

AZ91D 镁合金强制对流流变压铸组织与性能

Microstructure and Tensile Properties of
AZ91D Magnesium Alloy by Forced
Convection Rheo-diecasting Process

周 冰,康永林,祁明凡,张欢欢,朱国明,吴征洋

(北京科技大学 材料科学与工程学院, 北京 100083)

ZHOU Bing,KANG Yong-lin,QI Ming-fan,ZHANG Huan-huan,

ZHU Guo-ming,WU Zheng-yang

(School of Materials Science and Engineering, University of
Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

摘要: 研究了流变压铸成形和传统压铸工艺下 AZ91D 镁合金连接压铸件的的组织特征,分析了流变压铸过程中半固态浆料的形成和凝固行为,测试了 FCR 工艺下流变压铸拉伸件的力学性能。结果表明:FCR 工艺下的流变压铸成形工艺不仅可以获得晶粒细小、形貌圆整的半固态组织,而且能够明显改善传统压铸成型件中的气孔缺陷,提高组织致密度。与传统压铸件相比,流变压铸拉伸件的抗拉强度和伸长率都有了明显的提高;T6 热处理能进一步强化流变压铸拉伸件的性能,其抗拉强度和伸长率分别为 286MPa 和 6.1%。

关键词: 强制对流搅拌装置;流变压铸;组织与性能;热处理

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2014.10.001

中图分类号: TG146.2⁺2; TG249.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2014)10-0001-05

Abstract: The microstructure characteristics of AZ91D magnesium alloy connectors were investigated in traditional die-casting and rheo-diecasting process. The formation and solidification behavior of semi-solid slurry were analyzed. The tensile properties of rheo-diecasting tensile samples were tested. The results indicate that the forced convection rheo-diecasting process is able to obtain semi-solid microstructure with fine and near spherical grain. And the process can significantly improve porosity defects existed in traditional die castings and increase density. Compared with conventional die castings, the tensile strength and elongation of rheo-diecasting tensile samples have been significantly improved. T6 heat treatment further strengthens the property of rheo-diecasting tensile samples with the tensile strength of 286MPa and elongation of 6.1%.

Key words: forced convection mixing machine; rheo-diecasting; microstructure and property; heat treatment

镁合金是最轻的金属结构材料,具有很高的比强度和刚度,近年来,镁合金在汽车、航空航天、电子通讯领域获得了迅速发展。常用的镁合金成形方法主要有压铸、半固态铸造、挤压铸造等,其中液态压铸是镁合金最主要的成形方式^[1,2]。但传统液态压铸成形件中存在大量气孔,难以进行热处理、焊接或用于气密性要求高的零件,其力学性能也难以得到进一步的提高,这极大地制约了镁合金的进一步推广。

半固态技术自发明以来,由于能够获得均匀细晶组织、提高组织致密度、性能和实现高速近终成形等优

点,受到了广泛关注。流变压铸成形不仅可消除和减少压铸件中的气孔,还可提高铸件的力学性能,被认为是 21 世纪具有广阔发展前途的近净成形技术之一^[3-5]。目前,镁合金流变压铸研究主要集中在半固态浆料制备工艺、组织性能和数值模拟等;经过长时间的努力,各国学者已经发展出了很多的半固态浆料制备工艺,如 CRP^[6]、双螺旋^[7]、TBR^[8]、SCP^[9]、LSPSF^[10]。但目前大多都在实验阶段,还没有真正投入工业应用。在组织与性能的研究中,以分析微观组织较多^[11,12],流变成形力学性能的研究较少^[13]。数值

模拟压铸过程中,传统压铸的充型凝固分析较多^[14,15],流变充型压铸的模拟较少^[16]。

本研究以广泛应用的 AZ91D 压铸镁合金为实验材料,以连接件为例,采用自行研制开发的半固态浆料制备设备-强制对流搅拌装置制备镁合金半固态浆料,并结合卧式冷室压铸机进行镁合金的流变压铸研究。在此基础上对比了流变压铸和传统压铸连接件组织的不同,探讨了强制对流搅拌装置下的流变压铸工艺,并在相同工艺条件下制备了流变压铸拉伸试样,测试了流变压铸拉伸试样铸态和 T6 热处理下的力学性能。

