

电脉冲时效时间对 Al-7Si-0.55Mg 合金组织和性能的影响

张 雷¹ 康凯娇² 石德全²

(1.东北轻合金责任有限公司熔铸厂; 2.哈尔滨理工大学材料科学与工程学院)

摘 要 以 Al-7Si-0.55Mg 合金为研究对象,在时效过程中施加电脉冲,保持脉冲电流、脉冲频率及占空比一定,改变时效时间进行试验。结果表明,Al-7Si-0.55Mg 合金通过电脉冲时效能有效地缩短时效时间,使合金进行快速时效。与常规热处理相比,Al-7Si-0.55Mg合金经过电脉冲时效处理(4~7 h)后的硬度和电导率显著提高。电脉冲时效处理 5 h 后合金的伸长率为 3.15%,高于常规热处理的 3%,时效时间缩短 3 h。获得了 Al-7Si-0.55Mg 合金的最佳电脉冲时效工艺参数:脉冲电流为 8 A、脉冲频率为 700 Hz、占空比为 0.5、时效温度为 160 ℃、时效保温为 5 h。

关键词 电脉冲;时效处理;Al-7Si-0.55Mg 合金;组织性能

中图分类号 TG166.3;TG146.21 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.12.010

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effects of Electric Pulse Aging Time on Microstructure and Properties of Al-7Si-0.55Mg Alloy

Zhang Lei¹, Kang Kaijiao², Shi Dequan²

(1.Melting and Casting Plant, Northeast Light Alloy Co., Ltd.;

2.School of Materials Science and Technology, Harbin University of Science and Technology)

Abstract: The electric pulse was applied on Al-7Si-0.55Mg alloy during the aging process with the fixed pulse current, pulse frequency and duty ratio, and variable aging time. The results indicate that the aging time of Al-7Si-0.55Mg alloy can be effectively shortened by electric pulse, leading to the rapidly aging. Compared with conventional heat treatment, the hardness and electrical conductivity of Al-7Si-0.55Mg alloy are significantly improved after electric pulse aging treatment for 4~7 h. The elongation is 3.15% after electric pulse aging treatment for 5 h, which is higher than that of 3% of ones after conventional heat treatment, and the aging time is shortened by 3 h. The optimum process parameters of Al-7Si-0.55Mg alloy can be presented as follows: pulse current of 8 A, pulse frequency of 700 Hz, duty ratio of 0.5, aging temperature of 160 ℃ and aging holding time of 5 h.

Key Words: Electric Pulse, Aging Treatment, Al-7Si-0.55Mg Alloy, Microstructure and Properties

Al-7Si-0.55Mg 合金具有优良的铸造工艺性能、良好的力学、耐腐蚀以及焊接性能,被广泛应用在航空航

天、交通运输等领域^[1,2]。工业的发展对 Al-7Si-0.55Mg合金的综合性能也提出了更高的要求。由于铸

收稿日期:2021-05-14;修改稿收到日期:2021-05-27

第一作者简介:张雷,男,1978 年出生,工程师,哈尔滨(150060),E-mail:dc7539700@163.com

通信作者:石德全,男,1977 年出生,教授,哈尔滨(150040),E-mail:shidequan2008@163.com

引用格式:张雷,康凯娇,石德全. 电脉冲时效时间对 Al-7Si-0.55Mg 合金组织和性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(12):1 499-1 503.

ZHANG L, KANG K J, SHI D Q. Effects of electric pulse aging time on microstructure and properties of Al-7Si-0.55Mg alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(12):1 499-1 503.

[17] ZHENG Q J, ZHANG L L, JIANG H X, et al. Effect mechanisms of micro-alloying element La on microstructure and mechanical properties of hypoeutectic Al-Si alloys[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2020, 47: 142-151.

[18] EASTON M A, STJOHN D H. Partitioning of titanium during solidification of aluminium alloys[J]. Materials Science and Technology, 2000, 16: 993-1 000.

[19] WANG T M, CHEN Z N, FU H W, et al. Grain refinement mechanism of pure aluminum by inoculation with Al-B master alloys[J]. Materials Science and Engineering, 2012, A549: 136-

143.

[20] TAKEUCHI A, INOUE A. Classification of bulk metallic glasses by atomic size difference, heat of mixing and period of constituent elements and its application to characterization of the main alloying element[J]. Materials Transactions, 2005, 46: 2 817-2 829.

