

# Ti 对 Mg-Er-Ni 合金组织和力学性能的影响

邱志文<sup>1</sup> 刘长灵<sup>1</sup> 周益环<sup>2</sup>

(1.河源职业技术学院机电工程学院; 2.南昌航空大学航空制造工程学院)

**摘 要** 在 LPSO 结构增强 Mg<sub>97.75</sub>Er<sub>1.5</sub>Ni<sub>0.75</sub> 合金中添加 Ti, 研究 Ti 含量对合金凝固组织和力学性能的影响。结果表明, 添加 Ti 能够显著细化合金的晶粒尺寸。随着 Ti 含量增加, 合金的晶粒尺寸呈先降低后增加的趋势, 当添加(质量分数, 下同)0.6% 的 Ti 时, 合金平均晶粒尺寸仅为 235 μm, 与未添加 Ti 的合金相比降低了 67.6%。随着 Ti 含量增加, 合金的抗拉强度和伸长率均呈先提高后降低的趋势, 当添加 0.6% 的 Ti 时, 合金的抗拉强度和伸长率均达到最大值, 分别为 213 MPa 和 7.9%, 相比未添加 Ti 的合金提高了 20.3% 和 54.9%。

**关键词** Ti; Mg<sub>97.75</sub>Er<sub>1.5</sub>Ni<sub>0.75</sub> 合金; 组织; 力学性能

**中图分类号** TG146.22 **文献标志码** A

**DOI**:10.15980/j.tzzz.2022.08.020

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



## Effects of Ti on Microstructure and Mechanical Properties of Mg-Er-Ni Alloy

Qiu Zhiwen<sup>1</sup>, Liu Changling<sup>1</sup>, Zhou Yihuan<sup>2</sup>

(1.College of Mechanical and Electrical Engineering, Heyuan Polytechnic;

2.School of Aeronautical Manufacture Engineering, Nanchang Hangkong University)

**Abstract:** The effects of Ti on the microstructure and mechanical properties of Mg<sub>97.75</sub>Er<sub>1.5</sub>Ni<sub>0.75</sub> alloy reinforced by long period stacking ordered(LPSO) phase were investigated. The results show that the grains in the alloys are refined by Ti addition. The average grain size of the alloys is decreased at first and then increased with increasing in Ti contents. With 0.6% Ti addition, the average grain size of the alloy reaches 235 μm, which is decreased by 67.6% compared with that of the Mg<sub>97.75</sub>Er<sub>1.5</sub>Ni<sub>0.75</sub> alloy. With the increase of Ti contents, the tensile strength and elongation of the alloys are decreased at first and then increased. With 0.6% Ti addition, the tensile strength and elongation of the alloy reach 213 MPa and 7.9%, which is increased by 20.3% and 54.9%, respectively, compared with those of the Mg<sub>97.75</sub>Er<sub>1.5</sub>Ni<sub>0.75</sub> alloy.

**Key Words:** Ti, Mg<sub>97.75</sub>Er<sub>1.5</sub>Ni<sub>0.75</sub> Alloy, Microstructure, Mechanical Properties

收稿日期:2021-11-20;修改稿收到日期:2022-01-12

基金项目:广东省教育厅智能制造和新材料重点领域专项资助项目(2020ZDZX2073);广东省教育厅 2020 年度普通高校重点科研平台资助项目(2020CJPT028)

第一作者简介:邱志文,男,1981 年出生,讲师,广东河源(517000),E-mail:qiuzhiwen126@126.com

引用格式:邱志文,刘长灵,周益环. Ti 对 Mg-Er-Ni 合金组织和力学性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2022, 42(8): 1 020-1 023.

QIU Z W, LIU C L, ZHOU Y H. Effects of Ti on microstructure and mechanical properties of Mg-Er-Ni alloy[J]. Special Casting & Non-ferrous Alloys, 2022, 42(8): 1 020-1 023.

[8] 刘颖,陈东.稀土元素对动物肝脏的影响[J].解剖科学进展, 2001, 7(2): 160-162.

[9] 张俊逸. 生物医用可降解稀土镁合金的制备、成形及超疏水改性研究[D]. 广州:华南理工大学, 2017.

[10] ZHANG J Y, KANG Z X. Effect of different liquid-solid contact models on the corrosion resistance of superhydrophobic magnesium surfaces[J]. Corrosion Science, 2014, 87: 452-459.

