

## 强变形 AZ31 镁合金的静态再结晶

杨续跃<sup>1,2</sup>, 孙争艳<sup>1</sup>

- (1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;  
2. 中南大学 教育部有色金属材料科学与工程重点实验室, 长沙 410083)

**摘要:** 通过光学显微镜及 SEM/EBSD 观察研究强变形 AZ31 镁合金在 300~673 K 的退火行为, 分析显微组织、晶粒尺寸分布、平均晶粒尺寸、硬度及变形织构随退火温度的变化。结果表明: 细晶组分随着温度的升高不断降低, 退火过程按退火温度可分为孕育、再结晶急速长大及晶粒正常长大 3 个阶段。强变形过程中, 发生连续动态再结晶的镁合金在随后的退火过程中主要受晶粒长大控制, 没有发生织构变化, 即为连续静态再结晶。

**关键词:** 强变形镁合金; 退火; 连续再结晶; 微观织构

**中图分类号:** TG 166.4; TG 146.2      **文献标识码:** A

## Static recrystallization of magnesium alloy AZ31 after severe deformation

YANG Xu-yue, SUN Zheng-yan

- (1. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China;  
2. Key Laboratory of Nonferrous Metal Materials Science and Engineering, Ministry of Education, Central South University, Changsha 410083, China)

**Abstract:** Static recrystallization of severely deformed magnesium alloy was studied by optical and SEM/EBSD observation at temperatures from 300 K to 673 K. The changes of microstructure, grain size distribution, average grain size, hardness and deformation texture with annealing temperature were analysed. The results show that the proportion of fine grain reduces as the annealing temperature increases. The annealing temperature dependence of the average grain size is categorized into three temperature regions, i.e. the first period for grain incubation, the second period for rapid grain coarsening, and the third period for grain normal growth. The annealing processes operating in severely deformed magnesium alloy with continuous dynamic recrystallized grain structures can be mainly controlled by grain coarsening accompanied with no texture change, which is continuous static recrystallization.

**Key words:** severely deformed magnesium alloy; annealing; continuous recrystallization; microtexture

镁是目前实际应用中最轻的金属结构材料, 因为其具有高比强和优异的工业性能而受到越来越多的关注<sup>[1]</sup>。由于镁合金是滑移系较少的 HCP 结构, 塑性较差, 因此, 如何提高变形能力, 并通过变形来改善镁合金的综合力学性能, 成为变形镁合金的研究方向。典型提高镁合金变形能力的方法便是细化晶粒。该方法不仅能够提高镁合金的塑性变形能力, 还可以增强

其室温下的强度<sup>[2-3]</sup>。目前, 等径角挤压<sup>[4-5]</sup>、多向锻造<sup>[6-7]</sup>等强变形方式都被用来制备具有细晶组织的镁合金。YANG 等<sup>[8-10]</sup>研究了镁合金的加工热处理工艺, 并通过降温多向锻造来生成超细晶组织, 获得优异的塑性加工能力和力学性能, 他们还发现控制晶体取向对其塑性也有重大影响<sup>[11]</sup>。这是因为镁合金单向变形易形成很强的织构, 通过多向锻造控制织构就可获得

塑性更佳的变形镁合金<sup>[12]</sup>。

世界上有关变形镁合金的研究工作一方面是通过开发较合适工艺方法来提高镁合金在特定条件下的成形能力, 即提高合金的塑性; 另一方面集中于通过热加工工艺和随后的退火工艺来控制 and 调节镁合金的晶粒度和取向, 以便得到具有所要求的力学性能的镁合金<sup>[13]</sup>。为此, 本文作者对 AZ31 镁合金在强变形以后的退火性能、在不同温度下的退火组织和微观结构变化进行研究, 并对其退火过程的机制进行讨论。

## 1 实验

试验所用材料为 AZ31 镁合金棒材, 其化学成分(质量分数, %)为 Al 2.68, Zn 0.75, Mn 0.68, Cu 0.001, Si 0.03, Fe 0.003, 余量 Mg。挤压样品为底边长 8 mm、高 12 mm 的长方柱体, 其高向与挤压方向平行。经过挤压后样品在 733 K 保温退火处理 2 h 后炉冷。

