

含铪铝合金显微组织对疲劳裂纹扩展的影响

雷 欣, 聂祚仁, 黄 晖

(北京工业大学, 北京 100124)

摘 要: 对含铪铝合金板材进行了不同的热处理, 分析了各板材的显微组织对疲劳裂纹扩展和力学性能的影响。结果表明: 晶粒的长/径比越小, 板材的疲劳裂纹扩展速率越慢; 且随着疲劳裂纹扩展速率的降低, 裂纹宽度增加且裂纹路径曲折; 稀土元素 Er 的加入, 在合金中形成 $Al_3(Er,Zr)$ 第二相粒子, 其强烈地钉扎位错, 阻碍位错运动, 以减少位错在晶界处的聚集产生的应力集中, 降低板材的疲劳裂纹扩展速率。

关键词: 疲劳裂纹扩展; 铪; 铝合金

中图分类号: TG146.2⁺1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)04-1035-05

Al-Mg 系合金具有中高强度, 塑性、耐蚀性和焊接性良好、成本低廉等一系列优点, 在航空、船舶、核工业及兵器工业中都有着极为广泛的应用前景及不可替代的重要地位^[1]。近年来, 对于铝镁合金的耐疲劳损伤性能的研究, 尤其是对疲劳裂纹扩展的研究很多^[2,3]。铝镁系合金的耐损伤性能随显微组织的改变而发生变化。而在铝镁合金中加入微量稀土元素, 也会导致合金的显微组织出现不同, 从而影响铝合金的耐损伤性能。Fuller 等^[4]通过研究发现, 含稀土元素 Sc 的 5754 铝合金, 由于能在合金中形成 $Al_3(Sc,Zr)$ 第二相沉淀粒子, 通过钉扎位错和亚晶界, 从而影响合金疲劳裂纹的扩展。张永红等也在其研究中阐明了类似现象^[5,6]。C. Watanabe 和 O. Roder 等^[7,8]也发现, 在 Al-Mg 合金中加入 Sc, 导致合金晶粒尺寸发生变化, 合金的疲劳裂纹扩展速率明显降低。近几年, 聂祚仁等^[9,10]发现在铝镁合金中添加 Er 元素, 其在铝合金中也能形成类似 $Al_3(Sc,Zr)$ 的第二相沉淀粒子, 并且该种含铪铝合金在提高合金强度的基础上还大幅度降低了添加稀土元素的成本。

但目前对 5XXX 系含铪铝合金耐损伤性能方面的研究并不多。为此, 本实验设计了一种含 Er 的 Al-Mg 系合金, 在前期研究其热处理制度、显微组织和常规拉伸力学性能的基础上, 重点考察合金的显微组织对疲劳裂纹扩展行为的影响。

1 实 验

实验用合金的化学成分分析值(质量分数)为: Mg 6.10%, Mn 0.51%, Zn 0.81%, Er 0.20%, Zr 0.18%,

杂质元素总含量小于 1%, 余量为 Al。将合金铸锭于 470 °C 保温 20 h 进行均匀化退火, 结束后进行热轧, 热轧温度为 410 °C, 压下量为 80%, 得到 10 mm 厚的热轧板。再将此热轧板于 350 °C 保温 2 h, 空冷后进行 60% 压下量的冷轧, 得到 4 mm 厚板材; 所获得的 4 mm 厚板材分别于 350 °C 保温 2 h (完全退火 O 态)、170 °C 保温 2 h (中温退火 H32 态)、230 °C 保温 6 h 后以 25% 小压下量冷轧(中温退火加冷轧 H116 态), 最后全部空冷至室温。

按《金属材料室温拉伸试验方法》(GB228-2002) 进行拉伸试验力学性能测试, 拉伸试样尺寸如图 1a 所示。疲劳裂纹扩展试验按照《金属材料疲劳裂纹扩展速率试验方法》(GB/T6398-2000) 进行测试, 加载波形为正弦波, 应力比 R 为 0.1, 频率为 15 Hz, 试验条件均为室温、大气环境。疲劳裂纹扩展试样采用中心裂纹试样, 其尺寸如图 1b 所示。

