

Sr 对 Mg-Gd-Y-Zr 合金凝固组织和力学性能的影响

谢东原¹ 周全¹ 陈炯² 陈乐平¹ 李鹏¹
(1.南昌航空大学航空制造工程学院; 2.上海航天精密机械研究所)

摘要 利用 OM、SEM、EDS、XRD、ICP-AES 及万能拉伸试验机等测试手段,分析了 0~0.18% 的 Sr(质量分数)对 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金凝固组织和力学性能的影响。结果表明,随着 Sr 添加量提高,合金的晶粒尺寸逐渐减小,由 42.5 μm 细化至 21.8 μm,第二相数量逐渐增多、尺寸逐渐减小、分布情况逐渐改善,其抗拉强度和伸长率提高,分别由 170 MPa、7.2% 提高至 192 MPa、12.9%。试验中合金的力学性能主要受其凝固组织的影响,其凝固组织越细小,力学性能越高。

关键词 Sr; Mg-Gd-Y-Zr 合金; 凝固组织; 拉伸性能

中图分类号 TG146.22 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.04.011 **开放科学(资源服务)标识码(OSID):**



Effects of Sr on Solidified Structure and Mechanical Properties of Mg-Gd-Y-Zr Alloy
Xie Dongyuan¹, Zhou Quan¹, Chen Ge², Chen Leping¹, Li Peng¹
(1.School of Aeronautical Manufacturing Engineering, Nanchang Hangkong University;
2.Shanghai Spaceflight Precision Machinery Institute)

Abstract: The effects of 0~0.18% Sr on the solidification structure and mechanical properties of Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloy were investigated by OM, SEM, EDS, XRD, ICP-AES, universal tensile testing machine and other testing methods. The results show that with the increase of Sr addition, grain size in the alloy is decreased gradually from 42.5 μm to 21.8 μm. The second phase is increased gradually with the decrease of size gradually, and its distribution is improved gradually. Tensile strength and elongation of the alloy are increased gradually from 170 MPa and 7.2% to 192 MPa and 12.9%, respectively. Under the condition of the given experiment, mechanical properties of the alloy is mainly controlled by solidification structure of the alloy. With decreasing in the solidification structure, the mechanical properties are improved obviously.

Key Words: Sr, Mg-Gd-Y-Zr Alloy, Solidified Structure, Tensile Properties

镁及镁合金具有良好的减振、防电磁及导热等特点而受得研究者广泛关注^[1]。一些重稀土元素在镁中具有较大的固溶度,能形成有效的强化相^[2]。Mg-Gd-Y-Zr 合金具有显著时效强化和固溶强化特性而获得广泛应用^[3,4],也因此成为高性能稀土合金的重要研究方向之一。

细化晶粒是提高镁合金力学性能最直接、最有效的方法之一,常用的方法有机械搅拌法、熔体过热法及电磁场处理等物理方法^[5],氯化铁法、加碳变质法及合金化等化学方法^[6],其中合金化因其成本低、易操作等特点而被广泛使用^[7]。Sr 作为一种微合金化元素,可以有效细化晶粒,近年来被广泛应用在镁合金中。YANG M 等^[8]发现,对于 Mg-8Zn-4Al 合金,Sr 的加入

可提高生长限制因子(G_{RF} 值),抑制晶粒生长;当 Sr 添加量为 0.1% 时,合金的晶粒尺寸为 132 μm,与未处理合金相比,减小了 59.5%。PAN Y C 等^[9]发现,在 0~0.6% 范围内,随着 Sr 添加量提高,富集在固/液界面前沿处的 Sr 逐渐增多,抑制晶粒生长能力增强,AZ91D 合金晶粒尺寸逐渐减小,由未处理时的 235.4 μm 细化至 52.5 μm。童文辉等^[10]发现,在 Mg-4Si-4Zn 合金中添加 Sr 可抑制非密排面的生长;当 Sr 添加量为 0.5% 时,可有效细化 Mg_2Si 的初生相和共晶组织,同时避免产生粗大的有害相。XU T C 等^[11]发现,在 Mg-8Li-3Al-0.5Mn 合金中添加 0~0.1% 的 Sr 可提高 G_{RF} 值,从而细化 α -Mg 相的二次枝晶,提高合金的力学性能。ZHANG S 等^[12]发现,在 0~0.2% 范围内,随着 Sr 添加

