● 材料改性 Material Propertiest ●
DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2019.06.021

二次时效对挤压态 Al-Mg-Si 合金析出行为和力学性能的影响

李 涛,刘继飞,刘兰俊
(合肥工业大学 材料科学与工程学院,安徽 合肥 230009)

摘 要:通过硬度测试、拉伸性能测试、差热扫描量热分析以及扫描电镜等方法,研究了 Al-Mg-Si 合金在二次时效处理过程中析出行为和力学性能的规律。结果表明:170 ℃×30 min 经预时效有利于 GP 区的形成,低温 60 ℃保温促进了 GP 区的析出;与 T6 热处理相比,二次时效(T6I6)对于 Al-Mg-Si 合金硬度、伸长率和抗拉强度均有所提高,并且使析出相细化,组织更加均匀。

关键词:Al-Mg-Si 合金;二次时效;析出行为;力学性能

中图分类号:TG146.2; TG115 **文献标识码**:A **文章编号**:1000-8365(2019)06-0597-04

Effects of Secondary Aging on precipitation Behavior and Mechanical Properties of Extruded Al-Mg-Si Alloy

LI Tao, LIU Jifei, LIU Lanjun
(School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

Abstract: The precipitation behavior and mechanical properties of aging Al-Mg-Si alloy had been studied by hardness tests, tensile tests and DSC, SEM. The results show that pre-aging at 170 ℃ about 30 min is conducive to the formation of GP zone, and aging at 60 ℃ can promote the precipitation of GP zone; Compared with T6 heat treatment, secondary aging (T6I6) has improved the hardness, elongation and tensile strength of Al-Mg-Si alloy. The precipitate is refined and the microstructure is more uniform.

Key words: Al-Mg-Si alloy; secondary aging; precipitation behavior; mechanical properties

随着能源和环境问题的日益突出,加速了汽车轻量化的发展,越来越多的汽车零部件由铝合金所代替。铝合金密度低、强度高、耐蚀性好、易加工成形且便于回收,逐渐成为目前汽车轻量化的首选材料。采用铝合金取代传统钢材,可使汽车车重减少30%~40%从而有效降低能耗,减少污染[1-4]。Al-Mg-Si 合金可通过热处理强化,通常是固溶处理后立即淬火再进行时效(T6)。而 T6 热处理对性能的提升有限,为了再度提升合金性能获得更优良的铝合金产品,研究者们进行了多级时效热处理,主要包括预时效+再时效、预时效+预拉伸+再时效、二次时效等[5]。其中,二次时效是一种有效地提高合金强度和塑性的方法。

二次时效又称为中断时效(T6I6),是指在 T6 热处理时效过程中间插入一段低温保温过程。其析出机制是在 170 ℃时效初期形成大量细小的镁硅原子团簇,随后在 60 ℃低温保温,继续消耗过饱和固溶体中剩余的溶质原子,促使镁硅原子团簇转变成稳定的 GP 区,在 170 ℃继续进行时效,这些能达到成核条件的 GP 区会进一步转化为亚稳相 β″(Mg_5Si_6)、β'(Mg_9Si_5)和最终平衡相 β(Mg_2Si),其中 β″相被认为是 Al-Mg-Si 合金中最主要强化相[6-8]。可时效强化的铝合金的强度主要依靠析化相的类型、分布、数量以及尺寸。本文首先通过 DSC 热分析探究 Al-Mg-Si 合金在不同预时效时间的析出变化规律,再以合适的预时效时间和中断时间来确保二次时效能够充分析出,最终通过力学性能测试和显微组织观察,分析经二次时效后合金中析出相的变化规律。

1 试验材料与方法

实验材料为直径 14 mm 的 Al-Mg-Si 合金挤压棒,其主要的化学成分如表 1 所示。对该合金进行如下热处理工艺:550 ℃×4 h 固溶处理,立即水淬后

收稿日期:2018-12-14
作者简介:李 涛(1992-),安徽阜阳人,硕士.研究方向:铝合金材料组织和性能.电话:15156212237,
E-mail:leetao2017@163.com
通讯作者:刘兰俊(1964-),安徽合肥人,副教授.研究方向:先进材料制备及其性能.电话:18919662359,
E-mail:liulanjun@hfut.edu.cn

