

高速挤压 Mg-8Al-0.4Zn-0.9Ca-0.2Gd-0.2Mn 合金微观组织与力学性能研究

孟帅举^{1,2,3}, 王孟璐¹, 陈剑飞¹, 张建军^{1,2,3}, 杨贵荣¹, 毕广利¹

(1 兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050)

(2 兰州理工大学温州泵阀工程研究院, 浙江 温州 325000)

(3 东莞宜安科技股份有限公司, 广州 东莞 523662)

摘要: 为解决商用 AZ80 镁合金难以高速挤压加工的瓶颈问题, 本研究采用微量 Ca、Gd 对其进行复合合金化, 在 Mg-8Al-0.4Zn-0.9Ca-0.2Gd-0.2Mn (AZXVM80100, wt.%) 微观组织中原位生成大量高熔点 Al_2Ca 相、 Al_2Gd 与 Al_3Mn_5 相。这些高熔点第二相在高速 (32.4 m/min) 挤压过程中稳定存在, 避免了热裂纹的产生, 同时显著细化动态再结晶晶粒。高速挤压 AZXVM80100 合金发生了完全再结晶, 表现出典型的基面纤维组织, 其平均晶粒尺寸为 $8.6 \pm 1.7 \mu\text{m}$ 。归因于显著的细晶强化作用与以位错滑移为主导的塑性变形机制, 挤压态 AZXVM80100 合金表现出优异的强度与塑性匹配, 其屈服强度与延伸率分别达到 $257.4 \pm 4.1 \text{ MPa}$ 与 $14.9 \pm 0.8\%$ 。兼具优异挤压加工性能与强韧性能的 AZXVM80100 合金在制备低成本高强韧挤压镁合金产品方面展现出巨大潜力。

关键词: 镁合金; 高速挤压; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG379

文献标识码: A

文章编号:

镁合金密度约为 $1.8 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$, 是当前最轻的工程结构用金属材料, 扩大其在汽车、飞机、高铁等运载与交通工具领域的应用, 是实现节能减排目标的有效途径之一^[1-3]。当前, 80%左右的镁合金产品通过铸造进行加工成形, 与铸造镁合金相比, 挤压镁合金通常具有更优异的力学性能与耐腐蚀性, 在轻量化承载构件方面具有更广阔的应用前景^[4-7]。然而, 目前镁合金挤压制品的实际应用很少, 仅占镁合金制品年产量的 2~5%^[6-8], 显著低于铝合金挤压件在铝合金制品中~25%的占比^[5,9]。制约挤压镁合金广泛应用的一个瓶颈因素是其显著较差的挤压加工性能^[5-7,10]。例如, 商用 Mg-6Zn-0.5Zr (质量分数, 下同, ZK60) 合金^[11,12]和 Mg-8Al-0.5Zn-0.3Mn (AZ80) 合金^[13-15]只能在低于 4~6 m/min 的速度下挤压成形, 远低于铝合金 (60~100 m/min)^[16,17]。这主要归因于 ZK60 合金中主要强化相 MgZn_2 相与 AZ80 合金中主要强化相 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相对应的熔点分别仅为 345 °C 和 437 °C, 热稳定性较差。当挤压速度高于 4~6 m/min 时, 其挤压产品会由于第二相的熔化而发生严重的热裂^[13-15]。通过降低 Al 元素与 Zn 元素的含量, 可避免镁合金中低熔点第二相的形成, 从而提高其最高挤压加工速度。例如, 合金

元素总量低于 4%的低合金化 Mg-Al-Zn-Mn 合金^[18-20]、Mg-Al-Ca-Mn 合金^[21,22]、Mg-Zn-Ca-Mn 合金^[23]、Mg-Zn-Gd 合金^[24]的最高挤压速度可达 20~60 m/min。然而, 由于合金化元素总量较低, 上述合金的微观组织中缺乏足够的能抑制再结晶晶粒长大的第二相颗粒, 导致其力学性能较低, 进而限制了其应用。根据已有研究结果, 当挤压速度从 2.5 m/min 提高到 20 m/min 时, AZ31 合金的拉伸屈服强度 (TYS) 和伸长率 (EL) 分别从~170 MPa 和~17%分别急剧下降到~115 MPa 和~3.5%^[19,25,26]。此外, 绝大多数 Mg-Al-Zn-Mn^[19,20]、Mg-Al-Ca-Mn^[21,22]、Mg-Zn-Ca-Mn^[23]、Mg-Zn-Gd^[24]等低合金化镁合金在 18~60 m/min 的高速挤压条件下, 其屈服强度均在 180 MPa 以下。因此, 有必要进一步开发兼具优异的挤压加工性能与良好强塑性的高合金化镁合金材料。

近年来, 有研究通过在镁合金中引入大量 Sn 元素或 Bi 元素, 在镁合金中原位生成大量高熔点的 Mg_2Sn 相 (熔点: 770 °C) 与 Mg_3Bi_2 相 (熔点: 821 °C)^[27,28,29], 成功制备出了具有优异挤压加工性能的高合金化 Mg-Sn 基与 Mg-Bi 基合金。包括 Mg-7Sn-1Al-1Zn^[15,30]、Mg-5Bi-3Al (-0.2Mn/-0.5Ca)^[13,14,31-34]、Mg-5Bi-2Al (-0.4Mn)

基金项目: 国家自然科学基金资助 (52265048); 浙江省自然科学基金项目 (LMS25E050004); 甘肃省科技重大专项项目 (22ZD6GA008、23ZDGA010); 温州市科技计划项目 (G2023018); 兰州理工大学红柳优秀青年基金 (062205)

作者简介: 孟帅举, 男, 1990 年生, 博士, 副研究员, 兰州理工大学有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050, 电话: 15332005165, E-mail: shuaijumeng@163.com; sjmeng@lut.edu.cn

张建军, 男, 1995 年生, 博士, 讲师, 兰州理工大学材料科学与工程学院, 甘肃 兰州 730050, 电话: 18822027019, E-mail: Zhangjjcr7@163.com

[35,36]、Mg-5Bi-6Al^[18]和 Mg-5Bi-1Si^[37]在内的高合金化镁合金均被证明具有优异的高速挤压性能,其在 13.5~70 m/min 的挤压速度下仍能保持良好的表面质量。其屈服强度大都在 185~225 MPa 之间^[15,18-25,31-42],与高速挤压微合金化镁合金相比,有一定的提高^[19-24];其延伸率大多在 6.5~11.9%之间^[15,18-25,31-42],仍然较低。整体上,高速挤压 Mg-Sn 基与 Mg-Bi 基合金的强度与塑性均有待进一步提升。此外,Sn 和 Bi 元素价格较为昂贵^[38,39],大量使用其作为合金元素将导致镁合金原材料成本的显著提升,这在一定程度上制约着高速挤压高合金化 Mg-Sn 基与 Mg-Bi 基合金的进一步发展与应用。

