



Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金的 室温轧制组织与力学性能

刘思琦^{1,2}, 马 晗^{1,2}, 黄正华², 张忠明¹, 徐春杰¹, 李 潇^{1,2}, 陈 峰²

(1. 西安理工大学 材料科学与工程学院, 西安 710048;

2. 广东省科学院 新材料研究所 广东省金属强韧化技术与应用重点实验室,
粤港轻合金先进制造技术联合研发中心, 广州 510650)

摘 要: Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al(质量分数, %)合金铸态试样经均匀化和热挤压后获得挤压板材, 分别对均匀化板材和挤压板材进行室温轧制和时效处理; 采用OM、SEM、TEM和EBSD分析其微观组织结构, 同时测试其硬度和拉伸力学性能, 旨在研究上述合金在不同加工工艺下的组织与力学性能演变。结果表明: 经室温轧制的均匀化板材组织由等轴晶转变为伴有孪晶的变形晶粒, 再结晶处理后转变为静态再结晶晶粒; 18R-LPSO结构发生收缩、聚集。峰时效处理后, 部分晶粒内部析出大量层错和 β' 相, 规定塑性延伸强度($R_{p0.2}$)与抗拉强度较时效前分别提高24%和23%; 室温轧制后, 挤压板材的再结晶晶粒尺寸稍微增大, 18R-LPSO结构出现不规则的弯曲与分层现象; 时效后, 板材的规定塑性延伸强度、抗拉强度和伸长率分别达到383 MPa、420 MPa和5.5%。

关键词: 稀土镁合金; 长周期堆垛有序(LPSO)结构; 轧制; 微观组织; 力学性能

文章编号: 1004-0609(2022)-06-1605-12

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

引文格式: 刘思琦, 马 晗, 黄正华, 等. Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金的室温轧制组织与力学性能[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(6): 1605–1616. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40164

LIU Si-qi, MA Han, HUANG Zheng-hua, et al. Microstructures and mechanical properties of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy rolled at room temperature[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(6): 1605–1616. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40164

镁合金具有较高的比强度和比刚度、良好的机械加工性能及环境相容性等优点, 在交通、航空航天、3C产品等领域有着广泛的应用前景^[1-3]。但目前镁合金因其强度低、塑性差而无法得到大规模应用。而在镁合金中添加RE元素, 能有效改善组织并提高力学性能^[4-5]。1994年, LUO等^[6]在Mg-Zn-

Zr-RE合金中首次发现了长周期堆垛有序(LPSO)结构。在随后的研究中, LPSO结构在Mg-TM(过渡金属)-RE合金体系中被广泛观察到, 已被发现的LPSO结构类型包括6H、10H、12R、14H、15R、18R、24R等^[7-17], 其中14H型和18R型是Mg-Y-Zn合金中最常见的LPSO结构, 在其他合金体系中也

基金项目: 广东省科学院发展专项资金项目(2019GDASYL-0203002); 广东省重点领域研发计划资助项目(2020B010186002); 东莞市核心技术攻关重点项目(2019622134013); 西安市高校重大科技创新平台及科技成果就地转化项目(20GXSF0003); 陕西省高等学校学科创新引智基地资助项目(S2021-ZC-GXYZ-0011)

收稿日期: 2021-04-21; **修订日期:** 2021-09-29

通信作者: 黄正华, 教授级高级工程师, 博士; 电话: 020-61086182; E-mail: huangzhenghua@gdinm.com

张忠明, 教授, 博士; 电话: 13228096138; E-mail: zmzhang@xaut.edu.cn

观察到了它们的存在^[7]。

Mg-RE系合金通常表现出很强的时效硬化效应,对Mg-RE-Zn合金进行时效处理,纳米尺寸的沉淀强化与LPSO结构强化相结合,可有效改善合金的力学性能。挤压态Mg-Gd-Y-Zn-Zr合金在时效过程中按过饱和固溶体(SSSS)→ β'' (D0₁₉, Mg₃RE)→ β' (bco, Mg₁₅RE₃)的顺序沉淀析出,其中, β' 是主要的沉淀析出相,弥散分布的 β' 能有效阻碍位错运动,从而使合金的抗拉强度提升了15%~17%^[18-19]。挤压态Mg-Y-Zn合金时效处理后,在动态再结晶晶粒中发现了堆垛层错(SFs),在细小的DRX晶粒、LPSO结构和SFs的共同作用下,时效后的Mg-Y-Zn合金在室温及高温下的强度较时效前均提高约20 MPa^[20]。

然而,塑性差始终是制约镁合金发展和应用的重要因素。LI等^[21]在Mg-8Gd-4Y-1Zn中添加了0.2%Al(质量分数)元素后,18R-LPSO结构含量明显增加,且经固溶处理后没有转变为14H-LPSO结构;微量Al元素的添加使镁合金的强度和塑性同时得到提高,规定塑性延伸强度($R_{p0.2}$)和伸长率分别由268 MPa和6.0%提升至281 MPa和11.1%。本研究团队早期研究也发现,在Mg-8Gd-4Y-1Zn合金中添加0.5%Al后,变形能力明显提高,挤压棒材的室温伸长率由6.5%提高到9.0%,挤压板材亦保持着较高的室温伸长率(7.0%)^[22]。

采用传统铸造工艺制备的镁合金易产生缩松、缩孔和组织偏析等缺陷,同时粗大的铸态晶粒严重限制了镁合金的强度和成形性,经变形处理可有效改善其性能^[23]。常用的变形工艺包括挤压、锻造、轧制等,但对于镁合金板材的生产则常采用轧制工艺。对镁合金而言,轧制通常包括室温轧制和热轧两种,与热轧相比,室温轧制具有操作简单、节约成本、能源和时间等优点。然而,目前在Mg-Gd-Y-Zn系镁合金中添加Al元素的研究较少,同时对含LPSO结构的镁合金塑性变形加工多采用热挤压工艺,关于轧制变形的研究较少。为此,本文以Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金为研究对象,对其均匀化板材和挤压板材分别进行总变形量为20%的室温轧制,并进行时效处理,旨在研究板材的组织与性能演变规律,特别是LPSO结构的变形行为,为开

发高强韧稀土镁合金材料提供理论指导和技术支撑,从而拓宽镁合金的应用领域。

1 实验

采用工业纯Mg锭、纯Al锭、纯Zn锭以及Mg-30%Gd、Mg-30%Y(质量分数,%)中间合金锭为原材料,在有CO₂和0.2% SF₆(体积分数,%)混合气氛保护的镁合金熔炼炉中制备Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金试样。首先,待纯Mg锭完全熔化后,升温至730℃,依次加入其它纯金属锭及中间合金锭;接着在1.5 h内搅拌熔体3次,以保证熔体成分均匀性;然后加入精炼剂进行精炼,750℃下高温静置20 min后冷却;最后待熔体温度冷却至710℃后扒渣,分别浇注至圆柱形和楔形金属型模具,得到铸态圆坯和楔形试样。铸态试样在高纯氩气保护的热处理炉中经500℃均匀化处理14 h后在冷水中淬火。将圆坯加工成直径100 mm后在挤压机上进行挤压,圆坯、挤压筒和模具的预热温度均为430℃,挤压速度为18 mm/min,挤压比为10,得到表面质量良好、宽度65 mm×厚度12 mm的挤压板材。将均匀化后的楔形试样加工成厚度亦为12 mm的板材,连同挤压板材均进行室温轧制,轧辊转速为10 r/min,每道次变形量为10%,累积变形量为20%。经该变形量轧制后的板材保持着良好的表面质量,其边部未观察到明显的微裂纹,分别记为均匀化-轧制板材和挤压-轧制板材。接着,均匀化-轧制板材在不同温度(400℃、450℃、500℃)保温不同时间(10 min、20 min、30 min),进行再结晶退火处理。挤压-轧制板材同样进行相应的再结晶处理(500℃保温10 min)。两种轧制板材均在200℃时效不同时间(0~120 h)。

