

应变速率对 Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金 旋转反挤压的影响

屈晓晓¹, 张治民¹, 于建民¹, 房庆龄¹, 刘涛²

(1. 中北大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030000)

(2. 装甲军代局驻太原地区军代室, 山西 太原 030006)

摘要: 旋转反挤压是一种将旋转运动和正常反挤压运动相结合的塑性成形新方法, 可以实现 Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金的剧烈塑性变形, 改善其组织和性能。以旋转挤压为工艺对象, 利用 Gleeble-3500 热模拟机研究了镁合金杯形件成形过程中应变速率对材料组织和性能的影响规律。结果表明: Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金杯形件旋转反挤压过程中, 显微硬度分布较为均匀, 试样从外部到内部的晶粒逐渐细化, 沿旋转方向动态再结晶程度逐渐提高, 晶粒尺寸逐渐减小。在周向应变速率 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 从 0 增大到 0.05 s⁻¹ 的过程中, 动态再结晶晶粒的占比逐渐上升, 在 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 为 0.005 s⁻¹ 时, 片状 LPSO 相的破碎使此时材料的硬度提高, 并抑制了动态再结晶晶粒的产生。 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 的继续增加使位错密度增大, 促进了动态再结晶。在旋转反挤压进行过程中, 随着时间的增加成形载荷波动上升, 且随着 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 的增加, 成形载荷逐渐下降。

关键词: Mg-Gd-Y-Zn-Zr 镁合金; 旋转反挤压; 应变速率; 显微组织; 维氏硬度

中图分类号: TG379 **文献标志码:** A **文章编号:** 1674-3962(2019)04-0389-07

Effect of Strain Rates on Rotary Backward Extrusion of Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr Magnesium Alloy

QU Xiaoxiao¹, ZHANG Zhimin¹, YU Jianmin¹, FANG Qingling¹, LIU Tao²

(1. School of Materials Science and Engineering, North University of China, Taiyuan 030000, China)

(2. Taiyuan Military Representative Office of Armored Military Representative Bureau, Taiyuan 030006, China)

Abstract: Rotating back extrusion is a new forming method which combines rotational motion with common reverse extrusion. It can realize a severe plastic deformation of Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr magnesium alloy and improve its microstructure and properties. Based on rotating back extrusion, the influence of the strain rate on microstructure and properties during the forming process of magnesium alloy cup are studied by using Gleeble-3500 thermal simulator. The results show that in the process of rotating back extrusion of Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr magnesium alloy cup, the microhardness distribution of the magnesium alloy becomes more uniform, the grain size inside the sample gets thinner than the outside, the dynamic recrystallization degree increases gradually along the rotation direction and the grain size gradually decreases. As the strain rate increases from 0 s⁻¹ to 0.05 s⁻¹, the proportion of dynamic recrystallized grains increases. When the strain rate is 0.05 s⁻¹, the sheet LPSO phases begin to break up, which makes the hardness of the material increases and inhibits the generation of dynamically recrystallized grain. With the strain rate keeping on raising, the dislocation density increases, which promotes dynamic recrystallization. During the process of rotating backward extrusion, the fluctuation of the forming load increases with time, and the forming load gradually decreases with the raising of strain rate.

Key words: Mg-Gd-Y-Zn-Zr magnesium alloy; rotary backward extrusion; strain rate; microstructures; Vickers hardness

1 前言

随着航天技术的发展, 对结构件的轻量化需求日益增多, 镁合金作为最有潜力的轻金属, 正逐渐应用到航天和国防领域^[1-3]。镁合金密度小、比强度高、力学性能优良, 但是其 HCP 结构限制了塑性变形, 从而限制了镁合金的力学性能^[4, 5]。剧烈塑性变形 (SPD) 技术由于引入了较大应变, 成为目前细化镁合金晶粒的有效方法

收稿日期: 2018-08-06 修回日期: 2018-09-16

基金项目: 国家重点研究计划资助项目 (2016YFB0301103); 山西省基础研究计划资助项目 (201601D102018)

