

2000 年上海大学博士学位论文

16

非树枝晶铝合金材料的研究

作者：朱明原

专业：材料学

导师：许珞萍

任忠鸣



6.2

上海大学出版社

187

7-57140.2
3 62

2000 年上海大学博士学位论文

非树枝晶铝合金材料的研究

作 者： 朱明原
专 业： 材料学
导 师： 许珞萍
任忠鸣



A0977933

上海大学出版社

· 上 海 ·

内容提要

《2000 年上海大学博士学位论文》内容包括：“丙烯酸系增稠剂的合成、聚合动力学及性能的研究”“电磁力场作用下液态金属中非金属颗粒迁移规律及其应用研究”“非平稳信号的参数自适应时频表示及其应用的研究”“面向先进制造技术的企业过程优化理论和方法研究”“玻色-爱因斯坦凝聚体形成的动力学和光学性质研究”“应用于两轮电动车辆的永磁无刷直流电机的研究”“无界区域中的谱方法”“Jacobi 谱方法及其对奇异问题、无界区域问题和轴对称区域问题的应用”“面向对象的低比特率活动图象压缩编码新算法研究”“三相交-交矩阵式变换器及其在电气传动中应用的研究”“求总极值的某些确定性算法——连续变量和整变量情况”“微波、毫米波三维空间集成电路的数值模拟研究”“用开口同轴探头测量弯曲表面高损耗材料涂层的电磁特性的研究”“交流异步电动机按定子磁链定向的电流矢量控制”“自生复合电车线连续制备过程中工艺参数的交互作用及其控制研究”“非树枝晶铝合金材料的研究”。

图书在版编目 (CIP) 数据

2000 年上海大学博士学位论文 / 于善普等著. — 上海: 上海大学出版社, 2001.9

ISBN 7-81058-275-5

I. 2... II. 于... III. 自然科学-博士-学位论文-汇编 IV. N533

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2001) 第 068339 号

上海大学出版社出版发行

(上海市延长路 149 号 邮政编码 200072)

上海市印刷七厂一分厂印刷 各地新华书店经销

开本 850×1168 1/32 印张 89.25 字数 2082 千字

2001 年 9 月第 1 版 2001 年 9 月第 1 次印刷

印数: 1~800

定价: 160.00 元

Shanghai University Doctoral Dissertation (2000)

The Study on the Non-dendritic Structure of Aluminum Alloy

Candidate: Zhu Mingyuan

Major: Materials Science

Supervisors: Prof. Xu Luoping
Prof. Ren Zhongming

Shanghai University Press

• Shanghai •

上海大学

本论文经答辩委员会全体委员审查，确认符合上海大学博士学位论文质量要求。

答辩委员会名单：

主任：周世昌	院士，中国科学院冶金研究所 NEC	201106
委员：吴建生	教授，上海交通大学	200030
叶平	教授级高工，上海汽车工程学会	200031
蒋国昌	教授，上海大学	200072
丁伟中	教授，上海大学	200072
李麟	教授，上海大学	200072
马学鸣	教授，上海大学	200072
翟启杰	教授，上海大学	200072
朱祖昌	教授，上海工程技术大学	200336
导师：许珞萍	教授，上海大学	200072
任忠鸣	教授，上海大学	200072

评阅人名单:

徐祖耀	院士, 上海交通大学	200030
周世昌	院士, 中国科学院冶金研究所 NEC	201106
干 勇	教授, 北京钢铁研究总院	100081

评议人名单:

周邦新	院士, 上海大学	200072
叶 平	教授级高工, 上海汽车工程学会	200031
周寿增	教授, 北京科技大学	100083
蒋国昌	教授, 上海大学	200072

答辩委员会对论文的评语

论文“非树枝晶铝合金材料的研究”经答辩专家组成员认真评审、提问与讨论，一致认为：铝合金半固态金属成形技术是21世纪先进的金属成形技术之一，而该技术的关键是能够批量生产出合格的非树枝晶铝合金坯。论文针对我国汽车工业、航天工业等对新技术发展的急需，具有立题新颖，技术难度大，实用性强以及学科交叉等特点。

作者应用自行研制的电磁搅拌和水平半连铸相结合的设备，系统地研究了浇注温度、拉坯速度、冷却速度及磁场搅拌力等对铸锭组织性能的影响，并成功地制备出尺寸为 $\varnothing 80 \times 3000 \text{mm}$ 合格的非树枝晶铝棒。

