

Mg-Bi 合金中超-细混晶结构的构筑及其强韧化机理

孟帅举^{1,2,3}, 宋金龙¹, 陈可意¹, 崔敏⁴, 王立冬¹, 毕广利¹, 曹驰², 杨贵荣¹

(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 兰州理工大学温州泵阀工程研究院, 浙江 温州 325000)

(3 中信戴卡股份有限公司, 河北 秦皇岛 066011)

(4 山东建筑大学 高端装备材料可靠性研究院, 山东 济南 250101)

摘要: 为制备出由超细晶 (<1 μm) 和细晶 (1-10 μm) 构成的超-细混晶结构镁合金, 基于低温等径角挤压 (ECAP) 加工在制备超-细混晶结构金属材料方面的巨大潜力以及细晶 Mg-Bi 基合金优异的低温塑性变形性能, 本研究选取细晶 Mg-6Bi 合金为坯料, 提出逆温度场等径角挤压 (ITF-ECAP) 技术, 实现了细晶 Mg-6Bi 合金的低温 (<100 °C) 多道次强塑性变形加工。微观组织与力学性能表征结果表明, 细晶 Mg-6Bi 合金在多道次 ITF-ECAP 加工过程中, 优先在初始晶界处发生动态再结晶, 同时有大量亚微米级 Mg₃Bi₂ 相析出。4 道次 ITF-ECAP 加工后, Mg-6Bi 合金中形成了由平均晶粒尺寸 (AGS) 约为 600 nm 的超细晶区和 AGS 约为 2 μm 的细晶区构成的超-细混晶结构, 其超细晶区体积分数约占 72.5%。归因于细晶强化、沉淀强化、位错强化与背应力强化共同作用的结果, 超-细混晶结构 Mg-6Bi 合金兼具优异的强度和塑性, 其屈服强度和延伸率分别达到 315.6±3.6 MPa 与 22.3±1.0 %。

关键词: 镁合金; 等径角挤压; 混晶结构; 力学性能

中图分类号: TG339; TG164.22

文献标识码: A

文章编号:

超高强韧轻质镁合金材料是支撑航空航天、新一代武器装备、高速列车以及新能源汽车等高端装备不断升级发展的先进基础材料, 在实现航空航天、国防军工、交通工具等领域关键结构材料轻量化方面有巨大潜力^[1-2]。但与铝合金相比, 当前绝大多数镁合金的强度和塑性较差^[3-5], 成为制约其广泛应用的关键因素之一。因此, 如何获得超高强韧性能是镁合金研究和应用过程中所面临的一个重要课题。

为获得兼具优异强度和塑性的金属材料, 有学者提出混晶结构的概念, 通过液氮或低温下的等径角挤压 (ECAP) 等大塑性变形加工相继在 Cu^[6]、Ti^[7]、Al-Mg^[8] 等金属材料中构筑出了由超细晶 (<1 μm) 和微米级细晶 (1-10 μm) 构成的“超细晶-细晶”混晶结构 (简称超-细混晶结构)。该结构在发挥显著晶界强化作用的同时, 可充分利用细晶区和粗晶区之间的非均匀变形产生诱导应力, 激发粗晶区开启多种变形机制提升累积位错能力, 进而提高混晶结构金属材料加工硬化能力和塑性, 赋予材料超高强韧性能, 突破金属材料强度和塑性难以兼得的技术瓶颈。然而, 与超-细混晶结构铝合金可以通过低

温 ECAP 加工制得不同, 受制于镁合金较差的低温加工性能, 其难以在低温 (<200 °C) 条件下进行 ECAP 加工^[9], 而高温条件下进行多道次 ECAP 加工时, 再结晶晶粒极易粗化, 当前混晶结构镁合金的细晶区和粗晶区的平均晶粒尺寸分别在 1-15 μm 和 15-100 μm 范围, 少量含有超细晶的混晶镁合金中超细晶体积分数均不足~2 %^[10-12], 仅能形成“细晶-粗晶”结构的混晶组织, 能发挥的细晶强化作用极为有限^[11,13]。

为充分发挥低温 ECAP 强塑性变形的晶粒细化潜力以在镁及其合金中引入超-细混晶结构, 相继有施加背压力^[14]、逐道次降温^[15]、外加包套^[16]等辅助技术被用于镁基材料的低温 ECAP 加工。但相应的辅助工艺增加了低温 ECAP 加工装备和工艺的复杂性。更为关键的是, 当前这些附带辅助工艺的低温 ECAP 加工对象仅限于纯镁^[14-16]、固溶处理后的 AZ31 合金^[17]以及双相 Mg-Li 合金 (HCP 相和 BCC 相各约占 50%)^[18]。因上述坯料中均缺乏足够的硬质第二相颗粒对动态再结晶行为进行有效调控, 迄今未能成功制备出具有超-细混晶结构的镁合金。因此, 亟需寻找一种具有可低温 ECAP 加工特性, 同时

收稿日期:

