

# 间接超声振动工艺制备金属半固态浆料技术的研究

吴树森 吕书林 朱泽明 安萍 毛有武

(华中科技大学材料成形与模具技术国家重点实验室)

**摘要** 将变幅杆直接插入金属熔体液面以下进行超声处理能够制备出质量较好的半固态浆料,但与熔体的直接接触容易引起变幅杆的腐蚀。为了解决这一问题,本研究开发出间接超声振动制浆工艺,即工具头在盛熔体的金属杯外面的底部进行超声振动。研究了间接超声振动时间对 A356 铝合金半固态浆料组织和流变成形件力学性能的影响。结果表明,在液相线附近开始对合金熔体进行 50 s 的间接超声处理,可获得初生相尺寸和形状系数分别为 75  $\mu\text{m}$  和 0.62 的半固态浆料。超声作用时间对流变成形件的力学性能影响显著,超声处理 50 s 的流变成形件力学性能最好,其铸态下的抗拉强度和伸长率分别达到了 244 MPa 和 7.5%,与液态压铸件相比,分别提高了 10% 和 75%。此外,探讨了间接超声振动制备铝合金半固态浆料的机理。

**关键词** 间接超声振动;半固态浆料;半固态组织;力学性能;空化效应

**中图分类号** TG249.2

**文献标志码** A **文章编号** 2011(S)-0347-05

## Study on Preparation Process of Semi-solid Metal Slurry with Indirect Ultrasonic Vibration

Wu Shusen, Lü Shulin, Zhu Zeming, An Ping, Mao Youwu

(State Key Lab of Materials Processing and Die & Mould Technology, Huazhong University of Science and Technology)

**Abstract:** Direct ultrasonic vibration (DUV) method by dipping the horn into the melt can be used to make semi-solid metal slurry, but application of this process is impeded because of the erosion problem of titanium-alloy horn by aluminum melts. In order to avoid this problem, a slurry-making process with indirect ultrasonic vibration (IUV), in which the horn is vibrated under the outside of the metallic cup containing alloy melt, has been developed in this research. Semisolid slurry of A356 Al alloy was prepared by this process, and the effect of IUV treatment time on the morphology of the primary  $\alpha$ -Al phase and mechanical properties of rheocast samples were studied. The results indicated that excellent semisolid slurry of A356 Al alloy could be obtained within 50s by applying IUV near its liquidus temperature, and the average diameter and shape coefficient of the primary  $\alpha$ -Al particles were 75  $\mu\text{m}$  and 0.62, respectively. IUV

收稿日期:2011-05-09

第一作者简介:吴树森,男,1961年出生,教授,华中科技大学材料成形与模具技术国家重点实验室,武汉(430074),电话:027-87556262, E-mail: asw636@hust.edu.cn

### 参 考 文 献

- [1] SPENCER D B, MEHRABIAN R, FLEMINGS M C. Rheological Behavior of Sn-15pct Pb in the Crystallization Range[J]. Metallurgical Transactions, 1972, 3: 1925-1932.
- [2] 谢水生, 黄声宏. 半固态金属加工及其应用[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1999.
- [3] 黄晓峰, 梁艳, 王娟, 等. 金属半固态成形技术的研究进展[J]. 中国铸造装备与技术, 2009(2): 6-9.
- [4] LIU D, ATKINSON H V, KAPRANOS P, et al. Microstructural evolution and tensile mechanical properties of thixoformed high performance aluminium alloys[J]. Materials Science and Engineering, 2003, A361: 213-224.
- [5] CHIARMETT G. Thixoforming of automobile components[C]. Proc. of the 4th Inter. Conf. on Semi-Solid Processing of Alloys and Components. Sheffield: The University of Sheffield, 1996: 204-207.
- [6] 罗守靖. 液态压铸、挤压铸造及半固态加工的适应性分析[J]. 特种铸造与有色合金, 2007, 27(S1): 13-15.
- [7] WANG W W, SONG J L, YU J B. Preparation of semi-solid billet with less liquid content of 7A09 aluminum alloy by partial-melting method[J]. Advanced Materials Research, 2009, 79-82: 1795-1798.
- [8] 林红旗, 张欣. 变形铝合金半固态模锻成形件热处理新工艺探索[J]. 热加工工艺, 2010, 39(22): 171-172, 175.
- [9] 路贵民, 董杰, 石路, 等. 液相线半连续铸造 7075 铝合金半固态组织演变[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2002, 23(2): 148-151.
- [10] WANG W W, JIA B B, LUO S J. Effect of heat treatment on mechanical properties of thixoformed 7A09 aluminum alloy[J]. Transactions of nonferrous metals society of China, 2009, 19: s337-s342.

