

## 二次加热过程中半固态 AZ31 镁合金的显微组织演变

曹富荣<sup>1</sup>, 管仁国<sup>1</sup>, 陈礼清<sup>2</sup>, 赵占勇<sup>1</sup>, 任 勇<sup>2</sup>

(1. 东北大学 材料与冶金学院, 沈阳 110004;

2. 东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 沈阳 110004)

**摘 要:** 利用波浪形倾斜板振动技术制备 AZ31 镁合金半固态坯料, 获得较为理想的球形或近球形晶粒组织。结果表明: 随二次加热温度的升高和保温时间的延长, 半固态组织中的液相体积分数增大, 固相逐渐长大并球化; AZ31 镁合金 580 °C 和 610 °C 时二次加热组织均不适合半固态触变成形; 适合触变成形的二次加热最优工艺为 590 °C 保温 40~60 min、或者 600 °C 保温 30 min; 此条件下获得的平均晶粒直径为 58~61 μm, 固相率为 87%(体积分数)左右。晶格扩散机制对二次加热原子扩散起主导作用, 是造成合金固相颗粒尺寸变化的根本原因; 固液界面张力是造成颗粒形状球形或近球形变化的重要原因。

**关键词:** AZ31 镁合金; 半固态; 倾斜板; 二次加热; 显微组织

**中图分类号:** TG292; TG142

**文献标志码:** A

## Microstructure evolution of semisolid AZ31 magnesium alloy during reheating process

CAO Fu-rong<sup>1</sup>, GUAN Ren-guo<sup>1</sup>, CHEN Li-qing<sup>2</sup>, ZHAO Zhan-yong<sup>1</sup>, REN Yong<sup>2</sup>

(1. School of Materials and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110004, China;

2. The State Key Laboratory of Rolling and Automation, Shenyang 110004, China)

**Abstract:** AZ31 magnesium semisolid billets were prepared by a self-designed wavelike vibration sloping plate device, and an ideal globular or near-globular microstructure can be obtained by wavelike vibration sloping plate technique. The results show that, with the increase of reheating temperature and the prolongation of holding time, the liquid fraction in semisolid microstructure increases, and the solid phase grows gradually and spheroidises. The reheating microstructures at 580 °C and 610 °C are not suitable for thixoforming. The optimum reheating process parameters suitable for thixoforming are 590 °C for 40~60min or 600 °C for 30 min, under which the average grain diameter is 58~61 μm and solid fraction is about 87%. The lattice diffusion resulting in the variation of grain size is the dominant atomic diffusion mechanism of reheating. The solid-liquid interfacial tension results in the variation of globular or near-globular shape.

**Key words:** AZ31 magnesium alloy; semisolid; sloping plate; reheating; microstructure

半固态加工具有较低的加工温度、充模平稳不滞留空气、低收缩率、组织细小均匀和性能优良等特点, 在航空、3C 电子产品和汽车领域获得了广泛的应用, 是 21 世纪具有应用前景的绿色加工技术之一<sup>[1]</sup>。半固态成形分流变成形和触变成形两类。触变成形的 3 个

重要环节是半固态浆料的制备、二次加热和充模成形<sup>[2]</sup>。二次加热是触变成形的关键环节, 是将坯料加热到半固态温度以获得均匀的固体球形晶粒周围环绕着液体的液固相共存的过程<sup>[3]</sup>。

半固态浆料的制备方法有机械搅拌法、电磁搅拌

**基金项目:** 国家自然科学基金重点基金资助项目(51034002); 国家自然科学基金面上资助项目(50974038); 教育部新世纪优秀人才支持计划资助项目(NCET-08-0097)

**收稿日期:** 2010-12-16; **修订日期:** 2011-04-02

**通信作者:** 管仁国, 教授, 博士; 电话: 024-83681463, 13504978164; E-mail: guanrg@smm.neu.edu.cn

法、喷射沉积法和应变诱导熔体活化法等<sup>[4]</sup>, 这些方法的共同之处是获得球形和近球形的晶粒, 以便进行后续的流变成形或触变成形。GUAN 等<sup>[5]</sup>提出了采用波浪形倾斜板振动冷却剪切技术制备半固态浆料的一种新方法, 采用该技术可以获得细小均匀的球形晶或近球形晶的半固态浆料。

二次加热过程研究大多针对铝合金进行, 对镁合金的二次加热研究报道较少。MORADI 等<sup>[6]</sup>研究了 ECAP 后的 A356 铝合金在半固态二次加热温度下的再结晶行为, 研究发现 ECAP 后二次加热获得球形晶粒组织, 该方法指出了制备理想半固态触变成形坯料的一个新途径。SEO 和 KANG<sup>[7]</sup>研究了电磁搅拌与挤压方法制备的 A356 铝合金坯料二次加热过程的组织演变, 研究发现电磁搅拌可以得到球化组织, 挤压得到细小的含枝晶的组织, 经过二次加热得到理想的球形晶组织。WANG 等<sup>[8]</sup>采用二步加热方法研究了 2024 铝合金的组织演变, 该方法把半固态坯料首先在液相线以上温度加热, 然后在固液相区等温保温, 发现二步加热的半固态坯料的重熔速度比等温加热的要快, 晶粒更细小、更圆整。DONG 等<sup>[9]</sup>研究了液相线铸造的 7075 铝合金的二次加热和触变成形, 熔体在 638 °C 近液相线温度保温 30 min, 然后半连续铸造, 可以得到细小、均匀的近球形晶粒。该组织在二次加热过程中发生球化, 在 600 °C 保温时间 5~15 min 后二次加热获得最佳组织, 铸锭在此制度下很容易触变成形。ZHAO 等<sup>[10]</sup>研究了 ECAE 变形的 ZK60+RE 合金的二次加热和触变锻造, 研究发现应变诱发熔体激活过程可以获得少量液相的球形固体颗粒组织, 随着保温时间的延长, 固体颗粒尺寸增加了, 球化程度也随之改善。

