

# 热处理对双辊铸轧 ZK60 镁合金组织及阻尼性能的影响

臧千昊<sup>1,2</sup>, 刘忠明<sup>1</sup>, 陈洪美<sup>1,3</sup>, 张 静<sup>4</sup>, 金云学<sup>1</sup>

(1. 江苏科技大学 江苏省先进焊接技术重点实验室, 江苏 镇江 212003)

(2. 山东大学 材料液固结构演变与加工教育部重点实验室, 山东 济南 250061)

(3. 捷安特轻合金科技(昆山)有限公司, 江苏 昆山 215300)

(4. 江苏科技大学 张家港校区冶金与材料工程学院, 江苏 张家港 215600)

**摘 要:** 采用双辊铸轧法制备了 ZK60 镁合金条带, 采用金相显微镜 (OM) 和动态机械分析仪 (DMA) 研究了热处理后 ZK60 镁合金条带的组织和阻尼性能。退火处理后, 组织较为均匀。T6 处理后组织转变为均匀的等轴晶。在温度-阻尼谱中出现了 2 个温度阻尼峰, P<sub>1</sub> 峰为弛豫型阻尼峰, 其激活能为 132 kJ/mol, P<sub>2</sub> 峰为非弛豫型再结晶阻尼峰。T6 处理条件下, 时效时间为 6 h 时, 呈现典型的位错型应变-阻尼图谱; 在其他时效时间下, 呈现 2 种混合位错型的应变-阻尼图谱。T6 态双辊铸轧 ZK60 镁合金的应变-阻尼性能遵循 G-L 理论。

**关键词:** 双辊铸轧; 组织; 阻尼峰; G-L 理论

中图分类号: TG146.2\*2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)06-1578-05

镁合金具有轻质量、高比强度、高比弹性模量, 且具有高阻尼减震性能, 其广泛应用于汽车、航空航天、通讯、电子、国防及军事装备、化学、化工等行业, 被称为“21 世纪绿色工程材料”<sup>[1-4]</sup>。随着工业技术的发展, 振动和噪声污染日益严重, 使用阻尼材料是减振降噪的有效途径之一, 镁合金具有的高阻尼性能也将会在各个领域发挥更大的作用。

镁合金的高阻尼减震性能更是其他金属结构材料所不具备的。因此, 低密度、高阻尼、高强度的镁合金材料将成为当前重要的材料需求之一。虽然纯镁的阻尼性能很好, 但因其强度较低, 限制了它的应用范围<sup>[5, 6]</sup>。因此在具有较好的力学性能前提下具有高阻尼性能的镁合金已成为国内外研究的热点。双辊铸轧 (twin roll casting, TRC) 技术<sup>[7, 8]</sup>制备的镁合金显微组织均匀细小, 成分均匀, 夹杂物少且分散均匀, 具有较好的组织与性能。双辊铸轧技术具有低成本、低能耗、短流程和高效率等特点, 是制备镁合金板材较为有效的技术之一。目前, 对双辊铸轧镁合金的组织及力学性能研究较为多, 然而对双辊铸轧镁合金阻尼性能的研究还比较少。

本实验采用双辊铸轧法制备 ZK60 镁合金条带,

通过进一步的热处理研究其对显微组织和阻尼性能的影响。

## 1 实 验

试验材料为双辊铸轧 ZK60 镁合金条带, 通过直读光谱仪 (SPECTRO MAXx) 测试得出其化学成分为: 6.72Zn-0.343Zr-Mg 余量 (质量分数, %)。

退火处理工艺: 在 300, 350 和 400 °C 不同退火温度下保温 1 h 后炉冷; T6 热处理工艺: 在 375 °C 固溶温度下保温 3 h 后水淬, 在 175 °C 时效温度下分别保温 1, 3, 6, 10 和 18 h。研究不同的热处理对 ZK60 镁合金条带组织和阻尼性能的影响。

