

# 一种新型 Al-Mn-Mg 合金管材退火工艺的研究

Research on Annealing Institution of the  
New Al-Mn-Mg Alloy Pipe

莫建新<sup>1</sup>, 潘清林<sup>1</sup>, 李建湘<sup>2</sup>, 杨志兵<sup>2</sup>, 范 曦<sup>1</sup>

(1 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;

2 中山市金胜铝业有限公司, 广东 中山 528463)

MO Jianxin<sup>1</sup>, PAN Qinglin<sup>1</sup>, LI Jianxiang<sup>2</sup>, YANG Zhibing<sup>2</sup>, FAN Xi<sup>1</sup>

(1 School of Materials Science and Engineering, Central South University,

Changsha 410083, China; 2 Jeoshion (zhongshan) Aluminium

Factory, Zhongshan 528463, Guangdong, China)

**摘要:** 通过力学性能测试以及光学显微镜、透射电镜观察, 研究了不同退火工艺对 Al-Mn-Mg 合金管材显微组织和力学性能的影响。结果表明: 300℃ 以下退火时, 合金中只发生不同程度的回复; 300~400℃ 退火时, 发生部分再结晶; 在 400℃ 退火时, 有大量含 Mn 相粒子析出, 起弥散强化作用; 合金在 400℃ 退火处理 1h 后, 能获得较好的综合力学性能和细小的等轴晶组织。

**关键词:** Al-Mn-Mg 合金; 退火温度; 力学性能; 显微组织

**中图分类号:** TG 146.21 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2011)07-0026-05

**Abstract:** Influence of annealing on the microstructure and mechanical properties of the Al-Mn-Mg alloy was studied by mechanical properties test, OM and TEM observation. The results show that after annealed below 300℃, alloy happens only with recovery, and annealed at 300~400℃, the recrystallization happens now. A large amount of manganiferous particles precipitate during annealing at 400℃, which play the role of dispersion strengthened. After annealed at 400℃ for 1h, alloy has fine equiaxial grain structure with full recrystallization and also posses better mechanical properties.

**Key words:** Al-Mn-Mg alloy; annealing temperature; mechanical property; microstructure

定影辊是复印机和激光打印机定影器的重要组件之一, 国内外曾大多使用 5052 或 5056 合金来制造定影辊, 但由于该类合金在使用中易发生热变形, 所以通常壁厚较厚, 这导致在开机预热等待时间长。日本采用导热性和加工性好的 Al-Mn-Mg 系合金来制造定影辊。但近年来从节能角度出发, 定影辊向薄型化、轻量化发展, Al-Mn-Mg 系铝合金的强度又不能完全满足要求, 阻碍了激光打印机复印机等现代化办公设备的高速发展。为此, 项目组在 Al-Mn-Mg 基合金基础上, 通过对其主要元素含量的优化, 研制出可同时获得较高强度、优良热稳定性和热疲劳性能的定影辊用铝合金。通常管材以退火状态供货, 其典型的室温抗拉强度大于 190 MPa、伸长率不小于 18%。

大量研究表明<sup>[1~8]</sup>, 不同的退火条件对合金的组织 and 性能有重要影响。而退火过程中析出的弥散相, 对合金的再结晶行为、织构、晶粒尺寸以及合金的力学

性能都有着强烈的影响<sup>[9~12]</sup>。徐丽珠等<sup>[13]</sup>在研究退火工艺对 3003 铝合金的组织及力学性能的影响时发现, 3003 合金的再结晶开始温度为 360℃ 左右, 再结晶终了温度为 460℃ 左右。张新民<sup>[14]</sup>等在研究退火过程中 AA3003 铝合金的析出与再结晶时发现, 在 300℃ 退火时, 析出发生在再结晶开始之前, 导致再结晶晶粒粗大; 而在 500℃ 退火时, 再结晶发生在析出之前, 并可获得晶粒细小的再结晶组织。本工作对该合金管材采取不同的退火制度进行退火, 利用金相显微镜和透射电镜观察等手段, 找出退火制度与组织、性能的对应关系, 为制定合理的生产工艺提供依据。

