

## 退火温度对Al-6Mg-Sc-Zr合金组织与性能的影响

牟申周<sup>1</sup>, 徐国富<sup>1</sup>, 王 森<sup>1</sup>, 尹志民<sup>1</sup>, 聂 波<sup>1,2</sup>, 蒋蓉蓉<sup>1</sup>, 张 俊<sup>1</sup>

(1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;

2. 东北轻合金有限责任公司, 哈尔滨 150060)

**摘 要:** 采用半连续铸锭冶金法制备一种成分为Al-6Mg-0.4(Sc+Zr)的合金, 冷轧板材经不同温度稳定化退火处理 1 h, 然后测试合金的拉伸力学性能, 借助光学金相、扫描电镜、能谱仪以及透射电镜分析研究不同退火温度下 Al-6Mg-0.4(Sc+Zr)合金的显微组织结构变化及微区成分。结果表明: 合金抗拉强度和屈服强度随退火温度的升高而降低, 而其伸长率随退火温度的升高而增大; 合金在退火过程中, 随退火温度的升高, 依次发生不同程度的回复和部分再结晶; 300 °C 以下退火 1 h, 合金中只发生不同程度的回复; 350~500 °C 退火 1 h, 发生部分再结晶; 合金在 300 °C 退火处理 1 h 后拉伸力学性能为:  $\sigma_b$  423 MPa,  $\sigma_{0.2}$  311 MPa,  $\delta$  20.8%。

**关键词:** Al-Mg 合金; Sc; Zr; 退火温度; 显微组织; 力学性能

**中图分类号:** TG 146

**文献标识码:** A

## Influence of annealing temperature on structure and properties of Al-6Mg-Sc-Zr alloy

MOU Shen-zhou<sup>1</sup>, XU Guo-fu<sup>1</sup>, WANG Sen<sup>1</sup>, YIN Zhi-min<sup>1</sup>, NIE Bo<sup>1,2</sup>, JIANG Rong-rong<sup>1</sup>, ZHANG Jun<sup>1</sup>

(1. School of Material Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China;

2. Northeast Light Alloy Co. LTD, Harbin 150060, China)

**Abstract:** An Al-6Mg-0.4(Sc+Zr) alloy was prepared using semi-continuous casting. The cold-rolling boards were annealed at various temperatures for 1 h. The influence of annealing temperature on the microstructure and mechanical properties of the Al-6Mg-0.4(Sc+Zr) alloys was studied by tensile properties measurement, optical microscope, scanning electron microscope, energy spectrometer and transmission electron microscope. The results show that tensile strength and yield strength of the prepared alloy decrease, while the elongation increases with increasing the temperature. Partial recovery and recrystallization orderly occur with the increase of annealing temperature during stabilizing treatment. The optimum application values of  $\sigma_b$ ,  $\sigma_{0.2}$  and  $\delta$  are 423 MPa, 311 MPa and 20.8%, respectively for the cold rolling and stabilizing treatment at 300 °C for 1 h.

**Key words:** Al-Mg alloy; Sc; Zr; annealing temperature; microstructure; mechanical property

Al-Mg系合金具有良好的成形性、耐蚀性和可焊接性, 在汽车、航天、航空等领域有着广阔的应用前景, 该系合金是热处理不可强化合金, 故通常在退火状态下使用, 该系合金还含有少量的锰、钛等元素, 其

中锰除少量固溶于基体外, 大部分形成 $MnAl_6$ 。少量的锰、钛的加入可使含镁相沉淀均匀, 提高了合金的抗蚀性、稳定性及再结晶温度, 抑制了晶粒长大<sup>[1-2]</sup>。微量Sc和Zr添加到Al-Mg合金中, 合金的晶粒大大细

