# Mg的{1012}形变孪晶机制\*

# 单智伟 刘博宇

(西安交通大学材料科学与工程学院金属材料强度国家重点实验室微纳尺度材料行为研究中心, 西安 710049)

摘要 Mg在室温下的强度和塑性较差,其根源之一在于 Mg 的{10ī2}形变孪晶在极低的应力下即可形核和扩展,而且 研究表明目前应用于镁合金的时效强化法通常无法显著抑制{10ī2}形变孪晶.尽管对 Mg 及其合金的力学性能至关重 要,迄今为止,对{10ī2}形变孪晶的形核和扩展的机制仍存在很大争议.本文首先回顾了有关形变孪晶的定义以及 {10ī2}孪晶机制的研究历史,然后着重介绍了最新的基于原位 TEM 的研究结果:即 Mg 的{10ī2}形变孪晶迥异于孪晶的 经典定义,它事实上是一种新的室温变形机制,即塑性的产生可以通过局部的晶胞重构来完成,而不需要孪晶位错的参与;由晶胞重构机制所产生的界面为{0002}/{10ī0}界面(BP 界面),而且该界面在三维空间呈现梯田状的不规则形貌. 晶 胞重构机制迥异于基于位错的孪晶变形机制,因此基于对该机制进行抑制的设计思路可能是开发未来高强韧镁合金的 关键.

**关键词** Mg, 形变孪晶, 基面-柱面界面, 强度, 合金设计 中图法分类号 TG146.2 **文献标识码** A

文章编号 0412-1961(2016)10-1267-12

# THE MECHANISM OF {1012} DEFORMATION TWINNING IN MAGNESIUM

#### SHAN Zhiwei, LIU Boyu

Center for Advancing Materials Performance from the Nanoscale, State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, School of Materials Science and Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China Correspondent: SHAN Zhiwei, professor, Tel: (029)82668824, E-mail: zwshan@xjtu.edu.cn
 Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.51231005 and 51321003)
 Manuscript received 2016–08–16, in revised form 2016–09–09

**ABSTRACT** The  $\{10\overline{1}2\}$  deformation twinning with extremely low activation stress is considered to be one of main reasons for the low strength of magnesium and its alloys at room temperature. In addition, it was found that those generally adopted age-strengthening methods are less effective for magnesium alloys in which postmortem investigation found that  $\{10\overline{1}2\}$  deformation twinning is still profuse. The formation and propagation mechanism of  $\{10\overline{1}2\}$  deformation twinning, which are of great importance for designing high strength magnesium alloy, remains elusive or under fervent debate. This paper reviewed the classical definition of deformation twinning, the existing twinning mechanisms, and the recent achievements through in-situ TEM studies on  $\{10\overline{1}2\}$  deformation twinning. It is indeed a brand new room temperature deformation mechanism that can be carried out through unit-cell-reconstruction, without involving twinning dislocations. In addition, the boundaries generated through unit-cell-reconstruction are composed of  $\{0002\}/\{10\overline{1}0\}$  interfaces (BP interfaces) and exhibit a terrace-like morphology in 3D space. The unit-cell-reconstruction is essentially different from the traditional dislocation-based twinning mechanism. As a consequence, to develop an effective strengthening strategy based on the nature of this

<sup>\*</sup> 国家自然科学基金项目 51231005 和 51321003 资助 收到初稿日期: 2016-08-16, 收到修改稿日期: 2016-09-09 作者简介: 单智伟, 男, 1974 年生, 教授 DOI: 10.11900/0412.1961.2016.00369

new deformation mechanism would be the key for designing high strength magnesium alloy.

KEY WORDS Mg, deformation twinning, basal/prismatic interface, strength, alloy design

Mg在室温塑性变形过程中容易形成大量的 {1012}形变孪晶[1~3],导致了Mg的屈服强度低[1.4],各 向异性加剧[5~7],还会导致局部的应力集中[8-11].因此, 对{1012}形变孪晶的调控是镁合金强韧化设计中 需要重点考虑的问题[12]. 根据传统的形变孪晶理论, 形变孪晶是由孪晶位错沿着孪晶方向在孪晶面上 逐层滑移形成的[13,14]. 据此推测, {1012}形变孪晶的本 质仍属于位错滑移,与面心立方晶体中的{111}孪晶 的情况类似. 基于这样的认识, 若要抑制 { 10 12 } 形变 孪晶,一个最直接的方法就是在Mg基体中生成沉淀 相,使孪晶位错像普通位错一样被析出相阻碍[15-19],从 而使得合金的强度提高,即沉淀相强化.人们仿照铝 合金中的时效强化方法对镁合金采取了类似的措 施,众多成分各异的镁合金被研发出来,诸如Mg-Al 基、Mg-Zn 基、Mg-Zn-Al 基、Mg-Ca 基、Mg-Sn 基、 Mg-Nd基、Mg-Ce基、Mg-Gd基和Mg-Y基等,这些 镁合金中都含有大量的形状、尺寸和分布情况各异 的析出相[20]. 然而, {1012}形变孪晶均没有因为析出 相的存在而得到有效的控制,相应的镁合金的强度也 没有得到期望中的大幅提升,例如AZ31镁合金[21-28]、 AZ61 镁合金<sup>[29]</sup>、AZ91 镁合金<sup>[30]</sup>和 Z5 合金<sup>[30,31]</sup>等. 这 从一个侧面反映出{10ī2}形变孪晶在本质上很可 能与传统上所理解的位错滑移有所不同.因此,充 分理解{1012}形变孪晶的成核和扩展机理就成为 设计高强韧镁合金的前提和基础.

