

高压铸造 AlSi7MgMn 合金热处理工艺研究

杨 洁^{1,2}, 赵 越¹, 闫康康³, 陈豫增¹, 刘 峰¹

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072; 2. 国汽轻量化(江苏)汽车技术有限公司, 江苏 扬州 225000; 3. 陕西汽车控股集团有限公司 技术中心, 陕西 西安 710200)

摘 要: 对高压压铸 AlSi7MgMn 合金采用退火+人工时效处理, 研究了其组织与性能的演化。结果表明, 退火+人工时效处理可以在铝基体内部析出纳米 Si 颗粒, 使材料变形过程中位错在铝晶粒内部发生缠结和存储, 提高材料塑性变形的能力; 人工时效后, 在铝基体内析出针状 β'' 相, 可显著阻碍位错的运动, 产生析出强化效应。与压铸态相比, 采用两步热处理工艺合金的屈服强度达到 150 MPa, 提高了 25%, 断后伸长率没有下降, 达到 9%。

关键词: 铸造铝合金; 熔体冷却速率; 凝固; 热处理; 组织与力学性能

中图分类号: TG156

文献标识码: A

文章编号: 1000-8365(2022)07-0506-05

Heat Treatment of High Pressure Die Cast AlSi7MgMn Alloy

YANG Jie^{1,2}, ZHAO Yue¹, YAN Kangkang³, CHEN Yuzeng¹, LIU Feng¹

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China; 2. China Automotive Lightweight Technology (Jiangsu) Co., Ltd., Yangzhou 225000, China; 3. Technology Center of Shaanxi Automobile Holding Group Co., Ltd., Xi'an 710200, China)

Abstract: High pressure die cast AlSi7MgMn alloy was annealed and artificially aged, and the evolution of its microstructure and properties was studied. The results show that annealing and artificial aging treatment can precipitate nano Si particles in the aluminum matrix, so that dislocations are entangled and stored in the aluminum grains during the deformation process, and the ability of plastic deformation of the material is improved. After artificial aging, the precipitated β'' phases in aluminum matrix can significantly hinder the movement of dislocation and produce precipitation strengthening effect. Compared with the die-cast state, the two-step heat treatment process can increase the yield strength of the alloy to 150 MPa, increased by 25%, and the elongation after fracture of the alloy is 9%, not decreased.

Key words: cast aluminum alloy; melt cooling rate; solidification; heat treatment; microstructure and mechanical properties

AlSi7MgMn 合金流动性及铸件充型性能好, 同时具有较好的脱模性能, 是近年来应用极为广泛的一类高压铸造合金^[1-2]。高压铸造(简称压铸)是在高压作用下, 使液态金属以较高的速度充填压铸模具的型腔, 并在压力下成形和凝固, 进而获得铸件的方法, 具有高压和高速充填两大特点^[3-4]。压铸是生产铝合金复杂结构件的最有效的途径之一, 其成形效果好, 生产效率高, 成本低, 适用于大规模零部件批量化制造^[5-7]。

压铸过程容易出现卷气现象, 导致铸件中出现气孔缺陷^[8-9]。后续经过固溶等高温热处理时, 这些气孔缺陷会使铸件表面出现气泡、鼓包等缺陷, 且高温热处理会导致复杂铸件发生宏观变形, 严重时可导致铸件报废。由于难以通过铝合金中常用的 T6(固溶+时效)热处理方式对合金微观组织及力学性能进行优化, 非真空高压铸造铝合金力学性能通常较低, 难以满足服役要求^[10]。由于无法采用高温固溶结合低温时效的方式优化合金的力学性能, 近年来, 部分研究者尝试采用直接低温时效的方式处理非真空高压铸造铝合金^[11-12], 但效果并不显著。针对以上问题, 本文拟探究一种低温热处理工艺, 在保证材料不发生宏观变形的条件下, 提高 AlSi7MgMn 合金的强塑性。

