

# 双相合金 Mg-8Li-1Al 的等通道转角挤压 \*

## I. 挤压过程中的变形方式

刘 腾 张 伟 吴世丁 姜传斌 李守新 徐永波

(中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016)

**摘 要** 以 X 射线衍射分析术为主要分析手段, 探讨了双相合金 Mg-8Li-1Al(质量分数, %) 在等通道转角挤压 (ECAP) 变形过程中的变形方式.  $\alpha$  相在第 1 道次 ECAP 过程中主要的变形方式是  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}012 \rangle$  孪生, 在随后道次的 ECAP 过程中主要变形方式为位错滑移, 变形方式的转变主要是由于 ECAP 造成的组织细化效应; 对于  $\beta$  相, 各道次 ECAP 的主要变形方式均为位错滑移.

**关键词** 双相合金 Mg-8Li-1Al, 等通道转角挤压, 孪生, 位错滑移

**中图分类号** TG146.2, TG37 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2003)08-0790-05

## EQUAL CHANNEL ANGULAR PRESSING OF A TWO-PHASE ALLOY Mg-8Li-1Al

### I. Deformation Modes During ECAP

LIU Teng, ZHANG Wei, WU Shiding, JIANG Chuanbin, LI Shouxin, XU Yongbo

Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: WU Shiding, professor, Tel: (024)83978271, E-mail: shdww@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.50171027), National Key Basic Research and Development Programme of China (No.G19990650)

Manuscript received 2002-11-06, in revised form 2003-02-27

**ABSTRACT** The deformation modes during the process of equal channel angular pressing (ECAP) of Mg-8Li-1Al (mass fraction, %) alloy were discussed using the results of X-ray diffraction analyses. Through the analyses of the X-ray diffraction data and the corresponding crystallography, it was found that during the first pass of ECAP, the main deformation mode of  $\alpha$  phase is  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}012 \rangle$  twinning, while during the following passes the main deformation mode is dislocation slip. The reason for the above change of deformation mode is attributed to the grain refinement caused by the ECAP process. On the other hand, for the  $\beta$  phase the dislocation slip is the main deformation mode during the whole process of ECAP.

**KEY WORDS** Mg-8Li-1Al, equal channel angular pressing, twinning, dislocation slip

严重塑性变形 (severe plastic deformation, SPD) 方法, 其中主要包括球磨法、高压扭转 (high pressure torsion, HPT) 法、等通道转角挤压 (equal channel angular pressing, ECAP) 法和表面纳米化方法, 作为制备亚微米甚至纳米块体材料的一类方法, 近年来受到各国研究者的重视 [1-3]. ECAP 同其它 SPD 方法相比, 可较容易地

实现多次重复变形, 试样在变形过程中承受严重的纯剪切应变, 使组织细化到亚微米甚至纳米数量级, 且得到的是致密、无污染的块体超细晶材料, 因而 ECAP 成为当前材料科学与技术领域的一个研究热点 [4-17].

已有的有关 ECAP 的研究, 多集中在材料经 ECAP 加工后各种性能 (主要包括力学性能, 物理性能等) 的变化 [8,13,15-17], 变形工艺, 包括变形温度、变形速率、变形过程中样品的旋转方式、模具的几何结构等参数对变形过程中的结构演化的影响 [3,5,6], 对于材料在 ECAP 变形过程中的变形机理方面, 虽然也有一些工作 [4,7,11,12], 但许多结构演化的内在机制尚不清楚, 特别是对密排六方 (hcp) 结构的金属与合金, 研究报道不多见.

