晶粒组织对Al-Mg-Si合金性能的影响

王 宇^{1,2*},连海山²,卫 亮^{1,2}

¹岭南师范学院机电工程学院,广东 湛江 ²中车株洲电力机车有限公司,湖南 株洲

收稿日期: 2023年5月2日; 录用日期: 2023年6月23日; 发布日期: 2023年6月30日

摘要

本文制备了3种不同晶粒组织的Al-Mg-Si合金。通过拉伸试验和晶间腐蚀试验研究了晶粒组织对力学性能 及腐蚀性能的影响。结果表明,Al-Mg-Si合金的强度与耐蚀性能均与基体晶粒组织结构显著相关,亚晶 界、变形组织含量较大的纤维晶粒组织试样强度较粗大的完全再结晶组织试样提高约35 MPa,但其耐晶 间腐蚀性能较差。电子背散射衍射(EBSD)和透射电子显微镜(TEM)观察结果表明,晶粒组织结构引起了 合金内部析出相的析出行为产生显著差异,从而导致了相同合金成分的不同试样力学性能和耐晶间腐蚀 存在显著差别。

关键词

Al-Mg-Si合金,淬火工艺,Mn元素添加,淬火速率,析出相

Effects of Grain Structure on the Properties of Al-Mg-Si Alloy

Yu Wang^{1,2*}, Haishan Lian², Liang Wei^{1,2}

¹School of Mechanical and Electrical Engineering, Lingnan Normal University, Zhanjiang Guangdong ²CRRC Zhuzhou Electric Locomotive Co., Ltd., Zhuzhou Hunan

Received: May 2nd, 2023; accepted: Jun. 23rd, 2023; published: Jun. 30th, 2023

Abstract

Three kinds of different grain structures of Al-Mg-Si alloy samples were prepared in this paper. Tensile tests, intergranular corrosion tests were conducted to study the effects of grain structures on the mechanical properties and corrosion resistance of the alloy. The results showed that the

*通讯作者。

strength and corrosion resistance closely depended on the grain structures. The fiber grains sample with higher content of sub-grains and deformed structures exhibited higher strength (by approximately 35 MPa) and lower corrosion resistance, when compared with the fully recrystallized samples. Observations through backscattered electron diffraction (EBSD) and transmission electron microscope (TEM) showed that the precipitation behavior of the alloys were significantly affected by the differences of the grain structures, thus, it resulted in significant differences of the mechanical properties and corrosion resistance of the alloys with the same chemical compositions but different grain structures.

Keywords

Al-Mg-Si Alloys, Quenching Process, Mn Addition, Quenching Rate, Precipitates

Copyright © 2023 by author(s) and Hans Publishers Inc. This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0). <u>http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/</u> © Open Access

1. 引言

Al-Mg-Si 系是一类可热处理强化合金,由于其较高的比强度、优异的成形性能、良好的可焊性及耐腐蚀性能,是轨道交通装备、汽车工业及建筑领域主要的轻量化材料[1][2][3]。Al-Mg-Si 系合金主要强化机制为析出强化,一般认为其时效析出序列为:过饱和固溶体 \rightarrow G.P.区 $\rightarrow \beta$ "相 $\rightarrow \beta$ '相 $\rightarrow \beta$ 相[4][5]。其中 β "相为该系合金最主要的强化析出相,在峰值时效状态(T6) β "相大量析出、分布弥散,合金获得最高的强度,但其耐腐蚀性能则较过时效状态差,因此析出相的析出行为不仅显著影响合金的力学性能,而且对其耐腐蚀性能也产生显著影响[6][7]。因而,调控析出相的析出行为,使合金强度和耐腐蚀性能得到最优匹配,是获得高综合性能 Al-Mg-Si 合金的重要手段。

