

析出相对 AZ91 镁合金热轧板组织及边裂行为的影响

郑留伟^{1,2,3}, 聂慧慧^{1,2}, 梁伟^{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: 采用光学显微镜 (OM)、配有能谱 (EDS) 的场发射扫描电子显微镜 (SEM)、室温拉伸试验等研究了析出相对 AZ91 镁合金在不同变形量和道次轧制后的微观组织、变形机制及边裂行为的影响。结果表明: 对铸态 AZ91 镁合金而言, 小压下量、多道次轧制可减少边部裂纹的产生, 提高轧制成形能力; 在轧制变形过程中, 析出相由片层状向球状颗粒转变, 且粒度更小, 球状颗粒状第二相在轧制变形过程中可以通过促进孪晶细化和动态再结晶, 从而有利于抑制裂纹的萌生; 热轧后室温拉伸断口呈现较强的沿晶断裂特征, 微裂纹主要分布在 $\text{Mg}/\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相界面结合处及较粗大的第二相附近。在拉伸变形过程中, 球状析出相颗粒可能成为微裂纹萌生的源头之一, 微裂纹进一步扩展并形成宏观裂纹。

关键词: 析出相; AZ91 镁合金; 热轧成形; 微裂纹

中图分类号: TG146.2⁺2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)01-0229-06

镁合金由于具有低密度, 高比强度, 易回收且资源丰富等特点, 已成为备受青睐的环境友好型结构材料^[1,2]。AZ91 ($\text{Mg}-9\text{Al}-1\text{Zn}$) 镁合金是现阶段商用最广泛的镁合金之一, 其产品仍以铸造态为主^[3]。与轧制技术应用较为成熟的 AZ31 相比, AZ91 镁合金的轧制成形仍较为困难, 轧制过程中极易出现开裂现象, 非常不利于其后续的塑性加工, 这极大的限制了其实际应用范围的拓展。在 AZ 系列镁合金中, AZ91 镁合金具有相对较高的 Al 含量, 表现出更优良的耐腐蚀性能和强度指标^[4], 但同时在铸态组织中出现了大量呈网状分布的粗大 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 脆性相。在塑性变形过程中, 沿晶界附近分布的 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相易发生脆性断裂, 成为微裂纹萌生的源头, 随着变形的深入, 微裂纹进一步扩展, 导致出现宏观开裂现象^[5]。

目前关于 AZ91 镁合金热轧成形的研究主要集中在轧前均匀化预处理^[6], 连续铸轧(TRC)^[7], 异步轧制(DSR)^[8]及累积叠轧(ARB)^[9]等方面, 而对最适合工业化大批量生产的常规轧制技术研究较少, 且很不成熟。这主要由于 AZ91 镁合金热轧温度范围较窄, 道次变形量小, 轧制道次多, 且须中间加热, 导致常规轧制生产效率低下, 性能不理想和开裂现象较为严重^[10]。

而有研究^[8]表明, $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 析出相的形态及分布特征对 AZ91 镁合金热轧板成形能力、微观组织及边裂行为等有显著的影响。

本实验分析研究铸态 AZ91 镁合金热轧板宏观边裂特征及析出相对其微观组织及变形协调机制的影响, 并通过室温拉伸断口形貌分析研究析出相对其边裂行为的影响, 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形奠定基础。

1 实 验

实验所用材料为商用 AZ91 镁合金铸锭, 其化学成分见表 1。轧制板材试样由线切割加工得到, 尺寸为 $60\text{ mm}\times 30\text{ mm}\times 6\text{ mm}$, 并将其表面打磨光滑且无损伤。为改善组织的均匀性, 消除枝晶偏析, 轧制前对试样进行 $415\text{ }^{\circ}\text{C}$, 24 h 均匀化预处理。轧制试验在 BKDØ130 试验轧机上进行, 轧辊加热温度为 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, 轧制前在箱式电阻炉中对试样进行加热, 加热温度为 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, 加热时间为 60 min , 考虑轧制试样从加热炉到试验轧机的温降, 试验中确定的轧制温度约为 $390\text{ }^{\circ}\text{C}$, 单道次变形量为 $10\%\sim 30\%$, 道次间保温 10 min , 轧制至试样边部出现明显开裂为止。

收稿日期: 2017-01-08

基金项目: 国家自然科学基金 (51474152; 51175363)

作者简介: 郑留伟, 男, 1982 年生, 博士生, 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%)				
Al	Zn	Mn	Si	Mg
8.98	0.84	0.23	0.02	Bal.