杨红亮等<sup>[11]</sup>通过将半固态坯料二次加热过程分成多步加热, 可以控制某些重要温度点附近的加热速率, 从而控制二次加热过程中半固态组织的演变过程。在 ZL101 半固态合金二次加热过程中, 三元 Al2Si2Mg 合金的熔化条件、初始合金组织的形貌和晶粒度的大小共同决定了最终形成半固态固相颗粒的尺寸。马春梅等<sup>[12]</sup>研究 AZ91 和 A356 双层金属管的二次加热工艺, 双层金属管用 AZ91 镁合金坯料的最佳尺寸为小于 24 mm, 二次加热温度为 560 °C, 保温时间为 21 min; A356 铝合金环状坯料最佳尺寸为壁厚 8 mm, 二次加热温度为 600 °C、保温时间为 20 min 时, 能得到适合于进行半固态触变成形的球化组织。张奎等<sup>[13]</sup>研究 AlSi7Mg 合金二次加热与组织转变机制, 实验发现, 共晶相中的 Si 相通过向  $\alpha$  相中扩散溶解, 其形状从片层状断裂成点链状颗粒, 并随着温

度升高颗粒细化、球化。片层越薄, 这一过程发生的温度越低, 速度越快。

本文作者采用波浪形倾斜板振动冷却剪切技术制备了 AZ31 镁合金半固态浆料。重点研究了二次加热温度和保温时间对显微组织的影响, 获得了最佳二次加热工艺, 讨论了二次加热组织演变的微观控制机制。

## 1 实验

实验材料为 AZ31 镁合金。AZ31 镁合金的液相线温度为 632 °C, 固相线温度为 566 °C, 半固态温度区间为 66 °C, 因此, 该合金适合半固态加工。将不锈钢坩埚预热到 500~530 °C, 升温速度为 10 °C/min。坩埚预热至暗红色, 在预热后的不锈钢坩埚内充满氩气; 然后, 将纯度为 99.9%(质量分数)的工业纯镁加入到不锈钢坩埚内, 并在流量为 5 L/min、压力为 14 MPa 的氩气保护下加热到 700~720 °C 左右, 镁完全熔化。将预热干燥后的纯度为 99.9%的工业纯铝、锌块和质量分数为 80%的锰剂等合金元素加入其中, 熔化后搅拌使其混合均匀。加料时尽量减少空气卷入熔体和液面搅动, 严格防止镁液飞溅。合金液继续升温至 720~740 °C, 静置 10 min 后除渣使金属液与已吸附溶剂的杂质分离。用钛合金钟罩将 1%的阻燃金属钙加入其中, 静置 10 min 后用六氯乙烷除气精炼; 精炼后扒渣; 最后, 静置 10 min, 调整到预定温度后进行浇注。

实验采用自行设计的波浪形倾斜板振动半固态成形实验装置, 其示意图如图 1 所示。该装置主要由温度控制系统、浇注系统、斜板振动系统、冷却系统和

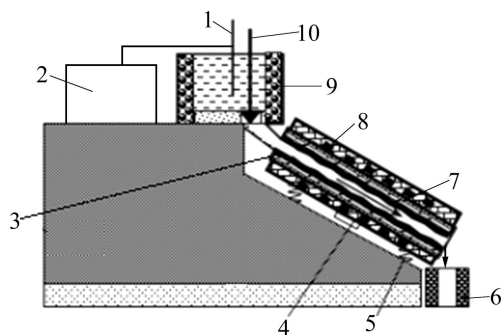


图 1 波浪形倾斜板振动半固态成形实验装置示意图

Fig. 1 Schematic diagram of vibrating wavelike sloping plate process for semisolid forming: 1—Thermal couple; 2—Temperature control cabinet; 3—Sealed copper pipe with wavelike surface; 4—Vibration cam connected to loop; 5—Spring; 6—Casting mould or crystallizer; 7—Cooling cavity; 8—Heating unit; 9—Pouring basket; 10—Pouring valve

收料系统等组成。将合金溶液转移到中间包 9 中进行净化和除渣,通过热电偶 1 和控温柜 2 检测熔体温度,在预定温度保温后,在氩气保护下,提升浇注阀 10 进行浇注,合金熔液会沿着具有 45°倾角的波浪形表面的密封倾斜铜管 3 流动。同时,通过活套连接凸轮振动机构 4 施加机械振动,振动频率通过改变电机转速调节,振幅通过改变弹簧 5 的强度调节。在流动与振动的复合作用下,熔融合金在倾斜板表面逐渐演化为细小的球形晶和残余液相组成的组织优良的半固态金属浆料,流出倾斜板的浆料通过水冷铜模 6 收集后铸成锭坯供触变成形之用。

