

## 双螺杆机械搅拌半固态镁合金的组织与性能\*

李东南<sup>1</sup> 范新风<sup>1</sup> 吴树森<sup>2</sup> 罗吉荣<sup>2</sup>

1. 福建工程学院机电及自动化工程系 福州 350014  
2. 华中科技大学材料科学与工程学院 武汉 430074

**摘 要** 采用双螺杆机械搅拌制浆机和半固态流变压铸成形工艺制备 AZ91D 镁合金半固态浆料, 研究了材料性能与微观组织之间的关系. 结果表明, 随着镁液的浇注温度或搅拌机筒体温度的降低, 半固态浆料的固相率越高, 初生  $\alpha$ -Mg 相晶粒变得更细小和圆整, 筒体温度比镁液浇注温度的影响更显著. 当浆料固相率控制在 30%~45% 时, 半固态流变压铸成形镁合金铸件具有较高的抗拉强度和延伸率; 随着晶粒平均尺寸的增加, 材料的力学性能逐渐降低. 提出了高剪切速率下流变压铸成形非枝晶组织的形成机理.

**关键词** 金属材料, 半固态, 镁合金, 微观组织, 力学性能

**分类号** TG113

**文章编号** 1005-3093(2006)06-0666-07

## Microstructure and mechanical property of semi-solid magnesium alloy fabricated by twin-screw stirring

LI Dongnan<sup>1</sup> FAN Xinfeng<sup>1</sup> WU Shusen<sup>2\*\*</sup> LUO Jirong<sup>2</sup>

1. Department of Electromechanical and Automation Engineering, Fujian University of Technology, Fuzhou 350014

2. College of Materials Science and Engineering, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074

\* Supported by the Key Item of Science and Technology Program of Hubei Province No.20002P030 and the Fund Item of Technology Innovation for the Medium-Sized and Pint-Sized Enterprise of Science and Technology Model Sponsored by the Ministry of Science and Technology No.01C26214200911.

Manuscript received November 22, 2005; in revised form July 21, 2006.

\*\* To whom correspondence should be addressed, Tel:(027)87556262,

E-mail:wushusen@public.wh.hb.cn

**ABSTRACT** The semi-solid slurry of AZ91D magnesium alloy was prepared by twin-screw stirring mixer, and the relationship between mechanical properties and microstructure for semi-solid magnesium alloy were investigated. The results showed that the solid fraction of primary  $\alpha$ -Mg phase increased and the grains became finer and rounder with reducing pouring temperature of the Mg melt or the barrel temperature of stirring machine. Furthermore, the effect of the pouring temperature of Mg melt on the solid fraction in slurry was bigger than that of the barrel preheating temperature. The tensile strength and elongation of rheo-diecasting AZ91D alloy were best when the solid fraction controlled in the range 30% to 45%, and the mechanical properties were deteriorated gradually with the increase of the average size of primary  $\alpha$  phase grains. The formation mechanism of non-dendritic structure under the condition of high shear rate and rheo-diecasting process was proposed.

**KEY WORDS** metallic materials, semi-solid, magnesium alloy, microstructure, mechanical properties

半固态金属加工技术的关键环节是半固态浆料的制备<sup>[1~3]</sup>. 目前半固态镁合金浆料的制备方法主要有机械搅拌法、电磁搅拌法、应变诱发熔化激活法、触变注射成形法、半固态等温热处理法、近液相

线法、双棍滚压法和化学晶粒细化法<sup>[4~8]</sup>. 小岛阳和 Kamado 等研究了机械搅拌条件对半固态 AZ91D 合金组织的影响规律, 由于其剪切速率低, 晶粒平均尺寸为 200  $\mu\text{m}$  左右<sup>[9~10]</sup>. 目前, 用电磁搅拌法、近液相线法和 SIMA 法制备的半固态浆料组织中初生  $\alpha$ -Mg 相的形貌不够圆整, 晶粒平均尺寸在 80  $\mu\text{m}$  以上<sup>[11~13]</sup>. 这三种方法主要是为后序的触变成形提供半固态坯料, 坯料在二次加热过程中晶粒的进一步长大必将降低触变成形铸件的力学性能. F.Czerwinski,

\* 湖北省重点科技发展计划 20002P0304 和科技部中小企业技术创新基金 01C26214200911 资助项目.  
2005 年 11 月 22 日收到初稿; 2006 年 7 月 21 日收到修改稿.  
本文联系人: 吴树森, 教授