[21] MULAZIMOGLU M H, DREW R A L, GRUZLESKI J E. Electrical conductivity of aluminum-rich Al-Si-Mg alloys[J]. Journal of Materials Science Letters, 1989(8): 297-300.

(编辑:栗万仲)

造 Al-Si 合金组织中均存在一些粗大的共晶相,可以通过固溶时效强化,以改善其综合性能,但是传统的热处理方法存在能耗高、时间长等缺点^[3,4]。国内外学者研究了不同工艺参数对 Al-7Si-0.55Mg 合金的铸造工艺、力学性能、耐腐蚀性以及焊接性能的影响,特别对该合金的固溶时效等热处理工艺过程进行了深入研究^[5,6]。但有关对 Al-7Si-0.55Mg 合金进行快速时效处理的研究未见报道。

Al-7Si-0.55Mg 合金在一定的固溶温度和固溶时间下进行固溶处理后,在时效过程中施加电脉冲,脉冲电流、脉冲频率以及占空比一定,改变时效时间。从时效前后合金的电导率、力学性能的变化,选出最佳的电脉冲时效时间,并通过扫描电镜和能谱分析观察电脉冲时效后 Al-7Si-0.55Mg 合金的微观组织。确定 Al-7Si-0.55Mg 合金经过固溶后通过电脉冲时效是否能有效地缩短时效时间,使合金进行快速时效,以期为 Al-7Si-0.55Mg 合金的热处理工艺优化提供参考。

1 试验材料与方法

选用金属型铸造 Al-7Si-0.55Mg 合金试棒,根据 GJB 1695-1993,将 Al-7Si-0.55Mg 合金试样进行 535℃×12 h 固溶处理,随即在 60℃水中淬火。然后采用 SOYI-5020DM 双脉冲电源进行电脉冲时效处理,见图 1,每组取 3 根 Al-7Si-0.55Mg 合金试棒用铜导线串联,铜线的捆绑处要尽量靠近试棒的两自由端,使试棒接触电流的长度尽可能增大。而且要保证铜线与试棒接触良好,从而使试棒各处的电流均匀,将铜线两端与双脉冲电源的输出端连接,待炉温升至 160℃,将试棒放入箱式电阻炉中进行时效处理,打开脉冲电源设定好相应的参数,保温相应的时间,出炉空冷,重复此热处理过程。

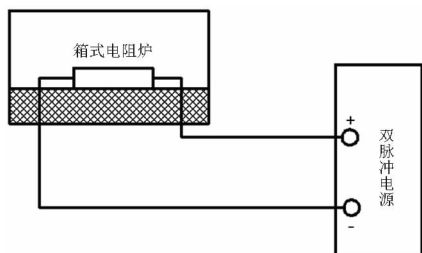


图 1 电脉冲时效过程示意图

Fig.1 Schematic diagram of electric pulse aging process

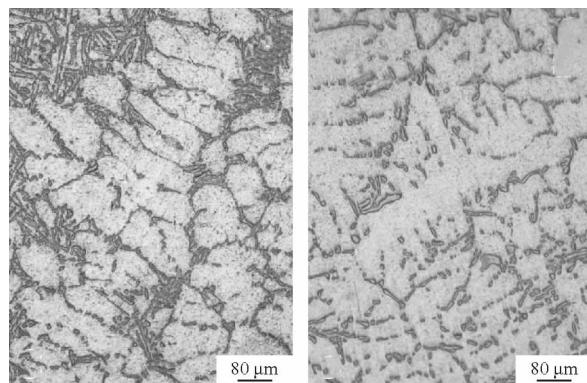
具体试验方案:电脉冲时效时间分别为 2、3、4、5、6、7 h,脉冲电流为 8 A,脉冲频率为 700 Hz,占空比为±0.5(在一个脉冲周期内,通电时间占脉冲周期的比例)。并对未添加电脉冲的常规热处理试样作为对照组。采用 FCM5000 光学显微镜和 JEM-2100 型透射电

