

6061铝合金金相组织浸蚀剂研究

郭佛保，索有喜，周兵锋，郭淑兰，白福臣

(东莞市润华铝业有限公司(广东润华轻合金有限公司)，东莞523000)

摘要：针对客户在采用公司生产的汽车零部件阀芯用6061-T6 ϕ 17.1 mm棒材进行金相组织检测时出现的问题，采用GB/T 3246.1-2012《变形铝及铝合金制品组织检验方法》推荐以及相关文献资料介绍的铝合金浸蚀剂，通过对各种金相浸蚀剂的验证对比，找出了本材料金相组织最佳浸蚀剂为Weck试剂+25% HNO₃溶液。经此浸蚀剂浸蚀后的试样表面色泽光亮，组织晶粒细小，晶界轮廓清晰，所得金相组织浸蚀效果满足了客户要求。试验发现，Weck浸蚀剂同样也适用于均匀化圆铸锭金相检测分析，采用Weck试剂浸蚀后均获得较完美的金相组织浸蚀效果。建议在修订新版《GB/T 3246.1 变形铝及铝合金制品组织检验方法》时，纳入Weck浸蚀剂。

关键词：6061铝合金；金相组织；浸蚀剂

中图分类号：TG115.21¹

文献标识码：B

文章编号：1005-4898(2020)05-0040-05

doi: 10.3969/j.issn.1005-4898.2020.05.09

0 前言

研究金属和合金的微观组织对深刻理解金属和合金的成分、组织和性能之间的关系具有十分重要的意义^[1]。采用不同的金相浸蚀剂呈现组织的效果也各不相同，找到一种最佳浸蚀对准确分析铝合金金相显微组织至关重要。

在汽车轻量化进程中，铝合金由于具有比强度高、耐腐蚀、可回收再利用以及成本低等特点，在汽车工业中具有广泛的应用前景^[2]。客户检测人员反馈，在采用GB/T 3246.1-2012标准中常用的6#试剂浸蚀对公司生产的汽车零部件阀芯用 ϕ 17.1 mm 6061-T6铝合金棒材进行金相组织检测分析（要求显微晶粒度 ≥ 4 级）时^[3]，试样金相组织的晶界无法呈现，晶粒度无法测试评级。针对客户反馈的问题，我公司采用GB/T 3246.1-2012《变形铝及铝合金制品组织检验方法》标准推荐的浸蚀剂以及国内外相关文献资料介绍的不同铝合金浸蚀剂进行了对比试验，最终找出了6061-T6铝合金金相组织最佳浸蚀效果的金相浸蚀剂。经我们确定的最佳浸蚀剂处理后，产品检验组织晶粒细小，晶界轮廓清晰，显微晶粒度测试评级为12.0级。客户用我们推荐的最佳金相浸蚀剂也测试出完美的金相组织，并对检测结果表示高度赞赏和认可。

下面就将6061-T6铝合金金相组织适用的浸蚀剂推荐给大家，供铝行业金相分析工作者参考借鉴。同时也建议在修订新版GB/T 3246.1《变形铝及铝合金制品组织检验方法》时，将Weck浸蚀剂纳入进来。

1 试验材料及方法

1.1 试验材料及其化学成分

将直径为178 mm的均匀化热处理后的6061铝合金铸棒于14 MN双动反向挤压机上进行挤压。冷却方式为在线室温水冷，挤压棒材规格为 ϕ 17.1 mm。

6061铝合金的主要合金元素是镁与硅，其强化相为Mg₂Si相。若含有一定量的锰与铬，可以中和铁的坏作用；有时还添加有少量的铜或锌，以提高合金的强度，同时又不使其抗蚀性有明显降低，而钛能细化晶粒与控制再结晶组织^[4]。 ϕ 17.1 mm 6061-T6铝合金棒的化学成分见表1。

合金化是降低合金成本、提高合金性能的主要方法，如Cr不仅可以起到变质作用，还可以阻碍再结晶的形成和长大，具有强化、改善合金韧性的作用；Mn能细化再结晶晶粒，形成金属间化合物，减少有害杂质的影响等^[5-6]。

