

在鋁鎂合金的疲勞載荷過程中溶 質原子與位錯的交互作用*

王中光 黃元士 葛庭燧

(中国科学院)

提 要

本文进行了淬火状态的、含 0.52, 0.91, 3.46 和 5.15% Mg 的鋁合金的扭轉疲勞試驗, 测定了相应的 $\Delta E-N$ 曲线和 T_m-N 曲线。实验结果指出, 对于含鎂量为 0.52, 0.91% 的试样来说, 当表面扭应变较小时, ΔE 在起始时, 随着应力循环数的增加而下降。当表面扭应变增大时, $\Delta E-N$ 曲线始而变平, 繼而上升, 直至达到一较高值才稳定下来。当试样中的含鎂量为 3.46% 时, 在扭应变不太大时, $\Delta E-N$ 曲线的变化情况与 Al-4% Cu 合金的相象, 不过当扭应变足够大时, ΔE 起始时上升, 并且经过一个峯值又下降。当含鎂量增至 5.15% 时, $\Delta E-N$ 曲线的表现已完全与 Al-4% Cu 合金的相象, 在所用的最高表面扭应变下也并不表现出明显的峯值。对于所用的各种成分的试样来说, 最大抗扭矩 T_m 起始总是上升的。

上述结果都可以根据溶质鎂原子在疲勞过程中渐渐进入位错, 形成气团来解释。可以认为, 在鋁鎂合金的情形, 产生 ΔE 的因素以及影响 ΔE 的大小的因素, 对于疲勞載荷的起始阶段来说, 可能都主要是由于气团的作用。当含鎂量较低时, 对于足够高的表面扭应变来说, 气团较为松动, 位错能够拖着气团运动, 从而需要作功, 使 ΔE 和 T_m 都上升。但当含鎂量较高时, 或表面扭应变不太大时, 在疲勞一起始就形成了能够对于位错起钉扎作用的足够浓的气团。繼續进行疲勞时, 进入位错的溶质原子将使位错的动性进一步降低, 导致 ΔE 起始下降, T_m 起始上升。

此外, 还对于经过不同时效处理的 Al-0.52% Mg 和 Al-3.46% Mg 合金进行了疲勞試驗, 观测到应变时效现象, 这与上述的溶质原子气团模型相合。

一、引 言

前一工作^[1]里指出, 对于鋁銅合金来说, 产生 ΔE 的原因主要是由于起伏的内应力場的作用, 而引起 ΔE 在疲勞載荷起始阶段下降的因素是由于溶质原子气团对于位錯綫的釘扎。为了进一步验证这种看法, 我們用四种成分的 Al-Mg 合金进行了扭轉疲勞試驗。鋁鎂合金与鋁銅合金的不同之处, 在于鎂原子同空位有較大的結合能, 約为 0.4—0.54 电子伏^[2], 它在淬火后并不形成鎂原子簇^[3], 在时效过程中并不形成 G. P. 区。这些特点有可能把溶质原子气团在疲勞載荷下的形成和作用表现得更为突出。

二、实验和试样

实验所用的鋁鎂合金是由 99.99% Al 与 99.9% Mg 在 720—740°C 熔炼而成。根据化

* 1964 年 3 月 27 日收到。

学分析, 四种 Al-Mg 合金中 Mg 的含量(重量比)分别是 0.52、0.91、3.46 和 5.15%。熔体在鉄模中鑄成直径 22 毫米的圓棒, 为消除偏析所造成的成分不均匀, 鑄棒在 470°C 扩散退火 24 小时。把鑄棒外部的表皮車去約 1—2 毫米, 然后用旋轉錘鍛机經多次冷打和中間退火至約 4 毫米直径的圓棒, 最后經車床加工成所需的試样。試样制成并經机械和电解抛光后, 在 $420^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 固溶处理 5 小时, 然后水淬。根据合金成分的不同, 最后, 試样的平均晶粒大小約为 0.1 到 0.2 毫米。試样經水淬后, 立即装入玻璃管内, 并浸入液态空气中, 以防止室温时效的进行。

試样的室温时效温度約为 $26^{\circ} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 。100°C 的时效在油槽中进行, 温度波动为 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$; 100°C 以上的时效在空气气氛的电阻炉内进行, 温度波动約为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。試样在时效后空冷。

由于試驗所测定的是整个試样的能量消耗, 为消除試样尺寸的影响起見, 所有試样的直径差都严格控制在 ± 5 微米以内。滞后迴綫面积的测量是用积分仪进行的, 通过誤差分析并与計数方格数目法所得結果比較, 估計 ΔE 的极限相对誤差約为 5%。

