

文章编号: 1004-0609(2003)05-1156-05

应变诱发 AZ91D 镁合金半固态组织形态及形成机理^①

吉泽升^{1, 2}, 李庆芬¹, 刘兆晶², 郑小平², 路 维²

(1. 哈尔滨工程大学 机电工程学院, 哈尔滨 150001; 2. 哈尔滨理工大学 材料科学与工程学院, 哈尔滨 150080)

摘 要: 采用应变诱发方法制备了 AZ91D 镁合金半固态材料。考察了变形率、温度、保温时间对固相体积分数、组织形态以及晶粒尺寸的影响。结果表明: 在冷变形条件下, 于 570 ℃保温一定时间后, 可制备出固相体积分数最小达 55% 的镁合金半固态材料。分析讨论了 AZ91D 镁合金半固态组织的形成机理。在热处理过程中, 组织发生再结晶, 而冷变形程度对再结晶的组织有显著影响。

关键词: AZ91D; 冷变形; 应变诱发; 半固态; 微观组织

中图分类号: TG 146.2⁺ 2

文献标识码: A

由于熔体镁与氧有强烈的亲和力, 且镁有高的蒸汽压, 使其易燃、易爆, 这成为镁合金铸造生产中如何实现安全生产的难题。而镁合金半固态成形工艺可以避开上述缺点^[1-5], 并且铸件气孔、夹渣少, 性能得到提高。目前采用机械或电磁搅拌法、应变诱发熔化激活法、等温热处理法等制备非枝晶的、球化组织的镁合金半固态原材料已成功应用于汽车、航空航天、IT 产业等领域^[6-9]。我国镁合金半固态成型除香港和台湾外, 其他地区尚未见应用报道, 而镁合金半固态材料制备领域, 应变诱发熔化激活法 (Strain-induced melt activation, 简称 SIMA) 尚未见报道。本文作者采用应变诱发熔化激活法, 制备了 AZ91D 镁合金半固态材料, 对镁合金半固态的固相体积分数、组织形态以及晶粒尺寸受变形率、温度、保温时间的影响及半固态形成机理进行了研究。

1 实验

1.1 原材料

选择 AZ91D 镁合金作为原材料。它是目前较多使用的铸造镁合金, 其抗腐蚀能力相对较强; 它的液相线温度为 595 ℃, 固相线温度约为 470 ℃^[10], 这个固液相温度区间适合于进行半固态加工。AZ91D 的合金成分如表 1 所示。

1.2 制备工艺

AZ91D 半固态材料的制备流程为: 浇铸 → 机械加工 → 冷变形(压缩) → 热处理。

表 1 AZ91D 镁合金的化学成分

Table 1 Composition of AZ91D magnesium alloy (mass fraction, %)

Al	Zn	Mn	Be	Si
9.030 0	0.640 0	0.330 0	0.001 4	0.031 0
Cu	Fe	Ni	Mg	
0.004 9	0.001 1	0.000 3	Bal.	

将镁合金 AZ91D 放入电阻坩埚炉中, 撒上覆盖剂, 熔化并升温至 600~650 ℃后, 浇铸成尺寸为 d 21 mm × 250 mm 的棒; 再将其加工成 d 18.1 mm × 18.1 mm 的小试件, 在 WE-60 液压万能试验机上进行压缩冷变形, 冷变形最大不超过出现滑移时的变形量。KJM-28-10A 电阻炉升温至 500 ℃时, 放入冷变形后的试件并通入保护气氛, 炉温升至 550~580 ℃, 保温一段时间后水淬试件。

1.3 组织结构分析

对热处理后的试件用 5% 硝酸酒精腐蚀后, 在 XJG-04 大型金相显微镜进行组织形态观察; 并用“MAGISCANZA”图像分析仪进行孔隙率及固相体积分数量分析。

2 结果与讨论

2.1 浇铸组织与冷变形后组织

根据 Mg-Al 合金相图可知, AZ91D 镁合金在

① 收稿日期: 2002-10-30; 修订日期: 2003-03-06 作者简介: 吉泽升(1962-), 男, 教授, 博士。
通讯联系人: 吉泽升, 哈尔滨市学府路 52 号 099 信箱; 电话: 0451-86674840, E-mail: jizes@sohu.com