论文得出了非树枝晶铝棒合理制备工艺参数，并通过拟合首次得到了制备工艺参数与坯料组织、形貌之间的定量表达式。其结果具有重要的生产指导价值和一定的理论价值。

论文还详细研究了热处理工艺对铝合金组织性能的影响规律，并提出了非树枝晶铝合金锭热处理强化的机理。同时还创造性地用 Al-Si 纳米晶作为形核剂，在非搅拌状态下成功地研制了非树枝晶铝合金坯料，为半固态铝合金的制备开辟了新的研究途径。

论文书写条理清晰，文字通畅，内容丰富，数据真实可靠，图片质量高，实验结果的理论分析与探讨有深度，表明朱明原同志具有扎实的理论基础与创新的研究能力。答辩过程中回答问题正确，因此该论文是一篇具有很高实用价值和理论价值的博士论文。

评审专家一致同意朱明原同志通过博士论文答辩，建议授予博士学位，并推荐为优秀博士学位论文。

答辩委员会表决结果

经答辩委员会表决,全票同意通过朱明原同学的博士学位论文答辩,建议授予博士学位。

答辩委员会主席: **周世昌**

2000 年 10 月 26 日

摘 要

半固态金属成形技术与传统的固态成形和液态成形相比具有显著的优点。因此,被称为 21 世纪新一代的金属成形制造技术。特别是铝合金半固态成形技术为汽车工业、航空工业所急需,而铝合金的半固态成形技术的前提是制备非树枝晶的半固态料坯。

本文在概述了半固态成形技术的发展和研究成果的基础上,跟踪半固态成形技术的发展方向,针对我国在此领域的研究现状,结合已有的基础,在电磁搅拌对非树枝晶组织演变的影响及其作用机理、非树枝晶组织合金铸坯的制备技术、热处理制度对合金组织性能的影响三个层面开展了研究。

本文应用模化法原理对特定磁场作用下金属液质点的运动进行了水模拟研究,直接观察了磁场作用下模拟介质的流态。讨论了电磁搅拌对金属液流动、过冷度和熔体热流的影响。研究表明:增大电磁场强度,即电磁搅拌强度越大,将使金属液流动越强烈、熔体热交换能力越强,越有利于合金组织以等轴晶生长方式生长。电磁搅拌对过冷度的影响表现为:金属液过冷度的减小与感生电流的平方成正比,磁场强度对合金组织的影响具有双重作用。增大电磁搅拌磁场强度,能增大搅拌力,强化对流、细化晶粒;但同时也会增大凝固体系内的热效应,减小过冷度,可能造成晶粒粗化。

本研究再次证实:在电磁搅拌连续冷却条件下、随着搅拌强度的提高、搅拌时间的延长和冷却速度的减小,一次固相形

态沿着初生晶碎片→枝晶长大→玫瑰花状→成熟玫瑰花状→近球状或椭球状的轨迹演变；伴随着电磁搅拌作用在凝固过程中发生晶粒倍增、初生相簇集和初生相包裹共晶组织的现象。本文提出了形成非树枝晶组织的混合作用机制、认为：在电磁搅拌作用下，合金在凝固过程中将发生枝晶的颈缩重熔、枝晶弯曲合并生长以及强烈对流等轴生长，在这三种机制的共同作用下，凝固体系中最终形成非树枝晶组织。

在上述研究的基础上，着眼于半固态成形技术在我国推广，着眼于制备相对廉价的半固态料坯，本文采用水平半连续铸造结合电磁搅拌(DC-EMS)方法，在自行设计、制造的相关设备上，制备非树枝晶组织铝合金铸坯取得了成功。分别研究了浇注温度、拉坯速度、冷却速度等工艺参数对合金组织的影响，结果显示：在本实验条件下，浇注温度以 650~670 °C 为宜；拉坯速度以 8.4~9.6 cm/min 为宜；二次水冷流量控制在 1.0~2.0 t/h 为宜。综合考虑磁场强度 B 和冷却速度（拉坯速度 V ）对非树枝晶组织初生相平均尺寸 D 和形状因子 S 影响的数学表达式为：

$$D = A(V + kB)^{-n} \quad S = \lambda_1 \ln\left(\frac{1}{V} + kB\right) + \lambda_2$$

当结晶器内磁场强度为 0.08~0.09 T 时，在固液两相区合金的冷却速度在 0.3 °C/s 左右时能得到比较理想的铝合金非树枝晶组织。

在优化 DC-EMS 法工艺参数的基础上，形成了较完整的工艺技术，研制出尺寸为 $\Phi 80 \times 3000\text{mm}$ 的具有非树枝晶组织的 ZL101A 连铸坯，其铸态力学性能为： $\sigma_b=250.8\text{ MPa}$ 、 $\delta=15.8\%$ 。较同等条件下无 EMS 得到的连铸坯铸态的力学性能($\sigma_b=234.6\text{ MPa}$ 、 $\delta=14.2\%$)有了一定的提高。其原因是电磁

