

热处理对 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}-6\text{Al}-1\text{Nd}-1\text{Gd}$ 复合材料组织演变与蠕变性能的影响

徐 雷, 刘董超, 刘争争, 李武钊, 陈晓港, 王武孝

(西安理工大学 材料科学与工程学院, 陕西西安 710048)

摘要: 采用光学显微镜、扫描电镜、X射线衍射仪、EDS能谱分析等手段研究了不同热处理态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}-6\text{Al}-1\text{Nd}-1\text{Gd}$ 复合材料在 200 °C、70 MPa 条件下压缩蠕变前后金属间化合物的变化情况以及蠕变性能差异。结果表明: $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}-6\text{Al}-1\text{Nd}-1\text{Gd}$ 复合材料中的金属间化合物主要可分为 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 、 $\text{Al}_2(\text{Nd}, \text{Gd})$ 、 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 和 Mg_2Si 四种。复合材料经 420 °C+24 h 固溶处理后, $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相和 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 相几乎完全消失, 而经 T6 处理后, 又会重新析出。其中, $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相呈针状或块状弥散分布于晶内, 而 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 相则呈针状或短棒状在纤维周围或晶界处偏聚。与铸态和 T6 态复合材料相比, T4 态复合材料组织中 $\text{Al}_2(\text{Nd}, \text{Gd})$ 相和 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 相分布最为均匀, 不会因针状 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 相在纤维处的偏聚而影响复合材料界面应力传递, 高温抗蠕变性能最佳, 最大蠕变应变值和稳态蠕变速率分别为 0.5% 和 $6.94 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$, 相比铸态复合材料分别下降了 54.5% 和 58.4%。

关键词: 镁基复合材料; 热处理; 金属间化合物; 压缩蠕变

近年来, 金属基复合材料在空间技术和航空航天领域取得了惊人的发展。镁基复合材料的密度仅为铝基复合材料的 2/3 左右, 且具有较高的比强度、比刚度, 是卫星通讯领域和航天器领域良好的结构材料^[1-2]。然而, 基体合金的种类极大限制了镁基复合材料的应用, 普通镁合金高温强度低、塑性变形能力差, 无法满足镁基复合材料对高温力学性能的需求^[3-4]。Mg-Al 系合金属于中等强度高塑性镁合金, 室温强度和塑性匹配较好, 是目前应用最为广泛的镁合金^[5]。研究表明, 向 Mg-Al 合金中添加 Nd、Gd 元素能有效抑制 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相的生长、提高镁铝合金的高温力学性能^[6-7]。Jun Wang 研究了 Nd 含量对 AZ91 合金显微组织和力学性能的影响, 结果发现: Nd 元素的加入对镁合金室温力学性能影响不大, 但却极大提高了材料的高温力学性能, 其间生成的 Al-Nd (Al_2Nd 、 Al_4Nd) 金属间化合物高温力学性能稳定, 可有效钉扎晶界、阻碍位错滑移、抑制 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相生长^[8]。本课题组在对稀土镁合金进行了深入的研究后发现, 复合添加稀土元素能更有效地调控组织, 提高 Mg-Al 合金的高温蠕变性能, 通过轻稀土元素 (Nd) 和重稀土元素 (Gd) 的混合, 能充分发挥二者的优势, 将 Gd 元素的固溶强化效应和 Nd 元素的弥散强化效应充分结合, 有效提高了 Mg-Al 合金的高温力学性能^[9]。

热处理是调控材料显微组织的常用方法, 稀土镁合金由于元素差异会发生非平衡凝固偏析, 导致金属间化合物偏聚, 不利于合金力学性能的提高^[10]。材料学者常利用固溶和时效工艺对稀土镁合金进行改性。郑丽鸽等研究了固溶处理过程中 Mg-1Zn-0.3Zr-2Gd-0.3Sr 组织的变化, 结果发现, 固溶处理能够加速原子扩散, 降低晶界偏析程度, 使材料组织更加均匀^[11]。Lin Yuan 研究了挤压态 Mg-6Gd-4Y-Nd-0.7Zr 在不同时效处理条件下的高温蠕变性能, 结果显示: 经时效处理后, β 相均匀稳定地分布在晶粒内部, 在蠕变过程中产生动态沉淀有助于提高材料的抗蠕变性能和强度^[12]。

作者简介:

徐雷 (1980-), 男, 工程师, 主要从事功能陶瓷材料及金属材料热处理研究工作。电话: 13759971200, E-mail: xulei@xaut.edu.cn

中图分类号: TG146.2

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977 (2023)

05-0553-07

收稿日期:

