

热处理对轧制态GWZ932镁合金微观组织和力学性能的影响

王一立¹, 刘继良¹, 王礼营^{1,3}, 袁满², 王建利¹, 杨忠¹

- (1. 西安工业大学 材料与化工学院, 陕西 西安 710032)
(2. 中国船舶重工集团公司第十二研究所, 陕西 咸阳 713102)
(3. 西安天力金属复合材料股份有限公司, 陕西 西安 710299)

摘要: 通过光学显微镜、X射线衍射仪、维氏硬度计、扫描电子显微镜、透射电子显微镜、高角度环形暗场扫描透射电子显微镜等研究了固溶与时效处理对轧制态GWZ932镁合金组织演变和力学性能的影响。结果表明, 轧制态合金组织主要由 α -Mg、块状18R-LPSO相、片层状14H-LPSO相、富稀土相和Zn-Zr相构成。经500℃固溶处理2h片层14H-LPSO几乎完全溶入基体, 固溶4h后从 α -Mg基体中析出细长针状14H-LPSO, 且随着时间的延长其体积分数逐渐升高, 固溶6h时针状14H-LPSO体积分数达到16%, 固溶8h后针状14H-LPSO相溶解并重新析出片层14H-LPSO(长约14.9 μ m, 宽约8.2 μ m), 少量未溶解的针状14H-LPSO相长大形成棒状14H-LPSO(长23.4 μ m, 宽1.98 μ m)。提高固溶温度至520℃, 溶质原子扩散速率加快, 导致片层14H-LPSO完全溶解和再析出时间分别提前至1和2h, 再析出的片层14H-LPSO相尺寸(长12.6 μ m, 宽5.1 μ m)小于500℃固溶8h再析出的尺寸。520℃固溶过程中未出现针状14H-LPSO的析出与转变, 说明针状14H-LPSO相的析出与溶解及其含量受固溶温度和时间的影响。在此基础上, 研究了合金经520℃固溶处理4h后的时效硬化行为, 结果表明合金在225℃时效处理64h时达到峰值硬度。峰值时效条件下合金的室温抗拉强度(UTS)、屈服强度(YS)和伸长率(EL)分别为: 396.3 MPa、274 MPa和12.7%。相比轧制态分别提高了23.8%, 7.4%和69.3%。合金优异强度和塑性来源于 α -Mg基体中析出的长约28.9 nm, 宽约8.9 nm, 体积分数约为11.7%的柱面 β' 相和基面18R-LPSO/ γ' 相。

关键词: 轧制GWZ932合金; 长周期堆垛有序(LPSO)相; 热处理; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG146.22 **文献标识码:** A **文章编号:** 1002-185X(2026)06-1583-14

1 引言

镁合金具有低密度、高比强度、高比刚度、高比模量以及可回收性等优点, 在汽车、轨道交通、航空航天等制造业领域具有巨大的应用潜力^[1-2]。然而传统镁合金绝对强度低且韧性较差, 严重限制其实际工程应用^[3]。稀土元素钆(Gd)和钇(Y)在镁合金中固溶度高, 而且, 随着温度的降低, 其在Mg中的固溶度显著降低, 使得第二相能够均匀分散析出, 从而达到显著的时效沉淀强化效果和固溶强化能力, 使得Mg-Gd-Y系合金具有优异的强度^[4-6]。虽然高稀土含量镁合金具有较高的强度, 但这类合金强度的提升往往以牺牲塑性为代价^[7-8]。例如郑梁^[9]对Mg-6Gd-3Y-0.5Zr(wt%)合金进行T5处理后析出了细小弥散的纳米级时效析出相 β' , 使得合金的抗拉强度能达到378 MPa, 但伸长率只有3%。Wan等^[10]采用旋转旋

锻工艺制备了Mg-8Gd-3Y-0.4Zr合金, 在175℃下低温时效72h后晶粒内部析出了 β' 相, 具有迄今为止报道的最高屈服强度(UTS)(≥ 650 MPa)和抗拉强度(YS)(≥ 710 MPa), 但伸长率仅为4.5%。为了实现合金强塑性同时提高, 目前高稀土含量镁合金的塑性变形加工研究主要集中在剧烈塑性变形(severe plastic deformation, SPD)加工方面^[11], 如等通道角挤压(equal channel angular pressing, ECAP)^[12-14]、高压扭转(high pressure torsion, HPT)^[15-16]、累积叠轧(accumulative roll bonding, ARB)^[17-18]、多向锻造(multi-directional forging, MDF)^[19-20]等方面。Zhang等^[21]通过4次ECAP制备的Mg-12Gd-3Y-0.5Zr合金, 获得了晶粒尺寸为300 nm的超细均匀微观结构, 使得合金在200℃下获得最佳的抗拉强度(>300 MPa)和伸长率($>35\%$)。Sun等^[22]高压扭转(HPT)处理固溶处理的Mg-8.2Gd-3.8Y-1.0Zn-0.4Zr合金, 获得了平均晶粒尺

收稿日期: 2025-06-24

基金项目: 陕西省重点研发计划(2021LLRH-05-08, 2021LLRH-05-09, 2023-LL-QY-33); 西安市秦创原科学家+工程师项目(23KGDW0014-2023)

作者简介: 王一立, 女, 2000年生, 硕士, 西安工业大学材料与化工学院, 陕西 西安 710032, E-mail: 19891691926@163.com

寸为 48 nm 的纳米过饱和固溶体,显微硬度从固溶态的 93 HV 显著增加至 126 HV。丁宁等^[23]发现通过高应变速率多向锻造方法制备的 Mg-8Gd-1Er-0.5Zr 合金表现出良好的强塑性,平均晶粒尺寸由固溶态的 33.0 μm 细化至多向锻造第二阶段的 4.2 μm ,多向锻造 Mg-8Gd-1Er-0.5Zr 合金的抗拉强度、屈服强度和伸长率分别达到 295 MPa、252 MPa 和 13.8%,比固溶态分别提高了 80%、157% 和 13.1%。

相比之下,通过传统轧制手段制备具有高强塑性高稀土含量镁合金板材仍然是一个挑战。通过合金化,调控并优化合金中强化相的类型及含量亦可改善镁稀土合金的塑性。如近年来研究人员发现在 Mg-RE 合金中加入一定量的 (Y/Zn>1) 过渡族金属 (TM) Zn、Ni、Cu 等可形成长周期有序堆垛结构 (long-period stacking ordered structure, LPSO)^[24-25]。LPSO 相作为一种 RE 与 TM 原子依附 Mg 层错呈阶梯状周期堆垛生长的内生性结构^[26-28],不仅能够同镁基体形成界面能较低的共格界面,界面结合强度高,对材料中位错的滑移和晶界迁移产生有效阻碍^[27],且 LPSO 相热稳定性好,可通过扭折协调位错运动,受力时不易产生界面失效与裂纹,可显著提高镁合金室温与高温强度^[29]。LPSO 相的存在会增加基面滑移的临界剪切应力 (critical shearing stress, CRSS),使得非基面滑移被激活,可在钉扎位错的同时通过扭折变形来协调合金塑性,因而含 LPSO 相的稀土合金往往具有优异的强韧性^[30]。铸态合金或快速凝固工艺过程常常形成 18R-LPSO 相,当其含量较低时以块状颗粒形式弥散分布于晶界;当其含量较高时以网状形式分布于晶界。350~500 $^{\circ}\text{C}$ 的温度范围内长时间热处理可转变为 14H-LPSO 结构^[31]。LPSO 相的体积分数、尺寸、分布 (晶间或晶内) 和形貌等与其强韧化效果密切相关^[32-34]。块状 18R-LPSO 相可以提高合金的强度和塑性^[35]。Hu 等^[36]对含高体积分数 (26.5%) LPSO 相 Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金的热变形与动态再结晶机制研究表明,呈网状分布的 18R-LPSO 能够有效提高热变形过程中的动态再结晶比例,细化合金晶粒尺寸并协调热压缩变形行为。Zheng 等^[37]在相同成分的 WZ91 合金通过不同热处理中制备了 4 种不同的 LPSO 分布,发现在晶界处形成的块状 LPSO 相比在 α -Mg 基体内形成的片状 LPSO 相具有更高的强化效果。Wu 等^[34]对 Mg-10Gd-1Zn-0.5Zr 合金经固溶处理后,获得了具有块状 LPSO 相的合金,固溶处理后抗拉强度为 260.8 MPa,伸长率为 16.8%,时效处理后析出 β' ,因而具有最高的抗拉强度 (303.5 MPa),但导致伸长率急剧减小到 7.7%。在峰值时效状态下,含有块状 LPSO 相的合金比不含 LPSO 相的合金具有更好的强塑性。 β' 相是 Mg-RE-Zn 合金的主要强化相,但 LPSO 相的形成消耗了基体中的溶质元素,导致时效后 β' 相的含量减少。LPSO

相与 β' 相之间的相互作用以及比例的优化对合金的强塑性有显著的影响。Honma 等^[38]在 Mg-2.0Gd-1.2Y-0.2Zr 中添加 Zn 元素,组织中出现了 LPSO 相,LPSO 相的出现虽然降低了时效强化效果,但却提高了合金的韧性,非基面析出的亚稳相 β' 与基面上的 LPSO 相实现了复合强化。已有文献结果表明,Mg-RE 合金的强度和塑性与合金中沿晶界分布的块状 18R-LPSO 相,晶内分布的 β' 相和片层状 14H-LPSO 相的含量、形貌及分布密切相关。

本实验在前期研究基础上,利用传统热轧制方法制备了 1000 mm \times 600 mm \times 4 mm 的 Mg-9Gd-3Y-2Zn-0.6Zr (GWZ932) 镁稀土合金板材,研究了热处理过程中温度、时间对 LPSO 相演变的影响,期望通过固溶热处理调控优化合金沿晶界分布的 18R-LPSO 相和晶内 14H-LPSO 相的形貌及含量,并与时效析出的 β' 相实现晶内+晶界协同强化,获得高强度、高塑性镁稀土合金板材。

2 实验

轧制前,为降低凝固析出第二相及成分偏析带来的变形抗力及变形不均导致的边裂现象,将铸态 GWZ932 试样在 520 $^{\circ}\text{C}$ 均匀化处理 10 h,90 $^{\circ}\text{C}$ 热水淬。随后试样在 430 $^{\circ}\text{C}$ 下进行轧制成型,最终得到尺寸为 1000 mm \times 500 mm \times 4 mm 的板材。

