

镁稀土合金疲劳性能的研究进展

戚方舟^{1,2} 张小龙^{1,2} 吴国华^{1,2} 张亮^{1,2} 刘文才^{1,2} 丁文江^{1,2}

(1.上海交通大学轻合金精密成型国家工程中心; 2.上海交通大学金属基复合材料国家重点实验室)

摘要 作为一种超轻质、比强度高、耐热性好的工程结构材料,镁稀土合金在航空航天、空天飞行器、轨道交通等领域的应用前景广阔,而实际服役过程中承受的交变载荷对其疲劳性能提出了严苛的要求。为了保证承力结构件的耐久性和安全性,深入研究其疲劳行为和断裂失效机理具有重要意义。首先综述了镁稀土合金疲劳性能的研究进展;重点阐述了镁稀土合金疲劳裂纹萌生、扩展的微观机理;随后总结了热处理、晶粒细化、表面强化等多种提高镁稀土合金疲劳性能的方法;最后对镁稀土合金疲劳行为的研究方向进行了展望。

关键词 镁稀土合金;疲劳行为;裂纹萌生与扩展;微观组织调控

中图分类号 TG146.22 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.05.023

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Research Progress in Fatigue Properties of Mg-RE Alloys

Qi Fangzhou^{1,2}, Zhang Xiaolong^{1,2}, Wu Guohua^{1,2}, Zhang Liang^{1,2}, Liu Wencai^{1,2}, Ding Wenjiang^{1,2}

(1.National Engineering Research Center of Light Alloy Net Forming, Shanghai Jiaotong University;
2.The State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiaotong University)

Abstract: As an engineering structural material with ultra-light weight, high specific strength and good heat resistance, rare-earth containing magnesium alloys (Mg-RE alloys) have been acknowledged as one of the most promising candidate for aircraft, aerospace and railway transportation applications. The alternating load in actual service puts forward a strict requirement on the fatigue performance of Mg-RE alloys. In order to ensure the durability and safety of load-bearing structural parts, it is of great significance to understand their fatigue behavior and fracture failure mechanism in depth. The research progress in the fatigue properties of Mg-RE alloys was expounded, focusing on the microscopic mechanism of fatigue crack initiation and propagation. After that, the heat treatment, grain refinement, surface strengthening and many other ways were described to improve the fatigue properties of Mg-RE alloys. Finally, essential futuristic works devoted to the research of fatigue behavior were prospected.

Key Words: Mg-RE Alloy, Fatigue Behavior, Crack Initiation and Propagation, Microstructure Regulation

镁合金具有密度小、比强度和比刚度高、电磁屏蔽能力强、减震性能好、尺寸稳定、阻尼性、铸造性能、切削加工性能优良及易回收、无污染等特点,且资源丰富^[1]。在镁合金中添加稀土元素,能够起到净化熔体、细化组织、提高室温高温力学性能和耐腐蚀等作用^[2],因而被广泛应用在航空航天、国防军工、交通运输、电子器材等领域。目前,大量的研究工作集中在含 Gd 和 Y 等重稀土以及含有 Nd 等低成本稀土的高性能镁稀土合金上,如 Mg-Gd-Y(-Zr)(VW 系)合金、Mg-Y-RE(-Zr)(WE 系)合金、Mg-Nd-Zn(-Zr)(NZ 系)合金等。

镁合金承力结构件要承受各种交变载荷而发生失效,断裂所需的循环应力远小于静态载荷下的屈服强度^[3]。这种在动态载荷长期作用下,由于损伤累积而引起的裂纹萌生和扩展,最终发生断裂的现象称为疲劳失效,占所有机械失效情况的 80%~90%^[4]。疲劳失效是镁合金承力结构件最常见的一种断裂失效形式,因此,开展针对性的疲劳行为和失效机理研究具有重要意义。

常规镁合金由于室温下独立滑移系较少^[5],通常表现出高度各向异性和拉压不对称性。在承受交变载荷

收稿日期:2020-09-17;修改稿收到日期:2020-11-02
基金项目:国家自然科学基金资助项目(U2037601,51775334,51821001);国家重点研发计划资助项目(2016YFB0701205)
第一作者简介:戚方舟,男,1997 年出生,硕士研究生,上海(200240),E-mail:qfz970313@sjtu.edu.cn
通信作者:张小龙,男,1993 年出生,博士后,上海(200240),E-mail:XLZhang1993@sjtu.edu.cn
引用格式:戚方舟,张小龙,吴国华,等. 镁稀土合金疲劳性能的研究进展[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(5):629-637.
QI F Z, ZHANG X L, WU G H, et al. Research progress in fatigue properties of Mg-RE alloys[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(5):629-637.

时,这一特性会导致循环变形不可逆,从而降低合金抗疲劳破坏的能力^[6~8]。在镁合金中加入稀土元素,有利于细化晶粒,获得更加随机的初始晶体织构,抑制基面滑移和孪生行为,促进非基面滑移^[9~12],减轻了循环加载过程中的严重应变局域化。与此同时,稀土元素还可起到固溶强化、析出强化等作用^[13,14],进一步提升了镁合金的强度与塑性,从而获得更长的疲劳寿命。

当前,我国航空航天、国防军工等产业蓬勃发展,但同时能源紧缺越发严重、环境问题日益突出。镁稀土合金作为一种高性能、轻量化的绿色合金,应用前景广阔。目前,相对于钢铁、铝合金等,对镁稀土合金疲劳行为的研究尚不够充分。因此,探索并解决其服役环境中的疲劳问题,开发高效经济的新技术以提升其疲劳性能,有利于推动我国镁产业的蓬勃发展。

1 常用镁稀土合金及其疲劳性能

1.1 金属疲劳的分类

不同种类的镁稀土合金在服役期间所经受的循环应力/应变的幅度与频率都不相同。根据循环周期分类,疲劳可分为高周疲劳和低周疲劳。高周疲劳试验中作用在材料上的应力水平较低,并且应力和应变呈线性关系,故常采用应力控制的试验方法。表征金属高周疲劳性能的经典方法为应力-寿命(S-N)曲线,见图 1,以破坏循环次数 N_f 为横坐标,对应的应力幅值为纵坐标,即可绘制 S-N 曲线,通常满足双对数经验公式^[15]:

$$\sigma_0^m N_f = C \quad (1)$$

式中, m 和 C 为材料常数; σ_0 为应力幅值,MPa; N_f 为疲劳寿命。

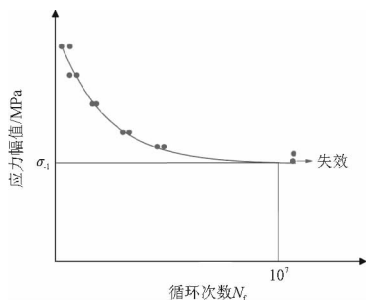


图 1 材料的 S-N 曲线

Fig.1 S-N curve of the materials

部分金属材料的 S-N 曲线通常在大于 10^6 循环次数的位置上出现一个平台,循环应力幅值低于此平台值时,试样将无限循环而不会破坏,这一应力幅值即为疲劳极限,又称高周疲劳强度。对于镁合金,疲劳曲线通常没有水平部分,故规定能达到某一循环周次(通常为 $N=10^7 \sim 10^8$) 而不发生断裂的最大应力为疲劳极限,