轧制后对试样进行边裂宏观特征统计,裂纹从试样边部向中间沿宽度方向所覆盖的尺寸定义为边裂宽度(crack width),沿高度方向所覆盖的尺寸定义为边裂深度(crack depth),如图 1 所示。在试样中部沿平行和垂直轧制方向切取金相试样,选取 TD×RD 板平面为观察表面,经机械研磨和抛光后,用苦味酸腐蚀剂进行腐蚀。苦味酸腐蚀剂成分配比为 4.5 g 苦味酸+70 mL 乙醇+10 mL 冰乙酸+10 mL 蒸馏水。采用 DM4500M 光学显微镜进行析出相显微组织观察(OM),采用配有能谱(EDS)的 Tescan-Vega-Mira-3 场发射扫描电子显微镜进行析出相分布形态观察和元素成分分析。采用 CMT5205 电子万能试验机对材料的室温拉伸力学性能进行测试,并用 SEM 对拉伸断口进行微观形貌观察与分析。

2 结果与讨论

2.1 AZ91 镁合金热轧板边裂特征

由于 AZ91 镁合金原始铸态组织中存在较粗大的呈不规则网状分布的 β - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 脆性析出相,经均匀化热处理后,合金晶界附近仍有较大尺寸的析出相存在,这导致其塑性变形能力较差,不均匀变形严重,在轧制时极易出现边裂现象。图 2 为 AZ91 镁合金热轧板材试样平均边裂宽度和边裂深度随道次变形量和轧制道次变化的示意图。从图 2 可以看出,随着道次变形量的增加,试样表面开始出现裂纹的道次和最大可轧道次均逐渐减小,轧制后板材试样的边部裂纹宽度和深度也呈现从无到有,从小到大的变化规律。当以 10% 的道次变形量轧制时,至第 4 道次才开始出现边部裂纹,而当道次变形量增加到 25% 左右时,第 1 道次轧制即出现边裂现象,且随着轧制道次的增加,边部裂纹宽度呈现急剧增大的趋势,如图 2a 所示。边部裂纹深度的变化与宽度略有不同,随着轧制道次的增加,总压下量增加,试样高度逐渐减小,在开始出现裂纹的道次即达到相对较大的边裂深度,之后迅速贯穿整个试样高度,如图 2b 所示。S. Q. Zhu 等^[11]在研究 ZK60 镁合金轧制成形时发现,孪晶的充分细化及动态再结晶(DRX)的共同作用显著抑制了轧制变形过程中微裂纹的萌生。所以在轧制变形过程中,孪生和动态再结晶的充分进行,对微裂纹萌生有显著的抑制作用。随着道次变形量和轧制道次的增加,轧制

