



AZ31 镁合金膨胀-连续剪切变形的晶粒细化机理

车 波^{1,2}, 卢立伟^{1,2}, 项 瑶^{1,2}, 马 旻^{1,2}, 罗 骏³, 刘龙飞^{1,2}

- (1. 湖南科技大学 材料科学与工程学院, 湘潭 411201;
2. 湖南科技大学 湖南省新能源汽车产学研海智创新中心, 湘潭 411201;
3. 湖南工程学院 湖南省汽车动力与传动系统重点实验室, 湘潭 411104)

摘 要: 本文提出了膨胀-连续剪切变形的新方法, 利用光学显微镜和电子背散射衍射技术(EBSD)研究了膨胀-连续剪切变形 AZ31 镁合金的晶粒细化机理。结果表明: AZ31 镁合金经变形后晶粒尺寸由 150 μm 细化至约 2.5 μm 。在膨胀变形过程中, $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶是主要的变形机制, 其孪晶界为动态再结晶提供大量的形核位置, 促进了动态再结晶的发生; 在开口位置处, 镁合金经历了大的挤压比和剪切变形, 柱面 $\langle a \rangle$ 滑移被激活, 在基面和柱面 $\langle a \rangle$ 滑移共同作用下进一步均匀细化晶粒组织。在整个变形过程中, 小角度晶界逐渐转变为大角度晶界, 大角度晶界含量由挤压通道处的 27.6% 增加到板材成形通道处的 72.2%, 动态再结晶发生程度更加充分。AZ31 镁合金的晶粒细化主要是孪晶诱发的动态再结晶和连续动态再结晶共同作用所致。

关键词: AZ31 镁合金; 膨胀-连续剪切变形; 动态再结晶; 晶粒细化

文章编号: 1004-0609(2021)-12-3531-13

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

引文格式: 车 波, 卢立伟, 项 瑶, 等. AZ31 镁合金膨胀-连续剪切变形的晶粒细化机理[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(12): 3531-3453. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40099

CHE Bo, LU Li-wei, XIANG Yao, et al. Grain refinement mechanism of AZ31 magnesium alloy processed by expansion-continuous shear deformation[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(12): 3531-3453. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40099

镁合金作为最轻的金属结构材料, 具有密度低、比强度和比刚度高、机加工性能优良和易回收等优点, 在航空航天、汽车工业、3C 产品等领域具有广泛的应用前景^[1-3]。但是, 镁合金为密排六方结构, 室温条件下可启动的滑移系较少, 导致其室温塑性变形能力差, 绝对强度偏低, 这极大地限制了其深度塑性加工和应用^[4-7]。因此, 提高镁合金的强度和塑性成为目前的研究热点。

细化晶粒被认为是提高镁合金综合力学性能较为有效的方法。在晶粒细化方面, 大塑性变形 (SPD) 技术具有显著的优势^[8], 例如: 简单剪切挤压 (SSE)^[8], 等通道挤压 (ECAP)^[9-10], 旋转模等通道挤

压 (RD-ECAP)^[11], 循环挤压压缩 (CEC)^[12], 非对称型腔循环膨胀挤压 (CEE-AEC)^[13] 等。LIU 等^[9] 通过对 Mg-10Gd-6Y-1.5Zn-0.5Zr 合金进行 8 道次 ECAP 变形, 成功获得了平均晶粒尺寸为 1 μm 的细小晶粒组织, 压缩强度可达 537 MPa。BAYAT TORK 等^[8] 研究了 Mg-Al 和 Mg-Gd 二元合金经 SSE 后的组织特征, 发现 Mg-Al 和 Mg-Gd 合金通过 4 道次 SSE 后分别获得了平均晶粒尺寸为 7 μm 和 2.5 μm 的细小晶粒组织。XU 等^[11] 发现 AZ91 合金经 4 道次 RD-ECAP 后获得了平均晶粒尺寸为 7 μm 的细小晶粒组织; 经 12 道次变形后, 该合金的屈服强度、极限抗拉强度和伸长率分别达 214.3~279.9 MPa、

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51975207, 11772127); 湖南省自然科学基金优秀青年项目 (2019JJ30010); 湖南省自然科学基金资助项目 (2020JJ5181&2018JJ3101); 湖南省教育厅资助项目 (19C0773)

收稿日期: 2020-12-20; **修订日期:** 2021-03-15

通信作者: 卢立伟, 教授, 博士; 电话: 0731-58290047; E-mail: cqulqyz@126.com

321~382 MPa 和 8.2%~15.5%。YAN 等^[13]提出一种新的 CEE-AEC 技术, 3 道次挤压变形后 Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金的平均晶粒尺寸约为 1.4 μm 。TONG 等^[14]发现经 4 道次 ECAP 后, Mg-Zn-Ca-Mn 合金晶粒细化效果显著, 获得平均晶粒尺寸约为 0.9 μm 的超细晶组织, 并且力学性能达到最佳。SPD 方法虽能显著地细化晶粒, 进而提高合金的综合力学性能, 但需要多道次挤压, 这极大提高了成本, 其在工业上的应用受到了一定的限制。因此, 开发高效率、低成本的新型 SPD 技术来深度细化晶粒以改善镁合金的综合力学性能成为了研究突破点。

本文作者提出了一种新的镁合金膨胀-连续剪切变形方法, 该方法的模具由凸模和凹模(左右两个半模)组成, 凹模由挤压通道、膨胀变形通道、板材成形通道、连续剪切变形通道和最终成形通道等五个部分组成。首先将 AZ31 镁合金棒料通过膨胀变形形成球形, 增大局部体积, 然后承受较大挤压比和剪切变形将球形变形为镁合金板材, 最后通过连续两次转角剪切变形进一步均匀细化晶粒, 获得最终成形的镁合金板材。采用光学显微镜和 EBSD 检测技术研究了 AZ31 镁合金在膨胀-连续剪切变形过程中的微观组织演变, 重点讨论分析了其晶粒细化机理。

1 实验

实验材料选用铸态 AZ31 镁合金, 其化学成分

如表 1 所示。经线切割将铸态 AZ31 镁合金切割成直径为 25 mm、高度为 50 mm 的坯料。图 1(a) 和 (b)所示为膨胀-连续剪切变形模具示意图。模具材料选用 H13 模具钢, 该模具的主要参数如下: 挤压通道直径 D 为 26 mm, 膨胀球半径 R_1 为 15 mm, 开口位置 L 为 8 mm, 成形板材厚度 h 为 3 mm, 过渡倒角 R 为 0.5 mm, 连续转角剪切角度 α 和 β 均为 120° 。为有效减少挤出板材的摩擦力, 将挤出型腔的高度 H 和宽度 W 分别设置为 9 mm 和 12 mm。

表 1 AZ31 镁合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of AZ31 magnesium alloy (mass fraction, %)

Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	S	Mg
3.00	0.90	0.26	0.07	0.04	0.03	0.03	Bal.

