

# Mg-Nd-Gd-Zn-Zr 镁合金铸造组织与力学性能

李杰华, 介万奇, 杨光昱

(西北工业大学, 陕西 西安 710072)

**摘要:**采用正交试验方法,通过砂型铸造制备 9 种不同成分的 Mg-Nd-Gd-Zn-Zr 系镁合金。研究该系列镁合金的铸造组织和室温力学性能,并通过对力学性能试验数据的分析,研究主要合金化稀土元素 Gd 和 Nd 的作用。研究发现:该系列镁合金铸态组织为  $\alpha$ -Mg 基体和  $Mg_{12}Nd$  化合物。经过固溶处理后,铸态组织中晶界上的化合物大部分溶入基体,但在晶界上还有一些颗粒状的化合物。Gd 含量越高,合金的室温抗拉强度、屈服强度和延伸率就越高。Nd 含量越高,抗拉强度和屈服强度也越好,但延伸率在 Nd 含量超过 2 水平(2.85%)后会降低。抗拉强度和屈服强度受 Nd 含量的影响最大,Gd 含量的影响次之。Zn 含量越高屈服强度越高,但抗拉强度和延伸率降低,其中延伸率受 Zn 含量的影响最大。

**关键词:**铸态组织;力学性能;正交试验;Mg-Nd-Gd-Zn-Zr 系镁合金;固溶处理

中图分类号: TG146.2<sup>+</sup>2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2010)01-0101-05

镁合金作为目前最轻的金属结构材料和 21 世纪的绿色环保材料,具有许多优于其它金属材料的性能,在航空航天、汽车、兵器等多个领域被广泛应用。但是镁合金的抗腐蚀性尤其是抗电化学腐蚀性能差,抗疲劳和抗高温蠕变性能差,而限制了镁合金在一些特定领域的应用<sup>[1-4]</sup>。例如:高温下工作的汽车传动系统和发动机部件等都要求镁合金具有优良的室温综合力学性能和长时间的高温力学性能稳定性。为此,耐热镁合金的研究一直是镁合金研发的一个重要方向,也取得了一定的成果。早在 1979 年, Driets 等就开发了一系列耐热高温 WE 型镁合金(Mg-Y-HRE(Gd, Er, Dy, Yb)-Nd-Zr),目前 WE43 和 WE54 镁合金已被广泛应用于新型航空发动机齿轮箱和直升机的变速系统中,能在振动、沙尘、腐蚀、高温等环境下服役<sup>[5,6]</sup>。最近, MEL 研制出的 Eletron21 (Mg-Nd-Gd-Zn-Zr) 镁合金具有更优的高温性能和抗腐蚀性性能,也正被评估用于最新的航空和国防项目<sup>[7]</sup>。B.L.Mordik 等<sup>[8,9]</sup>的研究表明, Mg-Gd 新型镁合金的蠕变速度在铸态条件下已经显著优于 QE22, 和 WE43 合金大体相当。而对基于 Mg-Gd 系的四元 Mg-Gd-Sc-Mn 镁合金进行的研究也表明,蠕变速度在铸态条件下远优于 WE43(T6)。可以看出,稀土元素 Y 和 Gd 能够显著提高镁合金的耐热性能。但是上述合金大都需要添加较高含量的昂贵稀土元素,而且在添加过程中的烧损非常严重。尤其是

稀土元素 Y 的实收率非常低,造成合金成本较高,其应用受到限制。通过添加其它元素,如 Nd 和 Zn 等,可以降低稀土元素 Y 和 Gd 的添加量,同时可以保证其力学性能。但是 Nd 和 Zn 等元素的添加量需要严格控制,而且各元素之间的相互作用需要综合考虑,以保证合金在具有良好室温综合力学性能的同时兼有较好的高温力学性能。

本研究拟采用正交试验方法,通过砂型铸造制备 9 种不同成分的 Mg-Nd-Gd-Zn-Zr 系镁合金,研究该系列镁合金的铸造组织和力学性能,并通过对力学性能试验数据的分析,研究主要合金化稀土元素 Gd 和 Nd 的作用以及各元素之间的交互影响。

