-1.0Zn-0.5Ca alloys prepared by extrusion at different temperatures [J]. Scripta Materialia, 2010, 63:1024—1027.
- [8] BOHLEN J, LETZIG D, JAUBER K U. Influence of process parameters on the mechanical properties of rolled magnesium ZM21-sheets [J]. Metals and Materials Society, 2007, (5):95—100.
- [9] MEHTEDI M E, BALLONI L, SPIGARELLI S, et al. Hot work ability and constitutive equations of ZM21magnesium alloy [J]. Key Engineering Materials, 2008, 367:79—86.
- [10] SWIOSTEK J, LETZIG D, KAINER K U. Hydrostatic extrusion at 100℃ and its effect on the grain size and mechanical properties of magnesium alloy [J]. Metal Science and Heat Treatment, 2006, 48(11—12):499—503.
- [11] LATWELL D, BARNETT M R. Extrusion limits of magnesium alloys [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2007, 38(12):3032—3041.
- [12] BARNETT M R, ATWELL D L, BEER A G. Grain size in Mg alloys: recrystallization and mechanical consequences [J]. Materials Science Forum, 2007, V558—559:433—440.
- [13] WANG Y X, FU J W, YANG Y S. Effect of Nd addition on microstructures and mechanical properties of AZ80 magnesium alloys [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(6):1322—1328.
- [14] ZHAO Y Z, PAN F S, PENG J, et al. Effect of neodymium on the as-extruded ZK20 magnesium alloy [J]. Journal of Rare Earths, 2010, 28(4):631—635.
- [15] WANG B, GUAN S K, WANG J, et al. Effects of Nd on microstructures and properties of extruded Mg-2Zn-0.46Y-xNd alloys for stent application [J]. Materials Science and Engineering B, 2011, 176(20): 1673—1678.
- [16] 钟皓,张慧,翁文凭. 热挤压工艺对 AZ31 镁合金组织与性能的影响[J]. 金属热处理, 2006,31(8):79—82.
ZHONG Hao, ZHANG Hui, WENG WEN-ping, et al. Effect of hot extrusion on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy [J]. Heat Treatment of Metals, 2006, 31 (8):79—82.
- [17] 陈振华,夏伟军,程永奇,等. 镁合金织构与各向异性[J]. 中国有色金属学报, 2005,15(1):1—10.
CHEN Zhen-hua, XIA Wei-jun, CHENG Yong-qi, et al. Texture and anisotropy in magnesium alloys [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2005,15(1):1—10.
- [18] 陈振华. 变形镁合金[M]. 北京:化学工业出版社,2005.
CHEN Zhen-hua. Wrought Magnesium Alloy [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005.

基金项目:国家科技支撑计划(2011BAE22B03-3);国家国际科技合作计划(2011DFA50900)

收稿日期:2013-07-15;修订日期:2014-03-20

作者简介:彭建(1969—),男,教授,博士,主要从事轻合金新材料和新工艺研究,联系地址:重庆市沙坪坝区沙正街 174 号重庆大学材料学院(400044),E-mail:jpeng@cqu.edu.cn