



等温热处理对 ZC61-0.3Cr 镁合金 半固态组织演变的影响

黄晓锋^{1,2}, 马亚杰¹, 张 玉¹, 张乔乔¹, 郭 峰¹, 杨健长¹

(1. 兰州理工大学 省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室, 兰州 730050;
2. 兰州理工大学 有色金属合金及加工教育部重点实验室, 兰州 730050)

摘 要: 研究等温热处理温度和保温时间对 ZC61-0.3Cr 镁合金半固态组织演变的影响。结果表明: 在等温热处理过程中, ZC61-0.3Cr 合金中的原始树枝晶组织能够转变为半固态非枝晶组织, 得到均匀、圆整的球状颗粒。随着保温温度的升高, 合金中的原始树枝晶组织经过初始粗化、组织分离和球化演变成半固态非枝晶组织; 随着保温时间的延长, 晶界处的(α -Mg+MgZn₂+CuMgZn)共晶组织优先熔化, 合金中的大块状组织逐渐演变为球状组织; 但是, 保温温度过高或保温时间过长, 都会引起球状颗粒的粗化长大。在粗化长大过程中, 合并长大机制和 Ostwald 熟化机制同时存在, 共同影响固相颗粒的形貌和尺寸大小。ZC61-0.3Cr 镁合金半固态成形所需的最佳工艺条件为 (585 ℃, 30 min); 此条件下, 其颗粒平均尺寸、形状因子和固相率分别为 43 μm 、1.4 和 51%。

关键词: ZC61-0.3Cr 镁合金; 半固态等温热处理; 非枝晶组织; 组织演变

文章编号: 1004-0609(2018)-10-1962-10

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

镁及其合金是目前可应用的最轻的金属结构材料, 具有密度低、比强度和比刚度、导热性好、机械加工性能优良、零件尺寸稳定、易回收等优点, 在航空航天、汽车、通信和家电等行业已有多年的应用历史, 被誉为 21 世纪最具发展前途的绿色工程材料^[1-2]。然而, 由于绝大多数镁合金存在力学性能较低的缺点, 导致其应用范围受到了限制^[3], 因而如何改善其力学性能是重要的科学研究方向。利用先进的成形技术及开发新型合金是提高合金的力学性能的常用手段^[4]。自 20 世纪 70 年代初麻省理工学院的 FLEMINGS 等^[5]开发出半固态成形技术以来, 经过科技工作者的不断开发, 其已经成为极具潜力的材料成形技术。半固态成形技术在镁合金成形中适用性良好, 相比于其他成形技术, 具有诸多优点; 如可近终成形, 半固态压铸件可进行热处理等优点。一般来说, 半固态成形加工过程中, 半固态非枝晶组织的制备是关键步骤之一。目前, 浆料制备的主要方法有机械搅拌法(MS)、电磁搅拌法(ES)、应变诱导熔体活活化法(SIMA)、喷射沉积法(SD)、液相线铸造法和半固态等温热处理法(SSHT)等^[6]。在这些方法中, 半固态等温热处理是 20 世纪 90 年代中期发展的一种成形方法, 该方法是通过在半固

态成形前的二次加热过程中, 实现半固态组织非枝晶化。目前, 此技术仅在一些商业镁合金中使用, 如 AZ91 镁合金^[7]。而在其他镁合金中, 半固态等温热处理的研究很少。

Mg-Zn 二元合金因其众多的缺点在实际生产中应用很少, 主要缺点有: 晶粒比较粗大、显微组织容易疏松等。因此, 需要在 Mg-Zn 系合金基础上加入第三元素来细化晶粒并减少显微疏松的倾向^[8]。新型 Mg-Zn-Cu 合金是 Mg-Zn 系合金中的主要合金系列之一, 较典型的合金有 ZC61、ZC63、ZC71 等合金^[9-10]。目前, Mg-Zn-Cu 系合金的添加元素主要有 Mn、Zr 和 RE 系等元素, 研究主要集中在 Mg-Zn-Cu 系合金及其复合材料的铸态显微组织、第二相以及蠕变性能和耐蚀性能等方面^[11]。而关于 Cr 元素在 Mg-Zn 系和 Mg-Zn-Cu 系使用的报道相对较少, 目前研究主要集中在铸态合金的热处理上。BUHA^[12]研究了添加 Cr 元素对 Mg-Zn 合金时效硬化的影响, 结果表明 Cr 元素的添加可以促进 Mg-Zn 合金时效硬化; 孙旭光等^[13]研究了 Cr 对 Mg-Zn-Al-Cu 合金沉淀析出过程的影响, 结果表明: Cr 元素能细化合金的铸态组织, 加速时效初期的原子偏聚和晶核形成速度, 增加时效析出相的

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51464032)

收稿日期: 2018-03-08; 修订日期: 2018-07-25

通信作者: 黄晓锋, 副教授, 博士; 电话: 0931-2976688; E-mail: huangxf_lut@163.com

稳定性, 抑制析出相的长大。综上所述, 本文作者以 ZC61-0.3Cr 合金为研究对象, 研究其非枝晶组织的形成过程及演变机理, 以期为后续的半固态成形提供理论依据和实践指导。

1 实验

实验用纯 Mg、Zn 锭(纯度 > 99.9%), Cu 板和 Cr 块(纯度 > 99.95%)作为原材料来制备合金。合金的熔炼在 SG-7.5 kW 井式电阻炉中进行, 加入 RJ-2 型覆盖剂并通入 Ar 气来保护合金熔体。镁锭熔化后, 在 680 加入 Zn 和 Cu, 当温度达到 760 时加入 Cr。待温度降到 730 , 用 C₂Cl₆(与合金质量比约 1:500)精炼除渣, 之后静置 10~15 min。当温度降到 710 时, 将合金熔体浇注到预热温度为 200 °C 的金属型模具中, 试样尺寸为 d 15 mm × 100 mm。