基金项目: 国家自然科学基金资助 (52265048); 甘肃省科技重大专项(22ZD6GA008); 甘肃省高等学校创新项目(2022A-025); 中国博士后科学基金(2022M713656); 温州市级科技计划项目(G2023018); 甘肃省青年科技基金计划(21JR7RA261); 兰州理工大学红柳优秀青年基金人才支持计划(062205)

作者简介: 孟帅举, 男, 1990 年生, 博士, 副研究员, 兰州理工大学有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 甘肃 兰州 730050, 电话: 15332005165, E-mail: shuaijumeng@163.com; sjmeng@lut.edu.cn

崔敏, 女, 1987 年生, 博士, 讲师, 山东建筑大学高端装备材料可靠性研究院, 山东 济南 250101, 电话: 18766991903, E-mail: cuimin23@sdjzu.edu.cn

内含硬质第二相颗粒的细晶镁合金坯料,通过低温 ECAP 加工在细晶镁合金中引入大量应变的同时,综合发挥第二相颗粒对合金基体再结晶组织的调控作用,实现超-细混晶结构镁合金的可控制备。

Mg-Bi 基合金因具有良好的可沉淀硬化效果,同时可原位内生具有高热稳定性的 Mg_3Bi_2 相(熔点: $821\text{ }^\circ\text{C}$)而逐渐引起国内外研究者的重视^[4,19-22]。近年来,一系列具有可高速挤压成形特性的 Mg-Bi 基合金^[4,22-23]、中等强韧性能的细晶 Mg-Bi 基合金^[21,24-26]以及高低温塑性且可低温变形加工的 Mg-Bi 基合金^[27-31]相继被发现。在高低温塑性及可低温变形加工方面,日本国立材料研究所(NIMS)的研究团队实现了 Mg-2.5Bi (wt.%) 合金的低温 ($110\sim 140\text{ }^\circ\text{C}$) 挤压加工^[27-28]。所制备的细晶 ($1.2\sim 3.0\text{ }\mu\text{m}$) Mg-2.5Bi (wt.%) 合金样品低温条件下具有 170% 的极高伸长率和优异的压缩变形能力,表现出独特的低温超塑性能力。重庆大学和澳大利亚莫纳什大学研究团队的联合工作^[31]也实现了 Mg-3Bi (wt.%) 合金的低温轧制加工。可见, Mg-Bi 基合金在低温塑性加工方面有巨大的潜力,有望在低温条件下实现多道次 ECAP 加工。

基于低温 ECAP 加工技术在制备超-细混晶结构金属材料方面的巨大潜力及细晶 Mg-Bi 合金优异的低温塑性变形性能,本研究选取平均晶粒尺寸约为 $9\text{ }\mu\text{m}$ 的细晶 Mg-6Bi (wt.%) 合金挤压坯料作为加工对象,尝试对其在无外加包套和不施加背压力的条件下进行多道次低温 ECAP 加工,从而在镁合金中构筑出具有大量超细晶组织和细晶组织构成的超-细混晶结构镁合金,有望为超高强韧镁合金的研究和开发开辟新的路径。

1 实验方法

采用纯度大于 99.95 wt.% 的纯 Mg 和纯 Bi 为原料,在 SF_6 与 CO_2 混合气体保护下用 SG-5-10 型井式坩埚电阻炉进行熔炼,熔炼温度为 $760\text{ }^\circ\text{C}$,待纯 Mg 熔化后加入纯 Bi,熔化后搅拌均匀并静置 15 min,除渣后将熔体温度降至 $720\text{ }^\circ\text{C}$,然后浇注到预热至 $200\text{ }^\circ\text{C}$ 的金属模具中,制得尺寸为 $\Phi 62\text{ mm}\times 180\text{ mm}$ 合金铸锭。采用电感耦合等离子光谱仪(ICP, Opfima 7300V) 测量所得 Mg-6Bi (wt.%) 铸锭的实际成分为 Mg-5.98Bi (wt.%, 下文简称 B6)。铸锭在 $460\text{ }^\circ\text{C}$ 下保温 5 h,然后淬火处理获得固溶态合金坯料,去除冒口后机加工成 $\Phi 59\text{ mm}\times 150\text{ mm}$ 的坯料进行热挤压加工,挤压温度 $320\text{ }^\circ\text{C}$ 、挤压速度 9.5 m/min 、挤压比 25:1,最终制得 $\Phi 12\text{ mm}$ 的棒材。

从挤压棒上切割直径为 12 mm、长度为 70 mm 的坯料用于逆温度场等径角挤压 (ITF-ECAP) 加工。ITF-ECAP 模具设计为特征角 $\Phi = 120^\circ$ 和 $\Psi = 60^\circ$,如图 1a 所示,其单道次变形量约为 0.7。常规塑性变形加工过程

