

孪晶界对 AZ31 镁合金静态再结晶的影响

丁雪征, 刘天模, 陈建, 张瑜, 卢立伟

(重庆大学 材料科学与工程学院, 重庆 400030)

摘要: 对铸态 AZ31 镁合金进行不同变形量的锻造或压缩室温变形, 然后经过不同温度和时间退火保温, 研究孪晶界对合金静态再结晶过程的影响。结果表明, 锻造产生的孪晶较短且取向错乱, 而压缩变形产生的孪晶则较狭长, 同取向的孪晶大量聚集、平行排列, 这与锻造和压缩两种变形方式的形变速率不同有关。退火保温实验结果表明, 在相同条件下, 锻造变形镁合金孪晶处比压缩变形镁合金孪晶处更易发生再结晶。研究不同孪晶处的形核方式, 提出低温“孪晶界凸出形核”机理, 发现某些孪晶变体即二次孪晶处并不是优先形核的位置, 这与经典的孪生形核理论的观点不同。

关键词: 镁合金; 孪晶界; 再结晶; 变形方式

中图分类号: TG113

文献标志码: A

Effect of twin boundary on static recrystallization of AZ31 magnesium alloy

DING Xue-zheng, LIU Tian-mo, CHEN Jian, ZHANG Yu, LU Li-wei

(College of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400030, China)

Abstract: The effect of twin boundary during static recrystallization of the as-cast AZ31 magnesium alloy annealed at different temperatures for different times was studied after being forged or compressed with certain proportion. The results show that the twins produced by forging are short and their orientations are disordered, but twins produced by compression are narrow and long and exist with groups that have the same orientation. The morphology differences of diverse deformation are related to the difference of deformation rate of the forging and compression. Annealing experiments results show that under the same condition, the recrystallization at twin boundaries of the forged AZ31 magnesium alloy occurs more easily than that of the compressed AZ31 magnesium alloy. Moreover, the nucleation ways in the diverse areas of twin boundary were studied. A new nucleation theory of “twin boundary bulge nucleation mechanism” at low temperature was proposed. The results indicate that some twin variants are not the positions for priority nucleation, which is different from the classic twin nucleation theory.

Key words: magnesium alloy; twin boundary; recrystallization; deformation mode

镁合金因其具有密度低、比强度高、弹性模量较低、电磁屏蔽效果优良、零件尺寸稳定等性能, 被广泛应用于航空、航天、汽车、3C 产品、印刷和纺织等行业中^[1]。然而, 镁合金具有 HCP 结构, 对称性低, 室温滑移系少, 增加了其冷加工成型的困难^[2]。孪生是镁合金主要的形变方式之一。研究表明, 孪晶对镁

合金动态再结晶具有重要作用, 压缩孪晶比拉伸孪晶更有利于促进再结晶的形核和长大, 这是因为拉伸孪晶界面易迁移, 形变均匀, 难以储存足够的形变能, 而压缩孪晶则正好相反^[3-5]。孪晶界易成为形核点, 有利于晶粒长大, 且由于静态再结晶的作用, 弱化了变形产生的强基面织构^[6-7]。镁合金在塑性变形后, 最常

基金项目: 科技部国际合作项目(2011DFR50010); 重庆大学大型仪器设备开放基金

收稿日期: 2012-01-20; 修订日期: 2012-10-12

通信作者: 刘天模, 教授, 博士; 电话: 023-66650011; E-mail: tmlu@cqu.edu.cn

见的孪晶界为 $\{10\bar{1}2\}$ 型拉伸孪晶和 $\{10\bar{1}1\}$ 压缩孪晶。塑性变形后发生的再结晶现象对实际的加工和生产具有重要意义^[8]。目前,关于孪晶界对镁合金再结晶影响的研究主要集中在动态再结晶^[9-11],而孪晶界对静态再结晶影响的研究相对较少。

为此,本文作者以铸态 AZ31 镁合金为原料,通过压缩和锻造两种室温变形方式,比较变形方式和变形量对孪生形态以及退火温度、退火时间对孪晶处再结晶的影响,探讨不同孪晶界再结晶形核与长大机理。

1 实验

实验原材料为 AZ31 铸态镁合金,其具体成分如表 1 所列。首先将铸态镁合金加工成尺寸为 $d 10 \text{ mm} \times 18 \text{ mm}$ 的圆柱状样品,并进行 400°C 、4 h 的均匀化退火。然后在室温下进行锻造或压缩变形,选择的变形量分别为 4%、8% 和 12%。其中,压缩变形实验在新三思 CMT-5105 万能电子试验机上进行,变形速度为 2 mm/min ,锻造为手工锻。

