

预时效 6201 铝合金重复连续挤压组织与力学性能

傅定发^{1,2†}, 张文刚¹, 胡加敏¹, 滕杰^{1,2}, 张辉^{1,2}

(1. 湖南大学 材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410082;

2. 湖南大学 湖南省喷射沉积技术应用重点实验室, 湖南 长沙 410082)

摘要:利用电子背散射衍射、透射电子显微镜、X射线衍射仪、偏光金相显微镜和拉伸试验对连铸连轧 6201 铝合金经预时效及随后重复连续挤压过程中组织和性能进行研究。结果表明: 6201 铝合金的强塑积随着挤压道次的增加逐渐增加, 从原始的 2.93 GPa·% 增加到第四道次的 4.85 GPa·%, 之后趋于平稳。预时效后合金析出了大量的 β'' 相, 随着重复连续挤压道次的增加, 晶粒有效细化且组织变得更加均匀, 晶粒平均尺寸从 259 μm 细化至 60 μm ; 合金中高密度的位错逐渐缠结、塞积并向亚晶界转变, 时效析出的针状 β'' 相逐渐回溶到合金基体中。力学性能的变化是晶粒细化与均匀化、位错组态的变化以及弥散的 β'' 相回溶的综合结果。

关键词:6201 铝合金; 预时效; 重复连续挤压; 微观组织; 力学性能

中图分类号:TG146.2

文献标志码:A

Microstructure and Mechanical Property of Pre-aged 6201 Aluminum Alloy Processed by R-Conform Process

FU Dingfa^{1,2†}, ZHANG Wengang¹, HU Jiamin¹, TENG Jie^{1,2}, ZHANG Hui^{1,2}

(1. College of Materials Science and Engineering, Hunan University, Changsha 410082, China;

2. Hunan Provincial Key Laboratory of Spray Deposition Technology and Application, Hunan University, Changsha 410082, China)

Abstract:The repetitive continuous extrusion forming process(R-Conform process)was carried out on the pre-aged 6201 Al alloy produced by continuous casting and rolling.The microstructure characteristic and mechanical property evolution of the R-Conform processed alloy were investigated using electron back-scatter diffraction(EBSD), transmission electron microscopy(TEM), X-ray diffractometer, polarizing metallographic microscopy, and tensile testing. The results show that R-Conform can effectively refine grain size and homogenize alloy microstructure. With the increase of R-Conform pass numbers, the balance of strength-ductility (TS×EL) increased from 2.93 GPa·% to 4.85 GPa·% after fourth passes, and then stabilized.A large number of β'' phases precipitated in the pre-aged 6201 Al alloy after pre-aging. With the increase of R-Conform pass numbers, the grain was effectively refined and the homogenized alloy microstructure was formed, where the average size of the grain was refined from 259 μm to 60 μm .Meanwhile, high density of dislocations formed, gradually tangled with each other, and finally transformed to subgrain boundaries.A part of needle β'' phases dissolved into the Al alloy matrix. The evolution of the mechanical property was mainly attributed to the combined effect of grain refinement and homogenization, the synthetic effect of dislocation increase and the dissolution of β'' phases.

Key words:6201 Al alloy; pre-aging; repetitive conform process; microstructure; mechanical property

* 收稿日期:2017-12-28

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51671083), National Natural Science Foundation of China(51671083)

作者简介: 傅定发(1969—), 男, 湖南长沙人, 湖南大学副教授, 博士生导师

† 通讯联系人, E-mail: hunu_fudingfa@163.com

Al-Mg-Si 系合金作为一种可时效热处理合金,具有轻量化,良好的成型性、焊接性、导电性和抗腐蚀性等特点,在汽车、航空、轨道交通、建筑建材等领域得到了广泛的应用^[1-4]。随着材料加工技术的快速发展,开发综合性能优良的合金成为亟待解决的问题。近年来,一些研究者提出了连续挤压大变形的方 法,使得合金在晶粒细化和性能改善方面有了很大的提高。Xu 等^[5]采用 ECAP-Conform 并增加挤压道次的方法显著地细化了 6061 铝合金晶粒并改善了组织的均匀性。Murashkin 等^[6]通过 ECAP-Conform 连续大变形的方 式获得了具有良好力学性能和导电性能的超细晶 6101 铝合金。Kong 等^[7]对 Al-Fe-Cu 合金进行重复连续挤压之后,合金的塑性得到了很大的提高,但其拉伸强度明显降低。

