



深冷处理对变路径轧制镁合金 组织与性能的影响

张家龙^{1,3}, 卢立伟^{1,2,3}, 车波^{2,3}, 李旻昊^{1,3}, 马旻^{2,3}, 杨艳⁴

(1. 湖南科技大学 机电工程学院, 湘潭 411201;

2. 湖南科技大学 材料科学与工程学院, 湘潭 411201;

3. 湖南科技大学 湖南省新能源汽车产学研海智创新中心, 湘潭 411201;

4. 重庆大学 材料科学与工程学院, 重庆 400044)

摘要: 为了改善传统热轧AZ31镁合金板材的微观组织, 提升其综合力学性能, 本文采用二道次变路径轧制与深冷处理相结合的方法, 研究了深冷处理对二道次不同路径轧制下AZ31镁合金微观组织和力学性能的影响。结果表明: 经深冷处理后, AZ31镁合金轧制板材晶粒平均尺寸显著细化至7.8 μm , 织构强度能够由16弱化至9.5, 合金组织中有孪晶生成, 少量的第二相在晶界处析出。此外, 二道次同一路径轧制下的板材经过20 min深冷处理, 塑性得到极大改善, 断裂伸长率高达23.2%; 与传统轧制工艺相比, 二道次交叉路径轧制板材经20 min的深冷处理, 其硬度、抗拉强度分别由68 HV和246 MPa提升至75.8 HV、268 MPa。

关键词: 镁合金; 二道次变路径轧制; 深冷处理; 微观组织; 力学性能

文章编号: 1004-0609(2022)-11-3280-14

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

引文格式: 张家龙, 卢立伟, 车波, 等. 深冷处理对变路径轧制镁合金组织与性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(11): 3280–3293. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42491

ZHANG Jia-long, LU Li-wei, CHE Bo, et al. Effects of cryogenic treatment on microstructure and mechanical properties of Mg alloy under variable paths rolling[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(11): 3280–3293. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42491

镁合金作为一种优异的轻质结构材料, 与其他金属材料相比, 具有高比强度和比刚度、良好的高阻尼能力和电磁屏蔽等优异性能, 在汽车、电子3C产品和航空航天领域有着极为广泛的应用前景, 被誉为“21世纪的绿色工程材料”^[1-3]。然而, 由于镁合金是密排六方晶体结构, 在室温下能够开启的独立滑移系较少, 造成镁合金在室温下塑性成形能力比较差, 绝对强度较低^[4-5], 且镁合金板材在塑性加工过程易形成强基面织构^[6], 这些问题严重

阻碍了镁合金板材的深度开发与广泛应用。轧制成型是目前生产镁合金板材最经济有效的工艺之一, 镁合金板材在轧制过程中发生的位错、孪生和动态再结晶等行为^[7-8], 能够提高板材的综合力学性能, 为镁合金板材的后续深加工和应用奠定基础, 因而受到广泛的关注。然而, 镁合金板材在传统轧制过程中极易形成强基面织构、易产生边裂、成型性差^[9-11]。因此, 为提高轧制镁合金板材的综合力学性能, 扩大其应用范围, 改善轧制工艺以及对轧后

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51975207, 11772127); 湖南省自然科学基金资助项目(2019JJ30010, 2020JJ5181, 2018JJ3101); 湖南省教育厅资助项目(19C0773)

收稿日期: 2021-10-01; **修订日期:** 2021-11-22

通信作者: 卢立伟, 教授, 博士; 电话: 0731-58290047; E-mail: cqulqyz@126.com

的镁合金板材进行适宜的热处理具有重要的工程意义。

深冷处理是一种将材料放入液氮环境中($-196\text{ }^{\circ}\text{C}$)浸泡一段时间用来改善材料微观组织、提高材料性能的方法^[12],是理想的金属材料强韧化处理工艺。由于深冷处理早期在改善钢铁材料性能方面取得了优异表现^[13],近几年来国内外越来越多的学者们开始尝试将深冷处理应用到镁合金领域。HUANG等^[14]将铸态AZ31镁合金深冷处理之后进行轧制,发现晶粒细化明显,其屈服强度和断裂伸长率分别高达234 MPa、12.3%,与未经深冷试样相比,分别提高了25.8%和300%,断口形貌中韧窝数量明显增多。DONG等^[15]研究发现,挤压态Mg-2Nd-4Zn合金经过深冷处理能够促进晶粒的细化和NdZn₂相的沉淀,造成晶格的收缩,引起组织的变化和位错,提高合金的塑性和强度。ZHANG等^[16]研究AZ31镁合金在室温和深冷条件下的挤压试验,结果发现,镁合金经深冷挤压产生了大量孪晶,相比室温挤压,深冷挤压镁合金的核心平均取向差(Kernel average misorientation, KAM)值更低,使得镁合金具有更高的应力和应变硬化率。LEE等^[17]通过研究AZ31镁合金板材的室温轧制和深冷轧制,发现深冷轧制的板材边裂更加明显,孪晶分布不均匀,沿剪切带集中形成,通过退火处理,室温轧制样品发生的静态再结晶更为明显,形成细小、均匀的再结晶组织。刘亮等^[12]对Mg-6Al-1Y合金进行不同时间的深冷处理,研究发现深冷处理32 h后,合金组织的晶粒平均尺寸细化至10 μm ,晶粒形貌由等轴枝晶转变为等轴球状,显微硬度达到68.1 HV,与未深冷处理的合金相比硬度提高了8.6%。虽然深冷处理应用于镁合金领域的相关报道越来越多,但是镁合金热轧成型结合深冷处理的工艺尚缺少系统化研究。

因此,本文在充分考虑多道次变路径轧制和深冷处理可改善镁合金组织与性能的基础上,提出了将二道次变路径轧制与深冷处理相结合的新工艺,用于加工制造高性能镁合金板材。将镁合金进行两道次不同路径的热轧制成型,轧后立即进行液氮浸泡处理,采用金相显微镜(Optical microscopy, OM)、X射线衍射仪(X-Ray diffractometry, XRD)、扫描电子显微镜(Scanning electron microscopy, SEM)、电子背散射衍射(Electron backscatter

diffraction, EBSD)等技术研究了深冷处理对AZ31镁合金轧板的显微组织的影响,并分析了微观组织结构对力学性能的影响机理,为高性能镁合金的加工制造提供了重要的理论参考和工艺指导。

1 实验

本实验选用普通商用轧制AZ31镁合金板材为研究对象,用电火花线切割机将其加工成尺寸150 mm(RD) $\times$ 55 mm(TD) $\times$ 3.2 mm(ND)的轧制板材,并放入360 $^{\circ}\text{C}$ 的电阻炉中,保温30 min后(命名为T,本文所有轧制下压量在未说明的情况下,以本样品尺寸计算)送入双辊轧机进行轧制实验,第一道次轧制(1P)压下量为15%,第二道次(2P)分别转换0 $^{\circ}$ 、45 $^{\circ}$ 、90 $^{\circ}$ 的路径进行轧制,两次累积压下量为25%,轧制速度均为0.3 m/s。将二道次处理后的试样分别记为CT-0、CT-45、CT-90,立即放置在含有液氮的密闭装置中进行时长为20 min深冷处理,其工艺流程示意图如图1所示。

根据轧制次数、轧制路径以及深冷处理的不同,将一道次轧制成型室温冷却的镁合金试样记为RT,二道次轧制路径为0 $^{\circ}$ 、45 $^{\circ}$ 和90 $^{\circ}$ 的镁合金,经20 min深冷处理的试样分别记为CT-0、CT-45、CT-90,具体实验样品信息见表1。

为研究样品的显微组织,在镁合金板材RD-TD面进行线切割加工取样制成金相试样、XRD试样和EBSD试样,取样观察位置分别如图2(a)中区域1、2、3所示。先用砂纸去除油污,然后对样品进行磨光和抛光处理,将样品在1 g草酸、1 mL硝酸、98 mL蒸馏水配比的混合溶液中腐蚀10~15 s,利用MR500倒置金相显微镜观察其显微组织形貌,同时使用IMAGE-PRO PLUS(IPP)图像分析软件对晶粒尺寸和第二相含量进行统计。采用X射线衍射测试了试样的物相和宏观组织,利用Jade和Matlab软件进行分析。将磨光和抛光处理的样品进行电解抛光,抛光液是10%高氯酸(体积分数)和90%乙醇组成的混合溶液,然后开展EBSD实验,步长为0.75 μm ,并利用HKLChannel5.0软件进行数据处理。使用Zwick/Roll硬度计在板材的RD-TD面进行维氏硬度测试,试样的取样位置如图2(a)中区域4所示,负载为50 N,保压时间为15 s。沿镁合金板材轧制方向

