

热旋锻 AZ61 镁合金的显微组织与力学性能

荣 莉¹, 聂祚仁¹, 梁霄鹏²

(1. 北京工业大学, 北京 100124)

(2. 中南大学, 湖南 长沙 410083)

摘 要: 通过多道次热旋锻, 成功制备了 AZ61 镁合金棒线材, 经细晶强化及纳米级颗粒强化显著提高了 AZ61 镁合金强度, 并讨论了动态沉淀析出机理。结果表明: 旋锻 AZ61 镁合金平均晶粒直径约为 8 μm , YS 为 302 MPa, UTS 达 376 MPa, 具有中等延伸率 (7%)。纳米级沉淀相在旋锻变形过程中动态析出, 这些沉淀相包括: 晶内析出直径 50~140 nm 的球形 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相 (体积分约 6.5%)、平均直径 10 nm 的球形 Al_6Mn 相。大量细小纳米级第二相动态析出的机理为: 旋锻是塑性变形-静态时效-塑性变形-静态时效交替进行的高频 (锻打频率通常在 1500~6000 次/min) 脉冲式热力加工过程。塑性变形产生的位错、空位等缺陷, 为第二相析出提供了大量优先形核位置。并且每一脉冲周期中静态时效的时间很短 (约为 0.05 s 数量级), 所以析出的第二相不会长得过大。

关键词: 镁合金; 热变形; 旋锻; 析出强化; 力学性能

中图分类号: TG146.22; TG315.7

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)10-3479-05

旋锻是一种用于减小金属棒材和管材截面积的成形过程, 它基本上属于多头螺旋式拉伸, 兼有脉冲锻打和多向锻打的特性。锻打频率由旋锻机的参数决定 (通常在 1500~6000 次/min), 是一种高频率锻打过程, 生产效率高, 并且有利于低塑性材料的变形, 被广泛应用于多种材料^[1-3], 如难熔金属 (钨、钼、铌等), Al, Cu, Fe, Ti 等金属及金属基复合物成形工艺。众多学者研究了各种大塑性变形方式, 例如等径转角挤压, 多向锻造, 挤压、异步轧制等, 对镁合金显微组织和力学性能的影响^[4-10]。虽然旋锻是一种可应用于工业大规模生产的工艺, 但目前仅有少数几项关于镁合金旋锻的报道^[13-15], 研究很不充分。Chen 等^[13]研究了 200 $^{\circ}\text{C}$ 单道次旋锻+退火对 AZ71 镁合金晶粒尺寸及力学性能的影响, 发现旋锻能够显著细化晶粒, 但由于其变形量小 (32%), 变形温度较低, 旋锻后为未再结晶的变形组织, 而随后的退火温度较高, 所达力学性能有限, 最高抗拉强度仅为 253 MPa。Alexei 等^[14]研究了 ECAP+室温旋锻对 ZX40 镁合金性能的影响, 发现这种大塑性变形工艺可以显著细化晶粒, 提高强度, 但室温旋锻变形量有限并且只适用于合金元素含量较低的合金。Minárik 等^[15]研究了挤压+旋锻对 AE42 镁合金的显微组织及腐蚀性能的影响, 发现旋锻后仅限

于 1 mm 的外圆周环部分出现了晶粒细化效果, 其余内部晶粒尺寸与旋锻前的挤压态晶粒尺寸相比没有变化, 并且由于旋锻过程没能改变第二相的分布, 即没有使其均匀分布, 导致了腐蚀性能的降低。其原因可能是旋锻温度较低 (250 $^{\circ}\text{C}$), 并且旋锻径向压下量过小, 没有达到动态再结晶的临界条件^[2,3]。镁合金多道次高温 (300 $^{\circ}\text{C}$ 以上) 热旋锻有利于通过动态再结晶细化晶粒, 但相关的研究还未见报道。