第一作者: 屈晓晓, 女, 1994 年生, 硕士研究生,

Email: 1978970389@qq.com

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2019.04.09

之一^[6, 7]。其中, 高压扭转 (HPT) 工艺在理论上可以使大量剪切应变累积到试样内部, 从而以较大的应变驱使材料晶粒均匀变细达到亚微米级和纳米级^[8-10]。Huang 等^[11]发现, 当加工温度在 296~473 K 之间时, 在 HPT 作用下 AZ31 镁合金的微观组织和硬度即可发生改变, 该试验说明较低温度下镁合金也可以实现组织转变。Figueiredo 等^[12]研究发现, 对 AZ31 镁合金进行 HPT 加工后其内部晶粒的细化程度存在一定的不均匀性, 并且可获得不含加工缺陷的致密合金组织。Sun 等^[13]通过对 Mg-8.2Gd-3.8Y-1.0Zn-0.4Zr 镁合金进行 T6+HPT+T5 处理使硬度值达到 1529 MPa, 远高于其他报道的镁合金硬度值。文道静等^[9]研究了 Mg-8Gd-3Y-0.4Zr (GW83 K) 合金的 HPT 变形, 发现成形后构件距轴心 10 mm 部位处的硬度值较轴心部位增大 294 MPa 左右。由此, 中北大学 Yu 等^[14]提出旋转反挤压成形工艺, 此工艺通过剧烈塑性变形极大地削弱变形组织, 弥补反挤压缺点, 增强各区域应变的均匀性。

基于上述研究, 本文利用 Gleeble-3500 Torsion 物理模拟实验机, 在不同的应变速率下对 Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金进行旋转反挤压成形实验研究, 具有重要的经济和社会价值。

2 旋转反挤压成形工艺

本文采用的旋转反挤压成形工艺, 其工作原理示意图如图 1 所示。将凸模、凹模分别固定在热模拟机两端的夹具上, 该机器的两端分别可以独立做轴向进给运动和旋转运动。由于坯料需要连接电偶丝, 故将放置坯料的凹模连接在做轴向进给运动的夹具上, 将凸模连接到做旋转运动的夹具上。两个运动同时进行, 即可以复合成为旋转挤压成形工艺^[14]。

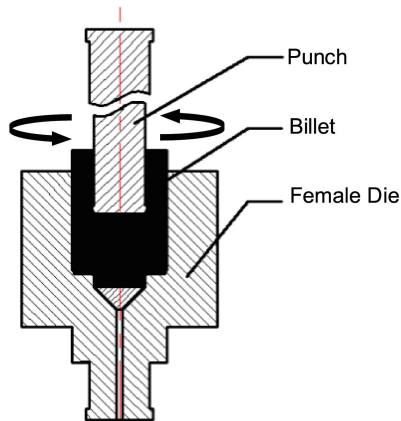


图 1 旋转反挤压成形示意图

Fig. 1 Schematic diagram of rotating back extrusion forming

3 实验材料及方法

本实验所采用的稀土镁合金中各元素占比如表 1 所示。实验前先将镁合金棒料在 793 K 下保温 12 h 进行均匀化处理, 然后线切割成为实验所用坯料, 如图 2 所示。利用热模拟机对坯料进行旋转反挤压实验, 实验进行前利用油基石墨和石墨片对坯料进行润滑。由于模具和坯料都是利用电流的热效应加热故需在加热开始前给与一定的预紧力, 使模具坯料充分接触。选取旋转挤压温度为 723 K, 进给速度为 $0.05 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$, 旋转运动带来的周向应变速率 $\dot{\epsilon}_{\theta}$ 取 0, 0.001, 0.005, 0.01, 0.05 s^{-1} 进行实验。 $\dot{\epsilon}_{\theta}$ 越大则凸模转速越快, $\dot{\epsilon}_{\theta}$ 为 0 s^{-1} 时凸模不做旋转运动, 此时实验为正常反挤压实验。坯料经旋转挤压实验后高度为 35 mm, 内径为 $\Phi 13 \text{ mm}$, 外径为 $\Phi 22 \text{ mm}$ 。成形后杯形件如图 3 所示, 对其进行线切割, 把垂直挤压方向的水平截面作为观测面。对该平面进行抛光后在腐蚀液 (4.2 g 苦味酸+10 mL 冰乙酸+70 mL 酒精+10 mL 水) 中腐蚀 13 s, 在 Zeiss Axio Imager A1m 型金相显微镜下观察其组织, 利用 SU5000 扫描电子显微镜 (SEM) 结合 EDAX 能谱仪 (EDS) 对观察面的微区成分进行测试分析。在 UHL VMH-002VD 显微硬度测试仪上进行硬度测试。在 DX-2700 型 X 射线衍射仪上对试样的物相组成进行分析。