2022-07-22 收到初稿,

2022-08-30 收到修订稿。

综上, 本试验在前期研究的基础上, 以Mg-6Al-1Nd-1Gd为基体合金, 以商用性较强的 Al_2O_3 纤维为增强体, 采用无压浸渗工艺制备了体积分数为18%的复合材料, 并对材料进行固溶和时效处理。通过显微组织观察和蠕变性能测试分析了金属间化合物在复合材料热处理过程中的变化及对高温蠕变性能的影响。

1 试验材料与方法

试验基体材料采用镁锭(99.7%)、铝锭(99.98%)以及Mg-30Nd(99.9%)和Mg-30Gd(99.9%)中间合金。熔炼前对炉料在200℃条件下预热5 h以去除表面附着的水分, 缩短熔炼时间, 熔炼过程中采用RJ-2覆盖剂进行保护, 防止合金氧化或烧蚀。在SG2-7.2A-12A井式坩埚炉内熔炼, 待加热温度升至700℃时, 保温30 min使合金充分熔化, 精炼后将合金匀速浇注到预热温度为200℃的金属模具中。经Lcap6300 Radial电感耦合等离子光谱成分测定后确定成品成分(表1)与设计成分接近。增强体选用 Al_2O_3 短纤维, 部分物理特性如表2所示。选用含碳量为99%的ZK-50型造孔剂, 其粒度为50 μm , 造孔温度为650℃, 成孔时间为1.5 h, 粘结剂选用硅溶胶。采用湿法制备 Al_2O_3 纤维预制体, 在经900℃、12 h焙烧后得到造孔剂挥发完全、孔隙均匀且具有一定强度的预制体, 随后利用无压浸渗工艺在氩气保护下制备了纤维体积分数为18%的 Al_2O_3 /Mg-

6Al-1Nd-1Gd复合材料。

T4热处理: 将复合材料在箱式电阻炉内于420℃保温24 h, 水淬。为防止试样氧化, 热处理过程中复合材料始终置于石墨粉内。

T6热处理: 将经过T4处理的复合材料在箱式电阻炉内于220℃保温12 h, 空冷。

复合材料压缩蠕变试样的加工采用线切割, 其尺寸为 $\Phi 12$ mm \times 20 mm。复合材料压缩蠕变性能测试参数: 保温温度200℃、测试压力70 MPa、蠕变时间120 h。金相试样采用4%硝酸酒精进行腐蚀, 通过GX71型倒置光学显微镜、JSM-6700F型扫描电镜(SEM)对镁基复合材料的显微组织进行观察, 采用XRD7000型X射线衍射仪对复合材料的物相组成进行分析。

2 结果与分析

2.1 组织演变分析

图1为不同热处理态复合材料的显微组织, 根据本课题组前期研究^[13]结合图1a可知, Al_2O_3 /Mg-6Al-1Nd-1Gd复合材料的铸态组织主要由黑色长棒状或圆点状的 Al_2O_3 纤维、灰白色的 α -Mg基体、晶界及纤维附近不连续分布的 β -Mg₁₇Al₁₂相组成。图1b为经T4处理后复合材料的显微组织, 由图可知, 经固溶处理后在纤维及晶界处的 β -Mg₁₇Al₁₂相几乎全部固溶进入 α -Mg基体形成过饱和固溶体, 在经T6处理后(图1c), β -Mg₁₇Al₁₂相重新以针状或块状形态弥散析出于晶粒内部。

为了确定复合材料内金属间化合物的种类, 对铸态复合材料内形态不同的第二相进行SEM和能谱分析, 结果如图2和表3所示。由图2可以看出, 复合材料主要由块状(点A)、针状(点B)以及颗粒状(点C)金属间化合物组成。通过计算元素原子分数初步得知, 点A中Al: RE接近2:1, 为 Al_2 (Nd, Gd)相; 点B中Al: RE接近11:3, 为 Al_{11} (Nd, Gd)₃相; 点C中

表1 试验合金化学成分

Al	Nd	Gd	Mg
5.87	0.97	1.09	余量

表2 Al_2O_3 纤维基本参数

Table 2 Basic parameters of Al_2O_3 fiber

项目	Al_2O_3 : SiO ₂ (%)	密度/(g·cm ⁻³)	平均纤维直径/ μm
名义	96.0: 4.0	3.3~3.5	3~4
实际	95.7: 4.3	3.3	

