

ZMT614-xY(x=0, 0.1, 0.5, 1.0)镁合金加工硬化行为研究

胡光山^{1,2}, 张丁非^{1,2}, 赵丁藏^{1,2}, 蒋璐瑶^{1,2}, 余大亮^{1,2}, 潘复生^{1,2}

(1. 重庆大学, 重庆 400045)

(2. 国家镁合金材料工程技术中心, 重庆 400044)

摘要:利用光学金相显微镜(OM)、X 射线衍射(XRD)、扫描电镜(SEM)以及能谱(EDS)对不同 Y 含量的 ZMT614-xY (x=0, 0.1, 0.5, 1.0) 合金挤压态和时效态的微观组织和加工硬化行为进行了研究。结果表明: ZMT614-xY (x=0, 0.1, 0.5, 1.0)合金挤压态和时效态的晶粒尺寸随着 Y 含量的增加而减小。当 Y 质量分数达到 1%时, 出现新的不规则块状 MgSnY 相。通过 ZMT614-xY (x=0, 0.1, 0.5, 1.0)合金挤压态和时效态的真应力-应变曲线得到加工硬化率(θ)和加工硬化指数(n)。由于晶粒细化, 合金挤压态和时效态的加工硬化率 θ 随着 Y 含量的增加而减小。在合金的塑性变形过程中, 发生位错的动态回复, 合金挤压态和时效态的加工硬化率 θ 随着变形量的增加而减小。

关键词: ZMT614 合金; Y; 力学性能; 加工硬化

中图分类号: TG146.2*2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)08-2015-05

由于汽车以及航空航天领域对轻量化的需求日益增强, 镁合金作为最轻的金属结构材料, 具有巨大的应用潜力^[1-3]。然而, 与铝合金相比, 镁合金强度以及塑性变形能力较差, 限制了应用范围。ZMT614 (Mg-6Zn-1Mn-4Sn)作为一种新型高强度变形镁合金, 可时效处理, 经过双级时效处理后最高强度超过 400 MPa^[4,5]。但是其塑性较差, 双级时效处理后的伸长率低于 4%。大量研究表明, 添加适量的稀土元素, 如 Y、Nd、Ce, 可以改善变形镁合金的综合力学性能^[6-8]。Y 作为常用的稀土元素之一, 纯 Y 价格高昂, 容易氧化, 随着工艺技术的改进, 镁钇中间合金的价格已经大幅降低且容易保存。Y 能细化镁合金组织, 降低凝固潜热, 改善综合力学性能, 因此研究 Y 对 ZMT614 变形合金组织和综合力学性能的影响具有重要意义^[9-11]。

镁合金的层错能低, 加工硬化程度大, 所以形变强化是提高镁合金材料强度的有效途径^[12,13]。变形镁合金对称性低, 变形过程中激活的滑移系数量少, 产生各个向异性强, 导致加工硬化行为复杂^[14,15]。因此, 许多学者对镁合金变形过程中的加工硬化行为进行了研究。目前研究的重点是晶粒尺寸、织构、孪晶体、合金化元素等对镁合金形变强化的影响^[16]。

稀土元素对变形镁合金的加工硬化行为产生显著影响, 但是相关的研究甚少。因此, 本实验以 ZMT614

合金为基, 研究添加不同量的稀土 Y 元素对 ZMT614 合金加工硬化行为的影响。

1 实验

实验材料为工业纯镁, 工业纯锌, 工业纯锡, 40.1%的镁锰中间合金和 30.1%的镁钇中间合金, 通过真空感应熔炼炉进行冶炼, 浇铸成 4 种不同 Y 含量的铸锭, 其化学成分如下表 1。

将铸锭除去表面的氧化层, 加工为 $\Phi 80 \text{ mm} \times (150 \sim 200) \text{ mm}$ 的铸锭。对铸锭进行均匀化处理, 均匀化工艺为 420 °C/12 h。均匀化后的铸锭进行挤压, 挤压温度为 360 °C, 挤压比为 25。挤压后的棒材进行 440 °C, 2 h 的固溶处理, 然后进行双级时效处理。时效工艺为 90 °C/24 h+180 °C/8 h。

