

[文章编号] 1004-0609(2002)02-0269-06

高效铝熔体综合处理技术及其效果^①

傅高升¹, 陈文哲², 钱匡武²

(1. 福州大学 机械工程系, 福州 350002; 2. 福州大学 材料科学与工程学院, 福州 350002)

[摘 要] 探讨了铝熔体高效净化、富铁杂质相变质和晶粒细化处理技术的效果及其相互关系。提出净化是铝熔体处理的关键, 是细化和变质的基础; 据此研究了高效铝熔体综合处理技术, 其效果显著。对压力罐用铝材的除杂率和针孔降低率分别达 82.0% 和 87.0%, 铸态晶粒平均尺寸减小了 18.6 倍, 杂质相也由较粗大长针(片)状变成弥散细小的圆球状或短棒状, 从而使材料的力学性能, 尤其是塑性得到了较大幅度的提高。

[关键词] 铝熔体; 净化; 变质; 晶粒细化; 熔体综合处理

[中图分类号] TG 290; TG 146.2; TF 803.25

[文献标识码] A

改善和提高铝材的冶金质量已开始引起人们的关注。近年来作者对铝熔体净化, 富 Fe 杂质相变质及结晶组织微细化处理等进行了较系统深入的研究, 并获得了高效的净化熔剂 CJ-5、变质添加剂 M₃ 和 AlTiBRE 晶粒细化剂及其相应的处理工艺^[1~9]。随着对铝材内在质量的要求越来越高, 在实际应用中应将这 3 种处理方式有机结合起来, 以寻找合理有效的铝熔体综合处理途径。目前, 虽然对净化、钠变质和磷细化作用集于一体的复合熔剂及处理方法的研究已有报道^[10~12], 但仅是针对铸造 Al-Si 合金的。作者在前期研究的基础上, 较全面地探讨高效净化、变质、晶粒细化及熔体综合处理对提高铝熔体冶金质量的作用和效果, 为高技术材料的研究与开发提供一种新的熔体处理途径。

1 实验

实验材料为一般工业纯铝(纯度 99.50%), 在 3 kW 的石墨坩埚电阻炉内进行熔炼, 浇注温度为 740 ℃。高效熔剂净化、变质及晶粒细化处理的方法均按照前期研究所获得的最佳处理方法进行^[4~9], 熔体综合处理是指高效熔剂净化及除气处理后再进行细化与变质处理。铝中的夹杂物含量分别采用熔剂冲洗法^[9]和定量金相法测定, 定量金相分析在 XQF-4A 型自动图像分析仪上进行, 针孔率试样制备及测定按文献^[9]中的方法进行, 材料的力学性能在 INSTRON-1185 型材料实验机上进行

测试。用 MM6 型金相显微镜(OM)观察拉伸试样($d 12 \text{ mm} \times 60 \text{ mm}$)中的夹杂物形态等; 用 JSM-35CF 扫描电镜(SEM)并结合能谱成分分析(EDAX)鉴别杂质相成分; 用常规双喷电解减薄法制备薄膜, 在 JEM-2000EX 型透射电镜(TEM)上进行夹杂物及杂质相观察; 用宏观晶粒度评价晶粒细化效果。

2 结果与分析

表 1 所示为不同熔体处理工艺对工业纯铝的处理效果和力学性能的影响:

1) 与未处理试样相比, AlTiBRE 处理可使晶粒明显细化(尺寸减小 7.6 倍), M₃ 添加剂也使晶粒得到细化(减小约 2 倍), 两种处理的试样密度都有所提高, 杂质含量有所降低, 尤其是变质处理的除杂率较大(28.6%), 这说明 M₃ 添加剂还具有一定的净化和细化作用, 使得材料性能得到了明显提高, 且两种处理对提高材料力学性能的作用相当。

