

热处理工艺对挤压变形 ZK60 镁合金组织与力学性能的影响

余 琪, 黎文献, 王日初

(中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083)

摘要: 采用硬度检测、拉伸实验、金相分析、TEM 分析等方法测试和分析了 ZK60 合金在铸态、挤压态、固溶态及 T5 和 T6 时效态下的硬度、强度和显微组织等。结果表明: ZK60 镁合金在塑性变形和不同热处理状态下硬度和强度等力学性能变化明显。经过挤压和 T5 热处理后, ZK60 合金的硬度和强度都大幅度提高。ZK60 合金挤压后进行 T5 处理, 其强度要比 T6 处理的强度明显要高, 这与 T5 状态下合金中析出强化相分布更加密集和细小有关, T6 热处理时, 由于第二相尺寸以及相互间距都较大, 因此强化效果反而不如 T5 状态。

关键词: ZK60 镁合金; 固溶处理; 时效; 挤压; 力学性能

中图分类号: TG 113

文献标识码: A

Effects of heat treatment on microstructures and mechanical properties of ZK60 magnesium alloy

YU Kun, LI Wen-xian, WANG Ri-chu

(School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The hardness test, tensile test and microstructure analysis were used to investigate the properties and structure variation of ZK60 alloy in as-cast, extrusion, solid solution and aging states. The results show that the hardness and strength of ZK60 alloy increase obviously after extrusion and T5 treatment. The hardness and strength of ZK60 alloy under T5 condition are higher than those under T6 condition because the second phase precipitated during the aging process is finer and more dispersive under T5 condition than that under T6 condition. The dispersed precipitated phase and dislocations under T5 condition lead to higher mechanical properties for ZK60 alloy.

Key words: ZK60 magnesium alloy; solid solution; aging; extrusion; mechanical properties

镁合金是目前工业上可应用的最轻的金属材料, 具备高比强度和高比刚度等优良的力学性能^[1]。高性能镁合金材料主要被应用在航天航空、交通运输等尖端部门, 其中力学性能优良的典型合金是 Mg-Zn-Zr 系的 ZK60 合金, 已经在美、英、俄、德等国的航天航空领域得到应用^[2-3]。目前, 针对 ZK60 合金的研究主要包括不同的变形加工方式对其性能的影响, 如锻造和挤压获得的该合金的锻件、棒材、型材力学性能的比较^[4-6]。还有一些针对 ZK60 合金复合材料及其超塑性变形的研究^[7-9], 但是, 针对热处理对该合金性能

影响的相关研究工作很少。而该合金却是典型的热处理可强化镁合金, 热处理工艺会对该合金的组织和性能有明显的影响^[10]。

本文作者的研究工作主要针对了 ZK60 合金不同的热处理条件下, 尤其是在经过塑性变形以后, 合金在淬火态(T4)、时效态(T5)、淬火+时效(T6)等典型状态下, 合金的组织和性能变化情况, 这对深入了解该合金的性能, 掌握该合金显微组织结构的演变及其与宏观性能之间的关系, 以及进一步明确合金的实际应用有一定的帮助。

1 实验

实验合金成分为 Mg-(5.5~6.0)%Zn-0.7%Zr, 采用纯镁、纯锌和 Mg-Zr 中间合金在 730~750 °C 熔化, 熔化后的合金采用铁模铸造, 浇注成 d40 mm 的圆锭。铸锭经过 400~450 °C 均匀化退火 12 h 后, 在 300 °C 进行挤压, 挤压比为 11:1。挤压后的合金棒材进行了 T4、T5、T6 3 种热处理, 并和挤压后在 300 °C 退火 10 h 的试样进行了比较, 热处理制度的确定参照 Mg-Zn 合金相图^[11], 具体见表 1。

表 1 ZK60 合金的实验热处理制度

Table 1 Heat treatment technique of experimental ZK60 alloy

Condition	Solution temperature/ °C	Solution time / h	Aging temperature/ °C	Aging time/ h
T4	435	10	—	—
T5	—	—	150	36
T6	435	10	200	24

实验合金拉伸强度在 CSS-41000 电子试验机上进行拉伸实验, 拉伸速率 0.05 mm/s, 取 3 个试样的拉伸平均值。合金试样各种状态下的硬度采用 SHIMADZU HMV-2 维氏硬度测量仪测量, 硬度测量载荷为 19.6 N, 每个试样硬度测量值为 5 个, 然后取平均值。显微组织采用 Polyvar-MET 金相显微镜、Tecnai G² 20 透射电镜观察。

