

Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金在-196~400℃的断裂机制分析

Fracture Mechanism Analysis of Mg-9Gd-4Y-0.6Zr

Alloy from -196℃ to 400℃

肖 阳, 张新明

(中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083)

XIAO Yang, ZHANG Xin-ming (School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

摘要: 用金相显微镜和扫描电镜对 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金在不同温度下的拉伸试样进行断口分析。结果表明合金在不同温度下启动的滑移系不同,引起合金的变形机制和断裂机制也不同。25℃时合金仅以基面进行滑移,可启动的滑移系少,合金的断裂机制为穿晶解理断裂;-196℃时棱柱面滑移系可能启动,导致滑移系数量增加,合金产生低温塑性现象,合金的断裂机制为微孔聚集型断裂;250,300,350℃时合金进入多系滑移阶段,基面、棱柱面和锥面的滑移系都能启动,合金的断裂机制也为微孔聚集型断裂;400℃时由于再结晶的发生,新再结晶的细晶能非常容易地进行晶界滑移变形,合金产生粗晶超塑性现象,合金的断裂机制为沿晶剪切断裂。

关键词: Mg-Gd-Y-Zr 合金; 耐热镁稀土合金; 断口分析

中图分类号: TG146.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2007)01-0019-06

Abstract: The fractography of Mg-9Gd-4Y-0.6Zr alloy specimens which were tensioned at different temperatures was observed by optical and scanning electron microscopy, respectively. The results showed that different slip systems were activated at different temperatures, which was responsible for varied deformation mechanism and fracture mechanism. At 25℃, the number of enabled slip systems were few and only slip systems on basal plane were activated, and transgranular cleavage fracture was observed. At -196℃, the number of enabled slip systems increased, prismatic slips maybe occurred and low-temperature plasticity phenomenon happened, while fracture mechanism was microvoid coalescence fracture. At 250, 300℃ and 350℃, multisystem slips on basal planes, prismatic planes and pyramidal planes were activated in this alloy, while fracture mechanism was also microvoid coalescence fracture. At 400℃, recrystallization happened and grain-boundary sliding in new fine recrystallized grains could deform easily, which was called coarse-grain superplasticity phenomenon, and intergranular shear fracture took place.

Key words: Mg-Gd-Y-Zr alloy; heat-resistant magnesium-rare earth alloy; fracture analysis

镁稀土合金具有高的耐热温度和优越的力学性能,国外已将其应用到飞机蒙皮、导弹舱体、卫星结构件、飞船框架、发动机引擎盖、发动机汽缸体和变速箱壳体等零部件上。Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金是一种新型高强耐热镁稀土合金,日本学者 Anyanwu 等人^[1,2]于 2001 年曾进行过初步研究,它具有高比强、高比模、耐腐蚀、易焊接、耐热性能好等优点,它的耐热温度可达 350℃,其力学性能都明显优于目前公认优秀的 WE54, HM31, ZM6 等耐热镁合金,而且合金的强度相当于中强铝合金,在航空航天领域可部分取代铝合金进行减重,具有很好的发展前景。

航空航天领域的材料要承受空间骤冷骤热的恶劣使用环境,而且材料在使用中会断裂失效,因此对 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金在不同温度下的断裂机制进行研究具有重要意义。但目前对该合金断裂机制的报道较少,本工作对 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金^[3,4]在不同温度下的断裂机制进行分析,为其有效应用提供依据。

1 实验过程

用铁坩埚在普通电阻炉进行熔炼,合金元素 Gd, Y, Zr 分别以 Mg-Gd, Mg-Y, Mg-Zr 中间合金的形式

添加配制出 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金,合金的熔炼及浇注温度分别为 750, 730℃,熔体浇注到 $\phi 60\text{mm} \times 150\text{mm}$ 的薄壁铁筒中水冷成锭。对铸锭进行 520℃/8h 的固溶退火处理,并车除氧化皮到直径 59mm,用 500t 的挤压机进行正向热挤压,挤压比 $\lambda=16$,挤压速度为 1m/min,挤压温度为 420℃。

