

[19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

C22C 1/00 (2006.01)

B22D 21/04 (2006.01)

C22C 45/08 (2006.01)



[12] 发明专利说明书

专利号 ZL 200510086378.9

[45] 授权公告日 2007 年 7 月 18 日

[11] 授权公告号 CN 1327013C

[22] 申请日 2005.9.9

[21] 申请号 200510086378.9

[73] 专利权人 清华大学

地址 100084 北京市海淀区北京 100084 -
82 信箱

[72] 发明人 唐靖林 冯鹏发 曾大本

[56] 参考文献

CN1619004A 2005.5.25

US2004/0099351A1 2004.5.27

半固态 A356 合金静态剪切流变性能的初步
研究 石俊涛等,特种铸造及有色合金,第 2 期
2001

转动输送管制浆工艺参数对 A356 合金半固
态组织的影响 郭洪民等,中国有色金属学报,
第 14 卷第 12 期 2004

审查员 王晓燕

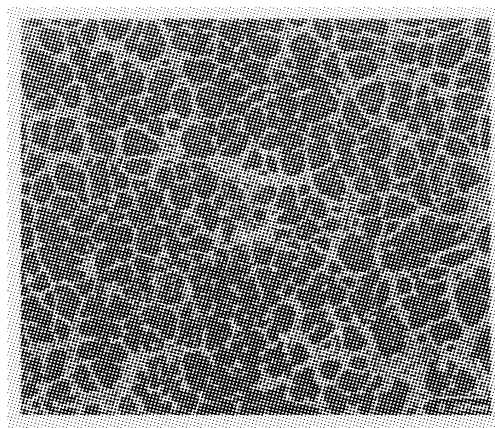
权利要求书 2 页 说明书 5 页 附图 1 页

[54] 发明名称

一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法

[57] 摘要

一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法,涉及一种近球晶组织半固态合金浆料快速制备方法,制备过热合金熔体;采用“先变质后细化”或“先细化后变质”工艺对合金熔体进行处理;双向电磁搅拌方法制备半固态铝合金;在搅拌过程中对温度进行实时采集,搅拌时间以最终搅拌温度设定,当搅拌过程中熔体温度降至液相线以下 3~5℃,即停止搅拌,冷却,得到近球晶组织半固态铝合金。本发明浆料制备效率较传统的电磁搅拌技术大为提高,可以与后续成形加工(压铸或模锻)生产节拍匹配;涉及的熔体处理技术有助于提高合金熔体的有效晶核数量,从而可以获得细小晶粒组织的半固态合金。在铝合金流变成形工艺中有很强应用前景。



1、一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法，其特征在于，该方法包括以下步骤：

(1) 制备过热合金熔体

采用电阻加热方法，选用合金锭，将合金加热到后序熔体处理所需温度，同时不断搅拌，使其温度均匀，并且化学成分均匀、恒定，偏析小；

(2) 对合金熔体进行处理

用浇包将熔化炉中的合金熔体转入电阻保温炉，用中间合金进行熔体处理；

加入中间合金粉末时，采用喷吹装置或用铝箔包裹粉末压入熔体中；

中间合金含有细化剂和变质剂；

根据中间合金细化剂状态的不同，熔体处理过程选用两种工艺；

(2.1) 如果细化剂的平均粒度小于 $100\ \mu\text{m}$ ，采用“先变质后细化”工艺；首先用浇包将熔化炉中的合金熔体转入电阻保温炉 1，温度保持在液相线以上 $90\sim 110^\circ\text{C}$ ，加入变质剂，并保温 $5\sim 10\text{min}$ ；然后把装有合金熔体的坩埚转移至电阻保温炉 2，温度保持在液相线以上 $30\sim 35^\circ\text{C}$ ，加入细化剂，静置 $20\sim 25\text{min}$ ；

(2.2) 如果细化剂的平均粒度在 $100\sim 300\ \mu\text{m}$ 之间，采用“先细化后变质”工艺；首先用浇包将熔化炉中的合金熔体转入电阻保温炉 1，温度保持在液相线以上 $90\sim 110^\circ\text{C}$ ，顺序加入细化剂和变质剂，二者加入时间间隔 $5\sim 10\text{min}$ ；然后把装有合金熔体的坩埚转移至电阻保温炉 2，温度保持在液相线以上 $30\sim 35^\circ\text{C}$ ，静置 $20\sim 25\text{min}$ ；

