

文章编号: 1004-0609(2003)06-1488-06

两相区铸造 AZ91D 半固态坯料的部分重熔工艺与组织演变^①

乐启炽, 崔建忠, 路贵民, 欧 鹏

(东北大学 材料电磁过程研究教育部重点实验室, 沈阳 110004)

摘 要: 对在两相区铸造进行半固态制浆所得 AZ91D 镁合金坯料的部分重熔工艺条件及组织演变进行了研究。结果表明: AZ91D 镁合金在两相区温度(585 ℃)静置 30 min 且在水冷铁模中浇注的两相区铸造半固态坯料, 在 575 ℃下保温 30~45 min 进行部分重熔时, 其组织具有固相颗粒球化程度高、颗粒细小且粒度均匀、有效液相体积分数高等特点; 坯料组织演变初始阶段、球化阶段和集合并长大等 3 阶段部分相互重叠。对特定原始半固态坯料, 改变部分重熔温度, 可缩短重叠区, 扩大球化区, 实现坯料重熔进程及组织形态的优化, 从而增加工艺可控性和提高坯料的触变性。

关键词: 镁合金; 半固态浆料; 两相区铸造; 微观组织

中图分类号: TG 146.2; TG 249; TG 166.3

文献标识码: A

由于新的交通工具设计中使用的镁合金材料的密度很小^[1~3], 从而使合金材料的相应质量下降, 因此近年来镁合金在交通运输业中的使用日益受到人们的重视。目前, 半固态成形已成为汽车零件制造的重要途径。触变成形工艺是半固态成形的主要方法, 它一般包括半固态锭坯制备(制浆)、部分重熔和半固态成形 3 个主要技术环节^[4]。部分重熔的目的是使坯料具有所需固相体积分数以满足夹持操作所需的强度, 以及细化等轴球状组织结构以降低触变成形时的剪切抗力, 满足充型需要^[5]。AZ91D 合金是最常用的工业镁合金, 本文作者曾研究了该合金的近液相线铸造制浆及部分重熔^[6~8]。研究表明, 对于 AZ91D 镁合金, 在低于液相线温度下仍然具有良好的流动性能。对两相区温度下制取 AZ91D 半固态浆的铸造工艺进行研究的结果表明, 该方法制浆由于过冷度较大, 临界晶核半径减小, 形核率大大提高, 可获得较均匀的蔷薇状及退化枝晶组织^[6]。本研究中将对该法得到半固态坯料进行部分重熔时的组织和工艺进行研究。

3% (质量分数) 的 Ca (纯度 > 99.5 %) 以阻燃^[9], 用两相区铸造法制备半固态浆坯料。该合金液相线温度为 595 ℃, 两相区铸造温度为 585 ℃。取尺寸为 20 mm × 20 mm × 30 mm 试样, 用铝箔包覆以避免高温氧化。图 1 所示为部分重熔过程中设定炉温为 560 ℃时试样在电阻炉中实时升温曲线, 其中出现温度扰动处为取样点。在设定温度下依次取出试样, 迅速水淬以保持部分重熔组织, 并进行组织观察。金相试样用 5%~8% 氢氟酸蚀刻 5~8 s。

