

超声处理时间对 Al-Cu-Mg-Ag-Fe-Ni 合金组织和硬度的影响^①

徐尚睿, 柏松, 刘志义

(中南大学材料科学与工程学院, 湖南长沙 410083)

摘要: 研究了熔体超声处理时间对铸态和均匀化态 Al-Cu-Mg-Ag-Fe-Ni 合金组织和硬度的影响。结果表明, 熔体超声处理使富 Fe/Ni 相的分布变得均匀; 超声处理 2 min 可细化合金晶粒, 延长超声处理时间至 6 min 导致晶粒粗化; 超声处理促进了 Al₂Cu 相的溶解, 增大了固溶强化效应, 提高了铸态合金的硬度。铸态合金均匀化后组织中残余第二相均为富 Fe/Ni 相, 但超声处理后富 Fe/Ni 相沿晶界呈不连续分布。

关键词: Al-Cu-Mg-Ag 合金; 超声处理; 硬度; 显微组织; 沉淀强化; 细化晶粒

中图分类号: TB302

文献标志码: A

doi: 10.3969/j.issn.0253-6099.2025.05.031

文章编号: 0253-6099(2025)05-0176-05

Effect of Ultrasonic Melt Processing Time on Microstructures and Hardness of Al-Cu-Mg-Ag-Fe-Ni Alloys

XU Shangrui, BAI Song, LIU Zhiyi

(School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, Hunan, China)

Abstract: The effect of ultrasonic melt processing time on the microstructures and hardness of as-cast and homogenized Al-Cu-Mg-Ag-Fe-Ni alloys was studied. The results show that ultrasonic melt processing leads to more uniform distribution of Fe/Ni-rich phases. Two-minute ultrasonic processing can result in grain refinement of the alloy. However, ultrasonic processing, if extended to 6 minutes, will result in grain coarsening. It is found that ultrasonic processing promotes the dissolution of Al₂Cu phase and enhances the solid-solution strengthening effect, resulting in improvement in hardness of the as-cast alloy. After homogenization, Fe/Ni-rich phase is detected as the residual secondary phase in the structure, which exhibits discontinuous distribution along the grain boundaries after ultrasonic processing.

Key words: Al-Cu-Mg-Ag alloy; ultrasonic processing; hardness; microstructure; precipitation hardening; grain refinement

Al-Cu-Mg-Ag 合金时效处理后在 {111}_α 面上析出大量盘片状 Ω 相, 该相沉淀强化效果和耐热性良好, 赋予合金优异的耐热性能, 因而该合金在航空航天领域具有广阔应用前景^[1-3]。但该合金在长期热暴露过程中性能衰减较严重, 为此需要进一步改善其长期热暴露性能^[4-5]。文献[6]尝试向 Al-Cu-Mg-Ag 合金中加入等量的 Fe 和 Ni 元素, 形成富 Fe、Ni 的耐热相来提高合金热暴露性能, 但富 Fe/Ni 相熔点高且较为坚硬, 过于集中且数量众多的富 Fe/Ni 相降低了合金的塑性变形能力, 易导致后续轧制开裂。熔体超声处理是改善铝合金铸造组织的有效手段, 通过超声处理细化铝合金铸造组织, 可以提升合金力学性能^[7-9]。本文

针对 Al-Cu-Mg-Ag-Fe-Ni 合金中的高熔点富 Fe/Ni 相, 研究熔体超声处理其在铸态和均匀化态合金组织中形貌分布及其对合金硬度的影响, 探索调控粗大富 Fe/Ni 相、改善合金的轧制性能的工艺方法。

1 实验材料和方法

实验采用工业纯 Al、Mg、Ag 和 Al-50%Cu、Al-10%Fe、Al-10%Ni、Al-10%Mn 及 Al-6%Ti 中间合金(合金中百分数均为质量分数), 熔铸出成分如表 1 所示的 3 组合金。熔炼时依次将所用原料放入石墨坩埚, 在电阻炉中加热到 750 °C 至完全熔化, 之后将熔体降到 720 °C 除气精炼并静置 10 min; 合金 1 熔体未超声处

① 收稿日期: 2025-04-20

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(52071341)