## 1 实验

实验所用材料由中山市金胜铝业提供, 合金成分列于表 1。管材的生产工艺流程为: 熔炼 → 铸造 → 均

匀化→热挤压→冷拉拔→稳定化退火。将冷拉拔管材试样分别按 50、100、150、200、250、300、350、400、450、500℃加热 1h 以及 400℃下加热 1~3h 的制度进行退火处理,然后进行力学性能测试和显微组织观察与分析。

表 1 合金的化学成分(质量分数/%)

|   |     |      |      |      |      |         |
|---|-----|------|------|------|------|---------|
| Table 1 Chemical composition of alloy (mass fraction/%) |     |      |      |      |      |         |
| Mn  | Mg  | Fe   | Si   | Cu   | Ni   | Al      |
| 1.1   | 1.0 | 0.35 | 0.22 | 0.25 | 0.24 | Balance |

拉伸力学性能实验在 CSS-44100 电子万能材料实验机上完成,实验过程按照 GB228—87《金属拉伸实验方法》的有关规定进行,试样为纵向取样,每个状态取 3 个试样。拉伸性能测试在室温下进行,拉伸速率为 2mm/min。硬度测试在 MV401 维氏硬度实验机上进行,每个样品硬度值取 5 个不同点的数据平均。金相试样观察面为管材的纵截面,经机械抛光后进行电解抛光和阳极膜,电解抛光液为 10mLHClO<sub>4</sub>+90mL 无水乙醇,膜液为 30mLHBF<sub>4</sub>+200mLH<sub>2</sub>O。TEM 组织观察在 TECN AI G<sup>2</sup> 20 电镜上进行,透射电镜样品经机械预减薄后双喷穿孔而

成,电解液为硝酸:甲醇(容积比为 1:3),温度为 -20℃以下。

2 实验结果

2.1 合金的力学性能

图 1(a) 为合金管材经不同温度退火后的硬度随退火温度的变化曲线。从图 1(a) 可以看出,随着退火温度升高,刚开始硬度缓慢降低,在 300℃开始急剧下降,至 400℃硬度下降趋于平缓,变化不大。从硬度随退火温度变化的曲线上看,在 300℃和 400℃存在明显的拐点,因而可以认为 300℃是合金管材再结晶开始温度,400℃是合金管材再结晶终了温度。图 1(b) 为合金管材经不同温度退火后的抗拉强度、屈服强度、伸长率随退火温度的变化曲线。由图 1(b) 可明显看出合金管材的抗拉强度、屈服强度总的趋势均随退火温度的升高而降低,伸长率总的趋势是随退火温度的升高而升高。在低于 300℃退火时,合金管材的抗拉强度、屈服强度比未退火态只有少量下降,伸长率有少量增加;当退火温度高于 300℃时,合金管材的抗拉强度、屈服强度迅速下降,伸长率迅速增加;在 400~500℃区间内退火时,合金管材的力学性能逐渐趋于稳定。

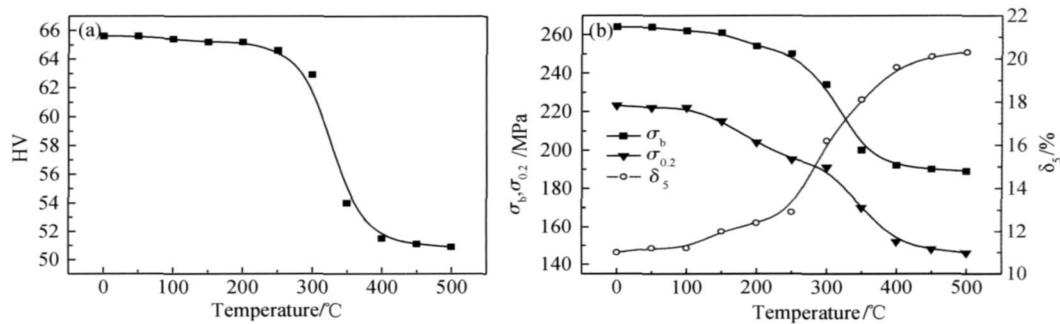


图 1 不同温度退火 1h 后合金的力学性能 (a) HV; (b) σ<sub>b</sub>, σ<sub>0.2</sub>, δ<sub>5</sub>

Fig. 1 Mechanical properties of alloy at various annealing temperatures for 1h (a) HV; (b) σ<sub>b</sub>, σ<sub>0.2</sub>, δ<sub>5</sub>

