

## Mg-Y-Nd 合金的蠕变行为及其微观机制\*

沙桂英<sup>1,2)</sup> 韩恩厚<sup>1)</sup> 于涛<sup>1)</sup> 徐永波<sup>1)</sup> 刘路<sup>1)</sup> 高国忠<sup>1)</sup>

1) 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

2) 哈尔滨工程大学机电学院, 哈尔滨 150001

**摘要** 以恒应力方式在 Mayes 试验机上对自行研制的铸造 Mg-Y-Nd 合金进行了压缩蠕变实验. 结果表明: 在温度低于 300 ℃、应力低于 100 MPa 条件下, Mg-Y-Nd 合金具有极其优良的蠕变性能, 特别是在 200 ℃时, 该合金的稳态蠕变速率较 Mg-Zn-Ce 合金和普通的 AZ80, AM60 合金降低约 3 个数量级; 滑移和孪生是 Mg-Y-Nd 合金蠕变变形的的基本方式; 大量的  $\beta$  相和蠕变期间沉淀相动态析出产生的沉淀强化和晶界强化是提高该合金蠕变抗力的主要机制, MgO 质点薄层(在  $\alpha$ -Mg/ $\beta$  相界面间)及其独立聚合区(脱离  $\beta$  相)的生成、动态再结晶的发展和初生  $\beta$  相的断裂是降低该合金蠕变抗力的主要原因.

**关键词** Mg-Y-Nd 合金, 蠕变, 沉淀强化, MgO 质点

**中图分类号** TG146.2

**文献标识码** A

**文章编号** 0412-1961(2003)10-1025-06

## GREEP BEHAVIOR AND MICROSCOPIC MECHANISM OF Mg-Y-Nd ALLOY

SHA Guiying<sup>1,2)</sup>, HAN Enhou<sup>1)</sup>, YU Tao<sup>1)</sup>, XU Yongbo<sup>1)</sup>, LIU Lu<sup>1)</sup>, GAO Guozhong<sup>1)</sup>

1) Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

2) School of Mechanical Engineering, Harbin Engineering University, Harbin 150001

Correspondent: SHA Guiying, Tel: (024)23971833, E-mail: gysha@imr.ac.cn

Supported by Ministry of Science and Technology of China (No.2002AA331120)

Manuscript received 2002-11-05, in revised form 2003-01-29

**ABSTRACT** The compress creep tests of the cast Mg-Y-Nd alloy were carried out at constant stress on Mayes fatigue machine in air. The results show that the creep resistance of the Mg-Y-Nd alloy is much higher when the temperature is lower than 300 ℃ for stress of 100 MPa, especially the steady creep rate at 200 ℃ decreases about three orders of magnitude than those of the Mg-Zn-Ce alloy and common AZ80 and AM60 alloys. Slipping and twinning are the fundamental modes of creep deformation for the alloy, the  $\beta$  phases and dynamic precipitations during creep are the principal strengthening mechanism of the alloy, whereas the main reason for the decrease of the creep resistance is attributed to occurrence of the MgO particles at the interface between  $\alpha$ -Mg matrix and  $\beta$  phase, dynamic recrystallization as well as the fracture of the primary  $\beta$  phases.

**KEY WORDS** Mg-Y-Nd alloy, creep, precipitation strengthening, MgO particle

镁合金以其比重轻、比强度和比刚度高、良好的阻尼性能和电磁屏蔽性能以及成本低、回收率高、无污染等特点, 在与其它诸如铝合金、工程塑料等轻质结构材料的竞争中具有明显优势, 被誉为 21 世纪的“绿色”金属结构材料. 特别是近些年来, 随着节能和环保意识的增强, 航空、航天及汽车工业等对结构轻量化的要求日益迫切, 高

