

表面机械研磨处理对热轧态 Mg-Gd-Y 合金 微观组织和力学性能的影响

宁江利^{1,2}, 苑潇逸¹, 吴 蒙¹, 陶世洁¹, 李欣康¹, 李旭东¹

(1. 华北理工大学 冶金与能源学院 军用关键材料国防特色学科, 河北 唐山 063210)

(2. 现代冶金技术教育部重点实验室, 河北 唐山 063210)

摘 要: 镁合金由于塑性变形能力较差, 采用热轧制备板材时由于工艺限制往往使晶粒组织粗大, 导致力学性能不佳。采用表面机械研磨处理 (SMAT) 在热轧态 Mg-Gd-Y 合金中获得梯度组织, 以提高合金的强韧性并揭示相关机理。热轧态合金在峰时效之后, 强度显著上升但塑性急剧下降, 这是因为沉淀相容易在粗晶内引起应力集中, 诱发解理开裂、造成脆性断裂。SMAT 试样在峰时效之后, 强度相当而塑性增加, 显示了较好的强韧性。这是因为表面细晶层由于均匀变形能力较好导致延性断裂, 阻碍了试样内部粗晶层解理开裂对试样截面的贯穿, 从而抑制了早期开裂, 使塑性得以提升。

关键词: 镁合金; 强韧性; 梯度组织; 脆性断裂; 延性断裂

中图分类号: TG146.22

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)02-0566-07

镁合金作为最轻的金属结构材料, 具有比强度和比刚度高、阻尼减震和电磁屏蔽性能良好等诸多优点, 在航空航天、国防及交通运输等领域有着广阔的应用前景^[1,2]。然而, 从服役性能方面考虑, 镁合金如要大规模应用仍有一些不足需要克服, 如强度偏低、室温塑性较差、容易腐蚀等^[1-3]。另外, 由于镁属于密排六方晶体结构, 其塑性变形能力较差, 在成型加工中多采用挤压的方式^[4,5]。然而, 镁合金的挤压速率往往较低^[5], 且挤压型材的尺寸常受到设备和模具的限制。因此, 挤压成型不适于大规格镁合金板带材的低成本、大规模生产推广。目前, 针对镁合金宽幅轧制板带材、轧制薄板的技术开发与研究已经受到广泛关注。

许多研究者^[6-11]在镁合金轧制工艺与组织性能方面展开了研究。由于镁合金塑性差, 在热轧时常采用单道次小压下量、道次间回炉保温的工艺^[6-8]。小压下量容易使轧后的组织不均匀, 而道次间保温又往往使晶粒组织粗大, 这可能会对轧板的力学性能带来不利的影响^[6]。为了提高镁合金的成型性、减少轧制过程中的开裂, 一些研究者在轧制前先对镁合金进行了热挤压或热锻的塑性加工, 轧后获得了晶粒较为细小且均匀的组织^[9-11]。然而, 多种塑性加工方式的叠加, 使得生产工艺更加复杂、能耗和成本增加。因而, 探索

一条改善镁合金热轧板组织与性能的简捷而有效的工艺路线具有重要的工程意义。

本研究采用传统热轧工艺制备了 Mg-Gd-Y 合金轧板, 之后, 采用表面机械研磨处理 (SMAT) 的方式在轧板中获得梯度组织, 并且结合时效来调节合金的组织与性能。结果显示, 梯度组织使镁合金热轧板的强度和塑性匹配获得了有效提升。

1 实 验

研究所用合金成分为 Mg-8.9Gd-2.8Y (质量分数, %)。合金铸锭经过 550 °C, 10 h 固溶处理, 之后空冷。固溶后的合金在 550 °C 进行轧制, 第 1 道轧前保温 45 min, 每道次压下量约 10%, 道次间回炉保温 20 min, 总压下量为 50%。对热轧态试样进行峰时效处理, 根据前期试验结果^[12], 峰时效工艺为 225 °C 保温 16 h。