6201 铝合金由于具有高强度和高导电性能已成为架空导线的首选材料。目前,采用连续挤压的方法制备 6201 导线已经成为商业化的生产模式。周天国等^[8]通过控制挤压比在 16.5~29.7 之间制备出性能较高的 6201 导线。管仁国等^[9]通过优化连续流变挤压成形工艺铸造温度和挤压轮转速制备出性能良好的 6201 导线。Hu 等^[10]采用重复连续挤压加人工时效的方式制备出 6201 铝合金,同时提高了合金的抗拉强度和塑性。虽然国内外对 6201 合金连续挤压工艺有了一定的研究,但是这些研究主要集中在连续挤压技术工艺参数、热处理方式方面,对连续挤压过程中合金组织性能的演变研究较少。基于此,本文采用预时效加重重复连续挤压大变形的方 式,研究了预时效态 6201 (Al-0.66Mg-0.51Si) 铝合金在重复连续挤压过程中亚结构组态与 新晶粒形成的演变过程,特别关注析出相粒子在挤压过程中的动态回溶现象,为合金力学性能的应用实效和机理改善提供理论依据。

1 试验材料及方法

试验试样采用直径为 $\Phi 9.5$ mm 的连铸连轧 (CSR)6201 铝合金,其成分如表 1 所示。首先将试样放入 101-6 型恒温干燥箱中进行 175 °C、8 h 时效处理,之后将表面清洗、干燥后的合金杆料在室温下喂入 LJ300 连续挤压机。铝杆经连续挤压出模口后经过 2 m 后通过在线水冷冷却,然后再进行下一道次的连续挤压。如此过程重复 7 次,每道次结束后铝杆的直径皆为 10 mm。

拉伸试验采用标准的试样在 Instron 电子万能试验机 3382 型拉伸试验机上进行,拉伸试样的原始标距为 30 mm,标距直径为 6 mm。金相样品采用阳极覆膜进行电解腐蚀,显微组织采用 ProgRes CT3 偏光显微镜观察。EBSD 样品经机械抛磨,电解抛光之后在 FEI Quanta 200 环境扫描电镜上进行组织扫描分析,低角度晶界 (LABs) 和高角度晶界 (HABs) 以及取向角 (θ),EBSD 数据采用 OIM 软件分析。X 射线衍射 (XRD) 试验在 SIEMENS Difraktometer D500 型 X-ray 衍射仪上进行。TEM 样品经粗磨后采用电解双喷仪超薄冲孔,电解液为体积比为 3:7 硝酸和甲醇溶液,并用液氮冷却至 -20 °C 左右,样品的显微组织采用 FEI Tecnai G2 F20 型 TEM 观察。