AZ31 镁合金坯料经 420 $^\circ\text{C}$ 保温 16 h 均匀化处理后, 用锡箔纸将其包裹, 防止氧化。挤压实验采用自制的膨胀-连续剪切变形模具, 如图 1(c)所示。将模具和镁合金坯料放入电阻炉中加热, 使两者达到相同的预定温度, 其中加热温度分别设置为 300 $^\circ\text{C}$ 、340 $^\circ\text{C}$ 、380 $^\circ\text{C}$ 、420 $^\circ\text{C}$ 和 460 $^\circ\text{C}$ 。在模具型腔内部均匀涂抹润滑剂(由 70% 的 74 号汽缸油和 30% 的二硫化钼混合而成)以减小模具与坯料之间的摩擦, 选用 100 T 的单柱液压机设备进行膨胀-连续剪切实验。挤压变形过程如图 1(a)所示, 将加热好的镁合金坯料在挤压通道中以 1 mm/s 的速度

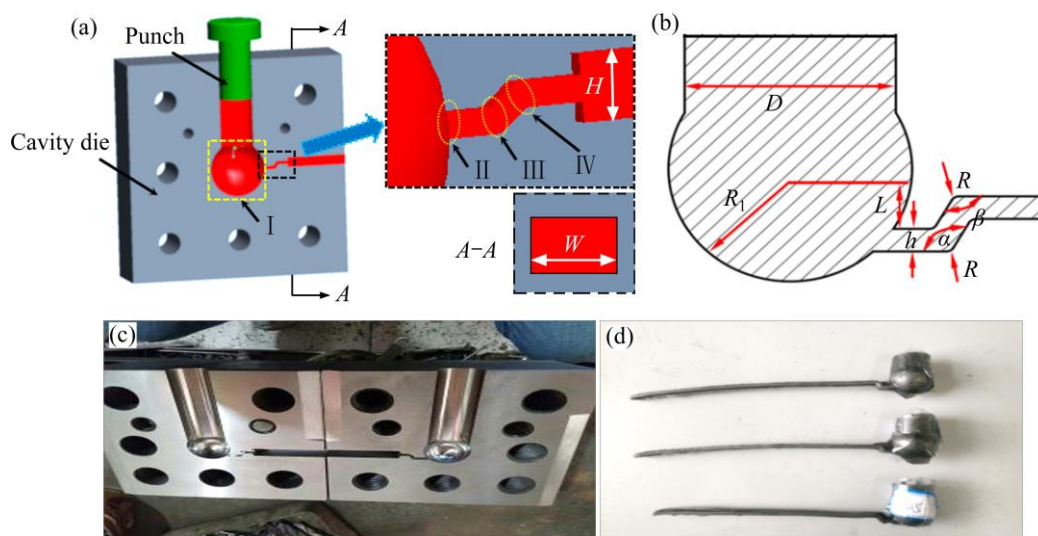


图 1 膨胀-连续剪切变形示意图

Fig. 1 Schematic illustrations of expansion-continuous shear deformation: (a) Die structure; (b) Die cavity parameter diagram; (c) Mould; (d) Extrusion samples

均匀向下挤压变形, 经过膨胀变形通道(I 区域)发生膨胀变形, 棒坯料逐渐变形为球状; 在开口位置(II 区域)经大的挤压比和剪切变形后, 逐渐由球状变形为平板状, 进入板材成形通道; 接着通过连续剪切变形通道产生连续对称的转角剪切变形(III 区域和 IV 区域)形成最终的成形板材, 挤压样品的实物如图 1(d)所示。

为了研究膨胀-连续剪切变形技术对 AZ31 镁合金晶粒细化的影响, 采用 DC6000 型光学金相显微镜对在不同挤压温度(300 °C、340 °C、380 °C、420 °C、460 °C)条件下最终成形区域样品的 ND-ED 面(ND 为法向, ED 为挤压方向)进行组织观察, 发现 300 °C 挤压样品的组织均匀性和晶粒尺寸均相对较好, 并对 300 °C 挤压样品的 a~f 位置的 ND-ED 面(见图 2)进行金相组织演变分析。试样采用腐蚀液(无水乙醇和乙酸体积比为 5:1, 并用苦味酸过饱和)腐蚀 5 s, 酒精洗净吹干后进行观察。为了深入分析镁合金的晶粒细化机理, 在 300 °C 挤压样品的 a~e 位置截取试样进行电解抛光(AC2 抛光液), 然后进行 EBSD 表征; 所用电压为 20 kV, 倾斜角度为 70°, 并利用 HKL Channel 5 软件对 EBSD 数据进行处理分析。

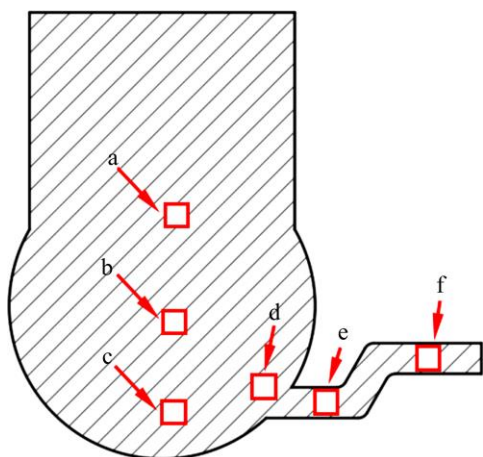


图 2 挤压试样观察位置

Fig. 2 Observation positions of extruded sample

2 结果与讨论

2.1 显微组织分析

图 3 所示为初始态和不同挤压温度下的挤压样

品显微组织图, 图 3(a)所示为铸态 AZ31 镁合金经 420 °C 保温 16 h 均匀化处理后的显微组织, 其组织主要是由粗大晶粒和少量颗粒状析出相组成, 平均晶粒尺寸约为 150 μm 。图 3(b)~(f)所示分别为坯料在挤压温度为 300 °C、340 °C、380 °C、420 °C 和 460 °C 的条件下膨胀-连续剪切变形后的显微组织。

与初始态相比, 膨胀-连续剪切变形镁合金的晶粒尺寸得到明显的细化, 析出相分布在细小的再结晶晶粒中, 然而在局部组织区域中依然存在着少量的较为粗大的晶粒。随着挤压温度的升高, 部分晶粒呈现粗化的现象, 组织不均匀性增加。由图 3(b)和(c)可见, 等轴晶基本取代了原始粗大晶粒, 形成了均匀细小的再结晶组织, 但在局部区域仍存在尺寸约为 8 μm 的粗大晶粒, 平均晶粒尺寸分别约为 2.5 μm 和 2.8 μm 。在 380 °C 挤压变形条件下, 晶粒出现略微长大, 其平均晶粒尺寸约为 3.6 μm (见图 3(d))。当挤压温度为 420 °C 和 460 °C 时, 组织中存在大量异常长大的晶粒, 这主要是由于挤压温度升高为再结晶晶粒提供了更多的能量, 致使部分晶粒逐步吞食周围细小晶粒, 出现明显异常长大现象, 其平均晶粒尺寸分别约为 5.8 μm 和 8 μm (见图 3(e)和(f))。

相关研究表明: AZ91 合金在 300 °C 经 4 道次 RD-ECAP 后获得平均晶粒尺寸为 7 μm 的细小晶粒组织^[11]。Mg-Gd-Y-Zr 合金在 420 °C 经 4 道次往复镦粗-挤压变形后, 其内侧和外侧区域的平均晶粒尺寸分别为 20 μm 和 12 μm ^[15]。AM60 合金在 200 °C 经 2 道次等通道挤压-多向锻造后, 晶粒可细化至 3 μm ^[16]。AZ80 镁合金在 573 K 和旋转转数为 100 的旋转反挤压变形条件下可获得平均晶粒尺寸为 3.9 μm 的细小晶粒^[17]。Mg-Gd-Y-Zr 合金经 4 道次反复镦粗-挤压变形后获得平均晶粒尺寸约为 4.1 μm 的均匀细小组织^[18]。经对比可知, 镁合金经本文研究的膨胀-连续剪切变形方法一次挤压加工后即可表现出优越的晶粒细化效果, 表明该方法是成本更低、效率更高的一种大塑性变形方法。

对 300~460 °C 挤压样品显微组织的观察发现, 挤压温度为 300 °C 时, 显微组织较为均匀细小。为分析膨胀-连续剪切变形过程中晶粒组织演变情况, 对 300 °C 挤压样品 a~f 位置的显微组织进行了

