



大挤压比制备高强 Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金的显微组织及强韧化机理

陶世洁¹, 宁江利^{1,2}, 万德成^{1,2}, 苑潇逸¹, 周佳辽¹

(1. 华北理工大学 冶金与能源学院 军用关键材料国防特色学科, 唐山 063210;
2. 现代冶金技术教育部重点实验室, 唐山 063210)

摘要: 通过大挤压比热挤压工艺制备出含有长周期堆垛有序(LPSO)相的高强塑性 Mg-8.34Gd-2.32Y-1.04Zn-0.07Zr 合金。通过金相显微镜、EBSD、TEM 等显微检测方法及数学模型研究了合金显微组织与力学性能之间的关系。结果表明, 合金经热挤压后形成了双峰结构, 在时效处理后同时存在 14H-LPSO 相和 β' 析出相。合金获得了较好的力学性能, 抗拉强度、屈服强度和伸长率分别达到 463.1 MPa, 392.6 MPa 和 13.3%。合金屈服强度以细晶强化、析出强化和固溶强化的贡献为主。高占比的细小再结晶晶粒、弱织构以及 LPSO 相的存在对合金塑性的提升有重要作用。

关键词: 大挤压比; Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金; 双峰结构; LPSO 相; 强韧化机理

文章编号: 1004-0609(2022)-12-3673-11

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

引文格式: 陶世洁, 宁江利, 万德成, 等. 大挤压比制备高强 Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金的显微组织及强韧化机理[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(12): 3673-3683. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42374

TAO Shi-jie, NING Jiang-li, WAN De-cheng, et al. Microstructure and strengthening-toughening mechanisms of a high-strength Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy processed by large-strain hot extrusion[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(12): 3673-3683. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42374

镁合金作为最轻的金属结构材料, 因其低密度、高比强度、良好的阻尼能力和易于回收等优点而备受关注^[1-3]。然而, 镁合金固有的较弱性能, 如强度低、延展性差、耐腐蚀性差等, 严重限制了其在工程中的广泛应用。研究表明^[4], 在镁合金中添加稀土元素可以有效改善其力学性能。稀土元素的加入可以对镁合金起到固溶强化和时效硬化的作用, 使镁合金具有优良的高温强度、抗蠕变性能等^[4]。随着研究的深入, 越来越多的稀土镁合金体系得到了开发, 如 Mg-Gd 体系和 Mg-Y 体系等。研究发现^[5-7], 在传统的稀土镁合金体系中加入一定比例的 Zn 元素, 由于析出长周期堆垛有序(LPSO)

结构相, 可以进一步优化合金的显微组织, 改善其力学性能。

SU 等^[8]采用挤压温度为 400 °C、挤压比为 6.25:1 的工艺制备了 Mg-12Gd-2Y-1Zn-Mn 合金, 得到了以再结晶晶粒与变形晶粒(平均尺寸分别为 1.3 μm 和 60 μm)组成的双峰结构。其中, 细晶强化对强度提升作用显著, 抗拉强度为 386 MPa; 变形晶粒表现出的强织构对塑性变形产生了不利的影响, 伸长率为 8.8%。WANG 等^[9]分别将经过淬火与退火的 Mg-9.2Gd-3.3Y-1.2Zn-0.9Mn 试样在 450 °C 以 11:1 的挤压比进行热挤压。前者发生了完全的再结晶, 晶粒平均尺寸为 6.7 μm ; 后者则出现了双

基金项目: 国防基础科研资助项目(JCKY2018407C008); 华北理工大学杰出青年基金资助项目(JQ201702)

收稿日期: 2021-09-21; 修订日期: 2021-11-03

通信作者: 宁江利, 教授, 博士; 电话: 0315-8805420; E-mail: ningjiangli@ncst.edu.cn

峰结构,再结晶晶粒平均尺寸为 $2.4\ \mu\text{m}$,变形晶粒占比为45%。两者相比,前者塑性更好,但强度较低(抗拉强度为377 MPa,伸长率为11%),后者则相反(抗拉强度为398 MPa,伸长率为10.1%)。结果表明等轴的细晶粒有利于塑性,而具有织构的变形晶粒则有助于强度提升。XU等^[10]以 $450\ ^\circ\text{C}$ 、挤压比为20:1的热挤压工艺,然后再采用风冷时效的方式制备了Mg-8.2Gd-3.8Y1.0Zn-0.4Zr合金。合金中出现明显的双峰结构,再结晶晶粒占比约为50%,最终抗拉强度为574 MPa,伸长率为14.5%。风冷的方式抑制了再结晶晶粒与析出相的长大,起到了细晶强化和析出强化的作用,同时再结晶占比高,对塑性的改善也较为有利。

除热挤压工艺之外,采用其他塑性加工手段也在Mg-Gd-Y-Zn-Zr中获得了较好的强塑性。Ma等^[11]采用轧制温度为 $450\ ^\circ\text{C}$ 、压下量为40%、60%和80%的轧制工艺制备了Mg-8.5Gd-4Y-1Zn-0.4Zr合金。随着压下量的增加,合金强度与塑性均有所提升,这主要是因为随着变形量的增大,双峰结构更加明显,再结晶程度更高且再结晶晶粒更加细小。压下量80%时合金抗拉强度为390 MPa,伸长率为12.2%。LU等^[12]将铸态的 $\text{Mg}_{97.1}\text{Zn}_1\text{Gd}_{1.8}\text{Zr}_{0.1}$ 合金进行等通道转角挤压(ECAP)加工,挤压温度为 $375\ ^\circ\text{C}$ 。发现经过ECAP后,合金出现了双峰结构,并且随着挤压道次的增加,动态再结晶程度更高。16道次时平均晶粒尺寸为 $1\sim 2\ \mu\text{m}$,且综合性能最好,其抗拉强度为387 MPa,伸长率为23.2%,这与细小晶粒对强度的提升和LPSO相对塑性的改善有关。

由上述报道可知,包含细小再结晶晶粒的双峰结构有利于镁合金强塑性的提高。当前,为满足航空航天等高技术领域的需求,镁合金一般要求具有可与2系和7系铝合金相当的力学性能,期望合金强度大于450 MPa的同时伸长率大于10%^[13]。因此,为提高镁合金的力学性能,获得更加优化的微观组织尤为重要。大应变量塑性加工有利于获得高占比的再结晶和细小的再结晶晶粒,可望提高镁合金的强塑性。然而,目前采用大挤压比($\geq 30:1$)制备高强Mg-Gd-Y-Zn-Zr合金的研究报道并不多见。