使用 WCR-2CDTA1600 型差热分析仪以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速度在惰性气体氩气的保护下进行差热分析,结果如图 1 所示,可见轧制态组织中 14H-LPSO 相在 501.4 $^{\circ}\text{C}$ 开始溶解,在 506 $^{\circ}\text{C}$ 达到顶峰,在 509.5 $^{\circ}\text{C}$ 结束。结合 Gröbner 等^[39]镁合金相关文献报道结果,选择 500 和 520 $^{\circ}\text{C}$ 固溶温度对轧制变形后的 GWZ932 镁合金若干试样进行保温时间为 0~12 h 的固溶处理,并对保温 2、4、6、8、10 和 12 h 的试样进行组织检测。将经 520 $^{\circ}\text{C}/4$ h 固溶处理的试样,再于 225 $^{\circ}\text{C}$ 下进行不同时间的人工时效处理。

采用 Nikon Epiphot-300 型光学显微镜 (OM)、D8 Phaser 型 X 射线能谱仪 (XRD)、Xplore 30 型能谱分析 (EDS)、QUANTA-400F 型扫描电子显微镜 (SEM)、JEM-

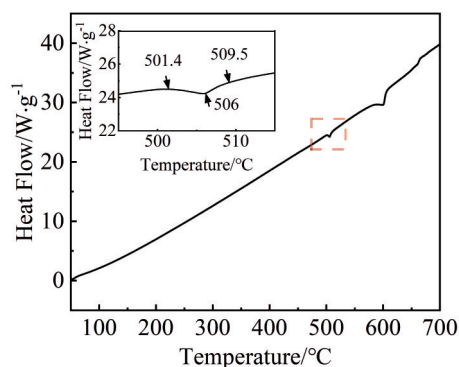


图 1 轧制态 GWZ932 合金的 DSC 曲线
Fig.1 DSC curve of as-rolled GWZ932 alloy

2010型透射电子显微镜(TEM)和JEOL ARM200F型高角度环形暗场扫描透射电子显微镜(HAADF-STEM)对样品的微观结构进行表征。为观察OM和SEM组织,对样品进行机械抛光后用4%的硝酸乙醇溶液腐蚀金相组织。利用Image-Pro Plus 6.0软件测量统计合金经不同固溶工艺处理后的晶粒尺寸及各相的体积分数。每种热处理状态随机采集10张200倍的SEM照片,定量分析后求平均值。采用HVS-1000型显微硬度计对试样进行硬度测试,试样加载载荷为0.2 N,保载时间10 s。每个试样至少进行10次测量。使用CMT5105A型拉伸试验机在室温下对样品进行单轴拉伸测试。拉伸样品呈狗骨状,平行段长度为20 mm且平行于轧制方向,拉伸应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 。每种工艺参数测试3个平行样品,并计算强度和伸长率的平均值。

3 结果与分析

3.1 轧制态显微组织分析

图2a是轧制态GWZ932合金的XRD图谱,可以看出轧制态组织主要由 α -Mg和LPSO相组成。图2b为腐蚀过的轧制态合金,可见轧制后部分晶粒破碎变形,产生大量的变形区域(图2b黄圈区域),大晶粒与小晶粒共存。由于在轧制过程中受到沿ND方向的较大轧制力,导致所有相在ND方向上受到较大的轧制力而呈长条状或流线型分布。经统计轧制态合金平均晶粒尺寸为 $27 \mu\text{m}$ 。

图2c是轧制态合金组织的SEM照片,可以看出轧制态合金组织主要由灰黑色的 α -Mg基体(A)、取向不同大小的晶间灰色片层相(B)、晶界灰白色块状相(C)、

随机分布的亮白色方块相(D)、和点状相(E)(图2d)组成。表1能谱分析结果表明,灰色片层相B,主要由Mg、Y、Zn、Gd 4种元素组成,且 $(\text{Gd}+\text{Y}):\text{Zn}(\text{at}\%)=1.04:1$,接近LPSO中的RE/Zn比(1:1)。为进一步探究这种片层相的结构,沿 $[11\bar{2}0]_{\alpha}$ 晶带轴观察HAADF-STEM像(图3a),可发现这种针状相由一条黑色条状结构构成(见图3b),表明该相由4个衬度较亮的RE/Zn原子层和3个衬度较暗的Mg原子层交替堆垛形成,其堆垛序列为ABABCACACACBAB,每14个原子层构成一个完整的排列周期。与Chen等^[40]通过对Mg-6.9Gd-3.2Y-1.5Zn-0.5Zr合金 $510 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 均匀化演变研究中呈现出的片层14H-LPSO结构特征一致。选区电子衍射结果发现在 $(0000)_{\alpha\text{-Mg}}$ 和 $(00014)_{14\text{H}}$ 之间存在13个额外的衍射斑点(见图3c),表明片层相为14H-LPSO相。灰白色块状相C,由Mg、Zn、Y、Gd元素组成,且 $(\text{Gd}+\text{Y}):\text{Zn}(\text{at}\%)=1.13:1$,接近LPSO中的RE/Zn比(1:1)。如图4a所示,沿 $[11\bar{2}0]_{\alpha}$ 晶带轴观察TEM像明场相,表明块状相是由平行的条纹组成,在衍射斑点 $(0000)_{\alpha\text{-Mg}}$ 和 $(00018)_{18\text{R}}$ 之间有5个额外的斑点(图4b),证实块状相为18R-LPSO相。EDS结果表明弥散分布在 α -Mg基体内亮白色块状相D含有大量Gd(25.53at%)和Y(40.60at%),确定为热稳定性良好的富稀土相^[41]。合金组织中还存在少量亮白色颗粒相E(图2d),其TEM-EDS面扫结果如图5所示,Zr、Zn元素主要集中在点状相的位置,故该相为Zr-Zn相^[42]。通过Image-Pro-Plus统计亮白色点状相和亮白色块状相的体积分数约为0.14%,含量太少,所以通过XRD测试并未检测出。

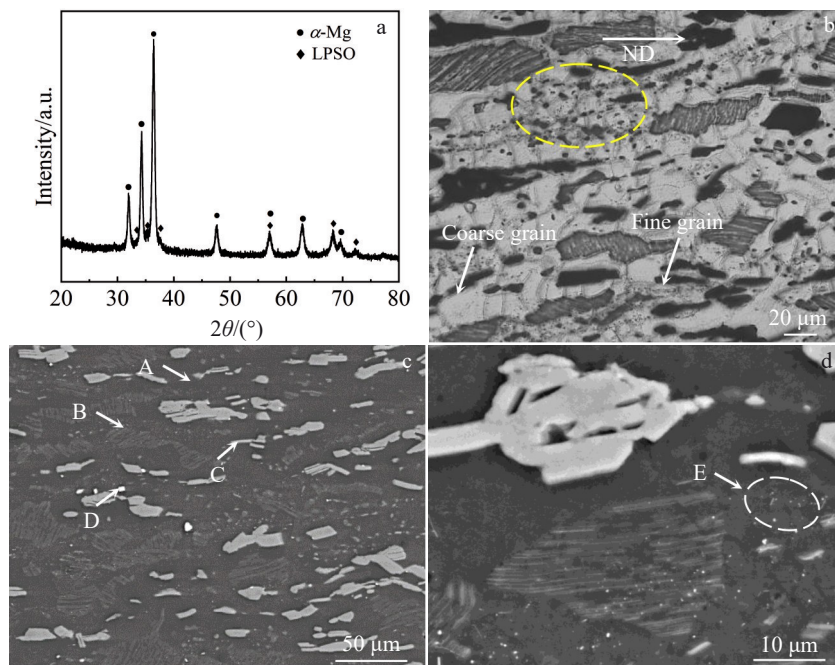


图2 轧制态GWZ932合金的XRD图谱及组织照片

Fig.2 XRD pattern (a) and microstructures (b-d) of the as-rolled GWZ932 alloy: (b) OM image, (c-d) SEM images

表 1 图 2c、2d 中轧制态 GWZ932 合金的 EDS 结果
Table 1 EDS results for as-rolled GWZ932 alloys marked in Fig.2c and Fig.2d (at%)

Position	Mg	Zn	Y	Gd	Zr	Phase
A	97.69	0.39	0.51	1.41	-	α -Mg matrix
B	95.71	2.00	0.70	1.38	0.21	14H-LPSO
C	88.20	5.53	2.58	3.69	-	18R-LPSO
D	32.80	0.85	40.60	25.53	0.22	RE-rich particle

3.2 500 °C 固溶显微组织分析

图 6a 为 GWZ932 合金 500 °C 固溶不同时间的 XRD 图谱, 可以看出, 固溶后轧制态 GWZ932 合金主要由 α -Mg 和 LPSO 相组成。且固溶 2~6 h 之间 $2\theta \approx 57.2^\circ$ 和 $2\theta \approx 72.6^\circ$ 处的衍射峰强从无到有且慢慢增强, 说明 2~6 h 之间逐渐有新相生成并随着时间的延长含量增多。图 6b 是 α -Mg 基体(101)晶面衍射峰的局部放大图, 红色竖线是单晶镁标准 PDF 卡片中的(101)晶面的 2θ 衍射角位置 ($2\theta = 36.619^\circ$), 可以看出随着固溶时间的变化 α -Mg 基体的衍射角度也发生变化。固溶时间在 0~4 h 之间 2θ 峰左移, 随时间延长到 6 h 时 2θ 峰右移, 8~12 h 之间 2θ 峰左移。图 6c 为 c/a 随着固溶时间变化折线, 由图可知随着固溶时间的延长, c/a 值呈现出先增后减再增再减的变化趋势。在 0~2 h 之间, c/a 值逐渐上升至 1.62425; 2~6 h 时

间段内, c/a 值呈下降趋势, 6 h 时下降至 1.61859; 6~8 h 内, c/a 值又快速回升至 1.62395; 8~12 h 之间, c/a 值再次下降, 12 h 时下降至 1.61617。图 6d 为固溶原子随时间变化曲线。表明随着固溶过程的进行, 固溶处理 0~2 h 之间稀土元素在镁基体中的固溶度逐渐增加, 导致晶格发生畸变, 使得 c/a 值增大。2~6 h 之间稀土元素在镁基体中的固溶度逐渐减小, 晶格畸变得以部分缓解, 使得 c/a 值减小。6~8 h 稀土元素在镁基体中的固溶度逐渐增加, c/a 值增大。8~12 h 之间稀土元素在镁基体中的固溶度逐渐减小, 晶格畸变得以部分缓解, c/a 值减小。表明溶质元素含量变化与图 6c 中晶格畸变演化规律一致。可见固溶过程中由于溶质原子含量的变化, 导致晶格畸变致使晶格常数发生变化, 所以 XRD 中的衍射峰会发生偏移。

