

退火工艺对轧制半固态坯料组织性能的影响

郑小平, 李亚岚, 禹鑫磊, 苏晓琳, 李红斌, 田亚强, 陈连生

(华北理工大学, 河北 唐山 063210)

摘要: 采用异步轧制工艺对 7075 铝合金半固态坯料进行形变热处理。研究了再结晶退火工艺对变形半固态板材的组织演变及力学性能的影响。重点分析了各工艺参数条件下获得退火板材的再结晶程度及晶粒尺寸变化趋势, 梳理了变形半固态板材退火过程中的再结晶机制。结果表明: 显微组织的再结晶顺序依次为变形共晶相、变形初生固相、变形晶内小“液滴”。当退火工艺参数为 470 °C 保温 20 min 时, 退火板材的再结晶晶粒尺寸较小, 综合力学性能较优, 此退火板材的抗拉强度和延伸率依次为 408 MPa、28%。退火温度的升高将导致板材由脆性断裂向韧性断裂方式转变, 但过高的退火温度将引起板材的热裂, 将极大地降低板材的力学性能。

关键词: 半固态坯料; 组织演变; 力学性能; 再结晶机制

中图分类号: TG166.3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)09-3451-08

与常规铸造合金相比, 半固态加工技术结合了液态和固态金属成形的有利条件, 使得半固态合金具有许多优良特性^[1-4]。目前的半固态金属加工温度主要在半固态温度及以上温度区, 鲜有对半固态金属坯料或浆料在固相线温度以下区域进行加工成形的文献报道。但对于塑变能力较强的金属或合金, 低于固相线温度对半固态金属坯料进行加工成形, 可有效地节能降耗、降低成本、提高效率, 不失为一种绿色的加工技术。另外, 异步轧制是一种大塑性变形方法^[5]。相比于同步轧制, 异步轧制由于引入了额外的剪切变形导致搓轧区的产生, 进一步提高了对轧件的塑变能力, 可以明显细化晶粒, 改善 Al-、Mg-以及 Ti-基合金组织的均匀性^[6-10], 从而显著提高其力学性能。

7075 铝合金具有密度小、强度高、加工性能好、焊接性能优良等优点, 常用于航空航天、汽车制造业等方面^[11-13]。目前, 7075 半固态铝合金的低温成形及退火工艺系统研究较少, 有待进一步分析变形合金的显微组织及力学性能。实际上, 实现 7075 铝合金半固态坯料的低温成形, 将获得高精度、综合力学性能更好的结构零件^[14,15]。因此, 研究 7075 铝合金半固态坯料的低温塑性及再结晶退火的影响机制具有深远的研究价值与意义。本工作旨在研究再结晶退火工艺对 7075 铝合金半固态轧制板材组织与性能的影响, 获取变形半固态板材的最佳退火工艺参数, 阐明退火过程中初生固相和共晶相的再结晶机制, 诠释退火板材的拉伸断裂机制。

1 实验

试验所用材料为 7075 合金半固态坯料, 化学成分如表 1 所示, 显微组织如图 1a 所示。该半固态坯料基于应变诱导熔化激活法 (SIMA), 由预变形板材进行再结晶及等温保温后水淬制备得到。预处理变形工艺采用铸态 7075 铝合金进行累积压下率为 60% 的热轧, 轧制温度为 480 °C。将轧制变形板材放入箱式电阻炉中加热至 620 °C 保温 30 min, 随后立即置于冷水以保持半固态组织形貌。由图 1a 可知, 7075 铝合金半固态显微组织由初生固相、“液相”快速冷却获得的共晶相和初生固相内小“液滴”组成, 固相颗粒尺寸约 140 μm。

将 7075 合金半固态坯料进行 300 °C 保温 30 min 的预加热, 随后立即使用改造后 $\Phi=170$ mm 的阶梯型二辊冷轧机进行 70% 压下率的轧制变形。图 1b 为轧制板材的显微组织, 其中初生固相沿轧制方向被拉长, 呈纤维状。初生固相晶界处的共晶相受到挤压变形后沿固相晶界线形分布, 但固相内小“液滴”无明显变形, 依然为星状结构。将轧制板材进行不同温度、时间的再结晶退火处理, 并对退火板材切取金相试样进行镶嵌、打磨、抛光及腐蚀。使用 Leica 研究型光学显微镜观察板材显微组织, 借助 Image-pro 软件定量分析退火板材的晶粒尺寸。为研究退火工艺参数对板材力学性能的影响, 将退火板材截取图 2 所示的拉伸试样, 并使用日本岛津 AG-I500 kN 电子拉伸试验机进行力学性能测试, 使用 Scios 扫描电子

收稿日期: 2021-09-24

基金项目: 河北省自然科学基金 (E2020209040); 河北省高等学校科学技术研究项目 (ZD2018242, QN2019051)

作者简介: 郑小平, 男, 1978 年生, 博士, 教授, 华北理工大学, 河北 唐山 063210, 电话: 0315-8805223, E-mail: zhengxp1978@163.com

表 1 铸态 7075 铝合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of as cast 7075 aluminum alloy (wt%)

Mg	Zn	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Al
2.1~2.9	5.1~6.1	0.4	0.5	1.2~2.0	0.3	0.18~0.28	Bal.

