

固溶-大变形-时效下 7085 铝合金的强化机理

许晓静, 王子路, 陆文俊, 郭云飞, 马文海, 陈洋, 徐驰, 张景玉

(江苏大学 先进制造与现代装备技术工程研究院, 江苏 镇江 212013)

摘要: 以固溶—时效和固溶—大变形(压缩、ECAP)—时效加工的 7085 铝合金为实验对象, 分别采用拉伸试验机、X 射线衍射仪(XRD)和晶体微区取向分析技术(EBSD)对 7085 铝合金的拉伸性能、内部的位错密度、单元边界(小角度晶界)和晶粒边界(大角度晶界)进行研究, 结合拉伸试验测得的屈服强度, 定量计算强化项对不同状态下铝合金的强化贡献。结果表明, 相比常规固溶—时效工艺, 固溶—大变形—时效工艺加工的 7085 铝合金的拉伸强度从 381.2 MPa 分别提升到 475.6 和 543.3 MPa; 位错强化显著提高, 从零分别提高到 107.4 和 180.6 MPa; 小角度强化显著提高, 从 10.4 MPa 分别提高到 89.1 和 116.4 MPa。7085 铝合金强度提高来源于材料内部的位错和小角度晶界; 固溶后的大变形加速了时效, 降低了时效沉淀强化。并且发现强烈塑性变形加工(ECAP)的强化效果高于传统塑性变形加工(压缩变形)的效果。

关键词: 7085 铝合金; 大变形; 屈服强度; 位错强化; 小角度强化

中图分类号: TG146.2⁺1; TG376

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)04-1008-05

众所周知, 7085 铝合金作为一种典型的轻量化材料具有一系列优良特性, 如密度小(仅为钢铁材料的 1/3 左右)、比强度高、抗冲击性能好、导电和导热性能好、易于成型和回收利用率高等^[1-3]。

强度更高、综合性能更加平衡优化的铝合金的制备技术是一个前沿研究课题。铝合金的强化由晶格摩擦应力、固溶强化、晶内位错强化、小角度晶界强化、大角度晶界强化和时效沉淀强化组成^[4,5]。近年来, 徐红星^[6]等人以 2024 铝合金为试验材料, 采用固溶—强烈塑性变形—时效工艺路线, 将固溶强化、位错强化、组织结构细化强化、第二相弥散沉淀强化等多种强化机制有机组合, 制备出超高强度、大延性纳米结构 2024 铝合金(硬度 20 MPa、屈服强度 610 MPa、延伸率 14%), 相比固溶—时效态 2024 铝合金的硬度和屈服强度均提升 50% 以上, 并且发现延长固溶处理的时间, 有利于硬度和强度的提高且不降低塑性。

本研究以 7085 铝合金为实验主体, 通过与常规固溶—时效工艺进行对比, 研究了固溶—大变形(压缩、ECAP)—时效工艺下 7000 系铝合金的力学性能及强化机理, 通过位错强化和小角度强化提高强度。

1 实验

试验所用材料 7085 铝合金的实测化学成分(质量

分数)为 Al-7.48Zn-1.51Mg-1.42Cu-0.15Zr。采用常规固溶—大变形加工(室温)—人工时效工艺制备高强 7085 铝合金, 其中大变形加工分为压缩变形和 ECAP 两种。ECAP 模具分为凸模(冲头)和凹模两部分, 凹模通道直径为 $\Phi 20$ mm, 两通道间夹角 Φ 为 110° , 两通道相贯处的内侧圆弧半径 R 为 8 mm, 外圆弧曲率角 ψ 为 24° 。采用 Deform—3D 有限元模拟计算得到单道次 ECAP 挤压的等效应变约为 0.6。试样经二次固溶(450 $^\circ\text{C}/1$ h+460 $^\circ\text{C}/1$ h+470 $^\circ\text{C}/1$ h, 470 $^\circ\text{C}/1$ h)后, 在 2 h 内进行室温 ECAP 和压缩变形加工。压缩变形量为 50%。所有试样经室温自然时效 72 h 以上后再进行人工时效, 时效工艺为 100 $^\circ\text{C}/24$ h。然后进行拉伸性能测试, 拉伸试验在国产 WDW-200 型微机控制式万能试验机上进行, 拉伸试样标距的具体尺寸为 13 mm \times 4 mm \times 2 mm。拉伸试验的初始应变速率为 1.0×10^{-3} s⁻¹。采用 XRD 和 EBSD 对材料内部的位错密度、单元边界(小角度晶界, LAGB)和晶粒边界(大角度晶界, HAGB)进行表征, 用 X 射线衍射仪测定合金的衍射峰和其半高峰宽, 扫描范围为 $30^\circ\sim 120^\circ$, 扫描速率 5 %/min, 射线为 Cu 靶 K α 射线, 波长 λ 为 0.154 06 nm。用 Zeiss Supra 55 SEM 采集量化的微观组织数据。