利用 X 射线衍射仪(D/max-2400)进行合金物相分析, Cu 靶, 电压 40 kV, 电流 100 mA, 扫描速度 10 (°)/min。将铸态合金加工成 d 15 mm × 15 mm 的圆棒试样, 用于等温热处理。在箱式电阻炉(温度误差 ± 2) 进行等温热处理, 试样取出后迅速水淬, 经预磨和抛光后用 8% 的硝酸水溶液侵蚀, 用 MEF-3 金相显微镜、JSM-6700F 电子扫描电镜(SEM)和配套的能谱仪(EDS)观察其非枝晶组织。使用 Image-Pro Plus 软件分析其固相率、颗粒平均尺寸 d_0 和形状因子 f_0 。计算公式^[14]为

$$d_0 = \frac{\sum 2\left(\frac{A_0}{\pi}\right)^{1/2}}{n} \quad (1)$$

$$f_0 = \frac{\sum P_0^2}{4\pi A_0 n} \quad (2)$$

式中: A_0 为颗粒面积; P_0 为颗粒周长。形状因子 f_0 愈趋近于 1, 表明得到的颗粒愈圆整。

2 结果与分析

2.1 铸态合金组织及分析

ZC61-0.3Cr 合金铸态显微组织形貌、XRD 谱分析分别如图 1 和 2 所示。

由图 1 可见, 由于非平衡凝固容易引起固溶体成分不均匀和晶内偏析, 故合金金相组织呈现出非平衡

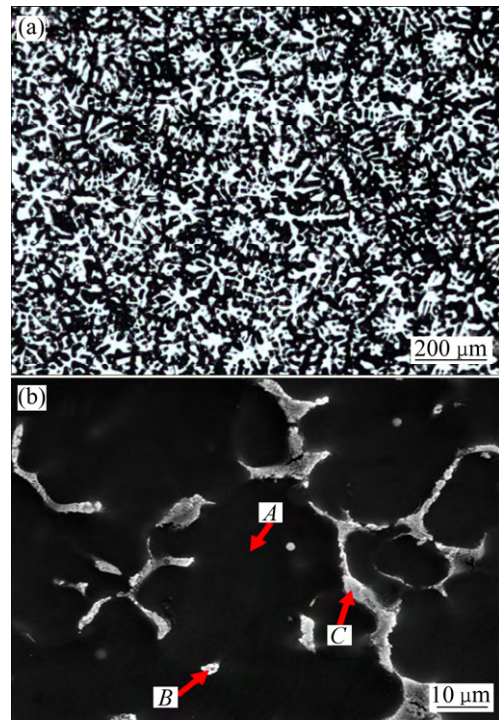


图 1 ZC61-0.3Cr 合金铸态显微组织

Fig. 1 Microstructures of as-cast ZC61-0.3Cr alloy: (a) Optical micrograph; (b) SEM image

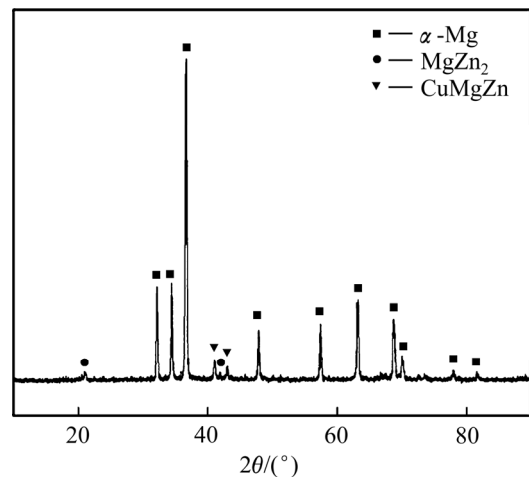


图 2 ZC61-0.3Cr 合金铸态 XRD 谱

Fig.2 XRD pattern of as-cast ZC61-0.3Cr alloy

凝固的树枝晶结构; 合金铸态组织主要由基体 α -Mg 和晶界共晶组织组成, 同时晶粒内部有少量凝固冷却过程中析出的第二相颗粒。由图 2 可见, 合金铸态组织组成为三元合金相 CuMgZn, 二元合金相 MgZn₂ 和基体相 α -Mg。对合金显微组织进行 SEM 分析(见图 1(b)), 可看到共晶组织呈半连续和不连续的网状分布, 同时存在孤立的小颗粒, 是由于凝固过程中, 随着枝

晶的长大,凝固前沿不断有 Cu、Zn 及 Cr 原子被排出,在晶界或枝晶边界富集所致^[15]。但随后的 EDS 点扫描中并未检测到 Cr 元素的存在,可能与点扫时,点扫精度不足及 Cr 在合金中的溶解很低等有关。为了进一步区分不同的颗粒相,结合图 1(b)中 EDS 分析的结果(见表 1)来看,除基体外(点 A),均检测到 Mg、Zn、Cu 元素的存在,可认为合金的晶界由 α -Mg+MgZn₂+CuMgZn 组成,与 XRD 检测结果一致。在图 1(b)中的点 B 处,Cu 的摩尔分数最高。这是由于在铸态的 Mg-Zn-Cu 合金中,Cu 元素主要以 CuMgZn 的形式存在,Cu 的含量较少时,CuMgZn 的含量相应减少^[16]。此时,呈颗粒状的 CuMgZn 相在晶粒内部弥散分布,可以有效钉扎位错,阻碍位错运动,从而强化合金基体;同时 CuMgZn 相也存在于 α -Mg 晶界处,以不连续网状分布,阻碍晶界的滑移,进而强化晶界。

表 1 图 1(b)中各点的 EDS 分析结果

Table 1 EDS analysis results of points in Fig. 1(b)

Position	Mole fraction/%				Total
	Mg	Zn	Cu	Cr	
A	99.1	0.9	—	—	100
B	74.5	18.1	7.4	—	100
C	85.6	10.9	3.5	—	100

2.2 合金部分重熔中的组织演变

2.2.1 Cr 含量对 ZC61 镁合金非枝晶组织的影响

在半固态等温热处理中,Cr 含量(质量分数)对 ZC61 镁合金半固态非枝晶组织的影响如图 3 所示。

由图 3 可见,Cr 含量对 ZC61 镁合金的半固态非枝晶组织有显著地影响。图 3(a)中,虽然不含 Cr 的 ZC61 镁合金的半固态组织出现了球化现象,但球化效果较差,部分固相颗粒分离不完全,仍连在一起,固相颗粒粗大。如图 3(b)和(c)所示,当 Cr 含量分别为 0.3%和 0.5%时,固相颗粒分离明显,球化效果良好,故 Cr 有加速固相颗粒分离和球化的作用,并且固相颗粒尺寸较小;同时,Cr 含量为 0.5%时,固相颗粒有变大的趋势。基于对半固态组织的要求(细小、均匀、近球状),因此选择 ZC61-0.3Cr 的半固态组织作为研究对象。

2.2.2 保温温度对非枝晶组织演变的影响

ZC61-0.3Cr 合金在半固态等温热处理中,在不同温度保温 30 min 的组织演变和保温温度对合金非枝晶颗粒尺寸、固相率及圆整度的影响分别如图 4、图 5 所示。

由图 4 可见,不同温度下保温 30 min 后,铸态组织中的树枝晶组织已完全消失,形成了颗粒状组织,颗粒之间有明显的分离现象和球化趋势。合金的半固态组织由初生相 α -Mg、连续分布的晶界重熔液相及颗粒内部的二次液相组成。随着等温热处理温度的升高,

