

# 等径角挤压对 AZ91D 镁合金力学性能的影响

姜巨福, 罗守靖

(哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001)

**摘要:** 通过等径角挤压试验, 并借助 Instron 拉伸材料试验机、金相显微镜等手段, 对等径角挤压工艺对 AZ91D 镁合金力学性能的影响进行了研究。结果表明: 用等径角挤压工艺可大大细化其微观组织, 提高其力学性能; 组织从原始铸坯的晶粒平均尺寸  $300\ \mu\text{m}$  左右细化到  $50\ \mu\text{m}$  以下, 最细的可达  $4\sim 10\ \mu\text{m}$ ; 强度  $\sigma_s$  从  $100\ \text{MPa}$  提高到  $240\ \text{MPa}$  以上, 伸长率  $\delta$  从  $1\%$  提高到  $4\%$  以上。挤压温度对力学性能也有一定影响, 当挤压温度为  $300\ \text{C}$  时, 经过固熔处理的 AZ91D 镁合金试件的力学性能最好,  $\sigma_s=292.4\ \text{MPa}$ ,  $\delta=12.8\%$ 。加工路线也影响挤压后材料的力学性能, 其中, 路线 B 使材料的力学性能最好, 路线 C 次之, 路线 A 最低。

**关键词:** 等径角挤压; AZ91D 镁合金

**中图分类号:** TG376; TG146.2+2

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1001-3814(2004)08-0003-03

## Effect of Equal Channel Angular Extrusion on the Mechanical Properties of AZ91D Magnesium Alloy

JIANG Ju-fu, LUO Shou-jing

(School of Mater. Sci. & Eng., Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

**Abstract:** The mechanical properties of AZ91D magnesium alloys were investigated by means of equal channel angular extrusion (EACE) test, Instron tensile material test machine and metallurgical microscope. The results show that the mechanical properties of AZ91D magnesium increases by EACE technology; grain size of original casting ingots with  $300\ \mu\text{m}$  decreases to  $50\ \mu\text{m}$ , the smallest grain size is from  $4\ \mu\text{m}$  to  $10\ \mu\text{m}$ ; strength of material is increased from  $100\ \text{MPa}$  to above  $240\ \text{MPa}$ , elongation increases from  $1\%$  to above  $4\%$ ; the extrusion temperature has influence on the mechanical properties and when the temperature is  $300\ \text{C}$ , the strength is  $292.4\ \text{MPa}$ . The processing paths have some influence on the mechanical properties of AZ91D magnesium alloy, the mechanical properties are the best in the processing route B.

**Key words:** equal channel angular extrusion; AZ91D magnesium alloys

镁合金以其密度小、比强度和比刚度高、尺寸稳定性和电磁屏蔽性好以及易于再生等一系列的优点, 被认为是 21 世纪最富于开发和应用的“绿色材料”。随着汽车、航空、建筑及运输等工业中轻量化发展要求, 镁合金的应用范围越来越广, 镁合金结构件的应用比例也在逐年上升<sup>[1~3]</sup>。但是, 镁合金晶体结构是密排六方, 这就导致其塑性变形困难及容易脆断等。尤其对于应用最广的铸造镁合金 AZ91D, 其原始铸坯晶粒粗大, 力学性能非常低。为了提高其力学性能, 细化组织, 就必须对铸坯进行晶粒细化。

在很多晶粒细化工艺中, 等径角挤压(EACE)是一种很好的固态晶粒细化工艺<sup>[4~7]</sup>。它已在铝合金、镁合金、铜合金、低碳钢和金属间化合物上得到了很好地应用, 对力学性能和微观组织有极大地改善<sup>[8~10]</sup>。在镁合金的成形工艺中, 半固态加工工艺正显示出越来越大的优势。但是, 在半固态加工中, 镁合金半固态坯的制备是一个关键问题。通常, 考虑到镁合金活泼的化学性质, 一般采用等温处理法。但是镁合金坯料的微观组织直接影响到半固态坯料的晶粒大小和球化效果。镁合金铸坯晶粒很粗大, 必须进行晶粒细化, 提高力学性

