

# 镁合金晶粒细化方法研究进展

张玲<sup>1,2</sup>, 李英龙<sup>2</sup>

(1. 宁夏理工学院机械工程学院, 宁夏石嘴山 753000; 2. 东北大学材料科学与工程学院, 辽宁沈阳 110819)

**摘要:** 由于镁合金的Hall-Petch常数比铝合金大, 所以晶粒细化对其综合力学性能的改善有很大的影响。通过评述镁合金晶粒细化方法, 包括液态凝固过程的细化晶粒法, 如异质形核法、快速冷却法、附加振动法、半固态成形晶粒细化法等, 和固态成形过程的细化晶粒法, 如等通道转角挤压技术、高压扭转技术、大应变轧制技术等, 详细阐述了镁合金晶粒细化的研究进展、力学性能提高的途径和镁合金晶粒细化的机理, 为进一步研究和开发绿色高效的镁合金晶粒细化技术提供参考。

**关键词:** 镁合金; 晶粒细化; 液态凝固; 固态成形; 研究进展

镁及镁合金材料因具有高的比强度和比刚度, 良好的铸造、减震、切削加工和电磁屏蔽性能, 以及资源丰富、可回收性等一系列优点, 在现代的航空航天、军工机械装备制造、汽车交通、数码电子产品等诸多领域被广泛应用<sup>[1]</sup>。随着世界范围内能源的日益枯竭和环境污染日趋加重, 镁合金作为目前最轻的金属结构材料, 其密度为1.74 g/cm<sup>3</sup>, 只有铝密度的2/3、钢密度的1/4, 这一特性对减轻汽车重量, 节约能源消耗有着重要意义, 因此镁合金被喻为21世纪的绿色工程材料<sup>[1-3]</sup>。但因镁合金自身的密排六方(HCP)晶体结构对称性低, 在室温下只有两个独立的滑移系, 导致其塑性变形能力较差且合金强度较低, 难以满足制造机械承力构件的要求, 这大大限制了镁合金在工业领域的发展和应<sup>[4-6]</sup>。

在金属材料中, 晶粒尺寸对材料的力学性能、疲劳性能、物理化学性能有着极其重要的影响。根据Hall-Petch关系式:

$$\sigma_s = \sigma_0 + Kd^{1/2} \quad (1)$$

式中:  $\sigma_s$ 为材料屈服强度;  $\sigma_0$ 、 $K$ 为常数;  $d$ 为晶粒平均尺寸。

可知, 平均晶粒尺寸越细小, 材料的屈服强度将越大<sup>[7]</sup>。获得亚微米甚至纳米结构材料能够最大地增加材料的屈服强度。且通过晶粒细化不仅能提高材料的强度, 还能提高材料的塑性, 便于材料的塑性加工。研究表明, 镁合金Hall-Petch常数值很大(280~320 MPa· $\mu\text{m}^{0.5}$ ), 是一般体心立方和面心立方晶体结构金属的数倍, 比铝合金(68 MPa· $\mu\text{m}^{0.5}$ )高3倍。因此, 晶粒细化能更有效地提高镁合金的力学性能<sup>[7-8]</sup>。晶粒细化可使镁合金组织均匀, 防止裂纹、缩孔等缺陷产生, 消除阳极氧化处理时的冰花状缺陷, 改善表面处理的外观质量, 消除枝晶偏析组织, 缩短后续热处理时间等, 能够提高材料的力学性能、抗蠕变性能、耐腐蚀能力和抗热裂性能及塑形加工性能等<sup>[9-11]</sup>, 因此晶粒细化是改善镁合金组织和性能的重要途径。

目前镁合金晶粒细化方法主要分为两类。一类是液态凝固过程细化晶粒法, 主要有添加合金元素细化法也称化学细化法, 快速冷却凝固法也称热控法, 附加振动法及半固态成形法也称动力学细化法; 第二类是以塑性变形过程为代表的固态成形细化晶粒法, 主要有锻造、挤压、轧制、拉拔等常规塑性变形成形方法和等通道转角挤压、高压扭转、大应变轧制等大塑性变形成形方法等。

作者简介:

张玲(1983-), 女, 博士生, 研究方向为镁合金凝固及成形技术与装备。

电话: 15121929297, E-mail: 120844967@qq.com

通讯作者:

李英龙, 男, 博士生导师, 教授。电话: 13998842767, E-mail: liyl@mail.neu.edu.cn

中图分类号: TG146.2<sup>+</sup>2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2019)11-1195-09

基金项目:

国家自然科学基金(11574043; U1760105)。

收稿日期:

2019-04-23 收到初稿,

2019-06-11 收到修订稿。

## 1 液态凝固过程的细化晶粒法

液态凝固过程的细化晶粒法是通过改变晶核的数量或晶体生长线速度,一般情况下是在少量添加剂的作用下,或快速冷却凝固以及各种物理作用下,控制金属或合金的凝固过程从而获得等轴状晶粒组织的处理过程。主要包括添加合金元素、快速冷却凝固、附加振动及半固态成形等方法。

### 1.1 添加合金元素细化法

镁合金在进行液态熔体浇注前,通过在合金熔体中加入合金元素或合金化合物作为晶粒细化剂或孕育剂,即通过所谓变质处理或孕育处理的方法,在合金熔体进行冷却凝固的过程中,形成异质形核的晶核,产生非均匀形核,增加晶体形核数量,提高形核率从而达到细化晶粒的目的工艺方法,也称化学细化法。

晶粒细化机理通常是根据添加合金元素的不同有异质形核颗粒促进形核,提高形核率,从而细化晶粒尺寸,合金元素在凝固过程中会在固/液界面富集,抑制晶粒的生长,促进成分过冷,提高熔体中的过冷度,促进异质形核等<sup>[12]</sup>。如Zr与Mg具有相同的晶体结构,Mg-Zr合金在液态凝固时,会析出 $\alpha$ -Zr作为结晶时的非自发形核的核心,因而可细化晶粒。毛萍莉等<sup>[8]</sup>研究结果表明,在镁合金中加入0.5%~0.8%Zr,其晶粒细化效果最好。Li等<sup>[13]</sup>研究了含Zr稀土镁合金Mg-Y-Nd-Gd(WE54)的凝固行为,结果表明Zr在合金中起异质形核的作用,正如前所述,Zr和Mg具有相同类型的晶体结构,这使得 $\alpha$ -Zr颗粒在镁合金中成为完美的晶粒形核剂,因而合金晶粒尺寸从295 $\mu\text{m}$ 细化到83 $\mu\text{m}$ ,显微组织由大量细小的等轴状晶粒组成。Mg-Zn系合金的晶粒容易长大,Zr则被认为是Mg-Zn系合金最有效的晶粒细化元素,因此工业Mg-Zn系合金中均添加一定量的Zr<sup>[8]</sup>。如ZK51(Mg-4.5Zn-0.7Zr)<sup>[14]</sup>、ZK60<sup>[15]</sup>(Mg-6Zn-0.5Zr)、Mg-RE-Zn-Zr(Mg-RE-Zr)等<sup>[16-18]</sup>。