图 7 为轧制态 GWZ932 合金 500 °C 固溶不同时间的 SEM 组织。从图 7a 可以看出固溶 2 h 后组织中保留了均匀分布于基体中轧制态块状 18R-LPSO 相, 片层状 14H-LPSO 基本溶于基体。对比图 2a 和 XRD 图谱(图 6a)及晶格常数变化图(图 6c)发现固溶 2 h 后 $2\theta \approx 57.2^\circ$ 、 68.3° 和 72.6° 处的 14H-LPSO 相衍射峰消失, c/a 值迅速升高, 部分溶质原子溶于基体, 这与 SEM 观察到的 14H-LPSO 相完全溶解现象一致。当固溶时间延长至 4 h 时, XRD 图谱中在 $2\theta \approx 57.2^\circ$ 和 $2\theta \approx 72.6^\circ$ 处出现了新的衍射峰(图 6),

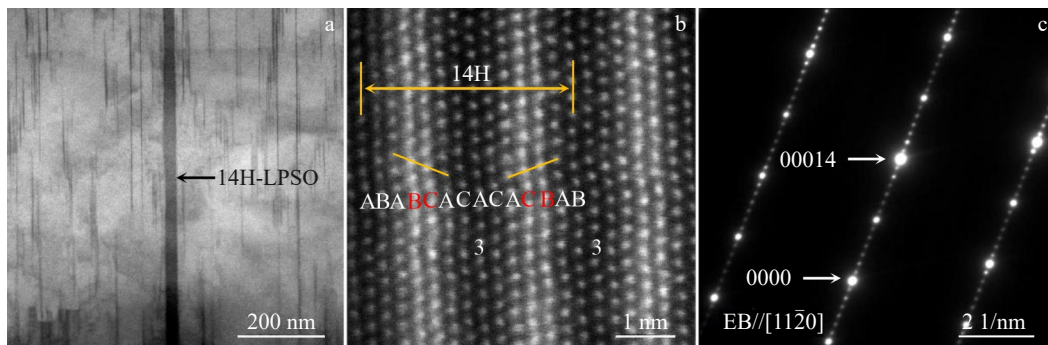


图 3 轧制态 GWZ932 合金片层状 14H-LPSO 相的 HAADF-STEM 像

Fig.3 HAADF-STEM image of the lamellar 14H-LPSO phase in as-rolled GWZ932 alloy: (a) high-resolution HAADF-STEM image, (b) ABCA building block (orange line), and (c) corresponding SAED pattern

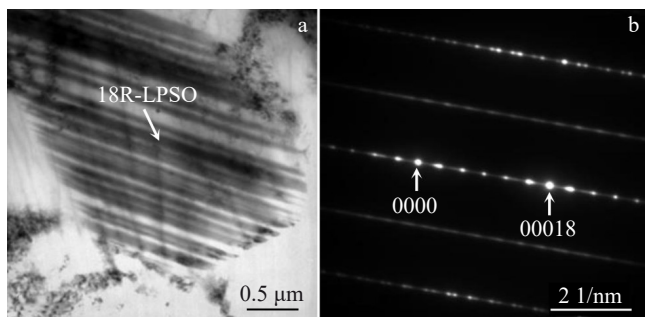


图 4 轧制态 GWZ932 合金块状 18R-LPSO 相的 TEM 分析

Fig.4 TEM bright-field image (a) and corresponding SAED pattern (b) of the bulk 18R-LPSO phase in as-rolled GWZ932 alloy

c/a 值减小, 溶质原子从基体析出, 组织中出现了取向不同的细长针状相(A)(图 7b), EDS 结果(表 2)表明细长针状相的 $Zn/Y = 0.38/0.4 \approx 1$, 与 LPSO 相中 RE/Zn 的原子比(1:1)接近。为进一步探究这种针状相的结构, 沿 $[11\bar{2}0]_a$ 晶带轴观察 HAADF-STEM 像, 可发现这种针状相由多条平行黑色条状结构构成, 如图 8a 所示。图 8b 显示了该相由 4 个衬度较亮的 RE/Zn 原子层和 3 个衬度较暗的 Mg 原子层交替堆垛形成, 其堆垛序列为 ABABCACACACB, 每 14 个原子层构成一个完整的排列周期, 其堆叠序列包括两个顺序, ABCA 和 ACBA, 以镜像对称的方式排列, 为 14H-LPSO^[43]。选区电子衍

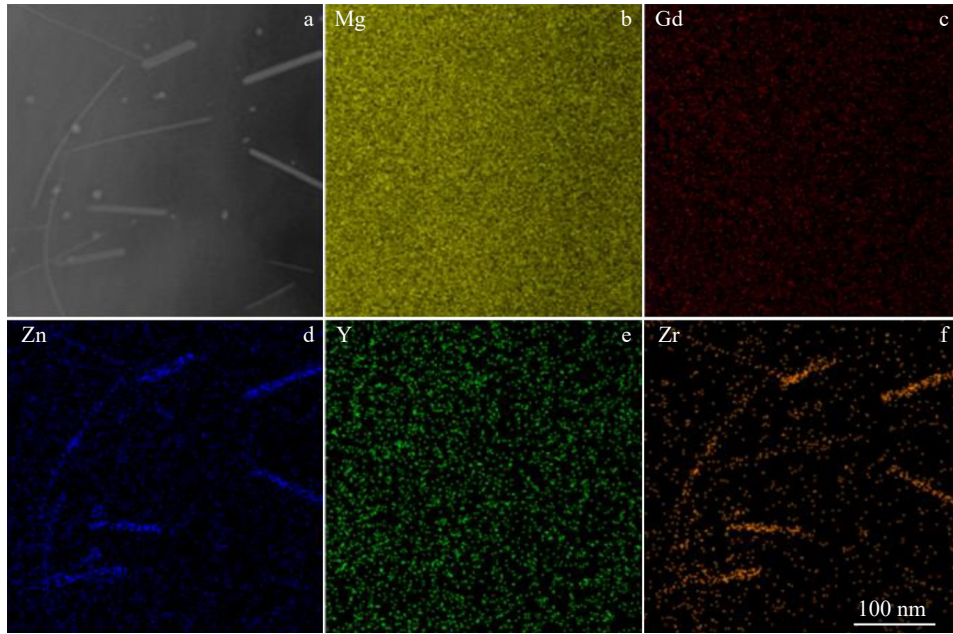


图5 轧制态GWZ932合金亮白颗粒状相(图2d中E)的TEM像及EDS元素面分布

Fig.5 TEM bright-field image of bright white granular phase (E in Fig.2d) of as-rolled GWZ932 alloy (a) and corresponding EDS element mappings (b-f)

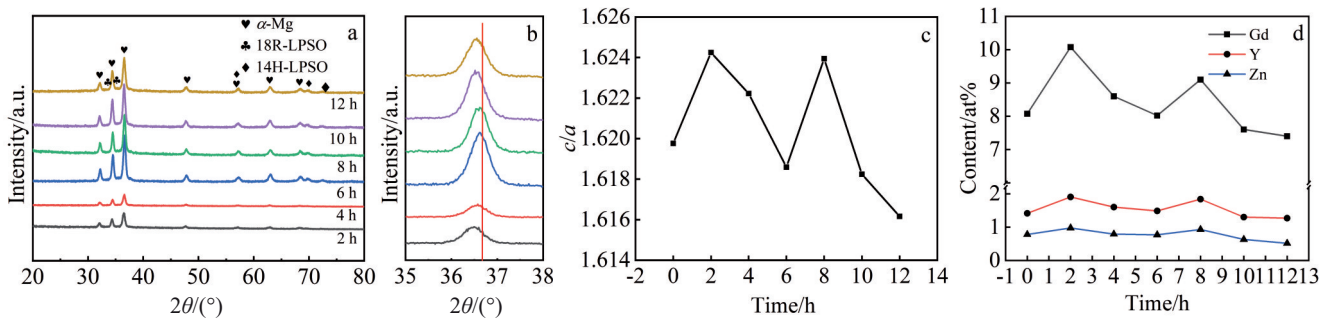


图6 500 °C固溶处理不同时间GWZ932合金XRD图谱及(101)面衍射峰的局部放大图,晶格常数变化折线及溶质元素含量变化折线

Fig.6 XRD patterns of GWZ932 alloy solution treated at 500 °C for different time (a), local magnification of (101) plane diffraction peaks of α -Mg matrix (b), variation of lattice constant (c), and content of Gd, Y and Zn elements in the matrix (d)

射结果表明(图8c),在(0000) α -Mg和(00014)14H之间存在13个额外的衍射斑点,这进一步证实这些片层第二相为14H-LPSO相。当合金在500 °C固溶6 h后取向各异的针状14H-LPSO相体积分数进一步增加至16%(图7c)。当固溶时间延长到8 h(图7d),细长针状14H-LPSO数量急剧减少,一部分细长针状14H-LPSO继续长大形成棒状相,一部分溶进基体析出少量短小的片层状相,短小片层状相EDS结果如表2所示,其Zn/Y=1.58/1.13 \approx 1,与轧制态片层14H-LPSO相相似。透射电子显微(TEM)结果表明在镁基体的(0001)晶面以及(0002)晶面对应的衍射斑点之间n/14位置处存在额外的13个衍射斑点,如图9所示,针状相14H-LPSO相长大变成了棒状。综上所述,500 °C固溶处理8 h后合金组织中的片层状、棒状相均为14H-LPSO相。此时棒状14H-LPSO和片

层状14H-LPSO共存。合金500 °C固溶10 h后,片层状14H-LPSO大量出现,棒状相变短(见图7e)。固溶时间延长至12 h后,片层14H-LPSO在10 h的基础上继续长大(见图7f)。

图10为500 °C固溶处理过程中块状18R-LPSO及第二相总含量随时间的变化曲线,由图可见块状18R-LPSO相随固溶时间的延长几乎没有较大变化。这与图7的SEM组织中块状18R-LPSO相经不同时间固溶处理后形貌变化不明显的规律一致,说明块状18R-LPSO相在500 °C固溶处理过程中具有较高的热稳定性。但第二相含量随固溶时间的延长先减少再增加再减少再增加。轧制态合金第二相含量高达64.8%,2 h后因为片层14H-LPSO的完全溶解减少到24.6%,随着针状14H-LPSO的逐渐析出第二相含量在6 h时又升高至38.6%,随着针状

