

时效时间对变形铝硅合金组织与性能的影响

刘芳, 于福晓, 赵大志, 左良

(东北大学材料与冶金学院, 辽宁沈阳 110819)

摘要: 研究不同固溶态 Al-12.7Si-0.7Mg 变形合金在 180 °C 进行不同时间的人工时效处理, 分析了时效时间对合金组织和力学性能的影响. 结果表明: 不同固溶态合金的时效强化的曲线表现出不同的单、双峰时效强化特征. 变形铝硅合金经 520 °C 固溶 30 min 随后 180 °C 时效强化曲线存在明显的时效强化“双峰”, 并且第二个时效强化峰高于第一个时效强化峰. 时效强化的单、双峰现象与合金的时效析出相的类型、尺寸以及析出序列密切相关. 合金亚稳相的转变有明显的时间间隔, 使合金时效强化曲线出现了“双峰”现象.

关键词: 变形铝硅合金; 固溶处理; 时效处理; 组织; 力学性能

中图分类号: TG 146.2⁺1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-3026(2016)01-0034-05

Effects of Aging Time on Microstructure and Properties of Wrought Al-Si Alloy

LIU Fang, YU Fu-xiao, ZHAO Da-zhi, ZUO Liang

(School of Materials & Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110819, China. Corresponding author: YU Fu-xiao, E-mail: fxyu@mail.neu.edu.cn)

Abstract: The effects of aging time on microstructure and properties of as-solutioned wrought Al-12.7Si-0.7Mg alloy artificial aged at 180 °C for different time were investigated. The results showed that the age hardening curves of different as-solutioned state alloys present single or twin peaks aging strengthening characteristics. Age hardening curve of wrought Al-Si alloy aged at 180 °C after solutioning at 520 °C for 30 min exhibits obvious age hardening “twin peaks”, and the second age hardening peak is higher than the first one. The single and twin peaks age hardening phenomenon of alloy is closely related to the type, size, and the precipitation sequence of precipitates. The obvious interval during meta-stable phase transformation of alloy is the main reason for twin peaks aging hardening.

Key words: wrought Al-Si alloy; solution treatment; aging treatment; microstructure; mechanical property

共晶和过共晶铝硅合金的铸造组织中的硅相难以细化, 变形时由于脆性共晶硅和初生硅相易于断裂使合金的塑性差, 一般不作为变形合金使用^[1-2]. 国内外围绕变形铝硅合金开展了大量的研究工作, 采用化学变质处理、粉末冶金、喷射沉积、等通道转角挤压技术改善合金组织, 合金塑性有所提高^[3-5]. 东北大学开发了利用半连续铸造方法制备大尺寸规格且不添加任何变质剂的高硅铝合金锭坯的技术, 利用该技术制备的含镁高硅

铝合金锭坯, 通过预热处理进行共晶硅的颗粒离散, 再通过热塑性加工, 获得了可热处理强化的含镁高硅变形铝合金结构件^[6-7]. 从而实现了铝硅合金的变形, 增加了现有变形铝合金品种, 打破了世界范围内铝硅合金主要作为铸造合金使用的工业格局, 实现节约资源与节能降耗、发展循环经济的目的. 含镁高硅变形铝合金是可热处理强化合金, 含有 Si, Mg 两种强化元素, 开展含镁高硅变形铝合金热处理工艺的研究, 可以使人们对变形

收稿日期: 2014-11-14

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51401047); 中央高校基本科研业务费青年教师科研启动基金资助项目(N130302002).

作者简介: 刘芳(1980-), 女, 辽宁营口人, 东北大学讲师, 博士; 于福晓(1965-), 男, 山东乳山人, 东北大学教授, 博士生导师; 左良(1963-), 男, 安徽桐城人, 东北大学教授, 博士生导师.

铝硅合金的强韧化机理有所认识. 本研究针对不同固溶状态的变形铝硅合金进行 180 °C 人工时效处理, 考察了时效时间对合金组织和性能的影响.