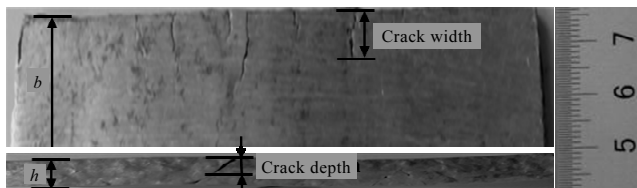


图 1 轧制试样边裂宽度和深度示意图

Fig.1 Crack width and depth of rolled specimen

过程中累积的变形能和应力集中显著增加,孪生和动态再结晶与裂纹竞争吸收应变能的作用相对减弱,裂纹宽度和深度呈现显著增大趋势。

2.2 微观组织分析

为了系统地研究轧制变形过程中 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 析出相的形态、分布等对合金组织及边裂行为的影响,选取不同道次变形量轧制至边部出现明显裂纹时的试样进行微观组织及析出相分布特征分析。图 3 为 AZ91 镁合金经 30%/1 道次,20%/2 道次,10%/6 道次轧制后的光学显微组织。从图 3 可以看出,随着道次变形量的减小和轧制道次的增加,晶粒得到显著细化。经 30%/1 道次轧制后,原始粗大晶粒并未发生显著变化,只是在轧制变形作用下,出现一些较宽厚的机械孪晶组织,如图 3a、3d 所示。有研究^[12]表明,镁合金的孪生变形更容易在初始粗大晶粒内部进行,这也是在 30%/1 道次轧制时,组织内部出现一些粗大孪晶的原因。经 20%/2 道次轧制后,组织中较宽厚的机械孪晶组织逐渐细化为细长条状,孪晶之间有发生交割现象,且在部分孪晶附近出现了少量的细小再结晶晶粒,如图 3b、3e 所示。这可能是因为随着累积变形量的增加,孪生变形作用进一步增强,原始粗大晶粒分解为大量的片层状孪晶,但动态再结晶并未明显发生,仍有一定数量的粗大晶粒存在。经 10%/6 道次轧制后,合金组织显著细化,绝大部分的细长条状机械孪晶组织逐渐被动态再结晶晶粒和部分二次孪晶取代,组织中大部分为细小的动态再结晶组织,部分再结晶晶粒出现长大现象,如图 3c、3f 所示。这主要是由于累积变形量进一步增大后,孪晶作为吸收应变能量的一种方式储存了大量的变形能,从而有效的促进了动态再结晶的发生,而在孪晶交割区域和二次孪晶区则成为动态再结晶优先形核的可能区域^[13],如图 3e、3f 中所示。在轧制变形过程中,孪生的优先启动和随后动态再结晶的充分进行,显著地抑制了微裂纹的萌生,但随着累积变形量的增加,孪生和动态再结晶抑制裂纹萌生的作用逐渐减弱,试样组织中可以观察到部分未完全固溶的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 析出相被轧裂,在基体内部形成微裂纹,如图 3e 中所示。

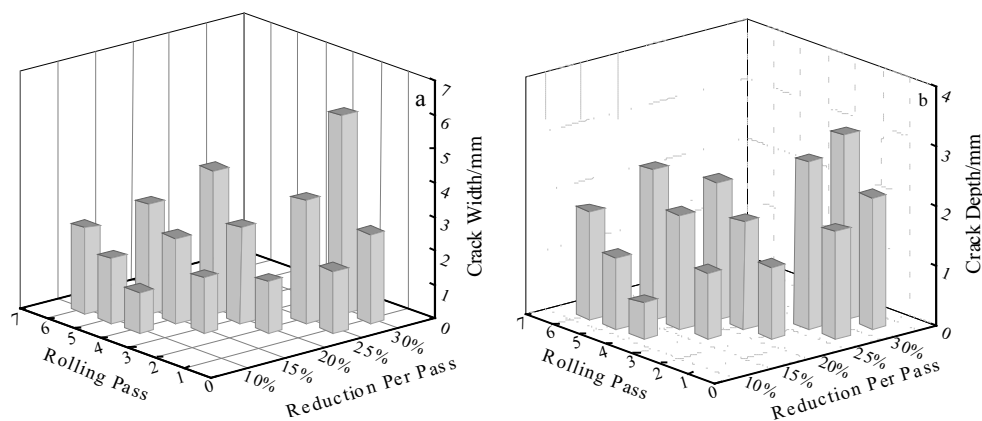


图2 AZ91 镁合金热轧板材试样平均边裂宽度和深度变化

Fig.2 Average edge crack width and depth of AZ91 hot rolled plate: (a) crack width and (b) crack depth