能<sup>[11,12]</sup>。本文针对 AZ91D 镁合金铸坯进行 EACE 试验, 以提高其力学性能, 并且细化组织, 促进该合金在半固态加工中的应用。

## 1 实验过程

实验用材为 AZ91D 镁合金铸坯, 其化学成分(质量分数, %)为:  $9\text{Al}, 1\text{Zn}, 0.15\text{Mn}, 0.005\text{Fe}, 0.03\text{Cu}, 0.002\text{Ni}$ , 余为 Mg。将其加工成  $\phi 60\ \text{mm} \times 100\ \text{mm}$  的棒料待用。

EACE 模具采用带内加热的形式, 交角为  $90^\circ$ , 如图 1 所示。实验采用热挤压, 坯料分别被加热到  $250、300、320、350\ \text{C}$ , 模具预热到  $250\ \text{C}$ 。坯料循环挤压次数分别为 1、2、3、4、5 次。将挤压后的坯料进行取样, 加工成标准的圆柱拉伸试样后在 Instron 材料拉伸试验机上进行拉伸试验。并在坯料上取样, 经粗磨、细磨、抛

收稿日期: 2004-03-16

基金项目: 总装备部国家“十五”课题资助项目(41318.4.24)

作者简介: 姜巨福(1976-)男, 山东招远人, 博士研究生, 主要研究方向是镁合金半固态加工, 已发表论文 15 篇。

光、腐蚀后在光学显微镜下进行微观组织分析。拉伸试样断口在扫描电镜下进行断口分析。

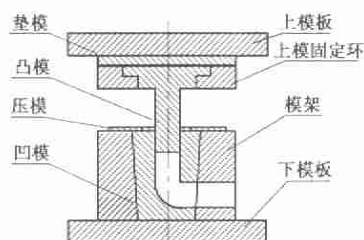


图1 等径角挤压模具示意图

对经过EACE的坯料进行 $(415 \pm 5)^\circ\text{C} \times 6\text{h}$ 水冷的固溶处理,然后自然时效72h,研究热处理对力学性能的影响。为了研究变形路线对力学性能的影响,将挤压过程分成三个路线:路线A为每次挤压后坯料不旋转直接进入下一道挤压过程;路线B为每次挤压后坯料旋转 $90^\circ$ 进入下一道挤压过程;路线C为每次挤压后坯料旋转 $180^\circ$ 进入下一道挤压过程。

## 2 实验结果及分析

### 2.1 原始铸坯力学性能及微观组织

实验用AZ91D原始铸坯的力学性能如表1所示,可见其力学性能非常差,平均强度只有96.1 MPa,平均伸长率只有0.82%。从其拉伸曲线(省略)可看出这种材料的塑性变形能力很小,几乎没有屈服现象,弹性变形阶段和塑性变形阶段区分不明显。

表1 原始铸坯的拉伸实验数据

序号	1	2	3	4	5
$\sigma_b/\text{MPa}$	102.5	92.8	86.8	91.5	106.9
$\delta(\%)$	0.7	0.8	0.8	0.9	0.9

图2是原始铸坯的微观组织。可以看出,原始铸坯的组织晶粒粗大,最大的晶粒尺寸达到400  $\mu\text{m}$ 以上,平均晶粒尺寸也在300  $\mu\text{m}$ 。晶粒粗大是造成其力学性能低的直接原因。

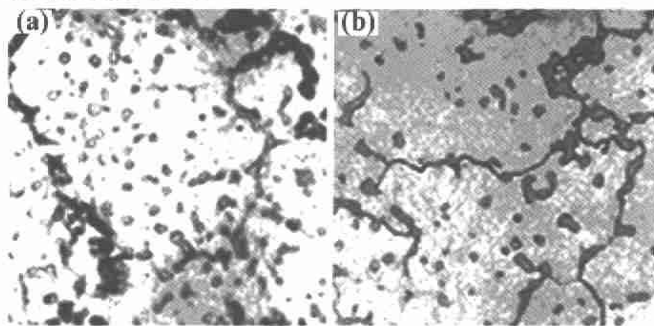


图2 原始铸坯的微观组织(a-横截面;b-纵截面)

