

特约专栏

# 镁合金塑性变形过程中锯齿屈服现象的研究进展

李传强<sup>1,2</sup>, 许道奎<sup>2</sup>, 韩恩厚<sup>2</sup>

(1. 东北大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819)

(2. 中国科学院金属研究所 中国科学院核用材料与安全评价重点实验室 辽宁 沈阳 110016)

**摘要:** 在所有工程用金属结构材料中, 镁合金的密度最低, 具有较高的比强度和比刚度。然而, 镁合金在一定的塑性变形条件下会出现明显的“塑性不稳定”现象, 也被称作锯齿屈服(流变)现象或 Portevin-Le Chatelier (PLC) 效应, 主要表现为应力-应变曲线上的锯齿状波动。近年来, 关于镁合金 PLC 效应的研究报道逐年增加。本文将重点介绍镁合金中存在塑性不稳定现象相关的研究进展, 叙述并归纳镁合金 PLC 效应发生的条件、锯齿屈服的特征、合金元素对锯齿屈服现象的影响及对应的理论机制等。最后, 指出目前研究中尚存在的问题, 提出将来的研究重点和发展方向。

**关键词:** 镁合金; Portevin-Le Chatelier 效应; 锯齿流变; 变形机制; 微观组织

**中图分类号:** TG146.22 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2016)11-0809-10

## Research Progress on the Plastic Instability Phenomenon of Magnesium Alloys

LI Chuanqiang<sup>1,2</sup>, XU Daokui<sup>2</sup>, HAN Enhou<sup>2</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. CAS Key Laboratory of Nuclear Materials Safety Assessment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

**Abstract:** Among all the structural metallic materials, magnesium alloys have the lowest density, relatively high specific strength and rigidity. However, under plastic deformation conditions, magnesium alloys can exhibit the phenomenon of plastic instability, i. e. serrated flow or Portevin-Le Chatelier (PLC) effect, showing serrated waves on the stress-strain curves. Recently, research works about the PLC effects of magnesium alloys are widely carried out and increase annually. This paper is mainly concentrated on the research progress on PLC effect of magnesium alloys. The occurring conditions of PLC effect, characteristics of serration, effect of alloying elements on the PLC effect and relevant mechanisms are reviewed. Finally, the existing problems in current studies, research emphasis and direction in the future are also pointed out.

**Key words:** magnesium alloys; Portevin-Le Chatelier effect; serrated flow; deformation mechanism; microstructure

## 1 前言

对于晶体材料而言, 塑性变形是一个复杂非均匀的过程, 且伴随着一系列位错运动的无标量和间歇性的剪切崩塌行为, 其中应力突变的产生主要由剪切带的协同

开动和剪切崩塌所引起的<sup>[1]</sup>。在塑性变形初期, 合金的应力-应变曲线上会出现一个应力平台<sup>[2]</sup>。另外, 在一定塑性变形条件(温度和应变速率)下, Mg、Al 和 Ni 基合金均会出现一种连续的塑性失稳现象, 即整个应力-应变曲线均呈锯齿状波动, 且锯齿波的类型会随着变形条件的变化而变化<sup>[3-10]</sup>。1923 年, Portevin 和 Le Chatelier 首次对这种连续的锯齿屈服现象进行了系统的研究, 并将该屈服现象定义为 Portevin-Le Chatelier (PLC) 效应<sup>[11]</sup>。1984 年, Rodriguez 等归纳了导致 PLC 效应可能的 7 个主要原因<sup>[12]</sup>: ①位错密度的增加; ②可动位错的动态应变时效; ③可动位错有序向无序的转变, 渐变或调整; ④变形孪晶的产生; ⑤位错切割第二相粒子; ⑥材料温度

收稿日期: 2015-10-19

基金项目: 国家重点研发计划资助项目(2016YFB0700505); 国家重点研发计划课题(2016YFB0301105); 科技部 973 项目(2013CB632205)

第一作者: 李传强, 男, 1988 年生, 博士研究生

通讯作者: 许道奎, 男, 1980 年生, 教授, 博士生导师, Email: dkxu@imr.ac.cn

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2016.11.01

的突变或温度的不均匀传递;⑦应力或应变诱导相变。

在众多金属材料中,镁是地壳中储量较多的金属元素之一(2.1 wt%),仅次于铝和铁,居第三位,且镁的密度为铝的 2/3,是最轻的结构用金属结构材料,其比强度高、比刚度、具有优良的导热和导电性能,具有广泛的应用前景<sup>[13-15]</sup>。然而,直到上世纪 50~60 年代,研究人员才发现镁合金中也存在 PLC 效应<sup>[16,17]</sup>,并揭示出 Mg-0.5wt% Th 合金中存在的 PLC 现象只在较高的变形温度条件下出现,但在室温条件下却会消失。可以看出,镁合金中存在的锯齿屈服现象可能与原子气团对可动位错的钉扎作用有关。由于室温下镁合金中的非基面滑移需要的临界剪切应力远高于基面滑移所需的临界剪切应力,所以溶质原子与可动位错之间的交互作用很弱,不足以引起应力的锯齿波动,最终导致锯齿屈服现象的消失。在对含氮量仅为 0.0008~0.0048 wt% 镁单晶材料的研究中<sup>[18]</sup>,Geiselman 等发现只有当材料经高温固溶和 200℃ 时效处理后才出现锯齿屈服现象,且所需的变形温度要在 200℃ 以上,这主要归因于氮原子形成的 Cottrell 气团对可动位错的钉扎作用。同时,Chiao 和 Kossn 等发现镁单晶材料在高温和室温下均能表现出锯齿屈服现象<sup>[19,20]</sup>,且应力下降的幅度随变形温度的降低而变小,表明当进入塑性变形阶段时样品中的位错密度会出现陡然增加。与此类似,Huseby 等也将 Mg-25vol% B 复合材料在拉伸过程中出现的锯齿屈服现象归因于位错密度的陡然增加<sup>[21]</sup>。近年来,Koike 等报道了经等径道挤压(ECAE)制备的 AZ31 镁合金样品在室温拉伸应力-应变曲线上会出现应力平台,并将该现象归因于非基面滑移的启动与晶界的协调作用<sup>[22]</sup>。另外,Agnew 和 Mora 等报道孪晶的大量形成也会促使镁合金在塑性变形时应力的下降<sup>[23,24]</sup>。可以看出,镁合金的锯齿屈服现象可能与位错滑移和孪晶的启动有关。

总体而言,关于镁合金中 PLC 效应的研究起步较晚,远不如铝合金中的那么广泛和深入,且学者们的观点缺乏统一。本文将对迄今有关镁合金 PLC 效应的特征及发生的条件、锯齿屈服的特征和合金元素对锯齿屈服现象的影响及可能的理论机制方面的报道进行归纳和总结。最后,指出目前对镁合金中 PLC 效应研究中尚存在的问题,并对将来的研究重点和方向进行展望。

## 2 锯齿屈服的特征

在对 AZ81 镁合金力学行为的研究中,陈立佳等提出镁合金锯齿屈服现象主要具有 3 个特征<sup>[25]</sup>:①出现负的应变速率敏感性系数;②应力应变曲线在一临界应变点之后出现锯齿型波动;③强度随变形温度的升高无明显