经机械研磨和抛光后,使用苦味酸腐蚀液(1.2 g苦味酸+2 mL乙酸+21 mL乙醇+3 mL蒸馏水)腐蚀后的金相试样,分别在Leica DMI 3000M型光学显微镜(OM)和JEOL HXA-8100型扫描电子显微镜(SEM)上进行微观组织观察,并使用搭载FEI Quanta 200型能谱仪(EDS)检测相的元素组成。在采用Cu靶的SmartLab型X射线衍射仪上进行物相

分析。使用 Image-Pro Plus 6.0 软件测量相的体积分数。使用 FEI Nova NanoSEM 450 进行了电子背散射衍射(EBSD)分析,并用 OIM 分析软件分析数据。通过 JEM-2100F 型透射电子显微镜(TEM)观察合金的组织以及确定第二相。使用 MH-5L 型显微硬度仪测试各试样的显微维氏硬度(HV),在 9.8 N 的压头载荷下保压 15 s。沿轧制方向加工的拉伸试样在 DNS200 型万能材料试验机上进行拉伸试验,拉伸速度为 2 mm/min。

2 结果与讨论

2.1 室温轧制对均匀化板材组织与性能的影响

图 1(a)所示为铸态试样经均匀化处理后的 SEM 像。由图 1(a)可见,均匀化试样主要由暗灰色的 α -Mg 基体、灰色的层片状组织(见图 1(a)中的 A)、取向随机的灰色板条状组织(见图 1(a)中的 B)以及亮白色的块状组织(见图 1(a)中的 C)。为进一步分辨观察到的相,对这几种相进行了相应的 EDS 分析(见表 1)。A 相的成分接近于 $\text{Mg}_{12}(\text{Gd,Y})(\text{Zn,Al})$,结合其形貌特征,推断这种层片状相为 14H-LPSO 结构。图 1(b)所示为 B 相的 HRTEM 像,可以看出板条状组织由许多相互平行的原子堆垛组元呈周期性整齐排列分布构成,其中两条亮条纹之间的距离约 1.6 nm。结合傅立叶变换(FFT)图,(0000)_a到(0002)_a之间被衍射斑点等分为 18 份,这些特征都与此前所报道的 18R-LPSO 结构一致^[24]。C 相中含有大量的 Gd 和 Y 元素,认为其为富 RE 颗粒,这种富 RE 颗粒在 Mg-RE 合金中常被发现,具有良好的热稳定性,在热处理过程中稳定存在^[25]。

图 1(c)所示为均匀化板材经室温轧制 20% 后的 OM 像。由图 1(c)可见,经室温轧制后,晶粒形貌不规则,晶粒尺寸不均匀,部分晶粒内部出现少量呈透镜状的变形孪晶(见图 1(c)中的箭头所指)。这是由于在室温轧制时,镁合金可以开动的滑移系较少,变形过程中一些晶粒内部往往会伴随有孪生的方式协调塑性变形^[26]。轧制过程中组织内部出现的孪晶可为再结晶晶粒提供形核质点。晶界附近的 18R-LPSO 结构收缩团聚现象明显,与挤压板材中 18R-LPSO 结构的扭折变形^[17,22]不同,这可能是因

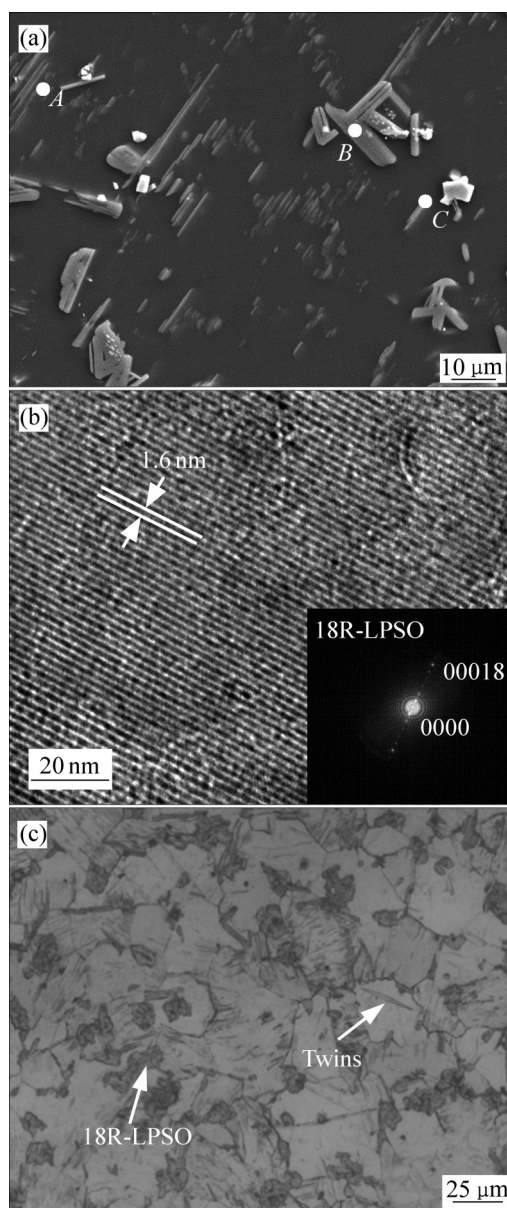


图1 Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al 合金均匀化板材及轧制后的微观组织

Fig. 1 Microstructures of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy homogenized and homogenized-rolled sheet: (a) SEM image of homogenized state; (b) HRTEM and FFT images (inset) of B in Fig. 1(a); (c) Optical image of homogenized-rolled sheet

表1 图 1(a)中各标记点的 EDS 分析结果

Table 1 EDS results for each locations marked in Fig. 1(a)

Point	x/%				
	Mg	Gd	Y	Zn	Al
A	90.84	3.22	3.05	1.90	0.99
B	82.97	5.22	4.65	2.87	4.29
C	40.53	13.91	45.56	—	—

为在挤压变形中,合金在挤压模具中受到三向压应力的作用,LPSO结构受力变形较为均匀,仍能保持板条状;而在轧制过程中,合金板材主要受到板面法向的正压力与平行于板面的摩擦力的作用,使18R-LPSO结构发生收缩团聚现象。

经室温轧制后,在加工硬化的作用下,合金的塑性会严重降低,且高密度位错等缺陷使室温轧制合金组织处于不稳定状态,这些都不利于合金的后期加工和使用。再结晶处理可有效改善合金的组织性能,通常影响静态再结晶过程的因素主要包括热处理温度及时间。针对这两个因素,本文对均匀化-轧制板材在400℃、450℃和500℃下分别保温10 min、20 min和30 min,对其微观组织进行分析,从而制定最佳的再结晶退火处理工艺。

图2(a)~(c)所示为均匀化-轧制板材在400℃保温不同时间的OM像。由图2(a)~(c)可见,在

400℃条件下,保温10 min后其晶粒尺寸明显增大;保温20 min后,在晶界与18R-LPSO结构附近出现少量的再结晶组织,这也说明在晶界与18R-LPSO结构附近位错密度最高,应变储存能也最高,再结晶晶粒优先在这里形核;保温30 min后,再结晶晶粒进一步增多,晶粒内部的变形孪晶数量大幅度减少。在保温过程中18R-LPSO结构的形貌未发生变化。图2(d)~(f)所示为均匀化-轧制板材在450℃保温不同时间的OM像。由图2(d)~(f)可见,在450℃条件下,保温10 min时,晶粒发生明显粗化,晶界处可观察到黑色析出相;保温20 min时,大部分变形晶粒被再结晶晶粒取代,晶界处的黑色析出相也进一步增多;保温30 min时,变形晶粒基本被再结晶晶粒取代,晶粒尺寸为30~50 μm,再结晶晶粒长大,且晶界处的黑色析出相发生回溶。与400℃相比,随着再结晶退火温度的提高,合金