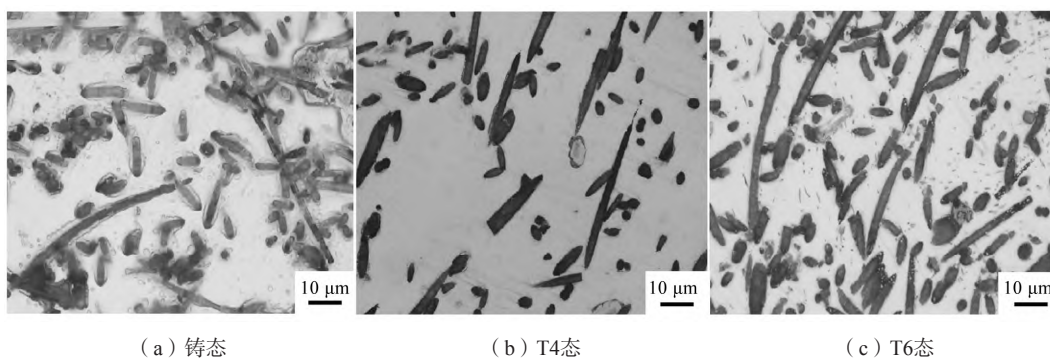
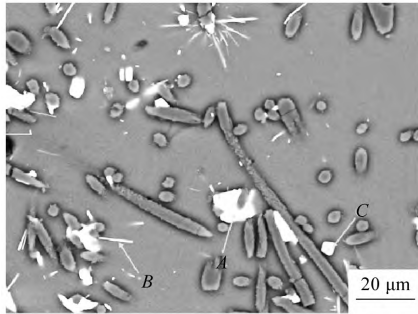


图1 不同热处理态复合材料的显微组织

Fig. 1 Microstructures of the composites with different heat treatment states

图2 铸态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 复合材料显微组织Fig. 2 Microstructure of as-cast $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ composite表3 铸态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 复合材料EDS分析结果
Table 3 EDS analysis results of T6 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ composites

位置	Mg	Al	Nd	Gd	Si
A点	-	66.25	15.12	18.63	-
B点	17.18	64.63	12.84	5.32	-
C点	65.10	-	5.03	5.71	24.16

Mg:Si接近2:1, 为 Mg_2Si 相。

Mg_2Si 作为高熔点(1 102 °C)硬质相, 具有优良的热力学性能和适中的弹性参数^[14], 对复合材料力学性能的提高具有一定的促进作用。复合材料中的 Mg_2Si 主要源于 Al_2O_3 纤维表面的 SiO_2 以及硅溶胶中的 SiO_2 颗粒。在浸渗过程中, SiO_2 会与Mg发生氧化还原反应生成 Mg_2Si 。铸造镁合金中的 Mg_2Si 通常呈块状或汉字状, 具有晶间脆裂倾向, 虽然对合金具有一定的强化作用, 但在应力作用下容易在 Mg_2Si 尖角处产生应力集中形成裂纹源^[15], Mg_2Si 尺寸越小, 球化程度越高, 尺寸效应越强, 力学性能越好。结合图2和表1可知, 颗粒状 Mg_2Si 中含有一定的稀土元素(Nd、Gd)。这表明, 稀土元素会抑制 Mg_2Si 的生长。稀土原子表面活性高, 与镁液润湿性好, 在镁液中扩散速度较快, 合金凝固的过程中稀土原子会吸附在 Mg_2Si 的生长台阶上导致晶格畸变, 使 Mg_2Si 的表面能发生变化, Mg_2Si 的生长受到抑制, 最终长大为颗粒状, 这对复合材料力学性能的提高有一定的促进作用^[16]。

为进一步确定 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 复合材料具体的物相组成以及在热处理过程中金属间化合物的变化情况, 对不同状态的复合材料进行X射线衍射分析, 结果如图3所示。由图3可以看出, $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 复合材料主要由 $\alpha\text{-Mg}$ 、 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 、 Mg_2Si 、 MgO 、 Al_2Nd 、 Al_2Gd 以及 $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ 相组成。通过不同状态复合材料XRD图谱可知, 复合材料热处理前后物相种类基本不变, $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ 相的衍射峰会随热处理方式的变化而改变, 经固溶处理后, $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ 相的衍射峰显著降低, 而在经时效处理后, $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ 相的衍射

峰又会重新出现。分析认为, 虽然 $\text{Al}_{11}\text{RE}_3$ 相热稳定性较强, 但 $\text{Al}_{11}\text{RE}_3$ 相的热稳定性却极具元素敏感性, 稀土元素种类不同, 热稳定性便会有较大的差异。Gd元素在 $\alpha\text{-Mg}$ 中的最大固溶度为22.8wt%, 而Nd元素在 $\alpha\text{-Mg}$ 中的最大固溶度为3.6wt%^[17], 在凝固及时效处理过程中, Gd原子会取代 $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ 中的部分Nd原子形成 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 混合相。虽然热力学计算结果表明, $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ 相在低于1 000 K时是稳定的, 但实际上由于Gd原子的原子半径大于Nd原子, 当Gd原子取代部分Nd原子时, 原本的Nd原子会偏离平衡位置, 导致 $\text{Al}_{11}\text{Nd}_3$ 相势能增加、稳定性下降, 当温度高于673 K时, 便会发生分解^[18-19]。