压缩试验是在一台附有快速水淬功能的真应变速度恒定的压缩试验机上进行。在降温过程中通过多轴锻造变形可使样品累积真应变达 3.2。降温过程为道次间逐次降温, 由 673 K 下降至 453 K, 每次降温 30~50 K。真应变速率固定为  $3 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , 每道次应变量为 0.8。当炉温调至加工温度时, 将样品放入炉内静置 10 min, 然后进行锻造, 到达一定应变后, 5 s 内将样品取出水淬。

将淬火样品沿平行压缩轴方向切成厚度为 2~3 mm 的片样。样品在 300~673 K 的温度范围等时间退火 1 ks, 然后进行化学抛光和电解抛光, 在 6% 苦味酸和 94% 甲醇溶液中侵蚀。通过光学显微镜(OM)和取向显微镜(EBSD)观察样品的微观结构、取向及织构变化。

## 2 结果与讨论

### 2.1 光学显微组织

图 1 所示为样品强变形前后的显微组织。图 1(a)所示为样品在 733 K 均匀化退火 2 h 炉冷后的显微组织, 平均晶粒尺寸约为 22.3  $\mu\text{m}$ 。将 733 K 保温退火处理 2 h 后炉冷的样品进行降温多轴锻造( $\sum \epsilon=3.2$ ,  $\Delta \epsilon=0.8$ ), 各道次变形后马上淬火, 所保留的变形组织如图 1(b)所示, 样品中形成了均匀的等轴细晶组织, 在透射电镜下测得的平均晶粒尺寸为 0.8  $\mu\text{m}$ 。由图 1

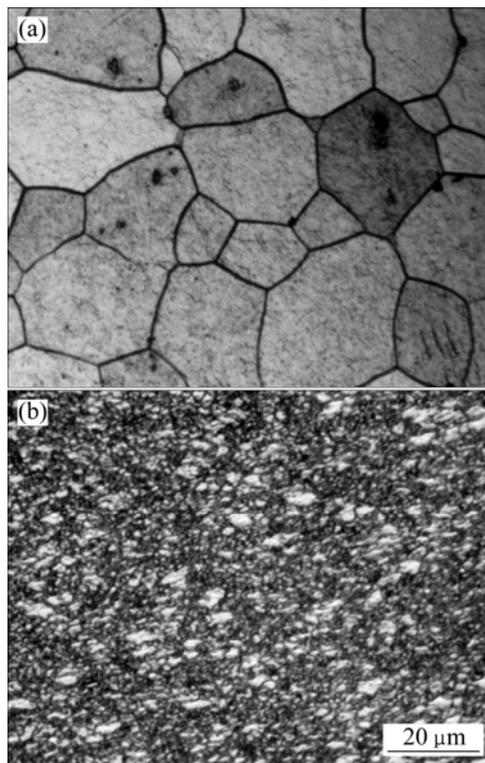


图1 AZ31合金强变形前后的显微组织

Fig.1 Microstructures of AZ31 before (a) and after (b) severe deformation

可知, 多轴锻造使晶粒得到强烈细化。

图 2 所示为真实应变变量累积达 3.2 时的样品在不同温度条件下退火 1 ks 后的显微组织。由图 2 可以看出, 在  $T \leq 473 \text{ K}$  条件下等时间退火时, 晶粒缓慢稳定地长大, 并随着温度的升高而稍有粗化。如图 2(a)与图 2(b)所示, 在 473 K 条件下出现了少量个别晶粒长大现象。图 2(c)所示为 493 K 条件下退火的显微组织, 与图 2(b)相比, 其晶粒有明显的长大现象。在  $T > 493 \text{ K}$  条件下, 随着温度的升高, 晶粒稳定长大的同时, 晶粒尺寸趋于一致, 是一个稳定粗化过程, 最后形成一个完全再结晶的等轴晶粒组织, 如图 2(d)~(f)所示。

### 2.2 定量组织分析

在 423~673 K 条件下等时退火后, 强变形 AZ31 合金的晶粒尺寸分布如图 3 所示。

423 K 等时退火时样品的晶粒尺寸分布(见图 3(b))与变形态样品的相似(见图 3(a)), 具有两个明显波峰, 分别在 1  $\mu\text{m}$  和 4  $\mu\text{m}$  处, 但 423 K 退火后 1  $\mu\text{m}$  以下的细晶粒已明显减少。当  $T \geq 473 \text{ K}$  时, 细晶比例快速下降, 晶粒尺寸随着温度的升高迅速长大, 如图 3(c)和(d)所示。当  $T \geq 573 \text{ K}$  时, 晶粒尺寸分布趋向于单

