

[文章编号] 1004- 0609(2001)04- 0571- 05

# AZ91D 镁合金在半固态等温热处理中的组织演变<sup>①</sup>

李元东, 郝远, 闫峰云, 方铭  
(甘肃工业大学 材料科学与工程学院, 兰州 730050)

**[摘要]** 研究了未变质处理和变质处理的 AZ91D 镁合金在半固态等温热处理过程中的组织演变, 并对其组织演变机理进行了探讨。结果表明: AZ91D 镁合金在液-固相区 570 °C 等温处理时, 未变质处理的  $\delta$  相由粗大的树枝晶演变为大块状, 随后  $\delta$  相发生熔化分离, 并在半固态等温过程中演变为球状, 初生相最小尺寸可达 50~ 80  $\mu\text{m}$ ; 变质处理的初生  $\delta$  相由等轴晶演变为小块状, 随后进一步熔化分离为更细小的块状, 接着逐渐演变为球状组织, 初生相最小尺寸可达 20~ 60  $\mu\text{m}$ 。等温处理时间过长时, 两种组织都会发生合并长大。

**[关键词]** 镁合金; 半固态成形; 半固态等温热处理; 球状组织

**[中图分类号]** TG 146. 22; TG 292

**[文献标识码]** A

随着各行业对产品零部件高强度、轻量化要求的提高, 镁合金作为最轻的金属结构材料可以满足这一要求<sup>[1]</sup>, 镁合金传统的成形方法是压铸<sup>[2]</sup>, 因此对镁合金成形的研究也就显得尤为突出。自从 20 世纪 70 年代初 Flemings 等人<sup>[3]</sup>发现金属的非枝晶组织具有特殊性能以来, 半固态成形技术得到了迅速发展, 被誉为 21 世纪新一代金属成形技术<sup>[4]</sup>。但是, 目前镁合金的半固态成形用于工业生产的只有注射成形 (Injection Molding)<sup>[5]</sup>, 其它半固态成形方法还未见到有用于工业实际生产的。因此, 对于镁合金而言, 根据各种工艺的优缺点<sup>[6]</sup>, 寻找一种适合的工艺是必要的。

半固态等温热处理 (Semi-Solid Isothermal Heat-Treatment 简称 SSIT) 是 20 世纪 90 年代中期新近发展的一种方法<sup>[11, 12]</sup>, 它省略了半固态非枝晶坯料制备的步骤, 而是在半固态成形前的二次加热过程中实现半固态非枝晶化, 其工艺过程简单、成本低廉。因此, 作者采用半固态等温热处理法对铸造镁合金中应用最广泛的 AZ91D 进行了处理, 探讨未变质处理和变质处理后半固态等温热处理中组织演变的过程和机理; 为后续镁合金半固态成形提供理想的非枝晶组织, 探讨镁合金的半固态成形技术。

## 1 实验

### 1.1 实验材料

实验用合金为商用 AZ91D 镁合金, 成分为: Al 8.3%~ 9.7%, Zn 0.35%~ 1.0%, Mn 0.15%~

0.5%, Si 0.1%, Cu 0.03%, Ni 0.002%, Fe 0.005%, 其它杂质 0.02%, 余量为 Mg。原始组织见图 1, 其组织为以  $\delta$  (Mg) 固溶体为基体, 沿  $\delta$  相晶界分布的不连续网状  $\gamma$  ( $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ ) 相, 以及散布在  $\delta$  相中的细小的 Mn-Al 化合物质点。其液相线为 596 °C, 固相线为 468 °C, 开始熔化温度为 421 °C, 570 °C 时, 固相率为 50%<sup>[9, 10]</sup>。

