



退火态 Mg-xZn-0.5Er 合金板材组织及 室温成形性能研究

娄 峰¹, 刘 轲¹, 刘金学², 于子健¹, 王朝辉¹, 李淑波¹, 杜 宪¹, 杜文博¹

(1. 北京工业大学 材料与制造学部, 北京 100124;

2. 郑州轻研合金科技有限公司, 郑州 450041)

摘 要: 镁合金板材具有重要的工业应用价值, 但较弱的成形性阻碍了它的推广和应用。针对该问题, 本文以 Mg-xZn-0.5Er(x=0.5, 2.0, 3.0 及 4.0, 质量分数, %)合金板材为研究对象, 考察退火前/后组织及第二相变化对组织和性能的影响。结果表明, 粗大第二相可促进动态再结晶(DRX)的发生, 细化变形组织; 同时, 粗大第二相也可促进静态再结晶(SRX)的发生, 进一步细化组织、弱化织构, 但板材强度降低; 退火前/后, 合金板材室温杯突值(IE)普遍降低, 且其大小与第二相含量呈负相关, 而退火中产生的纳米第二相则进一步减弱了板材的室温成形能力, 这说明第二相抵消或削弱了织构优化对成形能力的提升作用。第二相是影响 Mg-xZn-0.5Er 合金板材室温成形能力的关键性因素。

关键词: Mg-Zn-Er 合金; 再结晶; 第二相; 力学性能; 成形性能

文章编号: 1004-0609(2021)-xx--

中图分类号: TG146.22

文献标志码: A

引文格式: 娄 峰, 刘 轲, 刘金学, 等. 退火态 Mg-xZn-0.5Er 合金板材组织及室温成形性能研究[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(x): xxxx-xxxx. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36657

LOU Feng, LIU Ke, LUI Jin-xue, et al. Investigation on microstructure and formability at room temperature of as-annealing Mg-xZn-0.5Er sheets[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(x): xxxx-xxxx. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36657

镁及镁合金是目前最轻质的金属结构材料之一, 其密度仅有 1.74 g/cm^3 。它具有高的比强度、比刚度; 良好的导热及导电性等, 而且可回收, 被称为“21 世纪绿色工程金属”^[1-4]。然而, 镁合金的晶体结构为密排六方结构(HCP), 低温下仅优先启动 2 个独立的基面滑移系, 轧制过程中容易形成强烈的基面织构, 并引起严重的各向异性, 严重地削弱了镁合金板材在航天军工、民用交通及电子产品等薄壁壳体领域广泛应用^[5-6]。影响镁合金织构的因素有很多, 如合金元素、显微组织、成形制备工艺参数、热处理温度等都会造成织构强度、织构类型的变化^[7-13]。因此, 可通过选择合金元素、热机械加工等方法来调控镁合金织构。

合金化是优化镁合金织构的有效方法之一。添加稀土(RE)能降低 c/a 比值, 降低非基面滑移启动的临界剪切应力, 并使 c 轴向 TD 方向偏转, 形成所谓的“T”型织构, 显著弱化基面织构^[10]。而且, 随着添加量的增加, 富余稀土可与其它元素形成第二相。在 Mg-Zn-RE 合金中, RE 极易与 Zn 结合形成不同类型的 Mg-Zn-RE 三元相, 这由 Zn/RE 的加入比例决定。目前已报道的 Mg-Zn-RE 三元合金主要有二十面体准晶 I -相($\text{Mg}_3\text{Zn}_6\text{RE}_1$)、面心立方结构 W -相($\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{RE}_2$)及长周期堆垛有序结构 LPSO ($\text{Mg}_{12}\text{ZnRE}$ 或 $\text{Mg}_{10}\text{ZnRE}$), 其中 I -相、LPSO 结构因具有独特的结构备受关注^[14-16]。除了强化、韧化合金外, 这些热稳定的 Mg-Zn-RE 三元相可凭借一

基金项目: 国家重点研发计划资助项目(2016YFB0301101); 国家自然科学基金资助项目(51801048)

收稿日期: 2020-11-03; **修订日期:** 2021-03-16

通信作者: 刘 轲, 副研究员, 博士; 电话: 010-67392423; E-mail: lk@bjut.edu.cn

种所谓颗粒诱导形核动态再结晶(PSN-DRX)机制,形成大量不同取向的 DRX 晶粒,该晶粒可吞并大量变形晶粒而弱化基面织构^[17]。WANG 等^[18]发现 *I*-相可通过诱导形核(PSN)促进 DRX 发生,显著细化晶粒,弱化基面织构; MENG 等^[19]发现 LPSO 相亦可由 PSN-DRX 机制提高合金组织的 DRX 程度,弱化了基面织构。当织构作为主要存在因素时,调控它可显著影响合金的各向异性及成形性^[20-21]。

然而,当合金中存在友好型第二相并发挥 PSN-DRX 作用弱化基面织构时,合金的塑性、成形性会有怎样的变化?基面织构、第二相,谁是影响成形性的决定性因素?目前,鲜有这方面研究报道。最近,本文作者研究发现,织构无明显变化时,少量纳米第二相会降低 Mg-Zn-Er 合金板材的室温成形性^[22]。初步可知,织构、第二相对镁合金的成形性能均具有重要影响,系统研究二者对成形的影响对开发室温条件下可冲压成形的镁合金板材具有重要的应用价值。因此,本文选择含有 *I*-相或 *W*-相的 Mg-Zn-Er 合金作为研究对象,并利用退火工艺调控基面织构,对比织构调控前后 Mg-Zn-Er 合金板材的室温杯突试验结果,揭示织构、第二相对镁合金板材室温成形的影响规律,为室温可冲压成形镁合金板材的开发和制备提供支持。

1 实验方法

本实验中生产制备 Mg-*x*Zn-0.5Er(*x*=0.5, 2, 3 和 4, 质量分数, %)合金的原材料分别是商用纯镁(99.99%)、纯锌(99.99%)和 Mg-30%Er(质量分数)中间合金。熔炼在井式电阻炉内进行,坩埚为石墨坩埚,熔炼过程中气体($V(\text{N}_2):V(\text{SF}_6)=1:99\%$)保护。合金熔炼浇铸温度为 720 °C,待静置保温后,将合金液浇铸低碳钢模具中,获得尺寸为 120 mm×33 mm×200 mm 的方形铸坯。为了消除成分偏析和热稳定较低的 Mg-Zn 相,将铸态 Mg-*x*Zn-0.5Er 合金进行固溶处理(440 °C保温 10 h),随后 75 °C 水淬火。随后将固溶方坯进行切削加工,获得了适宜于轧制加工的尺寸为 5 mm(高)×80 mm(长)×80 mm(宽)的规则样品。本实验中采用交叉轧制,每轧制三道次后将板材旋转 90°再进行轧制,轧向和横向(垂直轧向)交替变化。温度为 400 °C,速率为 7 m/min,单道次变形量为 7%~15%,终态变形量为 78%。退

