

时效处理对搅拌摩擦沉积增材稀土镁合金组织及性能的影响

纪皓程, 许乃强, 许书铭, 王雨晴, 罗庭, 杨新岐

(天津大学 材料科学与工程学院, 天津 300345)

摘 要: 采用压力控制的固相摩擦挤压增材设备进行 Mg-Gd-Y-Zr(GW83K)稀土镁合金搅拌摩擦沉积增材(additive friction stir deposition, AFSD)工艺试验, 探讨时效处理对沉积层微观组织及力学性能的影响。研究表明: 在工艺参数 250 rpm/min 主轴转速及 100 mm/min 横移速度下获得无宏观缺陷及完全致密的 GW83K 稀土镁合金沉积试样, 沉积区不同区域呈现明显的混晶组织特征, 沉积层前进侧局部粗晶区平均晶粒尺寸为 $17.37 \pm 7.29 \mu\text{m}$, 但中部及后退侧大部分区域平均晶粒尺寸显著细化为 $5.66 \pm 2.58 \mu\text{m}$ 和 $4.36 \pm 2.32 \mu\text{m}$ 。沉积态试样在 215°C 下时效 40 小时后, 析出大量纳米级 $\beta'(\text{Mg}_2(\text{Gd}, \text{Y}))$ 相, 硬度由 85.8 HV 提升至 108.8 HV, 其屈服强度(YS)和抗拉强度(UTS)最高可达 347 MPa、394 MPa, 延伸率保持为 8.0%, 拉伸试样具有韧-脆混合断裂特征。研究证实时效处理在保留沉积层细小晶粒的基础上, 析出细小 β' 强化相, 显著改善了 AFSD 制备的 GW83K 稀土镁合金的强塑性协同性能。

关键词: 搅拌摩擦沉积增材; GW83K 稀土镁合金; 时效处理; 微观组织; 力学性能

中图法分类号: TG???

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)0?-0???-0?

高强韧稀土镁合金(Mg-Gd-Y-X 系)由于具有密度低、比强度与比刚度高、良好耐高温性能及阻尼减振特性等优势, 在航空航天与高速导弹及飞行器等各种轻量化结构制造领域具有广泛的应用前景^[1-3]。传统的高性能稀土镁合金主要采用铸造成形工艺, 就可获得组织均匀及强韧性能优异的各种形状结构件, 但在大尺寸构件铸造成形工艺中面临组织及成分不均匀、区域偏析及各种缩孔裂纹铸造缺陷等很难解决的关键工艺问题^[4,5]; 导致铸件整体强韧性能匹配差及承载能力显著降低, 严重制约了稀土镁合金在航空航天及军事装备等大尺寸结构制造领域的工业化应用。

搅拌摩擦沉积增材(Additive Friction Stir Deposition, AFSD)是近年来开发的一种近净成形金属增材制造技术^[6], 它通过强烈热-力耦合塑性变形实现金属沉积及冶金连接, 可在开放大气环境下实现固相增材成形过程, 沉积效率明显高于熔焊增材工艺并能制备米级大尺寸增材构件^[7-9], 尤其能够有效避免稀土镁合金熔焊增材制造中各种孔隙、元素烧损及热裂纹等冶金缺陷, 获得完全致密的具有细小等轴晶锻造组织特征的增材构件, 因而为制备高性能稀土镁合金大尺寸承载构件开辟了新途径。目前针对镁合金的 AFSD 技术的研究处于起步阶段, 相

关研究报道很少, 这些报道中均获得了致密的沉积组织, 但同时也遇到一些其他问题。Williams 等^[10]证实 WE43 稀土镁合金 AFSD 工艺窗口窄及成形性差, 容易产生无法沉积、不连接、表面凹坑、成形粗糙及过度飞边等宏观缺陷, 导致 AFSD 工艺失败。但在优化工艺下 WE43 沉积层具有致密细小等轴晶组织特征, 其晶粒尺寸从母材 $45 \mu\text{m}$ 减小至 $3.5\text{--}4.8 \mu\text{m}$ 使得沉积层晶粒组织显著细化, 其沉积态试样沿增材纵向(LD)和建造方向(BD)具有基本相同力学性能, 但 BD 方向的抗拉强度和延伸率显著降低, 分别仅为 LD 方向的 84.8%和 38.5%; 与母材比较打印态 BD 方向抗拉强度则降低 37%以上, 增材沉积层强度软化严重。Wang 等人^[11,12]对 AZ31B 镁合金进行 AFSD 工艺试验, 发现沉积比为 1:2 时沉积件形态更好, 但当沉积棒料进给速率 F 和移动速度 v 过高或过低时, 沉积层表面均会出现缺陷。Joshi 等人^[13,14]针对 AZ31B 镁合金 AFSD 工艺研究, 建立了工艺参数与能量输入的计算模型, 发现主轴转速 ω 和沉积比一定时, 能量输入与移动速度 v 成反比, 随着移动速度的降低, 沉积样品表面越粗糙甚至出现缺陷。我们对固相增材制造尤其多种材料的 AFSD 工艺已经进行了大量研究, 对稀土镁合金 GW83K 进行了许多 AFSD 工艺试验^[15-18], 证实

收到初稿日期:

基金项目: 国家自然科学基金资助(项目号 52175356)

作者简介: 纪皓程, 男, 1998 年生, 硕士, 天津大学材料科学与工程学院, 天津 300354, 电话: 022-87891461, E-mail:15533507644@163.com

较低主轴转速下 GW83K 具有良好的宏观成形性, 增材沉积区完全致密、不存在孔隙及未连接冶金缺陷, 但由于沉淀强化相在 AFSD 高温加工过程中的溶解、粗化及重新析出, 使得沉积态 GW83K 试样存在明显强度软化现象。Mg-Gd-Y-Zr 系合金属于时效强化稀土镁合金, 可通过固溶(T4)、时效(T5/T6 等)热处理充分发挥稀土在镁合金中的析出强化效应, 使其整体力学性能大幅提升。采用合理的热处理改变第二相形貌与分布, 可改善稀土镁合金 GW83K 经 AFSD 后的软化现象, 同步提升合金的强度与韧性^[19]。因此, 研究后热处理对沉积态 GW83K 稀土镁合金组织及性能的影响十分重要。

本研究采用 AFSD 工艺制备 Mg-8.94Gd-3.17Y-0.46Zr(wt.%, GW83K)合金沉积试样, 研究沉积态试样宏观成形及微观组织特征, 分析时效热处理对 AFSD 成形 GW83K 合金微观组织和力学性能的影响, 探索析出相演变及强韧化机制, 为实现 GW83K 稀土镁合金 AFSD 技术的工业化应用提供重要试验依据。

1 试验方法

试验选择挤压态 GW83K 制备的棒料及基板进行 AFSD 工艺试验, 基板尺寸为 300 mm×130 mm×6 mm, 沉积棒料尺寸为 $\phi 20 \times 200$ mm, 其化学成分及力学性能如表 1-2 示。

表 1 GW83K 镁合金化学成分(wt.%)

Table 1 Chemical composition of GW83K magnesium alloy (wt.%)

材料	Gd	Y	Zr	Mg
GW83K 基材	8.94	3.17	0.46	Bal.
GW83K 棒料	8.94	3.17	0.46	Bal.

