

超细晶6061铝合金的搅拌摩擦制备和性能

王贝贝^{1,2} 刘沿东¹ 薛鹏² 倪丁瑞² 肖伯律² 马宗义²

1 东北大学材料科学与工程学院 沈阳 110819

2 中国科学院金属研究所 师昌绪先进材料创新中心 沈阳 110016

摘要 对6061铝合金进行常规空冷和强制水冷的搅拌摩擦加工(FSP)并研究其微观组织和力学性能,结果表明:FSP 6061铝合金的加工区均为细小等轴的超细晶组织,晶内位错密度较低、高角晶界的比例均高于70%;采用强制水冷,可将FSP 6061铝合金的平均晶粒尺寸细化到200 nm。FSP 6061铝合金中的析出相主要为球状或短棒状,采用强制水冷使析出相的长大受到明显抑制并使部分固溶元素不能及时析出,使析出相的尺寸与间距明显减小。与常规空冷相比,在强制水冷条件下FSP制备的6061铝合金具有更高的细晶强化和沉淀强化效果,其抗拉强度高达505 MPa,比峰时效态6061铝合金母材提高了55%。

关键词 金属材料,超细晶材料,搅拌摩擦加工,力学性能,强化机制

中图分类号 TG146

文章编号 1005-3093(2021)05-0321-09

Preparation and Mechanical Properties of Ultrafine-grained 6061 Al-alloy by Friction Stir Process

WANG Beibei^{1,2}, LIU Yandong¹, XUE Peng², NI Dingrui², XIAO Bolv², MA Zongyi²

1 School of Materials Science and Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China

2 Shi-changxu Innovation Center for Advanced Materials, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China

Correspondent: XUE Peng, Tel: (024)23971752, E-mail: pxue@imr.ac.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos. 52071317 & U1760201) and Youth Innovation Promotion Association of the Chinese Academy of Sciences (No. 2017236)

Manuscript received 2021-03-02, in revised form 2021-03-24

ABSTRACT 6061 Al-alloy plates were prepared by friction stir process (FSP) with conventional air cooling and additional water cooling, and the microstructure and mechanical properties of the FSP 6061 Al-alloys were investigated. Results show that the processed zone was characterized as equiaxed uniform ultrafine-grained (UFG) microstructure with low dislocation density and high fraction of high angle grain boundaries (>70%), and the average grain size was refined to 200 nm in the condition of additional water cooling. Spherical and rod-like precipitates were observed in the FSP 6061 Al-alloy. The applying of additional water cooling suppressed the growth of precipitates, led to the solid solution of some elements in the matrix, and reduction of precipitate size and space. The FSP 6061 Al-alloy prepared with additional water cooling exhibited higher effect of grain boundary strengthening and precipitation strengthening, resulting in a high ultimate tensile strength of 505 MPa, which was 55% higher than that of the 6061 Al-alloy of peak aging state.

KEY WORDS metallic materials, ultrafine grain material, friction stir processing, mechanical properties, strengthening mechanism

资助项目 国家自然科学基金(52071317,U1760201),中国科学院青年创新促进会基金(2017236)

收稿日期 2021-03-02 定稿日期 2021-03-24

作者简介 王贝贝,男,1990年生,博士生

通讯作者 薛鹏,研究员,pxue@imr.ac.cn,研究方向为搅拌摩擦焊接与加工、超细晶材料组织及性能

DOI 10.11901/1005.3093.2021.159

6xxx系铝合金具有高比强度、优良的耐蚀性和焊接性以及可加工性，在航空航天、汽车和轨道交通等领域得到了广泛的应用。虽然沉淀强化是这种合金的主要强化机制，但是为了保持其优良的耐蚀性和加工性能只添加较少的合金元素，其强度与2xxx系及7xxx系铝合金相比明显降低。除了沉淀强化，还可通过固溶强化、位错强化以及细晶强化等方式提高材料的强度^[1]。其中的晶粒细化，是在不改变合金成分的条件下最有效的强化方式。在沉淀强化的基础上增大晶粒细化的贡献，可明显提高6xxx系铝合金的强度从而拓宽其应用范围。在此情况下，具有优异力学性能的超细晶及纳米晶材料受到了极大的关注^[2-4]。

目前，剧烈塑性变形方法(Severe plastic deformation, SPD)，例如等通道转角挤压(Equal channel angle pressing, ECAP)，高压扭转(High-pressure torsion, HPT)以及累积叠扎(Accumulative roll-bonding, ARB)等，是制备致密无缺陷块体超细晶材料的主要方法^[5-8]。虽然用这些SPD方法可制备出高强度的超细晶材料，但是加工道次多、工艺复杂、工序繁琐且SPD超细晶材料在拉伸过程中极易失稳而使其塑性降低。更为重要的是，在循环变形过程中软化严重，使其疲劳性能急剧降低，极大地影响其工程应用^[6]。

搅拌摩擦加工(Friction stir processing, FSP)是一种新型的SPD方法，调节加工参数可一道次制备出块体超细晶材料。这种块体超细晶材料的组织均匀，位错密度低，高角晶界的比例较高，其拉伸性能和疲劳性能比其它SPD超细晶明显提高^[9-14]。但是，在铝合金的常规FSP过程中热输入较高，经常使析出相溶解或粗化而使其强度降低^[15]。低热输入的FSP，是解决析出相溶解与粗化的重要方法。热输入降低不仅明显抑制析出相溶解或粗化，而且能生成更细的晶粒和引入更强的细晶强化作用^[16-18]。降低工具旋转速度或提高行进速度可降低FSP过程热输入，但是容易在加工区产生孔洞和隧道等缺陷^[19]。同时，用冷却水辅助FSP也可明显降低热输入，从而制备出强度更高而无缺陷的超细晶组织^[20-22]。

高热输入FSP使6061铝合金中的析出相发生明显的溶解或粗化，使材料的力学性能严重降低，因此本文选用小尺寸的加工工具，降低工具旋转速度并结合强制冷却大幅度降低热输入进行FSP制备超细晶6061铝合金材料，并与常规空冷对比研究加工参数和冷却条件对FSP6061铝合金超细晶微观组织和力学性能的影响，并探讨析出相的演化过程和强化机制。

