

弥散强化 6XXX 铝合金热变形行为研究

王孝国¹ 张孝元² 孙瑞娟¹ 王 斌¹ 王嘉伟¹
(1.山西农业大学农业工程学院; 2.晋中信息学院机电工程系)

摘 要 对均匀化态含 Mn/Cr 弥散强化 6XXX 铝合金(WQ 合金)在不同变形温度和应变速率下进行轴向热压缩试验。应用双曲正弦本构方程求得合金材料参数和激活能;基于动态材料模型获得变形合金热加工图;根据热加工图确定安全加工窗口,优化变形参数;WQ 合金安全加工区域动态软化机制主要为动态回复,亚晶旋转和(亚)晶界迁移受阻于 α 弥散相;加工失稳区微观组织存在裂纹,主要与微孔形成和第二相开裂、脱相有关。

关键词 6XXX 铝合金;热变形;本构分析;热加工图; α 弥散相

中图分类号 TG146.21;TG113.26

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.2021.09.011

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Hot Deformation Behavior of Dispersion Strengthened 6XXX Al Alloy

Wang Xiaoguo¹, Zhang Xiaoyuan², Sun Ruijuan¹, Wang Bin¹, Wang Jiawei¹

(1.College of Agricultural Engineering, Shanxi Agricultural University;

2.Department of Mechanical and Electrical, Jinzhong College of Information)

Abstract: The hot deformation behaviors of homogenized Mn/Cr-containing aluminum alloys denoted as WQ were investigated systematically by uniaxial compression tests at various deformation temperature and strain rates. The hyperbolic-sine constitutive equation was employed to determine the parameters and activation energies of materials. Based on dynamic material model, the processing maps of WQ alloys were also constructed to reveal safe processing domain and optimize deformation parameters. Attributed to pinning effect of α -Al(MnCr)Si dispersoids, sub-grain rotation and sub-grain boundaries migration are suppressed. Hence, the softening mechanism in WQ alloy is dominated by dynamic recovery at safe processing domain. Cracks are observed in the microstructure of the machining instability zone, which is related to micro void formation, cracks and debonding of the second phase.

Key Words: 6XXX Alloy, Hot Deformation, Constitutive Analysis, Hot Processing Map, α Dispersoids

6XXX 铝合金(Al-Mg-Si-Cu 合金)因其高比强度、良好的成形性能和抗腐蚀能力,广泛应用于制造汽车零部件,包括车身、座椅及底板等^[1]。6XXX 合金中加入

过渡族元素如 Mn 和 Cr,适当热处理,以形成 α -Al(Mn,Cr)Si 弥散相,可以显著提高其室温和高温性能^[2]。锻造铝合金在均匀化热处理后一般需要热变形,

收稿日期:2021-02-22;修改稿收到日期:2021-03-16

基金项目:山西省优秀博士来晋工作奖励资金科研项目(SXBYKY2021021);山西农业大学博士科研启动项目(2020BQ80)

第一作者简介:王孝国,男,1985 年出生,讲师,山西晋中(030800),E-mail:wxg315550@163.com

通信作者:王嘉伟,男,1984 年出生,讲师,山西晋中(030800),E-mail:wjwzzz@163.com

引用格式:王孝国,张孝元,孙瑞娟,等.弥散强化 6XXX 铝合金热变形行为研究[J].特种铸造及有色合金,2021,41(9):1 114-1 118.

WANG X G, ZHANG X Y, SUN R J, et al. Hot deformation behavior of dispersion strengthened 6XXX Al alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2021, 41(9):1 114-1 118.

[15] ZHANG S, ZHOU Q, ZHANG H. Effects of minor Sr addition on solidified structure and mechanical properties of Mg-Y-Cu alloy reinforced by long period ordered structure[A]. Proceedings of the 3rd International Conference on Material, Mechanical and Manufacturing Engineering[C]. Guangzhou, 2018.

[16] 李淑波,杜文博,王旭东,等. Zr 对 Mg-Gd-Er 合金晶粒细化机理的影响[J]. 金属学报, 2018, 54(6): 911-917.