最近,有研究发现微量稀土与 Ca 元素复合合金化可有效提升 AZ91 合金的热稳定性,并扩大其安全挤压加工工艺窗口^[43,44]。受此启发,本研究通过采用微量 Ca 元素和 Gd 元素对 AZ80 合金进行复合合金化,制备出了可在 32.4 m/min 条件下高速挤压加工成形的高铝镁合金(Mg-8Al-0.4Zn-0.9Ca-0.2Gd-0.2Mn, AZXVM80100),并对其微观组织、力学性能与塑性变形机制进行了详细研究。

1 实验方法

采用半连续铸造工艺制备出规格为 $\Phi 120 \text{ mm} \times H2000 \text{ mm}$ 的铸态合金棒材,并采用电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-MS-7700X)检测得到所制备的铸锭化学成分为 Mg-7.78Al-0.42Zn-0.86Ca-0.23Gd-0.16Mn (AZXVM80100)。将铸态坯料分割后,在 420 °C 下进行 36 小时的固溶处理,然后水淬得到固溶态合金锭。从固溶态坯料中切取规格为 $\Phi 35 \text{ mm} \times H70 \text{ mm}$ 的圆柱形试样用于高速挤压加工,挤压筒内径、挤压温度、挤压比、挤压头移动速度分别为 36 mm、300 °C、36、15 mm/s,相应的模具出口速度为 32.4 m/min;挤压加工后获得直径为 6 mm 的挤压态 AZXVM80100 合金棒。作为对比,选取商用 AZ80 (Mg-8.0Al-0.4Zn-0.2Mn, wt.%) 合金在 400 °C 下进行 36 小时的固溶处理,加工成相同尺寸后采用相同挤压工艺进行挤压加工。

采用光学显微镜(OM, CX40M)和配备能谱仪(EDS)

的场发射扫描电子显微镜(FE-SEM, FESEM5000X, CIQTEK Co. Ltd.)对固溶态和挤压态 AZXVM80100 合金微观组织进行分析。首先分别用砂纸和抛光布对相关样品进行机械预磨和抛光处理,然后采用由 10 mL 乙酸、70 mL 乙醇、10 mL 蒸馏水和 4.2 g 苦味酸组成的溶液进行浸蚀处理。基于采集的 OM 和 SEM 组织图,利用 Image Pro Plus 6.0 软件对 AZXVM80100 合金的平均晶粒尺寸(d)和第二相颗粒的面积分数(f)等组织特征进行统计分析。进一步,采用 X 射线衍射仪(XRD, D8 ADVANCE)对固溶态和挤压态 AZXVM80100 样品的物相组成进行分析。此外,在挤压方向-横向(ED-TD)平面上,利用装配有背散射电子衍射(EBSD, Oxford C-nano)探头的场发射电子扫描显微镜(FE-SEM, ZEISS Gemini 300),对挤压态样品中的晶粒取向信息进行采集分析,设置步长为 0.15 μm ,并利用 HKL Channel 5 软件对 EBSD 数据进行分析。

通过拉伸试验对高速挤压 AZXVM80100 合金的力学性能进行测试,从挤压棒材上沿挤压方向切取板状试样(标距部分规格: 20 mm $\times$ 3.5 mm $\times$ 3 mm),在配备有机引伸计的 SUNS-UTM5105X 万能试验机上进行室温拉伸试验,应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 。测试 3 次后取平均值评价合金的强度和塑性。此外,为了揭示拉伸变形过程中的塑性变形机理,利用 EBSD 技术分析了高速挤压 AZXVM80100 合金拉伸至 8%应变时的组织特征;并采用 FE-SEM 和 OM 对挤压态试样的拉伸断口形貌和断口处的微观组织进行分析。

2 实验结果

2.1 固溶态 AZXVM80100 合金微观组织

固溶态 AZXVM80100 合金的 OM 组织如图 1a 所示,其平均晶粒尺(d)为 $316.8 \pm 20.2 \mu\text{m}$,合金中还弥散分布有大量未固溶进基体的第二相;根据图 1b 所示的 SEM 组织图统计得到合金中残余第二相的分数(f)高达 ~6.8%。综合 EDS 点分析(表 1)与 XRD(图 2)分析结果,固溶态 AZXVM80100 合金中的第二相主要为 Al_2Ca 相、 Al_2Gd 相与 Al_8Mn_5 相。

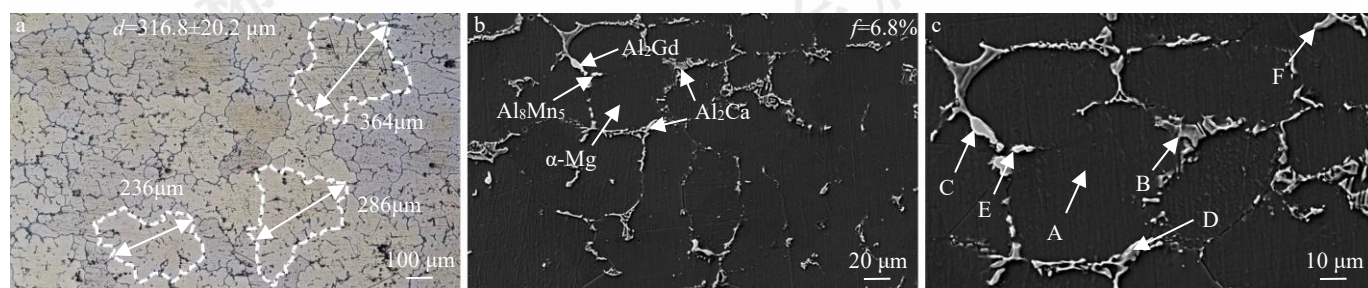


图 1 固溶态 AZXVM80100 合金微观组织: (a) OM; (b, c) SEM

Fig.1 Microstructure of as-homogenized AZXVM80100 alloy: (a) OM, (b, c) SEM

表 1 固溶态 AZXVM80100 合金的 EDS 点分析结果

Table 1 Chemical compositions of second phases in as-homogenized AZXVM80100 alloy (Mass fraction / %)

Element	Mg	Al	Ca	Mn	Zn	Gd	Possible phase
A	92.7	6.70	0.22	0.00	0.36	0.00	α -Mg
B	38.8	39.3	21.2	0.00	0.60	0.00	Al_2Ca
C	5.98	34.9	6.90	0.00	0.26	52.0	Al_2Gd
D	38.3	39.9	21.1	0.00	0.66	0.00	Al_2Ca
E	9.62	52.3	4.52	32.8	0.60	0.22	Al_8Mn_5
F	40.1	39.2	20.0	0.00	0.77	0.00	Al_2Ca

