



## 铸造冷却速率对 Al-Mg-Si-Mn 耐热铝合金组织及热加工性能的影响

钱晓明<sup>1,2</sup>, 章 羽<sup>1</sup>, 王昭东<sup>1</sup>, 李 勇<sup>1,4</sup>, 许光明<sup>3</sup>, 王海尧<sup>1</sup>

(1. 东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 沈阳 110819;  
2. 燕山大学 国家冷轧板带装备及工艺工程技术研究中心, 秦皇岛 066004;  
3. 东北大学 材料电磁过程研究教育部重点实验室, 沈阳 110819;  
4. 广西先进铝加工创新中心有限责任公司, 南宁 530007)

**摘要:** 在铸造冷却速率分别为 1.4 °C/s 与 5.7 °C/s 的条件下制备了 Al-Mg-Si-Mn 铝合金铸锭, 对铸锭进行了 430 °C、6 h 超低温均匀化, 对均匀化后的合金样品进行了等轴热压试验。结果表明: 水冷铜模样品中的共晶组织含量更少且尺寸更小。均匀化热处理后, 大量  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相在铝基体中析出, 水冷铜模样品的弥散相数量密度高于砂模样品。等轴热压过程中, 水冷铜模样品具有更高的变形应力, 原因是其  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 相数量密度更高, 产生了更强的颗粒强化效应; 砂模样品的边裂倾向更严重, 原因是砂模样品中的粗大共晶组织更容易引起变形过程中的局部应力集中。

**关键词:** 铝合金; 铸造冷却速率;  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相; 热加工性能

文章编号: 1004-0609(2022)-02-0343-10

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

**引文格式:** 钱晓明, 章 羽, 王昭东, 等. 铸造冷却速率对 Al-Mg-Si-Mn 耐热铝合金组织及热加工性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(2): 343–352. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40093

QIAN Xiao-ming, ZHANG Yu, WANG Zhao-dong, et al. Effect of casting cooling rate on microstructure and hot workability of Al-Mg-Si-Mn heat-resistant aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(2): 343–352. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40093

弥散相强化是耐热铝合金最重要的强化机制之一。其机理为在铝基体中引入大量热稳定的弥散相颗粒用于阻碍位错运动, 从而达到强化合金的目的<sup>[1-2]</sup>。Al<sub>3</sub>M(M 一般为过渡族金属元素)是耐热铝合金最主要的高温弥散强化相, 其一般具有 L<sub>1</sub>空间点阵结构, 常见的 Al<sub>3</sub>M 相有 Al<sub>3</sub>Sc、Al<sub>3</sub>Zr、Al<sub>3</sub>Y、Al<sub>3</sub>Er 等<sup>[3-6]</sup>。

最近的研究发现<sup>[7-8]</sup>, 亚微米级  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相在提高铝合金高温力学性能方面具有较大的潜力。 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相主要存在于均匀化的 6xxx 合金中, 其主要作用是抑制热处理及热变形过程中再结晶的发生。然而, 传统 6xxx 铝合

金中  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的数量密度较低, 对合金的高温强化效果有限。为了提高  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的数量密度, QIAN 等<sup>[7]</sup>在 Al-Mg-Si 合金中添加了 0.5%~1% Mn 元素, 并对合金进行了特定的超低温均匀化热处理。结果显示, 在 Al-Mg-Si-0.5Mn 合金中,  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相在 350 °C 开始析出, 在 400~450 °C 时其数量密度达到最大值, 相应的显微硬度也达到峰值。通过定量研究发现, 随着 Mn 含量的增加, 弥散强化作用逐渐提高, Al-Mg-Si 合金的变形激活能从无弥散相时的 191 kJ/mol 增加到 Mn 含量为 1% 时的 315 kJ/mol。

$\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相大量析出的前提是在铸

**基金项目:** 国家自然科学基金资助项目(51790485); 中央高校基本科研业务费(N2007008); 南宁市科技重大专项(20191002)

**收稿日期:** 2021-04-19; **修订日期:** 2021-12-11

**通信作者:** 王昭东, 教授, 博士; 电话: 13904006426; E-mail: zhaodongwang@263.net

李 勇, 副教授, 博士; 电话: 18040259960; E-mail: liyong.neu@163.com

造过程中形成高浓度的 Fe、Mn 和 Si 的过饱和固溶体，从而保证在后续热处理过程中  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相有足够的析出驱动力。然而，Mn、Fe 元素在 Al 基体中的溶解度通常很低，在常规的铸造方式中，Mn、Fe 元素常以粗大共晶组织形式存在于铸态组织中，限制了高浓度 Mn、Fe 元素过饱和固溶体的形成。根据 LIU 等<sup>[8]</sup>的报道，当 3xxx 合金中 Fe 的含量超过 0.3%(质量分数)时，凝固过程形成  $\text{Al}_6(\text{MnFe})$  粗大结晶，导致熔体中大量的 Mn 元素被消耗，保留在铝基体中的 Mn 元素浓度较低，使得热处理过程中可用于形成弥散相的 Mn 溶质较少，从而合金的高温强度和抗蠕变性能变差。

提高铸造冷却速率是提高合金元素在金属基体中元素浓度的常用方法<sup>[9]</sup>。赵志刚等<sup>[10]</sup>发现，提高 M2 钢的铸造冷却速率可使合金元素更多地以固溶体形式存在于合金基体中，从而形成更高浓度的过饱和固溶体。根据申华等<sup>[11]</sup>的报道，提高 6061 铝合金的铸造冷却速率可以细化晶粒、减小第二相尺寸以及提高溶质元素在基体中的固溶度。

变形铝合金通常要经过热变形，如挤压、轧制及锻造等工艺获得预期的成品规格。合金的热加工性能与其组织密切相关<sup>[12-13]</sup>。QIAN 等<sup>[14]</sup>研究了均匀化处理和 Mn 微合金化对 6060 合金热加工性能的影响，发现在均匀化过程中，添加 0.1% Mn(质量分数)可促进  $\beta$ -AlFeSi 向  $\alpha$ -AlFeSi 的转化，从而提高合金的热加工性能。PRASAD 等<sup>[15]</sup>认为，均匀化过程中金属间化合物的溶解可降低晶间裂纹形成的几率，是 AZ31 镁合金提高热加工性能的关键因素。QIAN 等<sup>[16]</sup>研究了均匀化后冷却速率对 6060 合金热加工性能的影响，结果表明，流变应力随着均匀化后冷却速率的降低而减小。

