

纯镁动态塑性变形的微观组织演变

秦 洪, 张喜燕*, 卓燕飞

(重庆大学 材料科学与工程学院, 重庆 400044)

摘 要: 采用高应变速率对纯镁热压板材进行动态塑性变形(DPD)。利用光学显微镜、X射线衍射仪和场发射电子枪扫描电镜的EBSD系统等分析DPD变形前后的微观组织和织构演变过程。结果表明,动态塑性变形使纯镁中原始大晶粒发生破碎,形成细小不规则新晶粒,产生细化作用,大晶粒晶界处由于高位错密度形成了亚晶界;通过EBSD在二次孪晶内部观察到了与基体成 $20^\circ \sim 30^\circ$ 取向差的再结晶晶粒;DPD形变5%的孪生率是8.27%,形变8%时孪生率增加到9.88%。

关键词: 动态塑性变形(DPD); 纯镁; EBSD; 孪晶; 孪生率

中图分类号: TG146.2; TG115.21*3; TG115.23; TG115.21*5.3 **文献标识码:** A

镁以其密度低(1.74),比强度高在汽车行业受到广泛应用,但密排六方($c/a = 1.624$)的晶体结构使其在形变时难以进行滑移。由于独立滑移系的数量有限而导致镁难于进行机械加工,使之在汽车、航天航空中的应用受到极大限制^[1]。

对镁在室温~高温下的轧制、挤压和拉拔形变研究表明^[2],孪生在镁合金变形过程中起着重要作用,如果形变量很大时也会出现剪切带。对镁合金的孪生规律和孪晶类型研究^[3],发现孪晶主要有3种类型:拉伸孪晶、压缩孪晶和二次孪晶。最常见的孪晶类型是 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶、 $\{10\bar{1}1\}$ 压缩孪晶、 $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ 二次孪晶^[3-6]。滑移类型包含 a 滑移- (0001) 为滑移面 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 为滑移方向,也称基面滑移; c 滑移-有 $\{10\bar{1}0\}$ $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 和 $\{11\bar{2}0\}$ $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 两个独立滑移系,也称柱面滑移; $a+c$ 滑移-有五个独立滑移系,锥面滑移^[1]。以上研究都是建立在低应变速率的基础上,对镁在高应变速率下的形变机制、微观组织形貌的研究相对较少。为弄清楚镁在高应变速率(10^3 s^{-1})下的形变机制和微观组织形貌及在形变过程中微观组织的演变过程,本文运用EBSD、XRD对DPD过程中的微观组织进行了研究,以确定镁在动态塑性变形过程中的组织变化和结构的稳定性,为研究镁及其合金的形变研究提供理论依据。

1 实验材料与方法

本文研究的材料的最原始状态是工业纯镁(wt.% = 99.99%)热轧板,初始厚度为15.4 mm。由于轧板在厚度方向上存在晶粒尺寸不均匀性,所以对其进行了在 360°C 下的热压,采用累计压下,每次压下量 $\sim 1 \text{ mm}$,中间间隔加热温度 360°C 保温15 min,得到最终厚度11.5 mm,再进行 $250^\circ \text{C}/0.5 \text{ h}$ 退火处理得到DPD变形前的初始状态。在热压退火板上取尺寸为 $\phi 8 \text{ mm} \times 11 \text{ mm}$ 圆柱样。热压和DPD加载示意图见图1,其中HP表示热压方向,热压方向平行于轧板ND方向,LD为DPD加载方向(LD//HP)。

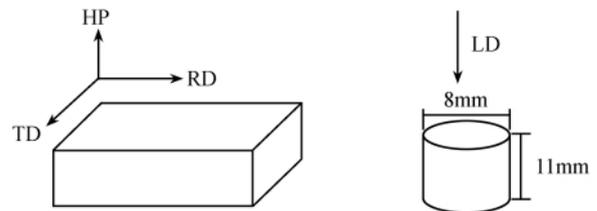


图1 热压和动态塑性变形加载示意图。

Fig.1 Schematic of loading direction of hot press and DPD.

