

特约专栏

镁合金塑性变形力学行为与微观组织研究进展

辛仁龙, 刘 庆

(重庆大学材料科学与工程学院 国家镁合金材料工程研究中心, 重庆 400030)

摘 要: 介绍了镁合金在单轴压缩、单轴拉伸、轧制和挤压条件下塑性变形的力学行为及微观组织结构演变规律。简述了镁合金中二次拉伸孪生现象以及各种变形条件下孪生与孪生变体类型的选择规律。基于对镁合金位错滑移、机械孪生及动态回复与再结晶行为的认识, 对镁合金力学行为的各向异性、轧制与挤压成型能力的影响规律进行了探讨, 强调了初始织构对变形机制、动态再结晶及成型能力的重要影响。最后讨论了析出强化镁合金塑性变形与强韧化机理。

关键词: 镁合金; 塑性变形; 机械孪生; 位错滑移; 织构; 各向异性

中图分类号: TG146.2⁺2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2011)02-0016-13

Research Progress on Plastic Deformation Mechanisms and Microstructure of Mg Alloys

XIN Renlong, LIU Qing

(National Engineering Research Center for Mg Alloys,
College of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400030, China)

Abstract: Mechanical behavior and microstructure evolution of Mg alloys during compression, tension, rolling and extrusion were reviewed. Different types of twinning and twin variants formed in Mg alloys under different deformation conditions, especially double extension twins, were reported. Based on the understandings of dislocation slip, mechanical twinning and dynamic recovery and recrystallization, mechanisms of mechanical property anisotropy, rolling and extrusion workability were discussed. The effect of initial texture on deformation mechanisms, dynamic recrystallization and workability was stressed. Plastic deformation and strengthening mechanism of precipitation strengthened Mg alloy were also discussed.

Key words: Mg alloy; plastic deformation; mechanical twinning; dislocation slip; texture; anisotropy

1 前 言

镁合金作为最轻的金属结构材料, 具有比强度高、比刚度、抗震性好、电磁屏蔽性能优异、可回收性好等优点, 在汽车、便携工具、电子工业、航空航天等领域有广阔的应用前景。我国拥有世界上最为丰富的镁资源, 发展镁合金制备加工技术对实现从 Mg 资源优势向经济优势的转化具有重要意义。

镁合金具有六方结构(hcp), 独立的滑移系较少, 导致室温塑性低, 变形加工能力差, 这已经成为阻碍镁合金材料大规模应用的瓶颈。因此对各种变形条件下镁合金塑性变形微观机理的研究成为近年来镁合金研究的

热点之一。研究结果对优化塑性加工工艺及研发具有高成型性能的镁合金材料具有重要意义。本文结合作者课题组近年来的研究工作, 介绍了有关镁合金孪生和滑移、单轴压缩和拉伸变形、轧制和挤压变形, 以及析出强化镁合金等在塑性变形过程中微观机制方面的研究进展情况。

2 孪生与滑移

基面滑移是镁合金中最易启动的滑移系, 在室温下, 基面滑移启动的临界剪切应力(CRSS)约为 0.5 ~ 0.7 MPa, 且随温度升高变化不大; 柱面和锥面滑移的 CRSS 高, 约为基面滑移的 100 倍, 且随温度升高而急剧降低, 当温度达到 573 K 时, 柱面滑移与基面滑移的 CRSS 值相近。镁合金中独立滑移系较少, 与其它 hcp 金属一样, 形变孪生扮演着十分重要的角色, 成为近年来镁合金变形机理研究的热点。

镁合金中常见的一次孪生为 $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$ 和

收稿日期: 2011-2-18

基金项目: 国家重点基础研究发展计划(973 计划)项目(2007CB613700), 自然科学基金重大国际合作项目(50620130096), 自然科学基金重点项目(50231030)

作者简介: 刘 庆, 男, 1964 年生, 教授, 博士生导师

$\{10\bar{1}3\}$, 因为 Mg 的 c 与 a 轴比为 1.624, 所以 $\{10\bar{1}2\}$ 为拉伸孪生, $\{10\bar{1}1\}$ 和 $\{10\bar{1}3\}$ 为压缩孪生。在一次孪生内部还可能发生二次孪生, 通常是在一次压缩孪生内部再次发生拉伸孪生, $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ 和 $\{10\bar{1}3\} - \{10\bar{1}2\}$ 是常见的二次孪生类型。在一次拉伸孪生内部再次发生拉伸孪生的实验现象也已经有所报道。例如, Bain et al.^[1] 在纯镁单晶拉伸以及近期 Jain et al.^[2] 在 AZ81 合金中在 77K 低温压缩时都发现了 $\{10\bar{1}2\} - \{10\bar{1}2\}$ 二次拉伸孪生的存在, 而在本课题组的近期研究工作中观察到^[3], 在室温拉伸变形样品的大晶粒中同样出现了二次拉伸孪生的现象。如图 1 所示, 当发生 $\{10\bar{1}2\} < 10\bar{1}1 >$ 拉伸孪晶时, 晶粒中会出现不同的 $\{10\bar{1}2\}$ 孪生变体相遇的情况, 形成相应的界面。孪生变体类型为 $\{10\bar{1}2\} - \{10\bar{1}2\}$, $\{10\bar{1}2\} - \{01\bar{1}2\}$ 和 $\{10\bar{1}2\} - < 01\bar{1}2 >$, 对应的转角/转轴分别为 $7.4^\circ / < 1210 >$, $60.0^\circ / < 10\bar{1}0 >$ (实际转轴偏离 3.7°) 和 $60.4^\circ / < 8\bar{1}70 >$ (实际转轴偏离 0.2°)^[4]。

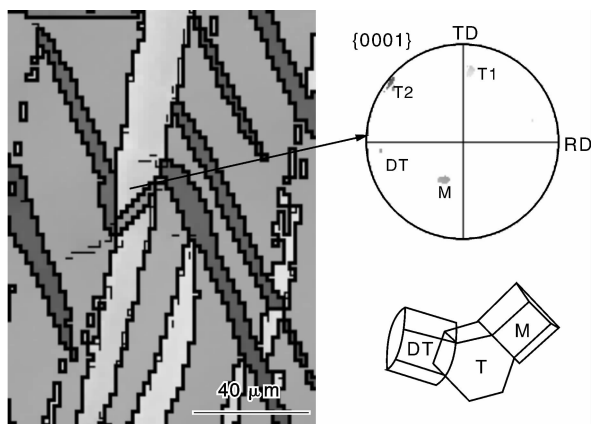


图1 室温拉伸变形 AZ31 大晶粒中产生的二次拉伸孪生 EBSD 示例

Fig. 1 EBSD map of extension-extension double twins and scheme, the red and yellow regions both represent extension twins, the green regions are the matrix and the orange band refers to the extension-extension double twin

在室温多晶 AZ31 合金中观察到了二次拉伸孪晶, 发生二次拉伸孪晶的一次孪晶的 c 轴大部分都与拉伸轴垂直, 发生二次拉伸孪晶是不符合 Schmid 定律的。这种不能用 Schmid 定律解释的现象已经被很多人证实, 此现象目前还没有很清楚地被解释, 有些文献认为是内应力造成的, 有些文献认为是卸载时的回弹力造成的。在本实验中, 二次拉伸孪晶均发生在 2 种一次变体相遇的位置。

拉伸孪生是镁合金最常见的变形模式之一^[5], 在常温下比较容易发生, 孪生发生时伴随着晶体的转动, 使

滑移的分切应力发生改变, 因此可以影响材料的加工硬化行为。孪生类型以及孪生变体的选择通常采用 Schmid 因子(SF)判据: $m = \cos\lambda\cos\varphi$, 其中 λ 为孪生面与力轴的夹角, φ 为孪生方向与力轴的夹角。通常认为 SF 越大, 孪生越容易发生^[6-8]。然而近期的报道表明, 孪生变体的选择并不总是符合 Schmid 判据, 即产生的孪生变体并不一定是 SF 最大的^[9-10], 还与实际的变形条件密切相关。对于同一晶粒中发生多个孪生变体的情况, 其孪生变体的选择更为复杂^[11]。

课题组近期研究发现在高应变速率变形时, 晶粒中往往出现各种孪生变体^[12]。选用具有强烈基面织构的轧制板材, 制成 2 种试样, 一种是压缩方向与 c 轴平行试样, 另一种是压缩方向与 c 轴垂直试样, 在室温下分别用低速变形(应变速率为 0.01 s^{-1})和高速动态塑性变形(DPD, 应变速率大于 100 s^{-1}), 研究应变速率对孪生 SF 分布规律的影响。从图 2 可以看出, 高速变形促