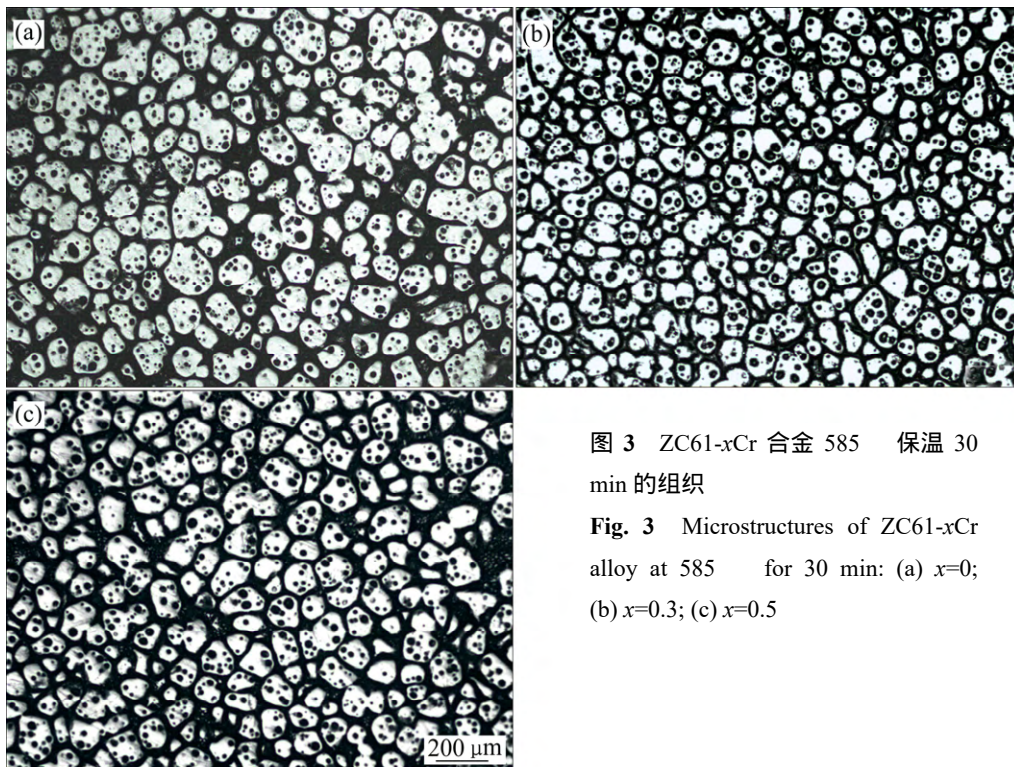


图 3 ZC61-xCr 合金 585 °C 保温 30 min 的组织

Fig. 3 Microstructures of ZC61-xCr alloy at 585 °C for 30 min: (a) x=0; (b) x=0.3; (c) x=0.5

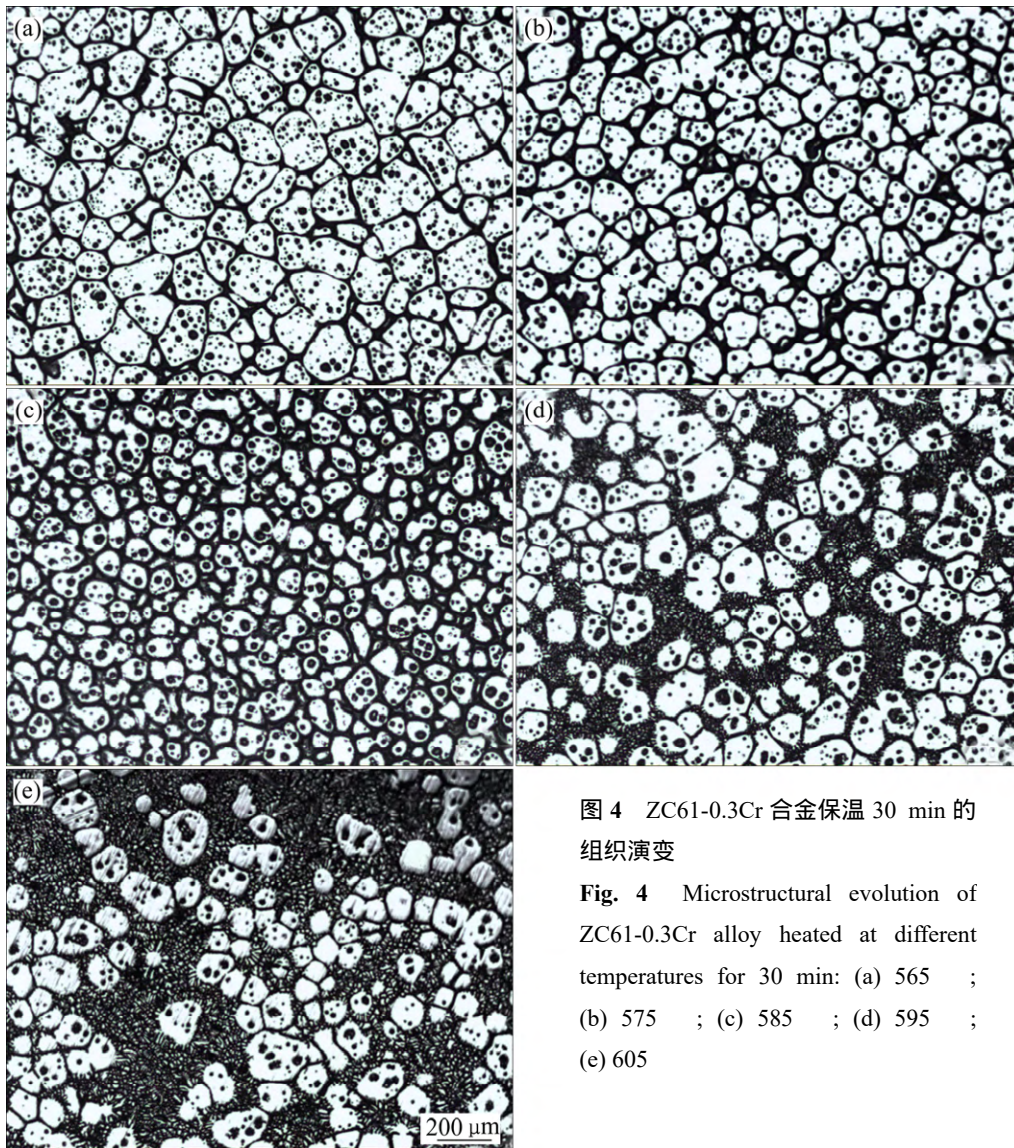


图 4 ZC61-0.3Cr 合金保温 30 min 的组织演变

Fig. 4 Microstructural evolution of ZC61-0.3Cr alloy heated at different temperatures for 30 min: (a) 565 ; (b) 575 ; (c) 585 ; (d) 595 ; (e) 605