本文首先回顾了 Mg 及其合金中{10ī2}形变孪 晶的一系列反常现象, 然后从晶体学分析入手, 结 合有关{10ī2}形变孪晶机制的发展历史及最新的 研究结果, 探讨{10ī2}形变孪晶与经典的形变孪晶 的异同及其对镁合金力学行为的影响.

# 1 {1012}形变孪晶的异常行为

早在1964年, Partridge 和Roberts<sup>[32]</sup>就发现在孪 晶区域进行压入实验后, 观察到原本平直的2条孪 晶界分别向外鼓出.这种孪晶长大方式的奇特之处 在于所形成的孪晶界显著偏离期望中{10ī2}孪晶 面的共格孪晶界.文章作者估算<sup>[32]</sup>,若用孪晶位错来 解释这样大的偏离现象, 则在偏离现象最严重的孪 晶界上, 孪晶位错的间距仅为0.4 nm, 而这在物理上 是不现实的.遗憾的是, 上述现象在当时并未引起 人们的广泛关注. 1965年, Clark<sup>[33]</sup>报道了对镁锌合 金中时效强化的研究结果, 发现尽管析出相能够阻 碍位错的滑移,但是它们对{10ī2}形变孪晶的抑制 作用非常有限,{10ī2}形变孪晶仍然能够在充满析 出相的地方形成.1968年,Clark<sup>[34]</sup>又报道了对镁铝 合金的时效强化研究结果,发现由于析出相的存 在,{10ī2}形变孪晶的数量有所减少,一些{10ī2}形 变孪晶的前端终止在析出相附近.在之后近30年的 时间内,鲜有关于镁合金中孪晶与析出相相互作用 的研究报道.

直到1998年, Gharghouri等<sup>151</sup>报道了镁铝合金 中的{10Ī2}形变孪晶在遇到Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>析出相时的行 为.在对实验结果综合分析的基础上,文章作者认 为析出相与孪晶的相互作用方式取决于两者尺寸 差:当{10Ī2}形变孪晶的宽度远大于Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>析出 相时,孪晶会将析出相的整体吞没;当{10Ī2}形变 孪晶的长度远大于Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>析出相时,析出相会将 孪晶阻挡住;而当{10Ī2}形变孪晶的宽度与 Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub>析出相的宽度相当时,{10Ī2}形变孪晶会像 河流绕过山丘一样绕过阻碍它扩展的析出相.文章 作者进一步指出:"我们相信这是第一次观察到形 变孪晶统过障碍物,这些孪晶的表观惯习面偏离理 论孪晶面达15°之多".

2009年和2011年, Barnett和其合作者<sup>[30,31]</sup>对镁 铝合金和镁锌合金进行了研究,结果表明尽管在时 效之后的镁合金中产生了大量形状各异的析出相, 但{10Ī2}形变孪晶仍然大量地形成.文章作者发 现:"析出相与孪晶的作用十分微弱.没有任何一个 孪晶界的扩展会被析出相钉扎住,被孪晶扫过的析 出相的形状或方向也没有变化".

上述实验现象表明,镁合金中{10ī2}形变孪晶 的行为与经典的形变孪晶十分不同,因此在成核和 扩展机理上也应与基于位错的孪晶有所不同.下文 将综述有关{10ī2}形变孪晶机制的研究进展及其 对高强韧镁合金设计的启发意义.

## 2 经典的孪晶定义

根据经典文献<sup>[14,36-38]</sup>,形变孪晶可以按照如下 方式定义.形变孪晶是晶体材料的一种塑性变形 方式,在应力的作用下,晶体中的部分区域发生剪 切变形并伴随着晶向的改变,变形后的晶体结构 与其基体完全一样,并以一个低指数晶面为界面, 变形的部分与其基体关于这个界面形成镜面对称 关系或其它对称关系,这样的塑性变形过程就是 形变孪晶,发生晶向改变的区域叫做孪晶,孪晶与 其基体互为孪晶关系,它们的界面称为孪晶面.在 这一定义的基础上,人们常用4个孪生要素来描 述形变孪晶<sup>[14]</sup>:(1)第一不畸变面*K*<sub>1</sub>,也就是孪晶面 和共格孪晶界所对应的晶面;(2)第二不畸变面 *K*<sub>2</sub>,也叫共轭不畸变面;(3)剪切方向 η<sub>i</sub>;(4)共轭剪 切方向 η<sub>2</sub>.

以fcc结构晶体中的{111}<112>孪晶为例,如 图 1<sup>[38]</sup>所示,观察方向为 [110], (111) 面的迹线用斜 向下的虚线表示. 左侧为基体(白色), 右侧为孪晶 (灰色), 孪晶界平行于(111)面. (111)面为孪晶与基 体共享,即第一不畸变面K<sub>1</sub>.孪晶与基体关于K<sub>1</sub>面 呈镜面对称关系. 孪晶的剪切方向, 也就是 Shockley分位错的滑移方向为[112],即η.此外,基体中 的[112]方向在经过切应变之后在孪晶中仍是 [112] 方向,没有发生畸变,这就是共轭剪切方向 η2. 沿η2且垂直于纸面的面为(111), 它在经过了切 应变之后在孪晶中的仍是(111)方向,这就是第二 不畸变面 $K_2$ . 根据晶体学关系可以算出 $\eta_2$ 与 $\eta_2$ 的 夹角为38.9°, η<sub>1</sub>与η<sub>2</sub>'的夹角为70.5°, 该过程产生 的切应变量为0.707.在fcc的{111}<112>孪晶中, 经过孪晶位错 Burgers 矢量(b<sub>T</sub>)的整数倍的移动量 之后,所有的位点都可以到达正确的孪晶位点上, 这说明{111}<112>孪晶变形等价于一个应变为 0.707的剪切变形. 而剪切变形可以由位错滑移产 生,这是孪晶位错理论的晶体学基础.

