

文章编号: 1004-0609(2006)03-0518-06

挤压温度对 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金组织 与力学性能的影响^①

张新明, 肖 阳, 陈健美, 蒋 浩

(中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083)

摘 要: 为提高 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金的强度, 研究了不同温度下的挤压组织对合金力学性能的影响。结果表明, 随着挤压温度从 500 °C 降低到 400 °C, 其晶粒度也从 126 μm 细化到 7.4 μm , 抗拉强度和延伸率分别从 200.1 MPa 和 2.93% 提高到 312.4 MPa 和 5.6%。通过力学性能和晶粒尺寸之间的关系计算出该合金的 Hall-Petch 常数 K_y 为 327.6 MPa $\cdot \mu\text{m}^{1/2}$, 明显高于纯镁及常规镁合金的 K_y 。大量稀土元素的固溶及其第二相粒子对晶界和位错运动的阻碍作用是合金 K_y 值较高的主要原因。

关键词: 镁合金; Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金; 挤压温度; Hall-Petch 常数

中图分类号: TG 146

文献标识码: A

Influence of extrusion temperature on microstructures and mechanical properties of Mg-9Gd-4Y-0.6Zr alloy

ZHANG Xin-ming, XIAO Yang, CHEN Jian-mei, JIANG Hao

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

Abstract: The influence of different extrusion temperatures on the microstructures and mechanical properties of Mg-9Gd-4Y-0.6Zr alloy was investigated. It is found that when the extrusion temperature descends from 500 °C to 400 °C, the grain size drops from 126 μm to 7.4 μm , the tensile strength and elongation increase from 200.1 MPa and 2.93% to 312.4 MPa and 5.6%, respectively. The Hall-Petch constant ($K_y = 327.6 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$) calculated by the Hall-Petch equation for the alloy is markedly higher than that of pure magnesium and conventional magnesium alloys, which is caused by a great deal of dissolved rare earths and their second-phase particles by which motions of grain boundaries and dislocations are effectively impeded.

Key words: magnesium alloy; Mg-9Gd-4Y-0.6Zr alloy; extrusion temperature; Hall-Petch constant

镁合金是比模量最高和比强度仅次于钛合金处于第二位的金属结构材料, 在航空航天、武器装备、国防军工、汽车、电子等领域有着广阔的应用前景^[1, 2], 但是镁合金的强度相对于钢铁、铝合金、铜合金等结构材料的强度要低, 严重制约了镁合金

的发展和应用, 如何提高镁合金的强度是材料领域亟需解决的问题之一^[3, 4]。

与铝合金相比, 镁合金的晶粒细化对改善强度和延展性来说更加有效。纯镁及常规镁合金的 Hall-Petch 常数 K_y 为 280 MPa $\cdot \mu\text{m}^{1/2}$, 是纯铝相

① 基金项目: 国家安全重大基础研究资助项目(5133001E); 国防预研基金资助项目(51412020304QT7106); 国家高技术研究发展计划资助项目(2003AA741043); 湖南省自然科学基金资助项目(2003JJY4051)

收稿日期: 2005-08-06; 修订日期: 2005-12-01

作者简介: 张新明(1946-), 男, 教授, 博士

通讯作者: 张新明, 教授; 电话: 0731-8830265; E-mail: xmzhang@mail.csu.edu.cn

应常数 K_y ($68 \text{ MPa} \cdot \mu\text{m}^{1/2}$) 的 4 倍^[5], 因此细化晶粒是提高镁合金强度的有效方法之一。

日本长岗技术科学大学的 Anyanwu 等^[6-12] 于 2001 年试制出 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 系合金, 该合金是一种新型的高强耐热镁合金, 具有非常优秀的力学性能和高的耐热温度, 其性能明显优于 WE54 和 WE43 合金。但是, 日本学者的研究集中在时效强化与力学性能之间的关系上。到目前为止, 还没有通过控制加工温度的方式来细化 Mg-Gd-Y 系合金晶粒尺寸的文献报道。本文作者通过对自行研制的 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr^[13, 14] 合金降低挤压温度的方法来细化晶粒, 提高该合金的力学性能, 并计算出该合金的 Hall-Petch 常数 K_y 。