曾小勤等<sup>[19]</sup>在Mg-9Al-0.5Zn-0.1Be基础上添加了0.5%Ca,使合金组织显著细化,且Ca含量越高,细化效果越明显。晶粒细化机制为首先形成的 $\text{Al}_2\text{Ca}$ 相抑制了凝固后期晶粒的长大,从而使合金组织细化,并且 $\text{Al}_2\text{Ca}$ 相的数量越多,细化效果就越明显。Yuan等<sup>[20]</sup>在Mg-Al-Zn-Si合金中加入Sb元素后,生成了一种新相 $\text{Mg}_3\text{Sb}_2$ 可作为初生 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 相的非均质形核的核心,使粗大汉字状的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 初生相演变成了细小弥散分布的 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 颗粒,成功起到了钉扎晶界的作用,使Mg-5Al-1Zn-1Si合金的组织得到明显细化,有效提高了合金的高温力学性能。袁广银等<sup>[21]</sup>在AZ91镁合金中加入Sb元素后,合金组织中生成了 $\text{Mg}_3\text{Sb}_2$ 化合物,因其具有六

方晶体结构可作为 $\alpha$ -Mg异质形核的核心,从而促进合金晶粒细化。

B加入Mg-Al系合金后生成了具有密排六方结构的高熔点化合物 $\text{AlB}_2$ 相,此相可作为 $\alpha$ -Mg的异质形核核心,从而显著细化了基体晶粒,改善了镁合金的力学性能。如向AZ91合金中加入0.01wt.%B后合金晶粒尺寸由120 $\mu\text{m}$ 细化到30 $\mu\text{m}$ 左右,继续增加B含量则导致晶粒粗化。B加入AZ91-0.5%Sr合金后,合金的晶粒尺寸由原来的平均晶粒尺寸约125 $\mu\text{m}$ 降低到约80 $\mu\text{m}$ <sup>[22]</sup>。王顺成等<sup>[23]</sup>将Al-5Zr-1.8B细化剂添加到AZ91D镁合金中,当加入0.2%的Al-5Zr-1.8B时,AZ91D镁合金中的 $\alpha$ -Mg晶粒细化为120 $\mu\text{m}$ ,与未添加时相比,AZ91D镁合金平均晶粒尺寸下降了63.4%,分析发现,在Al-5Zr-1.8B细化剂中含有大量细小均匀的 $\text{ZrB}_2$ 粒子,此 $\text{ZrB}_2$ 粒子为高熔点化合物,其晶体结构与Mg相同同属密排六方结构,二者晶格常数非常接近,与Mg的点阵错配度为5.11%,可以很好地充当 $\alpha$ -Mg晶粒的有效异质形核的核心,起到细化晶粒的效果。文献研究表明,V可有效细化Mg-Zn合金组织晶粒,但晶粒细化机制尚待澄清<sup>[24]</sup>。

稀土元素(RE)在镁合金中的应用较为广泛,Mg-RE系相图显示RE在Mg中形成有限固溶体,产生细小的 $\text{Mg}_3\text{RE}$ 和 $\text{Mg}_{12}\text{RE}$ 粒子。稀土元素在固液界面前富集引起成分过冷,阻碍 $\alpha$ -Mg晶粒长大,促进了晶粒的细化<sup>[8]</sup>。袁付庆等<sup>[25]</sup>研究表明,在镁合金中添加微量的稀土元素Ce、Nd、Y、Er和Sc等可以细化镁基体组织,改善组织结构,改进第二相的形态、数量和分布状态,提高镁合金的强度及高温稳定性。例如镁合金中加入Ce元素,使合金的晶粒尺寸从未加入前的30 $\mu\text{m}$ 下降到10 $\mu\text{m}$ 。第二相的形貌从原来的针状、网状结构变成弥散分布的颗粒状,主要原因是Ce的加入引起的成分过冷,达到了晶粒细化的效果。但是过量添加稀土元素,凝固过程中过剩的稀土元素会形成大量的合金化合物,释放出大量的结晶潜热,降低液态金属的过冷度,造成晶粒细化效果下降,甚至造成镁合金基体组织晶粒粗大现象,导致合金性能下降。在AZ91镁合金中加入0.9%Y元素后,合金铸态组织明显细化,主要是Y元素与Mg同样具有六方晶体结构,因此Y可作为 $\alpha$ -Mg异质形核的核心,从而促进晶粒细化<sup>[26]</sup>。

### 1.2 快速冷却凝固法

一般合金结晶时的过冷范围内,过冷度越大,晶粒越细小。因此通过改变合金结晶过程中的凝固条件,增加熔体的冷却速度,提高液体金属过冷能力,增加结晶过程的形核率,即过冷度增加,使合金的形核率的增长率大于晶核的长大速度的增长率,使得刚形成的晶核来不及长大便已经凝固成形,进而获得细

化的初生晶粒的过程,也称热控法。

快速凝固时的冷却速度很快,一般在 $10^4 \sim 10^9$  K/s下便使液态合金冷却凝固成固态。快速凝固技术会增大合金元素在镁基体中的固溶度,可以使密排六方晶体结构的镁在室温下的塑性变形能力增加,能显著细化镁合金晶粒组织,促进细小弥散的沉淀相形成,消除偏析抑制孪晶的形成,提高合金的室温和高温力学性能和抗腐蚀性能。一些快速冷却凝固镁合金还呈现出超塑性的特性,在 $150\text{ }^\circ\text{C}$ 下就可以超塑成形<sup>[11]</sup>。例如采用快速凝固技术可使镁合金的晶粒尺寸细化为 $0.3 \sim 0.5\ \mu\text{m}$ ,同时弥散相的晶粒尺寸细化到 $5 \sim 70\ \text{nm}$ ,细小的弥散粒子分布在晶内和晶界上,起到钉扎位错运动的作用。还可将常规铸造镁合金的室温抗拉强度值提高 $40\% \sim 60\%$ ,屈服强度提高 $52\% \sim 98\%$ <sup>[27]</sup>。朱建<sup>[28]</sup>采用快速凝固/粉末冶金(RS/PM)技术制备了高强度 $\text{Mg}_{92}\text{Zn}_{3.2}\text{Y}_{4.8}$ 镁合金,其室温屈服强度和抗拉强度分别为 $511\ \text{MPa}$ 和 $552\ \text{MPa}$ 。白雅等<sup>[29]</sup>采用快速凝固结合往复挤压及正挤压制备了ZK60合金,结果表明,合金组织由 $\alpha$ -Mg和 $\text{MgZn}_2$ 相组成,且组织细小均匀,在晶内和晶界附近分布着的更加细小弥散第二相颗粒,其中 $\alpha$ -Mg晶粒尺寸被细化为 $1 \sim 2\ \mu\text{m}$ 。有学者采用RS/PM技术制备了纳米 $\text{SiC}_p$ 增强 $\text{Mg}_{98}\text{Zn}_{0.8}\text{Y}_{1.2}$ 复合材料,材料的硬度和强度显著提高,但塑性降低。将RS/PM技术与低温挤压技术相结合,制备了超高强AZ80合金,且合金微观组织结构与挤压温度有关,挤压温度越低,组织晶粒越细小。