热处理后的镁合金条带在室温条件下用聚酯树脂镶嵌, 进行预磨, 精磨和抛光, 预磨精磨和抛光分别在 M-2 预磨机和 P-2 抛光机上进行, 抛光后对试样进行腐蚀, 腐蚀剂为 5% 硝酸乙醇水溶液 (硝酸 5 mL+乙醇 10 mL+蒸馏水 85 mL), 腐蚀时间为: 5~15 s, 乙醇冲洗后吹干, 进行金相观察 (OM)。透射电镜试样制备: 首先采用金刚石切割机将试样加工成厚度为 1 mm 的薄片, 机械研磨至 40 μm; 在工作温度为 -30 °C, 电流为 25 mA 条件下进行电解双喷, 电解双喷液成分

收稿日期: 2015-07-13

基金项目: 江苏省高校自然科学基金资助 (13KJB430010); 2014 年度江苏省博士后科研资助项目 (1401168C); 江苏省高校优势学科建设工程资助项目

作者简介: 臧千昊, 男, 1989 年生, 硕士生, 江苏科技大学材料科学与工程学院, 江苏 镇江 212003, 电话: 0511-84401188, E-mail: sbu\_zangqianhao@126.com

为 30 mL 硝酸和 470 mL 乙醇；最后经过离子减薄仪，减薄 15 min 后上机观察。使用 JEOL-2100F 透射电镜对试样进行观察。阻尼测试在耐驰动态机械分析仪 242C (NETZSCH DMA-242C) 上进行，测试模式采用单悬臂模式，试样尺寸加工为：35 mm×12 mm×1 mm，试样经过火花线切割后用 2000#水磨砂纸进行打磨。温度-阻尼性能测试条件：目标振幅为 20 μm，测试温度范围为 25~400 °C，升温速率为 5 °C/min，测试频率为 0.5, 1, 5 和 10 Hz。应变-阻尼测试条件：目标振幅范围为 1~200 μm，测试固定段数为 20 段，测试温度为 25 °C，测试频率为 1 Hz。

## 2 结果与分析

### 2.1 显微组织分析

图 1a 为 ZK60 镁合金条带的原始铸轧组织，其组织主要为粗大的树枝晶，且大小不均。退火处理后，其组织变得均匀。在 300 °C 退火处理 1 h 时 (如图 1b 所示)，其组织仍主要为树枝晶，但有一定数量的静态再结晶组织出现。当退火温度升高到 400 °C 时 (如图 1c 所示)，树枝晶消失，且组织呈现均匀的再结晶组

织。图 1d 显示的为双辊铸轧 ZK60 镁合金条带 T6 处理后的显微组织。T6 处理后显微组织由树枝晶转变为均匀细小的等轴晶。

### 2.2 温度-阻尼性能分析

图 2 为退火态 ZK60 镁合金条带温度-阻尼图谱。退火处理后，在室温至 400 °C 测试温度范围内，出现了 2 个温度阻尼峰，即 P<sub>1</sub> 峰 (150 °C 附近) 和 P<sub>2</sub> 峰 (280 °C 附近)。P<sub>2</sub> 峰为再结晶型阻尼峰，其主要是由于再结晶晶界滑移引起的<sup>[9]</sup>。P<sub>2</sub> 峰的峰值大小随着退火温度的上升而增加，结合图 1 组织的分析，退火温度的上升，静态再结晶晶粒数量增加，使得 P<sub>2</sub> 峰峰值增加。在退火温度为 300 °C 条件下，在测试温度为 280 °C 附近处的 P<sub>2</sub> 峰峰值较小，且在更高的测试温度条件 (350 °C) 下也出现了 1 个温度阻尼峰，该现象主要为 P<sub>2</sub> 峰发生了偏移，在退火温度为 300 °C 条件下，组织仍存在大量的枝晶，静态再结晶晶粒数量较少，导致了在测试温度 280 °C 处出现了 1 个微弱的 P<sub>2</sub> 峰，随着测试温度的增加，当测试温度达到 350 °C 时，组织中枝晶的减少，以及再结晶的发生导致 P<sub>2</sub> 峰发生偏移。

