



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111763856 B

(45) 授权公告日 2021.08.13

(21) 申请号 202010841955.5 *G22C 1/03* (2006.01)
(22) 申请日 2020.08.20 *G22C 1/06* (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号 *G22F 1/043* (2006.01)
 申请公布号 CN 111763856 A
(43) 申请公布日 2020.10.13
(73) 专利权人 合肥工业大学
 地址 230009 安徽省合肥市包河区屯溪路
 193号
(72) 发明人 杜晓东 柴蓉 刘润飞 吴玉程
 孙建
(74) 专利代理机构 安徽省合肥新安专利代理有
 限责任公司 34101
 代理人 乔恒婷
(51) Int. Cl.
 G22C 21/02 (2006.01)

(56) 对比文件
 CN 109295360 A, 2019.02.01
 CN 110408821 A, 2019.11.05
 CN 104975209 A, 2015.10.14
 审查员 张晓宇

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称
 一种亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金及其
 制备方法

(57) 摘要
 本发明公开了一种亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn
 铸造合金及其制备方法,其中亚共晶Al-Si-Mg-
 Ti-Sn铸造合金的成分按质量百分比构成如下:
 Si 6.50~7.50%, Mg 0.45~0.7%, Ti 0.10~
 0.20%, Sn 0.4~0.6%, Fe≤0.12%, 余量为铝。
 本发明的铝合金通过配料、熔炼铸造、热处理等
 工艺流程,改善Al-Si合金的微观组织和性能,在
 可以保证具有较高的强度和硬度的同时提高了
 合金的塑性,并降低了成本有利于其广泛应用于
 汽车零部件的制造行业。

1. 一种亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金,其特征在于按质量百分比其成分构成如下:
Si 6.50~7.50%,Mg 0.45~0.7%,Ti 0.10~0.20%,Sn 0.4~0.6%, $Fe \leq 0.12\%$,余量为铝;
所述亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金是通过包括如下步骤的方法制备获得:

步骤1:制备合金铸锭

1a、配料:按照配比量称取Al-Si中间合金、Al-Mg中间合金、Al-Ti中间合金、500目纯度为99.9%的锡粉以及纯度为99.9%的工业纯铝;

1b、涂料并干燥:以九水硅酸钠、氧化锌和水混合配置涂料,将涂料均匀的涂在石墨粘土坩埚、熔炼工具和模具上,并将石墨粘土坩埚放在熔炼炉中干燥;此外,步骤1a称取好的合金原料磨去表面氧化层后于200-300℃干燥预热;

1c、熔炼铸造:将Al-Si中间合金和纯铝依次加入已预热至300℃的石墨粘土坩埚内,纯铝置于Al-Si中间合金的上方,而后随炉升温至730℃,待全部熔化后保温静置20min;随后将Al-Ti中间合金加入已熔化的合金熔液中;最后将铝箔包裹住的Al-Mg中间合金快速放入熔化的合金熔液中并用扒渣勺将其按入合金熔液的底部,以减少氧化烧损;充分搅拌,调整炉温至720℃并保温静置20min;

1d、精炼:用扒渣勺将合金熔液表层浮渣快速除去,随后加入 C_2Cl_6 精炼除气,于720℃静置保温10-20min,除渣;

1e、浇注:将预热至150℃的500目锡粉放入铝水包底部,快速地将精炼后的合金熔液冲入铝水包,再次静置除气保温5min;将合金熔液浇注到预热至200-300℃的金属模具中,得到合金铸锭;

步骤2:固溶处理+预时效处理+多级时效处理

将所得合金铸锭依次进行固溶处理、预时效处理和多级时效处理;

固溶处理工艺为:540℃固溶保温6h,随后用80℃水淬,淬火时间1min;预时效处理工艺为:将固溶处理后的合金铸锭升温至100℃保温3小时;多级时效处理工艺为:依次于130℃保温2h、155℃保温2h,出炉空冷。

2. 根据权利要求1所述的亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金,其特征在于:

步骤1b中,所述涂料的组分按质量百分比构成为:九水硅酸钠5%,氧化锌15%,余量为水。

一种亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明属于铝合金材料技术领域,具体涉及一种亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金及其制备方法。

