Journal of Chinese Electron Microscopy Society

# 室温下动态塑性变形下 AZ31 镁合金的孪生特征 及织构变化的 EBSD 表征

# 娄 超,张喜燕<sup>\*</sup>,严富华

(重庆大学材料科学与工程学院,重庆 400030)

摘 要: 在轧制镁板材纵截面(即 RD-ND 面)分别切出样品轴绕法向(ND)方向旋转 0°、30°、60°和 90°的 4 种样品,并对它们进行室温下的动态塑性变形(dynamic plastic deformation,简称 DPD)。EBSD 分析方法应用于样品的微观组织及织构变化的表征方面,发现随着角度的增大孪生体积分数逐渐增大。60°和 90°的变形样品中,只存在 86°  $\langle 1\,\overline{2}10\rangle$ 和 60°  $\langle 10\,\overline{10}\rangle$ 两种界面关系,且数量很多。在 0°变形样品中,除极少量的 {10 12} 拉伸孪晶外,基本上都是 {10 11} - {10 12}二次孪晶。30°变形样中,{10 12}拉伸孪晶和 {10 11} - {10 12}二次孪晶为主要的孪晶形式。

关键词: AZ31;动态塑性变形;EBSD;孪晶;基面织构

中图分类号: TG146.2; TG115.21<sup>+</sup>3; TG115.23; TG115.21<sup>+</sup>5.3 文献标识码: A

由于滑移系的不足,孪生成为纯镁及镁合金一种重要的晶内塑性变形机制,尤其是在低温和/或高 应变速率的条件下<sup>[1-5]</sup>。在室温变形过程中,高应 变速率不利于镁合金滑移的传播和连续性,从而产 生大的应力集中,此时单纯的滑移难以释放应力,所 以在断裂之前,孪生对于镁合金的变形过程中起到 关键作用。在镁合金中,孪生对材料的初始织构的 影响也很大。同时,初始织构对形变材料的孪晶类 型选择也起到决定作用<sup>[1-8]</sup>。以往的压缩实验一般 是应用常规应变速率(<10°s<sup>-1</sup>)变形<sup>[7-11]</sup>。本实 验对不同初始织构的 AZ31 镁合金运用动态塑性变 形,并用 EBSD 分析技术对变形前后的样品进行表 征,以判断高应变速率对材料微观组织及织构的影 响。

#### 1 实验

AZ31 镁合金材料为商用热轧退火板材,成分为 Mg-3% Al-1% Zn-0.3% Mn。板材的{0001} 基面几 乎是平行于轧制面。通过组织观察,热轧退火态的 AZ31 材料中并没有退火孪晶及形变孪晶,晶粒尺寸 分布较均匀(图 1a)。利用截线法判断材料晶粒度 约 24 μm。在图 1b 的 EBSD 极图中可见材料本身 具有很强的初始织构。

在轧制镁板材纵截面(即 RD-ND 面)分别切出

样品轴绕 ND 方向旋转 0°、30°、60°和 90°的 10 mm ×10 mm×12 mm 的4 种长方体样品,选择 10 mm× 10 mm 的正方形面作为受力面(见图 2)。变形前, 利用砂纸先将样品各个表面磨成镜面,以减少变形 时不必要的摩擦力。DPD 工艺过程是利用 Instron Dynatup 8100 型落锤冲击试验机在室温条件下完 成。样品仅变形一次,变形的应变速率为~5×  $10^2 s^{-1}$ 。本实验样品的变形量采用工程应变量,即*ε* =  $L_o - L_d / L_o$ ,其中  $L_o$ 和  $L_d$ 分别是样品变形前后的 厚度。4 个样品的工程应变量见表 1,不同样品的应 变量有所出入是由于打磨样品过程中导致样品高度 有偏差。

表1 不同角度的样品相应的变形量

Table 1 Strains of samples with different angles

	0°	30°	60°	90°	-
З	6%	5.8%	5.9%	6.3%	

在用 EBSD 对样品分析之前,将样品所要观察 的面磨成镜面,再利用 AC II 电解抛光液对样品表面 进行抛光,电压 20 V,电流 2~3 A,时间 60 s。使用 FEI Nova400 FEG-SEM 的 EBSD 附件对变形前后样 品的微观组织及晶粒取向的变化进行测定。步长选 择为 1 μm,区域面积是 300 × 300 μm。对不同角度

收稿日期:2011-04-26;修订日期:2011-05-27 基金项目:中央高校基本科研业务费资助项目(No: CDJXS11132225).

作者简介:娄超(1985 -),男(汉族),博士研究生.