二次加热采用 JH-36A 型井式旋风电阻炉。二次加热设备主要由加热炉和控温柜(控温精度为 $\pm 1^\circ\text{C}$ )组成,炉膛尺寸 $d\ 250\ \text{mm}\times 300\ \text{mm}$ ;加热棒两排共 8 根,额定功率 7.5 kW,额定电压 220 V,最高加热温度 950  $^\circ\text{C}$ 。二次加热制度如下:加热温度分别取为 580、590、600 和 610  $^\circ\text{C}$ ,每个温度分别保温 5、10、15、20、25、30、40、60 和 90 min。试样达到预定加热温度和保温时间后,立即取出进行水淬,然后将试样抛光腐蚀后用数码金相显微镜观察其二次加热组织,分析 AZ31 半固态合金的组织特征。对 AZ31 镁合金半固态重熔组织,参照 GB/T4296—2004 标准,采用线截距法测量平均晶粒直径:

$$d = \frac{L_t}{Nn} \quad (1)$$

式中: $d$  为平均晶粒直径, $L_t$  为测量线总长度, $N$  为测量线穿过的晶粒个数, $n$  为放大倍数。

平均晶粒圆度的表达式为

$$S_F = \frac{4\pi A}{L_p^2} \quad (2)$$

式中: $S_F$  为平均晶粒圆度, $L_p$  为晶粒截面周长, $A$  为晶粒截面积。本实验平均晶粒圆度及固相分数由 OLYCIA m3 金相分析软件得到。

光学显微实验试样依次在 800~3 000 号水磨砂纸上粗磨和细磨后,获得表面平整的试样,然后采用多次过滤沉淀的氧化镁悬浮乳液进行机械抛光。抛光后,再将试样在氧化镁悬浮液润湿的鹿皮上精抛,直至试样表面光亮,在显微镜下看不到抛光痕为止。将精抛合格的试样用酒精擦洗,然后将制备的 AZ31 合金试样进行腐蚀。腐蚀剂的配方如下:100 mL 蒸馏水中加入 2 g 草酸以及 100 mL 乙醇中加入 5 g 苦味酸、5 mL 冰醋酸和 10 mL 蒸馏水。采用 OLYMPUS PMG 51 数码金相显微镜观察金相组织。

## 2 结果与讨论

### 2.1 波浪形倾斜板装置制备的半固态 AZ31 镁合金的组织

图 2 所示为 680  $^\circ\text{C}$ 、倾斜板长度 400 mm、板倾角 45  $^\circ$ 、振动频率 47 Hz 条件下采用波浪形振动倾斜板装置制备的半固态 AZ31 镁合金的显微组织。由图 2 可见,由于振动和剪切共同作用,使产生的固相颗粒破碎细化,得到了比较均匀的近球形和球形晶粒的组织。

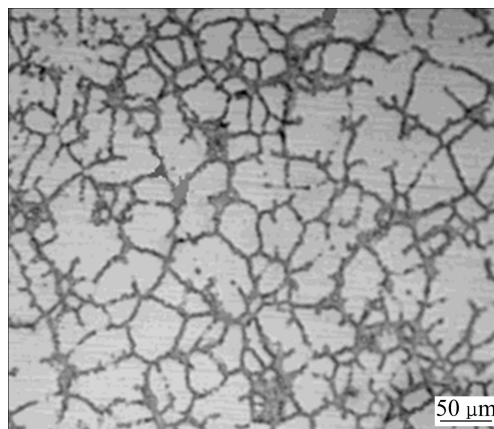


图 2 波浪型振动倾斜板装置制备的半固态 AZ31 镁合金的显微组织

Fig. 2 Optical microstructure of semisolid AZ31 alloy billet prepared by wavelike vibration sloping plate device at 680  $^\circ\text{C}$  with sloping plate length of 400 mm, tilt angle of 45  $^\circ$  and vibration frequency of 47 Hz

### 2.2 AZ31 半固态合金二次加热组织演化

#### 2.2.1 二次加热温度对半固态组织的影响

当二次加热温度为 580  $^\circ\text{C}$  时,在二次加热不同保温时间下的试样水淬组织演变规律如图 3 所示。当保温时间为 10 min(见图 3(a))时,个别晶界上的共晶组织已发生熔化,少量液相在晶界处析出,由于熔化的共晶组织与局部熔化的基体发生熔化和溶质扩散,晶粒之间发生熔合合并与粘连。当保温时间为 30 min(见图 3(b))时,晶界处有较多液相析出,固相边界开始被液相所包围,晶粒棱角处由于曲率大,熔化速率快,被熔解消失,晶粒形状也逐渐向球状转化,晶粒合并的现象逐渐减少,此时固相颗粒尺寸不均匀。在此温度下进行保温,难以适应触变成形对液相率(体积分数)和固相晶粒尺寸均匀性的要求。

