

# 添加 Sm 对不同尺寸 Mg-6Zn-0.4Zr 镁合金坯料非枝晶组织演变的影响

张 玉<sup>1</sup>, 黄晓锋<sup>1,2</sup>, 马 颖<sup>1,2</sup>, 闫峰云<sup>1,2</sup>, 李元东<sup>1,2</sup>, 郝 远<sup>1,2</sup>

(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** 采用半固态等温热处理法对添加 0%、2% (质量分数) 稀土 Sm  $\Phi$ 10 mm 和  $\Phi$ 20 mm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 合金坯料非枝晶组织演变进行研究。结果表明, 未添加 Sm 的两种尺寸合金坯料的半固态组织都存在明显的尺寸效应。从试样的边缘到芯部, 固相颗粒尺寸由小逐渐变大, 圆整度趋于恶化, 液相逐渐减少; 此外, 随着坯料尺寸增大, 由边缘到芯部的半固态组织的差异也增大。添加 Sm 的两种合金坯料经等温热处理后, 固相颗粒的尺寸效应基本消除。固相颗粒尺寸整体变得均匀且细小, 同时颗粒圆整度趋于完美, 适宜触变成形要求。此外, 添加 2% 的 Sm 使合金的非枝晶组织演变进程加快。

**关键词** Mg-6Zn-0.4Zr 镁合金 Sm 添加 等温热处理 尺寸效应 半固态组织

中图分类号: TG146.2 文献标识码: A DOI: 10.11896/j.issn.1005-023X.2018.08.015

## Study on the Non-dendritic Evolution of Multi-sized Mg-6Zn-0.4Zr Magnesium Alloy Initial Billet Caused by Sm Addition

ZHANG Yu<sup>1</sup>, HUANG Xiaofeng<sup>1,2</sup>, MA Ying<sup>1,2</sup>, YAN Fengyun<sup>1,2</sup>,  
LI Yuandong<sup>1,2</sup>, HAO Yuan<sup>1,2</sup>

(1 State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology,

Lanzhou 730050; 2 Key Laboratory of Non-ferrous Metal Alloys and Processing of Ministry of Education,

Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050)

**Abstract** The non-dendritic microstructure evolution of Mg-6Zn-0.4Zr alloy billet with the dimensions of  $\Phi$ 10 mm and  $\Phi$ 20 mm through the addition of 0wt%, 2wt% rare earth Sm was investigated by semi-solid isothermal heat treatment. The obtained results showed that the distinctly dimensional effect on microstructural evolution of the Sm-free alloy billet with diverse dimensions was observed, namely, the size of solid particles gradually increased, the particle roundness had a tendency to change deterioration, the liquid phase fraction gradually decreased from edge to center of the billets. Furthermore, with increasing diameter of the billet, the difference of semi-solid microstructures from edge to center for the billet further enlarged. For the Sm-containing alloy, after isothermal heat treatment, the obviously dimensional effect on microstructural evolution of the alloy billet with mentioned two different sizes was basically eliminated. The particle sizes of the whole zones from edge to center of the billets became more homogeneous and finer, meanwhile, the roundness of particles tended to be perfect, and the non-dendritic microstructures satisfy thixoforming requirement. In addition, the evolutionary progress of non-dendritic microstructure was accelerated due to 2wt% Sm addition.

**Key words** Mg-6Zn-0.4Zr magnesium alloy, Sm addition, isothermal heat treatment, dimensional effect, semi-solid microstructure

## 0 引言

镁合金是目前最轻的金属结构材料, 具有密度低、比强度和比刚度高、阻尼减振性好、电磁屏蔽效果佳、机械加工性能优良和易回收等优点, 在汽车、航空航天、通讯等领域得到了广泛的应用, 被誉为“21 世纪的绿色环保结构材料”<sup>[1-3]</sup>。但是其力学性能低且在熔融状态下易燃、易爆、易氧化。这些缺点为镁合金产品的生产及更广泛的商业应用带来了困难和阻碍。众所周知, 半固态成形技术是一种新型的成形加工工艺<sup>[4]</sup>。半固态加工具有卷气少的特点, 能有效提高铸件的致密度, 通过后续的热处理能进一步改善合金的力学性

能。此外, 半固态成形结合了液态和固态金属成形的有利条件, 成形成本和加工温度低, 对模具的热冲击小, 从而提高了模具的使用寿命<sup>[5-6]</sup>。采用该技术能有效解决上述传统镁合金成形过程中的缺点<sup>[7]</sup>。半固态成形按照工艺流程分为流变和触变成形, 目前触变成形已有了深入研究和广泛应用。触变成形包括固态坯料的制备、部分重熔和触变成形, 其中坯料的重熔工艺在固相颗粒(大小、圆整度和分布)的演变过程中起着关键作用<sup>[8, 9]</sup>。目前, 浆料的制备方法有最初的机械搅拌法、电磁搅拌法、化学晶粒细化法、液相线铸造法、超声波处理法、紊流效应法、倾斜板法和等温热处理法等<sup>[10-11]</sup>。这些方法都是为了获得球形和近球形的固相颗粒, 以便后续

基金项目: 国家自然科学基金(51464032); 国家 973 计划(2010CB635106)

