

文章编号: 1004-0609(2004)07-1078-06

多晶体钛拉伸变形表面褶皱的形成及晶粒变形^①

李 炎

(河南科技大学 材料科学与工程学院, 洛阳 471003)

摘 要: 用原子力显微镜对多晶体钛拉伸塑性变形中表面褶皱的形成及单个晶粒的变形进行了连续观察和测量。结果表明, 表面褶皱随着应变量的增加而增大, 而凹凸的相对位置关系不随变形的进行而变化。从单个晶粒来看应变量在 0.1 附近时由于孪晶的形成产生了新的凹凸, 但对整体的表面褶皱凹凸位置关系没有大的影响。表面平均粗糙度和表面最大高低差随应变量的增加近似呈直线性增大, 应变量在 0.1 左右时由于孪晶的形成, 使粗糙度有较明显的增大。

关键词: 多晶体钛; 拉伸变形; 表面形态; 滑移; 孪晶; 原子力显微镜

中图分类号: TG 111.5

文献标识码: A

Surface roughening and deformation of grains in uniaxial tension of polycrystalline titanium

LI Yan

(Institute of Materials Science and Engineering,

Henan University of Science and Technology, Luoyang 471003, China)

Abstract: Change in the surface morphology during tensile plastic deformation of polycrystalline titanium was consecutively observed and measured by the scanning probe microscope. The results show that the surface deformation is mainly due to slip for the plastic strain less than 0.1. Because a large amount of twins are formed and the second slip system becomes active, the surface roughness increases at the strain being 0.1 of the surface roughness-strain curve. The roughness, the maximum height difference, and the averaged slope angle of the microscope surface profile increase with the applied tensile strain.

Key words: polycrystalline titanium; tensile deformation; surface morphology; slip; twin; atomic force microscope

多晶体金属材料一经塑性变形, 自由表面就会出现微小的凹凸和皱摺, 从而影响成品的美观和塑性加工时表面的摩擦润滑特性, 使金属板材的成形极限降低。许多研究者在对铁、铜、铝等立方结构多晶体金属塑性变形时表面形态变化进行研究后指出, 表面皱摺的形成与材料的微观不均匀性及材料的变形机构有关^[1-4], 但对六方结构金属的研究甚少。目前钛及钛合金作为机械构件和生物用材料已得到广泛应用, 为此, 对密排六方结构的多晶钛塑

性变形时的表面形态变化进行研究很有必要。

表面形态研究可采用光学显微镜、扫描电子显微镜、触针式粗糙度测量仪, 这些仪器分辨能力低, 而且前二者仅能得到二维信息, 后者虽能得到三维信息但却得不到显微组织像。近年来发展起来的共焦点激光扫描显微镜和原子力显微镜(AFM)等, 不仅能得到表面形态的三维微小变化图像, 而且能进行更微观的三维定量测量^[5-8]。本文作者利用原子力显微镜对多晶工业纯钛板材的单轴拉伸变

① 基金项目: 日本文部科学省纳米技术综合资助项目(RZ0252)

收稿日期: 2003-10-27; 修订日期: 2004-01-30

作者简介: 李 炎(1954-), 女, 副教授, 博士。

通讯作者: 李 炎, 副教授; 电话: 0379-4231011; E-mail: liyan@mail.haust.edu.cn

形行为进行了定点连续观察,并在微米量级上测量了表面粗糙度的变化,探讨了应变与变形行为、表面粗糙度等的关系。

1 实验

实验用材为 1 mm 厚的工业纯钛板,经线切割制成图 1 所示的拉伸试样,经 873 K, 1 h 真空退火后进行电解抛光,电解液组成为 m (蒸馏水): m (甲醇): m (甘油): m (高氯酸) = 25: 390: 350: 35, 采用不锈钢阴极,电压 30~ 50 V, 温度 300 K。图 2 所示为抛光后的光学显微组织,平均晶粒直径约为 30 μm 。

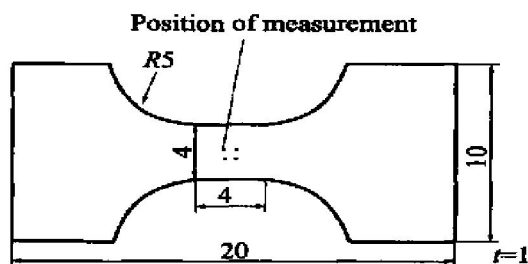


图 1 拉伸试样形状及尺寸

Fig. 1 Titanium specimen used for tensile test (mm)

