

热处理对 Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La 复合材料组织演变和力学性能的影响

任玉艳^{1, 2}, 张鑫¹, 马鸣檀³, 刘桐宇³, 李英民³, 刘伟华³

(1. 潍坊科技学院 机电信息学部, 山东寿光 262700; 2. 潍坊市先进动力系统用热端材料及单晶部件制备重点实验室, 山东寿光 262700; 3. 沈阳工业大学 材料科学与工程学院, 辽宁沈阳 110870)

摘要: 研究了原位自生 Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La 复合材料的组织和性能, 但形成的 Mg₂Si 初生相组织粗大, 呈尖角状, 降低了材料的力学性能, 故采用了热处理方法改善其组织和性能。试验结果表明, 热处理可以改善 Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La 复合材料的微观组织和力学性能, 当固溶温度为 (545 ± 5) °C, 保温时间为 12 h, 时效温度为 (175 ± 5) °C, 保温时间为 7 h 时, Mg₂Si 初生相组织较细小、圆润、分布均匀, 此时的力学性能也最佳, 抗拉强度为 210.7 MPa, 伸长率 3.83%, 硬度为 HB134.2。

关键词: Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La 复合材料; 热处理; 微观组织; 力学性能

金属基复合材料具有高比强度、高比刚度、抗疲劳、耐热、耐磨、高导热、低热膨胀等特性, 是航空航天、能源、电子信息和交通运输等领域高速发展不可缺少的共性关键材料, 其应用广度、生产发展的速度和规模, 已成为衡量一个国家材料科技水平的重要标志之一。由于其在关键领域的重要性, 基本无法依靠进口, 成为制约我国相应领域发展的“卡脖子”问题。而铝基复合材料是最典型的金属基复合材料, 且原位自生铝基复合材料是目前成本被工业界广泛接受用于大规模生产的技术^[1-3]。Mg₂Si 是铝基复合材料最适合的增强体之一^[4-7], 但形成的 Mg₂Si 初生相晶粒粗大, 呈尖角状, 易割裂基体, 降低了材料的力学性能^[8]。已有研究表明, 稀土和热处理是改善 Mg₂Si/Al 复合材料组织、提高其力学性能的有效手段。稀土元素中 La 最具代表性。A. Akhlaghi 等人^[9]研究表明, La 可以改变初生 Mg₂Si 相的形态, 从不规则到多面体和立方体形状, 并可以改变初生 Mg₂Si 相和共晶 Mg₂Si 相的尺寸, 同时极限拉伸强度 (UTS) 和伸长率也显著增加。前期研究表明不同添加量 La 对 Al-Mg₂Si 复合材料的微观组织和力学性能都有一定的影响^[10-11]。当稀土 La 加入量为 0.8% ~ 1.0% 时, 微观组织最佳且力学性能最好。热处理是在不改变材料原有形状的基础上提高材料性能的有效手段。Zedi Li 等人^[12]研究了热处理对 Al-10% Mg₂Si 合金的显微组织和力学性能的影响, 研究表明, 在 520 °C 下固溶处理 6 h, 随后在 200 °C 下时效 6 h, Al-10% Mg₂Si 合金中的共晶 Mg₂Si 由长棒状转变为短纤维状和球形形态, 细化的共晶结构和纳米尺寸颗粒促使合金的硬度和抗拉强度都有所提高。E. Georgatis 等人^[13]对熔模铸造的 Al-11Mg₂Si-Si 复合材料进行了 T6 热处理, 固溶温度采用了 540 °C, 时间为 12 h 最佳, 随后进行的人工时效温度采用四种温度 (155 °C、170 °C、185 °C、200 °C), 其中时效温度为 170 °C 时硬度值最好, 随着时效时间的增加, 硬度值先增加再减小。H.R. Jafari Nodooshan 等人^[14]对原位铸造的 Al-15% Mg₂Si 复合材料进行了固溶热处理 (520 °C 下固溶 4 h), 当 Y 加入量为 0.3wt% 时, 复合材料的硬度有所提高。张贵钊等人^[15]进行了不同热处理态 Al-Mg-Si 铝合金的组织性能的研究, 结果为合金经 530 °C × 2 h 固溶 + 180 °C × 8 h 时效热处理后, 晶粒内部弥散分布着大量 β 相、Al₆Mn 相、富

