文章编号：1004-0609(2013)11-3039-09

Al 含量对 Mg-7Zn 合金非枝晶组织的影响

冯 凯，黄晓锋，马 颖，吕 峥，李兴鹏，郝 远

(兰州理工大学 甘肃省有色金属新材料省部共建国家重点实验室，兰州 730050)

摘 要：采用等温热处理法研究 Al 含量对 Mg-7Zn 合金半固态组织的影响。结果表明：添加 Al 元素后，合金的固相率随温度变化曲线逐渐下移。在相同的等温处理工艺下(580 ℃保温 30 min)，随着 Al 含量的增加，合金的固相颗粒尺寸逐渐减小，圆整度显著提高，同时固相率明显降低。非枝晶组织主要包括球状及类似球状的初生固相颗粒 α_1-Mg，水淬二次凝固形成细小的等轴晶 α_2-Mg 以及晶界处和包裹在初生颗粒间的共晶组织。随保温时间的延长，Mg-7Zn-*x*Al 合金非枝晶组织中的初生固相颗粒的尺寸逐渐增加，形状因子逐渐降低，而在后期处于固液平衡阶段，固相率的变化不明显；同时，固相颗粒粗化符合 Ostwald 熟化机制，且 Al 元素的加入减小了初生固相颗粒的粗化速率，从而在较宽的保温时间范围内可获得细小圆整的固相颗粒。

关键词：Al 含量；Mg-Zn-Al 合金；半固态；粗化

中图法分类号：TG 146.22 **文献标志码**：A

Effect of Al content on non-dendritic microstructure of Mg-7Zn magnesium alloy

FENG Kai, HUANG Xiao-feng, MA Ying, LÜ Zheng, LI Xing-peng, HAO Yuan

(State Key Laboratory of Gansu Advanced Non-ferrous Metal Materials,
Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

Abstract: The effect of Al addition on semi-solid microstructures of Mg-7Zn alloy was investigated by isothermal heat-treatment. The results indicate that the solid fractions of alloys are declined by elevated temperature when adding Al into Mg-7Zn alloy. With Al content increasing, the equivalent particle size gradually decreases, the roundness significantly increases and the solid fraction decreases at the same isothermal treatment process (580 ℃, 30 min). The non-dendritic microstructures are composed mainly of globular and similar globular primary particles α_1-Mg, the finer equiaxial α_2-Mg which forms from quench in water, and the eutectic distributes on the grain-boundary and within the primary solid particles. With holding time increasing, the size of primary solid particles of non-dendritic microstracture of Mg-7Zn-*x*Al alloy gradually increases and the shape factor decreases, which has no visible effect on the solid fraction of alloys at the solid-liquid equilibrium stage. Simultaneously, the parimary particle size coarsening with holding time obeys the Ostwald ripening mechanism, and adding Al element into Mg-7Zn alloy results in a decrease of coarsening rate of solid particles in semi-solid slurry, consequently, it can obtain the perfect semi-solid microstructure on the wide range of holding time.

Key words: Al content; Mg-Zn-Al alloy; semi-solid; coarsening

半固态成形技术被认为是一种最先进的成形方法，与传统压铸相比，该方法具有操作温度低，成形时卷气少，组织致密，减少凝固收缩，并能解决合金热裂等优点[1−3]，促使该工艺得到广泛应用，尤其是镁

基金项目：国家重点基础研究发展计划前期研究专项(2010CB635106)；甘肃省高等学校基本科研项目
收稿日期：2012-12-27；**修订日期**：2013-04-18
通信作者：黄晓锋，副教授，博士；电话：13609312769；E-mail：huangxf_lut@163.com

合金在熔炼浇铸时容易氧化烧损，采用该技术能有效解决此问题。目前，利用半固态成形的镁合金主要有 AZ91D、AM60/50 等合金[4−5]，但是该类合金需经过化学晶粒细化、预变形等方法[6−8]获得细小圆整的半固态组织；而 Mg-Zn-Al 系镁合金具有较宽的固液温度区间，经等温处理过程中具有典型的非枝晶组织特征[9]，KAMADO 等[10]研究了 Mg-Zn-Al-Ca 合金的半固态成形，认为该合金相对于 AZ91 具有较宽的凝固范围，固相率对温度的敏感性低以及在较低的温度下便可获得细小的固相颗粒，LIU 等[11]采用流变压铸 Mg-10Zn-4.5Al 合金后的组织和性能进行了研究，有效地消除了初始组织中的树枝晶，并转变为细小的球状颗粒，减小了热裂和气孔，与 AZ91D 合金相比力学性能得到明显提高，并且成形温度低。结合 Mg-Zn-Al 合金优异的室温和高温力学性能，因此对其利用半固态成形可进一步发挥其商业应用价值。

Mg-Zn-Al 合金在半固态组织影响方面还有待进一步研究，如不同 Zn、Al 配比后的合金半固态组织演变规律和合金元素对非枝晶组织的影响。半固态成形合金中添加微量的元素可显著改善固相颗粒的尺寸、形状因子等参数，这方面的研究较多，如 KLIAUGA 等[12]在 A356 合金中通过添加合金元素 Sn 后，发现 Sn 减小了固相颗粒长大的动力学；CHEN 等[13]研究了 Mg 和 RE 对 ZA27 合金半固态组织的影响，同样发现合金元素 Mg 和 RE 能够减小固相颗粒的粗化速率，从而可得到细小圆整的半固态组织；而在镁合金方面也有类似的研究，如 NAMI 等[14−15]认为添加 Ca 和 RE 元素后，明显减小了 AZ91 合金的半固态固相颗粒的粗化速率，但对颗粒的形状影响不大。本实验是以 Mg-Zn-Al 合金的半固态组织的研究为前提，在 Mg-7Zn 二元合金中试图添加不同含量的 Al 元素，采用等温处理法研究了 Al 元素及含量对其半固态非枝晶组织的影响，尤其是对固相颗粒尺寸、圆整度、分布和固相率的影响规律，最后研究 Al 含量对固相颗粒的粗化速率的影响和粗化机理分析，为半固态合金的设计开发、合金元素的选择以及触变成型提供指导意义。

