

文章编号: 1004-0609(1999)03-0556-06

均匀化处理对 3004 铝合金显微组织的影响^①

孙东立¹ 姜石峰² 高兴锡²

(1. 哈尔滨工业大学材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001;

2. 韩国机械材料研究院, 昌原 641-010, 韩国)

摘 要: 采用光学显微镜, 扫描电子显微镜, 透射电子显微镜, 电子探针 X 射线微区分析仪和定量图像分析仪研究了 3004 铝合金铸态和均匀化退火态的显微组织以及均匀化退火温度和时间对显微组织的影响。在铸态组织中发现了一种新的富 MgSiCu 的共晶体。在均匀化退火过程中发生 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变和 α 弥散相的脱溶析出。在试验条件下, 最佳均匀化退火工艺为 615 °C, 20 h。经此工艺处理可获得较均匀的显微组织。

关键词: Al-Mn-Mg 合金; 均匀化退火; 显微组织

中图分类号: TG113.12

文献标识码: A

在过去 20 年间, 3XXX 系铝合金一直被用作饮料罐体材料, 世界各国对该系合金进行了大量的研究^[1~6]。目前对此类罐体合金的需求量在逐年增长, 预计在未来相当长的时间内这种增长趋势不会减弱^[7]。铝罐的制造工艺包括合金铸造, 铸锭均匀化退火, 热轧, 再结晶退火和最终冷轧。其中均匀化退火是最关键的工艺。因为均匀化退火后的显微组织决定了后续工艺的组织状态, 进而影响铝罐的最终性能。本文研究了当前大量使用的罐体材料——3004 合金的铸态和均匀化退火态的显微组织, 并着重研究了均匀化退火工艺对第二相粒子的影响以及均匀化过程中发生的 α 相变。

1 试验材料及方法

试验合金的化学成分是 (mass fraction, %): 1.20 Mn, 1.10 Mg, 0.28 Si, 0.48 Fe, 0.20 Cu, 其余为 Al。铸锭在空气炉内进行均匀化退火, 然后淬入室温水。退火温度分别为 595 °C 和 615 °C, 退火时间为 5, 10

和 20 h, 加热速率为 5 °C/min。

采用光学显微镜(OM), JSM-5800 型扫描电子显微镜(SEM)和 JEOL-2000 透射电子显微镜(TEM)进行显微组织观察。金相试样采用混合酸腐蚀。第二相粒子的成分用 JXA-8600 型电子探针 X 射线微区分析仪(EPMA)测定。第二相粒子的体积分数(面积百分数)和尺寸用 LECO-2000 型图像分析系统测定。用于成分分析和定量图像分析的试样只抛光不腐蚀。

2 试验结果与分析

2.1 铸态显微组织

图 1 示出了铸锭的光学显微组织。由图可见, 铸态组织是不均匀的, 主要由树枝状的 α -Al 相和枝晶间的共晶体组成, 共晶体中含有粗大的金属间化合物粒子, 这些粒子呈骨骼状、块状和片状。EPMA 成分分析结果表明, 大部分金属间化合物粒子是 $Al_6(FeMn)$ 相, 少量的是 Mg_2Si 相。 Mg_2Si 相为细小的黑色骨骼状粒子(见图 1(a))。在晶界附近或者枝晶臂之