动态塑性变形在室温下进行,落锤高度为850 mm,应变速率约 10^3 s^{-1} ,形变量分别为5%和8%。将经过DPD变形的圆柱样沿轴向用线切割机对半切开,用以做金相观察和EBSD、XRD分析。

收稿日期: 2011-04-26

基金项目: 中央高校基本科研业务费(No. CDJXS11132225)。

作者简介: 秦洪(1986-),女(汉族),博士。

* 通讯作者: 张喜燕(1958-),男(汉族),教授,博士研究生导师。E-mail: kehen888@163.com

金相观察的样品制备采用 SiC 砂纸依次从 400#、800# 磨到 1000# , 腐蚀剂用 100mL 水 + 2g 草酸。为观察晶体内的孪晶类型及孪晶与基体晶粒的取向关系 , 利用 FEI Nova400 FEG-SEM 做 EBSD 分析 , 其工作电压 20 kV、扫描步长 1 μm 。EBSD 试样制备首先在 SiC 砂纸上研磨到 1000# , 然后进行电解抛光。抛光液采用 750 mL 甲醇 , 150 mL 乙二醇单丁醚 , 16.74 g 高氯酸镁 , 7.95 g 氯化锂的混合溶液 , 抛光温度为 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$, 电压 20 V , 电流 0.2 ~ 0.3 A。

2 结果与讨论

图 2 是 DPD 前初始状态(热压退火)光镜金相显微组织。初始态晶粒为等轴状, 平均晶粒尺寸 94 μm , 晶粒分布均匀。通过 EBSD 数据分析可知, 初始组织中没有孪晶存在。如果镁在变形过程中使得多数 C 轴都沿着压缩方向分布, 形成(0001)基面织构, 一旦这种织构的强度达到一定值时, 若继续对试样施加小量的宏观应变就会使试样断裂^[7]。由于本实验中试样的初始织构是基面织构, 大部分晶粒 C 轴都平行于压缩方向, 所以试样的形变量有限。本文研究最初进行了 3 个 DPD 变形量(5%、8% 和 10%) , 但当形变量达到 10% 时试样表面产生了裂纹。这说明纯镁在平行于 C 轴的压缩形变时, 前期难以启动滑移系或启动的滑移系数量少, 而后期启动的压缩孪生和二次孪生对形变的协调能力也有限, 平行于 C 轴方向的变形较垂直于 C 轴方向的变形更容易加工硬化^[8,9], 使得其能承受的总应变量很小, 因此本文主要讨论 5% 和 8% 两个变形量。经过 5% 和 8% 形变量的动态塑性变形后金相显微结构如图 3(a, b), 由图可见在 5% 时部分晶粒由于在冲击载荷作用下发生破碎, 晶粒在冲击载荷作用下沿打击方向发生的压缩, 在水平方向有拉长现象,

并在原来大晶粒晶界处产生了细小不均晶粒及在晶粒内部出现孪晶; 8% 试样中可发现随着形变量增加形变不均性加剧, 细小晶粒和孪晶数量都增加, 可见形变量的增加对细化晶粒有明显作用。形变过程中产生的孪晶数量将会在后面的 EBSD 数据结果进行分析。

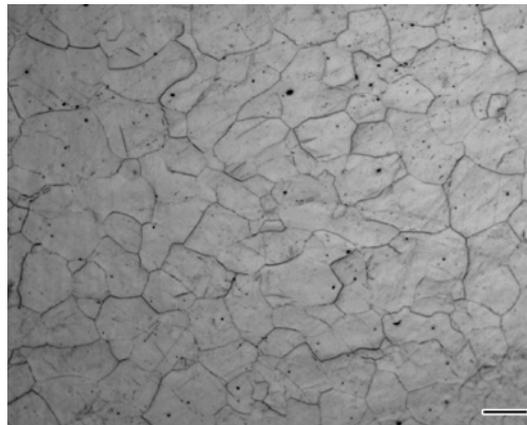


图 2 DPD 前原始微观组织。Bar = 100 μm

Fig. 2 Initial microstructure. Bar = 100 μm

DPD 变形导致了试样内部形变不均匀, 这种不均匀性可从图 4 晶粒尺寸统计分布中看出来。形变过程中产生了原来大晶粒的破碎使得晶粒细化, 从图中可见大部分晶粒尺寸都集中在 20 ~ 100 μm 。小于 100 μm 的晶粒在 5% 中占总晶粒数量的 65% , 在 8% 中有 64% , 可见形变量从 5% 增加到 8% 晶粒的细化并不明显, 反而还出现了稍微减小的趋势, 但 8% 中的形变不均性加剧。本文还发现试样内部有少数大于 200 μm 的粗晶粒存在, 说明 DPD 小形变量对晶粒的整体细化作用不明显, 原始大晶粒只有部分发生破碎形成小晶粒, 还有部分在 8% 的形变量时仍然存在, 说明这些晶粒的取向难发生破碎。