1 实验

试验合金制备原材料为纯 Mg、Zn 和 Al 锭(纯度＞99.9%)，配制 Mg-7Zn-*x*Al 合金，设计成分如表 1 所列。试验合金在 SG2-7.5KW 井式电阻炉中熔炼，熔炼过程采用 RJ−2 熔剂和 Ar 保护气氛，待 Mg 锭熔化后于 680 ℃加入 Al 和 Zn，温度达到 725 ℃时精炼除渣，静置 10~15 min，待温度降至 715 ℃时浇注于预热至 200 ℃的金属型模具内。

表 1 试验合金设计成分

Table 1 Design compositions of experimental alloys

Alloy	Mass fraction/%		
	Zn	Al	Mg
Mg-7Zn	7	—	Bal.
Mg-7Zn-2Al	7	2	Bal.
Mg-7Zn-4Al	7	4	Bal.
Mg-7Zn-6Al	7	6	Bal.

半固态重熔试验在箱式电阻炉中进行，试样尺寸为 *d*15 mm×10 mm，等温热处理后，迅速水淬，经预磨、抛光后采用 4%的硝酸酒精进行腐蚀，然后采用 MeF−3 金相显微镜和 SEM 观察其半固态组织的演变过程。并且利用 Image-Pro Plus 软件分析其固相率、颗粒平均尺寸 d_0 和形状因子 f_0，所用的计算公式[1]为

$$d_0 = [\sum 2(A_0/\pi)^{1/2}]/n \quad (1)$$

$$f_0 = [\sum P_0^2/(4\pi A_0)]/n \quad (2)$$

式中：A_0 为颗粒面积，P_0 为颗粒周长，形状因子 f_0 愈趋近于 1，表明得到的固相颗粒愈圆整。

2 结果与分析

2.1 Al 元素对固相率的影响

图 1 所示为 Mg-7Zn-*x*Al 合金固相分数与温度的关系。在等温处理过程中，假设液相是均匀的，并且在固相无扩散的情况下，通过 Scheil 方程[9, 16]可得到固相率与温度之间的关系：

$$f_s = 1 - \left(\frac{t_M - t_L}{t_M - t}\right)^{\frac{1}{1-k}} \quad (3)$$

式中：t_M 为纯金属熔剂 Mg 的熔点 650 ℃；t_L 为合金所对应的液相线温度，通过 DSC 分析以及二元相图可得出；t 为半固态等温处理温度；k 值为平衡分配系数，而 k 值符合公式：

$$k = \frac{\sum m_i c_i k_i}{\sum m_i c_i} \quad (4)$$

式中：m_i 为液相线斜率；k_i 为分配系数；c_i 为溶质的含量，m(Al)=−6.87，m(Zn)=−6.04，k(Al)=0.37，k(Zn)=0.12，根据所研究合金中 Zn 和 Al 元素的质量，

同时忽略 Zn 和 Al 元素的交互作用对合金的影响，通过计算和拟合得到固相率f_s与温度t之间的关系如图 1 所示，为 Mg-7Zn 合金中添加不同含量 Al 元素后合金的固相率随温度的变化曲线，结果表明：随着 Al 含量的增加，合金的固相率−温度变化曲线逐渐下移，因此，要得到相同的固相率，Al 含量高的合金所需的半固态处理温度相对较低。此结果为半固态等温处理温度的选择提供了指导依据。

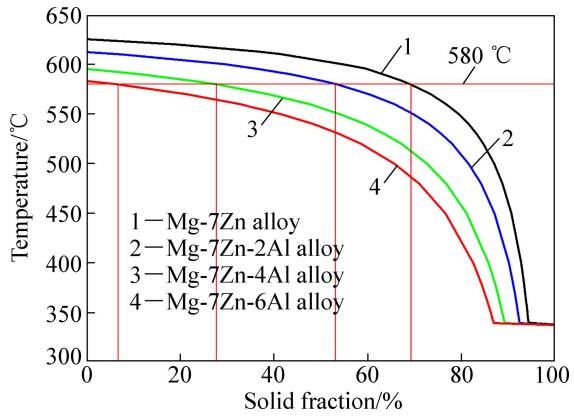

图 1　Mg-7Zn-*x*Al 合金固相分数与温度的关系

Fig. 1　Relationship of solid fraction and temperature of Mg-7Zn-*x*Al alloys

2.2　Al 元素对半固态组织的影响

图 2 所示为 Mg-7Zn 合金添加不同 Al 含量(2%、4%和 6%)后在 580 ℃保温 30 min 的半固态组织，同时图 3 所示为初生颗粒平均尺寸、形状因子和固相率随 Al 含量的变化曲线。由图 2 和 3 可见，随着 Al 含量的增加，合金的固相颗粒尺寸逐渐减小，圆整度得到提高，而固相率得到显著降低。Mg-7Zn 基体合金中黑色的液相含量相对较少，白色初生颗粒尺寸较大并以不规则的块状存在，液相主要分布在初生固相颗粒之间以及部分固相颗粒中包裹有小液滴，初生颗粒尺寸和形状因子分别为 76.94 μm 和 2.35；当 Al 含量达到 4%时，液相含量急剧增加，初生颗粒向球状转变，并均匀分布在液相中，平均颗粒尺寸为 62.8 μm，而形状因子为 1.33；Al 含量进一步增加到 6%时，初生的球状颗粒进一步减少，固相率显著下降，仅为 25%左右，但是形状因子略微有所增加，这主要是由于在水淬时，液相凝固形成的细小等轴晶在初生 α-Mg 表面形核及长大，形成毛刺状的组织，影响了固相颗粒的形状因子。总之，添加 Al 元素后，合金的初生颗粒逐渐减小并且圆整度得到提高。随着 Al 含量的增加，合金的固相率得到降低，并且得到的半固态组织在颗粒尺寸、圆整度及分布上都比 Mg-7Zn 基体合金的要好，从半固态成形对组织的要求来讲，Al 含量达到 4%以后更加符合半固态成形。