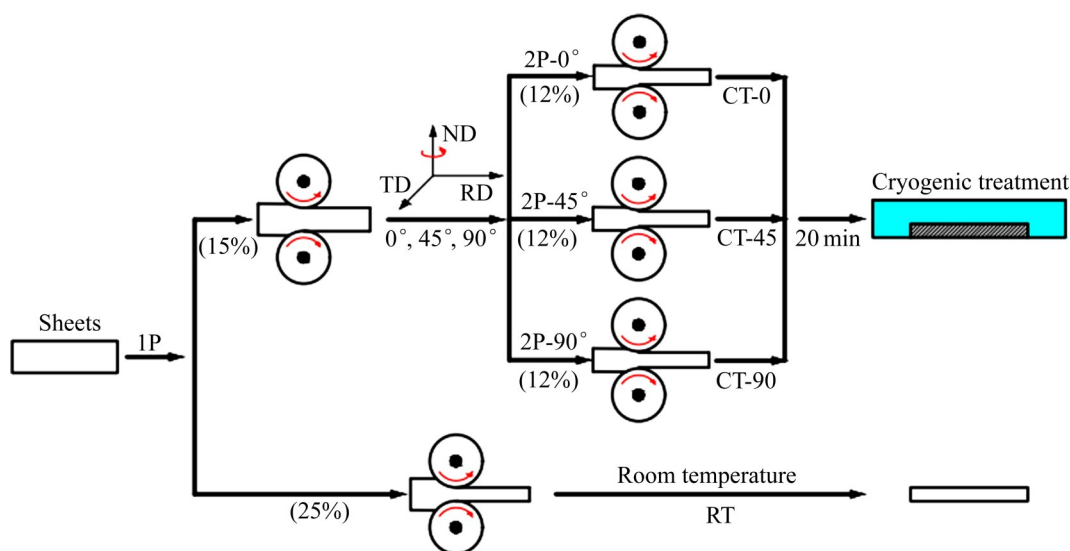


图1 工艺流程示意图

Fig. 1 Schematic diagram of process flow

表1 深冷处理工艺的样品信息

Table 1 Samples information of cryogenic treatment process

Sample No.	Rolling pass	Rolling path	Time/min
RT	One	—	—
CT-0	Two	0°→0°	20
CT-45	Two	0°→45°	20
CT-90	Two	0°→90°	20

加工出拉伸试样, 其取样位置及形状尺寸如图2(a)和(b)所示; 使用型号为CMT-5105型万能拉伸试验机, 在拉伸速率为 10^{-3} s^{-1} 的室温条件下进行拉伸断裂试验, 并采用JXA-8100扫描电子显微镜观察分析了拉伸试样断裂断口形貌。

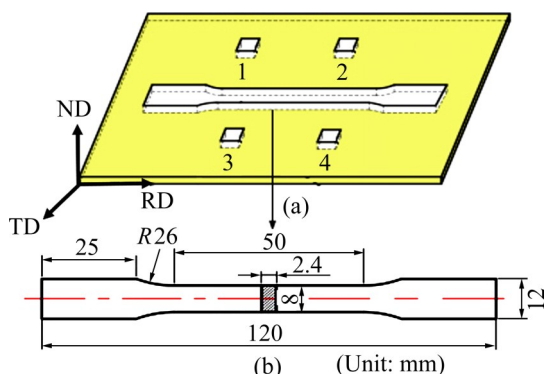


图2 轧制板材及取样位置示意图

Fig. 2 Schematic diagram of rolled sheet and sampling position: (a) Rolled sample; (b) Tensile sample and size

2 结果与讨论

2.1 显微组织分析

镁合金板材经过不同工艺处理后, 其试样的显微组织如图3所示。从图3(a)可以看出, 一道次轧成型室温冷却的AZ31镁合金试样的组织均匀性较差。这主要是在轧制过程中, 板材的不同区域存在受力不均匀, 造成了变形程度不一致。进一步通过IPP软件对晶粒尺寸进行统计可知, 组织中最大晶粒尺寸约为 $37.2 \mu\text{m}$, 而最小尺寸只有 $2.6 \mu\text{m}$, 部分尺寸粗大的原始晶粒旁依附细小的动态再结晶晶粒。与其他塑性变形相比, 镁合金热轧变形是一个快速过程, 不足以发生充分的动态再结晶, 导致晶粒细化效果不明显。除此之外, 还可以看出在部分晶粒内部存在少量孪晶组织, 轧制过程中产生变形孪晶能够抑制裂纹的扩展^[18]。图3(b)和(d)所示为二道次轧制结合深冷处理工艺后的镁合金组织。显然, 晶粒尺寸和均匀性均得到不同程度的改善, 一方面是因为二道次不同压下量能够进一步促进动态再结晶, 另一方面是由于金属材料都有热胀冷缩的特性, 将热轧后的板材立即进行深冷处理后, 剧烈的温度差造成板材晶粒体积收缩, 促使晶粒尺寸产生一定程度的缩小。

经过二道次同一路径热轧-深冷处理试样(CT-0)的显微组织如图3(b)所示, 可以观察到少量的第

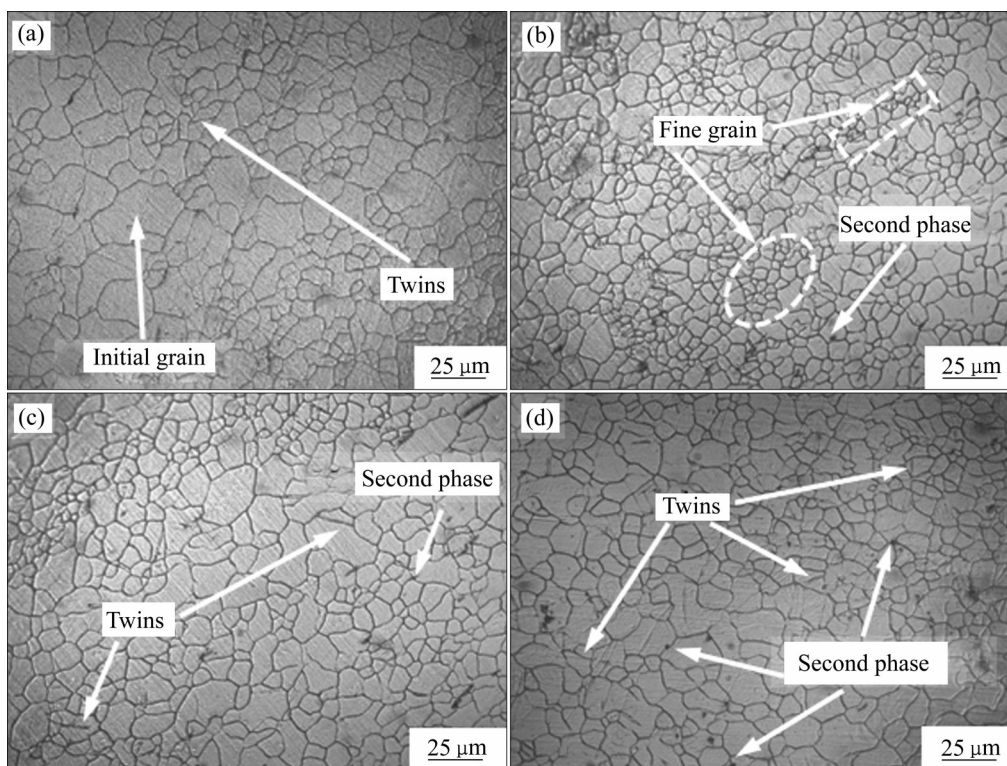


图3 不同工艺处理下 AZ31 镁合金的相组织

Fig. 3 Metallographs of AZ31 magnesium alloy under different process conditions: (a) RT; (b) CT-0; (c) CT-45; (d) CT-90

二相粒子沿着晶界析出, 其体积分数约为 0.9%, 同时板材内部晶粒尺寸的均匀性得到了显著改善, 晶粒尺寸明显减小, 晶粒平均尺寸约为 $7.8\ \mu\text{m}$ 。板材在轧制变形过程中由于二次不同的压下量而发生不同程度的塑性变形, 为协调组织变形, 镁合金组织内部进一步发生动态回复和再结晶过程; 经过深冷处理, 造成板材温度急剧降低, 引起细小的再结晶晶粒来不及长大, 被保存下来, 促使合金组织内部晶粒细化。众所周知, 镁合金内部晶粒的细化能够改善板材的强度和断裂伸长率, 提高镁合金的综合力学性能。图 3(c)~(d) 所示分别为经过轧制路径为 45° 和 90° 二次轧制后再进行深冷处理试样(试样记为 CT-45、CT-90)的显微组织图。与 RT 试样相比, 图 3(c)~(d) 中的晶粒尺寸明显细化, 晶粒大小趋向均匀, 第二相含量略有增加且主要分布在晶界, 晶粒平均尺寸和第二相体积分数分别约为 $15.6\ \mu\text{m}$ 、0.7% 和 $14.2\ \mu\text{m}$ 、1.2%。其中图 3(d) 中出现了孪晶。JIANG 等^[19]指出, AZ31 镁合金经过深冷处理后会生成孪晶, 孪晶的出现对晶粒起到分割碎化的作用, 有助于大晶粒尺寸的细化。