变化或出现应力平台。然而,Stanford 等在研究和对比 Mg-Gd 和 Mg-Al 合金应变速率敏感性时<sup>[26]</sup>,发现两种合金均发生锯齿流变现象,且它们的延伸率在锯齿流变的温度变化区间内基本不变,但在相同流变条件下 Mg-Gd 合金的塑性较低,表明 Mg-Gd 合金的应变速率敏感性系数较负。因此,负的应变速率敏感性系数并不是镁合金发生 PLC 效应的必要条件,但可以影响合金的塑性。Wang 等在研究 Mg-Li-Al 合金的塑性不稳定性时<sup>[27-29]</sup>,发现随着应变速率的升高 Mg-4% Li-1% Al(LA41)合金的锯齿波动幅值会有所减小,但其应变速率敏感性系数会随着流变过程发生正负波动。其中,镁合金中的正应变速率敏感性系数主要归因于<sup>[27]</sup>:应变速率越高,镁合金中启动的孪晶数量就越多,位错与孪晶的交互作用就越强,强度也就会越高。另外,基面的临界剪切应力随着应变速率的提高也会略有增加。由于这些微观强化机制抵消了合金动态应变时效的软化效应,最终使合金表现出正的应变速率敏感性。对于镁合金中负的应变速率敏感系数,主要解释如下<sup>[29]</sup>:在一定的温度和应变速率范围内,溶质原子对高速率运动位错的拖曳作用力小于与低速率运动位错的拖曳作用力,宏观上此作用力的差别便体现为在不同应变速率下流变应力的差异,即在达到同一应变情况下,高应变速率拉伸所需的应力小,而低应变速率拉伸所需的应力大,致使合金的应变速率敏感系数为负。Cai 等发现含 18R 和 14H 长周期相的两种 Mg-10% Dy-1% Zn 合金在发生锯齿流变的温度区间内的应变速率敏感性系数为负,而在其它温度区间为正<sup>[30]</sup>。可见,应变速率敏感性系数的正负与变形条件和合金的化学成分等存在一定的内在联系。

关于镁合金随变形温度增加出现应力平台的特殊现象,已有很多的相关报道。Zhu 等发现 Mg-Y-Nd(WE54)合金在中间变形温度区间内会发生 PLC 效应并出现应力平台<sup>[31]</sup>,且延伸率随温度升高而呈现出正常的递增趋势,如图 1 所示。对于其它镁合金如 AZ81 合金<sup>[25]</sup>,Mg-Gd-Zn 合金<sup>[32]</sup>,Mg-Nd-Zn 合金<sup>[33]</sup>等,研究人员也发现了类似现象。可见,这种应力平台现象的出现除了与位错和溶质原子之间的交互作用有关。当然,孪晶的作用也不容忽视。另外,镁合金在高温变形过程中可以发生动态回复,会对合金的强度和塑性产生一定的影响。Stanford 等研究发现对于含稀土镁合金而言,变形孪晶的启动(低温下)和回复及动态再结晶(高温下)是影响合金塑性的主要因素<sup>[26,34]</sup>。在 200℃ 温度条件下,纯镁、Mg-Al 与 Mg-Gd 合金的变形机制有所不同<sup>[26]</sup>,其中纯镁在该温度下发生了再结晶,Mg-Gd 合金产生了更多的变形孪晶,而 Mg-Al 合金介于两者之间。目前,国内外学者对存在的应力

平台缺乏系统的研究和统一的见解。

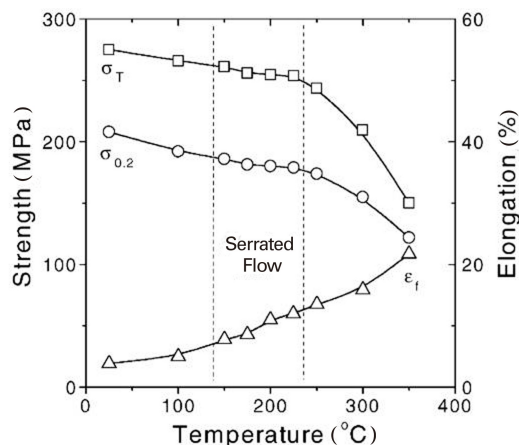


图 1 WE54 合金在应变速率为  $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时的屈服强度  $\sigma_{0.2}$ 、抗拉强度  $\sigma_T$ 、延伸率  $\varepsilon_f$  与温度的关系<sup>[31]</sup>

Fig. 1 Temperature dependence of 0.2% yield strength  $\sigma_{0.2}$ , ultimate tensile strength  $\sigma_T$ , and elongation to fracture  $\varepsilon_f$ .

The strain rate employed is  $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  [31]

通常, 镁合金中锯齿屈服现象的发生往往需要达到一个临界应变值  $\varepsilon_c$ , 主要的解释如下<sup>[25]</sup>: 在固溶体合金中, 溶质原子只能通过空位来进行有效的扩散, 而这种原子扩散所需的空位只能通过一定量的塑性变形来获得。因此, 要出现锯齿流变现象, 就需要达到一个临界应变值, 且临界应变值与应变速率和变形温度有着密切的关系。在对 Mg-0.8% Ca 合金力学行为的研究中, Peng 等发现合金在室温下出现 PLC 效应所需的临界应变会随着应变速率的增高而增加<sup>[35]</sup>。Sha 等发现 Mg-3.5% Li 合金在 0.5 mm/min 的拉伸速率下出现 PLC 效应所需的临界应变值为 6.7%, 而在 5 mm/min 的拉伸速率下对应的临界应变为 9.3%<sup>[36]</sup>。采用声发射技术, Trojanova 等研究了 AZ91 镁合金锯齿流变的临界应变<sup>[37]</sup>, 揭示出林位错的产生会引起变形初期局部小变形带的形成。随着塑性变形的进行, 这些小的变形带会逐渐增多并叠加, 从而增加变形带所引起的局部应变值, 直至出现宏观的锯齿屈服现象。利用公式  $\Delta \varepsilon v_b \geq i$ <sup>[37]</sup>, 可以清楚表达这一过程。式中,  $\Delta \varepsilon$  是变形带引起的局部应变值,  $v_b$  是变形带的移动速率,  $i$  是外加试样的宏观应变速率。当应变值较低时, 异种位错形成的林位错密度较低, 变形带所产生的应变值较小, 不能满足上述公式, 位错将以平滑方式扩展运动。随着应变值的增加, 林位错的密度增大, 临近的小变形带将合并而增加单个变形带所引起的应变值, 直至满足公式。此时, 试样将表现出明显的宏观锯齿效应。