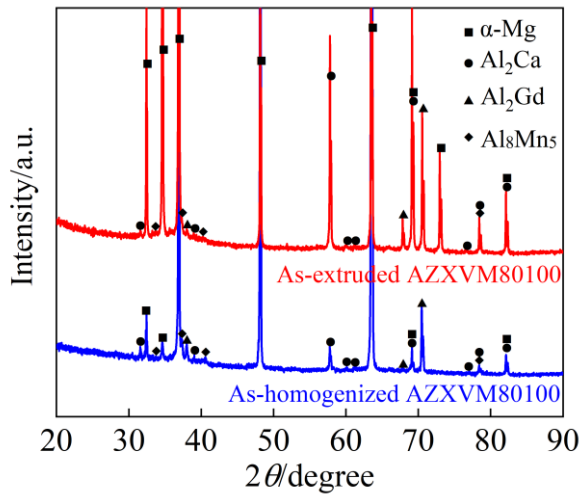


图 2 固溶态与挤压态 AZXVM80100 合金的 XRD 谱

Fig.2 XRD patterns of as-homogenized and high-speed extruded AZXVM80100 samples

2.2 挤压态 AZXVM80100 合金的宏观形貌与微观组织特征

如图 3a-b 所示为本研究中高速挤压 AZXVM80100 合金与商用 AZ80 合金棒材的宏观照片，可以看出，在挤压速度为 32.4 m/min 时，商用 AZ80 合金挤压棒材发生了严重的开裂（图 3b），而在相同条件下被挤压加工出的 AZXVM80100 棒材表面致密，仅显示出轻微的模具痕迹，没有任何裂纹（图 3a）。合金坯料在挤压过程中的平均应变率 ($\bar{\epsilon}$) 可根据式 (1) 计算^[11,12,45]：

$$\bar{\epsilon} = \frac{6D_B^2 V_R \ln ER}{D_B^3 - D_E^3} \quad (1)$$

式中， ER 、 V_R 、 D_B 、 D_E 分别为挤压比、压头移动速度、模具内径、挤出棒材直径。基于本研究中施加在 AZXVM80100 坯料上的挤压条件 (ER : 36, V_R : 15 mm/s, D_B : 36 mm, D_E : 6 mm) 和已有研究^[13-15]中 AZ80 合金能够安全挤出的挤压工艺参数 (ER : 50, V_R : 1.5 mm/s, D_B : 68 mm, D_E : 9.9 mm)，可以计算出 AZ80 合金与 AZXVM80100 合金能够被安全挤压加工出的平均应变率分别为 $\sim 0.52 \text{ s}^{-1}$ 和 $\sim 9.00 \text{ s}^{-1}$ 。虽然 AZXVM80100 与商用 AZ80 合金具有相近的合金成分，但从所能承受的平均应变速率来看，AZXVM80100 合金的挤压性能明显优于 AZ80 合金。已有研究^[15]表明，由于 AZ80 合金种主要强化相 ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相) 的熔点较低 (437°C)，导致其在高速挤压变形过程中极易发生热裂，其最高挤压速度只有 $\sim 4.5 \text{ m/min}$ 。而本研究通过微量的 Ca、Gd 元素对其进行复合合金化，制备出的 AZXVM80100 合金中主要第二相为高热稳定性的 Al_2Ca (熔点: $\sim 1081^\circ\text{C}$)、 Al_2Gd (熔点: $\sim 1525^\circ\text{C}$) 和 Al_8Mn_5 (熔点: $\sim 1170^\circ\text{C}$)^[46-49]，使得合金具有优异的热稳定性，其最高挤压速度 ($> 32.4 \text{ m/min}$) 达到了 AZ80 合金 ($\sim 4.5 \text{ m/min}$) 的 7 倍以上。高合金化 AZXVM80100 合金这一优异的挤压加工性能甚至可与低合金化 Mg-Al-Ca-Mn 合金和 Mg-Zn-Ca-Mn 合金相媲美^[18,21-23]。进一步对高速挤压 AZXVM80100 合金微观组织进行分析发现。如图 3c-f 所示为挤压态 AZXVM80100 合金的 OM 与 SEM 组织，高速挤压加工后，合金发生了完全动态再结晶，其平均晶粒尺寸为 $8.6 \pm 1.7 \mu\text{m}$ 。此外，固溶态 AZXVM80100 坯料中呈断续网状分布的未溶解第二相在高速挤压过程中被破碎后沿挤压方向呈流线型分布（图 3c-f），通过 Image Pro Plus 6.0 软件测量其面积分数为 $\sim 6.5\%$ 。图 4 统计了挤压态 AZXVM80100 合金中不同尺度硬质相颗粒的占比，其尺寸范围为 $0.4\text{--}6.8 \mu\text{m}$ ，平均尺寸为 $\sim 1.31 \mu\text{m}$ ，较固溶态合金中未溶解第二相有显著细化。综合如图 3g-l 所示的 EDS 元素分布分析结果与图 2 所示的 XRD 分析结果可以发现，挤压态 AZXVM80100 合金中的第二相颗粒主要为 Al_2Ca 相，同时还有少量的 Al_8Mn_5 相和 Al_2Gd 相，这与固溶态合金的物相组成相一致。