张玉: 男, 1986 年生, 博士研究生, 主要从事新型镁合金及半固态成形研究 E-mail: zhangyu\_lut@163.com

的流变成形或触变成形。近几年来,半固态等温热处理法制备镁合金半固态坯料由于设备简单、能源节省、工序简化,引起了研究者们广泛的关注<sup>[12]</sup>。在镁合金半固态等温热处理的实际生产中发现,当坯料的尺寸增加时,坯料芯部和边缘的组织存在很大差别,这些差别给后续的触变成形带来了一定的困难且最终零件的组织分布也不均匀<sup>[13]</sup>。细化晶粒是一种最有效改善组织和提高力学性能的方法<sup>[14]</sup>。稀土元素对镁合金来说能够有效净化熔体、细化晶粒、改善组织和提高力学性能<sup>[15]</sup>。近年来,一些含有 Gd、Y、Nd 和 Dy 等稀土的镁合金受到了研究者们广泛关注并得到了深入研究<sup>[16]</sup>。钐(Sm)是最廉价的稀土之一且在镁中有相对大的固溶度<sup>[17]</sup>。于明海等<sup>[18]</sup>研究了稀土 Sm 对铸态 Mg-0.4Zn-0.8Zr 合金组织和性能的影响,结果表明,合金的显微组织由  $\alpha$ -Mg 基体和沿晶界分布的第二相  $Mg_{41}Sm_5$  构成,稀土 Sm 的加入能够细化晶粒。因此,可以猜想 Sm 的添加能够有效细化晶粒和提高力学性能。此外,为了将镁合金等温热处理更好地应用于工业生产中,有必要研究 Sm 的添加对不同尺寸镁合金坯料半固态等温热处理组织的影响。本工作对未添加和添加 Sm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 两种合金坯料( $\Phi 10$  mm 和  $\Phi 20$  mm)进行等温热处理,对比不同条件下等温热处理过程中的组织演变,探究 Sm 的添加对不同尺寸坯料半固态组织的影响。

### 1 实验

采用金属材料纯度约为 99.99% Mg、Zn 锭和 Mg-30% Sm 及 Mg-25% Zr 中间合金配制实验合金(Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr)。合金在熔炼之前预热至约 200 °C。将合金放置在钢制坩埚中并在 SG2-7.7kW 井式电阻炉中熔炼,采用 KSW-3 恒温控制箱控制炉温,用 RJ-2 熔剂和 Ar 气氛保护熔体。炉温在 500 °C 之前,升温速率为 50 °C/min;之后,升温速率为 10 °C/min,温度为 500 °C 时开始通入氩气,以防合金燃烧。待 Mg 锭完全熔化后于 680 °C 加入 Zn,在 760 °C 时加入 Mg-Sm 和 Mg-Zr 合金并保温 30 min,加料时尽量减少空气卷入和液面搅动,随后在熔体温度降至 740 °C 时,将 2% (实验合金总质量分数)的  $C_2Cl_6$  通过人工搅拌加入到熔体中,以精炼除渣、除气。精炼完后迅速撇净熔体表面的残渣并静止保温 10 ~ 15 min,最后,在 730 °C 时将合金熔体浇注于已预热至 210 °C 左右的金属铸型中,获得所需的铸锭。

在棒状铸锭( $\Phi 10$  mm  $\times$  180 mm 和  $\Phi 20$  mm  $\times$  180 mm)的相同位置处通过线切割获取  $\Phi 10$  mm  $\times$  10 mm 和  $\Phi 20$  mm  $\times$  10 mm 的圆柱状试样,随后放置在  $\Phi 40$  mm  $\times$  30 mm 钢制小坩埚中,将其置于分别设定为 570 °C 和 610 °C 的箱式电阻炉(温度误差为  $\pm 2$  °C)中保温 30 min,然后取出试样迅速用冷水水淬。等温热处理时为了避免合金试样燃烧,用 RJ-2 熔剂覆盖保护。将铸态和热处理后的合金试样依次在 400 #、800 #、2 000 # 水磨砂纸上粗磨,随后抛光,再分别采用 4% 硝酸酒精和 8% 硝酸溶液侵蚀。利用 MeF-3 光学显微镜在如图 1 所示的横截面处(A 和 B 点)获取光学显微组织。利用场发射扫描电镜(SEM)和配套的 EDS 观察非枝晶组织演变和微区成分。利用 X 射线衍射仪(D/max-2400)进行合

金物相分析,Cu 靶,扫描速度为 5(°)/min,扫描角度为 10~90°。利用 Image-Pro Plus 6.0 软件分析其固相率、形状因子  $F$  和颗粒平均尺寸  $D$ ,分析计算的公式<sup>[19]</sup>为  $D = 2(A/\pi)^{1/2}$ ,  $F = P^2/(4\pi A)$ ,其中  $A$  为颗粒平均面积, $P$  为颗粒平均周长,形状因子  $F$  越趋近 1 时,表明颗粒越圆整。

