

文章编号: 2096-3424(2023)01-0061-04

DOI: 10.3969/j.issn.2096-3424.2023.01.010

形变 Al-Fe-Mn 铝合金的再结晶激活能研究

陆伟¹, 单小龙^{2,4}, 徐春³, 白清领^{1,2}, 尤伟任^{2,4}, 钱蒋锋¹

(1. 江苏中天科技股份有限公司, 江苏 南通 226463; 2. 上海高性能架空导线输电材料与应用工程技术研究中心, 上海 201108; 3. 上海应用技术大学 材料科学与工程学院, 上海 201418; 4. 上海中天铝线有限公司, 上海 201108)

摘要: 将一种自主研发 Al-Fe-Mn 铝合金进行热轧和冷轧至 2 mm, 然后将轧板加热到 340~400 °C 进行等温退火, 通过比较不同退火温度和保温时间条件下的铝合金板的硬度变化, 并结合金相组织检验, 确定了该合金的定时条件下的再结晶温度以及恒温条件下的再结晶时间。通过 Arrhenius 公式计算了试验钢的再结晶激活能。试验结果表明, 当退火温度为 340 °C 时, 再结晶发生时间为 13 min; 当退火温度提高 360 °C 时, 再结晶时间缩短到 8 min; 而当退火温度进一步提高到 380 °C, 再结晶在 3 min 时发生。再结晶激活能 Q 为 115.9 kJ/mol。

关键词: Al-Fe-Mn 铝合金; 冷轧薄板; 等温退火; 再结晶激活能

中图分类号: TG142.7 **文献标志码:** A

Research on recrystallization activation energy of deformed Al-Fe-Mn aluminum alloy

LU Wei¹, SHAN Xiaolong^{2,4}, XU Chun³, BAI Qingling^{1,2}, YOU Weiren^{2,4}, QIAN Jiangfeng¹

(1. Jiangsu Zhongtian Technology Co., Ltd., Nantong 226463, Jiangsu, China; 2. Shanghai High Performance Overhead Conductor Transmission Materials and Application Engineering Technology Research Center, Shanghai 201108, China; 3. School of Materials Science and Engineering, Shanghai Institute of Technology, Shanghai 201418, China; 4. Shanghai Zhongtian Aluminum Wire Co., Ltd., Shanghai 201108, China)

Abstract: A self-developed Al-Fe-Mn aluminum alloy sheet was hot-rolled and cold-rolled to 2 mm, and then isothermal annealing was carried out by heating the sheet to 340-400 °C. By comparing the hardness variation of aluminum alloy sheets under different annealing temperatures and holding time conditions, and combining with metallographic examination, the temperature and time of recrystallization transition under certain holding time and constant temperature were determined. The recrystallization activation energy of the sheet was calculated through Arrhenius formula. The results have revealed that the recrystallization time is 13 minutes when the annealing temperature is 340 °C, and the recrystallization time is reduced to 8 minutes when the temperature is increased to 360 °C. The recrystallization occurs in 3 minutes when the temperature is further increased to 380 °C. It is found that the calculated recrystallization activation energy

收稿日期: 2022-04-19

作者简介: 陆伟(1974-)男, 工程师, 主要研究方向为铝及铝合金材料的研发。E-mail: glb@chinaztt.com

通信作者: 徐春(1963-), 女, 教授, 博士, 主要研究方向为成型工艺及其装备制造技术。E-mail: xuchun1963@163.com

引文格式: 陆伟, 单小龙, 徐春, 等. 形变 Al-Fe-Mn 铝合金的再结晶激活能研究 [J]. 应用技术学报, 2023, 23(1): 61-64+84.

Citation: LU Wei, SHAN Xiaolong, XU Chun, et al. Research on recrystallization activation energy of deformed Al-Fe-Mn aluminum alloy[J]. Journal of Technology, 2023, 23(1): 61-64+84.



is 115.9 kJ/mol.