① 收稿日期: 1998-06-12; 修回日期: 1998-09-04

孙东立(1958-), 女, 副教授, 博士

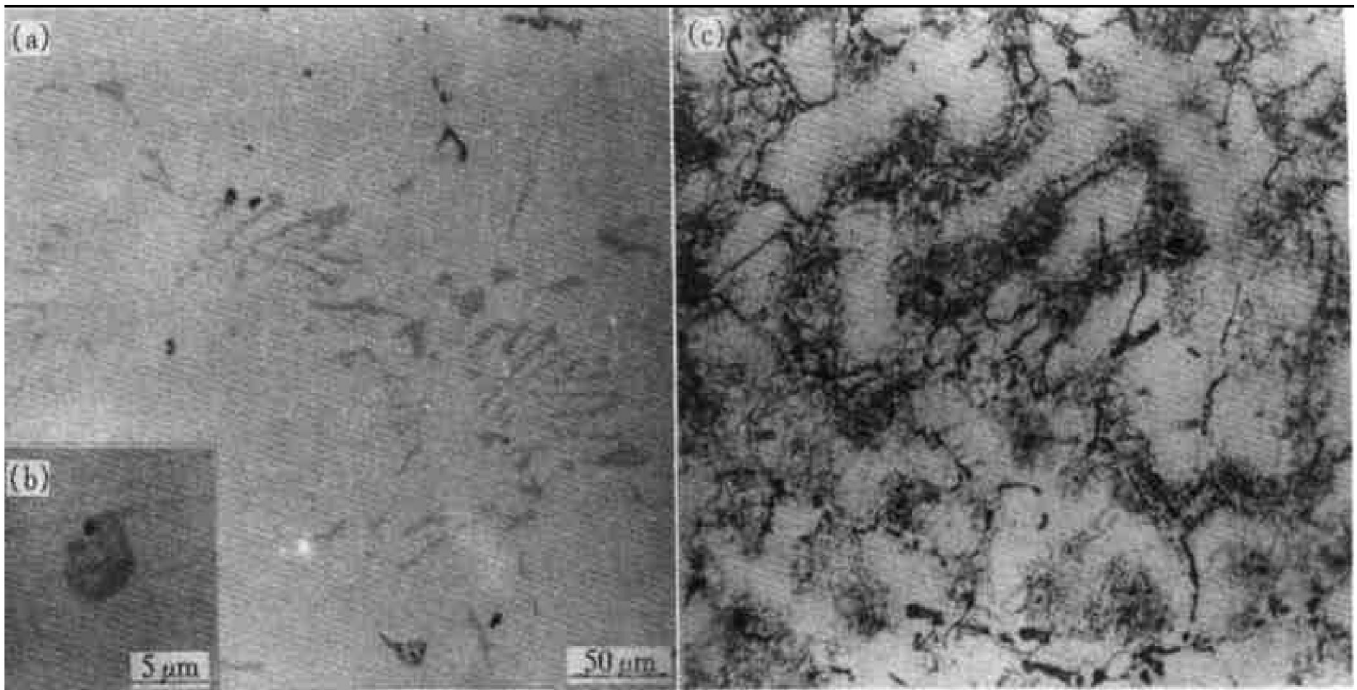


图1 铸锭的光学显微组织

Fig. 1 Optical microstructure of ingot

(a) (b) —non etched; (c) —etched

间,甚至在共晶 α -Al 内部存在许多细小的第二相粒子(见图 1(c))。在透射电镜下可以看到,这些粒子为针状,并且沿着基体 $\langle 100 \rangle \alpha$ -Al 方向生长(见图 2)。因此可以推断这些针状相是 Mg_2Si 相,该相是在合金凝固之后铸锭冷却期间从固溶体中析出的,共晶 α -Al 中 Mg_2Si 相存在可以证实这一点。

在铸态组织中发现一种圆形(或椭圆形)粒子。在高放大倍数下可见该粒子为两相层片相间的共晶体(见图 1(b))。该共晶体的直径约为 $4 \sim 10 \mu m$, 其中的两种片状共晶相的片间距小于 EPMA 的束斑直径($2 \mu m$), 无法分别测定它们各自的成分, 只能测出该共晶体的平均成分。EPMA 的半定量测量结果表明, 该共晶体含有(mole fraction, %): 15.03Mg, 14.18Si, 4.68Cu, $< 0.55(Mn + Fe)$ 和 65.57Al。这种富 $MgSiCu$ 的共晶体尚未见有文献报道。有关该共晶体的特性和其对合金性能的影响有待进一步的研究。

在 3XXX 系合金的铸态组织中通常存在两种主要的初生第二相粒子—— $\beta-Al_6(FeMn)$ 和 $\alpha-Al_{12}(FeMn)_3Si$, 两种粒子的相对含量取决于具体的合金成分和凝固速率^[8]。在本试验所采

图2 铸态组织中的针状 Mg_2Si 相**Fig. 2** Needle-like Mg_2Si phase in ingot

用的铸锭中, 仅检测到少量(体积分数小于 10%)的初生 $\alpha-Al_{12}(FeMn)_3Si$ 粒子。两种初生第二相粒子的形貌无显著差别。

2.2 均匀化态的显微组织

图 3 显示了均匀化态的光学显微组织。均匀化处理使骨骼状、块状和片状粒子球化,使针状 Mg_2Si 相溶解,同时在晶内析出细小的弥散相。595 ℃均匀化处理第二相粒子的球化不完全,弥散相分布亦不均匀,即在晶界和粗大第二相粒子附近存在弥散相无析出带。此无析出带形成的原因是 Mn 在晶内偏聚和在含 Mn 第二相粒子内部的富集所导致的上述区域 Mn 的贫化^[9]。在较高的均匀化温度(615 ℃)下原子扩散速率较快,因而第二相粒子充分球化,且弥散相无析出带较窄,第二相粒子和弥散相分布较为均匀。延长加热时间同提高均匀化温度有着类似的作用,但是前者的作用小于后者。光学显微组织的观察结果表明,本试验所采用的均匀化退火工艺中,615 ℃加热 20 h 是较好的工艺。

