

# 基于三点弯曲试验研究合金化镀层剥落机制

邓永刚, 邸洪双, 胡美源, 张洁岑

(东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

**摘 要:** 通过三点弯曲试验, 利用电子探针 (EPMA)、扫描电镜 (SEM) 及金相显微镜 (OM) 研究了合金化镀锌板 (GA) 不同应力状态 (压应力、拉应力) 下裂纹的扩展、延伸及镀层的剥落。结果表明: 锌层从合金化炉出来冷却过程中锌层中的裂纹产生于  $\delta$  和  $\Gamma$  相中。在变形过程中, 压应力和拉应力侧裂纹的扩展和锌层的剥落机制不同。在拉应力一侧, 裂纹沿着垂直板面的方向延伸, 到达  $\Gamma-\alpha\text{Fe}$  界面, 沿着平行于  $\Gamma-\alpha\text{Fe}$  界面继续延伸, 与第二条裂纹接触后, 锌层剥落; 在压应力一侧, 裂纹沿着与板面成一定角度的方向扩展, 最后镀层剥离或者在  $\delta$  相内或者与拉应力一侧相同, 到达  $\Gamma-\alpha\text{Fe}$  界面后, 沿着  $\Gamma-\alpha\text{Fe}$  界面延伸最后产生破坏。实验结果还表明, 镀层在压应力条件下更容易产生粉化现象。

**关 键 词:** 三点弯曲试验; 合金化镀层; 裂纹; 应力状态; 粉化

**中图分类号:** TP 274 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-3026(2016)01-0049-05

## Exfoliation Mechanism of Galvannealed Coating by Three Point Bend Test

DENG Yong-gang, DI Hong-shuang, HU Mei-yuan, ZHANG Jie-cen

(State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China.

Corresponding author: DI Hong-shuang, E-mail: dhsuang@mail.neu.edu.cn)

**Abstract:** The open, stretch and exfoliation of cracks in the galvanized (GA) steel sheets under different stress states (tensile or compressive stress) were studied by three point bend test, EPMA, SEM and OM. The results showed that the cracks are generated in the  $\delta$  and  $\Gamma$  phase during the cooling process after alloying annealed. The open, stretch and exfoliation mechanism of cracks in the coating are different for the tensile and compressive stress. When the coating subjects to tensile stress, the cracks propagate perpendicularly to coating plane, then the cracks reach and propagate along the  $\Gamma-\alpha\text{Fe}$  interface, while contact to the second crack, the coating exfoliates. In the coating subjected to compressive stress, the cracks are generated in the  $\delta$  phase and propagated at an angle inclined to coating plane in the  $\delta$  phase. Then, fracture occurs within  $\delta$  phase or along the  $\Gamma-\alpha\text{Fe}$  interface. Furthermore, the exfoliation of the coating occurs more easily in compressive deformation than in tensile deformation.

**Key words:** three points bend test; galvanized coating; cracks; stress state; powdering

钢板热浸镀后在 480 ~ 570 °C 下保温一段时间进行扩散退火, 使得纯锌层转换为 Fe - Zn 化合物。合金化镀锌层中的 Fe - Zn 合金相主要包括  $\zeta$ ,  $\delta$ ,  $\Gamma_1$  和  $\Gamma$  相。由于各相不同的性能导致镀层的整体性能不同<sup>[1-4]</sup>。

合金化 Fe - Zn 镀层具有优异的抗腐蚀性、涂覆性能及优良的焊接性能, 被广泛地应用于

工业产品, 尤其在汽车行业<sup>[5-6]</sup>。但是由于 Fe - Zn 中间相的固有脆性, 使其成形性能受到限制, 镀层破坏主要表现为粉化和剥落<sup>[7]</sup>。研究表明镀层的性能主要取决于中间相的结构和分布<sup>[8-9]</sup>。但是通过实验可知镀层在变形过程中并没有完全的脱落, 而是某个特殊的应力区域发生了脱落, 镀层在拉应力和压应力状态下其剥落行为不同。

收稿日期: 2014-11-19

基金项目: 国家重点基础研究发展计划项目 (2011CB606306-2); 中央高校基本科研业务费专项资金资助项目 (N110607005)。

作者简介: 邓永刚 (1984-), 男, 辽宁朝阳人, 东北大学博士研究生; 邸洪双 (1958-), 男, 辽宁锦州人, 东北大学教授, 博士生导师。

本文主要利用三点弯曲测试,研究镀层在压应力和拉应力下 Fe – Zn 合金化镀层中裂纹的扩展、延伸及剥落行为.

