

挤压道次对真空电弧重熔 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金组织及性能的影响

张丹丹¹, 杨泽华², 陈 冲¹, 张恩平³, 孙 菊⁴

(1. 郑州职业技术学院 城市轨道交通系, 河南 郑州 450121; 2. 郑州职业技术学院 建筑工程系, 河南 郑州 450121;
3. 郑州地铁集团有限公司, 河南 郑州 450121; 4. 河南理工大学 材料科学与工程学院, 河南 焦作 454000)

摘要: 选择真空电弧重熔工艺制备 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金, 镁合金作为基材, 通过挤压工艺在镁合金基体中加入 Mg-Nd 中间合金, 并分析挤压道次对其组织结构与力学特性的影响。研究表明: 当挤压道次达到 5 时, 在镁合金组织内已观察不到大晶粒, 产生了许多尺寸很小的第二相颗粒; 经过多次挤压变形处理后, 在挤压方向出现了明显的塑性流动, 形成了具有明显纤维形态的组织; 合金组织的晶界区域形成了许多尺寸较小的 Mg-Nd 中间合金, 表现为团簇状态, 对晶界可以发挥良好的钉扎效果, 使位错运动受到明显抑制, 从而获得更高的力学强度; 对试样进行 5 道次挤压后, 拉伸强度增大至 322 MPa, 伸长率变为 7.3%, 获得了更优的力学性能; 挤压过程中, 一些中间合金颗粒发生了破碎, 并在高密度位错部位发生形核, 能够抑制再结晶晶粒生长。

关键词: 真空电弧重熔; 挤压道次; 镁合金; 显微组织; 力学性能

DOI: 10.13330/j.issn.1000-3940.2022.04.024

中图分类号: TG146 **文献标志码:** A **文章编号:** 1000-3940 (2022) 04-0176-05

Influence of extrusion pass on microstructure and properties of Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y alloy by vacuum arc remelting

Zhang Dandan¹, Yang Zehua², Chen Chong¹, Zhang Enping³, Sun Ju⁴

(1. Department of Urban Rail Transportation, Zhengzhou Polytechnic, Zhengzhou 450121, China;

2. Department of Architectural Engineering, Zhengzhou Polytechnic, Zhengzhou 450121, China;

3. Zhengzhou Metro Group Co., Ltd., Zhengzhou 450121, China;

4. School of Materials Science and Engineering, Henan Polytechnic University, Jiaozuo 454000, China)

Abstract: The Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y alloy was prepared by vacuum arc remelting (VAR) process. Then, taking magnesium alloy as the based material, Mg-Nd intermediate alloy was added to the magnesium alloy matrix by extrusion process, and the influences of extrusion pass on the microstructure and mechanical properties of Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y alloy were analyzed. The results show that when the extrusion pass reaches five, no large grains are observed in the magnesium alloy microstructure, and many small second phase particles are generated. After many times of extrusion deformation treatment, obvious plastic flow appears in the extrusion direction, and the structure with obvious fiber shape is formed. Many small Mg-Nd intermediate alloys are formed in the grain boundary region of the alloy, which are in the form of clusters and can exert a good pinning effect on the grain boundary and significantly inhibit the dislocation movement to obtain higher mechanical strength. After five passes of extrusion, the tensile strength of specimen increases to 322 MPa, the elongation becomes 7.3%, and the better mechanical properties are obtained. During the extrusion process, some intermediate alloy particles are broken and nucleated at the position of high density dislocations to inhibit the growth of recrystallized grains.