1 实验

用铁坩埚在普通电阻炉进行熔炼, 合金元素 Gd、Y、Zr 分别以 Mg-Gd、Mg-Y、Mg-Zr 中间合金的形式添加, 合金的熔炼及浇注温度分别为 750、730 °C, 熔体浇注到 $d60 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ 的铁模中进行水冷成锭。

对铸锭进行 520 °C, 8 h 的均匀化处理, 并车除氧化皮后到直径 59 mm, 用 500 t 的挤压机进行正向热挤压, 挤压比 λ 为 16, 挤压速度为 1 m/min, 挤压温度在 500~400 °C 的范围内变化。

挤压棒材的室温力学性能在 CSS44100 电子万能试验机上测试, 拉伸试样按 GB6397—86 标准制备, 试样的拉伸速率为 0.5 mm/min。硬度在 HV-10 型小负荷维氏硬度计上测量, 载荷为 98 N, 加载时间为 30 s。用 XJP-6A 型立式光学显微镜进行金相观察, 合金的晶粒大小用平均截线法读取。用 KYKY2 800 型扫描电镜和 Tecnai G2 20 型透射电镜进行微观组织观察和能谱分析。用 Hall-Petch 方程式表征挤压棒材的晶粒大小与力学性能的关系。

2 结果与分析

2.1 铸态和均匀化退火组织

图 1(a) 所示为 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 的铸态组织。可见, Gd、Y 合金元素容易偏析, 在晶内形成严重的枝晶偏析, 从图中难以看出晶界。图 1(b) 所示为经过 520 °C, 8 h 均匀化后的组织。铸态中的枝晶基本上消除, 但还能看出枝晶在晶内留下的痕迹, 晶粒中的第二相黑点通过能谱分析可知为未能