2 结果与分析

收稿日期: 2016-04-25

基金项目: 国家自然科学基金(51074079); 江苏省高校科研成果产业化推进项目(JH10-37); 江苏大学“拔尖人才培养工程”基金(1211110001)

作者简介: 许晓静, 男, 1967 年生, 博士, 教授, 江苏大学机械工程学院, 江苏 镇江 212013, E-mail: xjxu67@ujs.edu.cn

2.1 拉伸性能

表 1 所示为不同状态下 7085 铝合金的拉伸性能。由表 1 可以看出,大变形加工后的 7085 铝合金屈服强度明显提高。固溶—压缩变形—时效后合金的屈服强度从 381.2 MPa 提升到 475.6 MPa,提升幅度约为 24.8%;合金的延伸率从 14.8% 下降到 9.1%。固溶—ECAP—时效后的合金屈服强度提升更为明显,从 381.2 MPa 上升到 543.3 MPa,上升幅度约为 42.5%;同时,相比压缩变形后的合金,ECAP 加工后合金的延伸率略有提高,达到 11.4%,这说明,ECAP 加工对 7085 铝合金的强化效果比压缩变形的强化效果更佳,并且能够使合金保持良好的塑性。

2.2 XRD 分析及位错强化

图 1 为 7085 铝合金 XRD 分析图谱与半高峰宽,图 2 所示为纯铝的标准 XRD 图谱。对比可以看出,固溶—时效态 7085 铝合金具有明显的织构,这是因为试验所用的材料为挤压棒材;ECAP 加工和 50% 压缩加工使得各衍射峰位置与峰间强度比率发生了明显的变化,说明 ECAP 加工和压缩变形加工对材料组织的晶体取向影响很大;然而 ECAP 大变形加工变化较小,说明 ECAP 加工降低了合金的织构强度,即提高了合金的组织均匀性。大变形加工后合金内的位错密度高,使得 ECAP 和压缩变形加工后合金的半高峰宽 (FWHM) 明显变宽。

XRD 相干衍射区尺寸 (d)、晶格应变 ($\langle e \rangle$) 与半高峰宽 ($\delta 2\theta$)、各衍射峰 (θ_0)、 λ 之间关系,用下面函数描述^[7]:

$$\frac{(\delta 2\theta)^2}{\tan^2 \theta_0} = 25 \langle e \rangle^2 + \lambda \left(\frac{\delta 2\theta}{\tan \theta_0 \sin \theta_0} \right) \tag{1}$$

图 3 为 7085 铝合金 $(\delta 2\theta)^2/\tan^2 \theta_0$ 与 $\delta 2\theta/(\tan \theta_0 \sin \theta_0)$ 关系。计算得到 d 和 $\langle e \rangle$ 见表 2。其中 b 为柏式矢量 (对于 Al 其值为 0.286 nm),位错密度 ρ 与 d 、 $\langle e \rangle^{1/2}$ 关系用函数描述^[8,9]:

$$\rho = 2\sqrt{3} \langle e^2 \rangle^{1/2} / (d \times b) \tag{2}$$

2.3 EBSD 分析及高、低角度晶界强化

图 4 所示为固溶—时效和固溶—大变形 (压缩、ECAP) —时效状态下 7085 铝合金的 EBSD 晶体取向分布图。从图 4a 中可以看到,固溶—时效态 7085 铝合金内部晶粒边界数量较多,仅在少数区域存在挤压过程中产生的亚晶;从图 4b 中可看出,在压缩变形作用下粗大晶粒内部产生大量的亚晶;图 4c 中可看出,ECAP 加工后的合金内部亚晶分布均匀,在局部区域出现取向差明显的单元边界晶粒 (图中左上角绿色区域),与压缩和固溶态合金不同,这些具有明显取向的晶粒并

