

织构对Mg-Gd-Y-Nd-Zr合金疲劳性能的影响

罗安¹, 邓运来^{2*}, 官立群²

¹中南大学轻合金研究院, 湖南 长沙

²中南大学材料科学与工程学院, 湖南 长沙

Email: 183812056@csu.edu.cn

收稿日期: 2021年4月9日; 录用日期: 2021年5月13日; 发布日期: 2021年5月20日

摘要

本文以不同织构的Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr合金为对象, 研究了织构对疲劳性能的影响。通过扫描电镜表征了疲劳后试样的断口形貌, 在金相显微镜下表征了表面裂纹的扩展路径, 并对比不同织构合金的疲劳后试样的形貌差异。结果表明, 在形成基面织构后, 合金的平均晶界取向差从62.32°降低到44.01°, 平均施密特因子从0.381降低到0.278, 组织均匀性得到提升。晶粒内的位错滑移得到抑制, 这使得合金的裂纹萌生寿命和裂纹扩展寿命均得到延长, 从而提高了合金的疲劳性能。

关键词

Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr, 疲劳, 织构, 晶界取向差

Effect of Texture on Fatigue Properties of Mg-Gd-Y-Nd-Zr Alloy

An Luo¹, Yunlai Deng^{2*}, Liqun Guan²

¹Light Alloy Research Institute, Central South University, Changsha Hunan

²School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha Hunan

Email: 183812056@csu.edu.cn

Received: Apr. 9th, 2021; accepted: May 13th, 2021; published: May 20th, 2021

Abstract

In this paper, the Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr alloy with different textures was used as the object to study the effect of texture on fatigue performance. The fracture morphology of the fatigue speci-

*通讯作者。

men was characterized by scanning electron microscope, the propagation path of the surface crack was characterized under the metallographic microscope, and the morphology difference of the fatigue specimen with different texture was compared. The results show that after the basal texture is formed in the alloy, the average grain boundary misorientation is reduced from 62.32° to 44.01° , the average Schmidt factor is reduced from 0.381 to 0.278, and the uniformity of the structure is improved. The dislocation slip in the grains was suppressed, which makes the crack initiation life and crack propagation life of the alloy prolonged, thereby improving the fatigue performance of the alloy.

Keywords

MG-6GD-2.5Y-1ND-0.5ZR, Fatigue, Texture, Grain Boundary Misorientation

Copyright © 2021 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

镁合金作为最轻质的金属材料之一,近年来引起了航空航天,交通运输等领域的极大关注[1] [2] [3]。其中含稀土的镁合金由于其在强度和抗蠕变性能等方面的优势,正取代传统镁合金成为人们新的研究热点[4] [5]。镁合金在作为结构材料服役时,必然会承受长期的循环载荷,这对稀土镁合金的疲劳性能提出了要求。镁合金的疲劳寿命通常包括三个阶段:应变局域化、裂纹萌生、裂纹扩展三个阶段,在高应力水平下,疲劳寿命以裂纹扩展为主,而在低应力水平下,裂纹萌生占主导地位[6]。晶界通常是裂纹扩展过程中的主要阻碍之一[7] [8],而晶界取向差在其中扮演着重要的角色[9] [10] [11]。Ludwing [12]通过研究晶界和晶体取向对短裂纹扩展行为的影响,发现如果裂纹扩展路径与目标晶粒的滑动面之间的夹角较大阻碍扩展。Chao [13] [14]发现微观结构的不均匀性导致裂纹扩展速率的波动。由于初期的裂纹扩展速率较慢,对于整体的疲劳寿命贡献较大,因此对裂纹早期的扩展过程研究对提高稀土镁合金的疲劳性能十分重要。

由于镁合金具有独特的密排六方结构,这使得其在轧制过程中容易形成明显的织构,而这些织构会对镁合金的疲劳性能产生影响。Park [15]等研究了各向异性对轧制 AZ31 镁合金疲劳行为的影响,发现垂直轧制方向样品的疲劳性能优于沿轧制方向的样品, Xiong [16]等通过研究轧制态 AZ80 合金的疲劳行为也得到类似的效果。然而目前对于织构的研究大多集中于材料的循环软化行为,对于裂纹萌生及扩展规律的研究还比较少。本文通过研究不同织构镁合金的疲劳行为,探明晶粒组织对镁合金早期疲劳裂纹行为的影响规律,为提高镁稀土合金服役性能提供理论基础。