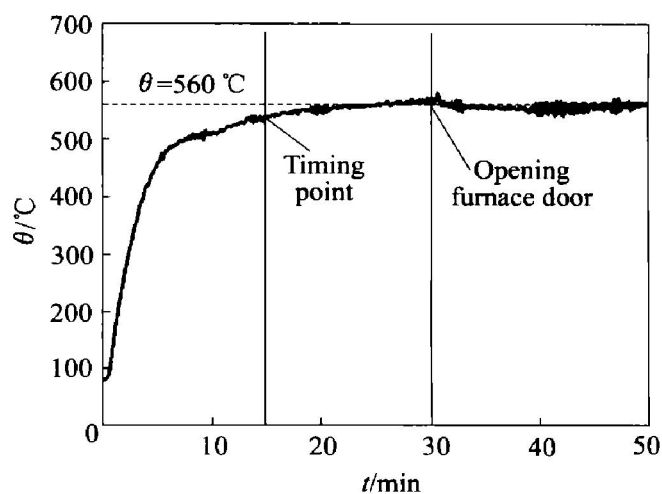


图 1 试样部分重熔的升温曲线

Fig. 1 Heating-up curve of sample during remelting

1 实验

根据 ASTM 标准熔制 AZ91D 合金, 并添加

① 基金项目: 教育部博士点基金资助项目(21011045003); 辽宁省科学技术基金资助项目(20021009); 中国博士后科学基金资助项目

收稿日期: 2002-12-31; 修订日期: 2003-04-06 作者简介: 乐启炽(1968-), 男, 博士, 讲师。

通讯联系人: 乐启炽, 博士, 东北大学 317 信箱, 110004; 电话: 024-83687734; E-mail: qichil@online.ln.cn

2 结果与讨论

2.1 部分重熔保温时间对组织的影响

在 585 °C 下(两相区)静置 30 min, 在水冷铁模中将浇注坯料进行部分重熔, 其原始铸造组织如图 2(a) 所示。在 575 °C 下保温 5~60 min 的组织演变如图 2(b)~(f) 所示, 各对应组织的固相颗粒等积圆直径分布如图 3 所示。

从图 2(b) 可见: 保温 5 min 时, 整体组织结构无明显变化, 只是枝晶的细小枝杈和蔷薇晶的突起部分由于与共晶组织成分相近, 在首先熔化的共晶侵蚀下, 发生溶解, 同时也发生残存枝晶的熔断, 在较大的蔷薇组织周围形成许多细小“孤岛”状颗粒。从图 3(a) 可见: 80% 以上的固相颗粒尺寸在 10~40 μm 间, 非常细小, 但仍存少数较大枝晶或蔷薇晶。

薇晶。

从图 2(c) 可见: 保温 15 min 时, 由于液固界面上的扩散作用, 较大固相颗粒的细小部分继续熔化或解离, 同时“孤岛”状颗粒发生碰撞融合长大或被较大颗粒吞并, 固相颗粒等轴化的同时颗粒尺寸也显著增大。如图 3(a) 所示: 保温 15 min 时固相颗粒等积圆直径在 10~50 μm 范围的比例大大降低(不足 50%), 而直径在 50 μm 以上的已超过 50%, 其中直径在 90~100 μm 之间的达到 20% 以上, 在整个粒度范围内接近平均分布。在这个过程中, 许多液相被包裹到固相颗粒内部形成晶内液相, 晶界液相明显减少。