### 3 {1012}形变孪晶机制的研究历史

在{1012}孪晶中,切应变仅能使部分原子被转 移到正确的孪晶位点上,其它原子则还需经历原子 重组(atomic shuffling)才能到达孪晶位置[14.36],有关 {1012}形变孪生的晶体学分析的详细论述参见文 献[39]. 此外, 在孪生过程中, {1012}面上的原子位 置也发生了变化,不再满足"不畸变面"的定义[40].因 此,不能简单地照搬适用于fcc晶体中的孪生位错 理论来解释 hcp 结构中的 {10ī2 } 孪晶. 关于 {10ī2 } 形变孪晶的形核机制, Thompson 和 Millard<sup>[41]</sup>在 1952年提出了极位错机制. 该机制从晶体学的角度 出发,认为在基体中的一根Burgers 矢量为c 的螺位 错经过交滑移后形成了一段不可动的位错,并在此 过程中分解出2根孪晶位错,进而由这些孪晶位错 在孪晶面上的滑移完成孪晶的形核过程. 但后来的 一些理论计算认为这种孪晶位错的产生十分困难, 相关的模拟工作也预测了这个极位错分解过程和



图1 fcc 晶体中的 {111} 孪晶的孪生要素[38]

- Fig.1 Twinning elements of {111} twin in fcc structure<sup>[38]</sup>
  - ( $K_1$  is the first undistorted (invariant) plane,  $K_2$  is the second undistorted (conjugate) plane,  $\eta_1$  is the shear direction,  $\eta_2$  and  $\eta'_2$  are the conjugate shear directions in matrix and twin, respectively.  $\circ$  and  $\bullet$  represent alternative (110) planes. *A*, *B* and *C* represent the stacking sequence of (111) planes. *a* refers to the lattice constant. Dashed lines towards lower right are traces of (111) planes)

新形成的孪晶不能稳定存在[42]. 更为重要的是, 这个 极位错理论一直缺乏直接实验证据支持. 1986~ 1999年,由Serra, Bacon和Pond<sup>[43-48]</sup>共同提出并发展 了一套{1012}形变孪晶长大的理论.该理论是晶界 理论中的 disconnection (即由于2个晶粒间存在晶 格错配而在晶界上形成的台阶,我们称之为"错阶") 概念的拓展,认为由于{1012}孪晶与其基体在晶体 学上的差异,其界面上也会存在disconnection.这个 disconnection 可以被认为是一个孪晶位错,并由其 沿着{10ī2}孪晶面的滑移完成孪晶的长大过程. 1997年, Braisaz等<sup>[49]</sup>用TEM对金属Zn中的{1012} 孪晶界进行了表征,发现{1012}孪晶界确实存在扭 折现象,并将其归结为disconnection机制的直接证 据. 然而, disconnection 机制是从纯几何的角度出 发,其可动性尚未得到有效的论证,且至今尚没有 令人信服的实验证据证明 {1012}形变孪晶的长大 就是通过上述 TEM 照片中看到的 disconnection 的 滑移完成的. 2009年, Wang 等[50,51]通过分子动力学 模拟和密度泛函理论计算,提出{1012}形变孪晶的 形核过程是由"分位错+孪晶位错"的共同作用完成 的. 然而, 受限于当时的技术条件, 上述孪晶机制 均未得到强有力的实验证据支持.

2009年,Li和Ma<sup>[52]</sup>通过分子动力学模拟提出 {1012}形变孪晶可以单纯依靠原子重组过程来完

成,而无需借助位错滑移或 disconnection 滑移.由于 不同研究者对原子重组(atomic shuffling)的理解或 定义不同,该理论一度引起了相当大争议[40,53-57].经 典的孪晶理论从晶体学的角度出发,认为hcp金属 中的原子从基体位点转移到{1012}孪晶位点上时 必须同时经历剪切和原子重组,这里并没有强调具 体的变形机制和路径.而Li和Ma<sup>[52]</sup>所使用的原子重 组指的是原子在局部范围内的运动,是一个具体的 过程或路径,在这个过程中,基体中的原子就像被 "洗牌"一样重新定位到{1012}孪晶位点上.该机制 不涉及位错滑移,与经典的形变孪晶理论十分不 同.尽管该机制是基于分子动力学模拟的结果,在 实验上缺乏有力的证据,但其从一个全新的视角审 视了{1012}形变孪晶的机制问题,一些由传统的位 错机制所不能解释的实验现象也因此有了解惑的 新思路.随后,这种基于原子重组的孪晶变形机理 得到了广泛关注,研究人员使用计算机模拟和理论 计算对{1012}孪晶形核和长大的原子重组机制及 非共格孪晶界的组成单元进行了探索[40.57-65].

### 4 {1012}形变孪晶机制的最新研究进展

#### 4.1 {1012}李晶界异常行为的原位电镜研究

从前文可以看出,有关{10ī2}孪晶的成核和扩展机制仍存在相当大的争议:多数关于孪晶变形机制的描述是基于位错滑移的概念,尽管Li和Ma<sup>[52]</sup>提出了{10ī2}形变孪晶的非位错机制——原子重排,但相关的理论研究大都建立在计算机模拟的基础上,缺乏有力的实验依据.而{10ī2}孪晶对镁合金的力学性能起着至关重要的作用,对{10ī2}孪晶机

制认知上的不足无疑对设计高强和高韧镁合金十分不利.因此,从实验上直观地揭示{10ī2}孪晶的成核和扩展机理意义重大.