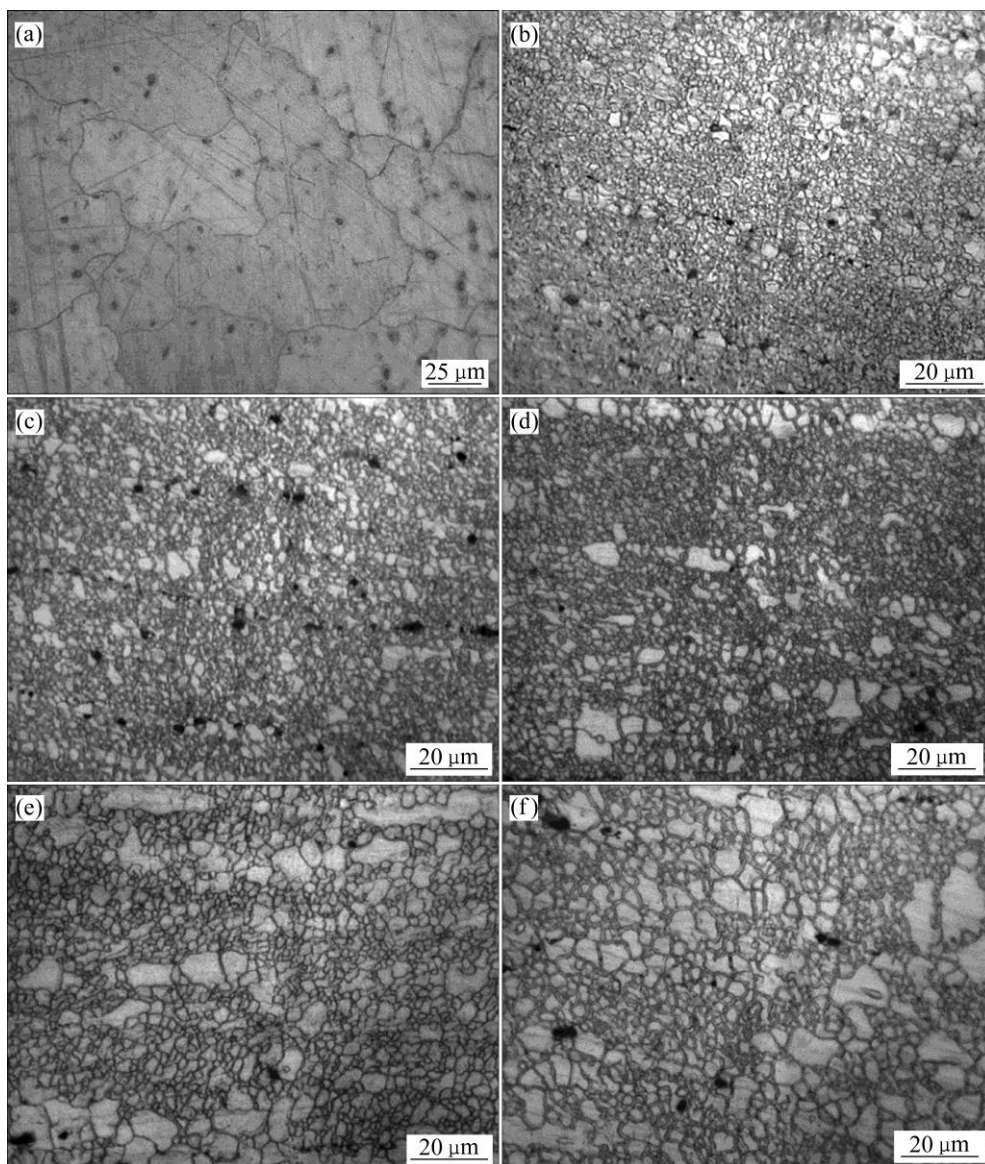


图3 不同挤压温度下挤压样品 ND-ED 面的显微组织

Fig. 3 Microstructures of ND-ED plane of extruded sample at different extrusion temperatures: (a) Original; (b) 300 °C; (c) 340 °C; (d) 380 °C; (e) 420 °C; (f) 460 °C

进一步分析, 如图4所示。

在挤压变形初期, 粗晶粒内部分布着互相平行的孪晶(见图4(a)中红色虚线框)和交叉排列的孪晶(见图4(a)中蓝色虚线框), 可能对应着不同的孪晶变体^[1]。孪晶的切变量远小于滑移变形量, 容易发生。在挤压变形初期, 孪晶的产生可改变晶粒取向, 使其不利于滑移的晶体学取向变得更加有利, 从而协调塑性变形。随着挤压变形的进行, 棒坯料逐渐变形为球状, 发生膨胀变形增加了变形量, 使得孪晶周围发生了动态再结晶; 塞积高密度位错的孪晶

界可作为动态再结晶提供大量的形核核心, 从而诱发动态再结晶^[19], 因此在b位置形成了明显的再结晶晶粒带(见图4(b)中红色虚线框)。在靠近膨胀球底部的c位置, 由于塑性变形加剧, 应变累积增加, 孪晶减少, 再结晶晶粒增多, 如图4(c)所示。坯料由挤压通道进入球膨胀区域会产生向外扩展的张力, 凸模继续施加挤压力, 能量在膨胀区域内聚集, 可为动态再结晶提供驱动力^[20], 促进动态再结晶的发生。在d位置, 显微组织由大量再结晶晶粒和少量沿挤出方向分布的长条状晶粒组成(见图4(d)),

挤出口上部、下部以及膨胀球中间位置处的坯料向挤出口流动, 导致变形严重加剧, 位错不断缠结, 能量增加, 可为动态再结晶再次提供驱动力, 进而使再结晶的发生程度显著增加。在板材成形的 e 位置, 显微组织由大量细小的等轴晶和局部粗大晶粒组成(见图 4(e)), 与 d 位置的显微组织相比, 均匀性明显提高。这主要是由于坯料由球形变为平板状, 产生了大的挤压比; 同时在 II 区域的上、下开口处发生了显著的剪切变形, 应变不断累积, 长条状晶粒被碎化, 大幅促进动态再结晶的发生而显著

细化晶粒。随着挤压变形的继续, 坯料经连续转角剪切变形, 进一步累积剪切应变, 加剧位错的塞积和激活非基面滑移, 显微组织内部畸变能增加^[21], 动态再结晶更为充分, 最终板材区域获得了均匀细小的再结晶组织, 其平均晶粒尺寸约为 $2.5\ \mu\text{m}$, 如图 4(f)所示。