强、耐热和抗蠕变镁合金的开发研究引起国内外生产厂家和研究者的极大兴趣<sup>[1-6]</sup>. 依据我国的资源条件, Mg-RE 合金是一种能充分发挥我国现有资源并有巨大开发潜力和广阔应用前景的材料. 添加稀土可以明显改善镁合金零部件的热稳定性和抗蠕变性能, 同时还可以提高镁合金的韧性、铸造性能、焊接性能、机加性能和耐腐蚀性能等, 因此, 在各种 Mg 合金中, Mg-RE 合金具有优异的高温力学性能. 其中, Mg-Y-Nd 系合金受到广泛关注<sup>[7-10]</sup>, 如 WE54, WE43 和 WE33 是已在工业得到应用的典型的 Mg-Y-Nd 系合金, 它们在高达 300 ℃时, 仍具有良好的综合性能. 一些学者对 Mg-RE 合金的力学性能及其时效硬化行为进行了深入研究, 但对合金强韧化的微观机

\* 沈阳市科委项目 20010167 和国家科技部项目 2002AA331120 资助

收到初稿日期: 2002-11-05, 收到修改稿日期: 2003-01-29

作者简介: 沙桂英, 女, 1963 年生, 副教授, 博士后

制则报道较少。

本文对自行研制的铸造 Mg-Y-Nd 合金进行了压缩蠕变实验,探讨了该合金在 200 °C 和 300 °C 条件下的蠕变特性及其微观机制,以期为该合金的应用和高性能新合金的研制提供依据。

## 1 实验材料及方法

自行研制的铸造 Mg-RE 合金 YN42 和 ZR41 的化学成分分别为(质量分数, %): Y 4.16, Nd 2.27, Zr 0.23, 余为 Mg 和 Zn 4.34, Zr 0.25, Ce 0.86, 余为 Mg. 二种合金铸造后采用均匀化热处理,工艺条件分别为: 520 °C × 16 h 空冷(YN42 合金)和 350 °C × 16 h 炉冷(ZR41 合金),同时对 AZ80 与 AM60 轧态镁合金平行地进行了实验。

采用直径 5 mm、厚为 5 mm 的试样,以恒应力方式在 Mayes 试验机上分别于 200 °C 和 300 °C 下进行压缩蠕变实验,变形至稳态卸载,环境为空气。通过记录的蠕变曲线确定试样的稳态蠕变速率。实验过程中温度波动控制在 ±2 °C 以内。压缩至稳态的试样沿轴向剖开,分别制成 SEM 和 TEM 用样品,在扫描电镜(S360)和透射电镜(JEM-2000FX II)上进行微观组织观察。

## 2 实验结果与分析

### 2.1 合金的蠕变特性

镁合金在不同温度、应力条件下的蠕变曲线见图 1 和 2。可以看出:在 200 °C 时, Mg-RE 合金的稳态蠕变速率都低于普通镁合金(AZ80 和 AM60),特别是 Mg-Y-Nd 合金蠕变速率下降极为显著(图 1a)。同时,应力提高至 200 MPa, Mg-Y-Nd 合金的蠕变速率提高不明显(图 1b);在 300 °C 时, Mg-Y-Nd 合金的蠕变抗力仍明显高于 Mg-Zn-Ce 合金(图 2a),但随应力增加,该合金的蠕变速率明显提高(图 2b)。由此可见,在温度为 300 °C, 应力达 100 MPa 条件下,铸造 Mg-Y-Nd 合金具有极其优良的蠕变性能。

### 2.2 合金稳态蠕变速率的应力依赖性

表 1 示出了不同镁合金在 200 和 300 °C 时不同应力作用下的稳态蠕变速率,图 3 和表 2 分别示出了不同温度条件下镁合金最小蠕变速率的应力依赖性及其对应的应力指数。可见,在 200 °C 时, Mg-Y-Nd 合金的稳态蠕变速率较其它合金降低 3 个数量级,在应力高达 200 MPa 条件下,该合金的稳态蠕变速率仍只有  $2.7848 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ , 且应力指数最小,仅为 1.397;温度升高到 300 °C 时,应力敏感性明显提高,应力指数增大至 4.119。这说明: Mg-Y-Nd 合金蠕变速率的应力依赖性对温度较敏感。

