

# 表面纳米化工艺对半固态成形 AZ91D 镁合金显微组织的影响\*

康燕平<sup>a</sup>, 李元东<sup>a,b</sup>, 陈体军<sup>a,b</sup>, 王晓东<sup>a</sup>, 高坤<sup>a</sup>

(兰州理工大学 a. 甘肃省有色金属新材料省部共建国家重点实验室 b. 有色金属合金省部共建教育部重点实验室, 兰州 730050)

**摘要:** 通过表面机械研磨处理在半固态成形 AZ91D 镁合金表面制备出纳米结构层; 利用 OM、XRD 研究沿厚度方向变化的组织结构特征及变形层厚度与所用实验工艺参数的变化关系。结果表明: 试样剧烈塑性变形层厚度随喷丸时间的延长呈先增大后趋于稳定的趋势; 剧烈塑性变形层厚度随喷丸距离的增大呈先增后减的趋势, 弹丸体积分数与直径也有类似的规律。得出在实验所用的工艺参数中, 最佳的工艺参数是喷丸距离 13 mm, 喷丸时间 120 min, 弹丸体积分数 100%, 弹丸直径  $\phi$  8 mm, 此条件下表层晶粒尺寸为 20 nm 左右, 剧烈变形层厚度可达到 53  $\mu$ m。

**关键词:** 表面机械研磨处理; 半固态成形; AZ91D 镁合金; 喷丸

中图分类号: TG175.3

文献标识码: A

文章编号: 1007-9289(2011)03-0043-06

## Influence of Surface Nanocrystallization Technological Parameters on Semi-solid Forming AZ91D Magnesium Alloy

KANG Yan-ping<sup>a</sup>, LI Yuan-dong<sup>a,b</sup>, CHEN Ti-jun<sup>a,b</sup>, WANG Xiao-dong<sup>a</sup>, GAO Kun<sup>a</sup>

(a. State Key Laboratory of Gansu Advanced Non-ferrous Metal Materials b. Key Laboratory of Non-ferrous Metal Alloys, the Ministry of Education, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050)

**Abstract:** A nanocrystalline surface layer was fabricated on semi-solid forming AZ91D magnesium alloy by using Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT). The microstructural characteristic of AZ91D magnesium alloy was investigated by using X-ray diffraction and Optical Microscopy. The results show that the depth of serious plastic deformation layer increases with the prolonging of peening time first and then inclines to stable value; the depth of serious plastic deformation layer increases with peening distance first, and then decreased. The effect of the content and diameter of inputted balls is similar to the influence of the peening distance. Among the experimental parameters, the optimal one is that the shot peening distance is 13 mm, the shot peening time is 120 min, the content of inputted balls is 100% and the diameter of inputted balls is 8 mm. The depth of deformation layer would reach to 53  $\mu$ m and the grain size would reach to 20 nm.

**Key words:** surface mechanical attrition treatment (SMAT); semi-solid forming; AZ91D magnesium alloy; shot peening

## 0 引言

众所周知, 在服役环境下, 金属材料的失稳多始于表面, 所以材料表面组织结构和性能直接影响材料的使用性能。多年来, 国内外研究者一直在探索新的技术来提高材料的表面性能。纳米晶体材料有很多优异的性能, 所以人们很自然地想到在材料表面制备纳米结构层来提高材料的表面性能及服役性能。1999年, 卢柯等提出了表面纳米化技术<sup>[1]</sup>。目前, 此技术已经在镁合金<sup>[2,3]</sup>、铝合金<sup>[4]</sup>、纯铁<sup>[5]</sup>、不锈钢<sup>[6]</sup>、低碳钢<sup>[7]</sup>等

金属材料表面得到了一定厚度的纳米结构层, 并对表面纳米化处理过程中的塑性变形机制、纳米晶的形成以及表面纳米化后的材料硬度<sup>[3]</sup>、摩擦磨损性<sup>[8]</sup>、热稳定性<sup>[9]</sup>等进行了研究。然而, 这些基体材料大多是液态铸造成形, 对近年来研究较多的半固态成形合金的表面纳米化技术研究几乎没有, 而且半固态成形后的组织与液态成形的组织明显不同<sup>[10]</sup>。试验对半固态成形 AZ91D 镁合金进行表面机械研磨处理 (SMAT), 在试样表层制备出一定厚度的纳米结构层, 研究了 SMAT 工艺参数对表面纳米化效果的影响。

