

Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er 合金高强耐损伤工艺与微观组织研究

王欢¹, 黄晖¹, 聂祚仁¹, 文胜平¹, 高坤元¹, 王月², 张萍萍³

(1. 北京工业大学, 北京 100124)
(2. 洛阳船舶研究所, 河南 洛阳 471039)
(3. 中国舰船研究院, 北京 100192)

摘要:以 Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er 合金为基础, 对该材料的冷轧态, 温轧态, 完全退火态进行拉伸测试和疲劳裂纹扩展速率测试。运用电子背散射衍射 (EBSD), 透射电镜 (TEM), 扫描电镜 (SEM) 对合金的原始组织、疲劳断口、裂纹扩展路径进行观察, 研究微观组织对材料拉伸性能及疲劳裂纹扩展速率的影响。结果表明: 温轧态屈服强度高, 裂纹扩展抗力大, 实现了高强高耐损伤性能的匹配。这主要是由于温轧态轧制过程中发生动态回复, 位错缠结规整化, 具有较多的亚晶界, 该种组织模式对材料的屈服强度和疲劳裂纹扩展抗力均有提高。

关键词: Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er 合金; 拉伸性能; 疲劳裂纹扩展速率; 温轧

中图分类号: TG146.2⁺1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1002-185X(2016)06-1534-05

我国稀土资源十分丰富, 添加少量的稀土元素能极大地改善材料的组织和性能, 在输电导线、铸造铝合金、铝合金型材方面应用良好^[1]。Al-Mg 系合金中等强度合金, 该系合金热处理不可强化, 主要通过加工硬化和微合金化的手段来提高该系合金的综合性能^[2]。微量元素 Er 的加入, 在 Al-Mg 系合金机体中形成弥散的 Al₃Er 粒子, 对位错有一定的钉扎作用, 起到强韧化效果^[3]。研究发现, 现有的铝合金材料的强度和耐损伤性能难以兼备, 实现铝合金强度与耐损伤性能匹配非常关键。

文献调查结果表明, 显微组织既影响屈服强度, 又影响其耐损伤性能。L. W. Meyer 利用等通道转角挤压对 AA6063 进行大塑性变形, 晶粒尺寸由初始的 100 μm 减小到 1 μm, 屈服强度由 210 MPa 增加到 360 MPa, 疲劳裂纹扩展速率也随之加快^[4]。P. S. Pao 通过低温挤压对 Al-7.5Mg 合金进行大塑性变形, 晶粒尺寸由 100 μm 降到 0.24 μm, 屈服强度由 139 MPa 增加到 553 MPa, 疲劳裂纹扩展速率也随之加快^[5]。2 种合金均通过大塑性变形细化晶粒, 虽然增加了强度但同时也增加了疲劳裂纹扩展速率, 均没有实现强度与耐损伤性能的匹配。

基于这一背景, 本实验通过对比研究了 Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er 合金不同形变热处理状态下

薄板的拉伸性能和疲劳裂纹扩展速率, 以探索显微组织对该合金强度与疲劳裂纹扩展速率的影响, 寻求强度与耐损伤性能匹配的最佳模式。

1 实验

合金制备分别选用纯铝, 纯镁, 纯锌, 其他元素均采用中间合金形式加入 (Al-12%Mn, Al-6.0%Er, Zr 复合盐), 采用半连续铸造方法进行浇筑, 浇筑温度为 730~750 °C。为了改善铸锭的偏析, 将铸锭在 470 °C 均匀化处理 20 h, 铸锭均匀化处理后, 还需要切头以及铣面, 然后进行热轧, 热轧温度为 410 °C, 变形量为 90%。形变热处理状态为冷轧态, 温轧态, 完全退火态。冷轧态工艺为: 将热轧态合金经 (350±10) °C, 2 h 退火, 室温下冷轧, 变形量为 60%, 再 (230±10) °C, 6 h 退火, 再室温下冷轧, 变形量为 25%~33%, 记作 H116。温轧态工艺为: 对该热轧态合金进行 230 °C 保温 1 h, 在保温温度下轧制, 变形量为 60%, 记作 H114。完全退火工艺为: 将热轧态合金 (350±10) °C, 2 h 退火, 冷轧, 变形量为 60%, 再进行 (350±10) °C, 2 h 完全退火, 记作 O。将各个状态 (厚度均为 4 mm) 机加工成拉伸试样及中心裂纹 (M(T)) 试样, 试样均沿 Longitudinal-Transverse (L-T) 方向切取, 拉伸测试在北京有色金属研究院进行, 疲劳裂纹

