

热机械处理对 Al-10.78Zn-2.78Mg-2.59Cu-0.22Zr-0.047Sr 铝合金固溶时效态组织及力学性能的影响

张景玉, 许晓静, 阮鸿雁, 马文海, 王子路, 郭云飞

(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-时效和热机械处理(TMT) (固溶-过时效-热压缩)-固溶-时效加工的超高强铝合金 Al-10.78Zn-2.78Mg-2.59Cu-0.22Zr-0.047Sr 为实验对象, 分别采用电子背散射衍射(EBSD)、X 射线衍射(XRD)、硬度测试和拉伸试验研究合金组织晶粒晶界特征分布、内部的位错密度和力学性能, 并定量计算位错强化和晶界强化值。结果表明: 热机械处理对合金晶粒细化影响不显著, 平均晶粒尺寸从 7.30 μm 减小至 6.04 μm , 晶界角度从 21.45° 下降到 21.04°, 小角度晶界比例从 0.588 下降到 0.546; TMT 使峰时效硬度从 2146 MPa(120 $^{\circ}\text{C}/48\text{ h}$) 提高到 2268 MPa(100 $^{\circ}\text{C}/48\text{ h}$), 但对强度影响较小, 二者屈服强度均为 600 MPa 左右, 拉伸断口均为沿晶和撕裂混合断裂。合金分别经固溶及 TMT-固溶后, 晶界位错密度均为零, TMT 使位错强化与晶界强化的总强化从 58.8 MPa 下降到 57.4 MPa。

关键词: Al-Zn-Mg-Cu 合金; 热机械处理; 组织, 力学性能; 位错强化

中图分类号: TG146.2⁺1

文献标志码: A

文章编号: 1002-185X(2017)10-3033-05

Al-Zn-Mg-Cu 合金具有很多优点, 如高的比强度、易加工成型以及较好的焊接性能, 其在航空航天中应用广泛, 但是其具有较为敏感的应力腐蚀和剥落腐蚀性能, 因而回归再时效(retrogression and reaging, RRA)、热机械处理(thermomechanical treatment, TMT) 等能够提升该合金综合性能的工艺越来越受到关注。

由于铝合金塑性不是很理想, 实验中发现室温下对固溶水淬后的高强铝合金进行变形量更大(>15%) 的加工困难, 而铝合金在高温下(300 $^{\circ}\text{C}$ 以上) 具有良好的成型性。随着人们对合金组织与性能、热处理制度与变形过程作用机制等理解的逐渐加深, 提出了将相变和形变合一的 TMT 工艺。TMT 工艺可以有效降低合金晶粒尺寸, 使其具备良好的超塑性。张纪帅^[1]等人研究发现, 新型最终热机械处理工艺(FTMT) 能提高 2E12 铝合金的强塑性等综合性能。J. A. Wert^[2]等人发展了新的 TMT 工艺(主要工艺为过时效-低温轧制-再结晶退火), 成功将 7075 合金晶粒细化到 10 μm 。N. E. Paton^[3]等人使用相同工艺路线处理 7475 铝合金, 得到的试样超塑性延伸率为 525%。本实验主要研究了 TMT 对超高强铝合金固溶时效态组织及力学性能的影响, 以期为制定和优化工艺参数提供依据。

1 实验

实验以工业纯铝、纯锌、纯镁和中间合金 Al-Cu、Al-Zr 和 Al-Sr 为熔炼原材料制备 Al-Zn-Mg-Cu 合金。熔炼浇注后将铸锭进行均匀化退火处理, 挤压成型时先在 480 $^{\circ}\text{C}$ 保温 8 h, 然后挤压成直径为 35 mm 的圆棒, 挤压比约为 12。利用德国 SPECTRO MAX 光谱仪测得合金化学成分(质量分数, %)为: Al 83.43, Zn 10.78, Mg 2.78, Cu 2.59, Zr 0.22, Sr 0.047, Fe 0.115, Si 0.035, B 0.002。

