

理论与试验研究

## 等径角挤压制备 AZ91D 镁合金的组织与性能

朱世凤<sup>1,2</sup>, 王艳彬<sup>1,2</sup>, 陈嫚丽<sup>1,2</sup>, 赵志翔<sup>1,2</sup>

(1. 国防科技工业精密塑性成形研究应用中心, 重庆 400039;

2. 中国兵器工业第五九研究所, 重庆 400039)

**摘要:** 研究了铸态 AZ91D 镁合金在等径角挤压(Equal Channel Angular Extrusion, ECAE)后的室温力学性能和微观组织特征。在力学性能方面, 铸态 AZ91D 镁合金经过 1 道次 ECAE 变形后, 室温力学性能(屈服强度、抗拉强度、延伸率、弹性模量)由 86.3 MPa, 146.3 MPa, 1.84%, 42.5 GPa 分别提高到 144.1 MPa, 222.8 MPa, 3.49%, 47.7 GPa; 2 道次后变为 109.1 MPa, 268.3 MPa, 4.48%, 48.9 GPa。在微观组织方面, 挤压 1 道次后, 由于枝状晶粒在等径道弯角处滑动和转动时发生破碎, AZ91D 镁合金的晶粒和黑色共晶相  $Mg_{17}Al_{12}$  沿挤压方向拉长为条带状; 挤压 2 道次后, 黑色共晶相开始部分回溶, 共晶相有所减少且呈非连续分布。

**关键词:** 等径道角挤压; 铸态镁合金; 力学性能; 微观组织

中图分类号: TG379

文献标识码: A

文章编号: 1674-6457(2011)03-0001-04

### Microstructure and Mechanical Properties Evolution of Cast Magnesium Alloy AZ91D after Equal Channel Angular Extrusion

ZHU Shi-feng<sup>1,2</sup>, WANG Yan-bin<sup>1,2</sup>, CHEN Man-li<sup>1,2</sup>, ZHAO Zhi-xiang<sup>1,2</sup>

(1. National Defence Research and Application Center of Precision Plastic Forming Technology, Chongqing 400039, China;

2. No. 59 Research Institute of China Ordnance Industry, Chongqing 400039, China)

**Abstract:** This paper demonstrates the effect of equal channel angular extrusion (ECAE) process on the microstructure and mechanical properties of cast magnesium alloy AZ91D. In terms of mechanical properties, the yield strength, ultimate strength, elongation rate, and elastic modula of AZ91D were increased from 86.3 MPa, 146.3 MPa, 1.84%, and 42.5 GPa to 144.1 MPa, 222.8 MPa, 15.15%, and 47.7 GPa after one ECAE pass, and to 109.1 MPa, 268.3 MPa, 25.48%, and 48.9 GPa after two ECAE passes at room temperature. In terms of microstructure, the dendritic crystal had been crushed because of sliding and rotation motion after the first pass of ECAE process, the crystal and black eutectic phase ( $Mg_{17}Al_{12}$ ) of AZ91D has been elongated along the direction of extrusion. When the second pass was applied, the black eutectic phase began to remelt, and was reduced and distributed discontinuously.

**Key words:** equal channel angular extrusion; cast magnesium alloy; mechanical properties; microstructure

细化晶粒是提高金属力学性能的有效途径, 近年来许多研究表明, 剧烈塑性变形可以成功制备具

收稿日期: 2011-01-17

作者简介: 朱世凤(1964—), 女, 重庆人, 工程师, 主要研究方向为热加工及精密成形技术。

有超细晶(微米级、亚微米级和纳米级)微观组织的金属材料<sup>[1]</sup>。等径角挤压可以实现大塑性变形,在挤压过程中保持工件截面尺寸基本不变,通过多次挤压达到所要求的应变,从而使挤压件获得足够细化的晶粒尺寸。等径角挤压变形还可以改善铸态组织,使被挤压金属的微观组织明显细化,大大提高该金属材料的强度。等径角挤压广泛应用于细化材料晶粒<sup>[2]</sup>,国内外研究人员<sup>[3-7]</sup>研究了等径角挤压对挤压镁合金的影响,发现等径角挤压对细化镁合金的组织和提高其性能等具有良好的效果,但是对铸态镁合金的研究都还不全面,等径角挤压法在镁合金中的优势没有能完全发挥。