镜对铸态、常规热处理以及固溶后施加电脉冲时效后的 Al-7Si-0.55Mg 合金的组织形貌分析,判断施加电脉冲时效是否能够缩短时效时间。

2 试验结果及分析

2.1 铸态及常规热处理态 Al-7Si-0.55Mg 合金的显微组织

Al-7Si-0.55Mg 合金铸态和常规热处理态(535℃×12 h 固溶+60℃淬火+160℃×8 h 时效+空冷)的显微组织见图 2。可以看出,铸态组织中浅色相为 α-Al 基体,深色相为共晶相,其中共晶相在沿着晶界的方向呈粗大的树枝状,一些颗粒状相由于偏析作用不规则地聚集在一起,有些共晶相呈很细的长条状,由于该共晶相的端部尖锐,对基体产生很大的割裂作用,影响铸态合金的性能^[7~9]。



(a) 铸态

(b) 热处理态

图 2 铸态及常规热处理的 Al-7Si-0.55Mg 合金的显微组织
Fig.2 Microstructure of as-cast and conventional heat-treated Al-7Si-0.55Mg alloys

从图 2 可以看出,热处理后合金中共晶相形貌发生明显的变化,很细的多角长条状组织明显减少。由于这些多角长条状组织处于高能不稳定状态,在固溶处理时容易溶入 α-Al 基体,淬火处理后形成过饱和固溶体,在经过时效后 Si 相在基体中形核长大生成沉淀相,尖角明显减少。此外,呈长针状共晶相组织表面趋于圆钝并逐渐形成颗粒,部分共晶相呈小圆球状,在 α-Al 基体中分布均匀且弥散,这样对 α-Al 基体的割裂作用大大降低^[10,11]。

2.2 脉冲时效时间对 Al-7Si-0.55Mg 合金组织的影响

图 3 为 Al-7Si-0.55Mg 合金经过 535℃×12 h 固溶+60℃淬火+电脉冲时效处理不同时间得到的金相组织。可以看出,Al-7Si-0.55Mg 合金主要由 α-Al 基体、共晶相和少量的 β-Mg₂Si 相组成。经脉冲时效 2 h 时,基体上分布着大量共晶相,虽然也呈长条状,但与图 2a 相比,粗大的针片状共晶相得到一定的细化,晶粒细

小且晶界处析出的第二相尖角变得圆钝,见图 3a。脉冲时效 3 h 后,基体上分布的共晶相尺寸变小,部分分布比较均匀。当脉冲时效 4 h 时,共晶相有一些呈圆钝的颗粒状在基体上均匀分布。当脉冲时效 5 h 时,共晶相在基体中分布均匀,且明显细化。但是脉冲时效 6 h

时,合金内的共晶相又开始聚集,晶粒尺寸变大,脉冲时效 7 h 时变得更加明显。综合来看,随着脉冲时效时间增加,在基体上分布的共晶相先细化后又变粗大。经过对比不同时效时间合金的显微组织,在其他条件一定时,Al-7Si-0.55Mg 合金在电脉冲时效 5 h 的组织细化

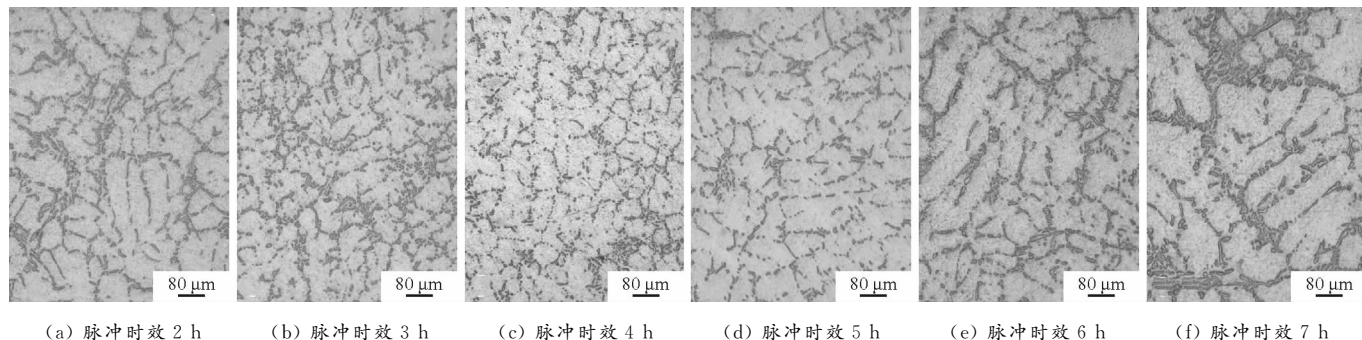


图 3 Al-7Si-0.55Mg 合金在不同脉冲时间时效时的显微组织

Fig.3 Microstructure of Al-7Si-0.55Mg aluminum alloys with different pulse aging time

