第 31 卷第 5 期 Volume 31 Number 5 2021 年 5 月 May 2021

DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36567

Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.4Zr 合金热扭转过程 组织演化规律及变形机理



郑 策^{1,2},程 明¹,张士宏¹

(1. 中国科学院 金属研究所, 沈阳 110016;
 2. 中国科学院大学, 北京 100049)

摘 要:针对固溶态 Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.4Zr 合金,利用金相显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)和电子背 散射衍射(EBSD)技术结合剪应力等效施密特因子计算,系统研究该合金在 350~450 ℃热扭转过程中组织演 化规律及变形机理,为该合金剪切变形工艺的开发提供理论支撑。结果表明: 扭转变形后,该合金原始等 轴晶粒沿着剪切方向被拉长,同时,形成具有剪切特征的变形织构。350 ℃变形时,该合金变形机制以基面 ⟨*a*⟩ 滑移为主,部分晶粒发生拉伸孪晶,孪晶变体的选择满足施密特定律,且当基面 ⟨*a*⟩ 滑移和拉伸孪晶受 抑制时,发生 LPSO 相扭折变形协调应变; 400 ℃变形时,部分晶粒出现二次孪晶,并在孪晶界和扭折界面 发生动态再结晶; 450 ℃变形时,形成变形晶粒和再结晶晶粒的"双模"组织,再结晶织构为随机织构,可 以显著弱化变形织构。

关键词: Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金; 热扭转; 孪晶; 长周有序结构相; 动态再结晶 文章编号: 1004-0609(2021)-05-1188-15 中图分类号: TG146 文献标志码: A

引文格式:郑 策,程 明,张士宏.Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.4Zr 合金热扭转过程组织演化规律及变形机理[J].中 国有色金属学报,2021,31(5):1188-1202.DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36567 ZHENG Ce, CHENG Ming, ZHANG Shi-hong. Microstructure evolution and deformation mechanism of Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.4Zr alloy during hot torsion[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(5): 1188-1202.DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-36567

稀土镁合金不但具有普通镁合金密度低、比强 度/比刚度高、阻尼减震降噪性能优良的特点,还由 于稀土元素的加入,显著提升了高温强度、耐热和 耐腐蚀性能,因此,在航空航天及武器装备领域具 有良好的应用前景^[1-4]。由于 Gd、Y 等稀土元素以 及 Cu、Zn、Ni 等元素的共同存在,在稀土镁合金 中形成一种长周期有序结构相(Long-period stacking order phase, LPSO 相)。该相的存在不仅提高合金 的强度,同时可以延缓裂纹的扩展来提高合金的塑 性^[5-8]。

对于含有稀土元素的 Mg-RE-Zn 系镁合金, LPSO 相是其较为重要的可变形强化相,该相的变 形行为受应力状态的影响显著。当加载轴平行于 (0001)基面压缩时,LPSO 相发生扭折以保证晶内均 匀变形^[9];而在沿着(0001)基面拉伸变形时,LPSO 相扭折受到抑制,晶内出现非基面滑移系开启的变 形情况^[10]。此外,LPSO 相的形貌及其扭折变形对 Mg-RE-Zn 合金的动态再结晶行为影响较大。研究 发现^[11-13],在热挤压过程中,晶界块状LPSO 相周 围塞积位错以粒子激发形核(PSN)机制促进动态再 结晶发生,同时晶内片层状LPSO 相扭折带处可以 激发位错增殖,形成亚晶界,进一步形成再结晶晶 粒。目前,对Mg-RE-Zn 系合金的研究主要集中在 单向压缩^[14-16]、挤压^[17-18]、多向锻造^[19-22]等压应

基金项目:国家重点研发计划政府间国际科技创新合作重点专项(SQ2018YFE011170) 收稿日期: 2020-06-17;修订日期: 2021-03-16

通信作者:程 明,副研究员,博士;电话: 024-83970196; E-mail: mcheng@imr.ac.cn

力状态下的组织演化及变形机理,而关于剪切应力 状态下的研究较少。因此,探讨剪切变形条件下的 Mg-RE-Zn 合金的组织演化规律及变形机理有着重 要的科学意义。

扭转变形是一种较为简单的单向剪切加载方 式,相比较于拉伸和压缩过程,其可以实现较大的 均匀塑性变形,避免拉伸过程中的缩颈和压缩过程 中样品端面摩擦力影响而引起的变形不均匀^[23]。与 其他包含剪切作用的剧塑性变形工艺(如异步轧制 (DSR)^[24]、等通道转角挤压(ECAP)^[25]、高压扭转 (HPT)^[26]等)相比,扭转变形可以更准确地控制变形 温度、应变速率以及变形量,可以实现微观组织与 变形工艺条件的一一对应,有利于组织演化规律和 变形机理的研究。除此之外,随着变形温度的升高, 镁合金中各个滑移系的临界剪切应力会发生明显 的变化^[27],温度对于 Mg-RE-Zn 系镁合金变形机制 影响显著。

因此,本文作者针对 Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.4Zr 合金,利用金相显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM) 和电子背散射衍射(EBSD)技术,研究该合金在不同 温度下热扭转变形时组织、织构演化规律,揭示剪 切变形时该合金的变形机制,为稀土镁合金热加工 过程提供理论支持。

1 实验

1.1 实验材料

实验材料采用铸态 Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金(简称 GWZK114 合金),成分组成为 10.8% Gd、3.93% Y、 1.94% Zn、0.37% Zr (质量分数),其余为 Mg 元 素。原始铸锭在箱式电阻炉中经 500 ℃、16 h 均 匀化退火处理,空冷至室温。固溶后微观组织为 等轴晶组织,平均晶粒尺寸为 73 μm(见图 1(a))。 根据前期的研究工作^[28],可知第二相组成为晶内 片层状 14H-LPSO 相、晶间块状 18R-LPSO 相以 及鱼骨状共晶相 Mg₂₄(Gd,Y)₅(见图 1(b))。固溶态 组织为随机织构(见图 1(c)和(d)),织构强度为 5.74^[29]。