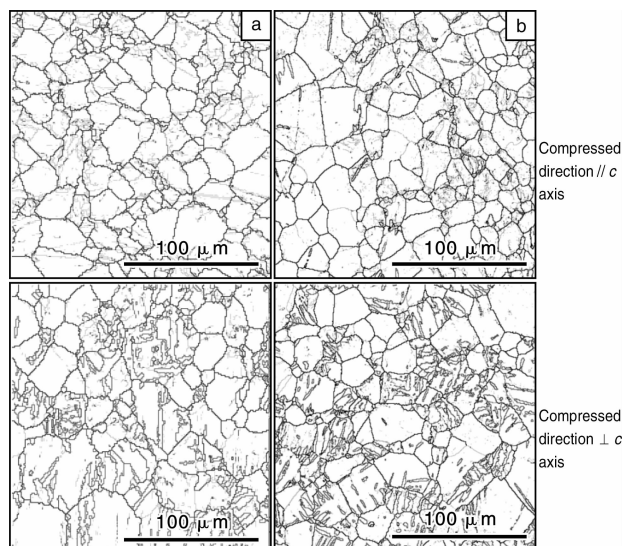


图2 AZ31 镁合金变形 5% 的 EBSD 取向成像图: (a) 慢速 (0.01 s^{-1}) 压缩, (b) DPD 压缩 (100 s^{-1})

Fig. 2 EBSD maps of AZ31 Mg alloy compressed to 5% strain: (a) at slow compression rate (0.01 s^{-1}) and (b) by DPD (100 s^{-1})

进了孪生的产生。与普通压缩变形一样, 初始取向对变形机理(孪生及其种类)具有重要影响。对于基面法向与压缩方向垂直的样品, 慢速和 DPD 变形下, 都产生了大量的拉伸孪晶; 慢速变形时, 拉伸孪生变体相遇的情况比较常见。对压缩方向与 c 轴平行的样品, 高速变形诱发了二次孪生和拉伸孪生的产生。从图 3 可看出, 在慢速变形时, 发生单个 $\{10\bar{1}2\}$ 孪生的晶粒, 其 SF 主要排在第一位和第二位。在同一晶粒内出现 2 种孪生变体的晶粒中, 主要是由 SF 排在第一位和第三位的 2 种

孪生变体发生孪生。在快速变形时,发生单个 $\{10\bar{1}2\}$ 孪生的晶粒其 SF 主要排在第一位。在同一晶粒内出现 2 种孪生变体的晶粒中,主要也是由 SF 排在第一位和第三位的 2 种孪生变体发生。

本研究表明,对于一个晶粒只发生一种孪生变体的情况, Schmid 判据更适用于高变形速率条件下的孪生变体情况。对于同一个晶粒内发生多种孪生变体的情况,其中有一个变体的 SF 基本上是最大的,而其它孪生变体的选择不能简单地使用 Schmid 判据,孪生行为的分析还要结合实际的变形条件。

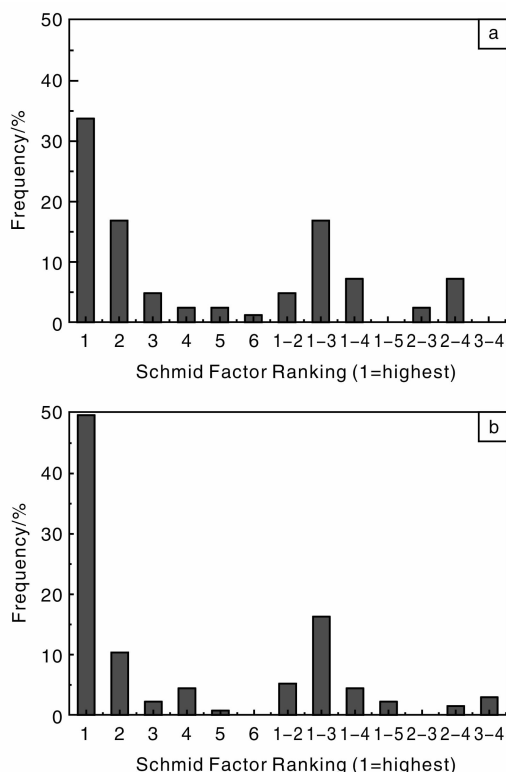


图 3 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪生 Schmid 因子分布规律: (a) 慢速压缩, (b) DPD 压缩

Fig. 3 Schmid factor distribution map of $\{10\bar{1}2\}$ extension twin, (a) at slow compression (0.01 s^{-1}) and (b) by DPD (100 s^{-1})

3 单向压缩与拉伸变形

由于镁合金在加工过程中易于形成很强的织构,因而同一材料常表现出很强的拉压力学行为不对称性和各向异性。在较低温度 ($< 150^\circ\text{C}$) 下,对具有较强织构的镁合金沿着不同的方向进行压缩时,力学曲线、屈服强度以及应变硬化率等将呈现出显著的差异^[13-17]。初始晶粒取向利于拉伸孪生的样品的力学曲线上有明显的屈服现象。通常认为拉伸孪生从 2 个方面影响应变硬化行为:一是孪晶界阻碍位错运动,从而导致硬化^[18,7];二是拉

伸孪生使晶体取向由软取向转到硬取向,从而形成织构强化^[19]。哪一种硬化机制起主要作用?目前还有争议。

为了研究初始晶粒取向对压缩变形织构演变和应变硬化行为的影响,本课题组采用 AZ31 挤压退火棒材和轧制退火板材,设计了 4 种具有不同晶粒取向的试样^[20]。对挤压棒材试样,使压缩方向分别与挤压方向平行 ($C//ED$) 或垂直 ($C \perp ED$);对轧制板材试样,使压缩方向与轧板法向平行 ($C//ND$) 或垂直 ($C \perp ND$)。通过上述方式得到的 4 种样品中利于拉伸孪生发生的晶粒 (即晶粒的 c 轴垂直压缩方向) 的体积分数不同。单轴压缩实验在 Gleeble 1500D 热模拟设备上,进行,变形温度为室温,应变速率为 0.01 s^{-1} 。如图 4 所示,4 种样品压缩后应力-应变曲线表现出明显的各向异性,其中 $C//ND$ 试样的应变硬化率曲线只表现出 1 个阶段,而其它 3 种试样可分为 3 个阶段。研究发现第二阶段的出现是由于发生了孪生,孪生的发生使得力学曲线上有明显的屈服现象。EBSD 分析表明随着应变量的增加,孪晶界先增加至最多,之后逐渐合并减少,而在此阶段,晶粒取向通过拉伸孪生逐渐由软取向转到硬取向,加工硬化率逐渐增大,说明主要的硬化机制是织构强化。拉伸孪生的大量发生造成应变硬化率突然升高,而孪生耗尽使得应变硬化率开始降低。因此应变硬化率曲线中第二阶段的长度主要是由 $\{10\bar{1}2\}$ 孪生的量控制。有利于孪生的晶粒取向量越大,其第二阶段的长度就越长,反之亦然。此外,可以看出对于 $C \perp ED$ 样品,只发生少量的 $\{10\bar{1}2\}$ 孪生 (图 5c, 8% 的取向发生 $\{10\bar{1}2\}$ 孪生),就可造成应力应变曲线上有明显的屈服点 (图 4a)。

本研究表明,少量的孪生就可导致明显的屈服现象,应变硬化曲线第二阶段的长度主要是由 $\{10\bar{1}2\}$ 孪生的量控制,该阶段的硬化机制主要是孪生导致的织构强化。通过系统的研究晶粒初始取向对镁合金机械性能及应变硬化行为的影响,更好地理解拉伸孪生在镁合金塑性变形中的作用。

镁及镁合金室温下最主要的变形方式为基面滑移, $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶,柱面滑移以及 $\langle c+a \rangle$ 滑移^[21-22]。当力轴与晶粒 c 轴呈不同角度时,各种变形方式对应的 SF 会有显著的变化, Barnett et al.^[22] 计算了 SF 随这个角度的变化趋势,并且对个别角度的样品进行了 channel die 压缩试验。对试验结果拟合的过程中,发现室温下除基面滑移和拉伸孪晶外,柱面滑移也很重要。

本课题组研究了织构和异常长大晶粒对热轧 AZ31 镁合金单轴拉伸力学各向异性和断裂的影响^[23]。从基面织构比较强的热轧板材上切取了 7 类试样,使拉伸轴

与板材法向分别成 0° , 15° , 30° , 45° , 60° , 75° 和 90° 进行单轴拉伸实验。如图6所示, 不同角度样品有明显的拉伸各向异性。由于 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶的出现, 0° 和 30° 样品表现出低的屈服强度。角度大于 45° 时, 样品主要的

