

# 半固态 LY12 合金坯料二次加热组织控制工艺与机理

王顺成 蔡 畅 戚文军 郑开宏

(广东省工业技术研究院 材料加工研究所)

**摘 要** 提出先在液相线以上某温度适当等温加热,然后再降低温度至两相区继续等温保温的半固态坯料两步法二次加热工艺,采用该工艺对低过热度铸造半固态 LY12 合金坯料进行二次加热,研究了坯料的组织演变规律,探讨了组织控制机理。结果表明,采用两步法加热工艺,由于坯料升温速度加快和熔化过热温度提高,可加快坯料的部分重熔和组织转变速度,而晶间液相形成速度加快对晶粒长大具有一定的抑制作用,二次加热后坯料晶粒更加圆整和细小,坯料加热时间也明显缩短,有利于提高坯料的二次加热效率。

**关键词** 半固态金属;触变成形;二次加热;组织控制

**中图分类号** TG146.2

**文献标志码** A **文章编号** 2011(S)-0375-04

## Control Process and Mechanism of Microstructure of Semi-Solid 2024 Alloy during Reheating

Wang Shuncheng, Cai Chang, Qi Wenjun, Zheng Kaihong

(Institute of Materials Processing, Guangdong General

Research Institute of Industrial Technology)

**Abstract:** A two-step reheating process was proposed and applied to perform reheating experiments on the semi-solid 2024 alloy billet prepared by low superheat pouring. In this process, the semi-solid billet was firstly heated isothermally over liquidus temperature for a few seconds, and then held isothermally at solidus-liquidus zone temperature. The microstructure evolution of semi-solid billet during the two-step reheating process was studied and the control mechanism was discussed. The results show that the formation rate of liquid phase of semi-solid billet during the two-step reheating process is faster than that during the isothermal reheating process. The accelerating of liquid phase formation during the two-step reheating process can restrain the coalescence of grains to a certain extent, and thus reduce the growth rate of grains and promote the spheroidization rate. The grains of semi-solid billet reheated by the two-step reheating process are finer and rounder than those by the isothermal reheating process.

**Key Words:** Semi-solid Metal, Thixoforming, Reheating, Microstructure Controlling

半固态金属触变成形具有提高铸件致密度、延长模具使用寿命和实现高速近终成形等优点,可应用于生产高强度、高致密度零部件<sup>[1]</sup>。触变成形工艺包括半固态坯料的制备、二次加热和触变成形三个技术环节,在这三个环节中,半固态坯料二次加热具有承上启下的作用,通过二次加热使坯料获得一定的液相体积分数,坯料的非枝晶组织晶粒进一步球化,使坯料既具有一定强度又具有良好的触变性能,满足触变成形工艺对坯料的要求<sup>[2]</sup>。目前常采用的二次加热工艺是在某一预定固液两相区温度下进行等温加热工艺,科研人员先后研究了坯料原始组织状态、加热温度和保温时间等对坯料二次加热组织的影响及其组织转变规律<sup>[3~5]</sup>。两相区等

温二次加热工艺的优点是易于通过控制加热温度获得所需的液相率,同时,还可实现长时间的保温确保晶粒得到充分的球化。但是在固液两相区等温加热,由于坯料过热温度低,坯料部分重熔缓慢,加热时间较长,加热效率低。另外,加热保温时间过长容易导致晶粒粗化,而晶粒粗化又会降低坯料的触变性能,同时还会恶化成形件的力学性能。

为了实现半固态坯料二次加热既满足获得所需的液相体积分数,同时又能获得既细小又圆整的晶粒组织,以及提高坯料的二次加热效率,本课题提出先在液相线以上某温度适当等温加热,然后再降低温度至两相区继续等温保温的半固态坯料两步法二次加热组织控

收稿日期:2011-05-11

基金项目:广州有色金属研究院青年基金和科技创新基金资助项目(2009A010)

第一作者简介:王顺成,男,1976 年出生,副研究员,广东省工业技术研究院材料加工研究所,广州(510650),电话:020-37238039, E-mail: wangsun-ceng@163.com

