https://doi.org/10.12442/j.issn.1002-185X.20240069

挤压温度对Mg-Sn合金显微组织和力学性能的影响

仝琳^{1,2},姜静^{1,2},毕广利^{1,2},赵李斌³,蒋春宏⁴,陈体军^{1,2},李元东^{1,2}

(1. 兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室,甘肃 兰州 730050)

(2. 兰州理工大学 材料科学与工程学院,甘肃 兰州 730050)

(3. 山西银光华盛镁业股份有限公司,山西 运城 043800)

(4. 兰州兰石检测技术有限公司,甘肃 兰州 730050)

摘 要:本实验采用光学显微镜(OM)、X射线衍射(XRD)、电子背散射衍射(EBSD)、透射电子显微镜(TEM)和万能 拉伸试验机研究了不同挤压温度(160、220和230℃)对晶粒异质结构Mg-7Sn合金显微组织和力学性能的影响。3种挤压 合金均含有细小的动态再结晶晶粒和粗大的热加工晶粒。粗大晶粒和细小晶粒之间变形能力的差异导致了异质变形诱导应力 (hetero-deformation induced stress, HDI)的形成。挤压合金形成了典型的(0001)_a//ED基面织构,随着挤压温度的升高合金基 面织构强度减弱,织构弱化主要归因于挤压温度的升高促进了合金动态再结晶以及非基面滑移的激活。挤压9E160合金在室 温下表现出较高的抗拉强度(*σ*_b=341.83 MPa),这是由于HDI强化,细晶强化和高体积分数的纳米级Mg₂Sn相沉淀强化导 致。伴随挤压温度的升高促进了动态再结晶,合金的晶粒得到细化,合金的塑性也得到了进一步改善,合金塑性的改善归因 于晶粒细化和非基面滑移系的激活。

关键词:挤压Mg-Sn合金;异质结构;挤压温度;显微组织;力学性能
 中图法分类号:TG146.22
 文献标识码:A
 文章编号:1002-185X(2025)06-1507-14

1 引 言

近来,Mg-Sn系合金因其成本低、具有较好的耐热潜 力而备受研究者的广泛关注。Sn在镁中具有较大的固 溶度(共晶温度561℃下为14.85wt%)其值也随温度的 降低而显著减小(200℃时降低到0.45wt%)^[1],析出的 Mg₂Sn相具有极高熔点(770.5℃),相比传统的AK、AZ 和Mg-RE系合金的析出相具有更好的热稳定性^[2-4]。

Liu 等^[5]研究了铸态 Mg-xSn 合金的抗蠕变行为,研 究表明在150 ℃时 Mg-7wt% Sn 合金的抗蠕变能力与 AE42 合金相当。因此,Mg-Sn 合金是一种低成本且具有 高析出强化潜力的耐热合金体系。

除锻造、拉拔和轧制外,挤压也是镁合金重要成 形方式之一^[6-8]。通常挤压对合金形成三向压应力和 剪切应力可细化合金晶粒,改善合金力学性能^[9-10]。 值得注意的是,挤压参数(挤压温度、挤压比等)对合 金塑性成形、组织与性能调控起着重要影响。Sasaki 等^[4]在250 ℃下挤压比20:1对Mg-9.8Sn-1.2Zn-1Al (wt%)合金进行了挤压,获得了双峰组织(大尺寸晶粒 为15~30 µm,小尺寸晶粒为1.9 µm),该合金显示了优

异的力学性能,其 σ_0 ,=308 MPa, σ_b =354 MPa。Park 等^[3] 利用反向挤压(250 ℃,挤压比25:1)在Mg-7.95Sn-0.95Al-0.95Zn(wt%)中也获得了优异的力学性能(σ_{s} = 310 MPa, σ₀ = 245 MPa)。Abu 等^[11]指出 350 ℃下挤压 比 30:1 的 Mg-3Sn-1Ca(wt%) 合金表现出优异的力学 和耐腐蚀性能,研究结果显示挤压合金晶粒尺寸减小 至 34 µm, 其耐蚀性可与 AZ91D 相媲美。Yan 等^[12]研 究了挤压温度对 Mg-3Sn-2Al-1Zn(wt%)合金的显微组 织和力学性能的影响,研究结果显示随着挤压温度的 增加,合金发生显著的动态再结晶(dynamic recrystallization, DRX),再结晶晶粒比例增加,织构减 弱,进而改善了合金的塑性。Kim 等^[13]研究了低温 (250 ℃)和高温(450 ℃)热挤压对 Mg-7Sn-1Al-1Zn (wt%)合金动态再结晶行为的影响。研究表明,低温 挤压, Mg, Sn 相可通过 Zener 钉扎效应阻碍了合金的动 态再结晶行为,动态再结晶晶粒减少形成了双峰晶体 结构;高温挤压,Mg,Sn相通过PSN机制促进了合金动 态再结晶,形成几乎完全动态再结晶的晶粒结构。 Pan 等^[14]也证实了在 220 ℃下挤压比 20:1 的 Mg-2Sn-2Ca(wt%)合金表现出优异的力学性能($\sigma_{0,2}$ =443 MPa,

收稿日期:2024-06-20

基金项目:甘肃省科技重大专项(22ZD6GA008);国家自然科学基金(52261027,52001152,51961021);甘肃省自然科学基金(22JR5RA251) 作者简介: 全琳,男,1997年生,博士,兰州理工大学材料科学与工程学院,甘肃 兰州 730050,电话:0931-2973564,E-mail: 1192666050@qq.com

σ_b=460 MPa),热挤压合金中存在大量纳米级析出相有 效阻碍晶粒的生长,形成了超细晶粒(~0.32 μm)。合 金的超高强度归因于析出强化、细晶粒强化和位错强 化。然而随着挤压温度的升高,纳米析出相数量减 少,晶粒尺寸增大,导致合金屈服强度的降低。

