

AZ80 镁合金半固态等温处理过程中的组织演变

孙 兵, 张英波, 权高峰, 李 彬

(西南交通大学, 四川 成都 610031)

摘 要: 对挤压态 AZ80 镁合金进行了不同时间的等温处理, 观察分析了半固态微观组织的演变规律与晶内液池的形成过程。结果表明: 在等温过程中, 组织演变过程主要表现为晶粒合并粗化、晶界局部液相出现和液相区扩大、 α -Mg 晶粒球化转变、熟化与合并长大几个阶段。挤压 AZ80 镁合金半固态等温处理过程中 α -Mg 晶粒内液池出现机制以 α -Mg 晶内溶质元素富集处发生局部优先熔化为为主。

关键词: AZ80; 组织演变; 晶内液相

中图分类号: TG166.4

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)02-0404-05

自 20 世纪 70 年代, M. C. Flemings 等人^[1]将 Sn-Pb 合金加热到半固态温度区间时, 获得了具有较高的固相分数和较低的剪切应力的固/液混合物质, 并依此提出了针对金属材料一种新的成形加工方法。这就是后来国际上公认的半固态加工技术 (semi-solid metallurgy)^[2]。目前, 获得半固态金属的方法主要有机械搅拌法、电磁搅拌法、超声波搅拌法、应变诱发激活法 (strain-induced melt activation, SIMA)、半固态等温处理法 (semi-solid isothermal heat-treatment, SSIT) 等^[3-8]。

镁合金具有高的比强度、比刚度、低弹性模量、低密度等特点, 且资源非常丰富, 相比于其他金属结构材料而言具有显著的优势, 已成功应用于航空航天、汽车、3C、国防工业与轨道交通等领域^[9]。在半固态等温处理过程中, 因 α -Mg 基体必将球化^[10,11], 使其具有很好的成形和力学性能。研究表明: 铸态以及变形态合金均可通过等温处理的方式来获得半固态坯料, 且以变形态合金为原材料的半固态坯料具有更好的组织特性, 目前采用的变形方式主要有等径角挤压、往复挤压、压缩以及循环闭式模锻 (cyclic closed-die forging, CCDF) 等^[12-14], 而以常规挤压材料为原材料的制坯技术报道较少。另外, 不同固相率、变形率下, 半固态变形主要有 4 种机理: 液相流动机理 (LS)、液固相混合流动机理 (FLS)、固相间滑移 (SS) 和固相粒子的塑性变形 (PDS)^[15]。而半固态坯料中固相颗粒中液相的出现能够改变合金变形机制, 提升固相颗粒的变形能力。目前研究多集中于等温工艺参数对坯料组织的影响, 而对晶内液相出现机制探讨较少。

本实验对常规挤压 AZ80 镁合金进行不同时间的半固态等温处理, 研究其微观组织演变规律, 并定量计算和分析固相率与等温时间的关系。同时探究等温过程中晶粒粗化与液相形成过程。

1 实 验

实验所用 AZ80 镁合金成分如表 1 所示, 其固液相点约为 537~610 °C^[16]。AZ80 镁合金半连铸铸锭经 400 °C, 18 h 均匀化处理, 挤压成直径为 $\Phi 18$ mm 的圆棒, 挤压温度为 370 °C, 挤压比为 65, 挤压速度为 0.5 m/min。采用 DX-2600 型 X 射线衍射仪分析合金物相组成。

在挤压棒上截取 $\Phi 18$ mm \times 10 mm 的圆棒试样。分别将试样在 550 °C 保温不同时间后立即取出水淬。实验中组织分析区域均取垂直于挤压方向。将试样表面抛光并采用超声波清洗后, 用 4vol% 硝酸乙醇溶液进行腐蚀, 采用光学显微镜观察微观组织, 并利用 Micro-image Analysis & Process 软件对微观组织中晶粒尺寸和固相体积分数进行定量分析; 利用 EDS 分析微区成分; 采用 X 射线残余应力测试仪 (i-XRD 型) 测试试样内应力水平。

表 1 AZ80 镁合金化学成分

Table 1 Composition of AZ80 magnesium alloy ($\omega/\%$)

Al	Zn	Mn	Ni	Fe	Mg
8.00	0.70	0.39	<0.0007	<0.002	Bal.