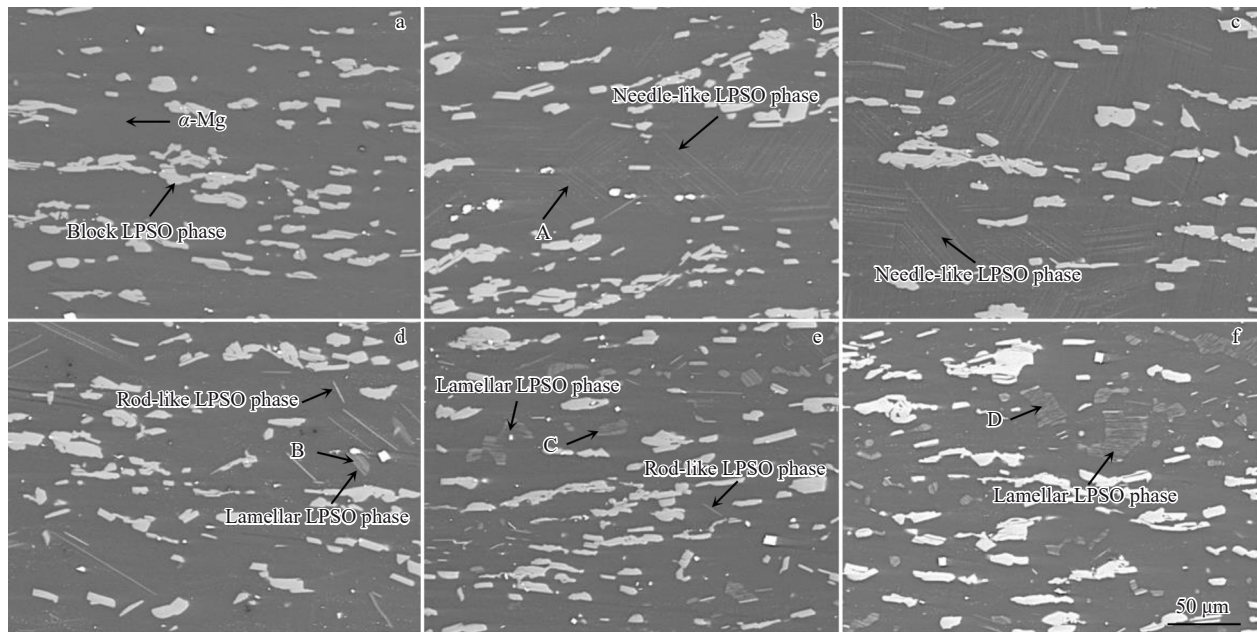


图7 500 °C固溶处理不同时间GWZ932合金SEM照片

Fig.7 SEM images of GWZ932 alloy solution treated at 500 °C for different time: (a) 2 h, (b) 4 h, (c) 6 h, (d) 8 h, (e) 10 h, and (f) 12 h

表2 图7中各区域的EDS分析结果

Table 2 EDS results for regions marked in Fig.7 (at%)

Region	Mg	Zn	Y	Gd	Zr	Phase
A	97.82	0.38	0.40	1.40	-	Needle-like LPSO
B	95.13	1.58	1.13	2.16	-	Lamellar 14H-LPSO
C	93.60	2.17	1.41	2.16	0.66	Lamellar 14H-LPSO
D	93.70	2.41	1.42	2.39	0.08	Lamellar 14H-LPSO

14H-LPSO的溶解固溶处理8 h第二相含量为27.2%。根据图6d 500 °C固溶不同时间基体中溶质原子含量变化曲线,可见0~2 h之间随着片层状14H-LPSO的溶解,基体中的Gd、Y、Zn原子含量均有上升, α -Mg基体产生晶格畸变导致 c/a 增大(图6c)。随着固溶时间的延长,2~6 h之间基体中的RE和Zn持续减少, c/a 减小,证明针状

14H-LPSO不是通过18R-LPSO的转变而来,而是Gd和Y元素从基体析出形成的。固溶时间延长到8 h基体中RE和Zn含量回升但比2 h的少,原因可能在于大部分针状14H-LPSO融入基体析出少量层状14H-LPSO,少部分未溶解的长大变粗为棒状14H-LPSO。10~12 h之间随着片层14H-LPSO的析出第二相含量增加,消耗了基体中的原子导致Gd、Y、Zn含量持续减少。

图11为500 °C固溶处理14H-LPSO溶解、再析出行为过程示意图,500 °C固溶4 h的针状14H-LPSO相,形成机理的本质为“扩散-迁移”行为:GWZ932合金在500 °C的高温热处理时,晶界处富集的稀土原子和Zn原子向 α -Mg基体里扩散,形成第二相只有热稳定相18R-LPSO(500 °C固溶12 h内)的固溶体,延长保温时间到2 h,过程中稀土原子和Zn原子不断向堆垛层错扩散,并降低层

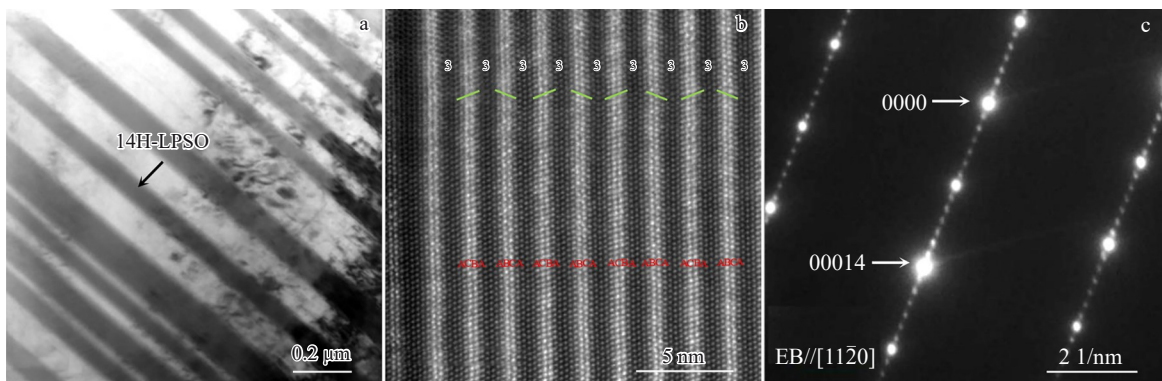


图8 轧制态GWZ932合金500 °C固溶处理4 h针状相的HAADF-STEM照片

Fig.8 HAADF-STEM images of needle-like 14H-LPSO phase in GWZ932 alloy solution treated at 500 °C for 4 h (a), high-resolution HAADF-STEM image showing the ABCA building block (green line) (b), and corresponding SAED pattern (c)

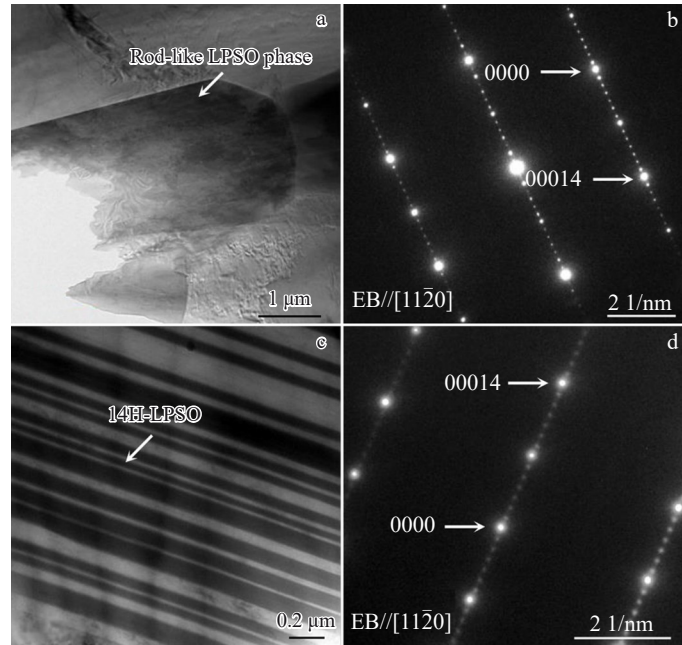


图9 轧制态GWZ932合金500℃固溶处理8h的TEM照片

Fig.9 TEM bright-field images of the rod-like phase (a) and needle-like phase (c) in as-rolled GWZ932 alloy solution treated at 500 °C for 8 h and corresponding SAED patterns (b, d)

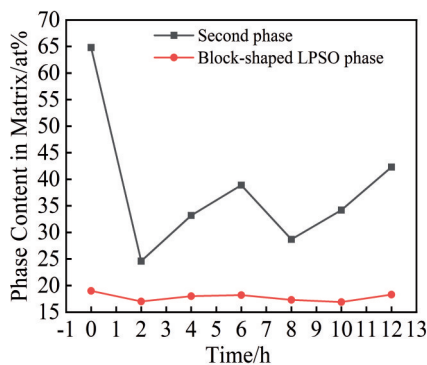


图10 轧制态GWZ932合金在500℃固溶不同时间基体中相含量变化

Fig.10 Variation of phase content in as-rolled GWZ932 alloy solution treated at 500 °C for different time

错能和隔离层错, 这为针状14H-LPSO结构的形核和长大提供了所必须的成分和堆垛有序化条件, 使其从 α -Mg基体中析出。2~6 h之间, 针状14H-LPSO结构的体积分数和尺寸均增大, 固溶时间延长至8 h, 其中小部分未溶解的针状14H-LPSO长大成棒状14H-LPSO, 大部分针状14H-LPSO融入基体并析出极少量片层14H-LPSO, 第二相含量迅速减少。棒状14H-LPSO形成的原因可能是固溶温度和时间不足以使针状14H-LPSO相充分溶解, 而是发生了形态的转变, 形成了棒状相。Wu等^[44]通过Mg_{96.5}Gd_{2.5}Zn₁合金773 K固溶热处理过程中14H型层状LPSO组织的演变研究中发现, 细片层14H-LPSO在773 K时是不稳定的。此外棒状相的稳定性高于层片状相, 所

以未溶解的针状14H-LPSO长大成棒状14H-LPSO。

图12为GWZ932合金500、520℃固溶不同时间 α -Mg基体的硬度曲线。从图12中GWZ932合金500℃固溶不同时间的硬度曲线可见随着固溶时间的延长合金硬度呈先降低后增高再降低的趋势。轧制态硬度值为90.5 HV, 而500℃固溶处理2 h后硬度值下降至79.6 HV。这是因为14H-LPSO的强化效果与其层片密度有关, 层片间距越窄, 强化效果越显著。由图10a可知500℃固溶2 h, 14H-LPSO相含量相较轧制态减少了40.2%, 因此其对 α -Mg强化效果降低。由图13可知高温固溶处理导致材料晶粒尺寸长大, 平均晶粒尺寸由轧制态的27 μm长大到48.6 μm。根据Hall-Petch关系式可知, 细晶强化效果随晶粒尺寸的增大而减弱^[45]。同时, 由于RE、Zn等原子具有较强的扩散能力, 固溶处理过程中溶质原子的扩散造成符号相反的位错发生合并、抵消, 形成位错湮灭^[46]。向晶界运动的位错还会被晶界“吞噬”, 导致合金中位错密度的下降^[47]。形变强化作用减弱, 硬度值降低。继续保温, 针状14H-LPSO相开始析出, 基体中溶质原子含量降低, 固溶强化效果减弱, 硬度持续减小, 此时已经有不少针状14H-LPSO相析出, 而这些已经析出的针状14H-LPSO相消耗了基体中溶质原子的含量, 所以其硬度小于500℃固溶2 h。随着针状14H-LPSO进一步长大, 使得500℃固溶6 h硬度持续下降, 此时针状14H-LPSO的体积分数为16%; 500℃固溶8 h后硬度有所升高这是由于8 h针状14H-LPSO相体积分数显著减少至4.3%, Gd、Y、Zn合金元素回溶至基体导致硬