### 2.3 Mg-Y-Nd 合金的蠕变机制

Nie 等<sup>[8,11]</sup>、Khosroshahi 等<sup>[9]</sup>和 Apps 等<sup>[12]</sup>

指出, Mg-Y-Nd 合金时效时显微组织中存在以下 3 种沉淀强化相:具有正交结构的  $\beta'$  相和具有面心立方结构的  $\beta_1$  相及  $\beta$  相,其中  $\beta'$  相和  $\beta_1$  相为亚稳定相,而  $\beta$  相为呈片状分布的平衡相,它与  $\alpha$ -Mg 基体的取向关系为  $(110)_\beta \parallel (0001)_\alpha$ ,  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\beta \parallel [\bar{1}\bar{1}20]_\alpha$ 。

从图 4a 所示的 SEM 照片可以看出, ZR41 合金原始组织中存在析出相,其中大多数以半连续状态分布于晶界,晶内则很少。相比之下, YN42 合金在晶界和晶内都存在着大量的沉淀相,主要是片状  $\beta$  相,且在晶界上呈连续分布(图 4b)。我们知道,在  $\alpha$ -Mg 基体的 (0001) 面上有 3 个互成 120° 夹角的  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  方向,即:  $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}0]$ ,  $[\bar{1}\bar{1}20]$  和  $[2\bar{1}\bar{1}0]$ ,根据  $\alpha$  相与  $\beta$  相之间的取向关系,  $\beta$  相可以有 6 种不同的取向:  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\beta \parallel [\bar{1}\bar{1}20]_\alpha$ ,  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\beta \parallel [\bar{1}\bar{2}\bar{1}0]_\alpha$ ,  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\beta \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\alpha$ ,  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\beta \parallel [\bar{1}\bar{1}20]_\alpha$ ,  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\beta \parallel [\bar{1}\bar{2}\bar{1}0]_\alpha$ ,  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]_\beta \parallel [2\bar{1}\bar{1}0]_\alpha$ ,但  $\beta$  相沿此平面的生长方向却只有 3 个,即:  $\beta$  相的长轴方向  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  分别平行于  $\alpha$  基体的  $[\bar{1}\bar{2}\bar{1}0]$ ,  $[\bar{1}\bar{1}20]$  和  $[2\bar{1}\bar{1}0]$  方向(见图 5 中的 A, B, C 3 个方向)。显然,这种互成 120° 夹角 3 个方向分布的沉淀相较单一方向分布时对阻碍位错运动、提高基体的变形抗力更为有利。据此可以进一步理解在 YN42 合金中  $\beta$  相产生的较好的强化效果,进而对提高该合金蠕变抗力

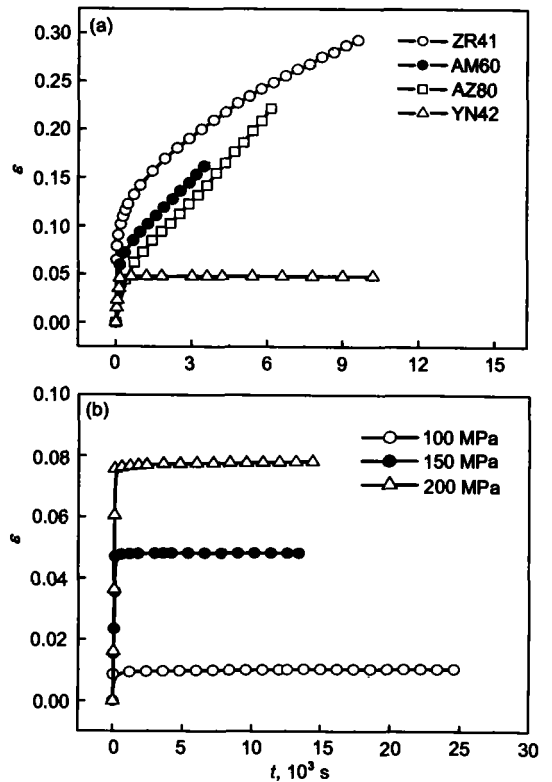


图 1 200 °C 时镁合金的蠕变曲线

Fig.1 Typical creep curves of Mg based alloys tested under 150 MPa (a) and Mg-Y-Nd alloy (YN42) under various stresses (b) at 200 °C

