



钪锆元素对 3102 铝合金圆管 微观组织稳定性的影响

李 凯, 余江平, 李大永, 彭颖红, 邹天下

(上海交通大学 机械与动力工程学院, 上海 200240)

摘 要: 采用多尺度微观组织表征方法研究钪锆微合金化对 3102 铝合金铸造、时效、热挤压和预变形及退火过程中的微观组织演化以及对挤出圆管力学性能的影响。结果表明: 钪锆微合金化促使合金在铸造时发生非均质形核, 显著细化合金的铸造组织; 含钪锆合金在时效后, 组织中析出高密度的纳米级 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 相; 析出相不仅抑制了合金在热挤压过程中的再结晶行为, 而且在随后的预变形及退火过程中起到抑制再结晶、钉扎晶界和保留纤维组织的作用。添加 0.24%Sc 和 0.23%Zr(质量分数)元素使得挤出圆管屈服强度由 26 MPa 提升至 89 MPa, 抗拉强度由 70 MPa 提升至 122 MPa。不含钪锆的 3102 合金圆管在 8%预变形、600 °C 退火后, 组织中出现晶粒异常长大; 添加钪锆元素后, 组织中的异常长大行为被抑制。钪锆元素增强 3102 铝合金的再结晶抑制, 提升合金在预变形及退火过程中的组织稳定性。

关键词: 铝合金; 预变形; 退火; 再结晶抑制; 晶粒异常长大

文章编号: 1004-0609(2020)-05-0974-11

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

3102 铝合金具有优异的耐腐蚀性能和热加工性能, 被广泛应用于生产热交换器用管材^[1]。换热器管材通常采用热挤压方式进行制备。铝合金铸棒在加热炉中被预热到 500 °C, 然后在挤压机中完成热挤压成形。3102 铝合金在热挤压成形过程中往往发生动态再结晶^[2]。当挤出型材具有复杂断面形状时, 挤压成形过程中的金属流动不均匀, 冷却淬火后制品内部应力变化不均匀, 制品产生弯曲和扭拧。为消除制品中存在的弯曲、扭拧等问题, 需要对挤压型材进行矫直处理。矫直是在制品中产生塑性变形, 使制品在纵向和横向的几何尺寸满足技术标准要求。矫直后的管材在高温环境下通过钎焊的方式与其他零部件一起装配成热交换器。研究发现, 当对采用热挤压方式制备的 3102 铝合金扁管进行矫直(预变形)和高温退火后, 合金组织中发生晶粒异常长大^[3-4]。异常大晶粒的出现使得铝扁管力学性能显著降低。例如, 铝扁管的屈服强度由矫直前的 46 MPa 降低到退火后的 21 MPa^[5]。

合金的组织稳定性是指在变形或热处理过程中, 合金组织无晶粒快速长大发生, 晶粒尺寸保持稳定的性能。为使预变形后的 3102 铝合金型材在高温退火条件下保持晶粒组织的稳定性, 一种可行的方法是使材料中产生高密度的析出相。普通时效强化铝合金(如

2xxx 和 7xxx 铝合金)仅适用于较低温度条件(低于 220 °C)。在较高温度下, 这些铝合金中的强化相会发生溶解或者相变^[6]。近年来, 人们发现促使铝合金材料中形成 $L1_2$ 型析出相是实现铝合金在高温环境中保持组织稳定的有效手段^[7-8]。

在铝合金中添加 Sc 元素, 能够促使合金基体中形成高密度的 $\text{Al}_3\text{Sc}(L1_2)$ 共格析出相^[9]。 Al_3Sc 相能够提升合金强度、有效钉扎位错和晶界、稳定亚结构及抑制合金的再结晶行为^[10]。添加 Sc 的 Al-Mg 合金, 在冷轧预变形 45%、450 °C 退火 1 h 后的组织中无再结晶发生^[11]。Sc 在铝合金中具有相对较高的扩散系数, 在 300~350 °C 条件下的几个小时内, 合金即可达到硬度峰值。但 Al_3Sc 粒子在高于 300 °C 时易发生粗化, 仅添加 Sc 元素的铝合金难以满足在较高变形温度和热处理温度下进行加工或服役的场合^[12]。在铝合金中添加 Zr 元素, 可以在铝合金中形成 $\text{Al}_3\text{Zr}(L1_2)$ 析出相^[13]。由于 Zr 元素的低扩散性, Al-Zr 合金的析出强化过程是非常迟缓的。通常情况下, 需要对合金进行超过 100 h 的时效处理才能使 Al-Zr 合金达到硬度峰值, 并且合金中析出的 $\text{Al}_3\text{Zr}(L1_2)$ 相的密度不高^[14]。

当在铝合金中同时添加 Sc 和 Zr 元素时, 时效处理后的合金组织中出现均匀分布的高密度的 $L1_2$ -

$\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 相^[15]。具有核壳结构的 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 相在 500~600 °C 温度范围内具有较高的热稳定性^[16]。KNIPLING 等^[17]比较了 Al-0.1%Sc, Al-0.1%Zr 和 Al-0.1%Sc-0.1%Zr 合金的晶粒组织和力学性能,发现铸态 Al-0.1%Sc-0.1%Zr 合金的平均晶粒尺寸最小;在时效处理后,Al-0.1%Sc-0.1%Zr 合金的硬度最高。高密度的 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子提升了铝合金的再结晶抑制,使得合金的再结晶温度显著升高^[18]。Al-0.4%Sc-0.15%Zr 与 Al-0.4%Sc 合金相比,再结晶起始温度由 520 °C 提升至 620 °C^[19]。在热轧后,Al-0.12%Zr-0.2%Sc 合金在 590 °C 条件下退火 24 h,组织中无再结晶发生^[20]。

钪锆微合金化使得铝合金的多种性能得到显著提升。复合添加 Zr 和 Sc 元素能够起到细化铝合金铸态晶粒组织的作用^[21-23]。弥散分布的纳米级 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子能够阻碍运动和晶界迁移,诱发局部变形不均匀性,形成大量剪切变形带,提高铝合金的加工硬化效果^[24-25]。Al-Zn-Mg-Sc-Zr 合金和 Al-Mg-Sc-Zr 合金在变形中形成的亚晶结构能够保持稳定,使合金具有在高应变速率下的超塑性^[26]。非对称轧制工艺能够使得 Al-Mg-Sc-Zr 合金的超塑性进一步增强^[27]。在超塑性变形中,小角度晶界向大角度晶界转变,晶界滑动是主要的变形机制;共格 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子有效抑制了晶粒的长大行为,保持了晶粒组织的稳定性^[28]。钪锆微合金化可以增强铝合金的耐腐蚀性能和焊接性能^[29-30]。 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子在高温条件下具有优异的稳定性,Al-Zn-Mg-Sc-Zr 合金还可以用作焊接填充金属,用于航空高强铝合金之间的连接^[31]。添加微量 Sc 和 Zr 元素后的铝合金同时具有较高的导电率和拉伸强度,可作为制备电缆导线的原材料^[32]。目前,对钪锆微合金化的研究集中在对铸态或者轧制态铝合金性能的评价上,而对热加工后含钪锆铝合金型材的研究较少。随着 Sc 元素成本不断降低,Sc 元素应用于民用产品的可行性逐渐提高。通过进一步完善合金成分设计,优化 Sc 元素的添加量,有助于新型铝合金材料的开发。

