

V对Mg-Zn-Y镁合金微观组织和热压缩行为的影响

郝建强^{1, 2}, 赵侃¹, 王碧心¹, 张金山²

(1. 晋中学院材料科学与工程系, 山西晋中 030619;
2. 太原理工大学材料科学与工程学院, 山西太原 030024)

摘要: 采用光学显微镜、扫描电镜、XRD衍射仪、电子万能试验机和Gleeble-3800热模拟试验机研究了V对Mg-Zn-Y镁合金微观组织和热压缩行为的影响。结果表明: 铸态Mg-Zn-Y-V合金的微观组织主要包括基体 α -Mg、条块状LPSO相($Mg_{12}ZnY$)与网状W相($Mg_3Zn_3Y_2$)。适量V的加入可以有效地细化晶粒, 促进LPSO相的形成, 抑制W相的产生; 当加入的V含量为0.4%时, 合金的屈服强度和抗拉强度最高, 分别是131 MPa、203 MPa; 当加入的V含量为0.6%时, 合金的伸长率最高, 为9.4%。适量V的加入可提高Mg-Zn-Y镁合金的热变形能力; 当合金中添加0.6% V时, 使Mg-Zn-Y合金流变应力减少, 再结晶晶粒的尺寸和体积分数增加。

关键词: Mg-Zn-Y合金; 热压缩; V微合金化; 长周期有序堆垛结构

作者简介:

郝建强(1988-), 男, 博士, 副教授, 主要从事镁合金强韧化的研究。电话: 13100140548, E-mail: jianqianghao@yeah.net。

中图分类号: TG146.2;
TG113

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2025)
05-0633-07

基金项目:

山西省基础研究计划项目(20210302124424);
国家自然科学基金项目(51574175和51474153)。
收稿日期:

2024-08-13 收到初稿,
2024-10-02 收到修订稿。

镁合金作为目前最轻的金属结构材料, 在工程材料中引人注目^[1-5], 具有密度低、比强度高和散热性好等优点, 在现实生活和工业生产中具有广泛的应用。然而, 其应用范畴也因具有密排六方结构, 对称性低和塑性以及高温性能差而受到一定制约, 因此改善镁合金的性能成为众多学者的研究课题。

近年来, Mg-Zn-Y合金因其卓越的力学性能成为了学术研究的焦点, 特别是在研究LPSO相增强作用方面^[6-15]。LPSO相, 作为Mg-Zn-Y合金中的一种具有结构和化学有序性的强化相, 展现出了显著提高合金力学性能的巨大潜力, 这在一定程度上优化了工程材料的选择, 使镁及镁合金成为了新时代具有广阔发展前景的材料。早在2001年, Kawamura等通过试验制备出了具有LPSO相的 $Mg_{97}Zn_1Y_2$ 镁合金^[16]。室温时其抗拉强度为610 MPa, 伸长率为5%。然而, Mg-Zn-Y合金中存在枝晶, 容易发生偏析现象, 影响合金力学性能。2015年, 王杰等研究了Ca合金化对具有长周期组织的 $Mg_{94}Zn_{2.5}Y_{2.5}Mn_1$ 合金组织和性能的影响规律, 发现微量的Ca元素可以细化晶粒, 促进LPSO相的形成, 当Ca含量为0.34 at.%时, 合金的抗拉强度达到231 MPa, 伸长率为8.5%^[17]。因此, 可以通过在合金中加入不同微量元素来制备不同类型的镁合金, 从而提升合金力学性能。钒(V)具有良好的延展性和韧性, 熔点高, 强度高, 且有活泼的化学性质, 能与许多元素发生化学反应, 目前已被广泛应用于合金和碳钢中, 不仅会对变形过程产生影响, 还可以提升合金的力学性能。如张超的研究表明, 将一定量的V添加到在AZ91D镁合金中, 会在镁基体内沉淀析出 Al_3V (金属间)化合物, 并呈弥散分布状态。伴随着合金的凝固过程, 大部分颗粒会聚集在固液界面处, 阻碍位错的运动, 增大位错运动阻力, 起到细晶强化作用^[18]。然而, 目前关于V对LPSO相增强镁合金的影响还没有系统的报道。因此, 本文将微量V元素添加到Mg-Zn-Y镁合金中, 研究了不同V含量(0、0.2%、0.4%、0.6%、0.8%)对其微观组织和力学性能的影响, 随后对优化得到的合金进行了热压缩试验, 研究了V对Mg-Zn-Y合金热变形行为的影响, 从而为合金的设计与制备提供有益的参考依据。