以前人们对镁合金孪晶行为的研究方法大多 是传统的"先测试再观察",即先对块体材料进行加 载,再将变形后的样品进行抛光或减薄处理,然后 用光学显微镜或电子显微镜进行观察与表征,常用 方法包括EBSD分析、电子衍射分析或衍衬分析.这 种"非原位"方法不能在微观尺度上直观地展现和 揭示塑性流变的机理.近年来,随着基于电子显微 镜的力学测试技术的快速发展,研究人员把材料变 形过程中的微观结构演化过程(如孪晶界的迁移、位 错滑移等)与样品的力学数据(如应力应变曲线)一 一对应起来,从而可以在小尺度上定量地测量和揭 示材料塑性变形的物理机制<sup>[69]</sup>.

2010年,西安交通大学单智伟研究团队开始将 最新的原位透射电镜力学测试技术用于研究金属 Mg的塑性变形机理<sup>[67-70]</sup>. Liu等<sup>[69]</sup>使用聚焦离子束 制备出微纳尺度的纯Mg压缩和拉伸样品,如图2<sup>[69]</sup> 所示.原位压缩实验的加载方向为[1ī00],即平行于 基面但垂直于柱面;原位拉伸实验的加载方向为 [0001],即平行于*c*轴但垂直于基面.根据以往的研 究结果,在这2种加载条件下,样品均应发生{10ī2} 形变孪晶<sup>[23]</sup>.理论计算表明,在上述加载条件下, {10ī2}孪晶界与加载方向的夹角应为43.15°(压缩) 或46.85°(拉伸).然而统计分析表明,所形成的 {10ī2}孪晶界均偏移了理论上的{10ī2}孪晶雨, {10ī2}孪晶界与加载方向的夹角大部分落在40°~ 60°,如图3<sup>[69]</sup>所示.



值得注意的是2种极限情况: 第一种, {1012}挛

图 2 微纳尺度纯镁力学测试样品的 SEM 像<sup>699</sup>

Fig.2 SEM images of micro-pillar (a) and 'dog-bone' sample (b) of pure magnesium<sup>[69]</sup>

晶界几乎与加载方向平行, 孪晶像匕首一样"插入" 样品根部, 其右侧的界面几乎与样品标距区域的右 边缘平行, 这相当于一个偏离了 {10ī2} 孪晶面达 45°之多的 {10ī2} 孪晶界, 如图 4a<sup>[68,69]</sup>所示. 按照经典 的孪晶位错理论, 孪晶位错在孪晶面上逐层滑移, 使得孪晶向下长大. 但是, 当孪晶生长到样品根部 时, 所有的位错停止在标距区域向下的延长线位置 (图中白色虚线), 就像遇到了一堵平行于样品右边



图3 {1012} 孪晶界与加载方向的夹角[69]

**Fig.3** Measured angle between the  $\{101\overline{2}\}$  twin boundary and the loading direction<sup>[69]</sup> (*a* and *b* point to the twin boundary that is approximately parallel to and perpendicular to the loading direction, respectively. *c* points to the twin boundary generally following the twinning plane) 界的"墙".这种行为显然难以用传统的基于孪晶位 错的理论来解释;第二种,{10ī2}孪晶界几乎与加载 方向垂直,如图4b<sup>[68,69]</sup>所示.该孪晶界呈拱形,并几 乎与加载方向成90°的夹角,这也相当于一个偏离 了{10ī2}孪晶面达45°之多的孪晶界.与此同时,在 孪晶界运动过程中,晶体的两侧同时变"胖",并没 有观察到该孪晶应有的约为12.9%的切应变.按照 经典的孪晶位错理论,孪晶位错在孪晶面上逐层滑 移,使得孪晶向上生长.但是,所有的位错都同时停 止在相同的高度,就像遇到了一堵垂直于样品轴向 的拱形墙似的.这一现象同样很难用传统的孪晶位 错理论解释.

有趣的是, 当观察方向为[1120]时, 一些{1012} 孪晶界并没有像期望中那样显示为一条迹线,而是 呈现出一定的"宽度". 图5给出了一个典型的案例, 尽管孪晶界与加载方向的夹角约为44°,非常接近理 论值(43.15°),但它并不显示为一条明锐的迹线,而是 呈现为一个由2条清晰界线界定的条带(如图5a<sup>[69]</sup>中 的虚白线所示). 这种具有一定"宽度"的{1012}孪晶 界应该是实际孪晶界沿[1120]方向的投影.这说明孪 晶界并不全在期望的{10ī2}面上,而是在空间上呈三 维分布.图5b是根据实验观察构造出来的一种可能的 晶界构型, OMNP为"孪晶界", 注意其与电子束观察 方向[1120]不平行.该界面在样品背面的投影为 OM'P.可以根据实测的晶界条带宽度来估算∠OMM' 的值.如图5a所示,实测的投影宽度w约为120nm,样 品的厚度t约为424 nm, OP与样品轴线的夹角约为 44°, 因此 OM'≈120 nm/cos 44°≈167 nm. 假定 OM'



图4 {1012}孪晶界与加载方向近似平行或垂直<sup>[68,69]</sup> Fig.4 {1012} twin boundary is almost parallel (a) or perpendicular (b) to the loading direction<sup>[68,69]</sup>

垂直于 MM', 则 ∠OMM'≈ arctan(167/424)≈21°.为 了进一步揭示孪晶界的实际形貌, Liu 等<sup>[69]</sup>以[0001] 为观察方向对样品进行了测试,结果发现所生成的 孪晶界呈连续的弧形, 如图 6<sup>[69]</sup>所示.因此,当这个 界面沿[1120]方向产生投影时, 就一定会导致图 5 中所观察到的具有一定"宽度"的带状晶界.值得注 意的是, 在该观察条件下, 孪晶界的形貌一直在变 化,并且其弓出的程度与应力有关,当外加应力去除之后,孪晶界趋向于平直.

