

钕添加及铸锭均匀化退火对 ZK20 镁合金组织与性能的影响

赵亚忠^{1,2}, 潘复生¹, 彭 建^{1,3}

(1. 重庆大学 材料科学与工程学院, 重庆 400043; 2. 南阳理工学院 机电系, 南阳 473004;
3. 重庆大学 国家镁合金研究中心, 重庆 400044)

摘要: 利用金相显微镜(OM)、扫描电镜(SEM)和万能材料试验机, 对 ZK20 和 ZK20+0.5Nd 镁合金不同温度均匀化退火后的组织以及挤压态合金的力学性能进行研究。退火温度分别为 603、633、663、693 K, 保温时间为 10 h。结果表明: 均匀化退火使铸锭中的 Mg-Zn 和 Mg-Nd-Zn 合金相不断固溶到基体中, 同时枝晶偏析大幅度降低; 与未均匀化相比, ZK20+0.5Nd 合金均匀化退火后挤压, 挤压塑性有较大幅度提高, 而强度并没有降低; 稀土 Nd 细化 ZK20 合金晶粒, 使均匀化退火提高挤压塑性的作用更加明显, 增强均匀化退火效果。对于 ZK20 合金, 663 K, 10 h 是最优的均匀化退火工艺; 对于 ZK20+0.5Nd 合金, 693 K, 10 h 是较合适的退火工艺。

关键词: 镁合金; ZK20 镁合金; 均匀化退火; 钕; 挤压; 组织; 力学性能

中图法分类号: TG 146.22

文献标志码: A

Effects of Nd addition and homogenizing annealing of ingot on microstructure and properties of ZK20 Mg alloy

ZHAO Ya-zhong^{1,2}, PAN Fu-sheng¹, PENG Jian^{1,3}

(1. College of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400043, China;
2. Department of Mechanic and Electronic Engineering, Nanyang Institute of Technology, Nanyang 473004, China;
3. National Engineering Research Center for Magnesium Alloys, Chongqing University, Chongqing 400044, China)

Abstract: The effects of homogenizing annealing of ingot on as-annealed microstructure and as-extruded mechanical properties of ZK20 and ZK20+0.5Nd magnesium alloy were investigated by room tensile test, optical microscopy and scanning electron microscopy. The annealing temperatures were 603, 633, 663, 693 K, separately, and the holding time was 10 h. The results show Mg-Zn and Mg-Nd-Zn compounds observed in the cast ingot disappear gradually with increasing annealing temperature, and the dendritic segregation decreases dramatically. The elongation of as-extruded ZK20+0.5Nd alloy after homogenizing annealing is higher than that of the alloy without annealing while its strength remains unchanged. The Nd addition can refine the grain and improve the ductility of as-extruded alloy, and the effect of homogenizing annealing on the elongation of ZK20 alloy is enhanced as a result. It can be concluded that the better homogenizing annealing process are 663, 10 h for ZK20 and 693, 10 h for ZK20+0.5Nd.

Key words: Mg alloy; ZK20 Mg alloy; homogenization annealing; Nd; extrusion; microstructure; mechanical properties

镁合金是最轻的商用金属材料, 在航空航天、火箭生产和汽车等领域得到越来越多的应用。由于变形镁合金在性能上的优势, 国内外正开展变形镁合金的

成分及变形工艺研究, 以降低合金的热变形难度^[1-3]。在工业生产条件下, 镁合金铸造时冷却速度快, 铸锭难以得到完全平衡的组织, 晶内产生枝晶偏析, 晶界

基金项目: 国家重点基础研究发展计划资助项目(2007CB613700); 国家自然科学基金资助项目(50725413); 重庆市科技攻关计划资助项目(CSTC2009AB4134)

收稿日期: 2009-11-15; 修订日期: 2010-01-06

通信作者: 赵亚忠, 副教授, 博士; 电话: 13206139011; E-mail: zhaoyaon@126.com

处容易形成低熔点合金相，造成铸锭成分和组织的不均匀。在变形过程中，由于铸锭的成分及组织不均匀，铸锭各部位变形程度不一致，动态再结晶不均匀和不稳定，加之晶界处存在的低熔点合金相容易形成裂纹源而产生裂纹，这些均使合金变形能力降低。为改善铸锭成分及组织上的不均匀性，提高其热加工变形能力，需要对镁合金进行均匀化退火^[4-6]。