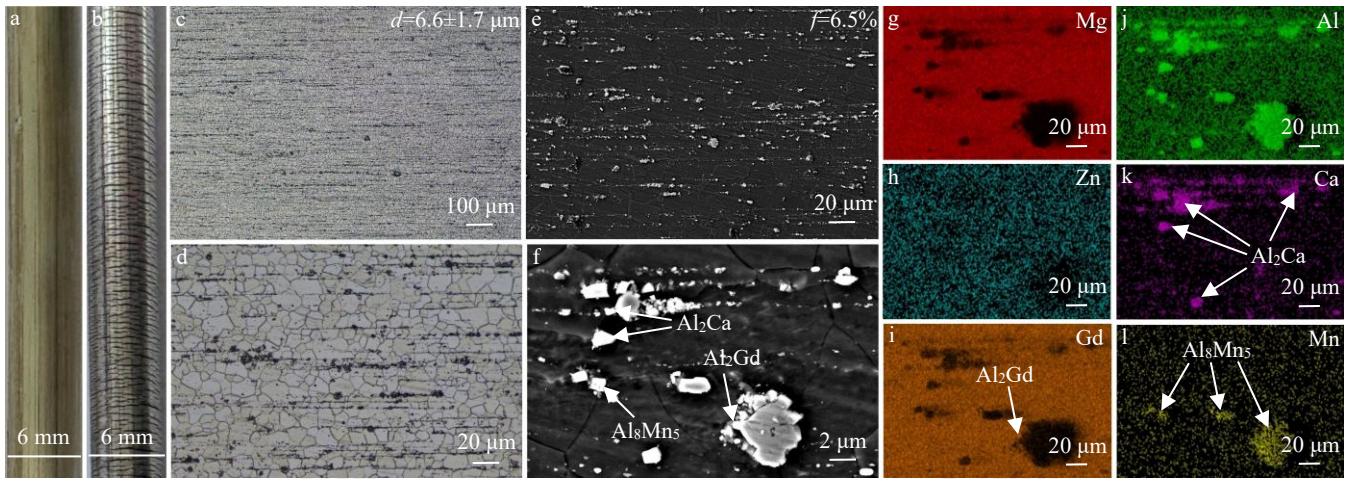


图3 高速 (32.4) m/min 挤压 AZXVM80100 合金的表面宏观形貌与微观组织特征: (a) 高速挤压 AZXVM80100 合金宏观照片; (b) 高速挤压 AZ80 合金宏观照片; (c, d) 挤压态 AZXVM80100 合金 OM 组织; (e, f) 挤压态 AZXVM80100 合金 SEM 组织; (g-l) 挤压态 AZXVM80100 合金 EDS 面分析结果

Fig.3 Surface quality, OM, SEM and EDS mapping analysis results of studied alloys extruded at 32.4 m/min: (a) Surface quality of the AZXVM80100 alloy (b) Surface quality of the commercial AZ80 alloy (c, d) OM images (e, f) SEM images (g-l) EDS mapping analysis results

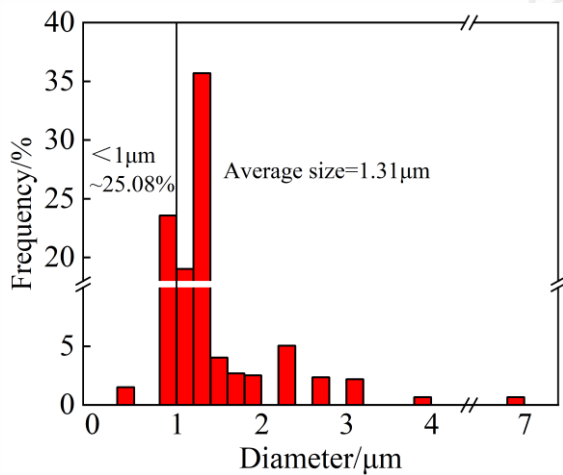


图4 挤压态 AZXVM80100 合金中第二相尺寸分布图

Fig.4 Size distribution diagram of the second phase particles in the high speed extruded AZXVM80100 alloy

图5为挤压态 AZXVM80100 合金的 EBSD 表征结果。高速挤压加工后 AZXVM80100 合金具有完全再结晶的均匀组织,其 d 值为 $\sim 7.4 \mu\text{m}$ (图 5a)。研究^[18,32,35]表明,镁合金坯料在挤压变形初期会产生大量的低角度晶界、变形孪晶等微观缺陷,随着高速挤压过程的进行,坯料中累计的应变急剧增大,上述缺陷将被剧烈的动态再结晶行为消耗。如图 5b 所示, AZXVM80100 合金的灰度图中未发现明显的孪晶晶界,且绝大部分的晶界为高角度晶界,低角度晶界的比例仅为 6.19%,这与上文 OM 和 SEM 检测结果相一致,并且与已有高速挤压镁合金的微观组织特征相符^[18,29,50]。此外,如图 5c 所示的反极图结果表明 AZXVM80100 挤压棒材中大多数晶

粒的 $[10\cdot10]$ 或 $[2\cdot1\cdot10]$ 取向与挤压方向平行,表现出弱的基面纤维织构特征,其最大强度仅为 2.89。类似的弱基面纤维织构特征也出现在高速挤压加工的 Mg-Bi-Al^[13,14,31-35]、Mg-Sn-Al-Zn^[15,30]和商用 AZ31^[18]等镁合金中。需要指出的是, Ca 和 Gd 元素比 Mg 元素原子半径大,当其固溶在 Mg 合金基体中时可以在挤压过程中对动态再结晶晶粒产生强烈的阻滞或拖拽作用,进而诱导稀土织物的形成^[51]。例如,挤压态 Mg-1.32Bi-0.72Ca 合金^[52,53]、Mg-0.71Zn-0.36Ca-0.07Mn 合金^[23]和 Mg-1.58Zn-0.52Gd 合金^[24]均表现出与偏离 $[10\cdot10]$ 或 $[2\cdot1\cdot10]$ 的“稀土”织构组态。而在 AZXVM80100 合金中,大部分 Ca 和 Gd 元素优先参与中间化合物 (Al_2Ca , Al_2Gd) 的形成,导致固溶在 $\alpha\text{-Mg}$ 基体中的 Ca、Gd 元素的含量极低,未能在高速挤压 AZXVM80100 合金中诱导出“稀土”织构组态。

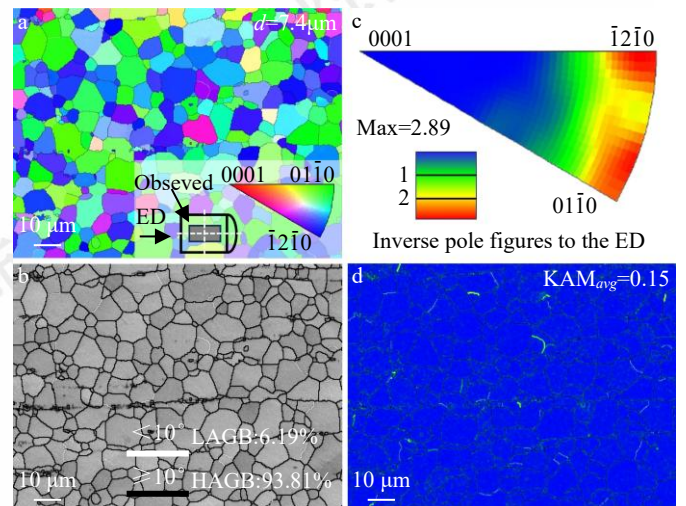


图 5 挤压态 AZXVM80100 合金 EBSD 表征结果：(a) IPF 组织；(b) BC 图；(c) 反极图；(d) KAM 图

Fig.5 EBSD results of high-speed extruded AZXVM80100 alloy: (a) IPF map (b) band contrast map (c) inverse pole figure (d) Kernel Average Misorientation (KAM) map (KAMavg is the average KAM value)

