

浆料制备工艺对 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金组织性能的影响

郝建飞¹ 罗惠馨¹ 史原脊¹ 于宝义¹ 李润霞²
(1.沈阳工业大学材料科学与工程学院; 2.东莞理工学院材料科学与工程学院)

摘 要 研究了浆料制备工艺对和浇注温度对 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金显微组织及力学性能的影响。结果表明,经电磁搅拌后,合金中的 Si 相发生钝化,但出现了聚集现象。超声振动处理后合金中的初生 Si 尺寸减小,形貌由树枝状转变为近球形。Si 相颗粒数量为 460 个/mm²,圆整度为 0.64,平均晶粒尺寸为 15.7 μm。当浆料浇注温度从 620 ℃降到 600 ℃时,合金组织得到明显细化,继续降低浇注温度,晶粒长大,组织存在孔洞缺陷。浆料温度为 600 ℃时,合金抗拉强度为 194 MPa,伸长率为 2.60%,硬度(HB)为 120.2,与 580 ℃下浇注相比分别提高了 10.23%、6.12% 和 16.83%。此时,合金断口处韧窝数量增多,解理平台尺寸减小。

关键词 浆料制备工艺;半固态挤压铸造;Al-Si-Cu-Mg 合金;微观组织;力学性能

中图分类号 TG146.21;TG249.2 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.02.015

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effects of Slurry Preparation Process on Microstructure and Mechanical Properties of Hypereutectic Al-17Si-4Cu-0.5Mg Alloys

Hao Jianfei¹, Luo Huixin¹, Shi Yuanji¹, Yu Baoyi¹, Li Runxia²

(1.School of Material Science and Engineering, Shenyang University of Technology;

2.School of Material Science and Engineering, Dongguan University of Technology)

Abstract: The effects of slurry preparation process and pouring temperature on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu-Mg alloys were investigated. The results reveal that the Si phase in the alloy is passivated, however aggregation occurs after electromagnetic stirring. The size of primary Si is decreased after ultrasonic vibration treatment, of which the morphology is converted from dendrite to nearly sphericity. The count per unit area of Si phase particles reaches $0.46 \times 10^3 / \text{mm}^2$ with the roundness of 0.64, and the average grain size is 15.7 μm. As the pouring temperature of slurry decreased from 620 ℃ to 600 ℃, the microstructure is significantly refined, and the grain is coarsened as the decreasing in pouring temperature, with pore defects existing in the microstructure. When the slurry temperature is 600 ℃, the tensile strength of the alloy is 194 MPa, the elongation is 2.60%, and the hardness is 120.2 HB, which are improved by 10.23%, 6.12% and 16.83%, respectively, compared with those of ones at 580 ℃. Meanwhile, the amount of fracture dimples is increased and the size of cleavage platform is decreased.

Key Words: Slurry Preparation Process, Semisolid Squeeze Casting, Al-Si-Cu-Mg Alloy, Microstructure, Mechanical Properties

过共晶 Al-Si 合金具有密度小、耐磨性好、耐蚀性好、线膨胀系数低、铸造性能好等特点,广泛应用于制作发动机活塞,同时可以制备一些形状复杂的零部件。在 Al-Si 合金中加入适量的 Cu 元素和少量的 Mg 元素,可以在基体中形成第二相,强化基体,提高其强度。但由于过共晶 Al-Si 合金中含有粗大块状的初生 Si 相和板条状的共晶 Si 相,对合金基体有较大的割裂作用,严重

影响合金的力学性能。虽然通过热处理工艺可以改善 Si 相形貌,但对合金的力学性能提高程度有限。而通过调整成形工艺,发现对合金中 Si 相的形貌和尺寸有明显影响,再经过后期的热处理工艺,则会大幅度提高合金的力学性能。