火条件为 250 °C 保温 60 min,而后放入 70 °C 温水中。

利用光学显微镜(Axio imager A2m)观察合金的显微组织,金相腐蚀液为 5%硝酸+95%无水乙醇(体积分数)。利用热场发射扫描电镜(FEI QUANTA FEG 650)配备的电子背散射衍射(EBSD)信息采集系统观察合金 RD-ND 面的微区织构。EBSD 观察对样品要求较高,其制备过程比较复杂,分为以下几个过程:首先,用砂纸进行粗磨、细磨,然后进行机抛,样品表面无划痕;其次,在 10%硝酸+30%丙三醇+60%无水乙醇电解抛光液中,利用电解抛光设备(LectroPol-5)进行抛光,电压约为 20 V、时间为 6 s、腐蚀电压为 10 V、温度为 20 °C;最后,将抛光后的样品置于无水乙醇中洗涤并吹干。利用 TEM(JET-2100)观察合金的微观组织并配合 EDS 进行第二相成分的分析。

采用维氏硬度计(HXD-1000)测量合金的硬度,载荷为 100 gf,加载时间为 10 s,每个样品平行测量 10 个点。合金的室温力学拉伸性能在万能材料试验机上进行,拉伸速率为 1 mm/min。拉伸试样按照 GB 228—87 规格进行加工,拉伸样品沿着轧制方向取样,平行距离为 25 mm。不同方向的样品至少平行测定 3 次,而后取平均值。室温成形试验在自动杯突试验机(ECT1604)上进行,按照国标 GB 4156—2007,将样品的规格设计为 60 mm×60 mm 的正方形板料试样(板材厚度为 1.1 mm),冲头为半球状,其直径为 20 mm,冲头速度约为 4 mm/min,压边力为 10 kN。

2 实验结果与分析

2.1 Mg-Zn-Er 合金板材的 OM 组织

图 1 所示为轧制态 Mg-*x*Zn-0.5Er 合金板材的光学显微组织照片(OM)。从图 1 可以发现, Mg-*x*Zn-0.5Er 合金板材中存在大量的形变组织,形变组织主要为机械孪生、再结晶晶粒及变形晶粒。轧制过程中的动态再结晶使合金的晶粒尺寸显著降低,合金 A(Mg-0.5Zn-0.5Er), B(Mg-2Zn-0.5Er), C(Mg-3Zn-0.5Er)和 D(Mg-4Zn-0.5Er)的晶粒尺寸分别约为 15.3 μm, 23.8 μm, 12.6 μm 和 25.0 μm。添加 Zn 可显著降低镁合金的层错能(SF),致使扩展位错难以束集,促进动态再结晶(DRX)发生^[23]。随 Zn

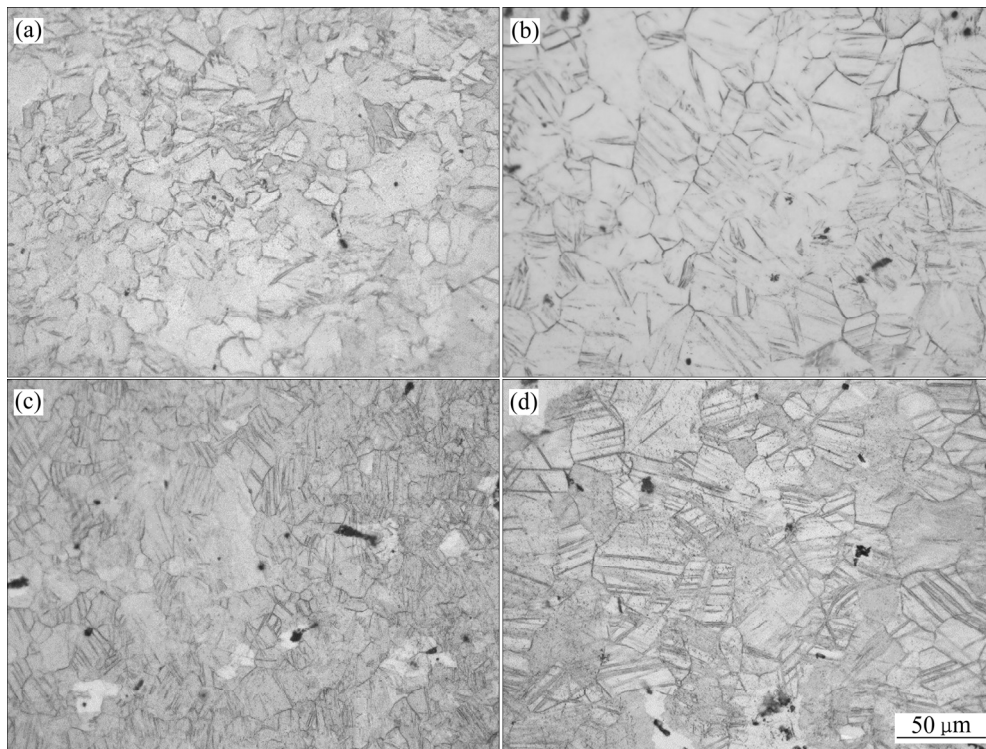


图 1 轧制态 Mg-xZn-0.5Er 合金的光学组织照片

Fig. 1 OM images of as-rolled Mg-xZn-0.5Er alloys: (a) Mg-0.5Zn-0.5Er; (b) Mg-2.0Zn-0.5Er; (c) Mg-3.0Zn-0.5Er; (d) Mg-4.0Zn-0.5Er alloys

含量增加, DRX 提早发生、完成, 使得 DRX 晶粒在后续道次及加热保温过程中长大、粗化。另外, Zn 含量增加也导致大量热稳定性高的第二相形成, 如 *I*-相/*W*-相, 它们在一定程度上也促进 DRX 的发生^[24-26]。

