

含 Sc 超高强铝合金热压缩时的流变行为和组织演变

The Flow Behavior and Microstructural Evolution of Ultra-high Strength Aluminum Alloy Containing Sc Under Elevated Temperature Compression

李文斌¹, 潘清林¹, 刘俊生¹, 梁文杰¹, 刘晓艳¹, 何运斌¹

(1 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083; 湖南城市学院 土木工程学院, 湖南 益阳 413000)

LI Wen-bin¹, PAN Qing-lin¹, LIU Jun-sheng¹, LIANG Wen-jie¹, LIU Xiao-yan¹, HE Yun-bin¹

(1 School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083,

China; Department of Civil Engineering, Hunan City University, Yiyang 413000, Hunan, China)

摘要: 在 Gleeble1500 试验机上, 对温度范围为 380~470℃ 和应变速率范围为 0.001~10s⁻¹ 的一种新型含 Sc 的超高强铝合金的流变行为进行研究, 并用金相观察和透射电镜分析考察压缩变形时的组织演变。结果显示, 真应力-真应变曲线在小应变条件下 ($\epsilon < 0.15$) 表现出峰值应力及随后的动态流变特征, 这种关系可以用 Zener-Hollomon 指数方程来描述。指数方程中的平均热变形激活能 Q 为 157.9kJ/mol。变形试样中的亚结构由拉长后晶粒中的少量细小的等轴多边形亚晶粒和晶界上的锯齿状组织构成。动态流变主要是由动态回复 (DRV) 和动态再结晶 (DRX) 引起。

关键词: 含 Sc 超高强铝合金; 热变形; 流变软化; 组织演变

中图分类号: TG146.1 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(010)0-005-04

Abstract: The flow behavior of a new ultra-high strength aluminum alloy containing Sc was investigated with compression tests in temperature range 380~470℃ and strain rate range 0.001~10s⁻¹ using Gleeble1500 system, and the associated microstructural evolutions were studied by way of OM and TEM. The results showed that the true stress-true strain curves exhibit a peak stress followed by a dynamic flow softening at small strains ($\epsilon < 0.15$), which can be represented by a Zener-Hollomon exponential equation with the hot deformation activation energy Q of 157.9kJ/mol. The substructure in the deformed specimens consists of very small amount and fine precipitates with equiaxed polygonized subgrains in the elongated grains and developed serrations in the grain boundaries. The dynamic flow softening is attributed mainly to dynamic recovery (DRV) and dynamic recrystallization (DRX).

Key words: ultra-high strength aluminum alloy containing Sc; hot deformation; flow softening; microstructural evolution

超高强铝合金具有高的比强度和良好的力学性能, 被广泛应用于航空航天和其他领域^[1-4]。这种铝合金在实际加工过程中随温度升高时的成型性能对其广泛的应用具有很重要的意义。含 Sc 的 Al-Zr-Mg-Cu-Zr 合金是适应航空工业的需求而开发的超高强度铝合金之一^[5,6]。该合金中强度的增加是通过添加 Zn, Cu, Mg, 并加入过渡族元素 Zr 和 Sc 实现的, 而 Zr 和 Sc 能较大地提高该合金的强度^[7]。含 Sc 的 Al-Zr-Mg-Cu-Zr 合金在高温时的成形性能与合金成分及其微观组织演变有密切关系。许多研究显示, 一般情况下, 几种铝合金高温压缩变形过程中的流变应力随变形温度的升高而减小, 随应变速率的减小而降低。流

变曲线呈现一峰值软化值, 这个峰值随变形温度升高而降低^[8-13]。铝合金高温流变行为与动态流变机制有关, 不同铝合金高温变形过程中的软化机理与微观组织演变取决于热加工参数, 如变形温度、应变速率和应变量^[14-16]。不过, 这些铝合金中的微观组织演变也呈现出显著的差异, 且随每种铝合金的成分发生变化^[17]。

本研究在 Al-Zr-Mg-Cu-Zr 合金基础上加入少量 Sc 而制备的含 Sc 的超高强铝合金。探讨了该合金的变形特性, 包括流变应力和对应的微观组织演变, 分析了该合金的成分及加入的 Sc 对热变形过程和微观组织演变的影响。