表 2 GW83K 镁合金力学性能

Table 2 Mechanical properties of GW83K magnesium alloy

材料	抗拉强度 R_m / MPa	屈服强度 $R_{p0.2}$ / MPa	延伸率 δ / %	显微硬度 HV
GW83K	284.7	218.3	12.2	84.0

图 1 表示搅拌摩擦沉积(AFSD)试验过程及沉积试样取样位置示意图。采用 AFSD 制备单道多层沉积试样: 首先将沉积棒料安装在空心打印工具中, 随着打印工具带动沉积棒料高速旋转, 在轴向压力作用下沉积棒料在起始位置摩擦挤压基板表面; 其次当摩擦界面材料完全软化挤出后, 打印工具沿沉积路径横向移动, 软化棒料在打印工具摩擦挤压下沉积在基板上形成沉积层, 最后达到预定沉积长度后, 卸载轴向压力同时打印工具转速及横向速度快速降低为零, 完成单道沉积层。重复上述工艺过程可获得给定高度的单壁墙沉积试样, 其中轴向

压力、沉积层厚、打印工具转速及横移速度是影响 AFSD 成形的关键参数。

采用自主研发的压力控制增材设备完成全部 AFSD 工艺试验, 打印工具摩擦端面带有两个 2.5 mm 高凸起, 以便更好地促进沉积层界面及内部材料混合及塑性流动。在大量工艺优化试验基础上^[20], 选择主轴转速 250 rpm 及横移速度 100 mm/min 制备增材试样, 单层沉积长度为 200 mm; 在轴向压力为 10-12 KN 范围内, 成功制备出无缺陷成形良好的 GW83K 单壁墙增材试样。

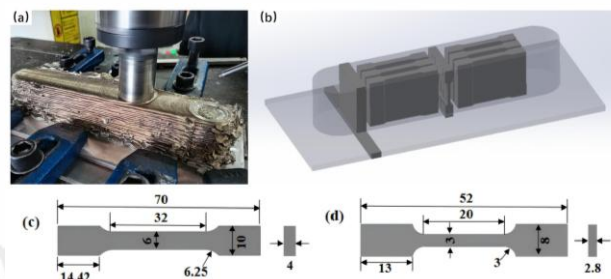


图 1 AFSD 工艺及沉积试样取样示意图:

Fig.1 Schematic of AFSD Process and Sampling for Deposited

Specimens:

(a)AFSD experimental process;

(b) Sampling positions of deposited specimens;

(c) Dimensions of specimens along X-direction;

(d) Dimensions of specimens along Z-direction

在 AFSD 工艺试验过程中, 增材试样纵向(Longitudinal Direction, LD)、横向(Transverse Direction, TD)和建造方向(Build Direction, BD)分别定义为 X、Y 和 Z 方向。沿垂直于 LD 方向切取金相试样, 按照标准金相程序制备, 随后用苦味酸酒精溶液(4.2 g 苦味酸+10 ml 蒸馏水+10 ml 乙酸+70 ml 乙醇)浸蚀 10~15 s。使用超景深立式显微镜和 Olympus GX 51 光学显微镜(Optical Microscopy, OM)进行宏观形貌和显微组织观察, 进一步使用电子背散射衍射扫描电镜(ZEISS Sigma 500)、透射电子显微镜(JEM-F200)和场发射透射电子显微镜(TecnaiG2F20)观察微观组织。采用 HVS- 1000ZCCD 显微硬度计进行显微硬度测试, 硬度测试的载荷为 500 g, 加载时间为 15 s, 相邻测试点间隔为 1 mm。拉伸试验在 WDW-100L 电子万能拉伸试验机上进行, 沿 X 与 Z 方向的试样拉伸速率分别为 1.5 mm/min 和 0.6 mm/min, 依据 ISO6892-1:3019 标准设计拉伸试样, 取样位置和 X、Z 方向试样尺寸如图 1b、c、d 所示。

Mg-Gd-Y-Zr 系合金属于时效强化稀土镁合金, 固溶-时效处理是常用的热处理工艺。但针对沉积态 GW83K 合金的差示扫描量热法(DSC)检测表明, DSC 曲线上几

乎不存在析出相溶解吸热过程。这说明采用挤压态 GW83K 棒料进行 AFSD 成形后稀土元素基本都固溶于镁基体中, 而 Gd、Y 元素在 200℃ 时溶解度降至 3-4% 以下, 沉淀强化效应显著, 且大型/超大型稀土镁合金构件固溶淬火处理难度大、易变形, 考虑低温下非固溶淬火方式, 为大型/超大型沉积态稀土镁合金构件提供新的热处理思路^[21,22]。因此选择恒定时效温度为 215℃, 时效时间分别为 20、30、40 及 50 小时对沉积态试样直接进行时效处理, 探索时效处理对其组织及性能的影响规律。时效热处理过程均在 DHG-101 电热鼓风恒温干燥箱中完成。

2 试验结果及讨论

图 2 表示沉积态 GW83K 试样宏观截面形貌。整体尺寸为 200 mm×45 mm×68 mm, 平均单道沉积层厚度约 2.0 mm。可以看出, 沉积层截面呈现明暗交替涡旋状塑性流动特征、观察不到界面连接线痕迹, 这表明由于打印工具凸起的摩擦挤压搅拌作用, 使得沉积层内部及界面材料混合充分、消除界面痕迹并获得有效冶金结合。由于在 AFSD 过程中前进侧(AS)主轴旋转线速度与横移动速度同向, 而后退侧(RS)的旋转线速度与横移动速度反向, 多层沉积层中产生的明暗交替的涡旋状塑性流

线具有显著差异, 在前进侧这种明暗交错流线特征更为突出, 每一个沉积层的内部都存在一个显著区别于中间区域以及后退侧的亮白色区域, 这说明沉积层中微观组织具有明显不均匀性。

