

均匀化退火处理对 AZ91 镁合金热轧变形组织与力学性能的影响

郑留伟^{1,2,3}, 梁伟^{1,2}, 赵子龙^{1,2}, 李亚娥^{1,2}, 王红霞^{1,2}, 王一德^{1,4}

(1. 太原理工大学, 山西 太原 030024)

(2. 先进镁基材料山西省重点实验室, 山西 太原 030024)

(3. 山西工程职业技术学院, 山西 太原 030009)

(4. 太原钢铁集团有限公司, 山西 太原 030003)

摘要: 为改善铸态 AZ91 镁合金组织不均匀性, 提高其轧制成型能力, 研究了均匀化退火处理对 AZ91 镁合金轧制变形前后微观组织及力学性能的影响。结果表明: 均匀化退火处理可以有效改善合金组织中第二相分布; 经 400 °C、多道次轧制后, 沿晶界分布的细长条状 $Mg_{17}Al_{12}$ 相数量显著减少, 部分脆性 $Mg_{17}Al_{12}$ 相发生断裂, 以小颗粒状弥散分布于晶界附近和基体内部。均匀化后轧制合金比铸态轧制合金强度略有提高, 而伸长率提高达 50%。轧制后合金的拉伸断口形貌也显示合金塑性得到明显改善。

关键词: 均匀化退火处理; AZ91 镁合金; 轧制; $Mg_{17}Al_{12}$ 相

中图分类号: TG146.2⁺2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)05-1296-06

镁及镁合金是目前实际工程应用中最轻的金属结构材料, 具有密度小、比强度高、良好的导热性和电磁屏蔽性, 及易循环利用等一系列优点, 被誉为“21 世纪的绿色结构材料”^[1-3]。但受制于材料制备和加工工艺等方面的不足, 镁合金的应用仍以力学性能较差的铸造产品为主, 这严重制约着镁合金在汽车制造、电子通讯和航空航天等领域的应用拓展^[4]。与铸造镁合金相比, 变形镁合金组织致密、晶粒细小、具有更多样化的组织结构与优良的力学性能, 有极大的发展潜力和应用前景^[5,6]。但由于镁合金的晶体结构属于密排六方, 滑移系少, 塑性成型能力差, 成材率低, 极大地限制了镁合金板材的应用, 而轧制成型作为最经济有效的塑性加工方法, 已成为镁合金研究应用领域的热点之一^[7]。

AZ91 镁合金是商用最广泛的镁合金之一, 其产品仍以铸造态合金为主。与轧制技术应用较为成熟的 AZ31 板材相比, AZ91 板材的轧制成型仍较为困难, 其塑性变形内在机制尚不清晰, 合适的轧制工艺参数研究等鲜有报道。AZ91 镁合金铸态组织中含有粗大网状分布的 β - $Mg_{17}Al_{12}$ 脆性相, 在轧制变形时, 沿晶界分布的 β - $Mg_{17}Al_{12}$ 相易发生脆性断裂, 断裂后形成裂

纹源, 在后续的轧制变形过程中产生裂纹, 这在一定程度上制约了 AZ91 镁合金的塑性变形能力^[8]。有研究表明^[9-11]: 改善 $Mg_{17}Al_{12}$ 相的分布对 AZ91 镁合金的组织细化与性能改善有重要意义。黄光胜^[9]、郭强^[10]、金军兵^[11]等分别对 AZ31、AZ80 和 AZ91 等镁合金进行了热处理退火过程的研究, 发现均匀化退火可以有效改善第二相的分布、提高合金的力学性能。但关于均匀化退火对铸态 AZ91 镁合金轧制变形后组织与性能的影响尚未见报道。

本实验分析研究了均匀化退火工艺对 AZ91 镁合金轧制变形能力, 微观组织演变, 力学性能及拉伸断口形貌的影响, 以期为进一步研究 AZ91 镁合金在不同工艺参数条件下的轧制成型奠定基础。