采用扫描电镜对疲劳裂纹扩展路径形貌进行观察; 采用双喷电解法(电解液为 1:3 的硝酸甲醇溶液) 制备透射电镜试样, 并进行显微组织观察。

2 实验结果

2.1 拉伸性能

对 H116、H32 和 O 3 种状态的铝合金板材, 每种状态取 3 个试样于 810 Material Test System 试验机上测试拉伸性能, 结果见图 2。从图 2 中可以看出, H116 状态板材的抗拉强度和屈服强度都比较高, 分别为 462.67 和 413.33 MPa, 但延伸率相对较低, 仅为 5.33%; O 状态板材的抗拉强度和屈服强度均不高, 尤

收稿日期: 2015-04-09

基金项目: 国家“973”计划(2012CB619503)

作者简介: 雷 欣, 女, 1988 年生, 博士生, 北京工业大学材料科学与工程学院, 北京 100124, 电话: 010-67395849, E-mail: lx5811@sina.com

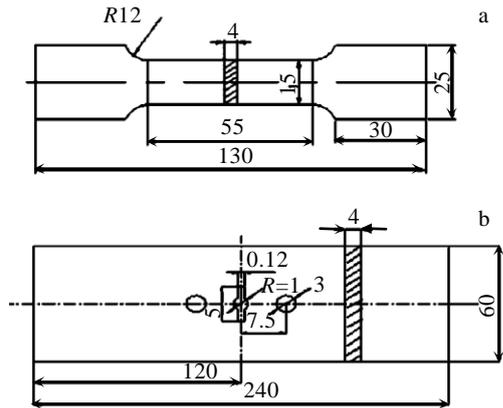


图 1 拉伸和疲劳裂纹扩展试样尺寸

Fig.1 Specimens for tensile (a) and fatigue crack propagation (b)

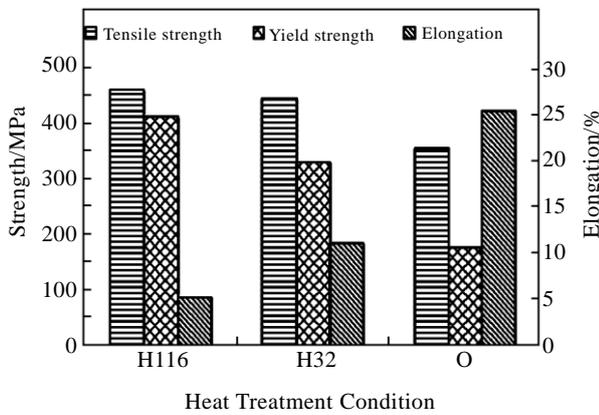


图 2 试样的力学性能

Fig.2 Mechanical properties for specimens

其是屈服强度较低, 仅为 177.33 MPa, 但其延伸率很高达到 25.67%; H32 状态板材的抗拉强度比 H116 下降得不多, 仅下降了 18 MPa, 屈服强度为 332 MPa, 且延伸率也比 H116 高, 达到 11.33%。

2.2 疲劳裂纹扩展速率

图 3 是 H116、H32 和 O 3 种不同热处理状态板材的疲劳裂纹扩展速率随应力强度因子幅度 ΔK 的变化曲线。从测得的数据可以看出, 3 种板材的疲劳裂纹扩展速率在近门槛值区区别不大, 基本处于应力强度因子幅 $\Delta K=8 \text{ MPa m}^{1/2}$ 以下, 疲劳裂纹扩展速率范围为 $10^{-5} \sim 10^{-4} \text{ mm/cycle}$, 且 3 种板材的疲劳裂纹扩展速率曲线的斜率均较大, 说明疲劳裂纹扩展速率增速较快。疲劳裂纹扩展进入第 2 阶段, 也就是裂纹线性扩展阶段后, H116、H32 和 O 状态板材的疲劳裂纹扩展速率开始出现较明显的区别, O 状态板材的疲劳裂纹扩展速率明显要慢于其他板材的疲劳裂纹扩展速率,