作者简介: 徐尚睿(2000—), 男, 河南洛阳人, 硕士研究生, 主要从事耐热铝合金的制备工艺研究。E-mail: xushangrui2021@163.com

通信作者: 柏松(1984—), 男, 江苏盐城人, 副教授, 主要从事铝合金组织调控与强韧化研究。E-mail: baisongmse@163.com

理,合金 2 熔体、合金 3 熔体分别超声处理 2 min、6 min;最后将合金熔体分别倒入模具中得到实验合金铸锭。超声处理设备型号为 HC-2000E-QC,超声功率 1 600 W,超声频率 20 kHz。在铸锭上截取样品,进行 420 °C/6 h+515 °C/24 h 的双级均匀化处理。

表 1 实验合金化学成分(质量分数)
Table 1 Chemical compositions of studied alloys %

编号	Cu	Mg	Ag	Fe	Ni	Mn	Ti	Si	Al
合金 1	4.40	0.48	0.90	0.42	0.43	0.31	0.18	0.02	余量
合金 2	4.32	0.47	0.88	0.46	0.43	0.30	0.19	0.03	余量
合金 3	4.31	0.55	0.84	0.40	0.41	0.30	0.19	0.02	余量

使用小负荷维氏硬度仪测试铸态样品的硬度;采用配备背散射电子衍射(EBSD)探测器的场发射 Tescan Mira4 扫描电镜(SEM)观察铸态、均匀化态样品微观形貌,同时利用 EBSD 分析铸态样品的晶粒组织。不同状态合金中第二相的面积分数由软件 Image Pro Plus 进行统计,至少测量 3 张图片后取平均值。

2 实验结果及分析

2.1 铸态组织的 SEM 形貌

图 1 为 3 种铸态合金组织的 SEM 图像。从低倍形貌可以看出 3 种合金中均存在大量第二相,主要有灰白色相、与灰白色相交错分布的深灰色相和亮白色鱼骨状相,此外晶内还有少量灰色块状相。如图 1 中白框内第二相所示,3 种合金都有部分区域的第二相发生聚集,深灰色相与灰白色相交错分布。但经超声处理后,合金 2 与合金 3 的第二相聚集程度减弱,第二相分布变得均匀。

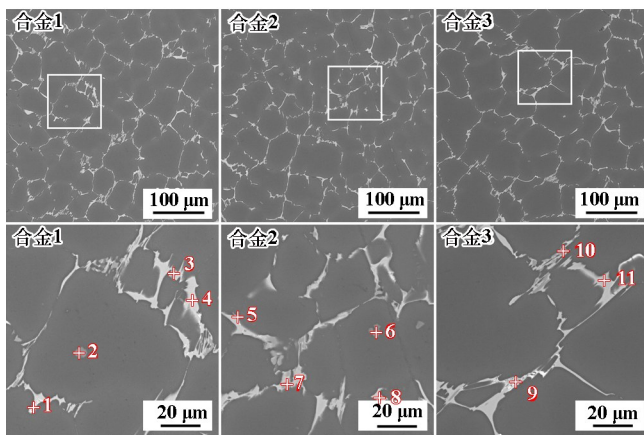


图 1 3 种铸态合金组织的 SEM 图片

Fig.1 SEM images of three as-cast alloys

从表 2 可以看出,铸态组织中的亮白色相为 AlCuMgAg 相,灰白色相为 Al₂Cu 相,深灰色相为 AlCuFeNi 相,晶内的灰色块状相为富 Ti 相。

表 2 图 1 中对应点的 EDS 结果(原子分数)
Table 2 EDS results of corresponding points in Fig. 1 %

点号	Al	Cu	Mg	Ag	Fe	Ni	Mn	Ti	Si
1	63.68	11.82	15.08	7.81	0.45	0.73	0.16	—	0.26
2	79.02	0.15	0.16	0.01	0.07	0.09	0.29	20.06	0.14
3	83.91	2.31	0.28	0.11	7.14	5.68	0.34	0.07	0.16
4	74.56	23.51	0.80	0.06	0.07	0.83	0.10	0.01	0.06
5	79.23	7.72	7.56	3.90	0.46	0.69	0.12	—	0.32
6	84.23	0.30	0.23	0.04	—	0.03	0.24	14.81	0.13
7	81.06	3.97	0.11	—	7.77	6.53	0.36	—	0.19
8	71.10	26.49	0.44	0.10	0.06	1.66	0.08	0.07	—
9	60.46	16.89	13.62	5.53	1.20	1.59	0.42	0.05	0.24
10	80.01	6.02	0.23	0.09	7.15	6.02	0.47	0.01	—
11	69.60	27.94	0.58	—	0.14	1.33	0.11	0.03	0.27