综上所述,在微纳米尺度下,{1012}孪晶界并 非只是简单地偏离{1012}孪晶面.实际上,它在三 维空间中可呈现出一定的形状,而不是平行于任何 一个晶体学面.为了揭示其在原子尺度上的构成, 必须借助原子分辨率的电子显微镜对其进行系统



图5具有一定"宽度"的{1012}孪晶界投影<sup>100</sup>及成因示意图

**Fig.5** The projection of an inclined  $\{10\overline{1}2\}$  twin boundary<sup>[69]</sup> (*w*—width of projection, *t*—thickness of sample) (a) dark field TEM image showing a band-like twin boundary

(b) schematic illustrates that the band-like feature comes from the projection of a inclined twin boundary along the e-beam direction



图6沿[0001]方向观察到的{1012}孪晶界迁移过程的原位录像截图[69]

Fig.6 Snapshots from an in-situ video showing the {1012} twin boundary migration viewed along [0001] <sup>[69]</sup>
(a) the twin (dark contrast) just formed
(b) the twin is expanding with an arch shaped boundary
(c) the pillar was under the largest strain
(d) the diamond punch was completely retracted

的剖析.

#### 4.2 BP界面的发现

为了揭示{1012}孪晶界的三维形貌及其在原 子尺度上的构成, Liu 等<sup>69</sup>逐层减薄了一个具有 {1012}孪晶界的样品,发现当样品的厚度逐渐变 薄时,其投影区域的宽度也在逐渐变窄.尽管在低 倍下,这些晶界看起来很直,但在高分辨观察模式 下,这些晶界具有显著的弯曲和带状特征,且不同 位置的晶界具有不同的形状<sup>[70]</sup>. 图7给出了6种典 型的形貌. 各图的左上部分为基体, 右下部分为孪 晶,基体和孪晶中的基面及{1012}面用白色实线 标出,基体和孪晶中的基面呈近似垂直的关系,孪 晶界的位置及其轮廓用白色虚线标出.图7a中的 孪晶界近似平行于{10ī2}面,但是在该晶界的右 上方有一个台阶(箭头1),这个台阶近似平行于孪 晶中的基面.图7b中的孪晶界明显偏离{1012} 面,其大致方向与孪晶中的基面方向较为接近.在 该晶界的右侧也有一个台阶(箭头1),但这个台阶 近似平行于基体中的基面.此外,在基体中还可观 察到一个类似层错的特征(箭头2). 图7c中的孪晶 界可分为4段,第1段和第3段晶界较为狭窄,且 近似平行于孪晶中的基面方向. 第2段晶界近似平 行于{1012}面.第4段是由2个界线包夹的带状区 域,该区域的高分辨像较为模糊.图7d和e中,部分 带状区域的宽度可达5~10 nm,其形貌呈现一定程 度的扭折.图7f中的这种带状区域更为明显,其宽 度可达15~20 nm. 有趣的是, 这种带状区域的界线 或近似平行于孪晶中的基面方向,或近似平行于 基体中的基面方向.

为了更清晰地表征{10Ī2}孪晶界的精细结构, Liu等<sup>[68,69]</sup>运用消球差电镜技术对这些界面进行了 系统的表征.结果表明,实验中得到的{10Ī2}孪晶 界的基本组成单元有2类:{10Ī2}共格孪晶界面 (CTB)和基面-柱面界面(BP或PB).CTB平行于 {10Ī2}孪晶面,也就是传统上认为的{10Ī2}孪晶界. 这里BP界面是指孪晶中的(0002)基面(basal plane) 和基体中的(1Ī00)柱面(prismatic plane)的界面;PB 界面是指孪晶中的(1Ī00)面和基体中的(0002)面的 界面.BP与PB相互垂直,与CTB的夹角约为45°. 图8<sup>[39]</sup>给出了3个典型案例.为了表示晶向关系,将 基体中的基面、孪晶中的基面和{10Ī2}面用白色实 线标出.可以看出,2个晶粒中的基面互相垂直,且 与{10Ī2}面的夹角约为45°.为了清晰地显示各个 原子的位置,进而勾勒出界面的精细结构,文章作 者为每张HAADF-STEM照片制作了相应的原子位 置示意图(黑色空心圆圈标出基体中原子的位置,黑 色实心圆标出孪晶中原子的位置).图8a和b是一个 CTB与BP共存的典型例子,图中CTB的长度约为 3 nm, BP的长度约为3 nm, BP界面直接连接了孪晶 中的基面和基体中的柱面.图8c和d是一个BP与 PB共存的例子,PB界面直接连接了孪晶中的柱面 和基体中的基面,且BP与PB相互垂直.若考虑这个 样品的加载方向,则BP界面与压缩方向垂直,PB界 面与压缩方向平行.这几个BP界面和PB界面的长 度也在2~4 nm.图8c和f是一个较长的BP界面,在 该界面上有一些台阶.这些台阶可以看做是最小的 PB界面或CTB界面.

