THERMOMECHANICAL PROCESSING AND DEFORMATION BEHAVIOR OF BINARY Mg-Y ALLOYS WITH VARIED Y CONCENTRATION

NOORUDDIN ANSARI

DEPARTMENT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

INDIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY, DELHI

OCTOBER 2021

THERMOMECHANICAL PROCESSING AND DEFORMATION BEHAVIOR OF BINARY Mg-Y ALLOYS WITH VARIED Y CONCENTRATION

by

Nooruddin Ansari

DEPARTMENT OF MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING

Submitted
In fulfillment of requirements of the degree of Doctor of Philosophy
to the

INDIAN INSTITUTE OF TECHNOLOGY DELHI

OCTOBER 2021

CERTIFICATE

This is to certify that the thesis entitled "**Thermomechanical processing and deformation behavior of binary Mg-Y alloys with varied Y concentration**" being submitted by **Mr. Nooruddin Ansari** to the Indian Institute of Technology Delhi for the award of the degree of **DOCTOR OF PHILOSOPHY.** This is a record of bonafide research work carried out by him under my supervision and guidance. The matter presented in this thesis has not been submitted, in part or in full to any other University or Institute for the award of any degree or diploma.

Prof. Jayant Jain

Associate Professor

Department of Materials Science and Engineering

Indian Institute of Technology Delhi

Acknowledgements

First and foremost, I would like to express my profound and sincere gratitude towards my supervisor Prof. Jayant Jain for the encouragement and excellent guidance during my tenure here as a PhD student. Without his timely and untiring guidance, this thesis would not have been possible. His vast pool of ideas and tremendous energy for research and teaching has been a constant source of inspiration for me. The confidence and experience I gained from the various research projects I were assigned will go a long way in my entire life.

I would also like to thank SRC members Prof. Rajesh Prasad, Prof. Sivanandam Aravindan and Prof. Suresh Neelakantan for their constant motivation. Their invaluable suggestions and comments have helped me tackle and overcome different aspects during my research work. I would also like to thank Prof. Sudhanshu Shekhar Singh for helping me out in various experiments at different stages of my research work. I am genuinely grateful for his help and support in using the ACMS facility at IIT Kanpur. Special thanks to Mr. R. Sarvesha for helping me diligently with these experiments.

A special thanks to my senior, Dr. Aditya Gokhale for teaching me all the experimental facilities and giving thoughtful suggestions. I would also like to thanks my beloved colleagues – Dr. Anuz Zindal, Dr. Gaurav Singh, Shanta Mohapatra, Aravi Muzaffar, Prashant Mittal, Deepak Chouhan, Shrikanth S, Ranjeet Kumar, Amit Prasad, Kasi Maniyan, Chetan Singh, Abhishek Rastogi and Himanshu Rai for making the lab a lively place to work and learn. I will miss you guys. I would also like to thank Dr. Hamid, Obaidullah Khawer, Harprabhjot Singh for their continuous motivation and support whenever needed. I also thank our lab staff Mr. B. Prasad and Mr. Pramod for making the lab equipment accessible to me. A very special thanks to the Department of Applied Mechanics and Department of Materials Science and Engineering staff who took care of my official needs. A big thanks to the management of the Aravali hostel for making my stay comfortable. Needless to say, the hostel will always be missed.

My heartfelt thanks to my father, Haji Qyamuddin Ansari; mother, Sairun Nisha; sister, Tarannum Nisha; brothers, Moinuddin Ansari and Azharuddin Ansari; brother-in-law, Afzal Ahmed Ansari; sister-in-law, Isha Moin Ansari and Dr. Iram Parveen; cousin, Tasleem Arif, for their unstinting support and constant encouragement during this entire academic marathon. I would also like to express my sincere thanks to my wife, Afreen, for her love and encouragement throughout this journey.

I am grateful to the almighty God for bestowing me with good health and fulfilling my wishes, holding and carrying me in every crisis I faced.