收稿日期: 2011-01-07; 修回日期: 2011-03-25

基金项目: \* 兰州理工大学博士科研启动基金项目 (SB01200701)

作者简介: 康燕平 (1983-), 女 (汉), 甘肃兰州人, 硕士生。

## 1 试验过程

试验选用中等层错能大小(其值约为  $60 \sim 78 \text{ mJ/m}^2$ <sup>[11]</sup>)的半固态成形 AZ91D 镁合金,其化学成分(质量分数)是 Al 9.198%, Zn 0.6769%, Mn 0.2549%,其余为 Mg。试验时将其切割成尺寸为  $40 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$  的试样。进行 SMAT 前对试样进行去油、去污、磨边等前期处理,然后在氩气保护下对试样表面进行 SMAT,设备原理示意图如图 1 所示<sup>[11]</sup>。根据现有设备条件,系统振动频率设为  $20 \text{ Hz}$ ,弹丸材料为 GCr15,研究弹丸体积分数与大小、喷丸距离与时间各工艺参数对表面纳米化效果的影响。SMAT 半固态成形 AZ91D 镁合金试样分别用日本理学 Rigaku D/Max-2400 X-射线衍射仪测定其表面晶粒尺寸,用 MEF-3 卧式金相显微镜进行试样横截面显微组织观察。

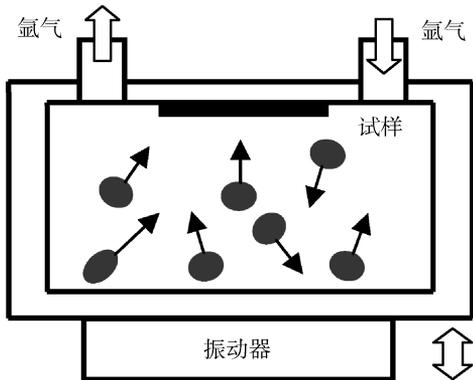


图 1 表面机械研磨处理(SMAT)设备示意图

Fig.1 Schematic illustration of SMAT equipment

## 2 试验结果

### 2.1 喷丸距离与时间的影响

喷丸距离是指喷丸前弹丸的上表面到试样表面的距离。喷丸距离不同,弹丸撞击试样的强度与速度就不同,试验经初步理论计算,选择了 3 个不同的喷丸距离,即  $11 \text{ mm}$ ,  $13 \text{ mm}$ ,  $15 \text{ mm}$ 。图 2 为不同喷丸距离和时间 SMAT 试样截面金相组织,可以看出,在 SMAT 过程中试样表面附近发生了剧烈的塑性变形,变形层厚度沿试样厚度方向逐渐减小,晶粒的细化程度也明显减弱。