2.2 退火对 Mg-Zn-Er 合金板材组织的影响

合金板材中存在大量亚晶、再结晶晶粒、变形的粗大晶粒和孪晶等大量不稳定组织, 导致合金内存在较高的残余应力及强烈的基面织构, 板材各向异性严重, 不利于成形。退火是一种有效降低基面织构、提高成形的有效方法。实验结果表明, 随着 Zn 含量增加轧制态 Mg-Zn-Er 合金的硬度升高, 合金 A、B、C 和 D 的硬度值分别为 51.6 HV、64.0 HV、68.0HV 和 70.9 HV。经 250 °C 退火处理后, 合金 A、B、C 和 D 的硬度随保温时间的延长呈现降低趋势, 保温 60 min 后, 它们的硬度值分别为 49.9 HV、57.1 HV、60.1HV 和 57.2 HV。

图 2 所示为退火保温 60 min 后, Mg-xZn-Er 合金板材的光学显微组织照片(OM), 从图 2 可以看

出, 合金 A 中存在较多变形晶粒, 而合金 B、C 和 D 孪晶等变形晶粒基本消失, 获得了均匀的等轴晶组织。合金 A 中 Zn 和 Er 的含量较低, 主要作为溶质原子存在于基体和晶界之中, 形成了 Er-Zn 原子对, 抑制 SRX 发生, 并阻碍晶粒长大^[27]。FARZADFAR 等^[28]在研究轧制态 Mg-Zn 合金及 Mg-Y 合金退火对织构及 SRX 影响时, 同样也发现 Y 元素在热轧过程中可推迟 DRX, 而退火时则抑制 SRX 发生及 DRX 晶粒长大。当 Zn 含量提高到 2% 后, 合金中形成大量 *W*-相/*I*-相, 其尺寸较为粗大, 对合金回复及再结晶的阻碍有限。综上可知, 250 °C 退火后, 合金 A 有部分区域晶粒发生形核长大, 发生了静态回复, 而合金 B、C 和 D 则均发生了完全 SRX, 且平均晶粒尺寸减小、组织均匀。

图 3 所示为 Mg-xZn-Er 合金板材退火保温 60 min 后的反极图(IPF)。退火后合金 A 的显微组织变化不大, 但在热的作用下已形成的 DRX 晶核长大, 形成了细小的晶粒组织, 合金的平均晶粒尺寸降低, 其尺寸由 15.3 μm 降到了 7.7 μm, 如图 3(a)所示。图 3(b)表明合金 B 经退火后, 轧制态合金中的

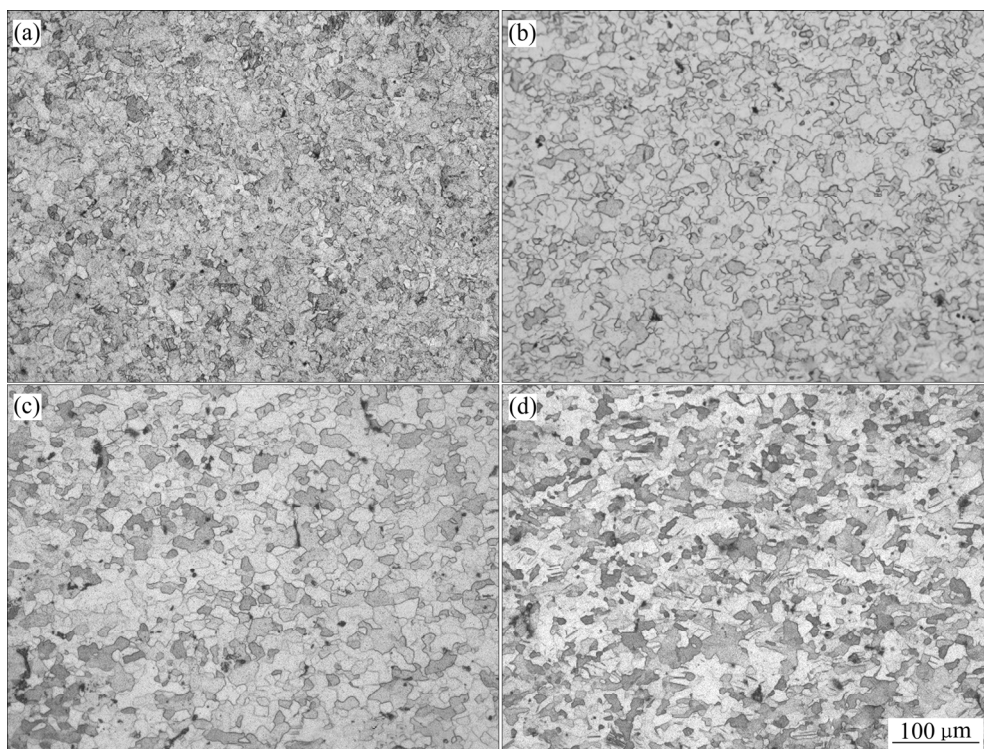


图 2 退火态(250℃, 60 min) Mg-xZn-0.5Er 合金板材的光学组织

Fig. 2 OM images of as-annealed Mg-xZn-0.5Er alloys annealed at 250 °C for 60 min: (a) Mg-0.5Zn-0.5Er alloy; (b) Mg-2.0Zn-0.5Er alloy; (c) Mg-3.0Zn-0.5Er alloy; (d) Mg-4.0Zn-0.5Er alloy