1 实验方法

实验用6061-T6铝合金板材(商用)的厚度为3 mm，其成分列于表1。在进行FSP前对板材的上下表面进行机械打磨以除去氧化物，并用酒精清洗。沿着板材的轧制方向进行FSP，使用的加工工具(搅拌头)采用内凹形轴肩与锥形螺纹针，轴肩直径为8 mm，搅拌针根部直径为3 mm，工具倾角为2.5°，工具转速为300 r/min，行进速度为100 mm/min。冷却方式为常规空冷和强制水冷，试样的编号分别为A-300和W-300。

使用电火花线切割机沿垂直于FSP方向切取金相样品，用砂纸逐号打磨到2000#后进行机械抛光。用Keller试剂将样品腐蚀60 s后用光学显微镜(Optical microscope, OM)观察其横截面。在平行于加工方向截取拉伸试样，试样平行段的尺寸为10 mm×3 mm×2.5 mm。用砂纸将拉伸试样打磨至800#，在Instron 5982拉伸试验机上进行拉伸实验，初始应变速率为10⁻³ s⁻¹。用FEI F50型扫描电镜(Scanning electron microscope, SEM)观察拉伸断口。用电子背散射衍射(Electron backscatter diffraction, EBSD)系统分析加工区中心微区的晶粒尺寸和晶界特性等信息。将EBSD样品经砂纸打磨到5000#后用10%(体积分数)高氯酸乙醇溶液电解抛光，抛光电压为12 V，温度为-25°C，抛光时间为60 s。在加工区中心垂直于加工方向切取1 mm厚的横截面薄片，制作透射电镜(Transmission electron microscope, TEM)样品。TEM和EBSD样品的取样位置，如图1所示。使用金相砂纸将TEM样品减薄至60 μm后

表1 6061铝合金板材的化学成分

Table 1 Chemical compositions of 6061 Al-T6 sheets (mass fraction/%)

Mg	Si	Fe	Mn	Cu	Zn	Al
1.08	0.59	0.20	0.20	0.21	0.25	Bal.

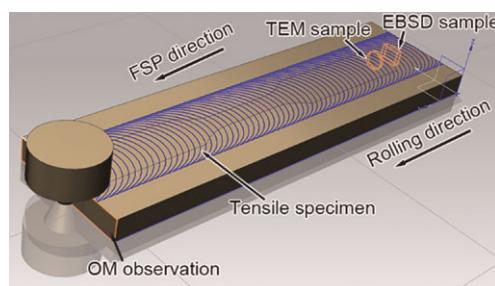


图1 FSP和用于拉伸实验和微观组织观察试样的位置示意图

Fig.1 Schematic illustration of FSP and the sample locations for tensile tests and microstructure observations

冲片制成直径为3 mm的圆片,在30%(体积分数)硝酸甲醇溶液中进行双喷减薄。双喷电压为12 V,温度为-25℃。用FEI Tecna G2 20 TEM观察加工区的组织形貌。

2 实验结果

2.1 FSP 6061铝合金的微观组织

图2给出了FSP 6061铝合金的横截面宏观形貌。可以看出,两种参数的加工区呈现上宽下窄的盆状,其组织中没有孔洞、隧道等缺陷。热输入更低的W-300样品,其加工区宽度比A-300的大。热输入的降低使加工温度降低和材料粘度提高,搅拌针周围材料的应力增大带动了更多的材料流动和塑性

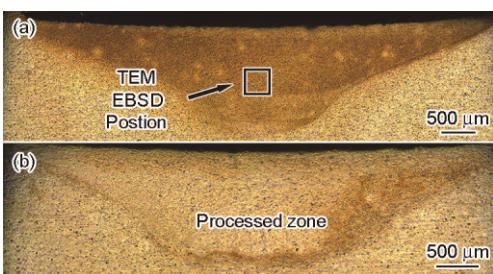


图2 FSP 6061铝合金的横截面形貌

Fig.2 Cross-sectional macrostructure of FSP 6061 Al
(a) A-300, (b) W-300

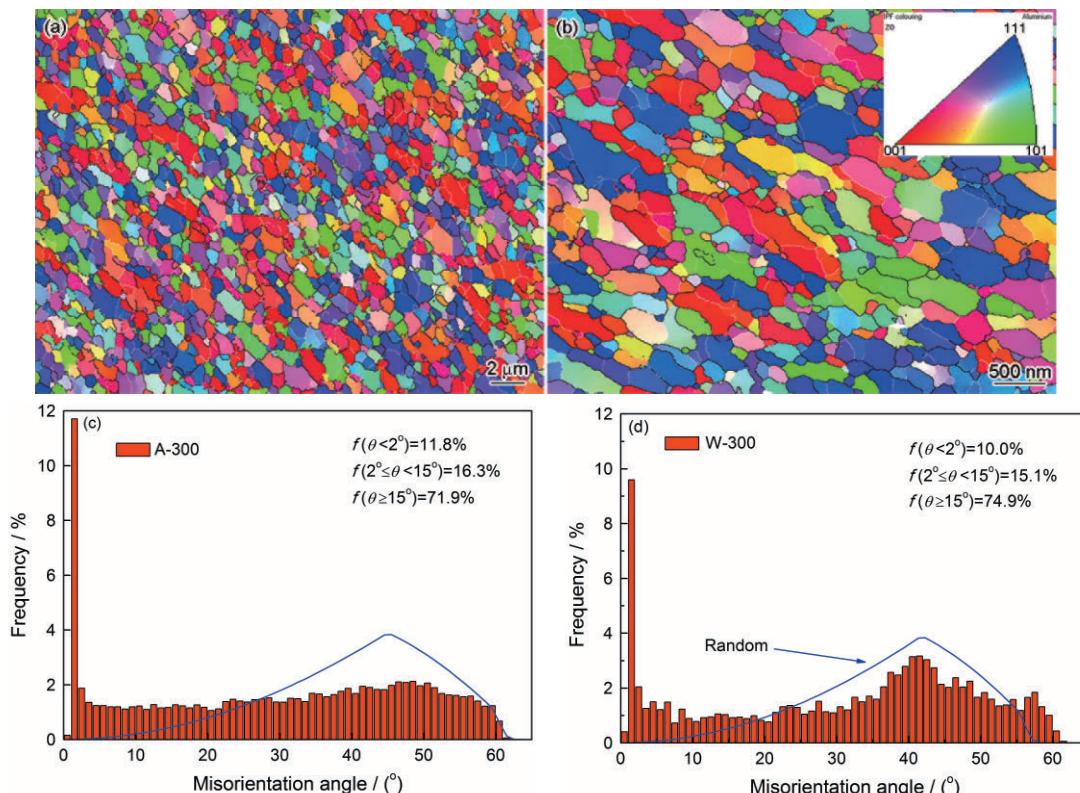


图3 FSP 6061铝合金加工区EBSD微观组织
Fig.3 EBSD maps of A-300 (a), W-300 (b), and distribution of grain boundary misorientation angles of A-300 (c), W-300 (d)