收稿日期:2020-09-21;修改稿收到日期:2020-11-06
基金项目:上海航天科技创新基金资助项目(SAST2019-130)
第一作者简介:谢东原,男,1996 年出生,硕士研究生,南昌(330063),E-mail:xdy080300@163.com
通信作者:周全,男,1976 年出生,教授,南昌(330063),E-mail:lgclzq@sina.com
引用格式:谢东原,周全,陈炯,等. Sr 对 Mg-Gd-Y-Zr 合金凝固组织和力学性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(4):445-449.
XIE D Y, ZHOU Q, CHEN G, et al. Effects of Sr on solidified structure and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zr alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(4):445-449.

量提高,Mg₉₇Y₂Cu₁合金晶粒由未处理时的 300 μm 细化至 100 μm,其抗拉强度和伸长率也随之提高。近年来,关于 Sr 微合金化作用在 Mg-RE 系合金的相关研究报道较少。因此,本课题围绕 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金,探究了不同 Sr 添加量对其凝固组织和力学性能的影响。

1 试验材料与方法

试验材料为 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金(质量分数,下同),Mg 以高纯 Mg 锭(>99.9%)形式加入,合金元素 Gd、Y、Zr、Sr 分别以 Mg-30Gd、Mg-30Y、Mg-30Zr 及 Mg-25Sr 中间合金形式加入。

采用坩埚电阻炉对材料进行熔炼,待纯 Mg 熔体温度达到 750 ℃后,加入 Mg-30Gd、Mg-30Y 中间合金,充分熔化后加入 Mg-30Zr 中间合金并保温 10 min,最后加入 Mg-25Sr 中间合金。将合金熔体浇入在 200 ℃下预热的石墨铸型中(高为 70 mm,外径和内径分别为 40 mm 和 30 mm)。合金熔炼、浇注过程中持续通入体积分数为 99.5%的 CO₂+0.5%的 SF₆的混合气体进行保护。

距铸锭底部 20 mm 处截取试样进行打磨、抛光和腐蚀。观察初生相时,腐蚀溶液为 5%的柠檬酸水溶液;观察第二相时,腐蚀液为 5.2%的硝酸乙醇溶液。利用 JXP-6A 型金相显微镜观察试样的初生相形貌;利用 S-Viewer 软件对晶粒尺寸进行测量;利用 Nova Nano SEM450 型场发射扫描电镜对合金的物相、第二相分布情况及断口形貌进行分析;利用 D8ADVANCE-A25 型 X 射线衍射仪对合金物相组成进行分析;利用 Avio 200 型电感耦合等离子体发射光谱仪对合金进行成分分析;按照 GB6397-86 制备拉伸试样,拉伸试样具体尺寸见

图 1;利用 WDW-200D 万能试验机对试样进行拉伸性能测试,拉伸速率为 1 mm/s。

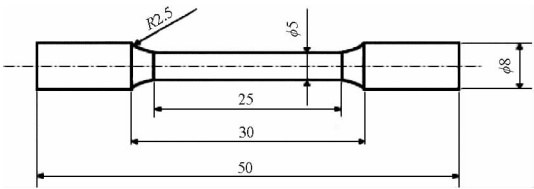


图 1 拉伸试样尺寸示意图

Fig.1 The schematic diagram of dimensim of tensile sample

2 试验结果与分析

2.1 合金成分分析

表 1 为不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的化学成分。可以看出,合金中 Gd、Y、Zr 含量没有明显变化,而 Sr 含量变化较大,所以合金凝固组织和力学性能的变化主要受 Sr 添加量的影响。