**基金项目:** 国家重点基础研究发展规划资助项目(2005CB623705); 总装预研资助项目(51312010402)

**收稿日期:** 2007-01-31; **修订日期:** 2007-08-01

**通讯作者:** 徐国富, 教授, 博士; 电话: 0731-8877217; E-mail: csuxgf66@mail.csu.edu.cn

化<sup>[3]</sup>,这是由于合金凝固时熔体中析出 $\text{Al}_3\text{Sc}$ 和 $\text{Al}_3\text{Zr}$ 复合粒子,这种粒子在凝固过程中起非均质晶核和晶粒细化的作用。文献[4-6]的研究表明,微量Sc和Zr在Al-Mg系合金中有两种存在形式,一种是合金熔体凝固时从熔体中析出的 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ ,它能显著细化合金的铸态晶粒;另一种是铸锭均匀化时从急冷铸造形成的含Sc和Zr的过饱和固溶体中析出的二次铝钪化合物 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 。二次铝钪化合物 $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 的析出强化和这种粒子抑制冷轧后退火过程中的再结晶所产生的亚结构强化,大大提高了用钪钇微合金化的Al-Mg-Mn合金冷轧-退火态的硬度和强度。目前,关于Al-Mg合金的研究多集中于低镁含量的合金,并主要研究稀土元素对其性能的影响,对实际应用性能及工业化生产的研究不多。已有文献报道过退火工艺对Al-5Mg合金组织与性能的影响<sup>[7]</sup>,但是其研究的合金为小炉熔炼的料,并不能满足实际的工业化生产及客户要求。俄罗斯报道的01570合金<sup>[2, 8-9]</sup>,其性能 $\sigma_b$  400 MPa、 $\sigma_{0.2}$  300 MPa、 $\delta$  15%不能满足用户要求。为此,本文作者以Al-6Mg-0.4(Sc+Zr)合金为研究对象,重点研究退火温度对Al-6Mg-0.4(Sc+Zr)合金的组织与性能的影响规律,以期确定能够满足用户要求、而且利于规模生产的最佳退火工艺制度。

## 1 实验

研究合金为01570铝合金,其化学成分为:5.3%~6.3%Mg, 0.2%~0.6%Mn, 0.25%~0.40%(Sc+Zr), 0.01%~0.05%Ti。采用半连续铸造冶金法制备了该合金的铸锭,铸锭尺寸为300 mm×1 000 mm×1 260 mm。铸锭经均匀化退火、热轧、400 °C退火1 h、冷轧成2 mm厚的板材后,冷轧变形量为67%,再经200、250、300、350、400、450和500 °C稳定化退火处理1 h,然后进行拉伸力学性能测试以及显微组织观察与分析。

拉伸力学性能实验在CSS-44100电子万能材料试验机上完成,实验过程按照GB228—87《金属拉伸试验方法》的有关规定进行,试样为横向取样,每个状态取3个试样。拉伸性能测试在室温下进行,拉伸速率为2 mm/min。

金相试样观察面为板材的纵截面,经机械抛光后进行电解抛光和阳极覆膜。电解抛光液为9 g  $\text{CrO}_3$ +14 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$ +57 mL  $\text{H}_3\text{PO}_4$ +20 mL  $\text{H}_2\text{O}$ ;覆膜液为30 mL HF+11 g  $\text{H}_3\text{BO}_3$ +970 mL  $\text{H}_2\text{O}$ ,覆膜后,在德国产

NEOPHOT-21型金相显微镜上进行偏光观察分析和摄影。断口扫描及微区成分分析在FEI公司生产的配有美国EDAX Inc.公司生产的GENESIS 60S型能谱仪的Sirion200热场发射扫描电镜上进行。透射电镜试样经机械减薄至100  $\mu\text{m}$ 后冲成 $d$  3 mm的圆片,然后在MTP-1双喷电解减薄仪上进行双喷减薄、穿孔。在FEI公司生产的Tecnai G<sup>2</sup> 20ST型透射电子显微镜上进行显微组织结构的观察与分析。

## 2 实验结果

### 2.1 合金的力学性能

合金冷轧板经不同退火温度处理1 h后的力学性能如图1所示(起点为冷轧态)。可以看出:实验合金的强度随退火温度的升高而降低,并且在300~350 °C时强度降低的速率最快,而后强度下降速率便趋于平缓甚至稳定;而伸长率随着退火温度的升高而升高。从图1可见,在200、250和300 °C退火处理的产品能够满足用户的力学性能要求( $\sigma_b \geq 420$  MPa,  $\sigma_{0.2} \geq 310$  MPa,  $\delta_s \geq 12\%$ ),又考虑到用户对抗腐蚀性能的要求,在一定温度范围内Al-Mg系合金退火温度越高抗腐蚀性能越好<sup>[10]</sup>,因此,最佳退火温度为300 °C。