图 2 为 3 种合金的元素面分布图。图 2 结果表明,晶界上的第二相富含 Cu、Fe 和 Ni 元素,且 Fe 和 Ni 偏聚在一起,这是由于 Fe、Ni 在 Al 中固溶度较低,这与之前的研究结果相吻合^[10]。结合合金 1 的 SEM 和 EDS 结果可以发现,添加的 Fe、Ni 元素极易在凝固过程中与 Cu 结合,最终在晶界上形成大量粗大的 AlCuFeNi 相。通过超声处理,合金 2 中 AlCuFeNi 相的分布更加均匀且聚集程度降低,而超声处理产生的空化气泡和声流可能是富 Fe/Ni 相细化且分布均匀的主要原因^[11]。合金制备采用的是 Al-10%Fe 中间合金,它往往有大量熔点在 1 150 °C 的针状 Al₁₃Fe₄ 相,而空化气泡又倾向于在熔体中的固体颗粒表面形成,并最终在其表面内爆。空化气泡内爆时一定范围内产生的压力大约为 12 MPa,喷射速度为 10 m/s,空化气泡内爆产生的高压冲击波不断冲击粗糙的 Al₁₃Fe₄ 粒子,将它们分裂成更小的粒子^[12]。另一方面,超声处理产生的声流稳定地将熔体从顶部输送到底部,然后高速地循环回来。模拟发现超声处理下产生的声流速度可达 0.1 m/s,而未超声处理的熔体几乎没有流动^[13]。如此高速的声流将被空化气泡破碎的 Al₁₃Fe₄ 相均匀地分散在熔体中,最终凝固时与 Cu、Ni 结合,形成相对均匀的 AlCuFeNi 相。此外,合金 2 与合金 3 中第二相的面积分数分别为 4.43% 和 3.60%,要低于合金 1 (4.91%)。AlCuFeNi 相熔点高,第二相面积分数的减少可能是源于 Al₂Cu 相的减少。超声处理时 Cu 元素也随着声流不断运动,更加均匀地分布在熔体中,减少了偏聚。因此 Cu 能更多地溶进铝基体中,减少了

表 2 为图 1 对应点第二相成分的 EDS 分析结果。

Al₂Cu 相的形成。

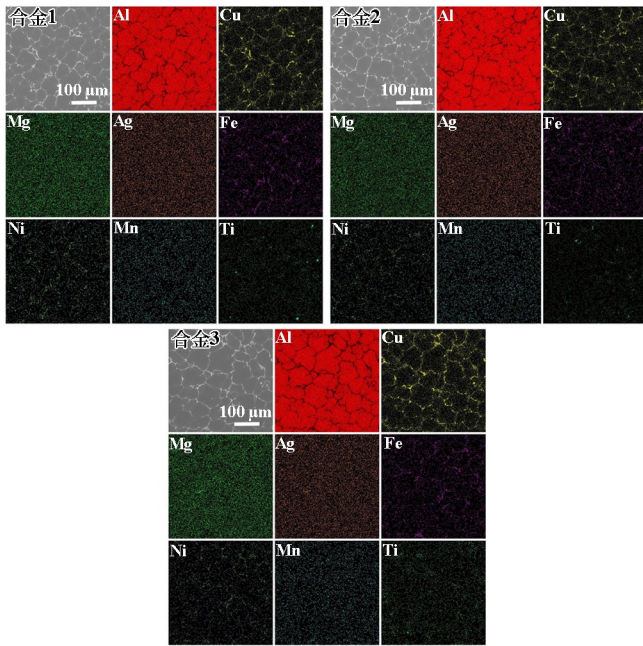


图2 三种铸态合金组织的元素面分布图

Fig.2 Elemental mappings of three as-cast alloys

2.2 铸态合金的晶粒组织

图3为铸态合金晶粒组织的EBSD图,其中白线为小角度晶界($2^{\circ} \sim 10^{\circ}$),黑线为大角度晶界($>10^{\circ}$),3种铸态合金的平均晶粒尺寸与晶界比例见表3。可见3个合金的晶粒均为随机取向的等轴晶。经2 min 超声处理后,合金2的晶粒组织较合金1略微细化,但经6 min 超声处理后,合金3的晶粒组织比合金1粗大。