挤压后对棒材在 225℃进行 24h 的峰值时效。时效后在 CSS44100 电子万能试验机上进行低温和室温力学性能实验,拉伸方法按照 GB/T 228-2002 标准进行;在 Instron8032 试验机上进行高温拉伸实验,拉伸方法按照 GB/T 4338-1995 标准进行。拉伸试样是沿挤压方向进行取样,并按 GB6397-86 标准统一制成有效截面积 $\phi 6\text{mm} \times 36\text{mm}$ 的短比例试样,试样的拉伸速率统一为 0.5mm/min。用 XJP-6A 型立式光学显微镜、KYKY2800 型和 Sirion 200 型扫描电镜、Tecna G² 20 型透射电镜对试样断口进行微观组织观察与分析。

2 结果与分析

2.1 不同温度下的拉伸性能

表 1 为 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金挤压 T5 态的拉伸性能。从表 1 可看出合金拉伸性能有两个特别之处。一是合金在 -196℃的抗拉强度达到了 521MPa,比 25℃的抗拉强度提高了 41%,而且延伸率比 25℃高出了一倍,产生异常的低温塑性现象;二是合金 400℃时的延伸率达到了 180%,呈现出粗晶超塑性现象(拉伸前的晶粒大小约 20 μm ,见图 1a)。

表 1 Mg-9Gd-4Y-0.6Zr 合金的拉伸性能
Table 1 Tensile properties of Mg-9Gd-4Y-0.6Zr alloy

Property	Test temperature /℃					
	-196	25	250	300	350	400
σ_b /MPa	521	370	348	262	150	62
$\sigma_{0.2}$ /MPa	448	319	303	232	128	48
δ /%	8	4	9	21	54	180

2.2 拉伸断口的组织分析

根据合金的拉伸性能对以上六种温度的拉伸断口进行分析,比较断口组织形貌和断裂方式之间的差异,确定合金在不同温度下的断裂机制。

2.2.1 25℃的拉伸断口分析

25℃的拉伸断口为垂直于拉伸方向的脆性正断,断裂时没有明显的伸长和颈缩,断口平直光亮,在断口中心还有肉眼可见的细小白点。

图 1a 为合金在 25℃拉伸断口的纵截面金相组织。可以看到晶粒无明显变形,沿挤压方向分布着大量的富稀土粒子。从晶粒取向的关系上看:软取向的晶粒经变形后产生变形孪晶的数量很少,而硬取向的晶粒为协调软取向晶粒变形时在晶内形成大量的孪晶,孪晶的方向与拉伸方向约呈 45°的位向关系。

图 1b 为拉伸断口的扫描组织。合金的断裂特征为穿晶解理断裂,断口较平坦光滑,颜色呈白亮色;图中的箭头所指方向为裂纹的主要扩展方向;合金主要沿着解理面(0001)进行扩展^[5],解理过程中形成大量的解理台阶和解理小刻面,解理台阶受到晶界和晶粒取向的影响而变得复杂多样,导致不同晶粒内形成的台阶高度、台阶方向和台阶数也不同,表现出晶粒好象是由多层组成。

图 1c 是图 1b 中部的放大。图中显示出裂纹在晶粒之间的扩展,晶粒 A 内存在着细小的解理裂纹和较小的解理台阶,当解理裂纹从晶粒 A 越过晶界到达晶粒 B 时受到晶界倾角的影响而改变方向,解理裂纹扩展过程中不断地与螺形位错交截而使解理台阶的数量增加;图中的箭头表示裂纹扩展时的方向改变。

图 1d 是用透射电镜观察到拉伸试样中的位错塞积现象:图中的富稀土方形粒子尺寸约 1 μm ,位错线难以绕过或切过这么大尺寸的粒子,只能在粒子的尖角下方形成位错塞积群;塞积群中的位错数目越多、对粒子作用的内应力就越大;根据甄纳(G. Zener)的位错塞积理论——位错塞积处易产生大的应力集中^[6],位错塞积产生的应力集中是裂纹形成的主要原因;组织中的大量富稀土粒子是裂纹形成的源头。