表 1 不同工艺下 7085 铝合金的拉伸性能

Table 1 Tensile property of 7085 aluminum alloy under different process routes

Alloy	Ultimate strength/MPa	Yield strength/MPa	Elongation /%
Solution-aging (100 °C)	469.8	381.2	14.8
Solution-compression-aging (100 °C)	549.6	475.6	9.1
Solution-ECAP-aging (100 °C)	586.9	543.3	11.4

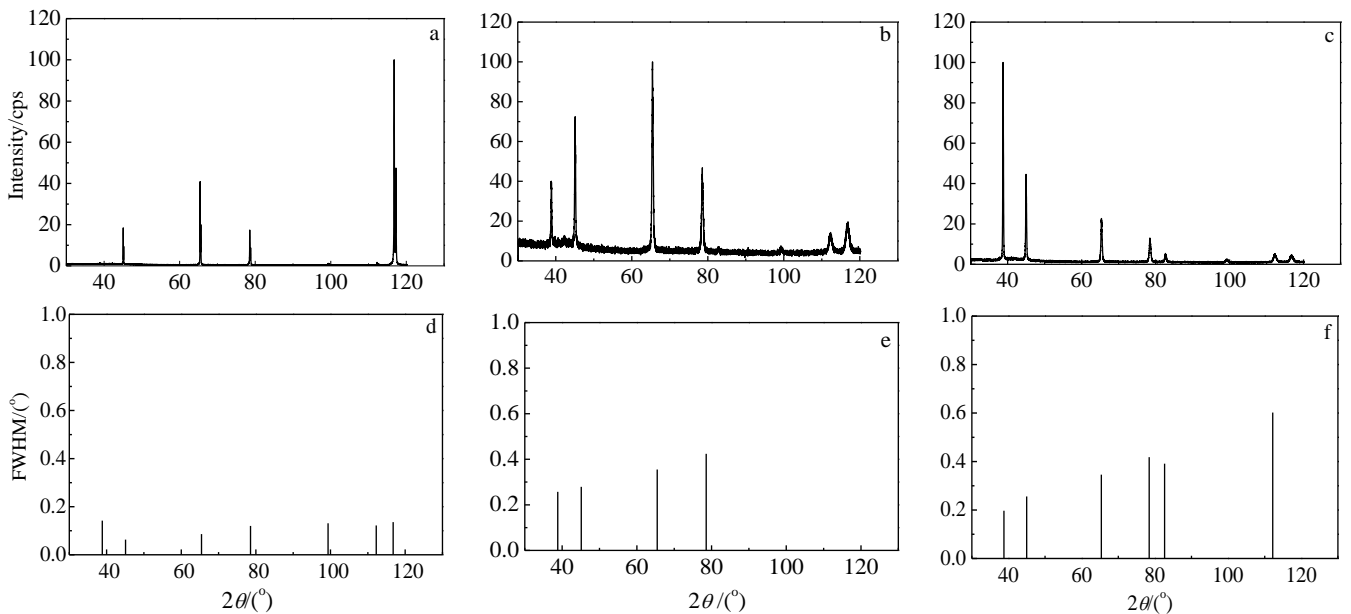


图 1 7085 铝合金 XRD 谱和半高峰宽

Fig.1 XRD patterns (a~c) and FWHW (d~f) of 7085 aluminum alloy: (a, d) solution-aging (100 °C), (b, e) solution compression-aging (100 °C), and (c, f) solution-ECAP-aging (100 °C)