将热轧态 Mg-Gd-Y 合金线切割成 $\Phi 49 \text{ mm} \times 5 \text{ mm}$ 的圆片, 圆片的法向平行于热轧板的法向。采用氩气保护, 对圆片的一面进行 1 h 的 SMAT。SMAT 采用改装后的 SPEX SamplePrep 8000M Mixer/Mill 高能球磨机进行^[12]。为与热轧态对比, SMAT 试样采用同样的 225 °C, 16 h 的峰时效处理。试样所采用的 3 种工艺流程见表 1。

收稿日期: 2021-03-05

基金项目: 国防基础科研项目 (JCKY2018407C008); 华北理工大学杰出青年基金 (JQ201702)

作者简介: 宁江利, 男, 1979 年生, 博士, 教授, 华北理工大学冶金与能源学院, 河北 唐山 063210, 电话: 0315-8805420, E-mail: ningjiangli@ncst.edu.cn

表 1 试样的 3 种加工工艺流程

Table 1 Three different processing sequences

Samples	Processing sequences
HR	Hot rolling (550 °C, reduction rate 50%)
HR+PA	Hot rolling+peak age (225 °C, 16 h)
HR+SMAT+PA	Hot rolling+ SMAT+peak age (225 °C, 16 h)

对 3 种工艺流程处理后的试样进行了微观组织观察和力学性能测试。采用 Zeiss Axiovert-200MAT 光学显微镜对试样进行观察，试样在机械抛光后采用苦味酸乙醇溶液进行侵蚀，溶液中苦味酸、冰醋酸、乙醇、蒸馏水之间的比例为 1:1:20:2。采用 Tecnai G2 F20 透射电镜进行微观组织分析，操作电压为 200 kV。对机械剪薄后的薄片进行双喷电解剪薄，电解液成分为 97%乙醇和 3%高氯酸溶液。采用配有视频引伸计(AVE 2[®])的 Instron 3382 电子拉伸机进行拉伸性能测试。板状拉伸试样的标距长度为 15 mm、宽度为 3 mm，试样厚度为 0.6 mm。所切下的拉伸样的长轴方向一律平行于原轧板的轧向。

2 结果和讨论

2.1 不同工艺处理后的微观组织

2.1.1 热轧及时效后的微观组织

图 1a 为 Mg-Gd-Y 合金热轧态(HR)的金相组织。可见大部分为等轴晶粒，晶粒比较粗大，平均晶粒尺寸为 258 μm，部分晶内存在孪晶。图 1b 为峰时效处理后(HR+PA)的金相组织。与热轧态相比，晶粒尺寸基本不变，孪晶数量也没有明显减少，说明峰时效处理没有引起再结晶。

采用透射电子显微镜平行于[0001]_{Mg}晶向入射成像，可以看到在 HR+PA 试样中沉淀相以链状分布的形式存在，如图 2a 和 2b 的明场和暗场像所示。图 2b 右上角为平行[0001]_{Mg}晶向入射得到的选区电子衍射花样，可以看到在 1/4(0110)_{Mg}、1/2(0110)_{Mg} 和 3/4(0110)_{Mg} 处有衍射斑，说明沉淀相为 β'相^[13,14]。β'相呈链状分布是因为位错线提供合金元素的扩散通道，能够促进沉淀相的形核与生长，这在热加工后时效的 Mg-Gd-Y 合金中已有发现^[15,16]。

