

Be 对 Al-Si-Mg 合金热处理过程中含铁相转变的影响

孙业涛¹, 冯杰涛¹, 尹家新², 王蓉¹, 王德清², 李澄俊¹, 王英敏³, 房灿峰¹

(1 大连理工大学 辽宁省凝固控制与数字化制备技术重点实验室, 辽宁 大连 116024)

(2 湖北三江航天万峰科技发展有限公司, 湖北 孝感 432100)

(3 大连理工大学 三束材料改性教育部重点实验室, 辽宁 大连 116024)

摘要: 为探究 Be 在固溶处理过程中对含铁相转变的影响, 设计了 Be 与不同固溶处理工艺结合的系列实验, 并深入研究了其对共晶硅、含铁相形貌的影响与力学性能间的内在联系, 以期全面提升亚共晶 Al-Si-Mg 合金整体性能。结果表明, Be 延缓了 Mg₂Si 相的分解, 促进了 π -AlSiMgFe 相向 β -AlFeSi 相的转变。 π -AlSiMgFe 相结构形貌的加速转变提升强化效果的同时, 也减弱了 π -AlSiMgFe 相对基体的割裂作用, 进而同步提升合金的强塑性。

关键词: 铝合金; Be; π -AlSiMgFe 相; β -AlFeSi 相; 强塑性

中图分类号: TG146.21

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)0?-0??-0?

铝合金因其密度低、加工性和成形性好等特点, 在航空航天领域备受青睐^[1]。其中, 亚共晶 Al-Si-Mg 合金已在航天器机身以及大型密封舱体等结构件中得到广泛应用^[2-4]。但在铸态合金中往往存在粗大的共晶硅、含铁相(汉字状 π -Fe (AlSiMgFe)相、板条状 β -Fe (AlFeSi)相)等第二相, 这会严重割裂基体, 降低合金塑性。

研究表明, 固溶处理可以明显改善共晶硅^[5, 6]及含铁相形貌^[7-10], 使粗大第二相发生“熔断”, 从而降低对基体的割裂作用。S. Murali^[11, 12]、Tan^[13-15]则从合金化角度研究了 Be 的作用。发现微量 Be 可以有效改善 Al-Si-Mg 合金在热处理后的含铁相形貌, 提升材料的力学性能; 在中和 Fe 杂质的同时, Be 元素还可以抑制铸造过程中 Mg 的烧损, 提升铸件品质。因此, Be 是 Al-Si-Mg 铸造合金最常用的微合金化元素。但是, 热处理过程中 Be 对含铁相影响的作用尚不明确。为此, 本文设计了 Be 与不同固溶处理工艺相结合的系列实验, 着重研究 Be 对 π -AlSiMgFe 相向 β -AlFeSi 相转变过程的影响, 并通过热处理的调控改善共晶硅及含铁相形貌, 以期全面提升亚共晶 Al-Si-Mg 合金整体性能, 为实际生产提供理论依据。

1 实验

本实验的原材料包括纯金属 (Al (99.9%), Mg (99.9%)) 和中间合金 (Al-20Si、Al-5Ti、Al-3Be)。将纯 Al 与 Al-20Si、Al-5Ti、Al-3Be 中间合金交替放置于石墨坩埚中, 原料熔化后加入纯 Mg, 再使用 Al-10Sr (0.03% Sr) 和 Al-5Ti-B (1%) 中间合金对铝液进行变质、细化处理, 氩气精炼 10min 后, 将 690°C 铝液浇入 200°C

预热钢模具中, 制备出 Al-6.5Si-0.7Mg (0Be) 和 Al-6.5Si-0.7Mg-0.03Be (0.03Be) 两种合金铸锭。将两种合金各分割成五组, 其中一组保持铸态状态, 其余四组分别在 540°C 下固溶处理 1h、2h、4h 和 10h, 然后水淬 (60°C); 固溶样品均在 165°C 下进行 8h 的时效处理。