变形机制为基面和柱面滑移。样品宏观断裂表面特征与拉伸轴与板材法相之间夹角有关。角度低于 60° 时, 样品宏观断口平行于大晶粒拉长的方向; 75° 和 90° 情况下, 样品的宏观断口呈锯齿状。

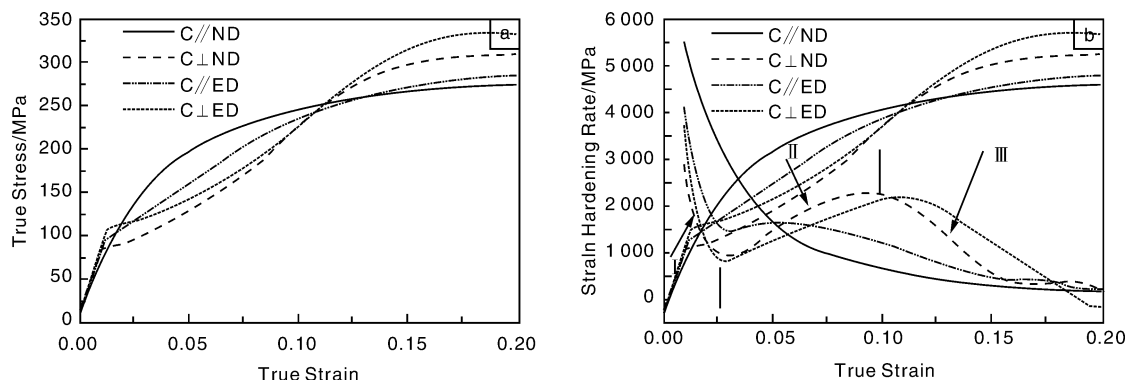


图4 (a) 4类样品应力-应变曲线, (b) 相应的应变硬化率曲线

Fig. 4 (a) the stress-strain curves of four types of AZ31 specimens and (b) corresponding strain hardening rate curves

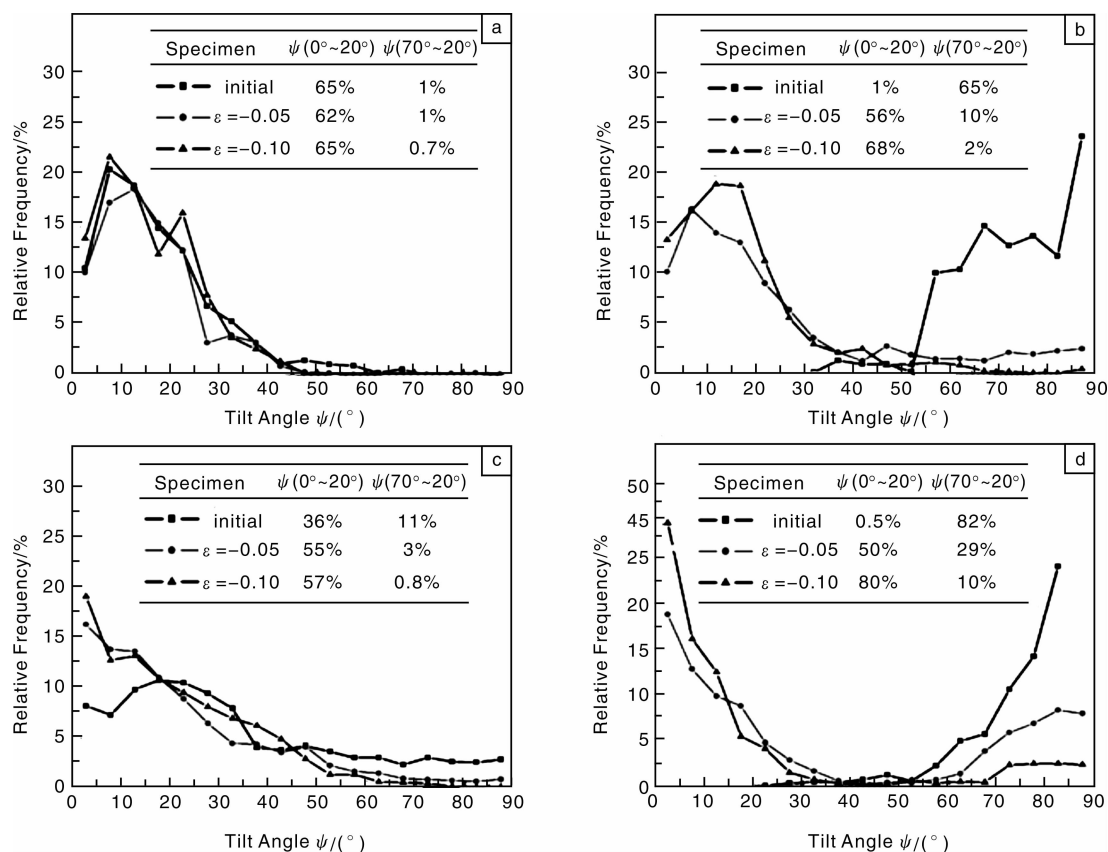


图5 晶粒 c 轴相对于压缩方向(倾角为 0°)的取向差分布变化

Fig. 5 Evolution of misorientation angle distributions of the c -axis of grains with respect to the compression direction (C, tilt angle is 0°): (a) C//ND, (b) C⊥ND, (c) C⊥ED, and (d) C//ED

4 轧制与挤压变形

轧制和挤压是镁合金材料2类最重要的制备加工技术。镁合金在轧制和挤压过程中易形成强烈的基面结构

和丝织构, 加工后表现出很强的各项异性(力学性能在各个方向上有差异), 对其后续的成形极为不利^[24-26], 这就迫切需要发展具有高成形性的加工技术。研究镁合金在轧制和挤压加工过程的微观组织和织构演变规律,

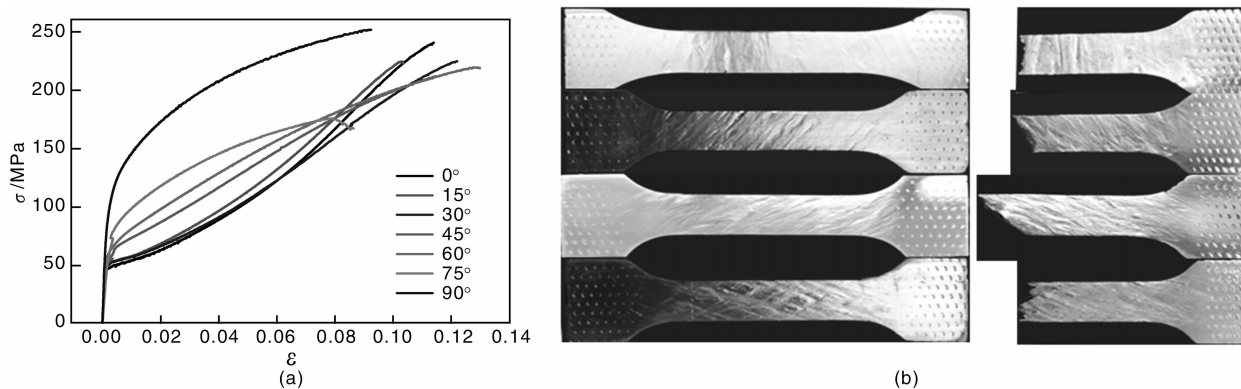


图 6 (a) 不同取向 AZ31 试样拉伸应力 - 应变曲线, (b) 样品表面变形带及宏观断裂形貌

Fig. 6 (a) stress-strain curves of various AZ31 tensile specimens, (b) macrographs showing the deformation traces on the surfaces of samples at the strain of 4% (left column) and macro-fracture (right column)

有利于开发弱化织构, 降低各向异性, 提高镁合金板材二次成形性的新技术。

本课题组近期发现镁合金板材轧制过程中, 初始织构通过影响其变形机制进而影响其动态再结晶 (DRX) 行为^[27]。采用晶粒的 c 轴与轧面垂直和平行 2 种 AZ31 方式进行轧制实验, 发现了 2 种不同的 DRX 形核机制。在 c 轴与轧面垂直的轧板中主要发现孪生诱发 DRX 形

核 (如图 7a), 而在 c 轴与轧面平行的轧板中主要发现在晶界处发生再结晶形核 (见图 7b)。在 c 轴与轧面垂直轧板中主要有 2 种类型的孪生, 一种是 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪生, 另一种则是 $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ 双孪生。孪生诱发再结晶主要是由 $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ 孪生诱发的。在 c 轴与轧面平行轧板中, 尽管有很多 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶界, 却没有发现明显的孪生诱发再结晶行为。

