

Microstructural conditions of plastic deformation of Mg-based metal alloys

Piotr Drzymała

Streszczenie

Stopy magnezu należą do najłżejszych materiałów konstrukcyjnych i cechują się jednocześnie wystarczającą granicą plastyczności, co decyduje o ich potencjalnym zastosowaniu w przemyśle lotniczym i samochodowym. Obecnie stopy magnezu wykorzystuje się na niedużą skalę na części nie narażone na duże dynamiczne obciążenia, głównie obudowy wykonane techniką odlewania ciśnieniowego (BMW, VW, Chevrolet, Mitsubishi), zastępujące tradycyjnie używane stopy o większej gęstości właściwej. Jednakże stopy magnezu posiadają kilka istotnych wad, które poważnie ograniczają ich szersze zastosowanie: skłonność do korozji, łatwopalność oraz niska plastyczność w temperaturze pokojowej.

Duża reaktywność magnezu jako pierwiastka drugiej grupy układu okresowego przyczynia się do wzmożonych procesów korozji, zwłaszcza w środowisku chlorków. W typowym środowisku miejskim korozja stopów magnezu nie postępuje tak szybko, a odporność korozyjną uzyskuje się poprzez stosowanie stopów o podwyższonej czystości, cechujących się niską zawartością pierwiastków tj. żelazo, nikiel, kobalt i miedź. Niebezpieczeństwo jakie wiąże się ze stosowaniem stopów magnezu najlepiej ilustruje przykład największej katastrofy w historii sportów motorowych w Le Mans, w której zginęło ponad 80 widzów i kierowca, a 120 osób zostało rannych. Wykonany ze stopu magnezu samochód wyścigowy Mercedes-Benz 300SLR uderzył w trybuny wywołując niedający się ugasić pożar, który przyczynił się do zwiększenia rozmiarów tragedii.

Przeszkodą w zastosowaniu obrabianych plastycznie stopów magnezu jest ich niska plastyczność, zwłaszcza w temperaturze pokojowej, wynikająca z niewystarczającej liczby niezależnych krystalograficznych systemów poślizgu. Wiąże się to z wewnętrzną strukturą magnezu, który krystalizuje w sieci heksagonalnej zwartej, przez co jedyny łatwy poślizg

możliwy jest w dwu niezależnych kierunkach położonych w płaszczyźnie bazowej, a niska energia błędu ułożenia przyczynia się do intensywnego bliźniakowania. Konsekwencją heksagonalnej struktury krystalicznej jest duża anizotropia tekstury wyrobów ze stopów magnezu, zależna od procesów formowania. Konwencjonalne metody umocnienia poprzez zgniot wymagają temperatury ponad 300 °C dla stopów magnezu, co sprzyja jednocześnie procesom zdrowienia i rozrostu ziarna i obniża sam efekt umocnienia. Zatem kluczowe jest rozwinięcie technologii dla półproduktów ze stopu magnezu, która zapewni lepsze właściwości mechaniczne końcowych produktów poprzez uformowanie korzystnej mikrostruktury. Część eksperymentalna pracy związana była z poszukiwaniem sposobu uzyskania najlepszych cech mikrostruktury poprzez odpowiednio dobraną obróbkę cieplno-mechaniczną.

Praca podzielona jest na trzy zasadnicze części, z których pierwsza to przybliżenie zagadnienia poprzez analizę aktualnych pozycji literaturowych oraz sformułowanie hipotezy i celu pracy. Ponieważ stopy magnezu są bardzo wrażliwe na deformację i bliźniakowanie odgrywa decydującą rolę w procesie formowania tekstury, skupiono się na analizie teksturowej i krystalografii granic międzyziarnowych. Ze względu na niedociągnięcia i stosowanie enigmatycznych rozwiązań w dostępnych komercyjnych oprogramowaniach do obróbki danych zbiorów pojedynczych orientacji, zdecydowano się na poszukiwanie własnych rozwiązań i algorytmów obliczeniowych ujętych pod wspólną nazwą ODYS (od: Orientation Data Imaging Software). Hipoteza pracy dotyczyła możliwości lepszego poznania i zrozumienia zachodzących procesów przemiany mikrostruktury dzięki zaawansowanej analizie krystalograficznej i obliczeniowej.

Druga część pracy traktuje o obliczeniowej stronie analizy orientacji i misorientacji, przybliża parametryzację Rodriguesa do opisu tekstury i bliźniakowania w stopach magnezu. Przedstawiono w niej także zagadnienia odtwarzania figur biegunowych z pojedynczych orientacji i wyznaczania czynników Schmidta. W ostatnim podrozdziale opisano metody wyznaczania dyfrakcyjnych stałych sprężystych do obliczeń naprężeń własnych. Wymienione w tej części pracy wzory i rachunki znalazły zastosowanie przy tworzeniu własnych rozwiązań softwareowych, dzięki którym powstały zawarte w pracy rysunki, diagramy i mapy, chyba że opisano inaczej.

