

时效态 Mg-10Gd-3Y-0.6Zr 合金的拉伸断裂行为

林 丹¹⁾ 王 磊¹⁾ 孟凡强¹⁾ 崔建忠²⁾ 乐启炽²⁾

1) 东北大学材料各向异性与织构教育部重点实验室, 沈阳 110004 2) 东北大学材料电磁过程研究教育部重点实验室, 沈阳 110004

摘 要 研究了时效显微组织对 Mg-10Gd-3Y-0.6Zr 合金断裂行为的影响. 结果表明: 473 K 低温时效时, 析出相小而密, 由晶界析出相 (GBP) 引发的微裂纹在晶界处产生并沿晶内的择优取向扩展; 温度达到 523 K 时, GBP 长大, 应力集中仅在某些大尺寸 GBP 处出现, 并引发 GBP 与基体分离, 而产生微孔, 微孔的聚集与长大导致了合金的断裂. 微裂纹沿着孪晶与基体的界面扩展, 在断口形成平滑刻面, 而 GBP 的存在会加剧这一趋势. 时效温度升高后, 孪晶与 GBP 数量减少, 滑移变形加剧, 导致平滑刻面数量减少.

关键词 镁合金; 析出相; 拉伸性能; 显微组织; 断裂行为

分类号 TG146.2

Fracture behavior of aged Mg-10Gd-3Y-0.6Zr alloy under tension loading

LI N Dan¹⁾, WANG Lei¹⁾, MENG Fan-qiang¹⁾, CUI Jian-zhong²⁾, LE Qi-chi²⁾

1) Key Laboratory for Anisotropy and Texture of Materials (Ministry of Education), Northeastern University, Shenyang 110004, China
2) Key Laboratory of Electromagnetic Processing of Materials (Ministry of Education), Northeastern University, Shenyang 110004, China

ABSTRACT The effect of aging microstructure on the fracture behavior of Mg-10Gd-3Y-0.6Zr alloy was investigated. The results show that precipitates in the alloy after low temperature aging at 473 K are finer and denser. Microcracks nucleate at grain boundaries due to grain boundary precipitations (GBPs), and then propagate transgranularly along the preferred orientation. When the aging temperature increases to 523 K, the size of GBPs enlarges. Microvoids nucleate by interface debonding between GBPs and the matrix which is caused by stress concentration at large GBPs; subsequently, their coalescence and growth result in final fracture. Otherwise, smooth hugging facets on the fracture surface form by microcracks propagating along the interfaces between twins and the matrix, and this tendency is intensified due to the existence of GBPs. When the aging temperature increases, the smoothing facets reduce as the twins and GBPs decrease and the slip deformation intensifies.

KEY WORDS magnesium alloys; precipitation; tensile properties; microstructure; fracture

镁及镁合金被称为工程应用中最轻的金属结构材料, 具有高比强度和高比刚度等优良力学性能^[1-2]. 近十几年来, 随着航空、航天和汽车工业对高强、耐热和抗蠕变镁合金需求的日益提高, 稀土变形镁合金已成为研究的热点和重点^[3-5]. 目前对变形稀土合金的研究主要集中在重稀土镁合金, 如 Mg-Gd-Y-Zr^[6-8]、Mg-Gd-Nd-Zr^[9] 等. Mg-Gd-Y-Zr 作为稀土变形镁合金的典型代表, 具有优良的室温和高温力学性能, 已被应用到飞机蒙皮、飞船框架、发动机汽缸体和变速箱壳体等零部件上. 由于 Mg-Gd-Y-Zr 中添加了大量的 Gd-Y 稀土元素, 其在时效过程中生成的析出相是影响合金性能的关键^[10]. He 等^[8] 与 Wang 等^[11] 曾对铸态 Mg-Gd-Y-Zr 合金等温时效条件下的析出行为进行过分析, 然而 Mg-Gd-Y-Zr 合金的断裂行为与时效工艺之间的系统研究到目前为止尚很少见报道. 本文欲通过对时效条件下 Mg-10Gd-3Y-0.6Zr 合金的断裂行为分析, 探讨不同时效后合金的晶内、晶界析出相对

Mg-10Gd-3Y-0.6Zr合金断裂行为的影响规律和机理.

