

## LA41 镁合金的 PLC 效应及其解释 \*

王 聪<sup>1,2)</sup> 徐永波<sup>1)</sup> 韩恩厚<sup>2)</sup>

1) 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

2) 中国科学院金属研究所环境腐蚀中心, 沈阳 110016

**摘 要** 通过单向拉伸实验在 LA41 镁合金中观察到了 PLC(Portevin-Le Chatelier) 效应. 在整个实验的应变速率范围 ( $3.33 \times 10^{-4} \sim 6.66 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ) 内这种塑性不稳定性始终存在. 合金的抗拉强度和屈服强度随应变速率的增加而减小, 其应变速率敏感系数始终为负值, 且该不稳定性总是在一个临界应变之后出现. 基于以上特征, 运用动态应变时效 (dynamic strain aging, DSA) 机制, 即形变过程中溶质原子与可动位错的交互作用, 解释了所观察到的力学现象.

**关键词** 镁合金, PLC 效应, 动态应变时效, 应变速率敏感系数

中图法分类号 TG146.2

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2006)02-0191-04

## PLC EFFECT AND ITS EXPLANATION OF LA41 MAGNESIUM ALLOYS

WANG Cong<sup>1,2)</sup>, XU Yongbo<sup>1)</sup>, HAN Enhou<sup>2)</sup>

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

2) Environmental Corrosion Center, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: WANG Cong, Tel: (024)23971833, Fax: (024)23903126, E-mail: congwang@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.50371089)

Manuscript received 2005-06-07, in revised form 2005-08-29

**ABSTRACT** Uni-axial tensile deformation of LA41 magnesium alloy has been carried out and PLC (Portevin-Le Chatelier) effect, also known as serrated flow or plastic instability, is observed. This kind of alloy exhibits negative strain rate sensitivity (SRS) at room temperature, that is, SRS is negative at the strain rate range from  $3.33 \times 10^{-4}$  to  $6.66 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  at ambient temperature. Both ultimate stress ( $\sigma_b$ ) and 0.2% proof stress ( $\sigma_{0.2}$ ) decrease with increasing strain rate, whilst critical strain ( $\epsilon_c$ ) of serrated flow is found to rise with enhancing strain rate. A new explanation for this unusual phenomenon is presented. The model of dynamic strain aging (DSA) is established though diffusion of solute atoms to mobile dislocations, which are temporarily arrested at obstacles. Such interaction renders the movement of mobile dislocations more difficult, consequently, necessitates the required force to overcome the obstacles.

**KEY WORDS** magnesium alloy, PLC effect, dynamic strain aging, strain rate sensitivity

PLC(Portevin-Le Chatelier) 效应在许多有着重要工业应用背景的合金中均有报道. 由于该现象为一连续的应变局域化过程, 故在合金的应力-应变曲线上表现为塑性不稳定性或锯齿状波动; 宏观上, 则造成变形件塑性的降低和表面的凸凹化. 因此, 一般来说, 应尽量避免这种塑性不稳定性在结构合金中出现.

Mg-Li 合金因其超低密度 (仅为  $1.3 \text{ g/cm}^3$ , 是已知

的密度最低的金属结构材料)、高比密度、高比刚度以及良好的阻尼和电磁屏蔽性能, 而成为近年来研发和应用的热点, 与之相关的基础研究也不断增多; 而 Al, Zn, Ag 等元素的添加将有效地提高该合金的力学性能<sup>[1]</sup>.

迄今为止, PLC 效应的研究多集中在 fcc<sup>[2-4]</sup> 结构的合金当中, 在 hcp 结构合金中尚少见报道. Zhu 等<sup>[5]</sup> 观察到 WE54 合金的锯齿状波动, Corby 等<sup>[6]</sup> 则在商用 AZ91 镁合金中观察到类似现象. 本文报道了 hcp 结构 Mg-Li-Al 合金的 PLC 效应和负的应变速率敏感系数的出现, 并对之进行了合理的探讨. 旨在为理解 hcp 结构合金的这种塑性不稳定性, 并为拓展 Mg-Li 合金的应用提供一些新的思考.