程度及共晶相分布最佳。

Al-Si 合金的时效析出过程主要为过饱和固溶体 $\alpha \rightarrow \text{G.P.区} \rightarrow \beta'' \text{相} \rightarrow \beta' \text{相} \rightarrow \beta \text{相}$,其合金元素沉淀过程主要为 3 个阶段^[6,7]。

(1)G.P.区 在固溶淬火后进行时效,固溶体中 Si、Mg 在 α -Al 基体上重新组合,这时会出现溶质原子偏聚,其与 α -Al 基体保持完全共格关系。随着晶格畸变程度增加,起到钉扎效果,内部位错运动受阻,使 Al-7Si-0.55Mg 合金力学性能显著增加,导电性降低。接着合金元素会以一定的比例进行偏聚形成 G.P. II 区,合金的强度会进一步提高,为接下来形成 β'' 相做准备。

(2) β'' 相(过渡相) 时效时间延长,G.P.区长大形成 β'' 相,该相与 α -Al 基体呈完全共格关系,会有大量的 G.P. II 区与少量的 β'' 亚稳相结合,此时合金的强度最高。Si、Mg 进一步聚集与基体呈半共格形成 β' 相。

(3) β 相(平衡相) 亚稳相逐渐向稳定相转变,在基体的内部分布着细小的第二相粒子,在晶界分布着较为粗大的粒子,第二相粒子会聚集长大粗化,合金内晶格畸变减小,使合金的强度、硬度降低,塑性、韧性增加,在 Al-7Si-0.55Mg 合金晶界处析出 Mg_2Si 相。

Al-7Si-0.55Mg 合金在固溶处理后进行电脉冲时效处理时,固溶后产生的过饱和固溶体中的 Si、Mg 元素在 α -Al 基体上重新组合,这时会出现 G.P.区。时效时间逐渐延长,Al-7Si-0.55Mg 合金内聚集长大的 G.P.区会形成 β'' 、 β' 过渡相,这些过渡相与 α -Al 基体是半共格关系,时效时间越长,形成的不稳定相越多。由于过渡相不稳定,使基体晶格发生畸变,合金的组织分布会比较均匀,共晶相及 β'' 、 β' 相尺寸比较细小,此时合金的性能也比较好。但若时效时间过长, β'' 、 β' 过渡相会转为 β 相,该相与基体呈非共格关系,在合金内有明显的

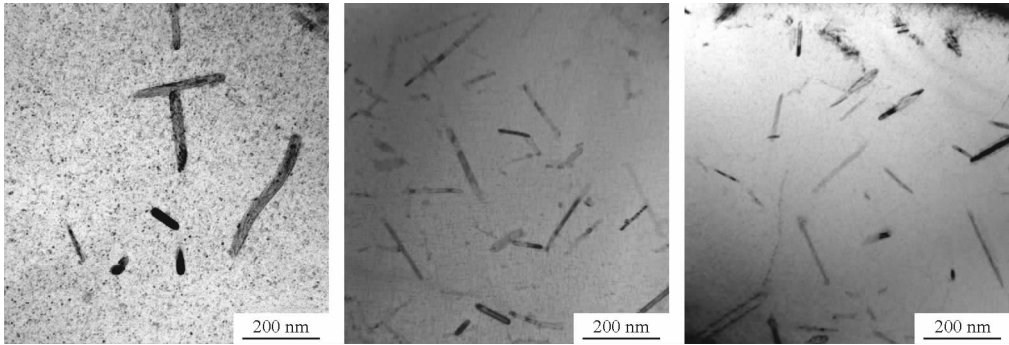
相界面出现,会出现比较大的共晶相或析出第二相,将比较小的相分解,使体积比较大的相越来越大直至粗化^[12]。所以,在时效 7 h 后的显微组织会看到共晶相又聚集长大,而 Al-7Si-0.55Mg 合金在电脉冲时效 5 h 时的组织分布均匀,其性能比较好。

