

理论与试验研究

稀土镁合金热压缩流变应力修正及热变形行为

夏祥生^{1,2}, 张帷¹, 王长朋¹, 李迪凡¹, 王艳艳¹, 舒大禹^{1,2}, 万元元^{1,2}, 黄志伟^{1,2}

(1. 西南技术工程研究所, 重庆 400039;

2. 国防科技工业精密塑性成形技术研究应用中心, 重庆 400039)

摘要: 在 Gleeble-1500D 热模拟机上采用等温压缩实验研究了 Mg-7Gd-5Y-1Nd-0.5Zr 合金的高温压缩变形行为, 获得合金在温度为 350 ~ 530 °C、应变速率为 0.005 ~ 5 s⁻¹ 条件下的流变应力曲线。对流变应力曲线进行了摩擦和变形热修正。通过摩擦与温升修正后的应力值, 计算出了平均热激活能和应力指数, $Q = 262.608$ kJ/mol, $n = 3.745$, 分析得出了变形激活能随温度的变化规律。结合显微组织演变, 合金的热锻初始温度应在 500 ~ 530 °C 为宜。

关键词: 稀土镁合金; 热变形行为; 变形激活能; 微观组织

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2013.04.001

中图分类号: TG146.22

文献标识码: A

文章编号: 1674-6457(2013)04-0001-06

Correction of Hot Compression Flow Stress and Hot Deformation Behavior of Rare Earth Magnesium Alloy

XIA Xiang-sheng^{1,2}, ZHANG Wei¹, WANG Chang-peng¹, LI Di-fan¹, WANG Yan-yan¹,
SHU Da-yu^{1,2}, WAN Yuan-yuan^{1,2}, HUANG Zhi-wei^{1,2}

(1. Southwest Technology and Engineering Research Institute, Chongqing 400039, China;

2. National Defence Research and Application Centre of Precision Plastic Forming Technology, Chongqing 400039, China)

Abstract: The hot deformation behaviors of Mg-7Gd-5Y-1Nd-0.5Zr alloy were investigated by hot compression tests with Gleeble-1500D thermal simulator. The flow stress curves in the temperature range of 350 ~ 530 °C and strain rate of 0.005 ~ 5 s⁻¹ were obtained. The flow stress curves were corrected in consideration of the friction and deformation. Deformation activation energy and stress exponent were calculated based on the corrected flow stress, which were 262.608 kJ/mol and 3.745, respectively, and the variation of deformation activation energy with temperature was discussed. The initial temperature range for hot-forging of the alloy was suggested to be 500 ~ 530 °C.

Key words: rare earth magnesium alloy; hot deformation behavior; deformation activation energy; microstructure

镁合金在航空航天以及国防军工等领域有着广阔的应用前景, 但一般镁合金高温强度较低、耐热以及耐蚀等性能较差, 不能满足需求。研究表明, 添加

如 Gd, Y, Nd 等稀土元素的镁合金具有优异的室温力学性能、高温抗蠕变性能以及较好的耐腐蚀性能^[1-5], 这项研究已成为镁合金发展的一个重要研

究方向。大多数镁合金的铸造性能较好^[6],但是镁合金铸件力学性能不够理想,容易产生组织缺陷,导致镁合金的应用范围受到很大限制。经过如挤压、轧制、锻造等热变形加工后的变形镁合金具有更加优异的力学性能^[7-10],作为密排六方结构的镁合金,其导热率大,变形温度窄,变形工艺参数不好掌握,常常导致变形失败。基于此,文中以 Mg-7Gd-5Y-1Nd-0.5Zr 合金为研究对象,分析合金在不同变形条件下的热变形行为,为制定合理的热加工工艺参数提供理论及试验依据。