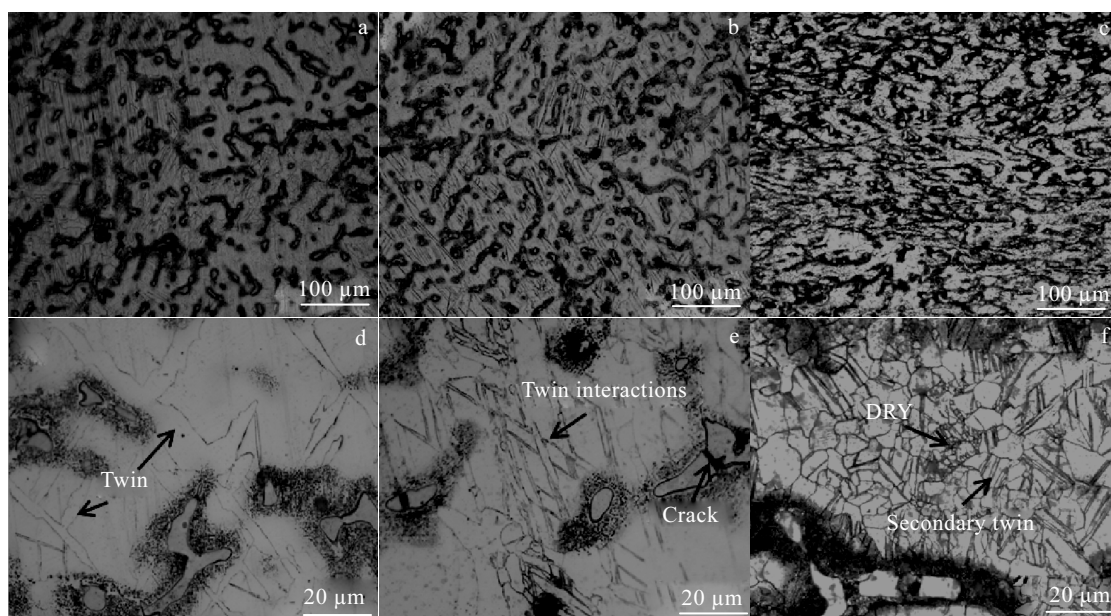


图3 AZ91 镁合金经不同变形量和道次轧制后的光学显微组织

Fig.3 Optical microstructure of AZ91 hot rolled magnesium alloy with different reduction per pass and rolling passes: (a, d) 30%/1pass, (b, e) 20%/2pass, (c, f) 10%/6pass

2.3 析出相形态及分布特征分析

图4为AZ91镁合金经30%/1道次, 20%/2道次, 10%/6道次轧制后的SEM和能谱分析图。从图4可以看出, 在不同道次变形量、多道次轧制条件下, 试样组织内部除孪生变形以及孪生动态再结晶外, 仍存在部分未完全固溶的 $Mg_{17}Al_{12}$ 第二相, 析出相形态及分布状态也发生较大的变化。经30%/1道次轧制后, $Mg_{17}Al_{12}$ 第二相周围仅有少量粒状相析出, 主要由孪生协调变形, 孪晶平均尺寸 $50\sim 60\mu m$, 且在粗大孪晶内部出现少量动态再结晶晶粒, 如图4a、4b、4c所示。经20%/2道次轧制后, 孪晶及动态再结晶晶粒显

著增加, 第二相周围出现许多片层状析出相粒子, 平均尺寸 $3\sim 5\mu m$, 经EDS能谱分析, 排除在试样制备及组织观察过程中氧的影响, 其成分仍为 $Mg_{17}Al_{12}$ 析出相, 如图4d、4e、4f所示。经10%/6道次轧制后, 组织内部除第二相和少量细小孪晶外, 几乎全部为动态再结晶晶粒, 第二相周围析出许多球状粒子, 平均尺寸约 $0.5\mu m$, 同样经EDS能谱分析, 排除氧的影响后, 其成分也为 $Mg_{17}Al_{12}$ 析出相, 如图4g、4h、4i所示。