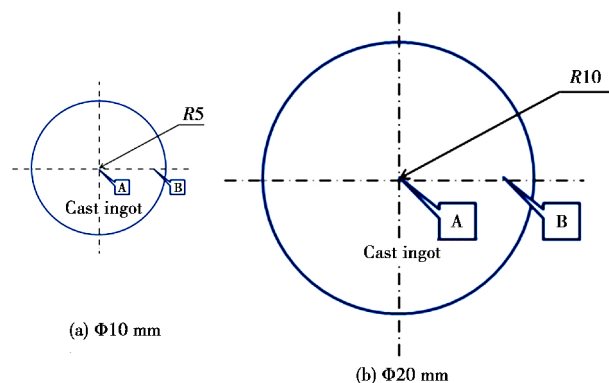


图 1 合金的坯锭尺寸和获取观察位置的示意图

Fig.1 The schematic for ingot dimension and observation points

## 2 结果与讨论

### 2.1 铸态组织

图 2 为 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金铸态的 XRD 谱。由图 2 可知,两种合金都有  $\alpha$ -Mg 和  $Mg_2Zn_3$  相,含 Sm 的合金除了  $\alpha$ -Mg 和  $Mg_2Zn_3$  相外,还包含  $Mg_{41}Sm_5$  相。Gao 等<sup>[20]</sup>认为  $Mg_2Zn_3$  相为单斜晶体结构,点阵常数  $a = 2.596$  nm,  $b = 1.428$  nm,  $c = 0.542$  nm,  $\gamma = 102.5^\circ$ 。根据报道<sup>[21]</sup>,  $Mg_{41}Sm_5$  相属于体心四方晶体结构。

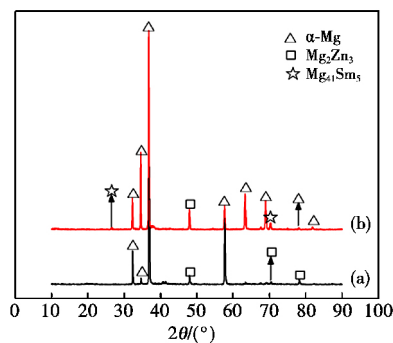


图 2 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金铸态的 XRD 谱:(a)  $x=0$ ; (b)  $x=2$

Fig.2 XRD patterns of as-cast Mg-6Zn- $x$ Sm-0.4Zr alloy: (a)  $x=0$ ; (b)  $x=2$

图 3 为 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金铸态的光学显微组织。由图 3 看出,实验合金都呈现典型的发达枝晶组织形貌。合金铸态组织主要由呈白色粗大的基体  $\alpha$ -Mg 和沿晶界析出呈黑色的共晶相构成。部分晶粒内部存在孤立的颗粒相。如图 3(a) 所示,三元合金的  $\alpha$ -Mg 呈极其发达的枝晶组织;共晶化合物以连续或半连续形态分布于枝晶间。从图 3(b) 可看出,相比于三元合金,加入 2% Sm 后,  $\alpha$ -Mg 呈类似于蔷薇状的组织形态,发达的枝晶组织形貌有所

改善,晶粒明显变得细小。共晶化合物仍然以连续或半连续  
的形态分布于晶界处,还有少量相以颗粒状分布在晶粒内。

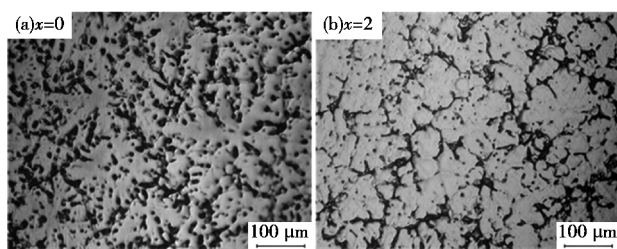


图3 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金铸态的光学显微组织

Fig.3 Optical micrographs of as-cast Mg-6Zn- $x$ Sm-0.4Zr alloy

## 2.2 不同位置的非枝晶组织演变

图4和图5分别为坯料尺寸为 $\Phi 10$  mm和 $\Phi 20$  mm的Mg-6Zn-0.4Zr和Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr合金在 $570$  °C保温30 min的半固态组织。图4(a)、(c)和图5(a)、(c)是在图1中A点获取的组织;图4(b)、(d)和图5(b)、(d)是在图1中B点获取的组织。从图4和图5中可看到,在 $570$  °C保温30 min后,两种坯料尺寸对应的合金中初生 $\alpha$ -Mg晶粒已经从树枝晶转变成许多不规则和近球状的固相颗粒。在固相颗粒内存在一些大小不等的“小液池”。胡勇等<sup>[22]</sup>认为这些“小液池”的形成是由于合金组织中的大量缺陷(如空位、偏析等)使得原子不规则排列,从而使该区域出现能量起伏,然后在外界能量的作用下,液相在缺陷较多的位置优先析出,形成“小液池”。另外,在等温处理过程中相互叠加的枝晶组织将液相包裹在初生 $\alpha$ -Mg中,形成“小液池”。未添加Sm的 $\Phi 10$  mm和 $\Phi 20$  mm坯料中固相颗粒的分布从坯料边缘到芯部存在明显的尺寸效应,即颗粒尺寸从边缘到芯部逐渐增大且颗粒圆整度趋于恶化,液相含量逐渐减少。此外,随着坯料尺寸的增加,颗粒的尺寸效应越明显;同一位置固相颗粒尺寸的差异也很大,这种差异性将会恶化合金的力学性能。颗粒尺寸太大和形状不规则,使半固态组织在成形的过程中排气不佳,不能实现理想半固态组织层流排气,从而增加成形组织中的气孔<sup>[23]</sup>。 $\Phi 10$  mm坯料芯部和边缘的颗粒平均尺寸分别为 $176$   $\mu\text{m}$ 和 $151$   $\mu\text{m}$ ,圆整度分别为2.12和1.52, $\Phi 20$  mm坯料芯部和边缘的颗粒平均尺寸分别为 $195$   $\mu\text{m}$ 和 $183$   $\mu\text{m}$ ,圆整度分别为2.30和1.59。Mg-6Zn-0.4Zr合金中固相颗粒的分布存在尺寸效应和不均匀性主要归因于其粗大的铸态组织。经添加2%Sm细化的 $\Phi 10$  mm和 $\Phi 20$  mm合金中固相颗粒的分布从坯料边缘到芯部几乎不存在尺寸效应,即颗粒尺寸从边缘到芯部几乎均等分布且颗粒的圆整度没有明显差别。 $\Phi 10$  mm坯料芯部和边缘的颗粒平均尺寸分别为 $98$   $\mu\text{m}$ 和 $101$   $\mu\text{m}$ ,圆整度分别为1.48和1.37, $\Phi 20$  mm坯料芯部和边缘的颗粒平均尺寸分别为 $109$   $\mu\text{m}$ 和 $99$   $\mu\text{m}$ ,圆整度分别为1.45和1.33。然而,两种坯料的芯部有尺寸相对大的固相颗粒,这种颗粒的存在是由于等温热处理时试样的边缘部位首先受热,再逐渐将热传到芯部,即加热温度滞后,边缘和芯部的最佳球化时间不一致,从而导致合金的锭料边缘和芯部的非枝晶组织大小不等<sup>[24]</sup>。因

