

# 变形 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金退火过程中 组织与织构演变过程

Evolutions of Microstructure and Texture of Rolled Mg-1.5Zn-0.2Gd Alloy During Hot Rolled and Subsequently Annealed

蔡正旭,唐 荻,江海涛,马 昭

(北京科技大学 高效轧制国家工程研究中心,北京 100083)

CAI Zheng-xu, TANG Di, JIANG Hai-tao, MA Zhao

(National Engineering Research Center of Advanced Rolling,  
University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

**摘要:** 研究了变形 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金在热轧和退火过程中的显微组织、织构以及室温成形性能。结果表明: Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金经过热轧、退火后,其织构得到明显弱化并且沿着 TD 方向发生分裂,使得合金在室温下具有较高的断后伸长率和成形能力。450℃热轧后合金的基面织构强度最大值为 3.4, RD 方向上伸长率仅为 6.7%;然而,合金经过 350℃/60min 退火后基面织构强度明显降低,最大值仅为 2.3,并且基面织构沿着 TD 方向发生分裂, RD 方向上伸长率达到 26.7%。EBSD 研究表明,稀土 Gd 元素溶入合金中,阻碍了热轧过程中动态再结晶的发生,在随后的退火过程中,非基面取向晶粒在原始大角度晶界位置形核长大,这是 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金织构得到优化的关键原因。

**关键词:** 镁合金;织构;再结晶;Gd

**doi:** 10.11868/j.issn.1001-4381.2014.07.009

**中图分类号:** TG146.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2014)07-0044-06

**Abstract:** Microstructure, texture and stretch formability of rolled Mg-1.5Zn-0.2Gd alloy during hot rolling and subsequently annealing were investigated. The results show that Mg-1.5Zn-0.2Gd alloy after hot rolling and annealing exhibits excellent elongation and high stretch formability, which is attributed to the reduction in basal texture intensity and the split of basal plane. After rolling at 450℃, the maximum texture intensity of the alloy is 3.4 and the elongation is 6.7% in RD direction. However, after annealing at 350℃ for 60min, the texture intensity of the alloy decreases and the maximum intensity is 2.3, and basal texture is tilted from TD, which result in the elongation increases to 26.7% in RD direction. EBSD analysis indicates that the addition of Gd hinders dynamic recrystallization (DRX) during hot rolling process. The nucleation and growth of non-basal orientation grains occur at the original high angle grain boundaries during the subsequent annealing, which plays an important role in the weakened basal texture intensity of the Mg-1.5Zn-0.2Gd alloy.

**Key words:** magnesium alloy; texture; recrystallization; Gd

镁合金具有低的密度(1.73g/cm<sup>3</sup>)、高的比强度和优异的减震降噪效果,在航空航天、交通、家电等领域具有广阔的应用前景<sup>[1]</sup>。通过先进轧制技术生产出高性能的镁合金可以使镁合金的应用前景更加广阔。然而,镁合金具有密排六方晶体结构,在室温变形条件下其棱柱面滑移和锥面滑移的临界分切应力(Critical Resolved Shear Stress, CRSS)远大于基面滑移<sup>[2,3]</sup>,所以在室温变形条件下,镁合金主要以{0002},〈11 $\bar{2}$ 0〉基面滑移为主。这是导致镁合金室温塑性较差,变形加工困难的主要原因。另外,由于轧制镁合金板具有

较强的基面织构,使得镁合金板材沿着厚度方向变形困难<sup>[4,5]</sup>,结果导致镁合金在室温下塑性较差,使镁合金的使用受到了极大的限制。

研究发现<sup>[6,7]</sup>加入稀土元素可以控制或者弱化镁合金基面织构,提高材料的室温成形能力。Chino<sup>[8]</sup>向纯镁中加入稀土 Ce 可以弱化其基面织构,并且发现普通热轧变形后 Mg-Ce 合金的极图中{0002}极峰沿 RD 分开,出现“双峰”现象,这与纯镁的织构不同, Mg-Gd 合金<sup>[9]</sup>中也发现了同样的实验现象,可能是由于激活镁合金的锥面滑移,或者是激活了双孪生造成的,说