1 实验材料及方法

测试的样品采用 DC51D + ZF 合金化镀锌板,基板厚度为 1.2 mm. 基板的化学成分(质量分数,%) 为 0.022C, 0.04Si, 0.18Mn, 0.008P, 0.008S, 0.003N, 基板的力学性能为  $R_m=325\text{ MPa}$ ,  $R_{p0.2}=222\text{ MPa}$ ,  $A=36\%$ ,  $n=0.18$ ,  $r=0.25$ . 由 ICP – AES 测量锌层中的化学成分(质量分数,%) 为 1.7 Al, 10.7 Fe 和 87.6 Zn,镀锌工艺参数见表 1.

表 1 镀锌工艺参数  
Table 1 Process parameters of galvanizing and galvannealed

$\theta_{an}$ ℃	$t_{an}$ s	$\theta_D$ ℃	$\varphi(H_2)$ %	$\theta_{zp}$ ℃	$t_{dp}$ s	$w(Al)$ %	$\theta_{ga}$ ℃	$t_{ga}$ s
843	90	-40	7	465	3	0.145	510	10

注: $\theta_{an}$ 为退火温度; $t_{an}$ 为保温时间; $\theta_D$ 为露点温度; $\varphi(H_2)$ 为退火气氛中氢的体积分数; $\theta_{zp}$ 为锌液温度; $t_{dp}$ 为浸镀时间; $w(Al)$ 为锌液中 Al 的质量分数; $\theta_{ga}$ 为合金化温度; $t_{ga}$ 为合金化时间.

三点弯曲试验根据 GB/T232—2010 标准在万能拉伸试验机上进行,样品尺寸为 50 mm × 25 mm, 试验速度为 1 mm/s, 凹模跨距为 14.2 mm,试验完成后精确测量弯曲半径,根据式(1)计算最大弯曲应变.

$$\varepsilon = \frac{1}{2(r/h) + 1} \cdot \tag{1}$$

式中: $r$ 为弯曲半径,mm; $h$ 为试样厚度,mm.

锌层的相结构采用电子探针(EPMA)的线扫

描功能进行测定. 弯曲试验完成后利用线切割机在弯曲弧顶处取样进行分析,用扫描电镜(SEM)及金相显微镜(OM)观察镀层内裂纹的扩展、镀层的剥落及粉化行为. 为了防止由于腐蚀使锌层产生新的裂纹,在观察镀层截面形貌时,试样抛光后直接在扫描电镜和光学显微镜上进行观察.

2 实验结果

2.1 弯曲前镀层的形貌及相的分布

表 2 为镀层内各相中 Fe 的含量及各相的性质<sup>[3-4]</sup>. 图 1 为镀层弯曲前的形貌及镀层线扫描结果,根据表 2 镀层中各相所含铁的质量分数范围可知,图 1 中镀层主要由  $\Gamma$ ,  $\Gamma_1$  和  $\delta$  相组成,镀层的厚度约为 8.5  $\mu\text{m}$ . 由于镀层在冷却过程中 Fe – Zn 中间相较脆,其热膨胀系数与基板不同,导致在冷却过程中产生预制裂纹,如图 1a 箭头所指,在  $\delta$  和  $\Gamma$  相内都产生了裂纹,而且裂纹的延伸方向都与板面有一定的倾斜角度.