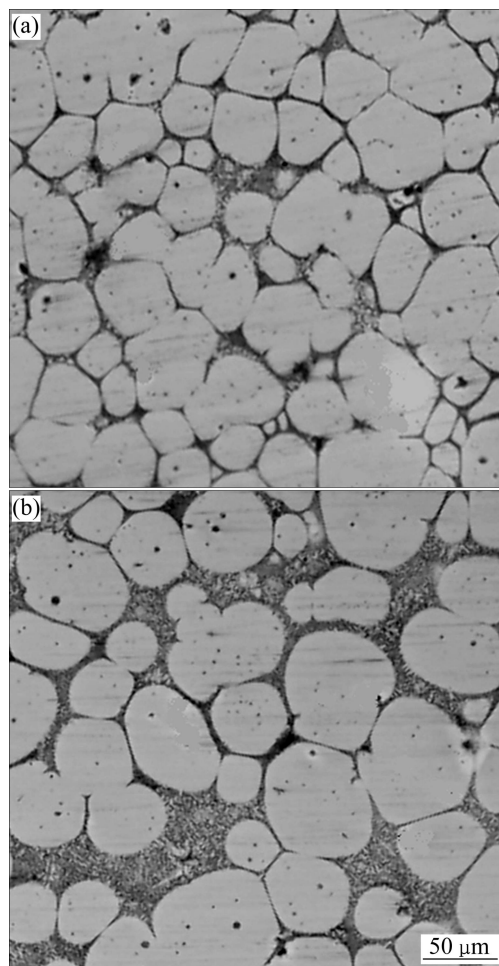


图 3 AZ31 合金坯料在 580 °C 下不同保温时间时的金相组织

**Fig. 3** Optical microstructures of AZ31 alloy billets held at 580 °C for different times: (a) 10 min; (b) 30 min

当二次加热温度为 590 °C 时, 在二次加热不同保温时间下的试样水淬组织演变规律如图 4 所示(图 4 中的黑点为低熔点共晶)。当保温时间为 10 min(见图 4(a))时, 晶粒之间发生熔合合并、粘连很明显, 液相在晶粒的晶界之间析出。当保温时间为 30 min(见图 4(b))时, 晶界处熔化的低熔点物质慢慢从固相颗粒的边界渗出, 由于原子扩散作用, 个别液相移动到晶粒内部。随着共晶组织熔化量的增多, 部分晶粒发生长大且变得比较圆整, 固相颗粒分布比较均匀。

当二次加热温度为 600 °C 时, 在二次加热不同保温时间下的试样水淬组织演变规律如图 5 所示。当保温时间 10 min(见图 5(a))时, 液相不断增加, 部分晶界发生了熔断或者接近熔断, 晶粒已达到较为理想的圆整度。当保温时间为 30 min(见图 5(b))时, 液相明显增多。液相比较均匀地分布在晶粒之间。由于有液相存在, 原已合并但尚未完全熔合的晶粒开始从晶界被

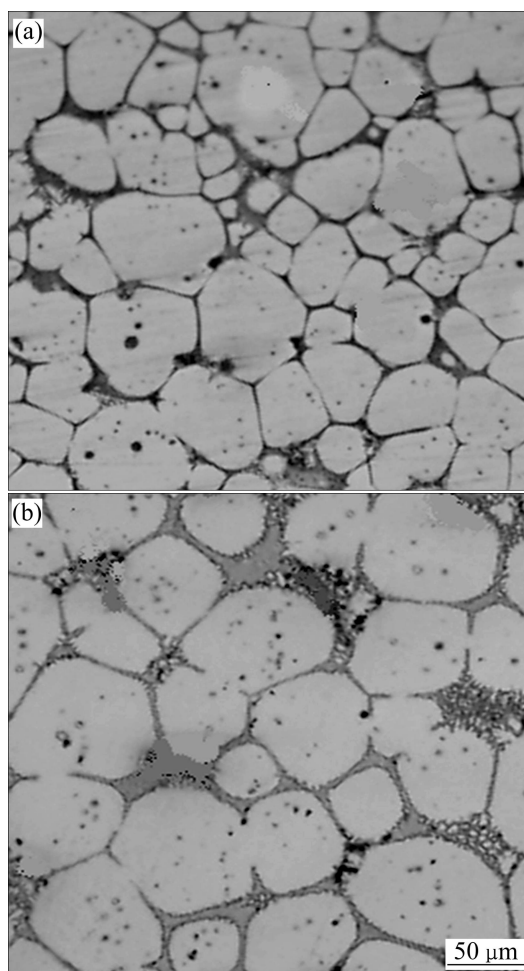


图 4 在 590 °C 下保温不同时间后 AZ31 合金坯料的金相组织

**Fig. 4** Optical microstructures of AZ31 alloy billets held at 590 °C for different times: (a) 10 min; (b) 30 min

熔断, 平均晶粒直径减小, 在界面曲率和界面能作用下, 小晶粒会逐渐熔化, 大晶粒则不断长大, 晶粒分布比较均匀且变得更加圆整, 与 Ostwald 熟化机理<sup>[14]</sup>符合。结果使整个系统的固液界面积缩小, 系统能量降低, 晶粒圆整, 晶粒尺寸缓慢增大, 最终至加热完成时得到具有一定固相率的半固态组织。