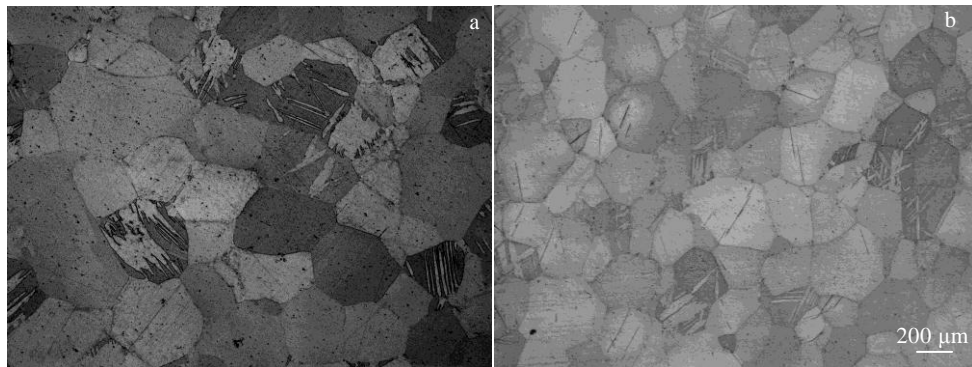


图 1 HR 和 HR+PA 工艺处理后的金相组织

Fig.1 OM microstructures of Mg-Gd-Y alloy processed by HR (a) and HR+PA sequences (b)

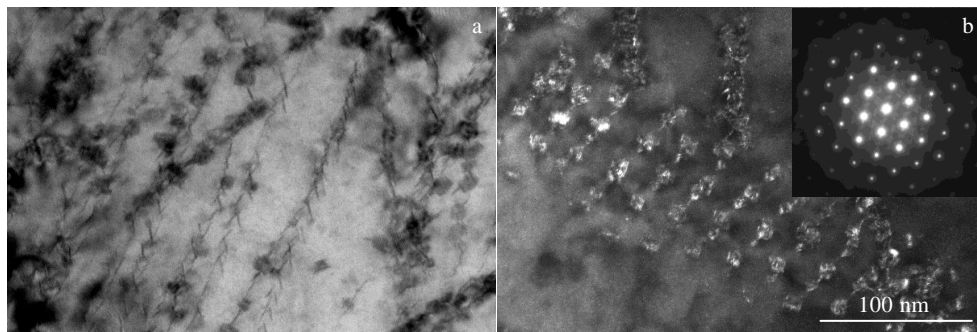


图 2 HR+PA 工艺处理后的 TEM 微观组织

Fig.2 TEM microstructures of the Mg-Gd-Y alloy processed by HR+PA: (a) bright-field image; (b) dark-field image and SAED pattern along [0001]_{Mg}

2.1.2 SMAT 及时效后的微观组织

SMAT 后的组织如图 3 所示，试样中出现梯度组织结构，即不同程度的应变层。可将其大致分为 3 层：距表面约 300 μm 为剧烈变形层，该层在光学显微镜下已难以分辨出晶粒；接下来是弱变形层，深度约从 300 至 600 μm，可以发现热轧态的粗大晶粒仍然存在，部分晶粒内出现孪晶；深度约 600 μm 以下的晶粒组织与热轧态基本相同，没有受到 SMAT 的影响，因此为无影响层。这种梯度组织的产生是由于随试样深度增加 SMAT 应变累积程度递减所造成的^[17,18]。

SMAT 试样经过峰时效处理后 (HR+SMAT+PA)，梯度结构的金相观察没有明显变化，说明在 225 °C 保温不足以使梯度应变层发生再结晶和晶粒长大。为研究 SMAT 试样表面剧烈变形层在峰时效后的微观组织，采用 TEM 对距离研磨表面 50 μm 范围进行了取样分析。发现在该层组织内，位错密度仍然很高，晶粒尺寸主要在 50 nm 至 200 nm 之间，如图 4a 和 4b 的明场和暗场像所示。同时，在晶内观察到大量的细小沉淀相，尺寸只有 10~20 nm，如图 4c。从平行 $[2\bar{1}10]_{Mg}$ 晶向入射所得的选区电子衍射花样，可以看到在 $1/4(0110)_{Mg}$ 、 $1/2(0110)_{Mg}$ 和 $3/4(0110)_{Mg}$ 处有衍射斑，证明沉淀相为 β' 相^[13,14]。

2.2 不同工艺处理后的拉伸和断裂行为

2.2.1 不同工艺处理后的拉伸性能

图 5 为 Mg-Gd-Y 合金经过不同工艺处理后的拉伸

应力-应变曲线，所得力学性能数据见表 2。合金在热轧态时 (HR)，强度不高但塑性相对较好。在峰时效后 (HR+PA)，强度明显上升，但是塑性显著降低，延伸率只有 1.6%。值得注意的是，合金在 HR+SMAT+PA 工艺处理后，强度与 HR+PA 试样接近，但是延伸率有所增加，达到 2.5%。