1 试验材料与方法

试验材料采用坩埚电炉熔炼,以 CO₂与 SF₆混合气体作为保护介质. 稀土元素 Gd Y和 Zr以 Mg-25 Gd Mg-25 Y和 Mg-30 Zr中间合金的形式添加. 合金采用立式半连续铸造,并在铸造过程中施加电磁搅拌,浇注温度为 993 K. 经检测,合金的实际成分为 Mg-10.8Gd-3.03Y-0.61Zr,φ165 mm的铸锭经 773 K/8 h均匀化退火后,分别在 703 K与 653 K进行挤压,挤压比分别为 11 和 15. 最后挤压成 φ12 mm的棒材. 之后,将挤压合金在 473 K、498 K和 523 K进行人工时效.

采用 450 SVDTM 维氏硬度计进行硬度测量,载荷 49 N,加载时间 15 s. 室温拉伸试验在 MTS10型疲劳试验机上进行,横梁位移速率为 0.5 mm·min⁻¹,试样直径为 6 mm,标距长 35 mm. 采用 OLYMPUS LEXTOLS100激光扫描共聚焦显微镜、JEOL JSM-7001 F场发射扫描电子显微镜、TECNAI G₂₀透射电子显微镜进行显微组织观察与析出相成分测定.

透射电镜样品采用双喷电解方法制备,电解液为 1%高氯酸-乙醇溶液.

2 试验结果

2.1 合金的时效行为

参照 Mg-xGd-3Y相图^[12],根据扎克哈罗夫定律^[13]:合金呈现最高强度和硬度所需的时效温度 T_{ag}是其固相线温度 T_{m p}(以热力学温度计)的恒定分数,即 T_{ag}=(0.5~0.6) T_{m p},计算得合金的时效处理温度为 425~509 K(T_{m p}=849 K). 另外,当 Mg-Gd-Y-Z合金时效温度低于 473 K时,因为时效时间过长,会出现时效不足的现象^[13];而温度过高(约高于 543 K)又因进入固溶区而使合金发生软化、晶粒长大^[12],进而影响性能. 基于此,本研究中合金的时效温度定为 473 K、498 K和 523 K. 图 1(a)为合金等温时效的硬度曲线. 由图可知,473 K时效时,合金在 72 h达到硬度峰值 130 HV;时效温度为 498 K和 523 K时,合金的时效峰值时间提前到 12 h和 6 h,其峰值时效硬度分别为 125 HV与 122 HV. 可见,合金的峰值时硬度随时效温度的升高而降低.