当二次加热温度为 610 °C 时, 在二次加热不同保温时间下的试样水淬组织演变规律如图 6 所示。当保温时间达到 10 min(见图 6(a))时, 晶粒显著球化和粗化, 由于晶粒粗化, 不利于触变成形。当保温时间为 30 min(见图 6(b))时, 共晶组织大部分转化为液相, 小晶粒熔化甚至消失在液相中。由于图 6(a)和(b)中的液相较多且发生 Ostwald 熟化, 较多液相的存在恶化了合金的成型性能, 所以该温度不适合触变成形。

综上所述, 二次加热温度选 590~600 °C 较为合适。

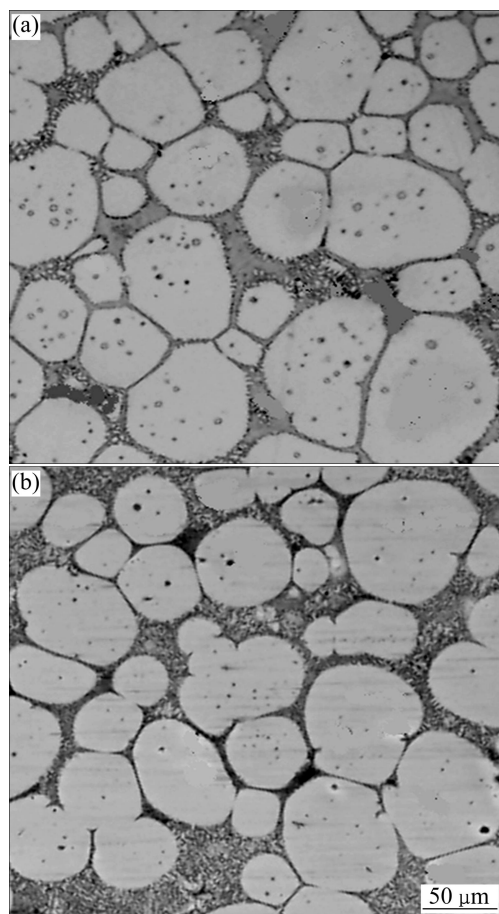


图 5 在 600 °C 下保温不同时间后 AZ31 合金坯料的金相组织

**Fig. 5** Optical microstructures of AZ31 alloy billets held at 600 °C for different times: (a) 10 min; (b) 30 min

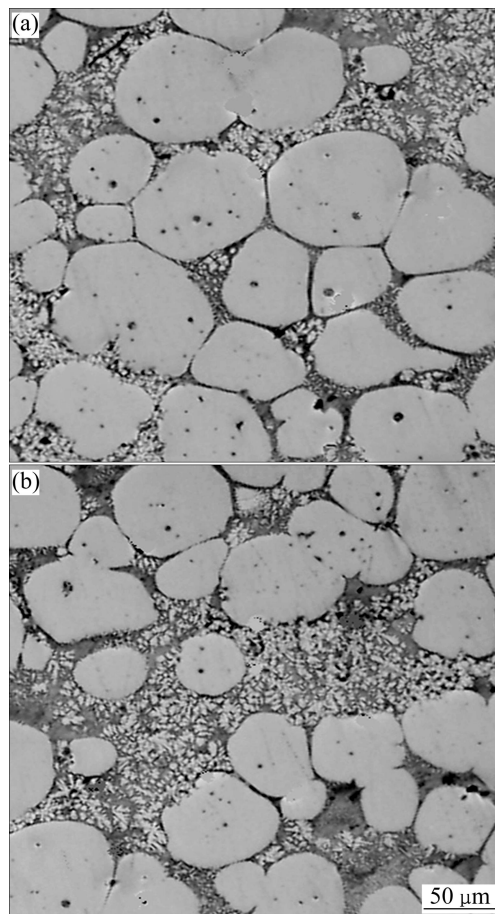


图 6 在 610 °C 下保温不同时间后 AZ31 合金坯料的金相组织

**Fig. 6** Optical microstructures of AZ31 alloy billets held at 610 °C for different times: (a) 10 min; (b) 30 min

### 2.2.2 二次加热保温时间对半固态组织的影响

波浪形倾斜板振动技术制备的半固态 AZ31 锭坯试样在 590 °C 下恒温加热不同时间的显微组织演变规律如图 7 所示。根据图 7 统计分析获得固相颗粒平均晶粒直径、平均晶粒圆度和固相体积分数与 590 °C 不同保温时间的关系, 如表 2 所列。

从图 7 和表 2 可以看出, 当二次加热温度为 590 °C, 随着保温时间的延长, 合金组织发生了变化。当保温时间为 15 min 时(见图 7(a)), 少量熔化的低熔点液相侵入到固相颗粒之间, 使晶界变得清晰, 但晶粒相互粘连的情况明显。平均晶粒直径为 38.3 μm, 晶粒尺寸较小。平均晶粒圆度 3.36, 明显偏离理想值 1.0, 反映晶粒球化效果不佳。固相体积分数为 95.59% 时, 液相体积分数为 4.41%, 液相太少, 触变成形时固液相界面滑动的阻力增大, 不适合触变成形。当保温时间为 20 min 时, 晶粒仍然相互粘连, 少量液相存在与个别晶粒之间。晶粒尺寸略微增大, 平均晶粒直径为