与金属型重力铸造和液态挤压铸造相比,半固态成形工艺可以避免卷气并能显著减少缩松,其生产效率和

收稿日期:2020-09-10;修改稿收到日期:2020-09-21
基金项目:国家自然科学基金资助项目(51674168);辽宁省教育厅重点资助项目(201724112);辽宁省创新型人才资助项目(LN2017057)
第一作者简介:郝建飞,男,1993 年出生,博士研究生,沈阳(110870),E-mail:gdhaojianfei@163.com
通信作者:李润霞,女,1971 年出生,教授,广东东莞(523808),E-mail:runxiali@163.com
引用格式:郝建飞,罗惠馨,史原脊,等. 浆料制备工艺对 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金组织性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金, 2021, 41(2): 198-202.
HAO J F, LUO H X, SHI Y J, et al. Effects of slurry preparation process on microstructure and mechanical properties of hypereutectic Al-17Si-4Cu-0.5Mg alloys[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(2): 198-202.

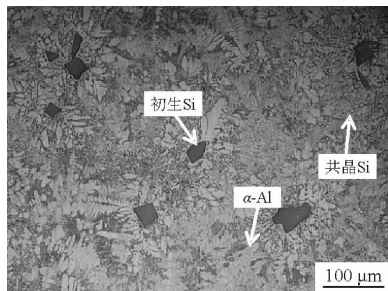
传统液态压铸接近,远高于锻造成形,加工成本也远低于锻造。而半固态成形关键在于半固态浆料的制备,通过试验前期优化浆料的制备工艺,调控浆料的组织,会对后期挤压成形后的合金铸锭性能有较明显的提高。

本课题通过调整过共晶 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的制备工艺,对不同工艺下制备的半固态浆料的微观组织和 Si 相形貌进行定量分析,进一步对不同温度的浆料进行挤压成形,并对成形后的铸锭进行显微组织分析和力学性能测试,确定 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金合适的半固态成形工艺,旨在为其应用提供参考。

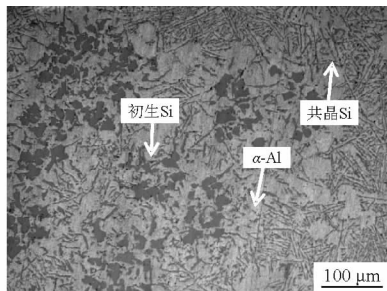
1 试验材料及方法

采用 99.7% (质量分数,下同) 的纯铝锭、99.8% 的纯镁锭、Al-20Si 和 Al-50Cu 中间合金熔炼制备 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金,经 SPECTROMAX 光电直读光谱仪测定,其化学成分:Si 为 17.75%,Cu 为 4.36%,Mg 为 0.47%,Fe 为 0.084%,余量为 Al。

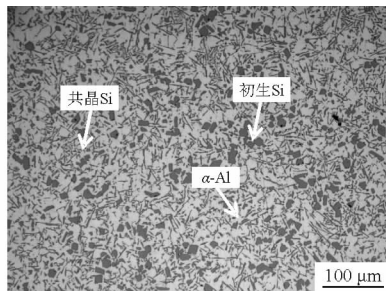
首先将纯铝锭和 Al-20Si 中间合金放入熔炼炉中,将熔炼炉加热至 760 ℃,待合金完全熔化后,加入 Al-50Cu 合金和纯 Mg 锭。完全熔化精炼、除气、静置,准备浇注。选用机械搅拌,超声振动以及电磁搅拌 3 种工艺制备半固态浆料。采用 FB900 型超声振动器,超声功率为 3 kW,频率为 20 kHz,在超声振动过程中使用 HX-W330 型手持式熔炼测温仪进行测温。电磁搅拌设备为 TSOJ3-G 型电磁搅拌器,电磁搅拌输入频率为 6 Hz,输入电流为 80 A。控制浆料的浇注温度分别为 560、580、600 ℃,控温精度为 ± 5 ℃。并将半固态浆料快速浇入到模具中挤压成形,采用 5 000 kN 立式金属挤压机进行半固态挤压成形。挤压比压为 600 MPa,挤压速度为 10 mm/s,保压时间为 30 s,模具温度为 350 ℃,获得的坯料尺寸为 $\phi 80$ mm $\times$ 120 mm。



(a) 机械搅拌



(b) 电磁搅拌



(c) 超声振动

图 2 不同浆料制备工艺下 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的显微组织

Fig.2 Microstructure of Al-17Si-4Cu-0.5Mg alloy during various slurry preparation process

