

文章编号: 1673-9965(2007)02-0142-06

Gd 对 ZK60 镁合金显微组织的影响*

李建平, 曾昭文, 杨忠, 郭永春, 夏峰

(西安工业大学 材料与化工学院, 西安 710032)

摘要: 采用光学金相显微镜、扫描电镜、能谱分析等方法研究了 ZK60- x Gd ($x=0, 1.6, 2.0$) 合金的铸态和热挤压态显微组织。研究发现, ZK60 合金铸态组织主要由 α -Mg 枝晶和分布在其周围的半连续网状或不规则片状 MgZn 相和颗粒状 MgZn₂ 相组成。加入 Gd 后, MgZn 相变为细小均匀的颗粒状, 并且随着 Gd 含量的增加, α -Mg 枝晶细化程度和颗粒相分布均匀度提高。Gd 在热挤压过程中诱发了合金动态再结晶的进行, 显著地细化 ZK60- x Gd 合金挤压态晶粒尺寸, 细化程度随着 Gd 含量的增加而显著提高。结果表明 Gd 能够显著地细化 ZK60 铸态和挤压态晶粒, 有利于形变镁合金 ZK60 的变形。

关键词: ZK60 镁合金; Gd; 再结晶; 显微组织

中图分类号: TG146.2

文献标识码: A

由于世界范围内燃油的日益紧张和人们环境意识的增强, 尤其是汽车工业减重节能的要求, 世界各国愈来愈重视轻合金材料的研究与开发。在所有轻合金材料中, 镁合金是目前工程应用中最轻的金属结构材料^[1], ZK60 镁合金作为 Mg-Zn-Zr 系变形镁合金的典型代表^[2], 具有较高的强度及耐蚀性, 但是该合金存在铸造性能差、塑性差等缺点^[3]。在合金强韧化手段中, 晶粒细化是既能提高强度, 又能改善合金塑性和加工性的技术途径。而在获得晶粒细化的多种途径中, 再结晶细化是一种有效的并能够实现工业化应用的技术。已有的大量研究表明, 在镁合金中加入稀土元素对提高合金的室温强度和塑性有益。目前国内外添加的稀土元素主要是 Nd, Y, Ce, La 等^[4-7], 而关于 Gd, Dy 等重稀土元素对 ZK 系形变镁合金显微组织和再结晶行为影响的报道很少^[8]。稀土元素 Y 与 Mg 一样, 具有密排六方晶体结构, 原子半径相近, Y 在 Mg 固溶体中具有 12% 的固溶度^[9]。与 Y 相比, Gd, Dy 的原子半径与镁更为接近, 在镁中的固溶度分别为

23.5% 和 25.8%^[10], 比 Y 的固溶度大, 且随温度的降低而显著降低, 因而 Gd 和 Dy 具有比 Y 更高的时效硬化特性, 尤以 Gd 为甚^[10-11]。文中研究 Gd 对 ZK60 镁合金显微组织和再结晶过程的影响, 为进一步制备高性能形变镁合金提供基础。

1 试验方法

试验合金化学成分见表 1。试验合金在 Ar+CO₂ 气氛保护坩埚电阻炉中熔炼。元素 Zr 和 Gd 分别以 Mg-Zr 和 Mg-Gd 中间合金 ($w(\text{Zr})=30\%$, $w(\text{Gd})=30\%$) 的形式加入。待试验合金液精炼除气搅拌均匀后, 将合金液浇入 $\phi 50$ mm 的金属锭模中, 获得镁合金铸锭。用 Pandat 软件绘制的 ZK60- x Gd 富镁角垂直截面相图 (如图 1) 制订热挤压变形工艺。铸锭棒材在 400 °C 均匀化 6 h 后在 200 °C 以挤压比为 36:1, 挤压速率 0.8~1 mm/s 进行热挤压。试样的显微组织采用 Neophot30 光学金相显微镜进行观察。采用 JSM-6460 扫描电镜和 JEM-2010 高分辨率透射电子显微镜进行物相分析。

* 收稿日期: 2007-02-09

基金资助: 国家重大基础研究发展规划资助项目 (5133002B2)