1 实验

1.1 实验设备及材料

采用实验室自主发明的强制对流搅拌设备^[17],该

设备主要由驱动装置、剪切搅拌装置、温度控制装置和放料装置等组成。无极调速电机通过传动齿轮带动搅拌轴旋转。剪切搅拌机构由搅拌室和搅拌轴组成,其中搅拌轴上装有适合搅拌黏性流体的螺旋带,可以通过调整搅拌速度使得金属熔体在搅拌室内产生流体对流。为防止合金液在搅拌室内冷凝挂料,在搅拌室内壁装有石墨内衬。搅拌桶外壁有加热和冷却元件,通过温度控制箱对筒体温度进行精确控制。放料装置由放料手柄、芯杆和堵塞构成。浆料制备好后,旋转放料手柄,提升堵塞,半固态浆料流出。其具体结构如图 1 所示。实验用压铸机为 400t 卧式压铸机,选用生产用一模两腔的连接头压铸模具和力学性能模具为试验模具。实验材料选用商用高纯 AZ91D 镁合金,合金液相线和固相线温度分别为 595℃ 和 470℃,合金锭通过 ARL3460 型直读光谱仪测定,其化学成分见表 1。

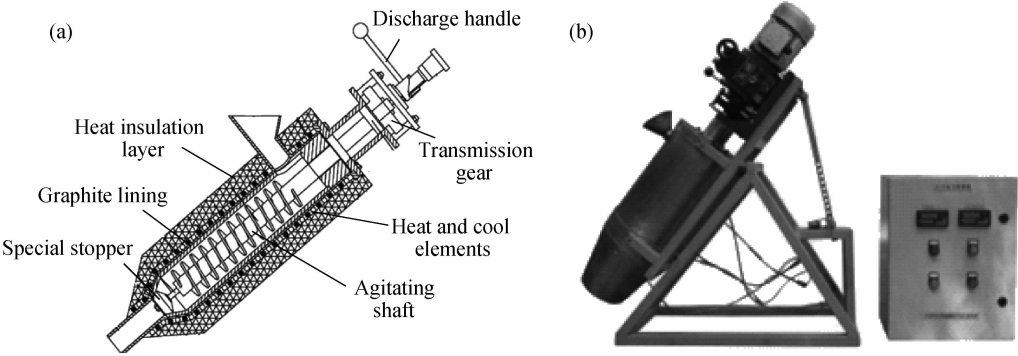


图 1 强制对流搅拌装置结构图(a)及实物图(b)
Fig. 1 Schematic (a) and physical diagram (b) of FCR machine

表 1 AZ91D 镁合金的化学成分 (质量分数/%)

Table 1 Chemical composition of the AZ91D magnesium alloy (mass fraction/%)

Al	Zn	Mn	Si	Fe	Cu	Ni	Be	Mg
9.0358	0.7515	0.1452	0.0334	0.0052	0.0045	0.0015	0.0003	Bal

1.2 实验方法

将 AZ91D 镁合金锭放入预热温度 150℃ 的预热炉中保温,然后转入预热到 400℃ 的熔化炉内升温至 680℃ 熔化,为防止镁合金液氧化燃烧,熔化过程中通过 RJ-2 号覆盖剂进行保护,将合适温度的熔融镁合金液浇注到事先设定好工艺参数的强制对流搅拌设备内,合金液在低于合金液相线温度的筒体内在螺旋搅拌轴的旋转作用下产生流体对流,熔体同时受到冷却和对流混合的作用,生成半固态浆料,剪切温度设置为 560~580℃,筒体转速设置为 100~500r/min,搅拌时间 15~45s。随后旋转放料把手,合金熔体从出料口流出,将制备的半固态浆料转移到压铸机压射室进行压铸成形。实验压铸工艺参数为铸造压力 80MPa,慢

压射速度约 0.3m/s,快压射速度约 1.0m/s,压铸模具预热至 230℃ 以上。

从镁合金连接头不同位置切割试样,切取位置见图 2 中 I,Ⅱ,Ⅲ,Ⅳ,进行粗磨、精磨和抛光,通过 4% 的硝酸酒精侵蚀,用热水冲洗、吹干。采用 NEO-PHOT 21 光学显微镜对 AZ91D 镁合金组织进行观察和分析。并对制备的流变压铸拉伸圆棒进行 T6 处理,对比热处理对流变压铸性能的影响。