通过图 3 中的固相率随 Al 元素的变化关系和图 1 通过公式计算的结果来看，二者之间的变化规律和趋势是相同的，但是具体的值存在一定的差异。主要是由于公式计算时假定各种元素只是与 Mg 形成二元合金，而且认为元素之间是没有交互作用的，元素之间

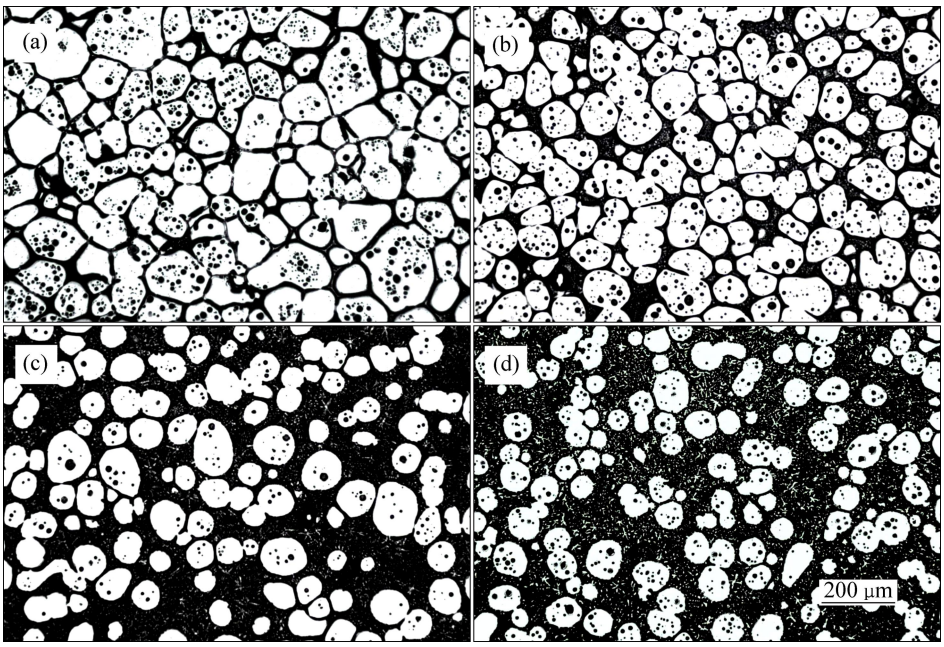

图 2　Mg-7Zn-*x*Al 合金在 580 ℃保温 30 min 的非枝晶组织

Fig. 2　Non-dendritic microstructures of Mg-7Zn-*x*Al alloys heated at 580 ℃ for 30 min: (a) Mg-7Zn alloy; (b) Mg-7Zn-2Al alloy; (c) Mg-7Zn-4Al alloy; (c) Mg-7Zn-6Al alloy

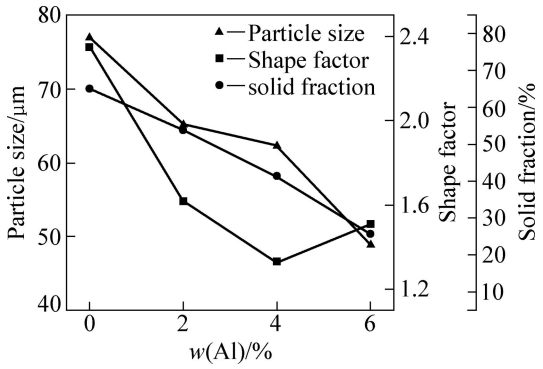

图 3 Mg-7Zn-*x*Al 合金在 580 ℃保温 30 min 的颗粒平均尺寸、形状因子和固相率

Fig. 3 Particle size, shape factor and solid fraction of Mg-7Zn-*x*Al alloy heated at 580 ℃ for 30 min

形成的相在凝固及重熔过程中的相互影响也是被忽略的；同时，在此等温处理条件下，系统中的固相与液相是否处于平衡状态，都没有考虑。所以，最终试验结果与计算结果只有 Mg-7Zn 二元合金是比较接近，而添加 Al 元素后，计算得到的固相率的数值要比实际通过等温处理得到的结果偏小。

2.3 重熔组织特征分析

2.3.1 SEM/EDS 分析

图 4 所示为 Mg-7Zn-*x*Al 合金在相同的等温处理工艺(580 ℃保温 30 min)下的液相通过水淬得到的二次凝固组织的 SEM 像。由图 4 可以看出，添加 Al 元素后，通过水淬得到的二次凝固 α_2-Mg 的尺寸显著减小，变为细小的等轴晶(见图 4(b)、(c)和(d))。同时，共晶组织的形态也发生了明显的变化，相对于 Mg-7Zn 合金(见图 4(a))，当 Al 含量为 2%时，粗大的共晶组织变为细小的断续状(见图 4(b))；当 Al 含量逐渐增加到 4%和 6%时，水淬二次凝固 α_2-Mg 的尺寸最小，但形成的共晶组织连在一起，较为致密，而共晶组织的尺寸有所增加(见图 4(c)和(d))。并对其初生固相颗粒 α_1-Mg、水淬二次凝固 α_2-Mg 和共晶组织进行 EDS 分析(见表 2)，对于不同成分的合金，水淬二次凝固形成的 α_2-Mg 中合金元素 Zn 和 Al 的含量要高于初生固相颗粒 α_1-Mg；并且 Mg-7Zn 合金中添加 Al 元素后，随着 Al 含量的增加，水淬二次凝固 α_2-Mg 中 Zn 和 Al 的含量逐渐增加，而共晶组织中的 Al 含量逐渐增加。由于重熔过程是处于动态平衡过程，熔化和凝固同时进行，部分 α_2-Mg 是在初生 α_1-Mg 表面形核和长大，从而可看到初生颗粒表面有“毛刺”状组织。

2.3.2 背散射分析

图 5 所示为 Mg-7Zn-*x*Al 合金在 580 ℃保温 30 min 后通过水淬获得非枝晶组织的背散射像。由图 5 可见，灰白色的为溶质原子含量较高的共晶组织，被共晶组织包围的黑色区域为水淬二次凝固形成的 α_2-Mg，而较大的黑色区域为初生 α_1-Mg，因此可以看成是初生