1 实验材料及方法

实验合金名义成分为 Mg-7Gd-5Y-1Nd-0.5Zr,在中频感应炉内进行合金的熔炼,采用 2# 溶剂进行覆盖保护,待搅拌静置完成后,在 720 °C 进行浇铸,铸锭经过去皮,最终尺寸为 $\phi 500 \text{ mm} \times 1000 \text{ mm}$ 。在铸锭顶部 $R/2$ 圆周切取等尺寸的试棒数根,将其加热到 480 °C/6 h + 503 °C/16 h 进行双级均匀化处理^[11],均匀化处理完成后将试棒切成 $\phi 10 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$

的热压缩圆柱试样。在 Gleeble-1500D 热模拟机上进行热压缩实验,热压缩前试样两端添加石墨片作为润滑剂,以减少试样与压头之间的摩擦力,为了消除试样内部的温度梯度,试样以 5 °C/s 的速度加热至指定变形温度后保温 2 min,压缩变形的温度为 350 ~ 530 °C,应变速率为 0.005 ~ 5 s⁻¹,压缩至指定变形量后立即水淬,保留高温变形组织。取纵向组织为研究对象,用硝酸酒精(4%) 腐蚀后在 Carl Zeiss Axiovet 2000MAT 光学显微镜下观察合金微观组织。

2 实验结果及分析

2.1 流变应力曲线

合金在不同热变形条件下的流变应力曲线如图 1 所示。可见,高温时合金的流变应力曲线呈现出典型的动态再结晶特征。在低温下(<400 °C),合金的加工硬化比较严重,到达峰值应力后,随即产生流变软化现象,应力随着真应变的增加而逐渐降低。