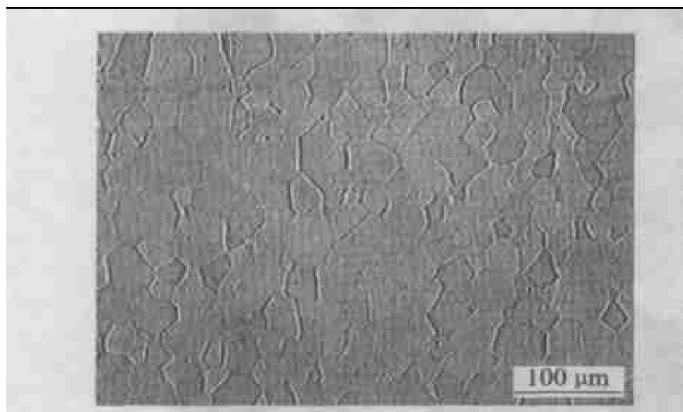


图 2 试样原始晶粒度的光学显微照片

Fig. 2 Optical micrograph of crystal grains of titanium

为了保证连续观察时的视域不变,拉伸前用显微硬度计在拉伸试样中心部位 300 μm $\times$ 300 μm 区域的 4 个顶点处留下压痕作标记(图 1 中 4 个黑点),这些压痕同时又作为测量塑性应变量的标尺使用。

拉伸试验使用日本 DSS-5000 型万能试验机,拉伸速度 0.5 mm/min。为了解实验用材的强度特性,首先把 3 个试样拉伸至出现缩颈,取平均值做出应力—应变曲线。观察用试样采用重复拉伸—卸

载—观察的方法,在不同塑性应变下中断拉伸试验,利用扫描探针显微镜(SPI3800N, SPA300HV)的原子力显微镜功能,进行表面形态观察和粗糙度的三维定量测定。AFM 的面分辨率为 0.3 nm,高度方向分辨率为 0.01 nm。AFM 的工作原理为,用外力使传感器杆共振,固定在传感器杆上的探针一边在试样表面周期性的敲打一边扫描,接受器可采集探针和试样表面的原子力(引力和斥力)进行表面形状测定。传感器杆用(40 N/m) SI-DF40,扫描方向与拉伸轴垂直,扫描频率 0.1~ 2.0 Hz,实验在大气中进行。

2 结果与分析

2.1 应力—应变曲线

图 3 所示为拉伸试验所得的工程应力—应变曲线。中断拉伸试验进行观察时各观察点(与图中曲线上圆点对应)的塑性应变变量分别为 0.020, 0.036, 0.056, 0.090, 0.120, 0.170, 0.230。

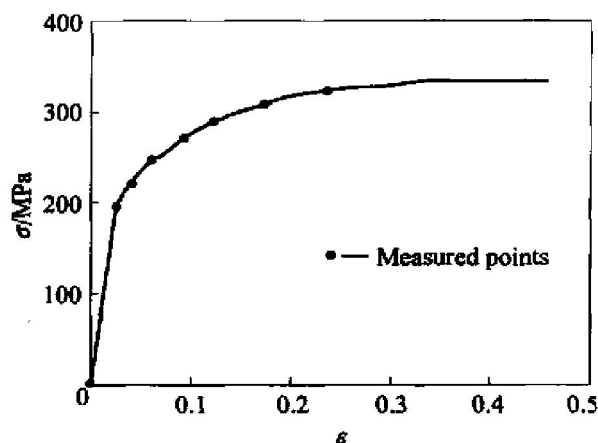


图 3 试样的工程应力—工程应变曲线

Fig. 3 Stress—strain curve of titanium

2.2 塑性变形时表面粗糙度的变化

本文用表面最大高度差 H_f 和平均表面粗糙度 R_{a3} 来表征表面粗糙度。 H_f 是测量范围内 z 方向高度的最大值与最小值之差。 R_{a3} 是根据中心线平均粗糙度扩展为适合整个测量面的三维参数,其定义是从基准面到测量面的偏差绝对值的平均值,即

$$R_{a3} = \frac{1}{S_0} \int_0^1 \int_0^1 |F(x, y) - z_0| dx dy$$
 其中 S_0 为测量范围的表面积, x_1, y_1 分别为测量领域的范围, z_0 为测定面 z 方向高度的平均值。