作者简介: 李建平 (1956-), 男, 西安工业大学教授, 博士, 主要研究方向为金属基复合材料、轻合金。E-mail: jpli0416@yahoo.com.cn

表1 ZK60-xGd合金化学成分 w(%)

Tab. 1 Composition of ZK60-xGd alloys

合金	Zn	Zr	Gd	Mg
ZK60	5.5	0.6	0	余量
ZG616	5.5	0.6	1.6	余量
ZG620	5.5	0.6	2.0	余量

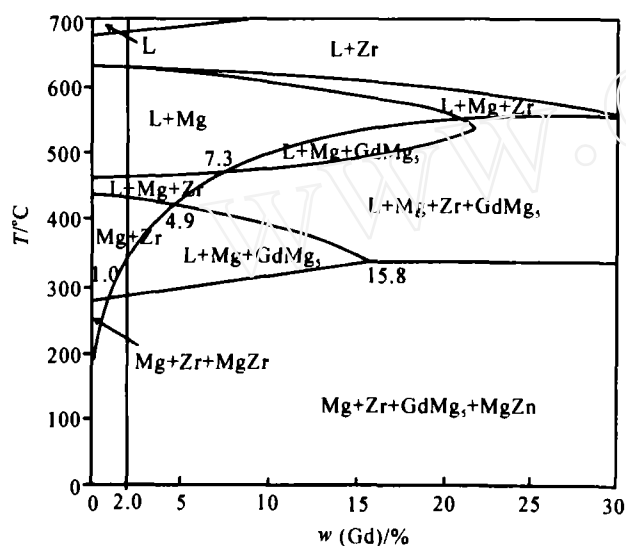


图1 ZK60-xGd合金富镁角的垂直截面相图

Fig. 1 Vertical section of phase diagram of ZK60-xGd alloys in Mg-rich region

2 试验结果及分析

铸态 ZK60, ZG616 和 ZG620 合金的光学显微组织如图 2 所示. 可以看出, 铸态 ZK60 镁合金图 2a 由 α -Mg 固溶体, 半连续网状相的和少量粗大的颗粒相组成. 根据 Mg-Zn 二元相图^[12] 知, ZK60 合金的铸态平衡组织应该由 α -Mg₅ 和 γ (MgZn) 相组成. 由于普通金属型铸造冷却速度较快, 形成非平衡凝固组织, 所以在 ZK60 合金铸态组织中发现有网状的 γ 相. 图 2b 为加入 Gd 后, 铸态组织中 α -Mg 枝晶被细化, α -Mg 枝晶周围第二相由网状完全变为近球形颗粒, 粗大的颗粒相也变得细小均匀. 图 2c 为随着 Gd 含量的增加, α -Mg 枝晶细小和颗粒相分布均匀性更加显著见图 2b, 2c. 这是由于 ZK60-xGd 凝固时 Gd 除了部分进入 α -Mg 外, 其余聚集在液固界面前沿, 增大了成分过冷, 增大 α -Mg 的形核率, 从而细化 α -Mg 枝晶. 当凝固结束后, 温度继续降低时, 从 α -Mg 中应该析出 GdMg_5 相, 但是图 2b 和 2c 中的颗粒相显然不是或不全部是从 α -Mg 中析出的 GdMg_5 相.

图 2d, 2e, 2f 分别是挤压态 ZK60, ZG616 和 ZG620 合金的光学显微组织. 如图所示, 三种镁合金热挤压期间均发生动态再结晶过程. 挤压态组织均由细小的 α -Mg 等轴晶和分布在晶界的少量颗