Key words: vacuum arc remelting; extrusion pass; magnesium alloy; microstructure; mechanical properties

镁合金作为一种轻质高强材料, 被广泛应用于工业领域来制造各类重要部件, 尤其是对于轨道车

辆的轻量化发展起到了关键作用^[1-3]。随着使用环境日益苛刻, 需要镁合金具有更优的综合性能, 可以通过在镁合金基体中添加 Nd、Y 等稀土元素的方式来达到性能改善的效果^[4-6]。考虑到在实际熔炼阶段会出现稀土元素高温烧结损伤, 会导致实际含量偏离名义添加量, 并且还会引起环境污染的问题, 以传统熔炼工艺来制备含有稀土元素的镁合金时应

收稿日期: 2021-02-20; 修订日期: 2021-05-15

基金项目: 河南省科技厅科技攻关计划项目 (172102210567)

作者简介: 张丹丹 (1983-), 女, 硕士, 副教授

E-mail: zhangshuangyi200@163.com

设置可靠的保护措施，可以加入覆盖剂，也可以在熔炼阶段通入惰性保护气体。挤压属于一类高效的镁合金加工方法，具体工艺过程为：通过车削得到镁合金以及稀土合金铸锭的细屑，对其实施均匀混合后，再进行不同温度下的挤压从而获得稀土镁合金。当合金受到挤压作用后，能够促使内部的稀土元素逐渐形成均匀分布的状态，这些细小的稀土颗粒可以与基体形成良好的界面结合，并发挥细化基体晶粒的作用，可以显著地增强镁合金的力学性能^[7]。

目前，已有较多国内外学者开展了各类镁合金固相再生过程的深入研究，但是，这些研究内容均是针对单一合金屑开展的挤压测试。武淑艳等^[8]通过挤压方法制得 AZ31 镁合金，获得了 10 μm 以下的细小晶粒，并且达到了接近铸锭挤压材料的力学性能。朱瑶等^[9]通过实验测试了 Ce 合金屑以及 AZ31B 镁合金屑的挤压特性，结果显示，提高挤压道次后，试样获得了更大的抗拉强度与伸长率，分别为 310 MPa 与 9.75%。徐岩等^[10]首先将 AZ61 镁合金升温至 285 ℃ 再对其实施多次挤压，此时合金基体内将会发生局部应变而引起动态再结晶过程，从而生成平均晶粒尺寸为 3.5 μm 的小尺寸晶粒。刘英等^[11]通过间接热挤压方式实现了 AZ80 镁合金的回收，并在室温下对上述镁合金试样进行力学性能测试发现，抗拉强度为 284 MPa，伸长率达到 7%，该结果表明热挤压工艺属于一类满足要求的镁合金加工方式。周霞等^[12]利用 SHPB 方法对镁合金进行挤压测试，同时构建了用于应变速率计算的本构方程，结果显示，控制应变速率在 400~1000 s⁻¹ 范围内时，随着应变速率的增大，敏感程度也增大。胡茂良等^[13]采用挤压方法加工镁合金废料，使晶粒发生了明显细化，并且当挤压温度上升后，试样获得了更大的拉伸强度与伸长率。文丽华等^[14]采用挤压方式加工 ZM6 镁合金，其中，室温下测试得到的试样拉伸强度为 279 MPa，当温度升高至 250 ℃ 时依然可以获得 172 MPa 的拉伸强度。到目前为止，对镁合金进行的挤压测试还是集中于一种合金屑，考虑到两种合金屑的加工需要更加复杂的制备工艺与均匀化过程，特别是如何加入合适的稀土量以获得更优性能的合金屑还需进一步深入探讨。

本实验选择真空电弧重熔工艺制备的镁合金作为测试基材，通过挤压工艺在镁合金基体中加入 Mg-Nd 中间合金，同时，对比了各挤压道次下得到的 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金的组织结构与力学

特性变化情况。

1 实验

1.1 原料制备

本实验选择 Mg 基合金作为基体材料，其元素组成如表 1 所示。纯度均在 99% 以上的 Al 粉（粒径为 20~100 μm）、Mg-10Nd 中间合金粉（粒径为 40~120 μm）、Mg-6Zn 中间合金粉（粒径为 100~200 μm）、Mg-20Y 中间合金粉（粒径为 30~60 μm）共同组成原始坯料。选择真空电弧重熔工艺并结合水冷铜模制得母锭，熔炼过程在 VDK250 型真空电弧炉内完成，真空气压达到 5×10³ Pa 以下时再通入高纯氩气使压力升高至 0.108 MPa。对合金锭进行 8 次翻转熔炼，并控制单次的熔炼时间在 10 min 以内，由此获得均匀的合金组织，经过化学元素测定，该合金的名义成分为 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金。