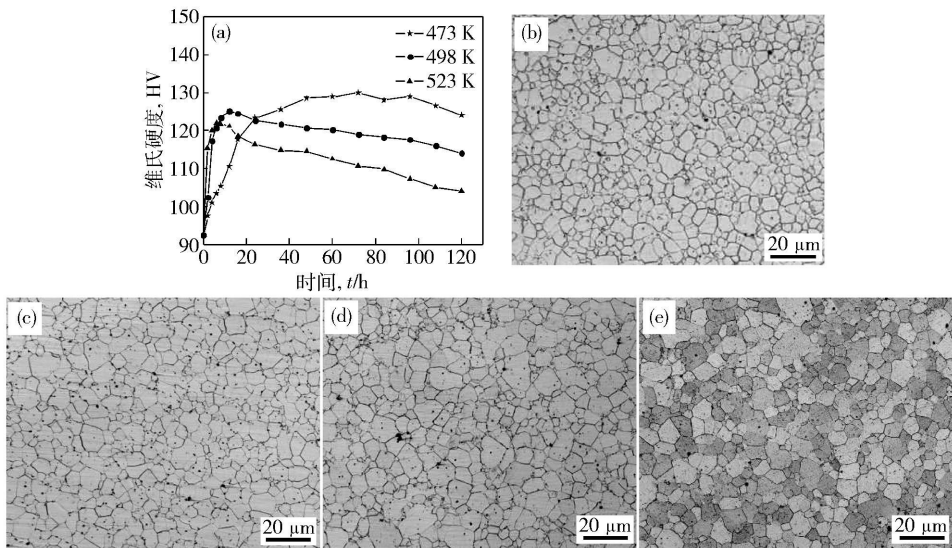


图 1 合金的时效硬化曲线及显微组织. (a) 硬化曲线; (b) 挤压态; (c) 473 K/72 h; (d) 498 K/12 h; (e) 523 K/6 h
Fig 1 Aging hardening curves and microstructures of the tested alloys. (a) hardening curves; (b) as extruded; (c) 473 K/72 h; (d) 498 K/12 h; (e) 523 K/6 h

图 1(b)~(e)所示为合金的横截面形貌. 通过截线法测得,挤压态合金晶粒的平均直径约为 10 μm;时效合金的平均晶粒直径与挤压态相比无明显变化,而基体内的析出相则无法通过金相显微镜分辨出来.

2.2 合金的室温拉伸性能

由图 2所示合金的室温拉伸性能可知,时效后合金的强度与挤压态相比均有不同程度的提高. 由于合金室温拉伸性能的评估要综合考虑强度与塑性的配比,473 K/72 h时效合金的室温拉伸强度最高,

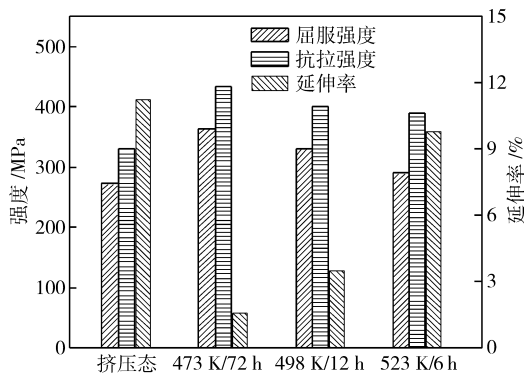


图 2 合金的室温拉伸性能

Fig 2 Tensile Properties of the tested alloys at room temperature

抗拉强度 (UTS) 和屈服强度 (YTS) 可分别达到 434 MPa 和 364 MPa, 但延伸率仅为 1.6%, 故本工艺不能作为最适合该合金的时效工艺。时效温度升高后, 强度与塑性实现良好配比。例如, 523 K/6 h 时效

合金的抗拉、屈服强度分别为 389 MPa 和 290 MPa, 其延伸率可达到 9.8%。需要说明的是, 如果时效温度低于 473 K 会因时效时间过长而出现时效不足, 并且从实用角度出发, 低温时效需要相当长的时效时间, 缺乏实用价值。鉴于此, 本研究未考虑 473 K 以下温度的时效问题。

2.3 合金的室温拉伸断口及侧面形貌

图 3 所示为时效合金室温拉伸断口的表面与侧面形貌。由图 3(a) 可知, 473 K/72 h 时效合金断口纤维区内可观察到大量的平滑刻面; 498 K/12 h 时效合金断口纤维区内则可观察到大量晶界裂纹, 如图 3(b) 中箭头所示; 合金在 523 K/6 h 时效后, 其断口纤维区内出现大量的韧窝, 如图 3(c) 所示。另外, 498 K 与 523 K 时效合金的断口纤维区内也可观察到少数的平滑刻面。