2. 实验材料及方法

通过在 Ar 气氛保护下的电阻炉中熔化高纯度的 Mg (>99.93%), Mg-30 wt.%Gd, Mg-30 wt.%Y 和 Mg-30 wt.%Zr 中间合金来制备名义成分为 Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 的合金铸锭。用电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-AES)测定了合金的实际化学成分为 Mg-5.8Gd-2.4Y-0.78Nd-0.45Zr (wt.%)。铸锭在 520°C 下均匀化退火处理 14 h,然后在室温下水淬,切出一部分样品在 225°C 时效 24 h,标记为 T6 态。另一部分样品在均匀化退火后立刻进行热轧,轧制温度为 500°C ,每道次压下量 10%,总压下量为 70%,每道次中间在 500°C 下退火 5~10 分钟。轧制后板材在 500°C 下固溶处理两小时后立刻水淬,随后在 225°C

时效 24 h, 标记为 T5 态。

室温拉伸参考国标 GB/T 228.1-2010 在 DDL100 电子万能材料试验机上进行, 拉伸速率为 2 mm/min。疲劳试样按照 GB/T3075-2008 设计, 其标距长度为 10 mm, 横截面积为 10 mm × 6 mm。为避免加工影响, 对样品的表面进行了抛光。在室温下使用电液伺服控制疲劳试验机(SDS100)进行应力控制的疲劳试验(频率 20 HZ, 应力比 $R = -1$, 方向为沿轧制方向)。为了观察疲劳裂纹的萌生和扩展, 扫描电子显微镜(SEM, FEI Quanta-200)检查了样品的显微组织和疲劳断裂表面。考虑到疲劳的最后阶段会导致断裂面附近的形态变化, 采取疲劳断口下方约 800 μm 处的试样进行微观结构表征。在观察金相时, 将样品抛光, 然后使用 5 μg 柠檬酸, 4 ml 硝酸和 96 μmL 乙醇组成的溶液中蚀刻 10 s。使用电子背散射衍射(EBSD, Oxford)系统观察疲劳前后样品的晶体取向和结构, 使用 HKL Channel 5 软件处理 EBSD 结果, 以获得极图和晶粒尺寸。

3. 结果与讨论

3.1. 微观组织与力学性能

图 1 是两种合金的 EBSD 检测结果, 这可以帮助我们了解合金的晶粒组织状态。从图中可以看出, 两种合金均呈等轴晶状, 由于再结晶退火的作用, 在 T5 态合金中并未观察到如其他变形镁合金中明显的变形晶粒。在取向上, 可以看到 T5 态合金内部红色的晶粒明显增多, 晶体取向趋于一致。从极图中也可以看到, T6 态合金的晶体取向整体呈散漫分布, 表现出随机取向, 最大极密度为 2.13, 而 T5 态合金则含有明显的基面织构, 极密度达到 15.65。