溶解到基体中的富 Gd 和富 Y 粒子, 退火后的平均晶粒尺寸为 184 μm 。

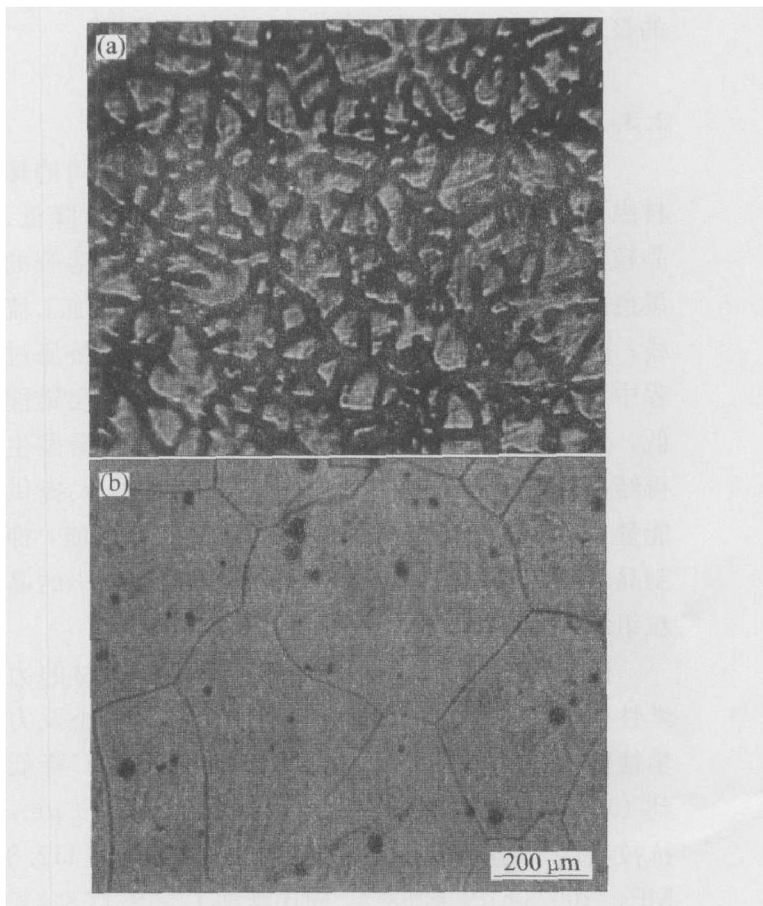


图 1 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金的显微组织

Fig. 1 Microstructures of Mg-9Gd-4Y-0.6Zr alloy

(a) —As cast; (b) —Homogenized at 520 °C for 8 h

2.2 挤压温度与棒材裂纹的关系

图 2 所示为合金的挤压温度与出现裂纹之间的关系。在 440~500 °C 温度范围内进行挤压, 不会出现裂纹, 且容易挤压; 420 °C 挤压时在接近料头处出现一段约 70 mm 长的微裂纹, 但随后摩擦力引起

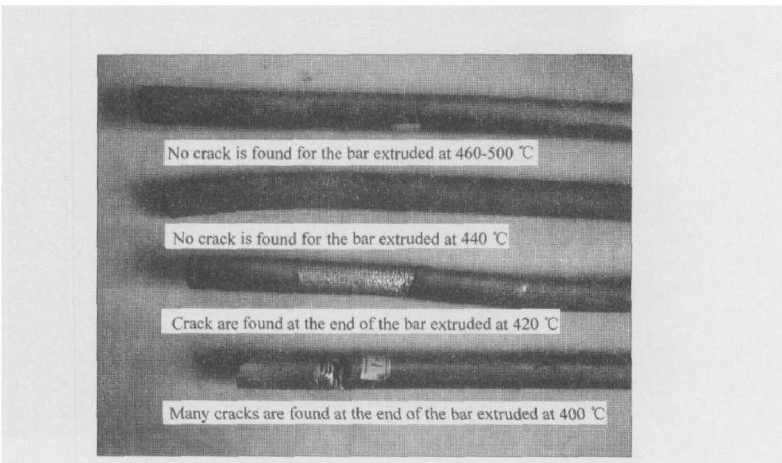


图 2 挤压温度与棒材裂纹的关系

Fig. 2 Relationship between cracks and extrusion temperatures

的温升还是使挤压能继续进行; 400 ℃时料头一开始便出现严重的裂纹, 受模具摩擦力的阻碍作用使裂纹进一步扩展甚至断裂。由上可得出该合金适宜的挤压温度为 420~ 440 ℃之间。

2.3 晶粒大小对力学性能的影响

图 3 所示为挤压温度在 400~ 500 ℃之间的棒材纵截面金相组织。可见, 随着挤压温度的降低, 晶粒不断地细化; 同时还能看到金相中未能溶解的黑色第二相沿挤压方向被拉长或破碎, 产生加工流线; 挤压后的晶粒都呈等轴状, 表明晶粒在挤压过程中都已发生了再结晶, 这是由于镁合金的层错能低, 其回复过程并不强, 在热加工过程中极易发生再结晶的缘故^[15]。挤压为再结晶及晶粒长大提供能量, 降低挤压温度能减少晶粒长大的驱动力, 抑制晶粒再结晶后的长大速度, 能得到尺寸较小的晶粒组织, 从而可获得较好的力学性能。

表 1 所列为 Mg-9Gd+4Y-0. 6Zr 挤压棒材的力学性能。可以看出, 挤压温度对合金晶粒大小及力学性能的影响非常大。随着挤压温度从 500 ℃降低到 400 ℃, 其晶粒度也从 126 μm 细化到 7. 4 μm, 抗拉强度、屈服强度和维氏硬度分别提高了 112. 3 MPa、100. 3 MPa 和 38. 4, 同比增加了 56%、58. 4% 和 58. 3%, 延伸率也从 2. 93% 提高到 5. 6%。