作者通过 FEM 模拟及实验成功制备了纯镁棒线材^[2,3], 并研究了旋锻工艺参数 (圆锥进料角、径向压下量、旋锻温度等) 对旋锻产品组织性能的影响。本工作在前期研究的基础上, 对铸造+均匀化退火后的 AZ61 镁合金直接应用多道次热旋锻工艺, 通过合理选择旋锻温度及径向压缩量等旋锻工艺条件, 不仅细化了晶粒, 而且使第二相重新分布, 以纳米级球形颗粒物的形态在旋锻过程中动态析出, 显著提高了合金强度。此外, 本研究提出的多道次热旋锻工艺, 不需要挤压、ECAP 等塑性加工方式作为前期工序, 也不需要随后的退火处理, 是一种短流程的加工方法, 有助于简化工艺流程, 节省生产成本。

1 实 验

收稿日期: 2019-10-08

基金项目: 国家自然科学基金创新研究群体项目 (51621003); 中南大学有色金属材料科学与工程教育部重点实验室开放课题 (2019KFKT-02)

作者简介: 荣 莉, 女, 1974 年生, 博士, 讲师, 北京工业大学材料科学与工程学院, 北京 100124, 电话: 010-67392498, E-mail: rongli@bjut.edu.cn

所用材料为商业 AZ61 镁合金，其化学成分见表 1。旋锻坯料从铸锭上截取。合金铸锭先经 420 °C，16 h 均匀化退火处理，然后机加工成 $\Phi 15 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ 的圆棒材，作为旋锻坯料。旋锻在 B203 旋锻机上进行，坯料先在 350 °C 保温 10 min，然后经多道次旋锻成 $\Phi 2.3 \text{ mm}$ 的丝材。旋锻道次压缩率 15%~36%，道次间加热时间 1 min，旋锻后空冷。图 1 为旋锻坯料及旋锻所得 AZ61 镁合金棒材丝。

用金相及扫描电镜观察旋锻镁合金的纵截面的显微组织。样品经 600#~1000# 金相水砂纸打磨，0.5 μm 氧化铝抛光膏机械抛光，电解抛光，侵蚀。电解抛光液为磷酸乙醇溶液(125 mL 磷酸+375 mL 乙醇)，侵蚀液为 4% 硝酸乙醇溶液。采用 OLYMPUS PMG3 金相显微镜进行金相显微组织观察，采用 Sirion 200 扫描电镜及 JEM1000 透射电镜观察旋锻镁合金第二相。从平行及垂直于旋锻棒材轴向的 2 种平面分别截取直径 3 mm 的薄片进行 TEM 组织观察，TEM 样品经金相砂纸打磨到 0.15 mm 厚，然后电解双喷，电解液为 1% 的高氯酸乙醇混合液。

拉伸力学性能测试在 CSS-44100 电子万能材料试验机上进行。试样直接从旋锻并表面磨光的 AZ61 镁合金上截取，按 GB6397-86《金属拉伸试验试样》规定加工成原始标距为 100 mm 的定标距试样。试验过程按 GB228-87《金属拉伸试验方法》的规定进行，拉伸速率为 1 mm/min，每种样品测定 3 个试样，取 3 个测定值的平均值。

2 实验结果

2.1 显微组织

图 2a 为 AZ61 镁合金均匀化退火态的光学显微组

表 1 所用合金的化学成分

Table 1 Chemical compositions of the employed alloys ($\omega/\%$)				
Al	Zn	Mn	Si	Mg
6.1	0.96	0.10	0.037	Bal.



图 1 旋锻制备的 AZ61 镁合金棒丝材照片

Fig.1 Macroscopic photograph of rotary swaged AZ61 magnesium alloy

织。其平均晶粒直径约 100 μm 。如图 2b 所示，合金在旋锻后显微组织发生了显著变化，动态再结晶使晶粒明显细化，平均晶粒直径约为 8 μm 。此外，由图 2b 可见，旋锻后的 AZ61 镁合金晶粒尺寸分布不是很均匀，较大的再结晶晶粒尺寸能达到 15 μm ，较小的再结晶晶粒尺寸约 1 μm 。