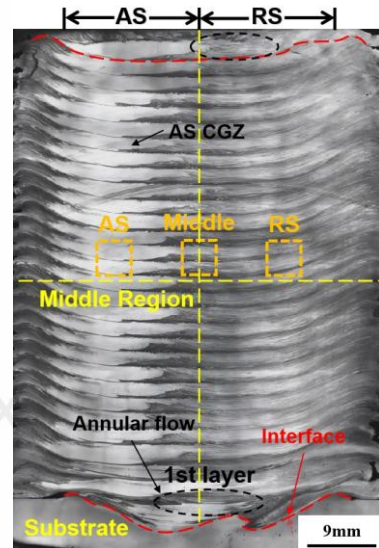


图 2 AFSD 成形 GW83K 合金宏观组织形貌
Fig.2 Macrostructure morphology of GW83K alloy formed by AFSD

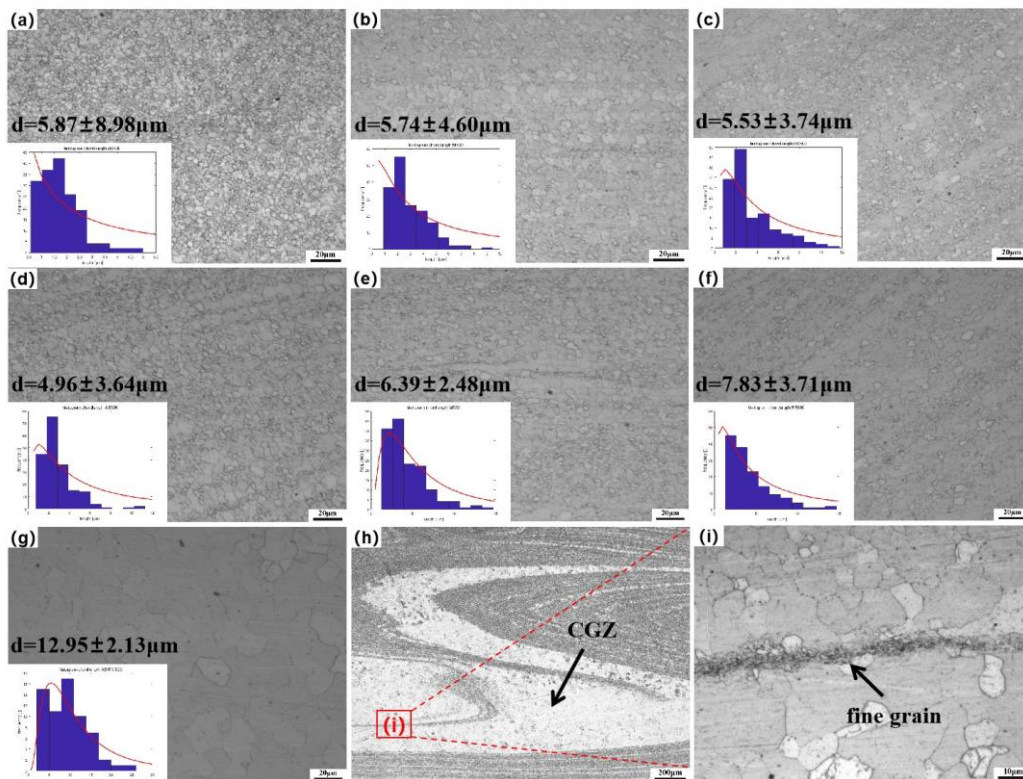


图 3 AFSD 成形 GW83K 合金微观组织及晶粒尺寸统计:

Fig.3 Microstructure and grain size statistics of GW83K alloy fabricated by AFSD:

(a)–(c) AS, middle and RS of the 1st layer;(d)–(f) AS, middle and RS of middle region;(g) Bright white region in AS;

(h) Flow characteristics of CGZ;(i) Fine grain zone in CGZ

图 3 表示沉积态 GW83K 合金不同沉积层微观组织及晶粒尺寸统计。可以看出,沉积层组织整体呈现为细小的等轴晶组织特征,但在 AS 亮白色区域晶粒尺寸具有明显不均匀性。采用截线法对不同区域的晶粒尺寸进行统计:第 1 层 AS、中部及 RS 的晶粒尺寸比较稳定在 $5.53\pm 3.74\sim 5.87\pm 8.98\ \mu\text{m}$ 范围(图 3a-c 示),中间区域 AS、中部及 RS 的晶粒尺寸为 $4.96\pm 3.64\sim 7.83\pm 3.71\ \mu\text{m}$ (图 3d-f 示)。对 AS 明暗交错流线区域进行观察,发现局部亮白色流线区域的晶粒尺寸达到 $12.95\pm 2.13\ \mu\text{m}$ (图 3g-h 示),在此称为粗晶区(CGZ),而在明亮区域交错的暗流线区仍具有细小等轴晶组织(图 3i 示)。这说明由于沉积层不同位置塑性变形及塑性应变速率的差异,导致沉积态 GW83K 合金中产生明显不均匀的混晶组织特征。

图 4 表示挤压棒料母材、沉积层以及时效处理 ($215^\circ\text{C}+40\text{h}$)后沉积层的 AS、中部和 RS 区域的微观组织结构电子背散射衍射(EBSD)表征分析结果(取样位置为图 2 橙色区域)。可以看出:AFSD 能够明显细化沉积区

晶粒,AS 混晶区域的晶粒平均尺寸为 $11.19\pm 8.17\ \mu\text{m}$,粗晶区平均晶粒尺寸为 $17.37\pm 7.29\ \mu\text{m}$,但与母材晶粒尺寸 $27.64\pm 10.09\ \mu\text{m}$ 比较仍减小 50%左右,而中部和 RS 以细小晶粒为主,平均晶粒尺寸分别为 $4.36\pm 2.32\ \mu\text{m}$ 和 $5.66\pm 2.58\ \mu\text{m}$,但局部区域仍有混晶特征,观察取向差角可以发现大于 15° 的大角度晶界(图中黑色晶界线)占绝大部分,说明在 AFSD 过程中经历了动态再结晶,这也是晶粒细化的主要原因之一。经过 $215^\circ\text{C}+40\text{h}$ 时效处理后,三个区域平均晶粒分别为 $11.90\pm 7.18\ \mu\text{m}$ 、 $7.34\pm 3.81\ \mu\text{m}$ 、 $9.39\pm 4.99\ \mu\text{m}$,与沉积态细晶粒比较稍微长大,AS 粗晶区平均晶粒尺寸为 $17.36\pm 6.63\ \mu\text{m}$,与时效处理前基本保持一致。由此可见,晶粒尺寸在 $4.36\sim 17.37\ \mu\text{m}$ 范围的混晶组织是沉积态 GW83K 合金的固有特征,这种不均匀混晶组织主要产生在 AS 区域,应与 AFSD 中打印工具凸起产生的不均匀剪切塑性变形直接相关,时效处理($215^\circ\text{C}+40\text{h}$)后晶粒没有明显长大,整体仍保持细小等轴晶粒。