目前，对不含稀土镁合金均匀化退火的研究较多^[7-9]，对含稀土镁合金的均匀化退火研究大都局限于较高合金含量的镁合金^[10-11]。本项目开发具有较高塑性的ZK20+0.5Nd变形镁合金，其合金含量较低，合金相数量较少，因此研究其均匀化退火有重要的意义。

此外，一般使用显微硬度结合组织分析来判断均匀化退火的效果^[12]，但合金显微硬度很难反映合金的塑性变形能力，用它来作为均匀化退火工艺优劣的依据尚有不足之处。本试验对均匀化后的铸锭进一步进行挤压，用挤压态合金的塑性指标来判定均匀化工艺的优劣，更能反映均匀化工艺对合金塑性加工能力的影响。在对ZK20和ZK20+0.5Nd镁合金挤压前进行不同温度的均匀化退火，通过分析挤压态合金性能来判定均匀化退火的效果，分析稀土钕对ZK20均匀化退火的影响。

1 实验

实验对ZK20和ZK20+0.5Nd两种合金进行均匀化退火实验，合金的化学成分见表1。

表1 试验合金的化学成分

Table 1 Chemical compositions of experimental alloys (mass fraction, %)

Alloy	Si	Fe	Mn	Zn	Zr	Nd	Mg
ZK20	0.0063	0.0046	0.011	2.11	0.180	0	Bal.
ZK20+0.5Nd	0.0058	0.0016	0.031	1.98	0.195	0.45	Bal.

试验用半连续铸造的方法制备成 $d=92\text{ mm}$ 的铸锭，经过不同的均匀化退火后，将铸锭剥皮成 $d=90\text{ mm}$ ，其后铸锭在 673 K 下被挤压成 $d=16\text{ mm}$ 的棒材。挤压态棒材依照GB/T 16865—1997被加工成直径为 $d=8\text{ mm}$ ，标距为 40 mm 的拉伸试样进行拉伸试验。铸锭均匀化退火在电阻炉内进行，退火温度分别为 603 、 633 、 663 、 693 K ，保温 10 h ，出炉空冷。

均匀化退火后试样的显微组织在OLYMPUS金相显微镜上观察，金相样品用4.0%的硝酸酒精溶液腐

蚀。用XL30-TMP型扫描电镜观察断口形貌和合金中的第二相。室温力学性能测试在WE-10型万能材料试验机上进行。

2 结果与分析

2.1 均匀化退火温度对合金显微组织的影响

ZK20及ZK20+0.5Nd合金铸态和均匀化态的光学显微组织及SEM像如图1所示。

在合金半连续铸造时冷却速度较快，铸锭偏离平衡组织，表现为如下两方面：1)基体成分不均匀，产生晶内偏析，形成枝晶组织；2)在晶界处存在非平衡相。

由图1可看出，ZK20合金铸态组织粗大，枝晶偏析明显且晶界处存在一定数量的颗粒状MgZn相。经 603 K ， 10 h 退火后，合金相部分固溶到 α -Mg基体中。随退火温度的升高，MgZn相数量不断减少，枝晶偏析程度逐步降低，晶界逐步变得平直而清晰；经 663 K ， 10 h 退火后，颗粒状MgZn相全部固溶；经 693 K ， 10 h 退火后，晶粒有所长大。

ZK20+0.5Nd合金的铸态及均匀化退火态晶粒尺寸明显比ZK20合金的小。铸态ZK20+0.5Nd合金中的Mg-Nd-Zn三元合金相($\tau_4(\text{Nd}_3\text{Mg}_6\text{Zn}_{11})$)^[13]呈网状分布，随均匀化退火温度的升高，该合金相逐步固溶到基体中。经 603 K ， 10 h 退火后，合金的树枝状凝固特征有所减弱；经 663 K ， 10 h 退火后，合金相呈断网状分布，晶界比较平直；经 693 K ， 10 h 退火后，合金相基本固溶到基体中，仅有少量残余，与其它退火的相比晶粒有了较明显的长大，晶界呈平直状态。

