

Al-Mg-Si 合金中 α -Al(FeMn)Si 弥散相和力学性能研究

李 凯^{1,2} 任 飞¹ 鲁 强¹ 朱 凯¹ 李世晨³ 兰新月¹ 李院斌¹ 吴 皇² 颜 宁² 马春德² 杜 勇^{1,2}

(1.中南大学粉末冶金国家重点实验室; 2.中南大学高等研究中心材料微结构研究所;
3.中南大学材料科学与工程学院)

摘 要 采用 SEM 和原位 TEM 技术研究了均匀化热处理过程中不同 Mn 含量 Al-Mg-Si-Mn-Cu-Fe 合金的组织与性能演变,定量阐述了 α -Al(FeMn)Si 弥散相的形核、长大及粗化行为。利用低电压高分辨 SEM 的超低穿透深度成像和图像统计分析,精确测定了均匀化热处理过程中弥散相颗粒尺寸逐步增大及其体积分数先增加后降低的峰形变化规律,并阐明了弥散相对合金力学性能的关键影响。研究发现,580 ℃下进行 8 h 左右的均匀化热处理可以得到尺寸合适且体积分数最高的弥散相和最优的综合力学性能,过长的热处理时间会导致弥散相粗化从而降低合金的力学性能。此外,添加适量 Mn 元素(0.5%)并进行均匀化热处理能明显改善合金的抗拉强度与伸长率,但添加过量的 Mn 元素(0.8%)会引起初生相严重粗化,降低合金的力学性能。

关键词 Al-Mg-Si 合金; α -Al(FeMn)Si 弥散相;力学性能

中图分类号 TG146.21;TG113.25 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.06.001

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effects of α -Al(FeMn)Si Dispersoids on Mechanical Properties of Al-Mg-Si Alloys

Li Kai^{1,2}, Ren Fei¹, Lu Qiang¹, Zhu Kai¹, Li Shichen³, Lan Xinyue¹,
Li Yuanbin¹, Wu Huang², Yan Ning², Ma Chunde², Du Yong^{1,2}

(1.State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University;
2.Institute for Materials Microstructure, Central South University;
3.School of Materials Science and Engineering, Central South University)

Abstract: The evolution of microstructures and mechanical properties of Al-Mg-Si-Mn-Cu-Fe alloys with different Mn contents during the homogenization heat treatment were investigated by SEM and in-situ TEM. Nucleation, growth and coarsening of α -Al(FeMn)Si dispersoids were thus quantitatively described. The peak shaped evolution law that dispersoid size is increased gradually and its volume fraction is increased firstly and then decreased during the homogenization heat treatment were measured with high precision, based on ultra-low penetration depth imaging and statistical analysis using low voltage and high resolution. The drastic influence of dispersoids on mechanical properties of alloys was clarified. The results indicate that homogenization heat treatment at 580 ℃ for about 8 h generates the highest volume fraction of dispersoids with adequate size and thus the alloy exhibits optimal comprehensive mechanical properties, while longer treatment leads to coarsening of dispersoids and degradation of mechanical properties. Moreover, the tensile strength and elongation of the alloy can be significantly improved by adding appropriate amount of Mn(0.5%) with homogenization treatment, however, excessive addition of Mn(0.8%) results in serious coarsening of the primary phase, degrading the mechanical properties of the alloy.

Key Words: Al-Mg-Si Alloy, α -Al(FeMn)Si Dispersoids, Mechanical Properties

铝合金具有优良的比强度、低密度以及良好的导电、导热等性能,被广泛应用于航空航天及汽车行业中。其中,Al-Mg-Si 系合金还具有中等强度、优异的成形性能和耐腐蚀性,主要作为板材、型材在汽车、航空航天等领域广泛应用^[1~3]。随着汽车轻量化要求的不断提高,

对 Al-Mg-Si 合金的综合力学性能提出了更高的要求,在保持合金强度的同时提高材料的伸长率,以提高材料加工性能及在服役过程中的耐疲劳、抗损伤性能,是目前 Al-Mg-Si 合金的研究方向之一。

在 Al-Mg-Si 合金中,通过适量添加微量元素(如

收稿日期:2021-04-02

基金项目:国家自然科学基金资助项目(52071340,51820105001,51531009,52074352)

第一作者简介:李凯,男,1986 年出生,副教授,长沙(410083),E-mail:leking@csu.edu.cn

引用格式:李凯,任飞,鲁强,等. Al-Mg-Si 合金中 α -Al(FeMn)Si 弥散相和力学性能研究[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(6):661-668.
LI K, REN F, LU Q, et al. Effects of α -Al(FeMn)Si dispersoids on mechanical properties of Al-Mg-Si alloys[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(6):661-668.

Cu、Mn、Cr 以及 Zr 等)可以显著改善合金的强度与塑性^[4~9]。Fe 作为一种杂质元素,会在铝合金凝固过程中产生 α/β -AlFeSi 等粗大片状第二相,在含有过量 Fe、Mn 元素的铝合金凝固过程中,也会产生粗大共晶第二相 Al_6FeMn 等,这些第二相能对合金的再结晶行为产生严重的不利影响^[10],其中 β -AlFeSi 因其片状形貌和硬脆特性,容易引起应力集中,诱导裂纹产生,进而降低合金的伸长率和屈服强度^[11~13]。

为了避免 β -AlFeSi 的产生,可以通过优化合金成分以及热处理工艺,促使 β -AlFeSi 相向 α -AlFeSi 相转变,获得最优的微观结构。添加适量的 Mn 元素可以在凝固和均匀化热处理过程中,促进 β -AlFeSi 相向 α -Al(FeMn)Si 相转变,同时促进均匀化热处理过程中亚微米级别的 α -Al(FeMn)Si 弥散相的产生^[14~17]。高密度的亚微米级 α -Al(FeMn)Si 弥散相可以在拉伸过程中通过与基体脱粘产生二级韧窝,从而阻碍合金初级裂纹的扩展,在不显著降低合金强度的同时,大幅提高合金的延展性^[16]。

