

等通道转角挤压 Al-Mg₂Si 合金的组织与性能研究

陈克华, 梁 伟, 王顺旗, 薛晋波, 王红霞, 边丽萍

(太原理工大学, 山西 太原 030024)

摘 要: 研究 Al-Mg₂Si 合金经 250 °C 等通道转角挤压后的微观组织与力学性能。维氏硬度及拉伸力学性能测试结果表明: 经 4 道次 ECAP 挤压后, Al-Mg₂Si 合金的硬度、抗拉强度和延伸率均显著提高; 8 道次挤压后合金的塑性进一步提高, 但其硬度和抗拉强度却有所下降。扫描电子显微镜和透射电子显微镜分析表明: 经 ECAP 挤压后, 原汉字状或骨骼状 Mg₂Si 相显著碎化, 且挤压道次越多, Mg₂Si 相的破碎效果越明显, 合金组织也不断细化。对合金经较多道次挤压后硬度及抗拉强度反而有所下降的原因进行了分析。

关键词: Al-Mg₂Si 合金; 等通道转角挤压; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG146.2⁺1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2010)02-0352-05

铝合金是一种常用的轻合金, 具有质量轻、强度高、耐蚀性、可加工性好等优点。作为铝合金的一个系列, Al-Mg-Si 系合金因具有良好的成形性、焊接性, 具有中等强度、优良的挤压加工性、抗腐蚀性, 在航空航天、汽车、电子工业等领域得到了广泛应用^[1,2]。其中金属间化合物 Mg₂Si 因具有低密度 (19.9 kg/m³)、高弹性模量 (120 GPa)、高熔点 (1087 °C)、低热膨胀系数 (7.5×10⁻⁶ K⁻¹)、高硬度等优点, 成为 Mg 基和 Al 基金属基复合材料理想的增强相^[3,4]。然而研究发现, 虽然 Mg₂Si 是如此优良的第二相增强颗粒, 但它的晶粒大小和颗粒形貌对于金属基复合材料的性能影响很大。比如说铸态的 Al-Mg-Si 合金中所含的 Mg₂Si 相的形貌通常为汉字状或骨骼状, 这种形貌的 Mg₂Si 相极大地割裂了基体, 致使复合材料的强度和韧性都较差, 从而限制了它的应用。若能将汉字状或骨骼状的 Mg₂Si 相碎化, 使其弥散地分布在基体中, 就可以减少 Mg₂Si 相对基体的割裂作用, 从而在提高合金本身强度的同时, 改善其塑性及塑性成形性能。

等通道转角挤压(equal channel angular pressing, 简称 ECAP) 是大塑性变形方法的一种, 目前已发展成为一项较成熟的细化金属组织的技术手段^[5]。大量研究表明^[6-13], ECAP 能有效细化晶粒和第二相颗粒, 并使第二相颗粒在基体上均匀分布, 从而提高合金的综合力学性能。本研究主要是通过提高现有 Al-Mg-Si 合金中 Mg₂Si 相的含量, 尝试利用 ECAP 方法碎化汉字状