J.Blancin 和 H.Kanfmann 分别用触变注射成形和 NRC 工艺制备 AZ91D 镁合金, 晶粒的平均尺寸为  $100\ \mu\text{m}$  左右<sup>[14~17]</sup>。由此可见, 用以上几种方法制备的非枝晶组织, 不是晶粒形貌不够圆整就是晶粒比较大。本文采用双螺杆机械搅拌制浆机和半固态流变压铸成形工艺在高剪切速率条件下制备 AZ91D 镁合金半固态浆料, 研究镁液浇注温度和搅拌机筒体温度对半固态镁合金组织的影响, 以揭示材料性能与微观组织之间的关系。

## 1 实验方法

实验用 AZ91D 镁合金的化学成分 (质量分数, %) 为 Al 9.03, Zn 0.64, Mn 0.33, Be 0.0014, Si 0.031, Cu 0.0049, Fe 0.0011, Ni 0.0003, 余为 Mg。实验时, 先将 AZ91D 镁合金加入电阻坩锅炉中加热至  $610\sim 640\ \text{℃}$  熔化, 然后用定量输送泵将熔体送入双螺杆搅拌制浆机生成半固态浆料, 再将浆料送入冷室压铸机压铸成形标准 B 型拉力试样。镁合金熔化时通入  $\text{N}_2+0.1\%\text{SF}_6$  混合气体保护, 以防止镁合金的氧化燃烧。搅拌机内及熔体输送过程中通入 Ar 气保护。压铸工艺参数为: 压铸机合模力  $2800\ \text{kN}$ ; 压射力  $110\ \text{kN}$ ; 压射比压  $40\ \text{MPa}$ ; 压铸模温度  $180\sim 200\ \text{℃}$ 。

拉伸试验在德国 Zwick/Roell 公司的 Z010 型拉力试验机上进行。在离试样浇口端部  $25\ \text{mm}$  处截取试样, 在 MeF3 型高级金相显微镜上观察金相组织。采用本实验室开发的半固态金相组织分析软件评价半固态浆料的固相率、初生  $\alpha$  相形貌和晶粒平均尺寸。单个初生  $\alpha$  相的圆整度  $F$  按公式  $F = P^2/4\pi A$  计算, 其中  $P$  为初生  $\alpha$  相的周长;  $A$  为初生  $\alpha$  相的面积。用德国 JXA 8800R 型电子探针分别对液态金属型和半固态流变压铸成形试样进行了元素分布的面扫描分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 镁合金的凝固组织和相组成

浇注温度为  $675\ \text{℃}$  时的 AZ91D 镁合金液态金属型试样的显微组织 (图 1) 呈典型的树枝晶结构, 枝晶臂长而细小。利用 HHE-3.0 型仪对金相试样进行相分析结果表明, X-射线衍射图谱中只出现了  $\alpha\text{-Mg}$  和  $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$  的峰值 (图 2), 分别对应初生  $\alpha\text{-Mg}$  相 (白亮色的树枝晶) 和  $\alpha\text{-Mg}$  相与  $\beta$  相 ( $\text{Mg}_{17}\text{Al}_{12}$ ) (暗黑色)。这表明, 镁合金的凝固组织是由这两种组织构成的共晶组织。

### 2.2 镁液浇注温度对微观组织的影响

在搅拌机筒体温度设定为  $580\ \text{℃}$ 、螺杆剪切速率为  $1460\ \text{s}^{-1}$  的条件下, 研究了镁液浇注温度对镁合金半固态流变压铸成形组织的影响 (图 3)。在相同

的剪切速率及筒体温度条件下, 随着镁液浇注温度的降低, 半固态浆料中的固相率提高。因为镁液带入的热量减少, 冷却速度加快使半固态浆料的温度降低, 固相率升高; 随着固相率的升高, 对浆料的机械搅拌作用进一步增大, 使晶粒变得更加细小、圆整。当镁液浇注温度高于  $640\ \text{℃}$  时, 易形成树枝晶组织。凝固组织的固相率和组织特征与镁液浇注温度的关系列于表 1。