2 实验结果与分析

2.1 对流搅拌作用对镁合金组织的影响

强制对流搅拌设备的工作原理^[16]是采用机械搅

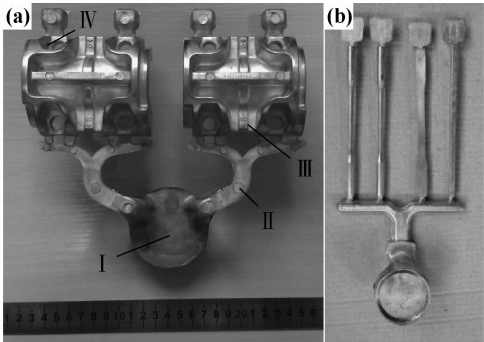


图 2 接头铸件取样位置(a)及拉伸件(b)
Fig. 2 Sampling position (a) of the connector and tensile specimen (b)

拌方式,利用剪切搅拌的原理,通过螺旋搅拌轴的作用,使合金熔体在低于合金液相线温度的筒体内产生流体对流,同时受到冷却和对流混合的作用,破坏枝晶

生长的环境,使初生晶粒生长为球形,从而制备出半固态合金浆料。

图 3 为 AZ91D 镁合金普通铸态组织与半固态组织对比。图 3(a)是浇注温度 640℃,未经过 FCR 设备处理得到的铸态组织。从图中可以看出,普通铸态组织由大量不规则枝晶组织形成,晶界不规整,灰白色枝晶组织为初生 α -Mg,深黑色部分为 β -Mg₁₇Al₁₂ 二次相。图 3(b)为 FCR 工艺条件下制备的 AZ91D 镁合金半固态浆料显微组织,工艺参数为浇注温度 600℃,剪切温度 570℃,筒体转速 300r/min,剪切时间 30s。从图中可以看出其微观组织呈现出了明显的不同,枝晶形态的组织数量明显减少,半固态组织初生晶粒细小圆整,呈蔷薇状或近球状,初生晶粒尺寸约为 50 μ m,对流搅拌的作用不仅改变了组织相的形态,而且改变了相的分布。

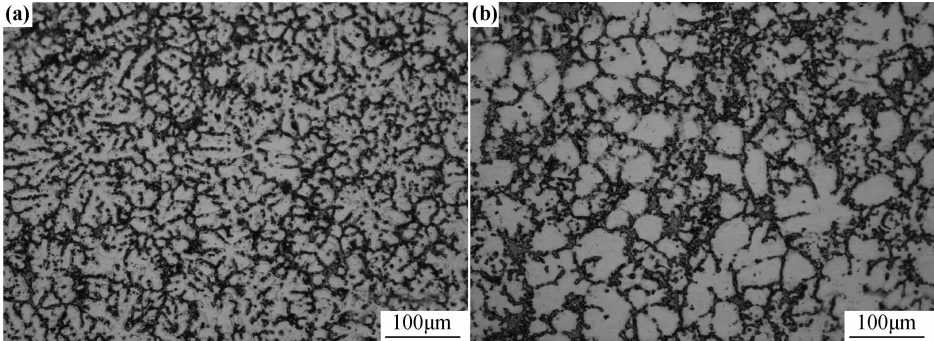


图 3 传统组织(a)与半固态组织(b)对比
Fig. 3 Comparison of traditional microstructure (a) and semisolid microstructure (b)

2.2 流变压铸件与传统压铸件组织

图 4 为 AZ91D 镁合金接头流变压铸与传统压铸不同位置的金相组织。从图 4 可以看出在压铸件料柄 I 处,传统压铸件组织中初生 α -Mg 晶粒主要由发达的树枝晶组成,且连接成网状;而流变压铸件料柄组

织主要呈蔷薇状和少量小枝晶组成,分布均匀。相对于 I 处,在压铸件浇道 II 处,由于型腔壁的冷却作用,浆料在压铸过程中凝固很快,枝晶长大有限,传统压铸件组织主要由未发展的树枝晶组成;而流变压铸件浇道组织主要由粒状和蔷薇状的初生 α -Mg 组成,晶粒