1 实验

实验材料为商用 AZ91 镁合金铸锭, 其化学成分如表 1 所示。对合金铸锭采用电火花切割, 切割试样尺寸为 55 mm×30 mm×4 mm。对试样进行打磨抛光处理后进行均匀化退火, 退火制度为 420 °C/8 h。退火后对试样进行多道次的单向轧制。轧前将试样在箱式电阻炉中加热, 加热制度为 400 °C/30 min, 开轧温度

收稿日期: 2015-05-07

基金项目: 国家自然科学基金 (51474152)

作者简介: 郑留伟, 男, 1982 年生, 博士生, 讲师, 太原理工大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030024, 电话: 0351-6018398, E-mail: edai3167@sina.com

表 1 AZ91 镁合金铸锭化学成分

Table 1 Chemical composition of as-cast AZ91D magnesium alloy (wt%)

Element	Al	Zn	Mn	Si	Mg
Content	8.98	0.64	0.26	0.02	Bal.

为 400 °C，单道次压下率约 10%，经 3 道次轧制后累积压下率约 30%，板材最终厚度为 2.8 mm。

金相试样选取 TD×RD 和 ND×RD 板平面为观察表面，经机械研磨和抛光后，用苦味酸 (4.5 g 苦味酸+70 mL 乙醇+10 mL 冰乙酸+10 mL 蒸馏水) 腐蚀剂进行金相腐蚀。采用 DM4500M 光学显微镜进行金相组织观察。采用配有能谱(EDS)的 Tescan-Vaga-Mira-3 扫描电子显微镜 (SEM) 进行第二相显微组织及元素成分分析，利用 RIGAKU D/max2500 X 射线衍射仪进行物相分析，采用 CMT5205 电子万能拉伸试验机对材料的抗拉强度进行测试并用 SEM 对拉伸断口进行形貌观察与分析。

2 结果与分析

2.1 铸态 AZ91 镁合金显微组织分析

AZ91 镁合金原始铸态组织如图 1 所示。可以看到组织中存在较为严重的枝晶偏析，除了 α-Mg 基体外，还分布着大量粗大网状的 β-Mg₁₇Al₁₂ 相，主要以不规则条带状分布在晶界附近，如图 1a 中的灰色相和图 1b 中的白色相所示。

图 1a 中方框区域的局部放大图如图 1b 所示。图

1b 中白色的 β-Mg₁₇Al₁₂ 相周围存在颜色较深的灰色部分，有研究认为是由共晶反应后的冷却过程中非平衡凝固产生的 β-Mg₁₇Al₁₂ 离异共晶体，主要由二次 β-Mg₁₇Al₁₂ 相和 α-Mg 相组成^[12,13]。图 1 下侧为对应图 1b 中 3 个不同区域的 EDS 能谱，能谱分析结果与上述研究结果基本一致。

2.2 均匀化热处理对 AZ91 镁合金显微组织的影响

前期研究^[10,11]表明，随着退火温度的升高和时间的延长，AZ91 铸态组织沿晶界附近分布的粗大网状 β-Mg₁₇Al₁₂ 相逐渐减小，并逐渐以细小颗粒或条状弥散分布于 α-Mg 中，枝晶偏析程度显著降低。而当退火温度超过 420 °C 时，退火时间的延长对均匀化效果的改善并不明显。

图 2 为均匀化退火前后 AZ91 镁合金铸态与轧制后的显微组织。从图 2a 可以看出，未经均匀化退火处理的原始铸态组织内部除 α-Mg 基体组织外，分布有数量较多的粗大的 β-Mg₁₇Al₁₂ 第二相，呈断续网状沿晶界分布，枝晶偏析较为严重。

均匀化退火后的组织如图 2b 所示。与原始铸态组织相比，均匀化退火后，第二相的数量和形态发生了很大变化。经过 420 °C/8 h 的均匀化处理，铸态组织中大部分枝晶偏析得到消除，粗大的第二相数量显著减少，呈颗粒状均匀分布于晶界附近和基体内部。一般认为，AZ91 镁合金的均匀化处理包括第二相的固溶及析出两个过程。在均匀化热处理的升温及保温过程中，由于温度的升高，Al 在 Mg 基体中的固溶度增加，