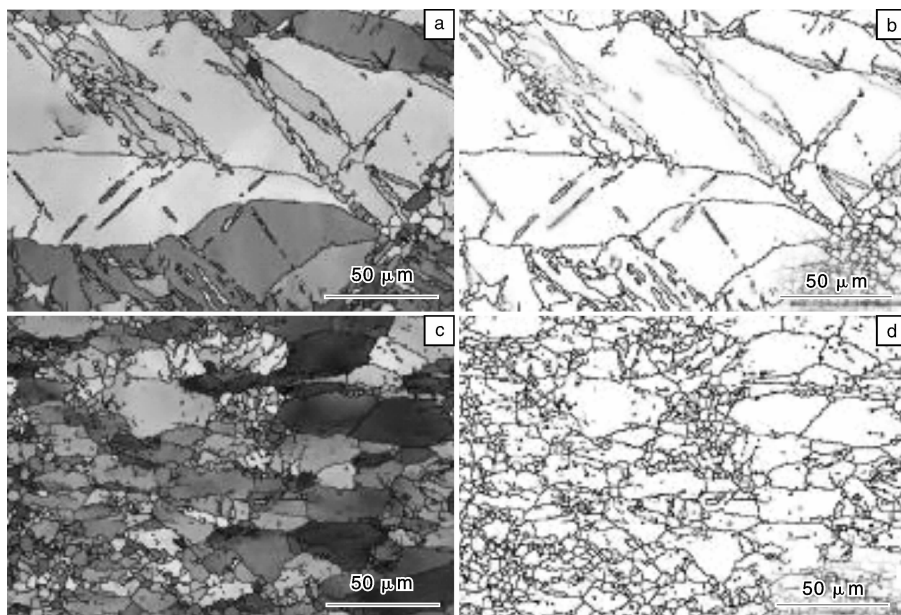


图 7 300 °C 轧制 20% 变形量时取向图及晶界图: (a) c 轴与轧面垂直试样, (b) c 轴与轧面平行试样

Fig. 7 EBSD maps of ND specimen (a) and TD specimen (b). Both were rolled to 20% strain at 300 °C

2 种不同初始织构的 AZ31 板材在轧制时, 除了 DRX 形核机制有差异外, c 轴与轧面平行的轧板中发生 DRX 对应的应变比与轧面垂直的板材明显要大。已有的有关不同初始取向 AZ31 等通道角挤压研究也报道了类似的现象^[28]。

不同的再结晶行为同时也造成了终轧板材织构和取向差分布的差异。如图 8a, c 轴与轧面垂直轧板的织构与初始板材一样, 依然是基面织构, 但是由于 DRX 的发生, 强度弱化; c 轴与轧面平行轧板中由于发生了 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪生, 终轧样品呈现比较分散的织构。如

图 8b 所示, 2 种轧板具有不同的取向差分布。2 种不同

织构和取向差分布的板材可能具有不同的二次变形能力。

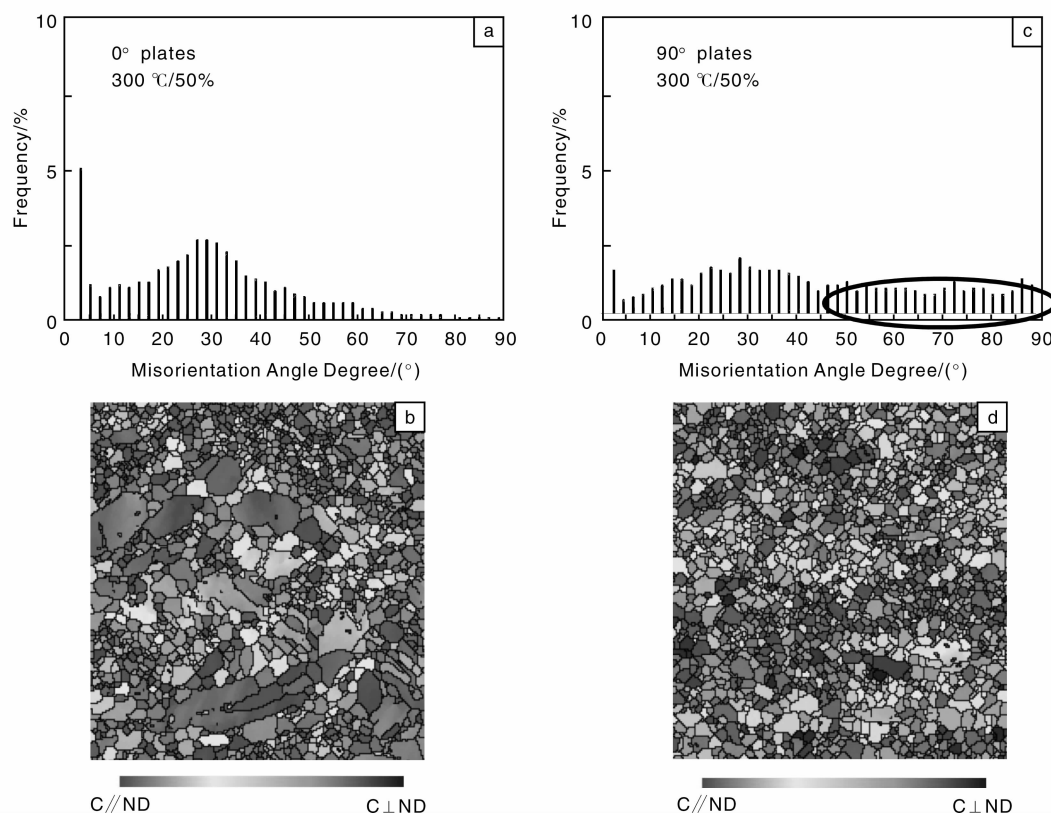


图 8 300 °C 下轧制 50% 变形量后的 AZ31 镁合金取向差分布图和 EBSD 取向成像图: (a), (b) c 轴与轧面垂直试样; (c), (d) c 轴与轧面平行试样

Fig. 8 Misorientation angle distribution and EBSD maps of hot-rolled AZ31 Mg alloy at 300 °C to 50% strain: (a), (b) $c \perp$ RD specimen; (c), (d) $c \parallel$ RD specimen

基于初始织构对轧板 DRX、织构及取向差分布有重要影响的研究结果, 本课题组近期提出了一种基于孪生变形的织构调整方法^[29]。如图 9 所示, 在 AZ31 板材

轧制前, 沿板材的横向 (TD) 施加小应变量的预轧制变形以诱导拉伸孪生, 使晶粒基面法向 (ND) 倾转, 设计出了晶粒 c 轴与轧面平行的织构。如图 10 所示^[29], 在室

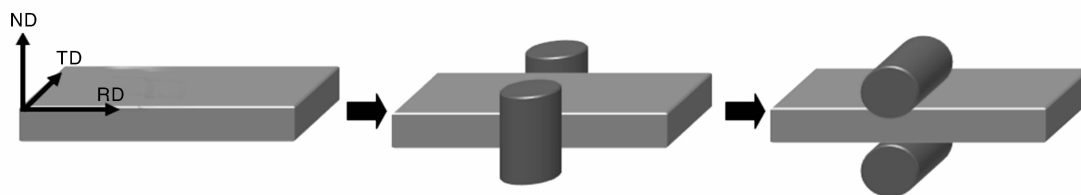


图 9 侧面轧预变形 + 轧制工艺示意图

Fig. 9 Schematic illustration of pre-rolling + rolling technique

温下沿板材 (TD) 预轧 7.5% 后, 晶粒的 c 轴基本转到与 TD 方向平行, EBSD 分析表明, 预变形后板材中发生了大量的 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪生, 使晶粒基面倾转约 86° , 且大量晶粒几乎转变成了完全的孪晶组织。在 300 °C 进行轧制对比实验发现, 通过调整, 织构后的板材单道次无边裂的最大压下量达到 60% 以上, 而没有进行织构调整

的轧制板材单道次无边裂的最大变形量仅为 30% 左右。分析表明 c 轴与轧面垂直的板材在轧制时, 只有 $\langle c+a \rangle$ 位错的滑移可以协调沿厚度方向 (ND) 的应变, 而对于调整织构后的板材, 其晶粒 c 轴基本与轧面平行, 轧制时除了 $\langle c+a \rangle$ 位错的滑移外, $\langle a \rangle$ 位错的非基面滑移同样可以协调沿厚度方向应变。此外, 调整织构后的