变形,使其加工区较宽。

图3给出了FSP 6061铝合金加工区EBSD组织图和晶界取向差分布,图中的黑色粗线表示高角晶界,白色细线代表小角度晶界。FSP加工区的组织为均匀等轴超细晶组织,A-300样品的平均晶粒尺寸为700 nm。采用强制水冷工艺加工过程的峰值温度降低,冷却速率提高,加工过程中热输入的降低使晶粒细化更为明显,W-300样品的平均晶粒尺寸减小到了200 nm。两种参数的加工区超细晶取向差分布均符合立方系金属的晶界随机分布规律,且高角晶界比例均高于70%,其原因是在FSP过程中加工区组织发生了动态再结晶^[11,12]。

图4给出了母材和FSP 6061铝合金加工区的TEM微观组织照片。如图4a所示,母材中分布着大量针状析出相(β'' 相),其长度方向平行于Al基体<001>晶向族,是母材的主要强化相,平均长度为32 nm,平均直径为3.5 nm。图4b给出了 β'' 相横截面的高分辨透射照片(High resolution transmission electron microscope, HRTEM)。 β'' 相是一种单斜晶胞结构,可能是 Mg_5Si_6 或 $Mg_5Al_2Si_4$ ^[23, 24]。 β'' 针状相与铝基体保持着特定的取向关系^[25]:

$$(001)_{Al} \parallel (010)_{\beta''}, [\bar{3}10]_{Al} \parallel [001]_{\beta''}, [230]_{Al} \parallel [100]_{\beta''}$$

A-300 和 W-300 样品晶粒内的位错密度较低，晶界平直明锐，大多为高角晶界。A-300 和 W-300 样品 TEM 照片中的平均晶粒尺寸与 EBSD 测量的平均晶粒尺寸一致。常规空冷的 A-300 样品中的析出相平均直径为 21 nm，平均长度约为 84 nm，平均距离约为 108 nm。强制水冷的 W-300 样品，其析出相的粗化与长大受到明显的抑制，极低的热输入使其析出相的平均直径为 10 nm，平均长度为 40 nm，平均间距为 60 nm，可产生比 A-300 样品更强的沉淀强化作用。

从图 4c 可以看出，A-300 样品的析出相有三种：浅色球状相、浅色棒状相和深色方形相。用 SPD 方法制备的 6061 铝合金中以浅色球状相为主，根据选区衍射和元素分布确认这种析出相为稳态的 β 相^[26]。A-300 样品中尺寸为 20~50 nm 的球状浅色析出相为稳态的 β 相，而长度为 60~100 nm、直径约为 10 nm 的浅色短棒状相为未完全粗化的 β'' 相；深色方

形相主要来自基体中的杂质元素，是 FeCrMn 元素的富集相^[27]，在 FSP 过程中被搅拌针打碎后重新分布在基体中，其强化效果可以忽略。

图 5 给出了 W-300 样品的高倍 TEM 照片，可见主要的析出相是浅色短棒状相，即 β' 相；浅色圆点相（尺寸~10 nm）应该为短棒状 β' 相横截面，而不是 A-300 样品中几十纳米的稳态 β 相。由于水下 FSP 过程的冷却速率较高，并未形成如 A-300 样品中那种大尺寸的球状 β 相。在 W-300 样品中未发现深色方形相，因为水下 FSP 过程的热输入降低，不能使 FeCrMn 相破碎和重新分布。

2.2 FSP 6061 铝合金的拉伸性能

图 6 给出了 A-300、W-300 以及母材的拉伸应力-应变曲线与加工硬化率曲线。可以看出，母材的屈服强度为 300 MPa，抗拉强度为 325 MPa，断裂延伸率为 16%。虽然与母材相比 A-300 样品的晶粒明显细化，但是其屈服强度和抗拉强度分别降低为