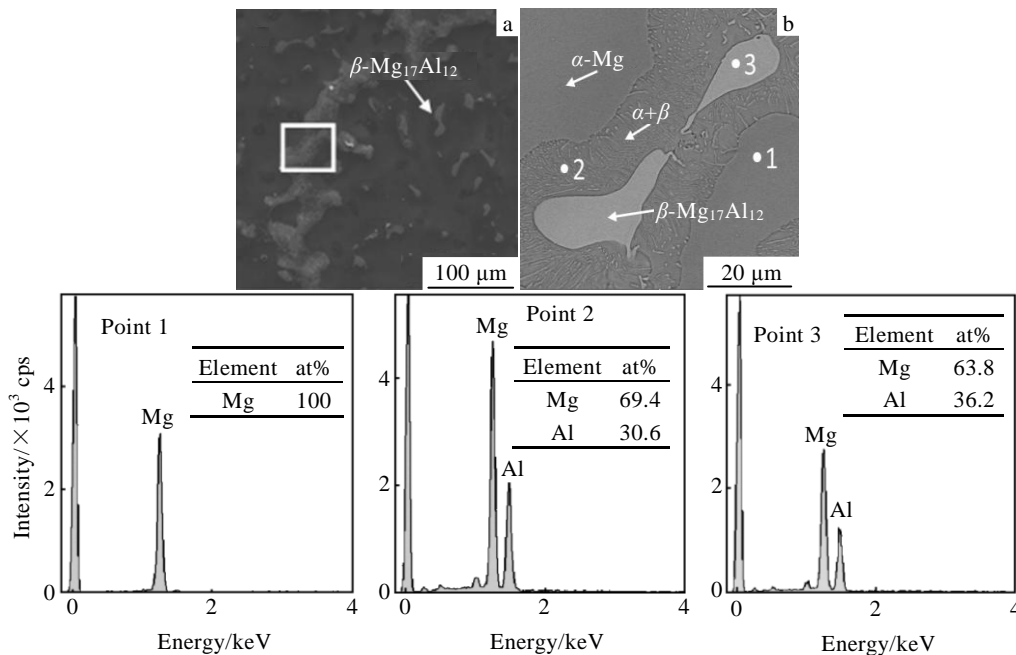


图 1 AZ91 镁合金铸态组织及 EDS 能谱

Fig.1 Microstructures and EDS spectra of as-cast AZ91 magnesium alloy

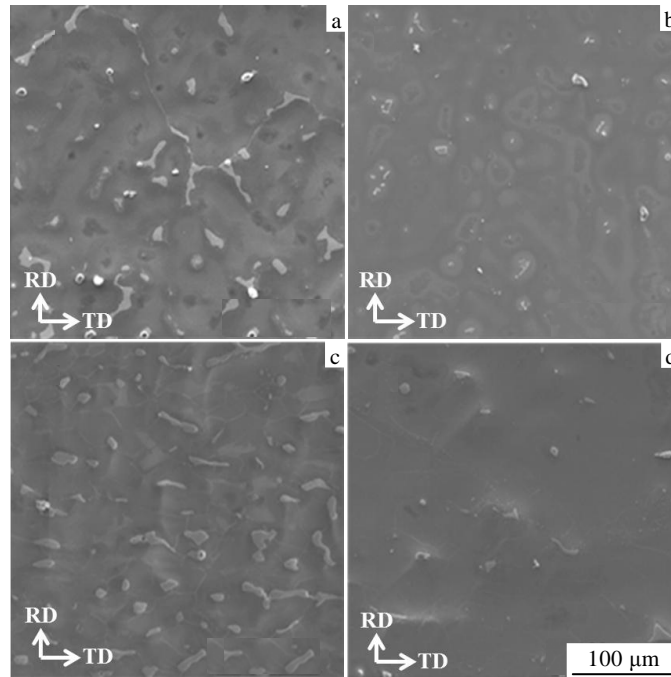


图 2 均匀化退火前后 AZ91 镁合金铸态与轧制组织

Fig.2 Microstructures of as-cast and rolled AZ91 magnesium alloy before and after homogenizing: (a) as-cast, (b) homogenizing, (c) casting+rolling, and (d) homogenizing+rolling