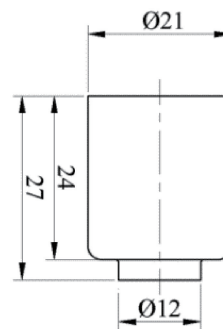


图 2 圆柱形试样尺寸

Fig. 2 Cylindrical specimen size



图 3 旋转反挤压成形构件照片

Fig. 3 Digital photo of rotary backward extrusion forming component

表 1 Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金化学组成

Table 1 Chemical composition of Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr magnesium alloy (wt%)

Elements	Mg	Gd	Y	Zn	Zr	Si	Cu	Fe
Content	Bal.	12.88	4.00	2.00	0.50	<0.01	<0.01	<0.01

4 实验结果及分析

4.1 $\dot{\epsilon}_{周}$ 对 Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金微观组织的影响

Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金试样的 X 射线衍射分析结果和 SEM 照片如图 4 和图 5 所示。图 5 中不同位置的 EDS 结果如表 2 所示。综合分析可知样品主要由 α -Mg 和分布在 α -Mg 周围的 LPSO 相组成^[15, 16]。

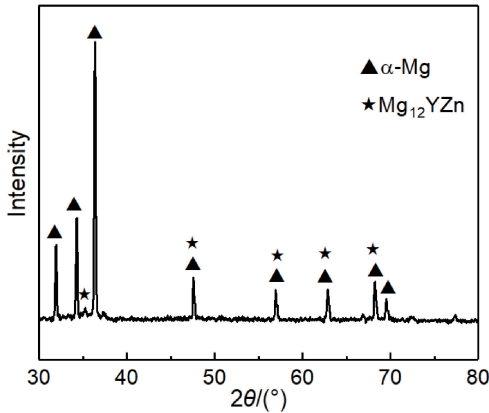


图 4 成形后试样的 XRD 图谱
Fig. 4 XRD pattern of samples after forming

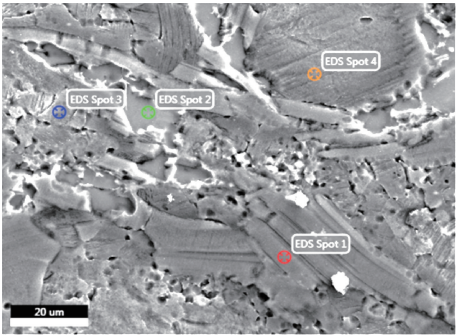


图 5 成形后试样的 SEM 照片
Fig. 5 SEM image of samples after forming

由于杯形件成形过程中，从中心轴开始，各部分区域变形程度不同，故将观测面由内到外分为 3 个区域进行测试，区域划分示意图如图 6 所示。在金相显微镜下对图 6 中所指 a, b, c 区域进行观察，其显微组织照片如图 7~12 所示。

表 2 不同位置的 EDS 结果

Table 2 EDS results of different location (at%)

Element	Mg K	Y L	Zr L	Gd L	Zn K	
Content	1	81.94	2.97	0.06	6.40	8.63
	2	74.41	4.27	0.03	17.45	3.84
	3	95.86	0.80	0.21	2.76	0.37
	4	95.95	0.78	0.19	2.71	0.37