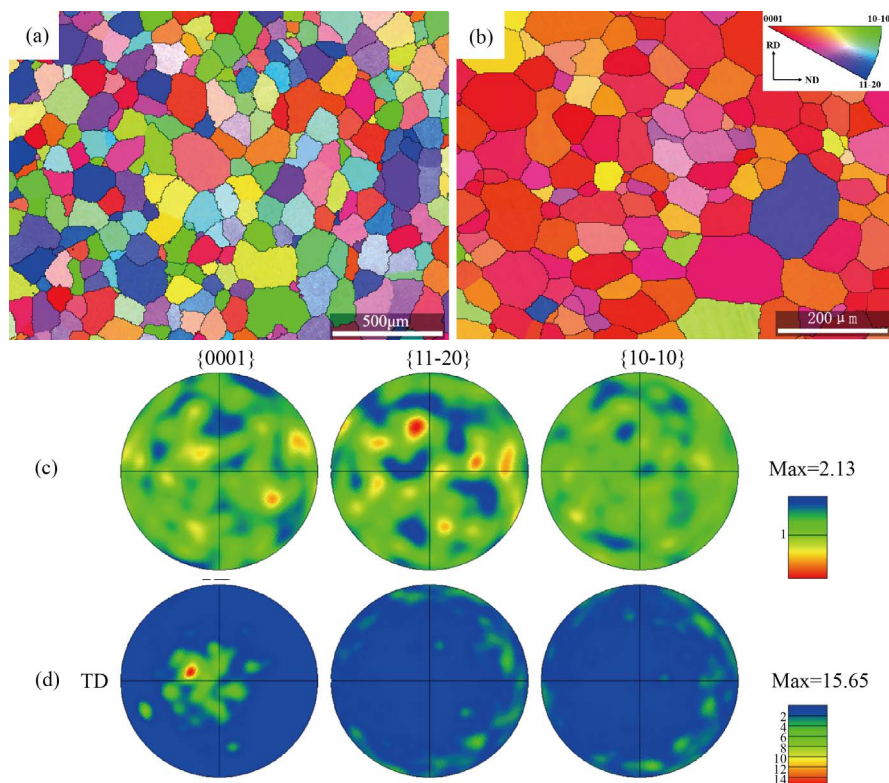


Figure 1. EBSD observation of the Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr alloys under different structure conditions: (a) Inverse pole figure of T6 alloy; (b) Inverse pole figure of T5 alloy; (c) pole figure of T6 alloy; (d) pole figure of T5 alloy

图 1. 不同组织状态 Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 合金的 EBSD 检测结果: (a) T6 态合金反极图; (b) T5 态合金反极图; (c) T6 态合金极图; (d) T5 态合金极图

图 2 是两种合金的晶粒组织状况统计图，包括晶粒尺寸分布图、晶界取向差分布图以及施密特因子分布图。T5 态合金经过轧制处理后，晶粒组织得到细化，平均晶粒尺寸从 92.1 μm 降低至 50.6 μm 。相