由上述结果可以推测, BP界面、PB界面和CTB 界面可以组成形状各异的{1012}孪晶界.而且,由 于 BP界面和 PB界面相互垂直,因此即使没有CTB 的参与,通过这2种界面的组合也能形成任意形状 的{1012}孪晶界,即图4中所示的案例.值得注意的 是,最近的研究<sup>[58,65,71,72]</sup>表明,其它变形后的hcp金属 中也发现了 BP和 PB界面的存在,这说明该现象对 hcp金属而言很可能是一种普遍的现象.鉴于 PB和 BP界面的类似性,后文中将二者统称为 BP界面.

#### 4.3 晶胞重构

上述实验结果表明,在Mg中所发现的基于BP 界面运动的塑性变形方式与传统的位错滑移和经 典的形变孪晶有本质区别. 一方面, {1012}孪晶界 上存在大量的BP界面,使得其整体偏离{1012}孪晶 面,并在三维空间呈现出不规则形状,且孪晶与基 体的晶体学取向关系不符合{1012}孪晶的晶体学 取向关系.另一方面, BP界面的迁移倾向于产生正 应变,而非理论上的沿<1011>的切应变.再次审视 孪晶与基体的相对关系:通过剪切变形不能使基 体位点全部转移到孪晶位点上,在此基础上还需要 进行额外的原子重组,目原子重组过程中涉及到的 局部位移量也与切变位移量相当.基于上述认识, 本文作者提出了金属Mg在室温下塑性变形的新 中,基体中的位点直接通过局部重组到达新晶粒中 的位点,新形成的晶粒与基体关于 a 轴<2110>的 "旋转"角度为90°,新晶胞相对于基体晶胞沿基体 的[0001]方向产生了正应变,而无需引入切应变,新 晶胞中的(0002)面与基体晶胞中的(1100)面相互平



#### **图7** {1012}孪晶界的高分辨像<sup>[70]</sup>

Fig.7 HRTEM images of {1012} twin boundaries<sup>170</sup> (white dashed lines outline the profile of twin boundary)
(a) twin boundary is approximately parallel to the {1012} plane (1 points to a step parallel to the basal plane in twin)
(b) twin boundary is approximately perpendicular to the basal plane of the matrix (1 points to a step parallel to the basal plane in matrix. 2 points to a stacking fault in matrix)

(c) twin boundary with zig-zag shape (1 and 3 point to segments of the twin boundary parallel to basal plane in twin. 2 point to a segment approximately along the {1012} plane. 4 points to a band-like boundary area with its width of about 2 nm)
 (d, e) serrated twin boundaries exhibit considerable width of about 5~10 nm

(f) a band-like twin boundary with its width of about 15 nm



行,新晶胞中的(1100)面与基体晶胞中的(0002)面相 互平行,而2个晶胞中的(0002)面成垂直关系,与BP 界面恰好吻合.图 9<sup>[68,70]</sup>给出了一种可能的重构路 径,该图将晶胞右下角的2个原子位置作为参考点, 在三维空间中显示了一个hcp晶胞中各个原子与其 在晶胞重构后的相对位置关系.

尽管晶胞重构产生的晶向改变与形变孪晶十分相似,它们都使晶体的晶向发生改变且保持晶体结构不变,但这2种变形机制有着本质上的区别. 形变孪晶需要一个晶体学面充当剪切过程中的不变面(孪晶面),而晶胞重构使得晶体沿一个晶向发生正应变.形变孪晶中产生的孪晶界通常平行于孪晶面,具有特定的方向性,而晶胞重构产生的界面是两组相互垂直的BP界面.这些BP界面以不同的比例进行组合可以在三维空间中形成任意形貌的晶界.

目前的研究表明,以BP界面为特征的晶胞重构机制不仅发生于微纳米尺度的样品中,也存在于高应变速率变形后的块体材料中<sup>[72,73]</sup>.从能量的角度来看,这似乎是不合理的,因为{10Ī2}共格孪晶界具有较低的界面能,约为125 mJ/m<sup>2</sup>, BP界面的界面能约为170 mJ/m<sup>2</sup>,而其它非共格界面的界面能一般要高于250 mJ/m<sup>2</sup><sup>[65]</sup>.众所周知,金属材料中存在着"越小越强"的趋势,即随着被测试样品尺寸的降低,特别是降低到微米、纳米级别时,其强度将远高于在宏观块体样品上测得的强度<sup>[74]</sup>.而高应变速率通常也意味着材料要承受更高的应力水平.因此,高应力可能是晶胞重构机制替代基于位错机制的{10Ī2}孪晶的主要诱因.以小尺度试样为例,随着样品尺寸的减小,激活孪晶位错所需的应力水平可



**图 9** 一种可能的晶胞重构路径<sup>[68,70]</sup>

Fig.9 One possible route for the unit-cell-reconstruction<sup>[68,70]</sup> (The matrix hcp cell and its atoms are outlined by dashed lines and circles (light gray) respectively. The new hcp cell and the atoms are outlined by solid lines and circles (dark gray) respectively) 能急剧上升,并直接导致可用于进行形变孪晶的位 错数量大大降低,从而使得样品所能承受的应力提 高<sup>[75]</sup>.而应力的提高使得晶胞重构机制得以克服能 量势垒替代基于位错的孪晶成为主导的变形机制. 此外,微纳米尺度的样品的比表面积更大,利于释 放 BP 界面上错配位错产生的晶格畸变也可能对晶 胞重构机制起到了一定的促进作用.

### 5 结语与展望

本文简述了 Mg 的{10Ī2}形变孪晶的反常现 象, 如孪晶界偏离孪晶面, 不具备明显的尺寸效应, 不易被析出相阻碍等. 总结了{10Ī2}孪晶的位错机 制和非位错机制的研究历史, 并详细介绍了基于原 位电镜定量研究 Mg 的{10Ī2}孪晶的最新进展, 提 出了不同于传统的位错滑移和形变孪晶的新型塑 性变形机制——晶胞重构.