如上所述,挤压参数在改变Mg-Sn合金的微观组织 和改善其力学性能方面发挥着重要作用,尤其是挤压温 度。然而,通过挤压变形一味的细化晶粒获得纳米及超 细晶镁合金[15-16],并不能实现镁合金室温强塑性的协同 提高。这是因为纳米及超细晶晶粒的尺寸效应,位错很 难在晶内堆积,致使其应变硬化能力较低,形成低的塑 性。这也限制了二元Mg-Sn合金的发展应用。如何通过 挤压实现二元Mg-Sn合金强度和塑性之间的平衡仍然是 一项重大挑战。近来,具有异质结构的合金因其独特高 强塑性匹配而受到越来越多的关注。这种合金通常由具 有明显不同机械和(或)物理特性的异质区域组成[17]。在 变形的弹塑性阶段,由于软区和硬区之间的流动应力不 同,异质区的应变梯度会在软区界面诱发高密度的几何 必需位错(geometrically necessary dislocations, GNDs)^[17]。 这些位错在软区产生背向应力,在硬区产生正向应力,从 而产生异质变形诱导应力(HDI)^[18]。HDI强化和附加 HDI硬化可同时提高合金的强度和塑性。研究人员已经 开发并研究了几种具有异质结构的高性能镁合金。例 如, Wang 等^[19]利用硬板轧制(hard plate rolling, HPR)和 退火工艺制备了一种含片状异质结构的 Mg-9Al-1Zn-1Sn(wt%)合金,其极限抗拉强度为393 MPa,断裂延伸 率为23%。Zhang等^[20]在250℃下通过低速挤压(0.1 mm/s)制备了一种异质结构的Mg-0.8Zn-0.1Zr(wt%)合 金,该合金具有优异的强塑性(σ_0 ,=330 MPa, ε_f =16%)。 研究发现,调整挤压参数可在镁合金中形成异质结构,从 而获得良好的强塑性。目前关于挤压温度和挤压比对 Mg-Sn合金显微组织和力学性能影响的研究虽已有报 道,然而缺少挤压参数对异质镁合金的系统研究,挤压参 数对Mg-Sn系合金显微组织的影响规律及相应组织与力 学性能关联性仍有待进一步阐明。因此,本实验以二元 的Mg-Sn合金为研究对象,研究相同挤压比(9:1)、不同挤 压温度对具有异质结构Mg-7Sn合金的微观组织和力学 性能的影响,阐明挤压态合金的组织演变过程和强韧化 机理。这将为新型高强塑性Mg-Sn合金板材的设计奠定 理论基础和数据支撑。

2 实验

实验 Mg-7Sn 合金由纯镁(99.95%)和纯锡 (99.99%),在氩气和熔盐覆盖剂(NaCl:KCl=3:1,体积比) 保护下,采用 SG2-7.5-12型(额定功率5kW,电源为 380 V)井式炉通过重力铸造制备。获得铸锭尺寸为 **Φ**90 mm×200 mm,铸锭表面质量良好不存在较明显的裂 纹和皱皮。将去掉氧化层的铸锭在箱式电阻炉内进行固 溶处理,固溶温度为480 ℃,保温12 h后水淬。将固溶处 理后的样品分别在160、220和230 ℃下进行保温处理, 挤压前对挤压模具进行预热,考虑到样品与模具之间摩 擦会产生热量,模具预热一般低于挤压温度20 ℃左右。 将保温后的样品放入挤压筒内进行挤压,选择二硫化钼 为润滑剂,挤压速度为3.5 mm·s⁻¹,挤压比为9:1。为防止 挤压板材晶粒尺寸长大,挤压后的合金进行水冷,获得挤 压 温 度 为 160 ℃(9E160)、220 ℃(9E220)和230 ℃ (9E230)合金。

采用光学显微镜(LSM800,OM)、X射线衍射仪 (Rigaku D/max2500 PC, XRD)、透射电子显微镜(FEI Talos F200X, TEM)和具备电子背散射衍射的高分辨场 发射扫描电镜(HRFESEM, TESCANMAIA3, EBSD)对 合金的组织、相结构、晶粒取向等进行测试和表征。用于 OM和SEM组织观察的试样均使用粒度为500#、1000#、 1500#、2000#的金相砂纸进行打磨,随后用粒度为W0.5 的金刚石抛光膏进行抛光处理。选用苦味酸腐蚀液 (20 mL去离子水+3g苦味酸+20 mL冰乙酸+50 mL无水 乙醇)进行腐蚀,随后利用脱脂棉蘸取硝酸乙醇(4 mL硝 酸+96 mL无水乙醇)腐蚀液清洗去除样品表面的腐蚀产 物。所有用于观察的OM和EBSD样品的取样位置及方 向示意图如图1d所示。

用于 TEM 观察的试样,利用线切割加工成10 mm× 10 mm×1 mm的薄片,采用粒度为1000#的金相砂纸打磨 去除表面氧化层,随后用粒度为5000#的金相砂纸打磨 样品至厚度<100 μm。使用冲孔器冲出 Φ=3 mm的圆形 薄片试样,将圆形试样在750 mL 甲醇、150 mL 丁氧基乙 醇、16.74 g高氯酸镁和7.95 g氯化锂电解液中,-55 ℃,



图1 挤压合金制备示意图和拉伸试样的几何形状及尺寸

Fig.1 Schematic diagram for the experimental procedure (a – c) of extruded alloy, and geometry and dimensions (d–e) of the tensile specimen

90 V 电压下进行电解抛光。抛光后的样品有一层黑色 不透明层,通过在 20wt%硝酸和 80wt%乙醇溶液中浸泡 1~2 s 后去除,最后利用离子减薄仪(Gatan 695)对样品进 行二次减薄。高分辨率透射电子显微镜图像(HRTEM) 在 Gatan Digital Microscopy 软件中处理,析出相的体积 分数、平均粒子直径使用 Image Pro 6.0软件测量,上述值 的测量至少利用 5 张不同位置的图片进行表征、统计后 取其平均值。