(3) 双向电磁搅拌方法制备半固态铝合金浆料

将上述步骤 (2) 处理后的熔体倒入搅拌坩埚，把坩埚放入电磁搅拌器内腔，采用双向电磁搅拌方法开始电磁搅拌制备半固态浆料，

主要包括以下四个步骤：

(3.1) 在上述步骤 (2) 处理后的熔体倒入搅拌坩埚前，搅拌坩埚预热至 $350\sim 400^\circ\text{C}$ ；

(3.2) 在把坩埚放入电磁搅拌器内腔之前 $5\sim 10\text{s}$ 开启搅拌器；

电磁搅拌频率： $5\sim 30\text{Hz}$ ；

电磁搅拌功率： 15kw ；

搅拌方式采用正转、反转或交替运行；

搅拌换向时间为 $0\sim 10\text{s}$ ；

(3.3) 将上述步骤 (2) 处理后的熔体倒入搅拌坩埚内，把坩埚放入电磁搅拌器内腔，并立即检测熔体温度；

(3.4) 按照设定搅拌方式进行电磁搅拌；

(4) 在搅拌过程中对温度进行实时采集，当搅拌过程中熔体温度降至液相线以下 $3\sim 5^\circ\text{C}$ ，即停止搅拌，此时即可得到近球晶组织半固态铝合金浆料。

2、根据权利要求1所述的一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法，其特征在于，所述细化剂为Al-5Ti-B或Al-3Ti-4B三元中间合金微细粉末，平均粒度小于300 μ m，粒度呈正态分布。

3、根据权利要求1所述的一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法，其特征在于，所述变质剂采用变形量大于50%的Al-10Sr二元合金。

4、根据权利要求1所述的一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法，其特征在于，通过电磁搅拌器调频来控制搅拌强度。

5、根据权利要求1所述的一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法，其特征在于，其电磁搅拌器内腔放置有保温棉。

一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法

技术领域

本发明涉及一种近球晶组织半固态合金浆料快速制备方法，是新型半固态流变成形的关键技术之一，确保了制备效率与后续成形工艺（压力铸造或模锻）节拍一致，适合于铝合金等低熔点合金。

背景技术

半固态合金成形技术通常分为流变成形和触变成形两大类。由于触变成形技术在应用过程中，暴露出工艺流程长、制坯成本高（坯料成本占零件成本约 40%）、重熔能耗高、坯料表面氧化严重、加热过程坯料流失严重（流失高达 10%）、生产废料无法在生产现场回收等诸多问题，从 20 世纪 90 年代以来，流变成形技术逐渐成为国内外半固态成形技术的重点发展方向，并取得了一定进展。

流变成形技术的关键环节之一是半固态浆料的快速制备。在现有的流变成形技术中，机械搅拌式流变射铸技术在国内外研究广泛，但存在浆料易污染、搅拌强度低等问题，尚处于实验室阶段（Wang Kuo K., Peng Hsuan, Wang Nan, et al. Method and apparatus for injection molding of semi-solid metals. US Patent 5501266, 1996; 彭暄. 半固态合金射出成型的方法和装置. 中国专利申请号 97120579.5, 1997; S. Ji, Z. Fan, M.J. Bevis. Semi-solid processing of engineering alloys by a twin-screw rheomoulding process. Materials Science and Engineering, A299 (2001): 210-217; 罗吉荣, 吴树森, 宋象军, 等. 半固态合金浆料的制备装置. 中国专利申请号 01212744.2, 2001; 康永林, 安林, 孙建林. 转筒式半固态合金浆料制备与成形设备. 中国专利申请号 01109074.X, 2001)。射室制浆式流变铸造技术虽然可以保证半固态浆料的质量，但存在电磁搅拌效率较低、压铸机压室结构改造复杂、费用巨大等不足（Shibata R., Kaneuchi T., Soda T., et al. Formation of spherical solid phase in die casting shot sleeve without any agitation. In: Dardano C., Francisco M. and Proud J. Ed., Processings of the Fifth International Conference on Semi-Solid Processing of Alloys and Composites, 1998: 465-470)。液相线铸造（液相线模锻）通过低过热度浇注和整体加压效应，使整个合金液同时进入过冷状态，实现了同时形核和同时长大，但只能用于简单结构件的成形，且生产效率较低（崔建忠. 镁合金超低温铸造制取半固态浆方法. 中国专利申请号 03133389.3, 2003; 罗守靖. 液相线模锻制备半固态坯料方法. 中国专利申请号 01116406.9, 2001)。这三类方法属于制浆-成形一体化技术，虽然巧妙地避免了浆料从制备系统到成形系统的转移过程，但各自具有很大的局限性，因此应用前景不大乐观。