称作条件疲劳极限。疲劳极限可由多种方法测定:由旋转变弯方法测定的疲劳极限记为 σ_{-1} ;由扭转疲劳方法测定的记为 τ_{-1} ;由单轴拉-压疲劳方法测定的记为 σ_{-1P} 。对于同一材料,其高周疲劳强度值与其所采用的测试方法密切相关,不同方法测定的疲劳强度数值一般不同,通常满足如下关系 $\sigma_{-1} > \tau_{-1} > \sigma_{-1P}$ ^[16]。

疲劳寿命为 $10^2 \sim 10^5$ 次的疲劳断裂,称为低周疲劳(low-cycle fatigue, LCF),其作用在材料上的交变应力幅度高、循环频率低,材料处于弹塑性状态。因此通常采用较低频率、应变控制的试验方法。试验过程中,材料会发生循环硬化或软化,其循环特性取决于材料的初始状态、结构特征以及应变幅和温度等因素^[16]。材料循环应力-应变之间的关系可以由如下指数定律^[16]表示:

$$\frac{\Delta\sigma}{2} = K' \left(\frac{\Delta\epsilon_p}{2} \right)^{n'} \quad (2)$$

式中, $\Delta\sigma/2$ 为循环应力幅,MPa; K' 为循环强度系数,MPa; n' 为循环应变硬化指数。

由于低周疲劳寿命 N 对应力水平 S 的变化过于敏感,常用应变-寿命(ϵ - N)曲线来表征低周疲劳性能。总应变幅 $\Delta\epsilon$ 由弹性应变幅 $\Delta\epsilon_e$ 和塑性应变幅 $\Delta\epsilon_p$ 构成,一般满足如下公式^[17,18]:

$$\frac{\Delta\epsilon_t}{2} = \frac{\Delta\epsilon_e}{2} + \frac{\Delta\epsilon_p}{2} = \frac{\sigma'_f}{E} (2N_f)^b + \epsilon'_f (2N_f)^c \quad (3)$$

式中, σ'_f 为疲劳强度系数,MPa; b 为疲劳强度指数; ϵ'_f 为疲劳延性系数,%; c 为疲劳延性指数。

1.2 Mg-Gd 系合金疲劳性能

Mg-Gd-Y-Zr(VW 系)合金是近年来开发的一类新型高强耐热镁稀土合金,在航空航天、国防、汽车等领域具有重要的应用价值。目前针对铸造及变形 VW 系镁合金的疲劳性能已进行了深入广泛的研究。

YANG F 等^[19]探究了挤压态 Mg-12Gd-3Y-0.5Zr(VW123K)超高周疲劳(very high-cycle fatigue, VH-CF)行为。试样挤压比为 25:1,在室温、空气中以 $R=-1$ 的应力比、 $f=20$ kHz 的超高加载频率进行旋转变弯疲劳试验。发现挤压态 VW123 合金在循环 10^9 次时的疲劳强度达到了 117.5 ± 4.5 MPa,远远超过相同试验条件下的变形 AZ31 合金(88.7 ± 4.1 MPa)。

WANG F H 等^[20]研究了挤压态 Mg-8.0Gd-3.0Y-0.5Zr(VW83K)合金的拉压低周疲劳性能。试样挤压比为 25:1,疲劳加载应变幅为 0.275%~5.0%,相应的测试频率为 10~0.2 Hz,获得的 ϵ - N 曲线见图 2。可见挤压态 VW83K 合金的理论应变疲劳极限(e_0)为 2.1%,和传统变形镁合金 AZ31B 相当。两者的 ϵ - N 曲

线中都出现了扭结点。值得注意的是,VW83 合金的扭结点($\epsilon=0.75\%$, $N=1\ 400$)高于 AZ31B 合金,表明激活 VW83 合金孪生变形所需要的应力或应变更高。稀土元素的加入抑制了孪生行为,从而弱化织构,有利于减小应变集中,提升疲劳强度。织构弱化还使得 VW83 合金在循环加载下呈现出接近对称的应力-磁滞回线。

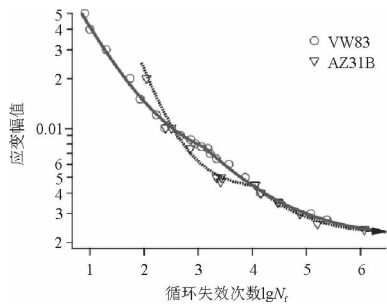


图 2 挤压 VW83K 镁合金 ϵ - N 曲线^[20]

Fig.2 ϵ - N curve of as-extruded VW83K magnesium alloy

Zn 作为微合金化元素在 Mg-Gd 系合金中的应用是镁稀土合金研究领域的一大热点。当 $w(\text{RE})/w(\text{Zn})$ 比约为 2 时,Zn 与 RE 原子会在镁稀土合金中富集并形成长周期结构相(LPSO)。研究表明,一定量的 LPSO 相可以使镁稀土合金具备更加优异的力学性能^[21]。HE Z L 等^[22]研究了半连续铸造 Mg-2.5Gd-Zn-0.18Zr(VZ142K)合金的高周疲劳行为。试验加载波形为正弦波,应力比 $R=-1$,加载频率 $f=20\text{ Hz}$ 。结果发现,铸态合金疲劳强度达到了 $105\pm8\text{ MPa}$,优于很多常规铸造镁合金。LPSO 相的形成提高了基面滑移系的临界分切应力,从而阻碍位错运动,有利于抑制疲劳裂纹的萌生与扩展。

1.3 Mg-Y 系合金疲劳性能

Mg-Y-RE(Gd/Nd)-Zr(WE 系)镁合金具有良好的室温、高温强度与时效强化效果,以及较好的蠕变性能,在航空航天领域应用广泛,代表合金为 WE54 及 WE43 合金。

EIFERT A J 等^[23]研究了铸造 WE43A 镁合金的旋转弯曲高周疲劳性能。结果发现,表面覆盖阳极涂层的试样较常规试样疲劳极限下降了 10%,这表明阳极涂层虽然可以提升合金的耐腐蚀性,但涂层覆盖基体产生的表面残余应力加快了疲劳裂纹的萌生,对疲劳性能产生不利影响。

LI H Z 等^[24]研究了低压铸造 Mg-3.5Y-2.4Nd-0.5Zr 合金在两种不同热处理参数下的拉压低周疲劳性能。试验应变比 $R=-1$,加载频率 $f=0.5\text{ Hz}$,加载应变幅为 $0.3\%\sim0.9\%$,失效定义为试样完全断裂或拉伸载荷下降 20%。结果表明,在所有应变水平下,525

$^{\circ}\text{C}\times4\text{ h}+225\text{ }^{\circ}\text{C}\times34\text{ h}$ 热处理产生了更细小致密的 β' 析出相,疲劳性能优于 $520\text{ }^{\circ}\text{C}\times8\text{ h}+225\text{ }^{\circ}\text{C}\times16\text{ h}$ 热处理后的试样。