图 2(a) 为合金管材在 400℃下经不同时间退火后的硬度随退火时间的变化曲线。从图 2(a) 可以看出,随时间的延长,合金的硬度值基本保持稳定。图 2(b) 为合金管材 400℃下经不同时间退火后的抗拉强度、屈服强度、伸长率随退火时间的变化曲线。由图 2(b) 可看出,合金管材的抗拉强度、屈服强度随退火时间的延长稍微降低,伸长率随退火时间的延长稍微增大。从图 2(a) 和图 2(b) 可看出,退火时间对合金的力学性能影响不大。

2.2 合金的光学显微组织

图 3 所示为不同温度退火后管材纵截面的光学显

微组织。可以看出:拉拔态的光学显微组织为纵向分布的变形组织(图 3(a)); 200℃退火 1h 后,合金管材仍然为沿加工方向拉长的晶粒,与未退火的拉拔态类同(图 3(b)); 300℃退火 1h 后,为部分再结晶和变形组织的混合组织(图 3(c)),合金已经开始发生再结晶; 400℃退火 1h 后,管材中均为细小的等轴晶粒(图 3(d)),且分布均匀,显示为完全再结晶的特征。500℃退火 1h 后(图 3(e)),与图 3(d) 相比,再结晶的晶粒尺寸没有明显变化。

图 4 所示为 400℃下不同时间退火后管材纵截面

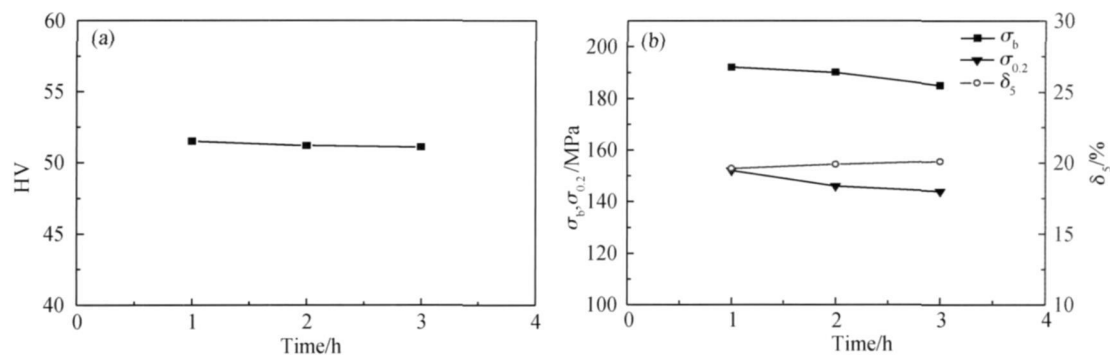


图 2 不同时间退火后合金的力学性能 (a)HV;(b) $\sigma_b$ 、 $\sigma_{0.2}$ 、 $\delta_5$   
Fig. 2 Mechanical properties of alloy at various annealing time (a)HV;(b) $\sigma_b$ 、 $\sigma_{0.2}$ 、 $\delta_5$

