

文章编号: 1004 - 0609(2004)01 - 0105 - 07

## 利用取向成像研究镁合金的孪生过程<sup>①</sup>

胡轶嵩<sup>1</sup>, 杨平<sup>1</sup>, 赵祖德<sup>2</sup>, 马端骋<sup>1</sup>

(1. 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083; 2. 中国兵器工业第五九研究所, 重庆 400083)

**摘要:** 利用背散射电子衍射取向成像技术, 定量分析了具有初始织构的 AZ31 镁合金平面应变压缩时的孪生过程。结果表明: 初始织构为晶粒单胞的  $c$  轴平行于轧向时, 晶粒内部的  $\{10\bar{1}2\}$  孪生是主要的形变机制, 产生  $(0001) \parallel$  轧面的基面织构。随形变量的加大及孪晶的增多,  $86.3^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$  的孪晶取向关系先急剧增加, 然后明显降低。孪晶量与基面取向晶粒的面积百分数对应, 而跟孪晶关系出现的多少不相对应。测定了应变变量与孪晶量的定量关系, 并讨论了可能出现的误差。

**关键词:** 镁合金; 形变; 孪晶; 织构

中图分类号: TG111.7; TG146.2

文献标识码: A

## Investigation of twinning process in magnesium alloy by means of orientation mapping

HU Yisong<sup>1</sup>, YANG Ping<sup>1</sup>, ZHAO Zude<sup>2</sup>, MA Duancheng<sup>1</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering,

University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China;

2. The 59th Institute of Chinese Weapon Industry, Chongqing 400083, China)

**Abstract:** The twinning process in a magnesium AZ31 alloy with initial texture is quantitatively analyzed during plane-strain compression by means of orientation mapping based on EBSD technique. The results indicate that the  $\{10\bar{1}2\}$  twinning of  $c$ -axis tension is the main deformation mechanism if  $c$ -axes of most grains in initial sample are parallel to the rolling direction. The strong basal texture of  $\langle 0001 \rangle \parallel$  ND will be resulted. As the strain increases, the number of twin relationship of  $86.3^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$  increases to a maximum and then reduces. It is indicated that the amount of twins is proportional to the basal-oriented grains and not to the number of twin relationship detected. A quantitative relationship of strain and twin amount is given and the related errors are discussed.

**Key words:** magnesium alloy; deformation; twinning; texture

孪生在六方结构金属的塑性变形中起着重要的作用<sup>[1-8]</sup>, 孪生可调整晶粒的取向使之有利于滑移的进行, 但也可导致断裂<sup>[1]</sup>。六方结构金属中出现过 6 种不同的孪晶<sup>[1]</sup>, 若某一金属中有 2 种孪晶同时出现, 且可分别产生  $c$  轴方向的伸长及缩短, 则这种金属的塑性较高, 如 Ti, Zr<sup>[9]</sup>。多晶镁合金形变时一般以基面滑移  $\{0001\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$  和  $\{10\bar{1}2\}$  孪生为

主<sup>[10]</sup>。Westlake<sup>[11]</sup>给出了  $\{10\bar{1}2\}$  孪晶的位错模型。由于六方结构镁的  $c$  与  $a$  轴比为 1.624, 小于理想轴比 1.633, 通常只形成  $c$  轴拉伸孪晶  $\{10\bar{1}2\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ , 即晶粒的  $c$  轴方向受拉伸时形成孪晶。孪生在一定程度上弥补了柏氏矢量为  $a/3 \langle 11\bar{2}0 \rangle$  时其滑移不能产生  $c$  轴方向变形的不足。虽然也有  $c$  轴压缩孪晶  $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{2}1 \rangle$  的报导<sup>[12]</sup>, 但由于这种孪

① 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50171009); 国家高技术研究发展计划资助项目(2002AA305501)