2.3 不同时效时间下 Al-7Si-0.55Mg 合金的 TEM 组织

对于 Al-Si-Mg 合金的相组成,以 α -Al 为基体,其上面分布两种组织, α -Al+共晶 Si 相,其中一小部分 Si 形成 β 相(Mg_2Si)。Si 能够控制合金时效时析出序列中的 G.P.区以及 Mg-Si 共同团簇数量。由于 Al-7Si-0.55Mg 合金中 Mg 含量很低,所以时效析出 β 相比较少。

不同时效时间下 Al-7Si-0.55Mg 合金试样的 TEM 组织见图 4。从图 4a 可以看出,在基体中分布着大量点状 Si(其直径不大于 9 nm),均匀地分布于基体上,还有少量的棒状析出物 β 相,这些析出相长短不一,其长度为 46~232 nm,宽度为 14~32 nm。从图 4b 可以看到,时效 7 h 时的点状 Si 析出相明显减少,棒状 β 相逐渐增多,其长为 50~150 nm,宽为 15~25 nm。而常规时效 8 h 时合金析出相的组织形貌,较电脉冲时效 3 h 点状 Si 析出相减少,棒状 β 相增加,与电脉冲时效 7 h 的棒状 β 相差不多。合金在时效过程中施加电脉冲能够加快棒状析出相的析出速度,随着时效时间增加,Al-7Si-0.55Mg 合金随着棒状析出物的增加其强度也随之提高。电脉冲时效 7 h 的与 3 h 相比,其棒状析出相变小但数量增加。对于这一现象, MARIOARA C D 等^[13]研究表明,当时效时间为 3 h 时,过饱和固溶体中 Mg、Si 偏聚,Al 基体不断地由 Mg、Si 元素替换,此时形成的 G.P.区与基体保持完全共格关系。但随着时效

时间延长,析出相逐渐增多,G.P.区逐渐向 β'' 、 β' 过渡相转变,该不稳定的过渡相能够有效地提高合金的强度。



(a) 脉冲时效 3 h (b) 脉冲时效 7 h (c) 常规热处理

图 4 Al-7Si-0.55Mg 合金不同时效时间的 TEM 组织形貌

Fig.4 TEM morphologies of Al-7Si-0.55Mg alloy with different aging time

2.4 脉冲时效时间对 Al-7Si-0.55Mg 合金性能的影响

图 5 为 Al-7Si-0.55Mg 合金在常规固溶处理后,再在 160 ℃ 进行脉冲时效处理不同时效时间后的硬度和电导率,其中 8 h 的为时效过程中未施加电脉冲的常规热处理合金。铸态及常规热处理后 Al-7Si-0.55Mg 合金硬度 (HB) 及电导率分别为 69、92 及 19.49、20.94 MS/m。合金经电脉冲时效时,随保温时间逐渐延长,其硬度也逐渐增大。在时效保温时间为 5、6、7 h,其硬度均能达到经过常规热处理时的硬度。其电导率随着时效保温时间延长,先快速增加,而后缓慢降低。在电脉冲时效 4~7 h 的电导率比铸态合金电导率增加显著,同时还优于常规热处理态的合金。

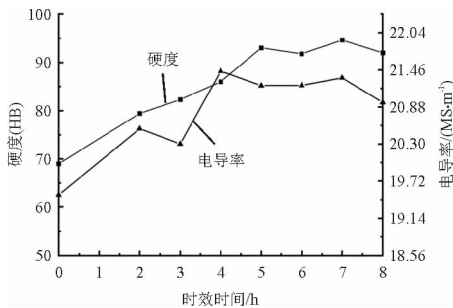


图 5 Al-7Si-0.55Mg 合金硬度及电导率随脉冲时效时间变化曲线

Fig.5 Variation curves of hardness and conductivity of Al-7Si-0.55Mg alloys with pulse aging time

合金时效处理时电导率与第二相析出速度有直接关系,随着合金中析出相增多,该析出相对电子的散射小于在 α -Al 基体内晶格畸变对电子的散射,所以此时 Al-7Si-0.55Mg 合金电导率会增加。时效保温时间逐渐延长,合金晶格畸变逐渐降低,内部产生电子散射作用减小,合金电导率明显增加。但是当合金中的第二相不断析出,固溶体的饱和度减小,则第二相的析出速度也会降低,电导率会随着第二相不断平衡后趋于稳定。