1 实验方法

实验合金的成分为 Al-8.1Zn-0.05Mg-0.3Cu-0.1Zr-0.1Sc (质量分数/%)，用纯铝、Mg、Zn 和 Al+Cu、Al+Sc、Al+Zr 中间合金熔铸成块状铸锭 (60mm×150mm×30mm)。铸锭经 460℃/4h 均匀化热处理后机加工成直径为 10mm，高为 15mm 的圆柱试样。试样的两端部平面外圆加工有 0.1mm 高的台阶，以便保持住由石墨和机油混合成的润滑剂。这些润滑剂在热变形时能使样品与模具表面之间的摩擦降到最小。热变形试验是在电脑控制的 Gleeble1500 系统上，应变速率范围为 0.001~10s⁻¹，变形温度范围为 380~470℃的条件下进行的。样品由自身电阻加热，通过热电偶控制 1℃/s 的加热速度，到温后保温 5min，然后开始总变形量为 0.7 个真应变的热压缩变形。热压缩变形一结束，试样立即淬入水中冷却，然后

平行压缩轴线方向截开试样，制备出供微观组织观察的金相试样(OM)和作透射电镜(TEM)分析的电镜试样。

2 实验结果与分析

2.1 流变应力行为

经热模拟得到的典型真应力-真应变曲线如图 1 所示。可以看到在较小的应变(ε_p<0.05)时曲线呈现一个峰值应力和动态软化特征。峰值应力随应变速率增加和变形温度减少而增加。流变软化是许多合金在升温变形过程中的普遍特征。流变软化可以由变形过程中的加热引起，也可由材料内部的微观组织结构的不稳定性引起，如动态再结晶、亚结构形成、动态析出和溶解等。在本次热模拟实验中，流变软化在低的应变速率下显得更明显，这表明微观组织结构的不稳定性在软化过程中起着重要作用。热变形的模拟分析常

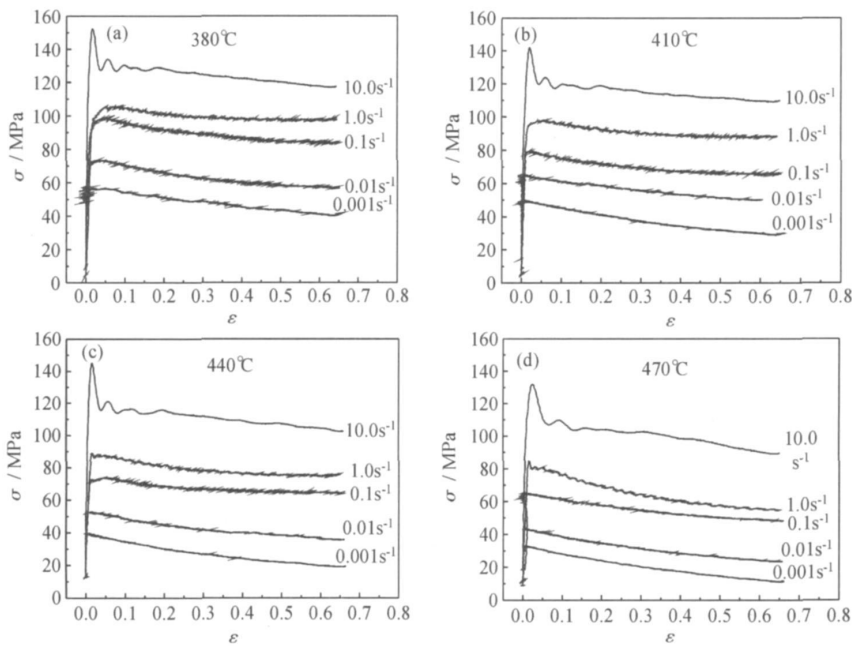


图 1 热压缩变形时，实验合金的真应力-真应变曲线
(a) 380℃; (b) 410℃; (c) 440℃; (d) 470℃

Fig. 1 The true stress-true strain curves of the studied alloy during hot compression deformation
(a) 380℃; (b) 410℃; (c) 440℃; (d) 470℃

用到几个本构方程^[8-11]：

$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma^{n_1}$ (1)

$\dot{\epsilon} = A \exp(\beta \sigma)$ (2)

$\dot{\epsilon} = A [\sinh(\alpha \sigma)]^n \exp(-Q/RT)$ (3)

$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT)$ (4)

式中：A、A₁、A、n₁、n、α和β(β=αn)均为常数；Q为热

变形平均激活能；R为气体常数；Z为Zener-Hollomon参数。方程(1)常用于低应力条件，而方程(2)常用于高应力条件。双曲函数方程(3)是一种适应于更广的应力范围的形式。