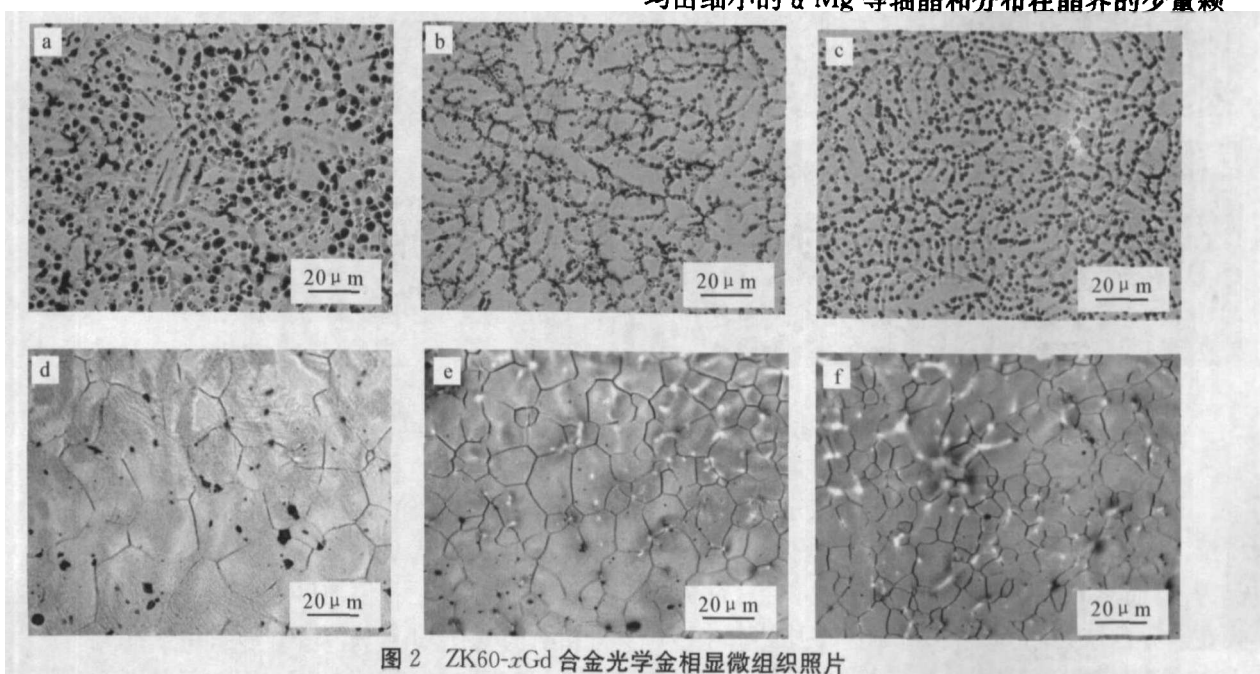


图2 ZK60-xGd合金光学金相显微组织照片

Fig. 2 Optical microstructure metallographs of ZK60-xGd alloy

粒相组成. 比较发现, 随着 Gd 加入量的增加, 挤压态 ZK60-xGd 合金的 α -Mg 晶粒尺寸明显减小. Gd

与 Mg 形成颗粒相 GdMg_5 ^[13-14], 该相在挤压过程中诱发了动态再结晶, 使再结晶的临界应变提前, 再

结晶速率加快,同时又阻碍再结晶晶粒的长大.因此在相同的挤压工艺下,含 Gd 的 ZK60 镁合金动态再结晶晶粒细小.并且随着 Gd 含量的提高,形成的 GdMg_5 含量也增多,其晶粒细化程度更大.

如图 3 所示铸态 ZK60-Gd 合金铸态组织主要由 α -Mg 枝晶和分布在其周围的不规则片状和颗粒状相组成;加入 $w(\text{Gd})$ 为 1.6% 后,颗粒状第二相明显增多且变细小,分布也趋于均匀,并且 α -Mg 枝晶也被细化.由 ZK60 合金铸态组织的 SEM 元

素面分布图如图 4 所示,元素 Zn 少量分布在 α -Mg 枝晶内部,大部分富集在晶界或枝晶界,与 Mg 形成半连续网状或者颗粒状的第二相.在晶界 A、B 两点做 EDX 分析,发现 A 处片状相元素的原子百分数相对含量为 45.4%Mg,54.6%Zn, $\text{Mg}:\text{Zn} \approx 1:1$,说明此片状相为 MgZn . B 处颗粒相的元素的原子百分数相对含量为 34.5%Mg,65.5%Zn, $\text{Mg}:\text{Zn} \approx 1:2$,说明该颗粒相显然是 MgZn_2 ,这与文献[16]的研究一致.