GHORBANPOUR S 等^[25]研究了轧制态 WE43-T5 合金的低周疲劳性能。试验加载波形为三角波,应变速率为 $1\times10^{-3}\text{ s}^{-1}$,加载应变幅为 $0.6\%\sim1.4\%$ 。结果表明,WE43-T5 合金具有拉伸/压缩屈服不对称性,相比于沿轧制方向(RD),WE43-T5 合金横向(TD)上表现出更强的各向异性。在相对较低的应变幅度下,该合金表现出一定的循环硬化,随后进行较小的循环软化直至失效;在较高的应变幅下,合金在几个周期内迅速硬化,然后进行轻微的软化直至失效。磁滞回线在整个低周疲劳寿命中几乎都是对称的。

1.4 Mg-Nd 系合金疲劳性能

Mg-Nd-Zn-Zr(NZ 系)合金具有良好的室温强度和高温性能,且成本低、铸造性能优异,非常适合用于制备镁合金发动机缸体、汽车轮毂等结构部件。

LI Z M 等^[26]研究了砂型铸造 NZ30K(Mg-3Nd-0.2Zn-Zr)合金的室温及高温高周疲劳性能。试验采用拉压载荷,应力比 $R=-1$,加载频率 $f=100\text{ Hz}$ (室温)/ $80\text{ Hz}(150\text{ }^{\circ}\text{C})$,使用升降法计算疲劳强度,测得疲劳曲线见图 3。结果表明,经过 $540\text{ }^{\circ}\text{C}\times10\text{ h}+200\text{ }^{\circ}\text{C}\times14\text{ h}$ 的 T6 热处理后,NZ30K 合金室温疲劳强度为 87 MPa ,相比于 T6 态铸造 AZ91 镁合金提升了约 34%。在 $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下,NZ30K 合金的疲劳极限降低了 21%,为 69 MPa 。还对不同铸造方法制备的 NZ30K 合金的旋转弯曲高周疲劳性能进行了进一步对比研究^[27]。结果发现,采用砂型低压铸造的 T6 态 NZ30K 合金的疲劳强度比(σ_f/σ_b)比采用重力金属型铸造的提升了 7%。基于双参数 Weibull 模型分析发现,铸造过程中产生的缩松是导致疲劳性能降低的最主要原因。

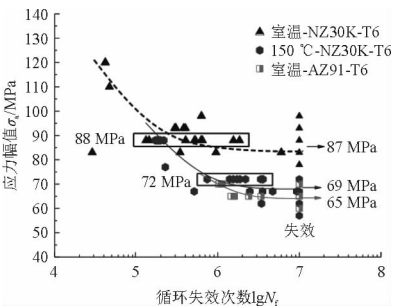


图 3 室温及高温铸造 NZ30K 镁合金的 S-N 曲线^[28]

Fig.3 S-N curve of casting NZ30K magnesium alloy at room temperature and high temperature

ZHANG P 等^[29]研究了 Mg-2.99Nd-0.18Zn-0.38Zr 合金经过 $540\text{ }^{\circ}\text{C}\times10\text{ h}+200\text{ }^{\circ}\text{C}\times14\text{ h}$ T6 热处理后

的低周疲劳行为。试验加载波形为三角波,应变比 $R = -1$,加载频率 $f = 2\text{ Hz}$,恒定应变速率为 $1 \times 10^{-2}\text{ s}^{-1}$,加载应变幅值为 $0.2\% \sim 0.6\%$ 。两种合金的循环应力响应行为见图 4。与商用镁合金 AZ91D-T6 合金相比,该种合金在峰值时效状态下,循环应力幅值显著改善。如总应变幅为 0.6% 时,最大循环应力幅达到了 194 MPa 。稀土元素的加入以及后续时效处理增加了基体对位错及滑移的抵抗力,从而提升了合金抵抗疲劳裂纹萌生及扩展的能力。

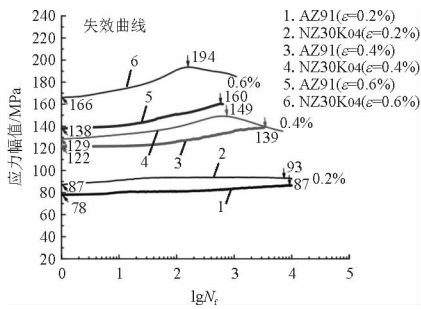


图 4 AZ91 和 NZ30K 合金应力幅值随循环次数的变化 [29]
Fig.4 Stress amplitude with the number of cycles of AZ91 and NZ30K alloy

表 1 和表 2 分别为常见镁稀土合金高周疲劳和低周疲劳的研究结果。

表 1 常见镁稀土合金的高周疲劳强度

Tab.1 High cycle fatigue strength of common Mg-RE alloys

合金	热处理 状态	疲劳强度 σ_f/MPa	强度比 σ_f/σ_b	测试方法	
铸造 镁稀 土合金	VW103K ^[30]	F	85	0.38	旋转弯曲疲劳
		T6	105	0.30	
	VW83K ^[31]	F	90	0.43	抗压疲劳
		T4	80	0.35	
	VW63K ^[32]	T6	70	0.21	旋转弯曲疲劳
		F	105	0.43	
	VZ142K ^[21]	T6	120	0.30	抗压疲劳
		F	105	0.38	
	NZ30K-T6 ^[26]	T4	112	0.41	抗压疲劳
		T6	130	0.35	
	WE43A ^[23]	F	80	0.45	抗压疲劳
		T4	86	0.45	
	AM-SC I ^[33]	T6	98	0.34	旋转弯曲疲劳
		T6	100	0.41	
变形 镁稀 土合金	VW103K ^[30]	T6	98	0.45	旋转弯曲疲劳
		—	150	0.44	旋转弯曲疲劳
		T4	110	0.38	
		T5	165	0.37	
	WE43 ^[34]	T6	110	0.28	
		T5	110	0.33	
	Mg-4Zn-4Gd ^[35]	T6	65	0.27	抗压疲劳
		—	75	0.23	
	Mg-2.3Zn-0.18Y-0.13Zr ^[36]	—	150	0.43	抗压疲劳
		T5	160	0.45	

表 2 常见镁稀土合金低周疲劳参数

Tab.2 Low cycle fatigue parameters of common Mg-RE alloys

合金	n'	K'/MPa	b	σ'_f/MPa	c	$\epsilon'_f/\%$
VW103K-挤压态 ^[9]	0.2	754	-0.11	521	-0.44	0.05
VW103K-T6 ^[37]	0.2	1 230	-0.19	1 054	-0.89	0.41
NZ30K-T6 ^[38]	0.143	439	-0.091	343	-0.618	15.25
Mg-3.5Y-2.4Nd-0.5Zr-T6 ^[24]	0.167	569.7	-0.171	520	-0.675	0.091
WE43-T5 ^[25]	—	—	-0.088 5	489.14	-0.44	0.062 5
ME20M-轧制态 ^[39]	0.11	240	-0.15	665	-0.76	0.75