## 1 实验

在浇铸条件(熔炼温度、浇铸温度以及铸型条件)和热处理条件(固溶处理工艺和完全人工时效处理工艺)一定的情况下,对 Mg-Nd-Gd-Zn-Zr 系镁合金的力学性能产生主要影响的因素是 Gd、Nd 和 Zn 的含量。因此,拟采用正交试验方法,选取这 3 个因素(A、B、C 分别对应 Gd、Nd、Zn 的含量(均为质量分数,%)),每个因素再选取 3 个水平,采用正交表  $L_9(3)^4$  进行实验。因素水平和方案设计如表 1 和表 2 所示。同时,由于镁合金的力学性能受到各个影响因素及其交互作用的制约,可以采用合适的数学模型建立力学性能与

收稿日期: 2009-01-03

基金项目: 国家重点基础研究发展计划“973”项目(2006CB605202)和西北工业大学博士论文创新基金资助(CX200705)

作者简介: 李杰华,男,1979 年生,博士生,西北工业大学材料学院,陕西 西安 710072,电话:029-88495414,E-mail:lijiehua2008@126.com

表 1 试验因素水平表

Table 1 Factor and level of the orthogonal experiment

Level	Factor		
	A/%	B/%	C/%
I	1.0	2.6	0.2
II	1.25	2.85	0.35
III	1.5	3.1	0.5

表 2 试验方案设计表

Table 2 Scheme design of the experiment

No.	Factor		
	A/%	B/%	C/%
1	1.0	2.6	0.5
2	1.25	2.6	0.35
3	1.5	2.6	0.2
4	1.0	2.85	0.35
5	1.25	2.85	0.5
6	1.5	2.85	0.2
7	1.0	3.1	0.2
8	1.25	3.1	0.35
9	1.5	3.1	0.5

各个影响因素之间的关系，进而找出力学性能与各个影响因素之间的关系，最终得到最佳的成分参数，以便指导生产实践。力学性能与各个影响因素之间的关系式可以用如下的表达式表达：

$$y=f(X_1, X_2, \dots, X_n) \quad (1)$$

式中， $y$  为力学性能， $X_i$  为影响因素 ( $i=1, 2, \dots, n$ )。

考虑到采用二次回归正交设计（组合设计）的试验次数比 3 水平全因子试验要少得多，但是仍然保持足够的剩余自由度。因此，根据式(1)构造的力学性能二次多项式模型为：

$$y = \beta_0 X_0 + \sum_{i=1}^p \beta_i X_i + \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^p \beta_{ii} X_i^2 + \varepsilon \quad (2)$$

式中， $X_0$  为常数项，取值均为 1； $\beta_0, \beta_i, \beta_{ij}, \beta_{ii}$  分别为零次项、一次项、交互项、二次项的系数， $\varepsilon$  为误差项。代入各个影响因素值，按照多元回归估计的方法，求出各项系数就可以得到力学性能的响应方程：

$$y = b_0 + \sum_{i=1}^p b_i X_i + \sum_{i < j} b_{ij} X_i X_j + \sum_{i=1}^p b_{ii} X_i^2 \quad (3)$$

式中， $b_0, b_i, b_{ij}, b_{ii}$  为回归系数，分别为  $\beta_0, \beta_i, \beta_{ij}, \beta_{ii}$  的估计值。从响应方程可以得到力学性能与各影响因素的关系。根据实验资料确定 Gd 的含量在 (1.0-1.5) 之间变化，Nd 的含量在 2.6~3.1 之间变化，因此其编码公式可以写为：

$$X_1 = \frac{2(A-1.5)}{1.5-1.0} + 1 \quad (4)$$

$$X_2 = \frac{2(B-3.1)}{3.1-2.6} + 1 \quad (5)$$

Gd 含量、Nd 含量因素水平编码如表 3 所示。由式 (4) 和式 (5) 可知，Gd 含量为 1.5%，1.25%，1.0% 时， $X_1 = +1, 0, -1$ ；Nd 含量为 3.1%，2.85%，2.6% 时， $X_2 = +1, 0, -1$ 。将  $X_1, X_2$  的数值作为设计矩阵，试验设计方案如表 4 所示。为了消除  $X_0$  与  $X_i^2$  的相关性，用“中心化方法”使相关矩阵化为对角阵，即用  $X_3$  和  $X_4$  来代替  $X_i^2$ ，得到：