由图 7~图 11 的金相显微组织照片可以看出，外部区域主要由片状长程有序相 (LPSO 相) 组成，随材料外部到内部等效应变的增加，片状 LPSO 相逐渐开始破裂成各种块状及棒状相，在各相断裂处出现动态再结晶晶粒，从内部区域可以看出，动态再结晶晶粒所占比例明显增大，晶粒明显细化且 LPSO 相显著减少。

在图 7a 中，此时 $\dot{\epsilon}_{周}$ 为 0 s^{-1} ，由于变形程度不大，只有少部分材料满足动态再结晶 (DRX) 条件，形成了大块 LPSO 相和 DRX 同时存在的情况。由图 12 分析可知，随 $\dot{\epsilon}_{周}$ 从 0 s^{-1} 增大的过程中，DRX 晶粒逐渐增多， $\dot{\epsilon}_{周}$ 为 0.005 s^{-1} 时，片状的 LPSO 相逐渐开始破碎，抑制了 DRX 晶粒的产生。当 $\dot{\epsilon}_{周}$ 继续增大到 0.01 s^{-1} 时，随着 $\dot{\epsilon}_{周}$ 的增大，金属材料的变形程度依次增加，变形量的累积使位错产生塞积，进而位错密度增大。当位错密度大于 DRX 所需临界值时，LPSO 相的形成被抑制，DRX 成为应力释放的主要途径^[16]。在材料内部基本没有 LPSO 相存在，组织全部由 DRX 晶粒组成，并且 DRX 晶粒基本沿旋转方向排布。