表 1 不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的化学成分

Tab.1 Chemical composition of Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloys with different Sr addition %						
合金	w _B					%
	Sr	Gd	Y	Zr	Sr	
1	0	5.98	3.54	0.67	—	余量
2	0.06	6.01	3.41	0.66	0.05	余量
3	0.12	6.12	3.33	0.63	0.11	余量
4	0.18	6.07	3.39	0.62	0.17	余量

2.2 Sr 对合金凝固组织的影响

图 2 和图 3 分别为不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr合金中初生相形貌和合金晶粒尺寸。可以看出,加入 Sr 前后合金均为等轴晶;未加入 Sr 时合金的晶粒粗大,加入 Sr 后合金晶粒显著细化。随着 Sr 含量提高,合金的平均晶粒尺寸逐渐减小,由 42.5 μm 细化至

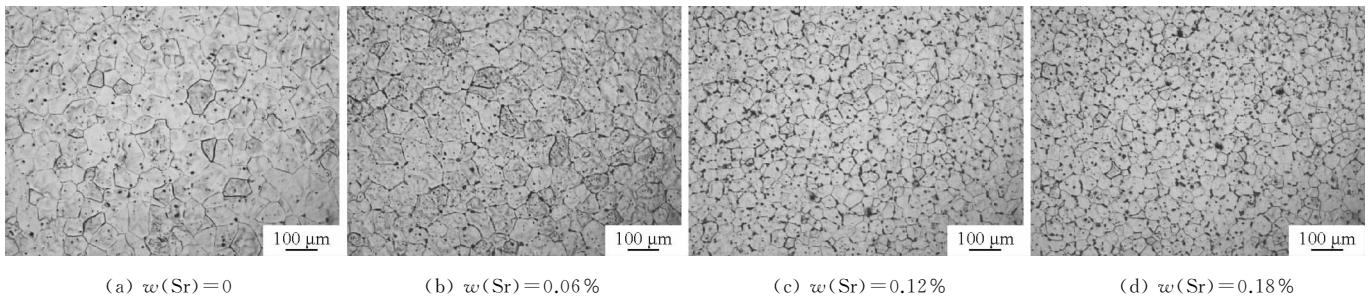


图 2 不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的初生相形貌

Fig.2 Morphology of primary phase in Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloy with different Sr addition

21.8 μm,减小了 48.7%。

图 4 为不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的第二相形貌。可以看出,合金第二相由块状第二相和条状第二相两部分组成。未加入 Sr 时,块状第二相无规则地分布在晶粒内部和晶界处,少量条状第二相分布在

晶界处;随着 Sr 含量提高,块状和条状第二相数量逐渐增加,尺寸逐渐减小且分布逐渐均匀。

图 5 为不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的 XRD 图谱。可以看出,未加入 Sr 时,合金由 α-Mg 和 Mg₂₄Y₅ 两种物相组成;加入微量 Sr 后,并未检测到新

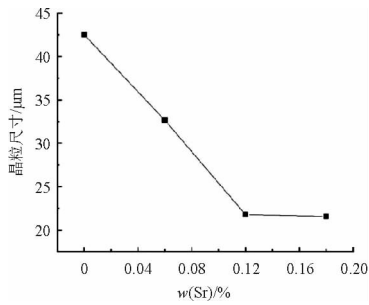


图3 不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的晶粒尺寸
Fig.3 Grain size of Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloy with different Sr addition