不同状态合金的室温力学性能在万能拉伸实验机 (Instron 1211)完成。拉伸试样的长、宽和高分别为43、8 和1.5 mm,如图1e所示。拉伸应变速率为1×10⁻³ s⁻¹,为 使实验数据可靠,每个样品至少平行测试3组,取其平 均值。

3 实验结果

3.1 显微组织

图2显示了铸态,固溶和挤压合金的OM照片。由 图2a可知,铸态合金主要由α-Mg和共晶组织(α-Mg+ Mg₂Sn)组成。固溶处理后共晶组织消失Mg₂Sn几乎全 部溶于基体,如图2b。挤压后3种合金均呈现典型的双 峰组织,即细小的动态再结晶晶粒和沿挤压方向拉长的 热加工晶粒。随着挤压温度的升高,合金热加工晶粒的 占比由9E160合金的32.18%逐渐减少至9E230合金的 17.76%,动态再结晶晶粒体积分数增加。9E160合金中 高体积分数的热加工晶粒是挤压温度低导致的变形不充 分所致^[21]。图3为3种挤压合金的XRD图谱,3种挤压合



图2 铸态、固溶态和挤压合金的OM照片

Fig.2 OM images of as-cast alloy (a), solid solution heat treated alloy (b), extruded 9E160 alloy (c), 9E220 alloy (d), and 9E230 alloy (e)

金由α-Mg和Mg₂Sn相的衍射峰组成。相比9E220和 9E230合金,9E160合金的(0002)_a衍射峰强度最强,这也 说明该合金在挤压过程中形成了较强的基面织构。

典型9E220合金的EBSD分析结果如图4所示,合金的微观组织表现出由细小再结晶晶粒和粗大热加工晶粒组成的晶粒双峰异质结构(见图4a~4c),其中细晶粒呈现等轴状,粗晶粒随热变形而拉长。从 $\{0001\}$ 极图(PF)(图4a₁)和反极图(IPF)(图4d)可以看出,9E220合金的基面与ED平行,但 $\langle 10\overline{10} \rangle$ 与ED不平行,存在一定夹角,呈现非典型基面织构,其与常规挤压镁合金的织构不同^[14,22-24],这主要受热加工晶粒的影响。通过对再结晶区域和热加工区域织构强度分析(图4b₁和4c₁),发现热加工晶粒具有更高的基面织构强度(37.49),9E220合金的





织构变化与热加工晶粒有关。相较于粗的热加工晶粒, 再结晶晶粒的晶体取向更加随机且织构强度较弱,因此 粗的热加工晶粒呈现硬取向,而细的再结晶晶粒呈现软 取向。Zhang等^[20]发现与热加工晶粒相比再结晶晶粒具 有较高的施密特因子(SF),因此,再结晶晶粒有利于提 高挤压合金的塑性,而热加工晶粒有利于提高挤压合金 的强度。

图5显示了3种挤压合金EBSD结果对比图。由合金的IPF图(图5a~5c)可知,3种挤压合金均由细小再结晶晶粒和粗大热加工晶粒组成。图5g~5i的极图显示3种挤压合金均形成了基面织构({0001}//ED),其中9E160合金织构强度最高(39.95),合金的织构强度也随挤压温度的升高而减小,这主要由于随着挤压温度的升高促进了合金动态再结晶的发生,合金软取向晶粒体积分数增加。图5d~5f为挤压合金的晶粒尺寸分布图,挤压9E160、9E220和9E230合金的平均晶粒尺寸分别为4.5、2.3和2.1 µm,相较于固溶态合金,挤压合金的晶粒得到了显著细化且随着挤压温度的增加而减小。

图6显示了挤压合金的晶粒取向差角度分布图。合 金的小角度晶界(LAGBs: $2^{\circ} < \theta < 15^{\circ}$)和大角度晶界 (HAGBs: θ≥15°)分别用绿色线和黑色线显示,如图6a~ 6c。3种挤压合金的晶界类型相似,均由LAGBs和 HAGBs组成目前者分布于粗大热加工晶粒内部。9E160 合金的LAGBs的占比最高(68.1%),随着挤压温度的升 高LAGBs的占比逐渐减少。研究表明,LAGBs在合金 中起着"软屏障"的作用仅允许少量位错通过[25]。因此 LAGBs对位错的阻力较小,很容易穿透,从而产生更大 的塑性变形,提高了合金的塑性。此外,Li等^[26]证实 LAGBs具有很高的抗晶间起裂能力,这归因于良好的应 变相容性。此外,LAGBs既是位错通道,也是位错源^[25]。 在外力作用下,受阻位错在LAGBs上成核,导致成核点 的位错呈指数增长,从而引起位错强化。因此,在异质结 构Mg-Sn合金中形成高体积分数的LAGBs有利于协同 提高合金的强塑性。

为了研究挤压温度对合金动态再结晶行为的影响, 本研究分析了挤压合金的动态再结晶分布,相应的统计



图4 挤压 9E220 合金的 EBSD 结果 Fig.4 EBSD results of 9E220 alloy: (a-c) IPFs, (a₁-c₁) PFs of {0001}, and (d) antipodal plots



图5 挤压合金的反极图、晶粒尺寸分布图和极图

Fig.5 IPFs, grain size distribution figures and PFs of the extruded alloys: (a, d, g) 9E160 alloy, (b, e, h) 9E220 alloy, and (c, f, i) 9E230 alloy