表 1 6201 铝合金化学成分

w_{Si}	w_{Fe}	w_{Mg}	w_{Al}
0.51	0.269	0.66	Bal

2 试验结果及讨论

2.1 力学性能

图 1 所示为 6201 铝合金在不同连续挤压道次的拉伸性能。经第一道次连续挤压后,6201 合金的抗拉强度 (TS) 明显下降,从 254.7 MPa 降低至 167.5 MPa; 随后强度逐渐升高,但经第三道次后,随着挤压道次的继续增加,强度有所下降,至第五道次后强度又逐渐升高。在整个重复连续挤压过程中,强度整体上表现出先上升,后下降,最终又上升的趋势,在第七道次强度达到峰值,为 179 MPa。对延伸率 (Elong) 而言,整体上从第一道次到第六道次逐渐增大,从 11.5% 升高至 28.01%,增加了约 140%,第七道次略微下降。合金的强塑积 (抗拉强度 \times 延伸率) 随着挤压道次的增加逐渐增大,从原始的 2.93 GPa \cdot % 增大到第四道次的 4.85 GPa \cdot %,之后随着挤压道次的增加趋于平稳。经时效处理后,合金中析出了大量的针状 β'' 强化相,原始的连铸连轧合金中也存在大量的位错,所以合金的强度较高。经第一道次挤压后,由于挤压变形温度较高,合金产生回复,位错的密度减少, β'' 相部分回溶到合金基体中,所以强度急剧下降。随着变形量的增大,晶粒内部位错的密度逐渐升高,晶粒进一步细化,加工硬化的程度增大,变形抗力增加,强度逐渐增加。在变形量达到一定值时,部分位错会重新排列成亚结构,动态回复发生,

当挤压变形继续增加时,高密度的位错聚集会使合金的亚结构处于一种非稳定的状态,动态再结晶的速度增大,动态再结晶过程中,合金组织的能量得到释放,小角度的晶界会通过吸收位错的方式不断地转变为大角度晶界,亚晶逐渐变为细小的等轴晶。此外大角度晶界的移动和吞并会产生动态再结晶软化,所以在第五道次之后合金的强度有所降低,合金中的第二强化相、杂质、不溶物等破碎后弥散分布在基体中且对位错和晶界产生了强烈的钉扎作用,位错和亚晶界在迁移过程中受阻,再结晶长大的速率受阻,合金的强度在第六道次后逐渐升高^[1]。

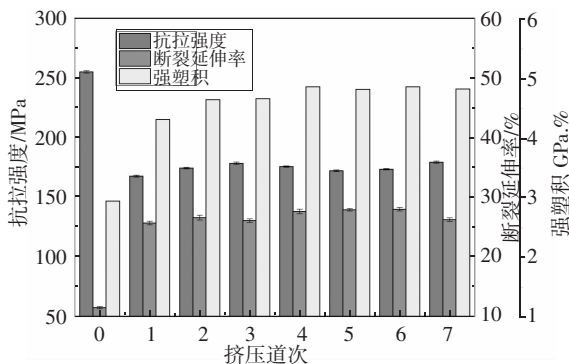


图1 不同道次挤压后的力学性能

Fig.1 The tensile properties after different Conform passes

2.2 金相组织

图2所示为连铸连轧6201铝合金经时效CSR和经过第一、第二、第四、第七道次连续挤压后的偏光金相显微组织。采用直线截点法测算晶粒的平均尺寸,由图2(a)中可以看出,连续挤压前的预时效6201铝合金晶粒在纵向上呈细长纤维状,长约400 μm ,宽约8~10 μm ,晶粒的平均尺寸为259 μm ;经过第一道次的连续挤压后,晶粒得到了很大程度的细化,平均尺寸为120 μm ,但其分布并不均匀,晶粒仍一定程度上沿挤压方向分布(图中箭头表示挤压方向)。随着挤压道次的继续增加,合金中积累的变形量增大,在第二道次之后,晶粒进一步细化且更均匀,为等轴晶,晶粒平均尺寸达到72 μm 。在纵向上可以观察到晶界上存在着细小的晶粒,这可能是由于变形温度较高,在第二道次挤压过程中发生了动态再结晶,但由于挤压过程短以及随后的冷却处理,再结晶晶粒没有继续长大,在第四道次之后,晶粒的平均尺寸达到71 μm ,相比于第二道次并没有明显的进一步细化,但分布更均匀。在第七道次之后,合金中变形储能继续增加,回复和再结晶更为明显,晶粒的平均尺寸为60 μm ,晶粒也更加均匀。