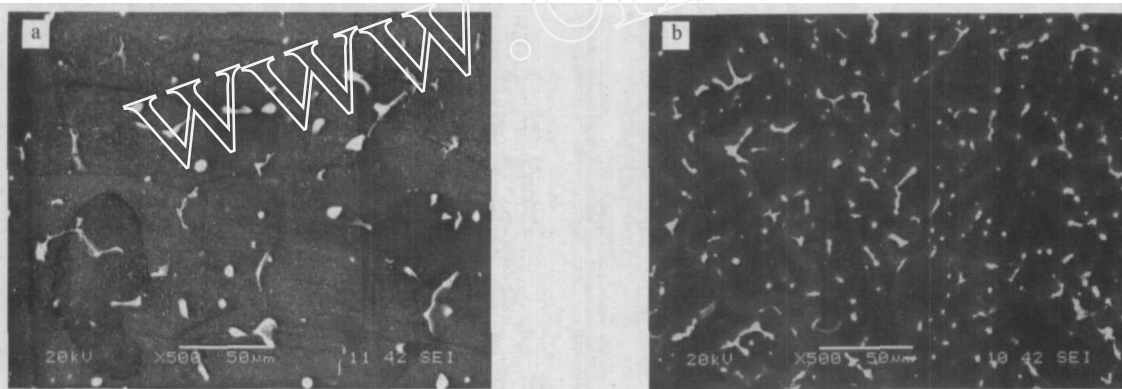


图 3 试验合金铸态组织的 SEM 像:a. ZK60 ; b. ZG616

Fig. 3 SEM images of as-cast ZK60-xGd alloys

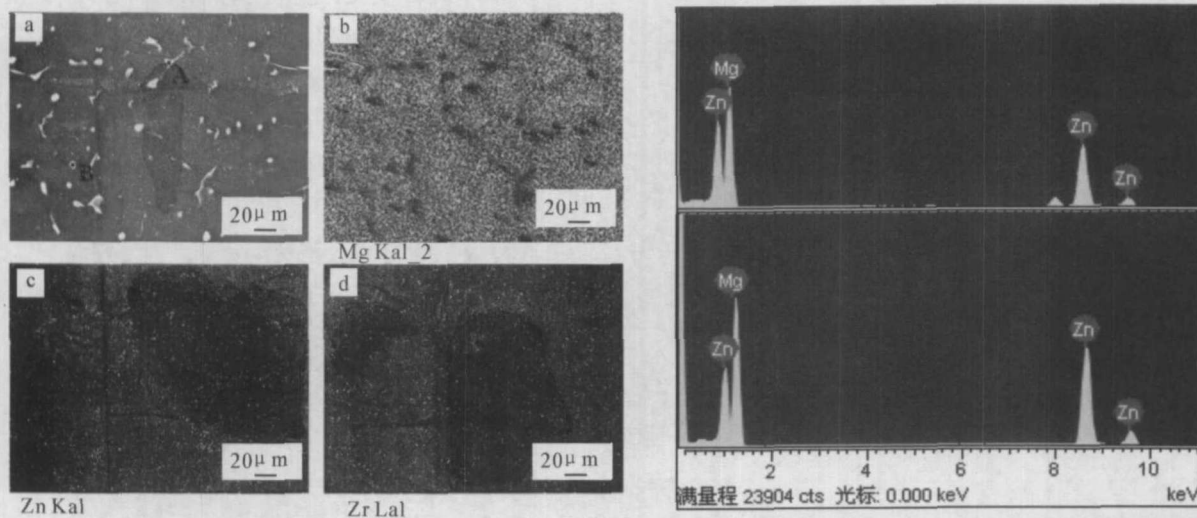


图 4 铸态 ZK60 合金中相的元素面分布图和 EDS 分析

Fig. 4 Area distribution of elements of phases and EDS in as-cast ZK60 alloy

ZG620 合金铸态组织表面元素分布图如图 5 所示.大部分 Zn 在晶界聚集,少量均匀分布于枝晶内部.而 Gd 大部分均匀分布枝晶内部,部分聚集在晶界区域如图 5a,5c,5d.图 6 为图 5a 中“A”点与“B”点 EOX 分析图,A 点相由元素 Mg 和 Zn 组成如图 6(a),其平均成分为 $\text{Mg}-48.6\text{Zn}$,Mg 与 Zn 的原子比接近为 1:1,显然该相为 MgZn .B 点相含有元素 Mg,Zn 和 Gd 如图 6(b),其原子相对