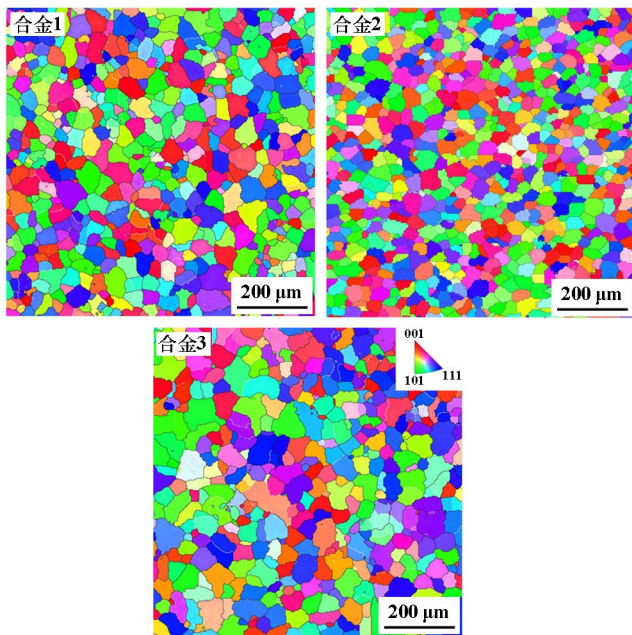


图3 3种铸态合金晶粒组织的EBSD图像

Fig.3 EBSD images of three as-cast alloys

表3 铸态合金平均晶粒尺寸与晶界比例

Table 3 Average grain sizes and grain boundary fraction of as-cast alloys

编号	平均晶粒尺寸/ μm	晶界百分比/%	
		小角度晶界($2^{\circ} \sim 10^{\circ}$)	大角度晶界($>10^{\circ}$)
合金1	43.70 ± 18.60	7.33	92.67
合金2	35.62 ± 11.71	5.98	94.02
合金3	50.96 ± 24.00	8.66	91.34

图4为铸态合金的晶粒尺寸分布图。从图4可以看出,合金1中晶粒直径大于 $60 \mu\text{m}$ 的晶粒占比较少,晶粒直径 $30 \sim 40 \mu\text{m}$ 的晶粒占比最多。合金2中直径小于 $40 \mu\text{m}$ 的晶粒占比明显较合金1偏高。合金3晶粒有较明显的粗化,晶粒直径分布整体上都在向更大的尺寸偏移,大于 $60 \mu\text{m}$ 的晶粒占比较多。超声处理2 min后,晶粒组织一定程度上细化;6 min 超声处理对合金中第二相破碎效果较好,但使晶粒发生粗化,这可能是施加振动时间过长导致的。在超声处理过程中,强烈不断的空化效应产生局部高温高压,而过长时间的超声处理向熔体内导入过多能量,使得熔体升温,那些原来已经被细化的晶粒再次重熔,进而导致晶粒组织粗化。

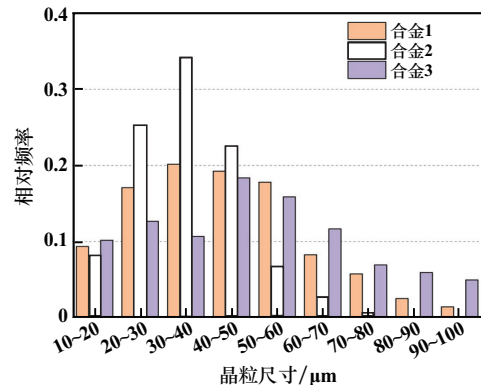


图4 铸态合金的晶粒尺寸分布

Fig.4 Grain size distribution of as-cast alloys

2.3 铸态合金的硬度

表4为3种铸态合金的维氏硬度数据。可以看出随着超声处理时间延长,铸态合金硬度不断提高。

表4 铸态合金的维氏硬度

Table 4 Vickers hardness of as-cast alloys

编号	硬度(HV)
合金1	102.40 ± 3.18
合金2	104.03 ± 2.02
合金3	108.96 ± 1.97

前面分析表明超声处理带来了两个直观的效果:

一是富 FeNi 第二相的破碎与均匀分布和 Al₂Cu 相的溶解;二是铸态合金晶粒组织的变化。由于第二相的面积分数较小,部分(1.31%) Al₂Cu 相回溶,这就意味着有较多 Cu 原子进入基体中,起到一定的固溶强化作用。此外,虽然合金 3 的晶粒一定程度上粗化,降低了晶界强化效果,但较为有限。根据 Hall-Petch 公式^[14]:

$$\sigma_{gb} = kd^{-0.5} \quad (1)$$

式中: σ_{gb} 为细晶强化对合金屈服强度的贡献; k 为 Hall-Petch 系数,数值为 0.15 MPa/m^{0.5}^[14]; d 为平均晶粒直径。由此可以计算得到,3 种合金的 σ_{gb} 分别为 22.7、25.1 和 21.0 MPa,即超声后合金的晶粒粗化对强度影响很小。因此,超声处理后的晶粒组织不会显著影响铸态合金的硬度,而合金 3 硬度升高的主因是第二相溶解后由 Cu 元素引起的固溶强化。

2.4 均匀化合金组织的 SEM 形貌

图 5 为 3 种合金均匀化后组织的 SEM 形貌,其中对应点的 EDS 分析结果见表 5,均匀化后合金组织的元素面分布图如图 6 所示。由图 5 可见,3 种合金大部分残余第二相为深灰色相。表 5 和图 6 进一步表明残余深灰色第二相为 AlCuFeNi 相,而绝大部分 AlCuMgAg 相和 Al₂Cu 相在均匀化过程中发生溶解。定量统计结果表明,均匀化后 3 种合金残余第二相的面积分数依次为 3.39%、3.10%和 2.88%,即 3 种合金的残余第二相面积分数随着超声处理时间延长而减少。可见超声处理一定程度上促进了脆硬的 AlCuFeNi 相破碎溶解。

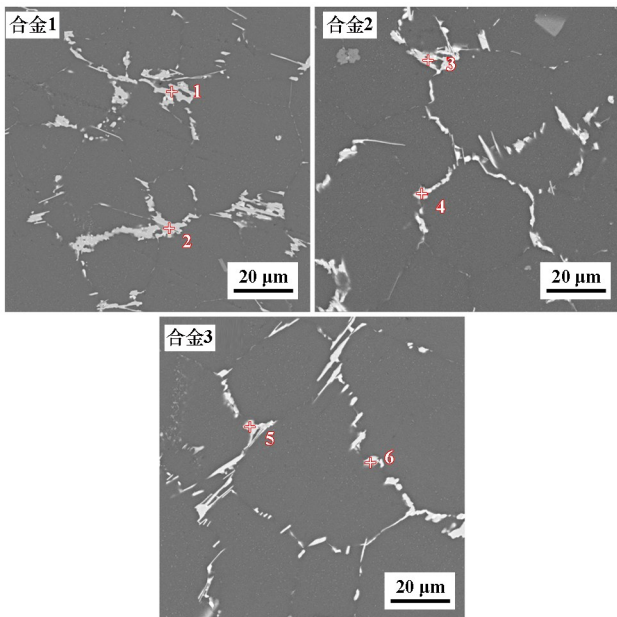


图 5 均匀化后合金组织的 SEM 图片
Fig.5 SEM images of homogenized alloys

表 5 图 5 中对应点的 EDS 结果(原子分数)

Table 5 EDS results of corresponding points in Fig. 5 %

点号	Al	Cu	Mg	Ag	Fe	Ni	Mn	Ti	Si
1	66.10	21.70	0.27	0.02	5.78	4.35	1.78	—	—
2	60.85	24.53	0.08	0.01	6.26	6.45	1.67	0.05	0.10
3	73.54	16.55	0.17	0.02	5.59	3.15	0.77	0.06	0.14
4	72.85	16.49	0.09	0.08	6.67	3.18	0.49	—	0.16
5	75.62	14.94	0.37	0.04	3.81	4.15	0.96	—	0.11
6	76.37	14.39	0.26	—	4.10	3.51	1.10	0.06	0.20