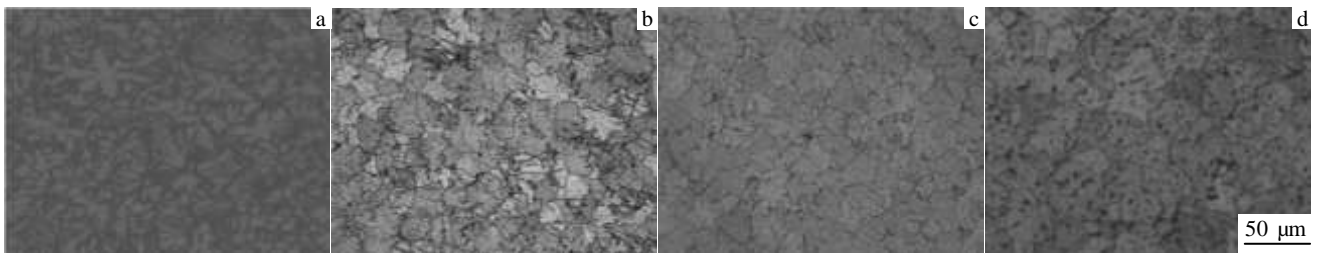


图 1 双辊铸轧 ZK60 镁合金显微组织

Fig.1 Microstructures of TRC ZK60 alloy: (a) as twin roll cast strip, (b) annealed at 300 °C/1 h, (c) annealed at 400 °C/1 h, and (d) T6 375 °C/3 h+175 °C/3 h

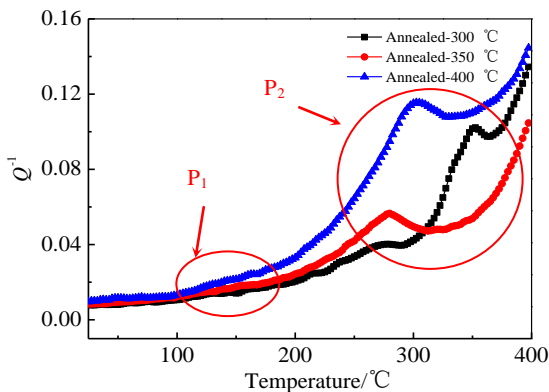


图 2 退火态 ZK60 镁合金温度-阻尼谱

Fig.2 Temperature-dependent damping capacity of TRC ZK60 strip after annealing treatment (f=1 Hz)

T6 态 (时效 6 h) ZK60 镁合金的不同测试频率条件下的温度-阻尼谱如图 3a 所示，图中也存在 2 个阻尼峰 (P<sub>1</sub> 峰在 150 °C 附近处，P<sub>2</sub> 峰在 280 °C 附近处)。P<sub>2</sub> 峰所对应的测试温度不随着测试频率的变化而改变，不具有弛豫效应。图 3b 为 P<sub>1</sub> 峰的局部放大图，P<sub>1</sub> 峰所对应的测试温度随着测试频率的增加而增加<sup>[10]</sup>，P<sub>1</sub> 属于弛豫型阻尼峰。

弛豫过程中遵循阿伦尼乌斯方程<sup>[11]</sup>：

$$\tau = \tau_0 e^{H/kT} \tag{1}$$

公式(1)中， $\tau$  为弛豫时间； $\tau_0$  为一个固定因子； $k$  为玻尔兹曼常数； $H$  为激活能； $T$  为绝对温度。

当  $T$  等于阻尼峰温度  $T_p$  时， $\omega\tau=1$ ， $\omega$  为角频率 ( $\omega=2\pi f$ ， $f$  为测试频率)。可将公式(1)转换成公式(2)：

