

搅拌工艺对 ZL114A 合金半固态组织的影响

阮明¹, 冯志军¹, 李宇飞¹, 耿立明², 马英勃¹, 张杰¹

(1. 沈阳铸造研究所, 辽宁 沈阳 110022; 2. 沈阳城市学院, 辽宁 沈阳 110112)

摘要: 采用自行研制的机械搅拌装置, 制备了适合流变成形的低固相率半固态 ZL114A 铝合金浆料, 研究了不同搅拌初始温度、搅拌速度、搅拌终止温度对半固态 ZL114A 铝合金组织的影响。研究表明, 当拌初始温度在 640~650℃、搅拌速度在 600r/min、搅拌终止温度在 605~610℃时, 可制备出晶粒细小(74μm)、形貌圆整(圆整度为 0.86)且分布均匀的 ZL114A 合金半固态组织。

关键词: 搅拌初始温度; 搅拌速度; 搅拌终止温度; 半固态; ZL114A 铝合金; 组织

半固态成形技术为精确成形、高性能、环保节能等问题提供了一条新的解决途径, 被誉为 21 世纪最有发展前途的金属材料加工技术之一^[1]。国外对半固态流变成形技术的研究已经比较成熟, 主要有美国麻省理工学院 Flemings 等人将低过热度浇注和短时弱机械搅拌结合起来制备半固态铝合金浆料, 开发了 SSRTM (Semi-solid RheocastingTM) 流变铸造技术^[2]; 美国的 Findon 等人提出的半固态合金浆料连续流变转换制备技术, 简称 CRP (Continuous rheoconversion process) 制备技术^[3]; 加拿大 Alcan 铝公司提出的偏旋热焓平衡式流变成形工艺, 简称为 SEED (Swirled Enthalpy Equilibrium Device) 工艺^[4]; 南非科学工业技术委员会利用电磁搅拌及冷却温度控制方法, 开发了 CSIR R-HPDC (Council for Scientific and Industrial Research of Rheocasting-High Pressure Die Casting) 压铸流变铸造技术^[5]。1996 年, 日本 UBE 公司申请了非机械或非电磁搅拌的低过热度倾斜板浇注式, 简称 NRC (New Rheocasting) 流变铸造技术^[6]。半固态成形技术与传统铸造成形相比, 铸件凝固收缩小, 成形不易裹气, 铸件致密, 可以热处理强化; 铸件晶粒细小, 不存在宏观偏析, 性能更均匀, 然而制备出初生相细小圆整的非枝晶组织是半固态加工技术的关键。本文主要目的是借鉴已经应用于 Idra 公司实际工业化生产的 SSRTM 流变铸造技术, 采用机械搅拌方法制备低固相率浆料, 为后期流变成形提供制浆工艺参考依据。

1 试验材料与方方法

1.1 试验材料

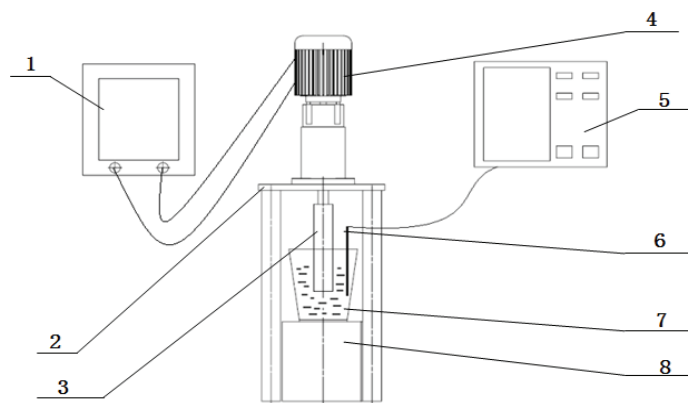
试验材料为 ZL114A 铝合金, 采用工业纯铝 (99.7%, 质量分数, 下同)、纯镁 (99.85%) 和结晶硅 (99.2%) 熔炼配置。ZL114A 合金的固相线温度为 555℃, 液相线温度为 617℃, 半固态温度区间为 62℃, 半固态温度范围较宽, 适合半固态成形。ZL114A 合金成分如下表 1 所示。