研究者对通过不同均匀化热处理调控不同体系的铝合金中弥散相 α -Al(FeMn)Si 的尺寸、数密度、体积分数等的机理进行了探索。LI Y J 等^[18]在 3003 铝合金中探究了均匀化热处理条件对弥散相组织的影响,研究表明,合金在 300 ℃下加热可缓慢析出 α -Al(FeMn)Si 弥散相,当温度达到 400 ℃时具有最高弥散相数密度,并且发现了与基体呈半共格关系的弥散相颗粒。张永峰等^[19]研究发现,3104 铝合金中初生的 $\text{Al}_6(\text{FeMn})$ 相向 α -Al(FeMn)Si 相的转变过程开始于 400~450 ℃。QIAN X M 等^[20]针对 AA6060 铝合金设计了不同热处理工艺,对弥散相数密度、尺寸和合金电导率做了定量研究,发现在相变过程中晶界扩散和吉布斯-托马森效应明显影响 β 相到 α 相的转变,并且在 Al-Si-Fe 合金中引入 0.1% 的 Mn 元素可将 β 相开始向 α 相的转变温度由 580 ℃降低到 520 ℃。ZHANG G W 等^[21]探究了 Mn 含量对 α -Al(FeMn)Si 相形成的影响,并且观测到 α 相在位错胞和晶界的析出。BAYAT N 等^[22]通过原位透射电镜 (TEM) 观察到了 β -AlFeSi 相向 α -Al(FeMn)Si 相的转变,揭示了从 β 相中端和末端析出 α 相的转变方式。目前在 6xxx 铝合金中, α -Al(FeMn)Si 弥散相尺寸、体积分数在均匀化热处理过程中的演变及其与合金强度、硬度、伸长率等力学性能之间的定量相关性还有待探索,初生相对弥散相形核长大的影响也有待研究。

本课题基于前期研发的多元多相铝合金热力学数据库,计算了 Al-Mg-Si-Mn-Cu-Fe 的伪三元等温截面和希尔凝固、平衡凝固的物相组成^[23],设计并优化了合

金成分,并结合适当的热处理工艺,获得了含弥散、细小、高体积分数的 α -Al(FeMn)Si 相的合金,讨论了 6xxx 铝合金中 α -Al(FeMn)Si 弥散相与热处理工艺、Mn 含量的关系及其对力学性能的影响。同时结合 TEM 原位观察试验,分析了弥散相形成与长大机制。

1 合金设计与试验过程

1.1 基于 CALPHAD 的合金成分设计

基于铝合金热力学数据库^[23],结合相图热力学计算(CALPHAD)方法和文献调研来提高合金设计效率。在 6xxx 铝合金生产过程中,合金原料中的 Fe 杂质难以去除,因此,为促进含 Fe 弥散相生成,使用的合金均加入 0.2% (质量分数,下同) 的 Fe。少量 Cu 的引入可以提高合金的显微硬度和屈服强度^[24]。为了保证合金在后续烤漆时效过程中强度可以快速提升,根据参考文献将 Cu 加入量确定为 0.5%^[25]。考虑到 Al-Mg-Si-Cu 合金中添加适量 Mg 能够提高合金的耐腐蚀性能^[26],同时为保证合金中有足够的 Si 以形成 α -Al(FeMn)Si 弥散相,因此将合金中 Mg、Si 质量比设计为 1 : 1,其摩尔比则大于 1 : 1,见图 1。当 Al-Si-Mn-0.85Mg-0.5Cu-0.2Fe 合金的 Si 含量设计为 0.85% 时,可通过调整 Mn 含量来设计含不同量 β -AlFeSi 和 Mg_2Si 相的合金。分别选取 Mn 含量为 0.5% 和 0.8%,最终设计的两种合金成分见表 1。表 2 为采用 Thermo-Calc 软件中的希尔凝固模型及相平衡模块预测的两种合金凝固及均匀化组织中主要第二相含量^[27]。在两种合金中, Mg_2Si 、 π

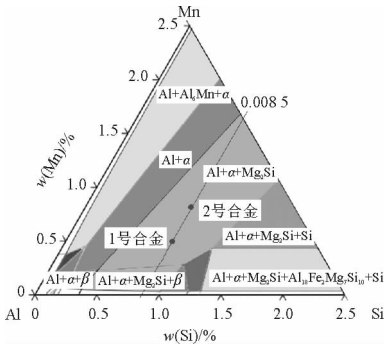


图 1 通过相图计算得到的 500 ℃下 Al-0.85Mg-Si-Mn-0.5Cu-0.2Fe 合金的准三元 Al-Si-Mn 等温截面

Fig.1 Quasi-ternary Al-Si-Mn isothermal section of the Al-0.85Mg-Si-Mn-0.5Cu-0.2Fe alloy at 500 ℃ by CALPHAD

表 1 两种 6xxx 铝合金的名义成分
Tab.1 Nominal compositions of designed 6xxx aluminum alloys %

编号	aluminum alloys					
	Mg	Si	Cu	Mn	Fe	Al
1	0.85	0.85	0.5	0.5	0.2	余量
2	0.85	0.85	0.5	0.8	0.2	余量

表 2 两种合金铸态结构和均匀化结构的主要第二相含量预测

Tab.2 Predicted second phase contents of the as-cast and homogenized alloys by CALPHAD					%
编号	w_B				
	α -Al(FeMn)Si	β -AlFeSi	Mg ₂ Si	Q 相	π 相
1-铸态	0.984	0.193	0.420	0.238	0.134
1-均匀化	1.894	—	—	—	—
2-铸态	1.500	0.154	0.425	0.225	0.115
2-均匀化	2.795	—	—	—	—

相(Al₁₈Fe₂Mg₇Si₁₀)^[28,29]和 Q 相(Al₅Cu₂Mg₈Si₆)^[30]的含量接近,而 2 号合金的 α -Al(FeMn)Si 含量明显较高, β -AlFeSi 相含量较低。

1.2 试验过程

熔炼前,根据表 1 计算 2 kg 铸锭中各元素的质量。对于熔点较高的组分如 Si、Mn、Cu、Fe,分别以 Al-20Si、Al-10Mn、Al-60Cu、Al-10Fe 中间合金的形式添加。Al 以纯度为 99.99% 的工业纯铝形式添加,Mg 以纯度为 99.99% 的高纯镁颗粒形式添加。熔炼设备为电阻炉,预热到 730 ℃ 后加入原料,待原料完全熔化后进行 3 次精炼除渣,搅拌均匀后浇注到尺寸为 ϕ 50 mm×20 cm 的石墨型中。