因此,本文采用挤压比为30:1的大挤压比制备了Mg-8.34Gd-2.32Y-1.04Zn-0.07Zr合金,通过对显微组织的观察和力学性能测试,分析了合金显

微组织中双峰结构、织构、析出相等对合金强度和塑性的影响及相关机理,以期能获得性能优异的稀土镁合金。

1 实验

采用半连续铸造方式,将按照名义成分分配比的纯Mg、Zn以及含有稀土元素的中间合金放入不锈钢坩埚,采用电阻炉熔炼。熔炼过程采用 CO_2 与 SF_6 (体积比99:1)的混合气体保护。采用ICP(Inductively coupled plasma)测得合金最终成分为Mg-8.34Gd-2.32Y-1.04Zn-0.07Zr(质量分数,%)。将制备好的铸锭先在 $510\ ^\circ\text{C}$ 固溶处理12 h,之后空冷。热挤压前,将铸锭在 $440\sim 460\ ^\circ\text{C}$ 预热2 h,最后将其挤压成直径为22.5 mm的圆棒。挤压比为30:1,出口速度为15 mm/s。挤出后采用强风冷却。随后,将挤压态试样在 $200\ ^\circ\text{C}$ 进行时效处理,根据不同时效时长的硬度曲线,确定28 h为峰时效时间。

将试样用砂纸打磨并抛光后,用4%的硝酸酒精进行腐蚀,通过金相(OM)显微镜对合金试样的显微组织进行观察。通过电子背散射衍射(EBSD)对合金试样的再结晶、织构和应变分布等进行分析;并且通过透射电镜(TEM)表征合金试样中的析出相。

采用配有视频引伸计(AVE 2[®])的Instron-3382型电子万能拉伸试验机对合金试样的室温拉伸性能进行测试,拉伸速率为 $5\times 10^{-4}\ \text{s}^{-1}$ 。拉伸试样尺寸如图1所示。

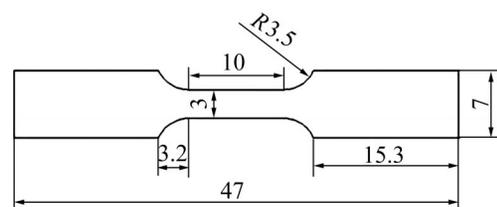


图1 拉伸试样尺寸图

Fig. 1 Illustration of tensile sample (Unit: mm)

2 实验结果与讨论

2.1 晶粒分析

图2(a)和图2(b)所示分别为Mg-8.34Gd-2.32Y-

1.04Zn-0.07Zr 合金沿挤压方向的纵截面金相图。从图 2(a)可以看出, 铸锭在热挤压的过程中发生了动态再结晶(DRX), 但是 DRX 并不完全, 因此形成了典型的双峰结构, 即由细小的再结晶晶粒(见图 2(a)中黄色虚线框区域所示)和粗大的变形晶粒(见图 2(a)中红色虚线框区域所示)组成的结构。粗大的变形晶粒在经过热挤压后沿挤压方向拉长。图 2(b)为图 2(a)中白色虚线框区域的放大图像。由图 2(b)可以看出, 层状的 LPSO 相位于粗大的变形晶粒中, 其分布平行于挤压方向(见图 2(b)中白色箭头所示)。双峰结构的形成与 LPSO 相的存在有关, 其原因如

下: 1) 粗大变形晶粒内的层状 LPSO 相因阻碍再结晶晶界的迁移, 从而抑制 DRX 及再结晶晶粒的生长^[11]; 2) LPSO 相相比于 α -Mg 基体更硬更强, 若累积的应变不足以使 LPSO 相破裂, 则难以实现晶格旋转, 从而抑制 DRX^[14]。图 2(c)所示为由 XRD 得到的合金试样的(0001)极图。从图 2(c)可以看出, 合金试样经热挤压后形成了(0001)面平行于挤压方向(ED)的基面丝织构。但织构强度很低, 最大值只有 2.22, 说明合金整体上接近随机取向织构。

图 3 所示为 Mg-8.34Gd-2.32Y-1.04Zn-0.07Zr 合金沿挤压方向的纵截面 EBSD 分析图。由图 3 可知,

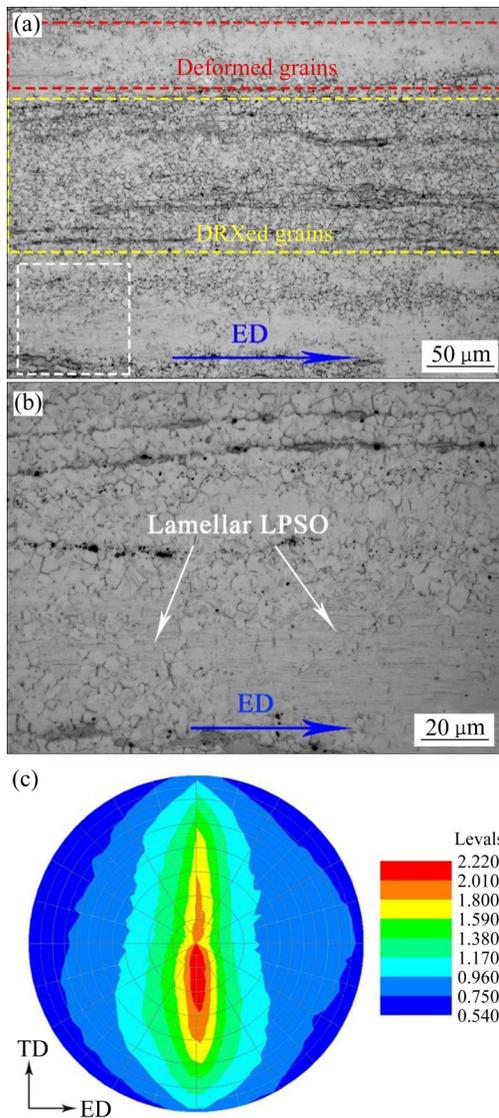


图 2 试样的微观组织

Fig. 2 Microstructures of present sample: (a) Optical micrograph along longitudinal section; (b) Enlarged image corresponding to white dotted frame area in Fig. 2(a); (c) (0001) pole figure obtained by XRD

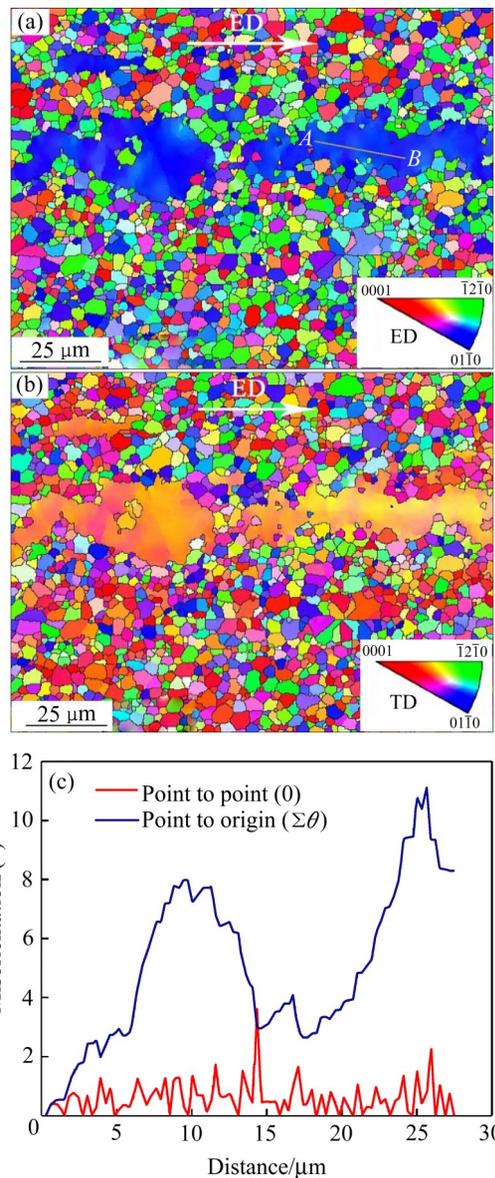


图 3 试样的EBSD分析

Fig. 3 EBSD results of sample: (a) IPF image of ED; (b) IPF image of TD; (c) Misorientation profiles along the line from A to B in Fig. 3(a)