2 结果和分析

2.1 ZK60 合金不同状态下力学性能

ZK60 合金在铸造、挤压和各种热处理状态下硬度值如图 1 所示。由图 1 可见, 在铸造(As-cast)和均匀化(Homogenization)退火状态下, 合金的硬度比较低。经过挤压(Extrusion)变形后, 合金硬度明显提高。而经过挤压后退火, 无论是在 300 °C 下退火 10 h(Extrusion+Annealing), 还是在固溶处理的较高温度下(T4), 合金的硬度都会明显降低。而经过 T5 和 T6 处理后, 合金的硬度会重新升高, 这说明 ZK60 合金的力学性能受热处理的影响很明显。另外, 挤压变形也是影响到合金力学性能的重要参数, 经过挤压后合金的硬度值几乎提高了一倍。ZK60 合金经过挤压后

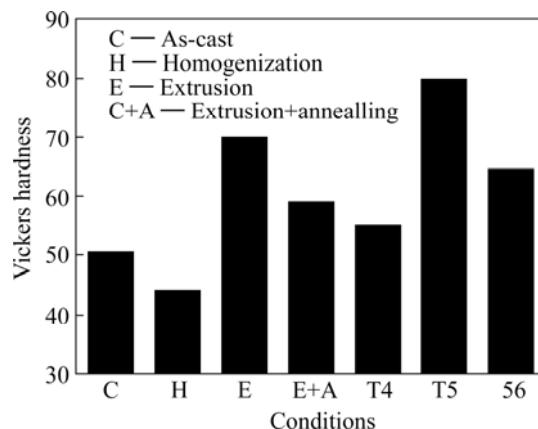


图 1 不同状态下 ZK60 合金的维氏硬度变化情况

Fig.1 Vickers hardness of ZK60 alloy at different conditions

的材料在不同热处理状态下进行了拉伸实验, 其拉伸力学性能见表 2。

表 2 挤压后不同状态下 ZK60 合金拉伸力学性能

Table 2 Tensile properties of extruded ZK60 alloy under different conditions

Condition	$\sigma_{0.2}$ /MPa	σ_b /MPa	δ /%
Extrusion	205.0	285.9	5.6
T4	202.1	244.1	14.1
T5	251.4	295.6	8.7
T6	243.4	270.2	13.3

在不同的热处理状态下, 合金力学性能有一定的变化, 挤压后合金的强度较高而伸长率较低。在固溶处理时(T4), 合金在高温下停留了 10 h, 此时合金中除了合金元素锌向镁基体中固溶, 产生一定的固溶强化作用外, 同时也相当于合金在高温下退火, 这样会造成合金的强度有明显的降低。但由于镁属于密排六方晶体结构, 合金元素在镁基体中的扩散速率较小, 要获得充分固溶的合金固溶体, 必须使合金在高温下保温较长的时间, 这样才能使第二相充分溶解到基体中形成固溶体, 在后续时效过程中析出更多的沉淀相来增强合金^[10]。经过固溶处理后的合金再进行时效后(T6), 其强度与固溶状态比较会有所提高, 伸长率基本保持一致。而在几种热处理状态中, 挤压后直接时效的 T5 态合金强度最高, 伸长率适当。这是因为在固溶处理的长时间高温停留时, 使挤压过程中产生的有利于第二相析出的亚结构消失, 因此 T6 状态需要进一步提高时效温度(200 °C), 才能促进第二相弥散沉淀析出。而 T5 状态直接时效, 不但挤压效应可以保

持，而且挤压过程中产生的位错、亚晶界等还可以促进第二相弥散析出，从而提高合金的强度。对T5、T6处理后合金性能比较可知，两种处理状态下合金强度T5态高，但塑性T6态好。因此，在塑性可接受的范围内，采取T5处理，可以在提高合金性能的同时减少热处理时间，尤其避免了在高温固溶处理时镁合金过烧、表面氧化等严重缺陷的产生。

2.2 不同状态下ZK60合金显微组织的变化

ZK60合金在铸态、均匀化退火和挤压状态下的显微组织如图2所示。铸态下合金的晶界和枝晶网胞间存在大量的黑色第二相化合物，主要是 $\beta(\text{MgZn})$ 相