表1 Al-Mg-Si合金的化学成分 w(%)
Tab.1 Chemical composition of Al-Mg-Si alloy

Mg	Si	Cu	Fe	Mn	Cr	Ti	Al
1.00	0.74	0.05	0.27	0.47	0.01	0.04	余量

①单级时效：170 ℃分别时效 2、4、6、8、10、12 和 14 h；②二次时效：在 170 ℃分别进行 30 min、1 h 和 3 h 预时效处理，选择合适预时效时间后，在 60 ℃分别保温 10 h 和 24 h，再在 170 ℃进行最终时效，时效时间分别为 2、4、6、8、10、12 和 14 h。

使用 Q2000 差示扫描量热分析仪研究合金时效析出过程中的吸放热变化，保护气体使用高纯度 N_2 气，实验测量温度范围 20～500 ℃，以 10 ℃/min 的速率缓缓升温。布氏硬度测试在 HB-3000 硬度计上进行，每个试样测量 3 组数值，结果取其平均值。在 CMT5105 拉伸机上测试拉伸性能，拉伸速率为 2 mm/min，根据国标 GBT228-2002 上规定的拉伸试样尺寸制样，每个参数下测量三组数值，结果取平均值，计算出相应的抗拉强度和伸长率。试样经粗磨、细磨和机械抛光后，用 0.5%HF 溶液腐蚀，使用 MR-2000 金相显微镜和 SU8020 扫描电镜观察组织。

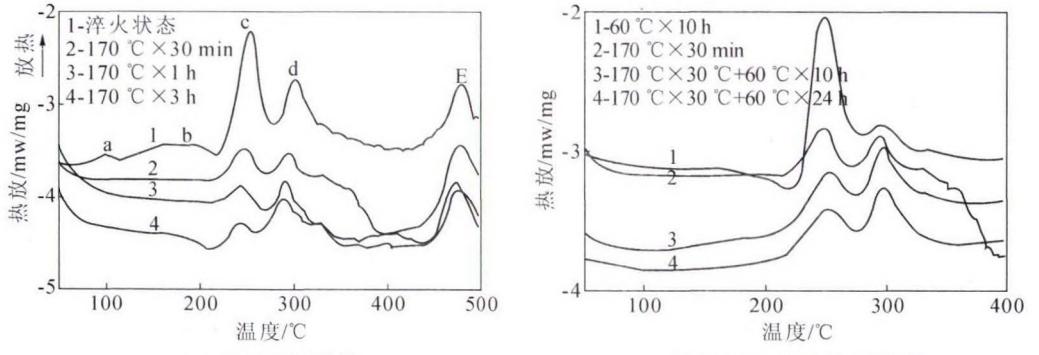
2 实验结果与讨论

2.1 二次时效对 Al-Mg-Si 合金析出行为的影响

图 1 所示为 550 ℃固溶淬火后经不同预时效处理的 DSC 热分析图，图 1(a)中 1 号曲线明显有 5 个放热峰分别对应析出序列如下：SSSS 过饱和固溶体→(a) 镁硅原子团簇→(b)GP 区→(c)β″→(d)β′→(e)β [9,10]。经过固溶淬火后，大量的溶质原子均匀地分布在基体中，形成一种高能状态；当把Al-Mg-Si 合金放在室温或者是升温时，Mg 和 Si 原子在空位的作用下聚集；当原子团簇达到一定尺寸后，便会形成 GP 区，达到临界成核尺寸的 GP 区在随后的时效中会作为 β″相的成核质点，并转化为与基体完全共格的 β″相，从而达到较好的力学性能，若形成的 GP 区不能达到临界成核尺寸将会溶解。2~4 曲号线在 100 ℃左右 a 和 b 放热峰消失，说明经过 170 ℃预时效 30 min、1 h 和 3 h 已经初步形成了镁硅原子团簇和 GP 区；然而，经 170 ℃预时效 1 h 和 3 h 后，在 220 ℃左右形成吸热峰，说明早期形成的 GP 区不稳定而溶解。因此，为了防止合金在时效过程中因为 GP 区溶解而消耗能量，可以选择在 170 ℃预时效 30 min，使合金内初步生成 GP 区，为二次析出做准备。图 1(b)中 1 号曲线是固溶淬火后仅经 60 ℃预时效，可以看到在 220 ℃出现吸热峰，说明仅经 60 ℃预时效并不能形成稳定的 GP 区；3 和 4 号曲线经过预时效 170 ℃×30 min 后再以 60 ℃中断时效后，放热区间明显增大，说明 GP 区发生了二次析出。