从图 2(d) 可见: 保温时间为 30 min 时, 由于固相颗粒表面与液相之间的溶质扩散已较充分, 固相颗粒外围被液相所侵蚀而熔化, 晶内液相也由于

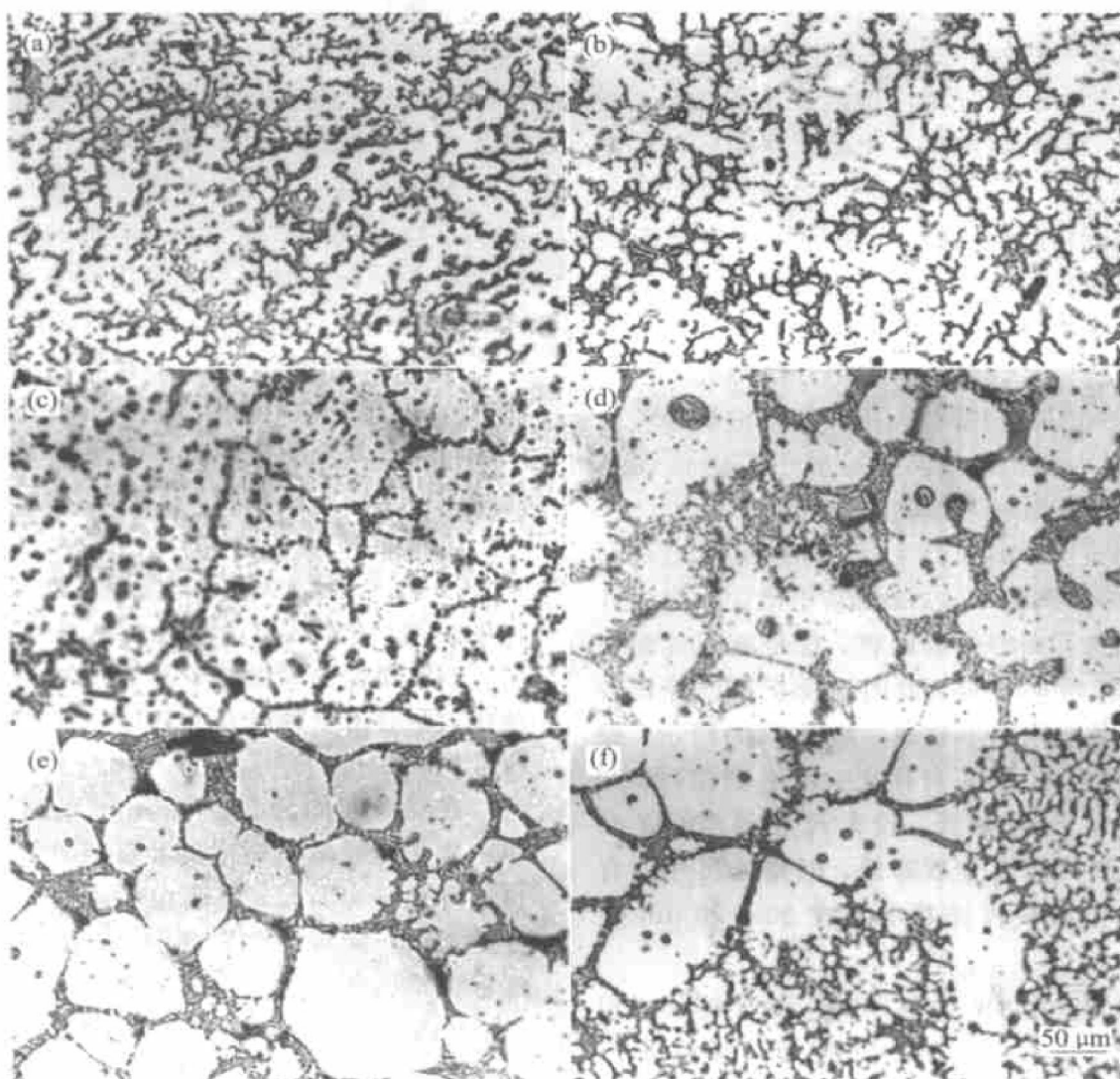


图 2 坯料原始组织及在 575 °C 保持不同时间的组织

Fig. 2 Microstructures of as-cast and as-remelted at 575 °C for various times

(a) —Microstructure of as-cast; (b) —5 min; (c) —15 min;
(d) —30 min; (e) —45 min; (f) —60 min

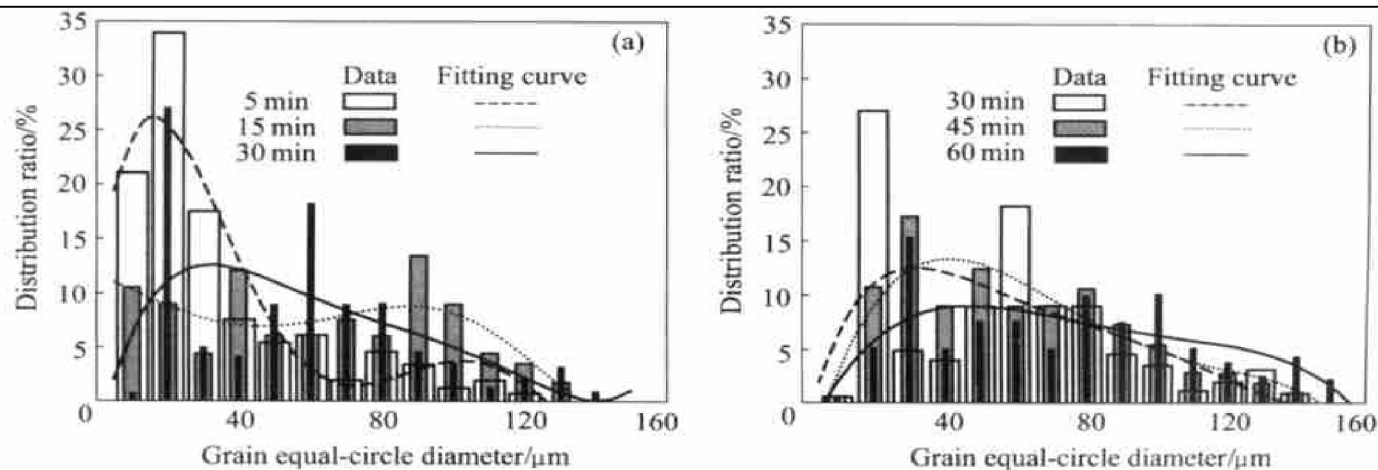


图 3 575 °C 下保温不同时间的固相颗粒等积圆直径分布

Fig. 3 Distribution maps of grain equal-area circle diameter at 575 °C holding for different times