$$X_3 = X_1^2 - 1/9[(-1)^2 + 0^2 + \dots + 1^2] \quad (6)$$

$$X_4 = X_2^2 - 1/9[(-1)^2 + 0^2 + \dots + 1^2] \quad (7)$$

为了方便计算，分别再扩大 3 倍，即：

$$X_3 = 3(X_1^2 - 2/3) \quad (8)$$

$$X_4 = 3(X_2^2 - 2/3) \quad (9)$$

另外，Gd 含量与 Nd 含量之间的交互作用可以用下式表示：

$$X_5 = X_1 X_2 \quad (10)$$

实验合金的熔炼在 6 kg 电阻坩埚炉中在 RJ-7 熔剂保护下进行。Mg、Nd 和 Zn 以纯金属(99.99%)形式直接加入。Gd 和 Zr 分别以 Mg-28Gd 和 Mg-33Zr 中间合金形式加入。在 700 ℃ 时加入 Zn 后，再在 720 ℃ 时通过加入合金总量 0.1%-0.15% 的  $C_2Cl_6$  进行除气除渣。升温到 760 ℃ 时加入 Nd，搅拌 2-3 min。780 ℃ 时扒去废旧熔剂，撒上 RJ-7 熔剂，加入 Mg-Zr 以及 Mg-Gd 中间合金。780 ℃ 时搅拌 5 min，静置 10 min。在 760 ℃ 时分别浇铸成标称尺寸为  $\Phi 10 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}$  的金相试样及  $\Phi 12 \text{ mm}$  标准砂型拉力试棒。

室温力学性能的测试在 CSS1220 型电子万能拉力试验机上进行，拉力试验机的拉伸速度为 0.5 mm/min。

表 3 试验合金 Gd (A) 和 Nd (B) 含量因素水平编码表

Table 3 Factor and level coding of Gd and Nd content

Factor	A/%	B/%
Coding	$X_1$	$X_2$
Basic level (0)	1.25	2.85
Changeable space	0.25	0.25
Upper level (1)	1.5	2.6
Under level (-1)	1.0	3.1

表 4 试验设计方案表

Table 4 Design scheme of experiment

No.	$X_0$	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_4$	$X_5$	Y
1	1	1	-1	1	1	-1	$Y_1$
2	1	-1	-1	1	1	1	$Y_2$
3	1	0	-1	-2	1	0	$Y_3$
4	1	0	0	-2	-2	0	$Y_4$
5	1	1	0	1	-2	0	$Y_5$
6	1	-1	0	1	-2	0	$Y_6$
7	1	-1	1	1	1	-1	$Y_7$
8	1	0	1	-2	1	0	$Y_8$
9	1	1	1	1	1	1	$Y_9$

实验合金的化学成分分析采用电感耦合等离子原子发射光谱法。实验合金的金相组织观察采用 XJL-02 型光学金相显微镜。采用差示扫描量热 (Differential Scanning Calorimetry, DSC) 法分析试验合金的固相线, 差示扫描量热仪型号为 DSC-2910 型, 加热速度为 10 / min。采用 X 射线衍射仪进行物相分析。晶界及晶内的成分分析在扫描电镜上进行。

实验合金力学性能试棒的热处理在微机数字控制温度的井式热处理炉中进行, 热处理炉恒温区的温度均匀性为±1 。根据 Mg-Nd-Gd-Zn-Zr 系列试验合金的 DSC 分析曲线可知 (图 1), 试验基础合金的固相线温度约为 534.08 。对试验合金采取分段加热方式, 在 350 下保温 3 h, 然后升温到固溶温度 (515 , 18 h) 进行保温。保温完毕直接将试样淬于 70~80 的热水中。之后, 对试样进行时效处理 (205 , 16 h)、将试样取出、进行空冷。