或骨骼状的 Mg₂Si 相, 减小其对基体的割裂作用, 以期改善合金的性能。

1 实 验

实验用 99.8% 纯镁锭、99.9% 纯铝锭和铝硅 (Si 24%, 质量分数, 下同) 中间合金, 配制名义成分为: Mg 5%, Si 2%, 其余为 Al 的三元合金。镁合金熔炼在 SXZ-5-2 电阻炉中进行, 使用涂刷 BN 的不锈钢坩埚, 一次装炉量 400 g。温度达到 600 °C 时将纯铝和铝硅合金混合放入坩埚中, 继续升温至 720 °C 时, 保温熔化。待全部熔化后再放入纯镁块, 并撒少许覆盖剂, 保温 30 min 后升温到 740 °C。待熔清后搅拌 1 min, 再保温 20 min。随后随炉降温到 700 °C, 取出, 扒渣, 最后浇入 $\phi 20$ mm×150 mm 的圆柱形金属模中。将棒料用电火花线切割机加工成 10 mm×10 mm×65 mm 试棒, 利用 WDW-100kN 型电子万能试验机在 250 °C 下以 B_C 方式 (每次挤压前, 试样按相同的方向旋转 90°, 再进行下一道次的挤压)^[14] 进行等通道转角挤压, 挤压速率为 0.5 mm/s, 挤压使用带有起偏角的模具^[15], 模具参数为 $\psi=16^\circ$, $\phi=90^\circ$ 。用 HV-50 维氏硬度计对铸态及挤压后的试样进行硬度测试, 实验所用载荷为 50 N、加载时间为 15 s、同一试样选择 5 个不同位置测量硬度, 在离散程度不大的条件下取平均值作为最终的硬度值。用 WDW-100kN 型电子万能试验机进行室温拉伸性能试验, 试样标距为 10 mm, 初始应变速率为 3×10⁻³ mm/s。

收稿日期: 2009-01-12

基金项目: 山西省自然科学基金(2006011051); 山西省归国留学基金(2007-25); 山西省青年科技研究基金(2008021033); 大学生创新创业专项基金(08122067)

作者简介: 陈克华, 女, 1982 年生, 硕士, 太原理工大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030024, 电话: 0351-6018298, E-mail: ckhtyut@126.com; 通讯作者: 梁 伟, 电话: 0351-6018398, E-mail: liangwei@tyut.edu.cn.

采用 KY₂ 2000 型 X 射线衍射(XRD)仪对 Al-Mg₂Si 合金进行物相分析。用 JSM-6700F 型场发射扫描电子显微镜(FESEM)和 H-800 透射电子显微镜进行微观组织观察。图 1 为等通道转角挤压过程示意图,挤压试样上 3 个相互垂直的平面分别用 TP(top plane)、FP(flow plane)和 CP(cross-sectional plane)表示。在本实验中,扫描电镜样品及透射电镜样品均取自试样中部,且扫描电镜样品的表面及透射电镜样品的膜面均与 CP 面平行。

2 结果及分析

2.1 硬度测试

Al-Mg₂Si 合金铸态、ECAP 4 道次和 ECAP 8 道次合金沿 CP 面方向(如图 1 所示)的硬度值如表 1 所示。由于 ECAP 使得合金同时获得细晶强化(组织细化,包括基体晶粒及第二相颗粒细化)、弥散强化(Mg₂Si 细化并弥散分布)及加工硬化,因此,挤压后合金的硬度得到提高,尤其 4 道次挤压后,合金的硬度明显比铸态的高,如表 1 所示。然而,8 道次挤压后,合金的硬度反而比 4 道次的有所降低,其原因可能是在 250 °C 的挤压过程中,发生了动态回复及再结晶阻碍了合金组织的进一步细化,同时也削弱了加工硬化的作用,最终导致合金硬度值的下降;另一种可能的原因是在等通道转角挤压过程中由于挤压路径的影响往往会形成织构,产生择优取向,文献[16]也认为 AZ31 镁合金 8 道次挤压后合金强度的下降与形成的宏观织构有关。为此,对 4, 8 道次挤压后

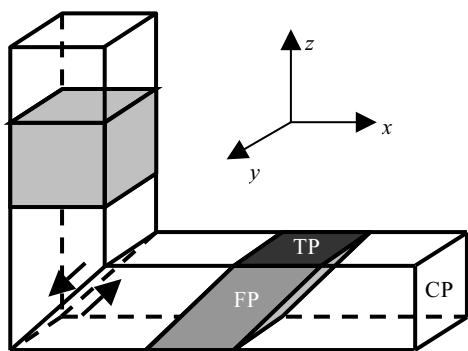


图 1 等通道转角挤压原理及 3 个垂直面的示意图

Fig.1 Schematic of ECAP process and the defined orthogonal planes

表 1 铸态、ECAP 挤压态合金不同面上的维氏硬度值

Table 1 Hardness of as-cast and ECAPed alloys along different planes (MPa)