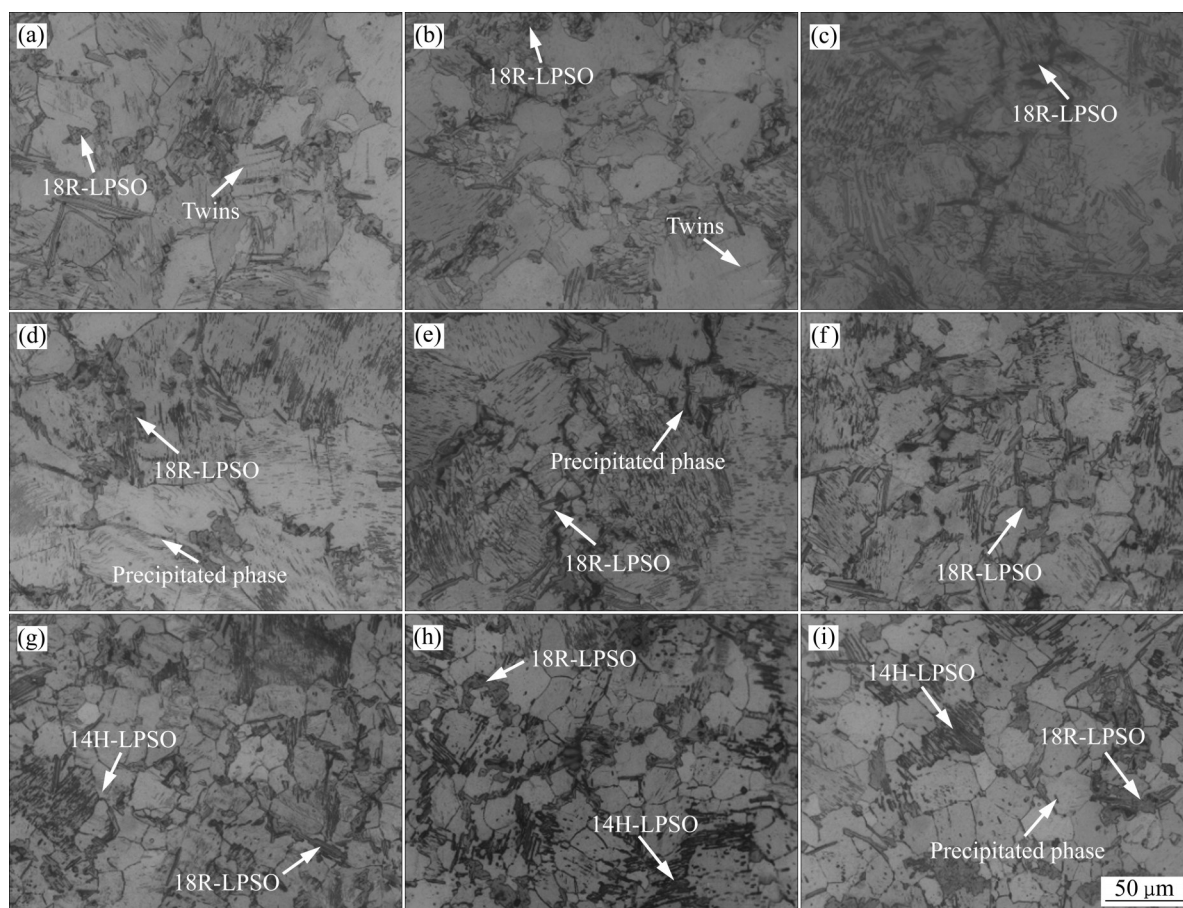


图2 Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金均匀化-轧制板材经不同温度保温不同时间的OM像

Fig. 2 Optical micrographs of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al homogenized-rolled sheets held at different temperatures for different times: (a) 400℃, 10 min; (b) 400℃, 20 min; (c) 400℃, 30 min; (d) 450℃, 10 min; (e) 450℃, 20 min; (f) 450℃, 30 min; (g) 500℃, 10 min; (h) 500℃, 20 min; (i) 500℃, 30 min

的静态再结晶程度明显提高, 其孕育时间显著降低, 但板材在保温 20~30 min 时, 静态再结晶晶粒长大速度较快。图 2(g)~(i) 所示为均匀化-轧制板材在 500 °C 保温不同时间的 OM 像。在 500 °C 条件下, 保温 10 min 时晶粒基本由再结晶晶粒取代; 保温时间延长到 20 min 时, 晶粒长大不明显, 层片状的 14H-LPSO 结构发生粗化, 这是由于温度升高后, RE 原子扩散加剧, 富集至 LPSO 结构周围, 导致 14H-LPSO 结构发生粗化; 保温 30 min 后, 晶粒有所长大, 晶粒内部黑色析出相增多。500 °C 下热处理时, 合金板材的再结晶孕育期非常短, 10 min 时其组织基本由再结晶晶粒组成。

综上所述, 随着再结晶退火温度的升高, 合金的再结晶时间减短, 在 400 °C 和 450 °C 下再结晶退火处理 30 min, 板材没有实现完全再结晶。而当再结晶退火温度提高至 500 °C 时, 由于温度升高, 原子和位错扩散速度加快, 再结晶的驱动力增大, 使静态再结晶完成的时间进一步缩短, 板材在保温 10 min 内基本实现了完全再结晶, 随着保温时间的延长, 再结晶晶粒持续长大, 致使合金整体的力学

性能下降。因此, 结合静态再结晶程度与晶粒尺寸大小, 室温轧制合金的最佳再结晶退火处理工艺为 500 °C 保温 10 min, 此时再结晶程度最高、晶粒尺寸最小。

图 3 所示为均匀化-轧制板材经 500 °C 再结晶退火 10 min 后的 EBSD 分析结果。图 3(a) 所示为反极图, 图中黑色未标定部分对应 18R-LPSO 结构。结合晶粒尺寸分布图(见图 3(c)), 其平均晶粒尺寸约 22.3 μm 。均匀化-轧制板材经再结晶退火处理后仍存在一些小角度晶界(约 10%, 见图 3(d)), 这说明其组织中仍存在少量的亚晶, 还没有转化为再结晶晶粒, 但大部分晶界为大角度晶界, 为再结晶晶粒。均匀化-轧制板材组织基本由再结晶晶粒组成, 与 OM 观察结果一致。

图 4(a) 所示为均匀化-轧制板材经再结晶退火后在 200 °C 下的时效硬化曲线。由图 4(a) 可见, 合金板材的硬度在时效前 12 h 急速上升, 在 12 h 处硬度达到最大, 为 114.5 HV。时效前板材的硬度为 86 HV, 峰值与之相比, 提高 33%。随着时效时间的增加, 合金板材的硬度变化并不明显, 室温轧制

