#### DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2020-39693

引文格式:赵雪婷,张天向,刘佳豪等. Mg-Gd-Y-Zr 合金可控冷却速率实验方法及凝固组织的 X 射线断层扫描表征 [J].中国有色金属学报,DOI:10.11817/j.ysxb.1004.0609.2020-39693

ZHAO Xueting, ZHANG Tianxiang, LIU Jiahao. Preparation of Mg-Gd-Y-Zr alloy solidified at controlled cooling rate and microstructure characterization by using X-ray tomography technique[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2020-39693



# Mg-Gd-Y-Zr 合金可控冷却速率实验方法及凝固组织的 X 射线断层扫描表征

赵雪婷<sup>1,2</sup>,张天向<sup>1,2,3</sup>,刘佳豪<sup>1,2</sup>,袁勇<sup>4</sup>,李中权<sup>4</sup>,韩志强<sup>1,2</sup> (1清华大学材料学院,北京 100084) (2清华大学先进成形制造教育部重点实验室,北京 100084) (3北京科技大学钢铁共性技术协同创新中心,北京 100083) (4上海航天精密机械研究所,上海 201600)

**摘 要**: 建立了可控冷却速率的实验方法、凝固过程测温方案和合金内部温度推算方法,对 Mg-6Gd-3Y-0.5Zr (wt%)(GW63K)合金开展可控冷却速率实验,结合 X 射线断层扫描技术、扫描电子显微镜和 X 射线能谱分 析等实验表征手段,表征可控冷速镁合金的凝固组织形貌并获取定量信息,研究了冷却速率对 GW63K 合金凝 固组织微观形貌、定量信息的影响和变化规律。研究结果表明,在 GW63K 合金凝固组织中,共晶网络状地分 布在晶界处,形状不规则的第二相岛状地分布在共晶组织中;在平均冷却速率 *R<sub>c</sub>* = 0.13~0.33 ℃/s 范围内,随 着冷速的增加,网状共晶组织更密集、均匀和连续,第二相分布更均匀、尺寸更小,微观溶质偏析减小,第二 相和共晶体积分数均呈下降趋势。

关键词:可控;冷却速率; Mg-Gd-Y-Zr; X 射线断层扫描技术 中图法分类号: TG2

轻量化材料及其加工工艺和模拟仿真技术在航天航空、电子和汽车工业等领域具有重要的应用价值<sup>[14]</sup>。 镁合金因其轻质、高强等优异性能在汽车结构件中具有广阔的应用前景<sup>[5-11]</sup>。含有钆(Gd)、钇(Y)等稀土元 素的镁合金具有更加优异的耐高温性能、机械性能和耐腐蚀性能<sup>[12-14]</sup>。研究 Mg-Gd-Y-Zr 合金凝固组织特征, 例如初生相、共晶和第二相的形貌、尺寸、分布和体积分数等定量信息,对优化合金热处理工艺、提升合金最 终力学性能具有重要作用<sup>[15,16]</sup>。冷却速率是影响镁合金凝固组织特征的工艺条件之一,近年来,探究冷却速率 对 Mg-Gd-Y-Zr 合金凝固过程微观组织影响的科研报道不断增加<sup>[17-22]</sup>。在研究冷却速率对组织的影响的过程中, 通常采用从实际铸件中取样的方法来获取研究微观组织的样品,但样品的冷却速率通常难以按照实验设计的要 求。因此为了研究在可控冷却速率条件下制备的 Mg-Gd-Y-Zr 合金凝固组织形貌、定量信息与冷速间的关系, 需要设计和建立可控冷却速率的实验方法、制备可控冷却速率条件下凝固的 Mg-Gd-Y-Zr 合金样品,建立可控 冷却速率实验方法、获取准确的合金凝固过程温度数据是研究"工艺一凝固组织"定量关系的关键因素。近年 来,随着实验表征技术的不断发展,X 射线断层扫描技术在表征材料微观组织立体形貌、获取微观组织定量信 息等方面存在突出优势,并获得越来越多研究者的青睐<sup>[23-28]</sup>。

本文建立了可控冷却速率的实验方法、凝固过程测温方案和合金内部温度数据推算方法,针对 Mg-6Gd-3Y-0.5Zr(wt%)(GW63K)合金开展了可控冷却速率实验,获得一系列冷速可控的镁合金样品,结合 X射线断层扫描技术、扫描电子显微镜和X射线能谱分析等实验表征手段,表征了样品的凝固组织二维、三维