图 4 所示为 150 μm $\times$ 150 μm 测量范围内表面

粗糙度与应变的关系。可以看出,随着应变量的增加表面粗糙度参数 H_f 和 R_{a3} 都增加,但在应变小于 0.09 时,几乎呈线性增加,应变接近 0.1 时粗糙度增幅增大,线性关系被破坏。

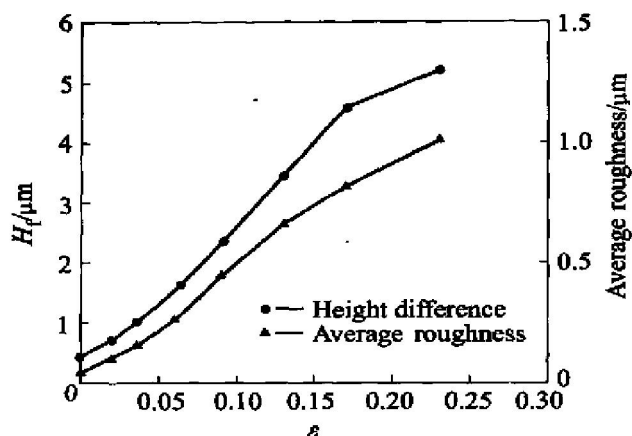


图 4 试样表面粗糙度与应变的关系

Fig. 4 Relationship between surface height difference, surface roughness and applied strain of titanium (measured area: $150 \mu\text{m} \times 150 \mu\text{m}$)

2.3 塑性变形时自由表面褶皱的变化

对拉伸试样同一视场不同应变量下的部分观察结果见图 5。其中图 5(a)~5(c) 为 AFM 像, 它虽是平面像, 但携带着三维信息, 像面上颜色浓的区域为低凹区, 颜色浅的区域为高凸区, 根据像下面的颜色域可以定量确定高低差; 图 5(d)~5(f) 为三维重构像, 可以直观地看到三维形态。

从图 5 可以看出, 表面褶皱随着应变量的增加而成长, 凹凸的高低差增大, 但是凹凸的相对位置不随应变量的增加而改变, 这和触针式表面粗糙度仪测定的结果一致^[1, 3]。另外表面褶皱凸起部位所形成的山顶几乎都在晶界或晶界附近, 并且山顶与晶界的位置关系不随应变量的增加而改变, 这充分显示了表面褶皱的凹凸主要和各晶粒的变形不均匀性有密切关系, 与变形中晶粒的倾斜有关。

2.4 塑性变形时的晶粒变形

表面褶皱是由于晶粒的转动和晶粒内部变形的不均匀性形成的^[1-3, 6]。观察表明: 变形初期 ($\epsilon < 0.03$), 变形大部分以滑移方式开始, 随着变形的进行, 初始滑移带继续滑移, 或者形成新的滑移带, 同时也有少量孪晶形成。当 ϵ 达 0.09 左右时,