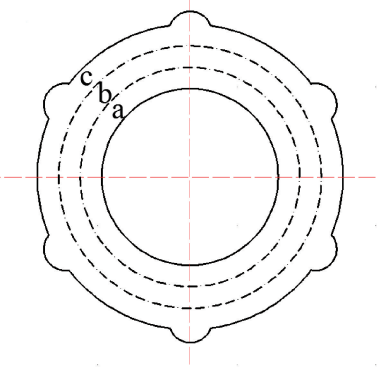


图 6 金相区域划分图
Fig. 6 Metallographic sampling location diagram

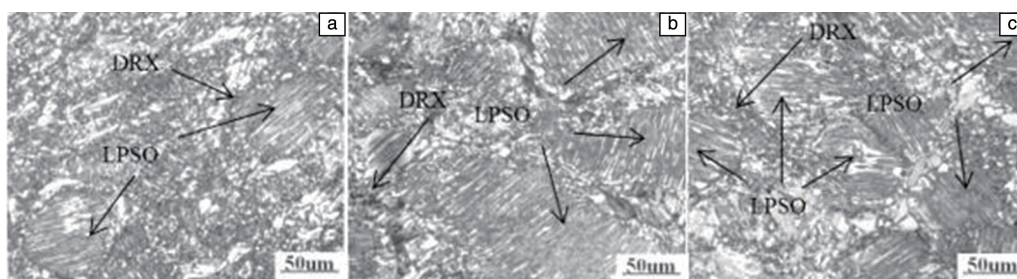


图 7 $\dot{\epsilon}_{周}$ 为 0 s^{-1} 时各区域金相组织照片

Fig. 7 Metallographic images of region a, b, c at a strain rate of 0 s^{-1}

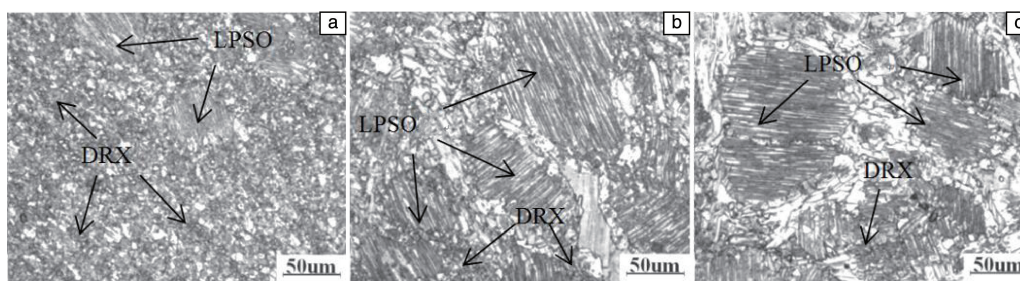


图 8 $\dot{\epsilon}_{周}$ 为 0.001 s^{-1} 时各区域金相组织照片

Fig. 8 Metallographic images of region a, b, c at a strain rate of 0.001 s^{-1}

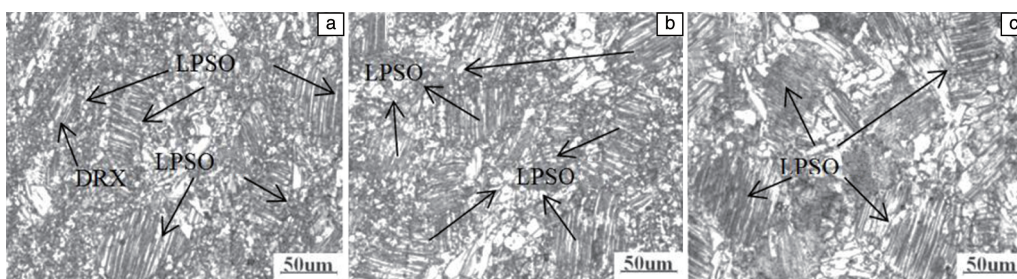


图 9 $\dot{\epsilon}_{周}$ 为 0.005 s^{-1} 时各区域金相组织照片

Fig. 9 Metallographic images of region a, b, c at a strain rate of 0.005 s^{-1}

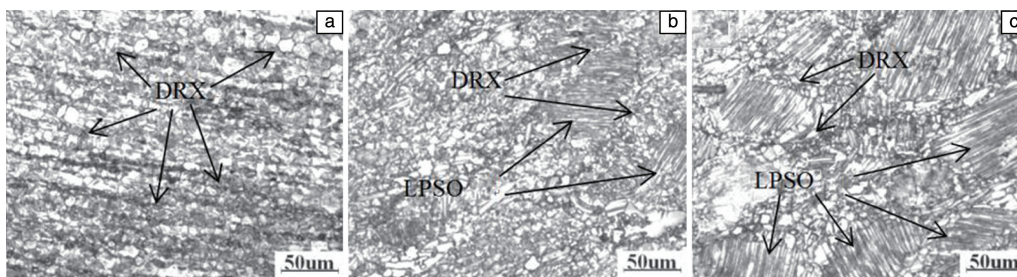


图 10 $\dot{\epsilon}_{周}$ 为 0.01 s^{-1} 时各区域金相组织照片

Fig. 10 Metallographic images of region a, b, c at a strain rate of 0.01 s^{-1}

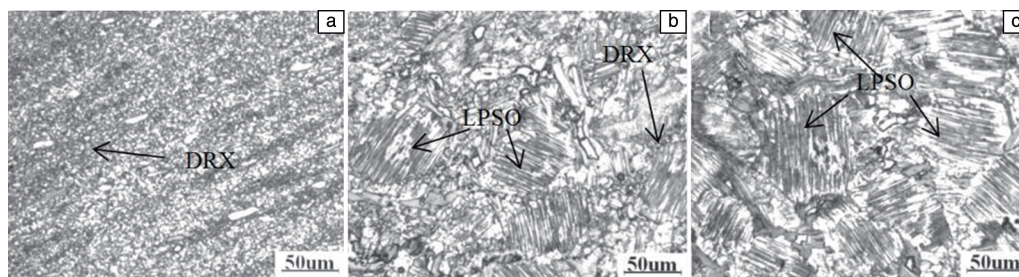


图 11 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 为 0.05 s^{-1} 时各区域金相组织照片