熔炼完成后,利用线切割将合金制成 10 mm×10 mm×10 mm(用于扫描电镜观察)和 20 mm×20 mm×20 mm(用于 TEM 观察)的片状试样,15 mm×15 mm×15 mm 的块状试样(用于硬度测试)以及长度为 66 mm 的拉伸试样,见图 2,并进行均匀化热处理。均匀化温度为 580 ℃,保温时长分别为 2、4、6、8、12、24 h,所用设备为 KSL-1200 小型箱式保温炉。

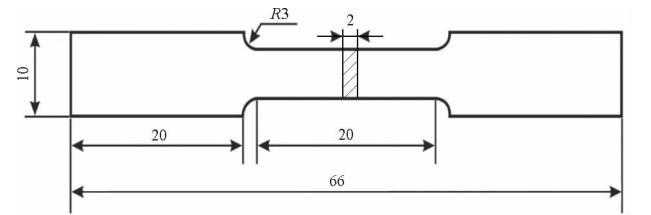


图 2 拉伸试样尺寸
Fig.2 Dimension of tensile specimen

采用 SIOMM HV-1000IS 自动转塔显微硬度计测量试样硬度,加载压力为 1 N,保压 10 s。每个试样取 6 个测试点,取其平均值。拉伸试验采用 INSTRON 3369 万能试验机,拉伸速率为 2 mm/s。利用 FEI Helios NanolabG3 UC 双束扫描电镜观察试样的显微组织,拍摄时电压为 20 kV,并利用配备的 EDAX Octane Elect Plus 能谱仪进行成分检测。亚微米级弥散相颗粒的 SEM 用 HITACHI Regulus 8230 低电压超高分辨场发射扫描电镜观察,电压为 5 kV,该电压下,背散射电子(BSE)的产生层较薄,背散射图片反映的物相面

分数更加贴近真实数值,具有较高的可信度。

TEM 试样制备流程如下:将铸态的 20 mm×20 mm×20 mm 试样打磨至 50~80 μ m 厚并抛光,随后利用 DERVEE 1700-3A 圆片冲样器将磨好的薄片冲成 ϕ 3 mm 的圆片,利用 Gatan 691 离子减薄仪减薄,得到中心区域几十 nm 厚的薄区。利用加速电压为 200 kV 的 FEI Tecnai G2 F20 场发射透射电镜对试样进行观察,并配合型号为 Gatan Model625 的双倾试样杆进行原位加热,加热升温保温流程见图 3。在原位加热 TEM 试验中,由于薄试样存在较强的原子表面扩散效应,使扩散过程加速,因此为了与 580 ℃ 下的离位均匀化热处理相比较,将原位加热温度设为 500 ℃,可以保证在原子扩散速率大致接近的同时进行原位观察。

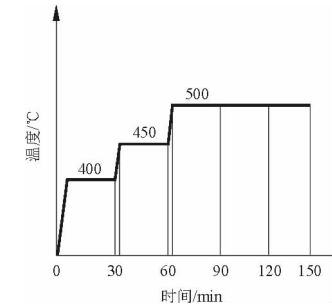


图 3 原位 TEM 加热温度试验方案
Fig.3 The testing scheme of in-situ TEM heat treatment

2 试验结果与讨论

2.1 不同 Mn 含量及均匀化处理对合金组织及 α -Al(FeMn)Si 弥散相含量的影响

图 4 为两种合金的铸态组织及 EDS 能谱分析。经过 EDS 能谱分析可确定白色部分为 α -Al(FeMn)Si 相,黑色部分为含 Mg、Si 相(判定为 Mg₂Si),通过形貌分析,箭头处为含 Cu 的 Q 相,可在高放大倍数下辨别^[31],其余部分为基体。对图 4 中白色部分进行面积分数统计计算, α -Al(FeMn)Si 相体积分,1 号合金为 0.65%,2 号合金为 1.89%;黑色部分 Mg₂Si 相体积分,1 号合金为 0.30%,2 号合金为 0.44%。此外,还可以看出在相同的显微尺度下,1 号合金的初生 α 相主要为条状和棒状,呈断续分布;2 号合金初生 α 相主要为骨骼状,并且 α 相含量较高。一定含量的 α -Al(FeMn)Si 相会提升合金强度,但过多且粗大的 α -Al(FeMn)Si 骨骼状初生相可能导致合金的屈服强度与伸长率下降^[14]。

图 5 为经过 6 h 和 12 h 均匀化热处理后的 2 号合金组织的 BSE 照片,可以观察到 Mg₂Si 相及部分初生的 α -Al(FeMn)Si 相的溶解。图 6 为两种合金各自经过 2~24 h 的均匀化热处理后的低电压 SEM 照片,对比

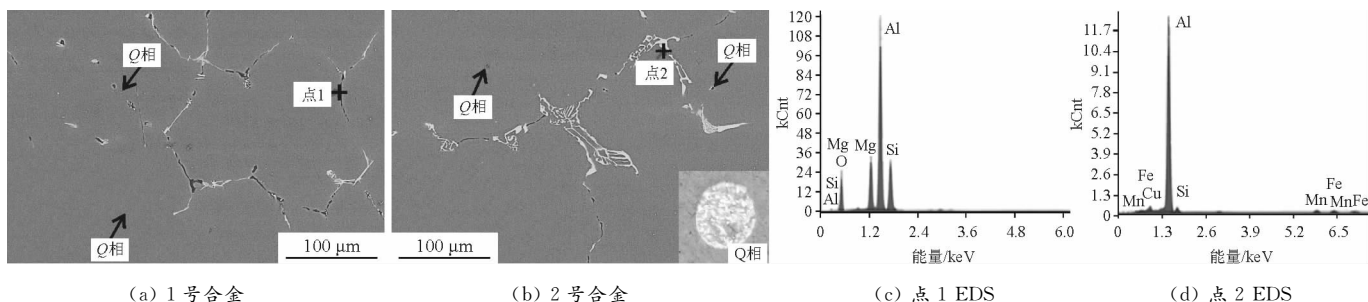


图 4 不同 Mn 含量合金铸态组织在扫描电镜 BSE 模式下的对比图

Fig.4 Comparison of as-cast microstructure with different Mn contents under BSE mode in SEM