常规凝固条件下, 凝固组织由初生 αMg 相和处于晶界的共晶 β 相 ($\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$) 组成, 其中共晶相是由非平衡凝固产生的。图 1(a) 所示为浇铸后的组织。其中既有树枝晶又有等轴晶, 白色的是 αMg 基体相, 黑色的为 $\beta\text{-Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 强化相, 它是由 αMg 相中直接沉淀析出的。图 1(b) 所示为冷压缩 5.7% 变形量的组织, 这时的树枝晶由于弯曲变形、折断脱落而变小, 为“变形织构”, 具有各向异性的特点。显然, 在冷变形过程中未发生再结晶。

2.2 温度对组织的影响

半固态组织要求固相晶粒细小圆整。半固态温度的选择应适中, 若温度偏低, 不利于晶粒的均匀圆整; 温度偏高, 再结晶速度快, 晶粒粗大, 簇聚。加热温度对镁合金半固态组织的影响如图 2 所示。在相同的变形量 6.5%, 保温时间 30 min 条件下, 加热温度为 550 °C 时, 热激活程度不够, 导致再结晶过程不彻底, 晶粒尺寸粗大, 不圆整; 而 570 °C 时, 晶粒细小, 球化率高, 比较均匀。

2.3 变形率对组织形态的影响

由冷变形金属或合金的再结晶过程^[11, 12]可知: 当冷变形量较小时, 由于变形不均匀, 储存能少, 驱动力小, 形变率低, 再结晶后长大的晶粒个数少, 导致某些晶粒特别粗大, 晶粒尺寸不均匀、不圆整; 当冷变形量大时, 由于储存能增加, 导致形核率与长大率同时增加, 但由于形核率的增加大于长大率的增加, 故再结晶后的晶粒得到细化。当变形量为 4.6% 时, 黑色的液相区域由于变形不够, 加热过程中晶粒未长大, 在随后的保温时发生熔化, 晶粒细小, 而一些长大了的晶粒却十分的粗大 (图 3(a)); 变形量为 7.2% 时 (图 3(b)), 上述现象明显减少, 除了个别晶粒外, 大部分晶粒都比较均匀; 变形量为 9.0% 的合金, 整个组织的球化率都很高, 晶粒尺寸比较接近。同时从图 3 可看出: 同一温度同一保温时间, 随变形量的升高, 固相体积分数呈下降趋势。

2.4 保温时间对组织形态的影响

在 570 °C 保温 20 min, 变形量分别为 6.5% 和 7.2% 时, 晶粒尺寸虽然比较均匀圆整, 但固相体积分数很高 (见图 4)。此时, 再结晶过程刚完成不

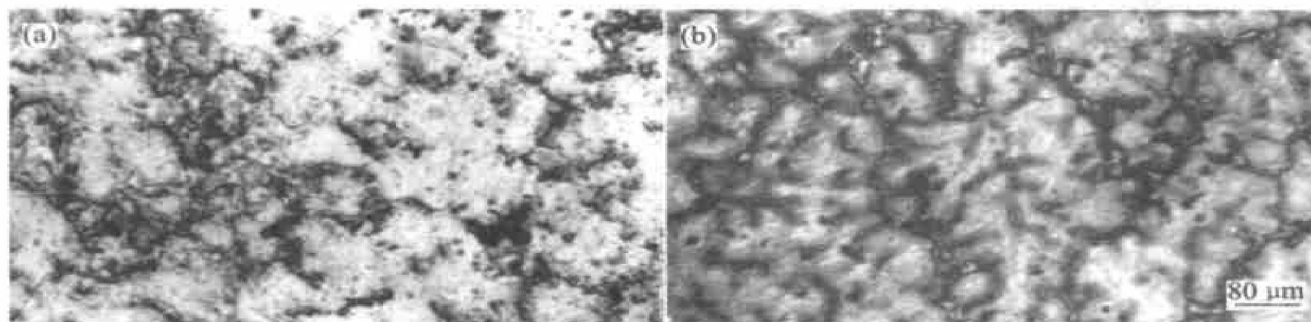


图 1 冷变形前后 AZ91D 合金的显微组织

Fig. 1 Microstructures of AZ91D alloy before and after cold working

(a) —As cast; (b) —Cold working (deformation 5.7%)