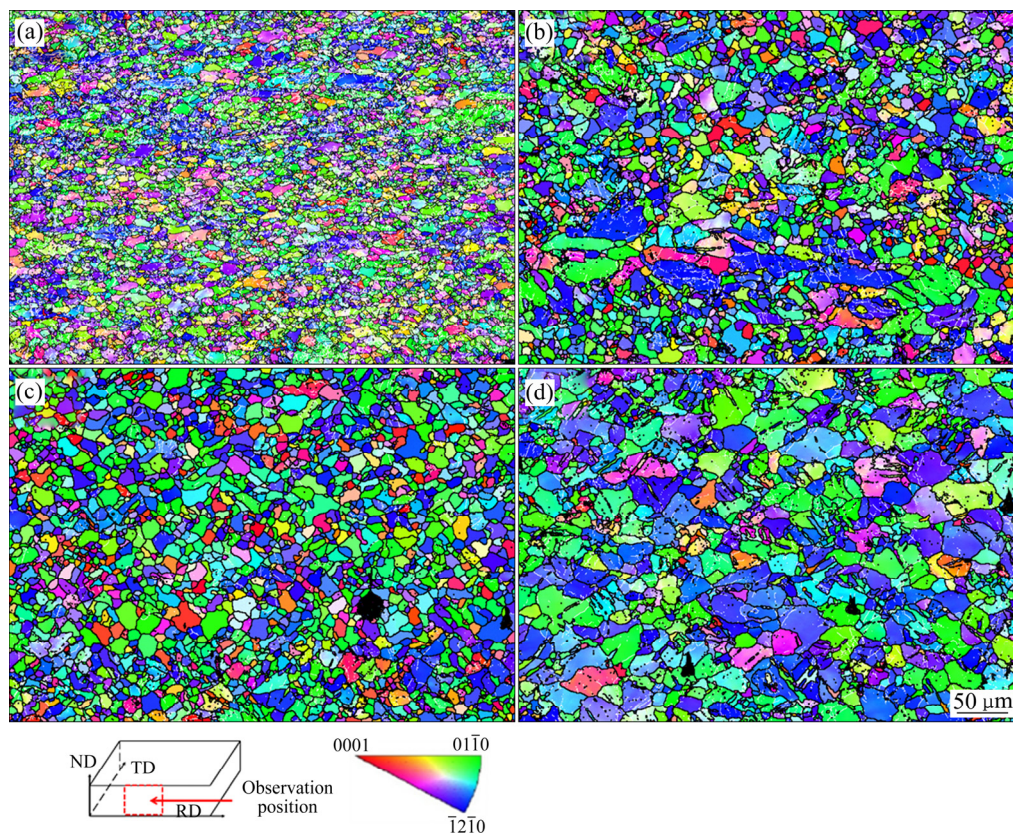


图 3 退火态(250℃, 60 min)Mg-xZn-0.5Er 合金板材的 IPF

Fig. 3 Inverse pole figures (IPFs) of as-annealed Mg-xZn-0.5Er alloys at 250℃ for 60 min: (a) Mg-0.5Zn-0.5Er alloy; (b) Mg-2.0Zn-0.5Er alloy; (c) Mg-3.0Zn-0.5Er alloy; (d) Mg-4.0Zn-0.5Er alloy

形变拉长晶粒的数量减少、尺寸降低, 并形成了大量细小的等轴晶, 其平均晶粒尺寸 $23.8\ \mu\text{m}$ 降至 $13.8\ \mu\text{m}$ 。合金 C 经退火处理后, 它的再结晶程度更高, SRX 比较完全, 晶粒尺寸由 $12.6\ \mu\text{m}$ 降至 $8.5\ \mu\text{m}$, 如图 3(c)所示。合金 D 经过退火处理后, 其平均晶粒尺寸由 $25.0\ \mu\text{m}$ 降为 $19.5\ \mu\text{m}$, 其尺寸改变并不明显, 但大量的形变组织消失, 孪晶数量显著降

低。从图 3(b)~(d)可知, SRX 形成的细小晶粒主要位于初始晶界、孪晶与晶界交界及三叉晶界等缺陷处^[29]。

图 4 所示为 Mg-xZn-Er 合金板材的 PF 图。从图 4(a1)可以发现合金 A 的基面织构强度降低不明显, 变形态织构强度约为 7.06, 退火后织构强度为 6.26。尺寸较大的溶质原子(Er)与位错/晶界间存在