相同合金不同均匀化时长的组织,能够发现随着均匀化时间增加,弥散的 α -Al(FeMn)Si 相颗粒长大并且数密度明显下降。

通过图像处理软件中的色彩范围选取功能,将弥散相颗粒从图像中选出,尽量让选择的范围覆盖所有弥散相颗粒的像素点,并与图像的总像素点相比较,即可统计弥散相的面积分数。根据体视学 (stereology) 理论^[32,33],在一定统计量支持下,假设弥散相颗粒在试样体积中的所有横截面积具有相同比例,此处测得的面分数即为体积分数。并用 4 张放大倍数为 10 000 的相邻图片进行拼接,扩大统计区域以减小随机性,统计面积超过 $360 \mu\text{m}^2$ 。利用相似方法,也可以得到初生相和无

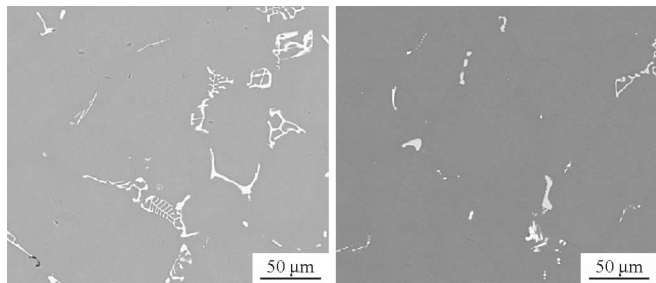


图 5 2 号合金在 580°C 下均匀化热处理后初生的 α -Al(FeMn)Si 相的溶解的 BSE 图

Fig.5 BSE images revealing the dissolution of primary α -Al(FeMn)Si phase in alloy 2 after different homogenization heat treatments at 580°C

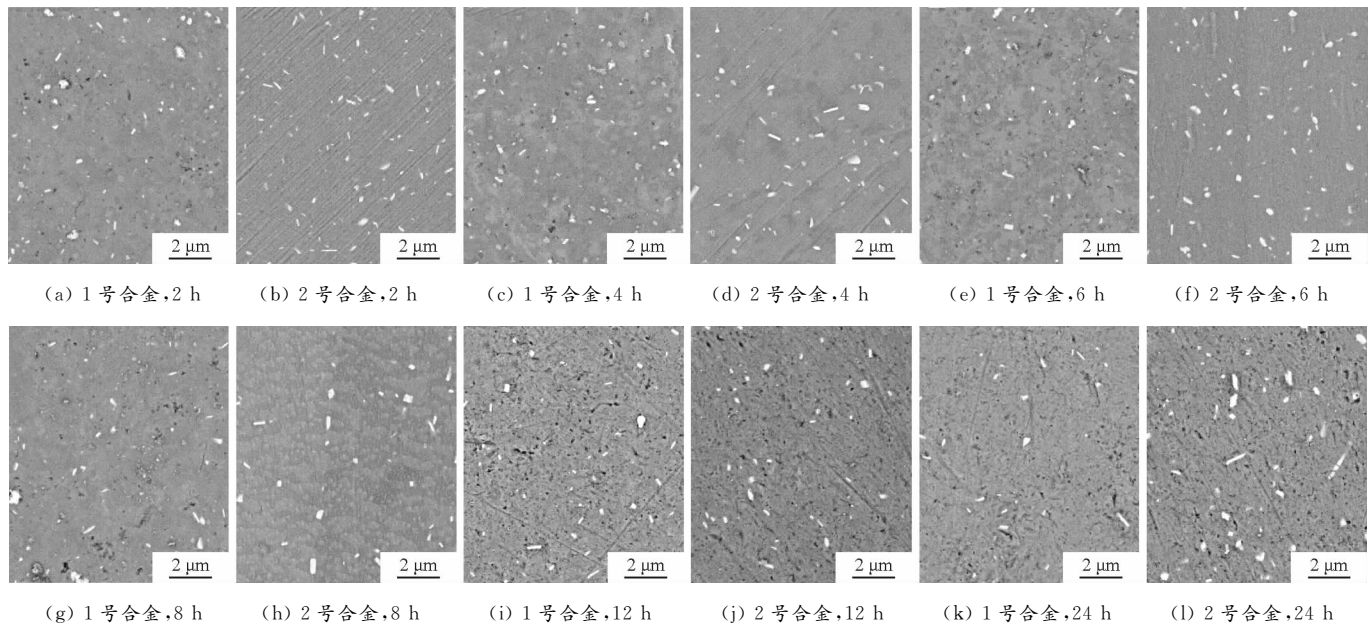


图 6 合金在 580°C 均匀化处理不同时间后组织 SEM 对比图

Fig.6 Microstructure comparison of two alloys observed by SEM after homogenization treatment at 580°C for different time

析出带的体积分数。由于弥散相在试样中分布不完全均匀,在初生相及其附近无析出带没有弥散相分布,而在其他位置分布较为均匀,可以根据下式,对测得的体积分数进行修正,以提高数据的准确性:

$$f_{\text{disp-cor}} = (1 - f_{\text{PFZ}} - f_{\text{pri}}) \times f_{\text{disp}}$$

式中, $f_{\text{disp-cor}}$ 为修正后的弥散相体积分数; f_{PFZ} 为无析出

带体积分数; f_{pri} 为初生相体积分数; f_{disp} 为弥散相体积分数的局域统计值。

利用选区工具选取不同的单一弥散相颗粒的像素尺寸,换算为实际尺寸(等效半径 r),每个合金状态统计 100 个单一的弥散相颗粒,取平均值代表该状态下弥散相的尺寸,见图 7。从图 7a 可以看出,当 Mn 含量由

0.5%增加到 0.8%， α -Al(FeMn)Si 弥散相的体积分数明显增加，并且随均匀化热处理时间增加，呈现先上升后下降的趋势，体积分数的峰值出现在 6 h 和 8 h，分别为 0.832% 和 1.407%。弥散相颗粒大小随 Mn 含量增