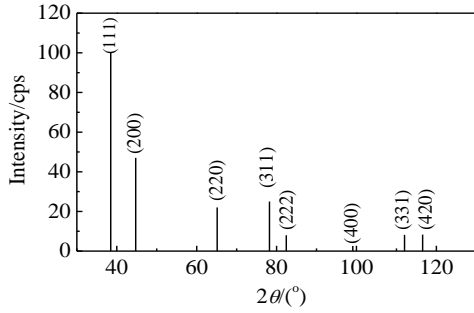


图 2 纯铝的标准 XRD 图谱

Fig.2 XRD pattern of pure Al powder

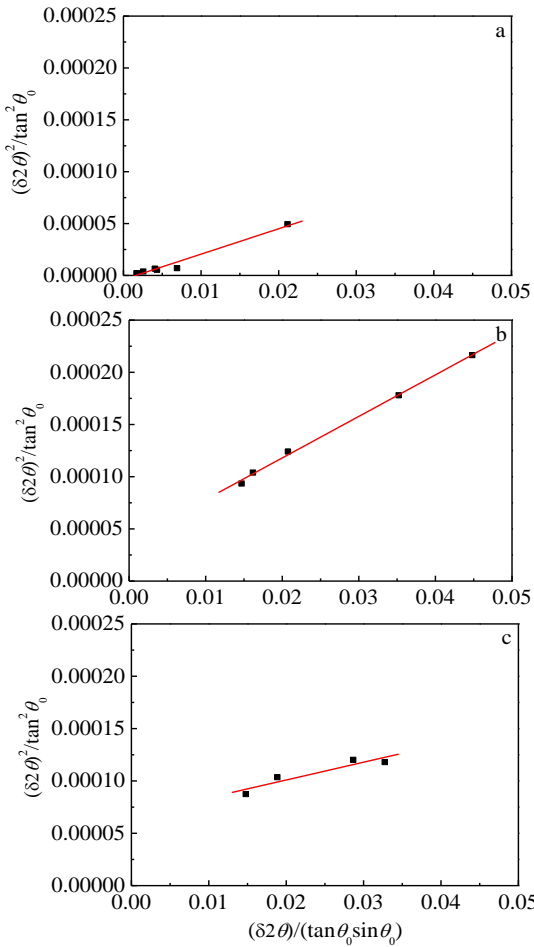


图 3 7085 铝合金 $(\delta 2\theta)^2/\tan^2\theta_0$ 与 $\delta 2\theta/(\tan\theta_0\sin\theta_0)$ 之间的拟合关系

Fig.3 Fitting relationship between $(\delta 2\theta)^2/\tan^2\theta_0$ and $\delta 2\theta/(\tan\theta_0\sin\theta_0)$ of 7085 aluminum alloy: (a) solution aging, (b) solution-compression-aging, and (c) solution-ECAP-aging

非原始晶粒或再结晶晶粒，而是由亚晶发展而来。相比压缩变形，ECAP 的变形量更大，位错不断在单元边界上堆积、重组，将使单元边界转变为晶粒边界。

表 2 7085 铝合金 XRD 数据计算得到的微观结构特征和位错密度及强化贡献定量计算结果

Table 2 Micro-structural features calculated from XRD data and quantitative calculation of dislocation density and strengthening contribution of 7085 aluminum alloy

Alloy	d/nm	$\langle e^2 \rangle^{1/2}/\%$	$\rho/\times 10^{14}\text{m}^{-2}$	σ_{LAGB}
Solution-aging	63.1393	0	0	0
Solution-compression-aging	38.7085	0.1236	3.8705	107.4
Solution-ECAP-aging	90.6235	0.8182	10.932	180.6

图 5 分别是 7085 铝合金在不同状态下的晶粒尺寸和晶界角度分布图。从 EBSD 分析计算得到的平均晶粒尺寸 (\bar{L})、小角度晶界的百分比 ($1-f$)、大及小角度晶界的角度平均值 ($\bar{\theta}_{\text{LAGB}}$) 如表 3 所示。由表 3 可以看出，压缩变形和 ECAP 加工后单元边界比例已达到 82.14% 和 99.43%。

小角度晶界对铝合金屈服强度的贡献 (σ_{LAGB}) 可以用如下函数关系描述^[4,5]:

$$\sigma_\rho + \sigma_{\text{LAGB}} = M\alpha G(b^2\rho + 3b(1-f)\bar{\theta}_{\text{LAGB}}/\bar{L})^{1/2} \quad (3)$$