有研究^[5,14]表明, 镁合金塑性变形中第二相析出物的存在可以钉扎晶界, 阻碍位错运动, 影响孪生和

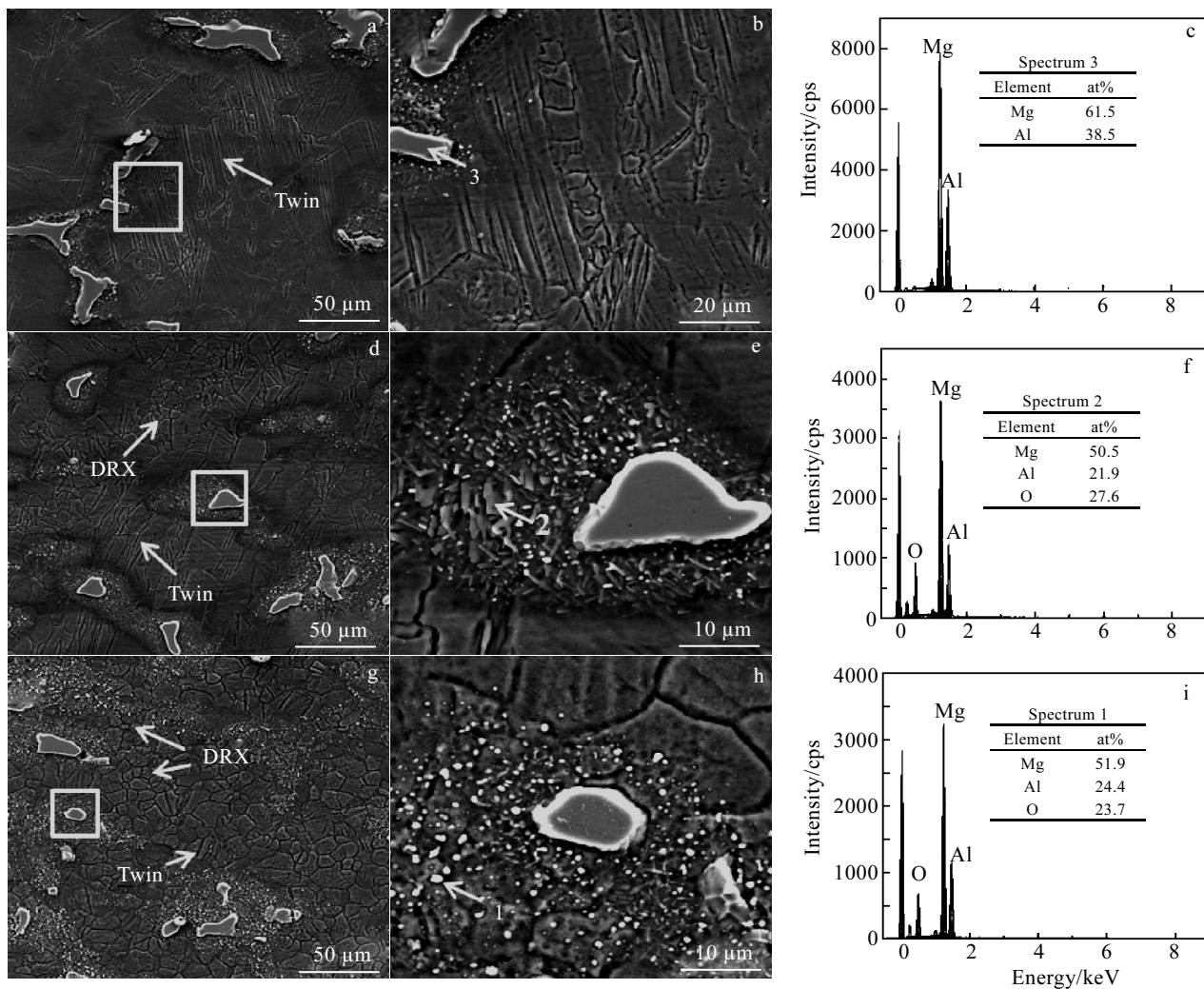


图 4 AZ91 镁合金经不同变形量和道次轧制后的 SEM 照片和 EDS 能谱

Fig.4 SEM images and EDS spectra of AZ91 hot rolled magnesium alloy with different reduction per pass and rolling passes: (a~c) 30%/1pass, (d~f) 20%/2pass, and (g~i) 10%/6pass