图 3 为 3 种不同制备工艺下过共晶 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金中 Si 相数量、等效圆直径和圆整度。可以看出,超声处理后合金中的 Si 相分布最均匀,尺寸最小,单位面积的 Si 相数量最多,圆整度为 0.64,与铸态

试验完成后,在合金铸锭横截面的半径处取样,试样经磨制、抛光和腐蚀后,用 OLYMPUS GX-51 型光学显微镜观察试样组织,对每个试样进行定量研究。分析不同试验条件下 Si 相的圆形度、平均等效圆直径以及分布密度,在 JMS-6301 型扫描电镜上进行组织观察。在 WGW-100H 材料通用万能试验机上进行力学性能测试,钢球压头直径为 5.0 mm,拉伸试样见图 1。采用 HB3000 型布氏硬度仪进行合金硬度测试,试验载荷为 2.5 kN,保压时间为 30 s,测试不少于 5 个点的平均值。

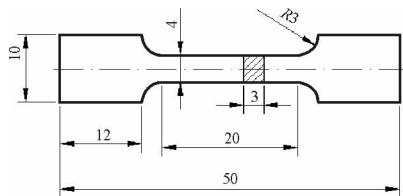


图 1 拉伸试样尺寸

Fig.1 Dimension of the tensile specimens

2 试验结果与分析

2.1 浆料制备工艺对合金显微组织的影响

图 2 为 3 种不同浆料制备工艺下合金的显微组织。由图 2a 可以看出,重力铸造下 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的显微组织中初生 Si 呈棱角尖锐不规则的块状,共晶 Si 相呈致密的针状。经电磁搅拌后,合金组织中初生 Si 相的尖端钝化,尺寸减小,数量增多,共晶 Si 的分布更为均匀,随着电磁搅拌进行,电磁振荡力的反复拉伸与压缩作用, Si 相出现了聚集的现象,见图 2b。经过超声处理后,合金显微组织显著细化,初生 Si 相尺寸明显减小,且分布更均匀, α -Al 枝晶的尺寸减小,形状转变趋近于等轴状,见图 2c。

相比提高了 100%。机械搅拌、电磁搅拌、超声振动条件下 Si 相的平均晶粒尺寸分别为 24.6、21.3、15.7 μ m,见图 3b。这说明采用电磁搅拌和超声振动都可以改善 Si 相,组织更均匀。相比电磁搅拌,超声振动制备的浆

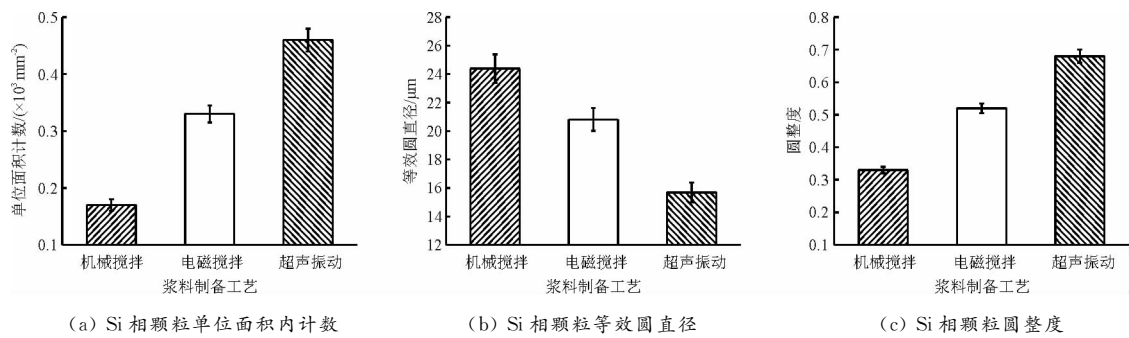


图 3 不同浆料制备工艺下 Si 相颗粒定量金相学参数

Fig.3 Quantitative metallographic parameters of Si phase during various slurry preparation process