在镁合金锯齿屈服所需的临界应变和温度的关系研究中, Zhu 等发现 WE54 合金在温度为 150 ~ 225 °C 和应变速率为  $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  的条件下具有 PLC 效应, 且对应的临界应变值会随着温度升高而减小<sup>[31]</sup>。采用数值模拟计算方法, Cai 等证明了镁合金中 PLC 效应发生时对应临界应变值随着温度的升高而减小的变化关系<sup>[38]</sup>。另外, Wang 等发现 Mg-2.7% Nd-0.6% Zn-0.5% Zr 合金发生 PLC 效应时对应的临界应变  $\varepsilon_c$  与温度并不是呈简单的线性关系, 而是随着温度的升高先降低后升高<sup>[39]</sup>。可见, PLC 效应对应的临界应变值是由多种因素决定的。基于此, Wang 提出了新的概念, 即溶质原子钉扎位错的临界应变  $\varepsilon_{cp}$  (Critical Strain for Pinning) 和位错脱钉的临界应力  $\sigma_{cu}$  (Critical Stress for Unpinning)<sup>[39]</sup>, 并用示意图清楚表达了溶质原子钉扎位错时对应的临界应变  $\varepsilon_{cp}$ 、位错脱钉时对应的临界应力  $\sigma_{cu}$ 、临界应变  $\varepsilon_c$ 、锯齿波类型和变形温度等之间的关系, 如图 2 所示。其中,  $\varepsilon_{cp}$  值随着温度的升高而降低,  $\sigma_{cu}$  值随着温度的升高而增加。当应力 ( $\sigma$ ) 达到位错脱钉所需的临界应力  $\sigma_{cu}$ , 而应变  $\varepsilon$  小于位错被钉扎所需的临界应变  $\varepsilon_{cp}$  时, 即  $\sigma > \sigma_{cu}$  和  $\varepsilon < \varepsilon_{cp}$ , 如区域 I, 锯齿流变将不能发生, 主要因为此时溶质原子对位错的钉扎很弱。当应变 ( $\varepsilon$ ) 达到位错被钉扎所需的临界应变  $\varepsilon_{cp}$ , 而应力  $\sigma$  小于位错脱钉所需的临界应力  $\sigma_{cu}$  时, 即  $\sigma < \sigma_{cu}$  和  $\varepsilon > \varepsilon_{cp}$ , 如区域 IV, 锯齿流变也不能发生, 主要因为被钉扎的位错很难脱钉。当应变  $\varepsilon$  达到位错被钉扎所需的临界应变  $\varepsilon_{cp}$ , 应力  $\sigma$  也达到位错脱钉所需的临界应力  $\sigma_{cu}$  时, 即  $\sigma > \sigma_{cu}$  和  $\varepsilon > \varepsilon_{cp}$ , 如区域 II 和 III, 锯齿流变才能发生。

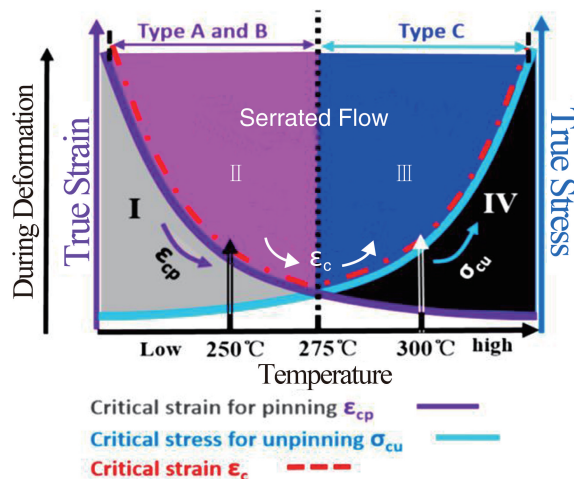


图 2 溶质原子钉扎位错的临界应变  $\varepsilon_{cp}$ , 位错脱钉的临界应力  $\sigma_{cu}$ , 临界应变  $\varepsilon_c$ , 锯齿波类型和变形温度的关系示意图<sup>[39]</sup>

Fig. 2 Diagram of the relationships among critical strain  $\varepsilon_c$ , critical strain for pinning  $\varepsilon_{cp}$ , critical stress for unpinning  $\sigma_{cu}$ , serration types and temperature [39]



### 3 锯齿屈服的条件

镁合金锯齿屈服的发生除了要达到一临界应变外, 还需满足一定的外部条件如变形温度和加载速率等。在研究铸态 Mg-2.7% Nd-0.6% Zn-0.5% Zr (NZ31) 镁合金高温力学行为的过程中<sup>[33]</sup>, Wu 等发现合金在 200 °C 和 250 °C 时表现出明显的锯齿屈服现象, 且延伸率随温度的升高呈现出先升后降的反常现象, 这主要归因于高温变形时锯齿屈服更易引起应力局部集中并导致塑性的降低。当温度低于 200 °C 时, 合金的应力应变曲线上并没有锯齿波动现象, 这主要因为低温下位错运动能力较低, 且时效析出相可以进一步抑制位错的运动。相反, 高温条件下位错运动能力很强, 位错可以切过第二相, 从而导致了 PLC 效应。轧制态 Mg-2.74% Gd-1.06% Zn (GZ31) 合金在 150 ~ 250 °C 中间温度和应变速率为  $1 \times 10^{-4} \sim 1 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  条件下塑性变形时, 将会出现锯齿屈服现象, 但塑性也会有所损失<sup>[32]</sup>。Cai 等发现含长周期相的 Mg-10% Dy-1% Zn 合金也只在应变速率为  $5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$  和变形温度为 150 ~ 250 °C 的条件下, 锯齿屈服现象才会发生<sup>[30]</sup>。对于 Mg-Y-Nd 合金而言, 其 PLC 效应出现需要的应变速率为  $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , 所需的变形温度为 150 ~ 225 °C<sup>[31]</sup>。在对 Mg-4.9% Y-4.2% Nd-0.56% Zr 合金的平面应变压缩和单轴压缩行为的研究中, Azzeddine 等发现合金在两种塑性变形条件下发生 PLC 效应所需的温度为 300 °C 和 400 °C, 所需的应变速率为  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ <sup>[40]</sup>。Wang 等<sup>[41]</sup>发现 T4 和 T6 态 Mg-4% Zn-3% RE (ZE43) 合金仅在 120 ~ 240 °C 温度区间存在锯齿屈服现象, 而其它温度条件下不会出现。当应变速率为  $5 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时, 热挤压 AZ81 镁合金发生 PLC 效应的温度范围为 125 ~ 200 °C, 而当应变速率为  $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时, 合金发生 PLC 效应的温度范围为 150 ~ 200 °C<sup>[25]</sup>。然而, 在对 Mg-3% Al-1% Zn-0.1% RE 合金 PLC 效应的研究中<sup>[42]</sup>, Qiu 等发现当应变速率为  $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时, 合金可在 393 ~ 453 K 的温度区间表现出 PLC 效应, 而当应变速率为  $5 \times 10^{-4} \sim 1 \text{ s}^{-1}$  时, 合金仅在 453 K 温度下出现 PLC 效应。Sha 等对 Mg-3.5% Li 合金的力学行为进行了研究<sup>[36]</sup>, 发现合金在 0.5 mm/min 和 5 mm/min 拉伸速率下具有明显的 PLC 效应, 但在 0.05 mm/min 和 50 mm/min 拉伸速率下拉伸曲线是光滑的, 无 PLC 效应。Hidalgo 等对 Mg-1% Mn-1% Nd (MN11) 合金在中间变形温度 (150 ~ 300 °C) 存在明显的锯齿效应给予了解释<sup>[43]</sup>: HCP 结构的镁合金在中间温度变形,  $\langle c+a \rangle$  位错的启动会引起应力与温度反常的关系, 并计算出在  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  的应变速率下镁合金中的基面、柱面和锥面滑移及孪晶启动所需的临界

剪切应力与温度的关系, 如图 3 所示。可见, 随着温度的升高, 非基面  $\langle c+a \rangle$  位错密度将会增大。因此, MN11 合金的 PLC 效应与非基面  $\langle c+a \rangle$  位错的启动关系很大。