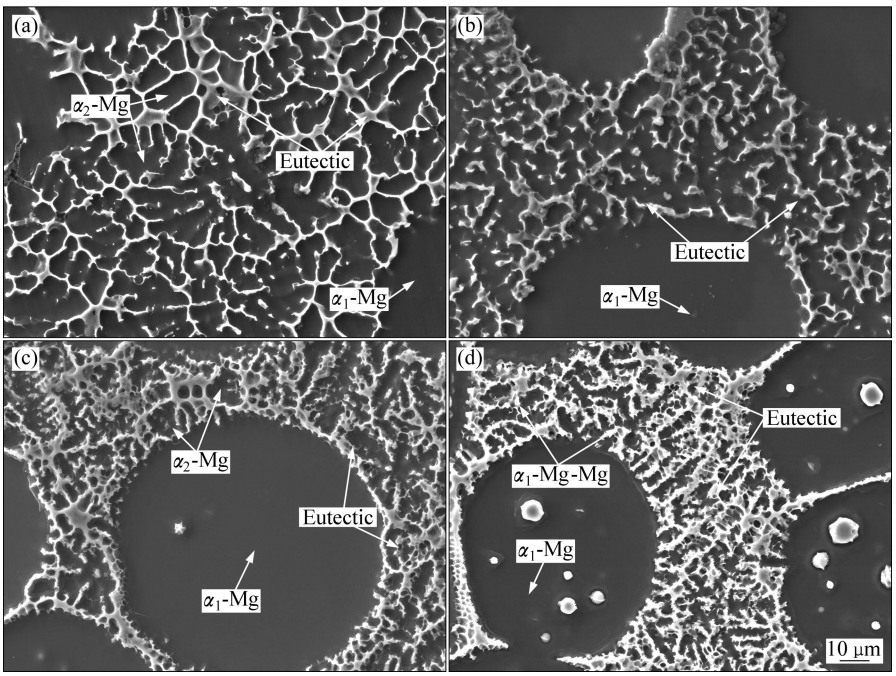

图 4 Mg-7Zn-*x*Al 合金在 580 ℃保温 30 min 的非枝晶 SEM 像

Fig. 4 Non-dendritic SEM images of Mg-7Zn-*x*Al alloys heated at 580 ℃ for 30 min: (a) Mg-7Zn alloy; (b) Mg-7Zn-2Al alloy; (c) Mg-7Zn-4Al alloy; (d) Mg-7Zn-6Al alloy

表 2　Mg-7Zn-*x*Al 合金中不同区域 EDS 分析结果

Table 2　EDS analysis results of Mg-7Zn-*x*Al alloys heated at 580 ℃ for 30 min

Alloy	$x(\alpha_1$-Mg)/%			$x(\alpha_2$-Mg)/%			x(Eutectic)/%		
	Mg	Zn	Al	Mg	Zn	Al	Mg	Zn	Al
Mg-7Zn	98.88	1.12	−	98.28	1.72	−	87.25	12.75	−
Mg-7Zn-2Al	98.36	1.09	0.55	97.66	1.47	0.87	72.24	19.13	8.63
Mg-7Zn-4Al	97.33	1.02	1.65	93.80	2.66	3.54	76.40	12.37	11.23
Mg-7Zn-6Al	95.92	1.22	2.86	92.08	3.39	4.53	68.02	10.55	21.43

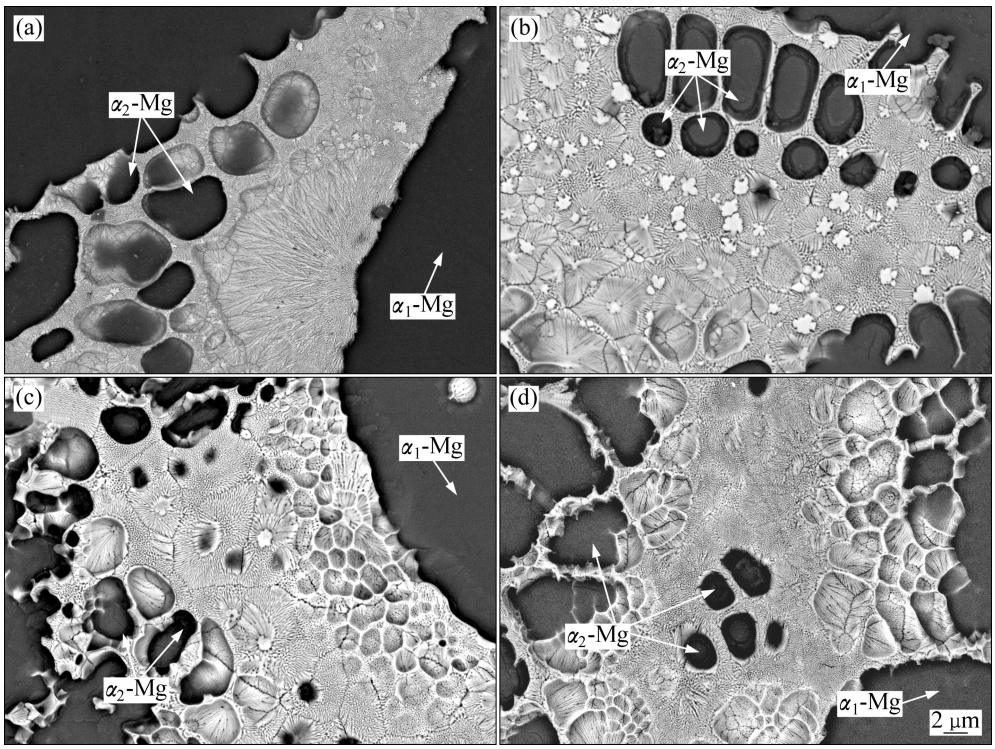

图 5　Mg-7Zn-*x*Al 合金在 580 ℃保温 30 min 的非枝晶组织背散射像

Fig. 5　Back scattered electron images of non-dendritic microstructures of Mg-7Zn-*x*Al alloys heated at 580 ℃ for 30 min: (a) Mg-7Zn alloy; (b) Mg-7Zn-2Al alloy; (c) Mg-7Zn-4Al alloy; (d) Mg-7Zn-6Al alloy