2) 与未处理试样相比, 经高效净化处理后, 除杂率可达 67.7%(金相法), 针孔率降低 72.7%, 试样上未见较大气孔(如图 1 所示), OM 和 TEM 观察均表明夹杂物数量少, 尺寸明显变小, 分布较均匀、弥散, 未见夹杂集聚成团现象(如图 2 所示); 此外, 试样密度明显提高, 致密度增大, 从而明显提高了材料的拉伸性能, 尤其是伸长率的提高幅度比仅细化或变质时的大(达 40.3%), 这进一步说明

① [基金项目] 福建省自然科学基金资助项目(E9810003); 福建省教育厅重点资助项目(JA99123); 福州大学科技发展基金项目(XKJ(QD) 00-04) [收稿日期] 2001-05-11; [修订日期] 2001-07-24 [作者简介] 傅高升(1965-), 男, 副教授, 博士。

高效熔剂处理是一种有效的净化方法。

3) 若在高效净化处理后进行细化或变质处理,除杂率、针孔率降低幅度及试样密度等基本保持在单独净化处理时的水平,但净化后进行细化处理的效果比单独细化处理的效果好,晶粒平均尺寸由 0.220 mm减少为 0.172 mm,力学性能也得到进一步提高,尤其是 σ_b 提高了 26.7%,而 δ 并未降低;净化后进行变质处理的效果也得到加强,与单独变质处理相比,杂质相变得更圆整和细小(如图 3 所示),对球状杂质相的能谱分析表明,变质添加剂中的 RE 进入了该相,改变了其组成和形貌,形成一种复杂的(AlFeSiRE)相^[5, 6],晶粒也有所细化(尺寸减小到 0.667 mm),材料的力学性能明显提高,这说明了铝液经有效净化处理后,将有利于进

一步发挥细化或变质处理的作用,并在保持单独细化或变质处理的效果的同时,可望适当降低细化剂或变质剂的用量,具有实际意义。

4) 若同时进行细化与变质处理,其效果与单独处理相比,伸长率并未明显提高,强度则稍有提高(仅 12.4%);而将高效净化与细化、变质结合起来进行熔体综合处理,则效果更为明显,晶粒平均尺寸进一步减小(0.151 mm),铝材的强度得到了显著的提高(σ_b 达 100.3 MPa),且伸长也得到进一步提高(δ 可达 38.7%)。这充分说明了净化处理是细化与变质处理的基础,只有在有效净化铝熔体的基础上,才可使细化与变质处理的潜力得到充分发挥。铝熔体综合处理方法,即高效熔体处理,是保证铝材获得优异的内在冶金质量的重要途径,可实

表 1 熔体处理工艺对纯铝的处理效果和力学性能的影响

Table 1 Influence of melt-treatment technologies on processing effects and mechanical properties of aluminum

Melt-treatment technology	Inclusions content/ %		Rate of removing inclusions/ %		Needle porosity / %	Extent of lowering porosity/ %	As-cast mean grain diameter / mm	Density / (kg·m ⁻³)	Mechanical properties	
	Flux washing analysis	Metallographic analysis	Flux washing analysis	Metallographic analysis					σ_b / MPa	δ / %
No treatment	0.920 8	5.345 8			0.201 4		1.670	2 633.5	70.4	24.3
Refinement	0.802 7	4.434 6	12.8	17.0			0.220	2 648.6	76.0	30.8
Modification	0.657 7	3.843 8	28.6	28.1	0.167 3	16.9	0.875	2 665.3	75.4	29.2
Highly efficient purification	0.384 8	1.725 6	58.2	67.7	0.055 0	72.7	1.000	2 686.4	77.7	34.1
Refinement after purification	0.389 8	1.825 3	57.7	65.9			0.172	2 686.0	89.2	34.2
Modification after purification	0.362 0	1.707 3	60.7	68.1	0.050 0	75.2	0.667	2 686.3	79.1	35.6
Refinement and modification	0.666 1	3.950 5	27.7	26.1			0.203	2 644.8	79.1	31.6
Synthetic melt-treatment	0.367 2	1.761 1	60.1	67.1	0.053 0	73.7	0.151	2 682.6	100.3	38.7