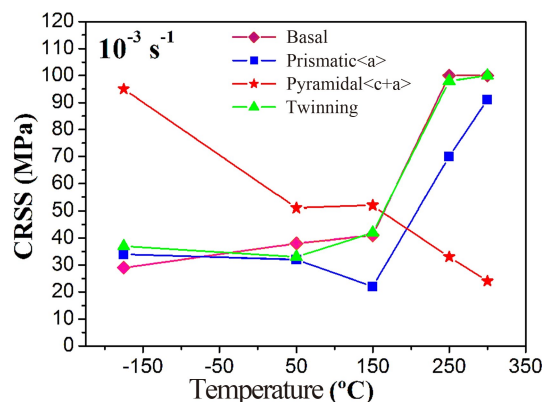


图 3 应变速率为  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  时, 不同变形机制模型的临界剪切应力 (CRSS) 与温度的关系<sup>[43]</sup>

Fig. 3 Critical resolved shear stress (CRSS) values for the different deformation modes at  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  as a function of temperature<sup>[43]</sup>

综上所述, 镁合金往往倾向于在中间变形温度区间内发生 PLC 效应。其原因可做如下解释: 当温度较低时, 溶质原子扩散能力较差, 在位错被障碍物阻碍过程中的停留时间内, 不能形成气团对位错进行有效钉扎。随着变形量的增加或应变速率的提高, 位错将进行平滑地扩展运动, 宏观上应力将不会出现波动。当在中间变形温度区间内塑性变形时, 溶质原子扩散能力增强, 可以对可动位错实施有效钉扎。随着应变速率的升高, 位错将会脱钉, 导致应力的下降, 继而位错可再被钉扎和脱钉。如此往复, 宏观上将表现出锯齿屈服现象。当在高温条件下变形时, 溶质原子气团和位错将一起运动, 位错不容易发生脱钉, 应力不会发生突变, 从而抑制了 PLC 效应。

另外, 早期关于镁合金中存在 PLC 效应的研究主要侧重于应变速率往往小于  $1 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$  的加载条件。然而, 在一些高速运动的物体发生碰撞时, 瞬间应变速率可超过  $1 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ , 材料的变形行为将会发生改变。Feng 等在对 AZ31B 镁合金的高应变速率拉伸行为的研究中<sup>[44]</sup>, 发现当应变速率大于  $1397 \text{ s}^{-1}$  时, 合金的拉伸曲线表现出明显的锯齿波动现象, 且强度和延伸率均明显高于低应变速率条件下的, 如图 4 所示。同样, Hidalgo 等发现 MN11 合金在快速应变速率为  $10^3 \text{ s}^{-1}$  时的锯齿流变效应也很明显<sup>[43]</sup>。Dudamell 等揭示出 MN11 合金在高应变速率条件下基面滑移所需的剪切应力会减小, 且孪晶对 PLC 效应的作用会减弱<sup>[45]</sup>。迄今, 关于镁合金在高应变速率



条件下的锯齿屈服现象的相关研究报道较少, 相关机理性的解释还很缺乏, 与慢应变速率条件下发生锯齿屈服现象的差别尚不清楚。

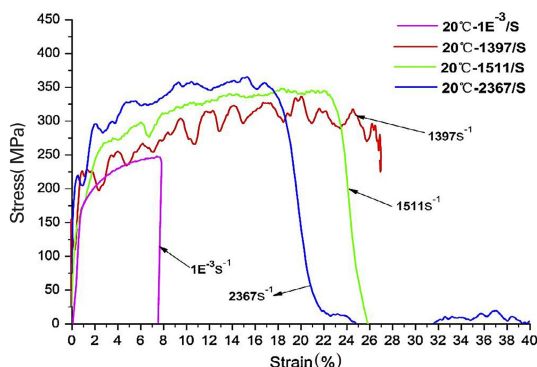


图 4 室温下, AZ31B 合金的动态和准静态拉伸实验的工程应力应变曲线<sup>[44]</sup>

Fig. 4 The engineering stress-strain curves of AZ31B alloys under dynamic and quasi-static tensile tests at room temperature<sup>[44]</sup>

Side view, perpendicular to atom probe tip

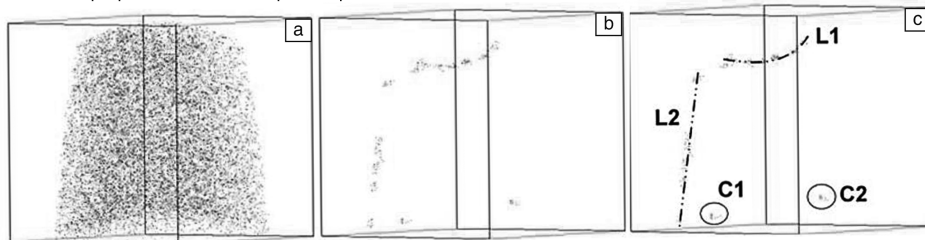


图 5 200 °C 温度下 Mg-1.4Gd 合金应变速率突变后 Gd 元素的三维分布图: (a) 所有 Gd 原子的分布图, (b) ~ (c) 是高浓度 Gd 原子的分布位置<sup>[26]</sup>

Fig. 5 APT reconstruction of the Mg-1.4Gd alloy after strain rate jump tests at 200 °C: (a) image showing all detected Gd atoms, (b) ~ (c) images showing the high concentration locations of Gd atoms<sup>[26]</sup>

在研究不同 Zn 和 Al 元素含量的 Mg-Zn、Mg-Al 和 Mg-Al-Zn 等五种镁合金的力学行为过程中, Corby 等发现仅有 AZ91 镁合金存在锯齿屈服现象<sup>[46]</sup>。可见, Al 和 Zn 的共同作用与 AZ91 合金中存在的 PLC 效应密切相关。Lukács 等对此现象进行了两种机制性解释<sup>[47, 48]</sup>: 一是扩散机制: 即随着 Zn 含量的增加, 柱面滑移的临界剪切应力将明显减小。在塑性变形过程中, 基面位错向柱面双交滑移而形成的林位错密度会有所增加, 致使 Al 原子可通过管扩散机制向位错附近扩散, 从而达到钉扎位错的效果。由于 Zn 原子的半径比 Al 大, Zn 扩散能力相对较差。因此, Al 产生动态应变时效的程度比 Zn 大。二是非扩散机制: 即镁合金在变形过程中基面滑移最先启动, 从而形成基面位错团, 导致应力的局部集中, 继而通过二次滑移(柱面)释放应力而形成林位错。随着塑性变形的进行, 林位错密度不断增加, 穿过此位错林就需更多位错的塞积。同时, 位错林也随着变形的增大而增多, 导致位错源可以释放出更多的位错。若由此引起的微观

除应变速率和变形温度外, 镁合金的晶粒尺寸和合金元素与 PLC 效应的出现也存在着一定的关系, Rodriguze 等<sup>[12]</sup>发现合金的晶粒尺寸越小, 锯齿流变越易发生, 原因为晶粒越小晶界就越多, 可为溶质原子在晶界的偏聚提供更多位置, 最终增强了位错与溶质原子之间的交互作用。

#### 4 合金元素对镁合金 PLC 效应的影响

合金元素加入到镁基体中, 将形成不同浓度的固溶体, 势必会影响到镁合金的 PLC 效应。Stanford 等研究并对比了纯镁、Mg-1.4% Gd 和 Mg-1% Al 三种材料在 200 °C 的变形温度条件下的锯齿流变行为<sup>[26]</sup>。采用三维原子探针技术, 检测了溶质原子的分布, 发现溶质原子 Gd 主要呈线性集中分布(如 L1 和 L2)或呈团簇集中分布(如 C1 和 C2), 如图 5 所示。对不同区域的溶质原子进行定量分析, 表明 Gd 原子在位错处的浓度是基体中的 2 倍以上, 而其它元素(如 Al 和 Mn)却没有明显的聚集现象。