图 2c 为均匀化退火 AZ61 镁合金的 SEM 显微照片。可见均匀化退火消除了大部分枝晶偏析，只残留极少量的第二相，能谱分析显示这些第二相是富含 Al、Mn 的化合物，结合相图可知是均匀化退火后没有回溶的相。图 2d 为旋锻后 AZ61 镁合金的 SEM 照片。可见沿晶界大量析出近似球形的第二相（直径 200~1000 nm）。EDS 分析显示这些第二相富含 Al，结合相图分析表明，这些第二相是在旋锻过程中析出的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相。在晶内也能隐约看到尺寸更小的一些球形第二相存在，鉴于 SEM 的分辨能力，这些更小尺寸的球形第二相需要通过 TEM 分析进一步证实。

图 3a 为旋锻 AZ61 镁合金晶界及晶内第二相分布图。可见在晶界上分布着较大的平均尺寸约 0.6 μm 的第二相。此外，在晶内分布着大量球形第二相（直径 50~140 nm，平均直径 110 nm，体积分约 6.5%），晶内第二相尺寸明显小于晶界处第二相的尺寸。图 3a 中的插图为一个直径约 110 nm 的晶内第二相的典型电子衍射花样，结合相图、EDS 分析结果（表 2），表明这些晶内大量析出的平均尺寸约 110 nm 的第二相为 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相。此外，析出相的 EDS 分析表明，上述晶内及晶界析出的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相中 Zn 元素的含量远超基体的 Zn 含量，表明在析出的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相中有 Zn 元素偏聚。文献[9]对 AZ61 异步轧制的研究也表明，在异步轧制的 AZ61 镁合金中析出了平均直径 140 nm 的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相，其析出相中也含有 Zn，并且其中 Zn 的含量与本实验中旋锻 AZ61 析出的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相当。

在更高的放大倍数下，可以观察到如图 3b 所示的平均直径 10 nm 的析出相。图 3c 为这些平均直径 10 nm 的析出相的典型 HRTEM 显微像。图中所标注的晶面间距为 0.65 nm，接近于 Al_6Mn 的晶格参数(正交晶系， $a=0.755 \text{ 51 nm}$ ， $b=0.649 \text{ 94 nm}$ ， $c=0.887 \text{ 24 nm}$)，而与 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相的晶格参数差别很大 ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相典型的晶格参数是 1.054 38 nm (空间群 I_{43m}) [16])。结合相图及 EDS 分析结果（表 2），表明此类纳米析出相为 Al_6Mn 相。

2.2 力学性能

旋锻 AZ61 镁合金的 YS 为 302 MPa，UTS 达 376 MPa，延伸率 7%。图 4 为有代表性的，不同变形工艺制备的 AZ61 镁合金屈服强度与晶粒尺寸的关系图。

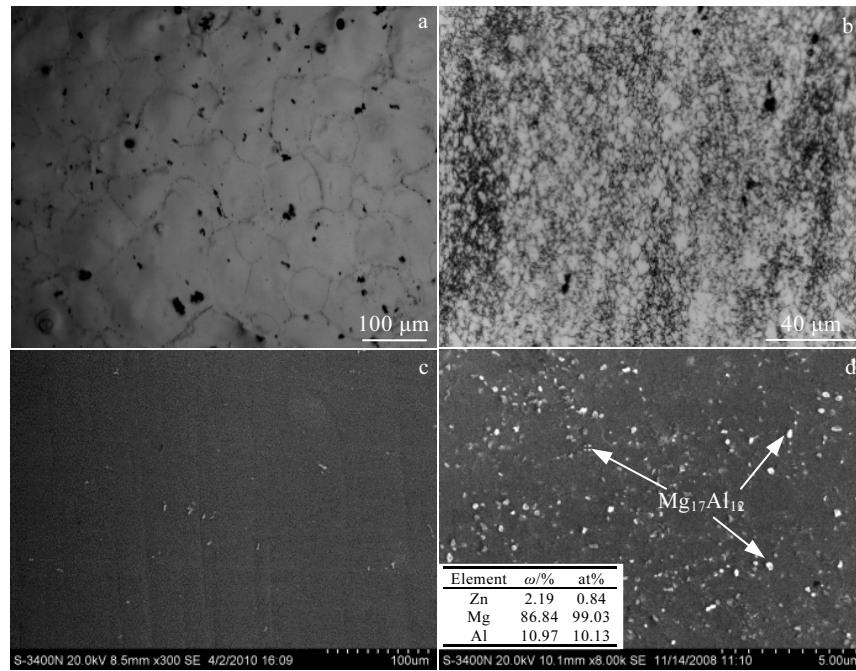


图 2 AZ61 镁合金旋锻前后的金相显微组织和 SEM 显微组织及 EDS 分析结果

Fig.2 Typical optical (a, b) and SEM (c, d) micrographs and EDS results of homogenized AZ61 alloy before rotary swaging (a, c) and after rotary swaging (b, d)