料组织更加均匀。

金属液在电磁搅拌运动时,同时也发生凝固,电磁搅拌作用在金属液中的固体和液体上的电磁力分别为:

$$F_1 = J \times B = \frac{1}{\mu} (B \cdot \nabla) - \frac{1}{2\mu} \nabla (B^2) \quad (1)$$

$$F_s = 1.5 J \times B \quad (2)$$

$$J = \delta v \times B \quad (3)$$

式中, F_1 、 F_s 分别为液相、固相所受电磁力; J 为感应电流密度; B 为磁感应强度; δ 为运动物体的电导率; v 为运动物体相对于磁场的速度。

在电磁搅拌作用下,金属液发生剧烈的运动,长的枝晶臂在金属液及金属液中的初生 Si 的冲击下发生断裂。同时,晶粒随着液体的搅动可能会进入温度较高的区域,枝晶臂被熔断。但由于强烈的搅拌作用,合金液边搅拌边凝固,在向心力的作用下, Si 相颗粒在破碎的同时容易聚集在一起,使得组织分布不够均匀。

超声波振动可以细化晶粒,主要是由于在金属熔体

中产生声流和声空化效应,超声波产生的声流作用能在整个熔体范围中进行,声流强度足够大时,金属液中产生的微流和液体射流将使初生枝晶弯曲,并可能在弯曲枝晶臂根部形成晶界或微裂纹,而且超声波产生的空化作用产生的瞬间高压会使初生枝晶发生破碎,其形状也由树枝状发生转变,得到细小的等轴晶。声流的速度可以达到流体热对流速度的 $10 \sim 10^3$ 倍。

2.2 浇注温度对合金组织的影响

图 4 为采用超声振动下 3 组不同浆料温度下挤压成形后 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的显微组织。由图 4a 和图 4b 可以看出,浆料温度为 580°C 时,组织中 Si 相分布不均匀,且存在孔洞缺陷。随着浆料温度提高,合金组织中初生 Si 尺寸减小,分布均匀,基体上大部分共晶 Si 相以短棒状的形式存在,弥散分布在枝晶间, α -Al 枝晶较为圆整,见图 4c 和图 4d。在 620°C 时,组织中 Si 相和 α -Al 枝晶均发生长大现象,层片状共晶 Si 分布