\* 国家自然科学基金资助项目 50371089

收到初稿日期: 2005-06-07, 收到修改稿日期: 2005-08-29

作者简介: 王 聪, 男, 1982 年生, 硕士生

1 实验方法

实验合金的名义成分 (质量分数, %, 下同) 为: Mg 95, Li 4 和 Al 1. 以纯度为 99.6% 的 Mg 锭、99.9% 的 Li 棒和 99.7% 的 Al 锭为原料, 采用低碳钢坩埚真空感应熔炼制备. 合金铸锭在 300 °C 挤压成横截面为 10 mm×1 mm 的板材, 挤压比为 8 : 1. 之后经 350 °C, 60 min 退火处理后空冷.

拉伸实验在 MTS-858 Mini Bionix 实验机上进行, 拉伸温度为 20 °C. 拉伸试样采用标距为 25 mm、直径为 5 mm 的圆柱状试样, 取样方位为材料的横截面方向. 初始应变速率分别为  $3.33 \times 10^{-4}$ ,  $6.66 \times 10^{-4}$ ,  $3.33 \times 10^{-3}$  和  $6.66 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ . 对同一拉伸速率下的实验分别取 2 个试样, 以确保实验的可靠性. 金相观察采用 Leica MEF4M 型金相显微镜. 所用浸蚀剂为苦味酸 + 醋酸 + 蒸馏水 + 酒精, 比例为 1 : 10 : 10 : 50, 浸蚀时间为 30 s. X 射线衍射仪型号为 Rigaku D/max-rA, 采用  $\text{CuK}\alpha$  辐射, 管电压为 50 kV, 管电流为 100 mA, 扫描步进为  $0.02^\circ$ , 扫描范围为  $20^\circ\text{--}85^\circ$ .

2 实验结果

图 1 是在室温及 4 种不同初始应变速率  $\dot{\epsilon}$  下所得到的应力 - 应变曲线. 图 2 示出抗拉强度和屈服强度随应变速率的变化情况. 从图可见, 随着应变速率的增加, 试样的抗拉强度 ( $\sigma_b$ ) 和屈服强度 ( $\sigma_{0.2}$ ) 呈明显下降趋势; 各“锯齿”之间的间隔 ( $\Delta\epsilon$ ) 也随应变速率增加而增大, 即在应变速率低的拉伸条件下“锯齿”密集, 而在高的应变速率下“锯齿”稀疏 (图 1). 根据 Baird<sup>[7]</sup> 的分类, 此种“锯齿”为 A 类波动. 与其它镁合金一样, LA41 合金的应力 - 应变曲线上无显著屈服点存在, 但 PLC 效应总是出现在临界应变点 ( $\epsilon_c$ ) 之后.  $\epsilon_c$  随应变速率升高而增加 (见图 3).

LA41 合金的应变速率敏感系数  $n$  可由下式获得:

$$n = \Delta\sigma / \Delta \ln \dot{\epsilon} \quad (1)$$

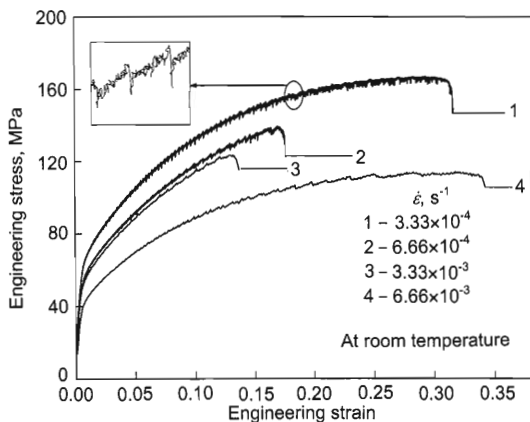


图 1 不同应变速率下的应力 - 应变曲线

Fig.1 Stress-strain curves under different strain rates ( $\dot{\epsilon}$ ) for LA41 magnesium alloy annealed at 350 °C for 60 min

式中,  $\sigma$  为流变应力, 此处定义为 1% 应变处的真应力. 图 4 给出了  $\sigma\text{--}\dot{\epsilon}$  关系, 由此可知  $n$  恒为负值. 根据 PLC 效应的经典解释<sup>[8-10]</sup>, 负的应变速率敏感系数为动态应变时效 (DSA) 的主要标志, 换言之, LA41 合金中的 PLC 效应的控制机制很可能是动态应变时效机制.