本文所报导的實驗結果, 一般都經過三次以上的重复。

三、实验結果和分析

1. 疲劳过程中的能量消耗 ΔE 和最大抗扭矩 T_m

图 1—4 分别表示淬火状态的含 0.52, 0.91, 3.46 和 5.15% Mg 的鋁合金在对称疲劳载荷下的 ΔE 变化情况。由图 1 和图 2 可見, 对于所示的两种低成分的 Al-Mg 合金来

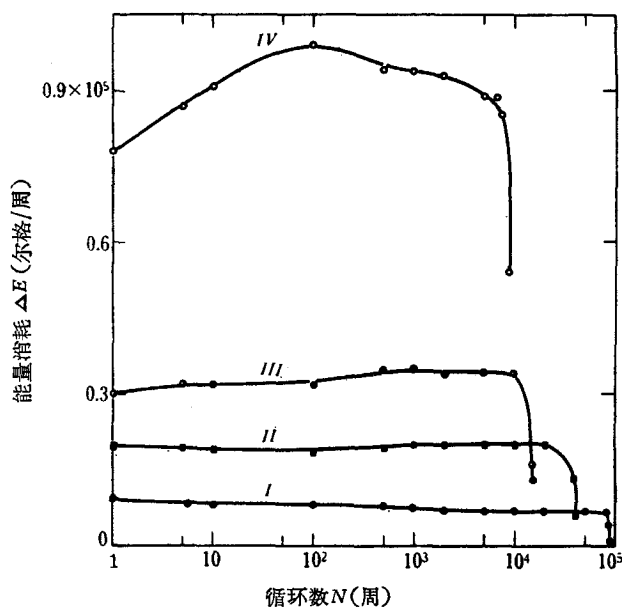


图 1 淬火状态的 Al-0.52%Mg 合金的 ΔE -N 曲线

最大扭应变: I—0.0020; II—0.0029;

III—0.0040; IV—0.0070

說, ΔE 的变化有着相似的特征, 即当外加扭应变为 0.0070 时, ΔE 一起始就明显上升,

达到一最高值才稳定下来, 经过若干疲劳循环数以后, ΔE 下降, 直至试样断裂。随着外加扭应变的减少, ΔE 的起始上升变得不明显, 最后的稳定高度也降低。当外加扭应变

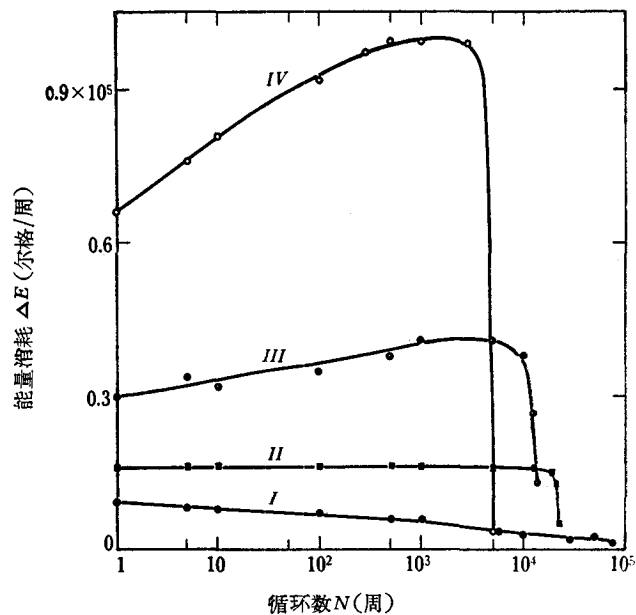


图2 淬火状态的 Al-0.91% Mg 合金的 $\Delta E-N$ 曲线

最大扭应变: I—0.0020; II—0.0029;
III—0.0040; IV—0.0070

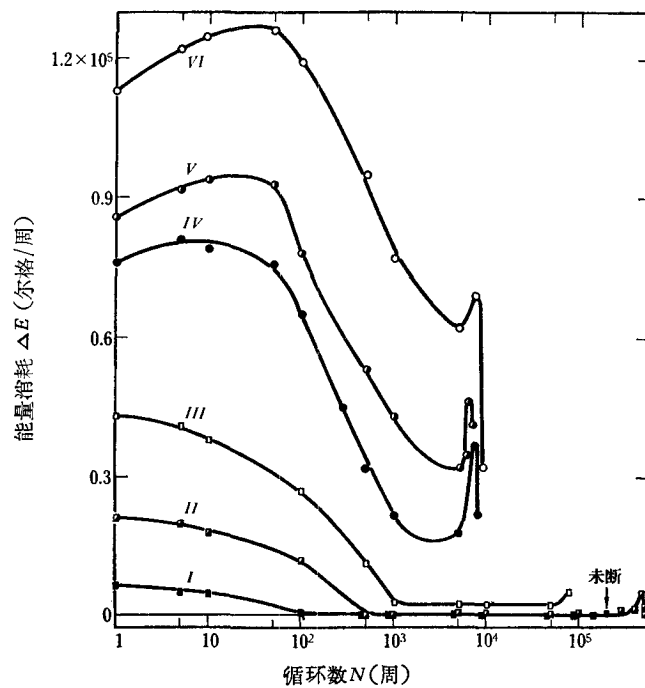


图3 淬火状态的 Al-3.46% Mg 合金的 $\Delta E-N$ 曲线

最大扭应变: I—0.0020; II—0.0029; III—0.0040;
IV—0.0053; V—0.0061; VI—0.0070

低至 0.0020 时, ΔE 反而在起始就下降。实验曲线还指出, 与 Al-0.52% Mg 合金相比, 较高成分的 Al-0.91% Mg 合金的 ΔE 起始上升较为明显。