经热挤压后,合金中的显微组织以细小的再结晶晶粒为主。通过对多张金相图进行统计并用 Image J 软件进行计算得出,合金中再结晶晶粒的占比约为 94.1%,变形晶粒的占比为约为 5.9%,且变形晶粒的平均尺寸为 $110.3\ \mu\text{m}$ 。图 3(a)和(b)所示为由 EBSD 得出的试样 ED 与 TD 方向的反极图(IPF)。EBSD 分析得到再结晶晶粒的平均尺寸为 $2.82\ \mu\text{m}$ 。可以看出,合金中再结晶晶粒的取向较为随机,这与图 2(c)所反映的弱织构是一致的。而粗大的变形晶粒的取向则较为一致。根据图 3(a)和(b)中变形粗晶的颜色,可以判断粗晶区域的取向接近为

$(01\bar{1}0)\perp\text{ED}$, $(0001)\perp\text{TD}$ 。因此,变形粗晶内接近为 $(0001)\parallel\text{ED}$ 的基面织构。图 3(c)所示为粗大晶粒中两点之间连线的取向差与距离的关系图。由图 3(c)可以看出,粗大晶粒内相邻区域间的取向差均小于 4° ,而连线内区域与起始处的取向差最大约为 11° ,均小于 15° ,说明粗大变形晶粒内部的取向差较小。

图 4(a)所示为基于 EBSD 得到的晶内取向分布(GOS)图。GOS 值用来表示单个晶粒内相邻像素之间的取向差程度和平均取向,可用来确认再结晶晶粒。一般将 GOS 值低于 1.3° 的晶粒标为再结晶晶

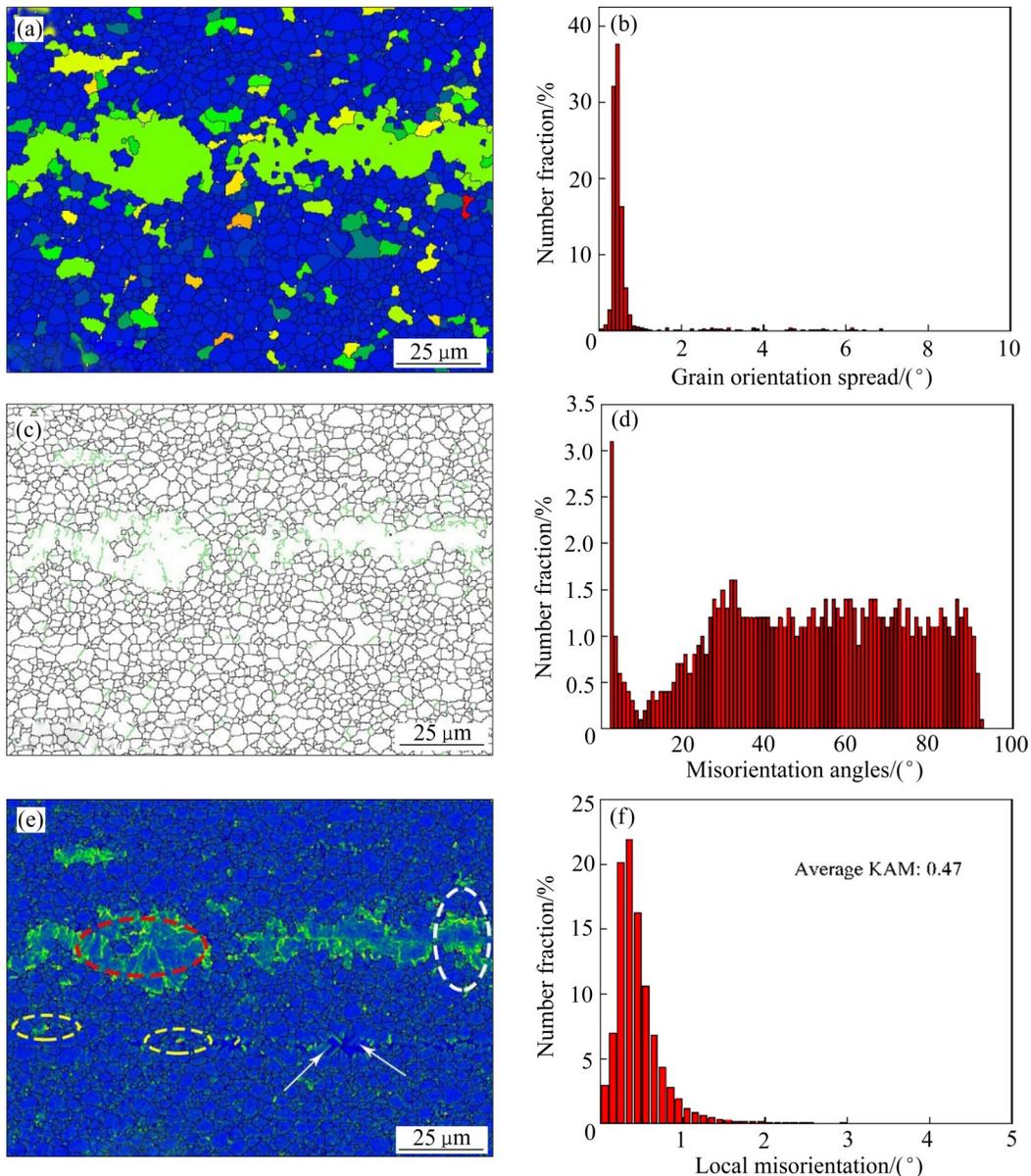


图4 试样的EBSD分析

Fig. 4 EBSD analysis results of the present sample: (a), (b) Image of GOS and its distribution diagram; (c), (d) Image of high and low grain boundaries and its distribution diagram; (e), (f) Image of KAM and its distribution diagram

粒^[15]。从图4(b)中可看出大多数细晶粒符合这一条件, 这对应于图4(a)中蓝色的区域, 也即是图3(a)和(b)中的具有随机取向的等轴小尺寸晶粒。相对而言, 图4(a)中间的绿色粗大晶粒为未再结晶的变形晶粒, 这与图3中的分析是一致的。

图4(c)和(d)所示分别为大角晶界(HAGBs, 取向差 $>15^\circ$)和小角晶界(LAGBs, 取向差 $2^\circ\sim 15^\circ$)的分布图和取向角统计分布图。图4(c)中黑色的为 HAGBs, 占比约为 92.2%, 绿色的为 LAGBs, HAGBs 主要为再结晶晶粒的晶界, 而 LAGBs 几乎都分布在粗大的变形晶粒中。这与图3中的再结晶与未再结晶区域的分布是一致的。