另外, 由图 3(d) ~ (f) 所示的断口侧面可观察

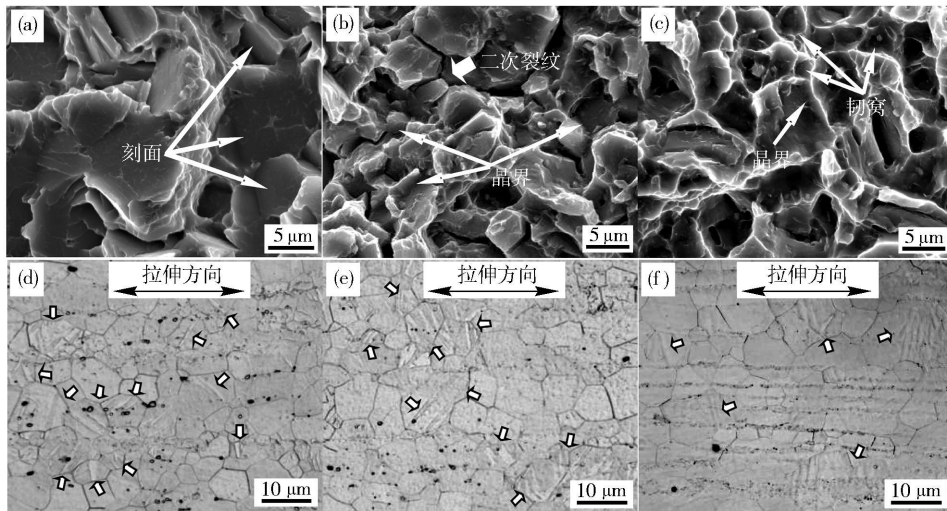


图 3 时效合金室温拉伸断口表面的 SEM 形貌与断口附近侧面形貌。(a), (d) 473 K/72 h; (b), (e) 498 K/12 h; (c), (f) 523 K/6 h

Fig 3 SEM images of fracture surfaces and cross section morphologies near fracture surfaces for the aged alloys: (a), (d) 473 K/72 h; (b), (e) 498 K/12 h; (c), (f) 523 K/6 h

到时效合金的基体出现了大量的孪晶 (如图中箭头所示), 其数量随着时效温度的升高而逐渐减少。

3 分析与讨论

3.1 晶内析出相对合金断裂行为的影响

通过对 473 K/72 h、498 K/12 h 和 523 K/6 h 时效合金进行 TEM 分析可知, 峰值时效条件下合金的晶内析出相均为 β' 相, 其典型电子衍射花样如图 4 所示。经分析可知, β' 相具有底心正交结构 ($a=0.64\text{ nm}$, $b=2.22\text{ nm}$, $c=0.52\text{ nm}$), 并与 α -Mg 基体具有 $(001)_{\beta'} \parallel (0001)_{\alpha}$ 及 $[100]_{\beta'} \parallel [1010]_{\alpha}$ 取向关系。该析出相在各峰值时效合金中的 TEM 形貌

如图 5 所示。

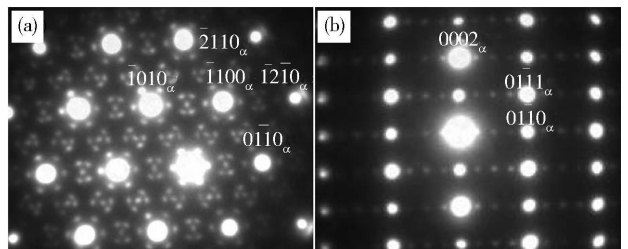


图 4 498 K/12 h 合金晶内析出相的衍射花样。(a) $B//[0001]_{\alpha}$; (b) $B//[1010]_{\alpha}$

Fig 4 SAED Patterns of precipitations inside grains for the 498 K/12 h alloy: (a) $B//[0001]_{\alpha}$; (b) $B//[1010]_{\alpha}$

