

等径道角挤压工艺对铸态 AZ91D 镁合金组织的影响

符韵¹, 鲁美琪¹, 陈毅挺², 项运良¹, 赵祖德¹, 宁海清¹

(1. 西南技术工程研究所, 重庆 400039; 2. 重庆大江工业有限责任公司, 重庆 401321)

摘要: **目的** 介绍等径道角挤压的原理及其对铸态 AZ91D 镁合金的组织产生的作用。**方法** 通过确定的试验工艺参数, 对 AZ91D 镁合金进行了等径道角挤压变形试验。使用金相显微镜和扫描电镜(SEM), 对变形前后的材料进行了显微组织的观察。**结果** 通过进行ECAE挤压后, AZ91D 镁合金中的黑色共晶相($Mg_{17}Al_{12}$)产生了回溶, 在机械剪切和动态再结晶的综合作用下, 晶粒得到了细化。**结论** 通过等径道角挤压, 能明显改善铸态 AZ91D 镁合金的组织。

关键词: 等径道角挤压; AZ91D; 微观组织; 工艺参数

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2014.05.011

中图分类号: TG376

文献标识码: A

文章编号: 1674-6457(2014)05-0064-05

Effect of Equal Channel Angular Extrusion Process on the Microstructure of AZ91D Magnesium Alloy

FU Yun¹, LU Mei-qi¹, CHEN Yi-ting², XIANG Yun-liang¹, ZHAO Zu-de¹, NING Hai-qing¹

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

2. Chongqing Dajiang Industry Co., Ltd., Chongqing 401321, China)

ABSTRACT: **Objective** To introduce the principle of equal channel angular extrusion (ECAE) and analyze its effect on the microstructure of AZ91D magnesium alloy. **Methods** The ECAE experiment of AZ91D magnesium alloy was conducted using the designated process parameters. The microstructure of AZ91D magnesium alloy before and after equal channel angular extrusion was investigated by means of optical metalloscopy and scanning electron microscope equipment. **Results** The results showed that the black eutectic phase ($Mg_{17}Al_{12}$) began to remelt after ECAE treatment, and the crystals were refined under the comprehensive effects of mechanical shear and dynamic recrystallization. **Conclusion** The microstructure of AZ91D magnesium alloy was obviously improved by ECAE.

KEY WORDS: equal channel angular extrusion; AZ91D; microstructure; process parameters

镁基复合材料具有密度小、比强度和比刚度、导热和导电性好、极好的减震性能、优良的阻尼性和电磁屏蔽性、易于加工成形和回收等优点, 越来越广泛地应用于航空航天、汽车、3C 电子、环保等领域。目前关于镁基复合材料的研究工作主要集中于材料

组成、制备工艺和材料组织及性能等方面^[1-3]。

等径道角挤压 (equal channel angular extrusion, ECAE) 工艺是指将材料进行强烈的纯剪切变形, 而横截面尺寸基本保持不变, 通过反复进行挤压, 从而积累大量应变, 细化材料晶粒。等径道角挤压工艺

是 Segal 教授于 1972 年在研究钢的变形组织和微观组织时,为了获得纯剪切应变而发明的一种剧烈塑性变形加工技术。进入 20 世纪 90 年代后,俄罗斯的 Valiev 发现该技术可使材料产生大应变,从而细化多晶材料的晶粒,获得亚微米或纳米级的超细晶结构,其利用 ECAE 技术加工铝合金,随后在高应变速率和 350 °C 下采用超塑性成形加工出了内燃机活塞,大大提高了零件的生产效率,具有重要的现实意义。日本的 Yoshinori 等人研究了 ECAE 加工时不同道次间坯料加入方向对材料剪切变形特征晶粒形貌的影响。美国南加州大学研究了 ECAE 加工模具设计对材料变形均匀性的影响;韩国学者在不同道次下变形均匀性方面也作了较充分的研究。科研工作者通过对 ECAE 法制备工艺、ECAE 材料性能以及应用的研究,对铝、铜、钛、铝合金、低碳钢等多晶体金属在 ECAE 技术下微观结构和力学性能有了初步的认识^[4]。经 ECAE 挤压后的镁合金具有极细的晶粒结构并表现出与众不同的力学行为,如高的屈服应力、大幅度提高的塑性以及具有低温超塑性和高应变速率超塑性等特征,其变形机理也发生了改变,一些高温变形机理,如非基面滑移、晶界滑移、动态回复等,在室温下亦可发生^[5]。因此,众多学者已经开始研究 ECAE 技术在镁合金加工中的应用,并对镁合金 ECAE 过程中的变形机理和变形规律展开了研究。