图4(e)和(f)所示分别为合金试样的 Kernel 平均取向差(KAM)图和统计分布图。从图4(e)可以看出, 位错主要分布于变形晶粒中, 且晶界附近的位错密度高于晶粒内。DRX 区域总体的位错密度较小, 但在个别区域仍存在含有位错的未再结晶晶粒, 这与图4(a)所示一致。同时再结晶小晶粒有向粗大变形晶粒内部形核的趋势, 尤其是位错密度较高的位置(见图4(e)中白色虚线圈), 说明再结晶晶粒易在位错密度高的位置形核。并且在粗大变形晶粒内部也有个别再结晶晶粒的存在(见图4(e)中红色

虚线圈)。因此, 可得出再结晶是由于热挤压过程中位错增殖和累积, 之后在变形晶粒内形核而导致^[16]。

2.2 析出相分析

图5所示为合金试样的 TEM 像。由图5(a)可以清晰地看到层状 LPSO 相的存在(见白色箭头), 同时还有大量的椭圆形沉淀析出(见黑色箭头)。

图5(b)所示为层状 LPSO 相的高分辨率 HRTEM 像。ITOI^[17]等得到 14H-LPSO 相的点阵参数如下 $a=0.321\text{ nm}$, $c=3.694\text{ nm}$, 根据图5(b)中 LPSO 相点阵参数的测量数据可得 $c=3.69$, 故推测本次试验中的 LPSO 相为 14H-LPSO 相。

图5(c)所示为入射电子束沿 $[0001]_{\alpha\text{-Mg}}$ 的 TEM 明场像, 可见平均尺寸为 10 nm 的沉淀颗粒相, 相邻沉淀相的夹角为 120° 。图5(d)所示为相应的电子衍射(SAED)图, 从图5(d)中可见在 $1/4(01\bar{1}0)$ 、 $1/2(01\bar{1}0)$ 、 $3/4(01\bar{1}0)$ 处出现额外的衍射斑, 因此该析出相为 β' 相(成分为 $\text{Mg}_{15}\text{RE}_3$, 具有底心正交(BCO)结构, $a=2\times a_{\alpha\text{-Mg}}\approx 0.64\text{ nm}$, $b=8\times d(01\bar{1}0)_{\alpha\text{-Mg}}\approx 2.22\text{ nm}$, $c=c_{\alpha\text{-Mg}}\approx 0.64\text{ nm}$), 且 β' 相与 $\alpha\text{-Mg}$ 基体的取向关系为 $(001)\beta' // (0001)_{\alpha\text{-Mg}}$ 、 $(010)\beta' // (2\bar{1}\bar{1}0)_{\alpha\text{-Mg}}$ ^[18-22]。

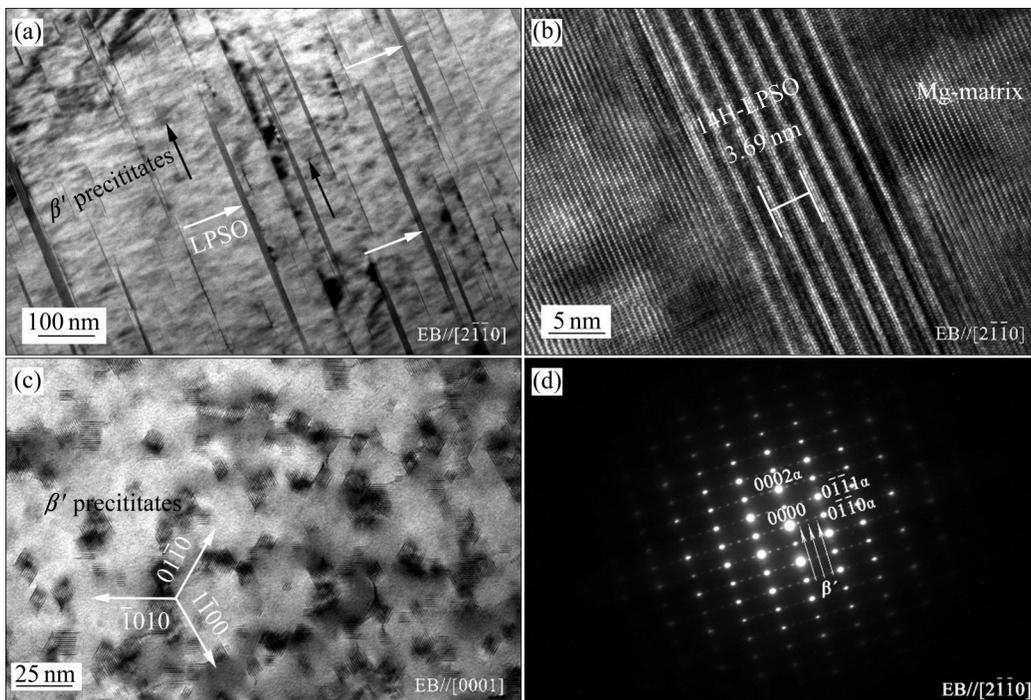


图5 析出相的 TEM 像

Fig. 5 TEM images of precipitates: (a) Bright-field image; (b) HRTEM of LPSO phase; (c) Bright-field image of β' phase; (d) Corresponding SAED patterns taken from Fig. 5(c)

2.3 力学性能分析

2.3.1 室温拉伸曲线分析

图6(a)所示为合金的工程应力-应变曲线。由图6(a)可知,该合金的屈服强度为392.6 MPa,抗拉强度为465.6 MPa,伸长率达到13.2%。与商用镁合金如AZ31等相比,强度与塑性均有较为明显的提高。图6(b)所示为合金的应变强化速率($\Theta=d\sigma_t/d\varepsilon_t$)和真应力(σ_t)随真应变(ε_t)的变化曲线。由图6(b)可知,在真应变的早期阶段, Θ 快速下降,随着真应变的增加, Θ 的下降趋于平缓,在真应变达到0.109时, Θ 与真应力曲线相交。根据 Considère 定理^[23],当 $\sigma_t \geq d\sigma_t/d\varepsilon_t$ 时表示拉伸试样颈缩失稳变形的开始,这对应着真应力与 Θ 两条曲线的交点位置。获得该试样的均匀伸长率(δ_U)为11.5%,之后试样在发生了少量的颈缩变形之后,在总伸长率为13.3%时断裂。

图7所示为试样拉伸变形过程中通过DIC获得的应变分布图。由图7可知,在伸长率 $\delta=1.4\%$ 时,在试样标距内的不同部位开始发生塑性变形。当 $\delta=7.0\%$ 时,应变在试样标距内均匀分布,说明试样处于均匀变形阶段。当 $\delta=11.5\%$ 时,可以看到在标距中上部的位置发生应变集中,这对应颈缩的开始,与图6(b)中应变强化速率和真应力两条曲线的相交点相符。当试样临近断裂时($\delta=13.2\%$),在试样颈缩处的应变集中更加明显,最终试样在该颈缩位置断裂。