加变化很小，这是由于 Mn 含量高，而在 Al 基体中溶解度十分有限，两种合金的 Mn 在合金中均处于饱和状态，通过固溶在基体中的 Mn 形核长大形成的弥散相的浓度梯度相差不大^[18]，因而长大速率接近。

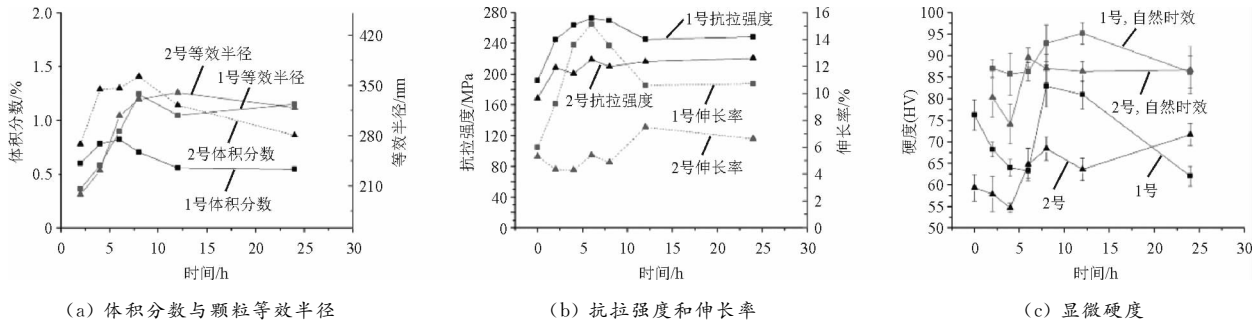


图 7 两种合金在 580 °C 均匀化处理过程中弥散相的体积分数、尺寸与合金力学性能的演化

Fig.7 Evolution of the volume fraction and size of dispersoids and the mechanical properties of the two alloys during the homogenization heat treatment at 580 °C

从图 7a 中还可看出，随着均匀化时间增加，弥散相平均颗粒尺寸在 4~8 h 内快速增大，随后开始缓慢下降。这是由于基体中溶解的 Mn、Fe、Si 等元素形成弥散相后，浓度下降，导致一部分小颗粒弥散相再溶解，溶质元素扩散到较大颗粒弥散相上发生粗化。同时，还可能扩散到初生 α -Al(FeMn)Si 相上导致其发生不明显长大，弥散相尺寸及体积分数会因此而降低。考虑到试样均匀化温度为 580 °C，温度较高，因此使长程的 Mn 元素扩散迁移成为可能。

图 7b 为合金的抗拉强度与伸长率随着均匀化热处理时长的变化。相比铸态合金，1 号合金经过均匀化热处理后的抗拉强度和伸长率均有改善，而 2 号合金的抗拉强度缓慢提升，伸长率先下降后升高，但均与 1 号合金有明显差距。这是由于 2 号合金的宏观组织中存在较多的初生含 Mn、Fe 相，呈骨骼状分布，容易形成应力集中，严重影响抗拉强度和伸长率。1 号合金由于其初生相含量较低，因此 α -Al(FeMn)Si 弥散相对伸长率的影响相较 2 号合金更明显，其伸长率、屈服强度、弥散相数体积分数的变化趋势较为一致。此处的屈服强度受到弥散强化、固溶强化以及自然时效强化 3 种机制的综合影响。自然时效主要发生在试样均匀化热处理完成并淬火后到拉伸测试之间的 48~72 h 内。图 7c 中的浅色数据点为在拉伸测试同一时间进行的相同试样的硬度测试结果。为量化自然时效效应的影响，还进行了淬火完成后立即进行的显微硬度测试，每个试样的自然时效时间均小于 3 h(见图 7c 中的深色数据点)，这些硬度(HV)比浅色数据点低 15~25，说明自然时效对硬度强度影响很大，但是自然时效并未影响硬度随均匀化时间的整体变化趋势，因而通过拉伸测试得到的强度变化趋势仍然具有较高的参考意义。从较少受到自然时

效干扰的硬度曲线可以看出，随着均匀化时间延长，1 号合金硬度在 6 h 内下降，8 h 出现峰值后降低；而 2 号合金硬度在 4 h 内下降，8 h 出现一个峰值后在 24 h 达到硬度最大值。显微硬度在均匀化热处理开始时下降可能是由于粗大第二相溶解，导致第二相强化减弱。而 2 号合金中粗大第二相尺寸较大，数密度较低(见图 4)，其铸态的第二相强化效果也相对较低。同时，通过相图热力学数据预测可知(见表 3)，1 号合金的基体固溶元素含量更高，因而固溶强化效果更强。因此，均匀化初期和中期，2 号合金的硬度、强度均比 1 号合金低。随后，由于基体中溶解的合金元素增加，同时弥散相开始密集析出，产生的固溶强化和弥散强化效果使合金硬度、强度出现快速增加并在均匀化处理约 8 h 时出现峰值。在峰值出现后由于弥散相粗化和第二相继续溶解，强化效果逐渐降低。

表 3 580 °C 平衡状态下两种合金基体固溶元素的相图热力学预测

Tab.3 CALPHAD prediction of solid solution compositions of two alloys at 580 °C in equilibrium state %

编号	w_B				
	Mg	Si	Cu	Mn	Fe
1	0.866	0.670	0.510	0.129	0.005
2	0.874	0.584	0.514	0.163	0.004

LIU G 等^[16]研究表明，当 Al-Mg-Si 合金中弥散相半径大于 80 nm 时，增加其体积分数可以有效提高合金的延展性。从 1 号合金中可以看出，当合金均匀化 8 h 后，合金中弥散相具有最大的平均等效半径，达到 337 nm，同时该状态下弥散相体积分数显著提升，从而提高了合金的延展性(从铸态的 5.98% 提升到 15.15%)，同时抗拉强度也有较为明显的提升(从铸态的 191.31 MPa 提升到 272.37 MPa)。而 2 号合金由于含有过量