宏观上表现为沿晶界分布的 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 第二相逐渐溶解在 $\alpha\text{-Mg}$ 基体中；而在后续的冷却过程中，由于过饱和度升高， $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相从 $\alpha\text{-Mg}$ 过饱和固溶体中脱溶析出，主要呈细小的颗粒状弥散分布在 $\alpha\text{-Mg}$ 基体中^[14]。从图 3 XRD 图谱中可以看出，在均匀化退火处理后的试样中几乎看不到 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 的衍射峰，这也说明均匀化处理可以得到近乎单相的过饱和固溶体组织。

图 2c 为原始铸态 AZ91 镁合金经 400 °C、多道次轧制后的轧制组织。可以看到组织中粗大的网状第二相数量显著减少，其中未固溶而聚集于晶界处的第二相经轧制变形后呈细长条状分布于晶界处，部分脆性第二相已经发生断裂，以小颗粒状弥散分布于晶界附近和基体内部。这些沿轧制方向分布的条状第二相及弥散分布的颗粒第二相，在变形时阻碍位错的运动，在一定程度上可以使材料的塑性、强度提高^[15]。

图 2d 为均匀化退火后的轧制组织。经过均匀化退火后的 AZ91 镁合金组织较为均匀，粗大网状第二相基本消失，枝晶偏析得到改善（图 2b）。将其再经过 400 °C、多道次轧制后，轧制组织明显改善，沿晶界附近分布的细长条状第二相数量显著减少，更多以小颗粒状均匀分布于晶界和基体内部。第二相的均匀分布及组织的进一步均匀细化更有利于镁合金板材塑性的改善和强度的提高。比较图 3 中合金经铸态轧制和均匀化态轧制后的 XRD 图谱可以看出，铸态轧制后

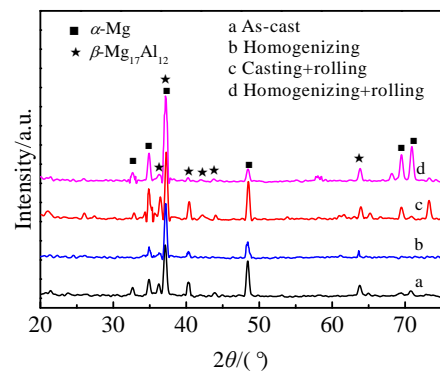


图 3 均匀化退火前后 AZ91 铸态与轧制板材的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of as-cast and rolled AZ91 magnesium alloy before and after homogenizing

$\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 的衍射峰仍较为明显，而经均匀化态轧制后 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 的衍射峰强度显著降低，这与图 2 扫描电镜形貌分析结果一致。

2.3 均匀化热处理对 AZ91 镁合金力学性能的影响

研究^[16]表明：温度对均匀化效果的影响比时间要显著，在达到一定的温度条件下，过度延长保温时间对均匀化效果的改善并不明显。从图 4 可以看出，在本实验的均匀化热处理条件下，经过均匀化后的合金强度和延伸率明显提高。屈服强度由 85 MPa 提高到 120 MPa，提高约 40%；抗拉强度由 160 MPa 提高到

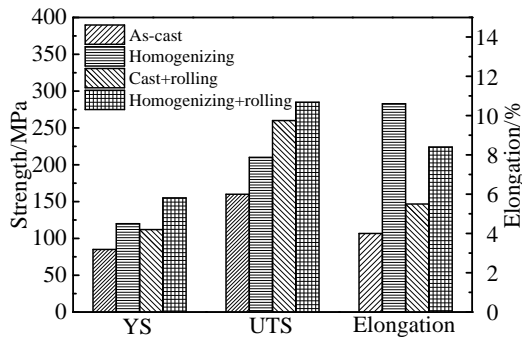


图 4 均匀化处理前后 AZ91 镁合金铸态及轧态力学性能变化
Fig.4 Mechanical properties of as-cast and rolled AZ91 before and after homogenizing