收稿日期: 2015-02-10

基金项目: 中央高校基本科研业务费专题研究项目 (SWJTU11ZT30, SWJTU11CX050); 轨道交通国家实验室(筹)重点项目 (2012A0101)

作者简介: 孙 兵, 男, 1989 年生, 硕士生, 西南交通大学材料科学与工程学院, 四川 成都 610031, 电话: 023-87634673, E-mail: sunbing@my.swjtu.edu.cn

2 结果与分析

2.1 挤压态 AZ80 镁合金微观组织与物相

垂直于挤压方向的挤压态 AZ80 镁合金微观组织和 XRD 图谱如图 1 所示。由图可知, 挤压 AZ80 镁合金微观组织由单一的 α -Mg 基体组成, 且 α -Mg 晶粒以等轴晶形式存在, 尺寸分布均匀, 其平均晶粒尺寸约为 18 μm 。

2.2 等温过程中液相的出现

图 2 为挤压 AZ80 镁合金经 550 $^{\circ}\text{C}$ 保温不同时间的显微组织。

结合图 1a 可知: (1) α -Mg 基体晶粒发生了明显的长大, 当在 550 $^{\circ}\text{C}$ 保温 2 min 后, 基体晶粒尺寸由原材料的 18 μm 长大至约为 37 μm , 并存在继续合并长大的可能性 (图 2a 中箭头所示)。(2) 此时 α -Mg 晶粒的晶界更加“平直化”, 而挤压后晶粒的晶界多为“曲线状”。这主要是由于高温时溶质元素扩散速度较大, 随着晶界处较为富集的溶质元素向晶粒内部扩散。在晶界能的驱动下最终导致的晶界变化。(3) 晶粒长大的主要机制是由于晶粒间的相互合并而发生晶粒合并粗化, 外界能量输入提供了晶粒长大所需的能量, 为满足界面能优化, 部分晶粒间的晶界发生变化的同时逐步“淡化”, 直至消失, 此时两晶粒合并长大为一个晶粒。(4) 挤压 AZ80 镁合金经 550 $^{\circ}\text{C}$ 保温 2 min 后,

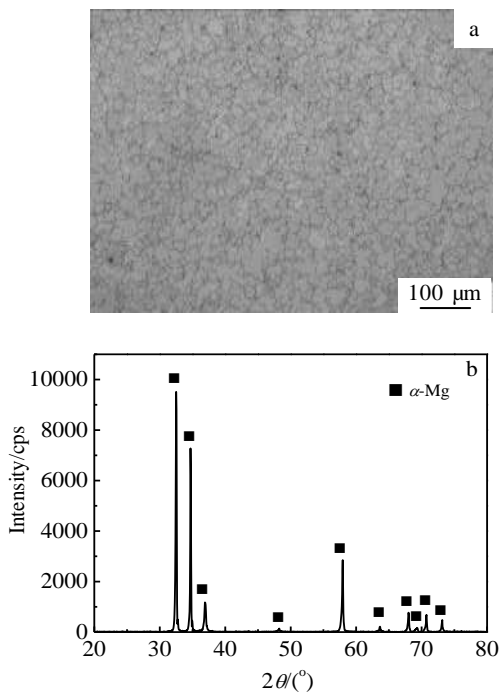


图 1 AZ80 镁合金微观组织和 XRD 图谱

Fig.1 Microstructures (a) and XRD pattern (b) of AZ80 alloy

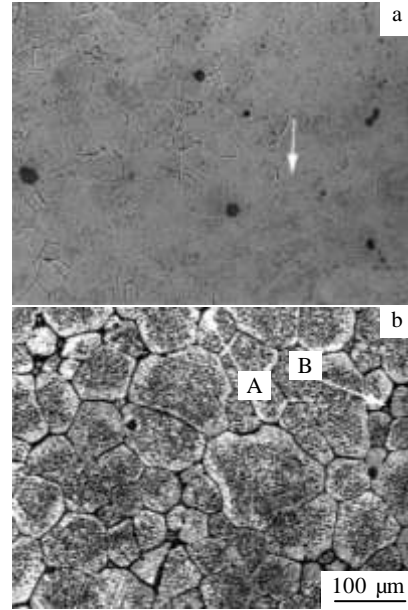


图 2 550 $^{\circ}\text{C}$ 等温处理后的显微组织

Fig.2 Microstructures of AZ80 after heat-treatment at 550 $^{\circ}\text{C}$: (a) 2 min and (b) 4 min

微观组织中并未出现液相, 因此可判断在半固态等温处理过程中, α -Mg 基体晶粒首先发生合并粗化, 随着等温时间的延长、能量的继续输入后, 再发生局部熔化。当保温时间延长至 4 min 后, α -Mg 基体晶粒持续长大, 基体晶粒尺寸长大至约为 53 μm 。此时仍有部分晶粒间继续发生合并粗化长大。另外, 液相优先在晶界处出现 (图 2b 中 A 所示), 这主要是由于溶质原子富集于晶界处而造成该区域具有较低的熔点, 优先发生熔化。随后液相将沿着晶界扩张 (图 2b 中 B 所示)。