的 Mn,在凝固过程中产生了较多的粗大初生第二相,在合金拉伸过程中,提供了过多裂纹点,从而削弱了弥散相对裂纹扩展的抑制作用。因此,2 号合金在整个热处理过程中,其强度与延展性并未像 1 号合金一样产生显著变化。因此,在优化合金成分时,需要适当选择 Mn 含量,Mn 含量过多也会导致过量粗大第二相的形成,从而降低合金的综合力学性能。同时,适当地控制均匀化热处理时间,避免弥散相的严重粗化,对于协同提高合金强度和伸长率有益。

2.2 α -Al(FeMn)Si 的形核-长大-粗化过程研究

图 8 为原位加热过程中不同温度下 2 号合金组织变化的 TEM 图像。图 8a 为 2 号合金的铸锭初始状态,其中较大的棒状组织为 α -Al(FeMn)Si。随着原位加热 TEM 观察过程中温度的升高,可观测到基体中及初生相表面出现颗粒形核现象,见图 8b~图 8d 中箭头处。图 9 为 500 °C 原位加热过程中 2 号合金的 TEM

图像。从图 9a 可以看出,后续加热过程中,在初生相 0.6 μm 范围内,均未发现弥散的 α -Al(FeMn)Si 相的形核及长大,形成明显的无析出带(PFZ)。这一方面可能是由于初生相的形成会使得其周围基体中溶质原子数减少,从而降低弥散相析出驱动力;另一方面由于初生的非共格 α -Al(FeMn)Si 相对 Mn、Fe 等溶质原子的吸附作用远强于弥散相新形成的核心,成为溶质原子偏聚的中心,因此在初生相表面可以发现形核质点;最后由于初生相与基体的非共格晶界对溶质原子的束缚作用,使溶质原子在此处难以向外扩散,因而附近基体中的少量溶质原子难以通过半共格弥散相的形式形核长大^[18]。500 °C 原位加热过程进行到约 50 min 时,在基体中可以明显观察到弥散相的颗粒,等效半径增长到 $121\pm 40\text{ nm}$ 时,颗粒清晰,见图 9b 和图 9c,还可以清晰观察到弥散相颗粒再溶解(见图中黑色箭头)和长大、粗化(见图中白色箭头)的过程。图 9d 中的高分辨 TEM

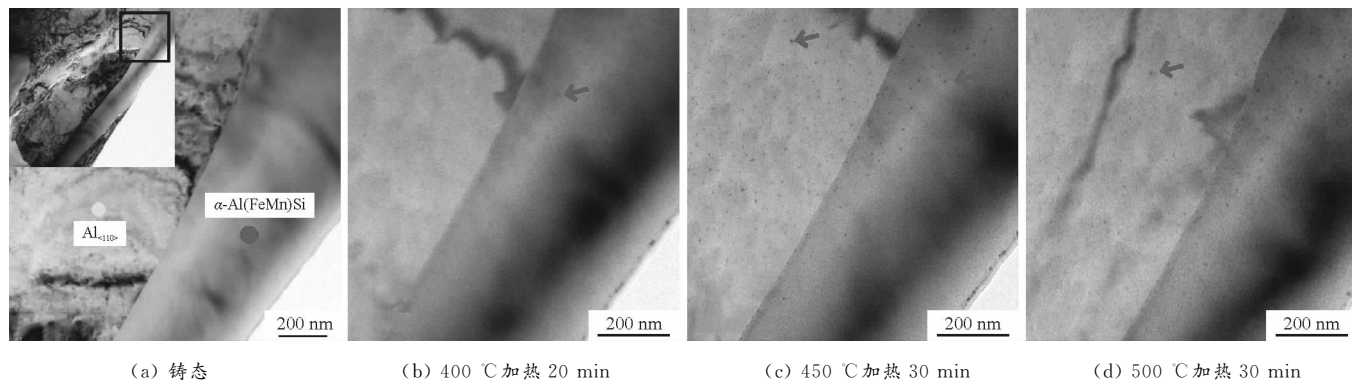


图 8 原位加热过程中不同温度下 2 号合金组织变化的 TEM 图像

Fig.8 TEM bright field images of microstructure evolution at different temperatures during in-situ heating

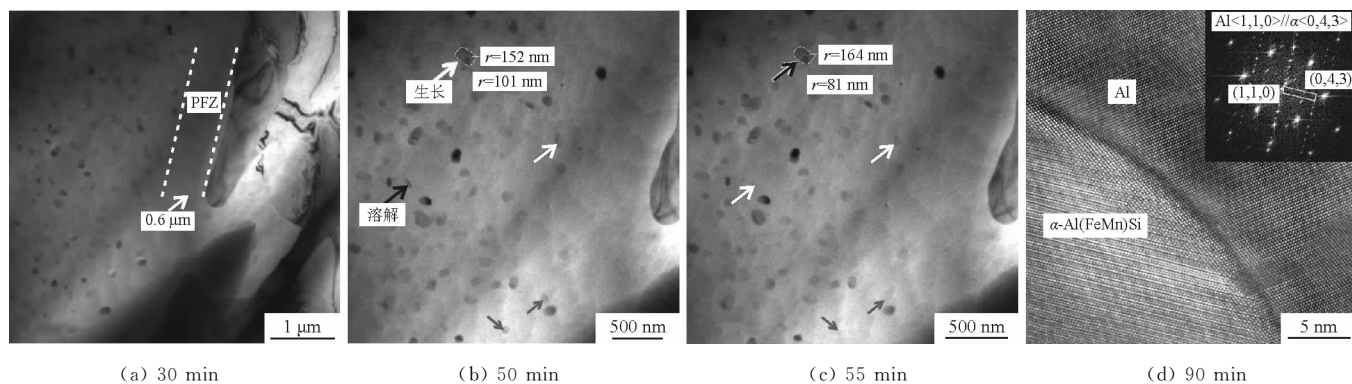


图 9 500 °C 原位加热过程中 2 号合金的 TEM 图像

Fig.9 TEM bright field images of alloy 2 during in-situ heating at 500 °C

图像揭示了弥散相与基体的半共格关系。

3 结 论

(1)铸态组织中的微米级初生相[如 α -Al(FeMn)Si、 Mg_2Si 、Q 相等]在 580 °C 均匀化过程中会逐渐溶解,并逐渐产生亚微米级的弥散的 α -Al(FeMn)Si 相。

