

固溶处理对含长周期结构 Mg97Zn1Y2 合金 显微组织及阻尼性能的影响

万迪庆, 利助民, 周新建

(华东交通大学, 江西 南昌 330013)

摘要: 通过光学显微镜、扫描电镜分析了铸态及固溶处理态 Mg97Zn1Y2 合金的显微组织, 并利用 EDS, XRD 进行了物相分析。研究发现, 固溶处理后, Mg97Zn1Y2 合金中的长周期结构相 (long period stacking ordered, LPSO) 发生长大, 由离散分布变为连续分布。阻尼测试结果显示, 固溶处理后 Mg97Zn1Y2 合金阻尼性能下降。通过对铸态及固溶处理态 Mg97Zn1Y2 合金进行阻尼-温度谱分析, 发现存在 2 个内耗峰: P1 内耗峰位置在 150~250 °C 附近, 峰宽很宽, 是由位错机制引起的内耗峰; P2 内耗峰位置在 350~500 °C 附近, 初步认为是晶界内耗峰。

关键词: Mg97Zn1Y2 合金; 固溶处理; 长周期结构; 阻尼性能; 内耗峰

中图分类号: TG146.2*2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)05-1245-04

镁合金具有比强度、比刚度高, 减振性能好, 抗辐射能力强等优点^[1]。1994 年, 罗治平首先报道了 Mg-Zn-Y 合金中存在 18R 长周期相并最早提出该结构成分为 Mg12ZnY^[2]。2001 年, Kawamura 首次采用快速凝固/粉末冶金的方法制备了高强 Mg97Zn1Y2 合金, 通过测试发现, 该合金室温屈服强度可达 610 MPa, 延伸率达到 5%, 是一种非常具有开发潜力的高强镁合金, 而其强化作用归因于长周期相^[3]。长周期相主要是通过稳定的原子团簇 Zn6Y8, 随后伴随着层错的不断形成, 原子团簇在二维空间内重新排列得到^[4]。近年来, 长周期相因其特有的堆垛结构以及对材料力学性能的影响而备受关注。然而, 目前对长周期结构相的研究更多地集中在其堆垛层错结构上, 对于热处理后, 长周期结构相变化及该合金的阻尼特征研究较少。本研究对 Mg97Zn1Y2 合金进行固溶处理, 探讨了固溶处理过程中长周期结构相的演化, 同时对合金阻尼性能以及内耗特征进行了详细的分析。

1 实验

本实验选用的原材料为纯镁 (纯度 99.95%), 纯锌 (纯度 99.95%) 以及 Mg-Y(Y: 25%) 中间合金。采用传统的铸造工艺, 在井式电阻炉中进行熔炼, 熔炼过程中采用六氯乙烷对合金进行除杂、精炼; 700 °C 条件下将熔融状态下的合金浇入金属模空冷, 制得

Mg97Zn1Y2 合金。显微组织分别在 COOLPIX-450 光学显微镜和 JSM-6360LA 型扫描电子显微镜上进行观察, 并利用 XRD 确定其物相组成。在 500 °C 条件下对合金进行 2, 4, 6 h 的固溶处理。分别对铸态及固溶处理后的 Mg97Zn1Y2 合金进行阻尼测试, 测得阻尼-温度谱和阻尼-应变曲线。内耗测试设备为 TAP-8, 阻尼测试试样尺寸为 50 mm×5 mm×1 mm。阻尼-温度谱测试中, 测试温度范围为 5~500 °C, 升温速率为 5 K/min, 应变振幅为 4×10⁻⁵。阻尼-温度曲线测试中, 振动频率为 1 Hz。阻尼-温度谱和阻尼-应变曲线中的材料内耗值用 $Q^{-1}=\tan\delta$ 表示。