2 镁稀土合金的疲劳失效过程及机理

2.1 疲劳裂纹萌生

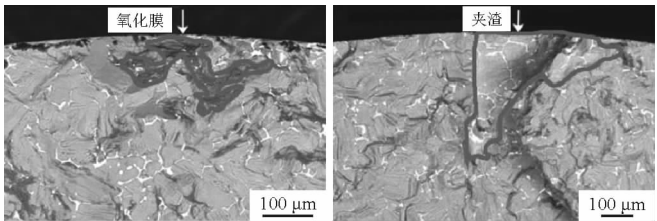
疲劳裂纹通常萌生于具有最大局部应力或最小局部强度的位置。对于镁合金而言,疲劳裂纹一般萌生于合金表面或亚表面。这是因为表面的晶粒所受约束比内部晶粒少,更易于滑移。同时,表面承受的应力往往更高,还更容易受到环境腐蚀、机械损伤等影响,使其疲劳强度降低。

镁合金疲劳裂纹常见的萌生机制主要有 3 种:滑移带裂纹、铸造缺陷裂纹以及晶界或孪晶界裂纹。对于常规铸造镁稀土合金,疲劳裂纹主要萌生于夹杂、缩松等铸造缺陷处。这是因为铸造缺陷会引起周围组织的应力集中。而对于挤压态镁合金来说,铸造缺陷显著减少,疲劳裂纹则通常萌生于滑移带或孪晶界处。

2.1.1 铸造缺陷裂纹

镁合金在铸造过程中容易产生孔洞、夹杂、缩松等铸造缺陷。夹杂能阻碍基体位错滑移,造成位错塞积并引发应力集中,从而使夹杂破碎或与基体脱离,引发裂纹^[40]。而缩松、气泡等宏观缺陷本身就类似裂纹,容易引发高度应力集中,从而萌生裂纹。

研究发现,缩松和夹杂等铸造缺陷是引发 NZ30K 合金疲劳裂纹的主要原因^[38]。在 30 个试样中有 19 个疲劳裂纹萌生于缩松,还有 10 个萌生于夹杂。夹杂主要成分为氧化物和精炼时所引入的熔盐,见图 5。减少



(a) 0.2% 应变幅,循环次数为 10^7 (b) 0.4% 应变幅,5 846 次

图 5 NZ30K 合金试样表面铸造缺陷处萌生裂纹^[38]

Fig.5 Cracks initiation at casting defects on the surface of NZ30K alloy

缺陷尺寸能够延长铸态 NZ30K 合金的疲劳寿命。JIANG L 等^[41]研究发现夹杂物对 Mg-10Gd-3Y-0.5Zr (VW103K)-T6 合金疲劳行为有不利影响,特别是低应力情况下。与无缺陷试样相比,在相同载荷下含夹杂物的试样显示出较低的疲劳强度和较短的疲劳寿命。

2.1.1.2 滑移带裂纹

滑移带开裂是金属最基本的疲劳裂纹萌生方式。在循环载荷作用下,滑移线不断增多,并慢慢加粗形成滑移带。其中有些滑移带在循环变形磨损中仍保留在原处,显示出细长条带状的凹凸形貌,被称为驻留滑移带(persistent slip bands, PSBs)^[42]。在驻留滑移带上会发生“挤入”(intrusion)与“挤出”(extrusion)现象。随着循环加载进行,“挤入”底部的应力集中促进了微裂纹的萌生,并沿着滑移带方向扩展,逐渐形成了疲劳裂纹^[15]。

对镁稀土合金疲劳试样驻留滑移带形貌以及“挤入”与“挤出”现象已经有了一定研究。YUE H Y 等^[43]运用激光共聚焦显微镜(LCSM)观察了半连续铸造 NZ30K 合金的疲劳损伤行为,发现在较低应力载荷下,疲劳损伤的主要方式是滑移。试样表面部分晶粒内部出现大量沿某个特定方向平行排列的黑色条纹,该条纹被称之为“驻留滑移条纹”,它是由驻留滑移带在疲劳过程中不断累积形成的。驻留滑移条纹形貌类似于绳索,并具有一定的高度凸起在试样表面,这种凸起就是“挤出”^[44],见图 6,“挤出”的高度最大可达 2 μm。YANG F 等^[19]在 VW123K 镁合金高周疲劳损伤机理的研究中发现,在激活了基面滑移的晶粒中,大量细小的滑移带均匀分布,图 7 为 VW123K 合金疲劳试验后表面 SEM 形貌。不可逆的循环变形使滑移带两侧区域变得粗糙,沿某些滑带出现了开裂现象(见图 7b)。尽管滑移带数量很多,但实际开裂概率相对较低,VW123K 合金的最终裂纹也少于常规 AZ31 合金。ZHANG P 等^[29]研究了 NZ30K-T6 合金的疲劳行为,发现在疲劳试样的裂纹萌生区域中没有观察到包括孔隙、氧化物和夹杂物在

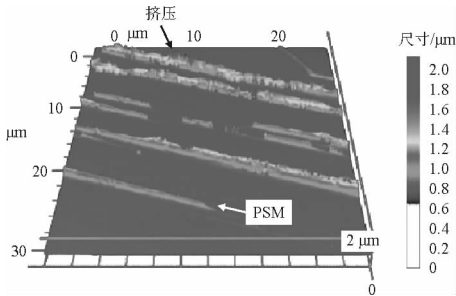
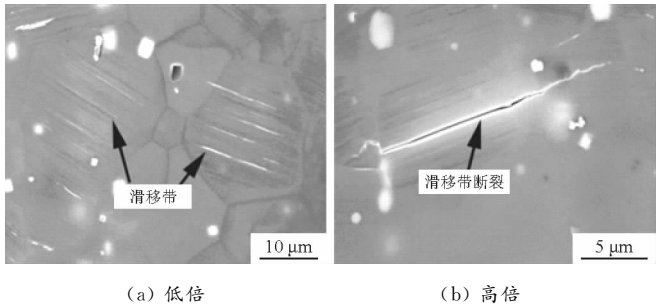


图 6 半连续铸造 NZ30K 合金中的驻留滑移条纹与“挤出”^[43]
Fig.6 Residual slip streaks and "extrusion" in semi-continuous casting NZ30K alloy

内的铸造缺陷,样品的疲劳失效主要是由表面或亚表面滑移带开裂引起的。DONG J 等^[45]认为在 VW103K 合金中存在一个使 PSBs 启动的阈值应力,这个临界阈值决定了合金对疲劳裂纹形核的抵抗能力。通常使得位错开动的临界分切应力(critical resolved shear stress,CRSS)是影响这个临界阈值的主要因素,因此,镁合金的疲劳强度很大程度上是由启动滑移系的 CRSS 决定的。



(a) 低倍 (b) 高倍
图 7 VW123K 合金疲劳试验后表面 SEM 形貌^[19]
Fig.7 SEM morphology of VW123K alloy after fatigue test