表 1 Mg 基合金组成成分（%，质量分数）
Table 1 Compositions of Mg base alloy（%，mass fraction）

Al	Zn	Mn	Si	Fe	Mg
6.85	0.32	0.15	0.01	0.005	余量

从图 1 中可以看到所得合金的 XRD 和显微组织形貌。其中，镁合金内存在较高比例的合金元素，在铸态组织中存在 α-Mg 固溶体，并且在晶界区域形成了具有网状结构的不连续的 β-Mg₁₇Al₁₂ 组织^[15]。该组织相具备很高的硬脆性，合金力学特性受到该组织相的微观结构、分布状态、尺寸等的明显影响。当合金发生塑性变形时，位于沿晶界区域的大尺寸 β-Mg₁₇Al₁₂ 相很容易出现脆性断裂情况，导致合金的力学特性降低。

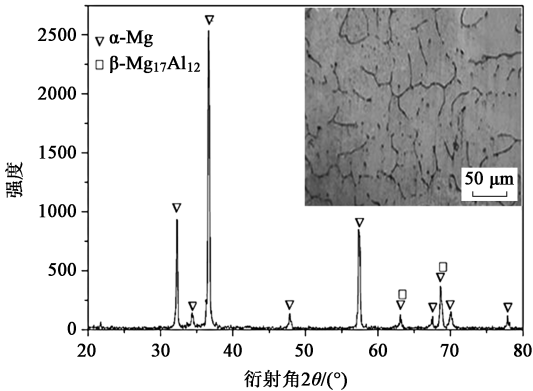


图 1 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金的 XRD 图谱和显微组织
Fig. 1 XRD pattern and microstructure of Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y alloy

在 C5220 型车床上，将 Mg 基合金和 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金铸锭进行车削成屑，Mg 基合金

屑的尺寸为 $(2.5 \sim 2.8) \text{ mm} \times (1.1 \sim 1.5) \text{ mm} \times (0.2 \sim 0.4) \text{ mm}$, Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金屑的尺寸为 $(2.6 \sim 3.0) \text{ mm} \times (1.4 \sim 1.8) \text{ mm} \times (0.1 \sim 0.2) \text{ mm}$ 。

1.2 挤压制备

按照以下步骤对 Mg 基合金和 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金实施挤压: 相应含量的 Mg-Nd 合金屑与镁合金屑达到均匀混合状态, 之后控制压力为 300 MPa、通过冷压模具冷压得到截面积为 200 mm^2 的棒材冷压块体, 其显微组织如图 2 所示。可见, 经过冷压后混合坯料中的合金屑之间存在较大空隙, 还未达到压实状态。

之后, 再将冷压块体转移到热压模具中, 并升温至 $400 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持 0.5 h 再以 5 道次热挤压方式处理, 每道次热挤压后的棒材截面积分别为 135、80、45、25 和 8 mm^2 , 控制总挤压比为 25 : 1。将通过热挤压方式得到的棒材杂质充分去除后, 对其实施锯切, 得到长度介于 10~15 mm 之间的小段试样, 之后采用冷压以及热挤压工艺制得试样。

1.3 测试方法

对制得的试样采用 OLYMPUS-GX71-6230A 金相显微镜观察其显微组织结构, 在进行金相观察前通

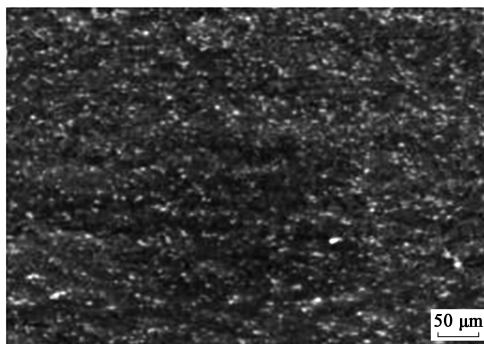


图 2 冷压块体的显微组织

Fig. 2 Microstructure of cold-pressed block

过混合酸溶液对试样表面实施腐蚀处理。在室温条件下, 通过 WDW-10 电子万能测试机完成试样的拉伸性能测试, 控制拉伸速率为 $1 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ 。同时, 对试样实施能谱表征。通过 CM-12 透射电镜观察试样的微观结构。

