DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2019.02.017

T6 热处理对消失模铸造 AZ91D 与 AZ91D-1.5%Y 镁合金组织与性能的影响

林学雄[1],宗晓明[2],高　飞[2]

(1.航宇救生装备有限公司,湖北 襄阳 441003;2.洛阳轴承研究所有限公司,河南 洛阳 471039)

摘　要:以消失模铸造 AZ91D 和 AZ91D-1.5%Y 镁合金作为研究对象,利用光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)、X 射线衍射(XRD)、X 射线能谱仪(EDS)、及金属拉伸和硬度试验等系统研究了消失模铸造 AZ91D 和 AZ91D-1.5%Y 镁合金在 T6 热处理过程中 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相的溶解与析出对组织及力学性能的影响。结果表明,T6(420 ℃固溶 20 h,250 ℃时效)处理工艺中,随时效时间的延长,AZ91D 与 AZ91D-1.5%Y 镁合金的硬度和抗拉强度不断提高,当时效时间为 15 h 时,硬度和抗拉强度达到最大值,AZ91D-1.5%Y 镁合金固溶处理后硬度及抗拉强度均高于 AZ91D 镁合金。

关键词:AZ91D;Y;消失模铸造;微观组织;力学性能

中图分类号:TG249;TG113　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2019)02-0201-05

Effect of T6 Heat Treatment on Microstructure and Properties of AZ91D and AZ91D-1.5%Y Magnesium Alloys in Lost Foam Casting

LIN Xuexiong[1], ZONG Xiaoming[2], GAO Fei[2]

(1. Aerospace Life-support Industries, Co., Ltd., Xiangyang 441003, China; 2. Luoyang Bearing Research Institute Co., Ltd., Luoyang 471039, China)

Abstract: In lost foam casting AZ91D magnesium alloy AZ91D-1.5% Y and as the research object, using the optical microscope (OM), scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), X-ray spectrometer (EDS), and metal tensile and hardness test system to study the lost foam casting AZ91D magnesium alloy AZ91D-1.5%Y and β-Mg17Al12 phase in the process of T6 heat treatment of dissolution and precipitation of the influence of the structure and mechanical properties. The results show that the T6 (250 ℃ 420 ℃ solution 20 h, aging) process, along with the aging time, the hardness and tensile strength of AZ91D magnesium alloy AZ91D-1.5%Y will be increasing; When the aging time is 15 h, the hardness and tensile strength reach the maximum, and the hardness and tensile strength of AZ91D-1.5%Y magnesium alloy after solid solution treatment are higher than AZ91D magnesium alloy.

Key words: AZ91D; Y; lost foam casting; microstructure; mechanical property

镁合金具有焊接强度大,导热性好,电磁波屏蔽性好、机械加工性能及可回用性等性能优良的特点,大量用于交通、计算机、通讯、消费类电子、国防军工等诸多领域,被誉为"21 世纪绿色工程材料"[1-4]。

由于镁合金自身的强度低、塑性差,从而大大影响到镁合金制品的适用范围。虽然稀土细化晶粒、加入锆等合金化元素等方法可达到强韧化的目的,但其产生的性价比难以让劳动密集型的镁合金产业所接受[5,6]。寻找一种能够改善镁合金组织,提高合金强度,降低加工成本,提高镁合金的加工性能的方法非常重要。热处理是改善合金工艺性能和使用性能,充分发挥材料潜力的一种重要手段。

消失模铸造具有精度高、环境污染小、成本低等优点[7-9],本研究将消失模铸造技术应用于镁合金,采用热处理的方法,对消失模铸造 AZ91D 合金及 AZ91D-1.5% Y 合金进行 T6 处理(固溶及时效处理),以期改变 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相的数量、形貌以及分布,通过观察组织、检测其力学性能,确定镁铝系合金最佳的热处理工艺(固溶温度、时间及时效温度、时间),并进一步分析镁铝系合金热处理强化的机制及影响因素,为生产开发应用提供实验与理论依据。

收稿日期:2018-10-19

作者简介:林学雄(1990-),福建福清人,工程师.主要从事金属热处理方面的工作.电话:18303696584,E-mail:526392309@qq.com.