### 2.2 挤压次数对力学性能的影响

影响EACE的参数很多,但最直接的是挤压次数。据研究<sup>[10]</sup>,经过 $n$ 次挤压后得到的总的等效应变为:

$$\epsilon_{\text{等效}} = n(\gamma / \sqrt{3}) \quad (1)$$

$$\gamma = 2\text{ctg}(\Phi/2) \quad (2)$$

式中: $\Phi$ 为两等径通道的夹角,本研究 $\Phi=90^\circ$ ;  $n$ 为挤压次数, $\gamma$ 为经过一次挤压产生的应变。将 $\Phi=90^\circ$ 代入式(2)得 $\gamma=2$ ,将 $\gamma=2$ 代入式(1)得:

$$\epsilon_{\text{等效}} = 2n / \sqrt{3} \quad (3)$$

当挤压次数分别为1、2、3、4和5次时,产生的剪切应变 $\epsilon$ 分别为1.155、2.31、3.47、4.62和5.775。图3

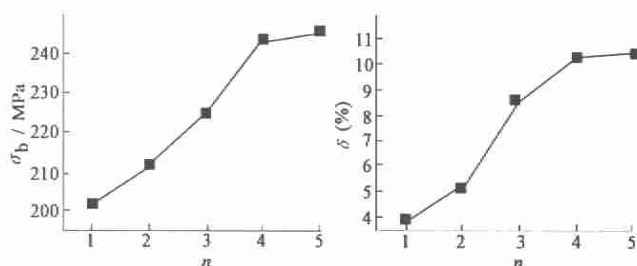


图3 挤压次数对AZ91D合金强度和伸长率的影响

是挤压次数对力学性能的影响。可见,EACE工艺可大大提高合金的力学性能,强度从铸坯的平均96.1 MPa提高到245.4 MPa,提高幅度为155%;伸长率从铸坯的平均0.82%提高到10.5%,提高了约14倍。如此大的提高在晶粒细化工艺中是少见的,且在强度提高的同时,塑性也大大提高。挤压次数的变化直接导致等效应变的变化,从而使坯料的力学性能得到提高。

挤压次数从1次变化到5次,即等效应变从1.155变化到5.775,强度从201.3 MPa增加到245.4 MPa,伸长率从3.8%增加到10.5%。从增加的幅度上看,从1次变化到4次的过程中,增加幅度较大,但从4次变化到5次的过程中,增加幅度较小。这说明当挤压次数达到4次以上时,即等效应变达到4.62以上时,再增加挤压次数对力学性能提高的幅度已不大。此结果与Chang等人利用99.9%纯铝挤压后的结果很相似<sup>[13]</sup>。

图4为不同挤压次数时坯料的微观组织。可以看出,经过EACE可以使合金晶粒得到明显细化,经过5次挤压,即剪切等效应变达到5.775,晶粒尺寸达到50  $\mu\text{m}$ 以下,最小的达到4~10  $\mu\text{m}$ 。这就使力学性能大大提高。出现这种结果,是与塑性变形过程中位错的增殖、湮灭作用分不开的。变形量不大时,位错密度较小,金属内积聚的内能也较小,这时位错的湮灭速度小于增殖速度,从总的效果看是位错在增加。随着位错密度的增大,在晶粒内部出现了大量的小角度晶界,随着应变量的进一步加大,这些小角度晶界转变为大角度晶界,在晶粒内部出现亚晶粒,组织被细化。但这种细化作用并不是随着应变量的继续增大而不断细化。当位错的增殖速度和湮灭速度平衡时,细化作用就慢慢减弱,这时晶粒尺寸达到一个稳定的数值。随之材料的力学性能也会增加缓慢,达到一个几乎稳定的数值。