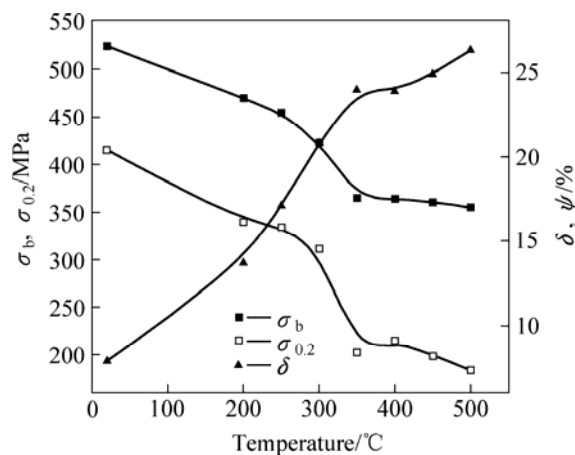


图1 不同退火温度处理1 h后合金的力学性能

Fig.1 Mechanical properties of alloy at various annealing temperatures for 1 h

### 2.2 合金的光学显微组织

图2所示分别为冷轧板、300、350和500 °C退火1 h后合金板材纵截面的金相显微组织。可以看出:冷轧板的金相显微组织为变形的纤维组织(图2(a)); 300 °C退火1 h后合金板材的金相显微组织仍为变形的纤维

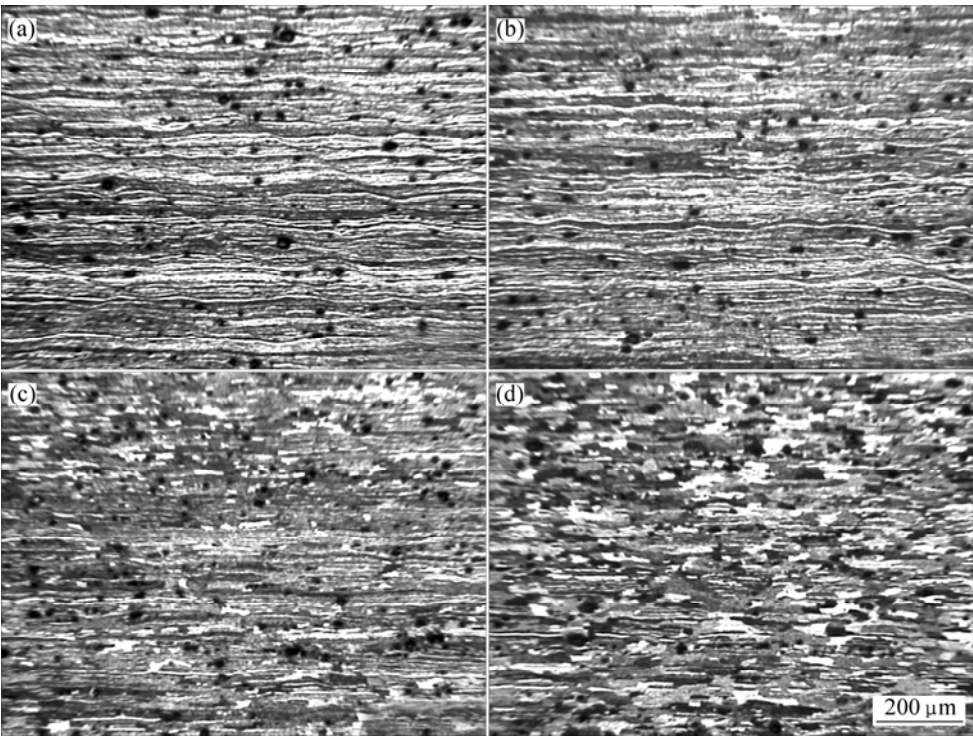


图 2 不同温度退火1 h后合金的显微组织

**Fig.2** Microstructures of alloy at various annealing temperatures: (a) Cold rolling; (b) Annealed at 300 °C for 1 h; (c) Annealed at 350 °C for 1 h; (d) Annealed at 500 °C for 1 h