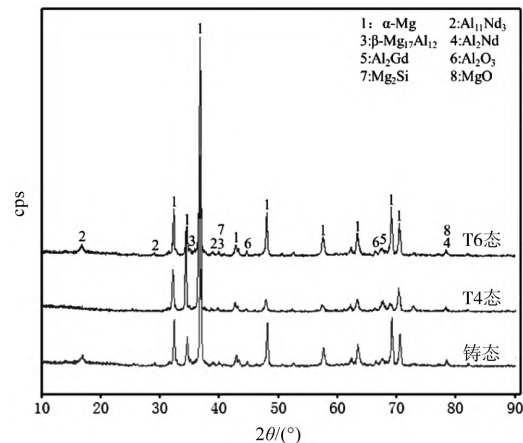
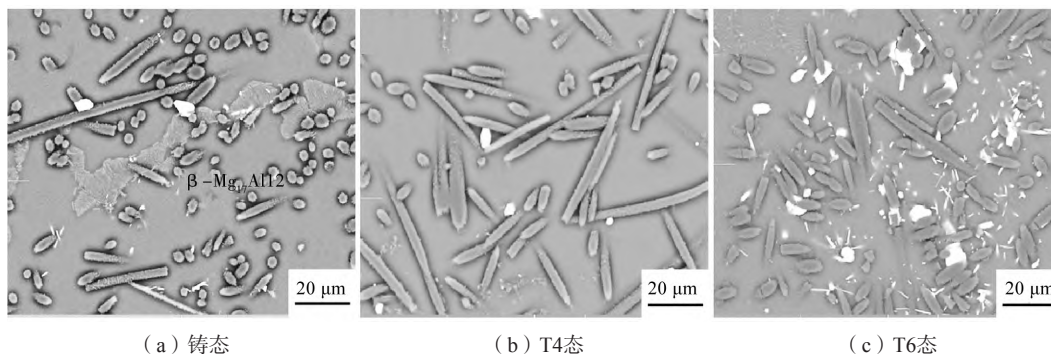
图3 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 复合材料不同状态XRD衍射分析
Fig. 3 XRD analysis of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ composites in different states

图4为铸态、T4态和T6态复合材料的显微组织, 可以看出, 热处理对复合材料内部金属间化合物的分布及形态影响较大。铸态复合材料内的金属间化合物主要呈针状和块状分布于纤维周围且易与 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相生长在一起。经固溶处理后, 复合材料内部的针状 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 相发生分解, 残余 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 相呈短棒状零散分布于复合材料内部。经T6处理后, 针状 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 相重新析出并在纤维周围偏聚。这是因为复合材料经T4处理后, 大量游离态Al原子和稀土原子由于纤维的阻碍作用无法均匀扩散至晶粒内部, 而是在纤维处大量富集, 形成过饱和固溶体, 纤维表面能量较高、溶质传递速度较快且由于热膨胀系数与基体合金相差较大, 易受热应力的影响, 产生高密度位错, 具有一定的能量起伏和结构起伏, 易成为第二相粒子团聚长大的活性触点, 当经T6处理时, 原本富集在纤维周围的Al原子和稀土(Nd、Gd)原子便会以纤维作为形核质点在纤维周围偏析并向基体合金内部生长。

图4 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 复合材料BSM图Fig. 4 BSM images of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ composites

2.2 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 高温蠕变行为分析

材料的蠕变性能可由蠕变曲线及蠕变速率曲线体现,为研究不同状态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 复合材料蠕变性能的差异以及金属间化合物对蠕变性能的影响,对铸态、T4态、T6态复合材料在200 °C、70 MPa条件下进行高温压缩蠕变性能测试。结果如图5所示,可以看出,三种状态的复合材料均具有明显的减速蠕变阶段和稳态蠕变阶段。复合材料在变形过程主要受到镁合金基体、纤维和金属间化合物的影响。纤维模量和强度远高于基体合金,在蠕变过程中难以发生断裂,可有效承担载荷阻碍位错运动,金属间化合物尺寸较小,力学性能较好,能有效地钉扎晶界,镁合金基体则作为软化相,主要起到协调材料变形的作用。在减速蠕变期间,镁合金基体发生变形,位错开始增殖,而纤维和金属间化合物属于硬质相不易发生变形,位错无法穿过纤维和金属间化合物便会在其附近大量聚集,为了协调变形,二者周围的基体合金便会形成大量位错,蠕变应变增速逐渐降低,当蠕变时间大于24 h后,局部应力的集中导致位错进一步运动并在周围晶粒内形成新的位错,变形速率基本稳定,复合

