

多层喷射沉积 6066 铝合金半固态挤压^①

张 豪 陈振华 康智涛 周多三

(中南工业大学非平衡材料科学与工程研究所, 长沙 410083)

摘 要 采用多层喷射沉积技术制备 6066 铝合金(A1.37Si1.37Mn0.77Cu)锭坯,研究了后续半固态挤压工艺的可行性,及其对材料组织与性能的影响。结果表明,多层喷射沉积 6066 铝合金的平均晶粒度约为 15 μm ,呈等轴晶;在固相线以下退火 40 min 后,组织无明显粗化,在半固态发生的晶粒长大符合 Ostwald 晶粒粗化动力学方程,半固态典型组织为球形或近球形的固体颗粒分布于液相中,为适宜于半固态加工的搅溶组织。半固态挤压成形力约为传统热挤压的 1/3,挤压件具有良好的第二相粒子分布状态,在 T6 热处理过程中组织发生再结晶,晶粒明显细化,二相粒子平均粒度由热挤压态的 1 μm 增至 2 μm ,体积分数有所增加,材料力学性能达到传统热挤压件水平。

关键词 喷射沉积 半固态 铝合金

中图法分类号 TG249.9

制备力学性能优越、成本低廉的结构材料一直是材料工作者们孜孜以求的目标,但现实是许多制备工艺或者在极大地提高了力学性能的同时增添了因工序繁杂造成的高成本,如快速凝固粉末冶金技术;或者在降低成本的同时,牺牲了力学性能,如传统铸造技术。在这一背景下,于 60 年代末和 70 年代初先后诞生了喷射沉积^[1]和半固态技术^[2],这两种技术分别对快速凝固粉末冶金技术和铸造技术的发展作出了重要贡献。

喷射沉积是一种由雾化直接得到近形大尺寸材料的快速凝固技术,所获得的高性能来源于大冷速和沉积时枝晶断裂所决定的非平衡凝固细晶组织(平均粒度 < 20 μm),与快速凝固粉末冶金材料力学性能相当,同时具有由下列因素决定的较低成本:

(1) 简单的工序。能减少对高成本设备的依赖,并显著提高生产率;

(2) 灵活的工艺。可制备单件逾吨的坯件,大幅度提高大型结构件的性能,在军工以及大型工业领域内有重要的地位。

半固态技术利用球形固体颗粒分布于一定量的液体的、具有很低粘度的搅溶性组织,制备复杂形状的零件。其力学性能由于搅拌后形成的细小晶粒组织而高于传统铸造件,其突出的成本低廉与下列因素有关:

(1) 高的生产率。这由成形温度低,凝固快而便于自动化生产所决定;

(2) 高的材料利用率。这由精密成形,几乎不需要后续机加工所决定;

(3) 低的生产成本。这与低成形温度耗能少,成形模具损耗小和成形设备吨位小有关。

喷射沉积-半固态技术将细小晶粒组织与低成本近形成形相结合,开辟出一条高性能材料的低成本制备工艺路线;既克服了喷射沉积制备复杂件的困难,又进一步缩短了半固态搅溶组织的制备过程,细化了半固态组织。这种新技术在国外仅有英国 Sheffield 大学于 90 年代初开展了研究,并显示了该工艺路线的优越性^[3]。

本研究对 6066 铝合金的喷射沉积-半固态制备技术进行了探讨。

1 实验过程

采用多层喷射沉积技术^[4]制备 6066 铝合金圆柱坯，成分为 Al-1.37Mg-1.37Si-0.77Cu (%)，锭坯尺寸为 $d200\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ ，实际凝固温度经 DTA 分析为 598~ 648 °C，多层喷射沉积技术的详细过程见文献[4]。