(编辑:袁振国)

treatment time had a significantly effect on the mechanical properties of the rheocast samples in as-cast state, and samples treated by IUV for 50s had the maximum tensile strength and elongation. The maximum tensile strength and elongation were 244 MPa and 7.5% respectively, which were increased by 10% and 75% respectively compared with liquid die-casting samples. In addition, the mechanism of preparing semisolid slurry of A356 Al alloy by IUV is discussed.

**Key Words:** Indirect Ultrasonic Vibration, Cavitation, Semisolid slurry, Mechanical Properties

半固态成形作为一种新型的材料加工技术能够生产出形状复杂且力学性能优异的近净形零件。半固态成形包括流变成形和触变成形,流变成形以其低成本和高生产率成为近年来研究的热点。流变成形的关键在于开发高效的制浆工艺,超声振动制浆工艺就属于其中的一种。超声振动应用于金属学领域已有较长历史,对凝固中的合金熔体进行超声处理,不仅能细化晶粒、抑制枝晶的生长,还能提高溶质的均匀性、减少宏观偏析<sup>[1~5]</sup>,并对金属熔体具有良好的除气效果<sup>[6,7]</sup>。但将超声振动应用于金属半固态浆料的研究是近期发展起来的技术。

根据超声导入熔体方式的不同,可分为直接超声振动和间接超声振动。直接超声振动将变幅杆直接插入金属熔体液面以下,能高效的将声能传递到熔体中。研究表明<sup>[8~11]</sup>,在液相线附近对铝合金施加直接超声振动,能在较短时间内制备出初生固相细小圆整且分布均匀的半固态浆料。但与熔体的直接接触容易引起变幅杆的腐蚀,缩短其使用寿命,并对熔体产生污染。间接超声振动通过作用坩埚壁来对熔体施振,避免了变幅杆与熔体的直接接触,能有效解决直接超声振动制浆中变幅杆腐蚀的问题,但目前国内外对于间接超声振动制备半固态浆料的研究较少<sup>[12,13]</sup>。

本研究开发了一种新型的间接超声振动制浆装置,并用该装置制备 A356 铝合金半固态浆料。本课题研究了间接超声振动时间对半固态浆料组织和流变成形件力学性能的影响,探讨了间接超声振动制备铝合金半固态浆料的机理。

## 1 试验过程

试验所用的最新设计的间接超声振动制浆装置见图 1。本装置主要由超声波发生控制器、变幅杆、保温炉、电炉温度控制仪、特制样杯以及气动系统等组成。超声波发生器的功率为 2.6 kW,频率为 20 kHz。超声波发生控制器 1 可对变幅杆 2 进行振动时间、振动间隔时间及振动总时间进行设定,空振比  $R_v$  定义为间歇时间  $\tau_i$  与振动时间  $\tau_v$  的比值(一次循环工作中),即  $R_v = \tau_i / \tau_v$ 。试验中,  $\tau_v = 1.0$  s,  $R_v = 1.5$  s。电炉温度控制仪可通过保温电炉 6 对浇杯 3 的预热温度和保温温度进行控制。气缸带动保温电炉上下运动,并通过顶杆 4

对样杯施压,保证工作过程中样杯底部与变幅杆接触良好。不锈钢样杯 3 尺寸为底部  $\phi 58$  mm,顶部  $\phi 84$  mm,高 130 mm。