对挤压态和时效态的 4 种不同成分镁合金试样进行微观组织观察, 物相分析以及室温力学性能测试。

表 1 试验合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of experimental alloys ($\omega/\%$)

Alloy	Mg	Zn	Mn	Sn	Y
ZMT614	88.82	6.01	0.88	4.20	—
ZMT614-0.1Y	88.57	6.09	0.99	4.22	0.13
ZMT614-0.5Y	88.07	6.14	0.91	4.38	0.50
ZMT614-1.0Y	88.07	6.10	0.98	3.91	0.94

收稿日期: 2014-08-11

基金项目: 国家“973”项目(2013CB632200); 国家“十二五”科技支撑计划项目(2011BAE22B01-3); 科技部国际合作项目(2010DFR50010)

作者简介: 胡光山, 男, 1986 年生, 博士, 重庆大学材料科学与工程学院, 重庆 400045, 电话: 023-65112492, E-mail: beixue10@163.com

光学金相组织观察 (OM) 采用 LEXT 2000 激光显微镜; 电子显微形貌观察 (SEM) 和 X 射线能量色散谱仪 (EDS) 测试采用的是 ESCAN VEGA II 型扫描电子显微镜; 物相分析 (XRD) 采用的是 D/MAX-2500PC 型 X 射线衍射仪; 室温拉伸在 CMT-5105 微机控制电子万能机上进行, 拉伸速度为 2 mm/min。

2 结果与分析

2.1 微观组织

图 1 为 ZMT614-xY 合金挤压态金相组织, 观察面平行于挤压方向。从图可见, 挤压态合金发生了动态再结晶, 添加 Y 元素后, 晶粒得到细化, 平均晶粒尺寸小于 10 μm, 挤压态合金中金属间化合物的数量显著增加, 出现平行于挤压方向的挤压流线。随着 Y 含量增加, 挤压流线数量、宽度和长度都增加。当 Y 含量达到 1.0% (质量分数), 形成大型块状不规则化合物, 尺寸可达 15 μm。EDS 和 XRD 分析表明这些块状化合物为 MgSnY 相。

图 2 为 ZMT614-xY 合金时效态金相组织, 观察面为横截面。由图可知, 固溶时效处理后, 晶粒明显长大, 形成等轴晶粒, 析出相增多, 弥散的分布在基体上。挤压态中大型块状不规则状 MgSnY 相被新的细小弥散的块状和长条状 MgSnY 相取代。添加 Y 元素后, 时效态的晶粒得到细化。运用截线法测得 ZMT614, ZMT614-0.1Y, ZMT614-0.5Y 和 ZMT614-1.0Y 合金晶粒尺寸分别为 72.9、46.5、44.7、40.9 μm, 晶粒尺寸与 Y 的添加量成反比。综上可知, 添加 Y 元素后, 合金

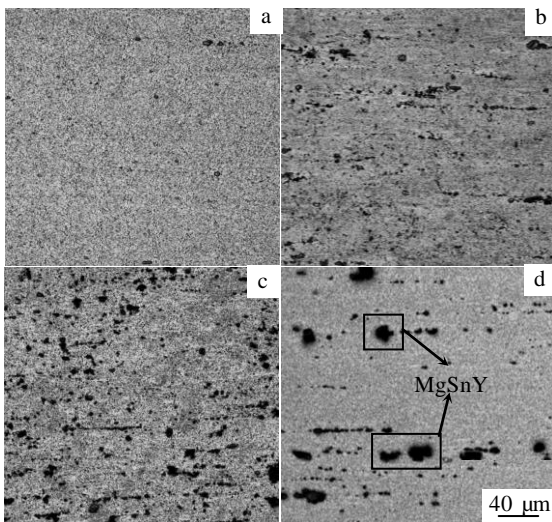


图 1 挤压态合金金相组织 (纵截面)

Fig.1 Microstructures of as-extruded samples (vertical section): (a) ZMT614, (b) ZMT614-0.1Y, (c) ZMT614-0.5Y, and (d) ZMT614-1.0Y