固相内部的溶质和空位扩散而相互合并长大，其结果是除少量晶内液相在较大固相颗粒内形成液滴外，多数则与晶外液相贯通，从而使固相颗粒发生解离，颗粒细化，有效液相体积也显著增加。这与通过搅拌法得到的浆料的部分重熔时保温时间的影响有相同的规律^[10]。从图 3(a) 可见：保温 30 min 与保温 15 min 时相比，细小固相颗粒比例又有较大增加，等积圆直径在 20~80 μm 之间的占 70% 左右，其中，直径为 20 μm 和 60 μm 的分别占 27% 和 18%，大尺寸颗粒比例减少；固相开始球化，但还存在许多长条和不规则颗粒，且多数固相颗粒外表面形成“锯齿”，这是液相溶质扩散引起的侵蚀所致，也表明溶质扩散尚未彻底。

保温时间进一步延长到 45 min 时(见图 2(e))，大多数固相颗粒球化，晶内液相基本消失，固相外表面“锯齿”消失，变得光滑圆整，这是液固界面张力作用的结果，同时也表明此时溶质扩散已经比较充分，晶粒球化阶段基本完成。如图 3(b) 所示：保温 45 min 与保温 30 min 时相比，较小颗粒(如 20 μm)有所长大，比例降低，较大尺寸晶粒(如 60 μm)由于解离细化而百分数降低，但整体尺寸没有明显变化，固相颗粒直径基本上在 20~80 μm 之间。

保温达到 60 min(见图 2(f))时，由于球状固相颗粒的存在而产生的附加压力^[11]以及在微对流^[12]的作用下发生移动或自旋，相互碰撞而聚集，出现集团化趋势，并且部分合并长大，从而降低液固界面张力。图像分析结果(见图 3(b))也表明：小尺寸颗粒有所减少，大尺寸颗粒有所增加，但粒度变化

不太显著，由此可见，合并长大才刚刚开始。若时间进一步延长，这些集团化聚集的颗粒簇必将实现合并，液固界面减小，加剧液固相分离，此时，试样已发生较大的变形，甚至发生液滴外流现象，不利于夹持，从而不利于触变成形。

从图 3 可以看出：平均等积圆直径随保温时间的延长而先增加后减少，再增加的趋势。这种变化趋势是不同保温时间时坯料组织中固相颗粒粒度尺寸分布变化的直接结果。颗粒数密度为单位面积内的固相颗粒数，其值越大，颗粒越细小。加热时间延长，颗粒数密度先剧降，而后缓慢上升，之后又急速降低。其变化规律正好与平均等积圆直径的变化相反。这说明固相颗粒比较均匀。

圆度定义为 $c^2/(4\pi A)$ ，(c 和 A 分别为颗粒周长和面积)。圆度值越小，球化程度越高，否则球化程度越差(球体圆度为 1)。图 4 表明：延长保温时间，平均圆度先缓慢减少后有所增加，即颗粒逐渐球化，而后由于颗粒合并和连通作用而使圆度又有所降低。

在保温时间为 30~45 min 的区间内，坯料组织中固相颗粒具有适中的粒度尺寸，同时球化程度也达到最佳。因此，该两相区铸造坯料在 575 °C 部分重熔时，获得均匀、细小、球化程度优良的半固态触变结构的优化保温时间为 30~45 min。