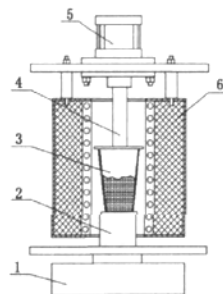


图 1 间接超声振动装置示意图

1. 超声发生器底座 2. 超声工具头 3. 样杯 4. 顶杆 5. 汽缸
6. 电炉

试验所用材料为 A356 铝合金,其化学成分(质量分数)为:Si 7.2%, Mg 0.43%, Fe 0.19%, Al 余量。该合金的固相线温度为 555 °C,液相线温度为 615 °C。将配置好的合金置于电阻炉中加热至 720~750 °C,再通 Ar 进行除气精炼。除气完毕后将熔体温度降至 670~680 °C 之间。与此同时,将金属浇杯与变幅杆预热至 570 °C。随后将 450 g 左右的金属熔体倒入样杯并迅速降下保温炉,待熔体温度降至 617 °C 左右开启振动,当熔体温度达到液相线以后以约 8 °C/min 的速率冷却,处理时间分别为 20、30、40、50、60、70 s。

制作两种试样,即分别处理 20、30、40、50、60、70 s 后,先用内径为 6 mm 的石英管在样杯底部抽取 15 mm 的浆料水淬,获得水淬试样;然后将这些浆料倒入冷室压铸机的压射室压铸成形,获得标准拉伸试样。标准拉伸试样尺寸见图 2。浆料压铸成形参数为:压射速度 4 m/s,压射比压 40 MPa,压铸模具预热温度 200 °C。为了比较流变成形件与液态压铸件的力学性能,未经超声处理的熔体在 720 °C 压铸成形,获得液态压铸试样。

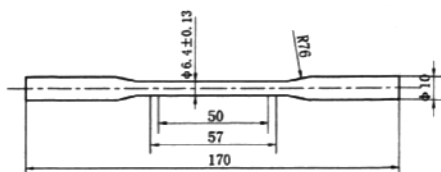


图 2 半固态压铸成形的拉伸试样尺寸

压铸试样的力学性能测试在WDW3200型微控电子万能试验机上进行,拉伸应变速率为1.25 mm/min。在水淬试样和拉伸试样上截取长度为10 mm的试棒制作金相试样,将所有试样粗磨、细磨、精磨和抛光,然后用体积分数为0.5%的HF溶液浸蚀,再在光学显微镜下观察其显微组织并拍摄金相照片。用自制的半固态组织金相分析软件对这些金相照片进行分析,分别以晶粒平均直径和形状系数来衡量初生 $\alpha$ -Al晶粒大小和形貌。一个晶粒的直径定义为与晶粒面积相等的圆的直径,晶粒平均直径为一张金相照片上所有晶粒直径的平均值。晶粒形状系数计算公式为:

$$S_F = \frac{4\pi A}{L_P^2}$$

式中, $A$ 为晶粒截面积; $L_P$ 为晶粒截面周长。 $S_F$ 的取值范围为0~1,当晶粒为圆形时, $S_F=1$ ,其值越接近1,表明晶粒越圆整。平均形状系数为一张金相照片上所有晶粒形状系数的平均值。

## 2 结果与讨论

### 2.1 间接超声振动制备 A356 铝合金半固态浆料

图3为间接超声处理不同时间下的浆料组织(水淬试样)。从图可以看出,浆料中的初生相以球状为主,且

均匀地分布于剩余液相中,经计算,其平均晶粒直径和形状系数分别在63~80  $\mu\text{m}$ 和0.47~0.66之间。超声作用时间对初生相的尺寸和形貌有显著的影响,超声处理20 s时,晶粒数量较少,除了尺寸细小的球状晶以外,偶尔可见少量的玫瑰状组织,这些玫瑰状组织主要是由样杯侧壁形成的枝晶在熔体冲击下脱离后演化而成;30 s时,晶粒数量比20 s时明显增多,且仍以球状为主,但尺寸变化不大;50 s时,球状晶尺寸较30 s时明显增大,且变的更为圆整,玫瑰状组织端部变粗且数量减少;70 s时,球状晶进一步圆整并长大,但晶粒数量较50 s时明显减少,这可能是由于浆料温度下降导致黏度增大使得对流减弱,球晶碰撞后粘结在一起无法分离而形成尺寸更大的晶粒所导致的。

