

# Ce 对热轧 AZ31 镁合金动态再结晶及织构的影响 \*

李再久 金青林 蒋业华 周 荣

(昆明理工大学机电工程学院, 昆明 650093)

**摘 要** 研究了 Ce 对热轧 AZ31 合金的动态再结晶过程及织构的影响. 结果表明: 加入 Ce 后抑制了 AZ31 合金中孪生动态再结晶 (TDRX) 的发生, 还加速了合金动态再结晶进程, 同时显著弱化了基面织构. EBSD 分析表明, 在 AZ31-1.0Ce(质量分数, %) 合金中, 除 (0001) 基面织构外, 还出现了介于 (0001) 基面和 (10 $\bar{1}$ 0) 柱面的取向强度峰值, 说明 Ce 的加入激活了变形时的非基面滑移系. Ce 的加入并没有使合金的轴比值降低, 相反还略有升高, 说明非基面滑移的激活并非晶格结构的变化所致. Ce 的加入可能改变了 Mg 原子之间的结合态以及增加了合金的层错能, 使得非基面滑移系被激活, 从而导致基面织构弱化.

**关键词** AZ31 合金, Ce, 动态再结晶, 织构, 轴比

**中图法分类号** TG146.2

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2009)08-0924-06

## EFFECT OF Ce ON THE DYNAMIC RECRYSTALLIZATION AND TEXTURE OF AZ31 MAGNESIUM ALLOY DURING HOT ROLLING

LI Zaijiu, JIN Qinglin, JIANG Yehua, ZHOU Rong

Faculty of Mechanical and Electrical Engineering, KunMing University of Science and Technology, KunMing 650093

Correspondent: JIN Qinglin, professor, Tel: 13888943348, E-mail: jinqinglin@yahoo.com

Supported by Scientific Research Foundation for the Returned Overseas Chinese Scholars, State Education Ministry (No.2008890) and Natural Science Foundation of Yunnan Province (No.2007E031M)

Manuscript received 2009-01-02, in revised form 2009-04-21

**ABSTRACT** The effects of Ce on the dynamic recrystallization (DRX) and texture of AZ31 magnesium alloy during hot rolling were investigated. It was found that the twin DRX is suppressed in AZ31-1.0Ce alloy, the DRX is accelerated and the basal texture is weakened significantly by adding 1%Ce (mass fraction) into AZ31 alloy. The EBSD results show that besides (0001) basal texture, there is an apparent peak intensity between (0001) and (10 $\bar{1}$ 0) in AZ31-1.0Ce alloy, which means the activation of non-basal slip system. The addition of Ce does not result in a decrease of  $c/a$  ratio. On the contrary, the  $c/a$  ratio is slightly increased by adding of 1%Ce. It indicates that the activation of non-basal slip system does not stem from the change of crystal structure. The activation of non-basal slip and the corresponding basal texture weakening are attributed to the change in atomic binding states and stacking fault energy.

**KEY WORDS** AZ31 alloy, Ce, dynamic recrystallization, texture,  $c/a$  ratio

镁合金具有比强度和比刚度高, 电磁屏蔽性能和阻尼性能良好等优点, 在电子电器、汽车、航空航天及兵器领域有着广阔的应用前景. 目前大多数的镁合金产品均以铸件为主, 但铸造产品存在着难以克服的疏松、缩孔等铸造缺陷, 此外, 铸造镁合金力学性能也不够理想, 这导致镁合金的应用受到极大限制<sup>[1-3]</sup>. 而变形镁合金由于发生动态再结晶的缘故, 使变形后的组织显著细化, 细化的组织

不但能提高合金的强度, 还能够改善合金的塑性和韧性<sup>[3]</sup>; 然而, 由于镁合金 hcp 的晶体结构导致合金在变形过程中会形成强烈的 (0001) 基面织构, 恶化板材的二次成型能力<sup>[4,5]</sup>. 因此, 如何能弱化基面织构, 提高镁合金板材的塑性变形能力是目前变形镁合金研究的热点之一.