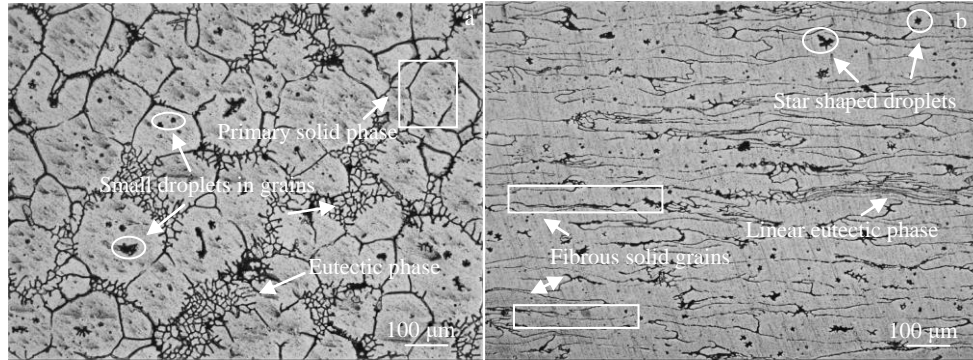


图 1 7075 合金半固态及轧制态显微组织

Fig.1 Microstructures of 7075 alloy in semi-solid state (a) and as rolled state (b)

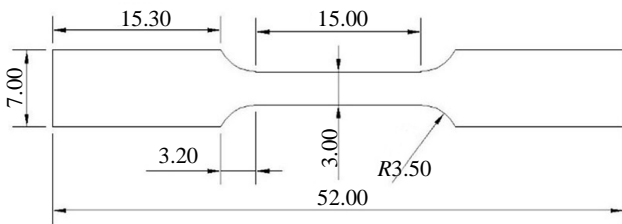


图 2 拉伸试样尺寸

Fig.2 Tensile specimen size (mm)

显微镜对拉伸试样断口形貌特征进行观察。

2 结果与分析

2.1 退火参数对板材显微组织的影响

再结晶退火有助于消除金属低温变形产生的加工硬化,改善其各向异性及加工成形性能。因此,有必要对低温形变 7075 铝合金半固态板材进行再结晶退火处理,进而研究退火工艺参数对板材显微组织的影响。

2.1.1 保温温度对退火板材显微组织的影响

7075 合金半固态坯料经过压率为 70% 的轧制变形后,显微组织中固相颗粒和共晶相均发生了大塑性变形。晶粒的剧烈变形为推动回复和再结晶提供了必要的激活能,进而促进了后续再结晶的发生。

图 3 为半固态轧制板材在不同退火温度下保温 20 min 的显微组织。观察发现,板材的再结晶程度随退火温度的升高逐渐增大,再结晶晶粒由少变多。图 3a 为 350 °C 退火板材的显微组织。变形共晶相和变形固相

仍沿轧制方向纤维状分布,未发现明显的再结晶晶粒。因此,350 °C 退火热处理只消除了材料部分应力,而未发生再结晶。图 3b 为 410 °C 退火板材的显微组织。变形共晶相在退火热处理后生成了大量细小等轴晶粒,沿变形固相晶界线形分布,而变形固相热处理后仅发生了轻微再结晶,再结晶程度较低。因此,变形共晶相的再结晶程度远大于变形固相晶粒,这归因于图 4 中变形共晶相的 Mg、Zn、Cu 元素含量偏高,这些元素在晶界的偏析是导致该相的熔点和再结晶温度低于基体再结晶温度的主要原因^[16-18]。因此,变形共晶相首先发生再结晶。当退火温度升高至 470 °C 时,图 3c 中变形共晶相已完全再结晶。同时,变形固相晶粒内部生成了大量再结晶晶粒,但板材仍存在纤维状变形组织未发生再结晶,固相晶粒内小“液滴”未发生明显变化,表明 470 °C 未达到小“液滴”的再结晶温度。此外,小“液滴”无塑性变形,内部储存能低,为再结晶提供的驱动力偏小也是导致小“液滴”再结晶程度低的重要原因。图 3d 为 530 °C 退火板材的显微组织。板材显微组织中各相已发生了完全再结晶,部分再结晶晶粒正合并长大。综上所述,退火温度的升高有效地促进了形变板材的再结晶。