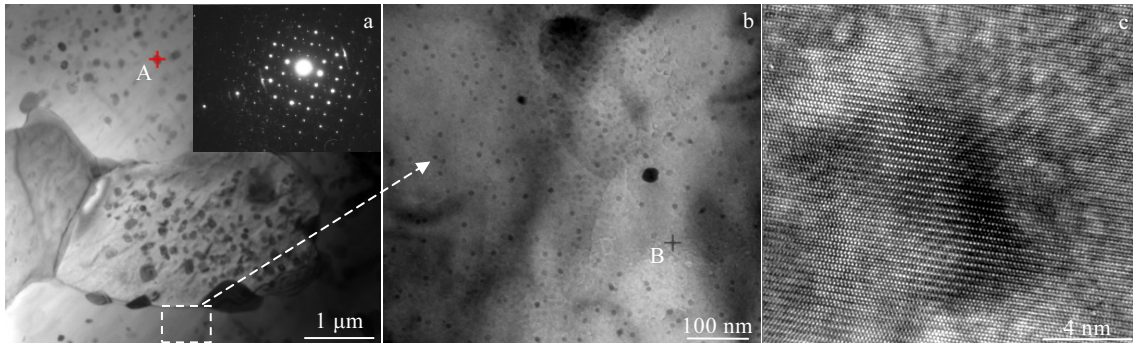


图 3 旋锻 AZ61 镁合金的 TEM 和 HRTEM 显微照片

Fig.3 TEM (a, b) and HRTEM (c) micrographs of rotary swaged AZ61 alloy

表 2 图 3 中第二相点 (A、B) 的 EDS 结果

Table 2 EDS results of second phases (marked point A and B) in Fig.3 (at%)

Point	Mg	Al	Mn	Zn
A	72.83	24.23	0.08	2.86
B	85.62	11.53	2.06	0.79

可见在晶粒尺寸相同的情况下,旋锻工艺加工的 AZ61 合金的屈服强度比其它工艺制备的高 60 MPa 以上。所以旋锻 AZ61 镁合金中,除晶粒细化外,还有其它强化机制。结合本研究的实验结果可知,旋锻变形过

程中动态析出的大量第二相,包括球形 $Mg_{17}Al_{12}$ 相、纳米级的 Al_6Mn 相,是旋锻态 AZ61 镁合金的重要强化因素。这些弥散分布的第二相在旋锻过程中动态析出,有力提高了旋锻 AZ61 合金的强度。所以,旋锻通过析出强化及细晶强化两种机制的共同作用使 AZ61 镁合金强度显著提高。

3 讨论

对 Mg-Al-Zn 系变形镁合金变形工艺 (ECAP、大应变热轧、往复挤压、叠轧、高压扭转、反复折皱-

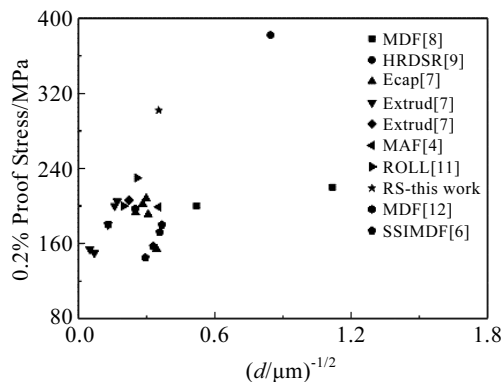


图 4 不同工艺制备的 Mg-Al 系镁合金屈服强度与晶粒尺寸的关系 (图中括号中的数字表示参考文献号)