对喷射沉积材料的组织粗化规律进行了研究，在沉积坯的具有代表性组织的区域取若干个 $8\text{ mm} \times 8\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ (高度) 的试样，在 300, 400, 500, 550, 600, 610, 620, 630 和 640 °C 分别保温 40 min，再在 620 °C 分别保温 30, 40, 50, 60, 70, 90 和 120 min 后水淬，然后以半高处的横截面作金相观察，采用截线法测定晶粒度，以了解晶粒度及其它组织特征的变化。

半固态挤压坯料被加工成 $d30\text{ mm} \times 75\text{ mm}$ ，采用 0.5 级控温精度的热处理电阻炉加热坯料，模具挤压比为 11: 1，挤压筒内径为 $d40\text{ mm}$ ，在普通电阻炉中预热至 300 °C 左右。选用 YH41-63C 液压机，最大压力为 480 MPa。

挤压件力学性能在金相 INSTRON 材料试验机上测定，其它检测在光学显微镜、AM-RAY 和 JSM-35 扫描电镜及 X 光衍射仪上进行。

2 实验结果与分析

2.1 沉积坯退火组织

多层喷射沉积 6066 铝合金的一组典型退火组织见图 1。喷射沉积的材料晶粒细小，具有极高的凝固形核率，一些硬质相(如氮化物)会镶嵌在晶界，阻碍晶粒粗化^[5, 6]。多层喷射沉积进一步增大了沉积后冷却速度，更抑制晶粒长大^[7]。沉积坯组织为等轴晶，平均粒度为 15 μm ，含有细小的孔隙。在全固态条件下，晶粒没有显著长大，将退火温度升至 580 °C(比

固相线低 18 °C)，晶粒也只有 20 μm ，但是孔隙增大，总孔隙度也有所增加。这与高温下封闭气体压力增大，材料屈服强度迅速降低，塑性变形导致孔隙变大，以及相邻孔隙通过固相扩散而发生合并有关。在半固态条件下退火，孔