收稿日期: 2015-06-23

基金项目: 国家重点基础研究发展计划 (“973”计划) (2012CB619503); 国家自然科学基金 (51201003)

作者简介: 王欢, 女, 1987 年生, 硕士, 北京工业大学材料科学与工程学院, 北京 100124, 电话: 010-67396439, E-mail: wanghuan.2.000@163.com

扩展测试按照 GB/T6398-2000《金属材料疲劳裂纹扩展速率试验方案法》在北京航空材料研究所 MTS810 疲劳试验机进行。实验采用应力控制, 正弦波加载, 频率为 6 Hz, 应力比 $R = 0.1$, 裂纹扩展速率的测定按照 ASTM 647 标准进行, 裂纹长度由带 CCD 的专用显微镜测量; 实验条件为室温、空气环境。试样按照 GB/T3075-1982 进行加工, 开口方向为 TD 方向, 切口长度 $a_0=2.5$ mm。

采用 QUANTA200 型扫描电镜二次电子像对疲劳断口形貌进行观察。采用电子背散射衍射 (EBSD) 观察晶粒微取向, 统计晶间取向差角分布。采用 TecnaiG220 型透射电镜 (TEM) 观察位错, 亚晶等亚结构。透射电镜薄膜试样及 EBSD 试样均从样品纵向界面 (ND-RD 面) 上截取。

2 实验结果

2.1 室温拉伸性能及疲劳裂纹扩展性能

表 1 为实验合金拉伸性能, 可以看出冷轧态 H116 屈服强度最高, 延伸率最低。温轧态 H114 由于动态回复, 屈服强度较 H116 略有下降, 但延伸率提高了 50% 左右, O 态屈服强度最低, 延伸率最高。

图 1 为实验合金 $da/dN-\Delta K$ 疲劳裂纹扩展速率曲线。从曲线中可以看出, 在 $\Delta K < 10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时, 各个状态的疲劳裂纹扩展速率相差不大, 当 $\Delta K > 10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时, 各状态的疲劳裂纹扩展速率明显不同。从图中也可看出, H116 态疲劳裂纹扩展速率最快, 疲劳裂纹扩展的第 2 阶段很短, 很快进入快速断裂阶段。 $10 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2} < \Delta K < 25 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时, H114 比 O 疲劳裂纹扩展抗力略低。当 $\Delta K > 25 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时, H114 态比 O 态疲劳裂纹扩展抗力要高。

值得注意的是, 裂纹扩展过程中, 温轧 H114 态 (屈服强度为 391 MPa) 保持着与 O 态 (屈服强度为 188 MPa) 几乎接近的疲劳裂纹扩展速率。从图 1 中可以读出当 $\Delta K=20 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时, 各状态的疲劳裂纹扩展速率分别为: H116, $1.69 \times 10^{-2} \text{ mm/cycle}$; H114, $9.77 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$; O, $7.35 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$ 。可以明显看出, H114 状态在保持高强的基础之上, 保持着较高的疲劳裂纹扩展抗力, 真正实现了高强与耐损伤性能的匹配。

表 1 实验合金拉伸性能

Table 1 Tensile properties of experiment alloys

Alloy	σ_b/MPa	$\sigma_{0.2}/\text{MPa}$	$\delta/\%$
H116	462	405	5.2
H114	468	391	7.7

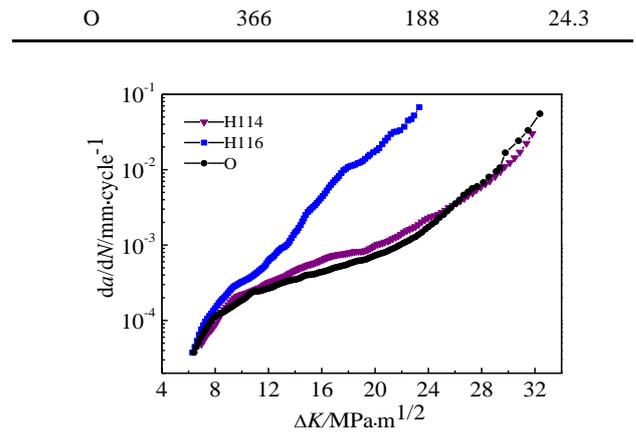


图 1 实验合金 $da/dN-\Delta K$ 疲劳裂纹扩展速率曲线

Fig.1 Fatigue crack propagation rate $da/dN-\Delta K$ curves of experiment alloys