	CP	TP	FP
4 passes	734	736	744
8 passes	668	670	661
As-cast	615	615	615

的合金试样的 TP 面、FP 面进行硬度测试,测试结果如表 1 所示。从表中可以看出,合金沿 3 个面的硬度值分布均一,且 8 道次挤压后试样的硬度均低于 4 道次的。可见,该硬度值的下降并非是由宏观织构引起的。

2.2 室温拉伸性能测试

图 2 为 Al-Mg₂Si 合金铸态、ECAP 4 道次和 ECAP 8 道次的应力-应变曲线。可以看出,铸态的抗拉强度和伸长率相对比较低,经过 ECAP 挤压后合金的力学性能大幅度提高。ECAP 4 道次后,Al-Mg₂Si 合金抗拉强度 σ_b 从 164.3 MPa 提高到 224.4 MPa,伸长率 δ 由 7.4% 提高到 23%; ECAP 8 道次后,合金抗拉强度为 192.8 MPa,伸长率进一步提高到 29.3%。具体数据见表 2。这种合金强度随挤压道次的变化趋势与上述硬度测试结果相吻合。

2.3 物相分析及微观组织观察

图 3 为铸态 Al-Mg₂Si 合金的 XRD 图谱。可见,合金是由 α -Al 基体和 Mg₂Si 增强相这两种物相组成。图 4 为 Al-Mg₂Si 合金铸态和挤压态的 SEM 照片。图 4a、4b 为铸态合金组织。从中可以看出灰黑色的物像为 Mg₂Si,它以骨骼状或汉字状分布于晶界处,其形成原因是二元 α -Al 依附于初生 α -Al 生长,将二元共晶 Mg₂Si 推至晶界处^[17]。由于在该合金中近似按照 Mg₂Si 的当量比加入了较多量的 Mg、Si 元素,使得 Mg₂Si 能够充分地生长,最终长成骨骼状或分枝较多的汉字状。共晶灰白色物相为 α -Al 基体,图中少量的

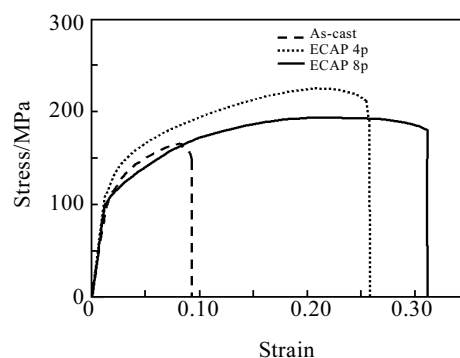


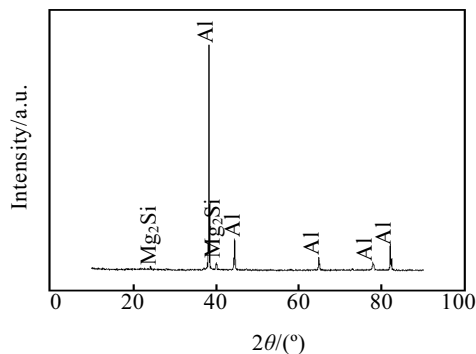
图 2 Al-Mg₂Si 合金铸态、ECAP 4 和 8 道次应力-应变曲线

Fig.2 Stress-strain curve of the Al-Mg₂Si alloys

表 2 铸态及 ECAP 挤压态合金室温下的抗拉强度和延伸率

Table 2 Tensile strength and elongation of as-cast and ECAPed alloys

Property	As-cast	ECAP 4 passes	ECAP 8 passes
Tensile strength/MPa	164.3	224.4	192.8
Elongation/%	7.4	23	29.3