表 2 镀层各相 Fe 含量及性质  
Table 2 Fe content and properties of phases in GA coating

相名称	$\zeta$	$\delta$	$\Gamma_1$	$\Gamma$
分子式	$\text{FeZn}_{13}$	$\text{FeZn}_{11-6.67}$	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{21} - \text{FeZn}_4$	$\text{Fe}_3\text{Zn}_{10} - \text{FeZn}_3$
晶体学结构	单斜	六方	面心立方	体心立方
$w(\text{Fe})/\%$	5~6	7~11.5	17~19.5	20.5~28
硬度(HV)	270	454	505	>515
熔点温度/℃	530	—	672	782
生产温度/℃	—	672	550	—

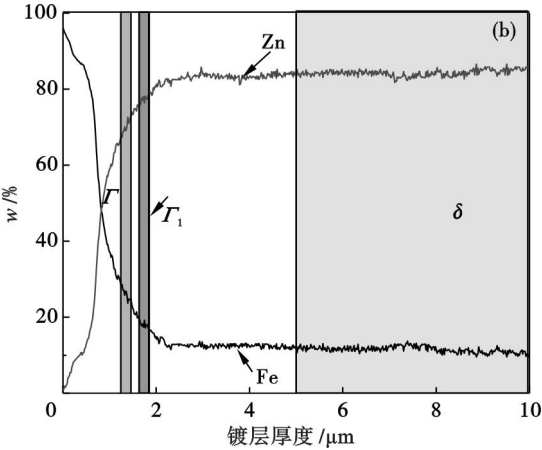
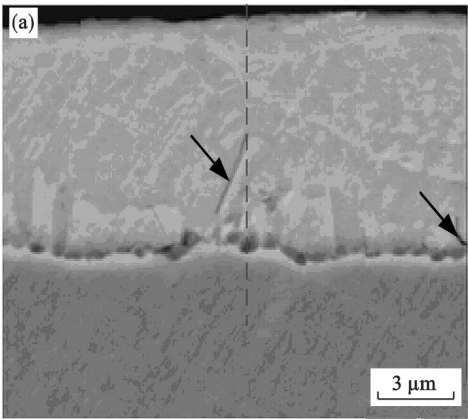


图 1 镀层横截面形貌及 EPMA 线扫描结果

Fig. 1 Cross-sectional SEM micrograph of the galvannealed coating and corresponding line scan by EPMA  
(a)—横截面形貌;(b)—EPMA 线扫描.

## 2.2 弯曲后镀层横截面形貌观察

图 2 为镀层在应变为 0.02, 0.08, 0.13 和 0.23 时拉应力侧的裂纹扩展情况. 从图 2 可以看出, 因为镀层中存在预裂纹(图 1a), 当变形刚刚开始时( $\varepsilon = 0.02$ ),  $\Gamma$  相及  $\delta$  相中的裂纹沿着垂直于板面的方向扩展, 并且也产生了一些垂直于板面方向的新裂纹, 由于 Fe-Zn 合金相中  $\Gamma$  相

中的 Fe 含量最多, 是最脆的相<sup>[4]</sup>, 所以新生的裂纹首先从  $\Gamma$  相开始, 如图 2a 圆圈所示. 随着变形量的增大( $\varepsilon = 0.08$ ) 裂纹扩展到  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面(镀层与基板的交界面), 并且裂纹的宽度增加, 如图 2b 所示. 当变形量继续增加时( $\varepsilon = 0.13$ , 0.23) 裂纹沿着  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面延伸, 直到与其他裂纹相遇时镀层剥离, 如图 2c, 2d 所示.