2 结果及讨论

2.1 铸态及固溶处理 Mg97Zn1Y2 合金的微观组织分析

Mg97Zn1Y2 合金的铸态组织主要由枝晶 α -Mg 相和枝晶间混合相组成, 混合相被枝晶隔离开。Mg97Zn1Y2 合金在凝固过程中, 首先形成 α -Mg 枝晶, 而 Y, Zn 原子被排挤到晶界处, 随着凝固过程的进行, 晶界处发生共晶反应生成 Mg-Zn-Y 三元相^[5]。Mg97Zn1Y2 合金铸态组织的 SEM 照片如图 1 所示。表 1 是铸态 Mg97Zn1Y2 合金的能谱分析结果。SEM 照片中点 003 是 α -Mg 基体的位置; 001, 005 均为晶界处颗粒或者是 Mg-Zn-Y 三元相的位置。001 位置处, Zn 与 Y 原子比为 1:1; 005 位置处, Zn 与 Y 原子比为

收稿日期: 2015-05-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51361010)

作者简介: 万迪庆, 男, 1981 年生, 博士, 副教授, 华东交通大学机电工程学院, 江西 南昌 330013, 电话: 0791-87046102, E-mail: divadwan@tom.com

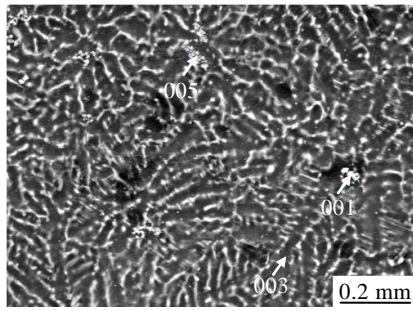


图 1 铸态 Mg97Zn1Y2 合金的 SEM 照片

Fig.1 SEM image of as-cast Mg97Zn1Y2 alloy

表 1 图 1 中各点的能谱分析

Table 1 EDS results of each point in Fig.1 (at%)

Point	Mg	Zn	Y
001	95.77	3.65	3.65
003	99.12	0.88	0
005	90.15	12.82	5.83

13:6。图 2 为铸态 Mg97Zn1Y2 合金的 X 射线衍射图谱。通过图谱发现, Mg97Zn1Y2 铸态组织中主要为 α -Mg 和 α -Mg 晶界处的 LPSO 相。结合 Mg97Zn1Y2 合金铸态组织的 SEM 形貌, 能谱分析结果以及 X 射线衍射图谱, 001 位置处 (Zn 与 Y 原子比为 1:1) 极有可能是 Mg12ZnY 相, 即 LPSO 相。005 位置处的 Mg-Zn-Y 三元相和其他含 Y, Zn 元素的相或颗粒体积分数较少, 在 X 射线衍射图谱中没有出现衍射峰。

图 3a 为铸态 Mg97Zn1Y2 合金的金相组织。图 3b 至 3d 为 Mg97Zn1Y2 合金分别经过 500 °C 固溶处理 2, 4, 6 h 后的金相组织。可以看出, 随着固溶时间的增加, 枝晶状 α -Mg 相部分发生熔断; LPSO 相不但没有很好地固溶到基体相中, 而且在晶界处不断长大, 甚至推进至基体中; 并与相邻的 LPSO 相连接起来, 由离散分布变为连续分布。固溶处理过程中, 晶界处其他富含 Zn, Y 元素的相或颗粒溶解, 使得晶界处 Zn, Y 原子浓度升高, 为 LPSO 相的生长提供了一定的条件; 同时为 LPSO 相的生长提供了足够的温度和时间。