明稀土加入镁合金中改变了镁的变形方式,对镁合金的室温成形性能是有利的。Yan 等<sup>[10]</sup>发现在 Mg-Zn 合金中加入稀土元素 Gd 可以大幅度提高镁合金的室温伸长率,基面织构强度最高值为 2.95(文献中 AZ31 镁合金基面织构强度最高为 7.82)<sup>[11]</sup>,使材料表现出优异的室温成形能力。Wu 等<sup>[12]</sup>对 GZ21 和 GZ31 合金室温下的塑性和成形性能进行研究,表明,经过合适的热轧退火工艺,两种成分的合金在室温下均表现出优异的成形能力。随后 Wu 等<sup>[13]</sup>对 GZ31 合金二次成形前的晶粒尺寸和织构进行了详细的研究,结果表明晶粒尺寸在 10~30 $\mu\text{m}$  之间和较低的(0002)基面织构可以使镁合金在室温下具有良好的成形能力。

综合上述研究结果表明 Mg-Zn-Gd 合金经过热轧退火后,(0002)基面织构可以得到明显弱化,在室温下表现出良好的二次成形能力,然而 Mg-Zn-RE 系镁合金在热轧和退火过程中组织与织构的转变过程却鲜有报道。本工作选择 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金作为研究对象,研究其在热轧和退火过程中组织和织构的转变过程,为稀土变形镁合金的微观机制研究提供实验数据。

1 实验材料及方法

采用真空感应炉冶炼 Mg-Zn-Gd 合金,其化学成分如表 1 所示。原料选用质量分数为 99.99% Mg, 99.99% Zn 和 Mg-30%Gd 中间合金。合金熔炼浇注成铸锭后切割成尺寸为 120mm $\times$ 90mm $\times$ 10mm 的长方体坯料,对坯料进行均匀化退火(450 $^{\circ}\text{C}$ 退火 12h),然后进行水淬。随后对坯料进行热轧,总压下率为 90%,轧后板材的厚度为 1mm。热轧前两道次变形量较小(防止热轧时坯料出现裂纹),随着热轧的进行,道次压下量逐渐增大并且稳定在 15%~20%之间,每道

次热轧后需要在 450 $^{\circ}\text{C}$ 下退火 15min,以保证组织的均匀性和补偿轧制温度的损失。热轧后的静态再结晶过程对镁合金的显微组织、织构以及力学性能具有重要意义,所以本工作将热轧后的板材在 350 $^{\circ}\text{C}$ 下分别退火 5,10,60min,以便详细研究镁合金在退火过程中组织和织构的转变过程。

金相试样采用 5g 苦味酸、5g 醋酸、100mL 无水乙醇及 10mL 蒸馏水所配制的溶液侵蚀 20s;采用 Schulz 反射方法对试样中心层(0002)极图进行测定,测试参数为:Cu 靶,加速电压 35kV,工作电流为 25mA。拉伸试样尺寸为:长度标距 25mm,宽度标距 6mm,厚度 1mm。分别对板材三个方向:轧制方向(RD)、与轧向成 45 $^{\circ}$ 方向(45 $^{\circ}$ )和横向(TD)取拉伸试样,测量室温力学性能。EBSD 试样电解抛光后直接采用 Sirion200 扫描电镜及其配置的 OIM Data Collecting5.3 及 OIM Analysis5.3 软件对其微观组织及织构进行观测和分析。

表 1 实验用 Mg-Zn-Gd 合金的化学成分(质量分数/%)

Table 1 Chemical compositions of the investigated Mg-Zn-Gd alloys (mass fraction/%)

Zn	Gd	Mg
1.46	0.17	Bal

2 实验结果与讨论

图 1 为 Mg-1.5Zn-0.2Gd 实验合金铸锭组织。可以看出铸锭的晶粒较为粗大,形状为长条形,如图 1(a)所示。大量细小的第二相弥散分布在基体中,其尺寸均小于 3 $\mu\text{m}$ ,对其采用能谱分析表明细小的第二相由 Mg,Zn,Gd 三种元素组成,本工作将其定义为 Mg-ZnGd 第二相,如图 1(b)所示。