210 MPa, 提高约 30%; 伸长率从原始铸态的 4% 提高到 10% 以上。这是由于铸态组织中 α -Mg 相与粗大网状 β -Mg₁₇Al₁₂ 相界面结合强度较低, 在拉伸变形过程中裂纹容易从两相结合处产生, 并沿结合界面进一步扩展, 导致断裂。而均匀化退火后, 枝晶偏析消除, 第二相得到细化, 这是其强度增加, 塑性改善的原因。

原始铸态合金经过轧制后, 抗拉强度增加较为显著, 由 160 MPa 提高到 260 MPa, 增加约 60%, 伸长率则变化不大。均匀化后轧制合金比铸态轧制合金的屈服强度和抗拉强度均略有提高, 约 10%, 而伸长率由 5.5% 增加至 8.4%, 增加约 50%。均匀化后轧制合金比轧制前抗拉强度提高约 35%, 由 210 MPa 提高至 285 MPa, 而屈服强度和伸长率则变化不大。由于变

形程度的增加, 基体组织及第二相等沿轧制方向被拉长, 部分脆性相被轧裂而在组织内部形成微裂纹, 试样在拉伸时, 微裂纹进一步扩展导致断裂, 这是均匀化处理后轧制试样比轧前试样强度提高, 伸长率有所降低的原因。此外, 轧制后试样还存在一定的加工硬化, 也是其强度提高, 塑性降低的原因。

图 5a 为原始铸态轧制后第二相显微形貌, 图中方框区域的放大图如图 5b 所示。可以看出, 原始铸态 AZ91 镁合金中粗大网状分布的第二相在轧制变形作用下呈现脆裂的倾向, 且在脆裂第二相周围析出许多细长片层状第二相。图 5c 为均匀化态轧制后第二相显微形貌, 图中方框区域的放大图如图 5d 所示。与图 5a、5b 显著不同的是, 均匀化态轧制后合金中第二相显著细化, 绝大部分呈颗粒状分布于晶界附近, 有部分细条状第二相出现轧裂现象, 且在细化的第二相周围析出许多微小球状第二相。有研究^[17]表明, 这些热轧变形过程中析出的层片状和球状第二相有利于合金塑性的改善。

图 5 中这些碎裂的脆性第二相严重限制了合金塑性的提高, 并使后续的塑性加工变得更加困难。但如果能够在碎裂细化脆性第二相的同时, 通过合适的轧制工艺使碎裂后的微小裂纹轧合, 并进一步通过热处理工艺使碎裂第二相分解或弥散析出, 则对其塑性及力学性能的改善将非常有益。因此分析研究 AZ91 镁合金中第二相 β -Mg₁₇Al₁₂ 相在变形及热处理过程中的分解、析出、破碎及分布等规律, 对进一步提高合金

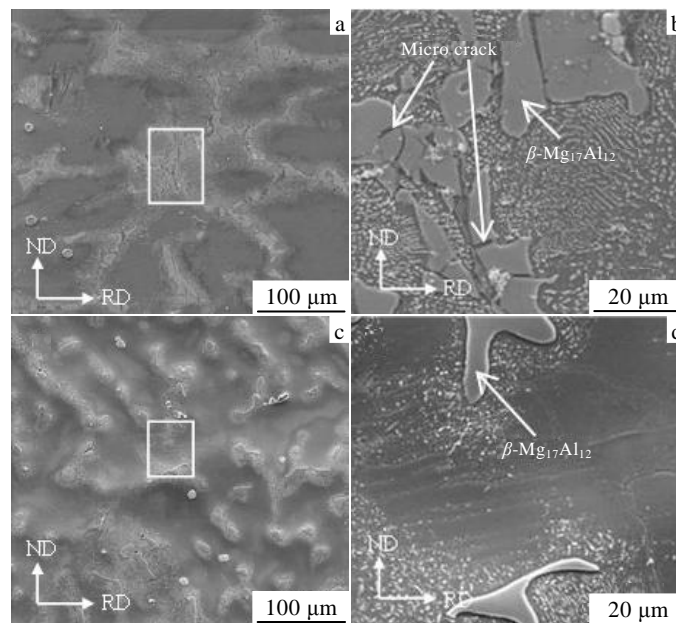


图 5 铸态与均匀化态轧制后 AZ91 镁合金第二相显微形貌

Fig.5 Second phase microstructures of AZ91 alloy after rolling with cast and homogenization: (a, b) casting+rolling and (c, d) homogenization+rolling

