

不同轧制工艺对纯锡微观组织与性能的影响

程 桑¹, 张勇敢¹, 汪炳叔¹, 邓丽萍², 周保雪¹, 李 强¹

(1. 福州大学 材料科学与工程学院, 福建 福州 350108)

(2. 福州大学 机械工程及自动化学院, 福建 福州 350108)

摘 要: 本工作系统研究多晶纯锡 (99.99%) 在不同轧制工艺下的显微组织演变和力学行为, 阐明纯锡在不同轧制状态下晶粒细化规律, 以期调控与优化纯锡的强韧化奠定理论基础。研究结果表明, 不同轧制工艺对纯锡的显微组织和力学性能影响明显, 其中轧制速度是影响纯锡的晶粒细化和力学性能提升的最主要因素, 温度、速度和路径通过调控变形过程中的孪晶激发以及孪晶诱导再结晶的进程而实现不同工艺下的晶粒细化。轧制过程晶粒细化机制为: 变形初期诱发 $60^\circ < 100^\circ$ 形变孪晶, 在后续变形过程中孪晶逐渐演变为再结晶条带状组织, 分割细化晶粒, 且孪晶和再结晶组织的随机取向弱化原始粗晶产生的集中织构。轧制变形能明显提高纯锡的强度, 且单向轧制工艺下的纯锡样品的 TD 方向的屈服强度和抗拉强度明显高于 RD 方向。

关键词: 轧制; 纯锡; 孪生; 晶粒细化; 各向异性

中图分类号: TG146.1⁺4

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)01-0206-09

室温下稳定存在的纯锡 (β -Sn) 具有优异的化学性能和塑性, 常用作焊接和包覆材料, 在电子工业, 仪器仪表工业, 通讯技术等众多领域获广泛应用^[1]。纯锡天然的低熔点特性 (231 °C) 使其成为智能安全控制器件中不可或缺的关键过载保护材料。随着工业的不断发展, 纯锡较低的强度也限制了其作为特殊压力容器内部熔断器的发展。纯锡的再结晶温度低于室温^[2], 其室温变形属于热加工。高层错能 (SFE) 材料, 如锡、铝等易于热加工过程中发生连续动态再结晶 (CDRX)^[3-4]。因此, 纯锡的室温强化不仅存在加工硬化现象, 还兼具动态回复再结晶的软化过程, 这就为纯锡进行室温变形带来了较大的困难。

轧制变形是金属材料细化晶粒, 提高力学性能的一条重要形变途径^[5]。许多新的轧制技术^[6-12]被用来改善材料的综合性能和内部组织的均匀性。深冷轧制 (CR)^[6-8]是在普通室温轧制 (RTR) 基础上发展起来的一种新型轧制工艺, 该工艺以液氮为冷却介质使材料在较低的温度下形变, 在形变过程中, 大量的位错增殖及再结晶储能的积累促进了细晶组织的形成。交叉轧制^[9-12]通过持续更改应变路径, 对材料晶粒尺寸、织构、位错排列以及再结晶动力学都产生显著影响, 进而改变材料的性能。目前, 各国主要以单晶锡为对象来研究其变形机制^[13-16]。Fiedler 等^[13-14]对 β -Sn 首先开动的滑移系和蠕变行为进行了研究; Honda 等^[15-16]

用腐蚀位错露头的方法对单晶 β -Sn 开展了多方面研究。纯锡的力学行为随滑移系统的变化而变化, 对温度、初始位错密度和亚晶界都很敏感^[2]。金属材料的纯度越高, 再结晶的温度越低^[4]。结合纯锡先天的低熔点特性, 其较高的纯度也加剧室温变形下的回复再结晶, 使其晶粒细化更加困难。

低熔点多晶纯锡板材由于其室温强度低, 限制了其应用范围, 目前只应用于某些特定的智能控制器件领域。目前关于如何提高多晶纯锡板材强韧性的研究鲜有报道, 尤其对于多晶纯锡在变形过程激活的变形机制 (滑移/孪生) 及其对组织演变的影响的研究较少。因此, 本工作将系统研究纯锡 (99.99%) 在不同轧制工艺下的显微组织和力学性能演变, 阐明纯锡在不同轧制状态下晶粒细化规律, 揭示块状多晶体纯锡在轧制变形过程中的晶粒细化行为和强韧性强化机理, 以期调控与优化多晶纯锡的强韧化性能奠定理论基础。

1 实 验

将纯锡熔炼浇铸成铸锭后进行室温自由锻造, 再反复锻拔成形, 得到原始锻态 (O) 板材。锻造过程进行温度监控, 温度超过 30 °C 采用冷却介质 (如水等) 进行降温。把原始锻态的材料切割成尺寸为 95 mm×72 mm×25 mm 的块体在二辊实验轧机 (YS-B200) 进行轧制。通过表 1 所示的轧制工艺将样品厚度减至 5 mm

收稿日期: 2022-01-10

基金项目: 中国博士后科学基金 (2016M590591); 福建省自然科学基金 (2020J01352, 2020J01454)

作者简介: 程 桑, 女, 1997 年生, 硕士生, 福州大学材料科学与工程学院, 福建 福州 350108, E-mail: 1095088057@qq.com

(累积变形量 80%), 分别研究轧制温度 (A,B)、轧制速度(A,C) 以及轧制路径 (C,D) 对纯锡的组织 and 性能影响。深冷轧制 (B) 在浸液氮温度下进行, 首道次轧制前将样品置入液氮罐浸泡 20 s, 轧制道次间浸泡 10 s, 确保较低的轧制温度。交叉轧制 (D) 是在轧制道次间将样品持续旋转 90°的轧制工艺。轧制变形取最后一道次平行于轧制方向为 RD 方向。

对初始和变形样品进行室温单轴拉伸试验, 拉伸样品为狗骨状, 标距区域的横截面为 3 mm×7 mm, 长度为 34 mm。将样品超声清洗后在 CMT5504 型电子万能试验机上进行拉伸, 为确保试验规律的可靠性, 每个道次的试样开展了 3 个拉伸重复试验, 应变速率为 $8 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。