2.2 部分重熔温度对组织的影响

图 5 所示为坯料在不同重熔温度下均保持 30 min 时的部分重熔组织。图 6 所示为不同温度时的固相颗粒平均等积圆直径、平均圆度和颗粒数密度

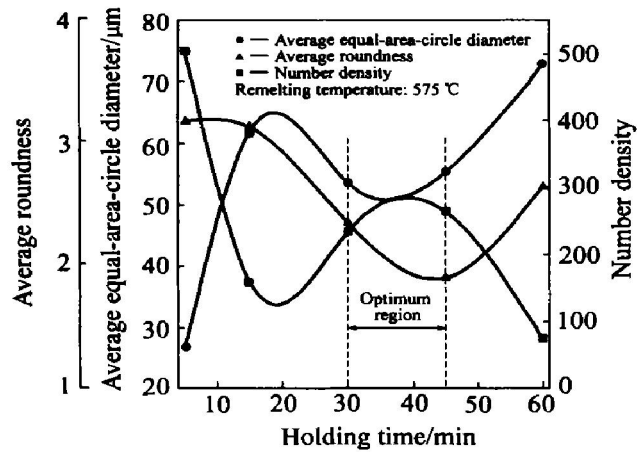


图 4 平均等积圆直径, 平均圆度和固相颗粒数密度随时间的变化

Fig. 4 Variations of average equal area circle diameter, average roundness and number density vs holding time

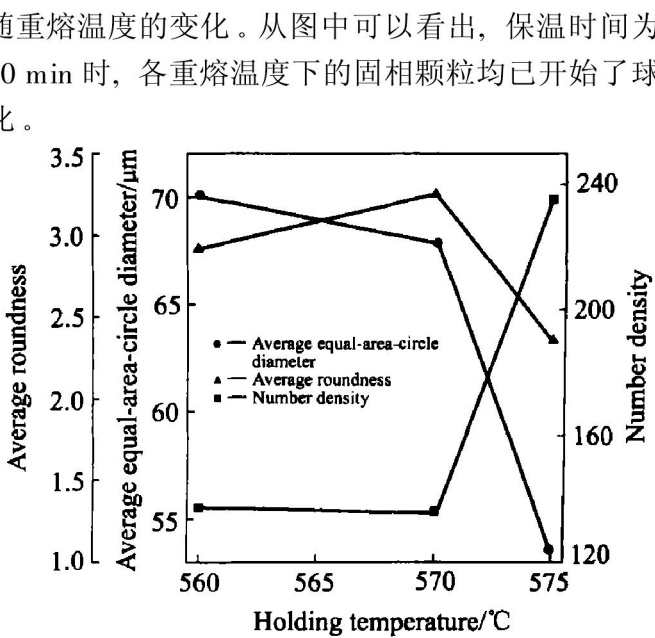


图 6 固相颗粒的平均等积圆直径, 平均圆度和固相颗粒数密度随重熔温度的变化(保温时间: 30 min)

Fig. 6 Variations of average equal area circle diameter, average roundness and number density vs remelting temperature (holding for 30 min)