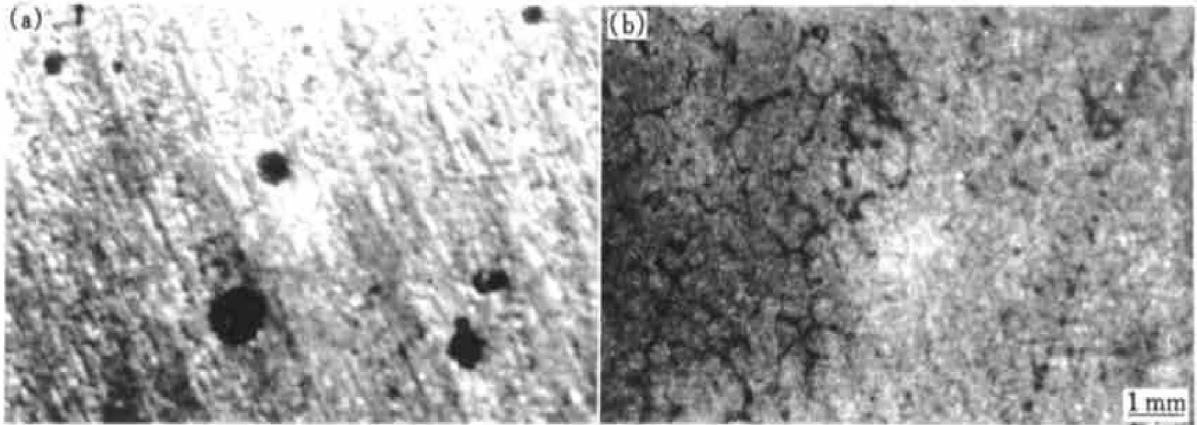


图 1 高效净化处理前后试样中气孔的宏观形态

Fig. 1 Macro-morphologies of porosity in aluminum before (a) and after (b) high-efficient purification