近年来,针对 Al-Mg-Si 合金性能的调控机理与方法已有大量文献报道。文献[8] [9]研究固溶、时效 制度对 Al-Mg-Si 合金力学性能及腐蚀性能的影响,同时改善了合金力学性能与晶间间腐蚀敏感性;这些 工作均通过优化时效工艺的方法调控合金时效析出行为,优化了合金综合性能。然而,这些工作仅从时 效过程中纳米析出相析出行为的角度针对合金析出行为进行直接调控,并未考虑合金本身晶粒组织或亚 结构对合金析出行为的影响。

因此,为了更直观地研究合金晶粒组织(包括晶粒组织或亚结构等)对 Al-Mg-Si 系合金力学性能和耐腐蚀性能的影响,本工作通过调控 6XXX 系铝合金处理工艺,制备了 3 种不同晶粒组织结构的 Al-0.5Mg-0.6Si 合金,采用拉伸性能、晶间腐蚀、电子背散射衍射及透射电镜等研究方法,研究了晶粒组 织对力学性能及耐晶间腐蚀性能的影响。以期为该系列合金组织与性能调控方法的工程化应用提供有益参考。

2. 试验材料与方法

试验材料为某企业生产的 10 mm 厚 Al-Mg-Si 挤压型材,其合金成分如表 1 所示。在型材上切取多块 试样,分为 3 组。第一组试样为 10 mm 厚挤压型材冷轧至 3 mm,再在 535℃下固溶 1 h 后,立即采用室 温水淬火,获得完全再结晶组织,为便于描述,将改组试样记为 A 组;第二组试样为 10 mm 厚挤压型材 在 535℃下长时间(24 h)固溶,随后淬火,记为 B 组;第三组试样直接取型材中心层 3 mm,在 535℃下保 温 1 h 后淬火,记为 C 组。 制备出3种不同晶粒组织结构的试样后,均按180℃/7h进行人工时效处理,所得的3种试样的晶粒 组织特征分别为等轴状的完全再结晶组织、细小的部分再结晶晶粒组织及以挤压变形组织为主的挤压纤 维晶粒组织,这三种试样的典型金相组织照片分别如图1所示。



Figure 1. Optical microstructures of the different samples: (a) sample A; (b) sample B; (c) sample C 图 1. 不同试样的金相组织: (a) A 试样, (b) B 试样, (c) C 试样

依次将 A、B、C 合金 3 种不同晶粒组织结构的试样进行机械抛光,随后按照 GB/T 3246.1-2012《变 形铝及铝合金制品组织检验方法第一部分:显微组织检验方法》标准所述的方法对试样进行阳极覆膜处 理。金相显微组织的观察在 OLYMPUS BX51M 型偏光金相显微镜下进行,并分别对试样进行多个视场 进行金相组织观察。室温拉伸试验按 GB/T 228.1-2010《金属材料拉伸试验第一部分:室温试验方法》所 述的方法在 DDL-100 万能电子试验机上进行,试样标距为 50 mm,拉伸速度约为 2 mm/min。晶间腐蚀 性能测试参考 GB/T7998-2020《铝合金晶间腐蚀测定方法》中所述试验方法,将试样在 35℃恒温 57 g/L 氯化钠和 10 mL/L 过氧化氢溶液体系下浸泡 24 h 后,采用金相显微镜观察试样的腐蚀特征并测试其最大 腐蚀深度。

采用电子背散射衍射技术(EBSD)分析 3 种试样晶粒组织及亚结构的详细特征。EBSD 试样分别经机 械抛光、电解抛光后,在 ZEISS-EVOM10 型电镜下进行采集,采集步长为 0.8 μm。

采用透射电镜观察 3 种不同晶粒组织结构的试样晶内、晶界上析出特征,试样分别经机械减薄、人 工减薄至约 70 μm 厚,随后进行电解双喷,双喷电解环境为 30% HNO₃ + 70% CH₃OH 溶液,温度控制在 -30℃左右,试验在 FEI TECNAI G2 20 上进行,加速电压为 200 kV。

元素	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
Wt.%	0.61	0.16	0.03	0.20	0.50	0.14	0.020	0.04