文中研究了单道次和多道次 ECAE 成形对铸态镁合金力学性能的影响及微观组织演化特征。

## 1 试验材料及方案

### 1.1 试验材料

试验材料为铸态 AZ91D 镁合金,其化学成分见表 1。该合金是目前工业上应用最广泛的 Mg-Al 基合金,密度小,具有良好的熔融流动性,低热裂倾向,优异的耐腐蚀性能,同时具有时效硬化效应。试验所采用的铸态 AZ91D 镁合金尺寸为  $\phi 58.5 \text{ mm} \times 120 \text{ mm}$ 。

表 1 AZ91D 镁合金的化学成分(质量分数,%)

Table 1 Chemical composition of Magnesium alloy AZ91D

| Al  | Zn  | Mn   | Si   | Cu   | Ni    | Fe    | Be      | Mg |
|-----|-----|------|------|------|-------|-------|---------|----|
| 9.0 | 0.7 | 0.13 | 0.01 | 0.02 | 0.001 | 0.002 | 0.001 5 | 余量 |

### 1.2 ECAE 模具几何形状及工艺参数

#### 1.2.1 模具结构及润滑剂

ECAE 模具如图 1 所示。模具材料为 H13 热作模具钢,模具两通道间夹角为  $90^\circ$ ,其外侧圆弧角为  $90^\circ$ ,经过 1 道次的 ECAE 变形后,试样的有效应变率约为 0.907。等径角挤压时,由于坯料与模具之间的摩擦力较大,所以坯料表面和模膛需要润滑,该研究采用  $\text{MoS}_2$  作为润滑剂。

#### 1.2.2 试验方法

该研究试验方法如下:先将坯料和模具加热到  $150 \sim 200^\circ\text{C}$ ,喷涂  $\text{MoS}_2$  粉末,再将坯料和模具继

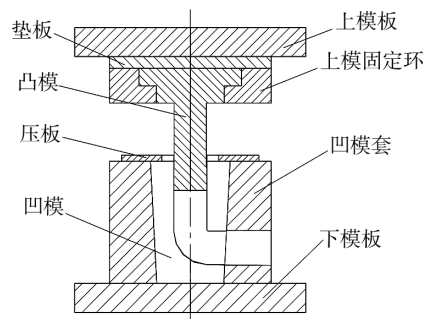


图 1 等径角挤压模具示意

Fig. 1 Schematic of ECAE die employed by the current study

续加热到  $350^\circ\text{C}$ ,保温 1 h,待坯料热透后进行等径角挤压。试验使用的液压机为天津锻压机床厂生产的 THP16-200 型液态模锻液压机。

ECAE 模具几何及工艺参数见表 2。

表 2 等径角挤压关键参数

Table 2 Key parameters of ECAE process

| 模具参数      |                            |                              | 挤压工艺参数                     |                            |                                              |
|-----------|----------------------------|------------------------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------------------------|
| 孔径<br>/mm | 转角 $\phi$<br>/( $^\circ$ ) | 外接弧角<br>$\psi$ /( $^\circ$ ) | 坯料温<br>度/ $^\circ\text{C}$ | 模具温<br>度/ $^\circ\text{C}$ | 挤压速度<br>/( $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ ) |
| 58.5      | 90                         | 90                           | 350                        | 350                        | 0.5~0.6                                      |