采用直读光谱仪对铸态实验合金的化学成分进行分析 (表 1)。采用金相显微镜 (OM, OLYMPUS BX51) 对材料进行显微组织观察及断裂源分析。热处理态样品在 10 vol.% NaOH 溶液 (60°C) 中腐蚀 10min, 然后用硝酸彻底清洗。使用配备能谱仪的高分辨场发射扫描电镜 (SEM, IT800-SHL) 对样品的显微组织和断口形貌进行观察分析。通过电子探针 (EPMA, JXA-8530F PLUS) 进行第二相成分分析。通过室温拉伸试验机 (Instron-1186) 测试材料力学性能进行, 拉伸速率为 2mm/min, 拉伸试样尺寸如图 1 所示。至少 3 个拉伸试样的结果平均值作为每组实验的最终力学性能。采用 Image Pro Plus 6.0 软件对第二相形貌尺寸进行定量分析, 第二相面积分数、等效直径以及共晶硅长径比分别可表示为:

$$F = \sum_{i=1}^N \frac{A_i}{A} \quad (1)$$

$$D = \sum_{i=1}^N \frac{D_i}{N} \quad (2)$$

$$R = \frac{L}{W} \quad (3)$$

其中, N 为测量对象总数量; A_i 为第二相面积; A 为测量区域总面积; D_i 为第二相直径; L 为共晶硅颗粒长度; W 为共晶硅颗粒宽度。

表1 合金化学成分 (wt.%)

Table 1 Chemical compositions of the alloys (wt.%)

Alloys	Si	Mg	Fe	Ti	Sr	Be	Al
0Be	6.57	0.70	0.15	0.12	0.03	0	Bal.
0.03Be	6.59	0.72	0.14	0.11	0.03	0.03	Bal.

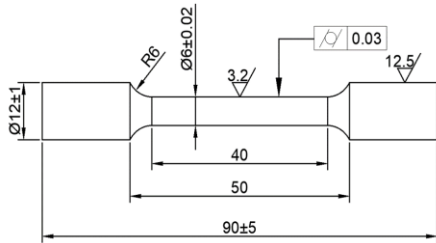


图1 拉伸试样尺寸

Fig.1 Dimensions of tensile specimen

2 结果与讨论

0Be 和 0.03Be 合金的铸态组织如图 2 所示。Be 的加入并未产生显著的差异，铸态显微组织特征均为 α -Al 枝晶间分布着纤维状或层片状共晶硅以及少量含铁相。当合金 Mg 含量高于 0.4 wt.% 时，组织中含铁相以汉字状 π -Fe (AlSiMgFe) 相为主^[7, 8, 16]。0Be 和 0.03Be 合金中 0.7 wt.% 的 Mg 使得 π -Fe 相尤为发达。

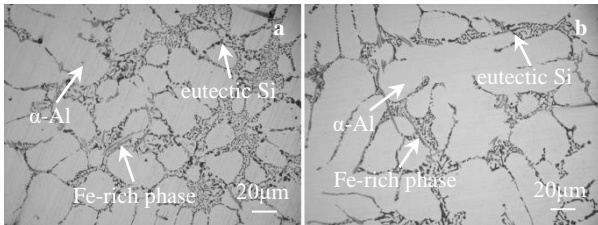


图2 铸态 (a) 0Be 和 (b) 0.03Be 合金金相组织

Fig.2 Microstructures of as-cast of (a) 0Be and (b) 0.03Be alloys

图 3 为不同固溶处理条件下两种合金深腐蚀样品中共晶硅典型形貌。图 4 是对常规金相样品多视场 SEM 观察分析得出的共晶硅长径比和等效直径的统计结果。1h 的固溶处理，共晶硅皆呈长条状，无明显差异。随着固溶处理时间的增加，长条状共晶硅溶解或破碎成短棒状，并逐渐钝化成颗粒状。10h 后，0Be 合金共晶硅长径比由铸态的 2.5 下降至 1.8，0.03Be 合金则由 2.5 降至 1.7；0Be 合金共晶硅等效直径由铸态下的 1.68 μm 上升至 2.93 μm ，0.03Be 合金由 1.59 μm 升到 2.96 μm 。总的来说，随固溶时间的延长，两种合金共晶硅形貌的变化趋势基本一致（长条状→颗粒状→圆球状→球状膨胀）。