图 3 铸态Al-Mg₂Si合金XRD图谱Fig.3 XRD pattern of as-cast Al-Mg₂Si alloys

白色条状物为含铁相杂质。由图 4a 可知, 铸态合金的晶粒尺寸极不均匀, 从 40~110 μm 不等; 图 4c 是经过 ECAP 挤压 4 道次后的组织形貌。可以看出, 铸态中成片的汉字状或骨骼状的 Mg₂Si 相受到剪切变形的作用被破碎成短小、扭曲的蠕虫状和小块状; 图 4d 为 ECAP 挤压 8 道次后的组织形貌。可见经过进一步的挤压, Mg₂Si 相被更进一步细化为小块状甚至“小点状”。

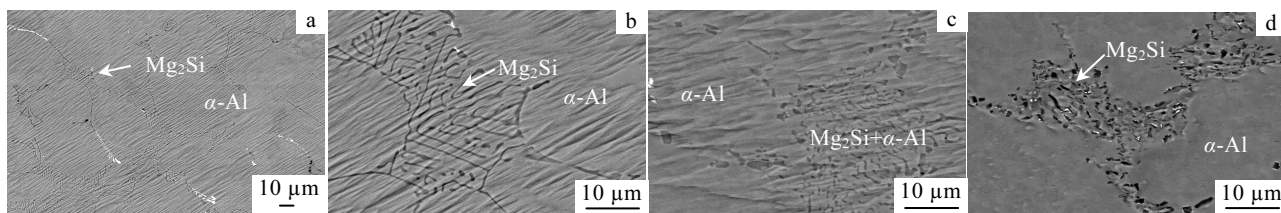
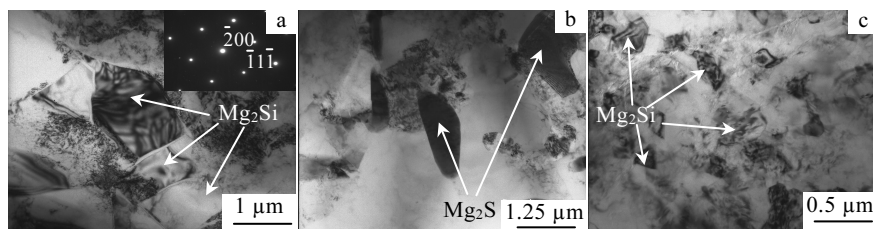
图 5 是含有较多 Mg₂Si 相区域的透射电镜照片。经对图 5a 中的箭头所指区域物相所对应的选区衍射谱标定, 其结果为 Mg₂Si 晶体[011]晶带轴的衍射谱。由图 5b、5c 可知, 经等通道挤压之后, 铸态合金中的大块 Mg₂Si 相明显碎化, 4 道次挤压之后, Mg₂Si 相被碎化为长条状和小块状, 晶粒尺寸不是很均匀, 平均尺寸约为 1~2 μm ; 经 8 道次挤压之后, Mg₂Si 相被进一

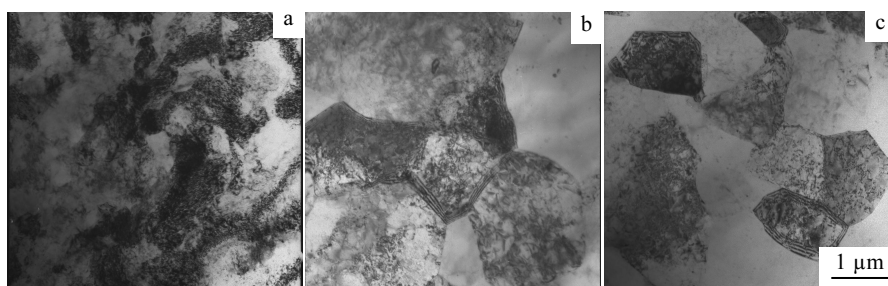
步碎化为尺寸均匀的大小约 300 nm 的小块。可见, Mg₂Si 相随着挤压道次的增加不断被细化。

