

轧制程度如何改变纯锡的晶粒结构与强度韧性?

How does Rolling Intensity Alter the Grain Structure and Strength-toughness of Pure Tin?

供稿|封志斌, 李博新, 孙洁, 刘毅 / FENG Zhibin, LI Boxin, SUN Jie, LIU Yi

内
容
导
读

纯锡因其优异的塑性和低熔点, 广泛应用于包装和焊接领域。本研究旨在探究不同轧制变形量(即压薄程度)对纯锡内部晶粒结构和硬度、强度、塑性等力学性能的影响。实验采用高纯度铸态纯锡, 在室温下通过轧机施加3种不同的变形量(17.6%, 35.3%, 52.9%)。利用扫描电子显微镜(SEM)及其电子背散射衍射(EBSD)技术详细观察了轧制后晶粒的尺寸、形态和取向变化; 同时使用硬度计和万能试验机测量了材料的硬度和拉伸性能(强度和延伸率)。主要研究发现: (1) 晶粒显著细化: 随着轧制变形量的增加, 纯锡内部发生了明显的动态再结晶过程。这个过程如同材料的“自我重组”, 导致原始粗大的晶粒被破碎并转变为细小的新晶粒。变形量越大, 动态再结晶越充分, 晶粒细化效果越显著。在52.9%变形量下, 组织几乎完全由细小均匀的再结晶晶粒组成。(2) 硬度与强度下降: 与未轧制的铸态纯锡相比, 即使经过17.6%的轧制, 纯锡的硬度和拉伸强度也出现下降。并且, 变形量越大, 硬度降低得越多。这种“软化”现象主要是由于动态再结晶过程消耗了晶粒内部的位错等缺陷(这些缺陷通常是材料硬化和强化的来源)。(3) 塑性变化复杂: 在较低变形量(17.6%)下, 纯锡的拉伸应变(塑性变形能力)略有提升, 可能与部分细化的晶粒有关。然而, 当变形量继续增大(35.3%和52.9%)时, 拉伸应变反而下降, 材料断裂时表现出脆性特征。这是因为较大的塑性变形导致材料内部产生了应力集中区域, 降低了其整体塑性变形能力。因此轧制加工能有效细化纯锡的晶粒, 但同时会显著降低其硬度和强度。虽然轻微轧制可能略微改善塑性, 但过大的变形量反而会损害其韧性, 使其更容易脆断。理解轧制变形量与纯锡组织性能之间的这种关联, 对于优化其加工工艺和应用性能至关重要。

锡及其合金因具有极佳的塑性、较低的熔点而成为包装材料、焊接材料的选择^[1]。近年来,研究者对锡材料进行了一系列的研究。Bhatia 等^[2]使用第一性原理计算了锡的塑性变形行为,结果显示:在锡材料中, $\{100\}<001>$ 滑移系是最容易启动的滑移系,而后为 $\{100\}<011>$, $\{101\}<\bar{1}01>$ 和 $\{110\}<001>$ 滑移系。还有研究表明,在一定条件下的塑性变形过程中,锡的组织内部产生晶界滑移现象,使得锡具有极佳的塑性^[3]。

在锡的塑性变形过程中,由于纯锡的熔点较低(231℃),锡及其合金易发生动态再结晶^[4]。研究者对金属材料的动态再结晶现象进行了深入的研究。王旭等^[5]使用同步轧制和异步轧制2种轧制技术对镁合金进行轧制变形,轧制变形后,镁合金组织为细小的再结晶组织,晶粒内部存在小角度晶界,且异步轧制镁合金板材晶粒内小角度晶界密度较低,使得镁合金组织变形严重,从而促进动态再结晶。对不同轧制工艺处理后的镁合金进行力学性能测试可知:由于细晶强化作用,异步轧制镁合金板材力学性能优于同步轧制镁合金板材。苏辉等^[6]对AZ31镁合金进行热压缩塑性变形,研究结果发现:压缩变形程度可在一定程度上决定镁合金的再结晶程度、晶粒大小及其分布规律。热压缩变形程度越大,再结晶程度越大。Yang 等^[7]研究了Ti-6Al-4V合金在超塑性成形过程中的连续动态再结晶机理。结果表明:在动态再结晶过程中,小角度晶界转化为大角度晶界的机制包括:晶界的迁移、动态回复不充分的残余位错在小角度晶界处的聚集等。综上所述,在塑性变形过程中,金属材料往往会发生动态再结晶现象。变形量越大,动态再结晶程度越大。