时效时间直接影响 Al-7Si-0.55Mg 合金时效处理中析出相尺寸,因此合金的性能与时效时间关系密切。

综合来看,在时效过程中施加电脉冲同时缩短时效时间对提高 Al-7Si-0.55Mg 合金硬度及电导率有显著作用。

图 6 为 Al-7Si-0.55Mg 合金在不同时效时间下的抗拉强度及伸长率。可以明显看到,时效保温时间延长,合金抗拉强度呈 M 型增长,与铸态合金相比,经过热处理后合金的抗拉强度显著提高。其中,时效时间小于 2 h 时,合金的抗拉强度不高,这是由于合金在电脉冲时效时保温时间过短,合金内析出的 β'' 、 β' 过渡相数量较少。时效时间越长,合金抗拉强度越大,时效时间为 5、6、7 h 时,合金抗拉强度为 302、295、315 MPa,均超过经 8 h 常规时效处理时的 (290 MPa)。合金伸长率随着脉冲时效时间的延长,在时效 2~4 h 时合金伸长率降低比较迅速,5~7 h 降低趋势变缓,主要是随着时效时间延长,合金内析出过渡相逐渐向 β 平衡相转变,该相是脆性相,合金伸长率又缓慢下降。因此,在抗拉强度超过 290 MPa 的时效时间中,时效 5 h 时合金的伸长率为 3.15%,仍大于常规热处理的 3%,同时缩短 3 h 的时间,节约了能源。

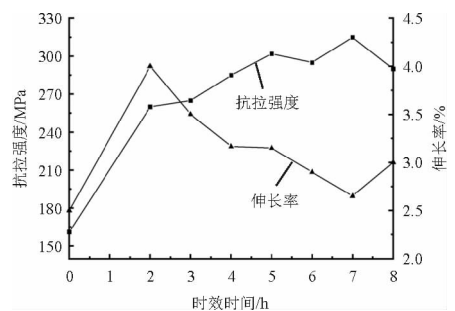


图 6 Al-7Si-0.55Mg 合金抗拉强度及伸长率随时效时间变化曲线

Fig.6 Variation curves of tensile strength and elongation of Al-7Si-0.55Mg alloys with pulse aging time

经过热处理后的 Al-7Si-0.55Mg 合金主要由 α -Al 基体、共晶相和少量的 β -Mg₂Si 相组成。Al-7Si-0.55

Mg 合金在固溶处理后进行时效处理,形成过饱和固溶体中 Si、Mg 在 α -Al 基体重新组合,这时会出现溶质原子偏聚 G.P.区。随着时效时间逐渐延长,聚集 G.P.区形成 β'' 、 β' 过渡相,这些过渡相与 α -Al 基体呈半共格关系,使基体晶格发生畸变合金的强度得到提高。合金中的 β'' 、 β' 过渡相越多,Al-7Si-0.55Mg 合金强度越高,伸长率越低。在一定范围内,时效时间逐渐延长,Al-7Si-0.55Mg 合金内形成的 β'' 、 β' 过渡相越多,但是如果时效时间过长(超过 7 h),合金内这些过渡相逐渐形成 β 平衡相。该相与基体呈非共格关系,且有明显的相界面出现,该相会不断长大至粗化,对基体产生的晶格畸变逐渐减小,使合金的强度又降低,伸长率再增高,但是当合金中的 β 平衡相过多时,该相属于脆性相,也会使 Al-7Si-0.55Mg 合金塑性、韧性降低。

合金的时效过程是一个固态相变过程,扩散又是析出相形核长大及粗化过程的主要控制因素,合金除了在常规热处理时施加温度场以外,还可以通过施加电场及磁场等能量场来影响合金体系的自由能,即影响了合金时效过程中析出相的原子扩散的方式以及形核长大、粗化的过程。

Al-7Si-0.55Mg 合金在电脉冲时效过程中,由于电场及温度场复合作用,可以使合金内部原子向两个方向撞击,在施加小脉冲电流时,合金内扩散激活能减小,使原子扩散更加均匀,还有利于空位运动,使共晶相和析出相的形核速率提高。由于 Al-7Si-0.55Mg 合金中 Si、Mg 含量一定,析出相从过饱和固溶体脱溶析出的数量也一定,所以形核率变大增加了形核区域,使析出第二相更弥散。同时还增加了基体的空位消耗,使空位浓度降低,导致第二相的长大速率减小,抑制了析出相的长大,使析出相变得细小、弥散。