图 3 是不同喷丸距离与时间的 SMAT 处理后的  $\alpha$ -Mg 最强衍射峰的 XRD 结果,可以看出,

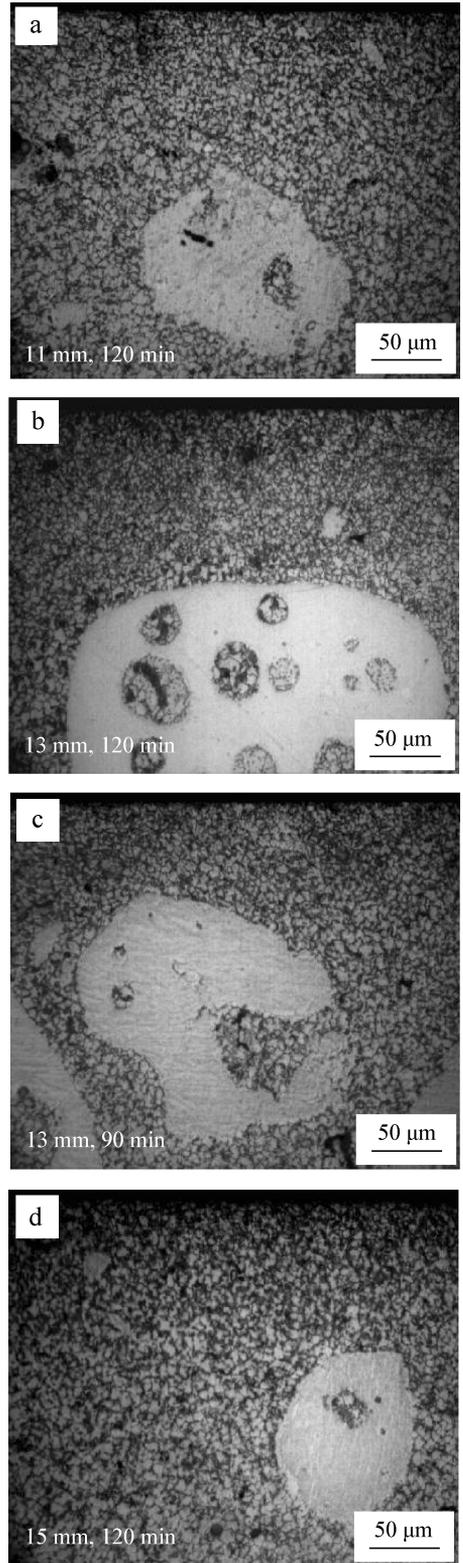


图 2 半固态成形 AZ91D 不同喷丸距离与时间的 SMAT 后的横截面金相组织

Fig.2 Metallographic structure of semi-solid forming AZ91D cross-section by SMAT with different shot peening distance and time

经 SMAT 试样的 Bragg 衍射峰均发生了明显的宽化,这主要由试样的晶粒尺寸减小和微观应变增大引起的。扣除衍射背底并经过仪器宽化修正后,利用 FWHM (实际衍射线形的半高宽),表 1 是根据 Scherrer 公式计算出各个不同工艺参数

SMAT 后的表面晶粒尺寸。

Scherrer 公式表示为:  $D = k\lambda/(\beta\cos\theta)$ ; 其中  $k$  为 Scherrer 常数,其值为 0.89; $D$  为晶粒尺寸(nm); $\beta$  为衍射峰半高宽(rad); $\theta$  为衍射角; $\lambda$  为 X 射线波长。

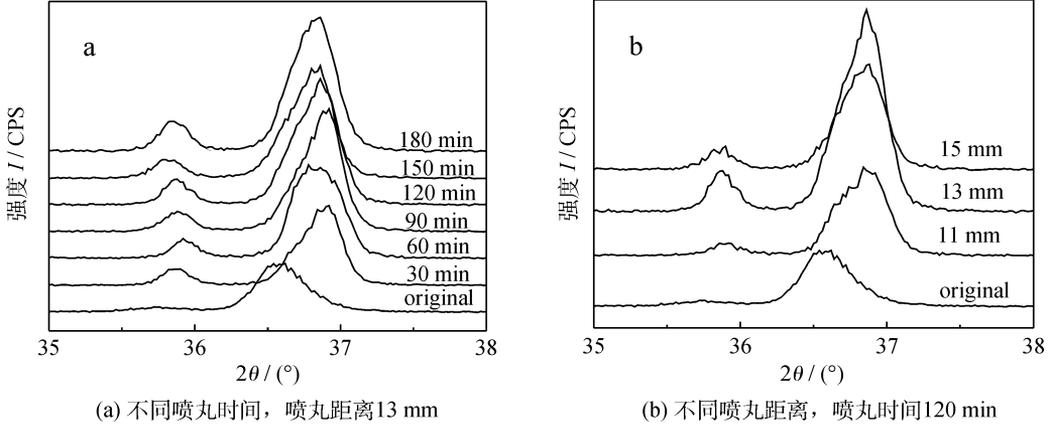


图 3 不同喷丸距离与时间的 SMAT 后的 XRD 图谱

Fig. 3 XRD profiles with different shot peening times and distance by SMAT

表 1 各工艺参数 SAMT 后的表面晶粒尺寸

Table 1 Surface grain size with different technological parameters by SMAT

| 不变参数    | 喷丸距离 13 mm, 弹丸体积分数 100%, 弹丸直径 8 mm   |        |                                     |         |         |         |
|---------|--------------------------------------|--------|-------------------------------------|---------|---------|---------|
| 可变参数    | 30 min                               | 60 min | 90 min                              | 120 min | 150 min | 180 min |
| 晶粒尺寸/nm | 35.25                                | 18.06  | 40.15                               | 20.07   | 32.11   | 21.57   |
| 不变参数    | 喷丸时间 120 min, 弹丸体积分数 100%, 弹丸直径 8 mm |        | 喷丸时间 120 min, 喷丸距离 13 mm, 弹丸直径 8 mm |         |         |         |
| 可变参数    | 11 mm                                | 15 mm  | 60%                                 | 80%     | 120%    |         |
| 晶粒尺寸/nm | 28.9                                 | 24.5   | 35.25                               | 20.07   | 19.02   |         |