晶粒取向更有利于激活 $\langle a \rangle$ 位错的非基面滑移。以上的研究结果揭示了织构对镁合金板材轧制变形能力影响的规律和机制,加深了对镁合金塑性变形行为各向异性的认识,丰富了镁合金塑性变形理论体系。侧面预轧变形诱导拉伸孪生的方法,可以有效地实现织构的设计与调整。此方法简单、有效,易操作,可在镁合金轧制加工中获得应用,提高镁合金轧制变形能力,降低镁合金加工成本,提高成品板材质量。

普通单向轧制生产的镁合金板材通常具有较强的基面织构,各向异性程度高,为使板材各方向力学性能均匀,有人提出采用交叉轧制的方法。交叉轧制是指在多

道次轧制过程中每道次都将轧制方向改变 90° , 板面正法向不变,也可保持一个方向轧制多道次后再变向轧制。Chino 等人^[30-31]对 AZ31 镁合金板采用交叉轧制,大大降低了基面织构,减轻了材料的各向异性,有效地改善了板材的冲压成形性能。

与典型单向轧制板材相比,交叉轧制镁合金板材基面织构强度大大降低,这主要得益于轧制方向的不断变化,使得组织的取向性降低,各方向更加平均。另外织构强度的降低,使得材料各向异性减轻或消除,这样板材的退火组织更加均匀,为深冲变形提供了良好的条件,板材的冲压成形性能得到显著提高。

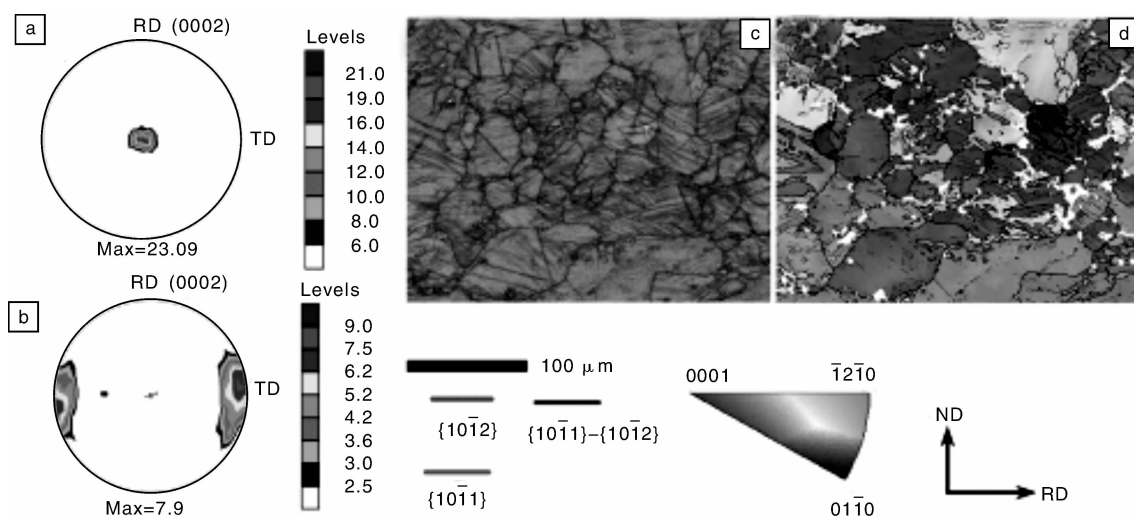


图 10 沿板材 TD 方向预轧 7.5% 后试样的 (0002) 极图: (a) 原始板材, (b) 7.5% 预轧后试样; 7.5% 侧轧预变形后试样 EBSD 分析: (c) 孪晶界面图, (d) 反极图成像图

Fig. 10 (0002) pole figure of sample with 7.5% pre-rolling along TD at room temperature: (a) as-received materials, (b) pre-rolled sample; EBSD micrographs of sample after 7.5% pre-rolling at room temperature: (c) twin boundaries mapping, (d) inverse pole figure mapping

图 11 为单向轧制和交叉轧制后的板材组织示意图,可以明显看出交叉轧制后的板材组织具有更好的均匀性和等轴性。且交叉轧制镁板发生了动态再结晶,得到大量等轴晶,而单向轧制板材组织中存在着大量孪晶和亚结构等微细组织。对具有初始基面织构的板材在 430°C 下进行交叉轧制,如图 12 所示,与单向轧制相比,交叉轧制同时降低了板材的强度、各向异性和塑性各向异性^[32]。

挤压加工是目前镁合金材料最重要的塑性成型方式之一。通过合适的挤压加工工艺,可获得微观组织细小、均匀的镁合金材料,提高材料的塑性变形能力。本课题组研究发现,不同 Mn 含量的 AZ31 镁合金,其挤压组织对挤压比变化的敏感程度存在显著差异^[33]。如图 13 所示,在 400°C 挤压时, Mn 含量为

0.29% (质量分数,下同) 的 AZ31 镁合金,其组织随挤压比增加无明显变化;而对于 Mn 含量为 0.45% 的 AZ31 镁合金,当挤压比达到 1:25 时,形成极不均匀的微观组织(如图 13f 中所示),出现粗大的二次再结晶晶粒。在此种不均匀的挤压组织中,不同类型组织的取向亦存在明显差别。如图 14 所示,采用 EBSD 对图 14a 中不同类型组织的取向分析表明,各种不同类型组织晶粒基面均与挤压方向大致平行,但 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 及 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 的分布趋势明显不同。再结晶组织其柱面和锥面无明显择优分布,而变形组织中的 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 面出现择优分布。但不同类型组织的形成机制尚需进一步研究。以上研究进一步揭示了合金元素和工艺参数对镁合金挤压加工的影响规律,深化了挤压加工中的变形和动态再结晶机制。

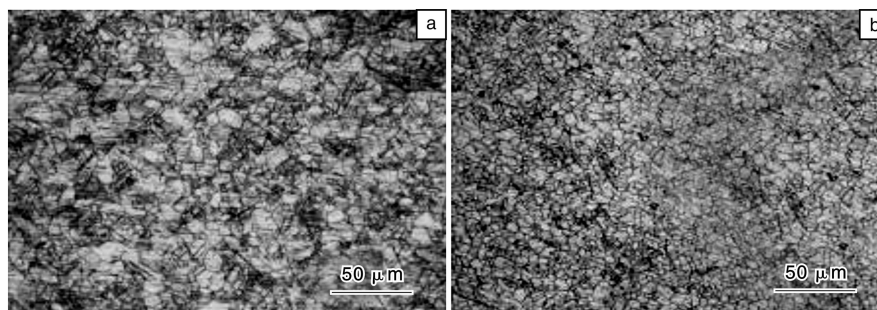


图 11 430 °C 下 AZ31 镁合金板材经(a)单向轧和(b)交叉轧后的组织

Fig. 11 Microstructural of unidirectional rolled (a) and cross rolled (b) AZ31 sheets at 430 °C

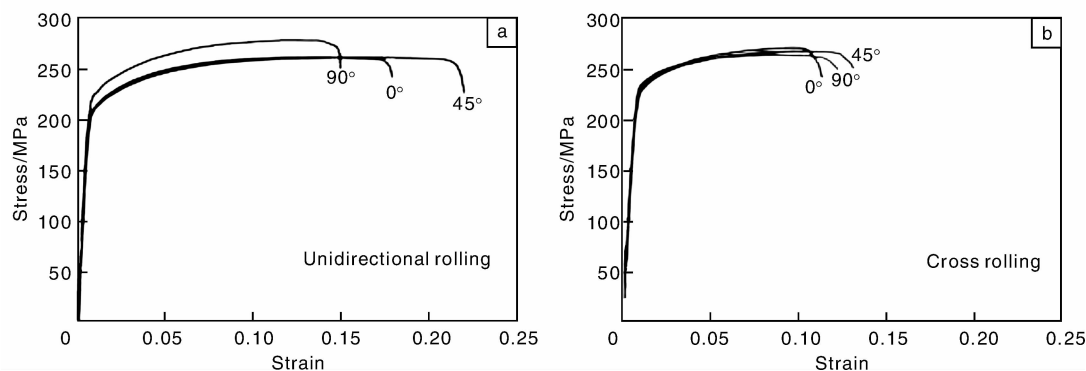


图 12 AZ31 镁合金板材经(a)单向轧和(b)交叉轧后的应力应变曲线

Fig. 12 Stress-strain curves of unidirectional rolled (a) and cross rolled (b) AZ31 sheets at room temperature