式中 ρ 与 2.2 节中的 ρ 并不相同，这里的 ρ 是指晶界间的位错密度，2.2 节中的 ρ 是晶间内部的位错密度，它可以通过 XRD 测量出具体数值；式中 ρ 并不是主要强化部分，也没有仪器准确测量，所以 ρ 可以先不考虑在内， σ_{LAGB} 可用式 (3) 计算；其中，柏氏矢量 $b=0.286\text{ nm}$ ，泰勒因子 $M=3.06$ ，常数 $\alpha=0.24$ ，剪切模量 $G=26\text{ GPa}$ ，Hall-Petch 系数 $k_{\text{H-P}}=0.04\text{ MPa m}^{-1/2}$ 。

将通过 EBSD 分析得到的微观参量 (如表 3)，代入公式 (3) 计算得到小角度晶界的强化贡献 σ_{LAGB} ，其值列于表 4。可以看出，相比固溶—时效状态下的合金，固溶—大变形—时效工艺可以有效提高合金的屈服强度，强化贡献主要来自位错和小角度晶界强化，并且 ECAP 在引入位错和细化晶粒两方面的效果都好于压缩变形。

σ_{HAGB} 与其比例 (f)、平均晶粒尺寸 (\bar{L}) 用 Hall-Petch 公式 (4) 计算^[4,5]:

$$\sigma_{\text{HAGB}} = k_{\text{H-P}}(f/\bar{L})^{1/2} \quad (4)$$

式中 $k_{\text{H-P}}$ 为 Hall-Petch 系数，对于铝合金，该值一般取 $0.04\text{ MPa m}^{-1/2}$ 。将 EBSD 测得的参量代入上式可以得到大角度晶界对屈服强度的贡献值，其值列于表 4。

2.4 强化机理

7085 铝合金的屈服强度由晶格摩擦应力 σ_0 、位错强化贡献 σ_ρ 、小角度晶界强化 σ_{LAGB} 、大角度晶界强

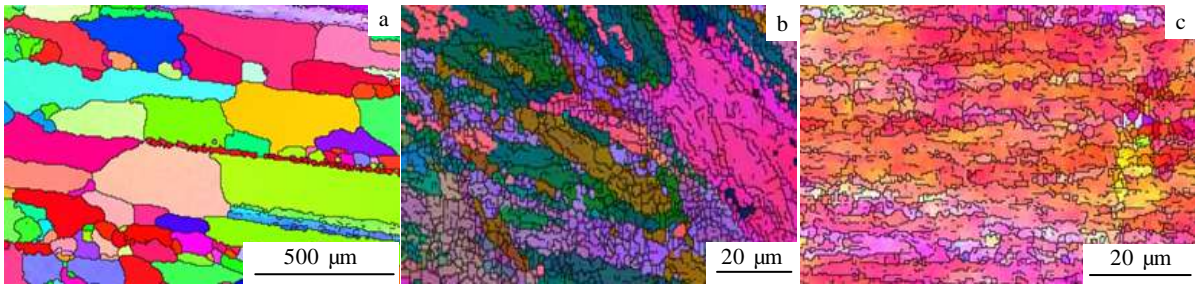


图 4 7085 铝合金的 EBSD 晶体取向分布图

Fig.4 EBSD crystal orientation maps of 7085 aluminum alloy: (a) solution-aging, (b) solution-compression-aging, and (c) solution-ECAP-aging