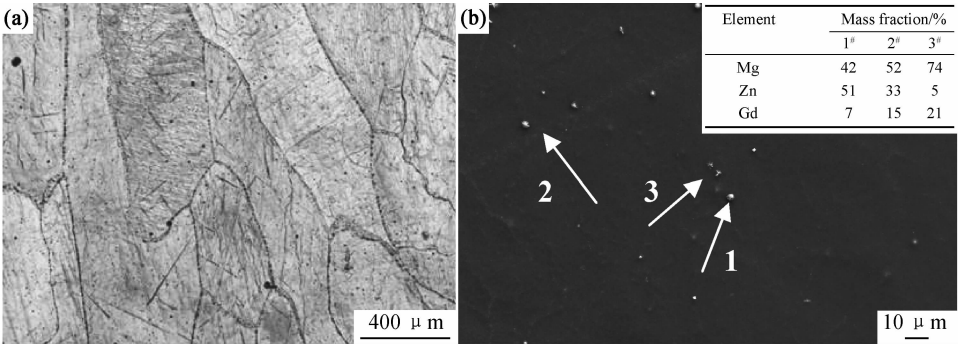


图 1 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金铸锭显微组织 (a) 金相组织;(b)扫描电镜组织  
Fig. 1 Micrographs of the Mg-1.5Zn-0.2Gd ingot (a) LM; (b) SEM

图 2 为热轧和退火不同时间后 Mg-1.5Zn-0.2Gd 实验合金的 OIM 图和菊池带衬度图。可以看出,热轧

组织由拉长的、较为粗大的晶粒组成,晶粒内部存在大量孪晶,如图 2(a)所示,并且在热轧过程中并未发生

DRX,说明稀土元素加入镁合金中会阻碍 DRX 的发生 (AZ31 镁合金在 400℃变形时已经发生再结晶<sup>[14]</sup>),并且 Hang 等<sup>[15]</sup>的研究表明稀土元素溶入镁合金中,改变了某些位错的层错能并且导致改变了<a>和<a+c>位错的临界分切应力值,从而在热轧过程中促进了非基面滑移的开动,为后续的退火过程中非基面取向晶粒形核打

下基础;350℃退火 5min 后,合金发生了部分再结晶,并且新晶粒的形核位置主要为原始晶界和孪晶界处,如图 2(b)所示;退火 10min 后,合金基本完成再结晶,并且再结晶部分的晶粒较为细小,如图 2(c)所示;退火 60min 后,合金已经完成再结晶,晶粒有所增大,但是晶粒大小并不十分均匀,如图 2(d)所示。