## 2 结果与分析

### 2.1 试验合金的显微组织

根据试验合金的铸造显微组织 (图 2), 同时参考合金的 XRD 分析结果 (图 3) 可知, 试验合金铸态组织为  $\alpha$ -Mg 基体和枝晶间均匀分布的  $Mg_{12}Nd$  化合物, 没有形成三元相。分析认为, Gd 元素主要溶入  $\alpha$ -Mg 相中, 部分 Gd 原子置换了 Mg 的位置, 形成置换固溶体。图 4 是试验合金固溶处理后的显微组织。经过固溶处理后, 试验合金的化合物大部分已经溶解, 但在晶界上还有断续颗粒的化合物, 这从试验合金固溶态的 SEM 照片可以清晰地看到 (图 5)。同时, 从图 5 所示试验合金 EDS 的分析结果来看, 试验镁合金中的  $Mg_{12}Nd$  化合物含有一定量的 Gd (约 0.24at%)。从试验合金 T6 热处理后的显微组织中 (图 6) 可以看出, 晶粒内部呈现雪花状的颗粒析出相, 而晶界处却没有明显的析出相。说明固溶处理后溶入基体的枝晶胞胞间以及晶界上的化合物会在进行时效处理时以细小弥散的化合物方式从  $\alpha$ -Mg 基体中析出。

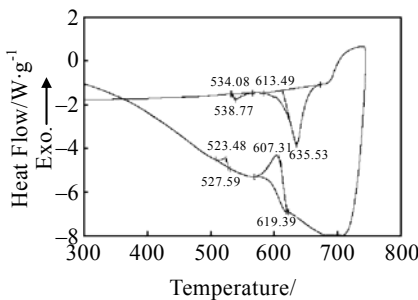


图 1 试验合金的 DSC 曲线

Fig.1 DSC curves of experimental alloys

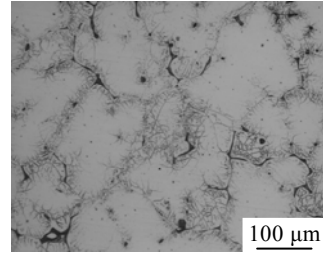


图 2 试验合金的铸造显微组织

Fig.2 Microstructures of experimental cast alloys

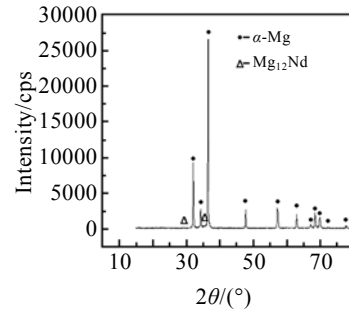


图 3 试验合金的 XRD 图谱

Fig.3 XRD pattern of experimental alloys

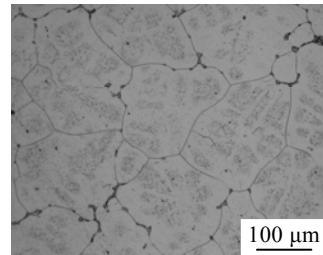


图 4 实验合金的 T4 态热处理组织

Fig.4 Microstructures of experimental cast alloys after solid solution treatment

### 2.2 试验合金的室温力学性能

按照上述设计的试验方案, 通过砂型铸造制备 9 种不同成分的 Mg-Nd-Gd-Zn-Zr 试验镁合金。在合金配料的过程中严格依据各元素的烧损控制各元素的加入量, 尽可能地接近试验设计成分。通过拉伸试验测试的数据整理后列于表 5。从表中可以看出, Gd 含量在水平 III 抗拉强度、屈服强度和延伸率都取得最佳效果, 也即是 Gd 含量越大越好。Nd 含量在水平 III 抗拉强度、屈服强度最佳, 但延伸率以水平 II 最佳。抗拉强度和屈服强度受 Nd 含量的影响最大, Gd 含量的影响次之。Zn 含量在水平 III 屈服强度最佳, 但抗拉强度和延伸率在水平 I 最佳, 也即是 Zn 含量越高屈服强度就越高, 但抗拉强度和延伸率则随着 Zn 含量的增加而降低, 其中延伸率受 Zn 含量的影响最大。选