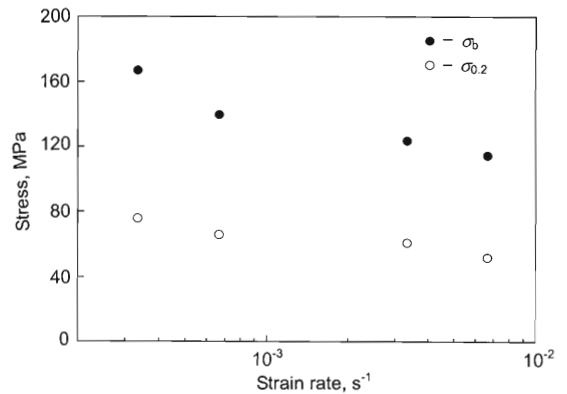


图 2 抗拉强度和屈服强度随应变速率的变化情况

Fig.2 Variations of ultimate tensile strength ( $\sigma_b$ ) and 0.2% proof stress ( $\sigma_{0.2}$ ) with strain rate for the LA41 magnesium alloy annealed

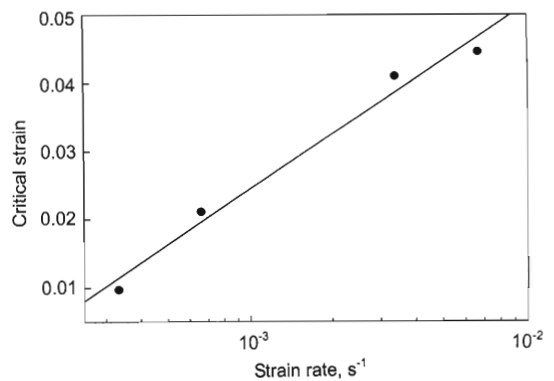


图 3 临界应变随应变速率的变化情况

Fig.3 Variations of critical strain ( $\epsilon_c$ ) with strain rate ( $\dot{\epsilon}$ ) for the annealed LA41 alloy

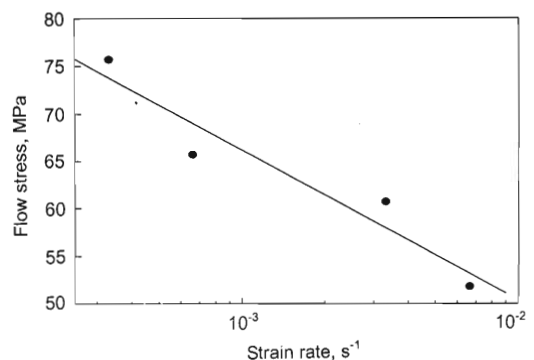


图 4 LA41 合金的流变应力与应变速率的关系

Fig.4 Flow stress vs strain rate of LA41 alloy with negative rate sensitivity

### 3 讨论

Gilman<sup>[11]</sup> 和 Lloyd 等<sup>[12]</sup> 认为, 位错在形变过程中的运动是不连续的. 当可动位错和溶质原子的运动能力可以匹配时, 可动位错将由于障碍 (主要是林位错) 的存在而做短时停留<sup>[13]</sup> (见图 5). 之后, 由于热起伏的作用, 可动位错将挣脱阻力, 直至遇到下一障碍. 对于这样一个过程, 可动位错的平均位移速率  $\bar{v}$  可以表示为