### 2.3 固溶处理对力学性能的影响

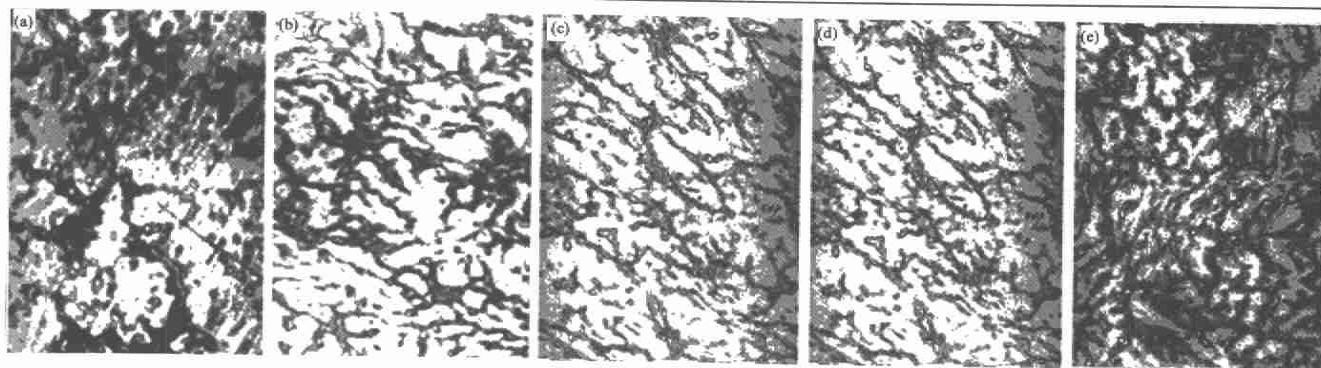


图4 经不同次数挤压后的坯料的微观组织(a-1次;b-2次;c-3次;d-4次;e-5次)

图5所示为经过不同次数EACE的坯料固溶处理前后的力学性能。可见,固溶处理能明显提高AZ91D镁合金的强度,但对塑性影响不大。

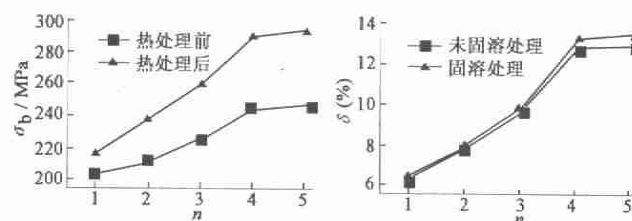


图5 固溶处理前后力学性能的比较

## 2.4 挤压温度对力学性能的影响

坯料在什么温度下挤压也是影响力学性能的因素之一。图6是挤压次数为4次,不同挤压温度下的力学

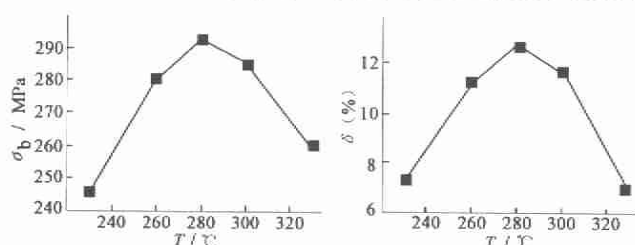


图6 挤压温度对力学性能的影响(挤压4次)

性能变化。随着挤压温度的升高,试件的力学性能有一定提高,但当温度超过300℃之后,力学性能又有所下降。造成此现象的原因是晶粒的细化速度和长大速度平衡的结果。在挤压温度从250℃变化到300℃的过程中,开始时晶粒的长大速度远小于晶粒细化的速度,即此过程是动态恢复和动态再结晶占优势的过程,所以力学性能增加很快。但挤压温度接近300℃的过程中,晶粒的细化速度已经慢慢接近晶粒的长大速度。当达到300℃时,晶粒细化速度和晶粒长大速度达到平衡,此时晶粒尺寸最小,力学性能最好。但挤压温度超过300℃之后,晶粒长大的速度明显开始大于晶粒的细化速度,材料的力学性能开始下降。随着挤压温度的继续升高,晶粒的长大速度明显大于晶粒的细化速度,力学性能开始明显下降。

## 2.5 变形路线对材料力学性能的影响

变形路线直接影响到材料发生剪切变形的形式,从而影响到挤压后材料的力学性能。图7是不同变形

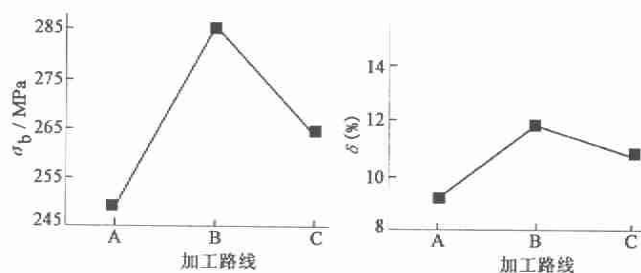


图7 不同加工路线对力学性能的影响(挤压4次)