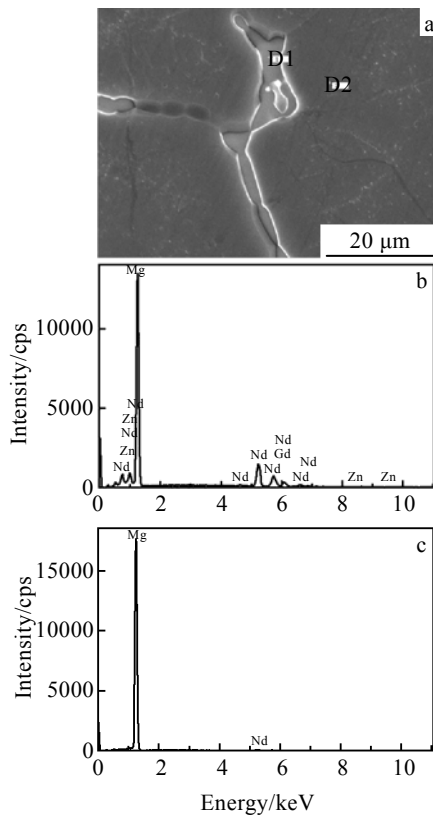


图 5 试验合金 T4 态 SEM 照片及 EDS 分析

Fig.5 SEM image and EDS analysis of experimental alloys after solid solution treatment: (a) SEM image, (b) EDS spectrum of D1 in Fig.5a, and (c) EDS spectrum of D2 in Fig.5a

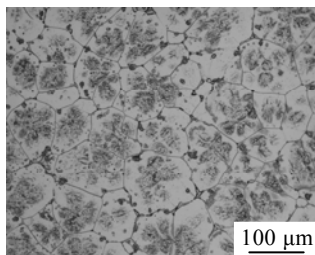


图 6 实验合金的 T6 态热处理组织

Fig.6 Microstructures of experimental cast alloys after T6 heat-treatment

取抗拉强度作为控制目标变量，正交回归分析数据如表 6 所示。由试验数据得到回归方程为：

$$y = 248.56 - 1.33X_1 + 9.17X_2 + 0.11X_3 - 1.05X_4 + 5X_5 \quad (11)$$

在回归正交设计中，回归系数是不相关的，回归系数的绝对值大小对应变量的作用的大小。可以看出，Nd 含量的影响最大，Gd 含量的影响次之，Zn 含量的影响最小。由回归方程式(11)得到抗拉强度与 Gd 含量和 Nd 含量的关系：

表 5 试验结果表

Table 5 Experiment results

No.	Factor			$\sigma_b$ /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\delta$ /%
	Gd/%	Nd/%	Zn/%			
1	1.0	2.6	0.5	230	179	1.5
2	1.25	2.6	0.35	240	143	3.0
3	1.5	2.6	0.2	245	155	4.2
4	1.0	2.85	0.35	240	156	3.3
5	1.25	2.85	0.5	252	153	1.5
6	1.5	2.85	0.2	260	171	5.0
7	1.0	3.1	0.2	250	184	3.5
8	1.25	3.1	0.35	260	235	2.7
9	1.5	3.1	0.5	260	240	2.0
I ( $\sigma_b$ /MPa)	720	715	755			
II ( $\sigma_b$ /MPa)	752	752	740			
III ( $\sigma_b$ /MPa)	765	770	742			
R ( $\sigma_b$ /MPa)	45	55	15			
I ( $\sigma_{0.2}$ /MPa)	519	477	510			
II ( $\sigma_{0.2}$ /MPa)	531	480	534			
III ( $\sigma_{0.2}$ /MPa)	566	770	572			
R ( $\sigma_{0.2}$ /MPa)	47	293	62			
I ( $\delta$ /%)	8.3	8.7	12.7			
II ( $\delta$ /%)	7.2	9.8	9.0			
III ( $\delta$ /%)	11.2	8.2	5.0			
R ( $\delta$ /%)	4.0	1.6	7.7			

表 6 试验正交回归分析数据表

Table 6 Orthogonal regression analysis data of experiment

No.	$X_0$	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_4$	$X_5$	Y
1	1	1	-1	1	1	-1	230
2	1	-1	-1	1	1	1	240
3	1	0	-1	-2	1	0	245
4	1	0	0	-2	-2	0	240
5	1	1	0	1	-2	0	252
6	1	-1	0	1	-2	0	260
7	1	-1	1	1	1	-1	250
8	1	0	1	-2	1	0	260
9	1	1	1	1	1	1	260

$$y = 250.44 - 1.33X_1 + 9.17X_2 + 0.33X_1^2 - 3.15X_2^2 + 5X_1X_2 \quad (12)$$

同理，分别选取屈服强度和延伸率作为控制目标变量，通过处理正交回归分析数据，可以得到各自的回归方程：

$$y' = 163.68 + 7.33X_1 + 30.33X_2 - 3.60X_1^2 + 27.51X_2^2 + 5X_1X_2 \quad (13)$$