应变速率大于外加的宏观应变速率, 则应力将会出现陡然降低现象。因此, Zn 的作用是促进柱面滑移, 形成更多的林位错, 而 Al 原子可通过扩散机制对位错进行钉扎, 最终致使 AZ91 合金的锯齿屈服现象。

在对溶质原子浓度与 PLC 效应的关系性研究中, Gao 等揭示出不同 Y 含量(0.2, 0.34, 0.86, 1.32 和 1.88 at%)对二元铸态单相 Mg-Y 合金 PLC 效应的影响规律<sup>[49]</sup>。在 250 °C 温度条件下, 几种 Mg-Y 合金均表现出明显的 PLC 效应, 且随着 Y 含量的增多, 锯齿效应越加明显, 如图 6a 所示。Azzeddine 等发现在同样的压缩条件下, WE54 合金的 PLC 效应明显强于 AZ31 合金<sup>[40]</sup>, 如图 6b 所示。可能的解释是: 镁基体中 Y、Nd 溶质原子与位错的交互作用要强于 Al 和 Zn 原子。Stanford 等研究发现 Al 的原子半径比 Mg 小 20%, Gd 的原子半径比 Mg 大 13%, 但 Mg-Gd 合金的锯齿效应却更加明显<sup>[26]</sup>。综上所述, 镁合金中存在的 PLC 效应不是决定于溶质原子/溶剂原子半径差的绝对值, 而是与溶质原子的扩散能力及溶质原子的浓度更为相关。

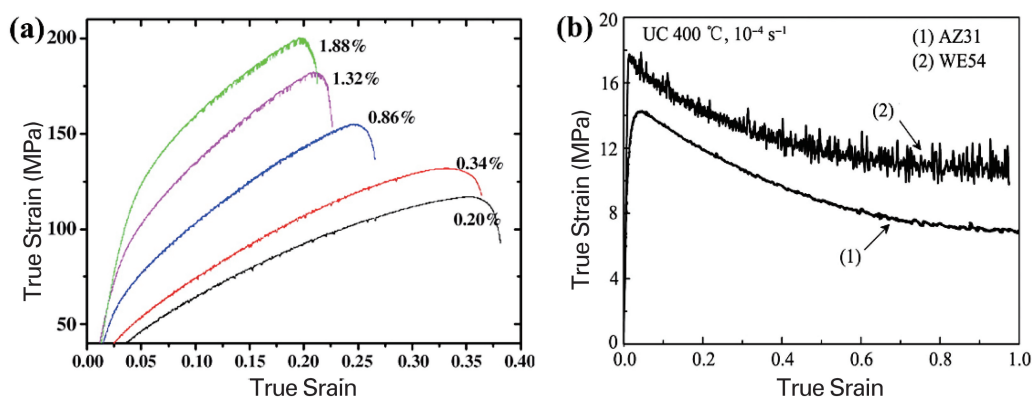


图 6 (a) 当温度为 250 °C, 应变速率为  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  时不同 Y 含量的 Mg-Y 合金的应力应变曲线<sup>[49]</sup>和

(b) 当温度为 400 °C, 应变速率为  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  时 WE54 和 AZ31 合金的流变屈服曲线<sup>[40]</sup>

Fig. 6 (a) Segments of flow curves obtained at 250 °C and a strain rate of  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$  for the Mg-Y alloys, the labels in image

(a) indicate the yttrium concentration in at%<sup>[49]</sup> and (b) stress-strain curves of WE54 and AZ31 alloys at 400 °C and a strain rate of  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ <sup>[40]</sup>

锂是最轻的金属元素, 当加入到镁基体中, 会形成一种最轻的金属材料即 Mg-Li 合金<sup>[10,50-54]</sup>。由于 Li 原子的半径很小, 扩散能力很强, 且 Li 的加入可降低镁合金的  $c/a$  轴比, 有效降低非基面滑移的临界剪切应力。因此, Mg-Li 合金 PLC 效应将会更易发生<sup>[10]</sup>。Mg-Li 合金所具有的独特特点是: 随着 Li 含量的增多, 合金的结构会发生转变<sup>[55,56]</sup>, 即 HCP 结构 (Li: <5.5 wt%) → (HCP+BCC) 结构 (Li: 5.5 ~ 11.2 wt%) → BCC 结构 (Li: >11.2 wt%), 这种相结构的转变对镁锂合金 PLC 效应的影响尚不清楚。通常, Mg-Li 合金发生 PLC 效应的温度区间明显比其它系列镁合金的低, 甚至在低于室温条件下也能发生。可能的解释是: Li 原子的半径很小, 所需的扩散能比其它溶质原子要低, 可在较低温度下发生扩散并产生动态应变时效。对固溶态 Mg-14.3% Li-0.8% Zn 合金的低温度学性能的研究中, Wu 等发现合金在 -25 和 -50 °C 温度条件下具有最明显的 PLC 效应, 且锯齿的幅值最大<sup>[57]</sup>。Li 等发现在高于 100 °C 的变形条件下, 挤压态 Mg-4% Li-6% Zn-1.2% Y 合金的宏观应力应变曲线上将观察不到明显的 PLC 效应<sup>[10]</sup>。另外, 李廷取等发现在 LAZ532-2RE 合金的拉伸曲线中存在两种塑性失稳现象<sup>[58,59]</sup>。其中, 第一种是小锯齿形波动的失稳现象, 第二种是大锯齿形波动的严重失稳现象。对于小锯齿波的出现, 可能是由固溶原子与位错相互作用引起的, 即“动态应变时效”机制。对于大的锯齿波的出现, 可能是由切变孪晶诱发的, 即“孪晶诱导稳态塑性失稳”机制。在研究 Mg-Li-Al 合金的 PLC 效应过程中, Wang 等发现没有锯齿效应的 LA11 合金的声发射信号要弱于具有 PLC 效应的 LA41 合金<sup>[60]</sup>, 其原因 LA41 合金的轴

比  $c/a$  较低, 柱面滑移启动比 LA11 的容易, 较多的滑移系的启动引起了更强烈的声发射信号。在室温变形条件下, 具有较低轴比  $c/a$  的 Mg-Li 合金中基面位错向柱面的双交滑移而导致林位错的形成, 致使 Li 和 Al 等溶质原子可以管道机制进行扩散。另外, 双相结构的镁锂合金往往没有 PLC 效应, 这与两相的协调变形有密切的关系。例如, Xu 等<sup>[8-10,50,53]</sup>研究发现在同样的变形条件下, 单相 Mg-4% Li-(6% Zn-1.2% Y) 合金表现出明显的 PLC 效应, 而 Mg-6% Li-(6% Zn-1.2% Y) 合金却没有 PLC 效应。

## 5 镁合金锯齿屈服现象的理论机制

### 5.1 动态应变时效

通常, 应变时效分为静态和动态应变时效, 前者是合金材料在发生塑性变形时或产生塑性变形后所发生的时效过程; 后者是变形和时效同时发生的过程, 即溶质原子与位错的交互作用<sup>[61]</sup>。在解释 PLC 效应的理论机制中, 动态应变时效是最先被建立的, 也是被学者们广泛接受的。塑性变形时, 位错被溶质原子气团钉扎时, 其密度将会有所增加。当位错挣脱溶质原子的束缚时 (往往这是一个突变过程), 应力将迅速减小。若溶质原子扩散速率与位错的移动速度相当, 则溶质原子可再次对位错实施钉扎, 导致应力再次增加, 继而位错再脱钉, 应力再减小。如此反复, 应力应变曲线就呈锯齿状变化<sup>[62]</sup>。然而, 基于目前的研究技术, 很难直接观察到动态应变时效现象, 而学者们往往利用静态应变时效的试验间接证明动态应变时效的存在。在应变速率为  $0.05 \text{ s}^{-1}$  和变形温度为 200 °C 的静态应变时效条件下, Cai 等<sup>[30]</sup>发现含