含量为 63.2%Mg,33.6%Zn,3.2%Gd.与图 4 相比较可以发现,Gd 加入 ZK60 合金后,Gd 和 Mg,Zn 形成一种三元相,但对 MgZn 和 MgZn_2 的成分和结构没有影响,只改变其形状和分布.

ZG616 合金的挤压态 SEM 像如图 7(a)所示,ZG616 合金挤压态组织为动态再结晶等轴晶和白色颗粒相组成,该相含有元素 Mg,Zn 和 Gd,其元素原子相对含量为 96%(Mg,Zn)-4%Gd,这表明

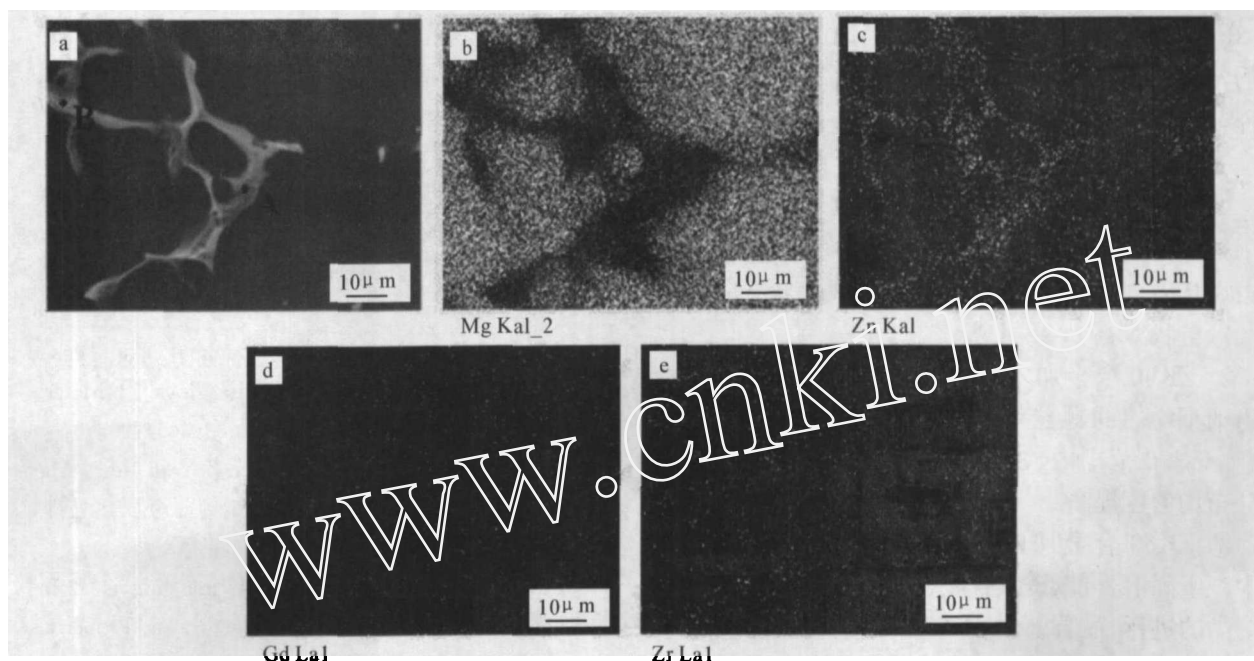


图5 铸态 ZG620 合金中相的元素面分布图

Fig. 5 Area distribution of elements of phases in as-cast ZG620 alloy

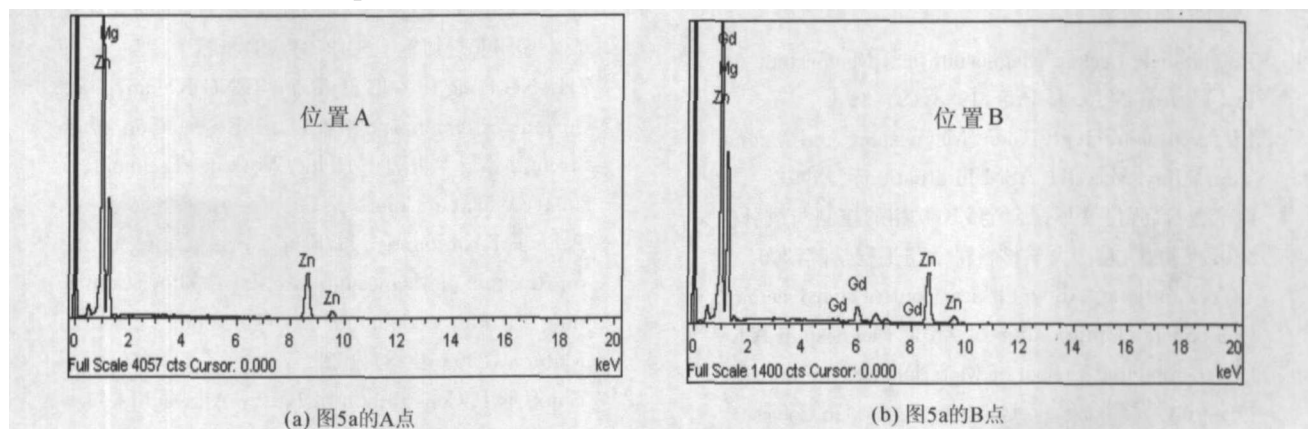


图6 铸态 ZG620 合金中相的 EDS 分析

Fig. 6 EDS of phases in as-cast ZG620 alloy

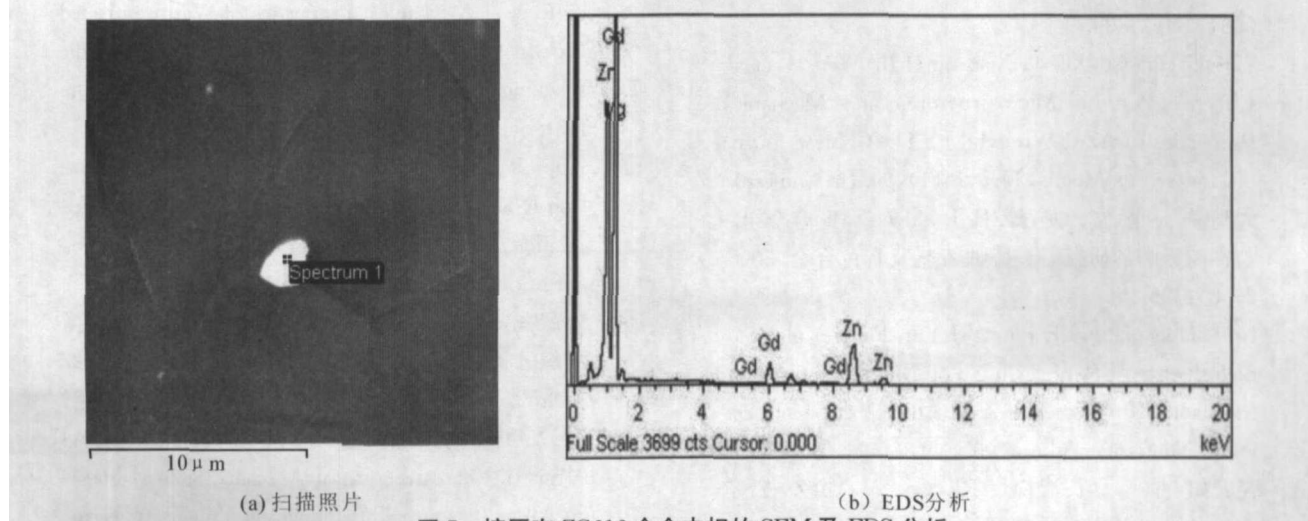


图7 挤压态 ZG616 合金中相的 SEM 及 EDS 分析

Fig. 7 SEM image and EDS of phases in extruded ZG616 alloy

Gd 在 MgZn 中产生了固溶,该相周围晶粒大小并不均匀,说明该相在热挤压过程诱发了动态再结晶过程,同时阻碍再结晶晶粒的长大。

3 结论

1) ZK60 合金铸态组织主要由 α -Mg 枝晶和分布在其周围的半连续网状或不规则片状 MgZn 相和颗粒状 MgZn₂ 相组成。

2) ZK60 合金加入 Gd 元素后, MgZn 相形态变为细小均匀的颗粒状。随着 x (Gd) 含量的增加(在 1.6-2.0 范围内), α -Mg 枝晶细化程度和颗粒相分布均匀度提高。

3) ZK60 合金加入 Gd 元素后, Gd 在 MgZn 相中产生固溶,可以诱发合金在热挤压过程中动态再结晶的进行,显著细化 ZK60- x Gd 合金挤压态的晶粒,细化程度随着 Gd 含量的增加而显著提高。

参考文献:

- [1] Raymond F Decker. Magnesium and Magnesium Alloy[J]. Adv Mater & Proc, 1998, (9): 31.
- [2] M. Avedesian, Hugh Baker. Magnesium And Magnesium Alloy[M]. OH: ASM International, 1999.
- [3] 麻彦龙. 高强度变形镁合金 ZK60 相的控制与成分优化[D]. 重庆: 重庆大学材料科学与工程学院, 2004. MA Yan-long. Alloy Phases Control and Chemical Components Optimization of ZK60 Magnesium Alloy [D]. Chongqing: School of Materials Science and Engineering of Chongqing University, 2004. (in Chinese)