1　试验材料与方法

1.1　试验材料与模型制备

本试验研究中用到的 AZ91D 合金化学成分如

表1 AZ91D镁合金的化学成分 w(%)
Tab.1 Chemical compositions of AZ91D magnesium alloy

名称	Al	Zn	Si	Mn	Mg
AZ91D	9.1	0.55	0.03	0.32	余量

表1,AZ91D-1.5%Y合金采用在熔炼时加入1.5%含量的稀土Y获得。

试验用的模型材料为可发性聚苯乙烯泡沫模,试样形状如图1所示。试验所用的模型都是用密度为20 kg/m³聚苯乙烯(EPS)泡沫板材,经线切割的方法制作完成。实验所用模组均用热溶胶粘接而成,粘接时尽量减少热溶胶用量,以减少热解产物对实验结果的干扰。之后用毛刷直接涂刷亚仕兰消失模专用涂料,并将涂挂好的模组置于烘箱内烘干,严格控制烘箱温度在50 ℃以下,一般为了保证涂料有足够强度,应在模组上刷两层涂料,并在上一次完全烘干后再涂刷下一层。

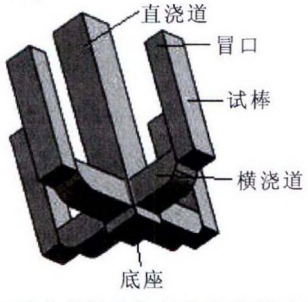


图1 消失模铸造塑料泡沫模样示意图
Fig.1 Schematic diagram of plastic foam pattern in EPC Process

将完全烘干的模组放入底抽式专用砂箱内,填入宝珠砂并在三维振动紧实台上振动紧实,覆盖上塑料薄膜并开启真空泵,调整真空度待其稳定后,在直浇道的位置上放好浇口杯,并在浇口杯周围撒上干砂,以防止浇注时金属液冲出烧破塑料薄膜而造成真空度下降。一般在真空度稳定3～5 min后再浇注,并在浇注完成后继续保持真空度5 min左右。

1.2 T6热处理方案

试样制备完成后,采用T6热处理工艺对试样进行处理,具体方案如表2。

表2 AZ91D与AZ91D-1.5%Y镁合金热处理试验方案
Tab.2 Heat treatment test scheme for AZ91D and AZ91D-1.5%Y magnesium alloys

试验材料	方案编号	固溶处理时间/h 420 ℃	时效处理时间/h 250 ℃
AZ91D AZ91D-1.5%Y	1	—	—
	2	20	—
	3	20	5
	4	20	10
	5	20	15
	6	20	20