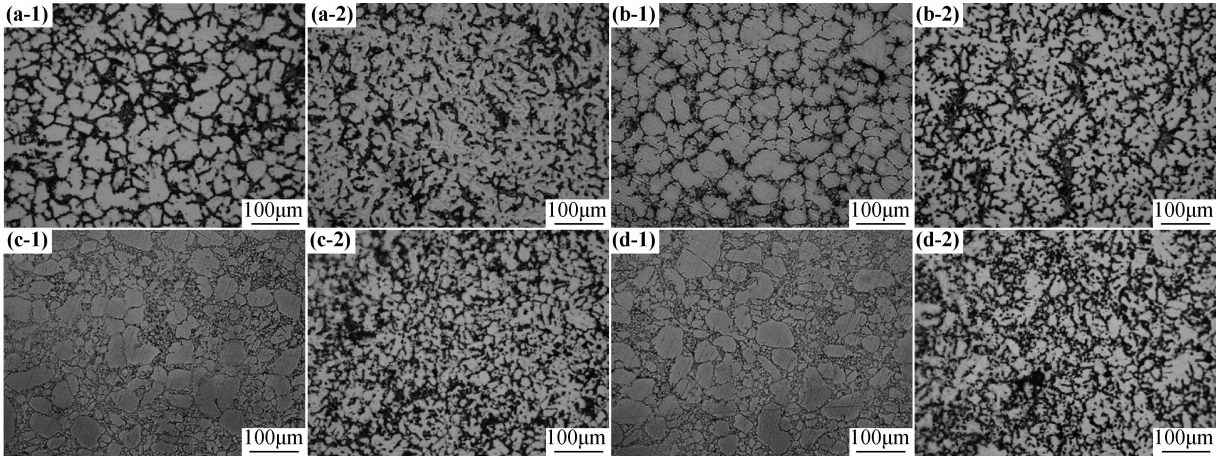


图 4 流变压铸(1)与传统压铸(2)连接件各部位组织 (a) I;(b) II;(c) III;(d) IV
Fig. 4 Partial microstructure of the rheo-diecasting (1) and traditional diecasting (2) connector (a) I;(b) II;(c) III;(d) IV

数量明显增多。在位置Ⅲ,Ⅳ处,流变压铸件仍然是典型的半固态组织,且距离浇道越远,基体中初生 α -Mg 晶粒数量有所减少,二次 α -Mg 晶粒数量增多液相也相对较多,这是因为半固态浆料中的液相流动性能比初生固相要好,晶粒分布会有所差异;而在传统压铸中,Ⅲ,Ⅳ处有明显的枝晶存在,且有明显气孔存在。

2.3 强制搅拌流变压铸成形工艺探讨

在实际零件的压铸实验中,镁合金连接扣件作为承受载荷的零件,对材料的强度有较高要求,传统液态压铸生产中,铸件卷气情况比较严重,产品无法通过热处理提高性能,导致产品性能不能满足要求。

在传统压铸中,金属熔体由于过冷作用,首先在压室和模具的内壁上开始形核,晶核随熔体的流动进入熔体内部,一部分被过热熔体重新融化,另一部分存活下来并逐渐长大。受过冷度梯度的影响,这些晶核很多长大为树枝晶,而且分布很不均匀。由于压铸过程中熔体的冷却速度很快,初生的 α -Mg 固溶体相对要小得多,并且所观察到的枝晶组织也相对较小一些,但在料柄处合金熔体最后凝固,组织中基本全是粗大的树枝晶,如图 4 中传统压铸接头组织所示。而且在压铸过程中,熔体充型过程很快,由于液态镁合金的黏度较低,熔体以紊流流动的方式填充压铸型腔,容易产生卷气、氧化等缺陷;同时,由于液态镁合金在冷却过程中发生较大的凝固收缩,在铸件中产生缩松、缩孔。在传统液态压铸条件下,镁合金试样中存在的孔洞主要是气孔、缩孔和夹杂的综合结果。

流变压铸镁合金连接件经历了半固态浆料制备和压铸两个阶段,图 5 为不同工艺下 AZ91D 镁合金熔体的凝固冷却过程。半固态浆料制备阶段包括快速冷却、等温搅拌以及浆料快速输送三个阶段。合金熔体进入 FCR 设备内后,与筒体产生对流换热,熔体快速冷却,之后进入等温搅拌阶段。半固态浆料的制备是在筒体冷却、对流搅拌以及熔体自搅拌的综合作用下完成的。由于筒体和搅拌轴对合金熔体产生了较强的冷却作用,使具有一定过热度的熔体在较短的时间内下降到设定的凝固温度;同时由于螺旋搅拌轴的作用下,熔体在搅拌室内产生对流,使熔体内部的温度均匀的降低,产生大量的有效形核质点,这些质点随着熔体温度的连续下降逐渐形成大量晶核。在半固态浆料制备过程中,熔体温度下降,筒体温度升高,当两者温度趋于相同时,合金熔体进入等温剪切搅拌阶段,该阶段熔体内部的温度场成分场趋于一致,极大地破坏了枝晶生成的环境,晶粒以蔷薇状或球状的形式生长。流变压铸的压铸阶段主要包括浆料进入压射室、充型和在模腔内的凝固。由于压射室和压铸模腔对浆