如图 1 所示，从上述真应力-真应变曲线获得的峰值应力与应变速率和变形温度的关系可以用一组平行的直线来近似描述，这表明该合金的峰值应力可以通

过指数方程用 Zener-Hollomon 参数来表示。从图 (b) 求得的热变形平均激活能 Q 为 157.9 kJ/mol, 这个数值比固溶处理的 7050 铝合金 (00~ 30 kJ/mol) 低, 但接近析出强化和过时效的 701 铝合金 (141~

16 kJ/mol)^[18]。
2.2 微观组织演变
不同条件下变形试样的光学显微组织如图 3 所示。图3(a), (b), (c) 中可以看到拉长的晶粒和亚晶

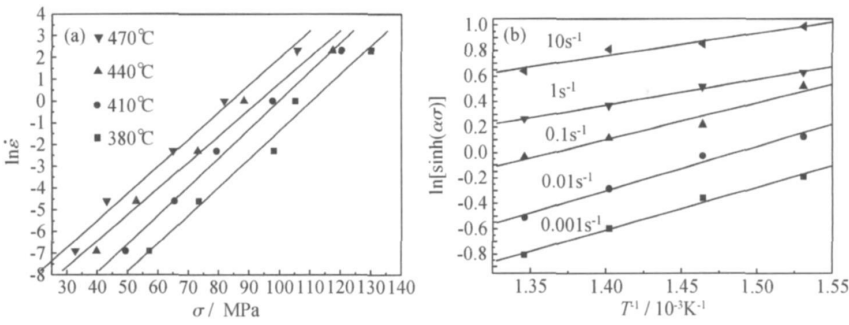


图 峰值应力与应变速率(a)和变形温度(b)的关系
Fig. Relationships between peak stress with strain rate (a) and deformation temperature (b)

粒, 这表明即使在高温变形条件下, 动态回复(DRV)也会发生, 且在低应变速率时占优势(图 1, $\dot{\epsilon} < 1\text{s}^{-1}$)。动态回复是应变速率低于 1s^{-1} 时的主要流变软化机制。晶粒尺寸对变形温度和应变速率敏感, 也对 Zener-Hollomon 参数的值敏感。晶粒尺寸随应变速率的增加和变形温度的降低而减小。在较高的应变速率 ($\dot{\epsilon} \geq 1\text{s}^{-1}$) 下, 某些拉长晶界的锯齿状特征和真应力-真应变曲线上的流变应力波纹状图形更显著些, 这显

示在热压缩变形过程中, 发生了动态再结晶。高应变速率产生高的储存应变能, 高的储存应变能足够引发动态再结晶, 相应的应力也有所减低, 真应力-真应变曲线上的波纹状图形即是其反映。动态再结晶 (DRX) 形核的机理与某些亚晶有关, 这些亚晶通过合并其他邻近的亚晶而长大成为再结晶晶粒(图 3(d))。透射电镜图像(图 4(b), (c), (d)) 显示了高位错密度、与 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 粒子相互作用的位错墙及晶界这样的