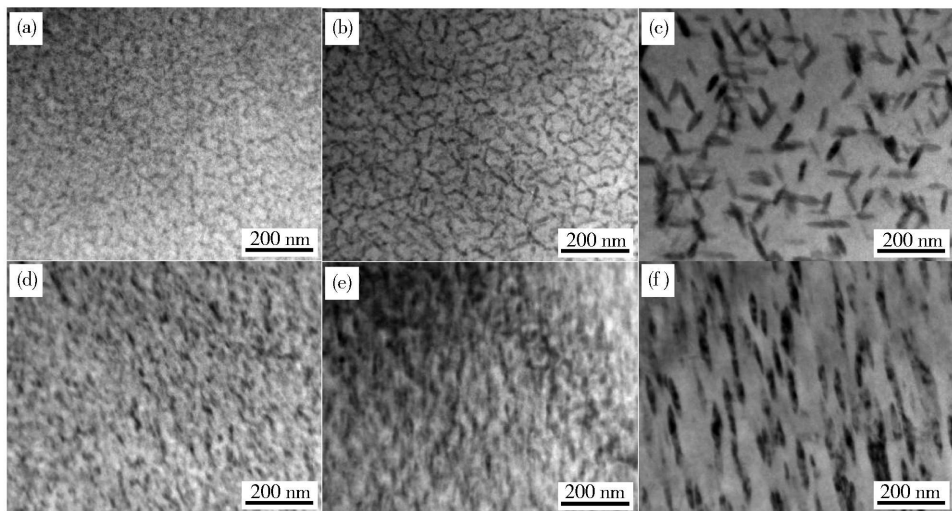


图 5 时效态合金晶内析出相的 TEM 形貌. (a) 473 K/72 h (b) 498 K/12 h (c) 523 K/6 h 平行于 $[0001]_{\alpha}$ 方向; (d) 473 K/72 h (e) 498 K/12 h (f) 523 K/6 h 平行于 $[1010]_{\alpha}$ 方向
Fig. 5 TEM images of precipitated phases inside grains for the aged alloys: (a) 473 K/72 h (b) 498 K/12 h and (c) 523 K/6 h $B//[0001]_{\alpha}$; (d) 473 K/72 h (e) 498 K/12 h and (f) 523 K/6 h $B//[1010]_{\alpha}$.

当沿 $[0001]_{\alpha}$ 观察时 (图 5 (a) ~ (c)), β' 相呈竹叶状; 而当沿 $[1010]_{\alpha}$ 观察时 (图 5 (d) ~ (f)), β' 相则呈针状. 由于 β' 位于垂直于基面的棱柱面上, 并成相互交叉三角形排列, 这可有效阻碍基面上的位错滑移, 使合金强化^[14-17]. 虽然不同时效温度下 β 相的形态不同, 但其均可强化合金的基体, 这就使合金的晶界变成了相对弱化的区域, 从而有利于微裂纹在晶界处产生. 由于 473 K/72 h 时效合金中的 β 相较为细小, 很容易被切过, 因此微裂纹一旦形成, 便会迅速沿着晶粒内部的择优取向扩展, 造成合金的穿晶断裂.

3.2 晶界析出相 (GBP) 对合金断裂行为的影响

图 6 所示为不同时效条件下晶界析出相 (grain boundary precipitation, GBP) 的 TEM 形貌. 从图中可以看出, GBP 在晶界上呈不连续分布, 经鉴定该析出相为 β 相^[9]. β 相的大量存在使变形过程中产

生的位错很难越过晶界, 于是在晶界处大量塞积而使该处产生应力集中. 473 K/72 h 时效合金的 GBP 尺寸较小, GBP 之间的距离也较小 (图 6 (a)). 此时, 晶界处易引起应力集中, 当应力集中超过一定程度后使 GBP 与基体分离, 从而在界面处形成微孔; 微孔的进一步聚合与长大便在晶界处形成了显微裂纹.

对于 498 K/12 h 时效合金, 随着时效温度的提高, 其 GBP 尺寸增大 (图 6 (b)). 但是, 由于 GBP 之间的距离仍较小, 晶界处的应力集中仍然无法得到缓解, 微裂纹主要在晶界处产生, 如图 7 (a) 所示. 此时, 晶内析出相 β 的长大使微裂纹向晶内扩展变得困难, 同时由于 GBP 的长大和晶界的宽化破坏了晶界的结合强度^[9], 于是裂纹易沿着晶界进行扩展 (图 7 (b)).