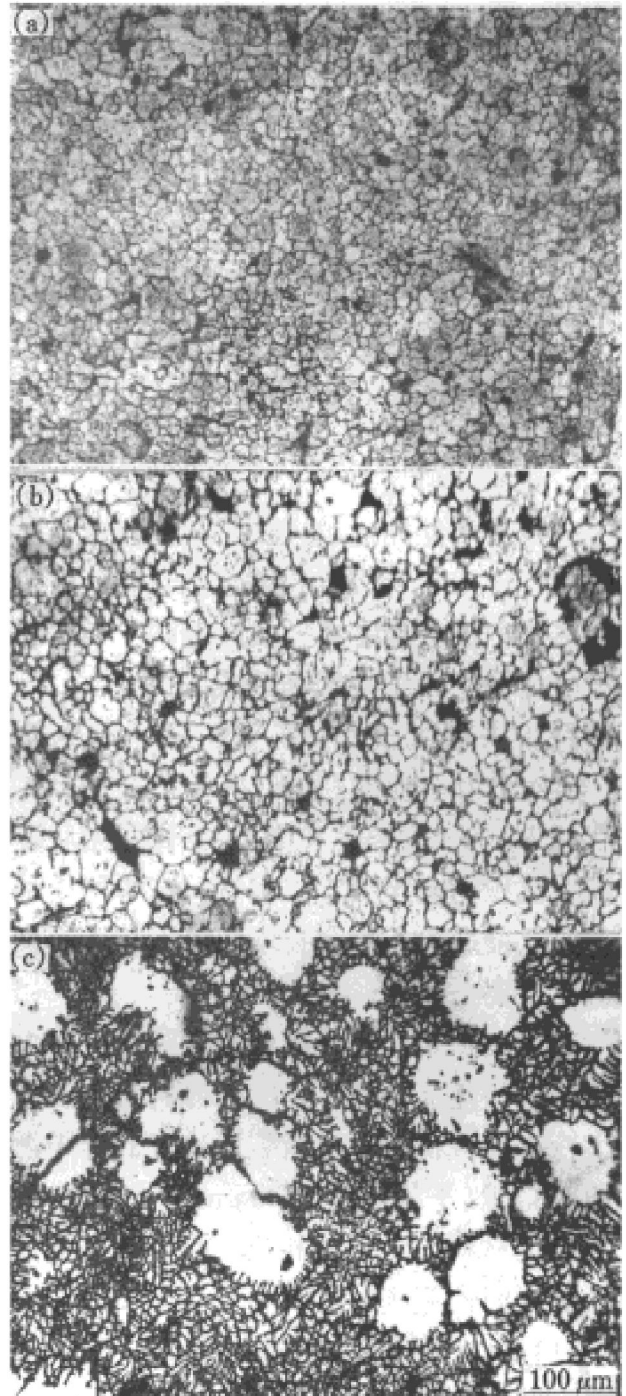


图 1 多层喷射沉积 6066 铝合金的退火组织
Fig. 1 Annealed microstructure of 6066Al alloy by multi-layer spray deposition
 (a) —As spray deposited; (b) —Annealed at 580 °C for 40 min; (c) —Annealed at 640 °C for 40 min

隙又逐渐变小, 总孔隙度也下降, 该过程类似液相烧结, 致密度提高。由于液相参与扩散, 大大加快了晶粒粗化速率, 而且硬质相(如氮化物)对晶界的钉扎作用也可能由于液相出现引起的偏聚而削弱。晶粒在长大过程中, 保持等轴晶特征, 如图 1(c) 所示。图 2 显示出退火组织晶粒度随温度变化的结果。当退火温度超过 600 °C 时, 处于半固态的材料晶粒迅速粗化, 为了进一步了解其粗化动力学, 在 620 °C 进行了晶粒度随保温时间变化的实验, 结果如图 3 所示。

晶粒在固态条件下长大的驱动力是晶界面能, 是由界面控制的, 且符合抛物线动力学方程^[8]:

$$d^2 - d_0^2 = kt \quad (1)$$

式中 d_0 是起始晶粒度, d 是经过时间 t 后的晶粒度, k 是取决于温度的常数。分布于固态基体中的第二相粒子的粗化过程由两者界面能驱动, 符合 Ostwald 粗化动力学方程^[8]:

$$d^3 - d_0^3 = kt \quad (2)$$

此外, Kurz 等人认为树枝晶在少量液相中粗化的动力学也符合上式^[9], 而等轴晶在液相中的粗化机制仅由 Grant 等人进行过研究^[10], 结果显示粗化机制可能介于两式之间,

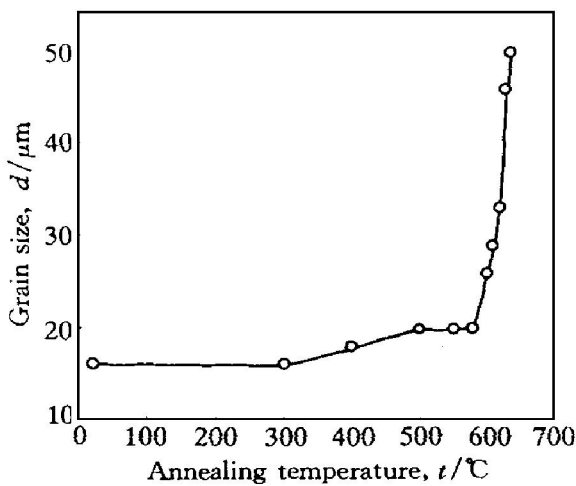


图 2 多层喷射沉积 6066 铝合金在不同温度退化 40 min 后的晶粒度

Fig. 2 Mean grain sizes of multi-layer spray deposited 6066Al alloy after annealing at different temperatures for 40 min