### 2.3 筒体温度对微观组织的影响

在镁液浇注温度设定为  $610\ \text{℃}$ 、螺杆剪切速率为  $6830\ \text{s}^{-1}$  的条件下, 研究了搅拌机筒体温度对镁合金半固态流变压铸成形组织的影响规律 (图 4)。从图 4 可见, 随着搅拌机筒体温度的降低, 半固态浆料中的固相率提高。筒体对浆料的冷却作用增大使半固态浆料的温度降低, 固相率升高。非枝晶凝固组织的固相率和组织特征与筒体温度的关系列于表 2。

图 4 和表 2 表明, 在高剪切速率双螺杆机械搅拌的作用下, 当镁液浇注温度为  $610\sim 630\ \text{℃}$ 、筒体温度

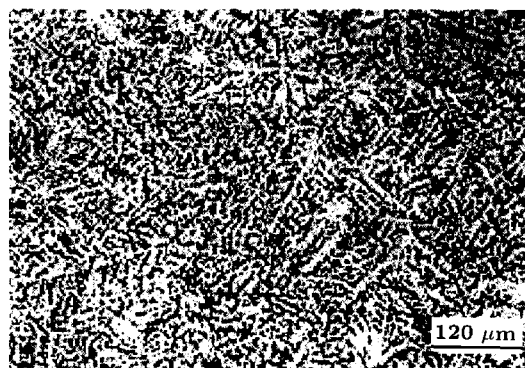


图 1 AZ91D 镁合金液态金属型铸造组织

Fig.1 Microstructure of AZ91D Mg alloy with melt permanent mould

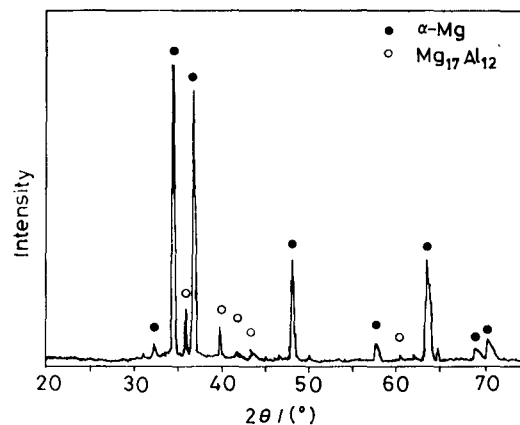


图 2 镁合金液态金属型试样的 X 射线衍射谱

Fig.2 XRD pattern of Mg alloy sample with melt permanent mould

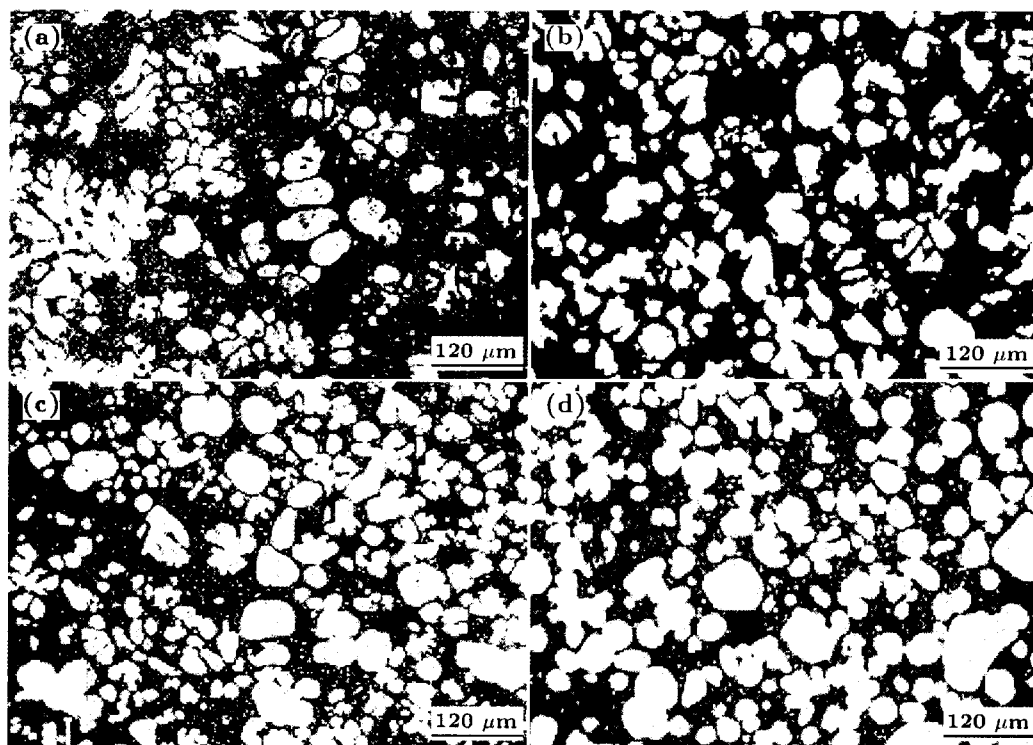


图3 镁液浇注温度与半固态凝固组织的关系 (筒体温度 580 °C; 剪切速率 5460 s<sup>-1</sup>)

Fig.3 Relationship of semi-solid structure with pouring temperature of magnesium alloy melt (sleeve temperature 580 °C, shear rate 5460 s<sup>-1</sup>) (a) 640 °C, (b) 630 °C, (c) 620 °C, (d) 610 °C

表1 镁合金半固态浆料固相率和组织特征与镁液浇注温度的关系