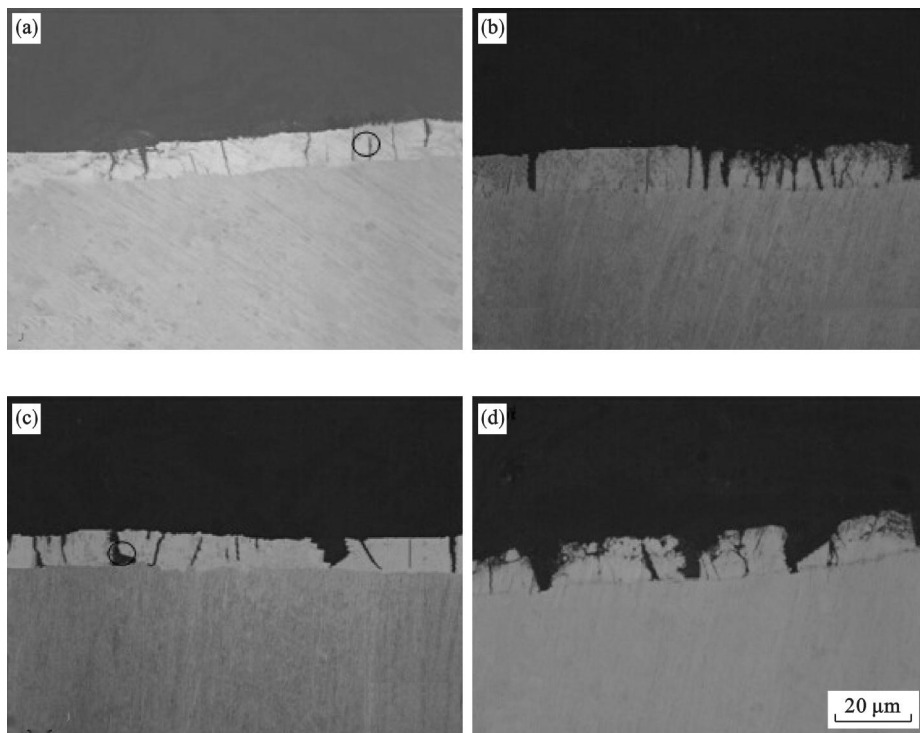


图 2 镀层拉应力侧的裂纹扩展

Fig. 2 Cracks in the coating under tensile stress

(a)— $\varepsilon = 0.02$ ; (b)— $\varepsilon = 0.08$ ; (c)— $\varepsilon = 0.13$ ; (d)— $\varepsilon = 0.23$ .

图 3 为镀层在应变分别为 0.02, 0.08, 0.13 和 0.23 时压应力侧的裂纹变化情况. 从总体上看, 压应力侧的粉化量明显比拉应力侧严重. 在应变为 0.02 时镀层内不但有纵向裂纹的延伸和扩展, 而且在  $\delta$  相内也产生了横向裂纹, 如图 3a 中箭头所示. 随着应变的增加, 纵向裂纹到达镀层表面, 而且新生成的横向裂纹也与纵向裂纹接触, 导致镀层脱落, 从图中可以看出, 应变为 0.08 时, 镀层粉化比较严重, 如图 3b 所示. 随着应变的继续增加, 镀层的粉化越来越严重. 从图 3 中还可以看出, 在压缩侧镀层的粉化主要发生在  $\delta$  相内.

## 2.3 弯曲后镀层表面剥离行为研究

图 4 和表 3 分别为镀层在拉伸侧和压缩侧表面的剥离形貌及 EDS 分析结果. 图 4a 为镀层在拉伸侧的镀层剥落断面. 可以看出镀层剥离主要

发生在镀层与基板的结合处和  $\Gamma$  相层内部, 这主要是因为, 镀层在变形前  $\Gamma$  相中已存在很小的裂纹, 在随后的拉伸过程中, 裂纹扩展、延伸, 当裂纹延伸到表面时产生粉化和剥落现象. 从图 4a 的能谱分析可以得到证实. 图 4b 和 4c 为镀层在压缩侧的表面形貌, 可以看出镀层的剥落主要发生在  $\delta$  相内和  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面. 这主要是因为, 在压缩过程中  $\Gamma$  相中的裂纹较小, 在压缩应变较小时, 裂纹并没有扩展, 而在变形前在  $\delta$  相内存在的裂纹较大, 在随后的变形过程中裂纹随机扩展、延伸, 导致在  $\delta$  相内发生了粉化和剥离现象, 见图 4b. 而当应变量很大时, 由于  $\Gamma$  相是脆性相, 在  $\Gamma$  相内产生新的裂纹, 裂纹从  $\Gamma$  相内扩展和延伸, 最后到达镀层表面, 而且裂纹的延伸和扩展是随机性的, 当两个裂纹相遇后镀层发生脱落, 见图 4c.