综上所述，合金均匀化处理包括两个过程，即合金相的固溶过程和合金元素的扩散过程。随着退火温度的升高，合金相数量逐步减少，枝晶偏析逐步减轻。合金相数量的减少及枝晶偏析的减轻，使加工变形时应力及应变分布更均匀，利于动态再结晶均匀地进行，提高合金的塑性变形能力。此外，固溶在基体中的合金元素Nd有降低轴比的作用^[14]，对提高塑性变形能力有很大的作用。但是在保温时间相同时当退火温度升高到一定程度，合金晶粒长大，可能降低其后的塑性变形能力。ZK20和ZK20+0.5Nd合金经 693 K ， 10 h 退火后，晶粒尺寸均明显变大。

2.2 不同均匀化退火对挤压态合金力学性能的影响

试验合金的退火温度与挤压态力学性能的关系如图2和3所示。由图2和3可看出，ZK20合金铸锭

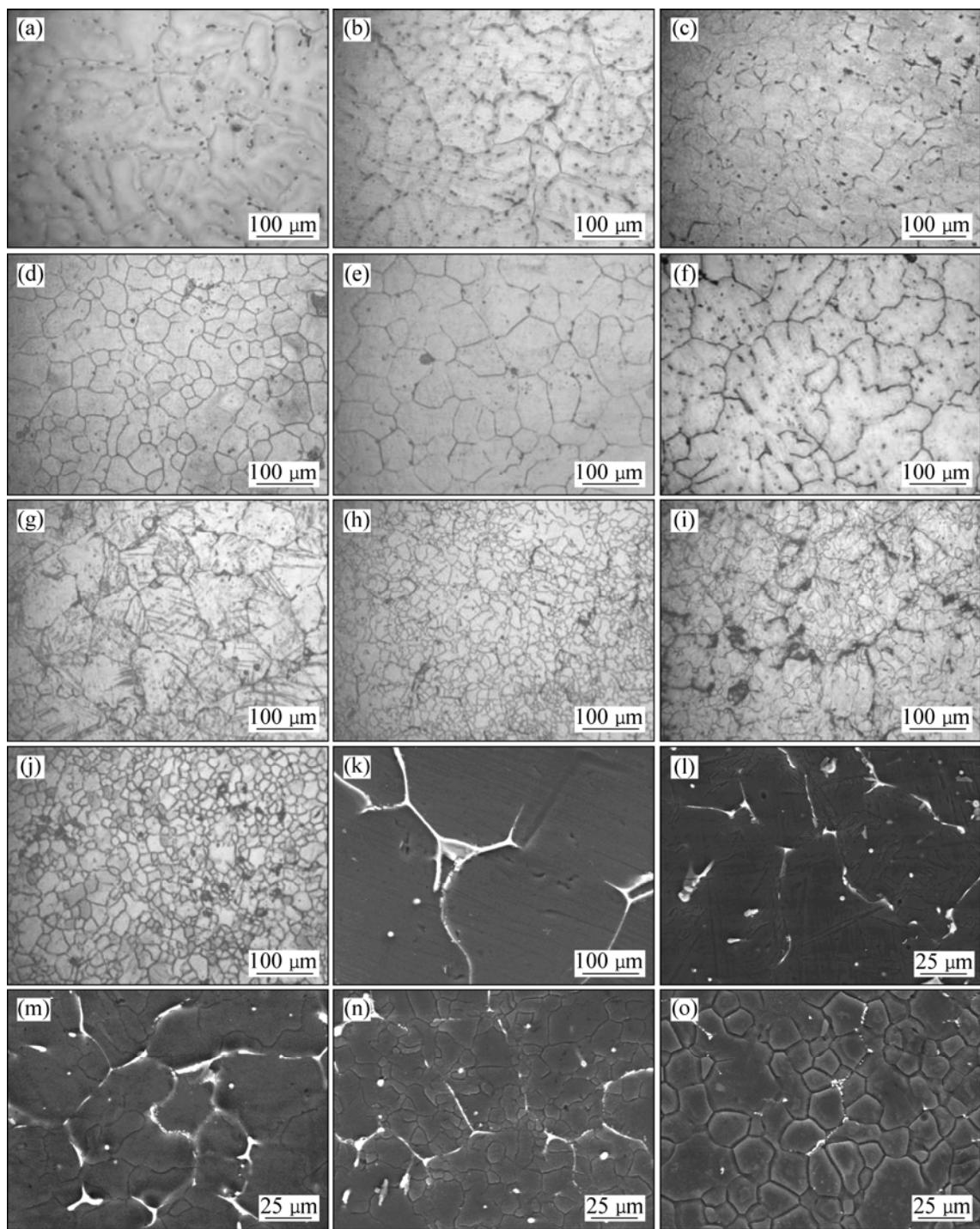


图1 ZK20 和 ZK20+0.5Nd 镁合金经不同温度退火 10 h 后的光学显微组织和 SEM 像

Fig.1 Optical microstructures and SEM images of ZK20 and ZK20+0.5Nd Mg alloy after homogenizing annealing at different temperatures for 10 h: (a) Optical microstructure, ZK20, as-cast; (b) Optical microstructure, ZK20, 603 K; (c) Optical microstructure, ZK20, 633 K; (d) Optical microstructure, ZK20, 663 K; (e) Optical microstructure, ZK20, 