1 实验材料和实验方法

采用半连续铸造制备直径为 114 mm 的 Al-12.7Si-0.7Mg 合金圆锭坯, 浇注温度为 780 °C, 铸造速度为 3.0 mm/s, 冷却水流量为 1.5 L/s. 铸锭经过 470 °C 保温 2 h 预先热处理后进行双模孔正向热挤压制备铝硅合金挤压型材. 利用线切割机在 Al-12.7Si-0.7Mg 合金挤压型材上沿挤压方向截取拉伸试样(试样厚度为 4 mm). 依据 ASTM E8/E8M-09 的规定, 加工小尺寸标准试样, 试样的形状和尺寸如图 1 所示. 将加工的拉伸试样, 在盐浴炉中进行 520 °C 保温 30 min 和 540 °C 保温 30, 60, 90 min 的固溶处理, 固溶处理的试样保温结束后于 3 s 内完成淬火处理, 淬火介质是室温的水. 试样淬火后立即进行 180 °C 保温 1, 2, 3, 4, 6, 8, 10, 12 h 人工时效处理.

测试挤压型材固溶处理(T4)和人工时效处理(T6)后的室温力学性能, 每个状态取 3 个试样进行测试, 力学性能指标取 3 个试样的平均值. 挤压型材合金的室温拉伸性能测试在东北大学材料研究所的 SANS 微机控制 CMT5105 型电子万能试验机上进行, 采用恒定的拉伸速率进行拉伸试验, 拉伸速度为 1 mm/min. 利用 Leica DMI5000M 金相显微镜和 JEM-7001F 场发射扫描电子显微镜观察合金的纵向面(与挤压方向平行的截面定义为纵向面)组织. 利用 Tecnai G² F20 透射电子显微镜观察合金挤压态和 T6 态的析出相形貌.

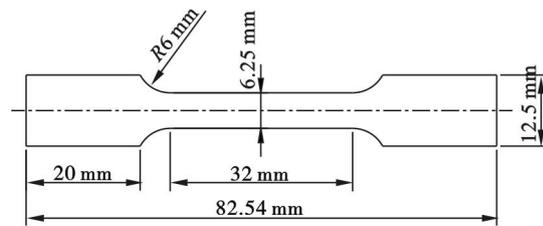


图 1 拉伸试样尺寸图
Fig. 1 Dimension of tensile specimen

2 结果与讨论

2.1 变形铝硅合金组织分析

图 2 是合金挤压型材组织的扫描电镜(SEM)形貌, 可以看到大量细小的硅颗粒较为弥散、均匀地分布于铝基体上. 结合能谱分析发现, 初始铸造组织中的 Mg₂Si 相和 Al₃FeMg₃Si₆ 相在热挤压过程中亦发生了粒化现象, 呈颗粒状或长条状沿着挤压方向分布在铝基体上.

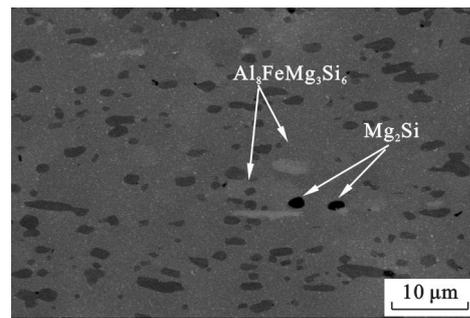


图 2 合金挤压型材的 SEM 图像
Fig. 2 SEM image of extruded alloy

图 3 为合金挤压型材经 520 °C 固溶处理 30 min, 180 °C 下分别时效 1, 2, 12 h 后的显微组织. 发现在相同的固溶条件下, 时效时间对硅颗粒