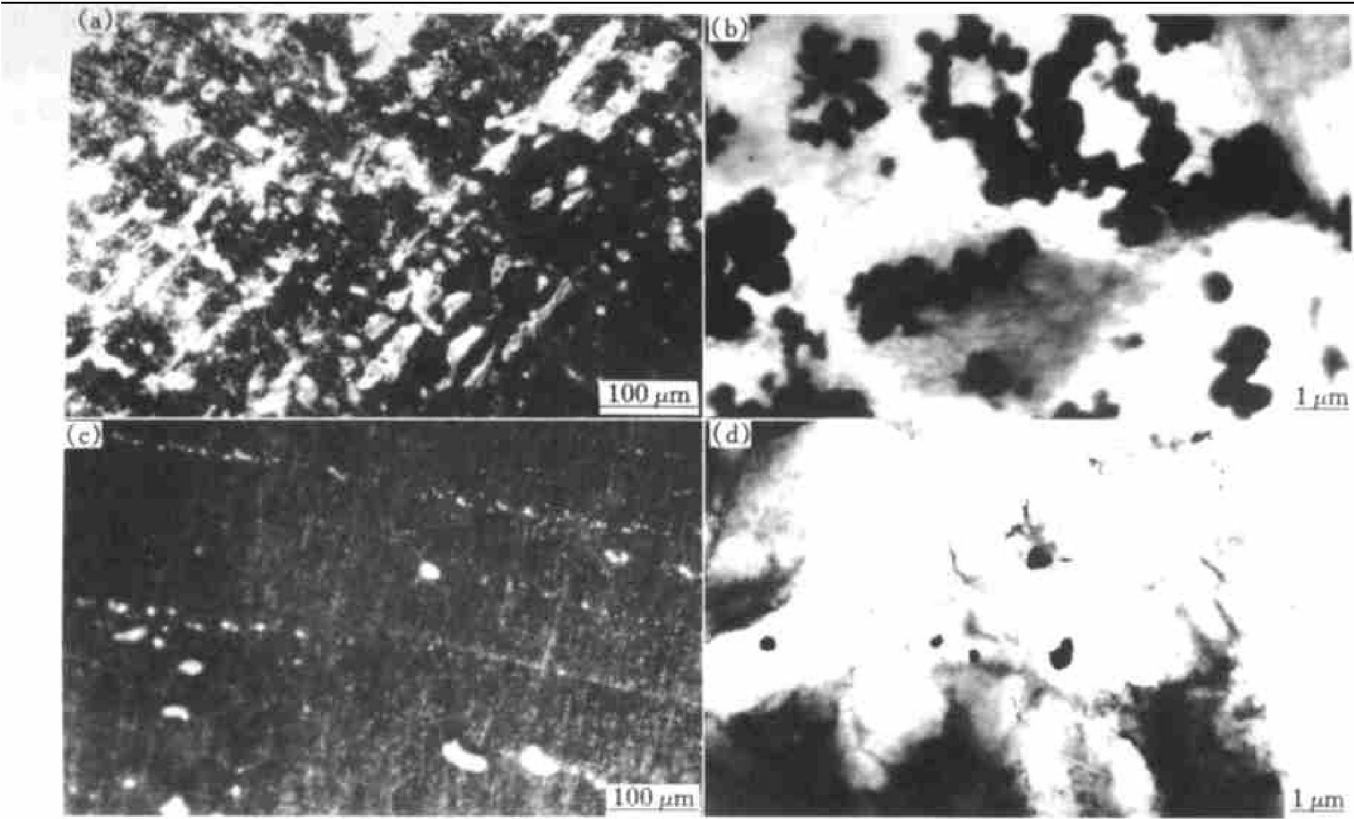


图 2 高效净化处理前后试样中夹杂物的 OM 和 TEM 形态

Fig. 2 OM and TEM morphologies of inclusions in aluminum before ((a) and (b)) and after ((c) and (d)) high-efficient purification