作者简介：郭佛保（1987-），男，江西赣州人，大学本科，主要从事检测技术及应用研发工作。

收稿日期：2020-04-03

表1 $\phi 17.1\text{ mm}$ 6061-T6铝合金棒的化学成分(质量分数/%)

样品	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	其他		Al
									单个	合计	
Φ 17.1 mm 棒材	0.63	0.13	0.24	0.05	0.94	0.06	0.002	0.022	<0.02	<0.10	97.8
国标	0.40~0.8	≤0.7	0.15~0.40	≤0.15	0.8~1.2	0.04~0.35	≤0.25	≤0.15	≤0.05	≤0.15	余量

试验材料的力学性能如表2所示。

表2 试验材料力学性能

样品	抗拉强度 /MPa	屈服强度 /MPa	断后伸长率 /%	洛氏硬度 /HRB
Φ 17.1 mm 棒材	339	309	15.0	58.6
GB/T 3191 要求	≥260	≥240	≥8	-

1.2 试验方法

金相组织检验流程如下: 试样切割(取样)→清洗→镶嵌(冷镶嵌)→研磨→抛光→浸蚀→观察拍照。

截取长度约20 mm的试样, 乙醇清洗后用电吹风吹干放置在冷镶嵌模具内, 采用重量比为2:1的环氧树脂和固化剂液体混合搅拌均匀, 待液体透明后倒入冷镶嵌模内自然凝固硬化。试样经120#、600#、1 200#和2 400#水磨砂纸研磨处理后, 采用0.3 μm Al₂O₃粉与水的混合悬浮液将其表面抛光至镜面效果, 采用表3试验方案中所列的不同浸蚀剂进行浸蚀处理。

表3 试验方案

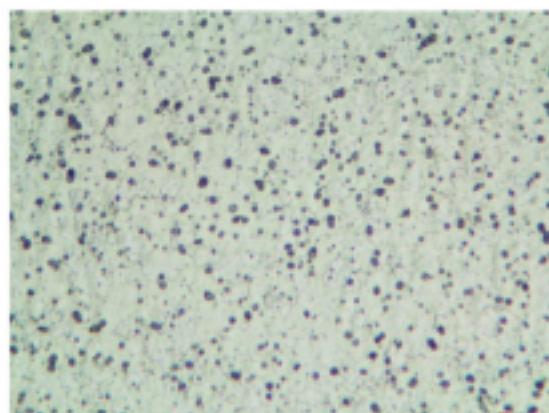
试验方案	浸蚀剂	浸蚀剂适用试验说明
1	50% HF溶液(GB/T 3246.1-2012标准, 2#浸蚀剂)+25% HNO ₃ 溶液	显示1xxx、3xxx合金的晶粒组织
2	Keller试剂(GB/T 3246.1-2012标准, 6#浸蚀剂)+25% HNO ₃ 溶液	(a) 显示1xxx、2xxx、3xxx、4xxx、5xxx、6xxx、7xxx及8xxx合金的一般组织。 (b) 显示2xxx、4xxx、6xxx、7xxx的晶粒组织
3	Week试剂(Week试剂配比: 100 mL水, 4 g高锰酸钾, 1 g氢氧化钠)	(a) Week试剂(着色试剂, 浸蚀剂具有强氧化性, 易获得晶界、化合物轮廓清晰组织), Week试剂能够同时显示晶粒和化学偏析, 显示2xxx、4xxx、6xxx、7xxx的晶粒组织。
4	Week试剂+25% HNO ₃ 溶液(GB/T 3246.1-2012标准, 5#浸蚀剂)	(b) Week试剂浸蚀后采用25% HNO ₃ 溶液洗去表面的浸蚀产物, 使浸蚀表面光亮。 (c) 0.5% HF溶液, 显示1xxx、2xxx、3xxx、4xxx、5xxx、6xxx、7xxx及8xxx合金的一般组织; 使浸蚀后晶界更清晰。
5	预浸蚀, 温度70 °C, 20 mL磷酸+9 mL硝酸+40 mL蒸馏水+着色Week试剂	预浸蚀处理, 抛光后试样采用预浸蚀试剂处理, 使浸蚀表面光亮, 加Week试剂着色。

