

# 淬态晶相对块状 Zr-Al-Ni-Cu 非晶合金疲劳断裂的影响\*

张庆生 吴世丁 张海峰 丁炳哲 胡壮麒  
(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)

**摘要** 研究了带有淬态晶相块状非晶合金的对称循环疲劳断裂。结果表明, 粗大的晶相促进疲劳裂纹的萌生, 而完全非晶试样及带有细小晶相试样的裂纹萌生于样品的表层。非晶基体断口为典型的非晶疲劳条纹, 在晶相处为典型的脆断断口形貌。非晶基体疲劳条纹的间距远大于晶态疲劳条纹的间距

**关键词** 块状 Zr-Al-Ni-Cu 非晶合金, 淬态晶相, 疲劳断裂

**中图分类号** TG113.25

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2002)03-0265-04

## EFFECTS OF QUENCHED-IN CRYSTALLITES ON CYCLIC FATIGUE FRACTURE OF Zr-Al-Ni-Cu BULK AMORPHOUS ALLOY

ZHANG Qingsheng, WU Shiding, ZHANG Haifeng, DING Bingzhe, HU Zhuangqi

Shenyang National Lab. for Materials Science, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: ZHANG Qingsheng, Tel: (024)23843531-55260, Fax: (024)23891920,

E-mail: qszhang@imr.ac.cn

Supported by National Key Projects for Basic Research (No. G2000067201)

Manuscript received 2001-08-31, in revised form 2001-11-08

**ABSTRACT** The effects of quenched-in crystallites on the cyclic fatigue fracture of Zr-Al-Ni-Cu bulk amorphous alloy were investigated. For the fully amorphous alloy and specimen with fine crystallites the fatigue crack initiation occurred on the surface layer. For the specimen with larger crystallites the crack originated from a big broken crystallite near the surface layer. The typical striation for amorphous alloys appeared on the fracture surface of the fatigue crack propagation, but on the fracture surface of fine crystallites no striation was detected during crack propagation. The average striation spacing on amorphous area is much larger than that on the larger crystallite. Crack initiation occurred at the brittle crystallites broken easily under cyclic deformation condition.

**KEY WORDS** bulk Zr-Al-Ni-Cu amorphous alloy, quenched-in crystallite, cyclic fatigue fracture

近十几年,人们发现多元锆基合金可以利用传统的铜模铸造方法获得厘米级的块状非晶合金<sup>[1,2]</sup>。块状非晶的成功制备为研究非晶态合金的机械性能开创了便利条件。对块状非晶合金的机械性能研究的结果表明,块状非晶合金具有较高的断裂韧性,裂纹扩展速率与晶态合金(高强度钢)相当<sup>[3-6]</sup>。相反,与钢相比,块状非晶合金却具有较低的疲劳寿命。低疲劳寿命原因被认为是块状非晶合金没有晶态合金中阻碍裂纹扩展的组织结构以及不均匀的局部滑移分布。但是,块状非晶合金一旦部分晶化或者完全晶化就变得很脆,断裂强度急剧下降<sup>[3]</sup>,而金属熔

体在形成非晶过程中析出的淬态晶相却是非晶基体中的“弱点”<sup>[7]</sup>,在压缩情况下优先在此处形成裂纹<sup>[8]</sup>。尽管人们对非晶合金的断裂及裂纹扩展和淬态晶相对合金压缩性能的影响作了较为详细的研究,但是还没有关于块状非晶合金在对称循环载荷(应力比  $R=-1$ )作用下的疲劳行为以及淬态晶相对块状非晶合金疲劳性能影响的报道。因此,本文对  $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$  块状非晶合金在对称循环载荷作用下的疲劳断裂以及淬态晶相对疲劳断裂的影响进行了研究。

### 1 实验方法

采用的合金为  $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$ (原子分数,%)。将高纯 Zr, Al, Ni, Cu 在 Ar 气氛下电弧熔化制成母合金。在高真空下利用铜模铸造的方法获得尺寸为  $100\text{ mm} \times 6\text{ mm} \times 4\text{ mm}$  铸锭。根据 Lin<sup>[9]</sup> 的研究结果,通过控制

\* 国家重点基础研究发展规划资助项目 G2000067201

收到初稿日期: 2001-08-31, 收到修改稿日期: 2001-11-08

作者简介: 张庆生,男, 1973 年生, 博士生

合金熔体的浇注温度来获得完全非晶铸锭及带有淬态晶相的铸锭。利用电火花线切割机将铸锭切成疲劳样品。用水磨砂纸对样品表面进行粗磨和细磨。最后,将样品在70%醋酸高氯酸混合液中进行电解抛光处理。循环疲劳实验在计算机控制 MTS810 伺服液压实验机上进行。样品标距长度为 16 mm。疲劳实验采用正弦波力控制(应力比  $-1$ ),加载频率 1 Hz。样品在 4.5 kN 控制力循环至断裂。疲劳断口在 Oxford 扫描电子显微镜下观察。