图4为晶粒平均直径和形状系数随超声作用时间的变化曲线。可以看出,晶粒平均直径在30 s以后呈上升趋势,平均形状系数在整个制浆过程中是不断增大的。对熔体进行50 s的间接超声处理,可以得到初生相尺寸和形状系数(分别为75  $\mu\text{m}$ ,0.62)匹配良好的高质量的半固态浆料。而在直接超声制浆工艺中,要获得晶粒直径在90  $\mu\text{m}$ 以下形状系数在0.5以上的非枝晶半固态浆料则需120 s以上<sup>[8]</sup>。因此,本研究所用的间接超声制浆工艺比直接超声制浆工艺的制浆效率更高效果更好。

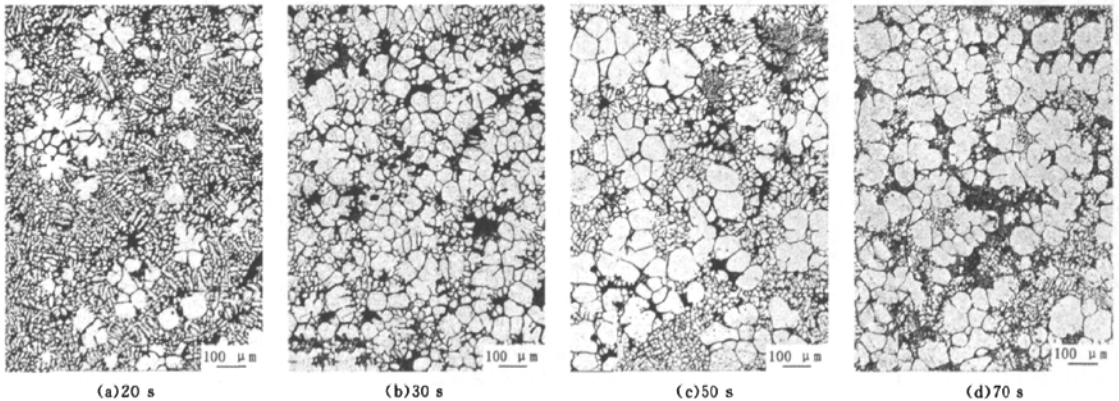


图3 不同超声作用时间的浆料的显微组织(水淬试样)

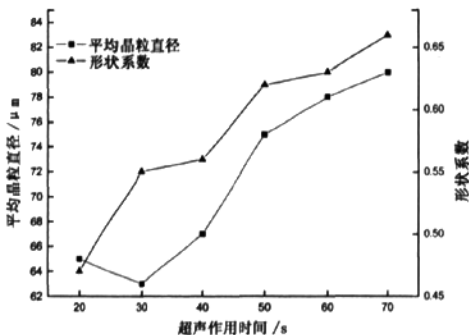


图4 平均晶粒直径D和形状系数 $S_F$ 随超声作用时间的变化

在直接超声振动制浆中,熔体内部将产生声流效应和空化效应<sup>[1]</sup>。研究表明,在样杯底部施加超声振动,声波穿透杯底进入熔体传播时同样将产生声流效应和空化效应<sup>[13]</sup>。声流效应和空化效应对晶核的形成和晶粒的生长方式产生重要影响。

空化效应能大大提高熔体中的非均质形核。首先,空化泡在膨胀过程中尺寸会迅速增大,其内部的金属液瞬间蒸发,这将降低空化泡表面的温度,使得其上的金属熔体产生过冷而导致大量晶核的形成<sup>[4]</sup>。其次,金属熔体中存在着大量的非金属氧化物夹杂,其表面吸附了一些微小的气泡,通常情况下这些夹杂物很难被熔体润