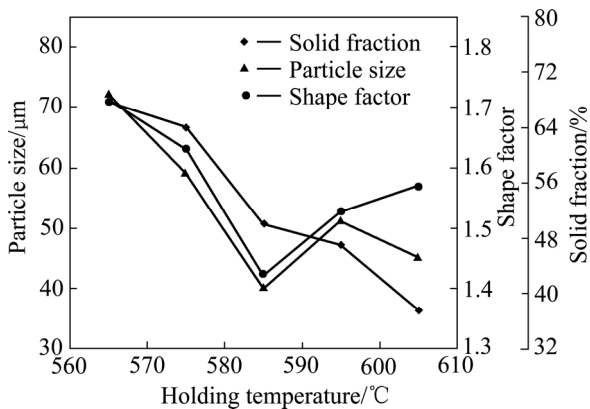


图 5 ZC61-0.3Cr 合金在不同温度保温 30 min 的颗粒尺寸、固相率及形状因子

Fig.5 Grain size, solid fraction and shape factor of ZC61-0.3Cr alloy after holding at different temperatures for 30 min

颗粒分离、细化和球化现象愈明显,晶界处的重熔液相也随之增多。当温度升到 585 时,原先大块的初生相变得细化、圆整,且其大小及形状也趋于均匀化。由图 5 可知,此时颗粒的平均尺寸为 43 μm,形状因子为 1.4,固相率为 51%。这是由于,一方面固相颗粒被已生成的液相侵蚀,溶解加速;另一方面固相颗粒内的液相与晶界处的液相相通^[17]。当温度为 595 和 605 时,固相率进一步降低,而形状因子增加,颗粒尺寸相对 585 时的也有所上升,同时颗粒周边上有“小毛刺”存在。主要是由于温度进一步升高时,粗化机制对颗粒的尺寸起了决定性作用,从而导致固相颗粒尺寸的增加;“小毛刺”的出现是由于在高温下保温时,此时原子的迁移活动能力较强,由金属和合金中的扩散系数 D 与温度的 Arrbenins 关系式^[18],即:

$$D = D_0 \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (3)$$

式中： Q 为扩散激活能； D_0 为扩散常数； R 为气体常数； T 为绝对温度。式(3)表明，温度提高时，合金原子的扩散系数会急剧增大。所以，提高温度，加速了固相颗粒的熔化，固相颗粒中有原子脱离固相而进入液相，因而出现“小毛刺”。此阶段固相颗粒粗化机制和原子高温迁移同时存在，从图5中颗粒的大小推断，595℃时前者作用明显，605℃时后者起主要作用；其次，温度高于585℃时，颗粒形状因子也有所上升，因为此时原子扩散能力较强、扩散速率较高，导致半固态组织的球化效果变差。此外，大部分颗粒中含有黑色的“小液池”，可能是因为Cr的原子半径为0.125 nm，小于Mg、Zn、Cu的原子半径(依次为0.160 nm，0.139 nm，0.128 nm)，所以Cr原子较其他原子容易扩

散，易造成合金组织中空位、偏析等缺陷的增加，引起原子排列不规则，造成晶格畸变，在这些位置上出现能量起伏的几率增大，在外界能量的作用下，液相优先从这些位置析出，形成“小液池”(后续的EDS检测到有Cr原子的存在)；另外，在等温热处理过程中，枝晶臂的分离与搭接会包裹住部分液相，也会生成“小液池”。

2.2.3 保温时间对非枝晶组织演变的影响

根据上述分析可知，合金在585℃保温30 min的半固态非枝晶组织较为理想，故选择在此温度下，研究不同保温时间对半固态非枝晶组织演变的影响。该温度下保温不同时间的非枝晶组织演变和保温时间对合金非枝晶颗粒尺寸、固相率及圆整度的影响分别如图6和7所示。

一般来说，铸态合金在部分重熔阶段，非枝晶组

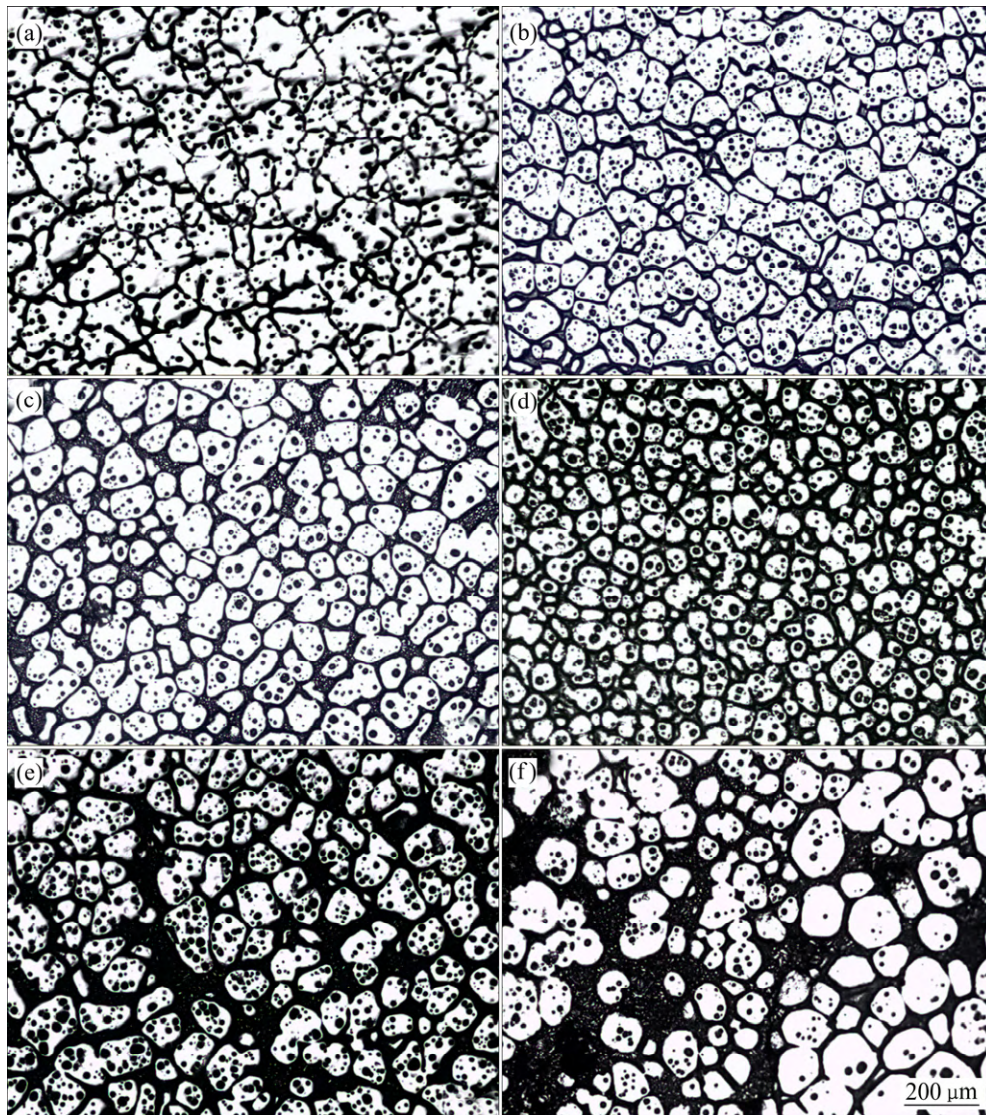


图6 ZC61-0.3Cr合金585℃下半固态等温热处理过程中不同保温时间的组织演变

Fig. 6 Microstructural evolutions of ZC61-0.3Cr alloy after isothermal heat-treatment at 585℃ for different time: (a) 3 min; (b) 10 min; (c) 20 min; (d) 30 min; (e) 50 min; (f) 60 min