2.2 阻尼性能分析

图 4 为铸态 Mg97Zn1Y2 合金及固溶处理 4, 6 h 后的 Q^{-1} - ϵ 曲线。从图中发现, 铸态下及经过固溶处理

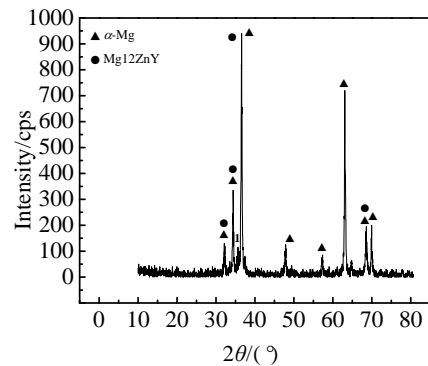


图 2 铸态 Mg97Zn1Y2 合金的 XRD 图谱

Fig.2 XRD pattern of as-cast Mg97Zn1Y2 alloy

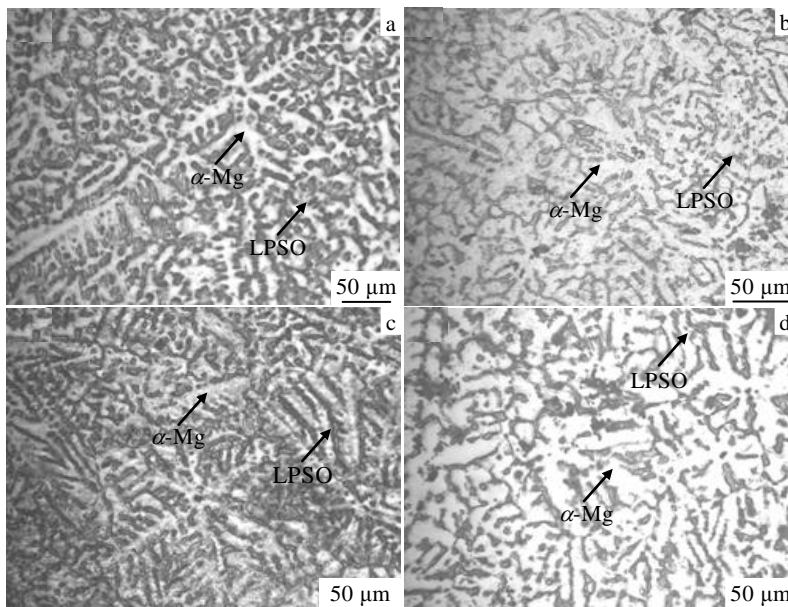


图 3 铸态 Mg97Zn1Y2 合金及经过不同时间固溶处理的金相组织

Fig.3 Microstructures of Mg97Zn1Y2 alloy: (a) as cast, (b~d) solid solution treated at 500 °C for 2 h (b), 4 h (c) and 6 h (d)

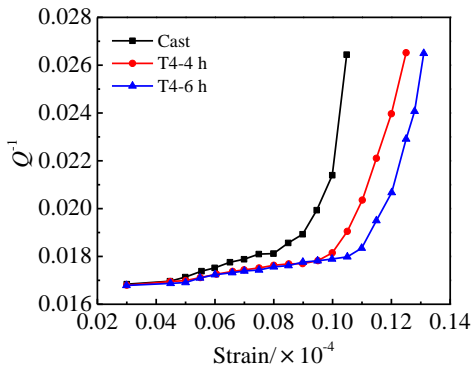


图 4 铸态及固溶处理 4, 6 h 后 Mg97Zn1Y2 合金内耗-应变曲线

Fig.4 Damping-strain curves of as-cast Mg97Zn1Y2 alloy and solid solution treated Mg97Zn1Y2 alloy

后的 Mg97Zn1Y2 合金的阻尼值均大于 0.01，为高阻尼材料。该曲线可以分为 2 个部分：弱依赖于应变振幅部分和强依赖应变振幅部分。 ϵ_c 为这两部分的转折点。从曲线中发现，在弱依赖应变振幅部分，铸态下以及经过固溶处理的 Mg97Zn1Y2 合金阻尼能力基本相同。而在 ϵ_c 转折点后，阻尼值随着应变振幅的增大而增加，且铸态下 Mg97Zn1Y2 合金阻尼性能要好于经过固溶处理后的合金。G-L 理论是目前公认的镁合金阻尼机理。在低应变振幅下，表达式为^[6,7]：

$$Q^{-1} = ABL^4 \omega^2 / 36Gb^2 \quad (1)$$

式中， A 为位错密度； L 为钉扎长度； ω 为角频率； G 为剪切模量； b 为柏氏矢量； B 为常数。用式(1)可以很好地解释 Mg97Zn1Y2 合金具有高阻尼性能的原因。凝固过程中，Y 几乎不溶于基体，在固-液界面前沿富集，导致结晶前沿过冷度增大，晶粒尺寸变小，晶界增多；溶质富集在晶界处，基体中的溶质含量很低，导致位错易动，从而阻尼性能得到较好的提高^[8]。在强依赖应变振幅曲线部分，Sugimoto^[9]在 G-L 理论的基础上得到如下表达式：

$$Q^{-1} = \left(\frac{C_1}{\epsilon_c} \right) \exp\left(-\frac{C_2}{\epsilon_c} \right) \quad (2)$$