实验结果表明: 降低挤压温度能使 Mg-9Gd+

4Y-0. 6Zr 合金晶粒明显细化, 合金的抗拉强度、屈服强度、硬度和延伸率显著提高。

表 1 Mg-9Gd+4Y-0. 6Zr 合金挤压棒材的力学性能

Table 1 Mechanical properties of

extruded bars of Mg-9Gd+4Y-0. 6Zr alloy

Extrusion temperature/ ℃	Grain size/ μm	σ _b / MPa	σ _{0.2} / MPa	δ/ %	HV (98 N)
500	126. 0	200. 1	171. 7	2. 93	65. 8
480	61. 0	215. 9	185. 5	3. 41	70. 9
460	27. 2	236. 2	206. 3	3. 80	78. 3
440	16. 4	254. 8	225. 4	4. 25	86. 4
420	10. 9	283. 1	247. 2	4. 78	94. 7
400	7. 4	312. 4	272. 0	5. 60	104. 2

将表 1 的实验数据进行作图, 可得出 σ_{0.2}、σ_b、HV 与 d^{-1/2}呈直线关系(见图 4), 符合 Hall-Petch 方程式:

$$\sigma_y = \sigma_0 + K_y d^{-1/2}$$

式中 σ_y 为晶体的屈服强度, 常取 σ_{0.2}代替; σ₀ 为单晶体屈服强度; K_y 为 Hall-Petch 常数; d 为晶粒直径的大小。其中 K_y 值越大, 表明晶界强化的效果越显著, 这是由于晶界可以阻碍位错运动从而产生强化效果, 晶粒越细小, 晶界就越长, 晶界对位错的阻碍和对变形的约束能力越强烈, 合金的屈