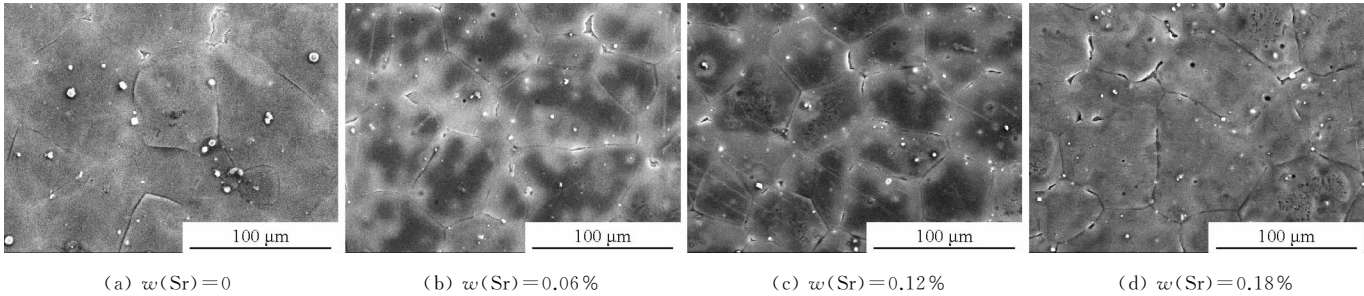


图4 不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金第二相的 SEM 形貌

Fig.4 SEM morphology of the second phase in Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloy with different Sr addition

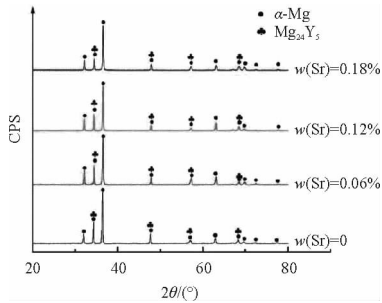


图5 不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金 XRD 谱图
Fig.5 XRD patterns of Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloy with different Sr addition

相,但合金主强峰强度减弱,第 2、第 3 强峰加强,这说明 Sr 的加入抑制了晶粒的择优取向,合金晶粒生长更为均匀。

对 Sr 含量为 0.18% 的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金中第二相进行了 EDS 元素分析,见图 6。表 2 为图 6a 中 A、B 两点 EDS 点扫描元素分析结果。可见 A 点 Mg、Y 摩尔比接近 24 : 5,结合 XRD 分析结果,认为该相为 $Mg_{24}Y_5$ ^[13,14],B 点 Mg、Gd、Y 摩尔比接近 5 : 1 : 1,一般认为该相为 $Mg_5(Gd,Y)$ ^[13]。图 5b 为晶界处条状第二相的局部放大图,对该区域进行了 Sr 元素的 EDS 元

素面扫描,结果见图 5c,可以看出,Sr 主要分布在晶界处条状第二相附近。

对于 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金,Zr 可以作为异质形核核心,提高形核率,进而细化晶粒。如果继续增加 Zr,会超过其在熔体中的最大溶解度,Zr 的晶粒细化效果减弱,而且会增加成本和试验难度。Sr 为表面活性元素,Sr 的加入增大了 α -Mg 表面堆垛层错能^[15],并且 Sr 在 Mg 中的溶解度仅为 0.11%。未溶解的 Sr 只能富集在固/液生长界面上,这一点可以从图 6 中看出,促使其形成 Sr 的吸附膜,该吸附膜可有效阻止晶粒的生长

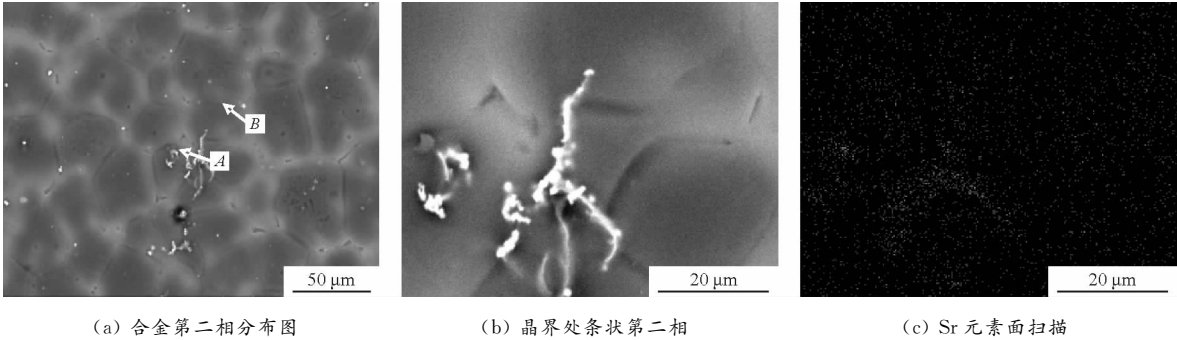


图6 Sr 添加量为 0.18% 的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金第二相的 EDS 分析