近几十年来，针对耐热铝合金弥散强化的研究主要集中于  $L1_2$  结构的  $\text{Al}_3\text{M}$  相<sup>[17-18]</sup>，而对以  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 为强化相的耐热铝合金的研究相对较少。目前，铸造冷却速率对 Al-Mg-Si-Mn 耐热铝合金组织及热加工性能的影响尚未有公开的文献报道。因此，有必要针对铸造冷却速率、共晶组织、 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相及其对热变形性能的影响进行系统地研究。

本文作者采用不同冷却速率的铸造工艺制备出了 Al-Mg-Si-Mn 合金铸锭，并对铸锭进行了超低温均匀化热处理，实现了  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的

大量析出。研究了铸态及热处理态的合金微观组织，并对微观组织进行了定量分析。通过等轴热压实验考察了合金的热变形性能，重点研究了铸造冷却速率对合金组织及热加工性能的影响。

## 1 实验

实验采用了 Al-0.8Mg-0.75Si-0.75Fe-1Mn(质量分数，%)合金作为研究对象，添加 1% Mn 的目的是为  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的析出提供足够的元素储备。利用砂模和水冷铜模铸造方式制备出规格为 400 mm×200 mm×7 mm 的铝合金铸锭，测得两种铸造方式的冷却速率分别为 1.4 °C/s 与 5.7 °C/s，本文中以砂模和水冷铜模代表两种不同制备工艺的特征。对铸锭进行了 430 °C、6 h 的超低温均匀化，使  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相大量析出。均匀化的升温速率设置为 100 °C/h，原因是该升温速率下，组织中有  $\beta''$ -Mg<sub>2</sub>Si 相析出，可为  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 的析出提供一系列的异质形核质点，从而进一步提高  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 的数量密度<sup>[19]</sup>。热处理使用自主研发的 MAH-1D 热风炉，温度误差±5 °C，热处理后合金样品在炉外冷却至室温。采用 MMS-300 热力模拟实验装置进行了等轴热压实验，热压样品规格为  $d$  15 mm× $H$  7 mm，热压温度为 400 °C，变形速率为 1 s<sup>-1</sup>。利用光学显微镜(OLYMPUS, BX53MRF)和扫描电镜(Zeiss, QUANTA600)对抛光后的合金样品进行微观组织分析。为了进一步揭示微观组织细节，将部分抛光后的样品利用 0.5% HF(体积分数)溶液进行表面腐蚀 30 s 处理。利用透射电镜(Tecnai G2 F20)在 200 kV 工作电压下分析了析出相的形貌，透射试样的制备采用 TenuPol-5 双喷雾抛光装置在 15 V 和-20 °C 条件下的 30% 硝酸+70% 甲醇(体积分数)溶液中制样。用 DSC404F3 差热分析仪对铸态样品进行了差热分析，升温速率为 10 °C/min。用 Sigmashape 涡流测试仪在室温下测量了合金样品的电导率，每个样品测得结果 10 次，取测量结果的平均值作为电导率数据。

## 2 实验结果

### 2.1 铸造冷却速率对合金铸态组织的影响

图 1 所示为铸态合金的微观组织。由图 1 可见，

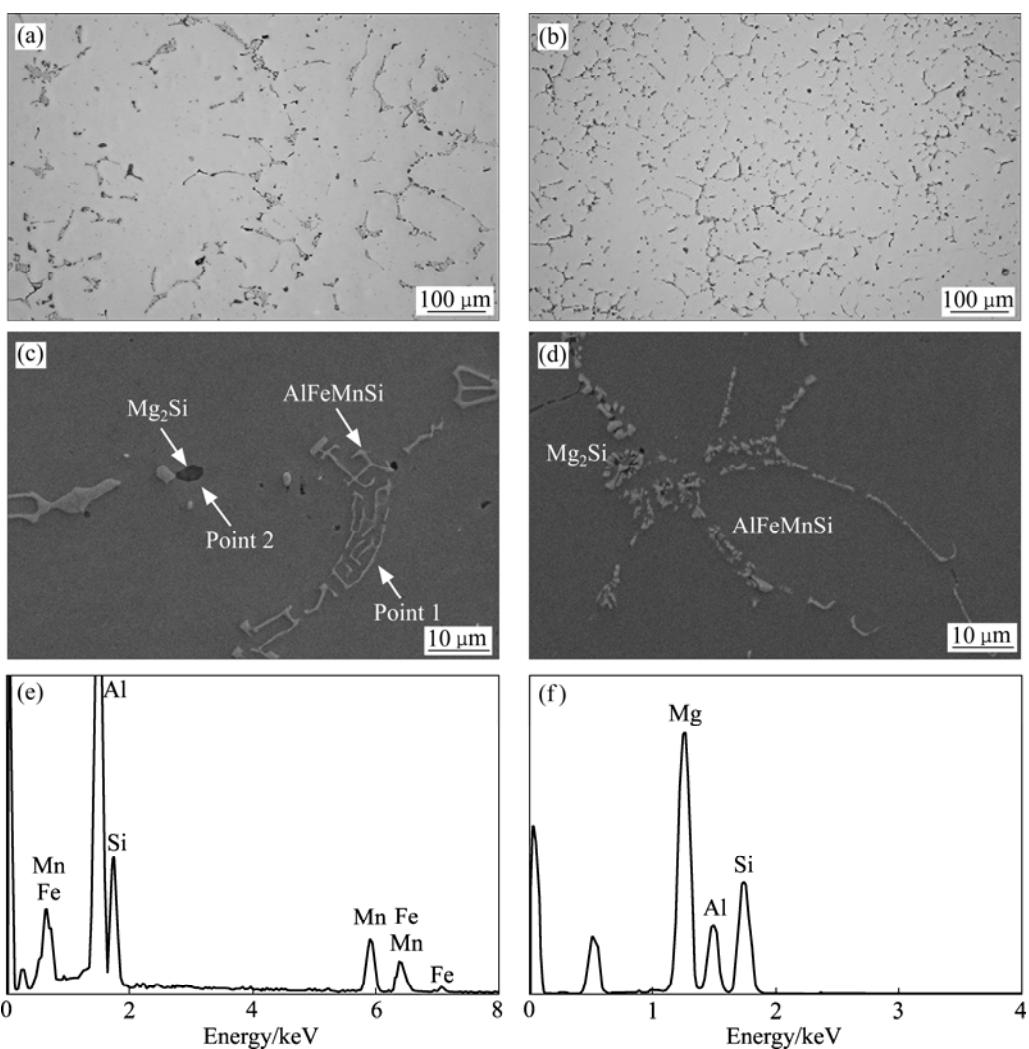


图 1 砂模和水冷铜模样品的铸态显微组织光镜照片、扫描电镜照片以及砂模样品共晶组织的能谱分析

Fig. 1 Optical microscope images (OM)((a), (b)), scanning electron microscope images (SEM)((c), (d)) and energy dispersive spectrometer (EDS) analysis ((e), (f)) of sample: (a), (c) Slow cooling; (b), (d) Fast cooling; (e), (f) Slow cooling