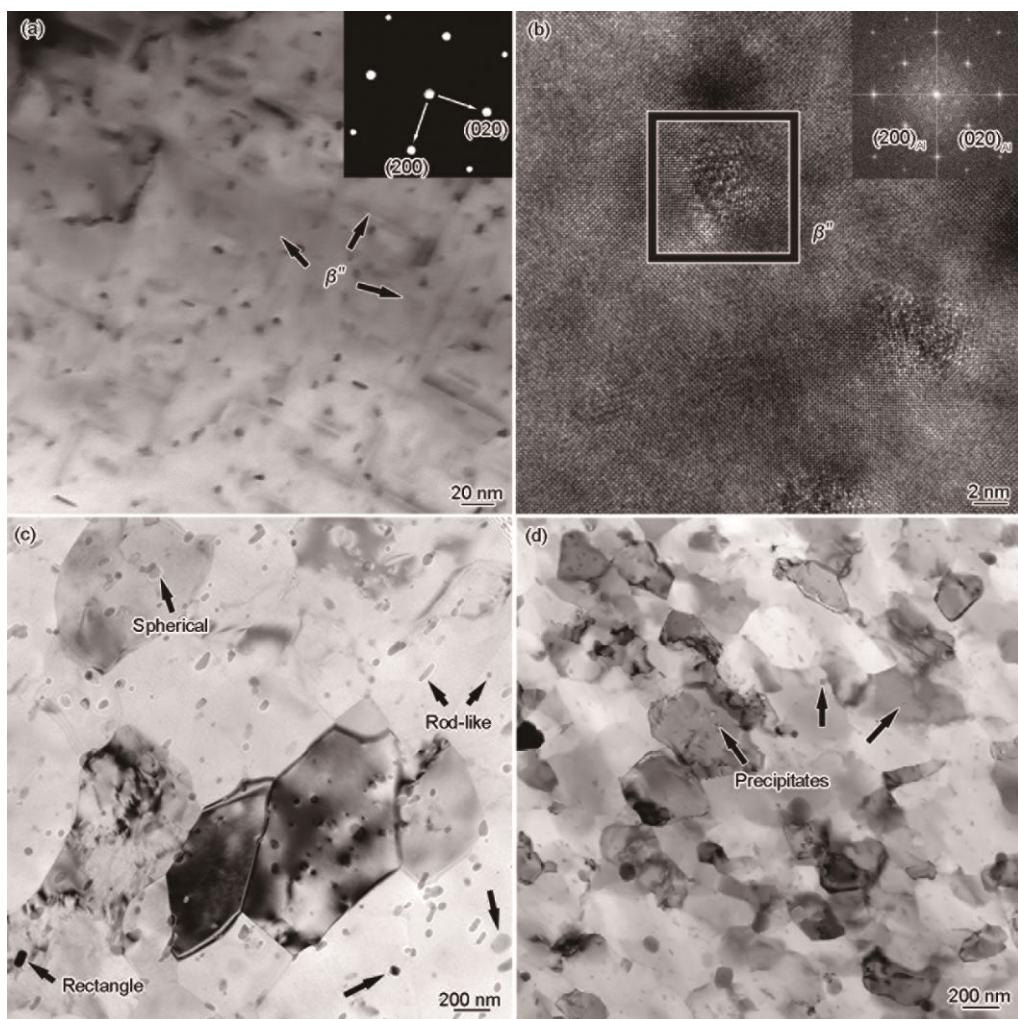


图 4 母材以及 FSP 6061 铝合金的 TEM 照片

Fig.4 Typical TEM microstructure of base material and FSP 6061 Al (a) base material, (b) HRTEM of precipitation in base material, (c) A-300, (d) W-300

260 MPa 和 290 MPa, 断裂延伸率为 6.7%。材料屈服后有较短的硬化过程, 随之发生缓慢的应变软化。从图 4c 可见, 析出相发生了明显的粗化, 呈现出短棒状形貌, 其强化效果明显降低, 类似于过时效状态。单一的晶粒细化产生的强化效果很难弥补沉淀强化的损失, 使其拉伸性能降低。因此, 需要进一步降低热输入以抑制析出相粗化。在强制冷却条件下热输入明显降低, W-300 样品的强度明显提高, 析出相的粗化受到一定程度的抑制, 屈服强度和抗拉强度分别提高到了 435 MPa 和 505 MPa, 断裂延伸率降低为 2.1%, 其抗拉强度与母材相比提高了 55%。与 A-300 相比, W-300 样品的拉伸曲线出现了较短而快速的硬化过程, 随即发生快速断裂。加工硬化率曲线图(图 6b)表明, 母材在拉伸变形前期的加工硬化率较小, 但是屈服后有较长且缓慢的加工硬化过程, 保持较高的均匀延伸率。W-300 样品在真应变小于 1.5% 时加工硬化率更高, 因为 W-300 样品的晶粒尺寸较小, 位错行程较短, 在晶界处更容易

发生塞积。同时, 位错的大量塞积也使晶界处更容易发生损伤, 使整体延伸率降低。应变大于 1.5% 时 A-300 样品与 W-300 样品的加工硬化率均变为负值并发生应变软化, 只是 W-300 样品的软化速度更高。

图 7 给出了 A-300 和 W-300 样品的拉伸断口形貌。从 A-300 样品的断口宏观形貌可见明显的颈缩, 放大后的断口为典型的韧窝形貌, 在较大的韧窝底部可见粗大的析出相颗粒。能谱分析结果表明, 大部分颗粒为 FeCrMn 相, 只有少量粗化的 MgSi 相 (β 相)。显然, 在拉伸变形过程中在较大的析出相颗粒附近发生了应力集中, 随着变形的进行逐渐产生微裂纹并与周围较小的韧窝相连形成较大的裂纹或大尺寸韧窝, 最终发生断裂。W-300 样品的断口没有明显的颈缩, 韧窝的尺寸也明显小于 A-300 样品。对于相似的材料体系, 韧窝的尺寸反映材料塑性的大小, A-300 样品中深而大的韧窝形貌表明其具有较好的塑性。W-300 样品的晶粒更细小, 使晶内位错的存储能力较低, 在晶界处更容易萌生裂纹且其扩展更快, 因此韧窝尺寸更为细小, 表明其塑性较低。

图 8 给出了峰时效态 6xxx 系铝合金、多向锻造(Multi-directional forging, MDF)、静液挤压(Hydrostatic extrusion, HE)、ARB、ECAP 以及用 HPT 方法制备的 6xxx 系铝合金强度的对比。可以看出, 用强制水冷 FSP 工艺一道次制备的 6061 铝合金, 其抗拉强度约比峰时效态 6xxx 系铝合金高 150~200 MPa, 比用多道次 ECAP 方法制备的 6xxx 系铝合金约高 100 MPa^[28,31]。即使采用后续时效工艺, SPD 6xxx 系铝合金的强度依然比本文制备的 W-300 超细晶 6061 铝合金低^[27,29,30,32,33]。这表明, 用强制水冷 FSP 工艺一道次制备的合金, 其强度较高, 是制备超细晶 6xxx 系铝合金的有效工艺。