中,由于与模具具有相同初始温度的坯料在变形热作用下使得自身实际温度高于模具温度;而本研究中 ITF-ECAP 加工是将低温 ($25\text{ }^\circ\text{C}$) 坯料放入加热到 $320\text{ }^\circ\text{C}$ 的 ECAP 模具中,使得加工过程中模具温度始终高于坯料温度,因此称之为逆温度场。采用 Bc 路径以 5 mm/s 的速度进行 4 道次的 ITF-ECAP 加工,获得了表面质量完好的试样,如图 1b 所示。每道次 ITF-ECAP 加工后用热电偶测量坯料表面温度,测得其实际温度分布在 $50\sim 80\text{ }^\circ\text{C}$ 之间,说明通过这一特殊的 ITF-ECAP 加工过程,可以成功实现细晶 Mg-Bi 基合金的低温 ($<100\text{ }^\circ\text{C}$) 强塑性变形加工。进一步分别在经过一道次与四道次 ITF-ECAP 加工后的样品中心部位沿轴向方向切取规格为 $1\text{ cm}\times 1\text{ cm}\times 1\text{ cm}$ 的微观组织检测试样,经砂纸预磨后依次采用粒径为 $3\text{ }\mu\text{m}$ 、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 和 $0.5\text{ }\mu\text{m}$ 的金刚石膏进行抛光,用由 10 mL 醋酸、4.2 g 苦味酸、70 mL 乙醇及 10 mL 蒸馏水组成的腐蚀液进行侵蚀处理后,采用 Quanta-450 型扫描电镜 (SEM) 进行微观组织观察。基于微观组织观察结果,采用截线法测得合金的平均晶粒尺寸,通过 Image J 软件测得合金中再结晶区域与动态析出第二相的体积分数。为评估超细混晶结构 B6 合金力学性能特点,选取经四道次 ITF-ECAP 加工后的合金试样沿轴向方向切取标距规格为厚 4.5 mm,宽 3.6 mm,长度 10 mm 的板状试样在 WDW-300D 型微机控制电子万能试验机上进行室温拉伸实验,夹头移动速度为 0.3 mm/min ,每种材料测试 3~5 个试样,取平均值。为分析超细混晶结构 B6 合金的强韧化机理,在 $\Phi 62\text{ mm}\times 180\text{ mm}$ 合金铸锭 1/2 半径处沿高度方向切取相同规格 ($4.5\text{ mm}\times 3.6\text{ mm}\times 10\text{ mm}$) 的铸态拉伸试样,在相同条件下进行拉伸实验,以对比分析。

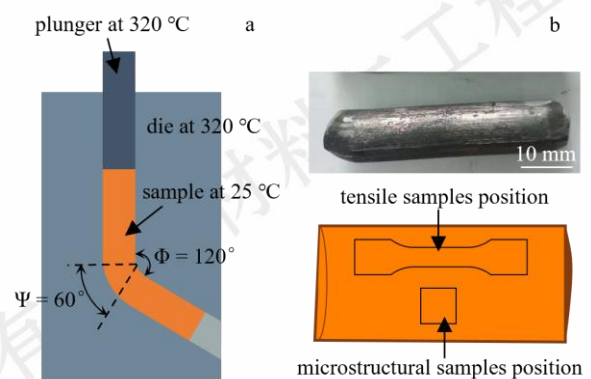


图 1 逆温度场等径角挤压 (ITF-ECAP) 加工及取样位置示意图:
(a) ITF-ECAP 加工; (b) 4 道次 ITF-ECAP 加工后 B6 试样及取样位置

Fig.1 Schematic diagram of inverse temperature field equal channel angular pressing (ITF-ECAP) processing and sampling position:

(a) ITF-ECAP processing; (b) B6 specimen processed by 4-pass ITF-ECAP and sampling position

2 实验结果与分析

2.1 显微组织分析

挤压态 B6 合金坯料的 SEM 显微组织如图 2 所示, 从中可以看出挤压态 B6 合金具有细小的晶粒组织, 其平均晶粒尺寸 (AGS) 约为 9 μm 。此外, 合金基体中有大量长条状和短棒状微米级白色第二相沿挤压方向分布, 其长度尺寸范围为 1 ~ 20 μm 。图 2b 所示的高倍组织图中还有大量亚微米尺度的细小析出相, 其尺寸范围在 50 ~ 250 nm。根据前期关于挤压态 B6 合金微观组织研究结果^[21,25], 这些微米级和亚微米第二相均为 Mg_3Bi_2 相。

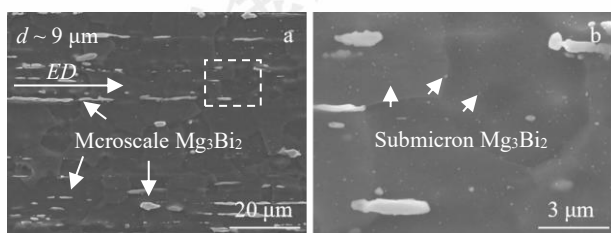


图 2 挤压态 B6 合金的 SEM 组织图
Fig.2 SEM image of extruded B6 alloy

上述细晶 B6 合金经过 1 道次 ITF-ECAP 加工后的微观组织如图 3a-c 所示, 经过 1 道次 ITF-ECAP 加工, 细晶 B6 合金发生了部分动态再结晶, 再结晶区域所占比例约为 13.8%, 且再结晶位置多出现在细晶坯料的初始晶界处。从图 3c 中可以看出, 再结晶晶粒的 AGS 约为 300 nm, 达到亚微米级别 (图 3c 中白色圆形框线区域所示)。此外, 经过 1 道次 ITF-ECAP 加工后亚微米级 Mg_3Bi_2 析出相的数量较挤压态坯料显著增多, 其体积分