2.1.1.3 晶界及孪晶界裂纹

高温环境下,疲劳裂纹有时会在晶界形核。疲劳晶界开裂机制有两种,第 1 种是驻留滑移带与晶界的相互作用引起晶界开裂,这种开裂机制一般发生在较低应力加载下。第 2 种是滑移带运动至晶界处形成表面台阶从而引起开裂,这种机制主要发生在高塑性应变幅条件下。目前对镁稀土合金高温疲劳性能及晶界开裂行为研究较少。

对变形镁合金的疲劳研究表明,孪晶对裂纹萌生有促进作用。多晶材料晶界是容易产生应力集中的地方,虽然孪晶的形成可以释放应力集中,但是由于变形材料中存在织构,疲劳过程中会出现孪生-反孪生现象,使孪晶界不断发生循环变形。孪晶在循环饱和的过程中发生不可逆,或发生孪晶与 PSBs 的交互作用,造成疲劳损伤^[31],最终萌生裂纹。岳海燕^[44]在探究砂型低压铸造 NZ30K 合金的疲劳行为时发现,在 70 MPa 的较低应力幅下,裂纹主要萌生于孪晶晶界处。图 8 为低压砂型铸造 NZ30K 合金在 70 MPa 下的裂纹萌生行为。可以看出,与基体相比,孪晶表面显得非常粗糙,在孪晶内部可观察到少量类似于 PSBs 中片状挤出形貌,而在孪晶和基体的界面上可明显观察到微裂纹。WANG F H 等^[20]在研究挤压 VW83 合金疲劳行为时发现,ε-N 曲线中存在一个转折点,当应变幅较高时,塑性变形和疲劳与孪生-反孪生过程密切相关;当应变幅较低时,位错滑移将主导塑性变形和疲劳。在实际应用中,疲劳加载应变幅或者应力幅通常都较低。所以,镁合金的疲劳塑性变形一般只是由基面滑移来提供^[31]。因此,镁合金

疲劳研究机理的重心应该放在基面滑移主导的塑性变形损伤机制上。

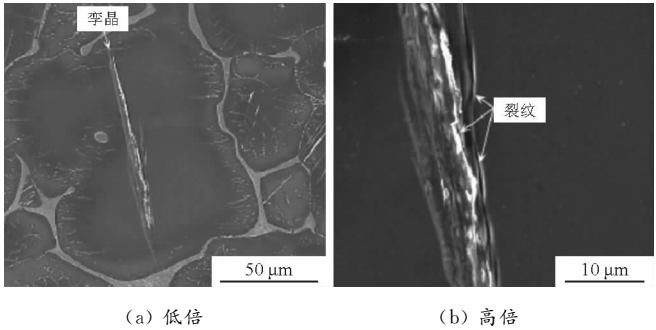


图 8 低压砂型铸造 NZ30K 合金在 70 MPa 下裂纹萌生行为
Fig.8 Crack initiation behavior of low-pressure sand casting NZ30K alloy at 70 MPa

2.2 疲劳裂纹扩展

疲劳裂纹萌生后,随着循环载荷次数不断增加,裂纹会进一步扩展。疲劳裂纹扩展可分两个阶段,见图 9。当裂纹萌生以后,首先沿着切应力最大的方向扩展。在单轴应力下,即沿着与应力呈 45°角的滑移面扩展,这种切变形式的扩展称为第 I 阶段。对大多数材料而言,第 I 阶段的扩展占据了疲劳寿命的大部分^[15]。在微裂纹扩展到几个晶粒的深度后,扩展方向逐渐转向与正应力相垂直的方向。这种拉伸形式的裂纹扩展,称为第 II 阶段扩展,它不再有结晶学的特性。在第 II 阶段中会出现疲劳条带、二次裂纹等特征^[30]。

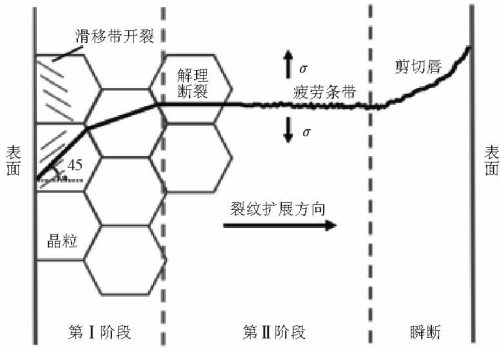


图 9 疲劳裂纹扩展的两个阶段示意图

Fig.9 Schematic diagram of two stages of fatigue crack growth

疲劳条带(或称疲劳辉纹)为一系列间距相等、略带弯曲的波浪形条纹,是疲劳裂纹局部瞬时前沿的微观塑性变形痕迹,是疲劳扩展区的典型特征,见图 10。疲劳条带的法线方向大致指向裂纹扩展方向。由于可以假定每个疲劳条带大致代表一个加载周期,疲劳条纹可以反映疲劳裂纹的扩展速率和相关的疲劳寿命^[46]。铸态合金的疲劳条带参差不齐、间距也不规则,疲劳条带上类似解理河流状花样的瘡线,前端终止于共晶化合物处,这种疲劳条带称为脆性疲劳条带。T6 态合金每一

条疲劳条带间距均约为 1 μm,整个疲劳条带显得更为规则和光滑,这种特征的疲劳条带称为塑性疲劳条带^[32]。

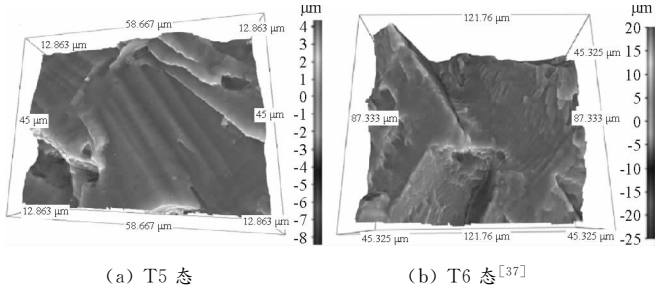


图 10 经 T5、T6 处理的 VW103K 合金中的疲劳条带

Fig.10 Fatigue striation in VW103K alloy

镁合金疲劳裂纹的扩展路径与速率和多种因素有关,如显微组织、铸造缺陷等。刘文才^[30]探究了挤压态 VW103K 合金短裂纹扩展行为,发现变形合金的 3 个不同区域裂纹扩展行为也不相同。在区域 A(未完全再结晶的拉长 α-Mg)和区域 C(MgGdY 化合物)裂纹比较平直,因为区域 A 基体强度较低,裂纹易穿晶扩展,而区域 C 为脆性细小第二相,裂纹容易通过。在区域 B(镁基固溶体),裂纹较为曲折,表现为沿晶断裂和穿晶断裂的混合模式,并出现了二次裂纹和多向扩展。可见挤压在一定程度上提高了合金抗裂纹扩展能力。研究发现,一旦存在铸造缺陷,疲劳裂纹扩展行为会受到不利影响^[27,41]。即使裂纹并非从缺陷处萌生,在其通过缺陷时,裂纹扩展速率也会大大增加,从而使合金疲劳寿命降低。增大基体强度可以有效降低合金疲劳寿命对铸造缺陷的敏感性。外部环境如温度、腐蚀等,也会影响裂纹扩展速率,但是这方面镁稀土合金相关研究较少。