2.2 晶粒细化机理分析

对 a~f 位置的坯料进行金相分析发现, 膨胀变形区和板材成形区对显微组织变化有着显著的影

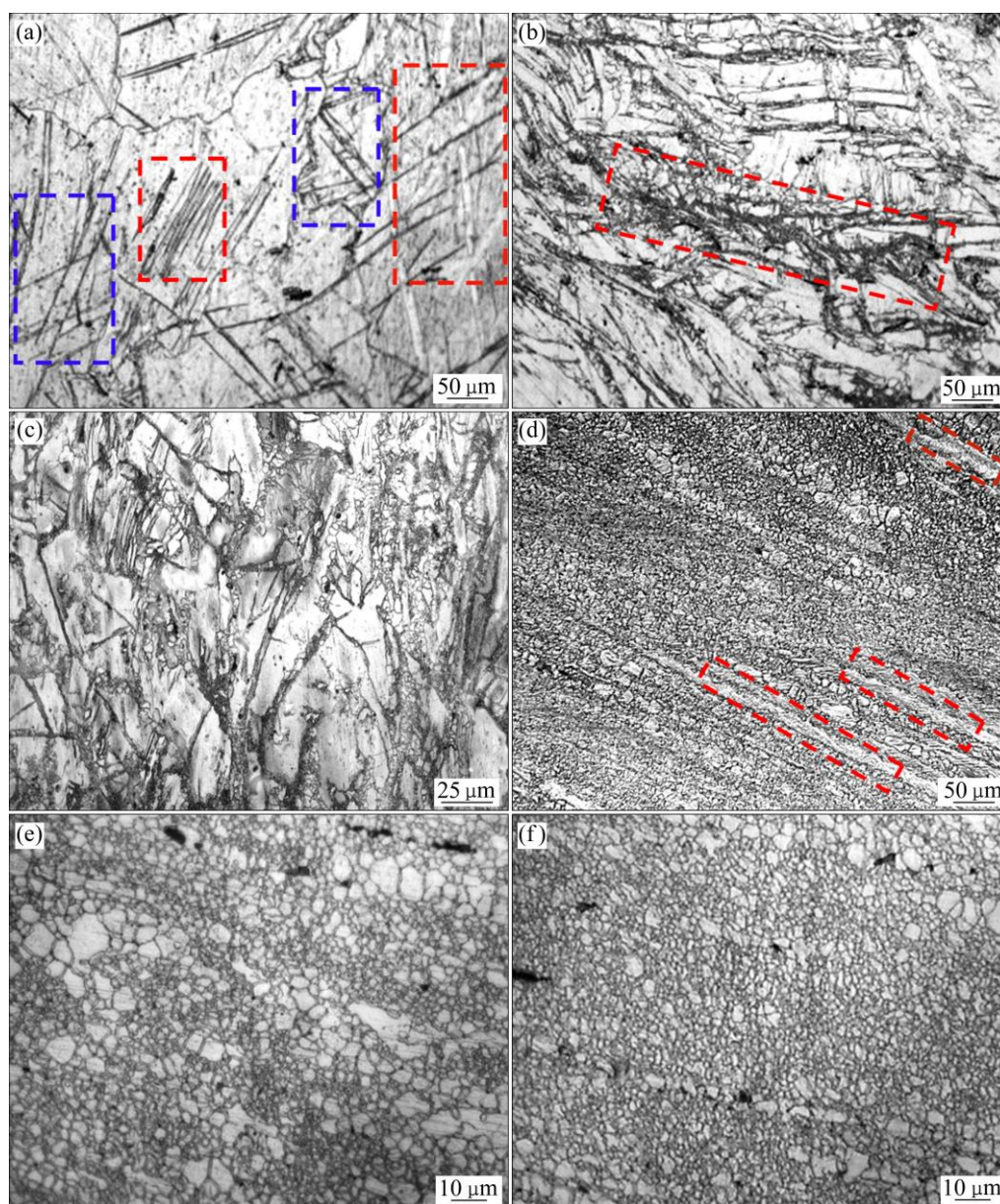


图 4 300 °C 挤压样品 ND-ED 面的显微组织

Fig. 4 Microstructures of ND-ED plane of extruded sample at 300 °C: (a) Position a; (b) Position b; (c) Position c; (d) Position d; (e) Position e; (f) Position f

响。因此,采用 EBSD 对 300 °C 挤压样品的显微组织演变进行表征,分析晶粒细化的机理。晶界取向差角大于 2°、小于 15°的晶界为小角度晶界(灰线),大于 15°的晶界为大角度晶界(黑线)。

图 5 所示为挤压样品在 a 位置的 EBSD 图。由图 5(a)和(b)可见,显微组织中含有 31.1%的小角度晶界和不同类型的孪晶,其中含有 12.0%的 $\{10\bar{1}2\}$ $\langle 10\bar{1}1 \rangle$ 拉伸孪晶,1.2%的 $\{10\bar{1}3\}$ $\langle 30\bar{3}2 \rangle$ 压缩孪晶,1.0%的 $\{10\bar{1}1\}$ - $\{10\bar{1}2\}$ 双孪晶。在镁合金中, $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶的切变量最小,最容易形成,因此含量相对较高,表明在挤压变形初期, $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶可协调组织变形,是主要的变形机制。为了进一步确定孪晶类型,选取部分孪晶(T1 和 T2)进行分析(如图 5(c)和(d)所示)。如图 5(f)所示,通过比较

白色箭头 AB 和 EF 的取向差角发现,基体与 T1 的取向差约为 86°,T1 孪晶为 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶;基体与 T2 的取向差约为 67°,T2 孪晶为 $\{10\bar{1}3\}$ $\langle 30\bar{3}2 \rangle$ 压缩孪晶。

为了了解其再结晶机理,选取图 5(a)中的 G2 区域进行分析,如图 5(d)所示。由图 5(d)可见,在粗晶粒中,31.3%的小角度晶界累积形成亚晶界,而在聚集的亚晶界区域存在部分细小的动态再结晶晶粒。如图 5(e)所示,沿白线 CD 的取向差角变化较小,均小于 5°;而随着两点间的距离增大,与原点 C 的取向梯度由 0°逐渐增加到 14.1°,表明晶粒内部的晶体发生了连续的旋转,位错激活能高,小角度晶界逐渐向大角度晶界转变,动态再结晶晶粒由亚晶粒转变而来,为典型的连续动态再结晶机

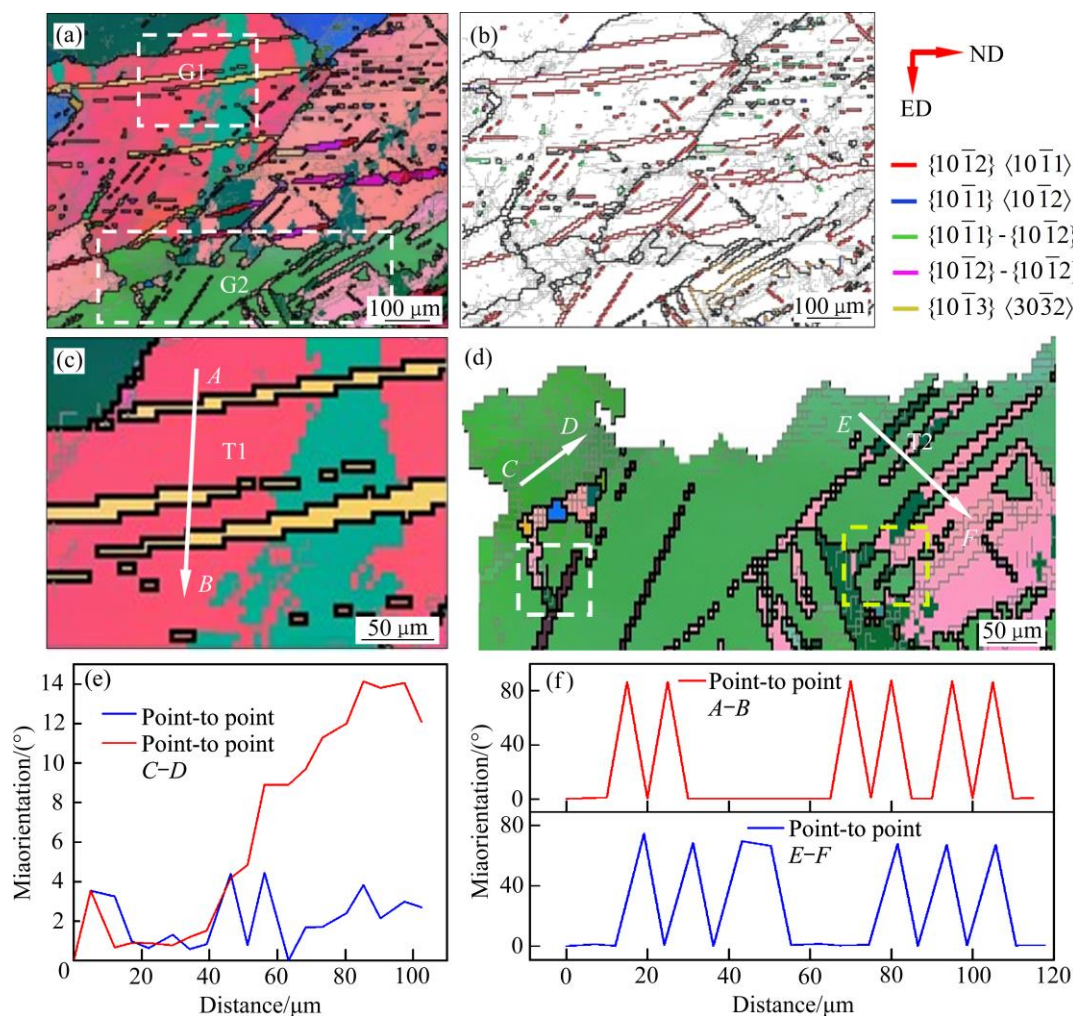


图 5 挤压样品在 a 位置的 EBSD 图

Fig. 5 EBSD maps of extruded sample at position a: (a), (b) Microstructure and twin distribution; (c) Enlarged map of G1; (d) Enlarged map of G2; (e) Line graph of misorientation angle along white arrow CD; (f) Line graph of misorientation angle along white arrows AB and EF

