

DOI:10.13979/j.1007-7235.2019.12.003

均匀化冷却速率对 6110 铝合金析出相的影响

于承斌^{1,2,3}, 刘方镇^{1,2,3}, 秦 简^{1,2}, 长海博文^{1,2}, 张 波³

(1. 苏州大学 沙钢钢铁学院, 江苏 苏州 215137; 2. 苏州大学 高性能金属结构材料研究院, 江苏 苏州 215137;
3. 山东魏桥铝电有限公司, 山东 滨州 256600)

摘要: 均匀化后冷却速率对挤压制品的最终性能有着重要的影响。试验以 6110 铝合金为研究对象, 通过光学显微镜、扫描电镜、差热分析仪、导电率以及维氏硬度测试等手段, 研究了均匀化后冷却速率对该合金组织及性能的影响。研究表明, 该合金铸态组织主要包含 Mg_2Si 、Q 和 α 含铁相。经 560℃ 保温 3 h 能够充分溶解组织中的 Mg_2Si 相和 Q 相等非平衡凝固组织。在不同的冷却速率下强化元素分别以固溶态和析出相的形式存在于基体中。随着冷却速率升高固溶度增大, 使后续挤压抗力增大; 随着冷却速率降低 Q 相逐渐粗化, 其在挤压后期难以充分回溶入基体并且极易熔化从而导致挤压制品表面质量下降并降低最终的力学性能。为了尽可能使溶质原子充分析出, 同时又要保证其以大量细小的析出相形式分布在铝基体中, 以便在挤压后期可以充分回溶, 避免粗大的析出相熔化而引起加工裂纹, 均匀化后的最佳冷却速率应控制在 545℃/h 左右。

关键词: Al-Mg-Si-Cu 合金; 冷却速率; 均匀化热处理; 析出相; 力学性能

中图分类号: TG166.3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1007-7235(2019)12-0009-04

Effect of homogenization cooling rate on precipitated phase of 6110 aluminum alloy

YU Cheng-bin^{1,2,3}, LIU Fang-zhen^{1,2,3}, QIN Jian^{1,2}, HIROMI Nagaumi^{1,2}, ZHANG Bo³

(1. Shagang School of Iron and Steel, Soochow University, Soochow 215137, China;

2. High-Performance Metal Structural Materials Research Institute, Soochow University, Soochow 215137, China;

3. Shandong Weiqiao Aluminum Electricity Co., Ltd., Binzhou 256600, China)

Abstract: The cooling rate after homogenization has an important effect on the final performance of extruded products. The effect of cooling rate on microstructure and properties of 6110 aluminum alloy was studied by means of optical microscope, scanning electron microscope, differential thermal analyzer, conductivity and vickers hardness test. The results show that the as-cast structure of the alloy mainly contains Mg_2Si , Q and α Fe-bearing phases. After 560℃ insulation for 3 h, Mg_2Si phase and Q phase in the tissue could be fully dissolved. Under different cooling rates, the enhanced elements exist in the matrix in the form of solid solution and precipitated phase respectively. With the increase of cooling rate, the solid solubility increases and the subsequent extrusion resistance increases. With the decrease of cooling rate, Q phase is gradually coarsened. It is difficult to fully melt back into the matrix and easy to melt at the later stage of extrusion, which leads to the decrease of surface quality of extruded products and the final mechanical properties. In order to ensure solute atoms are fully precipitated and distributed in the aluminum matrix in the form of a large

收稿日期: 2019-06-26

第一作者简介: 于承斌(1987-), 男, 山东高青人, 硕士研究生。

number of small precipitated phases, the optimal cooling rate after homogenization should be controlled at about 545℃/h, so that they can be fully dissolved in the later stage of extrusion, avoiding the melting of the coarse precipitated phase and causing processing cracks.