将纯锡样品进行切割, 磨抛后利用装配电子背散射衍射 (EBSD) 探头以及 Channel 5 取向分析系统的 Supra55 扫描电镜进行组织形貌观察和微观取向分析。抛光电解液的成分为高氯酸:乙二醇单丁醚:乙醇=1:3:15^[2]。

2 结果及讨论

图 1 为原始锻态 (O) 样品的 EBSD 表征结果, 从图 1a 的取向成像图 (IPF) 可以看到初始晶粒呈现较大的不均匀性, 整体为混晶组织。从图 1b 所对应的取向差分布图, 可以看出原始锻态样品中的晶粒取向差主要位于 $0 \sim 5^\circ$ 的小角度之间, 表现出较为活跃的滑移机制; 在 $60 \sim 65^\circ$ 也有少量的取向差峰分布, 意味着组织中存在一定数量的孪晶^[3-4], 经统计, 激发的孪晶占比为

表 1 不同轧制工艺方案

Table 1 Different rolling process schemes

State	Rolling state	Strain rate/ s^{-1}
O	Original forging state	-
A	Room temperature unidirectional rolling	51.34
B	Cryogenic unidirectional rolling	51.34
C	Room temperature unidirectional rolling	184.84
D	Room temperature cross rolling	184.84

3.6%。织构分析结果表明, 多数晶粒的取向分布在 ND (垂直于轧制方向) 偏 RD (平行于轧制方向) 的 15° 方向。

2.1 轧制工艺对微观组织的影响

图 2 显示了通过不同轧制工艺得到的形变至 80% 的纯锡显微组织。相比于原始锻态, 普通的室温低速轧制对晶粒细化的效果并不明显, 深冷轧制和高速轧制都可以明显地细化晶粒, 且轧制速度对样品微观组织影响更大。根据图 2a, 发现样品经过室温、低速轧制后, 只有少部分组织发生动态再结晶, 其组织主要由大量不规则的粗大晶粒和少量的再结晶小晶粒及形变孪晶共同组成的, 平均晶粒尺寸为 $785 \mu\text{m}$ 左右。图 2b 表明, 相比于室温轧制样品, 深冷轧制利于纯锡形成更均匀的组织。该现象是由于深冷处理抑制动态回复, 使样品保持高密度的缺陷, 为再结晶提供大量的形核位点, 提高了纯锡的再结晶速率^[6-7]。深冷轧制得到的是由少量不规则的粗大晶粒和孪晶以及大量的再结晶晶粒构成的不完全动态再结晶组织, 其平均晶粒在 $225 \mu\text{m}$ 左右。在高应变速率 (184.84 s^{-1}) 下进行的轧制变形使样品获得高度细化的组织, 如图 2c, 2d 所示。相对于低速轧制, 高速轧制导致更剧烈的动态再结晶, 晶粒得到明显细化, 变形后的组织主要由动态再结晶小晶粒组成, 高速单向轧制工艺得到的纯锡样品平均晶粒尺寸在 $43 \mu\text{m}$ 左右, 高速交叉轧制工艺得到的样品平均晶粒尺寸在 $93 \mu\text{m}$ 左右。对比图 2c 和图 2d 可以明显看出, 单向轧制得到的组织为再结晶小晶粒带分割原始晶粒。而大应变交叉轧制由于轧制方向的交替改变, 作用在多晶体各个晶粒滑移面上的切应力方向不断发生改变, 相邻晶粒间的变形得到不断协调, 有效缩小了板材平面上晶粒取向分布的差异, 晶粒均匀化现象更为明显。

由图 2 可知, 轧制温度、速度和路径通过调控变形过程中的孪晶激发以及孪晶诱导再结晶的进程而实

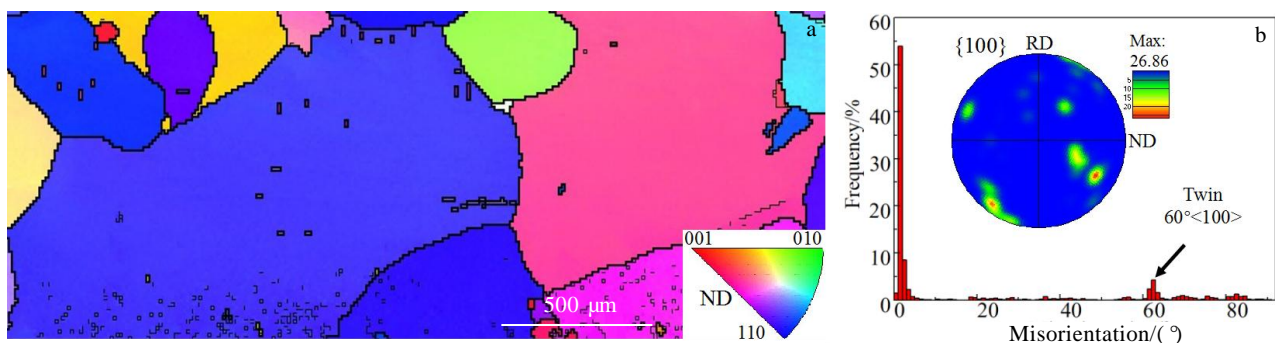


图 1 原始锻态样品的 EBSD 数据

Fig.1 EBSD data of original forged sample: (a) orientation imaging diagram and (b) orientation difference distribution diagram