镁含量的增加明显地改变了 ΔE 在疲劳载荷下的变化规律。由图 3 可见, 当镁含量为 3.46%, 而外加的扭应变在 0.0053 以上时, 有着与低成分合金相似的 ΔE 的起始上升, 但随着疲劳载荷的继续作用, ΔE 经过一峰值后又下降, 达到一很低的背景值。经过一定的疲劳循环数后, ΔE 又重新上升。值得注意的是, $\Delta E-N$ 曲线上所出现的峰, 随着外加扭应变的增加而变得更为明显, 并且向高循环数方面移动。当外加扭应变小于 0.0053 时, 一个显著的不同点在于 ΔE 的起始上升已经消失, 而代之以 ΔE 的起始下降, 直至接近零值, 变化的情况与 Al-4% Cu 合金很相象^[4]。当镁含量增至 5.15% 时 (图 4), 只是在试验所用的最高扭应变下, ΔE 曲线才出现不很明显的峰值。在较低应变时, 一起始就明显下降, 其表现已完全与 Al-4% Cu 合金相象。

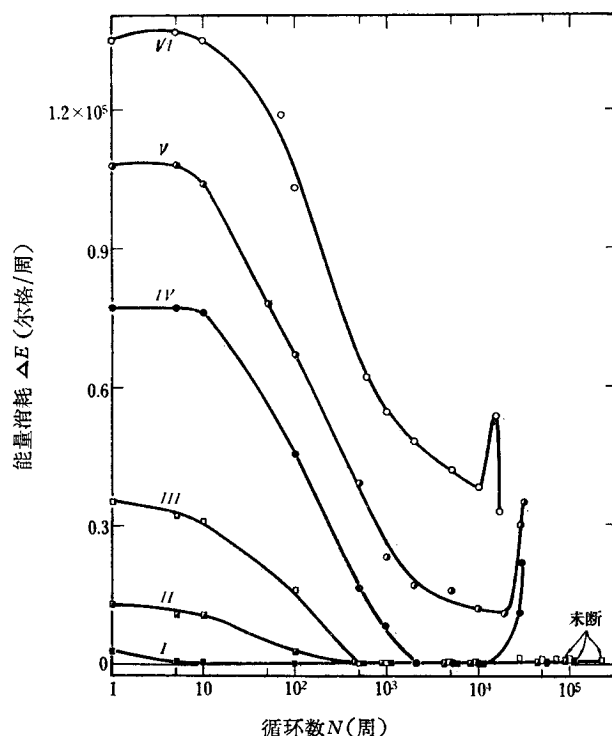


图 4 淬火状态的 Al-5.15% Mg 合金的 $\Delta E-N$ 曲线
最大扭应变: I—0.0020; II—0.0029; III—0.0040;
IV—0.0053; V—0.0061; VI—0.0070

比较图 1—4 中各种成分的 $\Delta E-N$ 曲线, 可以看出, ΔE 对于外加扭应变的敏感性以 Al-5.15% Mg 合金最明显, Al-3.46% Mg 合金次之, 而 Al-0.52% Mg 和 Al-0.91% Mg 合金较弱。

图 5—8 所示的是淬火状态的不同成分的 Al-Mg 合金在各种外加扭应变下的 T_m-N 曲线。与图 1—4 相比, 尽管 $\Delta E-N$ 曲线随溶质原子的浓度和外加扭应变有着这样或那样的变化, 但 T_m 却总是随着疲劳循环数的增加而上升, 即试样逐渐硬化, 经过一稳定值

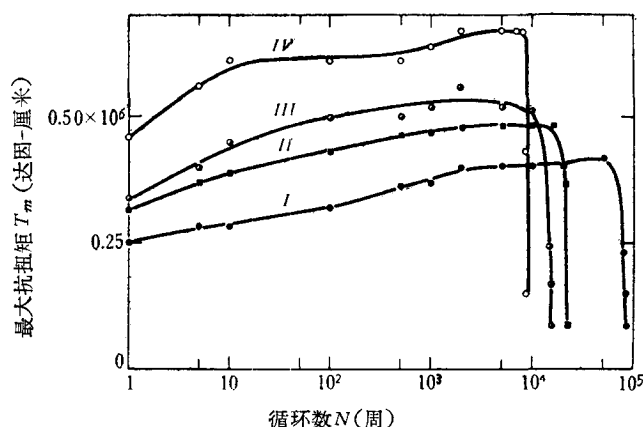


图5 淬火状态的 Al-0.52% Mg 合金的 T_m - N 曲线
最大扭应变: I—0.0020; II—0.0029;
III—0.0040; IV—0.0070