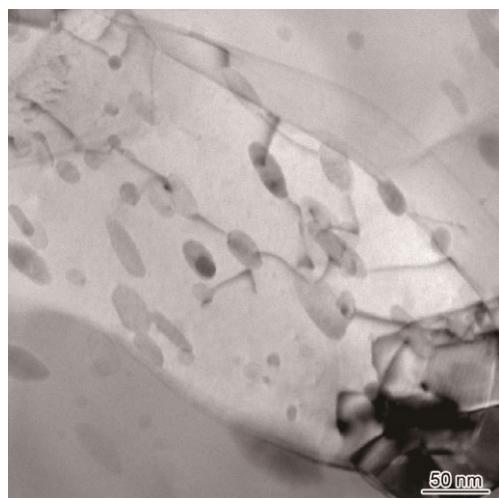


图 5 W-300 样品析出相的高倍 TEM 照片
Fig.5 Magnified TEM image of W-300 sample

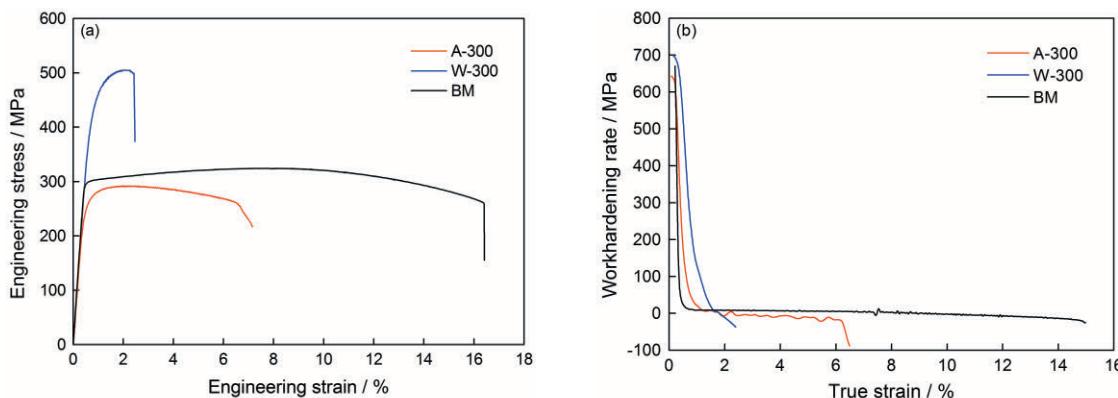


图 6 母材与 FSP 6061 铝合金的拉伸工程应力-应变曲线和加工硬化率曲线
Fig.6 Tensile engineering stress-strain curves (a) and work hardening rate (b) of base material and FSP 6061 Al

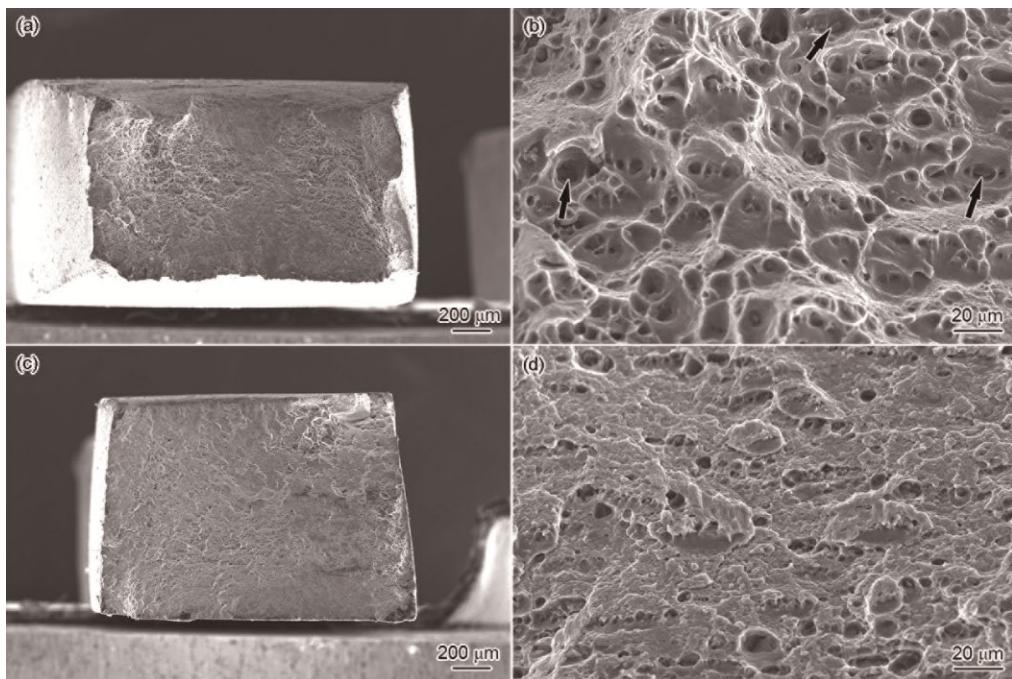
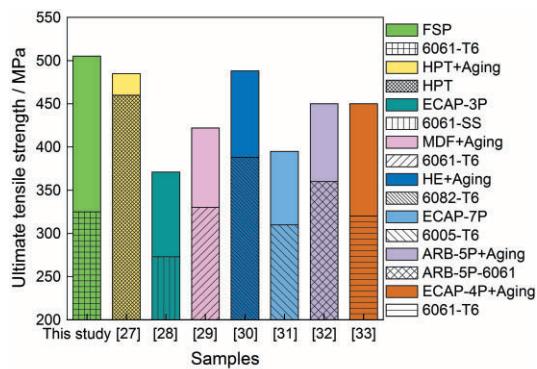


图7 A-300 和 W-300 样品的拉伸断口形貌

Fig.7 Tensile fractographies (a) A-300, (b) magnified graph of A-300, (c) W-300, (d) magnified graph of W-200

图8 用不同方法制备的 6xxx 系铝合金的抗拉强度^[27-33]Fig.8 Ultimate tensile strength of 6xxx Al alloy prepared by different methods^[27-33]

3 讨论

3.1 析出相的演化

6xxx 系 Al-Mg-Si 合金的时效析出序列是：过饱和固溶体→Mg/Si 原子团簇→GP 区→ β'' → β' → $\beta(Mg_2Si)$ ^[30, 34, 35]，其中 β'' 和 β' 相为主要的析出强化相。在 β'' 析出相的演化过程中，先是 Si 原子在铝基体中形成团簇并发生少量 Mg 原子的聚集形成尺寸为 1~2 nm 的纳米团簇。纳米团簇没有固定的形状，随着时间的延续更多的 Mg 原子向 Si 原子团簇聚集形成尺寸约为 2~5 nm 的稍大 GP 区。GP 区的形状主要为椭圆形，并与晶粒的取向无关。GP 区与铝基体保持共格关系，通过 Mg 和 Si 原子取代 Al 原子逐步形成。在时效过程中椭圆形 GP 区逐渐演化