表 1 ZL114A 合金化学成分

Si	Mg	Ti	Fe	Mn	Cu	Zn	Al
7.01	0.65	0.15	<0.08	<0.01	<0.02	<0.01	其余

1.2 试验装置及过程

为了研究搅拌工艺参数对 ZL114A 合金半固态组织的影响, 自行研制了一套机械搅拌装置, 如图 1 所示。该半固态制浆装置主要由电动机、调频器、固定平台、搅拌杆和温度控制器等部分组成。该制浆装置主要用于半固态浆料的制备, 其具有以下特点: 搅拌杆的转速能方便、灵活地调整, 而且能数字显示; 搅拌杆可灵活更换, 本试验使用的搅拌杆大小为 $\Phi 60 \times 240 \text{mm}$ 。温度控制器具有自诊断功能, 可以对熔体温度进行准确测量和显示实时监控数字, 控温精度可达到 1℃。



1.调频器 2.固定平台 3.搅拌杆 4.电动机 5.温度控制器 6.K型热电偶 7.浇包 8.升降平台

图1 机械搅拌装置示意图

试验时首先在电阻坩埚炉中熔炼配制 30kg 的 ZL114A 铝合金，将铝熔体温度加热至 720℃，加入 0.15%的 Al-5Ti-1B 晶粒细化剂，保温 20min 后进行精炼和扒渣，再加入总量 0.5%的变质剂对共晶硅组织进行变质处理。待熔体处理完成之后，用浇包舀铝液，此时铝液温度为 700℃，然后空冷至合金熔体液相线以上 10~35℃开始进行搅拌，当熔体温度降低到半固态温度区间时停止搅拌；将制备好的浆料立即重力浇注法国试棒。从试棒上截取一部分试样，经粗磨、精磨、抛光后，用 0.5%HF 水溶液腐蚀，用金相显微镜对试样显微组织进行观察。利用 Image Tool 图像处理软件对初生固相尺寸、形状进行分析。初生固相尺寸用等积圆直径 D 表示，圆整度用形状因子 F 表示， F 越趋近于 1，初生相越圆整。具体计算公式为： $D=\sqrt{4A/\pi}$ ， $F=4\pi A/P^2$ ，其中 A 为晶粒截面面积， P 为晶粒截面周长。金相试样取样位置及形状如图 2 所示。

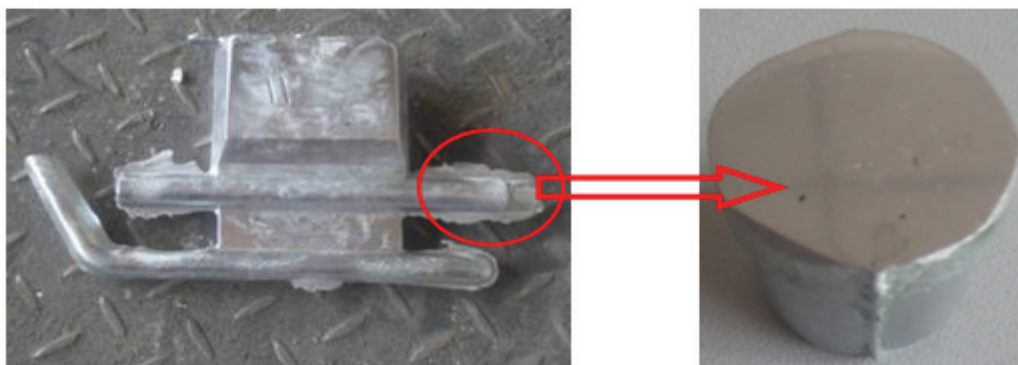


图2 金相试样取样位置及形状示意图

2 试验结果与分析

2.1 搅拌终止温度对 ZL114A 合金半固态组织的影响

图 3a 至图 3g 为同一搅拌速度 ($r=400\text{r/min}$) 和搅拌初始温度 ($T=645^\circ\text{C}$) 下，不同搅拌终止温度得到的 ZL114A 合金试棒半固态组织。该合金的铸态组织为枝晶组织，平均晶粒尺寸为 206μm 左右，如图 3h 所示。