40.85 μm, 平均晶粒圆度为 3.33, 固相体积分数为 94.67%, 液相体积分数为 5.33%。此情况与 15 min 时的情况类似, 不适合触变成形。当保温时间为 40 min 时(见图 7(c)), 低熔点共晶相熔解后侵入到晶粒之间, 固体颗粒逐渐长大。平均晶粒直径为 58.33 μm, 平均晶粒圆度为 2.02, 固相体积分数为 88.11%, 液相体积分数为 11.89%。这些数据表明晶粒为近球形, 液相分数明显增大, 有利于降低触变成形的固液相界面滑动阻力, 此条件下比较适合触变成形。当保温时间为 60 min 时(见图 7(d)), 平均晶粒直径为 61.30 μm, 平均晶粒圆度为 1.26, 固相体积分数为 86.89%, 液相体积分数为 13.11%。组织中晶粒略微长大, 平均晶粒圆度 1.26(接近理想值 1.0), 说明晶粒球化效果十分理想, 液相体积分数也逐渐增加, 组织已达到固液相的动态平衡点, 低熔点共晶相迅速熔解, 并通过固相界面之间的溶质扩散促使固相颗粒外围迅速溶解, 晶粒迅速熔断分离, 液相增加并在晶间相互贯通形成液相网络,

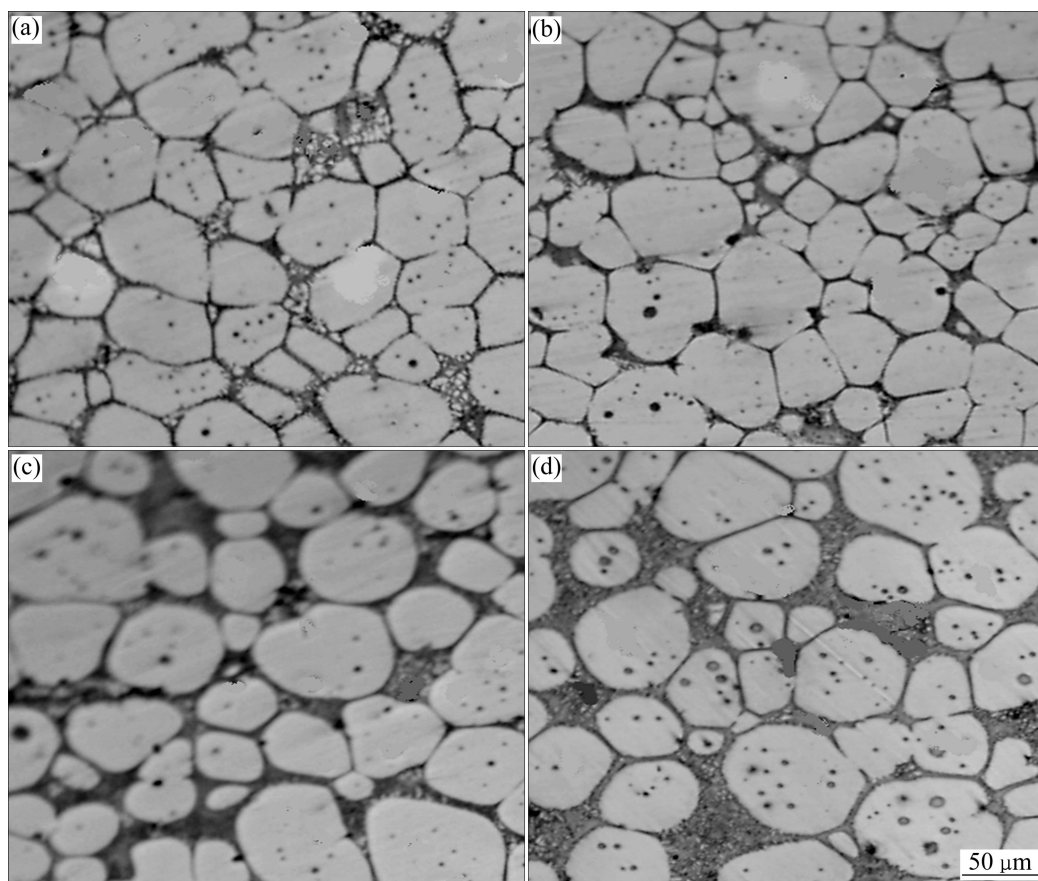


图 7 在 590 °C 下保温不同时间后 AZ31 合金坯料的金相组织

Fig. 7 Optical microstructures of AZ31 alloy reheated at 590 °C for different holding times: (a) 15 min; (b) 20 min; (c) 40 min; (d) 60 min

表 2 固相颗粒平均晶粒直径、平均晶粒圆度和固相体积分数与 590 °C 不同保温时间的关系

Table 2 Relationships among average grain diameter, mean grain roundness and solid fraction and holding time at 590 °C