虽然研究者们对金属材料在塑性变形过程中的动态再结晶行为进行了充分的研究,然而对于锡这种塑性极佳的金属材料,其塑性变形过程中的动态再结晶行为却鲜有报道。为此,本研究以纯锡为研究对象,对其进行不同程度的轧制变形。使用扫描电子显微镜表征微观组织,使用硬度计和万能试验机测试力学性能。研究轧制变形量对纯锡组织及力学性能的影响,以期为实际生产提供理论指导。

实验材料与方法

本实验采用铸态纯锡为原材料,纯度为99.9% ($w(\text{Sn})=99.9\%$, $w(\text{Cu})=0.1\%$)。采用线切割机把块状纯锡切割成尺寸为50 mm×20 mm×0.85 mm的样品。

采用轧机对纯锡进行不同变形量的轧制。轧机轧辊直径为120 mm,轧辊长度为180 mm。通过调节轧辊间距控制不同样品的轧制变形量。轧制在室温条件下进行,轧辊和样品之间无润滑,所有样品均仅经过1道次轧制,获得轧制变形量分别为17.6%、35.3%、52.9%的样品。

样品的电子背散射衍射(EBSD)使用搭载在场发射扫描电子显微镜(FESEM, JSM-7900F, JEOL)上的EBSD模块(Nordlys Max³, Oxford Instruments)进行表征。扫描电压为20 kV,扫描步长为5 μm。得到的EBSD数据使用HKL® Channel 5软件处理。在EBSD表征之前,用氩离子抛光仪(Ilion II 697, Gatan)对样品表面进行抛光,除去样品表面的应力层。样品的拉伸断口形貌同样使用场发射扫描电子显微镜表征。

使用维氏硬度计(MH-3型,上海研润光机科技有限公司)检测样品的硬度,测试载荷25 N,保压时间5 s。使用万能试验机(5205X,深圳三思试验设备有限公司)对样品进行拉伸实验,拉伸实验用样品平行段长度为15 mm,拉伸速度为6 mm/min。

实验结果与讨论

轧制变形量对纯锡组织的影响

图1所示为不同轧制变形量下纯锡的晶界(黑色实线)衬度图。如图1(a)所示,因铸态纯锡没有经过塑性变形,故其晶粒尺寸较大,晶粒直径超过1000 μm。如图1(b)所示,当轧制变形量增大到17.6%后,纯锡的组织没有发生较大变化,晶粒直径仍然超过1000 μm。但在晶界处,可以观察到直径小于500 μm的细小晶粒(白色圈内),说明此时仅部分纯锡组织发生了动态再结晶,动态再结晶晶粒在晶界附近形核并长大。如图1(c)所示,当轧制变形量继续增大到35.3%时,相比于轧制变形量为17.6%的晶粒,纯锡晶粒尺寸显著减小,沿晶界可

观察到较多的细小再结晶晶粒分布（白色圈内），其直径为 200 μm 左右。说明在此轧制变形量下，动态再结晶晶粒的形核及长大程度得到加强。当轧制变形量增大到 52.9% 时，纯锡组织为完全动态再结晶组织，晶粒细小均匀，晶粒直径为 500 μm 左右。晶界处未观察到细小的晶粒，说明此轧制变形量下动态再结晶形核已经结束。在变形热及塑性变形的共同作用下，晶界处细小的晶粒吸收位错等晶体缺陷而长大，形成等轴状动态再结晶组织^[8-10]。