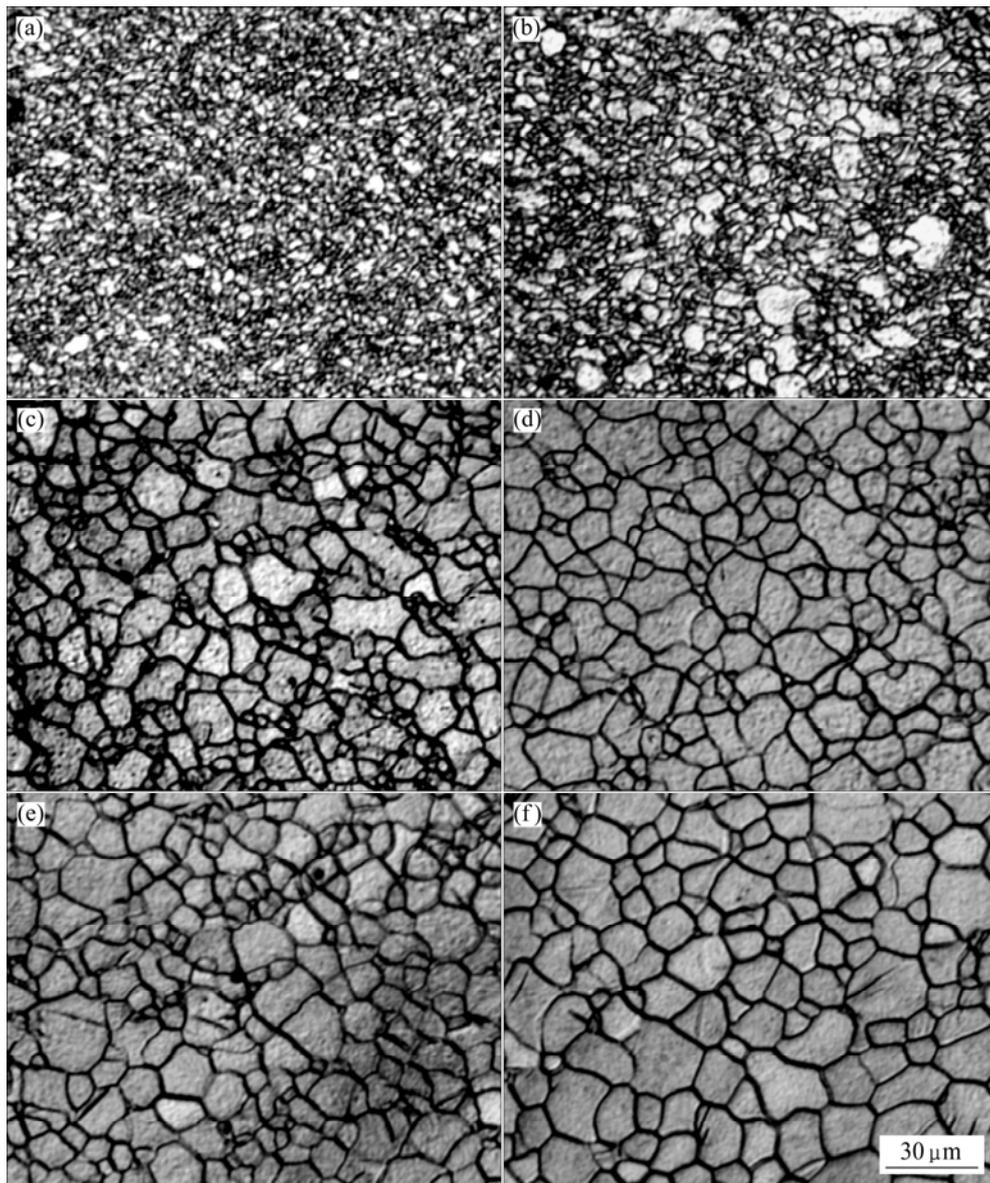


图2 强变形 AZ31 合金在不同温度下等时退火的显微组织变化

Fig.2 Microstructures of severely deformed AZ31 after annealing for same time at different temperatures: (a) 423 K; (b) 473 K; (c) 493 K; (d) 523 K; (e) 573 K; (f) 673 K