\* 国家自然科学基金项目 50171027、国家重点基础研究发展规划项目 G19990650 和沈阳市科委国际合作项目 20010167 资助  
收到初稿日期: 2002-11-06, 收到修改稿日期: 2003-02-27  
作者简介: 刘 腾, 男, 1976 年生, 博士生

近年来, 由于对汽车等交通工具能量消耗、废气污染和噪声等的限制不断升级, 镁合金以其轻质、比强度高、减震能力强且压铸成型工艺性能好等优点, 受到航空, 特别是汽车工业的普遍关注<sup>[20-23]</sup>. 在推广镁合金的应用方面, 面临着两个必须解决的问题, 一个是镁合金的耐腐蚀性差的问题, 其次是镁合金塑性差的问题. 合金化的方法可以改善镁合金的塑性, 最有效的添加元素是 Li, Li 元素的加入, 不仅可以进一步降低合金的密度, 而且当添加的 Li 元素达到一定数量时, 镁合金的晶体结构就可以由六方转变为体心立方结构, 从而提高镁合金的冷加工性和改善性能的各向异性<sup>[24]</sup>. 另外, 采取一定的措施, 使镁合金的晶粒得以细化, 也是提高镁合金塑性的一种途径.

本文以双相合金 Mg-8Li-1Al (质量分数, %) 为实验材料, 第 I 部分以 X 射线衍射 (XRD) 分析术为主要的分析手段, 试图对合金在 ECAP 过程的变形模式进行考察, 以便更好地理解 ECAP 的变形过程. 第 II 部分将对经 ECAP 处理后该种合金的室温拉伸行为进行研究, 探讨 ECAP 加工对合金力学行为的影响.

## 1 实验方法

合金使用 25 kg 真空感应炉, 在氩气保护下冶炼、浇注, 铸锭经均匀化处理 623 K, 24 h, 炉冷 (在固体渗碳剂保护下), 然后经常规挤压方法制成厚约为 11 mm 的板, 挤压工艺为: 挤压温度 573 K, 挤压比约为 4.5 : 1, 沿常规挤压方向切取直径为 10 mm, 长 80 mm 的圆棒试样, 为了保持各个试样间几何位向的一致性, 在试样的一端刻出标记线. ECAP 挤压在 MTS880 型材料试验机上完成, 加工所用模具是自行设计的, 备有加热和控温装置, 入口通道与出口通道的夹角为 90°. 开始挤压之前试样在入口通道中保温 15 min, 随后由试验机加载, 由冲头将试样从出口通道挤出, 由于两个通道的截面完全一样, 所以试样很容易实现多次重复加工. ECAP 加工温度为 403 K, 加工道次为 1, 2, 3, 4, 在道次之间试样不旋转. 金相组织观察在 Leica MEF4M 型金相显微镜上进行, 金相观察表面为试棒的横截面, 经机械磨光和抛光后, 再由化学侵蚀显示两相结构的形貌, 侵蚀剂成分为: 盐酸 : 乙醇 = 1 : 9, 侵蚀时间小于 10 s, 之后用乙醇快速清洗, 并快速吹干. 用于 X 射线衍射分析的各道次样品均取自试样的横截面, 衍射仪型号为 Rigaku D/max-rA, 采用 CuK $\alpha$  辐射, 管电压 50 kV, 管电流 100 mA, 扫描速率 4°/min. 整个实验过程示意地表示于图 1. 微观组织的透射电镜 (TEM) 观察在 JEM 2000FXII 型透射电镜上进行, TEM 观察所用薄膜样品取自 ECAP 挤出试棒的纵截面, 先用电火花切割机切出 0.6 mm 厚的薄片, 经机械减薄至 60  $\mu$ m 之后, 裁成直径为 3 mm 的圆片, 最后由双喷减薄制得符合 TEM 观察要求的样品, 双喷条件为: 硝酸 : 甲醇 = 3 : 7, 温度 -30 °C, 电流 40  $\mu$ A.