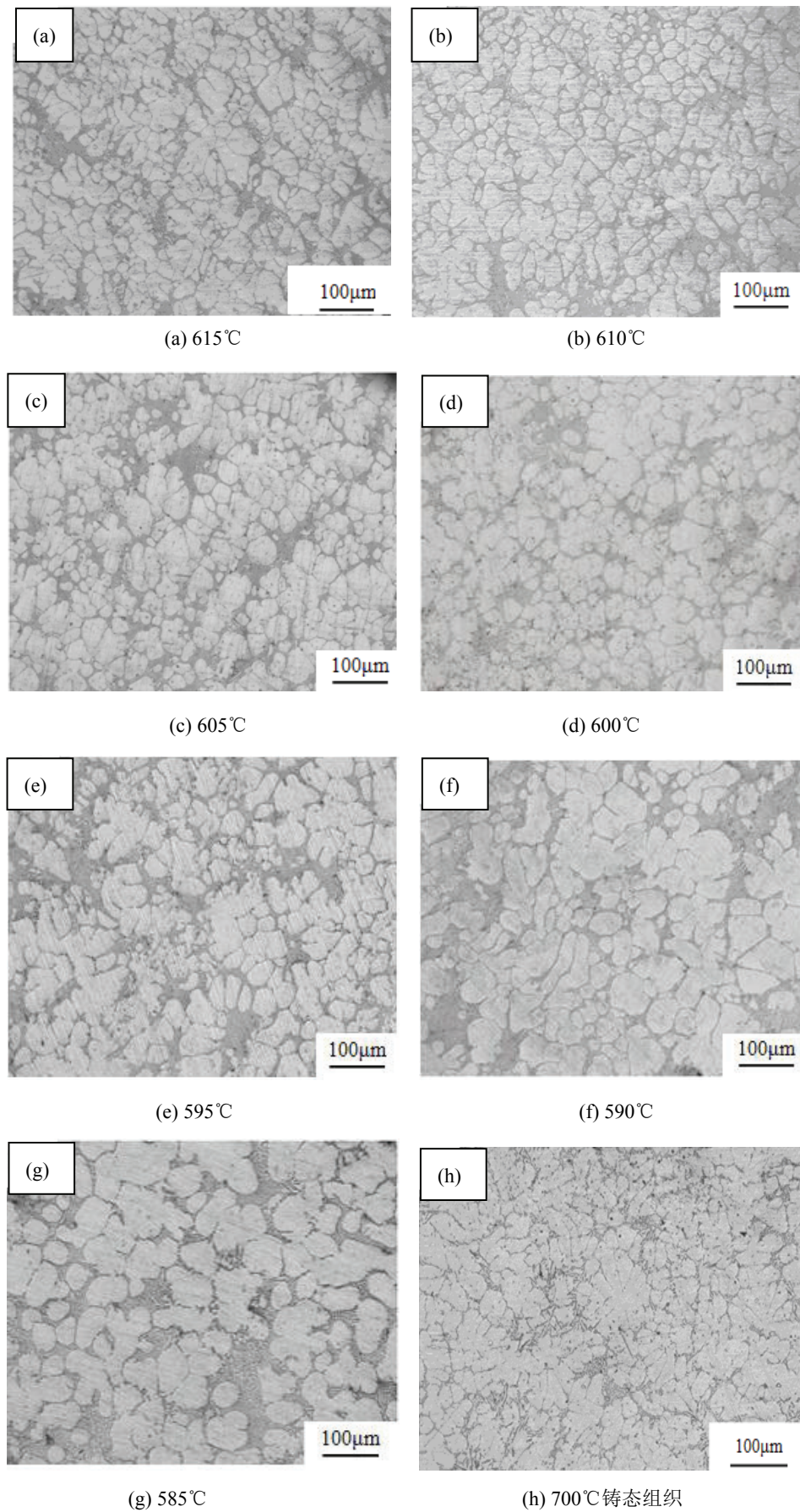


图 3 不同浇注温度下 ZL114A 合金半固态组织及铸态组织 ($\times 100$)