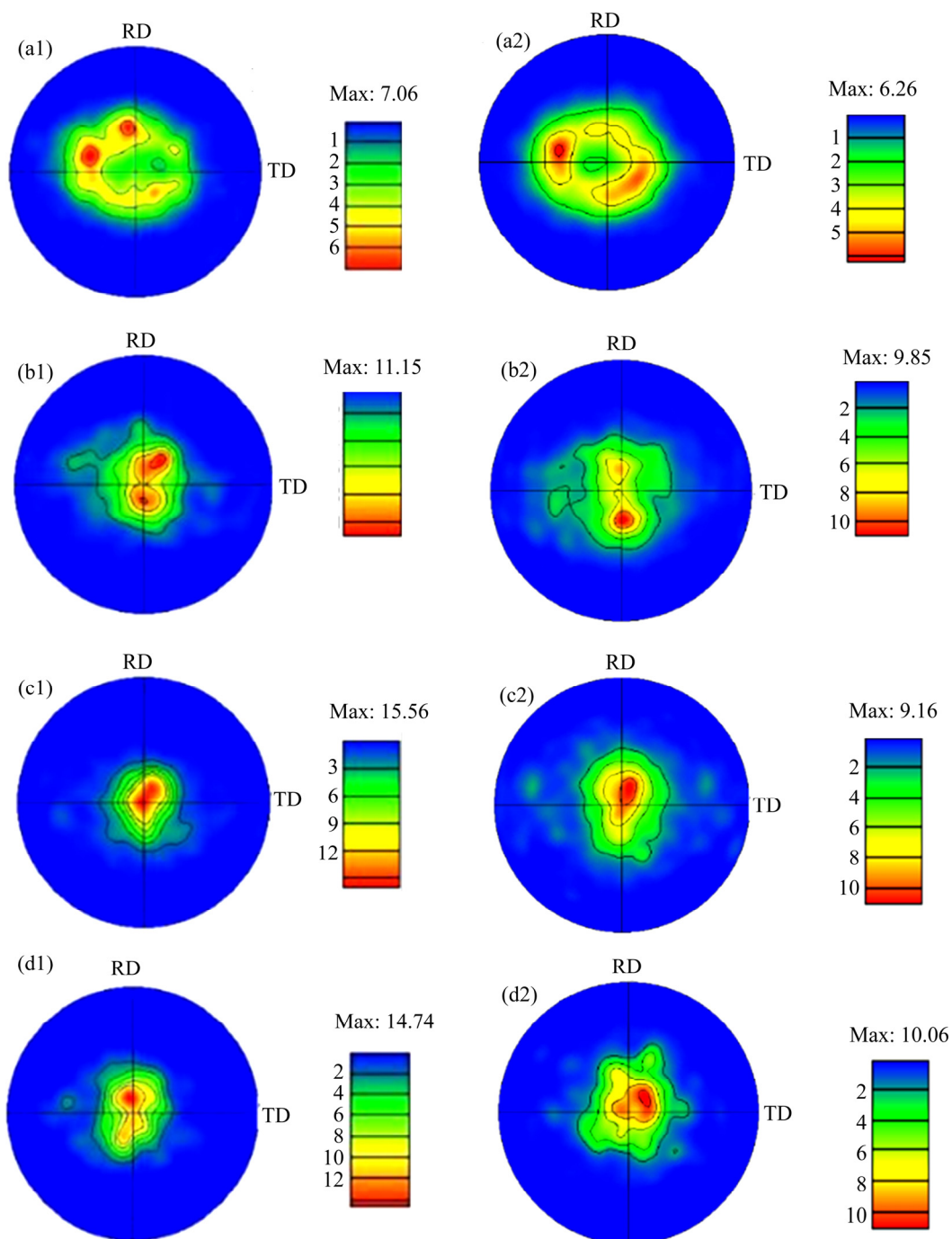


图 4 轧制态及退火态 Mg-xZn-0.5Er 合金板材的 PF 图

Fig. 4 Pole figure (IFs) of as-rolled and as-annealed Mg-xZn-0.5Er alloys: (a1), (a2) Mg-0.5Zn-0.5Er; (b1), (b2) Mg-2.0Zn-0.5Er; (c1), (c2) Mg-3.0Zn-0.5Er; (d1), (d4) Mg-4.0Zn-0.5Er

强烈的交互作用,可阻碍位错运动和晶界迁移,减缓 SRX 发生进程。稀土原子在晶界受拉应力作用,延缓静态回复,降低晶界的弹性应变能,显著减少晶界的迁移率,增加了 SRX 发生的难度^[30-31]。从图 4(b1)~(d1)可以看出, Zn 的添加量高于 2%时,合金 B、C 和 D 退火后的基面织构强度降低,织构强度分别从 11.15 降为 9.85、15.56 降为 9.16、和 14.74 降为 10.06,并开始向 TD 方向分散。剪切带激发 SRX 发生,形成大量取向更接近于孪晶取向的新晶粒,显著降低了基面织构^[32]。

图 5 所示为合金 C 在退火保温 60 min 后的 EBSD 及 EDS 分析结果。图 5(a)是该合金的反极图,该区域晶粒尺寸小且颜色多样,表明晶粒的取向随机。图 5(b)为从图 5(a)中选取的黑框区域的放大图,可清晰地发现粗大第二相(黑色区域)。图 5(c)为该放大区域的面扫描图,可发现该黑色区域是 Zn、Er 原子的聚集区,表明该区域主要为 Mg-Zn-Er 三元相。为了确认黑色区域的成分构成,分别对三个位置的第二相进行了 EDS 分析,如图 5(d)所示,结果表明第二相中的 Zn/Er 值比例基本维持在 1~2 间,

见表 1 所示,说明该三元相为 *W*-相($\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Er}_2$)。

另外,从图 5(a)和(b)可发现,在 *W*-相周围存在大量小尺寸晶粒,取向相对分散,说明初生 *W*-相在退火时诱导 SRX 发生,进而弱化了基面织构^[33]。

图 6 所示为轧制/退火态合金 C 的 TEM 照片,电子束的入射方向为(0001)。在热塑性变形过程中,“热-力”耦合作用导致纳米第二相产生,其分布不均、数量相对较少,是由缺陷诱导而产生的一种析出相^[34]。另外,研究发现合金板材在退火过程中也会有纳米第二相的产生^[35]。退火时间越长,纳米第二相析出越分散、数量越多。对比轧制态与退火态合

表 1 退火态(250 °C, 60 min) Mg-3.0Zn-0.5Er 合金终轧板材第二相 EDS 分析

Table 1 EDS analysis of as-annealed (250 °C, 60 min) Mg-3.0Zn-0.5Er alloy sheets

Area	$x(\text{Mg})/\%$	$x(\text{Zn})/\%$	$x(\text{Er})/\%$
①	76.77	15.83	7.40
②	87.86	7.06	5.07
③	85.75	9.02	5.23

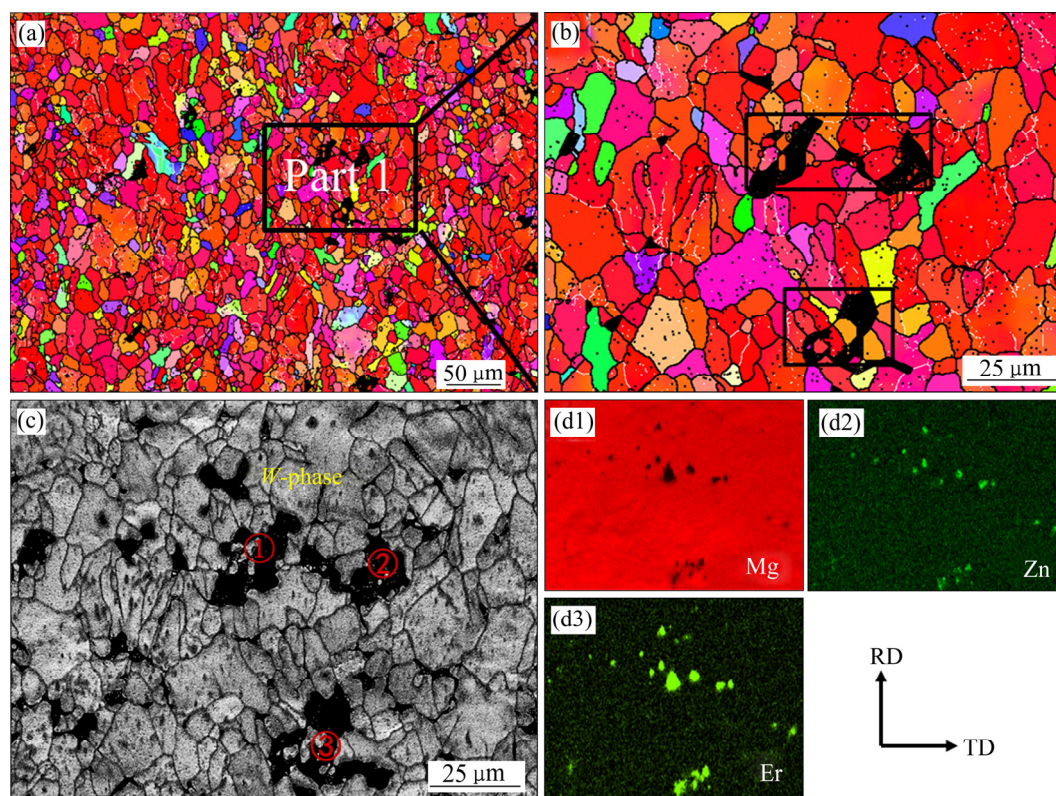


图 5 退火态(250 °C, 60 min) Mg-3.0Zn-0.5Er 合金板材中第二相 EBSD 与 SEM 分析

Fig. 5 EBSD and SEM analysis for second phases of as-annealed Mg-3.0Zn-0.5Er alloy sheet at 250 °C for 60 min