的贡献显著优于 ZR41 合金。

此外,通过 SEM 观察,还发现温度升高至 300 ℃时, YN42 合金中的初生 β 相有断裂现象. 低应力 (100 MPa) 时是晶界处的 β 相断裂 (图 6a), 随应力提高至 150 MPa

时, 晶内的 β 相也逐渐断裂 (图 6b). 这可能是导致该合金在 300 ℃时蠕变抗力下降、应力敏感性明显提高的主要原因之一。

对 YN42 合金蠕变至稳态的试样进一步进行 TEM 观察表明, 除滑移之外, 基体中还存在着大量的孪晶 (图 7a), 且形成了大量的位错 (图 7a 和 b), 表明滑移和孪生

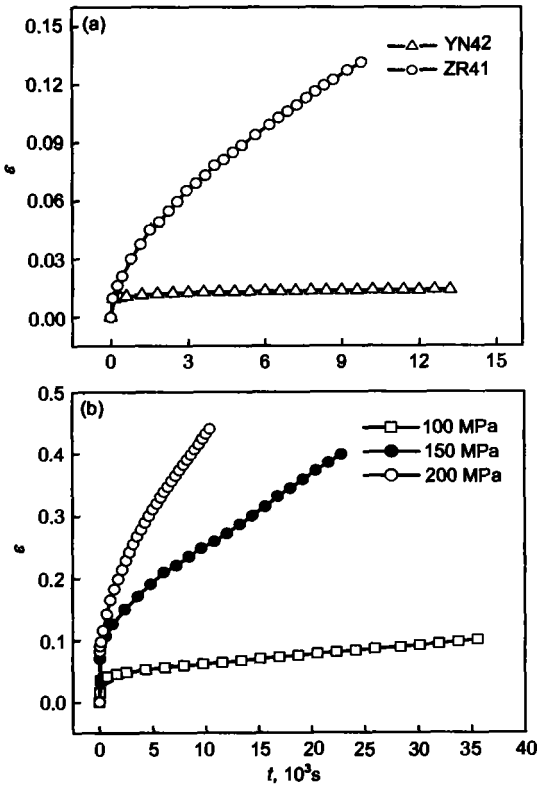


图 2 300 ℃时镁合金的蠕变曲线

Fig.2 Typical creep curves of Mg based alloys tested under 50 MPa (a) and Mg-Y-Nd alloy (YN42) under various stresses (b) at 300 ℃

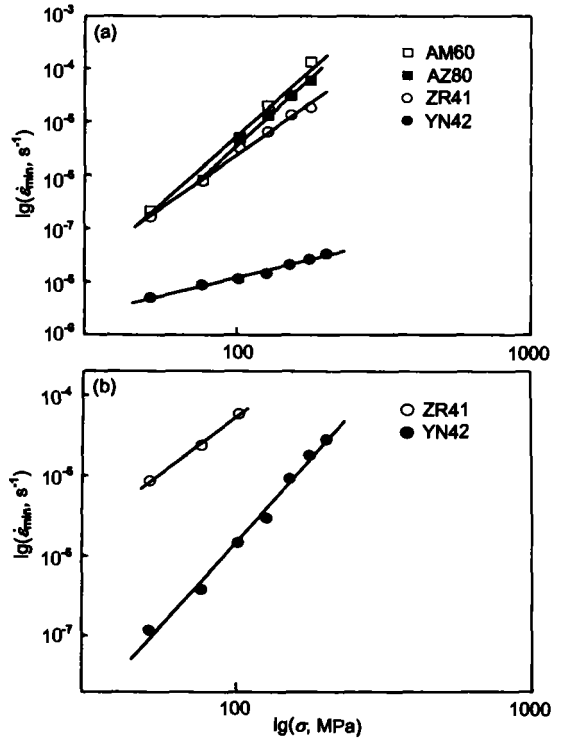


图 3 不同温度条件下镁合金最小蠕变速率的应力依赖性

Fig.3 Stress dependences of the minimum creep rate for Mg-based alloys tested at 200 ℃ (a) and 300 ℃ (b)