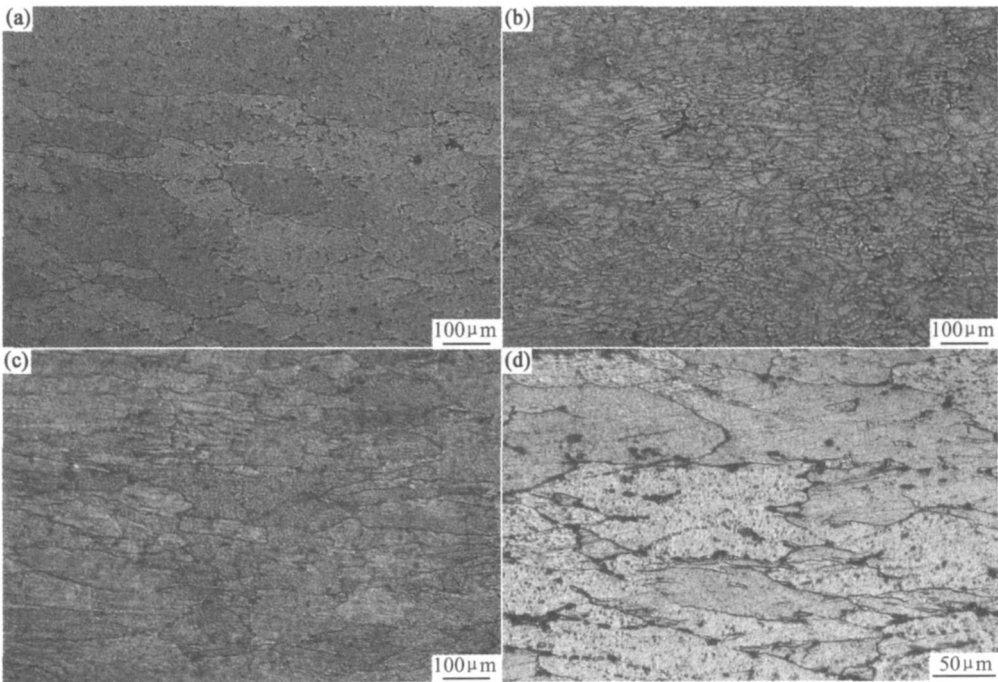


图 3 不同条件下实验合金变形组织的金相组织照片(OM)
(a) $T = 410^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$; (b) $T = 380^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$; (c) $T = 410^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 1\text{s}^{-1}$; (d) $T = 440^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$
Fig. 3 Deformed microstructures of the studied alloy under different conditions
(a) $T = 410^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 0.001\text{s}^{-1}$; (b) $T = 380^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$; (c) $T = 410^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 1\text{s}^{-1}$; (d) $T = 440^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon} = 10\text{s}^{-1}$

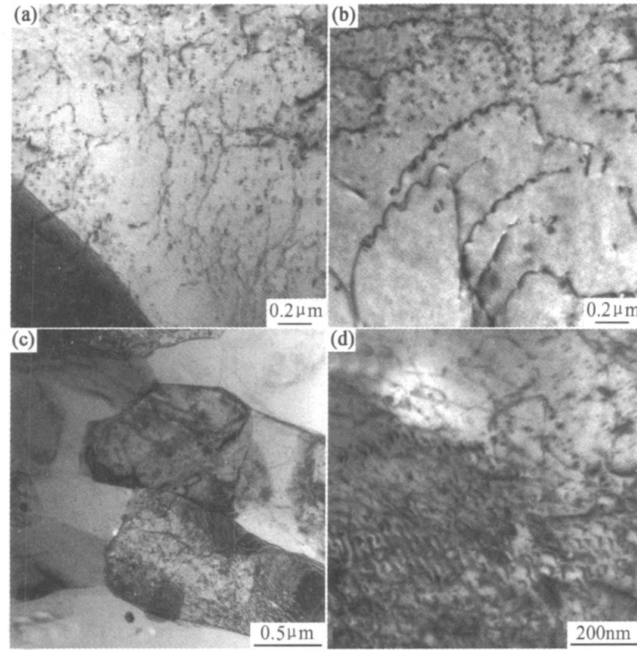


图4 不同条件下实验合金变形组织的透射电镜照片

- (a) 410°C, 0.1s⁻¹, 位错和位错墙; (b) 470°C, 0.1s⁻¹, 位错与 Al₃(Sc, Zr) 粒子的相互作用;
(c) 410°C, 10s⁻¹, 再结晶晶粒和亚晶粒; (d) 410°C, 10s⁻¹, 位错与 Al₃(Sc, Zr) 粒子的相互作用

Fig. 4 Transmission electron micrographs of the studied alloy under different conditions

- (a) 410°C, 0.1s⁻¹, dislocations and dislocation walls; (b) 470°C, 0.1s⁻¹, interaction of dislocations and Al₃(Sc, Zr) particles;
(c) 410°C, 10s⁻¹, the recrystallized grain and subgrain; (d) 410°C, 10s⁻¹, interaction of dislocations and Al₃(Sc, Zr) particles

亚结构,它们构成流变软化的主要机理。另一方面,在高温变形过程中,几何动态再结晶也会发生。溶质及与位错相互作用的细小弥散的颗粒减少动态回复(DRV),增加储存应变能,在高温热变形时又加速动态再结晶(DRX)过程。这样的动态再结晶使晶粒细化^[19, 20]。透射电镜(TEM)观察显示,在试样的晶粒中和亚晶界上有少量的动态析出物和 Al₃(Sc, Zr) 粒子。位错与细小 Al₃(Sc, Zr) 粒子的强烈相互作用使变形阻力增加,这与本构分析得出的高热变形激活能 Q 一致。