综上所述,合金 25℃的断裂机制为穿晶解理的脆性断裂。

2.2.2 -196℃的拉伸断口分析

-196℃的拉伸断口为韧性断裂,断裂时有明显的伸长和颈缩,断口是锯齿状的杯锥形、呈暗灰色,并由纤维区、放射区和剪切唇三个区域组成,颈缩处的剪切唇非常明显。

图 2a 为合金在-196℃拉伸断口的纵截面金相组织。断口处呈锯齿状,晶粒有一定程度的变形,组织中的孪晶数量比 25℃明显要少。

图 2b 为拉伸断口的扫描组织。组织内有韧性特征的河流状花样和浅平状的韧窝,裂纹在不同高度的平面上扩展、形成韧性特征的撕裂棱;组织局部区域内还存在着稀土粒子造成的晶内解理断裂(见图中箭头所示),解理裂纹扩展到晶界附近形成韧窝或撕裂棱、并使裂纹终止扩展。因此组织以韧性断裂特征为主,同时还有局部的解理断裂。

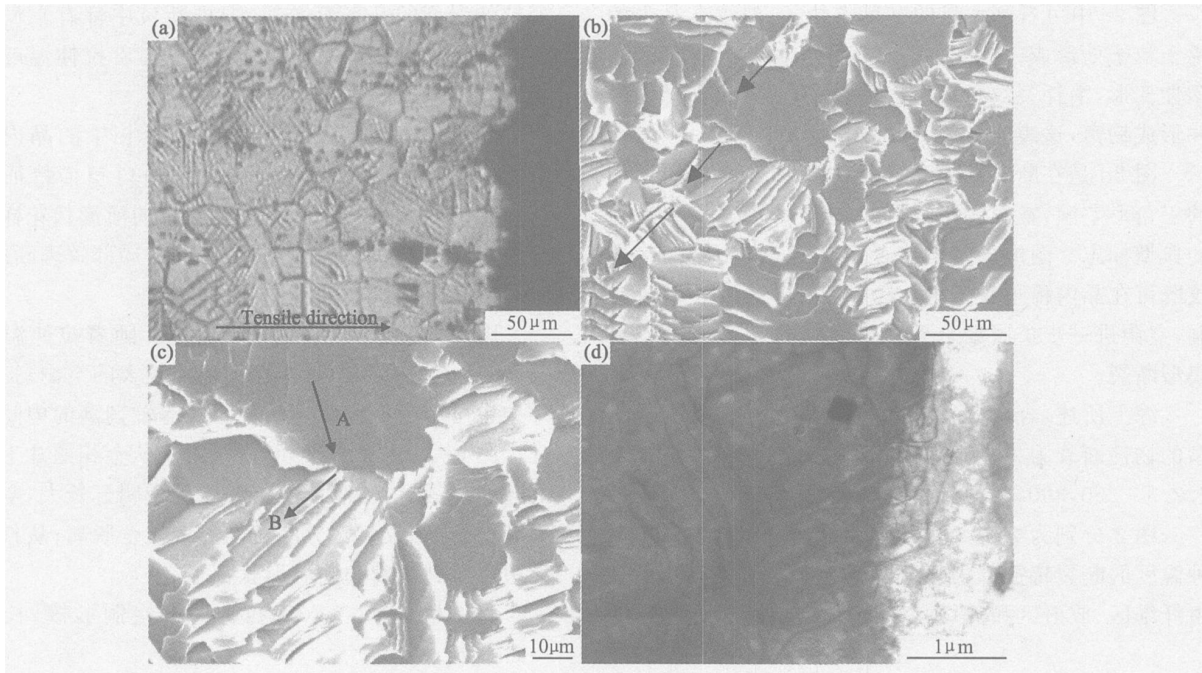


图1 25℃拉伸试样的断口显微组织 (a) 断口纵截面的金相组织;
(b) 断口的扫描组织;(c) 裂纹晶粒之间的扩展;(d) 位错在粒子尖角处的塞积现象

Fig. 1 Fractographs of the tensile specimens at 25 °C (a) optical microstructure of the longitudinal section fracture;
(b) SEM micrograph of the fracture; (c) SEM micrograph of the cracks propagation;
(d) TEM micrograph of dislocations pile-up in front of the particle