制工艺,并采用该工艺对低过热度铸造半固态 LY12 合金坯料进行二次加热,研究了坯料的组织演变规律,探讨了组织控制机理。

## 1 试验材料与方 法

试验材料为 LY12 铝合金,用纯铝锭(99.7%,质量分数,下同)、纯镁锭(99.85%)、Al-50Cu 和 Al-10Mn 合金熔炼配制。熔炼设备为 15 kW 井式电阻炉和石墨坩锅,熔炼温度为 760 °C。采用低过热度铸造法<sup>[6,7]</sup>制备半固态坯料,熔体经精练、静止和扒渣后于 650 °C 时浇注到水冷钢模中,铸成 40 mm×200 mm×200 mm 的坯料。在 ARL4460 光电直读光谱仪上测定坯料成分,在 NETZSCH STA449C 综合热分析仪上对坯料进行差示扫描量热分析(DSC)。坯料最后加工成直径为 15 mm、长为 20 mm 的圆柱试样用于二次加热试验。

二次加热设备为 15 kW 箱式热处理炉。试验前在试样中心预先钻一直径为 2 mm、深为 10 mm 的小孔,并插入 K 型热电偶,试验过程中采用 MCGS 温度智能测控试验系统监测试样温度变化。为了防止加热过程中试样表面发生液相流淌或软化坍塌,试验前用铝箔包覆试样。两步法二次加热试样首先在 655 °C 等温加热 15 min,然后再随炉降温至 625 °C 并继续等温保温。为了对比,在 625 °C 进行一组等温二次加热试验。热处理炉加热到预定温度后放入试样,并开始记录试样温度,到达预定加热时间后取出试样水淬。水淬试样经磨制、抛光并用混合酸溶液(1 mL HF+1.5 mL HCl+2.5 mL HNO<sub>3</sub>+95 mL H<sub>2</sub>O)腐蚀后,在 OLYMPUS 金相显微镜下进行组织观察。

## 2 结果与分析

### 2.1 坯料的成分、组织和 DSC 曲线

经光电直读光谱仪测定,低过热度铸造 LY12 合金半固态坯料的成分为:4.26%的 Cu,1.44%的 Mg,0.34%的 Mn,0.085%的 Si,0.105%的 Fe,0.002%的 Cr,0.008%的 Ni,0.011%的 Zn,Al 余量。坯料组织由细小的等轴晶和玫瑰状晶粒组成,见图 1。坯料的 DSC 曲线见图 2。采用外推始终点法<sup>[8]</sup>确定坯料的固相线和液相线温度分别为 500.4 °C 和 638.8 °C。

### 2.2 二次加热升温曲线及组织演变

图 3 为两步法二次加热和 625 °C 等温二次加热过程中试样温度变化曲线。从图 3 可见,试样升温速度都是先快后慢,温度达到 508 °C 后,由于共晶相的熔化吸热,曲线都出现一个短暂的平台,这与坯料 DSC 分析结果基本一致。随后继续升温,由于初生-Al 相开始熔化吸热以及试样温度与炉温温差逐渐减小,试样升温速度

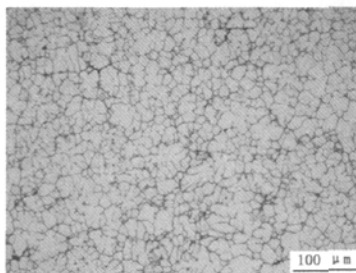


图 1 低过热度铸造半固态 LY12 合金坯料的组织

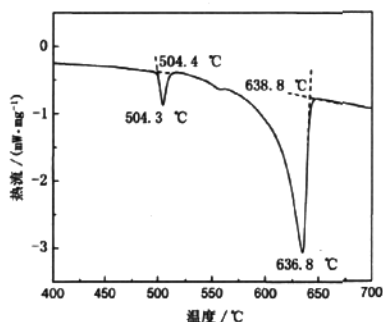


图 2 半固态 LY12 合金坯料的 DSC 曲线

都逐渐减慢。625 °C 等温二次加热,加热 43 min 后试样温度达到 625 °C 开始进入等温保温。而采用两步法二次加热工艺,试样升温速度更快,加热 14 min 后试样温度达到 625 °C 并继续升温,随后由于炉温的下降,试样温度再逐渐下降至 625 °C 并进入等温保温。