2.2 XRD 分析

为了鉴定实验工艺中沿晶界析出的第二相粒子的种类, 对试样 RT 和试样 CT-90 进行了 XRD 实验, 其 XRD 谱如图 4 所示。由图 4 可见, 试样 CT-90 在 2θ 为 $30^\circ\sim 40^\circ$ 之间出现了第二相峰值, 经鉴定为 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相。仔细观察发现, AZ31 镁合金的相主要由 $\alpha\text{-Mg}$ 基体构成。试样 RT 中未检测出第二相 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 衍射峰, 这主要是因为原始板材的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相含量太少, 经过轧制之后室温冷却的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相含量未发生明显变化, 导致其在衍射谱无明显特征。试样 CT-90 中 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相的峰值强度略有增加, 这与试样 CT-90 的金相组织观察到结果相一致。一方面是因为经深冷处理之后第二相的析出量只是少量增加, 相对含量还是太少; 另一方面是由于 AZ31 镁合金中 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相颗粒细小, 造成其衍射强度降低, 导致上述 XRD 谱中只能观察到极低的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相衍射峰强度。深冷过程中伴随着 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相的析出、沉淀, 引起 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相衍射峰强度增大。这主要是因为 AZ31 镁合金从较高温度快速冷却到液氮温度时, 合金内部产生体积收缩现象, 同时在其内部产生大的压应力和储存大量的变

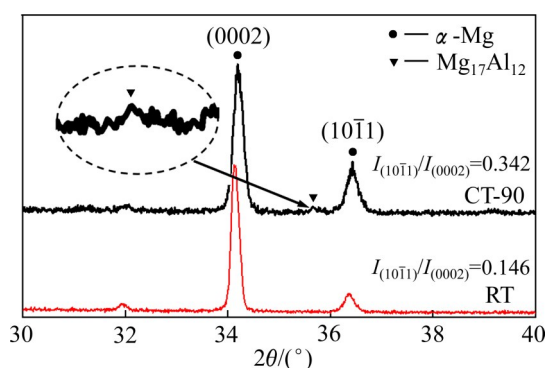


图4 不同工艺处理状态下AZ31镁合金的XRD谱

Fig. 4 XRD patterns of AZ31 magnesium alloy under different process conditions

形能，变形能的产生有利于促进AZ31镁合金第二相的析出、沉淀。

从图4可以看出，不论AZ31镁合金有无经过深冷处理，其(0002)晶面的峰值强度都是最大的，这是由于AZ31镁合金在轧制过程中形成典型的(0002)强基面织构。但是轧制板材经过深冷处理之后，试样CT-90的(0002)晶面衍射峰值强度被削弱，表明深冷处理能够有效弱化由轧制形成的(0002)强基面织构，(10 $\bar{1}$ 1)晶面峰值强度明显增大，试样RT的次强峰与主强峰强度之比为0.146，而试样CT-90的次强峰与主强峰强度之比高达0.342，峰值比提高134%。根据X射线衍射检测原理，次强峰与主

强峰强度比值变化表明，深冷处理过程能使镁合金内部发生晶粒转动，且晶粒取向朝着(10 $\bar{1}$ 1)晶面发生偏转，导致基面与非基面取向共存，即多种类型的织构共同作用，有助于降低因轧制形成的织构强度。由于热轧之后的镁合金由较高温度立即冷却到低温，根据金属材料热胀冷缩的特性，合金内部由于激冷作用引起晶体体积发生收缩，造成材料内部产生巨大的内应力，而引发晶粒转动，起到弱化织构的作用。

为了深入地研究不同轧制路径后经过深冷处理对AZ31镁合金板材宏观织构的影响，进一步利用XRD测试宏观织构，根据极图计算出不同工艺处理下合金织构的取向分布函数(Orientation distribution function, ODF)图。镁合金的主要织构成分在 $\varphi_2=0^\circ$ 和 $\varphi_2=30^\circ$ 的切片中很容易可视化^[20-22]。图5所示为不同工艺处理下镁合金板材在 $\varphi_2=0^\circ$ 和 $\varphi_2=30^\circ$ 的ODF图。由图5可知，RT试样最大织构强度值为16，这是由于镁合金在轧制过程中由于{0002}基面滑移和(10 $\bar{1}$ 2)锥面拉伸孪晶会形成{0002}<10 $\bar{1}$ 0>形变织构^[19]，其主要特征为{0002}基面平行于轧板表面，<10 $\bar{1}$ 0>晶向平行于轧制方向。由于此种织构状态下基面几乎与板面相平行，使得镁合金具有很强的各向异性，不利于镁合金进一步变形，最终宏观表现为镁合金塑性能力有限，变形

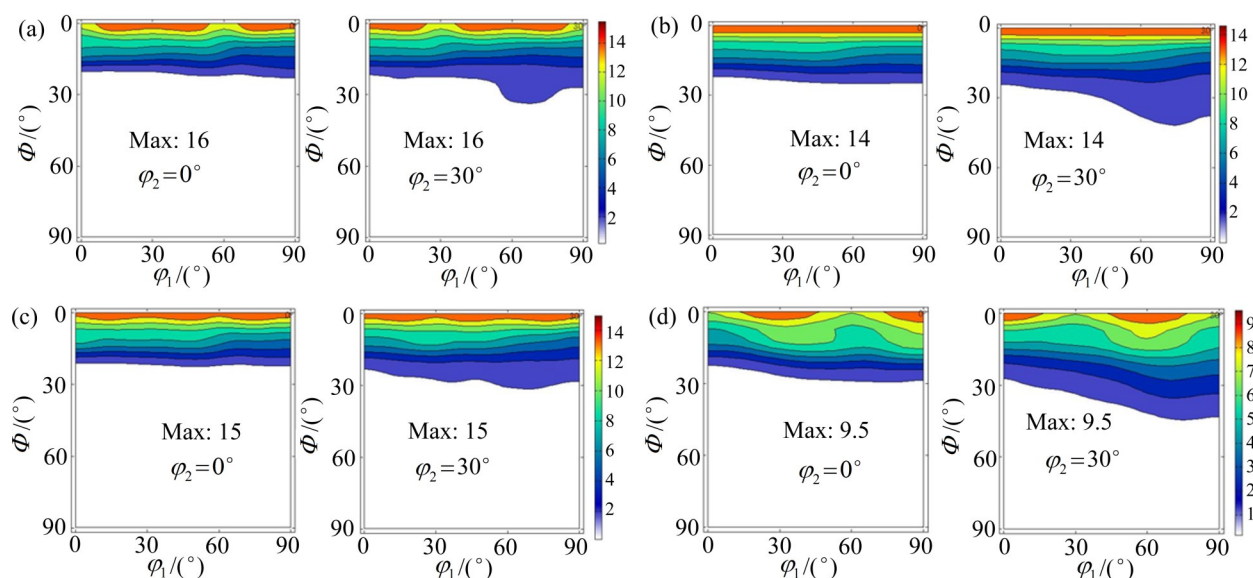


图5 不同工艺处理状态下AZ31镁合金的ODF图

Fig. 5 ODF maps of AZ31 magnesium alloy under different process treatment conditions: (a) RT; (b) CT-0; (c) CT-45; (d) CT-90

镁合金的应用进一步受到阻碍。

经不同路径轧制之后进行深冷处理的镁合金的组织强度均有所弱化。图 5(b~d)所示为试样 CT-0、CT-45、CT-90 的 ODF 图, 三个试样的组织强度均小于 16。组织的弱化受到两个因素的共同影响。一个影响因素是因为经过两道次轧制, 组织内部发生动态再结晶较为充分, 这与在图 3(b)中观察到晶粒尺寸细小、均匀的结果相一致。合金中再结晶组织的比例增加, 形成 $\{0002\}\langle 11\bar{2}0\rangle$ 再结晶组织, 其主要特征为 $\{0002\}$ 基面平行于轧板表面, $\langle 11\bar{2}0\rangle$ 晶向平行于轧制方向^[19], 组织类型由轧制产生形变组织逐渐过渡到形变组织与再结晶组织共存的混合组织。另一个影响因素是由于镁合金板材经深冷处理, 晶体结构收缩发生转动, 因此削弱了组织强度。其中 CT-90 试样的组织强度为 9.5, 组织的显著弱化主要是因为经过交叉轧制, 镁合金内部变形更加充分。此外, 第二道次交叉轧制过程用时少, 镁合金在空气中滞留时间短, 放置到液氮中, 材料从环境中高温突然移到激冷环境中, 产生剧烈的温度差, 根据热胀冷缩的原理, Mg 晶体体积收缩, 引起局部晶粒的转动, 进而显著弱化板材组织。