[11] ZHANG J Y, KANG Z X, ZHOU L L. Microstructure evolution and mechanical properties of Mg-Gd-Nd-Zn-Zr alloy processed by equal channel angular pressing[J]. Materials Science & Engineering, 2015, A647: 184-190.

[12] ZHANG J Y, KANG Z X, WANG F. Mechanical properties and biocorrosion resistance of the Mg-Gd-Nd-Zn-Zr alloy processed by equal channel angular pressing[J]. Materials Science & Engineering, 2016, C68: 194-197.

[13] JIN S, ZHANG D, LU X P, et.al. Mechanical properties, biodegradability and cytocompatibility of biodegradable Mg-Zn-Zr-Nd/Y alloys[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2020, 47: 190-201.

[14] SUN X J, SUN A T, JIA X Y, et. al. In vitro bioactivity of AH plus with the addition of nano-magnesium hydroxide[J]. Annals of Translational Medicine, 2020, 8(6): 313-318.

[15] ZHANG J, DAI Y L. Study on properties of new Mg-Y-Nd-(La+Ce)-Zr Degradable magnesium alloy[J]. Earth and Environmental Science, 2019(1): 358-359.

[16] 杨初斌,张祺,蒋馨怡,等. Zr 对 Mg 及 Mg-Zn 合金中杂质 Fe 含量及腐蚀性能的影响[J]. 铸造, 2019, 68 (7): 684-689.

[17] ZHEN Z, XI T F, ZHENG Y F. A review in vitro corrosion performance test of biodegradable metallic materials[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013, 23(11): 2 283-2 293.

[18] 黄晓梅,王艳艳,刘飒. 镁锂合金在模拟人体体液中的腐蚀[J]. 腐蚀与防护, 2011, 32(10): 785-787.

(编辑:张正贺)

镁合金具有轻质、高比强度和比刚度、良好的阻尼减震性能以及易于回收利用等特点,在航空航天和汽车等领域具有广阔的应用前景<sup>[1]</sup>。但镁合金存在绝对强度低等缺点,限制了其应用范围。近年来,一种新型的长周期(Long-period stacking ordered, LPSO)结构增强镁合金因具有较好的综合力学性能<sup>[2~6]</sup>,受到了国内外研究者的广泛关注。

邵琦等<sup>[5]</sup>研究发现,铸态 Mg-Er-Ni 合金中存在着稳定的 LPSO 结构,但合金的铸态组织较为粗大,初生  $\alpha$ -Mg 相呈发达的树枝晶状,不利于合金力学性能的提高。WANG Y 等<sup>[7]</sup>在 AZ31 镁合金中添加 Ti,研究了其对合金组织和力学性能的影响。发现添加 Ti 能够显著细化合金晶粒和改善力学性能。欧阳康欣等<sup>[6]</sup>研究发现,在含准晶相增强 Mg-Zn-Y 合金中添加 Ti,能够细化合金的凝固组织,提高其力学性能。当 Ti 含量为 0.4% (摩尔分数) 时,合金的抗拉强度和伸长率相比未合金化时分别提高了 25.2% 和 88.9%。关于 Ti 对 LPSO 结构增强镁合金的研究也有报道。习志成等<sup>[8]</sup>研究发现, Ti 能够显著细化含 LPSO 结构相的  $\text{Mg}_{95.5}\text{Y}_3\text{Cu}_{1.5}$  合金中的初生  $\alpha$ -Mg 相,并提高其力学性能。HAO J 等<sup>[9]</sup>研究了 Ti 对  $\text{Mg}_{94}\text{Zn}_{2.5}\text{Y}_{2.5}\text{Mn}_1$  合金凝固组织和力学性能的影响,发现 Ti 不但能细化合金晶粒,而且还促进了 LPSO 相的形成并抑制了脆性 W 相( $\text{Mg}_3\text{Y}_2\text{Zn}_3$ )的形成,使得合金的力学性能显著提高。目前,有关 Ti 对 Mg-Er-Ni 合金的影响的报道较少。因此,本课题通过向  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金中添加 Ti,研究了 Ti 含量对合金组织和力学性能的影响,旨在为其应用提供参考。