[17] 菅炳涛,姚可夫,许光明,等. 脉冲磁场下金属熔体凝固流场的数值模拟[J]. 物理学报, 2003(1): 115-119.

[18] WANG B, YANG Y S, ZHOU J X, et al. Microstructure refinement of AZ91D alloy solidified with pulsed magnetic field[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2008, 18(3): 536-540.

[19] GUO S, CUI J Z, LE Q C. The effect of alternating magnetic field on the process of semi-continuous casting for AZ91 billets[J]. Materials Letters, 2005, 59(14): 1 841-1 844.

[20] GUO S, LE Q C, ZHAO Z, et al. Microstructural refinement of DC cast AZ80 Mg billets by low frequency electromagnetic vibration[J]. Materials Science & Engineering, 2005, A404(1-2): 323-329.

(编辑:张正贺)

包括挤压、轧制或锻造等。合金在热变形过程中加工性能的优化对获得优质零件至关重要,而合金加工性能与变形条件和其成分有关。基于动态材料模型建立的热加工图是有效区分高能量耗散效率的最佳加工区域和产生微观缺陷的失稳区的方法之一,已成功应用于 6XXX 及 7XXX 等铝合金^[3,4]。WANG S 等^[5]分析得到 7050 铝合金优化的热加工参数为 380~420 ℃和 0.001~0.18 s⁻¹。KAI X 等^[6]提出 6X82 合金优化加工温度区间为 465~535 ℃和应变为 0.09~1.2 s⁻¹时。在 6XXX 合金中加入过渡族元素,得到弥散强化合金,其塑性变形特性不同于传统的 6XXX 铝合金,而相关研究的报道较少,因而有必要对弥散强化 6XXX 铝合金热变形行为和工艺参数优化进行深入探究。

本课题研究加入 Mn/Cr 微量元素的新型弥散强化 6XXX 铝合金在不同变形条件下的热变形行为,应用双曲正弦本构方程获得合金的材料常数及激活能;构建研究合金的热加工图,优化变形参数,分析弥散相对热变形加工窗口的影响;应用热加工图讨论变形合金热加工性能;观察微观组织演变验证加工性能变化,旨在为其应用提供参考。

1 试验方案

试验所用 6XXX 铝合金(WQ 合金)通过半连续铸造生产,铸锭直径为 150 mm。合金在 550 ℃均匀化处理 10 h,升温速率为 180 ℃/h,之后空冷至室温。采用光谱分析仪测定合金成分,结果见表 1。均匀化处理后的试样机加工成 $\phi 10\text{ mm}\times 15\text{ mm}$ 的压缩试样,热压缩之前用体积分数为 0.5% 的 HF 溶液在常温下对合金腐蚀 2 s,观察弥散相分布及无沉淀析出带。

表 1 WQ 合金的化学成分

Tab.1 Chemical compositions of WQ alloys %						
w_B						
Mg	Si	Cu	Mn	Cr	Fe	Al
1.06	0.98	0.34	0.48	0.3	0.13	余量

在 Gleeble-3800 热机械模拟仪完成温度为 300~550 ℃,应变速率为 0.01~10 s⁻¹,应变量最大为 1.2 的单向热压缩试验。在试样两端和夹具的间隙添加 0.04 mm 的石墨薄片,以保证试验平稳进行;在圆柱体试样柱面连接热电偶准确控制试样温度变化。试样加热到预定温度后保温 2 min,以保证温度的均匀性。

压缩后试样立即水冷至室温保留变形结构。沿试样轴线方向将其一分为二,其中一半进行 OM 和 SEM 观察,另一半经研磨后用体积分数为 10% 的高氯酸+90% 的甲醇组成的电解抛光液对变形试样进行电解抛光,得到无应力表面,进行 EBSD 分析。在热压缩试样

中心区域选取不同面积进行电子背散射试验。将取向差大于 15°晶界定义为高角度晶界,而取向差介于 1°~15°之间晶界定义为低角度晶界,低于 1°晶界不纳入考虑范围;所有小角度晶界用白色实线表示,所有高角度晶界用黑色实线表示。