以日本 UBE 公司 UBE New Rheocasting (UNRC) 工艺为代表的在线制备半固态浆料的流变铸造技术 (Toshio Haga, P. Kapranos. Simple rheocasting processes. Journal of Materials Processing Technology, 2002, 130-131: 594-598) 和 Flemings 等开发出的 Semi-Solid Rheocasting (SSR™) 技术 (M. C. Flemings, R. A. Martinez, de Figueredo A. M.. Metal alloy compositions and process. US Patent 20020096231, 2002), 成功实现了浆料制备系统与零件成形系统分离, 无须对成形机构进行大的改造, 并分别于 1999 年和 2002 年实现试生产。这两种流变成形技术具有较高的知识创新和实用价值, 但其具体技术细节没有公开。

本发明人所在的课题组的前期研究表明, 如果半固态合金浆料在从制备系统到成形系统的转移过程中温度下降不超过 5 °C, 则不会对其流变性能、显微组织和工件的力学性能产生太大的影响, 因此, 在传统压铸技术的基础上, 研制制浆-成形分离的流变成形系统是完全可以的。

发明内容

本发明的目的是, 直接从促进晶粒形核、控制晶粒长大的热力学和动力学条件上入手, 采用“熔体处理+双向电磁搅拌”的复合化新技术, 解决以往流变成形技术中制浆效率限制成形效率的问题, 实现半固态浆料的在线制备, 从而为实现制浆-成形分离的新型流变成形技术提供可能。

一种近球晶组织半固态铝合金快速制备方法, 该方法包括以下步骤:

(1) 制备过热合金熔体

选用合金锭, 加热熔化, 制备过热合金熔体。过热熔体的制备, 对设备无特殊要求, 可以采用现有技术中的各种加热方法, 将合金加热到后序熔体处理所需温度, 同时不断搅拌, 使其温度均匀, 并且化学成分均匀、恒定, 偏析小; 熔化炉的容积可随时提供足够合金熔体;

(2) 对合金熔体进行处理

用浇包将熔化炉中的合金熔体转入电阻保温炉, 进行熔体处理。熔体处理所用中间合金性能如下: 细化剂用 Al-5Ti-B 或 Al-3Ti-4B 三元中间合金微细粉末, 平均粒度小于 300 μ m, 粒度呈正态分布, 粉末制备过程少(无)污染, 尤其少(无)氧化; 变质剂采用变形量大于 50% 的 Al-10Sr 二元合金或复合稀土。根据细化剂状态的不同, 熔体处理过程选用两种工艺:

(2.1) 如果细化剂的平均粒度小于 100 μ m, 采用“先变质后细化”工艺: 首先用浇包将熔化炉中的合金熔体转入电阻保温炉 1 (高温炉), 温度保持在液相线以上 90~110°C, 加入变质剂, 并保温 5~10min; 然后把装有合金熔体的坩埚转移至电阻保温炉 2 (低温炉), 温度保持在液相线以上 30~35°C, 加入细化剂, 静置 20~25min;

(2.2) 如果细化剂的平均粒度在 100~300 μ m 之间, 采用“先细化后变质”工艺: 首先用浇包将熔化炉中的合金熔体转入电阻保温炉 1 (高温炉), 温度保持在液相线以上 90~

110℃，顺序加入细化剂和变质剂，二者加入时间间隔 5~10min；然后把装有合金熔体的坩埚转移至电阻保温炉 2（低温炉），温度保持在液相线以上 30~35℃，静置 20~25min；

加入中间合金粉末时，采用专用的喷吹装置（该喷吹装置专利另行申报，喷吹介质选用纯度为 99.9% 的氮气或氩气），或者用铝箔包裹粉末压入熔体中；喷吹压力以保证熔体液面不出现飞溅为准，喷吹时间是炉料量和细化剂量而定；

（3）双向电磁搅拌方法制备半固态铝合金浆料

将上述步骤（2）处理后的低过热度熔体倒入搅拌坩埚（1Cr18Ni9TiA 坩埚的壁厚 3~5mm，粘土坩埚的壁厚 5~10mm），把坩埚放入电磁搅拌器内腔，采用双向电磁搅拌方法开始电磁搅拌制备半固态浆料。所谓双向电磁搅拌，即通过转向机构，使熔体在搅拌腔内按照“正转-反转-正转”方式交替转动；