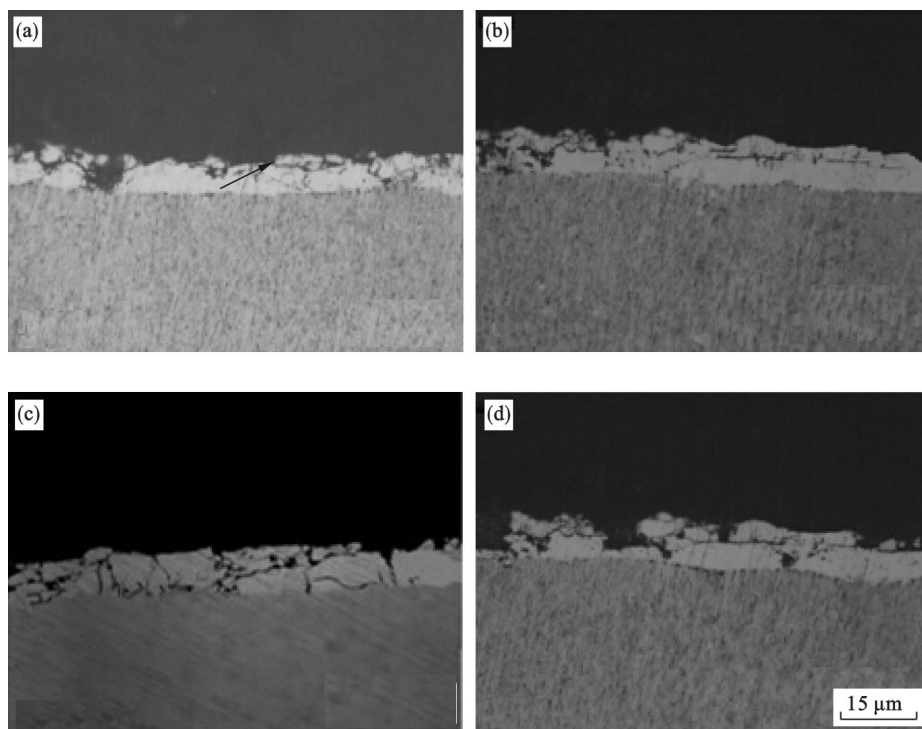


图 3 镀层压应力侧的裂纹扩展

Fig. 3 Cracks in the coating under compressive stress

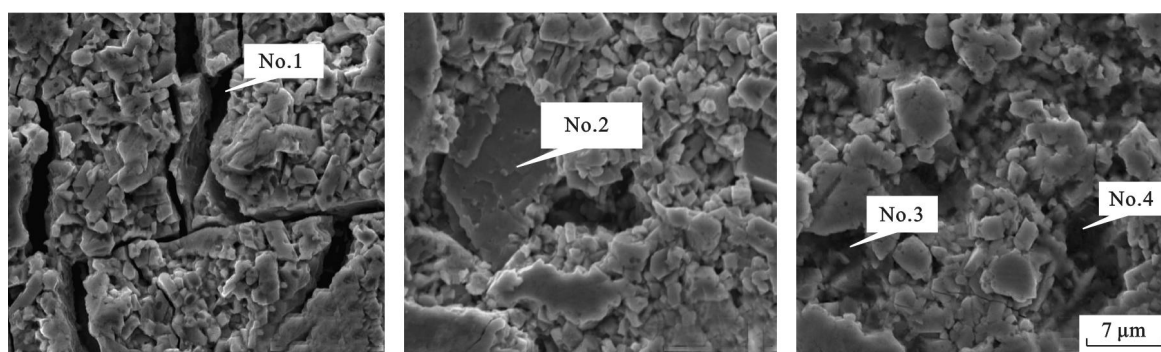
(a)— $\varepsilon = 0.02$ ; (b)— $\varepsilon = 0.08$ ; (c)— $\varepsilon = 0.13$ ; (d)— $\varepsilon = 0.23$ .