1 实验材料与方法

实验材料为高压压铸 AlSi7MgMn 合金, 其化学成分如表 1 所示。以商用 AlSi7MgMn 合金为原料, 采用非真空高压铸造的方法铸造标准拉伸试棒。采

收稿日期: 2022-07-08

基金项目: 国家重点研发计划(2019YFB2006502); 国家自然科学基金面上项目(52071262)

作者简介: 杨 洁(1981—), 硕士。研究方向: 汽车轻量化技术开发与产业研究。电话: 18511402779, Email: yangj@sae-china.org

通讯作者: 陈豫增(1980—), 教授, 博士。研究方向: 金属材料非平衡凝固与相变。电话: 13572260961, Email: yzchen@nwpu.edu.cn

表1 AlSi7MgMn铝合金名义化学成分 w/%
Tab.1 Nominal chemical compositions of the AlSi7MgMn alloy

Designation	Si	Mg	Mn	Fe	Zn	Sr	Al
AlSi7MgMn	6.58	0.43	0.47	≤0.02	≤0.05	≤0.02	Bal.

用恒温油浴炉对铸态样品进行热处理。热处理分为退火和时效两个阶段:第一阶段退火处理温度为 150 °C,保温时间为 15 min,热处理后样品空冷至室温;第二阶段时效处理温度为 180 °C,保温时间为 2 h。热处理工艺路线图,如图 1 所示。为对比两步热处理与单一时效处理合金的力学性能,本文还对压铸态的 AlSi7MgMn 合金进行了时效处理,时效温度为 180 °C,保温时间为 2 h。

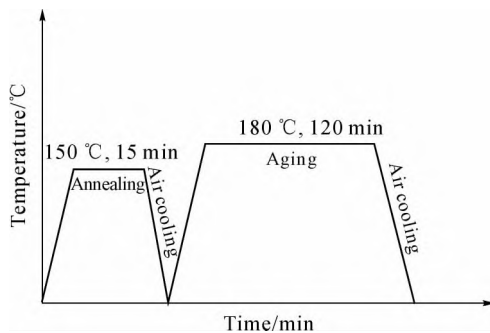


图1 高压铸造 AlSi7MgMn 合金热处理工艺图
Fig.1 Heat treatment procedure of the high pressure die cast AlSi7MgMn alloy

试样经机械研磨和抛光后,用 0.5%HF 水溶液腐蚀 30 s,随后用酒精清洗。采用 Tescan Mira 3XUM 场发射扫描电镜和 FEI Talos F200X TEM 透射电镜表征合金的显微组织;采用 Bruker D8 Discover X 射线衍射仪进行物相分析;采用 Instron 5967 型万能实验机进行力学性能测试,试样应变速率为 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。

2 实验结果与讨论

2.1 退火对高压铸造 AlSi7MgMn 合金微观组织和力学性能的影响

利用 XRD 对压铸态和退火态的 AlSi7MgMn

合金的物相结构进行检测分析,结果见图 2。由图可知,两种状态下 AlSi7MgMn 合金的主要组成相为初生 α -Al 相和共晶 Si 相。从 XRD 图谱中可以发现,短时退火态和压铸态样品组成相衍射峰的晶面指数相同,但是并没有观察到峰高的差异。可能是 α -Al 基体中析出的纳米 Si 尺寸较小,容易被背底掩盖,不容易检测判别。

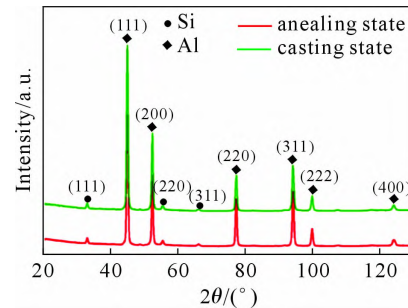


图2 压铸态和退火态 AlSi7MgMn alloy X 射线衍射图谱
Fig.2 XRD patterns of as die cast and annealed AlSi7MgMn alloy