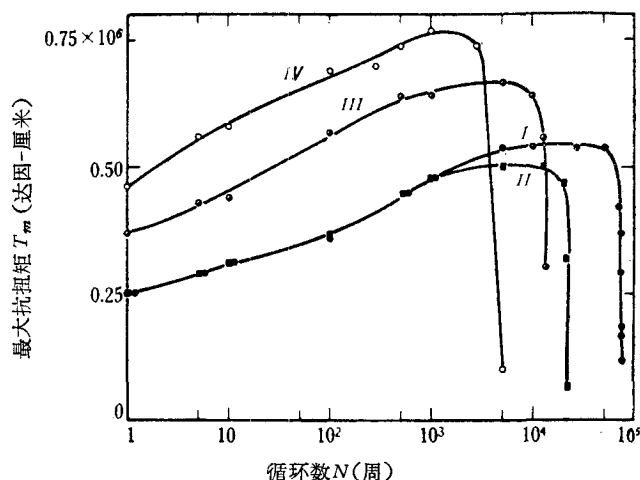


图6 淬火状态的 Al-0.91% Mg 合金的 T_m - N 曲线
最大扭应变: I—0.0020; II—0.0029;
III—0.0040; IV—0.0070

后, 当试样快要断裂时才下降。外加扭应变和溶质原子浓度的增加只是提高 T_m 的数值和其起始上升的速率。

2. 时效对疲劳过程的影响

(1) 预先时效

图9所示是淬火状态的 Al-3.46% Mg 合金经过各种预先时效处理后的 ΔE - N 曲线。所用的最大表面扭应变是 0.0070。由图可见, 与淬火状态相比, 室温时效 48 小时和 100℃ 时效 8 小时还不足以明显地改变曲线的变化趋势。但 100℃ 时效 24 小时已使 ΔE 曲线的起始上升变慢, 100℃ 时效 76 小时已基本抑制了 ΔE 曲线的起始上升和峰值的出现, 使曲线的形状很类似于淬火状态的 Al-5.15% Mg 合金的情况 (见图4)。当时效温度再提高时, 引起 ΔE 曲线的这种明显变化所需的时间也相应减少。如 160℃ 时效需 24 小时, 而 200℃ 时效约需 8 小时便可以抑制 ΔE 曲线出现峰值。

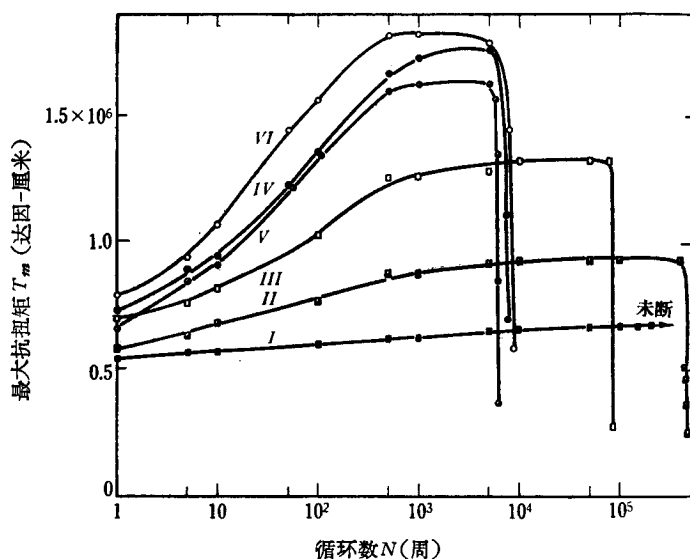


图7 淬火状态的 Al-3.46% Mg 合金的 T_m - N 曲线
最大扭应变: I—0.0020; II—0.0029; III—0.0040;
IV—0.0053; V—0.0061; VI—0.0070