Nooruddin Ansari

Abstract

Magnesium (Mg) is the lightest structural metal with potential use in the automobile, aerospace, and electronics sectors. However, a major problem in developing products is that their low formability at the ambient temperature restricts their use. Changing alloy chemistry and optimizing the process routes are two primary ways to enhance mechanical properties. Addition of rare earth (RE) elements in Mg has proved to improve its properties. Yttrium (Y) is the most effective option among other rare earth elements because of its high solubility in Mg. Thus, detailed information about the deformation, recrystallization, textural behavior and optimum conditions of processing binary Mg-Y alloys is important for developing new Mg-RE based alloys. Therefore, in the present dissertation work, thermomechanical processing and deformation behaviours of binary Mg-Y alloys with varied Y concentrations were investigated. Firstly, the effect of Y addition on the deformation behaviour of the magnesium alloys was investigated using compression tests (room temp.) and rolling experiments (420 °C). Solutionized binary Mg-Y alloys (5 and 10 wt.%Y) were selected for the deformation. The addition of Y resulted in a tremendous increase in yield and ultimate strength. At room temperature, it was found that increasing the Y content switches the dominant twinning mode from $\{10\bar{1}2\}$ extension twins and $\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$ double twins, to less commonly observed $\{11\bar{2}1\}$ extension twins. Whereas at high temperature, Y increment appeared to enhance $\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$ double twinning. Annealing of deformed samples suggested that increasing the Y content substantially retards the recrystallization kinetics due to enhanced grain boundaries pinning. During annealing, weakening of texture was more significant in the Mg-5Y alloy. After recrystallization, Mg-5Y alloy could have better grain refinement than Mg-10Y with basal texture. Hence, Mg-5Y has emerged as an optimum alloy with adequate balance in terms of strength and cost factor. Therefore, further investigation of processing and optimization of the parameters was only done on the Mg-5Y binary alloy.

The effect of rolling routes and rolling strains on the mechanical properties of Mg-5Y binary alloy was examined. Samples were hot rolled with varying rolling routes (i.e., unidirectional rolling (UR), cross rolling (CR)) and rolling strain (10 % – 60 %). The results suggested that an increment in rolling strain increases the dynamically recrystallized (DRX) grains in both UR and CR specimens. Alternatively, CR samples showed finer grain size with a higher fraction of DRX grains than UR samples at fixed strain. Further, the mechanical properties of CR samples showed significant improvement over UR samples due to modified basal texture and more refined grains.

Lastly, the constitutive equation and the processing maps of Mg-5Y binary alloy have been generated using high-temperature compression tests at different strain rates. The results show that flow stress increases with decrease in temperature or increase in the strain rate and vice-versa. An Arrhenius-based equation was used to model the high-temperature flow stress of the alloy. Processing maps were further generated for two strains, 0.25 and 0.45, representing the strain near the peak stress and steady-state region, respectively. The strain rate and temperature range for the safe region were found to be 0.001 s^{-1} – 0.1 s^{-1} and 623 K – 723 K (350 °C – 450 ° C), while for the unstable region, they were found to be 1 s^{-1} – 10 s^{-1} and 523 K–723 K (250 ° C – 450 °C). In the safe region, characterization of deformed microstructures using electron backscatter diffraction (EBSD) showed that the prominent deformation mechanism was continuous dynamic recrystallization (CDRX) and discontinuous dynamic recrystallization (DDRX) with the manifestation of twin induced DRX and particle stimulated nucleation (PSN). However, the unstable region consisted of cracks, voids, and deformation twins with little evidence of DRX.

सार

ऑटोमोबाइल, एयरोस्पेस और इलेक्ट्रॉनिक्स क्षेत्रों में संभावित उपयोग के साथ मैग्नीशियम (Mg) सबसे हल्का संरचनात्मक धातु है। हालांकि, विकासशील उत्पादों में एक बड़ी समस्या यह है कि परिवेश के तापमान पर उनकी कम फॉर्मेबिलिटी उनके उपयोग को प्रतिबंधित करती है। मिश्र धातु रसायन विज्ञान को बदलना और प्रक्रिया मार्गों को अनुकूलित करना यांत्रिक गुणों को बढ़ाने के दो प्राथमिक तरीके हैं। Mg में रेयर अर्थ (RE) तत्वों को मिलाने से इसके गुणों में सुधार हुआ है। Mg में इसकी उच्च घुलनशीलता के कारण अन्य दुर्लभ पृथ्वी तत्वों में Yttrium (Y) सबसे प्रभावी विकल्प है। इस प्रकार, नए Mg-RE आधारित मिश्र धातुओं को विकसित करने के लिए विरूपण, पुन: क्रिस्टलीकरण, बनावट व्यवहार और बाइनरी Mg-Y मिश्र धातुओं के प्रसंस्करण की इष्टतम स्थितियों के बारे में विस्तृत जानकारी महत्वपूर्ण है। इसलिए, वर्तमान शोध प्रबंध में, थर्मोमेकेनिकल प्रसंस्करण और बाइनरी एमजी-वाई मिश्र धातुओं के विरूपण व्यवहारों की विभिन्न वाई सांद्रता के साथ जांच की गई।