1.3 检测与分析

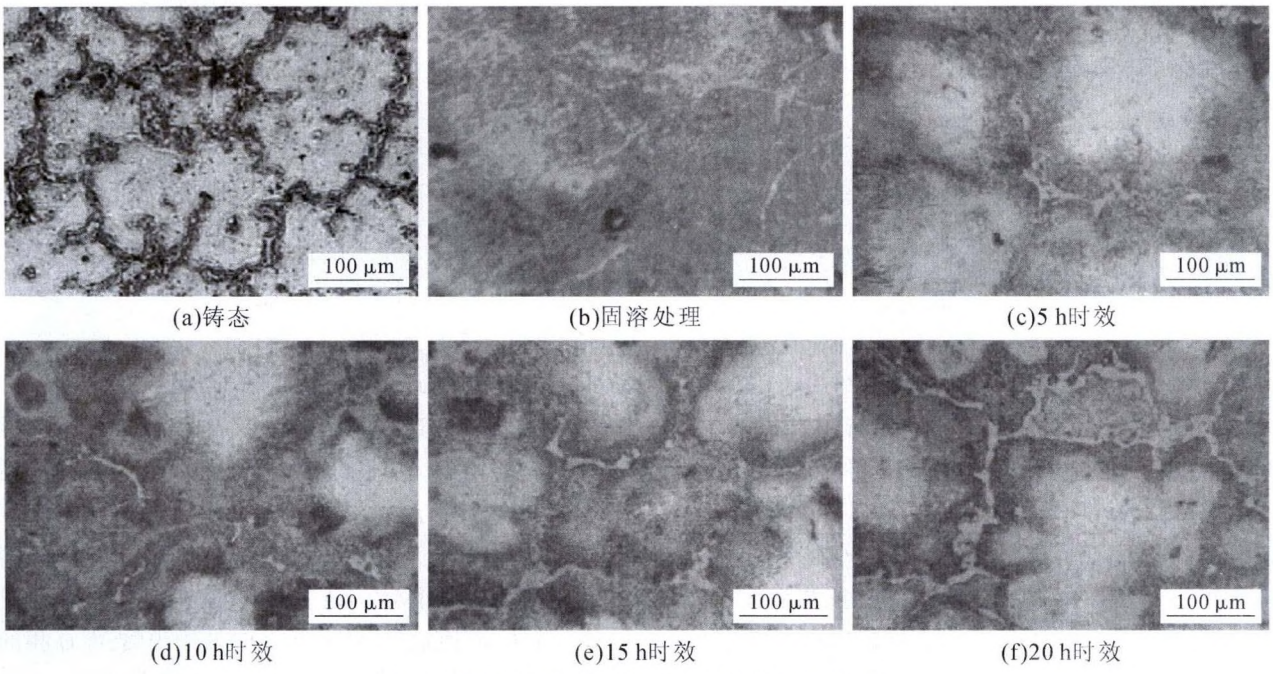
试验中的金相试样均从所浇注试样的底部截取,经不同型号的砂纸打磨、抛光、侵蚀后,用4%的硝酸酒精溶液腐蚀,在OLYMPUS-MG3金相显微镜上进行组织观察和照片采集。本文采用型号为HB-3000的布氏硬度计测量合金各种状态下的硬度值。采用X射线衍射仪(XRD, Shimadzu, Japan)对渗层表面的相成分进行测试分析,分析采用Cu靶,扫描角度2θ的变化范围为20°~150°;拉伸实验在HT-2402-100KN电脑伺服控制材料实验机上完成,应变速率为1 mm/min;抗拉强度、屈服强度数值以及拉伸曲线直接由电脑显示,试样拉断后测量合金的伸长量L_1,计算其伸长率δ。利用扫描电子显微镜的二次电子像(Secondary Electron Image)显示镁合金的组织特征,所用试样为经深腐蚀的金相试样。实验仪器为QUANTA 200环境扫描电子显微镜。

2 试验结果及分析

2.1 T6热处理对AZ91D镁合金组织与性能的影响

图2(a)~(f)所示为AZ91D镁合金在消失模铸态、固溶及5、10、15、20 h时效处理后的基体组织。由图2(b)可知,AZ91D镁合金经420 ℃固溶20 h处理后β-$Mg_{17}Al_{12}$相完全溶到α-Mg基体中。时效析出相首先在晶界上析出,经过5 h的时效处理,晶界出现了明显的不连续β-$Mg_{17}Al_{12}$析出相,如图2(c)所示。随着时效时间的延长,不连续析出基本停止,而以β-$Mg_{17}Al_{12}$相在晶内的连续析出为主,且数量逐渐增加,如图2(e)、(f)。

非连续析出大多从晶界或位错处开始,$Mg_{17}Al_{12}$相以片状按一定取向往晶内生长,附近的固溶体同时达到平衡浓度。反应区和未反应区有明显的分界面,后者的成分未发生变化,仍保持原有的过饱和程度。从晶界开始的非连续析出进行到一定程度后,晶内产生连续析出。$Mg_{17}Al_{12}$相以细小片状形式延基面(0001)生长。与此相应,基体含铝量不断下降,晶格常数连续增大,此时晶格常数变化是连续的。与铸态组织中相比,由于经过了固溶与二次析出,β-$Mg_{17}Al_{12}$相变得更加细小。由于不连续析出相集中在位错、缺陷等较多的晶界处,在能量上处于有利地位,有益于β-$Mg_{17}Al_{12}$相的形核与长大,所以在时效时间较短时以不连续析出为主;当时效至一定时间后,连续析出开始进行,连续析出相的数量逐渐增加,连续析出的进行阻止了不连续析出相的形核与生长。因此,对前期经过420 ℃固溶20 h处理后的AZ91D合金接着进行250 ℃的时效处理时,