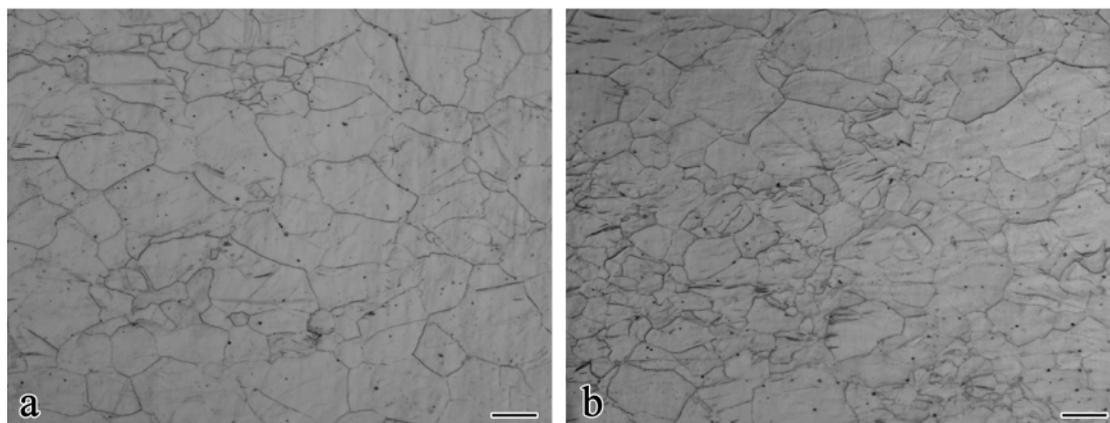


图 3 DPD 后显微组织(Bar = 100 μm)。a: 形变量 5%; b: 形变量 8%

Fig. 3 The optical microstructure after DPD(Bar = 100 μm) . a: Reduction of 5%; b: Reduction of 8%