从图 1 中 3 条曲线(图中压缩变形初期的 2% 为弹性变形)的吻合度可以看出,塑性变形达到 12% 时,样品仍处在均匀塑性变形阶段。随后,将变形后的样品

表 1 AZ31 镁合金的化学成分

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

Al	Zn	Mn	Mg
2.95	0.96	0.34	95.75

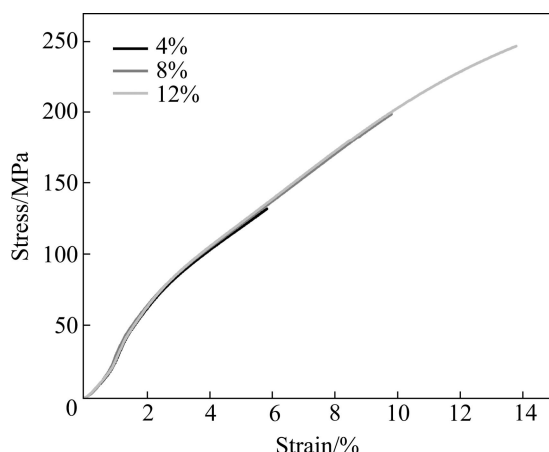


图 1 压缩量为 4%、8% 和 12% 时 AZ31 镁合金的工程应力—应变曲线

Fig. 1 Engineering stress—strain curves of AZ31 magnesium alloy compressed by 4%, 8% and 12%

分别在 200 和 300°C 下进行不同时间(1 min、5 min、20 min、1 h、2 h、4 h、10 h、24 h)的退火保温。最后,对热处理后的样品进行金相观察和 XRD 检测。

2 结果和分析

2.1 变形方式对孪生的影响

孪生过程受到很多因素的影响,如形变温度、形变程度、晶粒取向以及晶粒尺寸等^[12],本文作者重点研究变形方式与变形量对孪生过程的影响。

图 2 所示为压缩和锻造两种变形方式产生的孪晶的金相组织。当形变量较小(4%)时,孪晶形貌区别不明显(见图 2(a)和(b))。当形变量达到 8% 时,锻造变形产生的孪晶方向错乱、不集中,大孪晶之间存在交叉的小孪晶;压缩变形后,典型的孪晶形貌为方向一致的孪晶平行排列,而且存在聚集现象(见图 2(c)和(d))。当形变量增大到 12% 时,孪晶量明显增多,锻造变形的孪晶错乱程度加剧,而压缩变形后两组方向不同的孪晶群发生交错(见图 2(e)和(f))。

图 3 所示为将圆柱体样品从侧面进行扫描的 XRD 谱。由图 3 可以看出,在均匀化后未变形的样品中(0002)基面很多,而随着变形量的增加,(0002)基面的峰值逐渐降低。这是因为(0002)基面滑移是镁合金的主要变形方式之一。而在压缩或锻造变形过程中,试样纵向受到外力作用,使大部分晶粒逐渐发生旋转(见图 4),最终使(0002)基面旋转至趋于与纵向垂直的方向,从而促进横向的变形(即锻造)。所以,纵面的 XRD 谱显示(0002)的峰值随着变形量增大逐渐变小。

2.2 孪晶处的静态再结晶过程

2.2.1 退火温度与退火时间的影响

图 5 所示为经 8% 压缩变形后 AZ31 镁合金分别在 200 (低于再结晶温度)和 300°C 下进行不同时间退火保温的金相组织。由图 5(a)、(c)和(e)可以看出,当变形程度和退火温度相同时,对比退火时间从 5 min、20 min 至最后的 1 h,孪晶界出现再结晶形核现象,但在退火 1 h 时,仍然可以看到大量未发生再结晶的孪晶。相比之下,在退火温度 300°C 下退火 5 min 后,孪晶界处有大量无畸变的新晶粒产生。退火时间延长,晶粒开始长大,组织逐渐趋于均匀化(见图 5(b)、(d)和(f))。比较两个温度下再结晶形核长大可以看出,退火温度的提高可以显著地缩短再结晶的时间。