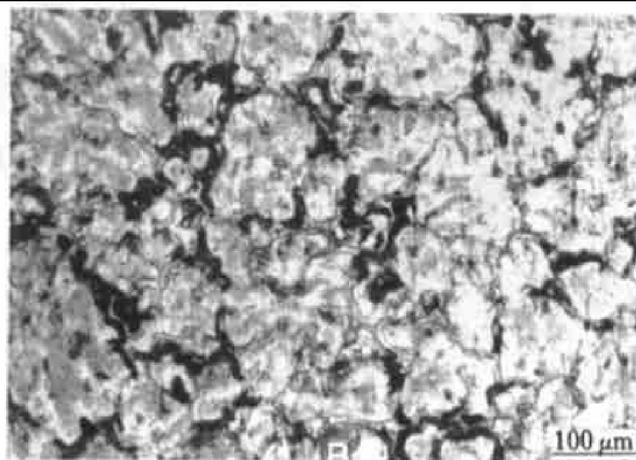


图 1 AZ91D 镁合金重熔前的原始组织

Fig. 1 Original microstructure of AZ91D alloy before remelting

### 1.2 实验过程

实验方案分为两组: 一组为未变质处理进行半固态等温热处理; 另一组为变质处理后进行半固态等温热处理。为了使两组实验用原材料的凝固条件相同, 对第一组也进行重熔。实验的工艺流程如图 2 所示。

合金熔化在 4.5 kW 井式电阻炉中进行, 金属

① [收稿日期] 2000- 09- 25; [修订日期] 2001- 01- 16

[作者简介] 李元东(1971- ), 男, 博士研究生。

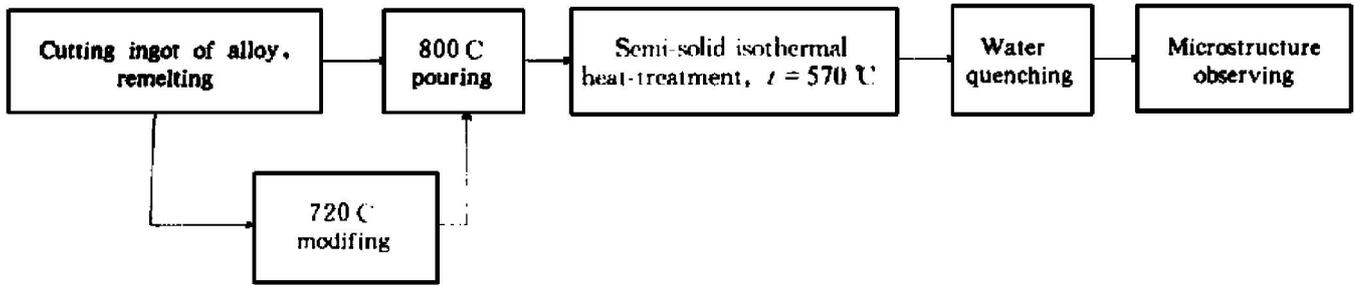


图2 半固态等温热处理工艺流程图

Fig. 2 Flow chart of semi-solid isothermal heat-treatment

液在过热到 720 °C 时加入变质剂。升温至 800 °C 时，浇入已预热(150~ 200 °C)的金属型中，型腔尺寸为  $d 12 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ 。然后取样热处理，热处理温度为 570 °C，等温时间取 0, 5, 10, 30, 60, 90 min。分次放入已升温至设定温度的管式炉中，测温热电偶与试样表面相接触，以减小测温误差，温差为  $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ，当试样温度从室温升至设定温度时开始计时，到达时间后立即取出试样水淬。制成金相试样，用 4% 的  $\text{HNO}_3$  水溶液腐蚀，在 MEF-3 金相显微镜上观察组织变化。

## 2 实验结果与讨论

图 3 所示为未变质处理和变质处理后的铸态组织，由图可见，未变质处理的组织初生相  $\delta$  (白亮色) 以树枝晶形态存在，晶间组织为  $\delta + \gamma$  的共晶体，变质处理后组织初生相变为近似等轴晶，且较细小。

### 2.1 半固态等温热处理过程中的组织演变

图 4 所示为未变质处理的 AZ91D 镁合金在 570 °C 半固态等温热处理过程中的组织演变情况。当试样由室温升至 570 °C 时(0 min)，初生的  $\delta$  相由树枝晶演变为不规则的大块状，大小不一，并且晶界和晶内都包含有少量液相。有的还可见到未转变完全的树枝晶的树干(图 4(a))，随着等温时间的延长，大块状晶粒开始分离，由于晶界和晶内液相与固相之间的界面曲率的作用，使晶界和晶内液相相互连通，合金组织随之分离为细小的块状或粒状(图 4(b))，大小及形状趋于均匀化。之后组织逐渐变得圆整，到 60 min 时转变为更加圆整的球状组织，粒径约为 50~ 80  $\mu\text{m}$ (图 4(c))。当等温时间达到 90 min 时，晶粒发生合并长大，尺寸也不均匀(图 4(d))。 $\delta$  相尺寸和形态的这一变化特点与其在半固态下保温有关<sup>[11]</sup>。由于有部分液相存在，在界面曲率和界面能的作用下，小的  $\delta$  相晶粒会逐渐