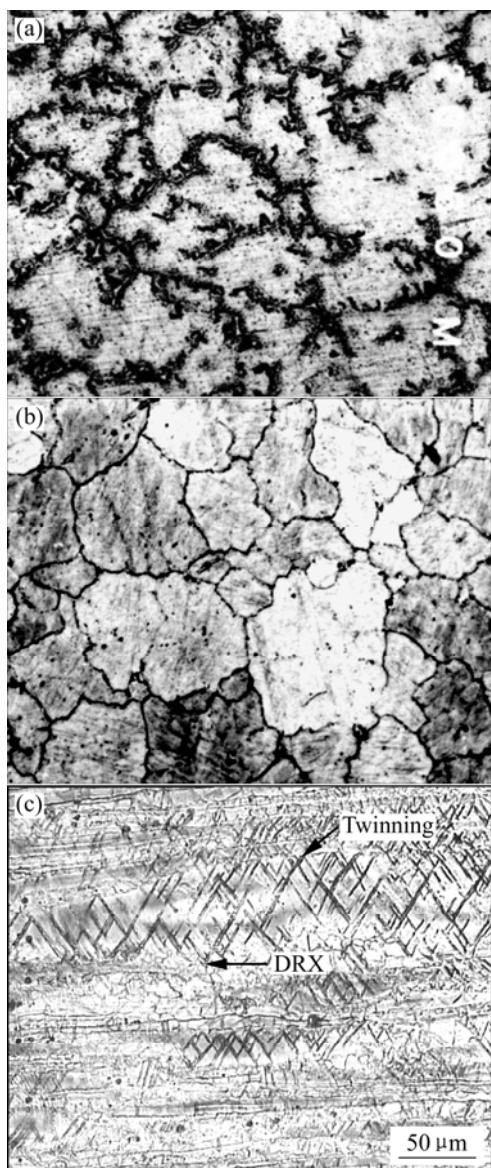


图2 挤压变形前后的ZK60合金显微组织形貌

Fig.2 Microstructures of ZK60 alloy before and after extrusion: (a) As-cast state; (b) Homogenization state; (c) Extrusion state

(图2(a))^[11]。经过高温长时间均匀化退火后， $\beta(\text{MgZn})$ 相会重新发生转变而固溶进入基体中。因此均匀化退火后，合金基体晶粒非常清晰，凝固时在晶界处富集的第二相重新溶入基体中并可能以细小的黑色点状化物析出，这种显微组织是适合进行后续挤压变形的，避免了粗大的第二相在晶界处阻碍塑性变形的过程(图2(b))。

挤压变形后，合金中的晶粒沿变形方向被拉长，呈现出明显的变形组织形貌特征，显微组织中有严重的变形带和孪生形貌(图2(c))。此外，由于挤压变形是在较高的温度下进行的，在高温下镁合金变形时，由于镁的层错能低，容易在热变形过程中产生动态再结晶(DRX)，发生动态再结晶的晶粒夹杂在变形比较严重的晶粒间，一般比较细小(图2(c))。经过挤压变形后的组织由于动态再结晶，晶粒获得了细化，同时由于挤压效应的存在，合金的力学性能明显提高，尤其在挤压态下合金的硬度和强度的提高是非常明显的。

ZK60合金在挤压状态下的TEM显微组织照片(图3(a))也表明，经过挤压后，ZK60合金内部存在位错和孪晶，这是合金经过挤压后强度和硬度获得提高的原因。挤压后的ZK60合金经过T5处理后，仍然保留有部分变形组织，但是由于在时效过程中有大量第二相会析出，因此合金中黑色第二相明显增多(图3(b))。比较细小的一类第二相是析出的 $\beta(\text{MgZn})$ 相，这些细小的析出相对合金强度的提高是有益的，但由于T5时效时间比较长，因此该相有长大的趋势，出现了一些粗大相。和T4、T6状态下的合金显微组织比较，经过固溶处理后(T4)，合金内部几乎见不到位错等变形组织，但是有明显的经过高温处理后的完全再结晶晶粒(图3(c))。而经过继续时效后(T6)，合金中析出了第二相，这些第二相在此时效制度下的尺寸明显大于T5状态的第二相尺寸，因此其强度会有一定程度的下降(图3(d))。