2.2.2 变形量与变形方式的影响

图 6 所示为 AZ31 镁合金经 4%、8% 和 12% 锻造

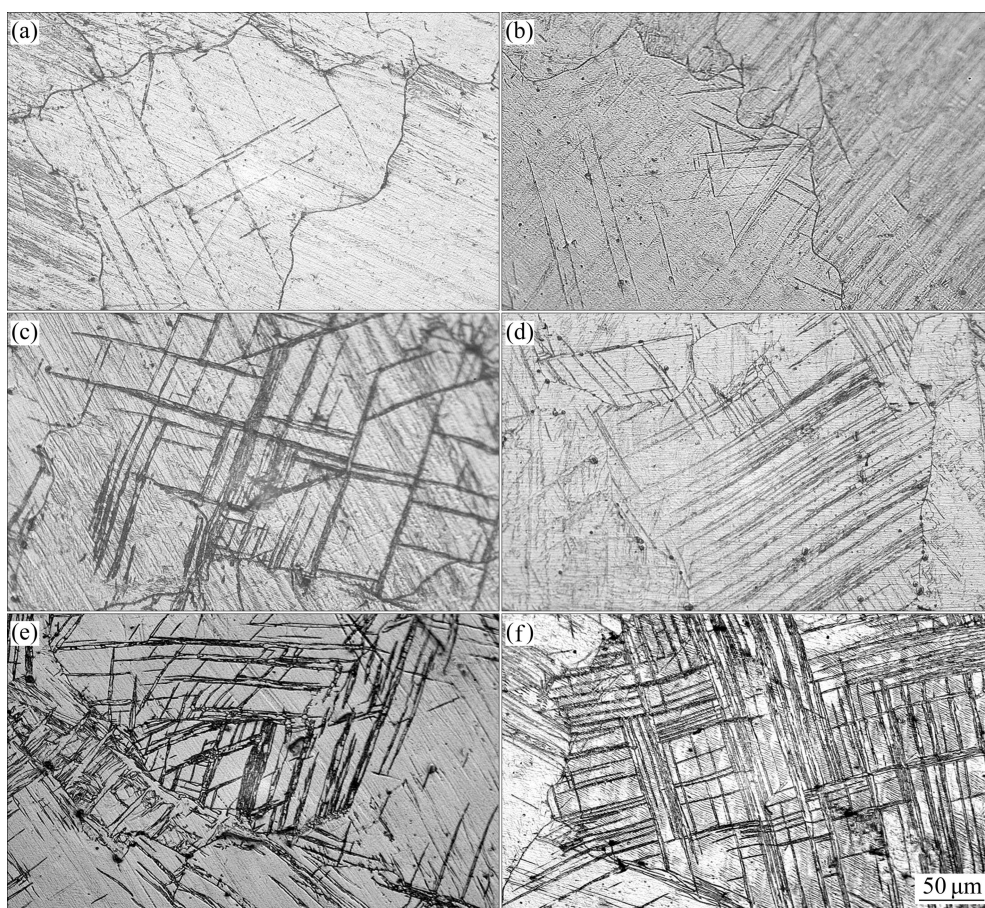


图 2 经不同比例锻造或压缩变形、无退火 AZ31 镁合金的金相组织

Fig. 2 Microstructures of AZ31 magnesium alloy forged or compressed with different proportions without annealing: (a) 4%, forged; (b) 4%, compressed; (c) 8%, forged; (d) 8%, compressed; (e) 12%, forged; (f) 12%, compressed

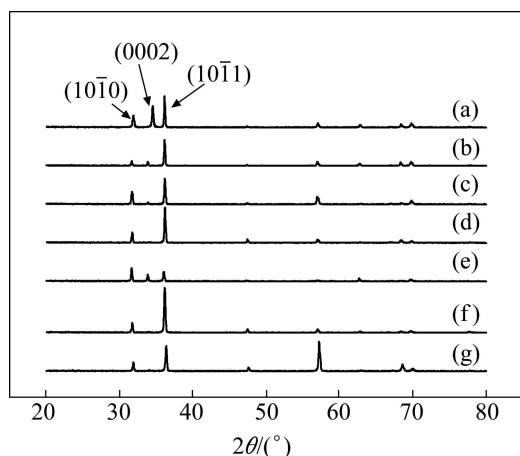


图 3 经不同比例锻造或压缩变形、无退火 AZ31 镁合金的 XRD 谱

Fig. 3 XRD patterns of AZ31 magnesium alloy forged or compressed with different proportions without annealing: (a) Raw material; (b) 4%, forged; (c) 8%, forged; (d) 12%, forged; (e) 4%, compressed; (f) 8%, compressed; (g) 12%, compressed

及压缩变形后, 在 200 °C、24 h 退火的金相组织。从图 6(a)和(b)中可看出, 在退火保温 24 h、4%变形量的试样组织中几乎没有再结晶新晶粒的出现。

当镁合金发生塑性变形时, 组织内部产生位错和孪晶, 以利于镁合金更大程度的塑性变形。塑性变形量越大, 组织内由于缺陷产生而储存的形变能越高, 因此, 越来越多本来在平衡位置上振动的原子获得能量而偏离平衡位置。在退火阶段, 首先偏离平衡位置大的原子, 获得足够的能量向能量低的平衡位置迁移, 使形变能得到释放, 内应力发生松弛, 从而发生再结晶^[13]。所以, 塑性变形量越大, 样品储蓄形变能越高, 越利于再结晶的进行。因此, 无论是锻造还是压缩, 当变形量增加到 8%时, 在 200 °C 条件下也发生了孪晶处的再结晶(见图 6(c)和(d))。锻造试样在同等变形量的情况下更容易在孪晶处发生再结晶, 因为锻造易产生交叉孪晶, 而压缩则产生大量平行排列的孪晶。由于位错容易在交错处塞积, 所以, 所有交叉处形核现象非常明显。尤其是 12%锻造变形量的样品(见图

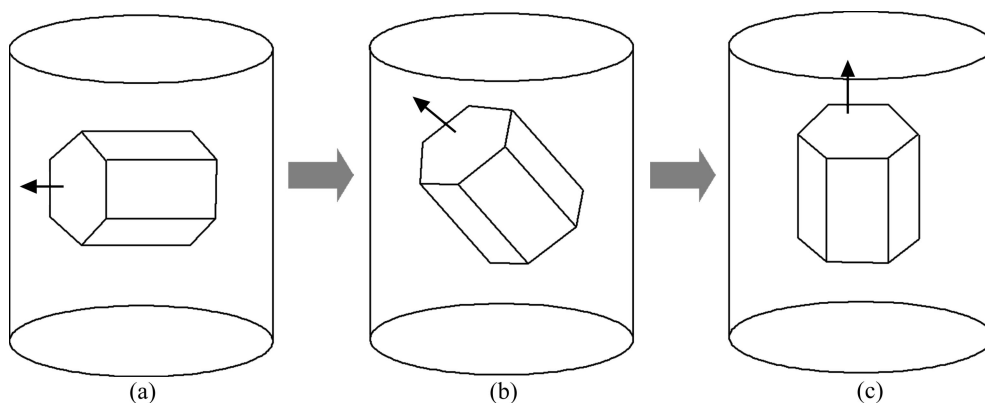


图 4 AZ31 镁合金在变形过程中的晶体取向变化示意图

Fig. 4 Schematic drawings showing changes of crystal orientation during transformation: (a) Before deformation; (b) During deformation; (c) After deformation