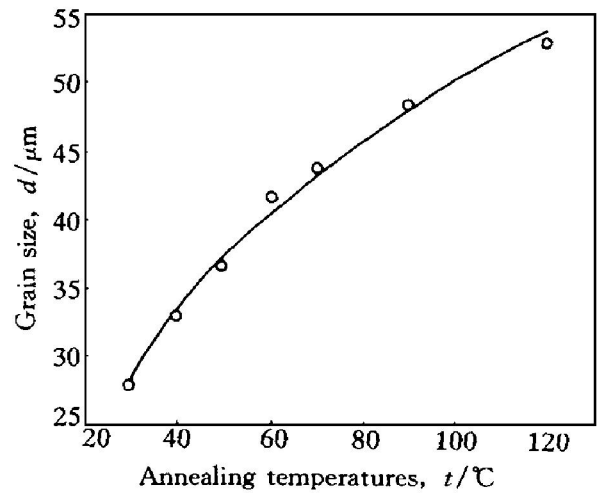


图 3 多层喷射沉积 6066 铝合金在 620 °C 退火晶粒度随退火时间变化的结果

Fig. 3 Mean grain sizes of multi-layer spray deposited 6066Al alloy after annealing at 620 °C for different times

偏向于 Ostwald 机制。对本文实验数据分别进行了抛物线和立方型动力学方程的回归分析, 抛物线型回归不吻合, 而立方型回归系数为 0.997, 非常吻合, 如图 3 所示; 可以推断其粗化机制为 Ostwald 机制。小固体颗粒具有比大颗粒更大的曲率, 与之相平衡的液相溶质浓度小于大颗粒周围的液相溶质浓度, 因而在液相中形成了由大颗粒边界至小颗粒边界的浓度梯度, 溶质由大颗粒向小颗粒通过液相扩散而转移, 小颗粒逐渐溶解, 大颗粒逐渐粗化。

2.2 半固态挤压

2.2.1 成形性

半固态加工利用了搅溶性组织的优异流动性, 消除了通常半固态组织的固相骨架较大的变形抗力及其脆断而导致的难以弥合的裂纹, 因而, 有优越的成形性^[2]。半固态的液相含量对挤压有显著影响, 表 1 是不同温度的挤压力的压机表测值, 为进行对比, 也测量了普通热挤压的挤压力。半固态挤压力约为普通热挤压力的 1/3。

2.2.2 组织特征

图 4 反映了半固态挤压材料的典型组织。挤压态晶粒被拉长, 并发生了不完全的再结晶, 表明尚有未释放的储存能, 横截面晶粒约

表 1 多层喷射沉积 6066 铝合金挤压力

Table 1 Extrusion force of multi-layer spray deposited 6066Al alloy

Extrusion temperature/ °C	Extrusion force/ MPa
480	1 200
600	> 480
610	480
620	432
630	420

为 30~ 70 μm, 如图 4(a) 和 4(b) 所示。图 4(c) 和(d) 分别是 T6 态材料的横截面和纵截面组织, 横截面晶粒显著细化, 约为 10~ 20 μm, 说明发生了再结晶, 其驱动力是保留的部分形变储存能, 其晶粒细化与下列因素有关:

(1) 半固态的平衡液相由于挤压模具的迅

速传热和挤压后的空冷而不能进行充分的平衡分解, 在固溶过程中继续分解为弥散细小的平衡相, 提高再结晶形核率^[11];

(2) 半固态的平衡固相由于上述的非平衡冷却, 过饱和固溶体得到保留, 在固溶温度下继续分解成弥散细小的平衡相, 提高再结晶开核率。

图 5 显示了富溶质相在挤压态及 T6 态材料中的形态。富溶质相细小且均匀分布, 经过 T6 处理, 粒度增大, 体积含量似乎也有所增加。X 射线相分析表明, 强化相为 Mg₂Si。

2.2.3 力学性能

620 °C 半固态挤压材料的拉伸力学性能列于表 2。由于晶粒细小以及脱溶相均匀分布, 喷射沉积半固态挤压材料拉伸力学性能超过铸造热挤压材料, 尤其表现出优越的塑性。图 6