的球状 α_1-Mg 分布在水淬二次凝固的 α_2-Mg 和共晶组织组成的基体中。由于背散射照片的衬度与原子序数有关，照片中较亮的区域表明序数较大的原子。从图 5(a)可以看出，Mg-7Zn 合金经过重熔后的液相通过水淬凝固形成的共晶组织主要为富 Zn 的共晶组织，有少量的 Zn 偏聚，而且共晶组织呈纤维绒毛状沿着初生 α_1-Mg 界面处生长，同时灰白色的共晶组织包围着水淬形成的 α_2-Mg。随着 Al 含量增加到 2%，水淬组织中白色花瓣状的富 Zn 区域增多，这主要是由于保温温度在 580 ℃时，重熔温度较低，Mg-7Zn-2Al 合金得到的液相较少，并且水淬过程中冷却速度太快，共晶组织没有完全熔化并固溶到 α_1-Mg 和 α_2-Mg 中(见图 5(b))；另外，Zn 在 Mg 中的固溶度是有限的，为 6.2%，因此，Zn 原子不能完全固溶，呈现出花瓣状分布在水淬组织中，而且水淬共晶组织都是以富 Zn 的花瓣状为核心向外生长，呈现出不同尺寸的晶粒，而且每个小晶粒之间的晶体取向不同，晶粒边界的交界处没有完全连接在一起。当 Al 含量达到 4%后，水淬组织中白色花瓣状的富 Zn 区域逐渐减少，Mg-7Zn-6Al 合金中不存在富 Zn 区域，与 EDS 分析结果相同(见表 2)，共晶组织中 Zn 含量逐渐减少，这主要是由于 Al 元素的加入降低了合金的液相线，并且铸态组织中形成的低熔点的共晶相数量增加，在此重熔温度下，晶界处的共晶组织熔化的较为充分，并逐渐向 α_1-Mg 和 α_2-Mg 中固溶，使得共晶组织中的 Zn 均匀分布，从而在水淬组织中没有发现白色花瓣状的富 Zn 区域(见图 5(c))。Mg-7Zn 合金中添加 4%Al 元素经过重熔发现，水淬形成的共晶组织靠近 α_1-Mg 区域呈现细小的网格

状组织，而中间部分及远离 α_1-Mg 的组织呈现为粗大的层片状，并局部包裹着 α_2-Mg。

2.4 保温时间对非枝晶组织影响

图 6 所示为不同 Al 含量(2%、4%和 6%)的合金在 570 ℃分别保温 30、60 和 120 min 后的半固态组织像。通过图 6 中对比可见，添加 Al 元素后，固相颗粒尺寸逐渐减小，圆整度得到提高，有利于获得理想的半固态球状组织。从横向来看，随着保温时间的延长，未添加以及添加 Al 元素的合金其固相颗粒尺寸均呈逐渐增大的趋势，固相率有所下降，颗粒变得圆整；从纵向来看，在相同的保温时间下，随着 Al 含量的增加，固相颗粒尺寸逐渐减小，并且圆整度和液相体积分数都明显得到提高。这主要是由于 Al 元素加入后，合金中低熔点的共晶相数量增加，在较低温度下共晶相的固溶和熔化就可保证有足够的液相形成，有利于固相颗粒的进一步分离、球化，从而可得到理想的半固态组织。

2.4.1 颗粒尺寸

图 7 所示为颗粒尺寸与保温时间的变化关系。结合图 6 和 7 可知，平均颗粒尺寸随着保温时间的延长呈逐渐增加的趋势，在相同的保温时间下，Mg-7Zn 二元合金的平均颗粒尺寸明显要比其他添加 Al 元素的合金尺寸要大；当保温时间增加到 120 min 时，平