从式(13)和(14)中可以看出：Nd 含量对屈服强度的影响最大，Gd 含量次之。Gd 含量对延伸率的影响较 Nd 含量大，和前面表 5 的分析结果吻合。

### 2.3 试验合金的高温瞬时拉伸性能

表 7 是表 6 中第 9 组试验合金在 T6 态热处理后的高温瞬时拉伸性能。可以看出，由于第 9 组试验合

金具有较高的 Gd 含量和 Nd 含量,在测试的所有温区里试验合金的抗拉强度和屈服强度都较高。而且随着温度的升高,力学性能下降并不明显,在 250 °C 时的抗拉强度仍然保持在 225 MPa,屈服强度仍能够达到 156 MPa。但试验合金在 300 °C 时的力学性能已经明显降低,拉伸时也发生了明显的缩颈。说明该系镁合金在 300 °C 以上还不能够长时间服役,但有望在 250 °C 以下温区得到应用。

表7 试验合金的高温力学性能

Table 7 Mechanical properties of sand-cast specimen at elevated temperature

Testing temperature/°C	$\sigma_b$ /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\delta$ /%
200	235	160	16.5
250	225	156	17.5
300	119	109	31.0

### 3 结 论

- 1) Mg-Nd-Gd-Zn-Zr 系镁合金具有理想的两相组织,可以通过热处理进一步改善其性能。
- 2) 合金抗拉强度和屈服强度受 Nd 含量的影响最

大, Gd 含量的影响次之, Nd 含量和 Gd 含量越高,抗拉强度和屈服强度越优。

- 3) 延伸率受 Zn 含量的影响最大, Gd 含量的影响次之, Zn 含量越高延伸率越低。

#### 参考文献 References

- [1] Polmear I J. *Materials Science and Technology*[J], 1994(1): 1
- [2] Grobner J, Schmid-Fetzer R. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2001, 320: 296
- [3] Mordike B L, Hehmann F. *Magnesium Alloys and Their Applications*[M]. Germany: DGM, 1992
- [4] Eliezer D, Aghion E, Froes F H. *Advanced Performance Materials*[J], 1998(5): 201
- [5] Lou A A. *International Materials Reviews*[J], 2004, 49(1): 13
- [6] Bob Powell R. *Advanced Materials*[J], 2001(6): 46
- [7] Riontino G, Lussana D, Massazza M. *J Mater Sci*[J], 2006(41) 3167
- [8] Von Buch A F, Lietzau J, Mordike B L *et al. Material Science and Engineering*[J], 1999, A263: 1
- [9] Mordike B L. *Material Science and Engineering*[J], 2002, A324: 103

## Cast Microstructures and Mechanical Properties of Mg-Nd-Gd-Zn-Zr Magnesium Alloys

Li Jiehua, Jie Wanqi, Yang Guangyu

(Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

**Abstract:** With the method of orthogonal experiment, nine kinds of Mg-Nd-Gd-Zn-Zr magnesium alloys with different composition were prepared by sand casting. The cast microstructures and mechanical properties of Mg-Nd-Gd-Zn-Zr magnesium alloys were investigated, and the effects of Gd and Nd element on mechanical properties at room temperature were also studied by analyzing experiment results of mechanical properties. It is found that the as-cast microstructure of Mg-Nd-Gd-Zn-Zr alloys consists of  $\alpha$ -Mg grains with  $Mg_{12}Nd$  phase in the grain boundary. After the solid solution treatment, almost all of the phases in the grain boundary dissolved in the matrix; however, there was still discontinued  $Mg_{12}Nd$  phase in the boundary. The increasing Gd content results in higher ultimate strength, yield strength and elongation. With increasing Nd content, the ultimate strength, the yield strength and the elongation increase. However, the elongation decreases when Nd is over 2.85 wt%. The effects of Nd content on the ultimate strength and yield strength of Mg-Nd-Gd-Zn-Zr alloy at room temperature are more significant than that of Gd. When Zn content is increased, the yield strength increases, but the ultimate strength and the elongation decreases. And Zn content has the greatest impact on elongation.

**Key words:** cast microstructures; mechanical properties; orthogonal experiment; Mg-Nd-Gd-Zn-Zr magnesium alloys; solid solution treatment

Corresponding author: Li Jiehua, Candidate for Ph. D., School of Materials Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88495414, E-mail: lijiehua2008@126.com