图 3 为压铸态和退火态的 AlSi7MgMn 高倍扫描电镜下的共晶区域的微观组织照片,由图可知,相比于压铸态合金的微观组织,经过 150 °C 条件下 15 min 的短时间退火后,共晶 Si 由细小的颗粒状转为珊瑚状,发生了显著的粗化,尺寸较大的共晶 Si 发生了熟化长大。

图 4 为压铸态和退火态的 AlSi7MgMn 高倍扫描电镜下的 α -Al 基体的微观形貌,由图可知,退火态合金 α -Al 基体上白色的纳米 Si 的密度远高于压铸态合金,即退火处理使得铝基体中析出了大量纳米 Si 颗粒,尺寸在 40~100 nm。对压铸态合金上存在纳米 Si 颗粒的现象进行综合分析,判断其产生的原因可能为:①高压铸造属于典型的亚快速凝固方式,合金熔体在凝固过程中冷却速率大,产生了明显的溶质截留效应^[13],铝基体中 Si 元素富集,形成了含 Si 的过饱和固溶体;②高压铸造产生了明显的凝固后热效应,为 α -Al 基体中过饱和的 Si 元素的析出提供了驱动力,加快其扩散速率,从而在铝基

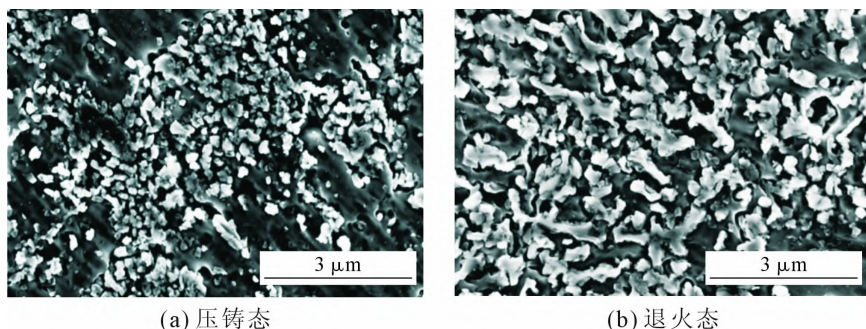
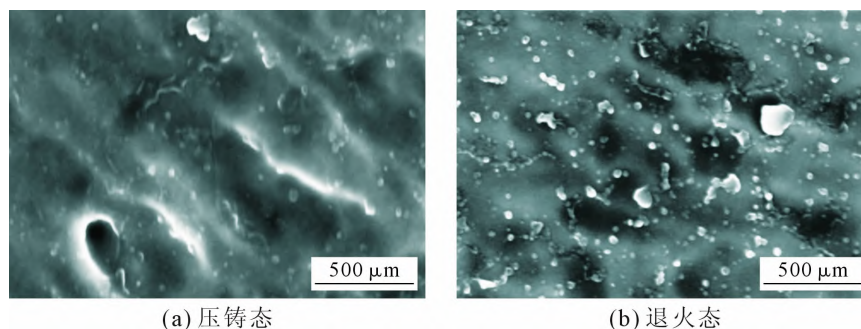


图3 压铸态和退火态 AlSi7MgMn 合金共晶区域的微观组织 SEM 形貌
Fig.3 SEM image of microstructure of eutectic region in as die cast and annealed AlSi7MgMn alloy

图4 压铸态和退火态 AlSi7MgMn 合金 α -Al 基体上纳米尺寸 Si 颗粒形貌图Fig.4 Morphology of nanoscale Si particles on α -Al matrix of as-cast state and annealing state of AlSi7MgMn alloy

体中形成了纳米 Si 颗粒。退火后铝基体中纳米 Si 密度大幅度提升,是由于退火升温提高了溶质原子 Si 在 α -Al 基体的固溶度,为其扩散提供了较高的驱动力,退火保温过程中部分 Si 元素重熔于铝基体中,提高了基体中溶质元素的过饱和度,随后空冷至室温,由于冷却速度较慢,纳米 Si 从基体中析出。