2°<θ<15 $2^{\circ} < \theta < 15^{\circ}$ 2°<θ<15° *θ*≥15° *θ*≥15° *-θ*≥15° 25 14 e d 10 12 8 Area fraction of LAGBs: 26.1% Area fraction of LAGBs: 68.1% Area fraction of LAGBs: 40.5% 10 6 8 6 4 4 2 2 0 0 0 20 30 40 50 60 70 80 90 20 30 40 50 60 70 80 90 10 10 20 30 40 50 60 70 80 90 0 0 0 10 Misorientation Angle/(°) Misorientation Angle/(°) Misorientation Angle/(°)

图6 挤压合金的取向差角度分布及统计图

Fig.6 Distribution maps (a-c) and statistics (d-f) of misorientation angle differences of the extruded alloys: (a, d) 9E160 alloy, (b, e) 9E220 alloy, and (c, f) 9E230 alloy

结果如图7所示。通过对比可以发现动态再结晶区域随着挤压温度的升高而增加,再结晶的形成包括形核和长大。在挤压过程中剧烈的剪切变形导致合金内部畸变能增加,使得晶粒内部的位错密度增大,为亚晶吞并长大形核的发生提供有利条件。其次随着挤压温度的升高,热效应加剧有利于再结晶的形核和生长。据文献[27]报道,挤压合金中非动态再结晶区域的位错密度要比动态再结晶区域的高,因此,位错强化对9E160合金的影响大于其它两个挤压合金。而9E230合金具有的动态再结晶区域最大,暗示该合金的塑性最佳。

图 8 显示了 3 种挤压态合金的平均取向差(KAM)。 9E160、9E220 和 9E230 合金的平均KAM 值分别为1.26、 0.85、和 0.74。合金的几何必要位错密度(ρ_{GND})可通过 $\rho_{GND} = 2\Delta\theta_i/\mu b$ 获得^[28],其中 $\Delta\theta_i$ 表示合金的平均KAM 值, μ 为EBSD测试步长(9E160 合金为0.35 μ m、9E220 合 金为0.24 μ m、9E160 合金为0.24 μ m)、b为镁的伯格斯矢 量(3.21×10⁻¹⁰ m)。因此9E160、9E220、9E230 合金的 ρ_{GND} 分别为3.91×10⁸、3.85×10⁸和3.35×10⁸ m⁻²。可见,挤压合 金 ρ_{GND} 随挤压温度的升高而减小,主要因为挤压温度增 加,合金的非基面滑移被激活,大量位错通过攀移或交滑 移等发生湮灭或抵消导致位错密度减小。

为了进一步探讨挤压合金组织的组织演变,3种挤压合金明场TEM照片如图9所示。由图9a、9f、9j可知,3

种挤压合金中均出现大量纳米尺寸的析出相。随挤压温 度降低,析出相的体积分数和尺寸都增加,如图9e、9i、 9m。结合图 9b 的 SAED 图可知,该颗粒相为 fcc 结构的 Mg,Sn相^[29]。此外,合金的颗粒相周围出现大量的位错 缠结,如图9c、9g、9k;位错数量也随挤压温度的升高而 减少,这也同图8的位错密度结果相吻合。图9d、9h、91 为合金中LAGBs的TEM图像,可以发现LAGBs由大量 位错形成,这是由于挤压过程中严重的塑性变形导致位 错形成,并促使了合金晶格畸变能的增加,为了降低该畸 变能,位错进行了重排并列形成了LAGBs^[20]。挤压合金 中Mg,Sn相的动态析出主要归结为以下3个原因:(1)因 Sn原子在镁中的固溶度随挤压温度的降低而急剧减小, 因此9E160合金基体中将析出大量Mg₂Sn相;(2)挤压不 均匀变形导致合金内部畸变能增加,引起合金基体位错 密度增加,高密度的位错也为Mg,Sn相的形核提供有利 位点;(3)位错的存在为Sn原子在基体中的扩散提供通 道,提高了析出相的形核速率[1,30-31]。因此,挤压过程中, 析出相的形核位点多,形核速率快也导致Mg,Sn相数量 和尺寸随挤压温度降低而增加,析出相的尺寸统计和体 积分数如表1所示。

此外,在OM以及EBSD的微观组织中未观察到孪 晶,这意味着在相对较低的挤压温度和随后的塑性变形 下,非基底滑移被激活,以适应合金的应变不相容性。图

图7 挤压态合金的DRX分布和相对占比统计

Fig.7 DRX distribution (a - c) and relative percentage statistics (d - f) of the extruded alloys: (a, d) 9E160 alloy, (b, e) 9E220 alloy, and (c, f) 9E230 alloy

图8 挤压态合金的取向差分布和相对占比

Fig.8 Misorientation difference distribution (a-c) and relative percentage (d-f) of the extruded alloys: (a, d) 9E160 alloy, (b, e) 9E220 alloy, and (c, f) 9E230 alloy

10显示了挤压合金位错分布明场和暗场TEM图像。图 10a、10d、10g的TEM图像显示挤压合金内存在大量位 错,根据g·b=0不可见判据^[32],在g=[0002]下可观察到的 位错(图中白色和黑色箭头)是非基面上的 $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ 型位 错。通过对比可发现随着挤压温度的升高非基面上的 〈*c* + *a*〉型位错数量增加,9E230合金非基面上的位错密 度最大,这是由于随着变形温度的升高,柱面和锥面滑移 系的临界分切应力(CRSS)减小至与基面的CRSS相

图9 挤压态合金的明场 TEM 图像和纳米尺寸析出相的平均粒子直径分布图

Fig.9 Bright-field TEM images of the extruded alloy and average particle diameter distribution figures of nano-scale precipitated phases: (a, c-e) 9E160 alloy, (b) SAED pattern of the particulate phase, (f-i) 9E220 alloy, and (j-m) 9E230 alloy

表1 挤压合金中纳米析出相的尺寸统计和体积分数 Table 1 Size statistics and volume fraction of nano-scale precipitated phases in the extruded alloys