挤压态和时效态晶粒得到细化。

图 3 为 ZMT614-xY 合金时效态 XRD 图谱。由图 3 中 a 谱线可知, ZMT614 合金时效态相组成主要为 α-Mg、Mn、MgZn₂ 和 Mg₂Sn。添加 Y 后, 出现了新的 MgSnY 三元相。随着 Y 含量增加, MgSnY 相衍射峰的强度增加。因此, ZMT614-xY(x=0.1, 1.5, 1.0) 合金时效态的相组成为 α-Mg、Mn、MgZn₂、Mg₂Sn 和 MgSnY 相。

2.2 合金的加工硬化

图 4a 和 4b 分别为合金挤压态和时效态的真应力-应变曲线。从 4 图可见, 随着 Y 添加量的增加, 合金挤压态和时效态的抗拉强度 (σ_b) 和屈服强度 (σ_{0.2}) 也增加, ZMT614-0.5Y 具有最优的综合力学性能。当 Y 质量分数超过 0.5%, 达到 1.0% 时, 合金的 σ_b 和 σ_{0.2} 降

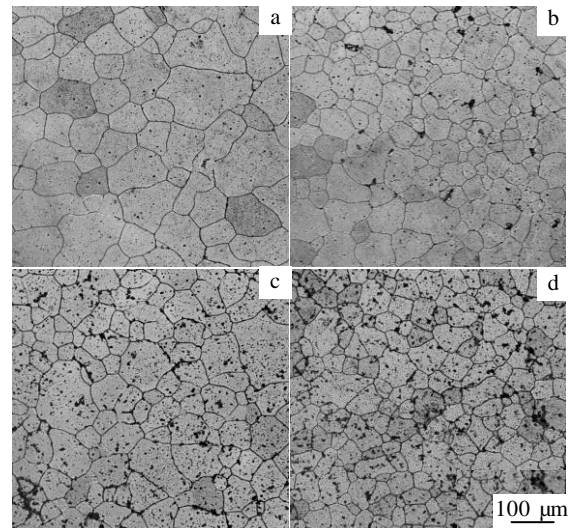


图 2 时效态合金金相组织 (横截面)

Fig.2 Microstructures of as-aged samples (cross section): (a) ZMT614, (b) ZMT614-0.1Y, (c) ZMT614-0.5Y, and (d) ZMT614-1.0Y

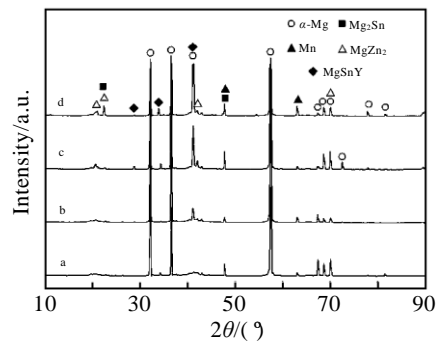


图 3 时效态合金 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of as-aged samples: (a) ZMT614, (b) ZMT614-0.1Y, (c) ZMT614-0.5Y, and (d) ZMT614-1.0Y

低, 甚至低于 ZMT614 合金。这可能是由于大型块状 MgSnY 化合物的存在, 损伤了合金的力学性能。

金属材料变形过程中, 当外力超过屈服强度之后, 产生加工硬化, 随着变形量的增加, 材料的强度和硬度增加。金属材料的加工硬化行为可用加工硬化率(θ)来表示^[17]:

$$\theta = d\sigma/d\varepsilon \quad (1)$$

式中, σ 为材料的真应力, ε 为材料的真应变。图 5a 和 5b 分别为合金挤压态和时效态塑性变形阶段的加工硬化曲线图。由图可知, 随着 Y 含量的增加, 合金挤压态和时效态的加工硬化率下降, 且都小于 ZMT614 合金。Del Valle^[18]等研究了 AZ31 加工硬化行为, 研究表明, 晶粒细化, 晶粒内位错堆积的速率降低, 合金的加工硬化率降低。从图 1 和图 2 中可知, Y 元素细化合金挤压态和时效态晶粒, 时效态晶粒尺寸大于挤压态, 因此, ZMT614-xY(x=0.1, 1.5, 1.0)合金挤压态和时效态加工硬化率 θ 随着 Y 含量的增加而减小, 且时效态加工硬化率 θ 值大于挤压态。