Fig. 11 Metallographic images of region a, b, c at a strain rate of 0.05 s^{-1}

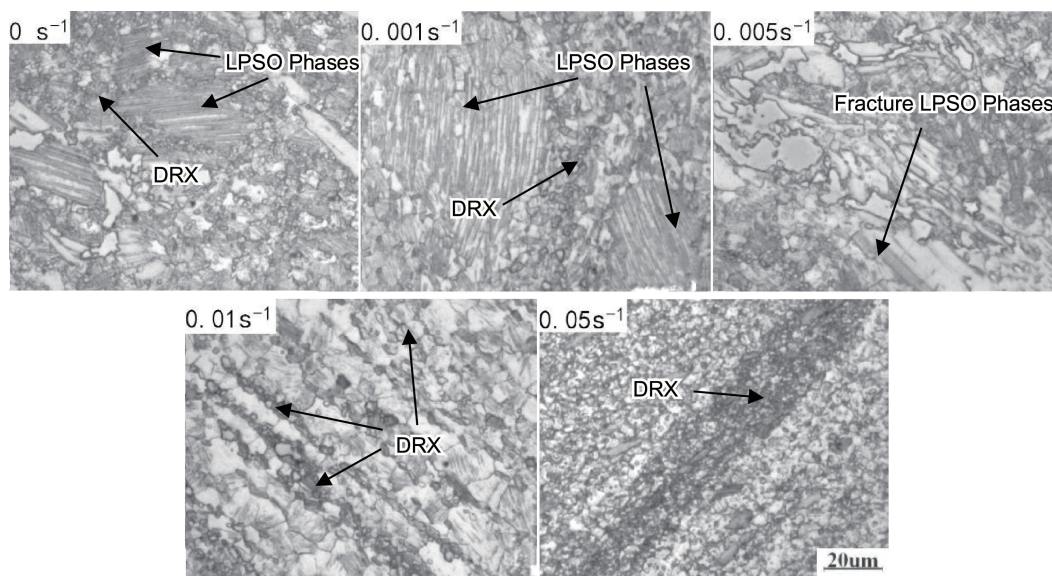


图 12 不同 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 下区域 a 的金相组织照片

Fig. 12 Metallographic images of a region with different strain rate

4.2 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 对 Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金显微硬度的影响

对进行金相观测后的试样做显微硬度测试, 依次对各试样 a, b, c 区域的硬度进行记录并计算各区域平均硬度, 计算结果如表 3 所示。

表 3 不同区域的硬度值

Table 3 Hardness in different areas

Strain rates/ s^{-1}	0	0.001	0.005	0.01	0.05	
HV hardness /MPa	a	1333	1303	1333	1245	1215
	b	1323	1294	1323	1245	1196
	c	1294	1264	1303	1215	1176

将表 3 中数据绘制成折线图, 如图 13 所示, 可见每个工件的 a, b, c 3 处的硬度值差值在 39.2 MPa 以内, 差别不大。即经旋转挤压后工件的硬度值沿径向分布比传统高压扭转工艺均匀。 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 从 0 增加到 0.001 s^{-1} 时, 由于 DRX 晶粒的增多, 晶粒细化, 硬度值降低。

$\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 继续增加到 0.005 s^{-1} 时, 由于 LPSO 相断裂为各种块状及棒状相抑制了动态再结晶, 这些相的出现使材料得到强化, 硬度值增大。随着 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 的继续增大, 达到了 DRX 产生的条件, DRX 行为继续, 晶粒得到细化, 材料得到软化。