## 2 实验结果

### 2.1 显微组织

完全非晶样品的背反射 SEM 图像呈现均匀衬度像,未出现任何晶态相组织。当以较低温度浇注合金熔体时,非晶基体中出现了淬态晶相。平均尺寸为  $2\ \mu\text{m}$  的淬态晶相分布于非晶基体中如图 1a 所示。当合金的浇注温度更低时,淬态晶相的尺寸加大,最大尺寸达  $30\ \mu\text{m}$  (图 1b)。根据 X 射线衍射结果可知,这些析出相为  $\text{Zr}_2\text{Cu}$ 。

### 2.2 疲劳断口

图 2a 为完全非晶样品疲劳断口形貌。断口由裂纹源

区(I)、稳定裂纹扩展区(II)和瞬断区(III)组成。裂纹源出现在样品的表面,似乎是样品内的夹杂物(箭头 A 所指)。在裂纹扩展区,出现一些沿裂纹扩展方向伸展的长条形“山脉”。疲劳裂纹扩展区与瞬断区有一个明显的分界线(箭头 B 所指)。图 2b 对此分界线(箭头 C)进行了放大观察。在疲劳扩展区为典型的非晶疲劳条纹;而瞬断区呈现“脉纹”状形貌。此结果与 Zr-Ti-Ni-Cu-Be 块状非晶合金<sup>[3,4]</sup>以及快淬金属玻璃薄带<sup>[10]</sup>的实验结果相同。图 3a 所示为带有细小晶相块状非晶样品的疲劳断口宏观形貌。与完全非晶相同,疲劳裂纹源于样品的外表面。图 3b 所示为疲劳裂纹扩展区的显微形貌。在非晶基体上形成了典型的非晶疲劳条纹,但在晶体处却为典型脆性材料的解理断口(箭头 D 所指),此结果表明,当疲劳裂纹前沿扩展到淬态晶相时,晶相发生了脆断而没有裂纹慢速扩展的过程。图 4a 所示为带有粗大晶相非晶样品的疲劳裂纹源。如图所示,此样品的裂纹源是一个粗大的断裂晶相。在断裂面上有许多平行的裂纹,并且在裂纹扩展方向上出现了环状疲劳条纹(图 4b)。晶体表面上形成的疲劳条纹不同于非晶基体上形成的疲劳条纹(图 4c)。非晶基体条纹的间距要明显大于晶体表面条纹间距。

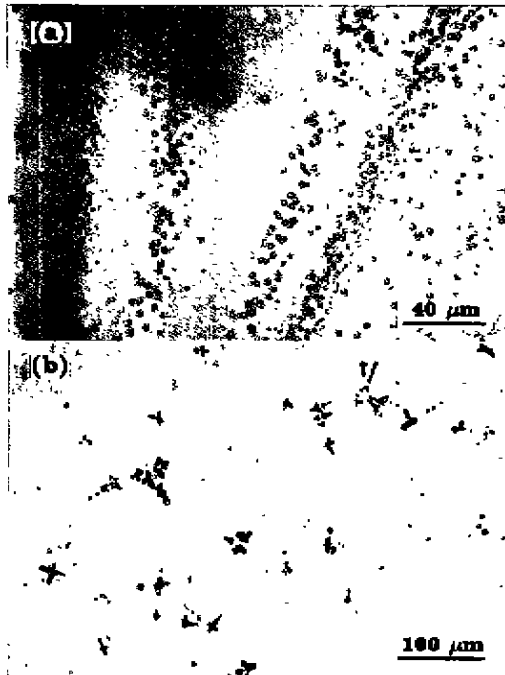


图 1 块状非晶合金显微组织形貌

Fig.1 SEM back scattering images of rapidly quenched  $\text{Zr}_{55}\text{Al}_{10}\text{Ni}_5\text{Cu}_{30}$  bulk amorphous alloy (in this figure the image of the amorphous sample without any crystal phase not given due no contrast difference)  
(a) containing finer crystalline phases ( $\text{Zr}_2\text{Cu}$ ) due to lower casting temperature  
(b) containing larger crystalline phases ( $\text{Zr}_2\text{Cu}$ ) when more lower casting temperature