制^[22]。同时, $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶和 $\{10\bar{1}3\}$ 压缩孪晶附近存在细小的动态再结晶晶粒(分别对应着图 5(d) 中的白色和黄色虚线框), 表明 $\{10\bar{1}2\}$ 和 $\{10\bar{1}3\}$ 孪晶可作为动态再结晶的形核核心, 促进动态再结晶。

挤压试样在球膨胀区域中间部位 b 位置的 EBSD 图如图 6 所示。随着挤压变形的继续, 挤压变形程度增加, 应变和位错不断累积, 触发更多的动态再结晶, 再结晶晶粒体积分数明显比初期挤压变形多, 但显微组织中仍存在着粗大的晶粒。在图 6(a)和(b)所示显微组织中含有 38.2% 的小角度晶界和不同类型的孪晶, 以 $\{10\bar{1}2\}$ ($\{10\bar{1}1\}$) 拉伸孪晶为主, 其含量约为 4.5%。 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶界附近分布着许多动态再结晶晶粒, 如图 6(b)中橙色虚线框所示; 同时, 该孪晶界附近的局部取向差(KAM)值相对较高, 塑性变形程度较大, 如图 6(c)中白色箭头所示, 说明 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶界处积聚了大量的位错, 成为动态再结晶形核点, 提供足够的能量诱发动态再结晶^[23]。

为了分析粗晶粒中的动态再结晶机理, 选取图

6(a)中 G1 和 G2 区域进行分析, 如图 6(d)和(e)所示。由图 6(d)和(e)可见, G1 和 G2 粗晶粒中分别含有 39.7%和 40.0%的小角度晶界, 在密集的小角度晶界处形成动态再结晶晶粒; 白线 AB 的取向差角如图 6(f)所示, 随着两点间距离的增加, 与原点 A 的取向梯度由 0° 逐渐增加到 22.2° ; 而在沿 CD 的取向差角中, 由于动态再结晶晶粒的存在, 从 C 到 D 的取向差角在 0° 到 38.6° 之间显著变化, 到原点 C 的取向梯度主要在 9.3° 到 33.3° 之间不断变化, 粗晶粒中含有高密度位错, 表明发生了连续动态再结晶。

挤压试样在球膨胀区域底部 c 位置的 EBSD 图如图 7 所示。坯料经过球膨胀变形后, 聚集了较多的能量, 促进动态再结晶, 动态再结晶晶粒增多。由图 7(a)可见, 坯料中仍发现存在少量的 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶, 其含量为 2.7%; 在孪晶附近分布着较多的动态再结晶晶粒。随着挤压过程的进行, $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶由初期挤压变形的 12.0%降低到球膨胀区域底部的 2.7%, 动态再结晶晶粒的体积分数逐渐增多, 说明 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶在挤压过程中可有效地促

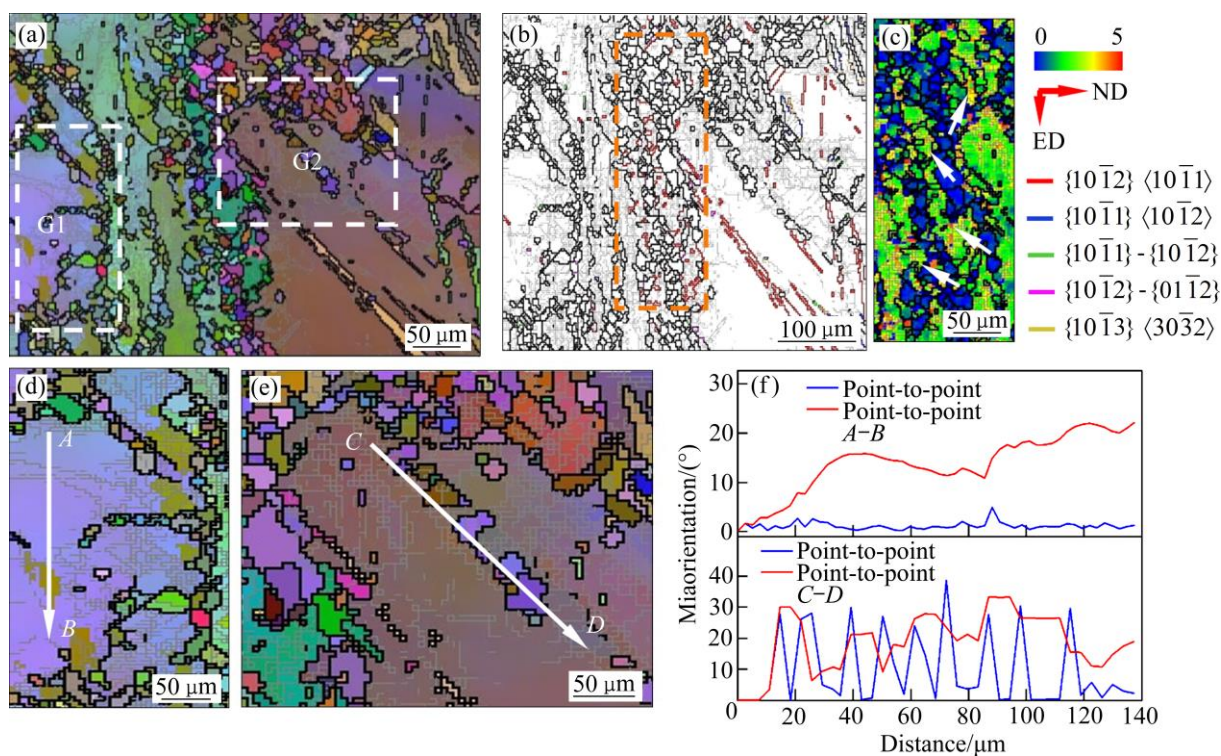


图6 挤压样品在 b 位置的 EBSD 图

Fig. 6 EBSD maps of extruded sample at position b: (a), (b) Microstructure and twin distribution; (c) KAM map of orange dashed box in Fig. 6(b); (d) Enlarged map of G1; (e) Enlarged map of G2; (f) Line graph of misorientation angle along white arrows AB and CD

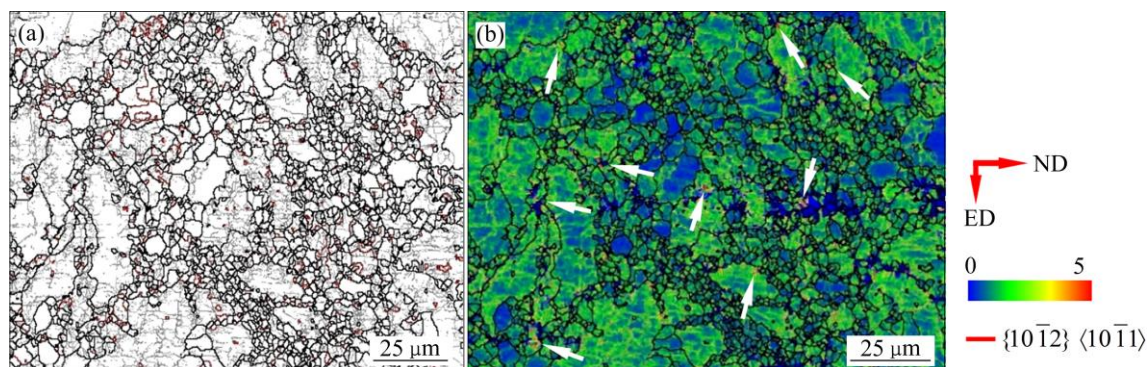


图 7 挤压样品在 c 位置的 EBSD 图

Fig. 7 EBSD maps of extruded sample at position c: (a) Grain boundary map; (b) KAM map