Holding time/min	Average grain diameter/ $\mu\text{m}$	Mean grain roundness	Solid volume fraction/%
15	38.3	3.36	95.59
20	40.84	3.33	94.67
40	58.33	2.02	88.11
60	61.30	1.26	86.89

大大降低了晶粒之间的连接程度，晶粒分离为细小、圆整、光滑的晶粒。该组织条件是最理想的半固态二次重熔组织，这一重熔温度和保温时间最适合 AZ31 合金半固态触变成形。实验发现，当保温时间为 90 min 时，坯料发生严重变形并出现流淌现象，此时因试样无法夹持而无法进行后续的触变成形。

因此，AZ31 合金半固态坯料 590 °C 重熔时，合

适的保温时间在 40~60 min，可获得较为理想的二次加热组织，晶粒为均匀的近球形晶和球形晶，同时保证一定的固相体积分数使坯料具有足够的强度。适合触变成形的显微组织要求固相晶粒均匀细小(30~80  $\mu\text{m}$ )的近球形晶和球形晶，理想平均晶粒圆度在 1.0 左右，同时要保证 60% 以上的固相体积分数(固相率)或 40% 以下的液相体积分数便于坯料搬运与触变成形。

在 590 °C 下保温时间 40~60 min，在 600 °C 时保温时间 30 min，二次加热微观组织为较细小、均匀分布的理想半固态触变组织，微观组织均为较细小的近球状和球形等轴晶，颗粒十分圆整，且颗粒尺寸没有较大偏差，平均晶粒直径为 58~61  $\mu\text{m}$ ，微液相成分主要集中在晶界处，固相颗粒中心只存在少量的溶解液相成分，固相率约为 87%，液相率约为 13%。

### 2.3 二次加热组织演变的控制机制

半固态 AZ31 合金重熔过程发生固相颗粒尺寸变化和固相颗粒形状变化。

### 2.3.1 合金重熔过程固相颗粒尺寸变化的原因

固相颗粒尺寸的变化可以从 Lifshitz-Slorovitz-Wagner(LSW)晶粒粗化模型<sup>[15]</sup>进行分析。

$$d^q - d_0^q = Mt \quad (3)$$

式中:  $d$  为  $t$  时间的晶粒尺寸;  $d_0$  为初始晶粒尺寸;  $t$  为保温时间;  $q$  为与粗化机制有关的晶粒指数,  $q=2$  或  $q=4$  为晶界扩散控制的粗化,  $q=3$  为晶格扩散控制的粗化,  $q=5$  为位错管扩散控制的粗化;  $M$  为与扩散系数有关的晶粒粗化速率因子,  $M \propto D$ , 其中  $D = D_0 \exp[-Q/(RT)]$ ,  $D$  为扩散系数,  $D_0$  为扩散的频率因子,  $Q$  为激活能, 与熔点  $T_m$  有关,  $R$  为摩尔气体常数,  $T$  为温度。

由于  $M$  是正值, 温度一定则  $M$  为一定值。从式(3)看出, 随保温时间  $t$  的延长, 晶粒尺寸  $d$  增大。在保温时间  $t$  一定的情况下, 温度  $T$  增加, 扩散系数  $D$  增大, 晶粒粗化速率因子  $M$  增大, 晶粒尺寸  $d$  增大。这就解释了随温度的增加和保温时间的延长, 合金晶粒尺寸增大的实验现象。

原子扩散分表面扩散、位错管扩散、晶界扩散和晶格扩散。由于二次加热研究的是合金内部的原子扩散, 所以首先排除表面扩散。对二次加热过程, 由于合金处于半固态温度, 温度高, 排除了  $q=5$  位错管扩散。 $q=2$  或  $q=4$  晶界扩散控制的粗化多发生于固体低温( $T < 0.5T_m$ , 式中  $T_m$  为熔点)过程, 晶界扩散虽然在二次加热期间仍然发生, 但不起主导作用。剩下的是晶格扩散机制, 比较确定的机制是高温下的  $q=3$  晶格扩散控制的粗化,  $q=3$  晶格扩散是决定二次加热原子扩散起主导作用的机制。晶格扩散是造成合金固相颗粒尺寸变化的根本原因。

### 2.3.2 合金重熔过程固相颗粒形状变化的原因

颗粒形状的变化可以用包含界面张力的系统自由能模型<sup>[16]</sup>进行分析。

$$\Delta G = -(\Delta H - T\Delta S)V + \sigma_{ls}S \quad (4)$$

式中:  $\Delta H$  为熔化热,  $\Delta S$  为熔化熵,  $V$  为晶粒体积,  $\sigma_{ls}$  为固液界面张力,  $S$  为晶粒表面积。其中  $\Delta H - T\Delta S = \Delta F_V$  为固液二相体自由能差。

从式(4)可以看出,  $T$  一定, 则  $\Delta H$  和  $\Delta S$  一定, 因此  $\Delta F_V$  也一定。第二项为正值, 由于温度增加和保温时间延长,  $V$  和  $S$  增大, 而  $\sigma_{ls}$  降低, 由于球形晶粒具有最小的  $S$ , 所以使第二项的能量降低, 从而降低总自由能  $\Delta G$ 。在界面张力的作用下, 为降低系统能量, 合金颗粒形状朝着球形或近球形转化。因此, 固液界面张力是造成颗粒形状变化的重要原因。