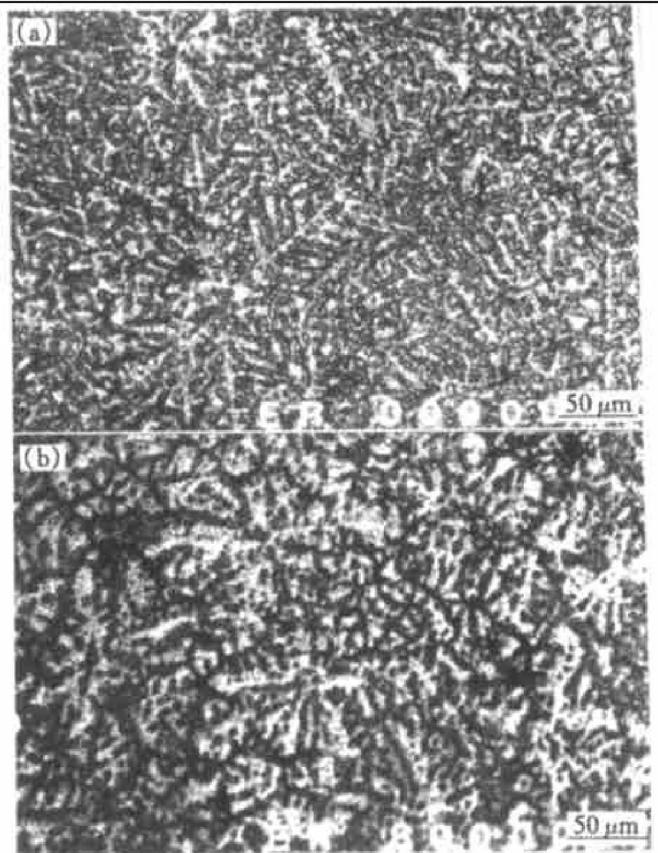


图3 AZ91D 镁合金的铸态组织

Fig. 3 As-cast microstructure of AZ91D alloy

- (a) —Microstructure nonr modified;
- (b) —Microstructure modified

熔化，大的  $\delta$  相晶粒则不断长大球化，结果使整个系统的固液界面积缩小，系统能量降低。但是此过程是以原子的扩散为条件和无对流情况下进行的，所以，过程进行得较缓慢，这可由 Ostwald 熟化理论予以解释<sup>[12]</sup>。在整个半固态等温热处理过程中，由于局部的能量起伏，晶粒的分离与合并都始终存在，只是处于动态的分离与合并中。在 30 min 以前，分离占主导，30~ 60 min 之间基本保持平衡，60 min 以后，合并占主导地位。