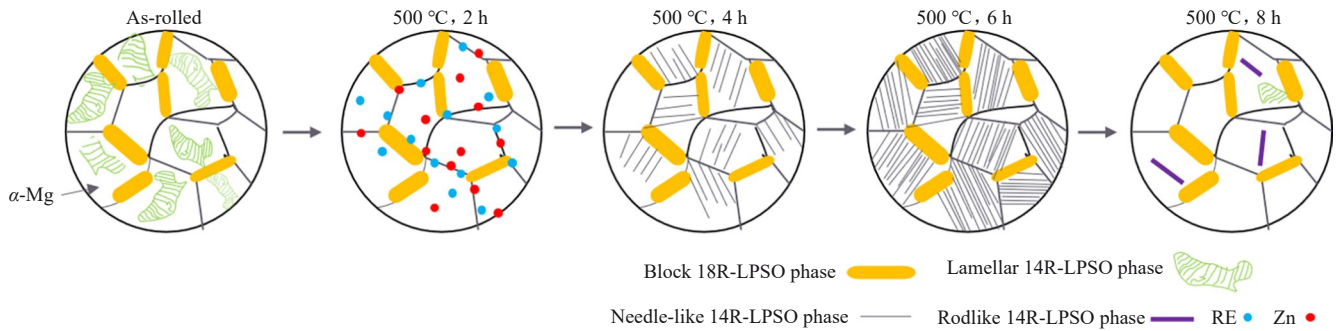


图 11 14H-LPSO 溶解-析出行为过程示意图

Fig.11 Schematic diagrams of the process of 14H-LPSO dissolution-precipitation behavior

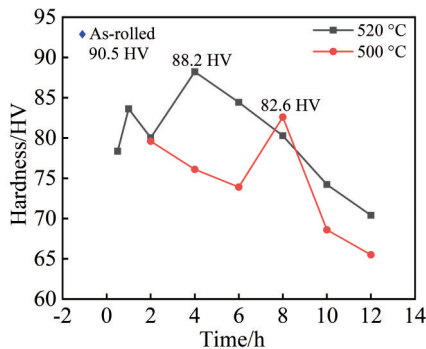


图 12 GWZ932 合金 500、520 °C 固溶处理不同时间硬度变化曲线
Fig.12 Vickers hardness curves of GWZ932 alloy solution treated at 500 and 520 °C for different time

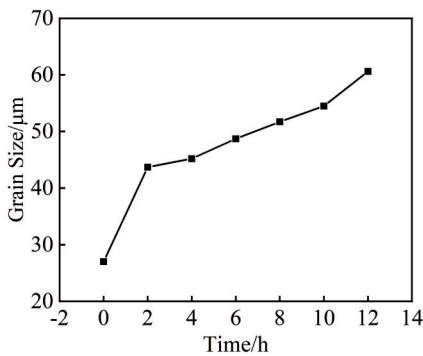


图 13 轧制态 GWZ932 合金 500 °C 固溶不同时间晶粒尺寸变化
Fig.13 Variation of grain size of as-rolled GWZ932 alloy with solution time at 500 °C

度值有所升高,存在小的片层状和棒状 14H-LPSO 弥散分布能够有效阻碍位错运动,大大提高合金硬度。此时合金硬度为 82.6 HV。10 h 片层状 14H-LPSO 的析出导致固溶强化效果减弱且晶粒的粗化导致基体硬度降低,由此可见针状相的析出会导致硬度迅速降低。12 h 后片层 14H-LPSO 相继续长大,晶界粗化严重导致硬度持续降低。综上所述固溶 8 h 后层片状几乎完全溶解,基体中 RE、Zn 元素含量较高,为后续时效析出 β' 相提供了较高的驱动力,可知合金 500 °C 最佳固溶时间为 8 h。

3.3 520 °C 固溶显微组织分析

图 14 是轧制态 GWZ932 合金 520 °C 固溶不同时间的金相组织。可以发现固溶 0.5 h 片层 14H-LPSO 逐渐溶解,保留了轧制态块状 18R-LPSO 相的尺寸及形貌且均匀分布在基体中(图 14a); 1 h 后片层 14H-LPSO 几乎全部溶于基体(图 14b); 固溶时间延长至 2 h(图 14c),基体中析出片层(长约 12.6 μm 、宽约 5.1 μm)和少量棒状 14H-LPSO。继续保温片层 14H-LPSO 尺寸持续减小,棒状 14H-LPSO 数量增加; 10 h 片层 14H-LPSO 开始溶解,延长到 12 h 片层 14H-LPSO 几乎全部溶解(图 14h),此时合金第二相主要由棒状 14H-LPSO 和块状 18R-LPSO 组成。可见 520 °C 经过不同时间固溶处理块状 18R-LPSO 和棒状 14H-LPSO 仍然存在且均匀分布在基体中,这说明块状 18R-LPSO 和棒状 14H-LPSO 相在 520 °C 固溶处理过程中具有较高的热稳定性。对比分析图 7 和图 14 发现,虽然固溶温度不同,但是转变中存在共同的规律:在固溶开始的一段时间内,片层 14H-LPSO 转变行为是以固溶强化基体为主,这段时间内不会生成新的 LPSO 相;一定时间后,LPSO 结构相以晶界为起点形成,且由晶界向晶内开始形成并渐渐长大。固溶温度不同带来的组织演变差异有 3 点:其一,520 °C 固溶处理 1 h 时(图 14b),经统计其基体中的第二相体积分数比 500 °C 固溶处理 2 h 时的数量少 11%,最大化获得了 RE 元素的饱和固溶体,为时效析出提供了更好的基础,所以 520 °C 的温度进行固溶处理的效果比 500 °C 更佳;其二,500 °C 固溶处理 8 h 时,针状 14H-LPSO 长大成为棒状 14H-LPSO,而 520 °C 固溶处理 2 h 时(图 14c),棒状 14H-LPSO 却早已形成,说明温度较高的固溶处理可以促使合金提前生成新的 LPSO 相;其三,500 °C 固溶 2 h 从 α -Mg 基体中析出了针状 14H-LPSO,随着时间延长一部分长大变成棒状一部分溶入基体析出片层 14H-LPSO,但 520 °C 固溶处理没有出现此转变过程,1 h 从 α -Mg 基体中直接析出了片层状 14H-LPSO,整个过程没有针状 14H-LPSO 的析出。温度较高的固溶处理会越过针状 14H-LPSO 的形成和转变。可见本 GWZ932 合金热处理

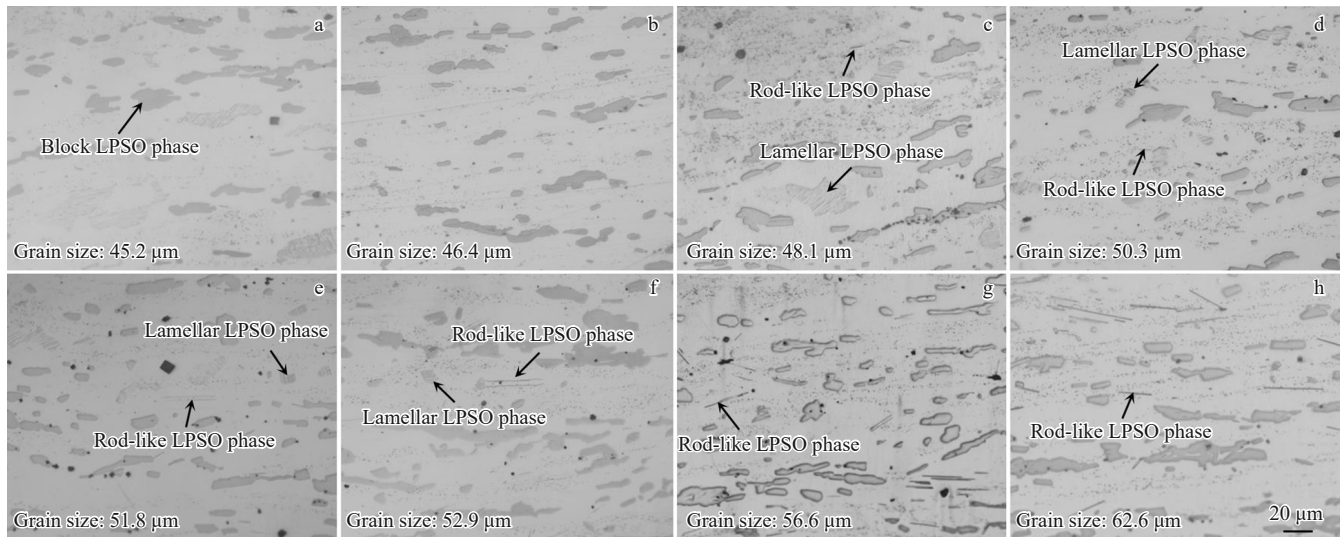


图14 GWZ932合金520 °C固溶处理不同时间的OM照片

Fig.14 OM images of GWZ932 alloy solution treated at 520 °C for different time: (a) 0.5 h, (b) 1 h, (c) 2 h, (d) 4 h, (e) 6 h, (f) 8 h, (g) 10 h, and (h) 12 h

过程中针状14H-LPSO只在500 °C固溶处理2~8 h之间存在,属于不稳定的相。棒状14H-LPSO和块状18R-LPSO为热稳定相。

随着固溶温度的升高,层状14H-LPSO相的析出提前,但针状14H-LPSO相转变被越过。原因在于固溶度和溶质原子的扩散率受温度的显著影响。一方面,14H-LPSO相的形成需要RE和Zn原子的参与,稀土元素在 α -Mg基体中的固溶度在高温下较高,而在低温下较低。另一方面,稀土原子在 α -Mg基体中的扩散是从晶界向晶内扩散,高温时扩散速度快,低温时扩散速度慢。在Mg-RE-Zn合金中,根据14H-LPSO相的形貌演化,推测Zn原子在高温时容易聚集在晶界上,而在低温时容易扩散到 α -Mg基体中^[48]。因此,高温下稀土元素在 α -Mg基体中的固溶度较高,Zn元素在晶界上聚集,形成层片状14H-LPSO相;低温下稀土元素在 α -Mg基体中的固溶度较低,Zn原子向 α -Mg基体中扩散较快,形成针状14H-LPSO相。