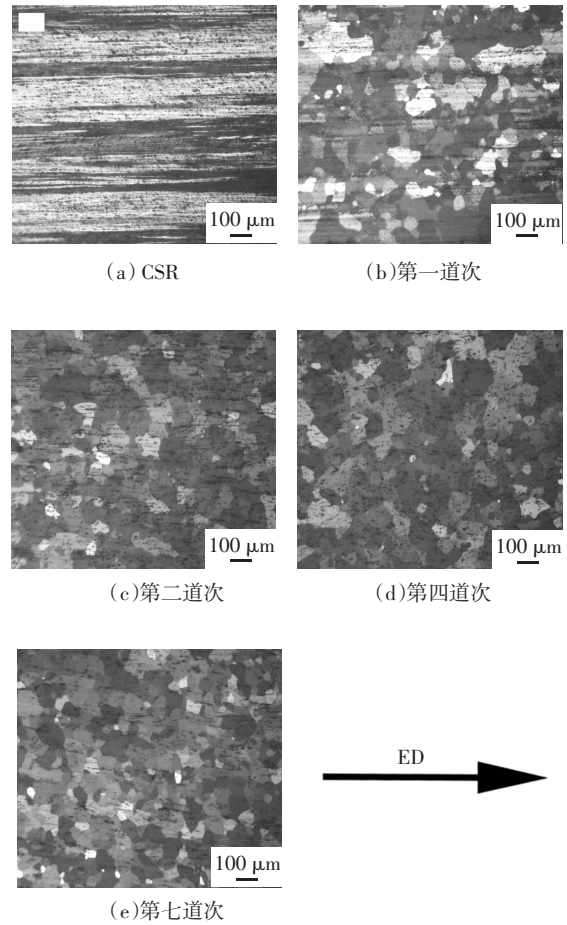


图2 Al-Mg-Si合金不同道次重复挤压后的金相组织

Fig.2 Microstructure of the specimens after different conform passes

2.3 EBSD 显微组织

图3所示是CSR和经过第一道次、第二道次、第四道次、第七道次挤压之后的EBSD显微组织,黑线表示大角度晶界(取向角度 $>15^\circ$),白线表示小角度晶界($2^\circ < \text{取向角度} < 15^\circ$),图3(a)中原始合金的晶粒呈细的纤维状,大角度晶界的比例只有11.49%,在第一道次之后,由于大变形力的作用,晶粒得到了一定程度的细化,但晶粒分布不均匀,大角度晶界的比例增加到73.02%;随着变形量的增加,晶间距进一步减小,晶粒细化为细的等轴晶,大角度晶界的比例增加到81.94%,晶粒的平均取向角度从 29.10° 增加到 31.91° ;随着挤压道次的继续增加,在第四道次之后,晶粒的平均尺寸没有明显的变化,大角度晶界的比例降低了12%,晶粒的平均取向角度也有所降低,而在第七道次之后,晶粒更加细化均匀,大角度晶界的比例又升高了9%。在整个挤压过程中,当变形量较小时,位错发生攀移形成胞状组织和小角度晶界,合金晶粒逐渐细化,随

随着变形量的积累, 胞状组织合并, 小角度晶界转变为大角度晶界, 合金发生动态再结晶, 但变形量积累到一定量时, 合金中大角度晶界会达到一个饱和的状态, 之后会发生移动和吞并, 其比例有所降低^[12-13].