图 5 所示为经变质处理的 AZ91D 镁合金在 570 °C 半固态等温热处理过程中的组织演变情况。从图中可知，变质处理后的组织在升温至 570 °C 时

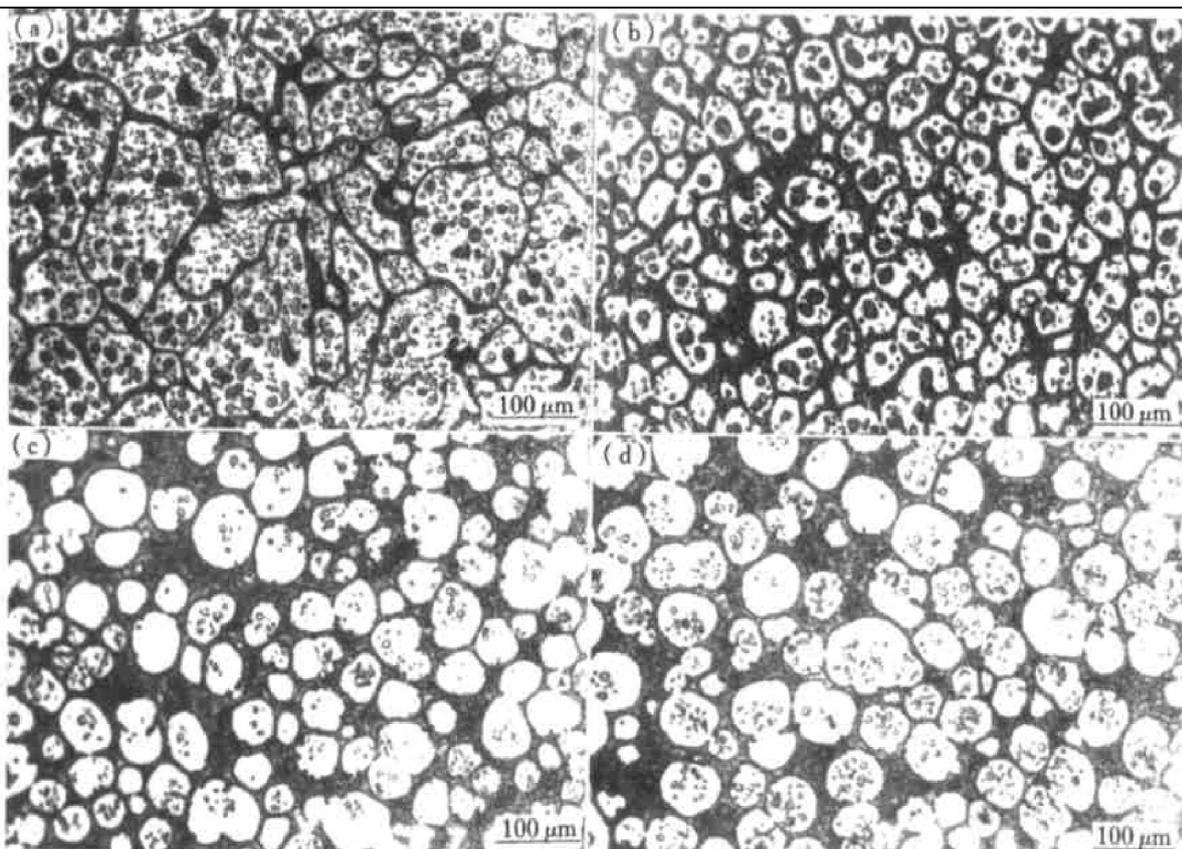


图 4 未变质处理的 AZ91D 镁合金在 570 °C 半固态等温热处理过程中的组织演化

Fig. 4 Structure evolution of AZ91D alloy after isothermal heat treatment at 570 °C

(a) —0 min; (b) —10 min; (c) —60 min; (d) —90 min

(0 min), 组织中看不到不规则的大块状, 而是细小的不规则粒状。随着保温时间的延长, 其转变过程与未变质处理的试样基本一致, 同样由细小的粒状转变为细小的球状, 然后再粗化。但在升温过程中, 未发现等轴晶完全合并成为大块状的现象。值得注意的是, 变质处理后的试样在半固态等温热处理过程中, 其组织演化的进度明显加快, 保温 5 min 时的晶粒形状即与未变质处理时 10 min 相近, 但细小得多。30 min 时, 已全部为均匀分布的细小的球状组织, 粒径只有 20~60 μm。60 min 时已表现出长大的趋势, 90 min 时已明显长大, 粒径约为 50~100 μm。因此, 添加适量的变质剂, 一是可以对铸态组织起细化作用, 并使粗大的树枝晶变为等轴晶组织。二是可以促进粒状晶的转变, 并且转变过程中无等轴晶组织向大块状转变的过程。

## 2.2 半固态等温热处理过程中组织演变的机理

对比图 4 和图 5 可以发现, 未变质处理和变质处理的试样在半固态等温热处理过程中, 其组织的演化是有区别的, 分析其机理, 可以认为: 未变质处理的组织首先由大部分的粗大的树枝晶二次枝晶臂合并成为大块状, 而后由于大块状晶内部和晶界