1 试验材料与方法

本试验所需的镁合金材料选用纯Mg、纯Zn、纯Y、纯V，质量分数都为99.99%。使用前，对Mg和Zn原材料进行打磨，去除其表面的氧化层。为了后续的加工和方便使用，将Y原材料切割成小颗粒，以便更好地熔入合金中。熔炼过程中首先加入Mg块和Zn块，待其熔化后，温度升至750℃加入Y颗粒和V粉末，搅拌2~3 min，保温20 min，确保其通过高温扩散熔入。合金的熔炼在坩埚电阻炉上进行，由于纯镁极易与氧气发生反应，产生燃烧现象，且稀土元素遇到高温会发生氧化，所以在熔炼过程中为了防止试验原料发生燃烧和氧化而形成杂质进一步影响到试验进程，故选择加入氩气用作保护气体。金属熔炼至750℃保温30 min，随后浇注入预热至200℃的模具，凝固成铸锭，用于后续试验。熔炼坩埚和浇注模具都是采用45#钢制成的，熔炼前需要在坩埚表面刷一层涂料阻隔开坩埚与熔液，坩埚单次熔炼约150 g左右，浇注模具浇注口直径为25 mm，底部直径为21 mm。

合金的相组成使用Y-2000型XRD衍射仪进行测

试，选用靶材为Cu靶，电压为30 kV，工作电流为20 mA，扫描速度为2°/min，扫描范围为20°~80°。显微组织的观察采用Leica DM2700-M型光学显微镜和TESCAN-MIRA3型扫描电子显微镜，扫描电子显微镜上配有OXFORD型EDS能谱分析仪。力学性能的测试采用AGS-X-100kN型号电子万能试验机，拉伸速度为0.2 mm/min，拉伸试样尺寸如图1所示。合金的平均晶粒尺寸用Nano Measurer 1.2软件进行测试。热压缩试验用Gleeble-3800热模拟试验机进行，压缩温度为450℃，应变速率为0.01 s⁻¹，热压缩试验示意图和组织观察位置示意图分别如图2(a)和(b)所示。

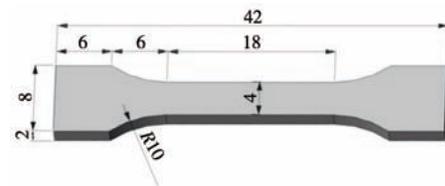
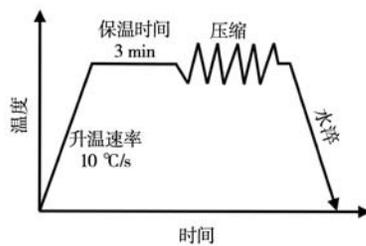
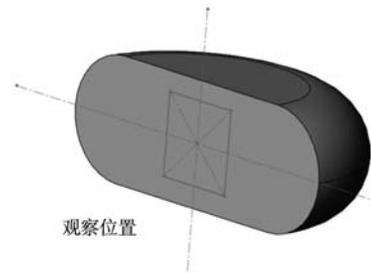


图1 拉伸试样尺寸

Fig. 1 Dimension of tensile specimen



(a) 热压缩试验



(b) 组织观察位置示意图

图2 热压缩试验和组织观察位置示意图

Fig. 2 Schematic diagram of thermal compression experiment and microstructure observation

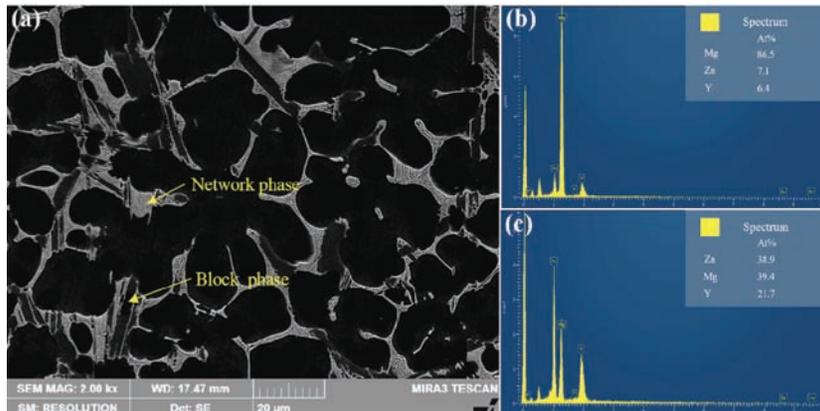
2 试验结果与分析

2.1 显微组织分析

图3(a)为加入0.6% V后Mg-Zn-Y合金的扫描电镜(SEM)图，从图中可以看出，合金的微观结构中主要有三种不同的相，即基体相 α -Mg、条块状第二相和网状第二相。图3(b)为条块状第二相的EDS分析结果。图3(c)为网状第二相的EDS分析。图4为加入0.6% V后Mg-Zn-Y合金的XRD图谱。通过EDS和XRD分析，可确认出组织中的条块状第二相为LPSO相($Mg_{12}ZnY$)，网状第二相为W相($Mg_3Zn_3Y_2$)。