1 等径道角挤压

1.1 基本原理

所谓 ECAE 法,既等径道角挤压,是通过 2 个轴线相交且截面尺寸相等的通道,将被加工材料挤出。因通道的转角作用,在加工过程中材料发生剪切变形,使变形材料产生大的剪切应变,并由此导致位错的重排,从而使晶粒得到细化。

与传统的大变形塑性加工工艺相比较,利用 ECAE 加工镁合金具有以下优点:能够使挤压的材料承受很高的塑性变形,而同时又不改变样品横截面面积;经多道次挤压后的试样的组织结构均匀,性能得到提高;可通过热加工与动态回复、动态再结晶的组合工艺达到晶粒细化;在低温条件下使金属材料的微观结构得到明显的细化,从而改善铸态组织,

大大提高其强度和韧性;通过调整剪切面和剪切方向可以获得不同的组织结构^[6]。

1.2 工艺参数

在镁合金 ECAE 挤压过程中,影响材料组织和性能的工艺参数众多,主要包括模具结构、挤压路径、挤压道次、挤压温度和挤压速度等。此外,挤压前初始镁合金材料的微观结构和相组成等,对 ECAE 挤压后材料的微观组织和力学性能也有重要的影响^[7-8]。

1.2.1 模具结构

ECAE 模具结构参数包括:两通道的夹角 φ 、内侧过渡圆弧半径 r 和外侧夹角 ψ 、外侧圆弧半径 R (如图 1 所示)。试验研究表明,上述几个参数对挤压材料每道次的应变量和挤压后材料的显微组织均有一定的影响。其中, φ 较小(如 90°)时,每道次可以获得较大的应变量,特别是靠近通道内侧部分的应变量; r 过小,会在挤压转角内侧形成未充型区(即材料难以完全填充挤压孔径);随着 ψ 值的减小,理论上每道次可获得较大的变形量,但 ψ 过小会在挤压材料外侧形成难变形区,不利于挤压材料组织的均匀化;而 R 的减小也有利于内外两侧的变形,在理想状态下 $R=0$ 时能产生最大的剪切应变,但 R 不能过小,否则会增大挤压力,加速模具磨损,提高对设备的要求^[9]。

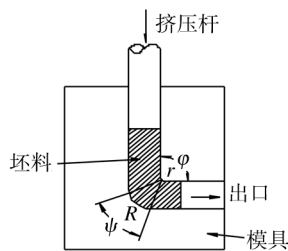


图1 等径道角挤压模具示意图

Fig. 1 ECAE mould diagram

1.2.2 挤压路径

在 ECAE 过程中,每次重复挤压之间试样所旋转的方位称为挤压路径。挤压路径对 ECAE 挤压材料的组织和性能也有重要影响。常用的挤压路径有 4 种(如图 2 所示),即:A 路径(每道次试样均不转动);B_A 路径(试样每道次交叉转动 90°);B_C 路径(试样每道次同向转动 90°);C 路径(试样每道次转

动 180°)。挤压路径对ECAE的影响关键在于不同的挤压路径具有不同的剪应变几何特征。研究表明,沿路径 B_C 挤压后,试样具有最佳的显微组织结构,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,多道次重复挤压会导致在垂直于挤压出口方向平面上的材料形状发生极大的扭曲,从而抑制了材料显微结构的发展,不利于材料力学性能的提高。

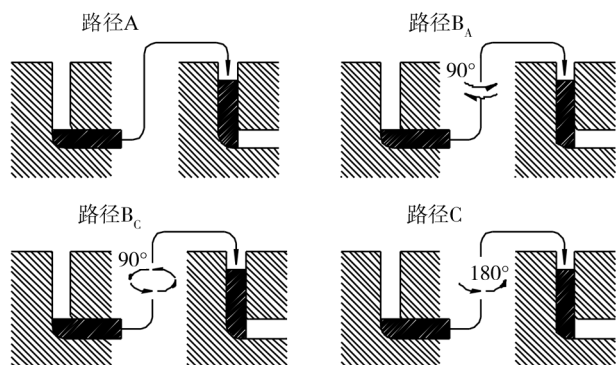


图2 等径道角挤压的工艺路径

Fig. 2 ECAE process paths

1.2.3 挤压道次

ECAE挤压道次对镁合金的显微组织也有重要影响。大量的研究表明,对于不同系列的镁合金,无论采用何种挤压路径,经过一个道次的挤压后,晶粒均可得到明显的细化,所得晶粒多为条带状。而后随挤压道次增加,逐渐变为均匀细小的等轴晶^[10]。