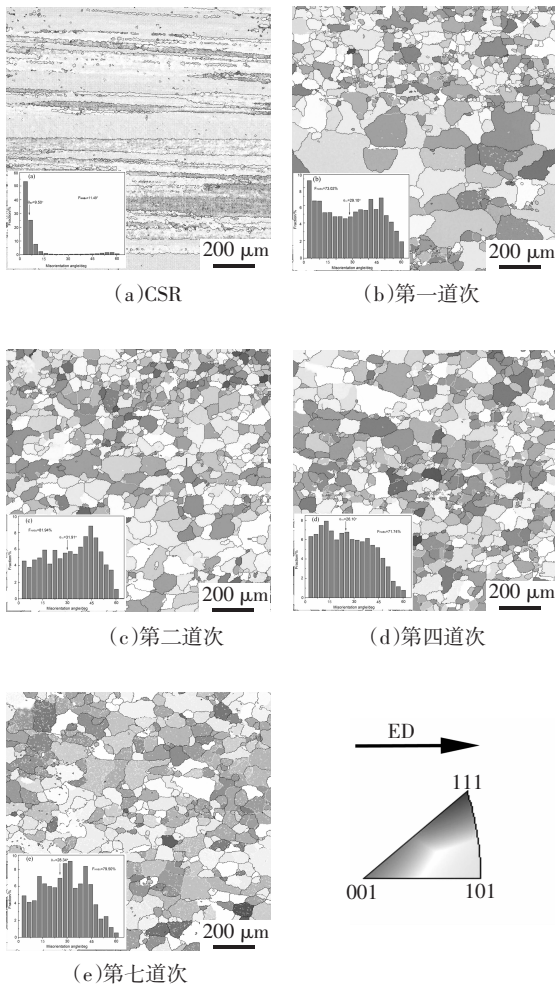


图 3 不同道次挤压之后的 EBSD 图:

Fig.3 EBSD maps of the specimens processed after different conform passes

2.4 XRD 衍射图谱

图 4 所示是经不同挤压道次之后的 XRD 衍射图谱. 由图可知, 6201 合金经时效后析出了 Mg_2Si 强化相, 在第一道次之后, Mg_2Si 相的衍射峰明显减小, 同时, 合金中析出了 Fe_3Si 相, 随着挤压道次的增加, 合金中始终存在 Mg_2Si 相, 在整个挤压过程中变形温度较高, 部分 Mg_2Si 相在剪切变形力的作用下回溶到基体中去, 但由于挤压过程较短, 之后立即进行冷却处理, Mg_2Si 相并没有充足的时间完全回溶, 针状的 Mg_2Si 相在大的剪切变形作用下破碎并弥散地分布到合金基体中, 这也是第一道次挤压之后, 合金强度急剧降低的主要原因.

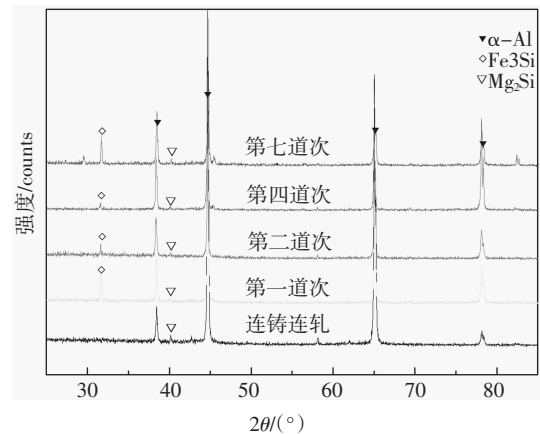
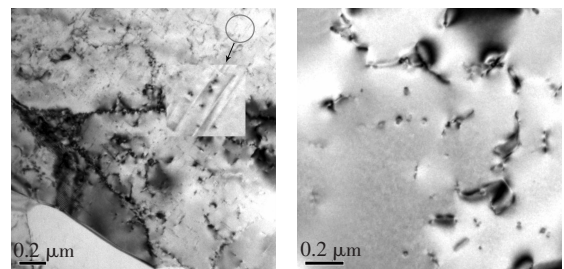