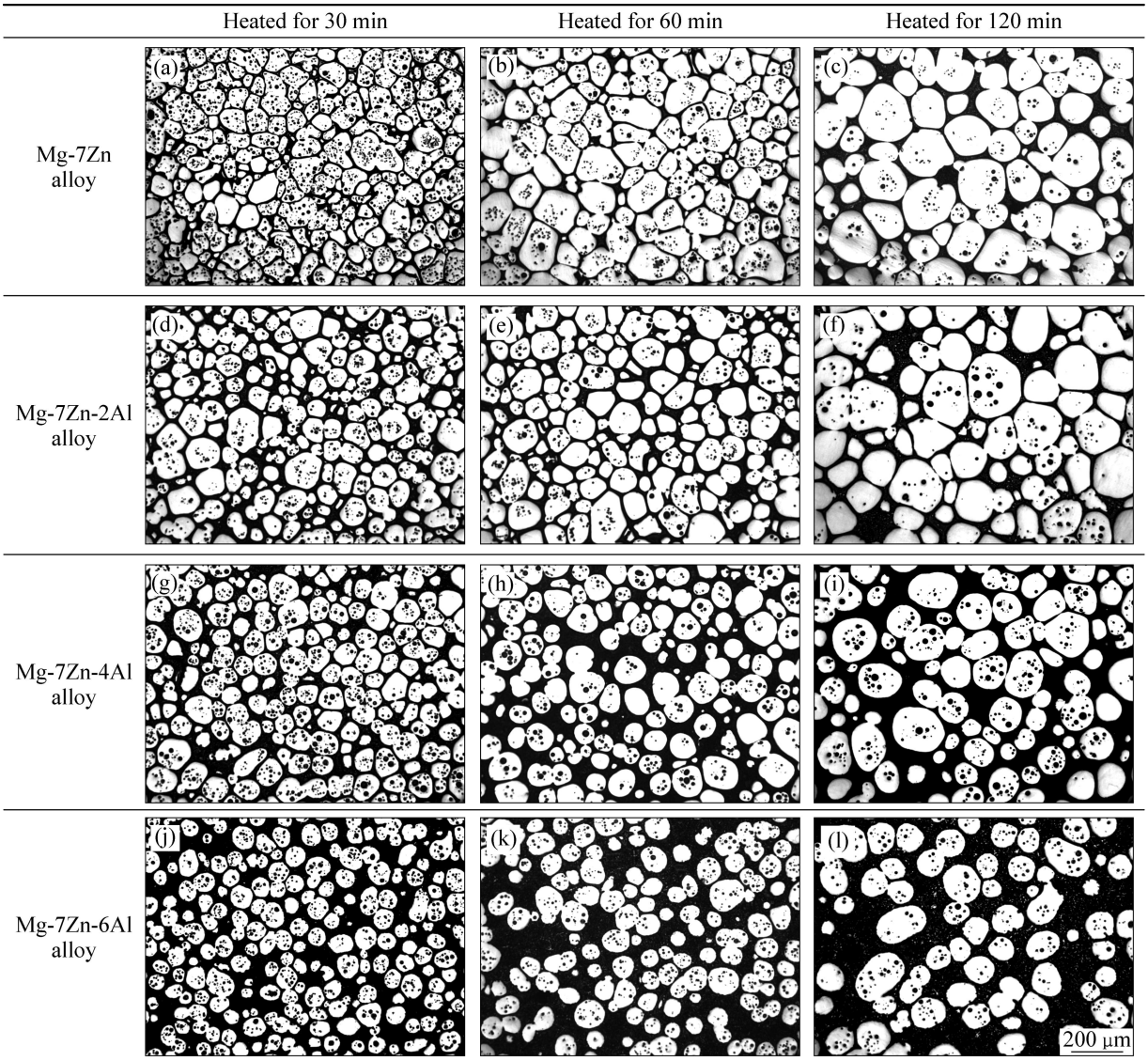

图 6 Mg-7Zn-*x*Al 合金在 570 ℃保温不同时间的非枝晶组织

Fig. 6 Non-dendritic microstructures of Mg-7Zn-*x*Al alloys heated at 570 ℃ for different times: (a), (b), (c) Mg-7Zn alloy heated for 30, 60 and 120 min; (d), (e), (f) Mg-7Zn-2Al alloy heated for 30, 60 and 120 min; (g), (h), (i) Mg-7Zn-4Al alloy heated for 30, 60 and 120 min; (j), (k), (l) Mg-7Zn-6Al alloy heated for 30, 60 and 120 min

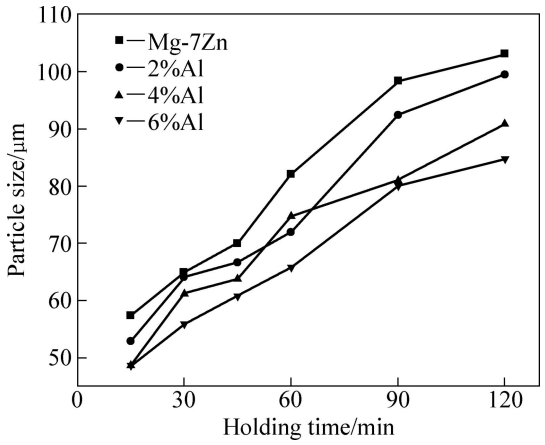

图 7　Mg-7Zn-*x*Al 合金的颗粒尺寸随保温时间的变化曲线

Fig. 7　Variation of particle size of Mg-7Zn-*x*Al alloys at 570 ℃ for different holding times

均颗粒尺寸为 103.05 μm。同时，在所研究的合金中，Mg-7Zn-6Al 的颗粒尺寸是最小的，在 570 ℃分别保温 30 min 得到的半固态固相颗粒尺寸较小、分布均匀、最为圆整，固相颗粒尺寸和圆整度分别为 55.93 μm 和 1.66，即使保温时间增加到 120 min，固相颗粒尺寸也只有 84.69 μm，较 Mg-7Zn 二元合金小的多。固相颗粒随着保温时间的延长逐渐增大，主要是由于当保温到了一定阶段，相邻的颗粒之间会发生合并，使得固相颗粒尺寸长大，同时，颗粒还会以 Ostwald 机制熟化。在固/液界面张力作用下，颗粒表面高曲率部位溶质含量高，会发生熔化，使得固相颗粒球化；同时，细小的颗粒具有较大的比表面积和较高的界面能，将不断变小甚至消失；而溶质原子通过扩散逐渐向大颗粒表面沉积，从而导致大颗粒逐渐长大、颗粒数量逐渐减少，如图 6 和 7 所示。

2.4.2　形状因子

图 8 所示为 Mg-7Zn-*x*Al 合金固相颗粒的形状因子随保温时间的变化曲线。相对于 Mg-7Zn 二元合金，添加 Al 元素后固相颗粒的形状因子有所降低，并且随着保温时间的延长，固相颗粒的圆整度都得到明显提高。颗粒形状因子随保温时间增加逐渐减小，主要是由于颗粒表面凹凸不平，不同部位的曲率不同。由凝固热力学可知，在固/液界面张力作用下，颗粒表面不同曲率部位具有不同的固相平衡熔点，曲率半径越小，熔点越低，在重熔过程中越容易熔化[17]。因此，固相颗粒表面凸出的地方先得到熔化，使颗粒趋于圆整。

2.4.3　固相率

图 9 所示为 Mg-7Zn-*x*Al 合金固相率在 570 ℃随保温时间的变化曲线。对于不同 Al 含量的合金的固相率随着保温时间的延长，基本没什么变化，这主要是由于重熔与凝固是相反的过程，凝固是液态金属随着温度降低逐渐形核和长大的过程，而等温处理是随着温度的升高，低熔点的共晶相熔化形成液相，获得半固态组织，使得成形坯料具有一定流动性的过程；同时初生固相颗粒分离、球化得到骨架结构，使得坯料具有一定的形状。根据 Scheil 方程公式(3)可知，在一定的温度下保温一定时间后，固相率主要与溶质的扩散系数有关，而时间对其影响较小，系统处于熔化和凝固的平衡状态，所以固相率随着保温时间的变化不明显。结合图 1 和 9 所示，随着 Al 含量的增加，合金的固相率是逐渐下降的，当 Al 含量增加到 6%时，得到半固态组织的固相率在 45%左右，与 Mg-7Zn 合金 70%以上的固相率相比下降很明显。因此，添加 Al 元素后便可在较低的温度下获得成形所需的固相率，减少了合金的氧化，降低了成本。