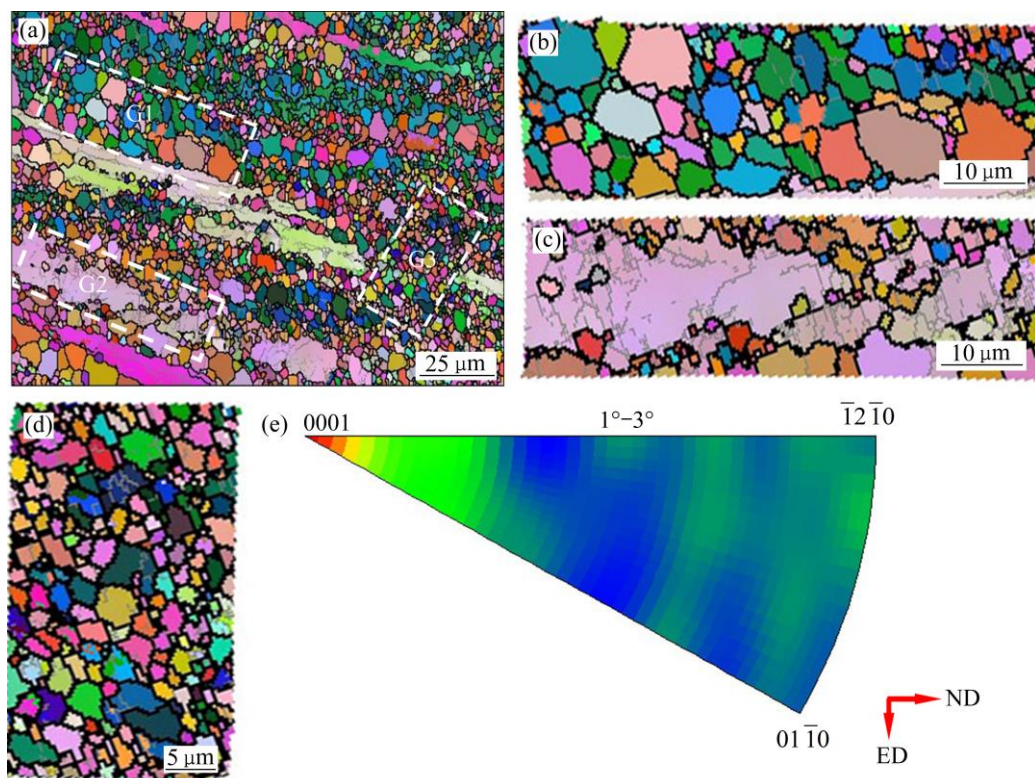


图 8 挤压样品在 d 位置的 EBSD 图

Fig. 8 EBSD maps of extruded sample at position d: (a) Microstructure; (b) Enlarged map of G1; (c) Enlarged map of G2; (d) Enlarged map of G3; (e) IGMA map of G3

进动态再结晶,更好地协调变形。为了分析再结晶晶粒形成的原因,通过软件绘制了KAM图如图7(b)所示。高KAM值的区域累积了大量亚晶界,可为触发连续动态再结晶提供了足够的应变梯度^[24]。如图7(b)中白色箭头所示,在高KAM值的区域附近出现了部分动态再结晶晶粒,这说明该区域可作为潜在的连续动态再结晶的形核位置。

为了揭示坯料由球状变形为平板状的晶粒变

化,选取靠近板材成形通道的d位置进行EBSD观察,组织如图8所示。由图8可见,显微组织由细小等轴晶、粗晶粒和沿挤压流动方向的长条状晶粒组成。对图8(a)中区域G1~G3进行分析,如图8(b)~(d)所示,G1区域中的再结晶晶粒主要沿着粗晶粒的晶界分布,这可能是由于在晶界处容易造成位错累积,能量较高,进而诱导晶界处再结晶形核和长大;G2区域中的再结晶晶粒为沿挤压流动方

向形成的长条状晶粒, G2 中含有 23.9% 的小角度晶界, 在聚集程度较高的亚晶界处形成动态再结晶晶粒; G3 区域更靠近板材成形通道的开口位置, 由于大的挤压比和剪切变形, 动态再结晶更加充分, 进而形成等轴晶组织。

滑移对合金的塑性变形具有显著的影响, 基于晶粒内部取向差角轴分布(IGMA)分析 G3 区域开启的滑移类型, 如图 8(e)所示。当 IGMA 最大极密度点位于 $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 和 $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ 时, 基面滑移和锥面 $\langle c+a \rangle$ 滑移被激活; 而 IGMA 最大极密度点位于 $\langle 0001 \rangle$ 时, 柱面 $\langle a \rangle$ 滑移被激活^[25]。G3 区域中的 IGMA 主要集中分布于 $\langle 0001 \rangle$, 表明柱面 $\langle a \rangle$ 滑移被激活。由于基面滑移的临界剪切应力较小, 最容易开动, 因此, 在挤压过程中基面和柱面 $\langle a \rangle$ 滑移能同时开启, 使得变形更加充分, 晶粒更加细化, 位错滑移程缩短, 晶粒转动和晶界移动更加容易, 进一步协调板材塑性变形。

图 9(a)所示为挤压样品在板材成形区域 e 位置的 EBSD 图。由图 9(a)可见, e 位置的晶粒相对于 d 位置发生了显著的细化, 组织均匀性也相应提高。其主要原因是由于坯料产生了大的挤压比和剪切变形, 引入了更多的应变, 位错累积加剧, 促进动态再结晶, 进而使晶粒变得更加均匀细小。但是, 由于变形不均匀, 动态再结晶不充分, 组织中仍存在着约 $8\ \mu\text{m}$ 的粗晶粒, 如图 9(a)中白色虚线所示。粗晶粒中含有部分小角度晶界, 小角度晶界可在后续连续剪切变形过程中继续转化为大角度晶界, 使粗晶粒进一步细化。经过连续的转角剪切变形后, 应变进一步累积, 动态再结晶更加充分, 在板材最终成形区域(f 位置)获得了均匀细小的再结晶

组织, 其平均晶粒尺寸约为 $2.5\ \mu\text{m}$, 如图 9(b)所示。

图 10 所示为挤压样品在不同挤压位置的取向差分布图。如图 10(a)所示, a 位置中存在 2 种晶界类型峰: 小于 10° 的小角度晶界, 86° 左右的大角度晶界。显微组织中形成了 31.1% 的小角度晶界和 12.0% 的 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶。挤压变形过程中, 位错堆积形成小角度晶界; 在外力的作用下, 晶粒发生旋转, 形成大角度晶界。粗晶粒中能量较高, 可为动态再结晶提供驱动力, 同时, 粗晶粒中存在的 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶, 可作为动态再结晶的形核点, 进一步促进后续挤压变形的动态再结晶。如图 10(b)所示, b 位置中含有 4.5% 的 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶, 其相对含量明显低于 a 位置, 然而, $15^\circ\sim 60^\circ$ 的晶界含量相对 a 位置增多, 表明动态再结晶进一步发生, 消耗了部分 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶。如图 10(c)所示, 当挤压过程进行到 c 位置时, 显微组织中的小角度晶界和孪晶含量相比于 a 和 b 位置都呈现降低的趋势, $15^\circ\sim 80^\circ$ 的晶界含量相对均匀, 动态再结晶过程进一步进行。由图 10(d)和(e)可见, $20^\circ\sim 40^\circ$ 的取向差角含量分别增加到 22.8% 和 44.4%, 表明坯料在 II 区域经大的挤压比变形和剪切变形后, 累积了大量应变, 动态回复和再结晶更容易发生; e 位置的小角度晶界含量相对于 a 位置降低了近 17.6%, 大角度晶界含量相对于 a 位置增加了近 44.6%, 表明 AZ31 镁合金通过一道次膨胀-连续剪切变形有助于将小角度晶界转变为大角度晶界, 显著细化晶粒。

在初期挤压变形时, 小角度晶界含量较高, 表明在组织中产生了大量的位错, 导致应变分布不均匀, 形成小角度晶界; 随着挤压变形的进行, 小角度晶界含量逐渐降低(从 31.1% 降低到 13.5%), 大角