当合金在 523 K 时效 6 h 后, 晶界变得更宽、

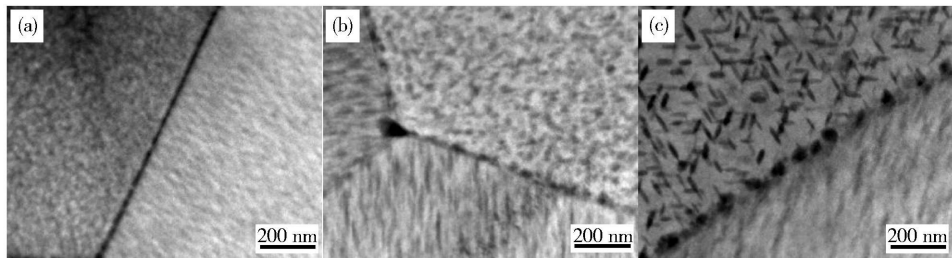


图 6 时效合金中 GBP 的 TEM 形貌. (a) 473 K/72 h (b) 498 K/12 h (c) 523 K/6 h
Fig. 6 TEM images of grain boundary precipitations in the aged alloys: (a) 473 K/72 h (b) 498 K/12 h (c) 523 K/6 h

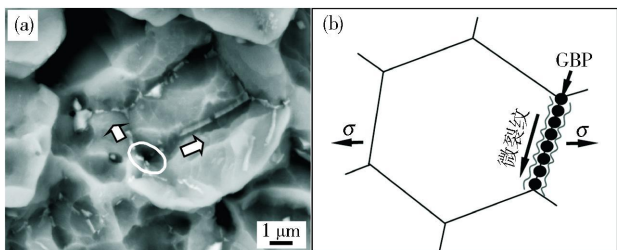


图 7 498 K/12 h合金断口表面 GBP 的 BE 形貌 (a) 及裂纹扩展模型 (b)

Fig 7 BE morphology of grain boundary precipitations in the fracture surface (a) and schematic mode of crack propagation (b) for the 498 K/12 h alloy

GBP 长得更大, GBP 之间的间距也增大, 如图 6 (9) 所示. SEM 分析表明, 在沿晶断裂面的晶界处存在着明显的微孔, 如图 8 (a) 中 A 箭头所示; 其裂纹扩展模型如图 8 (b) 所示. 随着 GBP 间距的变大, 晶界处的应力集中得到了有效缓解, 但在某些大尺寸 GBP 处仍存在应力集中现象. 应力集中使 GBP 与基体分离, 首先在界面处出现微孔, 微孔的聚合和长大导致了合金的断裂. 此时, 晶内析出相对合金断裂行为的影响被削弱, 而 GBP 的尺寸和间距则成为影响断裂的主要因素. 另外, 在基体内的大尺寸第二相处可以发现明显的韧窝, 如图 8 (a) 中 B 箭头所示, 其形成原因与大尺寸第二相处微孔的形成、聚合有关^[18].

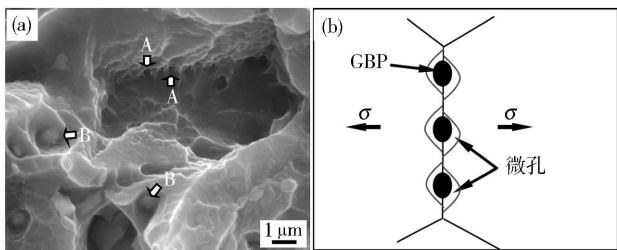


图 8 523 K/6 h合金断口表面的 SEM 形貌 (a) 及裂纹扩展模型 (b)

Fig 8 SEM image of the fracture surface (a) and schematic mode of crack propagation (b) for the 523 K/6 h alloy