2 试验结果和分析

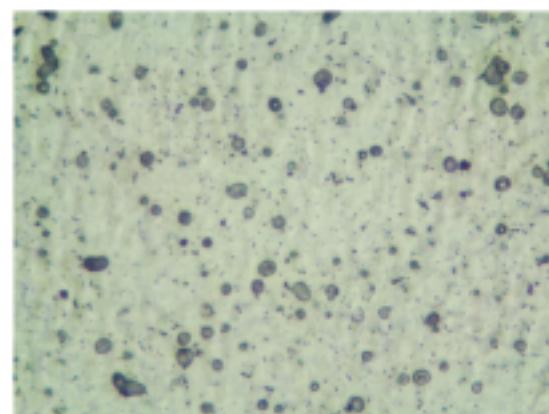
2.1 试验结果

按照表3逐一进行浸蚀试验。所有方案采用的浸蚀过程均大致相同: 浸蚀不同时间后用流动清水清洗, 再用镊子夹住沾有25% HNO₃溶液的棉花来回轻轻擦拭, 擦拭后再用流动清水清洗, 之后又用乙醇清洗, 然后用电吹风吹干。在倒置的金相显微镜下进行观察, 并在试样1/2半径处拍摄200倍和400倍金相组织照片。

(1) 方案1。采用50% HF溶液浸蚀, 试样表面与50% HF溶液反应剧烈, 产生大量的腐蚀气泡, 浸蚀时间约5 s。浸蚀后试样的金相组织如图1所示。从图中可以看出, 组织晶界轮廓不清晰, 组织中出现了许多因浸蚀化合物脱落形成的细小黑色坑洞。



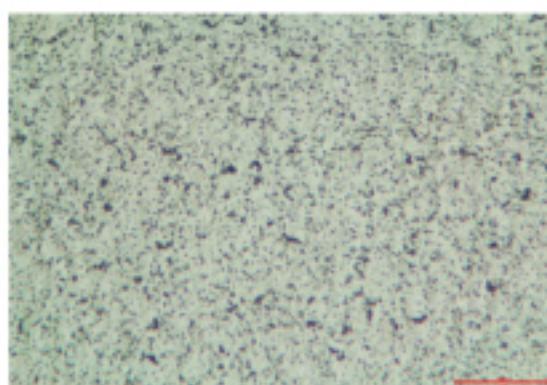
(a) 50%HF溶液-200倍



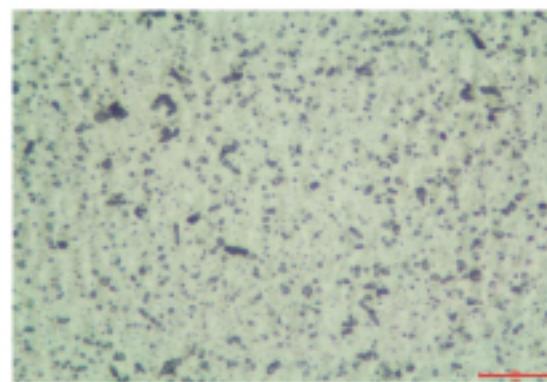
(b) 50%HF溶液-400倍

图1 方案1浸蚀后的金相组织

(2) 方案2。采用Keller试剂, 浸蚀时间约1.5 min。图2为浸蚀后的试样金相组织图。从图中可以看出, 试样组织晶界轮廓不清晰, 组织中出现了许多因浸蚀化合物脱落形成的细小黑色坑洞。



(a) Keller试剂-200倍



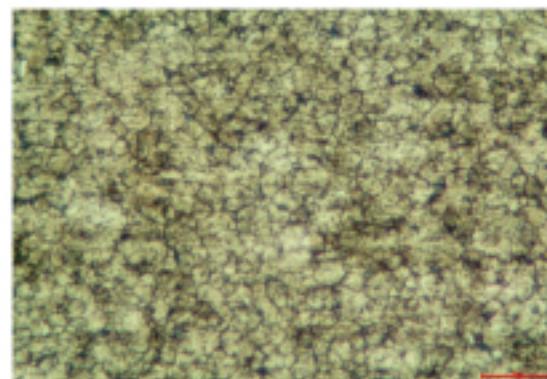
(b) Keller试剂-400倍

图2 方案2浸蚀后的金相组织

(3) 方案3。采用Weck试剂，浸蚀时间约10 s。浸蚀后试样的金相组织如图3所示。可以看出，浸蚀后试样表面呈金黄色，组织晶粒非常细小，晶粒轮廓清晰，在局部晶界位置可清晰辨别呈浅蓝色的细小化合物。