图1 固溶态 GWZK114 合金微观组织

Fig. 1 Microstructures of as-solution treated GWZK114 alloy: (a) Backscatter electron figure; (b) Morphology of second phases; (c) Inverse pole figure^[29]; (d) Pole figure^[29]

1.2 实验方法

热扭转试样在固溶态锭子心部切取,试样具体 形状和尺寸如图 2(a)所示。热扭转实验在自制热扭 转试验机上进行。通过样品表面焊接热电偶(见图 2(b)),并将热电偶与加热控制器连接,可以实现样 品温度的在线检测与反馈控制。热扭转实验温度分 别为 350 ℃、400 ℃、450 ℃,扭转角速度 4 (°)/s(最 大等效应变速率为 0.01 s⁻¹),扭转至样品断裂,扭 转后样品立即取出水淬,以保留变形后组织。

扭转后样品采用电火花线切割沿着纵截面剖 开, 磨抛至镜面。沿着棒状试样的半径方向选取三 个位置进行组织观察(如图 2(c)中红色矩形区域示 意): 分别为 R0(心部), R1.5(中部), R3(边部)。采 用金相显微镜(OM)和扫描电子显微镜(SEM)对变 形后微观组织进行观测。OM 和 SEM 试样在机械磨 抛后,采用腐蚀混合液(1g苦味酸+2mL冰醋酸+2 mL 水+14 mL 酒精)进行化学腐蚀。采用搭载 EBSD 探头的扫描电子显微镜进行织构测试,测试数据使 用 Channel 5 软件进行处理分析。EBSD 试样制备过 程:在经过机械抛光后,采用电解抛光的处理方式, 去除表面的应力层以提高解析率。电解抛光参数 为: 电压 15 V, 温度-30~-35 ℃, 时间 120~150 s, 电解液为10%高氯酸+90%酒精混合液(体积分数)。 EBSD 扫描区域为 550 µm×500 µm, 扫描步长为 $0.8 \ \mu m_{\circ}$

2 结果与讨论

2.1 应力-应变曲线

通过热扭转试验机可以获得350~450 ℃扭转实 验中扭转角度 θ 与扭转力矩 T 的数据(如图 3(a)所 示),参考文献[23],最大半径处的等效应力可以通 过式(1)计算而得。

$$\sigma = \frac{\sqrt{3}T}{2\pi R^3} (3+m+n) \tag{1}$$

式中: *T* 为扭矩; *R* 为样品标距段半径; *m* 为应变 硬化相关系数; *n* 为应变硬化因子。根据文献[30], 假设 *m=n=*0。

根据式(2)和(3)可以计算得到扭转过程中最大 半径处的剪切应变和等效应变。

$$\gamma = 2\pi N R / l \tag{2}$$

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} \tag{3}$$

式中: γ 为剪切应变; N 为扭转圈数; R 为样品标 距段半径(3 mm); l 为样品标距段长度(12 mm); ε 为等效应变。

图 3(b)所示为根据式(1)~(3)计算得到 350~450 ℃扭转过程中的最大半径处(*R*=3 mm)等



图 2 热扭转试样示意图

Fig. 2 Dimensional drawing of torsion sample(a), welding thermocouple sample(b) and schematic diagram of microstructure observation zone(c)

效应力-等效应变曲线。可以看出,在 350 ℃扭转时,应力曲线随着应变量缓慢增加,在等效应变为0.45 时达到应力峰值。进一步变形时,应力值快速下降,说明此时样品发生断裂;对于 400 ℃和 450 ℃的曲线而言,应力增加到达峰值后,出现缓慢下降的趋势,且 450 ℃曲线下降趋势更为明显,应力软化是明显的动态再结晶现象。400 ℃样品在应变为

0.7 时软化停止,发生断裂;450 ℃样品在应变为0.9 时发生断裂。对比3个温度的峰值应力,发现其表现出随着温度的升高而下降的趋势。

2.2 组织演化

图 4 所示为 350~450 ℃扭转后 GWZK114 微观 组织结果。从图 4 中可以看出,样品心部(R0)位置,



图 3 350~450 C扭转时 扭矩-扭转用($I-\theta$)曲线以及等效应力-等效应受(σ - ε)曲线 Fig. 3 Torque-torsion angle ($T-\theta$) (a) and effective stress-effective strain (σ - ε) (b) curves at temperature of 350–450 °C



图 4 不同温度扭转后试样显微组织演化过程(RD: 样品半径方向, AD: 样品轴向方向; 黑色箭头: 孪晶; 红色箭头: 细小再结晶晶粒; 黄色箭头: 再结晶晶粒)

Fig. 4 Microstructures evolutions of torsion samples at different temperatures (RD: radial direction; AD: axial direction; Black arrows: twins; Red arrows: small DRX grains; Yellow arrows: DRX grains)

在 350~450 ℃扭转变形条件下,均为等轴晶组织。 根据式(2)和(3)可知,扭转过程中试样心部位置的剪 切应变和等效应变为 0。在 350 ℃扭转时,随着应 变量的增加,晶粒沿着剪切方向被拉长,同时,在 部分晶粒晶界附近可以观察到细小的"竹叶状" 孪晶(如图 4(b)和(c)中黑色箭头所示),孪晶片层向 晶内生长扩展。在 400 ℃扭转时,晶粒在被拉长的 同时,在晶界附近可以观察到细小的等轴晶晶粒(如 图 4(f)中红色箭头所示),说明在此温度下, GWZK114 合金开始发生动态再结晶。450 ℃扭转 时,可以在变形晶界附近观察到明显的等轴晶晶粒 (如图 4(h)和(i)中黄色箭头所示),且随着变形量的 增加,等轴晶晶粒的面积分数不断增加,呈现出 "双模"组织的特征,即粗大拉长的变形晶粒与细 小等轴的再结晶晶粒的混合组织。