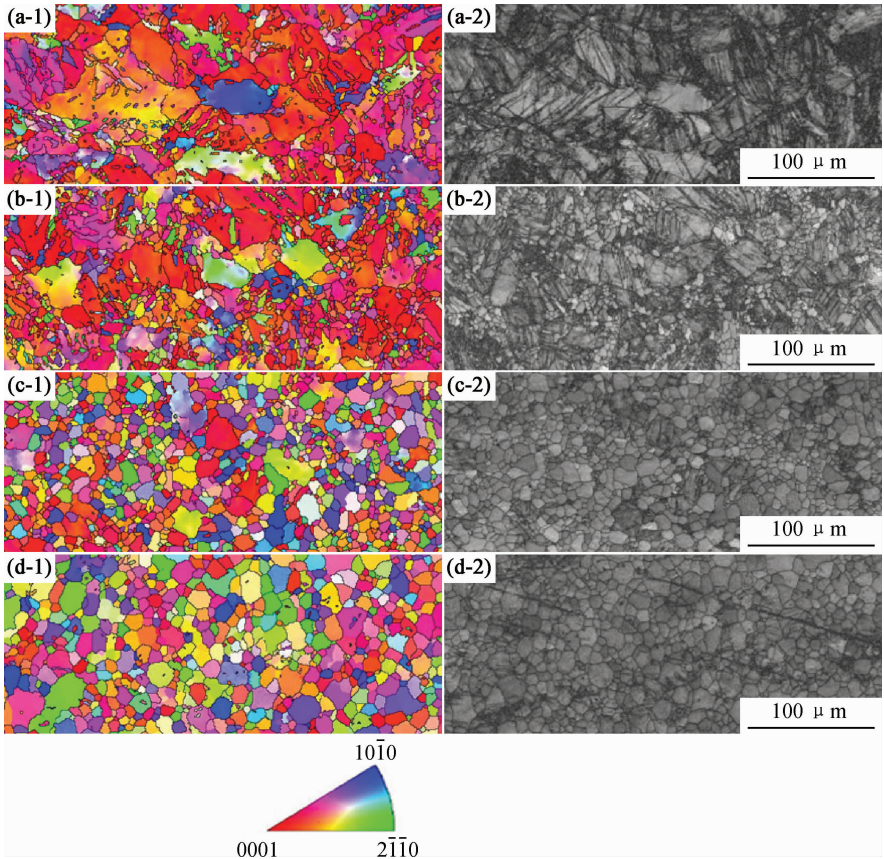


图 2 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金取向成像显微图(1)和菊池带衬度图(2) (a)450℃ 轧制; (b)450℃轧制+350℃退火 5min; (c)450℃轧制+350℃退火 10min; (d)450℃轧制+350℃退火 60min  
Fig. 2 Orientation imaging microscopy (OIM)(1) and band contrast(2) of the Mg-1.5Zn-0.2Gd alloy (a)450℃ rolled; (b)450℃ rolled and subsequently annealed at 350℃/5min; (c)450℃ rolled and subsequently annealed at 350℃/10min; (d)450℃ rolled and subsequently annealed at 350℃/60min

图 3 为热轧和不同退火时间后 Mg-1.5Zn-0.2Gd 实验合金的{0002}极图, Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金经 450℃热轧后,织构较弱,强度最高值为 3.4,织构主要为基面织构,如图 3(a)所示;350℃退火 5min 后,织构强度有所降低,强度最高值为 2.8,极图中{0002}极峰沿 TD 分开,基面法向即 c 轴沿轧板 TD 方向偏转大概 15°,如图 3(b)所示;350℃退火 10min 后,织构强度进一步降低,强度最高值为 2.5,极图中{0002}极峰沿 TD 分开的角度进一步增大为 30°,如图 3(c)所示;350℃退火 60min 后,织构最弱,强度最高值仅为 2.3,极图中{0002}极峰沿 TD 分开的角度仍为 30°,如图 3(d)所示。图 4 给出了热轧和不同退火时间后{0002}

极图中织构强度最高值及其{0002}极峰沿 TD 分开的角度。总之,退火过程弱化了 Mg-1.5Zn-0.2Gd合金的织构强度,并且随着退火时间的延长合金{0002}极峰沿 TD 分开,有利于合金的室温成形能力。

经过 350℃退火后,Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金的退火织构与热轧织构存在明显差异,退火后合金的织构强度进一步降低,基面织构沿着 TD 方向发生分裂,c 轴沿轧板 TD 方向偏转大约 30°,如图 3 所示。说明再结晶行为对 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金的织构演变过程具有重要影响。因此,研究 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金退火过程中织构的演变过程主要集中在研究合金的再结晶行