实验试样分为两组, 其中一组试样作为对比样, 固溶前不进行 TMT。TMT 工艺如下: 对线切割试样固溶(制度为 450 $^{\circ}\text{C}/2\text{ h} + 460\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ h} + 470\text{ }^{\circ}\text{C}/2\text{ h}$) 处理, 水淬后进行 400 $^{\circ}\text{C}/24\text{ h}$ 的过时效处理; 接着将过时效样品在 400 $^{\circ}\text{C}$ 保温 2 h 后进行热压缩加工, 变形量是 45%, 变形速度是 5 mm s^{-1} 。两组试样固溶后进行 100 及 120 $^{\circ}\text{C}$ 的单级时效处理。取与压缩加工方向垂直的平面进行后期性能的检测。

采用配备 EBSD 探头的 FEG-SEM 型场发射扫描电子显微镜观察微观结构, 并通过 HKL Channel 5 软件包对实验数据进行分析; XRD 分析用 Bruker 公司的 D8 Advance 型 X 射线衍射仪进行, 扫描速率 5 $^{\circ}/\text{min}$,

收稿日期: 2016-10-12

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); 江苏高校优势学科建设工程项目; 江苏省高校研究生科研创新计划(CXLX12-0620)

作者简介: 张景玉, 男, 1990 年生, 硕士生, 江苏大学机械工程学院, 江苏 镇江 212013, 电话: 0511-88792058, E-mail: 2763295690@qq.com

扫描范围 30°~120°，Cu 靶 K α 射线(波长 λ 为 0.154 nm)；显微硬度用 HV-1000 型硬度仪测定；拉伸试验在国产 WDW-200 型微机控制式万能材料试验机上进行，拉伸试样标距尺寸为 7 mm \times 4 mm \times 2 mm，初始应变速率为 1.0 \times 10⁻³ s⁻¹；利用 JEOL JSM-7001 型场发射 SEM 分析拉伸断口形貌。

2 实验结果

2.1 EBSD 分析及晶粒晶界特征分布

图 1 为合金经不同处理后的微观组织、晶粒尺寸和晶界取向差分布图。表 1 列出了合金经不同处理后晶粒和晶界角度具体的参数。可以看出，挤压态合金经固溶处理后，组织发生再结晶，低角度晶界比例 f_L 为 0.588，晶粒呈等轴状，绝大多数晶粒尺寸在 10 μ m 内；对于经 TMT-固溶处理的试样而言，合金中出现纤维状的组织，平均晶粒尺寸 \bar{L} 和晶界角度 $\bar{\theta}$ 变小，但是变化不是非常显著(分别从 7.30 μ m 下降到 6.77

μ m 和 21.45°下降到 21.04°)。

2.2 XRD 分析及位错密度

图 2 所示是试样经不同处理后的 XRD 图谱和半高峰宽(FWHM)。可以看出，热机械处理使固溶态合金 XRD 图谱各衍射峰位置与峰间强度比率发生一定的变化，说明热机械处理对组织的晶体取向影响较大。XRD 图谱中相干衍射区尺寸(d)、晶格应变($\langle e \rangle$)与各衍射峰最大值位置(θ_0)、测得的积分宽度($\delta 2\theta$)及 Cu-K α 射线波长(λ)之间的关系用如下公式描述^[4]：

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

图 3 所示为不同 XRD 分析谱中 $(\delta 2\theta)^2 / \tan^2 \theta_0$ 与 $\delta 2\theta / (\tan \theta_0 \sin \theta_0)$ 之间的关系。通过线性拟合，计算得到 XRD 中平均晶粒尺寸和晶格应变($\langle e^2 \rangle^{1/2}$)，结果列于表 2。合金内部晶界位错密度(ρ)与 XRD 平均晶粒尺寸、平均晶格应变之间的函数关系通常可用如下公式描述^[5]：