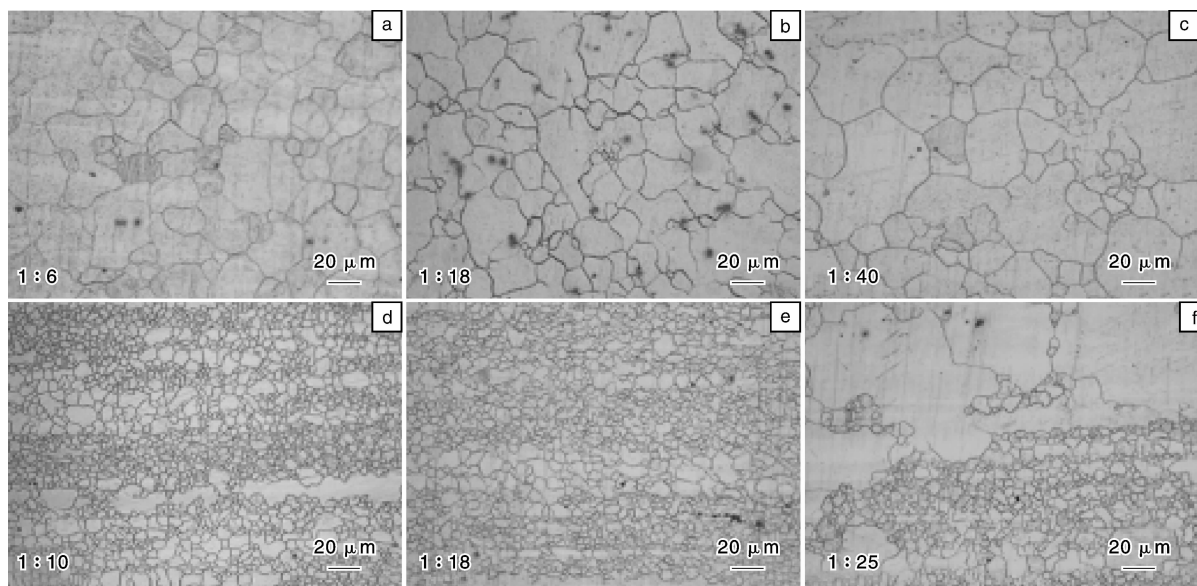


图 13 Mn 含量为 0.29% 的 AZ31 镁合金(a, b, c)和 Mn 含量为 0.45% 的 Z31 镁合(d, e, f)经 400 °C 不同挤压比挤压加工后的金相组织

Fig. 13 Optical microstructure of AZ31 magnesium alloy with different content of Mn: (a, b, c) sample with 0.29% Mn and (d, e, f) sample with 0.45% Mn

5 析出强化合金塑性变形

现有对镁合金塑性变形微观机理方面的研究主要以

成型性较好的商业 AZ 系镁合金为主，然而这些合金成分相对简单的镁合金在强度和热稳定性方面常常不能满足使用要求。以沉淀析出强化为主要强化机制的高性能

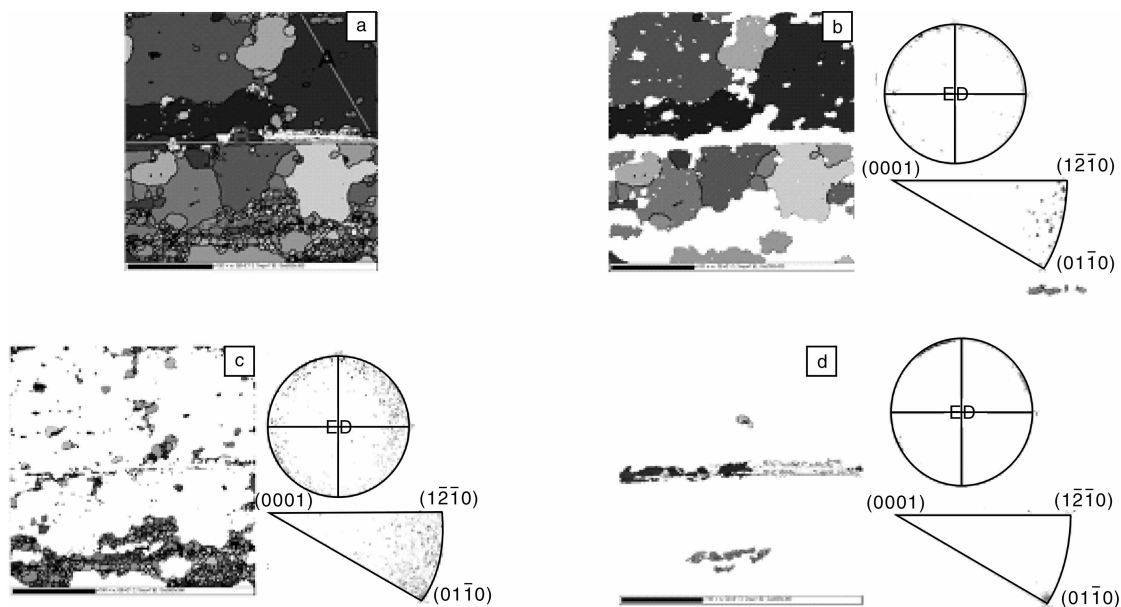


图 14 AZ31 镁合金在 400 °C 挤压比为 1:25 挤压加工后微观组织的分析: (a) 全图, (b) 粗大晶粒组织, (c) 细小晶粒组织, (d) 拉长晶粒组织

Fig. 14 EBSD analysis of AZ31 magnesium alloy extruded at 400 °C with a extrusion ratio of 1:25: (a) Full figure, (b) coarse grains, (c) fine grains, (d) elongated grains

镁合金的制备和加工是将来镁合金工业的发展趋势^[34-42], 因此开展高性能镁合金塑性变形机理方面的研究具有重要的时代意义。在 AZ 系镁合金中, 合金的屈服强度强烈地依靠合金的晶粒尺寸和晶粒取向, 一般认为镁合金的屈服点处的变形机制主要由基面滑移、柱面滑移和 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪生控制, 因此, 变形过程中的位错滑移和孪生变形的竞争会一定程度上影响镁合金的屈服强度^[43-51]。然而, 以沉淀析出强化为主的镁合金中, 除了晶粒尺寸和晶粒取向 2 个影响因素以外, 还有沉淀数量和尺寸等也对屈服强度产生显著影响, 目前对于时效硬化合金变形机制的研究还很不成熟。

位错滑移和孪生变形是镁合金主要的变形机制。本课题组近期在总结镁合金研究领域时发现: 硬度和屈服强度、抗拉强度没有一一对应性, 但是目前尚未见报道产生这种现象的原因。图 15 总结了课题组研究的和文献中 Mg-Gd 合金的硬度和屈服强度。黑色直线表示平均硬度和平均屈服强度的分布趋势。实心符号表示挤压或者轧制态合金, 空心符号表示铸态合金。从图中可以看出, 硬度低的合金也可能具有高的屈服强度, 而硬度高的合金的屈服强度也可能很低。这个现象在 Mg-RE 时效合金中是很常见的。时效镁合金的硬度和强度的这种不对应关系以前很少有人关注和讨论。针对时效镁合金中的强度和硬度不对应的问题, 本课题组证明了(图 16)在时效合金中沉淀的数密度是影响硬度的主要因素,

而晶粒尺寸和晶粒取向对屈服强度产生较大影响, 高硬度产生低屈服强度的原因是在屈服过程中孪生和孪生内部的基面层错造成的^[52]。

在理解稀土镁合金时效强化机制的基础上, 本课题组近期提出了在镁稀土合金中结合挤压、冷变形和低温时效来提高合金的拉伸性能的方法, 成功制备出了 Mg-Gd 基高强度镁合金板材。结合挤压、轧制和 200 °C 时效进行加工的 Mg-14Gd-0.5Zr 合金的屈服强度达到了 440 MPa 以上, 抗拉达到了 480 MPa, 与以往研究的 Mg-Gd 基合金的强度相比具有较大幅度的提高^[53]。挤压合金中呈现完全的再结晶组织, 由于挤压温度较高导致了再结晶比较完全, 晶粒几乎完全为等轴晶, 平均尺寸约为 20 μm , 而轧制合金中出现大量的孪晶, 孪晶以拉伸和双孪晶为主。从织构变化趋势可以知道对于 27 % 轧制合金来说, 位错滑移成为主要的变形方式, 暗示了位错密度显著提高。

图 17 的 TEM 图片说明了沿着 $[0001]$ 方向观察到的合金的第二相的分布, 挤压合金中的 β' 沉淀的平均尺寸长径约为 13.8 nm, 短径 7.2 nm; 而在 27% 轧制合金中的沉淀尺寸长径约为 8.9 nm, 短径 6.8 nm。位错促进沉淀形核的机制主要是: ① 位错提供形核位置来降低体系的弹性应变能(2 相具有完全共格界面); ② 同时位错促进了 Gd 原子的扩散, 提高了扩散几率因子, 有利于形核的进行。证实了可以通过轧制引入位错促进时