Fig.4 0.2% proof stress against $d^{-1/2}$ for the AZ61 alloy prepared by various process (the number in the brackets denotes the reference number; MDF: multi-directional forging; HRDSR: high-ratio differential speed rolling; Ecap: equal channel angular pressing; MAF: multi-axial forging; SSIMDF: small strain impact forging)

压直、异步轧制等)的研究也表明,产品中也会出现球形 $Mg_{17}Al_{12}$ 强化相,提高合金的强度^[6,7,9]。ECAP 加工的 AZ61 镁合金中^[7]会在晶界形成球形的 $Mg_{17}Al_{12}$ 相 (尺寸 500~100 nm)。Kim 等^[9]的研究表明,通过异步轧制在 AZ61 镁合金中形成了直径 100~200 nm, 平均直径 140 nm, 体积分数 6.5%的 $Mg_{17}Al_{12}$ 相。而旋锻工艺制备的 AZ61 镁合金中动态析出的球形 $Mg_{17}Al_{12}$ 相,平均直径更细小,为 110 nm。此外旋锻 AZ61 合金中还析出大量纳米级的球形 Al_6Mn ,这是其它大变形工艺没有报道的。

在旋锻过程中析出大量的细小弥散的多种强化相,包括球形 $Mg_{17}Al_{12}$ 相、球形 Al_6Mn 相,与旋锻本身的热力加工历史(高频脉冲加载)有关。荣等^[2,3]通过 FEM 模拟及实验,研究了旋锻过程的热力加工历史。结果表明,应变随时间的变化过程为:变形区各点的应变随脉冲锻打而呈阶梯状增加,每个阶梯对应一次脉冲加载,阶梯的高度 h (见图 5)对应单次脉冲加载所产生的应变,工件每一点的变形都是通过多次小变形实现的。阶梯的水平段对应模具张开,棒料送进阶段,此时被旋锻的工件中应变增量为零,实际是没有应变的保温过程,即静态时效过程。所以,旋锻过程是塑性变形-静态时效-塑性变形-静态时效交替进行的脉冲式热力加工过程。塑性变形产生的位错、空位等缺陷,为第二相析出提供了大量优先形核位置。脉冲周期会随旋锻工艺参数的变化而改变,但每一脉

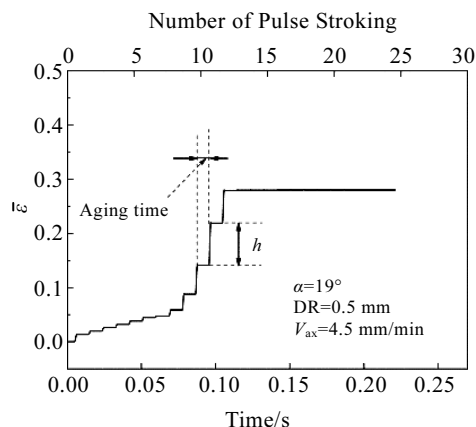


图 5 AZ61 镁合金旋锻过程中一个典型节点 $\bar{\epsilon}$ 的变化历史图
Fig.5 History plot of $\bar{\epsilon}$ of a typical node during rotary swaging processing of AZ61 alloy by FEM^[2,3]

冲周期时间数量级约为 0.1 s,每一脉冲周期中静态时效的时间很短(约为 0.05 s 数量级),所以析出的第二相细小且不会长得过大。因而,通过旋锻工艺制备的 AZ61 合金中会析出细小的纳米级球形 $Mg_{17}Al_{12}$ 相和 Al_6Mn 相。

4 结 论

1) 旋锻 AZ61 镁合金 YS 为 302 MPa,UTS 达 376 MPa,具有 7%的中等延伸率。

2) 旋锻 AZ61 镁合金平均晶粒直径约为 8 μm 。AZ61 镁合金旋锻变形过程中动态析出大量第二相:晶内析出大量平均直径 110 nm 的球形 $Mg_{17}Al_{12}$ 相(体积分数约 6.5%)、平均直径 10 nm 的球形 Al_6Mn 相。沿晶界也析出大量球形 $Mg_{17}Al_{12}$ 相,但晶内第二相尺寸明显小于晶界处第二相的尺寸。旋锻通过动态析出强化及细晶强化两种机制的共同作用使 AZ61 镁合金强度显著提高。