为了明确 150 °C 短时退火工艺对高压铸造 AlSi7MgMn 合金力学性能的影响规律,对压铸态和退火态的合金试样进行室温拉伸实验,测得材料的应力-应变曲线,如图 5 所示。由图 5 可知,与压铸态合金相比,退火态合金试样的断裂伸长率上升,屈服强度和抗拉强度明显下降。退火处理后,合金的屈服强度为 108 MPa,与压铸态屈服强度 125 MPa 相比,下降了约 14%;抗拉强度为 235 MPa,与压铸态抗拉强度 263 MPa 相比,下降了 11%。而压铸态合金的断裂伸长率为 9%,经过退火处理后,合金的断裂伸长率达到了 12%,提升了大约 33%。

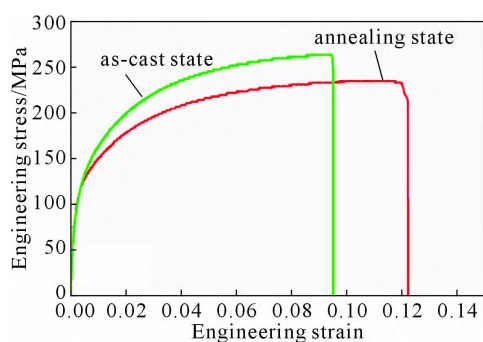


图5 AlSi7MgMn 压铸态和退火态工程应力-应变曲线

Fig.5 Engineering stress-strain curves of as die cast and annealed AlSi7MgMn alloy

2.2 退火时效工艺对高压铸造 AlSi7MgMn 合金微观组织和力学性能的影响

退火时效工艺是指对高压铸造 AlSi7MgMn 合金进行两步热处理:第 1 步,将压铸态合金在 150 °C 的条件下保温 15 min 后空冷,使得 α -Al 中析出纳米 Si 颗粒,提高材料塑性变形的稳定性,但是由于共

晶 Si 的粗化,材料的屈服强度下降;第 2 步,将退火后的试样在 180 °C 条件下保温 2 h,使得 α -Al 晶界处产生析出强化相,提高材料的屈服强度,但是降低了材料的塑性。通过两步热处理,使得所获得的材料和压铸态材料相比,塑性不下降,屈服强度明显上升。

图 6 为退火时效态和时效态的高压铸造 AlSi7MgMn 铝合金的 XRD 衍射图谱。从图中可以看出,两种工艺条件下合金的组织中主要组成相为初生 α -Al 和共晶 Si,由于该合金中的 Mg 含量小于 0.5%,合金中的 Mg_xSi_y 亚稳析出相的含量太少,超过了 XRD 的分辨率极限,因此在 XRD 图谱中并没有检测到 Mg_xSi_y 析出相相应的衍射峰。两种工艺条件下材料的衍射峰的晶面指数相同,峰高也没有明显差异,说明主要组成相 α -Al 和共晶 Si 的体积分数也基本相同。

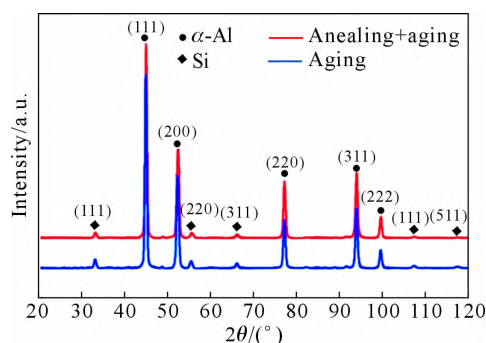
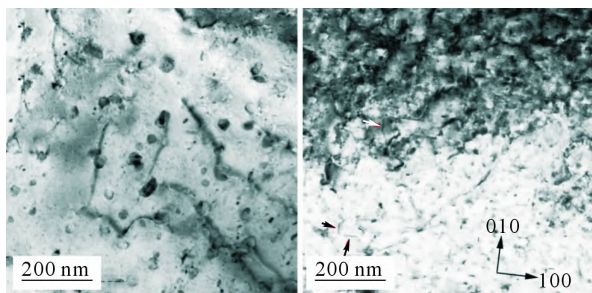