作者简介:

任玉艳 (1970-), 女, 教授, 博士生导师, 研究方向为材料加工工艺及新材料。

E-mail: yuyanren@126.com

通讯作者:

刘桐宇, 男, 讲师, 博士。

E-mail: 18642618880@126.com

中图分类号: TB331

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2022)05-0598-06

基金项目:

寿光市科技计划项目 (2019JH14); 潍坊市科技计划项目 (2021GX052)。

收稿日期:

2021-12-22 收到初稿,

2022-02-05 收到修订稿。

Si相以及其他细小的第二相,对合金的强化效果最佳且力学性能有所提高。

Al-Mg₂Si复合材料的热处理中固溶和时效的温度以及保温时间都会对材料的组织和性能产生较大的影响。因此,本文对Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La复合材料热处理工艺进行研究,通过对比不同固溶处理与时效处理工艺下复合材料的显微组织与力学性能,寻找显微组织与力学性能两者之间的影响规律,优化热处理工艺,继而得到最佳热处理工艺。

1 试验材料与方法

本次试验以工业纯铝锭、镁锭、Al-20wt.%Si合金为原料,以Al-10wt.%La中间合金为细化变质剂进行熔炼。采用箱式电阻炉,温度为720℃,熔液浇注成Φ25 mm×200 mm铸锭。热处理工艺条件为:固溶温度(545±5)℃,保温时间分别为4~14 h,固溶后进行水淬处理;选取固溶温度(545±5)℃/12 h进行时效处理研究,时效温度为(175±5)℃,保温时间为3~10 h。硬度测试布氏硬度采用静态试验方法,测试时加载的载荷为250 kgf,载荷保持30 s。拉伸性能测试的拉伸速

度选择为0.02 mm/s左右,拉伸试样尺寸见图1,厚度是3 mm。伸长率通过拉伸试验数据,依据式(1)计算获得。

$$\delta = (L_1 - L_0) / L_0 \times 100\% \quad (1)$$

2 试验结果及分析

2.1 固溶处理对 Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La 复合材料组织的影响

依据铝基体的熔点和燃点,选取固溶温度为(545±5)℃,保温时间为4、5、6、7、8、10、12和14 h,冷却方式采用室温下水冷。

图2为不同固溶时间的Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La复合材料的微观组织图,从图中可以看到,随着固溶时间的变化,其微观组织发生了明显的变化。当固溶时间为4~7 h时,随着时间的增加,初生Mg₂Si相逐渐变