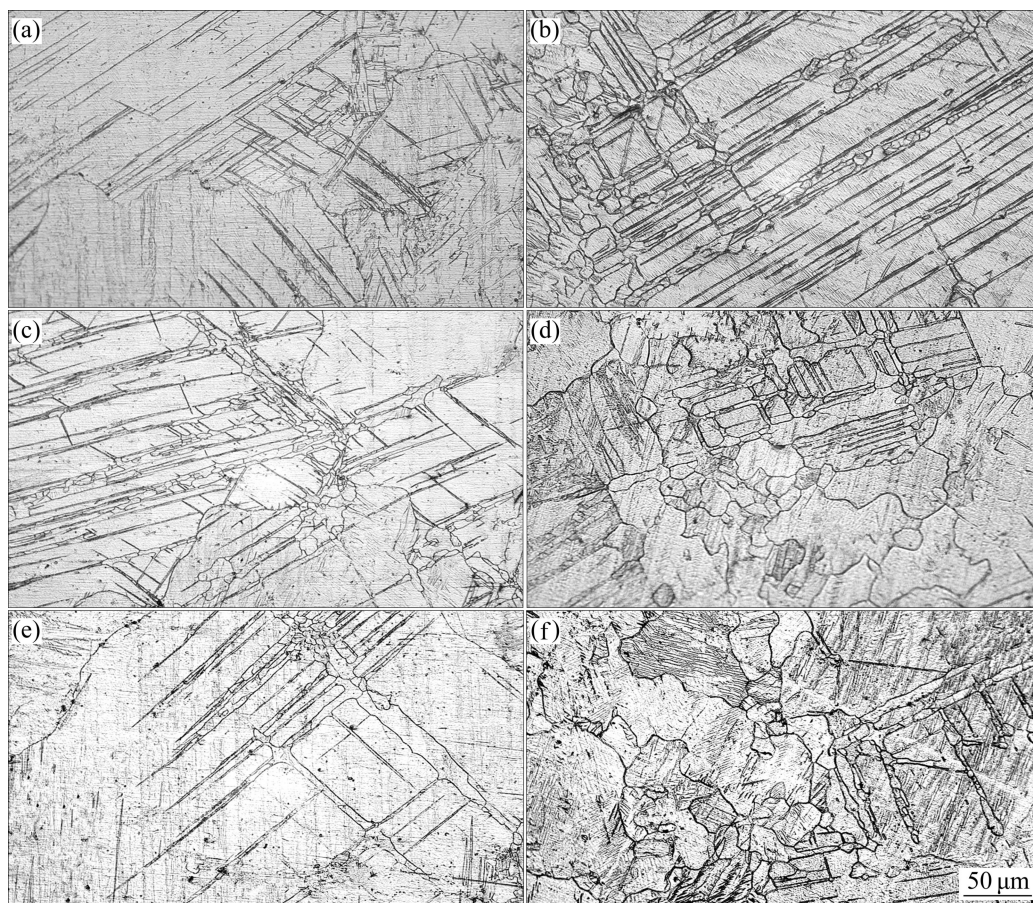


图 5 经压缩 8%、200 和 300 °C 退火保温不同时间后 AZ31 镁合金的金相组织

Fig. 5 Microstructures of AZ31 magnesium alloy compressed by 8% , annealed at 200 or 300 °C and held for different times: (a) 200 °C, 5 min; (b) 300 °C, 5 min; (c) 200 °C, 20 min; (d) 300 °C, 20 min; (e) 200 °C, 1 h; (f) 300 °C, 1 h

6(e)), 再结晶已趋于完成, 仅有少量孪晶存在。而 12% 压缩变形量的样品中仍然存在许多平行排列的孪晶界 (见图 6(f)), 这些孪晶界在静态再结晶后期将逐渐被晶粒吞并。