#### 1.2.3 ECAE 多道次挤压路径选择

在 ECAE 多道次挤压过程中,常用的挤压路径有 4 种(如图 2 所示),即:A 路径(每道次试样均不

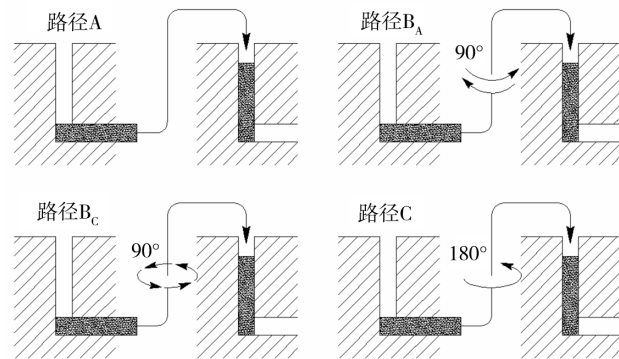


图 2 等径角挤压的工艺路径

Fig. 2 Processing routes of ECAE

转动), $B_A$  路径(试样每道次交叉转动  $90^\circ$ ), $B_C$  路径(试样每道次同向转动  $90^\circ$ ),C 路径(试样每道次转  $180^\circ$ )。不同挤压路径具有不同的剪应变几

何特征,沿路径  $B_C$  挤压后,试样具有最佳的微观组织,路径 C 次之,而路径 A 与路径  $B_A$  最差。这是因为在路径 A 与路径  $B_A$  的挤压过程中,多次道重复挤压导致在垂直于挤压出口方向平面上的材料形状发生极大扭曲,抑制了材料微观组织的发展,不利于力学性能的改善和提高。该研究拟采用  $B_C$  路径。

1.3 力学性能及微观组织

采用 Hitachi S-3000N 扫描电镜(SEM)对铸态的 AZ91D 镁合金微观组织及拉伸断口进行观察。腐蚀剂为 3%(体积分数)硝酸酒精,腐蚀时间为 7 s,再用酒精清洗,吹干。室温拉伸试验在 Instron5500 万能试验机上进行。AZ91D 镁合金试验材料的室温拉伸试样的形状及尺寸如图 3 所示,拉伸试验的位移速率为 1 mm/min。

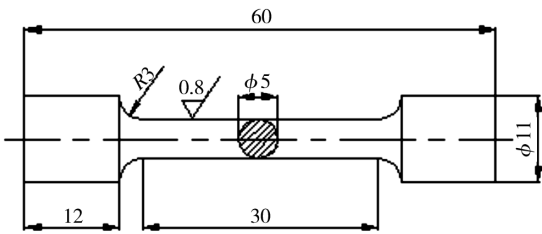


图 3 AZ91D 镁合金室温拉伸试样

Fig. 3 Tensile sample of AZ91D at room temperature

2 试验结果

2.1 力学性能

原始铸态 AZ91D 镁合金的室温力学性能和 AZ91D 镁合金等径角挤压 1 道次、2 道次后的室温力学性能见表 3。由表 3 看出:经过 1 道次挤压后,镁合金的屈服强度、抗拉强度、延伸率及弹性模量均大幅提高,但经过 2 道次挤压后,屈服强度有所降低。原因是经 1 道次挤压后,晶粒明显细化,力学性能提高;但随着挤压道次增加,ECAE 的变形机制逐渐变为细小的晶界滑移,导致了屈服强度减少。