Fig.6 EDS analysis of the second phase in Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloy with 0.18% Sr addition

过程,导致晶粒生长速度降低,从而产生细化效果。另外,Sr 的加入也使得合金的过冷度提高,在相同冷却条件下,根据 Kurfman 理论可知,合金过冷度提高,可产生一定的晶粒细化效果。同时 Sr 的细化机制也可根据生长限制因子(G_{RF})解释:

$$G_{RF} = \sum_i m_i c_{0,i} (k_i - 1)$$

式中, m_i 为二元相图中液相线的斜率; $c_{0,i}$ 为组分 i 的初始浓度; k_i 为组分 i 的平衡分配系数。

通常 G_{RF} 代表抑制晶粒生长的能力,即 G_{RF} 值越

表 2 图 6 中 A、B 点 EDS 分析结果

Tab.2 Scanning element analysis results of point A and point B in Figure 6

元素	x_B				
	Mg	Gd	Y	Zr	Sr
A	70.00	4.53	23.80	0.82	0.85
B	73.40	12.89	13.38	0.33	0

大,抑制晶粒生长能力越强。可以看出, Sr 在 0~0.18% 范围内,随着 Sr 含量提高, G_{RF} 值逐渐提高,合金的晶粒尺寸逐渐减小。从 EDS 面扫描分析结果可以看出,大量 Sr 富集在晶界处长条状第二相附近, Sr 为表面活性元素,可以降低晶界附近 Mg、Y 的扩散速度,影响第二相的生成、形貌^[16],从而抑制 $Mg_{24}Y_5$ 相的生长。

Sr 主要通过提高 G_{RF} 值,抑制合金晶粒的生长。Zr 和 Sr 从两个不同的方面细化了合金的晶粒,所以复合添加 Zr 和 Sr 可进一步细化合金的晶粒尺寸。

2.3 Sr 对合金力学性能的影响

图 7 为不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的力学性能。可以看出, Sr 在 0~0.18% 范围内,随着 Sr 含量提高,合金的抗拉强度和伸长率逐渐增加;当 Sr 含量为 0.18% 时,合金的抗拉强度和伸长率分别达到 192 MPa 和 12.9%,相比于未添加 Sr 的合金,分别提高了 12.6% 和 79.8%。

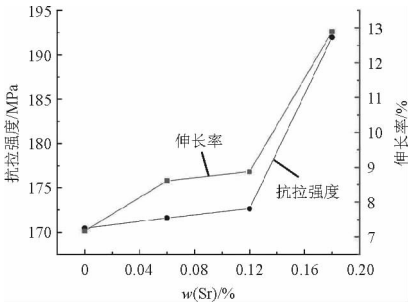
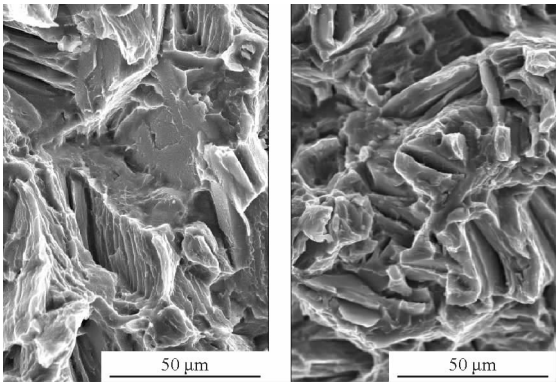


图 7 不同 Sr 含量的 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的力学性能

Fig.7 Mechanical properties of Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloy with different Sr addition