铸态 0.03Be 合金中，含铁相主要以粗大汉字状 π - AlSiMgFe 相为主，难以观察到 β - AlFeSi 相的存在（图 2b）。然而，短时的固溶处理，情况就发生了明显的变化。图 5 是固溶处理态（2h）0.03Be 合金的 EPMA 分析，表 2 为图 5 中金属间化合物相的成分组成。可以确认，灰色粗大汉字状 π - AlSiMgFe ($\text{Al}_8\text{FeMg}_3\text{Si}_6$) 相周围伴生着白色颗粒状 β - AlFeSi (Al_5FeSi) 相，表明合金中已发生 π -Fe \rightarrow β -Fe 转变的过程。

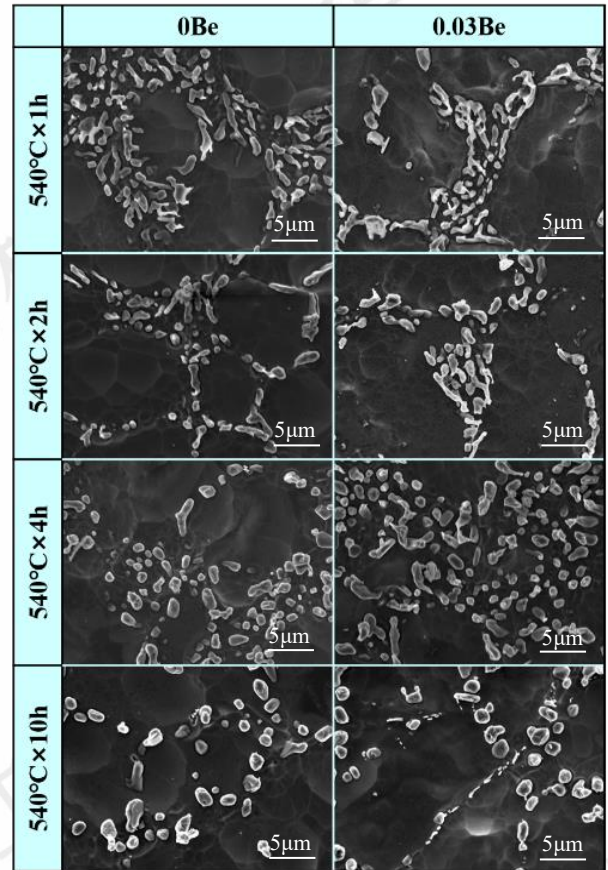


图3 不同固溶处理时间 0Be 和 0.03Be 合金共晶硅 SEM 图像

Fig.3 SEM images of eutectic Si of 0Be and 0.03Be alloys in different solution treatment time

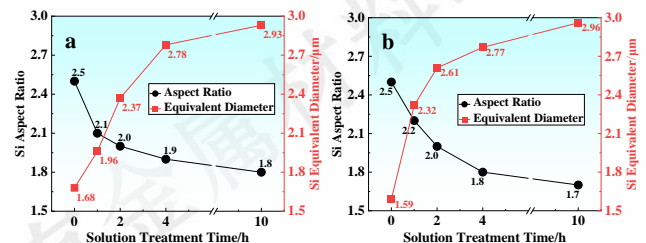


图4 不同状态 (a) 0Be 和 (b) 0.03Be 合金共晶硅长径比和等效直径的统计

Fig.4 Statistics of aspect ratio and equivalent diameter of eutectic Si in different states: (a) 0Be alloy; (b) 0.03Be alloy

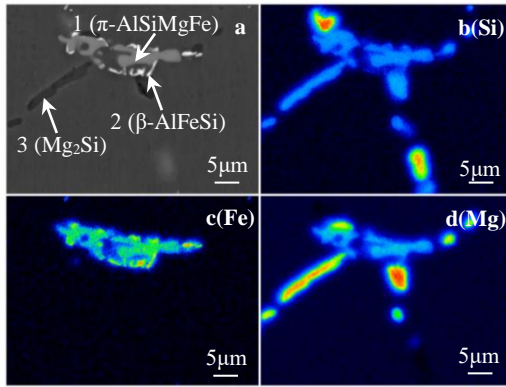


图5 固溶处理 2h 后 0.03Be 合金 (a) 背散射图像及 (b-d) Si、Fe、Mg 元素面分析

Fig.5 (a) BEI image and (b-d) Si, Fe and Mg elements mappings of 0.03Be alloy in solution treatment 2h