Agnew 等<sup>[6]</sup> 及 Chino 等<sup>[7,8]</sup> 研究了稀土元素 (Y 和 Ce 等) 对镁合金变形织构的影响, 发现稀土元素能够显著弱化基面织构, 其原因可能是稀土元素改变了 Mg 的晶格结构, 使其对称性增加, 从而激活了非基面 (柱面、锥面) 滑移系. 目前有关稀土元素对镁合金织构影响的研究刚刚起步, 而国内关于稀土元素在镁合金中的研究基本集

\* 教育部留学回国人员科研启动基金项目 2008890 和云南省自然科学基金项目 2007E031M 资助

收到初稿日期: 2009-01-02, 收到修改稿日期: 2009-04-21

作者简介: 李再久, 男, 1984 年生, 硕士生

中在晶粒细化及铸态性能<sup>[9,10]</sup>、高温抗蠕变<sup>[11-13]</sup>等方面,在稀土元素对镁合金变形过程中的动态再结晶及织构方面的研究尚少见报道.本文采用了金相显微镜(OM)、扫描电镜(SEM)、能谱仪(EDS)、X射线衍射仪(XRD)及电子背散射(EBSD)等实验手段,研究了稀土元素 Ce 对热轧 AZ31 镁合金动态再结晶、宏观织构以及微观织构的影响,探讨了动态再结晶变化及织构弱化的机理.

## 1 实验材料与方法

实验使用的合金名义成分(质量分数,%,下同)为 Mg-3.0Al-1.0Zn-0.5Mn(AZ31)及 Mg-3.0Al-1.0Zn-0.5Mn-1.0Ce(AZ31-1.0Ce).使用工业纯 Mg, Al 及 Zn 配置合金, Mn 和 Ce 分别以 Al-10Mn 和 Mg-30Ce 中间合金的形式加入.合金熔化后浇注到金属型腔中,浇注温度为 750—770 °C.

铸锭经 400 °C/12 h 均匀化处理,机械加工成 40 mm×10 mm×20 mm 的轧制试样.轧制时轧辊温度保持在室温,轧辊转速保持为 20 r/min.轧制前试样在电阻炉中预热至 400 °C,每次轧制完成后立即进行水淬处理,截取显微观察试样后,在 400 °C 电阻炉中加热 5 min,再进行下一道次轧制.本实验共进行了 4 个道次的轧制,变形量依次为 15%, 29%, 39% 和 50%.

合金显微组织观察在 XL30 ESEM-TMP 型 SEM 上进行;用 GADDS (Bruker AXS) 型 XRD 检测第 4 道次试样中心部分的(0001)基面织构极图以及铸态试样的晶格常数;采用 EBSD 测量试样的显微织构,扫描步长为 0.6 μm,扫描区域宽度为 70 μm×50 μm.为了提高 EBSD 扫描质量,扫描前用 Gatan Model682 型离子刻蚀仪对试样表面进行清洗.

## 2 实验结果

### 2.1 显微组织演变

图 1 是 AZ31 和 AZ31-1.0Ce 合金经 400 °C/12h 均匀化处理后的 SEM 像.由图可知,均匀化处理后的 AZ31 合金中仅有少量 Al-Mn 相粒子;而在 AZ31-1.0Ce 合金中,在晶界附近出现了大量稀土化合物粒子.关于 Ce 对镁合金铸态组织的影响已有大量报道<sup>[9,11,12]</sup>,Ce 加入后会在晶界附近形成针状 Al<sub>4</sub>Ce 及块状 Al<sub>10</sub>Ce<sub>2</sub>Mn<sub>7</sub> 两种稀土化合物粒子<sup>[12]</sup>,这与本研究的观察结果一致.

图 2 对比了 AZ31 和 AZ31-1.0Ce 合金的热轧变形组织, RD 表示轧制方向, ND 为垂直试样平面的法向.由图可知,在轧制变形初期,两种合金中均发生了孪生变形,孪晶呈薄片状在被拉长的晶粒内彼此交叉并终止于晶界(图 2a 和 b);然而在相同的变形量下, AZ31-1.0Ce 合金中的孪晶数量远少于 AZ31 合金中的数量,这是由于稀土 Ce 的加入激活了 AZ31 合金变形时的非基面滑移系所造成的<sup>[6-8]</sup>.