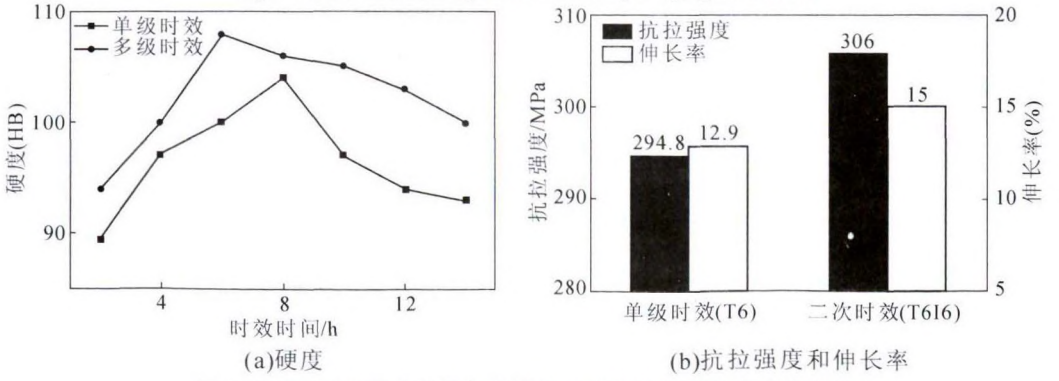
2.2 二次时效对 Al-Mg-Si 合金力学性能的影响

图 2(a)所示为固溶处理淬火后，经单级时效和二次时效处理的合金布氏硬度变化曲线。合金在单



(a)170 ℃ 预时效　　(b)170 ℃ 和60 ℃ 预时效

图 1 不同预时效处理的 DSC 热分析
Fig.1 DSC thermal analysis of different pre-aging treatments



(a)硬度　　(b)抗拉强度和伸长率

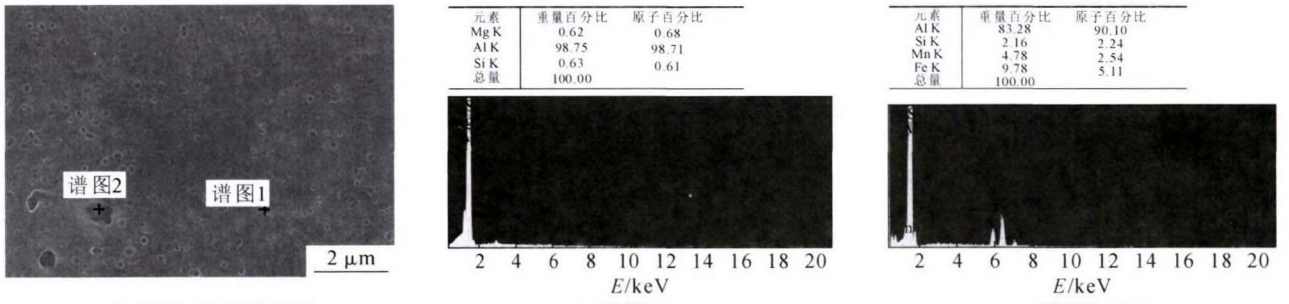
图 2 T6 和 T6I6 热处理的布氏硬度、抗拉强度和伸长率变化曲线
Fig.2 Brinell hardness, tensile strength and elongation curves of T6 and T6I6 heat treatment

级时效状态下的布氏硬度随着时效时间的增加先增大后减小，并且在 8 h 时布氏硬度达到最大值 104 HB。对于经二次时效处理的 Al-Mg-Si 合金，则在 6 h 达到硬度峰值 108 HB，且平均硬度值明显提高，并且缩短了峰值硬度的时间。图 2(b)所示为该合金经单级时效和二次时效 8 h 的抗拉强度和伸长率变化规律，经 T6 热处理后的抗拉强度和延伸率为 294.8 MPa、12.9%；经 T6I6 热处理后的抗拉强度和延伸率为 306 MPa、15%。综上所述，T6I6 热处理同时提高了 Al-Mg-Si 合金的硬度峰值、抗拉强度以及伸长率。

2.3　二次时效对 Al-Mg-Si 合金显微组织的影响

图 3 所示为 Al-Mg-Si 合金中析出相 SEM 和 EDS 分析，该 Al-Mg-Si 合金组织中的析出相主要表现为两种形貌：不规则形状的 α-(AlMnFeSi)相和圆球状的 Mg_2Si 相。其中 Mg_2Si 相尺寸约为 0.4 μm，大量分布在基体上。不规则的 α-(AlMnFeSi)相是由于在挤压过程中粗大的金属间化合物破碎所形成的，尺寸约为 3.5 μm。图 4 所示为合金分别经单级时效和二次时效 8 h 的金相显微组织和 SEM 图片，虽然都经过 170 ℃终时效 8 h，但二次时效处理后强化相数量明显增多，且尺寸变小。因此，在 60 ℃中断时效保温阶段对于强化相的析出至关重要，也进一步说明 60 ℃中断时效会促进 GP 区的二次析出。