收稿日期: 2003 - 04 - 09; 修订日期: 2003 - 06 - 11

作者简介: 胡轶嵩(1977 -), 男, 硕士研究生。

通讯作者: 杨平, 教授, 博士; 电话: 010 - 62332084; E-mail: yangp@mater.ustb.edu.cn

晶临界分切应力较大, 孪晶界不易扩展, 难以明显改变样品的整体取向, 所以对塑性的提高贡献不大。由于孪生在镁合金变形中起重要的作用, 与孪晶相关的信息的获取对认识孪生的本质非常关键, 随实验技术的发展, 定量获取孪生过程的相关信息变得容易, 如确定孪晶类型, 不同的孪晶变体, 孪晶产生的取向, 孪晶量与应变变量之间的关系等。文献[13]用光学镜测出纯镁形变时孪晶量与应变变量的关系, 发现随应变变量的提高, 孪晶量先经历了一个最大值, 然后逐渐降低到一稳定值, 其原因被认为是 $\{10\bar{1}1\}$ 二次孪晶所致。然而, 本文作者认为用金相法测定形变孪晶的密度存在一定问题, 若孪晶界扫过整个晶粒而消失, 则难以确定孪晶量。以往经常是通过金相法测出单位面积上或每个晶粒内共格孪晶界的数目(或共格孪晶界的总长度)来确定孪晶密度<sup>[14]</sup>, 这对于确定面心立方金属中的退火孪晶是有效的, 但对于测定形变孪晶量便存在上述的问题。利用先进的背散射电子衍射取向成像技术<sup>[15]</sup>可较准确地测出形变孪晶量。对镁合金而言, 孪生会产生特定的、与母相完全不同的取向, 而且高阶孪晶较难发生, 这样, 确定孪生取向晶粒的百分数就定出了孪晶量, 而不受共格孪晶界是否存在的限制。此外, 取向成像还可方便地确定孪晶的类型, 而不同类型孪晶对应明显不同的取向关系。

本文作者利用取向成像技术定量研究镁合金的孪生行为, 包括确定形变时出现的孪晶类型, 孪晶取向特点以及定量分析应变变量与孪晶量的关系, 以加深对孪生过程的认识, 同时检测滑移进行的程度, 因为孪生一般不明显产生小角度晶界, 而滑移会产生明显的小角度晶界。

## 1 实验

实验中所用材料为热轧镁合金 AZ31。已知热轧后的镁板具有强的 $(0001) \parallel$  轧面的基面结构(见图 1(a))。将热轧板在 500 °C 退火 3h 使组织均匀, 退火后的组织为均匀细小的等轴晶(粒度约 25 μm)。从退火热轧板上按图 1(b) 截取样品, 以得到最易出现 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶的初始取向<sup>[16]</sup>(见图 1(c))。此时, 多数晶粒的  $c$  轴平行于轧向, 在随后的平面应变压缩时, 法向的压应力及轧向的拉应力会产生大量的孪晶, 基面滑移不易进行。理想状态下的平面应变压缩时  $\epsilon_{22} = 0$ , 柱面滑移 $\{1\bar{1}00\} \langle 11\bar{2}0 \rangle$ 也不易进行。平面应变压缩的样品尺寸为 15mm × 10mm × 6mm。

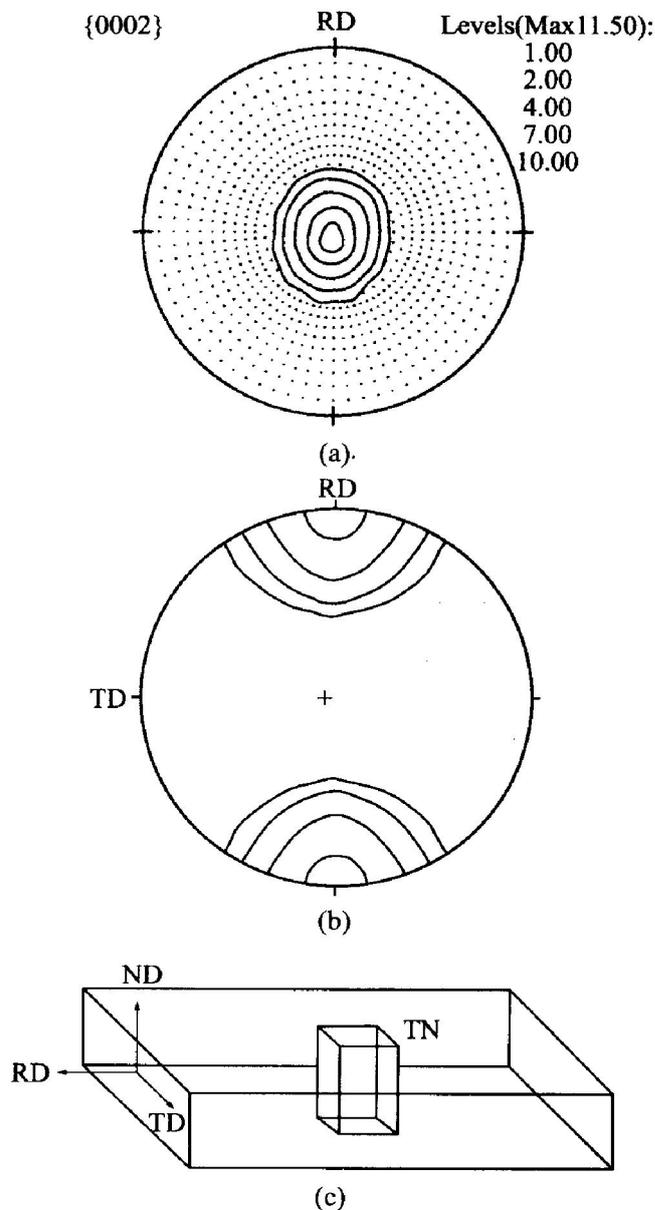


图 1 热轧板织构及初始样品的获取(原始织构)