2.3 力学性能

图 6 所示为不同工艺处理下试样的显微硬度图。由图 6 可以看出, RT 的硬度值为 68.8 HV, 经过二道次变换路径轧制结合深冷处理后, 试样的显微硬度值均获得提高, 试样 CT-0、CT45 和 CT-90 的硬度值分别为 73.6 HV、71.7 HV 和 75.8 HV。轧制道次的增加使晶粒内部变形得到累积, 导致合金组织内产生了一定程度的加工硬化, 并且组织内部进一步发生了动态再结晶使得晶粒得到再次细化, 促进了镁合金综合力学性能的提高。此外, 镁合金经过深冷处理, 会发生晶粒的转动及晶体取向沿一定方向排布而产生了织构, 使材料具有各向异性, 从而对力学性能也会产生很大的影响^[23]。通过对比未经深冷处理的板材的金相组织(见图 3(a)), 深冷处理试样的显微组织中第二相粒子 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 析出量增多; 与 Mg 基体相相比, $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相是硬而脆的粒子, 其硬度值大于基体晶粒。细化的晶粒以及析出的 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相都有助于提高试样的硬度值。进一步观察图 6 可知, 试样 CT-90 的硬度值高达 75.8 HV, 较试样 RT 的 68.8 HV 相比, 硬度值提高

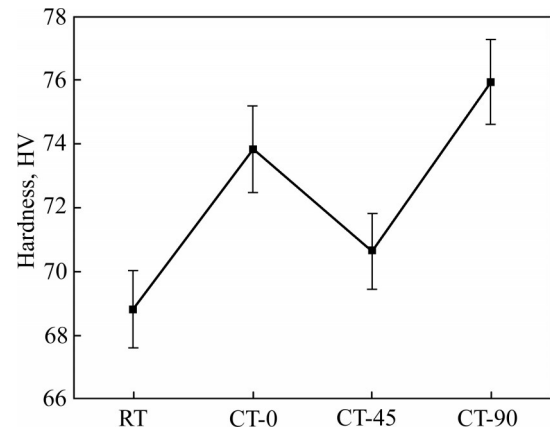


图 6 不同工艺处理状态下 AZ31 镁合金硬度

Fig. 6 Hardness of AZ31 magnesium alloy under different process treatment conditions

了 9%。

图 7 所示为 AZ31 镁合金在不同工艺下的拉伸应力-应变曲线图。由图 7 可以看出, 一道次热轧室温冷却的镁合金板材试样 RT 的抗拉强度约为 246 MPa, 断裂伸长率为 9.6%, 而经过两道次同一路径轧制的镁合金经 20 min 深冷处理后, 试样 CT-0 的抗拉强度约为 252 MPa, 虽然强度提升变化并不明显, 但是塑性却得到显著的提升, 断裂伸长率高达 23.2%。由此可知, 试样 CT-0 在保持抗拉强度基本不变的同时, 其断裂伸长率提升了 142%。这是因为经过二道次同一路径轧制, 镁合金内部发生动态再结晶较为充分, 消耗大量由变形引入的位错, 同时合金经过深冷处理, 温度急剧降低能够抑

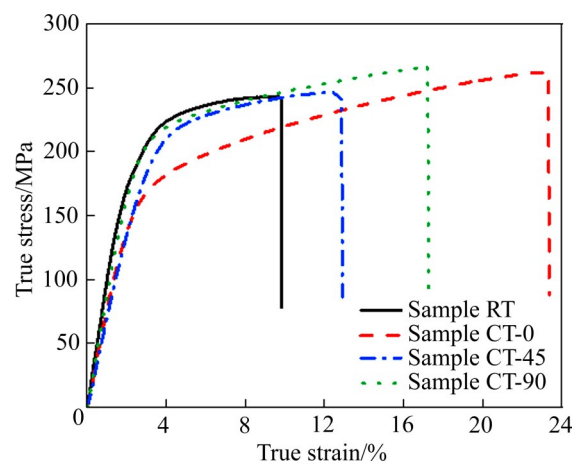


图 7 不同工艺处理状态下 AZ31 镁合金拉伸应力-应变曲线

Fig. 7 Tensile stress-strain curves of AZ31 magnesium alloy under different process treatments

制细小晶粒的进一步长大,造成晶粒尺寸得到显著细化,晶粒大小趋于均匀化,细小、均匀的晶粒组织造成板材的塑性得到了大幅提升而强度并无明显变化。

经二道次 45° 和 90° 不同路径热轧后进行深冷处理的试样 CT-45 和 CT-90 的抗拉强度和伸长率分别为 248 MPa、12.9% 和 268 MPa、17.2%。与试样 CT-45 相比,试样 CT-90 轧制过程耗时更短,在空气中损失的热量更少;当热轧板材放置到液氮中,合金从更高温度快速冷却到液氮温度时,温差效应更加明显。合金内部产生体积收缩现象,在其内部产生较大的压应力和储存大量的变形能。变形能的产生有利于 AZ31 镁合金细小第二相颗粒的析出,阻碍位错运动,造成位错塞积;而且由于第二相颗粒分布在晶界,从而抑制细小晶粒的进一步长大。AZ31 镁合金中第二相的析出通常成为合金的强化相,能够提高材料的强度和硬度,改善其力学性能。故试样 CT-90 拉伸力学性能比试样 CT-45 好。

图 8(a)所示为试样 RT 的拉伸断口形貌。从图 8(a)可知,断裂形貌存在明显的解理台阶以及解理面,韧窝数量较少,为典型的准解理断裂形貌^[24]。与图 8(a)中试样相比,图 8(b)~(d)中试样的宏观断

裂形貌中出现了不同数量、深浅不一的韧窝,同时试样中撕裂边缘的局部区域分布更加密集,大部分区域保持相对光滑。这表明试样断裂前发生了一定程度的塑性变形行为,拉伸断裂呈现出脆性和塑性断裂机制的混合模式断裂特征。观察试样 CT-0 的断口形貌(见图 8(b))可知,板材断口韧窝数量显著增多,且韧窝较深,沿一定方向形成撕裂韧窝。这是由于二道次同一路径轧制之后,晶粒的动态再结晶过程较为充分,之后的深冷处理使得细小的晶粒来不及长大,被保存了下来,同时在金相组织观察中得知该组织内部第二相较少,且镁基体塑性变形能力强。这与拉伸性能中试样 CT-0 的伸长率较试样 RT 的伸长率大幅提高的结果相一致。

从图 8(b)~(d)中可以看到,断口形貌中解理面及解理台阶明显减少,撕裂棱数量明显增加。撕裂棱沿着不同的方向相互交叉、汇集,这与深冷处理产生的第二相粒子有关。当合金中晶界处和晶体内部存在细小的沉淀相时,受到单向拉应力作用会导致位错在运动过程中形成位错塞积,在基体与析出相粒子周围产生较高的应力集中;新的位错开动使得第二相粒子处受到的应力增大,最终造成第二相粒子与基体断裂产生微裂纹。随后裂纹在第二相粒

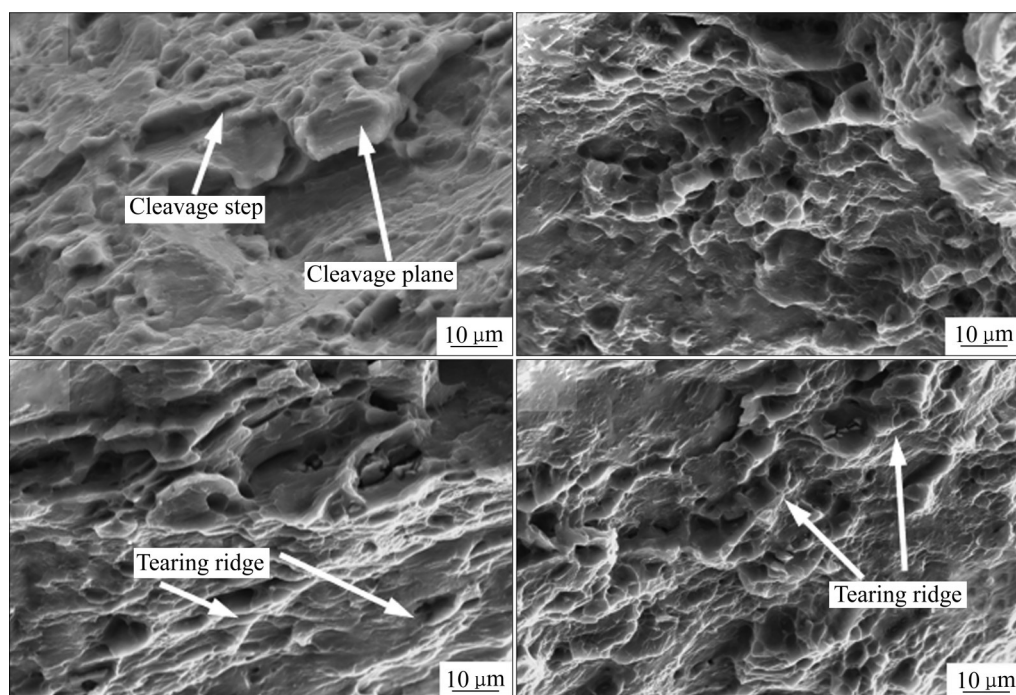


图8 不同工艺处理状态下 AZ31 镁合金的断口形貌

Fig. 8 Fracture morphologies of AZ31 magnesium alloy under different process treatment conditions: (a) Sample RT; (b) Sample CT-0; (c) Sample CT-45; (d) Sample CT-90