图 6 为 3 种状态合金由拉伸曲线得出的真应力 (σ_t) 和应变强化速率 (SHR= $d\sigma_t/\epsilon_t$) 随真应变 (ϵ_t) 的变化曲线。根据 Considère 定理^[19,20]，当 $\sigma_t \geq d\sigma_t/\epsilon_t$ 时表示拉伸试样颈缩失稳变形的开始；这对应着真应力与应变速率 2 条曲线的交点位置，此时，意味着材料的应变强化速率已经降低到不足以维持试样的均匀应变继续进行。

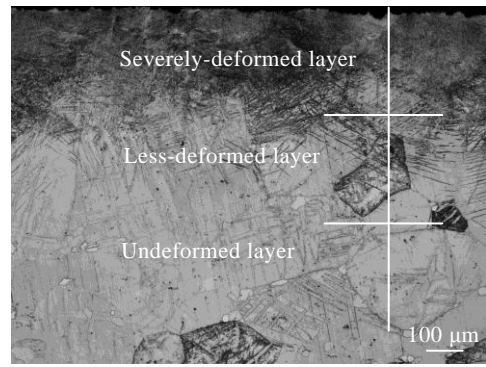


图 3 HR+SMAT 处理后的金相组织

Fig.3 Microstructure of Mg-Gd-Y alloy processed by HR+SMAT

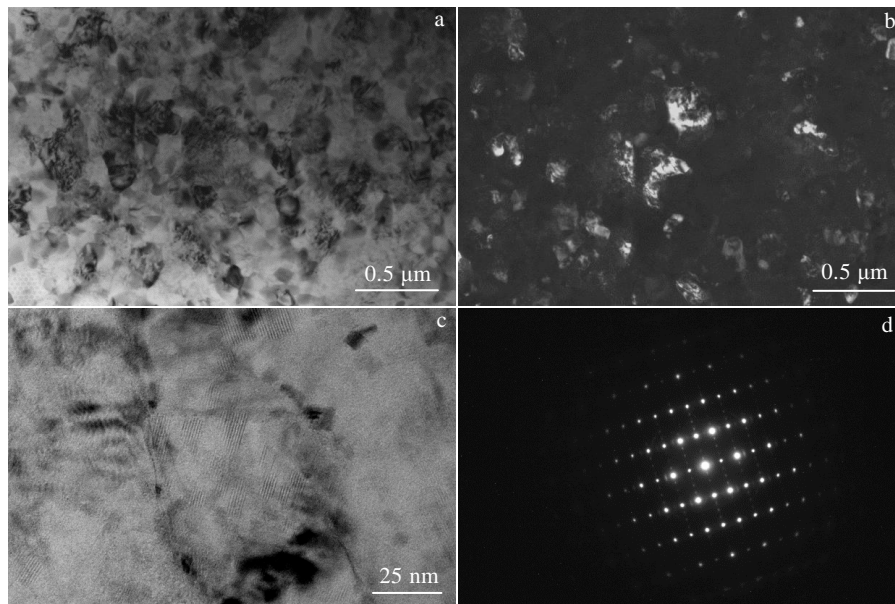


图 4 HR+SMAT+PA 工艺处理后试样 50 μm 深度范围内的 TEM 像及对应的选区电子衍射花样

Fig.4 TEM bright-field (a) and dark-field (b) images; (c) β' precipitates and (d) the corresponding SAED pattern

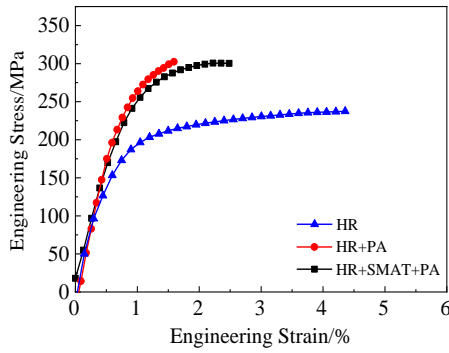


图 5 Mg-Gd-Y 合金不同工艺处理后的拉伸应力-应变曲线
Fig.5 Tensile stress-strain curves of the Mg-Gd-Y alloy processed by three different sequences