2.1.2 保温时间对退火板材显微组织的影响

图 5 为轧制板材在 470 °C 下退火不同时间的显微组织。系统观察发现,仅变形共晶相和部分变形固相发生了再结晶组织演变。其次,变形固相晶粒内部的黑色小“液滴”未发现再结晶行为。

图 5a 为轧制板材在 470 °C 下退火保温 10 min 的显微组织。在再结晶退火作用下,变形固相晶界逐渐消失,

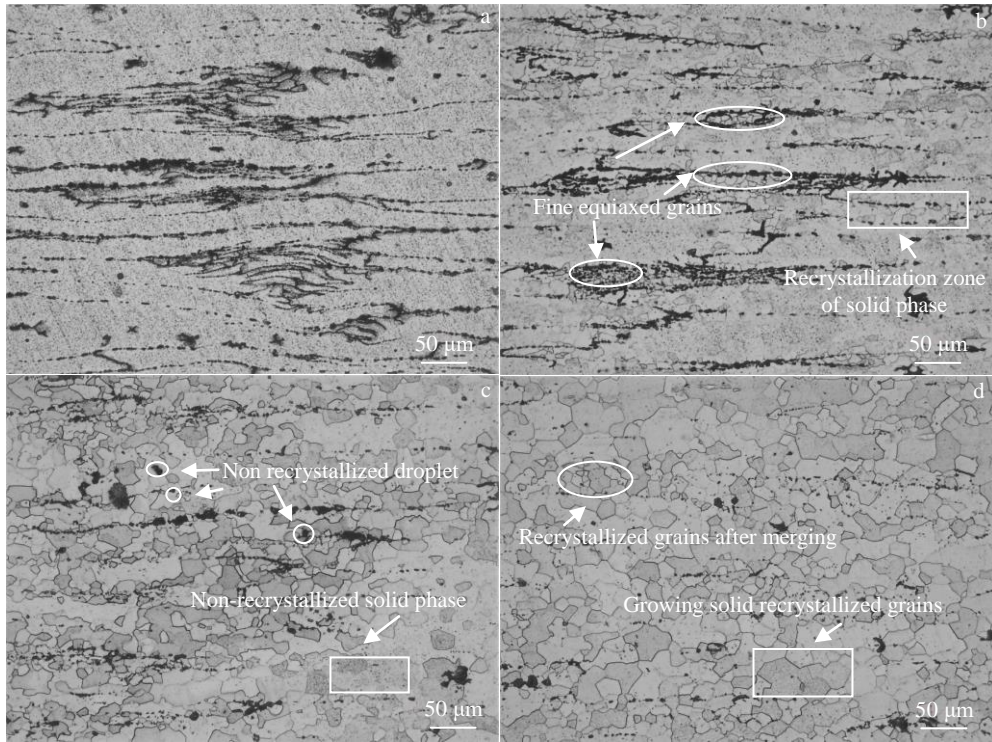


图 3 不同温度保温 20 min 退火板材的显微组织

Fig.3 Microstructures of sheet annealed at different holding temperatures for 20 min: (a) 350 °C, (b) 410 °C, (c) 470 °C, and (d) 530 °C

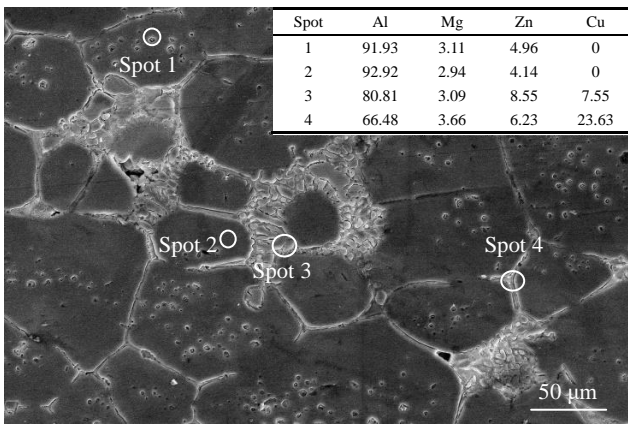


图 4 半固态坯料中各相点 EDS 分析的质量分数

Fig.4 Mass fraction of each phase in semi-solid billets by EDS

短时间退火板材的组织再结晶程度偏低，仅变形较大的共晶相退火后生成少量再结晶晶粒。图 5b 为轧制板材退火 20 min 后的显微组织。图中变形共晶相已完全再结晶，变形固相晶粒仅发生了部分再结晶。因此，延长退火保温时间可有效促进再结晶，进而提高轧制板材的再结晶程度。继续延长退火时间后，图 5c 中变形共晶相的再结晶晶粒开始合并长大，晶粒尺寸相当于变形固相再结晶晶粒尺寸。同时，变形固相再结晶程度得到大幅度提高。由于再结晶晶粒分布较均匀，退火板材已无图 1a