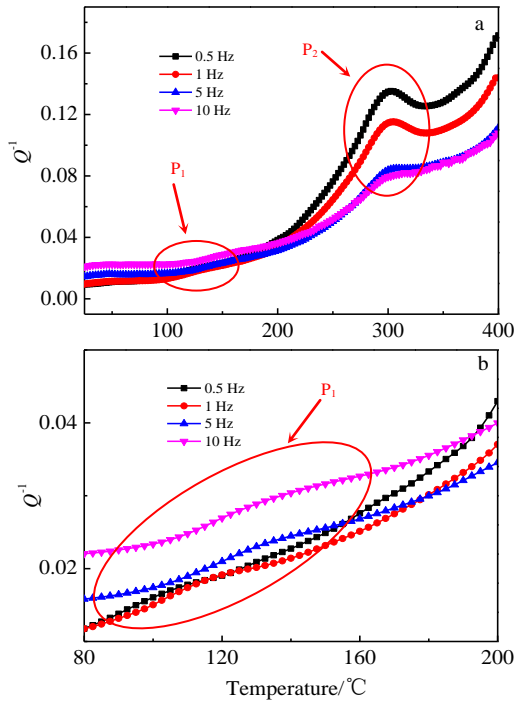


图 3 不同测试频率下 T6 态 (时效 6 h) ZK60 镁合金温度-阻尼谱

Fig.3 Temperature-dependent damping capacity of TRC ZK60 strip after T6 treatment (aging for 6 h) ( $f=0.5, 1, 5, 10$  Hz): (a) full temperature range and (b) at low temperature

$$\ln \omega + \ln \tau_0 + \frac{H}{k} \cdot \frac{1}{T_p} = 0 \quad (2)$$

其激活能  $H$  可以通过  $\ln \omega - 1000/T_p$  直线的斜率 (如图 4 所示) 求出。通过进一步的拟合及计算, 得出 T6 态 (时效 6 h) ZK60 镁合金温度-阻尼测试中  $P_1$  峰的激活能为 132 kJ/mol。纯镁的晶界扩散激活能为 92 kJ/mol, 晶格自扩散激活能为 135 kJ/mol<sup>[12]</sup>。 $P_1$  峰的激活能值介于两者之间, 但倾向于晶格自扩散激活能。因此, 推测  $P_1$  峰主要是晶格自扩散影响的位错滑移产生的弛豫型阻尼峰。

### 2.3 应变-阻尼性能分析

镁合金材料属于位错型阻尼材料, 通常位错阻尼型材料的应变-阻尼谱呈现两个典型部分: 在低应变条件下, 位错无法挣脱弱钉扎点 (如固溶原子、空位等), 在弱钉扎范围内往复运动产生的阻尼为  $Q_0^{-1}$ ; 当应变增加时, 位错挣脱弱钉扎点钉扎, 进而受到强钉扎点 (位错缠结点、晶界、界面等) 钉扎, 位错在强钉扎点间往复运动产生的阻尼为  $Q_H^{-1}$ 。位错阻尼型材料的应变-阻尼<sup>[13]</sup>可以表示为:

$$Q^{-1}(\varepsilon) = Q_0^{-1} + Q_H^{-1}(\varepsilon) \quad (3)$$

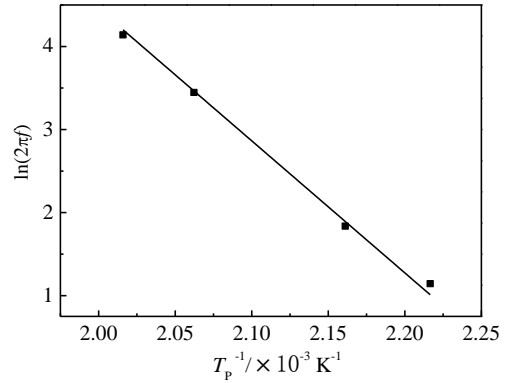


图 4 T6 态 (时效 6 h) 双辊铸轧 ZK60 镁合金  $P_1$  峰频率-阻尼峰温度曲线

Fig.4 Arrhenius plot between frequency and peak temperature for  $P_1$  of TRC ZK60 alloy strip after T6 treatment (aging for 6 h)

如图 5 所示, 在时效 6 h 条件下, 呈现典型的位错型应变-阻尼图谱。在其他的时效时间条件下, 在测试应变范围内, 出现了 1 个较小的阻尼峰或阻尼平台, Hu 等人(Mg-Si 系合金)<sup>[14]</sup>和 Wan 等人(Mg-Ca 合金中)<sup>[15]</sup>也报道过这种现象。这主要是由于刃型位错和螺型位错这 2 种位错具有不同的脱钉能力。由于螺型位错具有较小的临界脱钉应力, 在应变增加过程中螺型位错首先脱钉, 产生了较小的阻尼峰或阻尼平台<sup>[16]</sup>。随着应变进一步增加, 刃型位错脱钉, 阻尼值迅速增加。在该热处理条件下双辊铸轧镁合金的应变-阻尼性能表现出 2 种脱钉现象。