(a) and (c) —OM (dark field, as polished); (b) and (d) —TEM

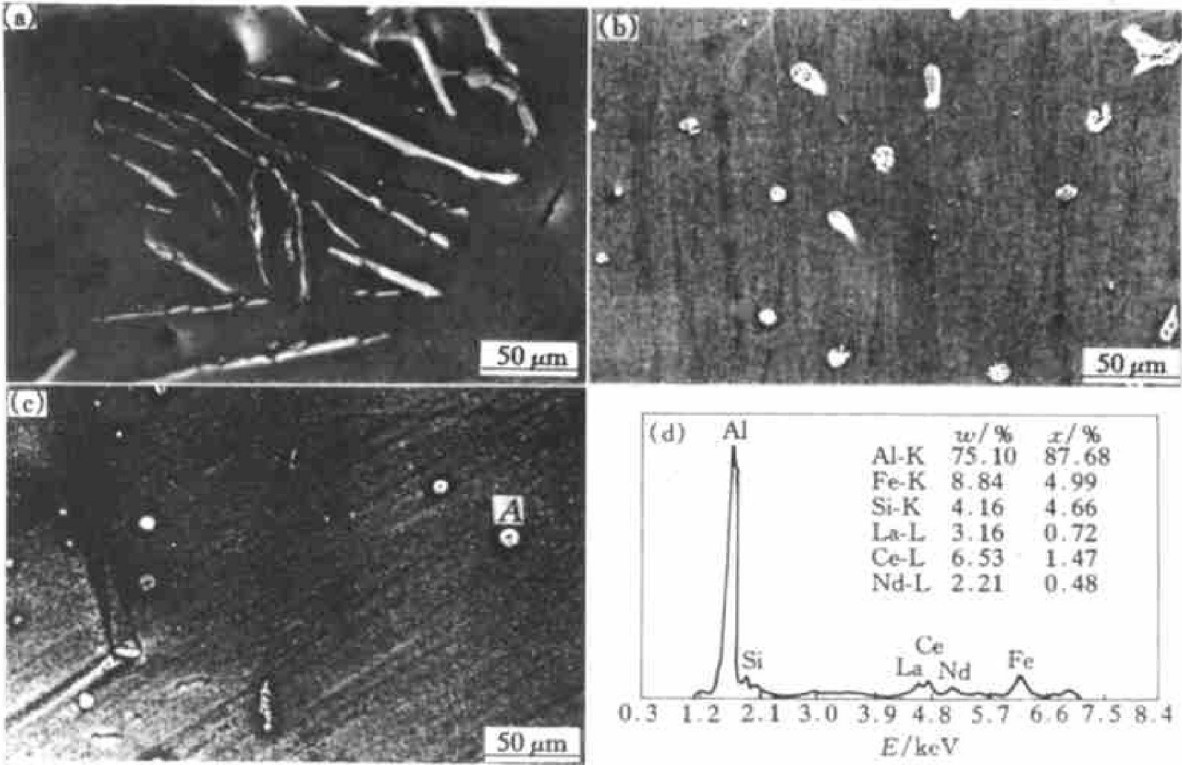


图 3 不同熔体处理的试样中富 Fe 相的 SEM 形态及能谱成分分析(EDAX) 结果

Fig. 3 SEM morphologies and EDAX result of Fe-rich phases in samples with different melt-treatment processes

(a) —No treatment; (b) —Modification;

(c) —Modification after high-efficient purification; (d) —EDAX of A point in Fig. 3(c)

现材料的强韧化。

3 应用实践

为进一步检验高效熔体处理方法在实际生产条件下的效果,将该法直接应用于压力罐用铝材用料低品化的研究与开发中。选择了未经任何熔体处理(简称“未处理”)和常规熔体处理(采用市售的一般熔剂进行精炼和除气,随后采用 AFTi 晶粒细化剂进行处理,简称“常规处理”)及高效熔体处理的 2 种铝材进行了比较试验。表 2 列出了主要的实验结果。

结果表明,与未处理铝材相比,常规处理时除杂率、针孔率降低幅度并不明显,即净化效果一般,晶粒细化效果也不明显。但经高效熔体处理后,除杂率可达 82.0%,针孔率降低 87.0%,晶粒

得到显著细化,宏观平均尺寸比未处理时减小了 18.6 倍,比常规处理时减小了 8.9 倍;TEM 观察表明,经高效熔体处理后富 Fe 杂质相也由较粗大长针(片)状变成细小的圆球状或短棒状(如图 4 所示)。可见高效熔体综合处理显著改善了罐用铝材的冶金质量。

从力学性能测试结果可见,与未处理铝材相比,经高效熔体处理后的铝材,其强度和塑性得到显著的提高(分别提高了 30.9% 和 64.7%),而常规处理的仅分别提高了 14.9% 和 28.5%。这充分表明高效熔体处理可较大幅度提高材料的强度和塑性,尤其是塑性。