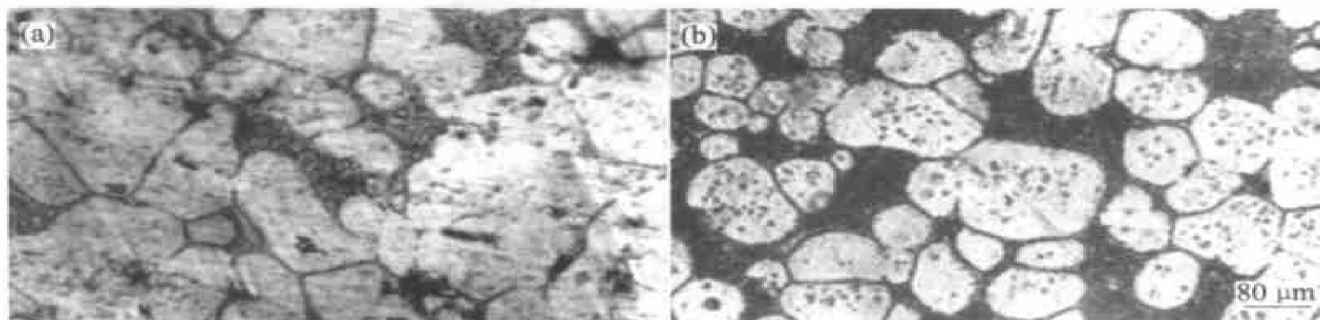


图 2 不同温度下 AZ91D 合金的显微组织

Fig. 2 Microstructures of AZ91D alloy at different temperatures

(Deformation 6.5%, holding time 30 min)

(a) —550 °C; (b) —570 °C

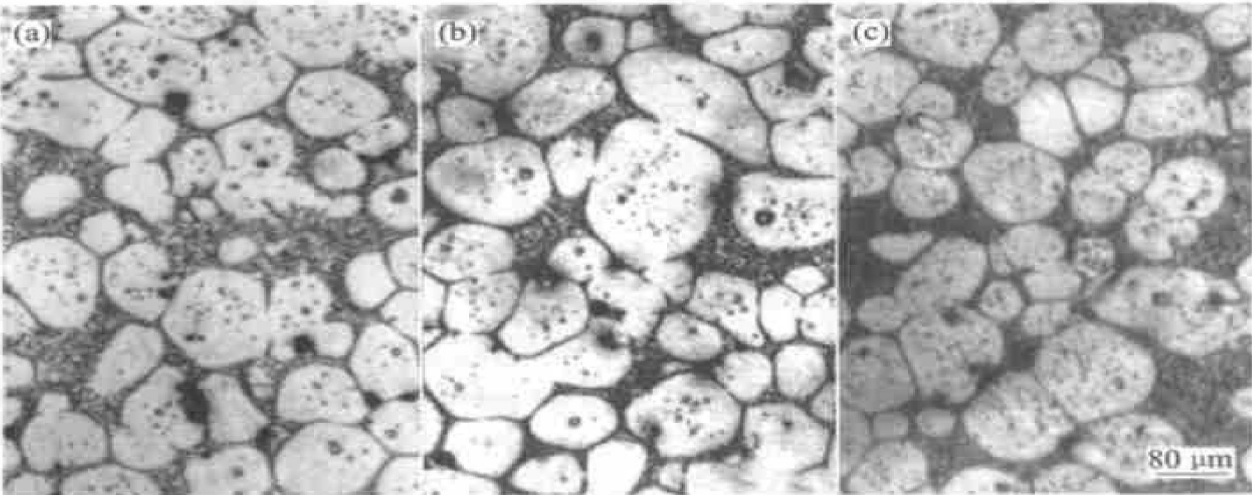


图 3 冷变形量与 AZ91D 合金显微组织的关系

Fig. 3 Relationship between cold working ratio and microstructure of AZ91D alloy
(Temperature 570 °C, holding time 30 min)
(a) -4.6% ; (b) -7.2% ; (c) -9.0%

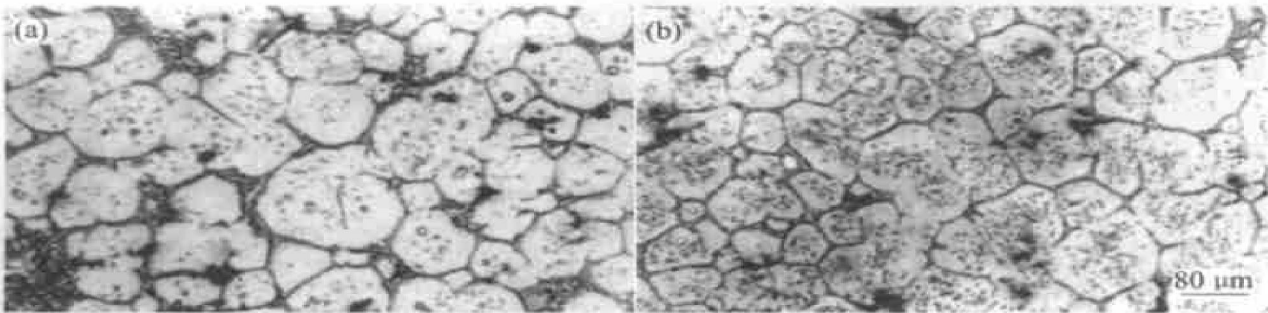


图 4 半固态镁合金在 570 °C保温 20 min 及变形量分别为 6.5% (a) 和 7.2% (b) 时的显微组织

Fig. 4 Microstructures of semi-solid magnesium alloy under condition of
570 °C, holding time 20 min and deformation 6.5% (a), 7.2% (b)