Fig. 1 Initial texture and acquirement of initial sample from hot rolled plate

- (a) —Texture in hot rolled plate;
- (b) —Sample acquirement from hot rolled plate;
- (c) —Texture of initial sample before plane strain compression

平面应变压缩在 Gleeble-1500 热模拟机上完成。形变温度为 97 °C, 应变变量分别为 0.5%, 1.9%, 9.3%, 应变速率为  $0.01s^{-1}$ 。实验中使用商用 AC-2 电解液和 20% 的硝酸甲醇电解液进行电解抛光, 浸蚀在苦味酸和醋酸溶液中进行, 组织观察及取向成像分析的面为样品侧面。使用 LEO-1450 扫描电镜对样品进行微观组织分析, 使用丹麦 HKL 公司的 Channel 4 背散射电子衍射(EBSD)系统对其进行取向成像分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 组织变化

图 2 给出了不同形变量时的组织形貌。形变量为 0.5% 时, 出现少量孪晶(见图 2(a)); 应变加大到 1.9% 后, 孪晶进一步增多, 有的晶粒内有多个孪晶出现, 表明孪晶较易产生(见图 2(b))。应变量为 9.3% 后, 孪晶界有所减少(见图 2(c)), 因此, 若从组织形貌上确定孪晶量是不准的。同时, 低的图像反差也增加了测量难度。

### 2.2 取向成像分析

图 3 给出了样品应变为 0.5% 时的取向成像结果。图 3(a) 中, 灰色为初始结构取向的晶粒, 黑色为基面结构取向的晶粒, 即发生孪生后的晶粒。浅色细线是取向差为  $5^\circ$  以上的小角度晶界, 深色细线是取向差为  $10^\circ$  以上的小角度晶界, 粗黑线为  $15^\circ$  以上的大角度晶界。图 3(a) 中黑色区域所占面积分数即为孪晶百分数, 图 3(b) 中的极图表明, RD 附近的原始取向中已有一部分通过孪生转到中心 ND 附近(基面取向), 形成了较弱的基面结构。取向差分布显示(见图 3(c)) 在  $85^\circ \sim 90^\circ$  处有很强的峰值, 结合转轴分布(见图 3(d)) 可知其主要对应  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  转轴, 即对应  $\{10\bar{1}2\}$  型  $c$  轴拉伸孪晶的  $86.3^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$ <sup>[16]</sup>。目前尚不清楚  $85^\circ \sim 90^\circ \langle 01\bar{1}0 \rangle$  取向关系的成因, 因为它不符合六方结构金属中可能出现的 6 种孪晶取向关系中的任一种<sup>[11]</sup>, 可能与不同类型孪晶的组合有关。

图 4 给出了样品应变 1.9% 时的取向成像分析结果。由图 4(a) 的取向成像中存在大量的共格孪晶界。极图(见图 4(b)) 显示初始结构和基面结构仍同时存在, 但因孪生产生的基面结构比应变为 0.5% 时明显增强。取向差分布(见图 4(c)) 和转轴分布(见图 4(d)) 也显示了  $85^\circ \sim 90^\circ$  对应的峰值和主要的  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  转轴关系。表明  $\{10\bar{1}2\}$  型  $c$  轴拉伸孪晶作为主要形变机制在继续。

图 5 给出了样品应变为 9.3% 后的取向成像分析。图 5(a) 表明绝大多数晶粒已转到基面取向(深黑色), 共格孪晶界也很少。晶粒内部大量的亚晶界说明滑移在进行。由极图(见图 5(b)) 可知, 初始结构基本消失, 基面结构大量存在。取向差及转轴分布显示(见图 5(c), (d)), 虽然  $85^\circ \sim 90^\circ$  的取向差仍是  $\{10\bar{1}2\}$  型孪晶造成, 孪晶关系已不占主要部分, 取向差分布也较均匀。