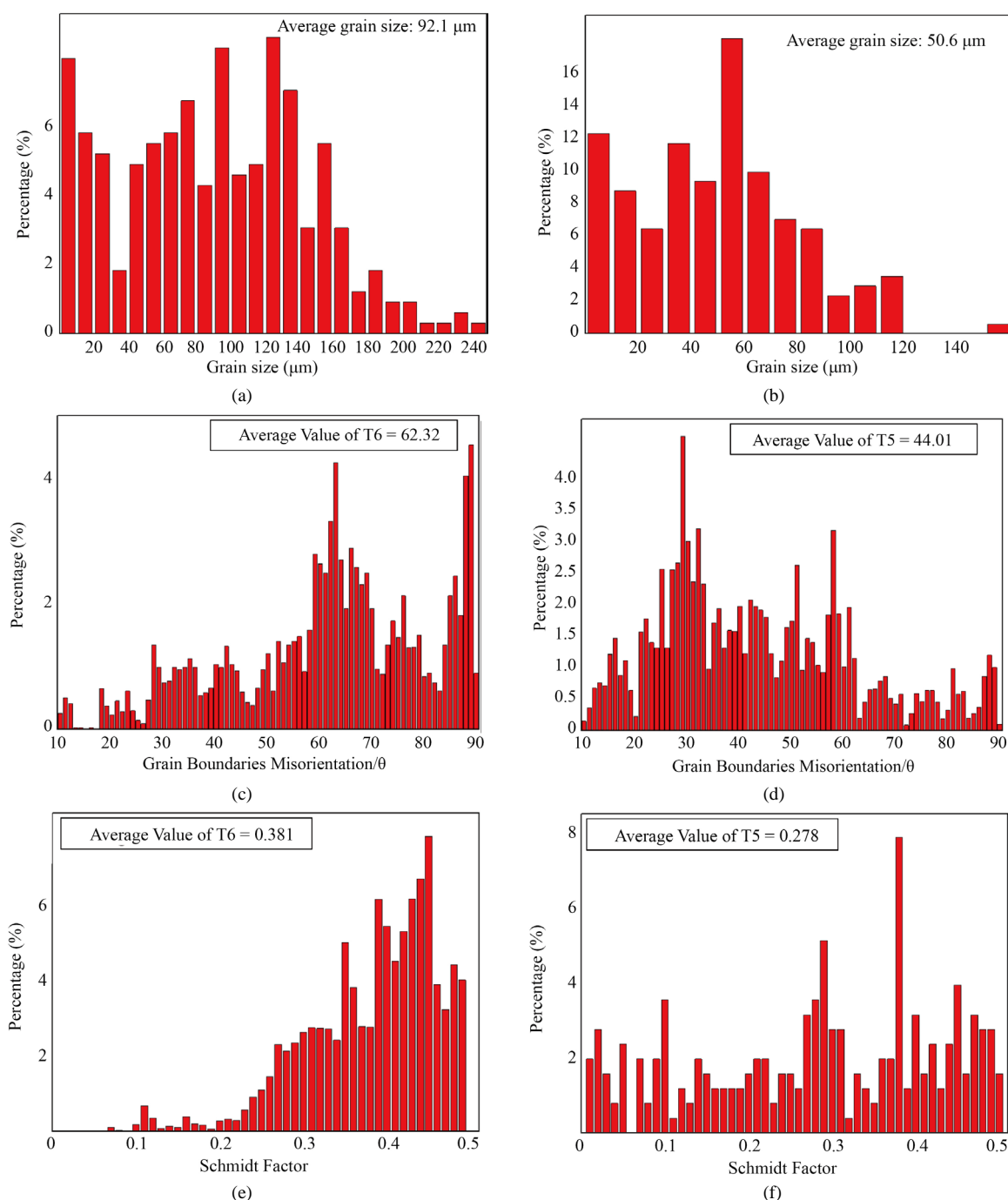


Figure 2. Grain structure analysis of the Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr alloys under different structure conditions: (a) Grain size distribution map of T6 alloy; (b) Grain size distribution map of T5 alloy; (c) Grain boundary misorientation distribution map of T6 alloy; (d) Grain boundary misorientation distribution map of T5 alloy; (e) Schmidt factor distribution map of T6 alloy; (f) Schmidt factor distribution map of T5 alloy

图 2. 不同组织状态 Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 合金的晶粒组织分析结果：(a) T6 态合金晶粒尺寸分布图；(b) T5 态合金晶粒尺寸分布图；(c) T6 态合金晶界取向差分布图；(d) T5 态合金晶界取向差分布图；(e) T6 态合金施密特因子分布图；(f) T5 态合金施密特因子分布图

较于 T6 态合金, T5 态合金的平均晶界取向差从 62.32° 降低到 44.01° , 平均施密特因子从 0.381 降低到 0.278。总的来说, T5 态合金内部的晶粒组织相较于 T6 态合金更加均匀, 晶体取向趋于一致。由于具有更低的晶界取向差, T5 态合金在晶粒间的变形更加协调, 而较低的施密特因子则增加了晶粒内部变形的难度。

表 1 为两种合金的室温力学性能。T5 态合金的强度相较于 T6 态合金略有增加, 抗拉强度提升了 14.6%, 而延伸率提升了 70.6%, 这些室温力学性能的变化主要与晶粒尺寸的细化有关。图 3 是两种合金的疲劳寿命曲线图。在 10^7 循环次数的条件下, T6 态样品的疲劳强度为 70 MPa, 而 T5 态样品的疲劳强度为 85 MPa, 提升了接近 20%。由于晶粒尺寸对时效态镁合金的疲劳性能影响十分有限[17], 可以认为结构的差异是影响两种合金疲劳性能差异的主要原因。

Table 1. Tensile properties of the Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr alloys under different structure conditions

表 1. 不同组织状态 Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 合金的室温拉伸性能

Alloy	Tensile strength (MPa)	Yield strength (MPa)	Elongation (%)
T6	280 ± 5	213 ± 3	3.40 ± 0.5
T5	321 ± 4	252 ± 3	5.80 ± 0.4