图 5 所示为 350~450 ℃热扭转变形后样品不同

位置的 SEM 像。通过 SEM 像可以更加清晰地观察 到 LPSO 相的扭折情况,以及 LPSO 相与孪晶和 DRX 晶粒之间的关系。从图 5 中可以看出, 350 ℃ 变形时,LPSO 相发生多次较大角度扭折,且随着 变形量的增加,扭折程度增大,最大扭折角度为 42°;在 LPSO 扭折带附近的基体中并未观察到孪晶 片层的存在。相反,在无 LPSO 扭折带的晶粒内部 观察到交叉孪晶片层,而且这些孪晶片层穿过了晶 内片层状 LPSO 相,如图 5(c)所示。从图 5(b)中也 可看到,孪晶萌生于晶界附近,并向晶内扩展。随 着变形温度升高到 400 ℃, LPSO 相扭折的角度减 小, 仅为 25°, 在晶界附近可以观察到细小的再结 晶晶粒。当变形温度升高到 450 ℃时, LPSO 相仅 发生轻微扭折(弯曲),扭折角度为17°。晶间的LPSO 相周围可以观察到大量的 DRX 晶粒, 且随着变形 量的增加, DRX 晶粒的数量增多。



图 5 热扭转后试样的 SEM 像

Fig. 5 SEM images of samples after hot torsion

2.3 热扭转织构情况

图 6 所示为 350~450 ℃热扭转后 R3(边部)位置 EBSD 结果,图中黑色细实线为高角度晶界(HAGB, 10°~90°), 白色细实线为低角度晶界(LAGB, 2°~10°)。从图 6(a)、(d)和(g)可以看出,3 个温度扭 转变形时,晶粒均沿着剪切方向拉长,该结果与图 4 金相显微组织的结果相吻合。在 350 ℃扭转时, 仅观察到拉长的变形晶粒,未观察到等轴的动态再 结晶晶粒。同时,在一些粉色取向(如图 6(a)中 M1、 M3 所示)或者紫色取向(如图 6 中 M2 所示)晶粒内 部观察到交叉的孪晶片层。通过旋转轴和与基体的 取向差角识别,可知这些孪晶片层为拉伸孪晶,如 图 6(b)中红色实线标出 86.3° (1120) 孪晶界。在 400 ℃扭转时,除了拉长的变形晶粒之外,可以看 到晶界附近有一些细小的再结晶组织或者白色细 线围成的亚结构组织,在少数晶粒内部观察到孪晶 片层,并在孪晶片层内部发现大量小角度晶界和再 结晶晶粒,如图 6(d)和(e)所示。在 450 ℃扭转时, 可以在晶界附近观察到明显的等轴晶晶粒,这些晶 粒呈现一种"项链状"结构,通过晶粒信息数据统 计,计算得到动态再结晶分数为 21.88%,再结晶晶 粒尺寸为 5.72 µm,如图 6(g)和(h)所示。

图 6(c)、(f)和(i)所示为 350~450 ℃扭转后的 {0001}极图,其代表扭转变形后的织构情况。不同 于压缩变形后的典型"基面"织构^[31],热扭转后形 成的织构类型并非集中在极图的某个方向,极图中 峰值点散布在{0001}极图赤道圆四周。350 ℃变形 时,{0001}极图的峰值点在极图三四象限分布较



图 6 不同温度热扭转变形后样品 R3 位置 EBSD 组织图片和 {0001} 极图

Fig. 6 EBSD results and {0001} pole figures of position R3 on samples after hot torsion at different temperatures

多,且多集中在极图赤道外圆。随着变形温度的增加,织构类型变化较小,织构强度从15.48(350℃) 降为8.58(450℃)。除此之外,根据图6(g)可知,动 态再结晶晶粒均为随机织构取向(晶粒颜色代表其 取向),可以有力弱化变形织 构^[32],因此,450℃ 织构强度较低与动态再结晶随机取向弱化效果有 关。

3 分析与讨论

根据图 4~6 的实验结果可知,在 350~450 ℃扭转变形时,GWZK114 合金表现出了孪晶、孪晶诱导再结晶以及动态再结晶行为,下面将针对这 3 种行为具体细致分析,以解释该合金在热扭转变形过程中的变形机理。

3.1 孪晶行为

镁合金由于低温变形时,可开启滑移系较少, 无法协调 c 轴方向的应变,因此,孪晶变形为其低 温变形的主要变形机制。从图 4(c)中金相组织可以 看出,在 350 ℃变形时,GWZK114 合金有少数晶 粒发生孪晶变形。结合图 6(a)可以发现,图中深粉 色取向和紫色取向晶粒内部可以观察到交叉的孪 晶片层,而绿色取向和蓝色取向晶粒多为变形晶 粒,未观察到孪晶片层。为了进一步分析其孪晶变 形行为,选取图 6 中标识的 3 个特征晶粒(M1、M2、M3)进行详细分析。

根据文献[33]可知, 86.3°为拉伸孪晶(Extension twin, ET)的特征孪晶界角度,考虑到拉伸孪晶发生 后,基体和孪晶在后续的变形过程中均会发生滑移 而导致晶体学旋转等,因此,拉伸孪晶与基体之间 的取向差角并非严格的 86.3°,存在±5°的误差。图 7(a)~(c)的左图中标出了这些孪晶界的取向差角,从 数据结果上可以说明3个变形晶粒内部孪晶均为拉 伸孪晶。镁合金作为一种密排六方结构(HCP)金属 材料,根据晶体学对称性,其拉伸孪晶存在6个几 何上的等效变体。根据基体发生孪晶理想变体的取 向,与实验孪晶取向相对比,在{0001}极图中位置 吻合则说明相应孪晶变体启动。图7中右侧{0001} 极图分别绘制出基体的理想孪晶变体取向位置(如 图 7 中 ET1-ET6 所示)与实验开启孪晶在极图中位 置(Twin1、Twin2、Twin3)。结果表明, Twin1 孪晶 为孪晶变体ET6,Twin2孪晶为孪晶变体ET2,Twin3 孪晶为孪晶变体 ET3。