铸态组织由铝基体和分布于枝晶间的共晶组织组成(见图 1(a)和(b))。通过扫描电镜观察(见图 1(c)和(d)), 砂模样品中, 共晶组织呈片状和不规则的鱼骨状; 水冷铜模样品中, 共晶组织相对细小, 其形貌呈细碎的短条状及菊花状。对砂模样品(见图 1(c))点 1、2 通过 EDS 能谱分析(见图 1(e)和(f))及参考文献[14], 确定共晶组织为 AlFeMnSi(见图 1(c)和(d)中浅灰色相) 和 Mg<sub>2</sub>Si(见图 1(c)和(d)中黑色相), 该组织常见于 6xxx 铸态合金中<sup>[7]</sup>。

对光学显微镜图片中的共晶组织进行量化统计, 统计方式为识别图片视场内的共晶组织面积分数及颗粒等效长度, 得到结果如图 2 所示。砂模样品(Slow cooling)的共晶组织面积分数为 3.1%, 颗粒等效长度为 18.3  $\mu\text{m}$ ; 水冷铜模样品(Fast cooling)

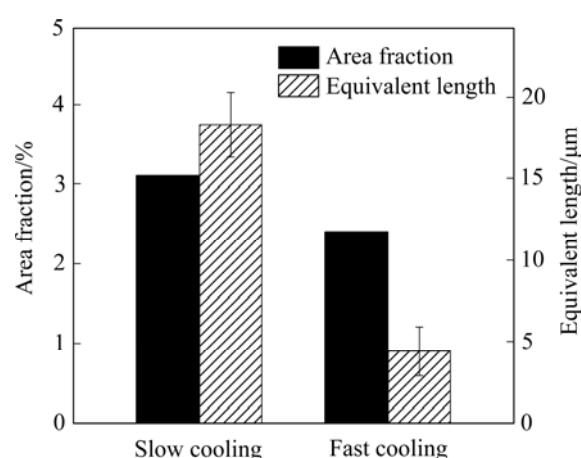


图 2 铸态组织中共晶组织面积分数与等效长度统计

Fig. 2 Statistics data of eutectic area fraction and equivalent length of as-cast samples

中的共晶组织面积分数及颗粒等效长度均小于砂模样品, 分别为2.4%和4.4  $\mu\text{m}$ 。

## 2.2 铸造冷却速率对热处理态组织的影响

图3所示为均匀化后的合金微观组织(图3(a)~

(d)经0.5%HF腐蚀处理)。由图3(a)和(b)可见, 均匀化后的共晶组织形貌与铸态组织中的相比无明显变化, 然而在枝晶内部发现有细小颗粒析出。图3(c)和(d)所示为该析出相的扫描电镜照片, 均匀化后该类析出相具有非常高的数量密度, 颗粒尺寸在