图5(a)至图5(f)显示了不同V含量的Mg-Zn-Y合金铸造时的微观组织以及合金中 α -Mg基体的平均晶粒尺寸。分析图5(a)至图5(e)，可以明显看出，随着V含量的增加， α -Mg基体晶粒尺寸出现了先减小后又增大的现象。从图5(f)可以看到，当分别添加

0、0.2%、0.4%、0.6%和0.8%的V后，铸态Mg-Zn-Y合金的平均晶粒尺寸分别为58.72 μm 、45.53 μm 、36.84 μm 、24.68 μm 和53.27 μm 。当没有添加V时，铸态合金的平均晶粒尺寸约为58.72 μm ，为5种合金中平均晶粒尺寸最大的。当添加V的含量为0.6%时，合金中的平均晶粒尺寸较小，约为25 μm 。由此可以看出，合金中微量V的加入可以有效地细化晶粒。V的熔点高，约为1890℃，而且V元素在 α -Mg基体中的溶解度低，后续通过XRD测试并没有检测到V与其他元素形成化合物，所以在浇注后的冷却凝固过程中，Mg没有潜在的形核位点，但是可以依附在最先析出的V颗粒表面形核并长大，通过异质形核质点细化晶粒，合金凝固过程的示意图如图6所示。另一方面凝固过程中首先析出的V颗粒会聚集在固液界面前沿，钉扎晶界，阻碍晶粒长大，进一步达到细化效果。由于V的密度比镁大，当V



(a) 加入0.6% V后Mg-Zn-Y合金的SEM图；(b) 条块状第二相EDS能谱图；(c) 网状第二相的EDS能谱图

图3 加入0.6% V后Mg-Zn-Y合金的SEM图，条块状第二相和网状第二相的EDS能谱图

Fig. 3 SEM image of the Mg-Zn-Y alloy after addition of 0.6 wt.% V, EDS analysis results of the block second phase and network second phase

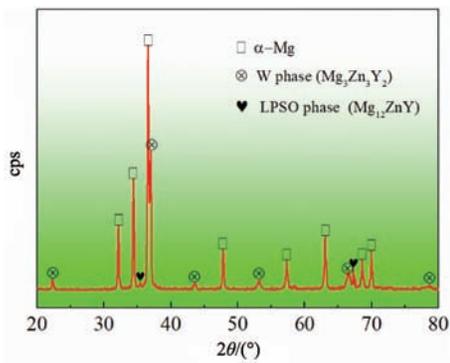
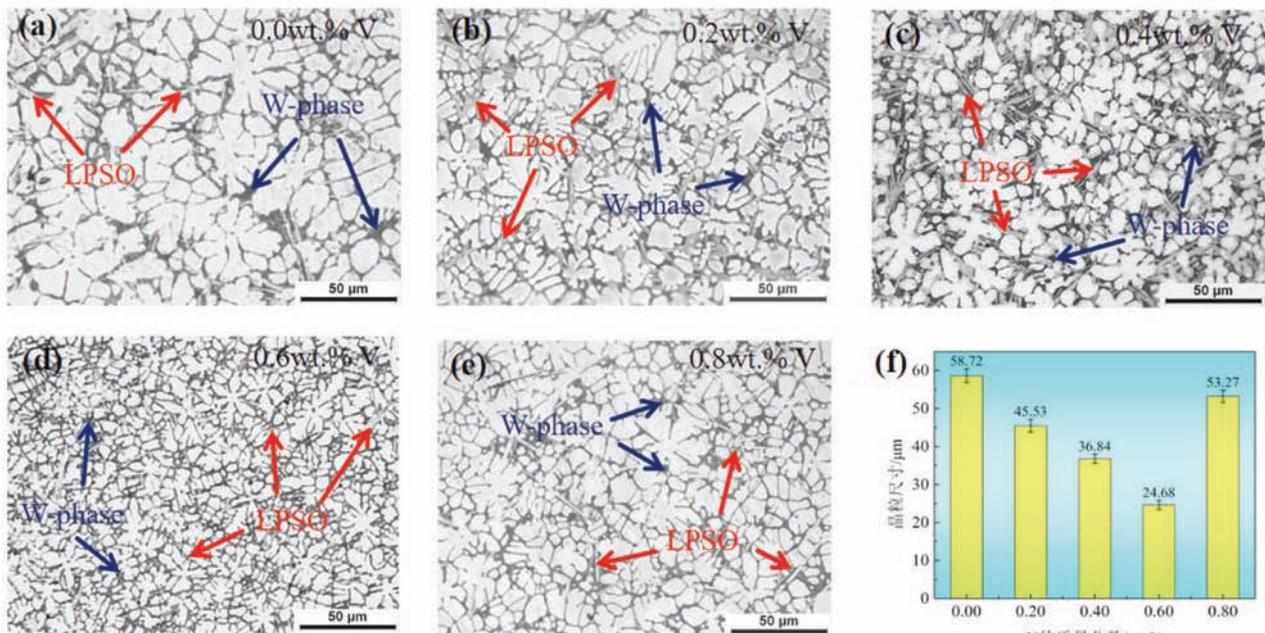