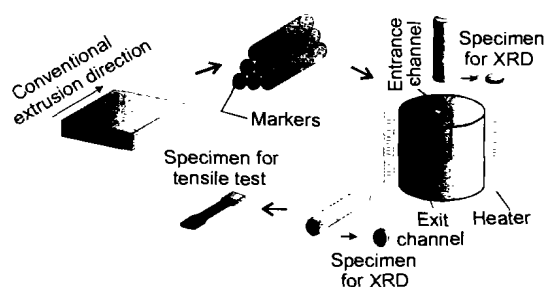


图 1 实验过程示意图

Fig.1 Schematic diagram of the experimental procedure

## 2 实验结果与讨论

Mg-8Li-1Al 是一个双相合金, 其中以 Mg 为基的固溶体为  $\alpha$  相, 是 hcp 结构, 而以 Li 为基的固溶体为  $\beta$  相, 是体心立方结构 (bcc). 图 2 是双相结构的金相形貌, 图中浅色区域为  $\alpha$  相, 深色区域为  $\beta$  相.

图 3 是合金 X 射线衍射谱. 将图 3 的谱线进行标定, 并将  $\alpha$  相和  $\beta$  相的谱线进行分离和归一化, 得到图 4, 从而可以很清楚地分析各个相在 ECAP 过程中的变化情况.

比较图 4a, b 可知,  $\alpha$  相在 ECAP 之前衍射的最强峰是  $\{10\bar{1}0\}$  晶面衍射, 经过第 1 道次 ECAP 加工后, 衍射的最强峰转移到了  $\{10\bar{1}1\}$  晶面衍射, 而在随后的 ECAP 加工过程中, 衍射最强峰不再变化, 始终停留在  $\{10\bar{1}1\}$  晶面衍射;  $\beta$  相衍射最强峰在 ECAP 之前和 ECAP 各道次挤压后, 始终对应  $\{110\}$  晶面衍射. 晶面衍射线的强度反映了该晶面平行表面分布的相对程度. 由于 X 射线衍射测试样品取自试样的横截面, 所以衍射线最强峰所对应的晶面, 也就是在横截面上择优分布最强的晶面.

在塑性变形过程中, 位错滑移并不引起晶体位向的变化. 能够引起晶体学位向改变的因素有位错增殖 (包括晶

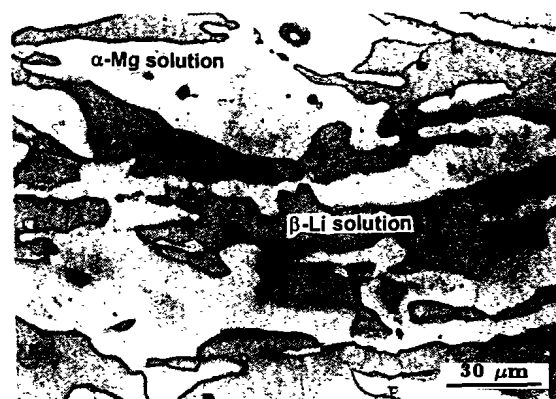


图 2 双相 Mg-8Li-1Al 合金的金相形貌

Fig.2 Metallograph of the two-phase Mg-8Li-1Al alloy

内和晶界位错增殖)和孪生. 位错增殖是一个渐变的过程, 而且由位错增殖引起的微结构, 如位错胞或高密度位错墙, 其位向的统计分布是随机的, 而由孪生引起的位向改变则是固定的. 如果合金的各晶粒在变形前具有某种择优取向, 在经过一个变形过程后, 各晶粒择优分布在另一个晶体学方向上, 说明发生了孪生过程.

图 4a 中  $\alpha$  相衍射最强峰在第 1 道次 ECAP 前后从  $\{10\bar{1}0\}$  转移到  $\{10\bar{1}1\}$ , 说明是一种孪生行为产生的结果. 图 5 给出了第一道次 ECAP 后  $\alpha$  相中孪晶的 TEM 形貌

形貌(图 5a), 对衍射谱(图 5b)进行标定, 可确定该孪晶为  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}012 \rangle$ . 对于  $\alpha$  相在第 1 道次以后衍射最强峰不再发生变化, 以及  $\beta$  相在 ECAP 前后及 ECAP 各道次衍射最强峰均不变化, 可以认为在相应的变形过程中发生的是位错滑移过程.