$$\bar{v} = \frac{L}{t_w + t_f} \quad (2)$$

式中,  $L$  为障碍物之间的平均距离,  $t_w$  为可动位错在障碍处的停留时间,  $t_f$  为其在阻碍物间的行进时间. Gills 等<sup>[14]</sup> 指出, 一般情况下,  $t_w$  要比  $t_f$  高出几个数量级, 即  $\bar{v}$  主要取决于  $t_w$ . 则式 (2) 可以近似表达为

$$\bar{v} \approx \frac{L}{t_w} \quad (3)$$

由于溶质原子的扩散作用, 可动位错附近的溶质原子将通过管道扩散的方式向可动位错迁移. 若  $t_w$  足够长, 则会造成沿可动位错附近溶质原子的富集, 使得可动位错被溶质原子“锁住”, 从而加剧了可动位错移动的困难. 可动位错被“锁住”的临界条件可以表示为

$$t_w = t_a \quad (4)$$

式中,  $t_a$  为“锁住”可动位错的溶质原子所需的有效扩散时间.

一般说来, 若在塑性变形初期,  $t_w < t_a$ , 则可动位错不可能被“锁住”, 应力-应变曲线仍将光滑. 随着形变的进行, 空位浓度将急剧增加, 溶质原子的扩散能力得到进一步的提高,  $t_a$  将显著减小; 同时, 由于位错的不断增殖,  $t_w$  也会得到相应的增加. 这样一来, 必然存在一个临界应变  $\epsilon_c$  使得  $t_w = t_a$ . 此时, 未被“锁住”的可动位错必须在较高的应力作用下方可增殖. 显然, 此过程应为一重复进行的过程, 其宏观表现便是应力-应变曲线的锯齿状和试样表面的“凹凸化”. 图 6 示出  $t_w$  与  $t_a$  随应变  $\epsilon$  的变化趋势.

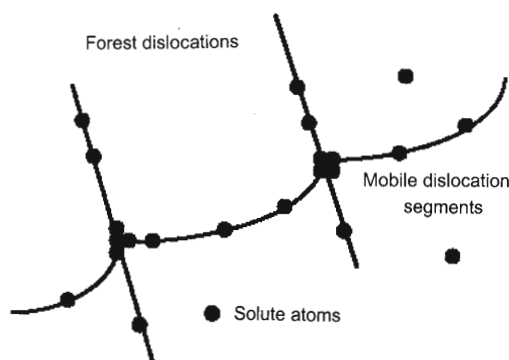


图 5 动态应变时效 (DSA) 模型图示<sup>[6]</sup>

Fig.5 Schematic of dynamic strain aging (DSA) causing PLC effect<sup>[6]</sup>

对于镁合金来说, Li 的大量加入将有效地降低基体的轴比 ( $c/a$ ), 因此棱柱面滑移更容易开动<sup>[15]</sup>. 在 LA41 合金中, 通过基面位错向棱柱面的双交滑移而产生大量的密度随应变而增加的林位错段. 由 Mg-Li-Al 三元合金相图<sup>[16]</sup> 可知, LA41 合金在室温下以 Mg 基固溶体 ( $\alpha$  固溶体) 的形式存在, 这就使得 Li 和 Al 等作为溶质原子以管道机制扩散成为可能.

McCormick<sup>[17]</sup> 就 PLC 效应的临界应变 ( $\epsilon_c$ ) 和应变速率 ( $\dot{\epsilon}$ ) 之间的关系建立了如下的公式:

$$\epsilon_c^{m+\beta} = A\dot{\epsilon}\exp(Q/kT)/4b \quad (5)$$

式中,  $A$  为常数,  $b$  为 Burgers 矢量模,  $Q$  为溶质原子的扩散激活能,  $m$  和  $\beta$  分别为空位浓度  $c_v$  ( $c_v = k\epsilon^m$ ) 和可动位错密度  $\rho$  ( $\rho = N\epsilon^\beta$ ) 公式中的常数. 显然, 在同一温度下,  $\epsilon_c$  随  $\dot{\epsilon}$  的增加而增加 (见图 3). 由计算得出  $m + \beta$  的值为 4.68, 此值与在其它固溶合金中得到的数值<sup>[4,5]</sup> 比较接近.