3 镁稀土合金疲劳性能的调控

3.1 晶粒细化

晶粒细化是强化镁合金极为有效的途径,对于镁稀土合金而言,最常用的晶粒细化方法是添加 Zr 元素。研究证实,部分合金晶粒尺寸与疲劳强度 σ_f 之间也存在 Hall-Petch 关系: $\sigma_f = \sigma_0 + k d^{-1/2}$,表明晶粒尺寸越小,疲劳强度越高^[47]。这是因为晶粒越细小,塑性变形越均匀,晶界密度与强度也越大。高强度的晶界减少了应力集中,可以有放抑制裂纹在晶界的萌生,而曲折与高密度的晶界阻碍了裂纹的扩展。李贞明^[38]通过调整 Zr 含量,系统研究了晶粒尺寸对铸造 Mg-3Nd-0.2Zn-xZr 合金疲劳性能的影响。结果显示合金疲劳强度随晶粒尺寸的减小而增加,T6 态下晶粒较粗的合金(约 172 μm)经 Zr 细化到约 40 μm 后,拉压疲劳极限提升约

40%，T4 态则提升了 59%。经拟合后，各种状态下疲劳强度的 Hall-Petch 系数 K_f 均为 $10 \text{ MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$ 。图 11 为 NZ30K 晶粒尺寸与疲劳寿命的关系，可以看

出，细小晶粒还可以明显提升镁稀土合金的疲劳寿命。对 VW103K^[48]、AM-SC I^[49] 等镁稀土合金的研究也有相同结论。

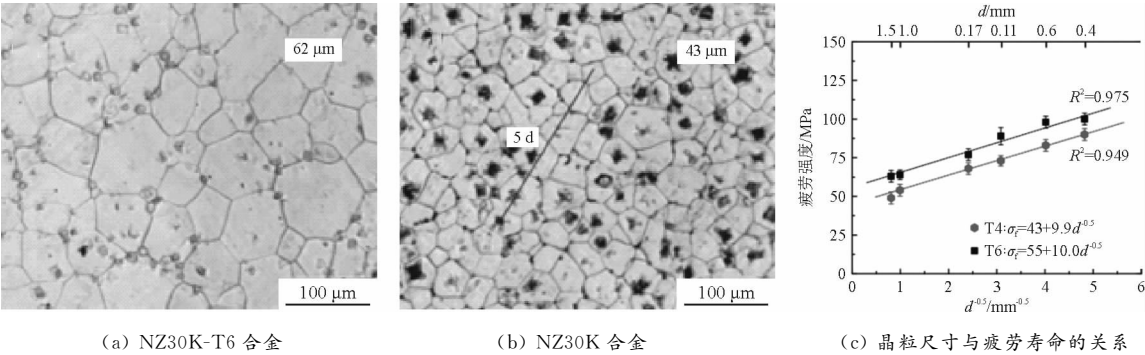


图 11 不同晶粒尺寸的 NZ30K-T6 合金和 NZ30K 合金晶粒尺寸与疲劳寿命的关系^[50]

Fig.11 NZ30K-T6 alloy with different grain sizes and fatigue life vs. grain size of NZ30K alloy

3.2 热处理调控

固溶和时效处理是调控镁合金组织，改善其性能的有效手段。镁合金常用的热处理方法有 T4 热处理(固溶处理+自然时效)、T5 热处理以及 T6 热处理(固溶处理+人工时效)。

对于铸造镁稀土合金，铸态下的第二相颗粒是制约其疲劳性能的重要因素。XU D K 等^[40]在探究 Mg-Zn-Y-Zr 合金铸态疲劳性能时发现，第二相颗粒能阻碍位错的运动，导致晶粒内部的滑移位错运动到第二相前沿时大量塞积，最后，裂纹在第二相颗粒前沿的滑移带中萌生。一般来说，T4 与 T6 热处理可以减少乃至消除第二相的影响，同时生成细小的强化析出相，一定程度提高了铸造镁合金的疲劳性能。LIU W C 等^[51]研究了不同热处理状态砂型低压铸造 VW103K 合金的高周疲劳性能。铸态和 T6 态 VW103K 合金在空气中以 $R = -1$ 的应力比、 $f = 100 \text{ Hz}$ 的加载频率进行旋转弯曲疲劳试验，获得的 S-N 曲线见图 12。可以看出，铸态 VW103K 合金在经受 10^7 次循环加载后，条件疲劳强度为 95 MPa。经过 $525 \text{ }^\circ\text{C} \times 12 \text{ h} + 250 \text{ }^\circ\text{C} \times 10 \text{ h}$ 的 T6 热处理之后，合金疲劳强度提高了 26%，达到 120 MPa。WANG Q D 等^[52]在研究砂型铸造 VW103K 合金拉压低周疲劳性能时也发现，铸态和 T6 态合金的理论应变疲劳极限分别为 2.1% 和 2.3%，并且在所有应变幅下，T6 态的低周循环疲劳寿命都比铸态高，其中低应变幅部分甚至超出一个数量级。表明在时效处理之后，合金抗疲劳破坏性能显著提高。李贞明^[38]研究发现，T4 和 T6 态铸造 NZ30K 合金的疲劳强度相对于铸态分别提高了 7.5% 和 26%。

但是，尽管时效析出相可以提高镁稀土合金屈服强度和抗拉强度，但 T6 热处理并非总是能比 T4 热处理更有效地提高其疲劳强度，并且 T6 热处理后合金的疲

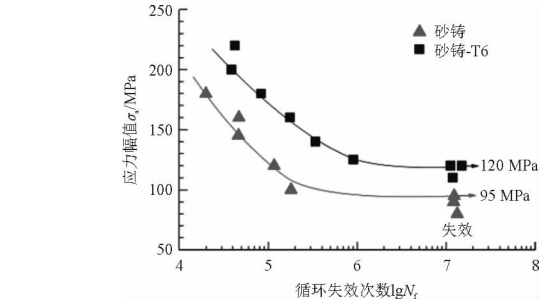


图 12 铸态及 T6 态铸造 VW103K 镁合金 S-N 曲线^[51]

Fig.12 S-N curve of VW103K magnesium alloy in as-cast and T6 treatment

劳强度比 σ_f/σ_b 总是小于 T4 热处理的。潘吉鹏^[31]在研究铸造 VW83K 合金的高周疲劳行为时发现，T6 态 VW83 合金疲劳强度为 70 MPa，疲劳强度比为 0.32，小于 T4 态的 80 MPa、0.39。这可能是由于 T6 态 PSBs 稀疏，塑性变形只发生在少数 PSBs 中，晶内只有少量滑移面参与变形。塑性变形在镁稀土合金中的不均匀分布很容易引起应力集中，从而促进裂纹萌生。在 AZ91 等常规镁合金中也有类似发现^[53]，这表明镁稀土合金的疲劳强度不仅与其抗拉强度相关，而且还受到其塑性的影响，至于塑性对疲劳性能的影响机制，尚无文献报道。