(a)铸态　(b)固溶处理　(c)5 h时效

(d)10 h时效　(e)15 h时效　(f)20 h时效

图 2 不同热处理条件下的 AZ91D 镁合金显微组织

Fig.2 Microstructure of AZ91D magnesium alloy under different heat treatment conditions

β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相的析出过程包含不连续析出与连续析出两种析出方式。

表 3 所示为不同热处理工艺下 AZ91D 镁合金的布氏硬度 HB、抗拉强度 σ_b 和伸长率 δ 测试结果。铸态组织中的 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相经固溶处理后溶入到 α-Mg 基体中，形成的过饱和 α-Mg 固溶体。由于失去了晶界上 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相对位错运动的阻碍作用，屈服强度比铸态低，但 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相的溶解减轻了对基体的割裂作用，导致伸长率增加，由铸态的 2.4%升高至 3.6%。

表3 不同热处理条件下的AZ91D镁合金力学性能

Tab.3 Mechanical properties of AZ91D magnesium alloy under different heat treatment conditions

试样成分	热处理方案	硬度 (HB)	抗拉强度 /MPa	伸长率 (%)
AZ91D	铸态	54.3	155	2.4
	420 ℃-20 h	47.9	170	3.6
	420 ℃-20 h+200 ℃-5 h	56.5	173	3.3
	420 ℃-20 h+200 ℃-10 h	60.8	177	3.1
	420 ℃-20 h+200 ℃-15 h	80.2	186	2.3
	420 ℃-20 h+200 ℃-20 h	79.7	190	2.2

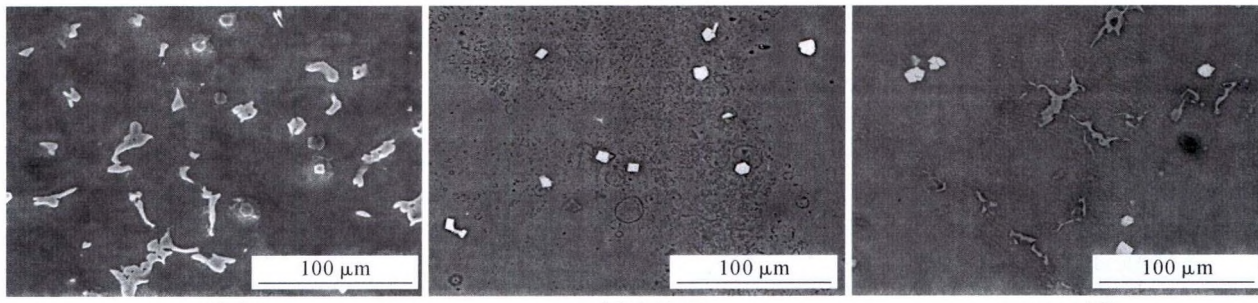
时效过程中 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相从过饱和的 α-Mg 固溶体中析出，随时效间的延长，在晶界的不连续析出以及晶内连续析出的 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相的数量不断增加，且 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 析出相的尺寸较铸态时细小许多，形貌也发生较大的变化，导致合金的硬度和抗拉强度有明显的升高，由铸态时的 54.3 和 155 MPa 分别提高至 80.2、186.0 MPa，而合金的伸长率却随着时效的进行有明显的下降，其原因可以认为 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 析出相对位错运动的阻碍作用逐渐增强，致位错在该处大量塞积，应力较大，萌生微裂纹，所以合金的塑性逐渐下降。

合金沉淀硬化产物可引起两方面的影响：其一是新相质点本身的性能与结构与基体不同；其二是质点周围产生了应力场，延滑移面运动的位错与析出相质点相遇时，就需要克服应力场和相结构本身的阻力，因而使位错运动发生困难。另外，位错通过物理性质与基体不同的析出相区时，其本身的应力场也要改变，所以位错运动也要受到影响。其他缺陷，如在析出过程中形成的空位和螺旋位错，也能阻碍位错运动。