Fable	1. Chemical compositions	of the experimental alloys
表 1.	试验材料的化学成分	

3. 研究结果

3.1. 微区晶粒组织

图 2 为不同试样晶粒组织的 EBSD 分析结果。从图中可见,3 种试样的晶粒组织可见显著的差异,A 试样为粗大的等轴状完全再结晶组织,B 试样为晶粒较为细小但保留了部分亚晶组织的部分再结晶组织,C 试样中存在大量亚结构和较多的变形组织。将3 种试样的再结晶分数及平均晶粒尺寸进行统计,所得结果如图 3 所示,从图中可见,A 试样再结晶分数约 95.2%,其平均晶粒尺寸约 173.1 µm;B 试样再结



Figure 2. EBSD characterizations of the different samples: (a) sample A; (b) sample B; (c) sample C 图 2. 不同试样 EBSD 分析结果: (a) A 试样; (b) B 试样; (c) C 试样





晶分数约 59.6%,变形组织分数约为 13.5%,平均晶粒尺寸约 16.2 μm; C 试样再结晶分数约 46.5%,变 形组织分数约为 19.7%,平均晶粒尺寸约 10.2 μm。

3.2. 透射电镜显微组织

图 4 为 3 种不同晶粒组织试样在[001]带轴下晶内析出相组织,从图中可见,三者晶内均观察到大量 的呈针状的析出相,其中 A 试样中析出相的约 105.3 nm,分布较为稀疏, B 试样析出相尺寸约 56.4 nm, 其分布较 A 试样密集;而 C 试样析出相尺寸最小,约 43.2 nm,分布也最为密集。此结果表明,基体晶 粒组织特征对晶粒内部纳米级析出相尺寸和分布存在显著影响。图 5 所示为 3 种不同试样晶界附近的透 射电镜显微组织。从图中可见,3 种不同试样晶界处均未观察到析出相衬度,但晶界周围均可见明显的 无沉淀析出区(PFZ),3 者晶界处的析出特征无明显差异。



Figure 4. TEM images of precipitation of the samples: (a) sample A; (b) sample B; (c) sample C **图 4.** 不同试样的透射电镜显微组织

3.3. 力学性能

图 6 为 3 种不同晶粒组织试样人工时效后的拉伸性能结果。从图中可见, 3 中不同晶粒组织的试样 力学性能表现出显著的差异, 其中, 完全再结晶的 A 试样, 抗拉强度 261.7MPa、屈服强度 250.5 MPa, 部分再结晶试样 B 相较于 A 试样, 抗拉强度提高高 27 MPa、屈服强度 17.6 MPa, 而保留挤压纤维组织 的 C 试样强度最高, 其抗拉强度和屈服强度较 A 试样分别提高了 44.7 MPa、33.7 MPa。就断后伸长率而



言, B 试样最高, 为 16.2%, 较伸长率最低的完全再结晶试样 A 试样提高 40%。

Figure 5. TEM images of precipitation of the samples on GB: (a) sample A; (b) sample B; (c) sample C 图 5. 不同试样晶界处析出相的透射电镜显微组织: (a) A 试样; (b) B 试样; (c) C 试样





3.4. 耐晶间腐蚀性能

图 7 为 3 种不同试样的晶间腐蚀检测结。从图中可见,3 种试样的晶间腐蚀深度有显著差异。完全 再结晶试样 A 仅观察到微弱的晶间腐蚀,其最大腐蚀深度 26.7 μm,而 B 试样存在局部腐蚀现象,同时 可见明显的网状晶界,其最大腐蚀深度约 82.4 μm; C 试样发生较为严重的晶间腐蚀,大量晶粒从试样上 脱落,其腐蚀最大深度约 113.7 μm。此结果表明,晶粒组织结构对晶间腐蚀存在显著的影响。



Figure 7. Intergranular corrosion morphology of the samples with different grain structures: (a) sample A; (b) sample B; (c) sample C