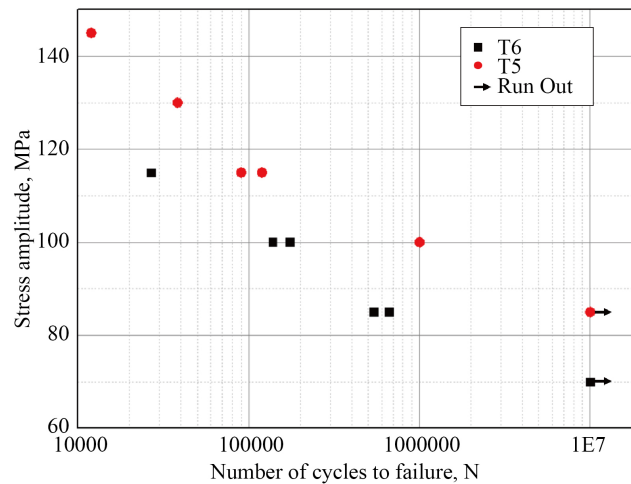


Figure 3. Fatigue life curves of the Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr alloys under different structure conditions under fully reversed stress mode

图 3. 不同组织状态 Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 合金的 S-N 曲线

3.2. 表面裂纹及疲劳断口分析

图 4 是两种合金表面微裂纹的金相照片。图中的微裂纹扩展路径的差异表明两种合金在组织上的不同。由于具备基面组织, 图 4(b)中 T5 态合金的微裂纹大体上呈一条直线, 相邻晶粒间的裂纹角度差别不大, 而 T6 态合金的相邻晶粒间的裂纹则具有较大的方向差异。另外, T6 态合金中萌生裂纹的数量较多, 且在单一晶粒内存在多条平行的微裂纹, 相反的是, T5 态合金中较少出现次生裂纹, 并且很少出现平行裂纹的情况, 这说明 T6 态合金中应力集中的情况要严重得多。

图 5 是两种合金疲劳断口的扫描照片, 其中左侧是裂纹萌生区的宏观照片, 右侧为左侧相应区域的放大图片, 区域用白色虚线框出。图 5(a)是 T6 态合金的断口照片, 在图中并没有发现明显的裂纹传播轨迹, 也没有发现明显的夹杂与缺陷。T5 态合金有着明显的裂纹传播轨迹, 可以看到裂纹从样品左侧表面

处萌生，随后向内扩展。整个裂纹扩展区域分布着大量的解理面，而在解理面周围可以看到细小的台阶状形貌。在 T5 态合金的断口照片中，同样可以看到大量的解理面与台阶状形貌，这种台阶状形貌广泛出现于各类稀土镁合金疲劳断口形貌中。然而，T5 态合金的解理面之间的方向相近，台阶状形貌的数量更少，这使得 T5 态合金的断口显得比 T6 态合金更加平整，两种合金在断口上的区别与表面裂纹的金相组织照片相似，均来源于两种合金不同的结构。

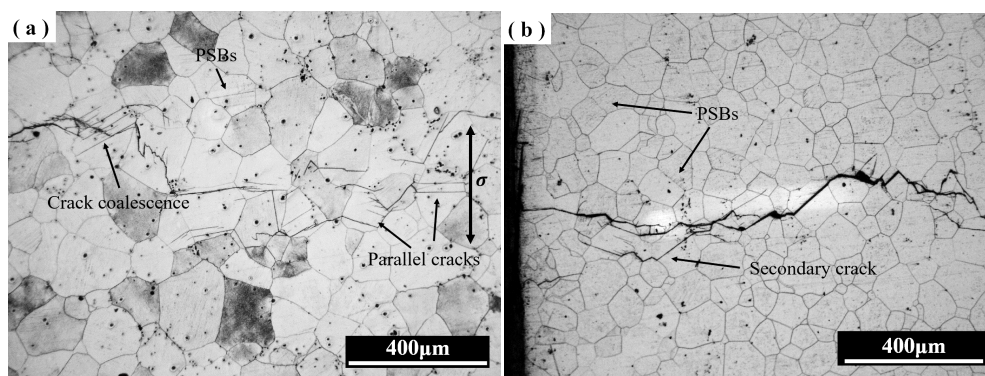


Figure 4. Optical micrographs of small cracks of the Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr alloys under different structure conditions (a) T6 alloy $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 26,749$; (b) T5 alloy $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 119,408$