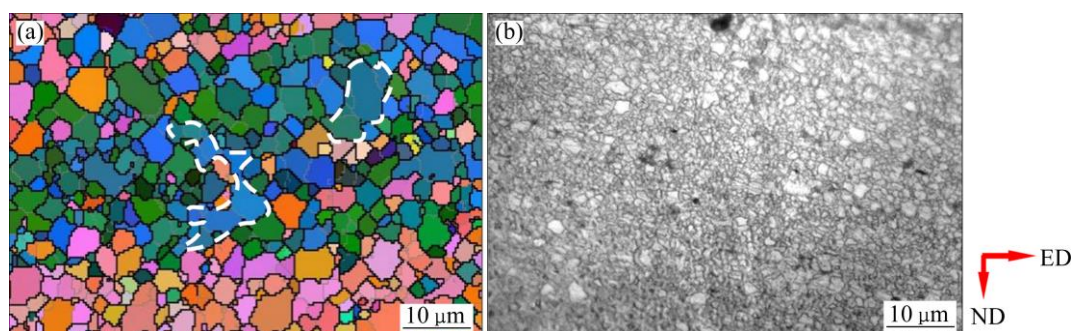


图 9 挤压样品在 e 位置的 EBSD 图和在 f 位置的显微组织

Fig. 9 EBSD map(a) of extruded sample at position e and optical microstructure(b) at position f

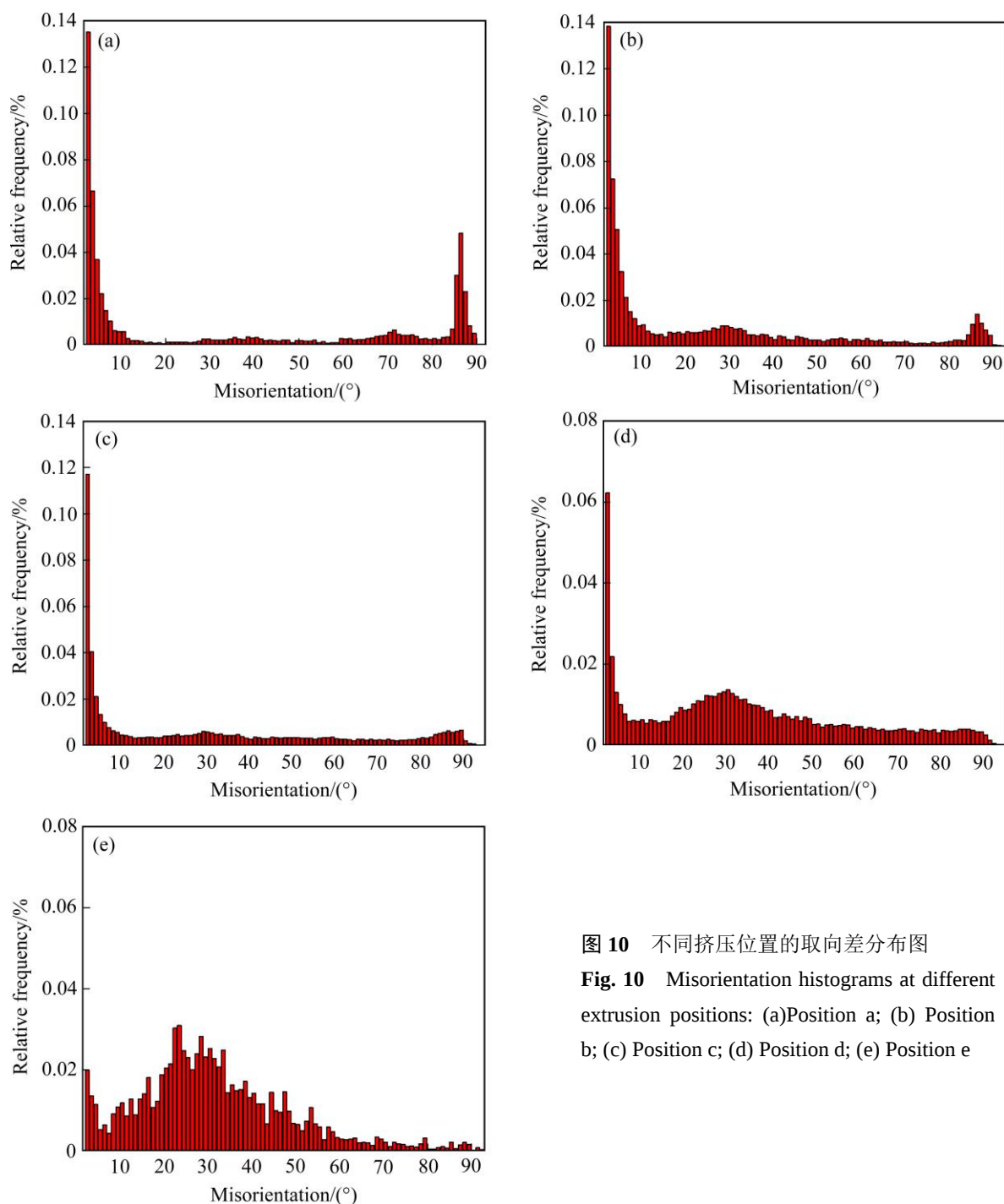


图 10 不同挤压位置的取向差分布图

Fig. 10 Misorientation histograms at different extrusion positions: (a) Position a; (b) Position b; (c) Position c; (d) Position d; (e) Position e

度晶界含量逐渐增加(从 27.6%增加到 72.2%),表明小角度晶界逐渐转变为大角度晶界,促进动态再结晶,这是典型的连续动态再结晶过程^[26]。

3 结论

1) AZ31 镁合金经膨胀-连续剪切变形可有效细化晶粒,其平均晶粒尺寸由 150 μm 显著细化至

约 2.5 μm ,这是挤压变形过程中孪晶诱发动态再结晶和连续动态再结晶的共同作用所致。

2) 在膨胀变形过程中, $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶是主要的变形机制,其孪晶界为动态再结晶提供形核位置,促进了动态再结晶的发生;由膨胀变形到板材成形,镁合金经历了大的挤压比和剪切变形,柱面 $\langle a \rangle$ 滑移被激活,在基面和柱面 $\langle a \rangle$ 滑移共同作用下进一步均匀细化晶粒组织。

3) 在整个膨胀-连续剪切变形过程中,小角度晶界逐渐转变为大角度晶界,小角度晶界含量由挤压通道处的31.1%降低到板材成形通道处的13.5%,大角度晶界含量由挤压通道处的27.6%增加到板材成形通道处的72.2%,动态再结晶发生程度更加充分。