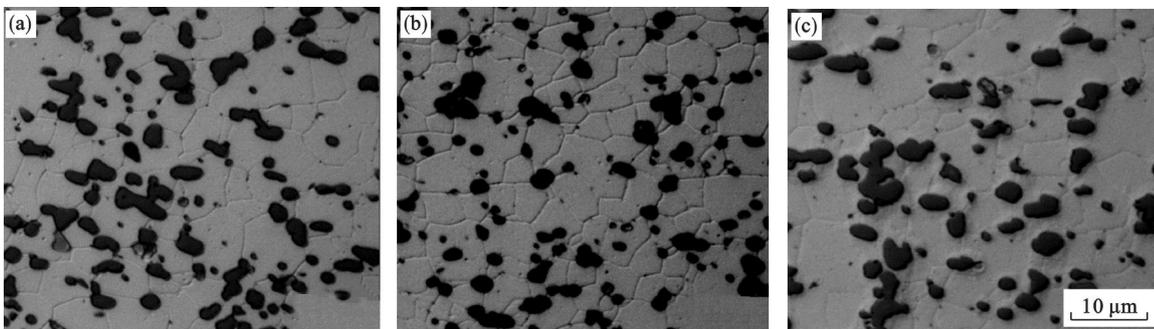


图 3 合金挤压型材 520 °C 固溶处理 30 min 180 °C 人工时效不同时间后的显微组织

Fig. 3 Microstructures of extruded alloy aged at 180 °C for different time after solutioning at 520 °C for 30 min
(a)—520 °C × 30 min + 180 °C × 1 h; (b)—520 °C × 30 min + 180 °C × 2 h; (c)—520 °C × 30 min + 180 °C × 12 h.

和晶粒尺寸没有明显的影响. 虽然固溶处理后的时效温度和时间能显著影响合金的力学性能, 但

在光学显微镜下, 时效条件对合金的组织没有明显影响^[8]. 540 °C 固溶处理后合金组织没有明显

变化, 仅仅硅颗粒尺寸略有长大, 这里不再赘述.

2.2 变形铝硅合金力学性能

图 4 给出了合金挤压型材经 520 °C 固溶 30 min, 180 °C 时效后的强度随时效时间的变化曲线. 可以看出, 合金具有明显的时效强化效应: 随着时效时间的延长, 合金的强度逐渐升高, 在时效 3 h 时达到峰值, 之后强度逐渐降低; 若继续延长时效时间, 合金的强度又有所升高, 出现了强度高于第一个峰值的第二个峰位, 再延长时间则合金强度又出现下降.

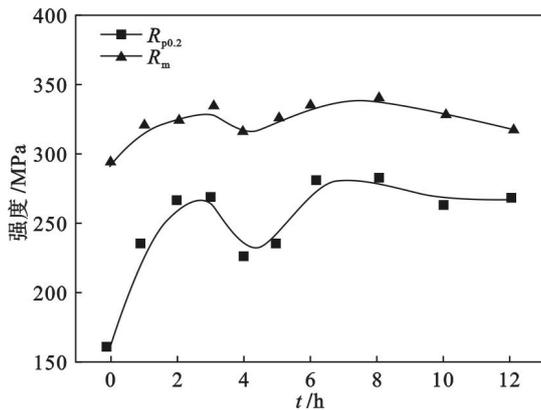


图 4 合金挤压型材经 520 °C 固溶 30 min, 180 °C 时效后的强度随时效时间的变化

Fig. 4 Dependence of strength on aging time of the extruded alloy aged at 180 °C after solutioning at 520 °C for 30 min

图 5 为合金挤压型材 540 °C 固溶不同时间随后 180 °C 时效后的强度随时效时间的变化曲线. 从图中可以看出, 540 °C 固溶 30 min 后随后时效处理合金的强度随时效时间延长而增加, 在 4 h 时达到峰值, 继续延长时效时间合金强度缓慢下降. 540 °C 固溶 60 min 随后时效处理合金强度在 4 h 达到峰值, 时效 4 ~ 10 h 时合金强度基本保持不变, 时效 12 h 时强度下降. 540 °C 固溶 90 min 随后时效处理, 合金强度在时效 3 h 时达到第一个峰值, 时效 4 h 和 6 h 时的强度基本相同, 在时效 8 h 时合金强度出现第二个峰值, 继续延长时效时间合金强度下降.