2.3 高速挤压 AZXVM80100 合金的力学性能

图 6a 为挤压态与固溶态 AZXVM80100 合金的典型拉伸工程应力-应变曲线，其对应的屈服强度（TYS）、抗拉强度（UTS）和延伸率（EL）总结于表 2。高速挤压 AZXVM80100 合金的屈服强度与延伸率分别达到 257.4±4.1 MPa 与 14.9±0.8%，显著高于固溶态试样。图 6b^[15,18-25,31-42]对比了已报道高速（10~70 m/min）挤压镁合金的屈服强度与延伸率，从中可以看出，与高速挤压的 Mg-Al-Zn-Mn^[19,20]、Mg-Al-Ca-Mn^[21,22]、Mg-Zn-Ca-Mn^[23]、Mg-Zn-Gd^[24] 等低合金化镁合金相比，AZXVM80100 合金的延展性虽然较低，但强度显著提高。与材料成本较高的 Mg-7Sn-1Al-1Zn^[15,30]、Mg-5Bi-3Al（-0.2Mn/-0.5Ca）^[13,14,31-34]、Mg-5Bi-2Al（-0.4Mn）^[35,36]、Mg-5Bi-6Al^[18]等高锡/铋合金化镁合金相比，高 Al 含量的 AZXVM80100 合金不仅具有较高的强度，而且具有明显更优异的塑性。可见，本研究所制备的 AZXVM80100 合金兼具优异的高速挤压加工性能与良好的强塑性能。

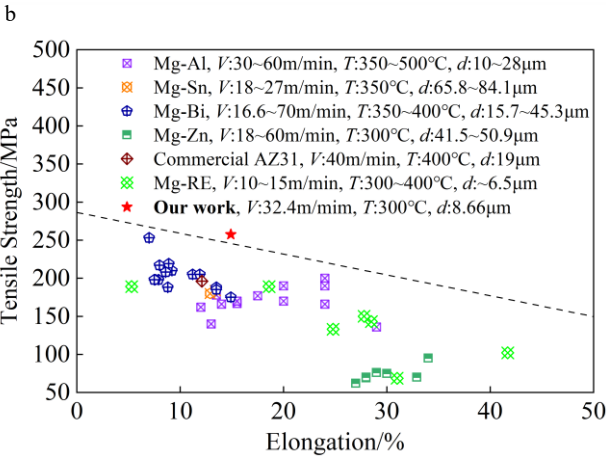
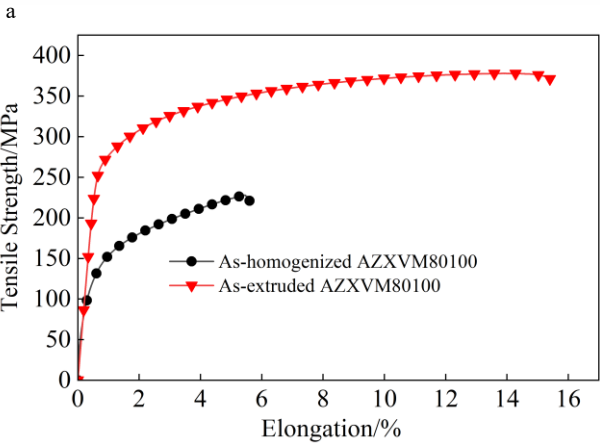


图 6 AZXVM80100 合金的力学性能及其与其它高速挤压镁合金强塑性能对比^[15,18-25,31-42]：(a) 挤压态与固溶态 AZXVM80100 合金典型拉伸工程应力-应变曲线；(b) 高速(10~70 m/min)挤压镁合金屈服强度与延伸率对比图^[15,18-25,31-42]

Fig.6 Mechanical properties of high-speed extruded AZXVM80100 alloy: (a) Typical tensile stress–strain curves of the as-extruded and homogenized AZXVM80100 alloys (b) Comparison of the TYS and EL of Mg alloys extruded at 10~70 m/min ^[15,18-25,31-42]

表 2 固溶态与挤压态 AZXVM80100 合金的拉伸性能

Table 2 Tensile properties of homogenized and as-extruded

AZXVM80100 alloys			
State	TYS/ MPa	UTS/ MPa	EL/ %
Homogenized	126.5±8.2	219.3±8.6	5.4±1.2
As-extruded	257.4±4.1	377.1±5.9	14.9±0.8

3 讨论

3.1 高速挤压 AZXVM80100 合金晶粒细化机理

根据图 6b 所示的统计结果，镁合金在以高于 16.6 m/min 的速度挤压加工后，其晶粒尺寸通常在 20 μm 到 85 μm 之间。而在 32.4 m/min 挤压速度下制备的 AZXVM80100 合金的平均晶粒尺寸仅有 8.6 μm，显著小于高速挤压 Mg-Zn 合金（ d : 41.5~50.9 μm, V : 18~60 m/min, T : 300 °C）^[23,24,40]，Mg-Bi 合金（ d : 15.7~45.3 μm, V : 16.6~70 m/min, T : 350~400 °C）^[18,31-37]和 Mg-Sn 合金（ d : 65.8~84.1 μm, V : 18~27 m/min, T : 350 °C）^[15]。一方面，本研究中 AZXVM80100 合金具有与低合金 Mg-0.53Zn-0.24Ca-0.27Mn 合金^[23]相同的挤压温度（300 °C）与相近的挤压速度（24~60 m/min），但低合金 Mg-0.53Zn-0.24Ca-0.27Mn 合金微观组织中第二相分数仅为 1.3%，而高合金化 AZXVM80100 合金微观组织中有大量高热稳定性的微米级与亚微米级硬质相（Al₂Ca、Al₂Gd、Al₈Mn₅）颗粒。如图 3f 所示，部分第二相颗粒

位于再结晶的晶界处,说明这些硬质第二相颗粒可以为动态再结晶提供大量的形核位点,在动态再结晶晶粒形核后,还可以通过阻滞晶界的移动从而对再结晶晶粒的长大产生显著的抑制作用,进而促进高速挤压 AZXVM80100 合金中细小再结晶晶粒的形成,这种现象在低速挤压 ZK60-1Ce 合金^[11]与高速挤压 Mg-Bi 基合金^[18,31-37]中均有报道。另一方面,本研究中 AZXVM80100 合金的挤压温度比 Mg-Bi^[18,31-37]和 Mg-Sn^[15]低 50~100 °C,挤压温度的降低会导致坯料挤压变形过程中位错滑移的临界剪切应力增大,从而抑制动态再结晶晶粒的过分生长^[54,55]。综上,高速挤压 AZXVM80100 合金的细晶粒组织主要源于微观组织中高面积分数的微米级与亚微米级硬质第二相颗粒与较低的挤压温度的协同作用,这可以为高速挤压镁合金晶粒组织的调控提供借鉴。