2.2 T6 热处理对 AZ91D–1.5%Y 镁合金显微组织与性能的影响

图 3(a)、(b)、(c)所示为铸态、固溶处理和时效处理 20 h 后 AZ91D-1.5%Y 镁合金扫描电镜组织图。图 3(a)中白色岛状组织和图 3(c)中淡灰色组织均为 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相。由图可见，AZ91D-1.5%Y 镁合金经 420 ℃固溶 20 h 处理后 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相完全溶入到 α-Mg 基体中。经过 20 h 的时效处理，晶界出现了明显的不连续 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 析出相，如图 3(c)所示；与铸态组织中的 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相相比，由于经过了固溶与二次析出，β-$Mg_{17}Al_{12}$ 变细小，成断续网状或粒状，集中在晶界处。图 3(b)、图 3(c)中白色块状组织经 EDS 分析为 Al_2Y。

经固溶处理后，AZ91D-1.5% Y 合金中的 $Mg_{17}Al_{12}$ 相固溶入基体，降低了合金的硬度。但 Al_2Y 因具有高的热稳定性，固溶处理不能溶入基体。由于



(a)铸态　(b)固溶处理　(c)20 h时效

图 3 不同热处理条件下的 AZ91D-1.5%Y 镁合金显微组织

Fig.3 Microstructure of AZ91D-1.5%Y magnesium alloy under different heat treatment conditions

固溶处理后 AZ91D-1.5%Y 合金中有硬质相存在,因此使得硬度比 AZ91D 合金的硬度高。

表 4 所示为不同热处理工艺下 AZ91D-1.5%Y 镁合金的布氏硬度 HB、抗拉强度 σ_b 和伸长率 δ 测试结果。由表 4 可知,合金的硬度、抗拉强度、伸长率在固溶处理后都得到提高。在时效过程中,随着 β-$Mg_{17}Al_{12}$ 相的析出量的增加,硬度和抗拉强度增加,分别由固溶时的 58.1 和 186.0 MPa 提高到 63.0 和 206.0 MPa。而伸长率则呈下降趋势,在时效 15 h 时甚至比铸态的值还低。

表4 不同热处理条件下的AZ91D–1.5%Y镁合金力学性能

Tab.4 Mechanical properties of AZ91D–1.5Y magnesium alloy under different heat treatment conditions

试样成分	热处理方案	硬度 (HB)	抗拉强度 /MPa	伸长率 (%)
AZ91D+1.5%Y	铸态	57.6	165	3.3
	420 ℃-20 h	58.1	186	4.6
	420 ℃-20 h+200 ℃-5 h	58.8	190	4.1
	420 ℃-20 h+200 ℃-10 h	59.8	195	3.8
	420 ℃-20 h+200 ℃-15 h	60.9	202	3.1
	420 ℃-20 h+200 ℃-20 h	63.0	206	2.7

对于固溶处理或经过轻微时效的合金,其溶质原子是高度弥散的。因此这些原子与母相之间的错配度所引起的应力场也是高度弥散的,不足以使位错弯曲。此时位错运动的阻力不大,合金处于比较软的状态。当合金进一步时效时,溶质原子开始聚集,从而使应力场的间距开始拉开,当拉开距离达到可以使位错线绕应力场呈弯曲状态时,合金开始变硬。由于 Al 在 α-Mg 中的固溶量降低,时效处理时 AZ91D-1.5%Y 合金的形核驱动力下降,时效速度减慢。250 ℃时效 5 h 后硬度仅有少量增加。