Table 1 Relation between pouring temperature of Mg alloy melt and structural characteristic as well as solid fraction

Pouring temperature of Mg melt/°C	Shear time/s	Solid fraction/%	Grain size/μm	Shape factor	Note
640	5	32	72	—	Dendrite
630	5	35	61	2.17	
620	5	46	53	1.33	
610	5	52	48	1.23	

Notes: temperature of mixer barrel 580 °C, shear rate 5460 s<sup>-1</sup>

为 575~590 °C 时, 能获得细小、圆整、晶粒平均尺寸在 60 μm 以下的理想非枝晶组织, 并且随着镁液或筒体温度的降低, 初生 α-Mg 相晶粒更细小和圆整。由于筒体的热容量大, 筒体温度比镁液浇注温度对半固态浆料固相率的影响更显著。当浇注温度高于 640 °C 或筒体温度高于 595 °C 时, 易形成树枝晶组织。当浇注温度低于 600 °C 或筒体温度低于 570 °C 时, 搅拌机出料口出料速度急速减慢, 达到铸件所需重量的接料时间过长, 导致半固态浆料温度过低而影响铸件的成形。更为严重的情况是, 搅拌机出料口堵死导致搅拌机不能正常工作。因此, 高的镁液浇注温度应该与低的筒体温度匹配, 低的镁液浇注温度应该与高的筒

体温度匹配, 当镁液浇注温度与筒体温度均较低时, 应该提高螺杆转速。

## 2.4 材料性能与微观组织的关系

### 2.4.1 浆料固相率与材料性能的关系

搅拌机筒体温度对半固态金属浆料的固相率影响最大, 镁液的浇注温度影响次之, 双螺杆的剪切速率影响最小。但是, 搅拌机筒体温度的改变后, 需要较长的时间才能达到稳定的工作状态。因此, 选择通过改变镁液浇注温度的方法来调整半固态金属浆料的固相率。实验时搅拌机的筒体温度设定为 580 °C, 螺杆剪切速率为 5460 s<sup>-1</sup>, 镁液浇注温度在 610~630 °C 范围内变化, 压铸工艺参数保持不变。

