

盘、柱状喷射沉积毛坯的形状 控制及组织分析^①

范洪波 曹福洋 蒋祖龄 李庆春

(哈尔滨工业大学金属精密热加工国防科技重点实验室, 哈尔滨 150001)

摘 要 喷射沉积工艺作为一种新兴的快速凝固技术, 已经被广泛地应用于研制和开发各种高性能的快速凝固材料, 近年来发展非常迅速。通过对喷射沉积工艺参数的分析和调整, 制备了不同形状的 AlCuFeNiCeZr 合金沉积毛坯, 实现了对喷射沉积毛坯的形状和尺寸的初步控制; 同时研究了过喷粉末的粒度分布规律以及沉积毛坯的致密度和显微组织。结果发现, 倾斜喷射($\theta \neq 0$), 沉积器抽拉($V \neq 0$)和自旋($\omega \neq 0$)条件下, 可以有效地改善沉积坯的几何外形, 获得形状较好的盘、柱状沉积坯, 其致密度大于 96%, 沉积坯组织细小、均匀, 晶粒的平均尺寸为 5 μm 左右, 过喷粉末的平均粒度为 30 μm 。

关键词 喷射沉积 铝合金 形状控制

中图法分类号 TG114.1 TG249.7

自从英国 Swansea 大学的 Singer 教授^[1, 2]于本世纪 70 年代初期首次提出喷射沉积工艺至今, 这种新型金属成形技术已经得到了飞速发展。著名的 Osprey 公司已经成功地将该工艺应用于生产, 并率先获得了大尺寸快速凝固材料^[3]。目前国内外许多国家的大公司和研究机构正积极地投身于该项技术的研究和开发之中。其中包括: Alcan 公司、Pechiney 公司、Alusuisse 公司、GE 公司、Mannesmann Demag 公司、Sandvik 公司及日本的住友公司等^[4, 5]。我国在近几年才开始喷射成形技术的研究工作, 目前主要集中在 621 所、哈尔滨工业大学、北京科技大学、中科院金属所、中南工业大学、北京有色金属总院、西北工业大学等研究单位^[6-10]。由于起步较晚, 目前仍处于实验研究阶段。

近 30 年来, 喷射成形技术已被广泛地应用于新技术、新材料的开发和研制。国外在铝合金、铜合金、钢、镍基高温合金的生产领域

已经进入工业化或半工业化的发展阶段。该技术的主要原理在于把液态金属雾化(快速凝固)和雾化液滴射流的沉积过程(成形过程)一步完成, 只经一道工序即可直接制造组织致密、晶粒细小、均匀, 无宏观偏析的近终形件, 因而坯件的组织和性能得到明显改善。另外喷射沉积技术可以通过调整工艺参数, 实现对沉积毛坯的形状和尺寸的较精确控制, 从而使精密加工技术得以延伸到液态金属成形的范畴中, 进一步节约能源, 降低成本。从技术发展的方向来看, 这种工艺的主要目标在于求得沉积坯件致密度、组织、性能及形状等方面达到完整要求, 而不是单纯追求高的冷却速度(一般为 $10^2 \sim 10^3 \text{ K/s}$)。国外已经有了利用喷射沉积技术制备板、盘、柱、管坯的报道^[11, 12]。该技术对难加工金属材料的成形、金属基复合材料共沉积、高强耐热铝合金、高比强度高比模量 Al-Li 合金的制备尤为适用。因此喷射沉积技术作为一种新型的金属成形方法已经受到了人们的普

① 国家自然科学基金及航天部资助项目 59381007 收稿日期: 1997-12-24; 修回日期: 1997-05-19
范洪波, 男, 29 岁, 博士

遍重视。但现有的喷射沉积工艺具有一定的局限性。主要表现在: 操作过于复杂, 沉积坯尺寸的可控性差, 尺寸精度不高等方面, 还有待于进一步的研究和探索。本文通过对沉积器运动方式和喷射角度的改进, 通过调整工艺参数, 设法对沉积坯的形状(盘、柱状)和尺寸加以控制, 同时将沉积坯的致密度和显微组织作为评价沉积效果的两个标准来加以研究。