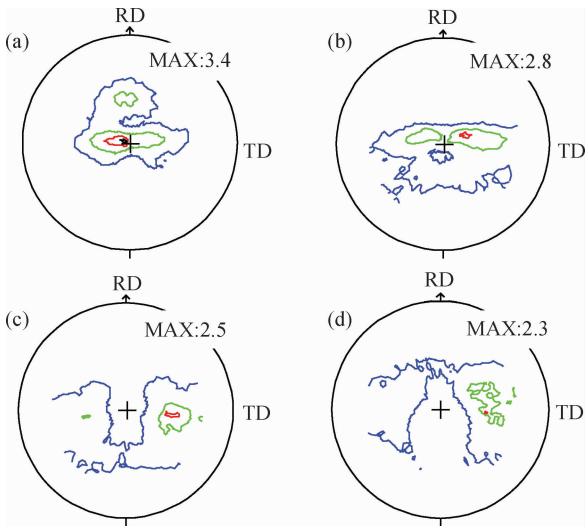


图 3 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金(0002)极图 (a)450℃ 轧制; (b)450℃ 轧制+350℃ 退火 5min; (c)450℃ 轧制+350℃ 退火 10min; (d)450℃ 轧制+350℃ 退火 60min;  
Fig. 3 (0002) plane pole figures of the Mg-1.5Zn-0.2Gd alloy (a)450℃ rolled; (b)450℃ rolled and subsequently annealed at 350℃/5min; (c)450℃ rolled and subsequently annealed at 350℃/10min; (d)450℃ rolled and subsequently annealed at 350℃/60min

为。图 5 为 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金部分再结晶组织的微区取向成像图,其中浅色区域为未再结晶区域,深色区域为再结晶区域,从图中可以看出新晶粒主要在原

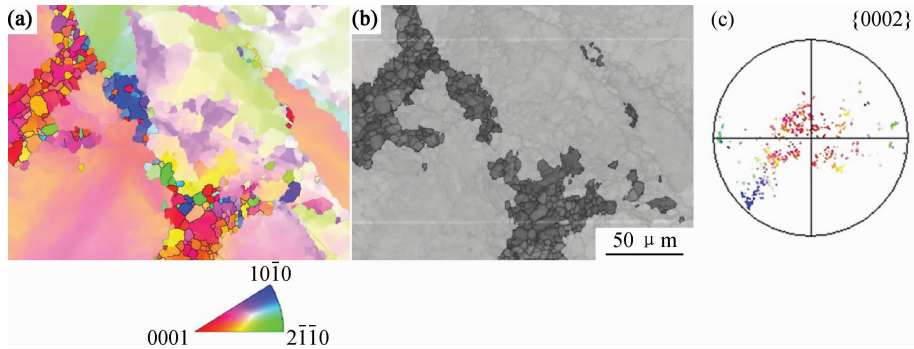


图 5 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金部分再结晶组织 (a)取向成像显微图; (b)菊池带衬度; (c)再结晶晶粒的 (0002) 极图  
Fig. 5 Partial recrystallization of the Mg-1.5Zn-0.2Gd alloy (a)OIM; (b)band contrast; (c)(0002) pole figures of recrystallization grains

表 2 为 450℃ 热轧和 450℃ 热轧+350℃ 退火 60min 后 Mg-1.5Zn-0.2Gd 实验合金的室温力学性能,从表中可以看出经过热轧和退火后合金的室温力学性能存在明显差异,退火后合金的屈服强度和抗拉强度均低于热轧状态,然而室温伸长率要明显高于热轧状态,其中退火后合金 TD 方向上的伸长率达到 29.1%,远超过目前广泛使用的 AZ31 镁合金<sup>[16]</sup>。值得注意的是, Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金退火后平均  $r$  值

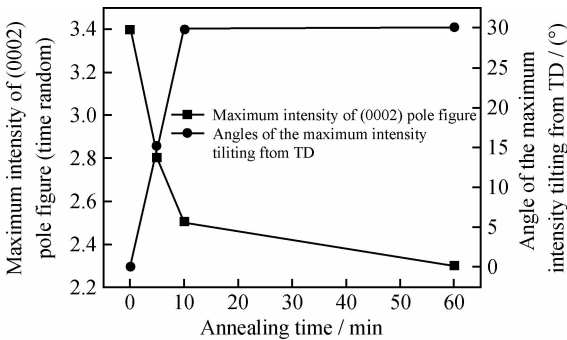


图 4 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金(0002)极图中织构强度最高值及其沿着 TD 方向发生分裂的角度  
Fig. 4 The maximum intensity of (0002) pole figures and angles of the maximum intensity tilting from TD on the Mg-1.5Zn-0.2Gd alloy