处液相及固液界面曲率的作用下熔化分离为小块状, 继续保温则圆整化, 保温时间过长时, 发生小晶粒熔化, 大晶粒长大<sup>[13]</sup>。

变质剂变质处理的组织先是等轴晶在某一取向的枝晶发生合并, 成为该取向枝晶大小的块状晶, 然后在升温过程中, 进行分离细化, 与未变质处理的组织演变相同, 半固态等温热处理中组织演变过程如图 6 所示。

## 3 结论

1) 半固态等温热处理可使未变质处理和变质处理的 AZ91D 镁合金都能由枝晶转变为球状晶组织。

2) 随着等温时间的延长, 组织将发生如下转变: 未变质处理的树枝晶组织 → 大块状 → 碎块颗粒 → 球化 → 长大; 经变质处理的等轴晶组织 → 块状 → 碎块颗粒 → 球化 → 长大。

3) 变质处理可促进初生相在半固态等温热处理过程中由枝晶向粒状晶的转变, 获得更加细小并且均匀的球状组织。

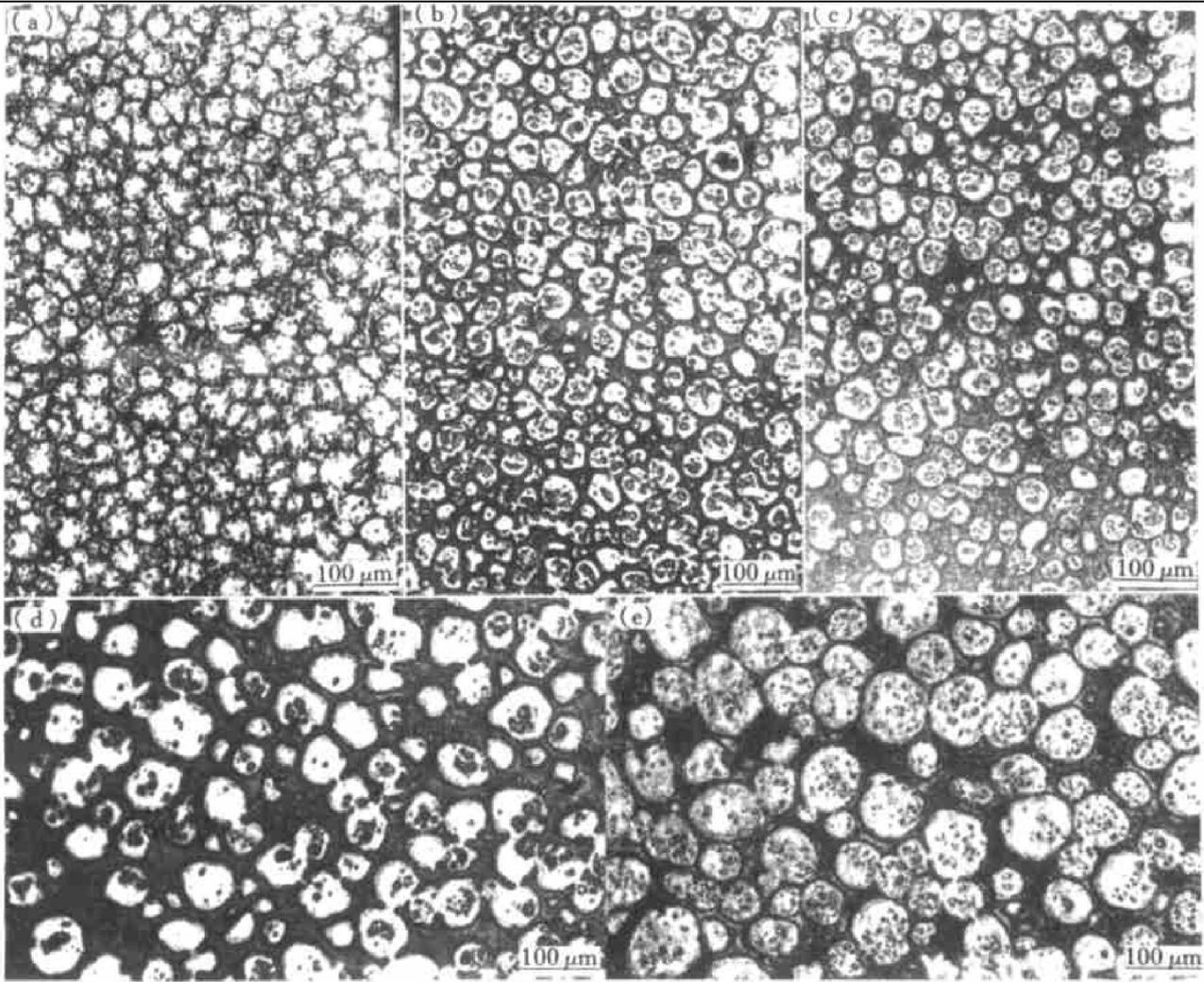


图5 变质处理的AZ91D镁合金在570 °C半固态等温热处理过程中的组织演化

Fig. 5 Structure evolution of AZ91D alloy modified after isothermal heat treatment at 570 °C

(a) -0 min; (b) -5 min; (c) -30 min; (d) -60 min; (e) -90 min

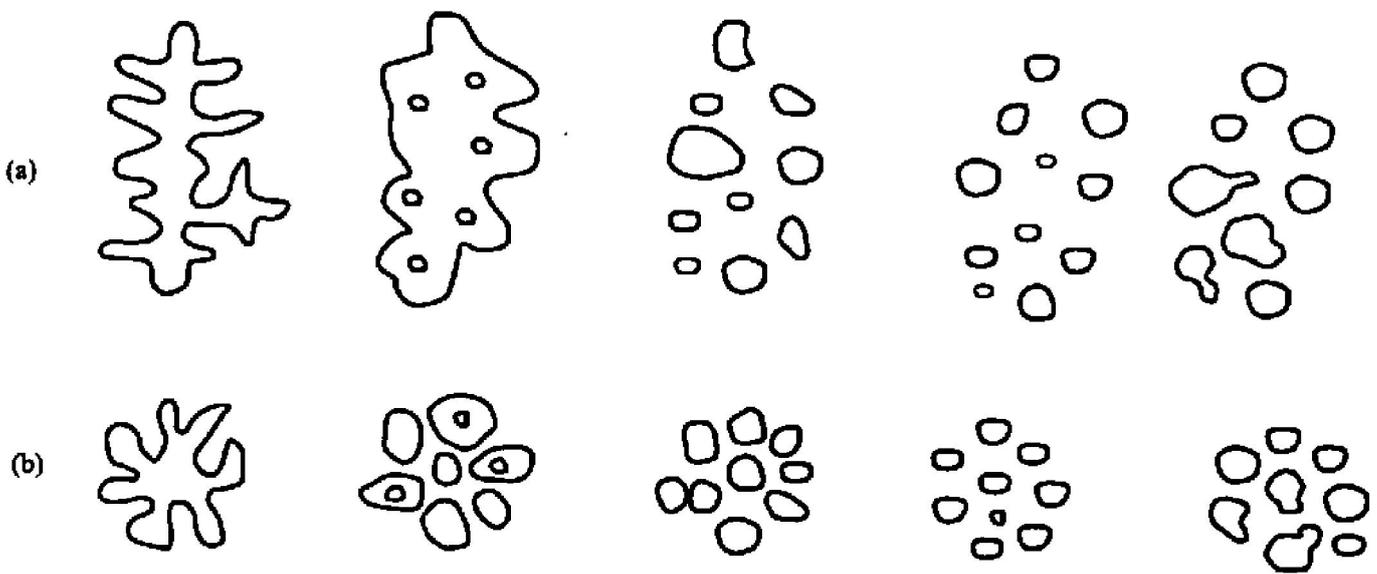


图6 半固态等温热处理中组织演变过程的示意图

Fig. 6 Schematic illustration of structure evolution during semi-solid isothermal heat treatment