动态再结晶行为。一般认为, 孪生常在晶界附近形核, 当孪晶界在移动过程中与析出相交错时, 由于析出相的钉扎作用, 孪晶界的移动受到阻碍, 从而会抑制孪晶的长大, 这可能是随着累积变形量的增加, 析出相逐渐增多, 从而促使初始轧制变形时粗大孪晶逐渐细化的原因。J. Bohlen 等^[14]研究发现, 当镁合金发生动态再结晶时, 新晶粒会更倾向在具有变形组织 (如孪晶、剪切带等) 特征处形核并长大。刘六法等^[12]在研究 AZ91 镁合金挤压过程中的 β 相析出时, 发现 β 相粒子的析出使其邻近区域的再结晶晶粒长大受到限制, 其尺寸远远小于其他区域。分析比较合金经 20%/2 道次和 10%/6 道次轧制的 SEM 显微组织, 可以发现析出相由片层状向球状颗粒转变, 且粒度更为细小, 球状粒子体积分数显著增加, 同时组织内部发生完全动态再结晶, 这可能与析出相形态及分布特征的变化有较大关系。这些粒度更

小的球状颗粒析出相对晶界的钉扎作用更强, 会显著抑制再结晶晶粒的长大以及微裂纹的萌生, 从而增强镁合金的热轧成形能力。同时镁合金塑性变形中动态再结晶也可由粒子激发形核 (PSN) 作用形核, 并且可以弱化变形组织^[15], 这也可能是 AZ91 镁合金经小压下量、多道次轧制后边裂现象减弱, 成形能力提高的原因。轧制后宏观裂纹统计也显示, 经 10%/6 道次轧制后边部裂纹仍较小, 相比前两者都体现出良好的轧制成形能力, 如图 2 所示。

2.4 拉伸断口形貌分析

图 5a 为 AZ91 镁合金经 10%/6 道次轧制后的室温拉伸断口显微形貌。从图 5a 可以看出, 试样断口呈现较多的片层状撕裂棱, 撕裂棱两侧伴有高低不一的解理台阶, 部分解理面周围形成较大范围的韧窝。断口上有长短不一的微裂纹存在, 且主要分布于第二相及