数约为 2.3%, 说明 ITF-ECAP 加工过程中进一步发生了 Mg_3Bi_2 相的动态析出。这主要是由于 B6 合金坯料在 ITF-ECAP 加工过程中, 温度 (50 ~ 80 $^{\circ}\text{C}$) 低于挤压温度 (300 $^{\circ}\text{C}$), 对应 Bi 元素的固溶度也显著降低^[21], 在应变作用下, 基体中超过极限固溶度的过多 Bi 元素会从基体中沉淀析出。1 道次 ITF-ECAP 加工后, B6 合金中超细晶组织的形成主要归因于以下 2 个原因: (1) 合金坯料中的大量 Mg_3Bi_2 析出相对再结晶晶粒有显著的齐纳钉扎效应^[32], 可有效抑制再结晶晶粒的长大; (2) 较低的塑性加工温度 (~ 80 $^{\circ}\text{C}$) 会导致再结晶晶核长大过程所需的能量供应不充分, 进而也可以抑制再结晶晶粒的长大^[33]。

进一步按照 Bc 路径进行 4 道次 ITF-ECAP 加工后的微观组织如图 3d-f 所示, 4 道次 ITF-ECAP 加工后再结晶区域比例显著增大, 约为 72.5%, 并且再结晶晶粒长大不明显, 其 AGS 约为 600 nm (图 3c 中白色圆形框线区域所示)。此外, 大部分未再结晶晶粒的 AGS 减小为 ~2.0 μm , 与 ITF-ECAP 加工前的挤压态坯料 (AGS ~9 μm) 相比, 显著细化, 这主要是因为随着变形道次的增多, 累计变形量不断增大, 再结晶比例的逐渐增多, 未再结晶晶粒的大部分区域逐渐被再结晶组织蚕食导致自身尺寸变小。进一步, 4 道次 ITF-ECAP 加工后亚微米基 Mg_3Bi_2 析出相的尺寸无明显变化, 但数量明显增多, 其体积分数约为 5.2%。这些亚微米 Mg_3Bi_2 相在晶界和晶内均匀分布, 一方面可以通过阻滞再结晶晶粒的晶界移动有效抑制其长大, 从而促进超-细混晶组织的形成^[34]; 另一方面, 自身可作为强化相阻碍位错运动提升合金的变形抗力^[26,30]。