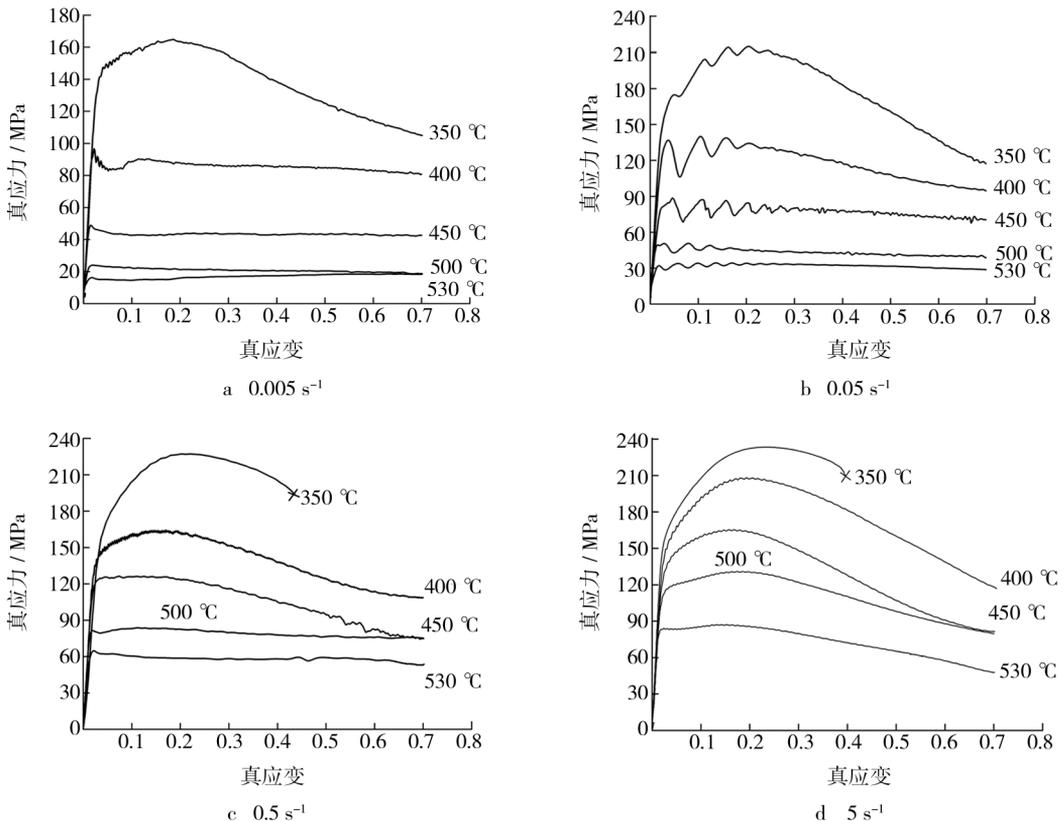


图 1 合金的流变应力曲线

Fig. 1 Flow stress curves of the alloy during hot compression

在高温下 ($>500\text{ }^{\circ}\text{C}$), 初始的加工硬化现象不明显, 到达峰值应力后, 获得了稳态的流变应力。当应变量为 0.3 时, 合金的流变应力随温度和应变速率的变化情况如图 2 所示, 可以看出, 随着变形温度的升高, 流变应力逐渐降低。一般来说, 流变应力曲线的变化和镁合金非基面滑移系的开动与各种动态再结晶机制有关^[12]。随着变形温度的升高, 非基面滑移系的临界剪切应力下降, 可以通过热激活启动, 从而导致流变应力下降。在应变速率为 0.05 s^{-1} 条件下, 流变应力曲线出现了周期性的抖动, 说明合金发生了不连续动态再结晶。较高应变速率下 ($>0.5\text{ s}^{-1}$), 在 $450\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时合金出现了异常的软化现象, 这可能是由于变形温升导致, 将在后面章节进行阐述。

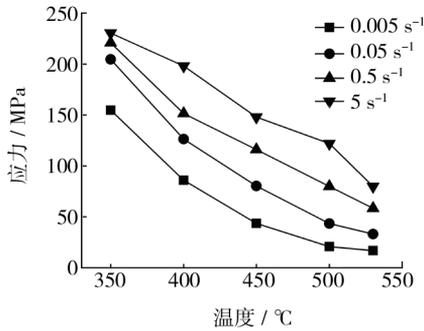


图 2 温度、应变速率与流变应力的关系

Fig. 2 The relationship between temperature and strain rate and stress

2.2 热压缩实验数据的修正

2.2.1 摩擦影响的修正

在高温热压缩过程中, 虽然试样与压头之间有石墨片作为润滑材料, 但是两者之间的摩擦力不能完全消除。由于摩擦的存在, 材料的径向流动受到限制, 从而改变了热压缩试样的单向应力状态, 试样在热压缩试验后出现了明显的鼓形。实验所得的流变应力曲线是在均匀变形的假设条件下得到的, 存在一定的误差, 因此为获得更为精确的流变应力曲线就必须进行摩擦修正。经过摩擦修正后的流变应力值可用式(1)表示^[13]:

$$\sigma_f = \frac{F_i}{\frac{\pi}{4} D^2 \left(1 + \frac{m}{3\sqrt{3}} \frac{D}{h} \right)} \quad (1)$$

式中: F_i 为修正前的瞬时载荷; D 为试样瞬时直径; h 为试样瞬时高度; m 为摩擦因子。在热压缩试验

完成后可以由压缩后试样的最大直径和高度反求摩擦因子, 摩擦因子 m 的值可以采用式(2)计算^[14]:

$$m = \frac{(D/h)b}{(2/\sqrt{3}) - (b/3\sqrt{3})} \quad (2)$$

其中

$$D = D_0 \sqrt{\frac{h_0}{h}} \quad (3)$$

$$b = \frac{D_m - D_n}{h_0 - h} \frac{h}{D} \quad (4)$$

式中: D_m 为压缩后试样沿高度方向上的最大直径; D_n 为压缩后试样与冲头接触的端面直径。

2.2.2 温度影响的修正

在热模拟过程中变形试样的温度主要受到以下几方面的影响: 试样向周围环境的热散失; 变形过程中的温升效应; 试样自身电阻的加热。在较低应变速率下, 试样的温度必须借助试样自身电阻的加热来维持。在高应变速率下, 由于变形时间较短, 变形热来不及通过环境散失出去, 因而变形过程近似于绝热过程。