始大角度晶界位置形核,并且新晶粒的取向会不同程度的偏离基面{0002}极峰,如图 5(c)所示。随着再结晶的继续进行,新晶粒不断长大,从而使合金的织构得到优化。稀土 Gd 元素添加到镁合金中,激活了镁合金的非基面滑移,从而改变了镁合金的变形方式。在变形过程中,非基面滑移的发生会导致大量的位错堆积在晶界附近,在随后的退火过程中使得再结晶晶粒的取向变得随机分布,最终大幅度地改变合金的晶体取向,这可能是非基面取向晶粒形成的主要原因。

仅为 0.72 要远低于普通轧制镁合金(3.0)<sup>[16]</sup>。 $r$  值反映薄板承受载荷时抵抗厚度方向变形能力,普通轧制镁合金存在较为强烈的基面织构,其在室温下变形时,板厚方向不起作用,冲压成形时板厚不能变薄、冲压初期便破裂,造成镁合金板材在室温下难以进行冲压加工。然而 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金退火后具有较低的平均  $r$  值,表明其在变形过程中厚度方向上容易变形、减薄,其在室温下的加工成形能力得到提高。



表 2 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金室温拉伸性能

Table 2 Tensile properties of Mg-1.5Zn-0.2Gd alloy at room temperature

Deformation and heat treatment condition	Direction	YS /MPa	TS/MPa	FE/%	<i>n</i>	<i>r</i>	<i>r</i> <sub>ave</sub>
450℃ rolled	RD	213	267	6.7	0.27	0.78	0.72
	45°	155	242	17.7			
	TD	136	233	18.5			
450℃ rolled + 350℃/60min	RD	126.5	216.6	26.7	0.33	0.82	0.72
	45°	90.4	205.5	28.9			
	TD	69.7	202.3	29.1			

图 6 为 450℃ 热轧和 450℃ 热轧 + 350℃ 退火 60min 后 Mg-1.5Zn-0.2Gd 实验合金的埃里克森杯突实验结果,可以看出 450℃ 热轧后合金的室温成形性能较差,埃里克森杯突值(IE)仅为 3.3,然而经过 350℃ 退火 60min 处理后,合金埃里克森杯突值明显提高,达到 7.0,高于 AZ31 镁合金,接近 5000 系和 6000 系铝合金<sup>[11]</sup>,表明热轧后的退火过程可以显著提高实验镁合金的室温成形能力。

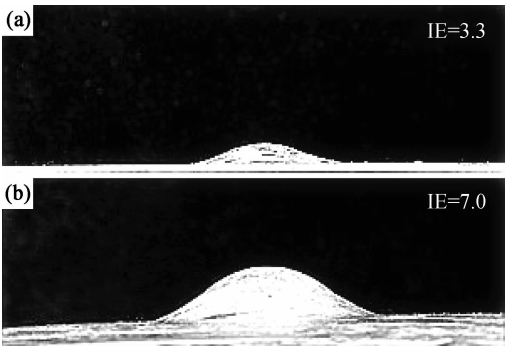


图 6 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金埃里克森杯突实验后宏观照片  
(a)450℃ 轧制;(b)450℃ 轧制+350℃ 退火 60min  
Fig. 6 Mg-1.5Zn-0.2Gd alloys after the Erichsen test at room temperature (a)450℃ rolled;(b)450℃ rolled and subsequently annealed at 350℃/60min

3 结论

(1)Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金经过 450℃ 热轧、350℃ 退火 60min 处理后,室温成形能力得到显著提高,其 IE 值达到 7.0。

(2)Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金经 450℃ 热轧处理后并未发生动态再结晶,织构类型主要为基面织构,在室温下 RD 方向上的伸长率仅为 6.7%,室温成形能力不佳;经过退火处理后,合金发生再结晶,织构强度逐渐降低,并且基面织构沿着 TD 方向发生分裂,合金在室温下 RD 方向上的伸长率明显提高,达到 26.7%,室温成形能力得到显著提高。

(3)微量的稀土 Gd 元素加入 Mg-1.5Zn 中,改变了镁合金的再结晶织构,这是 Mg-1.5Zn-0.2Gd 合金

室温成形能力得到提高的原因。

参考文献

[1] ELIEZER D, AGHION E, FROES F H. Magnesium science technology and applications[J]. Advanced Performance Materials, 1998, 5(3): 210—212.