(a) Weck试剂-200倍



(b) Weck试剂-400倍

图3 方案3浸蚀后的金相组织

(4) 方案4。采用Weck试剂，浸蚀时间约10 s。浸蚀后试样的金相组织如图4所示：浸蚀后试样表面色泽光亮，组织晶粒非常细小，晶粒轮廓很清晰，局部晶界位置分布着黑色的细小化合物。

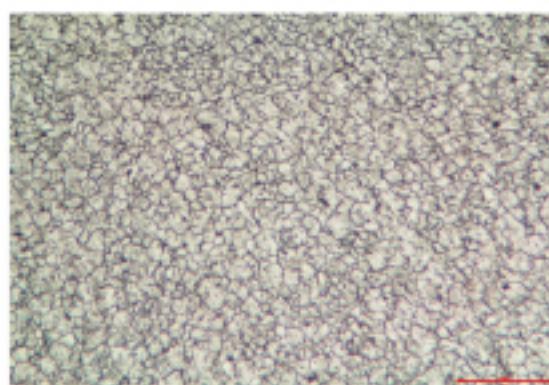
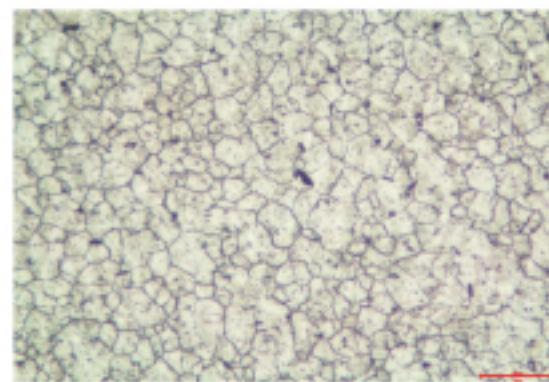
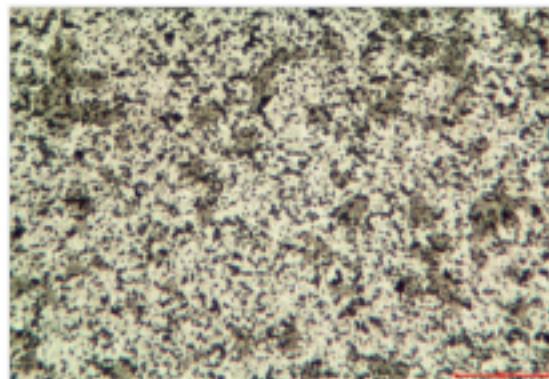
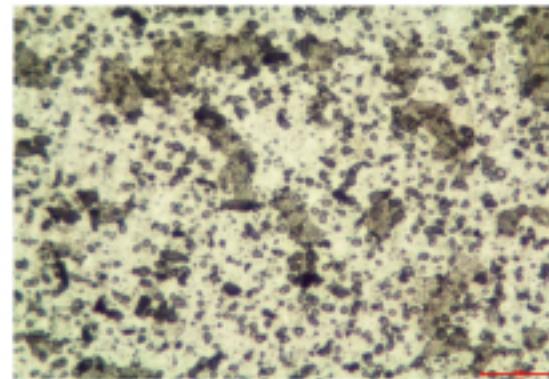
(a) Weck试剂浸蚀+25%HNO₃-200倍(b) Weck试剂浸蚀+25%HNO₃-400倍

图4 方案4浸蚀后的金相组织

(5) 方案5。在70 ℃下用20 mL磷酸+9 mL硝酸+40 mL蒸馏水溶液进行预浸蚀处理2 min，之后用流水冲洗、乙醇清洗，然后吹干；将预浸蚀处理后的铝合金金相试样浸入Weck试剂中8 s，待表面着色后用流水冲洗、乙醇清洗，最后吹干。图5为不同放大倍数下试样的金相组织图。从中可以看出，浸蚀后试样表面呈金黄色，组织晶界轮廓不清晰，组织中出现了大量的化合物浸蚀脱落的小黑坑，呈现过腐蚀形貌。