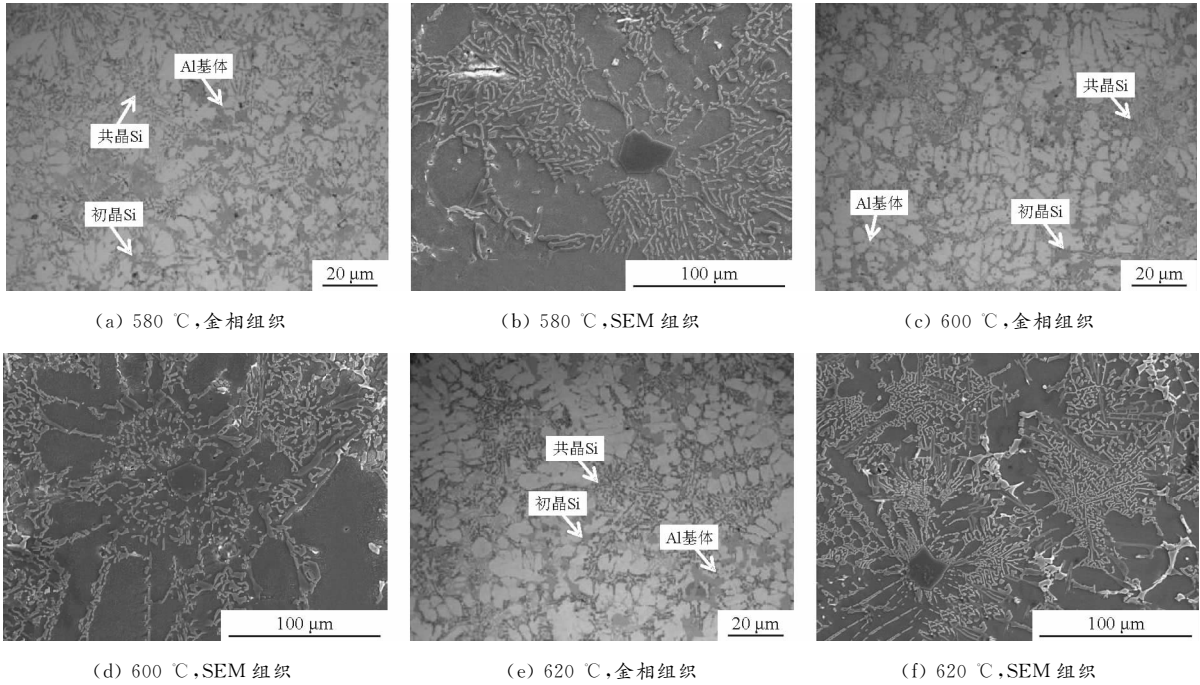


图 4 超声处理后不同浆料温度下 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的显微组织

Fig.4 Microstructure of Al-17Si-4Cu-0.5Mg alloy during various slurry temperature after ultrasonic treatment

在 α -Al 基体枝晶间且共晶 Si 枝晶的棱角尖锐突出,对组织有较大的割裂作用,使合金力学性能降低,见图 4e 和图 4f。可见在 600 °C 时进行半固态挤压成形获得的组织更加细小、均匀和致密,合金综合性能较好。

由形核动力学可知,过冷度与临界形核半径存在如下关系:

$$R_k = \frac{2\sigma_{SL} T_m}{\Delta H_m \Delta T} \quad (4)$$

式中, R_k 为临界形核半径; T_m 为平衡凝固液相线温度; ΔH_m 为结晶潜热; ΔT 为过冷度; σ_{SL} 为液相表面张力。

由式(4)可知,熔体中的过冷度越大,晶粒的形核半径越小,形核功也越小,越容易形核,使得初生 Si 晶粒能够得到细化,在浆料浇注温度为 600 °C 时进行浇注,由于处于较大的过冷度状态,熔体已经有大量的游离晶核形成,加上与模具接触的激冷效果,使得形核数量增加,形核速度加快,晶核还没来得及继续长大,就被挤压凝固成形,最终形成了均匀细小的初生 Si 相。而过冷度较小时,冷却速度较慢,存在大量的小的 Si 原子团,其比表面积较大,处在热力学不稳定的状态,所以小的 Si 原子团就会自发长大。若浆料浇注温度太低,由于冷却浆料在压入型腔之前固相率已达到很高,会导致充型不足,同时最后凝固的区域得不到足够金属液的补充,使组织中形成大量缩孔。

2.3 浇注温度对合金力学性能的影响

对挤压成形后的铸态试样进行力学性能测试,选取铸锭的 1/2 半径处制备拉伸试样,图 5 为不同浆料浇注温度下 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的力学性能。可以看出,随着浆料温度升高,合金的力学性能有下降趋势。当浆料浇注温度为 580 °C 时,抗拉强度为 176 MPa,伸长率为 2.45%,硬度(HB)为 101。在 600 °C 时,其抗拉强度达到 194 MPa,伸长率达到 2.60%,硬度(HB)为

118,与 580 °C 时相比分别增加了 10.23%、6.12% 和 16.83%。继续升高浇注温度,合金力学性能有所下降。这是因为在一定范围内,过高的浇注温度,使浆料充型类似于液态充型,浆料充型过程中卷气,最后在流变压铸试样中出现气孔和硬质点夹杂等缺陷,而过低的浇注温度,会导致浆料的固相率过高,凝固过程易充型不足,也会产生缩孔,导致合金力学性能下降。

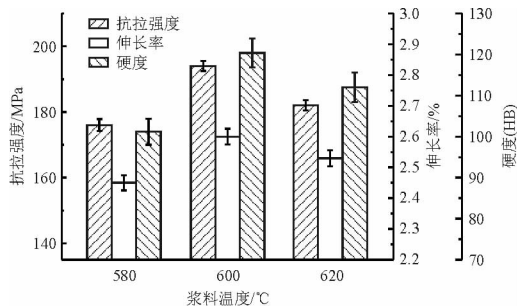


图 5 浇注温度对 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金力学性能的影响
Fig.5 Effects of slurry temperature on the mechanical properties of hypereutectic Al-17Si-4Cu-0.5Mg alloy