从取向成像的分析结果可知, 孪晶取向关系最强的阶段对应共格孪晶界最多的情况, 而孪晶最多的阶段对应基面结构取向的晶粒最多的情形。

### 2.3 孪晶量与应变量的关系

因样品的初始结构对应多数晶粒的  $c$  轴, 平行于轧向, 而  $\{10\bar{1}2\}$  孪晶导致  $86.3^\circ$  的取向突变, 在平面应变压缩状态下, 只能产生  $(0001) \parallel$  轧面的基面取向, 因此, 定出基面取向晶粒的面积百分数就定出了孪晶百分数。按此原则并考虑到一幅取向成像区域较小, 统计性不够的原因, 在每个应变下进行 3~4 个不同区域的取向成像, 进行加权统计, 允许取向偏差为  $45^\circ$ , 得出的结果见图 6。可见, 随

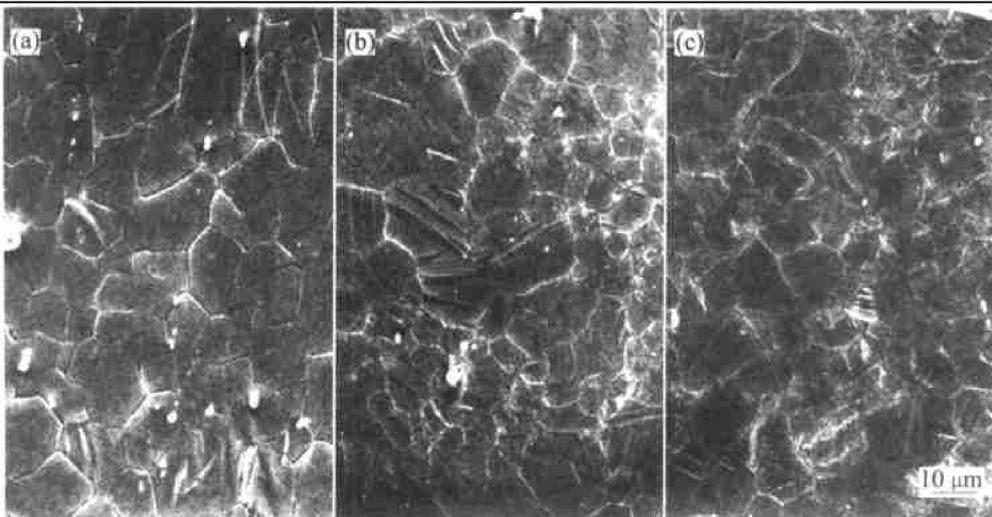


图 2 不同应变下的组织形貌

Fig. 2 Microstructures at different strains

(a) —Strained by 0.9%; (b) —Strained by 1.9%; (c) —Strained by 9.3%

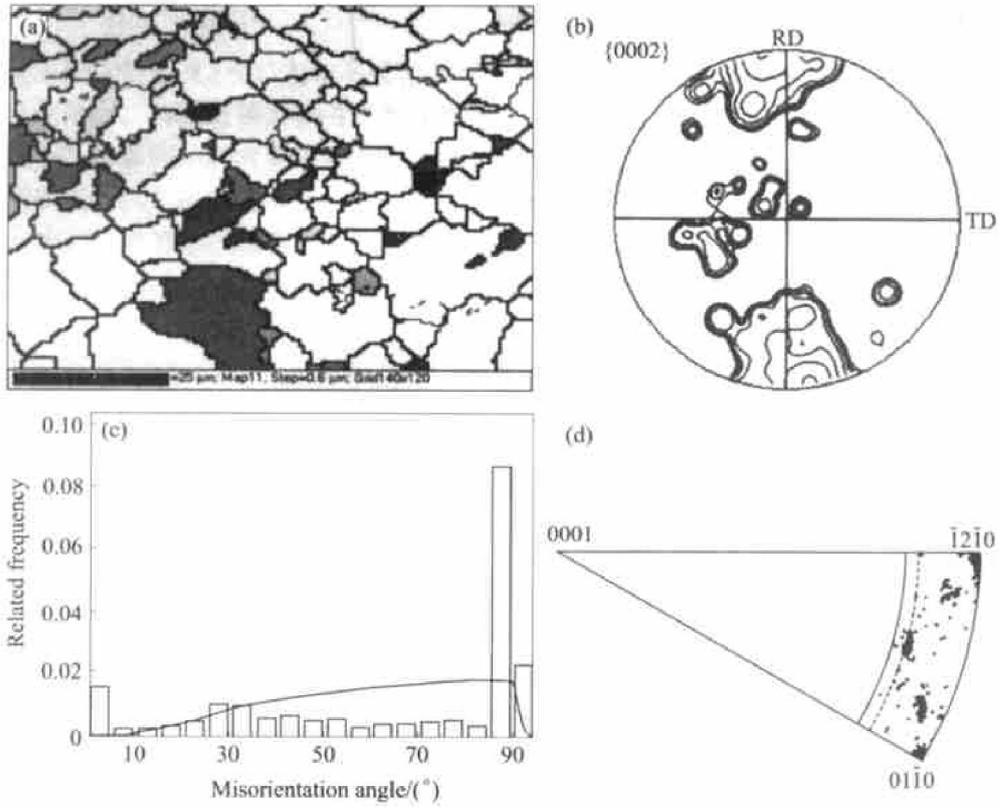


图 3 应变 0.5% 后的取向成像分析

**Fig. 3** Orientation mapping on 0.5% strained sample

(a) —Orientation mapping; (b) —{0002} pole figure;  
(c) —Misorientation distribution; (d) —Distribution of rotation axes at 80° ~ 90°