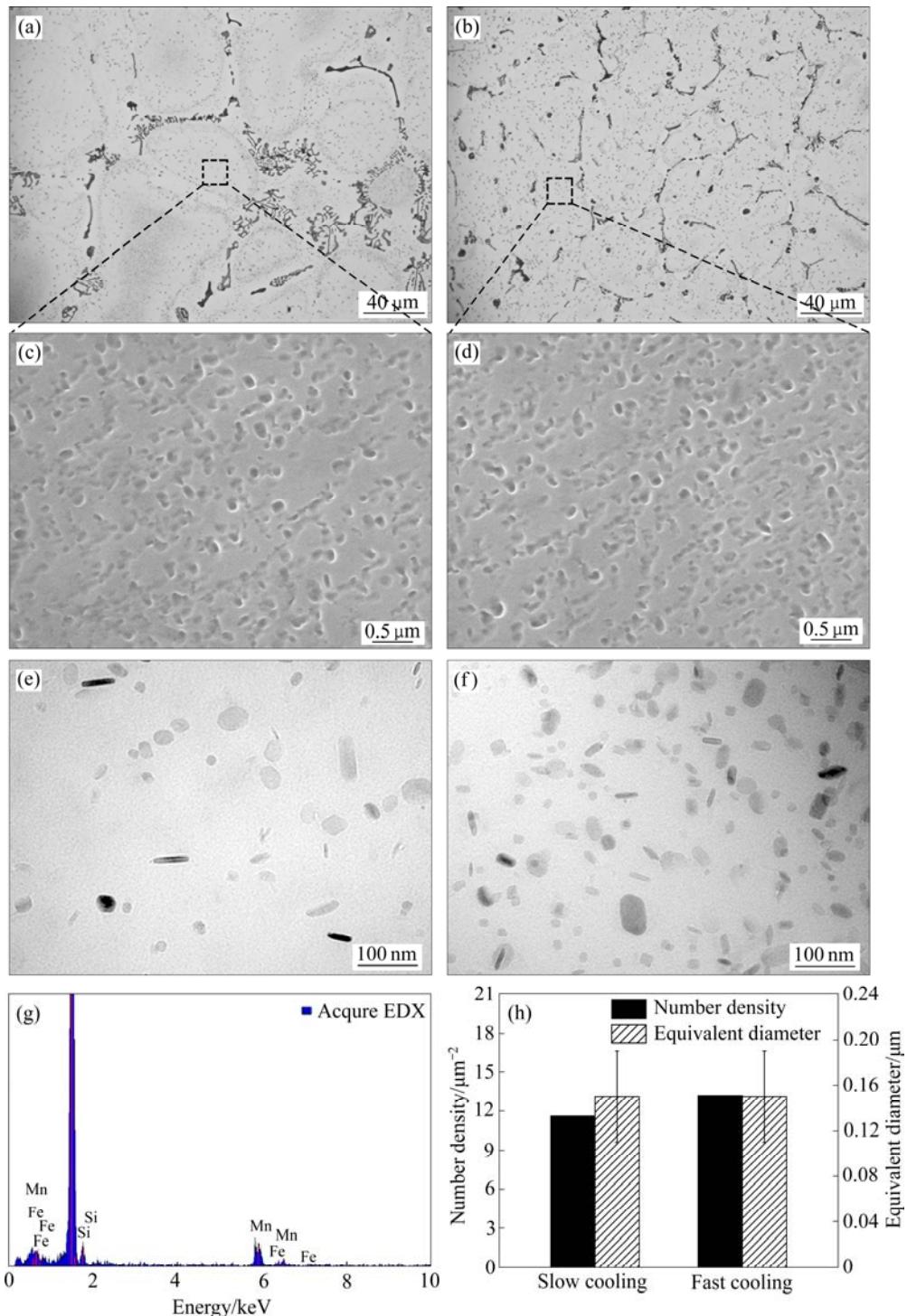


图3 均匀化热处理后合金的显微组织和能谱分析结果以及数量密度、等效直径

**Fig. 3** Microstructures of alloy after homogenization heat treatment and number density and EDS analysis results and equivalent diameter: (a) Slow cooling sample, OM; (b) Fast cooling sample, OM; (c) Slow cooling sample, SEM; (d) Fast cooling sample, SEM; (e) Slow cooling sample, TEM; (f) Fast cooling sample, TEM; (g) Slow cooling sample, EDS; (h) Number density and equivalent diameter of  $\alpha\text{-Al(Fe, Mn)Si}$  dispersoids

0.2  $\mu\text{m}$  以下。由透射电镜照片(见图 3(e)和(f))可见, 该类析出相的具体形貌大多为盘片状和短棒状。EDXS 分析结果(见图 3(g))显示, 该相含 Al、Fe、Mn 和 Si 元素, 结合形貌、元素组成及文献[20–21] 报道, 确定该类析出相为  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相。值得注意的是,  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相与铸态共晶组织中的 AlFeMnSi(见图 1(a)~(d))不同。铸态共晶组织中的 AlFeMnSi 相是在凝固过程中形成的, 尺寸在微米级别; 而  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相是在均匀化过程中析出的, 尺寸在 0.2  $\mu\text{m}$  以下(见图 3(a)~(f))。对  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的数量密度、尺寸进行了量化统计, 统计方式为分析扫描电镜照片中的颗粒数量面密度、颗粒等效直径, 结果如图 3(h)。砂模样品(Slow cooling)中的弥散相的数量密度(Number density)为  $11.6 \mu\text{m}^{-2}$ , 低于水冷铜模样品(Fast cooling)的  $13.2 \mu\text{m}^{-2}$ 。两种样品中弥散相的平均等效直径(Equivalent diameter)基本相同, 约为  $0.15 \mu\text{m}$ 。

此外, 在靠近共晶组织附近, 出现了一系列的低密度弥散相的无析出区(Dispersoid free zone, DFZ), 如图 4(a)和(b)所示。该无析出区与弥散相析出区域(Dispersoid zone)存在较清晰的界限。对无析出区进行了量化统计, 结果如图 4(c)所示。砂模样品中无析出区的面积分数(Area fraction)为 14.2%, 等效宽度(Equivalent width)为  $13.5 \mu\text{m}$ , 而水冷铜模样品具有更低的无析出区面积分数和等效宽度, 分别为 10.4% 及  $11.7 \mu\text{m}$ 。

### 2.3 铸造冷却速率对合金热加工性能的影响

对均匀化热处理后( $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相析出后)的样品进行了等轴热压试验, 变形温度为  $400^\circ\text{C}$ , 速率为  $1 \text{ s}^{-1}$ 。图 5 所示为实验得出的工程应力–应变曲线。变形初期合金的应力值迅速升高, 直到到达屈服点。屈服后, 应力值持续以相对缓慢的速率继续升高, 直至热压结束。水冷铜模样品的工程应力值明显高于砂模样品。如在 0.2 应变时, 砂模样品的工程应力为  $98.9 \text{ MPa}$ , 而水冷铜模样品达到了  $131.2 \text{ MPa}$ , 是砂模样品的 1.33 倍。图 6 所示为热压后的样品照片, 热压后样品呈较扁平的鼓状, 并且在样品侧边出现了不同程度的裂纹。砂模样品(见图 6(a))的裂纹较深, 数量较多; 相比之下,

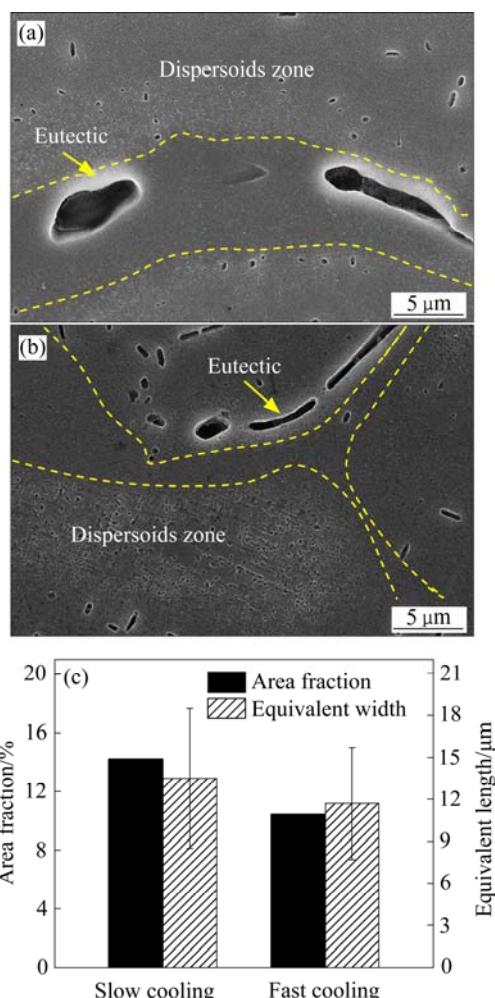


图 4 均匀化热处理后砂模样品和水冷铜模以及无析出区的面积分数和等效宽度统计

**Fig. 4** Statistics of area fraction and equivalent width of sand mold sample (a) and water-cooled copper mold (b) and low density precipitation zone (c) of Al-Mg-Si-Mn alloy after homogenization heat treatment