变形量为 29% 时,在局部应变集中的区域(孪晶界

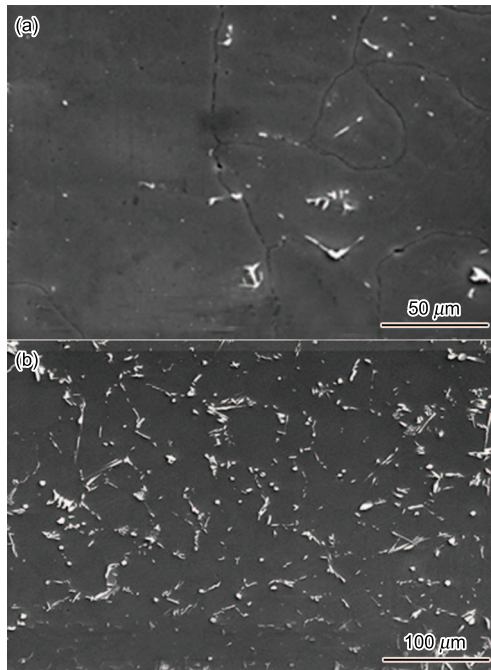


图 1 固溶态 AZ31 和 AZ31-1.0Ce 合金 SEM 像

Fig.1 SEM images of AZ31 (a) and AZ31-1.0Ce (b) alloys after solution-treatment at 400 °C for 12 h

和初始晶界)开始出现细小的动态再结晶晶粒.图 2c 和 d 中箭头所示为不同的再结晶形核区域,可以看出,孪生动态再结晶(TDRX)晶粒在相对粗大的晶粒内部的孪晶界处形核长大;连续动态再结晶(CDRX)晶粒在晶界附近形核长大,并沿初始晶界呈“项链”状分布<sup>[15,16]</sup>;此时变形的大晶粒和动态再结晶的小晶粒共存.

随着轧制道次及变形量的增加,大晶粒数量不断减少,动态再结晶晶粒数量不断增多,晶粒逐渐被细化.在 AZ31 合金中,由于孪生较多,大量再结晶晶粒以 TDRX 方式在孪晶界上形核长大;而在 AZ31-1.0Ce 合金中,初始晶界处大量沉淀析出的稀土化合物粒子促进了动态再结晶形核(particle stimulated nucleation, PSN),大量的再结晶晶粒以 CDRX 方式在晶界处形核长大,如图 2e 和 f 所示.说明加入 Ce 后抑制了 AZ31 合金中 TDRX.

变形量为 50% 时, AZ31 合金由于变形量不够,动态再结晶进行不够充分,组织中尚有大片基体组织存在,变形组织极不均匀(图 2g);而在 AZ31-1.0Ce 合金中,变形组织为均匀的、平均晶粒尺寸为 5—15 μm 的等轴再结晶晶粒(图 2h),动态再结晶过程基本完毕;由此可知, Ce 加速了 AZ31 合金的动态再结晶进程.

图 3 是 AZ31-1.0Ce 合金在不同变形量时的 SEM 像.从图中可以看出,随着变形量的逐渐增加,在晶界附近沉淀析出的针状 Al<sub>4</sub>Ce 及块状 Al<sub>10</sub>Ce<sub>2</sub>Mn<sub>7</sub> 稀土化合物粒子(图 3a)在轧制力的作用下开始出现裂纹(如图 3c 和 e 中箭头所指),并随之断裂、破碎成尺寸为 1—3 μm 的细小粒子.这些聚集在晶界上的细小粒子,能促进在晶界上的连续动态再结晶(CDRX)晶粒形核(PSN)<sup>[1,15-18]</sup>,