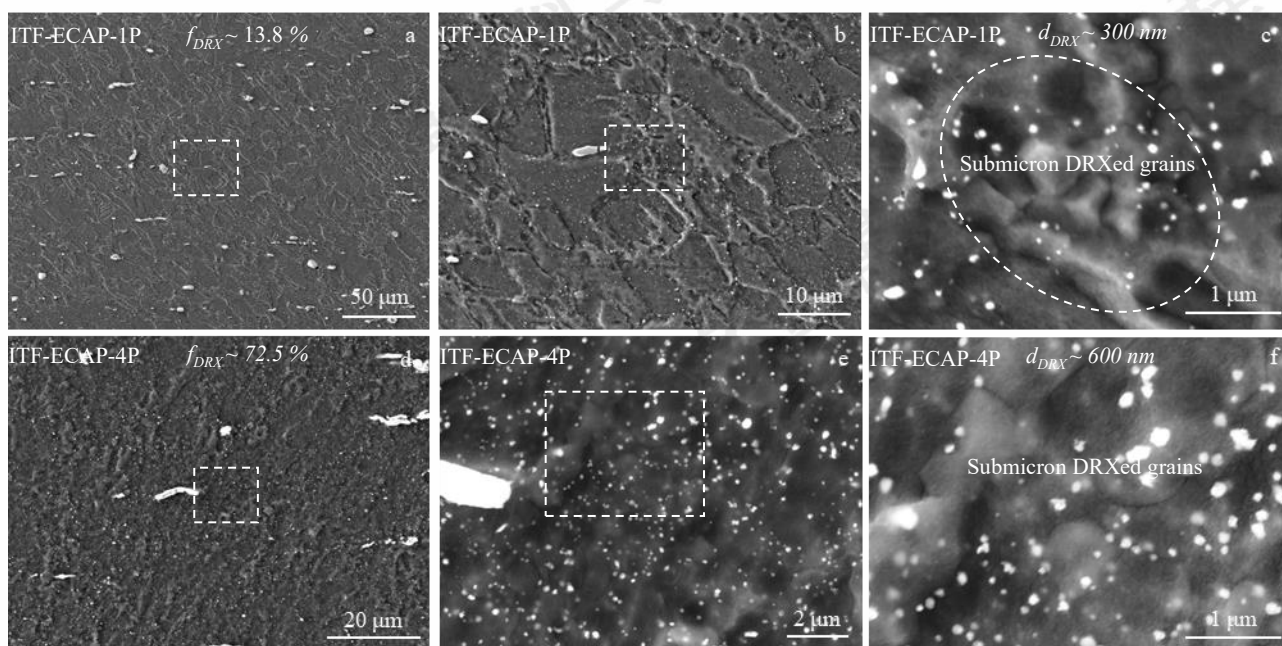


图 3 低温 ITF-ECAP 加工后 B6 合金的 SEM 图像: (a-c) 1 道次; (d-f) 4 道次

Fig.3 SEM image of B6 alloy processed by low temperature ITF-ECAP processing: (a-c) 1 pass; (d-f) 4 passes

2.2 超-细混晶结构 B6 合金拉伸性能及其强韧化机理

图 4 为铸态和 4 道次低温 ITF-ECAP 加工 B6 合金的典型室温拉伸曲线, 铸态 B6 合金的屈服强度 (TYS) 和伸长率 (EL) 分别为 90 ± 5 MPa 和 3.8 ± 0.3 %, 而 4 道次 ITF-ECAP 加工后超-细混晶结构 B6 合金的 TYS 和 EL 分别为 315.6 ± 3.6 MPa 和 22.3 ± 1.0 %。表 1 列出了当前已报道 Mg-Bi 基合金的力学性能。本研究通过 4 道次 ITF-ECAP 加工制备的具有超-细混晶结构的 B6 合金兼具优异的强度和塑性, 其屈服强度和延伸率均显著高于挤压态细晶 B6 合金 (TYS 189.0 MPa, EL 19.0 %) [21]。此外, 虽然其强度不及当前强度最高的混晶 Mg-5Bi-5Sn-1Mn (BTM551) 合金 (TYS 446.0 MPa, EL 13.2 %) [34], 但其延伸率显著高于 BTM551 合金。可见, 超-细混晶结构对镁合金强度和塑性的协同提升具有重要作用。下面对其强韧化机理进行分析。

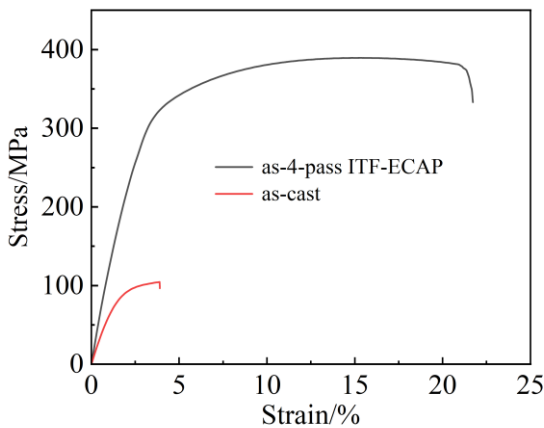


图 4 B6 合金室温拉伸工程应力-应变曲线

Fig.4 Tensile engineering stress-strain curves of as-cast and 4-pass ITP-ECAP processed B6 alloys at room temperature

表 1 Mg-Bi 基合金力学性能对比

Table 1 Comparison of mechanical properties of Mg-Bi based alloys

Material	TYS/MPa	EL/%	Ref.
Mg-6Bi, E, ITF-ECAP	315.6 ± 3.6	22.3 ± 1.0	This study
Mg-6Bi, C	90 ± 5	3.8 ± 0.3	This study
Mg-6Bi, E	189 ± 3	19 ± 2	[21]
Mg-6Bi-3Al-1Zn, E	282 ± 3.2	15.2 ± 0.4	[24]
Mg-7Bi-1Al-1Zn, E	244	14	[35]
Mg-8Bi-1Al-1Zn, E	291 ± 1	14.6 ± 0.5	[26]
Mg-1.3Bi-0.7Ca, E	135 ± 3	43 ± 2	[30]
Mg-5Bi-5Sn-1Mn, E	446.0	13.2	[34]

超-细混晶结构 B6 合金表现出优异的屈服强度, 根据其微观组织特点, 可归因于以下因素: 首先, 其组织中超细晶区 AGS 为 ~ 0.60 μm , 细晶区 AGS 为 ~ 2.0 μm

(图 3i), 根据 Hall-Petch 公式, 这会产生强烈的晶界强化效果。其次, 合金中大量亚微米级 Mg_3Bi_2 相在基体中均匀弥散分布, 可以产生较强的沉淀强化效果 [26]。进一步, 由于超-细混晶结构 B6 合金在低温强塑性变形条件下制备, 其未再结晶晶粒中会有大量残余位错 [36], 也可以发挥一定强化作用。最后, 由于平均尺寸为 ~ 0.60 μm 的超细晶粒组织与平均晶粒尺寸为 ~ 2.0 μm 的细晶区之间在拉伸过程中的变形能力不均匀, 可引起背应力强化效应, 这也有利于强度的提高 [34]。