Key words: Al-Mg-Si-Cu alloy; cooling rate; homogenization heat treatment; precipitated phase; mechanical properties

Al-Mg-Si-Cu 变形铝合金由于其高比强度和良好的加工性能在交通运输行业得到广泛应用。与 Al-Mg-Si 合金相比,加入 Cu 元素不仅可以使材料强度得到大幅度提升,还能抑制自然时效行为,减轻因停放时间过长带来的不利影响^[1]。均匀化退火对铝合金铸锭组织改善起着重要作用,可消除铸锭内的非平衡共晶组织,改善针状 β 铁相形貌以及微观偏析等缺陷,进而避免后续加工过程中出现裂纹、过烧和性能不均匀等现象。关于 Al-Mg-Si 变形铝合金的均匀化处理已有大量研究^[2-4],目前通过合理制定加热温度和保温时间已经能够将铸造组织中的非平衡凝固组织消除并促使针状 β 铁相转变为细小颗粒状的 α -Fe 相^[5]。随着铝合金逐步广泛应用,均匀化后期冷却环节的重要性逐渐得到生产和研究人员的重视^[6]。实践和研究表明,过快的冷却速率会导致 Mg 和 Si 固溶在 Al 基体中造成挤压时组织的流变应力过高;而过于缓慢的冷却速率会产生粗大的析出相,其极易在后续的挤压升温过程中初熔并造成制品表面开裂,进而限制挤压温度并降低挤压速率。同时粗大相在后续挤压过程中无法完全回溶,降低了后续的时效强化效果^[7-9]。Y. Birol 研究了 6060、6005、6082 铝合金在 250℃/h 的冷却速率下各温度段对应的析出相^[10],结果表明合金成分在很大程度上影响了溶质析出的热力学行为。此外还研究了冷却速率对无 Cu 的 6060 和 6082 铝合金析出相的影响^[11-12]。大量研究表明,随着 Cu 含量的提高 Al-Mg-Si 合金的析出相和析出序列有别于低 Cu 和无 Cu 铝合金的^[13-16]。Y. Birol^[17]研究了 Cu 含量对 6××× 铝合金析出序列的影响。Q. Du^[18]等人利用模拟的方法预测了不同 Cu 含量的 6××× 铝合金在不同冷速下的组织变化。但是关于均匀化后冷却速率对含 Cu 的 Al-Mg-Si 合金析出行为的影响鲜有报道。因此本试验以 $w(\text{Cu}) = 0.46\%$ 的半连续铸造 6110 铝合金为研究材料,采用多种检测手段表征了其铸态组织的构成,研究了均匀化温度、时间以及均匀化后的冷却速率对该合金显微组织和力学性能的影响,并在微观机制上进行了深入的探讨。

1 试验材料和方法

试验材料为半连续铸造的 $\Phi 310$ mm 6110 铝合金圆铸锭,其化学成分如表 1 所示。

表 1 6110 铝合金铸锭化学成分(质量分数/%)

Table 1 Composition of 6110 aluminum alloy ingot(wt/%)

Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Ti	Zr	Al
1.00	0.18	0.46	0.70	0.78	0.19	0.07	0.12	余量

试验样品均取自于距铸锭中心二分之一半径处的横截面。金相样品的制备采用研磨、机械抛光后不经化学腐蚀,用 OLYMPUS GX53 倒置式金相显微镜和 PHENOM xl 扫描电子显微镜(附带能谱分析)对显微组织进行观察和相分析鉴定。NETZSCH DSC 204 F1 差式扫描量热仪(DSC)分别以 3℃/min 的升温速率来确定均匀化温度,以 30℃/min 的升温速率来分析后续冷却速率对样品的影响。Fischer SMP 350 型电导率仪和 WILSON VH1102 维氏硬度仪分别用来检测试样的电导率和微观硬度,每个状态的样品各测 10 个点取其平均值和标准方差。其中电导率测试温度为 23℃,维氏硬度测试所采用的载荷为 1.96 N,驻留 10 s。均匀化退火采用电阻式加热 Nabertherm 热处理炉,样品随炉以 3℃/min 的速度加热至 560℃,进行 2 h ~ 8 h 保温处理后空冷。在 560℃ 均匀化热处理 3 h 后的样品通过空气中自然冷却、压缩空气冷却和压缩空气冷却结合水淬等方式获得不同的冷却速率。其中压缩空气结合水淬的方法是将样品用压缩空气分别冷至 400℃、300℃ C 和 200℃ 后投入水中淬火。此外出炉水淬和随炉冷却的方式被用来体现完全固溶和完全析出状态对微观组织和力学性能的影响。