2.3.2 强化机制分析

为分析本试验合金具有高强度的原因,采用5种强化模型对该合金的强化贡献进行估算。

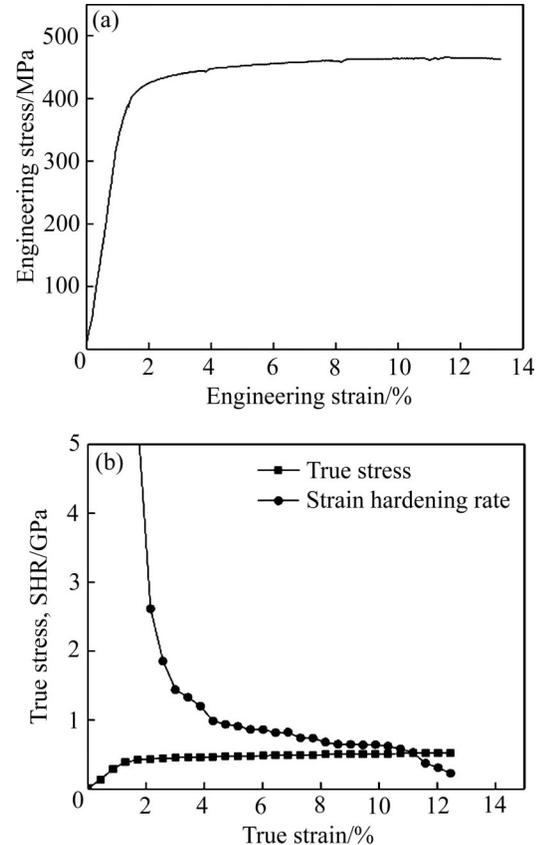


图6 试验合金室温拉伸性能曲线图

Fig. 6 Tensile properties of the present sample at RT: (a) Engineering stress - strain curve; (b) Strain hardening rate curve

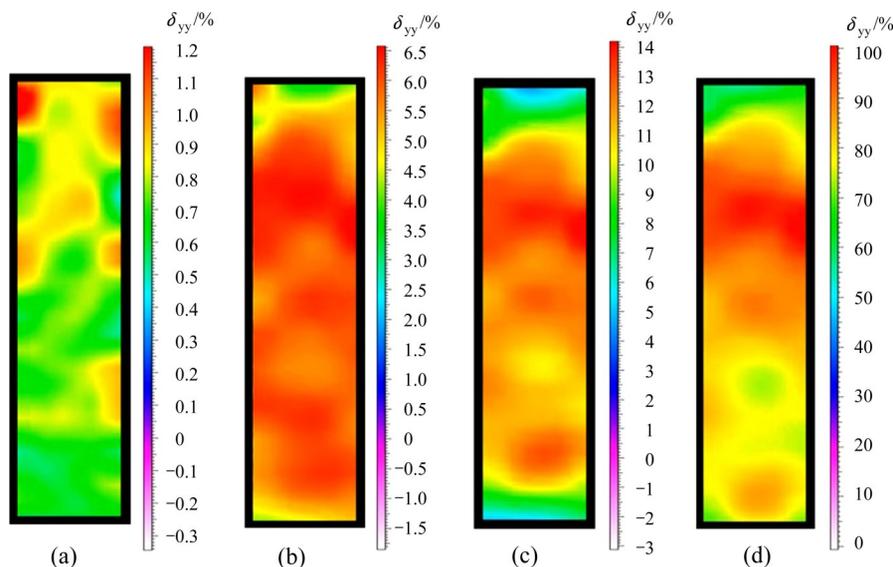


图7 试样拉伸变形过程的DIC图像

Fig. 7 DIC images of the tensile process: (a) $\delta=1.4\%$; (b) $\delta=7.0\%$; (c) $\delta=11.5\%$; (d) $\delta=13.2\%$

首先考虑晶界强化的贡献: 前文分析得到合金经过热挤压后同时存在再结晶晶粒和变形晶粒。因此晶界强化可表示为:

$$\Delta\sigma_{gb} = f_{DRX}\Delta\sigma_{gb,DRX} + f_{Def}\Delta\sigma_{gb,Def} \quad (1)$$

式中: f_{DRX} 和 f_{Def} 分别为再结晶晶粒和变形晶粒在试样中所占的比例, 分别为 94.1% 和 5.9%, $\Delta\sigma_{gb,DRX}$ 和 $\Delta\sigma_{gb,Def}$ 分别为再结晶晶粒和变形晶粒的晶界强化贡献。再结晶晶粒对合金屈服强度的贡献可用 Hall-Petch 公式来表示^[24]:

$$\Delta\sigma_{gb,DRX} = \frac{K}{\sqrt{d_{DRX}}} \quad (2)$$

式中: d_{DRX} 为再结晶晶粒平均尺寸, 由 EBSD 测量得 2.82 μm , K 为一个常数, 大约为 164 $\text{MPa}/\mu\text{m}^{1/2}$ ^[25]。计算得 $\Delta\sigma_{gb,DRX}=91.9$ MPa。变形晶粒对合金试样屈服强度的贡献可用如下公式来表示^[26]:

$$\Delta\sigma_{gb,Def} = \frac{26.6}{S_b} + \frac{41.7}{S_b\sqrt{d_{Def}}} \quad (3)$$

式中: d_{Def} 为变形晶粒的平均尺寸, 经计算为 110.3 μm ; S_b 为变形晶粒中基面滑移的 Schmid 因子, 由 EBSD 得到 S_b 约为 0.15。计算得 $\Delta\sigma_{gb,Def}=10.0$ MPa。根据金相分析 f_{DRX} 和 f_{Def} 分别为 94.1% 和 5.9%, 最后根据式(1)得到晶界强化对屈服强度的贡献为 $\Delta\sigma_{gb}=101.9$ MPa。

其次考虑位错强化的贡献: 由于再结晶晶粒和变形晶粒内的位错密度可能存在差异, 可用式(4)估算^[27]:

$$\Delta\sigma_{disl} = f_{Def}M_{Def}\alpha G|b|\sqrt{\rho_{Def}} + f_{DRX}M_{DRX}\alpha G|b|\sqrt{\rho_{DRX}} \quad (4)$$

Mg 的 α 为常数, 取 0.2; G 为剪切模量, 1.66 $\times 10^4$ MPa; $|b|$ 为柏式矢量的模, 3.21 $\times 10^{-10}$ m^[26]; M_{Def} 和 M_{DRX} 分别为变形晶粒与再结晶晶粒的泰勒因子, 分别为 4.5 和 3.5^[28]。 ρ_{Def} 为变形晶粒内的位错密度, 根据文献^[25], 其值大约为 1 $\times 10^{14}$ m⁻², ρ_{DRX} 为再结晶晶粒内的位错密度。根据文献^[29]可知, 再结晶晶粒内位错密度较低, 大约为 1 $\times 10^6$ m⁻²。根据金相的测量, f_{DRX} 和 f_{Def} 分别为 94.1% 和 5.9%。因此, 经式(4)计算得到位错对合金屈服强度的贡献为 $\Delta\sigma_{disl}=2.8$ MPa。说明位错对强度的提升不明显, 这与图 3(b)中的平均 KAM 值(0.47)较低的结果相吻合。