从520 °C固溶硬度曲线(图12)可以看出,随着固溶时间的延长合金硬度呈先增高再降低再增高再降低的趋势,固溶后随着片层14H-LPSO逐渐溶解,大量Y、Gd原子溶入基体,使0.5~1 h硬度升高。延长固溶时间随着大量片层14H-LPSO相的生成消耗基体中Y、Gd原子导致硬度降低,4 h时硬度具有最大值,为88.2 HV。4~12 h硬度逐渐减小,随着时间延长棒状14H-LPSO的增加,消耗了大量的RE和Zn原子,温度的升高晶粒尺寸也逐渐增大(图14标注),导致硬度降低。此外,合金经520 °C固溶处理的峰值维氏硬度高于500 °C。

520 °C固溶4 h时硬度最大,为88.2 HV;500 °C固溶8 h时硬度最大,为82.6 HV。发现固溶温度升高固溶硬

度提高。原因有3点:(1)溶质原子的充分溶解。当固溶温度提高时,更多的溶质原子能够充分溶解到基体中,这些溶质原子会造成晶格畸变,产生固溶强化效果,从而提高硬度。(2)位错密度的变化。较高的固溶温度可能会导致位错的重新排列和湮灭,减少可动位错的数量。位错运动的阻力增加,从而使硬度升高。(3)组织均匀化。高温有助于合金元素在基体中的均匀分布,消除成分偏析,使材料的性能更加均匀和稳定,进而提高硬度。因此,综上所述最佳固溶处理工艺为520 °C,4 h。

3.4 时效态合金组织和力学性能

对合金进行520 °C,4 h固溶处理后在225 °C不同时间进行时效处理。图15显示了固溶态GWZ932合金在225 °C下的时效硬化曲线,可见合金硬度值随着时效时间的增加逐渐升高,在64 h时达到最大值为116.4 HV;随着时效时间继续增加,合金硬度逐渐降低,即轧制态GWZ932合金在225 °C下的峰值时效时间为64 h。与固

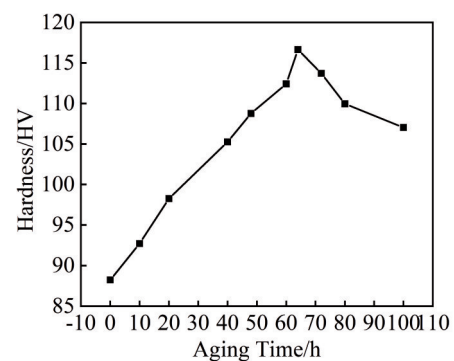


图15 GWZ932合金225 °C时效不同时间的硬度曲线
Fig.15 Hardness curves of GWZ932 alloy aged at 225 °C for different time

溶后合金硬度相比 225 °C 峰时效处理硬度提高了 28.2 HV, 合金表现出了良好的时效硬化行为。根据硬度变化, 进一步研究了 GWZ932 合金在峰值时效的析出行为, 并对合金的 TEM 组织进行了分析。

图 16 为 GWZ932 合金时效峰值对应的 TEM 明场像及电子衍射图谱, 可以看出经过峰时效处理后合金内部出现了大量细小且弥散分布的似纺锤形的析出相(图 16a 红色箭头所示), 选区电子衍射结果显示在镁的两个衍射斑点(0000)和(1 $\bar{1}$ 00)之间 1/4(1 $\bar{1}$ 00)、1/2(1 $\bar{1}$ 00)、3/4(1 $\bar{1}$ 00)处出现了 3 个额外的衍射斑点(图 16a₁), 表明纺锤形析出相为 β' 相^[49]。经统计时效峰值时析出的 β' 相尺寸长约 28.9 nm, 宽约 8.9 nm, 体积分数为 11.7%(图 16b)。除 β' 相外, 基体中垂直于 β' 相析出了一些细小和短的呈条纹状相(图 16a 黄色箭头所示)稀疏的分布在合金微观组织。并且这些条纹与 Mg-15Gd-1Zn-0.4Zr 合金中观察到的亚稳态 γ' 条纹相似^[50-51]。研究表明, 合金时效处理时硬度的变化与其时效析出序列有关, 其 Mg-Gd-Y-Zn-Zr 系合金的时效析出序列通常为 α -Mg(S.S.S.S.) \rightarrow G.P. 区 $\rightarrow\beta''\rightarrow\beta'\rightarrow\beta_1\rightarrow\beta$ 。其中亚稳 β' 相被认为是最有效的强化相, 该相在时效过程中形成于具有大纵横比和高密度的棱柱平面上^[8,52-53]。本实验 225 °C 时效的早期阶段, 强度的增加应归因于在 α -Mg 基体内形成有序的 G.P. 区和细小的 β'' 沉淀相^[54]。由于稀土原子与镁原子在尺寸、化学性质等方面存在差异, 它们更倾向于相互靠近、聚集进而形成局部浓度较高的区域, 这种偏聚结构就是 G.P.^[55]。

这种畸变区域以及成分的不均匀性恰好能为 β'' 相的形核创造有利条件, β'' 相更容易在这些 G.P. 区及其附近开始形成, 降低了 β'' 相形核所需要的能量势垒, 使得形核过程更容易发生。亚稳的 β'' 相通常与 α -Mg 基体共格。在欠时效期间, β'' 相逐渐长大并向 β' 相转变。这种转变导致硬度增长缓慢。在峰时效时, 硬度的提高归因于大量具有高密度和均匀分布的细纺锤形 β' 析出相。细小的 β' 相与镁基体呈半共格关系有效阻碍位错沿基体和柱面的滑移, 显著提高了合金的时效硬度。同时 β_1 相开始在晶界形核并生长到晶体中。当时效时间延长到 64 h 后强度下降是由于过时效引起的。在过时效期间, β_1 相尺寸继续增大, 部分 β_1 相转变为稳定的 β 相^[54]。它们通常与镁基体不相干并且具有大尺寸, 强化效果低于 β' 和/或 β'' 达到的强化效果。由于亚稳纳米 β' 相的析出, GWZ932 合金在 225 °C 的时效过程中表现出显著的硬化反应。

图 17 为轧制态、固溶态和时效态 GWZ932 合金室温拉伸力学性能测试结果。可以看到轧制态合金的抗拉强度、屈服强度和伸长率分别为 320 MPa、255 MPa 和 7.5%; 经 520 °C/4 h(记为 520-T4)固溶处理后, 抗拉强度、屈服强度分别下降到 309.3、181 MPa, 但伸长率显著提升到了 22.9%, 相比于轧制态提高了 205.3%; 进一步 225 °C/64 h(记为 225-T6)时效处理后, 时效态合金的抗拉强度、屈服强度和伸长率高达 396.3、274 MPa 和 12.7%。与轧制态合金相比, 分别提高了 23.8%, 7.4% 和 69.3%。通过不同状态的合金组织的分析, 可知轧制态

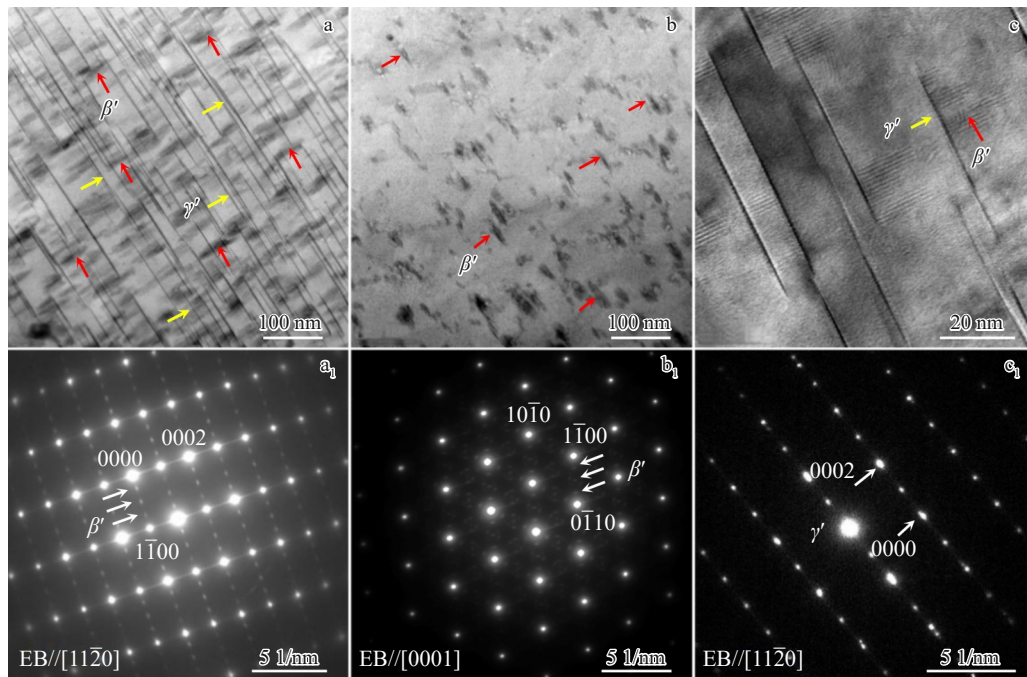


图 16 225 °C 时效处理 64 h 后 GWZ932 合金析出相的 TEM 分析

Fig.16 TEM analysis of precipitated phase of GWZ932 alloy after aging treatment at 225 °C for 64 h: (a–b) TEM bright-field images, (c) HRTEM image, and (a₁–c₁) corresponding SAED patterns

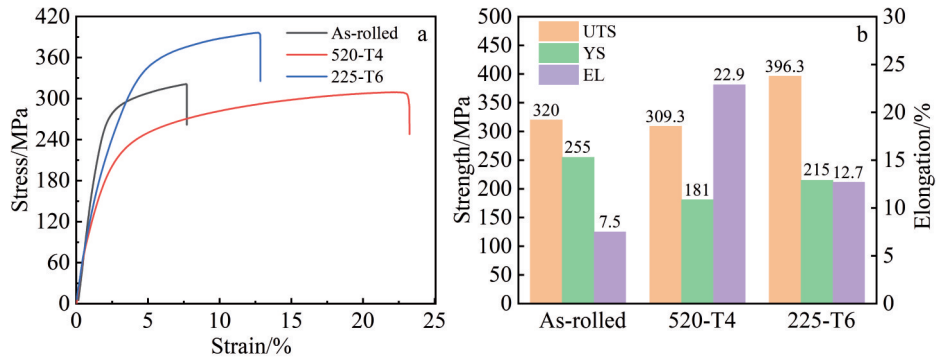


图17 不同热处理状态GWZ932合金的应力-应变曲线及室温拉伸力学性能

Fig.17 Stress-strain curves (a) and mechanical properties (b) of as-rolled GWZ932 alloy solution treated at 520 °C for 4 h (520-T4) and solution treated at 520 °C for 4 h followed by aging treatment at 225 °C for 64 h (225-T6) (UTS—ultimate tensile strength, YS—yield strength, EL—elongation)