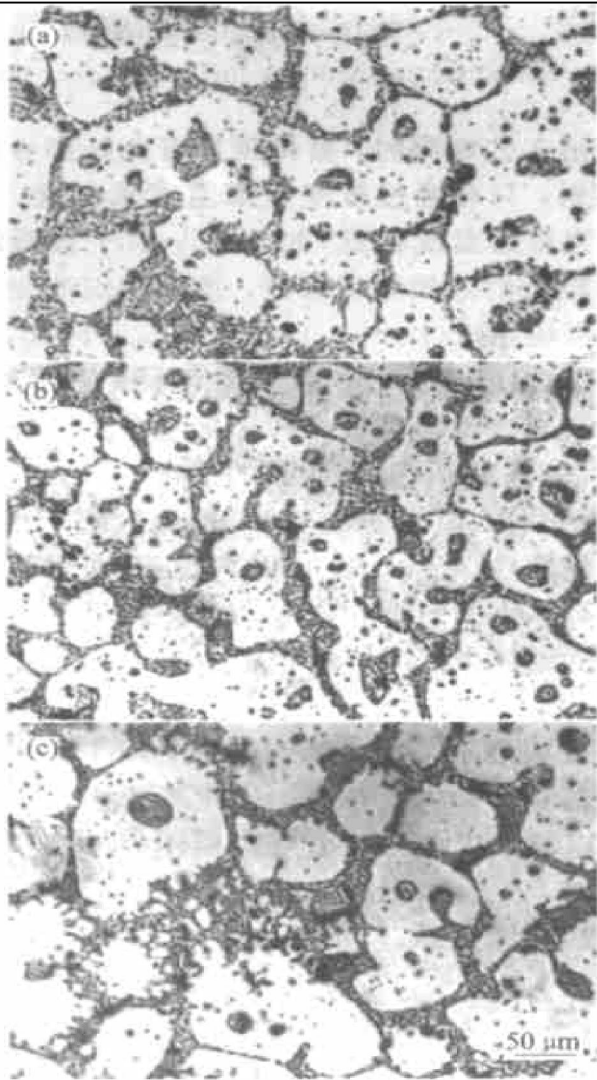


图 5 不同重熔温度下的组织演变(保温 30 min)

Fig. 5 Microstructure evolution of feedstock at different reheating temperatures (holding for 30 min)
(a) —560 °C; (b) —570 °C; (c) —575 °C

随重熔温度的变化。从图中可以看出, 保温时间为 30 min 时, 各重熔温度下的固相颗粒均已开始了球化。

重熔温度为 560 °C 时, 液相体积分数相对较低, 固相颗粒也相对较大, 晶内也包裹许多细小液相, 平均等积圆直径达到 70 μm, 球化已较明显, 固相颗粒圆度达到 2.92。当 570 °C 重熔时, 液相体积分数提高, 固相颗粒熔化加剧, 必然使粒度减小, 但因固相中包裹的液相数量和尺寸明显增加, 故固相颗粒的平均等积圆直径下降的幅度并不大。与在 560 °C 重熔时相比, 颗粒数密度几乎无变化, 表明固相颗粒的解离趋势与程度无变化, 但由于高温液相对固相颗粒的侵蚀加剧, 另外尺寸比低温时大许多的晶内液相也更易于合并长大导致与自由液相的连通溢出, 使原来的固相颗粒球化程度下降, 圆度由 560 °C 时的 2.92 提高为 3.26。当重熔温度达到 575 °C 时, 平均等积圆直径急剧减小, 颗粒数密度也大大增加, 表明颗粒细化与高温固相熔化液相分数增加而细化颗粒外, 固相颗粒因为液相的侵蚀和晶内液相的合并溢出而导致的解离和熔断加剧, 图 5(c) 中晶内液相明显减少也证明了这一点, 同时高温降低了液固界面张力, 加速了球化进程, 使得平均圆度值降低到最低点, 即 2.35。

因此, 坯料在重熔保温时间均为 30 min 时, 在所考察的温度范围内, 当 575 °C 重熔时, 将获得理想的部分重熔组织, 该组织具有圆度小(球化程度

高), 颗粒数密度大和平均等积圆直径小(颗粒细小且均匀), 晶粒内液相含量较少(提高了有效液相体积分数)等特点。

综合重熔温度和保温时间的影响可知: 两相区铸造(静置 30 min 并在水冷铁模中浇注)坯料的部分重熔工艺采用重熔温度为 575 °C, 保温时间为 30 ~ 45 min 时将获得非常理想的半固态坯料。

2.3 部分重熔组织演变阶段及控制

部分重熔组织演变可分 3 个阶段: 1) 初始化阶段 低熔点共晶组织首先发生熔化, 并通过液固相界面间的溶质扩散, 促进了固相颗粒外围的溶解, 残留枝晶枝杈或蔷薇组织的突起部分被液相侵蚀, 形成许多细小“孤岛”状颗粒, 液相分数增加, 随后“孤岛”状颗粒发生融合或吞并, 颗粒尺寸显著增大, 同时开始等轴化; 由于在熔化过程中不同取向枝晶前端可能存在的弯曲和碰撞而把一些液相包裹其中, 形成晶内液相, 固相颗粒外表面由于侵蚀作用而呈“锯齿”状。2) 球化阶段 固相内部液相相互合并长大, 多数晶内液相与晶外液相贯通, 使固相解离而细化, 同时自由流动的液相分数显著增加, 大尺寸颗粒比例减少; 溶质扩散已较充分, 各相颗粒在界面张力作用下逐步球化, 同时颗粒趋于光滑, “锯齿”也逐渐消失, 变得光滑圆整, 进入后期, 绝大多数固相颗粒球化, 晶内液相和固相外表面“锯齿”基本消失, 晶粒球化阶段基本完成。3) 集合并长大阶段 此时固液界面溶质浓度趋于平衡, 球状固相颗粒在微对流作用下发生移动或自旋, 在界面张力作用下, 相互聚集, 出现集团化; 并随时间推移, 这些集团化聚集的颗粒簇逐渐实现合并长大, 时间越长, 合并长大越多也严重, 液固界面减小, 加剧液固相分离, 圆度也有所下降。