搅拌使合金的组织均匀性、化学成分均匀性和物理均匀性都得到了提高

本文运用 DSC、EPMA 等方法分析了树枝晶和非树枝晶两种组织热处理后的差异、制定了合理的热处理制度、并讨论了合适的热处理制度提高材料性能的主要原因。研究表明：合适的热处理制度能显著提高非树枝晶合金的力学性能。经 540℃、8h 固溶处理、淬入 60℃ 水中，然后进行 170℃、8h 时效处理后，其力学性能： $\sigma_b=315.0\text{MPa}$ ， $\delta=16.4\%$ ；较经过相同热处理的树枝晶 ZL101A 的力学性能在保持良好强度的同时，塑性得到显著提高。强塑积提高 43.3~62.9%。质量因子 Q 值最高达 508.5，比树枝晶组织合金的最佳值 465.1 提高 9%，超过了文献报导的最佳值。

非树枝晶组织合金较树枝晶组织热处理态力学性能有明显提高的主要原因是：电磁搅拌使更多的 Mg 溶入 $\alpha(\text{Al})$ 中，成分偏析少；经时效强化后，析出相更多、分布更均匀；析出相的体积分数和粒子尺寸的匹配较理想，使时效硬化的效果得到了充分发挥。

此外，本文发现采用 Al-Si 纳米晶作为形核剂处理铝合金熔体能够得到其非树枝晶组织。虽然对纳米晶促变形核影响非树枝晶组织的机理及该组织的性能等问题尚待进一步研究，但应用 Al-Si 纳米晶制备非树枝晶组织不存在细化中毒现象，并且能细化共晶组织、有望成为一种细化组织及制备非树枝晶组织合金的新方法。

关键词 半固态成形，铝合金，非树枝晶组织，水平半连续铸造，电磁搅拌

Abstract

Semi-solid Metal Forming (SSF), which was called the new forming technology of metal materials in the 21th century, appears to offer significant advantages over conventional casting and forging. Specially, the SSF of aluminum alloy is necessary to auto industry and aviation industry. The presupposition of SSF of aluminum alloy is the production of non-dendritic semi-solid billet.

On the basis of the reviewing the history and the evaluation of previous research works and the progress of semi-solid metal forming, following the development directions of SSF technology in developed countries, in the light of the present study status of the SSF in China, the effect of electromagnetic stirring (EMS) on the evolution of morphology and its mechanism, the production technology of non-dendritic aluminum alloy billet and the effect of heat treatment upon microstructure and mechanical properties of non-dendritic alloy have been studied.

Using the water molding method, the movement of metal fluid under the given magnetic filed has been observed. The effect of electromagnetic stirring on the flow of metal fluid, under cooling and melt thermal current have been discussed. The experimental results showed that the greater the intensity of electromagnetic field (namely the greater the intensity of EMS), the greater the ability of heat exchanger and the more favorable the alloy structure with the equiaxed grain. The experimental results also showed that the relationship between EMS and under cooling was complex. The decrease value of

alloy's under cooling is in direct proportion to the square of induced current. So, with increasing of EMS intensity, on the one hand, the EMS force is added and the grain is refined, on the other hand, the heat energy of system will increase, the under cooling will decrease, and the grain will be coarsened.

The experimental results demonstrated again that under the conditions of continuous cooling and EMS action, with increasing stirring intensity and time and decreasing cooling rate, the structure of aluminum alloy primary phase particles will evolve along with initial dendritic fragment→dendritic growth→“rosette”→ripened rosette→spheroid. Accompanied with the effect of EMS, there are three phenomena in solidification process. First, the grain will be increase at double speed, second, a large scale “structure” builds by collision and coalescence of favorably oriented particles (namely primary phase coalescence), third, primary phase entraps the eutectic structure.

The mixed mechanism forming non-dendritic structure was put forward which include three kinds of mechanism under conditions of EMS action. (a). remelting of the root of dendritic arm; (b). dendritic arm curve and merging growth; (c). violent fluid flow and equiaxed growth. Upon the effect of above mechanisms, the non-dendritic structure will be formed in solidification system at last.

Based on above study, in order to popularize the SSF technology in our country, the semisolid ZL101A alloy billet with non-dendritic structure was prepared by direct-chill-cast(DC) combined with EMS method(DC-EMS method) using the equipment devised and made by ourselves. The effects of DC-EMS method technical parameters, such as pouring temperature, casting rate and cooling rate, on the structure of ZL101A alloy were studied. The optimum results showed that on this

experiment condition. when pouring temperature is 650~670℃, casting rate is 8.4~9.6cm/min and second cooling water capacity is 1.0~2.0t/h, the optimum non-dendritic alloy billet can be obtained. A synthetic study of the effects of magnetic field intensity B and cooling rate (casting rate) V on the average size D and shape factor S of non-dendritic alloy showed:

$$D = A(V + kB)^{-n} \quad S = \lambda_1 \ln\left(\frac{1}{V} + kB\right) + \lambda_2$$

When the magnetic field intensity is about 0.08~0.09T and the cooling rate at liquid-solid two phases zone of ZL101A is less than 0.3℃/s, the optimum non-dendritic structure can be obtained.