材料进入稳态蠕变阶段。在蠕变过程中, T4态复合材料蠕变应变最低, T6态次之, 铸态最大。

稳态蠕变速率是衡量材料抗蠕变性能优劣的重要参数,其大小为蠕变曲线在稳态蠕变阶段的斜率,为对不同热处理态复合材料的蠕变性能进行进一步的评估,对三种状态复合材料蠕变速率进行求解并通过非线性拟合得出复合材料的蠕变速率曲线,结果如表4和图5b所示。由表4可以看出,铸态复合材料经200 °C、120 h压缩蠕变后,蠕变应变最大,为1.1%。而经T4处理后,蠕变应变减小为0.5%,同时其稳态蠕变速率也由铸态的 $1.67 \times 10^{-8} \text{ s}^{-1}$ 变为 $6.94 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$,下降了接近1个数量级。经T6处理后,复合材料的稳态蠕变速率和最大应变值稍有提高,分别增加至0.82%和 $9.25 \times 10^{-9} \text{ s}^{-1}$ 。因此, T4态复合材料抗蠕变性能最佳。

为了分析不同状态复合材料抗蠕变性能差异的原因,对蠕变后的复合材料显微组织(图6)进行分析。与蠕变前的显微组织(图1)进行对比可知,蠕变后复合材料内部的 β 相的形态及数量发生了明显的变化。铸态复合材料内部的 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相发生软化和碎化,由原来在纤维和晶界附近的不连续网状变为碎块状或圆

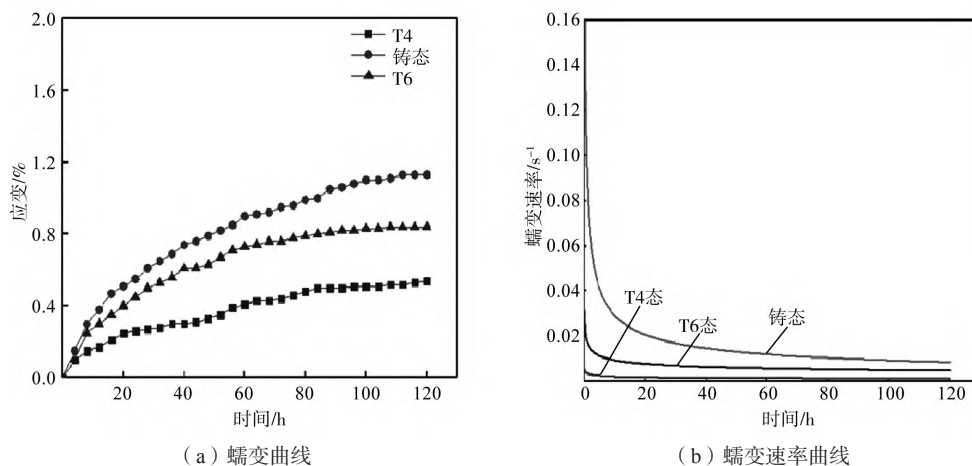
图5 200 °C、70 MPa条件下不同热处理态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ 复合材料的蠕变性能Fig. 5 Creep properties of $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg-6Al-1Nd-1Gd}$ composites under different heat treatment conditions at 200 °C and 70 MPa

表4 200 ℃、70 MPa条件下不同热处理态 $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}-6\text{Al}-1\text{Nd}-1\text{Gd}$ 复合材料的稳态蠕变速率及应变

Table 4 Steady creep rates and strains of the $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Mg}-6\text{Al}-1\text{Nd}-1\text{Gd}$ composites under different heat treatment conditions at 200 ℃ and 70 MPa

热处理态	蠕变时间/h	应变/%	蠕变速率/ s^{-1}
铸态		1.10	1.67×10^{-8}
T4	120	0.50	6.94×10^{-9}
T6		0.82	9.25×10^{-9}

饼状,使得材料抗蠕变性能急剧下降。T4和T6态复合材料在蠕变过程中, $\beta-\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相发生动态沉淀。T4态复合材料蠕变后在应力较为集中的晶界处,尤其是三叉晶界处析出少量不连续分布的 $\beta-\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相。而T6态复合材料相比蠕变前的组织(图1c),其内部析出的针状和棒状 $\beta-\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相数量增加且发生长大。这是因为经固溶处理后,Al原子处于过饱和状态,随着蠕变加热的进行,Al原子在基体合金内扩散能力加