第三考虑析出强化的贡献: 该合金中 β' 相为强

化相, 可以起到钉扎作用, 阻碍位错运动, 提高合金强度。

析出强化可以用 Orowan 公式进行计算^[30]:

$$\Delta\sigma_{\beta'} = \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}\left[\left(\frac{0.779}{\sqrt{f_v}}\right) - 0.785\right]d_t} \times \ln\frac{0.785d_t}{|b|} \quad (5)$$

式中: ν 为泊松比, 取 0.35, 通过对 TEM 图的分析, β' 相的体积分数 f_v 约为 7.3%(根据体视学, 在随机选取的 TEM 平面薄膜试样中, 颗粒所占据的面积比等于其体积比^[31]), 颗粒平均尺寸 d_t 约为 10 nm。计算得出 $\Delta\sigma_{\beta'}=158.4$ MPa。

第四考虑固溶强化的贡献: Gd 和 Y 的摩尔分数对固溶强化的效果有较大的影响。固溶强化可用式(6)计算^[32]:

$$\Delta\sigma_{ss} = \frac{3.1\varepsilon Gc^{1/2}}{700} \quad (6)$$

式中: ε 为一个常数, 等于 0.74^[33]; c 为基体中 Gd 和 Y 摩尔分数的总和。在 Mg-8.2Gd-3.8Y-1.0Zn-0.5Zr 合金中 Gd 和 Y 的摩尔分数之和为 2.59%, Zn 的摩尔分数为 0.41%, 假设 Zn 原子全被 LPSO 相消耗, 且 14H-LPSO 相(分子式为 $\text{Mg}_{12}\text{Zn}(\text{Gd}+\text{Y})$)中 (Gd+Y)与 Zn 的摩尔分数比为 1:1, 故 LPSO 相消耗的(Gd+Y)的摩尔分数为 0.41%; β' 相的体积分数约为 7.3%, 根据 β' 的分子式 $\text{Mg}_{15}(\text{Gd}+\text{Y})_3$ 计算得到 β' 相消耗的(Gd+Y)的摩尔分数为 0.19%, 最后得出 $c=2.59\% - 0.41\% - 0.19\%=1.99\%$, 计算得 $\Delta\sigma_{ss}=97.7$ MPa。

综上所述, 该合金强度的贡献主要来自细晶强化、析出强化和固溶强化, 而位错强化的贡献最少。将各个强度贡献值线性相加, 如式(7)所示^[31]:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + \Delta\sigma_{gb} + \Delta\sigma_{disl} + \Delta\sigma_{\beta'} + \Delta\sigma_{ss} \quad (7)$$

式中: σ_0 为纯镁单晶的屈服强度, 为 21 MPa。根据式(7)得出屈服强度为 381.8 MPa, 比实际值 392.6 MPa 略低。理论值比实际值低的原因可能是: 一是强化模型的估算不可避免存在误差; 二是 LPSO 相的强化贡献没有计入。

LPSO 相对强度的贡献可能有以下几个方面的原因: 1) 在拉伸的过程中, Mg 晶粒会将部分载荷转移到 LPSO 相上, 减弱应力集中。ONORBE 等^[34]通过原位拉伸研究发现, 合金达到屈服阶段后, 随

随着应力的增加LPSO相内部应变的增加相较于Mg基体更加显著,这表明LPSO相承受的载荷比施加的应力大。由于LPSO相的弹性模量(75 GPa)高于Mg晶粒,因此Mg晶粒中的部分载荷会转移到LPSO相上,从而提升了整体强度。2) LPSO相的主要变形机制为 $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 滑移,而层状的LPSO相经热挤压后沿挤压方向排列,表现出较强的基面纤维织构,使LPSO相内部的基面滑移被抑制,从而提升合金的整体强度^[10, 35-36]。

2.3.3 塑化机制分析

除了较高的强度,合金同时表现出了较高的塑性,总伸长率达到13.3%。塑性的提高主要与再结晶晶粒细化以及LPSO相的存在有关。

基面滑移是镁合金室温下的主要变形机制,但强的基面织构不利于镁合金的塑性。弱化基面织构或者获得随机取向织构往往有利于塑性的提高^[37]。另外,镁合金中的柱面滑移和锥面滑移在室温下的CRSS较大,从而难以启动,成为制约塑性的另一个因素^[38]。因此,激活柱面、锥面所在的非基面滑移系,可以有效改善镁合金的塑性。

由图4可知,合金内发生了较为充分的再结晶,晶粒以细小的再结晶晶粒为主,细小再结晶晶粒的取向较为随机(见图3),这使得合金整体上织构明显弱化(见图2(c))。可用Schmid因子来预测不同滑移系的开动倾向,图8所示为不同滑移面在拉伸加载方向的Schmid因子。基面滑移的Schmid因子分布较为均匀,平均值为0.24;而柱面和锥面滑移的平均Schmid因子则分别为0.36和0.4,且在接近0.5的最大值附近有较高的分布。可见,该合金晶粒中的Schmid因子分布有利于柱面滑移和锥面滑移激活。已有研究表明^[39],当晶粒尺寸细化至几微米时,非基面滑移得以启动。因此,该合金中取向较为随机且晶粒尺寸只有2.82 μm 的再结晶晶粒有利于非基面滑移的开动,从而有利于塑性的提升。

同时,LPSO相的存在会使 $\alpha\text{-Mg}$ 中基面滑移的CRSS增大,可以促进 $\alpha\text{-Mg}$ 中非基面滑移系的激活。MATSUDA等^[40]通过研究快速凝固 $\text{Mg}_{97}\text{Y}_2\text{Zn}$ 发现,含LPSO相的晶粒中存在大量的 $\langle c+a\rangle$ 位错,且并未发现基面 $\langle a\rangle$ 位错,只有在不含LPSO相的晶粒中发现了基面位错。KIM等^[41]认为 $\alpha\text{-Mg}$ 基体与LPSO相的弹性模量失配是非基面滑移被激活的