2.2 EBSD 微取向观察

图 2 为实验合金微取向图, 分别截取纵向界面 (ND-RD 面) 相同面积 ($334 \mu\text{m} \times 438 \mu\text{m}$) 进行观察, 图 2a、2b、2c 所示分别为 H116, H114, O 态 3 种合金的晶粒重构图。可以看到 H116 和 H114 晶粒沿轧向被拉长, H114 轧制晶粒较 H116 宽。O 态合金发生明显再结晶。实验合金相邻晶粒间不同取向差界面长度统计结果见表 2。

从表 2 可以看出, 相同面积区域, 温轧态 H114 小角度 ($2^\circ \sim 5^\circ$) 边界长度 (39.3 mm) 大于冷轧态 (35.8 mm) 及完全退火态 (2.24 mm), 完全退火态 O 大角度 ($>15^\circ$) 边界长度 (43.2 mm) 大于冷轧态 (36.4 mm) 和

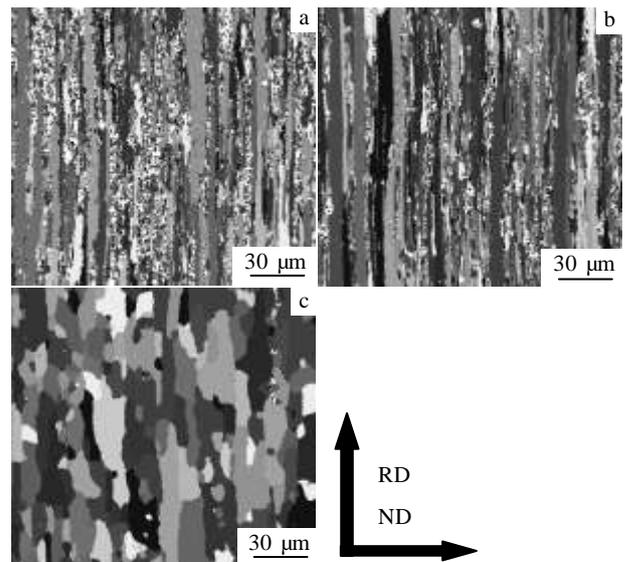


图 2 实验合金微取向图

Fig.2 Orientation distribution maps of experiment alloys:

(a) H116, (b) H114, and (c) O

温轧态(27.6 mm)。可以算出 H116, H114, O 态取向差在 2°~5° 之间的界面分数分别为 38.9%, 45.7%, 3.8%。取向差在 5°~15° 的界面分数分别为 21.5%, 22.2%, 4.1%。晶界取向差在 15° 以上的界面分数分别为 39.6%, 32.1%, 92.1%。O 态大角度(大于 15°)界面的绝对长度最大, 相对含量也最高。温轧态 H114 小角度(2°~5°)界面的绝对长度最大, 相对含量也最高, 这说明温轧态晶内具有较多的亚晶界, 这是由于在温轧过程中发生动态回复, 通过热激活使位错偶对消, 胞壁锋锐, 位错密度降低, 缠结规整化, 形成大量的亚晶及亚晶界^[6]。

由于受分辨率限制及表面应力影响, EBSD 对晶内亚结构的分析并不能令人满意, 下面结合分辨率更高的透射电镜对晶内亚结构进行分析。

2.3 TEM 微观组织

SEM-EBSD 技术能给出较大范围的晶界和晶内亚结构的界面分布情况, 但受分辨率、选取的扫描步长(0.5 μm)和测量边界下限角度(2°)的限制, 晶内亚结构的细节并不完整, 透射组织观察可以弥补这一不足。