<sup>\*</sup> 通讯作者:张喜燕(1958 -),男(汉族),教授.E-mail: kehen888@163.com



图 2 角度为 0°、30°、60°和 90°样品的取样示意图及内部取向分布。 Fig. 2 Schematic illustration of the four sample orientations used for DPD testing.

的 AZ31 样品,都选择其中心均匀变形部位进行 EBSD 扫描,而且扫描5~6 张图片,目的是使结果 具有代表性。然后利用 Channl 5 软件对 EBSD 数据 进行分析。

## 2 结果与讨论

#### 2.1 变形后不同角度样品的织构差异

图 3 为不同角度样品的 EBSD 极图,变形前的 轧制镁合金具有很强的织构,在 DPD 高应变速率的 打击下 0°样品变形后织构较变形前没有多大变化。 30°、60°和 90°样品均在打击面形成较强的基面织 构,其中 60°和 90°样品可能由于应变量的原因,还 存在轧制镁板的织构,但已被弱化。

2.2 不同角度样品的微观组织分析

图 4 为样品的 EBSD 成像图,发现随着角度的 增大,孪生部分的比例逐渐增大。利用 EBSD 的二 维取向成像图对样品的孪生体积分数进行统计,0°、 30°、60°和 90°样品的孪生体积分数分别为 3%、 16%、44%和64%。90°样品的 EBSD 图呈现大量的 {10 12}拉伸孪晶;随着取样角度逐渐偏离 90°, {10 12}拉伸孪晶所占的体积分数也逐渐减少,少量 的二次孪晶则出现在 0°、30°样品中。由图 4 可见, 60°和 90°的变形样品中,只存在 86° 〈1 210〉和 60° 〈10 10〉两种界面关系,而且数量很多。其中 60° 〈10 10〉关系是由不同{10 12}孪晶变体对生长相遇 而形成的,如图 4 中紫线标示。在 0°变形样品中, 除了极少量的{10 12} 拉伸孪晶外,基本上都是 {10 11} - {10 12} 二次孪晶,如图 4 中深蓝线标示。 30°变形样中,{10 12} 拉伸孪晶和{10 11} -{10 12} 二次孪晶为主要的孪晶形式。

在高应变速率下,镁合金的变形机理非常复杂。 变形速度会对镁合金的加工硬化行为及位错运动产 生影响,变形速度过高,不利干滑移的传播和连续 性 从而产生大的应力集中 此时单纯的滑移难以释 放应力,所以孪生在镁合金的变形过程中起到极大 的作用<sup>[12]</sup>。但从 EBSD 获得的数据可看出,即使是 提高应变速率,结果也基本符合以下规律:当压应力 垂直于晶格 c 轴时,将产生 $\{10\ 1\ 2\}$  拉伸孪晶。 {1012} 拉伸孪晶协调变形的能力非常强,它可由拉 应力平行于晶格 c 轴或压应力垂直于晶格 c 轴来激 活。但前提条件是变形镁合金有很强的基面织构垂 直于压缩方向,从而导致当在特定方向(即挤压方 向 轧制方向等) 压缩时 {10 12} 拉伸孪晶的产生。 相反 {1011} 压缩孪晶产生条件是: 压缩变形方向 平行于 c 轴。而二次孪晶是在产生压缩孪晶后,为 协调变形进而在压缩孪晶处生成{1012}拉伸孪晶 而组合成的[13,14],所以产生条件和压缩孪晶条件 相同。

图 5 是不同角度样品的取向差分布图,由图可 见材料的显微组织界面特征。图 5a 中的旋转轴分 布图表示的是{10 11} - {10 12}二次孪晶的界面 关系;图 5(c,d)中两个旋转轴分布图分别表示 60°



图 1 热轧退火板材的微观组织特征。a: EBSD 成像图(Bar = 100 μm); b: (0001) 极图

Fig. 1 Microstructural characteristics of the as-rolled material. a: EBSD map( $Bar = 100 \mu m$ ); b: (0001) pole figure





Fig. 3 EBSD pole figures of samples with different angles , and LD is loading direction.



EBSD成像图中孪晶类型的标示

孪晶类型	孪生面	取向差角/轴	标注
拉伸孪晶	{1012}	80°<1210>	
压缩孪晶	{1011}	56°<1210>	
二次孪晶	{1011}-{1012}	38°<1210>	
60°孪晶	{1012}	60°<1010>	

图 4 DPD 后不同角度样品的 EBSD 成像图。Bar = 50 μm





Fig. 5 Misorientation angle distributions of samples with different angles after DPD. (a) 0°; (b) 30°; (c) 60°; (d) 90°