采用 JEOL JEM-2100F 场发射透射电镜观察微观组织演变,TEM 试样利用双喷电子抛光设备在-20 ℃腐蚀液(体积分数为 25% 的硝酸甲醇溶液)中制备。

2 试验结果与讨论

2.1 均匀化热处理后的显微组织

图 1 为均匀化态 WQ 合金经 HF 腐蚀后暗场 OM 组织。可以看出,WQ 合金晶内分布大量细小均匀的弥散相,主要因为 Mn 和 Cr 元素的加入导致的,此外存在少量无弥散相析出区域。

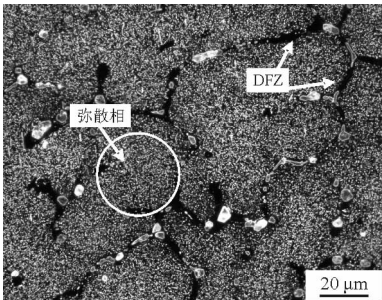


图 1 WQ 合金 HF 腐蚀后的 OM 组织
Fig.1 Optimal micrographs of WQ alloys etched by HF solution

图 2 为均匀化态 WQ 合金 TEM 和 EDS。可以看出,合金中存在高密度弥散相,其尺寸为 102±0.9 nm。经 EDS 检测,弥散相化学成分见图 2b,Cu 元素固溶在基体中因而检测到其存在,但并不是弥散相的组元^[7]。结合文献[7,8]、前期研究及弥散相形貌和组分,可以判定所观察到的弥散相为 $\alpha\text{-Al(MnCr)Si}$ 相。

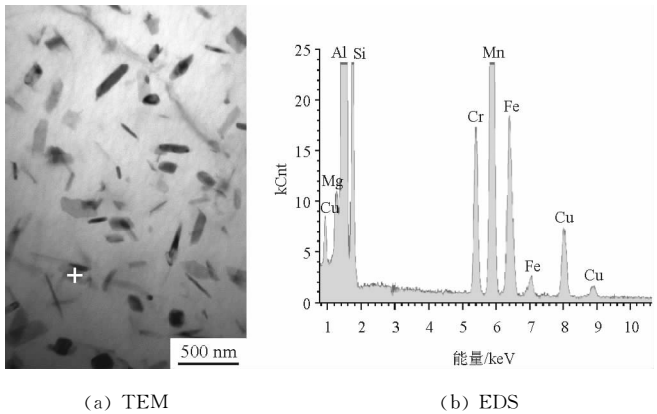
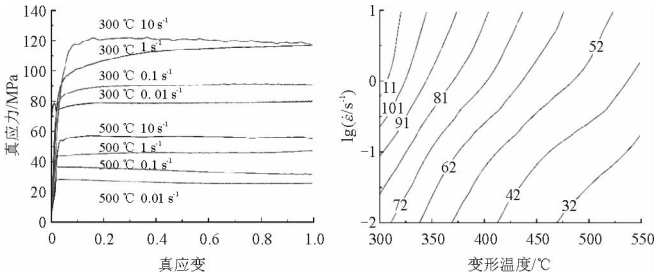


图 2 均匀化态 WQ 合金透射电镜和弥散相 EDS 分析
Fig.2 TEM images of WQ and EDS results of dispersoids

2.2 流变应力行为

合金在等温压缩过程中的应力-应变曲线见图 3。可以看出,变形温度和应变速率对合金流变行为影响很大。在变形初期,真应力急速攀升,随后保持在相对稳定的数值或者继续缓慢升高后趋于稳定,实现加工硬化和动态软化之间的动态平衡。另外可以看出,变形温度越高,达到动态平衡所需时间越短。



(a) 真应力-真应变曲线 (b) 峰值应力
图 3 WQ 合金在不同变形温度和应变速率下的真应力-真应变曲线和峰值应力

Fig.3 True stress-strain curves of WQ and peak stress evolution at various deformation temperature and strain rates