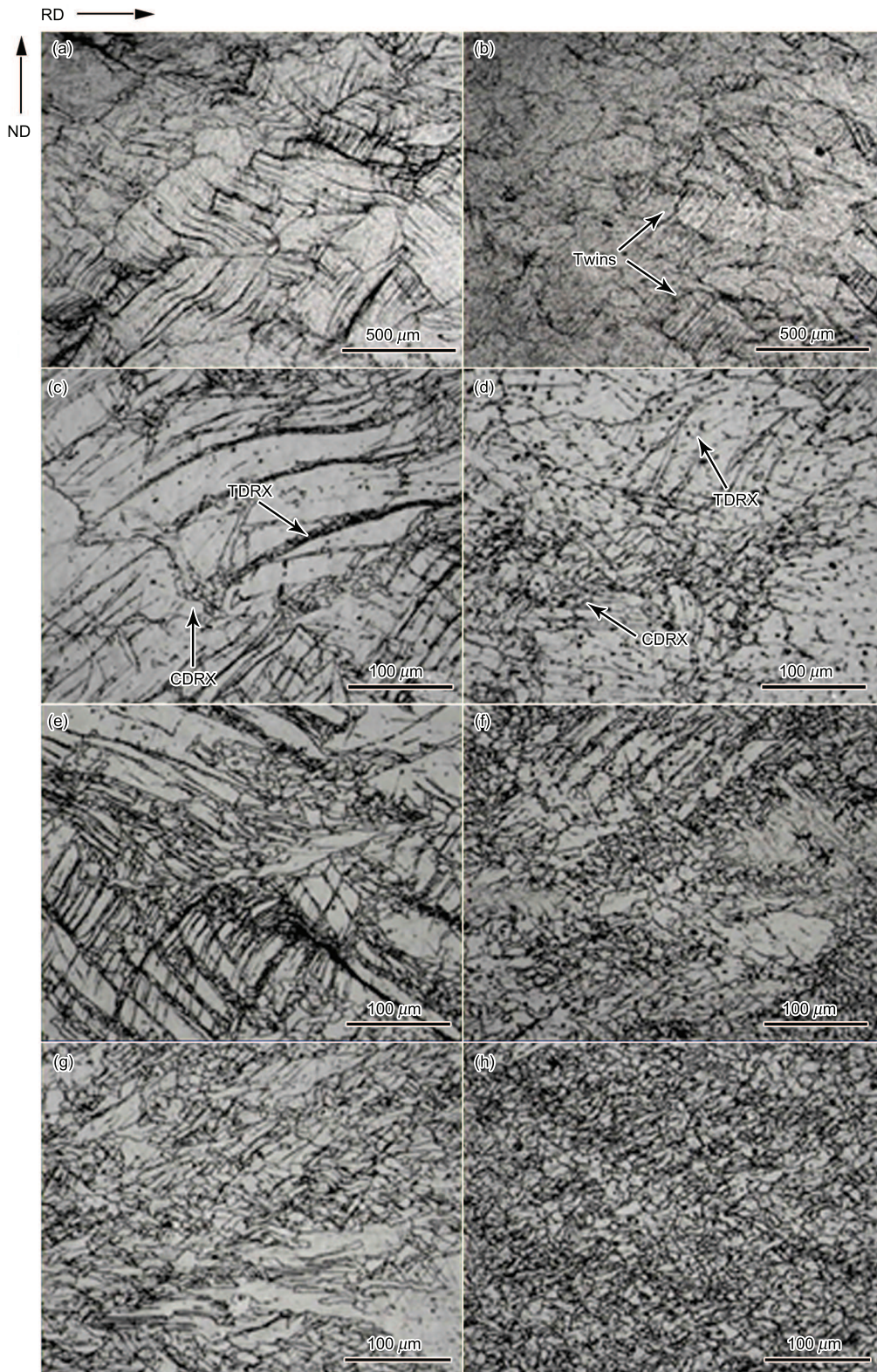


图 2 不同变形量时 AZ31 与 AZ31-1.0Ce 合金热轧变形组织对比

Fig. 2 Microstructural evolution of hot-rolled AZ31 (a, c, e, g) and AZ31-1.0Ce (b, d, f, h) alloys with thickness reduction ratio of 15% (a, b), 29% (c, d), 39% (e, f) and 50% (g, h), respectively

起到抑制孪生动态再结晶 (TDRX) 晶粒形核和加速动态再结晶进程的作用。

## 2.2 织构

图 4 给出了 AZ31 和 AZ31-1.0Ce 合金经 4 道次变

形后试样中心部位的 (0001) 基面极图。可以看出, 经 4 道次变形后 2 种合金都在 RD-TD 面上形成了 (0001) 基面织构, 但 AZ31-1.0Ce 合金的最大极密度 (5.601) 比 AZ31 合金的最大极密度 (6.262) 小, 基面织构被明显地