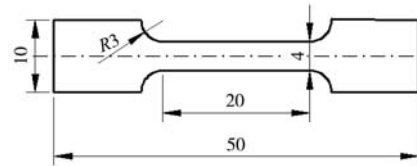


图1 拉伸试样尺寸

Fig. 1 Sizes of the tensile specimen

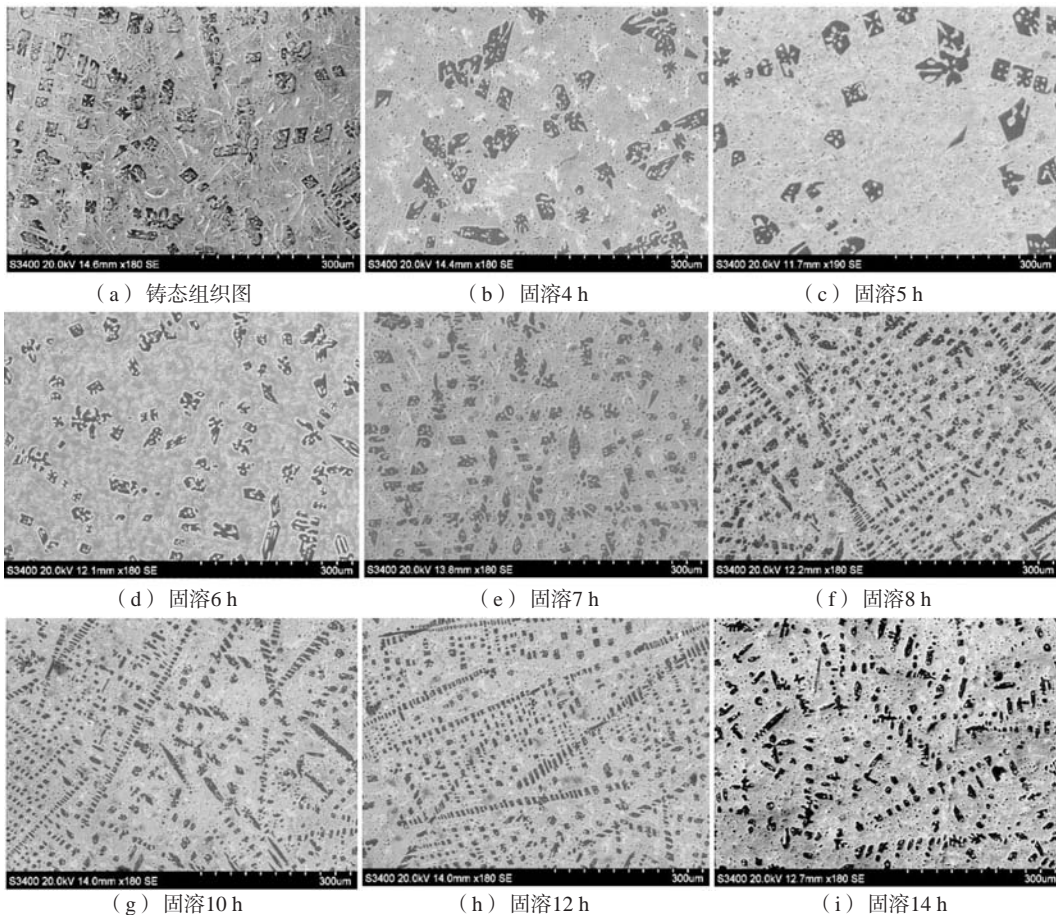


图2 不同固溶时间的Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La复合材料微观组织

Fig. 2 Microstructures of the Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La composites at different solid solution times

小和周边渐溶解。经过局部高倍SEM扫描与EDS能谱分析,如图3所示,可以证明,这些块状 Mg_2Si 相为初生 Mg_2Si 相。当固溶时间为8~14 h时,初生 Mg_2Si 强化相在尺寸方面明显优于4~7 h,更加细小圆润,分布更均匀。当固溶时间为12 h时,复合材料的固溶效果最好,微观组织最佳。随着时间的延长,初生 Mg_2Si 相又出现了鱼骨状晶粒,尖角增多。

图4为固溶处理12 h的共晶 Mg_2Si 微观组织,共晶 Mg_2Si 由铸态长条状的共晶组织发生了球化现象,且球化现象最明显,说明固溶处理对复合材料的共晶 Mg_2Si 的形貌产生作用。因此,对于Al-25wt.% Mg_2Si -

1.0wt.%La复合材料,固溶保温时间为12 h时,整体上材料的微观组织固溶效果最好。

2.2 时效处理对 Al-25wt.% Mg_2Si -1.0wt.%La 复合材料组织的影响

本试验采用人工时效,具体工艺如下:将Al-25wt.% Mg_2Si -1.0wt.%La复合材料升温到545 °C时,开始计时,保温12 h,室温下淬火后,直接在175 °C下进行时效处理。时效时间分别选择3、4、5、6、7、8、9和10 h八个时间段。