2.3 稀土元素钇对 AZ91D 镁合金热处理的影响

镁铝合金的时效过程实际上是 $Mg_{17}Al_{12}$ 相从过饱和固溶体中形核并长大的过程,这一过程受 Al 原子和 Mg 原子的扩散速度所控制。根据 Fick 扩散第二定律,扩散速度与溶质浓度成正比,即扩散速度随固溶体中溶质浓度的增加而增加。在固溶处理后 AZ91D 合金中 Al 全部固溶在基体中,而含 1.5%Y 的 AZ91D 合金有一部分 Al 由于与 Y 形成不固溶的 Al_2Y 相,因而 AZ91D 基体中 Al 的固溶量相对更多。另外,高稳定的 Al_2Y 相在时效析出时,对 β 相的形核和长大有钉扎作用从而阻碍 β 相的析出,于是在时效过程中,AZ91D 的析出相数量相对较多,即 Y 有延缓镁合金时效过程的作用。

Y 和 Mg 均为密排六方晶格,且两者的晶格常数相近;两者的原子半径也相差不大。Y 与 Mg 的化合价相同(Y 的化合价为 +2,Mg 的化合价为 +2)。因此,根据固溶度理论 Y 在 Mg 中的极限固溶度较大,达到 11.4%,具有较好的固溶强化作用。

Y 除部分固溶于合金中外,还与其它元素发生反应形成金属间化合物。稀土 Y 的加入可在合金中形成 Mg-Y、Al-Y 或 Mg-Al-Y 化合物。减少了形成低熔点相 $Mg_{17}Al_{12}$ 的数量,有利于提高合金的蠕变性能,因此具有很高的热稳定性[10]。表 5 所示为 Y 与 Mg、Al 的电负性差值。

表5 Y与Mg、Al的电负性差值

Tab.5 Difference of Electronegativity between Y and Mg and Al

元素	电负性 /E_i	$\lvert E_Y-E_{Mg}\rvert$	$\lvert E_Y-E_{Al}\rvert$
Mg	1.31	—	0.3
Al	1.61	0.3	—
Y	1.22	0.09	0.39

由于 Y 与 Al 的电负性差值远远大于与 Mg 的电负性差值。因此,Y 在合金中首先与 Al 形成 Al-Y 化合物。但由于合金中加入的 Y 的含量较少,因此在还未生成 Mg-Y 或 Mg-Al-Y 化合物时,Y 已消耗完毕。因此在合金中 Y 应以 Al-Y 化合物的形式存在。

通过图 4 所示的 XRD 分析结果可知,AZ91D-1.5%Y 合金主要相组织为基体 α 相、包围在 α 相周围枝晶状的 β 相及少量的 Al_2Y 和 Al_6Mn_6Y 相组成。Al_2Y 相具有较高的熔点(约为 1 485 ℃),远

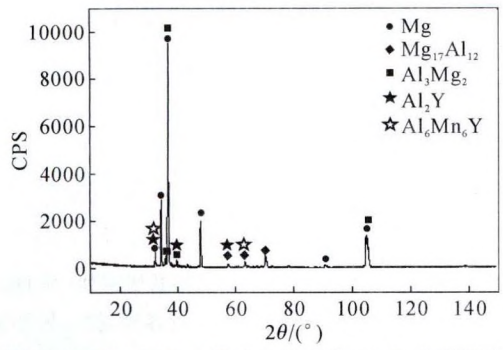


图 4 AZ91D-1.5%Y 镁合金铸态的 XRD 分析情况

Fig.4 XRD results of as-cast AZ91D-1.5%Y magnesium alloy

远高于合金的共晶反应温度(约为 451 ℃)，因此在凝固初期优先形核。但是由于 Al_2Y 为立方晶体结构，晶格常数为 a=0.786×10^{-9} m，很难作为 α-Mg 在凝固过程中的异质形核核心。在凝固过程中细小的 Al_2Y 化合物吸附在 α-Mg 晶粒周围，阻碍 α-Mg 晶粒的长大，细化合金晶粒。随着温度的降低，α-Mg 晶界上 Y 的富集，促使 Al_2Y 相不断形核并长大。Al_2Y 相的不断形核并长大，必将导致晶界上 Al_2Y 周围 Al 含量的降低，从而导致 Al_2Y 相周围 $Mg_{17}Al_{12}$ 共晶相的减少，并呈断续网状或粒状结构弥散分布于晶界上，从而提高合金的强度，塑性韧性也得到了相应的提高。因此适量 Y 的加入能有效地提高合金的综合力学性能。