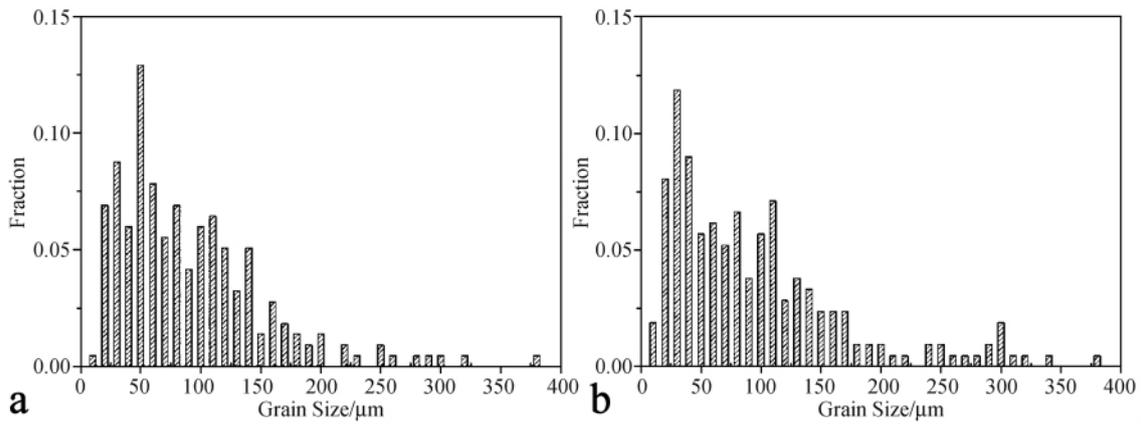


图 4 晶粒尺寸分布图。a: 5%; b: 8%

Fig. 4 Grain size distribution. a: 5%; b: 8%

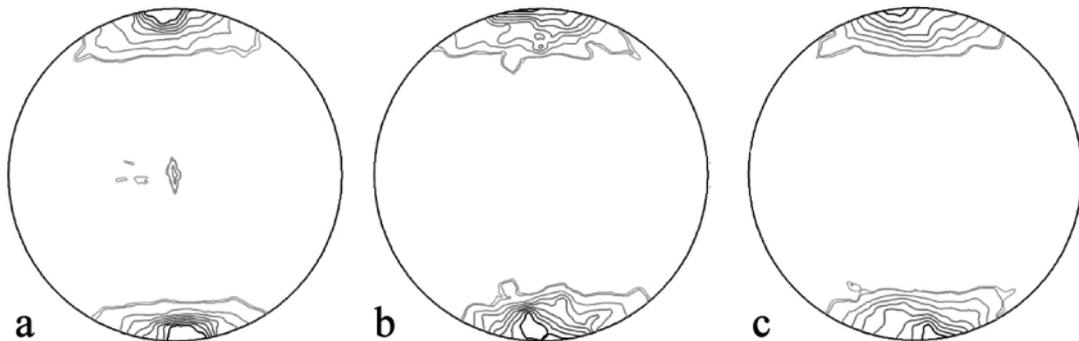


图 5 纯镁(0001)极图的宏观织构。a: 退火热压板; b: DPD 形变量 5%; c: DPD 形变量 8%

Fig. 5 Macroscopic texture of (0001) annealed pole figure of pure Mg.

a: As-hot-pressed plate; b: DPD reduction of 5%; c: DPD reduction of 8%

图 5 给出了动态塑性变形前后宏观织构的演变过程。图 5a 表明初始织构为大部分 C 轴取向平行于热压方向,形成了基面织构,但还有部分晶粒取向是 C 轴垂直于热压方向呈 $(10\bar{1}0)$ 柱面织构。经 DPD 变形 5% 和 8% (图 5b, c) 后织构类型不变仍是 (0001) 基面织构,但图 5a 中 C 轴垂直于压缩方向的晶粒发生了偏转,因为这部分晶粒与 DPD 压缩方向垂直,容易发生 86° 偏转产生 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶。所以在极图上看到变形后所有晶粒沿 DPD 压缩轴分布。但在之后的 DPD 变形中有些晶粒与压缩轴的偏转角度有所增加,是因为后来有二次孪晶的产生,它们与原来基体形成了 38° 的取向差。而在极图中偏离压缩轴的这部分晶粒也刚好在这个范围内,说明这部分偏离压缩轴的晶粒就是发生了孪生。总体看 DPD 形变前后宏观织构类型没有发生变化,都是 (0001) 基面织构。

在此之前有很多研究^[6]采用 TEM、中子衍射和晶体模型模拟对关于镁孪生机制及孪生对周围基体形变性能的影响进行分析。在镁及其合金中经常观

察到的形变孪晶种类有五类(见表 1)。为了观察孪晶类型及晶粒的取向关系,本文通过 EBSD 分析了 5% 和 8% 两个不同形变量的试样(见图 6)。由图 6 可见在动态塑性变形过程中产生了拉伸孪晶、压缩孪晶和二次孪晶。经标定得出 5% 形变量的组织中有拉伸孪晶 $86^\circ\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ 和二次孪晶 $38^\circ\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$; 8% 形变量的组织中除了有以上两种孪晶外还有 $\{10\bar{1}1\}$ 、 $\{10\bar{1}3\}$ 两种压缩孪晶,它们与基体的取向差分别是 56° 和 64° 。以上四种孪晶都围绕 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 轴旋转。Nave^[7]指出,当加载方向垂直于 C 轴时, C 轴受到拉伸,晶粒沿平行于 C 轴方向延展,易形成以 $\langle 12\bar{1}0 \rangle$ 为旋转轴的拉伸孪晶 $\{10\bar{1}2\}$; 当加载方向平行于 C 轴时, C 轴受到压缩,晶粒沿垂直于 C 轴方向伸展,易产生以 $\langle 12\bar{1}0 \rangle$ 为旋转轴的二次孪晶 $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ 和压缩孪晶。Barnett^[4,5]指出拉伸孪晶能在拉伸试验中增加沿 C 轴的均匀延伸,积累沿 C 轴方向的拉伸应变; 压缩孪晶能积累沿 C 轴的压缩应变同时减少沿 C 轴的均匀延伸。试验中大部分晶粒都是压缩 C 轴,沿 C

轴方向产生压缩应变,所以观察到大量 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 压缩孪晶以协调 C 轴的压缩形变。而拉伸孪晶的产生则是因为在初始织构里面有部分晶粒的 C 轴是垂直于加载方向,故易于形成拉伸孪晶以协调形变。