马国峰<sup>[30]</sup>等研究了快速凝固工艺对AZ91镁合金腐蚀性能的影响,结果表明,快速凝固AZ91镁合金具有更好的耐腐蚀性能。主要因为通过快速凝固技术, $\beta$ - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相的晶粒尺寸变得细小,均匀连续分布在细小的 $\alpha$ -Mg晶界上,有效阻碍了腐蚀的进行。冯晓春<sup>[31]</sup>研究了AZ31镁合金急冷快速凝固条件下的枝晶生长,结果发现由于快速凝固的冷速较大,合金元素的固溶度增加,枝晶生长和共晶体的析出被抑制,快速凝固组织为细小均匀的等轴状 $\alpha$ -Mg单相固溶体组织,晶粒尺寸被细化到 $300\ \text{nm}$ 。赵聘等<sup>[32]</sup>对AZ91D镁合金采用磁悬浮真空吸铸快速冷却后,合金组织的 $\alpha$ -Mg枝晶随冷却速度的加快明显细化,枝晶团尺寸由 $200\ \mu\text{m}$ 降到 $20\ \mu\text{m}$ 左右。 $\beta$ - $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相则由块状变为沿晶界分布的连续网状,网格细小密集,且随着冷却速度加快,Mg-Al合金的耐蚀性明显提高。Shuai等<sup>[33]</sup>研究了ZK60镁合金的激光快速冷却凝固过程,结果发现,通过快速凝固可均匀和细化合金组织,使 $\text{Mg}_7\text{Zn}_3$ 相沿 $\alpha$ -Mg的晶界均匀分布,提高了激光熔融ZK60合金的耐腐蚀性。Willbold等<sup>[34]</sup>通过快速凝固技术和往复挤压技术获得了细小均匀的 $\text{Mg-6.0Zn-1.0Y-0.6Ce-0.6Zr}$ 合金组织,

研究了其生物降解行为和生物相容性。结果发现,材料对成骨细胞的存活和增殖没有毒性,动物试验表明,该材料具有良好的生物相容性,是一种非常具有发展前景的生物可降解材料。

### 1.3 附加振动法

附加振动细化晶粒法主要是在凝固过程中采用附加机械振动/搅拌、施加气泡搅拌、超声波振动或电磁振动等措施,用外力诱发熔体振动,使已生长的粗大枝晶溶解或破碎形成大量细小的形核核心,达到细化晶粒的目的,也称动力学细化法。在合金凝固过程中施加电磁场,利用Lorentz力使液态金属发生对流,获得均匀的温度场和浓度场,可以减少偏析、细化晶粒、降低甚至消除镁合金的热裂倾向<sup>[35]</sup>。

陈旭等<sup>[36]</sup>研究发现未施加振动时,合金熔体的充型能力差,施加机械振动后,合金熔体的充型能力明显增加,铸造组织的晶粒细化效果显著,力学性能明显提高。王元庆等<sup>[37]</sup>研究发现,机械振动能使AZ91D镁合金晶粒明显细化,大幅提高AZ91D消失模铸件试样的力学性能。郭峰等<sup>[38]</sup>研究发现,采用超声振动能缩短凝固时间,使凝固冷却速率加快,当进行超声连续处理、超声功率为 $600\ \text{W}$ 、水冷时对镁合金的细化效果最好。马彦彬等<sup>[39]</sup>研究了电磁搅拌工艺对Mg-Zn-Y-Mn合金显微组织和力学性能的影响,结果表明,施加电磁搅拌后溶质偏析现象消除了,合金凝固组织由等轴状树枝晶组成,晶粒尺寸被细化为 $18.1\ \mu\text{m}$ ,合金抗拉强度和伸长率分别提高到 $265\ \text{MPa}$ 和 $16.3\%$ 。

### 1.4 半固态成形细化晶粒法

半固态成形技术是在20世纪70年代初被提出的,利用了金属从液态向固态或固态向液态转变时固液共存的特性,在合金相图的固-液温度区间范围内完成成形过程的。即金属在凝固过程中采用超声波搅拌<sup>[40-42]</sup>、电磁搅拌<sup>[43-45]</sup>、气泡搅拌<sup>[46-47]</sup>及应变诱导熔化激活等手段进行强力搅拌或挤压变形,使枝晶组织被破碎成球状或椭球状颗粒状的非枝晶结构组织,从而达到细化晶粒的目的。半固态成形技术具有节能高效,铸造缺陷少,组织均匀细小等优点。

王翠芳等<sup>[40]</sup>研究了超声振动对半固态AZ61镁合金微观组织的影响,结果发现,将合金熔体控制在适当的温度便可获得细小均匀的半固态组织,随着超声功率的增加,晶粒尺寸明显细化,形状趋于圆整。Fang等<sup>[41]</sup>采用超声振动(UV)制备了 $\text{Mg-6Zn-1.4Y}$ 合金半固态浆料,研究了UV对微观结构演变和力学性能的影响,发现初生的 $\alpha$ -Mg相和团聚的第二相化合物颗粒被显著细化了,在凝固后期有大量细小的I相准晶颗粒析

出,合金经过6 W/mL的超声处理后力学性能最佳,与未施加超声处理的试样相比,其屈服强度、极限抗拉强度及伸长率分别提高了18.3%、14.9%和55.5%。

Wang等<sup>[43]</sup>通过电磁搅拌制备Mg-2.5at.%Gd-Zn合金后发现,合金晶粒尺寸从680  $\mu\text{m}$ 细化到150  $\mu\text{m}$ ,最终得到了较为圆整的初生颗粒均匀悬浮于液相的非枝晶半固态组织。Yao等<sup>[44]</sup>对Mg-Li-Al-Zn合金进行电磁搅拌后发现, $\alpha$ 相由长条状转变为近球状, $\beta$ 相弥散分布于 $\alpha$ 相周围,经电磁搅拌后,其抗拉强度从172 MPa提高到195 MPa,伸长率由10.65%提高到25.75%。