在单向加载条件下,镁合金中孪晶开启及变体 选择与滑移系开启相同,均遵循施密特定律(Schmid law),即施密特因子(Schmid factor)值最大的变体启 动^[34-35]。由于传统的施密特因子计算方法,仅仅限 于计算单轴拉伸和压缩应力状态下的施密特因子 值,无法用于纯剪应力状态下的施密特因子值计



图 7 350 ℃扭转时孪晶行为分析

Fig. 7 Behavior analysis of twinning at 350 °C: (a) Grain M1; (b) Grain M2; (c) Grain M3

算。因此, CHEN 等^[36]提出了复杂应力状态(包含纯 剪应力)下等效施密特因子(Effective Schmid factor, ESF)计算方法, ESF 可以解释和预测包含剪切应力 作用的复杂应力状态下的变形机制, 其表达式如式 4 所示。

$$\bar{m}^{(\beta)} = \begin{cases} \frac{|\sigma:m|}{\bar{\sigma}} & \Re \delta \\ \frac{\sigma:m}{\bar{\sigma}} & \varphi \equiv B \\ \hline \end{array}$$
(4)

式中: σ 为加载应力矩阵; σ 为对应的等效应力; *m* 为 Schmid 因子张量矩阵,区别正应力和剪切应 力,其计算表达式如下:

$$m_{ij}^{(\beta)} = \begin{cases} (\boldsymbol{g}_{i} \cdot \boldsymbol{n}^{(\beta)})(\boldsymbol{g}_{j} \cdot \boldsymbol{b}^{(\beta)}) & \stackrel{\text{tr}}{=} \boldsymbol{\sigma}_{ij} \boldsymbol{\oplus} i = j \\ \sqrt{1 - (\boldsymbol{g}_{j} \cdot \boldsymbol{n}^{(\beta)})^{2}}(\boldsymbol{g}_{j} \cdot \boldsymbol{b}^{(\beta)}) & \stackrel{\text{tr}}{=} \boldsymbol{\sigma}_{ij} \boldsymbol{\oplus} i \neq j \end{cases}$$
(5)

式中: **g**_i和**g**_j为笛卡尔坐标系下沿着 *i*和 *j*方向的 单位矢量(*i*, *j*=1, 2, 3)。

归一化处理的滑移(孪生)面法向和滑移(孪生)方向。

在计算 ESF 时,需要考虑扭转过程中,晶粒在 样品坐标系中的刚性转动,即晶粒的欧拉角会随着 样品扭转过程发生改变。图 8(a)~(c)通过示意图阐 明了扭转过程中 M1、M2、M3 晶粒的晶体学取向 变化。实验中通过 EBSD 得到的是扭转变形后 M1、 M2、M3 晶粒的欧拉角,其在{0001}极图位置如图 8(b)所示。通过晶体学旋转(绕 y 轴旋转 180°)得到了 变形前 M1'、M2'、M3'晶粒的欧拉角,其在{0001}

极图位置如图 8(c)所示。利用变形前 M1'、M2'、 M3′三个晶粒的欧拉角进行扭转过程(扭转角度 0°~180°)中的 ESF 计算,其结果如图 9(a)~(f)所示。 从图 9(a)中可以看出, M1 晶粒在扭转 0°~ 60°时, 基面 〈a〉 和柱面 〈a〉 滑移系的 ESF 值(0.4~0.5)较大, 拉伸孪晶的 ESF 值较小(-0.1~0.4), 基面 (a) 滑移的 临界剪切应力相对较低[37],此时晶粒变形以位错滑 移为主;而扭转角度在 60°~180°,拉伸孪晶的 ESF 值增加较快,超过了基面 (a) 和柱面 (a) 滑移系的 ESF 值,此时晶粒变形以拉伸孪晶为主,ESF 值最 大的孪晶变体为 ET6(如图 9(b)所示)。同理可以判 断, 晶粒 M2 和 M3 在扭转过程中拉伸孪晶作为主 要变形方式时, ESF 值最大的孪晶变体分别为 ET2 和 ET3。结果表明, M1、M2、M3 晶粒激发的孪晶 变体选择均为施密特因子值最大的变体,说明该合 金在 350 ℃变形时,其孪晶行为遵循施密特定律。

此外,SHAO 等^[38]研究发现,当晶内片层状 LPSO 相的尺寸小于 12 nm 时可以有效抑制孪晶的 产生。由于本文研究的 GWZK114 合金的初始组织 中片层状 LPSO 相较为稀疏,孪晶的发生并未得到 有效抑制。但 LPSO 相的扭折变形与孪晶之间存在 制约关系。在扭转变形时,发生孪晶的晶粒内部并 未观察到 LPSO 相的扭折变形(见图 5(b)),而未激 发孪晶的晶粒内部存在 LPSO 相扭折,说明当滑移 与孪晶均被抑制的情况下 LPSO 相扭折发生^[39]。因 此,在扭转变形时,当晶粒取向不利于基面 〈a〉 滑 移启动,将会发生拉伸孪晶协调变形;如果孪晶变 形依然被抑制,则会发生 LPSO 相扭折协调变形。





Fig. 8 Schematic diagram of rotation of microstructure observation area: (a) Schematic diagram of torsion process; (b) {0001} pole figure after torsion for grains M1, M2, M3; (c) {0001} pole figure before torsion for grains M1, M2, M3