可见,高效熔体处理方法适用于压力罐用铝材的实际生产,可达到高效净化、变质和晶粒细化的综合效果,显著提高了铝材的内在冶金质量和性

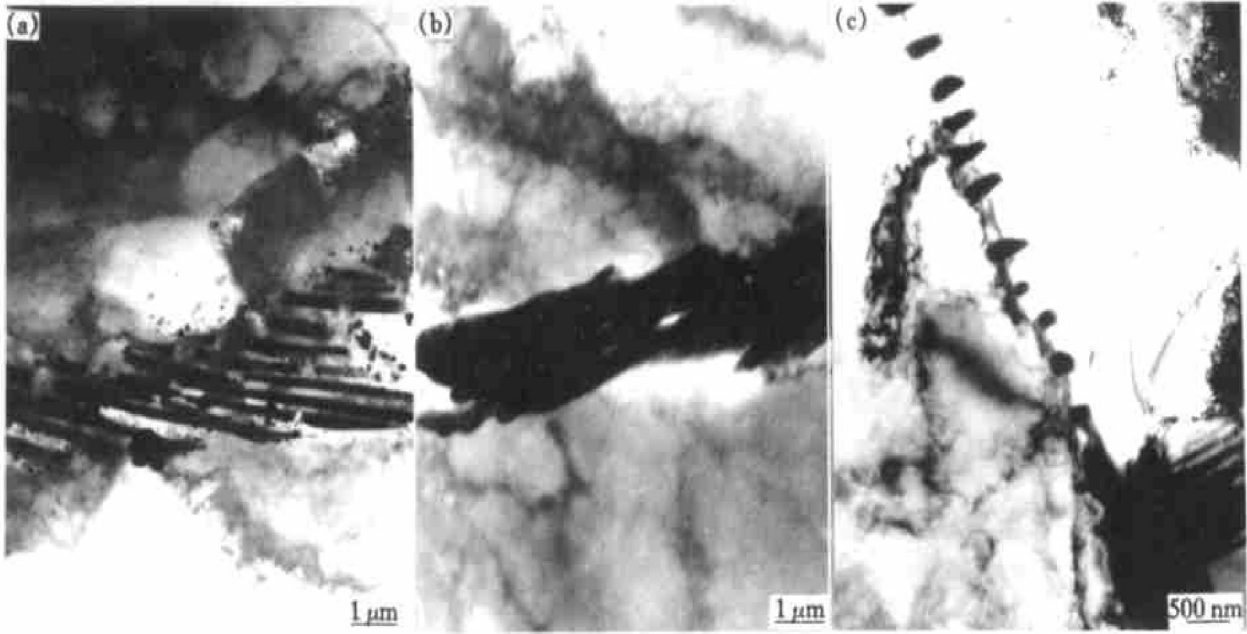


图 4 不同熔体处理后富 Fe 杂质相的 TEM 形貌

Fig. 4 TEM morphologies of Fe-rich impurity phases in aluminum with different melt-treatment processes
(a) —No melt-treatment; (b) —Conventional melt-treatment; (c) —High-efficient melt-treatment

表 2 压力罐用铝材经不同熔体处理后的效果

Table 2 Treatment results of aluminum sheet used for pressure can after different melt-treatment processes

Melt-treatment process	Inclusions content/ %		Rate of removing inclusions/ %		Needle porosity / %	Extent of lowering porosity/ %	As cast mean grain diameter / mm	Mechanical properties	
	Flux washing analysis	Metallographic analysis	Flux washing analysis	Metallographic analysis				σ_b / MPa	δ / %
No melt-treatment	1.112 0	4.566 8			0.207 7		5.77	61.1	22.1
Conventional melt-treatment	0.741 3	2.747 8	33.34	39.83	0.167 3	10.30	2.76	70.2	28.4
High-efficient melt-treatment	0.371 0	0.823 3	66.64	81.97	0.027 0	87.00	0.31	80.0	36.4

能, 是一种先进有效的熔体处理方法。

4 讨论

Lamberigts 等人^[13]的研究曾明确指出, 只有当材料的内在完好性(致密性)达到一定的临界水平后, 材料的真正性能才能从其内在的完好性中表现出来, 在此基础上进行其它一些处理(如添加细化剂等), 才能真正发挥出其应有的作用, 改善和提高材料的综合力学性能。对于铝材来讲, 夹杂物(Al_2O_3)、气孔、显微缩松等内在冶金缺陷的存在将破坏材料的内在完好性, 从而必将进一步影响到材料随后的处理和性能的发挥。

通过对铝液净化的研究^[3, 4]表明经高效熔剂过滤处理后的铝液中, 夹杂物和气体的含量得到显著降低, 针孔、显微缩松等缺陷明显减少, 材料的内在完好性得到提高。因此, 在此基础上进一步采取细化、变质等措施, 必将充分发挥出这些处理的作用, 改善铝材的冶金质量。此外, 高效熔剂过滤净化方法还可以有效消除一些外来晶核等质点的偏析, 使其分布更加均匀, 促使 $\alpha(\text{Al})$ 的均匀形核长大; 另外, 由于铝液的纯净度显著提高, 铝液的粘度降低, 流动性提高, 使得加入的细化剂或变质剂中起作用的一些有效组元(如 TiAl_3 , TiB_2 , RE 等)能更快地扩散传质, 并均匀弥散地分布在铝熔体中, 从而进一步提高细化或变质作用。