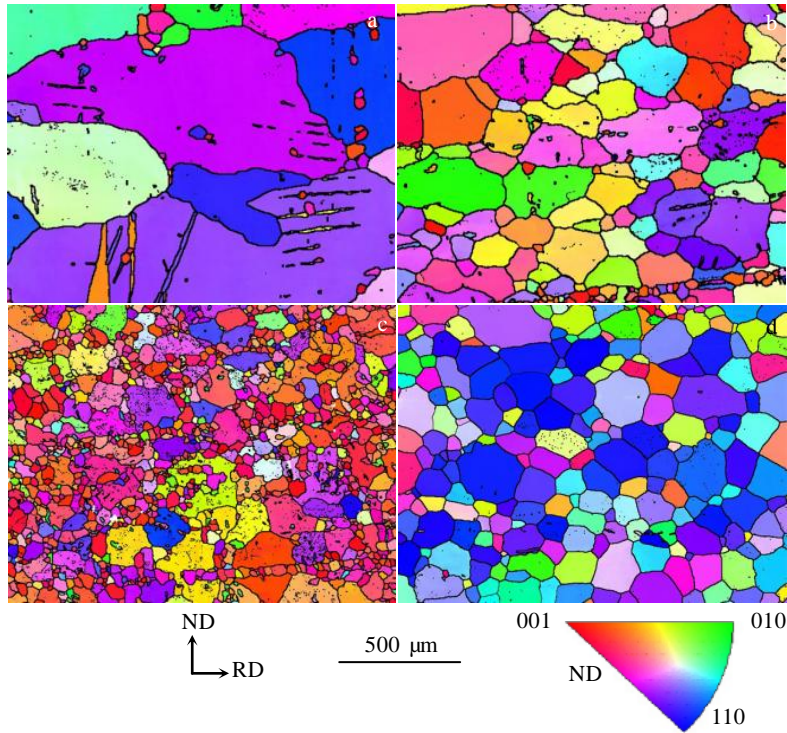


图 2 不同轧制工艺下形变至 80% 的纯锡显微组织演变

Fig.2 Microstructure evolution of pure tin deformed to 80% under different rolling processes: (a) ordinary room temperature rolling, (b) cryogenic unidirectional rolling, (c) high speed unidirectional rolling, and (d) cross rolling

现不同工艺下的晶粒细化程度,其中轧制速度是影响纯锡的晶粒细化的最主要因素,本工作选用高速单向轧制工艺 (C) 为例,研究其组织演变。图 3 显示了纯锡在应变速率为 184.84 s^{-1} 的室温单向轧制工艺 (C) 下获得的 50%、70% 和 80% 变形量下的微观组织演变情况。通过图 3a 可以看到,在变形量为 50% 时,在粗大晶粒内部有大量的孪晶片层和少量的细小再结晶小晶粒。在高应变速率下^[17-21],单位时间内的累计应变量大,原子扩散和位错运动来不及进行,局部应力集中加剧,更易于达到孪生的临界剪切应力 (CRSS),因此高应变速率和低温的作用一样,均能促进孪晶的形成,且应变速率对孪生行为的影响更大^[18]。在单晶纯锡的研究中也发现,晶内滑移系的激活受变形温度与应变速率的影响^[2]。高速变形产生了大量的变形热和摩擦热,原子活动加剧,促进滑移系的进一步开启,使得动态再结晶行为在后续的形变过程中得到大幅的提高。而由于变形时间很短,材料和轧辊之间的热传递很少,相当于绝热变形,这也有利于保证足够的变形温度^[21]。孪晶的激活也与晶粒的取向密切相关,取向利于发生孪生的晶粒优先发生孪生,晶粒内部有较多的孪晶片层,而不利于孪生的取向,晶粒内部的孪晶片层较少甚至没有^[22]。随着形变量的积累,图 3b 显示,孪晶诱发的再结晶成为

主要细化晶粒的方式:孪晶内部继续发生滑移,应力集中到一定程度时诱发动态再结晶,形变孪晶逐渐被再结晶晶粒取代,平均晶粒尺寸明显减小。图 3c 是在 80% 的变形下,多个再结晶晶粒带分割晶粒,使初始大晶粒各个部分的位向逐步改变,将大晶粒破碎。该条带状细晶组织与低变形量下平行或交叉的孪晶形貌特征极为相似,可以推断是低变形量下的孪晶片层在后续变形过程中发生再结晶并逐渐演化为再结晶条带状组织的结果。

图 4 为纯锡在室温、应变速率为 184.84 s^{-1} 的单向轧制工艺 (C) 下获得的不同变形量的取向差分布,其中 $2^\circ \sim 15^\circ$ 为小角度晶界 (LAGB),LAGB 的数量主要与晶粒内位错边界的含量有关,反应了位错滑移的活跃程度^[23-24];大于 15° 为大角度晶界 (HAGB); $60^\circ < 100^\circ$ 为孪晶界。结合组织的演变可以看出,在低变形量下,四方结构的锡晶体在室温变形下激发了大量的形变孪晶,主要的形变机制是孪生和滑移;随着形变量的增大,孪晶数量减少且再结晶晶粒增加,其主要的形变机制是滑移为主导的孪晶诱发再结晶。因此可见,在轧制变形的不同阶段下会启动不同的变形机制以协调变形。

2.2 轧制工艺对力学性能的影响

图 5 显示了原始锻态 (O)、室温单向轧制状态 (A)、深冷轧制状态 (B)、高速单向轧制状态 (C) 和高

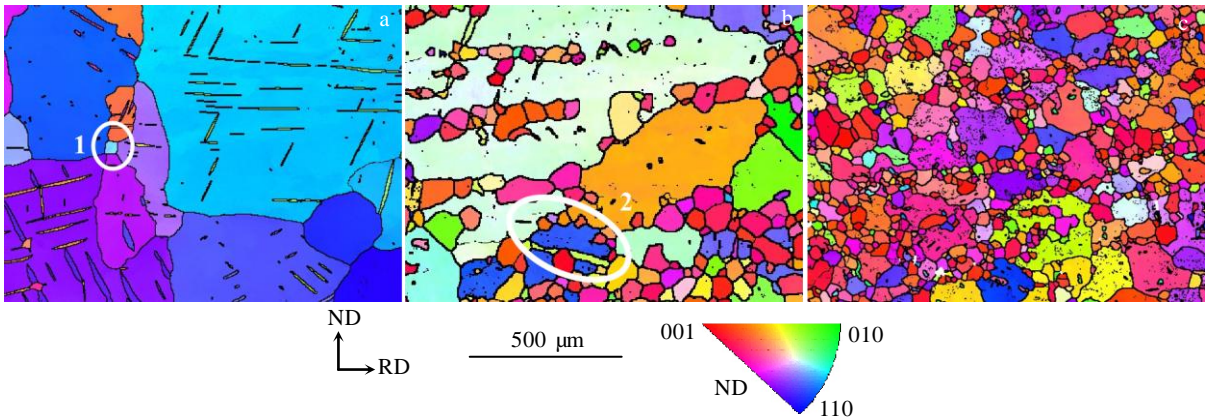


图 3 纯锡高速单向轧制显微组织演变

Fig.3 Microstructure evolution of pure tin during high-speed unidirectional rolling: (a) deformation 50%, (b) deformation 70%, and (c) deformation 80%