预设温度为 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, 不同应变速率条件下压缩过程中的实测瞬时温度如图 3 所示。可以看出, 当应变速率为 5 s^{-1} 时, 变形试样的温度一直上升, 到应变为 0.8 时, 温度由设定的 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 上升到 $447\text{ }^{\circ}\text{C}$, 升高了 $47\text{ }^{\circ}\text{C}$; 当应变速率降低到 0.5 s^{-1} 时, 变形体温度先升高, 在真应变为 0.5 时达到最大值, 随后温度不断下降; 在更低的应变速率下, 试样表面的热交换起主要作用, 使合金温度在整个过程中都保持一个相对稳定的状态。

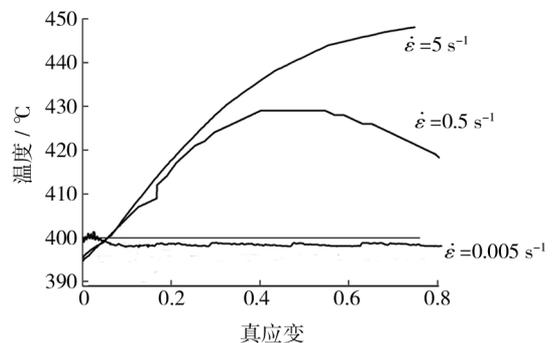


图 3 预设温度为 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 各应变速率下的瞬时温度
Fig. 3 Calculated instantaneous specimen temperatures during the compression tests at a pre-set temperature of $400\text{ }^{\circ}\text{C}$

由于变形热而导致的温升问题, 可以用公式

(5) 进行计算^[15]:

$$\Delta T = \eta(0.9 \sim 0.95) \int \sigma d\varepsilon / (\rho C_p) \quad (5)$$

式中: ΔT 为变形过程中的温度变化; $\int \sigma d\varepsilon$ 为机械功; ρC_p 为材料的热容; 常数(0.9 ~ 0.95) 为塑性变形功转化为热的比值; η 为绝热因子, 是热在试样中的保留比值。

η 的表达式为:

$$\eta = \Delta T_{\text{Actual}} / \Delta T_{\text{Adiabatic}} \quad (6)$$

式中: ΔT_{Actual} 为实际变形温升; $\Delta T_{\text{Adiabatic}}$ 为绝热条件下的温升。

η 的数值在 0 ~ 1 之间, 低应变速率下, 相当于等温过程, 而高应变速率下, 相当于绝热过程。研究表明: η 的值随着变形温度、变形速率和变形量的变化而变化, 与试样和工具的热性能以及接触面之间的导热系数都有关系。在低应变速率 0.005, 0.05 s^{-1} 下的变形视为等温过程, 此时温度变化较小, η 取 0; 高应变速率 0.5, 5 s^{-1} 下 η 取 1, 热转化比值取 0.9, 即设定 90% 的机械功转化为热量。根据式(5) 计算出高应变速率条件下的温升 ΔT , 再加上设定的温度, 即为实验过程中变形试样的实际温度。

在高应力状态下, 流变应力和应变速率之间满足以下关系^[16]:

$$\dot{\varepsilon} \exp(Q/RT) = A_2 \exp(\beta\sigma) \quad (7)$$

式中: A_2, β 为材料常数; Q 为变形激活能。

将式(7) 两边取对数整理后可得:

$$\beta\sigma = \ln \dot{\varepsilon} - \ln A_2 + Q/RT \quad (8)$$

由式(8) 可以看出, 在高应变速率下, 流变应力与其对应变形温度的倒数 $1/T$ 成线性关系。在一定应变下, 作出高应变速率下的测量应力-计算温度曲线, 然后利用外推法将其外推到预设的实验温度, 从中可以读取材料经过修正后的真实应力。由于式(8) 中未含应变项, 因此必须分别对不同变形量下的应力值进行修正。合金修正前后应力的对比如图 4 所示, 可见, 在高应变速率下, 修正后从峰值应力开始流变应力修正值均高于实验预设值。