2.3 均匀化处理对初生第二相粒子几何特征的影响

表 1 列出了铸态和均匀化退火态初生第二相粒子的体积分数和平均尺寸。铸锭中的初生

第二相粒子的体积分数为 4.1%。595 ℃均匀化退火对初生第二相粒子的体积分数影响甚微,但是初生第二相粒子的尺寸和纵横比小于铸态,并且随着加热时间由 5 h 延长至 20 h,初生第二相粒子的平均尺寸和纵横比分别由 17.3 μm^2 和 2.29 减小至 14.4 μm^2 和 1.95。615 ℃均匀化退火使初生第二相粒子的体积分数减少至 3.5%~3.6%。第二相粒子的平均尺寸和纵横比分别减小至 10.1~10.6 μm^2 和 1.81~1.50。以上试验结果表明,在本试验条

表 1 均匀化退火对初生第二相粒子几何特征的影响

Table 1 Effect of homogenization on primary second particle geometry					
Alloy state	Area / μm^2	Length / μm	Width / μm	Aspect ratio	Volume fraction / %
As-cast	21.7	8.4	3.6	2.35	4.1
595 ℃, 5 h	17.3	7.7	3.4	2.29	4.1
595 ℃, 10 h	16.2	7.4	3.3	2.23	4.0
595 ℃, 20 h	14.4	6.4	3.3	1.95	4.1
615 ℃, 5 h	10.6	4.9	2.7	1.81	3.6
615 ℃, 10 h	10.3	4.3	2.8	1.54	3.6
615 ℃, 20 h	10.1	4.2	2.8	1.50	3.5