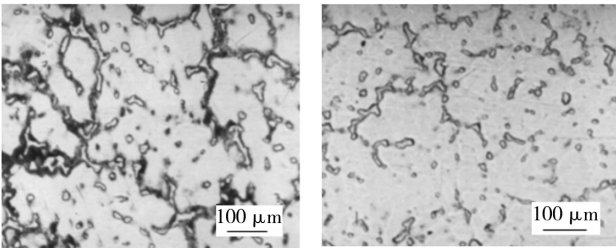
2.2 微观组织分析

挤压前 AZ91D 镁合金的微观组织如图 4 所示,

表 3 AZ91D 镁合金室温力学性能

Table 3 Mechanical properties of AZ91D at room temperature

| 材料状态         | 试样标号 | 屈服强度 /MPa | 抗拉强度 /MPa | 延伸率 /% | 弹性模量 /GPa |
|--------------|------|-----------|-----------|--------|-----------|
| 原始铸态         | 1    | 84.94     | 157.8     | 2.36   | 43.280    |
|              | 2    | 88.64     | 141.3     | 1.51   | 42.690    |
|              | 3    | 85.36     | 139.9     | 1.63   | 41.670    |
|              | 平均   | 86.3      | 146.3     | 1.84   | 42.547    |
| ECAE 挤压 1 道次 | 1    | 144.7     | 229.5     | 3.63   | 47.830    |
|              | 2    | 144.8     | 237.1     | 3.04   | 48.940    |
|              | 3    | 142.7     | 201.8     | 3.79   | 46.450    |
|              | 平均   | 144.1     | 222.8     | 3.49   | 47.740    |
| ECAE 挤压 2 道次 | 1    | 114.5     | 269.4     | 4.69   | 47.230    |
|              | 2    | 111.4     | 268.8     | 4.27   | 52.490    |
|              | 3    | 101.5     | 266.6     | 4.47   | 47.070    |
|              | 平均   | 109.1     | 268.3     | 4.48   | 48.930    |



a 横截面 b 纵截面

图 4 挤压前铸态 AZ91D 镁合金微观组织

Fig. 4 Microstructure of AZ91D before ECAE process

铸态枝晶形态十分发达。这是由于在工业生产条件下,镁合金铸造时的冷却速度快,铸锭难以得到完全平衡的组织。铸态合金的非平衡组织一般表现为晶内偏析,基体组织为树枝状,固溶体成分不均匀。合金元素来不及从固溶体析出,得到过饱和固溶体。因为成分和组织的非平衡状态影响了合金的性能,晶内偏析和脆性相的存在使材料塑性降低,挤压力升高,粗大的枝晶和枝晶偏析在随后的挤压过程中形成带状组织。镁合金在非平衡凝固时产生共晶相  $Mg_{17}Al_{12}$ 。

挤压 1 道次后 AZ91D 镁合金的微观组织如图 5 所示,可以看出,经过 1 道次挤压后,晶粒在等径道弯角处(塑性变形区)破碎,树枝晶发生滑动和转动,然后沿挤压方向拉长,晶粒为条带状。黑色共晶

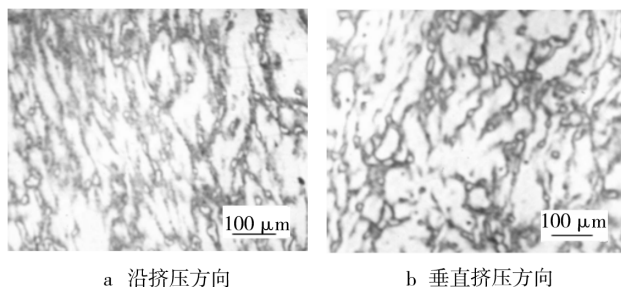
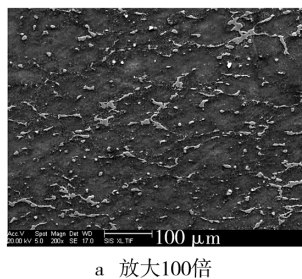