图 4 不同道次挤压之后的 XRD 衍射图谱

Fig.4 Diffraction of different passes after conform

2.5 透射电镜观察显微组织

图 5 所示为时效后 CSR 和经第一道次、二道次、四道次、七道次挤压之后的 TEM 组织. 在合金中出现很多的亚晶粒, 在晶粒内部存在大量缠结的位错, 合金基体中析出了针状的 β' 相 (图 5(a)). 经过挤压变形后, 合金中很难看到 β' 相, 这可能是因为挤压温度较高, 析出的 β' 相在挤压过程中回溶到合金基体中, 且大的变形量会使强化相破碎并弥散地分布到合金基体中. 这种随着变形量的增加, 析出相回溶到基体中的现象在其他铝合金大变形的研究中也发现. 滕等^[14]在往复锻挤 2A66 铝锂合金中发现弥散的 β' 相逐渐回溶到合金的基体中; Murayama 等^[15]在等通道挤压 Al-Cu 合金中发现在第八道次之后沉淀相几乎完全回溶到基体中. 其主要原因是大变形引入了大的畸变能量, 增加了合金系统的应变能和析出相回溶的驱动力. 随着挤压道次的继续增加, 位错密度大量增加且互相缠结, 在第四道次之后, 位错开始缠结形成位错胞, 且在位错周围出现了一些第二相的粒子. 由于 Al-Mg-Si 合金中层错能较高, 在连续挤压过程中, 位错易发生交滑移及攀移, 滑移面上的不规则位错重新分布, 第七道次之后, 在变形储能的驱动下, 大量的位错发生合并排列成小角度的亚晶界, 同时, 攀移可以使同一滑移面上的异性位错相互抵消, 位错密度有所减小.



(a) CSR

(b) 第一道次

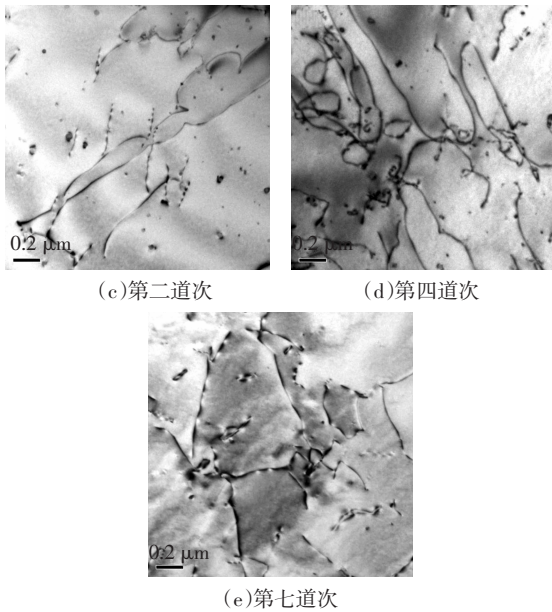


图5 不同道次挤压之后的 TEM:(a)CSR;(b)第一道次;
(c)第二道次;(d)第四道次;(e)第七道次
Fig. 5 TEM Micrographs of the Al-Mg-Si alloy specimen
processed after different conform passes

3 结论

1)随着连续挤压道次的增加,6201 铝合金的强塑积逐渐增加,从原始的 $2.93 \text{ GPa}\cdot\%$ 增加到第四道次 $4.85 \text{ GPa}\cdot\%$,之后随着挤压道次的继续增加趋于平稳。

2)随着挤压道次的增加,合金的晶粒尺寸不断减小,从 $259 \mu\text{m}$ 细化至 $60 \mu\text{m}$,晶粒更加细化且分布更均匀;位错的密度不断增加,弥散分布的 β'' 相逐渐回溶到基体中。

3)力学性能的变化是由于预时效处理合金中存在大量的位错和析出相,在连续挤压之后合金发生了回复及再结晶,位错密度变化以及析出相回溶导致的结果。

参考文献

- [1] HOCKAUF M, MEYEL L W, ZILLMANN B, *et al.* Simultaneous improvement of strength and ductility of Al-Mg-Si alloys by combining equal-channel angular extrusion with subsequent high-temperature short-time aging[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2009, 503: 167-171.
- [2] 周学浩,孙有平,王文熙,等.固溶时效对 Al-Mg-Si-Cu 合金组织和力学性能的影响[J].*材料热处理学报*, 2017, 22(2):523-527.
ZHOU X H, SUN Y P, WANG W X, *et al.* Effect of solid solution and aging treatment on microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Si-Cu alloy[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2017, 22(2):523-527. (In Chinese)