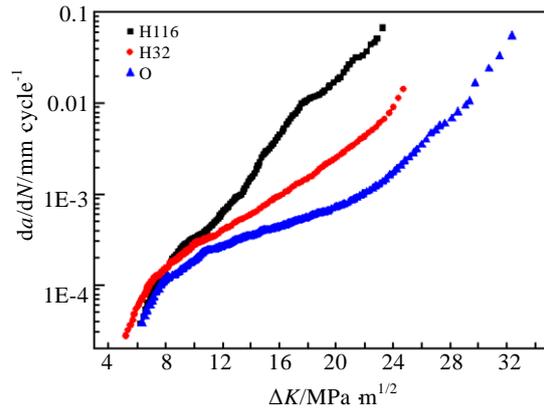


图 3 不同热处理状态下试样的疲劳裂纹扩展速率

Fig.3 Fatigue crack propagation rate curves of the specimens under different heat treatment conditions

并且其增速也较其他板材的裂纹扩展速率缓慢, 在 $\Delta K=8 \text{ MPa m}^{1/2}$ 至 $\Delta K=21 \text{ MPa m}^{1/2}$ 之间, 疲劳裂纹扩展速率只从 $0.5 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$ 上升至 $7 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$; H32 状态板材的疲劳裂纹扩展速率在第 2 阶段其斜率相较第 1 阶段有所下降, 但其增长速度仍然快于 O 态板材的疲劳裂纹扩展速率, H32 状态板材第 2 阶段的疲劳裂纹扩展速率由 $0.3 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$ 增至 $5 \times 10^{-3} \text{ mm/cycle}$, 应力强度因子幅的范围约从 $\Delta K=8 \text{ MPa m}^{1/2}$ 升至 $\Delta K=24 \text{ MPa m}^{1/2}$; H116 状态板材的疲劳裂纹扩展速率从进入第 2 阶段开始大幅度地升高, 明显快于其他板材的疲劳裂纹扩展速率, 并且从第 1 阶段进入第 2 阶段的分界并不明显, 斜率也没有发生大幅度的下降, 由近门槛值区的 $0.5 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$ 直接近乎直线地进入了快速扩展区, 直至断裂。瞬断区为典型的一次性断裂, O 状态板材的瞬断区的应力强度因子幅的范围从 $\Delta K=21 \text{ MPa m}^{1/2}$ 开始直至断裂, 比其他板材的瞬断区的范围明显宽得多, 而 H116 状态板材的瞬断区与裂纹线性扩展阶段的分界并不明显, 说明 H116 板材在进入线性扩展阶段后便很快发生失稳断裂。

2.3 微观组织

不同热处理状态下合金板材的显微组织区别较大, 如图 4 所示。图 4a, 4b, 4c 分别为光学显微镜下 H116、H32 和 O 状态合金的组织形貌。从图中可以清楚地看到, H116 状态合金板材的金相组织为变形的细长条状晶粒组织, 如图 4a 所示; H32 状态板材的金相组织的变形程度明显低于 H116 状态板材, 并且其长/径比也明显低于 H116 状态板材, 如图 4b 所示; 图 4c 中的 O 状态板材金相组织形貌基本为平均晶粒尺寸约

20 μm 的等轴晶粒。

而图 4d, 4e, 4f 则为 3 种不同状态合金在透射电镜下观察到的显微组织形貌。从图 4d 中可以看到, H116 态板材内部含有大量密集且缠绕的位错, 由于位错过多, 导致几乎观察不到第二相粒子; 图 4e 中 H32 态合金板材位错密度明显要比 H116 态合金板材的位错密度有所下降, 并且晶粒内由于回复出现了大量的亚晶组织; O 态板材组织由于发生再结晶, 形成了尺寸较大的近乎等轴的晶粒, 高倍透射电镜下观察显示, 再结晶组织内部几乎没有位错, 并且能很清晰地看到晶粒内弥散分布着许多第二相粒子, 如图 4f 所示。