对于具有双峰结构的挤压态 B6 合金, 其屈服强度可定量描述为 [34,36]:

$$\sigma_y = \sigma_{y,cast} + f_{DRX} \Delta\sigma_{y,DRX} + f_{unDRX} \Delta\sigma_{y,unDRX} \quad (1)$$

其中, $\sigma_{y,cast}$ 是铸态 B6 合金的拉伸屈服强度 (90 MPa), $\Delta\sigma_{y,DRX}$ 和 $\Delta\sigma_{y,unDRX}$ 分别代表 DRXed 和 unDRXed 区域引起的 TYS 增量, f_{DRX} 和 f_{unDRX} ($f_{DRX} = 72.5$ %) 分别是 DRXed 和 unDRXed 区的体积分数。DRXed 和 unDRXed 区域的强度贡献可以分别计算为 [34,36]:

$$\Delta\sigma_{y,DRX} = \Delta\sigma_{gb} + M_{DRX}(\Delta\tau_s + \Delta\tau_p + \Delta\tau_d) \quad (2)$$

$$\Delta\sigma_{y,unDRX} = \Delta\sigma_{gb} + M_{unDRX}(\Delta\tau_s + \Delta\tau_p + \Delta\tau_d) \quad (3)$$

其中, $\Delta\sigma_{gb}$ 表示晶界强化引起的强度增量, $\Delta\tau_s$ 、 $\Delta\tau_p$ 和 $\Delta\tau_d$ 分别表示固溶强化、沉淀强化和位错强化所引起的临界剪切应力 (CRSS) 的贡献。M (即泰勒因子) 的值取 2.5 [34]。此外, 固溶强化机制的贡献有限, 塑性变形前后几乎没有变化 [34,36]。而且, 由于 4 道次 ITF-ECAP 加工后再结晶比例较高且 DRX 区域位错较少 [34,36], 公式 (2) 和 (3) 可以修改为:

$$\Delta\sigma_{y,DRX} = \Delta\sigma_{gb,DRX} + M_{DRX} \Delta\tau_p \quad (4)$$

$$\Delta\sigma_{y,unDRX} = \Delta\sigma_{gb,unDRX} + M_{unDRX}(\Delta\tau_p + \Delta\tau_d) \quad (5)$$

晶界强化对 TYS 的贡献可以通过以下公式计算:

$$\Delta\sigma_{gb} = kd^{-1/2} \quad (6)$$

其中 k 和 d 分别表示 Hall-Petch 系数和晶粒尺寸。基于已有报道, k 值为 $120 \sim 170$ $\text{MPa} \mu\text{m}^{1/2}$, 本研究中由于合金晶粒尺寸较小, k 的合理取值为 125 $\text{MPa} \mu\text{m}^{1/2}$ [37]。超细晶区与细晶区的 AGS 分别取 600 nm 和 2.0 μm , 因此计算得到 TYS 的增量 $\Delta\sigma_{gb,DRX}$ 约为 161.3 MPa, $\Delta\sigma_{gb,unDRX}$ 约为 88.4 MPa。

对于由沉淀强化提供的基面滑移的 CRSS ($\Delta\tau_p$), 可计算为 [34,36]:

$$\Delta\tau_p = \frac{Gb}{2\pi\sqrt{1-\nu}} \frac{1}{\bar{d}(\sqrt{\frac{\pi}{4f}}-1)} \ln \frac{\bar{d}}{b} \quad (7)$$

其中 G 、 b 和 ν 分别表示剪切模量 (13 GPa)、伯氏矢量 (0.32 nm) 和泊松比 (0.35), f 为 Mg_3Bi_2 析出相的体积分数 (5.2 %)。此外, $\bar{d} = \sqrt{\frac{2}{3}} d_p$ 为 Mg_3Bi_2 析出相的等效

平均尺寸, d_p 为析出相的平均尺寸 (50~200 nm)。本研究中合理取中值 125 nm, 根据公式 (7) 计算得到 $\Delta\tau_p$ 为 16.1 MPa。

此外, 位错强化可以用下面的关系式来表示^[34,36]:

$$\Delta\tau_d = \alpha G b \sqrt{\rho} \quad (8)$$

其中 α 和 ρ 分别表示常数 (0.2) 和位错密度。在强塑性变形过程中, ρ 的估算值为 $10^{14} \sim 10^{16} \text{ m}^{-2}$, 因此, 在本研究中合理使用中值 10^{15} m^{-2} ^[34], 据此, 可以计算出 $\Delta\tau_d$ 的值为 26.3 MPa。从而, 可以计算出 $\Delta\sigma_{y,DRX} = 161.3 \text{ MPa} + 2.5 \times 16.1 \text{ MPa} = 201.6 \text{ MPa}$; $\Delta\sigma_{y,unDRX} = 88.4 \text{ MPa} + 2.5 \times (16.1 \text{ MPa} + 26.3 \text{ MPa}) = 194.3 \text{ MPa}$ 。代入到公式 (1) 进行理论计算, 得出 $\sigma_y = 90 \text{ MPa} + 72.5 \% \times 201.6 \text{ MPa} + 27.5 \% \times 194.3 \text{ MPa} = 289.6 \text{ MPa}$ 。计算值略小于实验值, 这可能归因于忽略了超细混晶结构的背应力强化效应^[34,36]。