693 K; (f) Optical microstructure, ZK20+0.5Nd, as-cast; (g) Optical microstructure, ZK20+0.5Nd, 603 K; (h) Optical microstructure, ZK20+0.5Nd, 633 K; (i) Optical microstructure, ZK20+0.5Nd, 663 K; (j) Optical microstructure, ZK20+0.5Nd, 693 K; (k) SEM image, ZK20+0.5Nd, as-cast; (l) SEM image, ZK20+0.5Nd, 603 K; (m) SEM image, ZK20+0.5Nd, 633 K; (n) SEM image, ZK20+0.5Nd, 663 K; (o) SEM image, ZK20+0.5Nd, 693 K

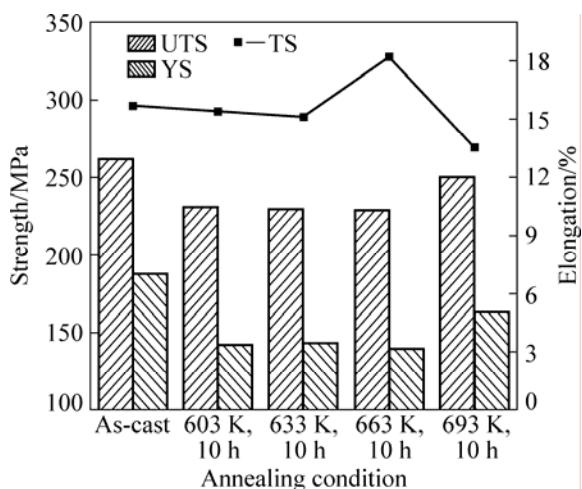


图2 ZK20合金退火温度与挤压态力学性能的关系

Fig.2 Relationship between annealing temperature and mechanical properties of as-extruded ZK20 alloy

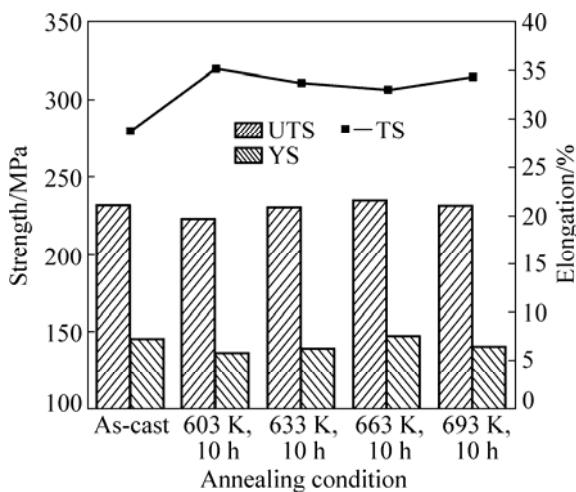


图3 ZK20+0.5Nd合金退火温度与挤压态力学性能的关系

Fig.3 Relationship between annealing temperature and mechanical properties of as-extruded ZK20+0.5Nd alloy