2 结果与讨论

2.1 铸态组织

图 1 为铸态的 6110 铝合金在光学显微镜和背

散射电子下的微观组织。如图 1a 所示,铝基体中主要包含三种相,即在晶界上分布的灰色汉字状相、沿晶界分布的细长状黑色相以及在晶内分布的球形灰色相。如图 1b 所示,能谱分析(EDX)结果表明球状相为 AlMgSiCu 四元相,晶界上分布的白亮色相为 AlMnFeSi 相。根据能谱分析并结合其形貌可知晶界上的灰色汉字状相为 α -AlFeMnSi 相,黑色的为 Mg_2Si 相,晶内的球状相为 Q-AlSiMgCu 相(以下简称 Q 相)。

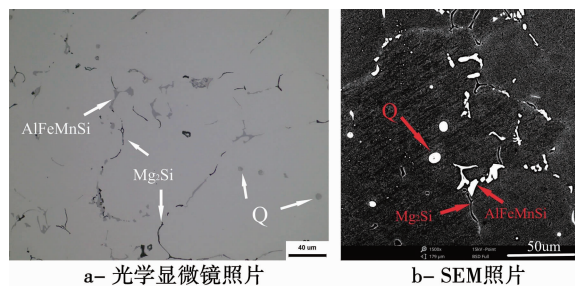


图 1 6110 铝合金铸态的显微组织

Fig. 1 Microstructure of as-cast 6110 aluminum alloy ingot

铸态 6110 铝合金的 DSC 分析结果如图 2 所示。经观察可知,在 150℃至 500℃区间有两个明显的放热峰,分别对应 β'/β' 、 β 峰,峰值分别在 230℃、490℃处。这是由于凝固结束后基体内残存的固溶原子在 DSC 升温过程中析出所致。在 578℃处有一个明显的吸热峰 A,起始温度为 573℃,该峰即为 Mg_2Si 的熔化温度。为了避免组织过烧,将均匀化热处理温度定为 560℃。

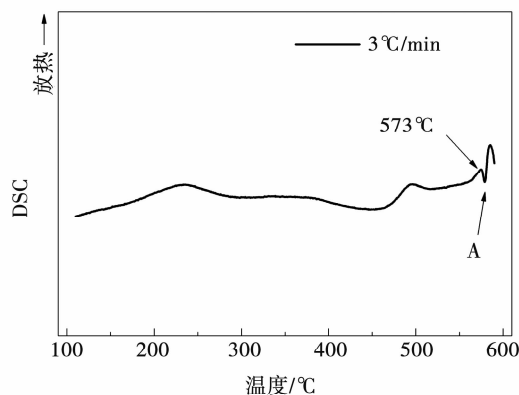


图 2 6110 铝合金铸态组织的 DSC 曲线

Fig. 2 DSC spectra of as-cast 6110 aluminum alloy ingot

2.2 均匀化制度优化

图 3 所示为 560℃均匀化热处理不同时间后的样品微观组织照片。经 560℃保温 2h 后(图 3a) Mg_2Si

Si 开始球化溶解,但组织中仍有少量的 Mg_2Si 相残留。在此过程中未发现 Q 相有明显残留,说明其已完全溶解。经 3 h 均匀化后(图 3b)很难发现有明显的 Mg_2Si 相残留。