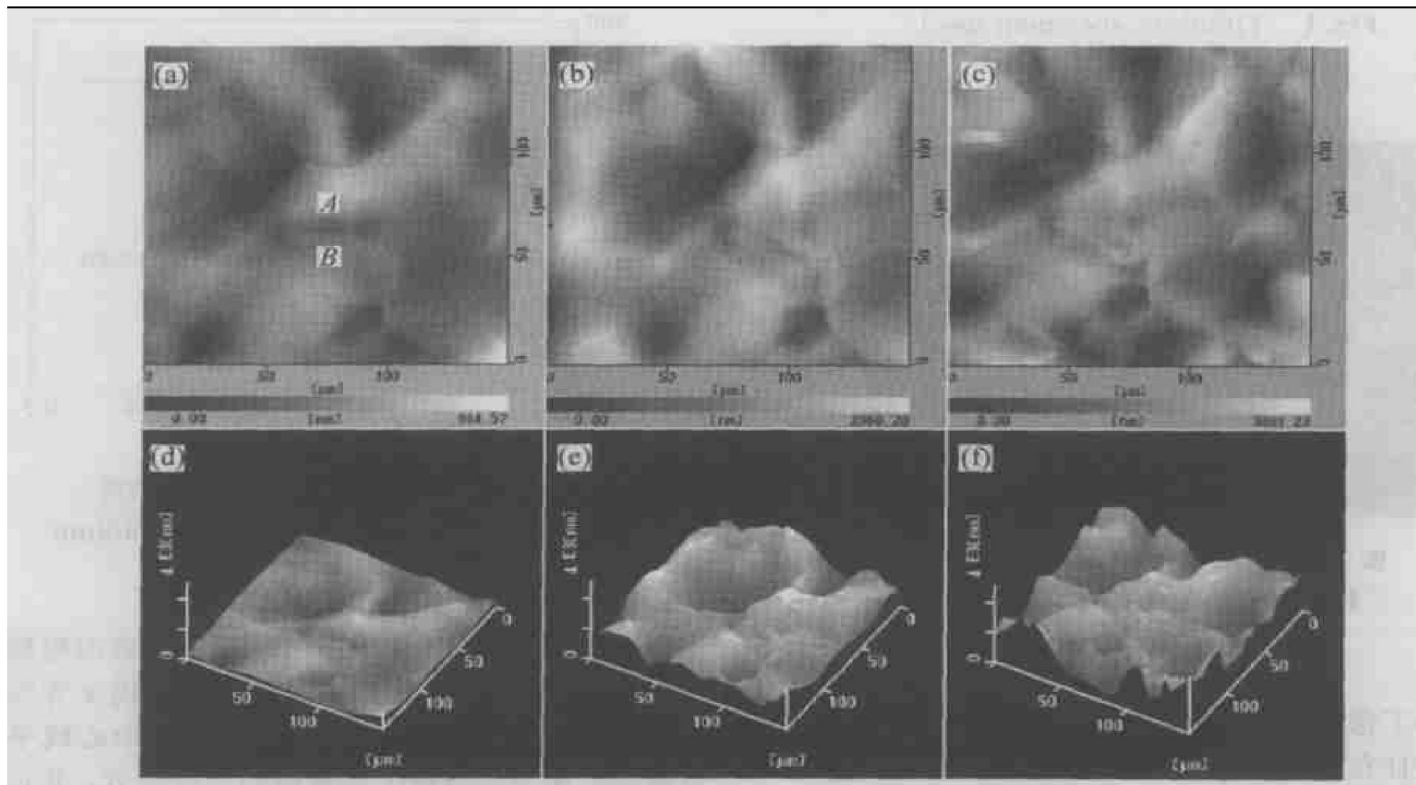


图 5 不同应变时拉伸变形试样表面形态的 AFM 像和三维重构像

Fig. 5 Surface morphologies of polycrystalline titanium after tensile deformation observed by AFM at different applied strain

(a) — $\epsilon = 0.036$; (b) — $\epsilon = 0.120$; (c) — $\epsilon = 0.170$; (d) — $\epsilon = 0.036$; (e) — $\epsilon = 0.120$; (f) — $\epsilon = 0.170$

除滑移变形外, 有较多的孪晶形成。在随后的变形中孪晶和滑移协调作用使得变形继续进行。图 6 和 7 分别示出图 5(a) 中晶粒 A 和 B 的变形情况: 当 $\varepsilon < 0.09$ 时, 晶粒 A 未见明显的变形; 当 $\varepsilon = 0.09$ 时可隐约观察到一次滑移带(图 6(b) 中平行于滑移线的白色线条处); 当 $\varepsilon = 0.12$ 时可清晰看到一次滑移带和与一次滑移带成一定角度的二次滑移线(图 6(c) 中黑色线条处); 当 $\varepsilon = 0.17$ 时, 可看到一次滑移带中滑移线的密度增加, 二次滑移线增长且和一次滑移产生交互作用。当 $\varepsilon = 0.09$ 时, 晶粒 B 出现了贯穿晶粒的孪晶变形(图 7(b) 中箭头所示), 随着 ε 的不断增大, 孪晶的厚度没有增加, 而是形成了新的孪晶; 当 $\varepsilon = 0.17$ 时, 可观察到与孪晶平行的滑移线(图 7(d) 中箭头所示)。