图4 加入0.6% V后Mg-Zn-Y合金的XRD图谱

Fig. 4 XRD pattern of Mg-Zn-Y alloy after addition of 0.6% V

的添加量大于0.6%后，V粉末颗粒团聚并下沉到坩埚底部，使有效添加量降低，从而使得晶粒尺寸有增加的趋势。

图7展示了不同含量V元素添加到Mg-Zn-Y合金后，对LPSO相和W相体积分数产生的影响。从图7可以看出，随着V含量的递增，合金中LPSO相的体积分数呈现出一个先上升后下降的趋势；同时，W相的体积分数则呈现相反的变化即先减少后增加。当V的添加量为0.4%时，合金中的LPSO相的体积分数达到峰值，从原来的18%上升至28%；同时，W相的体积分数从21%下降至12%，达到其最低点。这一变化表明适量V的加入可以有效地促进LPSO相的形成，同时抑制W



(a~e) OM照片；(f) 基体相的平均晶粒尺寸统计

图5 Mg-Zn-Y-V合金组织

Fig. 5 Structure of Mg-Zn-Y-V alloy

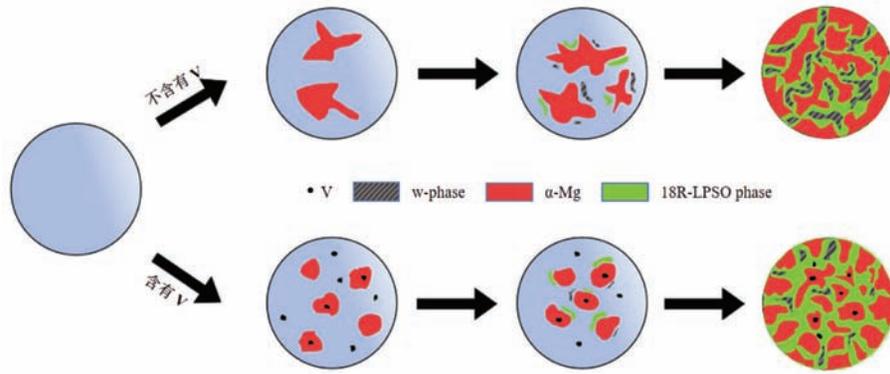


图6 合金凝固过程示意图

Fig. 6 Diagram of solidification process of the alloy

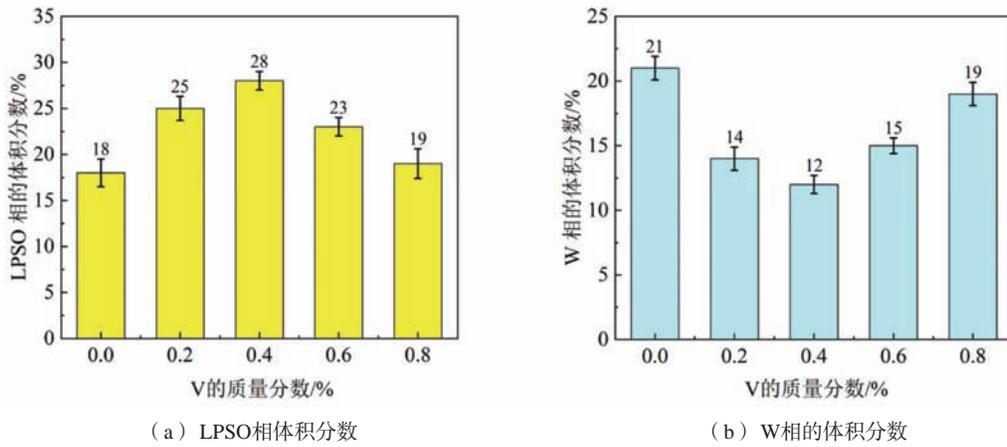


图7 Mg-Zn-Y合金中添加不同含量V后LPSO相和W相的体积分数

Fig. 7 Volume fractions of LPSO phase and W phase of Mg-Zn-Y alloy added with different contents of V