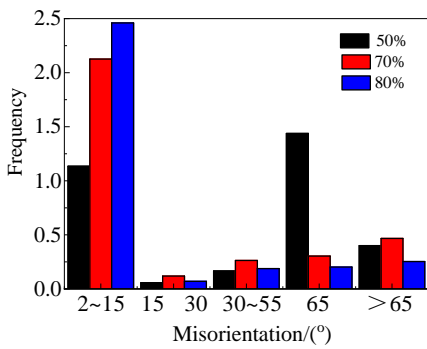


图 4 纯锡高速单向轧制不同变形量下的取向差分布

Fig.4 Distribution of orientation difference under different deformation in high speed unidirectional rolling of pure tin

速交叉轧制状态 (D) 样品的真应力-真应变曲线, 样品变形量均为 80%。表 2 为对应的力学性能参数。可以看出, 相比于原始锻态, 轧制变形能明显提高纯锡的强度以及塑性, 且 TD 方向的屈服强度和抗拉强度明显高于 RD 方向。相比于原始锻态 (O), 普通的轧制工艺 (A) 并未提升样品的 RD 方向强度, 而 TD 方向强度略有增大, 这是由于纯锡熔点低, 在室温轧制时, 虽然大塑性形变过程中位错滑移和孪生的发生导致了材料出现加工硬化, 但同时轧制引起的温升, 也使得其发生了动态回复再结晶从而出现软化效应。加工硬化和软化相互抵消, 使其宏观力学性能的提升较小。相较于室温轧制工艺 (A), 采用深冷轧制工艺 (B) 所制得的样品具有更好的力学性能。由图 2b 可知, 深冷轧制获得的组织是由不规则的粗大晶粒, 等轴细晶以及孪晶诱导的不完全再结晶条带组织组成的。根据 He 等^[25]的研究可知, 液氮温度下轧制使材料获得了较室温轧制更多的孪晶和层错等缺陷。孪晶界和层错可

以提供额外的加工硬化能力^[22,24], 使深冷轧制得到的纯锡样品表现出更大的延伸率和加工硬化率。高速轧制 (C, D) 是在高应变速率 (184.84 s^{-1}) 下进行, 通过快速形成再结晶的有效形核位点—孪晶, 原始大晶粒得到高度细化, 大幅度提升了晶界的含量, 较大程度上阻碍了位错运动, 使晶粒细化的强化作用远超动态再结晶的软化作用, 材料的强度提升最明显。金属材料的加工硬化是塑性变形过程中的多滑移, 交滑移以及孪晶造成的^[3-4]。在高应变速率变形时, 由于晶界和孪晶界阻碍了位错的运动, 使位错运动在晶界前塞积, 产生加工硬化^[26-27]。高速单向轧制 (C) 会对晶粒的取向产生明显的影响, 使得材料的 TD 方向抗拉强度和屈服强度都比 RD 方向好。而交叉轧制 (D) 一定程度上优化了材料内部组织的均匀性和晶粒等轴化, 削弱了材料的各向异性。交叉轧制过程中外加载荷方向的不不断变化, 上道次取向不利、未能激发的孪晶基体和滑移系在后续变形过程中可能转为有利取向, 从而得以激活。

为进一步说明单向轧制工艺产生的 TD 方向抗拉强度和屈服强度优于 RD 方向, 结合上文说明高速单向轧制工艺 (C) 得到纯锡样品的各向异性。材料的塑性变形主要通过滑移完成, 施密特因子 (Schmid factors, SF) 越高, 滑移系启动的概率越大^[28]。纯锡的塑性变形过程中, 变形主要还是由滑移来贡献, 利用 EBSD 技术可以计算得出特定滑移系的 SF 值用以分析晶粒取向对变形行为的影响。结合 Fiedler 等^[13-16]对单晶锡滑移系的研究结果, 把纯锡常见的滑移系在室温、应变速率为 184.84 s^{-1} 的单向轧制工艺 (C) 下获得的不同变形量的样品在 RD 方向和 TD 方向上测得的 SF 值归纳于表 3 中。通过对比可以发现, 在变

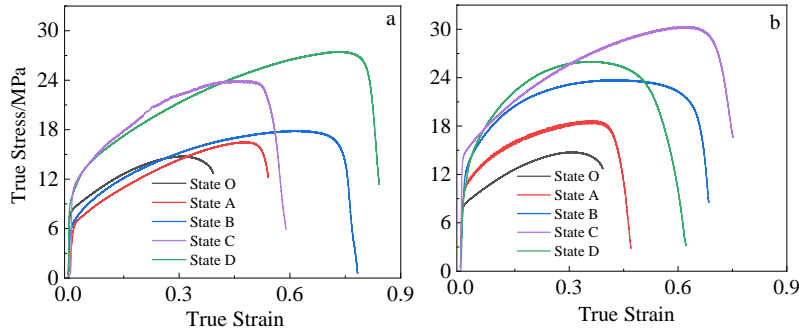


图 5 纯锡在不同状态下的真应力-真应变曲线

Fig.5 True stress-true strain curves of pure tin under different states: (a) RD direction and (b) TD direction (State O: original forging; State A: room temperature rolling; State B: cryogenic rolling; State C: high speed rolling; State D: high speed cross rolling)

表 2 不同状态下纯锡的力学性能

Table 2 Mechanical properties of pure tin in different states

State		O	A	B	C	D
RD direction	σ_s /MPa	7.98	6.61	6.28	10.93	11.48
	σ_b /MPa	14.76	16.49	17.85	23.91	27.47
TD direction	σ_s /MPa	7.98	10.21	12.16	14.39	14.14
	σ_b /MPa	14.76	18.72	23.71	30.35	26.99