合金中大量片层状14H-LPSO相在基体中分布不均匀且含量及尺寸较大,在拉伸变形过程中容易造成应力集中,形成裂纹从而降低合金力学性能^[56]。固溶处理后,位错密度降低,减弱了加工硬化效应。另一方面,固溶处理后晶粒长大,导致抗拉强度和屈服强度的降低。固溶处理过程中,位错和残余应力的消除可大幅提高轧制态合金的伸长率。均匀分布在晶界块状18R-LPSO可通过扭折协调塑性变形^[29],避免局部应力集中,从而在一定程度上也有助于提高合金的塑性。时效处理后,在基体中弥散析出大量细小的与基体呈半共格位相关系的 β' 沉淀析出相。根据奥罗万(Orowan)机制^[57],位错绕过颗粒所需的应力与颗粒间距和颗粒直径有关,其表达式为 $\Delta\tau = \frac{0.81MGb}{2\pi(1-\nu)^{1/2}} \cdot \frac{\ln(d_p/b)}{\lambda - d_p}$ (其中 M 为Taylor因子, G 为剪切模量, b 为柏氏矢量, ν 为泊松比, d_p 为强化相颗粒平均直径, λ 为强化相颗粒的平均间距)。GWZ932合金时效后,析出了长约28.9 nm,宽约8.9 nm,体积分数为11.7%的 β' 相,弥散分布的 β' 相比固溶态18R-LPSO相颗粒间距小,从而显著提高了合金的强度;在拉伸过程中,这些 β' 相还能钉扎晶界,增强位错运动过程中的阻力,起到显著的析出强化作用;其次时效过程中形成的 β' 相本身具有较高的强度^[58],这些 β' 相可以作为沉淀强化相承载一部分外加的应力。当合金受到外力作用时,应力会在基体和 β' 相之间传递和分配。由于 β' 存在,使得合金整体能够承受更高的应力而不发生塑性变形,从而提高了合金的屈服强度和抗拉强度。Mg-Gd-Y-Zn-Zr系合金中 β' 相的强化作用最强,且柱状析出相的强化作用始终大于基体析出相的强化作用^[43]。从图16a、16c还可以看到225 °C时效64 h试样的TEM组织除 β' 相外,基体中 γ' 相呈条纹状垂直于 β' 相均匀析出,不仅能有效防止非基面位错滑移还可以通过 γ' 和 β' 的相互作用阻碍 β' 的粗化,延缓 β' 的后续转变从而协同提高合金强度。因此在225 °C时可以保

持良好的热稳定性。T6处理后合金塑性提高的原因是:在拉伸过程中,晶界块状18R-LPSO分布在晶界附近,能够阻止晶界的移动,减少裂纹源的产生。同时,钉扎位错,使得位错在运动过程中不会快速聚集形成裂纹源,从而提高合金的塑性。块状18R-LPSO相的存在增加了基体滑移的阻力,使得基面滑移变得更加困难,同时非基面滑移系(如棱柱面滑移和锥面滑移)被激活,使得变形能够更加均匀地分布在晶体的不同方向上,减少了应力集中。

综上所述最终形成的柱面 β' 相和基面LPSO/ γ' 相,阻碍了基面和非基面位错的滑移,提高了合金的强度。使时效态合金的抗拉强度、屈服强度以及伸长率都明显增强。故T6热处理后合金具有优异强度和塑性,520 °C/4 h+225 °C/64 h为最佳热处理工艺。

图18为轧制态,520 °C/4 h固溶态和520 °C/4 h+225 °C/64 h态合金室温拉伸断口SEM照片。在轧制态和T6态断口中均能观察到一定数量的韧窝、撕裂棱以及解理断面,为混合断裂。520-T4态合金中存在一定数量的韧窝和撕裂棱,未观察到解理断面,为韧性断裂。轧制态和520-T4态合金中均有韧窝,但是轧制态合金中的韧窝小而浅,520-T4态合金中的韧窝大而深。韧窝越大越深,说明材料塑性越好。因此,520-T4态合金相比于轧制态具有良好的伸长率。与520-T4态相比,T6态合金韧窝数量减少,解理面数量明显增多,说明其延伸率小于520-T4态合金。但韧窝相比与轧制态更大更深,说明T6态合金比轧制态具有更好的延伸率,这与力学性能测试伸长率的变化规律一致。3种状态合金断口类型变化的原因在于轧制态中虽然晶界的块状18R-LPSO可以协调塑性变形,但是存在分布不均匀大的层片状14H-LPSO相(见图18d),在拉伸变形过程中容易造成应力集中,先发生开裂,从而引发裂纹扩展,导致延伸率不佳。520-T4态消除了层片状14H-LPSO相,均匀分布在晶界块状18R-LPSO可通过扭折协调塑性变形,为韧性断裂,所以

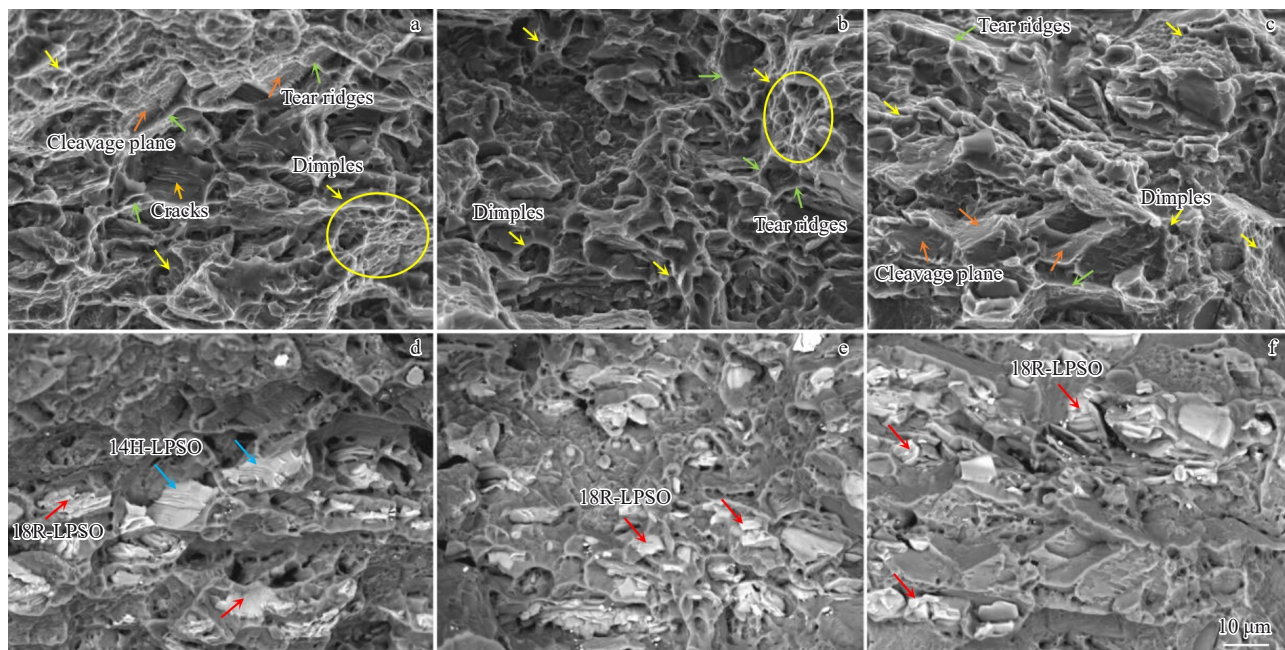


图 18 不同热处理状态 GWZ932 合金拉伸断口的 SEM 照片

Fig.18 SEM images of tensile fracture morphologies of GWZ932 alloys at different states: (a) as-rolled, (b) 520-T4, and (c) 225-T6; corresponding back-scattered electron (BSE) images (d-f)

表现为良好的延伸率。而 T6 后合金虽然析出了大量 β' 柱面析出相,对合金的拉伸和基面滑移有着很强的阻碍作用,但晶界的块状 18R-LPSO 相协调了塑性变形,且消除了大的层片状 14H-LPSO 相,从而伸长率大于轧制态。其中 520-T4 态伸长率最高,T6 态次之,轧制态最低。断口形貌特征与力学性能的伸长率(图 17)变化规律一致。

4 结论

1) 轧制态 GWZ932 合金组织由 α -Mg 基体、晶间片层 14H-LPSO、块状 18R-LPSO 和少量 Zn-Zr 相以及富稀土相组成,并沿 ND 方向呈长条状或流线型分布。轧制变形后由于动态再结晶的发生,平均晶粒细化到 27 μm ,第二相含量为 64.8%。

2) 固溶处理中,晶内 14H-LPSO 的形貌和含量受固溶温度和时间的影响。在 500 $^{\circ}\text{C}$ 下,随着固溶时间的延长,晶内片层状 14H-LPSO 相逐渐溶解,4 h 后析出针状 14H-LPSO,随着时间的延长针状 14H-LPSO 数量持续增加,6 h 体积分数升高到 16% 后开始溶解形成棒状 14H-LPSO 和片层状 14H-LPSO。520 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理 1 h 从 α -Mg 基体中直接析出片层状 14H-LPSO,2 h 开始形成了棒状 14H-LPSO,整个过程没有针状 14H-LPSO 的形成与转变。其中块状 18R-LPSO 和棒状 14H-LPSO 具有较好的热稳定性。

3) GWZ932 合金 520 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理 4 h 后 225 $^{\circ}\text{C}$ 时效 64 h 达到硬度峰值,为 116.4 HV。硬度值相比 520 $^{\circ}\text{C}$ 固溶 4 h 提高了 28.2 HV。该合金的最佳热处理工艺为:

520 $^{\circ}\text{C}/4\text{ h}+225\text{ }^{\circ}\text{C}/64\text{ h}$ 。在此条件下,室温下的抗拉强度、屈服强度和伸长率分别为:396.3、274 MPa 和 12.7%。与轧制态合金相比,分别提高了 23.8%,7.4% 和 69.3%。合金优异强度和塑性来源于 α -Mg 基体中析出的长约 28.9 nm,宽约 8.9 nm,体积分数约为 11.7% 的柱面 β' 相和基面 18R-LPSO/ γ' 相。本研究通过构建块状 18R-LPSO 强化晶界, $\beta'+\gamma'$ 强化基体晶粒复合强化,获得了高强韧 Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金板材。