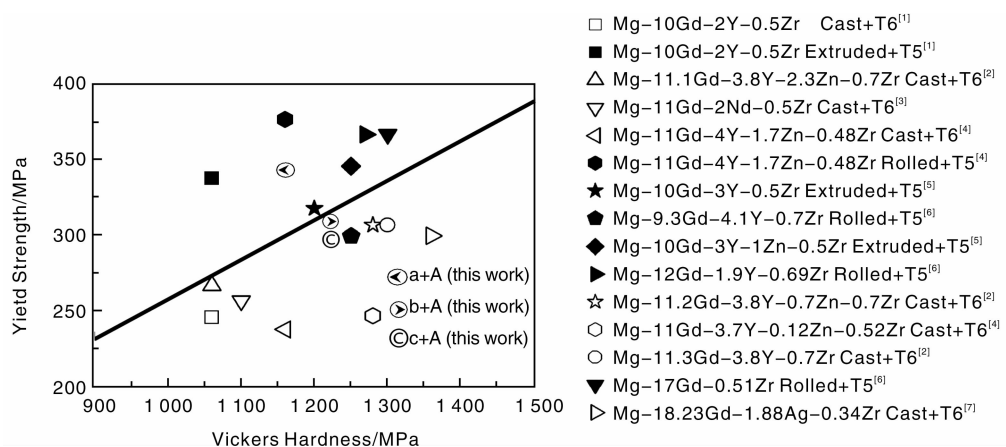


图15 目前国内外研究的 Mg-Gd 基合金硬度和屈服强度对照表(a 代表 450 °C 挤压淬火样品, b 代表 505 °C 挤压淬火样品, c 代表 505 °C 挤压淬火 + 505 °C、30 min 样品, A 代表时效硬度峰值样品)

Fig. 15 Summary of hardness values and mechanical properties of Mg-Gd based alloy prepared by different processes in previous works (a-450 °C extruded + quenching, b-505 °C extruded + quenching, c-505 °C extruded + quenching + at 505 °C for 30 min, and A-samples corresponding to ageing harden peak)

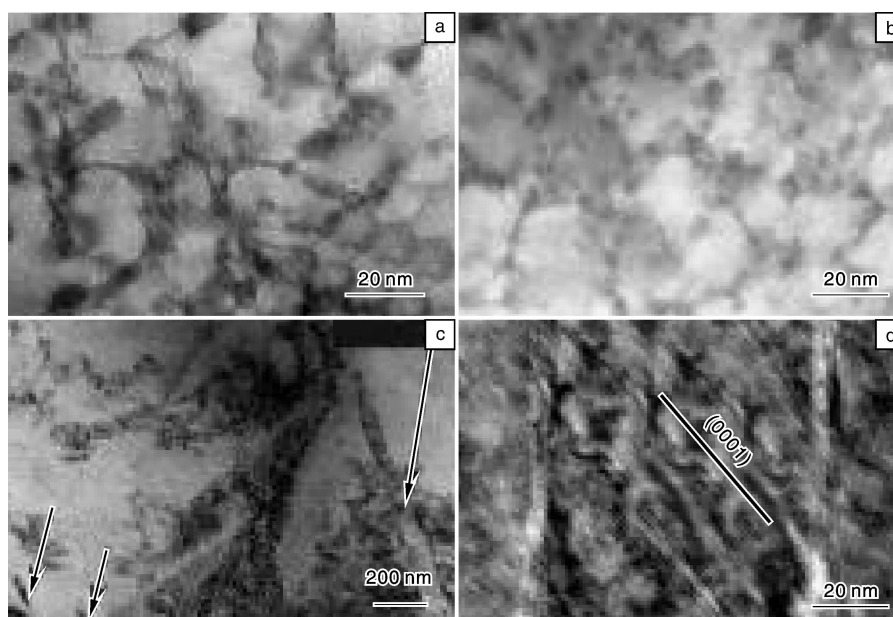


图16 图(a)和(b)分别是 a + A 样品、b + A 样品的时效析出相 β' 分布的透射电镜图片, 入射束// $[0001]$; (c)和(d)是 b + A 样品在拉伸到应变 0.3 % 位置时的孪晶分布的投射图片, 入射束// $[\bar{1}210]$: (a 代表 450 °C 挤压淬火样品, b 代表 505 °C 挤压淬火样品, c 代表 505 °C 挤压淬火 + 505 °C、30 min 样品, A 代表时效硬度峰值样品)

Fig. 16 (a) TEM image of a + A sample, electron beam parallel to $[0001]$, (b) TEM image of b + A sample, electron beam parallel to $[0001]$, (c) TEM image of b + A sample tested at strain of 0.3% in tensile curve. The twin morphology and the electron beam is parallel to the $[\bar{1}210]$ in the matrix and twin, and (d) the magnification of plate-shaped twin in (c)

效析出形核率, 降低析出物的尺寸来增加强度。

本研究的意义在于阐明了影响时效镁合金强度和硬度的控制因素, 解决了镁合金中硬度和屈服强度不对应的基础理论问题, 完备了有关镁合金的塑性变形机制的

基础理论。在阐明时效镁合金塑性变形过程中, 孪晶和位错滑移相互竞争对屈服强度影响的内在规律的同时, 有效地综合利用镁合金多种强化机制, 制备出了超高强度镁合金板材, 为提高时效镁合金强韧化目标、制备高

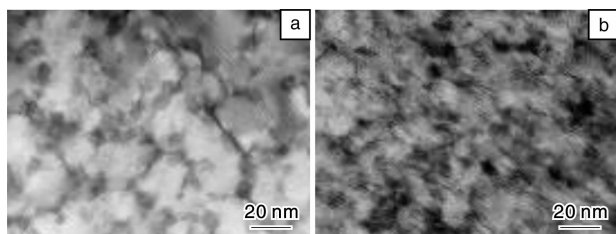


图17 时效析出相分布的透射电镜图片: (a) E + A 试样, (b) E + 27% R + A 试样(入射束平行于镁合金基体 [0001] 方向)

Fig. 17 TEM images of precipitates in matrix in the (a) E + A samples and (b) E + 27% R + A samples. The electron beam is parallel to the [0001] direction of the Mg matrix

性能镁合金、实现镁合金材料微观组织结构调控和性能优化提供了理论基础。

6 总 结

本文重点介绍了镁合金孪生和滑移、单轴压缩和拉伸变形、轧制和挤压变形以及析出强化过程中微观机制的研究进展。

机械孪生作为主要变形机制之一,在镁合金塑性变形过程中起着十分重要的作用,各种孪生与滑移机制的竞争是决定镁合金塑性变形行为的关键因素之一,在拉伸变形样品的大晶粒中发现了二次拉伸孪生的实验现象。高速变形促进了孪生的产生,初始取向对孪生及其种类具有重要影响,同时观察到了不符合 SF 判据的孪生及变体类型。镁合金具有很强的力学行为及应变硬化各向异性,少量 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪生的发生可以造成明显的屈服现象。初始织构影响镁合金轧制过程的微观变形机制,进而显著影响动态再结晶行为。提出了可以通过侧轧预变形来提高镁合金的加工性能的新思路。析出强化镁合金具有与单相镁合金材料不一样的塑性变形行为,这主要与析出相和孪生及滑移的交互作用有关。可以综合利用挤压、冷变形和低温时效等方法提高镁合金的强度。

致谢 感谢作者所在课题组的同事黄光杰、陈兴品、信运昌、李荣广及研究生罗晋如、汪炳叔、王茂银、刘培等对本综述论文撰写所作出的贡献和有益的讨论。

参考文献 References

[1] Bain M Z, Shin K S. Twin Interactions in Magnesium Single Crystals[C]//8th Int Conf on Mag Alloys Appl, Weimar: Germany, 2009: 781-787.
[2] Jain J, Zou J, Sinclair C W, et al. Double Tensile Twinning in a