SEM 分析表明,该弥散相体积分数均随着均匀化时间先上升后下降。

(2)提高合金中的 Mn 含量,可以显著提高弥散相的体积分数。但过量的 Mn 同时会产生过量粗大的初生 α -Al(FeMn)Si 相,由于微米级初生相较多,在合金拉伸过程中会产生大量初级裂纹,从而抵消弥散相对裂

纹的阻碍作用,导致弥散相体积分数与伸长率相关性不明显。

(3)在低 Mn 含量的合金中,合金伸长率随着 α -Al(FeMn)Si 弥散相体积分数升高而提高,这表明在拉伸过程中,密集析出的弥散相有效抑制了裂纹的扩展,可以显著提高合金的综合力学性能。最佳综合力学性能以及弥散相最高体积分数均出现在均匀化处理约 8 h 时。

(4) α -Al(FeMn)Si 弥散相的形核主要发生在 Al 基体中,在初生相附近不明显。并且由于初生相成为溶质原子偏聚中心,附近产生无析出带。随着加热时间增加,弥散相通过溶解-长大机制发生了明显的粗化,而 α -Al(FeMn)Si 初生相形貌及尺寸变化不明显。

参 考 文 献

- [1] HOU L G, CUI C, ZHANG J S. Optimizing microstructures of hypereutectic Al-Si alloys with high Fe content via spray forming technique[J]. *Materials Science and Engineering*, 2010, A527(23): 6 400-6 412.
- [2] NAKAI M, ETO T. New aspects of development of high strength aluminum alloys for aerospace applications[J]. *Materials Science and Engineering*, 2000, A285(1-2): 62-68.
- [3] 张士林, 任颂赞. 简明铝合金手册[M]. 上海: 上海科学技术文献出版社, 2000.
- [4] KRAKOW A L, KETY Z S. Effect of extrusion temperature and manganese content on structure and properties of the AlMgSiMn alloy[J]. *Aluminium*, 1984(8): 606-611.
- [5] LEE D H, PARK J H, NAM S W. Enhancement of mechanical properties of Al-Mg-Si alloys by means of manganese dispersoids[J]. *Materials Science and Technology*, 1999, 15(4): 450-455.
- [6] ONURLU S, TEKIN A. Effect of heat treatment on the insoluble intermetallic phases present in an AA6063 alloy[J]. *Journal of Materials Science*, 1994, 29(6): 1 652-1 655.
- [7] LODGAARD L, RYUM N. Precipitation of chromium containing dispersoids in Al-Mg-Si alloys[J]. *Materials Science and Technology*, 2013, 16(7): 599-604.
- [8] LODGAARD L, RYUM N. Precipitation of dispersoids containing Mn and/or Cr in Al-Mg-Si alloys[J]. *Materials Science and Engineering*, 2000, A283(1-2): 144-152.
- [9] LATKOWSKI. Correlation between natural and artificial ageing in the AlMgSi and AlMgSiMn alloys[J]. *Aluminium*, 1985, 61(3): 209-210.
- [10] 张建新, 高爱华, 陈昊. 合金元素对 Al-Mg-Si 系铝合金组织及性能的影响[J]. *铸造技术*, 2007, 28(3): 373-375.
- [11] BELMARES P S, ZALDVAR C A A. Addition of iron for the removal of the β -AlFeSi intermetallic by refining of α -AlFeSi phase in an Al-7.5Si-3.6Cu alloy[J]. *Materials Science and Engineering*, 2010, B174(1-3): 191-195.
- [12] BASAK C B, BABU N H. Morphological changes and segregation of β -Al₅Fe₂Si₂ phase: A perspective from better recyclability of cast Al-Si alloys[J]. *Materials & Design*, 2016, 108(10): 277-288.
- [13] LAN X, LI K, WANG F, et al. Preparation of millimeter scale second phase particles in aluminum alloys and determination of their mechanical properties[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 784: 68-75.
- [14] GAO T, HU K Q, WANG L S, et al. Morphological evolution and strengthening behavior of α -Al(Fe, Mn) Si in Al-6Si-2Fe-xMn alloys[J]. *Results in Physics*, 2017(7): 1 051-1 054.
- [15] YANG Y, ZHONG S Y, CHEN Z. Effect of Cr content and heat-treatment on the high temperature strength of eutectic Al-Si alloys[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, 647: 63-69.
- [16] LIU G, ZHANG G J, DING X D, et al. The influences of multi-scale-sized second-phase particles on ductility of aged aluminum alloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions*, 2004, A35(6): 1 725-1 734.
- [17] LU Q, LI K, CHEN H, et al. Simultaneously enhanced strength and ductility of 6xxx Al alloys via manipulating meso-scale and nano-scale structures guided with phase equilibrium[J]. *Journal of Materials Science and Technology*, 2019, 41(6): 139-148.
- [18] LI Y J, ARNBERG L. Quantitative study on the precipitation behavior of dispersoids in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(12): 3 415-3 428.
- [19] 张永峰, 张志清, SANDERS R E, 等. AA3104 铝合金均匀化过程中的 (Fe, Mn)Al₆ 相向 α -Al₁₂(Fe, Mn)₃Si 相转变研究[J]. *金属学报*, 2012, 48(3): 351-356.
- [20] QIAN X M, PARSON N, CHEN X G. Effect of homogenization treatment and microalloying with Mn on the microstructure and hot workability of AA6060 aluminum alloys[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2019, 28(8): 4 531-4 542.
- [21] ZHANG G W, NAGAUMI H, HAN Y, et al. Effects of Mn and Cr additions on the recrystallization behavior of Al-Mg-Si-Cu alloys[J]. *Materials Science Forum*, 2016, 877: 172-179.
- [22] BAYAT N, CARLBERG T, CIESLAR M. In-situ study of phase transformations during homogenization of 6005 and 6082 Al alloys[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 725: 504-509.
- [23] DU Y, LIU S H, ZHANG L J, et al. An overview on phase equilibria and thermodynamic modeling in multicomponent Al alloys: Focusing on the Al-Cu-Fe-Mg-Mn-Ni-Si-Zn system[J]. *CALPHAD*, 2011, 35(3): 427-445.
- [24] ZANDBERGEN M W, CEREZO A, SMITH G D W. Study of precipitation in Al-Mg-Si Alloys by atom probe tomography II[J]. *Acta Materialia*, 2015, 101: 149-158.
- [25] 丁立鹏. 汽车车身用 Al-Mg-Si-Cu 合金中析出相演变和热处理工艺研究[D]. 重庆: 重庆大学, 2017.
- [26] DING L, JIA Z, ZHANG Z. The natural aging and precipitation hardening behaviour of Al-Mg-Si-Cu alloys with different Mg/Si ratios and Cu additions[J]. *Materials Science and Engineering*, 2015, A627: 119-126.
- [27] ANDERSSON J O, HELANDER T, HGLUND L, et al. Thermo-Calc & DICTRA, computational tools for materials science[J]. *CALPHAD*, 2002, 26(2): 273-312.
- [28] BARBOSA C R, MONTEIRO DE LIMA J O, HIRAYAMA M G M, et al. Relationship between aluminum-rich/intermetallic phases and microhardness of a horizontally solidified AlSiMgFe alloy[J]. *Materials Research-Ibero-American Journal of Materials*, 2019, 22(1): 1-12.