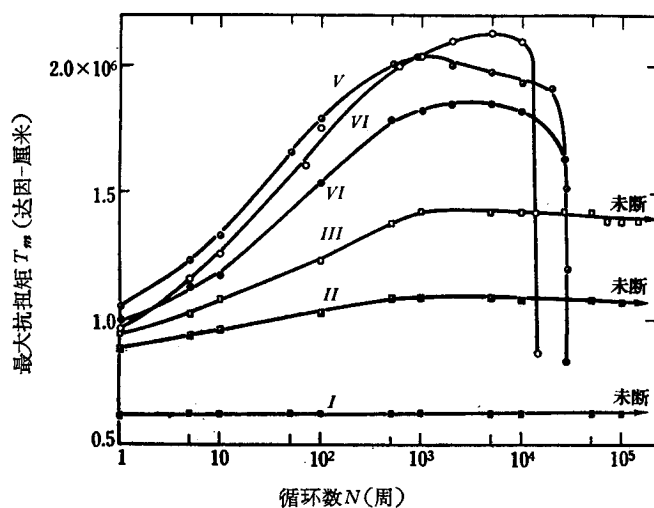


图8 淬火状态的 Al-5.15% Mg 合金的 T_m - N 曲线
最大扭应变: I—0.0020; II—0.0029; III—0.0040;
IV—0.0053; V—0.0061; VI—0.0070

时效对 T_m - N 曲线的影响并不明显。

(2) 中间时效

淬火的 Al-3.46% Mg 和 Al-0.52% Mg 合金试样在经过一定的应力循环数后,在 160°C 和 100°C 分别进行了短时间 (15 分钟或 30 分钟) 的中间时效,所得结果如图 10 和 11 所示。对于 Al-3.46% Mg 合金 (曲线 I) 来说,在 ΔE 曲线峰值出现以前的起始上升阶段进行时效,能够抑制曲线的上升,但在峰值出现以后的下降阶段进行时效时,却引起 ΔE 值的明显上升 (图 10)。对于 Al-0.52% Mg 合金 (曲线 II) 来说,由于中间时效是在 ΔE

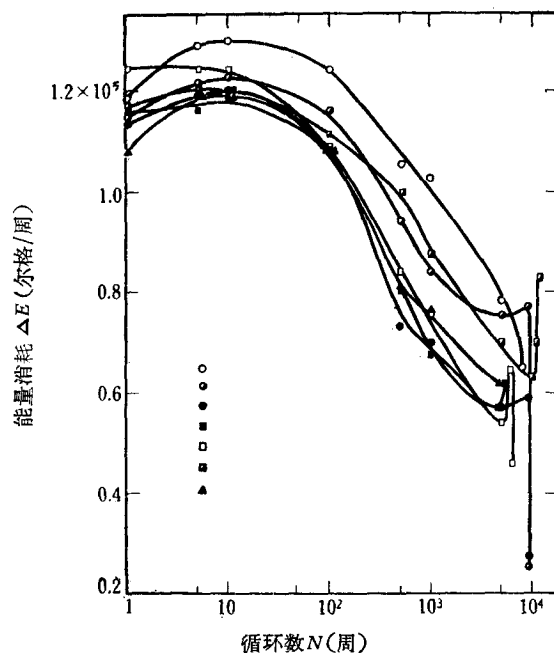


图9 预先时效对 Al-3.46% Mg 合金在疲劳载荷下 $\Delta E-N$ 曲线的影响。所加的最大表面扭应变是 0.0070

- 420°C, 5 小时, 水淬; □ 160°C 时效 24 小时;
 ● 100°C 时效 8 小时; ■ 200°C 时效 8 小时;
 ● 100°C 时效 24 小时; ▲ 室温时效 48 小时;
 ■ 100°C 时效 76 小时