此,要使芯部组织充分球化,必须延长保温时间。众所周知,在半固态等温热处理过程中,晶粒的熔化分离与合并长大同时存在,前期主要表现为初生树枝晶的熔化分离,后期为颗粒间的合并与长大并逐渐成为主导。这种长大的趋势是由于Ostwald熟化,即大晶粒长大,小晶粒重熔<sup>[23]</sup>。根据文献<sup>[25]</sup>可知,适合触变成形的半固态组织要求其固相颗粒为均匀细小( $30\sim 80$   $\mu\text{m}$ )的近球形和球形晶。若长时间保温必然导致颗粒粗化与长大,进而影响后续的触变成形。

由以上实验可知,合金的原始组织对非枝晶组织的演变

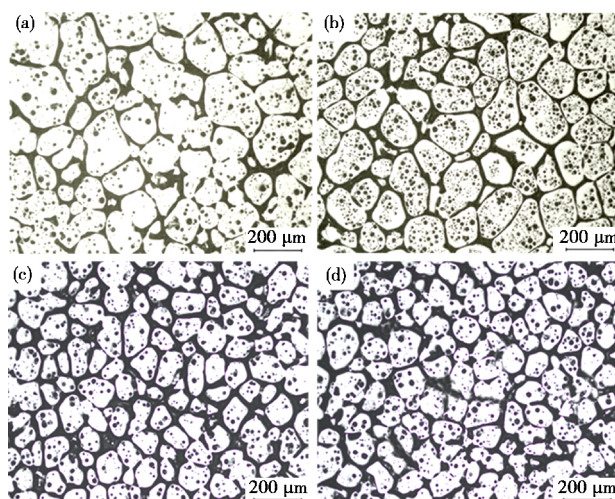


图4  $\Phi 10$  mm的Mg-6Zn-0.4Zr和Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr合金坯料在 $570$  °C保温30 min的半固态组织:

(a,b) $x=0$ ;(c,d) $x=2$

Fig.4 Semi-solid microstructures of Mg-6Zn- $x$ Sm-0.4Zr alloy billet with diameter of 10 mm and with isothermal heat treatment at  $570$  °C for 30 min: (a,b)  $x=0$ ;

(c,d)  $x=2$

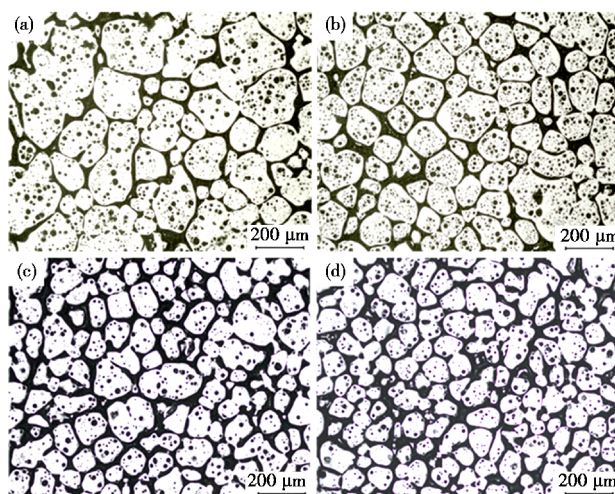


图5  $\Phi 20$  mm的Mg-6Zn-0.4Zr和Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr合金坯料在 $570$  °C保温30 min的半固态组织:

(a,b) $x=0$ ;(c,d) $x=2$

Fig.5 Semi-solid microstructures of Mg-6Zn- $x$ Sm-0.4Zr alloy billet with diameter of 20 mm and with isothermal heat treatment at  $570$  °C for 30 min:

(a,b)  $x=0$ ;(c,d)  $x=2$

过程起着重要作用。换句话说,若原始合金中粗大的组织未经细化处理,则很难在半固态等温热处理过程中获得颗粒大小均匀且均匀分布和圆整度较好的非枝晶组织。

图 6 为坯料尺寸  $\Phi 10$  mm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金在  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$  保温 30 min 的半固态显微组织。图 6(a)和(c)是在图 1 中 A 点获取的组织;图 6(b)和(d)是在图 1 中 B 点获取的组织。从图 6 中可以看到,初生  $\alpha$ -Mg 晶粒的枝晶形貌已被近球状和球状的颗粒所取代。相比图 4 和图 5,固相颗粒间的距离明显增大,晶界处液相的体积分数也明显增多,固相颗粒完全被液相包围。这主要归因于相对高的保温温度促进了固相颗粒棱角处共晶相的溶解<sup>[26]</sup>,同时增强了溶质原子的短程和长程扩散能力,导致固相颗粒外层的溶质原子加快脱离固相而进入液相,增加的液相向周围组织渗透,加快了枝晶组织向非枝晶组织转变的进程。此外,由于相对高的温度促进了共晶化合物的溶解和溶质原子的扩散,同时在晶界能的驱动下加快了晶界处富集溶质原子向晶粒内部扩散的速率,导致其内部“液池”的数量明显增加。如图 6(a)和(b)所示, Mg-6Zn-0.4Zr 合金的固相颗粒分布从坯料的边缘到芯部仍然存在尺寸效应,坯料芯部和边缘的颗粒平均尺寸分别为  $118\text{ }\mu\text{m}$  和  $104\text{ }\mu\text{m}$ ,圆整度分别为 1.39 和 1.25,而且边缘液相偏多。如图 6(c)和(d)所示,添加 2%Sm 细化后,再进行半固态等温热处理,获得的非枝晶组织整体上变得细小且颗粒的分布从边缘到芯部几乎无尺寸效应,固相颗粒形态已达到较理想的圆整度。这是由于添加 2%的 Sm 使整个系统的固液界面面积减小,系统能量降低,促进颗粒趋向圆整。坯料芯部和边缘的颗粒平均尺寸分别为  $89\text{ }\mu\text{m}$  和  $87\text{ }\mu\text{m}$ ,圆整度分别为 1.10 和 1.08。

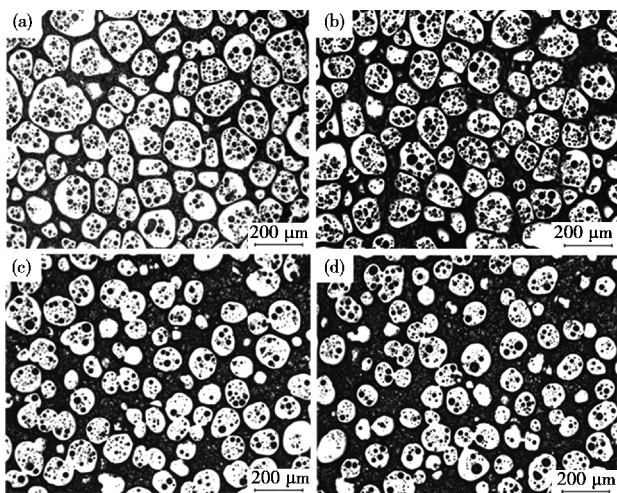


图 6  $\Phi 10$  mm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金坯料在  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$  保温 30 min 的半固态组织:

(a,b) $x=0$ ; (c,d) $x=2$

Fig.6 Semi-solid microstructures of Mg-6Zn- $x$ Sm-0.4Zr alloy billet with diameter of 10 mm and with isothermal heat treatment at  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 30 min; (a,b)  $x=0$ ; (c,d)  $x=2$

图 7 为坯料尺寸  $\Phi 20$  mm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金在  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$  保温 30 min 的半固态显微组织。图 7(a)和(c)是在图 1 中 A 点获取的组织;图 7(b)和(d)是在图 1 中 B 点获取的组织。从图 7 中可以看到,初生  $\alpha$ -Mg

晶粒已经从树枝晶演变成近似球状和球状的颗粒,相比  $570\text{ }^{\circ}\text{C}$  保温下,晶界处液相的体积分数明显增多且颗粒完全分离。如图 7(a)和(b)所示, Mg-6Zn-0.4Zr 合金坯料中固相颗粒的分布从坯料边缘到芯部仍然存在尺寸效应,坯料芯部和边缘的颗粒平均尺寸分别为  $123\text{ }\mu\text{m}$  和  $109\text{ }\mu\text{m}$ ,圆整度分别为 1.41 和 1.28,而且边缘液相同样偏多。如图 7(c)和(d)所示,添加 2%Sm 细化后通过等温热处理获得的非枝晶组织,整个区域的半固态组织变得细小,圆整且均匀分布。坯料芯部和边缘的颗粒平均尺寸分别为  $90\text{ }\mu\text{m}$  和  $88\text{ }\mu\text{m}$ ,圆整度分别为 1.14 和 1.09。

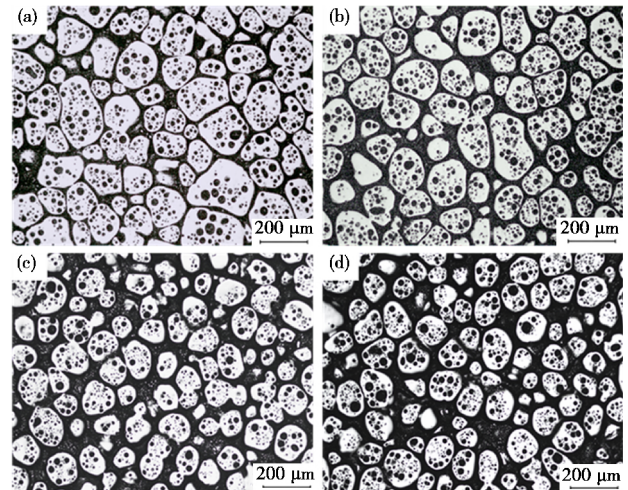


图 7  $\Phi 20$  mm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金坯料在  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$  保温 30 min 的半固态组织:

(a,b) $x=0$ ; (c,d) $x=2$

Fig.7 Semi-solid microstructures of Mg-6Zn- $x$ Sm-0.4Zr alloy billet with diameter of 20 mm and with isothermal heat treatment at  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 30 min; (a,b)  $x=0$ ; (c,d)  $x=2$

根据文献[27],原始铸态组织越细小,在重熔中获得的非枝晶组织就越小且越圆整。由以上实验可知,在 Mg-6Zn-0.4Zr 合金中添加 2%Sm 不仅细化了合金的原始组织,而且在半固态等温过程中加快了从原始组织向非枝晶组织演变的进程。此外,整个非枝晶组织分布比较理想,适合触变成形要求。合金的铸态组织对非枝晶组织的演变过程起着重要的作用。换句话说,若合金经细化处理后,能在重熔过程中获得颗粒圆整、大小均等且分布均匀的半固态组织,为后续的触变成形提供良好的半固态组织。

### 2.3 非枝晶组织特征分析

为了进一步研究 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金非枝晶组织的精细特征,用 SEM 来表征合金半固态组织形貌。图 8 分别是坯料尺寸  $\Phi 10$  mm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金在  $610\text{ }^{\circ}\text{C}$  保温 30 min 的 SEM 组织。由图 8(a)和(b)看出,通过等温热处理形成的非枝晶组织由初生的  $\alpha_1$ -Mg 颗粒和包裹在共晶组织中二次凝固形成的  $\alpha_2$ -Mg 颗粒组成<sup>[11]</sup>,其中,部分  $\alpha_2$ -Mg 颗粒是在  $\alpha_1$ -Mg 颗粒表面形核和长大的。这是由于重熔过程处于动态平衡过程,熔化和凝固同时进行。 $\alpha_1$ -Mg 和  $\alpha_2$ -Mg 周围的共晶组织呈蜂窝状。同时可以看到,添加 2%Sm 后,初生  $\alpha_1$ -Mg 颗粒的尺寸显著减小,且变为较圆整的等轴晶;同时看到共晶组织中

表 1 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 非枝晶组织 EDS 分析结果

Table 1 EDS results of the non-dendritic microstructure of Mg-6Zn-0.4Zr and Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr alloy

Phase	Mg/at%	Zn/at%	Sm/at%	Zr/at%
Fig.8(a), $\alpha_1$ -Mg	96.32	3.46		0.22
Fig.8(a), $\alpha_2$ -Mg	94.02	5.88		0.10
Fig.8(b), $\alpha_1$ -Mg	95.12	3.07	0.83	0.02
Fig.8(b), $\alpha_2$ -Mg	93.65	4.84	1.32	0.19

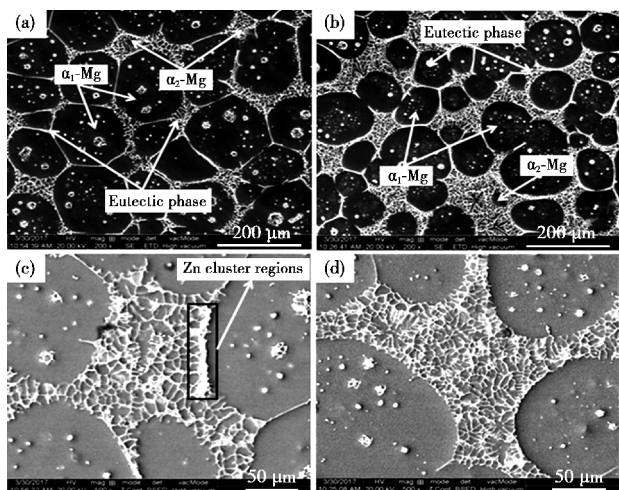


图 8  $\Phi 10$  mm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 和 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金坯料在  $610^\circ\text{C}$  保温 30 min 的 SEM 显微组织:

(a, b)  $x=0$ ; (c, d)  $x=2$

Fig.8 SEM microstructures of Mg-6Zn- $x$ Sm-0.4Zr alloy billet with diameter of 10 mm and with isothermal heat treatment at  $610^\circ\text{C}$  for 30 min; (a, b)  $x=0$ ; (c, b)  $x=2$

包裹的  $\alpha_2$ -Mg 颗粒的数量增多且尺寸减小(图 8(b))。此外,共晶组织的形态也发生了明显的变化,相对于 Mg-6Zn-0.4Zr 合金(图 8(a)),Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金的共晶组织变得较为致密,且尺寸有所增加。对两种实验合金获得的  $\alpha_1$ -Mg 和  $\alpha_2$ -Mg 进行 EDS 分析,其结果如表 1 所示。由表 1 可以看出,非枝晶组织演变过程中,水淬形成的  $\alpha_2$ -Mg 颗粒中 Zn、Zr 及 Sm 原子分数明显高于初生  $\alpha_1$ -Mg 颗粒,这是由于非枝晶组织演变是在熔化和重结晶的动态变化中完成,初生共晶组织在等温热处理过程中,原子获得足够的能量进行长程扩散且向晶内迁移。此外,在重熔过程中固相颗粒的空位浓度增加,有利于晶界处的原子向晶内长程扩散,故在二次凝固过程中形成的  $\alpha_2$ -Mg 颗粒中 Zn、Zr 及 Sm 原子多于  $\alpha_1$ -Mg 颗粒。图 8(c)和(d)为合金的背散射像。由于背散射像的衬度与原子序数有关,图 8(c)和(d)中较亮的区域代表原子序数较大的原子。从图 8(c)看出, Mg-6Zn-0.4Zr 合金经重熔后的液相通过水淬凝固形成的共晶组织主要为富 Zn 的共晶组织,且共晶组织部分区域偏聚 Zn(见图 8(c)长方形标注)。这是由于 Zn 在 Mg 中的固溶度为 6.2%,因此,在水淬快速凝固过程中 Zn 原子不能完全固溶。当添加 2%Sm 后,共晶组织中偏聚 Zn 的现象消失。这是由于 2%Sm 的加入使合金的液相线降低,且原始铸态组织中形成的低熔点共晶相数