3.2 强韧化分析

本研究中, AZXVM80100 合金经过高速挤压加工后其屈服强度较挤压前的固溶态合金显著提高了约 130.9 MPa,说明高速挤压加工引起的组织变化可以显著提升合金的强度。挤压镁合金的强化机制主要包括晶界强化、沉淀强化、固溶强化、弥散强化和位错强化,而在发生了完全再结晶的高速挤压镁合金中,位错强化对屈服强度的影响极为有限^[18,32],如图 5d 所示,高速挤压 AZXVM80100 合金的 Kernel Average Misorientation (KAM) 图提供了残余位错密度的信息,挤压 AZXVM80100 的平均 KAM 值仅为 0.15,甚至低于以 40 m/min 挤压的 AZ31 和 Mg-5Bi-6Al 合金的 KAM 值^[18],表明位错强化的贡献可以忽略不计。此外,如图 3f 所示,由于挤压速度较高,合金中主要第二相为尺寸在 0.4~6.8 μm 之间的弥散分布的硬质颗粒相;此外,由于 AZXVM80100 合金坯料的挤压变形时间极为短暂 (~4.67 s),挤压过程中能够产生的动态析出相的数量将极为有限,这与已有高速挤压高铝镁合金^[43,44]的微观组织表征结果相一致;因此,推断固溶态 AZXVM80100 合金与挤压态 AZXVM80100 合金之间由沉淀强化和固溶强化引起的强度变化也极其有限^[28,58,59]。但与固溶态合金相比,高速挤压加工后 AZXVM80100 合金具有显著

细化的晶粒组织,根据霍尔-佩奇关系,通过晶界强化引起的屈服强度增加 ($\Delta\sigma_{gb}$) 可以使用方程式 (2) 计算:

$$\Delta\sigma_{gb} = k (d_E^{-\frac{1}{2}} - d_H^{-1/2}) \quad (2)$$

其中, d_E 和 d_H 分别表示挤压态与固溶态样品的平均晶粒尺寸,其值分别为 8.6 μm 与 316.8 μm ,在已有高合金化高速挤压镁合金强韧化机理研究中^[18,28,32,51,60],对于合金元素总量、织构类型与强度相近的 AZXVM80100 合金, k (Hall-Petch 系数) 的值可以取 380 MPa· $\mu\text{m}^{1/2}$ 。计算得出晶界强化引起的屈服强度增量约为 108.2 MPa,约占屈服强度总增量的 82.7%,说明晶粒细化是合金强度提升的主导因素。此外,由于高速挤压加工的显著第二相细化作用,挤压态 AZXVM80100 合金中有部分第二相被细化到亚微米级(图 3f),这些弥散分布的细小硬质第二相颗粒在合金变形过程中也可以通过阻碍位错的运动从而在一定程度上提升合金的强度^[28]。

值得注意的是,挤压态高合金 AZXVM80100 合金在具有较高强度的同时,还兼具约 15% 的室温延伸率,其塑性甚至高于含有较高稀土元素的高速挤压 Mg-Mn-Y (-Ce/Nd)^[42]合金。高速挤压 AZXVM80100 合金的优异的室温塑性与其在拉伸变形过程中启动的位错滑移和孪生行为等微观变形机制密切相关。为了研究其断裂机理,首先对高速挤压 AZXVM80100 合金拉伸试验后的纵向截面 OM 组织和断口 SEM 形貌进行分析,如图 7 所示。在其纵向截面的 OM 组织(图 7a)中可以观察到其断口呈穿晶断裂的特征。此外,与变形前组织(图 3d)相比,还出现了变形孪晶,这表明高速挤压 AZXVM80100 合金在拉伸变形过程中发生了孪生。进一步,从挤压态 AZXVM80100 合金断口形貌(图 7b-c)中可以观察到大量小而深的韧窝、撕裂棱和少量的解理台阶,说明挤压态 AZXVM80100 合金在拉伸变形过程发生了充分的位错滑移^[52],这与已有研究中高速挤压态 Mg-5Bi-6Al 合金断口形貌主要由粗大解理台阶构成的特征^[18]显著不同,这与 AZXVM80100 合金更细小的晶粒尺寸和显著更高的延展性相一致。

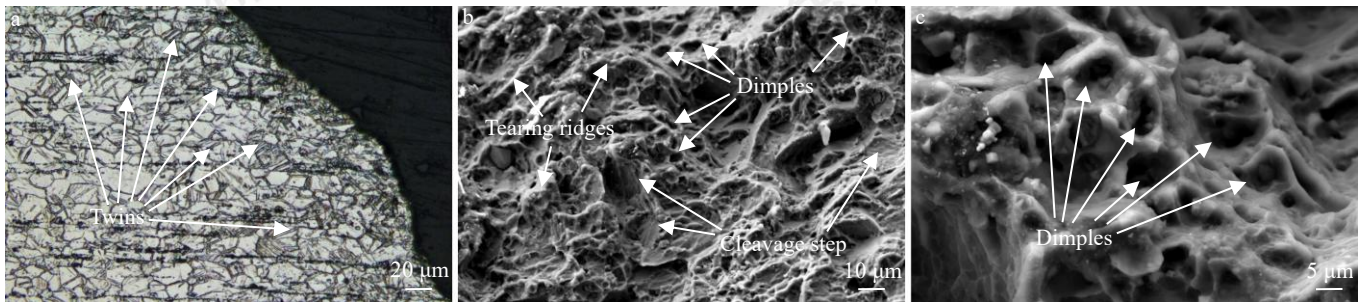


图 7 挤压态 AZXVM80100 合金断口组织与断口形貌: (a) 挤压态 AZXVM80100 合金拉伸断口 OM 组织; (b, c) 挤压态

Fig.7 Microstructure and fracture morphology of as-extruded AZXVM80100 alloy: (a) OM image of tensile fracture specimen (b, c) SEM image of fracture surface

为揭示高速挤压 AZXVM80100 合金的拉伸变形机制, 采用 EBSD 对拉伸到 8%应变的挤压态 AZXVM80100 合金试样的微观组织进行进一步分析, 相关结果如图 8 所示, 从中可以标定出一定数量的 (10-12) 拉伸孪晶、(10-11) 压缩孪晶和 (10-11) - (10-12) 双孪晶, 但这些孪晶的晶界分数较小, 分别约为 6.64%, 7.40%, 8.74%, 表明变形孪生是挤压态 AZXVM80100 拉伸变形的塑性变形机制之一, 但 AZXVM80100 合金中孪生协调应变的能力较为有限, 这与已有研究相一致^[61]。如图 8b-c 所示, AZXVM80100 合金的变形组织中低角度晶界的分数