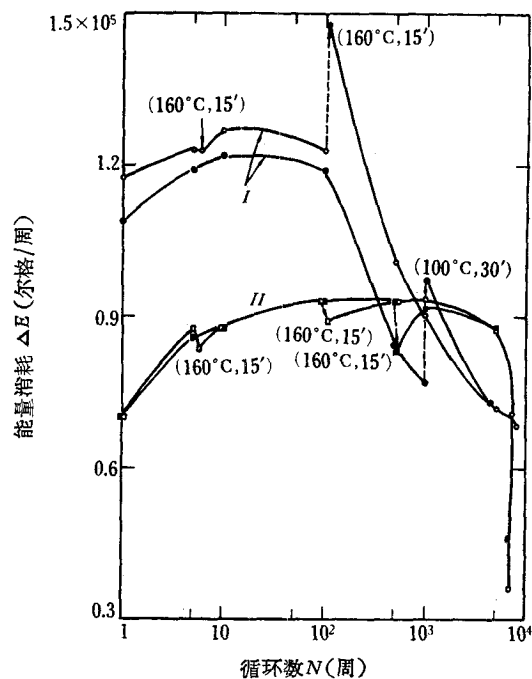


图10 中间时效对于 $\Delta E-N$ 曲线的影响
 最大扭应变: 0.0070。I—Al-3.46%Mg; II—Al-0.52%Mg

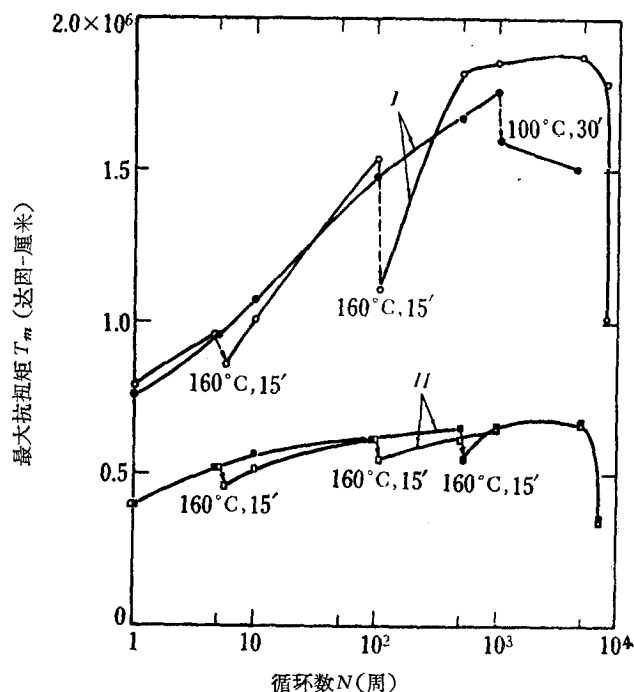


图 11 中间时效对于 T_m-N 曲线的影响
最大扭应变: 0.0070. I—Al-3.46%Mg; II—Al-0.52%Mg

曲线的上升部分进行,所以总是看到 ΔE 的下降。由图 11 可见,中间时效总使 T_m 下降,也就是时效引起软化,而不是一般所预期的硬化。比较图 10 和 11 不难看出,在 ΔE 曲线上升阶段进行中间时效,使 ΔE 和 T_m 一同下降,继续疲劳又使它们一同上升;在 ΔE 曲线下降阶段进行中间时效却使 ΔE 上升而 T_m 下降,继续疲劳又使 ΔE 下降而 T_m 上升。

四、讨 论

1. 溶质原子气团对于起始阶段 ΔE 变化的作用

由于在铝镁合金中并不出现镁原子簇和 GP 区,所以 ΔE 的起因不能是由于它们所引起的起伏内应力场的作用,这与铝铜合金的情况不同。因此,在铝镁合金的情形,产生 ΔE 的因素以及影响 ΔE 的大小的因素,对于疲劳载荷的起始阶段来说,可能都是由于溶质原子气团的作用。

淬火后的铝镁合金试样中的位错是较易动的。用电子显微镜曾经观察到淬火的铝镁合金薄膜中的位错圈的运动,但是在铝铜合金的情形却从没有观察到^[3]。在淬火的铝镁合金中,可能已有较稀薄的气团形成,在疲劳载荷的作用下,位错拖着气团(或者气团的位形)一起作往复的运动,因而需要作功,这可能就是引起 ΔE 的主要原因。有的实验指出,镁原子与空位的结合能较高,所以在 100°C 以上的温度才能使镁原子与空位所形成的集团脱离^[5]。也有的实验指出,预先冷加工,由于产生了多余的空位,可以使这种集团在室温下就能够彼此脱离^[6]。因此,可以想象,在疲劳载荷的作用下,由于所产生的大量空位的帮助,镁原子渐渐进入位错,形成较浓的气团,这使位错拖着气团移动所作之功增加,因

而 ΔE 也增加, 並且在宏觀上也反映為 T_m (對應於位錯運動所需克服的阻力) 的增加。當氣團的濃度超過某一極限值時, 位錯的動性顯著減小, 即位錯受到釘扎, 所以 ΔE 又減小。達到了這種情況以後, 進一步的疲勞載荷作用只能使 ΔE 繼續下降。很容易看出, 上述的氣團的臨界濃度的大小決定於在疲勞試驗中所用扭應變的大小, 後者越大, 則前者也越大。