〈10 10〉和 86° 〈1 210〉两种界面关系。而图 5b 中的 旋转轴分布图说明≤5°的小角界面部分是由孪晶界 位错塞积和孪晶内部固着位错形成的,变形量越大, 孪晶界位错塞积越严重,同时后生孪晶内部固着位 错密度越高<sup>[9]</sup>,所以小角晶界的数量较多。

### 3 结论

本文采用 EBSD 技术分析不同初始织构的 AZ31 热轧退火板材在动态塑性变形中微观组织与 织构的差异。结果表明: (1) 0°样品变形后织构较 变形前变化不大, 30°、60°和 90°的样品均在打击面 形成较强的基面织构,随着角度的增大,孪生体积分 数逐渐增大。(2) 60°和 90°的变形样品中,只存在 86°  $\langle 1\ 210\rangle$ 和 60°  $\langle 10\ 10\rangle$ 两种界面关系,数量很多; 0°变形样品基本上都是{10 11} - {10 12}二次孪 晶; 30°变形样中, {10 12} 拉伸孪晶和{10 11} - {10 12}二次孪 品; 30°变影样中, 20 12

#### 参考文献:

- Wonsiewicz B C, Backofen W A. Plasticity of magnesium crystals [J]. Trans Metall Soc AIME, 1967, 239: 1422 - 1431.
- [2] Roberts C S. Magnesium and its alloys [M]. New York: John Wiley and Sons ,1960: 81.
- [3] Koike J. Enhanced deformation mechanisms by anisotropic plasticity in polycrystalline Mg alloys at room temperature [J]. Metall Mater Trans A, 2005, 36: 1689 - 1696.
- [4] Barnett M R. Twinning and the ductility of magnesium alloys Part I "Tension" twins [J]. Mater Sci Eng A, 2007, 464: 1-7.
- [5] Barnett M R. Twinning and the ductility of magnesium

alloys Part II "Contraction" twins [J]. Mater Sci Eng A , 2007 , 464: 8 - 16.

- [6] Yoo M H. Slip , twinning , and fracture in hexagonal close-packed metals [J]. Mater Trans A , 1981 , 12: 409.
- [7] Nave M D. Barnett M R. Microstructures and textures of pure magnesium deformed in plane-strain compression
  [J]. Scripta Mater , 2004 , 51: 881 - 885.
- [8] Park S H , Hong S G , Lee C S. Activation mode dependent { 1012 } twinning characteristics in a polycrystalline magnesium alloy [J]. Scripta Mater , 2010 , 62: 202 - 205.
- [9] 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 Mater, 2010, 58: 5873 - 5885.
- [10] Jiang J, Godfrey A, Liu W, et al. Identification and analysis of twinning variants during compression of a Mg-Al-Zn alloy [J]. Scripta Mater, 2008, 58: 122 - 125.
- [11] Jiang J, Godfrey A, Liu W, et al. Microtexture evolution via deformation twinning and slipduring compression of magnesium alloy AZ31 [J]. Mater Sci Eng A, 2008, 483: 576 - 579.
- [12] 陈振华. 变形镁合金[M]. 北京:化学工业出版社, 2005:6.
- [13] Barnett M R , Keshavarz Z , Beer A G , et al. Non-Schmid behaviour during secondary twinning in a polycrystalline magnesium alloy [J]. Acta Mater , 2008 , 56: 5 - 15.
- [14] Jonas J J, Mu S J, et al. The role of strain accommodation during the variant selection of primary twins in magnesium [J]. Acta Mater, 2011, 59: 2046 - 2056.

# EBSD analysis of characteristics of twin structure and texture variation in Mg-3Al-1Zn during room temperature dynamic plastic deformation

LOU Chao , ZHANG Xi-yan\*, YAN Fu-hua

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

**Abstract**: Four samples for dynamic plastic deformation (DPD) at room temperature were cut from the as-rolled AZ31 sheet with the cylinder axis either at 0°, 30°, 60°, or 90° to the normal direction (ND) of this sheet. The electron backscatter diffraction technique (EBSD) was used to investigate the microstructure and texture evolution. Twinning volume fraction of the four samples increased with the increasing of angle. Only 86°  $\langle 1\ \overline{2}10\rangle$  boundaries and 60°  $\langle 10\ \overline{10}\rangle$  boundaries were generated in samples of 60° and 90°. In the 0° sample ,  $\{10\ \overline{11}\} - \{10\ \overline{12}\}$  double twins was generated besides a few  $\{10\ \overline{12}\}$  extension twins , and  $\{10\ \overline{12}\}$  extension twins and  $\{10\ \overline{11}\} - \{10\ \overline{12}\}$  double twins were the main twin types in the 30° sample.

Keywords: AZ31; dynamic plastic deformation; EBSD; twin; basal texture

<sup>\*</sup> Corresponding author