子与基体的交界处不断扩展, 在裂纹尖端的塑性变形区内, 细小的第二相阻碍位错运动, 在相界面处产生应力集中并导致微裂纹在这些硬质点处产生, 微裂纹不断扩展最终发生断裂^[25]。观察以上断口形貌, 可以看到存在一定数量的韧窝。基于以上分析, 本文进一步验证了二道次变换路径轧制与深冷处理相结合的工艺在一定程度上可以提高 AZ31 镁合金的断裂伸长率, 改善镁合金的塑性。

2.4 EBSD 分析

为了进一步分析试样 CT-0 断裂伸长率获得极大的提升以及引起试样 CT-90 的抗拉强度和硬度显著提高的原因, 对上述两个试样进行 EBSD 表征。图 9 所示为试样 CT-0 和 CT-90 的 EBSD 图和再结晶分布图。由图 9(a)和(b)可以看出, 板材的晶粒分布与图 3 中的金相组织的观察结果相一致, 即由细小的再结晶晶粒与少量稍大的晶粒组成合金组织, 其中细小的晶粒夹在大晶粒中间。与试样 CT-90 相比, 试样 CT-0 呈现出大晶粒与细小的晶粒交替分布的现象且整体晶粒更加细小均匀。这主要得益于二道次同一路径轧制与深冷处理共同作用的结果, 二道次同一路径轧制过程中动态再结晶程度更高,

温度骤降造成细小的动态再结晶晶粒没有足够的能量长大, 最终导致大量细小的再结晶晶粒被保留下来。由图 9(b)中可见, 部分晶粒与其周围的晶粒取向有较大的差异, 比如 R 区域, 这种由深冷处理造成的晶粒转动, 引起晶粒随机取向, 有助于组织的弱化与散化, 这与 XRD 分析中试样 CT-90 的组织强度降低相吻合。细致观察图中 R 区域, 可见中心晶粒内部出现 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶。孪晶的存在能够起到分割大晶粒的作用, 阻碍位错运动, 有利于进一步提升综合力学性能。

图 9(c)和(d)所示分别为试样 CT-0 和 CT-90 的再结晶分布图。其中, 蓝色表示的是晶粒取向差 $< 2^\circ$ 的再结晶晶粒(Recrystallized); 黄色表示的是晶粒取向差在 $7.5^\circ \sim 15^\circ$ 之间为亚晶粒(Substructured); 红色表示的是晶粒取向差在 $2^\circ \sim 7.5^\circ$ 之间的变形晶粒(Deformed)。通过再结晶含量统计可知, 试样 CT-0 和 CT-90 再结晶比例分别为 87% 和 34%。试样 CT-0 的再结晶分数高主要是镁合金经同一路径的二道次轧制后变形更加充分, 试样 CT-0 内部产生大量动态再结晶组织, 再结晶发生得较为完全, 使得大量再结晶晶粒逐渐取代原始晶粒, 形成动态再结晶区域, 造成晶粒尺寸明显减小, 晶粒大小趋于均匀,

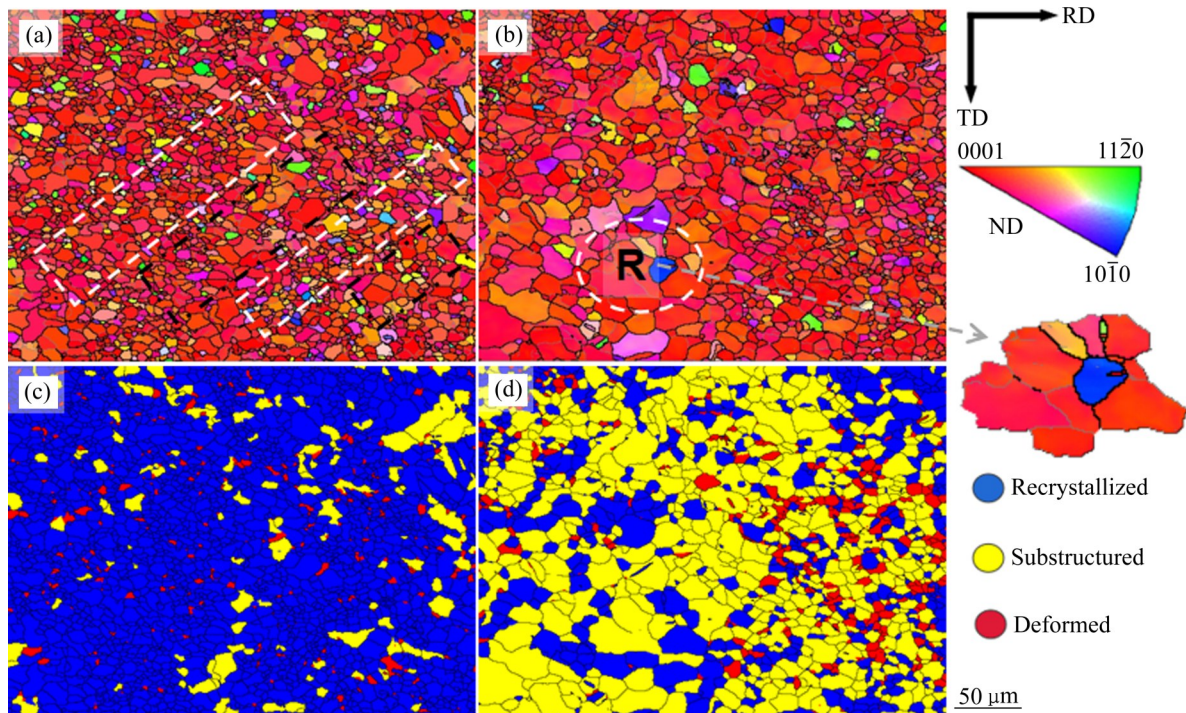


图 9 试样 CT-0、CT-90 的 EBSD 图

Fig. 9 EBSD maps of samples CT-0 and CT-90: (a) EBSD map of CT-0; (b) EBSD map of CT-90; (c) Recrystallization map of CT-0; (d) Recrystallization map of CT-90

引起晶粒组织细化。相关研究表明,动态再结晶能够吸收大量位错,阻碍变形过程中应变硬化,是引起应变软化和塑性大幅提升的主要原因^[26];同时动态再结晶导致了强度的降低,这与图(6)观察到试样CT-0的断裂伸长率提高了142%,而抗拉强度仅提高了6 MPa的力学性能变化相一致。

图10(a)所示为图9(b)中R区域的放大图,观察发现中间晶粒与周边的晶粒取向都有较大的差异,形成三叉晶结构,这种晶粒取向呈现随机化的分布对于轧制形成的强基面织构起到了很好的弱化和散化作用。郭超凡^[27]认为AZ31镁合金在深冷处理过程中会伴随着晶粒转动。晶粒转动是合金由于激冷作用引起晶体体积收缩,在材料内部产生内应力,从而使晶粒取向发生变化,且随着深冷时间的延长,晶粒向着非基面发生偏转。观察试样CT-90的EBSD图,能够发现存在多个中间晶粒与周边晶粒取向各不相同的区域,这对于板材的织构弱化起到了重要的作用。

对图10(a)中产生亚晶界的大晶粒内部取直线AB测量其取向差角的变化,图10(b)所示为点A到点B的取向差及点A到原点的累积取向差折线图。图10(b)中曲线的变化(黑色线、红色线)表明它们的取向角连续变化并发生累积,这说明说明晶粒内部晶格旋转,晶粒取向发生了变化。进一步观察晶粒内部直线取向差角发现,点A到点B之间取向差角折线图呈现出锯齿状,取向差角变化剧烈,从1.2°增长至10.5°,变化幅度达9.3°;点A与原点之间取向差角连续不断变化,这表明晶粒内部取向差变化明显,位错活跃。深冷处理使得晶粒转动,极大地