Key words: Al-Fe-Mn aluminum alloy; cold rolled sheet; isothermal annealing; recrystallization activation energy

近年来,新能源汽车发展迅猛,为提高新能源汽车行驶里程,需要整车的轻量化。而电池壳及托盘是重量比重较大的部件,为实现轻量化,铝合金被大量应用在电池托盘上和电池壳替代钢材^[1-7]。目前电池壳用铝合金主要为 3003、3005 铝合金,这 2 种合金的盖板冲制防爆阀后需要进行退火来解决盖板防爆压力不均的问题^[8-10],这一方面影响电池盖板与防爆阀朝着一体化制造方向发展,另一方面退火工序的增加不利于节能环保,不仅影响电池壳盖板的生产效率,也使生产成本上升。本试验自主研发了一种新型铝合金材料 Al-Fe-Mn 铝合金来代替上述的铝合金材料,以解决冲制出防爆阀后防爆压力不均的问题,力图减少退火工艺,降低能耗和提高生产效率。另一方面该铝合金也可推广应用于汽车制造业和制罐工业等领域。研究证明

金属材料经塑性变形后再经适当的再结晶退火可改变材料的性能,从而影响后续的再加工性能^[4]。因此,掌握新开发的铝合金材料再结晶动力学,对制定再结晶退火参数,控制材料性能具有一定的实际意义。目前国内外常用硬度法结合金相法分析材料再结晶温度和时间是最常用的方法^[11-13],根据再结晶温度和时间模拟再结晶动力学由此可以计算再结晶激活能^[13-14],为合理的制定退火工艺提供理论依据。

1 实验材料与研究方案

1.1 实验材料

将材料成分如表 1 的铝合金铸锭加热到 470 °C 保温 500 min 进行固溶处理,再冷却至室温待用。

表 1 实验材料化学成分

Tab. 1 Chemical composition of experimental materials

元素名称	Si	Fe	Mn	Mg	Ti	Cu	Cr	Zn	Al
占比	0.07~0.09	1.0~1.4	0.3~0.5	0.01~0.03	0.011	0.003	0.006	0.007 2	其余

1.2 实验方案

1.2.1 轧制实验

将固溶后铝铸锭加热至 450 °C,保温 30 min 预热后送入 O180 二辊轧机轧制,热轧 7 道次至 6.5 mm 板厚,然后冷却至室温,再冷轧到 2 mm 厚度。

1.2.2 退火实验

对轧制后的 2 mm 的铝合金板材进行 3 种方案的退火处理,方案 1 和 2 的退火温度分别为 340 和 360 °C,保温时间则在 5~90 min 之间改变,每个保温时间增加的间隔平均为 5 min,根据硬度测试结果,再补充 2 个测试点。方案 3 的退火温度为 380 °C,保温时间除沿用方案 2、3 的时间点外,另增加 1 min 和 3 min 的退火时间。

1.2.3 硬度测试

借助 MC010-HVST-1000Z 显微硬度计,0.05 kg 加载力,分别测试铝合金的轧制样和退火试样的显微硬度测试。每个试样测试 3 点硬度值,取平均值。

1.2.4 微观组织观察

采用阳极覆膜观察分析退火试样的微观组织,覆膜溶液分别采用 70% 硫酸,70% 磷酸和水,体积比为 76 : 86 : 38;实验电压为 20 V,电流控制在 0.08 A 左右,覆膜时间为 150 s。

2 实验结果与讨论

2.1 冷轧和再结晶退火后的显微组织

图 1 为铝合金 380 °C 不同保温时间阳极覆膜形貌图。其中图 1(a) 为铝合金冷轧的阳极覆膜形貌图,其特点为条带状的纤维组织,这是典型的冷轧变形组织形貌特征。图 1(b) 为保温 1 min 的退火组织的形貌,其组织依然为条带状的纤维组织,与冷轧变形组织基本相似。图 1(c) 为保温 3 min 的退火组织的阳极覆膜形貌。3 min 退火后带状组织形貌明显被众多等轴晶取代。这说明 380 °C 退火 3 min 已经出现再结晶现象,图 1(d) 为保温 5 min 的退火组织形貌,可以发现全部带状组织被等轴晶取代了,说明已经完全再结晶了。