表2 图5中金属间化合物相的化学成分 (at.%)

Table 2 Chemical compositions of the intermetallic compounds in Figure 5 (at.%)

Point	Al	Si	Mg	Fe	Phase identification
1	52.5	28.1	14.2	5.2	π -Fe ($Al_8FeMg_3Si_6$)
2	69.9	16.2	0.1	13.8	β -Fe (Al_5FeSi)
3	28.2	24.0	47.8	0	Mg_2Si

随固溶处理时间的延长, 两种合金中的 π -Fe \rightarrow β -Fe 转变进程、含铁相形貌演变如图 6 所示。对 0Be 合金进行 1h 固溶处理, 铸态下汉字状 π -AlSiMgFe 相已开始发生溶断, 尺寸变小; 但直至固溶处理 10h 后, 才观察到少量颗粒状 β -AlFeSi 相, 因此大部分含铁相仍以较粗大的 π -AlSiMgFe 相形式存在。0Be 合金中, π -AlSiMgFe 相面积分数由铸态下的 2.8% 降至固溶处理 10h 后的 1.7%, 等效直径由 7.81 μ m 降至 5.96 μ m (图 7a)。铸态 0.03Be 合金中, π -AlSiMgFe 相的面积分数和等效直径分别为 2.1%、7.78 μ m, 均低于 0Be 合金。固溶处理 1h 后, 0.03Be 合金中即可以观察到部分汉字状 π -AlSiMgFe 相向颗粒状 β -AlFeSi 相的转变, π -AlSiMgFe 相面积分数和等效直径显著降低至 1.2%、4.40 μ m, 甚至明显低于 0Be 合金固溶处理 10h (1.7%、5.96 μ m) 后的水平。固溶处理 4h 后, 面积分数进一步降至 0.3% (图 7b), 表明 π -AlSiMgFe 相基本转变成颗粒状 β -AlFeSi 相。与 $\pi\rightarrow\beta$ 转变不同, 0Be 合金中 Mg_2Si 相在固溶处理 2h 后即已全部溶解, 但 4h 固溶处理的 0.03Be 合金中依旧存在 Mg_2Si 过剩相。我们据此推测, Be 在加速 $\pi\rightarrow\beta$ 转变进程的同时, 延缓了 Mg_2Si 相的分解。

两种合金固溶处理 10h 后的元素面分析如图 8 所示。0Be 合金中的含铁相大部分仍以 π -AlSiMgFe 相为主 (图

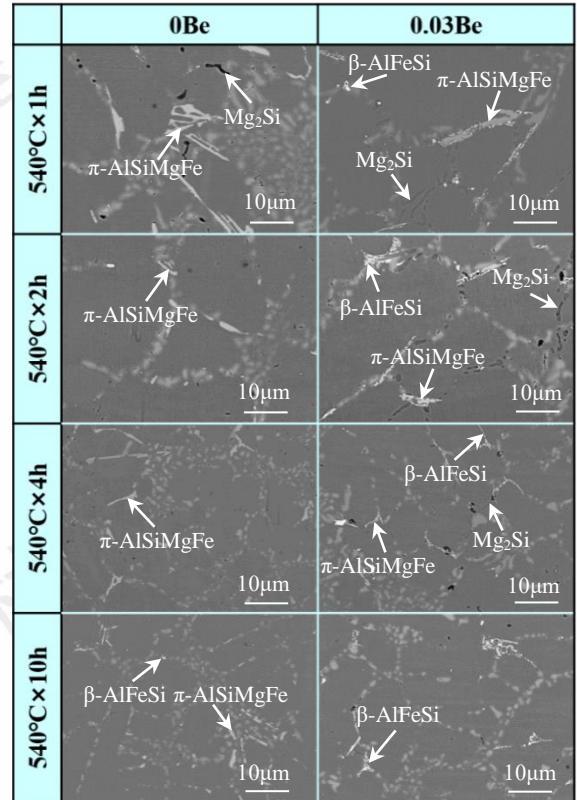


图6 不同固溶处理时间 0Be 和 0.03Be 合金 SEM 图像
Fig.6 SEM images of 0Be and 0.03Be alloy in different solution treatment time