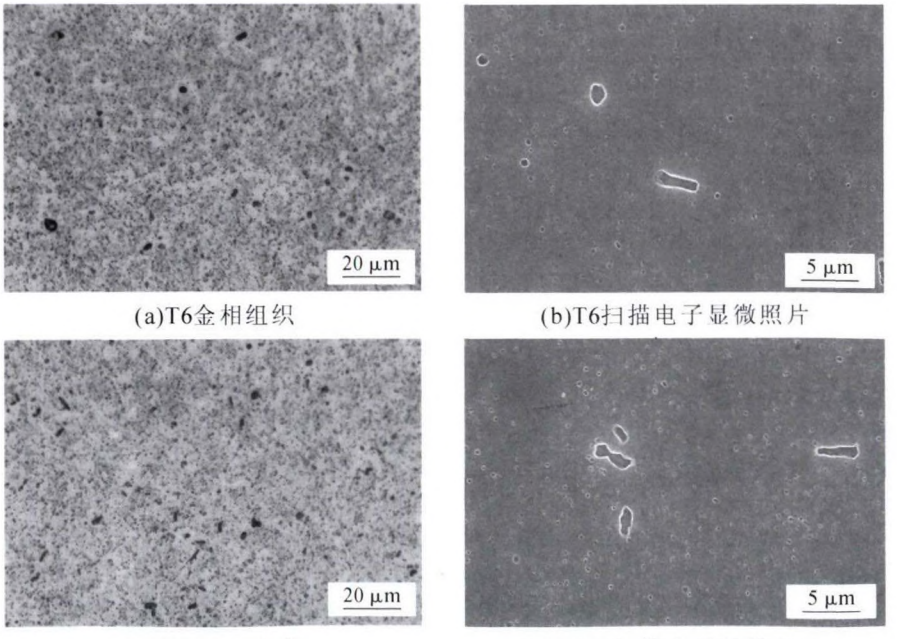
图 5 为经 T6 和 T6I6 热处理拉伸断口形貌，表明 Al-Mg-Si 铝合金断裂类型为韧窝-微孔聚集型断裂，在韧窝底部可以清楚地看到析出相颗粒。韧窝的深浅、大小和数量取决于材料断裂时第二相粒子的大小、间距和数量。因此，可以通过观察韧窝来分析合金中析出相变化规律。从高倍扫描图片看到，经 T6 热处理的断口形貌韧窝大小深浅不一，且在韧窝周围有微孔聚集；而经 T6I6 热处理后韧窝尺寸小、数量多、呈等轴状、分布均匀、且没有微孔聚集。说明二次时效可以细化析出相，并且促使强化相大量析出，从微观组织上解释了 T6I6 热处理的强度和塑性都比 T6 热处理高的原因。