Zhang等<sup>[46]</sup>提出采用气泡搅拌法制备AZ91-2%Ca(AZX912)合金半固态浆料的方法与技术原型,结果表明,能在30 s内制备出 $\alpha$ -Mg初生相颗粒,成功获得了平均尺寸小于50  $\mu\text{m}$ 、平均圆整度大于0.7的合金半固态浆料。作者发现气泡搅拌过程中, $\alpha$ -Mg初生相在熔体中直接形核生成,其生长形貌取决于气体流量,随气体流量增大,搅拌强度和紊流强度逐渐增大, $\alpha$ -Mg初生相的形貌呈现从树枝晶到蔷薇晶再到球状晶的演变过程。采用气泡搅拌制备半固态浆料结合流变挤压铸造工艺,能显著细化 $\alpha$ -Mg相和第二相晶粒尺寸,明显改善AZ91-2wt.%Ca合金的力学性能。气流的增加使合金半固态浆料初生 $\alpha$ -Mg颗粒的细化和球化,从而降低了变形过程的应力集中,使流变挤压铸造AZX912合金样品的延展性得到改善。Zhang等<sup>[47]</sup>采用气泡搅拌法制备AZ91D镁合金半固态浆料时发现,随着气体流量的增加, $\alpha$ -Mg初生相平均颗粒尺寸从119.1  $\mu\text{m}$ 降至77.2  $\mu\text{m}$ ,气泡搅拌中形成的非枝晶 $\alpha$ -Mg初生相颗粒是枝晶破碎和熔体形核综合作用的结果,随着冷却速度的增加, $\alpha$ -Mg初生相平均颗粒尺寸从105  $\mu\text{m}$ 降至68.1  $\mu\text{m}$ ,过高或过低的冷却速率都会诱导初生 $\alpha$ -Mg相的枝晶生长。

综上所述,在液态成形过程中,晶粒的细化机理主要以提高形核率和抑制晶粒长大来达到细化晶粒目的,合金晶粒尺寸的大小与晶粒的形核及长大有关。因此,可通过提高合金凝固过程中的形核率和阻碍晶粒长大来细化合金晶粒,而合金的凝固过程一般都是异质形核,所以,探索研究更加经济有效、绿色环保的晶粒细化剂尤其重要。

## 2 固态成形细化晶粒法

固态成形细化晶粒法也称形变处理法,是指对固态镁合金施加外力,如传统的轧制、挤压、锻造,以及近年来发展较快的大塑性变形(SPD)技术,如等通道转角挤压(ECAP)技术、高压扭转(HPT)技术、多向锻造技术(MDF)、累积叠轧技术(ARB)及大应变轧制(LSR)技术等。大塑性变形技术具有强烈

的晶粒细化能力,主要是通过对镁合金施加较大的剪切塑性变形或挤压变形,使材料内部晶粒在较大的应变作用下直接将材料内部的组织细化到亚微米(晶粒尺寸为100 nm~1  $\mu\text{m}$ 的超细晶尺度)乃至纳米级(晶粒尺寸小于100 nm)<sup>[48-49]</sup>。与液态凝固过程相比,固态成形过程可以消除铸造缺陷,使组织均匀分布细化晶粒,提高材料综合性能。传统的塑性变形技术变形量小,对镁合金晶粒细化效果有限,这里重点论述大塑性变形晶粒细化技术。

### 2.1 等通道转角挤压技术

等通道转角挤压(Equal channel angular processing, ECAP)技术是Segal及其合作者<sup>[50]</sup>在20世纪80年代初提出的,到了90年代ECAP作为一种能够获得超细晶粒的强烈塑性变形方法而得到进一步的发展与应用。ECAP工作过程是采用一个通道转角为90°或120°的模具,试样通过模具上口放入挤压通道内,再对试样施加一定的压力,如此通过多次重复挤压,使合金材料不断发生剪切变形,达到组织晶粒细化,改善合金综合力学性能的目的。ECAP技术最显著的特征是变形前和变形后坯料的截面尺寸不变,因而可以使材料不断发生重复的剪切塑性变形,从而在材料内部得到超细晶粒组织,这也是ECAP区别于传统的挤压和轧制变形的重要特征。目前,ECAP技术是开发最早,在不改变材料横截面积下制备高性能超细晶材料非常有效的SPD方法,也是最有希望获得大块体超细晶材料的大塑性变形方法<sup>[51]</sup>。

康志新<sup>[52]</sup>等对Mg-1.5Mn-0.3Ce镁合金经ECAP变形后,晶粒尺寸明显得到细化,经6道次ECAP变形后晶粒尺寸由26.1  $\mu\text{m}$ 细化至1.2  $\mu\text{m}$ ,且细小的第二相粒子 $\text{Mg}_{12}\text{Ce}$ 弥散分布于晶内及晶界处。力学性能测试结果表明,由于镁合金变形组织变化作用的影响,合金的强度随着晶粒尺寸的减小呈现出先增大后减小的趋势,这与Hall-Petch呈相悖关系。Li等<sup>[53]</sup>采用ECAP对ZK60合金挤压8道次后,得到了细小均匀的等轴状组织,平均晶粒尺寸约为0.8  $\mu\text{m}$ 。Huang等<sup>[54]</sup>将ECAP应用到新能源领域,研究了ECAP挤压道次及挤压路径对AZ61镁合金的储氢、放氢能力的影响,结果表明,AZ61镁合金经过ECAP B<sub>c</sub>路径(试样每道次挤压后按照同一个方向旋转90°)8道次挤压后晶粒细化效果最好,储氢和放氢能力最大。Martynenko等<sup>[55]</sup>研究了WE43镁合金ECAP前后的力学性能变化,结果表明,经ECAP后合金组织晶粒被细化为0.7~1  $\mu\text{m}$ ,金属间化合物 $\text{Mg}_4\text{Nd}_5$ 被细化到了0.41~0.45  $\mu\text{m}$ ,其极限抗压强度(UTS)、屈服强度(YS)及伸长率分别提高到300 MPa、260 MPa和13.2%。

Liu等<sup>[56]</sup>研究了多道次ECAP对 $\text{Mg}_{88}\text{Y}_5\text{Zn}_4$ 合金组织

和力学性能的影响，结果发现合金在ECAP挤压过程中发生了动态再结晶，且经4道次挤压后晶粒尺寸减小明显，达到0.8 μm，晶粒分布均匀并呈等轴晶特征。随着ECAP应变量的增加，α-Mg基体上分布的层片状18R-LPSO相（18R长周期相）主要经历了如图1所示的细化过程<sup>[56]</sup>：初始细小层片状结构→弯曲并扭折层片状结构→破碎成板条状→细小的颗粒状结构。经16道次挤压后，由于合金特殊的显微组织结构，其抗拉强度为530 MPa，伸长率为17.1%。这是因为18R-LPSO相的存在促进了α-Mg基体组织的动态再结晶形核，弯曲扭折的18R-LPSO相附近形成了细小的动态再结晶晶粒，随着应变量继续增加，18R-LPSO相被扭折破碎成2 μm的细小片状颗粒，均匀弥散分布在α-Mg基体中，有效阻碍了位错的运动。

Lu等<sup>[57-58]</sup>对含LPSO相的Mg<sub>97.1</sub>Zn<sub>1</sub>Gd<sub>1.8</sub>Zr<sub>0.1</sub>铸态合金在375℃下进行多道次的ECAP变形，揭示了第二相及LPSO相的演变过程及其尺寸分布对力学性能的影响。随着应变量的增加，β-Mg<sub>5</sub>（Gd，Zn）共晶相由粗大网状的骨架结构被剪切成碎片状，并沿着剪切方向被拉长→硬脆的β相被继续破碎成颗粒状→更细小的颗粒状并均匀分布在α-Mg基体上。同时，在镁基体