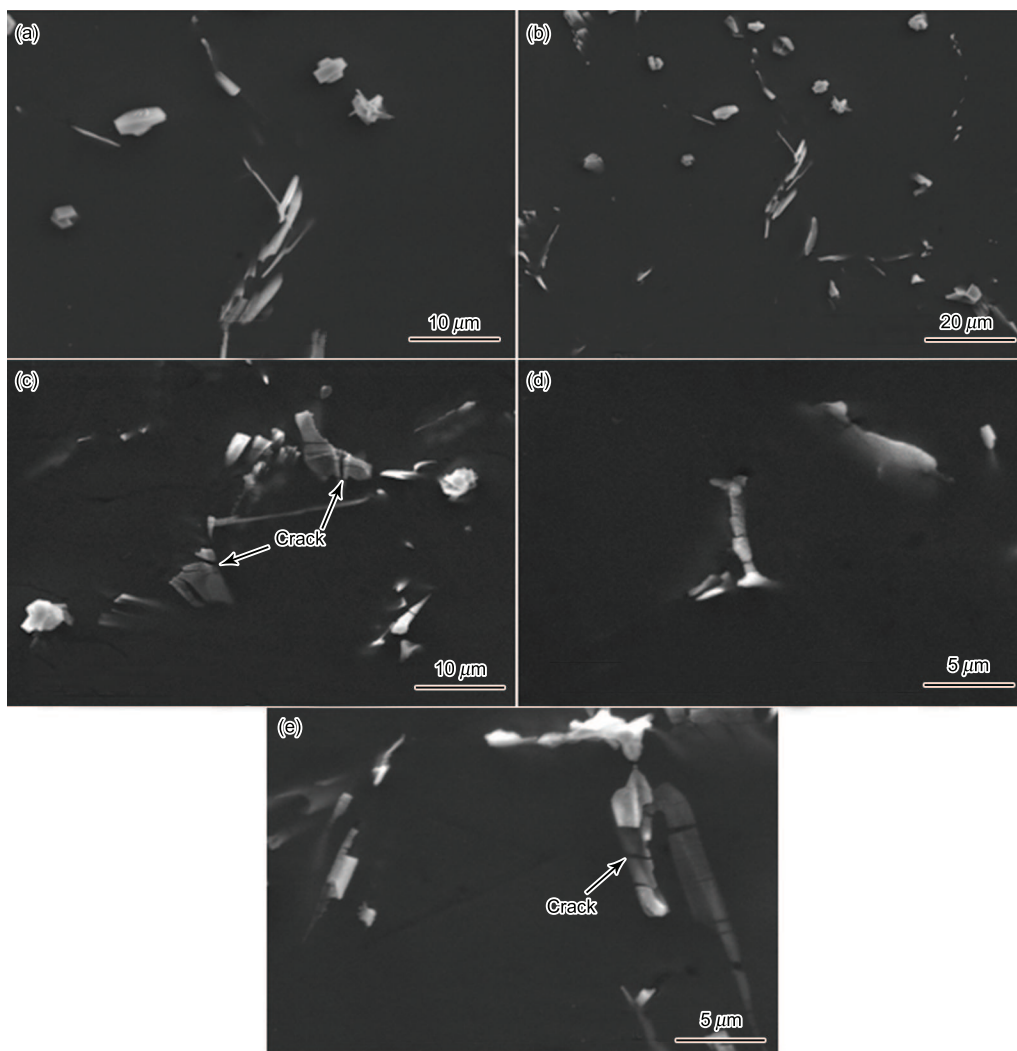


图 3 AZ31-1.0Ce 合金不同变形量时的 SEM 像

Fig.3 SEM images of AZ31-1.0Ce alloy with thickness reduction ratios of 0% (a), 15% (b), 29% (c), 39% (d) and 50% (e)

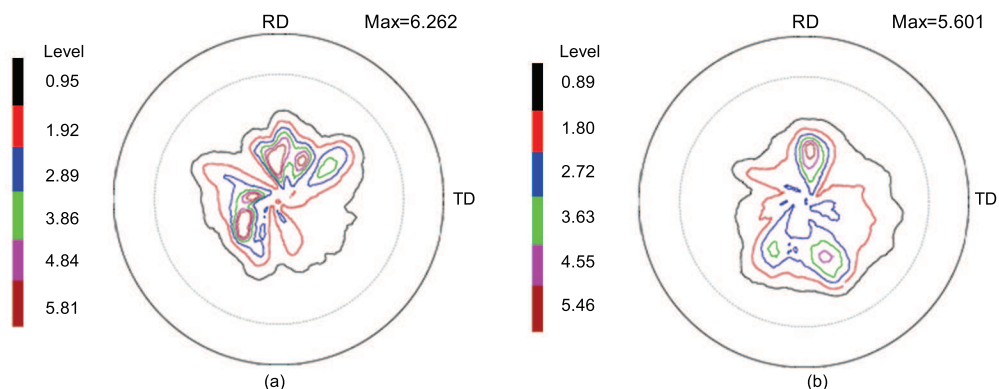


图 4 AZ31 和 AZ31-1.0Ce 合金经 4 道次变形后试样中心部位 {0001} 基面极图

Fig.4 {0001} pole figures of AZ31 (a) and AZ31-1.0Ce (b) alloy specimens at the center range with thickness reduction ratio of 50%

弱化.