由此可见, 在铝熔体处理过程中, 必须将净化、变质与细化 3 方面结合起来, 且在这 3 种处理方法中, 净化是最关键的控制因素, 只有在高效净化铝液的基础上进行适当的细化或变质等处理, 才可充分发挥细化、变质所应有的潜力, 最终达到有效控制铝熔体冶金质量、提高铝材性能的目的。所设计的高效净化、变质与细化的熔体综合处理方法, 即高效熔体处理, 为改善和提高罐用铝材的冶金质量和性能提供了一种可靠的新技术途径, 在压力罐用铝材国产化等系列研究中已获得了成功应用。

5 结论

1) 高效铝熔体净化、富 Fe 杂质相变质、晶粒细化 3 种熔体处理均能改善和提高铝材的冶金质量, 但只有在高效净化的基础上进行变质和细化等处理才能充分发挥各自的作用, 达到高效处理铝熔

体的目的。

2) 高效熔体处理技术对压力罐用铝材的处理效果显著, 除杂率和针孔降低率分别达 82.0% 和 87.0%, 铸态晶粒平均尺寸可减小 18.6 倍, 富铁杂质相也由较粗大长针(片)状变成弥散细小的圆球状或短棒状, 从而使材料的力学性能, 尤其是塑性得到了较大幅度提高。

[REFERENCES]

- [1] 傅高升, 钱匡武, 康积行, 等. 提高罐用铝材冶金质量的重要性及其途径 [J]. 材料导报, 2000, 14(1): 25- 27.
FU Gao-sheng, QIAN Kuang-wu, KANG Ji-xing, et al. Analyses of importance and way of improving metallurgical quality of aluminum sheet used for can [J]. Materials Review, 2000, 14(1): 25- 27.
- [2] 傅高升, 钱匡武, 陈文哲, 等. 罐用铝材的研究现状及存在的问题分析 [J]. 材料工程, 2000(12): 35- 38.
FU Gao-sheng, QIAN Kuang-wu, CHEN Wen-zhe, et al. Analyses of the current situation and existing problem in the research of aluminum sheet used for making can [J]. Journal of Materials Engineering, 2000(12): 35- 38.
- [3] 傅高升, 康积行, 陈文哲, 等. 铝熔体中夹杂物与气体相互作用的关系 [J]. 中国有色金属学报, 1999, 9 (Suppl. 1): 51- 56.
FU Gao-sheng, KANG Ji-xing, CHEN Wen-zhe, et al. Interactive mechanism between inclusions and hydrogen in molten aluminum [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 1999, 9(Suppl. 1): 51- 56.
- [4] 傅高升, 康积行, 陈文哲, 等. 高效排杂熔剂过滤净化工业纯铝 [J]. 中国有色金属学报, 2001, 11(3): 433- 437.
FU Gao-sheng, KANG Ji-xing, CHEN Wen-zhe, et al. Purification of commercial purity aluminum by filtrating with high-efficient flux for removing inclusions [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2001, 11(3): 433 - 437.
- [5] 傅高升, 任立英, 孙锋山, 等. 添加剂对纯铝中杂质相的变质作用及效果研究 [A]. 第一届国际机械工程学术会议论文集 [C]. 北京: 机械工业出版社, 2000. 294- 295.
FU Gao-sheng, REN Li-ying, SUN Feng-san, et al. Study on modification and effect of addition agent on impurity phases in commercially purity aluminum [A]. Proceedings of the First International Conference on Mechan-