金属材料的塑性变形主要有滑移和孪生两种方式, 立方晶体材料通常以滑移方式进行塑性变形。对于 $c/a = 1.573$ 的六方晶体结构的钛来说, 主要

的滑移系有 $\{10\bar{1}0\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$, $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 和 $\{10\bar{1}1\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$, 这些滑移系的滑移方向都为 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$, 为了保持晶粒的连续性, c 轴方向的变形主要依靠孪生变形^[11]。所以孪生变形和滑移同样是钛的主要变形方式, 已报道的孪晶类型有 $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}2 \rangle$, $\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ 和 $\{11\bar{2}x\} (x = 1, 2, 3, 4)$ ^[9-12]。孪晶变形不仅形成部分应变量, 还可以改变晶粒的取向, 使不利于滑移的晶面转到利于滑移的方向。促使滑移继续进行。

2.5 孪晶的透射电镜观察

为了确认孪晶的存在, 用机械减薄法把 $\varepsilon = 0.12$ 的拉伸试样减薄至 0.1 mm 左右, 在中心部位截取直径为 3 mm 的圆片, 用离子轰击制备成透射电镜(TEM)试样, 用 H-800 透射电镜观察显微组织, 用选区电子衍射进行相结构分析。图 8 所示为孪晶的明场像和电子衍射谱, 从图中可看到平行的