主要包括以下四个步骤：

（3.1）在处理后的低过热度熔体倒入搅拌坩埚前，搅拌坩埚预热至 350~400℃；这样熔体进入搅拌坩埚后，坩埚壁处熔体的温度高于搅拌开始温度；

（3.2）在把坩埚放入电磁搅拌器内腔之前 5~10s 开启搅拌器；

电磁搅拌频率：5~30Hz；

电磁搅拌功率：15kw；

搅拌方式可采用正转、反转或交替运行；

搅拌换向时间为 0~10s；

（3.3）将熔体处理后的低过热度熔体（熔体温度高于液相线 30~35℃）转入搅拌坩埚内，把坩埚放入电磁搅拌器内腔，并立即检测熔体温度；

（3.4）按照设定搅拌方式进行电磁搅拌；

此时主要工艺参数有：开始搅拌温度（液相线以上 30~35℃）、单向项搅拌时间（5~10s）、正转-反转换向方式（采用无间歇换向）、搅拌频率（25~30Hz）、搅拌电压（设定搅拌频率下最大容许电压）；

（4）在搅拌过程中对温度进行实时采集，搅拌时间以最终搅拌温度设定，当搅拌过程中熔体温度降至液相线以下 3~5℃，即停止搅拌，此时即可得到近球晶组织半固态铝合金浆料。

本发明涉及的双向电磁搅拌器，通过转向机构使电磁搅拌方向瞬间转变，实现“正转-反转-正转”无间歇交替运行；通过调频来控制搅拌强度。该双向电磁搅拌器专利另行申报。

本发明可在电磁搅拌器内腔放置保温棉，以保证电磁搅拌过程中坩埚壁部分熔体不至于降温过快。

本发明的各个环节都是从提高半固态合金浆料的制备效率出发的。

（1）电磁搅拌的作用是使熔体产生强烈的对流，从而处于同一温度或极小温度梯度状态下，保证整个熔体同时进入过冷状态，实现同时形核。晶核在随后的长大过程中，受到相邻

晶核长大阻力的影响，不可能（或极少）形成发达的枝晶，从而得到理想的球状晶粒结构。即电磁搅拌的作用是创造等轴晶形核的动力学条件，并不直接参与等轴晶的形核和长大。制备具有大量形核核心的合金熔体，是实现半固态浆料快速制备的关键。相对传统的熔体处理技术而言，采用微细粉末中间合金可大大提高形核效率，不但极大地缩短了电磁搅拌时间，提高了半固态浆料的制备效率，而且具有显著的晶粒细化效果。

(2) 在进行双向电磁搅拌时，(a) 双向电磁搅拌器在合金熔体送入之前启动，一则促进了合金液形核，从而缩短浆料制备时间；二则保证了料筒的中央和内壁处的合金得到充分的搅拌混合，使料筒内热流传递充分，料筒内各部分浆料组织均匀，抑制料筒内壁处因激冷而出现枝晶；(b) 熔体温度在液相线以上 30~35℃时转移至搅拌腔内，实现低温浇注，大大缩短了制备时间；(c) 本装置没有专门的加热保温措施，冷却速度较快，在合金冷却经过液相线时，形成快速冷却与对流的复合作用，使整个熔体均处于形核和凝固中；(d) 双向电磁搅拌借助搅拌方向瞬间转变实现“正转-反转-正转”交替运行，利用运动惯性对合金熔体产生强烈的惯性冲击，使搅拌效率大幅度提高；(e) 合金熔体温度下降到液相线以下 3~5℃时，已形成了大量的初生晶核，此时搅拌就失去了作用，即可停止搅拌，初生晶粒在随后的长大过程中自行成长为等轴球晶。采用这种方法，可在 50s 内完成半固态合金浆料的制备，较常规的电磁搅拌方法，制备效率大为提高，实现了半固态浆料的在线制备，为实现制浆-成形分离的新型流变成形技术提供了可能；这种方法制备的半固态浆料固相颗粒直径可达 50μm 以下，形状因子可达 0.8 以上，完全满足半固态后序成形要求。

本发明的主要优点如下：

(1) 浆料制备效率较传统的电磁搅拌技术大为提高，可以与后续成形加工（压铸或模锻）生产节拍匹配。由于熔体处理具有一定的枝晶退化作用，在一定程度上提高了浆料制备效率。另外，由于电磁搅拌力跟磁场转速与熔体流速之间的速度差密切相关，单向电磁搅拌的磁场转速与熔体流速同向，二者的速度差有限，而双向电磁搅拌时，利用熔体的运动惯性可以产生很大的速度差和惯性冲击，从而使搅拌效率大为提高。第三，由于熔体处理在结晶前形成大量的有效形核核心，并在电磁搅拌作用下，均匀分布在整個熔体中，就可以保证在较低的过冷度下实现整个熔体同时形核。故而搅拌结束温度远远高于传统电磁搅拌制浆技术。