值得注意的是, 4 道次 ITF-ECAP 加工制备的高强度 B6 合金还表现出优异的塑性。这主要是由于整体上该合金晶粒组织较为细小 ($< 2 \mu\text{m}$), 在拉伸变形过程中可以缩短位错滑移距离, 使其不容易发生应力集中, 这是由于塑性变形过程中晶粒之间具有较高的应变协调能力^[29,30]。此外, 已往的研究已经证实, 随着晶粒尺寸的减小, 柱面滑移的 CRSS 与基面滑移的 CRSS 的比率可以有效降低, 因此在具有超细组织的区域可以激活柱面滑移以适应应变的增加^[30,34]。随着变形程度的增加, 当超细晶区由于位错塞积能力有限导致内部位错达到饱和后, 临近未再结晶区域的细晶区具有更大的位错储存能力, 使得超-细混晶结构 B6 合金可以承受更大的形变量^[6,26,34], 从而赋予其优异的强塑性匹配。

3 结论

(1) 逆温度场等径角挤压 (ITF-ECAP) 可以实现细晶 B6 合金的低温 ($< 100 \text{ }^\circ\text{C}$) 多道次强塑性变形, 在合金中构筑出由超细晶组织和细晶组织构成的超-细混晶结构。

(2) 4 道次 ITF-ECAP 加工后, B6 合金中形成了由平均晶粒尺寸为 $\sim 600 \text{ nm}$ 的超细晶区与平均晶粒尺寸为 $\sim 2.0 \mu\text{m}$ 的细晶区构成的超-细混晶组织, 其超细晶区体积分数占约 $\sim 72.5\%$ 。

(3) 归因于细晶强化、沉淀强化、位错强化和背应力强化共同作用的结果, 超-细混晶结构 B6 合金兼具优异的强度和塑性, 其屈服强度和延伸率可以分别达到 $315.6 \pm 3.6 \text{ MPa}$ 和 $22.3 \pm 1.0 \%$ 。

参考文献 References

[1] Li Fang(李芳), Guan Renguo(管仁国), Tie Di(铁镛) et al. *Strategic*

Study of CAE(中国工程科学)[J],2020,22(5):76-83

[2] Kong Lingfei(孔令菲), Huang Xuqiang(黄须强), Zhou Huimin(周慧敏) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J],2023,52(10):3640-3646

[3] Zhang Yuan, Yang Yuzhuo, Liu Yun et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J],2024,53(5):1310-1320

[4] Meng Shuaiju, Xiao Haoran, Song Jinlong et al. *Journal of Materials Research and Technology*[J],2024,30:9007-9019

[5] Wu Zhaoxuan, Curtin W A, *Nature*[J],2015,526:62-76

[6] Wang Yinmin, Chen Mingwei, Zhou Fenghua et al. *Nature*[J],2002,419(6910):912

[7] Gao Junheng, John Nutter, Liu Xingguang et al. *Scientific Reports*[J],2018,8(1):7512

[8] Zha Min, Li Yanjun, Ragnvald H Mathiesen et al. *Acta Materialia*[J],2015,84:42-54

[9] Xu Jinliang(许金良), Song Yifan(宋宜帆), Ding Ruizhi(丁睿智) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J],2024,53(6):1735-1740

[10] Zha Min, Zhang Xuan He, Zhang Hang et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J],2018,765:1228-1236

[11] Xu C, Fan G H, Nakata T et al. *Metallurgical and Materials Transactions*[J],2018,49(5):1931-1947

[12] Chen Hao(陈豪), Peng Lili(彭丽丽), Li Jiandong(李建冬) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J],2024,53(7):1944-1952

[13] Jin Zhongzheng, Zha Min, Yu Zhixuan et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J],2020,833:155004

[14] Li Jizhong, Xu Wei, Wu Xiaolin et al. *Materials Science and Engineering A*[J],2011,528(18):5993-5998

[15] Biswas S, Dhinwal S S, Suwas S, *Acta Materialia*[J],2010,58(9):3247-3261

[16] Lei Weiwei, Zhang Hui, *Materials Letters*[J],2020,271:127781

[17] Gu C F, Tóth L S, Field D P et al. *Acta Materialia*[J],2013,61(8):3027-3036

[18] Furui M, Kitamura H, Anada H et al. *Acta Materialia*[J],2007,55(3):1083-1091