晶粒内部分布的LPSO相先后经历了初始细小层片状→弯曲层状结构→扭折并破碎→细小的LPSO结构单元，如图2所示<sup>[58]</sup>。经16道次挤压后，合金最终的显微组织由细小均匀的α-Mg完全再结晶晶粒、细小的颗粒状的β相及弥散分布的细小LPSO结构单元组成。力学性能测试结果表明，合金经16道次挤压后极限抗拉强度（UTS）、屈服强度（YS）及伸长率最大分别为387 MPa、324 MPa和23.2%，与铸态合金相比分别提高了92.5%、100%和364%。

目前，ECAP是一种有效的镁合金晶粒细化方法，不仅细化基体晶粒，对金属间化合物也有一定的细化作用，同时提高了合金的强度和延展性，保证了其综合力学性能。但是镁合金的ECAP需要在一定的温度条件下，经过多次重复挤压，生产效率不高，目前还处在实验室研究阶段，并未获得广泛及应用。

### 2.2 高压扭转技术

高压扭转技术（High pressure torsion, HPT）是晶粒细化能力最强的一种大塑性变形方法，是在20世纪早期由 Bridgeman等人<sup>[59]</sup>提出的，其原理是通过压力和扭转挤压变形相结合的方式，对放在模槽中的试样沿

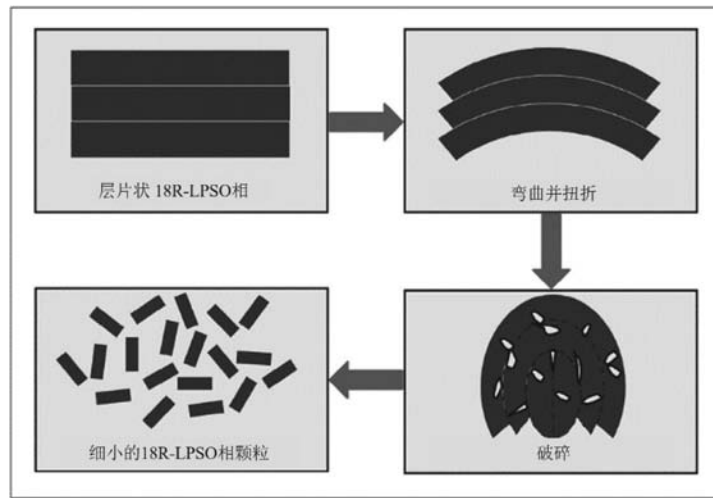
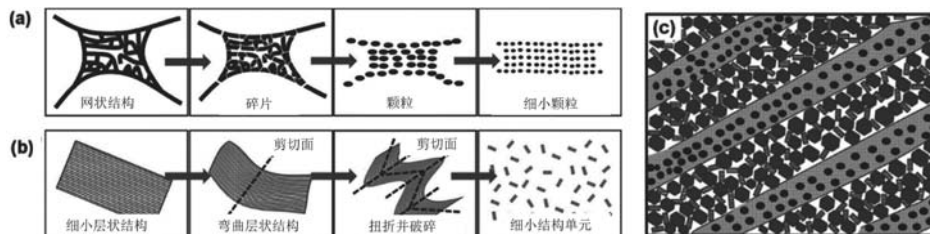


图1 ECAP变形过程中18R LPSO相细化过程示意图  
Fig. 1 Schematic illustration for refinement process of 18R LPSO phases



(a) β相的细化过程；(b) LPSO相的细化过程；(c) 16道次后合金最终显微组织

图2 ECAP变形合金显微组织示意图

Fig. 2 Schematic illustrations for refinement process and final microstructure of alloy

高度方向施加一定的压力，同时转动上模和下模，使试样产生强烈的扭曲剪切变形，最终得到均匀的超细晶及纳米尺度组织晶粒。

Arpacay等<sup>[60]</sup>研究了AZ80合金室温HPT变形后的显微组织和硬度变化，结果表明，合金晶粒尺寸随着应变量的增加显著减小，挤压15圈后得到均匀的显微组织，平均晶粒尺寸约为50 nm，其平均硬度值约为HV125。Sun等<sup>[61]</sup>研究了高压扭转变形Mg-Gd-Y-Zn-Zr合金的显微组织和力学性能，结果表明，铸态Mg-Gd-Y-Zn-Zr合金的晶粒尺寸随着HPT变形圈数的增加而显著减小，当等效应变增加至6.0时得到均匀的显微组织，平均晶粒尺寸约为55 nm，铸态组织中分布在晶界处的粗大网状Mg<sub>3</sub>(Gd, Y)共晶相被破碎成尺寸为1~10 μm的颗粒，且在镁基体中均匀分布如图3所示<sup>[61]</sup>。挤压10圈时硬度达到饱和和约为HV115，硬度的提高主要归因于纳米级晶粒尺寸，高位错密度以及均匀分布的细小Mg<sub>3</sub>(Gd, Y)第二相。固溶态Mg-Gd-Y-Zn-Zr合金<sup>[62]</sup>的显微组织晶粒被细化至48 nm，且当等效应变增加至6.0时，显微硬度达到饱和为HV126。尽管16圈变形后合金显微组织细化达到饱和，但因为中心部位细化程度较小，试样的显微组织仍不均匀。

Kulyasova等<sup>[63]</sup>对Mg-1%Zn-0.13%Ca合金在室温下经HPT变形5圈后，获得了平均晶粒尺寸为150 nm的超细晶组织。经200 °C退火处理后，合金平均晶粒尺寸增大为约1.5 μm，Ca<sub>2</sub>Mg<sub>6</sub>Zn<sub>3</sub>相在HPT及变形后的退火处理过程中始终保持稳定状态，其结构和尺寸均没有变化（长度为1 μm，宽为0.5 μm），细小弥散的Mg<sub>2</sub>Ca颗粒平均晶粒尺寸增加至50 nm，此时，合金的显微硬度为HV99，极限抗拉强度（UTS）为270 MPa，伸长率从13%降低至8.5%。

Kai等<sup>[64]</sup>对Mg-9Al合金在室温下进行HPT变形5圈后，合金组织均被细化为0.15 μm，200 °C采用应变速率为 $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 拉伸时，合金伸长率最大为810%，表现出极好的超塑性。Torbat-Sarrat等<sup>[65]</sup>在室温下对