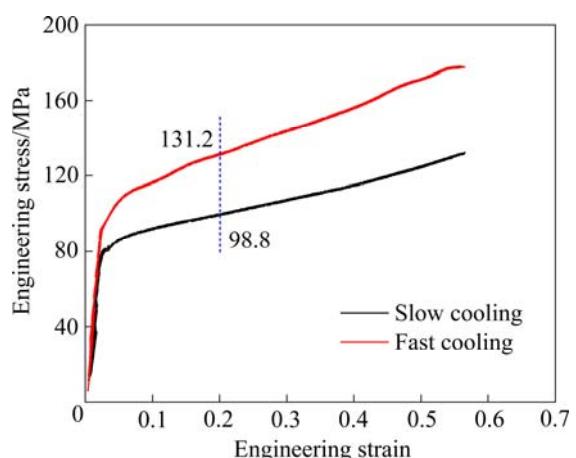


图 5 等轴热压试验工程应力–应变曲线

**Fig. 5** Engineering stress–strain curves obtained from uniaxial hot compression tests



图 6 等轴热压的样品照片

Fig. 6 Photos of sample after uniaxial hot compression:  
(a) Slow cooling; (b) Fast cooling

水冷铜模样品(见图 6(b))的裂纹较细小, 数量也较少。

### 3 分析与讨论

#### 3.1 铸造冷却速率对合金组织的影响机制

合金的铸态组织中, 水冷铜模样品较砂模样品具有更低的共晶组织面积百分比和更小的共晶组织尺寸(见图 2)。此结果表明水冷铜模样品中, 更多的合金元素以过饱和固溶体的形式存在于铝基体中。合金熔体在凝固过程中, 较大的过冷的可使凝固前沿的固/液界面快速向液相推移并高效率地获溶质原子<sup>[22]</sup>。本文中, 水冷铜模样品中的 Mg、Fe、Si、Mn 溶质元素以更高比例被保留在过饱和固溶体中, 相应地降低了共晶组织形成比率。为了进一步定量研究共晶组织, 对铸态实验合金进行了 DSC 分析。结果显示(见图 7), 水冷铜模样品的  $Mg_2Si$  及  $AlFeMnSi$  共晶组织的吸热峰都大幅度小于砂模样品,  $Mg_2Si$  的溶解峰面积由砂模样品的  $1.175 J/g$  减小到水冷铜模样品的  $0.07764 J/g$ , 对于  $AlFeMnSi$ , 水冷铜模样品的溶解峰面积比砂模样品减小了  $61.8\%$ , 印证了水冷铜模样品中溶质原子以更高比例存在于固溶体中的结果。此外,  $Mg_2Si$  和  $AlFeMnSi$  共晶组织的溶解温度分别为  $555\text{ }^{\circ}\text{C}$  和  $570\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 而本文中均匀化热处理温度  $430\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 低于  $Mg_2Si$  和  $AlFeMnSi$  共晶组织的溶解温度。在  $430\text{ }^{\circ}\text{C}$  条件下, 虽然实现了  $\alpha-Al(Fe, Mn)Si$  弥散相大量析出, 但并未到达  $Mg_2Si$  的溶解、  $AlFeMnSi$  共晶组

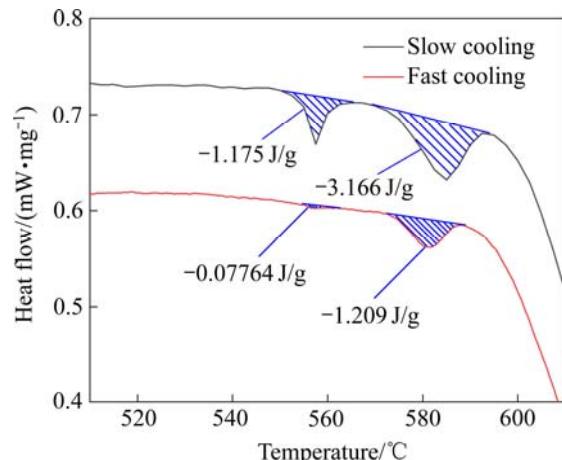


图 7 铸态样品的 DSC 曲线

Fig. 7 DSC curves of crystalline phase of alloy

织的转化的目的<sup>[23]</sup>, 此类共晶组织在均匀化热处理后仍存在于基体中, 并对合金的后续热变形性能产生直接或间接影响。

均匀化热处理后,  $\alpha-Al(Fe, Mn)Si$  弥散相大量析出(见图 3(c)和(d)), 铸造过程的冷却速率越大, 弥散相的析出量越多, 且无析出区比例越小(见图 3 和 4)。弥散相在热处理过程中的析出行为与合金铸态组织有密切联系。水冷铜模铸造样品的固溶体浓度更高(如本部分第一段所述), 在热处理过程中, 较高的元素浓度可为弥散相的析出提供更强的析出动力和更充足的元素储备<sup>[24]</sup>。为了定量研究热处理过程中铝基体中溶质元素浓度的变化情况, 对实验样品的电导率进行了测试。测试结果如图 8 所示, 合金铸态与均匀化态电导率的差值代表了固溶体

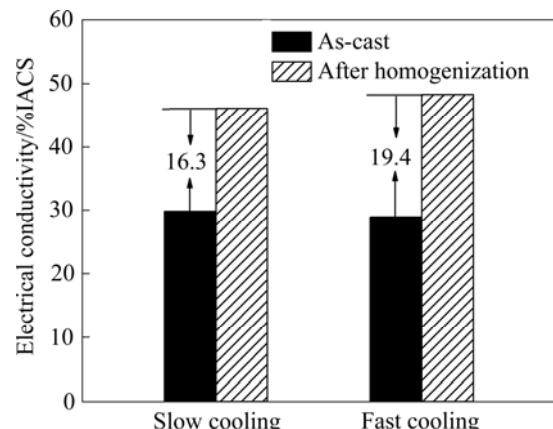


图 8 铸态和均匀化态样品的电导率

Fig. 8 Electrical conductivity of as-cast and homogenized samples

浓度的变化程度。水冷铜模样品的铸态与均匀化态的电导率差值为 19.4%IACS, 高于砂模样品的 16.3%IACS 电导率差值, 说明水冷铜模样品在均匀化过程中参与析出弥散相的元素总量更高, 进一步印证了水冷铜模样品中  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相析出量更多的实验结果(见图 3 和 4)。