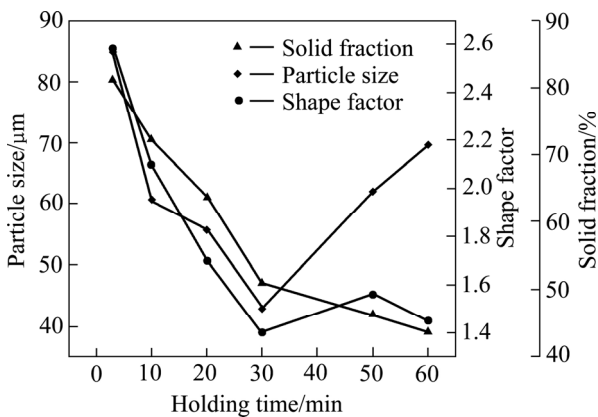


图 7 保温时间对 ZC61-0.3Cr 合金非枝晶颗粒的尺寸、固相率及圆整度的影响

Fig. 7 Grain size, solid fraction and shape factor of ZC61-0.3Cr alloy holding at 585 for different time

织演变主要经历 4 个阶段^[19-20]: 初始粗化、组织分离、球化和最后的粗化。由图 6(a)可见, 短时保温 3 min 时, 晶界上的共晶体发生重熔, 二次枝晶臂已被熔断, 部分晶粒被液相薄膜分离, 得到有少量液相相连的组织, α -Mg 基体相呈不规则的大块状且有分离的趋势。由图 7 可知, 保温 3 min 时固相率为 81.2%, 颗粒尺寸为 84.63 μm , 形状因子为 2.58。保温 10~20 min 时, 如图 6(b)和(c)所示, 液相逐渐增多, 组织进一步分离, 不规则的块状颗粒开始球化; 到保温 20 min 时, 晶粒与晶粒之间已完全分离, 晶粒大小趋于均匀; 当保温 30 min 时(见图 6(d)), 已得到颗粒比较圆整、大小均匀的球状组织。进一步延长保温时间, 球化的颗粒开始粗化长大并在颗粒内部形成大量的“小液池”, 因此总液相量增加, 如图 6(e)所示。图 6(f)中, 此时保温时长已达 1 h, 颗粒变得粗大, 其平均尺寸达到 69.65 μm ; 主要是由于在保温时间较短的情况下, 熔化对初生固相颗粒的尺寸起主导作用, 因此随着时间的延长, 颗粒尺寸逐渐下降。但随着保温时间的进一步延长, 颗粒粗化机制开始起作用, 因此固相颗粒开始粗化长大^[21]。这种粗化, 被合并长大和 Ostwald 熟化机制所决定^[22], 其中 Ostwald 熟化机理主要表现为小尺寸颗粒的熔化消失和大尺寸颗粒的长大, 在无对流的情况下, 其粗化公式^[23]为

$$d_t^3 - d_0^3 = k_0 t \quad (4)$$

式中: d_t 为 t 时刻下固相颗粒平均尺寸; d_0 为固相颗粒球化时的平均尺寸; k_0 为生长率; t 为时间。式(4)表明, 延长保温时间, 颗粒会不断地粗化长大。由图 7 可见, 保温时间高于 30 min 时, 颗粒形状因子先增

加后减小, 由此推断, 形状因子增加期间, 合并长大机制强于 Ostwald 机制, 减小期间则反之。

由上述实验分析知, ZC61-0.3Cr 合金在半固态等温热处理期间, 非枝晶组织演变经历了初始粗化、组织分离、球化和最后的粗化 4 个阶段。从本实验中可看出, 相同保温时间下, 不同的温度对合金液相体积分数的影响较大; 相等等温温度下, 不同的保温时间对固相颗粒的形貌影响较大, 文献[24]也曾有过类似报道。根据本部分的试验, 获得理想的半固态非枝晶组织工艺为: 585 保温 30 min, 该温度和时间可以作为半固态触变成形的最佳工艺条件。

2.2.4 非枝晶组织的 SEM+EDS 分析

为进一步确定 ZC61-0.3Cr 合金非枝晶组织的特征及成分, 进行了 SEM 和 EDS 分析。图 8 所示为 ZC61-0.3Cr 合金等温热处理 30 min 后的 SEM 像, 表 2 所列图 8(a)中各点的 EDS 分析结果。

由图 8 可见, 非枝晶组织的固相中, 较大固相颗粒在形貌上成近球状或椭球状, 同时存在一些不规则的形状, 其周围的液相组织似蜂窝状, 包含着较小的固相颗粒组织; 半固态组织中, 水淬后凝固的液相主

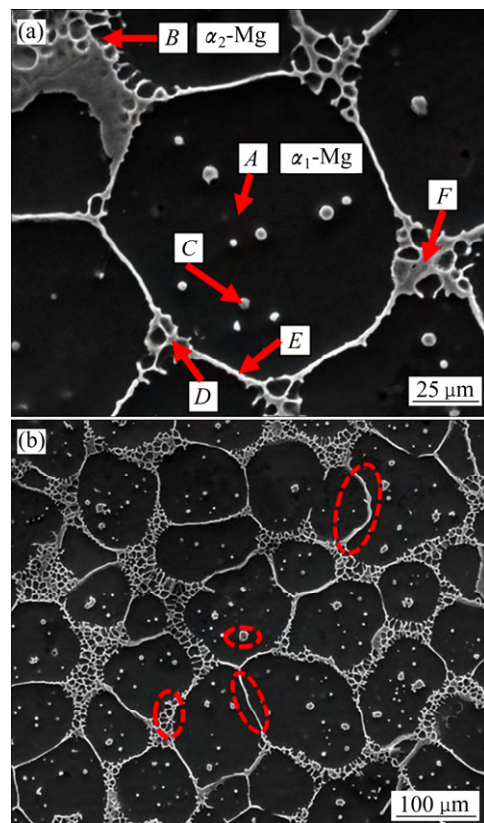


图 8 ZC61-0.3Cr 合金 585 保温 30 min 的 SEM 像
Fig. 8 SEM images of ZC61-0.3Cr alloy after holding at 585 for 30 min: (a) High magnification; (b) Low magnification