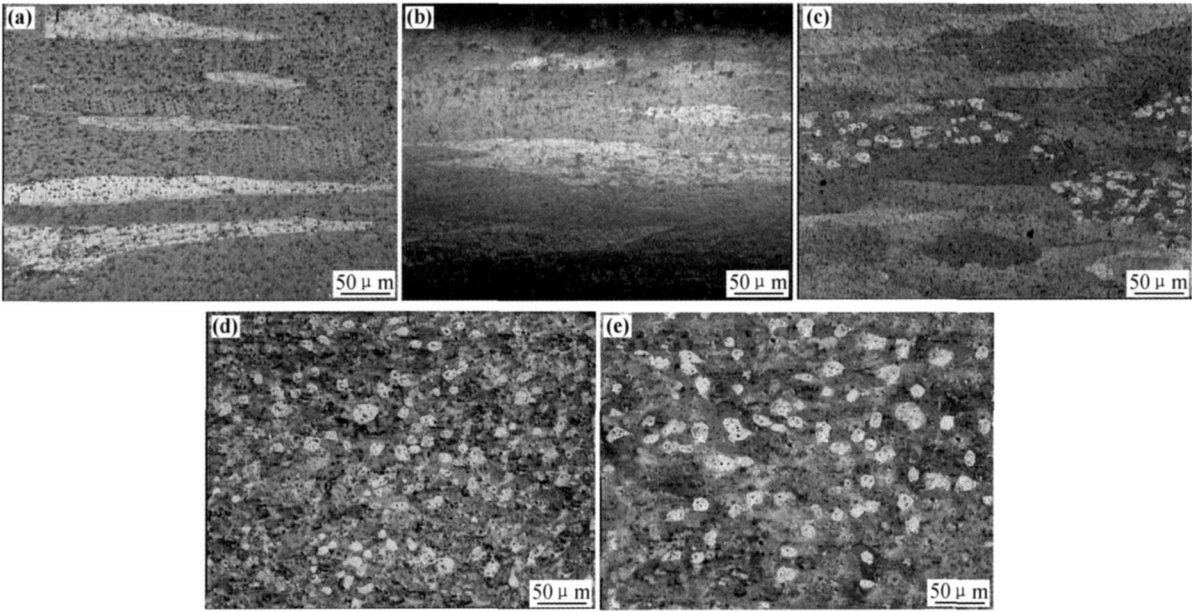


图 3 不同温度退火 1h 后合金的显微组织 (a)未退火;(b)200℃;(c)300℃;(d)400℃;(e)500℃  
Fig. 3 Microstructures of alloy at various annealing temperatures for 1h  
(a)unannealed;(b)200℃;(c)300℃;(d)400℃;(e)500℃

的金相显微组织。从图中可以看出,合金基本为完全再结晶组织,随着时间的延长,晶粒稍微长大。这说

明,在一定的退火温度(400℃)下,再结晶只是在退火保温初期进行得比较激烈,至1h后已基本完成,过分

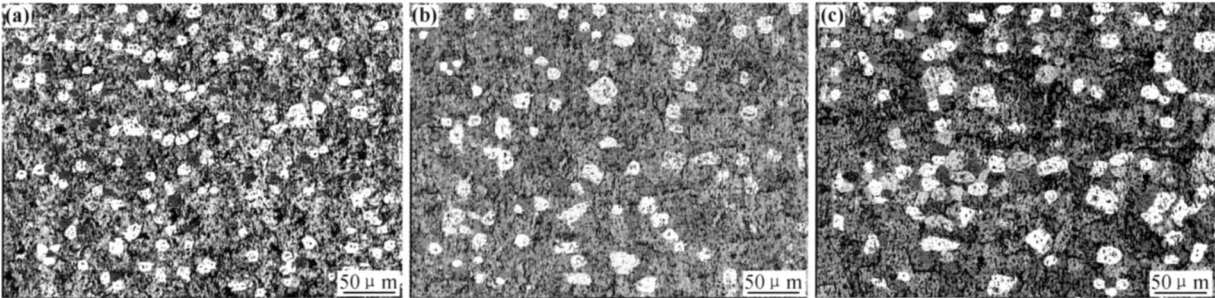


图 4 不同时间退火后合金的显微组织 (a)1h;(b)2h;(c)3h  
Fig. 4 Microstructures of alloy at various annealing time (a)1h;(b)2h;(c)3h