表 1 200 ℃和 300 ℃时镁合金的稳态蠕变速率

Table 1 The minimum creep rates of Mg based alloys tested at 200 and 300 ℃ under various stresses (s<sup>-1</sup>)

Stress MPa	200 ℃				300 ℃	
	AZ80	AM60	ZR41	YN42	ZR41	YN42
50	—	2.4299×10 <sup>-7</sup>	1.6111×10 <sup>-7</sup>	4.8963×10 <sup>-9</sup>	7.9028×10 <sup>-6</sup>	1.3179×10 <sup>-7</sup>
75	8.0196×10 <sup>-7</sup>	—	6.6481×10 <sup>-7</sup>	8.7812×10 <sup>-9</sup>	2.1229×10 <sup>-5</sup>	3.6111×10 <sup>-7</sup>
100	4.3918×10 <sup>-6</sup>	4.0036×10 <sup>-6</sup>	2.6554×10 <sup>-6</sup>	1.1543×10 <sup>-8</sup>	6.0091×10 <sup>-5</sup>	1.5051×10 <sup>-6</sup>
125	1.5887×10 <sup>-5</sup>	1.6385×10 <sup>-5</sup>	8.2456×10 <sup>-6</sup>	1.6008×10 <sup>-8</sup>	—	3.4993×10 <sup>-6</sup>
150	3.6181×10 <sup>-5</sup>	3.6581×10 <sup>-5</sup>	1.3045×10 <sup>-5</sup>	2.2236×10 <sup>-8</sup>	—	7.6557×10 <sup>-6</sup>
175	6.5026×10 <sup>-5</sup>	1.2005×10 <sup>-4</sup>	1.9183×10 <sup>-5</sup>	2.7848×10 <sup>-8</sup>	—	2.0697×10 <sup>-5</sup>
200	—	—	—	3.5594×10 <sup>-8</sup>	—	2.8613×10 <sup>-5</sup>

是该合金蠕变变形的重要模式，并由此产生较高的应变强化；同时，在蠕变期间，合金中还连续地发生沉淀相的动态析出现象，这与 Khosroshahi 等<sup>[9]</sup>和 Suzuki 等<sup>[10]</sup>的研究结果是一致的。新析出的动态沉淀相与位错产生强烈的交互作用，使位错弯曲而增加变形抗力(图 7c)。显然，随蠕变过程的进行，动态沉淀相会长大，进而会削弱其强化作用；观察还表明，在 200 ℃和 100 MPa 条件下，原片状  $\beta$  相与  $\alpha$  基体界面间还生成了一薄层纳米尺度的 MgO 质点(图 7d)。当温度升高至 300 ℃时，纳米尺度的 MgO 质点薄层增多，乃至形成了独立(脱离  $\beta$  相)的 MgO 质点区(图 8a)；同时，随蠕变应力不断增加，基体产生的动态再结晶(图 8b)进一步发展。因此，在应变强化、 $\beta$  相沉淀强化及晶界强化的同时，蠕变过程中合金中沉淀相动态析出产生的二次强化也是控制 Mg-Y-Nd

合金蠕变过程，降低其蠕变速率的一个重要因素，而 MgO 质点的生成、增多和动态再结晶的发展以及动态沉淀相的长大则会使蠕变速率提高。据此，进一步净化 Mg-Y-Nd 合金、减少合金中的氧有望进一步提高该合金的蠕变抗力、降低其蠕变速率。

表 2 不同温度条件下镁合金的蠕变应力指数

Table 2 Stress exponents of Mg-based alloys tested at 200 and 300 ℃

Temperature, ℃	AM60	AZ80	ZR41	YN42
200	4.974	5.098	3.923	1.397
300	—	—	2.773	4.119