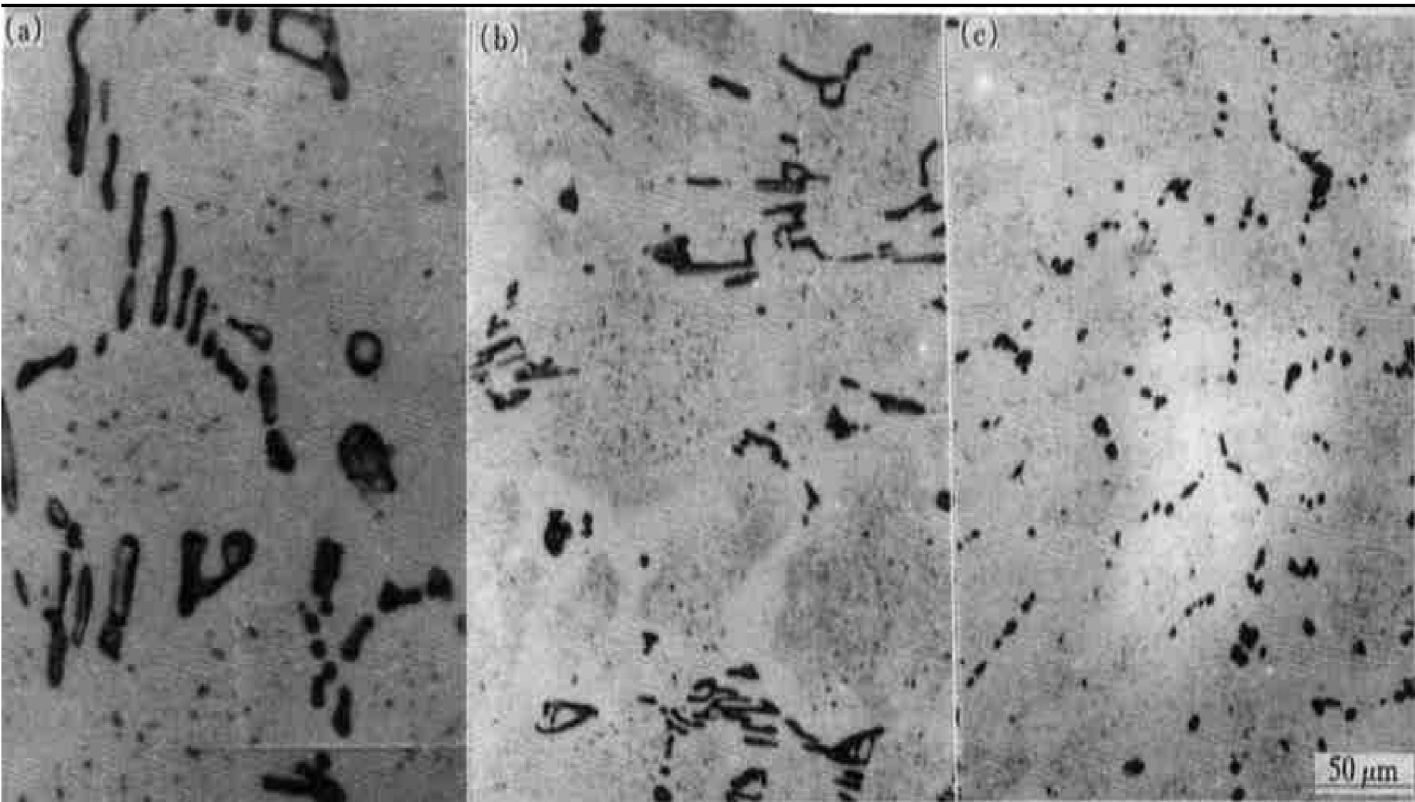


图 3 均匀化退火态的光学显微组织

Fig. 3 Optical microstructure in homogenized state
(a) —595 ℃, 20 h; (b) —615 ℃, 5 h; (c) —615 ℃, 20 h

件下均匀化退火温度对初生第二相粒子的影响大于加热时间。在较高的温度下，原子扩散速率快，促进了初生第二相粒子的球化。另外温度高有利于不平衡共晶体和不平衡相的溶解，从而导致初生第二相粒子体积分数的减少。

2.4 均匀化退火过程中的相变

图 4 示出均匀化退火态初生第二相粒子形貌。由图可见，部分初生第二相粒子含有亮点。经电子探针测定，这些粒子的成分为 $Al_{12}(FeMn)_3Si$ ，即为 α 相^[10~13]；而亮点区域 Si、Fe 和 Mn 的含量较低，Al 的含量相对较高，故将亮点区称为 Al 点^[14]。含有 Al 点为 $\alpha-Al_{12}(FeMn)_3Si$ 粒子的形貌特征。不含有 Al 点的初生第二相粒子经电子探针测定，其成分为 $Al_6(FeMn)$ ，即为 β 相。

α 相为立方结构，其点阵常数为 $1.255\sim 1.265nm$ ^[15~17]。图 5(a) 中的粒子尺寸约为 $3\mu m\times 6.3\mu m$ ，并有亮点。通过计算该粒子的选区电子衍射斑点，可知该粒子的点阵结构为立方结构，点阵常数约为 $1.263nm$ 。因此可以确定图 5(a) 中的粒子是在均匀化退火过程中

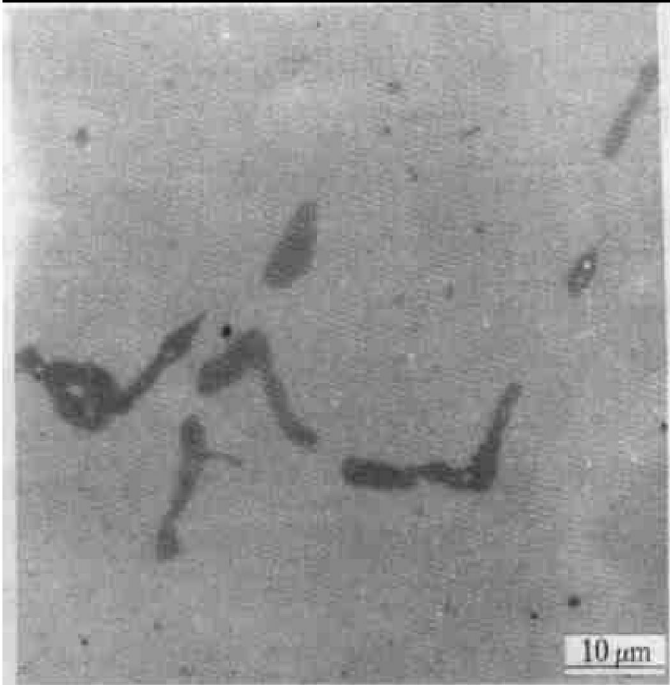


图 4 均匀化退火后初生第二相粒子形貌

Fig. 4 Morphology of primary second particles after homogenization

由初生 β 粒子转变而成的 α 粒子。初步的定量分析结果显示， $595\text{ }^{\circ}C$ 和 $615\text{ }^{\circ}C$ 退火 20 h 后由 β 相转变生成的 α 相所占的体积分别为 75% 和 40% 左右。此结果表明 $\beta\rightarrow\alpha$ 转变具有最佳温