在热压缩初期产生大量位错,位错之间发生复杂交互作用引起位错增殖、缠结及空位与位错的交互作用,引起快速的加工硬化效果。随着应变继续增加,两种相反现象同时发生,共同影响变形合金的微观组织。一方面,新形成的位错与已经产生的位错之间产生交互作用进一步强化加工硬化;另一方面,当应变到达临界值后位错攀移开启,引起位错的湮灭和重组,造成位错密度下降。因而,加工硬化和动态软化共同作用,在变形后期形成稳态流变。

从图 3b 可以看出,峰值应力随应变速率的增加和变形温度的降低而升高。随着变形温度升高,位错和晶界运动被进一步激活,动态回复和动态再结晶软化机制得到强化,运动阻力下降引起峰值应力下降;较低的应变速率为动态软化机制提供更多的时间,造成峰值应力降低。

2.3 本构方程分析

本构方程可以反映变形条件(变温温度、应变速率)和流变应力之间的内在关系,同时还可预测合金变形过程中的流变应力;最多应用的是 Arrhenius 本构方程^[9]:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(\frac{Q}{RT}) \tag{1}$$

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma_1^n \exp(-\frac{Q}{RT}) \tag{2}$$

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp(\beta \sigma) \exp(-\frac{Q}{RT}) \tag{3}$$

$$\dot{\epsilon} = A [\sinh(\alpha \sigma)]^n \exp(-\frac{Q}{RT}) \tag{4}$$

式中, $\dot{\epsilon}$ 为应变速率, s^{-1} ; A_1 、 A_2 、 A 、 n_1 、 β 、 n 和 α ($\alpha = \beta/n_1$) 为材料常数; σ 为流变应力, MPa; Q 为材料变形激活能, kJ/mol; R 为气体常数, $8.314 J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$; T 为热力学温度, K; Z 为 Zener-Hollomon 参数。

式(2)适用于低流变应力情形;式(3)适用于高流变应力情形;式(4)应用范围最广。对式(2)~式(4)取自然对数,即可获得相关材料常数:

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_1 + n_1 \ln \sigma - Q/(RT) \tag{5}$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A_2 + \beta \sigma - Q/(RT) \tag{6}$$

$$\ln \dot{\epsilon} = \ln A + n \sinh(\alpha \sigma) - Q/(RT) \tag{7}$$

n_1 和 β 数值可通过 $\ln \dot{\epsilon} - \ln \sigma$ 和 $\ln \dot{\epsilon} - \sigma$ 曲线的斜率来确定;根据 $\alpha = \beta/n_1$, 进而可确定 α 值。

对式(7)进行偏微分计算,热变形材料激活能 Q 可表示为:

$$Q = R \left\{ \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha \sigma)]} \right\}_T \cdot \left\{ \frac{\partial \ln [\sinh(\alpha \sigma)]}{\partial (1/T)} \right\}_{\dot{\epsilon}} = RMN \tag{8}$$

将 WQ 合金试验数据带入式(5)~式(8),可得到相应的材料常数(A 、 β 、 α 和 n)和激活能 Q , 见表 2。WQ 合金 Q 值为 189.12 kJ/mol, 这与更高的溶质浓度水平及 α -Al(MnCr)Si 弥散相有关。热变形过程中,溶质原子能与位错交互作用,限制位错运动,引起变形激活能升高^[10]。更重要的是,弥散相有效钉扎位错和晶界及亚晶界迁移,引起 WQ 合金的激活能变高,加工性能下降。

表 2 WQ 合金材料常数及激活能数值

Tab.2 Constants and activation energy of WQ alloys				
A/s^{-1}	β	α/MPa^{-1}	n	$Q/(kJ \cdot mol^{-1})$
2.9×10^{10}	0.20	0.018	7.33	189.12

2.4 热加工图

基于动态材料模型,通过叠加失稳图和功率耗散图可得到热变形材料热加工图。功率耗散系数 η 可表示为^[11]:

$$\eta = \frac{2m}{m+1} \tag{9}$$

式中, m 为应变速率敏感指数;流变失稳可用 ξ 参数表征,表示为^[5,12]:

$$\xi = \frac{\partial \ln(\frac{m}{m+1})}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \tag{10}$$