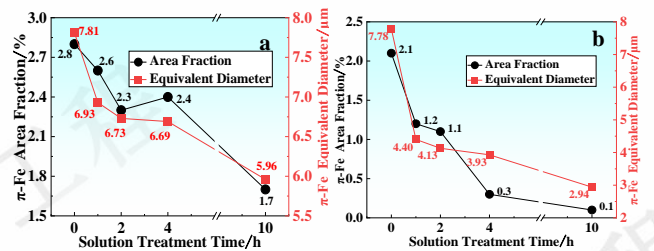


图7 不同状态 (a) 0Be 和 (b) 0.03Be 合金 π -Fe 相面积分数和等效直径的统计

Fig.7 Statistics of area fraction and equivalent diameter of π -Fe phase in different states: (a) 0Be; (b) 0.03Be

8a); 0.03Be 合金中的 π -AlSiMgFe 相则基本转变为 β -AlFeSi 相, 缺陷处呈现明显的 Mg 聚集现象 (图 8b)。540 $^{\circ}$ C 固溶处理条件下, Mg 在 Al-7Si 合金基体中的极限溶解度为 0.62 wt.%^[8,17]; 饱和后, Mg 会向样品表面或孔洞等缺陷处扩散偏聚^[18]。

综上所述, 图 9 示意性给出了 0Be 和 0.03Be 合金中第二相转变过程。1h 固溶处理后, 0Be 合金中大量 Mg_2Si 快速溶解, 同时 π -AlSiMgFe 相发生部分溶断, 尺寸减小, 但结构未变; 而 0.03Be 合金中已开始 $\pi\rightarrow\beta$ 转变。固溶处理 2h 后, 0Be 合金中的 Mg_2Si 相全部溶解。延长长时间至

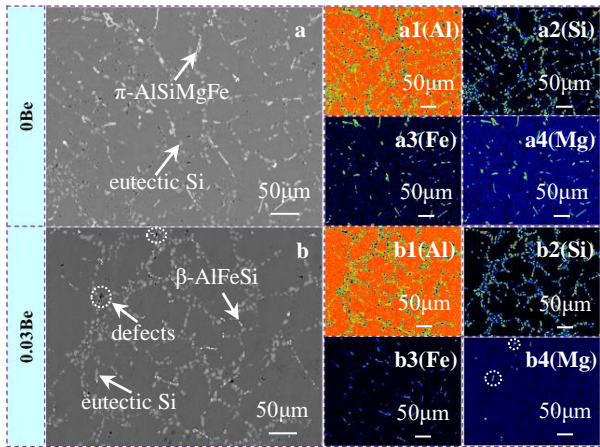


图8 0Be 和 0.03Be 合金 (a,b) 背散射电子照片及 (a1-a4,b1-b4) EPMA 元素面分析

Fig.8 (a,b) BEI images and (a1-a4,b1-b4) EPMA element mappings of 0Be and 0.03Be alloy

4h, 含铁相仍以尺寸较大的 π -AlSiMgFe 相为主; 0.03Be 合金中 π -AlSiMgFe 相则几乎全部转变为颗粒状 β -AlFeSi 相, 但仍能观察到 Mg_2Si 过剩相。延长固溶时间至 10h, 0Be 合金中才能观察到 $\pi \rightarrow \beta$ 转变; 此时, 0.03Be 合金中的 π -AlSiMgFe 相已完全消失, Mg_2Si 相也完全分解。可以认为, Be 延缓了 Mg_2Si 相的分解, 促进了 π -AlSiMgFe 相向 β -AlFeSi 相的转变。