组织, 局部发生回复(图2(b)), 与图2(a)相比合金轧板的金相显微组织无明显变化; 350 °C退火1 h后合金板材的金相显微组织明显变宽变短(图2(c)), 合金已经开始发生再结晶; 500 °C退火1 h后合金板材的金相显微组织呈现大量的类等轴晶粒, 略显扁平, 中间也夹杂着少量宽化的纤维状晶粒(图2(d)), 合金已经趋近于完全再结晶; 金相照片上有许多黑点, 为合金中的第二相粒子。通过断口的SEM形貌与能谱分析可知(图3), 黑点为含钪、锆的复合粒子; 光学显微组织表面起伏不平, 这是由于该合金是各向异性的<sup>[10]</sup>, 在电解抛光时腐蚀不均匀引起的。

2.3 合金的TEM显微组织

图4所示分别为冷轧板、300、350和500 °C退火1 h后合金板材的TEM像。可以看出, 冷轧板由于变形引起位错缠结并形成位错胞(图4(a)); 300和350 °C退火1 h后的合金中, 形成了大量的亚晶结构(图4(b), (c)), 尤其是350 °C退火1 h后, 由位错墙形成的亚晶界有合并的趋势, 与图2(c)所示的发生部分再结晶一致, 并且亚晶胞与300 °C退火的相比已经发生长大; 500 °C退火1 h后的合金部分区域还存在亚晶结构(图4(d)),