根据 ξ 值将失稳图划分为两部分, $\xi > 0$, 该部分区域为安全加工区; $\xi < 0$, 则该区域为失稳区。

图 4 为不同变形条件下 WQ 合金应变量为 1.2 时

的热加工图,其中等值线及数值为功率耗散系数,而灰色区域表示失稳区。通常,优化的加工窗口需要两个条件:较高的功率耗散系数和非失稳区。对合金加工参数进行优化,结果为图 4 中 I 区域,具体变形参数见表 3。

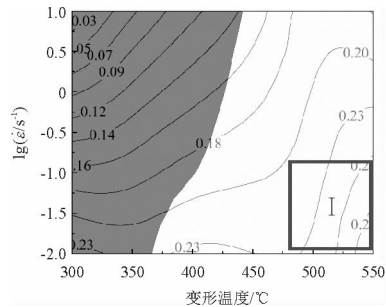


图 4 WQ 合金真应变为 1.2 时的热加工图
Fig.4 Hot processing maps of WQ alloys at the true strain of 1.2

表 3 WQ 合金安全加工区域变形参数

Tab.3 Parameters of WQ alloys in safe processing domains	
温度/℃	变形速率/s ⁻¹
486~550	0.01~0.1

从图 4 和表 3 可见,WQ 合金最佳加工区域集中在高温低速(低 Z 值)区域,选择功率耗散效率高于 0.26,温度范围为 486~550 °C,应变速率在 0.01~0.1 s⁻¹ 之间,WQ 合金的最佳加工窗口限制在 Z 参数较小的区域,弥散相对合金加工性能产生直接影响。当合金变形功率耗散效率低于 0.3,则软化机制主要为动态回复,当合金变形功率耗散效率高于 0.3,软化机制涉及动态再结晶^[13],由此可推导在最佳加工窗口变形时 WQ 合金动态回复主导软化机制。

2.5 微观组织演变

2.5.1 安全变形区组织

为验证变形激活能对合金微观组织演变的影响,选择安全加工窗口内激活能值低的热变形参数进行热压缩试验,WQ 合金在 550 °C 以 0.1 s⁻¹ 热压缩至真应变为 1.2,其 EBSD 结果见图 5。从图 5a 可以看出,WQ 合金的显微组织均由细长变形晶粒和少量再结晶晶粒构成,再结晶晶粒占比为 9.61%,再结晶现象集中在优先再结晶的三角晶界处(黑框区域)。因而,纳米弥散相强烈抑制 WQ 合金变形过程中的动态再结晶的发生。从图 5b 看出,WQ 变形合金小角度晶界占比为 76.3%,合金的平均取向差角度 θ_{ave} 为 12.68°,弥散相能够有效阻止小角度晶界向大角度晶界转变,保留亚晶组织。WQ 合金在低激活能安全区域变形,微观组织主要为大量亚结构,动态再结晶被有效抑制,动态回复为主要软化机制。

图 6 为 WQ 合金在 450 °C 以 0.1 s⁻¹ 速率变形过程

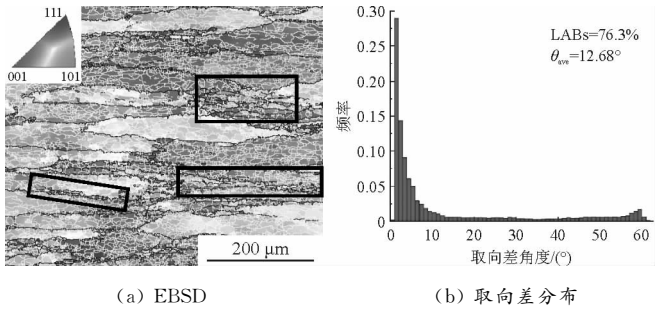


图 5 WQ 合金在 550 °C 以 0.1 s⁻¹ 变形到应变量为 1.2 的 EBSD 图和取向差分布

Fig.5 EBSD maps and misorientation distribution of WQ alloys compressed at 550 °C from 0.1 s⁻¹ to strain of 1.2