2.3 合金的变形激活能

合金高温塑性变形机理的一个最主要的特征就是受热激活过程控制, 为了更好地掌握材料热变形行为, 有必要明确应变速率、变形温度以及流变应力

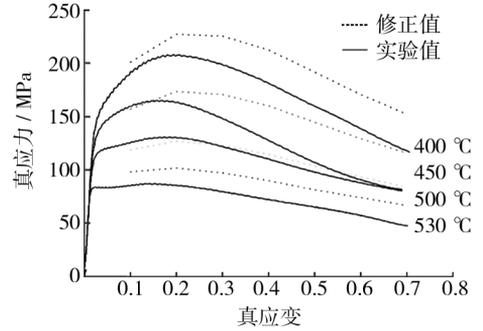


图 4 修正与未修正流变应力曲线对比

Fig. 4 Comparison between the corrected and uncorrected flow stress curves

之间的关系, 可以采用经包含变形激活能 Q 和变形温度 T 的双曲正弦形式修正的 Arrhenius 关系来描述这种热激活变形行为^[16]:

$$\dot{\varepsilon} = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp(-Q/RT) \quad (9)$$

式中: A, n, α 为材料常数。

假定热变形激活能 Q 与温度 T 无关, 为简化方程, 对(9) 式两边分别取对数整理得:

$$\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = [\ln \dot{\varepsilon} + Q/(RT) - \ln A] / n \quad (10)$$

对式(10) 求偏微分可得变形激活能 Q 的计算式为:

$$Q = R \left\{ \frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]} \right\}_T \left\{ \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial (1/T)} \right\}_{\dot{\varepsilon}} \quad (11)$$

式(11) 左半部分代表不同温度下 $\ln \dot{\varepsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 关系的斜率, 右半部分代表不同应变速率下 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 与温度倒数 $1/T$ 关系的斜率, 可以从 $\ln \dot{\varepsilon} - \ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)] - 1/T$ 的线性关系中计算出变形激活能, 如图 5 所示。计算得到平均热变形激活能 $Q = 262.608$ kJ/mol 和应力指数 $n = 3.745$ 。

上述在求解变形激活能时, 假设变形激活能与温度无关, 但实际上变形激活能随着温度的变化而改变, 不同应变速率 $\dot{\varepsilon}$ 下变形激活能 Q 与温度 T 的关系曲线如图 6 所示。可以看出, 变形激活能随着温度的增加而逐渐减小, 减小的幅度越来越小, 在 500 °C 处达到一个最小值, 进一步增加温度, 合金的变形激活能迅速上升。变形激活能随温度的这种变化关系, 可能与合金的不同变形机制相关。温度在 400 ~ 500 °C 之间时, 以动态回复为主及少量动态再