作者简介:赵雪婷,硕士研究生;电话: 010-62794482; E-mail: zhaoxt17@mials.tsinghua.edu.cn 通讯作者:韩志强,副教授,博士;电话: 010-62794616; E-mail: zqhan@tsinghua.edu.cn

基金项目:国家自然科学基金资助(项目号 U1737208)

形貌和第二相、共晶体积分数等定量信息,研究了冷却速率对 GW63K 合金凝固组织微观形貌的影响,并给出 了冷却速率和共晶或第二相体积分数的定量关系和变化规律。

## 1 实验方法

#### 1.1 样品封装、测温和温度推算方法

镁合金易被氧化且在高温下与石英发生化学反应。经探索确定,本文采用"石英一石墨一火焰密封"的方法对镁合金棒料进行样品封装。石英作为外管,高纯石墨作为内管,在内管中放入铸态 GW63K 合金棒料。在石英上端口处对管内三次抽真空、通氩气,火焰密封该端口。石英外壁布置相互对称的 K 型铠装热电偶探头, 用来测量管壁温度随时间的变化规律。以石英外壁 a、b 两点的测温数据的平均值为温度边界条件 T<sub>0</sub>,使用 ANSYS 软件的瞬态传热分析模块进行建模和传热计算,用来推算合金内部(图 2 中 c 点)温度 T 随时间 t 的 变化规律。图 1(a)、(b)分别为样品封装结构示意图和实物图,将封装后的样品置于实验装置中进行"重熔一凝 固"实验(详见 1.2)。图 1(b)所示的封装样品经过重熔实验后如图 1(c)所示,镁合金在高温下熔融并伴随着蒸 发,蒸发镁合金冷却后附着在石英内壁,熔融镁合金在石墨管内重新凝固。封装样品的尺寸如图 1(d)所示,石 英、石墨和镁合金的外径分别为 5.0、3.0 和 1.0 mm。K 型铠装热电偶探头直径为 1.0 mm。图 2 所示为 ANSYS 瞬态传热分析的二维建模,石英、石墨和镁合金的半径 R 分别为 2.5、1.5 和 0.5 mm。瞬态传热计算用到的材 料热物性参数如表 1、图 3 所示。



图 1 样品封装结构示意图(a); 重熔实验前(b)后(c)的光学照片; 封装样品尺寸示意图(d) Fig.1 Schematic diagram (a), optical images before (b) and after (c) remelting experiment and the size (d) of the packaged sample



图 2 ANSYS 传热分析建模示意图





图 3 材料热物性参数

Fig.3 Thermophysical parameters of materials with temperature

	表 1	瞬态传热分	析所需	的材料热	、物性参数
--	-----	-------	-----	------	-------

Table 1 Thermophysical parameters of materials for transient thermal analysis					
Material	Density / kg $\cdot$ m <sup>-3</sup>	Thermal conductivity / $W \cdot m^{-1} \cdot {}^{\circ}C^{-1}$	Specific heat / kJ·kg <sup>-1</sup> ·°C <sup>-1</sup>		
GW63K alloy	Fig.3(a)	Fig.3(b)	Fig.3(c)		
Graphite	2250	121	0.72		
Quartz	2650	Fig.3(d)	Fig.3(e)		

#### 1.2 可控冷却速率实验方法和样品制备

图 4 为可控冷却速率实验装置示意图,该实验装置由升温系统(1)~(4)和降温系统(5)~(9)组成。(1)~(10)分别 代表多工位管式炉、石英加热管、三通法兰、可编程温度控制器、压缩空气瓶、气瓶控制阀、双级减压阀、压 缩空气数显流量计、耐高温导气管、加热管内的封装样品。样品按照图 1 封装后,利用三通法兰的加工孔,将 图 1(a)中热电偶引线端引出并连接到数据采集系统。实验中,利用管式炉的可编程温度控制器来控制升温和保 温过程,使封装样品中的镁合金棒料重熔;通过调节压缩空气的双级减压阀来控制气体输出压强,并利用数显 流量计记录气体流速,通过控制管式炉加热管内的气体流速来获得不同冷速下凝固的镁合金样品。空载(不含 镁合金封装样品)时不同气体输出压强 P 的管式炉内降温曲线 T-t、冷速曲线 dT/dt-t 如图 5(a)、(b)所示,压缩 空气输出压强 P、气体流速 V<sub>air</sub>和平均冷却速率(绝对值) R<sub>c</sub>之间的关系如图 5(c)、(d)所示。P 和 V<sub>air</sub>呈对数 型非线性相关关系,即关系式(1); V<sub>air</sub>和 R<sub>c</sub>呈线性相关关系,即关系式(2):