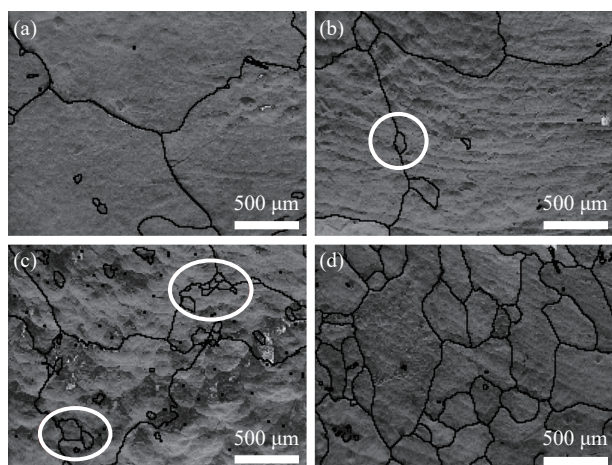


图 1 不同轧制变形量纯锡晶界显微组织图: (a) 铸态; (b) 17.6%; (c) 35.3%; (d) 52.9%

轧制变形量对纯锡力学性能的影响

图 2 所示为不同轧制变形量下纯锡的硬度。可以发现，随着轧制变形量的增加，纯锡的硬度逐渐减小。这是由于轧制变形导致的动态再结晶及变形热导致的再结晶均能够不断地消耗锡晶粒内部的位错等缺陷^[1]，从而使得加工硬化现象减弱，纯锡的

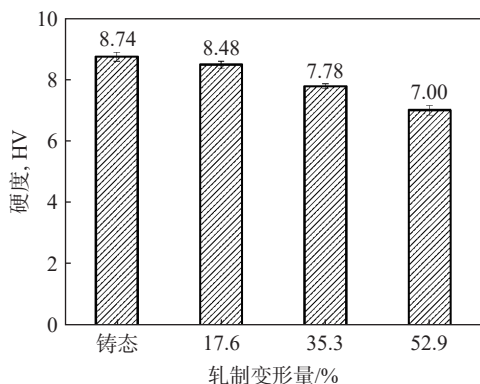


图 2 不同轧制变形量下纯锡硬度

硬度降低。

图 3 给出了不同轧制变形量纯锡的拉伸应力-应变曲线。图 4 给出了不同轧制变形量纯锡拉伸断口形貌。铸态纯锡的拉伸强度为 21.1 MPa，拉伸应变为 0.53。其拉伸断口形貌如图 4(a) 所示，拉伸断口不存在韧窝，为脆性断裂特征。当纯锡经过 17.6% 变形量的轧制后，由于动态再结晶的软化作用，纯锡的拉伸强度下降到 15.1 MPa，此时纯锡的拉伸应变小幅上升为 0.54。说明动态再结晶导致的细小晶粒有助于提升纯锡的塑性变形能力。在图 4(b) 中，拉伸断口仍然为脆性断裂特征。当轧制变形量继续增大，纯锡的拉伸强度随之降低。这是由于随