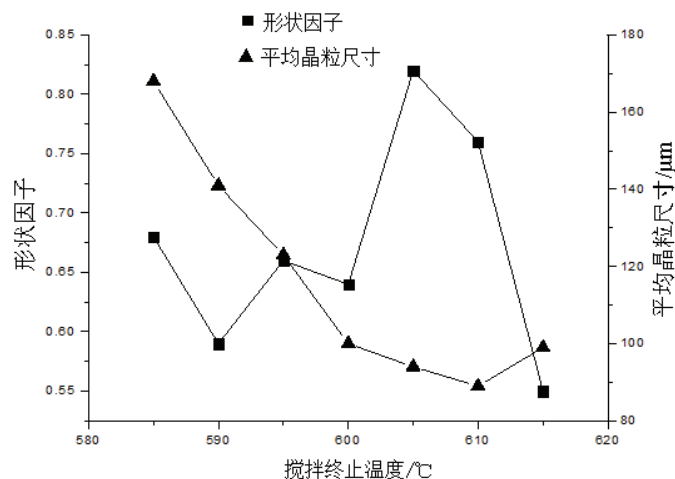


图4 搅拌终止温度对 ZL114A 合金半固态组织中初生相形貌的影响

由上图 3 和图 4 可知, 搅拌终止温度对半固态 ZL114A 铝合金试棒显微组织中的初生 α (Al) 的固相形貌的形成影响很大。当搅拌终止温度在 615℃ 时, 初生 α (Al) 的形态以蔷薇状为主, 初生 α (Al) 的尺寸较大, 平均晶粒尺寸为 99μm 左右, 形状因子仅为 0.55 (见图 4), 而且固相颗粒团聚在一起。当搅拌终止温度降低时, 在 610℃ 和 605℃ 可以获得比较细小、圆整、分布均匀的球状晶粒, 其平均晶粒尺寸分别为 89μm 和 94μm, 形状因子分别为 0.76 和 0.82; 当搅拌终止温度降低到 600℃ (见图 3d) 时, 半固态 ZL114A 铝合金试棒中的初生 α (Al) 的形态仍然比较圆整, 接近球状, 但是初生 α (Al) 的尺寸增大, 平均晶粒尺寸为 100μm 左右, 形状因子为 0.64; 当搅拌终止温度继续降低至 590℃ 时, 搅拌终止温度越低, 初生 α (Al) 的形态从近球状逐渐转变为蔷薇状, 初生 α (Al) 的尺寸逐渐增大, 平均晶粒尺寸从 123μm 增加到 141μm, 而且固相颗粒分布更不均匀; 图 3g 中初生 α (Al) 的形态为球状, 固相颗粒之间彼此相互分离, 但是初生 α (Al) 的尺寸最大, 平均晶粒尺寸为 168μm。

搅拌终止温度在 615℃ 时, 此时熔体过冷度较小, 熔体中形成的晶核数量较小, 而且搅拌时间较短, 在凝固初期形成的枝晶未得到充分的打断和碎离, 组织中初生 α (Al) 的尺寸较大, 形态以蔷薇状为主; 当搅拌终止温度在 605~610℃ 时, 由于温度相对较低大量的晶核迅速形成, 而此时的金属液正处于搅拌的强对流、弱搅拌中, 打断和碎离的枝晶在熔融的金属中得以保存并又形成大量的晶核。大量晶核的形成使晶粒之间的间距减小, 抑制了枝晶的生长, 从而使初生相以颗粒形态生长; 随着搅拌终止温度进一步降低, 在 600℃ 及其以下温度终止搅拌时, 由于温度较低, 虽然形核数量大, 但是由于浆料固相率较高, 晶核在熔体中扩散速度降低; 另外熔体孕育时间长, 晶粒大部分充分长大, 从而形成了晶粒较大的非枝晶组织。从上述分析可知, ZL114A 半固态铝合金浇注温度为 605~610℃ 时, 可获得细小、分布均匀的球状组织, 而且此温度下浆料流动性较好, 适合流变成形。

2.2 搅拌速度对 ZL114A 合金半固态组织的影响

图 5a 至图 5f 为同一搅拌终止温度 ($T=605^{\circ}\text{C}$) 和搅拌初始温度 ($T=645^{\circ}\text{C}$) 下, 不同搅拌速度得到的 ZL114A 合金半固态组织。