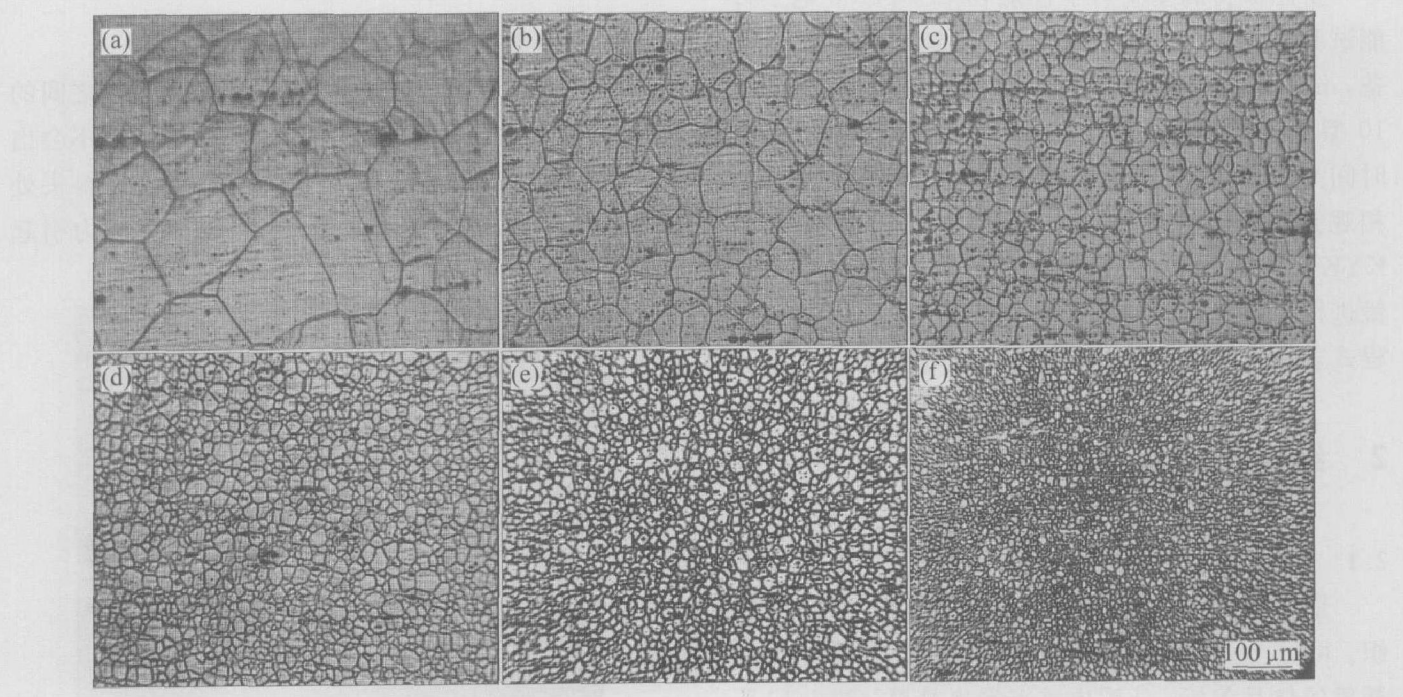


图 3 挤压温度在 400~ 500 ℃之间的棒材纵截面的金相组织

Fig. 3 Optical microstructures in longitudinal section of bar extruded between 400 ℃ and 500 ℃

(a) —500 ℃; (b) —480 ℃; (c) —460 ℃; (d) —440 ℃; (e) —420 ℃; (f) —400 ℃

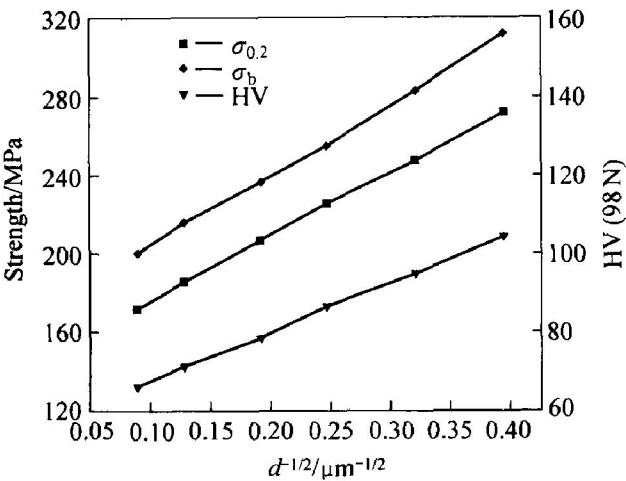


图 4 晶粒尺寸与力学性能的关系

Fig. 4 Relationships between grain sizes and mechanical properties

服点就越高, 强化效果就越好。

由图4和表1中的数据可计算出Mg-9Gd+4Y-

0.6Zr 合金的 σ_b 为 137 MPa、 K_y 为 327.6 MPa · $\mu m^{1/2}$, 这比纯镁及常规镁合金的 K_y 值要大 47.6 MPa · $\mu m^{1/2}$, σ_b 也有一定程度的提高。

2.4 微观组织对 Hall-Petch 常数的影响

对 Mg-9Gd+4Y-0.6Zr 合金进行微观组织观察, 分析第二相粒子和位错运动对 Hall-Petch 常数的影响, 其中 K_y 主要取决于对晶界和位错运动的阻力大小, 也就是说对晶界强化的影响大小; σ_b 取决于晶内位错运动的阻力大小。

图 5(a) 所示为 400 °C 挤压棒材的横截面扫描组织, 从中可清晰地看到大量白色点状的第二相在挤压中破碎, 加工后多趋向分布在晶界附近, 起到阻碍晶界运动的作用, 并使晶界的稳定性提高, 增加晶界强化的效果, 提高 K_y 值。图 5(b)、(c) 和 (d) 所示为 400 °C 挤压棒材的透射电镜照片。图 5(b) 所示为晶界阻碍位错运动的照片, 图左上角是一系列的位错线受到晶界的阻碍缠结到一起、并在