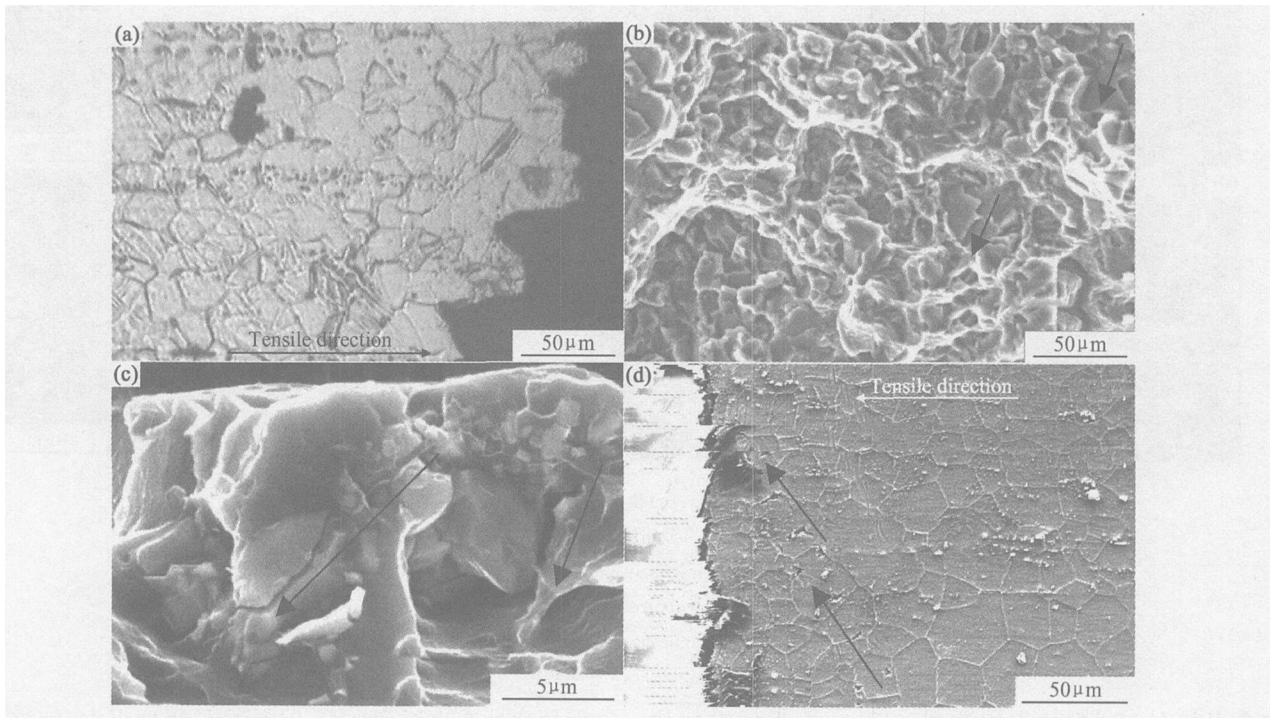


图2 - 196℃拉伸试样的断口显微组织 (a) 断口纵截面的金相组织;
(b) 断口的扫描组织;(c) 裂纹在晶内稀土粒子的形成和扩展;(d) 扫描电镜观察到断口附近形成的空洞

Fig. 2 Fractographs of tensile specimens at - 196 °C (a) optical microstructure of the longitudinal section fracture;
(b) SEM micrograph of the fracture; (c) SEM micrograph of the cracks propagation;
(d) SEM micrograph of the voids adjacent fracture in the fiber field

图 2c 中可看到大量的富稀土粒子, 裂纹在晶内的稀土粒子处形成(见图中箭头所示), 裂纹扩展时产生塑性变形, 消耗裂纹的能量, 使裂纹扩展在晶内终止, 并形成韧窝, 这表明合金具有较好的塑性。

图 2d 是在断口纤维区附近观察到裂纹扩展形成的三角形空洞, 空洞的形成和扩展是微孔聚集型断裂的典型标志。图中的空洞在晶界和晶内都有分布, 裂纹既可在晶内稀土粒子处、又可在晶界三叉处形成空洞, 空洞进一步扩展聚合到一起后使合金形成微孔聚集型断裂。

综上所述, 合金-196℃的断裂机制是以微孔聚集型的韧性断裂为主、局部产生解理断裂为辅。

2.2.3 250, 300, 350℃的拉伸断口分析

图 3 分别为 250, 300℃和 350℃断口显微组织, 三种温度的断裂特征都为微孔聚集型的韧性断裂, 都是由纤维区、放射区和剪切唇三个区域组成, 延伸率也随