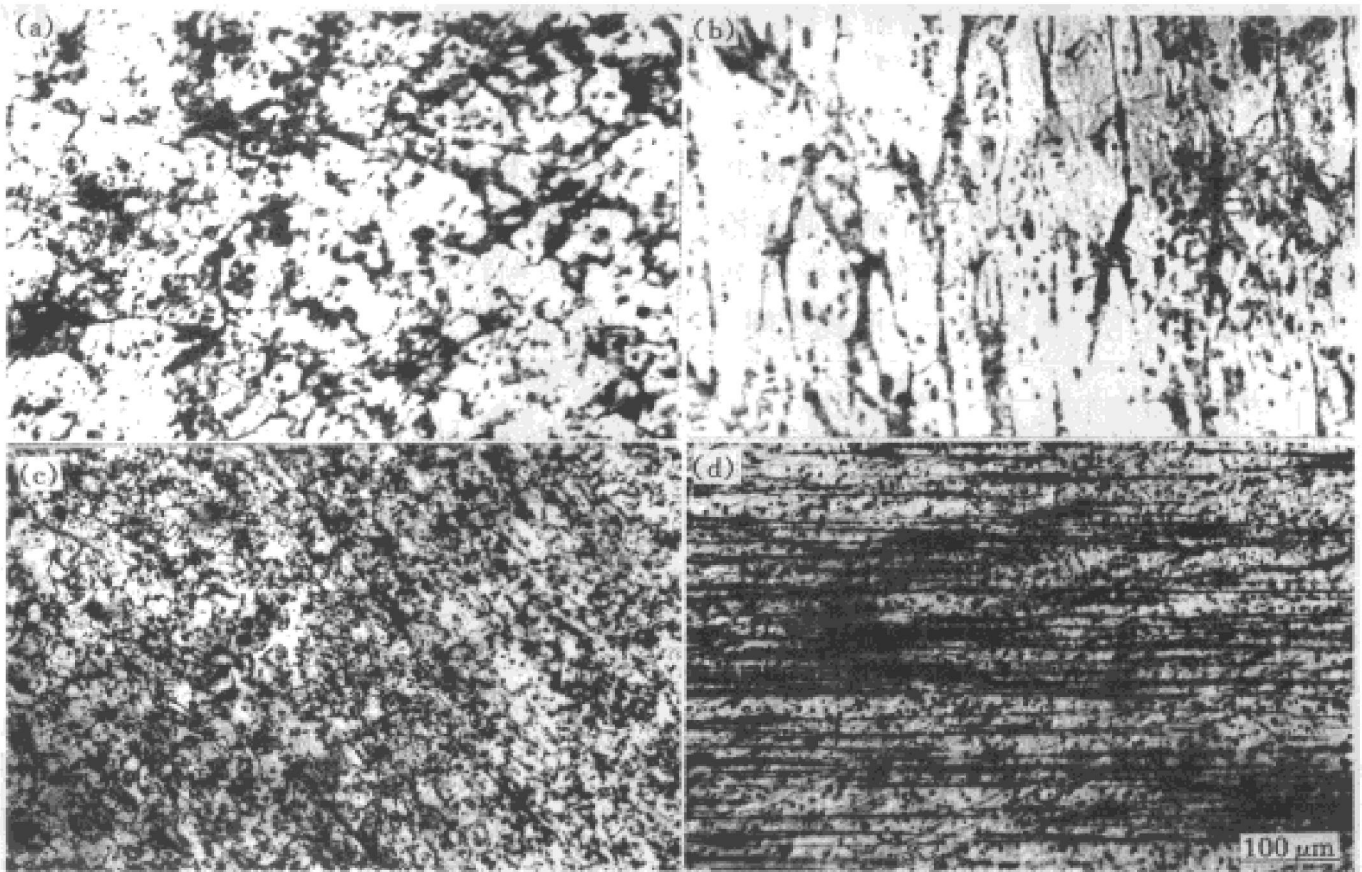


图 4 620 °C 半固态挤压组织

Fig. 4 Microstructure of 6066Al alloy extruded at 620 °C

(a) —Cross section after extrusion; (b) —Vertical section after extrusion;
(c) —Cross section under T6; (d) —Vertical section under T6