ZK60合金时效脱溶过程包括了GP区和过渡相 β' (MgZn)，该相在脱溶早期为杆状形貌，随时效时间的延长杆的尖端会继续增长， β' 相比较稳定，数百小时以上的长时间时效才能向平衡相转变^[12-13]。 β' 相相对ZK60合金的强化机制主要为Orowan机制^[14]，但是 β' 相之间的间距比较大，强化效应不明显。因此，只要可以提高 β' 相析出的密度，则有利于提高合金的强度性能^[15]。在T5热处理状态下，由于合金中保留了变形时的位错和亚结构等变形组织，这可以使 β' 相析出更加均匀、细小和密集，从而有利于 β' 相以更密集的形式析出。而在T6热处理时，时效前的高温固溶处理使合金中的亚结构完全消失，导致 β' 相的析出比较

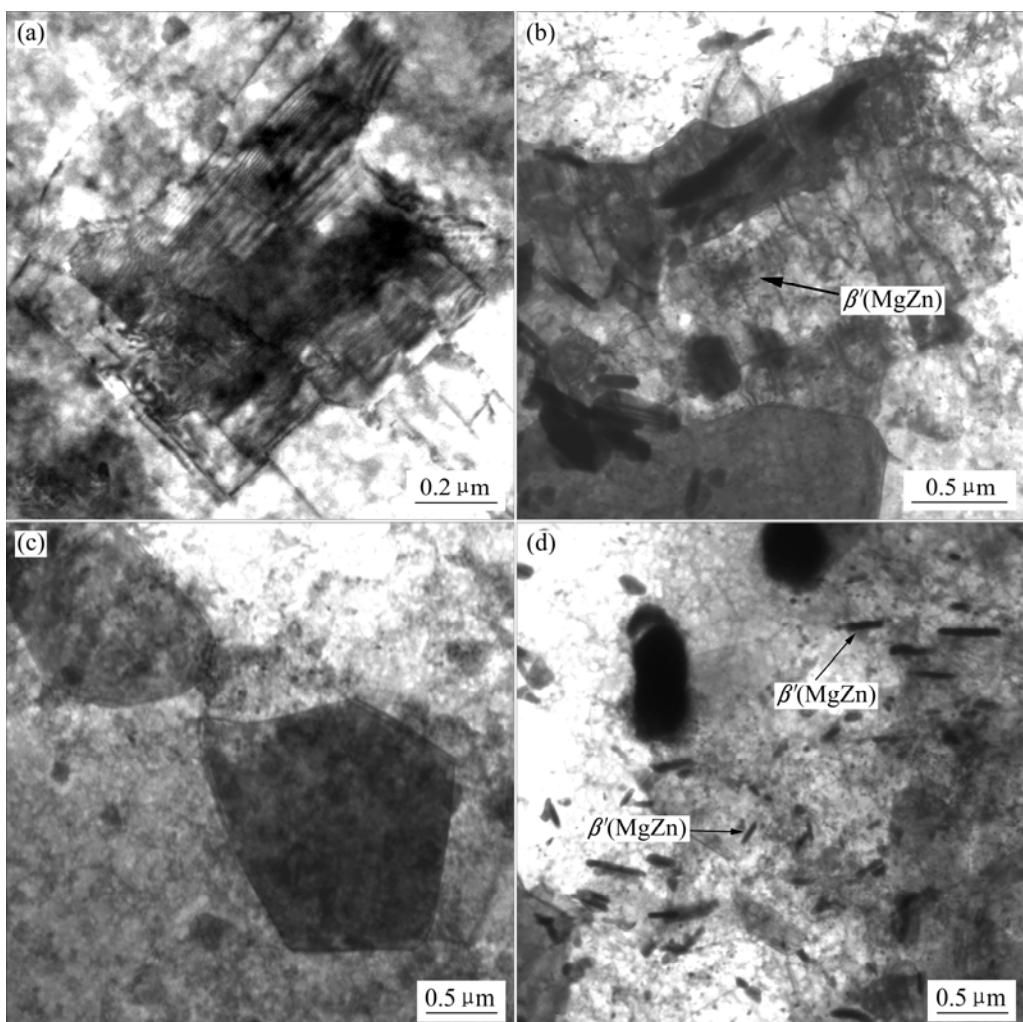


图3 不同状态下 ZK60 合金显微组织 TEM 像

Fig.3 TEM images of ZK60 alloy at different states: (a) Extrusion state; (b) T5 state; (c) T4 state; (d) T6 state