Alloy	Average particle diameter, D/nm	Average length, l/nm	Average width, w/nm	Volume fraction, v/%
9E160	$189.84{\pm}28$	226.41±41	163.38±22	~30.32
9E220	170.08 ± 38	207.15±47	178.39±24	~15.23
9E230	160.01±24	189.34±11	138.19±32	~13.42

近^[33],导致合金变形的滑移系数量增加。非基面上的 $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ 型位错有利于镁合金产生均匀塑性变形,因为其 可沿 c 轴产生应变并形成 5 种独立的滑移模式^[34]。这种 $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ 型位错的螺旋分量以双交叉滑移模式向平行的 滑移面进行移动^[35],同时 $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ 型位错还可以通过位错 分解形成具有较高位错密度的亚晶边界从而提高合金的 塑性^[36]。因此增加了非基面上 $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ 型位错的活性可 有效改善镁合金塑性。

3.2 拉伸性能

图 11 显示了 3 种挤压合金在应变速率为 1×10⁻³ s⁻¹ 时室温下的工程应力-应变曲线(图 11a)和真应力应变曲 线(图 11b),表 2 列出了 3 种挤压态合金对应的力学性 能。9E160合金表现出优异的抗拉强度(a_b =341.83 MPa), 这是由于9E160合金基体中含有大量位错(见图8)和高 体积分数析出相(见图9),析出强化使合金表现出优异 的抗拉强度。随着挤压温度的升高,合金的抗拉强度减 小但断裂伸长率增加,9E230合金的断裂伸长率(ϵ_f)达到 9.26%,塑性的增加是由于9E230合金再结晶程度较高, 晶粒尺寸更加细小阻碍了裂纹的扩展且该合金具有更多 的非基面 $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle$ 型位错,导致其协调变形能力更强。3 种挤压合金均表现出较高的屈服强度和抗拉强度,优异 的力学性能可归因于异质结构的存在。此外,应变硬化 是指材料在均匀塑性变形过程中抵抗进一步变形的能 力。应变硬化能力可以通过真实应力-真实应变曲线中

图10 挤压合金a-Mg基体中典型位错分布的TEM图像

Fig.10 Bright-field (a, d, g) and dark-field TEM images (b, e, h) of the dislocation distribution in α -Mg matrix of the extruded alloys taken along the B/[11 $\overline{2}$ 0] incidence direction: (c, f, i) the magnified images of the white regions in Fig.10a, 10d, 10g, respectively

均匀塑性变形阶段的应变硬化指数(n,n=lgo/lge,其中n 为应变硬化指数, e 是塑性应变, o 是真实应力)来衡量。 图 11d显示了挤压合金的加工硬化行为。可以看出, 随 着挤压温度的增加挤压合金的n值从9E160合金的0.054 增加到9E230合金的0.093, 这也表明9E230合金具有更 强的应变硬化能力。

4 分析与讨论

4.1 室温塑性

合金的塑性主要同合金的晶粒取向、大小和晶界类 型有关。首先,合金的晶粒取向影响合金的位错滑移。 镁合金的滑移系主要有基面滑移、柱面滑移和锥面滑移。 临界分切应力(CRSS)和SF影响滑移系的激活。随着挤 压温度的增加,这些非基面滑移的CRSS急剧下降^[37],导 致柱面和锥面滑移系统的激活。图12显示了3种挤压态 合金的基面和非基面的施密特因子分布图。由图12a可 知,9E160合金基面的SF值接近于0,这是由于9E160合

图11 挤压合金室温拉伸的工程应力-工程应变曲线、真应力-真应变曲线、加工硬化曲线和应变硬化指数

Fig.11 Engineering stress-engineering strain curves (a), true stress-true strain curves (b), work-hardening curves (c), and strain-hardening exponent (d) of the extruded alloys at room temperature

表2 挤压合金室温下拉伸的力学性能 Table 2 Mechanical properties of the extruded alloys at room temperature

	1			
Alloy	$\sigma_{\rm 0.2}/{ m MPa}$	$\sigma_{\rm b}/{ m MPa}$	$\varepsilon_{\rm f}^{/0/0}$	п
9E160	258.57±5	341.83±8	6.01±0.3	0.054
9E220	232.83±4	320.79±4	8.01±0.2	0.065
9E230	225.5±4	304.56±7	9.26±0.4	0.093

金形成了很强的基面织构(见图5),[1120]方向几乎平行 于拉伸方向,基面滑移受到阻碍。3种合金的非基面滑 移 SF 值分布均接近于 0.4,根据施密特定律:τ_c = σ_scosλcosθ,其中λ和θ分别代表滑移方向与应力方向和 滑移面法线与应力方向间夹角^[38-39],当λ和θ接近于45° 时,SF 值越大,滑移系处于软取向即易滑移取向。表3为 不同滑移体系下挤压态合金的平均SF 值。随着挤压温 度的升高基面织构弱化,基面滑移阻碍减小,基面的平均 SF 随着挤压温度的升高而增加。此外非基面滑移系的 平均 SF 比基面高,挤压变形有利于激活非基面滑移系且 随着挤压温度的增加,非基面滑移系的平均 SF 增加,意 味着随挤压温度的升高非基面滑移系更容易被激活,合 金具有更好的塑性。此外,织构弱化提高合金的塑性。 随着挤压温度的升高基面织构被削弱,是挤压合金随挤 压温度升高塑性提高的原因。合金经过挤压后形成很强 的基面织构,基面平行于挤压方向,根据施密特定律当基 面平行于拉伸方向时,基面滑移的SF接近于0,基面滑移 的开启受阻。随着挤压温度升高促进了DRX来弱化基 面织构,另一方面减小了非基面滑移的CRSS促进了非 基面滑移,非基面高的SF表明挤压合金的大部分晶粒位 于软滑移取向,更有利于提高合金的塑性。