图 4 是不同喷丸距离下各个试样剧烈变形层厚度和晶粒尺寸随喷丸时间的变化曲线,剧烈变形层厚度是指沿试样厚度方向在光学显微镜下可以明显分辨出塑性变形区域的距离。从图 4(a)可知,在不同的喷丸距离下,试样剧烈塑性变形厚度随时间的延长而增大至 120 min 趋于稳定;相同的喷丸时间 120 min 下,当喷丸距离为 13 mm 时,试样剧烈塑性变形厚度达到 53 μm。从图 4(b)可知,随喷丸时间的延长,晶粒尺寸呈先减小后稍有增大的趋势,因为当喷丸时间延长时,弹丸对表面的反复多方向的撞击,使得试样表层发生冲蚀、剥离等现象以及发生动态再结晶,造成晶粒尺寸增大;随喷丸距离

的增加,晶粒尺寸呈先减小后增加的趋势,这是因为随喷丸距离的增加,弹丸撞击强度减弱,使得晶粒尺寸增大。综合分析晶粒尺寸与变形层厚度可得出最佳的喷丸距离与时间为 13 mm 和 120 min。

### 2.2 弹丸体积分数与直径的影响

图 5 是在最佳喷丸距离与时间的条件下,不同弹丸直径和体积分数 SMAT 后的金相组织(规定振动器静止时,紧密排列的弹丸占有的面积占容器底部表面积的百分比为弹丸体积分数),从中可看出,在不同的弹丸直径下,由于应变速率不同,变形量也不同,表现为变形层厚度不同。

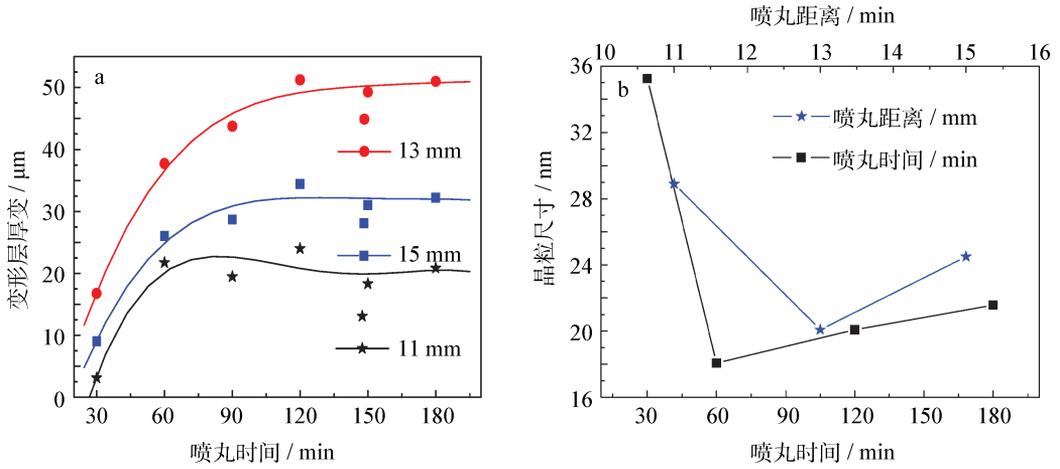
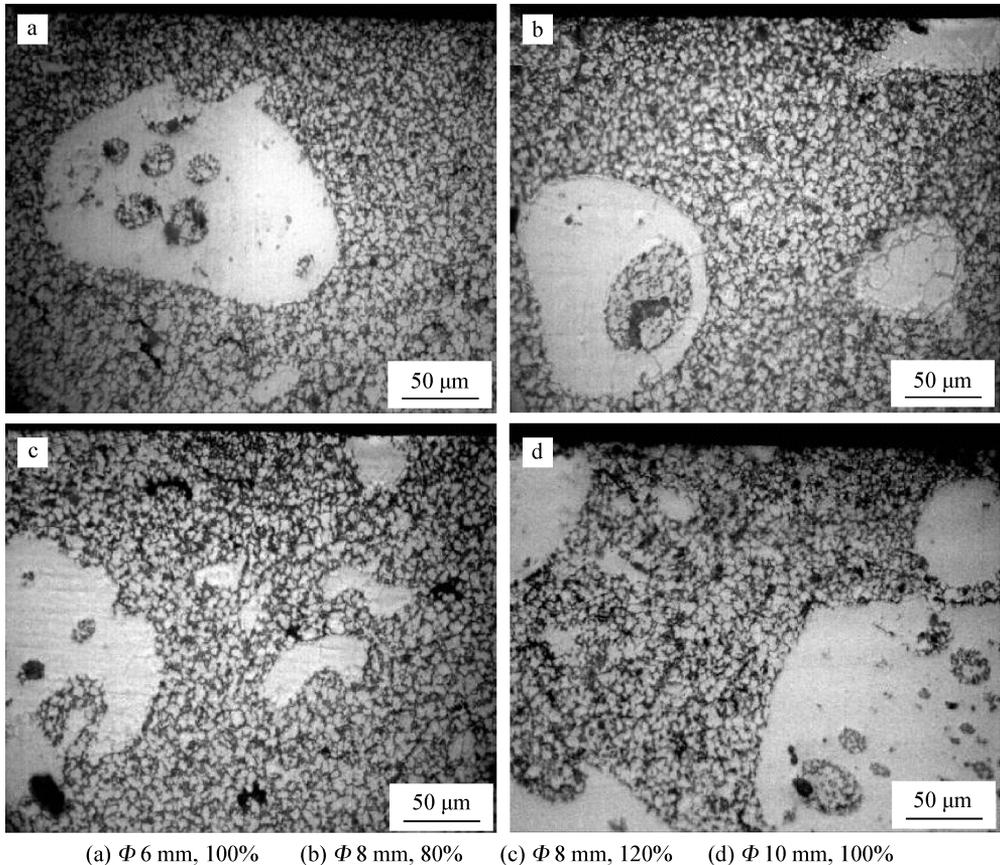