在金属材料的均匀塑性变形阶段, 加工硬化指数 n 是表征材料加工硬化行为的性能指标, 可用如下经验公式计算^[19]。

$$n = 0.035 + a + \sqrt{a^2 - 0.5 \ln(\sigma_{0.2}/\sigma_b)} \quad (2)$$

$$a = 5 + 2 \ln \varepsilon_s / 8 \quad (3)$$

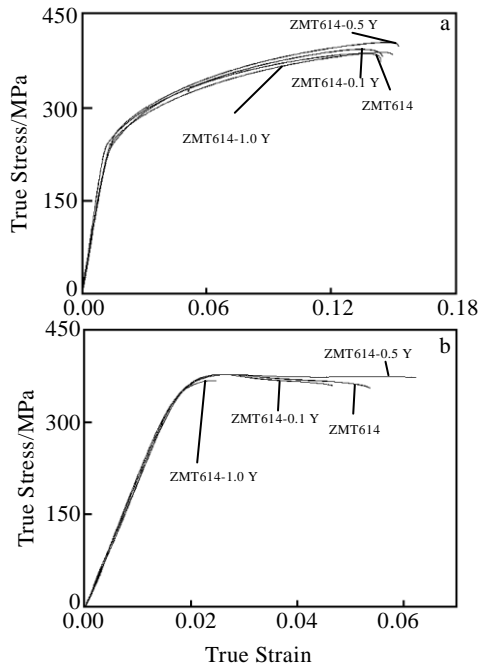


图 4 挤压态和时效态合金真应力-应变曲线

Fig.4 True stress-strain curves of as-extruded (a) and as-aged (b) samples

$$\varepsilon_s = \frac{\sigma_{0.2}}{E} + 0.002 \quad (4)$$

式中, σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 分别为材料的抗拉强度和屈服强度, E 为材料的弹性模量, $E_{Mg}=45 \text{ GPa}$ ^[18]。合金化, 热处理对材料的弹性模量影响很小, 因此, 用纯镁的 E 值代替实验合金的 E 值。ZMT614-xY 合金挤压态 (n_e) 和时效态的 (n_a) 值如表 2 所示。由表可知, 随着 Y 元素添加量的增加, 挤压态和时效态合金的 n_e 和 n_a 值不断降低, 与合金的加工硬化曲线相符。

2.3 讨论与分析

影响金属材料加工硬化行为的因素主要是晶粒尺寸和位错密度^[17]。在研究金属材料的加工硬化行为过程中, Taylor 加工硬化模型得到了广泛的应用^[20], 其为:

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_{HP} + \sigma_d \quad (5)$$

$$\sigma_{HP} = kd^{-1/2} \quad (6)$$

$$\sigma_d = M\alpha Gbp^{1/2} \quad (7)$$

其中, σ 为合金的总流变应力; σ_0 为纯镁的流变应力; σ_{HP} 为 Hall-Petch 流变应力, 即晶粒尺寸对合金流变应

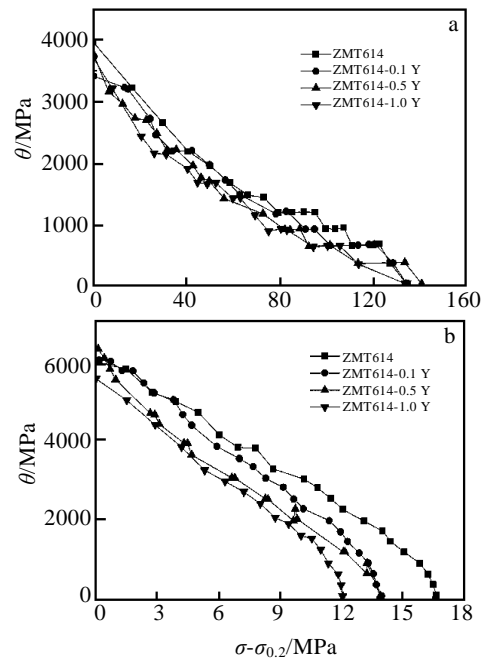


图 5 挤压态和时效态合金加工硬化曲线

Fig.5 Work-hardening curves of as-extruded (a) and as-aged (b) samples

表 2 挤压态和时效态合金的加工硬化指数值

Table 2 Hardening index values of as-extruded and as-aged samples

	ZMT614	ZMT614-0.1Y	ZMT614-0.5Y	ZMT614-1.0Y
n_e	0.151	0.147	0.146	0.145
n_a	0.044	0.041	0.040	0.039