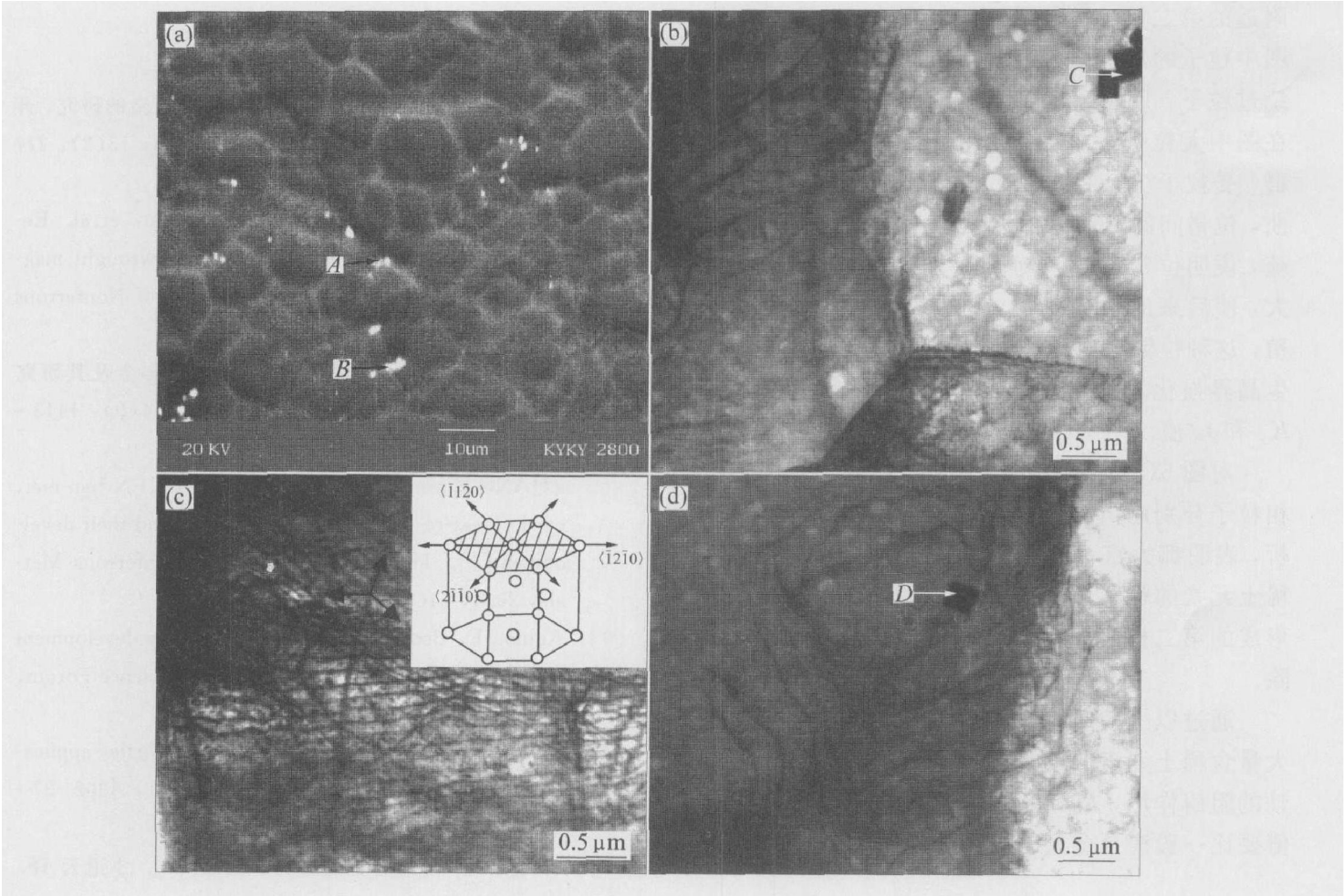


图 5 Mg-9Gd+4Y-0.6Zr 合金于 400 °C 挤压的微观组织

Fig. 5 Microstructures of Mg-9Gd+4Y-0.6Zr alloy extruded at 400 °C

(a) —SEM micrograph of cross-section; (b) —TEM micrograph of dislocation motion impeding on grain boundary; (c) —TEM micrograph of dislocation interaction; (d) —TEM micrograph of dislocation pile-up in front of particles