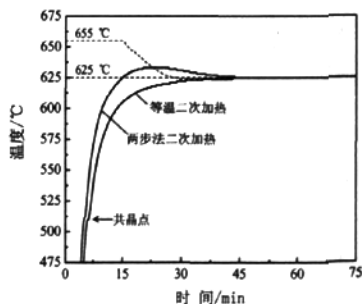


图 3 半固态 LY12 合金试样二次加热温度变化曲线

图 4 为试样 625 °C 等温二次加热过程中的组织演变。图 5 为试样先在 655 °C 等温加热 15 min,然后再随炉降温至 625 °C 并继续等温保温过程中的组织演变。从图 4 可见,试样在 625 °C 等温二次加热,随着加热时间的延长,液相率逐渐增加,晶粒逐渐长大和球化。从图 5 可见,试样先在 655 °C 等温加热 15 min,然后再随炉降温至 625 °C 并继续等温保温,液相率形成明显加快,加热 15 min,晶间出现了少量液相,加热至 30 min,晶间液相明显增加,随后继续保温,液相率趋于稳定。晶粒随加热时间的延长而逐渐长大和球化,但晶粒长大速度缓慢,加热至 60 min,晶粒形态即明显球化。

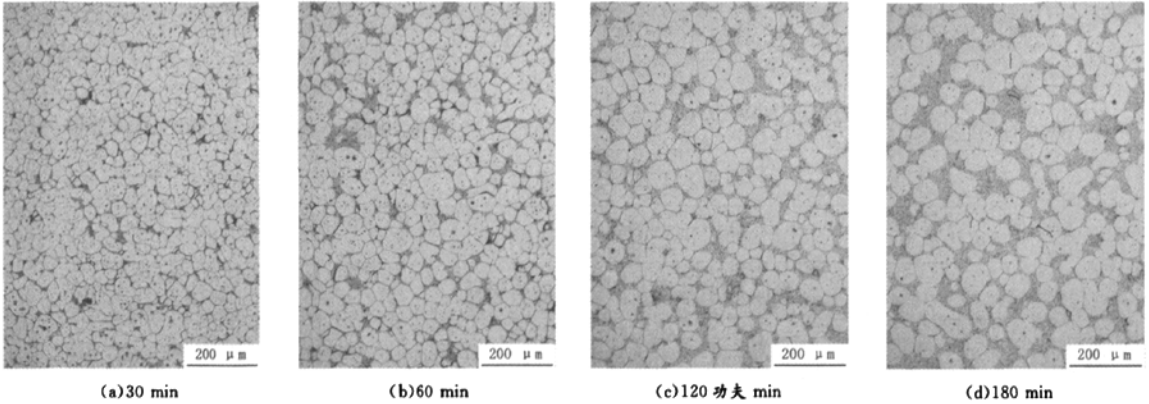


图4 半固态 LY12 合金试样 625 °C 等温二次加热组织演变

从上述试验结果可看到,半固态 LY12 合金坯料两相区等温二次加热,液相形成比较缓慢,粒球化速度也比较缓慢,经过长时间保温,虽然晶粒也可获得较好的球化程度,但晶粒也明显长大粗化。而采用两步法二次加热,不

但可以加快液相形成速度,而且还可加快晶粒球化速度,并对晶粒长大具有一定的抑制作用,坯料二次加热后,晶粒更加细小和圆整,这对于进一步提高坯料的二次加热效率、触变性能以及成形件力学性能都是有利的。