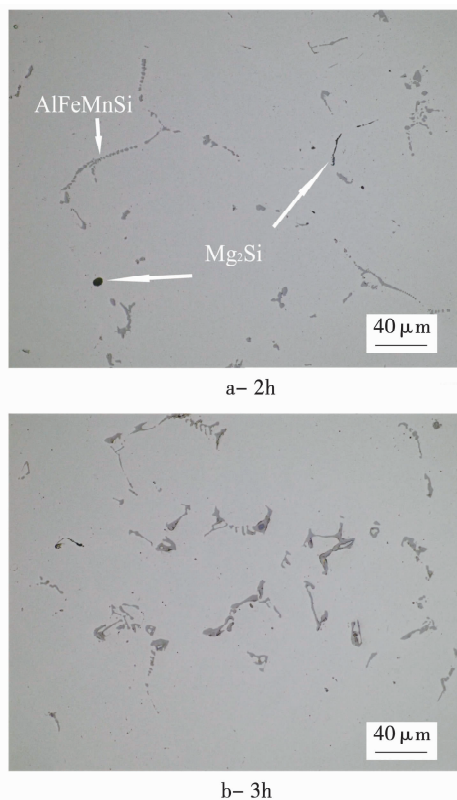


图 3 6110 铝合金铸锭在 560℃下均匀化处理不同时间后的显微组织

Fig. 3 Microstructure of 6110 aluminum alloy ingot homogenized at 560℃ for 2 and 3 hours

6110 铝合金的导电率和维氏硬度与均匀化处理时间的关系如图 4 所示。在均匀化 2 h~3 h 的过程中电导率明显下降,之后随着时间的延长趋于平稳,在 6 h 以后基本没有变化。导电率下降是因为均匀化处理后样品直接空冷,使溶解的 Mg_2Si 相固溶在铝基体内^[19]。从图 4 可知,在保温 3 h 后即可将非平衡凝固组织(Q 相和 Mg_2Si)大部分消除,在保温 6 h 后可彻底消除。与导电率下降的趋势相反,样品的硬度值随保温时间的延长逐渐上升,在 6 h 后达到一个平台。硬度在均匀化初始阶段的升高是 Q 相和 Mg_2Si 相溶解产生固溶强化的结果,而硬度在后续过程中的升高则是 α -AlFeMnSi 弥散相析出所致^[5,20]。

上述各项分析表明,均匀化处理保温 3 h 的能充分溶解非平衡凝固组织。若继续延长保温时间会导致 α -AlFeMnSi 弥散粒子粗化,减弱再结晶过程中的

钉扎作用^[5],因此将保温时间定为3 h。

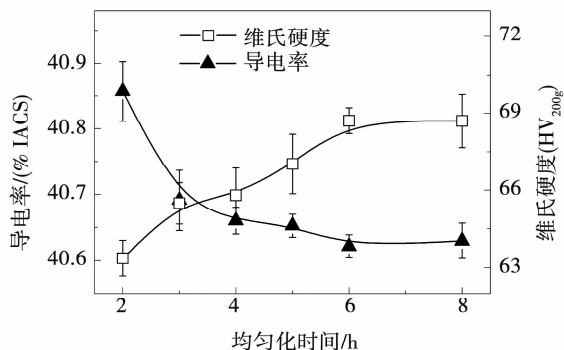


图4 6110 铝合金的导电率和维氏硬度
随均匀化时间的变化

Fig.4 Electrical conductivity and Vickers'hardness of 6110 aluminum alloy as a function of homogenization heat treatment time

2.3 冷却速率对 6110 铝合金微观组织和性能的影响

图 5 展示了不同尺寸的 6110 铝合金样品经 560℃ 均匀化处理 3 h 后采用不同方式从 560℃ 冷却至 20℃ 的冷却曲线。测得不同尺寸样品经各种冷却方式处理后的平均冷却速率如表 2 所示。