After the optimization of DC-EMS method technical parameters, the production technology of semisolid alloy is formed, and the ZL101A billets, with the size of $\Phi 80 \times 3000$ mm, were prepared. It's mechanical properties were: $\sigma_b = 250.8$ MPa, $\delta = 15.8\%$. Compared with mechanical properties of the billets ($\sigma_b = 234.6$ MPa, $\delta = 14.2\%$) produced by same conditions but without EMS action, the properties have been improved due to the improvement of homogeneous degree of structure, chemical composition and physics with EMS action.

By means of DSC, EPMA and other analysis methods, the difference between dendritic and non-dendritic structure after heat treatment was discussed. The results showed that optimum heat treatment technology can improve aluminum alloy properties obviously. The billet average mechanical were: $\sigma_b = 315.0$ MPa, $\delta = 16.4\%$, the quality factor (Q) was 508.5, which improved 9% compared with dendritic structure alloy, similar to the optimum values as reported. There are three reasons for it. The first, there are more Mg element dissolved in $\alpha(\text{Al})$ due to EMS, and compositions segregation decreased.

The second, after age-hardening, there are even more quantity of precipitated phase and well-distributed. The third, the volume fraction of precipitated phase and its particle size are optimum. So the effect of age-hardening is remarkable.

Besides, it was found that non-dendritic structure will be obtained by using Al-Si nanocrystalline solid as a nucleation agent in aluminum alloy. Although the effect of nanocrystalline nucleation agent and alloy's properties would be further researched, using Al-Si nanocrystalline nucleation agent to prepare non-dendritic alloy has no toxicosis phenomenon, and can refine grain size. So it will become a new way to refine grain size and produce non-dendritic structure aluminum alloy.

Key Words semi-solid forming, aluminum alloy, non-dendritic structure, electromagnetic stirring, direct-chill-casting

目 录

第一章 序 言	1
第二章 文献综述	5
2.1 半固态金属原料的制备技术	5
2.2 半固态合金流变学研究	9
2.3 半固态合金微观组织的研究	16
2.4 半固态金属的成形技术	18
2.5 本文的主要研究内容	28
第三章 实验方案	30
3.1 电磁搅拌的基本原理	30
3.2 电磁搅拌器实验装置	31
3.3 DC-EMS 法的实验装置	35
3.4 合金成分及基本制备工艺	37
3.5 显微组织与性能分析	42
3.6 热处理制度	43
3.7 数据处理	43
第四章 EMS 作用下非树枝晶铝合金组织的演变规律及机理	44
4.1 磁场中金属液质点的运动规律	44
4.2 磁场中熔融金属流态的水模拟观察	50
4.3 常规铸造铝合金组织的微观结构	59
4.4 EMS 作用对合金凝固过程的影响	62
4.5 非树枝晶组织的演变及其机理	69
4.6 本章小结	79
第五章 DC-EMS 法制备非树枝晶铝合金	82
5.1 DC-EMS 法的生产设备及工艺	83
5.2 DC-EMS 法主要工艺参数对合金组织的影响	89

5.3 DC-FMS 法主要工艺参数与非树枝晶组织	
关系的数学描述	101
5.4 非树枝晶铝合金连铸坯的铸态力学性能	109
5.5 本章小结	114
第六章 热处理制度对非树枝晶铝合金组织和性能的影响	118
6.1 热处理制度的选择	118
6.2 非树枝晶 ZL101A 的时效硬化曲线	122
6.3 热处理制度与材料的力学性能	124
6.4 热处理提高非树枝晶组织力学性能的原因分析	129
6.5 本章小结	139
第七章 纳米晶促变形核法制备非树枝晶铝合金	141
7.1 纳米晶促变形核法制备非树枝晶铝合金的	
基本思路	141
7.2 实验原理	143
7.3 制备工艺	144
7.4 纳米晶促变形核处理后的 ZL101A 合金	
组织形貌	145
7.5 纳米晶促变形核法制备非树枝晶铝合金	
组织的机理初探	146
7.6 本章小结	150
第八章 结论与展望	151
8.1 本文获得的主要结论	151
8.2 今后工作及展望	157
参考文献	160
致 谢	170