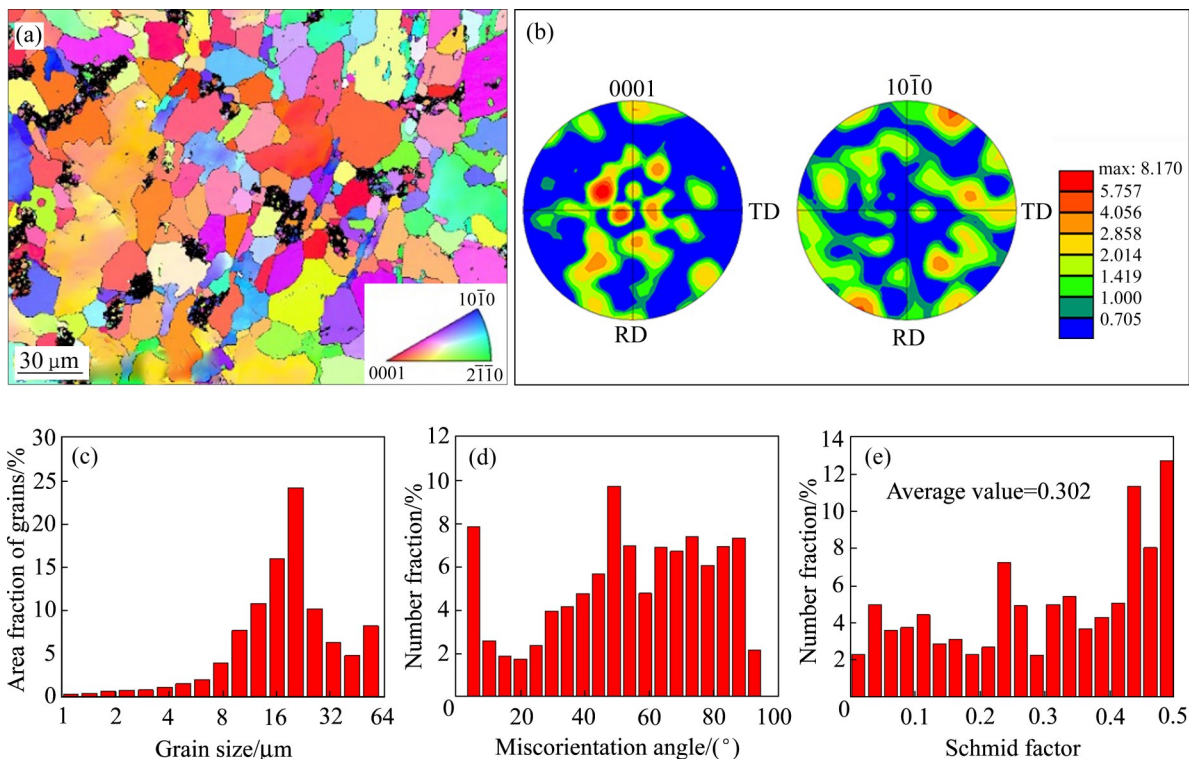


图3 Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al 合金均匀化-轧制板材的EBSD分析结果

Fig. 3 EBSD results of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy homogenized-rolled sheet: (a) Inverse polar figure map; (b) Polar figures; (c) Grain size distribution; (d) Misorientation angle distribution; (e) Schmid factor distribution

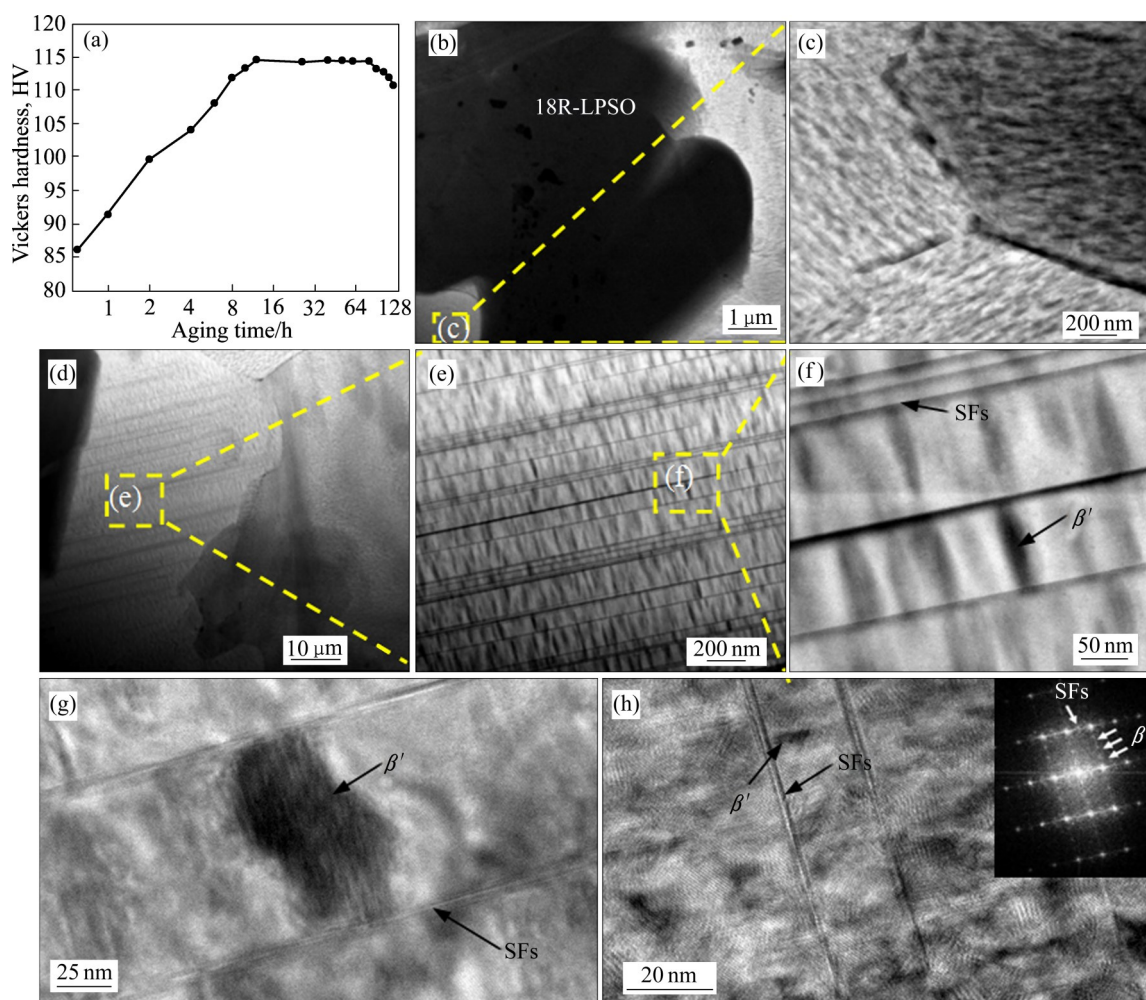


图4 Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金均匀化-轧制板材的时效硬化曲线及峰时效后的微观组织

Fig. 4 Aging hardening curves and microstructure after peak aging of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy homogenized-rolled sheets: (a) Aging hardening curves; (b)–(f) STEM images; (g)–(h) TEM images and FFT

后时效的时效硬化曲线中并没有明显的过时效阶段, 即硬度明显下降的阶段。

为进一步分析均匀化-轧制板材经再结晶退火与峰时效处理后的组织, 对其进行STEM分析, 如图4(b)~(f)所示。在均匀化态下18R-LPSO结构呈板条状形貌, 而经过室温轧制后LPSO结构收缩成团状, 如图4(b)中所示的团聚相, 在LPSO结构周围和内部还观察到许多黑色块状第二相。LPSO结构呈团状聚集, 一方面如之前所分析, 是由于轧制变形主要是两向受力, 在轧制过程中的竖直方向的压力与水平方向的摩擦力使得LPSO结构发生团聚收缩现象。另一方面就是分布在LPSO结构周围的颗粒相, 在轧制变形过程中, 钉扎LPSO结构, 使得LPSO结构变形受阻, 导致其断裂与分层的程度减

小, 最终发生团聚。图4(d)所示为静态再结晶晶粒, 经过峰时效处理后, 晶粒内部析出大量纳米尺度的析出相, 晶界上析出尺寸更大一些黑色析出相。在LPSO结构附近的晶粒内部出现大量相互平行但间距不等的“针状相”, 从放大图4(e)和(f)中可以清晰地看到黑色析出相的生长受到了该“针状相”的限制。