图 10 给出了 0Be 和 0.03Be 合金在不同 T6 热处理条件下的拉伸性能。0Be 合金在固溶处理 2h 后抗拉强度即达到最高值 (301MPa), 增加固溶时间, 抗拉强度逐渐降低, 延伸率逐渐升高。随着固溶处理时间的延长, 0.03Be 合金强度和塑性获得同步提升, 4h 固溶处理后, 强度和伸长率已经达到 314MPa 和 8.3%, 固溶处理 10h 后材料的性能与 4h 相比增幅不大。

图 11 是两合金在不同固溶处理条件下的合金断口分析。0Be 合金在固溶处理 2h 后, Mg_2Si 相的全部固溶增强了后续的析出强化效果, 此时合金强度最高, 断裂源为共晶硅和 π -AlSiMgFe 相。随固溶时间的延长, π -AlSiMgFe 相尺寸减小, 对基体割裂作用有所降低; 另外, 共晶硅的粗化一定程度上不利于合金强度提升, 但圆整度的提高会减弱尖锐形貌引起的应力集中, 使得合金强度降低, 塑性提升。在短时固溶 (1h、2h) 后, 0.03Be 合金的主要断裂源也是共晶硅和 π -AlSiMgFe 相。长时间固溶 (4h、10h) 后, π -AlSiMgFe 相逐渐消失, 共晶硅成为主要断裂源, 材料塑性不断提升。另外, 含铁相的碎化、弥散分布在一定程度上促进了合金强度的提升。因此, 0.03Be 合金实现了强塑性的同步提升。尽管如此, 4h 固溶处理即完成的 $\pi \rightarrow \beta$ 转变及与 10h 固溶处

理接近的共晶硅圆整度, 意味着性能增益随固溶延时不断降低。

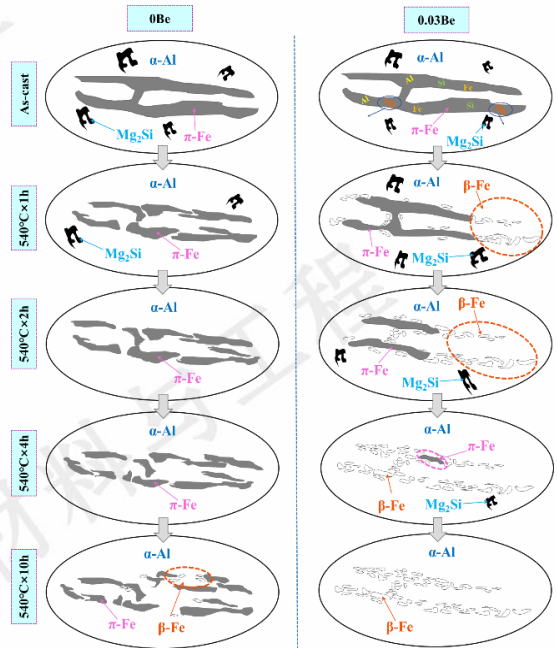


图9 0Be 和 0.03Be 合金含铁相转变过程示意图

Fig.9 Transformation process of Fe-rich phase of 0Be and 0.03Be alloy

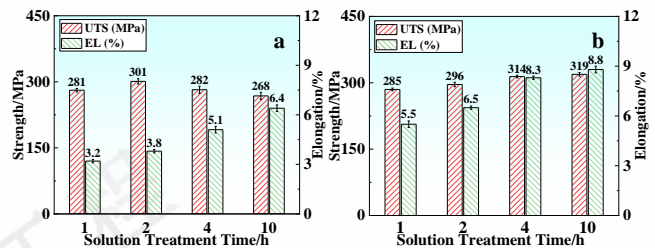


图10 不同固溶处理时间 (a) 0Be 和 (b) 0.03Be 合金力学性能 Fig.10 Mechanical properties of (a) 0Be and (b) 0.03Be alloy in different solution treatment time