图 9 剪切应力状态下等效施密特因子值(ESF)计算结果、基面 〈a〉、柱面 〈a〉 滑移系和拉伸孪晶 ESF 最大值计算结果 以及 ET1-ET6 孪晶变形 ESF 计算结果

Fig. 9 Effective Schmid factor results under shear stress, maximum ESF values of basal $\langle a \rangle$, prismatic $\langle a \rangle$ slip system and extension twinning for different grains((a), (c), (e)) and ESF values of ET1-ET6 for different grains((b), (d), (f)): (a), (b) M1; (c), (d) M2; (e), (f) M3

综上可知,在350 ℃扭转变形时,大多数晶粒以基面 ⟨*a*⟩ 滑移为主,少数晶粒开启孪晶变形,当基面 ⟨*a*⟩ 滑移和拉伸孪晶均受抑制时则发生 LPSO 相扭 折以协调晶内塑性应变。

3.2 孪晶诱导再结晶行为

低温变形时,镁合金交叉的孪晶片层,或者在

孪晶内部产生细小的孪晶片层分割。这些亚结构在 退火过程中,或者继续高温变形时,会成为再结晶 晶粒的核心,这是传统的孪晶诱导再结晶的形核方 式。而在中温变形时,变形初期阶段形成的孪晶, 在后续变形过程中,其内部会积累大量位错。在温 度的作用下,高密度位错为动态再结晶的发生提供 了有利条件,因此,可以在孪晶内部发生动态再结 晶(TDRX)^[40]。拉伸孪晶由于内部⟨a⟩位错较少而难 以发生动态再结晶^[41-42]。相比于拉伸孪晶,压缩孪 晶和二次孪晶内部更容易聚集位错,发生动态再结 晶。GWZK114 合金在 400 ℃扭转变形后,变形组 织中观察到类似 TDRX 现象,如图 6(d)所示,现分 析 GWZK114 合金发生 TDRX 变形机理。

选取两个特征晶粒(M4、M5)进行详细分析, 其结果如图 10 所示。粗大的变形晶粒 M4 被片层组 织分割,且在这些片层里面可以观察到低角度晶界 LAGB(白色细实线)。在 Channel 5 软件中通过旋转 轴 (1120) 和取向差角(38°±5°)标定该片层的晶界类 型为 38° (1120) 二次孪晶界(图 10(b)中粉色实线标 出),同时在片层组织里面,可以看到局部取向差角 (KAM)较大(如图 10(c)所示),说明二次孪晶内部位 错密度较高。较高密度的位错,在孪晶界附近聚集, 形成低角度晶界,进而形成细小的再结晶晶粒。

M5 晶粒同样观察到类似孪晶的片层组织 (Twin5),晶界的取向差角分别为12.6°、42.2°、23.7°, 这些角度虽部分接近二次孪晶角度(38°±5°),但旋 转轴不符合(1120),未被 Channel 5 软件识别为二 次孪晶界,说明这些高角度晶界并非孪晶界。根据 图 10(e)所示,晶粒内部可以看到细小片层状 LPSO 相,片层状 LPSO 相附近存在高角度晶界 HAGB(黑 色实线)和低角度晶界 LAGB(白色实线)。不同于 M4 晶粒, M5 晶粒中高角度晶界为 LPSO 相扭折界 面, 扭折界面附近位错塞积和应力集中为动态再结 晶形核和长大提供足够的能量, 如图 10(f)中蓝色箭 头所示。

3.3 动态再结晶行为

如图 4(i)和 6(g)所示,当扭转变形温度提高到 450 ℃, GWZK114 合金发生明显的动态再结晶现 象,再结晶平均晶粒尺寸为 5.72 µm,且不同尺寸 的块状 LPSO 相周围的动态再结晶情况差异明显, 其中区域R1和区域R2较为典型(其局部放大图如图 11 所示)。从图 11(a)中晶界附近的颜色变化(蓝色至 浅绿色)可以看出,这些小角度晶界附近的基体晶格 取向发生一定的旋转。块状 LPSO 相作为颗粒尺寸 大于 1 µm 的第二相,在变形过程中位错较难通过 切过或者绕过的方式穿过,因此,在其周围容易塞 积较多位错,这些位错达到一定数量后,会发生动 态回复,形成亚结构或者低角度晶界,如图 11(a) 中黑色箭头所示。以上可说明晶界块状 LPSO 相通 过颗粒激发形核机制(PSN)促进动态再结晶过程的 发生,与文献[43]报道规律一致。在图 11(d)所示的 R2区域内,破碎的块状LPSO相(图中黑色块状组织) 周围发生完全的动态再结晶过程。在热扭转变形过 程中,一方面动态再结晶晶粒在块状 LPSO 相周围





Fig. 10 DRX behavior of twinning grain at 400°C: (a) M4, inverse pole figure; (b) M4, band contrast figure; (c) M4, local misorientation figure; (d) M5, inverse pole figure; (e) M5, band contrast figure; (f) M5, local misorientation figure



图 11 GWZK114 合金 450 ℃动态再结晶行为分析

Fig. 11 DRX behavior of GWZK114 alloy at 450 °C: (a) R_1 area, inverse pole figure; (b) R_1 area, {0001} pole figure; (c) R_1 area, misorientation distribution; (d) R_2 area, inverse pole figure; (e) R_2 area, {0001} pole figure; (f) R_2 area, {0001} pole figure with contour

形成;另一方面随着变形过程的进行,连续的块状 LPSO 相开始发生扭折和碎化,碎化的 LPSO 相进 一步促进动态再结晶过程发生。文献[44]指出,在 PSN 机制中,较小的第二相对动态再结晶促进效果 更显著。