根據以上的分析, 可以定性地解釋 Al-Mg 合金的實驗結果。首先應指出的是, 按照彈性理論的計算, 在所用的最低鎂含量的試樣內, 已足以形成飽和氣團。但是實際上, 我們還需要考慮其他的因素。例如在 Al-Mg 合金中, 溶質原子與位錯的彈性交互作用能約為 0.12 電子伏, 這比溶質鎂原子與空位的結合能小很多。另外, 鎂在鋁中的室溫溶解度也較大。因此, 由表觀的鎂含量並不能推知位錯周圍氣團的濃度。含鎂量為 0.52 和 0.91 % 的合金 (圖 1, 2), 由於溶質原子濃度較低, 疲勞載荷下主要是形成鬆動氣團, 使 ΔE 一起始就上升。當外加扭應變較高, 位錯所能拖動的氣團濃度和移動的距離較大, 因此需要消耗較多的功, 這表現為實驗所得的 ΔE 曲線有較大的上升。實驗上還觀測到, 在同樣扭應變下, 含 0.91 % Mg 的試樣的 ΔE 比含 0.52 % Mg 的有較大的起始上升, 這是由於前者形成的氣團有較高的濃度, 位錯運動所需克服的阻力較大 (比較圖 5, 6 中相應的 T_m 曲線), 因此消耗較多的功。當外加扭應變降低到 0.0020 時, 由於氣團的臨界濃度較低, 一起始就可達到, 所以 ΔE 曲線已有輕微的下降。鎂原子濃度為 3.46 % 的試樣, 在較高扭應變下所表現的 ΔE 曲線的起始上升 (圖 3), 同樣是由於氣團的逐漸變濃。不過, 此時由於基體中鎂原子的濃度高, 需要擴散的距離短, 所以氣團很快就達到臨界濃度, 隨後便出現 ΔE 曲線的下降。這樣便在 ΔE 曲線上觀測到峯值, 它對應著在一定的外加扭應變下位錯所能拖動的極限氣團濃度。外加扭應變越大, 這一極限濃度越高, 形成它就需要較多的應力循環數, 因而 ΔE 曲線上的峯值越移向高循環數一邊。當外加扭應變低於 0.0053 時, ΔE 曲線一起始就下降, 這與上述兩種成分的試樣在低應變下的起始下降是由於同樣的原因, 不過在這裡, 由於溶質原子濃度較高, 所以在較高的外加扭應變下, ΔE 便不再起始上升, 並且氣團對於較高的外加扭應變便能夠釘扎位錯, 使 ΔE 顯著下降。同理, 可解釋圖 4 所示的 Al-5.15 % Mg 合金的實驗結果。可以預料, 若加大外加扭應變, 則 Al-5.15 % Mg 合金的 ΔE 曲線也將出現明顯的起始上升。當外加扭應變為 0.0070 時已可以看出這種跡象。

在 Al-4 % Cu 合金中並沒有看到 ΔE 曲線的起始上升^[4], 這可能是由於銅原子與空位的有較低的結合能 (0.15—0.25 電子伏)^[7], 即便在室溫, 溶質銅原子就有很高的聚集速度, 形成銅原子簇^[8], 並且在位錯上偏聚, 使淬火試樣中的位錯受到釘扎而不易運動^[3]。疲勞載荷的作用更促進這種氣團的發展, 使 ΔE 下降^[4]。若降低銅原子濃度, 使起始狀態試樣中的溶質氣團濃度未達到臨界值, 就可能在一定的外加扭應變下觀測到 ΔE 的起始上升。這已在關於工業純鋁 (含約 0.14 % Cu) 的實驗中証實^[9]。最近關於含 0.5 % Cu 的鋁合金的內耗研究, 已確証了位錯拖着溶質原子氣團移動的概念^[10]。可見, 由於鎂原子與空位結合較強, 淬火後它在位錯周圍的偏聚並不強烈, 再加上鎂在鋁中有較高的室溫溶解度, 所以通過改變鎂原子的濃度或外加扭應變的大小, 就可以在疲勞載荷下把溶質原子在位錯周圍形成氣團的過程表現出來。

實驗中所看到的 ΔE 的振幅敏感性隨鎂含量的增加而明顯的事實, 可以解釋為, 隨著

鎂含量的增加,試样中对于振幅敏感的超过临界浓度的气团越起着主导的作用。

由于在疲劳载荷下,无论是形成何种形式的气团,它們都提供一种正的并且随着气团的变浓而增加的、对于位錯运动的阻力,所以实验上所观测到的 T_m 曲线在一起始总是上升的(图 5,6,7,8),而且溶质原子浓度越大,相同条件下的气团浓度就越高, T_m 的增加也就越为明显。这可以解释 ΔE 和 T_m 的变化并不永远相对应的实验事实。

2. 中間加热对于溶质原子气团的影响

由于鎂原子与淬火空位的結合較稳定,室温时效不会引起象 Al-4%Cu 合金中那样的变化^[1]。但如实验結果所指出的(图 9), 100°C 以上温度的較長時間时效,可以使 ΔE 的起始上升变得不明显,甚至于完全消失。这与文献中用其它方法所得的結果相合^[5]。由于形成鎂的沉淀相的核需要很大的能量起伏^[11], 100°C 时效所引起的 Al-3.46% Mg 合金中的变化,不能归因于大量沉淀的出現,而只能归因于溶质原子气团的形成。

在疲劳过程中的中間加热时效的实验結果(图 10, 11), 对于上面所說的气团模型提供了一个很好的旁証。如上所述, Al-0.52% Mg 和 Al-3.46% Mg 合金在疲劳载荷下, ΔE 的起始上升是由于气团的逐漸变浓。中間的加热将使疲劳过程中业已形成的气团浓度降低,从而使位錯拖着气团移动所作的功以及所遇到的阻力都减少,这在实验上反映为 ΔE 和 T_m 的一同下降。在 ΔE 曲线的下降阶段加热时效时,这时由于已超过了气团的极限浓度,而热激活可以使位錯被气团釘扎的程度降低,所以使 ΔE 上升而使 T_m 下降。