$\alpha$  相在第 1 道次 ECAP 过程中发生的孪生形变, 可分析如下. 对于纯 Mg,  $c/a$  等于 1.624, 由图 4a 中  $\alpha$  相 X 射线衍射数据测算的  $\alpha$  相  $c/a$  值为 1.608, 可见, Li 元素的固溶降低了六方晶格的轴比. 对镁合金, 可能发生的孪晶系有  $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$  和  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}012 \rangle$ , 对应的孪生要素和切变量的表达式列于表 1 中, 取  $c/a$  为 1.608, 可以算出  $\alpha$  相中上述两种孪晶系对应的切变量为 0.149 和 1.077, 从切变量的角度比较, 孪晶  $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}012 \rangle$  的切变量 1.077 非常接近于 ECAP 中近似切变量值 1 [4]. 根

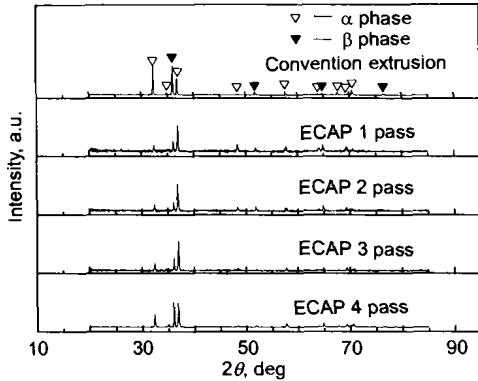


图 3 ECAP 之前和 ECAP1, 2, 3, 4 道次的 X 射线谱线

Fig.3 XRD patterns of Mg-8Li-1Al alloy before ECAP and after ECAP 1, 2, 3 and 4 passes

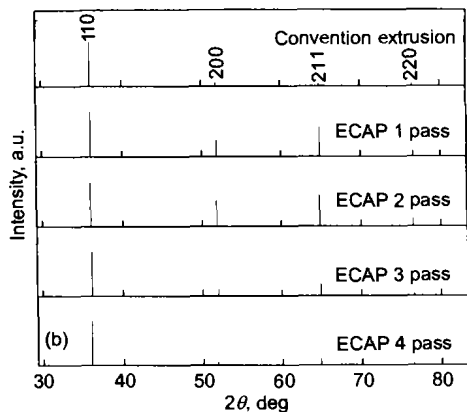
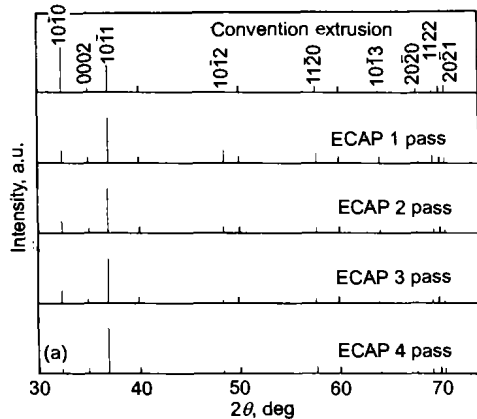


图 4 归一化后的  $\alpha$  相与  $\beta$  相的 X 射线谱线

Fig.4 Normalized XRD patterns of  $\alpha$  phase (a) and  $\beta$  phase (b) in alloy