图 4. 不同组织状态 Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 合金近表面裂纹金相照片：(a) T6 态合金； $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 26,749$ ；(b) T5 态合金 $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 119,408$

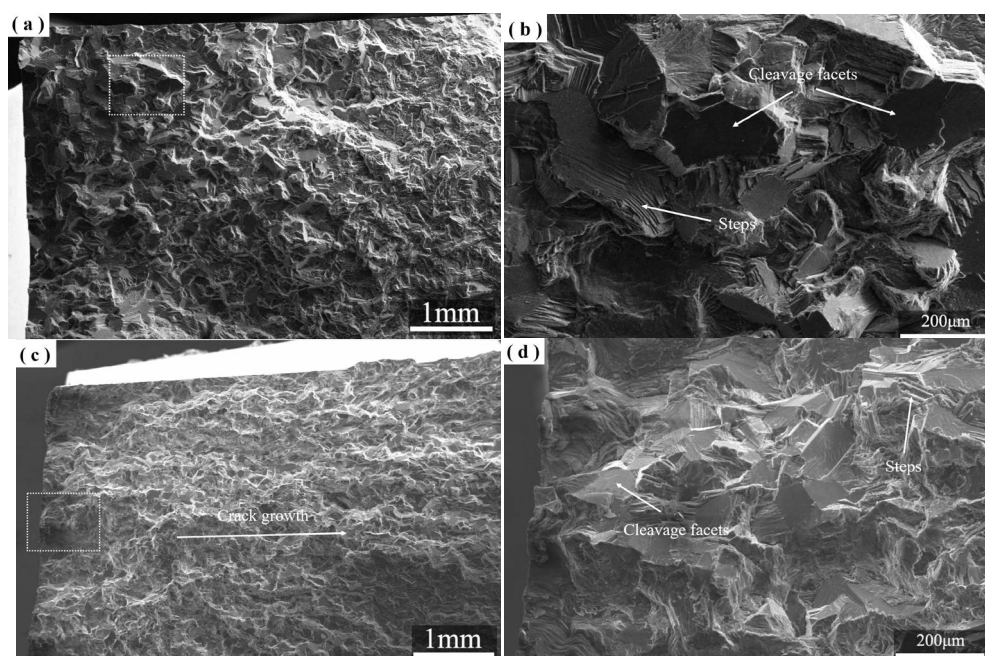


Figure 5. Overall fracture surface and crack initiation site of the Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr alloys under different structure conditions (a) (b) T6 alloy $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 26,749$ ；(c) (d) T5 alloy $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 119,408$

图 5. 不同组织状态 Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 合金的疲劳断口宏观形貌和裂纹萌生区(a) (b) T6 态合金 $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 26,749$ ；(c) (d) T5 态合金 $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 119,408$

图 6 是两种合金裂纹扩展区的放大图片。图中清晰的展示了两种合金由于结构的不同导致的裂纹扩展差异。T6 态合金的解理面之间存在明显的边界，而且解理面的尺寸与该合金的平均晶粒尺寸相似，说

明这些解离面来源于裂纹沿滑移面扩展形成的截面。值得注意的是，T6 态合金的解离面十分光滑，而 T5 态合金的解离面略为粗糙，这说明了裂纹在 T5 态合金内扩展遭遇到的阻力更大。由于裂纹扩展与晶粒内的位错滑移开动有关，而 T6 态合金的晶粒内施密特因子低于 T5 态合金，导致了两种合金的晶粒内裂纹扩展阻力的差异，这也可以解释两者解离面形貌的差异。在 T5 态合金的解离面上可以看到明显的河流花样，这些河流花样在经过边界时未被阻碍，说明位错滑移可以通过低取向差的晶界，同时裂纹也容易沿滑移带穿过这些晶界。由于 T5 态合金具有较强的织构，大部分晶粒的取向相近，使得断口整体显得更加平整。