从图 6a 和 6b 可以看到，HR 和 HR+PA 2 种状态的合金，其真应力与应变强化速率 2 条曲线在没有发生相交前试样即已断裂；只有图 6c 的 HR+SMAT+PA 状态合金其真应力与应变强化速率 2 条曲线发生了相交。这说明 HR 和 HR+PA 2 种状态合金在拉伸过程中，在应变强化能力还未“耗尽”时，就由于其他因素使材料发生了早期开裂。尤其 HR+PA 合金在断裂时真应力与应变强化速率 2 条曲线相差较大，说明这一诱发早期开裂的因素严重降低了其塑性。相比而言，HR+SMAT+PA 状态合金真应力与应变强化速率 2 条曲线达到了交叉点，说明试样在颈缩之前没有早期开裂。由此可见，3 种状态合金的延伸率高低与是否发生早期开裂有很大的关系。接下来，我们对合金的拉伸断口进行了分析。

表 2 Mg-Gd-Y 合金不同工艺处理后力学性能

Table 2 Mechanical properties of Mg-Gd-Y alloy after different processing sequences

Samples	Yield strength/MPa	Ultimate tensile strength/MPa	Elongation/%
HR	188.9	237.4	4.4
HR+PA	261.0	302.6	1.6
HR+SMAT+PA	258.5	300.4	2.5

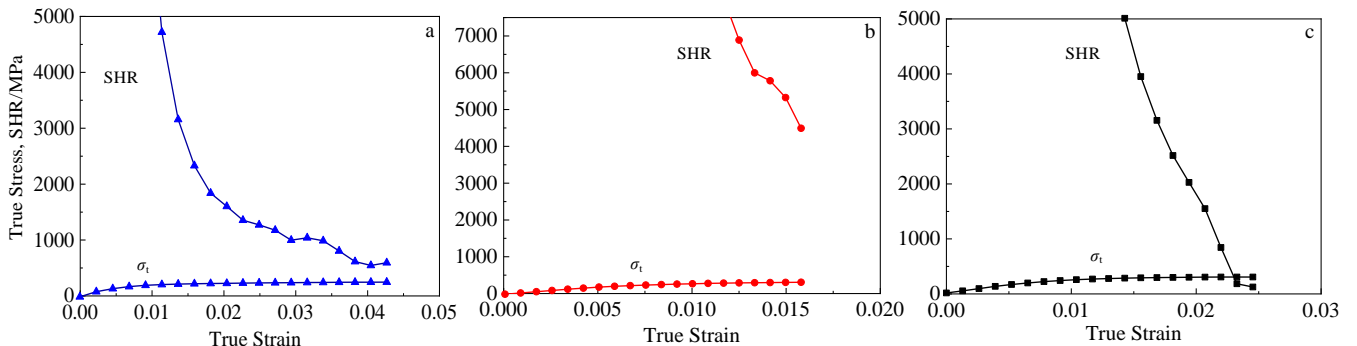


图 6 3 种状态合金的真应力和应变强化速率随真应变的变化曲线

Fig.6 True stress (σ_t) and strain hardening rate (SHR) plotted against true strain of the HR (a), HR+PA (b) and HR+SMAT+PA (c) samples

2.2.2 不同工艺处理后的断口分析

图 7 是 HR 和 HR+PA 2 种状态 Mg-Gd-Y 合金的拉伸断口 SEM 形貌。由热轧态合金拉伸断口可看到明显的解理开裂和沿晶开裂 (图 7a)，同时，在有些区域可以看到韧窝型断裂，在韧窝内部发现析出相小颗粒 (图 7b)。因此，热轧态合金的断口呈混合型特征，脆性与韧性断裂同时存在，这与热轧态合金 4.4% 的延伸率相符。热轧态合金在时效之后，拉伸断口呈脆性特征，断口以解理开裂和沿晶开裂为主 (图 7c)；即使在析出相小颗粒引起开裂的位置，韧窝也较浅、仍然以解理面开裂为主，中间有撕裂楞相连，因此呈准解理开裂的特征。可见，HR+PA 态的脆性断口形貌与其仅 1.6% 的延伸率是相对应的。