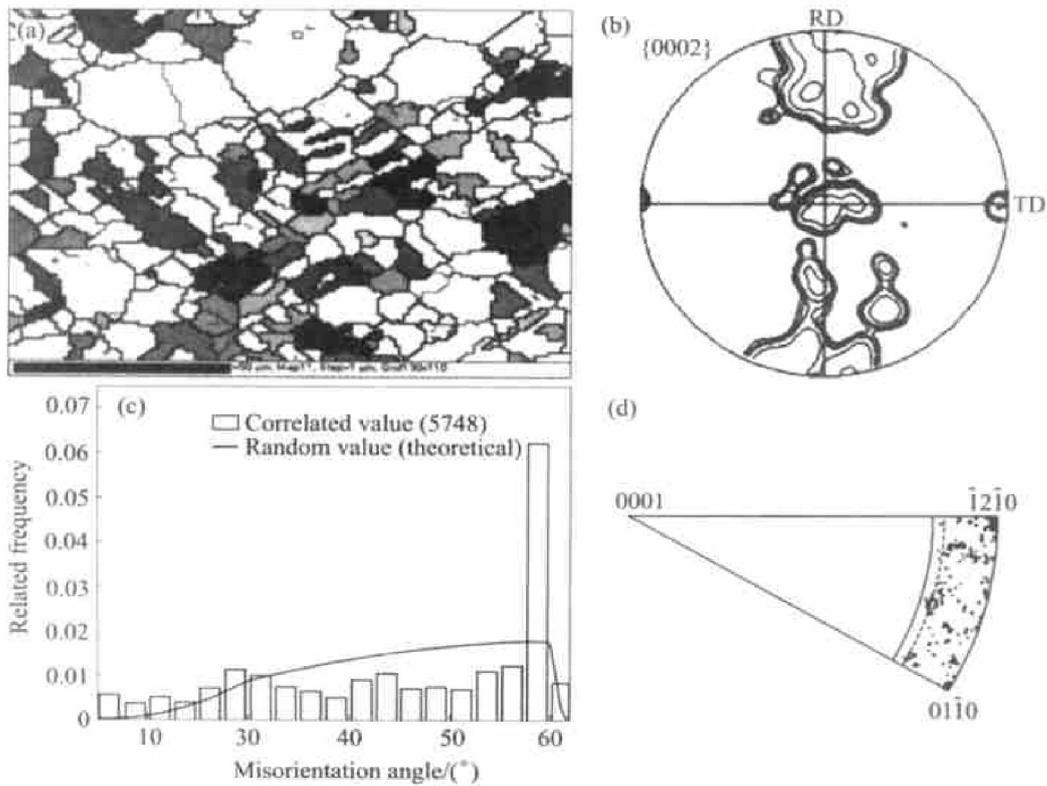


图 4 样品应变为 1.9% 时的取向成像分析

**Fig. 4** Orientation mapping on 1.9% strained sample

(a) —Orientation mapping; (b) —{0002} pole figure;  
(c) —Misorientation distribution; (d) —Distribution of rotation axes at 80° ~ 90°