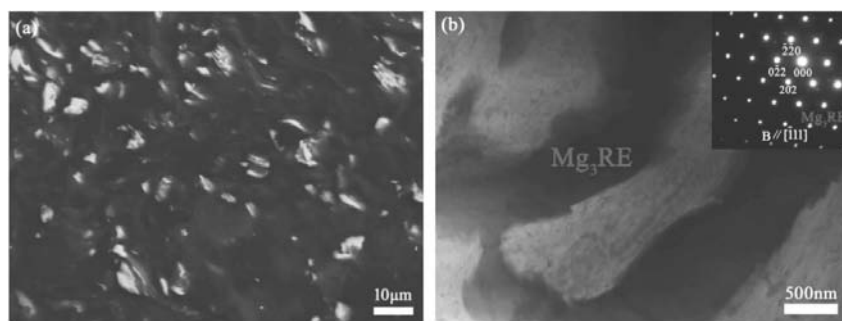
ZK60进行HPT变形5圈后获得了均匀的超细晶组织，晶粒尺寸约为700 nm，250 °C拉伸时，合金伸长率最大为940%，表现出极好的超塑性。

综上所述，HPT方法能够极大地细化镁合金晶粒，改善材料组织结构，提高材料性能，但是因HPT方法本身的局限性，造成HPT后镁合金的组织不均匀，而且受模具结构尺寸的限制，只能加工尺寸较小（直径一般为12~20 mm，厚0.2~1 mm）的圆盘状试样，无法实现大块体材料的加工，因此限制了HPT技术工业领域的应用及推广。

### 2.3 大应变轧制技术

大应变轧制技术（Large strain rolling, LSR）是21世纪初被提出的一种大塑性变形技术，其最显著的优点是在加工的过程中，不采用模具，只采用常规的轧机就可以在单道次的加工过程中实现较大的变形量，达到细化晶粒的目的。Lin等<sup>[66]</sup>报道了AZ31镁合金经过1道次高挤压比轧制后，组织晶粒被细化为1~4 μm。Srinivasan等<sup>[67]</sup>也报道了AZ31镁合金经过LSR加工后，成功获得了细晶粒组织，经过80%的压下量变形后，组织晶粒由最初的40 μm细化到了2~4 μm。郭非等<sup>[68]</sup>对AZ31镁合金进行LSR加工后获得了1 μm以下的再结晶晶粒组织，且组织织构明显弱化，合金的强度和塑性明显提高。嵇文凤等<sup>[69]</sup>对AZ61和AZ91镁合金的大应变轧制成形工艺进行研究后发现，AZ61、AZ91镁合金在400 °C变形后晶粒被细化为2 μm和1.4 μm，且组织分布均匀稳定性较好，综合力学性能最佳。哈权章等<sup>[70]</sup>在400 °C、压下量80%的条件下，对Mg-Al-Zn系变形镁合金进行单道次大应变轧制后，组织晶粒被细化为2 μm，此时抗拉强度为321.6 MPa，伸长率为27%，综合力学性能最佳。汪哲能等<sup>[71]</sup>在250 °C对AZ31进行大应变轧制后，合金抗拉强度提高到325.7 MPa，伸长率为29.8%。

综上所述，大应变轧制技术不仅工艺方法简单，



(a) 背散射SEM图

(b) 破碎的Mg<sub>3</sub>RE相的TEM图及SAED衍射斑点

图3 HPT变形16圈后合金的显微组织

Fig. 3 Microstructure of sample processed by HPT for 16 turns

生产成本低,加工效率高,对镁合金晶粒细化明显,能够弱化织构大幅度提高材料的综合力学性能,但是大应变轧制技术对设备要求较高,限制了其在工业领域的大规模生产和应用。

### 3 结束语

近年来,由于国内一次能源的过渡开发利用,汽车排放污染严重等问题,对轻质高强度材料的需求越来越强烈,镁合金作为目前工程应用中最轻的结构材料,越来越受到人们的广泛关注。但是镁合金在室温下塑性变形能力差,铸造凝固时温度结晶范围宽,收缩率较大,故而容易形成明显的铸造缺陷,如晶粒粗大,缩孔缩松、气孔、裂纹等。目前晶粒细化不仅提高镁合金的综合力学性能,还能避免形成铸造缺陷,从而促进镁合金在工程中的广泛应用。虽然在镁合金晶粒细化技术的研究上已经取得了一定的成果,但是还有以下问题需要明确和进一步探讨。

(1) 镁合金的晶粒细化包括含铝的镁合金细化和不含铝的镁合金细化,对于含铝镁合金的晶粒细化机制国内外学者说法不一,晶粒细化机理还有待深入研究<sup>[72]</sup>。

(2) 快速冷却凝固法由于技术限制,铸件内外温度梯度较大,获得晶粒组织不理想,附加振动法还需继续改进以适应连续性生产的工业化要求,异质形核法还需在探索研究更加实用经济、绿色环保的细化剂上下功夫。

(3) 固态成形晶粒细化技术还不够成熟,部分还在实验室研究阶段,对现有的晶粒细化技术还需要进一步改进,使其更加适应工业化生产,实现企业效益最大化。

因此,我们还有待进一步研究摸索出晶粒细化效果明显、成本较低、效率更高的新型绿色镁合金晶粒细化技术,使晶粒细化技术在拓宽镁合金的应用市场过程中发挥更大的作用。

#### 参考文献:

- [1] 张津. 镁合金选用与设计 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2017: 115-139.
- [2] 曾小勤. 稀土镁合金研究与应用进展 [J]. 稀土信息, 2016 (2): 26-29.
- [3] POLLOCK T M. Weight loss with magnesium alloys [J]. Science, 2010, 328: 986-987.
- [4] DOMKA L. Use of domestic chalks and precipitated calcium carbonate for varnish and paint production [J]. Przemysl Chemiczny, 1995, 74 (10): 378-384.
- [5] ZHANG H, CHENG W, FAN J, et al. Improved mechanical properties of AZ31 magnesium alloy sheets by repeated cold rolling and annealing using a small pass reduction [J]. Materials Science and Engineering: A, 2015, 637: 243-250.
- [6] ZHANG H, HUANG G, FAN J, et al. Deep drawability and deformation behavior of AZ31 magnesium alloy sheets at 473K [J]. Materials Science and Engineering: A, 2014, 608: 234-241.
- [7] NUSSBAUM G, SAINFORT P, REGAZZONI G, et al. Strengthening mechanisms in the rapidly solidified AZ91 magnesium alloy [J]. Scripta Metallurgica, 1989, 23 (7): 1079-1084.
- [8] 毛萍莉, 王峰, 刘正, 等. 镁合金热力学及相图 [M]. 北京: 机械工业出版社, 2014: 15-26.
- [9] 孙明. Mg-Gd-Y 镁合金 Zr 晶粒细化行为研究 [D]. 上海: 上海交通大学, 2012.
- [10] Al及微量元素对Mg-Gd (-Y)合金晶粒细化行为、组织及力学性能影响的研究 [D]. 上海: 上海交通大学, 2014.
- [11] ALI Y, QIU D, JIANG B, et al. Current research progress in grain refinement of cast magnesium alloys: A review article [J]. Journal of Alloys & Compounds, 2015, 619: 639-651.
- [12] WU G H, CHEN Y S, DING W J. Current research and future prospect on microstructures controlling of high performance magnesium alloys during solidification [J]. Acta Metall Sin, 2018, 54 (5): 637-646.
- [13] LI J, CHEN R, MA Y, et al. Effect of Zr modification on solidification behavior and mechanical properties of Mg-Y-RE (WE54) alloy [J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2013 (4): 346-351.
- [14] LIN L, WANG J C, WAN D Q, et al. Microstructure and damping behavior of as-cast ZK51 alloys [J]. Journal of Functional Materials, 2008, 39 (5): 830-833.
- [15] BUSSIBA A, ARTZY A B, SHTECHMAN A, et al. Grain refinement of AZ31 and ZK60 Mg alloys-towards superplasticity studies [J]. Materials Science & Engineering A (Structural Materials, Properties, Microstructure and Processing), 2001, 302 (1): 56-62.
- [16] GILL L, LORIMER G W, LYON P. Microstructure/property relationships of three Mg-RE-Zn-Zr alloys [C]//Magnesium: Proceedings of the 6th International Conference-Magnesium Alloys and Their Applications. John Wiley & Sons, 2006: 421.
- [17] NINLACHART J, RAJA K S. Passivation kinetics of Mg-Nd-Gd-Zn-Zr (EV31A) and Mg-Y-Nd-Gd-Zr (WE43C) in NaOH solutions [J]. Journal of Magnesium & Alloys, 2017, 5 (3): 254-270.
- [18] PARSANA S, RADADIA N, SHETH M, et al. Machining parameter optimization for EDM machining of Mg-RE-Zn-Zr alloy using multi-objective passing vehicle search algorithm [J]. Archives of Civil & Mechanical Engineering, 2018, 18 (3): 799-817.
- [19] 曾小勤, 王渠东, 吕宣振, 等. Mg-9Al-0.5Zn-0.1Be-XCa合金的组织 and 力学性能研究 [J]. 机械工程材料, 2001, 25 (5): 15-18.
- [20] YUAN G Y, LIU Z L, WANG Q D, et al. Microstructure refinement of Mg-Al-Zn-Si alloys [J]. Acta metallurgica Sinica, 2002, 56 (1-