力的贡献值; k 为 Hall-Petch 常数; d 为平均晶粒尺寸; σ_d 为位错密度对合金流变应力的贡献值; M 为 Taylor 因子; G 为剪切模量; a 为常数; b 为伯格矢量, ρ 为位错密度。将屈服应力 $\sigma_{0.2}$ 代入方程(5):

$$\sigma = \sigma_{0.2} + \sigma_d \quad (8)$$

因此, 位错密度与合金总流变应力的关系为:

$$\rho^{1/2} \propto \sigma_d = (\sigma - \sigma_{0.2}) \quad (9)$$

从上式可以看出, 使材料发生塑性变形的外加应力大小与材料基体的位错密度成正比。因此, 一切影响位错密度的因素都对合金的加工硬化行为产生影响。

从图 4 和 5 可知, 随着塑性变形的进行, 合金挤压态和时效态的加工硬化率 θ 不断降低。这是由于在合金塑性变形阶段, 变形量积累到一定程度, 合金内部位错密度的变化会发生两个相反的过程: 位错密度的增殖过程和由于异号的运动位错相互抵消后位错密度降低的过程(位错的动态回复过程)。在塑性变形过程中, 由于在弹性变形阶段产生大量的位错胞状组织, 这些胞状组织内的位错在运动中会受到胞壁的阻碍, 导致这些活动的位错在胞壁附近聚集, 从而使基体内总位错密度增加, 流变应力升高, 有利于加工硬化的进行; 与此同时, 异号螺旋位错在运动过程中相遇并发生交滑移后相互抵消, 发生动态回复, 从而减弱一部分加工硬化作用, 使加工硬化率下降。塑性变形阶段, 加工硬化率 θ 变化趋势可用经典 Kocks 模型预测^[21]。

$$\theta = \frac{G(1 - \frac{\sigma}{\sigma_s})}{200} \quad (10)$$

其中, σ_s 为合金塑性变形过程中的稳态流变应力。从式(10)可知, 在塑性变形过程中, 变形量增加, 总流变应力 σ 增加, 加工硬化率 θ 减小, 这与图 5 相符。因此, 挤压态和时效态的 ZMT614-xY($x=0, 0.1, 0.5, 1.0$)合金工硬化率 θ 与合金的塑性变形量成反比。

3 结 论

1) 挤压态和时效态 ZMT614-xY($x=0.1, 0.5, 1.0$)合金的晶粒尺寸随着 Y 含量的增加而降低。当 Y 质量分数达到 1.0%时, 出现大型不规则块状 MgSnY 三元相。挤压态和时效态 ZMT614-0.5Y 合金具有最优的综合力学性能。

2) 由于晶粒细化, 晶粒内位错堆积的速率降低, 合金的加工硬化率降低, 因此, 挤压态和时效态的 ZMT614-xY($x=0, 0.1, 0.5, 1.0$)合金工硬化率 θ 随着 Y 含量的增加而降低。合金时效态的加工硬化率 θ 值大于挤压态的。