另外, 半固态等温处理法来制备半固态坯料时, 通常在升温及初始保温阶段, 液相较少且未完全将固相颗粒相间隔时, 晶粒间主要发生合并粗化致使基体晶粒尺寸发生明显变化。对比图 1a 和图 2 可知, 550 $^{\circ}\text{C}$ 时进行半固态等温处理过程中的粗化阶段 (晶粒合并粗化机制占主导作用的阶段), AZ80 镁合金 α -Mg 晶粒的长大方式为正常长大 (具有稳定动力学特征的连续长大) [17,18]。同时, 应力测试结果显示, 当等温时间为 4 min 时 (液相初现时), AZ80 镁合金试样横断面中心区域残余应力已由初始态的 -201 MPa 降至 -35 MPa, 因此可判断, 等温处理过程中, 材料内部应力主要在晶粒合并粗化过程中被消耗。

2.3 挤压 AZ80 镁合金的半固态微观组织

图 3 为挤压 AZ80 镁合金在 550 $^{\circ}\text{C}$ 分别等温处理

10、20 和 30min 后的微观组织。由图 3 可以看出, 挤压 AZ80 镁合金在 550 °C 分别等温处理 10, 20 和 30 min 后, α -Mg 基体晶粒内部均出现了大量的液相。这可能是因为: (1) 均匀化退火和热挤压过程中, 大部分 Al、Zn 元素已固溶于 α -Mg 基体晶粒内部, 并使局部溶质元素富集, 熔点降低, 致使二次加热保温过程中, Al、Zn 元素富集区域出现液相。(2) 在加热和等温过程中, α -Mg 晶粒平均尺寸由 18 μm 通过发生合并粗化长大至 50~100 μm , 在合并粗化过程中可能致使部分液相将被包裹于 α -Mg 基体晶粒内部。(3) α -Mg 晶粒合并过程中, 原有晶界处具有较大的溶质原子富集, 在合并过程中由于时间短而不及充分扩散。另外, 由图中仍可以看出, 随着等温时间的延长, 晶粒内部小液池数目明显降低, 这主要是由于等温过程中的液相出现后, 熔化与凝固同时进行。一方面, 随着能量的继续输入, 小液池间相互连接形成更大的液池。另一方面, Mg 原子可依附在晶界处凝固, 合金元素也可进一步固溶至 α -Mg 晶粒内, 而造成部分小液池消失。

由图 3 还可以看出, 挤压 AZ80 镁合金半固态等温处理后, α -Mg 基体晶粒均发生了明显的球化。这主要归因于经热挤压后, α -Mg 基体晶粒均转变为细小的等轴晶 (如图 1a 所示), 在二次加热保温过程中, 晶粒发生球化所需驱动力小、时间短。因此, 晶粒更容易发生球化。另外, 当等温处理时间为 10 min 时, α -Mg 晶粒的圆整度相差较大, 同时晶粒尺寸分布很不均匀, 且仍有部分晶粒相互连接。此时, 液相与固相分布均匀程度很高, 固相率约为 84%。随着保温时间延长至 20 min 后, α -Mg 晶粒趋向相互分离, 此时固相率进一步降低至约为 81%; 固相 α -Mg 晶粒的数量明显减少, 这主要是由于等温过程中晶粒间合并长大引起的。另外, 固相颗粒内部仍有较多液相, 且液池形状规格有所增加。当保温时间延长至 30 min 时, α -Mg 晶粒液相数目进一步减小, 形状规格进一步增大。同时, 组织中细小晶粒数目逐渐减小, 这主要是由于当液相出

现后部分小晶粒溶解、而大晶粒继续长大, 这种现象是 Ostwald 熟化机制作用的结果。另外, 部分晶粒出现“团簇”现象; 该现象的出现将会直接导致晶粒间的合并长大, 将会降低半固态坯料成形能力和力学性能。

由图 3 结合定量计算可知: 随着半固态等温时间的延长, 挤压 AZ80 镁合金的固相率先下降后略有上升, 且时间由 20 min 增加到 30 min 时, 固相率增加较小。说明当温度为 550 °C 时, 保温时间达到 20 min, 固液相的相对量进入平衡阶段, 此平衡阶段为熔化与凝固共存的动态平衡。因此可知: 半固态等温处理过程中, 坯料的固相率取决于等温温度与等温时间的共同作用。