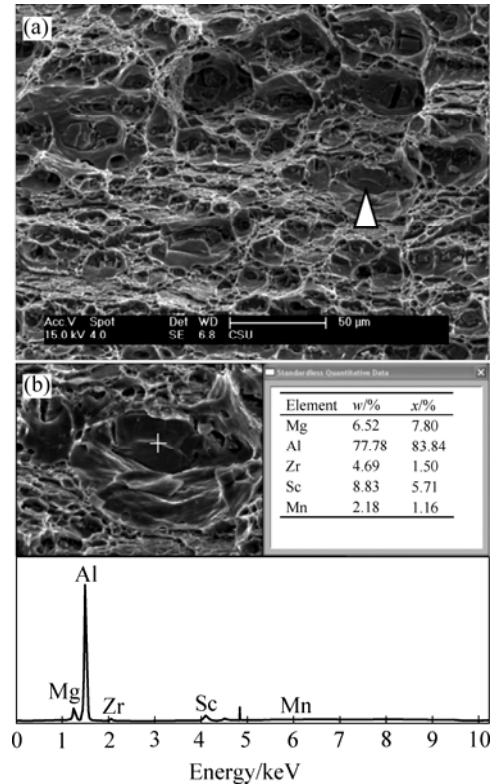


图 3 350 °C退火1 h后板材拉伸断口的SEM形貌及能谱分析

**Fig.3** Fractograph and EDS pattern of alloy annealed at 350 °C for 1 h

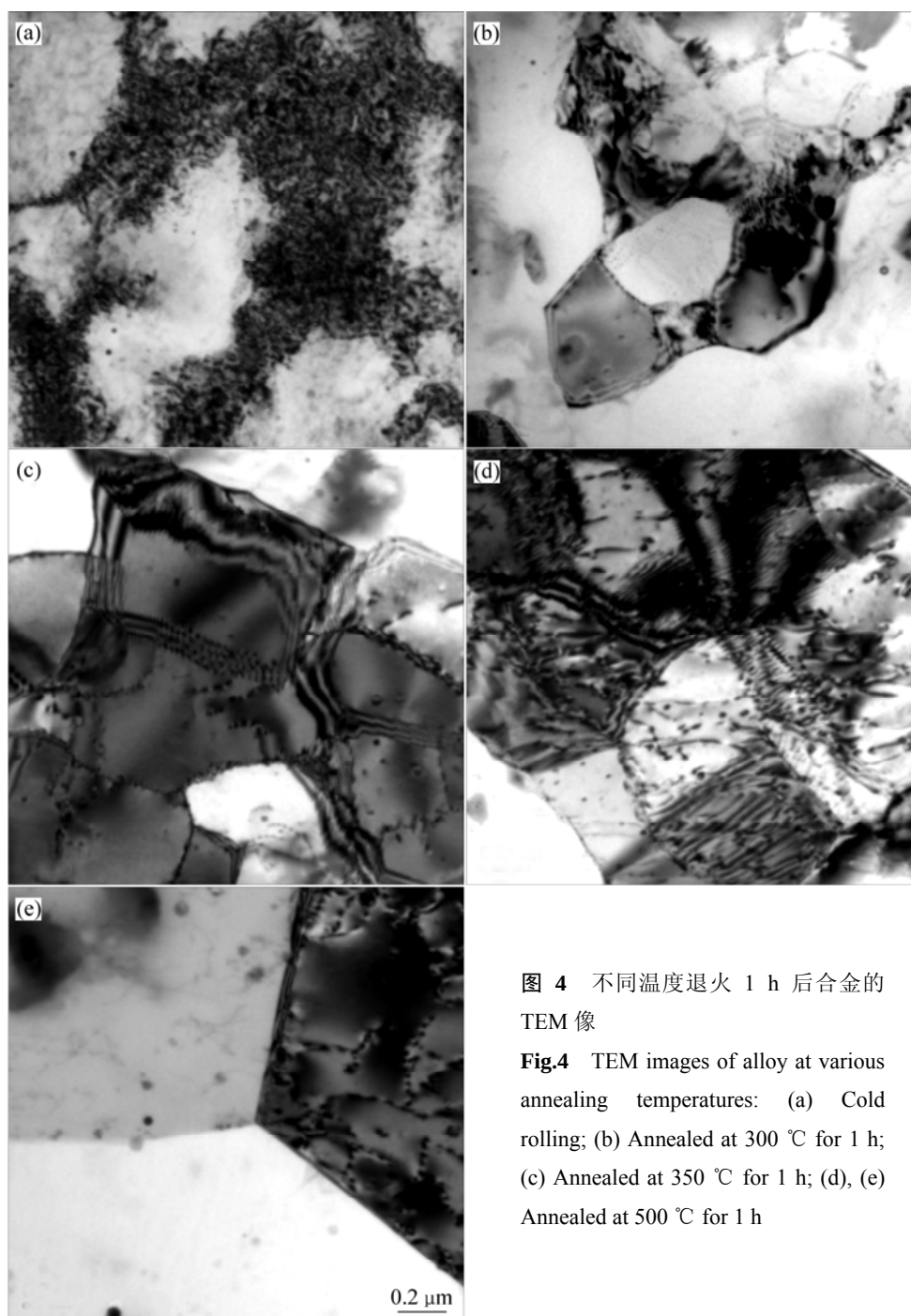


图 4 不同温度退火 1 h 后合金的 TEM 像

**Fig.4** TEM images of alloy at various annealing temperatures: (a) Cold rolling; (b) Annealed at 300 °C for 1 h; (c) Annealed at 350 °C for 1 h; (d), (e) Annealed at 500 °C for 1 h

而大部分区域为三叉晶界(图4(e)), 与金相显微组织(图2(d))一致。

### 3 分析与讨论

#### 3.1 退火温度对合金冷轧板力学性能的影响

如图 1 所示, 不同温度下退火 1 h 后合金的力学性能变化主要受显微组织的影响。由于冷轧态合金内

部存在大量相互缠结的位错胞, 使得位错滑动很困难, 以及晶粒内部形成的弥散的二次  $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$  粒子与位错发生了强烈的交互作用<sup>[11-15]</sup>, 因此合金具有高的强度和较低的塑性。由于经 300 °C 退火 1 h 后, 合金中位错密度下降, 发生了回复的过程, 形成了大量的亚晶结构, 亚晶内有较多的位错, 有的形成整齐的位错网(图 4(b)), 因此合金的强度明显降低, 塑性提高。由于经 350 °C 退火 1 h 后, 合金中位错密度继续下降, 所形成的位错墙构成了大量的亚晶界, 亚晶数量大量