强度及塑性有重要意义,也是后续研究的方向之一。

2.4 拉伸断口显微形貌分析

图 6a 和 6c 分别为原始铸态及轧制后的拉伸断口形貌。可以看到断口整体表现为较强的脆性断裂倾向,但也有许多长短不一的塑性撕裂棱,撕裂棱周边形成许多扁平状高度不一的解理台阶,局部解理面周围伴有少许小范围的韧窝,轧制后在断口上可以看到 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相破碎后形成的二次裂纹。均匀化处理后,可以看到断口解理台阶和塑性撕裂棱明显增多,合金塑性得到一定程度的改善,宏观表现为伸长率的显著

提高,如图 6b 所示。经过 400 °C, 30% 累积压下率的轧制后,组织更加致密,断口表现为解理面周围的韧窝排布更加密集,塑性得到进一步改善(图 6d)。但由于 $\alpha\text{-Mg}$ 相和 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相的变形抗力和塑性的巨大差异,在轧制及拉伸变形时易产生应力集中,在晶界附近分布的脆性第二相成为微裂纹萌生的源头,部分 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相被轧碎形成微裂纹,随着变形量的增加,微裂纹进一步沿晶界扩展,形成宏观裂纹,造成明显的开裂现象。

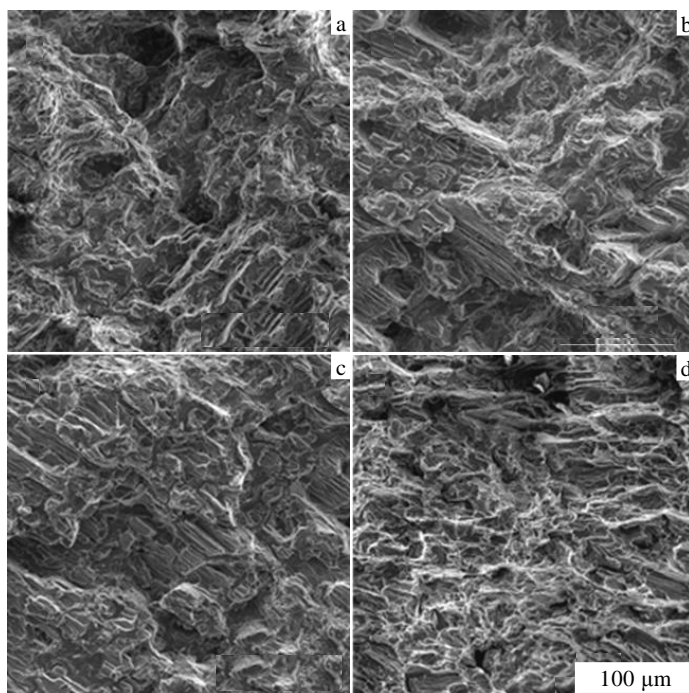


图 6 铸态与均匀化后轧制 AZ91 镁合金拉伸断口形貌

Fig.6 Morphologies of tensile fracture for AZ91 alloy: (a) as-cast, (b) homogenizing, (c) casting+rolling, and (d) homogenizing+rolling

3 结 论

1) AZ91 铸态镁合金均匀化热处理后,在晶界附近呈网状分布的粗大 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相显著减少,呈颗粒状均匀分布于晶界附近及基体内部。抗拉强度和伸长率显著提高。

2) AZ91 铸态镁合金均匀化退火处理后,经轧制,沿晶界分布的细长条状第二相显著减少,部分脆性第二相发生断裂,以小颗粒状弥散分布于晶界附近和基体内部。均匀化后轧制合金比铸态轧制合金强度略有提高,伸长率提高约 50%。而均匀化后轧制合金比轧制前抗拉强度提高约 35%,而伸长率则略有下降。

3) AZ91 铸态镁合金室温拉伸断口呈较强的脆性断裂倾向,轧制后在断口上可以看到 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相破