1 实验方法

1.1 实验材料及测试方法

本实验中, 实验材料采用 $\text{Al}_{95}\text{Cu}_2\text{Fe}_1\text{Ni}_1\text{Ce}_{0.5}\text{Zr}_{0.5}$ 合金, 其实测成分如下(%): Cu: 4.22%, Fe: 2.01%, Ni: 2.02%, Ce: 2.53%, Zr: 1.23%, 其余为 Al。雾化粉末粒度分布采用筛分法, 筛分机型号为 8411 型。沉积毛坯的致密度测定采用阿基米德法, 其中天平型号为 TMP-1, 天平精度为 $\pm 0.001\text{ g}$ 。沉积态和铸态显微组织分析是在 S-570 型扫描电镜上进行的。

1.2 实验装置

如图 1 所示, 实验装置由以下几部分组成:

(1) 熔化导流部分

熔化部分由 50 kW 的中频感应电源, 各种熔化坩锅及测温热电偶组成, 主要采用三种坩锅: 不锈钢坩锅(铝合金 5 kg), 石墨坩锅(铝合金 5 kg), 镁砂坩锅(铁合金或高温合金 15~20 kg)。拔塞后熔融金属可以从导液管流入雾化区进行雾化。

(2) 雾化器

雾化器是雾化部分的核心, 其结构是决定雾化里颗粒特征的主要因素。本课题组采用环缝式和环孔式两种雾化器, 并在此基础上开发出了新型 Lavel 雾化器^[13]。为了获得具有一定形状的沉积盘或柱状坯件, 同时也为了节省雾化沉积室空间, 本文采用斜形喷嘴。实验证明, 斜形喷嘴可有效地改善沉积坯的几何形状。

(3) 沉积机构

沉积机构包括沉积器及其升降、自旋机构及水平往复运动机构。依靠沉积器的不同运动方式, 可获得具有不同形状的板、盘、管、柱状沉积毛坯。

(4) 雾化气体的供给和控制系统

本实验选普通瓶装氮气作为雾化气体, 其纯度大于 99.6%, 气压大于 13.5 MPa, 气体通过控制阀, 精确控制雾化压力及流量后输送到雾化器和粒子添加器内。尾气经旋风分离后通入一特制水槽中, 最后放入大气。

1.3 沉积坯形状的动态形成模型及工艺参数的预测

在喷射沉积过程中, 雾滴沿径向的沉积速

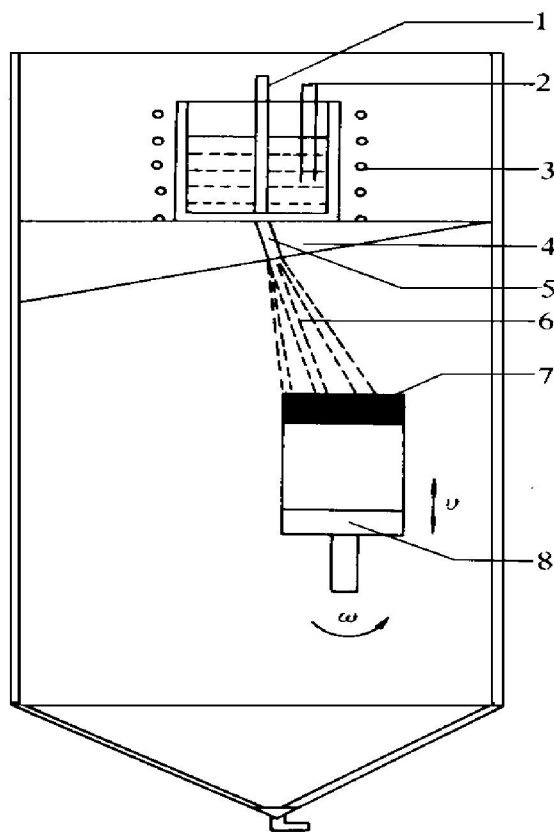


图 1 喷射沉积快速凝固装置示意图

Fig. 1 Schematic of spray-deposition equipment

- 1—Stopper rod; 2—Thermocouple;
- 3—Induction coil; 4—Atomiser;
- 5—Atomized nozzle; 6—Spray cone;
- 7—Deposit; 8—Movable substrate

率分布满足高斯分布规律。如图2所示为喷射沉积动态形成模型示意图。单位时间的沉积高度 Δz 与结构尺寸 (x, y, z) 之间的关系可以写成:

$$\Delta z = D_{\max} \cdot SE \cdot \exp\{-b[(x - r \cos \alpha)^2 + (y - r \sin \alpha)^2]\} \cdot \Delta t \quad (1)$$

其中 $D_{\max}$ — 最大沉积速率; SE — 射流与沉积表面撞击时的粘着效率; b — 射流宽度系数; α — 偏心角; Δt — 时间步长; Δz — z 方向单位时间的沉积高度。