2 结果与讨论

2.1 光学组织分析

从图 3 中可以看到经过不同道次挤压后得到的试样的显微组织结构。对试样进行冷压处理期间,

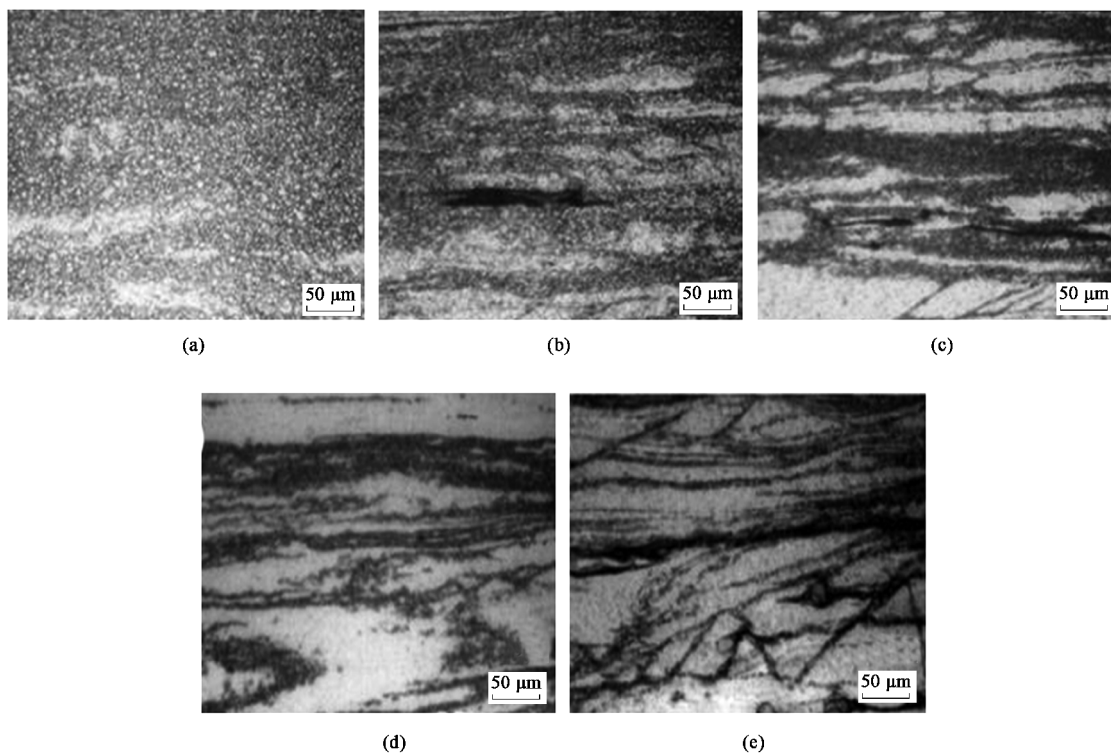


图 3 不同挤压道次下 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金横截面显微组织

(a) 第 1 道次 (b) 第 2 道次 (c) 第 3 道次 (d) 第 4 道次 (e) 第 5 道次

Fig. 3 Cross-sectional microstructures of Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y alloys under different extrusion passes

(a) The 1st pass (b) The 2nd pass (c) The 3rd pass (d) The 4th pass (e) The 5th pass