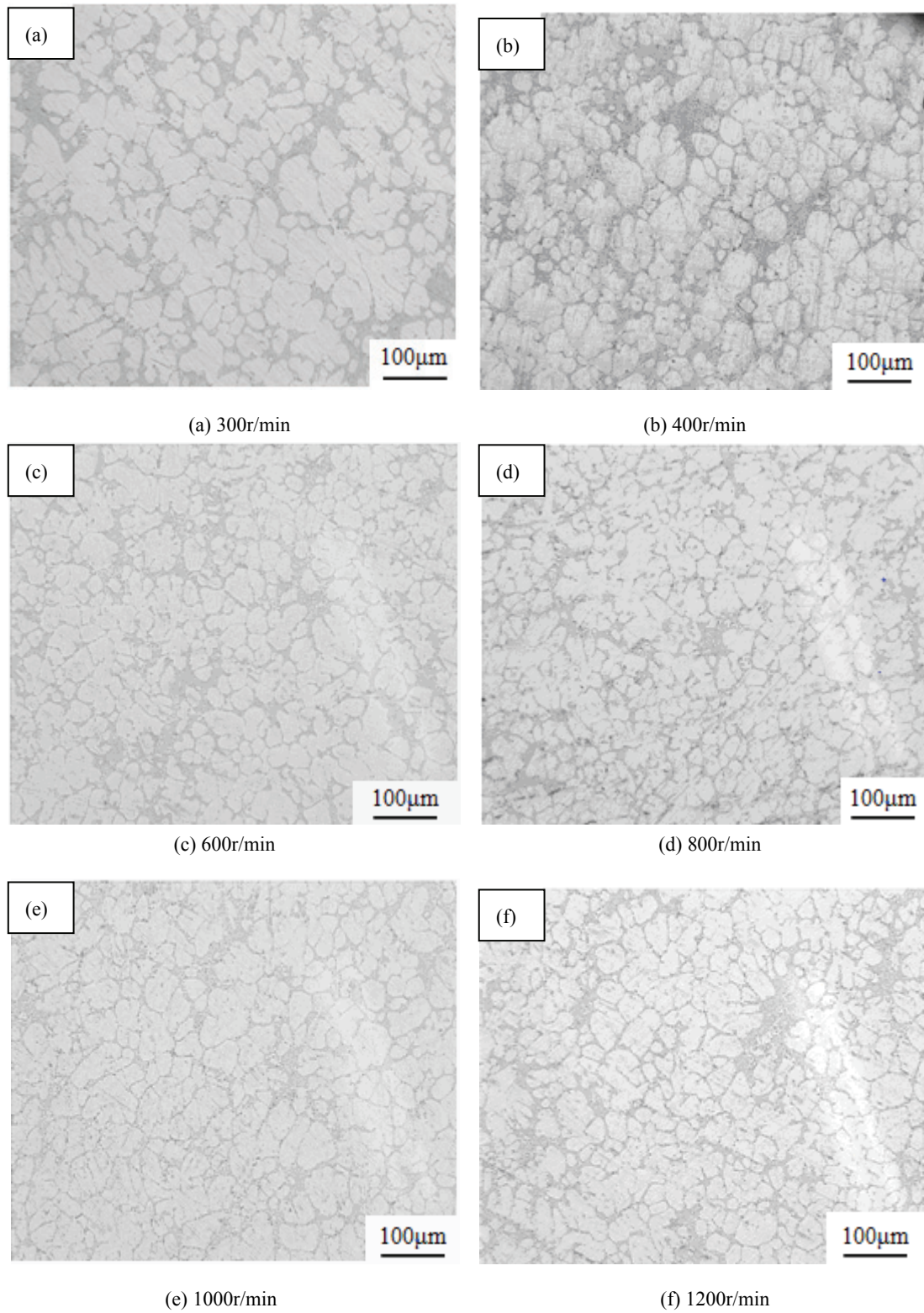


图5 不同搅拌速度下 ZL114A 合金半固态组织 (×100)