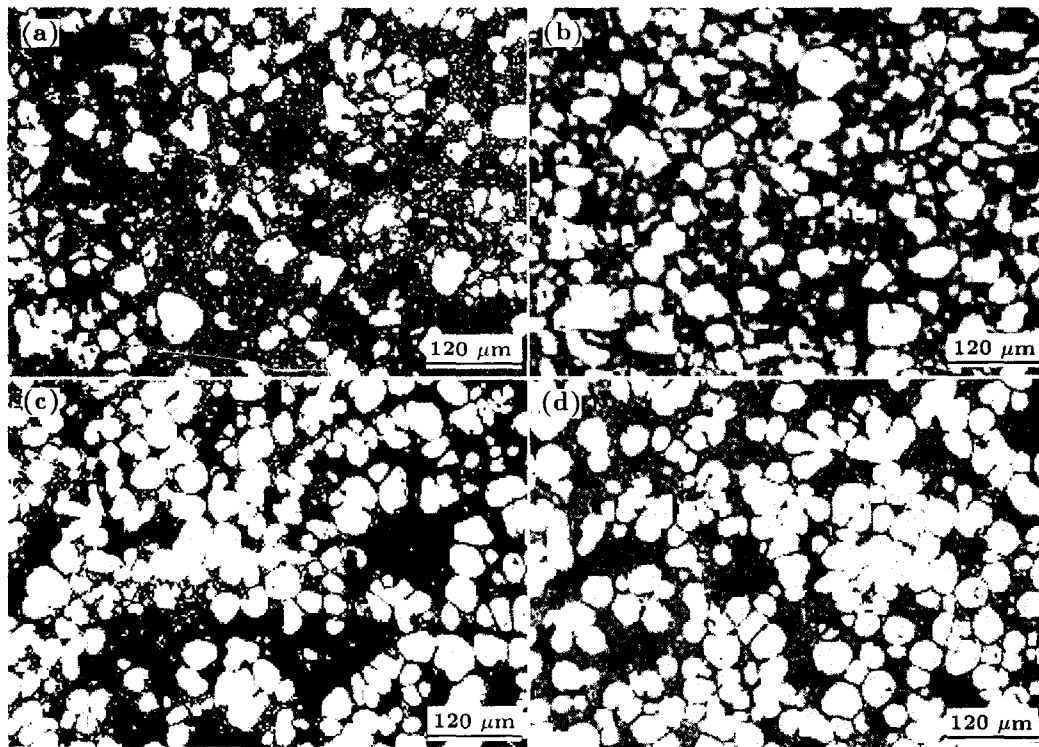


图 4 筒体温度与半固态凝固组织的关系

Fig.4 Relationship of semi-solid structure with barrel temperature (a) 590 °C (b) 585 °C (c) 580 °C (d) 575 °C (pouring temperature of Mg alloy melt 610 °C, shear rate 6830 s<sup>-1</sup>)

表 2 镁合金半固态浆料固相率和组织特征与筒体温度的关系

Table 2 Relation between barrel temperature and structural characteristic as well as solid fraction

Temperature of mixer barrel/°C	Shear time/s	Solid fraction/%	Grain size/μm	Shape factor
590	4	28	45	1.71
585	4	39	52	1.41
580	4	46	52	1.28
575	4	51	48	1.27

Notes: pouring temperature of Mg melt 610 °C; shear rate 6830 s<sup>-1</sup>

半固态金属浆料的固相率对试样的抗拉强度影响较大(图 5a)。固相率低于 25% 时, 试样的抗拉强度基本保持不变。随着固相率的升高, 抗拉强度逐渐增大, 当固相率达到 40% 左右时, 试样的抗拉强度达到最高值 208 MPa。固相率进一步提高, 抗拉强度则明显降低, 固相率为 58% 时, 试样的抗拉强度只有 150 MPa 左右。半固态金属浆料的固相率较低时, 双螺杆对半固态金属浆料的剪切作用减弱, 这导致初生  $\alpha$ -Mg 相呈蔷薇状结构, 晶粒平均尺寸增大; 另一方面, 固相率低的半固态金属浆料类似于液态金属的充填成形, 个别铸件甚至出现了气孔、裂纹等铸造缺陷, 影响了试样抗拉强度的提高。半固态金属浆料的固

相率超过 50% 之后, 虽然半固态浆料具有剪切变稀的流变特性, 但是此时浆料的充填能力降低, 从而导致试样抗拉强度的下降。因此, 只有当固相率保持在 30%~50% 时, 半固态浆料既有较好的充填能力, 初生  $\alpha$ -Mg 相又有较圆整的非枝晶形貌和较小的晶粒尺寸, 试样才具有较高的抗拉强度。半固态金属浆料的固相率对试样延伸率的影响, 与抗拉强度的变化规律相近(图 5b)。当固相率高于 50% 之后, 半固态浆料的温度急剧降低, 粘度迅速增加, 导致其充填能力不足, 试样的延伸率明显下降。