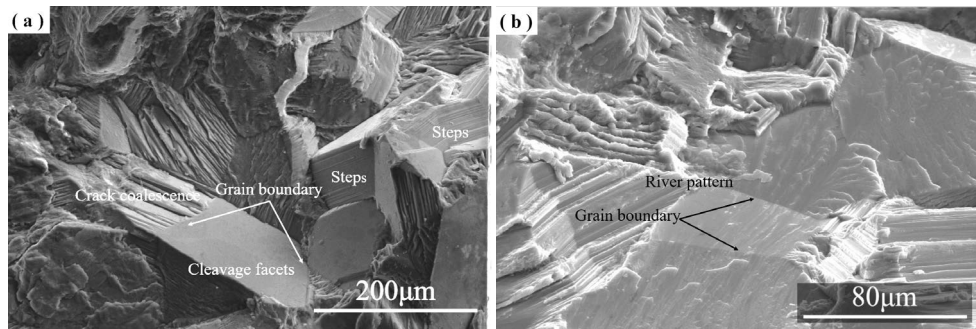


Figure 6. Fatigue fracture of the Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr alloys under different structure conditions (a) T6 alloy $\sigma_f = 100$ MPA, $N_f = 137,962$; (b) T5 alloy $\sigma_f = 115$ MPA, $N_f = 1,001,601$

图 6. 不同组织状态 Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 合金裂纹扩展区域扫描照片: (a) T6 态合金 $\sigma_f = 100$ MPA, $N_f = 137,962$; (b) T5 态合金 $\sigma_f = 100$ MPA, $N_f = 1,001,601$

3.3. 讨论与分析

在本实验中，两种材料之间的主要区别是轧制过程引起的结构变化。T5 态合金具有强的基面织构，这使得合金内部的晶粒取向趋于一致，样品内部的晶界取向差和施密特因子均有所降低。在考虑织构对疲劳过程的影响时，应考虑疲劳过程的两个部分，即裂纹萌生与早期裂纹扩展。在疲劳裂纹萌生阶段，合金内晶粒间的协调变形起决定作用。由于裂纹的萌生来源于应力集中，而更高的协调变形水平可以使晶粒内的应力集中情况减弱，降低合金内部裂纹萌生的数量。由于 T5 态合金具备的基面织构，晶粒间的协调变形能力更强，这可以从 T5 态合金的断口形貌及表面裂纹路径看出。在疲劳裂纹扩展阶段，两种合金的裂纹扩展方式均为穿晶扩展，此时的织构则不利于抵抗裂纹扩展。由于位错滑移可以穿过低取向差的晶界，而织构会降低样品内部的平均晶界取向差，这使得 T5 态合金内的裂纹很容易跨晶界扩展。然而，需要注意的是，由于本实验中加载方向为沿轧向，这对于 T5 态合金来说，会使得样品内部的施密特因子大大降低，从而提高晶粒内部的位错滑移难度，这也反应在两种合金断口形貌的差异上，如图 6 所示。因此，T5 态合金由于内部存在的织构，获得了更高的裂纹萌生及裂纹扩展寿命，从而在高应力水平与低应力水平下均提高了疲劳性能。

4. 结论

1) 在经过轧制和退火处理后，Mg-6Gd-2.5Y-1Nd-0.5Zr 合金在 10^7 循环次数下的疲劳强度提高了 15 MPa，达到了 85 MPa；在 10^4 循环次数下提高了 30 MPa，达到了 145 MPa，织构的变化是疲劳强度提高的主要原因。

2) 基面织构的形成使得 T5 态合金的平均晶界取向差从 62.32° 降低到 44.01° ，平均施密特因子从 0.381 降低到 0.278。晶界取向差的降低提高了晶粒间的变形协调性，抑制了裂纹萌生；施密特因子的降低抑制