2.4 晶内液池的出现机制

采用 EDS 点分析晶内液相合金元素的含量的位置如图 4a 所示, 测得分析点的化学成分为 Mg-16.09%Al-2.71%(图 4b), 可以看出晶内液池中合金元素远大于 AZ80 镁合金中的平均合金元素成分, 因此可判断晶内液池出现前所在区域内的合金元素存在极大富集。对比分析图 2b 和图 3a 可发现: (1) 随着等温处理时间 4 min 延长至 10 min 后, α -Mg 平均晶粒尺寸并未发生明显变化。而因固相率很大时, 仍存在晶粒合并粗化的可能性而致使液相被包裹于晶内, 最终形成具有晶内液池特征的合金组织。而因晶粒尺寸变化不大且晶内液相出现量极大, 故这种晶内液相出现的机制并不占主导作用。(2) 当等温温度为 550 °C 时, 随着保温时间的延长, α -Mg 基体晶粒内部出现大量液相区域, 而等温时间为 4 min 时晶粒内部并未出现液相。即使经过挤压后的合金, 合金元素也并非均匀分布于 α -Mg 晶粒内 (图 4c 所示), 再加之合并粗化阶段, 原有晶界处具有较大的溶质原子富集, 在合并过程中由于时间短而不及充分扩散。致使在等温过程中, 由于溶质元素富集区域具有较低的熔点, 而优先发生熔化, 最终导致 α -Mg 晶粒内部液池的出现。因此可判断, 挤压 AZ80 镁合金半固态等温处理过程中 α -Mg 晶粒内液池出现机制以 α -Mg 晶内溶质元素富集而导致局部优先熔化为佳。

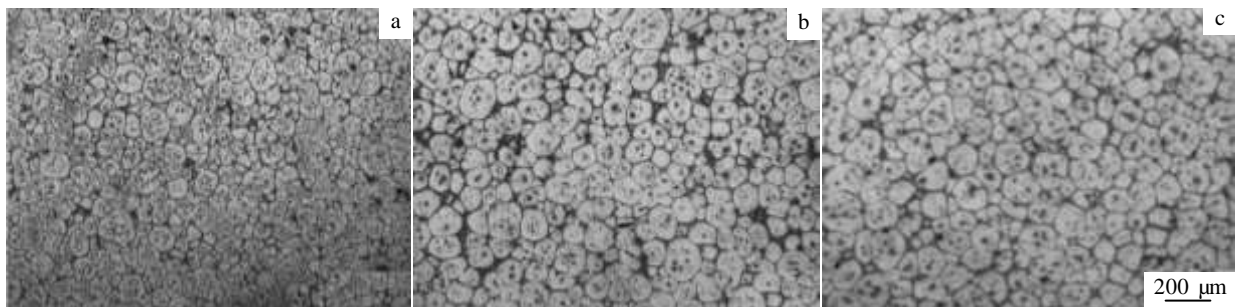


图 3 挤压 AZ80 镁合金在 550 °C 等温处理后的微观组织

Fig.3 Microstructures of AZ80 alloy after heat-treated at 550 °C: (a) 10 min, (b) 20 min, and (c) 30 min

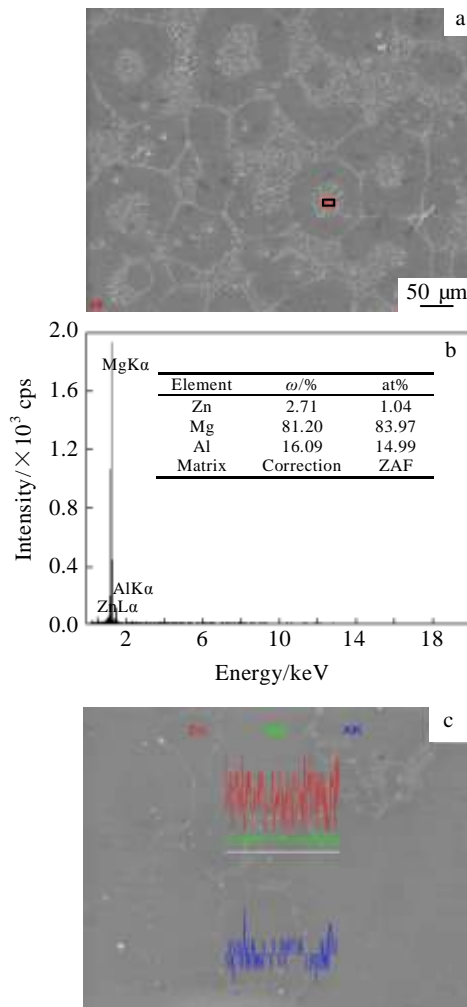


图 4 合金元素 EDS 分析

Fig.4 EDS analysis position (a), EDS spectrum (b), and elements distribution for AZ80 alloy