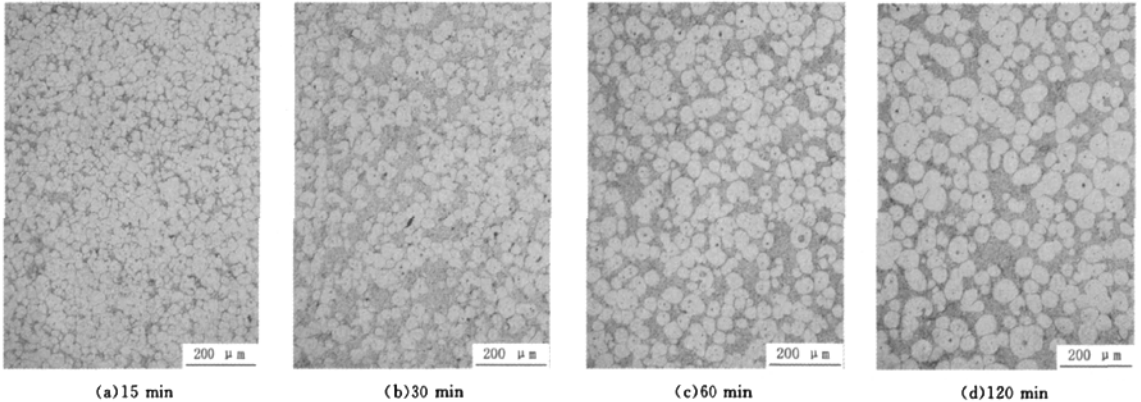


图5 半固态 LY12 合金试样两步法二次加热组织演变

### 3 讨论

低过热度铸造半固态 LY12 合金坯料原始组织主要为细小的等轴晶和玫瑰晶(见图 1),非平衡凝固过程中后凝固的 CuAl<sub>2</sub>、Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> 相主要分布于晶间。坯料加热,随着温度的升高,初生-Al 玫瑰晶中 Cu、Mg 的固溶度逐渐增大,因此,晶间 CuAl<sub>2</sub>、Mg<sub>2</sub>Al<sub>3</sub> 相将不断向初生-Al 玫瑰晶中发生溶解扩散,即发生成分均匀化过程。成分均匀化导致晶粒之间发生合并长大,数量减少,而晶粒形态则向等轴晶转变,以降低系统界面能<sup>[9]</sup>。

随着坯料温度继续升高,当温度达到共晶相的熔化过热温度后,晶间低熔点共晶相首先发生熔化,在晶间形成少量共晶液相。当温度达到初生-Al 固相熔化过热温度后,则初生-Al 固相表面开始发生部分熔化,Al 原子从初生-Al 固相表面向晶间共晶液相扩散,晶间液相继续增加,液相成分则从共晶逐渐向“准共晶”转变。

晶间液相首先是以点出现,其次再向面发展并形成

液相膜。由于晶间液相膜分布不均匀,相邻晶粒之间存在小角度晶界,当这些小角度晶粒边界一旦满足<sup>[10]</sup>(为固-固界面能,为固-液界面能),在液固界面张力作用下,相邻晶粒通过晶界迁移便合并成一个晶粒,以降低系统界面能,从而导致晶粒继续长大。

随着液相率逐渐增加,晶间液相膜逐渐增厚,并最终相互贯通形成液相网络,晶粒完全包裹于液相中。此时晶粒表面仍凹凸不平,呈不规则形状,不同部位的曲率不同。由凝固热力学可知<sup>[11]</sup>,在液固界面张力作用下,晶粒表面不同曲率部位具有不同的固相平衡熔点。对固相而言,其表面凸出部位平衡熔点下降,且曲率越大,平衡熔点越低。因此,在液固界面张力作用下,晶粒凸出部位首先熔化,晶粒形态则逐渐向球形转变。

随着液相率增加到理论平衡液相率并继续等温保温,由于晶粒合并是依赖于相邻晶粒之间的连接程度,液相率越高,晶粒密度越低,相邻晶粒之间的连接程度则越稀疏,晶粒合并长大越困难。此时晶粒长大机制逐

渐转变为 Ostwald 熟化<sup>[12]</sup>为主,即在固液界面张力作用下,晶粒表面高曲率部位溶质继续发生熔化,并向低曲率部位沉积,晶粒形态进一步球化。细小的晶粒因具有较大的比表面积而具有较高的界面能,处于不稳定状态,将不断熔化变小甚至消失,而溶质原子通过扩散迁移不断向大晶粒表面沉积,导致大晶粒继续长大,晶粒数量继续减少。由于晶粒 Ostwald 熟化是溶质原子迁移扩散过程,液相率增加,单位体积内晶粒数量减小,晶粒之间的相对距离加长,因此,在 Ostwald 熟化作用下,晶粒虽然是继续增大,但长大速度较慢。

坯料两相区 625 ℃等温二次加热,由于升温速度慢,合金过热温度低,晶粒首先通过溶质均匀化扩散发生晶粒之间的合并长大。其次,由于坯料重熔速度很慢,晶间液相率低,晶粒连接紧密,相邻晶粒之间通过晶界迁移不断发生合并,导致晶粒不断长大,同时,由于晶粒互相堆砌,晶粒主要呈等轴状,球化缓慢。随着液相明显增加后,晶粒再发生 Ostwald 熟化,晶粒形态再逐渐趋于球形。由于加热时间长,虽然晶粒也可获得较好的球化程度,但晶粒也明显长大粗化。