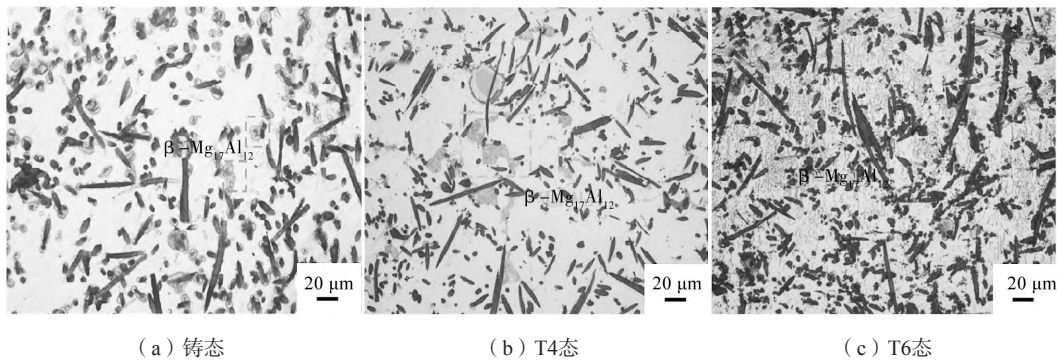


图6 不同热处理态复合材料蠕变后的显微组织

Fig. 6 Microstructures of the composites after creep in different heat treatment states

强, $\beta-\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 相逐渐脱溶,造成蠕变析出和长大。

稀土相是提高基体合金力学性能、协调材料强度和塑性的重要组元。材料在变形过程中,稀土相周围应力集中可能会诱发其周围基体形成孪晶结构,协调材料部分应变能的增加^[20]。与 β 相相比,稀土相高温稳定性更强且不易萌生裂纹,因此,弥散分布的稀土相能有效钉扎位错。为研究稀土相对不同状态复合材

料抗蠕变性能的影响,对不同状态复合材料蠕变后的显微组织进行背散射观察。图7为不同状态复合材料蠕变后的背散射形貌,可以看出,铸态复合材料经蠕变后稀土相在材料内部分布不均,T4态复合材料内的稀土相主要呈块状在晶内均匀分布,T6态复合材料中的稀土相在晶内和晶界处均有分布,但大多呈针状在晶界和纤维附近偏聚。

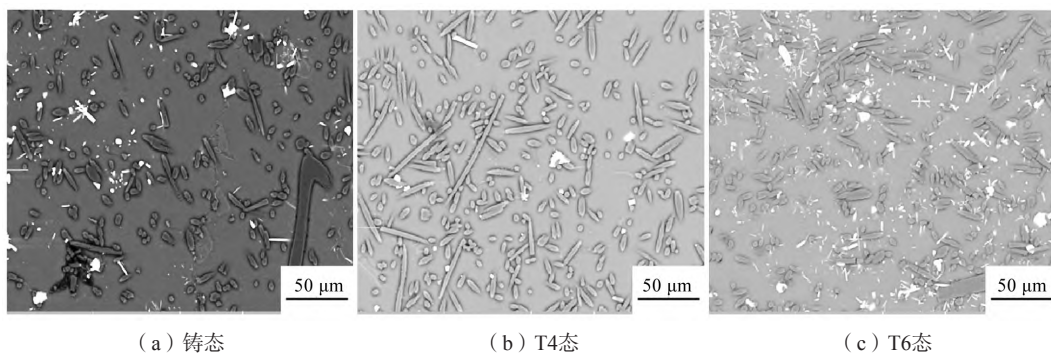


图7 不同热处理态复合材料蠕变后BSM图

Fig. 7 BSM images of the composite materials after creep in different heat treatment states

与蠕变前的显微组织(图4)进行对比可以看出,经蠕变后,复合材料内部针状 $\text{Al}_{11}(\text{Nd}, \text{Gd})_3$ 相碎化为短棒状,而块状 $\text{Al}_2(\text{Nd}, \text{Gd})$ 相和颗粒状 Mg_2Si 相蠕变前后形态相差不大,这主要是因为针状相在末端部分曲率较大,应力容易在末端集中,而块状相和颗粒状相则与之相反。 Al_2O_3 短纤维作为复合材料内的增

强体主要起到承担载荷的作用,而载荷转移主要依靠界面应力传递来完成。虽然 $\text{Al}_{11}\text{RE}_3$ 相在低于673 K下稳定性较强,能起到强化晶界、阻碍位错滑移的作用,提高复合材料高温抗蠕变性能,但位错易在针状相聚集,导致针状相应力集中发生碎化或形成裂纹源,此外针状相在纤维周围偏聚使复合材料界面应力传递不

均,反而影响到了纤维对复合材料的强化效果。相比 $Al_{11}RE_3$ 相, Al_2Nd 、 Al_2Gd 相均属于 AB_2 型的Laves相,稀土原子之间以金属键形式结合,Al原子之间为共价键,稀土原子(Nd、Gd)与Al原子之间为离子键^[21-22]。 Al_2RE 体系内的成键电子数多、畸变程度较大、结构稳定,在复合材料内均匀分布的 Al_2RE 相能有效抑制晶界滑移,阻碍晶内位错的攀移和交滑移^[23]。