图4(g)和(h)所示为均匀化-轧制板材经再结晶与峰时效处理后“针状相”及黑色析出相沿着 $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha}$ 方向的高分辨(HRTEM)图像和相应的选取电子衍射花样, 可以观察到析出相附近的Mg基体发生了严重的晶格畸变。图4(h)的FFT图, 可以确定黑色的析出相即为 β' 析出相; 在入射斑点 $(0000)_{\alpha}$ 与基体 $(0002)_{\alpha}$ 斑点之间有微弱的二次电子衍射条

纹,不能分辨出斑点的个数,因此可以判断是一种堆垛层错(SFs)^[27]。层错本质上也是原子面的错排,密排六方的纯Mg结构原子密排面的堆垛顺序为ABABAB……。Mg基体中主要产生两种层错,分别是由点缺陷在基面上聚集而成的 I_1 层错(ABABACAC……)和由位错的滑移和分解产生的 I_2 型层错(ABABCACA……)^[28-29]。析出相通常优先在如位错、层错、晶界等缺陷处发生非均匀形核,一方面是由于溶质原子易在缺陷处富集,满足析出相形核所需浓度要求;另一方面这些晶体缺陷可以抵消一部分析出相形核引起的晶格畸变。因此,在相互平行的层错内部出现了大量的析出相 β' 。

层错是一种面缺陷,高密度的层错可有效阻碍位错运动,提高合金的强度。JIAN等^[27]通过多道次轧制在Mg-8.5Gd-2.3Y-1.8Ag-0.4Zr(质量分数,%)合金引入高密度的 I_2 型层错,发现其对 $\langle c+a \rangle$ 位错的运动具有强烈的阻碍作用。在文献[22]中,挤压板中没有引入大量的层错,随时效时间的延长,基体内 β' 相严重长大,生成稳定的 β 相(或 β_1 相),而过时效阶段的 β 相与 β_1 相的尺寸粗大,强化效果较弱,致使在过时效阶段硬度明显下降。因此,在细小弥散分布的 β' 相和高密度层错的共同作用下,经时效处理后,室温轧制板材的硬度增幅较挤压板大;且层错限制 β' 相的长大,使其无法转变为尺寸粗大、强化效果弱的 β 相或 β_1 相。随着时效时间的延长,均匀化-轧制板材没有出现明显的过时效阶

段。时效处理后晶粒内部出现了大量的 β' 相和层错,在二者的共同强化作用下,均匀化-轧制板材的强度有了大幅的提高,规定塑性延伸强度和抗拉强度分别由时效前的203 MPa和223 MPa提高到251 MPa和274 MPa,分别提高24%和23%,但其伸长率有所降低,由之前的6.5%降低至5.0%(见图5)。

2.2 室温轧制对挤压板材组织与性能的影响

图6所示为挤压-轧制板材的微观组织。从图6(a)的OM像中可以看到,挤压板材经轧制后,组织由大的充满层片状LPSO结构的变形晶粒以及细小的再结晶晶粒组成,呈现双峰晶粒尺寸,这与文献[17, 22, 30]中挤压板材的组织相近。挤压板材中扭转状态的LPSO结构依旧保持板条状,并未发生断裂^[22]。但是经室温轧制后,18R-LPSO结构发生了明显变化,由于加工硬化导致应力集中,而基体上的应力集中可转移至18R-LPSO结构上^[31],有效避免了挤压板材在室温轧制过程中过早地发生断裂。18R-LPSO结构由于受到较大的应力而发生强烈变形,导致大量LPSO结构断裂并均匀分布于基体中,其余的第二相基本没有观察到明显的变化。

图7(a)和(b)所示为挤压-轧制板材的反极图与极图。与文献[22]中的挤压板材组织对比,轧制前后,板材均呈现双峰晶粒尺寸分布,这表明室温轧制并没有改变挤压板材的晶粒尺寸分布,但是被拉

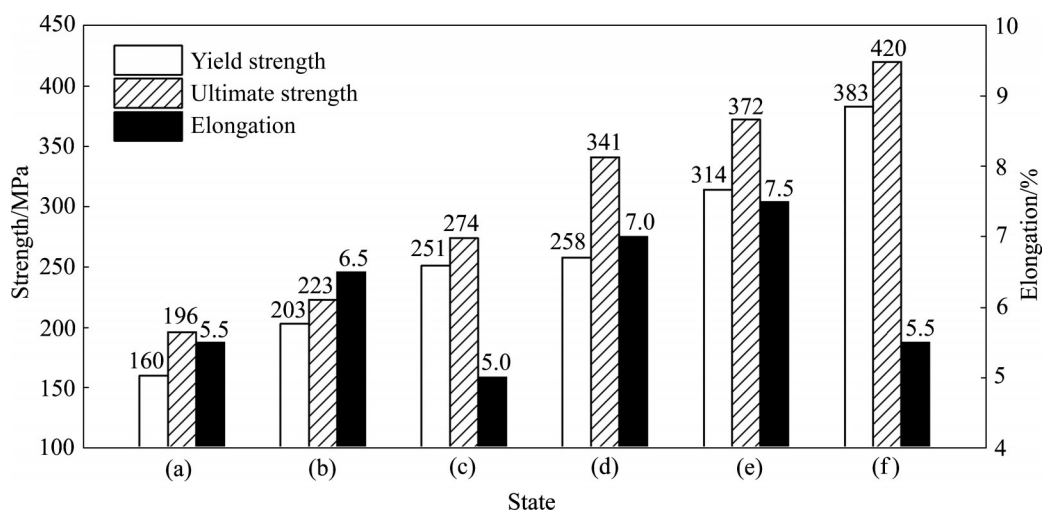


图5 Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金各状态的拉伸力学性能结果

Fig. 5 Tensile properties of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy in various states: (a) As-homogenized; (b) As-homogenized-rolled; (c) As-homogenized-rolled-aged; (d) As-extruded; (e) As-extruded-rolled; (f) As-extruded-rolled-aged

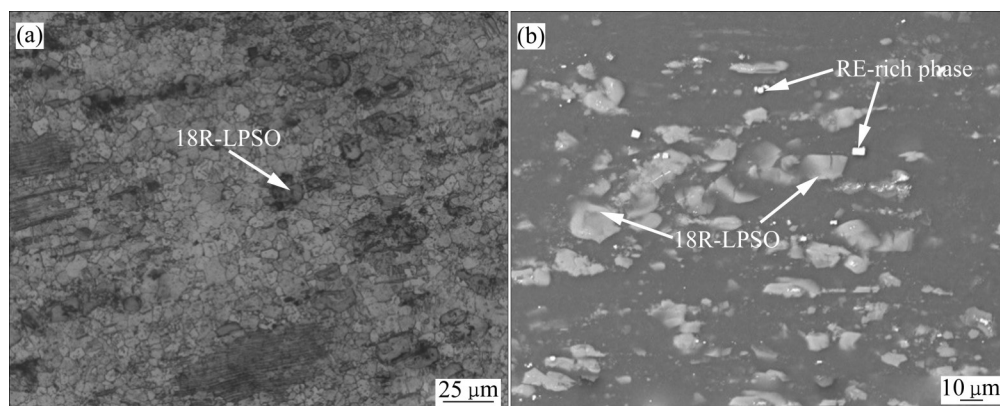


图6 Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al 合金挤压-轧制板材的微观组织

Fig. 6 Microstructures of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy extruded-rolled sheet: (a) Optical image; (b) SEM image