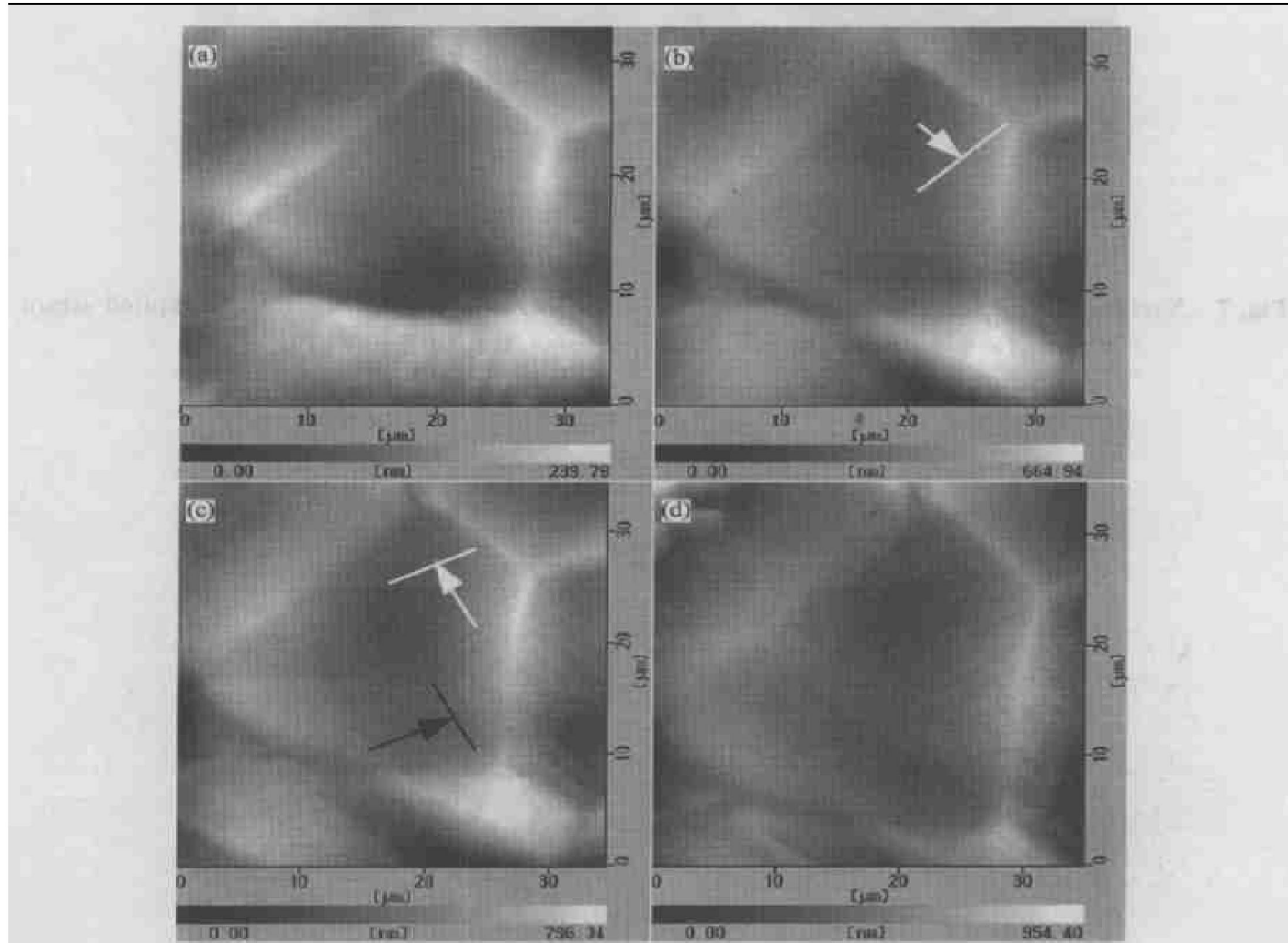


图 6 不同应变量时图 5(a) 中晶粒 A 变化的 AFM 像

Fig. 6 Surface morphologies of grain A polycrystalline titanium in

Fig. 5 (a) observed by AFM at different applied strain

(a) — $\varepsilon = 0.036$; (b) — $\varepsilon = 0.090$; (c) — $\varepsilon = 0.120$; (d) — $\varepsilon = 0.170$