直接挤压，挤压态的伸长率为 15.4%，经 663 K, 10 h 均匀化退火后再挤压，挤压态伸长率为 18.2%，比前者提高了 16%。而其它的均匀化退火工艺，均不能使挤压态伸长率提高。663 K, 10 h 均匀化退火工艺能起到较好的均匀化作用，并且未使晶粒长大，合金的塑性变形能力得到有效提高。ZK20+0.5Nd 合金铸锭直接挤压，挤压态的伸长率为 28.7%，经均匀化退火后再挤压，挤压态伸长率为 33%~35%，比铸锭直接挤压的提高约 20%，且不同退火温度之间的差异不大。ZK20+0.5Nd 合金均匀化与否的挤压态伸长率之差为

4%~6%，ZK20 合金均匀化与否的挤压态伸长率之差为 3%。由此可见，Nd 使均匀化退火提高挤压态合金塑性的作用增强。ZK20+0.5Nd 合金的晶粒尺寸比 ZK20 合金的小，细小的晶粒对激活非基滑移系有利，是塑性提高的主要原因。

ZK20 合金铸锭直接挤压，挤压态的抗拉强度为 263 MPa，经不同均匀化退火后挤压，挤压态合金强度稍有降低，降低幅度为 10~20 MPa。合金相固溶到基体使强化相减少，使合金强度降低。ZK20+0.5Nd 合金铸锭直接挤压，挤压态的抗拉强度为 231 MPa。经均匀化退火后挤压，挤压态的强度为 223~235 MPa，与铸锭直接挤压的差异不大。由此可见，0.5%Nd 使铸态直接挤压及均匀化后挤压的挤压态合金强度有较明显的降低，即改善 ZK20 合金均匀化退火使挤压态合金强度降低的状况。

对于 ZK20 合金，663 K, 10 h 是最优的退火工艺，能大幅度提高塑性，利于其后的塑性加工。而对于 ZK20+0.5Nd 合金，结合铸锭均匀化后的组织，推荐使用 693 K, 10 h 的退火工艺。

2.3 均匀化退火对挤压态合金断口形貌的影响

两种试验合金铸锭直接挤压以及经 663 K, 10 h 均匀化退火后挤压，挤压态 SEM 断口形貌如图 4 所示。由图 4 可看出，ZK20 合金铸锭直接挤压后的断口，有较多的长撕裂棱，是晶内的解理台阶和晶界撕裂棱为主的穿晶断裂组织。经均匀化退火后再挤压的合金断口，晶界处的撕裂棱很少，同一晶粒内部的解理面取向基本一致，晶粒间的解理面取向差异明显，为典型的穿晶断口。由此可见，合金相溶解入基体及固溶体内合金元素均匀分布后，晶内晶格缺陷减少，变形时应力分布更均匀。

ZK20+0.5Nd 铸锭直接挤压后的断口由少量不尖锐的撕裂棱和大量韧窝组成，具有韧性断裂的特征。均匀化后再挤压，其断口也是由撕裂棱和大量韧窝组成，但与未经退火的相比，撕裂棱更少，韧窝变得更深、更均匀，塑性及韧性更好。

稀土 Nd 的加入，使晶粒尺寸大幅度减小，还使合金的断裂机制产生很大的变化，从以穿晶解理断裂为主的断裂方式转变到以韧窝产生为主的韧性断裂方式。在合金断裂时，解理断裂消耗很少的能量，而以韧窝产生为主的韧性断裂方式，会产生较多的塑性变形，消耗更多的能量，使合金具有较好的塑性及韧性^[15]。