图5 挤压1道次后 AZ91D 镁合金微观组织

Fig. 5 Microstructure of AZ91D after one ECAE pass

相  $Mg_{17}Al_{12}$  也沿挤压方向拉长。

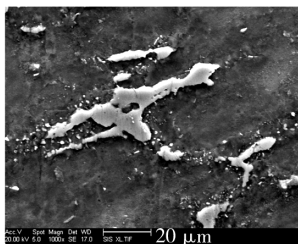
挤压2道次后 AZ91D 镁合金的微观组织如图6所示,经过2道次挤压后,黑色共晶相  $Mg_{17}Al_{12}$  开



a 放大100倍



b 放大500倍

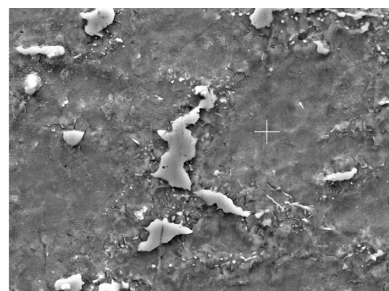


c 放大1000倍

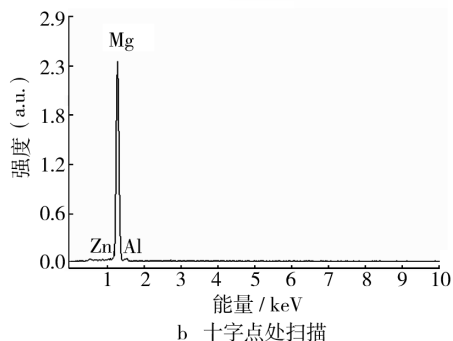
图6 挤压2道次后 AZ91D 镁合金的微观组织

Fig. 6 Microstructure of AZ91D after two ECAE passes

始部分回溶。从图6a还可以看到,与原始铸态和挤压1道次相比,共晶相有所减少且呈非连续分布。这是因为在挤压过程中,模具温度较高(350℃),而且坯料在挤压过程中与模具挤压生热也会使温度升高。挤压2道次的微观组织连续区域点扫描分析如图7所示,可以看出,挤压2道次后,基体的成分并没有多大改变,以 Mg, Al, Zn 为主。对挤压2道次后的微观组织非连续区域点扫描分析如图8所示。可以看出,挤压2道次后虽然共晶相  $Mg_{17}Al_{12}$  有部分回溶,但是没有完全消失,这也是图中扫描点的 Al 成分比基体大幅增加的原因。



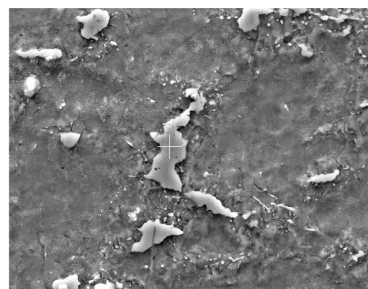
a 微观组织



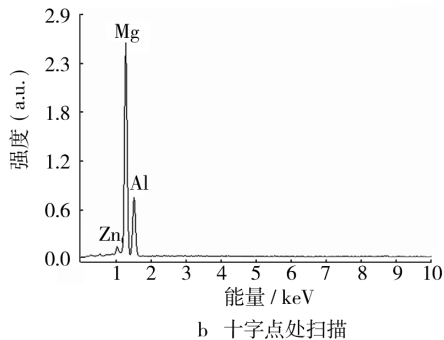
b 十字点处扫描

图7 挤压2道次的微观组织连续区域点扫描分析

Fig. 7 Microstructure and SEM image of continuous region of AZ91D after two ECAE passes



a 微观组织



b 十字点处扫描

图8 挤压2道次后 AZ91D 非连续区域的微观组织及点扫描分析

Fig. 8 Microstructure and SEM image of discontinuous region of AZ91D after two ECAE passes

差,在加工时受力不均匀,端面材料流动不均匀,导致端面发生扭曲现象,变形情况如图10所示。

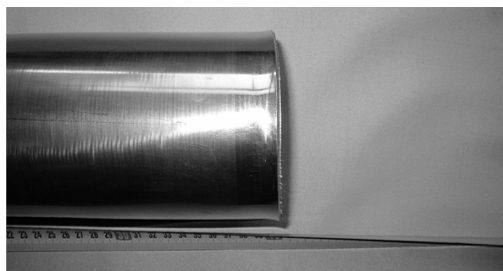


图10 端面扭曲

Fig. 10 End surface twist

## 4 结语

以上是采用三旋轮错距反旋压1道次情况下的结果。加工后可以分析出321管旋压过程中较316,304硬化较快,产生热量较高,对模具有少量的磨损,工艺参数相对不好控制。316在旋压过程中出现全身裂纹说明了残余应力对其旋压质量有较大的影响。304材料旋压流动性最好,旋压状态最稳定。通过旋压结果可以看出旋压工艺参数中