图 12 为不同状态下两种合金的拉伸断口形貌。短时间固溶时, 拉伸断口光滑, 解理面面积大, 这是因为合金在拉伸时优先从粗大含铁相和尖锐共晶硅处断裂。延长固溶时间, 含铁相尺寸减小、共晶硅不断圆整化, 使得拉伸断裂的解理面尺寸减小、数量变少。相较 0Be 合金, 0.03Be 合金断口的韧窝小而深, 表明 0.03Be 合金断裂过程吸收了更多的能量, 塑性明显改善。

3 结论

本文分析了不同固溶处理条件下 Be 对亚共晶 Al-Si-Mg 合金第二相形貌及其力学性能的影响, 结论如下:

- 1) Be 元素对 Al-Si-Mg 合金中共晶硅的溶解、破碎、

钝化过程无显著影响。

2) Be 延缓了 Mg₂Si 相的分解, 促进了 π -AlSiMgFe 相向 β -AlFeSi 相的转变, 减弱粗大含铁相对基体割裂作

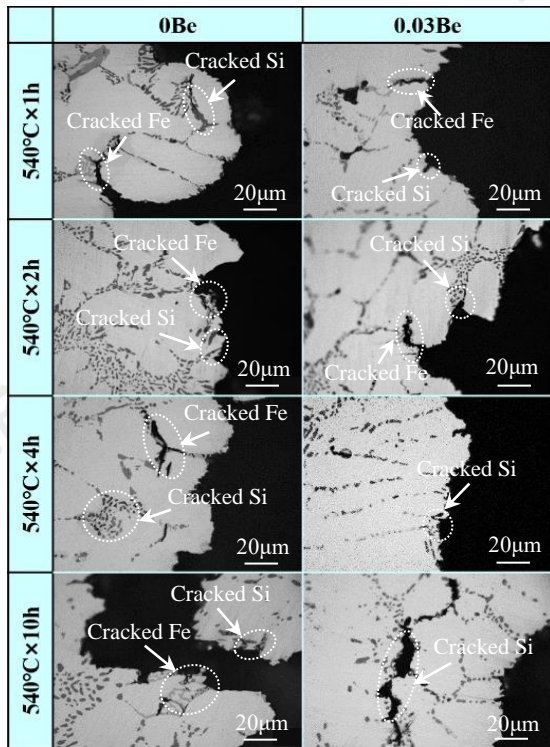


图 11 不同固溶处理时间 0Be 和 0.03Be 合金断口分析

Fig.11 Analysis of fracture of 0Be and 0.03Be alloy in different solution treatment time

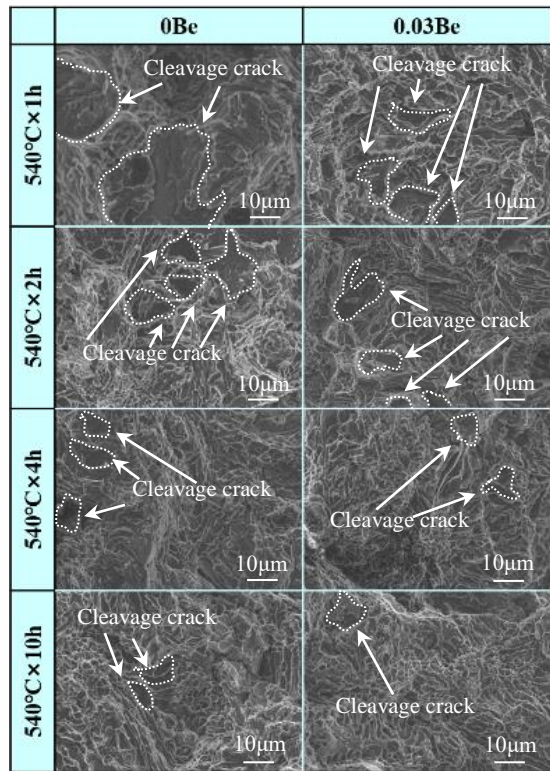


图 12 不同固溶处理时间 0Be 和 0.03Be 合金拉伸断口形貌

Fig.12 Tensile fracture of 0Be and 0.03Be alloy in different solution treatment time