从图5可以看出,时效时间的长短会对析出相的大

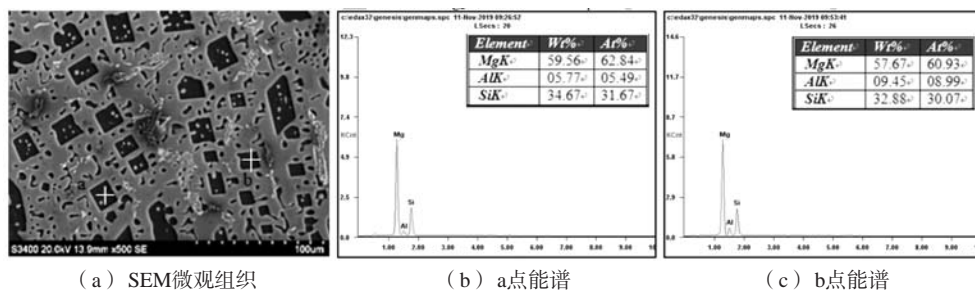


图3 初生 Mg_2Si 相的扫描电镜和能谱分析

Fig. 3 SEM and EDS analysis of primary Mg_2Si

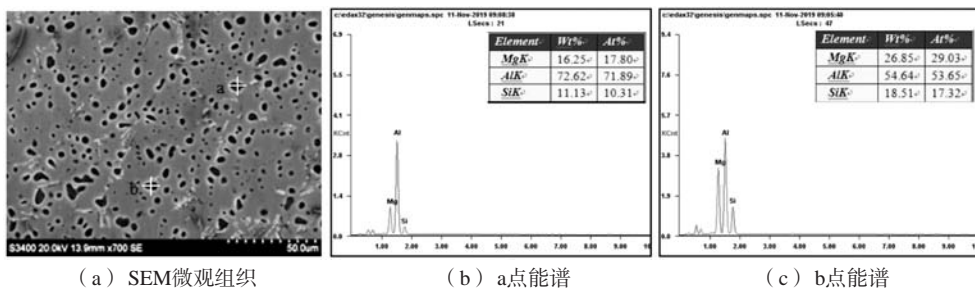


图4 共晶 Mg_2Si 组织的扫描电镜和能谱

Fig. 4 SEM and EDS analysis of eutectic Mg_2Si

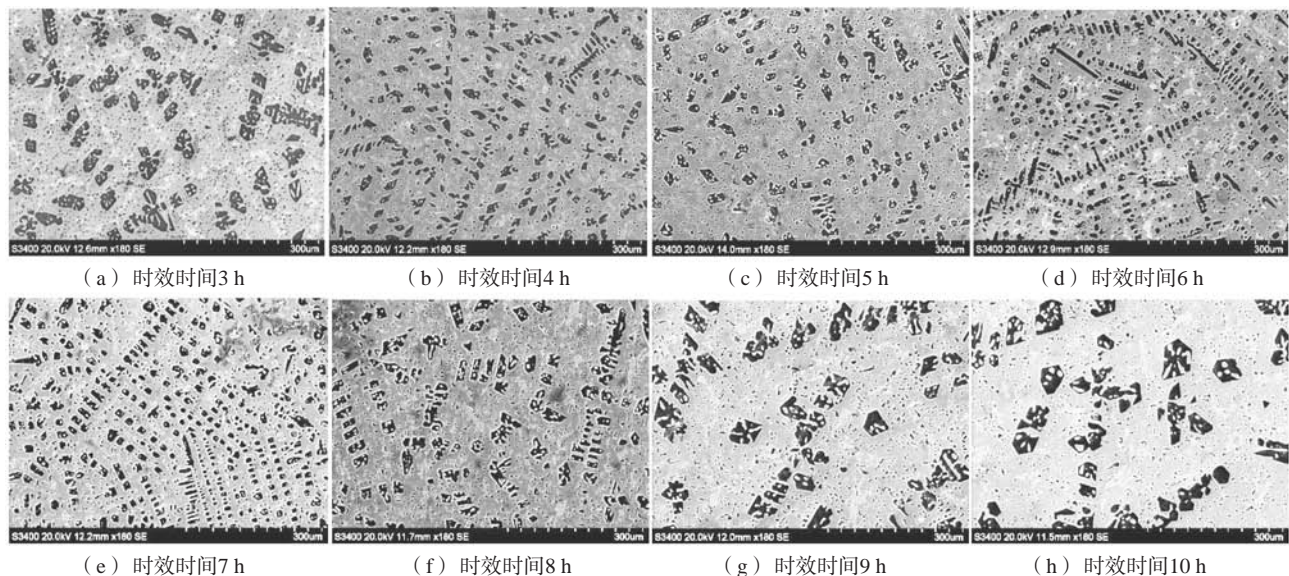


图5 不同时效时间下Al-25wt.% Mg_2Si -1.0wt.%La复合材料微观组织

Fig. 5 Microstructures of the Al-25wt.% Mg_2Si -1.0wt.%La composites at different aging time

小和形貌产生不同程度的影响。当时效时间为3 h时，初生 Mg_2Si 相分布不均匀，且为粗大的树状晶。随着时效时间的增加，偏聚的现象开始减少，分布逐渐均匀化。