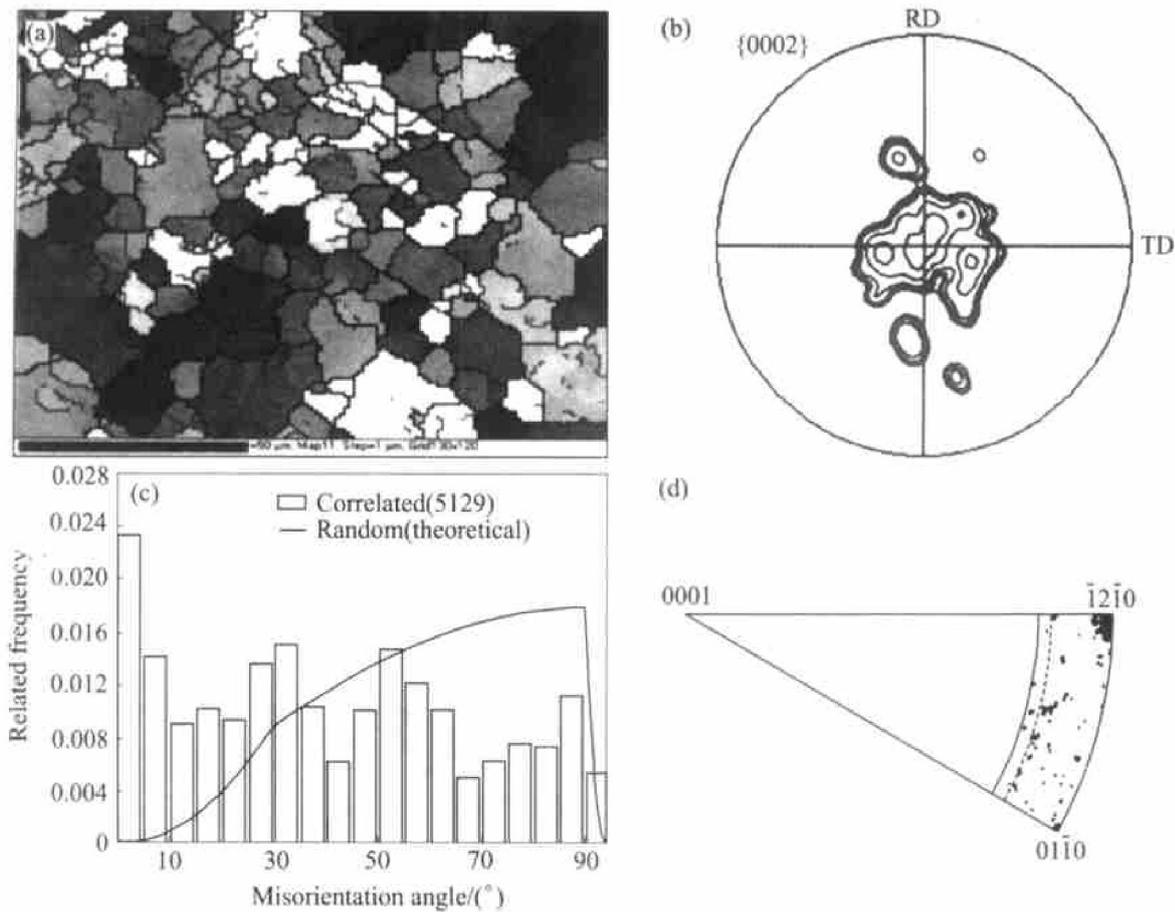


图 5 样品应变 9.3% 时的取向成像分析

Fig. 5 Orientation mapping on 9.3% strained sample

(a) —Orientation mapping; (b) —{0002} pole figure;

(c) —Misorientation distribution; (d) —Distribution of rotation axes at 80°~90°

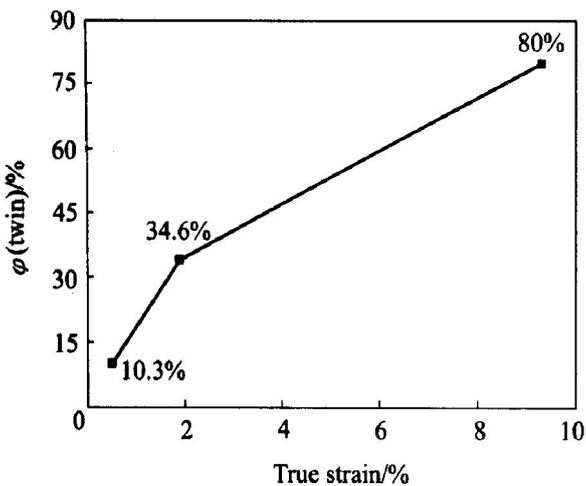


图 6 应变量与基面织构所占比例的关系

Fig. 6 Relationship of strain amount with volume fraction of basal-oriented grains

应变增加, 孪晶规模显著增大, 从 10.3% 到 34.6% 直至 80.0%。虽然实验中样品数目有限, 缺少应变量为 2%~8% 的样品, 但该分析方法应是准确的。