相的形成。合金凝固过程中，Zn和Y原子倾向于在晶界处聚集。从成分上而言，LPSO ($Mg_{12}ZnY$) 相的形成比W ($Mg_3Zn_3Y_2$) 相需要的Zn和Y原子少；除此之外，LPSO的相变温度比W相要高，更容易优先形成。此外，V的熔点高，且V元素在 α -Mg基体中的溶解度低，V元素的加入增加了合金的过冷度，这在一定程度上限制了Zn和Y原子的移动，进而促进了LPSO相的形

成。鉴于Zn和Y原子的总量是恒定的，它们在LPSO相形成过程中被大量消耗，从而导致减少W相形成。

2.2 力学性能分析

图8展示了不同含量的V元素对铸态Mg-Zn-Y合金整体力学性能的影响。分析数据发现，随着V含量的增加，合金的屈服强度、抗拉伸强度以及伸长率都遵循

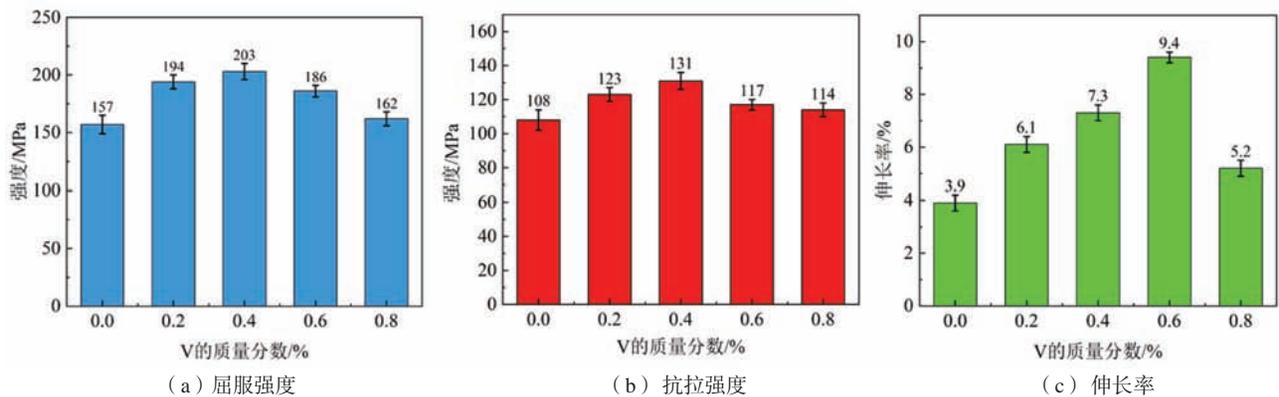


图8 添加不同含量V至Mg-Zn-Y合金中的力学性能

Fig. 8 Mechanical properties of adding different contents of V to Mg-Zn-Y alloy

先上升后下降的变化规律。当V的添加量为0.4%时,合金的屈服强度与抗拉伸强度均达到了最优状态,屈服强度高达131 MPa,抗拉伸强度为203 MPa;而添加0.6% V时,伸长率达到了最高,为9.4%。合金力学性能的提升,主要源于以下几个关键因素的影响。一方面,由Hall-Petch公式 $\sigma_s = \sigma_0 + kd^{-1/2}$ 可知,晶粒越细,合金的屈服强度越高。由前面的研究结果可知,V的加入可以有效细化晶粒,所以合金的强度得到明显提升。另一方面,V元素的加入促进了LPSO相的形成,LPSO相在Mg-Zn-Y合金中扮演着重要的强化角色,它不仅能够有效地阻碍位错运动,还能在受力过程中承受晶粒间载荷的转移,增强了合金的承载能力。这些共同作用,使合金的屈服强度、抗拉强度等力学性能得到了显著提升。

当V的添加量为0.4%时,合金的屈服强度和抗拉伸强度均达到最大值;这主要归因于此时材料中LPSO相的含量相对较高,从而显著增强了材料的强度。然而,当V的添加量为0.6%时,材料的伸长率表现出较高的数值。这主要是因为此时合金的平均晶粒尺寸最小;这种细小的晶粒结构有助于促进细晶强化效果,