参考文献 References

- [1] Cao Xia(曹霞), Xu Ji(徐吉), Yang Bowen(杨博文) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(4): 1238
- [2] Kong Lingfei(孔令菲), Huang Xuqiang(黄须强), Zhou Huimin(周慧敏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(10): 3640
- [3] Kim J, Kawamura Y. *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 573: 62
- [4] Shi Kang, Li Shubo, Yu Zijian *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2023, 931: 167476
- [5] Xu Chao, Zheng Mingyi, Xu Shiwei *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 643: 137
- [6] Wang Bizheng, Tang Bei, You Chao *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 775: 138789
- [7] Zhang Jie, Dong Qiangbing. *Engineering Failure Analysis*[J], 2018, 90: 277
- [8] He S M, Zeng X Q, Peng L M *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2006, 421(1): 309

- [9] Zheng Liang(郑梁). *Effect of Zn and Deformation Process on Microstructure, Texture and Mechanical Properties of Mg-6Gd-3Y-0.5Zr Alloy*(Zn及变形工艺对Mg-6Gd-3Y-0.5Zr合金微观组织、织构及力学性能的影响)[D]. Changsha: Central South University, 2011
- [10] Wan Yingchun, Tang Bei, Gao Yonghao *et al. Acta Materialia*[J], 2020, 200: 274
- [11] Cao Yang, Ni Song, Liao Xiaozhou *et al. Materials Science and Engineering R: Reports*[J], 2018, 133: 1
- [12] Sun Desheng(孙德胜), Chen Shuaifeng(陈帅峰), Song Guangsheng(宋广胜) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(3): 882
- [13] Xu Jinliang(许金良), Song Yifan(宋宜帆), Ding Ruizhi(丁睿智) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2024, 53(6): 1735
- [14] Guo Yanping, Gao Chao, Yang Xiaohui *et al. Advanced Engineering Materials*[J], 2023, 25(2): 2200850
- [15] Sun W T, Qiao X G, Zheng M Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 738: 238
- [16] Castro M M, Montoro L A, Isaac A *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 869: 159302
- [17] Wang Jiahao, Xu Lin, Wu Ruizhi *et al. Acta Metallurgica Sinica*[J], 2020, 33(4): 490
- [18] Zhang Wanshun, Zhang Wenkai, Zhao Hongyang *et al. Materials Research Express*[J], 2021, 8(12): 126529
- [19] Bahmani A, Arthanari S, Shin K S. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*[J], 2019, 105(1): 785
- [20] Zhang Zijian, Yuan Lin, Shan Debin *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 827: 142036
- [21] Zhang N, Yang H J, Shao X H. *Philosophical Magazine Letters*[J], 2022, 102(1): 15
- [22] Sun W T, Qiao X G, Zheng M Y *et al. Materials and Design*[J], 2017, 135: 366
- [23] Ding Ning(丁宁), Wang Yunfeng(王云峰), Liu Ke(刘轲) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2021, 57(8): 1000
- [24] Liu Huan, Huang He, Wang Ce *et al. The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*[J], 2019, 71(9): 3314
- [25] Geshani M S, Mahmoud K P, Asadi A H *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2023, 24: 4945
- [26] Hagihara Koji, Li Zixuan, Yamasaki Michiaki *et al. Acta Materialia*[J], 2019, 163: 226
- [27] Gu Xinfu, Furuhashi Tadashi, Kiguchi Takanori *et al. Scripta Materialia*[J], 2020, 185: 25
- [28] Robson J D, Stanford N, Barnett M R. *Acta Materialia*[J], 2011, 59(5): 1945
- [29] Chen Tao, Chen Zhiyong, Shao Jianbo *et al. Materials and Design*[J], 2018, 152: 1
- [30] Inoue A, Matsushita M, Kawamura Y *et al. Materials Transactions*[J], 2005, 43(3): 580
- [31] Zhu Y M, Morton A J, Nie J F. *Acta Materialia*[J], 2010, 58(8): 2936
- [32] Lu Ruopeng, Wang Jingfeng, Chen Yongliang *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 639: 541
- [33] Liao Hongxin, Kim Jonghyun, Lee Taekyung *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2020, 8(4): 1120
- [34] Wu Xia, Pan Fusheng, Cheng Renju *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 726: 64
- [35] Zhou Xiaojie, Yao Yuan, Zhang Jian *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 794: 139934
- [36] Hu Liqiang, Wang Jianli, Zheng Pengcheng *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2024, 1003: 175718
- [37] Zheng Duofei, Zhu Qingchun, Zeng Xiaoqin *et al. Materials Letters*[J], 2022, 311: 131524
- [38] Honma T, Ohkubo T, Kamado S *et al. Acta Materialia*[J], 2007, 55(12): 4137
- [39] Gröbner J, Kozlov A, Fang X Y *et al. Acta Materialia*[J], 2012, 60(17): 5948
- [40] Chen Zhiyong, Zhou Jiexiao, Liu Chunming *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2017, 48(6): 3060
- [41] Xia Xiangsheng, Zhang Kui, Ma Minglong *et al. Journal of Rare Earths*[J], 2020, 38(10): 1119
- [42] Hadadzadeh A, Mokdad F, Amirkhiz B S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 724: 421
- [43] Xu C, Nakata T, Qiao X G *et al. Scientific Reports*[J], 2017, 7(1): 43391
- [44] Wu Y J, Zeng X Q, Lin D L *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2009, 477(1): 193
- [45] Cáceres C H, Davidson C J, Griffiths J R *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2002, 325(1): 344
- [46] Liu Yunfang, Yang Yaqin, Yi Ming *et al. Materials*[J], 2021, 14(19): 5758
- [47] Sun Wanting, He Yang, Qiao Xiaoguang *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2023, 11(12): 4589
- [48] Li M, Wang X, Feng Q Y *et al. Materials Characterization*[J], 2017, 125: 123
- [49] Liu Yunfang, Li Zhaocan, Huang Zhimin *et al. The Journal of the Minerals, Metals & Materials Society*[J], 2024, 76(3): 1650
- [50] Rong Wei, Wu Yujuan, Zhang Yu *et al. Materials Characterization*[J], 2017, 126: 1
- [51] Nie J F, Oh-Ishi K, Gao X *et al. Acta Materialia*[J], 2008, 56(20): 6061
- [52] Nie J F, Zhu Y M, Liu J Z *et al. Science*[J], 2013, 340(6135): 957
- [53] Milkereit B, Burgschat L, Kemsies R H *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2019, 7(1): 1
- [54] Gao Y, Liu H, Shi R *et al. Acta Materialia*[J], 2012, 60(12): 4819
- [55] Barucca G, Ferragut R, Fiori F *et al. Acta Materialia*[J], 2011, 59(10): 4151
- [56] Li Chunyu(李春雨), Liu Yun(刘运), Song Jie(宋洁) *et al. Special Casting and Nonferrous Alloys*(特种铸造及有色合金)[J], 2022, 42: 1402
- [57] Singh A, Watanabe M, Kato A *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2004, 385(1): 382
- [58] Meng Mu, Zhang Honglei, Gao Zhi *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2023, 11(12): 4628

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Rolled GWZ932 Alloy

Wang Yili¹, Liu Jiliang¹, Wang Liying^{1,3}, Yuan Man², Wang Jianli¹, Yang Zhong¹

(1. School of Materials and Chemical Engineering, Xi'an Technological University, Xi'an 710032, China)

(2. CSIC No. 12 Research Institute, Xianyang 713102, China)

(3. Xi'an Tianli Metal Composite Material Co., Ltd, Xi'an 710299, China)

Abstract: The effects of solid solution and aging treatments on the microstructural evolution and hardness of the GWZ932 alloy in the rolled state were investigated by means of optical microscope, X-ray diffractometer, Vickers hardness tester, scanning electron microscope, transmission electron microscope, and high-angle annular dark-field scanning transmission electron microscope. The results show that the alloy microstructure in the rolled state mainly consists of α -Mg, massive 18R-LPSO phase, lamellar 14H-LPSO phase, rare-earth-rich phase and Zn-Zr phase. The lamellar 14H-LPSO is almost completely dissolved into the matrix by solid solution treatment at 500 °C for 2 h; the elongated acicular 14H-LPSO is precipitated from the α -Mg matrix after 4 h of solid solution, and its volume fraction gradually increases with the extension of time; the volume fraction of acicular 14H-LPSO reaches 16% after 6 h of solid solution; the acicular 14H-LPSO phase dissolves and re-precipitates the lamellar 14H-LPSO (about 14.9 μm in length and 8.2 μm in width), and a small amount of undissolved acicular 14H-LPSO phase grows to form rod-like 14H-LPSO (23.4 μm in length and 1.98 μm in width). Increasing the solid solution temperature to 520 °C, the solute atom diffusion rate is accelerated, thus the complete dissolution and re-precipitation time of lamellar 14H-LPSO is advanced to 1 and 2 h, respectively, and the size of the re-precipitated lamellar 14H-LPSO phase (12.6 μm in length, 5.1 μm in width) is smaller than that of the re-precipitated one after solid solution at 500 °C for 8 h. Precipitation and transformation do not occur during solid solution treatment at 520 °C, indicating that the precipitation and dissolution of the acicular 14H-LPSO phase and its content are affected by the solid solution temperature and time. The age-hardening curves reach peak hardness under conditions of 520 °C, 4 h+225 °C, 64 h. On this basis, the age-hardening behaviour of the alloy after solution treatment at 520 °C for 4 h was investigated and the results show that the alloy reaches peak hardness after age treatment at 225 °C for 64 h. The room-temperature tensile strength (UTS), yield strength (YS) and elongation (EL) of the alloy under peak aging conditions are 396.3 MPa, 274 MPa, and 12.7% increase by 23.8%, 7.4%, and 69.3%, compared to those of the rolled state, respectively. The excellent strength and plasticity of the alloys arise from the precipitation of a columnar β' phase (about 28.9 nm in length and 8.9 nm in width with an average area fraction of about 11.7%) and a basal 18R-LPSO/ γ' phase in the α -Mg matrix.

Key words: rolled GWZ932 alloy; long period stacked ordered (LPSO) phase; heat treatment; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Wang Jianli, Ph. D., Professor, School of Materials and Chemical Engineering, Xi'an Technological University, Xi'an 710032, P. R. China, E-mail: jlwang@xatu.edu.cn