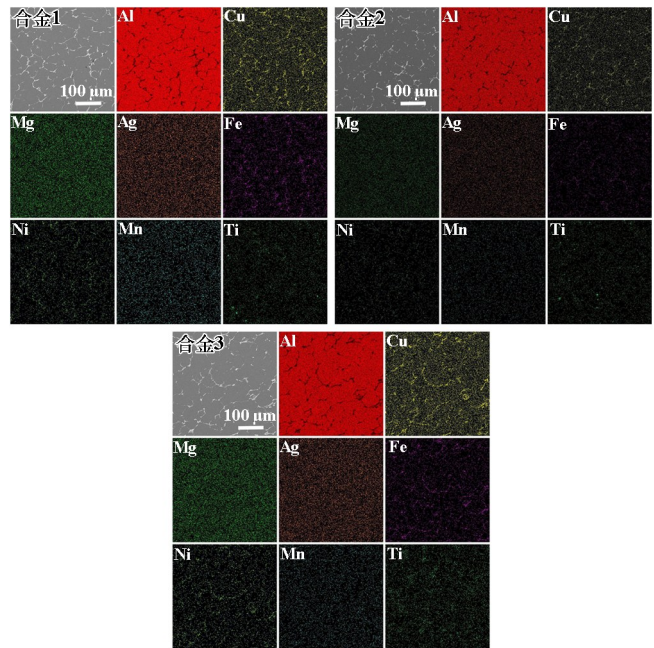


图 6 均匀化后合金组织的元素面分布图

Fig.6 Elemental mappings of homogenized alloys

均匀化后的大块残余第二相会影响合金塑性,使合金在轧制过程中开裂风险增大^[15-16]。图 5 中,合金 1 的残余 AlCuFeNi 相较为粗大、尖锐,且在晶界处大多呈连续分布,容易造成应力集中;合金 2 和合金 3 中残余第二相在晶界处呈不连续分布,将有助于改善合金的轧制性能。这主要是由于超声处理产生的空化气泡在尖锐的富 Fe/Ni 相表面内爆,富 Fe/Ni 相被分裂为更细小的颗粒,并在内爆产生的高温高压下发生部分重熔,使其在合金中不再连续分布。

3 结论

- 1) 熔体超声处理使铸态合金组织中的富 Fe/Ni 相分布更均匀,且合金经均匀化处理后富 Fe/Ni 相沿晶界不连续分布。
- 2) 熔体超声处理 2 min 可细化铸态合金的晶粒组织,但超声处理 6 min 后晶粒组织发生粗化。
- 3) 熔体超声处理促使铸态合金中 Al₂Cu 相溶解,

使更多 Cu 原子溶入基体,增大了固溶强化效应,提高了合金的硬度。

参考文献(References):