3) 由于在合金的塑性变形阶段, 发生位错的动态

回复过程, 因此, 挤压态和时效态的 ZMT614-xY($x=0, 0.1, 0.5, 1.0$)合金工硬化率 θ 随着塑性变形量增加而降低。

参考文献 References

- [1] Mendis C L, Oh-Ishi K, Hono K *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2007, 57(6): 485
- [2] Chen X H, Pan F S, Mao J J *et al.* *Materials & Design*[J], 2011, 32(3): 1526
- [3] Alam M E, Han S, Nguyen Q B *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509(34): 8522
- [4] Zhang Dingfei(张丁非), Qi Fugang(齐福刚), Xu Xingxing(徐杏杏) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(5): 931
- [5] Qi Fugang(齐福刚). *Effect of Sn and Ce on Microstructure and Properties of Mg-Zn-Mn High Strength Wrought Alloy*(Sn 和 Ce 对 Mg-Zn-Mn 高强变形镁合金组织和性能的影响)[D]. Chongqing: Chongqing University, 2012
- [6] Zhu Qiong(朱 琼), Fang Canfeng(房灿峰), Li Naipu(李乃朴) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(4): 775
- [7] Zhang J S, Yan J, Liang W *et al.* *Materials Letters*[J], 2008, 62(30): 4489
- [8] Qi Fugang(齐福刚), Zhang Dingfei(张丁非), Lan Wei(兰 伟) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(1): 114
- [9] Peng Jian(彭 建), Lü Binjiang(吕滨江), Hu Yaobo(胡耀波) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 19(4): 672
- [10] Li Gao(李 高), Wen Jiuba(文九巴), He Junguang(贺俊光) *et al.* *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2012, 3: 50
- [11] Chen Guiling(陈贵林), Zhu Shijie(朱世杰), Zhang Mei(张梅) *et al.* *Foundry Technology*(铸造技术)[J], 2005, 10: 118
- [12] Wang Bing(王 斌), Yi Dangqing(易丹青), Luo Wenhai(罗文海) *et al.* *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2009, 2: 1
- [13] Liu T T, Pan F S, Zhang X *et al.* *Materials & Design*[J], 2013, 43: 572
- [14] Kim Y K, Sohn S W, Kim D H *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2013, 549(2): 46
- [15] Rashkova B, Prantl W, Görg R P *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 494: 158
- [16] Mendis C L, Bettles C J, Gibson M A *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 435: 163
- [17] Luo J, Mei Z, Tian W *et al.* *Materials Science and*

- Engineering A*[J], 2006, 441: 282
- [18] Del Valle J A, Carreño F, Ruano O A. *Acta Materialia*[J]. 2006, 54(16): 4247
- [19] Gao Yangchang(高扬昌). *Modern Machinery*(现代机械)[J], 1996, 1: 11
- [20] Liu W J. *Elsevier Science Limited*[J], 1996, 44(6): 2337
- [21] Yan Liming(闫立明). *Study on the Work-hardening of Magnesium Alloy*(镁合金加工硬化的研究)[D]. Wuhan: Wuhan University of Science and Technology, 2012

Work-Hardening Behavior of ZMT614-xY($x=0, 0.1, 0.5, 1.0$) Magnesium Alloy

Hu Guangshan^{1,2}, Zhang Dingfei^{1,2}, Zhao Dingzang^{1,2}, Jiang Luyao^{1,2}, Yu Daliang^{1,2}, Pan Fusheng^{1,2}

(1. Chongqing University, Chongqing 400045, China)

(2. National Engineering Research Center for Magnesium Alloys, Chongqing 400044, China)

Abstract: The microstructures and work-hardening behaviors of as-extruded and as-aged ZMT614-xY ($x=0, 0.1, 0.5, 1.0$) alloys were investigated by optical microscopy (OM), X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), energy dispersive spectrometer (EDS) and tensile test. The average grain size of as-extruded and as-aged ZMT614-xY ($x=0, 0.1, 0.5, 1.0$) alloys is decreased with more Y additive. A new irregular blocky MgSnY phase is formed when the content of Y reaches 1wt%. The work-hardening rate (θ) and work-hardening exponent (n) were obtained from the true stress-strain curves of as-extruded and as-aged samples. Due to the refined grains, the work-hardening rate θ of as-extruded and as-aged ZMT614-xY ($x=0, 0.1, 0.5, 1.0$) alloys are decreased with the content of Y increasing. Dynamic recovery of dislocations occurs during the plastic deformation, and the work-hardening rate θ of as-extruded and as-aged samples decreases as the deformation increases.

Key words: ZMT614 alloy; Y; mechanical properties; work-hardening

Corresponding author: Zhang Dingfei, Ph. D., Professor, College of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400045, P. R. China, Tel: 0086-23-65112491, E-mail: zhangdingfei@cqu.edu.cn