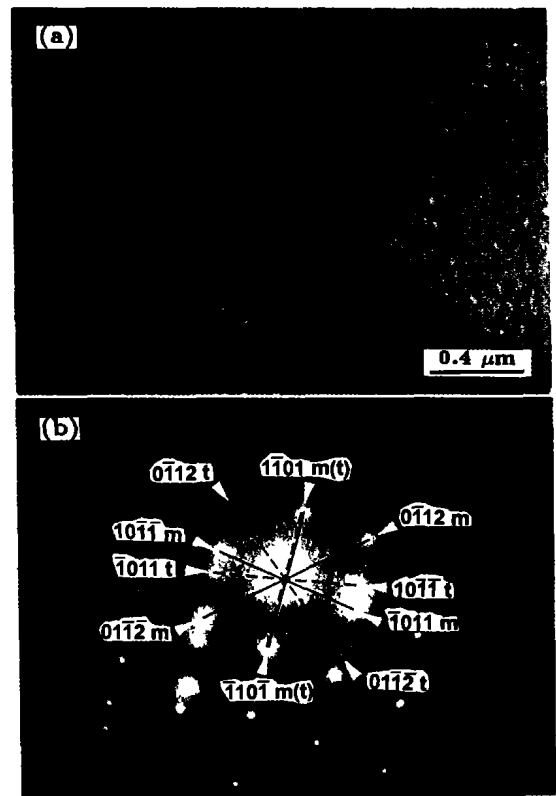


图 5 第一道次 ECAP 后  $\alpha$  相中孪晶的 TEM 形貌和孪晶衍射谱的标定

Fig.5 TEM morphology of twin in  $\alpha$  phase after the first ECAP pass (a) and the indexed twin diffraction pattern (b)

表 1 镁合金中两种常见孪晶系的孪生要素和切变量

Table 1 Twinning indices and shear formulae of two twinning systems in magnesium alloys

Twinning system	$K_1$	$\eta_1$	$K_2$	$\eta_2$	Shear
$\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle \bar{1}011 \rangle$	$\{10\bar{1}2\}$	$\langle 10\bar{1}1 \rangle$	$\frac{(c/a)^2 - 3}{\sqrt{3}c/a}$
$\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}012 \rangle$	$\{10\bar{1}1\}$	$\langle \bar{1}012 \rangle$	$\{0001\}$	$\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$\sqrt{3}c/a$

据图 4a 中 X 射线衍射的结果,  $\alpha$  相在承受第 1 道次 ECAP 剪切变形之前, 其大多数晶粒的晶体学取向如图 6a 入口通道中所示,  $\{10\bar{1}0\}$  择优分布在试样的横截面, 如果在入口通道与出口通道的交截面处发生的是  $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}012\rangle$  孪生过程, 则  $\alpha$  相经第 1 道次 ECAP 之后, 理想情况下, 根据图 6a 所示的  $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}012\rangle$  孪生几何关系, 在出口通道处, 绝大多数晶粒的  $\{10\bar{1}1\}$  面应当分布在与竖直平面交角为  $6^\circ$  的位置上, 而 X 射线测量结果表明, 第 1 道次 ECAP 挤出样品中绝大多数晶粒的  $\{10\bar{1}1\}$  面分布在图 6a 出口通道的竖直平面上. 这种偏差的产生, 可能有两方面的原因, 首先样品挤出后会发轻微的弯曲, 其次切取 X 射线样品时出现的误差. 如果考虑到上述实验误差的存在, 则可以认为  $\{10\bar{1}1\}$  面择优

分布在第 1 道次 ECAP 挤出样品的横截面上 (在图 6a) 中, 即是出口通道中的竖直平面), 这样,  $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}012\rangle$  孪生方式便很好地解释第 1 道次 ECAP 前后 X 射线衍射谱线强度的变化. 因此, 可以认为,  $\alpha$  相在第 1 道次 ECAP 过程中的主要变形方式是  $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}012\rangle$  孪生, 其晶体学过程和位向关系见图 6a.  $\alpha$  相在随后道次的 ECAP 过程中, 其衍射最强峰不再发生变化, 可以认为在相应的变形过程中主要发生的是位错滑移过程. 对于镁合金来讲, 常见的滑移系是基面  $\{0001\}\langle 11\bar{2}0\rangle$  滑移; 对 Mg-Li 合金系来讲, 棱柱面滑移  $\{10\bar{1}0\}\langle 11\bar{2}0\rangle$  也可能被激活. 在这里, 并不能由 X 射线衍射数据确定出具体的滑移系, 具体滑移系的启动取决于该滑移面相对于剪切面 (在这里, 就是入口通道与出口通道的交截面, 如图 6 中的虚线所示) 是否具有有利位向. 对于  $\beta$  相来讲, 情况较为简单, 由于  $\beta$  相为 bcc 结构, 因而具有较多的独立滑移系, 在 ECAP 变形过程中, 通过独立滑移系之间的相互协调, 就可以实现变形的连续进行. 由图 4a 中 X 射线衍射结果,  $\beta$  相在 ECAP 加工之前, 其大多数晶粒的晶体学取向是  $\{110\}$  晶面择优分布于横截面, 在 1 道次 ECAP 过程中, 在通道的交截面处发生滑移变形, 对 bcc 结构来讲, 通常的滑移系为  $\{110\}\langle 111\rangle$  或  $\{112\}\langle 111\rangle$ . 经过滑移,  $\beta$  相大多数晶粒的晶体学取向没有发生变化, 如图 6b 中所示, 在挤出样品的横截面上择优分布的仍是  $\{110\}$  晶面, 与 X 射线衍射的结果相一致, 随后道次发生类似的过程.