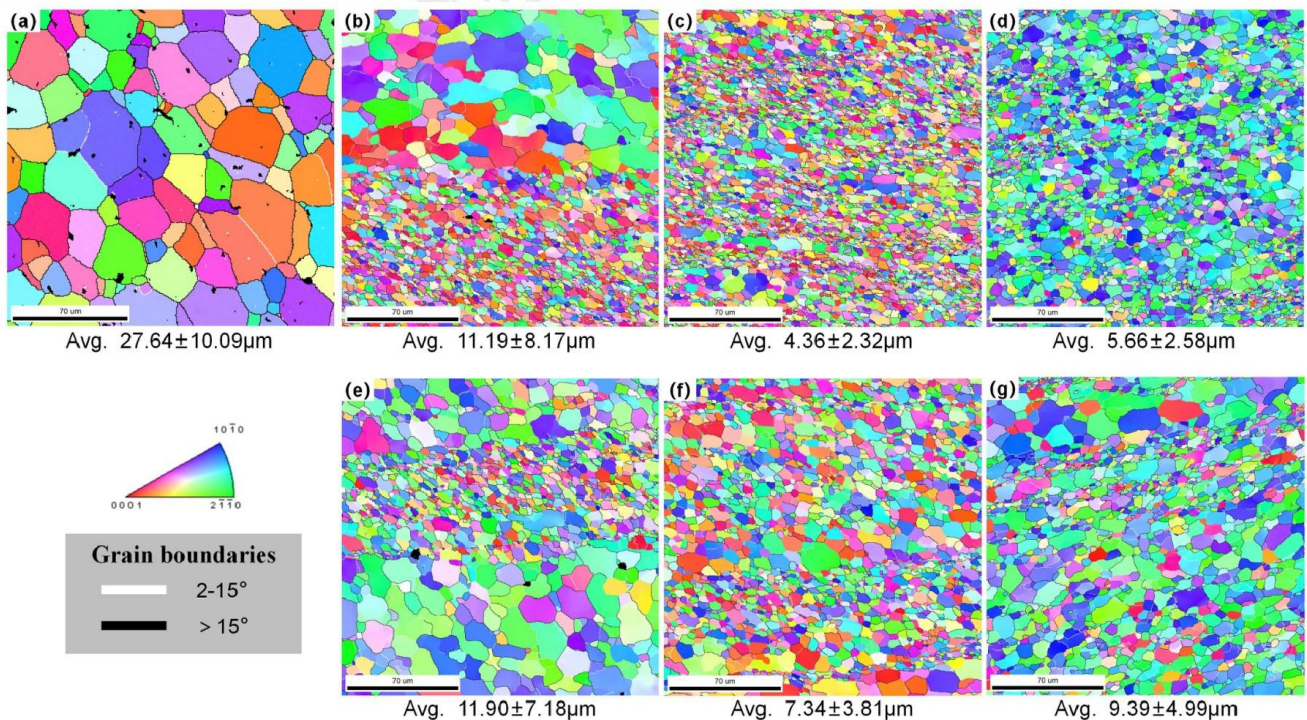


图 4 GW83K 母材、沉积层及时效处理($215^\circ\text{C}+40\text{h}$)后沉积层不同区域反极图(IPF)图像:

Fig.4 Inverse pole figure (IPF) maps of GW83K base metal, as-deposited layer and deposited layer in different regions after aging at 215°C for 40 hours:

- (a) Base material; (b–d) AS, middle and RS regions of the as-deposited layer;
(e–g) AS, middle and RS regions of the aged deposited layer after aging treatment

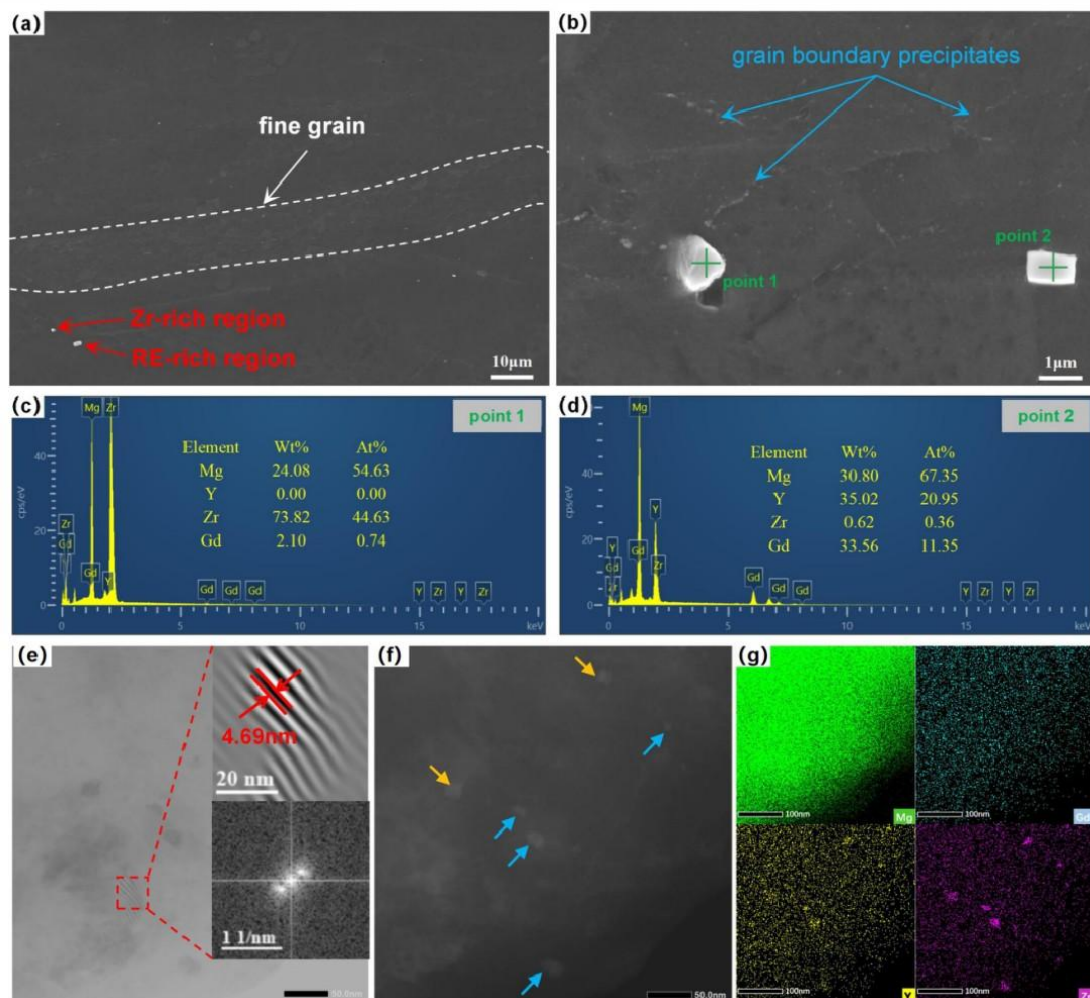


图5 沉积态 GW83K 合金 SEM 和 TEM 图像及 EDS 分析结果:

Fig.5 SEM, TEM images and EDS analysis of as-deposited GW83K alloy:

(a)and (b) SEM images;(c) and (d)EDS analysis results of Position 1 and 2;

(e)Bright-field (BF) TEM image, FFT and IFFT patterns;(f) Dark-field (DF) TEM image;(g) EDS results

表3 沉积态 GW83K 合金不同区域化学成分 (wt.%)

Table 3 Chemical composition of different regions in as-deposited

GW83K alloy (wt.%)				
区域	Mg	Gd	Y	Zr
母材	87.57	9.49	2.60	0.34
AS	87.56	9.45	2.62	0.37
Middle	87.32	9.63	2.59	0.46
RS	87.28	9.69	2.50	0.52

图5为沉积态 GW83K 合金 SEM 和 TEM 图像以及 EDS 分析结果。可以观察到沉积态显微组织由大部分暗色区域的 α -Mg 基体和弥散的白亮相组成(图 5a), 白亮相包含了立方相和颗粒相(图 5b 示)。分别对两种相进一

步分析, 发现立方相为富含 Gd 和 Y 的块状应为(Gd, Y) H_2 氢化物^[23-25](图 5d 示), 是稀土镁合金中常见的相成分, 颗粒相为 Zr 颗粒(图 5c 示)。这两种相在 AFSD 成形 GW83K 合金中数量少且分散, 对细化 α -Mg 晶粒尺寸起到一定的作用, 但在强化作用上起到的效果微乎其微。对细晶带进行观察(图 5b 示), 发现少量沿晶界析出的白色相, 该相应为 $Mg_{24}(Gd, Y)_5$ 和 $Mg_5(Gd, Y)$ 共晶相, 前者占主导地位^[26-28]。在 α -Mg 晶粒内部及其边界上均未检测到 $Mg_7(Gd, Y)$ 沉淀强化相, 这说明采用挤压态 GW83K 棒料制备的沉积态试样具有较低力学性能。

观察沉积态 GW83K 合金的 TEM 明场像(图 5e 示)和暗场像(图 5f 示), 可以观察到少量的立方相(黄色箭头)

收到初稿日期:

基金项目: 国家自然科学基金资助(项目编号 52175356)

作者简介: 纪皓程, 男, 1998 年生, 硕士, 天津大学材料科学与工程学院, 天津 300354, 电话: 022-87891461, E-mail: 15533507644@163.com

和颗粒相(蓝色箭头),未发现明显的纳米级析出强化相,红色区域的SAED花样和条纹图像如图5e右上角所示,测得条纹间距为4.69 nm。图5g的EDS结果显示,立方相和颗粒相分别为富含Gd和Y的块状固溶体和Zr颗粒相,这与前面SEM结果相符。

GW83K母材经AFSD后在扫描电镜下测得的不同区域的化学成分如表3所示。所得结果显示,经AFSD后AS、中部、RS三个区域的化学成分基本相同,表明沉积态试样成分均匀,且无稀土元素的二次消耗。结合前面SEM、TEM结果,稀土元素大部分溶于 α -Mg基体,其余以微米级析出相和少量沿晶界共晶相形式存在,这些相对沉积态GW83K合金几乎没有强化作用。综合以上来看,需要通过时效热处理工艺使得 β' (Mg₇(Gd,Y))强化相在镁基体中大量析出,才能有效提高沉积态GW83K合金的力学性能^[29]。

图6表示两组时效处理后沉积试样(215℃+30 h,

215℃+40 h)的TEM图像。可以看出,在215℃+30 h时效处理后有少量析出相析出(图6a示),呈竹叶状三角排列,在215℃+40 h时效处理后镁基体中析出相明显增多(图6d示),并在沉积层中比较均匀的弥散分布。在高倍下对析出相形貌进一步观察并获得其衍射花样,发现该析出相内部条纹间距分别为0.25 nm和0.24 nm,综合析出相形貌、位向及微观特征可确认时效处理后产生的析出相为Mg-Gd-Y-Zr合金峰时效阶段的 β' (Mg₇(Gd,Y))强化相。由于GW83K合金完全再结晶要达到450℃以上,而时效温度215℃远低于再结晶及晶粒快速长大温度,加之时效析出的细小 β' (Mg₇(Gd,Y))强化相会抑制晶粒长大,使得沉积层仍保持细小晶粒组织。但AS局部粗晶区的存在导致混晶组织特征仍比较显著,而中部区域及RS晶粒尺寸分布相对更为均匀,这说明时效处理将显著改善GW83K沉积层的力学性能。

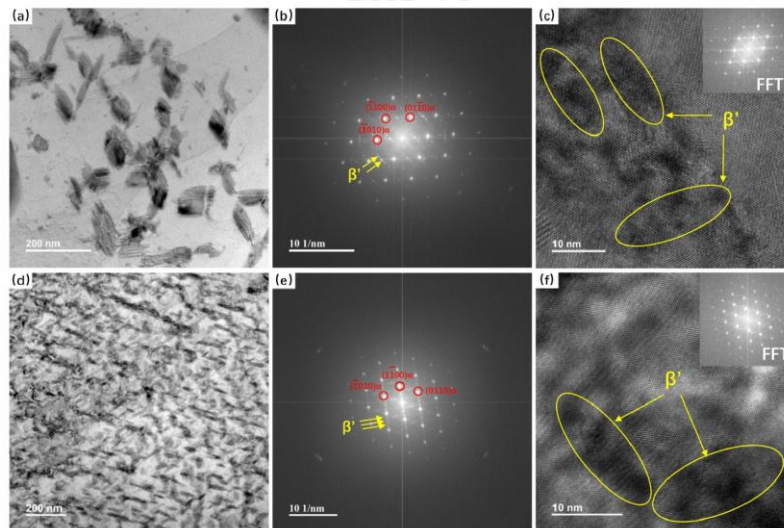


图6 时效处理后GW83K合金[0001] α 轴明场像、 β' 相的衍射花样及纳米析出相的高分辨透射电镜图像与FFT图谱:

Fig. 8 Bright-field (BF) images along the [0001] α -axis, diffraction patterns of β' phase, HRTEM images and FFT patterns of nanoscale precipitates in GW83K alloy after aging treatment:

(a)–(c) 215 °C for 30 h; (d)–(f) 215 °C for 40 h

图7表示不同时效处理后GW83K沉积层显微硬度分布(取点位置如图2黄色虚线所示)。在215℃温度下经20 h、30 h、40 h时长的时效处理后,沉积层硬度明显提高,由沉积态的85.8 HV(母材棒料:84 HV)分别提高至101.6 HV, 104.6 HV和108.8 HV,且沉积层整体硬度分布相对均匀。由此可见对沉积层直接时效处理形成的 β' 相具有明显析出强化作用,且强化效应随时效时间的增加而增强。

图8表示不同状态下GW83K沉积层拉伸性能比较。沉积态试样X方向的抗拉强度(UTS)、屈服强度(YS)和

延伸率(EL)分别为263±4.6 MPa、200±4.4 MPa、8.3±1.3%,与挤压态棒料母材(UTS: 284.7±6.3 MPa、YS: 218.3±3.7 MPa、EL: 11.8±3%)的拉伸性能相当,Z方向拉伸性能略差(UTS: 238.4±10.4 MPa、YS: 207.4±4.7 MPa、EL: 2.3±1.8%),但也可以达到母材的85%左右。时效处理后沉积层拉伸性能显著提高,在40 h时效时间下X方向的拉伸性能为: UTS: 360.75±1.7 MPa、YS: 281.25±7.4 MPa、EL: 9.25±1%,抗拉强度和屈服强度最高可达394 MPa、347 MPa,Z方向的拉伸性能(UTS: 297.3±24.6 MPa、YS: 239±67.3 MPa、EL: 13.3±1.4%)

超过母材。与沉积态相比,时效态 X 方向与 Z 方向抗拉强度分别提高 37.2%和 24.7%,从数据上看,Z 方向拉伸性能要低于 X 方向,且数据波动较大,这说明 AFSD 成形 GW83K 合金的沉积层间结合仍然有待加强。

已有试验表明:GW83K 合金时效析出序列为: α -Mg 过饱和固溶体(S.S.S.S.) $\rightarrow$ 亚稳 β' (D019) $\rightarrow$ 亚稳 β' (cbco) $\rightarrow$ 亚稳 β 1(fcc) $\rightarrow$ 稳定 β (fcc)^[30,31]。随着时效时间的延长,亚稳相不断从过饱和 α -Mg 基体中析出,其中纳米级 β' 相是主要沉淀强化相,而针状微米级 β 相的析

出对基体的强化效果较差;沉积试样在 215°C时效 30 小时后,获得整体细小晶粒尺寸更为均匀组织,硬度由沉积态的 85.8 HV 提升至 104.6 HV,随着时效时间延长至 40 小时后,在 TEM 图像中观察到大量竹叶状 β' 析出强化相(图 6 示),硬度达到 108.8 HV。由此可见,沉积态 GW83K 合金在直接时效处理后,沉积层内部在保持细小晶粒强化的同时又析出大量纳米级 β' 相,使得 GW83K 沉积层呈现优异的强塑协同性能(UTS: 360.75 $\pm$ 1.7 MPa, EL: 9.25 $\pm$ 1%)。

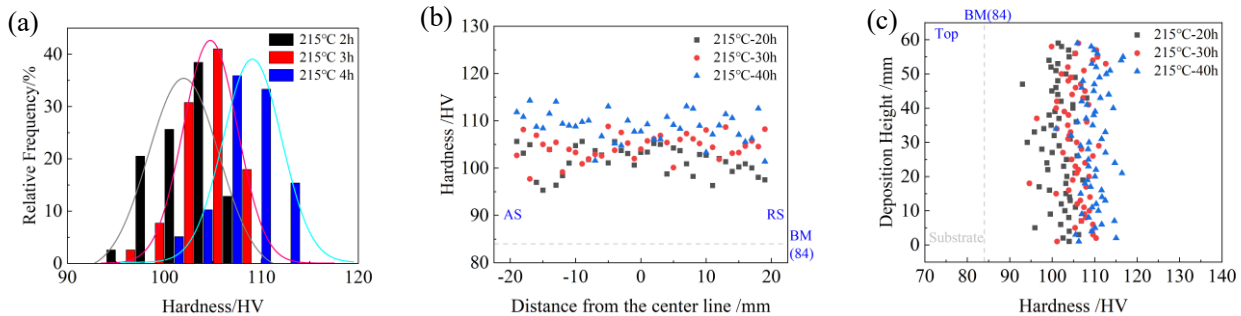


图 7 不同时效处理后 GW83K 沉积层硬度分布:

Fig.7 Hardness distribution of the GW83K deposited layer after different aging treatments:

(a) Hardness data distribution;(b) Transverse hardness;(c) Longitudinal hardness

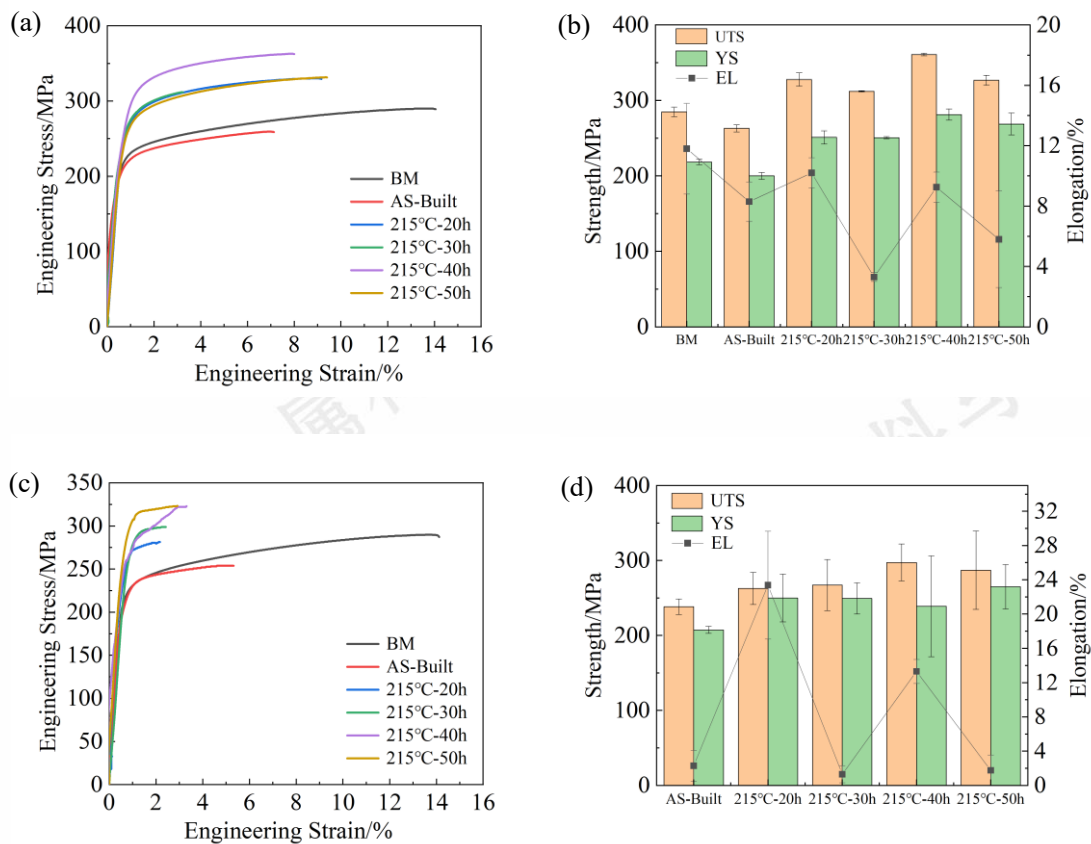


图 8 不同状态下 GW83K 沉积层拉伸性能:

Fig.8 Tensile properties of GW83K deposited layer under different states:

(a)–(b) X-direction;(c)–(d)Z-direction

图9表示不同状态下GW83K沉积层拉伸断口形貌。沿X方向沉积态试样断口形貌(图9a、b示)主要由微小的解理刻面、大量撕裂棱和韧窝组成,呈现典型的准解理断裂特征,沉积态试样断口中韧窝的尺寸都比较小,这是AFSD工艺中发生动态再结晶晶粒细化的结果。沿Z方向沉积态断口形貌(图9c示)以解理刻面、较浅的韧窝和一些突起的颗粒为主,与X方向相比,解理刻面的数量大大增加,刻面内有明显的的并行条状花纹,呈现穿晶解理的特点,且在韧窝密集区域观察到白色立方相

(图9d示),经能谱分析,认为该立方相为富含Gd和Y的固溶体,其在韧窝底部与基体率先开裂形成裂纹源,降低了合金的塑性,这也是Z方向拉伸性能低于X方向的主要原因。GW83K沉积层时效态断口形貌(图9e、f示),热处理条件为215℃时效40h,可以观察到塑性撕裂棱显著减少、局部存在微开裂,在解理刻面周围观察到很多颗粒状的凸起,具有明显的细晶粒穿晶断裂特征,属于韧-脆混合断裂模式。

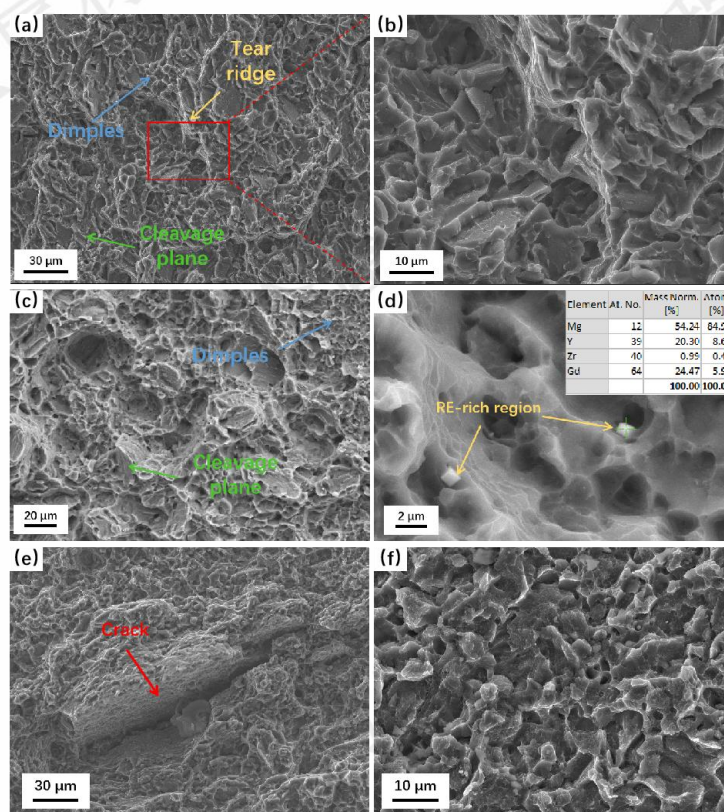


图9 不同状态下GW83K沉积层拉伸断口形貌:

Fig.9 Tensile fracture morphologies of GW83K deposited layer under different conditions:

(a)–(b) X-direction in as-deposited state;(c)–(d) Z-direction in as-deposited state;(e)–(f) Fracture of aged specimens

3 结论

(1) 采用AFSD技术成功制备出完全致密无孔隙缺陷GW83K增材试样,沉积态试样具有非均匀微观组织,由细化 α -Mg等轴晶粒、立方相、Zr颗粒和少量共晶相构成,T5处理后保留非均匀组织,粗晶($17.37 \pm 7.29 \mu\text{m}$)和细晶($4.36 \pm 2.32 \mu\text{m}$)分别略微长大到 $17.36 \pm 6.63 \mu\text{m}$ 和 $7.34 \pm 3.81 \mu\text{m}$,析出大量纳米级 $\beta'(\text{Mg}_7(\text{Gd},\text{Y}))$ 相。

(2) 沉积态试样X方向拉伸性能为:UTS: $263 \pm 4.6 \text{ MPa}$ 、YS: $200 \pm 4.4 \text{ MPa}$,T5处理后拉伸性能提高

37.2%(UTS: $360.75 \pm 1.7 \text{ MPa}$ 、YS: $281.25 \pm 7.4 \text{ MPa}$);沉积态Z方向拉伸性能为:UTS: $238.4 \pm 10.4 \text{ MPa}$ 、YS: $207.4 \pm 4.7 \text{ MPa}$,T5态:UTS: $297.3 \pm 24.6 \text{ MPa}$ 、YS: $239 \pm 67.3 \text{ MPa}$,提高24.7%。

(3) AFSD制备的GW83K合金在215℃下峰时效时间为40h,经过直接时效处理(215℃+40h)后,晶粒没有明显长大(粗晶: $17.36 \pm 6.63 \mu\text{m}$ 、细晶: $7.34 \pm 3.81 \mu\text{m}$),并析出大量纳米级 $\beta'(\text{Mg}_7(\text{Gd},\text{Y}))$ 相,实现了优异的强塑协同性能(UTS: $360.75 \pm 1.7 \text{ MPa}$,EL: $9.25 \pm 1\%$)。