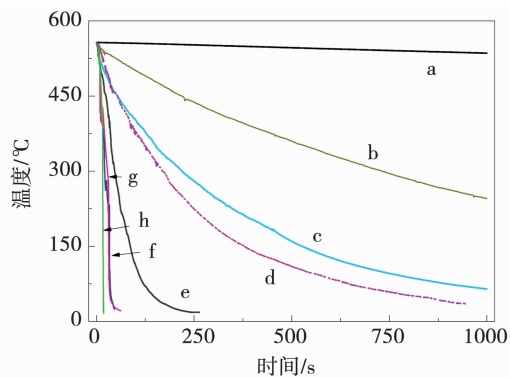


图5 6110 铝合金在不同冷却方式下的冷却曲线
Fig. 5. Cooling curves of 6110 aluminum alloy via different cooling methods

均匀化后经不同冷却方式的样品在 SEM 背散射电子下的微观组织如图 6 所示。从图 6a 和 6b 可见,铝基体中存在大量的细小颗粒状析出相。随着冷速的降低,图 6c 中的析出相转变为极细小的针状。图 6d 中的细小针状析出相逐渐粗化并且增多,经 EDX 结果分析该相由 Al、Mg、Cu、Si 组成,因此可以确定其为 Q 相。图 6e 中的针状析出相尺寸粗化到 6 μm ~ 7 μm,而且在晶界上分布着黑色的棒状

相,经能谱分析黑色的相为 Mg₂Si 相。图 6f 中的针状析出相更加粗大,尺寸可达 10 μm,并且 Mg₂Si 相粗化为块状。从图 6 可以看出,随着冷却速率的降低析出相的组成由 Q 相过渡为 Mg₂Si + Q 相,此外 Q 相的形貌由颗粒状转为针状,在此过程中其尺寸逐渐增大。

表 2 图 5 所示的冷却方式及平均冷却速率

Table 2 Cooling mode and corresponding average cooling rate shown in Fig. 5

图 5 中 曲线	样品尺寸/ cm ³	冷却方式	冷却速率 /(℃·h ⁻¹)
a	2 ³	炉冷	22
b	12 ³	风冷	375
c	2 ³	空冷	990
d	4 ³	风冷	2100
e	2 ³	风冷	9300
f	2 ³	风冷至 300℃ + 水淬	42740
g	2 ³	风冷至 200℃ + 水淬	46716
h	2 ³	风冷至 400℃ + 水淬	69269

图 7 展示了均匀化处理后冷却速率对 6110 铝合金导电率和维氏硬度的影响。随着冷却速率的升高,导电率逐渐下降,维氏硬度则逐渐升高。这是由于随着冷却速率的升高,Cu、Mg、Si 等强化元素难以扩散或析出,溶质原子更多的以固溶态存在于铝基体中,从而降低材料的导电率。均匀化后冷却速率分别为 100 000℃/h 和 22℃/h 时,溶质元素分别以固溶体和析出相的形式存在于基体中。随着冷却速率的逐步降低,6110 铝合金的强化机制逐步由固溶强化转变为析出强化。冷却速度越大,固溶度越高,则硬度越大。从图 6 中可以看出,在冷却过程中的主要析出相为含 Cu 相,而且其尺寸(图 6a)也都在 500 nm 以上,属于过时效状态,因此析出相在铝基体中以平衡相的形式存在,其强化效果低于固溶态的。当冷却速率降低时,析出的 Q 相尺寸也逐渐增大,对位错运动的限制作用减弱,硬度随之进一步降低^[21]。如前文所述,固溶态组织在后续的热挤压过程中变形抗力较大,而过大的析出相在后续的热加工过程中难以溶解导致强化效果减弱,并且极易引发初熔造成表面撕裂,进而限制挤压速率。因此控制均匀化后的冷却速率是决定最终力学性能和热加工质量的关键因素。从图 6 和图 7 中可以看出,当冷却速率在 400℃/h ~ 1 000℃/h 的范围时,合金中的固溶元素能得以析出且析出相不至于过分粗化。