3 结论

(1) 应变较小时 ($\epsilon < 0.05$), 真应力-真应变曲线呈现出一个峰值应力,随后流变应力单调下降,这种单调下降趋势延伸到很高的应变状态,呈现一种动态流变软化特征。峰值应力的数值随变形温度的增加和应变速率的降低而减小,这种变化可以用一个 Zener-Hollomon 参数通过一个指数方程来描述,其中的热变形激活能 Q 为 157.9 kJ/mol。

(2) 当应变速率较低时 ($\dot{\epsilon} < 1\text{s}^{-1}$), 即使在高的变形温度下,动态回复(RDV)是流变软化的主要机制。高应变速率 ($\dot{\epsilon} \geq 1\text{s}^{-1}$) 条件下,即使在较低的热变形温

度下,动态再结晶(DRX)也是流变软化的主要机制。

(3) 变形试样中的亚结构由拉长晶粒中少量的细小析出物、具有等轴多边形的亚晶和部分锯齿状形态的晶界组成。动态流变软化过程主要由动态回复(DRV)和动态再结晶(DRX)组成。

参考文献

- [1] DESCHAMPS A, BRECHET Y. Influence of quench and heating rates on the ageing response of an Al-Zn-Mg-(Zr) alloy [J]. Mater Sci Eng A, 1998, 51: 00-07.
- [2] STILLER K, WARREN P J, HANSEN V, et al. Investigation of precipitation in an Al-Zn-Mg alloy after two-step ageing treatment at 100°C and 150°C [J]. Mater Sci Eng A, 1999, 70: 55-63.
- [3] JAMES C, WILLIAMS J C, STARKE E A. Progress in structural materials for aerospace systems [J]. Acta Mater, 2003, 51: 5775-5799.
- [4] SHA G, CERREZO A. Characterisation of precipitates in an aged 7××× series alloy [J]. Surf Interface Anal, 2004, 36: 564-568.
- [5] 黄兰萍, 陈康华, 郑子樵, 等. 微量 Ag, Mg 对 Al-Cu-Li 合金时效特性和显微组织的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2005, 34(8): 13-15.
- [6] 尹登峰, 郑子樵, 余志明. Sc 对 Al-Li-Cu-Mg-Ag-Zr 合金组织和性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2003, 32(9): 736-739.

(下转第3页)

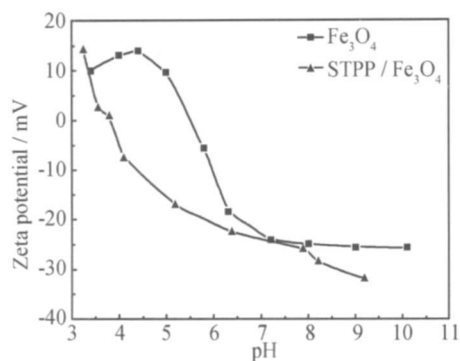


图8 Fe_3O_4 及 STPP 改性 Fe_3O_4 的 Zeta 电位

Fig. 8 Zeta potential of Fe_3O_4 and Fe_3O_4 modified by STPP

3 结论

(1) FTIR, TG 及 XPS 的结果表明, 多聚磷酸钠主要包覆于 Fe_3O_4 磁性纳米粒子的表面。

(2) XRD 的结果证明磁核为 Fe_3O_4 的典型晶体结构, 通过 Scherrer 公式计算得到纳米粒子的粒径为 9.7 nm, 包覆层厚度为 0.15 nm; TEM 所观察的粒径结果与 XRD 一致。

(3) 磁性测试表明, 多聚磷酸钠改性的 Fe_3O_4 具有超顺磁性, 比饱和磁化强度为 $6.3 \text{ A} \cdot \text{m} \cdot \text{kg}^{-1}$ 。

(4) 多聚磷酸钠改性 Fe_3O_4 的表面在更宽的 pH 值范围内呈现负电性, 具有更好的稳定性和分散性。

(上接第 8 页)