湿,当空化泡坍塌时会产生 1000 MPa 的瞬时高压,并伴随 100 m/s 的熔体射流,这将剥落附着在氧化夹杂物上的气体,激活这些夹杂物而成为形核的基底。

此外,间接超声振动能提高样杯壁上的形核数量。刚倒入样杯的金属熔体会被一层氧化膜所包裹,这使得熔体无法与较冷的侧壁更紧密地接触,减弱了侧壁的形核功能。间接超声振动,除了在杯底引发空化效应外,样杯还会随变幅杆做上下的高频机械振动。样杯壁部的高频振动以及空化效应引起的冲击波能有效的破坏这层氧化膜,改善杯壁的润湿性,从而增强侧壁的形核功能。与此同时,较冷的变幅杆与熔体的温差较大,对杯底附近的熔体有强烈的激冷作用,这将促使晶核在杯底大量形成,附着在杯底的晶核在空化效应引起的冲击波和杯底的高频机械振动复合作用下脱落到熔体中。

在晶粒的生长阶段,声流效应和空化效应所产生的搅拌促使晶核以球状方式生长。由声流效应引起的强制对流将改变熔体中溶质的分布,使得整个熔体的溶质变的均匀,晶粒在各个方向上的生长速度趋于一致,从而抑制枝晶的生长。在杯底附近,空化效应引起的冲击波和熔体射流在晶粒周围的微小区域形成高速的紊流,降低了边界层的厚度,同时也减小了边界层的过冷度。

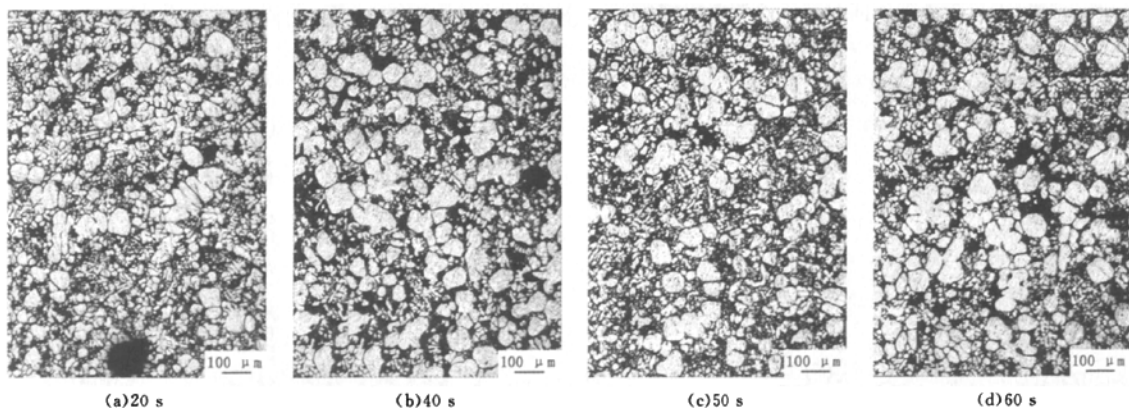


图 5 不同超声处理时间下的流变成形件的组织

表 1 为液态压铸件和不同超声处理时间下流变成形件的力学性能。由表可知,经 40 s 以上超声处理的流变成形件的抗拉强度和伸长率较液态压铸件有明显的提高。图 6 为流变成形件力学性能随超声处理时间的变化。可以看出,超声处理 50 s 的流变成形件具有最好的抗拉强度和伸长率,抗拉强度和伸长率分别达到了 244 MPa 和 7.5%,与液态压铸件相比,分别提高了 10% 和 75%。而超声处理时间过短(20 s),流变成形件的力学性能反而不如液态压铸件,这主要是由于铸件中存在一些枝晶和气孔导致的,见图 5a。这可能是由于浆料刚降到液相线以下 3 ℃,其黏度较小,充型过程中容易卷气。当超声处理时间长于 60 s 时,铸件的力学