3.3 孪晶对合金断裂行为的影响

孪生作为密排六方系合金典型的变形方式, 其产生的孪晶也影响着合金的断裂行为^[19]. 从图 9 (a) 所示的 473 K/72 h 时效合金断口侧面的形貌中可观察到二次裂纹沿着孪晶与基体的界面扩展. 如图 9 (b) 裂纹扩展模型中 A 箭头所示, 微裂纹扩展途中与孪晶相遇, 极易沿着孪晶面扩展. 另外, 当孪晶与晶界上的 GBP 相交时, 微裂纹易在相交的界面处产生, 由于孪晶是低能面, 故微裂纹沿孪晶与基体界面的优先扩展 (图 9 (b) 中 B 箭头), 在断口

上表现为穿晶断裂, 继而形成平滑刻面.

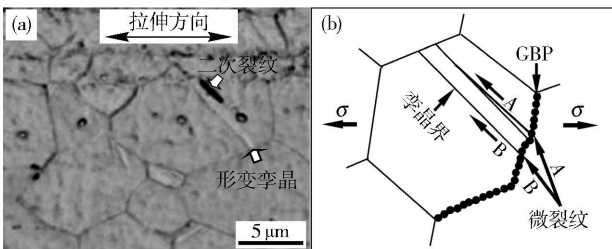


图 9 473 K/72 h合金的断口侧面形貌 (a) 及裂纹沿孪晶扩展模型 (b)

Fig 9 Cross section morphology near the fracture surface (a) for the 473 K/72 h alloy and schematic mode (b) of crack propagate along the deformation twin

综上所述, 时效条件不同, 晶内、晶界析出相的形态各异. 473 K/72 h 时效合金的 β 相尺寸细小且数量多, 对基面上的位错滑移构成强烈阻碍, 此时, 需要较大程度的孪生来协调变形, 这造成合金中孪晶数量较多; 另外, 473 K/72 h 时效合金中 GBP 数量较多且 GBP 之间的间距较小, 故微裂纹在 GBP 与孪晶界面产生, 并沿孪晶与基体界面扩展的概率增加. 升高时效温度, β 相尺寸、间距增加及数量减少, 使 β 相对位错滑移的阻碍能力下降, 此时, 合金的变形以滑移为主, 孪生参与变形的程度减弱, 孪晶的数量也随之减少; 再加之时效温度升高后, GBP 的数量减少, 故微裂纹在 GBP 与孪晶界面产生, 并沿孪晶与基体界面扩展的概率也相应减少. 这可认为是本研究中所有断口表面均有平滑刻面出现, 但数量却随时效温度升高而减少的原因.

4 结论

(1) 473 K 时效合金以穿晶断裂为主; 时效温度升高到 498 K 时, 合金以沿晶断裂为主; 当时效温度达到 523 K 时合金则以微孔聚集型断裂为主.

(2) 473 K 低温时效时, 合金的析出相小而密, 由晶界析出相引发的微裂纹很容易在晶界处产生, 并沿着晶粒内的择优取向扩展; 当时效温度达到 523 K 时, 晶界析出相的尺寸、间距增大, 局部的应力集中仅在某些大尺寸晶界析出相处出现, 并引发析出相与基体分离而产生微孔, 微孔的聚集与长大导致了合金的断裂.

(3) 变形过程中形成的微裂纹沿着孪晶与基体界面扩张的结果是在断口表面形成平滑刻面, 而晶界析出相的存在会加剧这一趋势; 时效温度升高后, 孪晶与晶界析出相数量减少, 滑移变形加剧, 导致平滑刻面的数量减少.