对于变形镁合金而言，单纯的时效处理往往可以有效提高其疲劳性能，而固溶处理则对其疲劳性能有不利影响。时效强化提高镁合金疲劳性能的原因有：一方面，时效后细小的析出相可以抑制位错运动，提高抗裂纹萌生能力；另一方面，根据断裂力学^[16]，应力场强度因子不变时，裂纹尖端塑性区面积 $r \propto \sigma_s^{-2}$ ，时效后屈服强度的提升会导致塑性区变小，裂纹扩展需要更长的时间。但若是先进行固溶处理，挤压带来的晶界强化形成的组织强化效果就被减弱甚至消除，后续再进行时效(T6)也无法有效提高疲劳性能。ADAMS J F 等^[34]研

究了3种热处理状态变形WE43合金超高周疲劳性能。试验采用超声疲劳测试仪,应力比 $R=-1$,加载频率 $f=20\text{ Hz}$,试样循环至 10^9 次或至失效。在 $204\text{ }^{\circ}\text{C}\times 48\text{ h}$ 的T5热处理状态下,WE43合金的疲劳强度达到了110 MPa,远高于另外两种T6热处理后的试样(65 MPa)。刘文才^[30]也发现,在 $225\text{ }^{\circ}\text{C}\times 10\text{ h}$ 的T5热处理之后,挤压态VW103K合金疲劳强度为165 MPa,超过T4与T6态的110 MPa。

3.3 表面强化

镁稀土合金的裂纹往往萌生于试样应力集中较为严重的表面,因此提升表面强度是提高镁合金疲劳性能的有效方法。常用的表面强化方式是喷丸,即利用高硬度细小喷丸介质(如铸钢)经喷丸设备加压,锤击试样表面。这一塑性变形过程在表面引入了残余压应力,抑制了疲劳裂纹的形核与扩展。LIU W C等^[54]研究了喷丸处理对各种状态VW103K合金疲劳性能的影响,发现喷丸可以使镁稀土合金的疲劳裂纹萌生位置由表面转移到亚表面,并有效提高光滑试样的抗疲劳裂纹萌生能力和缺口试样的抗疲劳裂纹扩展能力。喷丸引起的组织细化和残余压应力导致的强化,有利于提高合金高周疲劳性能,但同时也导致了表面粗糙,所以喷丸强度过大时,试样的疲劳强度反而降低了。汪煜凡^[36]也发现,经过最佳喷丸工艺处理之后Mg-2.3Zn-0.18Y-0.13Zr合金的疲劳强度为173 MPa,较处理前提高了15%。

4 结 语

稀土元素的添加减小了镁合金经受循环载荷时所产生的应力集中,有效阻止了裂纹的萌生与扩展,使得镁稀土合金的疲劳性能优于常规镁合金。晶粒细化、热处理调控、表面强化等手段可以进一步提高镁稀土合金的疲劳性能。针对镁稀土合金的疲劳,后续仍有几处重点需要关注。

(1)目前镁稀土合金疲劳行为的相关研究大多在实验室条件下进行,缺乏针对实际服役环境下(如高温、腐蚀气氛等)镁稀土合金(承力)结构件疲劳失效行为的深入研究。

(2)现有研究中针对镁稀土合金疲劳寿命预测的经验公式或裂纹模型的局限性较大,与实际结果差异较大;为了更好地指导实际设计、生产和服役安全性,应结合断裂力学、损伤力学,建立新型高精度镁稀土合金的疲劳寿命预测定量模型。

(3)尽管镁稀土合金相较常规镁合金,疲劳性能有一定提高,但其疲劳强度仍无法满足部分服役条件的需求,常用的合金化、热处理组织调控等方法无法有效解

决,是提高镁稀土合金疲劳强度面临的瓶颈。今后应该尝试从制备工艺、材料复合等角度,开发新型高抗疲劳镁稀土合金。

参 考 文 献

- [1] 丁文江. 镁合金科学与技术[M]. 北京: 科学出版社, 2007.
- [2] 杨力祥, 肖旅, 周海涛. 高强耐热稀土镁合金研究进展[J]. 上海航天, 2019, 36(2): 38-44.
- [3] SURESH S. Fatigue of Materials[M]. 2nd. Cambridge, U K: Cambridge University Press, 1998.
- [4] DIETER G E. Mechanical Metallurgy[M]. Boston, USA: McGraw-Hill, 1986.
- [5] YOO M H. Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals[J]. Metallurgical Transactions, 1981, A12(3): 409-418.
- [6] LIN X Z, CHEN D L. Strain controlled cyclic deformation behavior of an extruded magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2008, A496(1-2): 106-113.
- [7] MICHAEL, MARTIN L, KATRIN B, et al. Fatigue properties of the hot extruded magnesium alloy AZ31[J]. Materials Science and Engineering, 2010, A527(21-22): 5 514-5 521.
- [8] YU Q, ZHANG J X, JIANG Y Y, et al. An experimental study on cyclic deformation and fatigue of extruded ZK60 magnesium alloy[J]. International Journal of Fatigue, 2012, 36(1): 47-58.
- [9] MIRZA F A, CHEN D L, LI D J, et al. Low cycle fatigue of a rare-earth containing extruded magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2013, A575(15): 65-73.
- [10] TOBER G, MAIER P, MÜLLER S, et al. Low cycle fatigue properties of extruded Mg-10Gd-xNd Alloys [J]. Magnesium Technology, 2014: 115-120.
- [11] HADORN J P, HANTZSCHE K, YI S B, et al. Effects of solute and second-phase particles on the texture of Nd-containing Mg alloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2012, A43(4): 1 363-1 375.
- [12] JAN B, YI S B, DIETMAR L, et al. Effect of rare earth elements on the microstructure and texture development in magnesium-manganese alloys during extrusion[J]. Materials Science and Engineering, 2010, A41(5): 1 456-1 467.
- [13] GAO L, CHEN R S, HAN E H. Effects of rare-earth elements Gd and Y on the solid solution strengthening of Mg alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 481(1-2): 379-384.
- [14] HE S M, ZENG X Q, PENG L M, et al. Precipitation in a Mg-10Gd-3Y-0.4Zr (wt.%) alloy during isothermal ageing at $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2006, 421(1-2): 309-313.
- [15] 尚德广. 疲劳强度理论[M]. 北京: 科学出版社, 2017.
- [16] 张帆, 周伟敏. 材料性能学[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 2014.
- [17] BASQUIN O H. The exponential law of endurance tests[J]. Proc. Astm., 1910(10): 625-630.
- [18] MANSON S S. Fatigue: A complex subject-Some simple approximations[J]. Experimental Mechanics, 1965, 5(7): 193-226.
- [19] YANG F, LV F, YANG X M, et al. Enhanced very high cycle fatigue performance of extruded Mg-12Gd-3Y-0.5Zr magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2011, A528(6): 2 231-2 238.
- [20] WANG F H, DONG J, JIANG Y Y, et al. Cyclic deformation