2.4 疲劳裂纹扩展路径

3 种不同状态板材的疲劳裂纹扩展路径如图 5 所示。从图 5a 中可以看出, H116 状态板材的疲劳裂纹扩展路径最为平直, 且曲折及分叉处不多, 裂纹上下接合面间宽度较窄; O 状态板材的裂纹扩展路径最为曲折, 且多处出现分叉, 裂纹接合面宽度也较别的状态板材的宽(图 5c); H32 状态板材裂纹的曲折度及宽度均介于以上两者之间(图 5b)。

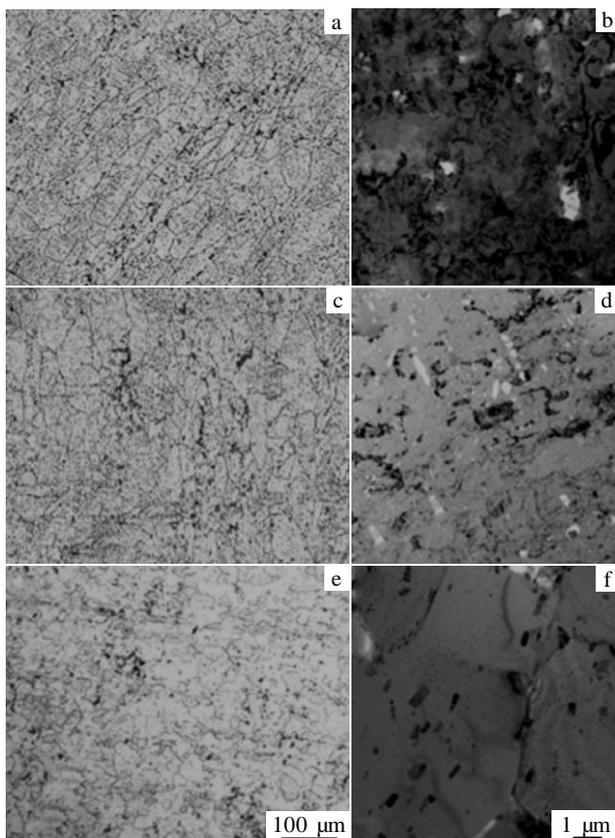


图 4 样品的显微组织

Fig.4 OM (a, c, e) and TEM (b, d, f) images of the specimens: (a, b) H116, (c, d) H32, and (e, f) O

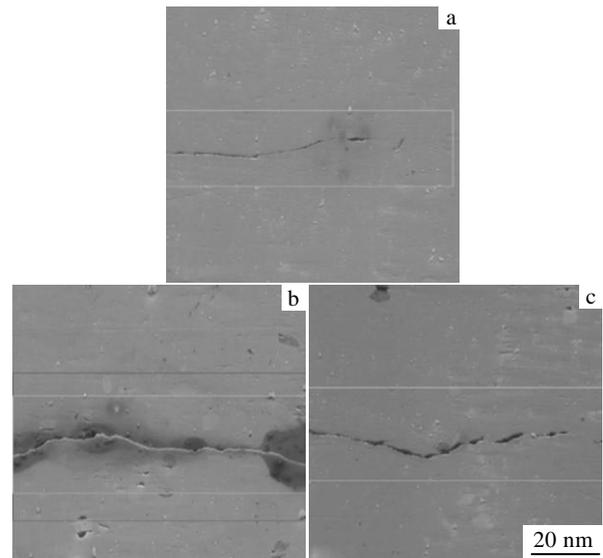


图 5 不同热处理状态下试样的疲劳裂纹扩展路径

Fig.5 Fatigue crack propagation paths of the specimens under different heat treatment conditions: (a) H116, (b) H32, and (c) O