均匀化态组织中, 在共晶组织附近出现了  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的无析出区。无析出区的形成一般与合金元素分布有关。实验合金凝固过程中的元素浓度分布如图 9 所示。随着凝固的进行, 初晶铝中的 Mg 和 Si 的浓度逐渐升高, 在凝固即将结束阶段 Mg 元素的浓度在达到峰值后开始急剧下降, 原因可能与共晶  $Mg_2Si$  开始形成有关。Mn 和 Fe 的浓度随凝固的进行呈现出逐渐降低的趋势, 当凝固百分比为 30% 时, 固溶体中 Mn 元素含量为 0.76%, Fe 元素含量为 0.02%; 当凝固百分比提高至 95% 时, 固溶体中 Mn 元素含量降低至 0.045%, Fe 元素含量降低至 0.002%。该结果说明在铝枝晶凝固即将结束阶段, 即共晶组织开始形成阶段, 铝枝晶末端存在贫 Mn 区和贫 Fe 区。均匀化过程中, 在此区域内由于 Mn、Fe 元素浓度较低, 难以析出  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si, 从而形成了  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的无析出区。提高凝固过程中的冷却速率可有效减轻溶质元素的微观偏析<sup>[22]</sup>, 从而降低枝晶末端存在贫 Mn 区和贫 Fe 区的比例, 因此, 水冷铜模样品的无析出区面积比例小于砂模样品。

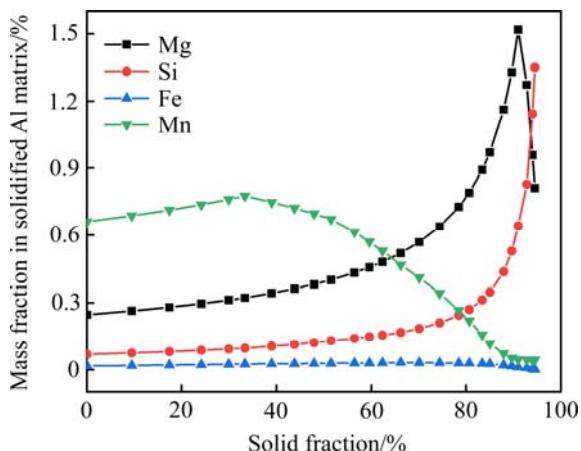


图 9 凝固过程中铝基体中合金元素分布热力学计算结果

Fig. 9 Thermodynamic calculation of element distribution in Al matrix under Scheil solidification condition

### 3.2 铸造冷却速率对合金热加工性能的影响机制

对热处理后的样品进行了等轴热压实验, 变形温度为 400 ℃, 速率为 1 s<sup>-1</sup>。水冷铜模样品具有更高的变形抗力, 在 0.2 应变时, 水冷铜模样品的工程应力达到了砂模样品的 1.33 倍(见图 5)。金属在高温变形时, 位错遇到硬质弥散相时一般以奥罗万机制运动<sup>[24]</sup>, 即位错以绕过强化颗粒的形式运动。变形应力与基体中弥散相的关系如下<sup>[24]</sup>:

$$\tau = \frac{Gb}{\lambda} \quad (1)$$

式中:  $\tau$  为切应力;  $G$  为切变模量;  $b$  为伯氏矢量;  $\lambda$  为颗粒间距。可见, 合金的强化作用于弥散相的间距成反比, 间距  $\lambda$  越小, 则强化作用越大。本文中水冷铜模样品中弥散相的面密度更高(见图 3 和 4(a)), 即:  $\lambda_f < \lambda_s$ , 根据式(1), 水冷铜模样品的变形应力值更高。

热压后的样品出现了不同程度的裂纹。砂模样品的裂纹较深, 数量较多, 相比之下, 水冷铜模样品的裂纹较细小, 数量也较少。砂模样品热变形后的微观组织如图 10 所示, 变形后的局部组织中产生了大量的微裂纹(Microcrack), 其出现的位置大多位于粗大的共晶组织(Eutectic)周围。金属在塑性变形过程中, 硬质粗大共晶组织因无法与基体协同均匀变形而产生较高程度的应力集中, 随着塑性变形的进行, 共晶组织附近的基体局部变形超过塑性极限后开始形成微裂纹<sup>[25]</sup>。共晶组织越粗大, 合金越容易形成裂纹源, 且在变形过程中形成宏观裂纹。而在共晶组织尺寸较小的情况下, 微裂纹产生则需要更大的变形量, 从而使合金具有更高的韧性和强度<sup>[26]</sup>。此外, 由于共晶组织的尺寸一般在微米级以上, 颗粒间距大, 因此变形铝合金中的共晶组织不

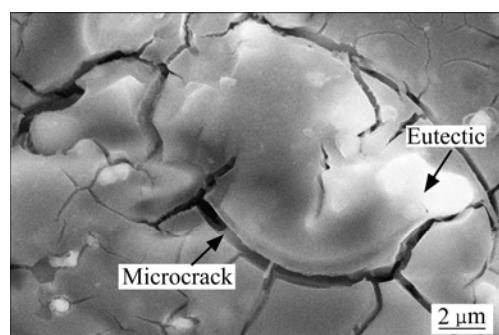


图 10 砂模样品热变形后的微裂纹

Fig. 10 Micro cracks of slow cooling sample after hot compression

仅对铝基体无强化作用,而且会影响合金的塑性和加工性能<sup>[27]</sup>。

本文中,水冷铜模样品中的共晶组织相对于砂模样品面积百分比更低,尺寸更细小,且分布更弥散。在热变形过程中,铝基体因变形不协调而导致的局部应力/应变积累相对较慢,裂纹扩展产生的趋势相对较弱,因而在相同的应变条件下,水冷铜模样品的产生的裂纹较细小,数量也更少。