本文作者熔铸含钪锆元素和不含钪锆元素 3102 铝合金铸棒,采用热挤压方式制备铝合金圆管,并对挤压圆管进行预变形和退火处理;采用金相分析的方法对比了铸态、挤压态和退火态合金的晶粒组织;使用透射电镜对含钪锆合金中的析出相进行观测;采用电子背散射衍射的方法表征了两种合金挤出圆管的结构;对比研究了 Sc 和 Zr 微合金化对 3102 合金预变形及退火后组织的影响。本文着重于研究复合添加微量 Sc 和 Zr 对 3102 铝合金挤压型材性能和再结晶行为的

影响,以期为铝挤压型材深加工工艺提供理论和实验依据。

1 实验

以高纯铝、铝-铁,铝-锰、铝-硅,铝-钪及铝-锆中间合金为原料,将 720 °C 铝熔液浇注到自制铁模中,采用水冷的方式使熔液快速冷却至室温,制备出不含钪锆元素以及含钪锆元素的两种成分(分别记为 A 合金和 B 合金)铸棒。快速降温是为了使 Sc 和 Zr 元素获得高的固溶含量,增强合金的析出强化行为。两种合金的化学成分见表 1。

表 1 两种合金化学成分

Table 1 Compositional analysis of two alloys in this study

Alloy	Mass fraction/%				
	Fe	Mn	Si	Sc	Zr
Base	0.46	0.26	0.09	0	0
Base+0.24%Sc+0.23%Zr	0.70	0.25	0.12	0.24	0.23

将铝棒进行切头,并采用车削的方法削去铝棒的外皮,削皮后铝棒的直径为 101 mm。为使含钪锆合金在挤压前的组织中产生高密度析出相,对铸造的铝棒直接进行时效处理,时效制度为 450 °C、10 h。在 500 °C 环境中预热 3 h 后,铝棒被送入挤压机挤压筒。挤压过程中挤压杆的速度为 1 mm/s,两种合金圆管截面尺寸相同,挤压成形中使用的工艺参数相同。挤出圆管的截面尺寸如图 1(a)所示。挤出圆管外径为 25.04 mm,圆管壁厚为 1.08 mm,计算出圆管成形时的挤压比为 98.5。

对挤压成形后的圆管进行单向拉伸力学性能测试,拉伸试验在带有引伸计的 Zwick Z020 型万能材料试验机上进行,试验过程中拉伸速度为 6 mm/min。在拉伸试验机上对圆管试样进行拉伸,使得圆管产生 8% 预变形。由于圆管是一种薄壁空心管材,在进行拉伸试验和预变形时需要在圆管两端塞入塞头,实现预变形的拉伸装置如图 1(b)所示。预变形过程中的应变速率为 0.1 mm/s。将具有 8% 预变形的圆管在 600 °C 加热炉中保温 1 min、3 min 或 5 min,采用水冷淬火方法将圆管冷却至室温。

在使用扫描电镜(SEM)和光学显微镜观测样品时,定义样品的 3 个参考方向:ED(100),挤压方向;TD(010),检测面内垂直于 ED 的方向;ND(001),检测面的法向方向。使用徕卡 DM2700M 型光学显微镜进行金相观测的样品,需在电解抛光后对待观测表面

进行阳极覆膜处理。阳极覆膜液为 5% HBF_4 (体积分数)水溶液。

使用 TESCAN 的 MIRA3 型扫描电镜和能谱仪(EDS)对铸态合金中的初生相颗粒进行化学成分分

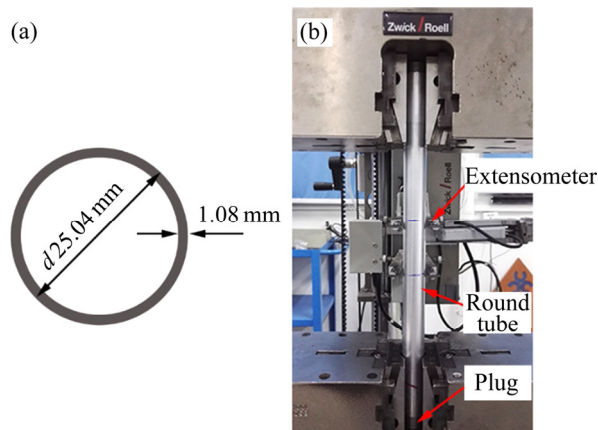


图1 挤出圆管的截面尺寸和圆管预变形装置示意图
Fig. 1 Profile of extruded round tube and experimental devices for producing pre-deformation

析,采用电子背散射衍射(EBSD)的方法表征两种合金圆管的组织。在电镜样品制备过程中,首先将待观测样品表面用砂纸研磨;然后使用 $1\text{ }\mu\text{m}$ 规格的金刚石悬浮液对表面进行机械抛光;最后使用体积分数为 10%的 $\text{HClO}_4\text{-C}_2\text{H}_5\text{OH}$ 电解液对待观测表面进行电解抛光。在电解抛光设备的参数设置中,电压设定在 22 V,电流控制在 0.5 A 左右。

使用体积比为 3:1 甲醇硝酸溶液作为电解液,采用双喷电解方法制备透射电镜(TEM)试样。在 Talos F200X G2 型透射电镜中对合金的组织形貌进行观测,并采集观测区域的选区电子衍射花样。