碎后形成的二次裂纹。均匀化处理后,断口解理台阶和塑性撕裂棱明显增多,合金塑性得到改善,宏观表现为伸长率的显著提高。

参考文献 References

- [1] Mordike B L, Ebert T. *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 302: 37
- [2] Wang Lingyun(汪凌云), Huang Guangjie(黄光杰), Chen Lin(陈林) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(5): 910
- [3] Zhang Dingfei(张丁非), Zhao Xiabing(赵霞兵), Shi Guoliang(石国梁) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(3): 418
- [4] Yu Kun(余琨), Li Wenxian(黎文献), Wang Richu(王日初) *et*

- al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2003, 13(2): 277
- [5] Lin Jinbao, Wang Qudong, Peng Liming *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2009, 476: 441
- [6] Li Hejun, Jiao Gengsheng, Li Kezhi *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 475: 279
- [7] Ma Lifeng(马立峰), Pang Zhining(庞志宁), Huang Qingxue(黄庆学) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(1): 387
- [8] LüY Z, Wang Q D, Ding W J *et al. Materials Letters*[J], 2000, 44: 265
- [9] Huang Guangsheng(黄光胜), Wang Lingyun(汪凌云), Huang Guangjie(黄光杰) *et al. Journal of Chongqing University*(重庆大学学报)[J], 2004, 27(11): 18
- [10] Guo Qiang(郭强), Yan Hongge(严红革), Chen Zhenhua(陈振华) *et al. Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2006, 31(7): 77
- [11] Jin Junbing(金军兵), Wang Zhixiang(王智祥), Liu Xuefeng(刘雪峰) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2006, 42(10): 1014
- [12] Cho S S, Chun B S, Won C W. *Journal of Metal Material*[J], 1994, 34: 4311
- [13] Duly D, Brechet Y. *Acta Materialia*[J], 1994, 42: 3055
- [14] Yang Jungang(杨君刚), Zhao Meijuan(赵美娟), Jiang Bailin(蒋百灵). *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2008, 29(4): 69
- [15] Liu Liufa(刘六法), Ding Hanlin(丁汉林), Ding Wenjiang(丁文江). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(1): 104
- [16] Yang Jungang(杨君刚), Han Xi(韩茜), Bai Yun(白云). *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2014, 35(6): 140
- [17] Shi Huiying(时惠英), Chen Zishan(陈梓山), Zhang Jumei(张菊梅) *et al. Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2010, 35(1): 42

Effect of Homogenizing Annealing Treatment on Hot-Rolled Microstructure and Mechanical Properties of AZ91 Magnesium Alloy

Zheng Liuwei^{1,2,3}, Liang Wei^{1,2}, Zhao Zilong^{1,2}, Li Ya'e^{1,2}, Wang Hongxia^{1,2}, Wang Yide^{1,4}

(1. Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

(2. Key Laboratory of Advanced Magnesium Based Materials of Shanxi Province, Taiyuan 030024, China)

(3. Shanxi Engineering Vocational College, Taiyuan 030009, China)

(4. Taiyuan Iron and Steel (Group) Co., LTD, Taiyuan 030003, China)

Abstract: To improve the inhomogeneity and rolling forming ability of as-cast AZ91 magnesium alloy, the effect of homogenizing annealing treatment on microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy before and after rolling deformation was studied. The results show that the distribution of second phase in the alloy tissue is improved effectively after homogenization annealing treatment. After multi-pass rolling at 400 °C, the thin strip Mg₁₇Al₁₂ phase which originally distributes along the grain boundaries reduces significantly with some of them fragmenting, and some distribute near the grain boundaries or inside the grains as small particles. Compared with the strength of as-cast rolled alloy, the strength of rolled alloy after homogenization increases slightly; while the elongation increases by 50%. The tensile fracture morphology after rolling indicates that the ductility of alloy improves markedly.

Key words: homogenization annealing treatment; AZ91 magnesium alloy; rolling; Mg₁₇Al₁₂ phase

Corresponding author: Liang Wei, Professor, College of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, Tel: 0086-351-6018398, E-mail: liangwei@tyut.edu.cn