成针状的 β'' 析出相，截面尺寸与 GP 区的尺寸相当或略大，长度约为 20~50 nm，其长轴方向平行于 $<001>_{Al}$ 方向。

在 FSP 过程中高温与剧烈塑性变形的双重作用使 A-300 样品发生析出相的回溶和重新析出，并出现明显的析出相粗化。析出相的形貌主要呈球形或短棒状，与正常析出相有较大的区别。其原因是，在析出相的重新析出过程中先产生溶质原子的纳米团簇，温度高于正常时效温度且位错密度较高增加了元素扩散的通道、提高了元素聚集速度，使椭圆形的 GP 区很快形成^[36]。沉淀相的析出伴随着动态再结晶后的晶粒长大，Mg 元素通过位错通道极快地向 GP 区聚集。由于此过程为非平衡态，不能形成表面能较高的针状相，因此形成了表面能较低的短棒状 β' 析出相。此现象，与用 SPD 方法制备的超细晶材料在后续时效过程中只能析出 β' 相与 β 相类似^[26]。由于常规空冷 FSP 工艺散热较慢，大部分 β' 相在 FSP 过程中发生了过时效，形成了尺寸为几十纳米的球状 β 相^[36]。W-300 样品则由于强制水冷的冷却速率较高，形成的析出相平均直径和长度均比 A-300 样品的小，且没有过多的热量促进过时效的发生，因此在其样品内主要为尺寸较小的 β' 析出相，产生了远高于 A-300 样品的沉淀强化效果。

3.2 强化机制

6xxx 系铝合金的主要强化方式为沉淀强化，但是固溶强化、位错强化和细晶强化也随着材料状态

的不同有不同的贡献。假设不同的强化机制之间相互独立没有偶联作用,则其屈服强度可表示为

$$\sigma_{ys} = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_{H-P} + \sigma_{dis} + \sigma_{phase} \quad (1)$$

式中 σ_{ys} 为总的屈服强度, σ_0 为晶格摩擦力, 约为 9.7 MPa, σ_{ss} 表示固溶强化, σ_{H-P} 表示细晶强化, σ_{dis} 表示位错强化, σ_{phase} 表示沉淀强化。

细晶强化的关键在于晶界对位错滑移的阻碍, 因此晶粒越细小晶界越多则位错被阻碍越多, 则多晶体的强度越高。FSP 6061 铝合金的细晶强化作用 σ_{H-P} 可用经典的 Hall-Petch 公式表示为

$$\sigma_{H-P} = k_{Al} \times d^{-1/2} \quad (2)$$

k_{Al} 为 Hall-Petch 关系的斜率值, 可使用纯铝细晶强化的斜率值(取 70 MPa·μm^{1/2})^[37]。A-300 和 W-300 样品的细晶强化效果, 分别为 83.7 MPa 和 156.5 MPa。

材料中的大多数晶界都对材料产生晶界强化, 包括高角晶界的强化以及小角度晶界($\geq 2^\circ$)的强化。小于 2° 的小角度晶界主要由缠结的位错构成, 其位错强化作用更强^[38, 39]。材料中的位错分为晶内位错(密度 ρ_0)和储存在小于 2° 的小角度晶界上的位错。位错强化的贡献可用 Taylor 公式^[38, 39]

$$\sigma_{dis} = M\alpha Gb \sqrt{\rho_0 + \frac{3(1-f_{\theta \geq 2^\circ})\theta_{ave, < 2^\circ}}{bd}} \quad (3)$$

评估, 其中 M 为 Taylor 因子(取 3.06), $\alpha=0.33$ 为常数, $G=26$ GPa 为剪切模量, $b=0.286$ nm 为伯氏矢量, ρ_0 为晶内位错密度。由于用 FSP 制备的材料具有完全动态再结晶后的组织, 晶内位错密度较低, 其强化效果可忽略不计。因此, A-300 样品和 W-300 样品的位错强化所贡献的强度基本相同, 分别为 25.5 MPa 和 24.2 MPa。

尽管用 SPD 制备的 Al-Mg-Si 铝合金中的析出相种类和形态十分复杂, 但是根据实验和模拟结果^[40], 析出相对屈服强度的贡献可表示为^[41, 42]

$$\sigma_{phase} = 2MGb\beta/L \quad (4)$$

式中 β 为常数(约为 0.28), L 为析出相的平均距离。A-300 样品和 W-300 样品的析出相其平均间距为 108 nm 和 60 nm, 因此其强化所贡献的强度分别为 117 MPa 与 212 MPa。

析出相的相对体积分数, 定义为某一样品的体积分数与母材峰时效态的体积分数之比。为了简化计算, 用面积分数替代体积分数。A-300 和 W-300 样品的相对体积分数分别为 71% 与 36%。可以发现, A-300 和 W-300 样品的析出相体积分数小于母材的析出相体积分数, 则在 FSP 过程中剩余的 Mg 元素和 Si 元素重新固溶到基体中而未完全析出, 从而对基体产生了一定的固溶强化作用。因此, 固溶元

素对基体的强化作用可表示为

$$\sigma_{ss} = \sum_j k_j \cdot C_j^{2/3} \quad (5)$$

式中 C_j 为固溶合金元素的含量, k_j 为相应的比例因子, Mg 元素与 Si 元素的 k_j 值分别为 66.3 和 29.0 MPa/wt.%^{2/3}^[36, 42]。因此, 对于 A-300 样品, 29% 的 Mg 元素与 Si 元素贡献的固溶强化强度分别为 30.6 MPa 与 8.9 MPa, 总固溶强化贡献的强度为 39.5 MPa。对于 W-300 样品, 共有 64% 的 Mg 元素和 Si 元素所贡献的固溶强化强度分别为 51.8 MPa 与 15.2 MPa, 总固溶强化贡献的强度为 67.0 MPa。

分析图 9 中两种超细晶 6061 铝合金的强化机制可以发现, A-300 和 W-300 样品各种强化机制贡献的屈服强度总和的计算值分别为 275 MPa 与 469 MPa, 与实验结果 260 MPa 与 435 MPa 较为接近。显然, 强制水冷 FSP 工艺较低的热输入抑制了析出相的长大, 从而产生了更强的沉淀强化效果。同时, 对再结晶晶粒长大的抑制, 产生了更强的细晶强化效果。与 A-300 样品相比, W-300 样品的沉淀强化效果提高了 95 MPa, 细晶强化效果提高了 73 MPa。强制水冷 FSP 工艺并未在加工区内产生更高的位错强化, 动态再结晶作用使加工区仍为均匀稳定的再结晶组织, 位错密度较低。较高的冷却速率使部分元素仍然固溶在基体中, 并未完全析出。由于沉淀强化的增强效果远高于固溶强化, W-300 样品仍可通过后续的低温时效处理在控制晶粒和已析出相尺寸未明显长大的情况下继续析出沉淀强化相, 从而进一步提高材料的强度。在时效过程中产生的析出相阻碍拉伸过程中位错向晶界运动, 使位错在晶界处的回复速率降低, 从而在提高材料强度的同时使其塑性提高^[31-33]。