所示的半固态显微组织特征。

为进一步研究退火工艺对显微组织的影响，定量分析了不同退火板材的平均晶粒尺寸，如图 6 所示。通过统计发现，退火温度对轧制板材的再结晶影响更显著。如图 6a 所示，随退火温度升高，板材的平均晶粒尺寸先减小后增大。结合图 3 中退火板材的金相显微组织可知，晶粒尺寸降低的主要原因为退火温度的升高提高了组织的再结晶程度，进而导致细小等轴晶粒增多。但退火温度过高，再结晶晶粒将发生合并长大，导致等轴晶粒消失，最终使退火板材的平均晶粒尺寸增大。图 6b 为退火时间对再结晶晶粒尺寸的影响。通过统计可知，平均晶粒尺寸随退火时间的延长也呈先降低后增大的趋势，表明适当延长退火时间有益于板材再结晶晶粒的细化。延长退火时间为再结晶提供必要能量，再结晶程度增大导致小晶粒增多，进而大幅度降低平均晶粒尺寸。退火保温时间继续延长至 30 min，再结晶程度继续增大，导致再结晶晶粒间合并，因此，退火板材的平均晶粒尺寸逐渐增大。综上所述，工艺参数为 470 °C/20 min 的退火板材显微组织中的再结晶晶粒较细小。

2.2 退火板材的再结晶机制

普通冷变形板材的再结晶退火显微组织已有广泛研究^[19,20]，而对于铝合金半固态轧制板材的再结晶行为研究偏少。因此，本研究深入探讨了 7075 半固态坯料在轧

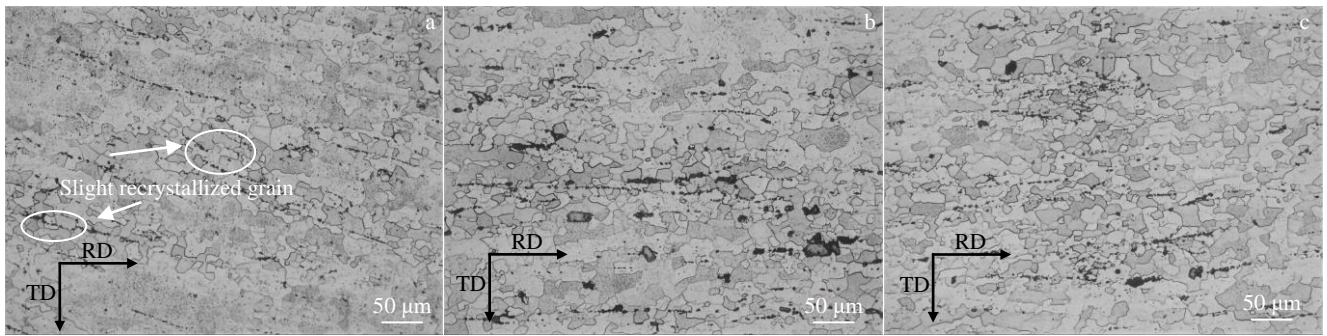


图 5 在 470 °C 退火不同保温时间的板材显微组织

Fig.5 Microstructures of sheet annealed at 470 °C for different holding time: (a) 10 min, (b) 20 min, and (c) 30 min

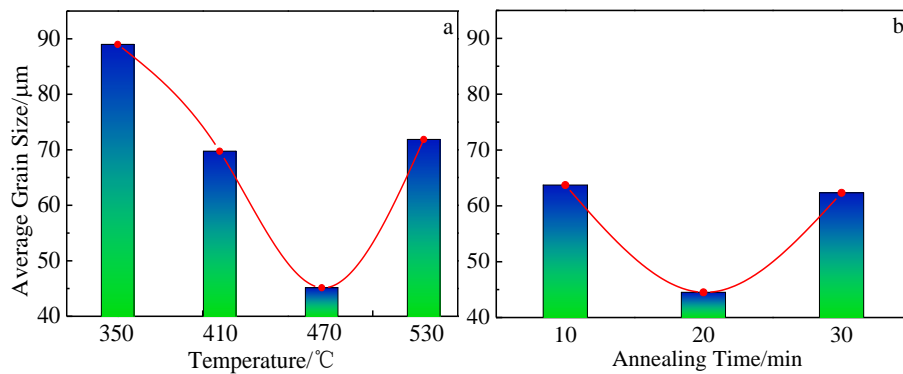


图 6 不同工艺退火板材的平均晶粒尺寸

Fig.6 Average grain size of sheet annealed at different temperatures for 20 min (a) and at 470 °C for different time (b)