$$V_{air} = 66.4 \ln P + 297.3 \tag{1}$$

$$R_c = 8.3 \times 10^{-4} V_{air} + 0.1163 \tag{2}$$









图 5 空载时不同气体输出压强的降温过程温度曲线(a);瞬时冷速曲线(b);气体流速和输出压强的关系曲线(c); 气体流速和平均冷却速率的关系曲线(d)

Fig.5 *T-t* curve at different *P* (a), transient cooling rate curve (b) and  $R_c$ - $V_{air}$  curve (d)

将含 GW63K 合金棒料的封装样品放入管式炉加热管中部,升温至 720℃并保温 5~10 min,打开压缩空气 总阀,调节双级减压阀,当温度降至室温时取出封装样品,敲碎石英和石墨并取出重熔后凝固的镁合金样品。 本文通过调控 *V<sub>air</sub>*,制得 6 种不同冷却条件下凝固的 GW63K 合金样品,并测得降温过程的温度数据,样品编 号分别为(1)~(6)。以热电偶采集的温度数据为边界条件,利用 ANSYS 瞬时传热分析方法,计算得出凝固过程 镁合金内部温度随时间的变化规律如图6所示。样品(1)~(6)在520~650℃区间内的平均冷却速率*R<sub>c</sub>*分别为0.13、 0.16、0.18、0.22、0.26、0.33℃/s,本文用平均冷却速率*R<sub>c</sub>*(以下简称为"冷却速率"或"冷速")来简要描述 各样品的冷却条件。



图 6 不同冷却速率下凝固的合金温度曲线

Fig.6 Temperature curve of GW63K alloy solidified at different cooling rate ((1)~(6) represent GW63K alloy cooled at 0.13, 0.16, 0.18, 0.22, 0.26 and 0.33 °C/s, respectively)

#### 1.3 Mg-Gd-Y-Zr 合金微观组织实验表征

用同步辐射 X 射线断层扫描技术对样品(1)~(6)进行微观组织形貌表征。同步辐射 X 射线断层扫描实验在 上海光源 BL13W1 线站进行。单色器晶体选择 Si111,摄像头选择 10 倍镜头。X 射线能量为 23.5 keV,曝光时 间为 1.5 s。在 360°旋转范围内以 0.5°的间隔采集投影图像。透射投影图的尺寸为 1.3 mm×1.3 mm,体素大小为 0.65 μm×6.5 μm。用 Image Pro、PITRE、Avizo<sup>TM</sup>等图像处理软件对扫描数据进行处理,并重建镁合金 样品的三维微观组织形貌。用 Avizo<sup>TM</sup>软件计算样品的共晶、第二相体积分数。图 7 和 8 所示分别为同步辐射 X 射线断层扫描技术原理图和数据处理过程流程图。

用配有 X 射线能谱(EDS)的 Zeiss Merlin Compact 型扫描电子显微镜(SEM)表征二维微观组织形貌和成分分布。





Fig.7 Schematic diagram of synchrotron X-ray tomography technique



#### 图 8 数据处理流程图

#### Fig.8 Data processing of synchrotron X-ray tomography experiment

## 2 实验结果与讨论

图 9 所示为样品(1)~(6)的扫描电子显微镜背散射电子图像。SEM 图像中亮度不同的区域代表 GW63K 合金 微观组织中的三种不同的相结构。GW63K 合金微观凝固组织由初生相(记为 α,黑色)和共晶组成,共晶由 第二相(记为 β,亮白色)和过饱和相(记为 α',灰白色)构成,α 为具有密排六方结构的 Mg,β 为 Mg24(Gd,Y)5<sup>[29]</sup>。 初生相的枝晶形貌不明显,图 9(d)中可见具有六次对称性的枝晶形貌。共晶组织呈网络状连续地分布在晶界处,第二相岛状地分布在 α'相中。随着冷速的增加,GW63K 凝固组织被细化,网状共晶组织更密集、均匀和连续,第二相分布更加均匀、平均尺寸更小。图 10 所示为铸态 GW63K 合金样品的微观组织三维形貌。初生相 α、第 二相 β 和过饱和相 α'分别标记为蓝、红和绿色。第二相的三维形貌呈不规则的几何形状,β在 α'中孤立分布并 共同形成离异共晶组织。