图4 喷丸距离和时间对变形层厚度(a)和晶粒尺寸(b)的影响

Fig.4 Influence of the shot peening distance and time on the depth of deformation layer (a) and grain size (b)



(a)  $\Phi 6$  mm, 100% (b)  $\Phi 8$  mm, 80% (c)  $\Phi 8$  mm, 120% (d)  $\Phi 10$  mm, 100%

图5 半固态成形 AZ91D 不同弹丸直径与体积分数 SMAT 后的横截面金相组织

Fig.5 Metallographic structure of semi-solid forming AZ91D cross-section by SMAT with different diameter and content

图6是SMAT试样剧烈变形层厚度与晶粒尺寸随弹丸体积分数与直径的变化曲线,可以看出,剧烈变形层厚度随弹丸体积分数与直径呈先增大后减小的趋势。晶粒尺寸随弹丸直径的增

大逐渐减小,这可能是由于直径不同时,SMAT AZ91D镁合金的应变速率不同造成的。而随着弹丸含量的增大,晶粒尺寸先减小后趋于稳定。综合分析晶粒尺寸与变形层厚度可以得出最佳

的弹丸直径为  $\Phi 8$  mm,弹丸体积分数为 100%。

液态铸造 AZ91D 镁合金初生  $\alpha$  相以树枝晶形态存在,共晶组织( $\alpha + \beta$ )沿  $\alpha$  相不连续分布,而半固态成形 AZ91D 镁合金初生  $\alpha$  相以球状颗粒形态存在,且均匀地分布在共晶组织( $\alpha + \beta$ )中。在 SMAT 过程中,球状的初生  $\alpha$  相大小几乎没有

变化,主要细化部分是共晶组织,且  $\beta - \text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  含量比未进行 SMAT 时有所减少, Mg 含量有所增加。而且半固态成形组织的固相率也影响纳米化程度(其二次凝固组织和初生  $\alpha$  相的相对多少),所以 SMAT 对固相率低的原始组织的效果明显。