表2 图8(a)中显微组织的EDS分析结果

Table 2 EDS analysis result of microstructure in Fig. 8(a)

Position	Mole fraction/%				Total
	Mg	Zn	Cu	Cr	
A	99.1	0.9	—	—	100
B	93.0	5.6	1.3	0.1	100
C	75.7	19.5	4.8	—	100
D	69.9	21.5	5.5	0.1	100
E	81.0	15.1	3.9	—	100
F	63.7	29.3	6.9	0.1	100

要由三部分组成,分别是固相颗粒间直线状和曲线状的液膜、小颗粒固相之间的类环状液相和固相颗粒内部的“小液池”(见图8(b)圈出部分)。非枝晶组织中,初生相为 α_1 -Mg、二次凝固相为 α_2 -Mg,分别对应于图8(a)中的点A、点B。这是由于在半固态等温处理过程中,熔化优先发生于低熔点的第二相和Zn、Cu溶质元素富集的区域,形成扩散浓度梯度,接着沿晶界扩散,此时晶界合金元素含量明显高于晶内,有利于原子向晶内迁移;但该过程受温度、时间等因素的控制,只能进行到一定程度,因此 α_1 -Mg颗粒中的Zn、Cu原子多于 α_2 -Mg颗粒(表2,点B的Zn、Cu摩尔分数明显高于点A的)。结合图8(a)和(b),可以看出 α_2 -Mg相周围包裹着液相,较均匀的分布在初生 α_1 -Mg相之间;固/液界面并不平整,有些地方呈锯齿状或小刺状,这是由于重熔过程是一个动态平衡过程,熔化和凝固同时发生,原子在界面不均匀分布和部分偏聚,为使系统的能量最低和界面能降低,从而出现此种形貌。另外,相比于点C、D、F,点E处Zn、Cu的含量较低,可能是由于在等温热处理过程中,点C、D、F处的组织是二次凝固时所得,点E处因为扩散动力较高,部分Cu、Zn原子扩散到基体中所致。

3 半固态等温热处理过程中组织演变分析

ZC61-0.3Cr 镁合金在半固态等温热处理期间,随着温度和时间的变化,非枝晶组织演变经历了初始粗化、组织分离、球化和最后的粗化4个阶段。

3.1 枝晶组织的初始粗化和最后粗化

AZ61 镁合金的半固态等温热处理过程中,粗化存在两个阶段^[25]。本实验在半固态等温热处理过程中,也有相似的发现。从试样相同温度下保温不同时间的显微组织来看,可分为两个阶段。第一是低液相

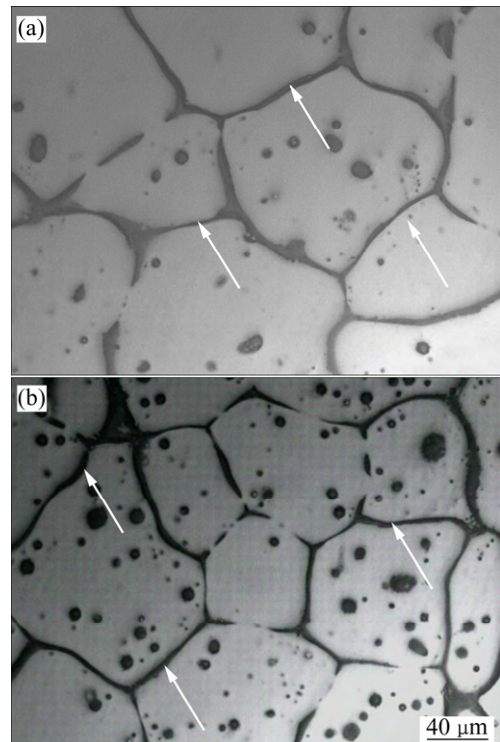


图9 ZC61-0.3Cr合金585 短时保温的组织

Fig. 9 Microstructures of ZC61-0.3Cr alloy at 585 °C for short times: (a) 3 min; (b) 6 min

阶段,此时初生 α_1 -Mg之间只有少量的共晶液体,如图9(a)和(b)中箭头所示。

初生 α_1 -Mg的粗化机制是大块状的 α_1 -Mg二次枝晶臂之间,特别是小颗粒状的初生 α_1 -Mg之间的迅速合并粗化,能起到迅速降低系统能的作用。第二是高液相阶段,此时初生 α_1 -Mg之间的液相已完全连通,尽管会导致固相颗粒间的合并长大变得较困难,但该过程熔体中小颗粒的表面能较高,仍然可以重熔、粘附合并在一起,长大成粗大不圆整的固相颗粒,如图10所示。由于该阶段受原子扩散控制的粗化机制仍然

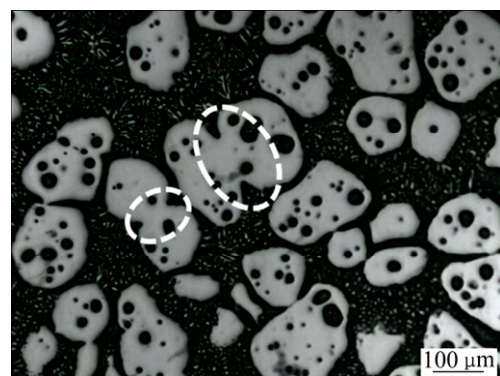


图10 ZC61-0.3Cr合金585 保温45 min的显微组织

Fig. 10 Microstructure of ZC61-0.3Cr alloy at 585 °C for 45 min

存在, 进一步延长保温时间, 此机制的影响会逐渐增强, 因而会引起小颗粒初生 α_1 -Mg 的不断溶解和大颗粒初生 α_1 -Mg 的不断长大, 即服从 Ostwald 机制, 并起主要粗化作用。总之, 上述机制都会使系统能量处于最低值, 达到稳定状态。

3.2 枝晶组织的分离和球化

枝晶组织的分离和球化是非枝晶组织演变的重要过程, 该过程直接决定着固相颗粒的形态以及颗粒的大小。再次提高保温温度的或延长保温时间, 上述初始粗化机制的作用将减小, 结合界面曲率和界面能之间的关系式^[26], 即:

$$T_R = T_{cr} - \frac{2\sigma_{SL}T_{cr}\omega}{LR} \quad (5)$$

式中: T_R 是半径为 R 的曲面处的平衡熔点; R 是固/液面曲率半径; T_{cr} 是固/液界面为平面时的熔点; σ_{SL} 是固/液界面处的表面能; ω 是固相摩尔体积; L 是液/固转变时的摩尔焓变。该公式表明, R 减小, T_R 会降低, 这就使得大块的固相颗粒逐渐分离为小块状固相颗粒, 如图 11 圈中所示。