背景技术

[0002] Al-Si-Mg系铝合金具有优良的铸造性能、抗腐蚀性能和较高的比强度,而被广泛的应用于汽车和航空航天工业。随着汽车、航空等领域的进一步发展,Al-Si系合金铸造组织中片状的共晶硅制约了其进一步的应用,因而在铝合金铸造业中对亚共晶Al-Si合金的变质是重要发展趋势。

[0003] 亚共晶Al-Si系铝合金,由于Si含量较高,改善了其铸造性能及流动性能;但其热处理强化效果不明显,通常添加一定量的Mg元素使其在时效过程中可以析出Mg₂Si强化相,达到可热处理强化的目的。而在正常凝固条件下,Al-Si-Mg合金的微观组织由 α -Al枝晶和分布杂乱而且针状棒共晶Si来组成。而以针状棒状形式存在于晶界上的铝硅共晶严重撕裂合金基体,降低了基体的连续性,并且在铝硅共晶的尖端和棱角处容易产生应力集中,导致合金的力学性能降低;同时Fe也是该合金中的有害元素,在材料中会形成针状或网状的富铁相,Al-Si-Mg合金的开裂机理表明拉伸断裂是由共晶硅和富铁金属间化合物颗粒的断裂引起的,在合金受到外力的条件下富铁相容易产生应力集中,而且富铁相和针状共晶Si相的交界处容易产生裂纹,对合金的力学性能和伸长率有很大的影响。微量元素Sr、Ce、Er、Sc、Zr可以将粗片状共晶硅调整成纤维状的结构以此改善合金的综合性能,但是Sr、Ce、Er、Sc、Zr等元素价格昂贵,限制了其在实际生产上的应用。且上述元素也不能很好地改善Fe的有害作用。另外,目前Al-Si-Mg系铝合金大多采用固溶和单级时效的方式进行热处理,这种一次固溶时效工艺操作简单,将固溶淬火后的过饱和固溶体合金直接在高温下时效,强化相核心数目少,析出相分布不够均匀,获得的组织均匀性差,抗拉强度、屈服强度、条件屈服强度、断裂韧性很难得到良好的配合,不能使合金得到最佳的性能,且时效周期过长,造成能源浪费。

发明内容

[0004] 本发明的目的是在不使用Sc、Er、Ce、La等昂贵价格的元素的前提下改善铸铝合金的组织与性能,克服现有技术的不足,提供了一种亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金及其制备方法,该铝合金在保持良好的力学性能条件下,提高材料的塑性。

[0005] 本发明亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金,按质量百分比其材料成分构成如下:

[0006] Si 6.50~7.50%,Mg 0.45~0.7%,Ti 0.10~0.20%,Sn 0.4~0.6%,Fe \leq 0.12% (杂质相),余量为铝。

[0007] 本发明亚共晶Al-Si-Mg-Ti-Sn铸造合金的制备方法,包括如下步骤:

[0008] 步骤1:制备合金铸锭

[0009] 1a、配料:按照配比量称取Al-Si中间合金、Al-Mg中间合金、Al-Ti中间合金、500目

纯度为99.9%的锡粉以及纯度为99.9%的工业纯铝；

[0010] 1b、涂料并干燥：按照九水硅酸钠(5%)+氧化锌(15%)+水(余量)的配比配置涂料，将涂料均匀的涂在石墨粘土坩埚、熔炼工具和模具上，并将石墨粘土坩埚放在熔炼炉中干燥；此外，步骤1a称取好的合金磨去表面氧化层后置于200-300℃的干燥箱干燥预热；

[0011] 1c、熔炼铸造：将Al-Si中间合金和纯铝依次加入已预热至300℃的石墨粘土坩埚内，纯铝置于Al-Si中间合金的上方，而后随炉升温至730℃，待全部熔化后保温静置20min；随后将Al-Ti中间合金加入已熔化的合金熔液中；最后将铝箔包裹住的Al-Mg中间合金快速放入熔化的合金熔液中并用扒渣勺将其按入合金熔液的底部，以减少氧化烧损；充分搅拌，调整炉温至720℃并保温静置20min；

[0012] 1d、精炼：用扒渣勺将合金熔液表层浮渣快速除去，随后加入 C_2Cl_6 (占总质量的1%-1.5%)精炼除气，于720℃静置保温10-20min，除渣；

[0013] 1e、浇注：将预热至150℃的500目锡粉放入铝水包底部，快速地将精炼后的合金熔液冲入铝水包，再次静置除气保温5min；将合金熔液浇注到预热至200-300℃的金属模具中，得到合金铸锭；

