

镁合金液除气工艺参数的优化

Parameters Optimization for Degassing Treatment of Magnesium Alloy Melt

许四祥¹, 吴树森², 毛有武², 肖 毅²

(1 安徽工业大学 机械工程学院, 安徽 马鞍山 243002;

2 华中科技大学 材料成形及模具技术国家重点实验室, 武汉 430074)

XU Si-xiang¹, WU Shu-sen², MAO You-wu², XIAO Yi²

(1 School of Mechanical Engineering, Anhui University of Technology,

Ma' anshan 243002, Anhui, China; 2 State Key Lab of Material Processing and Die & Mould Technology, Huazhong University of Science and Technology, Wuhan 430074, China)

摘要: 利用镁合金快速定量测氢仪研究了通 Ar 除气对 AZ91 镁合金熔体除气处理的效果, 以及通 Ar 流量、通 Ar 时间及精炼温度三因子对精炼效果的影响。运用正交试验方法找到了通 Ar 除气工艺的最佳工艺参数匹配, 即通 Ar 流量为 1~1.5L/min, 通 Ar 时间为 20~25min, 镁液温度为 725~750℃。揭示了主要工艺参数对镁合金熔体净化的影响规律。

关键词: 镁合金液; 除气; 正交设计; 回归

中图分类号: TG292 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2008)01-0064-04

Abstract: Purging effects of Ar fluxing were investigated with an instrument for measuring hydrogen content in magnesium alloy melt, and the influence of three factors of Ar flow rate, degassing time and temperature of magnesium melt on purging effect were studied. The optimal parameters were obtained by experiment under conduction of orthogonal test design that Ar flow rate was 1-1.5L/min, degassing time 20-25min and temperature of magnesium melt 725-750℃. In addition, a series of parametric studies were conducted to demonstrate the influence of several key parameters on the effectiveness of purifying magnesium alloy melt.

Key words: magnesium alloy melt; degassing; orthogonal design; regression

镁合金作为最轻的金属结构材料, 具有密度小、比强度和比刚度高、减振性和散热性好等优点, 被誉为“21 世纪绿色工程材料”。但镁铸件中的显微气孔降低了它的力学性能, 如抗拉强度、屈服强度、延伸率及疲劳阻抗等^[1-3]。显微气孔主要来源于镁合金中的氢^[4], 因而有必要熔炼时对镁合金液进行除气处理, 以减少或消除镁铸件中的显微气孔。

工业生产中常采用通惰性气体法、活性气体法和真空处理法等进行除气。日本渡边哲男等^[5]通过试验比较了通 Cl₂法、通惰性气体法及真空除气法的效果, 结果表明: 通 Cl₂法是除去镁液中的氢最有效的一种除气方法, 能将镁中的氢含量降低到 2cm³/100gMg; 真空处理的方法在 1300~13000Pa 时镁中的氢含量能从 20cm³/100gMg 降到 5~9cm³/100gMg; 通惰性气体法也是非常有效的。但通 Cl₂法因 Cl₂有剧毒, 未得到工业上的应用; 真空除气法也很有效, 但成本高; 而通惰性气体法是一种适用于工业现场的简便、有效、

低成本、无公害的镁液除氢技术。目前国内外研究者^[6-8]对镁液中除气进行了一些研究, 有的建立了特定条件下的镁液除气模型, 但除气工艺参数优化的报道较少。基于此种原因, 本工作采用通 Ar 除气法, 运用正交试验设计优化工艺参数, 为镁合金液的精炼提供理论依据。

1 试验方法

试验原材料为 AZ91 镁合金锭, 其化学成分如表 1 所示。

熔炼和除气处理在 5kW 的电阻坩埚炉中进行, 每次熔炼 10kg 镁液, 每炉加 10% 同牌号回炉料。熔炼时采用混合气体 Ar+HFG-134a 保护, 除气时采用高纯 (纯度为 99.999%) Ar 气。除气前先将除气用的石墨管烘干, 避免带入水汽, 引起喷溅。除气时进行机械搅拌, 将通入的 Ar 气泡在整个熔池内均匀化。镁液的

表 1 镁合金 AZ91 的化学成分 (质量分数/%)

Table 1 Chemical composition of AZ91 magnesium alloy (mass fraction/%)

Al	Zn	Mn	Be	Si	Cu	Fe	Ni	Mg
9.03	0.64	0.33	0.0014	0.031	0.0049	0.0011	0.0003	Bal

温度测量采用 NiCr-NiSi 热电偶, 炉温控制采用 ZK-1 型温控器进行自动控温。利用镁合金定量测氢仪进行镁液的含氢量测定。测氢仪的构成及原理见文献[9]。该仪器的测量精度是 $\pm 0.1\text{ cm}^3/100\text{ g}$, 试验数据取 3 个测量值的平均值。