- and fatigue of extruded Mg-Gd-Y magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2013, A561(20): 403-410.
- [21] 何宗铃. 半连续铸造 Mg-Gd-Zn-Zr 合金高周疲劳行为的研究[D]. 上海:上海交通大学, 2015.
- [22] HE Z L, FU P H, WU Y, et al. High cycle fatigue behavior of as-cast $\text{Mg}_{96.34}\text{Gd}_{2.5}\text{Zn}_1\text{Zr}_{0.16}$ alloy fabricated by semi-continuous casting[J]. Materials Science and Engineering, 2013, A587(10): 72-78.
- [23] EIFERT A J, THOMAS J P, RATEICK R G. Influence of anodization on the fatigue life of WE43A-T6 magnesium[J]. Scripta Materialia, 1999, 40(8): 929-935.
- [24] LI H Z, LÜ F, XIAO Z Y, et al. Low-cycle fatigue behavior of a cast Mg-Y-Nd-Zr alloy by T6 heat treatment[J]. Materials Science and Engineering, 2016, A676(10): 377-389.
- [25] GHORBANPOUR S, MCWILLIAMS B A, KNEZEVIC M. Low-cycle fatigue behavior of rolled WE43-T5 magnesium alloy[J]. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2019, 42(6): 1 357-1 372.
- [26] LI Z M, WANG Q G, LUO A A, et al. Improved high cycle fatigue properties of a new magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2013, A582: 170-177.
- [27] LI Z M, FU P H, PENG L M, et al. Comparison of high cycle fatigue behaviors of Mg-3Nd-0.2Zn-Zr alloy prepared by different casting processes[J]. Materials Science and Engineering, 2013, A579(1): 170-179.
- [28] LI Z M, WANG Q G, LUO A A, et al. Improved high cycle fatigue properties of a new magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2013, A582(10): 170-177.
- [29] ZHANG P, LI Z M, YUE H Y. Strain-controlled cyclic deformation behavior of cast Mg-2.99Nd-0.18Zn-0.38Zr and AZ91D magnesium alloys[J]. Journal of Materials Science, 2016, 51(11): 5 469-5 486.
- [30] 刘文才. ZK60 和 GW103K 镁合金高周疲劳行为及其喷丸强化研究[D]. 上海:上海交通大学, 2011.
- [31] 潘吉鹏. 铸造 GW83K 镁合金疲劳应变局部化与裂纹萌生行为研究[D]. 上海:上海交通大学, 2019
- [32] 汪泉. 砂型铸造 Mg-6Gd-3Y 镁合金断裂失效行为研究[D]. 上海:上海交通大学, 2018.
- [33] LI Z M, FU P H, PENG L M, et al. Influence of solution temperature on fatigue behavior of AM-SC1 cast magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2013, A565: 250-257.
- [34] ADAMS J F, ALLISON J E, JONES J W. The effects of heat treatment on very high cycle fatigue behavior in hot-rolled WE43 magnesium[J]. International Journal of Fatigue, 2016, 93: 372-386.
- [35] VERMA R, JAYAGANTHAN R, NATH S K, et al. Influence of hot rolling and evolved microstructure on high cycle fatigue behaviour of Mg-4Zn-4Gd alloy [J]. Materials Characterization, 2019, 160:110 048.
- [36] 汪煜凡. Mg-Zn-Y-Zr 合金高周疲劳行为研究[D]. 成都:西南交通大学, 2017.
- [37] MIRZA F A, CHEN D L, LI D J, et al. Cyclic deformation behavior of a rare-earth containing extruded magnesium alloy: effect of heat treatment[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2014, A55(12): 5 785-5 792.
- [38] 李贞明. 铸造 Mg-Nd-Zn-Zr 合金拉伸和疲劳行为的研究[D]. 上海:上海交通大学, 2013.
- [39] MIRZA F A, WANG K, Bhole S D, et al. Strain-controlled low cycle fatigue properties of a rare-earth containing ME20 magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2016, A661(20): 115-125.
- [40] XU D K, LIU L, XU Y B, et al. The fatigue behavior of *I*-phase containing as-cast Mg-Zn-Y-Zr alloy[J]. Acta Materialia, 2008, 56(5): 985-994.
- [41] JIANG L, LIU W C, LI Y, et al. High cycle fatigue behavior of different regions in a low-pressure sand-cast GW103K magnesium alloy component[J]. Journal of Materials Research, 2014, O29(21): 2 587-2 695.
- [42] THOMPSON N W N, LOUAT N. The origin of fatigue fracture in copper[J]. The Philosophical Magazine, 1956, 1(2): 113-126.
- [43] YUE H Y, FU P H, PENG L M, et al. Damage morphology study of high cycle fatigued as-cast Mg-3.0Nd-0.2Zn-Zr alloy[J]. Materials Characterization, 2016, 111: 93-105.
- [44] 岳海燕. 铸造 Mg-Nd-Zn-Zr 合金室温高周疲劳累积损伤行为研究[D]. 上海:上海交通大学, 2016.
- [45] DONG J, LIU W C, SONG X, et al. Influence of heat treatment on fatigue behaviour of high-strength Mg-10Gd-3Y alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2010, A527(21-22): 6 053-6 063.
- [46] MIRZA F A, CHEN D L. Fatigue of rare-earth containing magnesium alloys: A review[J]. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2014, 37(8): 831-853.
- [47] MUGHRABI H. Microstructural mechanisms of cyclic deformation, fatigue crack initiation and early crack growth[J]. Philosophical Transactions of the Royal Society, 2015, A373: 1-21.
- [48] 江龙康. Mg-Gd-Y-Zr 铸造镁合金断裂失效行为研究[D]. 上海:上海交通大学, 2015.
- [49] BETTLES C J, GIBSON M A, ZHU S M. Microstructure and mechanical behaviour of an elevated temperature Mg-rare earth based alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2009, A505(3): 6-12.
- [50] LI Z M, WANG Q G, LUO A A, et al. High cycle fatigue of cast Mg-3Nd-0.2Zn magnesium alloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2013, A44(11): 5 202-5 215.
- [51] LIU W C, JIANG L K, CAO L, et al. Fatigue behavior and plane-strain fracture toughness of sand-cast Mg-10Gd-3Y-0.5Zr magnesium alloy[J]. Materials & Design, 2014, 59(7):466-474.
- [52] WANG Q D, LIU W C, WU G H, et al. Influence of heat treatment on cyclic deformation and low-cycle fatigue behavior of sand-cast Mg-10Gd-3Y-0.5Zr magnesium alloy[J]. Journal of Materials Research, 2017, 32(11): 2 179-2 187.
- [53] 杨友, 吴耀达. 热处理对 AZ91D 铸造镁合金疲劳性能的影响[J]. 铸造, 2009, 58(4): 383-386.
- [54] LIU W C, DONG J, ZHANG P, et al. Improvement of fatigue properties by shot peening for Mg-10Gd-3Y alloys under different conditions[J]. Materials Science and Engineering, 2011, A528(18): 5 935-5 944.