久，并未进入晶粒长大和晶粒部分熔化阶段。若保温时间延长为 30 min，则共晶 β 相完全溶解， α 相沿晶界部分熔化。因此，随保温时间的延长，固相体积分数减小，晶粒均匀圆整，晶粒尺寸更加接近。

试件的定量金相分析结果如表 2 所示。随温度的升高，变形量的加大，固相体积分数逐渐减小，晶粒平均尺寸却随着冷变形率的增加而略有增大。

表 2 定量金相分析结果

Table 2 Result of metallographic test

Sample No.	Temperature/ °C	Cold working ratio/ %	Solid volume fraction/ %	Small opening ratio/ %	Average grain size/ mm
1	570	9.2	57	1.5	0.148
2	570	7.2	71	1.0	0.132
3	550	7.0	74	0.8	0.165
4	550	6.5	81	1.2	0.156

2.5 半固态形成机理

SIMA 是预先铸造出晶粒细小的镁合金铸锭，再将镁合金铸锭进行一定的预变形，然后加热到固相线和液相线(半固态)的某一温度，在加热过程中，先发生再结晶，然后部分熔化，使初生相转变成颗粒状，形成镁合金半固态材料^[13]。

经冷变形后的镁合金材料吸收了部分变形功，其内能增高，结构缺陷增多，处于不稳定状态；一旦将冷塑性变形的镁合金材料加热到液固两相温度区间，并保温一段时间，组织将发生一系列的变化，如图 5 所示。加热保温一开始，原子即受热激活，内能释放，驱动组织发生变化，继续加热保温，材料进入再结晶阶段，在形变基体中出现等轴、无畸变的小晶粒，并不断生核长大，直至变成新的等轴晶粒，图 4(b) 所示的组织为保温不充分，在再结晶过程刚完成不久所获得的等轴无畸变晶粒组态，晶粒细小，不均匀，不圆整，纯固相；此时，继续保

温下去, 新生晶界增多, 界面能升高, 使组织自发地进入晶粒长大阶段, 由于镁合金的材料处于半固态温度, 晶粒长大的同时会伴随着晶粒沿晶界的部分熔化, 使固相晶粒分散在液相基体中, 最后形成镁合金半固态材料。图 3(c) 所示为保温时间充分后所得到的半固态组织, 它的晶粒已长大到一定程度, 并更加均匀圆整, 液相分数明显增大。

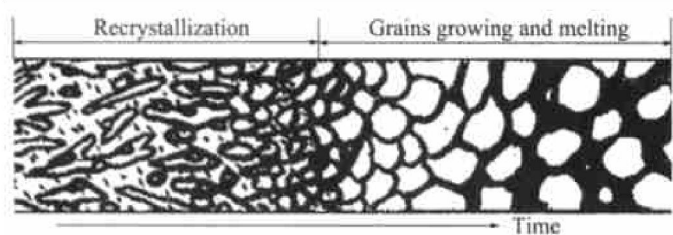


图 5 经冷变形后镁合金半固态组织形成示意图

Fig. 5 Sketch map of semisolid process of magnesium alloy after cold working

3 结论

1) 利用应变诱发法制备了 AZ91D 镁合金半固态材料。

2) 变形对 AZ91D 合金中的 α -Mg 枝晶相具有球化和细化作用, 在 7.0%~9.2% 范围内, 冷变形量越大, 枝晶球化和细化效果越明显。

3) 570 °C 保温 25~35 min, 半固态组织的球化细化效果较好, 固相体积分数减小。

4) 热处理过程中, 发生再结晶, 生成细小的等轴晶; 铸锭原始组织对再结晶组织影响较小, 而冷变形程度对其影响较大。

REFERENCES

[1] 谢水生, 黄声宏. 半固态金属加工技术及其应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1999. 1~13.
XIE Shu-sheng, HUANG Sheng-hong. Technology and Application of Semisolid Metals Process[M]. Beijing: Metallurgic Industry Press, 1999. 1~13.