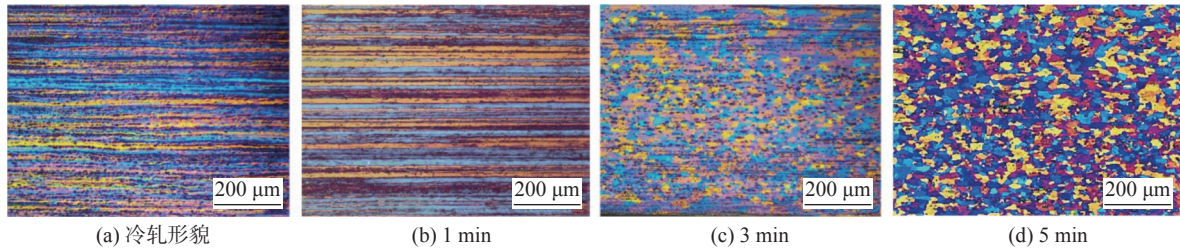


图 1 铝合金 380 °C 退火不同保温时间阳极覆膜形貌

Fig. 1 Anodic coating morphology of aluminum alloy annealed at 380 °C for different holding times

图 2 为铝合金 360 °C 不同退火时间的阳极覆膜形貌图,其中图 2(a) 和 (b) 分别为保温 5 min 和 6 min 的退火组织阳极覆膜形貌,其显微组织依旧为带状纤维组织;但经过 8 min 退火后,部分的形变带状纤维组织被细小等轴晶粒取代(如图 2(c) 所

示),并且带状组织数量明显减少。这说明 360 °C 退火 8 min 时开始出现再结晶;图 2(d) 为退火 10 min 时的组织形貌,其完全为等轴晶组织,带状组织消失,因此已经实现了完全再结晶。

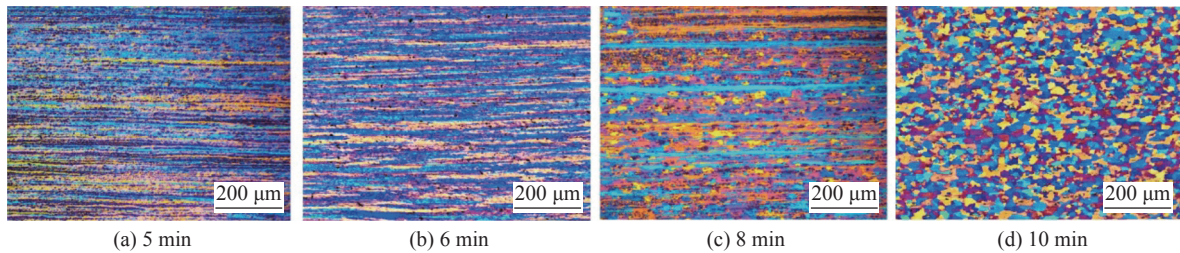


图 2 铝合金 360 °C 不同退火时间的阳极覆膜形貌

Fig. 2 Anodic coating morphology of aluminum alloy annealed at 360 °C for different annealing times

图 3 为铝合金 340 °C 不同退火时间的阳极覆膜形貌图,其中图 3(a) 和 (b) 分别为退火保温 10 min 和 13 min 的退火组织形貌。其显微组织仍然为带状纤维组织特征;如图 3(c) 退火保温 13 min 后,形变带状纤维一半组织被等轴晶粒取代,另一半带状

组织间隙内也出现了少量的细小等轴晶粒,这说明 340 °C 退火 13 min 时出现了再结晶现象。当退火保温 15 min 后,其带状组织形貌消失殆尽,说明已经完全再结晶。