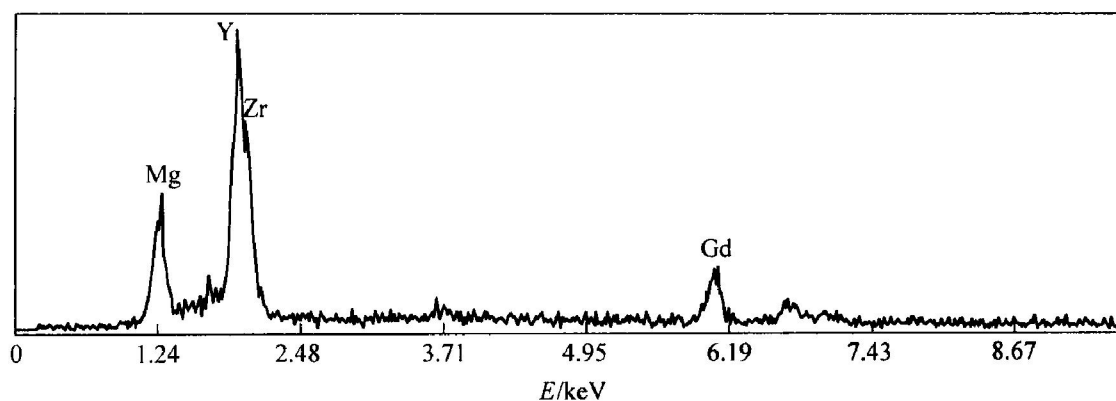


图 6 图 5 中 A 点的能谱分析

Fig. 6 EDAX analysis from point A in Fig. 5

晶界终止运动,产生位错的晶界强化效果,提高 K_y 值。图 5(c)所示为位错线沿原子密排方向 $[11\bar{2}0]$ (见图右上角)上的三组滑移系同时开动产生的多滑移现象,多滑移引起位错的交割和缠积,使位错的继续滑动变得困难,增强晶内位错继续运动的阻力,能提高 σ_0 值。图 5(d)所示为位错遇到在晶界附近的第二相粒子阻碍,产生位错塞积现象。由于图中粒子的尺寸较大(约 $1\ \mu\text{m}$),位错无法切割和绕过粒子,只能在粒子的周围产生位错塞积现象,在图中大粒子下方的尖角上有一排排的位错塞积群,受粒子尖角的阻碍位错线呈现不同程度的弯曲,位错间的距离由领头位错开始依次向后越来越大,使后来的位错更加难以运动和位错源难以增殖,这种位错阻力的增大也能提高合金的强度,产生晶界强化和晶内位错运动的阻力,能同时提高 K_y 和 σ_0 值。

对图 5(a)、(b)和(d)中 A、B、C、D 点的第二相粒子分别用扫描电镜和透射电镜的能谱仪进行分析,表明都为富 Gd 或富 Y 稀土粒子(见图 6)。含稀土元素的粒子是熔铸过程中易偏析而聚集在一起形成的第二相,通过热处理和加工的方法也难以消除。

通过以上的对第二相和位错运动的观察,表明大量含稀土元素的第二相粒子对晶界运动和位错运动的阻碍作用,是 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金 K_y 和 σ_0 值要比一般镁合金大的主要原因。

3 结论

1) 降低挤压温度能显著地细化晶粒,使 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 镁合金明显强化。