LA41 合金的负应变速率敏感系数可做如下解释: 由于溶质原子对可动位错的拖曳作用 (drag effect)<sup>[18,19]</sup>, 在一定的温度和应变速率范围内, 其与高速率的可动位错的作用力要小于其与低速率运动的可动位错之间的作用力; 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流变应力小, 而低应变速率拉伸所需的流变应力大, 此即为负的应变速率敏感系数.

为了检验孪晶是否对塑性不稳定性起到了了一定的作用, 将 LA41 合金室温拉伸 ( $\dot{\epsilon} = 6.66 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ ) 到应变  $\epsilon$  分别为 4.5%, 10% 和 17% 处后卸载, 观察这 3 种应变对应的显微组织 (如图 7). 从图可见, 孪晶的密度并未随应变的增加而增大, 依然维持在低水平. 这说明孪晶可能不构成 LA41 合金塑性不稳定性有效起因.

值得注意的是, 位错对合金中析出相的切割作用也可能造成 PLC 效应的出现<sup>[2,3,20]</sup>. 而由对 LA41 合金的 X 射线衍射 (XRD) 的分析结果 (图 8) 可知, 该合金中

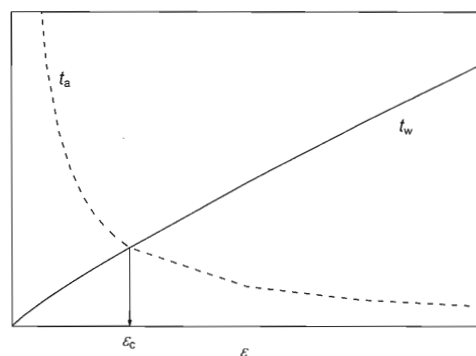


图 6  $t_w$  与  $t_a$  随应变  $\epsilon$  变化关系图

Fig.6 Dependences of  $t_w$  and  $t_a$  on strain ( $t_w$ —holding time of mobile dislocation at obstacle,  $t_a$ —diffusion time of solute atoms to lock the mobile dislocation)

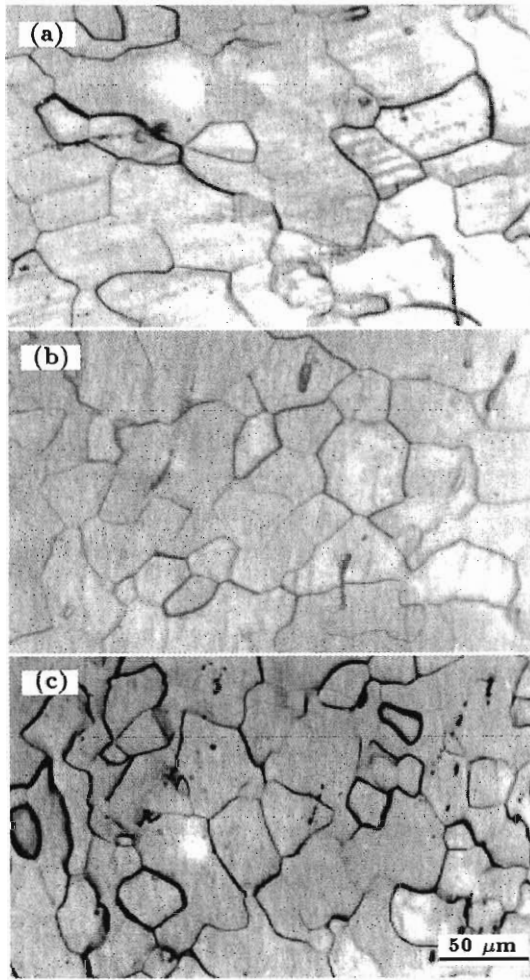


图7 拉伸到不同应变处的 LA41 合金的金相组织

Fig.7 Metallographs of LA41 alloy stretched to strains of  $\epsilon=4.5\%$  (a),  $\epsilon=10\%$  (b) and  $\epsilon=17\%$  (c) under the strain rate of  $6.66 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$  at room temperature, the twinning densities no obviously changed with increasing strain