## 3 结论

1) 利用波浪形倾斜板振动技术制备 AZ31 合金半固态坯料, 获得较为理想的球形或近球形晶粒组织。

2) 随二次加热温度增加和保温时间的延长, 半固态组织中液相体积分数增加, 固相逐渐长大和球化。AZ31 合金在 580 °C 和 610 °C 时的二次加热组织均不适合触变成形。适合触变成形的二次加热最优工艺为 590 °C 保温 40~60 min、600 °C 时保温 30 min。此条件下平均晶粒直径为 58~61 μm, 固相率约为 87%。

3) 晶格扩散机制对二次加热原子扩散起主导作用, 是造成合金固相颗粒尺寸变化的根本原因。固液界面张力是造成颗粒形状球形或近球形变化的重要原因。

## REFERENCES

- [1] ATKINSON H V. Modelling the semisolid processing of metallic alloys[J]. Progress in Materials Science, 2005, 50(3): 341-412.
- [2] 罗守靖, 田文彤, 谢水生, 毛卫民. 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 Shui-sheng, MAO Wei-min. Technologies and applications of semisolid forming[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2000, 10(6): 765-773.
- [3] FLEMINGS M C. Behavior of metal alloys in the semisolid state[J]. Metallurgical Transaction A, 1991, 22(5): 957-981.
- [4] KIRKWOOD D H. Semisolid metal processing[J]. International Materials Reviews, 1994, 39(5): 173-189.
- [5] GUAN Ren-guo, CAO Fu-rong, CHEN Li-qing, LI Jian-ping, WANG Chao. Dynamical solidification behaviors and microstructure evolution during vibrating wavelike sloping plate process[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2009, 209(5): 2592-2601.
- [6] MORADI M, NILI-AHAMADABADI M, POORGANJI B, HEIDARIAN B, PARSAM H, FURUHARA T. Recrystallization behavior of ECAPed A356 alloy at semi-solid reheating temperature[J]. Materials Science and Engineering A, 2010, 527(16/17): 4113-4121.
- [7] SEO P K, KANG C G. The effect of raw material fabrication process on microstructural characteristics in reheating process for semi-solid forming[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 162/163(5): 402-409.
- [8] WANG Shun-cheng, LI Yuan-yuan, CHEN Wei-ping, ZHENG Xiao-ping. Microstructure evolution of semisolid 2024 alloy during two-step reheating process[J]. Transactions of Nonferrous



- Metals Society of China, 2008, 18(4): 784–788.
- [9] DONG Jie, CUI Jian-zhong, LE Qi-chi, LU Gui-min. Liquidus semi-continuous casting, reheating and thixoforming of a wrought aluminum alloy 7075[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2003, 345(1/2): 234–242.
- [10] ZHAO Zu-de, CHENG Yuan-sheng, CHEN Qiang, WANG Yan-bin, SHU Da-yu. Reheating and thixoforging of ZK60+RE alloy deformed by ECAE[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20(2): 178–182.
- [11] 杨红亮, 张质良, OHNAKA I, YASUDA H, SUGIYAMA A, OHMICHU T. ZL101 合金半固态二次加热[J]. *中国有色金属学报*, 2003, 13(3): 626–630.
- YANG Hong-liang, ZHANG Zhi-liang, OHNAKA I, YASUDA H, SUGIYAMA A, OHMICHU T. Reheating process of semi-solid ZL101 alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2003, 13(3): 626–630.
- [12] 马春梅, 王开坤, 张 鹏, 徐 峰. 双层金属管用半固态坯料制备及二次加热[J]. *特种铸造及有色合金*, 2009, 29(8): 721–725.
- MA Chun-mei, WANG Kai-kun, ZHANG Peng, XU Feng. Preparation of semisolid billets and reheating process of double layer metallic tubes[J]. *Special Casting & Nonferrous Alloys*, 2009, 29(8): 721–725.
- [13] 张 奎, 张永忠, 刘国均, 徐 骏, 张景新, 樊建中. 半固态 AlSi7Mg 合金二次加热工艺与组织转变机制[J]. *金属学报*, 1999, 35(2): 127–130.
- ZHANG Kui, ZHANG Yong-zhong, LIU Guo-jun, XU Jun, ZHANG Jing-xin, FAN Jian-zhong. Reheating process and structural evolution of semi-solid AlSi7Mg alloy[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 1999, 35(2): 127–130.
- [14] NAMI B, SHABESTARI S G, RAZAVI H, MIRDAMADI S, MIREMAEAEILI S M. Effect of Ca, RE elements and semisolid processing on the microstructure and creep properties of AZ91 alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2011, 528(3): 1261–1267.
- [15] JI S, ROBERTS K, FAN Z. Isothermal coarsening of fine and spherical particles in semisolid slurry of Mg-9Al-1Zn alloy under low shear[J]. *Scripta Materialia*, 2006, 55(11): 971–974.
- [16] 胡汉起. 金属凝固原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000.
- HU Han-qi. *Principle of metallic solidification*[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000.

(编辑 龙怀中)