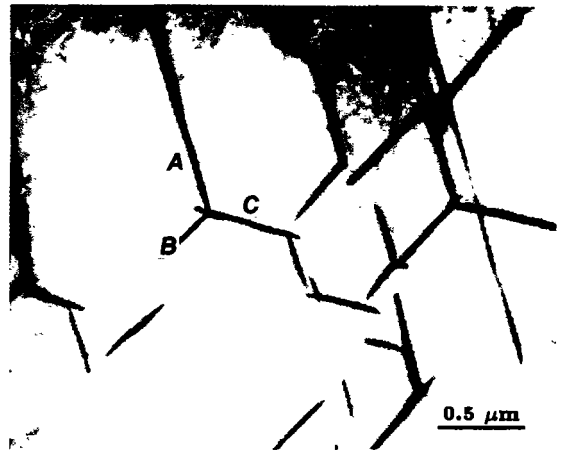


图 5 Mg-Y-Nd 合金中  $\beta$  相的 3 种取向和 TEM 像

Fig.5 TEM photograph showing three variants of  $\beta$  precipitates indicated by A, B and C for Mg-Y-Nd alloy

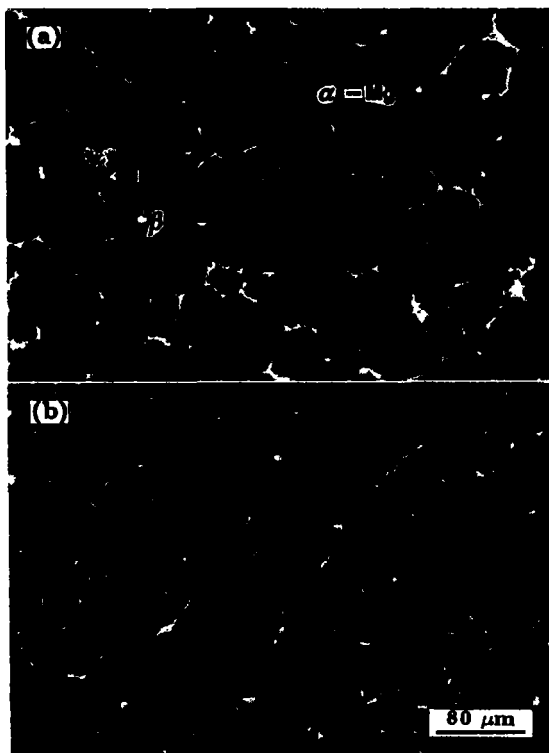


图 4 Mg-RE 合金均匀化热处理后的 SEM 照片

Fig.4 SEM micrographs of ZR41 alloy (a) and YN42 alloy (b) after homogeneous heat treatment, showing precipitates in grain interiors and along grain boundaries

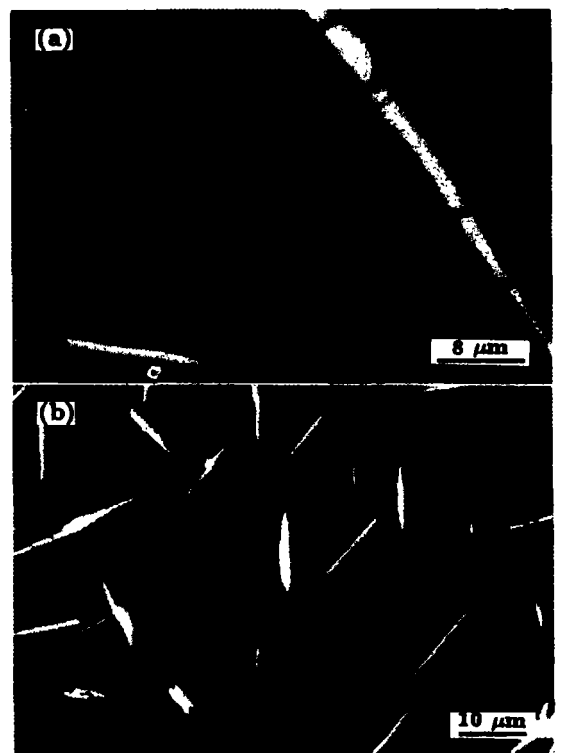


图 6 YN42 镁合金 300 ℃蠕变后的 SEM 观察

Fig.6 Precipitates along the grain boundaries under 100 MPa (a) and in grain interior under 150 MPa (b) of YN42 alloy creep at 300 ℃