延长保温时间的意义不大。

2.3 合金的 TEM 显微组织

图 5 所示为不同温度退火后管材纵截面的 TEM 显微组织。可以看出,在未退火的拉拔态管材中,存在大量位错杂乱排列形成的复杂空间网络,它们纠集缠结

在一起成为胞状亚结构(图 5(a));经 200℃退火 1h 后,缠结的位错逐渐构成形变晶界,形成有边界的亚胞结构(图 5(b));当退火温度为 350℃时,形成了许多位相差很小的亚晶组织(图 5(c)),400℃退火后可以看到有许多第二相粒子析出(图 5(d)),分布于晶内及晶界上。

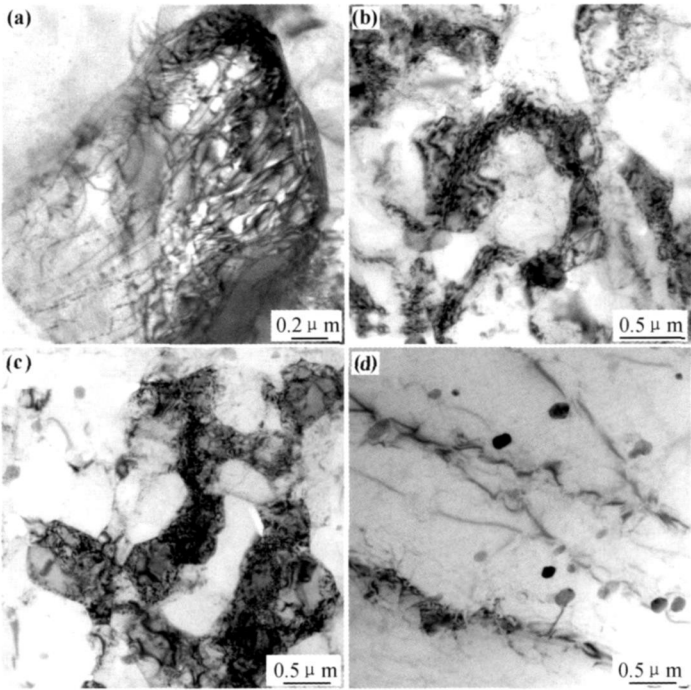


图 5 不同温度退火 1h 后合金的 TEM 像 (a) 未退火; (b) 200℃; (c) 350℃; (d) 400℃

Fig. 3 TEM images of alloy at various annealing temperatures for 1h (a) unannealed; (b) 200℃; (c) 350℃; (d) 400℃

2.3 合金的第二相

图 6 为合金管材在 400℃退火 1h 后的 X 射线衍射谱。对 XRD 谱的物相分析结果表明,合金中的  $\alpha$ -Al<sub>12</sub>(MnFe)<sub>3</sub>Si 相为主要析出相。

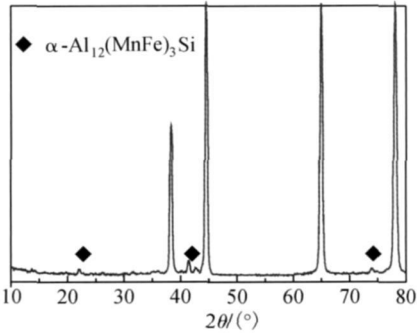


图 6 合金在 400℃退火 1h 后的 X 射线衍射谱

Fig. 6 XRD analysis of alloy annealed at 400℃ for 1h

图 7 为合金管材 400℃退火 1h 后的析出相形貌。由图中可看出,合金中存在大量第二相粒子,对这些粒子大量能谱分析表明,都是含 Al, Mn, Fe, Si 的粒子,

结合 XRD 谱以及相关文献资料<sup>[15-17]</sup>,可以确定这些第二相粒子大部分为  $\alpha$ -Al<sub>12</sub>(MnFe)<sub>3</sub>Si 相。

3 分析与讨论

由前面的实验结果可知,合金的组织与性能主要受退火温度的影响,而退火时间对合金的组织与性能影响不大。随着退火的进行,形变金属中储存的畸变能逐步得到释放,其释放速率随时间的延长而下降。在退火初期,能量释放速度快,释放大,材料的硬度下降显著;随保温时间的延长,畸变能减少,系统趋于稳定状态,材料的硬度变化不大。因此,在一定的退火温度(400℃)下,再结晶只是在退火保温初期进行得比较激烈,至 1h 后已基本完成,过分延长保温时间的意义不大。