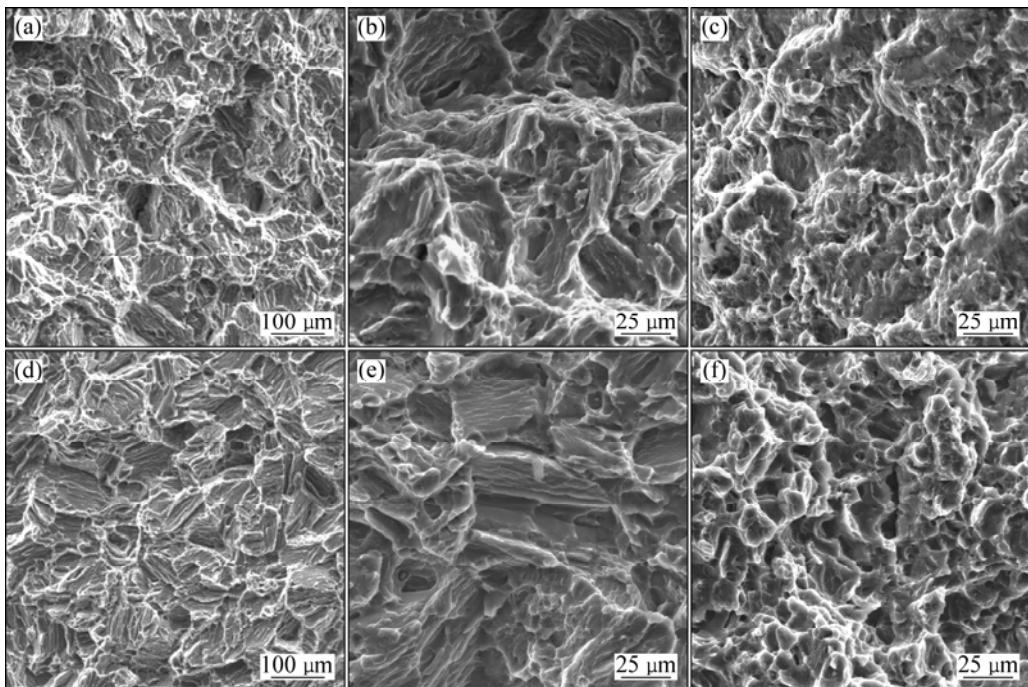


图4 ZK20 和 ZK20+0.5Nd 均匀化前后挤压态断口的 SEM 像

Fig.4 SEM images of fracture surfaces of as-extruded samples: (a), (b) ZK20, without annealing; (c) ZK20+0.5Nd, without annealing; (d), (e) ZK20, 663 K, 10 h; (f) ZK20+0.5Nd, 663 K, 10 h

3 结论

1) 随着均匀化退火温度的升高,ZK20 及 ZK20+0.5Nd 合金中的合金相逐步固溶到基体中去,同时晶内枝晶偏析程度减小,晶界趋于平直而且变得清晰。当退火温度低于 663 K 时,二者晶粒均没有明显长大。

2) ZK20 合金经 663 K, 10 h 的均匀化退火后挤压,其挤压态伸长率为 18.2%,比铸锭直接挤压的提高 16%。其它的均匀化退火,均不能使挤压态伸长率提高。ZK20+0.5Nd 合金经均匀化退火后再挤压,其挤压态伸长率为 33%~35%,比铸锭直接挤压的提高 20% 左右。对 ZK20 合金,663 K, 10 h 是最优的退火工艺。而对于 ZK20+0.5Nd 合金,推荐的退火工艺为 669 K, 10 h。

3) 稀土 Nd 细化了 ZK20 合金的晶粒,大幅度提高了挤压态合金的塑性,不仅消除了均匀化退火使 ZK20 合金强度降低的不良影响,而且使不同退火温度对挤压态合金塑性的影响减小。

REFERENCES

- [1] 余琨,黎文献,王日初,马正青.变形镁合金的研究、开发

及应用[J].中国有色金属学报,2003,13(2): 277~287.

YU Kun, LI Wen-xian, WANG Ri-chu, MA Zheng-qing. Research development and application of wrought magnesium alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(2): 277~287.