制变形及后续再结晶退火过程的显微组织演变。图 7 为退火板材的结晶机制。演变可分为 3 阶段：阶段一为 SIMA 法获得由形状圆整的 α 固相晶粒、 β 共晶相及晶内小“液滴”组成的半固态坯料。阶段二的工作是将半固态坯料进行低温轧制成形，获得沿轧制方向拉长的变形 α 固相及 β 共晶相显微组织，各相变形程度由大到小依次为 α 固相晶粒、低熔点 β 共晶相、晶内小“液滴”。阶

段三为再结晶退火升温过程的显微组织演变。因变形共晶相中含 Cu 元素较多，低温退火时，该区域首先完成再结晶，生成了大量的细小等轴晶粒，板材的平均晶粒尺寸显著减小。其次，通过前人对 7075 铝合金中静态再结晶组织的研究发现，随退火温度升高，合金显微组织中 大角度晶界的晶粒逐渐增多^[19]。结合金相显微组织可知， α 固相晶粒被大小角度晶界分割，晶粒进一步细化，而

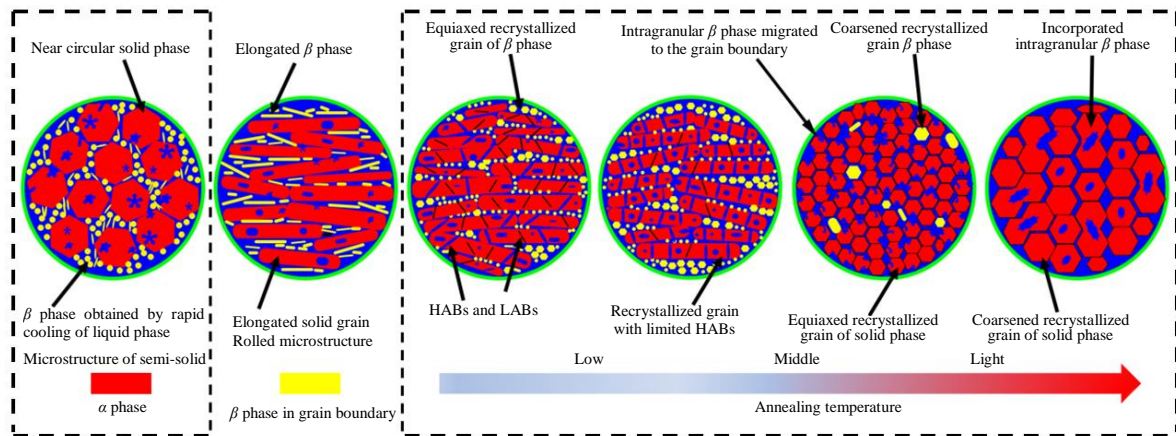


图 7 退火板材再结晶机制

Fig.7 Recrystallization mechanism of annealed sheet

小“液滴”未发生明显变化。随退火温度的继续升高,细小等轴晶粒发生合并,变形固相再结晶程度提高。退火温度的升高将导致长大的再结晶晶粒尺寸接近于 α 固相新生的再结晶晶粒尺寸,变形固相发生完全再结晶,所有晶粒形态均呈等轴状,小“液滴”逐渐向再结晶晶粒边界移动。退火温度进一步升高导致所有再结晶晶粒均参与合并长大,退火板材的平均晶粒尺寸发生急剧增进而影响板材的综合力学性能。

2.3 退火参数对板材力学性能的影响

为研究退火工艺参数对板材力学性能的影响,绘制了图8所示不同退火板材的工程应力-应变曲线。根据霍尔佩奇关系可知,减小材料的晶粒尺寸常成为提高强度的有效手段。图8a为保温温度对退火板材力学性能的影响,其中350℃退火板材的抗拉强度较低,470℃退火时抗拉强度为408 MPa。470℃退火板材的断后延伸率相较于350℃退火板材提高了7%,其断后延伸率为28%。退火温度处于350~470℃区间时,退火板材的抗拉强度和断后延伸率均随退火温度的升高而增大。退火温度升高至530℃时,由于退火板材中再结晶晶粒的异常长大,强度及延伸率呈现降低的趋势。因此,470℃为提高轧制板材强度和塑性的最佳退火温度。图8b为保温时间对退火板材力学性能的影响,退火板材的抗拉强度和断后延伸率随保温时间的延长呈先增大后减小的趋势。