在时效时间为4 h时，虽然强化相分布比较均匀，但 Mg_2Si 相多呈现菱形，边角过于尖锐；当时效时间为5~6 h时，尖角缺陷得以改善，初生 Mg_2Si 相逐渐圆润；当时效时间为7 h时， Mg_2Si 相更圆整化，分布更均匀；当时效时间为8 h时， Mg_2Si 相尖角再次激增，分布开始不均匀，偏聚现象严重；当时效时间为9 h和10 h时， Mg_2Si 相组织更为粗大，甚至出现了莲藕状的 Mg_2Si 相，偏聚现象加剧。综上所述，在时效时间为7 h时，复合材料的微观组织的形貌相对较好。图6为时效7 h时基体上的初生 Mg_2Si 相和共晶 Mg_2Si 相的扫描电镜和能谱分析，初生 Mg_2Si 相比较圆润，分布均匀；共晶 Mg_2Si 相由长棒状逐渐变短，更细小。

2.3 热处理对 Al-25wt.% Mg_2Si -1.0wt.%La 复合材料力学性能的影响

2.3.1 固溶处理对复合材料力学性能的影响

本试验对不同固溶时间下 Al-25 wt.% Mg_2Si -1.0wt.%La复合材料的力学性能检测结果如图7所示。

由图7可见，随着固溶时间的不断增加，其抗拉强度、伸长率和硬度都呈现先升高后下降的趋势，力学性能峰值出现在固溶时间12 h时，此时各力学性能指标为：抗拉强度161.7 MPa、伸长率3.71%、硬度 HB121.4。