由图 4 和图 5 可以看出, 经过热处理后的合金有明显的时效强化现象, 随时效时间的延长, 合金的强度逐渐升高至峰值后降低, 这与前人的研究结果^[9-10]相同, 但是, 继续延长时效时间, 合金的强度再度升高, 在时效强化曲线上出现了第二个“峰”并且峰值之间存在明显的“谷”, 这类合金的这种时效强化“双峰”现象尚不多见. 推测可能是以下两种原因: 以往的研究者大多采用级数递增的时间坐标, 时间间隔比较宽, 因而时效强化的

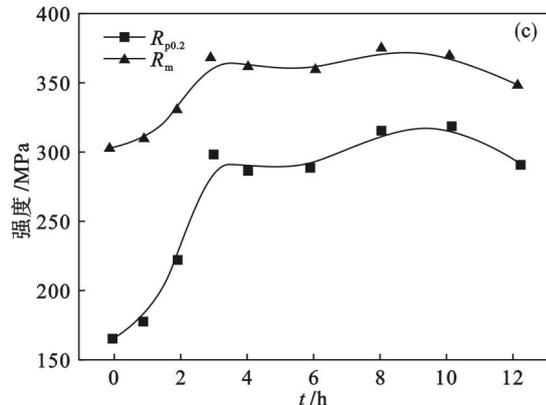
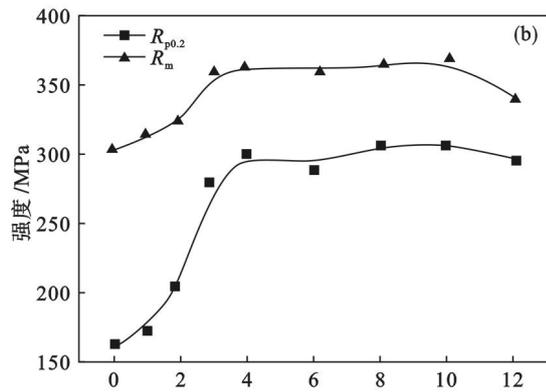
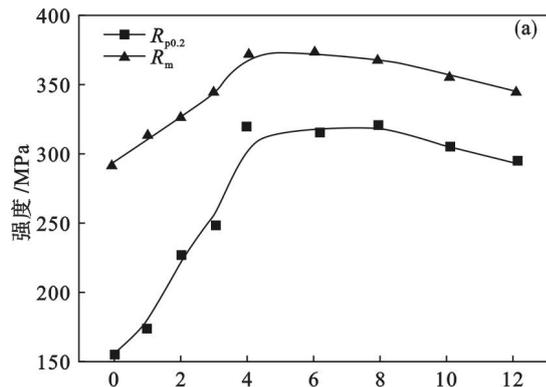


图 5 固溶态合金挤压型材经 180 °C 时效后的强度随时效时间的变化

Fig. 5 Dependence of strength on aging time of the extruded alloy aged at 180 °C in different solution treatments

(a)—540 °C × 30 min;

(b)—540 °C × 60 min; (c)—540 °C × 90 min.

第二个峰值很容易被忽略; 或者所选用的时效时间范围小, 在合金时效达到第一个峰值后结束. 由于本实验选用的时间间隔较小(1 ~ 2 h)且时间范围较宽(0 ~ 12 h), 一定温度以上时效, 强化曲线上的双峰现象被发现^[9-10]. 另外, 在时效条件相同的情况下对于不同固溶态的含镁变形铝硅合金, 强度曲线并没有全部出现时效“双峰”现象. 时效“双峰”只是在特定的热处理条件下出现的现象, 并不存在普遍性. 这说明时效强化型合金的

力学性能不但与时效过程形成的沉淀析出相密切相关,而且还受到固溶条件影响,这与强化相 Mg_2Si 固溶到基体中的量有关, $540\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 30 min 固溶到基体中的 Mg_2Si 含量要多于 $520\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 30 min 的含量. 不同含量的 Mg_2Si 使亚稳相在基体中析出长大速度不同,并且亚稳相转变会出现重叠现象,合金的强度与析出相的类型、尺寸、密度以及析出序列有关^[11-12]. 因此,要想充分提高合金相的强化能力,提高合金的综合性能,必须根据需要一个合适的固溶和时效条件,而不能将二者孤立.