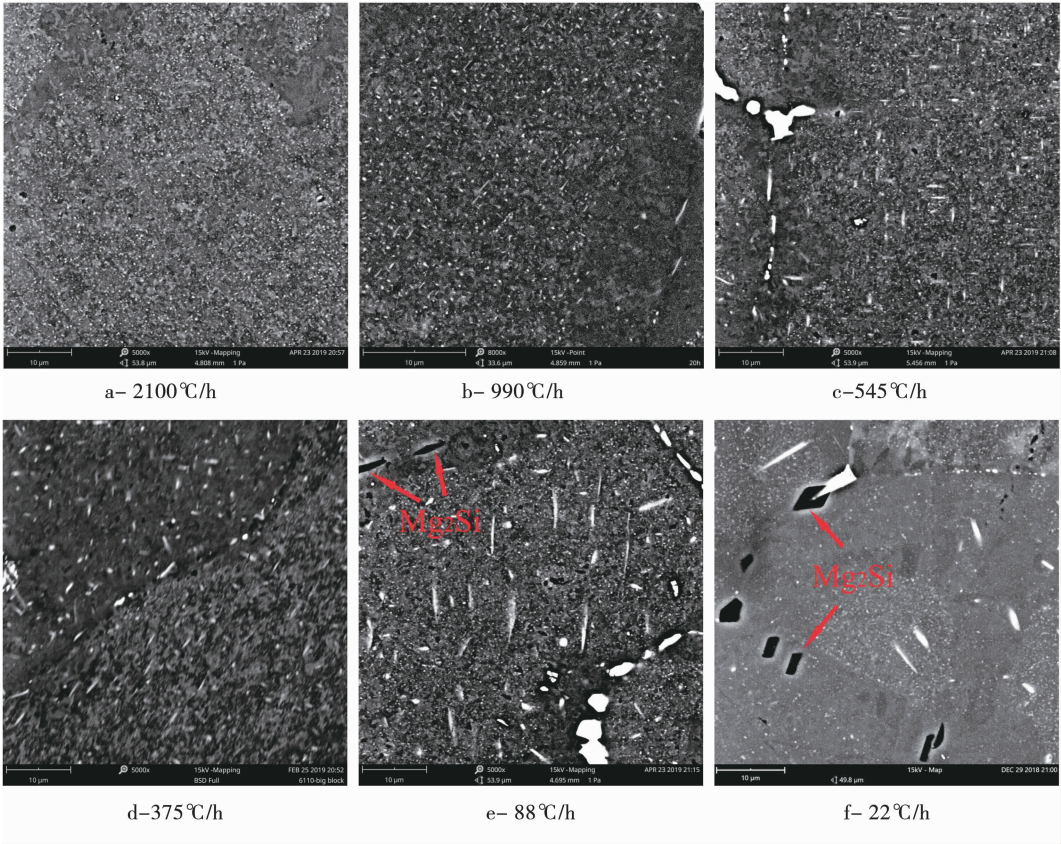


图 6 6110 铝合金经均匀化处理后在不同冷却速率下的微观组织

Fig. 6 Microstructures of 6110 aluminum alloy after homogenization via various cooling rates

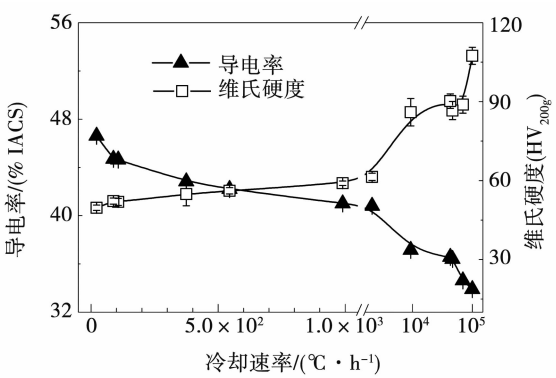


图 7 均匀化后冷却速率对 6110 铝合金
导电率和硬度的影响

Fig. 7 Electrical conductivity and Vickers' hardness of
homogenized 6110 aluminum alloy as a function of
post homogenization cooling rate