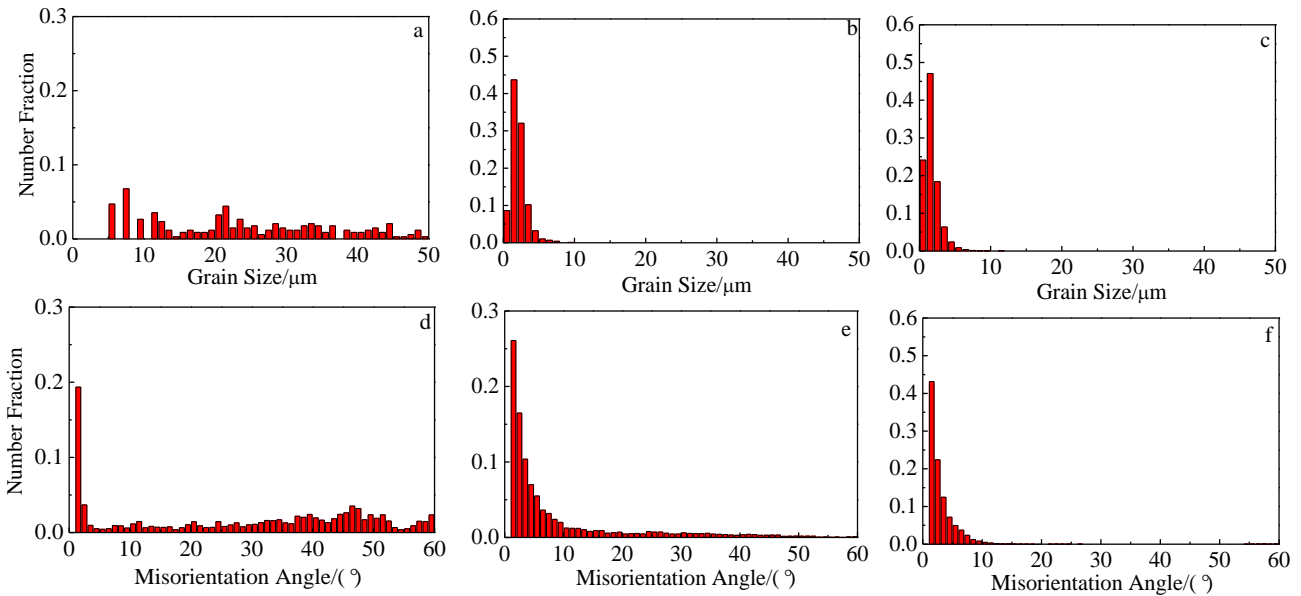


图 5 EBSD 分析得到 7085 铝合金的晶粒尺寸、晶界角度分布图

Fig.5 Distribution diagrams of grain size (a-c) and boundary angle (d-f) of 7085 aluminum alloy measured by EBSD: (a, d) solution-aging (100 °C), (b, e) solution-compression-aging (100 °C), and (c, f) solution-ECAP-aging (100 °C)

表 3 EBSD 定量计算得到 7085 铝合金的平均晶粒尺寸、小角度晶界比例、大及小角度晶界角度平均值

Table 3 Average grain size, percentage of low angle grain boundary and average angle value of 7085 aluminum alloy from quantitative calculation of EBSD

Alloy	$\theta_{LAGB}=1 \sim 15^\circ$			$\theta \geq 1^\circ$		$\theta_{HAGB} \geq 15^\circ$	
	$\bar{L}/\mu\text{m}$	$1-f$	$\bar{\theta}/(^\circ)$	$\bar{L}/\mu\text{m}$	$\bar{\theta}/(^\circ)$	$\bar{L}/\mu\text{m}$	$\bar{\theta}/(^\circ)$
Solution-aging	8.740	0.3267	3.807	62.729	28.654	92.157	40.709
Solution-compression-aging	1.408	0.8214	4.023	2.275	8.760	6.785	30.538
Solution-ECAP-aging	1.148	0.9943	2.950	1.182	3.176	8.265	42.512

表 4 7085 铝合金的强化机理

Table 4 Strengthening Mechanism of 7085 aluminum alloy

Alloy	σ_s/MPa	σ_0/MPa	σ_p/MPa	σ_{LAGB}/MPa	σ_{HAGB}/MPa	$\sigma_{ss+ppt}/\text{MPa}$
Solution-aging	381.2	20	0	10.4	4.1	346.7
Solution-compression-aging	475.6	20	107.4	89.1	11.2	247.9
Solution-ECAP-aging	543.3	20	180.6	116.4	2.8	223.5

化 σ_{HAGB} 、固溶强化和时效沉淀强化 $\sigma_{\text{ss+ppt}}$ 组成。计算公式如下^[4,5]:

$$\sigma_s = \sigma_0 + \sigma_\rho + \sigma_{\text{LAGB}} + \sigma_{\text{HAGB}} + \sigma_{\text{ss+ppt}} \quad (5)$$

对于铝合金来说,一般取 $\sigma_0=20$ MPa,结合拉伸试验测得的屈服强度,并将计算得到的 σ_ρ 、 σ_{LAGB} 和 σ_{HAGB} 代入公式 (5),得到固溶强化和时效强化的总和 $\sigma_{\text{ss+ppt}}$ 列于表 4。