## 1 试验材料与方法

试验用  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75} + x\text{Ti}$  ( $x=0, 0.3, 0.6, 0.9$ , 质量分数, %) 采用纯镁锭 (99.9%)、纯镍板 (99.9%)、海绵钛 (99.8%) 和 Mg-30Er 中间合金作为原材料,利用低碳钢坩埚在井式坩埚电阻炉中熔炼合金,在 750 °C 将其浇注到预热 200 °C 的不锈钢铸型中,自然冷却。熔炼和浇注均在混合气体 ( $\text{CO}_2 + \text{SF}_6$  的体积比 100 : 1) 保护下进行。

采用 X 射线衍射仪 (D8-ADVANCE) 对合金的相组成进行分析; 采用透射电镜 (CTEM, JEOL JEM-3010) 分析相结构。TEM 试样制备中,先用线切割从试样上切取约 1.0 mm 的薄片,然后用砂纸磨至约 80  $\mu\text{m}$ ,最后采用离子减薄仪制成符合要求的试样。试样研磨抛光后,用 4% 硝酸乙醇溶液腐蚀 10 s 左右。采用扫描电镜 (SEM, SU1510) 进行显微组织观察。采用

Image-Pro Plus 6.0 软件统计合金的平均晶粒尺寸。在 E200D 电子万能试验机上进行室温拉伸测试,拉伸速率为 0.5 mm/min,测试 4 个试样取平均值。拉伸试样尺寸见图 1。采用 SEM 观察拉伸断口形貌。

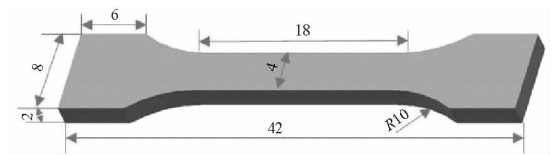


图 1 拉伸试样尺寸

Fig.1 Dimension of tensile specimen

## 2 试验结果及讨论

图 2 为不同 Ti 含量下  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的 XRD 图谱。可以看出,4 种铸态合金均主要由  $\alpha$ -Mg 基体和 LPSO 相组成,没有新相生成。

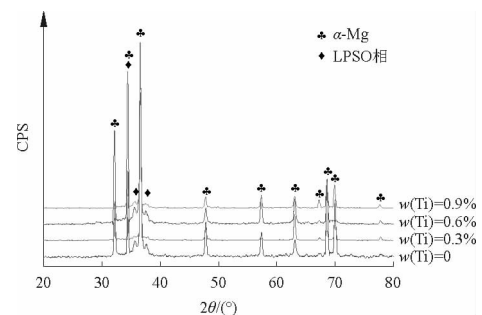


图 2 不同 Ti 含量下铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of as-cast  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  alloy with different Ti additions

为了确定合金中 LPSO 相的具体结构类型,对其进行透射电镜分析。图 3 是 Ti 含量为 0.6% 时铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金中 LPSO 相的 TEM 图及 LPSO 相的选区电子衍射 (SAED) 花样。可以看出,在  $(0000)_{\text{Mg}}$  与  $(0002)_{\text{Mg}}$  两个大的亮衍射斑之间存在 5 个

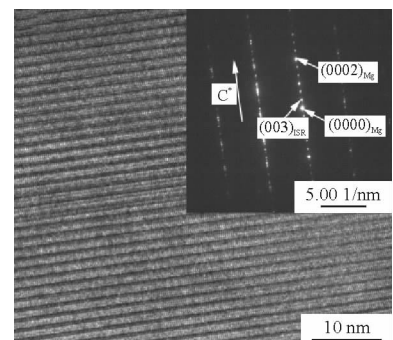


图 3 Ti 含量为 0.6% 时铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金中 LPSO 相的 TEM 分析结果

Fig.3 TEM image of LPSO phase in as-cast  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  alloy with 0.6% Ti

小的弱衍射斑点,并将二者之间的距离平均分成 6 等份,这和 18R 型 LPSO 相的 SAED 花样一致<sup>[4,6]</sup>。

图 4 为不同 Ti 含量下铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的宏观组织。可以看出,未加入 Ti 时,铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的晶粒较为粗大,经统计分析,此时合金的平均晶