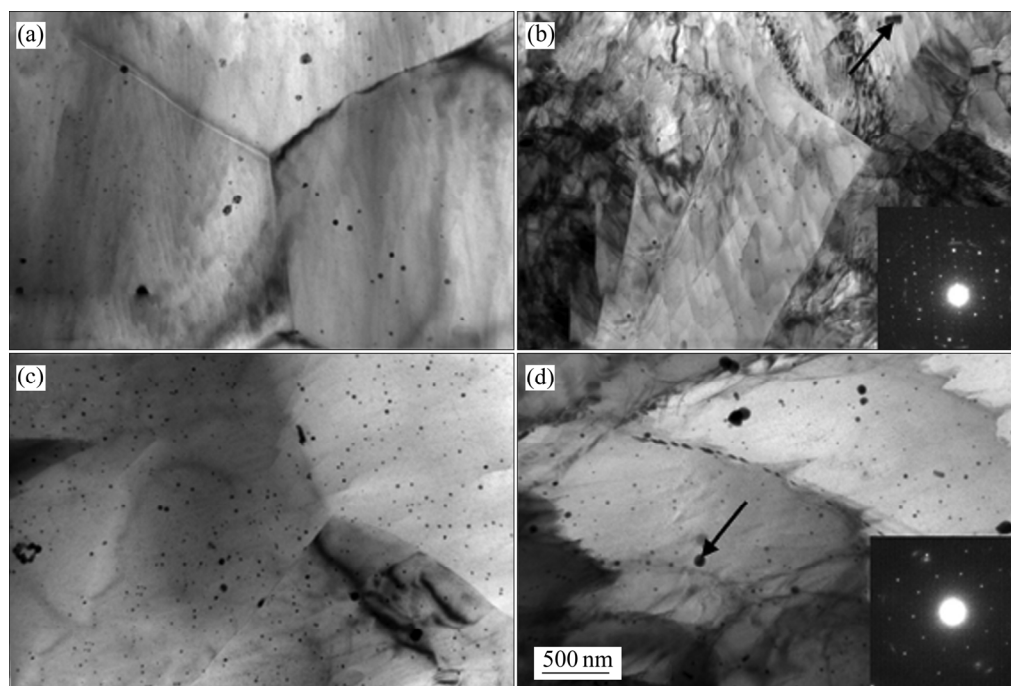


图 6 Mg-3.0Zn-0.5Er 合金板材中第二相的 TEM 观察

Fig. 6 TEM images of the Mg-3.0Zn-0.5Er alloy: (a), (b) As-rolled Mg-3.0Zn-0.5Er alloy; (c), (d) As-annealed Mg-3.0Zn-0.5Er alloy at 250 °C for 60 min.

金, 发现退火处理后纳米第二相的含量在合金中显著增加。从图 5(a)和(b)发现, 轧制态合金中的主要析出相为圆点状, 其尺寸范围为几纳米到几十纳米不等, 选区电子衍射(SAED)结果表明其为纳米 *I*-相, 在合金中的面积分数含量约为 0.4%; 退火处理后, 如图 5(c)和(d)所示, 基体上纳米相数量明显增多, 约为 2.7%, 且更加分散, 其形貌多以圆点状为主, SAED 结果表明其为纳米 *I*-相, 纳米 *I* 相可明显提高材料的力学性能^[34]。

2.3 Mg-Zn-Er 合金板材的室温力学性能

表 2 所列为轧制及退火态 Mg-xZn-Er 合金板材的室温力学性能。退火处理使得合金的组织出现了显著变化, SRX 的发生细化了晶粒, 弱化了基面织构, 同时有大量的纳米 *I*-相产生。组织的改变导致力学性能也发生了明显的变化。退火态 Mg-0.5Zn-0.5Er 合金的屈服强度和抗拉强度分别为 178 MPa 和 228 MPa, 而轧制态的屈服强度和抗拉强度分别为 202 MPa 和 215 MPa; 退火态 Mg-2.0Zn-0.5Er 合金的屈服强度和抗拉强度分别为 159 MPa 和 225 MPa, 低于轧制态合金的强度, 轧

制态的屈服强度和抗拉强度分别为 236 MPa 和 253 MPa; 退火态 Mg-3.0Zn-0.5Er 合金的屈服强度和抗拉强度分别为 181 MPa 和 273 MPa, 而轧制态的屈服强度和抗拉强度分别为 255 MPa 和 265 MPa; 退火态 Mg-4.0Zn-0.5Er 合金的屈服强度和抗拉强度分别为 195 MPa 和 269 MPa, 而轧制态的屈服强度和抗拉强度分别为 290 MPa 和 313 MPa, 从此可以看出退火处理使 Mg-xZn-0.5Er 合金板材的屈服强度显著降低、延伸率普遍提高。由图 1 和图 2 可知, 经过退火处理后, 轧制态的 Mg-xZn-0.5Er 合金发生了静态再结晶, 粗大的变形晶粒被均匀的等轴晶粒所取代, 从而削弱了 Mg-xZn-0.5Er 合金在轧制过程中产生的加工硬化效果, 使合金板材的屈服强度降低, 延伸率提高。有趣的是, 轧制态 Mg-0.5Zn-0.5Er 和 Mg-3Zn-0.5Er 合金经退火处理后, 其抗拉强度有所上升。由表 2 可以看出轧制态 Mg-xZn-0.5Er 合金的屈服强度与抗拉强度非常接近, 这是由于合金板材在轧制过程中产生了较大内应力, 内应力集中的部位易作为裂纹源使材料还没有发生塑性变形就发生了断裂, 从而使得轧制态 Mg-xZn-0.5Er 合金的抗拉强度较低, 而经过退火处理, 内应力大幅减小,

从而使得合金的抗拉强度相比于屈服强度有了明显的提升,并且在相同的退火处理条件下,从图 1 和图 3 可以明显的发现 Mg-0.5Zn-0.5Er 和 Mg-3Zn-0.5Er 合金的晶粒得到了明显的细化,产生了较强的细晶强化效果。因此其退火之后的抗拉强度高于轧制态的抗拉强度。