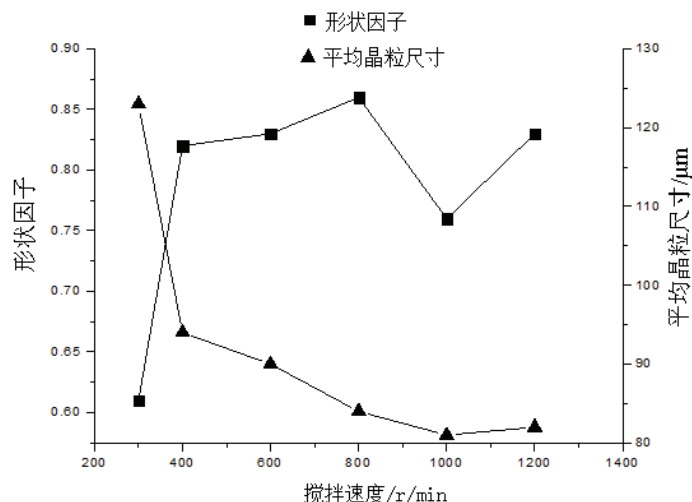


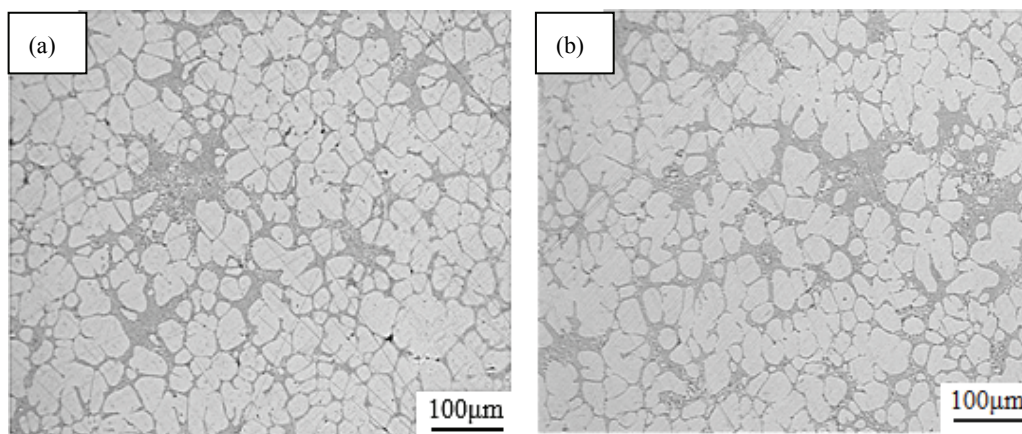
图6 搅拌速度对 ZL114A 合金半固态组织中初生相形貌的影响

图5和图6可以看出搅拌速度对 ZL114A 合金半固态组织中初生相形貌有影响，但并不明显。当搅拌速度在 300r/min 时，初生 α (Al) 的形态以蔷薇状为主，初生 α (Al) 尺寸较大，平均晶粒尺寸为 123 μm ；当搅拌速度增加至 400 r/min 时，初生 α (Al) 的形态以近球状为主，存在着少量蔷薇状，初生 α (Al) 的尺寸相对于搅拌速度为 300 r/min 时有所减小，此时平均晶粒尺寸 94 μm ，形态因子为 0.82；在搅拌速度为 600 r/min 时可以获得比较细小、圆整、分布均匀的球状晶粒，而且固相颗粒分布比较均匀，平均晶粒尺寸为 90 μm ，形状因子为 0.83；当搅拌速度大于 600r/min 时，由上图 5d、图 5e、图 5f 及图 6 可以看出初生 α (Al) 的形态没有太大的变化，但初生 α (Al) 的尺寸逐渐减小。

可见，搅拌速度较低时，固相颗粒尺寸比较大，颗粒圆整度较低且主要以条状为主，大小不均匀，有时还会出现铸态枝晶；当搅拌速度增加至 600r/min 时，产生的剪切力已经足够使得熔体内部产生紊流，使晶粒之间将产生相互碰撞，由于剪切作用致使枝晶臂在根部被打断，这些被打断的枝晶臂将促进熔体形核，形成许多细小、圆整的晶粒。当搅拌速度再次增加时，初生 α (Al) 的尺寸逐渐减小，但是加大了熔体的卷气，而且初生 α (Al) 的形态变化不明显。Flemings 指出当熔体温度降低到液相线以下时，半固态颗粒的形态因子几乎不受到搅拌速度的影响，搅拌速度的大小只影响熔体内对流量的大小^[7]。

2.3 搅拌初始温度对 ZL114A 合金半固态组织的影响

图 7a 至图 7g 为同一搅拌速度 ($r=600\text{r/min}$) 和搅拌终止温度 ($T=605^\circ\text{C}$) 下，不同搅拌初始温度下得到的 ZL114A 合金半固态组织。