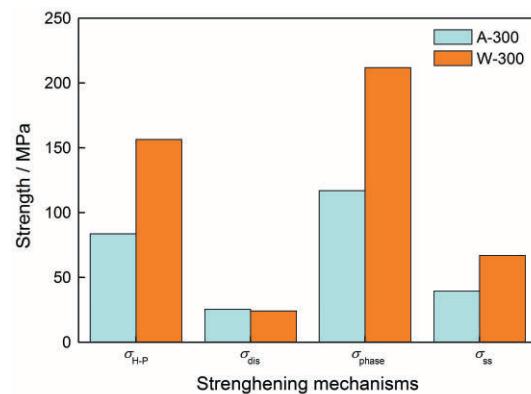


图 9 A-300 和 W-300 样品的不同强化机制对其屈服强度的贡献

Fig.9 Various strengthening mechanisms contributed to the yield strengths of A-300 and W-300 samples

4 结论

(1) FSP 6061 铝合金的加工区为细小等轴晶组织, 晶内位错密度较低, 高角晶界的比例均高于70%。常规空冷的FSP样品(A-300)加工区的析出相为球状稳态 β 相或短棒状的 β' 相以及方形的FeCrMn相; 而强制水冷的FSP样品(W-300)加工区的析出相主要为短棒状的 β' 相。

(2) 常规空冷的A-300样品其平均晶粒尺寸为700 nm, 抗拉强度为290 MPa。强制水冷的W-300其平均晶粒尺寸为200 nm, 晶内析出相尺寸与平均间距比A-300样品明显减小, FSP 6061铝合金的强度提高到505 MPa, 比峰时效态母材提高了55%。

(3) 强制水冷FSP工艺降低了加工热输入, 使析出相和再结晶晶粒的长大受到抑制, 使W-300样品的沉淀强化效果提高了95 MPa、细晶强化效果提高了73 MPa。

参 考 文 献

- [1] Ma K K, Wen H M, Hu T, et al. Mechanical behavior and strengthening mechanisms in ultrafine grain precipitation-strengthened aluminum alloy [J]. *Acta Mater.*, 2014, 62: 141
- [2] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation [J]. *Prog. Mater. Sci.*, 2000, 45: 103
- [3] Estrin Y, Vinogradov A. Extreme grain refinement by severe plastic deformation: a wealth of challenging science [J]. *Acta Mater.*, 2013, 61: 782
- [4] An X H, Wu S D, Wang Z G, et al. Significance of stacking fault energy in bulk nanostructured materials: insights from Cu and its binary alloys as model systems [J]. *Prog. Mater. Sci.*, 2019, 101: 1
- [5] Zhilyaev A, Langdon T. Using high-pressure torsion for metal processing: fundamentals and applications [J]. *Prog. Mater. Sci.*, 2008, 53: 893
- [6] Malekjani S, Hodgson P D, Cizek P, et al. Cyclic deformation response of ultrafine pure Al [J]. *Acta Mater.*, 2011, 59: 5358
- [7] Chen Y J, Wang Q D, Peng J G, et al. Research and development prospects of ultrafine-grained materials fabricated by severe plastic deformation [J]. *Mater. Rev.*, 2005, 19(4): 77
(陈勇军, 王渠东, 彭建国等. 大塑性变形制备细晶材料的研究、开发与展望 [J]. 材料导报, 2005, 19(4): 77)
- [8] Zhao X, Gao Y W, Nan Y, et al. Severe plastic deformation methods for bulk nanostructured materials [J]. *Mater. Rev.*, 2003, 17(12): 5
(赵新, 高聿为, 南云等. 制备块体纳米/超细晶材料的大塑性变形技术 [J]. 材料导报, 2003, 17(12): 5)
- [9] Chen F F, Huang H J, Xue P, et al. Research progress on microstructure and mechanical properties of friction stir processed ultrafine-grained materials [J]. *Chin. J. Mater. Res.*, 2018, 32: 1
(陈菲菲, 黄宏军, 薛鹏等. 搅拌摩擦加工超细晶材料的组织和力学性能研究进展 [J]. 材料研究学报, 2018, 32: 1)
- [10] Xue P, Zhang X X, Wu L H, et al. Research progress on friction stir welding and processing [J]. *Acta Metall. Sin.*, 2016, 52: 1222
(薛鹏, 张星星, 吴利辉等. 搅拌摩擦焊接与加工研究进展 [J]. 金属学报, 2016, 52: 1222)
- [11] Mishra R S, Ma Z Y. Friction stir welding and processing [J]. *Mater. Sci. Eng.*, 2005, 50R: 1
- [12] Ma Z Y. Friction stir processing technology: a review [J]. *Mater. Trans. A*, 2008, 39: 642
- [13] Yang M, Li C B, Liu S D, et al. Effect of artificial aging on microstructure and mechanical properties of friction stir welded joint of 7003/7046 al-alloys [J]. *Chin. J. Mater. Res.*, 2020, 34: 495
(杨梦, 李承波, 刘胜胆等. 人工时效对7003/7046铝合金搅拌摩擦焊接头组织和力学性能的影响 [J]. 材料研究学报, 2020, 34: 495)
- [14] Zhang X M, He G Z, Wang B B, et al. Influence of oxide film on fatigue property of friction stir welded 6082 Al alloy [J]. *Chin. J. Mater. Res.*, 2019, 33: 299
(张欣盈, 何广忠, 王贝贝等. 氧化膜对6082铝合金搅拌摩擦焊接头疲劳性能的影响 [J]. 材料研究学报, 2019, 33: 299)
- [15] Zhao H L, Pan Q, Qin Q D, et al. Effect of the processing parameters of friction stir processing on the microstructure and mechanical properties of 6063 aluminum alloy [J]. *Mater. Sci. Eng. A*, 2019, 751: 70
- [16] Sauvage X, Déché A, Muñoz A C, et al. Precipitate stability and recrystallisation in the weld nuggets of friction stir welded Al-Mg-Si and Al-Mg-Sc alloys [J]. *Mater. Sci. Eng. A*, 2008, 491: 364
- [17] Chen Y C, Feng J C, Liu H J. Precipitate evolution in friction stir welding of 2219-T6 aluminum alloys [J]. *Mater. Charact.*, 2009, 60: 476
- [18] Sato Y S, Urata M, Kokawa H. Parameters controlling microstructure and hardness during friction-stir welding of precipitation-hardenable aluminum alloy 6063 [J]. *Metall. Mater. Trans. A*, 2002, 33: 625
- [19] Cui L, Yang X Q, Zhou G, et al. Characteristics of defects and tensile behaviors on friction stir welded AA6061-T4 T-joints [J]. *Mater. Sci. Eng. A*, 2012, 543: 58
- [20] Xue P, Xiao B L, Ma Z Y. Achieving ultrafine-grained structure in a pure nickel by friction stir processing with additional cooling [J]. *Mater. Des.*, 2014, 56: 848
- [21] Wang B B, Chen F F, Liu F, et al. Enhanced mechanical properties of friction stir welded 5083al-H19 joints with additional water cooling [J]. *J. Mater. Sci. Technol.*, 2017, 33: 1009
- [22] Zeng X H, Xue P, Wang D, et al. Realising equal strength welding to parent metal in precipitation-hardened Al-Mg-Si alloy via low heat input friction stir welding [J]. *Sci. Technol. Weld. Join.*, 2018, 23: 478
- [23] Chrominski W, Lewandowska M. Precipitation phenomena in ultrafine grained Al-Mg-Si alloy with heterogeneous microstructure [J]. *Acta Mater.*, 2016, 103: 547
- [24] Ninive P H, Strandlie A, Gulbrandsen-Dahl S, et al. Detailed atomistic insight into the β'' phase in Al-Mg-Si alloys [J]. *Acta Mater.*, 2014, 69: 126
- [25] Andersen S J, Zandbergen H W, Jansen J, et al. The crystal structure of the β'' phase in Al-Mg-Si alloys [J]. *Acta Mater.*, 1998, 46:

3283

- [26] Sauvage X, Bobruk E V, Murashkin M Y, et al. Optimization of electrical conductivity and strength combination by structure design at the nanoscale in Al-Mg-Si alloys [J]. *Acta Mater.*, 2015, 98: 355
- [27] Mohamed I F, Lee S, Edalati K, et al. Aging behavior of Al 6061 alloy processed by high-pressure torsion and subsequent aging [J]. *Metall. Mater. Trans. A*, 2015, 46: 2664
- [28] Venkatesh C V, Raman S G S, Uday C. Low cycle fatigue behaviour of Al-Mg-Si Alloy AA6061 processed by equal channel angular pressing [J]. *Adv. Mat. Res.*, 2012, 463-464: 97
- [29] Rao P N, Singh D, Brokmeier H G, et al. Effect of ageing on tensile behavior of ultrafine grained Al 6061 alloy [J]. *Mater. Sci. Eng. A*, 2015, 641: 391
- [30] Chrominski W, Kulczyk M, Lewandowska M, et al. Precipitation strengthening of ultrafine-grained Al-Mg-Si alloy processed by hydrostatic extrusion [J]. *Mater. Sci. Eng. A*, 2014, 609: 80
- [31] Roven H J, Nesboe H, Werenskiold J C, et al. Mechanical properties of aluminum alloys processed by SPD: Comparison of different alloy systems and possible product areas [J]. *Mater. Sci. Eng. A*, 2005, 410-411: 426
- [32] Rezaei M R, Toroghinejad M R, Ashrafizadeh F. Effects of ARB and ageing processes on mechanical properties and microstructure of 6061 aluminum alloy [J]. *J. Mater. Process. Technol.*, 2011, 211: 1184
- [33] Kim J K, Jeong H G, Hong S I, et al. Effect of aging treatment on heavily deformed microstructure of a 6061 aluminum alloy after equal channel angular pressing [J]. *Scr. Mater.*, 2001, 45: 901
- [34] Chrominski W, Wenner S, Marioara C D, et al. Strengthening mechanisms in ultrafine grained Al-Mg-Si alloy processed by hydrostatic extrusion-influence of ageing temperature [J]. *Mater. Sci. Eng. A*, 2016, 669: 447
- [35] Sha G, Tugcu K, Liao X Z, et al. Strength, grain refinement and solute nanostructures of an Al-Mg-Si alloy (AA6060) processed by high-pressure torsion [J]. *Acta Mater.*, 2014, 63: 169
- [36] Zeng X H, Xue P, Wu L H, et al. Achieving an ultra-high strength in a low alloyed Al alloy via a special structural design [J]. *Mater. Sci. Eng. A*, 2019, 755: 28
- [37] Yu C Y, Kao P W, Chang C P. Transition of tensile deformation behaviors in ultrafine-grained aluminum [J]. *Acta Mater.*, 2005, 53: 4019
- [38] Kamikawa N, Huang X X, Tsuji N, et al. Strengthening mechanisms in nanostructured high-purity aluminium deformed to high strain and annealed [J]. *Acta Mater.*, 2009, 57: 4198
- [39] Kamikawa N, Hirochi T, Furuhara T. Strengthening mechanisms in ultrafine-grained and sub-grained high-purity aluminum [J]. *Metall. Mater. Trans. A*, 2019, 50: 234
- [40] Hu T, Ma K, Topping T D, et al. Precipitation phenomena in an ultrafine-grained Al alloy [J]. *Acta Mater.*, 2013, 61: 2163
- [41] Bardel D, Perez M, Nelias D, et al. Coupled precipitation and yield strength modelling for non-isothermal treatments of a 6061 aluminium alloy [J]. *Acta Mater.*, 2014, 62: 129
- [42] Myhr O R, Grong Ø, Andersen S J. Modelling of the age hardening behaviour of Al-Mg-Si alloys [J]. *Acta Mater.*, 2001, 49: 65

(责任编辑:吴岩)