粒尺寸达到  $726\ \mu\text{m}$ 。添加 Ti 后,合金晶粒明显细化。随着 Ti 含量增加,合金的晶粒尺寸逐渐减小。当 Ti 含量为 0.6% 时,合金的晶粒最细,此时平均晶粒尺寸仅为  $235\ \mu\text{m}$ ,与未添加 Ti 的合金相比降低了 67.6%。继续增加 Ti 含量到 0.9%,合金晶粒尺寸粗化,但其仍然小于

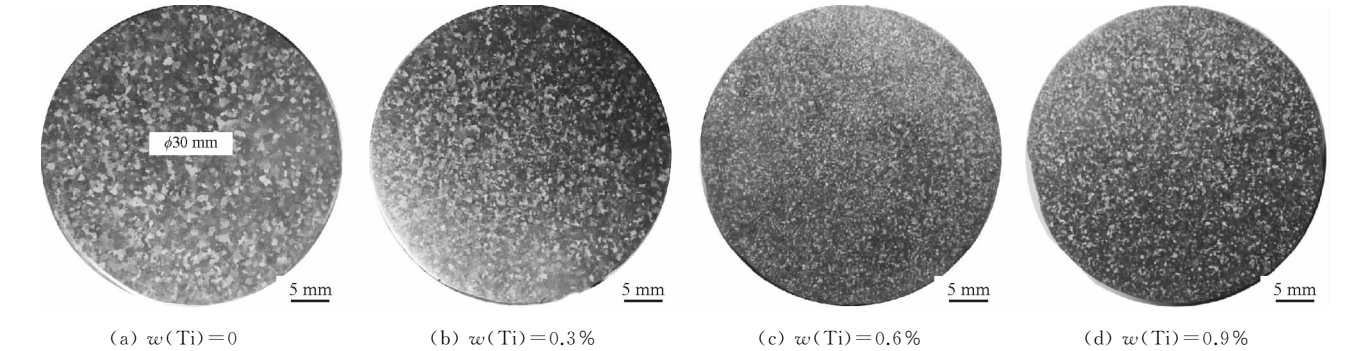


图 4 不同 Ti 含量下铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的宏观组织

Fig.4 Macrostructures of as-cast  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  alloy with different Ti additions

未添加 Ti 的合金。

添加 Ti 能够细化  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金晶粒,这是因为 Mg 是密排六方结构,其晶格参数为: $a=0.221\ \text{nm}$ , $c=0.521\ \text{nm}$ ;Ti 同样是密排六方结构,其晶格参数为: $a=0.295\ \text{nm}$ , $c=0.468\ \text{nm}$ ,经计算,Mg 和 Ti 之间的晶格错配度( $\delta_a=8.05\%$ , $\delta_c=10.1\%$ )小于 12%,满足异质形核的晶体学条件<sup>[8]</sup>。此外,由 Mg-Ti 二元合金相图可知,合金在凝固过程中,当温度为  $651\ ^\circ\text{C}$  时发生包晶反应: $L+\alpha\text{-Ti}\rightarrow\alpha\text{-Mg}$ ,有利于  $\alpha\text{-Mg}$  在

Ti 基底上形核。但当 Ti 含量增加到 0.9% 时,合金晶粒尺寸反而开始增加,这是因为 Ti 质点在熔体中发生团聚长大,从而减小了有效异质形核核心的数量,导致晶粒粗化<sup>[10]</sup>。

图 5 为不同 Ti 含量下铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的 SEM 形貌。可以看出,4 种合金铸态显微组织均主要由深灰色的  $\alpha\text{-Mg}$  基体和分布在晶界处的浅灰色 LPSO 相组成,为典型的  $\alpha\text{-Mg}$ /LPSO 双相组织结构<sup>[5]</sup>。对比 4 种合金的铸态显微组织照片可以发现,添