图 5 给出了 2 种合金经 4 个道次变形后的 EBSD 晶界图及对应的反极图. EBSD 扫描所得到的晶界图和前述的金相组织观察一致, 即 AZ31 合金中尚有大块的基

体组织存在, 变形后的组织极不均匀, 而在 AZ31-1.0Ce 合金中, 变形组织为等轴细小的再结晶晶粒. 由反极图可知, 在两种变形合金中都形成了 (0001) 基面织构, 但 AZ31-1.0Ce 合金的基面织构得到明显弱化. 值得关注的

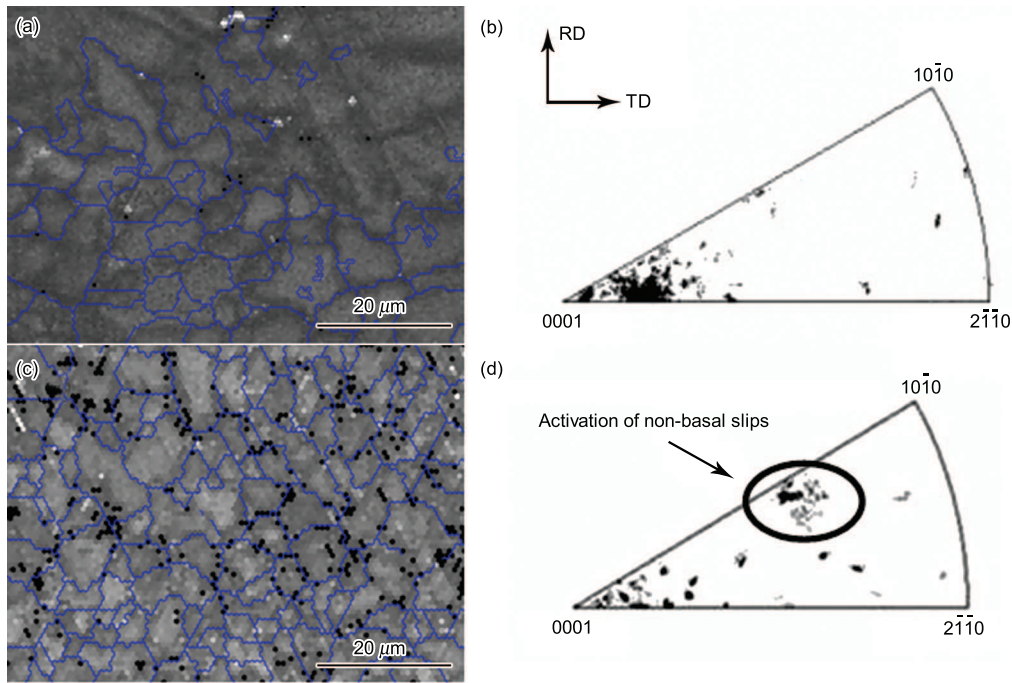


图 5 AZ31 和 AZ31-1.0Ce 合金的 EBSD 晶界图及反极图

Fig.5 Surface grain boundary maps measured by EBSD (a, c) and inverse pole figures (b, d) of AZ31 (a, b) and AZ31-1.0Ce (c, d) alloy specimens with thickness reduction ratio of 50%

是除 (0001) 基面外, 在 AZ31-1.0Ce 合金中还出现了介于 (0001) 基面和 (10 $\bar{1}$ 0) 柱面间的取向强度峰值 (图 5c 和 d), 显然, 这个强度峰值与非基面滑移被激活有关。

### 3 分析与讨论

#### 3.1 动态再结晶

Ce 的加入抑制了 AZ31-1.0Ce 合金的 TDRX, 加速了合金的动态再结晶进程, 如图 2 所示。

从图 3 可以看出, 稀土化合物粒子在轧制力的作用下破碎成 1—3  $\mu\text{m}$  的细小粒子, 合金变形时, 虽然这些稀土化合物粒子的尺寸较大不至于影响位错运动, 但由于其在晶界附近大量析出影响了晶界的状态——使晶界附近出现位错塞积现象而成为高应力集中区, 位错塞积到一定程度时发生重排和合并, 产生位错胞和亚晶界, 亚晶界进一步转变成大角度晶界, 最终转变成具有大角度晶界的再结晶晶粒, 即在晶界上存有的大量稀土化合物粒子能促进 CDRX 晶粒形核<sup>[1,14-18]</sup>, 从而起到抑制 TDRX 晶粒形核和加速动态再结晶进程的作用。