根据 G-L 位错理论<sup>[17,18]</sup>,  $Q_H^{-1}$  可以表示为:

$$Q_H^{-1} = \frac{C_1}{\varepsilon} \exp\left(-\frac{C_2}{\varepsilon}\right) \quad (4)$$

$$C_1 = \frac{\rho F_B L_N^3}{6bEL_C} \quad (5)$$

$$C_2 = \frac{F_B}{bEL_C} \quad (6)$$

式中,  $C_1, C_2$  为物理常数;  $\rho$  为位错密度;  $F_B$  为位错与固溶原子 (弱钉扎点) 之间的结合力;  $L_N$  为强钉扎点之间的平均距离;  $L_C$  为弱钉扎点之间的平均距离;  $b$  为柏氏矢量;  $E$  为弹性模量。

在高应变条件下, 根据上式 (4) 可以得出如下关系:

$$\ln(Q_H^{-1}\varepsilon) = \ln C_1 - \frac{C_2}{\varepsilon} \quad (7)$$

G-L 模型如图 6 所示, 假设纯的单晶在振动前就具有位错网络结构。不同的时效处理主要对钉扎位错的强钉扎点和弱钉扎点的数量以及距离有较大的影响。

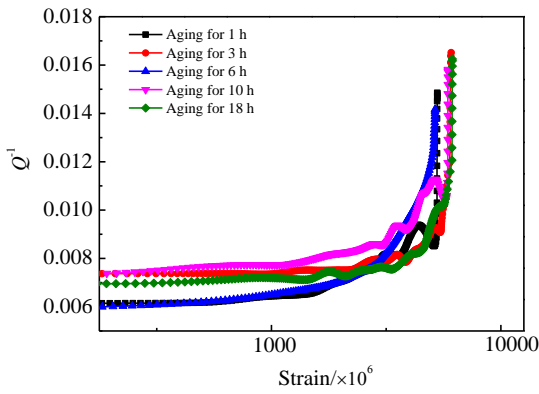


图 5 T6 态双辊铸轧 ZK60 镁合金应变-阻尼谱

Fig.5 Damping capacity dependent strain of TRC ZK60 alloy after T6 treatment

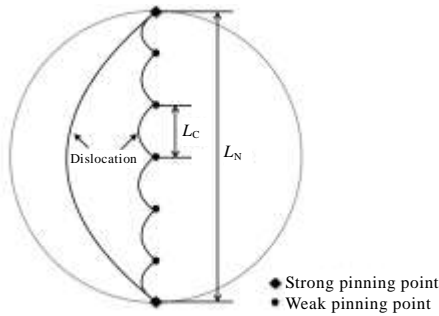


图 6 G-L 理论模型

Fig.6 Model of G-L theory

对 ZK60 镁合金的应变-阻尼进行 G-L 分析<sup>[19]</sup>。根据公式 (7)，G-L 分析曲线为直线，直线的斜率为  $-C_2$ ，直线的截距为  $\ln C_1$ 。图 7 为得到的 G-L 分析曲线，由图可知不同时效条件下的 G-L 分析曲线符合线性关系，因此说明在高应变条件下得到的 T6 态双辊铸轧 ZK60 镁合金的阻尼行为遵循 G-L 理论。通过对 G-L 曲线的进一步分析，得出  $C_1$  和  $C_2$  值如表 1 所示。