图 3 为实验合金 TEM 组织。可以看出, 冷轧态 H116 (图 3a) 晶粒为典型的轧制变形晶粒, 晶粒内部有大量的位错缠结, 形成很多不太清晰的位错胞状结构, 部分区域出现了少量亚晶, 但亚晶界不十分清晰, 亚晶内的位错密度非常高。温轧态 H114 (图 3b) 晶粒轧制变形明显, 位错密度较冷轧态较少, 位错缠结变得规整化, 位错胞壁处异号位错相消使胞壁变薄, 清晰可见。变形晶粒内部有许多亚晶粒, 亚晶界清晰可见, 亚晶内位错密度明显降低, 尺寸与冷轧态相差不大, 并未发生解离、迁移等大的变化, 组织中仍有位错缠结区存在。O (图 3c) 态位错密度明显降低, 亚晶尺寸增大, 为 0.3~2 μm, 亚晶内的位错密度明显很低, 可以看到亚晶合并和大角度迁徙的组织特征。这与表 2 中晶界取向差统计结果相吻合。可以看到, 冷轧态的强化方式主要是通过缠结的位错强化, 而温轧态的强化方式除了有一定的位错强化, 还有很大程度上的亚晶强化, O 态由于发生了再结晶, 位错密度降低, 晶粒尺寸增大, 强度较低。

表 2 实验合金相邻晶粒间不同取向差界面长度

Table 2 Interface length of different misorientation angles between adjacent grains in experiment alloys (mm)

Alloy	2°~5°	5°~15°	>15°
H116	35.8	19.8	36.4
H114	39.3	19.1	27.6

O	2.24	1.77	43.2
---	------	------	------

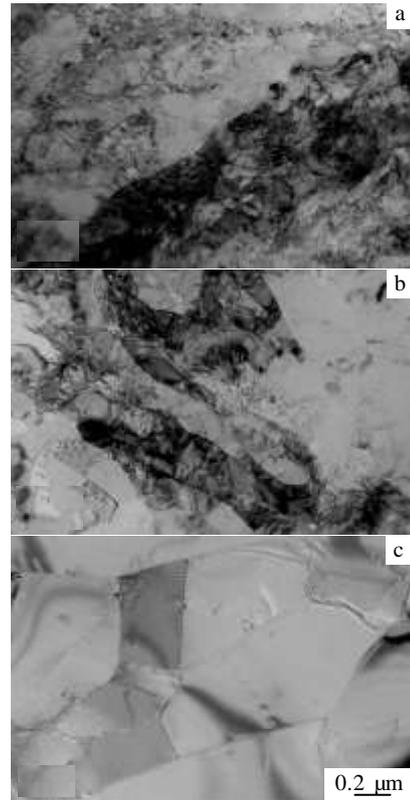


图 3 实验合金的 TEM 照片

Fig.3 TEM images of experiment alloys: (a) H116, (b) H114, and (c) O

2.4 疲劳裂纹扩展路径

图 4 为实验合金疲劳裂纹扩展的宏观路径, 裂纹扩展方向为从左到右, 裂纹扩展路径已用黑线标出。3 种状态比较来看, O 态 (图 4c) 疲劳裂纹偏折程度最大, 其次为 H114 (图 4b), 偏折程度最小的是 H116 (图 4a)。O 态 (图 4c) 裂纹偏折比较均匀, 这与其含有 92.1% 的大角度有关。而 H114 (图 4b) 裂纹偏折第 1 阶段和第 2 阶段 (如图 4 三角所示) 出现很大波动, 之后偏折较为均匀, 这与其具有的亚晶结构有关。该结果与疲劳裂纹扩展速率结果相一致。说明疲劳裂纹扩展性能与裂纹偏折有很大关系。

2.5 疲劳断口形貌

疲劳裂纹扩展分为 3 个阶段: 第 1 阶段, 裂纹沿 z 字形路径扩展, 是纯滑移机制, 断口类似于解离的形貌, 具有结晶学特征^[7]。第 2 阶段, 塑性区跨过多个晶粒, 裂纹扩展沿 2 个滑移系统同时或交替进行, 是双滑移机制, 引起裂纹尖端发生塑性钝化, 出现疲劳条带^[8]。第 3 阶段, 裂纹进入快速扩展阶段, 迅速

失稳断裂。

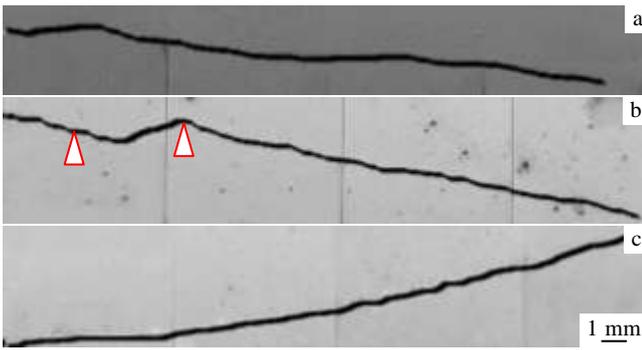


图 4 实验合金疲劳裂纹扩展路径

Fig.4 Path of fatigue crack propagation in experiment alloys:
(a) H116, (b) H114, and (c) O