图 8 分别为未加 Sr 和 Sr 含量为 0.18% 合金的拉伸断口形貌。可以看出,未加入 Sr 时,断口处存在较大的解理面和解理台阶、少量的撕裂棱,呈解理断裂特征,为脆性断裂; Sr 含量为 0.18% 时,断口处解理面和解理台阶变小,撕裂棱增多并呈各向异性,出现了少量的韧窝,属于准解理断裂。

合金的晶粒尺寸越小,其力学性能越高;合金中细小、均匀分布的第二相可以起到很好的钉扎作用,能够有效地阻止位错的进行,也有利于合金力学性能的提高。Sr 在 0~0.18% 范围内,随着 Sr 含量提高,一方面合金晶粒尺寸逐渐减小,另一方面 $Mg_{24}Y_5$ 、 $Mg_5(Gd, Y)$ 等强化相数量逐渐增加,尺寸逐渐减小,分布逐渐均



(a) 未添加 Sr (b) $w(Sr)=0.18\%$

图 8 不同 Sr 添加量下 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金拉伸断口形貌
Fig.8 SEM image of tensile fracture of Mg-6Gd-3Y-0.6Zr alloy with different Sr addition

匀,因此,合金的抗拉强度和伸长率逐渐提高。

3 结 论

(1) 微量 Sr 的加入可有效地改善 Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的凝固组织。在 0~0.18% 范围内,随着 Sr 添加量提高,合金晶粒尺寸逐渐减小,由 $42.5\mu m$ 细化至 $21.8\mu m$;第二相数量逐渐增多,尺寸逐渐减小,分布逐渐均匀。

(2) Sr 在 0~0.18% 范围内,随着 Sr 含量提高, Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的抗拉强度和伸长率逐渐增加,分别由 170 MPa、7.2% 提高至 192 MPa、12.9%。

(3) 本试验条件下, Mg-6Gd-3Y-0.6Zr 合金的力学性能主要受其凝固组织的影响;其凝固组织越细小,力学性能越高。

参 考 文 献

[1] 孟令刚. Mg-Gd-Y-Zn-Zr 合金长周期结构形成机制与组织性能研究[D]. 辽宁大连:大连理工大学, 2014.

[2] 吴文祥, 靳丽, 董杰, 等. Mg-Gd-Y-Zr 高强耐热镁合金的研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(11): 7-16.

[3] HAN D, CHEN H, ZANG Q, et al. Effect of solution treatment on microstructure and properties of Mg-6Gd-3Y-1.5Zn-0.6Zr alloy[J]. Materials Characterization, 2020, 163: 110-295.

[4] YANG Z, DUAN H B, WANG Z H, et al. Effect of natural aging on microstructure and mechanical properties of Mg-10Gd-2Y-0.8Zr alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2015, A648: 140-145.

[5] 贾征, 李又佳, 席玖瑞, 等. 镁合金晶粒细化技术研究进展之一——物理细化技术[J]. 特种铸造及有色合金, 2020, 40(6): 607-613.

[6] 贾征, 李又佳, 席玖瑞, 等. 镁合金晶粒细化技术研究进展之二——化学细化技术[J]. 特种铸造及有色合金, 2020, 40(6): 614-618.

[7] 潘复生, 杨明波. 含铈镁合金组织和性能的最新研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(10): 2 382-2 393.

高强韧铸造 Al-Si 合金成分优化及其变形行为的原位观察

李院斌¹ 鲁 强¹ 王继成² 李 凯¹ 张 莹² 李谷南² 杜 勇¹
(1.中南大学粉末冶金国家重点实验室; 2.珠海润星泰电器有限公司)

摘 要 针对传统铸造工艺并考虑半固态压铸工艺需求,利用热力学相图计算优化铸造 Al-Si-Mg-Fe-Mn 合金的成分与热处理工艺,避免了片状 β -AlFeSi 相的生成,得到了组织和性能较为优良的合金。同时研究了 Al-Si 合金的原位拉伸变形行为,发现裂纹主要源自 Si 颗粒和金属间化合物的破裂,随着微裂纹连接扩展并沿着滑移带传播,最终导致试样断裂。