性能略有降低,这可能是由于超声处理时间过长,导致与空气接触的浆料表层氧化严重,氧化物最终以夹渣的形式进入到铸件的内部从而降低铸件的力学性能。

## 2.2 流变成形试样的组织及性能

图 5a-图 5d 分别为超声处理 20、40、50 和 60 s 的流变成形件的显微组织,对应的半固态非枝晶组织的固相率分别为 14.6%、19.6%、22.2% 和 26.7%。可以看出,球状初生相均匀分布在共晶组织中,超声处理时间对晶粒的形貌和尺寸的影响不像图 2 的明显,经计算,其平均晶粒直径在 68~78 μm 之间,形状系数在 0.62~0.65 之间。形状系数的提高主要是由于浆料在高速充型过程中流经浇口时受到强烈的剪切导致粘结的晶粒分离引起的。还可以看出,超声处理 20 s 的组织中存在一些细小的枝晶以及直径在 100 μm 左右的气孔;40 s 时,枝晶消失,气孔的直径明显变小且数量减少;50 s 以后则很难发现气孔。

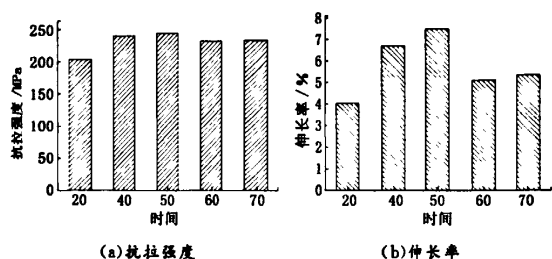
性能略有降低,这可能是由于超声处理时间过长,导致与空气接触的浆料表层氧化严重,氧化物最终以夹渣的形式进入到铸件的内部从而降低铸件的力学性能。

表 1 液态压铸件与流变成形件力学性能(铸态)

	时间/s	$\sigma_b$ /MPa	$\delta$ /%
液态压铸		223	4.28
流变压铸	间接超声 20	203	4.03
	间接超声 40	240	6.71
	间接超声 50	244	7.50
	间接超声 60	232	5.13
	间接超声 70	233	5.36

A356 铝合金的力学性能主要取决于初生  $\alpha$ -Al 的形貌、共晶 Si 的大小以及  $Mg_2Si$  等化合物的分布。与液态压铸相比,A356 铝合金流变成形件力学性能的提

高主要得益于球状晶粒和共晶 Si 的细化以及化合物的均匀分部。制浆过程中,超声波产生的声流效应和空化效应使得晶粒生长为球状,同时,由于声流引起的熔体对流有效地均匀了溶质场,避免了宏观偏析的出现。成形过程中,浆料中的  $\alpha$ -Al 流经浇口受到强烈的剪切被进一步细化,并最终获得均匀的组织,此外,较低的浇注温度减少了凝固过程中热量的释放,提高了冷却速度,细化了共晶 Si。铸件内部组织的细化和均匀化使得处于拉应力状态下的材料不至于在晶界产生应力集中现象,从而提高铸件的力学性能。



(a) 抗拉强度

(b) 伸长率

图 6 超声处理时间对力学性能的影响

气孔的存在减少了材料的有效受力面积从而削弱材料的力学性能的。铸件中的一部分气孔是由于充型时卷气导致的,而半固态流变成形具有较低的浇注温度,合适的黏度既能保证充型完整又能减少卷气。另一部分气孔则是来自于凝固产生的缩孔和熔体中本身含有的  $H_2$ 。浆料中的球状晶粒降低了凝固过程中液相流动所受到的阻力,从而有利于补缩<sup>[14]</sup>,减少针孔的数量。近期研究表明,对半固态区间的 A356 合金进行直接超声处理,具有除气效果<sup>[15]</sup>。空化泡使得熔体中的氢原子聚集成氢分子,并进入到空化泡中,在声流产生的搅拌下带到液面而逸出。由于间接超声制浆过程中同样产生空化泡,对熔体也应当具有一定的除气作用。因此,流变成形件具有较少的气孔和更优的力学性能。

### 3 结 论

(1) 在液相线附近对 A356 铝合金进行 50 s 的间接超声处理,可获得初生相尺寸和形状系数分别为  $75 \mu\text{m}$  和 0.62 的高质量半固态浆料。与直接超声振动相比,间接超声振动能在更短的时间内制备出晶粒直径和形状系数匹配良好的半固态浆料。