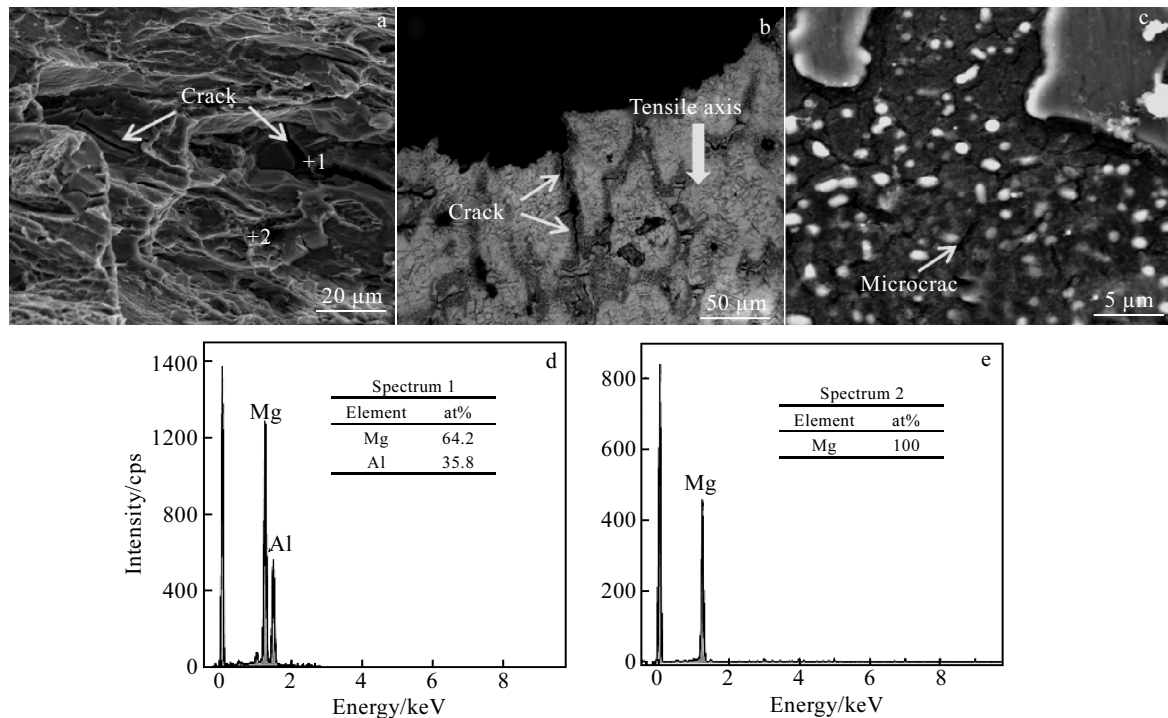


图5 AZ91 镁合金热轧板室温拉伸断口显微形貌及 EDS 能谱分析

Fig.5 Tensile fracture surface SEM morphologies (a~c) and EDS spectra (d, e) of spectrum1 and 2 in Fig.5a of AZ91 hot rolled magnesium alloy plate

晶界附近, 表现为较强的沿晶断裂特征。图 5b 为合金经 10%/6 道次轧制后的室温拉伸断口处表面显微形貌。从图 5b 可以看出, 在试样断口附近仍可看到微裂纹的产生, 且仍主要分布在两相界面结合处以及较粗大的第二相附近。这主要是由于未完全固溶的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 第二相表现为脆性^[16], 在轧制变形的作用下易使第二相轧裂形成微裂纹, 并进一步扩展成较大的裂纹。在室温拉伸过程中, 在拉应力的作用下, 较大的裂纹周边萌生出许多二次裂纹, 微裂纹的扩展和聚集进一步导致宏观裂纹的形成, 最终导致试样的开裂。同时在 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相与 $\alpha\text{-Mg}$ 基体的相界面附近, 由于两者晶体结构的不同^[17] ($\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相为体心立方, $\alpha\text{-Mg}$ 基体为密排六方) 以及变形能力的不协调, 易产生应力集中, 从而也导致微裂纹萌生。图 5c 为合金室温拉伸断口表面第二相附近高倍显微形貌。从图 5c 中也可以看出许多微裂纹在球状颗粒状析出相附近出现, 长度 3~5 μm 。这很可能是由于在拉伸变形过程中, 由于两相界面以及第二相附近的变形不均匀性, 球状析出相颗粒可能成为微裂纹形成的源头之一, 并且微裂纹沿晶界萌生、扩展, 从而导致宏观裂纹的形成及试样的开裂。

孪晶和动态再结晶作为轧制过程中吸收应变能和释放应力的形式, 其对微裂纹的萌生有显著的抑制作用。在小压下量, 多道次轧制过程中球状颗粒状第二相的析出由于对晶界及位错的钉扎效应, 阻碍再结晶晶粒

的长大以及粒子激发形核 (PSN) 作用等, 有利于孪晶的细化及动态再结晶的充分进行并且抑制再结晶晶粒的长大。这说明球状颗粒状第二相在轧制变形过程中可以通过促进孪晶细化和动态再结晶, 从而抑制裂纹的萌生。而且由于镁合金的层错能较低 (78 mJ/m^2), 在轧制变形时位错难以堆积, 动态回复难以进行, 当位错堆积到一定程度时将以动态再结晶的形式释放位错能量, 这也说明动态再结晶的充分进行有利于吸收更多的应变能, 从而抑制裂纹的萌生, 提高合金的轧制成形能力。

而在室温拉伸变形过程中, 应力状态由轧制变形的三向压应力状态变为拉应力状态, 因此合金中相与相之间的界面结合能力就成为拉伸变形时的重要影响因素。由于 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 析出相与 Mg 基体相晶体结构的巨大不同导致拉伸时的变形不协调性突出, 同时球状颗粒状第二相的析出可能进一步弱化了两相界面结合能力, 因此在拉伸过程中, 球状析出相颗粒可能成为微裂纹形成的源头之一, 微裂纹沿两相结合界面及晶界附近萌生, 扩展, 从而导致试样的宏观开裂。

3 结 论

1) 随着道次变形量的增加, 试样表面开始出现裂纹的道次和最大可轧道次均逐渐减小, 轧制后板材试样的边部裂纹宽度和深度逐渐增大。对铸态 AZ91 镁合金而言, 小压下量、多道次轧制可提高合金轧制成