2.3.2 时效时间对复合材料力学性能的影响

对于时效时间的研究是建立在固溶处理之上，本试验在取得固溶最佳时间为12 h基础上，对在不同时效时间处理下的试样进行了力学性能的检测，检测结果

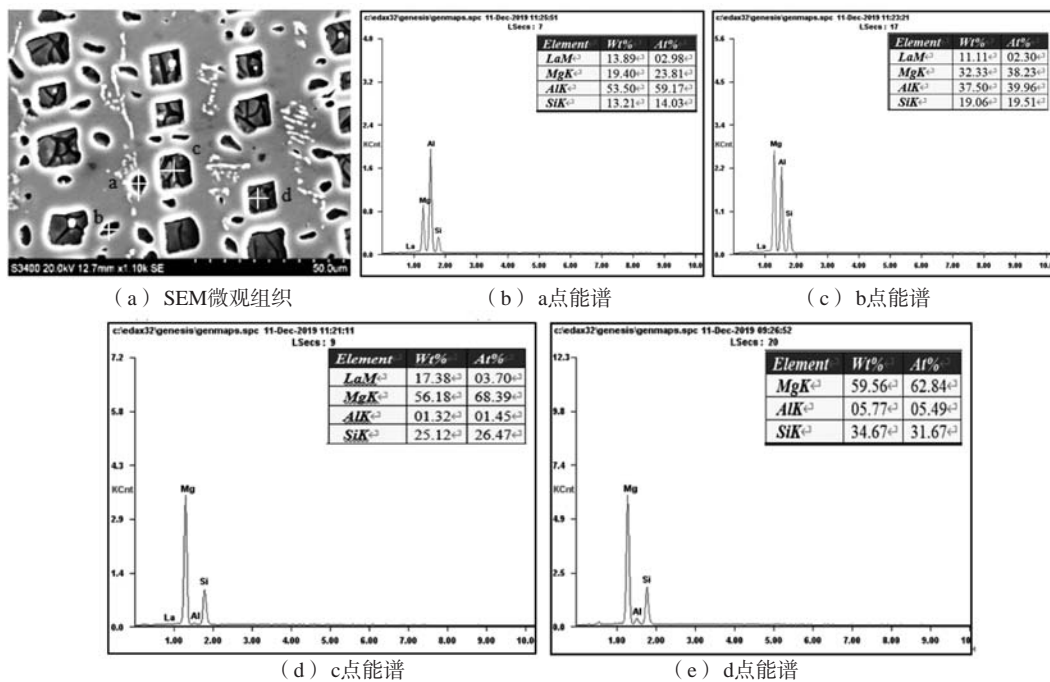


图6 时效7 h时微观组织的扫描电镜和能谱

Fig. 6 SEM and EDS analysis of microstructure after 7 h aging time

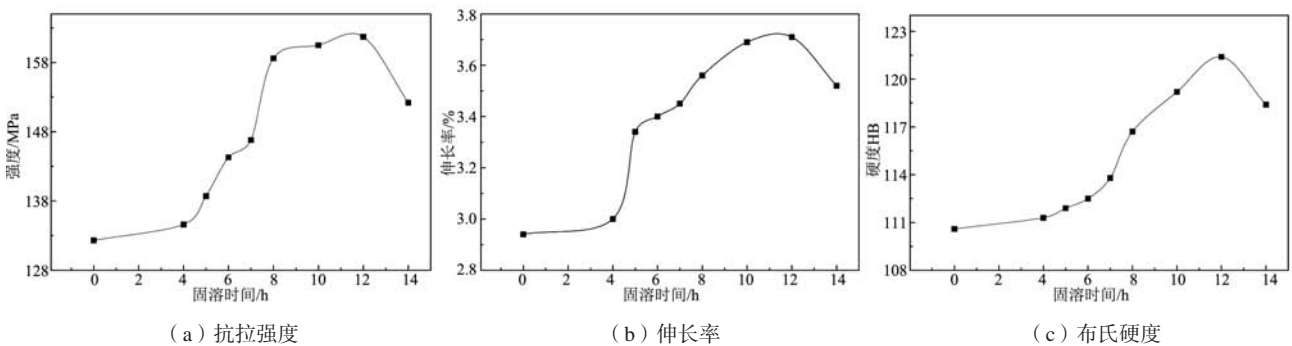


图7 不同固溶时间下Al-25wt.% Mg_2Si -1.0wt.%La复合材料力学性能

Fig. 7 Mechanical properties of the Al-25wt.% Mg_2Si -1.0wt.%La composites at different solid solution times

如图8所示。

从图8中可知,时效处理后的Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La复合材料的抗拉强度、伸长率和布氏硬度值随着时效时间的延长,呈现出先升高再降低的趋势。当时效时间为7 h时,力学性能指标均达到最佳,抗拉强度、伸长率和硬度分别为:210.7 MPa、3.83%和HB134.2,明显优于铸态时复合材料的力学性能,抗拉强度增长了59.26%,伸长率增长了30.27%,硬度增长了21.32%。

综上所述,力学性能结果与微观组织图可以很好地吻合,说明固溶+时效处理改善了Al-25wt.%Mg₂Si-

1.0wt.%La复合材料的微观组织和力学性能,固溶处理不仅使得一部分Mg₂Si相全部或者局部区域又重新溶解到Al基体中,而且使得共晶组织形貌发生了改变,使其由放射状变为短棒状或偏圆颗粒状,弥散均匀地分布在整个基体中,起到了固溶强化的作用。时效过程是第二相从过饱和固溶体中沉淀析出的过程,通过新相的形核和长大方式完成的^[16]。时效处理有利于增强相从基体中析出并弥散分布于基体中。时效处理后再次析出的Mg₂Si相以细小的颗粒状或者块状的形式弥散地分布在基体中,起到了弥散强化和细晶强化的作用。