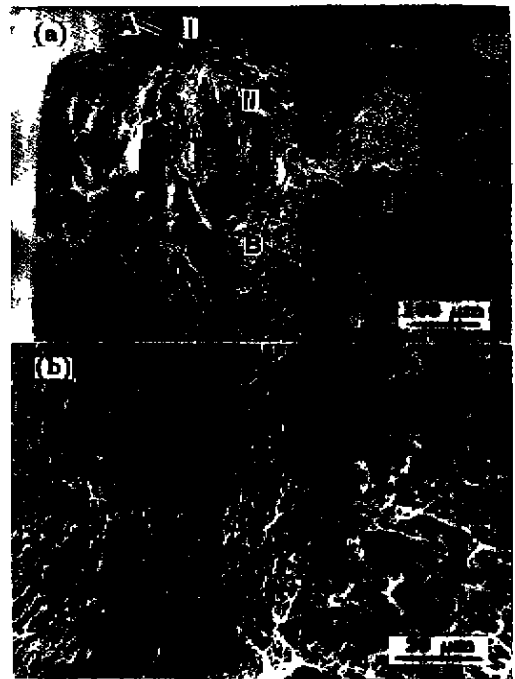


图 2 完全非晶合金的疲劳断口形貌

Fig.2 Fatigue fracture surface of the tested amorphous alloy (a) and a magnified view of the boundary between II and III regions (b)

(I—fatigue crack initiation; II—crack-propagation region; III—catastrophic failure region; arrow A— an inclusion induced fatigue crack initiation; arrows B and C— the boundary between II and III regions)



图 3 带有细小晶相块状非晶合金的疲劳断口形貌

Fig.3 Fatigue fracture surface of the tested amorphous alloy with fine crystallites (a) and fracture morphology of fatigue crack propagation region (b) (arrow D—the crystalline phases)

图 5a 为  $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$  完全非晶样品疲劳断裂后外表面形貌。靠近断口处形成了比较紧密的剪切带。其余部位没有明显变化。图 5b, c 为带有细小晶相块状非晶样品的表面形貌。如图 5b 所示。靠近断口处形成了网状剪切带结构。未出现紧密的剪切带。剪切带穿过的晶相形成了裂纹。在样品的其它部位 (图 5c), 淬态晶相有从非晶基体中向外脱开的趋势。出现了凸起。是晶体相与非晶基体在受力过程中相互作用的结果。图 5d 为带有粗大晶相块状非晶样品疲劳断裂后的表面形貌。靠近断口处没有形成紧密的剪切带。在晶相处形成了明显的粗大裂纹。

### 3 讨论

#### 3.1 裂纹萌生

带有淬态晶相的块状非晶合金可以被认为是一种原位形成的非晶基复合材料。实验已经证明。非晶基体中的  $ZrC^{[12]}$ ,  $W$ ,  $WC$ ,  $Ta$  以及  $SiC^{[13]}$  可以有效地阻碍剪切的滑移。提高合金的机械性能。Hays 等<sup>[14]</sup> 发现  $Zr-Ti-Ni-Cu-Be$  非晶合金中原位析出的韧性  $\beta$  相使块状非晶合金具有明显的塑性变形。 $Zr-Al-Ni-Cu$  合金中析出的  $Zr_2Cu$  相是一种脆性相。有利于疲劳裂纹的萌生 (图 5b, d)。非晶基体与晶相之间具有不同的弹性模量。在循环载荷作用下。两相的界面处易发生应力集中从而促进裂纹的形成。晶相的强度较低。在循环载荷作用下易于断裂从

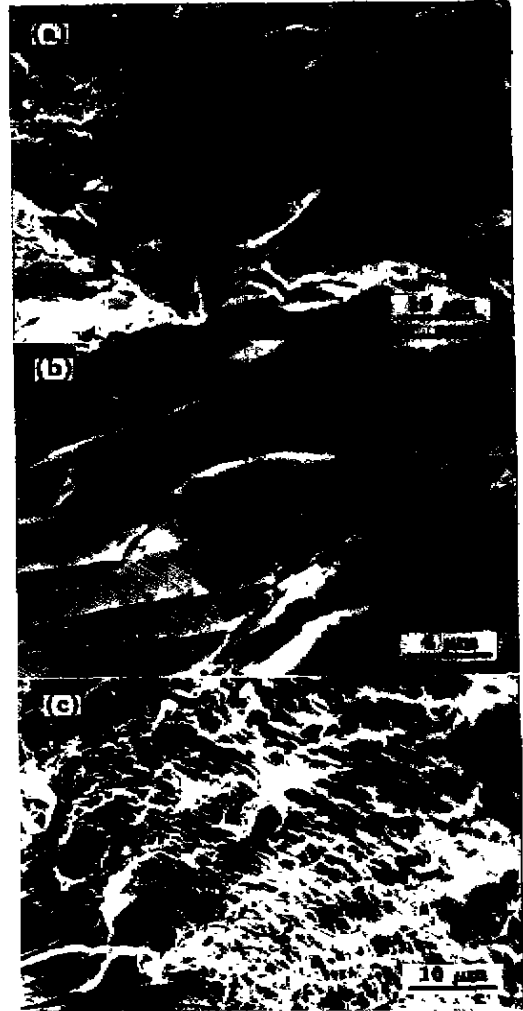


图 4 带有粗大晶相块状非晶合金的疲劳断口形貌

Fig.4 Fatigue fracture surface of  $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$  amorphous alloy with larger crystallites (a), fatigue striations on the surfaces of big broken crystallite (b) and fatigue crack propagation region (c)