在这里,我們看到了与通常的应变时效硬化概念相反的现象,即“应变时效軟化”。有人^[12]用其它方法在研究冷加工 Al-Mg 合金的回复过程中所观察到的一些现象,似乎与这个很相似。有人认为这种反常性是位錯气团模型所无法解释的^[13]。实际上,只要考虑到在交变载荷的較前期是形成气团,而不是位錯从气团中解脱这一点,就很容易用位錯气团模型来解释 Al-Mg 合金在回复过程中的“时效軟化”现象。

参 考 文 献

- [1] 葛庭燧、王中光、黄元士,物理学报, **21** (1965), 1242.
- [2] Westmacott, K. H., Barnes, R. S., Hull, D., *Phil. Mag.*, **6** (1961), 929; Entwistle, K. N., Fell, J. H., Koo, K. I., *J. Inst., Metals*, **91** (1962—63), 84; Panseri, C., Federighi, T., *Acta Met.*, **11** (1963), 575.
- [3] Thomas, G., *Phil. Mag.*, **4** (1959), 1213.
- [4] 葛庭燧、王中光,物理学报, **18** (1962), 392.
- [5] Panseri, C., Gatto, F., Federighi, T., *Acta Met.*, **6** (1958), 198.
- [6] Westwood, A. R. C., Broom, T., *Acta Met.*, **5** (1957), 249.
- [7] Kimura, H., Hasiguti, R. R., *Acta Met.*, **10** (1962), 607.
- [8] Turnbull, D., Treafis, H. N., *Acta Met.*, **5** (1957), 534.
- [9] 葛庭燧、王中光,物理学报, **18** (1962), 379.
- [10] 葛庭燧、张进修, (尚未发表).
- [11] Sperry, P. R., *Trans. AIME*, **224** (1962), 191.
- [12] Gane, N., Parkins, R. N., *J. Inst. Metals*, **88** (1959—1960), 173; Perryman, E. C. W., *Trans. AIME*, **206** (1956), 1247.
- [13] Sperry, P. R., *Acta Met.*, **11** (1963), 153.

INTERACTION OF SOLUTE ATOMS WITH DISLOCATIONS IN ALUMINIUM-MAGNESIUM ALLOYS UNDER FATIGUE LOADING

WANG C. K. HUANG Y. S. KÊ T. S.

(*Academia Sinica*)

ABSTRACT

Torsional fatigue experiments were carried out with aluminium-magnesium alloys containing 0.52, 0.91, 3.46 and 5.15% magnesium at the quenched state, and ΔE - N and T_m - N curves were determined. Experimental results showed that, in the cases of the specimens containing 0.52% and 0.91% magnesium, ΔE drops with an increase of the stress cycle N when the torsion strain is small. However, when the torsion strain is higher, the ΔE - N curve keeps flat at the beginning, but ΔE increases subsequently and becomes stable after a fairly high value is reached. As the magnesium content in the specimen is 3.46%, the change of the ΔE - N curve is similar to that of the Al-4% Cu alloy when the torsion strain is not too high. When the torsion strain is sufficiently large, ΔE increases at the beginning and decreases after it passed through a maximum value. The change of the ΔE - N curve of the specimen containing 5.15% magnesium is entirely similar to that of the Al-4% Cu alloy and no peak value was observed on the curve with the highest torsion strain used in the experiment. The T_m value shows an initial increase for specimens with all the magnesium contents studied.

The results described above can all be explained with the assumption that "atmospheres" of solute atoms are formed because of the gradual migration of magnesium atoms to dislocations during fatigue loading. It is considered that, in the case of aluminium-magnesium alloys, the origin of the energy loss, ΔE , and the factor that controls the magnitude of ΔE in the initial stage of fatigue loading are all primarily due to the formation of atmospheres of solute atoms. When the magnesium content is relatively small, the atmospheres formed may be considered as "loose" for a sufficiently high torsion strain, so that a dislocation can drag its atmosphere along and work is done under fatigue loading. This leads to an increase of both ΔE and T_m . However, when the magnesium content is relatively high or the torsion strain is not sufficiently large, the atmospheres formed at the beginning of fatigue loading become already "dense" enough to pin the dislocations. With the continuation of fatigue loading, the mobility of dislocations is further lowered by the migration of solute atoms to these dislocations. This leads to an initial decrease of ΔE and an initial increase of T_m .

Fatigue experiments were also carried out on Al-0.52% Mg and Al-3.46% Mg alloys at various aging stages, and the phenomena of strain aging were observed. Such phenomena are in accord with the assumption of atmospheres of solute atoms described above.