课题组经多次实验确定公式(1)的基本常数值为: $D_{\max} = 5.0 \text{ mm/s}$, $b = 0.002 \text{ mm}^{-2}$ 。通过计算机模拟可对沉积器运动参数及喷射角度加以预测。经实验验证较好的参数为: 喷射角 $\theta = 15 \sim 20^\circ$, 沉积器抽拉速度 $V = 1.4 \sim 1.8 \text{ mm/s}$, $\omega = 120 \sim 180 \text{ r/min}$ 。

1.4 本实验所采用的其它工艺参数

金属熔体过热度 $\Delta T = 60 \sim 120^\circ \text{C}$; 沉积器直径: $d = 150 \text{ mm}$; 金属质量流率: $MMR = 0.1 \sim 0.15 \text{ kg/min}$; 气体雾化压力: $P = 1.5 \sim 2.0 \text{ MPa}$; 喷嘴至沉积器距离: $L = 300 \sim 400 \text{ mm}$ 。

2 结果与讨论

2.1 喷射沉积工艺实验

2.1.1 沉积毛坯成形性实验

本课题组对沉积毛坯的形状控制方面进行了大量的工艺性实验。结果表明: 在不采用约束性气流的条件下, 垂直喷射 ($\theta = 0$), 沉积器静止不动 ($V = 0$, $\omega = 0$), 只能获得尺寸较小的山峰状沉积毛坯, 其形状符合正态分布规律, 通过沉积器的自旋和抽拉 ($V \neq 0$, $\omega \neq 0$), 垂直喷射条件下 ($\theta = 0$), 可明显改善沉积坯形状 (如图3(a)), 材料的利用率可大幅度提高。适当改善喷射角度 ($\theta \neq 0$) 时可以进一步改善沉积毛坯形状 (如图3(b))。实验中发现, 沉积层中半固态金属的液相百分含量 F_1 和雾化液滴沉积前瞬间的液相百分含量 f_1 是影响沉积效果的两个最重要的参数。其它参数主要通过

这两个参数影响着沉积坯的沉积效果。本实验中的液相分数约为 $F_1 = 20\% \sim 15\%$, $f_1 = 40\% \sim 70\%$ 。

2.1.2 雾化颗粒的粒度分布及沉积坯致密度

喷射沉积的换热过程以熔滴在飞行过程中的对流换热为主。此过程的换热量占总换热量的90%以上。因此, 喷射过程中雾化颗粒的尺寸分布决定了喷射沉积过程的冷却速度。实验中雾化颗粒的粒度分布如图4所示。其中雾化颗粒的平均尺寸为 $30 \mu\text{m}$ 。

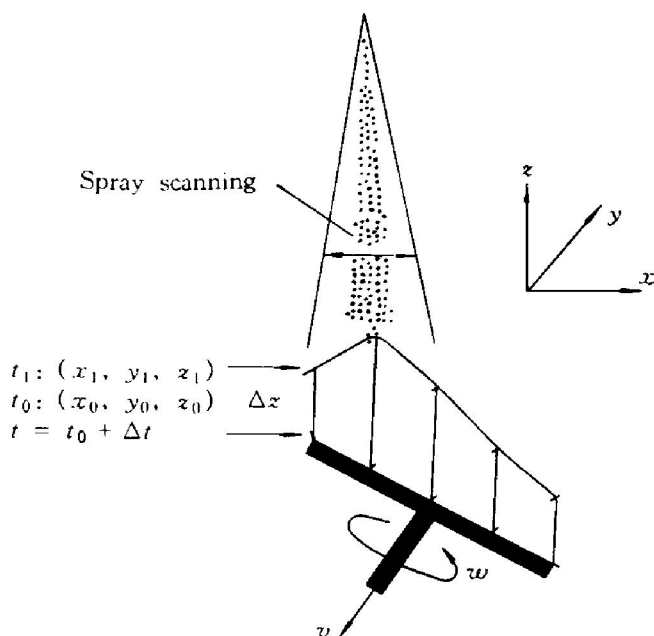


图2 喷射沉积动态形成模型示意图

Fig. 2 Schematic illustration of concepts employed in developing shape models for a disk or billet preform