- [4] 周海涛, 曾小勤, 刘文法, 等. 稀土钐对 AZ61 变形镁合金组织和力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(1): 99. ZHOU Hai-tao, ZENG Xiao-qin, LIU Wen-fa, et al. Effect of Ce on Microstructures and Mechanical Properties of AZ61 Wrought[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2005, 14(1): 99. (in Chinese)
- [5] 刘刚强, 乐平, 艾云龙, 等. 稀土 Nd 对 ZM5 合金组织与性能影响的研究[J]. 特种铸造及有色合金, 2005, 25(8): 496. LIU Gang-qiang, LE Ping, AI Yun-long, et al. Study of Influence of Rare-earth Nd on Microstructures and Mechanical Properties of ZM5 Alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2005, 25(8): 496. (in Chinese)
- [6] 吴安如, 古一, 夏长清. Mg-RE(Ce, Nd, Y)-Zn-Zr 合金显微组织及力学性能研究[J]. 热加工工艺, 2004 (12): 21. WU An-ru, GU Yi, XIA Chang-qing. Study of Microstructure and Properties of Mg-RE (Ce, Nd, Y)-Zn-Zr Alloys[J]. Hot Working Technology, 2004 (12): 21. (in Chinese)
- [7] Xu D K, Liu L, Xu Y B, et al. The Effect of Precipitates on the Mechanical Properties of ZK60-Y Alloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2006 (420): 322.
- [8] Ma Chunjiang, Liu Masping, Guohua, et al. Tensile Properties of Extruded ZK60-RE Alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2003(349): 207.