1.2.4 挤压温度和速度

在ECAE挤压中,挤压温度对镁合金的显微组织和力学性能也有一定的影响。研究表明,随着挤压温度的升高,晶粒细化效果减弱。这主要是因为晶粒在高温挤压过程中发生了长大,抵消了由剪切变形带来的晶粒细化。而温度过低(对于不同系列的镁合金各不相同,一般不低于473 K)时,则会在挤压试样表面出现裂纹,甚至无法成功实现挤压^[11]。

2 试验过程

采用新型强烈塑性变形工艺——等径道角挤压(ECAE)对铸态AZ91D镁合金以材料进行二次加工,使得AZ91D镁合金的晶粒得以细化,改善材料

的力学性能。

研究采用自制ECAE模具,模具两通道间夹角 φ 为 90° ,其外侧圆弧角 ψ 为 90° ,经过一个道次的ECAE变形后,试样的真应变变量约为0.907。由于等径角挤压时,坯料与模具之间的摩擦力比较大,所以坯料表面和模膛需要润滑,本实验中使用 MoS_2 作为润滑剂。因为基体AZ91D镁合金的常温塑性很差,所以坯料需要在较高温度下进行角挤压^[12-15]。

具体实验方法如下:先将坯料和模具加热到 $150 \sim 200^\circ\text{C}$,喷涂 MoS_2 粉末,再将坯料和模具继续加热到 350°C ,将坯料保温1 h,待坯料热透后进行等径道角挤压。将铸态的AZ91D镁合金挤压3道次。具体的模具参数:孔径为 $\phi 58.5 \text{ mm}$,转角 $\varphi = 90^\circ$,外接弧角 $\Psi = 90^\circ$;挤压工艺参数:坯料温度为 350°C ,模具温度为 350°C ,挤压速度为 $0.5 \sim 0.6 \text{ mm/s}$,路径为 B_C 。

3 微观组织分析

图3是挤压前AZ91D镁合金的原始微观组织,由图3可以看出,铸态的枝晶形态十分发达。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。铸态合金偏离平衡状态一般表现为以下几个方面:基体固溶体成分不均匀,产生晶内偏析,其组织为树枝状;由于合金元素来不及从固溶体析出而得到过饱和固溶体,因此成分和组织的非平衡状态将给合金的性能带来一定的影响,晶内偏析和脆性相的存在往往使材料的塑性降低,挤压力升高,粗大的枝晶和枝晶偏析在随后的挤压过程中会形成带状组织。共晶

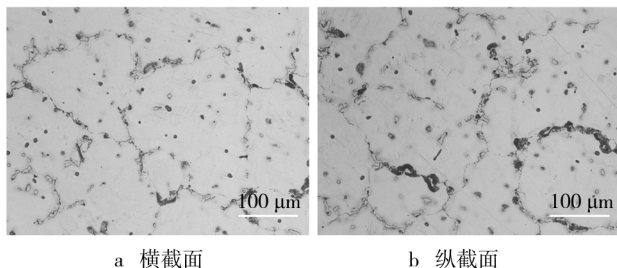


图3 挤压前AZ91D镁合金的原始微观组织

Fig. 3 Original microstructure of AZ91D magnesium alloy before extrusion

相 $Mg_{17}Al_{12}$ 就是镁合金在非平衡凝固时产生的。

图4是挤压1道次后AZ91D镁合金的微观组织,可以看出,在经过1道次挤压后,晶粒在等径道弯角处(塑性变形区)发生破碎,树枝晶发生滑动和转动,然后晶粒沿挤压方向被拉长,所得晶粒为条带状。黑色共晶相 $Mg_{17}Al_{12}$ 同时也沿挤压方向被拉长。