着拉伸温度的升高而增加, 扫描断口中都有空洞存在(图中箭头所指处), 空洞的大小也随着拉伸温度的升高而变大。

图 3a, d 为 250℃断口组织。金相中的晶内孪晶数量要明显多于-196℃和 25℃; 断口扫描特征基本与-196℃相同, 组织中也存在大量的河流状花样和撕裂棱, 晶内也有大块稀土粒子造成的局部解理断裂, 有浅平的韧窝和尺寸较小的空洞。

图 3b, e 为 300℃的断口组织。随着拉伸温度的升高, 从金相照片中就能看到尺寸较大的空洞; 扫描照片中也可看到有许多空洞分布在等轴韧窝的中间。

图 3c, f 为 350℃的断口组织。从金相照片上看到晶粒明显被拉长、晶粒在拉伸过程中明显长大, 空洞长大后聚合到一起, 部分晶粒同界面完全脱离; 从扫描照片中可看到韧窝和空洞形状都很大。

图4为试样在350℃拉伸时的空洞形核、长大和

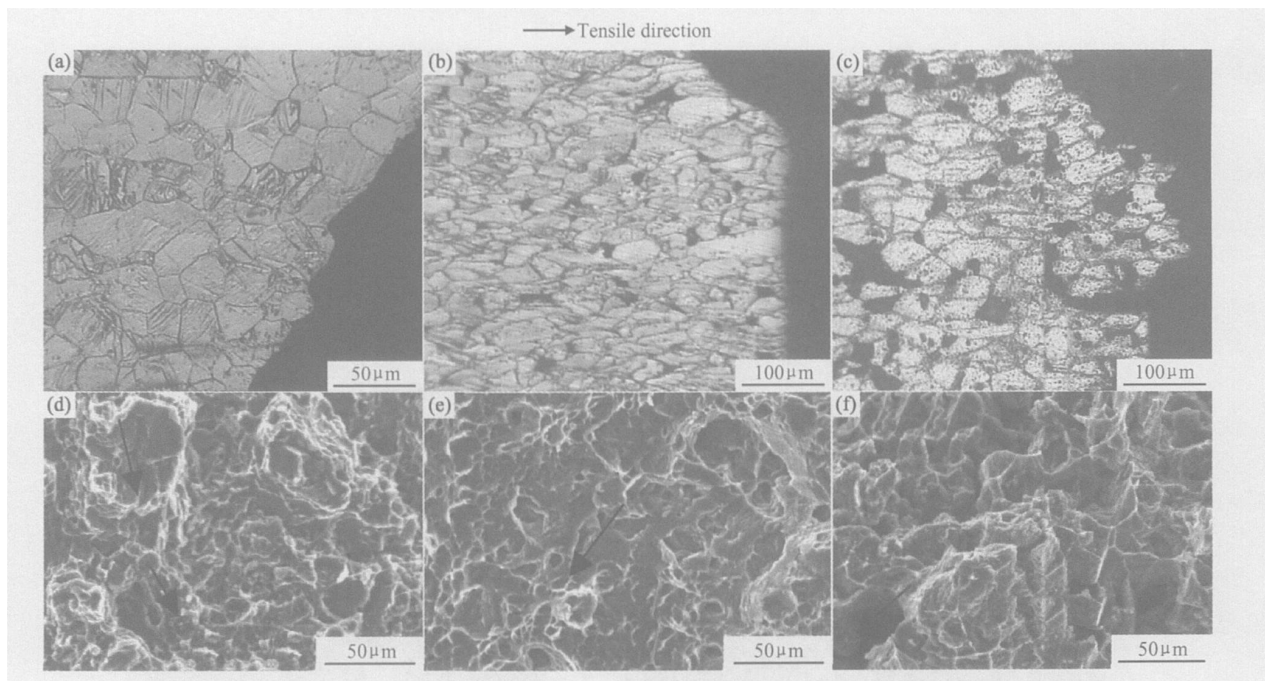


图 3 250℃(a), (d), 300℃(b), (e) 和 350℃(c), (f) 拉伸试样的断口显微组织

(a), (b), (c) 断口纵截面的金相组织; (d), (e), (f) 断口的扫描组织

Fig. 3 Fractographs of the tensile specimens at 250℃(a), (d), 300℃(b), (e) and 350℃(c), (f)