(a) 650 $^\circ\text{C}$ (b) 645 $^\circ\text{C}$

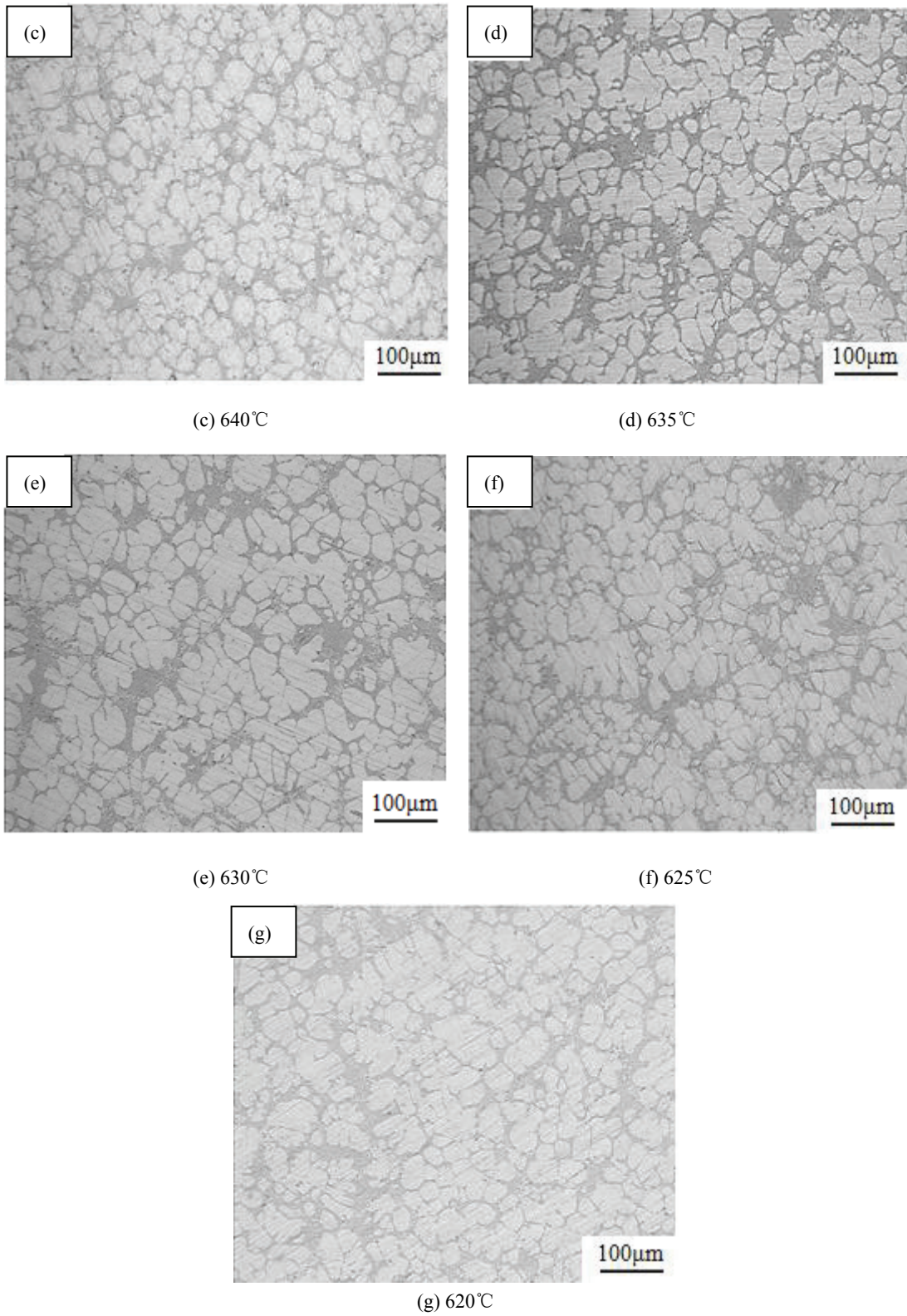


图 7 不同搅拌初始温度下 ZL114A 合金半固态组织 (×100)