其次,合金的晶粒大小影响合金的塑性。挤压合金的塑性主要与以下两个方面有关:(1)细晶强化有效改善合金的塑性。经过挤压变形后9E160合金(4.5 µm)、9E220合金(2.3 µm)和9E230合金(2.1 µm)晶粒尺寸有效细化(见图5),晶粒越细小在协调变形时越容易发生多滑移的位错交割,在外力的作用下发生塑性变形时,尺寸较小的晶粒可将变形抗力分散于晶体内部,使得晶界附近的应变差减小,变形均匀且裂纹扩展缓慢^[40-41]。(2)合金的晶界类型对塑性的影响,挤压合金中存在高体积分数的LAGBs,LAGBs在合金中起着"软屏障"的作用仅允许少量位错通过^[25]。因此LAGBs对位错的阻力较小,很容易穿透,从而产生更大的塑性变形,进而提高了合金的塑性。

4.2 强化机制

挤压合金的显微组织决定了其力学性能,合金的拉伸屈服强度主要与晶界强化、沉淀强化和织构强化有关。

Fig.12 Schmid factor distribution of basal (a, e, i) and non-basal (b-d, f-h, j-l) slip systems of 9E160 alloy (a-d), 9E220 alloy (e-h), and 9E230

alloy (i–l)

Table 3 Average SF values for different slip systems of the extruded alloys from Fig. 15							
Slip systems of alloys	9E160	9E220	9E230				
Basal $\langle \vec{a} \rangle$ (0001) $\langle 11\overline{2} 0 \rangle$	0.099	0.156	0.178				
Prismat $\langle \vec{a} \rangle (10\overline{1}0) \langle 11\overline{2}1 \rangle$	0.445	0.455	0.451				
Pyramidal $\langle \vec{a} \rangle (10\overline{1}\overline{1}) \langle 11\overline{2}0 \rangle$	0.446	0.463	0.464				
Pyramidal $\langle \vec{c} + \vec{a} \rangle (11\overline{2}2) \langle 1\overline{1}23 \rangle$	0.419	0.427	0.427				

表3图12中挤压态合金不同滑移系的平均SF值

4.2.1 晶界强化

对挤压态合金采用 Hall-Petch 公式计算了晶粒的强 化效果, σ_{GB} 为晶界强化对屈服的贡献值; σ_0 为基体的摩 擦力; k_v 为强化系数;d为晶粒尺寸,当合金体系一定时 σ_0 和 k, 为常数,可用公式表示为^[42]:

$$\sigma_{\rm GB} = \sigma_0 + k_{\rm y} d^{-1/2} \tag{1}$$

对于Mg-Sn合金,其 σ_0 和 k_v 可用纯镁的参数近似替 代,即 σ₀为11 MPa, k,为220 MPa·μm^{-1/2[43]}。晶界强化与 晶粒尺寸d值相关,随着挤压温度的升高,导致晶粒细 化,挤压9E160、9E220和9E230合金的平均晶粒尺寸分

别为4.5、2.3和2.1 μm。因此,随着挤压温度的升高晶界 强化导致对9E230合金的屈服强度相比9E160合金提高 了 57.53 MPa。

4.2.2 沉淀强化

通过对挤压态合金的显微组织进行观察,发现在Mg 基体中均形成了纳米级的Mg,Sn颗粒相。Mg,Sn相是一 种脆性相具有高的硬度,所以当位错滑移经过纳米级的 Mg,Sn颗粒相时产生绕过机制,位错在析出相附近塞积 产生强化。本研究采用 Orowan 强化机制计算了沉淀对 合金屈服强度的贡献[44-46]:

$$\Delta \sigma_{\text{Orowan}} = M \frac{G \boldsymbol{b}}{2\pi \sqrt{1-\upsilon} \left(\frac{0.953}{\sqrt{f}} - 1\right) d_{t}} \ln \frac{d_{t}}{\boldsymbol{b}}$$
(2)

其中M是泰勒因子(纯Mg的M=4.5),G为剪切模量(纯 Mg的 G=16.6 GPa), |b|为滑移位错的 Burgers 矢量大小 (b=0.32 nm), v 为泊松比(v=0.31), f 为析出相的体积分 数,d,为滑移面上析出相的直径,沉淀强化与滑移面上析 出相的直径d.和析出相的体积分数f有关。根据表2对3 种挤压合金析出相的尺寸和体积分数统计计算后发现, 沉淀强化导致9E160的屈服强度相比9E230合金增加了 99 MPa.

4.2.3 织构强化

织构强化对合金屈服强度的贡献可通过下面公式进 行描述^[47]:

$$\sigma_{\text{texture}} = m\tau_0 \tag{3}$$

其中 *m* 是与织构强度有关的 Taylor 取向因子,其值约 为合金织构强度的 6.5 倍,τ₀是基面滑移的 CRSS 其值 约 为 0.49 MPa^[27]。根据 EBSD 测得 9E160、9E220、 9E230 合金的最大织构强度为 39.95、25.87 和 12.15。 因此,织构强化导致 9E160 的屈服强度比 9E230 合金 高 88.5 MPa。

4.3 HDI强化和HDI加工硬化

3种挤压合金均呈现出晶粒异质结构,由细小的再结晶晶粒和粗大的热加工晶粒组成。如图13b和13c所示,细小晶粒中几乎不存在位错,相反粗大晶粒中含有高密度位错。此外,这些细小晶粒显示出相对随机的晶体取向和较弱的织构强度(见图4)。这些特性的结合有利于激活基面和非基面滑移。据观察,大多数粗大晶粒表现出硬取向,较高的织构强度表明粗大晶粒很难激活基面滑移(见图5)。这归因于粗大晶粒中较高的KAM值和GND密度(见图8),这反过来又限制了粗大晶粒在变形过程中的位错累积。换句话说,粗大晶粒需要更高的应力水平才能激活基面滑移。因此,本研究将粗大晶粒