通 Ar 精炼效果主要与 Ar 气流量(A)、通 Ar 时间(B)及镁液精炼温度(C)有关。为减少试验次数, 选取三因子三水平安排正交试验。需考察的因子及其水平如表 2 所示, 评价的指标为除气率。

表 2 试验因素及水平

Table 2 Experimental factors and levels

Level	Ar gas flow rate (A)/(L·min ⁻¹)	Degassing time(B)/min	Temperature of magnesium melt(C)/℃
1	0.5	10	700
2	1	20	725
3	2	30	750

表 3 正交试验设计的直观分析

Table 3 Orthogonal test design and result analysis

No	Factor A	Factor B	Factor C	Void	Before degassing	After degassing	Degassing
					$C_0/(\text{cm}^3 \cdot 100\text{g}^{-1})$	$C/(\text{cm}^3 \cdot 100\text{g}^{-1})$	efficiency / %
1	1	1	1	1	12.48	10.10	19.1
2	1	2	2	2	11.00	7.63	30.6
3	1	3	3	3	10.2	6.44	36.9
4	2	1	2	3	13.2	9.45	28.4
5	2	2	3	1	10.963	6.15	44.2
6	2	3	1	2	11.03	8.07	26.9
7	3	1	3	2	12.15	9.62	20.8
8	3	2	1	3	10.5	8.84	15.8
9	3	3	2	1	12.3	11.0	10.3
Mean 1	28.867	22.767	20.600	24.533			
Mean 2	33.167	30.200	23.100	26.100			
Mean 3	15.633	24.700	33.967	27.033			
Extreme difference	17.534	7.433	13.367	2.500			

1L/min, 通 Ar 时间为 20min, 镁液温度为 750℃。由于镁液温度超过 750℃时, 镁液成分 Be 的抗氧化作用将大为降低^[11], 故镁液除气最佳工艺参数范围为: 通 Ar 流量为 1~ 1.5L/min, 通 Ar 时间为 20~ 25min, 镁液温度为 725~ 750℃。通过做补充试验, 在该规范下

2 结果及分析

2.1 正交试验结果的直观分析

表 3 为根据正交试验设计得到的不同因素及水平搭配下对应的镁液除气结果。根据试验结果, 绘出因子与指标的关系图, 如图 1 所示。除气率(ϕ) 计算式: $\phi = [C_0 - C]/C_0$ 。 C_0 是除气前含氢量; C 是除气后含氢量。

由图 1 进行综合比较的直观分析, 得知: (1) 因子 A 的三个点间的极差最大, 因子 C 的极差次之, 而因子 B 的极差最小, 所以, Ar 气流量对镁液除气效果的影响最大, 镁液温度的影响稍次, 通 Ar 时间的影响最小。此结论与铝合金液除气正交设计试验结果^[10] 的规律是一致的。(2) 因子 A 取 A₂为好, 因子 B 取 B₂为好, 因子 C 取 C₃为好。因此理论上最优试验条件定为 A₂ B₂ C₃。即镁液除气最优工艺方案为: 通 Ar 流量为

镁液除气的除气率为 51.0%。由此可证明由正交设计确定出的最优方案是合理的。

2.2 正交试验结果的方差分析

直观分析简单, 但不能给出误差大小的估计, 因此也就不能知道结果的精确度。而方差分析可弥补直观

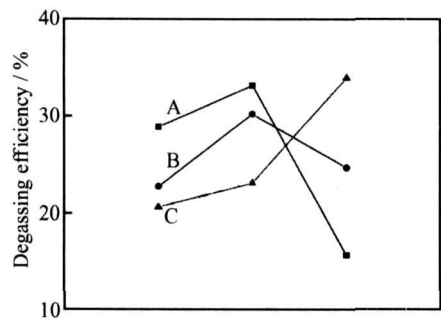


图 1 三个因子与去气率的关系图

Fig. 1 Relation between three factors and degassing efficiency

表 4 方差分析与计算

Table 4 Analysis of variance and calculation

Factor	Sum of square of deviation	Freedom degree	F ratio	F critical value	Significance
Ar gas flow rate/(L·min ⁻¹)	501.029	2	52.321	F _{0.01} (2, 2) = 99.00	*
Degassing time/min	89.242	2	9.319		
Temperature of magnesium melt/℃	303.002	2	31.642	F _{0.05} (2, 2) = 19.00	*
Void	9.576	2	1.000		
Error	9.58	2			

2.3 回归分析

采用 DRS 正交回归分析系统对以上数据进行线性和非线性回归分析, 得出镁合金液除气工艺的除气率的数学模型。

除气率的线性回归方程:

$$\phi = -158 - 2.50 \times 10^4 Q + 9.67 \times 10^{-2} t + 0.27 T \tag{1}$$

式中: ϕ 是除气率, %; Q 是通 Ar 流量, L/min; t 是通 Ar 时间, min; T 是镁液温度, ℃。

线性回归分析的精确度参数为: 相关系数为 0.834; 统计量为 3.812, 剩余标准误差为 7.411, 最大误差为 9.95, 平均误差为 4.84, 平均相对误差为 0.219%。