18R 长周期相的 Mg-10% Dy-1% Zn 合金在时效 1 ~ 10 min 后出现了明显的屈服点, 即应力值陡然升高, 如图 7 所示。由此说明, 静态应变时效过程中溶质原子会向位错周围聚集, 这也间接说明含 18R 长周期相合金的锯齿流变现象与动态应变时效密切相关。Zhu<sup>[31]</sup> 和 Wu<sup>[32]</sup> 等对 Mg-Y-Nd 和 Mg-Gd-Zn 合金中存在 PLC 效应的解释也采用了类似的方法。

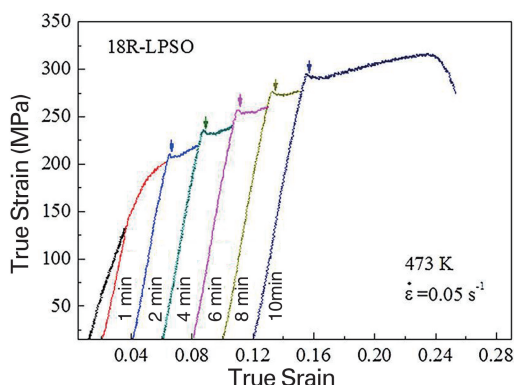


图 7 当温度为 473 K (200 °C), 应变速率为  $0.05 \text{ s}^{-1}$  时, 含 18R-LPSO 相的 Mg-10% Dy-1% Zn 合金静态应变时效后的真应力应变曲线<sup>[30]</sup>

Fig. 7 True stress-strain curves showing the effect of statically aged Mg-10% Dy-1% Zn alloy containing 18R-LPSO at 473 K (200 °C) and a strain rate of  $0.05 \text{ s}^{-1}$  [30]

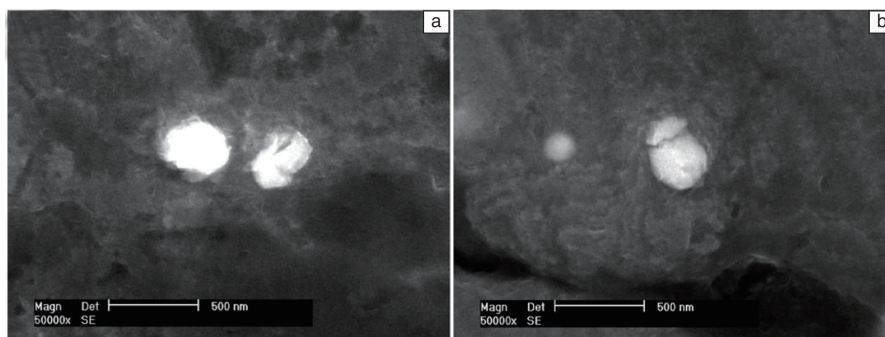


图 8 GZ31 合金的扫描电镜照片: (a) 和 (b) 分别为 200 °C 和  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  的拉伸应变速率条件下应变量为 0.1 时第二相粒子的前后变化情况<sup>[32]</sup>

Fig. 8 SEM micrographs to the secondary phase particles in GZ31 alloy: (a) before and (b) after being tensile deformed to  $\varepsilon=0.1$  at 200 °C and a strain rate of  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  [32]

### 5.3 孪晶的作用

由于密排六方结构的镁合金所具有的独立滑移系较少, 孪晶是其主要的变形机制之一。近年来, 学者们也逐步重视孪晶与镁合金 PLC 效应的关系性研究。Dudamell 等<sup>[45]</sup> 发现 MN11 合金在 200 °C 变形时, PLC 效应最明显, 同时变形孪晶也最多。当 PLC 效应减弱时, 合金中的孪晶数量也减少。李廷取等<sup>[58, 59]</sup> 发现 LAZ532-2RE 合金应力应变曲线中期, 锯齿波幅值较大, 在初期和末期的锯齿波幅值较小, 并对 3 个试样分别在严重锯齿

### 5.2 位错切割第二相

Wang 等认为因位错切割第二相颗粒所导致的 PLC 效应最终也归结为动态应变时效的作用<sup>[41]</sup>。由于位错切割第二相会引起相的快速溶解, 并使溶质原子在位错线周围重新分配, 从而导致动态应变时效的发生, 这个过程也被称作二次动态应变时效。另外, 镁合金中第二相的体积分数、分布、尺寸及其与基体的取向关系等都与 PLC 效应有一定关系<sup>[41]</sup>。通过 DMD (Disintegrated Melt Deposition) 方法, Hassan 等制备出  $\text{Y}_2\text{O}_3$  纳米颗粒强化镁基复合材料<sup>[63]</sup>。在室温条件下, 该镁基复合材料的拉伸曲线表现出明显的 PLC 效应。然而, 经粉末冶金法制备出类似镁基复合材料的锯齿效应却不明显。Qiu 等将 Mg-3% Al-1% Zn-0.1% RE 合金在不同温度和应变速率下表现出的 PLC 效应也归因于位错切割第二相粒子<sup>[42]</sup>。Wu 等<sup>[32]</sup> 发现轧制态 GZ31 合金在 200 °C 拉伸时表现出 PLC 效应, 但经 480 °C 保温 1 h 后, 合金中第二相被固溶, PLC 效应也相应消失, 可能原因是基体中溶质原子过多, 位错不能摆脱气团的束缚, 动态应变时效也很难发生。随后, 再在 300 或 350 °C 温度下进行时效处理, 第二相将大量析出, PLC 效应又会重新出现。这一结果充分说明位错切割第二相是 GZ31 合金中存在 PLC 效应的主要原因。通过对变形后的表面进行微观观察, Wu 等获得了位错切割第二相粒子的直接证据, 如图 8 所示。

屈服前、严重锯齿屈服时、严重锯齿屈服后停载并观察其微观组织的变化, 如图 9 所示。可以看出, 在严重锯齿屈服前几乎没有孪晶, 在严重锯齿屈服时存在少量的孪晶, 在严重锯齿屈服后观察到了大量的孪晶。因此, 大锯齿波的出现主要归因于孪晶的启动和增加。Wang 等<sup>[27]</sup> 发现 LA41 合金经过退火处理, 基体中存在较多的退火孪晶, 但该状态合金却无 PLC 效应, 这主要是因为孪晶可以阻碍位错的运动, 致使动态应变时效和位错切割第二相都不能发生。因此, 合金中预先存在的孪晶可



以抑制 PLC 效应。王聪等<sup>[29]</sup>对变形过程中形成的孪晶与 LA41 合金 PLC 效应的关系进行了研究,发现 LA41 合金在应变速率为  $6.66 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , 应变量分别为 4.5%, 10% 和 17% 时, 变形孪晶并未随应变量的增加而增多, 说明变形孪晶并不是引起 LA41 合金塑性不稳定的直接起因。Zhu 等<sup>[31]</sup>发现 Mg-Y-Nd 合金在 150 ~ 225 °C 温度