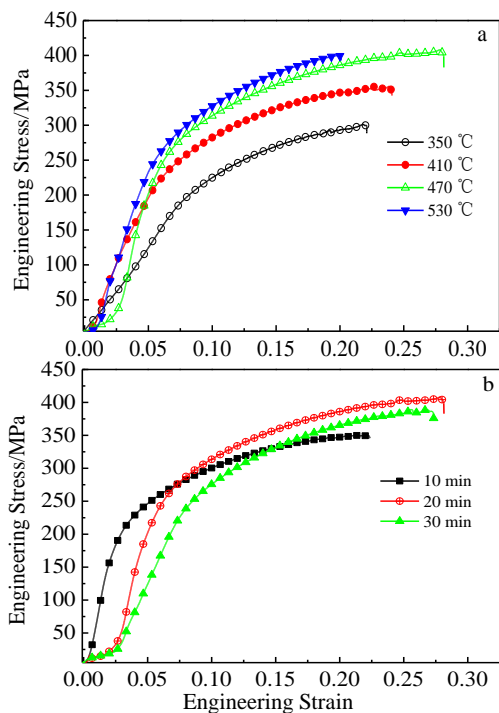


图8 不同退火工艺板材的应力-应变曲线

Fig.8 Stress-strain curves of different annealed plates: (a) annealing temperature and (b) annealing time

变形板材的保温时间由10 min延长至20 min时,退火板材再结晶程度得到有效提高,组织晶粒得到细化。因此,再结晶晶界明显增多,阻碍了裂纹的传播和发展,进而显著提高材料的综合力学性能。当退火时间延长至30 min时,再结晶晶粒异常长大。晶粒尺寸越大,晶界总面积越小,晶粒的滑移变形被晶界抑制作用减弱。外部应力作用于少数晶粒,晶界处的应力集中使其更容易发生损伤^[20]。断裂发生后裂纹沿晶界迅速扩展是导致材料强度及韧性显著降低的重要原因。综上所述,半固态轧制板材获得最佳力学性能的退火工艺参数为470℃和20 min。

2.4 退火板材的拉伸断裂机制

为研究再结晶退火工艺对板材服役过程中断裂的影响,重点分析了退火板材拉伸断裂后的断口形貌特征。图9所示为不同温度保温20 min的拉伸试样断口形貌。观察图9a矩形框中放大图可知,材料断口存在大量解理断裂台阶和微裂纹,组织形貌中解理台阶沿基体晶粒开裂呈现层片状且台阶高度较高。此外,结合图8a中应力-应变曲线进行分析可知,试样的延伸率及应变较小,并且无明显颈缩阶段。因此,试样的拉伸断裂方式为典型的脆性断裂。图9b为410℃退火板材的拉伸断口形貌及局部放大图。观察发现断口形貌中仍存在许多解理断裂台阶,但台阶的高度明显降低。断口中还可观察到许多撕裂型韧窝,表现为较长的显微孔洞。其次,断口放大图中能够观察到孔洞较深的气泡韧窝。表明试样的断裂方式为脆性和韧性断裂相结合。当退火温度升高到470℃时,从图9c中可观察到拉伸试样断口中存在大小不一的韧窝,大韧窝周围分布着小韧窝,且韧窝的数量与深度显著增大,表明试样拉伸过程中韧性断裂逐渐占据主导地位。仔细观察发现,大韧窝底部存在形成显微空穴的夹杂物。图9d为530℃退火板材的拉伸断口形貌,低倍镜下的显微组织中存在显著的长条状二次裂纹,归因于7075铝合金高温退火热处理常引起材料的热裂倾向严重。细致观察放大图发现,断口中韧窝的数量继续减少。此外,典型脆性断裂的准解理台阶与沿晶断裂晶面有明显的交界。因此,该退火板材的断裂方式为韧性断裂与脆性断裂相互竞争。结合上述退火板材的显微组织可知,再结晶晶粒发生了异常长大,导致晶界总面积逐渐减少。因此,微裂纹沿晶界的扩展速率显著增大,极大地降低了材料的强度与塑性。

图10为470℃退火保温不同时间的拉伸试样断口形貌。如图10a所示为保温10 min的板材拉伸断口形貌,断口表面可观察到明显的解理台阶与解理面。结合应力-应变曲线可知,保温10 min的板材延伸率较小,因此,短时间退火板材的断裂方式以脆性断裂为主。图10b为470℃退火保温30 min的板材拉伸断口形貌,可观