实验合金的疲劳裂纹扩展断口形貌如图 5 所示。图 5a、5b、5c 所示分别为 $\Delta K=9$ 时 H116, H114, O 态的断口形貌, 图 5d、5e、5f 分别为 $\Delta K=14$ 时 H116, H114, O 态的断口形貌。 $\Delta K=9$ 时, H116 态合金(图 5a)由于塑性较差, 疲劳断裂过程中塑性变形时间短, 直接发生了开裂, 断面分层现象明显。H114 态合金(图 5b)出现高低不平的结晶小平面及河流状花样, 开裂现象较轻微。O 态(图 5c)几乎没有开裂现象, 可以看到有比 H114(图 4b)更加明显的高低不平的结晶学小平面和河流花纹, 这反映裂纹在不同的晶粒内是沿着不同的结晶学晶面扩展的, 裂纹扩展非常曲折。从断口上观察, 裂纹偏折程度从大到小依次为: O, H114, H116。这与图 4 实验观察结果是相吻合的。 $\Delta K=14$ 时, 疲劳裂纹扩展进行到第 2 阶段, H116 态(图 5d)由于塑性太差, 没有出现明显的疲劳条带。H114(图 5e)和 O(图 5f)态各个晶体学平面均出现明显的疲劳条带以及大量的二次裂纹, 二次裂纹平行于疲劳条带, 与疲劳裂纹扩展方向垂直, 它的产生可能与晶界, 亚晶界有关。在裂纹扩展过程中, 二次裂纹能释放部分应力, 降低裂纹尖端的有效驱动力, 进而降低疲劳裂纹扩展速率。

3 分析与讨论

从以上可以看出, 微观组织对材料的拉伸性能及疲劳裂纹扩展性能均有显著的影响。冷轧态 H116 由于冷变形产生大量的位错, 位错相互缠结, 使得在塑性变形过程中, 位错难以开动, 提高了合金的屈服强度, 但同时位错缠结区域产生大量的应力集中, 裂纹扩展趋于平直(图 4a), 降低了疲劳裂纹扩展抗力。O 态由于发生再结晶, 位错密度明显降低, 屈服强度下

降, 但由于大角度晶界对疲劳裂纹扩展的阻滞作用,

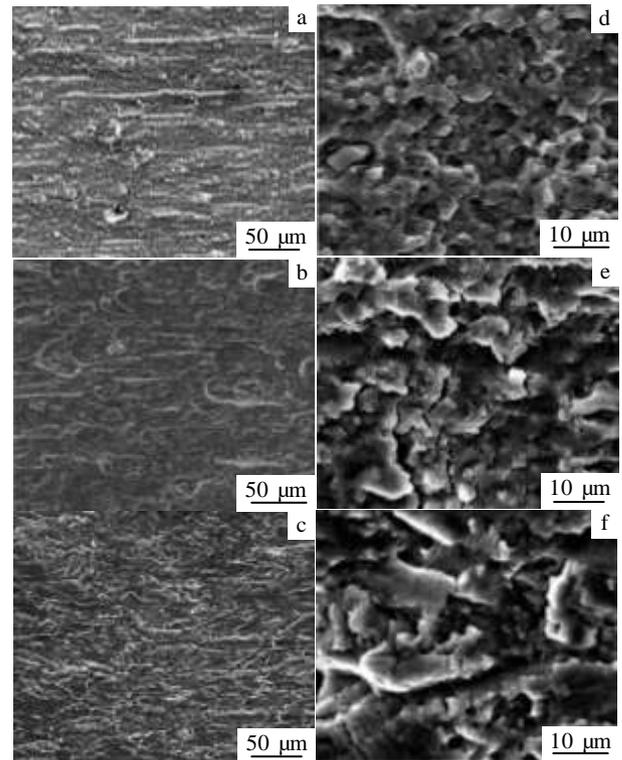


图 5 实验合金的疲劳裂纹扩展断口形貌

Fig.5 SEM images of fatigue crack propagation fracture of experiment alloys with $\Delta K=9$ (a, b, c) and $\Delta K=14$ (d, e, f):
(a, d) H116, (b, e) H114, and (c, f) O