图 9 不同冷速下凝固的 GW63K 合金 SEM 背散射电子图像 Fig.9 SEM images of GW63K alloy solidified at different cooling rates ((a)~(f) represent specimen (1)~(6), respectively)



图 10 GW63K 合金微观凝固组织三维形貌

Fig.10 Three dimensional microstructure (a~d), morphology of  $\beta$  (a1~d1) and the distribution of  $\beta$  in  $\alpha$ ' (a2~d2) in the GW63K alloy ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\alpha$ ' are respectively colored in blue, red and green, and (a)~(d) respectively represent specimen (1)~(4))

GW63K 合金凝固组织元素分布如图 11 所示,溶质 Gd 和 Y 主要分布在共晶组织中,初生相中含量较少; Mg 主要分布在初生相中,在共晶中含量较少。图 12 为 EDS 线扫路径和成分分析。路径 I 如图 12(a)所示,依 次经过初生相  $\alpha$ 、第二相  $\beta$  和过饱和相  $\alpha$ '等特征区域,图 12(b)~(d)定性地反映了合金铸态组织中各相的元素差 异。如图 12(c)、(d)所示,溶质 Gd 和 Y 的峰强在第二相  $\beta$  中的峰强明显升高,峰强趋势  $\beta > \alpha' > \alpha$ ,即溶质 Gd 和 Y 在各相中的相对含量  $\beta > \alpha' > \alpha$ 。Mg 在  $\beta$ 、 $\alpha'$ 和  $\alpha$  中的相对含量与 Gd、Y 相反。分别对两种不同冷速条 件下凝固的 GW63K 合金样品的初生相  $\alpha$ 、第二相  $\beta$  和过饱和相  $\alpha$ '的进行定量成分分析,  $R_c$ 为 0.16℃/s、0.26℃ /s 的样品中各相的成分如表 2 所示,分析位置如图 13 所示。由表 2 可知,在冷速较大( $R_c$ =0.26℃/s)的铸态 GW63K 合金中,溶质在共晶( $\beta$ 和  $\alpha'$ )中的含量(重量百分比)较低、在  $\alpha$ 中的含量较高,即微观溶质偏析 较低。





Fig.11 Electronic image of the characterized region (a), distribution of Mg (b), Gd (c) and Y (d) in as-cast GW63K

alloy



# 图 12 EDS 线扫路径 I 各相成分分布

Fig.12 EDS linear analysis path (a), distribution of Mg (b), Gd (c) and Y (d) of path I in solidification microstructure of GW63K alloy

	There a no spe			in cooling faces
$R_c / \circ \mathbf{C} \cdot \mathbf{s}^{-1}$	EDS spot	Element	Mass fraction / wt%	Atom fraction / at%
0.16	α	Mg	93.14	98.44
		Gd	3.31	0.54
		Y	1.91	0.55
		Zr	1.64	0.46
	α'	Mg	78.25	94.83
		Gd	14.14	2.65
		Y	7.13	2.36
		Zr	0.49	0.16
	β	Mg	56.64	87.21
		Gd	29.83	7.10
		Y	13.07	5.50
		Zr	0.46	0.19

表 2 不同冷速速率下凝固 GW63K 合金的成分分析 Table 2 EDS spot analysis of GW63K alloy solidified at different cooling rates

0.26	α	Mg	93.38	98.55
		Gd	3.62	0.59
		Y	2.10	0.61
		Zr	0.89	0.25
		Mg	81.66	95.78
		Gd	11.87	2.15
	α	Y	5.56	1.78
		Zr	0.90	0.28
	β	Mg	55.57	86.97
		Gd	32.13	7.77
		Y	11.84	5.07
		Zr	0.46	0.19





