

(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 102087209 B

(45) 授权公告日 2012. 10. 03

(21) 申请号 201010589572. X

(22) 申请日 2010. 12. 15

(73) 专利权人 重庆研镁科技有限公司

地址 400045 重庆市沙坪坝区重庆大学柏树林 67 号附 1-17-3 号

(72) 发明人 彭建 汤爱涛

(74) 专利代理机构 重庆博凯知识产权代理有限公司 50212

代理人 李海华

(51) Int. Cl.

G01N 21/29 (2006. 01)

(56) 对比文件

CN 101294875 A, 2008. 10. 29, 全文.

CN 101216400 A, 2008. 07. 09, 全文.

CN 1434292 A, 2003. 08. 06, 全文.

JP 特开 2002-71599 A, 2002. 03. 08, 全文.

US 6336371 B1, 2002. 01. 08, 全文.

US 5255070 A, 1993. 10. 19, 全文.

审查员 郭凯

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法,将显微组织枝晶单元分为枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙,测量每个特征区域各种合金元素的含量,以  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  表示并代入  $n_1=2(c_I+c_{II}+c_{III})/(3(c_{IV}+c_V))$  和  $n_2=(c_I+c_{II}+c_{III}+c_{IV})/(4c_V)$  中,  $n_1$  值越接近于 1,表明该合金元素在枝晶臂上与在枝晶间隙的质量百分含量越接近;  $n_2$  值越接近于 1,表明该合金元素在一个枝晶单元内与枝晶间隙质量百分含量越接近,合金的化学成分分布越均匀。本发明能准确、可靠地评测镁合金铸态组织成分均匀性,进而判断出铸态组织枝晶偏析程度,比较出不同工艺条件下合金中每种合金元素在各个区域的分布状况。本方法结果准确可靠,能提供更详细的化学元素分布信息。

1. 一种测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法,其特征在于:其测量步骤为:

(1) 将铸态镁合金试样在水砂纸上研磨平整光亮后,用无水乙醇清洗,在抛光机上用绒布加清水抛光至镜面,再用无水乙醇清洗;用腐蚀剂对试样进行侵蚀腐蚀,直至能看到明显的枝晶组织;

(2) 将腐蚀后的试样在扫描电镜上观察,并将显微组织枝晶单元分为枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙五类特征区域;

(3) 通过扫描电镜能谱测量每类特征区域内某合金元素的质量百分含量,该合金元素在枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙上的质量百分含量分别以  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  表示;

(4) 将  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  代入公式  $n_1=2(c_I+c_{II}+c_{III})/(3(c_{IV}+c_V))$  中,  $n_1$  值越接近于 1,表明该合金元素分别在枝晶臂上与在枝晶间隙的质量百分含量越接近,合金的化学元素分布越均匀。

2. 根据权利要求 1 所述的测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法,其特征在于:在测量每个特征区域内某合金元素的质量百分含量时,每个特征区域测七个点,除去一个最高值点和一个最低值点,以剩下五点的平均值作为该特征区域内该种合金元素的质量百分含量。

## 一种测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及镁合金铸态组织成分的研究,具体指一种测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法,通过本方法可评测镁合金铸态组织的成分偏析,属于镁合金材料技术领域。

### 背景技术

[0002] 在铸造条件下,获得化学成分完全均匀的铸件(锭)是十分困难的。铸锭中化学成分不均匀的现象称为偏析。偏析分为宏观偏析与微观偏析。偏析对铸件质量影响很大。镁合金铸件中的宏观偏析使铸件各部分的机械性能和物理性能产生很大差异,影响铸件的使用寿命和工作效果;另外,还会使铸锭及加工产品的组织和性能很不均匀,导致铸锭的加工性能或成品率降低,增加切削废料,浪费资源、能源。微观偏析对铸件的机械性能有明显的影晌。由于成分不均匀,造成组织上的差别,导致冲击韧性和塑性下降,增加铸件的热裂倾向性。枝晶偏析是属于一个晶粒范围内的显微偏析,一般可通过加热或热处理消除,但枝晶臂间距较大时则不能消除,会给制品造成电化学性能不均匀。总之,镁合金凝固组织中成分均匀性对铸锭和产品性能有重要影响。因此,特需要一个合理的镁合金铸态组织成分均匀性评定方法,用以检测铸件中各个区域成分均匀性程度,为铸件热处理及后续加工工艺制定提供参考依据。

[0003] 镁合金铸态组织大多具有发达清晰的一次枝晶和二次枝晶。在一个枝晶单元内,能方便的区分出枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙各区域。借助扫描电镜能谱可测出每种合金元素在这五个特征区域的相对质量百分含量。

[0004] 历史上,铸态组织微观偏析的大小用偏析比  $S_R$  表示,即:

[0005]

$$S_R = \frac{\text{枝晶间最大溶质浓度}}{\text{枝晶干最小溶质浓度}}$$

[0006] 偏析比  $S_R$  可以用电子探针测定值经计算获取。

[0007] 另外,还有用枝晶偏析度  $S_\theta$  度量来表征枝晶偏析的大小,即:

$$S_\theta = \frac{C_{\max} - C_{\min}}{C_\theta}$$

[0009] 式中  $C_{\max}$ —某组元在枝晶偏析区的最高浓度;

[0010]  $C_{\min}$ —某组元在枝晶偏析区的最低浓度;

[0011]  $C_\theta$ —某组元的原始平均浓度。

[0012] 以上两公式在一定程度上能粗略表征枝晶偏析的程度,但不能全面反映枝晶生长过程中溶质原子分布情况。另外,在测定操作时逐步去寻找筛选最大溶质浓度点和最小溶质浓度点比较困难,而一旦找到又很难排除是否是由于夹杂物等偶然因素导致的元素偏聚。因此有必要开发一种新的检测计算方法,来评估镁合金铸态组织成分的均匀性。

## 发明内容

[0013] 针对现有技术存在的上述不足,本发明的目的在于提供一种操作方便、结果准确、可靠的测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法。

[0014] 本发明的技术方案是这样实现的:

[0015] 一种测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法,其测量步骤为:

[0016] (1) 将铸态镁合金试样在水砂纸上研磨平整光亮后,用无水乙醇清洗,在抛光机上用绒布加清水抛光至镜面,再用无水乙醇清洗。用腐蚀剂对试样进行侵蚀腐蚀,直至能看到明显的枝晶组织;

[0017] (2) 在扫描电镜上用二次电子光源观察腐蚀后的试样,将显微组织枝晶单元分为枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙五个特征区域;

[0018] (3) 用扫描电镜能谱测量每个特征区域内各种合金元素的含量,某种合金元素在枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙上的质量百分含量分别以  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  表示;

[0019] (4) 将  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  代入公式  $n_1=2(c_I+c_{II}+c_{III})/(3(c_{IV}+c_V))$  中,  $n_1$  值越接近于 1,表明该合金元素分别在枝晶臂上与在枝晶间隙的质量百分含量越接近,合金的化学成分分布越均匀。

[0020] (5) 将  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  代入公式  $n_2=(c_I+c_{II}+c_{III}+c_{IV})/(4c_V)$  中,  $n_2$  值越接近于 1,表明该合金元素分别在一个枝晶单元(晶胞)内与枝晶间隙(晶间)的质量百分含量越接近,合金的化学成分分布越均匀。

[0021] 上述  $n_1$  和  $n_2$  可以分别,也可以同时用于评定镁合金铸态组织成分均匀性。

[0022] 在测量每个特征区域内某合金元素的质量百分含量时,每个特征区域测七个点,除去一个最高值点和一个最低值点,以剩下五点的平均值作为该特征区域内该种合金元素的质量百分含量。

[0023] 本发明把铸态组织细分为五类特征区域,各个区域测量多个数据求平均值,能准确、可靠地评测镁合金铸态组织成分均匀性,进而判断出铸态组织枝晶偏析程度,比较出不同工艺条件下合金中每种合金元素在各个区域的分布状况。相比现有技术,本方法结果准确可靠,能提供更详细的化学元素分布信息。

[0024] 本发明可用于定量研究镁合金铸态组织枝晶形成过程中的成分偏析,能直接反应出镁合金铸态组织成分均匀性和铸件各区域的成分偏析大小,为铸锭热处理及后续加工工艺制定提供参考依据

[0025] 附图说明

[0026] 图 1- 铸态组织的五类特征区域的划分示意图。

## 具体实施方式

[0027] 本发明测量镁合金铸态组织成分均匀性的方法,其测量步骤为:

[0028] (1) 将铸态镁合金试样依次在 200 # 粗至 1200 # 细(由粗到细)的水砂纸上研磨,磨平后用无水乙醇清洗干净,然后用绒布在抛光机上清水抛光至镜面,抛完后用无水乙醇清洗干净,最后用腐蚀剂(如 10% 的氢氟酸水溶液、5% 左右的硝酸酒精或 5%-10% 乙酸-饱和

苦味酸)对试样进行侵蚀腐蚀,直至能看到明显的枝晶组织;

[0029] (2)将腐蚀后的试样在扫描电镜上观察,并将显微组织枝晶单元分为枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙五类特征区域;

[0030] (3)通过扫描电镜能谱测量每类特征区域内需要测量其分布均匀性的合金元素的质量百分含量,该合金元素在枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙上的质量百分含量分别以  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  表示;

[0031] (4)将  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  代入公式  $n_1=2(c_I+c_{II}+c_{III})/(3(c_{IV}+c_V))$  中,用指标  $n_1$  可评测一个枝晶单元内该合金元素在枝晶枝臂上与枝晶间隙之间分布的均匀程度; $n_1$  值越接近于 1,表明该合金元素分别在枝晶臂上与在枝晶间隙的质量百分含量越接近,合金的化学元素分布越均匀。