实验数据的偏差可能来源于原始样品, 因为并

非所有晶粒的  $c$  轴都平行于 RD (允许  $45^\circ$  以内的偏差)。若已有一部分晶粒的取向是基面取向, 则它会导致统计出的孪晶量偏高, 如图 1(a) 显示初始织构很强, 但图 7 给出的取向成像表明, 初始样品中少量晶粒 (灰色) 的取向为柱面取向 (指  $c$  轴平行于 TD 方向的晶粒)。若初始样品为随机取向的铸造样品, 则应在形变前测出基面织构取向的百分数, 在随后的形变过程中应将测出的基面织构取向晶粒的百分数扣除初始部分, 总体上其影响不大。文献 [13] 认为随应变量的加大孪晶减少是  $\{10\bar{1}1\}$  二次孪晶的结果, 本文作者认为  $\{10\bar{1}1\}$  二次孪晶有特定的取向关系, 单从取向差分布还不能完全证明, 还应给出转轴分布。图 3(d) 中显示的转轴分布说明  $85^\circ \sim 90^\circ$  取向差峰值不仅对应  $\{10\bar{1}2\}$  孪晶 (对应  $86.3^\circ \langle 11\bar{2}0 \rangle$  的取向关系), 还存在  $80^\circ \sim 90^\circ \langle 1100 \rangle$  及其它取向关系。图 7(c), (d) 的取向差及转轴分布表明, 非常漫散的  $30^\circ \langle 0001 \rangle$  的关系是大量相邻的基面取向晶粒造成的, 与孪晶或二次孪晶无关, 因热轧板是在  $350^\circ\text{C}$  以上形变的, 此时仅

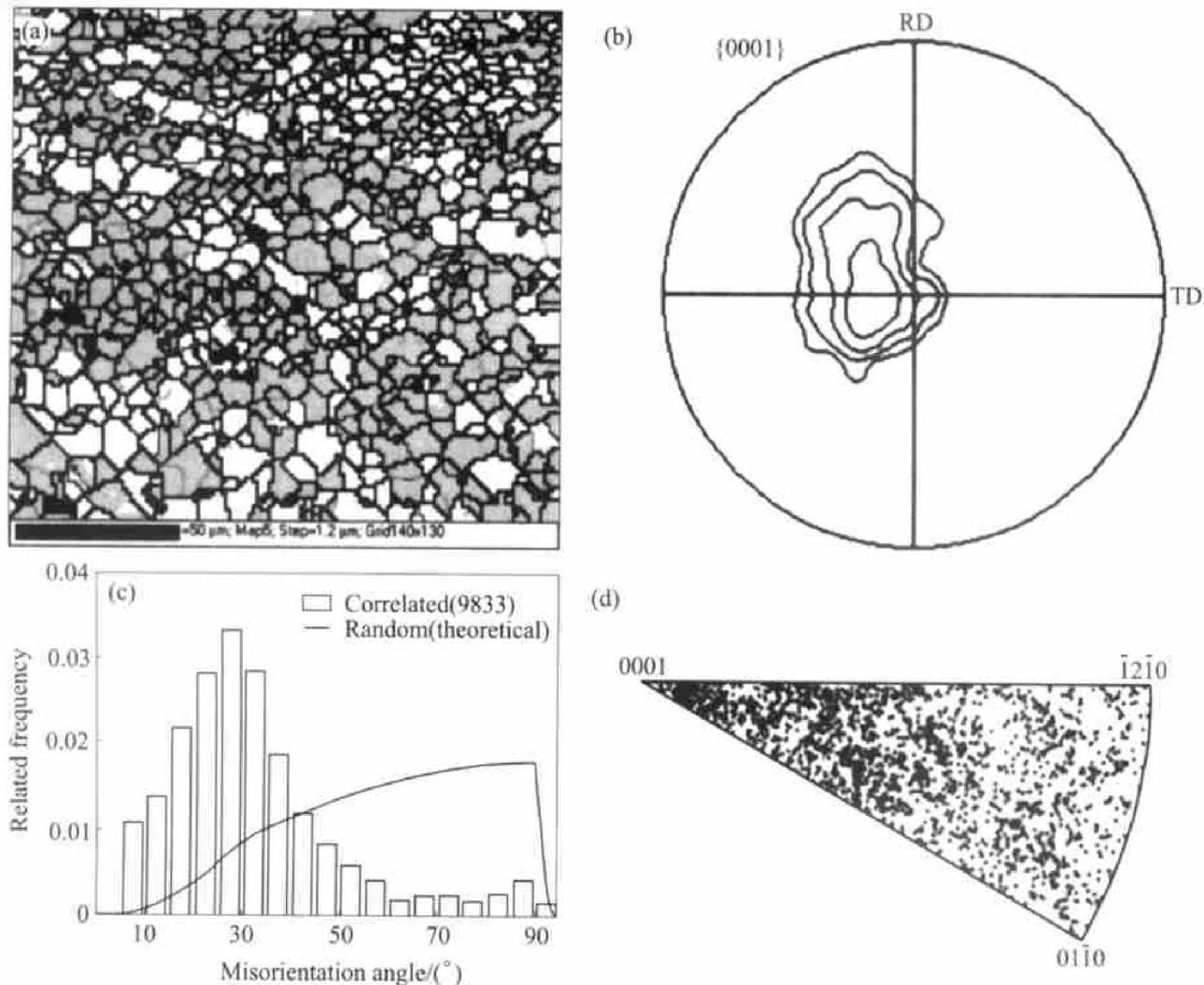


图7 热轧板取向成像分析

Fig. 7 Orientation mapping on hot rolled plate

(a) —Orientation mapping; (b) —{0002} pole figure; (c) —Misorientation distribution; (d) —Distribution of rotation axes