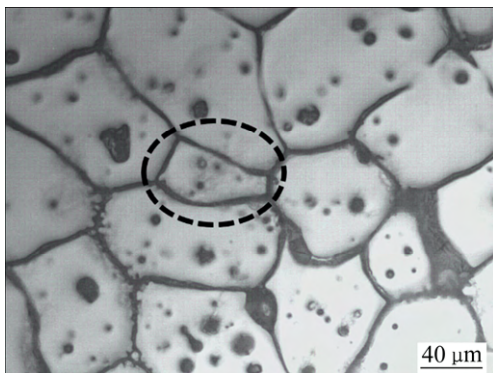


图 11 ZC61-0.3Cr 合金 585 °C 保温 12 min 的显微组织
Fig. 11 Microstructure of ZC61-0.3Cr alloy at 585 °C for 12 min

球化过程包括二次枝晶臂的脱落、消失和沉淀。在铸态组织中, 与主干枝晶相连的二次枝晶, 其周围溶质浓度高, 熔点较低, 在加热过程中首先被熔断, 形成颈部熔缩直至断裂, 随着等温热处理的进行, 逐渐演变为球状的固相小颗粒。半固态组织的球化也和固相颗粒的曲率有关, 由式(5)可知, 界面曲率与熔点之间是反比关系。因此, 高曲率、低熔点的固相颗粒边角处, 相比于其他位置, 在等温热处理过程中更容易熔化, 从而引起固相颗粒的球化, 加速固相颗粒球化的进程, 使得大块状固相颗粒的球化效果很明显。

4 结论

1) ZC61-0.3Cr 镁合金的铸态组织主要由 α -Mg、MgZn₂ 和 CuMgZn 相组成。在半固态组织中, 固相主要由 α_1 -Mg 相和二次凝固形成的 α_2 -Mg 相组成; 液相主要由液膜、颗粒间的液相和“小液池”组成。

2) ZC61-0.3Cr 镁合金获得较理想的半固态非枝晶组织工艺为: 585 °C 保温 30 min, 其固相率、平均颗粒尺寸和形状因子分别为 51%、43 μm 和 1.4。

3) 在半固态等温热处理过程中, ZC61-0.3Cr 镁合金的组织演变主要经历了初始粗化、组织分离、球化和最后的粗化 4 个阶段。在最后的粗化阶段中, 决定颗粒的形貌和大小, 影响固相分数变化的合并长大机制和 Ostwald 熟化机制并存。

REFERENCES

- [1] 陈先华, 耿玉晓, 刘娟. 镁及镁合金功能材料的研究进展[J]. 材料科学与工程学报, 2013, 31(1): 148-152.
CHEN Xian-hua, GENG Yu-xiao, LIU Juan. Research status of magnesium alloys as functional materials[J]. Journal of Materials Science and Engineering, 2013, 31(1): 148-152.
- [2] 丁文江. 镁合金科学与技术[M]. 北京: 科学出版社, 2007: 24-26.
DING Wen-jiang. Science and technology of magnesium alloys[M]. Beijing: Science Press, 2007: 24-26.
- [3] BUHA J. The effect of Ba on the microstructure and age hardening of an Mg-Zn alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 491(1/2): 70-79.
- [4] 冯凯, 黄晓锋, 马颖, 阎峰云, 郝远. ZA74 镁合金非枝晶组织的演变过程及机理[J]. 中国有色金属学报, 2013, 23(3): 635-644.
FENG Kai, HUANG Xiao-feng, MA Ying, YAN Feng-yun, HAO Yuan. Non-dendritic microstructure evolution process and mechanism of ZA74 magnesium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2013, 23(3): 635-644.
- [5] FAN Z. Semisolid metal processing[J]. International Materials Reviews, 2002, 47(2): 49-85.
- [6] YANG Ming-bo, SHEN Jia, PAN Fu-sheng. Effect of Sb on microstructure of semi-solid isothermal heat-treated AZ61-0.7Si magnesium alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2009, 19(1): 32-39.
- [7] KIM J M, KIM K T, JUNG W J. Effects of isothermal heating procedure and strontium addition on semisolid forming of AZ91