(2) 在 20~70 s 的制浆过程中,初生相的平均晶粒直径随超声作用时间的延长先减小后增大,形状系数则一直增大。

(3) 超声作用时间对流变成形件的力学性能影响明显,超声处理 50 s 的流变成形件具有最佳的抗拉强度和伸长率,抗拉强度和伸长率分别达到了 244 MPa 和 7.5%,与液态铸件相比,分别提高了 10% 和 75%。

### 参 考 文 献

- [1] ABRAMOV V A, ABRAMOV O, BULGAKOV V, et al. Solidification of aluminum alloys under ultrasonic irradiation using water-cooled resonator[J]. *Materials letters*, 1998, 37: 27-34.
- [2] ESKIN G I, ESKIN D G. Production of natural and synthesized aluminum-based composite materials with the aid of ultrasonic (cavitation) treatment of the melt[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 2003, 10: 297-301.
- [3] ZHANG S L, ZHAO Y T, CHENG X N, et al. High-energy ultrasonic field effects on the microstructure and mechanical behaviors of A356 alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, 470: 168-172.
- [4] JIAN X, XU H, MEEK T T, HAN Q. Effect of power ultrasound on solidification of aluminum A356 alloy[J]. *Materials letters*, 2005, 59: 190-193.
- [5] DAS A, KOTADIA H R. Effect of high-intensity ultrasonic irradiation on the modification of solidification microstructure in a Si-rich hypoeutectic Al-Si alloy[J]. *Materials Chemistry and Physics*, 2011, 125: 853-859.
- [6] ESKIN G I, ESKIN D G. Cavitation mechanism of ultrasonic melt degassing[J]. *Ultrasonics Sonochemistry*, 1995, 2: 137-141.
- [7] XU H B, HAN Q Y, THOMAS T M. Effects of ultrasonic vibration on degassing of aluminum alloys[J]. *Materials Science and Engineering*. 2008, A 47: 396-404.
- [8] WU SHUSEN, ZHAO JUNWEN, AN PING, et al. Development of non-dendritic microstructure of aluminum alloy in semi-solid state under ultrasonic vibration[J]. *Solid State Phenomena*, 2008, 141-143: 451-456.
- [9] ZHAO J W, WU S S, AN P, et al. Preparation of semi-solid slurry of hypereutectic Al-Si Alloy by ultrasonic vibration[J]. *Solid State Phenomena*, 2008, 141-143: 767-771.
- [10] LV S L, WU S S, ZHU Z M, et al. Effect of semi-solid processing on microstructure and mechanical properties of 5052 Aluminum Alloy[J]. *Transaction of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20: 758-762.
- [11] WU S S, ZHONG G, WAN L I, et al. Microstructure and Properties of Rheo-Diecasted I-20Si-2Cu-1Ni-0.4Mg Alloy with Direct Ultrasonic Vibration Process[J]. *Transaction of Nonferrous Metals Society of China*, 2010, 20: 763-767.
- [12] LIU C, PAN Y, AOYAMA S. Microstructure evolution of semi-solid Al-7Si-0.4Mg alloy by short time supersonic vibrations[C]. *Proc. of the 5th Int. Conf. on Semisolid Processing of Alloys and Composites*, Colorado, USA, 1998: 439-447.
- [13] ZHU Z M, WU S S, LV S L, et al. Mechanism of semi-solid slurry of A356 alloy prepared by indirect ultrasonic vibration[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2011, 21: 325-331.
- [14] BRABAZON D, BROWNE D J, CARR A J. Mechanical stir casting of aluminium alloys from the mushy state: process, microstructure and mechanical properties n[J]. *Materials Science and Engineering*, 2002, A 326: 370-381.
- [15] 马倩倩, 吴树森, 毛有武, 等. 超声振动对半固态铝合金含气量的影响[J]. *热加工工艺*, 2010, 39(19): 19-23.

(编辑:袁振国)