除了晶界块状 LPSO 相之外, 晶内片层状 LPSO 相对动态再结晶过程也起到一定作用。图 11(a)中的 绿色晶粒内部, 可以看到有一些"短链状"晶粒(晶 粒 16、17、18)向晶内生长, 这些晶粒均生长在两 个片层状 LPSO 相之间。片层状 LPSO 相阻碍位错 的运动, 塞积在其周围的位错, 在后续变形过程中 形成再结晶晶粒。这些再结晶晶粒由于片层状 LPSO 相的存在阻碍了晶界的迁移, 从而抑制其沿 着周向的长大, 故其沿着长度方向生长为"短链 状"。由此可知, 晶内片层状 LPSO 相促进动态再 结晶形核的同时抑制动态再结晶晶粒的长大。

相比于 350 ℃和 400 ℃,450 ℃变形组织的织 构强度最低(如图 6(i)所示)。众所周知,动态再结晶 是弱化镁合金变形织构的有利措施。图 11(b)在 {0001}极图上绘制出 *R*₁ 区域内变形晶粒(Matrix)以 及再结晶晶粒的(1~18)的取向图。从图 11(b)中可以 看出,再结晶晶粒取向几乎分布在极图的四个象 限,呈现随机分布的特点。从图 11(c)的取向差统计 结果可知,再结晶晶粒与基体之间取向差角在 10°~90°区间内均有分布,85°~90°的取向差角占比 较大,说明再结晶晶粒取向的随机性。PSN 机制激 发的再结晶核心为随机形核,导致了再结晶晶粒的 取向随机性^[45]。图 11(e)和(f)同样可以看出,再结晶 晶粒与变形晶粒在 {0001} 极图中位置分布差别较 大,且再结晶晶粒的织构强度较弱,再结晶织构会 对变形织构可以较大程度地弱化。

3.4 变形机理讨论

根据以上结果及讨论,图 12 所示为不同温度 (350、400、450℃)扭转变形时,GWZK114 合金的 变形机理示意图。从图 12 中可以看出,350℃变形 时,由于变形温度较低,主要是以基面 ⟨a⟩ 滑移为 主,在某些基面滑移系开启困难的晶粒内部可以观 察到拉伸孪晶产生;拉伸孪晶产生于晶界并向晶内 扩展。在剪应力变形条件下,片层状 LPSO 相发生





Fig. 12 Schematic diagram of deformation mechanisms of GWZK114 alloy at torsion temperature of 350 $^{\circ}C(a)$, 400 $^{\circ}C(b)$ and 450 $^{\circ}C(c)$

扭折变形,这些扭折变形随着变形量增加而程度加 剧。在400℃变形时,变形初期,晶内可以观察到 孪晶片层的产生,以及片层状 LPSO 相扭折。随着 变形量的增加,孪晶内部产生细小的再结晶晶粒, 且 LPSO 相扭折界面和晶界附近均可以观察到动态 再结晶晶粒,说明400℃扭转变形时 GWZK114 合 金开始发生动态再结晶。在450℃变形时,各个滑 移系的临界剪切应力差距较小^[46],因此,非基面滑 移系大量开启,非基面滑移系的开启抑制 LPSO 相 扭折行为的发生。在变形过程中,位错将塞积在块 状 LPSO 相周围,形成亚结构,最终形成动态再结 晶晶粒。块状 LPSO 相以 PSN 机制促进动态再结晶 过程发生,形成"项链状"组织。晶内的"短链状"细晶带,是由于晶内片层状 LPSO 相通过扭折 促进动态再结晶过程发生,而其本身可以抑制动态 再结晶晶粒的长大。"项链状"组织和"短链状" 晶粒均为连续动态再结晶(CDRX)机制形成。

4 结论

1) 温度对 GWZK114 合金扭转变形组织影响 较大: 350 ℃扭转变形组织为伸长的变形晶粒、剧 烈扭折的 LPSO 相以及少量拉伸孪晶片层; 400 ℃ 扭转变形组织为拉长的变形晶粒、扭折的 LPSO 相、 晶界附近细小的再结晶晶粒以及孪晶片层内部再 结晶晶粒;450 ℃扭转变形组织为典型的"双模组 织"即拉长的变形晶粒、晶界附近的等轴再结晶晶 粒,在变形晶粒内部可以观察到少量的"短链状" 晶粒。

2) 扭转变形后,得到了分布在极图三四象限的 扭转织构,且随着变形温度的升高,织构强度不断 降低,变形织构的降低主要是因为450℃下动态再 结晶晶粒的随机织构对变形织构的弱化作用。

3)不同温度扭转变形时,GWZK114 合金开启 不同变形机制:350 ℃扭转过程中基面 ⟨a⟩ 滑移为主 要变形机制,部分晶粒开启拉伸孪生变形,孪晶变 体选择遵循施密特定律,同时 LPSO 相扭折行为受 到基面滑移和拉伸孪晶的影响;400 ℃扭转变形时, 多种滑移系开启,且发现二次孪晶界和 LPSO 相扭 折晶界促进动态再结晶发生;450 ℃扭转变形时, 晶界块状 LPSO 相以 PSN 机制诱发再结晶形核,加 速动态再结晶过程的发生,晶内片层状 LPSO 相促 进动态再结晶形核的同时抑制再结晶晶粒长大。

REFERENCES

 丁文江. 镁合金科学与技术[M]. 北京: 科学出版社, 2007: 365.

DING Wen-jiang. The science and technology of Mg alloy[M]. Beijing: Science Press, 2007: 365.

- [2] 吴国华,陈玉狮,丁文江.高性能镁合金凝固组织控制研究现状与展望[J].金属学报,2018,54(5):637-646.
 WU Guo-hua, CHEN Yu-shi, DING Wen-jiang. Current research and future prospect on microstructures controlling of high performance magnesium alloys during solidification[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2018, 54(5): 637-646.
- [3] 吴国华,陈玉狮,丁文江. 镁合金在航空航天领域研究应 用现状与展望[J]. 载人航天, 2016, 22: 281-292.
 WU Guo-hua, CHEN Yu-shi, DING Wen-jiang. Current research, application and future prospect of magnesium alloys in aerospace industry[J]. Manned Spaceflight, 2016, 22: 281-292.
- [4] POLLCK T M. Weight loss with magnesium alloys[J]. Science, 2010, 328(5981): 986–987.
- [5] ZHANG Y H, CHENG S D, FANG C F, et al. Effect of deformation and post-annealing on microstructure and mechanical properties of long-period stacking ordered phase in Mg₈₈Ni₅Y₇ alloy[J]. Materialia, 2020, 9: 100551.