2 分析与讨论

2.1 铸棒组织

图 2 所示为由光学显微镜拍摄的阳极覆膜后铸态合金 A 和 B 的金相组织照片。从图 2(a)中可以看出,

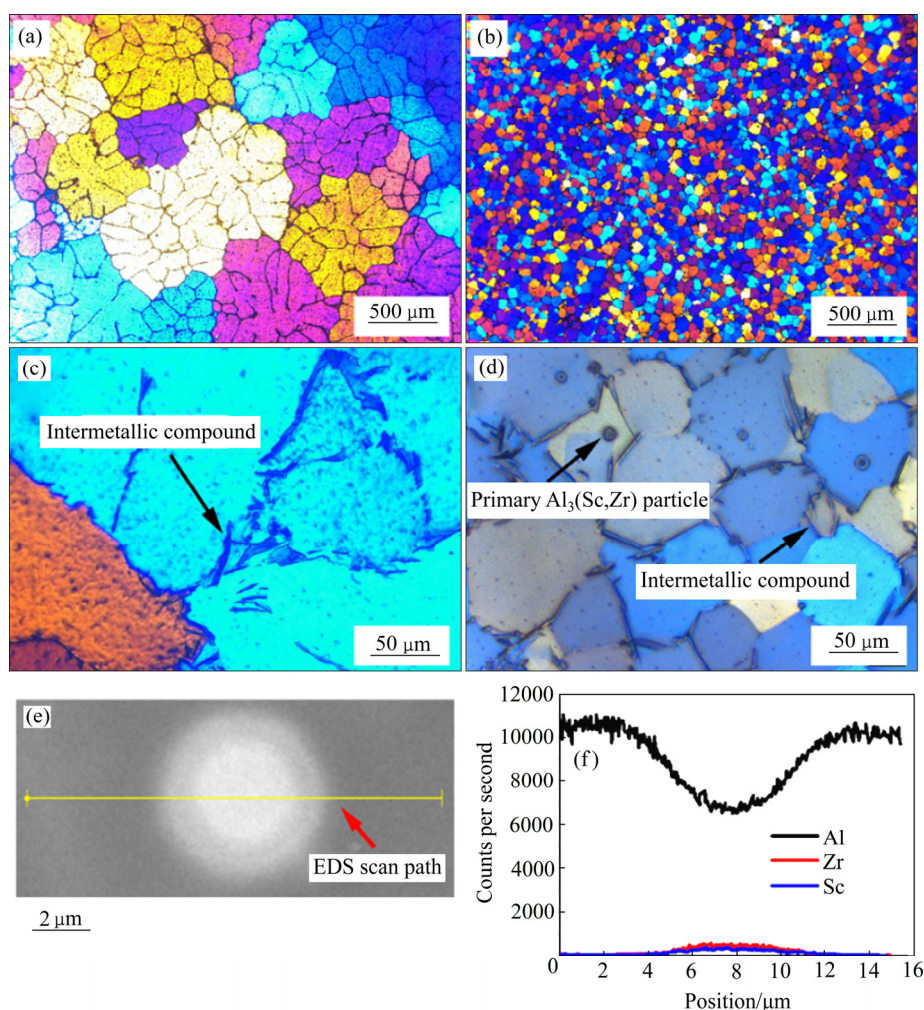


图2 A和B合金铸态组织

Fig. 2 Microstructures of as cast A and B alloys: (a) Alloy A; (b) Alloy B; (c) Alloy A; (d) Alloy B; (e) Back-scattering image of $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ particle; (f) EDS result along scanning path in Fig. 2(e)

A 合金铸态组织中存在粗大枝晶结构, 晶粒大小不均匀, 平均晶粒尺寸为 $(694 \pm 210) \mu\text{m}$; B 合金铸造组织中, 无枝晶结构存在, 晶粒尺寸均匀, 普遍为等轴晶, 平均晶粒尺寸为 $(45 \pm 14) \mu\text{m}$ (见图 2(b))。在 A 合金中, 金属间化合物在枝晶臂间聚集(见图 2(c)); 在 B 合金中, 金属间化合物聚集在晶界区域和晶粒中心处(见图 2(d))。EDS 分析结果(见图 2(e)和 2(f))表明晶粒内部的圆形金属间化合物颗粒为初生 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 相。

在凝固过程中, 初生 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒可以作为异质形核点, 促使合金熔液中发生非均匀形核, 使得 3102 铸态合金组织由枝晶向等轴晶转变, 显著细化合金铸造组织^[33]。初生相颗粒的形貌受到熔液过热度、金属元素的浓度、元素的扩散系数和元素间相互作用的影响。初生 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒通常呈现方形或者十字花形^[34]。在钪锆复合后的铸态 3102 合金中, 初生 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒呈现圆形。在圆形 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 颗粒中, Zr 元素的含量略高于 Sc 元素的含量(见图 2(f))。

在对含 Sc 和 Zr 元素的铝合金进行时效处理后, 合金中将出现析出相粒子。共格 Al_3Sc 粒子形成于时效初期, 作为 Zr 元素析出的非均匀形核点, 进而形成了具有核壳结构的 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 析出相。由于富含 Zr 元素壳结构的形成, $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 析出相的粗化速度相比 Al_3Sc 要低, 具有更高的热稳定性^[6]。在时效处理后的 A 合金中未发现析出相。图 3(a)所示为经 450°C 、10 h 时效处理后 B 合金样品的 TEM 像, 合金中存在高密度的 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 相。图 3(b)所示为对 B 合金样品进行 450°C 、10 h 时效和 500°C 、3 h 保温处理后样品的 TEM 明场像。图 3(c)所示为时效和保温处理后 B 合金样品的 TEM 暗场像。图 3(d)为时效和保温处理后 B 合金样品的选区衍射电子花样。 500°C 、3 h 保温处理使得合金中的 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子发生粗化, 纳米级粒子的数量密度降低, 平均尺寸升高。TEM 检测结果表明 B 合金在热挤压成形前的组织中包含有较高密度的析出相。

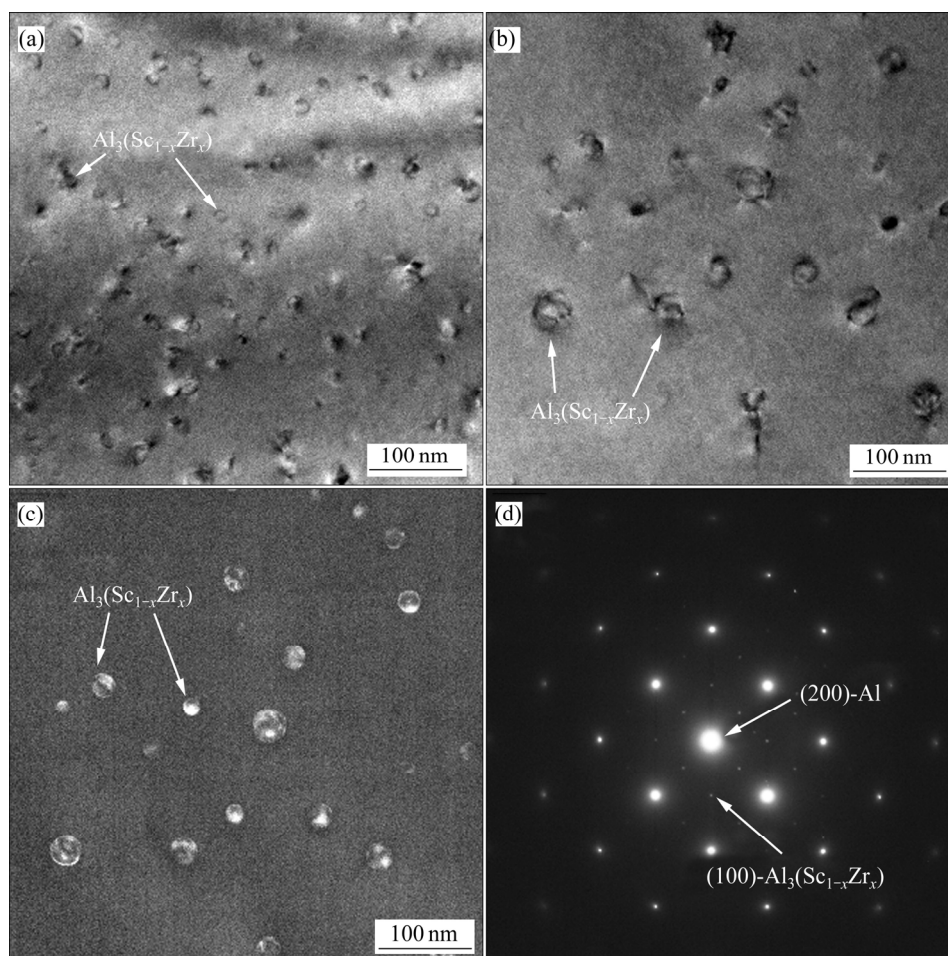


图 3 合金 B 中的 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 相

Fig. 3 TEM images of precipitates in alloy B: (a) Bright field image of alloy after aging treatment; (b) Bright field image of alloy after aging and preserving treatment; (c) Dark field image of alloy after aging and preserving treatment; (d) Selected area diffraction pattern of alloy after aging and preserving treatment