Fig.13 The positions of EDS spot analysis of GW63K alloy cooled at 0.16 °C/s (a) and 0.26 °C/s (b)

用 Avizo™软件计算 GW63K 合金样品的第二相体积分数 (*f<sub>β</sub>*)和共晶体积分数 (*f<sub>eu</sub>*)。平均冷却速率 (*R<sub>c</sub>*) 在 0.13~0.33℃/s 范围内 GW63K 合金凝固组织中第二相、共晶体积分数与冷速间的关系如图 14 所示,第二相和共晶体积分数分别在 2.5~3%和 32~35%范围内,并且随着冷速的增加, *f<sub>β</sub>*和 *f<sub>eu</sub>*均呈减小趋势。以最小二乘法 拟合的 *f<sub>β</sub>*和 *f<sub>eu</sub>* 与 *R<sub>c</sub>* 的定量关系分别为式(3)和(4):

$$f_{\beta} = -1.96R_c + 3.17 \tag{3}$$

$$f_{eu} = -13.41R_c + 36.44 \tag{4}$$





Fig.14 Quantitative information of GW63K alloy solidified at different  $R_c$ : volume fraction of  $\beta$  (a) and eutectics (b) 实验结果显示,GW63K 合金凝固组织由初生相 a 和共晶组成,共晶组织由第二相 B 和过饱和相 a'构成。 网状共晶分布在晶界, 第二相形状不规则并且岛状地分布在共晶组织中。Mg 主要分布在 α 中, 溶质 Gd 和 Y 主要分布在共晶组织中,且溶质 Gd 和 Y 在各相中的相对含量为  $\beta > \alpha' > \alpha$ 。当平均冷却速率在 0.13~0.33℃/s 范围内时,随着冷速的增加,凝固组织被细化,共晶网络更密集和均匀,第二相的平均尺寸更小且分布更均匀, 第二相和共晶的体积分数均呈下降趋势;在冷速较大的 GW63K 合金中,溶质 Gd 和 Y 在共晶中的重量百分比 较低、在初生相中含量较高,即微观溶质偏析较低。镁合金由液相到固相的凝固是一个伴随着原子重新排列的 相变过程,合金凝固过程中原子需要迁移一定距离。初生相和第二相的凝固是质量运输控制型的,相的形核和 生长取决于原子的扩散<sup>[30]</sup>。在 Mg-Gd-Y-Zr 合金凝固过程中,多余的溶质原子 Gd 和 Y 从固相排出到液相中, 并堆积在固—液界面前沿的扩散层内。因此对于溶质 Gd 和 Y, 在合金凝固末期固相中的溶质含量较低, 而分 布在固相周围的残余液相中的溶质含量较高。Gd 的动力学扩散系数比 Y 低两个数量级, Gd 在残余液相中的 原子迁移速度远小于 Y,因此在残余液相中 Gd 原子的聚集较 Y 严重、元素分布更集中。在凝固末期,残余液 相中发生共晶反应,形成 Gd 和 Y 含量高于初生相的共晶组织。在非平衡凝固中,冷却速率影响熔体温度与熔 点温度的差值(ΔT<sub>r</sub>),进而影响共晶反应中第二相的形核。方程(5)和(6)为临界晶核半径 r 和形核能ΔG 的表达 式<sup>[30]</sup>:

$$r = \frac{2\sigma}{\Delta T_r \Delta s_f} \tag{5}$$

$$\Delta G = \sigma 4\pi r^2 + \frac{1}{3} \Delta g 4\pi r^3 \tag{6}$$

式中, $\sigma$ 为界面能, $\Delta s_f$ 为熔融熵, $\Delta g$ 为吉布斯体积自由能。在凝固过程中, $\Delta T_r$ 随着冷速的增加而增大。冷速

的增加有利于减小临界晶核半径、降低形核能,因此,有利于共晶反应过程中第二相的形核,使第二相的分布 随冷速的增加而更加均匀。此外,随着冷速的增加,共晶反应持续的时间减少,在共晶反应过程中不足以使形 核后的第二相充分长大,导致共晶组织中第二相的尺寸随冷却速率的增加而减小。