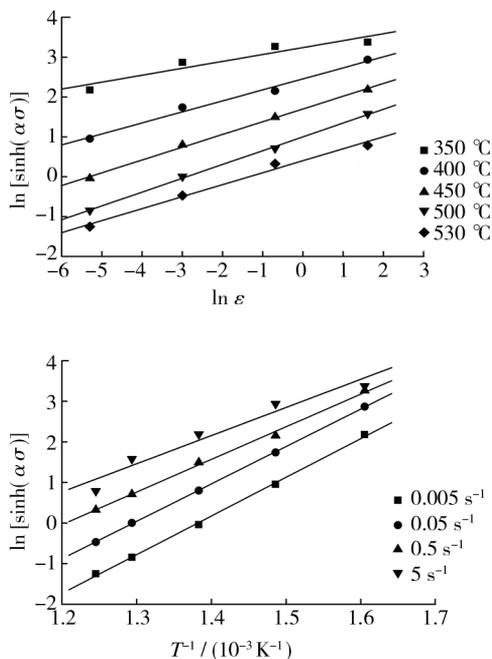


图5 峰值应力与应变速率($\dot{\epsilon}$)及温度(T)的关系

Fig. 5 The relationship between peak stress and strain rate and temperature

结晶的软化过程占主导地位,而且随着温度的升高,这种软化机制的贡献越来越大;当温度大于 500 °C 时,合金也处于加工硬化与软化的矛盾运动中,不过此时软化过程以动态再结晶为主,动态再结晶的形核及长大需要消耗大量的位错,从而使应力集中得到缓解,对塑性变形有利的可动位错减少,导致变形激活能的增加^[17]。从图 6 中也可看出,合金的变形激活能曲线在不同应变速率条件下随温度的变化趋势相同,这表明应变速率对变形机制的影响规律相同,即变形过程中的位错机制及其变化规律相同。

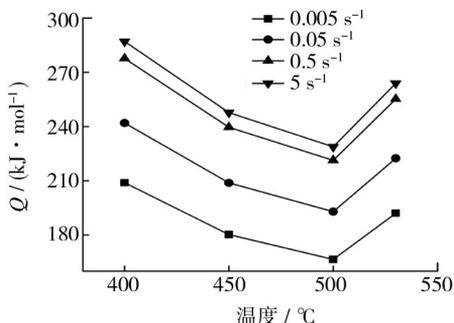


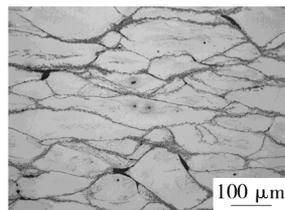
图6 变形激活能与温度的关系

Fig. 6 Relation between deformation activation energy and temperature

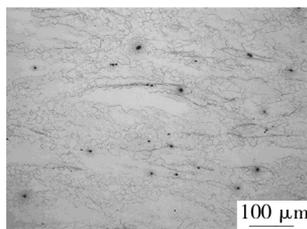
从寻求热加工条件出发,变形初始温度在 500 °C 左右为宜。

2.4 温度对合金热变形组织的影响

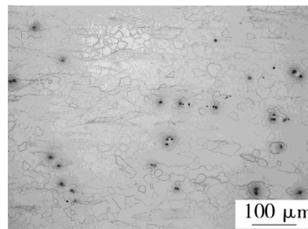
合金在 $\dot{\epsilon}=0.05 \text{ s}^{-1}$ 时的热变形微观组织如图 7 所示,可以看出,当变形温度为 450 °C 时,原始组织中大晶粒沿径向严重拉长,部分大晶粒周围存在着动态再结晶的小晶粒,表明此时已有再结晶晶粒“形核”,但形核率较低。由于晶粒粗大,晶粒之间的变形协调能力差,会在晶粒的交接处产生应力集中,从而导致微裂纹与孔洞“形核”。在 500 °C 时,合金中原始的大晶粒被细小的再结晶晶粒所替代,被拉长的变形大晶粒被再结晶晶粒包围,呈现混晶组织。在 530 °C 时,动态再结晶已经完成,而且晶粒有长大的趋势。由此可见,合金的变形温度对合金变形组织有很大影响,变形温度较低时,合金中可动位错减少,难以形成高密度的位错缠结,再结晶形核率低;升高变形温度,位错易于运动,再结晶的形核率增大,当变形温度为 530 °C 时,发生了完全再结晶。为得到均匀的再结晶组织,热变形初始温度应在 500 ~ 530 °C 为宜。



a 450 °C



b 500 °C



d 530 °C

图7 不同条件下合金的微观组织($\dot{\epsilon}=0.05 \text{ s}^{-1}$)

Fig. 7 Microstructures of the investigated magnesium alloy at different temperatures

3 结语

1) 对于 Mg-7Gd-5Y-1Nd-0.5Zr 稀土镁合金,基

于摩擦及变形温升,对热变形过程中的流变应力进行了修正,合金在高应变速率下的变形温升非常严重,造成流变应力的异常下降,在后续求解材料变形常数时,应采用修正后的应力值。