2) 该合金适宜的挤压温度为 $420\sim 440\ ^\circ\text{C}$ 之间。

3) 计算出该合金的 Hall-Petch 常数 K_y 为 $327.6\ \text{MPa}\cdot\mu\text{m}^{1/2}$,单晶体屈服强度 σ_0 为 $137\ \text{MPa}$ 。

REFERENCES

- [1] 余 琨,黎文献,王日初,等. 变形镁合金的研究、开发及应用[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(2): 277 - 288.
YU Kun, LI Weirxian, WANG Ri-chu, et al. Research, development and application of wrought magnesium alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(2): 277 - 288.
- [2] 张新明,彭卓凯,陈健美,等. 耐热镁合金及其研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(9): 1443 - 1450.
ZHANG Xin-ming, PENG Zhuo-kai, CHEN Jian-mei, et al. Heat-resistant magnesium alloys and their development[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(9): 1443 - 1450.
- [3] Aghion E, Beonfin B. Magnesium alloys development towards the 21st century[J]. Material Science Forum, 2000, 350 - 351: 19 - 29.
- [4] Mordike B L, Ebert T. Magnesium properties-application potential[J]. Mater Sci Eng A, 2001, A302: 37 - 45.
- [5] Cahn R W. 非铁合金的结构和性能[M]. 丁道云 译. 北京: 科学出版社, 1999. 109 - 114.
Cahn R W. Structure and Properties of Nonferrous Alloys[M]. DING Dao-yun, transl. Beijing: Science Press. 1999. 109 - 114.
- [6] Anyanwu I A, Kamado S, Kojima Y. Creep properties

- of Mg-Gd-Y-Zr alloys[J]. Mater Trans, 2001, 42(7): 1212 - 1218.
- [7] Anyanwu I A, Kamado S, Kojima Y. Aging characteristics and high temperature tensile properties of Mg-Gd-Y-Zr alloys[J]. Materials Transactions, 2001, 42(7): 1206 - 1211.
- [8] Shigeru I, Yuji N, Shigeharu K, et al. Age hardening characteristics and high temperature tensile properties of Mg-Gd and Mg-Dy alloys[J]. Journal of Japan Institute of Light Metals, 1994, 44(1): 3 - 8.
- [9] Shigeharu K, Yutaka K, Yoshitada H. High temperature deformation characteristics and forgeability of Mg-heavy rare earth element-Zr alloys[J]. Journal of Japan Institute of Light Metals, 1998, 48(4): 168 - 173.
- [10] Kawabata T, Matsuda K, Kamado S, et al. HRTEM observation of the precipitates in Mg-Gd-Y-Zr alloy[J]. Materials Science Forum, 2003, 419 - 422: 303 - 306.
- [11] Rokhlin L L, Nikitina N I. Mg-Gd and Mg-Gd-Y alloys[J]. Zeitschrift Fur Metallkunde, 1994, 85(12): 819 - 823.
- [12] Drits M E, Sviderkaya Z A, Rokhlin L L, et al. Effect of alloying on properties of Mg-Gd alloys[J]. Metal Science and Heat Treatment, 1979, 21(11): 62 - 64.
- [13] 彭卓凯, 张新明, 陈健美, 等. Mn, Zr 对 Mg-Gd-Y 合金组织与力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2005, 15(6): 917 - 922.
- PENG Zhuo-kai, ZHANG Xin-ming, CHEN Jian-mei, et al. Effects of Mn, Zr on microstructure and properties of Mg-Gd-Y alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2005, 15(6): 917 - 922.
- [14] Peng Z K, Zheng X M, Chen J M, et al. Grain refining mechanism in Mg-9Gd-4Y alloys by zirconium[J]. Materials Science and Technology, 2005, 21(6): 722 - 726.
- [15] 陈振华, 严红革, 陈吉华, 等. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004. 202 - 205.
- CHEN Zhen-hua, YAN Hong-ge, CHEN Ji-hua, et al. Magnesium Alloy[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004. 202 - 205.

(编辑 陈爱华)