喷射沉积毛坯的致密度是表征沉积效果的一个重要参数。我们的经验认为: 致密度过大 ($> 99.5\%$), 表明 F_1 偏大, 使冷却速度偏低, 从而影响材料的力学性能。致密度过低 ($< 90\%$), 则 F_1 偏低, 合金的氧化加剧, 使得后续压力加工变得困难。实验表明: 致密度在 $95\% \sim 99.5\%$ 之间效果较好。本实验中沉积毛坯的致密度分布如图5, 平均致密度大于 96% , 可见沉积毛坯具有较高的冷却速度和较好的致密性。

2.1.3 喷射沉积毛坯的组织分析

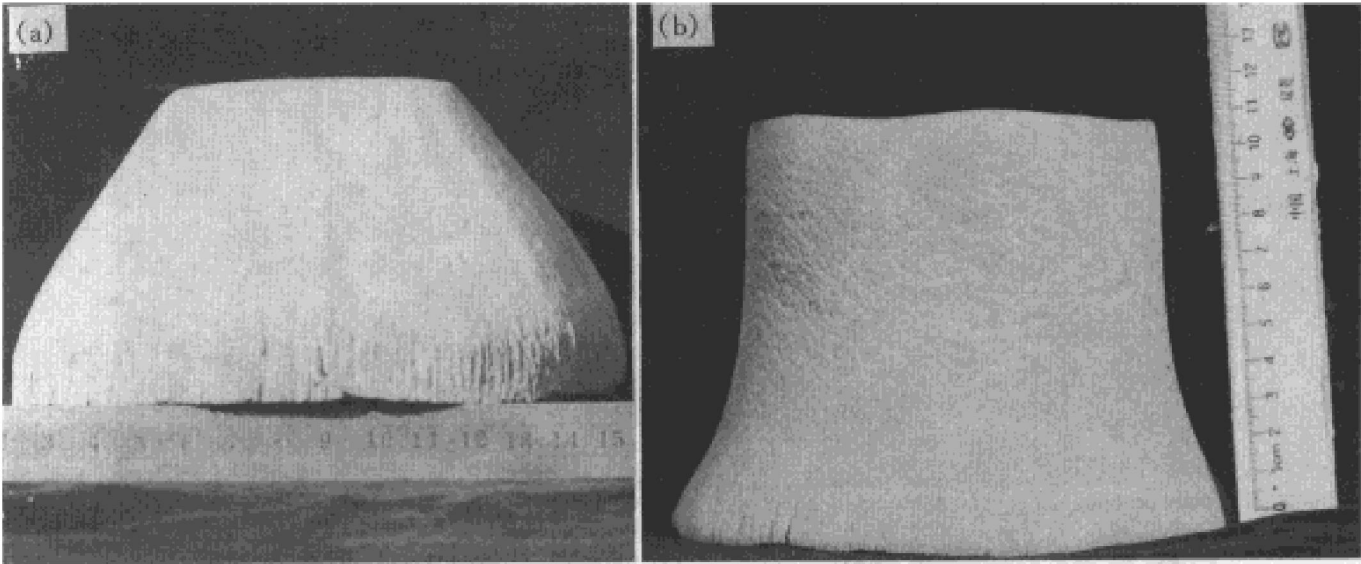


图 3 采用不同工艺时参数沉积坯的形状照片

Fig. 3 Photograph of spray deposited preform of AlCuFeNiCeZr alloy

(a) $-\theta=0$; (b) $-\theta\neq 0$

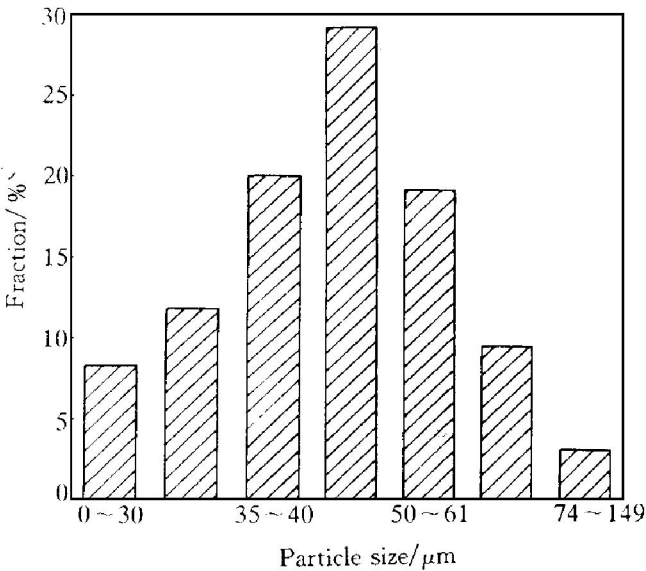


图 4 雾化粉末的粒度分布图

Fig. 4 Size distribution of gas atomized AlCuFeNiCeZr alloy powders

图 6 为 AlCuFeNiCeZr 合金的微观组织照片。其中(a)为采用普通砂型铸造工艺时材料的显微组织, (b), (c), (d)分别为沉积毛坯底部、中部和顶部的显微组织照片, 其底部组织更为细小, 但仅限于距底部 2~ 3 mm 的薄层, 中部组织很均匀, 这表明采用不锈钢无水冷沉