铸造过程的高过冷度可使更多的合金元素以固溶元素形式保留在铝基体中,从而为后续热处理过程中 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的析出提供更高的析出动力,实现更优的强化效果,使得材料在热变形过程中的应力更高。同时,铸造过冷度的提高可使铸态组织中的共晶组织得到细化,有利于变形过程中抑制裂纹的产生。

值得注意的是,本文研究的合金 Al-Mg-Si-Mn 耐热合金,其组织与 6xxx 系合金有类似之处,如铸态组织中的共晶组织组成及形貌(见图 1)。然而,本文研究的 Al-Mg-Si-Mn 合金与传统 6xxx 系合金有一系列区别。成分方面,Al-Mg-Si-Mn 耐热合金以 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相为强化相,合金设计时主要考虑 Fe、Mn、Si,因而在 6xxx 合金的基础上添加了 1%Mn(质量分数),旨在为 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 提供足够的元素储备<sup>[7]</sup>。工艺方面,Al-Mg-Si-Mn 耐热合金的制备流程为:铸造-均匀化-热变形(或+后续冷变形),并没有传统 6xxx 合金的固溶-时效工艺。 $\text{Fe}$ 、 $\text{Mn}$ 、 $\text{Si}$  元素在合金铸造凝固过程中形成过饱和固溶体,在均匀化过程中以 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相形式析出,后续热变形过程中 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 一直被保留在铝基体中,并且作为最终材料的强化相。本文耐热铝合金中的 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的尺寸级别一般比常温下服役的 6xxx 铝合金的强化相 $\text{Mg}_2\text{Si}$ 大 1~2 个数量级。一方面, $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的析出温度比常规时效高,高温条件下原子扩散速率较大,析出相较难停留在亚稳相状态,一般以相对稳定的状态存在从而尺寸较大;另一方面,较大尺寸的弥散相符合耐热铝合金对热稳定性相的服役条件要求,热稳定相的尺寸只有足够大,才能保证其在高温和应力作用下具有足够的热稳定性,不易粗化或溶解。

## 4 结论

1) 随着铸造冷却速率的提高,铸态样品中共晶组织面积分数从 3.1%(砂模样品)降低至 2.4%(水冷铜模样品),共晶组织平均等效尺寸从 18.3  $\mu\text{m}$ (砂模样品)减小至 4.4  $\mu\text{m}$ (砂模样品);水冷铜模样品中固溶于铝基体中合金元素浓度比砂模样品更高。

2) 均匀化过程中,大量 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相在枝晶内部析出。水冷铜模样品和砂模样品的弥散相数量密度分别为 13.2 和 11.6  $\mu\text{m}^{-2}$ ,弥散相等效直径基本相同。在共晶组织附近存在无析出区,其形成机制与共晶组织附近的 Mn、Fe 元素的匮乏有关,水冷铜模样品比砂模样品的无析出区面积比例更低。

3) 等轴热压过程中,水冷铜模样品比砂模样品的工程应力更高,其原因在于水冷铜模样品具有更高的 $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si 弥散相的数量密度,在热变形过程中产生了更强的弥散强化作用。

4) 等轴热压后的样品出现了不同程度的裂纹,裂纹出现的原因是粗大共晶组织引起的局部应力集中。水冷铜模样品因共晶组织面积分数更低、尺寸更小,产生的裂纹比砂模样品更细小,数量也更少。

## REFERENCES

- [1] LI Y J, MUGGERUD A M F, OLSEN A, et al. Precipitation of partially coherent  $\alpha$ -Al(Mn, Fe)Si dispersoids and their strengthening effect in AA3003 alloy[J]. Acta Materialia, 2012, 60(3): 1004–1014.
- [2] LI Zhen, ZHANG Zhan, CHEN X G. Microstructure, elevated-temperature mechanical properties and creep resistance of dispersoid-strengthened Al-Mn-Mg 3xxx alloys with varying Mg and Si contents[J]. Materials Science and Engineering A, 2017, 708(21): 383–394.
- [3] WEN Shen-ping, XING Ze-bing, HUANG Hui, et al. The effect of erbium on the microstructure and mechanical properties of Al-Mg-Mn-Zr alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2009, 516(1/2): 42–49.
- [4] JIANG Jing-yu, JIANG Feng, ZHANG Meng-han, et al.  $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$  precipitation in deformed Al-Mg-Mn-Sc-Zr alloy:

- Effect of annealing temperature and dislocation density[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 831(5): 154–165.
- [5] LI Hong-ying, GAO Zhao-he, YIN Hao, et al. Effects of Er and Zr additions on precipitation and recrystallization of pure aluminum[J]. *Scripta Materialia*, 2013, 68(1): 59–62.
- [6] KNIPLING K E, DUNAND D C, SEIDMAN D N. Precipitation evolution in Al-Zr and Al-Zr-Ti alloys during isothermal aging at 375–425 °C[J]. *Acta Materialia*, 2008, 56(1): 114–127.
- [7] QIAN Xiao-ming, 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 A*, 2019, 764: 138253.
- [8] LIU K, CHEN X G. Development of Al-Mn-Mg 3004 alloy for applications at elevated temperature via dispersoid strengthening[J]. *Materials & Design*, 2015, 84: 340–350.
- [9] BECKER H, BERGH T, VULLUM P E, et al. Effect of Mn and cooling rates on  $\alpha$ -,  $\beta$ - and  $\delta$ -Al-Fe-Si intermetallic phase formation in a secondary Al-Si alloy[J]. *Materialia*, 2019, 5: 100–113.
- [10] 赵志刚, 仇圣桃, 朱 荣. 水冷铜模与砂模铸造 M2 钢显微组织对比[J]. *工程科学学报*, 2016, 38(6): 787–794.  
ZHAO Zhi-gang, QIU Shen-tao, ZHU Rong. Comparison between the microstructures of M2 steel cast by the water-cooled copper mould and the sand mould[J]. *Chinese Journal of Engineering*, 2016, 38(6): 787–794.
- [11] 申 华, 史建超, 穆永亮, 等. 铜模对添加 Mn 和 Zr 的 6061 铝合金微观组织及力学性能的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2019, 48(1): 300–308.  
SHEN Hua, SHI Jian-chao, MU Yong-liang, et al. Effects of water-cooling Cu mould on microstructure and mechanical properties of 6061 aluminum alloys with Mn and Zr addition[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2019, 48(1): 300–308.
- [12] SHAKIBA M, PARSON N, CHEN X G. Effect of homogenization treatment and silicon content on the microstructure and hot workability of dilute Al-Fe-Si alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2014, 619: 180–189.
- [13] TOTIK Y, GAVGALI M. The effect of homogenization treatment on the hot workability between the surface and the center of AA 2014 ingots[J]. *Materials Characterization*, 2002, 49(3): 261–268.
- [14] QIAN X M, PARSON N, CHEN X G. Effect of homogenization treatment and microalloying with Mn on the microstructure and hot workability of AA6060 aluminum alloys[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2019, 28(8): 4531–4542.
- [15] PRASAD Y V R K, RAO K P. Effect of homogenization on the hot deformation behavior of cast AZ31 magnesium alloy[J]. *Materials & Design*, 2009, 30(9): 3723–3730.
- [16] QIAN X M, PARSON N, CHRN X G. Effect of post-homogenisation cooling rate and Mn addition on  $Mg_2Si$  precipitation and hot workability of AA6060 alloys[J]. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 2020, 59(2): 189–200.
- [17] LI Dong-feng, ZHANG Duan-zheng, LIU Sheng-dan, et al. Dynamic recrystallization behavior of 7085 aluminum alloy during hot deformation[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2016, 26(6): 1491–1497.
- [18] CAO Yang, ZHANG Cong, ZHOU Sheng-gang, et al. First-principles study of stability, electronic properties and anisotropic elasticity of  $Al_3M$  ( $M=Ti, Ta, V, Nb, Hf$ ) intermetallic compounds[J]. *Physica B: Condensed Matter*, 2020, 594(10): 412–421.
- [19] HU Rong, OGURA T, TEZUKA H, et al. Dispersoid formation and recrystallization behavior in an Al-Mg-Si-Mn alloy[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2010, 26(3): 237–243.
- [20] LODGAARD L, RYUM N. Precipitation of dispersoids containing Mn and Cr in Al-Mg-Si alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2000, 283(1): 144–152.
- [21] LI Chen, LIU Kun, CHEN X G. Improvement of elevated-temperature strength and recrystallization resistance via Mn-containing dispersoid strengthening in Al-Mg-Si 6082 alloys[J]. *Journal of Materials Science and Technology*, 2020, 39: 135–143.
- [22] LI Shi-ju, HE Chen, FU Jin-yu, et al. Evolution of microstructure and properties of novel aluminum-lithium alloy with different roll casting process parameters during twin-roll casting[J]. *Materials Characterization*, 2020, 161: 110–122.
- [23] LI Zhen, ZHANG Zhan, CHEN X G. Effect of metastable  $Mg_2Si$  and dislocations on  $\alpha$ -Al(MnFe)Si dispersoid formation in Al-Mn-Mg 3xxx alloys[J]. *Metallurgical and Materials Transactions*, 2018, 49(11): 5799–5814.
- [24] 崔忠圻, 覃耀春. 金属学与热处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2001: 1–400.  
CUI Zhong-qi, TAN Yan-chun. *Metallography and heat treatment*[M]. Beijing: China Machine Press, 2001: 1–410.
- [25] 陈康华, 刘允中, 刘红卫. 7075 和 2024 铝合金的固溶组织

- 与力学性能[J]. 中国有色金属学报, 2000, 10(6): 819–822.
- CHEN Kang-hua, LIU Yun-zhong, LIU Hong-wei. Microstructure and mechanical properties of enhanced solution treated 7075 and 2024 aluminum alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2000, 10(6): 819–822.
- [26] 张国君, 刘刚, 丁向东, 等. 含有不同尺度量级第二相的高强铝合金拉伸延性模型[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(1): 1–10.
- ZHANG Guo-jun, LIU Gang, DING Xiang-dong, et al. Tensile ductility model of high strength aluminum alloy with second phase of different scale[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(1): 1–10.
- [27] STARINK M J. Reduced fracturing of intermetallic particles during crack propagation in age hardening Al-based alloys due to PFZs[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 390(1/2): 260–264.

## Effect of casting cooling rate on microstructure and hot workability of Al-Mg-Si-Mn heat-resistant aluminum alloy

QIAN Xiao-ming<sup>1,2</sup>, ZHANG Yu<sup>1</sup>, WANG Zhao-dong<sup>1</sup>, LI Yong<sup>1,4</sup>, XU Guang-ming<sup>3</sup>, WANG Hai-yao<sup>1</sup>

(1. State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China;  
 2. National Engineering Research Center for Equipment and Technology of Cold Strip Rolling,  
 Yanshan University, Qingshuangdao 066004, China;  
 3. Key Laboratory of Electromagnetic Processing of Materials, Ministry of Education,  
 Northeastern University, Shenyang 110819, China;  
 4. Guangxi Advanced Aluminum Processing Innovation Center Co., Ltd., Nanning 530007, China)

**Abstract:** Al-Mg-Si-Mn aluminum alloys were cast with different cooling rates of 1.4 °C/s and 5.7 °C/s, respectively. Ultra-low temperature homogenization at 430 °C for 6 h was applied, followed by uniaxial hot compression tests to verify the hot workability. The results show that the water-cooled copper mold sample possesses a lower eutectics structure with a smaller size than the sand mold sample. After homogenization, a large amount of  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si dispersoids precipitate, and the number density of dispersoids in the water-cooled copper mold sample is greater than that in the sand mold sample. The water-cooled copper mold sample exhibits higher engineering stress levels during hot compression due to the enhanced dispersoids strengthening effect than that in sand mold sample. The edge cracks in water-cooled copper mold is less severe owing to the much finer initial eutectics generating depressed the risk of crack growth than that in the sand mold sample.

**Key words:** aluminum alloy; casting cooling rate;  $\alpha$ -Al(Fe, Mn)Si dispersoid; hot workability

**Foundation item:** Project(51790480) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (N2007008) supported by the Fundamental Research Funds for the Central Universities of China; Project(20191002) supported by the Nanning Science and Technology Major Special, China

**Received date:** 2021-04-19; **Accepted date:** 2021-12-11

**Corresponding authors:** WANG Zhao-dong; Tel: +86-13904006426; E-mail: zhaodongwang@263.net  
 LI Yong; Tel: +86-18040259960; E-mail: liyong.neu@163.com

(编辑 李艳红)