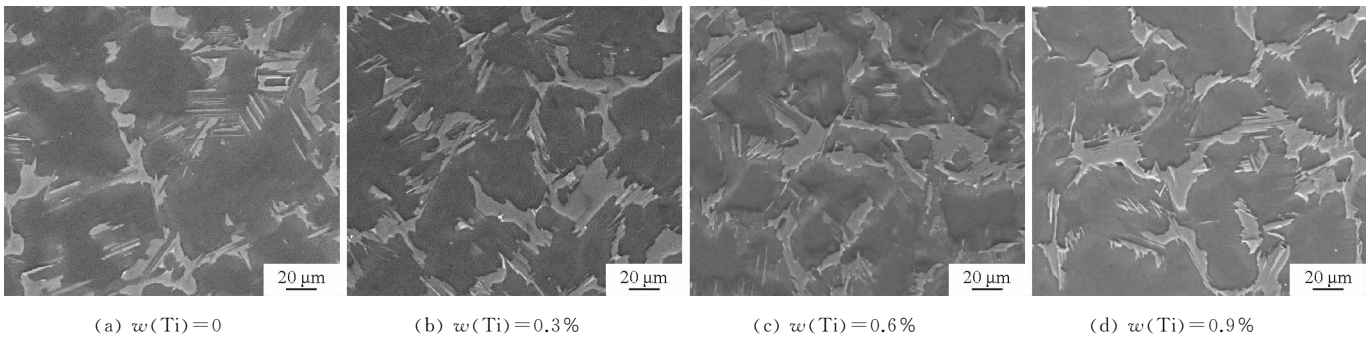


图 5 不同 Ti 含量下铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的 SEM 形貌

Fig.5 SEM images of as-cast  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  alloy with different Ti additions

加 Ti 对合金中 LPSO 相的形态和体积分数影响不大。

图 6 为  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金铸态力学性能随 Ti 含量的变化。可以看出,未添加 Ti 时,合金的抗拉强度( $\sigma_b$ )和伸长率( $\delta$ )分别为  $177\ \text{MPa}$  和  $5.1\%$ 。添加 Ti 后,合金的铸态力学性能得到显著改善。随着 Ti 含量增加,合金的抗拉强度和伸长率均逐渐增加,当 Ti 含量为 0.6% 时,合金的抗拉强度和伸长率均达到最大值,分别为  $213\ \text{MPa}$  和  $7.9\%$ ,相比未添加 Ti 的合金提高了  $20.3\%$  和  $54.9\%$ 。继续增加 Ti 含量到 0.9%,合金的抗拉强度和伸长率均略有下降。

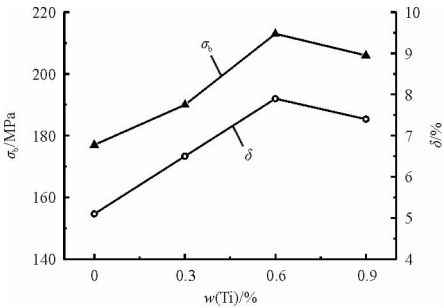


图 6 不同 Ti 含量下的  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金铸态力学性能  
Fig.6 Mechanical properties of as-cast  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  alloy with different Ti additions

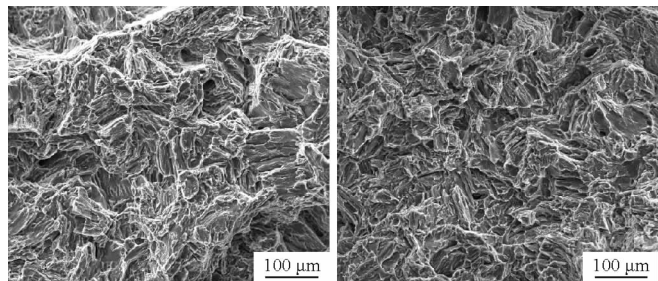
在  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金中添加 Ti 能够显著改善其铸态力学性能,这可以归因于添加 Ti 后合金晶粒的细化。金属材料的强度与晶粒尺寸之间的关系可以用霍尔-佩奇公式表示:

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + k_s d^{-\frac{1}{2}}$$

式中,  $\sigma_2$  为屈服强度;  $\sigma_0$  为单晶体中位错运动的摩擦阻力;  $d$  为平均晶粒尺寸;  $k_s$  为晶界障碍强度系数。

由上式可知,合金的晶粒越细小,其强度越高。另外,晶粒细化对合金塑性也有显著影响。合金塑性变形过程中,在相同的变形量下,晶粒越细小,则变形会分散在更多的晶粒内部而趋于均匀,从而降低晶粒内部和晶间的应力集中,减小开裂倾向,有利于合金塑性的改善。