式中， $C_1 = \left(\frac{\Omega A_s}{\pi^2} \right) \left(\frac{AL_n^3}{L_c} \right)$ ； $C_2 = k\alpha\delta / L_c$ ； K 为常数， δ 为钉扎溶质原子与溶剂原子的尺寸之比， α 为点阵常数， Ω 为滑移系中位错的位向参数， $A_s = \frac{4(1-\gamma)}{\pi^2}$ (γ 为泊松比)； L_c 为平均最小钉扎长度， L_n 为大钉扎或位错网络的长度。一方面，固溶过程中，晶界处含 Y，Zn 原子的其他相或颗粒溶解，为 LPSO 相长大提供条件，同时含 Y，Zn 原子的其他相或颗粒溶解，增加了

强钉扎点的数目，减弱了合金阻尼；另一方面，LPSO 相的增大，并且形成连续分布的结构，加强了与位错之间的交互作用，阻碍了位错的运动，从而导致阻尼性能减弱。

2.3 Mg97Zn1Y2 内耗峰的分析

图 5 为铸态及固溶处理 2, 4, 6 h 后 Mg97Zn1Y2 合金的阻尼-温度谱。从图中看出，铸态及其经过固溶处理后的 Mg97Zn1Y2 合金在整个测试温度范围内存在 2 个主要的内耗峰：P1 内耗峰位置在 150~250 °C 附近，峰宽很宽，是由于位错机制而引起的内耗峰^[10,11]；固溶处理 2 h 后 Mg97Zn1Y2 合金的阻尼-温度谱与铸态下的差别不大，然而固溶处理 4, 6 h 后 Mg97Zn1Y2 合金的阻尼-温度谱中，P1 内耗峰位置与铸态下 Mg97Zn1Y2 合金 P1 内耗峰的位置相比明显左移，这与 LPSO 相长大有关。LPSO 相长大并交织，位错和第二相或溶质原子之间的相互作用较为强烈，晶格畸变所存储的内部能量增加，导致 P1 内耗峰的位置左移。晶界内耗峰是我国葛庭遂院士在多晶纯铝中发现的，峰温在 558 K 附近，激活能为 294 kcal/mol^[12]。近几年来，在纯镁中也发现了晶界内耗峰，峰温在 500 K 左右，激活能为 1.38 eV。P2 内耗峰位置在 350 °C 附近，与文献中纯镁晶界内耗峰出现的位置相似，因此初步认为内耗峰 P2 处为晶界内耗峰。

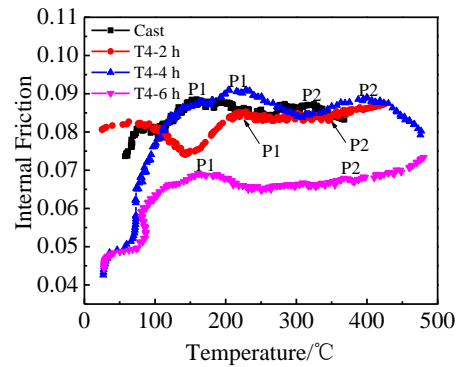


图 5 铸态及固溶处理 2, 4, 6 h 后 Mg97Zn1Y2 合金的阻尼-温度谱

Fig.5 Damping-temperature spectra of as-cast Mg97Zn1Y2 alloy and solid solution treated Mg97Zn1Y2 alloy