关键词 Al-Si 合金;相图计算;合金成分优化;原位拉伸

中图分类号 TG146.21 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.04.012

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Composition Optimization of High-strength and High-toughness Casting Al-Si Alloy and In-situ Observation of Its Deformation Behaviors

Li Yuanbin¹, Lu Qiang¹, Wang Jicheng², Li Kai¹, Zhang Ying², Li Gunan², Du Yong¹
(1.State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University;
2.Runxingtai Electric Appliance Co., Ltd.)

Abstract: Regarding to traditional casting process and the requirements of semi-solid die casting process, phase diagram calculation (CALPHAD) was used to optimize the composition and heat treatment processes of a cast Al-Si-Mg-Fe-Mn alloy to avoid the formation of brittle β -AlFeSi phases, leading to the alloy with optimized microstructure and improved performance consequently. Meanwhile, the in-situ tensile deformation behaviors of the Al-Si alloy were investigated. The result indicate that the cracks are mainly originated from the fracture of eutectic Si particles and intermetallic compound particles. Microcracks connect with each other and propagate along the slip band, resulting in eventual fracture of specimens.

Key Words: Al-Si Alloy, Phase Diagram Calculation, Alloy Composition Optimization, In-situ Tension

收稿日期:2020-11-01;修改稿收到日期:2021-01-10
基金项目:国家自然科学基金资助项目(52071340,51531009)
第一作者简介:李院斌,男,1992 年出生,硕士研究生,长沙(410083),E-mail:Liyuanbin121@163.com
通信作者:李凯,男,1986 年出生,副教授,长沙(410083),E-mail:leking@csu.edu.cn
引用格式:李院斌,鲁强,王继成,等. 高强韧铸造 Al-Si 合金成分优化及其变形行为的原位观察[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(4):449-453.
LI Y B, LU Q, WANG J C, et al. Composition optimization of high-strength and high-toughness casting Al-Si alloy and in-situ observation of its deformation behaviors[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(4):449-453.

[8] YANG M, CHENG F P. Effects of minor sr on as-cast microstructure and mechanical properties of ZA84 magnesium alloy[J]. Journal of Materials Engineering&Performance, 2010, 19(1): 1 043-1 050.

[9] PAN Y C, LIU X F, YANG H. Sr microalloying for refining grain size of AZ91D Magnesium alloy[J]. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed, 2007, 22(1): 74-76.

[10] 童文辉, 刘雨林, 刘玉坤, 等. Sr-Y 复合变质对过共晶 Mg-Si-Zn 合金组织与性能的影响[J]. 热加工工艺, 2019, 48(22): 81-85.

[11] XU T C, PENG X D, JIANG J W, et al. Effect of Sr content on microstructure and mechanical properties of Mg-Li-Al-Mn alloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(9): 2 752-2 760.

[12] ZHANG S, ZHOU Q, ZHANG H. Effects of minor Sr addition on solidified structure and mechanical properties of Mg-Y-Cu alloy reinforced by long period ordered structure[A]. Proceedings of the 3rd International Conference on Material, Mechanical and Manufacturing Engineering[C]. Guangzhou, 2015.

[13] LI J L, CHEN R S, KE W. Microstructure and mechanical properties of Mg-Gd-Y-Zr cast alloy by metal mould and lost foam casting[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2011, 21(4): 761-766.

[14] 汪彬, 杨院生, 周吉学, 等. 脉冲磁场对 Mg-Gd-Y-Zr 合金凝固组织及力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(3): 519-522.

[15] XI J, LIU B, ZHANG Y. Abinitio study of point defects near stacking faults in 3C-SiC[J]. Computational Materials Science, 2016, 123: 131-138.

[16] 占维, 胡鹏鹤, 金帆, 等. Sr 对 Mg-Zn-Y 合金组织和力学性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2017, 37(9): 1 034-1 036.

(编辑:张正贺)