[0014] 步骤2：固溶处理+预时效处理+多级时效处理

[0015] 将所得合金铸锭依次进行固溶处理、预时效处理和多级时效处理。固溶处理工艺为：540℃固溶保温6h，随后用80℃水淬，淬火时间1min；预时效处理工艺为：将淬火后的合金铸锭升温至100℃保温3小时；多级时效处理工艺为：依次于130℃保温2h、155℃保温2h，出炉空冷。

[0016] 本发明方法的设计依据：

[0017] 通常铝合金的性能优可通过成分设计和改善热处理工艺来实现的，其中成分设计是微量添加一些合金元素来改善基体形态以及形成强化相以达到提高强度、塑性等目的；而传统的一次固溶时效不能使合金得到最佳的性能，通过分级时效可以在合金中获得更高密度的G.P区，随后沉淀相的核心从而提高了组织的均匀性，使合金的综合力学性能得到提升。本发明以添加微量元素0.4~0.6Sn以及配合固溶+多级时效热处理来改善粗大的共晶Si相和Fe对该合金的影响。一方面，合金中Fe元素作为杂质元素主要以针状 β (Al_5FeSi)相以及针状或网状形式为主的Al-Mg-Fe-Si相存在，富铁相的存在是材料易断裂的主要原因之一，而Sn元素的加入能够与Fe形成 Fe_2Sn ，以此来减少及破碎富铁相以此改善材料的塑性；共晶硅借助铝合金中的杂质相(富铁相、ACP相及氧化物薄膜)作为形核点进行形核与长大，而Sn元素的添加破碎及减少Fe等杂质相，使得Si原子在形核和生长的过程中受阻，从而致使共晶硅的形貌变得细化且更加圆润。另一方面，由于Sn元素在铝合金中的固溶度小，大部分会以 β -Sn相存在，在热处理后 β -Sn相聚集在球状化的初生Si和共晶Si周围，有些会形成网状组织获得Sn包Si组织结构，这种软包硬和软硬相间的结构可以提高材料的塑性和耐磨性；合金中的部分Sn元素可以与合金中的Mg元素结合形成 Mg_2Sn 相，形成的 Mg_2Sn 相可以一定程度上提高材料的塑性；Ti在铝合金中生成 $TiAl_3$ ，在凝固过程中 $TiAl_3$ 起到异质形核作用，给 α -Al初相提供形核点，细化晶粒，提高合金的性能。所述Ti的质量分数优选为0.10~0.20%。最后，对本发明的铸态合金进行预时效+多级人工时效处理，在时效前进行100℃保温3h预时效处理，由于Fe元素在铝基体中的固溶度很低，因此合金中的含铁相在固溶过程中很少发生回溶，晶界处的杂质相Fe元素在Sn原子的作用下生成细小破碎的 Fe_2Sn ，

在100℃预时效的保温过程中过饱和固溶体合金形成足够多的第二相核心,稳定了含铁杂质相破碎细小的形态,减小了Fe元素对合金的负面影响;多级时效处理第一阶段,时效温度为130℃保温时间2h,在此时效过程中,随着Sn、Si等元素的析出将空位释放使GP区继续长大,成为亚稳相,在预时效形成足够多核心的基础上,析出相的弥散度高,此时共晶硅的形貌由粗大不规则的形状逐渐形成分布均匀的、较为细小的、趋于圆形状的颗粒。第二阶段155℃保温2h时效时,析出更多的 Mg_2Si , Mg_2Sn 、共晶硅等细小圆润强化相分布弥散而均匀,从而导致材料强度和塑性都得到提高。

[0018] 与已有技术相比,本发明的有益效果体现在:

[0019] 1、本发明在Al-Si-Mg合金中加入0.4~0.6Sn元素,改变了Si相形态分布,与Fe形成 Fe_2Sn ,减少及破碎了富铁相,使合金断裂方式呈由脆性断裂向韧性断裂转变的趋势,在保证材料良好的力学性能同时,改善其塑性,使材料能更广泛的应用于汽车零部件的制造。