针对合金强度随时效时间的变化,考察了合金经 $520\text{ }^\circ\text{C}$ 固溶 30 min, $180\text{ }^\circ\text{C}$ 时效后的透射电镜 (TEM) 组织 ($B = [001]_{Al}$), 如图 6 所示. 从图 6a

中 TEM 组织可以看出,合金挤压态基体上存在大量位错,经过人工时效后合金基体上分布大量的针状析出相,合金 $180\text{ }^\circ\text{C}$ 时效 1 h, 针状析出相长度在 $15\sim 30\text{ nm}$ 之间(图 6b), 时效 3 h 针状析出相长度在 $25\sim 50\text{ nm}$ 之间,此时合金的强度随着针状析出相尺寸的增加而上升,当时效时间增至 4 h, 针状析出相长度在 $50\sim 150\text{ nm}$ 之间,合金强度降低. 随着时效时间的延长,合金强度又出现了缓慢的上升,在时效 8 h 时达到第二个峰值,针状析出相长度在 $25\sim 60\text{ nm}$ 之间. 时效 12 h 针状析出相长度在 $50\sim 150\text{ nm}$ 之间,针状相长度比时效 8 h 的长,伴随着析出相长大合金强度下降. 因此,合金性能随时效时间的变化与析出相的尺寸密切相关.