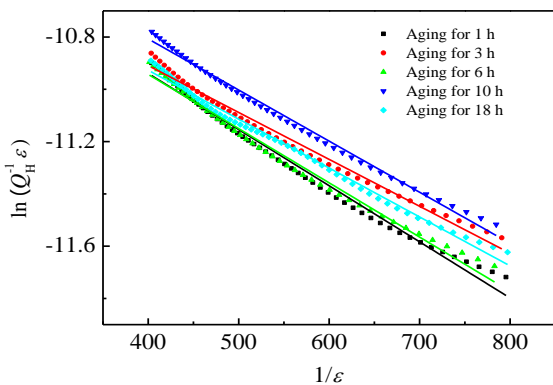


图 7 T6 态双辊铸轧 ZK60 镁合金 G-L 曲线

Fig.7 G-L plots of TRC ZK60 alloy after T6 treatment

表 1 G-L 曲线中得到的  $C_1$  和  $C_2$  值

Table 1 Values of $C_1$ and $C_2$ according to G-L plots					
Aging time/h	1	3	6	10	18
$C_1 \times 10^{-5}$	4.65	4.41	4.38	4.55	4.61
$C_2 \times 10^{-3}$	3.36	2.87	2.33	2.07	1.98

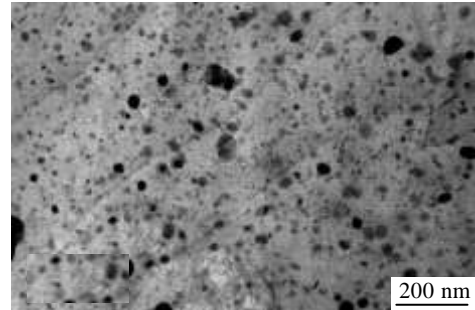


图 8 T6 态(时效 3 h) 双辊铸轧 ZK60 镁合金的 TEM 照片

Fig.8 TEM micrograph of TRC ZK60 alloy after T6 treatment (aging for 3 h)

由公式 (5) 可知， $C_1$  正比于  $\rho L_N^3 / L_C^2$ ，在不同的时效时间下，晶粒尺寸分别为  $25.1 \mu\text{m}$  (1 h)， $24.2 \mu\text{m}$  (3 h)， $26.0 \mu\text{m}$  (6 h)， $25.6 \mu\text{m}$  (10 h) 和  $26.7 \mu\text{m}$  (18 h)。随着时效时间的增加晶粒尺寸没有发生较大的变化， $L_N$  未发生较大变化使得  $C_1$  变化较小。由公式 (6) 可知， $C_2$  反比于  $L_C$ ，随着时效时间的增加  $L_C$  呈现有规律的上升趋势，以 G-L 理论假设的单晶模型为参考，图 8 为 T6 态(时效 3 h)双辊铸轧 ZK60 镁合金的 TEM 照片。经过  $175 \text{ }^\circ\text{C}$  人工时效后，在晶粒内部和晶界处有杆状或圆盘状的析出相形成，在时效过程中溶质原子的析出形成析出相，导致了单个晶粒内弱钉扎点的数量减少，造成了  $L_C$  距离增加。

### 3 结 论

1) 原始的铸轧条带组织主要由树枝晶组成，退火处理后，组织较为均匀，退火温度为  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  时，组织仍主要为树枝晶，有少量的再结晶发生，退火温度为  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  时，树枝晶消失，且组织呈现均匀的再结晶组织。T6 处理后组织转变为均匀的等轴晶。

2) 温度-阻尼测试中出现 2 个温度阻尼峰， $P_1$  峰为弛豫型阻尼峰，其激活能为  $132 \text{ kJ/mol}$ ， $P_1$  峰主要是晶格自扩散影响的位错滑移产生的弛豫型阻尼峰。 $P_2$  峰为非弛豫型再结晶阻尼峰。