坯料部分重熔时, 重熔温度和保温时间等工艺条件不同, 其组织演变的阶段演变也各不相同。图 7 所示为不同重熔温度下随时间推移的组织演变过程示意图。从图可见: 在相同温度下, 3 个演变阶段相互重叠, 如在第一阶段尚未结束(t_{1e})时, 第二阶段已经开始(t_{2b})进行, 即球化已经开始; 在第二阶段球化过程尚未结束(t_{2e})时, 第三阶段的合并长大就逐渐开始(t_{3b})进行。对部分重熔工艺制度的优化的目标就是尽可能缩短($t_{1e} \sim t_{2b}$)和($t_{2e} \sim t_{3b}$)区间, 使($t_{3b} \sim t_{1e}$)区间最大化, 从而增加工艺的可控性。

对特定合金成分及原始组织形态, 组织演变阶段是重熔温度的函数, 即特定成分的合金, 半固态

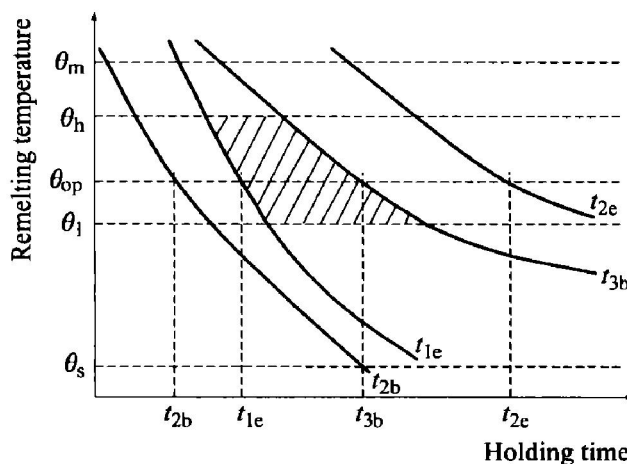


图 7 坯料部分重熔组织演变阶段示意图

Fig. 7 Diagrammatic sketch of microstructure evolution stages of ingot during remelting

t_{ib} , t_{ie} —Start and end time of i zone;

θ_m , θ_s —Liquidus and solidus temperature;

θ_{op} —Optimum temperature;

θ_l , θ_h —Remelting temperature lower or higher than θ_{op}

制浆铸造工艺相同时, 要得到具有良好部分重熔组织的坯料, 只有通过改变重熔温度来实现。从图 7 可见: 当重熔温度较低(如 θ_l 时, 由于较低的扩散系数及较低的液相体积分数, 重熔组织演变进程减缓, 有可能缩短($t_{1e} \sim t_{2b}$)和($t_{2e} \sim t_{3b}$)区间, ($t_{3b} \sim t_{1e}$)扩大, 但温度太低, 由于液相体积分数太低, 流变性能差, 难以满足触变成形的要求; 而当提高重熔温度(如 θ_h)时, 则与低温的情况相反, 有可能增加 3 个演变阶段的重叠, ($t_{3b} \sim t_{1e}$)区间减小, 甚至消失, 但液相体积分数的提高也有助于提高流变性, 也有利于晶内液相的减少, 提高了有效液相分数, 并且也减少了成形过程中由于晶内液相所致的组织疏松。

因此在确定部分重熔温度时, 除了考虑流变性的要求外, 还应考虑重熔组织的可控性, 以及晶内液相对有效液相体积分数和组织疏松的影响, 并兼顾生产效率。图 7 中所示的抛面线部分为优化重熔区。

REFERENCES

- [1] Cole G, Golovoy A, Jeryan R, et al. Lightweight materials for automotive application[J]. Steel World, 1997, 2 (1): 75-83.
- [2] Brown R E. Magnesium alloys and their applications[J]. Light Metal Age, 2001, 59(5-6): 54-56.
- [3] Kim D H, Shin K S, Kim N J. Recent research and de-