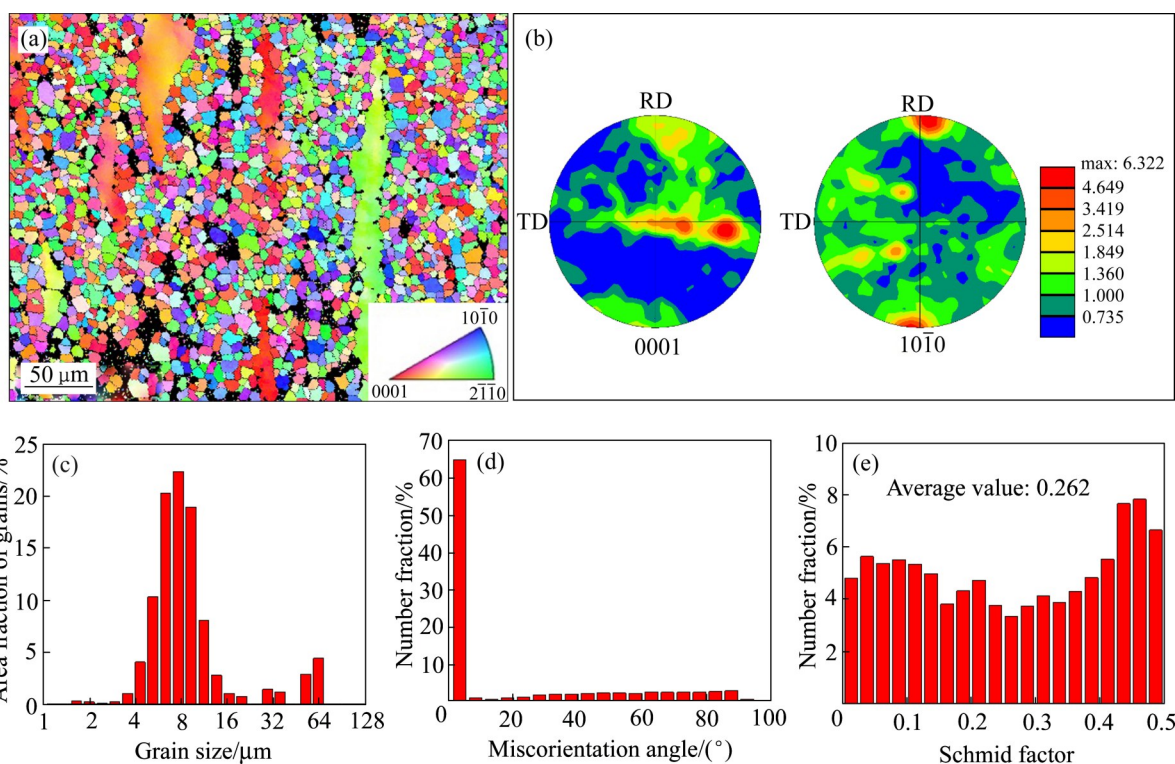


图7 Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al 合金挤压-轧制板材的EBSD分析结果

Fig. 7 EBSD results of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy extruded-rolled sheet: (a) Inverse polar figure map; (b) Polar figures; (c) Grain size distribution; (d) Misorientation angle distribution; (e) Schmid factor distribution

长的变形晶粒的体积分数明显增加。结合图7(c)的晶粒尺寸分布图,挤压-轧制板材的变形晶粒的体积分数约为11.6%,再结晶的体积分数约为88.4%,平均晶粒尺寸为7.7 μm;而挤压板材平均再结晶晶粒尺寸为3.9 μm^[22],挤压-轧制板材平均晶粒尺寸更大。这是由于经室温轧制处理后,合金中的变形晶粒体积分数增大,且再结晶的晶粒也有所长大。挤压-轧制板材中的变形晶粒具有较强的板织构,

其(0001)面平行于ND面,导致(0001)极图中织构沿着横向中心发生聚集,织构类型由挤压丝织构转变为轧制板织构,且挤压时出现的<0001>轴平行于挤压方向的特殊织构也明显弱化。这种织构主要存在于尺寸较大的再结晶晶粒内,再结晶晶粒在长大过程中受18R-LPSO结构分布的影响而发生择优取向。这些再结晶晶粒在轧制过程中发生转动,转变为轧制板织构。挤压-轧制板材的织构强度约为

6.3, 要比挤压板材的组织强度(3.3)强, 这是由于室温轧制引入了大量的沿轧制方向拉长的变形晶粒, 形成强烈的板织构, 使得挤压-轧制板材整体组织强度更高。如图7(d)所示, 挤压-轧制板材的小角度晶界数量较挤压板材多, 室温轧制过程中在18R-LPSO结构附近形成高密度位错区, 位错缠结交割转变为亚晶, 经室温轧制及再结晶处理后, 板材呈现双峰组织(见图7(a)), 说明挤压-轧制板材并没有实现完全再结晶, 有些亚晶并没有进一步发展为静态再结晶晶粒。挤压-轧制板材的平均Schmid因子为0.262, 其值小于挤压板材的0.281^[22], 一方面是由于大的变形晶粒具有极强的板织构, 另一方面也与再结晶晶粒在室温轧制过程中发生长大及择优取向有关。

图8所示为挤压-轧制板材经200℃时效12h后的STEM像。其中, 图8(a)和(b)所示均为18R-LPSO结构的形貌。图8(a)中的LPSO结构发生了大角度的扭折现象, 同时出现了分层以及脱落现象。而图8(b)中的LPSO结构发生弯曲, 但没有观察到分层现象。这是由于在室温轧制过程中Mg基体受到的应力转移到18R-LPSO结构上^[32], 从而使

LPSO结构发生剧烈变形。与均匀化-轧制板材相似, 挤压板材经轧制后部分晶粒中也观察到大量层错与 β' 相, 如图8(c)所示, 层错与 β' 相共同作用强化镁合金。而图8(d)所示为未出现层错的晶粒内部, 观察到大量细小均匀分布于晶粒内部的黑色析出相 β' 。

挤压-轧制板材时效前后的拉伸力学性能也列于图5中。挤压板材经室温轧制后, 规定塑性延伸强度、抗拉强度和伸长率分别为314 MPa、372 MPa和7.5%。18R-LPSO结构的破碎程度越大越有利于强度提升, 室温轧制后18R-LPSO结构进一步发生断裂分离现象, 大量分离出的18R-LPSO结构具有较高的弹性模量, 可转移部分施加在基体上的载荷^[32]。与此同时, 18R-LPSO结构与 α -Mg基体保持共格关系, 起到阻碍位错运动的作用。此外, 组织强度的提高也有利于提升沿着轧制方向的强度。时效处理后, 产生大量 β' 析出相与层错的复合强化效果, 其规定塑性延伸强度、抗拉强度和伸长率分别为383 MPa、420 MPa和5.5%, 规定塑性延伸强度和抗拉强度分别提高22%和13%。但由于拉伸过程中晶粒中弥散分布的 β' 析出相钉扎位错, 大量位