表 1 镁中常见的孪晶和对应的取向差和旋转轴以及孪晶界的标识

Table 1 The twins modes in magnesium and misorientations between matrix and twins and their characterization

Type of twin	Misorientation angle/axis
$\{10\bar{1}1\}$	56° $\langle 11\bar{2}0 \rangle$
$\{10\bar{1}2\}$	86° $\langle 11\bar{2}0 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}$	64° $\langle 11\bar{2}0 \rangle$
$\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$	38° $\langle 11\bar{2}0 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}$ - $\{10\bar{1}2\}$	22° $\langle 11\bar{2}0 \rangle$

本文将孪晶界长度占总的界面长度的百分数作为孪生率。为了定量分析 DPD 产生的形变孪晶孪生率,通过 HKL channel 5 分析得到 5% 形变量下孪生率为 8.27%,其中拉伸孪生率为 3.66%,二次孪生率为 4.61%,二次孪晶界占总孪晶界 55%;当形变量增加到 8% 时,孪生率升为 9.88%,其中拉伸孪生率 8.73%,二次孪生率 0.932%,其余是少数压缩孪晶,二次孪晶界占总孪晶界的 9.4%。孪生率随着形变量的增加而增加,但二次孪晶孪生率却降低,这与形变过程中的再结晶相关。

Li X 等^[10]提出在形变后期形成压缩孪晶会产生组织不均匀、局部形变区。这些区域都是再结晶形核区域,Sangbong Yi 等^[11]在形变量 25% 的纯镁热轧板中发现在两二次孪晶相交界面处产生了新晶粒。由上述实验结果可见 5% 试样的二次孪晶内部产生了新晶粒,它们的晶界为 20°~30° 之间。由此可以判定这些晶粒是在 DPD 形变过程中动态再结晶时产生。由于这些新晶粒的长大,使得原本的孪晶部分被吞噬造成了孪晶从中部截断,如图 6a 黄色箭头所示。这一现象解释了拉伸孪晶和二次孪晶界面百分率发生变化的现象,两种孪晶界的这种变化趋势说明在形变过程中二次孪晶内部发生动态再结晶,新晶粒吞噬二次孪晶至部分二次孪晶消失,所以当形变量增加时二次孪晶百分量相对于拉伸孪晶百分量有所减少。取而代之的是更多的新晶粒和应力集中区(位错密集区域),这些由位错高度聚集的区域形成了小角度($< 10^\circ$)亚晶界,见图 6b 中箭头所示。

3 结论

(1) 动态塑性变形使得纯镁中原始大晶粒发生破碎,形成细小新晶粒,在遗留下来的原始大晶粒晶界处位错高密度聚集,形成小角度亚晶界。

(2) 纯镁在动态塑性变形过程中发生了动态再结晶,再结晶晶粒在二次孪晶中形核并通过吞噬二次孪晶长大至孪晶部分消失。这些晶粒与基体的取向差在 20°~30° 之间。