凝固通常可以假设为一个"固相无扩散、液相充分混合"的相变过程,固相溶质成分( $C_S$ )、固相率( $f_S$ )和有效溶质分配系数( $k_{ef}$ )有如下关系式<sup>[31]</sup>:

$$C_{s} = k_{ef}C_{0}\left(1 - f_{s}\right)^{k_{ef}-1} \tag{7}$$

$$k_{ef} = \frac{k}{k + (1 - k)e^{-\frac{V3}{D_L}}} \qquad k \le k_{ef} \le 1$$
(8)

式中,V为初生相生长速率,k为平衡溶质分配系数, $C_0$ 为原始成分, $D_L$ 为液相溶质扩散系数, $\delta$ 为扩散层宽度,e为自然常数。式(7)和(8)表明,固相溶质成分是与固相率和有效溶质分配系数相关的函数,且初生相的生长速率对有效溶质分配系数产生一定影响。随着冷却速率 $R_c$ 的增加,初生相生长速率V增大,在初生相凝固末期,固相中溶质成分  $C_s$ 增加、液相中溶质成分减少。因此,随着冷速增加,残余液相中溶质含量减少,微观溶质偏析减小,形成的共晶含量减少,且不利于第二相的形成,共晶体积分数和第二相体积分数均降低。共晶的体积分数与合金凝固过程中的溶质再分配和微观偏析等现象密切相关。在发生共晶反应的合金体系中,共晶的体积分数 $f_e$ 也可由公式(9)求解<sup>[30]</sup>,

$$f_e = \left(\frac{1}{u}\right) \left[ u - 1 + \left(\frac{C_0}{C_e}\right)^{\frac{u}{p}} \right]$$
(9)

$$u = 1 - 2\alpha' k \tag{10}$$

$$p = 1 - k \tag{11}$$

$$\alpha' = \alpha \left[ 1 - \exp\left(-\frac{1}{\alpha}\right) \right] - 0.5 \exp\left(-\frac{1}{2\alpha}\right)$$
(12)

 $C_e$ 为共晶成分,  $\alpha$ 为无量纲扩散时间, 参数  $\alpha$  为  $\alpha$  的修正值。经 W. Kurz 等人的推导可知, 在枝晶侧向无分枝的情况下,  $\alpha$  与冷却速率 *T*的关系为

$$\alpha = -\frac{4D_s m (C_L^* - C_L^m)}{\lambda^2 \dot{T}}$$
(13)

式(13)中出现负号是由于该式中的冷却速率 T为负值,  $\lambda$  为特征间距, m 为液相线斜率,  $D_S$  为固相溶质扩散系数,  $C_L^*$ 为枝晶尖端浓度,  $C_L^m$  为最后液相的成分<sup>[30]</sup>。平均冷却速率  $R_c$  为正值, 当  $R_c$  增加时, -T值增加。在 0.13~0.33 °C/s 范围内随着冷却速率的增加  $\alpha$  '呈减小趋势,因此共晶的体积分数  $f_e$  随冷却速率  $R_c$  的增加而减小。 3 结论

(1)建立了镁合金凝固过程可控冷却速率的实验方法、凝固过程测温方案和合金内部温度数据推算方法。 采用"石英一石墨一火焰密封"的方法进行样品封装,可制备直径为1mm的小尺寸镁合金样品;采用"可编 程温度多工位管式炉一压缩空气"实验装置和瞬态传热分析方法可制备冷却速率范围为0.13~0.33℃/s的铸态镁 合金样品,并能精确计算各样品的平均冷却速率 *R*<sub>c</sub>。上述方法适用于使用同步辐射 X 射线断层扫描技术表征 镁合金凝固组织微观形貌和定量信息。

(2)对 GW63K 合金开展了可控冷却速率实验,获得 *R<sub>c</sub>*为 0.13~0.33℃/s 的合金样品。扫描电子显微镜结 合 X 射线断层扫描技术表征了 GW63K 合金凝固组织的二维和三维形貌,研究了 GW63K 合金凝固组织微观形 貌的特点和随冷却速率的变化规律。GW63K 合金凝固组织由初生相和共晶组成,共晶组织由第二相和过饱和 相构成。共晶组织网络状地分布在晶界处,形状不规则的第二相岛状地分布在共晶组织中。在 *R<sub>c</sub>* = 0.13~0.33℃/s 范围内,随着冷速的增加,凝固组织被细化,网状共晶组织更密集、均匀和连续,第二相分布更均匀、平均尺 寸更小。