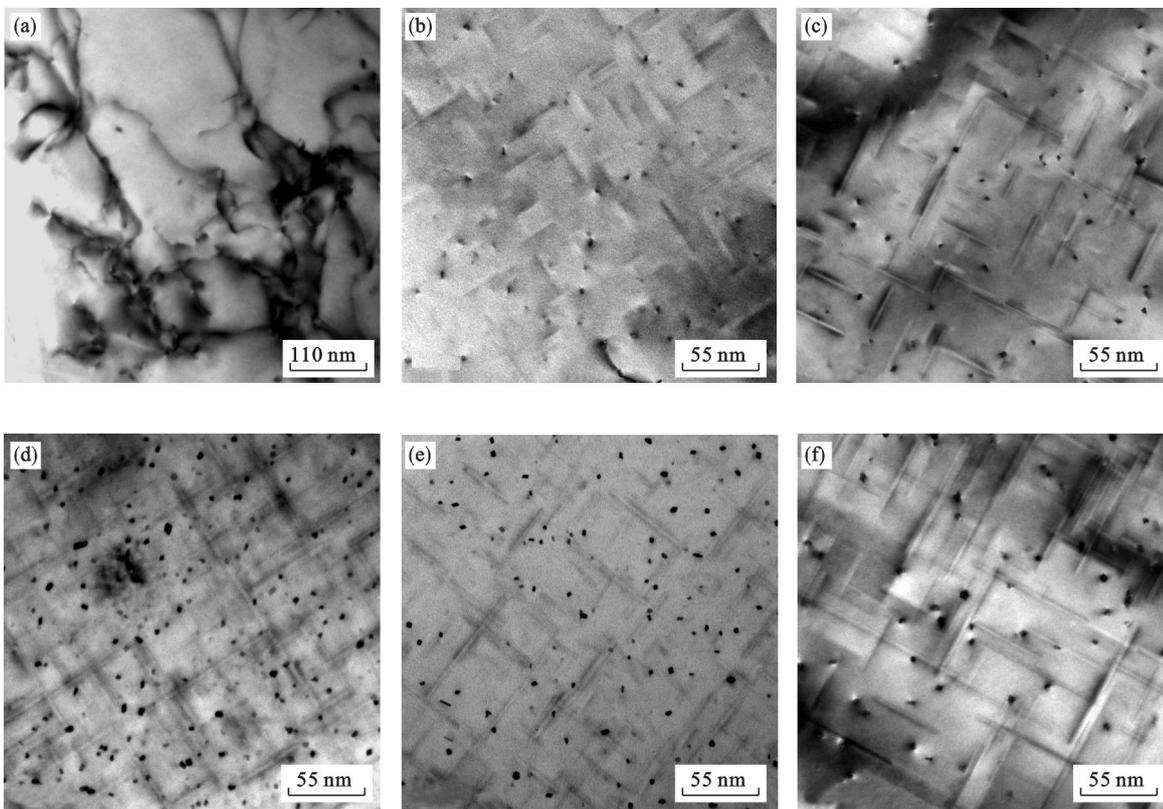


图 6 合金挤压型材 $520\text{ }^\circ\text{C}$ 固溶 30 min 后在 $180\text{ }^\circ\text{C}$ 时效不同时间的 TEM 照片

Fig. 6 TEM images of the extruded alloy aged at $180\text{ }^\circ\text{C}$ for different time after solutioning at $520\text{ }^\circ\text{C}$ for 30 min

(a)—挤压态; (b)—1 h; (c)—3 h; (d)—4 h; (e)—8 h; (f)—12 h.

时效 8 h 针状相长度与时效 4 h 比变短了,时效 8 h 时,析出相尺寸变小,原因不明确. 陈江华等^[13]发现 $Al-Mg-Si$ 系合金在 $180\text{ }^\circ\text{C}$ 时效 100 min 时硬度出现了下降,随后继续上升,认为此过程是析出相 $initial-\beta''(Mg_2Si_{2.6}Al_{6.4})$ 向 $\beta''(Mg_5Si_6)$ 相转变, $initial-\beta''(Mg_2Si_{2.6}Al_{6.4})$ 中 Al 原子不断地由 Mg 和 Si 原子来替换. Marioara 等^[14]对 6082 合金在 $150\text{ }^\circ\text{C}$ 时效,发现合金硬度

随时效时间延长在 11 h 出现第一个峰值,随后合金硬度增长缓慢,在 2 d 时出现了降低,继续时效在 9 d 时合金硬度出现了第二个峰值. 峰值变化规律与 $Al-12.7Si-0.7Mg$ 合金挤压型材一致,但是 6082 合金并没有在 9 d 时出现析出相长度变短的现象, Marioara 对该现象的解释是: 时效 11 h 后出现了 $pre-\beta''$ 向 β'' 转变, Al 原子不断地由 Mg 和 Si 原子来替换,在这过程中出现许多析

出相溶解释放 Mg 和 Si 原子,实现 pre- β'' 向 β'' 转变,之后析出相体积分数降低,但合金硬度较高是因为形成的 β'' 相更稳定,与基体共格关系比pre- β'' 差,有更好的强化效果.对于时效强化“双峰”现象的原因尚不清楚,在 Al-Mg-Si 合金的脱溶序列中, β'' 和亚稳定相 β' 都能有效地提高合金的强度,但强化效果却有所不同,GP 区和亚稳相的形成是部分重叠、交叉进行的,析出分布密度主要取决于合金的时效温度和时间.第一个时效强化峰值可能来源于 β'' 的弥散强化,当位错线切过 β'' 时,需要消耗较多的能量.而第二个时效强化峰值的出现可能和亚稳定相 β' 的形成相对应,位错不能切过只能绕过这些具有一定尺寸的亚稳定相时需要消耗能量.至于双峰之间的强度“谷”,处于 β'' 区向亚稳定相 β' 的转化阶段,该阶段高密度的 β'' 相发生溶解,而亚稳定相 β' 还没有完全形核长大,这个时期基体中析出相的密度减小, β' 相微粒尺寸较小,因而不能明显地起到阻碍位错运动的作用. Al-12.7Si-0.7Mg 合金中亚稳定相间的转变存在时间间隔,可能是造成合金时效强化双峰现象的主要原因^[15].