有动态再结晶和滑移，没有孪生过程。

### 3 结论

取向成像检测出该样品主要的形变机制是{1012}c轴拉伸孪晶；取向差及转轴分布的测定表明，该样品形变时，随应变量的加大，孪晶取向关系经历最大值，然后该取向关系的比例会下降。基面取向晶粒的比例与孪晶量对应，孪晶关系存在的多少不与孪晶量对应；给出该初始取向样品形变时应变变量与孪晶量的定量关系；孪生后期滑移也起到一定作用，表现为存在一定量的小角度晶界。取向成像技术是定量检测六方金属形变孪生过程的有效手段。

### REFERENCES

- [1] Yoo M H. Slip, twinning and fracture in hexagonal close packed metals[J]. Metall Mater Trans A, 1981, 12A(3): 409 - 418.
- [2] Kelley E W, Hosford W F. The deformation characteristics of textured magnesium[J]. Trans AIME, 1968, 242(4): 654 - 660.
- [3] Myshlyaev M M, McQueen H J, Mwembela A, et al. Twinning, dynamic recovery and recrystallization in hot worked Mg-Al-Zn alloy[J]. Mater Sci Eng A, 2002, A337(1-2): 121 - 133.
- [4] Munroe N, Tan X, Gu H. Orientation dependence of slip and twinning in HCP metals[J]. Scripta Mater, 1997, 36(12): 1383 - 1386.
- [5] Mwembela A, Konopleva E B, McQueen H J. Microstructural development in Mg alloy AZ31 during hot working[J]. Scripta Mater, 1997, 36(1): 1789 - 1795.
- [6] Lach E, Kainer K U, Bohmann A, et al. Deformation twinning of AZ31 alloy in quasistatic and dynamic com-

- pression tests [A]. Kainer K U. Proc of Magnesium Alloys and Their Applications [C]. Weinheim: Wiley-VCH, 2000. 354 - 358.
- [7] Gehrmann R, Gottstein G. Texture and microstructure development during plastic deformation of magnesium [A]. Szprunzeed. Proc of 12th Inter Conf on Textures of Mater [C]. Montreal, Canada, 1999. 665 - 670.
- [8] YANG P, CUI F E, BIAN J H, et al. Relationships between deformation mechanisms and initial textures in polycrystalline magnesium alloys AZ31 [J]. Trans Non-ferrous Met Soc China, 2003, 13(2): 280 - 284.
- [9] Kocks U F, Westlake D G. The importance of twinning for the ductility of CPH polycrystals [J]. Trans AIME, 1967, 239(7): 1107 - 1109.
- [10] Sebastian W, Droeder K, Schumann S. Properties and processing of magnesium wrought products for automotive application [A]. Kainer K U. Proc of Magnesium Alloys and Their Applications DGM Inter Congress [C]. Weinheim: Wiley-VCH, 2002. 602 - 608.
- [11] Westlake D G. Twinning in Zirconium [J]. Acta Metall, 1961, 9: 327 - 331.
- [12] Wonsiewicz B C, Backofen W A. Plasticity of magnesium crystals [J]. Trans AIME, 1967, 239(9): 1422 - 1431.
- [13] Klimanek P, Poetzsch A. Microstructure evolution under compressive plastic deformation of magnesium at different temperatures and strain rates [J]. Mater Sci and Eng A, 2002, A324(1 - 2): 145 - 150.
- [14] Form W, Gindraux G, Mlynar V. Density of annealing twins [J]. Metal Science, 1980(7): 16 - 20.
- [15] 杨平, 孙祖庆, 毛卫民. 取向成像: 一种有效研究晶体材料组织、结构及取向的技术 [J]. 中国体视学与图像分析, 2001, 6(1): 50 - 54.  
YANG Ping, SUN Zuqing, MAO Weimin. Orientation mapping: an effective technique for revealing the morphology, crystallographic structure and orientation of crystalline materials [J]. Chinese Journal of Stereology and Image Analysis, 2001, 6(1): 50 - 54.
- [16] Kelley E W, Hosford W F. Plane-strain compression of magnesium and magnesium alloy crystals [J]. Trans AIME, 1968, 242: 5 - 13.

(编辑 龙怀中)