(3)研究了 GW63K 合金样品微观组织定量信息和冷却速率之间的关系和变化规律。在  $R_c = 0.13 \sim 0.33$  ℃, 随着冷速的增加微观溶质偏析减小, GW63K 合金凝固组织中第二相体积分数  $f_{\beta}$ 和共晶体积分数  $f_{eu}$ 均呈减小趋势, 且  $f_{\beta}$ 和  $f_{eu}$ 与  $R_c$ 的定量关系分别为  $f_{\beta} = -1.96R_c + 3.17$ 和  $f_{eu} = -13.41R_c + 36.44$ 。

## 参考文献

- [1] POLLOCK T M.<u>Science</u>[J],2010,328(5981):986.
- [2] HAN Zhiqiang, ZHU Wei, LIU Baicheng. Acta Metallurgica Sinica [J], 2009, 45(3): 356.
- [3] LEWIS R W, HAN Zhiqiang, GETHIN D T. Comptes Rendus Mécanique [J], 2007, 335(5-6):287.
- [4] HUO Liang, HAN Zhiqiang Q, LIU Baicheng. Acta Metallurgica Sinica [J], 2009, 45(12):1414.
- [5] QI Mingfan, KANG Yonglin, ZHOU Bing ZHU Guoming, ZHANG Huanhuan. <u>Acta Metallurgica Sinica</u>[J], 201 5,51(6):668.
- [6] HAN Zhiqiang, PAN Haowei, LI Yanda, LUO A A, SACHDEV A K. <u>Metallurgical and Materials Transactions</u> <u>B[J]</u>, 2015, 46(1):328.
- [7] HAN Guomin ,HAN Zhiqiang,Luo A A,LIU Baicheng. Journal of Alloys and Compounds[J],2015,641:56.
- [8] KOJIMA Y,AIZAWA T,HIGASHI K,KAMADO S.Materials Science Forum[J],2003,419:3.
- [9] HAN Guomin ,HAN Zhiqiang,Luo A A.Scripta Materialia[J],2013,68(9):691.
- [10] HAN Guomin ,HAN Zhiqiang,Luo A A. Metallurgical and Materials Transactions A[J],2015,46A(2):948.
- [11] HAN Zhiqiang, HAN Guomin, Luo A A. Computational Materials Science[J], 2015, 101:248.
- [12] LIU Xianbin,SHAN Dayong,SONG Yingwei,CHEN Rongshi,HAN Enhou. <u>Transactions of Nonferrous Meta</u> <u>ls Society of China</u>[J],2011,21(4):903.
- [13] KUBASEK J, VOJTECH D. Transactions of Nonferrous Metals Society of China[J], 2013, 23(5):1215.
- [14] CAO Genghua, ZHANG Datong, ZHANG Wen, QIU Cheng. Journal of Alloys and Compounds [J], 2015, 636:1
   2.
- [15] CAO H, WESSEN M. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2004, 35(1): 309.
- [16] WU Mengwu,XIONG Shoumei. Journal of Materials Science and Technology[J],2011,27(12):1150.
- [17] ZHOU Yang, PENG Liming, WANG Qudong, LIN Jinbao, DING Wenjiang. <u>Materials Science Forum</u>[J], 2007, 546:175.
- [18] ZHOU Jixue, YANG Yuansheng, TONG Wenhui, WANG Jie, FU Junwei, WANG Bin. <u>Rare Metal Materials a</u> <u>nd Engineering</u>[J], 2010, 39(11):1899.
- [19] ZHANG Song, YUAN Guangyin, LU Chen, DING Wenjiang. Acta Metallurgica Sinica [J], 2010, 46(10): 1192.
- [20] PANG Song,WU Guohua,LIU Wencai,SUN Ming,ZHANG Yang,LIU Zhijie,DING Wenjiang. *Materials Scie* <u>nce and Engineering A[J]</u>,2013,562:152.
- [21] PANG Song, WU Guohua, LIU Wencai, ZHANG Liang, ZHANG Yang, CONRAD H, DING Wenjiang. <u>Transact</u> <u>ions of Nonferrous Metals Society of China</u>[J], 2014, 24(11): 3413.
- [22] DAI Jichun, EASTON M A, ZHANG Mjingxing, QIU Dong, XIONG Xiangyuan, LIU Wencai, WU Guohua. <u>Metallurgical and Materials Transactions A</u>[J], 2014, 45(10): 4665.
- [23] BUFFIERE J Y,SAVELLI S,JOUNEAU P H,MAIRE E,FOUGERES R.<u>Materials Science and Engineering</u> <u><u>A[J]</u>,2001,316(1):115.</u>
- [24] MAIRE E,GRENIER J C,DANIEL D,BALDACCI A,KLOCKER H,BIGOT A.<u>Scripta Materialia</u>[J],2006,5 5(2):123.
- [25] SHUAI Sansan, GUO Enyu, ZHENG Qiwei, WANG Mingyue, JING Tao, FU Yanan. <u>Materials Characterizatio</u> <u>n[J]</u>, 2016, 118:304.
- [26] DU Jinglian, GUO Zhipeng, ZHANG Aang, YANG Manhong, LI Mei, XIONG Shoumei. <u>Scientific Reports</u>[J], 2 017,7(1):13600.
- [27] DU Jinglian GUO Zhipeng, YANG Manhong, XIONG Shoumei. <u>Materials Today Communications</u>[J], 2017, 13: 155.
- [28] WANG Yongbiao,PENG Liming,JI Yanzhou,CHENG Xiaoxing,WANG Cunlong,WU Yujuan,FU Yanan,CH EN Longqing.*Journal of Materials Science and Technology*[J],2018,34(7):1142.
- [29] WU Keyan, WANG Xuyang, XIAO Lv, LI Zhongquan, HAN Zhiqiang. Advanced Engineering Materials [J], 201