综上所述,T4态复合材料内的 β - $Mg_{17}Al_{12}$ 相析出较少,稀土相分布最为均匀,且针状 $Al_{11}(Nd,Gd)_3$ 相几乎无偏聚,能在充分发挥稀土相抗高温蠕变作用的同时保持纤维与基体合金间良好的应力传递,T4态复合材料抗高温蠕变性能最好。

3 结论

(1) $Al_2O_3/Mg-6Al-1Nd-1Gd$ 复合材料中的金属间

化合物主要可分为 β - $Mg_{17}Al_{12}$ 、 $Al_2(Nd,Gd)$ 、 $Al_{11}(Nd,Gd)_3$ 和 Mg_2Si 四种。

(2) $Al_2O_3/Mg-6Al-1Nd-1Gd$ 复合材料经T4处理后, β - $Mg_{17}Al_{12}$ 相几乎全部固溶进入 β -Mg基体。经T6处理后, β - $Mg_{17}Al_{12}$ 相呈针状或块状重新弥散析出于材料内部。

(3) 复合材料内的块状 $Al_2(Nd,Gd)$ 相较为稳定,在蠕变前后几乎无变化,铸态和T6态复合材料内的 $Al_{11}(Nd,Gd)_3$ 相呈针状或棒状在晶界和纤维附近偏聚并且在蠕变过程中部分针状 $Al_{11}(Nd,Gd)_3$ 相发生碎化。

(4) 在200℃、70 MPa蠕变条件下,T4态复合材料的最大蠕变应变值和稳态蠕变速率分别为0.5%和 $6.94 \times 10^{-9} s^{-1}$,相比铸态复合材料分别下降了54.5%和58.4%,抗蠕变性能最佳。

参考文献:

- [1] KHORASHADIZADE F, ABAZARI S, RAJABI M, et al. Overview of magnesium-ceramic composites: mechanical, corrosion and biological properties [J]. Journal of Materials Research and Technology, 2021, 15: 6034-6066.
- [2] 王建军, 王智民, 郑晶. 镁基复合材料的制备技术及其超塑性研究 [J]. 铸造, 2006 (5): 477-481.
- [3] SKLENIČKA V, PAHUTOVÁ M, KUCHAROVÁ K, et al. Creep processes in magnesium alloys and their composites [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2002, 33 (3): 883-889.
- [4] PAHUTOVA M, SKLENICKA V, KUCHAROVA K, et al. Creep resistance in magnesium alloys and their composites [J]. International Journal of Materials and Product Technology, 2003, 18: 116-140.
- [5] 张诗昌, 段汉桥, 蔡启舟, 等. 主要合金元素对镁合金组织和性能的影响 [J]. 铸造, 2001 (6): 310-315.
- [6] YAN C, YAN L L, YE L, et al. Fabrication and microstructure of mechanically alloyed Mg-Al-Nd alloys [J]. Materials Science Forum, 2003, 471 (437-438): 113-116.
- [7] DONG Xixi, FENG Lingyun, WANG Shihao, et al. On the exceptional creep resistance in a die-cast Gd-containing Mg alloy with Al addition [J]. Acta, 2022, 232: 117957.
- [8] WANG Jun, WANG Limin, AN Jian, et al. Microstructure and elevated temperature properties of die-cast AZ91-xNd magnesium alloys [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2008, 17 (5): 725-729.
- [9] YANG Jiandong, WANG Wuxiao, ZHANG Min, et al. Effects of Gd/Nd ratio on the microstructures and tensile creep behavior of Mg-8Al-Gd-Nd alloys crept at 423 K [J]. Journal of Materials Research and Technology, 2021, 14: 2522-2533.
- [10] WU Guohua, WANG Cunlong, SUN Ming, et al. Recent developments and applications on high-performance cast magnesium rare-earth alloys [J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2021, 9 (1): 1-20.
- [11] 郑丽鸽, 贺俊光, 文九巴, 等. 固溶处理对Mg-1Zn-0.3Zr-2Gd-0.3Sr合金组织和腐蚀性能的影响 [J]. 材料热处理学报, 2019, 40 (2): 40-46.
- [12] YUAN Lin, SHI Wenchao, JIANG Wenmao, et al. Effect of heat treatment on elevated temperature tensile and creep properties of the extruded Mg-6Gd-4Y-Nd-0.7Zr alloy [J]. Materials Science and Engineering, 2016 (658): 339-347.
- [13] 王武孝, 申情, 张东杰, 等. 稀土Gd对 $Al_2O_3/Mg-6Al-0.5Nd$ 显微组织及蠕变性能的影响 [J]. 材料热处理学报, 2015, 36 (6): 21-25.
- [14] GUSTAVO C H, MOHAMMAD Y, BENEDIKT K, et al. Room and high temperature mechanical properties of Mg_2Si , Mg_2Sn and their solid solutions [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 845: 156205.
- [15] 朱文杰, 李德江, 曾小勤, 等. Ce对铸造Mg-5Al-2Si合金中 Mg_2Si 相改性及力学性能的影响 [J]. 铸造, 2019, 68 (7): 679-683.
- [16] YANG Mingbo, SHAN Jia. Modification and refinement mechanism of Mg_2Si phase in Sr-containing AZ61-0.7Si magnesium alloy [J]. China Foundry, 2009, 6 (1): 37-42.
- [17] 黎业生, 董定乾, 吴子平. 稀土镁合金的研究现状及应用前景 [J]. 轻合金加工技术, 2006 (4): 1-6.
- [18] LV Shuhui, LI Yanwei, MENG Fanzhi, et al. Thermodynamic stability of $Al_{11}RE_3$ intermetallic compounds from first-principles