路线下挤压后材料的力学性能。可以看出,不同的加工路线导致挤压后材料力学性能的不同。其中,路线B的材料力学性能最好,路线C的稍低一些,路线A的最低。造成此种现象的原因是不同的剪切方式。路线A中,剪切总是在同一方向进行,所以晶粒破碎程度最小。而路线C中,每两次挤压过程中,剪切是在相反方向进行的,晶粒破碎程度加大。在路线B中,在四次挤压中剪切是在4个不同方向进行的,晶粒破碎程度最大,所以力学性能最好。

## 3 结论

(1) 借助于EACE工艺可以大大提高AZ91D镁合金的力学性能和细化微观组织;经过5次EACE之后,即应变量达到5.775之后,晶粒平均尺寸从300 μm左右细化到50 μm以下,最细的可达到4~10 μm,  $\sigma_b$ 从100 MPa提高到240 MPa以上,提高了140%,  $\delta$ 从1%提高到4%以上,提高了300%。

(2) 固溶处理能明显提高经EACE的AZ91D镁合金的强度,但对塑性影响不大。

(3) 挤压温度对力学性能也有一定影响,当挤压温度为300℃时,经过固溶处理的AZ91D镁合金试件的力学性能最好,达到292.4 MPa。

(4) 加工路线对挤压后材料的力学性能有一定的影响。其中,路线B的材料力学性能最好,路线C次之,路线A最低。

## 参考文献:

- [1] 张鹏,曾大本. 异军突起的镁合金压铸[J]. 特种铸造及有色合金, 2000, (6): 55-57.

(下转第8页)

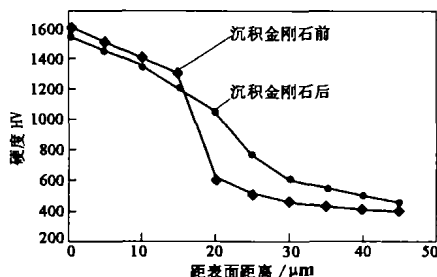


图3 渗铬层显微硬度曲线(沉积温度 800℃)

## 2.5 渗铬层厚度

表1是随金刚石沉积温度的变化渗铬层厚度的变化。可看出,在低于800℃时,渗铬层厚度只有微小增加,但超过800℃后,渗铬层厚度则增加很快。这是因为温度低于800℃时,铬在钢中的扩散系数很小,因而扩散比较缓慢,渗铬层增厚不明显,但是超过800℃后,铬的扩散系数比较大,扩散速度加快,导致铬不断向心部扩散而引起渗铬层的厚度增加。

表1 渗铬层厚度随沉积温度的变化

沉积温度/℃	沉积金刚石之前	600	700	800	900
渗铬层厚度/μm	30	34	37	45	58

## 3 结论

(1)渗铬试样在经过用金刚石粉末研磨处理后进行金刚石沉积时,金刚石的形核密度很高,但在生长阶段由于晶粒之间的竞相生长,小晶粒被大晶粒抑制而停止生长,最后这些小晶粒形似附着在大晶粒上。

(2)在沉积金刚石膜后,渗铬层的白亮层(即铬碳化物层)和铬扩散层的厚度都增加了;白亮层的铬浓度比沉积前低;渗铬层硬度因为铬的平缓过渡分布而变得比金刚石沉积前更平滑过渡到T10钢心部硬度。

(3)渗铬层在金刚石沉积前后的相结构都是由 $\text{Cr}_7\text{C}_3$ 和 $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ 相组成,但沉积后 $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ 相含量降低,而 $\text{Cr}_7\text{C}_3$ 相含量则增加。