对于镁合金, 由于其为六方结构, 独立的滑移系较少, 在塑性变形过程中, 尤其在较低的温度和较大的晶粒尺度下, 孪生的变形方式便容易发生, 以使塑性形变连续进行. 而在细晶条件下, 变形机制就会有所不同. 在本实验中, ECAP 加工使材料发生的最显著变化就是晶粒细化, 即使是在少量道次的 ECAP 加工之下, 也可以有非常明显的晶粒细化效果. ECAP 之前,  $\alpha$  相的平均晶粒尺度在  $25\ \mu\text{m}$  左右, 经第 1 道次 ECAP 后, 虽然组织均匀性较差, 但平均的晶粒尺寸已经被细化到  $1\text{--}5\ \mu\text{m}$  之间, 在某些区域, 甚至达到亚微米级 (小于  $1\ \mu\text{m}$ ); 经 4 道次 ECAP 后,  $\alpha$  相的组织已经被细化到约  $500\ \text{nm}$ , 且组织均匀性得到明显改善 (组织形貌的 TEM 照片见本文第 II 部分图 4a). 正是由于这种组织细化效应, 弥补了  $\alpha$  相相对较少的独立滑移系的数目, 抑制了孪晶机制的发生, 使  $\alpha$  相在 2 道次及以后道次的 ECAP 加工过程中的主要变形方式变为位错滑移.

### 3 结论

(1)  $\alpha$  相在第 1 道次 ECAP 过程中主要的变形方式是  $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}012\rangle$  孪生, 在随后 2 至 4 道次的 ECAP 过程中, 主要的变形方式为位错滑移.