2.4.2 材料性能与晶粒平均尺寸的关系 选择同时改变双螺杆转速和镁液浇注温度的方法, 达到调

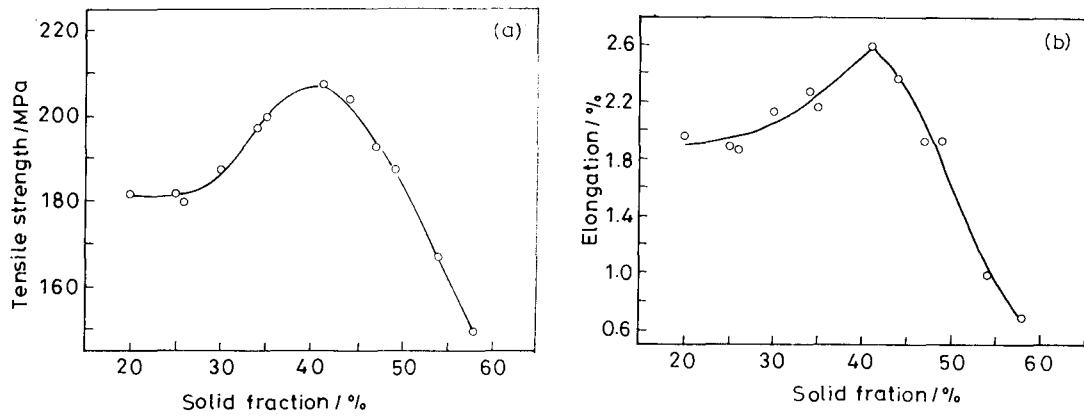


图5 抗拉强度和延伸率与固相率的关系

Fig.5 Relationship between tensile strength (a) and elongation (b) and solid fraction

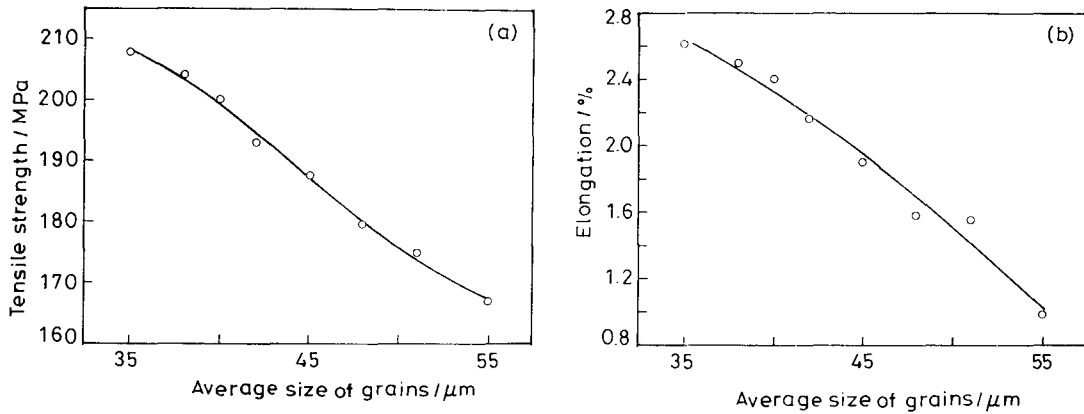


图6 抗拉强度和延伸率与晶粒平均尺寸的关系

Fig.6 Relationship between tensile strength (a) and elongation (b) and average size of grains

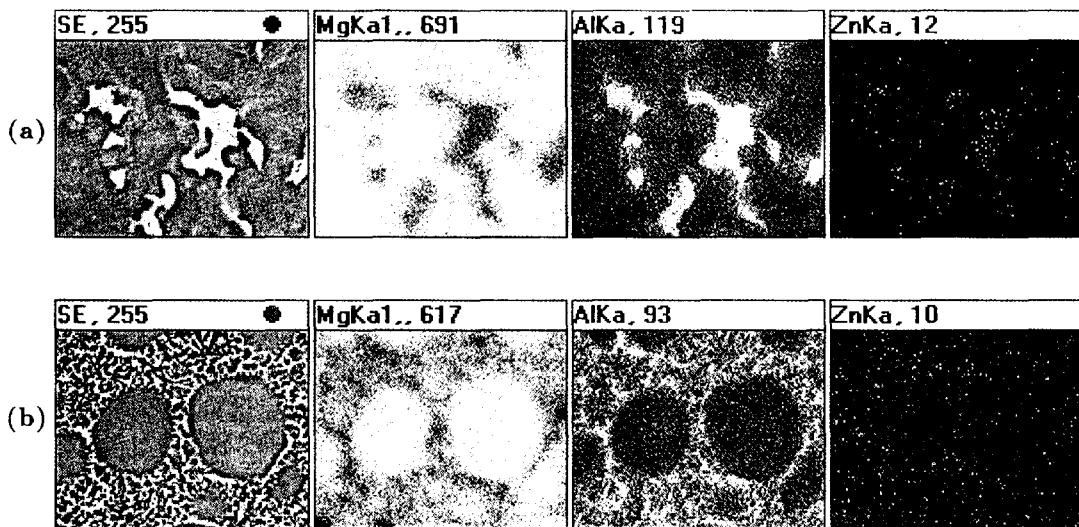


图7 镁合金凝固组织中元素分布的面扫描图 (×1000)