中弥散相与位错墙和位错运动的交互作用,位错墙的运动被弥散相阻碍,位错沿前行方向遇到弥散相发生聚集和弯曲,弥散相对位错移动有强烈的钉扎作用。

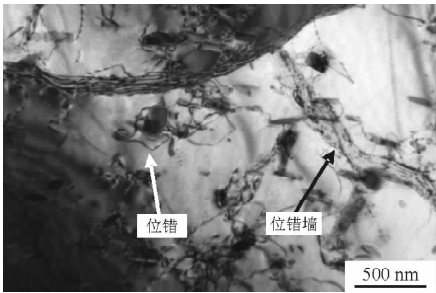


图 6 弥散相与位错和位错墙在 450 °C 和 0.1 s⁻¹ 条件下的交互作用

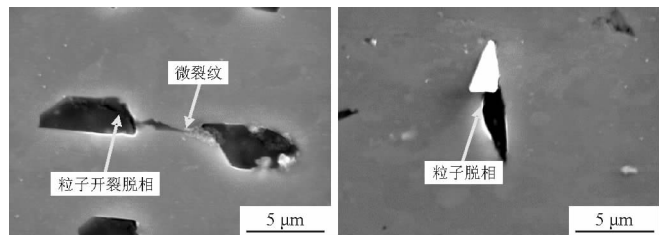
Fig.6 Interaction of dispersoids with dislocations or dislocation walls at 450 °C and 0.1 s⁻¹

2.5.2 失稳区微观组织

通常合金失稳区是指热加工图中 $\xi < 0$ 的区域,该区域加工性能较差,组织内容易诱发产生缺陷,包括微观/宏观裂纹、绝热剪切带、流变局部集中及粒子开裂和粒子脱离等,绝热剪切带和流变局部集中为微观缺陷的主要机理。RAMANATHAN S 等^[14] 指出,流变集中可能导致局部发生非连续变形,相邻区域变形不一致,这常与材料成分、边界条件和载荷类型有关,应变集中区域是微观裂纹优先出现的区域,而微观裂纹的长大和扩展容易形成宏观裂纹甚至断裂。

图 7 是在 300 °C 应变速率为 0.1 s⁻¹,应变量为 1.2 时 WQ 合金的粒子开裂、脱相、裂纹。WQ 合金经均匀化热处理后基体中存在 Mg₂Si 和 α -Al(FeMnCr)Si。从图 7a 可看出,在热变形过程中 Mg₂Si 相粒子开裂,且 Mg₂Si 相与基体结合界面处出现明显裂纹,均导致微孔的形成,形成潜在裂纹源的同时降低合金加工性能;从图 7b 可看出,脆性含 Fe 相在热压缩过程中难以变形,随着变形程度加剧,应力不断累积导致裂纹产生,可以观察到基体开裂。因而,WQ 合金在失稳区变形过

程中,观察到大量微观缺陷,包括应力集中、第二相开裂或基体界面分离、第二相脱离及微孔;微裂纹形成后沿第二相或微孔扩张生长。



(a) 粒子开裂脱相及裂纹

(b) 粒子脱相

图 7 在 300 °C、0.1 s⁻¹、应变量为 1.2 时 WQ 合金的粒子开裂、脱相及裂纹

Fig.7 SEM of particle cracking, debonding and micro-cracks of WQ alloy compressed at 300 °C with 0.1 s⁻¹ to strain of 1.2

3 结 论

(1)WQ 合金中加入 Mn 和 Cr,均匀化处理后形成大量 α -Al(MnCr)Si 弥散相。热压缩过程中,两合金流变应力随变形温度的升高而降低,随应变速率的升高而升高。

(2)通过本构方程分析,得到 WQ 合金的材料参数和激活能。基于动态材料模型,构建合金的热加工图。利用热加工图确定低激活能高功率耗散效率区域为优化加工窗口。

(3)对优化加工窗口变形条件下的热压缩合金进行微观组织分析,WQ 合金主要软化机制为动态回复。TEM 结果证实 α -Al(MnCr)Si 弥散相对亚晶旋转、亚晶迁移和位错运动有显著钉扎及限制作用,动态再结晶也被有效抑制。