DSC 被用来研究均匀化后不同冷却速率的 6110 铝合金在后续热加工过程中的热力学行为。如图 8 所示为均匀化后不同冷却速率的 6110 铝合金的部分 DSC 升温曲线。在升温过程中,245℃处存在 β'' 析出的放热峰^[11],意味着基体中仍有未完全析出的

固溶元素。随着冷却速率降低,该峰对应的面积也逐渐减小,意味着基体中的固溶度也逐渐减小。因此可以通过测量该峰的面积更精确地表征冷却速率对基体固溶程度的影响。

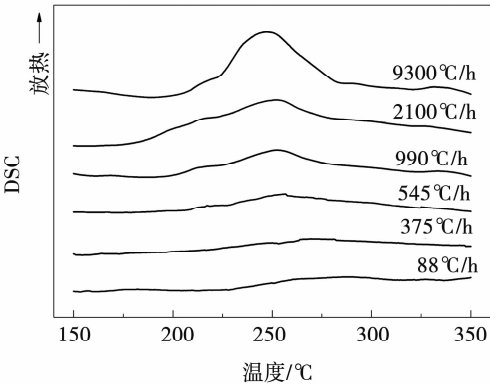


图 8 均匀化后不同冷却速率的 6110 铝合金的
DSC 升温曲线

Fig. 8 DSC spectra of 6110 aluminum alloy samples after
homogenization via different cooling rates

图 9 为该峰的面积随冷却速率的变化规律。

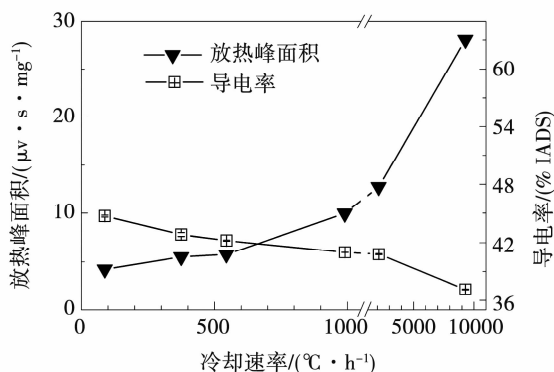


图9 β'' 相析出放热峰面积随均匀化后冷却速率的变化规律

Fig. 9 Area of exothermic peak of β'' formation as a function of post homogenization cooling rate

由图9可见,当冷却速率在 $545^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 以下时,随冷速升高该峰的面积基本保持不变,相应的导电率也下降平缓;当冷却速率高于 $990^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 时,该峰面积急剧升高,相应的导电率也显示出下降趋势。结合图6c、图7和图9可以得知,当均匀化后冷速速率在

$545^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 时,基体中的溶质元素大量地析出,以细小的Q相的形式分布于基体中。

3 结 论

6110铝合金铸态组织内部主要有三种相,其中晶界上分布着大量的 Mg_2Si 相以及 $\alpha\text{-AlFeMnSi}$ 相,晶内存在一定量椭圆形的共晶Q相。组织过烧温度为 573°C 。经 560°C 保温3h均匀处理能够充分溶解组织中的 Mg_2Si 相和Q相等非平衡凝固组织。均匀化后的最佳冷却速率为 $545^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 左右,在此冷速下组织能够析出尽可能多的溶质原子使材料硬度大幅降低,同时组织内大量细小的析出相在挤压后期可以充分回溶入基体,从而提高材料的时效强度,避免了粗大的沉淀相熔化而引起的加工裂纹。