3 结 论

(1) Al-7Si-0.55Mg 合金铸态组织以粗大树枝状或颗粒状(α -Al+Si)共晶相和 α -Al 基体组成。细长条状共晶相端部尖锐,对基体产生很大的割裂作用。经热处理后合金组织中长条状的共晶相趋于圆钝并逐渐发生粒化,其中一些共晶相呈小球状,在 α -Al 基体中分布均匀。

(2) Al-7Si-0.55Mg 合金经过相同条件的固溶处理后,进行电脉冲时效(脉冲电流为 8 A、脉冲频率为 700 Hz、占空比为 0.5),随着时效时间延长,合金内的共晶相在基体上经历先细化又粗化的过程,其分布由逐渐均匀到聚集。根据力学性能及合金组织的形貌及分布,确定最佳的电脉冲时效时间为 5 h,与常规热处理相比时效时间缩短 3 h。

(3) Al-7Si-0.55Mg 合金在固溶处理后,施加电脉冲进行时效处理的最佳热处理工艺:时效温度为 160 $^{\circ}\text{C}$ 、占空比为 0.5、脉冲电流为 8 A、脉冲频率为 700 Hz、时效保温为 5 h。

参 考 文 献

- [1] JIANG L T, WU G H, YANG W S, et al. Effect of heat treatment on microstructure and dimensional stability of ZL114A aluminum alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2010, 20 (11): 2 124-2 128.
- [2] 王剑,曹东,许德英. 高导热共晶 Al-Si 合金的制备及其性能[J]. 特种铸造及有色合金, 2018, 38(4): 441-445.
- [3] GONZALEZ-RIVERA C, CAMPILLO B, CASTRO M, et al. On the local microstructural characteristics observed in sand cast Al-Si alloys[J]. Materials Science & Engineering, 2000, A279 (1-2): 149-159.
- [4] TANSKI T, LABISZ K, KRUPINSKA B, et al. Analysis of crystallization kinetics of cast aluminum-silicon alloy[J]. Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, 2016, 123(1): 63-74.
- [5] WANG Z C, CONG F G, WANG Y J, et al. Effect of ageing process on microstructure and properties of 2124 aluminum alloy plate[J]. Light Alloy Fabrication Technology, 2014, 58 (4): 423-37.
- [6] 贺晓军,何智勇,刘洋,等. 铸造铝合金 ZL114A 的热处理工艺[J]. 宇航材料工艺, 2013, 43(3): 92-94.
- [7] 何国强,郑进城,李卫超,等. 时效制度对 ZL114A 合金腐蚀性能的影响[J]. 腐蚀与防护, 2009, 30(1): 50-52.
- [8] 李卫超. 固溶温度和时间对 ZL114A 合金组织的影响[J]. 机械工程材料, 2008, 32(11): 25-27.
- [9] GUPTA A K, LLOYD D J, COURT S A. Precipitation hardening in Al-Mg-Si alloys with and without excess Si[J]. Materials Science & Engineering, 2001, A316(1-2): 11-17.
- [10] 甘长红,廖希亮,方燕,等. 脉冲电流对亚共晶 Al-Si 合金凝固组织的影响[J]. 铸造技术, 2006, 27(3): 252-254.
- [11] KANG K J, LI D Y, GAO G L, et al. Effect of electric pulse current rapid aging treatment on microstructure and properties of Al-7Si-0.55Mg alloy[J]. Metals, 2019, 9 (10): 1 103.
- [12] STARINK M J, GAO N, DAVIN L, et al. Room temperature precipitation in quenched Al-Cu-Mg alloys: a model for the reaction kinetics and yield strength development[J]. Philosophical Magazine, 2005, 85(13): 1 395-1 417.
- [13] MARIOARA C D, ANDERSEN S J, JANSEN J, et al. The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β' Phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy[J]. Acta Materialia, 2003, 51 (3): 789-796.

(编辑:栗万仲)

欢迎使用在线稿件处理系统

投稿、查稿、审稿

敬请登录 www.special-cast.com