- [1] CHELLMAN D J, LANGENBECK S L. Aerospace applications of advanced aluminum alloys[J]. *Key Engineering Materials*, 1992, 77: 49-60.
- [2] 毛盼,王吉祥,柏松,等. 熔体超声处理对 Al-Cu-Mg-Ag 合金微观组织和硬度的影响[J]. *矿冶工程*, 2024, 44(6): 139-143.
MAO Pan, WANG Jixiang, BAI Song, et al. Effect of ultrasonic melt treatment on microstructure and hardening of Al-Cu-Mg-Ag alloys[J]. *Mining and Metallurgical Engineering*, 2024, 44(6): 139-143.
- [3] 唐漫,刘志义,柏松,等. 铬含量对 Al-Cu-Mg-Ag 合金微观组织和热暴露性能的影响[J]. *矿冶工程*, 2024, 44(3): 166-169.
TANG Man, LIU Zhiyi, BAI Song, et al. Effect of Cr content on microstructure and heat exposure of Al-Cu-Mg-Ag alloy[J]. *Mining and Metallurgical Engineering*, 2024, 44(3): 166-169.
- [4] GAZIZOV M, KAIBYSHEV R. The precipitation behavior of an Al-Cu-Mg-Ag alloy under ECAP[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 588: 65-75.
- [5] 高一涵,刘刚,孙军. 耐热铝基合金研究进展:微观组织设计与析出策略[J]. *金属学报*, 2021, 57(2): 129-149.
GAO Yihan, LIU Gang, SUN Jun. Recent progress in high-temperature resistant aluminum-based alloys: Microstructural design and precipitation strategy[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2021, 57(2): 129-149.
- [6] 刘灿威,刘志义,林茂,等. Fe 和 Ni 对 Al-Cu-Mg-Ag 耐热合金组织和高温力学性能的影响[J]. *粉末冶金材料科学与工程*, 2013, 18(4): 483-490.
LIU Canwei, LIU Zhiyi, LIN Mao, et al. Effects of Fe and Ni on microstructure and high temperature mechanical properties of Al-Cu-Mg-Ag alloy[J]. *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*, 2013, 18(4): 483-490.
- [7] ZHAO Y L, HE W X, YANG Y, et al. Effect of ultrasonic treatment and squeeze casting on the microstructural refinement of Al-Cu-Mn alloys[J]. *International Journal of Metalcasting*, 2024, 18(1): 869-881.
- [8] JUNG J G, CHO Y H, AHN T Y, et al. Correlation between primary Si and silicide refinement induced by ultrasonic treatment of multicomponent Al-Si alloy containing Ti, Zr, V, and P[J]. *Metals and Materials International*, 2019, 25(5): 1235-1245.
- [9] MAO P, WANG J X, BAI S, et al. Effects of ultrasonic treatment on the microstructures and hardening of Al-Cu-Mg-Ag alloys[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2024, 30: 6064-6076.
- [10] 刘灿威. Al-Cu-Mg-Ag 合金组织及耐热性能的研究[D]. 长沙:中南大学, 2013.
LIU Canwei. Study on the microstructure and heat-resistant properties of Al-Cu-Mg-Ag alloy [D]. Changsha: Central South University, 2013.
- [11] BALASUBRAMANI N, WANG G, STJOHN D H, et al. Current understanding of the origin of equiaxed grains in pure metals during ultrasonic solidification and a comparison of grain formation processes with low frequency vibration, pulsed magnetic and electric-current pulse techniques[J]. *Journal of Materials Science and Technology*, 2021, 65: 38-53.
- [12] SHU D, SUN B D, MI J W, et al. A high-speed imaging and modeling study of dendrite fragmentation caused by ultrasonic cavitation[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2012, 43(10): 3755-3766.
- [13] LI R Q, DONG F, ZHANG Y, et al. Eutectic phase characterization and mechanical properties of Al-Cu alloy ingot solidified with ultrasonic treatment[J]. *Materials*, 2022, 15(3): 1067.
- [14] TOTTEN G E, MACKENZIE D S. Handbook of aluminum: vol 1: Physical metallurgy and processes[M]. CRC press, 2003.
- [15] 崔振杰,姜海昌,张舵,等. Mn 对铸态及均匀化态 6082 铝合金组织的影响[J]. *材料热处理学报*, 2024, 45(6): 33-41.
CUI Zhenjie, JIANG Haichang, ZHANG Duo, et al. Influence of Mn on microstructure of as-cast and homogenized 6082 aluminum alloy [J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2024, 45(6): 33-41.
- [16] 何翠云,莫文锋,罗兵辉,等. 均匀化处理对 2A12 铝合金组织及性能的影响[J]. *材料导报*, 2020(12): 12083-12087.
HE Cuiyun, MO Wenfeng, LUO Binghui, et al. Effect of homogenization treatment on microstructure and properties of 2A12 aluminum alloy[J]. *Materials Reports*, 2020, 34(12): 12083-12087.

引用本文:徐尚睿,柏松,刘志义. 超声处理时间对 Al-Cu-Mg-Ag-Fe-Ni 合金组织和硬度的影响[J]. *矿冶工程*, 2025, 45(5): 176-180.

XU Shangrui, BAI Song, LIU Zhiyi. Effect of ultrasonic melt processing time on microstructures and hardness of Al-Cu-Mg-Ag-Fe-Ni alloys[J]. *Mining and Metallurgical Engineering*, 2025, 45(5): 176-180.