2.2 挤压圆管组织和力学性能

图4所示为两种合金挤出圆管的金相组织。热挤压过程细化了A合金的晶粒,晶粒尺寸降低至 $(80\pm 21)\mu\text{m}$ (见图4(a)和图4(c))。发生在热挤压过程中的再结晶细化了A合金的晶粒组织。B合金圆管的晶粒细小(见图4(b)),并且沿着挤压方向呈现纤维状组织(见图

4(d)),B合金在热挤压过程中无再结晶行为发生。

使用EBSD检测的两种合金圆管晶粒组织如图5所示。在图5中,黑色线条代表取向差大于 15° 的晶界,而取向差在 $5^\circ\sim 15^\circ$ 范围内的晶界用白线表示。在A合金圆管组织中大部分为再结晶晶粒,呈现等轴状(见图5(a))。图5(b)所示为B合金圆管晶粒组织,其

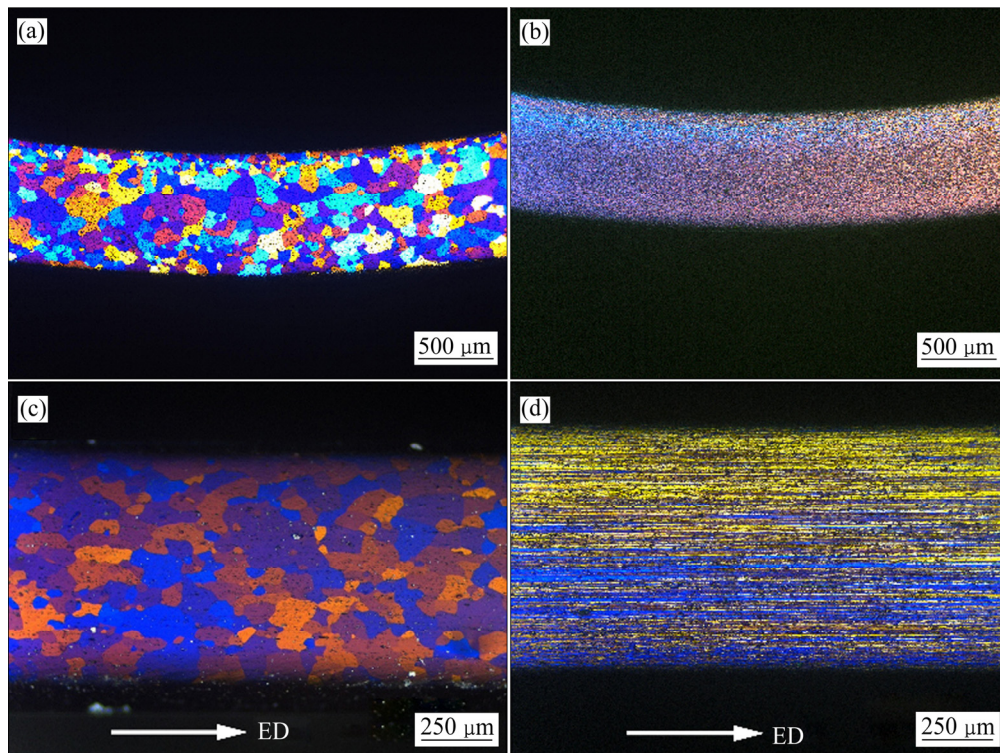


图4 A、B合金挤出圆管的显微组织

Fig.4 Microstructures of extruded tubes from alloys A and B: (a) Alloy A, circular section; (b) Alloy B, circular section; (a) Alloy A, section along extrusion direction; (b) Alloy B, section along extrusion direction

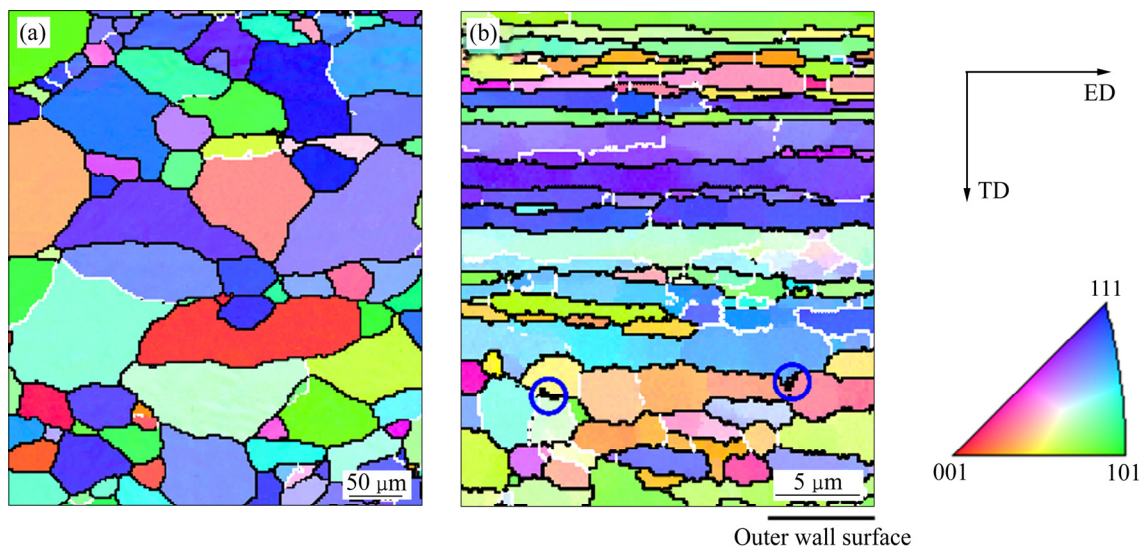


图5 两种合金挤出圆管 EBSD 晶粒组织

Fig. 5 EBSD microstructures of two extruded round tubes: (a) Alloy A; (b) Alloy B

中蓝色圆圈标记的黑孔区域, 产生自粗大的第二相颗粒对 EBSD 扫描造成的干扰。在热挤压成形后, B 合金的晶粒沿着挤压方向伸长, 在管壁厚度方向(TD)上晶粒宽度一般小于 $5\ \mu\text{m}$ 。在 B 合金圆管组织中, 靠近外壁面狭窄区域内的部分晶粒呈现等轴状, 说明靠近外壁的部分晶粒也是再结晶晶粒。