(a), (b), (c) optical microstructures of the longitudinal section fracture;

(d), (e), (f) SEM micrographs of the fracture surfaces

聚合引起合金断裂的组织演变。图 4a 为裂纹在拉伸应力下易在晶界三叉处产生应力集中, 箭头所指处为空洞在晶界三叉处开始形核(此时的晶界强度已低于晶内的强度); 图 4b 所示随着变形程度的加大, 空洞沿垂直拉伸方向开始长大, 空洞长大后应力就得到一定程度的松弛, 并在一定程度上提高合金的塑性; 图 4c

为颈缩处产生强烈变形, 晶粒拉长程度很大, 裂纹开始沿拉伸和垂直于拉伸的两个方向扩展, 空洞长大后开始有聚合趋势; 图 4d 所示断口处空洞聚合引起合金的断裂。

综上分析, 合金 250, 300℃和 350℃的断裂机制都为微孔聚集型的韧性断裂。合金随着变形温度的升

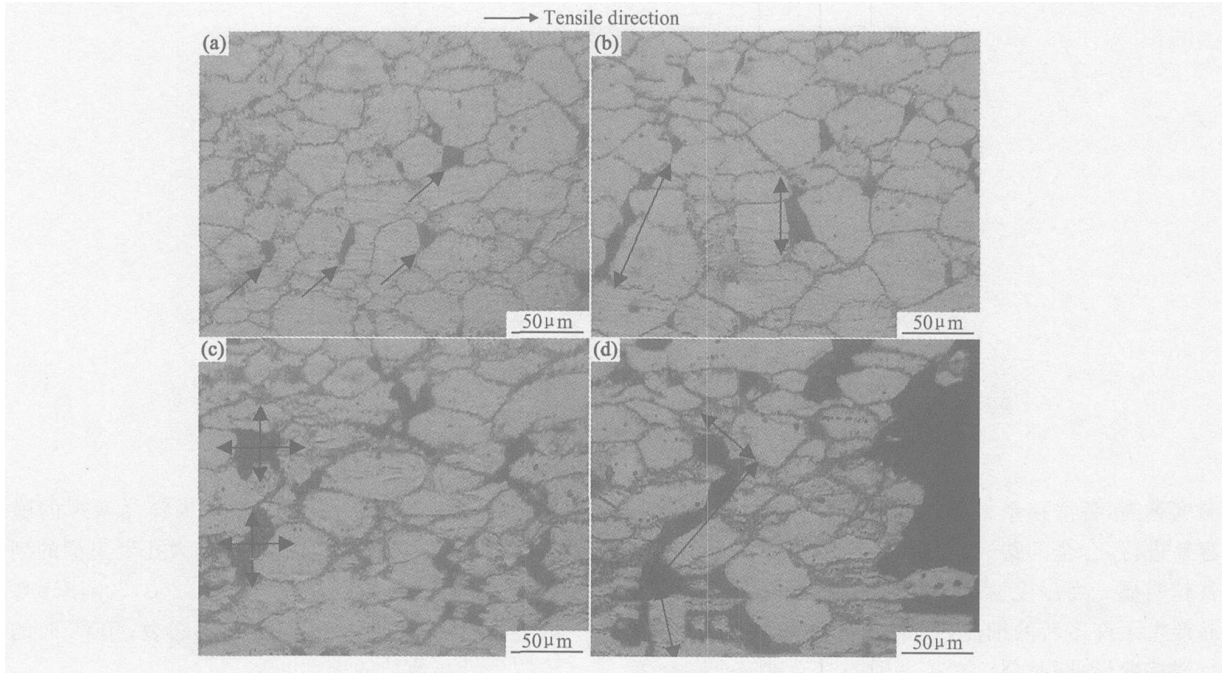


图 4 350℃拉伸试样中空洞聚合的组织演变 (a) 空洞的形核; (b) 空洞的长大; (c) 空洞的扩展; (d) 空洞的聚合
Fig. 4 Evaluation of the microstructures of voids linkage in the tensile specimens at 350℃
(a) voids nucleating; (b) voids growing; (c) voids spreading; (d) voids coalescence