[0032] 也可以将  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  代入公式  $n_2=(c_I+c_{II}+c_{III}+c_{IV})/(4c_V)$  中,指标  $n_2$  可用于评测某合金元素在一个枝晶单元内与枝晶间隙之间的成分差异; $n_2$  值越接近于 1,表明该合金元素在一个枝晶单元(晶胞)内与枝晶间隙(晶间)的质量百分含量越接近,合金的化学元素分布越均匀。

[0033] 上述  $n_1$  和  $n_2$  可以如上分别使用评测不同区域之间的成分差异,也可同时用于评定镁合金铸态组织化学成分分布的均匀性。

[0034] 在测量每个特征区域内某合金元素的质量百分含量时,为了使该结果更加准确,每个特征区域测七个点,除去一个最高值点和一个最低值点,以剩下五点的平均值作为该特征区域内该种合金元素的质量百分含量。

[0035] 下面通过两个具体实施例对本发明作进一步说明。

[0036] 例一:采用本发明的标准评定 AZ31 镁合金熔体加热至 900℃凝固的铸态组织中合金元素 Al、Zn 的分布均匀性。

[0037] 首先,制备将熔体加热至 900℃的 AZ31 镁合金试样,将制取的 AZ31 镁合金试样依次在 200 # 粗至 1200 # 细的水砂纸上研磨,磨平后用无水乙醇清洗,然后用黑色绒布在抛光机上加清水抛光至镜面,用无水乙醇清洗,最后用 10% 氢氟酸水溶液侵蚀腐蚀,无水乙醇冲洗,冷风吹干,直至在金相显微镜下能观察到明显的枝晶组织。

[0038] 将制备好的金相试样在扫描电镜下观察,在视场中找出相对完整的枝晶单元,并将枝晶单元划分成五类不同的特征区域,即:枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙。每类特征区域测七个点,除去一个最高值和一个最低值点,以余下的五点的平均值作为该特征区域内该种合金元素的质量百分含量。测出的 Al、Zn 元素在各类区域的质量百分含量如下表所示:

[0039] Al 元素和 Zn 元素在铸态组织不同区域的含量平均值(Wt%)

[0040]

元素	枝晶主干	一次枝晶臂	二次枝晶臂	二次枝晶间隙	枝晶间隙
Al	2.78	3.03	3.31	2.78	4.26
Zn	0.80	0.95	0.63	0.85	2.66

[0041] 分别用  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  表示合金元素在枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙上的质量百分含量。把质量百分含量代入  $n_1=2(c_I+c_{II}+c_{III})/(3(c_{IV}+c_V))$ ,可计算出熔体加热至 900℃时,铸态组织中 Al 元素的  $n_1$  指标为 0.86,Zn 元素的  $n_1$  指标为 0.45。

[0042] 分别用  $c_I$ 、 $c_{II}$ 、 $c_{III}$ 、 $c_{IV}$  和  $c_V$  表示合金元素在枝晶主干、一次枝晶臂、二次枝晶臂、二次枝晶间隙和枝晶间隙上的质量百分含量,把 Al、Zn 元素在各个特征区域的平均质量百分含量代入  $n_2 = (c_I + c_{II} + c_{III} + c_{IV}) / (4c_V)$ ,可计算出熔体加热至 900℃ 时 Al 元素的  $n_2$  指标为 0.7, Zn 元素的  $n_2$  指标为 0.3。

[0043] 例二:比较 AZ31 镁合金熔体加热至 900℃ 和 750℃ 凝固的铸态组织中合金元素 Al、Zn 分布的均匀性。

[0044] 采用例一相同的方法可计算出,熔体加热至 750℃ 时,铸态组织中 Al 元素的  $n_1$  指标为 0.41, Zn 元素的  $n_1$  指标为 0.01; Al 元素的  $n_2$  指标为 0.45, Zn 元素的  $n_2$  指标为 0.27。

[0045] 对比 AZ31 镁合金 900℃ 和 750℃ 熔体温度的铸态组织的  $n_1$  和  $n_2$  指标可知,熔体温度为 900℃ 时, Al 元素和 Zn 元素在铸态合金中的分布更均匀。

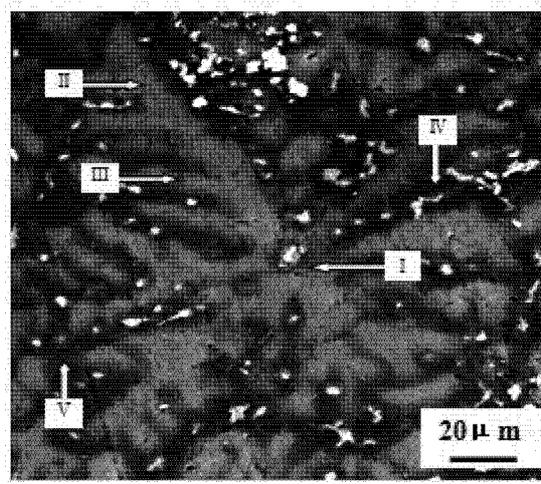


图 1