图 7. 不同试样的晶间腐蚀形貌: (a) A 试样, (b) B 试样, (c) C 试样

4. 分析与讨论

合金的强化机制主要包括细晶强化、固溶强化、析出强化和位错强化等[10] [11]。对于本文所用的 Al-Mg-Si 合金来说,对合金强度具有重要贡献的机制为细晶强化、析出强化等,其中析出强化是对强度 贡献最大的强化机制。在本文的试验条件下,3 种试样晶粒尺寸和晶粒组织构成不同,这种差异首先引 起了细晶强化效应的差异,即晶粒尺寸最大的A试样细晶强化效果最弱。其次,由于析出相的析出动力 学行为与材料内部晶界、亚晶界、位错及空位等高能量缺陷有关,这主要是由于这些高能量的缺陷为合 金析出相提供了形核位置,而在相同的时效制度下,形核位置的数量显著影响析出相的尺寸、分布等。 因此,从图4中可见,亚结构和变形组织含量最高的C试样,其析出相尺寸最细小分布最密集,相应地 其强度最高;而完全再结晶组织的A试样,析出相尺寸最大分布最稀疏,因而其强度最低。

一般认为[10] [11] [12], 合金晶间腐蚀敏感性与晶界析出相的分布及晶界附近的无沉淀析出区(PFZ) 显著相关。晶界析出相或 PFZ 与基体之间存在电位差,在腐蚀环境中容易形成腐蚀微电偶诱发阳极溶解, 从而引发晶间腐蚀。然而,在本文的试验条件下,3种试样均表现出相同的晶界析出特征(如图 5 所示), 而晶间腐蚀深度存在显著差异(如图 7 所示)。此结果表明,晶间腐蚀深度与晶界析出特征并无显著关联性。 作者前期研究结果表明[13],在 Al-Mg-Si 合金中大角度晶界上未观察到析出相,而在小角度晶界上 可见明显呈连续分布的 Mg-Si 原子偏析带,如图 8 [13]所示。大角度晶界的观察结果与本文对 3 种试样 晶界处的观察结果相吻合。本文试验材料的成分、热处理工艺、晶粒组织等均与文献[13]基本一致,因而 其析出特征应该与文献[13]所述的结果一致。虽然这种析出特征的机理目前未见文献报道,但仍可用于解 释本文 3 种合金晶间腐蚀的差异。如图 2、图 3 所示 B、C 合金内部存在大量小亚晶组织(小角度晶界), 这些小角度晶界应该是影响合金耐腐蚀性能的一个主要因素。此外,文献[12]表明,材料内部变形储能越 大,越容易引发腐蚀。从本文的结果来看,由于 A 试样为粗大的完全再结晶晶粒组织,其变形储能几乎 完全释放,而 B 试样和 C 试样中,存在较多变形组织,因此 B、C 试样的耐蚀性能较差。综上所述,晶 粒组织中亚结构、变形组织含量最高的 B 试样,其晶间腐蚀深度最大。



Figure 8. [13] Precipitation morphology of HAGB and LAGBs in Al-Mg-Si alloys: (a) HAGB; (b) LAGB; (c) STEM micrograph of (b), (d) corresponding EDX-Mapping of the selected area in (c) 图 8. [13] Al-Mg-Si 合金中大小角度晶界析出相形貌: (a)大角度晶界; (b)小角度晶界; (c)图(b) STEM 形貌; (d)图(c) 中小角度晶界选区的 EDX-Mapping

5. 结论

本文通过 EBSD、TEM 等晶粒组织的分析,研究了 3 种不同晶粒组织的 Al-Mg-Si 合金力学性能和耐

晶间腐蚀性能,得到如下结论:

1) 在本文试验条件下, Al-Mg-Si 合金中亚结构和变形组织作为析出相形核的优先位置, 显著细化了 析出相尺寸, 同时使得析出相分布更为密集, 显著提高了析出强化效应, 因而粗大等轴状再结晶组织的 A 试样强度最低, 而晶粒尺寸最小、亚晶含量最多的 C 试样与 A 试样相比, 强度提高约 35 MPa。