条件下出现 PLC 效应, 但从变形 3% 的微观组织中发现, 在没有出现 PLC 效应的室温条件和表现明显 PLC 效应的 200 °C 温度条件下合金中均存在滑移带和孪晶, 说明孪晶和 PLC 效应没有必然关系。综上所述, 早期报道的关于孪晶与镁合金 PLC 效应的关系存在一定矛盾性, 关于其中的机理性解释至今尚未有深入的报道。

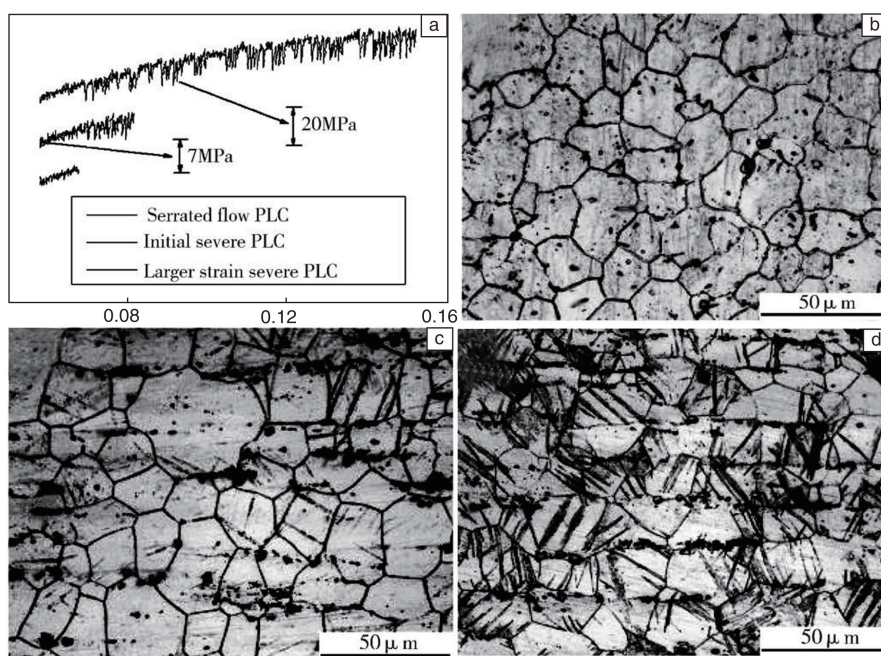


图9 (a) LAZ532-2RE 合金以应变速率  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  进行的分段拉伸曲线, (b) 严重锯齿屈服前对应的微观组织, (c) 严重锯齿屈服时对应的微观组织, (d) 严重锯齿屈服后对应的微观组织<sup>[58]</sup>

Fig. 9 (a) Step-tensile curves of LAZ532-2RE alloy tested at a strain rate of  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , (b) initial microstructure before the occurrence of serrated flow PLC effect, (c) microstructure corresponding to the occurred severe PLC effect, (d) microstructure after severe PLC effect<sup>[59]</sup>

#### 5.4 其它

镁合金 PLC 效应的发生需要满足一定的温度条件, 而在高温变形条件下位错可挣脱溶质原子的束缚, 同时动态再结晶也易于发生。因此, Azzeddine 等将 WE54 镁合金在 400 °C 的高温变形下表现的 PLC 效应归因于不连续动态再结晶<sup>[40]</sup>。在对含 14H 长周期相 Mg-10% Dy-1% Zn 合金中 PLC 效应的研究中, Cai 等发现在静态应变时效过程中合金的屈服点无明显突变现象<sup>[30]</sup>, 进一步微观分析表明合金的锯齿屈服现象主要与 {10-12} 晶面处形成的微裂纹有关, 如图 10 所示。

## 6 结 语

轻质镁基合金材料的 PLC 效应无论在时域还是空域上都是一个复杂的过程, 也是材料科学前沿领域中的热门研究课题。在塑性变形时因 PLC 现象所产生的变形带会造成镁合金板面上的带状痕迹, 影响板材的外观, 限

制了其在功能和结构件中的应用。目前, 虽然学者们对镁合金 PLC 效应的研究逐渐增多, 但仍存在一些至今尚未阐明的问题, 如 PLC 效应宏观剪切带的形成、演化与传播机理, 变形带的宽度与试件厚度的关系, 孪晶与 PLC 效应的关系等。鉴于此, 对镁合金 PLC 效应的认识还需要从以下 5 个方面进行深入研究: ①随着实验技术的发展, 对 PLC 变形带的空间观察要多样化, 发展三维数字成像技术, 提高动态观测精度; ②研究试件的几何尺寸对锯齿波及变形带的分布、空间形貌、传播特性等的影响; ③对动态应变时效微观过程的直接实验观察, 动态应变时效是原子位错尺度上伴随变形的动态微观过程, 位错的运动和溶质原子气团的形成是关键, 可借助透射电镜的附件装置, 观察不同成分与处理状态的镁合金在不同加载条件下位错的运动情况, 获取动态应变时效的位错运动特点; ④孪晶的启动对不同成分与处理状态镁合金 PLC 效应的影响规律及机理分析; ⑤探究抑制镁合

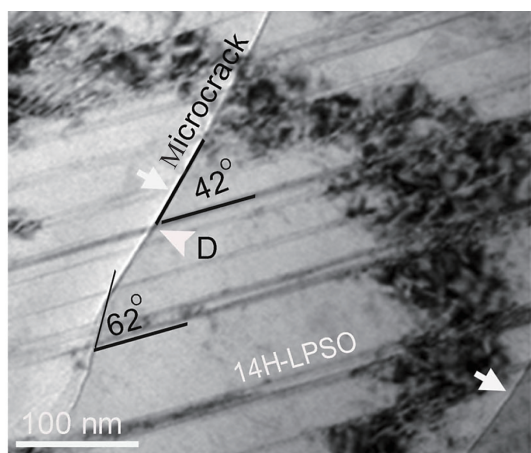


图 10 含 14H-LPSO 相 Mg-10% Dy-1% Zn 合金的透射电镜照片, 表明在锯齿屈服过程中形成了微裂纹并与 14H-LPSO 相呈一定角度<sup>[30]</sup>

Fig. 10 TEM micrograph of Mg-10% Dy-1% Zn alloy containing 14H-LPSO phases, indicating some micro-cracks and 14H-LPSO phases intersected with each other during the serrated flow<sup>[30]</sup>