对一般金属而言, 非基面滑移启动将使合金变形时的滑移系增多, 进而使变形更趋于均匀, 从而增加发生再结晶所需的变形量, 推迟动态再结晶过程。但对滑移系较少的 hcp Mg 合金来说, 基面滑移系启动所形成的  $\langle a \rangle$  位错 ( $a$  是晶格常数,  $\langle a \rangle$  位错是 Burgers 矢量为  $a/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$  的位错) 不易在三维尺度上形成位错胞及亚晶界; 由图 4 和图 5 中的反极图可以看出, Ce 加入后激活了变形过程中的非基面滑移系, 从位错角度来看, 非基面滑移系启动所形成的  $\langle c+a \rangle$  位错 ( $c$  为 hcp Mg 合金的另一个晶格常

数,  $\langle c+a \rangle$  位错是 Burgers 矢量为  $\sqrt{c^2+a^2}\langle 11\bar{2}3 \rangle$  的位错) 较  $\langle a \rangle$  位错更容易发生重组和交滑移, 从而更容易在三维尺度上形成亚晶界及位错胞<sup>[17-19]</sup>。这是 Ce 加入后促进了 CDRX 形核 (抑制 TDRX 晶粒形核) 及加速动态再结晶进程的另外一个原因。

#### 3.2 织构

在轧制过程中镁合金内将形成 (0001) $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  基面织构, 基面织构一般随轧制道次和变形量增加而逐渐增强, 这种织构组分是由于塑性变形过程中基面滑移和 (10 $\bar{1}$ 2) 锥面拉伸孪晶所致<sup>[2,7,8,15]</sup>。从图 4 的 (0001) 基面极图中可以看出, Ce 加入后, 与加速的动态再结晶过程 (图 2) 相反, 变形后的 (0001) 基面织构被弱化了; 从图 5 所示的反极图中可以看出, 除 (0001) 基面外, 还出现了介于基面 (0001) 和柱面 (10 $\bar{1}$ 0) 之间的取向强度峰值, 由于 (0001) 基面织构是由于塑性变形过程中 (0001) 基面滑移和 (10 $\bar{1}$ 2) 锥面拉伸孪晶所致, 该强度峰值说明了在变形过程中, 除 (0001) 基面滑移和 (10 $\bar{1}$ 2) 锥面拉伸孪晶之外的变形模式外, 出现了第二种变形模式 (非基面滑移系启动)<sup>[6-8]</sup>, 通过文献 [6-8,15] 等关于合金元素的加入对镁及镁合金变形性能的研究说明: Ce 加入后激活了合金的非基面滑移系。

Ce 加入后激活了合金变形时的非基面滑移系, 是 AZ31-1.0Ce 合金基面织构得到弱化的最根本原因。由于 hcp 金属的原子排列情况受轴比值 ( $c/a$ ) 值影响, 因此各晶面的面间距及滑移面均与  $c/a$  值有关。Agnew<sup>[6]</sup> 等认为: 合金元素 Y 或 Li 的加入能改变合金的晶格常数

值, 导致  $c/a$  降低, 使镁合金的晶格对称性提高, 从而激活非基面滑移系.

表 1 是通过 XRD 测得的实验合金的晶格常数值, 可以看出, 添加 Ce 后,  $c/a$  并没有降低, 相反还略有升高. 这和文献 [7, 8] 报道的规律一致, 说明 ( $c/a$ ) 值并非激活非基面滑移系的根本原因. 可以从两个方面来理解 Ce 加入激活非基面滑移系的原因: (1) 溶质 Ce 的原子半径远大于溶剂 Mg 的原子半径, 固溶进镁基体里的 Ce 原子改变了 Ce 原子和 Mg 原子之间以及 Mg 原子和 Mg 原子之间的原子结合态 (atomic blinding states)<sup>[8,20]</sup>, 这种改变可能会激活镁合金变形时的非基面滑移系; (2) Ce 的加入提高了合金的层错能<sup>[7]</sup>, 层错能升高, 能使扩展位错变窄而易于束集, 位错运动能力增强, 这样就可使螺位错交滑移由基面转入非基面的激活能降低, 从而非基面滑移系滑移更加容易.

表 1 AZ31 和 AZ31-1.0Ce 合金铸态晶格常数

Table 1 Lattice parameters of as-cast AZ31 and AZ31-1.0Ce alloys

Sample	$a$ , nm	$c$ , nm	$c/a$
AZ31	0.321239	0.520578	1.62053
AZ31-1.0Ce	0.320875	0.521090	1.62397

#### 4 结论

(1) 在再结晶过程中, Ce 的加入抑制了 AZ31-1.0Ce 合金的孪生动态再结晶的发生; 经 4 道次轧制后, AZ31 合金组织中尚有大片基体存在, 变形组织极不均匀, 而在 AZ31-1.0Ce 合金中, 变形组织为均匀的、平均晶粒尺寸为 5—15  $\mu\text{m}$  的等轴的再结晶晶粒, Ce 加速了 AZ31 合金动态再结晶进程.