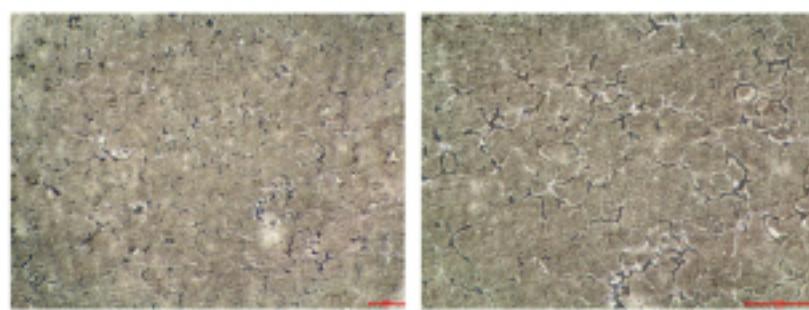


(a) 200倍

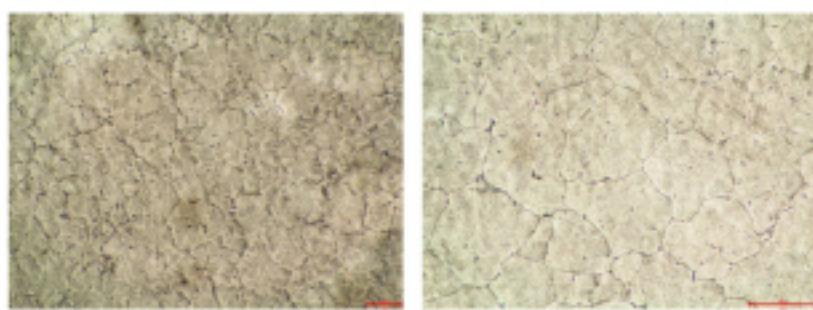


(b) 400倍

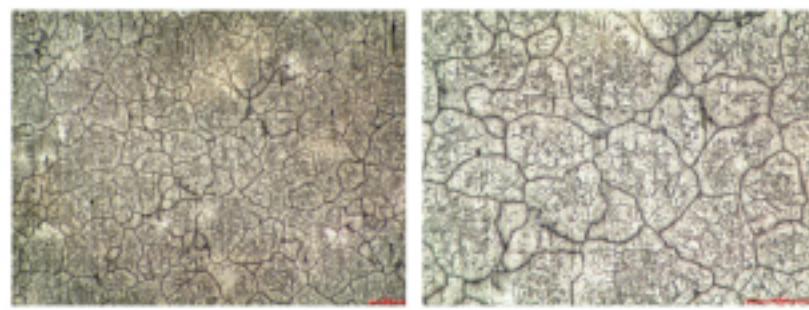
图5 方案5浸蚀后的金相组织



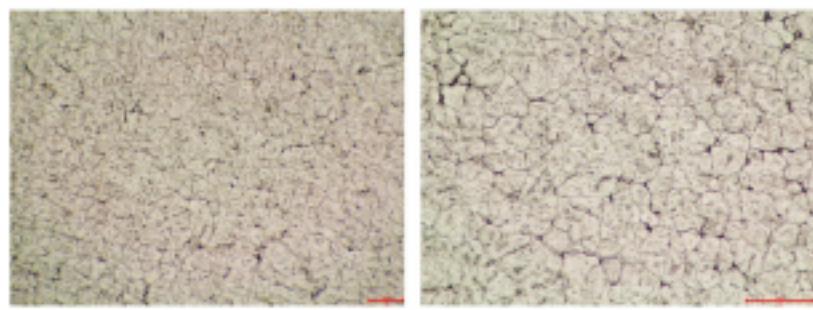
Weck 试剂+25%HNO₃-50倍 Weck 试剂+25%HNO₃-100倍
图6 2017合金均匀化铸造金相组织