3) T6 处理条件下，时效时间为 6 h 时，呈现典型的位错型应变-阻尼图谱；在其他时效时间下，呈现 2

种混合位错型的应变-阻尼图谱。T6 态双辊铸轧 ZK60 镁合金的阻尼行为遵循 G-L 理论。

#### 参考文献 References

- [1] Ding Wenjiang(丁文江), Wu Yujuan(吴玉娟), Peng Liming(彭立明) *et al. Materials China*(中国材料进展) [J], 2010, 29(8): 37
- [2] Schaller R. *J Alloy Compd* [J], 2003, 355(1-2): 131
- [3] Chen Zhenhua(陈振华), Yan Hongge(严红革), Chen Jihua(陈吉华) *et al. Magnesium Alloys*(镁合金)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2004: 12
- [4] Mordike B L, Ebert T. *Mater Sci Eng A*[J], 2001, 302(1): 37
- [5] Hu X S, Zhang Y K, Zheng M Y *et al. Scripta Mater*[J], 2005, 52(11): 1141
- [6] Hu Xiaoshi, Wang Xiaojun, He Xiaodong *et al. Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2012, 22(8): 1907
- [7] Chen Hongmei, Kang Suk Bong, Yu Huashun *et al. Mater Sci Eng A* [J], 2008, 492(1-2): 317
- [8] Bhattacharjee T, Suh B C, Sasaki T T *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2014, 609(0): 154
- [9] Hu X S, Wu K, Zheng M Y *et al. Scripta Mater*[J], 2006, 54(9): 1639
- [10] Wu Y E, Wu K, Deng K K *et al. Mater Des*[J], 2010, 31(10): 4862
- [11] Wan Diqing, Wang Jincheng, Wang Gaifang *et al. Mater Lett*[J], 2009, 63(3-4): 391
- [12] Wu Y W, Wu K, Deng K K *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527(26): 6816
- [13] Qin Dezhao, Wang Jingfeng, Chen Yongliang *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2015, 624(0): 9
- [14] Hu X S, Wu K, Zheng M Y *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2007, 452-453: 374
- [15] Wan Diqing, Wang Jincheng, Lin Lin *et al. Physica B*[J], 2008, 403(13-16): 2438
- [16] Rogers H. *J Appl Phys*[J], 1962, 33(3): 781
- [17] Granato A, Lücke K. *J Appl Phys* [J], 1956, 27(6): 583
- [18] Granato A, Lücke K. *J Appl Phys* [J], 1956, 27(7): 789
- [19] Wang Jingfeng(王敬丰), Gao Shan(高珊), Pan Fusheng(潘复生) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(6): 1029

## Effect of Heat Treatment on Microstructure and Damping Capacity of Twin Roll Cast ZK60 Alloy

Zang Qianhao<sup>1,2</sup>, Liu Zhongming<sup>1</sup>, Chen Hongmei<sup>1,3</sup>, Zhang Jing<sup>4</sup>, Jin Yunxue<sup>1</sup>

(1. Provincial Key Lab of Advanced Welding Technology, Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, China)

(2. Key Laboratory for Liquid-Solid Structural Evolution & Processing of Materials, Ministry of Education, Shandong University, Jinan 250061, China)

(3. Giant Light Metal Technology (Kunshan) Co., Ltd, Kunshan 215300, China)

(4. School of Metallurgical and Materials Engineering, Jiangsu University of Science and Technology, Zhangjiagang 215600, China)

**Abstract:** ZK60 alloy strip was fabricated by Twin Roll Casting (TRC for short) technology. The effect of heat treatment on microstructure and damping capacities was investigated by optical microscope (OM) and dynamic mechanical analyzer (DMA). The results show that the homogeneous structure of the alloy strip is obtained after annealing treatment, while it transforms into equiaxed recrystallized grains after T6 treatment. The damping peak  $P_1$  is a relaxation process and the activation energy  $H$  for  $P_1$  is 132 kJ/mol. However, the damping peak  $P_2$  is not a relaxation process but a recrystallized damping peak. The classical curve of strain amplitude dependence of damping capacity of TRC ZK60 strip is present after T6 treatment (aging for 6 h), but the curves of strain amplitude dependence of damping capacity of TRC ZK60 strip with two different dislocations system occur after other T6 treatment. Strain amplitude dependence of damping capacity of TRC ZK60 strip after T6 treatment abides by the G-L theory.

**Key words:** twin roll casting; microstructure; damping peak; G-L theory

Corresponding author: Chen Hongmei, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University of Science and Technology, Zhenjiang 212003, P. R. China, Tel: 0086-511-84401188, E-mail: hmchen@just.edu.cn