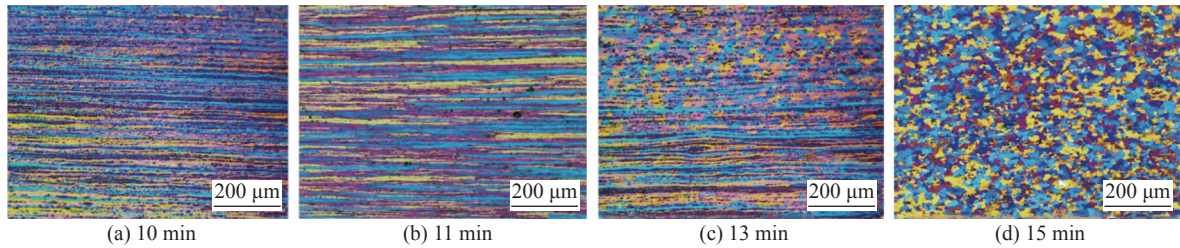


图 3 铝合金 340 °C 不同退火时间的阳极覆膜形貌

Fig. 3 Anodic coating morphology of aluminum alloy annealed at 340 °C for different annealing times

图 1~3 的不同退火温度组织形貌特征反映出,380 °C 时仅保温 3 min 就开始出现再结晶,而 360 °C 退火,则需要保温 8 min 才开始部分再结晶,当退火温度继续下降到 340 °C,则需要 13 min 才刚刚开始出现部分再结晶。这说明退火温度越高,再结晶发生时间越早并且再结晶程度越高。因此再结晶发生的时间受退火温度影响。

2.2 退火硬度测试结果

在不同的加热温度下,将热处理保温时间做

X 轴,将 MC010-HVST-1000Z 显微硬度计测试硬度的平均值做 Y 轴,得到如图 4 所示的硬度与时间的对应变化曲线。

由图 4 可见,340、360 和 380 °C,3 种退火温度下,新型铝合金维氏硬度的变化规律。冷轧态试样的硬度值为 52 HV₅₀。退火温度为 340 °C 时,铝合金试样在退火 5~45 min 之间的维氏硬度逐步开始下降,试样硬度降低至 35 HV₅₀,之后到 50 min 时进一步下降,随着退火的继续进行,60 min 后试

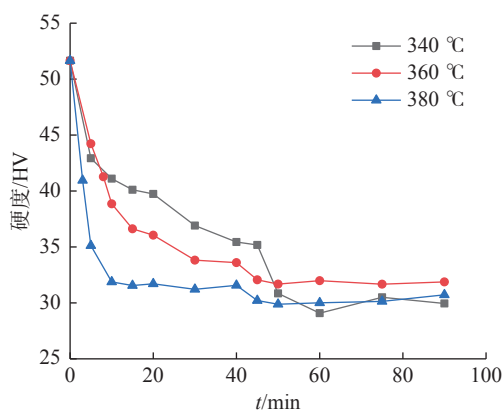


图 4 硬度随退火时间变化曲线

Fig. 4 Variation of hardness with annealing time

样硬度进入平台阶段,无明显变化。退火温度为 360 °C 时,新型铝合金维氏硬度在 5~40 min 之间逐步开始下降至 34 HV₅₀,到 45 min 时硬度进一步下降至 32 HV₅₀,在退火 50 min 后达到稳定值。退火温度为 380 °C 时,新型铝合金硬度变化不同于上述温度,其硬度值在 10 min 内显著降低至 32 HV₅₀,到 45 min 时硬度进一步下降,在退火 50 min 后达到稳定值 30 HV₅₀。

采用硬度测试再结晶温度的方法是将原始试样和完全软化试样的硬度差定义为 100%,则将硬度降低 50%,定义为再结晶的条件,即 50% 平台差法^[11]。换句话说硬度-退火温度曲线上硬度开始显著降低时,曲线上软化 50% 时的退火温度即可认定为再结晶温度^[13-15]。由图 4 可知,当固定温度为 340、360 和 380 °C 退火时,实现 50% 再结晶率 $X_{0.5}$ 发生的时间分别为 13、8 和 3 min,这与显微组织的观察结果相一致。