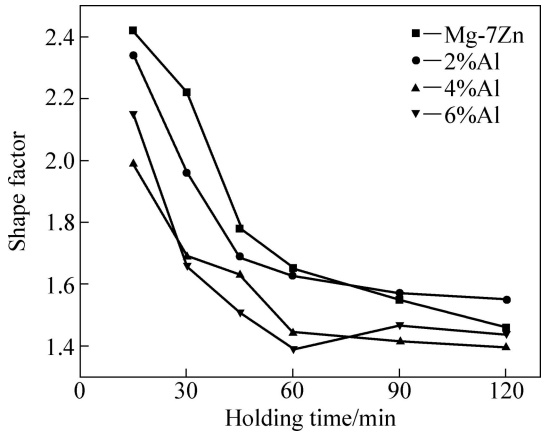

图 8　Mg-7Zn-*x*Al 合金的形状因子随保温时间的变化曲线

Fig. 8　Variation of shape factor of Mg-7Zn-*x*Al alloys at 570 ℃ for different holding times

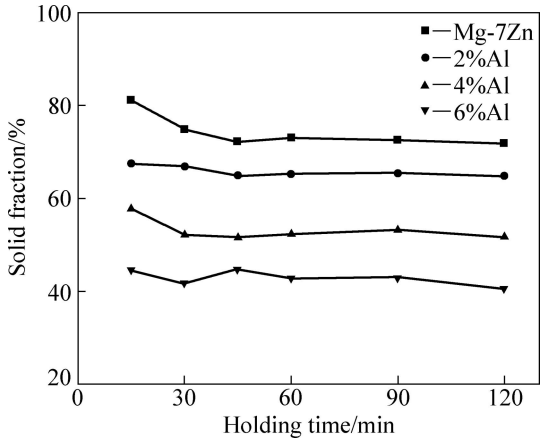

图 9　Mg-7Zn-*x*Al 合金的固相率随保温时间的变化曲线

Fig. 9 Variation of solid fraction of Mg-7Zn-*x*Al alloys at 570 ℃ for different holding times

对 Mg-7Zn-*x*Al 合金在 570 ℃保温不同时间得到的半固态非枝晶组织利用 Image-Pro Plus 软件分析固相率 f_s 随 Al 含量 x 的变化，并对其进行拟合，得到回归方程如下：

$$f_{s-15\,min}=80.82-6.17x+0.04x^2 \tag{5}$$

$$f_{s-30\,min}=75.41-4.79x-0.15x^2 \tag{6}$$

$$f_{s-45\,min}=73.88-4.91x-0.17x^2 \tag{7}$$

$$f_{s-60\,min}=73.42-4.45x-0.12x^2 \tag{8}$$

$$f_{s-90\,min}=72.84-3.86x-0.19x^2 \tag{9}$$

$$f_{s-120\,min}=72.22-3.79x-0.25x^2 \tag{10}$$

而利用 Scheil 方程公式(3)和(4)计算得出的 Mg-7Zn-xAl 合金在 570 ℃平衡凝固时的固相率，同样通过拟合得到方程如下式：

$$f_s=73.94-4.19x-0.27x^2 \tag{11}$$

通过实验得到的固相率与 Al 含量变化的回归方程式(5)~(10)可以看出，当保温时间达到 30 min 后，方程中的截距以及自变量(Al 含量)的系数趋于一致；而且通过理论计算，合金在 570 ℃达到平衡凝固得到的固相率随 Al 含量变化的式(11)，这与保温时间较长的拟合方程中的自变量系数较为接近，实验和理论计算得到的固相率比较吻合，进一步说明合金在保温到一定时间后，体系中固/液相是处于平衡的，系统处于熔化和凝固的平衡状态，而降温时间对其影响较小。并结合图 9 可知，合金在 570 ℃保温 30 min 后便处于固/液平衡阶段，固相率变化则不明显。

2.4.4 粗化机制

在半固态组织演变过程中，颗粒长大主要表现为合并长大和 Ostwald 熟化两种机制[14]，合并主要是一个大的颗粒由两个较小的颗粒合并在一起得到；而 Ostwald 熟化主要是固相颗粒界面处的溶质浓度差造成的界面曲率差[17−18]，使得不同曲率处的熔点不同，在界面能和表面张力的作用下，曲率半径越小，熔点越低，在重熔过程中越容易熔化，因此，固相颗粒表面凸出的地方先得到熔化，使颗粒趋于圆整。

当系统中液相和固相处于平衡时，延长保温时间，固相颗粒之间是通过合并长大来降低界面能。固相颗粒之间合并的程度与液相体积分数有关，液相较多时，固相颗粒接触的几率较小，所以在高固相分数的情况下晶粒间合并的较为明显。而液相较高时，在固液表面张力作用下，晶粒发生球化长大，晶粒长大机制主要为 Ostwald[19]熟化，图 10 所示为不同 Al 含量的合金在 570 ℃处理过程中固相颗粒的平均立方与保温时间的三次方关系，

$$D_t^3-D_0^3=Kt \tag{12}$$

式中：D_t 为在 t 时刻的平均颗粒尺寸；D_0 为颗粒的原始尺寸；K 为粗化常数。结果表明：随着 Al 含量的增加，固相颗粒的粗化率逐渐减小，当 Al 含量为 6%时，固相颗粒的粗化系数为 4 961 μm/min，数值近似为不加 Al 的 Mg-7Zn 二元合金的一半，因此，添加 Al 元素后，随保温时间的延长，合金的平均颗粒尺寸增加缓慢。这主要是由于 Al 元素的加入使得合金的液相线降低。在相同的处理温度下，添加 Al 的合金的液相率增加，使得晶粒间的距离增大，从而减慢了晶粒的粗化速率，增加了抵抗粗化的能力。