增加, 发生了局部再结晶, 因此合金强度迅速下降。其抗拉强度比 300 °C 退火的下降 58 MPa, 屈服强度下降达 108 MPa, 塑性继续提高, 拉伸断口组织表现为大量的韧窝结构, 有明锐的撕裂棱(图 3), 与其较高的伸长率一致。进一步提高退火温度, 再结晶程度增加, 位错密度逐渐降低, 部分区域形成三叉晶界,  $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$  相部分粗化(图 4(d)), 对位错的阻碍作用减弱, 因而合金的强度逐渐降低, 而塑性逐渐增加。

### 3.2 退火温度对合金显微组织的影响

Al-6Mg-Sc-Zr 合金在冷轧过程中, 由于大的塑性变形产生大量位错, 并且位错缠结形成位错胞, 因而冷轧态合金的组织为交错缠结的位错胞。退火时, 会消除板材内部的残余应力和内应变, 并推动位错的运动, 在运动过程中使得一部分柏氏矢量方向相反的位错相遇并消失, 或者一部分位错有序化形成位错网或位错墙; 随着退火温度的升高, 位错墙会互相连接合并形成亚晶界; 温度继续升高会使得位错墙合并并消失, 此时亚晶会长大合并, 亚晶界消失, 出现光滑的三叉晶界(图 4(e)), 形成完整的晶粒, 发生了再结晶。这种转变会随着温度的升高而变得更容易进行。位错缠结的破坏及亚结构的减少使得晶面容易滑动, 所以合金的强度会下降, 塑性提高。

冷轧态合金主要是纤维状晶粒, 在 300 °C 退火后仍为纤维状晶粒, 但内部已形成大量的亚晶, 但尺寸只有 400 nm 左右; 在 350 °C 退火后, 纤维状晶粒已明显变宽变短, 内部的亚晶已经长大到 900 nm 左右, 长大了一倍多, 使得亚晶强化的效果明显下降, 所以强度下降较快; 在 500 °C 后, 合金退火发生明显的再结晶, 形成较多的等轴晶, TEM 像上显示为三叉晶界, 合金的强度继续下降, 塑性提高。

退火过程中, 由于热激活的作用, 位错会发生迁移。随退火温度升高, 合金依次发生回复和部分再结晶, 回复使基体中的内应力和内应变降低, 有益于合金的塑性, 但合金的强度仍保持在较高的水平。退火温度过高, 合金的强度会明显降低。退火温度较低, 合金内部会残留较多的内应力, 对合金的剥落腐蚀性能有很大的影响。因此, 在考虑到实际的应用环境并在保持较高的强塑性的条件下, 选择 300 °C, 1 h 退火制度。

## 4 结论

1) Al-6Mg-Sc-Zr 合金冷轧板材在不同温度下退火

时, 随退火温度的升高, 合金抗拉强度和屈服强度降低, 而其伸长率增大。

2) Al-6Mg-Sc-Zr 合金冷轧板材在不同温度下退火时, 随退火温度的升高, 依次发生不同程度的回复和部分再结晶, 300 °C 以下退火 1 h 时, 合金中只发生不同程度的回复; 350~500 °C 退火 1 h 时, 发生部分再结晶。

3) 能满足应用要求的最佳稳定化退火制度为 300 °C、1 h, 经 300 °C、1 h 退火处理后, 板材的力学性能为:  $\sigma_b$  423 MPa,  $\sigma_{0.2}$  311 MPa,  $\delta$  20.8%。