## 参考文献:

- [1] Dondonis. Synthesis of (Trimethylsilyl) Thiazoles and Reactions with Carbon Compounds. Selectivity Aspects and Synthetic Utility[J]. JorgChem, 1988, 53:1748-1761.
- [2] 陈志清,高志栋,曾效舒,等. 钢基底上预镀中间层沉积金刚石膜[J]. 清华大学学报(自然科学版),1996,36: 83-86.
- [3] Buijnsters J G, Shankar P, Fleischer W. CVD diamond deposition on steel using arc-plated chromium nitride Interlayers[J]. Diamond and Related Materials, 2002,11: 536-544.
- [4] Chii Ruey Lin, Cheng Tzu Kuo. High adhesion and quality diamond films on steel substrate[J]. Diamond and Related Materials, 1998,7: 903-907.
- [5] Schaifer L, Fryda M, Stolley T, et al. Chemical vapour deposition of polycrystalline diamond films on high-speed steel[J]. Surface and Coatings Technology,1999,116-119: 447-451.
- [6] Silva F J G, Baptista A P M, Pereira E, et al. Microwave plasma chemical vapour deposition diamond nucleation on ferrous substrates with Ti and Cr interlayers[J]. Diamond and Related Materials, 2002,11:1617-1622.
- [7] Glozman O, Berner A, shechtman D, et al. Influence of Cr-N interlayer properties on the initial stages of CVD diamond growth on steel substrates[J]. Diamond and Related Materials, 1998,7: 597-602.
- [8] Borgesl C F M, Pfender E, Heberlein J. Influence of nitrided and carbonitrided interlayers on enhanced nucleation of diamond on stainless steel 304[J]. Diamond and Related Materials, 2001,10: 1983-1990.
- [9] 黄元盛,邹敢锋,袁叔贵. 钢含碳量对低温盐浴渗铬层的影响[J]. 热加工工艺,2000,(2): 36-37.
- [10] 黄元盛,刘正义,邱万奇. CVD金刚石薄膜二次形核机制的研究[J]. 材料科学与工程,2000,19(1):50-52. [11]
- [11] 罗守靖,姜巨福,杜之明. 半固态金属成形研究的新进展、工业应用及其思考[J]. 机械工程学报,2003,39(11):52-60.
- [12] 罗守靖,姜巨福,祖丽君. SiCp/2024 复合材料半固态坯二次加热组织的研究[J]. 材料科学与工艺,2003,11(1):1-5.
- [13] Chang J Y, Yoon J S, Kim G H. Development of submicron sized grain during cyclic equal channel angular pressing [J]. Scripta Mater,2001, 45(3): 347-354. [12]
- [2] 孙伯勤. 镁合金压铸在汽车行业中的巨大应用潜力[J]. 特种铸造及有色合金,1998,(3):40-41.
- [3] 张永忠,张奎,崔代金,等. AZ91D 镁合金的压铸工艺及性能[J]. 铸造,2000,49(2):74-77.
- [4] Wang Z C, Prangnell P B. Microstructure refinement and mechanical properties of severely deformed Al-Mg-Li alloys[J]. Materials Science and Engineering, 2002, 328A:87-97.
- [5] Sun P L, Yu C Y, Kao P W, et al. Microstructural characteristic of ultrafine-grained aluminum produced by equal channel angular extrusion[J]. Scripta Materialia, 2002,(47):377-381.
- [6] Huang W H, Chang L, Kao P W, et al. Effect of die angle on the deformation texture of copper processed by equal channel angular extrusion[J]. Materials Science and Engineering, 2001,307A: 113-118.
- [7] Dupuy L, Rauch E F. Deformation paths related to equal channel angular extrusion[J]. Materials Science and Engineering, 2002, 337A: 241-247.
- [8] Chen Y C, Huang Y Y, Chang C P, et al. The effect of extrusion temperature on the development of deformation microstructures in 5052 aluminum alloy processed by equal channel angular extrusion[J]. Acta Materialia,2003,51:2005-2015.
- [9] Bowen J R, Mishin O V, Prangnell P B, et al. Orientation correlations in aluminum deformed by EACE[J]. Scripta Materialia, 2002,47:289-294.
- [10] Gholinia A, Prangnell P B, Markushev M V. The effect on strain path on the development of deformation structures in severely deformed aluminum alloys processed by EACE[J]. Acta Materialia, 2000,48:1115-1130.

(上接第5页)