Weck 试剂+25%HNO₃-50倍 Weck 试剂+25%HNO₃-100倍
图7 5052合金均匀化铸造金相组织



Weck 试剂+25%HNO₃-50倍 Weck 试剂+25%HNO₃-100倍
图8 6063合金均匀化铸造金相组织



Weck 试剂+25%HNO₃-50倍 Weck 试剂+25%HNO₃-100倍
图9 7050合金均匀化铸造金相组织

2.2 试验结果分析

对 6061-T6 ϕ 17.1 mm 棒材采用 5 种金相浸蚀剂进行了浸蚀处理，并对其效果进行了对比分析，结果如表 4 所示。

表4 不同浸蚀剂处理后的效果对比

试验方案	浸蚀剂	组织浸蚀	晶粒级别指数 G
1	50% HF 溶液 (GB/T 3246.1-2012 标准, 2# 浸蚀剂) + 25% HNO ₃ 溶液	组织晶界轮廓不清晰, 组织中出现了许多因浸蚀化合物脱落形成的细小黑色坑洞。	无法评级
2	Keller 试剂 (GB/T 3246.1-2012 标准, 6# 浸蚀剂) + 25% HNO ₃ 溶液	组织晶界轮廓不清晰, 组织中出现了许多因浸蚀化合物脱落形成的细小黑色坑洞。	无法评级
3	Weck 试剂 (Weck 试剂配比: 100 mL 水, 4 g 高锰酸钾, 1 g 氢氧化钠)	组织晶粒非常细小, 晶粒轮廓清晰, 局部晶界位置可清晰辨别呈浅蓝色的细小化合物。	12.0
4	Weck 试剂 + 25% HNO ₃ 溶液	组织晶粒非常细小, 晶粒轮廓很清晰, 局部晶界位置分布着黑色的细小化合物。	12.0
5	预浸蚀, 温度 70 °C, 浸蚀后试样表面呈金黄色, 组织晶界轮廓不清晰, 组织中出现大量的化合物浸蚀脱落的黑色 Week 试剂	组织晶界轮廓不清晰, 组织中出现了大量的化合物浸蚀脱落的小黑坑, 呈现过腐蚀形貌。	无法评级

从上述对比结果中可以看出, 6061-T6 ϕ 17.1 mm 棒材金相组织的最佳浸蚀剂为 Weck 试剂 + 25% HNO₃ 溶液。

3 Weck 试剂在均匀化铸棒检测中的应用

我公司检测中心采用 Weck 浸蚀剂对 2017、5052、6063、7050 等合金均匀化铸棒也进行了测试

验证, 结果证明其金相检测应用效果良好, 均获得较完美的显微组织浸蚀效果, 如图 6~图 9 所示。

Weck 试剂配比: 100 mL 水, 4 g 高锰酸钾, 1 g 氢氧化钠。该浸蚀剂具有强氧化性, 易获得晶界、化合物轮廓清晰的组织, 适用于铝合金铸棒组织显微晶粒度的测试评级, 可推荐给铝行业金相分析工作者参考借鉴。

4 结论

(1) 采用 Weck 试剂 + 25% HNO₃ 对 6061-T6 ϕ 17.1 mm 挤压棒材进行浸蚀处理, 浸蚀后试样表面色泽光亮, 组织晶粒细小, 晶界轮廓清晰, 测试晶粒级别指数为 12.0, 浸蚀效果较佳。

(2) 在 2017、5052、6063、7050 等合金均匀圆铸锭的金相组织检验中, 采用 Weck 试剂浸蚀也均获得了较完美的金相组织浸蚀效果。该浸蚀剂具有强氧化性, 易获得晶界、化合物轮廓清晰的金相组织, 适用于铝合金铸棒显微组织晶粒度的测试评级, 可供铝行业金相分析工作者参考借鉴。

参考文献

- [1] 梁志敏, 赵双双, 汪殿龙. 一种铝合金彩色金相着色方法: 中国专利, 201310405728[P]. 2013
- [2] 龙江启, 兰凤崇, 陈吉清. 车审轻量化与钢铝一体化结构新技术的研究进展[J]. 机械工程学报, 2008, 44(6): 27-35
- [3] GB/T 3246.1, 《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[S]
- [4] 王祝堂, 田荣璋. 铝合金及其加工手册[M]. 长沙: 中南