(2)  $\beta$  相在 1 到 4 道次的 ECAP 加工过程中, 主要

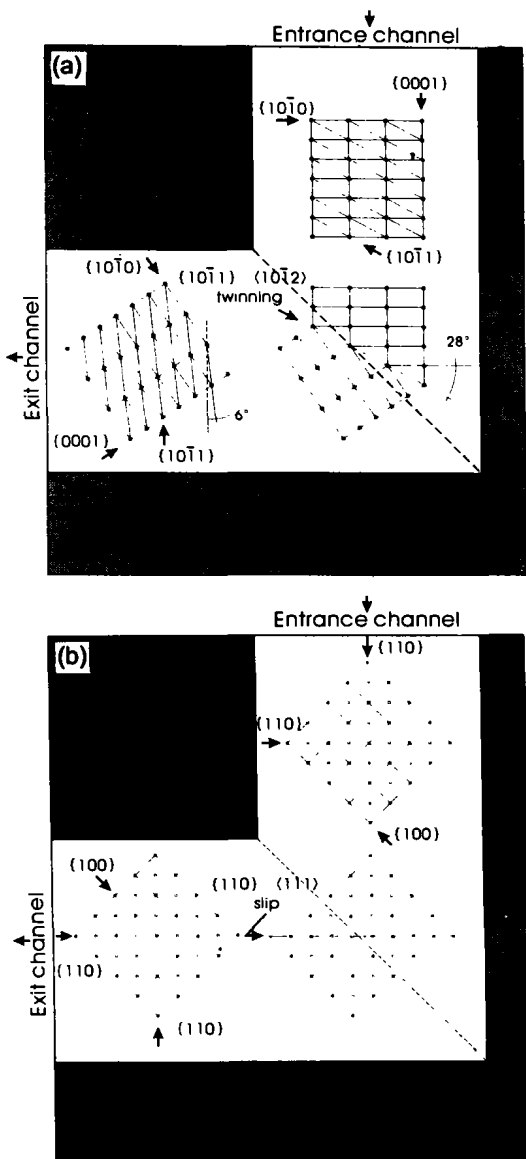


图 6 在实际的模具通道结构中合金  $\alpha$  相、 $\beta$  相晶体学变化情况

Fig.6 The lattice orientation changes  $\alpha$  phase (a) and  $\beta$  phase (b) in actual channel during ECAP 1 pass

的变形方式均为位错滑移。

(3) 由于晶粒细化效应, 导致  $\alpha$  相主要变形机制由第 1 道次的孪生变为随后道次的位错滑移。

致谢: 感谢林树智、宋小平和刘刚老师在 X 射线衍射方面有益的讨论, 感谢吴玉琨老师所提有益建议。

### 参考文献

- [1] Valiev R Z, Korznikov A V, Mulyukov R R. *Mater Sci Eng*, 1993; A 168: 141
- [2] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. *Prog Mater Sci*, 2000; 45: 103
- [3] Alexandrov I V, Valiev R Z. *Scr Mater*, 2001; 44: 1605
- [4] Segal V M. *Mater Sci Eng*, 1995; A197: 157
- [5] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon T G. *Acta Mater*, 1997; 45: 4733
- [6] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, Langdon T G. *Acta Mater*, 1998; 46: 3317
- [7] Segal V M. *Mater Sci Eng*, 1999; A271: 322
- [8] Wu S D, Wang Z G, Li G Y, Alexandrov I V, Valiev R Z. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 960  
(吴世丁, 王中光, 李广义, Alexandrov I V, Valiev R Z. *金属学报*, 1999; 35: 960)
- [9] Horita Z, Furukawa M, Nemoto M, Langdon T G. *Mater Sci Technol*, 2000; 16: 1239
- [10] Bowen J R, Prangnell P B, Humphreys F J. *Mater Sci Technol*, 2000; 16: 1246
- [11] Gholinia A, Prangnell P B, Markushev M V. *Acta Mater*, 2000; 48: 1115
- [12] Zhu Y T, Lowe T C. *Mater Sci Eng*, 2000; A 291: 46
- [13] Mukai T, Yamanoi M, Watanabe H, Higashi K. *Scr Mater*, 2001; 45: 89
- [14] Chang J Y, Yoon J S, Kim G H. *Scr Mater*, 2001; 45: 347
- [15] Yamashita A, Horita Z, Langdon T G. *Mater Sci Eng*, 2001; A300: 142
- [16] Valiev R Z, Alexandrov I V, Zhu Y T, Lowe T C. *J Mater Res*, 2002; 17: 5
- [17] Kim W J, An C W, Kim Y S, Hong S I. *Scr Mater*, 2002; 47: 39
- [18] Wang Z G, Wu S D, Jiang C B, Liu S M, Alexandrov I V. *Proceedings of the Eighth International Fatigue Congress*, Stockholm, Sweden, June, 2002: 1541
- [19] Wu S D, Wang Z G, Jiang C B, Li G Y. *Philos Mag Letter*(in press).
- [20] Aghion E, Bronfin B. *Mater Sci Forum*, 2000; 350-351: 19
- [21] Kojima Y. *Mater Trans*, 2001; 42: 1154
- [22] Haferkamp H, Boehm R, Holzkamp U, Jaschik C, Kaese V, Niemeyer M. *Mater Trans*, 2001; 42: 1160
- [23] Mabuchi M, Arneyama K, Iwasaki H, Higashi K. *Acta Mater*, 1999; 47: 2047
- [24] Jackson J H, Frost P D, Loonam A C, Eastwood L W, Lorig C H. *Met Trans*, 1949: 149