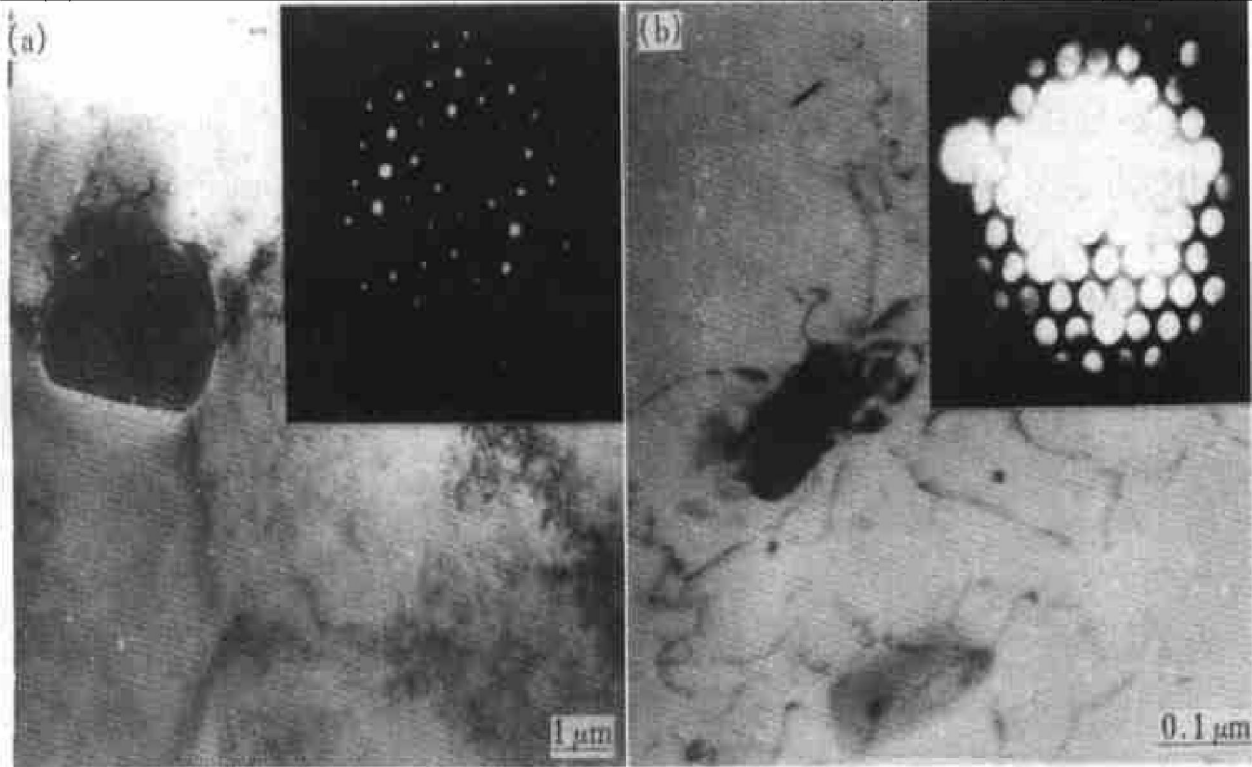


图 5 595 ℃20 h 退火后的 α 粒子的透射电镜照片及其电子衍射斑点

Fig. 5 TEM photographs and electronic diffraction patterns of α particles after homogenization at $595\text{ }^{\circ}C$ for 20 h

(a) — α phase transformed from β phase; (b) — α dispersoids precipitated from solid solution

度。 α 相的硬度高于 β 相,在铝罐成型过程中可防止铝罐与模具之间的摩擦,提高罐体表面的光洁度^[18]。 α 相的体积分数和尺寸对性能的影响还有待进一步的研究。