180 mm	98.31	97.46	98.91	
	95.60	95.46	96.61	95.26
	97.24	96.03	94.23	96.53
	99.26	98.87	97.65	98.82
R75 mm				

图 5 沉积毛坯的致密度分布图(%)

Fig. 5 Relative density(%) of samples taken through middle of a spray-deposited AlCuFeNiCeZr preform

(100% density is equivalent to 2.886 g/cm³)

积衬底时, 喷射沉积的冷却方式主要由对流方式进行, 与铸态组织相比, 粗大的析出相已明显细化。

3 结论

(1) 理论分析及实验结果表明: 通过沉积

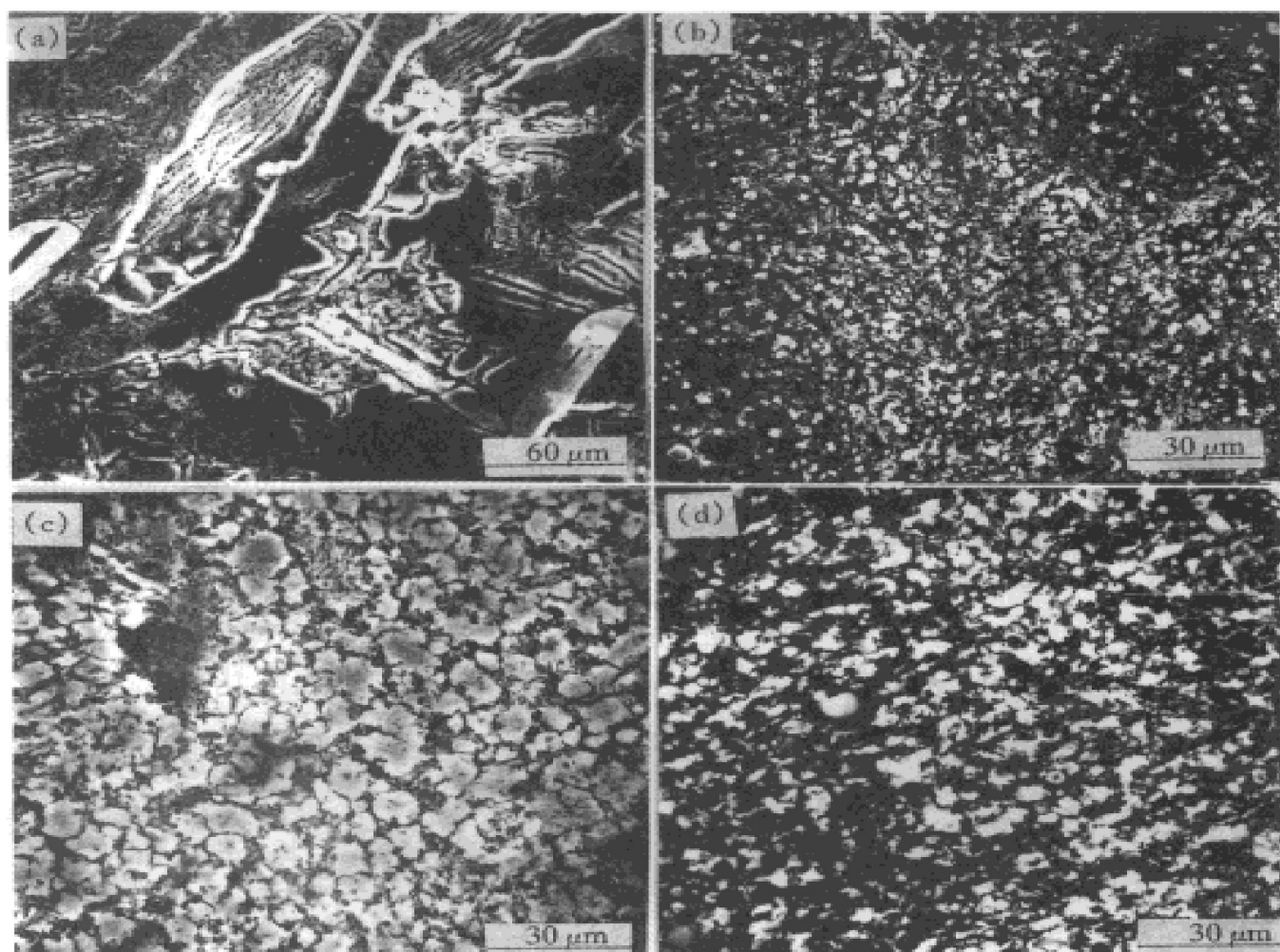


图6 AlCuFeNiCeZr合金的和显微组织照片(SEM)