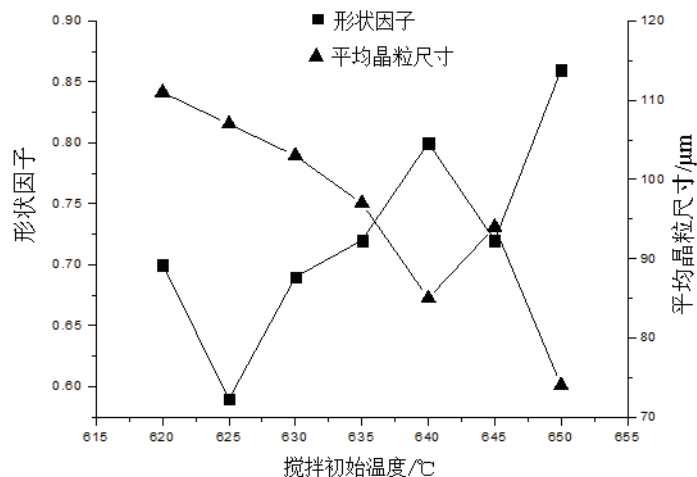


图8 搅拌初始温度对 ZL114A 合金半固态组织中初生相形貌的影响

由图 7 和 8 可知, 搅拌初始温度对半固态 ZL114A 铝合金试棒中的初生 α (Al) 的固相形貌的形成影响较大。由上图 7a、图 7b、图 7c 可以看出, 当搅拌初始温度在 650°C、645°C、640°C 时, 重力浇注的 ZLL114A 合金半固态试棒组织较好, 初生 α (Al) 的形态以球状为主, 初生 α (Al) 的尺寸也比较细小, 特别是搅拌初始温度在 650°C 时, 初生 α (Al) 的形态为球形, 而且分布较均匀, 平均晶粒尺寸为 74 μ m, 形状因子为 0.86 (见图 8)。在 635°C 时搅拌得到的晶粒组织相对较大, 晶粒结构呈蔷薇状, 而且固相颗粒分布不均匀, 平均晶粒尺寸为 97 μ m, 形状因子为 0.72。当搅拌初始温度降低到 630°C、625°C 时, 初生 α (Al) 的形态接近球状, 主要以蔷薇状为主, 初生 α (Al) 的尺寸较粗大, 平均晶粒尺寸分别为 103 μ m 和 107 μ m。在 620°C 时, 初生 α (Al) 的形态转变为近球状, 形状因子为 0.70, 初生 α (Al) 的尺寸大小不均匀, 平均晶粒尺寸为 111 μ m。总体上来看, 当搅拌初始温度低于 640°C 时, 初生 α (Al) 的形态开始向蔷薇状转变, 而且随着搅拌初始温度的降低初生 α (Al) 的尺寸呈增大趋势。

3 结论

(1) 采用自行研制的一套机械搅拌装置制备了半固态 ZL114A 铝合金浆料, 合金半固态组织中初生 α (Al) 平均晶粒尺寸最小可达 74 μ m, 初生 α (Al) 的形态为球形, 其形状因子最大为 0.86。

(2) 在相同的搅拌速度和搅拌初始温度条件下, ZL114A 半固态铝合金搅拌终止温度在 605~610°C 时, 可获得细小、分布均匀的球状组织, 而且此温度下半固态浆料流动性较好, 适合流变成形。

(3) 在相同的搅拌初始温度和搅拌终止温度条件下, 搅拌速度低于 600r/min 时, 获得 ZL114A 合金半固态组织中初生 α (Al) 的形态以枝晶和蔷薇状为主, 初生 α (Al) 的尺寸较大; 当搅拌速度增加至 600r/min 时, 获得 ZL114A 合金半固态组织中初生 α (Al) 的形态接近球形, 初生 α (Al) 的尺寸细小; 当搅拌速度进一步增加时, 初生 α (Al) 的尺寸呈现减小趋势, 但是加大了熔体的卷气, 而且初生 α (Al) 的形态未发生明显变化。

(4) 在相同的搅拌速度和搅拌终止温度条件下, 当搅拌初始温度在 650°C、645°C、640°C 时, 重力浇注的 ZLL114A 合金半固态试棒组织较好, 初生 α (Al) 的形态以球状为主, 初生 α (Al) 的尺寸也比较细小, 特别是搅拌初始温度在 650°C 时, 初生 α (Al) 的形态为球形, 分布也比较均匀。

参考文献:

- [1] 赵大志, 路贵民. 半固态成形轻合金的发展状况[J]. 铸造, 2007, 56 (6): 572-576.
- [2] FlemingsMC, MartinezRA, Figueredo AM, et al. Metalalloy compositions and process. United States Patent, 6645323 [P]. 2003-11-11.

- [3] William J. The Continuous Rheoconversion Process: Scale-up and Optimization [D]. New England: WORCESTER POLYTECHNIC INSTITUTE, 2005. 20-24.
- [4] Don Dautre, Joseph Langlais, Serge Roy. THE SEED PROCESS FOR SEMI-SOLID FORMING[J]. Acta Material, 2005, 53: 3807-3819.
- [5] CURLE Ulyate A, MÖLLER Heinrich, GOVENDER Gonasagren. R-HPDC in South Africa[J]. Solid State Phenomena, 2013, 192-193: 3-15.
- [6] MITSURU A, HIROTO S, YASUNORI H, et al. Method and apparatus for shaping semisolid metals: EP 0745691 A1 [P].
- [7] Raul A. Martinez and Merton C. Flemings, et al. The Use of Semi-Solid Rheocasting (SSR) for Aluminum Automotive Castings[J]. SAE TECHNICAL PAPER SERIES, 2003, 0433: 1734-1736.