弱化了轧制形成的强基面织构,这使得轧制后的板材经室温冷却后,试样RT的织构强度达到16,而经过深冷处理的轧制板材,试样RT-90的织构强度显著降低至9.5。

对试样CT-0在变形过程中常见滑移系的施密特因子分布情况进行统计,结果如图11所示。图中由蓝色到红色表示施密特因子值逐渐增大。由图11(a)可知,在基面 $\langle a \rangle$ 滑移图中,晶粒的颜色分布较为均匀,整体以蓝色为主,这表示基面 $\langle a \rangle$ 滑移的施密特因子值较小,不利于基面 $\langle a \rangle$ 滑移的开启。基面滑移难以开启,需要其他变形机制进一步适应变形。图11(b)~(d)分别为柱面 $\langle a \rangle$ 、锥面 $\langle a \rangle$ 、锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移图(均为非基面滑移)。图中大部分晶粒呈现红色,表明施密特因子值较高,而具有较小施密特因子值的晶粒较少(见蓝色)。这说明柱面 $\langle a \rangle$ 、锥面 $\langle a \rangle$ 滑移和锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移比基面滑移更容易开启,非基面滑移的启动,成为更加主要的滑移变形机制。众所周知,更多非基面滑移系的启动能使合金在变形过程中使位错更容易进行滑移运动,不易产生应力集中,促进合金更好地协调变形,从而提高合金整体的塑性变形能力。

为了直观具体地观察试样CT-0不同常见滑移系的施密特因子分布情况,对其进行了统计分析,结果如图12所示。其中,基面 $\langle a \rangle$ 滑移、柱面 $\langle a \rangle$ 滑移、锥面 $\langle a \rangle$ 滑移及锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移的平均施密特因子分别为0.21、0.43、0.41和0.39。柱面 $\langle a \rangle$ 及锥面 $\langle a \rangle$ 滑移都具有较高的施密特因子值,平均值达到0.4以上,均高于基面滑移的平均施密特因子值。这表明柱面 $\langle a \rangle$ 和锥面 $\langle a \rangle$ 滑移更容易开启,经过同

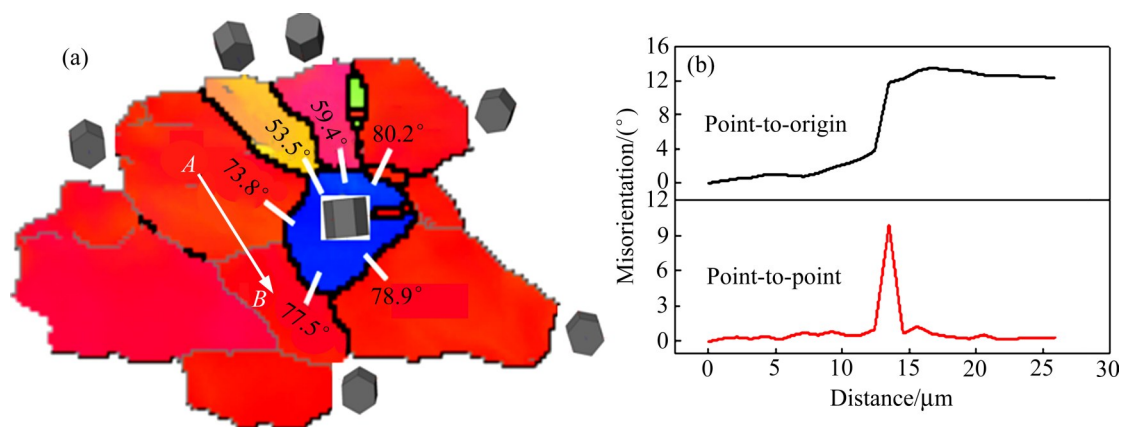


图10 R区域的EBSD图

Fig. 10 EBSD maps of R area: (a) Grain orientation map; (b) Misorientation line figure along AB in (a)

一路径轧制的镁合金经深冷处理之后, 镁合金的柱面和锥面滑移更容易被激活, 非基面滑移的开启使位错在更多方向上能够发生移动, 促使合金更好的适应变形, 导致试样 CT-0 的断裂伸长率显著提高,

进一步说明二道次同一路径轧制与深冷处理结合能够有效提高镁合金板材的塑性变形能力。

图 13 所示为试样 CT-0、CT-90 的 KAM 图。由图 13(a) 可以看出, 试样 CT-0 组织内部绝大部分为

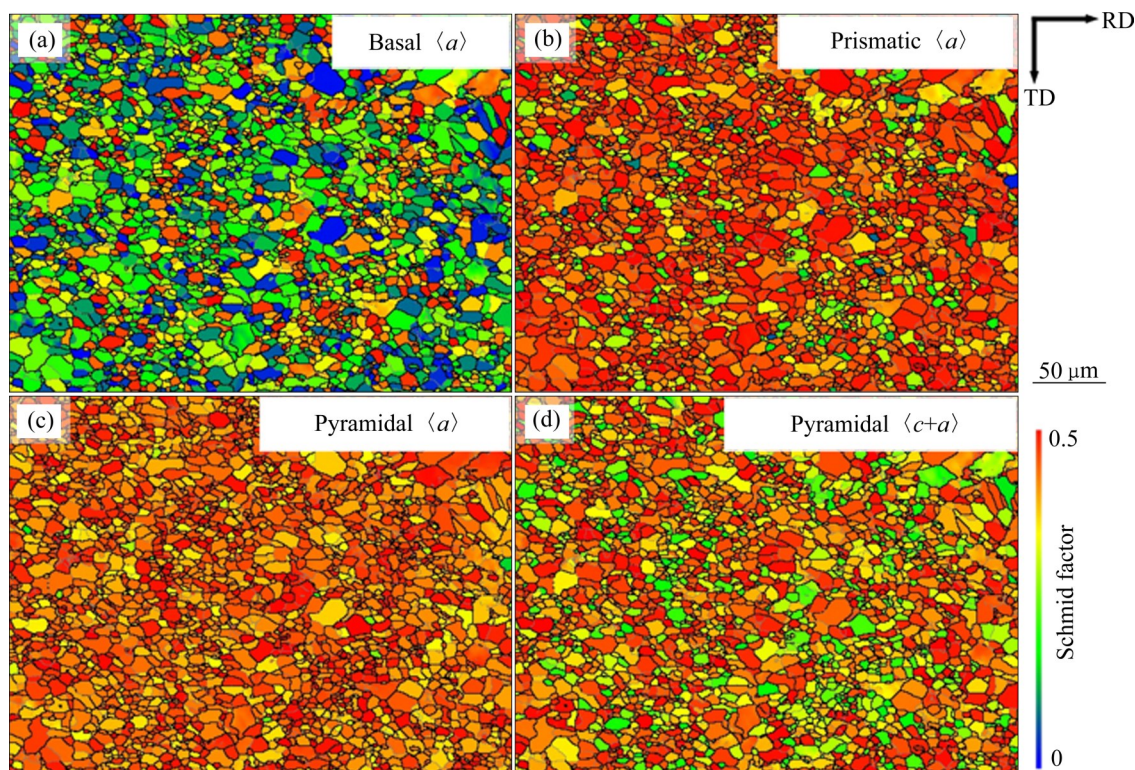


图 11 试样 CT-0 的不同滑移系图

Fig. 11 Different slip system maps of sample CT-0: (a) Basal $\langle a \rangle$, (b) Prismatic $\langle a \rangle$; (c) Pyramidal $\langle a \rangle$; (d) Pyramidal $\langle c+a \rangle$