形初期，纯锡的部分滑移系在 TD 方向的 SF 值大于 RD 方向的，随着变形量的增加，滑移系在 TD 方向的 SF 值基本都小于 RD 方向。结合组织演变可以说明孪生除了提供形变外还能协调变形，改变晶体位向，使滑移系转动到有利位置，晶内的孪生部分相对于未孪生部分产生新取向，这是形变过程中新织构产生的原因^[29]。因此，轧制过程纯锡力学性能各向异性产生的原因是由纯锡特殊的不完全对称晶胞结构和在轧制过程中发生的孪生诱导动态再结晶现象导致的。晶粒由于发生孪生诱导的动态再结晶细化现象，使得新形成的再结晶小晶粒在 RD 方向更容易启动各类滑移系，

导致在 RD 方向的加工硬化效应小于 TD 方向。

2.3 晶粒细化行为分析

为进一步说明轧制过程中的晶粒细化机制，对再结晶细化晶粒的过程进行了深入分析。图 6、图 7 为高速单向轧制工艺 (C) 形变过程中变形晶粒的行为分析。图 6b 为图 6a 中白线区域的局部取向差分布 (Kernal average misorientation, KAM) 放大图，可以看出，变形初期诱发的 $60^\circ < 100 >$ 形变孪晶片层内部存在较强的局部内应力，这为变形过程中动态再结晶的发生提供了有利条件^[19]；随着变形量的增加，孪晶片层内部为释放累积的内应力和协调变形，产生非均匀形核，孪晶片层内部持续的再结晶过程使其逐渐演化为完全由再结晶细晶构成的条带状组织。从图中可以明显看到，取向有利的晶粒内部激发的孪晶不仅会集结成板条束状，还有一些相互交叉成栅栏结构。在板条状孪晶或孪晶片层交互处聚集的内应力使孪晶内部非均匀形核，因此在图 7 中可以观察到与基体取向差为 80° 左右的再结晶小晶粒。Guan 等^[30]研究发现，孪晶片层在后续形变过程中发生的滑移是导致孪晶诱发再结晶

表 3 纯锡高速单向轧制工艺不同变形量下的滑移系的 SF 值

Table 3 SF value of slip system under different deformation of pure tin under high-speed unidirectional rolling process

Slip system	Deformation 50%		Deformation 70%		Deformation 80%	
	SF _{TD}	SF _{RD}	SF _{TD}	SF _{RD}	SF _{TD}	SF _{RD}
(110)[001]	0.336	0.314	0.309	0.330	0.218	0.334
(010)[100]	0.100	0.301	0.225	0.236	0.209	0.282
($\bar{1}01$)[101]	0.404	0.336	0.376	0.396	0.374	0.363
(010)[$\bar{1}01$]	0.344	0.410	0.378	0.391	0.317	0.393
(121)[$\bar{1}0\bar{1}$]	0.411	0.421	0.390	0.431	0.382	0.419
(211)[$\bar{1}\bar{1}1$]	0.406	0.406	0.433	0.415	0.384	0.422
(011)[100]	0.243	0.413	0.349	0.344	0.341	0.345
($\bar{1}\bar{1}0$)[111]	0.333	0.370	0.350	0.370	0.335	0.391
(111)[$\bar{1}\bar{1}0$]	0.216	0.307	0.283	0.358	0.312	0.333

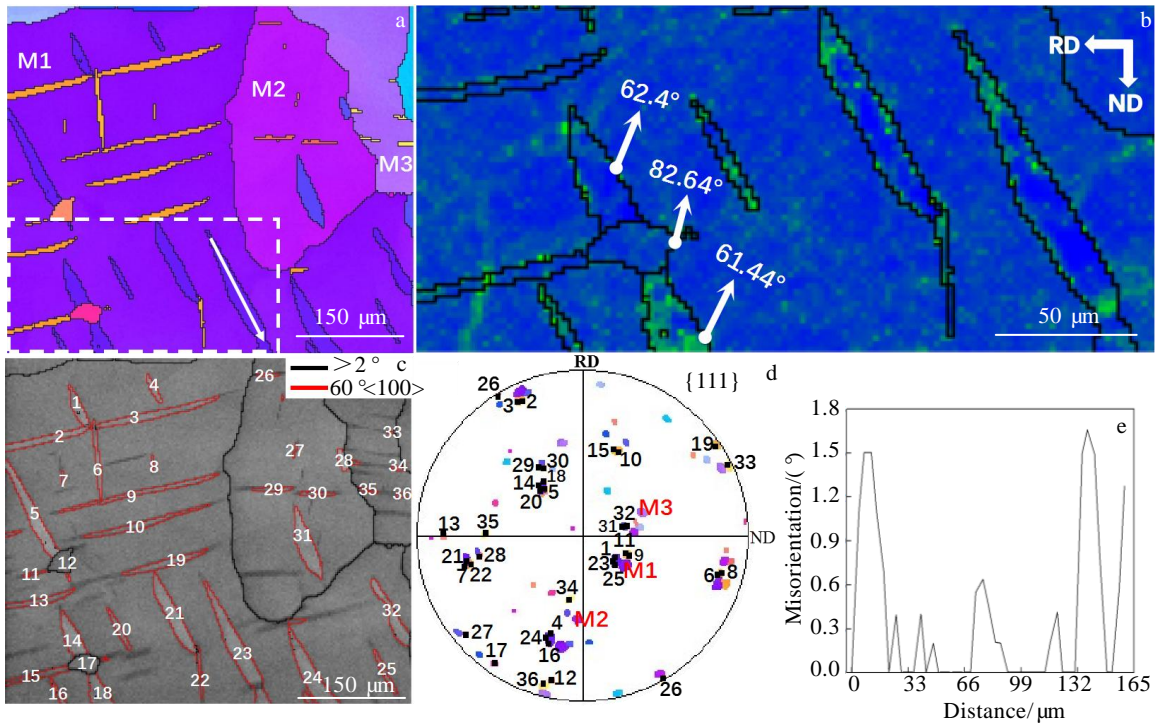


图 6 纯锡高速单向轧制 50% 变形量

Fig.6 High speed unidirectional rolling of pure tin with 50% deformation: (a) EBSD diagram of partial twins selected in the sample; (b) KAM enlarged view of white line area in EBSD; (c) boundary structure map; (d) {111} pole figure; (e) angular distribution of orientation difference along the white arrow in Fig.6a