- [9] 王斌, 易丹青, 周玲伶, 等. 稀土元素 Y 和 Nd 对 Mg-Zn-Zr 系合金组织和性能的影响[J]. 金属热处理, 2005, 30(7): 9. WANG Bin, YI Dan-qing, ZHOU ling-ling, et al. Influence of Y and Nd on Microstructure and Properties of Mg-Zn-Zr Alloys[J]. Heat Treatment of Metals, 2005, 30(7): 9. (in Chinese)
- [10] 张崧, 唐建新, 冯可芹, 等. 高强度镁合金的研究现状及发展[J]. 热加工工艺, 2004, (8): 52. ZHANG Song, TANG Jian-xin, FENG Ke-qin, et al. Current Situation and Trend of Research on High Strength Mg Alloy[J]. Hot Working Technology, 2004(8): 52. (in Chinese)
- [11] Apps P J, Karimzadeh H, King J F, et al. Precipitation Reaction in Magnesium-rare Earth Alloys Containing Yttrium, Gadolinium or Dysprosium[J]. Scripta Material, 2003, 48(8): 1023.
- [12] Ellioff R P. Constitution of Binary Alloys[M]. New York: McGraw-Hill, 1965.
- [13] Michiaki Yamasaki, Tsutomu Anan, Shintaro Yoshimoto et al. Mechanical Properties of Warm-extruded Mg-Zn-Gd Alloy with Coherent 14H long Periodic Stacking ordered Structure Precipitate [J]. Scripta Materialia, 2005(53): 799.
- [14] Apps P J, Karimzadeh H, King J K, et al. Precipitation Reactions in Magnesium-rare Earth Alloys Containing Yttrium, Gadolinium or Dysprosium [J]. Scripta Materialia, 2003(48): 1023.
- [15] 麻彦龙, 左汝林, 汤爱涛, 等. ZK60 镁合金铸态显微组织分析[J]. 重庆大学学报: 自然科学版, 2004, 27 (8): 52. MA Yan-long, ZUO Ru-lin, TANG Ai-tao, et al. Analysis of Microstructure of As-cast ZK60 Magnesium Alloy[J]. Journal of Chongqing University: Natural Science Edition, 2004, 27(8): 52. (in Chinese)