[0020] 2、本发明将预热150℃后的500目锡粉放入铝水包底部,快速将精炼后的合金溶液冲入铝水包,并静置除气,减少了Sn高温停留时间,减少了与周围空气的直接接触,Sn的氧化烧损少,能充分发挥其有益作用。采用500目Sn粉较之Al-Sn中间合金块体,大幅增加了与溶液的接触面,加速了熔化和均匀化速度,Sn元素可在铝水包中实现均匀分布。

[0021] 3、本发明在100℃保温3h的预时效处理,稳定了细小破碎的含铁杂质相形状,减小了Fe元素对材料伸长率的负面影响,增加了析出相核心数量,对后续时效过程及时效相的弥散均匀分布提供了条件。经预时效和分段时效后,晶界处的杂质相Fe元素变为细小破碎的 Fe_2Sn , Mg_2Si 、共晶硅等细小圆润强化相分布弥散而均匀,合金强度和塑性都得到提高。普通的Al-Si-Mg-Ti铸铝合金经常规的T6处理后其抗拉强度为245MPa以下,伸长率8%以下。本发明合金经上述多段时效处理后抗拉强度最低为256.2MPa,伸长率最低为8.6%。

[0022] 4、本发明避免了Sc、Er、Ce等昂贵价格元素的加入,有效地降低了合金的成本。

具体实施方式

[0023] 本发明实施例1-6中铝合金的材料成分按质量百分比构成见下表1:

[0024] 表1实施例1-6中合金的原料按按质量百分比构成

式样编号	合金成分 (质量分数, %)						热处理工艺	
	Si	Mg	Ti	Sn	Fe	Al	预时效	多级时效
实施例 1	6.5	0.45	0.1	0.4	≤0.12	Bal.	100℃ 保温 3h	130℃ 保温 2h+155℃ 保温 2h
实施例 2	6.5	0.45	0.1	0.5	≤0.12	Bal.	100℃ 保温 3h	130℃ 保温 2h+155℃ 保温 2h
[0025] 实施例 3	6.5	0.45	0.2	0.4	≤0.12	Bal.	100℃ 保温 3h	130℃ 保温 2h+155℃ 保温 2h
实施例 4	7.0	0.5	0.2	0.4	≤0.12	Bal.	100℃ 保温 3h	130℃ 保温 2h+155℃ 保温 2h
实施例 5	7.5	0.5	0.2	0.5	≤0.12	Bal.	100℃ 保温 3h	130℃ 保温 2h+155℃ 保温 2h
实施例 6	7.5	0.5	0.2	0.6	≤0.12	Bal.	100℃ 保温 3h	130℃ 保温 2h+155℃ 保温 2h

[0026] 实施例1:

[0027] 本实施例按如下步骤制备Al-Si-Mg-Ti-Sn合金:

[0028] 步骤1:制备合金铸锭

[0029] 1a、配料:按照配比量称取Al-Si中间合金、Al-Mg中间合金、Al-Ti中间合金、500目纯度为99.9%的锡粉以及纯度为99.9%的工业纯铝;

[0030] 1b、涂料并干燥:按照九水硅酸钠(5%)+氧化锌(15%)+水(余量)的配比配置涂料,将涂料均匀的涂在石墨粘土坩埚、熔炼工具和模具上,并将石墨粘土坩埚放在熔炼炉中干燥;此外,步骤1a称取好的合金磨去表面氧化层后置于200-300℃的干燥箱干燥预热;

[0031] 1c、熔炼铸造:将Al-Si中间合金和纯铝依次加入已预热至300℃的石墨粘土坩埚内,纯铝置于Al-Si中间合金的上方,而后随炉升温至730℃,待全部熔化后保温静置20min;随后将Al-Ti中间合金加入已熔化的合金熔液中;最后将铝箔包裹住的Al-Mg中间合金快速放入熔化的合金熔液中并用扒渣勺将其按入合金熔液的底部,以减少氧化烧损;充分搅拌,调整炉温至720℃并保温静置20min;

[0032] 1d、精炼:用扒渣勺将合金熔液表层浮渣快速除去,随后加入 C_2Cl_6 (占总质量的1%-1.5%)精炼除气,于720℃静置保温10-20min,除渣;

[0033] 1e、浇注:将预热至150℃的500目锡粉放入铝水包底部,快速地将精炼后的合金熔液冲入铝水包,再次静置除气保温5min;将合金熔液浇注到预热至200-300℃的金属模具中,得到合金铸锭;