- 大学出版社, 2005
- [5] 张中可, 李加锐, 车云. 晶粒细化剂对Al-Mg-Si铝合金相组织和性能的影响 [J]. 铸造技术, 2013, 34 (5): 537-539
- [6] 余洪兵, 杜艳丽. 合金化及热处理对汽车用6061铝合金组织与性能的影响 [J]. 铸造技术, 2017, 38 (10): 2374

Study on Reagent of 6061 Aluminum Alloy Microstructure

GUO Fo-bao, SUO You-xi, ZHOU Bing-feng, GUO Shu-lan, BAI Fu-chen

(Dongguan Runhua Aluminum Co., Ltd., (Guangdong Runhua Light Alloy Co., Ltd.), Dongguan 523000, China)

Abstract: 6061-T6 ϕ 17.1mm bar is applying to auto parts valve core by our clients. During the microstructure testing analysis, the aluminium alloy reagent that recommended by GB/T3246.1-2012 *Inspection method for wrought aluminum and aluminum alloy products* and related document literature, by comparing the verification of alloy reagent, we found that the best reagent is Weck's reagent plus 25%HNO₃ fluid/solution. The specimen surface is bright after eroded, tiny grain structure, the outline of grain boundary is clear, the good effect was praised and recognized by customers. The same Weck's reagent also had a good effect in applying to the testing of homogenizing round billets in the testing center, such as 2017, 5052, 6063, 7050 round billets, all got a perfect microstructure erosion effect after using Weck's reagent, this can be used as reference in analyzing microstructure in aluminum industry. It's suggested that the Weck's reagent is included when revise in new edition of GB/T 3246.1 *Inspection method for wrought aluminum and aluminum alloy products*.

Keywords: 6061 aluminum alloy; metallographic structure; reagent

德国研究机构开发自清洁铝材料

据外媒称, Dresden 德累斯顿理工大学和 Fraunhofer 弗劳恩霍夫材料与光束技术研究院项目组开发了一种表面可自清洁的金属铝。科学家用激光工艺构造了一块铝板,使得水滴可以在其表面滚动,从而去除污垢颗粒,而完全不需要化学清洗剂或额外的辅助手段。该项目的目标是在尽可能短的时间内在金属、陶瓷或聚合物上制造大面积精细结构。在这些项目中,科学家们正在不断开发一种称为“直接激光干涉图样”的技术。与传统的基于激光的工艺相比,该技术具有卓越的性能。

首条全球最宽铝材复合生产线完成安装

在江苏丽岛新材股份有限公司产业基地,今年新增的一条铝材复合生产线日前已经完成安装。这条生产线宽幅达到2.85 m,能涂装复合铝材,超宽面可以提高铝材涂覆效果,减少能源损耗。丽岛新材新项目计划总投资6亿元,新增6条彩铝生产线和2条国外引进生产线,该项目达产后,预计年产彩涂及阳极氧化铝材40 kt,年销售额可达9亿元。公司今年重点打造的第一条生产线是全球目前板幅最宽的生产线,板幅宽度达到2.85 m。这种超宽铝材应用在厢式货车上,将成为公司未来主打产品之一。

南南铝加工6016铝合金汽车板项目进入量产阶段

近日,广西西南铝加工有限公司向小鹏汽车供应的第一块6016铝合金发动机罩外板在小鹏汽车广东肇庆生产线顺利完成各工序并装车下线,这标志着南南铝加工首个铝合金汽车外板项目正式进入量产阶段。由于汽车外板对材料机械性能、表面质量及综合稳定性要求极高,南南铝加工自2012年起开始预研6016铝合金汽车外板,目前所试制的6016铝合金汽车外板各项性能指标均能达到欧系标杆车企铝合金汽车板技术标准要求。

年产32万吨新能源太阳能电站用铝合金材料项目落户邹平

在邹平市委、市政府全力推进招商工作和积极优化营商环境的大背景下,依托魏桥创业等企业的优质资源和生产要素,江苏礼德铝业有限公司拟在邹平投资20亿元,建设年产32万吨太阳能电站铝合金边框支架项目。