量增加,在非枝晶组织演变过程中,晶界处的共晶组织熔化得较为充分,并逐渐向  $\alpha_1$ -Mg 和  $\alpha_2$ -Mg 中固溶,使得共晶组织中 Zn 的分布趋于均匀。

### 3 结论

(1)坯料尺寸为  $\Phi 10$  mm 和  $\Phi 20$  mm 的 Mg-6Zn-0.4Zr 合金分别在  $570^\circ\text{C}$  和  $610^\circ\text{C}$  保温 30 min 获得的半固态组织都存在明显的尺寸效应,从边缘到芯部固相颗粒逐渐增大,圆整度趋于恶化且液相逐渐减少。

(2)添加 2%Sm、坯料尺寸为  $\Phi 10$  mm 和  $\Phi 20$  mm 的合金分别在  $570^\circ\text{C}$  和  $610^\circ\text{C}$  保温 30 min 得到的半固态组织几乎不存在明显的尺寸效应,从边缘到芯部固相颗粒的尺寸几乎均等分布且整体变得细小,颗粒的圆整度没有明显差别,使得整体组织得到优化,适宜半固态触变成形。同时加快了非枝晶组织演变的进程。

(3)对于 Mg-6Zn-0.4Zr 合金坯料,随着坯料尺寸增大,其半固态组织从边缘到芯部组织的差异(固相颗粒尺寸和圆整度)将增加。而对于 Mg-6Zn-2Sm-0.4Zr 合金坯料,随着坯料尺寸增大,其半固态组织从边缘到芯部几乎均等分布。

### 参考文献

- Zuo Tiejong. The lightweight structural materials of the 21st century—Magnesium and magnesium alloys[J]. Advanced Materials Industry, 2007(7): 22.  
左铁镛. 21 世纪的轻质结构材料——镁及镁合金发展[J]. 新材料产业, 2007(7): 22.
- Qu Weiping, Gao Song. Characteristics of magnesium alloy and its all-ying current situation[J]. Metal World, 2011(2): 10(in Chinese).  
屈伟平, 高崧. 镁合金的特点及应用现状[J]. 金属世界, 2011(2): 10.
- Dong Y, Lin X P, Ye J, et al. Microstructure of Mg-8Zn-4Al-1Ca aged alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(2): 310.
- Fan Z. Semisolid metal processing[J]. International Materials Reviews, 2002, 47(2): 49.
- Feng Kai, Huang Xiaofeng, Ma Ying, et al. Non-dendritic microstructure evolution process and mechanism of ZA74 magnesium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2013, 23(3): 635(in Chinese).  
冯凯, 黄晓峰, 马颖, 等. 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.
- Liu Wei, Zhang Yingbo, Li Bin, et al. Microstructure evolution of Mg-Zn-Y alloys during semi-solid isothermal heat treatment[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2015, 44(12): 3243(in Chinese).  
刘伟, 张英波, 李彬, 等. 半固态等温处理 Mg-Zn-Y 合金微观组织演变[J]. 稀有金属材料与工程, 2015, 44(12): 3243.
- Ni Hongjun, Wang Qudong, Ding Wenjiang. The study and application of SSP thixomolding of magnesium alloys[J]. Foundry Technology, 2000, 21(5): 36(in Chinese).  
倪红军, 王渠东, 丁文江. 镁合金半固态铸造成形技术(SSP)的研究与应用[J]. 铸造技术, 2000, 21(5): 36.
- Wang S C, Li Y Y, Chen W P, et al. Microstructure evolution of semi-solid 2024 alloy during two-step reheating process[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2008, 18(4): 784.
- Wang N, Zhou Z M, Lu G M. Microstructural evolution of 6061 alloy