Effect of Gd Additions on the Microstructures of ZK60 Magnesium Alloy

LI Jian-ping, ZENG Zhao-wen, YANG Zhong, GUO Yong-chun, XIA Feng

(School of Materials and Chemical Engineering, Xi'an Technological University, Xi'an 710032, China)

Abstract: The microstructure of as-cast and extruded ZK60- x Gd is studied using optical microstructure, scanning electron microscopy and energy dispersive x-ray. It is found from the study that the cast microstructure of ZK60 alloy is composed mainly of α -Mg dendrites, discontinuous reticulation or irregular sheet MgZn and granular MgZn₂. After Gd is added, the MgZn particles become fine and evenly distributed. The refining degree of α -Mg dendrites and the evenness degree of the particle distribution are enhanced with the increase of Gd content. During the hot extrusion, Gd induces the dynamic recrystallization and remarkably refines grains. Also the refining degree is enhanced noticeably with the increase of Gd content. The result indicates that Gd dramatically refines grains of as-cast and extruded ZK60 magnesium alloys, and enhances the wrought performance.

Key words: ZK60 Mg alloy; gadolinium; recrystallization; microstructure

(责任编辑、校对 张立新)

(上接第 141 页)

YANG Ping, SUN Zu-qing, MAO Wei-min. Orientation Mapping: An Effective Technique for Revealing the Morphology, Crystallographic Structure and Orientation of Crystalline Materials, Chinese Journal of Stereology and Image Analysis, 2001, 6(1): 50. (in Chinese).

[9] 陈绍楷, 李晴宇, 苗壮, 等. 电子背散射衍射 (EBSD)

及其在材料研究中的应用[J]. 稀有金属材料与工程, 2006, 35(3): 500.

CHEN Shao-kai, LI Qing-yu, MIAO Zhuang, et al. EBSD and Its Applications in Materials Research[J]. Raremetal Materials and Engineering, 2006, 35(3): 500. (in Chinese)

[10] Krieger Lassen. Mat. Sci. Forum 1994(149): 157.

Orientation Image Microscopy and Its Application in the Study of Single Crystal Copper Wires

YAN Wen, CHEN Jian

(School of Materials and Chemical Engineering, Xi'an Technological University, Xi'an 710032, China)

Abstract: Orientation image microscopy is a new kind of method of analyzing the microstructure of relevant materials. In this paper, the fundamental principle, resolution, sample preparation and data treatment of orientation image microscopy are generally investigated. Besides, combined with what we have achieved in our research project, the application of orientation image microscopy to the microstructure, texture, crystal rotation and dislocation boundaries of single crystal copper wires with and without plastic deformation is also briefly analyzed.

Key words: orientation image microscopy; electron back scattering diffraction; deformation microstructure; single crystal copper wires

(责任编辑、校对 张立新)