图 6(a)所示为两种合金圆管 EBSD 检测区域晶粒取向反极图。A 合金在热挤压成形过程中发生了再结晶, 再结晶晶粒具有多种不同取向。A 合金挤压变形组织中包含较强的再结晶 $\langle 211 \rangle \parallel 100$ 纤维织构和较弱的再结晶 $\langle 321 \rangle \parallel 100$ 纤维织构。 $\langle 211 \rangle \parallel 100$ 和 $\langle 321 \rangle \parallel 100$ 织构方向在反极图中的位置分别用圆形和椭圆形标记。图 6(b)所示为 B 合金挤压圆管晶粒取向反极图。B 合金圆管组织中包含较强的 $\langle 553 \rangle \parallel 100$ 纤维织构和较弱的 $\langle 102 \rangle \parallel 100$ 纤维织构。 $\langle 553 \rangle \parallel 100$ 和 $\langle 102 \rangle \parallel 100$ 两种织构方向在图 6(b)中分别使用三角形和四边形进行标识。

在含钪锆元素的铝合金热挤压成形组织中, 未发生再结晶的纤维织构是最主要的组织特征。 $\langle 111 \rangle$ 和 $\langle 001 \rangle$ 纤维织构常见于热挤压变形后的铝合金中^[35]。在包含纤维织构的合金材料发生变形时, 纤维织构将导致组织中出现粗大的剪切带, 使得材料在颈缩之前

发生破坏, 降低了材料的成形性能^[36]。虽然纤维织构降低了材料的延性, 但提升了材料的断裂韧性。纤维织构还可以阻止应力腐蚀裂纹在组织内部的扩展, 进而提升材料的抗应力腐蚀性能^[37]。

图 7 所示为两种合金挤出圆管的工程应力应变曲线。A 合金挤出圆管屈服强度为 26 MPa, 抗拉强度为 70 MPa, 断后伸长率达到 35%(见图 7(a))。热挤压过程使得铸造产生的金属间化合物在组织中均匀分布。在组织中均匀分布的金属间化合物颗粒是 A 合金具有较高断后伸长率的原因。在添加 Sc 和 Zr 元素之后, B 合金挤出圆管的屈服强度为 89 MPa, 抗拉强度为 122 MPa, 断后伸长率为 32%。

添加 Sc 和 Zr 元素后, 圆管的屈服强度由 26 MPa 升高至 89 MPa。圆管的强度提升主要来自于 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 相的析出强化作用。析出相作为障碍物, 阻碍了合金在变形时的位错运动。析出强化引起的屈服强度增量 $\Delta\sigma_p$ 可通过 Orowan 机制进行估计^[38]:

$$\Delta\sigma_p = \sqrt{3Gb}/L \quad (1)$$

式中 G 为铝合金剪切模量, $G=26\ \text{GPa}$; b 为伯氏矢量, $b=0.289\ \text{nm}$; L 为析出相间的平均间距, 由 TEM 图像分析结果得出 $L=212\ \text{nm}$ 。计算出强度增量 $\Delta\sigma_p = \sqrt{3Gb}/L = 60\ \text{MPa}$, 与实验结果基本吻合。

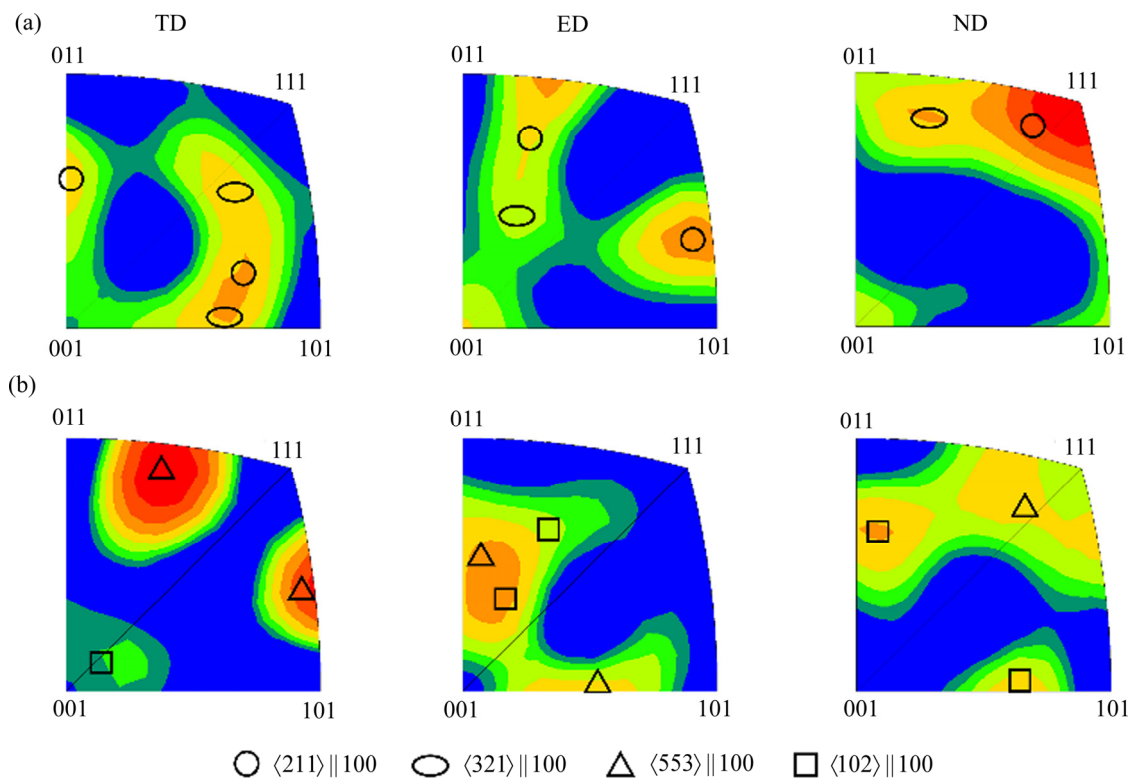


图 6 两种合金挤出圆管晶粒取向反极图

Fig. 6 Inverse pole figures of grain orientations in two alloy extruded tubes: (a) Alloy A; (b) Alloy B