了晶粒内的位错滑移，增加了裂纹扩展阻力。基面结构的形成提高了合金在高应力与低应力水平下的疲劳性能。

参考文献

- [1] Hono, K., Mendis, C.L., Sasaki, T.T., *et al.* (2010) Towards the Development of Heat-Treatable High-Strength Wrought Mg Alloys. *Scripta Materialia*, **63**, 710-715. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.01.038>
- [2] Pan, F., Yang, M. and Chen, X. (2016) A Review on Casting Magnesium Alloys: Modification of Commercial Alloys and Development of New Alloys. *Journal of Materials Science & Technology*, **32**, 1211-1221. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2016.07.001>
- [3] Wang, X.J., Xu, D.K., Wu, R.Z., *et al.* (2018) What Is Going on in Magnesium Alloys? *Journal of Materials Science & Technology*, **34**, 245-247. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.07.019>
- [4] Smola, B., Stulíková, I., von Buch, F., *et al.* (2002) Structural Aspects of High Performance Mg Alloys Design. *Materials Science & Engineering A*, **324**, 113-117. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01291-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01291-6)
- [5] Tekumalla, S., Seetharaman, S., Almajid, A., *et al.* (2015) Mechanical Properties of Magnesium-Rare Earth Alloy Systems: A Review. *Metals*, **5**, 1-39. <https://doi.org/10.3390/met5010001>
- [6] Mughrabi, H. (2015) Microstructural Mechanisms of Cyclic Deformation, Fatigue Crack Initiation and Early Crack Growth. *Philosophical Transactions of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, **373**, Article ID: 20140132. <https://doi.org/10.1098/rsta.2014.0132>
- [7] Lankford, J. (2007) The Growth of Small Fatigue Cracks in 7075-T6 Aluminum. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, **5**, 233-248. <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.1982.tb01251.x>
- [8] Morris, W. (1980) The Noncontinuum Crack Tip Deformation Behavior of Surface Microcracks. *Metallurgical Transactions A*, **11**, 1117-1123. <https://doi.org/10.1007/BF02668135>
- [9] Bieler, T., Eisenlohr, P., Zhang, C., *et al.* (2014) Grain Boundaries and Interfaces in Slip Transfer. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, **18**, 212-226. <https://doi.org/10.1016/j.cossms.2014.05.003>
- [10] King, A., Ludwig, W., Herbig, M., *et al.* (2011) Three Dimensional *In-Situ* Observations of Short Fatigue Crack Growth in Magnesium. *Acta Materialia*, **59**, 6761. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.07.034>
- [11] Zhai, T., Wilkinson, A.J. and Martin, J.W. (2000) Crystallographic Mechanism for Fatigue Crack Propagation through Grain Boundaries. *Acta Materialia*, **48**, 4917-4927. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(00\)00214-7](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00214-7)
- [12] Ludwig, W., Buffière, J., Savelli, S., *et al.* (2003) Study of the Interaction of a Short Fatigue Crack with Grain Boundaries in a Cast Al Alloy Using X-Ray Microtomography. *Acta Materialia*, **51**, 585-598. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(02\)00320-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(02)00320-8)
- [13] Chen, Y., He, C., Liu, F., *et al.* (2020) Effect of Microstructure Inhomogeneity and Crack Initiation Environment on the Very High Cycle Fatigue Behavior of a Magnesium Alloy. *International Journal of Fatigue*, **131**, Article ID: 105376. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2019.105376>
- [14] He, C., Wu, Y., Peng, L., *et al.* (2019) Effect of Microstructure on Small Fatigue Crack Initiation and Early Propagation Behavior in Mg-10Gd-3Y-0.3Zr Alloy. *International Journal of Fatigue*, **119**, 311-319. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2018.10.002>
- [15] Park, S.H., Hong, S.G., Bang, W., *et al.* (2010) Effect of Anisotropy on the Low-Cycle Fatigue Behavior of Rolled AZ31 Magnesium Alloy. *Materials Science & Engineering A*, **527**, 417-423. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.08.044>
- [16] Xiong, Y. and Jiang, Y. (2016) Cyclic Deformation and Fatigue of Rolled AZ80 Magnesium Alloy along Different Material Orientations. *Materials Science and Engineering: A*, **677**, 58-67. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.09.031>
- [17] Pan, J., Peng, L., Fu, P., *et al.* (2019) The Effects of Grain Size and Heat Treatment on the Deformation Heterogeneities and Fatigue Behaviors of GW83K Magnesium Alloys. *Materials Science and Engineering A*, **754**, 246-257. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.03.063>