进而提升合金的塑性,使其展现出较好的延展性。

2.3 热压缩后V对Mg-Zn-Y合金流变应力的影响

图9(a)和(b)是条件为 0.01 s^{-1} 的应变速率,温度为 $450 \text{ }^\circ\text{C}$ 时,Mg-Zn-Y合金和Mg-Zn-Y-V合金的应力-应变曲线。分析图9(a)和(b)可以得到:试样所受应力的大小与添加的V含量有关。当温度和反应速率都不变时,Mg-Zn-Y合金的应力呈现先急剧增加的趋势,到达80 MPa左右时增加速率逐渐变缓,到达一定峰值93 MPa后,呈现逐渐减小的趋势。从整体来看,该合金的平均应力围绕在75 MPa左右。而对于Mg-Zn-Y-V合金,其应力刚开始也是呈现大幅度增加的趋势,但增加到75 MPa时,就已经达到峰值,之后的应力状态就呈现下降的趋势。整体的平均应力大约在60 MPa左右。显然可以知道,将V元素添加到Mg-Zn-Y合金中,可以减小试样所受的流变应力,提高合金的热变形能力;这主要是因为V的加入可以有效细化晶粒,而晶粒在高温条件下的强化作用减弱,所以合金的流变应力会减小。

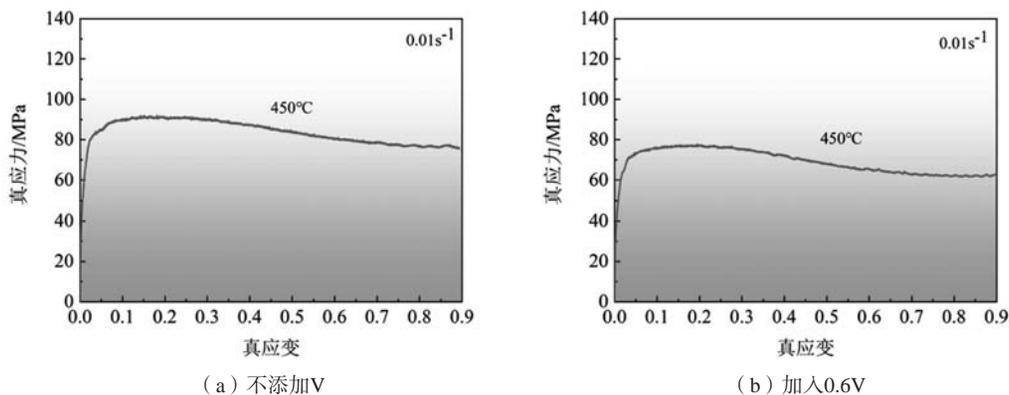


图9 不添加V和加入0.6%V后Mn-Zn-Y合金的应力-应变曲线
Fig. 9 Stress-strain curves of Mn-Zn-Y alloy after no addition of V and addition of 0.6% V

2.4 热压缩后V对Mg-Zn-Y合金显微组织的影响

温度为 $450 \text{ }^\circ\text{C}$ 、反应速率为 0.01 s^{-1} 的条件下,Mg-Zn-Y的金相照片及其再结晶晶粒尺寸分布如图10(a)和(b)所示。Mg-Zn-Y-V的金相照片及其再结晶晶粒尺寸分布图如图10(c)和10(d)所示。进行对比后可以发现:再结晶晶粒体积分数和晶粒尺寸的大小与V元素的加入有关。对于没加V的镁合金,发生的不完全动态再结晶,其最大粒径为 $4.71 \mu\text{m}$,最小粒径为 $1.11 \mu\text{m}$,平均粒径为 $2.70 \mu\text{m}$ 。加入0.6% V的镁合金,发生的几乎为完全动态再结晶,其最大粒径为 $6.83 \mu\text{m}$,最小粒径为 $3.29 \mu\text{m}$,平均粒径为 $5.19 \mu\text{m}$ 。因此,在相同的温度和变形速率条件下,V的加入能增大再结晶晶粒的体积分数和尺寸。由前面的试验结果可知,V的加

入可以有效细化晶粒和促进LPSO相的形成,而LPSO相对于动态再结晶行为具有抑制作用,所以,V的加入能增大再结晶晶粒的体积分数和尺寸主要是因为晶粒细化。

3 结论

本文主要以Mg-Zn-Y合金为研究对象,在该合金中加入V进行合金化,研究不同含量的V对合金显微组织的影响规律。并进行常温拉伸测试,研究V对合金力学性能的影响,确定出最佳添加量的Mg-Zn-Y-V合金。然后对Mg-Zn-Y-(V)合金进行热压缩试验,研究V对合金热变形行为的影响,得出如下结论。