图 6 为浆料不同浇注温度下半固态成形 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的断口形貌。可以看出,随着浆料温度升高,合金拉伸断口中的解理平台减少,撕裂棱和韧窝增多。浇注温度为 580 °C 时,合金断裂组织中有大量解理面和少量韧窝。由于组织中的 Si 相较为粗大,初生 Si 相属于不易发生变形的脆性相,粗大块状初生 Si 相处极易产生应力集中。当应力强度达到极限时,初生 Si 相会发生断裂,大量微孔互相连接从而产生微裂纹,随后互相连接并持续扩展,最终试样断裂。浇注温度为 600 °C 时,合金拉伸断口中存在相对明显的韧窝,解理平台的数量增多且尺寸显著减小,由于浇注温度升高,合金熔液有较大的过冷度,冷却速度较快,合金基体中初生 Si 相减少,分布相对均匀,降低了裂纹聚集断裂的风险,铸件的塑性有所改善。

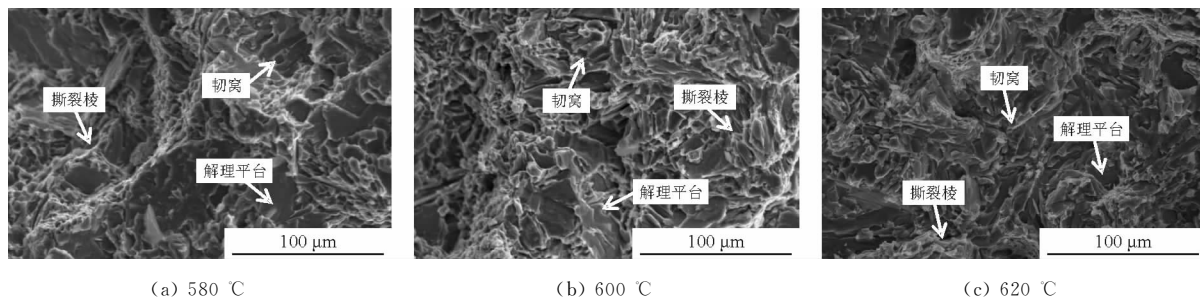


图 6 不同浆料浇注温度下 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的断口形貌

Fig.6 Effects of slurry temperature on the fracture morphology of the Al-17Si-4Cu-0.5Mg alloy at different pouring temperature

3 结 论

(1)与机械搅拌和电磁搅拌相比,超声振动制备的 Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金半固态浆料组织中 Si 相尺寸

更加细小,分布更为均匀。单位面积 Si 相颗粒的计数达到 0.46×10^3 ,圆整度为 0.64,平均晶粒尺寸为 15.7 μm 。

(2)随着浆料浇注温度升高,Al-17Si-4Cu-0.5Mg

合金组织中初生 Si 开始发生钝化、共晶 Si 枝晶尖端开始钝化、球化,弥散分布在枝晶间,同时 Al 基体少量被切断。这是由于在 600 ℃ 下浇注时,熔体过冷度较大,冷却速度较快,形核速度加快,细化晶粒。

(3) 随着浆料浇注温度升高, Al-17Si-4Cu-0.5Mg 合金的力学性能明显提高,在 600 ℃ 浇注时,其抗拉强度最大为 194 MPa,伸长率为 2.60%,硬度(HB)为 118,与 580 ℃ 下浇注的相比分别提高了 10.23%, 6.12% 和 16.83%。合金断口韧窝数量增多,解理平台尺寸减小。