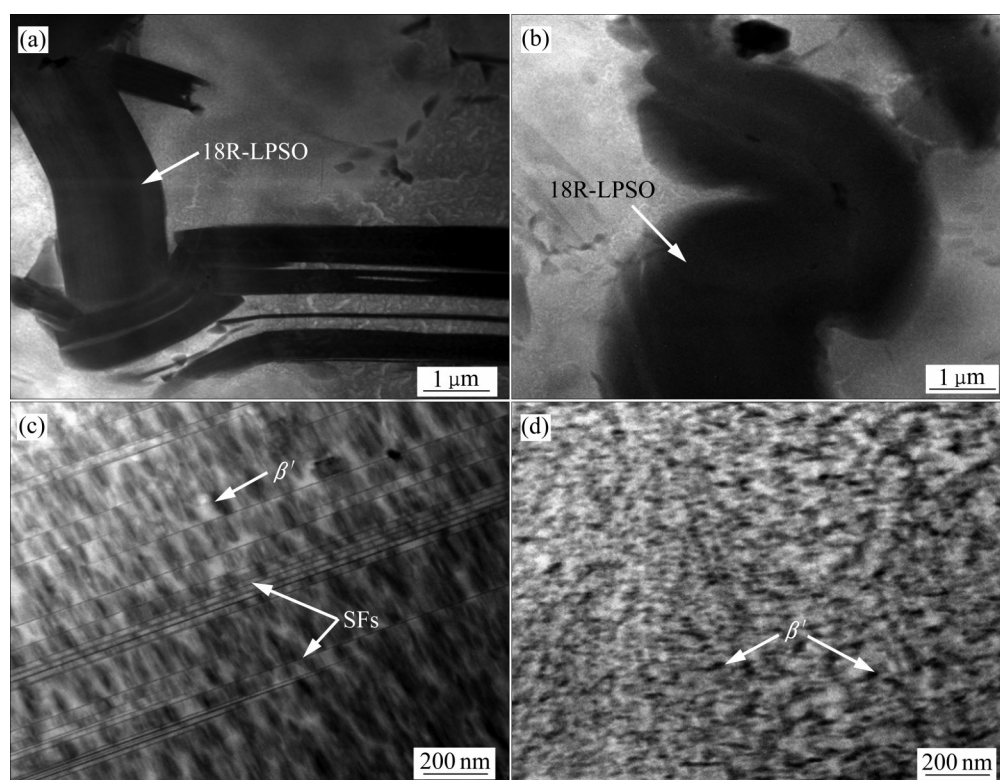


图8 Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金挤压-轧制板材经时效处理后的STEM像

Fig. 8 STEM images of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy extruded-rolled sheet after aging treatment: (a), (b) 18R-LPSO structure; (c) Grain containing stacking faults and β' phase; (d) Grain without stacking faults

错塞积,在一定程度上提高了合金的强度,但也使其塑性有所下降。挤压-轧制板材的强度及塑性均优于均匀化-轧制板材,其主要原因有以下三方面: 1) 均匀化-轧制板材经再结晶处理后的平均晶粒尺寸($22.3\ \mu\text{m}$)明显大于挤压-轧制板材中的再结晶晶粒尺寸($7.7\ \mu\text{m}$),细晶强化的作用使得挤压-轧制板材的塑性和强度更好。2) 均匀化-轧制板材经再结晶处理后的组织由单一的等轴晶粒构成,而挤压-轧制板材则表现为明显的双峰组织,由细小的再结晶晶粒和具有强织构的变形晶粒组成,在二者共同作用下,双峰组织较等轴晶组织具有更高的抗拉强度^[19,33]。3) 均匀化-轧制板材的平均Schmid因子(0.302)高于挤压-轧制板材(0.262),Schmid因子表征了滑移系与外力间的取向关系。Schmid因子越小,滑移系越难启动,外力作用下材料表现出的规定塑性延伸强度越高。

3 结论

1) Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al合金均匀化板材经室温轧制后的组织主要由变形晶粒和孪晶组成,18R-LPSO结构发生收缩与聚集。再经500℃保温10 min,组织完全由再结晶晶粒组成。

2) 均匀化-轧制板材经时效处理后,部分晶粒内部析出大量层错及 β' 相,层错限制了 β' 相向 β 相的转变。层错与 β' 相共同起到阻碍位错运动的作用,使得合金板材的硬度与强度大幅度提高的同时塑性有所下降,硬度由86 HV提高至114.5 HV,规定塑性延伸强度和抗拉强度分别由203 MPa和223 MPa提升至251 MPa和274 MPa,伸长率由6.5%稍降至5.0%。

3) 挤压板材经室温轧制处理后,再结晶晶粒尺寸变大,变形晶粒体积分数增大。18R-LPSO结构变形程度增加,由挤压后的扭折变形转变为不规则的弯曲与分层。轧制过程中丝织构逐渐转化为板织构,织构强度有所增加。经时效处理后,挤压-轧制板材的规定塑性延伸强度、抗拉强度和伸长率分别达到383 MPa、420 MPa和5.5%。

REFERENCES

- [1] SONG J F, SHE J, CHEN D L, et al. Latest research advances on magnesium and magnesium alloys worldwide[J]. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2020, 8(1): 1–41.
- [2] KAYA A A. A review on developments in magnesium alloys[J]. *Frontiers in Materials*, 2020, 7: 198.
- [3] 牟宇, 麻彦龙, 赵旭晗, 等. 长周期堆垛有序结构对镁合金力学性能和耐腐蚀性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2021, 31(5): 1203–1213.
MOU Yu, MA Yan-long, ZHAO Xu-han, et al. Effect of long-period stacking ordered structure on mechanical properties and corrosion resistance of magnesium alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2021, 31(5): 1203–1213.
- [4] 范才河, 陈刚, 严红革, 等. 稀土在镁及镁合金中的作用[J]. *材料导报*, 2005, 19(7): 61–63, 68.
FAN Cai-he, CHEN Gang, YAN Hong-ge, et al. Effect of rare earth in magnesium and magnesium alloys[J]. *Materials Review*, 2005, 19(7): 61–63, 68.
- [5] 张景怀, 唐定骧, 张洪杰, 等. 稀土元素在镁合金中的作用及其应用[J]. *稀有金属*, 2008, 32(5): 659–667.
ZHANG Jing-huai, TANG Ding-xiang, ZHANG Hong-jie, et al. Effect and application of rare earth element in magnesium alloys[J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2008, 32(5): 659–667.
- [6] LUO Z P, ZHANG S Q, TANG Y L, et al. Microstructures of Mg-Zn-Zr-RE alloys with high RE and low Zn contents[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 1994, 209(1/2): 275–278.
- [7] ZHU Y M, MORTON A J, NIE J F. The 18R and 14H long-period stacking ordered structures in Mg-Y-Zn alloys[J]. *Acta Materialia*, 2010, 58(8): 2936–2947.
- [8] 李振亮, 岳松波, 刘飞, 等. 喷射沉积含Nd镁合金挤压坯中第二相孪生与LPSO结构相形成[J]. *稀有金属材料与工程*, 2019, 48(11): 3721–3726.
LI Zhen-liang, YUE Song-bo, LIU Fei, et al. Twinning of second phase and formation of LPSO structure in extruded billets of Nd-contained magnesium alloy by spray deposition[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2019, 48(11): 3721–3726.
- [9] PENG Z Z, SHAO X H, JIN Q Q, et al. Deformation induced precipitation of nano-particles in an $\text{Mg}_{88}\text{Co}_5\text{Y}_7$ alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2016, 116: 57–61.
- [10] LIU C, ZHU Y M, LUO Q, et al. A 12R long-period stacking-ordered structure in a Mg-Ni-Y alloy[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2018, 34(12): 2235–2239.
- [11] HAGIHARA K, OKAMOTO T, IZUNO H, et al. Plastic deformation behavior of 10H-type synchronized LPSO phase in a Mg-Zn-Y system[J]. *Acta Materialia*, 2016, 109: 90–102.
- [12] RUAN Y X, LI C R, REN Y P, et al. Phases equilibrated with