Mg-8Al-0.5Zn Alloy[J]. *Journal of microscopy*, 2010, DOI: 10.1111/j.1365-2818.2010.03434.x.
[3] Liu P. Observation of Double Tension Twins in AZ31 Mg Alloy. 2011, under preparation.
[4] Nave M D, Barnett M R. Microstructures and Textures of Pure Magnesium Deformed in Plane-Strain Compression[J]. *Scripta Materialia*, 2004, 51: 881-885.
[5] Yoo M. Slip, Twinning, and Fracture in Hexagonal Close-Packed Metals[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1981, 12: 409-418.
[6] Godet S, Jiang L, Luo A A, et al. Use of Schmid Factors to Select Extension Twin Variants in Extruded Magnesium Alloy Tubes[J]. *Scripta Materialia*, 2006, 55: 1055-1058.
[7] Jiang L, Jonas J J, Mishra R K, et al. Twinning and Texture Development in two Mg Alloys Subjected to Loading along Three Different Strain Paths[J]. *Acta Materialia*, 2007, 55: 3899-3910.
[8] Park S H, Hong S G, Lee C S. Activation Mode Dependent $\{10\bar{1}2\}$ Twinning Characteristics in a Polycrystalline Magnesium Alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2010, 62: 202-205.
[9] Barnett M R, Keshavarz Z, Beer A G, et al. Non-Schmid Behaviour during Secondary Twinning in a Polycrystalline Magnesium Alloy[J]. *Acta Materialia*, 2008, 56: 5-15.
[10] Martin E, Capolungo L, Jiang L, et al. Variant Selection during Secondary Twinning in Mg-3% Al[J]. *Acta Materialia*, 2010, 58: 3970-3983.
[11] Jiang J, Godfrey A, Liu W, et al. Identification and Analysis of Twinning Variants during Compression of a Mg-Al-Zn alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2008, 58: 122-125.
[12] Wang B S. Strain Rate and Texture Effects on Microstructural Characteristics of AZ31 Mg Alloy during Compression. 2011, under preparation.
[13] Kelley E W, Hosford W F. Plane-Strain Compression of Magnesium and Magnesium Alloy Crystals[J]. *Transactions of the metallurgical society of aime*, 1968, 242: 6-13.
[14] Koike J. Enhanced Deformation Mechanisms by Anisotropic Plasticity in Polycrystalline Mg Alloys at Room Temperature[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2005, 36: 1689-1696.
[15] Barnett M R. Influence of Deformation Conditions and Texture on the High Temperature Flow Stress of Magnesium AZ31[J]. *Journal of Light Metals*, 2001, 1: 167-177.
[16] Jiang J, Godfrey A, Liu Q. Influence of Grain Orientation on Twinning during Warm Compression of Wrought Mg-3Al-1Zn[J]. *Materials Science and Technology*, 2005, 21: 1417-1422.
[17] Gehrman R, Frommert M M, Gottstein G. Texture Effects on Plastic Deformation of Magnesium[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2005, 395: 338-349.

- [18] Jiang L, Jonas J J, Luo A A, *et al.* Influence of $\{10\bar{1}2\}$ Extension Twinning on the Flow Behavior of AZ31 Mg Alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007, 445–446: 302–309.
- [19] Knezevic M, Levinson A, Harris R, *et al.* Deformation Twinning in AZ31: Influence on Strain Hardening and Texture Evolution[J]. *Acta Materialia*, 2010, 58: 6 230–6 242.
- [20] Wang B S. Effect of Crystal Orientation on the Mechanical Properties and Strain Hardening Behavior of Magnesium Alloy AZ31 During Uniaxial Compression[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2011, in press.
- [21] Agnew S R, Duygulu. Plastic Anisotropy and the Role of Non-basal Slip in Magnesium Alloy AZ31B[J]. *International Journal of Plasticity*, 2005, 21(6): 1 161–1 193.
- [22] Barnett M R, Keshavarz Z, Ma X. A Semianalytical Sachs Model for the Flow Stress of a Magnesium Alloy[J]. *Metallurgical and Materials Transactions a-Physical Metallurgy and Materials Science*, 2006, 37A(7): 2 283–2 293.
- [23] Liu P(刘 培), Xin Y C(信运昌), Liu Q(刘 庆). Plastic anisotropy and fracture behavior of an AZ31 magnesium alloy[J], *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*(中国有色金属学报), 2011, in press.
- [24] Stohr J F, Poirier J P. Etude en Microscopie Electronique Du glissement Pyramidal $\{1122\} <1123>$ dans le Magnesium[J]. *Philosophical Magazine*, 1972, 25(6): 1 313–1 329.
- [25] Styczynski A. Cold Rolling Textures in AZ31 Wrought Magnesium Alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2004, 50(7): 943–947.
- [26] Yoo M H. Non-Basal Slip Systems in HCP Metals and Alloys: Source Mechanisms[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 319–321: 87–92.
- [27] Wang M Y, Xin R L, Wang B S, *et al.* Effect of Initial Texture on Dynamic Recrystallization of AZ31 Mg Alloy during Hot Rolling[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 528: 2 941–2 951.
- [28] Del Valle J A, Ruano O A. Influence of Texture on Dynamic Recrystallization and Deformation Mechanisms in Rolled or ECAPed AZ31 Magnesium Alloy[J]. *Materials science and engineering A*, 2008, 487(1–2): 473–480.
- [29] Xin Y C, Wang M Y, Zeng Z, *et al.* Tailoring the Texture of Magnesium Alloy by Twinning Deformation to Improve the Rolling Capability[J]. *Scripta Materialia*, 2011, in press.
- [30] Chino Y, Lee J-S, Sassa K, *et al.* Press Formability of a Rolled AZ31 Mg Alloy Sheet with Controlled Texture[J]. *Materials Letters*, 2006, 60(2): 173–176.
- [31] Chino Y, Sassa K, Kamiya A, *et al.* Enhancement of Press Formability of Rolled Mg Alloy Sheet by Using Cross Rolling Processes[J]. *Materials Science Forum*, 2007, 539–543: 1 615–1 619.
- [32] Chen X P(陈兴品), Shang D(尚 都), Xiao R(肖 睿), *et al.* Influence of Rolling Ways on Microstructure and Anisotropy of AZ31 Alloy Sheet[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*(中国有色金属学报), 2010, 20: s589–593.
- [33] Li N L. Effect of Extrusion Ratio on Microstructure and Texture Evolution of AZ31 Mg alloy. 2011, under preparation.
- [34] He S M, Zeng X Q, Peng L M, *et al.* Microstructure and Strengthening Mechanism of High Strength Mg-10Gd-2Y-0. 5Zr Alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2007, 427: 316–323.
- [35] Honma T, Ohkubo T, Kamado S, *et al.* Effect of Zn Additions on the Age-Hardening of Mg-2. 0Gd-1. 2Y-0. 2Zr Alloys[J]. *Acta Materialia*, 2007, 55: 4 137–4 150.
- [36] Zheng K Y, Dong J, Zeng X Q, *et al.* Precipitation and its Effect on the Mechanical Properties of a Cast Mg-Gd-Nd-Zr Alloy[J]. *Material Science and Engineering A*, 2008, 489: 44–45.
- [37] Yamada K, Ohkubo Y, Shiono M, *et al.* Alloy Development of High Toughness Mg-Gd-Y-Zn-Zr Alloys[J]. *Materials Transactions*, 2006, 47: 1066.
- [38] Liu X B, Chen R S, Han E H. Effects of Ageing Treatment on Microstructures and Properties of Mg-Gd-Y-Zr Alloys with and without Zn Additions[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2008, 465: 232–238.
- [39] Anyanwu I A, Kamado S, Kojima Y. Aging Characteristics and High Temperature Tensile Properties of Mg-Gd-Y-Zr Alloys[J]. *Materials Transactions*, 2001, 42: 1 206–1 211.
- [40] Yamada K, Hoshikawa H, Maki S, *et al.* Enhanced Age-Hardening and Formation of Plate Precipitates in Mg-Gd-Ag Alloys[J]. *Scripta Materialia*, 2009, 61: 636–639.
- [41] Gao X, Nie J F. Enhanced Precipitation-Hardening in Mg-Gd Alloys Containing Ag and Zn[J]. *Scripta Materialia*, 2008, 58: 619–622.
- [42] Hutchinson C R, Nie J F, Gorsse S. Modeling the Precipitation Processes and Strengthening Mechanisms in a Mg-Al-(Zn) AZ91 Alloy[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2005, 36: 2 093–2 105.
- [43] Barnett M R. A Rationale for the Strong Dependence of Mechanical Twinning on Grain Size[J]. *Scripta Materialia*, 2008, 59: 696–698.
- [44] Chino Y, Kimura K, Mabuchi M. Twinning Behavior and Deformation Mechanisms of Extruded AZ31 Mg Alloy[J]. *Material Science and Engineering A*, 2008, 486: 481–488.
- [45] 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: 4 181–4 192.
- [46] Koike J, Fujiyama N, Ando D, *et al.* Roles of Deformation Twinning and Dislocation Slip in the Fatigue Failure Mechanism of AZ31 Mg Alloys[J]. *Scripta Materialia*, 2010, 63: 747–750.
- [47] Proust G, Tome C N, Jain A, *et al.* Modeling the Effect of Twinning and Detwinning during Strain-Path Changes of Magnesium

-

(From Journal of the American Chemical Society)