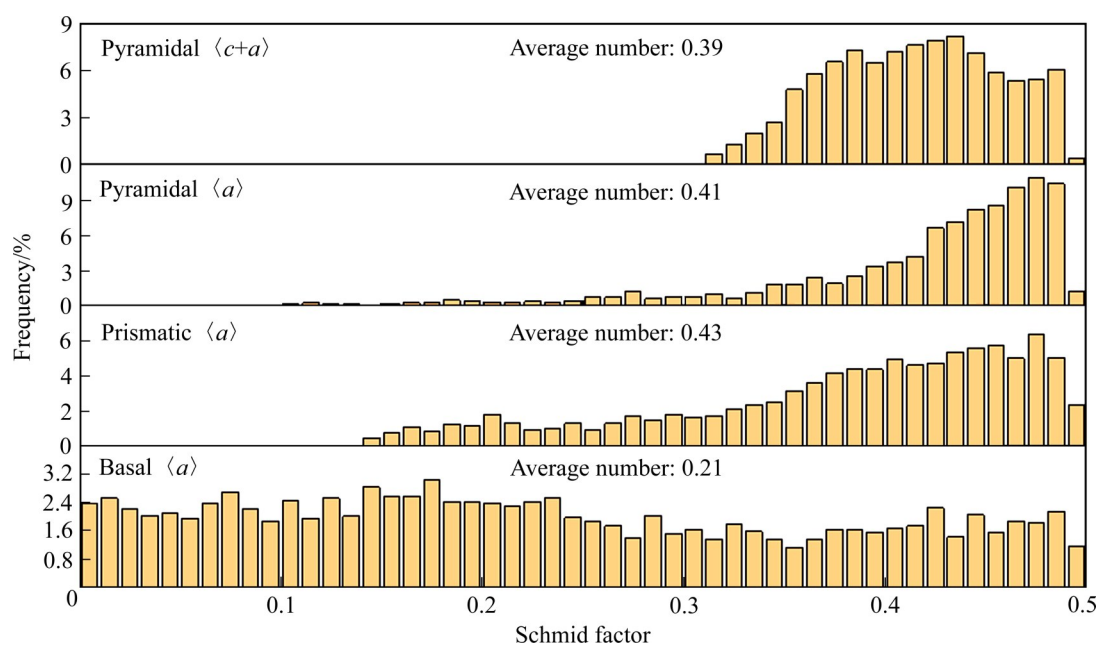


图 12 试样 CT-0 的不同滑移系施密特因子图

Fig. 12 Schmid factor map of different slip systems of sample CT-0

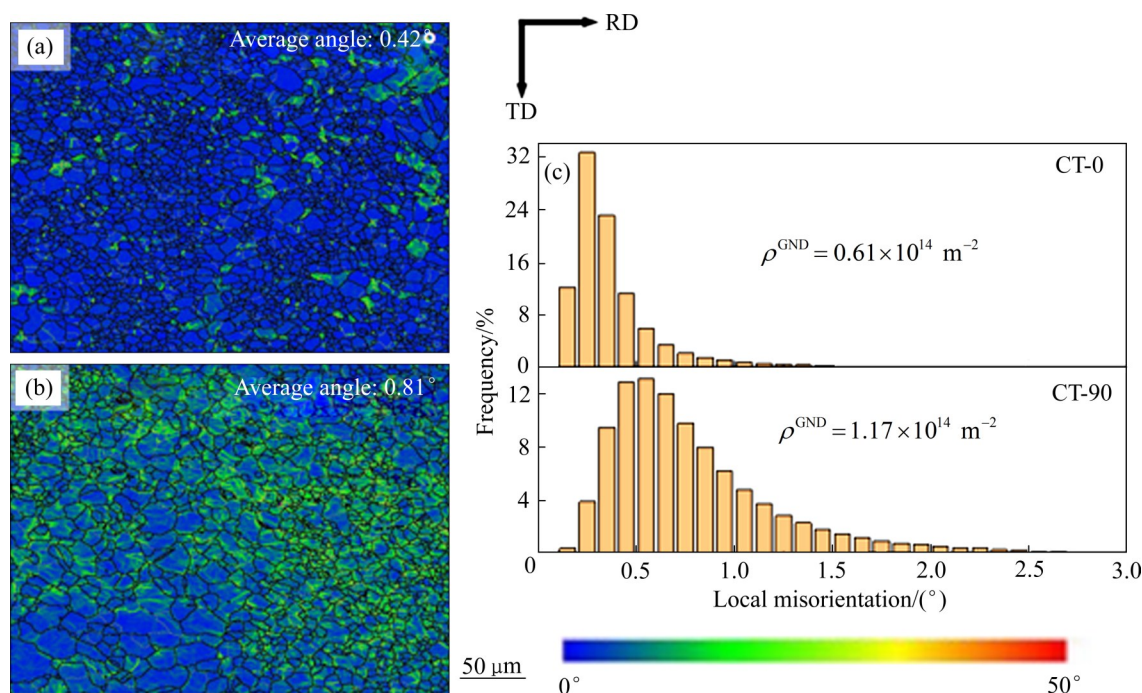


图13 试样CT-0、CT-90的KAM图

Fig. 13 KAM maps of samples CT-0 and CT-90: (a) KAM map of CT-0, (b) KAM map of CT-90; (c) Distribution map of local misorientation

细小的晶粒，且整体呈蓝色，少量粗晶内部区域呈蓝色，边缘呈淡绿色。这是因为细晶主要为再结晶晶粒，内部取向差小，位错密度低；而少量粗晶是未发生动态再结晶的变形晶粒，内部取向差大，位错密度高。由图13(b)可知，在试样CT-90中，不同晶粒的取向差发生了较大的变化，少部分晶粒逐渐呈现蓝色，大部分晶粒呈现绿色、蓝色且交叉分布，说明二道次交叉路径轧制下的AZ31镁合金轧制结合深冷处理工艺造成试样CT-90晶粒内取向差显著增大。通过对比可知，试样CT-0中出现位错密度较低、尺寸细小的晶粒。这是由于经过二道次同一路径轧制后，合金组织内部发生的动态再结晶较为充分，再结晶分数高达87%；再结晶过程中消耗了大量的位错，导致新的动态再结晶晶粒内的位错密度较低，且位错密度分布比较均匀。

为了更直观地显示两种试样的具体KAM值，通过处理KAM数据得到了不同取向差角度分布图。图13(c)所示为二道次不同路径轧制下经深冷处理的试样不同取向差角分布图。KAM角度分布图表明，试样CT-0、CT-90的平均KAM角度分别为0.42°、0.81°，进一步观察图13(c)可知，CT-0试样的局部取向差角角度均分布于0°~2°之间，说明样

品具有较高的再结晶程度，与观察到试样CT-0再结晶图中大多数动态再结晶晶粒呈现出黄色的现象相符。此外，为了具体研究不同工艺下合金的总位错密度，采用几何必需位错(Geometrically necessary dislocation, GND)密度来预测总位错密度，其中GND密度的计算公式可以表示为^[28-29]：

$$\rho^{\text{GND}} = \frac{2\Delta\theta_i}{ub} \quad (1)$$

式中： ρ^{GND} 表示几何必需位错密度； $\Delta\theta_i$ 表示局部取向差角，可用试样的平均KAM角度表示； b 表示伯格矢量($Mg=3.21\times10^{-10}\text{ m}$)； u 表示EBSD的扫描步长，对于两个试样的步长都为0.75 μm。由式(1)可以计算出试样CT-0和CT-90的 ρ^{GND} 值分别为 $0.61\times10^{14}\text{ m}^{-2}$ 和 $1.17\times10^{14}\text{ m}^{-2}$ ，二道次交叉路径轧制板材下的GND密度比二道次同一路径轧制板材下的GND密度值高出93%。这是由于二道次交叉路径轧制的板材内部产生的动态再结晶程度较低，无法通过形成大量动态再结晶来释放局部集中的应力，导致试样CT-90的位错密度更高。综上所述，二道次同一路径轧制下的镁合金板材发生的动态再结晶过程更为充分，形成的再结晶晶粒具有较小的位错密度，极大地提升了板材的塑性。

3 结论

1) 二道次变路径轧制的AZ31镁合金经过深冷处理之后,晶粒大小趋向均匀化,晶粒尺寸得到明显细化,晶粒平均尺寸细化至7.8 μm ;第二相粒子沿晶界析出增多,合金组织中产生孪晶;内部晶粒发生转动,晶粒取向发生变化,引起轧制形成的(0001)强基面织构显著弱化。

2) 二道次同一路径轧制的AZ31镁合金板材经过深冷处理,塑性得到显著改善,断裂伸长率高达23.2%,较一道次轧制成形室温冷却试样相比,断裂伸长率提升了142%;二道次交叉路径轧制的AZ31镁合金板材经过深冷处理,抗拉强度和硬度分别提高到75.8 HV和268 MPa。

3) 二道次同一路径轧制的AZ31镁合金板材的动态再结晶程度高,再结晶分数高达87%;经过深冷处理,非基面平均施密特因子均高于基面,非基面滑移的开启显著提高板材的塑性。二道次交叉路径轧制的AZ31镁合金板材经过深冷处理,存在多个中间晶粒与周边晶粒取向各不相同的区域,晶粒相邻点以及点到原点的取向差角连续变化并发生累积,极大地弱化了织构强度。