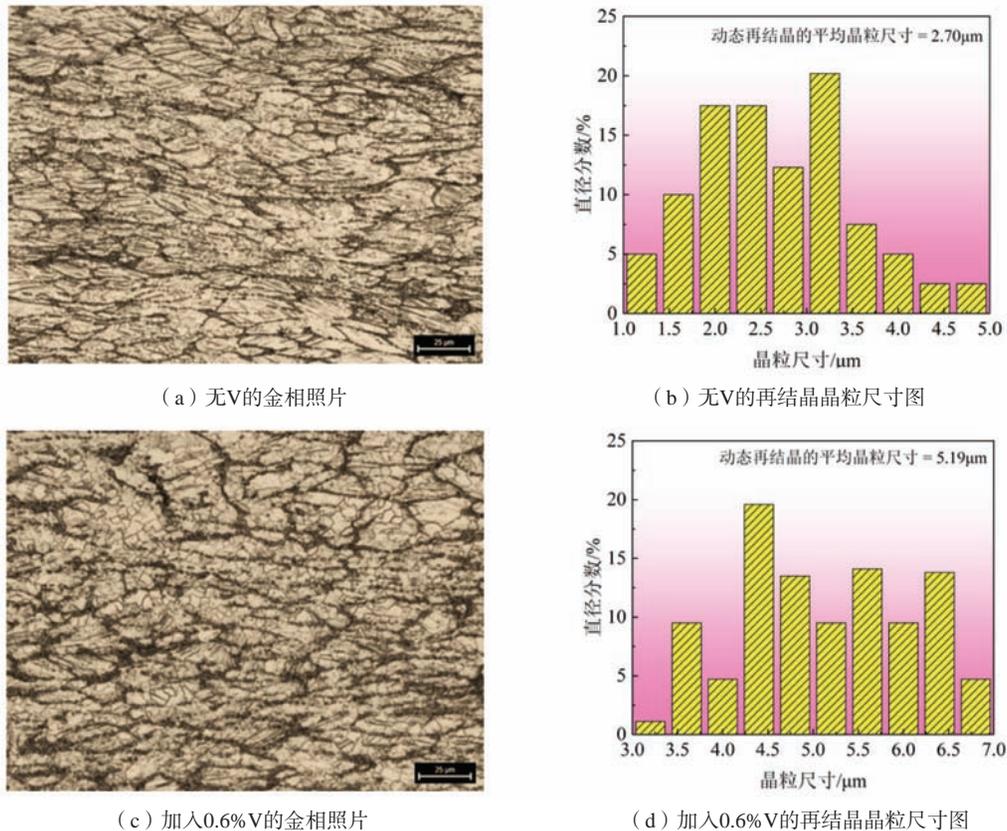


图10 在应变速率为 0.01 s^{-1} ，变形温度为 $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 下，无V和0.6%V的Mn-Zn-Y合金的金相照片与再结晶晶粒尺寸图

Fig. 10 Metallographic photographs and recrystallized grain size of Mn-Zn-Y alloys without V and with 0.6% of V added at a strain rate of 0.01 s^{-1} and a deformation temperature of $450 \text{ }^{\circ}\text{C}$

(1) 铸态Mg-Zn-Y-V合金主要由 α -Mg基体相、LPSO相(Mg_{12}ZnY)与W相($\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Y}_2$)组成。

(2) 加入适量的V可以有效地细化组织晶粒，促进LPSO相的形成并抑制W相的生成。随着V含量的不断增加，合金的平均晶粒尺寸呈现先减小后增加的现象；合金中LPSO相的体积分数出现先上升后下降的趋势，而W相与LPSO相反，是先下降后上升。当加入的V含量为0.4%时，LPSO相的体积分数达到峰值，W相的体积分数达到最小值。当加入的V含量为0.6%时，合金的平均晶粒尺寸较细，约为 $24.68 \mu\text{m}$ 。

(3) V的加入可以明显提高Mg-Zn-Y-V合金的力学性能。随着V含量的增加，合金的屈服强度、抗拉强度和伸长率会先提高后降低。当加入的V含量为0.4%时，合金的屈服强度和抗拉伸强度较高，分别是 131 MPa 、 203 MPa ；当加入的V含量为0.6%时，合金的伸长率最高，为9.4%。

(4) 在进行热压缩试验时，合金试样所受流变应力与V元素的添加密切相关。当应变速率与温度固定不变时，V的添加使合金流变应力减小；与此同时，再结晶晶粒的尺寸和体积分数增加。

参考文献:

- [1] 张亚彤, 张金山, 张哲. Mo微合金化对铸态 $\text{Mg}_{94}\text{Zn}_{2.5}\text{Y}_{2.5}\text{Mn}_1$ 合金显微组织和力学性能的影响[J]. 铸造, 2018, 67(7): 575-579.
- [2] HAO J Q, ZHANG J S, LI B Q, et al. Effects of 14H LPSO phase on the dynamic recrystallization and work hardening behaviors of an extruded Mg-Zn-Y-Mn alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2021, 804: 140727.
- [3] HAO J Q, ZHANG J S, XU C X, et al. Optimum parameters and kinetic analysis for hot working of a solution-treated Mg-Zn-Y-Mn magnesium alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 754: 283-296.
- [4] 张金山, 王晓明, 杜二玲等. Y和Mn含量优化对铸态MgZnYMn球形准晶形成的影响[J]. 铸造, 2009, 58(1): 24-27.
- [5] KIM I J, BAE D H, KIM D H. Precipitates in a Mg-Zn-Y alloy reinforced by an icosahedral quasicrystalline phase[J]. Materials Science and Engineering A, 2003, 359: 313-318.
- [6] LEEA J Y, KIM D H, LIM H K, et al. Effects of Zn/Y ratio on microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-Y alloys[J]. Materials Letters, 2005, 59: 3801-3805.