3 分析与讨论

3.1 显微组织对力学性能的影响

3 种经过不同热处理的板材, 其内部的组织变化很大。轧制后的板材变形量越大, 内部的晶粒越为细长, 经过两道轧制的 H116 状态板材呈现细长的条状晶粒; 而轧制后经稍微退火的 H32 状态板材, 晶粒长/径比相对 H116 略有减小, 但总体看来, 依然为长形晶粒; 经完全退火后的 O 状态板材内部的晶粒尺寸较均匀, 且多为 20~30 μm 的等轴晶。由于稀土元素 Er 的加入, 在 3 种板材中 Er 会与铝合金中的 Al 和 Zr 生成细小弥散的 $\text{Al}_3(\text{Er}, \text{Zr})$ 第二相, 其为一种典型的核/壳结构, 心部为 Er 原子的富集区, 而外部为 Zr 原子的富集区, 该析出相具有稳定的 L_{12} 型结构, 并且热稳定性较高, 高温下长大和熔解均不明显^[11]。这种 $\text{Al}_3(\text{Er}, \text{Zr})$ 第二相粒子能在合金中作为位错运动的障碍牢固地钉扎位错和亚晶界, 如图 6 所示, 它有效地阻止位错的移动和亚晶界的迁移与合并, 对变形组织的亚结构起到了一个较好的稳定的作用, 阻碍位错重新排列, 对合金产生很好的弥散强化的作用, 提高合金的力学性能^[12]。

3.2 显微组织对疲劳裂纹扩展的影响

由于板材具有不同的显微组织, 导致其疲劳裂纹扩展速率也出现较大区别。从图 4 中的显微组织照片可以看出, 轧制后的板材内部晶粒变形成细长的条状晶, 且随着轧制板材变形量的增加, 晶粒的长/径比也

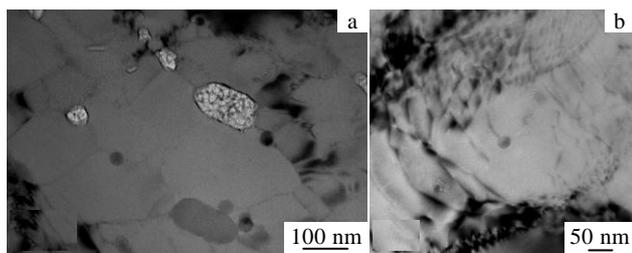


图 6 样品中 $\text{Al}_3(\text{Er,Zr})$ 钉扎亚晶界和位错

Fig.6 $\text{Al}_3(\text{Er,Zr})$ pinning the subgrain boundaries and the dislocation observed by TEM

随之增大。具有长/径比较大的细长型晶粒的板材的疲劳裂纹扩展速率较快，具有长/径比较小的等轴晶粒的板材，其疲劳裂纹扩展速率较慢，并且扩展速率越慢，裂纹宽度越宽，曲折及分叉也越明显。不同疲劳裂纹扩展速率的板材，其晶粒内部位错形貌也不同。疲劳裂纹扩展速率最快的板材内部位错密度明显高于其他板材，并且随着位错密度的降低，板材的疲劳裂纹扩展速率大幅下降。晶粒内部的位错在疲劳应力循环过程中始终处于运动状态，在位错运动过程中，晶界作为位错运动的一个障碍，阻挡位错，则会使得位错容易在晶界处产生堆积。而产生位错堆积的地方容易在晶界上形成应力集中。当裂纹扩展到这些应力集中的地方时，便会加速裂纹的扩展。在此含钪铝合金中，由于稀土元素 Er 的加入，使合金中形成的稳定 L_{12} 结构的 $\text{Al}_3(\text{Er,Zr})$ 第二相粒子，能在合金中强烈地钉扎位错，阻碍位错运动^[11]，从而减少位错移动到晶界处产生的应力集中，降低了疲劳裂纹碰上晶界处应力集中的概率，从而降低材料的疲劳裂纹的扩展速率。并且从疲劳裂纹扩展速率测试结果中也能很好地反映，由于 H116 板材内部位错密度较大，则处于运动中的位错的数量也相对较多，但板材中加入的 Er 元素是微量的且是固定的，所以 3 种板材内部生成的 $\text{Al}_3(\text{Er,Zr})$ 粒子的数量相差不大，那么能被有效钉扎的位错占总体位错的分数的显然 H32 要高于 H116，自然会导致 H116 内部很多移动位错得不到钉扎，而 H32 相对于 H116 中大部分位错被钉扎住，从而在提高强度的同时还一定程度地降低了 H32 板材的疲劳裂纹扩展速率。