Mg的{1012}形变孪晶是Mg和镁合金的最重 要的塑性变形方式之一,其行为将显著地影响Mg 和镁合金的力学性能.一方面,由于{1012}孪晶的 形核和扩展应力很低,提升镁合金强度的方法之一 是抑制该类孪晶或提升其成核和扩展应力. 另一方 面, 晶胞重构机制与传统的位错滑移及经典的形变 孪晶在本质上有所不同,这可能导致析出相、颗粒 增强相等"障碍物"对其阻碍作用较弱.在以位错滑 移为主要塑性变形方式的金属材料中,如铝合金, 析出相对位错的强烈的钉扎作用产生了明显的时 效强化效果. 然而晶胞重构是由原子的局部重组完 成的,不需要依赖位错滑移.根据这一特点可以推 测,当迁移中的{1012}孪晶界遇到障碍物时,被阻 碍的部分可以通过晶胞重构的方式绕过析出相,该 过程可以用流沙没过石头进行类比.因此,只要镁 合金的镁基体是连续的,不论析出相是何种形状、 尺寸和密度, {1012}孪晶都可以形核并长大, 使得 由孪晶导致的一系列缺点在镁合金中被一定程度 地遗留了下来,如较低的屈服和流变应力,变形的 各向异性和基面织构等.若要使镁合金达到更高的 强度,需要针对晶胞重构这种特殊的变形机制进行 强韧化设计.此外,晶胞重构还可能与{1012}孪晶 中大量存在的基面层错有内在联系[39,68],而基面层 错对镁合金的强化具有一定的积极作用[71,76-78],因此 晶胞重构产生基面层错的成因,以及对其的控制方 法值得进一步研究.

### 参考文献

[1] Yu Q, Zhang J X, Jiang Y Y. Philos Mag Lett, 2011; 91: 757

- [2] Barnett M R. Mater Sci Eng, 2007; A464: 1
- [3] Wonsiewicz B C, Backofen W A. Trans Metall Soc AIME, 1967; 239: 9
- [4] Kelley E W, Hosford W F. Trans Metall Soc AIME, 1968; 242: 5
- [5] Yin D L, Wang J T, Liu J Q, Zhao X. J Alloys Compd, 2009; 478: 789
- [6] Barnett M R, Davies C H J, Ma X. Scr Mater, 2005; 52: 627
- [7] Ball E A, Prangnell P B. Scr Metall, 1994; 31: 111
- [8] Yu Q, Wang J, Jiang Y Y, McCabe R J, Li N, Tome C N. Acta Mater, 2014; 77: 28
- [9] Price P B. Proc R Soc Lon, 1961; 260A: 251
- [10] Li B, Ma Q, McClelland Z, Horstemeyer S J, Whittington W R, Brauer S, Allison P G. Scr Mater, 2013; 69: 493
- [11] Yu Q, Jiang Y, Wang J. Scr Mater, 2015; 96: 41
- [12] Nie J F, Zhu Y M, Liu J Z, Fang X Y. Science, 2013; 340: 957
- [13] Mahajan S, Chin G Y. Acta Metall, 1973; 21: 1353
- [14] Christian J W, Mahajan S. Prog Mater Sci, 1995; 39: 1
- [15] Raeisinia B, Agnew S R, Akhtar A. Metall Mater Trans, 2011; 42A: 1418
- [16] Akhtar A, Teghtsoonian E. Acta Metall, 1969; 17: 1339
- [17] Akhtar A, Teghtsoonian E. Acta Metall, 1969; 17: 1351
- [18] Nie J F. Scr Mater, 2003; 48: 1009
- [19] Liao M, Li B, Horstemeyer M F. Comput Mater Sci, 2013; 79: 534
- [20] Nie J F. Metall Mater Trans, 2012; 43A: 3891
- [21] Hong S G, Park S H, Lee C S. J Mater Res, 2010; 25: 784
- [22] Lou X Y, Li M, Boger R K, Agnew S R, Wagoner R H. Int J Plast, 2007; 23: 44
- [23] Xiong Y, Yu Q, Jiang Y. Mater Sci Eng, 2012; A546: 119
- [24] Wan G, Wu B L, Zhang Y D, Sha G Y, Esling C. *Mater Sci Eng*, 2010; A527: 2915
- [25] Proust G, Tome C N, Jain A, Agnew S R. Int J Plast, 2009; 25: 861
- [26] Chino Y, Kimura K, Mabuchi M. Mater Sci Eng, 2008; A486: 481
- [27] Wang Y N, Huang J C. Acta Mater, 2007; 55: 897
- [28] Knezevic M, Levinson A, Harris R, Mishra R K, Doherty R D, Kalidindi S R. Acta Mater, 2010; 58: 6230
- [29] Kleiner S, Uggowitzer P J. Mater Sci Eng, 2004; A379: 258
- [30] Robson J D, Stanford N, Barnett M R. Acta Mater, 2011; 59: 1945
- [31] Stanford N, Barnett M R. Mater Sci Eng, 2009; A516: 226
- [32] Partridge P G, Roberts E. Acta Metall, 1964; 12: 1205
- [33] Clark J B. Acta Metall, 1965; 13: 1281
- [34] Clark J B. Acta Metall, 1968; 16: 141
- [35] Gharghouri M A, Weatherly G C, Embury J D. Philos Mag, 1998; 78A: 1137
- [36] Bilby B A, Crocker A G. Proc R Soc Lon, 1965; 288A: 240
- [37] Cahn R W. Adv Phys, 1954; 3: 363
- [38] Yu Y N. The Principle of Physical Metallurgy. 2nd Ed., Beijing: Metallurgica Industry Press, 2013: 763