- calculations [J]. Computational Materials Science, 2017 (131) : 28–34.
- [19] SU Minliang, ZHANG Jinghuai, FENG Yan, et al. Al-Nd intermetallic phase stability and its effects on mechanical properties and corrosion resistance of HPDC Mg-4Al-4Nd-0.2Mn alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017 (691) : 634–643.
- [20] FEATHER W G, GHORBANPOUR S, SAVAGE D J, et al. Mechanical response, twinning, and texture evolution of WE43 magnesium-rare earth alloy as a function of strain rate: Experiments and multi-level crystal plasticity modeling [J]. International Journal of Plasticity, 2019, 120: 180–204.
- [21] 崔晓明, 白朴存, 侯小虎, 等. Mg₁₇Al₁₂、Al₂Ca、Al₂Nd、Al₂Er金属间化合物稳定性与电子结构关系的第一性原理研究 [J]. 稀有金属材料与工程, 2016, 45 (4) : 1045–1050.
- [22] MAO Z G, SEIDMAN D N, WOLVERTON C. First-principles phase stability, magnetic properties and solubility in aluminum-rare-earth (Al-RE) alloys and compounds [J]. Acta Materialia, 2011, 59 (9) : 3659–3666.
- [23] JIN L L, KANG Y B, CHARTRAND P, et al. Erratum to “thermodynamic evaluation and optimization of Al-La, Al-Ce, Al-Pr, Al-Nd and Al-Sm systems using a modified quasichemical model for the liquid” [J]. Calphad, 2011, 35 (1) : 30–41.

Effect of Heat Treatment on Microstructure Evolution and Creep Properties of Al₂O_{3f}/Mg-6Al-1Nd-1Gd Composites

XU Lei, LIU Dong-chao, LIU Zheng-zheng, LI Wu-zhao, CHEN Xiao-gang, WANG Wu-xiao
(School of Materials Science and Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, Shaanxi, China)

Abstract:

The change of intermetallic compounds and the difference of creep properties of Al₂O_{3f}/Mg-6Al-1Nd-1Gd composites before and after compression creep at 200 °C and 70 MPa were studied by optical microscopy, scanning electron microscopy, X-ray diffractometer and energy dispersive spectroscopy. The results showed that the intermetallic compounds in the Al₂O_{3f}/Mg-6Al-1Nd-1Gd composites were mainly divided into β-Mg₁₇Al₁₂, Al₂(Nd, Gd), Al₁₁(Nd, Gd)₃ and Mg₂Si. After solution treatment at 420 °C +24 h, the (-Mg₁₇Al₁₂ and Al₁₁(Nd, Gd)₃ phases almost disappeared completely, while T6 treatment precipitated again. The (-Mg₁₇Al₁₂ phase was needle-like or massive diffusely distributed in the grain, while the Al₁₁(Nd, Gd)₃ phase was needle-like or short rod shaped and clustered around the fiber or at the grain boundary. Compared with the as-cast and T6 composites, the Al₂(Nd, Gd) and Al₁₁(Nd, Gd)₃ phases in the microstructure of the T4 composites were the most uniform, and the interfacial stress transfer of the composites was not affected by the segregation of the needle-like Al₁₁(Nd, Gd)₃ phase at the fiber, and the creep resistance at high temperature was the best. The maximum creep strain and steady-state creep rate were 0.5% and 6.94×10⁻⁹ s⁻¹, respectively, which were reduced by 54.5% and 58.4% compared with the as-cast composites.

Key words:

magnesium matrix composites; heat treatment; intermetallic compounds; compressive creep