(a)扫描电子显微照片　(b)谱图1 EDS　(c)谱图2 EDS

图 3 Al-Mg-Si 合金中析出相 SEM 和 EDS 分析

Fig.3 SEM and EDS analysis of precipitated phases in Al-Mg-Si alloy

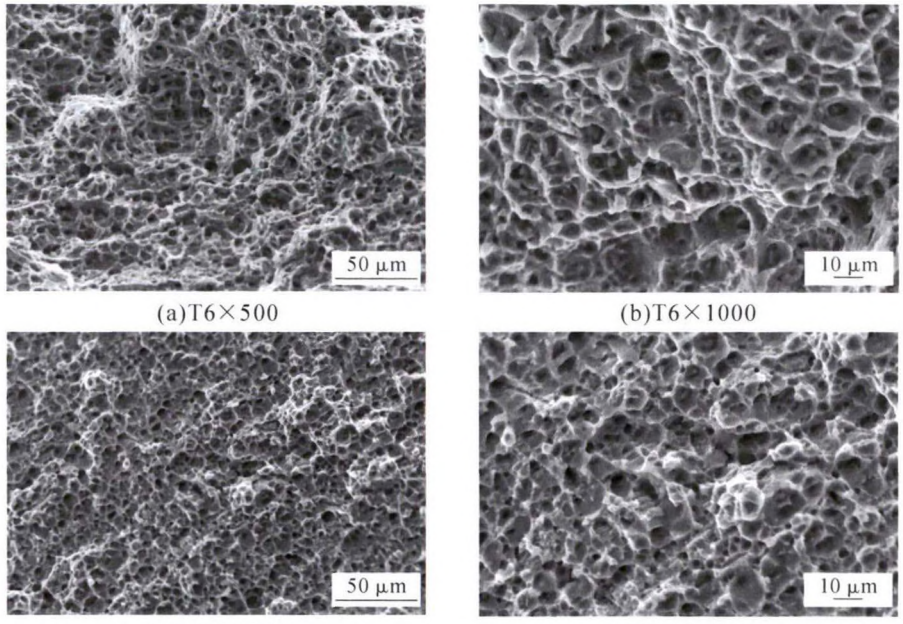


(a)T6金相组织　(b)T6扫描电子显微照片

(c)T6I6金相组织　(d)T6I6扫描电子显微照片

图 4 T6 和 T6I6 热处理的显微组织

Fig.4 Microstructure of T6 and T6I6 heat treatment



(a)T6×500 (b)T6×1000

(c)T6I6×500 (d)T6I6×1000

图 5 T6 和 T6I6 拉伸断口形貌

Fig.5 Tensile fracture morphology after T6 and T6I6 treatment

3 结论

(1)170 ℃预时效 30 min 有利于挤压态 Al-Mg-Si 合金中 GP 区的形成;且经过 60 ℃中断时效低温保温产生大量 GP 区,促进了强化相的形成,而仅仅经 60 ℃预时效产生的不稳定的 GP 区会溶解,不利于强化相的形成。

(2)Al-Mg-Si 合金中析出相主要有不规则的 α-(AlMnFeSi)相和圆球状的 Mg_2Si 相;相较于 T6 热处理,T6I6 热处理形成的 Mg_2Si 析出相尺寸上更小,数量上更多,且均匀分布,使该合金硬度、抗拉强度和伸长率都明显提高。

(3)Al-Mg-Si 铝合金断裂类型为韧窝-微孔聚集型断裂。中断时效会促进 Al-Mg-Si 合金的二次析出并细化强化相。

参考文献:

[1] 周渝庆. 汽车板用铝合金的热处理工艺研究[J]. 铸造技术, 2014, 35(8):1700-1702.

[2] 郑晖, 赵曦雅. 汽车轻量化及铝合金在现代汽车生产中的应用[J]. 锻压技术,2016, 41(2):1-6.

[3] 张蔚, 刘兰俊, 陈勇. 热处理工艺对 6082 铝合金组织和性能的影响[J]. 铸造技术,2017,38(6):1335-1337.

[4] 丁向群,何国求,陈成澍,等. 6000 系汽车车用铝合金的研究应用进展[J]. 材料科学与工程学报,2005, 23(2):302-305.

[5] 贾志宏,丁立鹏,吴赛楠,等. 汽车车身用 6000 系铝合金板材微观组织与热处理工艺的研究进展 [J]. 材料工程,2014(12):104-113.

[6] Buha J, Lumley R N, Crosky A G, et al. Secondary precipitation in an Al-Mg-Si-Cu alloy[J]. Acta Materialia, 2007, 55(9):3015-3024.

[7] Chen Y, Weyland M, Hutchinson C R . The effect of interrupted aging on the yield strength and uniform elongation of precipitation-hardened Al alloys [J]. Acta Materialia, 2013, 61 (15): 5877-5894.

[8] Risanti D D, Yin M, P. E. J. Rivera Dí az del Castillo, et al. A systematic study of the effect of interrupted ageing conditions on the strength and toughness development of AA6061[J]. Materials Science & Engineering: A, 2009, 523(1-2):99-111.

[9] Andersen S J, Vissers R, Zandbergen H W, et al. The crystal structure of the β′ phase in Al-Mg-Si alloys [J]. Acta Materialia, 2007, 55(11):3815-3823.

[10] Langkruis J V D, Vossenberg M S, Kool W H, et al. A study on the β′ and β″ formation kinetics in AA6063 using differential scanning calorimetry [J]. Journal of Materials Engineering & Performance, 2003, 12(4):408-413.

书讯

《铸造缺陷及其对策》

由日本铸造工学会编写，由大连理工大学张俊善教授和尹大伟先生翻译成中文,机械工业出版社出版。通俗易懂地解说各种铸造缺陷，能够帮助现场的铸造技术人员及时判断他所遇到的缺陷属于何种类型的缺陷，找出缺陷产生的原因及解决方案,是铸造相关人员的好帮手。全书分 8 部分,247 页,234 千字。16 开,精装,定价 58 元,特快专递邮购价:80 元。

邮购地址:铸造技术杂志社

(710048 西安理工大学 608 信箱)

联 系 人:李巧凤 029-83222071