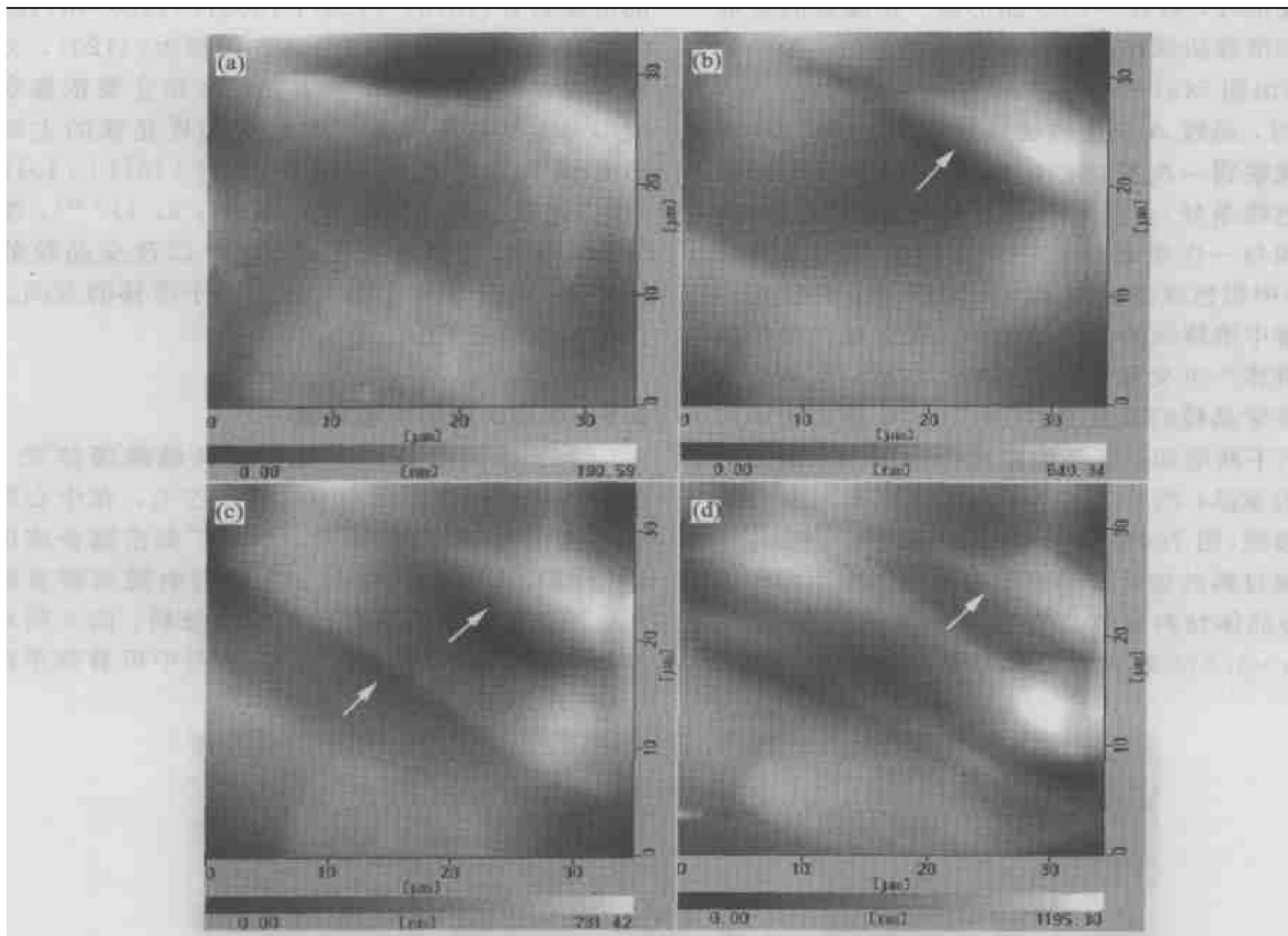


图 7 不同应变量时图 5(a) 中晶粒 B 变化的 AFM 像

Fig. 7 Surface morphologies of grain B in Fig. 5(a) observed by AFM at different applied strain
(a) $-\varepsilon = 0.036$; (b) $-\varepsilon = 0.090$; (c) $-\varepsilon = 0.120$; (d) $-\varepsilon = 0.170$

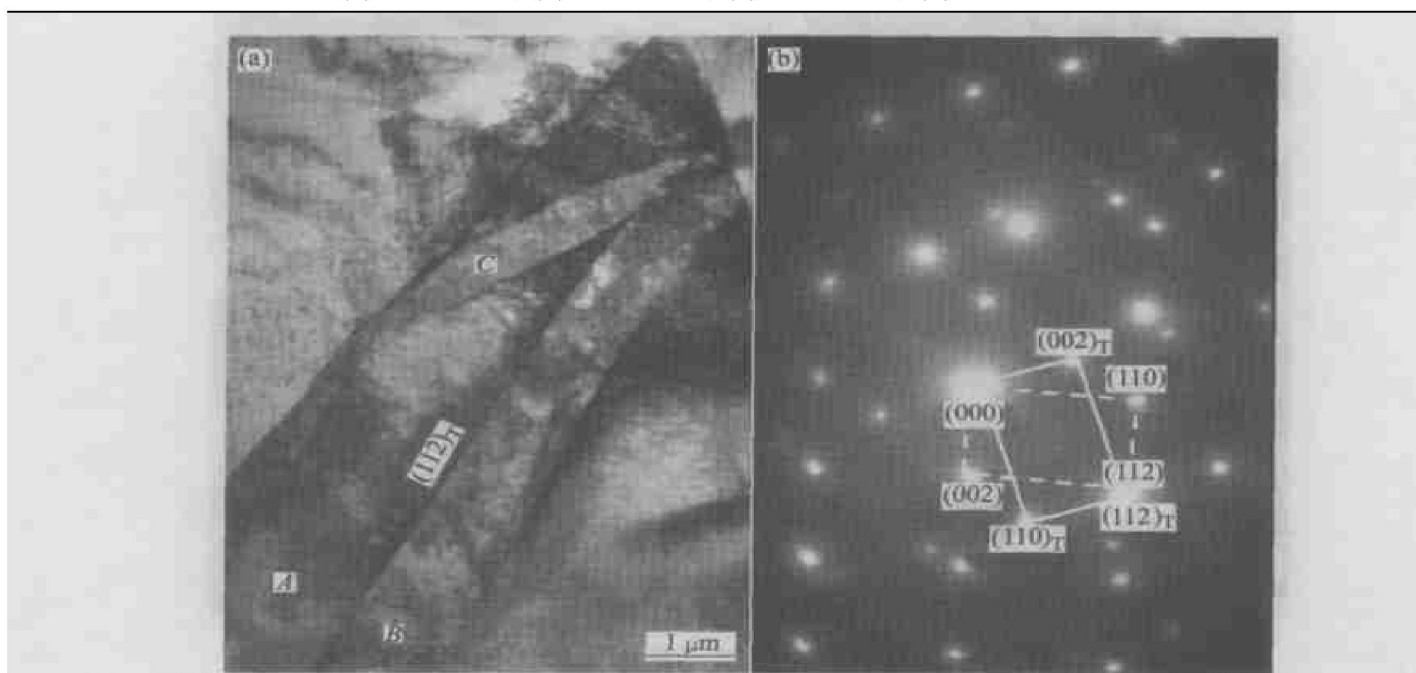


图 8 试样拉伸变形中形成的板状孪晶的 TEM 像

Fig. 8 TEM image of polycrystalline titanium after tensile deformation with applied strain of 0.12
(a) —Light-field image; (b) —Diffraction pattern