- [6] LYU J, KIM J, LIAO H, et al. Effect of substitution of Zn with Ni on microstructure evolution and mechanical properties of LPSO dominant Mg-Y-Zn alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2020, 773: 138735.
- [7] SHI B Q, ZHAO L Y, CHEN D C, et al. Characterization of a novel 14H-LPSO structure and related elevated-temperature mechanical behaviors in an extruded Mg-Y-Zn-Cu alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2020, 772: 138786.
- [8] ZHU Y M, MORTON A J, NIE J F. The 18R and 14H long-period stacking ordered structures in Mg-Y-Zn alloys[J]. Acta Materialia, 2010, 58(8): 2936–2947.
- [9] SHAO X H, YANG Z Q, MA X L. Strengthening and toughening mechanisms in Mg-Zn-Y alloy with a long period stacking ordered structure[J]. Acta Materialia, 2010, 58(14): 4760–4771.
- [10] CHEN R, SANDLOBES S, ZENG X, et al. Room temperature deformation of LPSO structures by non-basal slip[J]. Materials Science and Engineering A, 2017, 682: 354–358.
- [11] XU C, NAKATA T, QIAO X, et al. Effect of LPSO and SFs on microstructure evolution and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy[J]. Scientific Reports, 2017, 7: 40846.
- [12] LIU W, ZHANG J, WEI L, et al. Extensive dynamic recrystallized grains at kink boundary of 14H LPSO phase in extruded Mg₉₂Gd₃Zn₁Li₄ alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2017, 681: 97–102.
- [13] LIU H, JU J, YANG X M, et al. A two-step dynamic recrystallization induced by LPSO phases and its impact on mechanical property of severe plastic deformation processed Mg97Y2Zn1 alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 704: 509–517.
- [14] ZHANG D X, TAN Z, HUO Q, et al. Dynamic recrystallization behaviors of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy with different morphologies and distributions of LPSO phases[J]. Materials Science and Engineering A, 2018, 715: 389–403.
- [15] ZHOU X J, LIU C, GAO Y, et al. Hot compression behavior of the Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy filled with intragranular long-period stacking ordered phases[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 724: 528–536.
- [16] XU C, PAN J P, NAKATA T, et al. Hot compression deformation behavior of Mg-9Gd-2.9 Y-1.9 Zn-0.4 Zr-0.2 Ca (wt%) alloy[J]. Materials Characterization, 2017, 124: 40-49.
- [17] XU C Y, ZHENG M Y, XU S W, et al. Ultra high-strength Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy sheets processed by large-strain hot rolling and ageing[J]. Materials Science and Engineering A, 2012, 547: 93–98.

- [18] YAN Z, ZHANG Z, LI X, et al. A novel severe plastic deformation method and its effect on microstructure, texture and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 822: 153698.
- [19] DONG B, ZHANG Z, YU J, et al. Microstructure, texture evolution and mechanical properties of multi-directional forged Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5 Zr alloy under decreasing temperature[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 823: 153776.
- [20] RAMEZANI S M, ZAREIHANZAKI A, ABEDI H R, et al. Achievement of fine-grained bimodal microstructures and superior mechanical properties in a multi-axially forged GWZ magnesium alloy containing LPSO structures[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 793: 134–145.
- [21] SHAH S S A, WU D, CHEN R S, et al. Static recrystallization behavior of multi-directional impact forged Mg-Gd-Y-Zr alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 805: 189–197.
- [22] 张 阳, 邵建波, 陈 韬, 等. Mg-5.6Gd-0.8Zn 合金多向 锻造过程中的变形机制及动态再结晶[J]. 金属学报, 2020, 56(5): 723-735.
 ZHANG Yang, SHAO Jian-bo, CHEN Tao, et al. Deformation mechanism and dynamic recrystallization of Mg-5.6Gd-0.8Zn alloy during multi-direction forging[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2020, 56(5): 723-735.
- [23] BISWAS S, BEAUSIR B, TOTH L S, et al. Evolution of texture and microstructure during hot torsion of a magnesium alloy[J]. Acta Materialia, 2013, 61(14): 5263–5277.
- [24] WATANABE H, MUKAI T, ISHIKAWA K. Effect of temperature of differential speed rolling on room temperature mechanical properties and texture in an AZ31 magnesium alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 182(1/3): 644–647.
- [25] LI B, TENG B, CHEN G. Microstructure evolution and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy during equal channel angular pressing[J]. Materials Science and Engineering A, 2019, 744: 396–405.
- [26] LI Y, QU C, WANG J, et al. Exceptional aging hardening behaviour of nanocrystalline Mg-Y-Nd-Gd-Zr alloy prepared by high pressure torsion[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 813: 152123.
- [27] BARNETT M R. A Taylor model based description of the proof stress of magnesium AZ31 during hot working[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2003, 34(9): 1799–1806.
- [28] ZHANG H X, CHEN S F, CHENG M, et al. Modeling the dynamic recrystallization of Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.4Zr alloy

considering non-uniform deformation and LPSO kinking during hot compression[J]. Acta Metallurgica Sinica(English Letters), 2019, 32(9): 1122–1134.