合金管材在冷拉拔过程中,由于大的塑性变形产生大量位错,它们纠集缠结在一起成为胞状亚结构,此时材料处于加工硬化状态,具有较高的强度和硬度。退火时,会消除板材内部的残余应力和内应变,并推动

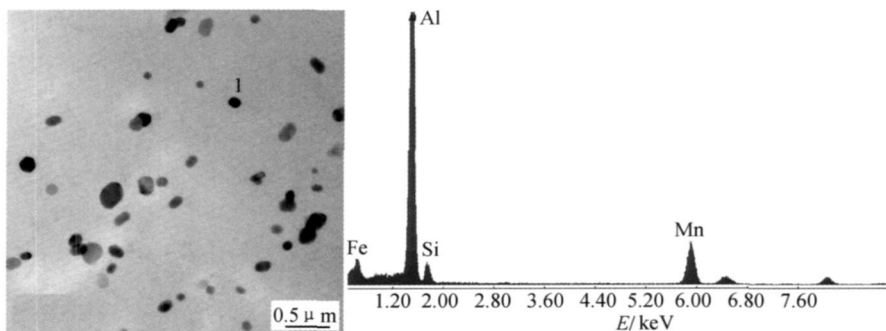


图 7 合金中的相粒子

Fig. 7 Secondary phase particles in the alloy

位错的运动,在运动过程中使得一部分柏氏矢量相反的位错相遇并消失,或使一部分位错有序化形成位错网或位错墙。经 200℃退火 1h 后,缠结的位错逐渐构成形变晶界,形变胞内的位错倾向于移向胞壁,同时胞壁处缠结的位错逐渐形成比较平直而规则排列,形成有边界的亚胞结构,此时发生了回复过程,合金强度略有下降,塑性略有升高。随着退火温度升高,晶内的位错不断向胞壁处迁移,而胞壁处的位错规则化也进一步发展,位错的调整和排布,当规则化完成之后,形变胞演变成清晰的亚晶,为晶粒的合并形核创造了有利条件。

当温度升高到 400℃时,有许多含锰相粒子(主要为  $\alpha$ -Al<sub>2</sub>(MnFe)<sub>3</sub>Si 相)析出,这些质点对晶界起到了一种“钉扎”作用,严重阻碍了位错和晶界的迁移,因而也就阻止了晶粒的长大,从而推迟了再结晶过程,形成了细小的再结晶晶粒,同时也起着“弥散强化”作用。管材在 400~500℃退火时的光学显微组织也表明,在这个退火温度区间内,再结晶的晶粒尺寸没有明显变化,500℃时晶粒长大也不多,这也就是合金在 400℃以上仍然保持较高强度,并且力学性能比较稳定的原因。

针对上述实验结果,可进一步确定合金管材的最佳退火工艺为 400℃退火 1h。

#### 4 结论

(1) Al-Mn-Mg 合金管材在不同温度下退火时,随退火温度的升高,合金的抗拉强度和屈服强度降低,而延伸率增大,并在 400~500℃退火时,合金的力学性能比较稳定。此外,退火时间对合金管材的力学性能影响不大。

(2) Al-Mn-Mg 合金管材的开始再结晶温度为 300℃,再结晶终止温度为 400℃,作定影辊管材时退

火温度以 400℃为宜,此温度下,合金的力学性能能满足应用要求,  $\sigma_b \geq 190\text{MPa}$ ,  $\delta \geq 18\%$ ,且能获得细小的等轴晶组织。