料的冷却速度极大,残存的液相发生了快速的凝固,晶核没有太多长大的机会,最终获得均匀细小的二次晶核。半固态浆料进入压射室时具有较高的黏度,同时又有良好的流动性,保证了浆料在充型过程中的稳定流动,减少了卷气现象的发生,从而减少了压铸中产生的各种铸造缺陷。

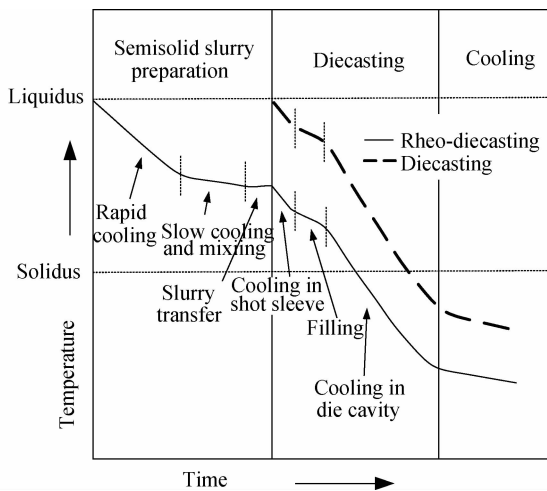


图 5 不同工艺下合金熔体的凝固冷却过程

Fig. 5 Solidification and cooling procedure of the melt in different process

2.4 强制搅拌流变压铸力学性能

表 2 为不同工艺下压铸件的拉伸性能。在 AZ91D 压铸成形过程中,由于非平衡凝固导致 β 相 $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ 分布在 α -Mg 的晶界上, β 相是脆性相,因此可以通过热处理来改变其分布,从而改善压铸件力学性能。通常由于传统压铸件内存在大量气孔,使得零件在热处理过程中出现局部气泡现象,而流变压铸极大地减少了压铸件内的气孔数量,热处理后基本没有鼓泡现象,因此能够通过热处理进一步提高零件的性能。

表 2 不同工艺下压铸件的拉伸性能

Table 2 Tensile properties of diecastings in different process

Process	Tensile strength/ Yield strength/		Elongation/%
	MPa	MPa	
Traditional DC	227	156	3.2
FCRDC	241	157	4.1
FCRDC+T6	286	146	6.1

将强制搅拌流变压铸制备的拉伸试样(如图 2 所示)与传统压铸制备的拉伸试验结果进行比较,并研究了 T6 热处理条件下的流变压铸件的力学性能变化。由表 2 中可见,相比于传统压铸,采用流变压铸工艺其抗拉强度和断后伸长率都得到明显提高。一方面原因是镁合金是密排六方的晶体结构,室温下主要依靠锥面孪生协调基面滑移的方式发生塑性变形,晶粒细化

和均匀化后,有效减轻了局部应力集中,延缓了裂纹的形成和扩展;另一方面原因是流变压铸明显改善了压铸过程中的卷气,减少了铸件内部的缺陷,从而提高了性能。而且 T6 热处理能提高流变压铸件的抗拉强度和伸长率,其中经 T6 处理后抗拉强度由 241MPa 提高至 286MPa,伸长率由 4.1% 提高至 6.1%,屈服强度基本没变化。

3 结论

(1)采用自行压制开发的强制对流搅拌装置制备能够制备出固相颗粒细小、均匀的 AZ91D 镁合金半固态浆料,并以连接件为例,将半固态制浆装置与卧室压铸机相结合,进行流变压铸。

(2)与传统压铸相比,该流变压铸成形工艺不仅可以获得晶粒细小、形貌圆整、分布均匀,具有典型半固态特征的压铸件;而且半固态浆料具有较高黏度和较好的流动性,能够明显改善压铸过程中的卷气,减少压铸件中的气孔缺陷。

(3)与传统压铸相比,FCR 工艺下 AZ91D 流变压铸件具有更高的力学性能,其抗拉强度和伸长率都有了明显的提高。T6 热处理后其抗拉强度达到 286MPa,伸长率为 6.1%。