3 结 论

1) 含镁高硅变形铝硅合金经 520 °C 固溶 30 min 随后 180 °C 时效强化曲线在时效 3 h 和 8 h 存在明显的时效“双峰”,第二个时效强化峰高于第一个时效强化峰.

2) 变形 Al-12.7Si-0.7Mg 合金的时效“双峰”只是在特定的热处理条件下出现的现象,并不存在普遍性.

3) 时效“双峰”的出现与析出相的类型、尺寸以及析出序列演变有关.

参考文献:

- [1] Guiglionda G, Poole W J. The role of damage on the deformation and fracture of Al-Si eutectic alloys [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2002, 336(1): 159-169.
- [2] Chen M, Alpas A T. Ultra-mild wear of a hypereutectic Al-18.5wt% Si alloy [J]. *Wear*, 2008, 265(1/2): 186-195.
- [3] Srivastava A K, Srivastava V C, Gloter A, et al. Microstructural features induced by spray processing and hot extrusion of an Al-18% Si-5% Fe-1.5% Cu alloy [J]. *Acta Materialia*, 2006, 54(7): 1741-1748.
- [4] Ma A B, Takagi M, Saito N, et al. Tensile properties of an Al-11 mass% Si alloy at elevated temperatures processed by rotary-die equal-channel angular processing [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2005, 408(1): 47-153.
- [5] 刘相法, 乔进国, 刘玉先, 等. Al-P 中间合金对共晶和过共晶 Al-Si 合金的变质机制 [J]. *金属学报*, 2004, 40(5): 471-476.
(Liu Xiang-fa, Qiao Jin-guo, Liu Yu-xian, et al. Modification performance of the Al-P master alloy for eutectic and hypereutectic Al-Si alloys [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2004, 40(5): 471-476.)
- [6] Yu F X, Pei J H, He K Z, et al. Solidification microstructure and temperature field during direct chill casting of Al-16Si alloy [J]. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2009, 62(4/5): 347-351.
- [7] Liu F, Yu F X, Zhao D Z, et al. Microstructure and mechanical properties of an Al-12.7Si-0.7Mg alloy processed by extrusion and heat treatment [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2011, 528(10): 3786-3790.
- [8] Miao W F, Laughlin D E. Precipitation hardening in aluminum alloy 6022 [J]. *Scripta Materialia*, 1999, 40(7): 873-878.
- [9] 李润霞, 李荣德, 杨秀英, 等. 高强度铸造 Al-Si-Cu-Mg 合金时效特性的研究 [J]. *铸造*, 2003, 52(6): 390-394.
(Li Run-xia, Li Rong-de, Yang Xiu-ying, et al. Age hardening characteristics of high strength cast Al-Si-Cu-Mg Alloy [J]. *Foundry*, 2003, 52(6): 390-394.)
- [10] Li R X, Li R D, Zhao Y H, et al. Age-hardening behavior of cast Al-Si base alloy [J]. *Materials Letters*, 2004, 58(15): 2096-2101.
- [11] Pogatscher S, Antrekowitsch H, Leitner H, et al. Influence of the thermal route on the peak-aged microstructures in an Al-Mg-Si aluminum alloy [J]. *Scripta Materialia*, 2013, 68(2): 158-161.
- [12] Gupta A K, Lloyd D J, Court S A. Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 316(1): 11-17.
- [13] Chen J H, Costan E, van Huis M A, et al. Atomic pillar-based nanoprecipitates strengthen AlMgSi alloys [J]. *Science*, 2006, 312(5772): 416-419.
- [14] Marioara C D, Andersen S J, Jansen J, et al. Atomic model for GP-zones in a 6082 Al-Mg-Si system [J]. *Acta Materialia*, 2001, 49(2): 321-328.
- [15] 李润霞, 李荣德, 何立子, 等. 可热处理铸造 Al-Si 系合金时效行为研究 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2004, 33(2): 171-175.
(Li Run-xia, Li Rong-de, He Li-zi, et al. Age-hardening behavior of heat-treatable Al-Si-base cast alloy [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2004, 33(2): 171-175.)