[2] 倪红军, 王渠东, 丁文江. 镁合金半固态铸造成形技术(SSP)的研究与应用[J]. 铸造技术, 2000(5): 36~39.
NI Hong-jun, WANG Qi-dong, DING Wen-jiang. The study and application of SSP thixomolding of magnesium alloys[J]. Foundry Technology, 2000(5): 36~39.

[3] 李元东, 郝远, 陈体军, 等. 镁合金半固态成形的现状及发展前景[J]. 特种铸造及有色合金, 2001(2):

77~78.

LI Yuan-dong, HAO Yuan, CHENG Ti-jun, et al. Present status and developing prospect of Mg alloy semisolid moulding[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2001(2): 77~78.

- [4] Harutoshi M, Toshio S, Mamoru N. Present developmental status of super light material of magnesium alloys[J]. Material, 1999, 38(4): 317~320.
- [5] Shigcharu K, Yo O. Specificity and orientation of magnesium alloys used to punch[J]. Material, 1999, 38(4): 285~290.
- [6] 毛卫民, 赵爱民, 钟雪友. 半固态金属成形应用的新进展与前景展望[J]. 特种铸造及有色合金, 1998(6): 17~24.
MAO Wei-ming, ZHAO Ai-ming, ZHONG Xue-you. New progress and prospect of application of semisolid metals forming[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 1998(6): 17~24.
- [7] 邢书明, 曾大本, 胡汉起. 半固态连铸技术经济分析与研究展望[J]. 铸造, 2000, 49(8): 449~453.
XING Shu-ming, ZENG Da-beng, HU Han-qi. Economic analysis and prospect of study of semisolid forming[J]. Foundry, 2000, 49(8): 449~453.
- [8] 罗守靖, 田文彤, 谢水生, 等. 半固态加工技术及应用[J]. 中国有色金属学报, 2000, 10(6): 765~773.
LUO Shou-jing, TIAN Wen-tong, XIE Shu-sheng, et al. Technology and application of semisolid process[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2000, 10(6): 765~773.
- [9] Ken S. Thixomolding process of magnesium alloys[J]. Material, 1999, 38(4): 321~324.
- [10] 中国铸造专业学会. 铸造手册——铸造非铁合金[M]. 北京: 机械工业出版社, 1995. 171~172.
The Chinese Foundry Association. Casting Manual——Casting Nonferrous Alloys[M]. Beijing: Mechanical Industry Press, 1995. 171~172.
- [11] 赵品, 谢辅洲, 孙文山. 材料科学基础[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1999. 186~187.
ZHAO Pin, XIE Pu-zhou, SUN Wen-shan. Foundation of Materials Science[M]. Harbin: Harbin University of Industry Press, 1999. 186~187.
- [12] LEE Sang-yong, LEE Jung-hwan, LEE young-seon. Characterization of Al 7075 alloys after cold working and heating in the semisolid temperature range[J]. Materials Processing Technology, 2001, 111(1~3): 42~47.
- [13] Turkeli A, Akbas N. Formation of nondendritic structure in 7075 wrought aluminum alloy by SIMA process and effect of heat treatment[A]. Proceedings of the 4th

International Conference on Semi-solid Processing of Al-
loys and Composites [C]. Sheffield: University of

sheffield, 1996. 71 - 74.

Structure shape and forming mechanism of semi-solid material of AZ91D magnesium alloy by SIMA process

JI Ze-sheng^{1, 2}, LI Qing-fen¹, LIU Zhao-jing², ZHENG Xiao-ping², LU Wei²

(1. Mechanical and Electrical Engineering College,

Harbin Engineering University, Harbin 150001, China;

2. Department of Materials Science and Engineering,

Harbin University of Science and Technology, Harbin 150080, China)

Abstract: The SIMA (strain induced melt activation) process used to prepare the semi-solid material of AZ91D magnesium alloy was proposed, and the influences of cold working ratio, temperature and holding time on solid volume fraction, grain size and shape were investigated. The results show that, under the cold working condition, the SIMA process can produce the semi-solid material of magnesium alloy with minimum solid volume fraction of 55% after being held at 570 °C for definite time. The forming mechanism of semi-solid material of AZ91D magnesium alloy was analyzed. During the heat treatment, the recrystallization can occur, and the influence of recrystallized structures is pronounced by cold working ratio.

Key words: AZ91D; cold working; SIMA; semi-solid; microstructure

(编辑 陈爱华)