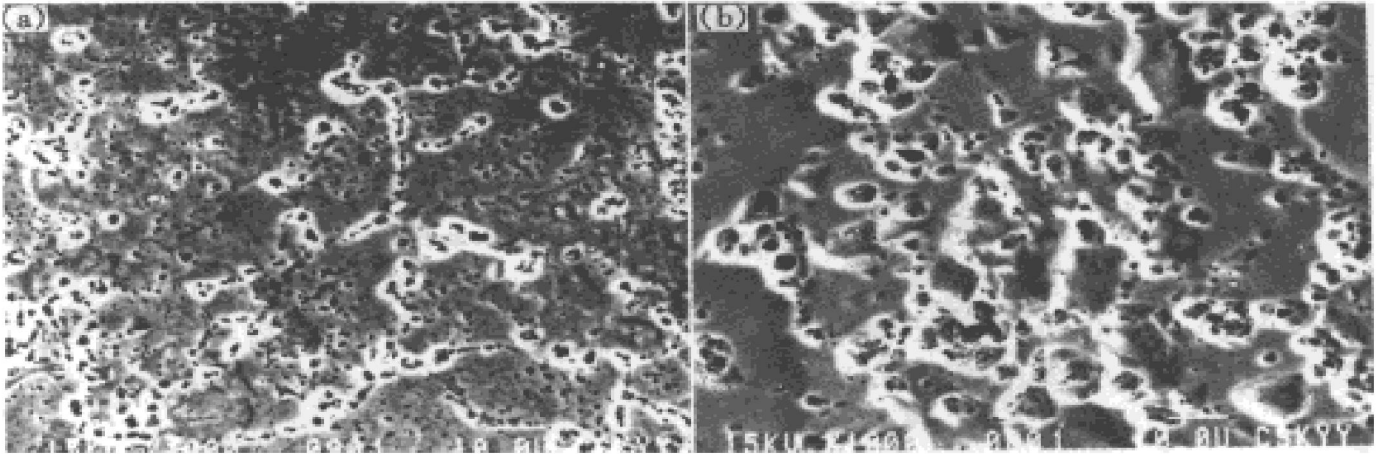


图 5 富溶质相分布

Fig. 5 Distribution of solution-abundant phase

(a) —As—extrusion; (b) —T6 condition

是 T6 态材料的拉伸断口典型形貌, 表明材料塑性优异, 呈现韧性断裂。

表 2 6066 铝合金挤压后拉伸力学性能

Table 2 Tensile mechanical properties of 6066Al alloy after extrusion

Process	Heat treatment	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ /%
Cast extrusion ^[12]	O	< 200	—	≥ 16
Cast extrusion ^[12]	T6	> 350	> 310	≥ 18
Experimental process	M	233	150	21
Experimental process	T6	362	313	16

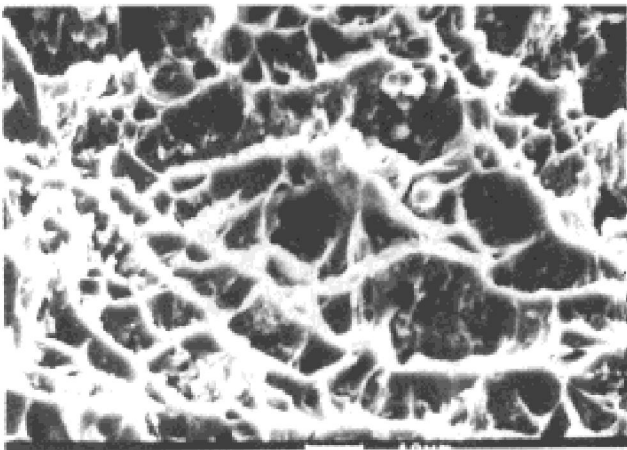


图 6 620 °C 半固态挤压材料 T6 拉伸断口形貌

Fig. 6 Fracture morphorlogy of 6066Al alloy after extrusion at 620 °C

3 结论

从上述结果能得出如下结论:

(1) 多层喷射沉积 6066 铝合金在固态不发生明显的粗化。

(2) 多层喷射沉积 6066 铝合金在半固态发生的粗化符合 Ostwald 粗化动力学方程, 并继续保持等轴晶, 具有搅溶组织特征。

(3) 半固态挤压力约为传统热挤压力的 1/3, 成形性优良。

(4) 半固态挤压材料具有细小、弥散的富溶质相, 粒度约为 12 μm 。

(5) 多层喷射沉积半固态挤压材料的力学性能与铸造+热挤压材料相当。

(6) 多层喷射沉积半固态加工材料具有优越的力学性能和成形性, 值得进一步深入研究, 该技术具有很高的经济开发价值。

REFERENCES

- 1 Singer A. Metal Mater, 1970, 4: 246.
- 2 Kirkwood D. Inter Mater Rev, 1994, 39(5): 173.
- 3 Ward P *et al.* Acta Mater, 1996, 44(5): 1717.

- 4 Chen Zhenhua *et al* (陈振华等). CN95110862, 1995.
- 5 Mathur P *et al*. *Acta Mater*, 1989, 37(2): 429.
- 6 Cai C *et al*. In: *Proceedings of the 2nd ICSF*. Cambridge: Woodhead Publishing Ltd. 1993: 67.
- 7 Zhang Hao (张 豪). Master Thesis. Changsha: Central South University of Technology, 1995.
- 8 Martin J *et al*. *Stability of Microstructure in Metallic Systems*. Cambridge: Cambridge University Press, 1976: 120.
- 9 Kurz W *et al*. *Fundamentals of Solidification*, 3rd Edition. Aedermannsdorf: Trans Tech Publications, 1989: 179.
- 10 Grant P *et al*. In: *Proceedings of the 2nd ICSF*. Cambridge: Woodhead Publishing Ltd, 1993: 45.
- 11 Tian Rongzhang(田荣璋) *et al*. *Heat Treatment of Metals(金属热处理)*. Beijing: Metallurgy Industry Press, 1984: 24.
- 12 Li Zhengxia(李振夏) *et al*. *Handbook on World Non-ferrous Metal Material Composition and Performance(世界有色金属材料成分与性能手册)*. Beijing: Metallurgy Industry Press, 1992: 839.

SEMI-SOLID EXTRUSION TECHNOLOGY OF 6066 ALLOY PREPARED BY MULTI-LAYER SPRAY DEPOSITION

Zhang Hao, Chen Zhenhua, Kang Zhitao and Zhou Duosan
Non-equilibrium Materials Science and Engineering Institute,
Central South University of Technology, Changsha 410083, P. R. China

ABSTRACT 6066 aluminum alloy billets(Al-1.37Si-1.37Mg-0.77Cu) were produced by multi-layer spray deposition technology, studies were carried out to evaluate the feasibility of subsequent semi-solid extrusion and its influence on microstructure and mechanical properties. As-sprayed grain was equiaxed with mean size of about 15 μm , grains coarsened slightly in full solid state, which are in good agreement with Ostwald coarsening mechanism. Typical microstructures of as-sprayed materials heated to semi-solid state are of spheroidal solid particles distributed in liquid phase, which are thixotropic microstructure fit to thixoforming. The necessary extrusion force in semi-solid state is about 1/3 of that in conventional hot extrusion. As-extruded materials have uniform precipitates distribution and achieve finer recrystallization grains under T6 condition. Mean precipitated size increase from 1 μm to 2 μm after T6 treatment, and mechanical properties reach that of conventional hot extruded materials.

Key words spray deposition semi-solid aluminum alloy near-net-shaping microstructure

(编辑 朱忠国)