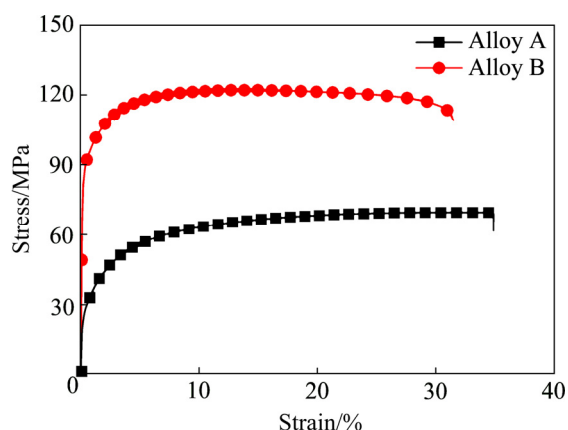


图7 合金A和B挤压圆管拉伸试验应力-应变曲线

Fig. 7 Strain-stress curves of round tubes extruded from alloys A and B

添加 Sc 和 Zr 元素后, 挤压圆管具有沿挤压方向伸长的纤维组织。在挤压圆管的单向拉伸过程中, 纳米级 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子使得变形过程中形成的亚晶结构保持稳定, 亚晶界能够向晶界转化^[26]。在大变形时, 晶界发挥变形协调的作用, 晶界滑动是主要的变形机制, 提升了拉伸试验中合金的断后伸长率^[27]。铈锆微合金化使得 3102 铝合金强度升高近一倍, 同时挤出圆管保持了较高的断后伸长率。

2.3 预变形及退火晶粒组织

图8所示为A和B两种合金圆管在预变形及退火后的晶粒组织。在600℃条件下进行1min退火后, 在A合金圆管中未发生明显晶粒长大现象(见图8(a)); 随着退火时间增加到3min, A合金圆管中出现异常大晶粒, 圆管中原有的晶粒被长大晶粒吞噬(见图8(b)); 在5min退火后, A合金圆管的检测截面被有限的几个大晶粒所占据。对于不含铈锆元素的3102铝合金挤出圆管, 预变形及退火可以在组织中诱发异常晶粒长大现象。

600℃条件下退火1min使得B合金圆管外壁狭窄的区域中出现晶粒长大, B合金圆管内部纤维组织保持不变。外壁区域的组织在热挤压成形受到的剪切作用最强, 并发生再结晶。包含再结晶晶粒的区域在预变形及退火后发生晶粒异常长大现象(见图5(b)和图8(d))。经5min退火后, B合金圆管的大部分区域在热挤压成形过程中无再结晶发生, 挤压成形后形成的纤维组织保持不变。在预变形及退火后, 在纤维组织中未出现晶粒异常长大。图8(d)~(f)中同时示出了同类样品放大后的金相组织图片。第二相大颗粒在阳极覆膜后具有较高的亮度, 在图片中呈现亮斑状。从圆管截面的金相图片中难以对晶粒形貌做出区分。在热挤压成形时, 合金晶粒受到压延作用, 沿挤压方向拉长。被压延后, 晶粒厚度接近2μm, 在圆管截面上呈

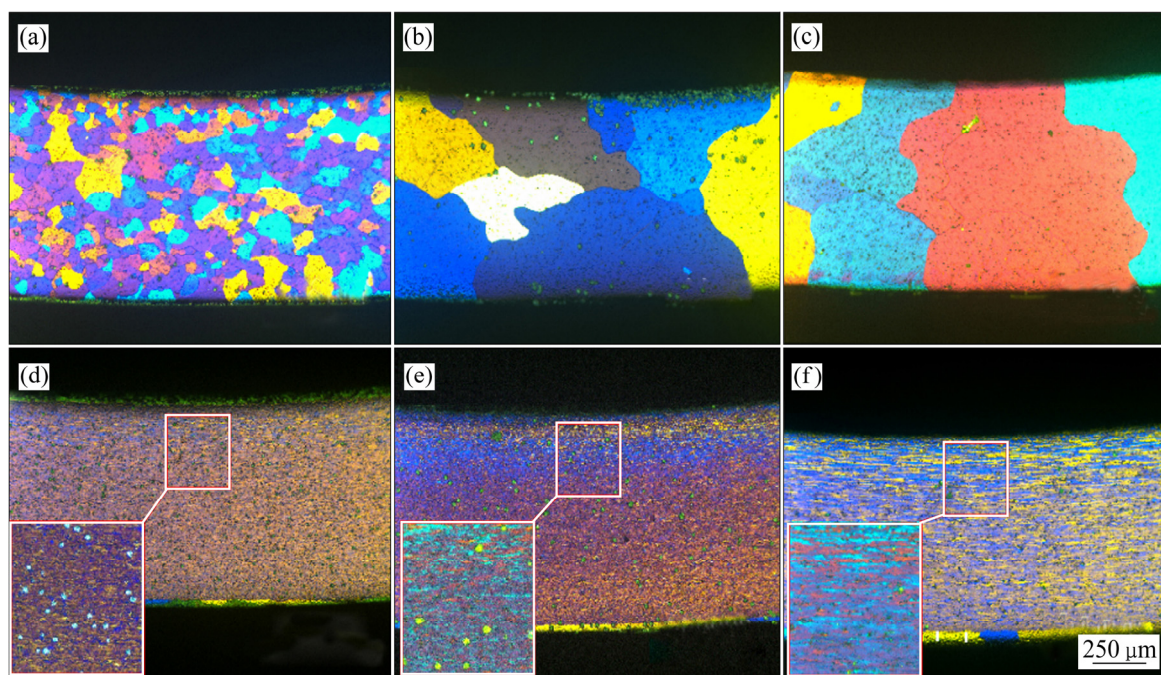


图8 不同退火时间后合金管材的显微组织

Fig. 8 Microstructures of pre-deformed tube after annealing at 600 °C for different time: (a) Alloy A, 1 min; (b) Alloy A, 3 min; (c) Alloy A, 5 min; (d) Alloy B, 1 min; (e) Alloy B, 3 min; (f) Alloy B, 5 min

现出不规则的扁平形貌。

高密度的 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子对位错和晶界具有拖拽作用, 抑制了再结晶, 并阻碍了晶粒长大。析出相与合金基体间的共格度越高, 析出相对晶界迁移的钉扎作用越强^[32, 39]。 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子与铝基体之间接近完全共格。由于 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子在高温下的稳定性较高, 5 min 退火对 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子与基体间的共格关系影响微小。B 合金中的 $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 粒子降低了晶界迁移的速度。随着退火时间的增加, 晶粒由外壁面向内部区域的长大过程被阻碍。如图 8(e) 和图 8(f) 中所示, 在 5 min 退火后, 发生晶粒长大的区域在管壁厚度方向上不超过 50 μm 。

3 结论

1) 在圆管热挤压成形过程中, 3102 铝合金发生动态再结晶; 8% 预变形、600 $^{\circ}\text{C}$ 退火处理导致圆管组织中发生晶粒异常长大。

2) 对于使用钪元素进行微合金化后的 3102 铝合金, 在时效过程中产生了高密度析出相; 析出相抑制了发生在热挤压过程中的再结晶行为, 使得圆管的屈服强度由 26 MPa 提升至 89 MPa, 抗拉强度由 70 MPa 提升至 122 MPa, 而断后伸长率变化不大。

3) 经 8% 预变形、600 $^{\circ}\text{C}$ 退火处理后, 含钪元素挤压圆管中的纤维组织保持稳定, 仅在靠近外壁的狭窄区域中出现异常大晶粒; $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ 析出相通过阻碍热挤压成形中的动态再结晶, 进而抑制了发生在预变形及退火过程中的晶粒异常长大。