- during isothermal heat treatment[J]. *Journal of Materials Science and Technology*, 2011, 27(1): 8.
- 10 Luo Shoujing, Tian Wentong, Xie Shuisheng, et al. Technology and applications of semi-solid forming[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2000, 10(6): 765 (in Chinese).  
罗守靖, 田文彤, 谢水生, 等. 半固态加工技术及应用[J]. *中国有色金属学报*, 2000, 10(6): 765.
- 11 Huang Xiaofeng, Zhang Yu, Qin Mulan, et al. Effects of isothermal heat treatment on microstructural evolution of Mg-6Zn-3Cu alloy[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2016, 37(8): 53 (in Chinese).  
黄晓锋, 张玉, 秦牧岚, 等. 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.
- 12 Li Yuandong, Hao Yuan, Yan Fengyun, et al. Structural evolution of AZ91D magnesium alloy during semi-solid isothermal heat treatment [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2001, 11(4): 571 (in Chinese).  
李元东, 郝远, 阎峰云, 等. AZ91D 镁合金在半固态等温热处理中的组织演变[J]. *中国有色金属学报*, 2001, 11(4): 571.
- 13 Wen Jing, Li Yuandong, Chen Tijun, et al. Effect of ingot size of magnesium alloy AZ91D on microstructure during isothermal heat treatment[J]. *Hot Working Technology*, 2009, 38(4): 111 (in Chinese).  
文靖, 李元东, 陈体军, 等. AZ91D 镁合金金属型锭料尺寸变化对等温热处理组织的影响[J]. *热加工工艺*, 2009, 38(4): 111.
- 14 Stjohm D H, Ma Q, Easton M A, et al. Grain refinement of magnesium alloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2005, 36(7): 1669.
- 15 Su G H, Cao Z Y, Liu Y B, et al. Effects of semi-solid isothermal process parameters on microstructure of Mg-Gd alloy[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20(s2): 402.
- 16 Feng J, Sun H F, Li X W, et al. Microstructures and mechanical properties of the ultrafine-grained Mg-3Al-Zn alloys fabricated by powder metallurgy[J]. *Advanced Powder Technology*, 2016, 27: 550.
- 17 Li K J, Li Q A, Jiang X T, et al. Effects of Sm addition on microstructure and mechanical properties of Mg-6Al-0.4Zn alloy [J]. *Scripta Materialia*, 2009, 60(12): 1101.
- 18 Yu Minghai, Guo Erjun, Feng Yicheng, et al. Effects of Sm on microstructure and mechanical properties of as-cast Mg-0.4Zn-0.8Zr alloys [J]. *Heat Treatment of Metals*, 2016, 41(5): 78 (in Chinese).  
于明海, 郭二军, 冯义成, 等. 稀土 Sm 对铸态 Mg-0.4Zn-0.8Zr 合金组织和性能的影响[J]. *金属热处理*, 2016, 41(5): 78.
- 19 Xing B, Li Y D, Ma Y, et al. Evolution of rheocast microstructure of AZ31 alloy in semisolid state[J]. *China Foundry*, 2013, 10(4): 221.
- 20 Gao X K, Nie J F. Structure and thermal stability of primary intermetallic particles in an Mg-Zn casting alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2007, 57(7): 655.
- 21 Zheng J, Wang Q D, Jin Z L, et al. Effect of Sm on the microstructure, mechanical properties and creep behavior of Mg-0.5Zn-0.4Zr based alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527(7-8): 1677.
- 22 Hu Yong, Rao Li, Hu Qiang. Microstructure evolution of semi-solid AZ91D alloy during isothermal heat treatment process[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2014, 28(12): 909 (in Chinese).  
胡勇, 饶丽, 胡强. 等温热处理过程中半固态 AZ91D 镁合金组织演变[J]. *材料研究学报*, 2014, 28(12): 909.
- 23 Li Yuandong, Wen Jing, Chen Tijun, et al. Effects of SiC addition on microstructure of AZ91D alloy initial billet with various size during semisolid isothermal treatment[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2010, 20(3): 407 (in Chinese).  
李元东, 文靖, 陈体军, 等. 添加 SiC 对不同尺寸 AZ91D 镁合金坯料半固态组织的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2010, 20(3): 407.
- 24 Li Yuandong, Hao Yuan, Chen Tijun, et al. Effects of different primary microstructure on semi-solid melting behavior of AZ91D magnesium alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2004, 14(3): 366 (in Chinese).  
李元东, 郝远, 陈体军, 等. 原始组织对半固态 AZ91D 镁合金重熔行为的影响[J]. *中国有色金属报*, 2004, 14(3): 366.
- 25 Cao Furong, Guan Renguo, Chen Liqing, et al. Microstructure evolution of semisolid AZ31 magnesium alloy during remelting process[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2012, 22(1): 7 (in Chinese).  
曹富荣, 管仁国, 陈礼清, 等. 二次加热过程中半固态 AZ31 镁合金的显微组织演变[J]. *中国有色金属学报*, 2012, 22(1): 7.
- 26 Zhang L, Cao Z Y, Liu Y B. Microstructure evolution of semi-solid Mg-14Al-0.5Mn alloys during isothermal heat treatment [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20(7): 1244.
- 27 Chen T J, Jiang X D, Ma Y, et al. Effect of initial as-cast microstructure of AZ91D magnesium alloy on its semisolid microstructure[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2010, 505(2-3): 476.

(责任编辑 李 敏)

(上接第 1270 页)

- 12 Minagawa K, Kakisawa H, Osawa Y, et al. Production of fine spherical lead-free solder powders by hybrid atomization[J]. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2005, 6: 325.
- 13 Dunkley J J, Parlmer J D. Factors affecting particle size of atomized metal powders[J]. *Powder Metallurgy*, 1986, 9(4): 287.
- 14 Ünal A. Liquid break-up in gas atomization of fine aluminum powders[J]. *Metallurgical Transactions B*, 1989, 20(2): 61.

- 15 Nichiporenko O S, Naida Y I. Fashioning the shape of sprayed powder particles[J]. *Soviet Powder metallurgy & Metal Ceramics*, 1968, 10: 1.
- 16 Anderson I E, Terpstra R L. Process toward gas atomization processing with increased uniformity and control[J]. *Material Science and Engineering A*, 2002, 326: 101.

(责任编辑 杨 霞)