(3) Al-Mn-Mg 合金管材在 400~500℃区间内退火时,合金力学性能稳定的原因是由于含 Mn 相质点析出,阻碍了位错和晶界的迁移,并弥散强化的结果。

#### 参考文献

- [1] 牟申周,徐国富,王森,等. 退火温度对 Al-6Mg-Sc-Zr 合金组织与性能的影响[J]. 中国有色金属学报,2007,17(11): 1827-1832.
- [2] GOMAA E, MOHSEN M, TAHA A S MOSTAFA M M. A study of annealing stages in Al-Mn (3004) alloy after cold rolling using positron annihilation lifetime technique and Vickers microhardness measurements[J]. Materials Science Engineering A, 2003, 362(1-2): 274-279.
- [3] ABDEL-HAMED M O. The effect of alloying with magnesium on the annealing behavior of aluminum alloys studied by positron lifetime technique[J]. Surface Review and Letters, 2007, 14(1): 43-47.
- [4] 靳丽,张新明,唐建国,等. 高温退火对阴极铝箔腐蚀性能的影响[J]. 中国有色金属学报,2003,13(2): 423-426.
- [5] 刘杨邦,苏学宽,黄晖,等. 退火温度对 Al-4.5Mg-0.7Mn-0.4Er-0.1Zr 铝合金组织与性能的影响[J]. 金属热处理,2008,33(12): 77-80.
- [6] 聂波,尹志民,姜锋,等. 稳定化退火工艺对铝镁钪合金力学和腐蚀性能的影响[J]. 材料热处理学报,2008,29(3): 58-61.
- [7] 赵卫涛,闫德胜,戎利建. 变形 Al-Mg-Sc-Zr 合金退火组织的 TEM 观察[J]. 金属学报,2005,41(11): 1150-1154.
- [8] 霍庆利,何树民,张晶,等. 3003-O 铝合金深冲带材退火制度的研究[J]. 轻合金加工技术,2007,35(10): 22-23, 56.
- [9] VATNE H E, ENGLER O, NES E. Influence of particles recrystallization textures and microstructures of aluminium alloy 3103[J]. Materials Science Technology, 1997, 13(2): 93-102.
- [10] 沈健,章四琪,卢斌,等. 3004 铝合金退火过程中的形核行为[J]. 材料科学与工艺,1995,3(4): 67-71.
- [11] 张新明,吴文祥,蹇雄,等. 退火过程中 AA3003 铝合金的析出行为[J]. 中国有色金属学报,2005,15(5): 675-679.

(下转第 55 页)

和隆起,这可能是形成的渗层厚度薄,表面的硬化层很快受到磨损,出现镍镀层组织;2号渗剂时,摩擦因数在前10min内比较平缓,约为0.40左右,此后上升到0.42最大值后,摩擦因数的曲线波动很小,磨痕表面没有明显的沟槽出现,有片状物脱落;3号渗剂时,摩擦因数在前13min内处于上升阶段,达到0.38的最大值,此后缓慢降低到0.35并处于平缓,磨痕表面没有明显的塑性变形,表面光滑;4号渗剂时,渗层的摩擦因数一直比较平稳,在0.25左右。

从以上的分析可看出,渗层的摩擦因数除了与镍镀层中铬、铝原子的固溶度有关,渗层组织随铝粉含量的增加由Ni(Cr,Al)固溶体转变为NiAl金属间化合物,增加了渗层的硬度,从而降低了渗层的摩擦因数。

3 结论

(1)采用镀镍-料浆包渗技术相结合对铜/镍镀层表面进行渗Cr,Al,制备Ni(Cr,Al)渗层。

(2)当渗剂中的铝粉含量在5%~20%时,渗层组织为Ni(Cr,Al)固溶体,晶面(200)出现明显的择优生长;当含量为25%时,组织由NiAl主相和少量Ni<sub>2</sub>Al<sub>3</sub>相混合组成。

(3)渗层显微硬度随渗剂中铝粉含量的增加,从HV170增加到HV970,分别为纯铜的2.5,11倍,摩擦因数由0.55下降到0.25,分别为纯铜的2/3,1/3;包渗过程由渗Cr为主的Cr-Al二元渗转变为渗Al为主的Al-Cr二元渗。

参考文献

[1] BATENIM R, MIRDAMADIS, ASHRAFIZADEH F. Oxidation behaviour of titanium coated substrate [J]. Surface and Coatings Technology, 2001, 139(2-3): 192-199.