2.3 孪晶界对再结晶形核的影响

2.3.1 孪晶界的易形核点

经典孪生形核理论^[9,14]认为, 孪晶界形核可能有如下 3 种形核方式: ①初级孪晶的相互作用导致孪晶

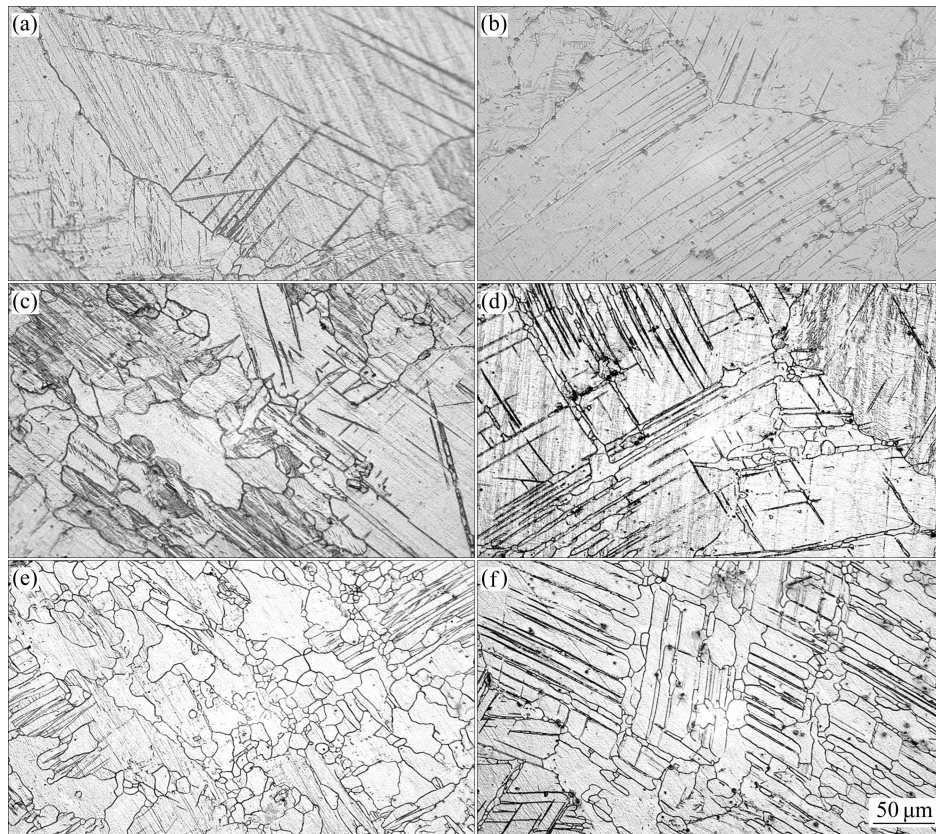


图 6 经不同比例的锻造或压缩变形后 AZ31 镁合金在 200 °C、24 h 退火的金相组织

Fig. 6 Microstructures of AZ31 magnesium alloy forged or compressed with different proportions and annealed at 200 °C for 24 h: (a) 4%, forged; (b) 4%, compressed; (c) 8%, forged; (d) 8%, compressed; (e) 12%, forged; (f) 12%, compressed

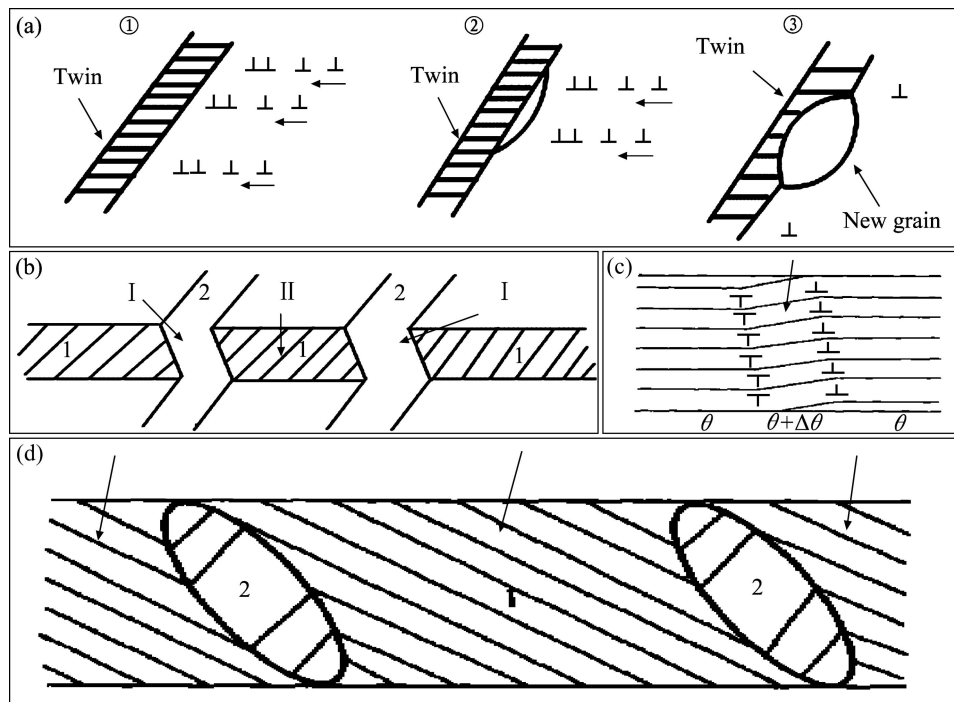


图 7 孪晶界形核机制示意图^[9,14]

Fig. 7 Schematic drawings of nucleation mechanisms of twin boundary^[9,14]: (a) Twin boundary bulge nucleation; (b) Nucleation surrounded by twin cross; (c) Nucleation of sub-grain boundaries growth; (d) Nucleation of secondary twins

界周围形成微晶,一次孪晶 1 和 2 交叉,微晶 II 相比微晶 I 更易出现再结晶(见图 7(b));②小角度晶界的发展可将变形和退火孪晶细分成核心,从一次孪晶的横截面模型可以看出,孪晶层的角度为 θ ,当某一处因变形出现小角度晶界 $\Delta\theta$ 时,则在此处以更为再结晶的核心(见图 7(c));③在一次孪晶层 1 内部发生二次孪晶 2 时,二次孪晶 2 可形成其他核心(见图 7(d))。