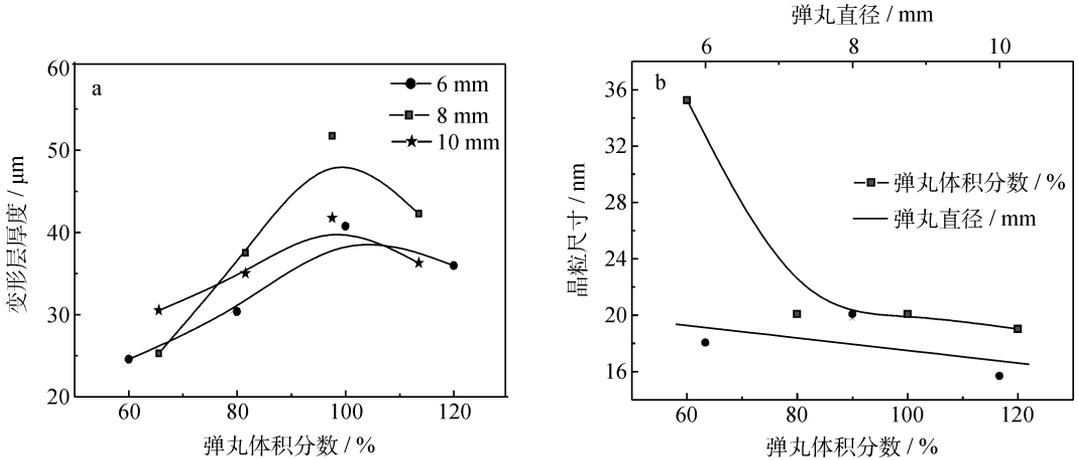


图6 弹丸体积分数与直径对变形层厚度(a)和晶粒尺寸(b)的影响

Fig.6 Influence of the diameter and content of inputted balls on depth deformation layer (a) and grain size (b)

### 3 分析与讨论

在 SMAT 过程中,图 1 所示容器在外界驱动力的作用下发生上下振动,容器内弹丸产生共振,并以随机方向、连续不断的撞击材料表面;每一次撞击都导致材料表面层高速率的塑性变形,连续多方向高速率的弹丸撞击,导致材料表面层发生严重塑性变形而使表层晶粒细化至纳米量级,形成表面为纳米晶、晶粒尺寸沿厚度逐渐增大的梯度组织。

材料表面剧烈塑性变形层的厚度在一定程度上能够反映出材料表面纳米层的厚度,变形层越厚,则纳米层也越厚。由于弹丸与试样表面碰撞接触时间很短,碰撞产生的瞬时应力将以碰撞点为中心向试样的周围传播,并逐渐减小,因此弹丸每次撞击所产生的塑性变形被限制在以碰撞点为中心的局部区域内。这使得材料表面沿碰撞点向四周延伸的方向,位错密度逐渐减小,从而导致变形程度沿试样厚度方向具有不均匀性,距离喷丸表面的增加,塑性变形逐渐地减弱,并且弹丸撞击强度越大,变形层就越深<sup>[12]</sup>。随着离试样处理表面距离的增加,弹丸撞击试样产生的应力引起的应变也逐渐减小,即应力场所能影

响到的材料内部的深度有一个最大值。所以当弹丸的撞击强度(包括弹丸大小与体积分数、喷丸距离)固定时,随着喷丸时间的增加,剧烈塑性变形层以及整个变形层的厚度都会出现一个稳定值。另一方面,弹丸在试样表面的撞击位置也具有随机性,但从整个过程来看,表面各处被撞击的机会是均等的,所以,尽管每次撞击变形具有不均匀性,但是试样表面某一深度处的变形量应该是趋于一致的。

随着离试样处理表面距离的增加,应力逐渐增大,位错墙、位错环和位错缠结中位错密度也逐渐增多;另外,随着喷丸时间的增加,试样表面温度升高,这是因为弹丸撞击产生的能量大约 90% 转化为热能,引起材料表面层温度升高,其余大约 10% 的撞击能量以应变能的形式储存在材料表面层中,其中仅位错就占储存能的 80% 以上,所以高密度的位错就意味着高的储存能<sup>[13]</sup>,而高能态的组织必然会向低能态组织转变,因此高密度位错区的位错发生复合或湮灭,导致晶格重排,使高能态的位错组织转变成低能态的亚晶界,逐渐演变为位错胞和亚晶。随着变形量的增加,形变储存能不断增大,提高了动态再结晶的驱动力,当弹丸与材料表面因碰撞而导致的温度升高达到一定程度时,发生了动态再结晶<sup>[14]</sup>。另