- [7] LUO S Q, TANG A T, PAN F S, et al. Effect of mole ratio of Y to Zn on phase constituent of Mg-Zn-Zr-Y alloys [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2011, 21: 795-800.
- [8] QI F G, ZHANG D F, ZHANG X H, et al. Effect of Y addition on microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-Mn alloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24: 1352-1364.
- [9] XU D K, LIU L, XU Y B, et al. The influence of element Y on the mechanical properties of the as-extruded Mg-Zn-Y-Zr alloys [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2006, 426: 155-161.
- [10] ZHANG Z Q, LIU X, WANG Z K, et al. Effects of phase composition and content on the microstructures and mechanical properties of high strength Mg-Y-Zn-Zr alloys [J]. Materials and Design, 2015, 88: 915-923.
- [11] YAMASAKI M, KAWAMURA Y. Thermal diffusivity and thermal conductivity of Mg-Zn-rare earth element alloys with long-period stacking ordered phase [J]. Scripta Materialia, 2009, 60: 264-267.
- [12] QI F G, ZHANG D F, ZHANG X H, et al. Effects of Mn addition and X-phase on the microstructure and mechanical properties of high-strength Mg-Zn-Y-Mn alloys [J]. Materials Science and Engineering A, 2014, 593: 70-78.
- [13] HAO J Q, ZHANG J S, XU C X, et al. Effects of spheroidizing treatment on the dynamic recrystallization behavior and yield asymmetry of an extruded Mg₉₄Zn_{2.5}Y_{2.5}Mn₁ alloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2019, 743: 274-279.
- [14] HAO J Q, ZHANG J S, XU C X, et al. Effects of Ti addition on the formation of LPSO phase and yield asymmetry of Mg-Zn-Y-Mn alloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2018, 735: 99-103.
- [15] CHENG P, HAO Y H, LU R P, et al. Effects of Ti addition on the microstructure and mechanical properties of cast Mg-Gd-Y-Zn alloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2017, 708: 482-491.
- [16] KAWAMURA Y, HAYASHI K, INOUE A, et al. Rapidly solidified powder metallurgy MgZn₁Y₂ alloys with excellent tensile yield strength above 600 MPa [J]. Materials Transactions, 2001, 42 (7): 1172-1176.
- [17] WANG J, ZHANG J S, ZONG X M, et al. Effects of Ca on the formation of LPSO phase and mechanical properties of Mg-Zn-Y-Mn alloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2015, 648: 37-40.
- [18] 张超, 刘建瑞, 黄卫东. 微量钒对AZ91D镁合金显微组织的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40 (7): 1173-1177.

Effects of V on the Microstructure and Hot Compression Behavior of Mg-Zn-Y Magnesium Alloy

HAO Jian-qiang^{1,2}, ZHAO Kan¹, WANG Bi-xin¹, ZHANG Jin-shan²

(1. Department of Materials Science and Engineering, Jinzhong University, Jinzhong 030619, Shanxi, China; 2. School of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, Shanxi, China)

Abstract:

The effects of V on the microstructure and hot compression behavior of Mg-Zn-Y magnesium alloys were investigated by optical microscope, scanning electron microscope, XRD diffractometer, electronic universal testing machine and Gleeble-3800 thermal simulation experimental machine. The results show that the microstructure of the Mg-Zn-Y-V alloy as-cast mainly consists of the α -Mg matrix, block LPSO phase (Mg_{12}ZnY) and eutectic W phase ($\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Y}_2$). The addition of moderate amount of V could effectively refine the grain, promote the formation of LPSO phase and inhibit the generation of W phase. The yield strength and tensile strength of the alloy are the highest when the added V content was 0.4%, which were 131 MPa and 203 MPa, respectively. The elongation of the alloy was the highest when the added V content was 0.6%, which was 9.4%. The addition of moderate amount of V improved the thermal deformation ability of Mg-Zn-Y magnesium alloy. When 0.6% V was added to the alloy, it made the flow stress of Mg-Zn-Y alloy reduce, and the size and volume fraction of the recrystallized grains increase.

Key words:

Mg-Zn-Y alloy; thermal compression; V microalloying; long-period stacking ordered structure