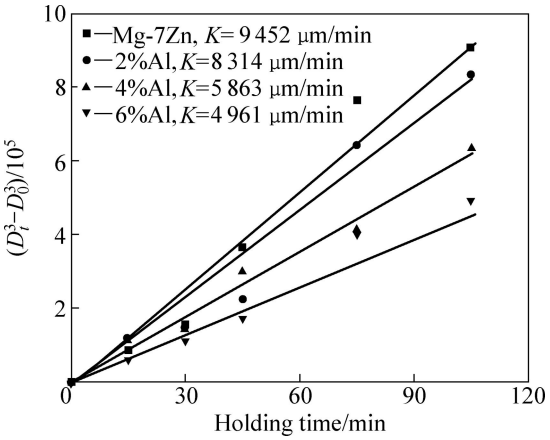

图 10 Mg-7Zn-*x*Al 合金的($D_t^3-D_0^3$)与保温时间的关系

Fig. 10 Relationship between ($D_t^3-D_0^3$) and holding time for Mg-7Zn-*x*Al alloys at 570 ℃

3 结论

1) 非枝晶组织主要包括球状及类球状的初生固相颗粒 α_1-Mg，水淬二次凝固形成细小的等轴晶 α_2-Mg，以及晶界处和包裹在初生颗粒间的共晶组织。

2) 在 580℃保温 30 min，Al 含量大于 4%后，合金固相颗粒尺寸和固相率急剧减小，而圆整度得到显著提高；当 Al 含量为 6%时，固相颗粒尺寸最小，为 48.85 μm。

3) Mg-7Zn-*x*Al 合金在 570 ℃随着保温时间的延长，固相颗粒尺寸逐渐增加，尤其在保温 45 min 后，增加较为明显；圆整度得到提高，固相率变化不明显；而 Al 元素的加入显著减小了固相颗粒的粗化速率。

REFERENCES

[1] FAN Z. Semisolid metal processing[J]. International Materials Reviews, 2002, 47(2): 49−85.

[2] FLEMINGS M C. Behavior of metal alloys in the semisolid state[J]. Metall Transactions B, 1991, 22: 957−981.

[3] NAFISI S, GHOMASHCHI R. The microstructural characterization of semi-solid slurries[J]. Journal of the Minerals, Metals and Materials Society, 2006, 58(6): 24−30.

[4] FAN Z, LIU G, WANG Y. Microstructure and mechanical properties of rheo-diecast AZ91D magnesium alloy[J]. Journal of Materials Science, 2006, 41(12): 3631−3644.

[5] KOREN Z, ROSENSON H, GUTMAN E M, UNIGOVSKI Y B, ELIEZER A. Development of semisolid casting for AZ91 and AM50 magnesium alloys[J]. Journal of Light Metals, 2002, 2(2): 81−87.

[6] 李元东, 文　靖, 陈体军, 杨　建, 马　颖, 姜向东. 添加SiC对不同尺寸AZ91D镁合金坯料半固态组织的影响[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(3): 407−414.
LI Yuan-dong, WEN Jing, CHEN Ti-jun, YANG Jian, MA Ying, JIANG Xiang-dong. Effects of SiC addition on microstructure of AZ91D alloy initial billet with various size during semisolid isothermal treatment[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(3): 407−414.

[7] CHEN Ti-jun, MA Ying, WANG Rui-quan, LI Yuan-dong, HAO Yuan. Microstructural evolution during partial remelting of AM60B magnesium alloy refined by $MgCO_3$[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2010, 20(9): 1615−1621.

[8] 王金国. 应变诱发法镁合金 AZ91D 半固态组织演变机制[D]. 吉林: 吉林大学, 2005: 30−32.
WANG Jin-guo. The mechanism for the semisolid microstructural evolution of the AZ91D magnesium alloy fabricated by strain induced melt activation (SIMA)[D]. Jilin: Jilin University, 2005: 30−32.

[9] YANG Ming-bo, PAN Fu-sheng, CHENG Ren-ju, SHEN Jia. Effects of holding temperature and time on semi-solid isothermal heat-treated microstructure of ZA84 magnesium alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2008, 18(3): 566−572.

[10] KAMADO S, IKEYA N, RUDI R S, ARAKI T, KOJIMA Y. Application of semi-solid forming to Mg-Zn-Al-Ca alloys[J]. Materials Science Forum, 2000, 350/351: 205−214

[11] LIU Y Q, QIAN M, FAN Z. Microstructure and mechanical properties of a rheo-diecast Mg-10Zn-4.5Al alloy[J]. Materials Transactions, 2005, 46(10): 2221−2228.

[12] KLIAUGA A M, FERRANTE M. The effect of Sn additions on the semi-solid microstructure of an Al-7Si-0.3Mg alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2002, 337(1): 67−72.

[13] CHEN T J, HAO Y, SUN J, LI Y D. Effects of Mg and RE additions on the semi-solid microstructure of a zinc alloy ZA27[J]. Science and Technology of Advanced Materials, 2003, 4(6): 495−502.

[14] NAMI B, SHABESTARI S G, RAZAVI H, MIRDAMADI S, MIRESMAEILI S M. Effect of Ca, RE elements and semi-solid processing on the microstructure and creep properties of AZ91 alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2011, 528(3): 1261−1267.

[15] NAMI B, SHABESTRI S G, MIRESMAEILI S M, RAZAVI H, MIRDAMADI S. The effect of rare earth elements on the kinetics of the isothermal coarsening of the globular solid phase in semisolid AZ91 alloy produced via SIMA process[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 489(2): 570−575.

[16] YANG Ming-bo, SHEN Jia, PAN Fu-sheng. Effects of Sb on microstructure of semi-solid isothermal heat-treated AZ61-0.7Si magnesium alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2009, 19(1): 32−39.

[17] 李元东, 郝　远, 陈体军, 马　颖. 原始组织对半固态AZ91D镁合金重熔行为的影响[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(3): 366−371.
LI Yuan-dong, HAO Yuan, CHEN Ti-jun, MA Ying. Effects of different primary microstructure on semi-solid melting behavior of AZ91D magnesium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(3): 366−371.

[18] CHEN T J, JIANG X D, MA Y, LI Y D, HAO Y. Microstructural evolution and phase transformations during partial remelting of AZ91D magnesium alloy refined by SiC[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 497(2): 147−154.

[19] ATKINSON H V, LIU D. Microstructural coarsening of semi-solid aluminium alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 496(1/2): 439−446.

(编辑　何学锋)