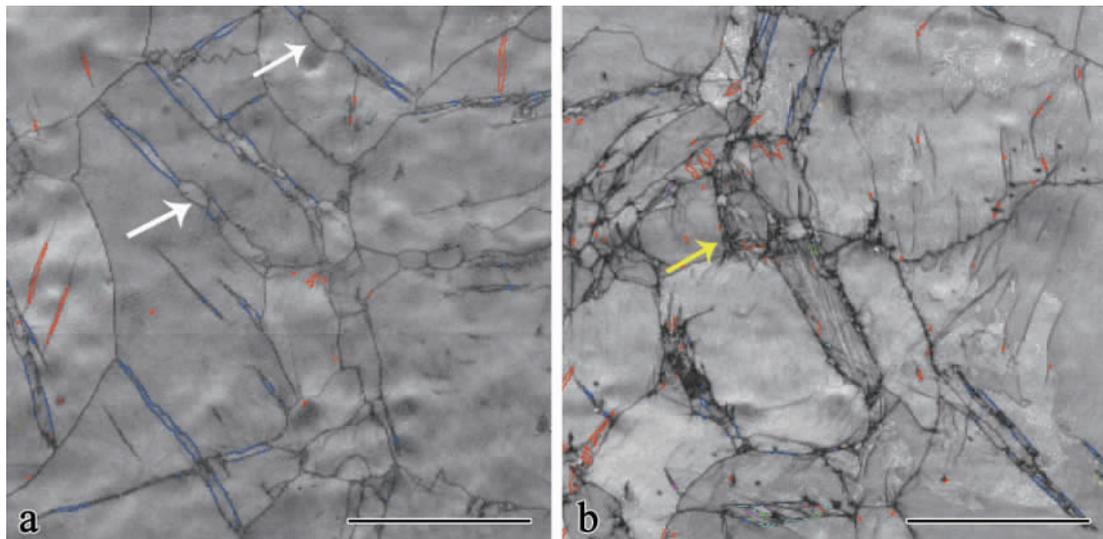


图 6 DPD 形变 EBSD 背底图(Bar = 100 μm)。a: 5%; b: 8%
a: 白色箭头所指再结晶晶粒; b: 黄色箭头所指位错密集区域

Fig. 6 Kikuchi band contrast of EBSD map of DPD(Bar = 100 μm). a: 5%; b: 8%

The white arrow in a is pointed to new grain and the yellow one in b is pointed to dislocation band.

(3) 5% 中孪生率为 8.27% , 8% 中的孪生率上升到 9.88% , 孪生率随着应变量的增加而增加; 二次孪晶在 5% 形变量时占总孪晶界的 55% , 而形变量增加到 8% 时降低到 9.4% 。

参考文献:

- [1] 陈振华. 形变镁合金 [M]. 2005: p. 48 - 57.
- [2] Yan H , 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.
- [3] Wonsiewicz B C , Backofen W A. Plasticity of Magnesium Crystals [J]. Trans Metall Soc AIME , 1967 , 239: 1422 - 1431.
- [4] Barnett M R. Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part I “Tension” twins [J]. Materials Science and Engineering: A , 2007 , 464(1 - 2) : 1 - 7.
- [5] Barnett M R. Twinning and the ductility of magnesium alloys: Part II. “Contraction” twins [J]. Materials Science and Engineering: A , 2007 , 464(1 - 2) : 8 - 16.
- [6] 裴颖 , GODFREY Andrew , 刘伟 , 等. 平面应变压缩过程中初始取向对 AZ31 镁合金变形行为的影响 [J] 2009 28(1) : 6 - 10.
- [7] Nave M D , Barnett M R. Microstructures and textures of pure magnesium deformed in plane-strain compression [J]. Scripta Materialia , 2004 , 51(9) : 881 - 885.
- [8] Choi S H , Shin E J , Seong B S. Simulation of deformation twins and deformation texture in an AZ31 Mg alloy under uniaxial compression [J]. Acta Materialia , 2007 , 55(12) : 4181 - 4192.
- [9] Knezevic M , et al. Deformation twinning in AZ31: Influence on strain hardening and texture evolution [J]. Acta Materialia , 2010 , 58(19) : 6230 - 6242.
- [10] Li X , et al. Orientational analysis of static recrystallization at compression twins in a magnesium alloy AZ31 [J]. Materials Science and Engineering: A , 2009 , 517(1 - 2) : 160 - 169.
- [11] Yi S , Schestakow I , Zaefferer S. Twinning-related microstructural evolution during hot rolling and subsequent annealing of pure magnesium [J]. Materials Science and Engineering: A , 2009 , 516(1 - 2) : 58 - 64.

Microstructure evolution of magnesium subjected to dynamic plastic deformation

QIN Hong , ZHANG Xi-yan* , ZHUO Yan-fei

(Department of Material science and Engineering; Chongqing University , Chongqing 400044 , China)

Abstract: Microstructure and texture evolution of the magnesium subjected to dynamic plastic deformation (DPD) were investigated by means of optical microscope , X-ray diffractometer and field emission gun scanning electron microscope with EBSD system. The results show that the initial big grains fracture into small new grains during DPD , resulting in refinement of grain size and high density of dislocations align around the grain boundaries forming sub grain boundaries. Some dynamic recrystallized grains with 20° ~ 30° misorientation to the matrix in double twins can be observed by EBSD. Twinning rate in 5% is 8.27% , and it increases to 9.88% in 8% .

Keywords: dynamic plastic deformation (DPD) ; pure magnesium; EBSD; twin; twinning rate

* Corresponding author