2) 基于 Arrhenius 方程计算得到了合金的平均热激活能和应力指数: $Q = 262.608 \text{ kJ/mol}$, $n = 3.745$, 变形激活能随着温度的升高呈现先降低后增大的趋势,在 $500 \text{ }^\circ\text{C}$ 时达到了最低值。

3) 结合显微组织演变及变形激活能的变化,得到合金的热锻初始温度应在 $500 \sim 530 \text{ }^\circ\text{C}$ 为宜。

参考文献:

- [1] ZHANG Kui, LI Xing-gang, LI Yong-jun, et al. Effect of Gd Content on Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Y-RE-Zr Alloys [J]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2008, 18(s1): 12-16.
- [2] ANYANWU I A, KAMADO S, KOJIMA Y. Creep Properties of Mg-Gd-Y-Zr Alloys [J]. *Materials Transactions*, 2001, 42(1): 1212-1218.
- [3] 马鸣龙, 张奎, 李兴刚, 等. GWN751K 镁合金组织和性能研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2011, 40(4): 635-639.
- [4] CHEN Qiang, SHU Da-yu, ZHAO Zu-de, et al. Microstructure Development and Tensile Mechanical Properties of Mg-Zn-RE-Zr Magnesium Alloy [J]. *Materials and Design*, 2012, 40: 488-496.
- [5] 李永军, 张奎, 李兴刚, 等. 挤压变形对 Mg-5.0Y-7.0Gd-1.3Nd-0.5Zr 合金组织和性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2010, 20(9): 1692-1697.
- [6] CHEN Qiang, ZHAO Zhi-xiang, SHU Da-yu, et al. Microstructure and Mechanical Properties of AZ91D Magnesium Alloy Prepared by Compound Extrusion [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2011, 528: 3930-3934.
- [7] CHEN Qiang, LUO Shou-jing, ZHAO Zu-de. Microstructural Evolution of Previously Deformed AZ91D Magnesium Alloy during Partial Remelting [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, 477: 726-731.
- [8] PÉREZ-PRADO M T, del VALLE J A, CONTRERAS J M, et al. Microstructural Evolution during Large Strain Hot Rolling of an AM60 Mg Alloy [J]. *Scripta Materialia*, 2004, 60(5): 661-665.
- [9] CHEN Qiang, SHU Da-yu, HU Chuan-kai, et al. Grain Refinement in an As-cast AZ61 Magnesium Alloy Processed by Multi-axial Forging under the Multitemperature Processing Procedure [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2012, 541: 98-104.
- [10] CHEN Qiang, ZHAO Zu-de, ZHAO Zhi-xiang, et al. Microstructure Development and Thixoextrusion of Magnesium Alloy Prepared by Repetitive Upsetting-extrusion [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2011, 509: 7303-7315.
- [11] 马鸣龙, 张奎, 李兴刚, 等. GWN751K 镁合金均匀化热处理[J]. *中国有色金属学报*, 2010, 20(1): 1-9.
- [12] XU Yan, HU Lian-xi, DENG Tai-qing, et al. Hot Deformation Behavior and Processing Map of As-cast AZ61 Magnesium Alloy [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2013, 559(6): 528-533.
- [13] EBRAHIMI R. NAJAFIZADEH A. A New Method Evaluation of Friction in Bulk Metal Forming [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2004, 152(2): 136-143.
- [14] 汪大年. 金属塑性成形原理 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1982: 140.
- [15] CHARPENTIER P L, STONE B C, ERNST S C, et al. Characterization and Modeling of the High-temperature Flow Behavior of Aluminum Alloy [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1986, 17(12): 2227-2237.
- [16] JONAS J J, SELLARS C M, TEGART M W J. Strength and Structure under Hot Working Conditions [J]. *International Metallurgical Reviews*, 1969, 14: 1-24.
- [17] 张小娟, 易丹青, 方西亚, 等. Mg-Gd-Sc-Mn 耐热镁合金的热变形行为 [J]. *中国稀土学报*, 2008, 26(2): 182-186.