果一致。

在变形的初始阶段,位错首先在细小晶粒中发生基 面滑移,而GND则逐渐在较软的区域聚集如图13d所 示。由于α-Mg基体的低对称(hcp)结构具有有限的滑移 系统,这些位错很难发生交叉滑移。因此,具有相同 Burgers 矢量的位错往往会堆积在晶界处,产生与软区变 形方向相反的背应力。同时,这也会在软区和硬区之间 的界面产生正应力,进而平衡软区的背应力。这些应力 共同产生HDI应力,导致HDI强化^[17]。图13e展示了 HDI应力的相应形成和相互作用过程。随着变形的继续 增加,正应力开始对硬区域的塑性变形起作用。一旦 GND达到饱和,HDI应力的增加就会受到限制。挤压温 度的增加会导致粗大晶粒与细小晶粒界面接触的数量减 少,从而削弱HDI的强化效果。因此,低挤压温度的 9E160合金具有更强的HDI强化效果。在变形过程中, 软区能够容纳较高的塑性应变。因此,细小晶粒和粗大 晶粒之间变形程度的差异会导致两者之间产生应变梯 度,进而形成GND以适应应变梯度^[49]。细小晶粒和粗大 晶粒之间的应变传递有助于缓解局部应力集中,从而改 善合金的塑性^[50]。在异质结构合金的拉伸过程中,细小 晶粒作为软区可容纳较高的塑性应变,从而提高合金的 加工硬化能力。因此,具有晶粒异质的挤压二元Mg-Sn 合金呈现出优异的力学性能。

图 13 9E220 合金的取向差角度分布图,9E220 合金再结晶区的明场TEM照片,9E220 合金热加工区的明场TEM照片和HDI应力示意图 Fig.13 Misorientation angle distribution of 9E220 alloy (a), bright-field TEM image of the recrystallization zone of 9E220 alloy (b), bright-field TEM image of the hot-working zone of 9E220 alloy (c-d) and schematic diagram of HDI stress (e)

5 结 论

1)固溶态合金经过挤压变形后的组织由α-Mg和纳 米级Mg₂Sn相组成,形成由细小晶粒和粗大晶粒组成异 质结构合金,随着挤压温度的升高,粗大晶粒的体积分数 由9E160合金的32.18%降至9E230合金的17.76%。此 外,挤压后合金晶粒尺寸显著细化,挤压9E160、9E220和 9E230合金的平均晶粒尺寸分别为4.5、2.3和2.1 μm。

2)经过挤压变形后3种挤压合金均形成了{0001}。// ED的基面织构。挤压变形后合金的织构强度随挤压温度的升高而减弱,织构弱化主要由于挤压温度的升高促进了动态再结晶的进行以及激活了非基面滑移。3种挤压合金的织构类型与热加工区域的粗大晶粒有关,粗大晶粒呈现硬取向,具有较高的KAM和GNDs。同时,细小晶粒织构趋于相对随机,确定粗大晶粒为异质结构的硬区,细小晶粒为软区。

3)异质结构合金具有更优异的力学性能,挤压9E160 合金在室温下表现出较高的抗拉强度(σ_b =341.83 MPa),主 要是由于细小晶粒和粗大晶粒界面的HDI强化,细晶强 化,高体积分数的纳米级 Mg₂Sn 相沉淀强度和织构强化 导致,挤压合金的延展性随挤压温度的升高而升高,延展 性的改善主要归因于晶粒细化、织构弱化、非基面滑移系 的激活。

致谢:本研究得到中材新材料研究院(广州)有限公司(SIMR)的 支持。

参考文献 References

- Jiang Jing, Tong Lin, Xu Zuocheng et al. Journal of Materials Research and Technology[J], 2023, 23: 2601
- [2] Kang D H, Park S S, Kim N J. Materials Science and Engineering A[J], 2005, 413–414: 555
- [3] Park S S, Tang W N, You B S. Materials Letters[J], 2010, 64(1): 31
- [4] Sasaki T T, Yamamoto K, Honma T et al. Scripta Materialia[J], 2008, 59(10): 1111
- [5] Liu Hongmei, Chen Yungui, Tang Yongbai et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2007, 440(1): 122
- [6] Tan Haotian(谭昊天), Shi Fengjian(石凤健), Liu Ang(刘昂) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(6): 2176
- [7] Gong Yuan, He Junguang, Wen Jiuba et al. Rare Metal Materials and Engineering[J], 2023, 52(2): 508
- [8] Luo Yulun, Zhang Dingfei, Hua Jianrong et al. Rare Metal Materials and Engineering[J], 2023, 52(1): 54
- [9] Shao Mingxing(邵明星), Lu Qingliang(卢庆亮), Xu Peihao(徐培好) et al. Special-Cast and Non-Ferrous Alloys(特种铸造及有色合金)[J], 2006, 26(5): 288
- [10] Yu Baoyi(于宝义), Bao Chunling(包春玲), Song Hongwu(宋鸿武) et al. Light Alloy Fabrication Technology(轻合金加工技术)
 [J], 2005, 33(9): 36