但当加入 Y 量较高时，凝固初期易于形成大量的 Al_2Y 核心，且在凝固过程中不断长大成块状。大量不规则形状的块状 Al_2Y 的形成，造成了合金组织与成分的不均匀，且块状 Al_2Y 的尖角处易于形成应力集中；块状的 Al_2Y 起割裂基体作用；同时 Al_2Y 相的形成，消耗一定量的 Al，减少了合金中 $Mg_{17}Al_{12}$ 强化相的形成，从而降低了合金的力学性能。

3　结论

(1)T6(420 ℃-20 h，200 ℃时效)处理工艺中，随时效时间的延长，AZ91D 镁合金的硬度不断提高。当时效时间达到 15 h 时，硬度达到最大值。

(2)AZ91D-1.5%Y 镁合金固溶处理后的硬度高于 AZ91D 镁合金，这是由于高熔点 Al_2Y 相的存在提高了合金的硬度。经固溶 +250 ℃时效处理后，AZ91D-1.5%Y 镁合金的时效过程推迟。这是由于 Y 与 Al 结合形成的 Al_2Y 相不能固溶于 α-Mg 基体中，因而使得 Mg-9Al-1Zn 合金中 Al 在 α-Mg 中的固溶量降低，时效驱动力下降。

(3)在少于 20 h 的时效时间内，AZ91D-1.5%Y 镁合金的硬度呈上升趋势，但上升速度低于 AZ91D 镁合金，需要延长时效时间来使硬度峰值出现。

参考文献：

[1] 黄晓艳，周宏. 21 世纪绿色工程材料—Mg 合金 [J]. 南方金属，2004 (8):4-8.

[2] 陈礼清，赵志江. 从镁合金在汽车及通讯电子领域的应用看其发展趋势[J]. 有色金属，2004(7):12-20.

[3] Cole G, Michigan D I, Smith D S. Can Magnesium Achieve Its Potential For Large Volume Usage in Automotive Components. Magnesium the Light Weight Solution Automo-tive Sourcing Special Report[R], London, Automotive Sourcing UK Ltd, 1998:18-21.

[4] Baghni I M, WU Yin-shun, LI Jiu-qing, et al. Mechanical properties and potential applications ofmagnesium alloys [J], Trans Nonferrous Met Soc China, 2003, 13(6), 1253-1259.

[5] 李元元，张卫文，刘英，等. 镁合金的发展动态和前景展望[J]. 特种铸造及有色合金，2004，24(1)：14-17.

[6] 钟皓，刘培英，周铁涛. 镁及镁合金在航空航天中的应用及前景[J]. 航空工程与维修，2002(4)：41-42.

[7] 顾伟清，胡成刚，姚爱民. 消失模在铸造中的应用[J]. 铸造设备研究，2007(6):24-25.

[8] 田学锋，樊自田，黄乃瑜，等. 热处理对消失模铸造镁合金组织及力学性能的影响[J]. 铸造，2005，54(4): 282-285.

[9] 李继强，樊自田，王元庆，等. 等温热处理对消失模铸造 AZ91D 镁合金组织与性能的影响[J]. 金属热处理，2008 (3): 97-100.

[10] Zhou Haitao, Zeng Xiaoqin, Liu Faliu. Effect of cerium on microstructures and mechanical properties of AZ61 wrought magnesium alloy[J]. Journal of material science, 2004(39): 7061-7066.

《铸件均衡凝固技术及应用实例》

《铸件均衡凝固技术及应用实例》由西安理工大学魏兵教授编著。共 8 章：1、铸铁件均衡凝固与有限补缩；2、铸铁件冒口补缩设计及应用；3、压边浇冒口系统；4、浇注系统大孔出流理论与设计；5、铸件均衡凝固工艺；6、铸钢、白口铸铁、铝、铜合金铸件的均衡凝固工艺；7、浇注系统当冒口补缩设计方法；8、铸件填充与补缩工艺定量设计实例。全书 320 页，特快专递邮购价 226 元。

邮购咨询：李巧凤 029-83222071，技术咨询：13609155628