感谢

非常感谢苏州大学-魏桥铝电高端铝材制造及应用技术研究院,苏州大学高性能金属结构材料研究院,国家自然科学基金(基金号:U1864209)对本次试验研究中设备与资金的支持。

参考文献:

- [1] LIU M, BANHART J. Effect of Cu and Ge on solute clustering in Al-Mg-Si alloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 658: 238–245.
- [2] 周学浩, 孙有平, 张扬扬, 等. 均匀化处理对 Al-Mg-Si-Cu 合金铸态组织与性能的影响[J]. 金属热处理, 2017, 42(6): 93–97.
- [3] 张珊珊. Al-Mg-Si 合金铸态组织及其铸锭均匀化处理研究[D]. 沈阳: 东北大学材料与冶金学院, 2011.
- [4] 仲志国, 左秀荣, 翁永刚, 等. 变形铝合金均匀化热处理的应用现状与研究进展[J]. 轻合金加工技术, 2006, 134(1): 10–13.
- [5] LIU C. Microstructure evolution during homogenization and its effect on the high temperature deformation behaviour in AA6082 based alloys[D]. Vancouver: The University of British Columbia, 2017.
- [6] 刘静安. Al-Mg-Si 系合金的热加工工艺与可挤压性[J]. 铝加工, 2002, 25(1): 1–4.
- [7] REISO O. Extrusion of AlMgSi alloys[J]. Materials Forum, 2004, 28: 32–46.
- [8] LANGERWEGGER J. Effect of metallurgical factors on productivity in the extrusion of aluminum-magnesium-silicon (AlMgSi) alloys[J]. Aluminum, 1982, 58: 107–9.
- [9] 王祝堂. 世纪之交的我国铝型材挤压技术发展目标[J]. 轻合金加工技术, 1999, 27(3): 1–7.
- [10] BIROL Y. Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013, 23(7): 1875–1881.
- [11] BIROL Y. Effect of cooling rate on precipitation during homogenization cooling in an excess silicon AlMgSi alloy[J]. Materials Characterization, 2012, 73: 37–42.
- [12] BIROL Y. Optimization of homogenization for a low alloyed AlMgSi alloy[J]. Materials Characterization, 2013, 80: 69–75.
- [13] DING L, JIA Z, NIE J F, et al. The structural and compositional evolution of precipitates in Al-Mg-Si-Cu

alloy[J]. Acta Materialia, 2018, 145: 437 – 450.

- [14] TOTTEN G E, MACKENZIE D S. Handbook of Aluminum[M]. Boca Raton: Crc Press, 2003.
- [15] DING L, JIA Z, ZHANG Z, et al. 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: A, 2015, 627: 119 – 126.
- [16] ZHENG Y, XIAO W, GE S, et al. Effects of Cu content and Cu/Mg ratio on the microstructure and mechanical properties of Al-Si-Cu-Mg alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 649: 291 – 296.
- [17] BIROL Y. A calorimetric analysis of the precipitation reactions in AlSi1MgMn alloy with Cu additions[J]. Thermochimica Acta, 2017, 650: 39 – 43.
- [18] DU Q, JIA L, TANG K, et al. Modelling and experimental validation of microstructure evolution during the cooling stage of homogenization heat treatment of Al-Mg-Si alloys[J]. Materialia, 2018(4): 70 – 80.
- [19] 冯 端, 师昌绪, 刘治国. 材料科学导论[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002.
- [20] 鲁法云, 张军利, 于 宏, 等. 均匀化工艺对 3104 铝合金中弥散相分布的影响[J]. 材料热处理学报, 2017, 38(3): 54 – 60.
- [21] FULLER C B, SEIDMAN D N, DUNAND D C. Mechanical properties of Al(Sc,Zr) alloys at ambient and elevated temperatures[J]. Acta Materialia, 2003, 51(16): 4803 – 4814.