坯料采用两步法二次加热,一方面,由于升温速度加快,溶质均匀化扩散的时间缩短,从而可适当抑制晶间共晶组织的溶解扩散,一定程度上避免由于溶质均匀化扩散而造成的晶粒之间的合并长大,细化了晶粒组织,并使坯料晶间保留有更多的共晶相组织,有利于随后晶间共晶液相的形成。另一方面,由于合金过热温度提高,坯料重熔速度明显加快,即晶间液相形成速度明显加快。而晶间液相形成速度越快,晶粒分离越早,晶间液相液相网络形成也越早,即晶粒合并长大受到抑制所用越早,从而晶粒长大速度下降越快。另外,分离后的晶粒因具有较大的比表面积而具有较高的界面能,在固液界面张力作用下,晶粒表面凸出部位迅速熔化,导致晶粒迅速球化。特别是对于晶粒的 Ostwald 熟化而言,因为只有当晶粒表面曲率达到基本一致,即晶粒完全球化后,才能发生小晶粒熔化变小而大晶粒继续长大。因此,采用两步法二次加热工艺,不但可以适当抑制晶粒的合并长大,降低晶粒长大速度,还可加快晶粒的球化速度,坯料二次加热后晶粒更加细小和圆整。

## 4 结 论

(1)采用两步法二次加热工艺,由于坯料升温速度

加快,有利于抑制晶间共晶相的溶解扩散和晶粒之间的扩散合并长大,细化晶粒组织。

(2)采用两步法二次加热工艺,由于加热初期合金过热温度提高,液相形成速度明显加快,对晶粒合并具有一定的抑制作用,可降低晶粒长大速度,并加速晶粒球化,二次加热后晶粒更加细小和圆整。

(3)采用两步法二次加热工艺,坯料部分重熔和组织转变过程都明显加快,有利于提高坯料的二次加热效率。

## 参 考 文 献

- [1] FLEMINGS M C. Behavior of metal alloys in the semi-solid state [J]. Metall. Trans., 1991, A 22: 957-981.
- [2] FAN Z. Semisolid metal processing [J]. Int. Mater. Rev., 2002, 47 (2): 49-85.
- [3] 尚淑珍,路贵民,赵祖欣. 6061 铝合金半固态坯料二次加热工艺及组织演变[J]. 特种铸造及有色合金, 2010, 30(2): 99-102.
- [4] SEO P K, KANG C G. The effect of raw material fabrication process on microstructural characteristics in reheating process for semi-solid forming [J]. J. Mater. Process Technol., 2005, 162(5): 402-409.
- [5] 乐启炽,崔建忠,路贵民,等. 两相区铸造 AZ91D 半固态坯料的部分重熔工艺与组织演变[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(6): 1488-1493.
- [6] 毛卫民,朱达平,张佳宾,等. 半固态 ZL201A 铝合金浆料的制备 [J]. 特种铸造及有色合金, 2010, 30(5): 393-395.
- [7] LASHKARI O, NAFISI S, GHOMASHCHI R. Microstructural characterization of rheo-cast billets prepared by variant pouring temperatures [J]. Mater. Sci. Eng., 2006, A441: 49-59.
- [8] 刘振海,徐国华,张洪林. 热分析仪器 [M]. 北京: 化学工业出版社, 2006.
- [9] TZIMAS E, ZAVALIANGOS A. Evolution of near-equiaxed microstructure in the semisolid state [J]. Mater. Sci. Eng., 2000, A289: 228-240.
- [10] 罗守靖,陈强,李吉南. 近液相线铸造与等通道角挤压制备 ZK60 半固态等温晶粒粗化 [J]. 特种铸造及有色合金, 2007, 27(S1): 320-326.
- [11] 胡汉起. 金属凝固原理 [M]. 北京: 机械工业出版社, 1991.
- [12] KANG M K, KIM D Y, HWANG N M. Ostwald ripening kinetics of angular grains dispersed in a liquid phase by two-dimensional nucleation and abnormal grain growth [J]. J. Euro. Ceramic Soc., 2002, 22(5): 603-612.

(编辑:袁振国)