W ostatniej części – eksperymentalnej przeprowadzono badania bliźniakowania na modelowej próbce ze stopu magnezu w stanie po wyciskaniu na gorąco a także analizowano wpływ obróbki termo-mechanicznej na mikrostrukturę i właściwości stopów magnezu. Ograniczono się praktycznie do jednego rodzaju stopu na bazie magnezu – AZ31, zawierającego 3% aluminium, 1% cynku i 0.2% manganu. Jest to najbardziej rozpowszechniony jednofazowy stop do obróbki plastycznej z grupy stopów z dodatkiem Al, których geneza sięga początków dwudziestego wieku. Dla porównania z dwufazowym stopem, wykonano część badań także na stopie AZ91 z dziewięcioprocentową zawartością aluminium. Wyjściowy materiał do badań stanowiły

wytwarzane metodą wyciskania pręty i rury o ustalonych parametrach średnicy i grubości ścianki. W trakcie wyciskania utrzymywano temperaturę około 430 °C i zapewniono powtarzalność procesu. Zastosowanie matryc o różnych średnicach otworów pozwoliło zbadać wpływ stopnia przerobu na mikrostrukturę i dobrać optymalne warunki wyciskania. Okazało się, że zwiększenie stopnia przerobu ma bardzo korzystny wpływ na kształt i wymiar ziaren dzięki zwiększeniu ich kulistości. Jednocześnie termiczno-mechaniczne warunki wyciskania zapobiegały tworzeniu się bliźniaków wewnątrz ziaren, zapewniając najbardziej korzystną dla zwiększenia plastyczności mikrostrukturę stanu wyjściowego w wyciskanym pręcie. Niestety warunków tych nie dało się odtworzyć w przypadku wyciskanych rur i grubych prętów, co mogło mieć związek z utrudnionym odprowadzaniem ciepła ze względu na bezwładność grubościennych profili.

Badania bliźniakowania w stopach magnezu dowiodły, że jest to mechanizm zapewniający zwiększoną plastyczność podczas odkształcenia w temperaturze pokojowej, jednak dość szybko się wyczerpuje, a jego intensywność zależy silnie od rodzaju deformacji. Badania emisji akustycznej podczas próby ściskania wskazywały na intensywne bliźniakowanie rozpoczynające się tuż po przekroczeniu granicy plastyczności, ale nie były do końca zgodne z analizą tekstury i mikrostruktury, która wskazywała na znacznie dłuższe postępowanie procesu bliźniakowania.

Doniesienia literaturowe wskazywały na utrzymywanie się statystycznej różnicy między naprężeniami wewnętrznymi w ziarnach macierzystych i bliźniakach, co zostało zweryfikowane przez specjalną konfigurację pomiaru dyfrakcyjnego. Analiza początkowych wyników była zgodna z przytoczoną tezą, lecz ustalenie pomiaru w trybie tomograficznym, który jest bardziej wrażliwy na geometryczne niedoskonałości warunków pomiaru, wykazało niezbicie, że naprężenia w matrycach i bliźniakach się nie różnią.

W eksperymentalnej części pracy badano także wpływ obróbki cieplnomechanicznej na właściwości, teksturę i morfologię wyciskanych na gorąco rur i kołnierzy ze stopu magnezu. Wybrano dwie technologie obróbki sugerując się aktywacją różnych mechanizmów bliźniakowania. Walcowanie pielgrzymowe oraz dociskanie wzdłuż osi rury było prowadzone przy zmiennych parametrach siły i temperatury. Wskazano na proces randomizacji orientacji podczas pierwszego rodzaju obróbki oraz formowanie mocnej tekstury złożonej z dwu komponentów podczas dociskania. Na podstawie analizy dostępnej w pakiecie ODYS zidentyfikowano preferencyjne pojedyncze oraz podwójne niekoherentne granice bliźniacze i obserwowano zmiany parametrów cechujących mikrostrukturę. Niestety jakość map orientacji dla silnie odkształconych próbek okazała się często zbyt niska do przeprowadzenia wiarygodnej analizy, co utrudnia wysnucie wniosków o mechanizmie pęknięcia.

Abstract

Magnesium alloys are the lightest structural materials with sufficient yield strength for potential use in the aerospace and automotive industries. Currently, magnesium alloys are used on a small scale in the parts that are not exposed to high dynamic loads, particularly housings made by diecasting (BMW, VW, Chevrolet, Mitsubishi), replacing the traditionally used alloys with a higher specific density. However, the magnesium alloys have several important drawbacks which severely limit their wider use: the tendency to corrosion, flammability and low ductility at room temperature.