一方面,根据再结晶温度和金属熔点的对应关系知,镁的再结晶温度约为 200 °C<sup>[15]</sup>。在 AZ91D 镁合金的 SMAT 过程中,随处理时间的延长,靠近表层的区域将产生非常大的应变,这也将进一步降低材料的再结晶温度。当晶粒细化与动态再结晶达到动态平衡时,也就是说喷丸导致试样表面剧烈塑性变形引入的位错产生和热回复过程之间达到动态平衡,在某一温度时,位错增殖、运动和重排导致晶粒细化达到一稳定值,宏观表现为表面纳米化效果不再发生变化,变形层厚度随时间的延长而趋于稳定值。

## 4 结 论

(1) 通过表面机械研磨处理技术在半固态成形 AZ91D 镁合金表面制备出纳米结构层,变形层厚度由表及里呈梯度变化,纳米化程度随工艺参数不同而同。

(2) 随着喷丸时间的延长,变形层厚度逐渐增大而后趋于稳定;随喷丸距离的增大,变形层厚度先增大后减小,其随弹丸体积分数与直径变化也有类似的规律。

(3) 所用的工艺参数中,当喷丸距离为 13 mm,喷丸时间为 120 min,弹丸体积分数为 100%,弹丸直径为  $\Phi$  8 mm 时,喷丸强度最大,表面纳米化效果最好,晶粒尺寸约 20 nm,变形层厚度可达到 53  $\mu$ m。

(4) SMAT 只改变了半固态成形 AZ91D 镁合金的二次凝固组织,对初生  $\alpha$  相的颗粒组织几乎没有影响。

## 参考文献

- [1] Lu K, Lu J. Surface nanocrystallization (SNC) of metallic materials—presentation of the concept behind a new approach [J]. Mater Sci Technol, 1999, 15: 193-197.
- [2] 侯利锋,卫英慧,刘宝胜,等. AZ91D 镁合金表面机械研磨处理后显微结构研究 [J]. 稀有金属材料与工程, 2008, 37(3): 530-533.
- [3] 侯利锋,卫英慧,刘宝胜,等. AZ31B 镁合金表面纳米化处理后的显微结构特征 [J]. 材料热处理学报, 2007, 28: 214-217.
- [4] Wu X, Tao N, Hong Y, et al. Microstructure and evolution of mechanically induced ultrafine grain in surface layer of Al-alloy subjected to USSP [J]. Acta Materialia, 2002, 50: 2075-2084.
- [5] Tao N R, Wang Z B, Tong W P, et al. An investigation of surface nanocrystallization mechanism in Fe induced by surface mechanical attrition treatment [J]. Acta Materialia, 2002, 50: 4603-4616.
- [6] Liu G, Lu J, Lu K. Surface nanocrystallization of 316L stainless steel induced by ultrasonic shot peening [J]. Materials Science and Engineering, 2000, A286: 91-95.
- [7] Wang Z B, Tao N R, Li S, et al. Effect of surface nanocrystallization on friction and wear properties in low carbon steel [J]. Materials Science and Engineering, 2003, A352: 144-149.
- [8] 王立平,高燕,薛群基. 晶粒尺寸对纳米晶钴摩擦磨损性能的影响 [J]. 表面技术, 2005, 31(1): 31-33.
- [9] 麦永津,揭晓华,刘莉莉,等. 7050 铝合金表面纳米晶层的热稳定性研究 [J]. 金属热处理, 2009, 34(10): 5-8.
- [10] 李元东,郝远,闫峰云,等. AZ91D 镁合金在半固态等温热处理中的组织演变 [J]. 中国有色金属学报, 2001, 11(4): 571-575.
- [11] 刘刚,周蕾. 工程金属材料的表面纳米化技术(一) [J]. 纳米科技, 2006, 3(1): 56-60.
- [12] 陶乃熔. 超声喷丸表明纳米化微观结构及机理的研究[D]. 沈阳:东北大学, 1999.
- [13] Bakonyi I. Thermal stability of nano-crystallized nickel electrodeposits: differential scanning calorimetry, transmission electron microscopy and magnetic studies [J]. Mater Sci Eng, 1994, 179-181A: 531-535.
- [14] 卢剑,殷京颐,何瑜,等. Al-Zn-Mg 合金低温大变形中超细晶组织及形变机理 [J]. 稀有金属材料与工程, 2005, 34(34): 891-894.
- [15] 徐恒钧,石巨岩,阮玉忠,等. 材料科学基础 [M]. 北京:北京工业大学出版社, 2001.

作者地址:兰州市兰州理工大学

730050

材料科学与工程学院

Tel: 139 1943 1235

E-mail: kyp1111@126.com