峰分布,  $1\ \mu\text{m}$  以下的细晶粒几乎已完全消失, 如图 3(e)所示, 573 K 时在  $10\ \mu\text{m}$  处呈现明显单峰。673 K 退火时的晶粒尺寸分布如图 3(f)所示, 与图 3(e)相比, 其大尺寸晶粒比例有所增加, 单峰趋势更为明显, 晶粒尺寸分布范围变化不大。由上述分析可知, 初期的双峰分布, 细晶粒峰是变形过程中形成大量超细晶粒所致, 而粗晶粒峰是变形后大量原始细晶粒被保留所致。随着退火温度的升高, 细晶所占比例不断降低, 说明晶粒长大过程没有新核形成, 且在 423 K 以下时就开始发生。由于退火后样品组织趋向于形成完全再结晶的等轴晶粒组织, 所以在晶粒尺寸分布上表现

出集中化的单峰分布。

图 4 所示为平均晶粒尺寸和硬度随退火温度变化的关系。由图 4 可见,  $T < 473\ \text{K}$  时, 平均晶粒尺寸( $D$ )和硬度随着温度变化不大。而在 473~573 K 之间时  $D$  变化相当迅速, 而当温度继续升高时  $D$  增加缓慢(见图 4(a))。由于 AZ31 镁合金的平均晶粒尺寸的变化曲线与传统的立方结构金属材料退火过程的平均晶粒尺寸的变化曲线相似<sup>[14-15]</sup>, 因此, 可将其退火过程按退火温度分为 3 个区: 第 I 区为再结晶孕育过程, 第 II 区为再结晶晶粒急速长大过程, 第 III 区为晶粒正常长大过程。