但是,实验结果与孪晶形核理论并不完全一致。

图 8 表明, AZ31 镁合金经 12% 的锻造变形、再结晶退火后最容易形核。

图 8(b)和(e)所示为孪晶内部亚晶合并形成小角度晶界进而发展成晶核的过程。由于形变量较大,孪晶内有大量位错的存在。当退火 5 min 时,孪晶内的位错经过迁移合并形成亚结构,形成小角度晶界(如 8(b)中箭头所指),并与孪晶相连,逐步发展成晶核。而随着退火时间的延长,退火 1 h 时形成的晶核的晶

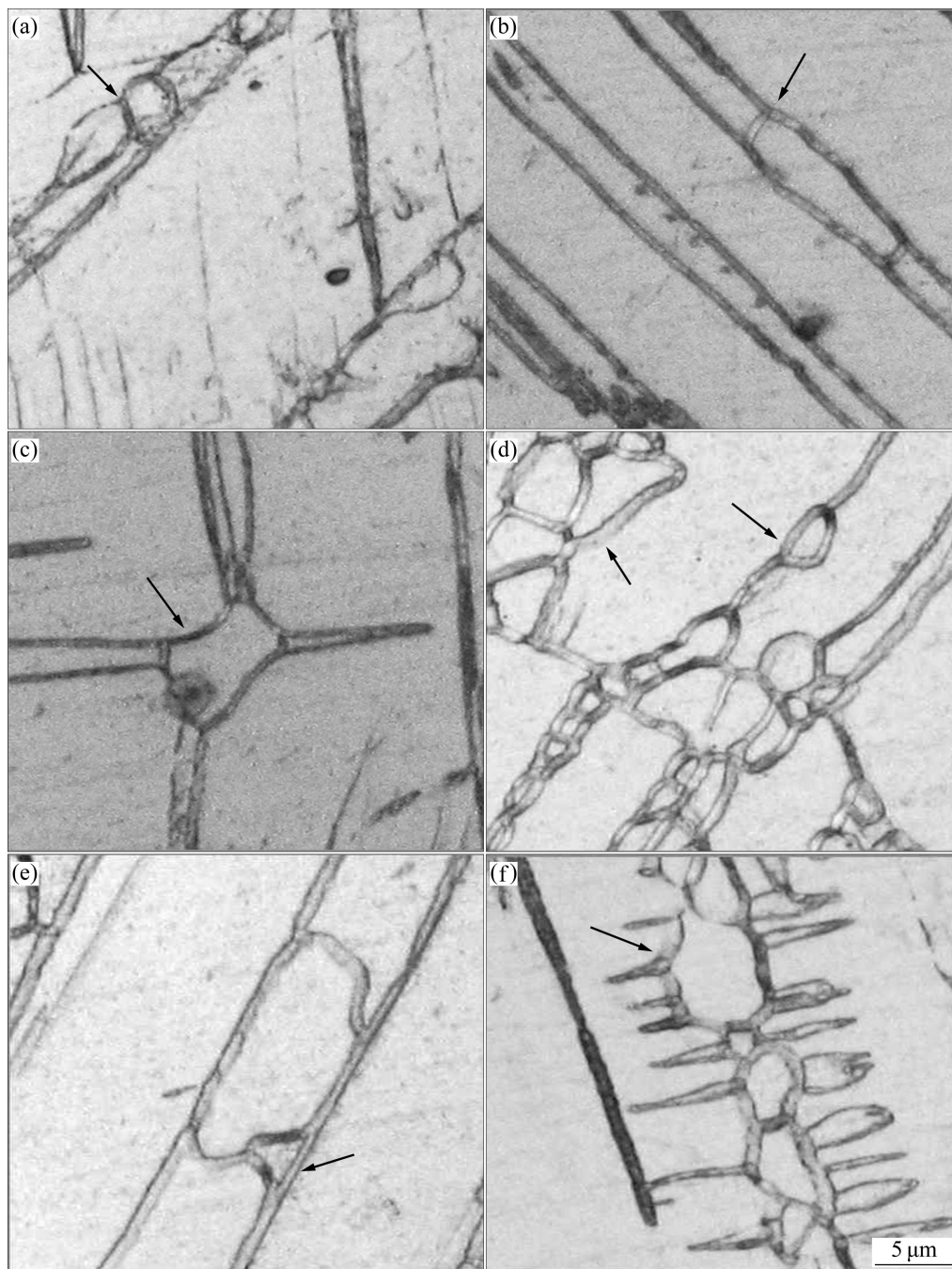


图 8 经 12% 锻造变形后在 200 °C 下退火不同时间 AZ31 镁合金的金相组织

Fig. 8 Microstructures of AZ31 magnesium alloy forged by 12% and annealed at 200 °C for different times: (a), (b), (c) 5 min; (d), (e), (f) 1 h

界通过继续合并周围的亚晶从而发生弯曲并与附近的孪晶界连接, 形成更多新的小晶粒。其孪生形核机理与图 7(c)所示的一致。图 8(c)和(f)所示为交叉孪晶形核过程。相互交错的孪晶处, 形变能和内应力集中。经退火处理后, 很短时间内就会具有足够的驱动力, 产生新晶粒。而交错处密集的地方随着退火时间的延长, 晶粒形核后逐渐长大, 相互接触, 在这种情况下, 晶粒通过合并进而继续长大(见图 8(f))。可以看出, 两个孪晶的交叉点比经典孪生形核机理图 7(b)中所指的被孪晶包围的微晶 II 更易成为形核点。