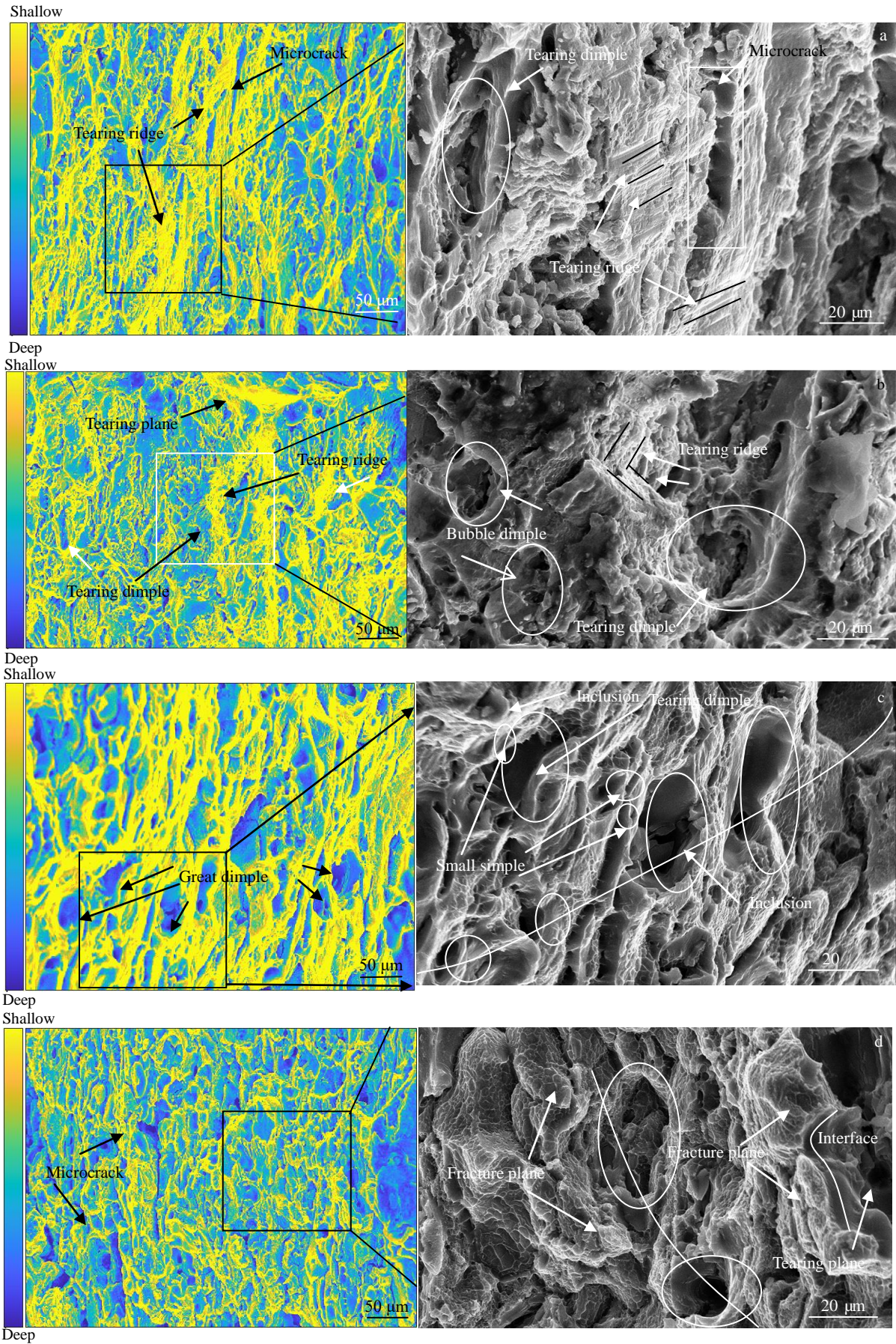


图 9 不同温度保温 20 min 退火板材的断口形貌

Fig.9 Fracture morphologies of sheet annealed at different temperatures for 20 min: (a) 350 °C, (b) 410 °C, (c) 470 °C and (d) 530 °C

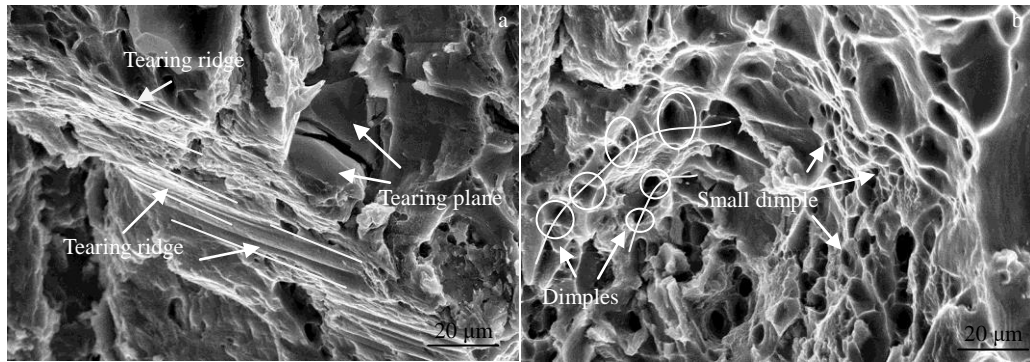


图 10 470 °C 保温不同时间退火板材的断口形貌

Fig.10 Fracture morphologies of sheet annealed at 470 °C for different time: (a) 10 min and (b) 30 min