- [11] Abu L T, Hort N, Dietzel W et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China[J], 2009, 19(1): 40
- [12] Yan Xudong, Ding Wucheng, Guo Wenwen et al. Materials Science and Technology[J], 2020, 36(5): 575
- [13] Kim H Ji, Jin S C, Jung J G et al. Journal of Materials Science & Technology[J], 2021, 71: 87
- [14] PanHucheng, QinGaowu, HuangYunmiao et al. Acta Materialia [J], 2018, 149: 350
- [15] Sun W T, Qiao X G, Zheng M Y et al. Materials Science and Engineering A[J], 2018, 728: 115
- [16] Sun W T, Qiao X G, Zheng M Y et al. Scripta Materialia[J], 2018, 155: 21
- [17] Zhu Yuntian, Wu Xiaolei. Progress in Materials Science[J], 2023, 131: 101019
- [18] Ma E, Zhu T. Materials Today[J], 2017, 20(6): 323
- [19] Wang Tong, Zha Min, Du Chunfeng et al. Materials Research Letters[J], 2023, 11(3): 187
- [20] Zhang Deping, Zhang Dongdong, Xu Tao et al. Materials Science and Engineering A[J], 2021, 822: 141657
- [21] Zhang Deping, Zhang Jinhui, Zhang Yaqin et al. Materials Science and Engineering A[J], 2022, 854: 143791
- [22] Pan Hucheng, Kang Rui, Li Jingren et al. Acta Materialia[J], 2020, 186: 278
- [23] Yu Zijian, Xu Chao, Meng Jian et al. Materials Science and Engineering A[J], 2017, 703: 348
- [24] Zeng Z R, Zhu Y M, Liu R L et al. Acta Materialia[J], 2018, 160: 97
- [25] Chen Sijing, Yu Qian. Scripta Materialia[J], 2019, 163: 148
- [26] Li L L, Zhang Z J, Zhang P et al. Acta Materialia[J], 2016, 120: 120
- [27] Hao Jianqiang, Zhang Jinshan, Li Boqiong et al. Materials Science and Engineering A[J], 2021, 804: 140727
- [28] Yan Zhifeng, Wang Denghui, He Xiuli et al. Materials Science and Engineering A[J], 2018, 723: 212
- [29] Dev A, Naskar N, Kumar N et al. Journal of Magnesium and Alloys[J], 2019, 7(4): 725
- [30] Mendis C L, Oh-Ishi K, Kawamura Y et al. Acta Materialia[J], 2009, 57(3): 749
- [31] Pistor J, Körner C. Scientific Reports[J], 2021, 11(1): 24482
- [32] Pan Hucheng, Huang Qiuyan, Qin Gaowu et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2017, 692: 898
- [33] Zhang Hui(张会). Mechanical Management and Development (机械管理开发)[J], 2013, 1:28
- [34] Yoo M H, Agnew S R, Morris J R et al. Materials Science and Engineering A[J], 2001, 319–321: 87
- [35] Jäger A, Lukáč P, Gärtnerová V et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2004, 378(1): 184
- [36] Sandlöbes S, Zaefferer S, Schestakow I et al. Acta Materialia[J], 2011, 59(2): 429
- [37] Wang Wen, Han Peng, Peng Pai et al. Journal of Materials Research and Technology[J], 2020, 9(3): 5252

- [38] Cepeda-Jiménez C M, Molina-Aldareguia J M, Carreño F et al. Acta Materialia[J], 2015, 85: 1
- [39] Agnew S R, Duygulu Ö. International Journal of Plasticity[J], 2005, 21(6): 1161
- [40] Lyu J, Kim J, Liao H et al. Materials Science and Engineering A[J], 2020, 773: 138735
- [41] Yu Wenbin, Chen Zhiqian, Cheng Nanpu et al. Chinese Science Bulletin[J], 2007, 52(13): 1867
- [42] Bata V, Pereloma E V. Acta Materialia[J], 2004, 52(3): 657
- [43] Bi Guangli, Wang Yashuo, Jiang Jing et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2021, 881: 160577
- [44] Nie J F. Scripta Materialia[J], 2003, 48(8): 1009

- [45] Sun W B, Liu C M, Gao Y H et al. Materials Science and Engineering A[J], 2015, 642: 309
- [46] Wang F, Bhattacharyya J J, Agnew S R. Materials Science and Engineering A[J], 2016, 666: 114
- [47] Liu H, Xue F, Bai J et al. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2013, 22(11): 3500
- [48] Wang H, Zhang D T, Qiu C et al. Journal of Materials Science & Technology[J], 2023, 163: 32
- [49] Zhu Yuntian, Ameyama K, Anderson P M et al. Materials Research Letters[J], 2021, 9(1): 1
- [50] Wang Yanfei, Zhu Yuntian, Yu Zhijie et al. Acta Materialia[J], 2022, 241: 118395

Effects of Extrusion Temperature on the Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Sn Alloy

Tong Lin^{1,2}, Jiang Jing^{1,2}, Bi Guangli^{1,2}, Zhao Libin³, Jiang Chunhong⁴, Chen Tijun^{1,2}, Li Yuandong^{1,2}

(1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou Universing of Techology, Lanzhou 730050,

China)

(2. School of Materials and Engineering, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

(3. Shanxi Yinguang Huasheng Magnesium Industry Co., Ltd, Yuncheng 043800, China)

(4. Lanzhou Lanshi Testing Technology Co., Ltd, Lanzhou 730050, China)

Abstract: The effects of different extrusion temperatures (160, 220 and 230 °C) on the microstructure and mechanical properties of Mg-7Sn alloy with heterogeneous grain structure were investigated using optical microscope, X-ray diffractometer, electron backscatter diffractometer, transmission electron microscope, and a universal experimental tensile machine. All three extruded alloys contain fine dynamic recrystallized grains and coarse hot-worked grains. The difference in deformability between coarse and fine grains leads to the formation of hetero-deformation induced stress (HDI). The extruded alloys form a typical basal texture, and the texture strength of the basal texture is weakened with increasing extrusion temperature, which is mainly attributed to the fact that the increase in extrusion temperature promotes the dynamic recrystallization and the activation of non-basal slip. The extruded 9E160 alloy exhibits high tensile strength at room temperature (σ_b =341.83 MPa) due to HDI strengthening, fine grain strengthening and high volume fraction of nanoscale Mg₂Sn phase precipitation strength. The increase in extrusion temperature facilitates dynamic recrystallization, resulting in grain refinement and further enhancement of the alloy's plasticity. The improved plasticity of the alloy can be attributed to both grain refinement and activation of non-basal slip systems.

Key words: extruded Mg-Sn alloys; heterostructure; extrusion temperature; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Bi Guangli, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, Tel: 0086-931-2976378, E-mail: glbi@163.com