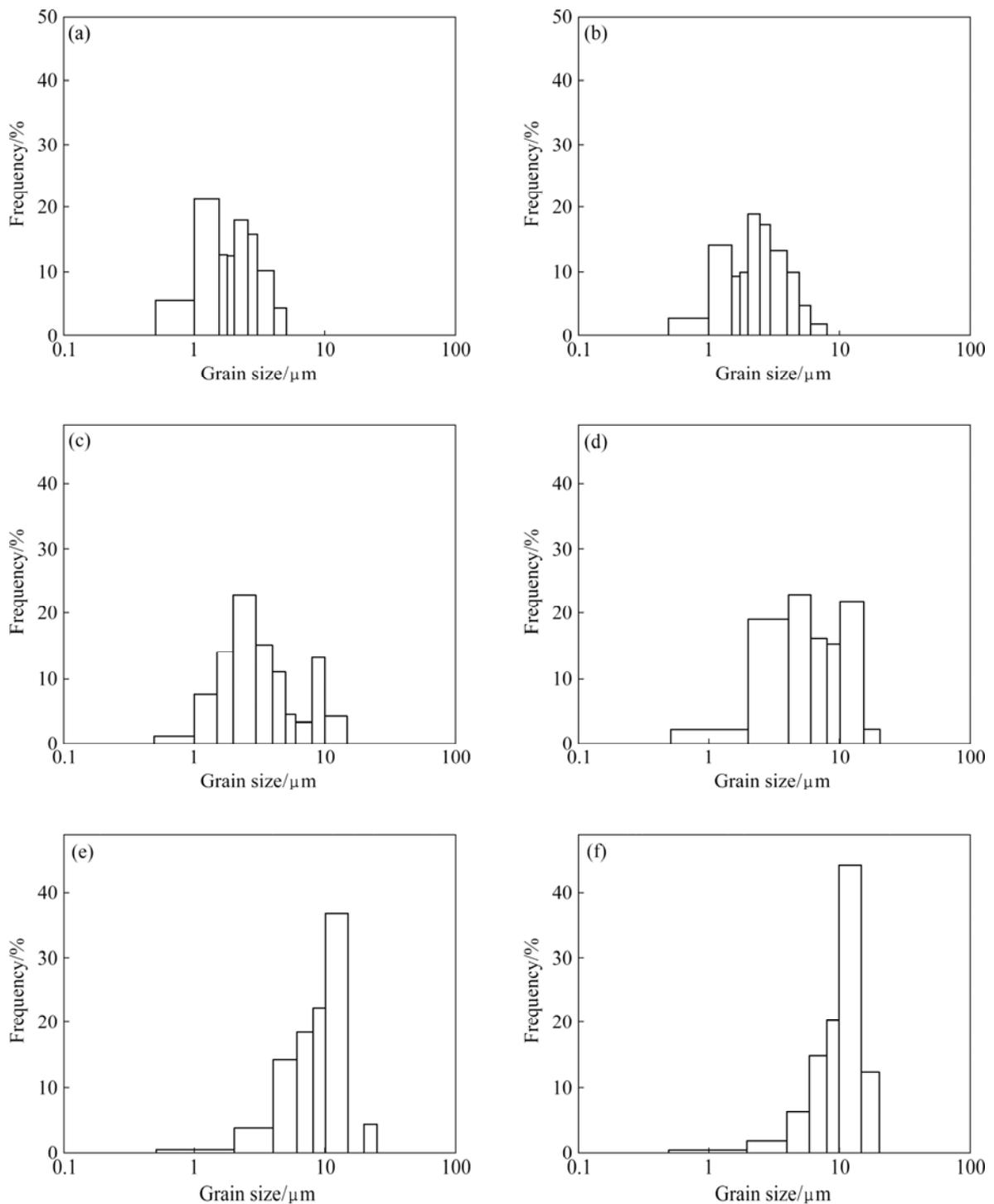


图 3 强变形 AZ31 合金在不同退火温度下的晶粒尺寸分布

**Fig.3** Grain size distribution of severely deformed AZ31 alloy at different annealing temperatures: (a) As-deformed; (b) 423 K; (c) 473 K; (d) 493 K; (e) 573 K; (f) 673 K

由图 2 中晶粒尺寸分布由双峰型向单峰型的转变可知, 第 III 区的晶粒尺寸分布整体逐渐增大, 是晶粒正常长大现象。由图 4(b) 可见, 硬度曲线也呈现出明显的 3 个区, 在第 II 区硬度快速下降, 这一结果与 Hall-Petch 关系式基本相符。

### 2.3 EBSD 观察分析

根据以上平均晶粒尺寸随退火温度变化的曲线, 分别在 473、483 和 523 K 进行等时退火 1 ks, 对每个样品做 3~5 个不同点的 EBSD 观测, 观测范围为  $150 \mu\text{m} \times 110 \mu\text{m}$ , 步长取  $0.3 \sim 0.7 \mu\text{m}$ 。EBSD 观察分析及计

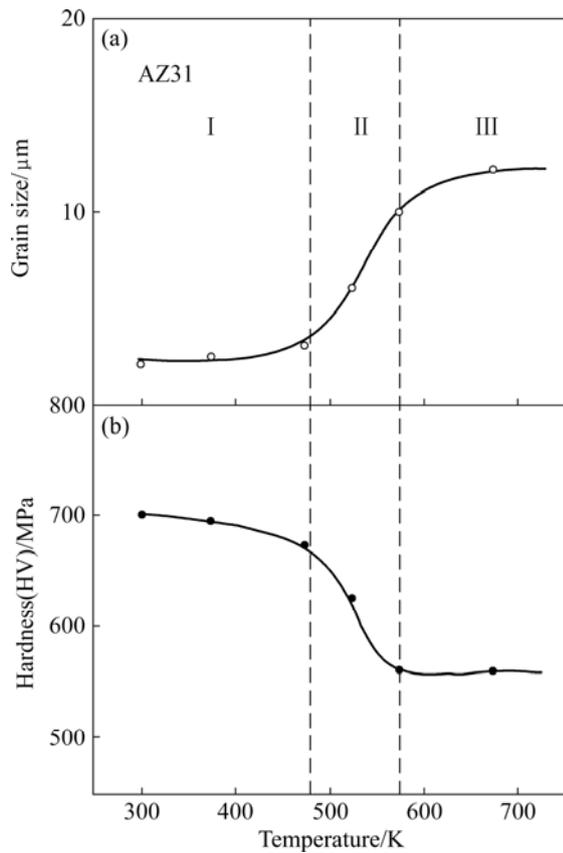


图4 平均晶粒尺寸及硬度随退火温度变化的关系

Fig.4 Relationships between average grain size, hardness and different annealing temperatures: (a) Grain size; (b) Hardness