参 考 文 献

[1] Mordike B L, Ebert T. Magnesium properties, applications, potential. Mater Sci Eng A. 2001, 302(1): 37

[2] Chen Z H, Yan H G, Chen J H, et al. Magnesium Alloys. Beijing: Chemical Industry Press, 2004
(陈振华, 严红革, 陈吉华, 等. 镁合金. 北京: 化学工业出版社, 2004)

[3] Mordike B L. Creep-resistant magnesium alloys. Mater Sci Eng A. 2002, 324(1/2): 103

[4] Wang Y X, Guan S K, Zeng X Q, et al. Effects of RE on the microstructure and mechanical properties of Mg8Zn4Al magnesium alloy. Mater Sci Eng A. 2006, 416(1/2): 109

[5] Fu P H, Peng L M, Jiang H Y, et al. Effects of heat treatments on the microstructures and mechanical properties of Mg3Nd-0.2Zn-0.4Zr(wt%) alloy. Mater Sci Eng A. 2008, 486(1/2): 183

[6] He S M, Zeng X Q, Peng L M, et al. Microstructure and strengthening mechanism of high strength Mg-10Gd-2Y-0.5Zr alloy. J Alloys Compd. 2007, 427(1/2): 316

[7] Anyanwu I A, Kamado S, Kojima Y. Aging characteristics and high temperature tensile properties of Mg-Gd-Y-Zr alloys. Mater Trans. 2001, 42(7): 1206

[8] He S M, Zeng X Q, Peng L M, et al. Precipitation in a Mg-10Gd-3Y-0.4Zr(wt%) alloy during isothermal aging at 250℃. J Alloys Compd. 2006, 421(1/2): 309

[9] Zheng K Y, Dong J, Zeng X Q, et al. Effect of precipitation aging on the fracture behavior of Mg11Gd2Nd-0.4Zr cast alloy. Mater Charact. 2008, 59(7): 857

[10] Xiao Y, Zhang X M, Jiang H, et al. Influence of Gd and Y elements segregation on microstructure and mechanical properties of Mg9Gd4Y-0.6Zr and Mg7Gd4Y-0.6Zr alloys. J Cent South Univ Sci Technol. 2007, 38(1): 24

(肖阳, 张新明, 蒋浩, 等. Gd和 Y偏析对 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr和 Mg-7Gd-4Y-0.6Zr合金组织性能的影响. 中南大学学报: 自然科学版, 2007, 38(1): 24)

[11] Wang J, Meng J, Zhang D P, et al. Effect of Y on enhanced age hardening response and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zr alloys. Mater Sci Eng A. 2007, 456(1/2): 78

[12] Guo Y C, Li J P, Li J S, et al. Mg-Gd-Y system phase diagram calculation and experimental clarification. J Alloys Compd. 2008, 450(1/2): 446

[13] Zhao J. Mg-Gd-Y Alloy Calphad Experimental Verity and Application in the Naval Mg Alloy Development. Dissertation, Xi'an: Xi'an Technological University, 2007
(赵娟. Mg-Gd-Y系合金相图的热力学计算验证及其应用[学位论文]. 西安: 西安工业大学, 2007)

[14] Horita T, Ohkubo T, Hono K, et al. Chemistry of nanoscale precipitates in Mg-2.1Gd-0.6Y-0.2Zr(at%) alloy investigated by the atom probe technique. Mater Sci Eng A. 2005, 395(1/2): 301

[15] Apps P J, Karimzadeh H, King J F, et al. Precipitation reactions in magnesium rare earth alloys containing yttrium, gadolinium or dysprosium. Scripta Mater. 2003, 48(8): 1023

[16] Nie J F. Effects of precipitate shape and orientation on dispersion strengthening in magnesium alloys. Scripta Mater. 2003, 48(8): 1009

[17] Anton C, Donnadieu P, Perrard F, et al. Hardening precipitation in a Mg4Y-3RE alloy. Acta Mater. 2003, 51(18): 5335

[18] Zhong Q P, Zhao Z H. Fractography. Beijing: Higher Education Press, 2006
(钟群鹏, 赵子华. 断口学. 北京: 高等教育出版社, 2006)

[19] Fu P H, Peng L M, Jiang H Y, et al. Fracture behavior and mechanical properties of Mg4Y-2Nd-1Gd-0.4Zr(wt%) alloy at room temperature. Mater Sci Eng A. 2008, 486(1/2): 572