参 考 文 献

- [1] 刘静安,谢水生.铝合金材料应用与发展[M].北京:冶金工业出版社,2011.
- [2] 王帅,孙洋.新能源汽车轻量化技术路线和应用策略[J].汽车实用技术,2019,53(10):38-40.
- [3] PRASHANTH K G, SCUDINO S, CHAUBEY A K, et al. Processing of Al-12Si-TNM composites by selective laser melting and evaluation of compressive and wear properties[J]. Journal of Materials Research, 2016(1): 1-11.
- [4] 陈大辉,黄文淑,汤进军,等.Cu、Mg 对 Al-Si-Cu-Mg 合金力学性能的影响[J].特种铸造及有色合金,2011,31(4):367-368.
- [5] 管桂生.半固态过共晶 Al-Si 合金浆料制备工艺研究[D].昆明:昆明理工大学,2006.
- [6] FENG H K, YU S R, LI Y L, et al. Effect of ultrasonic treatment on microstructures of hypereutectic Al-Si alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2016, 208(3): 330-335.
- [7] 赵文涛,朱文志.水冷铜质蛇形通道制备半固态 7075 铝合金浆料[J].特种铸造及有色合金,2018, 38(8):871-875.
- [8] 李树索,赵爱民,毛卫民,等.半固态过共晶 Al-Si 合金显微组织中近球形 α 相形成机理的研究[J].金属学报,2000,36(5):545-549.
- [9] FERNANDEZ-GUTIRREZ R, REQUENA G C. The effect of spheroidisation heat treatment on the creep resistance of a cast Al-Si12CuMgNi piston alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2014, A598(2): 147-151.
- [10] 刘兰吉.挤压铸造过共晶 Al-Si 合金组织与性能研究[D].沈阳:沈阳工业大学,2017.
- [11] 罗惠馨,郝建飞,孔昭阳,等.固溶处理对半固态成形过共晶 Al-Si-Cu-Mg 合金组织与性能的影响[J].特种铸造及有色合金,2019, 39(4):386-390.
- [12] 张蓉.过共晶 Al-Si 合金熔体中初生硅生长特性[J].中国有色金属学报,2004,14(2):262-266.
- [13] ASGHAR Z, REQUENA G, SKET F. Multiscale tomographic analysis of heterogeneous cast Al-Si-X alloys[J]. Journal of Microscopy, 2015, 259(1): 1-9.
- [14] 赵君文,吴树森,毛有武,等.超声振动对过共晶 Al-Si 合金半固态浆料凝固组织的影响[J].中国有色金属学报,2008,18(9):1 628-1 633.

(编辑:刘晨辉)

上海交大团队医用镁合金骨内植物临床试验研究取得突破性进展

近日,国际骨科临床转化期刊《Journal of Orthopaedic Translation》在线发表了由上海交大戴尅戎院士、郝永强教授团队和丁文江院士、袁广银教授团队合作发表的可降解镁合金骨钉 1~2 年的临床试验观察结果,所有患者术后内踝骨折愈合,功能恢复。研究证实了可降解镁合金螺钉治疗内踝骨折的临床疗效及其生物安全性,为全降解镁合金植入物等高端医疗器械进一步的临床推广应用奠定了坚实基础,相关成果以“Effectiveness and safety of biodegradable Mg-Nd-Zn-Zr alloy screws for the treatment of medial malleolar fractures”为题在线发表于《Journal of Orthopaedic Translation》上。这是国内首个可降解医用镁合金临床试验的公开报道,也是国际首款含有功能涂层的可降解镁合金骨钉的临床试验结果的公开报道。

目前临床上广泛使用的骨折内固定器械大多由不可降解金属如不锈钢或钛合金等制备而成,存在弹性模量过高,临床上易引起应力遮挡效应而影响骨愈合,同时因为不降解植入后需二次手术取出等缺点。镁合金材料因弹性模量与皮质骨相近,可消除应力遮挡效应,同时可体内降解并被人体安全吸收代谢而避免了二次手术等优点,被誉为“新一代革命性的金属生物材料”。

针对镁合金材料体内降解释放氢气的现象,袁广银教授带领课题组历经数年攻关研发出了具有生物活性、本身可以降解、同时可以抑制基体过快降解的涂层专利技术,成功解决了镁合金材料在体内降解过快产生氢气集聚的不良现象(ACS Applied Materials Interfaces 2014, Mater Sci Eng C 2018, Biomaterials 2020)。通过从材料基体和功能涂层两方面协同调控其降解行为,在国际上率先实现了医用镁合金骨内植入器械的均匀可控降解。

(摘自尚镁网)