Fig. 6 SEM showing microstructures of AlCuFeNiCeZr alloy

(a) —Microphoto of preform made by ordinary die casting technology;

(b) —Microphoto of bottom part of spray-deposited preform;

(c) —Middle part of spray-deposited preform;

(d) —Top part of spray-deposited preform

器偏心、倾斜放置以及配合适当的旋转和抽拉速度,可以得到形状较好的沉积毛坯,从而大幅度地提高材料的利用率,同时可实现对沉积毛坯的形状控制。

(2) 当沉积坯表面液相分数 F_1 为 20% ~ 50%, 雾化金属颗粒沉积前瞬间的液相分数 f_1 为 40% ~ 70% 时,可增大粘着系数 SE, 进而提高收得率。

(3) 雾化粉末颗粒的平均粒度为 30 μm , 沉积毛坯的平均致密度为 96%。

(4) 沉积毛坯晶粒细小、成分均匀,无粗大析出相,晶粒尺寸为 3~ 5 μm 。

REFERENCES

- 1 Singer A R E. Mets Powder Rep, 1986, 41(2): 109.
- 2 Singer A R E. Mets Powder Rep, 1986, 41(3): 223.
- 3 Evans R W, Leatham A G and Brooks R G. Powder Metall, 1985, 28(13): 13.
- 4 Willians B. Met Powder Rep, 1980, 10(10): 464.
- 5 Dube R K. Powder Metall Int, 1982, 14(2): 108.
- 6 Sun Dexian(孙德先), Huang Fuqin(黄福勤), Ye Xingliang(叶兴良). Journal of University of Science and Technology Beijing(北京科技大学学报), 1991,

- 13(Sup): 156.
- 7 Mi Guofa(米国发), Zeng Songyan(曾松岩), Li Qingchun(李庆春), *Acta Metallurgical Sinica*(金属学报), 1995, 31(Sup): 26.
- 8 Zhang Y C, Hao Y Y and Liu Z F. *Mater Sci Eng.* 1988, 98: 119.
- 9 Jiang Hong(蒋宏), Chen Zhenhua(陈振华). *Journal of Central South Institute of Mining and Metallurgy*(中南矿冶学院学报), 1991, 22(1): 95.
- 10 Liu Gang(刘刚), Shi Likai(石力开). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报), 1995, 5(2): 98.
- 11 Purling R, Commandur B and Metalmann O. *Solidification Processing of MMCS*, 1992, 37(3): 319.
- 12 Moran A L and Palko W A. *J Metals*, 1998, 40: 12.
- 13 Cui Chengsong(崔成松). PhD Thesis, (in Chinese). Harbin Institute of Technology, 1995: 59.

CONTROLLED SHAPES OF BILLETS OR DISCS PREFORM IN SPRAY FORMING AND ANALYSIS OF MICROSTRUCTURE

Fan Hongbo, Cao Fuyang, Jiang Zuling and Li Qingchun

School of Materials Science and Engineering,

Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, P. R. China

ABSTRACT As a novel rapidly solidified technique, spray deposition has developed very quickly these years. It has been used to produce much rapidly solidified material with perfect properties. The as-deposits of AlCuFeNiCeZr alloy with different shapes were fabricated by controlling or adjusting the parameters of spray deposition technique. Meanwhile, the microstructures and relative density of preform have been studied. The as-deposits with perfect shape and high relative density(above 96%) was fabricated when the parameters were kept as $\theta \neq 0$ (θ : Tilt angle), $V \neq 0$ (V : Withdrawal rate) and $\omega \neq 0$ (ω : Rotation speed). The microstructure is so fine that the average grain size is about 5 μm . Segregation is minimized so that homogenisation is usually not necessary. The average diameter of overspray powders is about 30 μm .

Key words spray deposition aluminium alloy controlled shape

(编辑 朱忠国)