算结果如图5所示。镁合金强变形形成的超细晶粒在退火后发生了急剧长大，但变形织构随着退火温度的升高变化很小。

图5(a)所示为在473 K退火1 ks样品的EBSD结果，这是最终压缩变形方向的反极图。由图5(a)可以看出，HCP底面(0001)转向于与最终压缩变形方向垂直，这与以前的单向压缩结果极为类似<sup>[16]</sup>。每道次变形后，变形前几乎与压缩方向平行的底面发生了近90°的转变，接近于与压缩方向垂直，但是总存在大约20°~30°的偏转，这也是镁合金多轴变形的一大特点。随着变形的进行，(0001)面转向于与压缩方向垂直，晶粒尺寸与织构取向及强度分布均无明显变化。如图2(b)所示，在473 K退火的样品中出现个别晶粒优先长大现象，但其与原始取向没有很大关系，而且整个过程中晶粒取向也没有发生变化。

图5(b)所示织构强度分布与图5(a)所示的相比，两者变化不大。由图4可知，虽然在473~483 K温度范围内平均晶粒尺寸有所变化，晶粒快速长大但是微观取向几乎没有变化，这说明强变形后的AZ31合金

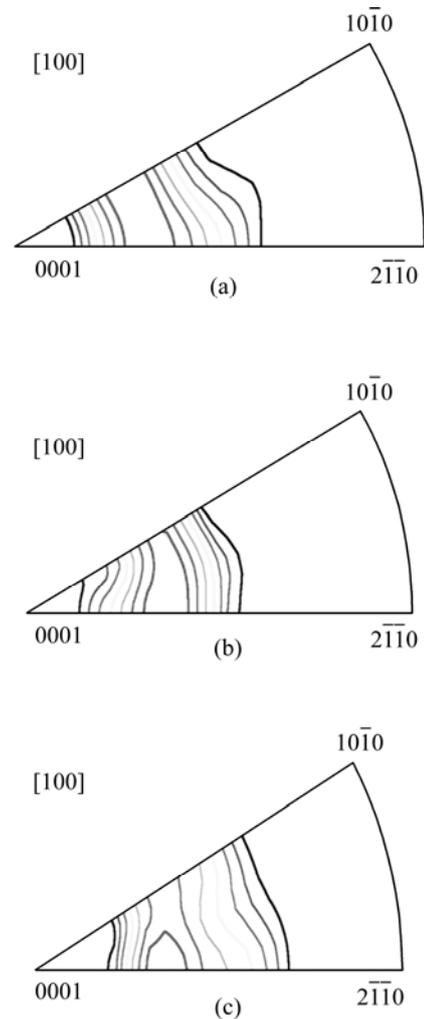


图5 强变形AZ31合金在不同温度下等时退火的反极图

Fig.5 Inverse pole figures of severely deformed AZ31 alloy after annealing for same time at different temperatures: (a) 473 K, Max=1.669; (b) 483 K, Max=1.867; (c) 523 K, Max=1.539

的再结晶过程中并没有织构取向变化。523 K退火试样中平均晶粒尺寸已增加到7  $\mu\text{m}$ ，晶粒处于快速长大阶段。图5(c)所示为523 K退火试样的反极图及强度分布，与图5(a)和(b)相比，温度升高时其变形织构依然集中在与压缩方向垂直的(0001)底面，强度分布变化不明显。

AZ31镁合金强变形后退火行为与传统的立方结构金属相比，后者为不连续再结晶，新晶粒的形核、织构的变化以及大范围的晶界迁移同时发生<sup>[14-15]</sup>。变形后的晶体取向由变形前的HCP底面平行压缩方向转向于与压缩方向垂直，变形前后(0001)面发生了近90°的旋转；变形产生很强的织构，这种织构随着退火温度的升高，没有明显变化，即使经高温退火后依然稳定存在。由此可见，强变形镁合金的退火过程主要

是晶粒粗化和无织构变化的过程, 即发生的是连续静态再结晶行为(cSRX)。镁合金中新晶粒的形成是强变形过程中的连续动态再结晶(DRX)的结果<sup>[17]</sup>, 而其后的退火过程中发生的是连续静态再结晶。

### 3 结论

1) 随着退火温度的升高, 强变形 AZ31 镁合金在晶粒尺寸分布整体粗化的同时, 发生由双峰型向单峰型的转变, 且细晶组分随着温度的升高不断降低, 表现出明显连续再结晶特点。