图 4 三点弯曲后镀层表面的剥离形貌

Fig. 4 Fracture surfaces of the coatings after three point bend test

(a)—拉伸侧断裂发生在  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面; (b)—压缩侧断裂发生在  $\alpha$  相内; (c)—压缩侧断裂发生在  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面.表 3 图 4 中元素 EDS 分析结果  
Table 3 The EDS results in Fig. 4

点	w(Fe)/%	w(Zn)/%	w(Al)/%	相
No. 1	24.23	75.40	0.37	$\Gamma$
No. 2	14.05	85.56	0.39	$\delta$
No. 3	28.94	70.54	0.52	$\Gamma$
No. 4	63.33	36.67	0	$\alpha\text{Fe}$

### 3 分析与讨论

由以上的实验结果可知,合金化镀层在弯曲后压缩侧和拉伸侧裂纹的扩展及镀层的剥落形式不同,根据经典塑性理论,钢板弯曲受力状态如图

5 所示,钢板的上表面受拉伸应力,下表面受压缩应力,当变形超过弯曲极限时材料发生破裂.而且镀层的脆性要大于基板的脆性,所以镀层先于基板破坏.由实验结果可知镀层在受到压缩应力时更容易发生剥落.

由图 1 可知,镀层在变形前已经存在裂纹,这主要是由于 GA 镀层在从合金化温度冷却到室温过程中,镀层与基板间的热膨胀系数的不同而产生残余应力,由于镀层是脆性的,所以该残余应力依靠镀层产生微裂纹来释放.

合金化镀锌板在弯曲前存在预裂纹,在变形过程中预裂纹扩展延伸,同时产生的新裂纹也随着变形的进行扩展和延伸,最后导致镀层的剥落.

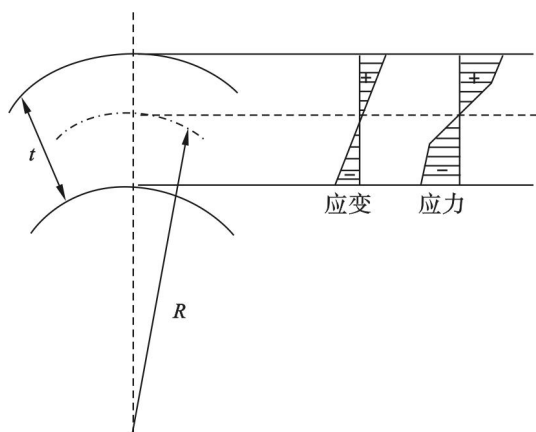


图5 弯曲理论图

Fig. 5 Schematic diagram of bending

在拉伸侧: 由于拉伸应力直接作用于镀层, 所以裂纹产生和延伸的方向垂直于应力方向. 而镀层中最容易破坏的为  $\Gamma$  相, 随着变形量的增加镀层内应力增大,  $\Gamma$  相最先到达弯曲极限导致在  $\Gamma$  相内部产生新裂纹, 随着应力的继续增加, 裂纹沿着应力方向扩展, 沿着垂直于应力方向延伸, 最后裂纹贯穿整个镀层. 随着变形量的继续增加, 镀层内应力继续增大, 所产生的切向应力也增大, 当其产生的切向应力大于镀层与基板间的结合力时裂纹沿着  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面延伸, 当与其他裂纹相遇时镀层剥离.

在压缩侧: 当镀层受到外界压力时, 镀层与钢基体之间产生界面剪切应力, 导致镀层内部同时产生压应力和拉应力. 同时由于镀层内部各相性能不同, 在镀层各相之间的界面也会引起剪切应力, 当镀层与基板间的变形传递能力下降时, 就会导致镀层与基板之间产生相对滑动, 两者之间的交互作用增加, 当界面间的剪切应力大于镀层与基板间的结合力时, 镀层从基板上脱落. 在开始变形时, 由于镀层没有达到弯曲极限, 所以镀层内并不产生新的裂纹, 而  $\Gamma$  相内的裂纹由于较小 (图 1a) 并没有延伸, 只是在  $\delta$  相内的裂纹延伸. 由于产生的预裂纹与板面呈一定的角度, 所以裂纹延伸的方向也与板面呈一定的角度, 最后两个裂纹相遇, 使得镀层在  $\delta$  相内剥落; 当变形量超过弯曲极限时,  $\Gamma$  相最先破坏产生裂纹, 而且  $\Gamma$  相较脆, 在承受压缩应力时, 裂纹产生没有固定的方向, 具有随机性, 在随后的变形过程中裂纹同时向镀层表面和  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面延伸, 最终镀层在  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面破坏. 根据文献 [10], 距中性层距离为  $y$  的材料其产生的切向应变为

$$\varepsilon_\theta = \ln[(R+y)/R] \approx y/R. \quad (2)$$

式中:  $\varepsilon_\theta$  为弯曲切应力;  $R$  为弯曲半径, mm;  $y$  为

任意点距中性层的距离, mm.