原来存在裂纹的部位将优先发生切屑破碎,在组织变形过程中,这些碎屑不断发生位移、破碎并形成新裂纹。当第1道次挤压结束后,沿着裂纹的分布方向,大部分合金屑均发生了破碎而得到大量的小块组织,这些小块组织的尺寸也存在较大差异,其中有25%左右的合金屑发生破碎后的尺寸约为50 μm ,约15%的合金屑依然呈现与最初组织相近的大尺寸状态,并且在合金屑中形成了许多梅花状的 $\alpha\text{-Mg}$ 相,同时,观察到在晶界部位形成了尺寸较大的 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 组织。经过多次挤压后, $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相以及合金屑均发生了破碎并转化为许多细小的颗粒,沿着挤压流线方向分布于基体内。挤压4道次时,存在中间合金颗粒的部位形成了尺寸更加细小的晶粒;不存在中间合金颗粒的部位形成了许多大尺寸晶粒。对试样实施挤压时,中间合金颗粒能够促进动态再结晶过程的进行。当挤压道次达到5时,在镁合金组织内已观察不到大晶粒,之前大尺寸合金屑均已发生破碎,产生了许多尺寸很小的第二相颗粒。经测试发现,镁合金中的晶粒尺寸从20 μm 降低至约5 μm 。

经过多道次挤压后,形成了密集分布并且较紊乱的挤压流线,此时晶粒发生了自适应转动,同时滑移方向也发生了改变,由此产生许多弯曲条纹。

经过多次挤压变形处理后,在挤压方向出现了明显的塑性流动,形成了具有明显纤维形态的组织。同时,合金屑在合金内发生了破碎, $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相也发生了明显的塑性变形。

因为在镁合金中只存在少量的滑移系,具有较低的层错能,较易在晶界处发生快速扩散,引起位错的大量塞积,进行挤压过程中,将会迅速形成再结晶需生成的大量位错,极易在400 $^{\circ}\text{C}$ 下出现动态再结晶过程。当中间合金颗粒以及 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相发生破碎时,将会引起边缘区域的大幅变形,快速产生众多位错,形成非常明显的晶格畸变,为形核过程提供了理想区域。

2.2 透射电镜组织分析

从图4中可以看到经过5道次挤压后得到的Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y合金的组织形貌。根据图4a可知,此时合金组织的晶界区域形成了许多尺寸较小的Mg-Nd中间合金,表现为团簇状态,对晶界可以发挥良好的钉扎效果,使位错运动受到明显抑制,从而获得更高的力学强度。根据图4b可知,A部位含有Nd中间合金。对图4c进行分析可知,中间合金颗粒达到了与镁基体紧密结合的状态,并未产生裂纹。

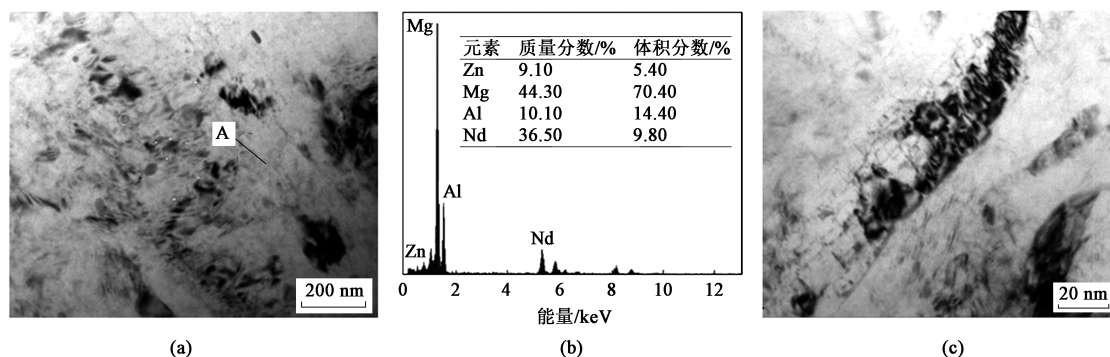


图4 经5道次挤压后Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y合金的组织形貌

(a) TEM图像 (b) A部位能谱图 (c) 合金与基体界面的TEM图像

Fig. 4 Morphologies of Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y alloy after extrusion with five passes