图 6 是 α -Al 基体相的透射电镜照片。可以看出, 与铸态相比, 挤压之后的合金晶粒显著细化; 挤压 4 次后, 晶粒虽然明显细化, 但晶粒大小很不均匀, 部分 α -Al 晶粒约 1 μm , 还有许多在 2 μm 以上, 如图 6b 所示; 8 道次挤压后, α -Al 晶粒的进一步细化效果虽不很明显, 平均尺寸约为 1.3 μm , 但晶粒大小分布变得较为均匀, 如图 6c 所示。

2.4 分析与讨论

经 ECAP 挤压后, Al-Mg₂Si 合金的抗拉强度和硬度得到提高、塑性得到显著改善。ECAP 挤压 4 道次后, Al-Mg₂Si 合金的抗拉强度 σ_b 从 164.3 MPa 提高到 224.4 MPa, 延伸率 δ 由 7.4% 提高到 23%; 挤压 8 道次后, 合金抗拉强度为 192.8 MPa, 延伸率提高到 29.3%。分析其原因, 首先, ECAP 挤压是通过纯剪切积累大量的剪切应变使合金组织细化, 使晶粒内部位错增殖 (图 6b), 而显著的晶粒细化使合金晶界增多, 阻碍了位错的运动, 降低了位错的可动性, 提高了合金强度; 同时 Hall-Petch 关系式也很好说明材料的强度随着晶粒的细化而提高; 再者, ECAP 挤压可使原铸态组织中沿着晶界分布的汉字状或骨骼状的 Mg₂Si (图 5a) 转变为非常细小的块状 (图 5c), 从而减少对 α -Al 基体的割裂作用, 使材料塑性提高。此外, ECAP 挤压后的细晶组织有助于调节滑移, 晶粒越细, 拉伸时在晶界滑动的作用下裂纹越不易形成, 即使裂纹形成, 在扩展时需要多次改变方向, 将消耗更多能量, 因此裂纹也不易扩展, 有助于塑性的提高。

图 4 Al-Mg₂Si 合金扫描电镜照片Fig.4 SEM images of Al-Mg₂Si alloys: (a, b) as-cast, (c) ECAP for 4 passes, and (d) ECAP for 8 passes图 5 Mg₂Si 相区域的透射电镜照片Fig.5 TEM images of Mg₂Si-rich region: (a) as-cast, (b) ECAP for 4 passes, and (c) ECAP for 8 passes

图6 α -Al 基体相的透射电镜照片Fig.6 TEM images of α -Al matrix phase: (a) as-cast, (b) ECAP for 4 passes, and (c) ECAP for 8 passes

ECAP 挤压 8 道次后合金抗拉强度低于 4 道次挤压的, 而塑性高于 ECAP 4 道次挤压的, 其原因是合金经 ECAP 挤压 4 次晶粒显著细化, 晶界增多, 同时在大剪切变形的作用下使得晶界处因畸变所导致的应力场较大, 阻碍了位错的运动, 从而大幅度地提高了抗拉强度; 而随着挤压道次的增多, 当经过 8 道次挤压之后, 基体晶粒细化不再明显(图 6b、6c), 而随着应变的积累材料发生强烈的塑性变形从而产生大量的位错和晶界的扭曲, 为动态再结晶提供了驱动力, 这样在 250 °C 温度下的挤压过程中发生了动态再结晶, 使得变形过程中所形成的位错更容易滑移至晶界处而消失, 使合金的加工硬化程度显著削弱。而与 4 道次挤压相比, 8 道次挤压后由于晶粒的进一步细化效果不显著, Mg₂Si 相也未在基体的较大范围内进一步弥散化(如图 4d 所示)。即, 与 4 道次挤压相比, 8 道次挤压后, 加工硬化的效果显著降低, 而细晶强化和弥散强化作用却不很明显, 总的效果是强度和硬度降低。另一方面, 由于晶粒大小变得均匀, 加工硬化程度的降低, 使得 8 道次挤压后合金表现出优异的可塑性。