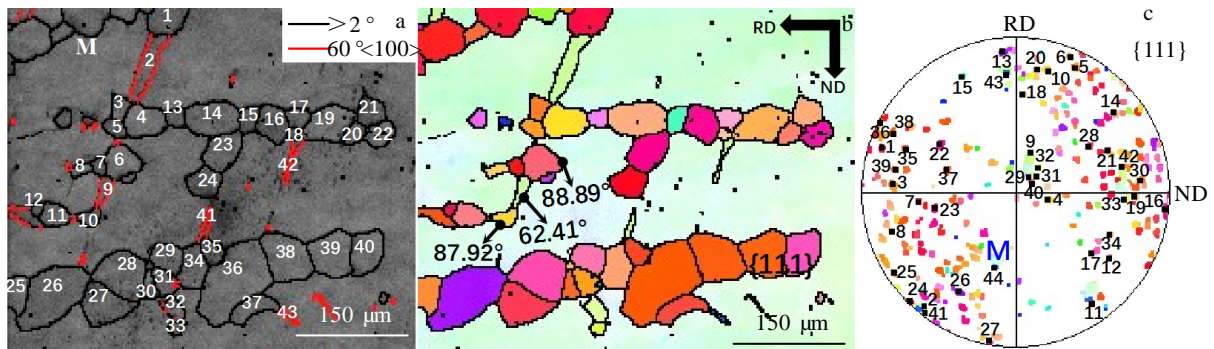


图 7 纯锡高速单向轧制 80% 变形量

Fig.7 High speed unidirectional rolling of pure tin with 80% deformation: (a) boundary structure map; (b) orientation image map; (c) {111} pole figure

的主要原因。随着孪生的不断发展,孪晶片层内部分布较大的应力集中,使孪晶容纳应变的能力大幅下降,为持续协调变形,晶粒取向发生旋转,开启更多的滑移系,滑移的不均匀性造成晶粒的取向梯度增大,位错塞积严重,从而有利于动态再结晶的形核^[31]。高应变速率产生的升温促进滑移系的进一步开启,孪晶及其交互作用和晶界的存在都为再结晶晶粒的形核和长大提供了良好的条件,这些因素共同促进了再结晶的发生^[19-20]。随

着变形的进行,孪晶与晶界及其相互间的作用变得更频繁,促进孪晶片层内的持续形核,可以观察到图 7b 中的不完全再结晶条带状组织,并在后续形变过程中演变为完全再结晶条带状组织。再结晶条带状组织的形成是宏观应变与微观组织演变协同作用的结果,有助于材料在轧制过程中的应变协调^[31]。大量交错或平行的孪晶诱发的再结晶条带状组织切割原始粗晶,从而达到了如图 3c 中所示的晶粒被细化的结果。

如图 6b 和图 7b 所示，与一般小角度再结晶晶粒不同，纯锡在轧制过程中产生的再结晶晶粒与未再结晶组织的取向差一般为 80° 左右的大角度晶界 (HAGB)，这是由于纯锡变形时发生的是孪晶诱导的动态再结晶，先发生孪生，孪晶与基体的取向差为 60° 左右，动态再结晶晶粒在孪晶内部形核，使其与基体的取向差较大。图 6e 为图 6a 箭头处的取向差分布，可以看出孪晶片层内部形成大量小角度晶界 (LAGB) 的亚晶和胞状结构，随着变形量的增大，小角度晶界 (LAGB) 不断吸收位错转变为大角度晶界 (HAGB)^[29]。这是由于纯锡在变形过程中积累了大量位错，位错通过动态回复重新排列，在孪晶内部形成亚晶，其形变本质是在孪晶片层内部由高应变引发的连续动态再结晶 (CDRX)。此外，如图 3 区域 1 和 2 所示，变形过程中，在晶界的相互作用下存在少量的不连续动态再结晶 (DDRX) 晶粒。

在不同轧制工艺中，纯锡在力学性能上的差异与其取向演变密切相关。图 8 为纯锡在室温，应变速率为 184.84 s^{-1} 的单向轧制工艺 (C) 下获得的不同变形量的组织演变。根据图 8a1, 8b1, 8c1 反极图 (inverse pole figure, IPF) 表达的取向演变可知，随着应变的增大，纯锡的组织强度不断降低，最大取向密度从 50% 变形量时的 18.54 到 70% 变形量的 6.52，到 80% 变形量下的 2.90。在变形量增大的过程中，较集中的衍射散点分布逐渐转变至分散。为研究强组织组分与纯锡晶体组织的

关系，在反极图中单独对较强取向分布区域做子集分析，如图 8a2, 8b2, 8c2 所示，轧制后的纯锡样品的强组织组分均来源于未发生再结晶的形变组织。

为进一步分析在轧制变形过程中变形晶粒的取向演变对组织的影响，图 6、图 7 显示高速单向轧制 (C) 变形过程中形变组织的形核位置和取向分析对初始晶粒的影响。图 6 显示了在 50% 变形量下，原始粗晶内部形成的形变组织对初始晶粒的影响。图 6 计算了 36 个变形组织的取向，主要包括 34 个孪晶。在图 6a 中，不同颜色的晶粒之间呈现不同的欧拉角，并在 BC 图 (图 6c) 和 $\{111\}$ 极图 (图 6d) 中显示了每个变形组织和基体的对应位置。因此，可以更清楚地说明孪晶的形核位置。34 个孪晶分散分布在 $\{111\}$ 极图中，明显削弱了原始粗大晶粒产生的集中结构。图 7 统计了 43 个形变组织的取向，其中包括 39 个再结晶晶粒和 4 个孪晶，并在 $\{111\}$ 极图中给出了孪晶、再结晶晶粒与基体微观结构之间的关系，可以看出，再结晶晶粒出现在孪晶的一部分，而另一部分仍然观察到孪晶组织的形态。通过跟踪每个新晶粒的轨迹，发现新的变形组织分散分布于 $\{111\}$ 极图中。结合微观组织可知，随着应变的增加，孪晶密度降低，再结晶晶粒数量不断增加，平均晶粒尺寸不断减小，原始粗晶不断被再结晶组织所分割和取代。再结晶晶粒的定向形核和长大是再结晶组织形成的主要原因之一^[29]。由于原子点阵排列的各向异性，金属晶核的生长也存在各向异性。Villars 等^[32]