表 2 Mg-xZn-0.5Er 合金板材室温拉伸力学性能

Table 2 Tensile properties of Mg-xZn-0.5Er alloy sheets at room temperature

Alloy	State	YS/MPa	UTS/MPa	ε /%
Mg-0.5Zn-0.5Er	Rolling	202	215	3.6
	Annealed	178	228	9.2
Mg-2.0Zn-0.5Er	Rolling	236	253	8.9
	Annealed	159	225	26.1
Mg-3.0Zn-0.5Er	Rolling	255	265	2.1
	Annealed	181	273	13.6
Mg-4.0Zn-0.5Er	Rolling	290	313	4.8
	Annealed	195	269	8.7

2.4 Mg-Zn-Er 合金板材室温成形

表 3 所列为轧制及退火态 Mg-xZn-Er 合金板材的室温杯突值(IE)。由表可知,轧制态、退火态合金 A 的 IE 值分别为 5.67、4.61;轧制态、退火态合金 B 的 IE 值分别为 4.73、2.97;轧制态、退火态合金 C 的 IE 值分别为 2.92、3.05;轧制态、退火态合金 D 的 IE 值分别为 2.20、2.11。比较可知,退火态合金的 IE 值并没有随基面织构弱化而升高,反而

表 3 轧制态/退火态(250 °C, 60 min) Mg-xZn-0.5Er 合金的室温杯突值(IE)

Table 3 Room temperature Index Erichsen (IE) value of the as-rolled Mg-xZn-0.5Er alloy and as-annealed Mg-xZn-0.5Er alloy at 250 °C for 60 min

Alloy	State	IE
Mg-0.5Zn-0.5Er	Rolling	5.67
	Annealed	4.61
Mg-2.0Zn-0.5Er	Rolling	4.73
	Annealed	2.97
Mg-3.0Zn-0.5Er	Rolling	2.92
	Annealed	3.05
Mg-4.0Zn-0.5Er	Rolling	2.20
	Annealed	2.11

有所降低。另外,轧制/退火态合金的 IE 值的整体趋势均是随 Zn 含量增加而降低。由此可见,对本文中的 Mg-xZn-0.5Er 合金而言,织构并不是影响其成形的关键。

3 结论

1) 合金中第二相种类及含量与 Zn/Er(质量分数,%)的比值有关^[25, 36-38]。随着 Zn 含量增加,形成了大量粗大第二相(主要为 *W* 相和 *I* 相),它们促进 SRX 发生,可显著细化组织、弱化基面织构。同时,退火导致大量纳米级第二相产生,其主要均匀分布于基体,导致合金中第二相的含量升高。

2) 退火合金发生了显著的软化现象,致使强度降低,延伸率则普遍提高。合金室温 IE 值不随基面织构的减弱而改善,而是随 Zn 含量(第二相)的增加降低,第二相是决定 Mg-Zn-Er 合金室温成形性能的主要因素。

REFERENCES

- [1] 左铁镛. 21 世纪的轻质结构材料——镁及镁合金发展[J]. 新材料产业, 2007, 12: 22-26.
ZUO Tie-yong. Development of lightweight structural materials-magnesium and magnesium alloys for the 21st century[J]. Advanced Materials Industry, 2007, 12: 22-26.
- [2] 丁文江. 镁合金科学与技术[M]. 北京: 科学出版社, 2007: 366.
DING Wen-jiang. Magnesium alloy science and technology[M]. Beijing: Science Press, 2007: 366.
- [3] 陈振华. 变形镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005: 1.
CHEN Zhen-hua. Wrought magnesium alloys[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005: 1.
- [4] 丁文江, 吴玉娟, 彭立明, 等. 高性能镁合金研究及应用的新进展[J]. 中国材料进展, 2010, 29(8): 37-45.
DING Wen-jiang, WU Yu-juan, PENG Li-ming, et al. The new developments in research and application of high-performance magnesium alloys[J]. Materials China, 2010, 29(8): 37-45.
- [5] 陈文振. ZK61 镁合金薄板轧制与组织、织构及性能研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2013.
CHEN Wen-zhen. Research on microstructure, texture and mechanical properties of ZK61 Mg thin sheets produced by rolling[D]. Haerbin: Harbin Institute of Technology, 2013.