- [7] HE Yong-dong, ZHANG Xin-ming, YOU Jiang-hai. Effect of minor Sc and Zr on microstructure and mechanical properties of Al-Zr-Mg-Cu alloy[J]. Trans Nonferrous Met Soc, 006, 16(5): 18-135.
- [8] MCQUEEN H J, CELLIERS O C. Substructural influence in the hot rolling of Al alloys[J]. Can Metal Quart, 1997, 36: 73-86.
- [9] SPIGARELLI S, EVANGELISTA E, MCQUEEN H J. Study of hot workability of a heat treated AA608 aluminum alloy[J]. Scr Met Mater, 003, 49(): 179-183.
- [10] MCQUEEN H J, XIA X, CUI Y, et al. Solution and precipitation effects on hot workability of 6061 alloy[J]. Mater Sci Eng A, 001, 319-331: 40-44.
- [11] ZHANG H, LI L X, DENG Y A, et al. Hot deformation behavior of the new Al-Mg-Si-Cu aluminum alloy during compression at elevated temperatures[J]. Mater Charact, 007, 58(): 168-173.
- [12] 吴文祥, 孙得勤, 曹春艳, 等. 5083 铝合金热压缩变形流变应力行为[J]. 中国有色金属学报, 007, 17(10): 1667-1671.
- [13] 林高用, 张辉, 郭武超, 等. 7075 铝合金热压缩变形流变应力[J]. 中国有色金属学报, 001, 11(3): 41-415.
- [14] GEERTRUYDEN W V, MISIOLEK W Z, WANG P T. Grain structure evolution in a 6061 aluminum alloy during hot torsion[J]. Mater Sci Eng A, 006, 419: 105-114.
- [15] SU J Q, NELSON T W, STERLING C J. Microstructure evolution during FSW/FSP of high strength aluminum alloys[J]. Mater Sci Eng A, 005, 405: 77-86.

参考文献

- [1] LEE J, ISOBE T, SENNA M. Preparation of ultrafine Fe_3O_4 particles by precipitation in the presence of PVA at high pH[J]. Journal of Colloid Interface Science, 1996, 177(): 490-494.
- [2] 苑星海, 许雪艳. 琼脂改性水基 Fe_3O_4 磁性液体的研制[J]. 材料工程, 008, (10): 3-34.
- [3] HUI C, SHEN C M, YANG T Z, et al. Large-scale Fe_3O_4 nanoparticles soluble in water synthesized by a facile method[J]. J Phys Chem C, 008, 11: 11336-11339.
- [4] YAN A G, LIU X H, QIU G Z, et al. Solvothermal synthesis and characterization of size-controlled Fe_3O_4 nanoparticles[J]. Journal of Alloys and Compounds, 008, 458: 487-491.
- [5] 熊雷, 姜宏伟, 王迪珍. PVP-b-PLA 修饰 Fe_3O_4 磁性纳米粒子的制备与表征[J]. 高分子学报, 008, (8): 791-796.
- [6] KASTAS H, ALPAR H O. Development and characterisation of chitosan nanoparticles for siRNA delivery[J]. Journal of controlled release, 006, 115(): 16-5.
- [16] GOURDET S, MONTHEILLET F. An experimental study of the recrystallization mechanism during hot deformation of aluminum[J]. Mater Sci Eng A, 000, 83: 74-88.
- [17] REN B, MORRIS J G. Microstructure and texture evolution of Al during hot and cold rolling[J]. Metall and Mater Trans, 1995, 6(1): 31-40.
- [18] HU H E, ZHEN L, YANG L, et al. Deformation behavior and microstructure evolution of 7050 aluminum alloy during high temperature deformation[J]. Mater Sci Eng A, 008, 488(1-): 64-71.
- [19] KENTARO I, YASUHIRO M. Dynamic recrystallization in Al-Mg-Sc alloys[J]. Mater Sci Eng A, 004, 387-389: 647-650.
- [20] CHA J R, BAE W B, HWANG W J, et al. A study on the hot deformation behavior and dynamic recrystallization of Al-5% Mg alloy[J]. Mater Process, 001, 118(1-3): 356-361.

基金项目: 国家高技术研究发展计划资助项目(006AA03Z53)

收稿日期: 008-1-0; 修订日期: 009-07-03

作者简介: 李文斌(1963-), 男, 博士研究生, 高级工程师, 现从事高性能铝合金研究, 联系地址: 湖南长沙市麓山南路中南大学校本部材料科学与工程学院 138 室(410083), E-mail: liwenbin.1963@163.com
通讯作者: 潘清林, 联系地址: 湖南长沙市麓山南路中南大学校本部材料科学与工程学院(410083), E-mail: pql@mail.csu.edu.cn