(2) 轧制过程中, AZ31 和 AZ31-1.0Ce 合金都形成了强烈的基面织构, 但 AZ31-1.0Ce 合金的最大极密度下降, 基面织构被弱化; 在 AZ31-1.0Ce 合金中, 除 (0001) 基面外, 还出现了介于 (0001) 基面和 (10 $\bar{1}$ 0) 柱面的取向强度峰值, Ce 加入后激活了非基面滑移系.

(3) Ce 的加入使 AZ31-1.0Ce 合金轴比值 ( $c/a$ ) 略有升高,  $c/a$  值不是非基面滑移系被激活的根本原因.

#### 参考文献

[1] Wang Z X, Xie J X, Liu X F, Li J Y, Zhang D F, Pan F S. *Acta Metall Sin*, 2007; 43: 920

- (王智祥, 谢建新, 刘雪峰, 李静媛, 张丁非, 潘复生. 金属学报, 2007; 43: 920)
- [2] Chen Z H. *Wrought Magnesium Alloy*. Beijing: Chemical Industry Press, 2005: 1  
(陈振华. 变形镁合金. 北京: 化学工业出版社, 2005: 1)
- [3] Wang Q D, Lin J B, Peng L M, Chen Y J. *Acta Metall Sin*, 2008; 44: 55  
(王渠东, 林金保, 彭立明, 陈永军. 金属学报, 2008; 44: 55)
- [4] Chen Z H, Xia W J, Cheng Y Q, Fu D F. *Chin J Nonferrous Met*, 2005; 15: 1  
(陈振华, 夏伟军, 程永奇, 傅定发. 中国有色金属学报, 2005; 15: 1)
- [5] Guo Q, Yan H G, Chen Z H, Wu Y Z, Chen J. *Acta Metall Sin*, 2007; 43: 619  
(郭强, 严红革, 陈振华, 吴远志, 陈婕. 金属学报, 2007; 43: 619)
- [6] Agnew S R, Yoo M H, Tome C N. *Acta Mater*, 2001; 49: 4277
- [7] Chino Y, Kado M, Mabuchi M. *Mater Sci Eng*, 2008; A494: 343
- [8] Chino Y, Kado M, Mabuchi M. *Acta Mater*, 2008; 56: 387
- [9] Liu S F, Huang S Y, Peng L M, Xu P. *Acta Metall Sin*, 2006; 42: 443  
(刘生发, 黄尚宇, 徐萍. 金属学报, 2006; 42: 443)
- [10] Yu W B, Liu Z Y, Cheng N P, He H. *Acta Metall Sin*, 2007; 43: 612  
(于文斌, 刘志义, 程南璞, 何洪. 金属学报, 2007; 43: 612)
- [11] Wang M X, Zhou H, Wang L. *J Rare Earths*, 2007; 25: 233
- [12] Yu F, Wu G H, Zhai C Q. *Mater Sci Eng*, 2006; A433: 208
- [13] Zhen W C, Li S S, Tang B, Zeng D B. *Acta Metall Sin*, 2006; 42: 835  
(郑伟超, 李双寿, 汤彬, 曾大本. 金属学报, 2006; 42: 835)
- [14] Mao W M, Zhao X B. *Recrystallization and Grain Growth of Metals*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1994: 47  
(毛卫民, 赵新兵. 金属的再结晶与晶粒长大. 北京: 冶金工业出版社, 1994: 47)
- [15] Galiyev A, Kaibyshev R, Gottstein G. *Acta Mater*, 2001; 49: 1199
- [16] Liu C M, Liu Z J, Zhu X R, Zhou H T. *Chin J Nonferrous Met*, 2006; 16: 1  
(刘楚明, 刘子娟, 朱秀荣, 周海涛. 中国有色金属学报, 2006; 16: 1)
- [17] Stanford N, Barnett M. *Scr Mater*, 2008; 58: 179
- [18] Mwembela A, Konopleva E B, Mcqueen H J. *Scr Mater*, 1997; 11: 1789
- [19] Jin Q L, Shim S Y, Lim S G. *Scr Mater*, 2006; 55: 843
- [20] Park J S, Chang Y W. *Adv Mater Res*, 2007; 26-28: 95