图 8 是 HR+SMAT+PA 态合金的拉伸断口。根据图 8a 上的断口形貌特征，可以分成 2 层：距上表面约 300 μm 层 (白色虚线以上) 主要以韧窝型断裂为主 (放大图见图 8b)，这对应 SMAT 处理后的剧烈变形层；而白色虚线以下的部分对应的是 SMAT 处理试样的弱变形层，属于变形程度较小的区域，其断口呈现脆性特征，以解理开裂和沿晶开裂主导，伴有准解理开裂的特征。已有研究^[21]显示，Mg-Gd-Y 合金中的 β' 沉淀相钉扎滑动位错造成应力集中，导致微裂纹沿(0001)晶面萌生从而诱了解理开裂。这里的 HR+PA 态合金延伸率的显著下降与其拉伸断口上观察到的大面积解理开裂是相符的，因此，解理开裂是诱发该状态合金早期开裂的主因。

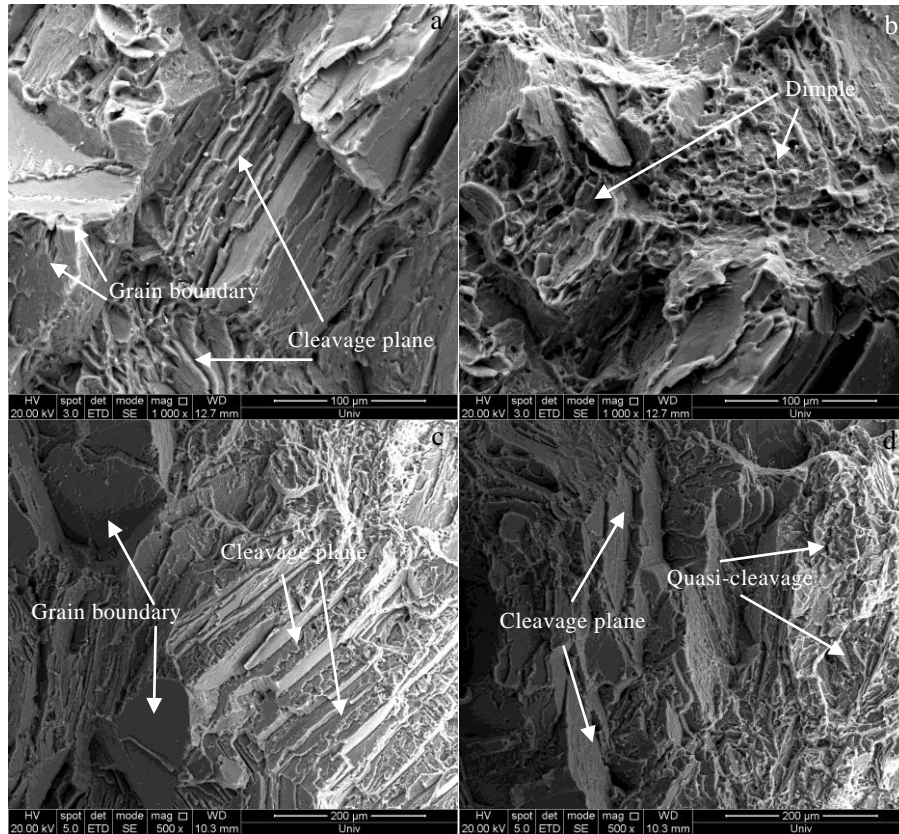


图 7 Mg-Gd-Y 合金热轧及峰时效后的拉伸断口

Fig.7 Tensile fracture surfaces of the Mg-Gd-Y alloy processed by HR (a, b) and HR+PA (c, d) sequences