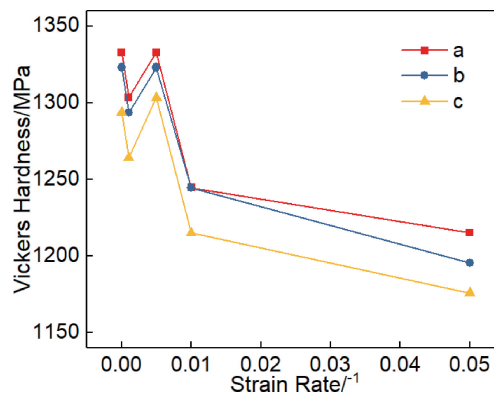


图 13 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 对硬度的影响

Fig. 13 Effect of strain rate on hardness

4.3 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 对 Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金成形载荷的影响

由 Gleeble-3500 热模拟机中读取轴向载荷和时间两个参数, 计算得出轴向载荷与时间关系如图 14 所示。

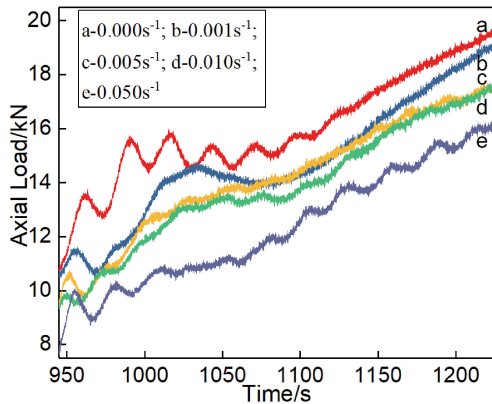


图 14 不同 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 下成形载荷曲线

Fig. 14 Forming load curve at different strain rate

由图 14 中曲线可知, 随着旋转反挤压过程的进行, 轴向载荷呈波动上升趋势, 在成形末尾期各试样成形载荷达到最大值。对各 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 下的最大成形载荷进行统计分析发现, $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 其与最大成形载荷近似呈函数关系。利用 Origin 软件进行曲线拟合得到 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 与最大成形载荷关系式如式(1), 函数图像如图 15 所示。拟合优度 R^2 达到 0.97, 拟合状态成功。

$$y = \frac{14.4}{x^{0.04}} \quad (1)$$

利用拟合优度的统计量可决系数(R^2)来表示回归函数的优劣, R^2 越接近 1 说明函数拟合程度越好。 R^2 的计算公式如下:

$$R^2 = 1 - \frac{RSS}{TSS} \quad (2)$$

式中 RSS、TSS 分别为样本数据的残差平方和、总体平方和。

$$RSS = \sum (y - \hat{y})^2 \quad (3)$$

$$TSS = \sum (y - \bar{y})^2 \quad (4)$$

由函数图像和式(1)可知, 函数为减函数, 随着 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 的增加成形载荷先急剧下降后趋于平稳, 即旋转挤压工艺与正常反挤压工艺相比所需成形力较小, 由于旋转运动与进给运动复合使材料的真实应变高于正常反挤压, 使镁合金的其他滑移系更易启动, 成形力下降。

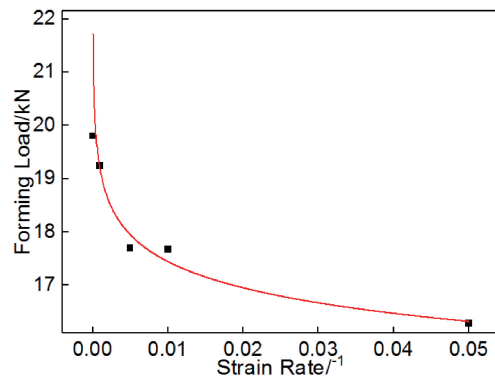


图 15 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 对最大成形载荷影响

Fig. 15 Effect of strain rate on maximum forming load

5 结 论

(1) Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr 镁合金试样经过旋转反挤压成形后, 试样从外部到内部的晶粒逐渐细化, 沿旋转方向动态再结晶程度逐渐提高, 晶粒尺寸逐渐减小, 片状 LPSO 相逐渐开始破裂成各种块状及棒状相, DRX 晶粒的产生由起始时晶界部位逐步延伸到晶粒内部。在 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 从 0 增大到 0.05 s⁻¹ 的过程中, 随着 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 的增加, 发生 DRX 的区域逐渐增多, 在 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 为 0.005 s⁻¹ 时, 片状的 LPSO 相的破碎, 抑制了 DRX 晶粒的产生。 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 的继续增加使更多位错塞积, 位错密度增大, 促进了 DRX。