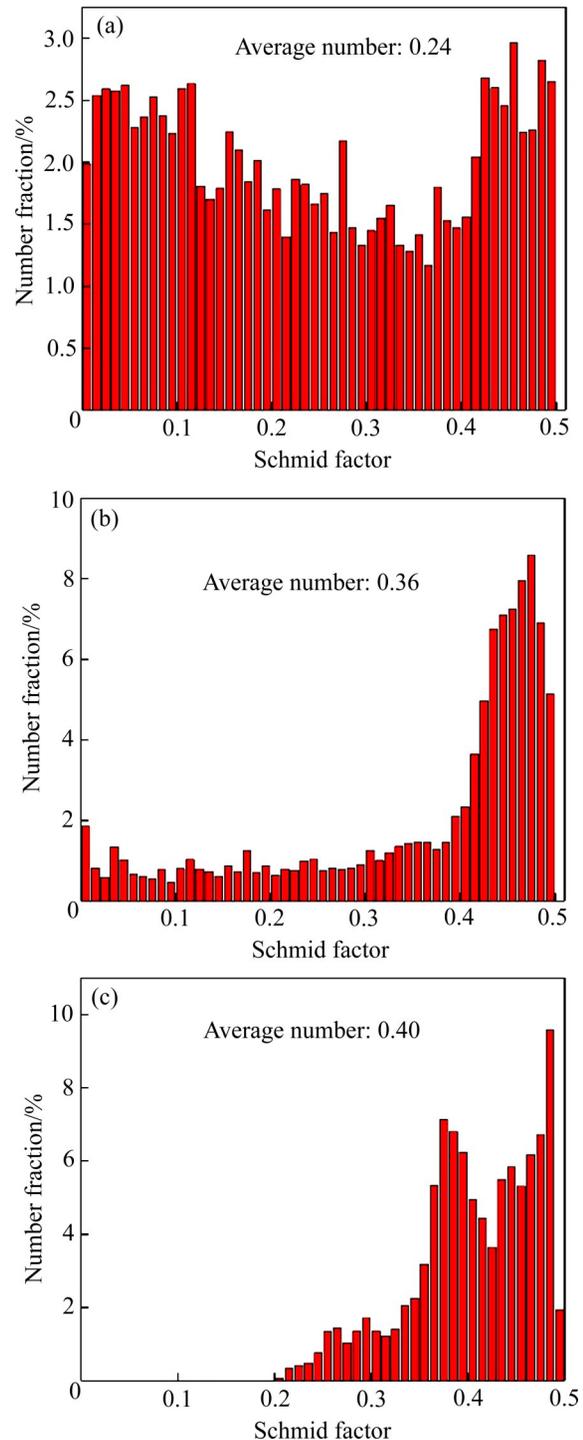


图8 不同滑移面在拉伸加载方向的Schmid因子

Fig. 8 SF of different slipsystems along tensile direction: (a) Basal slip; (b) Prismatic slip; (c) Pyramidal slip

主要原因。

LPSO相对合金塑性的提升还可能从以下几种途径实现: 1) 形变孪晶可能是微裂纹潜在的形核点,而LPSO相可以抑制形变孪晶的生成,防止合金试样的过早断裂,从而有利于塑性的改善^[11]; 2)

LPSO相比Mg基体具有更高的硬度,可以有效阻碍裂纹的扩展,从而提高合金的韧性^[8]。

3 结论

1) 铸锭经大挤压比热挤压成形后发生了不完全动态再结晶,形成了由细小的再结晶晶粒和粗大的变形晶粒组成的双峰结构。再结晶晶粒占比94.1%,变形晶粒占比5.9%。

2) 再结晶晶粒取向较为随机,变形晶粒取向较为一致。由于再结晶程度较高,合金试样的整体织构较弱。

3) 合金的高强度主要来自高占比的细小再结晶晶粒的晶界强化、细小弥散的 β' 沉淀相的析出强化和 α -Mg基体中Gd和Y原子的固溶强化。

4) 合金的塑性主要得益于细小再结晶晶粒及其弱织构促进了位错滑移。另外,LPSO相通过抑制孪晶和阻碍裂纹扩展等方式,对塑性有一定的贡献。

REFERENCES

- [1] YUAN L T, BI G L, LI Y D, et al. Effects of solid solution treatment and cooling on morphology of LPSO phase and precipitation hardening behavior of Mg-Dy-Ni alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of Chinese, 2017, 27(11): 2381-2389.
- [2] 王敬丰, 黄秀洪, 谢飞舟, 等. 轧制工艺对Mg-Gd-Y-Zn-Mn合金中LPSO相及其组织性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2016, 26(8): 1588-1596.
WANG Jing-feng, HUANG Xiu-hong, XIE Fei-zhou, et al. Influences of rolling processes on LPSO phase, microstructure and property of Mg-Gd-Y-Zn-Mn alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2016, 26(8): 1588-1595.
- [3] JIA L Y, DU W B, WANG Z H, et al. Dual phases strengthening behavior of Mg-10Gd-1Er-1Zn-0.6Zr alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metal Society of Chinese, 2020, 30(3): 635-646.
- [4] 吴玉娟, 丁文江, 彭立明, 等. 高性能稀土镁合金的研究进展[J]. 中国材料进展, 2011, 30(2): 1-9.
WU Yu-juan, DING Wen-jiang, PENG Li-ming, et al. Research progress of advanced magnesium rare-earth alloys [J]. Materials China, 2011, 30(2): 1-9
- [5] KAWAMURA Y, HAYASHI K, INOUE A, et al. Rapidly solidified powder metallurgy $Mg_{97}Zn_1Y_2$ alloys with excellent tensile yield strength above 600 MPa[J]. Materials Transactions, 2001, 42(7): 1172-1176.
- [6] SU N, WU Y J, ZHANG Y, et al. Microstructure evolution difference in $Mg_{96.5}Gd_{2.5}Zn_1$ alloys extruded from as-cast and solution-treated states[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2020, 282: 116666.
- [7] 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.
- [8] SU N, XUE X Y, ZHOU H, et al. Effects of nanoprecipitates and LPSO structure on deformation and fracture behaviour of high-strength Mg-Gd-Y-Zn-Mn alloys[J]. Materials Characterization, 2020, 165: 110396.
- [9] WANG K, WANG J F, HUANG S. Enhanced mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zn-Mn alloy by tailoring the morphology of long period stacking ordered phase[J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 733: 267-275.
- [10] 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.
- [11] MA Z D, LI G, PENG Q, et al. Microstructural evolution and enhanced mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy via centrifugal casting, ring-rolling and aging[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2020, 10(1): 119-128.
- [12] LU F M, MA A B, JIANG J H, et al. Effect of multi-pass equal channel angular pressing on microstructure and mechanical properties of $Mg_{97.1}Zn_1Gd_{1.8}Zr_{0.1}$ alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2014, 594: 330-333.
- [13] 郑明毅, 徐超, 乔晓光, 等. 超高强韧Mg-Gd-Y-Zn-Zr变形镁合金研究进展[J]. 中国材料进展, 2020, 39(1): 19-30.
ZHENG Ming-yi, XU Chao, QIAO Xiao-guang, et al. Research progress on ultra-high strength and toughness Mg-Gd-Y-Zn-Zr wrought magnesium alloys[J]. Materials China, 2020, 39(1): 19-30.
- [14] ZHOU X J, LIU C M, GAO Y H, et al. Microstructure and mechanical properties of extruded Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloys filled with intragranular LPSO phases[J]. Materials Characterization, 2018, 135: 76-83.
- [15] YAN C K, FENG A H, QU S J, et al. Dynamic recrystallization of titanium: Effect of pre-activated twinning