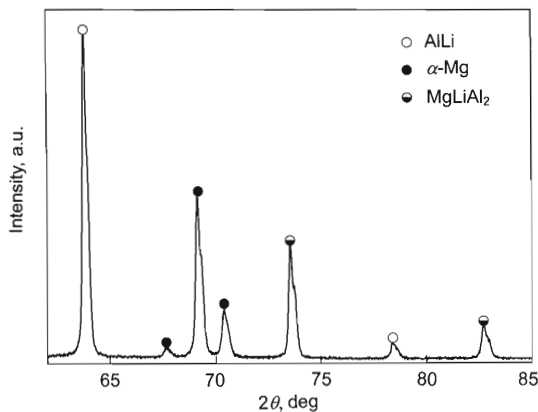


图8 轧制态 LA41 合金的 XRD 图

Fig.8 XRD pattern of as extruded LA41 alloy

存在着  $\text{AlLi}$  和  $\text{MgLiAl}_2$  等析出相。目前本工作正在对 LA41 的微观结构进行深入的分析, 以期进一步阐明 PLC 效应的起因。

#### 4 结论

室温下, 在  $3.33 \times 10^{-4} \sim 6.66 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$  的初始应变速率范围内观察到了 LA41 镁合金的 PLC (Portevin-Le Chatelier) 效应。

PLC 效应的临界应变随应变速率的增加而增加, 其抗拉强度和屈服强度则呈现相反的变化。

基于在整个应变速率范围内合金的应变速率敏感系数为负, 且塑性不稳定性出现在一明显的临界应变之后这一事实, 运用动态应变时效机制解释了实验中所观察到的现象。

#### 参考文献

- [1] Rinnovatore J V, Schwartz M. *J Inst Met*, 1963-1964; 92: 188
- [2] Wu X, Zhang J H, Liu J L, Jin T, Xu Y B, Hu Z Q. *Mater Sci Eng*, 2002; A325: 478
- [3] Wang Z G, Liu W, Xu Y B, Zhang T Y, Zhang Y. *Scr Metall Mater*, 1994; 31: 1513
- [4] Zhang C B, Wang H X, Wang J Y, Lai Z H. *Acta Metall Sin*, 1985; 21: A261  
(张彩碚, 王洪祥, 王继尧, 赖祖涵. 金属学报, 1985; 21: A261)
- [5] Zhu S M, Nie J F. *Scr Mater*, 2004; 50: 51
- [6] Corby C, Caceres C H, Lukac P. *Mater Sci Eng*, 2004; A387-389: 22
- [7] Baird J D. *Inhomogeneities of Plastic Deformation*. Metals Park, Ohio: ASM; 1973: 191
- [8] Penning P. *Acta Metall*, 1972; 20: 1169
- [9] Schlipf J. *Acta Metall Mater*, 1992; 40: 2075
- [10] van Den Brink S H. *Phys Status Solidi*, 1975; 30a: 469
- [11] Gilman J J. *J Appl Phys*, 1965; 36: 3195
- [12] Lloyd D J, Worthington P J, Embury J D. *Philos Mag*, 1970; 21: 1147
- [13] Bross S, Hähner P, Steck E A. *Comput Mater Sci*, 2003; 26: 46
- [14] Gills P P, Gilman J J, Taylor J W. *Philos Mag*, 1969; 20: 279
- [15] Ahmadieh A, Mitchell J, Dorn J E. *Trans AIME*, 1965; 233: 1130
- [16] Levinson D W, McPherson D J. *Trans ASM*, 1955; 48: 689
- [17] McCormick P G. *Acta Metall*, 1972; 20: 351
- [18] Hirth J, Lothe J. *Theory of Dislocations*. New York: Wiley, 1982: 575
- [19] Brechet Y J M, Purdy G R. *Scr Metall Mater*, 1990; 24: 1831
- [20] Kumar S, McShane H B. *Scr Metall Mater*, 1993; 28: 1149