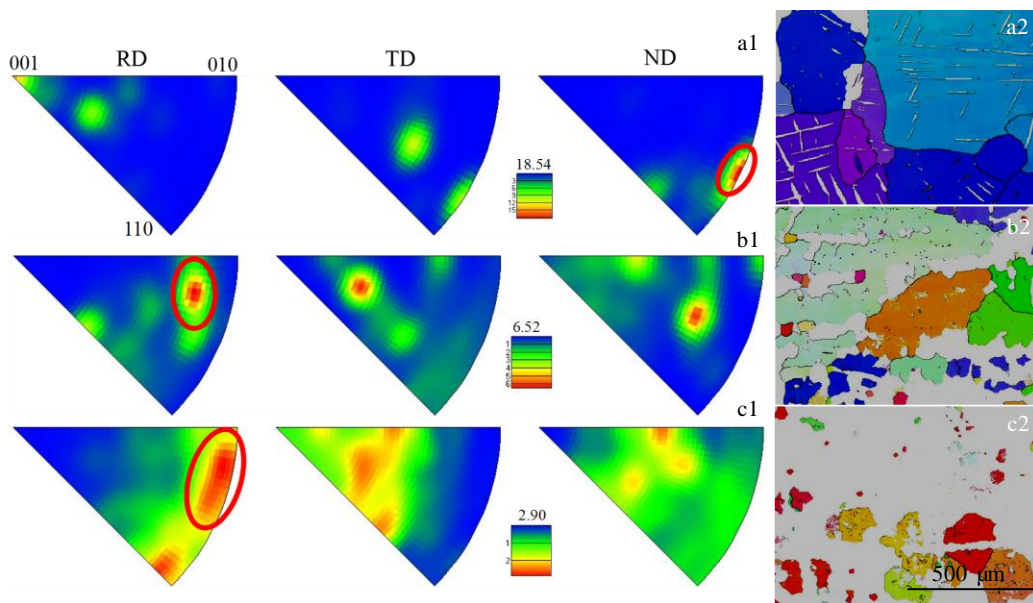


图 8 纯锡高速单向轧制组织演变

Fig.8 IPF maps of texture evolution of pure tin during high-speed unidirectional rolling: (a1) deformation 50%, (b1) deformation 70%, and (c1) deformation 80%; orientation distribution corresponding to Fig.8a1 (a2), Fig.8b1 (b2), and Fig.8c1 (c2)

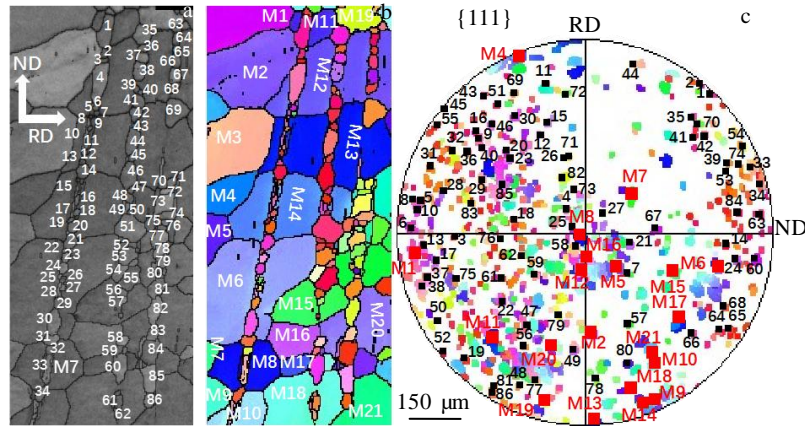


图 9 纯锡深冷单向轧制 65% 变形量

Fig.9 Cryogenic unidirectional rolling of pure tin with 65% deformation: (a) boundary structure map; (b) orientation image map; (c) {111} pole figure

研究表明: 立方系金属, 密排六方系金属以及四方系金属快速生长的晶体学方向分别为 $\langle 100 \rangle$ 方向、 $\langle 210 \rangle$ 方向和 $\langle 110 \rangle$ 方向。

图 9 为纯锡深冷单向轧制工艺 (B) 65% 变形量下的形变晶粒。图 9b 所形成的完全再结晶条带状组织与孪晶形貌极为相似, 与上文说明的孪晶诱导再结晶的晶粒细化机制符合。图 9c 显示了完全再结晶的条带状组织的形核位置和取向分析, 在本工作中, 计算了 86 个新晶粒 (编号 1~86) 和 21 个基体组织 (M1~M21) 的取向, 并在 BC 图和 $\{111\}$ 极图中显示了每个新晶粒和基体的对应位置。通过观察可以发现新的变形组织分散分布于 $\{111\}$ 极图中, 与上述结果一致。

综上所述, 不同轧制工艺下, 纯锡晶粒细化机制都是以孪晶诱导动态再结晶为主: 轧制变形初期诱发大量高局部应变的 $60^\circ \langle 100 \rangle$ 孪晶, 随着变形程度的增加, 孪晶内部滑移的不均匀性造成位错塞积, 成为再结晶的有效形核位点, 并在后续变形过程中逐渐演变为再结晶条带状组织, 分割细化晶粒, 且孪晶和再结晶组织的随机取向弱化原始粗晶产生的集中织构。

3 结 论

1) 不同轧制工艺下, 纯锡晶粒细化机制都是以孪晶诱导动态再结晶为主: 轧制变形初期诱发大量高局部应变的 $60^\circ \langle 100 \rangle$ 孪晶, 随着变形程度的增加, 孪晶内部滑移的不均匀性造成位错塞积, 成为再结晶的有效形核位点, 并在后续变形过程中逐渐演变为再结晶条带状组织, 分割细化晶粒, 且孪晶和再结晶组织的随机取向弱化原始粗晶产生的集中织构。

2) 不同轧制工艺对纯锡的微观组织和性能影响明显, 轧制温度、速度和路径通过调控变形过程中的孪晶激发以及孪晶诱导再结晶的进程而实现不同工艺下的晶粒细化程度, 其中轧制速度是影响纯锡的晶粒细化和力学性能提升的最主要因素。高速轧制通过快速形成再结晶的有效形核位点—孪晶, 高度细化晶粒, 获得最佳的力学性能。