高,表现出的韧性特征就越明显,延伸率、韧窝和空洞也越来越大;裂纹在晶界三叉处形成空洞,空洞经历形核、长大和聚合后引起合金断裂。

2.2.4 400℃的拉伸断口分析

图 5a 为 400℃拉伸的断口金相:晶粒被拉长,部分晶粒已合并长大,平均晶粒尺寸增加 1 倍以上。试样在拉伸力的作用下逐步颈缩到一点,断口呈针尖状(见图 5a 左下角);断裂的方式为沿晶界滑移的韧性剪切断裂。拉伸试样的纵截面在金相显微镜下看不到空洞和裂纹,断裂机制不同于 300℃和 350℃拉伸时微孔聚集的沿晶断裂;由于晶界上的再结晶生成许多新的细晶,合金沿着晶界进行滑移变形,表现出良好的塑性,合金在 400℃拉伸时具有粗晶超塑性,延伸率达到 180%。

图 5b 为图 5a 的放大:可清楚地看到晶界在高温下已发生再结晶、而晶内又在高温下产生大量孪晶的奇特现象。合金在 400℃时拉伸温度已超过合金的再结晶温度,拉伸过程中能发生动态再结晶;但奇怪的是合金在 400℃拉伸时晶内还产生大量的孪晶,这种以再结晶和孪晶共存的超塑性变形方式用一般的超塑性理论是难以解释的,有可能是一种新的超塑性变形机制。

综上分析,合金 400℃的断裂机制为沿晶剪切的韧性断裂。

2.3 拉伸温度对断裂机制的影响

合金拉伸温度的不同表现出其断裂特征也不同,根据断裂特征可从不同方面进行分类。从塑性变形的大小来分:除 25℃时的拉伸是脆性断裂外,合金在其他拉伸温度下的延伸率都大于 5%,为韧性断裂;从裂纹扩展的途径来分:-196, 25℃和 250℃时为穿晶断裂,在 300, 350℃和 400℃时为沿晶断裂;从裂纹扩展吸收的能量来分:25℃时为低能量吸收过程,-196℃和 250℃是中等能量吸收的过程,300℃和 350℃是高能量的吸收过程,400℃时吸收的能量主要用于再结晶。上述断裂特征是由于合金在不同温度下变形机制的不同造成的。

镁在室温下的滑移变形仅限于基面,而多晶体中的每个晶粒的变形至少需要 5 个独立的滑移系,镁室温下基面滑移系 $\{0001\} \overline{1120}$ 只能提供两个独立的滑移系,这迫使锥面 $\{10\overline{1}2\} 1011$ 以孪生的方式参与变形;孪生变形造成裂纹的快速扩展,合金的塑性极差,这是合金 25℃拉伸产生解理脆性断裂的原因。

当温度达到 225℃以上时,镁原子的热振动振幅加大,原子间距也变大,使最密排面和次密排面的差别减少,附加角锥滑移面 $\{10\overline{1}1\}, \{11\overline{2}1\}$ 能够启动,这时可启动的滑移数量明显增多,合金变形进入多系滑移阶段,这时镁合金就呈明显的延性转变^[7],所以合金在 250~350℃的拉伸都为微孔聚集型的韧性断裂;变形

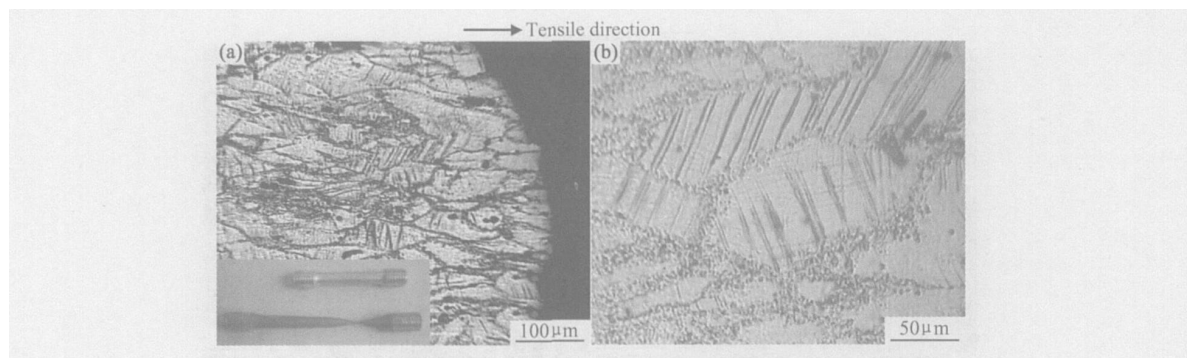


图 5 合金 400℃拉伸时的超塑性组织 (a) 断口纵截面的金相组织; (b) 图 5a 的放大

Fig. 5 Superplastic microstructures of the alloy after tensile test at 400℃ (a) optical microstructures of the longitudinal section fracture; (b) magnification of fig. 5a