除气率的非线性回归方程:

$$\begin{aligned} \phi = & -1014 - 1.03 \times 10^6 Q^{10.1} + 9.97 \times \\ & 10^2 t^{0.01} + 1.39 \times 10^{-26} T^{10.01} - \\ & 0.44 Q^{10.1} t^{0.01} - 1.31 \times 10^{-26} t^{0.01} T^{10.01} \end{aligned} \tag{2}$$

线性回归分析的精确度参数为: 相关系数为 0.984, 统计量为 4.085, 剩余标准误差为 6.208, 最大误差为 6.467, 平均误差为 2.906, 平均相对误差为 0.166%。

从以上回归分析方程可知, 线性回归统计简单, 但精度较差; 非线性回归统计量大, 回归分析的精度高。由此可见, 镁液除气工艺参数中除气率与通 Ar 流量、通 Ar 时间和镁液温度主要是遵循非线性关系。

3 结论

(1) 用正交试验设计的直观分析法得出了镁液除

分析的不足。表 4 是通过计算程序得到的方差分析与计算结果。表 4 中 F 为各因素的平均离差的平方和与误差的平均离差的平方和的比值, 它反映了各因素对试验结果影响程度的大小。从 F 分布表中查出临界值: $F_{0.01}(2, 2) = 99.00$, $F_{0.05}(2, 2) = 19.00$ 。从各因子的 F 比值和临界值的比较看出, 通 Ar 流量和镁液温度的 F 比值介于显著临界值 $F_{0.05}(2, 2)$ 和高度显著临界值 $F_{0.01}(2, 2)$ 之间, 故该两因素的影响为显著(用 * 号表示)。而通 Ar 时间的 F 比值低于显著临界值 $F_{0.05}(2, 2)$, 因此其影响为不显著。

气的最佳工艺参数范围: 通 Ar 流量为 1~1.5L/min, 通 Ar 时间为 20~25min, 镁液温度为 725~750℃。

(2) 通过正交试验的方差分析法可知各因素对镁液除气工艺的除气率的影响是: Ar 气流量和镁液温度的影响显著, 而通 Ar 时间的影响不显著。

(3) 由回归分析得出镁液除气工艺参数中除氢率 ϕ 与通 Ar 流量 Q 、通 Ar 时间 t 及镁液温度 T 之间的关系为:

$$\begin{aligned} \phi = & -1014 - 1.03 \times 10^6 Q^{10.1} + 9.97 \times \\ & 10^2 t^{0.01} + 1.39 \times 10^{-26} T^{10.01} - \\ & 0.44 Q^{10.1} t^{0.01} - 1.31 \times 10^{-26} t^{0.01} T^{10.01} \end{aligned}$$

参考文献

[1] YUAN Guang-yin, LIU Man-ping, DING Wen-jiang, et al. Microstructure and mechanical properties of Mg-Zr-Si-based alloys [J]. Materials Science & Engineering A, 2003, 357(1-2): 314-320.

[2] DU Wen-wen, SUN Yang-shan, MIN Xue-gang, et al. Microstructure and mechanical properties of Mg-Al based alloy with calcium and rare earth additions [J]. Materials Science & Engineering A, 2003, 356(1-2): 1-7.

[3] YUAN Guang-yin, SUN Yang-shan, DING Wen-jiang. Effects of bismuth and antimony additions on the microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy [J]. Materials Science & Engineering A, 2001, 308(1-2): 38-44.

[4] HAN J W, KIM D J, YOU B D, et al. Effect of gas bubbling and impeller agitation on degassing kinetics during magnesium alloy (AZ91D) melt recycling-water model approach [J]. Materials Science Forum, 2003, 439: 192-199.

[5] WATANABE T, HUANG Y C, KOMATSU R, et al. Study on

degassing treatment for molten magnesium [J]. Light Metals, 1976, 26(6): 266– 272.

[6] BAKKE P, LAURITZEN J L, ENGH T A, et al. Hydrogen in magnesium absorption, removal and measurement [J]. Light Metals, 1991, 1015– 1023.

[7] MIKUCKI B A, SHEAROUSE III J D. The effects and removal of hydrogen gas in AZ91 alloy [J]. IMA, 1993, 62– 73.

[8] 胡中潮, 张二林, 曾松岩. 铸造镁合金旋转喷吹除气的试验研究 [J]. 特种铸造及有色合金, 2006, 26(3): 139– 141.

[9] XU Si-xiang, WU Shu-sen, MAO You-wu, et al. Establishment of a hydrogen measurement system for magnesium alloy melt [J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2006, S3: 1677– 1680.