3) 轧制变形能明显提高纯锡的强度, 且单向轧制工艺下的纯锡样品的 TD 方向的屈服强度和抗拉强度明显高于 RD 方向。晶粒由于发生孪生诱导的动态再结晶细化现象, 使得新形成的再结晶小晶粒在 RD 方向更容易启动各类滑移系, 导致在 RD 方向的加工硬化效应小于 TD 方向。

参考文献 References

- [1] Xiao Han(肖 寒), Cui Yunxin(崔 莹昕), Xiong Chi(熊 迟) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(11): 4119
- [2] Liu Jiangtao(刘江涛). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Shenyang: Institute of Metals, Chinese Academy of Sciences, 2008
- [3] Hu Gengxiang(胡庚祥), Cai Xun(蔡 珣), Rong Yonghua(戎咏华). *Fundamentals of Materials Science*(材料科学基础)[M]. Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press, 2010: 213
- [4] Gao Xin, Wu Huibin, Liu Ming et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2021, 50(11): 3819
- [5] Pan Jinsheng(潘金生), Tong Jianmin(仝健民), Tian Minbo(田民波). *Fundamentals of Materials Science(Revised Version)*(材料科学基础(修订版))[M]. Beijing: Tsinghua University

- Press, 2011: 540
- [6] Rangaraju N, Raghuram T, Krishna B V *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 398(1): 246
- [7] Guo Fei, Dong Haipeng, Huang Weijiu *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 864: 158 293
- [8] Shi Jintao, Hou Longgang, Zuo Jinrong *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 701: 274
- [9] Zhu Jialin(祝佳林), Liu Shifeng(刘施峰), Cao Yu(曹宇) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2019, 55(8): 1019
- [10] Jiang Y, Zhou X, Li X Y. *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 822: 141 703
- [11] Zhi Chenchen(支晨琛), Ma Lifeng(马立峰), Huang Qingxue(黄庆学) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2018, 47(5): 1555
- [12] Han Ying(韩盈), Yu Wei(余伟), Dong Entao(董恩涛) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2021, 50(10): 3585
- [13] Fiedler R. *Physica Status Solidi*[J], 2010, 32(2): 419
- [14] Fujiwara M, Hirokawa T. *Journal of the Japan Institute of Metals*[J], 1984, 48(8): 761
- [15] Honda K, Katsuhiko. *Japanese Journal of Applied Physics*[J], 1978, 17(3): 569
- [16] Vook R W. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 1964, 12(2): 197
- [17] Wu Weiran(吴蔚然), Zhou Zheng(周正), Sun Huanzheng(孙焕政) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2021, 50(6): 1971
- [18] Li Zhengzhou(李郑周), Nai Qiliang(倪启亮), Wang Baoshun(王宝顺) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2018, 47(11): 3372
- [19] Liu Yanyu(刘晏宇). *Dissertation for Master(硕士论文)*[D]. Shenyang: Shenyang University of Technology, 2018
- [20] Zhu Suqin(朱素琴). *Thesis for Doctorate(博士论文)*[D]. Changsha: Hunan University, 2012
- [21] Guo Fei(郭非). *Thesis for Doctorate(博士论文)*[D]. Chongqing: Chongqing University, 2017
- [22] Wang Bingshu, Liu Huimin, Zhang Yonggan *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 827(3): 142 060
- [23] Liu Xiao(刘筱). *Thesis for Doctorate(博士论文)*[D]. Changsha: Hunan University, 2019
- [24] Shi Jingjing, Cui Kaixuan, Wang Bingshu *et al. Materials Characterization*[J], 2017, 129: 104
- [25] He Feng, Wang Zhijun, Wu Qingfeng *et al. Scripta Materialia*[J], 2018, 155: 134
- [26] Zhang Yang(张阳), Shao Jianbo(邵建波), Chen Tao(陈韬) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2020, 56(5): 53
- [27] Wei Yujie, Li Yongqiang, Zhu Lianchun *et al. Nature Communications*[J], 2014, 5: 3580
- [28] Li Wenyuan, Chen Zhiyong, Liu Jianrong *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 688: 322
- [29] Qin Hong(秦洪). *Thesis for Doctorate(博士论文)*[D]. Chongqing: Chongqing University, 2015
- [30] Guan D K, Rainforth W M, Ma L *et al. Acta Materialia*[J], 2017, 126: 132
- [31] Ding Ning(丁宁), Wang Yunfeng(王云峰), Liu Ke(刘轲) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2021, 57(8): 1000
- [32] Villars P, Calvert L D, Pearson W B *et al. American Society for Metals*[J], 1986, 22(11): 1436

Effects of Different Rolling Processes on Microstructure and Properties of Pure Tin

Cheng Sang¹, Zhang Yonggan¹, Wang Bingshu¹, Deng Liping², Zhou Baoxue¹, Li Qiang¹

(1. College of Materials Science and Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350108, China)

(2. College of Mechanical Engineering and Automation, Fuzhou University, Fuzhou 350108, China)

Abstract: In this work, the evolution of microstructure and mechanical properties and the grain refinement law of polycrystalline pure tin (99.99%) under different rolling processes were studied, which was expected to lay a theoretical foundation for adjusting and optimizing the strengthening and toughening properties of pure tin. The results show that different rolling processes have obvious effects on the microstructure and properties of pure tin. The process of twin excitation and twin induced recrystallization in the deformation process are realized by regulating the factors of temperature, speed and path in the rolling process, in which the rolling speed is the most important factor. The grain refinement mechanism of rolling process is as follows: $60^{\circ}\sim 100^{\circ}$ deformation twins are induced at the initial stage of deformation, and the twins gradually evolve into recrystallized banded structure and divide and refine grains in the subsequent deformation process. Recrystallized grains and twins usually randomize the texture and therefore weaken the concentrated texture produced by the original coarse grain. Rolling deformation can significantly increase the strength of pure tin. The yield strength and tensile strength in TD direction are significantly higher than that in RD direction under unidirectional rolling.

Key words: rolling; pure tin; twinning; grain refinement; anisotropy

Corresponding author: Wang Bingshu, Ph. D., Associate Professor, College of Materials Science and Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350108, P. R. China, Tel: 0086-591-22866532, E-mail: bswang@fzu.edu.cn