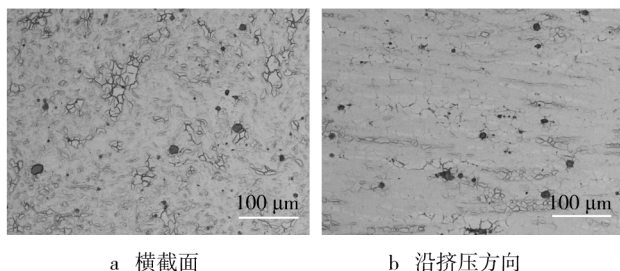


图4 挤压1道次后AZ91D镁合金的微观组织

Fig.4 Microstructure of AZ91D magnesium alloy after one extrusion

图5是挤压3道次后AZ91D镁合金的微观组织,图6和图7是对挤压3道次的微观组织不同区域进行的扫描分析。由图5可以看出,在经过3道次的挤压后,黑色共晶相 $Mg_{17}Al_{12}$ 开始部分回溶。从图5a可以看出,共晶相与原始态和挤压1道次后相比,有了减少且呈非连续分布。这是因为在挤压过程中未断电,模具温度较高,几乎保持不变(350℃);而且坯料在挤压过程中,坯料与模具挤压生热,使温度升高。从扫描分析图6也可以看出,挤压3道次后,基体的成分并没有大的改变,以Mg, Al, Zn为主,而从图7可以看出,虽然共晶相 $Mg_{17}Al_{12}$ 有部分回溶,但是并没有完全消失,这也是图中扫描点的Al成分比基体大幅增加的原因。

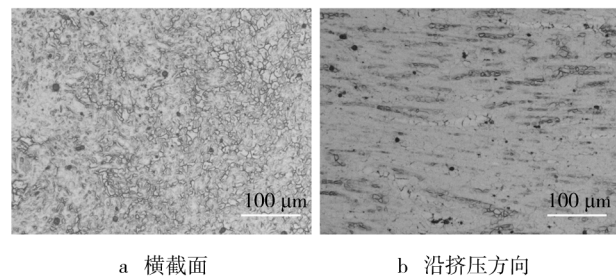


图5 挤压3道次后AZ91D镁合金的微观组织

Fig.5 Microstructure of AZ91D magnesium alloy after three extrusions

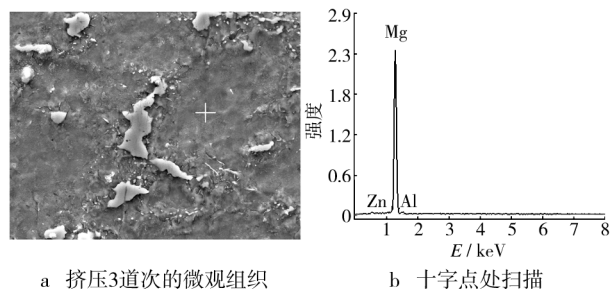


图6 挤压3道次的微观组织连续区域点扫描分析

Fig.6 Continuous area scanning analysis of microstructure after three extrusions

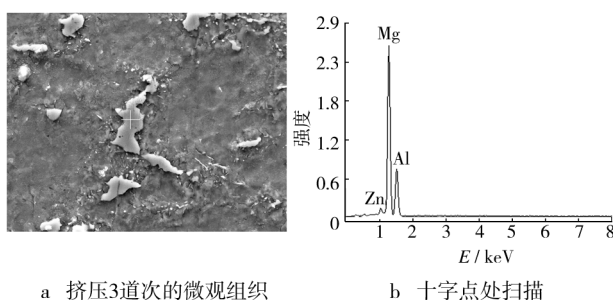


图7 挤压3道次的微观组织非连续区域点扫描分析

Fig.7 Discontinuous area scanning analysis of microstructure after three extrusions

4 结论

成功地利用等径道角挤压技术对铸态AZ91D进行了ECAE变形,对它在ECAE变形过程后微观组织进行了分析,得到了以下结论。

1) 铸态AZ91D镁合金经过1道次ECAE变形后,由于材料内部位错密度较大,ECAE变形的机制是晶内的位错运动,晶粒被拉长,黑色共晶相 $Mg_{17}Al_{12}$ 同时也被拉长。

2) AZ91D镁合金3道次ECAE变形后,在机械剪切和动态再结晶的综合作用下,晶粒得到细化。黑色共晶相 $Mg_{17}Al_{12}$ 开始部分回溶,共晶相与原始态和挤压1道次后相比,有了明显减少且呈非连续分布。

参考文献:

- [1] 何运斌,潘清林,刘晓艳,等. 镁合金等通道转角挤压过程中的晶粒细化机制[J]. 中国有色金属学报, 2011,21(8):1785—1793.