सबसे पहले, मैग्नीशियम मिश्र धातुओं के विरूपण व्यवहार पर वाई जोड़ के प्रभाव की जांच संपीड़न परीक्षण (कमरे का तापमान) और रोलिंग प्रयोगों (420 डिग्री सेल्सियस) का उपयोग करके की गई थी। सॉल्युब्ड बाइनरी Mg-Y धातुओं (५ और १० वजन %Y) को विरूपण के लिए चुना गया था। Y के जुड़ने से उपज और परम शक्ति में जबरदस्त वृद्धि हुई। कमरे के तापमान पर, यह पाया गया कि Y सामग्री बढ़ने से प्रमुख ट्विनिंग मोड $\{10\bar{1}2\}$ एक्सटेंशन ट्विन्स और $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ डबल ट्विन्स से कम सामान्य रूप से देखे जाने वाले $\{11\bar{2}1\}$ एक्सटेंशन ट्विन्स में बदल जाता है। जबकि उच्च तापमान पर, Y वृद्धि $\{10\bar{1}1\} - \{10\bar{1}2\}$ डबल ट्विनिंग को बढ़ाती हुई दिखाई दी। विकृत नमूनों की घोषणा ने सुझाव दिया कि वाई सामग्री में वृद्धि से अनाज की सीमाओं को बढ़ाने के कारण पुनर्रचना कैनेटीक्स में काफी कमी आई है। तपिश के दौरान, Mg-५Y मिश्र धातु में बनावट का कमजोर होना अधिक महत्वपूर्ण था। पुन: क्रिस्टलीकरण के बाद, Mg-५Y मिश्र धातु में बेसल बनावट के साथ Mg-10Y की तुलना में बेहतर अनाज शोधन हो सकता है। इसलिए, ताकत और लागत कारक के मामले में पर्याप्त संतुलन के साथ Mg-५Y एक इष्टतम मिश्र धातु के रूप में उभरा है। इसलिए, मापदंडों के प्रसंस्करण और अनुकूलन की आगे की जांच केवल Mg-५Y बाइनरी मिश्र धातु पर की गई थी।

Mg-५Y बाइनरी मिश्र धातु के यांत्रिक गुणों पर रोलिंग मार्गों और रोलिंग तनाव के प्रभाव की जांच की गई। नमूने अलग-अलग रोलिंग मार्गों (यानी, यूनिडायरेक्शनल रोलिंग (यूआर), क्रॉस रोलिंग (सीआर)) और रोलिंग तनाव (१०% - ६०%) के साथ हॉट रोल्ड थे। परिणामों ने सुझाव दिया कि रोलिंग स्ट्रेन में

वृद्धि से यूआर और सीआर दोनों नमूनों में गतिशील रूप से पुन: क्रिस्टलीकृत (डीआरएक्स) अनाज बढ़ जाता है। वैकल्पिक रूप से, सीआर नमूनों ने निश्चित तनाव पर यूआर नमूनों की तुलना में डीआरएक्स अनाज के उच्च अंश के साथ महीन दाने का आकार दिखाया। इसके अलावा, सीआर नमूनों के यांत्रिक गुणों ने संशोधित बेसल बनावट और अधिक परिष्कृत अनाज के कारण यूआर नमूनों में महत्वपूर्ण सुधार दिखाया।

अंत में, विभिन्न तनाव दरों पर उच्च तापमान संपीड़न परीक्षणों का उपयोग करके Mg-५Y बाइनरी मिश्र धातु के संवैधानिक समीकरण और प्रसंस्करण मानचित्र तैयार किए गए हैं। परिणाम बताते हैं कि तापमान में कमी या तनाव दर में वृद्धि के साथ प्रवाह तनाव बढ़ता है और इसके विपरीत। मिश्र धातु के उच्च तापमान प्रवाह तनाव को मॉडल करने के लिए एक अरहेनियस-आधारित समीकरण का उपयोग किया गया था। प्रसंस्करण मानचित्र आगे दो उपभेदों, ०.२५ और ०.४५ के लिए तैयार किए गए थे, जो क्रमशः चरम तनाव और स्थिर-राज्य क्षेत्र के पास तनाव का प्रतिनिधित्व करते हैं। सुरक्षित क्षेत्र के लिए तनाव दर और तापमान सीमा ०.००१ s^{-1} - ०.१ s^{-1} और ६२३ K - ७२३ K (३५० ° C - ४५० ° C) पाई गई, जबकि अस्थिर क्षेत्र के लिए, वे पाए गए १ s^{-1} - १० s^{-1} और ५२३ K - ७२३ K (२५० ° C - ४५० ° C)। सुरक्षित क्षेत्र में, इलेक्ट्रॉन बैकस्कैटर विवर्तन (ईबीएसडी) का उपयोग करते हुए विकृत माइक्रोस्ट्रक्चर के लक्षण वर्णन से पता चला है कि प्रमुख विरूपण तंत्र निरंतर गतिशील पुन: क्रिस्टलीकरण (सीडीआरएक्स) और जुड़वां प्रेरित डीआरएक्स और कण उत्तेजित न्यूक्लिएशन (पीएसएन) की अभिव्यक्ति के साथ असंतत गतिशील पुनर्रचना (डीडीआरएक्स) था। . हालांकि, अस्थिर क्षेत्र में डीआरएक्स के बहुत कम सबूत के साथ दरारें, रिक्तियां और विरूपण ट्विनिंग शामिल थे।

Table of contents

List of figures

List of tables