(a) -Microstructure non modified; (b) -Microstructure modified

4) 经变质处理的AZ91D组织, 在半固态等温热处理时, 初生相平均尺寸最小可达 20~ 60 μm, 比

未经变质处理的组织(50~ 80  $\mu\text{m}$ )要小得多,可以满足后续的半固态触变成形的基本要求,但存在一个最佳等温热处理时间。

### [ REFERENCES ]

- [ 1 ] Polmear I J. Magnesium alloys and applications [ J ]. *Materials Science and Technology*, 1994, 10(1): 1- 16.
- [ 2 ] Brown R E. 53rd annual world magnesium conference [ J ]. *Light Metal Age*, 1996(8): 50- 58.
- [ 3 ] Flemings M C. Behavior of metal alloys in the semisolid state [ J ]. *Met Trans A*, 1991, 22A(5): 957- 981.
- [ 4 ] Nussbaum A I. Semi-solid forming of aluminum and magnesium [ J ]. *Light Metal Age*, 1996, 10(6): 6- 22.
- [ 5 ] Frederick P S, Bradley N L, Erickson S C. Injection molding magnesium alloys [ J ]. *Advanced Materials & Process*, 1988(10): 53- 56.
- [ 6 ] XIE Shu-sheng(谢水生), HUANG Sheng-hong(黄声宏). *Technology and Application of Semi-Solid Forming (半固态金属加工技术及其应用)* [ M ]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1999. 1- 12.
- [ 7 ] XU Guang-ji(许广济), LU Song(陆松), CHEN Ti-Jun(陈体军), et al. 硼、钛对半固态 ZA27 组织演变的影响 [ J ]. *Journal of Gansu University of Technology*(甘肃工业大学学报), 2000, 26(1): 19- 22.
- [ 8 ] ZHU Ming-fang(朱鸣芳), SU Hua-qin(苏华钦). 半固态等温热处理制备粒状组织 ZA12 合金的研究 [ J ]. *Foundry (铸造)*, 1996(4): 1- 5.
- [ 9 ] Yuase A, Matsui S, Kamado S, et al. Structure, fluidity and mechanical property of semi-solid AZ91D magnesium alloy fabricated by pressure casting [ J ]. *Journal of Japan Institute of Light Metals*, (in Japanese), 1994, 44(1): 9- 15.
- [ 10 ] LUI Zheng(刘正), WANG Zhong-guang(王中光), WANG Yue(王越), et al. 压铸镁合金在汽车工业中的应用和发展趋势 [ J ]. *Special Casting and Nonferrous Alloy(特种铸造及有色合金)*, 1999(5): 55- 58.
- [ 11 ] MAO Wei-min(毛卫民), ZHONG Xue-You(钟雪友), LI Li-qiang(李立强). AlSi7Mg 非枝晶合金半固态重熔加热时的组织演变 [ J ]. *Foundry (铸造)*, 1998, (8): 10- 12.
- [ 12 ] Hardy S C, Voorhees P W. Ostwald ripening in a system with high volume fraction of coarsening phase [ J ]. *Met Trans A*, 1988, 19A(11): 2713- 2721.
- [ 13 ] ZHANG Kui(张奎), ZHANG Yong-zhong(张永忠), LIU Guo-jun(刘国均), et al. Structural evolution of non-dendritic AlSi7Mg alloy during reheating [ J ]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 1999, 9(3): 553- 556.

## Structural evolution of AZ91D magnesium alloy during semi-solid isothermal heat treatment

LI Yuan-dong, HAO Yuan, YAN Feng-yun, FANG Ming  
(College of Materials Science and Engineering, Gansu University of Technology,  
Lanzhou 730050, P. R. China)

**[ Abstract ]** The structure evolution of AZ91D magnesium alloy and the modified AZ91D magnesium alloy during semi-solid isothermal heat treatment was studied, and its transformation mechanism was also discussed. It was found that, when AZ91D magnesium alloy is treated at semi-solid temperature 570  $^{\circ}\text{C}$ , the primary  $\delta$  phase changes from the large dendritic structure to the large nubby, and then to be melt and separated into the small nubby. With isothermal times increasing, the small nubby changes to spheroidal grains and the primary  $\delta$  phase is formed about 50~ 80  $\mu\text{m}$ . Therefore, the primary  $\delta$  phase which is modified changes from equiaxed grains to small nubby, then it is separated into smaller nubby. With increasing isothermal times, it changes to the smaller spheroidal grains than its non-modification does and is formed about 20~ 60  $\mu\text{m}$ .

**[ Key words ]** magnesium alloy; semi-solid forming; semi-solid isothermal heat-treatment; spheroidal structure

(编辑 黄劲松)