(2) 非枝晶半固态合金制备效率较传统电磁搅拌技术大幅度提高，可以与后续成形加工（压铸或模锻）生产节拍匹配。由于电磁搅拌力跟磁场转速与熔体流速之间的速度差密切相关，单向电磁搅拌的磁场转速与熔体流速同向，二者的速度差有限；而双向电磁搅拌时，利用熔体的运动惯性可以产生很大的速度差和惯性冲击，从而使搅拌效率大为提高。

(3) 本发明涉及的熔体处理技术有助于提高合金熔体的有效晶核数量，从而可以获得细小晶粒组织的半固态合金。另外，由于熔体处理具有一定的枝晶退化作用，在一定程度上对提高浆料制备效率有益。

(4) 双向电磁搅拌技术极大地抑制了合金熔体中枝晶的生长, 并使合金熔体中的固相分布更加均匀, 从而可以获得均匀的近球晶组织。

(5) 由于熔体处理在结晶前形成大量的有效形核核心, 并在双向电磁搅拌的惯性作用下, 均匀分布在整個熔体中, 就可以保证在较低的过冷度下实现整个熔体同时形核。故而搅拌结束温度远远高于传统电磁搅拌制浆技术。

(6) 半固态浆料的组织较传统的电磁搅拌技术更为优异。由于熔体处理具有明显的晶粒细化作用, 因此本发明得到的半固态合金晶粒更细小。

附图说明

图 1 是本发明制备的近球晶组织半固态铝合金固相颗粒的示意图。

具体实施方式

下面介绍本发明的实施例。

实施例 近球晶组织半固态 A356 铝合金的制备

首先, 采用电阻炉熔化 A356 合金锭, A356 合金熔体的温度为 $700\sim 720^{\circ}\text{C}$ 。然后, 对合金液进行熔体处理, 熔体处理过程如下 (以平均粒度小于 $100\mu\text{m}$ 的 Al-5Ti-B 为例): 用浇包将熔化炉中的合金熔体转入电阻保温炉 1 (高温炉), $700\sim 720^{\circ}\text{C}$ 保温, 加入 0.04wt%Sr 的 Al-10Sr 挤压杆并搅拌, 然后保温静置 10min; 接着把装有合金熔体的坩埚转移至电阻保温炉 2 (低温炉), 温度保持在 $640^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$, 采用专用的旋转喷吹装置加入 0.03wt%Ti (Al-5Ti-B 粉末), 喷吹压力以保证熔体液面不出现飞溅为准, 喷吹时间是炉料量和细化剂量而定 (5kg 炉料需要 3min); 最后在低温炉中保温静置 20min。在进行熔体保温的同时, 将搅拌坩埚预热至 400°C 。随后开启电磁搅拌器, 开启约 10s 后, 把经过低温保温的 A356 合金熔体倒入搅拌坩埚, 把坩埚放入电磁搅拌器内腔, 开始电磁搅拌。电磁搅拌工艺参数如下: 正-反无间歇双向搅拌、浇注温度 $T_0=640^{\circ}\text{C}$ 、搅拌频率 $f=30\text{Hz}$ 、输出电压 $U=220\text{V}$ 、单向搅拌时间 $\Delta\tau=5\text{s}$ 。搅拌过程对浆料温度进行实时采集, 当温度降至 $607\sim 605^{\circ}\text{C}$ 时, 即停止搅拌。此时获得浆料即可直接送入后续成型。整个搅拌过大致需要 20~25s 左右。

采用这种方法制备的半固态浆料在压铸或模锻过程中, 固相颗粒直径可达 $50\mu\text{m}$ 以下, 形状因子可达 0.8 以上, 组织中无典型的柱状晶和树枝晶, 晶粒内卷液现象极少 (图 1), 图 1 是本发明制备的近球晶组织半固态铝合金固相颗粒的示意图, 其组织和流变性能满足半固态加工要求。

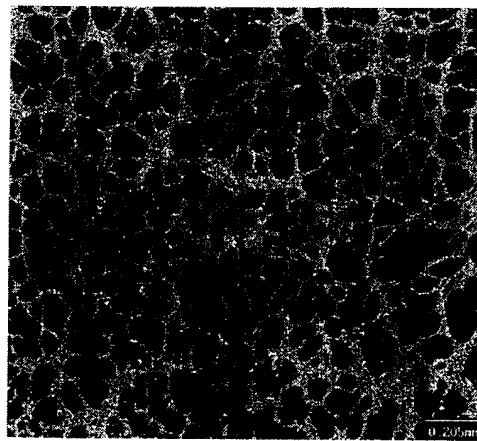


图 1