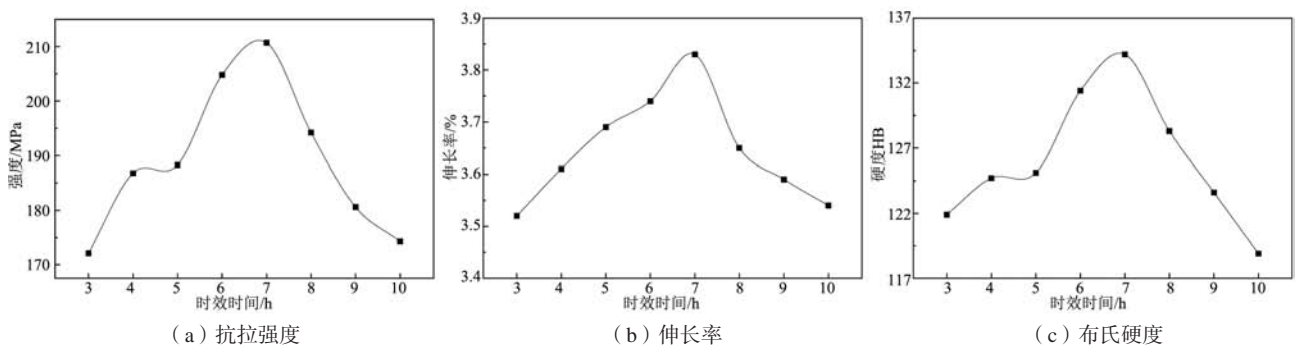


图8 不同时效时间下Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La复合材料的力学性能

Fig. 8 Mechanical properties of the Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La composites at different aging times

3 结论

(1) Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La复合材料固溶处理中,温度对其力学性能起决定性作用,随着温度的升高,抗拉强度、伸长率、硬度值大致呈现出先升高后下降趋势。经(545±5)℃/12 h固溶处理,可获得较好力学性能。

(2) Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La复合材料经时效处理工艺为(175±5)℃时效7 h时,合金硬度值、抗拉强度、断后伸长率亦呈现出先升高后下降趋势。初生Mg₂Si变得细小圆润,分布较均匀。

(3) Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La复合材料的最佳热处理工艺为固溶(545±5)℃/12 h+时效(175±5)℃/7 h。固溶+时效处理后,初生Mg₂Si相的变化相对较小,主要表现为形貌上更为规则,而共晶组织变化则十分明显,其由热处理前的放射状、花须状转变为球状和粒状,呈弥散分布状态,使得材料的整体力学性能得到大幅度的提升。最佳的抗拉强度为210.7 MPa、伸长率3.83%、硬度为HB134.2。复合材料经热处理后力学性能表现优越。

参考文献:

- [1] LIU B Y, WANG J, LI B, et al. Twinning-like lattice reorientation without a crystallographic twinning plane [J]. Nature Communications, 2014, 5 (2): 3297-3302.
- [2] LIDDICOAT P V, LIAO X Z, ZHAO Y H, et al. Nanostructural hierarchy increases the strength of aluminium alloys [J]. Nature Communications, 2010, 1 (9): 63-69.
- [3] WANG H, JIANG Q, MA B, et al. Modification of Mg₂Si in Mg-Si alloys with K₂TiF₆, KBF₄ and KBF₄+K₂TiF₆ [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2005, 387: 105-108.
- [4] YU B, CHEN D, TANG Q, et al. Structural, electronic, elastic and thermal properties of Mg₂Si [J]. Phys. Chem. Solids, 2010, 71: 758-763.
- [5] YU H C, WANG H Y, CHEN L, et al. Spheroidization of primary Mg₂Si in Al-20Mg₂Si-4.5Cu alloy modified with Ca and Sb during T6 heat treatment process [J]. Materials Science and Engineering A. 2017, 685: 31-38.