图 7 为铸态合金的拉伸断口形貌。可以看出,两种合金的断口均可以观察到大量的解理面和撕裂棱,具有典型的准解理断裂特征。但对比图 7a 和图 7b 可以发现,添加 0.6% 的 Ti 后,合金断口处的撕裂棱数量明显增加,且解理面数量和面积均有所降低,表明合金的塑性得到提高,这与拉伸试验结果相一致。



(a)  $w(\text{Ti})=0$

(b)  $w(\text{Ti})=0.6\%$

图 7 不同 Ti 含量下铸态  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的拉伸断口形貌

Fig.7 Tensile fracture morphologies of as-cast  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  alloy with different Ti additions

### 3 结 论

(1) 添加 Ti 能显著细化  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金晶粒的尺寸。随着 Ti 含量增加,  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金晶粒呈先细化后粗化的趋势。当添加 0.6% 的 Ti 时,合金晶粒最为细小,平均晶粒尺寸仅为  $235\ \mu\text{m}$ ,与未添加 Ti 的合金相比降低了 67.6%。在  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金中添加 Ti 对合金中 LPSO 相的形态和体积分数并没有产生显著影响。

(2) 添加 Ti 能改善  $\text{Mg}_{97.75}\text{Er}_{1.5}\text{Ni}_{0.75}$  合金的铸态力学性能。随着 Ti 含量增加,其抗拉强度和伸长率均呈先提高后降低的趋势。当添加 0.6% 的 Ti 时,抗拉强度和伸长率均达到最大值,分别为 213 MPa 和 7.9%,与未添加 Ti 的合金相比提高了 20.3% 和 54.9%。

### 参 考 文 献

- [1] 陈先华,耿玉晓,刘娟. 镁及镁合金功能材料的研究进展[J]. 材料科学与工程学报, 2013, 31(1): 148-152.
- [2] LUO Z P, ZHANG S Q. High-resolution electron microscopy on the X-Mg<sub>12</sub>ZnY phase in a high strength Mg-Zn-Ti-Y magnesium alloy[J]. Journal of Materials Science Letters, 2000, 19: 813-815.
- [3] KAWAMURA Y, HAYASHI K, INOUE A, et al. Rapidly solidified powder metallurgy Mg<sub>97</sub>Zn<sub>1</sub>Y<sub>2</sub> alloys with excellent tensile yield strength above 600 MPa[J]. Materials Transactions JIM, 2001, 42: 1 171-1 176.
- [4] DU X H, DUAN G S, HONG M, et al. Effect of V on the microstructure and mechanical properties of Mg-10Er-2Cu alloy with a long period stacking ordered structure[J]. Materials Letters, 2014, 122(5): 312-314.
- [5] 邵琦,尹健,刘飞. Ni 含量对 Mg-Er-Ni 合金组织的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2020, 40(6): 684-687.
- [6] 欧阳康欣,周益环,张帅杰,等. Ti 含量对铸态  $\text{Mg}_{93}\text{Zn}_6\text{Y}_1$  合金组织和力学性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2021, 42(4): 43-47.
- [7] WANG Y, ZENG X, DING W, et al. Grain refinement of AZ31 magnesium alloy by titanium and low-frequency electromagnetic casting[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2007, A38: 1 358-1 366.
- [8] 习志成,刘凯,元志斌,等. Ti 对  $\text{Mg}_{95.5}\text{Y}_3\text{Cu}_{1.5}$  合金组织和力学性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2020, 40(5): 489-492.
- [9] HAO J, ZHANG J, XU C, et al. Effects of Ti addition on the formation of LPSO phase and yield asymmetry of Mg-Zn-Y-Mn alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2018, A735: 99-103.
- [10] CHEN J, SUN Y, ZHANG J, et al. Effects of Ti addition on the microstructure and mechanical properties of Mg-Zn-Zr-Ca alloys[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2015(3): 121-126.

(编辑:张正贺)

欢迎关注  
“特种铸造”  
微信公众号



- |        |         |        |
|--------|---------|--------|
| ● 微官网  | ● 行业动态  | ● 联系我们 |
| ● 微商城  | ● 铸造前沿  | ● 免费推广 |
| ● 本刊会议 | ● 经典案例  | ● 铸造职场 |
| ● 收录动态 | ● 铸造学堂  | ● 产品库  |
| ● 稿件系统 | ● 专利与发明 | ● 企业库  |