形能力, 实现较大程度塑性变形。

2) AZ91 镁合金经 10%/6 道次轧制后, 组织中绝大部分的细长条状机械孪晶组织逐渐被动态再结晶晶粒和部分二次孪晶取代。在轧制变形过程中, 孪生的优先启动和随后动态再结晶的充分进行, 显著地抑制了微裂纹的萌生, 但随着累积变形量的增加, 孪生和动态再结晶抑制微裂纹萌生的作用逐渐减弱。

3) AZ91 镁合金热轧变形过程中, 随着道次变形量的减小和轧制道次的增加, 析出相由片层状向球状颗粒转变, 且粒度更细小, 球状粒子体积分数显著增加, 同时组织内部发生完全动态再结晶。球状颗粒状析出相有利于抑制热轧变形时裂纹的萌生, 提高合金的轧制成形能力。

4) AZ91 镁合金热轧后室温拉伸断口呈现较强的沿晶断裂特征, 微裂纹主要分布在两相界面结合处以及较粗大的第二相附近。在拉伸变形过程中, 球状析出相颗粒可能成为微裂纹形成的源头之一, 微裂纹沿两相结合界面及晶界附近萌生、进一步扩展, 导致宏观裂纹的形成。

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] Han G M, Han Z Q, Luo A A *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 641: 56
- [4] Men H, Jiang B, Fan Z. *Acta Materialia* [J], 2010, 58: 6526
- [5] Xu S W, Matsumoto N, Kamado S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 523: 47
- [6] Meng M, Zhang Z M, Zhang B H *et al. Journal of Alloys and Compounds* [J], 2012, 513: 112
- [7] Alili B, Azzeddine H, Abib K *et al. Transaction of Nonferrous Metal Society of China*[J], 2013, 23: 2215
- [8] Kim W J, Park J D, Kim W Y. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2008, 460: 289
- [9] Pérez-Prado M T, del Valle J A, Ruano O A. *Scripta Materialia*[J], 2004, 51: 1093
- [10] 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
- [11] Zhu S Q, Yan H G, Chen J H *et al. Scripta Materialia*[J], 2010, 63: 985
- [12] 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
- [13] Sun H Q, Shi Y N, Zhang M X *et al. Acta Materialia*[J], 2007, 55: 975
- [14] Bohlen J, Yi S B, Swiostek J *et al. Scripta Materialia*[J], 2005, 53: 259
- [15] Engler O, Yang P, Kong X W. *Acta Materialia* [J], 1996, 44: 3349
- [16] Lu Y Z, Wang Q D, Ding W J *et al. Materials Letters*[J], 2000, 44: 265
- [17] Lalpoor M, Dzwonczyk J S, Hort N *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2013, 557: 73

Effects of Precipitated Phase on Microstructure and Edge Crack Behavior of Hot Rolled AZ91 Magnesium Alloy Plate

Zheng Liuwei^{1, 2, 3}, Nie Huihui^{1, 2}, Liang Wei^{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: The effects of precipitated phase on the microstructure, deformation mechanism and edge crack behavior of hot rolled AZ91 magnesium alloy plate with different reduction per pass and rolling passes were studied by optical microscope, field emission scanning electron microscope equipped with energy spectrum and tensile testing at ambient temperature. The results indicate that multi-pass with small rolling reduction can reduce the edge cracks and improve the rolling forming ability for AZ91 magnesium alloy. Precipitated phase from the slice layer to spherical particles with tinier size during the rolling deformation is beneficial to inhibit the initiation of crack. The tensile fracture surfaces show obvious intergranular fracture features, and the microcrack primarily distributes around the Mg/Mg₁₇Al₁₂ phase interface and coarser second phase. Spherical precipitated phase particles could be prone to be one of the initiation sources of microcrack, and then the microcrack extends and turns to the macrocrack.

Key words: precipitated phase; AZ91 magnesium alloy; hot rolling deformation; microcrack

Corresponding author: Liang Wei, Professor, Key Laboratory of Advanced Magnesium Based Materials of Shanxi Province, 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