Fig.7 SEM of photos Mg alloy solidified microstructure with different forming process (a) melt metal mould, (b) semi-solid rheo-diecasting

整半固态金属浆料中初生  $\alpha$ -Mg 相晶粒平均尺寸的目的. 实验时搅拌机筒体温度设定为 580 °C, 螺杆剪切速率为 2730~6840 s<sup>-1</sup>, 镁液浇注温度在 610~630 °C 范围内改变, 压铸工艺参数保持不变.

图 6 给出了初生  $\alpha$ -Mg 相晶粒平均尺寸对试样抗拉强度和延伸率的影响. 当初生  $\alpha$ -Mg 相晶粒平均尺寸为 35  $\mu\text{m}$  时, 试样的抗拉强度达到 210 MPa, 随着晶粒平均尺寸的增加, 试样的抗拉强度逐渐降低. 晶粒平均尺寸为 55  $\mu\text{m}$  时的抗拉强度只有 170 MPa, 说明初生  $\alpha$ -Mg 相的细化对材料基体的割裂作用减弱, 有利于材料力学性能的提高. 当晶粒平均尺寸在 35~45  $\mu\text{m}$  范围之内时, 试样的延伸率变化不大, 其值为 2.1%, 而当晶粒平均尺寸增大到 50  $\mu\text{m}$  以后, 延伸率急剧下降到 1.6%.

### 2.5 非枝晶组织的形成机理

图 7 给出了镁合金液态金属型和半固态流变压铸成形凝固组织的电子探针面扫描结果. 可以看出, Mg 主要分布在初生  $\alpha$ -Mg 相中, Al 既存在于共晶相 Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 中, 也存在于初生  $\alpha$ -Mg 相中, 但是共晶相的亮度明显高于初生相的亮度. 这表明, Al 在共晶相中的浓度大于其在初生相中的浓度, Zn 则主要分布在共晶相中.

在镁合金液态金属型组织中, 共晶相 Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> 均呈网状分布, 可见明显的浅灰色溶质扩散层. 但是, 在镁合金半固态流变压铸成形组织中未见明显的浅灰色溶质扩散层, 初生  $\alpha$ -Mg 相大部分以单个的颗粒状组织分布于基体中, 细小的网状共晶相中析出了大量的晶粒尺寸为 5~10 的二次  $\alpha$ -Mg 相. 半固态金属浆料在凝固过程中受到剪切力, 破坏了三维的网状枝晶, 产生枝晶碎块并分散在大的初生  $\alpha$ -Mg 相周围. 半固态金属浆料中的液相在压铸模内的快速二次凝固, 导致生成了细小的二次  $\alpha$ -Mg 相<sup>[18]</sup>.

目前, 国内外学者对半固态非枝晶组织的形成机理还没有形成统一的认识和确定的理论. 其中比较有代表性的有枝晶的机械断裂机制、枝晶熔断机制和晶粒漂移-混和抑制机制等. 本文作者认为, 熔体中晶核的生长过程因半固态浆料制备方法和工艺条件的不同而不同, 因此其形成机理也不完全相同, 最终导致非枝晶组织的形貌和大小有很大的差别.

在双螺杆机械搅拌作用下半固态流变压铸成形组织中, 细小、圆整的初生  $\alpha$ -Mg 相的形成, 除了与高剪切速率双螺杆的机械剪切混合作用有关之外, 还与以下因素有关: (1) 压射冲头对浆料的强烈剪切、搓磨和初生  $\alpha$ -Mg 相之间的碰撞作用; (2) 压射冲头的运动, 加速了溶质的扩散, 也导致高温液流对初生  $\alpha$ -Mg 相的冲刷作用, 将已经析出的晶粒带到局部高

温区域. 根据动力学原理, 熔化往往发生在曲率半径较小的地方, 因而组织的尖角处先熔化; (3) 熔体的流动降低了液相中的温度梯度和成分过冷, 而且半固态浆料本身的温度就比液态镁合金的温度低得多, 大大削弱了枝晶生长的条件.