金 PLC 效应的加工工艺或适当的处理方法, 改变 PLC 效应发生的条件, 将其转移到材料服役区域以外, 以达到抑制 PLC 效应的效果。

## 参考文献 References

- [1] Bian Xilei (卞西磊), Li Jie (李洁), Wang Gang (王刚). *Materials China* (中国材料进展) [J], 2014, 33(5): 265-269.
- [2] Luders W. *Dingler's Polytechnisches Journal* (Fourth Series) [J], 1860(5): 18-22
- [3] Zhemchuzhnikova D A, Lebyodkin M A, Lebedkina T A, et al. *Materials Science & Engineering A* [J], 2015 (639): 37-41.
- [4] Fu S H, Cheng T, Zhang Q C, Qi H, et al. *Acta Materialia* [J], 2012(60): 6650-6656.
- [5] Cai Y L, Tian C G, Fu S H, et al. *Materials Science & Engineering A* [J], 2015(638): 314-321.
- [6] Maj P, Zdunek J, Gizynski M, et al. *Materials Science & Engineering A* [J], 2014 (619): 158-164.
- [7] Xu Daokui(许道奎), Li Chuanqiang(李传强), Han Eenhou(韩恩厚), et al. *Materials China* (中国材料进展) [J], 2016, 35(3): 146-153.
- [8] Yin Miao(尹淼). *Dissertation for Masterate* (硕士论文) [D]. Shenyang: Shenyang Aerospace University, 2013.
- [9] Zu Tingting(祖婷婷). *Dissertation for Masterate* (硕士论文) [D]. Beijing: University of Science and Technology Beijing, 2013.
- [10] Li C Q, Xu D K, Zu T T, et al. *Journal of Magnesium and Alloys* [J], 2015(3): 106-111.
- [11] Portevin A, Le Chatelier F. *Comptes Rendus de l'Académie Sciences* [J], 1923(176): 507-510.
- [12] Rodriguez P. *Bull. Materials Science* [J], 1984, 6(4): 653-663.
- [13] Xu Y B, Xu D K, Shao X H, et al. *Acta Metall Sin (Engl Lett)* [J], 2013, 26(3): 217-231.
- [14] Xu D K, Han E H. *Progress in Natural Science: Materials International* [J], 2012, 22(5): 364-385.
- [15] Xu D K, Liu L, Xu Y B, et al. *Acta Materialia* [J], 2008(56): 985-994.
- [16] Couling S L. *Acta Metallurgica* [J], 1959 (7): 133-134.
- [17] Keni K G, Kelly A. *Journal of the Japan Institute of Metals* [J], 1965 (93): 536-542.
- [18] Geiselman D, Guy A G. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* [J], 1959 (215): 814-820.
- [19] Chiao W F, Gordon R B. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* [J], 1966 (236): 658-663.
- [20] Koss D A, Gordon R B. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME* [J], 1966 (236): 1185-1193.
- [21] Huseby I C, Hsu S E, Mcnelley T R, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A* [J], 1975, 6 (11): 2005-2008.
- [22] Koike J, Kobayashi T, Mukai T, et al. *Acta Materialia* [J], 2003 (51): 2055-2065.
- [23] Agnew S R, Horton J A, Lillo T M, et al. *Scripta Materialia* [J], 2004 (50): 377-381.
- [24] Mora E, Garces G, Onorbe E, et al. *Scripta Materialia* [J], 2009, 60 (9): 776-782.
- [25] Chen Lijia(陈立佳), Mao Liang(茆亮), Zhang Siqian(张思倩), et al. *Journal of Shenyang University of Technology*(沈阳工业大学学报) [J], 2008, 30 (4): 419-423.
- [26] Stanford N, Sabirov I, Sha G, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A* [J], 2010 (41A): 734-743.
- [27] Wang C, Li Z Q, Xu Y B, et al. *Journal of Materials Science* [J], 2007 (42): 3573-3579.
- [28] Wang C, Xu Y B, Li Z Q, et al. *Materials Letters* [J], 2006 (60): 2941-2944.
- [29] Wang Cong(王聪), Xu Yongbo(徐永波), Han Enhou(韩恩厚). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报) [J], 2006, 42 (2): 191-194.
- [30] Cai X C, Fu H, Guo J X, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A* [J], 2014 (45A): 3703-3707.
- [31] Zhu S M, Nie J F. *Scripta Materialia* [J], 2004 (50): 51-55.
- [32] Wu D, Chen R S, Han E H. *Materials Science and Engineering A* [J], 2012 (532): 267-274.
- [33] Wu D, Chen R S, Ke W. *Materials and Design* [J], 2014 (58): 324-331.
- [34] Stanford N, Sha G, Xia J H, et al. *Scripta Materialia* [J], 2011 (65): 919-921.
- [35] Peng Q, Fu H, Xiao W L. *Metallurgical and Materials Transactions A* [J], 2013 (44A): 4469-4474.
- [36] Sha G Y, Liu T, Yu T, et al. *Procedia Engineering* [J], 2012 (27): 1216-1221.
- [37] Trojanova Z, Caceresb C H. *Scripta Materialia* [J], 2007 (56):

- 793–796.
- [38] Cai M C, Niu L S, T. Yu, *et al. Materials Science and Engineering A* [J], 2010 (527): 5175–5180.
- [39] Wang W H, Wu D, Shah S S A, *et al. Materials Science & Engineering A* [J], 2016 (649): 214–221.
- [40] Azzeddine H, Bradai D. *Journal of Rare Earths* [J], 2013, 31 (8): 804–810.
- [41] Wang Y, Zhang X N, Cao N Z, *et al. Journal of Materials Science* [J], 2007 (42): 2630–2632.
- [42] Qiu W, Han E H, Liu L. *Journal of Materials Science and Technology* [J], 2009 (25): 441–444.
- [43] Hidalgo–Manrique P, Herrera–Solaz V, Segurado J, *et al. Acta Materialia* [J], 2015 (92): 265–277.
- [44] Feng F, Huang S Y, Meng Z H, *et al. Materials and Design* [J], 2014 (57): 10–20.
- [45] Dudamel N V, Hidalgo – Manrique P, Chakkedath A, *et al. Materials Science & Engineering A* [J], 2013 (583): 220–231.
- [46] Caceres C H, Rovera D M. *Journal of Light Metals* [J], 2001 (1–3): 151–156.
- [47] Akhtar A, Teghtsoonian E. *Acta Metallurgical* [J], 1969 (17): 1351–1356.
- [48] Lukac P, Czech. *Journal of Physics* [J], 1981(B31): 130–132.
- [49] Gao L, Chen R S, Han E H. *Journal of Alloys and Compounds* [J], 2009 (472): 234–240.
- [50] Xu D K, Li C Q, Wang B J, *et al. Materials and Design* [J], 2015 (88): 88–97.
- [51] Xu D K, Wang B J, Li C Q, *et al. Materials and Design* [J], 2015 (69): 124–129.
- [52] Xu D K, Han E H. *Scripta Materialia* [J], 2014 (71): 21–24.
- [53] Xu D K, Zu T T, M Yin, *et al. Journal of Alloys and Compounds* [J], 2014 (582): 161–166.
- [54] Xu D K, Liu L, Xu Y B, *et al. Scripta Materialia* [J], 2007 (57): 285–288.
- [55] Nayeb–Hashemi A A, Clark J B. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams* [J], 1984 (5): 365–374.
- [56] Gasior W, Moser Z, Zakulski W, *et al. Metallurgical and Materials Transactions A* [J], 1996 (27A): 2419–2428.
- [57] Wu S K, Chien C, Yang C S, *et al. Materials Science & Engineering A* [J], 2014 (605): 33–38.
- [58] Li Tingqu(李廷取), Liu Xiangling(刘祥玲), Meng Fanyan(孟凡岩), *et al. Journal of Jilin Institute of Chemical Technology*(吉林化工学院学报)[J], 2013, 30 (11): 59–61.
- [59] Li T Q, Liu Y B, Cao Z Y, *et al. Journal of Alloys and Compounds* [J], 2011 (509): 7607–7601.
- [60] Wang C, Xu Y B, Han E H. *Journal of Metallurgy* [J], 2012: 1–5.
- [61] Qian Kuangwu(钱匡武), Li Xiaoqi(李效琦), Xiao Lingang(萧林钢), *et al. Journal of Fuzhou University (Natural Science)* (福州大学学报(自然科学版))[J], 2001, 29 (6): 8–23.
- [62] Fang Xiya(方西亚). *Thesis for Doctorate*(博士论文) [D]. Changsha: Central South University, 2009.
- [63] Hassan S F. *Materials Science and Engineering A* [J], 2011 (528): 5484–5490.

(编辑 吴琛)