(2) 旋转挤压工艺成形的镁合金杯件件的硬度沿轴向分布较为均匀, 改善了高压扭转时试样边缘区域硬度较高的情况。当 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 从 0 增加到 0.001 s⁻¹ 时, 材料硬度值下降, $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 继续增加到 0.005 s⁻¹ 时, 由于 LPSO 相断裂为各种块状及棒状相的出现, 使材料得到强化, 硬度值增大, 之后随着 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 的继续增大, 材料硬度值逐渐下降。

(3) 通过对 Gleeble-3500 热模拟机实验数据的统计分析发现, 随着旋转反挤压过程的进行, 进给量逐渐增大, 成形载荷呈现波动上升的趋势。并计算得到了 $\dot{\epsilon}_{\text{周}}$ 与最大成形载荷的函数关系式, 对以后旋转反挤压成形工艺的最大成形载荷提供一定指导意义。

参考文献 References

- [1] Li Chuan Qiang(李传强), Xu Daokui(许道奎), Han Enhou(韩恩厚). *Materials China* (中国材料进展)[J], 2016, 35(11): 809-818.
- [2] Yu Jianmin(于建民), Zhang Zhimin(张治民), Li Xubin(李旭斌), et al. *Special Casting & Nonferrous Alloys* (特种铸造及有色合金)[J], 2014(12): 1240-1243.
- [3] Zhu Tao(朱 涛), Huang Guangjie(黄光杰), Cao Lingfei(曹玲飞), et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2017(11): 2195-2203.

- [4] Zheng Xiaojian(郑晓剑), Yu Huihui(余辉辉), Xin Yunchang(信运昌). *Materials China*(中国材料进展)[J], 2016, (11): 819-824.
- [5] Li Feng(李 峰), Qin Minghan(秦明汉), Zeng Xiang(曾 祥), et al. *Journal of Harbin University of Science and Technology*(哈尔滨理工大学学报)[J], 2014, (6): 1-5.
- [6] Chen JiHuan(陈吉华), Yan HongGe(严红革). *Guangxi Sciences*(广西科学)[J], 2015, (5): 473-480.
- [7] Yu H, Chen S N, Yang W, et al. *Journal of Alloys and Compounds* [J], 2014, 589: 479- 484.
- [8] Krzysztof B, Jerzy M, Marek F, et al. *Materials Letters* [J], 2014, (7): 2824-2831.
- [9] Wen Daojing(文道静), Zhao Yonghao(赵永好), Tang Lingling(唐玲玲), et al. *Materials Review*(材料导报)[J], 2016, (10): 105-112.
- [10] Xia Xianming(夏显明), Wei Baoli(魏宝丽), Xue Kemin(薛克敏), et al. *Journal of Plasticity Engineering*(塑性工程学报)[J], 2017, 24 (04): 54-61.
- [11] Huang Y, Figueiredo R B, Baudin T, et al. *Advanced Engineering Materials*[J], 2012, 14 (11): 1018-1026.
- [12] Figueiredo R B, Terence G L. *Materials science and Engineering A* [J], 2011, 528(13): 4500-4506.
- [13] Sun W T, Qiao X G, Zheng M Y, et al. *Scripta Materialia*[J], 2018, 155: 21-25.
- [14] Yu J M, Zhang Z M, Wang Q, et al. *Materials Letters* [J], 2018, (215): 195-199.
- [15] Du Yue(杜 玥). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Taiyuan: North University of China, 2018.
- [16] Qi Hongna(齐红娜). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Taiyuan: North University of China, 2017.
- (本文为“第 4 届 Gleeble 热模拟技术交流会”征稿, 编辑 张雨明)