- velopment activities on Mg alloys at CAAM [J]. Advanced Performance Materials, 1998, 5(4): 319 - 329.
- [4] 谢水生, 黄声宏. 金属半固态成形及其应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1999. 4.
- XIE Shu-sheng, HUANG Sheng-hong. Semisolid Forming of Metal and Its Applications[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1999. 4.
- [5] Wang H, Stjohn D H, Davidson C J, et al. Comparison of the semisolid shear behavior of Al-7Si-0.35Mg alloys produced by two casting methods[J]. Mater Sci Forum, 2000, 329 - 330: 449 - 454.
- [6] 乐启炽, 欧 鹏, 路贵民, 等. 镁合金近液相线及两相区铸造[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(S2): 116 - 120.
- LE Qi-chi, OU Peng, LU Gu-min, et al. Investigation on near-liquidus and biphasic zone casting of magnesium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(S2): 116 - 120.
- [7] 乐启炽, 欧 鹏, 吴跃东, 等. AZ91D 镁合金近液相线铸造研究[J]. 金属学报, 2002, 38(4): 219 - 224.
- LE Qi-chi, OU peng, WU Yue-dong, et al. Study on the near-liquidus casting of AZ91D magnesium alloy[J]. Acta Metall Sinica, 2002, 38(4): 219 - 224.
- [8] 乐启炽, 张新建, 崔建忠, 等. AZ91D 镁合金近液相线铸造半固态坯料的部分重熔[J]. 金属学报, 2002, 38(12): 1266 - 1272.
- LE Qi-chi, ZHANG Xin-jian, CUI Jian-zhong, et al. Remelting of SSM ingot prepared by the near-liquidus casting of AZ91D magnesium alloy[J]. Acta Metall Sinica, 2002, 38(12): 1266 - 1272.
- [9] Sakamoto M, Akiyama S, Ogi K. Suppression of ignition and burning of molten Mg alloys by Ca bearing stable oxide film[J]. Journal of Materials Science Letters, 1997, 16(12): 1048 - 1050.
- [10] Kim S K, Kim Y J. Control of liquid fraction and microstructure of semisolid AZ91D Mg alloy slurry[J]. Journal of the Korean Institute of Metals and Materials, 2000, 38(12): 1620 - 1625.
- [11] Zenit R, Hunt M L, Brennen C E. On the direct and radiated components of the collisional particle pressure in liquid-solid flows [J]. Applied Scientific Research, 1998, 58(1-4): 305 - 317.
- [12] 邢书明, 马 静, 陈维视, 等. 半固态亚共晶铝硅合金非枝晶固相的形成与演变[J]. 中国有色金属学报, 1999, 9(S1): 270 - 274.
- XING S M, MA J, CHEN W S, et al. Formation and evolution of nondendritic solid phase of semisolid Al-Si alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 1999, 9(S1): 270 - 274.

Microstructure evolution and partially remelting processing of two-phase-region casting AZ91D semisolid slurry ingot

LE Qi-chi, CUI Jian-zhong, LU Gu-min, OU Peng

(Key Laboratory of Ministry of Education for Electromagnetic Processing of Materials, Northeastern University, Shenyang 110004, China)

Abstract: The microstructure evolution and partially remelting processing of two-phase-region casting AZ91D magnesium alloy ingots were investigated. The result indicates that the semisolid feedstock cast by held at two-phase-region temperature (585 °C) for 30 min and then poured in water-cooled-iron mould, as is remelted at 575 °C for 30~45 min, refining and homogeneous solid grains with higher spheroidization degree and higher effective liquid volume fraction can be obtained. The microstructure evolution stages of the feedstock include initial stage, spheroidizing stage, and grouping and merging stage, which partially overlap with each other. For the special original semisolid ingot, the spheroidizing stage can be enlarged and the overlap bands can be narrowed through varying remelting temperature, therefore, the optimum microstructure feature and remelting processing will be realized, which will be beneficial to improve the process controllability and the thixoforming property of feedstock.

Key words: magnesium alloy; semisolid slurry; two-phase-region casting; microstructure

(编辑 李向群)