温度越高,各滑移系之间的差异就越小,滑移变形就越容易进行,合金的塑性就越好,产生空洞和韧窝等特征就越明显。当温度达到 400℃时,可能是合金的再结晶产生了许多新的细晶,使合金非常容易地在晶界进行滑移变形;同时裂纹在扩展的同时又进行自我修复,所以金相显微组织中看不到裂纹扩展产生的空洞,导致合金的断裂机制变为沿晶剪切断裂。

合金在-196℃产生低温塑性的异常现象可能与新的滑移系开动有关。从合金-196℃产生孪晶的数量明显要少于 25℃的现象可说明确实有新的滑移系开动,使合金以多滑移系的滑移变形来提高塑性、同时抑制变形孪晶的产生;引起新滑移系开动的唯一变化就是拉伸温度的降低,由于镁的晶格常数 c 和 a 随温度的变化而产生不同的变化,温度的下降使棱柱面滑移系的开动将变得容易;而这种低温下棱柱面滑移系开动的现象 Hauser 等人^[8]曾观察到镁合金在-196℃拉伸时棱柱面滑移系 $\{10\bar{1}0\}$ 1120 的开动,在-269℃拉伸时棱柱面滑移系开动的数量更多;因此作者认为-196℃产生低温塑性的原因可能为棱柱面滑移系开动所致,使合金从 25℃的解理脆性断裂转变为微孔聚集型的韧性断裂。

总之,拉伸温度的变化引起不同的滑移系开动,导致合金的变形机制也不同,最终产生的断裂机制也不同。

3 结论

(1) 合金在不同温度下的变形机制不同,开动的滑移系也不相同,引起的断裂机制也不同。

(2) 合金 25℃时的断裂机制为穿晶解理的脆性断裂;合金-196℃的断裂机制是以微孔聚集型的韧性断裂为主、局部产生解理断裂为辅;250,300,350℃时的断裂机制也为微孔聚集型的韧性断裂;400℃时的断裂机制为沿晶剪切的韧性断裂。

参考文献

- [1] ANYANWU I A, KAMADO S, KOJIMA Y. Aging characteristics and high temperature tensile properties of Mg-Gd-Y-Zr alloys [J]. Materials Transactions, 2001, 42(7): 1206-1211.
- [2] ANYANWU I A, KAMADO S, KOJIMA Y. Creep properties of Mg-Gd-Y-Zr alloys [J]. Materials Transactions, 2001, 42(7): 1212-1218.
- [3] 彭卓凯, 张新明, 陈健美, 等. Mn, Zr 对 Mg-Gd-Y 合金组织与力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2005, 15(6): 917-922.
- [4] PENG Z-K, ZHENG X-M, CHEN J-M, et al. Grain refining mechanism in Mg-9Gd-4Y alloys by zirconium [J]. Materials Science and Technology, 2005, 21(6): 722-726.
- [5] 哈宽富. 断裂物理基础[M]. 北京: 科学出版社, 1999. 202-205.
- [6] 束德林. 金属力学性能[M]. 北京: 机械工业出版社, 1994. 26-46.
- [7] 陈振华, 严红革, 陈吉华, 等. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004. 202-205.
- [8] EMLEY E F. Principles of Magnesium Technology [M]. New York: Pergamon Press, 1966. 483-490.

基金项目: 国家基础研究项目 (5133001E); 国家“863”计划项目 (2004AA741062; 2003AA741043)

收稿日期: 2006-03-13; 修订日期: 2006-11-20

作者简介: 肖阳 (1975-), 男, 博士研究生, 从事耐热镁合金的研究, 联系地址: 中南大学材料科学与工程学院 (410083)。