[10] 杨长贺, 曹兴言, 王甲运, 等. 多孔吹头通 Ar 精炼铝合金液的生产试验研究 [J]. 大连工学院学报, 1982, 21(4): 125– 131.

[11] 陆树逊, 顾开道, 郑来苏. 有色铸造合金及其熔炼 [M]. 北京: 国防工业出版社, 1983.

收稿日期: 2006-11-08; 修订日期: 2007-08-16

作者简介: 许四祥(1974—), 男, 博士研究生, 主要从事镁合金测氢方面的研究, 联系地址: 安徽工业大学机械工程学院(243002)。E-mail: xusixiang2001@163.com

(上接第 63 页)

晶粒度在 ASTM6 级左右, 具有明显的晶粒抗长大性, γ' 相固溶温度约为 1130℃, 不同固溶热处理下合金 γ' 相的尺寸和形状不同。

(2) 不同固溶热处理对合金的性能影响不大, 不同热处理状态试样的屈服强度都高于标准值 30% 左右, 持久性能都符合标准 100h 的要求。

参考文献

[1] 李周, 袁华, 张国庆, 等. 喷射成形 GH742y 合金的组织与性能 [J]. 钢铁研究学报, 2003, 15(7): 679– 682.

[2] 袁华, 张国庆, 李周, 等. 难变形高温合金喷射沉积工艺对微观组织与力学性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2005, 15(special 2): 44– 47.

[3] WHITTON E D, GRANT P S, BRYANT D. Microstructure evolution in spray formed In718 nickel superalloy [A]. Proceed-

ings of the Third International Conference on Spray Forming [C]. U K: Paul Ellerington Printers, 1996. 89– 99.

[4] PARK N K, KIM I S, NA Y S, et al. Hot forging of a nickel-base superalloy [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2001, 111: 98– 102.

[5] 刘仲武, 米国发, 田世藩, 等. 氮气雾化喷射沉积变形镍基高温合金 [J]. 中国有色金属学报, 1999, 9(suppl. 1): 100– 105.

[6] 黄乾尧, 李汉康. 高温合金 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 2000. 18– 25.

[7] 蔡玉林, 郑运荣. 高温合金的金相研究 [M]. 北京: 国防工业出版社, 1986. 93– 96.

基金项目: 国家高技术研究发展计划资助项目(2006AA03Z114)

收稿日期: 2007-04-11; 修订日期: 2007-10-18

作者简介: 袁华(1979—), 男, 工程师, 主要从事高温合金方面的研究工作, 联系地址: 北京 81 信箱 1 分箱(100095)。E-mail: hua.yuan@biam.ac.cn

《航空科学技术丛书》出版进展

中国航空学会和国防工业出版社联合组织策划的《航空科学技术丛书》是一套反映中国航空科学技术最高水平的大型科技丛书。

该丛书从前期策划到具体实施, 受到了中国人民解放军总装备部、空军装备部、国防科工委、中国一航、中航二集团等部门的鼎力支持和北京航空航天大学、南京航空航天大学、西北工业大学、中国民航学院及航空科研院所等科研机构的大力协助, 得到了业界的热烈响应, 这有力地确保了《丛书》出版工作的顺利进行。

该项目于 2005 年启动, 同期组成了以中国航空学会刘高倬理事长为主任, 包括十几名“两院”院士及在航空技术领域具有较大影响力的专家学者的、具有较高学术水平和丰富实践经验的丛书编委会。编委会在成立之初就对丛书出版的宗旨、意义、指导思想和覆盖领域等方面进行了统一规划和顶层设计, 为丛书编辑出版工作起到了提纲挈领的指导意义。3 年来, 编委会结合近年来专业领域内重大科研课题和研究成果, 提出了一些具有较高专业水平和较强针对性的选题, 有效地保证了丛书的学术层次。相关院校、研究所、制造厂和基地的一线专家也对此丛书表现出了积极的写作热情和热切的期待。

国防工业出版社以“传播科技知识, 为国防现代化服务”为己任, 把该丛书作为社“十一五”规划重点图书, 在编辑出版过程中, 秉承一贯的“三高”特色, 从编校、版式、封面到装帧各个工序都给予了足够的重视, 严把质量关, 力争打造一套精品丛书。另外, 国防科技图书出版基金对该丛书的出版给予了经费支持。目前, 该丛书已有 3 本专著出版, 分别是:《航空燃气轮机燃油喷嘴技术》、《飞行器结构优化设计》、《航空用引射混合器》。另有 6 本著作已列选并正在出版当中, 分别是:《直升机发动机的进气防护》、《直升机复合材料结构设计》、《燃气轮机燃烧室》、《机载数据总线技术及其应用》、《航空个体防护技术及装备》、《空气动力模拟试验光学测量方法》。