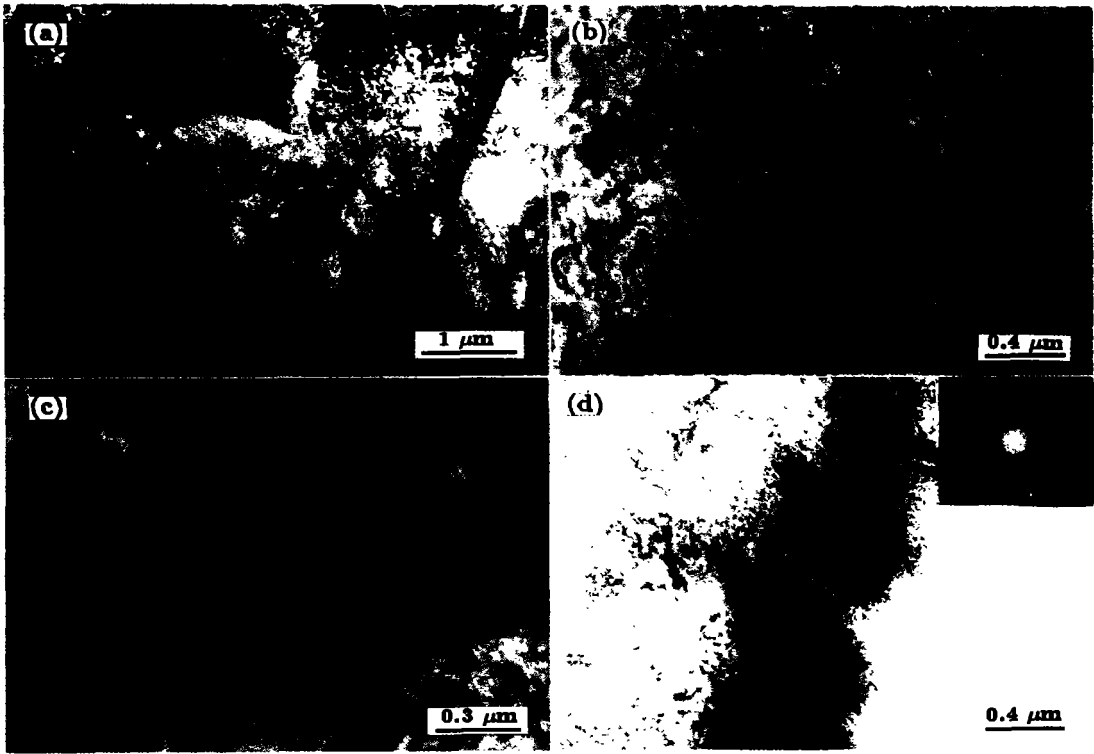


图 7 YN42 合金 200 °C 和 100 MPa 蠕变后的 TEM 显微组织

Fig.7 TEM microstructures of YN42 alloy crept at 200 °C under 100 MPa

- (a) twins in  $\alpha$ -Mg matrix
- (b) slips and dislocations
- (c) dynamic precipitation near dislocation lines
- (d) MgO particles at interface of  $\alpha/\beta$