察到大量的细小韧窝,但深度相比于图 9c 中的韧窝较浅,导致图 8b 中该退火热处理制度下得到退火板材塑性轻微降低。综上所述,轧制变形板材的较优退火制度为 470 °C 保温 20 min。

3 结 论

1) 半固态轧制板材显微组织中再结晶的顺序依次为变形共晶相、变形初生固相、晶内小“液滴”。

2) 适当升高再结晶退火温度可有效地降低退火板材的平均晶粒尺寸。其中,获得再结晶晶粒尺寸较小的退火工艺参数为 470 °C 保温 20 min。板材的抗拉强度和延伸率等力学性能较优,其抗拉强度和延伸率依次为 408 MPa、28%。

3) 随退火保温温度的升高和时间的延长,材料的断裂方式由脆性断裂主导逐渐向韧性断裂转变,过高温度的退火热处理将导致材料的热裂倾向严重,进而导致力学性能降低。

参考文献 References

- [1] Wang Yongfei(王永飞), Zhao Shengdun(赵升吨), Fan Xiaoguang(樊晓光) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(10): 3569
- [2] Kapranos P, Kirkwood D H, Atkinson H V et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2003, 135(2-3): 271
- [3] Freitas C, Campo K N, Caram R. *Vacuum*[J], 2020, 180(5): 109 567
- [4] Liu Yang(刘洋), Yang Guangyu(杨光昱), Zhang Xiaodan(张晓丹) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(9): 2972
- [5] Hou L G, Xiao W L, Su H et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2021, 142: 105 919
- [6] Cui Q, Ohori K. *Materials Science and Technology*[J], 2000, 16(10): 1095
- [7] Kang S B, Min B K, Kim H W et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2005, 36(11): 3141
- [8] Sidor J, Petrov R H, Kestens L A I. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 528(1): 413
- [9] Kim W J, Lee J B, Kim W Y et al. *Scripta Mater*[J], 2007, 56(4): 309
- [10] Kim W J, Yoo S J, Lee J B. *Scripta Mater*[J], 2010, 62(7): 451
- [11] Cui Xinwei(崔歆炜), Xu Xiaofeng(徐晓峰), Ning Yuheng(宁玉恒) et al. *Materials Reports(材料导报)*[J], 2017, 31(14): 88
- [12] Wang Y C, Wu X D, Cao L F et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 804: 140 515
- [13] Liu J, Cheng Y S, Norman S W. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2020, 30(12): 3173
- [14] Han X, Jin Q, Hua L. *Journal of Manufacturing Science and Engineering*[J], 2017, 139(6): 061 013
- [15] Yonan S A, Soyarslan C, Haupt P et al. *International Journal of Mechanical Sciences*[J], 2013, 66: 1453
- [16] Xiao G, Jiang J, Liu Y et al. *Materials Characterization*[J], 2019, 156: 109 874
- [17] Hua L, Hu X, Han X. *Materials & Design*[J], 2020, 196: 109 192
- [18] Mo T, Chen Z, Huang H et al. *Materials Characterization*[J], 2019, 158: 109 951
- [19] She H, Shu D, Dong A et al. *Journal of Materials Science and Technology*[J], 2019, 35(11): 2570
- [20] Zhang Zhefeng(张哲峰), Zhang Peng(张鹏), Tian Yanzhong(田艳中) et al. *Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2009, 45(7): 788

Effect of Annealing Process on Microstructure and Properties of Rolled Semi-solid Billet

Zheng Xiaoping, Li Yalan, Yu Xinlei, Su Xiaolin, Li Hongbin, Tian Yaqiang, Chen Liansheng

(North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, China)

Abstract: Deformation heat treatment of 7075 aluminum alloy semi-solid billet was carried out by asynchronous rolling process. The effect of recrystallization annealing on microstructure evolution and mechanical properties of the deformed semi-solid sheets was studied. The recrystallization degree and grain size change trend of the annealed sheet under various process parameters were analyzed, and the recrystallization mechanism of the deformed semi-solid sheet during annealing was summarized. The results show that the recrystallization order of microstructure is deformed eutectic phase, deformed primary solid phase, and deformed intragranular “droplet”. When the annealing process is held at 470 °C for 20 min, the recrystallized grain size of the annealed sheet is smaller and the comprehensive mechanical properties are better. The tensile strength and elongation of the annealed sheet are 408 MPa and 28%, respectively. The increase of annealing temperature will lead to the transition from brittle fracture to ductile fracture, but too high annealing temperature will lead to hot cracking, which will greatly reduce the mechanical properties of the plate.

Key words: semi-solid billet; microstructure evolution; mechanical properties; recrystallization mechanism

Corresponding author: Chen Liansheng, Ph. D., Professor, College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063210, P. R. China, Tel: 0086-315-8805223, E-mail: kyckfk@ncst.edu.cn