裂纹扩展至大角度晶界时, 产生很大程度的偏折(图 4c), 降低了裂纹尖端的有效驱动力, 疲劳裂纹扩展抗力明显提高^[9]。以上 2 种状态均没有实现强度与耐损伤性能的匹配。

对于温轧态 H114, 由于在再结晶温度以下进行轧制, 一方面因形变使位错不断增值和积累, 屈服强度提高。另一方面, 通过热激活使位错偶对消, 缠结的位错重新排列, 位错缠结变得规整化, 形成了亚晶界, 位错胞壁锋锐规整化, 并形成亚晶^[6]。由于亚晶界是由排列的位错构成的, 在晶粒内部, 裂纹沿亚晶界扩展, 偏折程度较大(图 4b)。晶粒内部一定的位错密度降低及亚晶界数量, 不但保证了材料具有很高的屈服强度, 而且提高了裂纹在晶内扩展过程中的曲折程度, 降低了疲劳裂纹扩展的有效驱动力, 提高了疲劳裂纹扩展抗力, 这种动态回复形成的亚晶结构能有效阻止裂纹扩展, 是强度与耐损伤性能的匹配的最佳组织模式。

4 结 论

1) 冷轧态位错密度大, 屈服强度高, 但疲劳裂纹扩展抗力低。

2) 完全退火态位错密度小, 晶间取向差大, 屈服强度低, 裂纹扩展抗力高。

3) 温轧态由于轧制过程与动态回复同时进行, 位错缠结规整化, 亚晶界数量增加, 既保证了一定的屈服强度, 又通过提高裂纹扩展的曲折程度, 提高了疲劳裂纹扩展抗力, 真正实现了高强耐损伤性能的匹配。

参考文献 References

- [1] Li Wenchao(李文超), Wang Jian(王 俭), Sun Guiru(孙贵如). *Journal of the Chinese Rare Earth Society*(中国稀土学报)[J], 1992, 10(4): 316
- [2] Toros S, Ozturk F, Kacar I. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2008, 207: 1
- [3] Wen S P, Xing Z B, Huang H *et al. Materials Science and*

- Engineering A*[J], 2009, 516: 42
- [4] Meyer L W, Sommer K, Halle T *et al. Journal of Materials Science*[J], 2008, 43(23-24): 7426
- [5] Pao P S, Jones H N, Cheng S F *et al. International Journal of Fatigue*[J], 2005, 27(10): 1164
- [6] Yu Yongning(余永宁). *Metallography Principle*(金属学原理)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000: 464
- [7] Forsyth P J E. *Acta Metallurgica*[J], 1963, 11(7): 703
- [8] Paris P C, Erdogan F. *Journal of Basic Engineering*[J], 1963, 85: 528
- [9] Chen Y Q, Pan S P, Zhou M Z *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 15(580): 150

Process and Microstructure of Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er Alloy with High Strength and High Damage Tolerance

Wang Huan¹, Huang Hui¹, Nie Zuoren¹, Wen Shengping¹, Gao Kunyuan¹, Wang Yue², Zhang Pingping³

(1. Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

(2. Ship Research Institute of Luoyang, Luoyang 471039, China)

(3. China Ship Research and Development Academy, Beijing 100192, China)

Abstract: The tensile strength and fatigue crack propagation rate tests were carried out for cold rolled, warm rolled and full annealed Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er alloy. The microstructure before fatigue test, the fatigue fracture and crack propagation path were observed by electron back-scattered diffraction (EBSD), transmission electron microscope (TEM) and scanning electron microscope (SEM) in order to analyze the effects of microstructure on tensile property and fatigue crack propagation rate. The results show that the fatigue crack propagation rate of the warm rolled alloy with high strength is much slower than that of the cold rolled. The microstructure characterization shows that the warm rolled alloy has more subgrain boundaries than the cold rolled and full annealed alloys due to dynamic recovery during warm rolling. This kind of microstructure can improve the yield strength and fatigue crack propagation resistance.

Key words: Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er alloy; tensile strength; fatigue crack propagation rate; warm rolling

Corresponding author: Huang Hui, Associate Professor, College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, P. R. China, Tel/Fax: 0086-10-67396439, E-mail: huanghui@bjut.edu.cn