- [6] NILOOFAR S, AMIN B, MARTIN I P. The effect of Ti on mechanical properties of extruded in-situ Al-15pct Mg₂Si composite [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2013, 44 (9) : 4366-4373.
- [7] BIAN L P, LIANG W, XIE G Y, et al. Enhanced ductility in an Al-Mg₂Si in situ composite processed by ECAP using a modified BC route [J]. Materials Science and Engineering A, 2011, 528 (9) : 3463-3467.
- [8] JIANG Q C, WANG H Y, WANG Y, et al. Modification of Mg₂Si in Mg-Si alloys with yttrium [J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 392 (1-2) : 130-135.
- [9] AKHLAGHI A, NOGHANI M, EMAMY M. The effect of La-intermetallic compounds on tensile properties of Al-15% Mg₂Si in-situ composite [J]. Procedia Materials Science, 2015 (11) : 55-60.
- [10] REN Y Y, LIU T Y, LI Y M. Effect of La inoculation on composition, content, granularity and mechanical properties of in-situ Al-30wt%Mg₂Si composite [J]. Materials science and Engineering A, 2017, 704: 119-127.
- [11] 李英民, 马鸣檀, 任玉艳, 等. 稀土La掺杂Mg₂Si的几何结构、弹性性能和电子结构的第一性原理研究 [J]. 材料工程, 2020, 48 (4) : 100-107.
- [12] LI Z D, LI C, LIU Y C, et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical property of Al-10%Mg₂Si alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 663 (5) : 16-19.
- [13] GEORGATIS E, LEKATOU A, KARANTZALIS A E, et al. Development of a cast Al-Mg₂Si-Si in situ composite: microstructure, heat treatment and mechanical properties [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2013, 22 (3) : 729-741.
- [14] NODOOSHAN H R J, EMAMY M, NEMATI N, et al. The influence of Yttrium rich intermetallic phases and heat treatment on the microstructure, hardness and wear properties of Al-15%Mg₂Si composite [J]. Key Engineering Materials, 2011 (1) : 471-472, 1165-1170.
- [15] 张贵钊, 姜锋, 周巍, 等. 不同处理态 Al-Mg-Si 铝合金的组织性能. 金属热处理 [J]. 2020, 45 (2) : 51-55.
- [16] 刘政, 陈明, 石凯. 热处理对Mg₂Si/Al-Si复合材料组织及性能的影响 [J]. 铸造, 2010, 59 (7) : 665-669.

Effect of Heat Treatment on Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La Composites

REN Yu-yan^{1,2}, ZHANG Xin¹, MA Ming-tan³, LIU Tong-yu³, LI Ying-min³, LIU Wei-hua³

(1. Faculty of Electromechanical Information, Weifang University of Science and Technology, Shouguang 262700, Shandong, China; 2. Weifang key laboratory of high-temperature materials and single crystal components fabrication technology for advanced engine system, Shouguang 262700, Shandong, China; 3. School of Material Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, Liaoning, China)

Abstract:

The microstructure and properties of in-situ Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La composite were studied in this paper, but the Mg₂Si primary phase microstructure was coarse and sharp, which reduced the mechanical properties. In order to improve the microstructure and the mechanical properties, a heat treatment method was used. The results showed that heat treatment improved the microstructure and mechanical properties of the Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La composites. When the solution temperature was (545±5)°C, the solution time was 12 h, and the aging temperature was (175±5)°C and the aging time was 7 h, the microstructure of the Mg₂Si primary phase was finer, more rounded, and evenly distributed, and the mechanical properties were also the best. The best mechanical properties were that the tensile strength was 210.7 MPa, elongation was 3.83%, and hardness was HB134.2.

Key words:

Al-25wt.%Mg₂Si-1.0wt.%La composites; heat treatment; microstructure; mechanical properties