(a) TEM image (b) Energy spectrum diagram of location A (c) TEM image of interface between alloy and matrix

2.3 力学性能

图5为对Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y合金进行拉伸测试所得的结果。其中,完成1道次挤压后得到的试样的拉伸强度较低,为223 MPa,此时伸长率为1.4%。根据图3可知,在拉伸阶段基体产生了强烈的割裂作用,合金屑尖角与裂纹部位优先产生应力,之后进一步扩展并出现断裂。当对试样进行5道次挤压后,拉伸强度增大至322 MPa,同时伸长率变为7.3%,获得了更优的力学性能。

Nd与 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相在挤压过程中随着温度的升高不断向晶粒中扩散,从而发挥了固溶强化以及析出强化的作用。这些成分在挤出过程中成为第二相颗粒,对位错运动可以发挥明显的抑制效果,引起了位错塞积,因此,能够进一步增强合金组织。进行挤压时,一些中间合金颗粒发生了破碎并在高密度位错部位发生形核。小尺寸中间合金颗粒可以作为再结晶过程的形核中心,同时能够抑制再结晶晶粒生长。

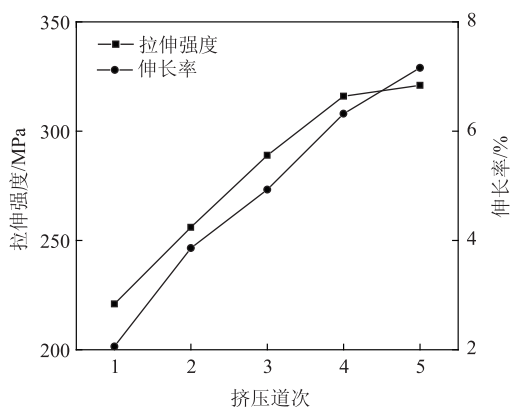


图 5 不同挤压道次下 Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y 合金的力学性能

Fig. 5 Mechanical properties of Mg-22Nd-15Al-8Zn-1.5Y alloy under different extrusion passes

3 结论

(1) 经过多道次挤压变形处理后, 在挤压方向出现了明显的塑性流动, 形成了具有明显纤维形态的组织。

(2) 合金组织的晶界区域形成了许多尺寸较小的 Mg-Nd 中间合金, 表现为团簇状态, 对晶界可以发挥良好的钉扎效果, 从而获得更高的力学强度。

(3) 对试样进行 5 道次挤压后, 抗拉强度增大至 322 MPa, 伸长率变为 7.3%, 获得了更优的力学性能。

参考文献:

- [1] 项瑶, 卢立伟, 盛坤, 等. 正挤压-弯曲剪切变形对 AQ80 镁合金组织及性能影响 [J]. 塑性工程学报, 2020, 27 (11): 53-58.
Xiang Y, Lu L W, Sheng K, et al. Effect of positive extrusion-bending shear deformation on microstructure and properties of AQ80 magnesium alloy [J]. Journal of Plasticity Engineering, 2020, 27 (11): 53-58.
- [2] 石洪吉, 邓运来, 张凯, 等. Nd 含量对 Mg-6Gd-2.5Y-0.5Zr 合金显微组织和力学性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2017, 27 (9): 1785-1793.
Shi H J, Deng Y L, Zhang K, et al. Effects of Nd addition on microstructure and mechanical properties of Mg-6Gd-2.5Y-0.5Zr alloy [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2017, 27 (9): 1785-1793.
- [3] 于建民, 屈晓晓, 张治民, 等. 成形温度对 Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 合金旋转反挤压变形组织和性能的影响 [J]. 塑性工程学报, 2019, 26 (6): 7-15.
Yu J M, Qu X X, Zhang Z M, et al. Effect of forming temperature on the deformation structure and properties of Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr alloy by rotary reverse extrusion [J]. Journal of Plasticity Engineering, 2019, 26 (6): 7-15.
- [4] 张思杨, 于建民, 张治民, 等. 等温往复锻粗-挤压对 Mg-Re-Zn 合金微观组织和室温力学性能的影响 [J]. 锻压技术, 2021, 46 (3): 126-130.
Zhang S Y, Yu J M, Zhang Z M, et al. Influences of isothermal reciprocating upsetting-extrusion (RUE) on microstructure and mechanical properties at room temperature for Mg-Re-Zn alloy [J]. Forging & Stamping Technology, 2021, 46 (3): 126-130.
- [5] 王军, 朱秀荣, 徐永东, 等. 稀土 Ce 和 Y 对 AZ80 镁合金组织和力学性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2014, 24 (1): 25-35.
Wang J, Zhu X R, Xu Y D, et al. Effects of rare-earth Ce and Y on microstructure and mechanical properties of AZ80 Mg alloys [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014, 24 (1): 25-35.
- [6] 文丽华, 吉泽升, 宁慧燕, 等. 固相合成道次对 ZM6-Ce 镁合金组织和性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2015, 44 (9): 2305-2309.
Wen L H, Ji Z S, Ning H Y, et al. Effect of extruding times on microstructure and mechanical properties of ZM6-Ce magnesium alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2015, 44 (9): 2305-2309.
- [7] 寇鑫, 于建民, 刘海军, 等. Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 合金形变软化行为及本构方程建立 [J]. 锻压技术, 2020, 45 (3): 166-173.
Kou X, Yu J M, Liu H J, et al. Deformation softening behavior and establishment of constitutive model for Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr alloy [J]. Forging & Stamping Technology, 2020, 45 (3): 166-173.
- [8] Wu S Y, Ji Z S, Zhang T L. Microstructure and mechanical properties of AZ31B magnesium alloy recycled by solid-state process from different size chips [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2009, 209: 5319-5324.
- [9] Zhu Y, Hu M L, Wang D J, et al. Microstructure and mechanical properties of AZ31-Ce prepared by multipass solid-phase synthesis [J]. Materials Science and Technology, 2018, 34 (7): 876-884.
- [10] Xu Y, Hu L X, Sun Y, et al. Microstructure and mechanical properties of AZ61 magnesium alloy prepared by repetitive upsetting extrusion [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2015, 25 (2): 381-388.
- [11] Liu Y, Li Y Y, Zhang D T, et al. Microstructure and properties of AZ80 magnesium alloy prepared by hot extrusion from recycled machined chips [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2002, 12 (5): 882-885.
- [12] 周霞, 赵昌美, 李利, 等. 基于 SHPB 实验的挤压镁合金动态力学行为数值模拟 [J]. 中国有色金属学报, 2014, 24 (8): 1969-1975.
Zhou X, Zhao C M, Li L, et al. Numerical simulation of dynamic behavior of extruded AZ91D magnesium alloy based on SHPB experiment [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014, 24 (8): 1969-1975.
- [13] Hu M L, Ji Z S, Chen X Y, et al. Microstructure and mechanical properties of Mg magnesium alloy recycled from scraps by hot-press/extrusion [J]. Journal of Harbin Institute of Technology (New Series), 2014, 21 (1): 115-120.
- [14] Wen L H, Ji Z S, Xin M D. Microstructure and mechanical properties of ZM6 magnesium alloy produced by extrusion of machined chips [J]. Materials Science and Technology, 2009, 25 (10): 1222-1226.
- [15] 肖晓玲, 罗承萍, 聂建峰, 等. AZ91Mg-Al 合金中 β -(Mg₁₇Al₁₂) 析出相的形态及其晶体学特征 [J]. 金属学报, 2001, 37 (1): 1-7.
Xiao X L, Luo C P, Nie J F, et al. Morphology and crystallography of β -(Mg₁₇Al₁₂) precipitate in an AZ91 magnesium-aluminum alloy [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2001, 37 (1): 1-7.