3 结果分析与讨论

3.1 再结晶动力学模型

在等温退火过程中,退火温度 T 和等温退火时间 t 符合 Arrhenius 公式^[14-16],即

$$1/t = A \exp(Q/RT) \quad (1)$$

式中: t 为发生再结晶所需时间, s; A 为常数, s^{-1} ; Q 为再结晶的激活能, kJ/mol; R 为气体常数, 8.314 J/mol·K, T 为退火温度, K。

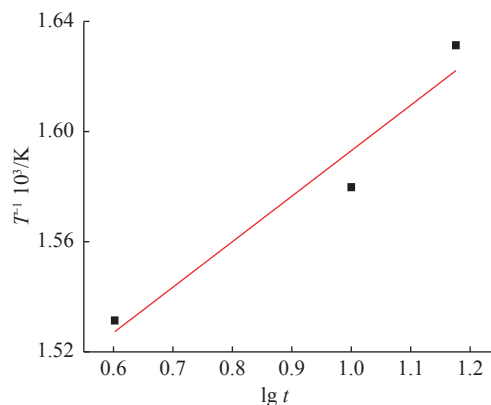
两边取对数,则得

$$\ln \frac{1}{t} = \ln A' - \frac{Q}{R} \frac{1}{T} \quad (2)$$

应用常用对数($2.3 \lg x = \ln x$)可得:

$$\frac{1}{T} = \frac{2.3R}{Q} \lg A' + \frac{2.3R}{Q} \lg t \quad (3)$$

作 $\lg t - \frac{1}{T}$ 图,直线斜率为 $2.3R/Q$,借助 origin 软件求出图 5 的直线斜率 K ,即 $K=1.6515 \times 10^{-4}$,其误差值为: 4.00256×10^{-5} ,由于 $K=2.3R/Q$,可得再结晶激活能 Q ,即: $Q = 115.79$ kJ/mol。

图 5 铝合金再结晶时的 $\lg t - \frac{1}{T}$ 图Fig. 5 $\lg t - \frac{1}{T}$ diagram of aluminum alloy during recrystallization

4 结 语

本文将自主研发的 Al-Fe-Mn 铝合金进行热轧和冷轧至 2 mm,然后将轧板加热到 340~400 °C 进行等温退火,分析不同时间退火组织转变和硬度变化,研究得到以下结论:

(1) 硬度法和金相法测试结果显示,退火温度为 340、360 和 380 °C 的铝合金再结晶时间分别为 13、8 和 3 min。

(2) 基于 Arrhenius 模型进行再结晶动力学模拟,求得再结晶激活能为 115.79 kJ/mol。

参考文献:

- [1] 包经舒. 汽车电池壳用 3003 铝合金高速变形组织与性能研究 [D]. 重庆: 重庆大学, 2020.
- [2] 黎勇, 石燕菲, 潘秋红, 等. 动力电池壳板的制备工艺研究 [J]. 热加工工艺, 2019, 48 (1): 43-46.
- [3] 闵建成. 电池壳成形技术研究 [J]. 锻造与冲压, 2022 (2): 37-42.
- [4] 张建波, 蒋鹏, 李恒佰, 等. 铝合金电池壳反挤压凸模偏心状态对成形过程的影响 [J]. 模具工业, 2021, 47 (8): 9-13.
- [5] 王胜. 汽车电池盒下壳体拉深工艺优化及其模具设计 [D]. 南京: 南京林业大学, 2020.
- [6] 王雪飞, 夏德伟. 电动汽车用铝制电池包结构优化仿真分析 [J]. 铝加工, 2021 (4): 48-53.
- [7] 王祝堂. 中国汽车用铝知多少 [J]. 轻合金加工技术, 2021, 49 (1): 49.

(下转第 84 页)