- ical Engineering [C]. Beijing: Machine Press, 2000. 294– 295.
- [6] 傅高升, 孙锋山, 任立英, 等. 微量稀土对工业纯铝中杂质相的变质行为 [J]. 中国稀土学报, 2001, 19(2): 133– 137.
- FU Gao-sheng, SUN Feng-san, REN Li-ying, et al. Modification behavior of trace rare earth on impurity phases in commercial purity aluminum [J]. Journal of the Chinese Rare Earth Society, 2001, 19(2): 133– 137.
- [7] 傅高升, 康积行. 工业纯铝中 Fe 和 Si 的作用分析与初探 [J]. 特种铸造及有色合金, 1999(增 1): 29– 32.
- FU Gao-sheng, KANG Ji-xing. The study on the effects of iron and silicon in commercial purity aluminum [J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 1999(S1): 29– 32.
- [8] 傅高升, 孙锋山, 王连登, 等. 中间合金对铝合金晶粒细化处理的现状分析与初探 [J]. 特种铸造及有色合金, 2001(2): 54– 57.
- FU Gao-sheng, SUN Feng-san, WANG Lian-deng, et al. Study on present situation and effect of master alloys on grain refinement in aluminum alloys [J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2001(2): 54– 57.
- [9] 傅高升. 罐用铝材的冶金质量与变形行为研究 [D]. 长沙: 中南工业大学, 2000.
- FU Gao-sheng. Metallurgical quality and plastic deformation behavior of aluminum sheet used for can [D]. Changsha: Central South University of Technology, 2000.
- [10] 张发明, 王祝堂. 联合移动式高效熔剂喷射旋转搅拌处理系统 [J]. 轻合金加工技术, 1997, 25(11): 5– 8.
- ZHANG Fa-ming, WANG Zhu-tang. Union shifting treatment system of injecting high efficient flux with spinning stirrer [J]. Light Alloy Fabrication Technology, 1997, 25(11): 5– 8.
- [11] 张鑫衍, 任瑞良. 铝及其合金熔剂技术与 TH 系列多功能复合熔剂 [J]. 轻合金加工技术, 1994, 22(11): 15– 18.
- ZHANG Xin-yan, REN Rui-liang. Flux treating technique and TH series composite flux of aluminum and its alloys [J]. Light Alloy Fabrication Technology, 1994, 22(11): 15– 18.
- [12] 陈文松. 铸造 Al-Si 合金的熔体处理和质量检测技术 [J]. 铸造技术, 1998(4): 31– 35.
- CHEN Wen-song. The melt treatment and quality detection of cast Al-Si alloy [J]. Foundry Technology, 1998(4): 31– 35.
- [13] Lamberigts M, Walmag G, Cotsouradis D, et al. Friction and ductility behaviors of a high strength zinc foundry alloy [J]. AFS Transactions, 1985, 93: 569– 578.

Synthetical technique of high efficient melt-treatment of aluminum and its effect

FU Gao-sheng¹, CHEN Wen-zhe², QIAN Kuang-wu²

(1. Department of Mechanical Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350002, China;
2. College of Materials Science and Engineering, Fuzhou University, Fuzhou 350002, China)

[Abstract] The effect of melt-treatment techniques such as high-efficient purification, modification of Fe-rich impurity-phase and grain refinement and some interrelations among these treating techniques of molten aluminum were investigated. It is firstly put forward that the purification is the fundamental and the key process, that is, the basis of modification and grain refinement processes. Based upon this viewpoint, a new synthetical technique of high-efficient melt-treatment of aluminum has been developed. The new technique makes the metallurgical quality of aluminum sheet used for pressure can be improved remarkably, that is, the rate of removing inclusions and the extent of lowering porosity amount to about 82.0% and 87.0% respectively, and as-cast mean grain diameter is about a fraction of 18.6 times as big as that of no melt-treatment material, and the coarse and long needle/ flake Fe-rich impurity phases are transformed into complex compounds of tiny, sphere/ short stick form. For this reason, the mechanical properties, especially the plasticity of this material have been improved remarkably.

[Key words] molten aluminum; purification; modification; grain refinement; synthetical melt-treatment

(编辑 杨 兵)