- [3] SAMAEI M, NAJAFI S, EIVANJ A R, *et al.* Simultaneous improvements of the strength and ductility of fine grained AA6063 alloy with increasing number of ECAP passes [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2016, 669:350-357.
- [4] ZHAO Y, SONG B Y, PEI J Y, *et al.* Effect of deformation speed on the microstructure and mechanical properties of AA6063 during continuous extrusion process [J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2013, 213:1855-1863.
- [5] XU C, SCHROEDER S, BERBON P B, *et al.* Principles of ECAP-Conform as a continuous process for achieving grain refinement: Application to an aluminum alloy [J]. *Acta Materialia*, 2010, 58(4): 1379-1386.
- [6] MURASHKIN M, MEDVEDEV A, KAZYKHANOV V, *et al.* Enhanced mechanical properties and electrical conductivity in ultra-fine-grained Al 6101 alloy processed via ECAP-Conform [J]. *Metals*, 2015(5):2148-2164.
- [7] KONG X X, ZHANG H, JI X K, *et al.* Microstructures and mechanical properties evolution of an Al-Fe-Cu alloy processed by repetitive continuous extrusion forming [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2014, 612(33):131-139.
- [8] 周天国,温景林,陈彦博.连续半固态成形 6201 合金线材的组织 and 性能[J].*材料研究学报*, 2006, 19(3):53-57.
ZHOU T G, WEN J L, CHEN Y B. Microstructure and properties of 6201 alloy wires manufactured by continuous semisolid forming [J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2006, 19(3):53-57. (In Chinese)
- [9] 管仁国,赵占勇,曹富荣,等.连续流变挤压与热处理对 6201 合金组织性能的影响[J].*材料热处理学报*, 2011, 32(9):53-57.
GUAN R G, ZHAO Z Y, CAO F R, *et al.* Effect of continuous rheo-extrusion and heat treatment on microstructure and mechanical properties of 6201 alloy [J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2011, 32(9):53-57. (In Chinese)
- [10] HU J M, TENG J, JI X K, *et al.* Enhanced mechanical properties of an Al-Mg-Si alloy by repetitive continuous extrusion forming process and subsequent aging treatment [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2017, 695:35-44.
- [11] FARSHIDI M H, KAZEMINEZHAD M, MIYAMOTO H, *et al.* Microstructure and mechanical properties of an Al-Mg-Si tube processed by severe plastic deformation and subsequent annealing [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2015, 640:42-50.
- [12] JI X K, ZHANG H, LUO S, *et al.* Microstructures and properties of Al-Mg-Si alloy overhead conductor by horizontal continuous casting and continuous extrusion forming process [J]. *Materials Science & Engineering A*, 2016, 649:128-134.
- [13] SAKAI T, BELYAKOV A, KAIBYSHEV R, *et al.* Dynamic and post dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions [J]. *Progress in Materials Science*, 2014, 60(1):130-207.
- [14] 滕杰,许娟,高文理,等.往复微挤 2A66 铝锂合金室温拉伸性能及强化机制[J].*湖南大学学报(自然科学版)*, 2016, 43(12):17-23.
TENG J, XU J, GAO W L, *et al.* Room temperature tensile mechanical property and toughening mechanism of 2A66 Al-Li alloy processed by repetitive upsetting and extrusion [J]. *Journal of Hunan University(Natural Sciences)*, 2016, 43(12):17-23. (In Chinese)
- [15] MURAYAMA M, HORITA Z, HONO K, *et al.* Microstructure of two-phase Al-1.7 at% Cu alloy deformed by equal-channel angular pressing [J]. *Acta Materialia*, 2001, 49(1):21-29.