板状孪晶(明场像中 A , B 所示), 孪晶 A 中又存在二次孪晶(明场像中 C 所示)。对选区电子衍射谱用矩阵方法分析标定如图 8(b) 所示, 孪晶面为 (112)。这种平行的板状孪晶与 AFM 检测到的孪晶(图 7)从形态上看是相同的。从而可以确认形变孪晶的存在。

3 结论

1) 多晶体钛单轴拉伸变形时, 表面褶皱随 ε 增加而增大, 初期形成的凹凸位置关系不随变形的增加而变化, 仅凹凸的高低差增大。从单个晶粒来看 ε 在 0.1 左右时由于孪晶的形成产生了新的凹凸, 但对整体的表面褶皱凹凸位置关系没有大的影响。

2) 当 $\varepsilon < 0.1$ 时, 变形主要以一次滑移为主; 当 $\varepsilon = 0.1$ 时产生较多的孪晶和二次滑移, 随着 ε 的增加, 孪晶和滑移交互作用, 使塑性变形不断进行。

3) 平均表面粗糙度及表面最大高低差随着应变 ε 的增加而单调增大。

REFERENCES

- [1] Abe T, Nagaki S, Okabe Y. Inhomogeneous deformation of grains and roughening of free surface of polycrystalline copper during compressive plastic deformation[J]. Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A, 1984, 51(10): 2036 - 2041.
- [2] Abe T, Shimizu I, Nishiyama T. Three-dimensional observation of roughening of free surface during compressive plastic deformation of polycrystalline iron[J]. Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A, 1991, 57(12): 2587 - 2596.
- [3] Shimizu I, Abe T. Surface roughening and deformation of grain during compressive plastic deformation of polycrystalline iron[J]. Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A, 1994, 60(12): 2369 - 2375.
- [4] Shimizu I, Abe T. Three dimensional evaluation of free surface roughening topography of aluminum sheet during various plastic strain paths[J]. Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers A, 2001, 67(11): 1761 - 1768.
- [5] Li Y, Abe T, Tada N, et al. Continuous observation of tensile deformation of polycrystalline pure titanium by scanning probe microscope[J]. Journal of Japan Institute of Light Metals, 2003, 53(7): 295 - 301.
- [6] Li Y, Abe T, Tada N. Continuous observation of tensile deformation of polycrystalline titanium by scanning probe microscope[J]. Journal of the Society of Materials Science Japan, 2003, 52(10): 1174 - 1179.
- [7] Abe T, Li Y, Tada N. Observation of tensile deformation behavior of polycrystalline titanium with scanning probe microscope[J]. Key Engineering Materials, 2003, 233 - 236: 529 - 534.
- [8] Li Y, Abe T, Tada N, et al. Microscopic observation of tensile deformation behavior of polycrystalline titanium by probe microscope[J]. Memoirs of Faculty of Engineering, 2001, 36(1): 7 - 16.
- [9] Tegart W J M. Elements of Mechanical Metallurgy[M]. New York: McGraw-Hill, 1966. 131 - 134.
- [10] Liu T S, Steinberg M A. Twinning in single crystals of titanium[J]. Journal of Metals, 1952(10): 1043.
- [11] ZHANG Jin-ping, GU Hai-cheng, ZHOU Hu-jin. Tensile deformation and fracture in high purity titanium in-situ observation by scanning electron microscopy[J]. Materials Science and Engineering A, 1989, 114: 89 - 95.
- [12] Sugano M, Satake T. Fatigue crack growth micromechanisms in commercial high purity titanium subjected to alternate plane bending[J]. Journal of the Society of Materials Science Japan, 1993, 42(10): 1146 - 1152.

(编辑 陈爱华)