8,20(3):1700717.

- [30] KURZ W,FISHER D J.Fundamentals of solidification[M].translated by LI Jianguo,HU Qiaodan.Beijing: H igh Education Press, 2010: 18.
- [31] STEFANESCU D M.Science and engineering of casting solidification[M].Switzerland: Springer, 2015: 79.

# Preparation of Mg-Gd-Y-Zr alloy solidified at controlled cooling rate and microstructure characterization by using X-ray tomography technique

ZHAO Xueting<sup>1,2</sup>, ZHANG Tianxiang<sup>1,2,3</sup>, LIU Jiahao<sup>1,2</sup>, YUAN Yong<sup>4</sup>, LI Zhongquan<sup>4</sup>, HAN Zhiqiang<sup>1,2</sup> (1.School of Materials Science and Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China)

(2.Key Laboratory for Advanced Materials Processing Technology (Ministry of Education), Tsinghua University,

Beijing 100084, China)

(3.Collaborative Innovation Center of Steel Technology, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

(4.Shanghai Spaceflight Precision Machinery Institute, 1 Guide Rd, Songjiang District, Shanghai 201600, China) **Abstract:** An experimental method of preparing Mg-Gd-Y-Zr alloy solidified at controlled cooling rate, acquiring temperature-time data during the solidification process, and calculating the temperature inside the alloy was established. The experiments were carried out on Mg-6Gd-3Y-0.5Zr (wt%) (GW63K) alloys, and several GW63K alloy specimens cooled at different rates in the range of 0.13~0.33°C/s were prepared. The solidification microstructure and quantitative information of the GW63K alloys were characterized by using X-ray tomography technique and SEM. The effects of cooling rate on the microstructure and quantitative information were discussed. Besides, the quantitative relationships between cooling rate and volume fractions of the eutectics and secondary phase were proposed, respectively. The results showed that the eutectics of GW63K alloy which distributed at the grain boundaries present network-like morphology, and the secondary phase with irregular morphology distributed in the eutectics. With the increase of cooling rate in the range of 0.13~0.33°C/s, the primary phase with six-fold symmetry were refined. The eutectic networks became denser, more homogeneous and continuous. The secondary phase distributed more dispersively, and the average size of secondary phase became lower. In addition, the volume fractions of eutectics and secondary phase reduced as the cooling rate increased.

Key words: controlled; cooling rate; Mg-Gd-Y-Zr; X-ray tomography technique

Corresponding author: Han Zhiqiang, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, P. R. China, Tel: 010-62794616, E-mail: zqhan@tsinghua.edu.cn