- 2) : 53-58.
- [21] 袁广银, 孙扬善, 王震. Sb低合金化对Mg-9Al基金显微组织和力学性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 1999 (4) : 779-784.
- [22] ZHAO H L, GUAN S K, ZHENG F Y. Effects of Sr and B addition on microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy [J]. Journal of Materials Research, 2007, 22 (9) : 2423-2428.
- [23] 王顺成, 宋东福, 黄正华, 等. Al-5Zr-xB细化剂组织及对AZ91D合金的细化作用 [J]. 特种铸造及有色合金, 2015, 35 (10) : 1016-1020.
- [24] BUHA J. Grain refinement and improved age hardening of Mg-Zn alloy by a trace amount of V [J]. Acta Materialia, 2008, 56 (14) : 3533-3542.
- [25] 袁付庆, 张静, 方超. 稀土元素对镁合金晶粒细化的研究 [J]. 热加工工艺, 2012, 41 (2) : 30-33.
- [26] 李金锋, 耿浩然, 杨中喜, 等. 钇对AZ91镁合金组织和力学性能的影响 [J]. 铸造, 2005 (1) : 53-56.
- [27] 肖冬飞, 谭敦强, 欧阳高勋, 等. 镁合金快速凝固技术的研究现状及进展 [J]. 铸造, 2007, 56 (9) : 909-913.
- [28] 朱建. 快速凝固/粉末冶金高强度镁合金的制备、组织与性能研究 [D]. 北京: 北京科技大学, 2018.
- [29] 白雅, 徐春杰. 普通凝固与快速凝固ZK60合金的耐蚀性能研究 [J]. 铸造技术, 2017, 38 (10) : 2335-2338.
- [30] 马国峰, 蔡静, 姜德元, 等. 快速凝固工艺对AZ91HP镁合金腐蚀性能的影响 [J]. 沈阳大学学报 (自然科学版), 2012, 24 (5) : 26-30.
- [31] 冯晓春. AZ31镁合金急冷快速凝固条件下的枝晶生长 [J]. 甘肃科技, 2018, 34 (11) : 23-24.
- [32] 赵聃, 梁伟, 樊强, 等. 快速凝固及Si元素对Mg-Al合金组织与腐蚀性能的影响 [J]. 热加工工艺, 2012, 41 (17) : 1-5.
- [33] SHUAI C, YANG Y, WU P, et al. Laser rapid solidification improves corrosion behavior of Mg-Zn-Zr alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 691: 961-969.
- [34] WILLBOLD E, KALLA K, BARTSCH I, et al. Biocompatibility of rapidly solidified magnesium alloy RS66 as a temporary biodegradable metal [J]. Acta Biomaterialia, 2013, 9 (10) : 8509-8517.
- [35] 张志强, 岳启辉, 崔建忠, 等. 镁合金科学与技术 [M]. 北京: 科学出版社, 2014.
- [36] 陈旭. 机械振动对消失模壳型铸造镁合金组织和性能影响的研究 [D]. 武汉: 武汉工程大学, 2016.
- [37] 王元庆. 浇注温度和机械振动对消失模铸造镁合金组织和力学性能的影响 [C]// 2009重庆市铸造年会论文集. 重庆: 重庆市机械工程学铸造分会, 2009: 5.
- [38] 郭峰. 镁合金凝固组织的超声细化机制及工艺研究 [D]. 南昌: 南昌大学, 2008.
- [39] 马彦彬, 张金山, 张龙. 电磁搅拌工艺对Mg-Zn-Y-Mn合金显微组织和力学性能的影响 [J]. 铸造, 2018, 67 (7) : 616-621.
- [40] 王翠芳, 李力. 超声振动对半固态AZ61镁合金微观组织的影响研究 [J]. 轻合金加工技术, 2011, 39 (9) : 23-27, 48.
- [41] FANG X, WU S, LV S, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of quasicrystal-reinforced Mg-Zn-Y alloy subjected to ultrasonic vibration [J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 679: 372-378.
- [42] ZHANG L, WU G H, WANG S H, et al. Effect of cooling condition on microstructure of semi-solid AZ91 slurry produced via ultrasonic vibration process [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22 (10) : 2357-2363.
- [43] WANG C, CHEN A, ZHANG L, et al. Preparation of an Mg-Gd-Zn alloy semisolid slurry by low frequency electro-magnetic stirring [J]. Materials & Design, 2015, 84: 53-63.
- [44] YAO L, HAO H, SONG G W, et al. Effects of electromagnetic stirring on microstructure and mechanical properties of super light Mg-Li-Al-Zn alloy [J]. Transactions of the Nonferrous Metals Society of China, 2010, 20: s388-s392.
- [45] CHEN Y, ZHANG L, LIU W, et al. Preparation of Mg-Nd-Zn- (Zr) alloys semisolid slurry by electromagnetic stirring [J]. Materials & Design, 2016, 95: 398-409.
- [46] ZHANG Y, WU G, LIU W, et al. Microstructure and mechanical properties of rheo-squeeze casting AZ91-Ca magnesium alloy prepared by gas bubbling process [J]. Materials & Design, 2015, 67: 1-8.
- [47] ZHANG Y, WU G, LIU W, et al. Effects of processing parameters on microstructure of semi-solid slurry of AZ91D magnesium alloy prepared by gas bubbling [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2015, 25 (7) : 2181-2187.
- [48] VALIEV R. Materials science: nanomaterial advantage [J]. Nature, 2002, 419 (6910) : 887.
- [49] 任伟杰, 林金保. 大塑性变形技术在工业领域的应用研究进展 [J]. 材料导报, 2015, 29 (7) : 89-94.
- [50] SEGAL V M, REZNIKOV V I, DOBRYSHVISHYI A E, et al. Plastic working of metals by simple shear [J]. Russian Metallurgy (Metally), 1981 (1) : 99-105.
- [51] PARK K T, HWANG D Y, LEE Y K, et al. High strain rate superplasticity of submicrometer grained 5083 Al alloy containing scandium fabricated by severe plastic deformation [J]. Materials science and engineering: A, 2003, 341 (1-2) : 273-281.
- [52] 康志新, 彭勇辉, 孔晶, 等. 等通道转角挤压变形Mg-1.5Mn-0.3Ce镁合金的组织、结构与力学性能 [J]. 稀有金属材料与工程, 2012, 41 (2) : 215-220.
- [53] LI B, JOSHI S, AZEVEDO K, et al. Dynamic testing at high strain rates of an ultrafine-grained magnesium alloy processed by ECAP [J]. Materials Science & Engineering: A, 2009, 517 (1-2) : 24-29.
- [54] HUANG S J, CHIU C, CHOU T Y, et al. Effect of equal channel angular pressing (ECAP) on hydrogen storage properties of commercial magnesium alloy AZ61 [J]. International Journal of Hydrogen Energy, 2018, 43 (9) : 4371-4380.
- [55] MARTYNENKO N S, LUKYANOVA E A, SEREBRYANY V N, et al. Increasing strength and ductility of magnesium alloy WE43 by equal-channel angular pressing [J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 712: 625-629.