图6 时效态和退火时效态 AlSi7MgMn 合金 X 射线衍射图谱

Fig.6 XRD patterns of aged and annealed+aged AlSi7MgMn alloy

图 7 为退火时效态和时效态热处理后的高压铸造 AlSi7MgMn 的透射电镜图片。经过退火时效热处理后, α -Al 基体中存在大量的纳米 Si 颗粒(图 7(a)),Si 颗粒的尺寸为 20~50 nm(图 8)。经过时效热处理后, α -Al 基体中析出了大量纳米尺寸、针状的析出相(图 7(b)),并沿着 α -Al 基体的(100)方向有序排列(图 9),通过高分辨率透射电子图 HRTEM 结合傅里叶变换 FFT 对该析出相进行鉴定,根据文献[13]

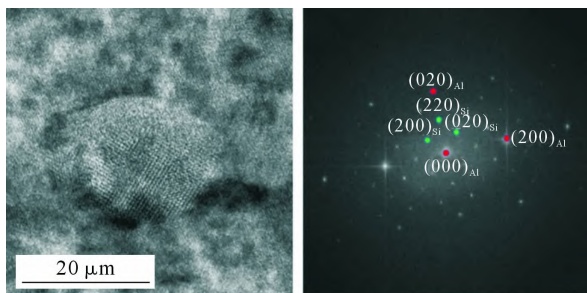


(a) 退火时效态

(b) 时效态

图7 退火时效态和时效态 AlSi7MgMn 合金基体中沉淀析出相的 TEM 图像

Fig.7 TEM bright field images of precipitated phase of the annealed+aged and aged AlSi7MgMn alloy

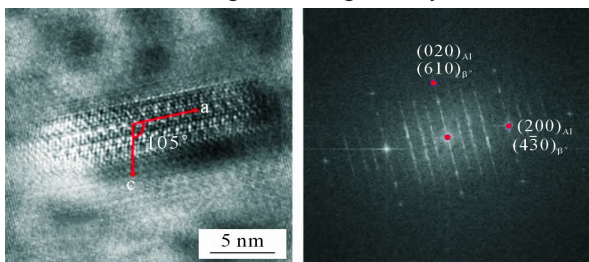


(a) 高分辨像

(b) 傅里叶变换图像

图8 时效态 AlSi7MgMn 合金中纳米 Si 颗粒的高分辨率透射电子图像(HRTEM)和傅里叶变换(FFT)图像

Fig.8 HRTEM image and FFT pattern of nanoscale Si particle of the aged AlSi7MgMn alloy



(a) 高分辨像

(b) 傅里叶变换图像

图9 时效态 AlSi7MgMn 合金中 β' 相的高分辨率透射电子图像(HRTEM)和傅里叶变换(FFT)图像

Fig.9 HRTEM image and FFT pattern of β' phase in the aged AlSi7MgMn alloy

证明该沉淀相为亚稳析出相 β', 与基体 α-Al 呈共格关系。对比退火时效态和时效态组织并对沉淀相尺寸进行测量分析,发现时效态针状析出相 β' 的数量密度明显大于退火时效态,退火时效态针状析出相的数量密度为 2.7×10^{13} 个 / m^2 ,而时效态的沉淀相数量密度达到了 6.7×10^{13} 个 / m^2 ,并且两种状态下纳米 Si 的数量密度比较接近,为 2.3×10^{14} 个 / m^2 。

两种状态下材料微观组织出现差异的原因如下:在退火时效的样品中,第 1 步退火过程中由于高压压铸态合金中 Si 原子的过饱和度较高,退火保温的过程中 α-Al 基体中析出了大量的纳米 Si 颗粒。根据文献[15]报道,空位可作为促进原子扩散过程的通道。这些纳米颗粒的形成占据了高压铸造过