而图 8(a)和(d)则诠释了另一种新的形核机制, 即低温下的“孪晶界凸出形核”机制, 其机理与晶界突出形核相似^[15-16]。在退火 5 min 时, 孪晶界的局部区域已有“凸出”形核的新晶粒。而随着退火时间的延长, 在退火 1 h 时, 孪晶界有成串的新晶粒形成并长大。分析认为, 在孪晶界发现的凸出形核过程如图 7(a)所示: 孪晶界内外两侧位错密度分布不均匀, 退火时基体内位错在孪晶界处堆积, 如图 7(a)中①所示; 塞积在孪晶界的位错, 通过滑移和攀移等运动方式, 逐

渐在孪晶界处形成向外“凸出”的亚晶界, 如图 7(a)中②所示; 随着退火时间的延长, 位错在孪晶界处形成的亚晶界逐渐连在一起形成晶界, 并逐步吞噬原来的孪晶界, 最终结合成为新的无畸变新晶粒, 如图 7(a)中③所示。

2.3.2 孪晶界的难形核点

图 9 所示为压缩和锻造试样中一些不易发生再结晶的孪晶, 主要是一些相互平行的孪晶界(见图 9(a)~(f))。这些相互平行、间距相同的孪晶, 即使在经过 24 h 的退火保温后, 仍然保持着原来的形貌, 而不发生再结晶。只能通过周围无畸变晶粒的不断长大来慢慢吞噬这些孪晶。分析认为, 在这些位置上的孪晶, 其孪晶界不能促进再结晶, 原因是形变时孪晶界会发生迁移, 缓和了塑性变形引起的内应力和畸变能的集中。虽然有适宜的退火温度和退火时间等有力条件, 但是其储备的驱动力不足以促使再结晶的进行。另外, 一些孪晶变体(二次孪晶)并不易于成为再结晶的形核点, 如图 9(g)和(h)所示。压缩 12% 的试样经 300 °C 退火 5 min 和 1 h 后, 周围一次孪晶界处已经有新

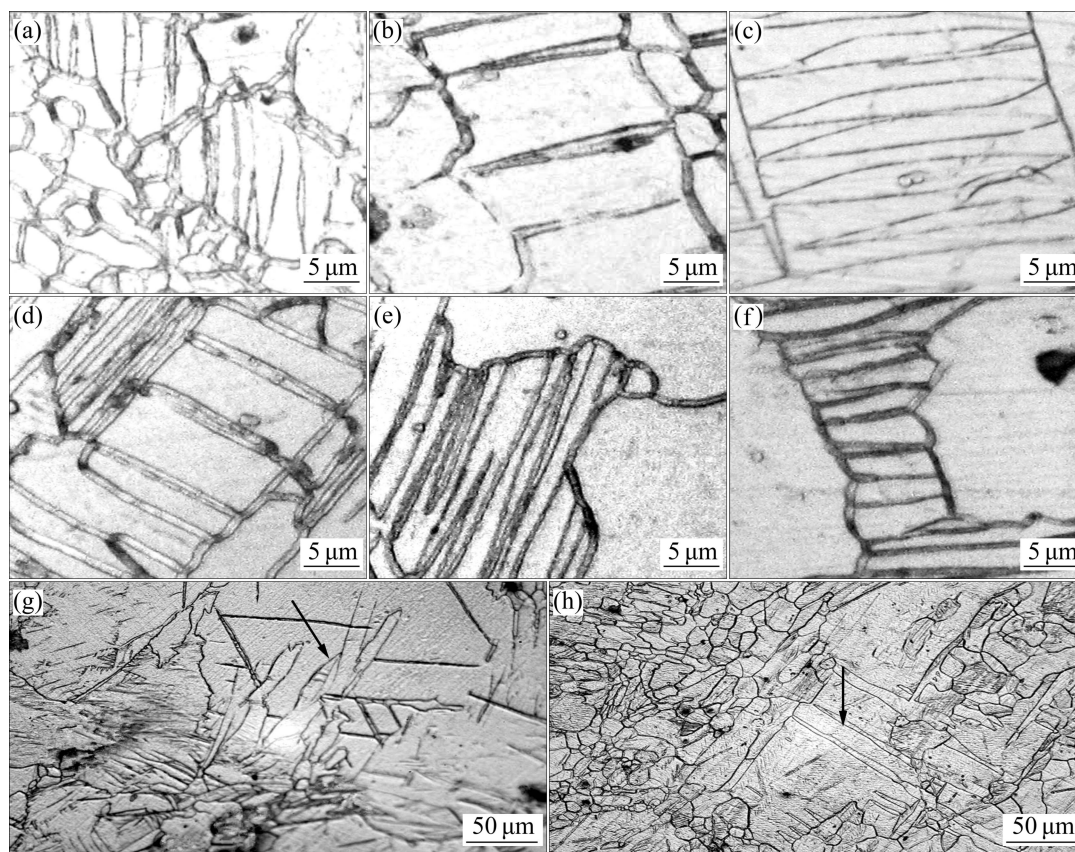


图 9 经 12% 锻造或压缩及不同温度不同时间退火处理后 AZ31 镁合金的金相组织

Fig. 9 Microstructures of AZ31 magnesium alloy forged or compressed by 12% and annealed at different temperature for different times: (a) Forged, 20 min, 200 °C; (b) Forged, 1 h, 200 °C; (c) Forged, 10 h, 200 °C; (d) Compressed, 1 h, 200 °C; (e) Compressed, 10 h, 200 °C; (f) Compressed, 24 h, 200 °C; (g) Compressed, 5 min, 300 °C; (h) Compressed, 1 h, 300 °C