- [29] ZHENG C, CHEN S F, WANG R X, et al. Effect of hydrostatic pressure on LPSO kinking and microstructure evolution of Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.5 Zr alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2020, 34(2): 248–264.
- [30] YU J, ZHANG Z, XU P, et al. Dynamic recrystallization behavior of Gd-containing Mg alloy under torsion deformation[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 787: 239–253.
- [31] JIANG M G, XU C, YAN H, et al. Unveiling the formation of basal texture variations based on twinning and dynamic recrystallization in AZ31 magnesium alloy during extrusion[J]. Acta Materialia, 2018, 157: 53–71.
- [32] TONG L B, LI X, ZHANG D P, et al. Dynamic recrystallization and texture evolution of Mg-Y-Zn alloy during hot extrusion process[J]. Materials Characterization, 2014, 92: 77–83.
- [33] 宋广胜,陈强强,徐 勇,等. AZ31 镁合金变路径压缩的 力学性能和孪晶机制[J]. 中国有色金属学报, 2016, 26(9): 1869–1877.
 SONG Guang-sheng, CHEN Qiang-qiang, XU Yong, et al.

Twinning mechanism and mechanical property of AZ31 magnesium alloy during multi-paths compressions[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2016, 26(9): 1869–1877.

- [34] HONG S G, PARK S H, LEE C S. Role of {1012} twinning characteristics in the deformation behavior of a polycrystalline magnesium alloy[J]. Acta Materialia, 2010, 58(18): 5873–5885.
- [35] 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(2): 122-125.
- [36] CHEN S F, SONG H W, ZHANG S H, et al. An effective Schmid factor in consideration of combined normal and shear stresses for slip/twin variant selection of Mg-3Al-1Zn alloy[J]. Scripta Materialia, 2019, 167: 51–55.
- [37] SITDIKOV O, KAIBYSHEV R. Dynamic recrystallization in pure magnesium[J]. Materials Transactions, 2001, 42(9): 1928–1937.
- [38] SHAO X H, ZHENG S J, CHEN D, et al. Deformation twinning induced decomposition of lamellar LPSO structure and its re-precipitation in an Mg-Zn-Y alloy[J]. Scientific Reports, 2016, 6(1): 1–9.
- [39] MATSUMOTO T, YAMASAKI M, HAGIHARA K, et al.

- [40] 石晶晶, 叶 朋, 崔凯旋, 等. 孪晶诱发的 AZ31 镁合金 静态再结晶行为[J]. 材料工程, 2018, 46(11): 134-140.
 SHI Jing-jing, YE Peng, CUI Kai-xuan, et al. Static recrystallization induced by twinning in AZ31 magnesium alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2018, 46(11): 134-140.
- [41] 李 萧,杨 平,孟 利,等. AZ31 镁合金中拉伸孪晶静态再结晶的分析[J]. 金属学报, 2010, 46(2): 147-154.
 LI Xiao, YANG Ping, MENG Li, et al. Analysis of the static recrystallization at tension twins in AZ31 magnesium alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2010, 46(2): 147-154.
- [42] 黄洪涛, GODFREY Andrew, 刘 伟,等. 样品取向对 AZ31 镁合金静态再结晶行为的影响[J]. 金属学报, 2012, 48(8): 915-921.
 HUANG Hong-tao, GODFREY Andrew, LIU Wei, et al. Effect of sample orientation on static recrystallization of

AZ31 magnesium alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2012, 48(8): 915–921.

- [43] ZHOU X, LIU C, GAO Y, et al. Evolution of LPSO phases and their effect on dynamic recrystallization in a Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2017, 48(6): 3060–3072.
- [44] ROBSON J D, HENRY D T, DAVIS B. Particle effects on recrystallization in magnesium-manganese alloys: Particlestimulated nucleation[J]. Acta Materialia, 2009, 57(9): 2739–2747.
- [45] LI X, JIAO F, AL-SAMMAN T, et al. Influence of second-phase precipitates on the texture evolution of Mg-Al-Zn alloys during hot deformation[J]. Scripta Materialia, 2012, 66(3/4): 159–162.
- [46] ARDELJAN M, BEYERLEIN I J, MCWILLIAMS B A, et al. Strain rate and temperature sensitive multi-level crystal plasticity model for large plastic deformation behavior: application to AZ31 magnesium alloy[J]. International Journal of Plasticity, 2016, 83: 90–109.

Microstructure evolution and deformation mechanism of Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.4Zr alloy during hot torsion

ZHENG Ce^{1, 2}, CHENG Ming¹, ZHANG Shi-hong¹

Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China;
 University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: The microstructure evolution and deformation mechanism of solution treated Mg-11Gd-4Y-2Zn-0.4Zr under hot torsion conditions were investigated by optical microscope (OM), scanning electron microscope (SEM) and electron backscatter diffraction (EBSD). The results show that the original equiaxed grains are elongated along the shear direction, and the deformation textures with shear-induced characteristics are formed as well. Under 350 °C, the deformation mechanism of the alloy is dominated by basal $\langle a \rangle$ slip. In addition, the extension twins appear inside some grains and the selection of twin variants obeys to the Schmid's law. When basal $\langle a \rangle$ slip and extension twins are restrained, the kinking of LPSO phase occurs to accommodate the plastic strain. When deformed at 400 °C, secondary twinning is detected, and the dynamic recrystallization noteworthy occurs at twinning boundary and kink boundary. When the deformation temperature increases to 450 °C, a bimodal microstructure consisting of deformed grains and recrystallized grains is produced. Moreover, the recrystallized grains with random texture can weaken the deformed texture effectively.

Key words: Mg-Gd-Y-Zn-Zr alloy; hot torsion; twining; long period stacking ordered phase (LPSO); dynamic recrystallization (DRX)

Foundation item: Project(SQ2018YFE011170) supported by the National Key Research and Development Plan of the Ministry of Science and Technology, China

Received date: 2020-06-17; Accepted date: 2021-03-16

Corresponding author: CHENG Ming; Tel: +86-24-83970196; E-mail: mcheng@imr.ac.cn