High reactivity of magnesium contributes to increased corrosion processes, particularly in a chloride environment. In a typical urban environment corrosion of magnesium alloys does not progress as quickly, and corrosion resistance is obtained by using alloys of high purity with a low content of iron, nickel, cobalt and copper. The application of magnesium alloys for structural elements runs a risk of flame ignition. In the biggest disaster in the history of motor racing in Le Mans more than 80 spectators and the driver were killed and 120 people were injured. Magnesium alloy racing car Mercedes-Benz 300SLR hit the stands and started fire, which was unable to extinguish and contributed to the size of disaster.

The use of wrought magnesium alloys is limited by their low plasticity, especially at room temperature. Due to hexagonal closed packed structure, magnesium has insufficient number of independent crystallographic slip systems (easy slip only in two independent directions lying in the basal plane). The lack of easy slip systems is partly compensated by high susceptibility to twinning because of low stacking fault energy of Mg. The consequence of hexagonal crystal structure is formation of strong texture in Mg alloy wrought products. Conventional methods of Mg alloy plastic forming require temperature over 300°C, leading to the recovery and recrystallization processes and, in consequence, reducing the strengthening effects. Therefore, it is crucial to develop the technology for magnesium alloy semi-products, which will provide better mechanical properties of the final products through the formation of favourable microstructure. The experimental part of the work aimed to develop favourable microstructure through tailored thermo-mechanical treatment.

The work is divided into three main parts, the first of which is a literature review of problems related to Mg alloys plasticity and ends with formulation of hypothesis and aim of work. Since

magnesium alloys are very sensitive to deformation and twinning plays a decisive role in the formation of texture, we focused on the analysis of crystallographic texture and grain boundaries. Because of the shortcomings and the use of unknown solutions available in commercial software for single orientation data, we worked out better algorithms in ODYS program (from: Orientation Data Imaging Software). The PhD hypothesis concerned the possibility of a better understanding of the processes of the microstructure changes with advanced analysis and crystallographic computing.

The second part deals with the computational analysis of orientations and disorientations, displayed in Rodrigues parameterization to describe the texture and twinning in magnesium alloys. It also presents the problem of computing pole figures from set of single orientations and calculation of Schmid factors. The last section describes the method for determining the diffraction elastic constants for calculation of stress tensor. The formulas, calculations and algorithm solutions presented in this part of the thesis have been implemented in ODYS software to produce all drawings, diagrams and maps, unless otherwise described.

The third part of PhD thesis comprised of experimental studies of twinning in magnesium alloy samples after hot extrusion and analyzing the effect of thermo-mechanical treatment on the microstructure and properties of magnesium alloys. The studies were virtually limited to one type of magnesium-based alloy (AZ31) containing 3% aluminium, 1% zinc and 0.2% manganese. It is the most common single-phase alloy among Al alloyed Mg systems whose genesis dates back to the early twentieth century. For comparison with a two-phase alloy, some experiments were performed also with AZ91 alloy containing 9 percent of aluminium. The investigated materials were rods and tubes manufactured by extrusion with fixed parameters of diameter and wall thickness. During the extrusion temperature was maintained at about 430°C and reproducibility conditions were provided. The use of dies with different diameters allowed to examine the impact of the extrusion ratio on the microstructure and select the optimum conditions for extrusion. It was found that increase of extrusion ratio had a very beneficial effect on the shape and size of the grains by increasing their sphericity. Additionally, proper thermo-mechanical extrusion prevented formation of twins within the grains, providing the most beneficial microstructure for plastic deformation in the extruded rod. Unfortunately, these conditions could not be achieved in the case of thick tubes and rods extrusion, which could be related to the difficult heat dissipation due to the thermal inertia of the thick-walled profiles.

Studies of twinning in the magnesium alloy AZ31 have shown that this mechanism provides increased plasticity during deformation at room temperature, but exhaust quite rapidly and its intensity is strongly dependent on the type of deformation. The analysis of acoustic emission during compression tests indicated the intense twinning just after crossing the yield point, but was not quite consistent with the analysis of texture and microstructure, which pointed at much longer time period when twinning occurs.

The literature reports a statistical difference between the internal stresses in grains and twins verified by a special configuration of the diffraction measurement setup. Initial analysis of the results was consistent with the cited thesis, but measurements in tomographic mode, which is more sensitive to geometric deviations of sample arrangement and flatness, showed conclusively that the stresses in the matrix and the twins did not differ.

In the experimental part of this study we investigated the influence of thermo-mechanical treatment on properties, texture and morphology of the hot extruded pipes and pipe flanges made of magnesium alloy. We selected two processing technologies, suggesting the activation of different twinning mechanisms. Pilger rolling and pressing along the tube axis were carried out with variable parameters, the strength and temperature. The first type of treatment contributed to texture randomization and the second one resulted in formation of a strong texture comprised of two components. The analysis supported by ODYS software determined coherent single or double incoherent twin boundaries and acquired the parameters characterizing the microstructure. Unfortunately, the quality of orientation maps for highly deformed samples was often too low for a reliable analysis, making difficult the description of cracking mechanism.

[Recenzja prof. A. Kielbusa](#)

[Recenzja prof. K. Wierzbanowskiego](#)