- HE Yun-bin, PAN Qing-lin, LIU Xiao-yan, et al. Grain Refinement Mechanism of Magnesium Alloy During Equal Channel Angular Pressing Process[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(8): 1785—1793.
- [2] 张国定, 赵昌正. 金属基复合材料[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 1996.
- ZHANG Guo-ding, ZHAO Chang-zheng. Metal matrix composites[M]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University Press, 1996.
- [3] LUO Alan, RENAUD Jean, NAKATSUAWA Isao, et al. Magnesium Castings for Automotive Applications[J]. JOM, 1995, 47(7): 28.
- [4] 徐平蛟. 等径弯角挤压工艺(ECAEP)研究现状[J]. 南方金属, 2003(6): 9—13.
- XU Ping-jiao. Research Status of Equal Channel Angular Extrusion[J]. Southern Iron and Steel, 2003(6): 9—13.
- [5] 李继忠, 丁桦. 镁及镁合金等通道转角挤压研究进展及发展趋势[J]. 材料与冶金学报, 2011, 10(1): 39—43.
- LI Ji-zhong, DING Hua. The Development of Current Situation and Prospect for Magnesium and Its Alloys by Equal Channel Angular Pressing[J]. Journal of Materials and Metallurgy, 2011, 10(1): 39—43.
- [6] 孙爱民. 等通道转角挤压—提高材料性能的有效方法[J]. 上海钢研, 2004(1): 19—25.
- SUN Ai-min. Equal Channel Angular Extrusion—An Effect Technique to Improve Mechanical Properties of Material[J]. Shanghai Steel and Iron Research, 2004(1): 19—25.
- [7] 周军, 宋宝来. 镁合金 ECAE 织构的研究进展[J]. 有色金属加工, 2006(12): 7—9.
- ZHOU Jun, SONG Bao-lai. The Research Progress of Magnesium Alloy Texture by ECAE[J]. Nonferrous Metals Processing, 2006(12): 7—9.
- [8] VALIEV R Z, LANGDON T G. Principles of Equal-channel Angular Pressing as a Processing Tool for Grain Refinement[J]. Progress in Materials Science, 2006, 51(7): 881—981.
- [9] 张小明. ECAE 技术在镁合金加工中的应用[J]. 稀有金属快报, 2002(3): 25—26.
- ZHANG Xiao-ming. ECAE Technique in the Application of the Magnesium Alloy Processing[J]. Rare Metals Letters, 2002(3): 25—26.
- [10] FIGUEIREDO R B, LANGDON T G. Strategies for Achieving High Strain Rate Superplasticity in Magnesium Alloys Processed by Equal-channel Angular Pressing[J]. Scripta Materialia, 2009, 61(1): 84—87.
- [11] DING S X, LEE W T, CHANG C P. Improvement of Strength of Magnesium Alloy Processed by Equal Channel Angular Extrusion[J]. Scripta Materialia, 2008, 59(9): 1006—1009.
- [12] 姜巨福, 王迎, 罗守靖, 等. AZ91D 镁合金托弹板半固态触变模锻研究[J]. 材料科学与工艺, 2007, 15(5): 658—661.
- JIANG Ju-fu, WANG Ying, LUO Shou-jing, et al. Research on Thixoforging of Magnesium Plate of AZ91D Magnesium Alloy[J]. Materials Science & Technology, 2007, 15(5): 658—661.
- [13] 李继忠, 张念先, 丁桦, 等. 温度对 AZ80 镁合金等通道转角挤压组织性能的影响[J]. 塑性工程学报, 2011, 18(3): 20—23.
- LI Ji-zhong, ZHANG Nian-xian, DING Hua, et al. The Effect of Temperature on Microstructure and Hardness of AZ80 Mg Alloy During Equal Channel Angular Pressing[J]. Journal of Plasticity Engineering, 2011, 18(3): 20—23.
- [14] 路君, 靳丽, 董杰, 等. 等通道角挤压变形 AZ31 镁合金的变形行为[J]. 中国有色金属学报, 2009, 19(3): 424—432.
- LU Jun, JIN Li, DONG Jie, et al. Deformation Behaviors of AZ31 Magnesium Alloy by Equal Channel Angular Extrusion[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2009, 19(3): 424—432.
- [15] 丁文江, 靳丽, 吴文祥, 等. 变形镁合金中的织构及其优化设计[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(10): 2371—2381.
- DING Wen-jiang, JIN Li, WU Wen-xiang, et al. Texture and Texture Optimization of Wrought Mg Alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(10): 2371—2381.