3 结 论

1) 合金经 ECAP 挤压后, α -Al 基体得到了明显细化, 汉字状或骨骼状 Mg₂Si 相显著碎化。虽然挤压道次越多 Mg₂Si 相的碎化效果越明显, 局部范围内也更加弥散, 但是在基体较大范围内的进一步弥散化并不明显。

2) 经等通道挤压之后合金的力学性能得到了明显的改善。4 道次挤压后, 合金的硬度、强度及塑性大幅度提高。

3) 随着挤压道次的进一步增加, 经 8 道次挤压合金的硬度和强度较 4 道次有所降低但塑性进一步提高。

参考文献 References

- [1] Bergsma S C, Kassner M E, Li X *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 254(1-2): 112
- [2] Chen R, Huang Z, Chen A Q *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 280(1): 146
- [3] Zhang J, Fan Z, Wang Y Q *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 281(1-2): 104
- [4] Bronfin B, Katsir M, Aghion E. *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 302(1): 46
- [5] Valiev R Z, Langdon T G. *Progress in Materials Science*[J], 2006, 51(7): 881
- [6] Chu H S, Liu K S, Yeh J W. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2000, 31(10): 2587
- [7] Chu H S, Liu K S, Yeh J W. *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 277(11): 25
- [8] Lee S W, Wang H Y, Chen Y L *et al. Advanced Engineering Materials*[J], 2004, 6(12): 948
- [9] Yuan S Y, Peng C H, Yeh J W. *Materials Science and Technology*[J], 1999, 15(6): 683
- [10] Yeh J W, Yuan S Y, Peng C H. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1999, 30(9): 2503
- [11] Yeh J W, Yuan S Y, Peng C H. *Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 252(9): 212
- [12] Yuan S Y, Yeh J W, Tsau C H. *Materials Transactions*[J], 1999, 40(3): 233
- [13] Lu Wenlin (陆文林), Wang Yong (王 勇), Feng Zezhou (冯泽舟) *et al. Hot Working Technology (热加工工艺)*[J], 2001, 10(2): 10
- [14] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. *Progress in Materials Science*[J], 2000, 45(2): 103
- [15] Wang S Q, Liang W, Wang Y *et al. Journal of Materials Processing Technology*[J], 2008, 07: 22
- [16] Jin Li (靳 丽). *Study on the Microstructure and Mechanical Properties of Magnesium Alloy by Equal Channel Angular Extrusion*(等通道角挤压变形镁合金微观组织与力学性能

- 研究)[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2006
- [17] Jing Qingxiu (靖青秀), Huang Xiaodong (黄晓东). *Light Alloy Fabrication Technology* (轻合金加工技术)[J], 2007, 35(10): 44

Microstructure and Properties of Al-Mg₂Si Alloys after Equal Channel Angular Pressing

Chen Kehua, Liang Wei, Wang Shunqi, Xue Jinbo, Wang Hongxia, Bian Liping
(Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: The microstructure and mechanical properties of Al-Mg₂Si alloys by equal channel angular pressing (ECAP) at 250 °C were studied. Vickers hardness and tensile testing show that the hardness, tensile strength and elongation of the alloys increase after ECAP for 4 passes. However, the hardness and tensile strength decrease after ECAP for 8 passes while the elongation increases further. SEM and TEM observations show that the original skeleton shape or the Chinese-script Mg₂Si phase are obviously broken after ECAP. The more the extrusion passes, the more the fragmentated Mg₂Si phase, and the more the alloys refining. The mechanism for the decrease in hardness and tensile strength of the specimen after ECAP for 8 passes compared with 4 passes was discussed.

Key words: Al-Mg₂Si alloy; equal channel angular pressing (ECAP); microstructure; mechanical properties.

Corresponding author: Chen Kehua, Master, College of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, Tel: 0086-351-6018398, E-mail: ckhtyut@126.com; Liang Wei, Professor, E-mail: liangwei@tyut.edu.cn