由于板材在塑性弯曲时中性层内移, 使得内层  $y$  值减小, 而外层的  $y$  值增大, 导致  $\varepsilon_{\theta\text{外}} > \varepsilon_{\theta\text{内}}$ , 而  $\varepsilon$  表示变形量, 更大的切向应变更有利于材料的滑移变形, 所以压缩侧的粉化较严重.

## 4 结 论

1) 锌层在合金化退火后的冷却过程中裂纹主要产生于  $\delta$  相和  $\Gamma$  相内, 且都与板面呈一定的倾斜角度.

2) 在拉伸侧镀层中的裂纹沿着垂直于板面的方向延伸, 最后到达  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面, 并沿着平行于  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面的方向继续延伸, 与第二条裂纹接触后, 锌层剥落, 其剥落主要发生在  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面.

3) 在压缩侧裂纹沿着与板面成一定的角度的方向扩展, 最后镀层破坏或者在  $\delta$  相内或者与拉应力一侧相同到达  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面, 沿着  $\Gamma - \alpha\text{Fe}$  界面延伸最后产生破坏, 而且压缩侧的粉化更严重.

## 参考文献:

- [1] Besseyrias A, Dalard F, Raneau J J, et al. A study of galvanic corrosion during coulometric dissolution of galvanized steel [J]. *Corrosion Science*, 1995, 37(4): 587-595.
- [2] Chakraborty A, Bhattacharjee D, Pais R, et al. Effect of galvannealing power on the texture and powdering resistance of industrially produced galvannealed coating on interstitial free steel [J]. *Scripta Materialia*, 2007, 57: 715-718.
- [3] Bastin G F, Van Fij L, Rieck G D. New compound in the iron zinc system [J]. *Zeitschrift fuer Metallkunde*, 1974, 65: 656-660.
- [4] Gellings P J, Koster D, Kuit J, et al. Synthesis and characterization of homogeneous intermetallic Fe-Zn compounds [J]. *Zeitschrift fuer Metallkunde*, 1980, 71: 150-154.
- [5] Rout T K, Pradhan H K, Venugopalan T. Enhanced forming properties of galvannealed steel sheet by polymanganese phosphate coating [J]. *Surface & Coatings Technology*, 2006, 201(6): 3496-3501.
- [6] Yu J S, Liu J L, Zhou W M, et al. Cross-sectional TEM observation of iron-zinc intermetallic  $\Gamma$  and  $\Gamma_1$  phases in commercial galvannealed IF steel sheets [J]. *Materials and Design*, 2007, 28: 249-253.
- [7] Bandyopadhyay N, Jha G, Singh A K, et al. Corrosion behaviour of galvannealed steel sheet [J]. *Surface & Coatings Technology*, 2006, 200: 4312-4319.
- [8] Hong M H. Correlation between the microstructure of galvannealed coating and the defoliation during press forming [J]. *ISIJ International*, 2005, 45(5): 896-902.
- [9] Alpas A F, Inagaki J. Effect of microstructure on fracture mechanisms in galvannealed coatings [J]. *ISIJ International*, 2000, 40(2): 172-181.
- [10] 刁可山, 蒋浩民, 陈新平, 等. 1 000 MPa 级双相钢弯曲性能试验 [J]. *塑性工程学报*, 2012, 19(6): 79-83.  
(Diao Ke-shan, Jiang Hao-min, Chen Xin-ping, et al. Experimental study on bending properties of 1 000 MPa DP steel [J]. *Journal of Plasticity Engineering*, 2012, 19(6): 79-83.)