- [56] LIU H, CHENG Z, YAN K, et al. Effect of multi-pass equal channel angular pressing on the microstructure and mechanical properties of a heterogeneous Mg88Y8Zn4 alloy [J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2016, 32 ( 12 ) : 1274–1281.
- [57] LU F, MA A, JIANG J, et al. Effect of multi-pass equal channel angular pressing on microstructure and mechanical properties of Mg97.1Zn1Gd1.8Zr0.1 alloy [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 594: 330–333.
- [58] LU F M, MA A B, JIANG J H, et al. Formation of profuse long period stacking ordered microcells in Mg-Gd-Zn-Zr alloy during multipass ECAP process [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, 601: 140–145.
- [59] BRIDGMAN P W. Studies in large plastic flow and fracture with special emphasis on the effects of hydrostatic pressure [M]. McGraw-Hill, 1952.
- [60] ARPACAY D, YI S B, JANECEK M, et al. Microstructure evolution during high pressure torsion of AZ80 magnesium alloy [C]//*Materials Science Forum*. Trans Tech Publications, 2008, 584: 300–305.
- [61] SUN W T, XU C, QIAO X G, et al. Evolution of microstructure and mechanical properties of an as-cast Mg-8.2 Gd-3.8 Y-1.0 Zn-0.4 Zr alloy processed by high pressure torsion [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 700: 312–320.
- [62] SUN W T, QIAO X G, ZHENG M Y, et al. Microstructure and mechanical properties of a nanostructured Mg-8.2 Gd-3.8 Y-1.0 Zn-0.4 Zr supersaturated solid solution prepared by high pressure torsion [J]. *Materials & Design*, 2017, 135: 366–376.
- [63] KULYASOVA O B, ISLAMGALIEV R K, ZHAO Y, et al. Enhancement of the mechanical properties of an Mg-Zn-Ca alloy using high-pressure torsion [J]. *Advanced Engineering Materials*, 2015, 17 ( 12 ) : 1738–1741.
- [64] KAI M, HORITA Z, LANGDON T G. Developing grain refinement and superplasticity in a magnesium alloy processed by high-pressure torsion [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, 488 ( 1-2 ) : 117–124.
- [65] TORBATI-SARRAF S A, ALIZADEH R, MAHMUDI R, et al. Evaluating the flow properties of a magnesium ZK60 alloy processed by high-pressure torsion: A comparison of two different miniature testing techniques [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 708: 432–439.
- [66] LIN H K, HUANG J C. High strain rate and/or low temperature superplasticity in AZ31 Mg alloys processed by simple high-ratio extrusion methods [J]. *Materials Transactions*. 2002, 43 ( 10 ) : 2424–2432.
- [67] SRINIVASAN A, DE P K, SRIVASTAVA V C, et al. Studies on large strain rolling (LSR) of AZ31 magnesium alloy [J]. *Metallurgy*, 2007.
- [68] 郭非. 镁合金板材大应变轧制变形行为及对组织性能的影响 [D]. 重庆: 重庆大学, 2017.
- [69] 嵇文凤. Mg-Al-Zn系变形镁合金板材大应变轧制成形工艺研究 [D]. 湖南: 湖南大学, 2012.
- [70] 哈权章, 张孝亮. 镁合金板材大应变轧制工艺探讨 [J]. *世界有色金属*, 2017 ( 17 ) : 7-8.
- [71] 汪哲能, 董勇. 轧制温度对大应变轧制AZ31合金板材显微组织和力学性能的影响 [J]. *特种铸造及有色合金*, 2014, 34 ( 3 ) : 229–232.
- [72] STJOHN D H, QIAN M A, EASTON M A, et al. Grain refinement of magnesium alloys [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2005, 36 ( 7 ) : 1669–1679.

## Research Progress on Grain Refining Methods of Magnesium Alloy

ZHANG Ling<sup>1,2</sup>, LI Ying-long<sup>2</sup>

( 1. School of Mechanical and Engineering, Ningxia Institute of Technology, Shizuishan 753000, Ningxia, China; 2. School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, Liaoning, China )

### Abstract:

Since the magnesium alloys has a larger value of Hall-Petch constant than aluminum alloys, the degree of grain refinement has a significant influence on the improvement of the mechanical properties of alloys. This paper present a brief review on the grain refinement methods for magnesium alloys, including grain refinements in liquid solidification process, such as heterogeneous nucleation, rapidly cooling, additional vibration, semi-solid forming, and in solid forming process, such as equal channel angular extrusion, high pressure torsion, and large strain rolling, so as to expound the research progress of grain refinement methods for magnesium alloys, the most attractive ways of the improvement of the mechanical properties and the mechanism of the grain refinement of magnesium alloys, which will contribute to a better understanding of the factors controlling grain refinement and provide an outlook for the future research and development of green and efficient grain refinement techniques of magnesium alloys.

### Key words:

magnesium alloy; grain refinement; liquid solidification; solid forming; research progress