3) 旋锻过程中动态析出大量细小强化相的机理为:旋锻是塑性变形-静态时效-塑性变形-静态时效交替进行的脉冲式热力加工过程。动态应变产生的位错、空位等缺陷,为第二相析出提供了大量优先形核位置,每一脉冲周期中静态时效的时间很短(约为 0.05 s 数量级),因而析出的第二相细小且不会长得过大。

参考文献 References

[1] Kocich R, Kunčická Lenka, Macháčková Adéla *et al. Materials and Design*[J], 2017, 123: 137
[2] Rong Li, Nie Zuoren, Zuo Tiejong. *Materials Science & Engineering A*[J], 2007, 464(1-2): 28

- [3] Rong Li(荣 莉), Nie Zuoren(聂祚仁), Zuo Tieyong(左铁镛). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(2): 2
- [4] Chen Qiang, Shu Dayu, Hu Chuankai *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 541: 98
- [5] Uematsu Y, Tokaji K, Matsumoto M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 517: 138
- [6] Jiang M G, Yan H, Chen R S. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 621: 204
- [7] Kim W J, Hong S I, Kim Y S *et al. Acta Materialia*[J], 2003, 51: 3293
- [8] Miura H, Maruoka T, Yang X *et al. Scripta Materialia*[J], 2012, 66(1): 49
- [9] Kim W J, Parka I B, Han S H. *Scripta Materialia*[J], 2012, 66(8): 590
- [10] Xu S W, Matsumoto N, Kamado S *et al. Scripta Materialia*[J], 2009, 61: 249
- [11] Olguín-González M L, Hernández-Silva D, García-Bernal M *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 597: 82
- [12] Huang Xinsheng, Suzuki Kazutaka, Naobumi Saito. *Scripta Materialia*[J], 2009, 60(8): 651
- [13] Chen Jhew-nkuang, Chen Yu-cheng, Li Hsien-tsung *et al. Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2015, 25(10): 3223
- [14] Alexei Vinogradov, Evgeni Vasilev, Vladimir I Kopylov *et al. Metals*[J], 2019, 9: 186
- [15] Minárik P, Zemková M, Král R *et al. Acta Physica Polonica A*[J], 2015, 128(4): 805
- [16] Zheng O, Zhou J P, Zhao D S *et al. Scripta Materialia*[J], 2009, 60(9): 791

Microstructure and Mechanical Properties of AZ61 Alloy Processed by Rotary Swaging

Rong Li¹, Nie Zuoren¹, Liang Xiaopeng²

(1. Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

(2. Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The AZ61 magnesium alloy sticks and wires were prepared through multi-step hot rotary swaging, and the strength of AZ61 alloy was enhanced by grain refinement and dynamic precipitation during rotary swaging process. The dynamic precipitation mechanism during hot rotary swaging was also discussed. The results show that the rotary swaged AZ61 alloys exhibit a high YS of 302 MPa, a high UTS of 376 MPa and an elongation of 7%. The mean grain size in rotary swaged AZ61 alloy is 8 μm . The dynamically precipitated nanophases during rotary swaging process of AZ61 alloy include spherical $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ particles (average size of 110 nm, $\sim 6.5\text{vol}\%$) and spherical Al_6Mn particles (average size of 10 nm). The dynamic precipitation mechanism during rotary swaging process is as follows: rotary swaging is a high-frequency pulse forging process (the pulse forging frequency is between 1500 and 6000 strokes per min) during which plastic deformation intervals alternate with aging intervals. These crystal defects produced during plastic deformation such as dislocations and vacancies provide a large amount of nucleation sites for precipitation. The aging interval during each pulse period is as short as 0.05 s and hence the dynamic precipitate phases do not grow to a very large size.

Key words: magnesium alloy; hot deformation; rotary swaging; precipitation strengthening; mechanical properties

Corresponding author: Nie Zuoren, Ph. D., Professor, College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, P. R. China, Tel: 0086-10-67392498, E-mail: zrnjie@bjut.edu.cn