[0034] 步骤2:固溶处理+预时效处理+多级时效处理

[0035] 将所得合金铸锭依次进行固溶处理、预时效处理和多级时效处理。固溶处理工艺为:540℃固溶保温6h,随后用80℃水淬,淬火时间1min;预时效处理工艺为:将淬火后的合金铸锭升温至100℃保温3小时;多级时效处理工艺为:依次于130℃保温2h、155℃保温2h,出炉空冷。

[0036] 实施例2:

[0037] 本实施例配料见表1。

[0038] 本实施例制备方法同实施例1。

[0039] 实施例3:

[0040] 本实施例配料见表1。

[0041] 本实施例制备方法同实施例1。

[0042] 实施例4:

[0043] 本实施例配料见表1。

[0044] 本实施例制备方法同实施例1。

[0045] 实施例5:

[0046] 本实施例配料见表1。

[0047] 本实施例制备方法同实施例1。

[0048] 实施例6:

[0049] 本实施例配料见表1。

[0050] 本实施例制备方法同实施例1。

[0051] 实施例1中, Si的质量百分比为6.5%, Si元素可以保证合金具有较好的流动能力。加入Sn元素后, 由于Sn元素在铝合金中的固溶度小, 在合金溶液凝固过程中扩散率高, 降低了该合金的固液转变温度, 从而影响了共晶硅的形核与生长, 使原本合金基体中的粗大共晶硅相变得细小圆润, 与杂质元素Fe生成的 Fe_2Sn 破碎了原先在晶界处网状的针状的 β (Al_5FeSi) 相以及网状或针状的Al-Mg-Fe-Si相, 改善了材料的塑性; 在热处理后 β -Sn相聚集在球状化的初生Si和共晶Si周围, 形成的网状组织Sn包Si的组织结构, 这种软包硬和软硬相间的结构可以提高材料的塑性和耐磨性; 为测试Al-6.5Si-0.45Mg-0.1Ti-0.4Sn合金的力学性能, 对其进行室温拉伸试验。将经过热处理后的拉伸试棒在型号为CMT-5105电子万能实验机上进行, 拉伸速度为2mm/min。重复测试3个相同处理方式的合金试棒并取平均值, 所得力学性能指标为: 抗拉强度为256.2MPa, 伸长率8.6%。

[0052] 实施例2中, Sn的含量较实施例1中增加了25%, 其他元素的含量没有改变。 Fe_2Sn 相增多提高了Sn对富铁相的破碎效果; 同时合金中的 Mg_2Sn 相含量增多, Sn包Si的软包硬或者软硬相间的组织增加, 材料的塑性较之例1进一步加强。其经过热处理后的试样的力学性能指标为: 抗拉强度为242.3MPa, 延伸率为9.2%。

[0053] 实施例3中, 较之实施例1合金中的Ti元素含量由1%增加到2%, Sn的含量没有变化。Ti作为细化剂, 使共晶硅的形貌变得更加细小且分布均匀; 在经过热处理后析出相的弥散度明显提高, 保证了合金具有较好的强度和延伸率。材料热处理后的试样的力学性能指标为: 抗拉强度为267.3MPa, 延伸率为9.2%。

[0054] 实施例4中, 与实施例3相比, Si的含量增加了约8%, 其铸造性能进一步得到提升。与实施例3相比, Mg的含量也有所提高, 即合金中强化相的含量提高。热处理后析出较多的 Mg_2Si 强化相, 合金元素的强化效果得到提升。所得到的热处理后的试样的力学性能指标为: 抗拉强度为277.4MPa, 延伸率为8.9%。

[0055] 实施例5中, 较之实施例4, Si的含量增加了7%, Sn元素的含量增加了25%, 同时增加Si和Sn的含量, 使得更多的 β -Sn相聚集在初晶Si、共晶Si周围形成网状组织, 铸态组织经

热处理后,获得更多的软包硬或者软硬相间的组织结构。材料经过热处理后,抗拉强度为271.5MPa,伸长率为8.7%。

[0056] 实施例6中,较之实施例4中,Sn的含量增加了50%,其他元素含量不变。由于合金中的Sn元素进一步提高,其基体中的 Fe_2Sn 相变得更多,破碎了更多的富铁相,同时基体中Sn包Si的软包硬或者软硬相间的组织增加。其经过热处理后的试样的力学性能指标为:抗拉强度为269.7MPa,延伸率为10.8%。