REFERENCES

- [1] 姚 勇, 林顺岩, 田 士. 热处理对汽车散热器用铝合金钎焊带材组织和性能的影响[J]. 铝加工, 2014(3): 23–27.
YAO Yong, LIN Shun-yan, TIAN Shi. Effect of heat treatment on microstructure and property of aluminum alloy brazing strip for automobile radiator[J]. Aluminium Fabrication, 2014(3): 23–27.
- [2] 李贤睿, 方文利, 唐 鼎, 乔 毅, 孙岳林, 李大永. 铝合金微通道扁管热挤压成形数值模拟[J]. 塑性工程学报, 2017, 24(5): 1–6.
LI Xian-rui, FANG Wen-li, TANG Ding, QIAO Yi, SUN Yue-lin, LI Da-yong. Numerical simulation on hot extrusion forming of aluminum alloy micro-multiport profile[J]. Journal of Plasticity Engineering, 2017, 24(5): 1–6.
- [3] KRAFT F F. Method for predicting and optimizing the strength of extruded multi-void aluminum heat exchanger tube[C]// SAE Proceedings of the 2001 Vehicle Thermal Management Systems Conference. New Jersey: Wiley-Blackwell, 2001: 363–370.
- [4] LI K, ZOU T X, LI D Y, SHU D, TANG D, PENG Y H. Strength variation in processing multi-port extrusion tubes of A1100 and A3102 alloys[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2019, 28(6): 3576–3589.
- [5] TANG D, FAN X H, FANG W L, LI D Y, PENG Y H. Microstructure and mechanical properties development of micro channel tubes in extrusion, rolling and brazing[J]. Materials Characterization, 2018, 142: 449–457.
- [6] DE LUCA A, DUNAND D C, SEIDMAN D N. Mechanical properties and optimization of the aging of a dilute Al-Sc-Er-Zr-Si alloy with a high Zr/Sc ratio[J]. Acta Materialia, 2016, 119: 35–42.
- [7] 黄宏锋, 姜 锋, 刘兴涛, 周 江, 钟沐春, 韦丽丽. $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 粒子与剪切带对 Al-Mg-Sc-Zr 合金再结晶及断裂行为的影响[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(5): 1117–1127.
HUANG Hong-feng, JIANG Feng, LIU Xing-tao, ZHOU Jiang, ZHONG Mu-chun, WEI Li-li. $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ particles and shear bands on recrystallization and fracture behaviors of Al-Mg-Sc-Zr alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2015, 25(5): 1117–1127.
- [8] 滕广标, 刘崇宇, 李 剑, 马宗义, 周文标, 向 晶. 添加 Sc 对 7055 铝合金微观结构和力学性能的影响[J]. 材料研究学报, 2018, 32(2): 112–118.
TENG Guang-biao, LIU Chong-yu, LI Jian, MA Zong-yi, ZHOU Wen-biao, XIANG Jing. Effect of Sc on microstructure and mechanical property of 7055 Al-alloy[J]. Chinese Journal of Materials Research, 2018, 32(2): 112–118.
- [9] FULLER C B, SEIDMAN D N, DUNAND D C. Creep properties of coarse-grained Al(Sc) alloys at 300 $^{\circ}\text{C}$ [J]. Scripta Material, 1999, 40(6): 691–696.
- [10] JONES M J, HUMPHREYS F J. Interaction of recrystallization and precipitation: The effect of Al_3Sc on the recrystallization behavior of deformed aluminium[J]. Acta Materialia, 2003, 51(8): 2149–2159.
- [11] 潘青林, 尹志民, 邹景霞, 陈显明, 张传福. 微量 Sc 在 Al-Mg 合金中的作用[J]. 金属学报, 2001, 37(7): 749–753.

- PAN Qing-lin, YIN Zhi-min, ZOU Jing-xia, CHEN Xian-ming, ZHANG Chuan-fu. Effects of minor Sc addition on microstructure and tensile property of Al-Mg alloy[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2001, 37(7): 749–753.
- [12] MARQUIS E A, SEIDMAN D N, DUNAND D C. Effect of Mg addition on the creep and yield behavior of an Al-Sc alloy[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(16): 4751–4760.
- [13] BELOVE N A, ALABIN A N, MATVEEVA I A, ESKIN D G. Effect of Zr additions and annealing temperature on electrical conductivity and hardness of hot rolled Al sheets[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2015, 25(9): 2817–2826.
- [14] KNIPLING K E, SEIDMAN D N, DUNAND D C. Ambient- and high-temperature mechanical properties of isochronally aged Al-0.06Sc, Al-0.06Zr and Al-0.06Sc-0.06Zr (at.%) alloys[J]. *Acta Materialia*, 2011, 59(3): 943–954.
- [15] 刘 贇, 黄继武, 邓 英, 江福清, 王英君. 钕锆复合添加对 Al-Zn-Mg 合金淬火敏感性的影响[J]. *金属热处理*, 2018, 43(11): 20–25.
- LIU Yun, HUANG Ji-wu, DENG Ying, JIANG Fu-qing, WANG Ying-jun. Effects of combined additions of Sc and Zr on quenching sensitivity of Al-Zn-Mg alloy[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2018, 43(11): 20–25.
- [16] FORBORD B, HALLEM H, RØYSET J, MARTHINSEN K. Thermal stability of $Al_3(Sc_xZr_{1-x})$ -dispersoids in extruded aluminium alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 475(1): 241–248.
- [17] KNIPLING K E, KARNESKY R A, LEE C P, DUNAND D C, SEIDMAN D N. Precipitation evolution in Al-0.1Sc, Al-0.1Zr and Al-0.1Sc-0.1Zr (at.%) alloys during isochronal aging[J]. *Acta Materialia*, 2010, 58(15): 5184–5195.
- [18] JIA Z H, RØYSET J, SOLBERG J K, LIU Q. Formation of precipitates and recrystallization resistance in Al-Sc-Zr alloys[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2012, 22(8): 1866–1871.
- [19] RØYSET J, RYUM N. Scandium in aluminium alloys[J]. *Metallurgical Reviews*, 2005, 50(1): 19–44.
- [20] RIDDLE Y W, SANDERS T H. A study of coarsening, recrystallization, and morphology of microstructure in Al-Sc-(Zr)-(Mg) alloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, 35(1): 341–350.
- [21] 高红选, 卫广智, 吴 健, 张晓燕. 钕和钪对 Al-Mg 铸造合金组织和力学性能的影响[J]. *有色金属(冶炼部分)*, 2014(5): 64–67.
- GAO Hong-xuan, WEI Guang-zhi, WU Jian, ZHANG Xiao-yan. Effects of zirconium and scandium on microstructure and mechanical properties of Al-Mg casting alloy[J]. *Nonferrous Metals (Extractive Metallurgy)*, 2014(5): 64–67.
- [22] 潘海成, 向青春. 微量钕钪 Al-Fe 合金细化作用的电子理论研究[J]. *铸造*, 2015, 64(8): 728–730.
- PAN Hai-cheng, XIANG Qing-qing. Research on electronic theory of trace scandium and zirconium compound alloying for Al-Fe alloy[J]. *Foundry*, 2015, 64(8): 728–730.
- [23] 王凯先, 尹登峰, 胡 婷, 卢少康, 付 理, 王 华, 韦道明. 微量钕、钪对 Al-Zn-Mg 合金铸态组织演变的影响[J]. *金属热处理*, 2019, 44(3): 50–57.
- WANG Kai-xian, YIN Deng-feng, HU Ting, LU Shao-kang, FU Li, WANG Hua, WEI Dao-ming. Influence of minor Sc and Zr on as-cast microstructure evolution of Al-Zn-Mg alloy[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2019, 44(3): 50–57.
- [24] LI B, PAN Q L, CHEN C P, YIN Z M. Effect of aging time on precipitation behavior, mechanical and corrosion properties of a novel Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloy[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2016, 26(9): 2263–2275.
- [25] GUANRG, JIN H M, JIANG W S, WANG X Y, LI Z, ZHANG J, LIU H N. Quantitative contributions of solution atoms, precipitates and deformation to microstructures and properties of Al-Sc-Zr alloys[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2019, 29(5): 907–918.
- [26] 徐国富, 彭小燕, 段雨露, 曹晓武, 邓 英, 尹志民. 新型 Al-Mg-Sc-Zr 和 Al-Zn-Mg-Sc-Zr 合金的研究进展[J]. *中国有色金属学报*, 2016, 26(8): 1577–1587.
- XU Guo-fu, PENG Xiao-yan, DUAN Yu-lu, CAO Xiao-wu, DENG Ying, YIN Zhi-min. Research advance on new Al-Mg-Sc-Zr and Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2016, 26(8): 1577–1587.
- [27] XU G F, CAO X W, ZHANG T, DUAN Y, PENG X Y, DENG Y, YIN Z M. Achieving high strain rate superplasticity of an Al-Mg-Sc-Zr alloy by a new asymmetrical rolling technology[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 672(30): 98–107.
- [28] DUAN Y L, TANG L, DENG Y, CAO X W, XU G F, YIN Z M. Superplastic behavior and microstructure evolution of a new Al-Mg-Sc-Zr alloy subjected to a simple thermo-mechanical processing[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 669: 205–217.
- [29] 叶 锐, 杨继东, 彭小燕, 徐国富, 尹志民. Al-Zn-Mg-Sc-Zr 合金搅拌摩擦焊接接头的显微组织、力学性能及局