- long-period stacking ordered phases in the Mg-rich corner of the Mg-Y-Zn system[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, 68: 147–159.
- [13] WU X, PAN F S, CHENG R J. Formation of long period stacking ordered phases in Mg-10Gd-1Zn-0.5Zr (wt.%) alloy[J]. *Materials Characterization*, 2019, 147: 50–56.
- [14] KAWANO S, IIKUBO S, OHTANI H. Role of substituted atoms in stacking fault formation in long-period stacking ordered system[J]. *Computational Materials Science*, 2020, 171: 109210.
- [15] CAI Q, ZHAI C, LUO Q, et al. Effects of magnetic field on the microstructure and mechanical property of Mg-Al-Gd alloys[J]. *Materials Characterization*, 2019, 154: 233–240.
- [16] BI G L, WANG Y S, JIANG J, et al. Microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Y-Zn (Ni) alloys[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, 881: 160577.
- [17] 彭永刚, 杜志伟, 李永军, 等. Mg-7Gd-5Y-1Nd-xZn-0.5Zr ($x=0, 1, 2$) 挤压态合金微观组织和力学性能[J]. *中国有色金属学报*, 2021, 31(1): 9–20.
- PENG Yong-gang, DU Zhi-wei, LI Yong-jun, et al. Microstructures and mechanical properties of extruded Mg-7Gd-5Y-1Nd-xZn-0.5Zr ($x=0, 1, 2$) alloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2021, 31(1): 9–20.
- [18] XUE Z Y, REN Y J, LUO W B, et al. Effect of aging treatment on the precipitation behavior and mechanical properties of Mg-9Gd-3Y-1.5Zn-0.5Zr alloy[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2017, 26(12): 5963–5972.
- [19] XU C, FAN G H, NAKATA T, et al. Deformation behavior of ultra-strong and ductile Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy with bimodal microstructure[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2018, 49(5): 1931–1947.
- [20] LENG Z, ZHANG J H, ZHU T L, et al. Microstructure and mechanical properties of Mg- (6, 9)Y-4Zn alloys by extrusion and aging[J]. *Materials & Design (1980-2015)*, 2013, 52: 713–719.
- [21] LI X, XIAO W L, LYU S Y, et al. Effects of trace Al addition on the microstructure, hot deformation behavior and mechanical properties of high-strength Mg-Gd-Y-Zn magnesium alloy[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2019, 50(12): 5713–5726.
- [22] MA H, HUANG Z H, YAO Y, et al. Evolution of microstructures and mechanical properties of Mg-1.4Gd-1.2Y-0.4Zn-0.5Al sheets with different extrusion ratios[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 817: 152769.
- [23] 赵磊杰, 马立峰, 韩廷状, 等. 变形镁合金轧制成形研究进展[J]. *材料导报*, 2020, 34(21): 21135–21145.
- ZHAO Lei-jie, MA Li-feng, HAN Ting-zhuang, et al. Research progress of wrought magnesium alloy rolling forming[J]. *Materials Reports*, 2020, 34(21): 21135–21145.
- [24] ZHU Y M, WEYLAND M, MORTON A J, et al. The building block of long-period structures in Mg-RE-Zn alloys[J]. *Scripta Materialia*, 2009, 60(11): 980–983.
- [25] LI D J, ZENG X Q, DONG J, et al. Microstructure evolution of Mg-10Gd-3Y-1.2Zn-0.4Zr alloy during heat-treatment at 773K[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, 468(1/2): 164–169.
- [26] 袁武华, 齐欣, 黄巧玲. 轧制工艺对 Mg-10Gd-4.8Y-0.6Zr 合金显微组织和力学性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2013, 23(12): 3275–3281.
- YUAN Wu-hua, QI Xin, HUANG Qiao-ling. Effect of rolling process on microstructure and mechanical properties of Mg-10Gd-4.8Y-0.6Zr alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2013, 23(12): 3275–3281.
- [27] JIAN W W, CHENG G M, XU W Z, et al. Ultrastrong Mg alloy via nano-spaced stacking faults[J]. *Materials Research Letters*, 2013, 1(2): 61–66.
- [28] PARK S H, YOU B S, MISHRA R K, et al. Effects of extrusion parameters on the microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-(Mn)-Ce/Gd alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2014, 598: 396–406.
- [29] GAO L, CHEN R S, HAN E H. Fracture behavior of high strength Mg-Gd-Y-Zr magnesium alloy[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20(7): 1217–1221.
- [30] BRIFFOD F, SHIRAIWA T, ENOKI M. The effect of the 18R-LPSO phase on the fatigue behavior of extruded Mg/LPSO two-phase alloy through a comparative experimental-numerical study[J]. *Journal of Magnesium and Alloys*, 2021, 9(1): 130–143.
- [31] YAMASAKI M, HASHIMOTO K, HAGIHARA K, et al. Effect of multimodal microstructure evolution on mechanical properties of Mg-Zn-Y extruded alloy[J]. *Acta Materialia*, 2011, 59(9): 3646–3658.
- [32] HAGIHARA K, KINOSHITA A, SUGINO Y, et al. Effect of long-period stacking ordered phase on mechanical properties of $Mg_{97}Zn_1Y_2$ extruded alloy[J]. *Acta Materialia*, 2010, 58(19): 6282–6293.
- [33] YU Z J, XU C, MENG J, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of as-extruded Mg-Gd-Y-Zr alloy with Zn and Nd additions[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, 713: 234–243.

Microstructures and mechanical properties of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al alloy rolled at room temperature

LIU Si-qi^{1,2}, MA Han^{1,2}, HUANG Zheng-hua², ZHANG Zhong-ming¹, XU Chun-jie¹, LI Xiao^{1,2}, CHEN Feng²

(1. School of Materials Science and Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China;

2. Guangdong-Hong Kong Joint Research and Development Center on Advanced Manufacturing Technology for Light Alloys, Guangdong Provincial Key Laboratory of Metal Toughening Technology and Application, Institute of New Materials, Guangdong Academy of Sciences, Guangzhou 510650, China)

Abstract: The as-cast samples of Mg-8Gd-4Y-1Zn-0.5Al (mass fraction, %) alloy were homogenized and hot-extruded to obtain extruded sheets. And then, the homogenized and extruded sheets were rolled at room temperature and aged, respectively. The microstructures and phase compositions of the samples were analyzed by OM, SEM, TEM and EBSD. Meanwhile, the hardness and tensile mechanical properties of the samples were tested. The aim is to study the evolution on the microstructure and mechanical properties of the alloy under different processing technologies. After rolling at room temperature, the structure transforms from equiaxed crystals into deformed grains accompanied by twins, and then transforms into static recrystallized grains after the recrystallization treatment. Meanwhile the 18R-LPSO structure shrinks and aggregates. After peak aging treatment, a large number of stacking faults and β' phases precipitate in some grains. The yield strength (YS) and tensile strength (UTS) of the sheet are enhanced by 24% and 23% compared with those before aging, respectively. After rolling at room temperature, the recrystallized grain size of extruded sheet increases slightly, and 18R-LPSO structure appears irregular bending and delamination. After aging, the YS, UTS and Elongation (EL) of the sheet reach 383 MPa, 420 MPa and 5.5%, respectively.

Key words: Mg-rare earth alloy; long-period stacking ordered (LPSO); rolling; microstructure; mechanical property

Foundation item: Project(2019GDASYL-0203002) supported by the GDAS' Program of Science and Technology Development, China; Project(2020B010186002) supported by the Key-Area Research and Development Program of Guangdong Province, China; Project(2019622134013) supported by the Key Program on Core Technology of Dongguan City, China; Project(20GXSF0003) supported by the Major Innovation Platforms for Scientific and Technological and Local Transformation of Scientific and Technological Achievements of Xi'an City, China; Program (S2021-ZC-GXYZ-0011) supported by the Higher Education Institution Discipline Innovation and Intelligence Base of Shaanxi Province, China

Received date: 2021-04-21; **Accepted date:** 2021-09-29

Corresponding author: HUANG Zheng-hua; Tel: +86-20-61086182; E-mail: huangzhenghua@gdinm.com

ZHANG Zhong-ming; Tel: +86-13228096138; E-mail: zmzhang@xaut.edu.cn

(编辑 龙怀中)