为 67.47%, 说明位错滑移在协调挤压态 AZXVM80100 的拉伸应变方面起着主导作用, 这与合金断口形貌 (图 7b-c) 中大量的韧窝相一致。相比之下, 在晶粒尺寸粗大的高速挤压 Mg-5Bi-6Al 合金 (EL: 11.9%; d : 27 μm) 和 Mg-5Bi-3Al 合金 (EL: 9.2%; d : 20.9 μm) 的拉伸变形过程中, 变形孪晶在拉伸变形中起着主导作用, 其断口形貌主要由与孪晶相关粗大解理面构成^[18,32]。可见, 挤压态 AZXVM80100 合金细小的再结晶晶粒可以抑制孪生对合金塑性的不利影响, 并促进位错滑移, 进而赋予合金优异的室温塑性。

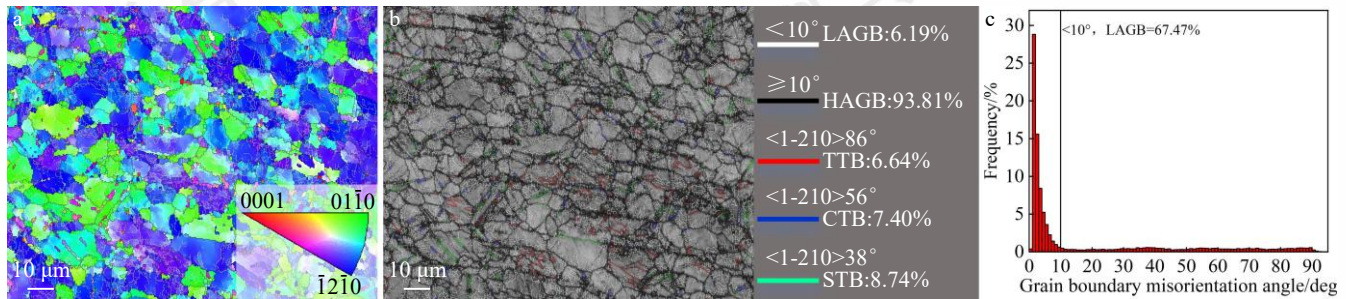


图 8 拉伸应变为 8%时挤压态 AZXVM80100 合金的 EBSD 组织: (a) 8%应变 AZXVM80100 合金 IPF 组织; (b) 8%应变 AZXVM80100 合金 GB 图与不同类型晶界比例; (c) 不同取向差晶界比例分布图

Fig.8 EBSD of the as-extruded AZXVM80100 sample undergone 8% tensile strain: (a) IPF map (b) GB map (c) Misorientation angle distribution graph

4 结论

(1) 对 AZ80 合金进行微量 Ca、Gd 复合合金化, 制备出了一种具有优异挤压性能和良好强塑性能的 Mg-8Al-0.4Zn-0.9Ca-0.2Gd-0.2Mn (AZXVM80100, wt.%), 其可以在 32.4 m/min 的高速挤出条件下安全成形。

(2) AZXVM80100 合金微观组织中原位生成了大量高熔点 Al_2Ca 相、 Al_2Gd 与 Al_8Mn_5 相, 这些高熔点第二相在高速挤压过程中稳定存在, 避免了热裂纹的产生, 并且显著细化了动态再结晶晶粒, 其平均晶粒尺寸为 $8.6 \pm 1.7 \mu\text{m}$ 。

(3) 归因于显著的细晶强化作用与以位错滑移为主导的塑性变形机制, 高速挤压 AZXVM80100 合金兼具优异的强度与塑性, 其屈服强度与延伸率分别为 $257.4 \pm 4.1 \text{ MPa}$ 和 $14.9 \pm 0.8\%$ 。

参考文献 References

[1] She Jia, Chen Jing, Xiong Xiaoming et al. *Journal of Magnesium*

and Alloys[J], 2024, 12(9): 3441-3475

[2] François C. *Energy Policy*[J], 2009, 37: 3832-3842

[3] Joost W J. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*[J], 2012, 64: 1032-1038

[4] Bettles C, Gibson M. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*[J], 2005, 57: 46-49

[5] He Ronghui, Wang Han, Zhang Ze et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2023, 52(11): 3697-3706

[6] Zeng Zhuoran, Stanford N, Davies C H J et al. *International Materials Reviews*[J], 2019, 64(1): 27-62

[7] Meng Shuaiju, Yu Hui, Fan Shaoda et al. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2019, 32(2): 145-168

[8] Gong Yuan, He Jinguang, Wen Jiuba et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2023, 52(2): 508-516

[9] Zhou Mingyang(周明扬), Su Xinxin(苏鑫鑫), Ren Lingbao(任凌宝) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(8): 2149-2155

[10] Atwell D L, Barnett M R. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2007, 38(9): 3032-3041