## REFERENCES

- [1] 王祝堂, 田荣璋. 铝合金及其加工手册[M]. 长沙: 中南大学出版社, 2005: 292-293.  
WANG Zhu-tang, TIAN Rong-zhang. Manual of aluminium alloys and its processes[M]. Changsha: Central South University Press, 2005: 292-293.
- [2] Filatov Y A, Yelagin V I, Zakharov V V. New Al-Mg-Sc alloys[J]. Mater Sci Eng A, 2000, A280: 97-101.
- [3] 尹志民, 高拥政, 潘青林, 张永红, 尹松波. 微量 Sc 和 Zr 对 Al-Mg 合金铸态组织的晶粒细化作用[J]. 中国有色金属学报. 1997, 7(4): 75-78.  
YIN Zhi-min, GAO Ying-zhong, PAN Qing-lin, ZHANG Yong-hong, YIN Song-bi. Effect of trace Sc and Zr on grain refinement of as-cast Al-Mg alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 1997, 7(4): 75-78.
- [4] 张永红. Al-Mg-Sc-Zr 合金再结晶学行为的研究[J]. 铝加工, 2001, 24(6): 42-44.  
ZHANG Yong-hong. Study on action of recrystallization for Al-Mg-Sc-Zr alloy[J]. Aluminium Fabrication, 2001, 24(6): 42-44.
- [5] Iwamura S, Nakayama M, Miura Y. Coherency between  $\text{Al}_3\text{Sc}$  precipitate and the matrix in Al alloys containing Sc[J]. Materials Science and Forum, 2002, 396/402: 1151-1156.
- [6] 尹志民, 朱大鹏, 姜 锋. Al-Mg-Mn 和 Al-Mg-Mn-Sc-Zr 合金的再结晶[J]. 材料工程, 2004(6): 3-6.  
YIN Zhi-min, ZHU Da-peng, JIANG Feng. Recrystallization of Al-Mg-Mn and Al-Mg-Mn-Sc-Zr alloys[J]. Journal of Materials Engineering, 2004(6): 3-6.
- [7] 李慧中, 张永红, 尹志民, 潘青林, 彭志辉. 退火工艺对 Al-Mg-Sc-Zr 合金组织与性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 1999, 28(2): 110-112.  
LI Hui-zhong, ZHANG Yong-hong, YIN Zhi-min, PAN Qing-lin, PENG Zhi-hui. Influence of annealing process on the structure and properties of a Al-Mg-Sc-Zr alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 1999, 28(2): 110-112.
- [8] Tack W T. Aluminum-scandium alloy. US 5597529[P]. 1997-02-28.

- [9] Weldable anti-corrosive aluminum-magnesium alloy containing a high amount of magnesium, especially for use in aviation. US 65310047 B1[P]. 2003-03-11.
- [10] PENG Yong-yi, YIN Zhi-min, YANG Jin, DU Yu-xuan. In-plane anisotropy of 1545 aluminum alloy sheet[J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2005, 15(1): 87-92.
- [11] 张永红, 尹志民. Sc、Zr对Al-Mg合金的组织 and 力学性能的影响[J]. 稀土, 2002, 23(3): 29-32.  
ZHANG Yong-hong, YIN Zhi-min. Effect of limited content Sc and Zr on microstructure and tensile property of Al-Mg alloy[J]. Chinese Rare Earths, 2002, 23(3): 29-32.
- [12] Parker B A, Zhou Z F, Nolle P. The effect of small additions of scandium on the properties of aluminum alloys[J]. Journal of Materials Science, 1995, 30(2): 452-458.
- [13] Berezina A L, Schmidt U, Monastyrskaya T, Konstantin, Chuistov V, Kotko A V, Kolobnev N I. Structural state and decomposition kinetics in rapidly quenched Al-Sc, Al-Mg-Sc alloys[J]. Materials Science Forum, 2002, 396/402: 763-768.
- [14] Marquies E A, Seidman D N. Nanoscale structural evolution of Al<sub>3</sub>Sc precipitates in Al(Sc) alloys[J]. Acta Materialia, 2001, 49(11): 1909-1919.
- [15] 赵卫涛, 闫德胜, 戎利建. 变形Al-Mg-Sc-Zr合金退火组织的TEM观察[J]. 金属学报, 2005, 41(11): 1150-1154.  
ZHAO Wei-tao, YAN De-sheng, RONG Li-jian. TEM observation of annealing microstructure of deformed Al-Mg-Sc-Zr alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2005, 41(11): 1150-1154.

(编辑 陈爱华)