程中产生的空位,在后续的人工时效过程中,由于有利于原子扩散的空位、位错等缺陷较少,这些纳米 Si 颗粒的粗化和溶解受到抑制,具有较高的热稳定性,其尺寸、数量密度基本保持不变;同时,由于基体中的一部分 Si 原子参与了纳米 Si 颗粒的析出,其过饱和度降低,在第 2 步人工时效的过程中,参与形成 β' 的溶质原子减少,因而 β' 数量密度明显低于直接进行人工时效的合金。

图 10 为不同工艺条件下的 AlSi7MgMn 合金的室温拉伸性能曲线。经过退火时效工艺热处理后,合金的断裂伸长率达到了 9%, 屈服强度为 150 MPa,抗拉强度也达到了 265 MPa。而人工时效热处理后的试样其断裂伸长率为 5.5%, 相比于退火时效态,下降了约 39%,屈服强度基本一致,为 150 MPa,抗拉强度下降到了 250 MPa。相比于压铸态屈服强度为 120 MPa, 以上两种热处理工艺条件下合金的屈服强度提升了 25%。并且通过退火时效工艺热处理后,合金的断裂伸长率与压铸态基本保持一致,达到了 9%, 比人工时效处理后合金的断裂伸长率高 64%。由此可见,和压铸态合金试样相比,通过退火时效热处理工艺,合金的强度得到了提高,塑性也得到了保证,并且获得了比单级人工时效热处理工艺条件下更优异的力学性能。

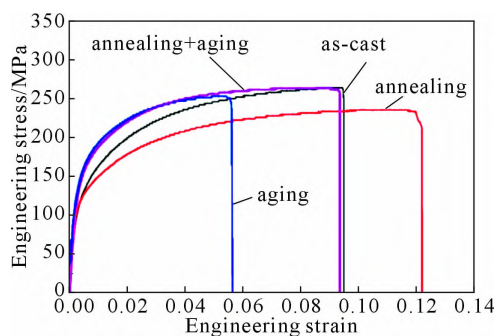


图10 不同工艺条件下高压铸造 AlSi7MgMn 铝合金的工程应力-应变曲线

Fig.10 Engineering stress-strain curves of different process routes of high pressure die-casting AlSi7MgMn alloy

两种状态下材料的力学性能差异的原因如下:相比于退火时效态合金,时效态合金中针状析出相 β' 数量密度较大,而 β' 为 Al-Si-Mg 主要强化相,与铝基体为共格关系,它的析出会引起铝基体产生晶格畸变[15],晶格畸变产生的应力场与位错交互作用,阻碍位错的运动,从而产生强化作用。但是由于 β' 为针状析出相,位错在运动的过程中容易在针状析出相周围富集,产生应力集中,导致材料的塑性较差。而退火时效过程中,铝基体中析出了大量纳米 Si 颗粒,这些颗粒既可以阻碍位错运动提高合金的强度,也可以存储位错而改善合金的塑性[16-18]。

3 结论

本文研究了高压铸造 AlSi7MgMn 合金的两步热处理(退火+时效)新工艺,结合其微观组织和力学性能分析,得出如下结论:

(1)在 150 °C 下对高压铸造 AlSi7MgMn 合金进行 15 min 退火,合金中 α -Al 基体中析出高密度的纳米 Si 颗粒,基体中弥散分布的纳米 Si 颗粒减少枝晶处的应力集中现象,提高材料的塑性变形能力,枝晶间的共晶 Si 颗粒发生了粗化,减弱了合金的强化能力;相比压铸态合金,退火后合金的断裂伸长率由 10%上升至 12%;抗拉强度由 263 MPa 下降至 235 MPa;屈服强度由 120 MPa 下降至 108 MPa。