[2] OBARA T, YOSHINGA H, MOROZUMI S. {112}〈1123〉slip system in magnesium[J]. Acta Metallurgica, 1973, 21(7):845—853.

[3] STOHR J F, POIRIERJ P. Electron-microscope study of pyramidal slip{112 $\bar{2}$ }〈1123〉in Mg[J]. Philos Mag, 1972, 25:1313—1329.

[4] WALDE T, RIEDEL H. Modeling texture evolution during hot rolling of magnesium alloy AZ31[J]. Materials Science and Engineering: A, 2007, 443(1—2), :277—284.

[5] STYCZYNSKI A, HARTIG C, BOHLEN J, et al. Cold rolling textures in AZ31 wrought magnesium alloy[J]. Scr Mater, 2004, 50:943—947.

[6] MACKENZIE L W F, PEKGULERYUZ M O. The recrystallization and texture of magnesium-zinc-cerium alloys[J]. Scripta Materialia, 2008, 59(6):665—668.

[7] HANTZSCHE K, BOHLEN J, WENDT J, et al. Effect of rare earth additions on microstructure and texture development of magnesium alloy sheets[J]. Scripta Materialia, 2010, 63(7):725—730.

[8] CHINO Y, KADO M, MABUCHI M. Compressive deformation behavior at room temperature-773K in Mg-0.2 mass% (0.035 at. %) Ce alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2008, 494(1—2):343—349.

[9] STANFORD N, ATWELL D, BARNETT M R. The effect of Gd on the recrystallisation, texture and deformation behaviour of magnesium-based alloys[J]. Acta Materialia, 2010, 58(20):6773—6783.

[10] YAN H, CHEN R S, HAN E H. Room-temperature ductility and anisotropy of two rolled Mg-Zn-Gd alloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 2010, 527:3317—3322.

[11] JEONG H T, HA T K. Texture development in a warm rolled AZ31 magnesium alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 187—188:559—561.

[12] WU D, CHEN R S, HAN E H. Excellent room-temperature ductility and formability of rolled Mg-Zn-Gd alloy sheets[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2011, 509(6): 2856—2863.

[13] WU D, CHEN R S, TANG W N, et al. Influence of texture and grain size on the room-temperature ductility and tensile behavior in a Mg-Zn-Gd alloy processed by rolling and forging[J]. Material and Design, 2012, 41:306—313.

[14] 黄蓓蓓,蔡庆伍,魏松波,等. AZ31 镁合金热压缩变形行为研究[J]. 材料热处理,2007,36(24): 20—24.

HUANG Bei-bei, CAI Qing-wu, WEI Song-bo, et al. Analysis on hot compression deformation of AZ31 magnesium alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2007, 36(24):20—24.

[15] HANG X S, SUZUKI K, CHINO Y. Static recrystallisation and mechanical properties of Mg-4Y-3RE magnesium alloy sheet processed by differential speed rolling at 823K[J]. Materials Science and Engineering: A, 2012, 538:281—287.

[16] CHINO Y, MABUCHI M. Enhanced stretch formability of Mg-Al-Zn alloy sheets rolled at high temperature (723K)[J]. Scr Mater, 2009, 60(6):447-450.

基金项目:国家“十二五”镁合金支撑项目课题三——镁合金板带高效低成本轧制技术开发(2011BAE22B00)

收稿日期:2013-03-18;修订日期:2014-03-10

通讯作者:江海涛(1976—),男,副教授,研究方向:有色金属加工及汽车用钢,联系地址:北京市海淀区学院路 30 号北京科技大学冶金工程研究院(100083),E-mail:nwpujht@163.com