稀疏以及析出相尺寸较大, 这使得在 T6 状态下合金的力学性能反而不如在 T5 状态下的。如果要提高合金在 T6 状态下的强度, 必须采取一定措施使 β' 相析出更加密集, 从而增加对位错运动的阻碍。这些措施可以是在固溶处理和时效之间增加一定冷变形, 或者提高淬火温度, 从而细化合金的晶粒, 达到使析出相更弥散的目的。实际生产中, 采用 T5 处理更加简化了热处理工艺, 同时达到较合适的强度和塑性等力学性能的配合, 是一种有效的热处理制度。

3 结论

1) ZK60 镁合金在不同塑性变形和热处理状态下硬度和强度等力学性能变化明显。经过挤压和 T5 热处理后, ZK60 合金的硬度和强度都大幅度提高。

2) ZK60 合金挤压后进行 T5 处理, 其强度要比 T6 处理强度明显要高, 这与在 T5 状态下合金中析出强化相分布更加密集和细小有关, T6 热处理时, 由于第二相自身尺寸以及相互间距都较大, 因此强化效果反而不如 T5 状态。

REFERENCES

- [1] ASM International. Magnesium and Magnesium Alloy [M]. Ohio: Metal Park, 1999: 1–130.
- [2] Polmear I J. Magnesium alloys and applications [J]. Mater Sci Technol, 1994, 10: 1–16.
- [3] 吉泽升. 日本镁合金研究进展及新技术[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(12): 1977–1984.
- JI Ze-sheng. Research process and new technology of magnesium alloy in Japan [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(2): 1977–1984.

- [4] 黎文献. 镁及镁合金[M]. 长沙: 中南大学出版社, 2005: 338–380.
LI Wen-xian. Magnesium and Magnesium Alloy [M]. Changsha: Central South University Press, 2005: 338–380.
- [5] 张士宏, 王忠堂, 许沂. 镁合金的塑性加工技术[J]. 金属成形工艺, 2002, 20(5): 1–4.
ZHANG Shi-hong, WANG Zhong-tang, XU Yi. Plastic forming technology of magnesium alloy products[J]. Metal Forming Technology, 2002, 20(5): 1–4.
- [6] MA Chun-jiang, LIU Man-ping, WU Guo-hua. Tensile properties of extruded ZK60-RE alloys[J]. Mater Sci Eng A, 2003, A349(1/2): 207–212.
- [7] Galiyev A, Kaibyshev R. Superplasticity in a magnesium alloy subjected to isothermal rolling[J]. Scripta Materialia, 2004, 51(2): 89–93.
- [8] Bussiba A, Ben Artzy A, Shtechman A. Grain refinement of AZ31 and ZK60 Mg alloys—towards superplasticity studies[J]. Mater Sci Eng A, 2001, A302(1): 56–62.
- [9] Hiroyuki W, Toshiji M, Kenji H. Superplasticity in a ZK60 magnesium alloy at low temperatures[J]. Scripta Mater, 1999, 40(4): 477–484.
- [10] Galiyev A, Kaibyshev R, Gottstein G. Correlation of plastic deformation and dynamic recrystallization in magnesium alloy ZK60[J]. Acta Materialia, 2001, 49(7): 1199–1207.
- [11] Cahn R W. Microstructures and Properties of Nonferrous Alloys[M]. Beijing: Science Press, 1999.
- [12] Das S K, Chang C F. Magnesium Alloys and Their Applications[M]. Manchester: FRG.DGM Internation Sgesellschaft, 1992: 487.
- [13] Polmear I J. Light Alloys: Metallurgy of Light Metals[M]. 2nd ed. London: Edward Arnold, 1989: 210.
- [14] Kainer K U. Magnesium Alloy and Technology[M]. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co KgaA, 2003: 1.
- [15] 许道奎, 彭林, 刘路. 热处理条件对锻造ZK60-Y镁合金力学性能的影响[J]. 材料研究学报, 2005, 19(6): 573–580.
XU Dao-kui, PENG Lin, LIU Lu. Influence of heat treatments on the mechanical properties of forged ZK60-Y magnesium alloy[J]. Chinese Journal of Materials Research, 2005, 19(6): 573–580.

(编辑 何学锋)