参考文献 References

- [1] Zhu Z, Ayoub I, He J *et al.* *Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2025,13(8):3524-63.
- [2] Wu Guohua(吴国华), Chen Yushi(陈玉狮), Ding Wenjiang(丁文江). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J],2018,54(5): 637-646.
- [3] Ding Wenjiang(丁文江), Wu Guohua(吴国华), Li Zhongquan(李中权) *et al.* *Aerospace Shanghai*(上海航天) [J],2019,36(2): 1-7.
- [4] Xiao Lv(肖旅), Hou Zhengquan(侯正全), Wu Guohua(吴国华) *et al.* *Special Casting and Nonferrous Alloys*(特种铸造及有色合金)[J],2021,41(7):793-801.
- [5] Jiang Jiaxin(姜佳鑫), Peng Fei(彭飞), Zhang Xiaoyu(张晓雨). *Rare Earth Information*(稀土信息)[J],2025,(05):19-25.
- [6] Liu Xin(刘鑫),Li Xiaoqiang(李小明),Hao Jiakang(郝家康) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J],2025,54(11):2964-2984
- [7] Yu H Z, Jones M E, Brady G W *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2018,153:122-130.
- [8] B.J. Phillips, D.Z. Avery, T. Liu *et al.* *Materialia*[J],2019,7.
- [9] D. Garcia, W.D. Hartley, H.A. Rauch *et al.* *Additive Manufacturing*[J],2020,34.
- [10] Williams M B, Robinson T W, Williamson C J *et al.* *Metals*[J], 2021,11(11):1-17.
- [11] Wang H, Li Y, Yang B *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2025,1011.
- [12] Wang H, Li Y, Yang B *et al.* *Journal of Materials Processing Technology*[J],2025,338.
- [13] Joshi S S, Patil S M, Mazumder S *et al.* *Journal of Magnesium and Alloys*[J],2022,10(9):2404-20.
- [14] Joshi S S, Sharma S, Radhakrishnan M *et al.* *Scientific Reports*[J],2022,12(1):1-15.
- [15] Luo T, Tang W, Wang R *et al.* *Materials Letters*[J],2023,340.
- [16] Tian Chaobo(田超博), Yang Xinqi(杨新岐), Tang Wenshen(唐文坤) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J],2022,51(8):2870-2880.
- [17] Wang Ruilin(王瑞林), Yang Xinqi(杨新岐), Tang Wenshen(唐文坤) *et al.* *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J],2024,44(1):152-162.
- [18] Wang Yuqing(王雨晴), Yang Xinqi(杨新岐), Xu Naiqiang(许乃强) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J],2026,55(1):153-163.
- [19] L. Pei, M. Sun, M. He *et al.* *Journal of Rare Earths*[J],2026, 44(5):1339-51.
- [20] Luo Ting. *Tianjin University*(天津大学)[D].Tianjini,2024.
- [21] Tu Yixuan(涂煜璇), Zheng Dongdong(郑冬冬), Wang Junkai(王军凯) *et al.* *Metal Processing (Hot Working)*(金属加工(热加工))[J].2024,(07):1-5.
- [22] Li Y, Zhang A, Li C *et al.* *Journal of Materials Research and Technology*[J],2023,26:2919-40.
- [23] Yang W, Yang H, Yang K *et al.* *Virtual and Physical Prototyping* [J],2024,19(1).
- [24] Zhu S M, Nie J F, Gibson M A *et al.* *Scripta Materialia*[J],2014, 77:21-4.
- [25] Huang Y, Yang L, You S *et al.* *Journal of Magnesium and Alloys* [J],2016,4(3):173-80.
- [26] Cao Q, Zeng C, Qi B *et al.* *Additive Manufacturing*[J],2023,67.
- [27] Jiang Y, Tang H, Li Z *et al.* *Additive Manufacturing*[J],2022,59.
- [28] Wang X, Zhang P, Jiang X *et al.* *Vacuum*[J],2024,230.
- [29] Zhang F, Wang Y, Duan Y *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J],2019,788:541-8.
- [30] He S M, Zeng X Q, Peng L M *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J],2006,421(1-2):309-13.
- [31] He Shangming(何上明). *Shanghai Jiao Tong University*(上海交通大学)[D].Shanghai,2007.

Effect of Aging Treatment on Microstructure and Properties of Rare Earth Magnesium Alloy Fabricated by Additive Friction Stir Deposition

Ji Haocheng¹, Xu Naiqiang¹, Xu Shuming¹, Wang Yuqing¹, Luo Ting¹, Yang Xinqi¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Tianjin University, Tianjin 300354, China)

Abstract: In this study, additive friction stir deposition (AFSD) experiments of Mg-Gd-Y-Zr (GW83K) rare earth magnesium alloy were carried out using a pressure-controlled solid-phase friction extrusion additive manufacturing equipment. The effects of aging treatment on the microstructure and mechanical properties of the deposited layer were systematically investigated. The results indicate that fully dense GW83K rare earth magnesium alloy deposited specimens without macroscopic defects are obtained under the process parameters of a spindle speed of 250 rpm and a traverse speed of 100 mm/min. Different regions within the deposition zone exhibit distinct mixed-crystal microstructural characteristics. The average grain size of the local coarse-grained region on the advancing side of the deposited layer is $17.37 \pm 7.29 \mu\text{m}$, whereas the average grain size in most regions of the middle part and the retreating side is significantly refined to $5.66 \pm 2.58 \mu\text{m}$ and $4.36 \pm 2.32 \mu\text{m}$. After aging treatment at

215 °C for 40 h, a large number of nano-sized β' ($\text{Mg}_7(\text{Gd}, \text{Y})$) precipitates were formed. The hardness increases from 85.8 HV to 108.8 HV; the yield strength (YS) and ultimate tensile strength (UTS) reach up to 347 MPa and 394 MPa, respectively, with an elongation of 8.0%. The tensile fracture surfaces of the specimens exhibit a ductile-brittle mixed fracture characteristic. This study verifies that aging treatment precipitates fine β' strengthening phases on the basis of retaining the fine grains of the deposited layer, which significantly improves the strength-ductility synergy of the GW83K rare earth magnesium alloy fabricated by AFSD.

Key words: Additive Friction Stir Deposition; GW83K rare earth magnesium alloy; Aging treatment; Microstructure; Mechanical properties

Corresponding author: Yang Xinqi, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Tianjin University, Tianjin 300354, P. R. China, Tel: 0086-22-87891461, E-mail: xqyang@tju.edu.cn.