可见, 在高剪切速率双螺杆和压射冲头双重剪切、混和作用下, 非枝晶组织的形成机理, 既有破碎枝晶的机械球化, 又有熔体内部均匀形核-平面生长的过程.

### 3 结 论

采用双螺杆搅拌制浆和流变压铸成形工艺, 可获得细小圆整、晶粒平均尺寸在 60  $\mu\text{m}$  以下的镁合金非枝晶组织. 随着镁液浇注温度或筒体温度的降低, 半固态浆料的固相率越高, 初生  $\alpha$ -Mg 相晶粒更细小和圆整, 并且筒体温度较镁液浇注温度的影响更显著.

适宜的浆料固相率为 30%~45%, 流变压铸镁合金铸件具有较高的抗拉强度和延伸率. 随着初生  $\alpha$ -Mg 相晶粒平均尺寸的增加, 材料的力学性能逐渐降低.

高剪切速率下流变压铸成形非枝晶组织的形成机理, 既有破碎枝晶的机械球化, 又有熔体内部均匀形核-平面生长的过程.

### 参 考 文 献

- 1 D.H.Kirkwood, International Materials Reviews, **39**(5), 173(1994)
- 2 Z.Fan, International Materials Reviews, **47**(2), 49(2002)
- 3 M.C.Flemings, Metallurgical Transactions A, **22A**(5), 957(1999)
- 4 MAO Weimin, YIN Aimei, ZHONG Xueyou, Chinese Journal of Materials Research, **19**(4), 401(2005)  
(毛卫民, 殷爱美, 钟雪友, 材料研究学报, **19**(4), 401(2005))
- 5 H.Watari, K.Davey, M.T.Rasgado, T.Haga, S.Izawa, Journal of Materials Processing Technology, **155**(10), 1662(2004)
- 6 LI Yuandong, HAO Yuan, YAN Fengyun, Journal of Gansu University of Technology, **28**(2), 34(2002)  
(李元东, 郝远, 阎峰云, 甘肃工业大学学报, **28**(2), 34(2002))
- 7 CUI Jianzhong, LU Guimin, LIU Dan, DONG Jie, Journal of Harbin Institute of Technology, **32**(4), 110(2000)  
(崔建忠, 路贵民, 刘丹, 董洁, 哈尔滨工业大学学报, **32**(4), 110(2000))
- 8 H.Kanfmann, R.Potzinger, Die-Casting Engineer, (7), 16(2002)
- 9 S.Kamado, A.Yuasa, T.Hitomi, Y.Kojima, Journal of Japan Institute of Light Metals, **42**(12), 734(1992)
- 10 ZHEN Zisheng, MAO Weimin, ZHAO Aimin, Special Casting & Nonferrous Alloy, (6), 32(2001)  
(甄子胜, 毛卫民, 赵爱民, 特种铸造及有色合金, (6), 32(2001))
- 11 ZHEN Zisheng, MAO Weimin, CHEN Hongtao, Journal of University of Science and Technology Beijing, **25**(4), 341(2003)  
(甄子胜, 毛卫民, 陈洪涛, 北京科技大学学报, **25**(4), 341(2003))

- 12 M.T.Shehata, E.Essadiqi, V.Kao, Proceedings of the 7th on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, Tsukuba, Japan, 263(2002)
- 13 LE Qichi, OU Peng, CUI Jiangzhong, LU Guimin, Journal of Northeastern University(Natural Science), **23**(4), 371(2002)  
(乐启炽, 欧 鹏, 崔建忠, 路贵民, 东北大学学报(自然科学版), 23(4), 371(2002))
- 14 F.Czerwinski, A.Zielinska-Lipiec, Acta Mater., (49), 1225(2001)
- 15 F.Czerwinski, A.Zielinska-Lipiec, Proceedings of the 7th on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites. Tsukuba, Japan, 275 (2002)
- 16 J.J.Blandin, D.Giunchi, Materials Science and Technology, **49**(3), 333(2002)
- 17 H.Kaufmann, R.Potzinger, Light Metal Age, (2), 56(2001)
- 18 Z.Koren, H.Rosenson, E.M.Gutman, Journal of Light Metals, (2), 81(2002)