3 结 论

1) 相比压缩变形后的合金,ECAP 加工后合金的延伸率略有提高,达到 11.4%,这说明,ECAP 加工对 7085 铝合金的强化效果比压缩变形的强化效果更佳,并且能够使合金保持良好的塑性。

2) 相比于压缩变形,ECAP 挤压后的合金在强度上升的同时塑性也有所提高,说明 ECAP 加工后的合金微观组织(晶粒尺寸、第二相分布等)更趋均匀,在拉伸过程中,合金内的位错源和滑移面增多,位错滑移距离缩短,合金的变形均匀性提高,因此,断裂前能够承受更大的塑性变形。

3) ECAP 加工后产生的位错对屈服强度的贡献为 180.6 MPa,为压缩变形的 1.7 倍,说明 ECAP 挤压有利于位错的萌生和增殖。强度的提高来源于晶内位错和小角度晶界;固溶后大变形加速了时效,降低了时效沉淀强化。

Strengthening Mechanisms of 7085 Aluminum Alloy by Solution-Large Deformation-Aging

Xu Xiaojing, Wang Zilu, Lu Wenjun, Guo Yunfei, Ma Wenhai, Chen Yang, Xu Chi, Zhang Jingyu

(Engineering Institute of Advanced Manufacturing and Modern Equipment Technology, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China)

Abstract: High-strength 7085 aluminum alloy was prepared by conventional solution-aging and solution-large deformation-aging, separately; wherein, large deformation included compression and ECAP (equal channel angular pressing). The tensile properties, internal dislocation density, unit boundary (small-angle grain boundaries) and grain boundaries (high-angle grain boundaries) of 7085 aluminum alloy were investigated by a tensile testing machine, X-ray diffraction (XRD) and electron back scattering diffractions (EBSD). Combined with the yield strength measured by tensile tests, the contribution of strengthening items to strengthening of the alloy in different states was calculated quantitatively. Results show that the tensile strength of the 7085 alloy by solution-compression-aging and solution-ECAP-aging upgrades from 381.2 MPa of the conventional solid solution-aging process to 475.6 MPa and 543.3 MPa, respectively; their dislocation strengthening also significantly increases from zero to 107.4 MPa and 180.6 MPa, respectively; besides, small angle strengthening greatly increases from 10.4 MPa to 89.1 MPa and 116.4 MPa, respectively. Higher strength of 7085 aluminum alloy arises from the internal dislocations and small-angle grain boundaries. Large deformation after solution accelerates aging and reduces the aging precipitation hardening. The strengthening effect of strong plastic deformation (ECAP) is better than that of the traditional plastic deformation (compression).

Key words: 7085 aluminum alloy; large deformation; yield strength; dislocation strengthening; small-angle grain strengthening

Corresponding author: Xu Xiaojing, Ph. D., Professor, School of Mechanical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, P. R. China, E-mail: xjxu67@ujs.edu.cn

参考文献 References

- [1] Dursun T, Soutis C. *Materials & Design*[J], 2014, 56(4): 862
- [2] Warner T. *Materials Science Forum*[J], 2006, 519-521: 1271
- [3] Du Mingyi(杜明义). *Light Alloy Fabrication Technology*(轻合金加工技术)[J], 2007, 35 (2): 11
- [4] Luo P, Mcdonald D T, Xu W *et al. Scripta Materialia*[J], 2012, 66(10): 785
- [5] Cabibbo M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 560: 413
- [6] Xu Hongxing(徐红星), Cheng Xiaonong(程晓农), Xu Xiaojing(许晓静) *et al. Journal of Jiangsu University, Natural Science Edition*(江苏大学学报, 自然科学版)[J], 2011, 32(1): 51
- [7] Youssef K M, Scattergood R O, Murty K L *et al. Scripta Materialia*[J], 2006, 54(2): 251
- [8] Zhao Y H, Liao X Z, Jin Z *et al. Acta Materialia*[J], 2004, 52(15): 4589
- [9] Cheng Xiaonong(程晓农), Song Gang(宋刚), Mo Jiping(莫纪平) *et al. Journal of Jiangsu University, Natural Science Edition*(江苏大学学报, 自然科学版)[J], 2007, 28(1): 33
- [10] Song Tao(宋涛), Xu Xiaojing(许晓静), Fan Zhen(范真) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(S2): 373