滑动摩擦加工 Mg-Sn-Zn-Al 合金的组织 and 性能

毕广利^{1,2} 王亚硕^{1,2} 姜 静^{1,2} 李元东^{1,2} 陈体军^{1,2} 张于胜³ 马 颖^{1,2}

(1.兰州理工大学省部共建有色金属先进加工与再利用国家重点实验室;

2.兰州理工大学有色金属合金及加工教育部重点实验室; 3.西北有色金属研究院新材料研究中心)

摘 要 利用滑动摩擦加工(SFT)方法对挤压 Mg-7Sn-5Zn-3Al 合金进行表面改性,研究了 SFT 合金的显微组织、力学和腐蚀性能。结果发现,SFT 后,合金表层的晶粒显著细化,第二相体积分数明显减少且分布弥散。拉伸测试结果表明,SFT 合金显示了优异的力学性能,其屈服强度、极限抗拉强度和伸长率分别为 181 MPa、366 MPa 和 18.1%。SFT 方法对合金的耐蚀性改善明显,呈现了低的平均腐蚀速率(4.51 mm/a)和腐蚀电流密度(197.2 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$),这主要与晶粒细化、第二相体积分数的减少以及弥散分布有关。

关键词 挤压 Mg-7Sn-5Zn-3Al 合金;滑动摩擦加工;显微组织;力学性能;腐蚀行为

中图分类号 TG146.22;TG113.25

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.06.002

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Microstructure and Properties of Mg-Sn-Zn-Al Alloy Modified by Sliding Friction Treatment

Bi Guangli^{1,2}, Wang Yashuo^{1,2}, Jiang Jing^{1,2}, Li Yuandong^{1,2}, Chen Tijun^{1,2}, Zhang Yusheng³, Ma Ying^{1,2}

(1.State Key Laboratory of Advanced Processing and Recycling of Nonferrous Metals, Lanzhou University of Technology; 2.Key Laboratory of Non-ferrous Metal Alloys and Processing, Ministry of Education, Lanzhou University of Technology; 3.Advanced Materials Research Center, Northwest Institute for Non-Ferrous Metal Research)

Abstract: Microstructure, mechanical and corrosion properties of as-extruded Mg-7Sn-5Zn-3Al alloy modified by sliding friction treatment (SFT) were investigated. After SFT, the grain in the surface layer of the alloy is significantly refined and the volume fraction of second phase is remarkably reduced with its dispersed distribution. Tensile testing results indicate that the SFT exhibits excellent mechanical properties, whose yield strength, ultimate tensile strength and elongation are 181 MPa, 366 MPa and 18.1%, respectively. The corrosion resistance of SFT alloy is significantly improved, presenting a low average corrosion rate (4.51 mm/a) and corrosion current density (197.2 $\mu\text{A}/\text{cm}^2$), which is mainly related to the grain refinement, small amount of the second phase and dispersed distribution.

Key Words: As-extruded Mg-Sn-Zn-Al Alloy, Slide Friction Treatment, Microstructure, Mechanical Properties, Corrosion Behavior

镁合金具有比强度和比刚度高以及易回收等特点, 已被广泛应用于航空航天、汽车和 3C 等领域^[1]。然

收稿日期:2021-03-16
基金项目:国家自然科学基金资助项目(51961021,52001152);国家重点实验室开放基金资助项目(20192102);大学生创新创业计划资助项目(DC2020353,DC2020342)
第一作者简介:毕广利,男,1981 年出生,副教授,兰州(730050),E-mail:glbi@163.com
引用格式:毕广利,王亚硕,姜静,等. 滑动摩擦加工 Mg-Sn-Zn-Al 合金的组织 and 性能[J]. 特种铸造及有色合金,2021,41(6):668-675.
BI G L, WANG Y S, JIANG J, et al. Microstructure and properties of Mg-Sn-Zn-Al Alloy modified by sliding friction treatment[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(6):668-675.

[29] BAZHENOV V E, KOLTYGIN A V, BELOV V D. Effect of iron and magnesium on alloy AL9M structure and properties[J]. Metal Science and Heat Treatment, 2017, 59(5-6): 346-351.

[30] BELOV N A, ESKIN D G, AVXENTIEVA N N. Constituent phase diagrams of the Al-Cu-Fe-Mg-Ni-Si system and their application to the analysis of aluminium piston alloys[J]. Acta Materialia, 2005, 53(17): 4 709-4 722.

[31] LI K, SONG M, DU Y, et al. Investigation of the as-solidified microstructure of an Al-Mg-Si-Cu alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 602: 312-321.

[32] HOWELL P, REID S A. A microcomputer-based system for rapid on-line stereological analysis in the SEM[J]. Scanning, 1986, 8 (3): 139-144.

[33] WEST M J. Introduction to stereology[J]. Cold Spring Harb. Protoc., 2012(8): 843-851.

(编辑:彭瑾)