(上接第30页)

[12] ZHANG D F, JING X P, HU Z C. Rolling and annealing texture of 3004 aluminium alloy[J]. Materials Science Forum, 2002, 408-412(2): 1477-1482

[13] 寇生中,徐丽珠,马英杰. 退火温度对冷轧态3003铝合金组织性能的影响[J]. 热加工工艺, 2008, 37(4): 55-60.

[14] 张新明,吴文祥,刘胜胆,等. AA3003铝合金的析出与再结晶[J]. 中南大学学报, 2006, 37(1): 1-5.

[15] CHEN S P, KUIJPERS N C W, WAN DE ZW AAG S. Effect of microsegregation and dislocations on the nucleation kinetics of precipitation in aluminium alloy AA3003[J]. Materials Science Engineering A, 2003, 341(1-2): 296-306.

[2] 任虎平,杨贵荣,宋文明. 铜及铜合金表面改性技术的研究进展[J]. 铸造, 2005, 54(3): 213-216.

[3] 石子源,丁志敏. 纯铜的表面弥散硬化及其性能[J]. 大连铁道学院学报, 1998, 19(1): 30-32.

[4] SUBRAMANIAM C, CAVALLARO G, WINKELMAN G. Wear maps for titanium nitride coatings deposited on copper and brass with electroless nickel interlayers [J]. Wear, 2000, 241(2): 228-233.

[5] 胡世菊,时海芳,李智超. 纯铜深层渗铝固溶时效的组织及性能[J]. 表面技术, 2008, 37(1): 48-50.

[6] 张毅,田保红,陈小红. 纯铜稀土催渗渗铝及其内氧化[J]. 铸造技术, 2006, 27(3): 134-136.

[7] 沈复初,毛志远,郇剑,等. 铜表面气体渗硅渗层的抗氧化性能研究[J]. 腐蚀科学与防护技术, 1997, 9(3): 163-167.

[8] KANG H K. Microstructure and electrical conductivity of high volume Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> reinforced copper matrix composites produced by plasma spray [J]. Surface and Coatings Technology, 2005, 190(2-3): 448-452.

[9] 张忠礼,赵娇玉,王艳燕,等. 纯铜热喷涂扩散渗铝层的显微组织[J]. 沈阳工业大学学报, 2008, 30(4): 437-442.

[10] 袁庆龙,张跃飞,苏永安. 纯铜等离子渗钛层的高温氧化[J]. 中国腐蚀与防护学报, 2005, 25(2): 103-105.

[11] 张跃飞,袁庆龙,陈飞,等. 纯铜双层辉光离子渗钛组织形成机理及性能分析[J]. 电子显微学报, 2004, 23(2): 163-167.

[12] WANG H X, CHU C L, LIN P H, et al. Effect Al Content on microstructure and properties of an intermetallic NiTi(Al) compound/ Ni graded coating deposited on copper substrate[J]. International Journal of Modern Physics B, 2009, 23(6-7): 1916-1923.

[13] 仲维卓,华素坤. 晶体生长形态学[M]. 北京: 科学出版社, 1999. 206.

收稿日期: 2010-01-03; 修订日期: 2011-02-23  
作者简介: 王红星(1971-), 男, 博士后, 主要从事复合材料制备及性能研究, 联系地址: 南京航空航天大学机电学院(210016)。E-mail: wang-zhao2000922@163.com

[16] 吴文祥, 张新明, 唐建国, 等. 3003 铝合金箔制备过程中的组织演变[J]. 金属热处理, 2006, 31(3): 36-39.

[17] HUANG H W, OU B L. Evolution of precipitation during different homogenization treatments in a 3003 aluminum alloy [J]. Materials and Design, 2009, 30(7): 2685-2692

收稿日期: 2010-03-12; 修订日期: 2011-02-25  
作者简介: 莫建新(1986-), 男, 硕士研究生, 主要从事高性能铝合金的研究, E-mail: 0603050319@163.com  
通讯作者: 潘清林(1964-), 男, 教授, 博士, 联系地址: 湖南长沙市中南大学材料科学与工程学院(410083), E-mail: pql@mail.csu.edu.cn