(余永宁. 金属学原理. 第2版, 北京: 冶金工业出版社, 2013: 763)

[39] Liu B Y. PhD Dissertation, Xi'an Jiaotong University, 2015

- (刘博宇,西安交通大学博士学位论文,2015)
- [40] Li B, Zhang X Y. Scr Mater, 2016; 125: 73
- [41] Thompson N, Millard D J. Philos Mag, 1952; 43: 422
- [42] Capolungo L, Beyerlein I J. Phys Rev, 2008; 78B: 2
- [43] Serra A, Bacon D J, Pond R C. Acta Mater, 1999; 47: 1425
- [44] Pond R C, Serra A, Bacon D J. Acta Mater, 1999; 47: 1441
- [45] Serra A, Bacon D J. Philos Mag, 1996; 73A: 333
- [46] Pond R C, Bacon D J, Serra A, Sutton A P. *Metall Trans*, 1991; 22A: 1185
- [47] Serra A, Bacon D J, Pond R C. Acta Metall, 1988; 36: 3183
- [48] Serra A, Bacon D J. Philos Mag, 1986; 54A: 793
- [49] Braisaz T, Ruterana P, Nouet G, Pond R C. Philos Mag, 1997; 75A: 1075
- [50] Wang J, Hoagland R G, Hirth J P, Capolungo L, Beyerlein I J, Tome C N. Scr Mater, 2009; 61: 903
- [51] Wang J, Hirth J P, Tome C N. Acta Mater, 2009; 57: 5521
- [52] Li B, Ma E. Phys Rev Lett, 2009; 103: 035503
- [53] Serra A, Bacon D J, Pond R C. Phys Rev Lett, 2010; 104: 029603
- [54] Li B, Ma E. Phys Rev Lett, 2010; 104: 029604
- [55] Pond R C, Hirth J P, Serra A, Bacon D J. Mater Res Lett, 2016; 4: 185
- [56] Hirth J P, Wang J, Tomé C N. Prog Mater Sci, 2016; 83: 417
- [57] Ishii A, Li J, Ogata S. Int J Plast, 2016; 82: 32
- [58] Zong H, Ding X, Lookman T, Li J, Sun J. Acta Mater, 2015; 82: 295
- [59] Yuasa M, Hayashi M, Mabuchi M, Chino Y. J Phys: Condens Matter, 2014; 26: 015003
- [60] Li B, Zhang X Y. Scr Mater, 2014; 71: 45
- [61] Li B, McClelland Z, Horstemeyer S J, Aslam I, Wang P T, Horstemeyer M F. *Mater Des*, 2014; 66(Part B): 575
- [62] Barrett C D, El Kadiri H. Acta Mater, 2014; 63: 1
- [63] Xu B, Capolungo L, Rodney D. Scr Mater, 2013; 68: 901
- [64] Wang J, Yadav S K, Hirth J P, Tomé C N, Beyerlein I J. Mater Res Lett, 2013; 1: 126
- [65] Wang J, Liu L, Tomé C N, Mao S X, Gong S K. Mater Res Lett, 2013; 1: 81
- [66] Shan Z W. JOM, 2012; 64: 1229
- [67] Liu B Y, Li B, Shan Z W. In: Hort N, Mathaudhu S N, Neelameggham N R, Alderman M eds., *Magnesium Technology 2013*, San Diego: John Wiley & Sons, Inc., 2013: 107
- [68] Liu B Y, Wang J, Li B, Lu L, Zhang X Y, Shan Z W, Li J, Jia C L, Sun J, Ma E. *Nat Commun*, 2014; 5: 3297
- [69] Liu B Y, Wan L, Wang J, Ma E, Shan Z W. Scr Mater, 2015; 100: 86
- [70] Liu B Y, Shan Z-W, Ma E. In: Singh A, Solanki K, Manuel M V, Neelameggham N R eds., *Magnesium Technology 2016*, Nashville: John Wiley & Sons, Inc., 2016: 199
- [71] Zhang X Y, Li B, Wu X L, Zhu Y T, Ma Q, Liu Q, Wang P T, Horstemeyer M F. Scr Mater, 2012; 67: 862
- [72] Tu J, Zhang X Y, Wang J, Sun Q, Liu Q, Tomé C N. Appl Phys

Lett, 2013; 103: 051903

- [73] Sun Q, Zhang X Y, Ren Y, Tu J, Liu Q. Scr Mater, 2014; 90-91: 41
- [74] Uchic M D, Dimiduk D M, Florando J N, Nix W D. Science, 2004; 305: 986
   [75] W. O. GL. J. W. Li, L. W. W. W. W. L. G. J. M. F. N. J.
- [75] Yu Q, Shan Z-W, Li J, Huang X, Xiao L, Sun J, Ma E. Nature, 2010; 463: 335
- [76] Jian W W, Cheng G M, Xu W Z, Yuan H, Tsai M H, Wang Q D, Koch C C, Zhu Y T, Mathaudhu S N. *Mater Res Lett*, 2013; 1: 61
- [77] Li B, Yan P F, Sui M L, Ma E. Acta Mater, 2010; 58: 173
- [78] Bere A, Chen J, Hairie A, Nouet G, Paumier E. Phys Status Solidi, 2004; 241B: 2482

(责任编辑:李海兰)