- 部腐蚀性能[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(10): 2656–2665.
- YE Rui, YANG Ji-dong, PENG Xiao-yan, XU Guo-fu, YIN Zhi-min, Microstructure, mechanical properties and localized corrosion property of friction stir welded joint of Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2015, 25(10): 2656–2665.
- [30] 聂俊红, 潘清林, 聂辉文, 赖春明, 李 波. 含钪 Al-Zn-Mg-Mn-Zr 合金焊接接头的组织与性能[J]. 机械工程材料, 2016, 40(9): 26–30.
- NIE Jun-hong, PAN Qing-lin, NIE Hui-wen, LAI Chun-ming, LI Bo. Microstructure and properties of welded joint of Al-Zn-Mg-Mn-Zr alloy containing Sc[J]. Materials for Mechanical Engineering, 2016, 40(9): 26–30.
- [31] DENG Y, PENG B, XU G F, PAN Q L, YING Z M, YE R, WANG Y J, LU L Y. Effects of Sc and Zr on mechanical property and microstructure of tungsten inert gas and friction stir welded aerospace high strength Al-Zn-Mg alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2015, 639: 500–513.
- [32] CHAO R Z, GUAN X H, GUAN R G, TIE D, LIAN C, WANG X, ZHANG J. Effect of Zr and Sc on mechanical properties and electrical conductivities of Al wires[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(10): 3164–3169.
- [33] ZHANG W, XING Y, JIA Z H, YANG X F, LIU Q, ZHU C L. Effect of minor Sc and Zr addition on microstructure and properties of ultra-high strength aluminum alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(12): 3866–3871.
- [34] XU C, DU R, WANG X J, HANADA S, YAMAGATA H, WANG W H, MA C L. Effect of cooling rate on morphology of primary particles in Al-Sc-Zr master alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(7): 2420–2426.
- [35] EDDAHBI M, JIMÉNEZ J A, RUANO O A. Microstructure and creep behaviour of an Osprey processed and extruded Al-Cu-Mg-Ti-Ag alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2007, 433(1/2): 97–107.
- [36] WU P D, MACEWEN S R, LLOYD D J, NEALE K W. Effect of cube texture on sheet metal formability[J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 364(1/2): 182–187.
- [37] THOMPSON D S. Metallurgical factors affecting high strength aluminum alloy production[J]. Metallurgical Transactions A, 1975, 6(4): 671–683.
- [38] TANG C L, ZHOU D J. Precipitation hardening behavior of dilute binary Al-Yb alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(7): 2326–2330.
- [39] YU C T, CHEN Y C, HUI C C. Effects of trace amounts of Zr and Sc on the recrystallization behavior and mechanical properties of Al-4.5Zn-1.6Mg alloys[J]. Materials Letters, 2018, 228: 270–272.

Effect of Sc and Zr on microstructure stability of 3102 aluminum tube

LI Kai, YU Jiang-ping, LI Da-yong, PENG Ying-hong, ZOU Tian-xia

(School of Mechanical Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: The effect of additions of Sc and Zr elements on the microstructure of 3102 aluminum alloy as cast, as well as after aging, hot extrusion, and pre-deformation/annealing-treatment, was investigated by multiscale methods of microstructure characterization. The results show that the additions of Sc and Zr elements can lead to the formation of $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ primary phase, which promotes heterogeneous nucleation and refines the as cast grain size. The aging treatment produces high density of precipitates in the alloy with Sc and Zr elements, and these $\text{Al}_3(\text{Sc}_x\text{Zr}_{1-x})$ particles restrain dynamic recrystallization in hot extrusion of round tube. The additions of 0.24% Sc and 0.23% Zr increase the yield strength of extruded tube from 26 MPa to 89 MPa and tensile strength from 70 MPa to 122 MPa. The abnormal large grains appear in the tubes extruded from plain 3102 alloy after 8% pre-tension and 600 °C annealing for 3 min. In the tubes extruded from alloy with Sc and Zr additions, the grain growth is suppressed in most part of the tube. The additions of Sc and Zr in 3102 aluminum alloy promote recrystallization resistance of grain structures of the extruded tubes, and keep the microstructure stability in pre-deformation/annealing processing.

Key words: aluminum alloy; pre-deformation; annealing; recrystallization resistance; abnormal grain growth

Foundation item: Projects(51575346, 51705315) supported by the National Natural Science Foundation of China

Received date: 2019-04-24; **Accepted date:** 2019-11-21

Corresponding author: LI Da-yong; Tel: +86-21-34206459; E-mail: dyli@sjtu.edu.cn

(编辑 李艳红)