- magnesium alloy[J]. *Metal Science Journal*, 2013, 18(6): 698-701.
- [8] 陈晓强, 刘江文, 罗承萍. 高强度 Mg-Zn 系合金的研究现状与发展趋势[J]. *材料导报*, 2008, 22(5): 58-62.
CHEN Xiao-qiang, LIU Jiang-wen, LUO Cheng-ping. Research status and development trend of Mg-Zn alloys with high strength[J]. *Materials Review*, 2008, 22(5): 58-62.
- [9] 朱红梅. Mg-6Zn-xCu-0.6Zr(x=0-2.0)铸造镁合金的时效行为、显微组织及力学性能研究[D]. 广州: 华南理工大学, 2011: 15.
ZHU Hong-mei. A study of the aging behavior, microstructures and mechanical properties of cast Mg-6Zn-xCu-0.6Zr(x=0-2.0) alloys[D]. Guangzhou: South China University of Technology, 2011: 15.
- [10] 黄晓锋, 张 玉, 秦牧岚, 郝 远. 均化热处理对 ZC62 镁合金显微组织和力学性能的影响[J]. *材料热处理学报*, 2016, 37(7): 69-76.
HUANG Xiao-feng, ZHANG Yu, QIN Mu-lan, HAO Yuan. Effects of homogenization treatment on microstructure and mechanical properties of ZC62 magnesium alloy. *Transaction of Materials and Heat Treatment*, 2016, 37(7): 69-76.
- [11] 胡耀波, 赵 冲, 吴福洲, 邓 娟. Mg-Zn-Cu 系合金组织和性能研究现状与展望[J]. *热加工工艺*, 2012, 41(2): 16-19.
HU Yao-bo, ZHAO Chong, WU Fu-zhou, DENG Juan. Research status and development of Mg-Zn-Cu series alloy[J]. *Hot Working Technology*, 2012, 41(2): 16-19.
- [12] BUHA J. The effect of micro-alloying addition of Cr on age hardening of an Mg-Zn alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 492(1/2): 293-299.
- [13] 孙旭光, 董 允, 林晓娉, 苏 蕙, 李媛媛. Cr 对 Mg-Zn-Al-Cu 合金沉淀析出过程的影响[J]. *特种铸造及有色合金*, 2010, 30(3): 279-282.
SUN Xu-guang, DONG Yun, LIN Xiao-pin, SU Hui, LI Yuan-yuan. Effects of Cr precipitation strengthening process of Mg-Zn-Al-Cu alloy[J]. *Special Casting & Nonferrous Alloys*, 2010, 30(3): 279-282.
- [14] 冯 凯, 黄晓锋, 马 颖, 吕 峥, 李兴鹏, 郝 远. Al 含量对 Mg-7Zn 合金非枝晶组织的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2013, 23(11): 3039-3047.
FENG Kai, HUANG Xiao-feng, MA Ying, LÜ Zheng, LI Xing-peng, HAO Yuan. Effect of Al content on non-dendritic microstructure of Mg-7Zn magnesium alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2013, 23(11): 3039-3047.
- [15] 李爱文, 刘江文, 伍翠兰, 罗承萍, 焦东玲, 朱红梅. Cu 含量对铸造 Mg-3Zn-xCu-0.6Zr 镁合金时效析出行为的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2010, 20(8): 1487-1494.
LI Ai-wen, LIU Jiang-wen, WU Cui-lan, LUO Cheng-ping, JIAO Dong-ling, ZHU Hong-mei. Effects of Cu addition on aging precipitation behavior of cast Mg-3Zn-xCu-0.6Zr magnesium alloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2010, 20(8): 1487-1494.
- [16] BUHA J. Mechanical properties of naturally aged Mg-Zn-Cu-Mn alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 489(1/2): 127-137.
- [17] 黄晓锋, 张 玉, 秦牧岚, 郝 远. 等温热处理对 Mg-6Zn-3Cu 合金半固态组织演变的影响[J]. *材料热处理学报*, 2016, 37(8): 53-59.
HUANG Xiao-feng, ZHANG Yu, QIN Mu-lan, HAO Yuan. Effects of isothermal heat treatment on microstructural evolution of Mg-6Zn-3Cu alloy[J]. *Transaction of Materials and Heat Treatment*, 2016, 37(8): 53-59.
- [18] 胡庚祥, 蔡 珣, 戎咏华. *材料科学基础*[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 2010: 150-151.
HU Geng-xiang, CAI Xun, RONG Yong-hua. *Fundamentals of materials science*[M]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University Press, 2010: 150-151.
- [19] PENG J M, YANG M B. Effects of holding temperature and time on semisolid isothermal heat treated microstructure of AZ61-0.7Si magnesium alloy[J]. *Cast Metals*, 2013, 24(2): 70-75.
- [20] CHEN T J, MA Y, LI Y D, LU G X, HAO Y. Microstructural evolution of equal channel angular pressed AZ91D magnesium alloy during partial remelting[J]. *Metal Science Journal*, 2013, 26(10): 1197-1206.
- [21] 胡 勇, 饶 丽, 黎秋萍, 万 强. 等温热处理对 AZ91D+Ce 镁合金半固态组织的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2016, 45(2): 493-497.
HU Yong, RAO Li, LI Qiu-ping, WAN Qiang. Effect of isothermal heat treatment on the microstructure of semi-solid AZ91D+Ce magnesium alloy[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2016, 45(2): 493-497.
- [22] 邵 俊, 闫 洪, 黄文先, 揭小平. Y 对 AZ91 镁合金半固态等温热处理组织的影响[J]. *稀土*, 2014, 35(4): 47-51.
SHAO Jun, YAN Hong, HUANG Wen-xian, JIE Xiao-ping. Effect of Y on microstructure of semi-solid isothermal heat-treated AZ91 magnesium alloy[J]. *Chinese Rare Earth*, 2014, 35(4): 47-51.
- [23] ZHU Guang-lei, XU Jun, ZHANG Zhi-feng, LIU Guo-jun. Effect of high shear rate on solidification microstructure of semisolid AZ91D alloy[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20(S3): s868-s872.
- [24] 王顺成, 李元元, 陈维平, 潘国如, 王俊文. 升温速率对半固态 2024 铝合金部分重熔组织的影响[J]. *金属学报*, 2008, 44(8): 905-910.
WANG Shun-cheng, LI Yuan-yuan, CHEN Wei-ping, PAN Guo-ru, WANG Jun-wen. Effect of heating rare on microstructure of semi-solid 2024 aluminum alloy during partial

- remelting[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2008, 44(8): 905-910.
- [25] 杜磊, 闫洪. 等温热处理对 AZ61 稀土镁合金半固态组织的影响[J]. 材料研究学报, 2012, 26(2): 169-174.
- DU Lei, YAN Hong. Effect of isothermal heat-treated on the microstructure of AZ61 rare earth magnesium alloy[J]. Chinese Journal of Materials Research, 2012, 26(2): 169-174.
- [26] DU Xing-hao, ZHANG Er-lin. Microstructure and mechanical behavior of semi-solid die-casting AZ91D magnesium alloy[J]. Materials Letters, 2007, 61(11/12): 2333-2337.

Effects of isothermal heat treatment on microstructural evolution ZC61-0.3Cr magnesium alloy

HUANG Xiao-feng^{1,2}, MA Ya-jie¹, ZHANG Yu¹, ZHANG Qiao-qiao¹, GUO Feng¹, YANG Jian-chang¹

- (1. State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China;
2. Key Laboratory of Non-ferrous Metal Alloys and Processing, Ministry of Education, Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

Abstract: The effects of the isothermal heat-treatment temperature and holding time on semi-solid microstructural evolution of ZC61-0.3Cr magnesium alloy were investigated. The results indicate that the original dendritic microstructure in ZC61-0.3Cr alloy can be transformed into semi-solid non-dendritic microstructure and can obtain uniform and round spherical particles during the isothermal heat-treatment. With the increase of holding time, the eutectic microstructure (α -Mg+MgZn₂+CuMgZn) at the grain boundaries is melted preferentially, the original dendritic microstructure in the alloy is turned into semi-solid non-dendritic microstructure by initial coarsening, microstructure separation and spheroidizing. As the holding time increases, the microstructure of alloy gradually changes from large block to spherality. However, the coarsening and growth of spherical particles would cause, when the holding temperature is too high or the holding time is too long. In the process of coarsening and growth, the mechanism of combining growth and Ostwald ripening coexist and together affect morphology and size of the solid phase particles. The optimum process condition for semi-solid forming of ZC61-0.3Cr magnesium alloy is (585 °C, 30 min). Under this condition, the average particle size, shape factor and solid fraction are 43 μ m, 1.4 and 51%, respectively.

Key words: ZC61-0.3Cr magnesium alloy; semi-solid isothermal heat treatment; non-dendritic microstructure; microstructural evolution

Foundation item: Project(51464032) supported by the National Natural Science Foundation of China

Received date: 2018-03-08; **Accepted date:** 2018-07-25

Corresponding author: HUANG Xiao-feng; Tel: +86-931-2976688; E-mail: huangxf_lut@163.com

(编辑 王超)