参考文献

- [1] DECKER R F. The renaissance in magnesium[J]. *Advanced Materials & Processes*, 1998, 154(3): 31—33.
- [2] 杨少峰,王再友. 压铸镁合金的研究进展及发展趋势[J]. *材料工程*, 2013, (11): 81—88.
YANG S F, WANG Z Y. New research development and its prospect on die-cast magnesium alloys[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2013, (11): 81—88.
- [3] 康永林,毛卫民,胡壮麒. 金属材料半固态加工理论与技术[M]. 北京: 科学出版社, 2004.
- [4] 罗守靖,程远胜,单微微. 半固态金属流变学[M]. 北京: 国防工业出版社, 2011.
- [5] 杨柳青,康永林,张帆,等. AZ91D 镁合金流变压铸成形组织特征[J]. *北京科技大学学报*, 2010, 32(6): 770—776.
YANG L Q, KANG Y L, ZHANG F, et al. Microstructural characteristics of the rheo-diecasting AZ91D magnesium alloy[J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 2010, 32(6): 770—776.
- [6] PAN Q Y, FINDON M, APELIAN D. The continuous rheoconversion process (CRP): A novel SSM approach[A]. ALEXANDROU A, APELIAN D. *Proceedings of the 8th International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites [C]*. Limassol, Cyprus: Worcester Polytechnic Institute, 2004. 122—129.
- [7] JI S, FAN Z, BEVIS M J. Semi-solid processing of engineering alloys by a twin-screw rheomoulding process[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2001, 299(1—2): 210—217.
- [8] ZHANG F, KANG Y L, YANG L Q, et al. Taper barrel rheomoulding process for semisolid slurry preparation and microstruc-

ture evolution of A356 aluminum alloy[J]. *Transactions of Non-ferrous Metals Society of China*, 2010, 20(9): 1677—1684.

- [9] 杨小容,毛卫民,高冲. 采用蛇形管通道浇铸法制备半固态浆料[J]. *中国有色金属学报*, 2009, 19(5): 869—873.
YANG X R, MAO W M, GAO C. Preparation of semisolid feed-stock by serpentine pipe pouring[J]. *The Chinese Journal of Non-ferrous Metals*, 2009, 19(5): 869—873.
- [10] GUO H M, YANG X J. Efficient refinement of spherical grain by LSPSF rheocasting process[J]. *Materials Science and Technology*, 2008, 24(1): 55—63.
- [11] 杨柳青,康永林,张帆,等. A357 铝合金半固态流变压铸成形组织工艺研究[J]. *材料工程*, 2009, (6): 64—66.
YANG L Q, KANG Y L, ZHANG F, et al. Study on micro-structure-processing relationship of a semi-solid rheo-diecasting A357 aluminum alloy[J]. *Journal of Materials Engineering*, 2009, (6): 64—66.
- [12] 张帆,康永林,杨柳青,等. 浇注温度对合金熔体冷却规律和半固态组织的影响[J]. *北京科技大学学报*, 2010, 32(11): 1453—1458
ZHANG F, KANG Y L, YANG L Q, et al. Effects of pouring temperature on the cooling rules of alloy melts and the semi-solid microstructure[J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 2010, 32(11): 1453—1458.
- [13] SEO P K, KIM D U, KANG C G. Effects of die shape and injection conditions proposed with numerical integration design on liquid segregation and mechanical properties in semi-solid die casting process[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2006, 176(1—3): 45—54.
- [14] HU B H, TONG K K, NIU X P, et al. Design and optimization of runner and gating system for the die casting of thin-walled magnesium telecommunication parts through numerical simulation[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2000, 105(1—2): 128—133.
- [15] ZHAO H D, BAI Y F, OUYANG X X, et al. Simulation of mold filling and prediction of gas entrapment on practical high pressure die castings[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20(11): 2064—2070.
- [16] ZHANG F, SONG N N, ZHANG J, et al. Numerical simulation on the filling process of rheological die casting and forming defects analysis[A]. MÖLLER H, GOVENDER G. *12th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites [C]*. Cape Town, South Africa: Trans Tech Publications, 2012. 293—298.
- [17] ZHOU B, KANG Y L, ZHANG J, et al. Forced convection rheomoulding process for semisolid slurry preparation and microstructure evolution of 7075 aluminum alloy[A]. MÖLLER H, GOVENDER G. *12th International Conference on Semi-solid Processing of Alloys and Composites [C]*. Cape Town, South Africa: Trans Tech Publications, 2012. 422—427.

基金项目:国家重点基础研究发展计划(973 计划)资助项目(2011CB606302-1);国家高技术研究发展计划(863 计划)资助项目(2013AA031001)

收稿日期:2013-10-24;**修订日期:**2014-04-22

通讯作者:康永林(1954—),男,教授,主要从事钢铁材料压力加工及半固态加工及应用方面的工作,联系地址:北京科技大学材料科学与工程学院 253 信箱(100083),E-mail: kangylin@ustb.edu.cn