3 结 论

1) 以常规挤压材料作为原材料, 通过半固态等温处理, 可获得固液分布均匀的半固态组织。

2) 在等温过程中, 合金组织演变过程主要表现为晶粒合并粗化、晶界局部液相出现和液相区扩大、液相出现、 α -Mg 晶粒球化转变、熟化与合并长大几个阶段。

3) 挤压 AZ80 镁合金在等温处理初期的合并粗化阶段, 其 α -Mg 晶粒长大方式为正常长大。

4) 挤压 AZ80 镁合金半固态等温处理过程中 α -Mg 晶粒内液相出现机制以 α -Mg 晶内溶质元素富集

而导致局部优先熔化为主。

参考文献 References

- [1] Spencer D B, Mehrabian R, Flemings M C. *Metallurgical Transactions A* [J], 1972, 3: 1925
- [2] Flemings M C, Riek R G, Young K P. *Materials Science and Engineering*[J], 1976, 25: 103
- [3] Bouzakis K D, Malariis G, Tsouknidas A. *Computational Materials Science*[J], 2012, 59: 133
- [4] Haghdadi N, Zarei-Hanzaki A, Heshmati-Manesh S *et al. Materials & Design*[J], 2013, 49: 878
- [5] Alexandrou A N, Florides E C, Georgiou G C. *Journal of Non-newtonian Fluid Mechanics* [J], 2013, 93: 103
- [6] Zhang Liang(张 亮), Wu Guohua(吴国华), Wang Shaohua(王少华) *et al. Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2012, 22(10): 2357
- [7] Hassas-Irani S B, Zarei-Hanzaki A, Bazaz B *et al. Materials & Design*[J], 2013, 46: 579
- [8] Jiang Jufu, Wang Ying, Liu Jun *et al. Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2013, 23(3): 576
- [9] Mordike B L, Ebert T. *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 302: 37
- [10] Zhai Qiuya(翟秋亚), Yuan Sen(袁 森), Jiang Bailing(蒋百灵). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报) [J], 2005, 15(1): 123
- [11] Fan Z. *International Materials Reviews* [J], 2002, 47(2): 49
- [12] Li Yuandong(李元东), Hao Yuan(郝 远), Chen Tijun(陈体军) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2002, 12(6): 1143
- [13] Zhao Gaozhan, Yang Lin, Duan Xunxing *et al. Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2012, 22(S2): 450
- [14] Jiang Jufu, Wang Ying, Du Zhiming *et al. Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2012, 22: 422
- [15] Chen C P, Tsao C Y A. *Acta Mater*[J], 1997, 45(5): 1955
- [16] Ai Xiulan(艾秀兰), Yang Jun(杨 军), Quan Gaofeng(权高峰). *China Foundry Machinery & Technology*(中国铸造装备与技术)[J], 2009(1): 17
- [17] Anderson M P, Grest G S, Srolovitz D J. *Scripta Metallurgica*[J], 1985, 19(2): 225
- [18] Holm E A, Zacharopoulos N, Srolovitz D J. *Acta Mater*[J], 1998, 46(3): 953

Microstructures Evolution of AZ80 Magnesium Alloy in Semi-solid Isothermal Treatment Process

Sun Bing, Zhang Yingbo, Quan Gaofeng, Li Bin
(Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China)

Abstract: This paper deals with the evolution law of microstructure and formation process of intracrystalline liquid pool of extruded AZ80 magnesium alloy after semi-solid isothermal treatment (SST) for different time. The result show that in the semi-solid isothermal process, coarsening and merger of grains occur firstly, and then liquid phase appears and expands; with the increase of isothermal holding time, the α -Mg grains are separated by liquid phase and tend to spheroid constantly. Ostwald ripening and grain coalescing will become the main mechanism with the holding time increasing. And the partial melting priority due to the solution elements enrichment is the main mechanism of intracrystalline liquid pool inside the α -Mg grain.

Key words: AZ80; microstructure evolution; intracrystalline liquid pool

Corresponding author: Quan Gaofeng, Ph. D., Professor, Institute of Lightweight of Transportation Equipment, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, P. R. China, Tel: 0086-28-87634673, E-mail: quangf@gmail.com