(4)合金在失稳区内变形,微观组织中存在微观缺陷,包括应力集中、第二相开裂和脱落、微孔和基体开裂等,裂纹沿微孔和第二相扩展生长。

参 考 文 献

- [1] DING L, JIA Z, NIE J F, et al. The structural and compositional evolution of precipitates in Al-Mg-Si-Cu alloy[J]. Acta Materialia, 2018, 145: 437-450.
- [2] QIAN X, PARSON N, CHEN X G. Effects of Mn addition and related Mn-containing dispersoids on the hot deformation behavior of 6082 aluminum alloys [J]. Materials Science and Engineering, 2019, A764: - .
- [3] PRASAD Y V R K T S. Processing maps for hot working of titanium alloys[J]. Materials Science and Engineering, 1998, A243: 82-88.
- [4] LI H Z, WANG H J, LIANG X P, et al. Hot deformation and processing map of 2519A aluminum alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2011, A528(3): 1 548-1 552.
- [5] WANG S, HOU L G, LUO J R, et al. Characterization of hot

workability in AA 7050 aluminum alloy using activation energy and 3-D processing map[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2015, 225: 110-121.

- [6] KAI X, CHEN C, SUN X, et al. Hot deformation behavior and optimization of processing parameters of a typical high-strength Al-Mg-Si alloy[J]. Materials & Design, 2016, 90: 1 151.
- [7] HUSKINS E L, CAO B, RAMESH K T. Strengthening mechanisms in an Al-Mg alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2010, A527: 1 292-1 298.
- [8] LI Z, ZHANG Z, CHEN X G. Improvement in the mechanical properties and creep resistance of Al-Mn-Mg 3004 alloy with Sc and Zr addition[J]. Materials Science and Engineering, 2018, A729: 196-207.
- [9] HUMPHREYS F J, HATHERLY M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)[M]. Oxford: Elsevier, 2004.
- [10] HUANG X, ZHANG H, HAN Y, et al. Hot deformation behavior of 2026 aluminum alloy during compression at elevated temperature[J]. Materials Science and Engineering, 2010, A527(3): 485-490.
- [11] PRASAD Y V R K. Processing maps: A status report[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2003, 12(6): 638-645.
- [12] PRASAD Y V R K, RAO K P. Processing maps for hot deformation of rolled AZ31 magnesium alloy plate: Anisotropy of hot workability[J]. Materials Science and Engineering, 2008, A487(1-2): 316-327.
- [13] YAN J, PAN Q L, LI B, et al. Research on the hot deformation behavior of Al-6.2Zn-0.70Mg-0.3Mn-0.17Zr alloy using processing map[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 632: 549-557.
- [14] RAMANATHAN S, KARTHIKEYAN R, GUPTA M. Development of processing maps for Al/SiC_p composite using fuzzy logic [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 183(1): 104-110.

(编辑:栗万仲)

第 3 批 15 万吨铜铝锌国家储备 即将投放

中国国家粮食和物资储备局发布公告,近期将组织投放第 3 批国家储备铜铝锌共计 15 万吨,其中包括 3 万吨国家储备铜、7 万吨国家储备铝、5 万吨国家储备锌。

据悉,本次投放将尽可能向中小企业倾斜,以切实缓解企业的生产经营压力,同时引导市场价格回归合理区间。

公告显示,此次销售通过网上竞价平台进行公开竞价,集团企业及其关联企业报名数量限 1 家。此次公开竞价时间为 9 月 1 日。

此前,国家粮食和物资储备局已顺利投放两批国家储备铜铝锌,共计 27 万吨。其中,第一批 10 万吨国家储备铜铝锌已于 7 月 5 日投放,包括铜 2 万吨、铝 5 万吨、锌 3 万吨;第二批 17 万吨国家储备铜铝锌已于 7 月 29 日投放,包括铜 3 万吨、铝 9 万吨、锌 5 万吨。

(摘自压铸周刊)