2) 在本文的试验条件下,亚结构和变形组织是影响 3 种晶粒组织的 Al-Mg-Si 合金试样耐蚀性能的 主要因素。亚结构、变形组织含量最高的 B 试样,其晶间腐蚀深度最大。其机理在于 Al-Mg-Si 合金中小 角度晶界上存在呈连续分布的 Mg-Si 原子偏析带、变形组织携带的变形储能等因素促进了晶间腐蚀的发 展。

参考文献

- Zhang, S.-Y., Wang, X., Li, X., et al. (2022) High Strength-Ductility Synergy Induced by Sub-Rapid Solidification in Twin-Roll Cast Al-Mg-Si Alloys. Journal of Materials Research and Technology, 16, 922-933. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2021.12.055
- [2] Wang, L., Zheng, Y.Y., *et al.* (2022) Effect of Two-Stage Aging on Microstructure and Properties of Al-Mg-Si Alloys. *Key Engineering Materials*, **905**, 51-55. <u>https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.905.51</u>
- [3] Yang, X.F., Yang, W.C., Xia, C.D., *et al.* (2012) Effects of T6 and T616 Ageing Treatments on Microstructure and Properties of 6005A Aluminum Alloy. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, **22**, 1276-1282.
- [4] Schmid, F., Dumitraschkewitz, P., Kremmer, T., et al. (2021) Enhanced Aging Kinetics in Al-Mg-Si Alloys by Up-Quenching, Supplementary Information. *Communications Materials*, 2, 58. https://doi.org/10.1038/s43246-021-00164-9
- [5] Araki, H. (2021) Structural Transition of Vacancy-Solute Complexes in Al-Mg-Si Alloys. *Metals*, **12**, 2. <u>https://doi.org/10.3390/met12010002</u>
- [6] Pan, D.Z., Wang, Z.X., Li, H., *et al.* (2010) Effects of Two-Step Ageing Treatment on Tensile Properties and Intergranular Corrosion of 6061 Aluminum Alloy. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, **20**, 435-441.
- [7] Hou, D.D., Shan, J.Q., Cao, G.H., et al. (2017) Inter-Granular Corrosion Behavior of 6082-T6 Aluminum Alloy. Heat Treatment of Metals, 46, 209-215.
- [8] Zhang, F., Liu, Y.F., Li, J.L., et al. (2017) Effect of Solution Treatment Temperature on Microstructure and Properties of 6181A Aluminum Alloy. Foundry Technology, 38, 1042-1046. <u>https://doi.org/10.4236/jmmce.2017.51003</u>
- [9] Lin, L., Zheng, Z.Q., Li, J.F. (2012) Effect of Aging Treatments on the Mechanical Properties and Corrosion Behavior of 6156 Aluminum Alloy. *Rare Metal Materials and Engineering*, 41, 1004-1009.
- [10] Sha, G., Tugcu, K., Liao, X.Z., et al. (2014) Strength, Grain Refinement and Solute Nanostructures of an Al-Mg-Si Alloy (AA6060) Processed by High-Pressure Torsion. Acta Materialia, 63, 169-179. <u>https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.10.022</u>
- [11] He, C. (2015) Effect of Alloy Elements and Rolling Process on Microstructure and Properties of 6000 Series Aluminun Alloy Automotive Body Sheet. Northeastern University, Shenyang, 8-10.
- [12] Zhang, X., Zhou, X., Nilsson, J., et al. (2018) Corrosion Behaviour of AA6082 Al-Mg-Si Alloy Extrusion: Recrystallized and Non-Recrystallized Structures. Corrosion Science, 144, 163-171. <u>https://doi.org/10.1016/j.corsci.2018.08.047</u>
- [13] Wang, Y., Deng, Y.L., Chen, J.Q., et al. (2020) Effects of Grain Structure Related Precipitation on Corrosion Behavior and Corrosion Fatigue Property of Al-Mg-Si Alloy. Journal of Materials Research and Technology, 9, 5391-5402. <u>https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.03.065</u>