(2)合金退火+时效热处理后,合金中 β'' 的数量密度小于直接人工时效的样品, β'' 为 Al-Si-Mg 合金中主要的强化相,可以阻碍位错的运动,提升材料强度,但由于针状析出相周围易产生应力集中,导致材料的塑性下降。同时在退火时效过程中, α -Al 基体中析出了大量纳米 Si 颗粒,这些 Si 颗粒既可通过阻碍位错运动提高合金的强度,同时 Si 颗粒导致位错缠结,提高晶内的位错存储。

(3)退火时效热处理后合金的屈服强度由压铸态时的 120 MPa 提升至 150 MPa,上升了 25%,断裂伸长率保持 9%不变;相比于人工时效热处理,退火时效后合金的屈服强度基本一致,断裂伸长率由 6%提升至 9%,大幅度提升了约 50%,通过退火+时效热处理实现了更优异的强塑性搭配。

参考文献:

- [1] 王春涛,姚杰.压铸铝合金的研究进展[J].模具工业,2019,45(8):1-5.
- [2] ZHANG Y J, LORDAN E, DOU K, et al. Influence of porosity characteristics on the variability in mechanical properties of high pressure die casting (HPDC) AlSi7MgMn alloys [J]. Journal of Manufacturing Processes, 2020, 56: 500-509.
- [3] 万里,潘欢,罗吉荣.高真空压铸技术及高强韧压铸铝合金开发和应用的现状及前景[J].特种铸造及有色合金,2007,27(12): 939-942.
- [4] KANG C G, LEE S M, KIM B M. A study of die design of semi-solid die casting according to gate shape and solid fraction[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2008, 204(1-3): 8-21.
- [5] HU L F, CHEN S P, MIAO Y, et al. Die-casting effect on surface characteristics of thin-walled AZ91D magnesium components [J]. Applied Surface Science, 2012, 261: 851-856.
- [6] CHEN Z W. Formation and progression of die soldering during high pressure die casting[J]. Materials Science and Engineering: A, 2005, 397(1): 356-369.
- [7] 胡斌.汽车行业发展对轻质结构部件的需求与展望[J].精密成形工程,2020,12(3): 120-124.
- [8] 张远深,王旭,谢秉峰,等.压铸机慢压射过程中卷气问题的研究[J].铸造技术,2016,37(9): 1943-1946.
- [9] 李帅君,熊守美,Allison John,等.压铸充型过程中卷气现象的数值模拟研究[J].金属学报,2010,46(5): 554-560.
- [10] 戎康.高强度铝合金的铸造及热处理工艺研究[J].冶金与材料,2021,41(3): 80-81.
- [11] 赵耀,程汉明,艾宇浩,等.低温时效对压铸 AlSi7CuMnMg 合金组织与性能的影响[J].特种铸造及有色合金,2022,42(5): 588-593.
- [12] 陈东俊,李广阳,刘刚.时效处理对 AlSi9Cu3 压铸铝合金组织和力学性能的影响[J].金属热处理,2022,47(4): 53-56.
- [13] ANDERSEN S J, ZANDBERGEN H W, JANSEN J, et al. The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys [J]. Acta Materialia, 1998, 46(9): 3283-3298.
- [14] BIASINI M, FERRO G, FOLEGATI P, et al. Vacancy-solute aggregates in Al-Cu-Mg alloys studied by positron annihilation techniques[J]. Physical Review B, 2001, 63(9): 385-392.
- [15] 朱景川,来忠红.固态相变原理[M].北京:科学出版社,2010.
- [16] ZHAO Y H, LIAO X Z, CHENG S, et al. Simultaneously increasing the ductility and strength of nanostructured alloys [J]. Advanced Materials, 2006, 18(17): 2280-2283.
- [17] JIANG L, LI J K, CHENG P M, et al. Microalloying ultrafine grained Al alloys with enhanced ductility [J]. Scientific Reports, 2014, 4: 3605.
- [18] LIU G, ZHANG G J, JIANG F, et al. Nanostructured high-strength molybdenum alloys with unprecedented tensile ductility[J]. Nature Materials, 2013, 12(4): 344-350.