- [6] YANG Q S, JING B, LI J, et al. Modified texture and room temperature formability of magnesium alloy sheet by Li addition[J]. International Journal of Material Forming, 2016, 9: 305.
- [7] UCUNCUOGLU S, EKERIM A, SECGIN G O, et al. Effect of asymmetric rolling process on the microstructure, mechanical properties and texture of AZ31 magnesium alloys sheets produced by twin roll casting technique[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2014, 2(1): 92–98.
- [8] LI R G, NIE J F, HUANG G J, et al. Development of high-strength magnesium alloys via combined processes of extrusion, rolling and ageing[J]. Scripta Materialia, 2011, 64: 950–953.
- [9] HUANG X S, SUZUKI K, CHINO Y, et al. Influence of aluminum content on the texture and sheet formability of AM series magnesium alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2015, 633: 144–153.
- [10] YAN H, XU S W, CHEN R S, et al. Twins, shear bands and recrystallization of a Mg-2.0%Zn-0.8%Gd alloy during rolling[J]. Scripta Materialia, 2011, 64(2): 141–144.
- [11] CATORCENO L L C, DE ABREU H F G, PADILHA A F. Effects of cold and warm cross-rolling on microstructure and texture evolution of AZ31B magnesium alloy sheet[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2018, 6(2): 121–133.
- [12] WANG H Y, FENG T T, ZHANG L, et al. Achieving a weak basal texture in a Mg-6Al-3Sn alloy by wave-shaped die rolling[J]. Materials and Design, 2015, 88: 157–161.
- [13] LEE J Y, LIM H K, KIM D H, et al. Effect of volume fraction of quasicrystal on the mechanical properties of quasicrystal-reinforced Mg-Zn-Y alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2007, 449/451: 987–990.
- [14] LUO Z P, ZHANG S Q, TANG Y L, et al. Thermodynamics of Mg-Zn-RE system solutions forming stable quasicrystals[J]. Scripta Metallurgica et Materialia, 1994, 30(4): 393–398.
- [15] XU D K, TANG W N, LIU L, et al. Effect of *W*-phase on the mechanical properties of as-cast Mg-Zn-Y-Zr alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 461(1/2): 248–252.
- [16] KAWMURA Y, HAYASHI K, INOUE A, et al. Rapidly solidified powder metallurgy $\text{Mg}_{97}\text{Zn}_1\text{Y}_2$ alloys with excellent tensile yield strength above 600 MPa[J]. Materials Transactions, 2001, 42(7): 1172–1176.
- [17] AL-SAMMAN T. Modification of texture and microstructure of magnesium alloy extrusions by particle-stimulated recrystallization[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 560: 561–566.
- [18] WANG Q F, DU W B, LIU K, et al. Microstructure, texture and mechanical properties of as-extruded Mg-Zn-Er alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 581: 31–38.
- [19] MENG Y Z, YU J M, LIU K, et al. The evolution of long-period stacking ordered phase and its effect on dynamic recrystallization in Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy processed by repetitive upsetting-extrusion[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 828: 154454.
- [20] HUANGX S, SUZUKI K, CHINO Y, et al. Influence of initial texture on cold deep drawability of Mg-3Al-1Zn alloy sheets[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 565: 359–372.
- [21] WANG Q H, JIANG B, TANG A T, et al. Formation of the elliptical texture and its effect on the mechanical properties and stretch formability of dilute Mg-Sn-Y sheet by Zn addition[J]. Materials Science and Engineering A, 2019, 746: 259–275.
- [22] LIU K, LIANG J T, DU W B, et al. Microstructure, mechanical properties and stretch formability of as-rolled Mg alloys with Zn and Er additions[J]. Rare Metals, 2020, <https://doi.org/10.1007/s12598-020-01438-w>.
- [23] CHINO Y, HUANG X, SUZUKI K, et al. Influence of Zn concentration on stretch formability at room temperature of Mg-Zn-Ce alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2010, 528(2): 566–572.
- [24] AL-SAMMANT. Modification of texture and microstructure of magnesium alloy extrusions by particle-stimulated recrystallization[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 560: 561–566.
- [25] LIU K, SUN C C, WANG Z H, et al. Microstructure, texture and mechanical properties of Mg-Zn-Er alloys containing I-phase and W-phase simultaneously[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 665: 76–85.
- [26] YANG W P, GUO X F. High strength magnesium alloy with α -Mg and *W*-phase processed by hot extrusion[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2011, 21(11): 2358–2364.
- [27] ZHANG J, LI W, GUO Z. Static recrystallization and grain growth during annealing of an extruded Mg-Zn-Zr-Er magnesium alloy[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2013, 1(1): 31–38.
- [28] FARZADFAR S A, MARTIN E, SANJARI M, et al. Texture weakening and static recrystallization in rolled Mg-2.9Y and Mg-2.9Zn solid solution alloys[J]. Journal of Materials Science, 2012, 47(14): 5488–5500.
- [29] SANJARI M, FARZADFAR S F, SAKAI T, et al.

- Microstructure and texture evolution of $\text{Mg}_3\text{Zn}_3\text{Ce}$ magnesium alloys sheets and associated restoration mechanisms during annealing[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 561: 191–202.
- [30] SANJARI M, FARZADFAR S F, SAKAI T, et al. Materials Science and Engineering A, 2013, 561(3): 191.
- [31] BASU I, AL-SAMMAN T. Acta Materialia, 2015, 96: 111.
- [32] XU S W, KAMADO S, MATSUMOTO N, et al. Materials Science and Engineering A, 2009, 527(1/2): 52.
- [33] BASU I, AL-SAMMAN T. Twin recrystallization mechanisms in magnesium-rare earth alloys[J]. Acta Materialia, 2015, 96: 111–132.
- [34] HUANG H, YUAN G Y, CHEN C L, et al. Excellent mechanical properties of an ultrafine-grained quasicrystalline strengthened magnesium alloy with multi-modal microstructure[J]. Materials Letters, 2013, 107: 181–184.
- [35] KONDORI B, BENZERGA A A. Effect of stress triaxiality on the flow and fracture of Mg alloy AZ31[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2014, 45(8): 3292–3307.
- [36] WANG Qing-feng, LIU Ke, WANG Zhao-hui, et al. Microstructure, texture and mechanical properties of as-extruded Mg-Zn-Er alloys contained *W*-phase[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 602: 32–39.
- [37] LIU Ke, WANG Qing-feng, DU Wen-bo, et al. Microstructure and mechanical properties of extruded Mg-6Zn-xEr alloys[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013, 23: 2863–2873.
- [38] LI Han, DU Wen-bo, LI Shu-bo, et al. Effect of Zn/Er weight ratio on phase formation and mechanical properties of as-cast Mg-Zn-Er alloys[J]. Materials and Design, 2012, 35(3): 259–265.

Investigation on microstructure and formability at room temperature of as-annealing Mg-xZn-0.5Er sheets

LOU Feng¹, LIU Ke¹, LUI Jin-xue², DU Wen-bo¹, YU Zi-jian¹, WANG Zhao-hui¹, LI Shu-bo¹, DU Xian¹

(1. Faculty of Materials and Manufacturing, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China;
2. Zhengzhou Light Alloy Institute Co. Ltd., Zhengzhou 450041, China.)

Abstract: The magnesium (Mg) alloy sheet has a great industrial application value, but the further application has been restricted because of its inferior formability. Aim to this problem, the Mg-xZn-0.5Er alloy sheets were produced and investigated in the present investigation. The effects of texture/second phase transformation after annealing treatment on microstructure and properties were studied. The results showed that the coarse second phase promoted the occurrence of dynamic recrystallization (DRX), resulting in refinement of deformed microstructure. Also, this coarse phase also activated the static recrystallization (SRX), and both the microstructure and the texture were further modified, but the strength of these sheets was reduced. Moreover, the Index Erichsen (IE) values of these as-annealing sheets generally decreased at room temperature. These IE values were negatively correlated with the content of second phase, and the presence of nano-scale second phase further made IE values get worse at room temperature. It was indicated that the second phase played an important role in subduction of formability improvement by texture modifying. These second phase was the critical factor to determine the formability of these sheets at room temperature.

Key words: Mg-Zn-Er alloy; recrystallization; the secondary phase; mechanical properties; formability

Foundation item: Project(2016YFB0301101) supported by the National Key Research and Development Program of china; Project(51801048) supported by the National Natural Science Foundation of China

Received date: 2020-11-03; **Accepted date:** 2021-03-16

Corresponding author: LIU Ke; Tel: +86-10-67392423; E-mail: lk@bjut.edu.cn

(编辑)