而形成裂纹。尤其当裂纹前沿扩展到晶相的时候晶相更易断裂。降低非晶的疲劳性能。

晶相的析出促进疲劳裂纹萌生。本实验表明。在循环载荷作用下只是带有粗大晶相块状非晶试样的疲劳裂纹才萌生于晶相处。含细小晶相或完全非晶试样的疲劳裂纹萌生于样品表面。目前。块状非晶合金疲劳裂纹萌生的机理尚不清楚。但是。样品表面情况。残余应力及二次相对疲劳裂纹的萌生有很大的影响。通常显微组织可以分散残余应力点或者裂纹源位置。并且为萌生的疲劳裂纹提供局部驻点。因此。可以推测非晶基体中均匀分布细小的二次相有可能延缓疲劳裂纹的萌生。

#### 3.2 疲劳条纹

通常。非晶合金疲劳断口上出现“条纹”是非晶疲劳裂纹高速扩展的典型特征<sup>[10]</sup>。而晶态合金疲劳条纹的形成与裂纹前沿不断钝化和锐化以及位错运动有着直接的联



图5 块状  $Zr_{55}Al_{10}Ni_5Cu_{30}$  非晶合金疲劳断裂后外表面形貌

Fig.5 The out surface appearances near fatigue fracture shown by black line of the bulk amorphous alloy

- (a) dense shear bands (fully amorphous specimen) (b) net-like shear bands (specimen with finer crystalline phases) (c) protruding finer crystalline phases (d) cracks at the crystalline phases (specimen with larger crystalline phases)

系。Zr-Al-Ni-Cu 非晶基体中析出的淬态相是一种脆性相，其强度远低于非晶基体。而实验结果表明非晶基体疲劳条纹的间距要远大于晶体上疲劳条纹的间距(图4b, c)。此外，非晶基体上的条纹形貌也不同于晶体上的条纹。表明非晶合金疲劳条纹的形成机理不同于晶态合金。非晶基体上的疲劳条纹已不是经典意义上的疲劳条纹<sup>[10]</sup>。非晶疲劳条纹的形成机理应基于非晶合金自身结构的特征，而不是基于晶态合金的位错理论。

#### 4 结论

在循环载荷作用下，完全非晶试样及带有细小晶相块状非晶试样的疲劳裂纹萌生于样品的表层；而带有粗大晶相块状非晶试样的疲劳裂纹萌生于一个断裂的粗大晶相。当样品循环疲劳断裂后，非晶基体的疲劳断口是典型的非晶疲劳条纹，而在细小晶相的断面未发现条纹，表明晶相发生了瞬断。疲劳源晶相断口上出现的疲劳条纹不同于非晶基体上的条纹，而且非晶基体上的疲劳条纹间距远大于晶相上疲劳条纹间距。

#### 参考文献

[1] Zhang T, Inoue A, Masumoto T. *Mater Trans JIM*, 1991;

- 32: 1005  
 [2] Peter A, Johnson W L. *Appl Phys Lett*, 1993; 63: 2342  
 [3] Gilbert C J, Ritchie R O, Johnson W L. *Appl Phys Lett*, 1997; 71: 476  
 [4] Gilbert C J, Lippmann J M, Ritchie R O. *Scr Mater*, 1998; 38: 537  
 [5] Gilbert C J, Schroeder V, Ritchie R O. *Metall Mater Trans*, 1999; 30A: 1739  
 [6] Conner R D, Rosakis A J, Johnson W L, Owen D M. *Scr Mater*, 1997; 37: 1373  
 [7] Leouhard A, Xing L Q, Heilmaier M, Geber A, Eckert J, Schultz L. *Nanostruct Mater*, 1998; 10: 805  
 [8] Bian Z, He G, Chen G L. *Scr Mater*, 2000; 43: 1003  
 [9] Liu X H, Johnson W L, Rhim W K. *Mater Trans JIM*, 1997; 38: 473  
 [10] Alpas A T, Edwards L, Reid C N. *Metall Trans*, 1989; 20: 1395  
 [11] Yokoyama Y, Nishiyama N, Fukaura K, Sunada H, Inoue A. *Mater Trans JIM*, 1999; 40: 696  
 [12] Kato H, Hirano T, Matsuo A, Kawamura Y, Inoue A. *Scr Mater*, 2000; 43: 503  
 [13] Choi-yim H, Busch R, Koster U, Johnson W L. *Acta Mater*, 1999; 47: 2455  
 [14] Hays C C, Kim C P, Johnson W L. *Phys Rev Lett*, 2000; 84: 2901