- at cryogenic temperature[J]. *Acta Materialia*, 2018, 154: 311–324.
- [16] XIAO J X, CHEN Z Y, SHAO J B, et al. Evolution of long-period stacking ordered phases and their effect on recrystallization in extruded Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy during annealing[J]. *Materials Characterization*, 2020, 167: 110515.
- [17] ITOI T, SEIMIYA T, KAWAMURAY, et al. Long period stacking structures observed in $Mg_{97}Zn_1Y_2$ alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2004, 51(2): 107–111.
- [18] HONMA T, OHKUBOT, KAMADO S, et al. Effect of Zn additions on the age-hardening of Mg-2.0Gd-1.2Y-0.2Zr alloys[J]. *Acta Materialia*, 2007, 55(12): 4137–4150.
- [19] HE S M, ZENG X Q, PENG L M, et al. Precipitation in a Mg-10Gd-3Y-0.4Zr (wt.%) alloy during isothermal ageing at 250 °C [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2006, 421(1/2): 309–313.
- [20] XU C, ZHENG M Y, CHI Y Q, et al. Microstructure and mechanical properties of the Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy fabricated by semi-continuous casting[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2012, 549: 128–135.
- [21] GAO X, HE S M, ZENG X Q, et al. Microstructure evolution in a Mg-15Gd-0.5Zr (wt.%) alloy during isothermal aging at 250 °C [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2006, 431(1/2): 322–327.
- [22] NIE J F. Precipitation and hardening in magnesium alloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2012, 43(11): 3891–3939.
- [23] CHOUNG J, CHO S R. Study on true stress correction from tensile tests[J]. *Journal of Mechanical Science and Technology*, 2008, 22(6): 1039–1051.
- [24] XUE Z Y, HAN X Z, ZHOU Z Y, et al. Effects of microstructure and texture evolution on strength improvement of an extruded Mg-10Gd-2Y-0.5Zn-0.3Zr alloy[J]. *Metals*, 2018, 8(12): 1087.
- [25] WU W X, JIN L, DONG J, et al. Deformation behavior and texture evolution in an extruded Mg-1Gd alloy during uniaxial compression[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 593: 48–54.
- [26] ZHOU X J, XIONG W Y, ZENG G, et al. Combined effects of LPSO orientation and α -Mg texture on tensile anisotropy of an extruded Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, 805: 140596.
- [27] KWAK T Y, KIM W J. Mechanical properties and Hall-Petch relationship of the extruded Mg-Zn-Y alloys with different volume fractions of icosahedral phase[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 770: 589–599.
- [28] CÁCERES C H, LUKÁČ P. Strain hardening behaviour and the Taylor factor of pure magnesium[J]. *Philosophical Magazine*, 2008, 88(7): 977–989.
- [29] 潘金生, 仝健民, 田民波. 材料科学基础[M]. 修订版. 北京: 清华大学出版社, 2011: 227. PAN Jin-sheng, TONG Jian-min, TIAN Min-bo. *Material science foundation*[M]. Revised ed. Beijing: Tsinghua University Press, 2011: 227.
- [30] NIE J F. Effects of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in magnesium alloys[J]. *Scripta Materialia*, 2003, 48(8): 1009–1015.
- [31] SUN W T, QIAO X G, ZHENG M Y, et al. Altered ageing behaviour of a nanostructured Mg-8.2Gd-3.8Y-1.0Zn-0.4Zr alloy processed by high pressure torsion[J]. *Acta Materialia*, 2018, 151: 260–270.
- [32] HERTZBERG R W. *Deformation and fracture mechanics of engineering materials*[M]. 3rd ed. New York: Wiley, 1989.
- [33] XIA X S, ZHANG K, MA M L, et al. Microstructures and strengthening mechanisms of Mg-8.2Gd-4.6Y-1.5Zn-0.4Zr alloy containing LPSO, β' and γ type phases[J]. *Journal of Rare Earths*, 2020, 38(10): 1119–1125.
- [34] ONORBE E, GARCES G, PEREZ P, et al. The evolution of internal strain in Mg-Y-Zn alloys with a long period stacking ordered structure[J]. *Scripta Materialia*, 2011, 65(8): 719–722.
- [35] HAO J Q, ZHANG J S, LI B Q, et al. Effects of 14H LPSO phase on the dynamic recrystallization and work hardening behaviors of an extruded Mg-Zn-Y-Mn alloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, 804: 140727 .
- [36] ZHANG D X, TAN Z, HUO Q H, et al. Dynamic recrystallization behaviors of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy with different morphologies and distributions of LPSO phases[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, 715: 389–403.
- [37] JIANG M G, YAN H, CHEN R S, et al. Enhanced mechanical properties due to grain refinement and texture modification in an AZ61 Mg alloy processed by small strain impact forging[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, 621: 204–211.
- [38] 卢振华, 杨红平, 刘 博. 镁合金变形机制及温度对其轧制组织影响的研究进展[J]. *热加工工艺*, 2018, 47(13): 13–17. LU Zhen-hua, YANG Hong-ping, LIU Bo. Research progress on deformation mechanism of magnesium alloy and influence of temperature on its rolling microstructure[J]. *Hot Working Technology*, 2018, 47(13): 13–17.
- [39] KOIKE J, KOBAYASHI T, MUKAI T, et al. The activity of

- non-basal slip systems and dynamic recovery at room temperature in fine-grained AZ31B magnesium alloys[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(7): 2055–2065.
- [40] MATSUDA M, ANDO S, NISHIDA M. Dislocation structure in rapidly solidified $Mg_{97}Zn_1Y_2$ alloy with long period stacking order phase[J]. *Materials Transactions*, 2005, 46(2): 361–364.
- [41] KIM J K, SANDLOBES S, RAABE D. On the room temperature deformation mechanisms of a Mg-Y-Zn alloy with long-period-stacking-ordered structures[J]. *Acta Materialia*, 2015, 82: 414–423.

Microstructure and strengthening-toughening mechanisms of a high-strength Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy processed by large-strain hot extrusion

TAO Shi-jie¹, NING Jiang-li^{1,2}, WAN De-cheng^{1,2}, YUAN Xiao-yi¹, ZHOU Jia-liao¹

(1. Discipline of Key Materials for Defense Industry, College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, China;

2. Key Laboratory of Modern Metallurgy, Ministry of Education, Tangshan 063210, China)

Abstract: The Mg-8.34Gd-2.32Y-1.04Zn-0.07Zr alloy containing long-period stacking order (LPSO) phase with good combined strength and ductility was prepared by large-strain hot extrusion. By the analysis via optical microscopy, EBSD, TEM and mathematical models, the relationship between microstructure and mechanical properties of the alloy was studied. The results show that a bimodal structure forms after hot extrusion. After an artificial ageing treatment, the 14-H LPSO phase and β' phase are both observed. The alloy exhibits good mechanical properties. The tensile strength, yield strength and elongation are 463.1 MPa, 392.6 MPa and 13.3%, respectively. Grain boundary strengthening, precipitation strengthening and solid solution strengthening provide the most significant contribution to the yield strength of the alloy. The high ratio of fine recrystallized grains, the weak texture as well as the presence of LPSO phase play important roles in the enhancement of ductility of the alloy.

Key words: large-strain; Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy; bimodal structure; LPSO phase; strengthening-toughening mechanism

Foundation item: Project(JCKY2018407C008) supported by the Defense Industrial Technology Development Program, China; Project(JQ201702) supported by the North China University of Science and Technology Science Fund for Distinguished Young Scholars, China

Received date: 2021-09-21; **Accepted date:** 2021-11-03

Corresponding author: NING Jiang-li; Tel: +86-315-8805420; E-mail: ningjiangli@ncst.edu.cn

(编辑 龙怀中)