REFERENCES

- [1] 宋广胜,牛嘉维,张士宏,等. 镁合金棒材扭转变形的孪晶机制[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(7): 1574–1583.
SONG Guang-sheng, NIU Jia-wei, ZHANG Shi-hong, et al. Twinning mechanism of magnesium alloy rod torsion[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(7): 1574–1583.
- [2] 张玉,李明,杨文龙,等. T4和T6热处理参数对Mg-12Zn-2Al镁合金组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(10): 2322–2330.
ZHANG Yu, LI Ming, YANG Wen-long, et al. Effects of T4 and T6 heat treatment parameters on microstructure and mechanical properties of Mg-12Zn-2Al magnesium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(10): 2322–2330.
- [3] 李永兵,马运五,楼铭,等. 轻量化薄壁结构点连接技术研究进展[J]. 机械工程学报, 2020, 56(6): 125–146.
LI Yong-bing, MA Yun-wu, LOU Ming, et al. Research progress of lightweight thin wall structure point connection technology[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2020, 56(6): 125–146.
- [4] DU Yu-zhou, LIU Dong-jie, GE Yan-feng, et al. Effects of deformation parameters on microstructure and texture of Mg-Zn-Ce alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2020, 30: 2658–2668.
- [5] 汪建强,郭丽丽,王长峰. AZ31镁合金位错密度模型及热压缩的微观组织预测[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(1): 48–58.
WANG Jian-qiang, GUO Li-li, WANG Chang-feng. Dislocation density model of AZ31 magnesium alloy and microstructure prediction of thermal compression[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(1): 48–58.
- [6] 赵磊杰,马立峰,韩廷状,等. 变形镁合金轧制成形研究进展[J]. 材料导报, 2020, 34(21): 21135–21145.
ZHAO Lei-jie, MA Li-feng, HAN Ting-like, et al. Advances in the study of deformed magnesium alloy rolled forming[J]. Material Guide, 2020, 34 (21): 21135–21145.
- [7] CHEN G, ZHANG S, ZHANG H M, et al. Controlling liquid seg-regation of semi-solid AZ80 magnesium alloy by back pressure thix-oextruding[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2018, 259: 88–95.
- [8] HUANG Guang-sheng, ZHANG Hua, GAO Xiao-yun, et al. Forming limit of textured AZ31B magnesium alloy at different temperatures[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(4): 836–843.
- [9] DING Y, ZHU Q, LE Q, et al. Analysis of temperature distribution in the hot plate rolling of mg alloy by experiment and finite element method[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2015, 225(12): 286–294.
- [10] WU J L, JIN L, DONG J, et al. The texture and its optimization in magnesium alloy[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2020, 42(7): 175–189.
- [11] 刘筱,朱必武,吴远志,等. 中高应变速率轧制AZ31镁合金的边裂、组织与性能[J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(2): 232–240.
LIU Xiao, ZHU Bi-wu, WU Yuan-zhi, et al. Edge cracking, tissue and performance of medium and high strain rate rolled AZ31 magnesium alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29 (2): 232–240.
- [12] 刘亮,欧阳晟,杨伟,等. 深冷处理对非平衡凝固Mg-6Al-1Y合金组织及硬度的影响[J]. 材料热处理学报, 2019, 40(12): 39–46.
LIU Liang, OUYANG Sheng, YANG Wei, et al. Effects of deep cold treatment on the tissue and hardness of unbalanced solidification Mg-6Al-1Y alloys[J]. Journal of Material Heat Treatment, 2019, 40 (12): 39–46.

- [13] 邱庆忠. 深冷处理技术在金属材料中的应用[J]. 材料研究与应用, 2007(2): 150–153.
- QIU Qing-zhong. Application of cryogenic treatment technology in metal materials[J]. Materials Research and Application, 2007(2): 150–153.
- [14] HUANG Zhi-quan, WEI Jian-chun, HUANG Qing-xue, et al. Effect of cryogenic treatment prior to rolling on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2018, 47(10): 2942–2948.
- [15] DONG Ning-ning, SUN Ling-xiong, MA Hong-bin, et al. Effects of cryogenic treatment on microstructures and mechanical properties of Mg-2Nd-4Zn alloy[J]. Materials Letters, 2021, 305: 130699.
- [16] ZHANG Kai, SHAO Zhu-tao. A comparative study of plastic deformation mechanisms in room-temperature and cryogenically deformed magnesium alloy AZ31[J]. Materials Science and Engineering, 2021, 807: 140821.
- [17] LEE S W, SANG H K, SUNG H P, et al. Microstructural characteristics of AZ31 alloys rolled at room and cryogenic temperatures and their variation during annealing[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2020, 8(2): 537–545.
- [18] 刘江林, 齐艳阳, 王涛, 等. 镁合金板材轧制成形边裂的研究进展[J]. 材料导报, 2020, 34(7): 7138–7145.
- LIU Jiang-lin, QI Yan-yang, WANG Tao, et al. Advances in the study of magnesium alloy sheet rolled into shaped edge cracking[J]. Material Guide, 2020, 34(7): 7138–7145.
- [19] JIANG Y, CHEN D, CHEN Z H, et al. Effect of cryogenic treatment on the microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy[J]. Materials and Manufacturing Processes, 2010, 25(8): 837–841.
- [20] SHENG Kun, LU Li-wei, XIANG Yao, et al. Microstructure and mechanical properties of AZ31 Mg alloy fabricated by pre-compression and frustum shearing extrusion[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2019, 32(2): 235–244.
- [21] QIN D H, WANG M J, C Y, et al. Interaction between texture evolution and dynamic recrystallization of extruded AZ80 magnesium alloy during hot deformation[J]. Materials Science and Engineering A, 2020, 788: 139537.
- [22] 刘迪. AZ31 镁合金多道次轧制板材的显微组织及力学性能[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2017.
- LIU Di. Microstructure and mechanics properties of AZ31 magnesium alloy multi-rolled plates[D]. Harbin: Harbin University of Technology, 2017.
- [23] LIU Yong, SHAO Shuang, XU Chun-shui, et al. Effect of cryogenic treatment on the microstructure and mechanical properties of Mg-1.5Zn-0.15Gd magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 588: 76–81.
- [24] 何进, 何建丽, 赵卫东, 等. 挤压态 WE43 镁合金低温断裂研究[J]. 塑性工程学报, 2020, 27(10): 172–177.
- HE Jin, HE Jian-li, ZHAO Wei-dong, et al. Squeeze STATE WE43 magnesium alloy cryogenic fracture study[J]. Plastic Engineering Journal, 2020, 27(10): 172–177.
- [25] 黄志权, 黄庆学, 马立峰, 等. β -Mg₁₇Al₁₂ 相对 AZ31B 镁合金铸轧板边裂行为的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2014, 43(5): 1199–1203.
- HUANG Zhi-quan, HUANG Qing-xuan, MA Li-feng, et al. β -Mg₁₇Al₁₂ were affected by the edge cracking behavior of the AZ31B magnesium alloy cast-roll plate[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2014, 43(5): 1199–1203.
- [26] 李彦生, 渠成, 王金辉, 等. 多道次温轧对 AZ31 镁合金组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(1): 60–68.
- LI Yan-sheng, QU Cheng, WANG Jin-hui, et al. Effects of multi-temperature rolling on the organization and performance of AZ31 magnesium alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(1): 60–68.
- [27] 郭超凡. 深冷处理对 AZ31 镁合金组织及性能的影响研究[D]. 长春: 吉林大学, 2019.
- GUO Chao-fan. Study on the effects of deep cold treatment on the tissue and performance of AZ31 magnesium alloys[D]. Changchun: Jilin University, 2019.
- [28] PAN H, KANG R, LI J, et al. Mechanistic investigation of a low-alloy Mg-Ca-based extrusion alloy with high strength-ductility synergy[J]. Acta Materialia, 2020, 186: 278–290.
- [29] LI Xiao-qiang, LE Qi-chi, LI Dan-dan, et al. Hot tensile deformation behavior of extruded LAZ532 alloy with heterostructure[J]. Materials Science and Engineering A, 2021, 801: 140412.

Effects of cryogenic treatment on microstructure and mechanical properties of Mg alloy under variable paths rolling

ZHANG Jia-long^{1,3}, LU Li-wei^{1,2,3}, CHE Bo^{2,3}, LI Min-hao^{1,3}, MA Min^{2,3}, YANG Yan⁴

(1. College of Mechanical and Electrical Engineering, Hunan University of Science and Technology, Xiangtan 411201, China;

2. College of Materials Science and Engineering, Hunan University of Science and Technology, Xiangtan 411201, China;

3. Hunan Provincial Overseas-wisdom Innovation Center of New Energy Vehicle in Industrial-academic-research Cooperation, Hunan University of Science and Technology, Xiangtan 411201, China;

4. College of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400044, China)

Abstract: In order to improve the microstructure and mechanical properties of traditional hot-rolled AZ31 magnesium alloy sheets, the effects of cryogenic treatment on microstructure and mechanical properties of AZ31 magnesium alloy sheets were studied by using the method of two-pass variable paths rolling combined with cryogenic treatment. The results show that, after cryogenic treatment, the grain size of rolled AZ31 magnesium alloy sheet is refined to 7.8 μm dramatically and the texture is also weakened from 16 to 9.5, meanwhile, the second phase precipitates along the grain boundary and produces small portions of twins after cryogenic treatment. In addition, after 20 min cryogenic treatment, the ductility of AZ31 magnesium alloy sheet is greatly intensified, and the fracture elongation is as high as 23.2%. Compared with the traditional rolling process, the strength and hardness of two-pass cross-path rolling combined with 20-min cryogenic treatment are significantly strengthened, and the hardness and tensile strength increases from 68 HV and 246 MPa to 75.8 HV and 268 MPa, respectively.

Key words: magnesium alloy; two-pass variable paths rolling; cryogenic treatment; microstructure; mechanical properties

Foundation item: Projects(51975207, 11772127) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project(2019JJ30010) supported by the Natural Science Foundation for Excellent Young Scholars of Hunan Province, China; Projects(2018JJ3101, 2020JJ5181) supported by the Natural Science Foundation of Hunan Province, China; Project(19C0773) supported by the Scientific Research Fund of Hunan Provincial Education Department, China

Received date: 2021-10-01; **Accepted date:** 2021-11-22

Corresponding author: LU Li-wei; Tel: +86-731-58290047; E-mail: cqlqyz@126.com

(编辑 龙怀中)