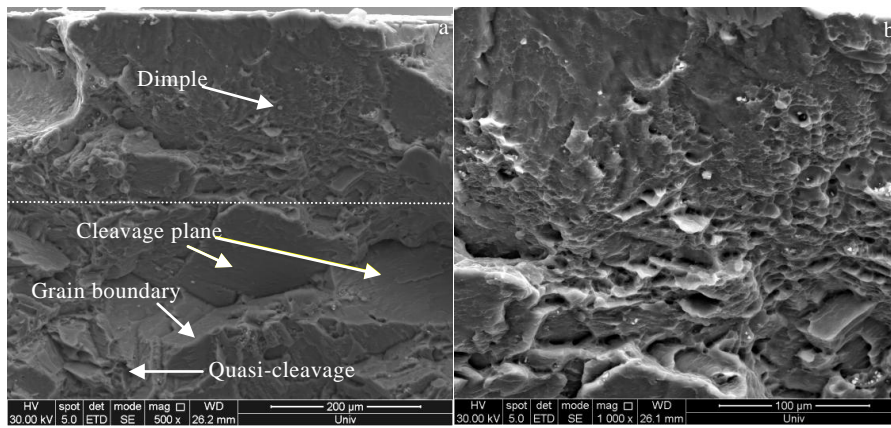


图 8 Mg-Gd-Y 合金经过 HR+SMAT+PA 工艺处理后的拉伸断口

Fig.8 Tensile fracture surface of the Mg-Gd-Y alloy processed by HR+SMAT+PA sequence

HR+SMAT+PA 态合金的弱变形层在拉伸断口中也显示了大量的解理开裂,使该区域的特征呈现脆性。然而,表面的剧烈变形层显示出韧窝型断裂的延性特征。这是因为表面层内的晶粒已经细化到亚微米级,细小的晶粒易于均匀变形,晶粒之间的协调变形能力强,可以延缓应力集中的发生。另外,细小的晶粒可能诱发

非基面位错(柱面和锥面位错)的启动和滑移^[22,23],带来更好的均匀变形,避免基面上的应力集中导致的解理开裂。因此,表面层较均匀的塑性变形使得试样深层的解理开裂无法迅速贯穿试样整个截面,延缓了脆性断裂的发展,避免了整个试样的早期开裂,使延伸率得以提升。

由此看出, 对于 Mg-Gd-Y 合金, 虽然热轧后由于晶粒组织粗大而使力学性能欠佳, 但通过施加表面塑性变形引入梯度组织可以有效提高合金的强韧性。表面塑性变形工艺简单, 可以灵活运用于合金生产工艺的任意环节, 并且可以针对需要改善性能的零件局部进行作用, 从而降低材料整体的生产成本。

3 结 论

1) HR 态合金晶粒组织较为粗大, 强度较低但塑性较好。HR+PA 处理后, 由于沉淀相 β' 相的析出, 合金的强度显著上升, 但是塑性急剧下降。

2) HR+SMAT 处理后, 形成梯度组织结构, 表面晶粒尺寸细化到亚微米级。HR+SMAT+PA 处理后, 表面的亚微米晶粒内也观察到 β' 沉淀相, 此时强度与 HR+PA 态试样接近, 而延伸率有所提升。

3) HR 态合金的断裂方式为脆性和韧性混合型, 在 HR+PA 处理后, 转变为解理开裂主导的脆性断裂。HR+SMAT+PA 处理后的试样分为两层, 表面的亚微米晶粒层具有韧窝型开裂的韧性特征, 而深层的弱变形层显示为解理为主的脆性开裂特征。这说明表面层较均匀的塑性变形阻碍了深层解理开裂对试样截面的贯穿, 使延伸率得以提升。