-
- [11] Yu Hui, Kim Y M, You B S *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2013, 559(1):798-807
- [12] Yu Hui, Park S H, You B S *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2013, 583(20):25-35
- [13] Go J B, Jin S C, Kim H *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 843(30):156026
- [14] Jin S C, Cha J W, Go J B *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2023, 11(1):249-258
- [15] Park S H, Kim S H, Kim H S *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2016, 667(15):170-177
- [16] Kaufman J G. *Wrought alloys: 6xxx Al-Mg-Si alloys. Properties of aluminum alloys*[M]. Materials park (OH): ASM International, 1999:162
- [17] Davies C, Barnett M. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS)*[J], 2004, 56:22-24
- [18] An G W, Jin S C, Lee T *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2025, 13(7):3004-3019
- [19] Murai T, Matsuoka S I, Miyamoto S *et al. Journal of Japan Institute of Light Metals*[J], 2003, 53(1):27-31
- [20] Murai T. *Journal of Japan Institute of Light Metals*[J], 2004, 54(11):472-477
- [21] Nakata T, Xu C, Matsumoto Y *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2016, 673(15):443-449
- [22] Nakata T, Mezaki T, Ajima R *et al. Scripta Materialia*[J], 2015, 101:28-31
- [23] Jiang M G, Xu C, Nakata T *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2016, 678(15):329-338
- [24] Jiang M G, Xu C, Nakata T *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2016, 667(14):233-239
- [25] Nakata T, Mezaki T, Xu C *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 648(5):428-437
- [26] Elsayed F R, Sasaki T T, Ohkubo T *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2013, 588(20):318-328
- [27] Meng Shuaiju(孟帅举), Zhang Mingchi(张明池), Wang Menglu(王孟璐) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2025, 54(5):1245-1253
- [28] Meng Shuaiju(孟帅举), Yu Hui(余晖), Zhang Huixing(张彗星) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2016, 52(7):811-820
- [29] Yu Hui, Fan Shaoda, Meng Shuaiju *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2021, 9(3):983-994
- [30] Jung J G, Park S H, You B S. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 627(5):324-332
- [31] Cha J W, Jin S C, Park S H. *Transactions of Materials Processing*[J], 2022, 31(5):253-260
- [32] Cha J W, Jin S C, Jung J G *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2022, 10(10):2833-2846
- [33] Cha J W, Jin S C, Park S H. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2023, 862(18):144490
- [34] Jin S C, Cha J W, Kim H J *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2024, 28:4363-4369
- [35] Jin S C, Cha J W, Joo S H *et al. Materials Characterization*[J], 2021, 181:111500
- [36] Cha J W, Jin S C, Park S H. *Transactions of Materials Processing*[J], 2022, 31(2):73-80
- [37] Wang Qinghang, Wang Li, Zhai Haowei *et al. Journal of Materials Research and Technology*[J], 2023, 27:6997-7002
- [38] Nakata T, Xu C, Ajima R *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2018, 712(17):12-19
- [39] Nakata T, Xu C, Ajima R, K *et al. Acta Materialia*[J], 2017, 130(15):261-270
- [40] Lu Xing, Zhao Guoqun, Zhou Jixue *et al. Vacuum*[J], 2018, 157:180-191
- [41] Mishra R K, Gupta A K, Rao P R *et al. Scripta Materialia*[J], 2008, 59(5):562-565
- [42] Bohlen J, Yi S, Letzig D *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2010, 527(26):7092-7098
- [43] Kim H J, Kim S H, Lee S W *et al. Metals and Materials International*[J], 2021, 27:514-521
- [44] Lee D H, Kim Y J, Kim S H *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2022, 10(12):3447-3458
- [45] Feltham P. *Metallurgical Treatises*[M]. Warrendale: Metallurgical Society, 1956:440
- [46] Koltgyn A V, Bazhenov V E, Belova E A *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J], 2013, 1(3):224-229
- [47] Sun Yuehua, Wang Ruichu, Peng Chaoqun *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2024, 32(8):2494-2509
- [48] Hong Q, Ushakov S V, Walle A V D *et al. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*[J], 2022, 119(36):e2209630119
- [49] Ye Haizhi, Liu Xingyang. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2006, 419(1-2):54-60
- [50] Meng Shuaiju, Yu Hui, Zhang Huixing *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2017, 690(6):80-87
- [51] Stanford N, Atwell D, Beer A *et al. Scripta Materialia*[J], 2008, 59(7):772-775
- [52] Meng S J, Yu H, Fan S D *et al. Materials Letters*[J], 2020, 261(15):127066
- [53] Meng Shuaiju, Yu Hui, Li Lichao *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 834(5):155216
- [54] Jin S C, Lee J U, Go J B *et al. Journal of Magnesium and*

- Alloys*[J],2022,10(3):850-861
- [55] Meng Shuaiju(孟帅举),Song Jinlong(宋金龙),Chen Keyi(陈可意)et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J],DOI:10.12442/j.issn.1002-185X.20240480.
- [56] Robson J D, Henry D T, Davis B. *Materials Science and Engineering: A*[J],2011,528(12):4239-4247
- [57] Wang Qinghang, Wang Li, Zhai Haowei et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J],2023,968(15):172187
- [58] Nie K, Zhu Z, Munroe P et al. *Journal of Materials Science*[J],2019,55: 3588-3604
- [59] Jiang H S, Qiao X G, Xu C et al. *Materials & Design*[J],2016,108(15):391-399
- [60] Yu Huihui, Xin Yunchang, Wang Maoying et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J],2018,34(2):248-256
- [61] Chaudry U M, Tariq H M R, Zubair M et al. *Journal of Magnesium and Alloys*[J],2023,11(11):4146-4165

Microstructure and Mechanical Properties of High-speed Extruded Mg-8Al-0.4Zn-0.9Ca-0.2Gd-0.2Mn Alloy

Meng Shuaiju^{1,2,3}, Wang Menglu¹, Chen Jianfei¹, Zhang Jianjun^{1,2,3}, Yang Guirong¹, Bi Guangli¹

(1 State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, School of Materials Science and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

(2 Wenzhou Engineering Institute of Pump and Valve, Lanzhou University of Technology, Wenzhou 325000, China)

(3 Dongguan Eontec Co., Ltd., Dongguan 523662, China)

Abstract: Improving the extrusion speed of Mg alloys is crucial for expanding their applications. Here we show a novel heavily alloyed Mg-8Al-0.4Zn-0.9Ca-0.2Gd-0.2Mn (AZXVM80100, wt.%) alloy having outstanding extrudability and good mechanical performance. It can be extruded at a die exit speed of 32.4 m/min without any hot cracks. The excellent extrudability is mainly attributed to the dominant presence of Al₂Ca, Al₂Gd and Al₈Mn₅ phases with high thermal stability, which did not melt despite the substantial amount of deformation heat generated during the high-speed (32.4 m/min) extrusion, avoiding hot cracking. Meanwhile, these thermally stable Al₂Ca, Al₂Gd, and Al₈Mn₅ phases exerted a remarkable refining effect on the recrystallized grains. Besides, the as-extruded AZXVM80100 alloy displays a fully dynamic recrystallized microstructure. It has a typical basal texture and fine grains with an average grain size of 8.6±1.7 μm. Owing to the significant grain boundary strengthening, the as-extruded AZXVM80100 alloy demonstrates a high tensile yield strength of 257.4±4.1 MPa. Furthermore, the as-extruded AZXVM80100 alloy also exhibits a high elongation of 14.9±0.8%, which is dominantly coordinated by dislocation slip. The newly developed high speed extrudable AZXVM80100 alloy, containing large amounts of cheap elements (Al, Zn, Ca, Mn) and trace amounts of rare earth (Gd), has great potential in manufacturing extrusion profiles because of its good strength-ductility synergy.

Key words: magnesium alloy; high-speed extrusion; microstructure; mechanical properties

Corresponding authors: Meng Shuaiju, Ph. D., Associate Researcher, State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, Tel: 15332005165, E-mail: shuaijumeng@163.com; sjmeng@lut.edu.cn
Zhang Jianjun, Ph. D., Lecturer, School of Materials and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, Tel: 18822027019, E-mail: E-mail: Zhangjjcr7@163.com