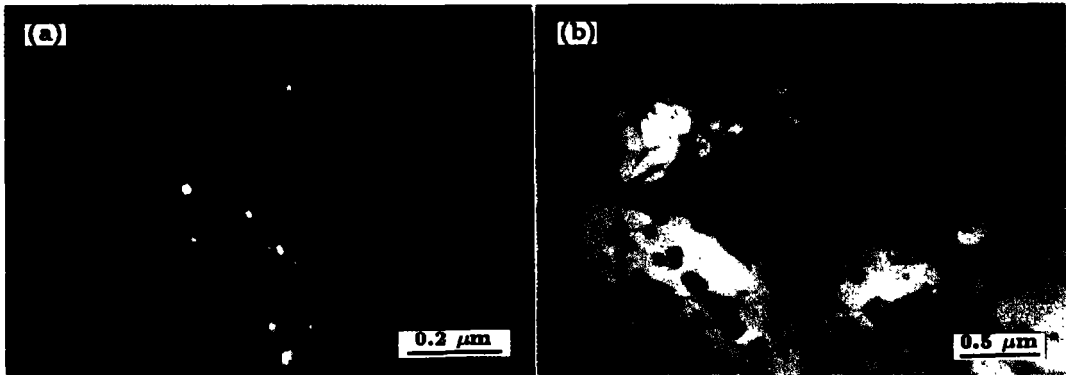


图 8 YN42 合金 300 °C 蠕变后的 TEM 显微组织

Fig.8 TEM microstructures of YN42 alloy crept at 300 °C

- (a) MgO particle zone (dark field, 100 MPa)
- (b) dynamically recrystallized grains (200 MPa)

### 3 结论

(1) 研制的铸造 Mg-Y-Nd 合金在温度达 300 °C、应力达 100 MPa 条件下仍具有极其优良的蠕变性能，尤其是 200 °C 时，Mg-Y-Nd 合金的稳态蠕变速率较 Mg-Zn-Ce 合金和普通的 AZ80、AM60 合金降低 3 个数量级，且其应力敏感性很小，应力指数仅为 1.397。

(2) 滑移和孪生是 Mg-Y-Nd 合金蠕变变形的基本

的和重要的变形模式；晶内、晶界存在大量的  $\beta$  相和蠕变过程中沉淀相动态析出产生的沉淀强化和晶界强化是提高该合金蠕变抗力的主要机制。

(3) 温度由 200 °C 升高到 300 °C，MgO 质点薄层（在  $\alpha$ -Mg 基体 /  $\beta$  相界面间）数量增多，乃至形成了独立（脱离  $\beta$  相）的聚合区，再结晶进一步发展；初生的  $\beta$  相断裂，致使 Mg-Y-Nd 合金的蠕变抗力降低，并使应力敏感性增大。

## 参考文献

- [1] Mohri T, Mabuchi M, Saito N, Nakamura M. *Mater Sci Eng*, 1998; A257: 287
- [2] Bae D H, Kim D H. *Magnesium Technology*, In: Kaplan H I ed, TMS, The Minerals, Metals and Materials Society, 2002: 141
- [3] Wang Q D, Lü Y Z, Zeng X Q, Ding W J, Zhu Y P. *Special Casting and Nonferrous Alloy*, 1999; 1: 40  
(王渠东, 吕宜振, 曾小勤, 丁文江, 朱燕萍. 特种铸造及有色合金, 1999; 1: 40)
- [4] Moreno I P, Nandy T K, Jones J W, Allison J E, Pollock T M. *Magnesium Technology*, In : Kaplan H I ed, TMS, The Minerals, Metals and Materials Society, 2002: 111
- [5] Abe E, Takakura H, Singh A, Tsai A P. *J Alloys and Compds*, 1999; 283: 169
- [6] Maruyama K, Suzuki M, Sato H. *Metall Mater Trans*, 2002; 33A: 875
- [7] Guo X T, Li P J, Zeng D B. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2001; 22(Suppl): 115  
(郭旭涛, 李培杰, 曾大本. 材料热处理学报, 2001; 22(Suppl): 115)
- [8] Nie J F, Muddle B C. *Acta Mater*, 2000; 48: 1691
- [9] Khosroshahi R A. *Magnesium Alloys and Their Applications*, In: Kainer K U ed, WILEY-VCH, New York, 2000: 711
- [10] Suzuki M, Sato H, Maruyama K, Oikawa H. *Mater Sci Eng*, 1998; 252A: 248
- [11] Nie J F, Muddle B C. *Scr Mater*, 1999; 40: 1089
- [12] Apps P J, Karimzadeh H, King J F, Lorimer G W. *Scr Mater*, 2003; 48: 1023