REFERENCES

- [1] 宋广胜,牛嘉维,张士宏,等. 镁合金棒材扭转变形的孪晶机制[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(7): 1574-1583.
SONG Guang-sheng, NIU Jia-wei, ZHANG Shi-hong, et al. Twinning mechanism of magnesium alloy rod torsion[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(7): 1574-1583.
- [2] 李彦生,渠成,王金辉,等. 多道次温轧对 AZ31 镁合金组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(1): 60-68.
LI Yan-sheng, QU Cheng, WANG Jin-hui, et al. Effect of multi-pass warm rolling process on microstructure and properties of AZ31 magnesium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(1): 60-68.
- [3] 张玉,李明,杨文龙,等. T4 和 T6 热处理参数对 Mg-12Zn-2Al 镁合金组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(10): 2322-2330.
ZHANG Yu, LI Ming, YANG Wen-long, et al. Effects of T4 and T6 heat treatment parameters on microstructure and mechanical properties of Mg-12Zn-2Al magnesium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(10): 2322-2330.
- [4] WANG Ye, LI Feng, LI Xue-wen, et al. Unusual texture formation and mechanical property in AZ31 magnesium alloy sheets processed by CVCDE[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2020, 275: 116360.
- [5] CHEN Liang, ZHANG Ji-xiao, TANG Jian-wei, et al. Microstructure and texture evolution during porthole die extrusion of Mg-Al-Zn alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2018, 259: 346-352.
- [6] 汪建强,郭丽丽,王长峰. AZ31 镁合金位错密度模型及热压缩的微观组织预测[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(1): 48-58.
WANG Jian-qiang, GUO Li-li, WANG Chang-feng. Dislocation density model of AZ31 magnesium alloy and microstructure prediction of thermal compression[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(1): 48-58.
- [7] DU Yu-zhou, LIU Dong-jie, GE Yan-feng, et al. Effects of deformation parameters on microstructure and texture of Mg-Zn-Ce alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2020, 30(10): 2658-2668.
- [8] BAYAT TORK N, SAGHAFIAN H, RAZAVI S H, et al. Microstructure and texture characterization of Mg-Al and Mg-Gd binary alloys processed by simple shear extrusion[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2019, 8(1): 1288-1299.
- [9] LIU Huan, HUANG He, YANG Xiao-wei, et al. Microstructure and mechanical property of a high-strength Mg-10Gd-6Y-1.5Zn-0.5Zr alloy prepared by multi-pass equal channel angular pressing[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2017, 5(2): 231-237.
- [10] ZOU Dong-li, HE Li-feng, XIAO Da-wu, et al. Microstructure and mechanical properties of fine grained uranium prepared by ECAP and subsequent intermediate heat treatment[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2020, 30(10): 2749-2756.
- [11] XU Bing-qian, SUN Jia-peng, YANG Zhen-quan, et al. Microstructure and anisotropic mechanical behavior of the high-strength and ductility AZ91 Mg alloy processed by hot extrusion and multi-pass RD-ECAP[J]. Materials Science and Engineering A, 2020, 780: 139191.
- [12] ZHANG Li, WANG Qu-dong, LIAO Wen-jun, et al. Microstructure and mechanical properties of the carbon nanotubes reinforced AZ91D magnesium matrix composites processed by cyclic extrusion and compression[J]. Materials Science and Engineering A, 2017, 689: 427-434.
- [13] YAN Zhao-ming, ZHANG Zhi-min, LI Xu-bin, 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.
- [14] TONG L B, CHU J H, JIANG Z H, et al. Ultra-fine grained Mg-Zn-Ca-Mn alloy with simultaneously improved strength and ductility processed by equal channel angular pressing[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 785: 410-421.
- [15] 于惠升,张治民,于建民,等. 往复锻粗-挤压对 Mg-Gd-Y-Zr 合金变形均匀性及织构的影响[J]. 热加工工

- 艺, 2021, 50(3): 25–28, 32.
- YU Hui-sheng, ZHANG Zhi-min, YU Jian-min, et al. Effect of repetitive upsetting-extrusion on deformation uniformity and texture of Mg-Gd-Y-Zr alloy[J]. Hot Working Technology, 2021, 50(3): 25–28, 32.
- [16] HECZEL A, AKBARIPANAH F, SALEVATI M A, et al. A comparative study on the microstructural evolution in AM60 alloy processed by ECAP and MDF[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 763: 629–637.
- [17] CHE Xin, DONG Beibei, WANG Qiang, et al. The effect of processing parameters on the microstructure and texture evolution of a cup-shaped AZ80 Mg alloy sample manufactured by the rotating backward extrusion[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 854: 156264.
- [18] MENG Ying-ze, YU Jian-min, YU Hui-sheng, et al. Effect of variable temperature repetitive upsetting-extrusion on microstructure and texture of Mg-Gd-Y-Zr alloy[J]. Procedia Manufacturing, 2020, 50: 822–830.
- [19] LIU Xiao-ye, LU Li-wei, SHENG Kun, et al. Effect of pre-compression on microstructure evolution of AQ80 magnesium alloy in forward extrusion and twist deformation[J]. JOM, 2019, 71(12): 4726–4736.
- [20] 卢立伟, 盛 坤, 伍贤鹏, 等. 镁合金挤压变形工艺的研究进展[J]. 锻压技术, 2019, 44(1): 1–9.
- LU Li-wei, SHENG Kun, WU Xian-peng, et al. Research progress of extrusion process for magnesium alloy[J]. Forging & Stamping Technology, 2019, 44(1): 1–9.
- [21] 冯靖凯, 张丁非, 袁 圆, 等. 挤压-剪切转角对 AZ31 镁合金组织和性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2019, 40(12): 159–168.
- FENG Jing-kai, ZHANG Ding-fei, YUAN Yuan, et al. Effect of extrusion-shear angle on microstructure and properties of AZ31 magnesium alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2019, 40(12): 159–168.
- [22] MENG Ying-ze, YU Jian-min, ZHANG Guan-shi, et al. Effect of circumferential strain rate on dynamic recrystallization and texture of Mg-13Gd-4Y-2Zn-0.5Zr alloy during rotary backward extrusion[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2020, 8(4): 1228–1237.
- [23] LIU Xiao-ye, LU Li-wei, SHENG Kun, et al. Microstructure and texture evolution during the direct extrusion and bending-shear deformation of AZ31 magnesium alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2019, 6: 710–718.
- [24] 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.
- [25] LYU Shao-yuan, XIAO Wen-long, LI Guo-dong, et al. Formation mechanism of the abnormal texture during extrusion in Mg-Y-Sm-Zn-Zr alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 821: 153477.
- [26] 王翠英, 杨勇彪, 张治民, 等. 热扭转变形温度对 AZ80 镁合金微观组织的影响[J]. 热加工工艺, 2021, 50(6): 111–114.
- WANG Cui-ying, YANG Yong-biao, ZHANG Zhi-min, et al. Effect of hot torsion deformation temperature on microstructure of AZ80 magnesium alloy[J]. Hot Working Technology, 2021, 50(6): 111–114.

Grain refinement mechanism of AZ31 magnesium alloy processed by expansion-continuous shear deformation

CHE Bo^{1,2}, LU Li-wei^{1,2}, XIANG Yao^{1,2}, MA Min^{1,2}, LUO Jun³, LIU Long-fei^{1,2}

(1. School of Materials Science and Engineering, Hunan University of Science and Technology, Xiangtan 411201, China;

2. Hunan Provincial Overseas-wisdom Innovation Center of New Energy Vehicle in Industrial-Academic-Research Cooperation, Hunan University of Science and Technology, Xiangtan 411201, China;

3. Hunan Provincial Key Laboratory of Vehicle Power and Transmission System, Hunan Institute of Engineering, Xiangtan 411104, China)

Abstract: This study proposes a new method of expansion-continuous shear deformation, and the grain refinement mechanism of AZ31 alloy was investigated with an optical microscopy and electron backscatter diffraction. Results show that AZ31 alloy can refine the grains from 150 μm to about 2.5 μm . During the expansion deformation, $\{10\bar{1}2\}$ tensile twinning is the main deformation mechanism, which can offer numerous nucleation sites to trigger dynamic recrystallization. At the opening position, the Mg alloys have undergone large extrusion-ratio and shearing deformation, which can activation of prismatic $\langle a \rangle$ slip. Grains refinement and uniform microstructure are improved due to the basal and prismatic $\langle a \rangle$ slip. During the whole process, low-angle grain boundaries are gradually transformed into high-angle grain boundaries. Dynamic recrystallization becomes more sufficient due to the content of high-angle grain boundaries increasing from 27.6% at the position of the extrusion channel to 72.2% at the position of the channel of sheet forming. Therefore, the grain refinement mechanisms of Mg alloys are dynamic recrystallization stimulated by twinning and continuous dynamic recrystallization.

Key words: AZ31 magnesium alloy; expansion-continuous shear deformation; dynamic recrystallization; grain refinement

Foundation item: Projects(51975207, 11772127) supported by National Natural Science Foundation of China; Project(2019JJ30010) supported by the Hunan Provincial Natural Science Foundation for Excellent Young Scholars of China; Projects(2018JJ3101, 2020JJ5181) supported by the Hunan Provincial Natural Science Foundation of China; Project(19C0773) supported by the Scientific Research Fund of Hunan Provincial Education Department, China

Received date: 2020-12-20; **Accepted date:** 2021-03-15

Corresponding author: LU Li-wei; Tel: +86-731-58290047; E-mail: cqulqyz@126.com

(编辑 何学锋)