- [2] FRIDERICH H, SCHUMANN S. Research for a new age of magnesium in the automotive industry[J]. Mater Sci Technol, 2001, 117: 276~281.
- [3] LUO A, RENAUD J. Magnesium castings for automotive applications [J]. JOM, 1995, 47(7): 28.
- [4] KLEINER S, BEFFORT O, UGGOWITER P J. Microstructure evolution during reheating of an extruded Mg-Al-Zn alloy into the semisolid state[J]. Scripta Materialia, 2004, 51: 405~410.
- [5] CIZEK L, GREGER M, PAWLICA L. Study of selected properties of magnesium alloy AZ91 after heat treatment and forming[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2004, 157/158: 466~471.
- [6] 刘正,张奎,曾小勤.镁基轻质合金理论及其应用[M].机械工业出版社,2002: 4~7.
LIU Zheng, ZHANG Kui, ZENG Xiao-qin. Theory basis and application of magnesium matrix light alloy[M]. Beijing: China Machine Press, 2002: 4~7.
- [7] 郭强,严红革,陈振华,吴有伍.均匀化退火工艺对铸态 AZ80 镁合金组织与性能的影响[J].金属热处理, 2006, 31(7): 77~80.

- GUO Qiang, YAN Hong-ge, CHEN Zhen-hua, WU You-wu. Influence of homogenizing annealing process on microstructure and mechanical properties of as-cast AZ80 magnesium alloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2006, 31(7): 77–80.
- [8] 彭建, 张丁非, 杨椿楣, 丁培道. ZK60 镁合金铸坯均匀化退火研究[J]. 材料工程, 2004(8): 32–35.
- PENG Jian, ZHANG Ding-fei, YANG Chun-mei, DING Pei-dao. Homogenizing research on ZK60 magnesium alloy ingot[J]. Material Engineering, 2004(8): 32–35.
- [9] 杨君刚, 赵美娟, 蒋百灵. 均匀化退火对 AZ91D 镁合金组织与性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2008, 29(4): 69–73.
- YANG Jun-gang, ZHAO Mei-juan, JIANG Bai-ling. Effect of homogenizing annealing on microstructure and mechanical properties of AZ91D magnesium alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2008, 29(4): 69–73.
- [10] 王斌, 易丹青, 周玲玲, 方西亚, 罗文海, 杨洁. 稀土元素 Y 和 Nd 对 Mg-Zn-Zr 系合金组织和性能的影响[J]. 金属热处理, 2005, 30(7): 9–13.
- WANG Bin, YI Dan-qing, ZHOU Ling-ling, FANG Xi-ya, LUO Wen-hai, YANG Jie. Influence of Y and Nd on microstructure and properties of Mg-Zn-Zr alloys[J]. Heat Treatment of Metals, 2005, 30(7): 9–13.
- [11] 宋雨来, 刘耀辉, 朱先勇, 王素环, 于思荣. 钕对 AZ91 镁合金组织及机械性能的影响[J]. 吉林大学学报: 工学版, 2006, 26(3): 289–293.
- SONG Yu-lai, LIU Yao-hui, ZHU Xian-yong, WANG Su-huan, YU Si-rong. Effect of neodymium on microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy[J]. Journal of Jilin University: Engineering and Technology Edition, 2006, 36(3): 289–293.
- [12] 金军兵, 王智祥, 刘雪峰, 谢建新. 均匀化处理对 AZ91 镁合金组织和力学性能的影响[J]. 金属学报, 2006, 42(10): 1014–1018.
- JIN Jun-bing, WANG Zhi-xiang, LIU Xue-feng, XIE Jian-xin. Effect of homogenizing treatment on microstructures and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2006, 42(10): 1014–1018.
- [13] 刘春明, 周秀荣, 周海涛. 镁合金相图[M]. 长沙: 中南大学出版社, 2006: 300–303.
- LIU Chu-ming, ZHU Xiu-rong, ZHOU Hai-tao. Magnesium phase diagrams[M]. Changsha: Central South University Press, 2006: 300–303.
- [14] 陈振华. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004: 162.
- CHEN Zhen-hua. Magnesium alloys[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004: 162.
- [15] 王强, 高家诚, 王勇, 李伟, 牛文娟. 均匀化退火对 WE43 镁合金铸坯组织和性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2008, 29(4): 65–68.
- WANG Qiang, GAO Jia-cheng, WANG Yong, LI Wei, NIU Wen-juan. Effect of homogenizing annealing on microstructure and mechanical properties of WE43 magnesium alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2008, 29(4): 65–68.

(编辑 李艳红)