进给量、压下量、减薄率对旋压结构都有很大的影响,旋轮与芯模之间的间距往往根据设备的性能和现场经验调节,所以对旋压结果影响也较大。错距旋压工艺参数较多,各个参数只有互相匹配才能发挥其工艺的优越性。

## 参考文献:

- [1] 赵云豪,李彦利. 旋压技术与应用[M]. 北京:机械工业出版社,2008:60—73.
- [2] 杨延涛,张立武,张强,等. 薄壁长筒形件正旋压工艺参数优化实验研究[J]. 热加工工艺,2004,33(6):37—38.
- [3] 卫原平,王轶为. 工艺参数对筒形件强力旋压过程的影响[J]. 模具技术,2000(4):12—16.
- [4] 牟少正,韩冬,杨英丽,等. 铸造钛合金管坯的旋压成形及性能研究[J]. 锻压设备与制造技术,2009(2):98—100.
- [5] 徐自立. 高温金属材料的性能、强度设计及工程应用[M]. 北京:化学工业出版社,2005:16—30.
- [6] 王芳,张宁,范涛,等. GH4169薄壁管滚珠旋压过程的缺陷研究[J]. 锻压技术,2010,35(4):52—55.

(上接第4页)

## 3 结语

1) 铸态AZ91D镁合金经过1道次ECAE变形后,室温力学性能提高,但是随着道次的增加,屈服强度降低。

2) 铸态AZ91D镁合金经过挤压1道次ECAE变形后的微观组织:枝状晶的晶粒在等径道弯角处破碎、发生滑动和转动,晶粒沿挤压方向拉长变为条带状;黑色共晶相也沿挤压方向拉长。

3) 铸态AZ91D镁合金经过挤压2道次后的微观组织:黑色共晶相 $Mg_{17}Al_{12}$ 开始部分回溶,共晶相有所减少且呈非连续分布,基体成分改变不大,但共晶相 $Mg_{17}Al_{12}$ 没有完全消失,Al成分大幅增加。

## 参考文献:

- [1] 傅定发,张晖,夏伟军,等. 细晶镁合金的制备方法[J]. 轻合金加工技术,2004,32(3):41—43.
- [2] VALIEV R Z, LANGDON T G. Principles of Equal-

channel Angular Pressing as a Processing Tool for Grain Refinement Prog[J]. In Mater Sci,2006,51(7):881—981.

- [3] 常海. ECAP变形对AZ91镁合金及SiCp/AZ91镁基复合材料显微组织和力学性能的影响[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学,2006.
- [4] KIM W J, HONG S I, KIM Y S, et al. Texture Development and Its Effect on Mechanical Properties of an AZ61 Mg alloy Fabricated by Equal Channel Angular Pressing [J]. Acta Materials,2003,51:3293—3307.
- [5] KIM W J, JEONG H G. Mechanical Properties and Texture in ECAP Processed AZ61 Mg Alloys[J]. Materials Science Forum,2003:419—422.
- [6] YOSHIDA Y, CISAR L, KAMADO S, et al. Effect of Microstructural Factors on Tensile Properties of an ECAE-Processed AZ31 Magnesium Alloy[J]. Materials Transactions,2003,44(4):468.
- [7] HIROYUKI Waatanabe, TOSHIJI Mukai, SHIGEHARU Kamado, et al. Mechanical Properties of Mg-Y-Zn Alloy Processed by Equal-Channel-Angular Extrusion[J]. Materials Transactions,2003,44(4):463.