2) 根据平均晶粒尺寸及硬度随着退火温度的变化曲线, 退火过程明显表现为 3 个阶段: 孕育阶段、晶粒急速长大和晶粒稳定长大阶段。在孕育阶段晶粒长大已经缓慢开始。

3) HCP 底面(0001)与压缩轴接近垂直的变形织构即使在高温下完全退火依然稳定存在, 择优取向及强度分布均无明显变化。

4) 细晶镁合金退火过程是一个无织构变化且由晶粒长大控制的过程, 即为连续静态再结晶。

### REFERENCES

- [1] MORDIKE B L, EBERT T. Magnesium: Properties—applications potential[J]. *Mater Sci Eng A*, 2001, 302(1): 37–45.
- [2] LAHAIE D, EMBURY J D, CHADWICK M M, GRAY G T. A note on the deformation of fine grained magnesium alloys[J]. *Scripta Metall Mater*, 1992, 27(2): 139–142.
- [3] KUBOTA K, MABUCHI M, HIGASHI K. Processing and mechanical properties of fine-grained magnesium alloys[J]. *J Mater Sci*, 1999, 34: 2255–2261.
- [4] YAMASHITA A, HORITA Z, LANGDON T G. Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation[J]. *Mater Sci Eng A*, 2001, 300(1): 142–147.
- [5] YOSHIDA Y, CISAR L, CAMADO S, KOJIMA Y. Effect of microstructural factors on tensile properties of ECAE-processed AZ31 magnesium alloy[J]. *J Jpn Inst Light Metals*, 2002, 52(11): 559–565.
- [6] XING J, SOHDE H, YANG X, MIURA H, SAKAI T. Ultra-fine grain development in magnesium alloy AZ31 during multi-directional forging under decreasing temperature conditions[J]. *Mater Trans*, 2005, 46(20): 1646–1650.
- [7] YANG X, MIURA H, SAKAI T. Effect of initial grain size and strain path on grain refinement in magnesium alloy AZ31[J]. *Materials Science Forum*, 2007, 539/543: 1632–1637.
- [8] XING J, YANG X, MIURA H, SAKAI T. Superplasticity of magnesium alloy AZ31 processed by severe plastic deformation [J]. *Mater Trans*, 2007, 48(6): 1406–1411.
- [9] XING J, YANG X, MIURA H, SAKAI T. Low temperature superplasticity of ultra-fine grained magnesium alloy AZ31[J]. *Advanced Materials Research*, 2007, 15/17: 467–472.
- [10] XING J, YANG X, MIURA H, SAKAI T. Severe plastic deformation of magnesium alloy AZ31 and the mechanical properties[J]. *Journal of the JSTP*, 2007, 48(5): 407–411.
- [11] MIURA H, YANG X, SAKAI T, NOGAWA H, WATANABE Y, MIURA S, JONAS J J. High temperature deformation and extended plasticity in Mg single crystals[J]. *Philosophical Magazine A*, 2005, 85: 3553–3565.
- [12] XING J, YANG X, MIURA H, SAKAI T. Mechanical properties of magnesium alloy AZ31 after severe plastic deformation[J]. *Mater Trans*, 2008, 49(1): 69–75.
- [13] YAN Yong-nian, LI Mao-sheng, LIN Feng, WU Ren-dong, ZHANG Ren-ji. Developments of wrought Mg alloys[J]. *J Tsinghua Univ (Sci & Tech)*, 2007, 47(5): 613–617.
- [14] WUSATOWSKA-SARNEK A M, MIURA H, SAKAI T. Influence of deformation temperature on microstructure evolution and static recrystallization of polycrystalline copper[J]. *Mater Trans*, 2001, 42(11): 2452–2459.
- [15] HUMPHREYS F J, HATHERLY M. Recrystallization and related annealing phenomena[M]. Oxford: Pergamon, 1995: 127–392.
- [16] YANG X, MIURA H, SAKAI T. Recrystallization behavior of fine-grained magnesium alloy after hot deformation[J]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2007, 17(6): 1139–1142.
- [17] YANG X, MIURA H, SAKAI T. Dynamic evolution of new grains in magnesium alloy AZ31 during hot deformation[J]. *Mater Trans*, 2003, 44(1): 197–203.

(编辑 何学锋)