[19] Sasaki T T, Ohkubo T, Hono K, *Scripta Materialia*[J],2009,61:72-75

[20] Meng Shuaiju, Yu Hui, Fan Shaodao et al. *Acta Metallurgica Sinica(English Letters)*[J],2019,32(2):145-168

[21] Meng Shuaiju(孟帅举), Yu Hui(余晖), Zhang Huixing(张慧星) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J],2016,52(7):811-820

[22] Go J, Jin S C, Kim H et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J],2020,843:156026

[23] Jin S C, Cha J W, Go J et al. *Journal of Magnesium and*

- Alloys*[J],2023,11(01):249-258
- [24] Meng Shuaiju,Xiao Haoran, Luo Zhanju *et al. Metals*[J],2022,12(7):1159-1159
- [25] Yu Hui,Fan Shaoda,Meng Shuaiju *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J],2021,9:983-994
- [26] Meng Shuaiju,Yu Hui,Zhang Huixing *et al. Materials Science and Engineering A*[J],2017,690:80–87
- [27] Somekawa H,Singh A,Sahara R *et al. Scientific reports*[J],2018,8(1):1-16
- [28] Somekawa H,Singh A,*Scripta Materialia*[J],2018,150:26-30
- [29] Meng S J,Yu H,Fan S D *et al. Materials Letters*, 2020, 261:127066.
- [30] Meng Shuaiju,Yu Hui,Li Lichao *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J],2020,834:155216
- [31] He C,Zhang Y,Liu C Q *et al. Acta Materialia*[J],2020,188:328-343
- [32] Go Jongbin, Lee Jong Un, Yu Hui *et al. Journal of Materials Science and Technology*[J],2020,5(44):62-75
- [33] Jin Sang-Cheol, Lee Jong Un, Go Jongbin *et al. Journal of Magnesium and Alloys*[J],2022,3(10):850-861
- [34] Luo Yihao, Cheng Weili, Li Hang *et al. Materials Science and Engineering A*[J],2022,834
- [35] Meng Shuaiju(孟帅举), Yu Hui(余晖), Cui Hongwei(崔红卫) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J],2017,27(05):894-901
- [36] Li Z T, Qiao X G, Xu C *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J],2019,792:130–141
- [37] Yu Huihui, Xin Yunchang, Wang Maoyin *et al. Journal of Materials Science and Technology*[J],2018,34(2):248–256

Construction of bimodal-grained Mg-Bi alloy composed of ultrafine grains and fine grains and its strengthening and toughening mechanisms

Meng Shuaiju^{1,2,3}, Song Jinlong¹, Chen Keyi¹, Cui Min⁴, Wang Lidong¹, Bi Guangli¹, Cao Chi², Yang Guirong¹

(1 State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

(2 Wenzhou Engineering Institute of Pump and Valve, Lanzhou University of Technology, Wenzhou 325000, China)

(3 CITIC Dicastal Co., Ltd., Qinhuangdao 066011, China)

(4 Research Institute of Reliability of High-end Equipment Materials, Shandong jianzhu University, Jinan 250101, China)

Abstract: Low-temperature equal channel angular pressing (ECAP) processing technology has great potential in fabricating bimodal-grained alloys composed of ultrafine grains and fine grains. Besides, fine grain Mg-Bi based alloys demonstrate excellent low temperature plastic deformation performance. Based on this, a new inverse temperature field ECAP (ITF-ECAP) processing method was developed to realize the severe plastic processing of a fine grained Mg-6Bi (B6) alloy at low temperature (<100 °C) to construct a bimodal-grained microstructure composed of ultrafine (<1 μm) and fine grains (1-10 μm). The microstructure and mechanical properties characterization results show that dynamic recrystallization preferentially occurred at the initial grain boundaries of the fine-grained B6 alloy during the multi pass ITF-ECAP processing. Besides a large amount of submicron sized Mg₃Bi₂ phase precipitated during ITF-ECAP processing. As a result, bimodal-grained microstructure consisting of ultrafine grains with an average grain size (AGS) of about 600 nm and fine grain region with an AGS of about 2 μm was successfully constructed in B6 alloy through 4-pass ITF-ECAP processing. The volume fraction of the ultrafine grain region accounts for about 72.5 %. Due to the combined effects of grain-boundary strengthening, precipitation strengthening, dislocation strengthening, and back stress strengthening, the bimodal-grained B6 alloy exhibits excellent strength and ductility, with yield strength and elongation reaching 315.6±3.6 MPa and 22.3±1.0 %, respectively.

Key words: magnesium alloy; equal channel angular pressing; bimodal-grained microstructure; mechanical properties

Corresponding authors: Meng Shuaiju, Ph. D., Associate Researcher, State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, P. R. China, Tel: 15332005165, E-mail: shuaijumeng@163.com; sjmeng@lut.edu.cn.
Cui Min, Ph. D., Lecturer, Research Institute of Reliability of High-end Equipment Materials, Shandong jianzhu University, Jinan 250101, P. R. China, Tel: 18766991903, E-mail: cumin23@sdjzu.edu.cn