用的同时, 利于强度提升。

3) Be 元素显著提升了 Al-Si-Mg 合金的热处理性能。0.03Be 合金的强度、塑性由固溶处理 1h 时的 285MPa、5.5% 提升到固溶处理 4h 时的 314MPa、8.3%, 实现强塑性的同步提升。继续延长固溶时间, 合金性能提升有限。

参考文献 References

- [1] Dursun T, Soutis C. *Materials and Design*[J], 2014, 56: 862
- [2] Heinz A, Haszle A, Keidel C et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 280(1): 102
- [3] Qin Lanyun(钦兰云), Pang Shuang(庞爽), Yang Guang(杨光) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(6): 1596
- [4] Starke E A, Staley J T. *Progress in Aerospace Sciences*[J], 1996, 32(2-3): 131
- [5] Jiang Longtao(姜龙涛), Wu Gaohui(武高辉), Yang Wenshu(杨文澍) et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China* (中国有色金属学报)[J], 2010, 20(11): 2124
- [6] Zhong Chongyu(仲崇宇), Fang Canfeng(房灿峰), Wang Rong(王蓉) et al. *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(12): 4788
- [7] Elsharkawi E A, Samuel E, Samuel A M et al. *Journal of Materials Science*[J], 2010, 45: 1528
- [8] Taylor J A, St John D H, Barrsei J et al. *Materials Science Forum*[J], 2000, 331-337: 277
- [9] Lin B, Zhang W W, Zhao Y L et al. *Materials Characterization*[J], 2015, 104: 124
- [10] Yao J Y, Taylor J A. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2012, 519: 60
- [11] Murali S, Raman K S, Murthy K S S. *Materials Science and Engineering A*[J], 1995, 190(1-2): 165
- [12] Murali S, Muthukkaruppan S, Raman K S et al. *Materials Science and Technology*[J], 1997, 13(4): 337
- [13] Tan Y H, Lee S L, Wu H Y. *International Journal of Fatigue*[J], 1996, 18(2): 137
- [14] Tan Y H, Lee S L, Lin Y L. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1995, 26(11): 2937
- [15] Tan Y H, Lee S L, Lin Y L. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1995, 26(5): 1195
- [16] Caceres C H, Davidson C J, Griffiths J R et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1999, 30(10): 2611
- [17] Rometsch P A, Arnberg L, Zhang D L. *Cast Metals*[J], 1999,

12(1): 1

Engineering A[J], 2013, 566: 112[18] Long H C, Chen J H, Liu C H *et al.* *Materials Science and***Effect of Be on the transition of Fe-containing phase during heat treatment of Al-Si-Mg alloy**Sun Yetao¹, Feng Jietao¹, Yin Jiixin², Wang Rong¹, Wang Deqing², Li Chengjun¹, Wang Yingmin³, Fang Canfeng¹

(1 Key Laboratory of Solidification Control and Digital Preparation Technology (Liaoning Province), Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

(2 Hubei Sanjiang Aerospace Wanfeng Technology Development Co., Ltd., Xiaogan, Hubei 432100, China)

(3 Key Laboratory of Materials Modification, Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: In order to investigate the effect of Be on the transformation of Fe-containing phases during solution treatment, a series of experiments combining Be with different solution treatment processes were designed, and the intrinsic relationship between its effect on the morphology of eutectic silicon and Fe-containing phases and the mechanical properties was deeply studied, aiming to comprehensively improve the overall performance of the hypoeutectic Al-Si-Mg alloy. The results showed that Be delayed the decomposition of Mg₂Si phase and promoted the transformation of π -AlSiMgFe phase to β -AlFeSi phase. The accelerated transformation of the morphology of the π -AlSiMgFe phase structure not only enhanced the strengthening effect, but also weakened the cleavage effect of the π -AlSiMgFe phase on the matrix, thus synchronously improving the strength and plasticity of the alloy.

Key words: Aluminium alloy; Beryllium; π -AlSiMgFe phase; β -AlFeSi phase; strength and plasticity

Corresponding author: Fang Canfeng, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, P. R. China, Tel: 0086-411-84706114, E-mail: fcf@dlut.edu.cn