退火后针状的 Mg_2Si 相消失了,取而代之的是一些尺寸小于 $0.2\mu m$ 的块状粒子,如图6(b)所示。该图中粒子的微衍射斑点花样与 α 相相符。因而可以认定这些细小粒子是在均匀化退火期间从基体中析出的。加热温度超过 $500^\circ C$ 时 Mg_2Si 相溶解,使基体中Si含量增高。一部分Si通过扩散进入初生 β 相,促进了 β 相向 α 相的转变;另一部分Si参与脱溶析出,形成 α 弥散相。

3 结论

(1) 在铸态合金中发现了一种新的富 $MgSiCu$ 的共晶体。

(2) 均匀化退火温度的升高和时间的延长,使初生金属间化合物粒子的体积分数略有减少,但粒子的纵横比和平均尺寸明显减小;初生第二相和弥散析出相分布的均匀性增大。在本试验条件下,最佳均匀化退火工艺为 $615^\circ C/20h$ 。

(3) 在均匀化退火过程中部分初生 $\beta-Al_6(FeMn)$ 转变成 $\alpha-Al_{12}(FeMn)_3Si$ 相,同时从过饱和固溶体中析出 $\alpha-Al_{12}(FeMn)_3Si$ 弥散相。

REFERENCES

- 1 Liu Y F Lin, Delaey L, Aernoudt E *et al.* Materials Science and Engineering, 1987, 96: 125.
- 2 Kattamis T Z, Merchant H D, Skolianos S *et al.* Aluminum, 1989, 65: 367.
- 3 Li Z, Morris J G, Ding S X *et al.* In: Arnberg L, Lohne O, Nes E and Ryum N eds. Aluminum alloys—their Physical and Mechanical Properties, Proceedings ICAA3, Vol. 2. Trondheim, Norway: 1992: 373.
- 4 Merchant H D, Morris J G and Hodgson S. Materials Characterization, 1990, 25: 339.
- 5 Zhang Ming(张明), Wen Xiyu(温熙宇) *et al.* The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报), 1997, 7(4): 150.
- 6 Li Yao(李尧). The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报), 1997, 7(2): 53.
- 7 Marshall G J. Materials Science Forum, 1996, 190: 217~222.
- 8 Vasudev A K and Doherty R D. Aluminum Alloys—Contemporary Research and Applications. Academic Press Inc, 1989: 76.
- 9 Hollinshead P A and Sheppard T. Materials Science and Technology, 1987, 3: 1019.
- 10 Warlimont H. Aluminum, 1977, 53: 171.
- 11 Furrer P Z. Metallkde, 1979, 70: 699.
- 12 Tromborg E, Dons A L and Arnberg L. In: Arnberg L, Lohne O, Nes E and Ryum N eds. Aluminum Alloys—their Physical and Mechanical Properties, Proceedings ICAA3, Vol. 2. Trondheim, Norway: 1992: 270.
- 13 Bolingbroke R K, Marshall G J and Aicks R A. In: Arnberg L, Lohne O, Nes E and Ryum N ed. Aluminum Alloys—their Physical and Mechanical Properties—Proceedings ICAA3, Vol. 2. Trondheim, Norway: 1992: 285.
- 14 Tromborg E, Dons A Land Arnberg L, In: Arnberg L, Lohne O, Nes E and Ryum N eds. Aluminum alloys—Their Physical and Mechanical Properties, Proceedings ICAA3, Vol. 2. Trondheim, Norway: 1992: 270.
- 15 Munson D J. Inst Met, 1967, 95: 217.
- 16 Sun C Y and Mondolfo L F. J Inst Met, 1967, 95: 384.
- 17 Barlock J G and Mondolfo L F. Z Metallkde, 1975, 66: 605.
- 18 Watanabe H, Ohori K and Takeuchi Y. Aluminum, 1984, 60: E310.

Influence of homogenization on microstructure of 3004 aluminum alloy

Sun Dongli¹, Kang Sukbong², Ko Hungsuk²

1. College of Materials Science and Engineering,

Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, P. R. China

2. Korea Institute of Machinery and Materials, Changwon 641-010, Korea

Abstract: The microstructure of 3004 alloy in as-cast and homogenized states and the effect of heating temperature and soaking time on the microstructure were studied by OM, SEM, TEM, EPMA and quantitative image analyzer. A new MgSiCu-rich eutectic in the as-cast ingot has been found. During homogenization the transformation of $\beta \rightarrow \alpha$ and the precipitation of α dispersoids took place. The best homogenization process is 615 °C, 20 h by which the more uniform microstructure can be obtained.

Key words: Al-Mn-Mg alloys; homogenizing annealing; microstructure

(编辑 朱忠国)