参考文献 References

- [1] Song Jiangfeng, She Jia, Chen Daolun *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2020, 8: 1
- [2] Wu Yujuan(吴玉娟), Ding Wenjiang(丁文江), Peng Liming(彭立明) *et al. Materials China(中国材料进展)*[J], 2011, 30(2): 1
- [3] Du Wenbo(杜文博), Jia Linyue(贾林玥), Wang Chaohui(王朝辉) *et al. Journal of Beijing University of Technology(北京工业大学学报)*[J], 2020, 46(6): 710
- [4] Meng S, Yu H, Fan S D *et al. Acta Metallurgica Sinica, English Letters*[J], 2019, 32(1): 145
- [5] Zeng Z, Stanford N, Davies C H J *et al. International Materials Reviews*[J], 2018, 64(2): 1
- [6] Xu C, Xu S W, Zheng M Y *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2012, 524: 46
- [7] Wu D, Chen R S, Han E H. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509: 2856
- [8] Chun Y B, Geng J, Stanford N *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2011, 528: 3653
- [9] Wang Rong, Dong Jie, Fan Likun *et al. Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2008, 18(S): 189
- [10] Wan Y, Liu C, Xiao H *et al. Adv Eng Mater*[J], 2018: 1 701 041
- [11] Verma Raviraj Jayaganthan R, Nath S K *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2020, 774: 138 890
- [12] Ren Hongwei(任宏伟), Ning Jiangli(宁江利), Xu Bo(徐博) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2021, 50(7): 2577
- [13] He S M, Zeng X Q, Peng L M *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2007, 427: 316
- [14] Honma T, Ohkubo T, Hono K *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2005, 395: 301
- [15] You C, Liu C, Wan Y *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2019(7): 414
- [16] Wei X, Jin L, Wang F *et al. Journal of Materials Science & Technology*[J], 2020, 44: 19
- [17] Ning J, Xu B, Sun M *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2018, 735: 275
- [18] Ning J, Xu B, Feng Y *et al. Acta Metallurgica Sinica, English Letters*[J], 2020, 33: 252
- [19] Dieter G E. *Mechanical Metallurgy*[M]. New York: McGraw-Hill, 1988
- [20] Ning J, Zhang Y, Huang L *et al. Mater Design*[J], 2017, 120: 280
- [21] Xiao B L, Yang Q, Yang J *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2011, 509: 2879
- [22] Koike J, Kobayashi T, Mukai T *et al. Acta Materialia*[J], 2003, 51: 2055
- [23] Fan H, Aubry S, Arsenlis A *et al. Scripta Materialia*[J], 2015, 97: 25

Effect of Surface Mechanical Attrition Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Hot-Rolled Mg-Gd-Y Alloy

Ning Jiangli^{1,2}, Yuan Xiaoyi¹, Wu Meng¹, Tao Shijie¹, Li Xinkang¹, Li Xudong¹

(1. Discipline of Key Materials for Defense Industry, College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, China)

(2. Key Laboratory of Modern Metallurgy of the Ministry of Education, Tangshan 063210, China)

Abstract: Due to the poor deformability of Mg alloys, the processing parameters for hot-rolling are restricted. This generally results in microstructures characterized by coarse grains, accompanied by inferior mechanical properties. To enhance the toughness, surface mechanical attrition treatment (SMAT) was utilized in this work to produce gradient structure in a hot-rolled (HR) Mg-Gd-Y alloy. The underlying mechanisms for toughening were disclosed. After peak-ageing (PA), the strength of the HR alloy increases obviously while the ductility decreases sharply. This is because the precipitates block dislocations and generate stress concentration, resulting in cleavage fracture as a brittle rupture. The HR-SMAT-PA sample shows comparable strength with the HR-PA sample, while the ductility is enhanced, exhibiting better toughness. The ultrafine grains in the near-surface layer lead to uniform deformation and ductile fracture. Thus, the cleavage fracture in the deep layer could not go through the entire cross-section of the sample. As a result, the premature failure is inhibited and the ductility is increased.

Key words: Mg alloy; strength and toughness; gradient structure; brittle fracture; ductile fracture

Corresponding author: Ning Jiangli, Ph. D., Professor, College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, P. R. China, Tel: 0086-315-8805420, E-mail: ningjiangli@ncst.edu.cn