4 结 论

1) 晶粒的长/径比越小，疲劳裂纹扩展速率越慢。

2) 疲劳裂纹扩展速率较慢的合金板材，裂纹上下接合面之间的宽度较宽，裂纹扩展路径也较曲折，分叉也较明显。

3) 稀土元素 Er 的加入，使得合金中形成的 $\text{Al}_3(\text{Er,Zr})$ 粒子能强烈地钉扎位错，阻碍位错运动，以减少位错在晶界处的聚集产生的应力集中，有效地降低疲劳裂纹扩展速率。

4) 材料的强度和裂纹扩展速率趋势相一致，随着板材强度的升高，疲劳裂纹扩展速率逐渐加快。

参考文献 References

- [1] Wang Zhutang(王祝堂), Tian Rongzhang(田荣璋). *Handbook of Aluminium and Aluminum Alloy Processing*(铝及铝合金加工手册)[M]. Changsha: Central South University of Technology Press, 1982: 125
- [2] Brosi J K, Lewandowski J J. *Scripta Materialia*[J], 2010, 63: 799
- [3] Pao P S, Jones H N, Cheng S F et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2005, 27: 1164
- [4] Fuller C B, Krause A R, Dunand D C et al. *Material Science and Engineering A*[J], 2002, 338(1-2): 8
- [5] Zhang Yonghong(张永红), Yin Zhimin(尹志民), Zhang Jie(张杰) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2002, 31(3): 167
- [6] Dai Xiaoyuan(戴晓元), Xia Changqing(夏长清), Liu Changbin(刘长斌) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(6): 913
- [7] Watanabe C, Monzen R, Fazaki K et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2008, 30(4): 635
- [8] Roder O, Wirtz T, Gysler A et al. *Material Science and Engineering A*[J], 1997, 234: 181
- [9] Nie Zuoren, Jin Tounan, Zou Jingxia et al. *Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2003, 13(3): 509
- [10] Yang Junjun(杨军军), Nie Zuoren(聂祚仁), Jin Tounan(金头男) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2003, 32(1): 37
- [11] Wen Shengping, Gao Kunyuan, Li Y et al. *Scripta Materialia*[J], 2011, 65: 592
- [12] Zhang Zhijun(张志军), Huang Hui(黄晖), Wang Wei(王为) et al. *Chinese Journal of Rare Metal*(稀有金属)[J], 2009, 35(5): 611

Effect of Microstructure on Fatigue Crack Propagation of Er-containing Aluminum Alloy

Lei Xin, Nie Zuoren, Huang Hui

(Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

Abstract: Er-containing Al-Mg alloy plates were processed by different heating treatments. The effects of microstructure on fatigue crack propagation of the plates were analyzed. The results show that the smaller the length/diameter ratio of the grain, the slower the fatigue crack propagation rate; with the reduction of fatigue crack propagation rate, the crack width increases, while the crack path twists and turns. Due to the addition of rare earth element Er, $\text{Al}_3(\text{Er}, \text{Zr})$ particles are formed in the alloy, and they pin the dislocation strongly, hinder dislocation motion, and reduce the stress concentration in the grain boundary produced by the dislocation pile-up, thus reducing the fatigue crack growth rate.

Key words: fatigue crack propagation; erbium (Er); aluminum alloy

Corresponding author: Lei Xin, Candidate for Ph. D., College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, P. R. China, Tel: 0086-10-67395849, E-mail: lx5811@sina.com