晶粒形成,但是图 9(g)和(h)中箭头所指有二次孪晶的孪晶界仍无新晶粒产生。分析认为,位错可能不容易在此类二次孪晶界处塞积,或是其产生过程释放了原来孪晶处的内应力,所以没有足够的驱动力产生新晶粒。此结论与文献[4]所认为的二次孪晶有利于再结晶形核的观点不同。

3 结论

1) 锻造产生的孪晶较短且取向错乱,而压缩变形产生的孪晶则较长,同取向的孪晶大量聚集且平行排列,这与锻造和压缩两种变形方式的形变速率不同有关。

2) 孪晶界对铸态 AZ31 镁合金再结晶的影响受变形方式、变形程度、退火温度及退火时间的影响。在相同条件下,锻造变形的镁合金孪晶处更易发生再结晶。

3) 提出了低温下“孪晶界凸出形核”机理,发现孪晶交叉点比交叉围成的微晶处更易成为形核点,而且一些孪晶变体即二次孪晶处并不是优先形核的位置,这与经典的孪生形核理论的观点不同。

REFERENCES

- [1] 张津,章宗和. 镁合金及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 283-305.
ZHANG Jin, ZHANG Zong-he. Magnesium alloy and application [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004: 283-305.
- [2] 陈振华. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 202-241.
CHEN Zhen-hua. Magnesium alloy [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004: 202-241.
- [3] LI X, YANG P, WANG L N, MENG L, CUI F. Orientational analysis of static recrystallization at compression twins in a magnesium alloy AZ31 [J]. Material Science and Engineering A, 2009, 517: 160-169.
- [4] 李萧,杨平,孟利,崔凤娥. 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, CUI Feng-e. Analysis of the static recrystallization at tension twins in AZ31 magnesium alloy [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2010, 46(2): 147-154.
- [5] BARNETT M R, NAVE M D, BETTLES C J. Deformation microstructures and textures of some cold rolled Mg alloys [J]. Material Science and Engineering A, 2004, 386: 205-211.
- [6] CHAO H Y, SUN H F, CHEN W Z, WANG E D. Static recrystallization kinetics of a heavily cold drawn AZ31 magnesium alloy under annealing treatment [J]. Materials Characterization, 2011, 62: 312-320.
- [7] JAGER A, LUKAC P, GARTNEROVA V, HALODA J, DOPITA M. Influence of annealing on the microstructure of commercial Mg alloy AZ31 after mechanical forming [J]. Material Science and Engineering A, 2006, 432: 20-25.
- [8] DOHERTY R D, HUGHEES D A. Current issues in recrystallization: A review [J]. Materials Science and Engineering A, 1997, 238: 219-274.
- [9] 刘楚明,刘子娟. 镁及镁合金动态再结晶研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(1): 1-12.
LIU Chu-ming, LIU Zi-juan. Research and development progress of dynamic recrystallization in pure magnesium and its alloys [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(1): 1-12.
- [10] YANG Xu-yue, ZHU Ya-kun. Static recrystallization behavior of hot-deformed magnesium alloy AZ31 during isothermal annealing [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2010, 20: 1269-1274.
- [11] SAMMAN T A, GOTTSTEIN G. Dynamic recrystallization during high temperature deformation of magnesium [J]. Material Science and Engineering A, 2008, 490: 411-420.
- [12] 陈振华,杨春花,黄长清,夏伟军,严红革. 镁合金塑性变形中孪生的研究[J]. 材料导报, 2006, 20(8): 107-113.
CHEN Zhen-hua, YANG Chun-hua, HUANG Chang-qing, XIA Wei-jun, YAN Hong-ge. Investigation of the twinning in plastic deformation of magnesium alloy [J]. Materials Review, 2006, 20(8): 107-113.
- [13] 崔忠圻,谭耀春. 金属学与热处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2007: 194-203.
CUI Zhong-qi, TAN Yao-chun. Metallography and heat treatment [M]. Beijing: China Machine Press, 2007: 194-203.
- [14] 毛卫民,赵新兵. 金属的再结晶与晶粒长大[M]. 北京: 机械工业出版社, 1994: 47.
MAO Wei-min, ZHAO Xin-bing. Recrystallization and the grains growth of metals [M]. Beijing: China Machine Press, 1994, 47.
- [15] DOHERTY R D, HUGHES D A, HUMPHREYS F J, JONAS J J, JUUL JENSEN D, KASSNER M E, KING W E, MCNELLEY T R, MCQUEEN H J, ROLLETT A D. Current issues in recrystallization: A review [J]. Material Science and Engineering A, 1997, 238: 219-274.
- [16] KAIBYSHEV R O, SITDIKOV O S H. On the role of twinning in dynamic recrystallization [J]. The Physics of Metals and Metallography, 2000, 89(4): 70-77.

(编辑 陈卫萍)