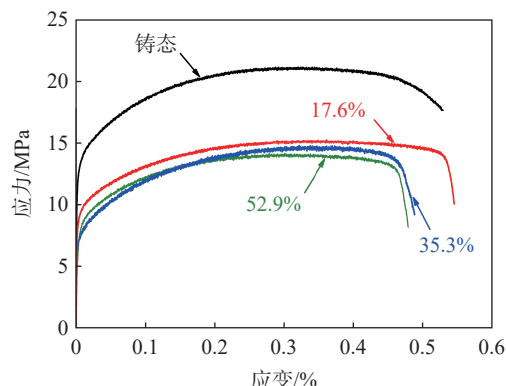


图 3 不同轧制变形量纯锡拉伸应力-应变曲线

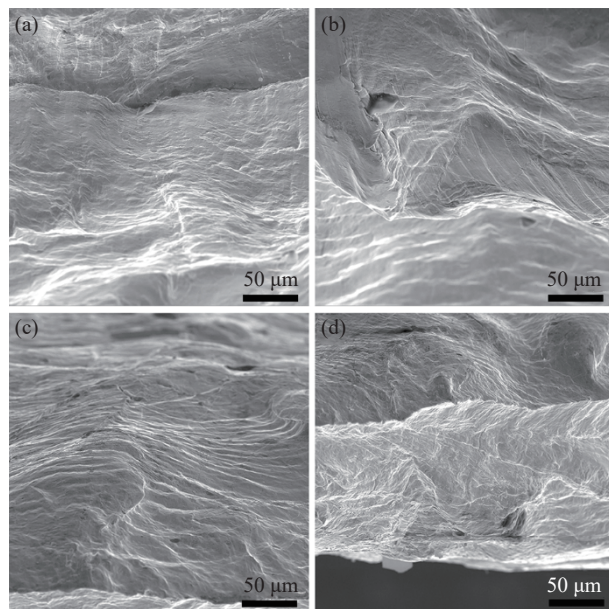


图 4 不同轧制变形量纯锡拉伸断口形貌: (a) 铸态; (b) 17.6%; (c) 35.3%; (d) 52.9%

随着轧制变形量的增大, 动态再结晶程度增大, 晶粒内部位错等缺陷湮灭, 纯锡的拉伸强度随轧制变形量的增大而降低。值得注意的是, 在纯锡拉伸强度降低的同时, 纯锡的拉伸应变同样降低。这是由于在一定的应变速率条件下, 锡组织内部会存在变形带, 导致组织内部应力集中, 变形程度越大, 应力集中现象越严重^[12]。应力集中会导致纯锡塑性变形能力降低, 并呈现脆性断裂特征。

结束语

(1) 随着轧制变形量的增加, 纯锡发生动态再结晶, 纯锡组织得到细化。轧制变形量越大, 纯锡的动态再结晶程度越大。

(2) 相比于铸态, 经过 17.6% 的轧制变形后, 纯锡的硬度、拉伸强度降低, 拉伸应变增加; 纯锡的硬度、拉伸强度、拉伸应变随轧制变形量的增大而降低, 断裂方式为脆性断裂。

参考文献

- [1] 赵子龙, 苏永庆, 程雪新, 等. 锡及锡合金的工艺发展. 辽宁化工, 2023, 52(12): 1830
- [2] Bhatia M A, Adlakha I, Lu G, et al. Generalized stacking fault energies and slip in β -tin. *Scr Mater*, 2016, 123: 21
- [3] El-Danaf E A, Khalil K A, Soliman M S. Effect of equal-channel angular pressing on superplastic behavior of eutectic Pb-Sn alloy. *Mater Des*, 2012, 34: 235
- [4] 程桑, 张勇敢, 汪炳叔, 等. 不同轧制工艺对纯锡微观组织与性能的影响. 稀有金属材料与工程, 2023, 52(1): 206
- [5] 王旭, 黄元春, 王强, 等. 异步轧制对 Mg-Gd-Y-Zn-Zr 板材组织、织构和性能的影响. 稀有金属, 2021, 47(7): 934
- [6] 苏辉, 楚志兵, 薛春, 等. AZ31 镁合金热压缩过程动态再结晶行为研究. 稀有金属材料与工程, 2021, 50(6): 2033
- [7] Yang J Z, Wu J J, Xie H N, et al. Mechanism of continuous dynamic recrystallization of Ti-6Al-4V alloy during superplastic forming with sub-grain rotation. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2023, 33(3): 777
- [8] 丁云鹏, 朱强, 马庆武, 等. AZ31B 镁合金轧制过程中的温升效应. 稀有金属材料与工程, 2017, 46(3): 722
- [9] 王忠堂, 梁海成, 李艳娟, 等. AZ31 镁合金热变形动态再结晶晶粒尺寸预测模型. 塑性工程学报, 2023, 30(7): 85
- [10] Huang K, Logé R E. A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Mater Des*, 2016, 111: 548
- [11] Gu J, Yang X H, Ni S, et al. Structural and hardness evolution of pure magnesium subjected to high pressure torsion. *Rare Met Mater Eng*, 2018, 47(5): 1347
- [12] 张殿, 董显娟, 徐勇, 等. 应变速率对 TB15 钛合金软化机制的影响. 中国有色金属学报, 2023, 33(6): 1784

基金项目: 西安工程大学博士科研启动金项目 (107020535)。

作者简介: 封志斌 (2000—), 男, 陕西安康人, 西安工程大学材料工程学院在读硕士研究生。研究方向: 金属材料塑性变形机制。通信地址: 陕西省西安市碑林区金花南路 19 号, E-mail: zhibin-feng@stu.xpu.edu.cn。

通信作者: 李博新 (1990—), 男, 河北滦州人, 西安工程大学材料工程学院讲师, 博士, 研究方向: 金属材料塑性变形机制。通信地址: 陕西省西安市碑林区金花南路 19 号, E-mail: boxin-li@xpu.edu.cn。