3 结 论

- 1) Mg97Zn1Y2 合金固溶处理后， α -Mg 相发生熔断，LPSO 相没有很好地固溶到基体相中且发生长大。
- 2) Mg97Zn1Y2 合金阻尼值大于 0.01，为高阻尼材料。固溶处理后，阻尼性能下降，主要是因为 LPSO 相长大，并形成了连续分布的结构，加强了与位错之

间的交互作用，阻碍了位错运动所致。

3) 铸态及固溶处理后的 Mg97Zn1Y2 合金存在 2 个内耗峰：P1 内耗峰位置在 150~250 °C 附近，峰宽很宽，是由于位错机制而引起的内耗峰，LPSO 相的长大导致内耗峰左移；P2 内耗峰位置在 350~500 °C 附近，是晶界内耗峰。

参考文献 References

- [1] Wang Jingfeng(王敬丰), Zhao Liang(赵亮), Hu Yaobo(胡耀波) et al. *Materials Review*(材料导报)[J], 2008, 50(3): 103
- [2] Luo Z P, Zhang S Q, Tang Y L et al. *J Alloy Compd*[J], 1994, 209(1-2): 275
- [3] Kawamura Y, Hayashi K, Inoue A et al. *Materials Transactions* [J], 2001, 42(7): 1172
- [4] Kyosuke Kishiha, Kaito Nagai, Akihide Matsumoto et al. *Acta Materialia*[J], 2015, 99: 228
- [5] Feng Juanni(冯娟妮), Guo Xuefeng(郭学锋), Xu Chunjie(徐春杰) et al. *Journal of the Chinese Rare Earth Society*(中国稀土学报)[J], 2006, 24(1): 86
- [6] Granato A, Lucke K. *Journal of Applied Physics*[J], 1956, 27(6): 583
- [7] Granato A, Lucke K. *Journal of Applied Physics*[J], 1956, 27(7): 789
- [8] Li Wenxian(黎文献). *Magnesium and Magnesium Alloy*(镁及镁合金)[M]. Changsha: Central South University Press, 2005: 91
- [9] Wang Jingfeng(王敬丰), Ling Chuang(凌闯), Pan Fusheng(潘复生) et al. *Ordnance Material Science and Engineering* (兵器材料科学与工程)[J], 2009, 32(3): 90
- [10] Wan Diqing(万迪庆), Yang Gencang(杨根仓), Wang Jincheng(王锦程). *Foundry Technology*(铸造技术)[J], 2009, 30(7): 904
- [11] Wan Diqing, Wang Jincheng, Wang Gaifang et al. *Acta Metall Sin*[J], 2009, 22(1): 1
- [12] Ge Tingsui(葛庭遂). *Solid Internal Friction Theory*(固体内耗理论基础)[M]. Beijing: Science Press, 2000: 238

Microstructure and Damping of Mg97Zn1Y2 Alloy with or without Solid Solution Treatment

Wan Diqing, Li Zhumin, Zhou Xinjian

(East China Jiaotong University, Nanchang 330013, China)

Abstract: The microstructure of as-cast Mg97Zn1Y2 alloy with or without solid solution treatment was observed by OM and SEM. Meanwhile, phases were analyzed by EDS and XRD. Results show that after solid solution treatment, LPSO (long period stacking ordered) phase grows up and turns into continuous distribution in Mg97Zn1Y2. Through damping testing, it is found that the damping capacity of Mg97Zn1Y2 alloy declines after solid solution treatment. The damping-temperature spectra of the as-cast Mg97Zn1Y2 and the solid solution treated alloy were also investigated. It is revealed that here are two internal friction peaks: damping peak P1 located between 150 °C and 250 °C and it is very wide, caused by the dislocation mechanism; while the damping peak P2 is near 350~500 °C, which is preliminarily considered as grain boundary internal friction peak.

Key words: Mg97Zn1Y2 alloy; solid solution treatment; LPSO phase; damping performance; damping peak

Corresponding author: Wan Diqing, Ph. D., Associate Professor, School of Mechanical and Electrical Engineering, East China Jiaotong University, Nanchang 330013, P. R. China, Tel: 0086-791-87046102, E-mail: divadwan@tom.com