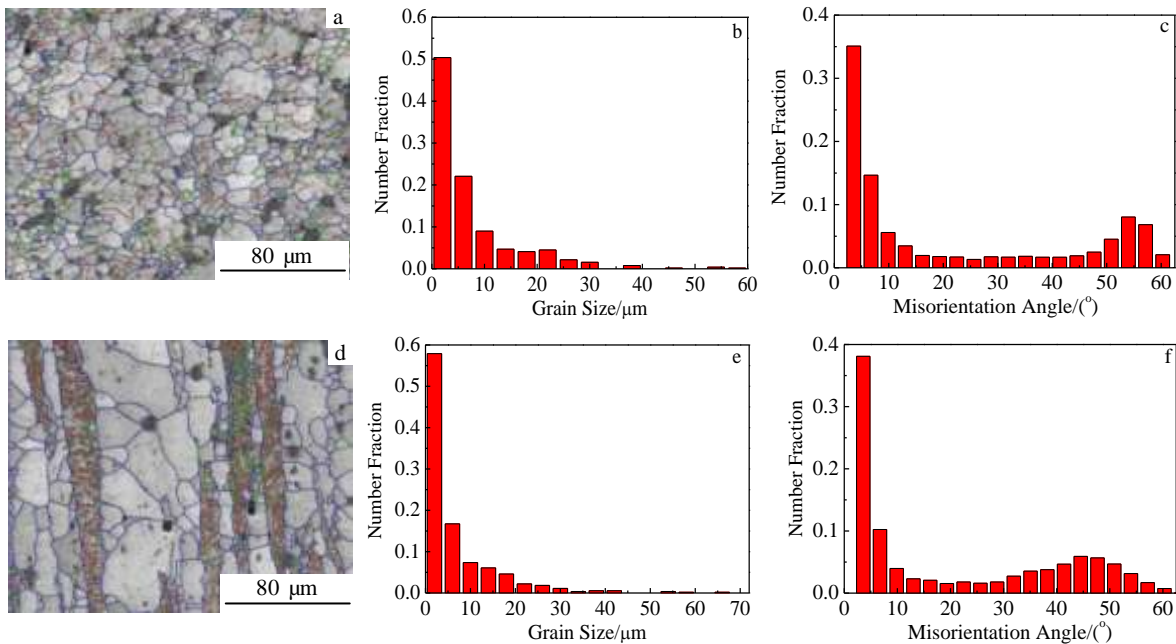


图 1 合金经不同处理后的 EBSD 组织、晶粒尺寸和晶界角度分布图

Fig.1 EBSD microstructure (a, d), grain size distribution (b, e) and grain boundary angle (c, f) of alloy processed by different treatment: (a~c) solution; (d~f) TMT-solution

表 1 试样经不同处理后的晶粒及晶界角度参数

Table 1 Parameters of grain and angle of grain boundary of alloy processed by different treatment

Heat treatment	$\geq 1^\circ$		$1^\circ \sim 15^\circ$		$> 15^\circ$	
	$\bar{L} / \mu\text{m}$	$\bar{\theta} / (^\circ)$	f_L	$\bar{\theta}_L / (^\circ)$	f_H	$\bar{\theta}_H / (^\circ)$
Solution	7.30	21.45	0.588	5.52	0.412	44.19
TMT-solution	6.77	21.04	0.546	5.02	0.454	40.31

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

式中, 符号 b 意义及取值见表 3, 利用上式可以计算出晶界位错密度, 其值列于表 2。从表 2 可以看出, 两种工艺下合金均经过高温固溶处理, 晶界未能有效积累位错, 位错被完全消耗, 位错密度均为零。

2.3 单级时效硬度

为确定合金适宜的峰值时效制度, 分别对固溶水

淬后的试样采用 100 和 120 °C 的单级时效处理, 合金的时效硬化规律如图 4。从图 4 中可以发现, 超高强铝合金具有很强的时效强化效果, 时效初始阶段, 硬度急剧上升, 12 h 后硬度值开始接近峰值。未加入 TMT 工艺的峰时效制度为 120 °C/48 h, HV 硬度值为 2146 MPa; 而经 TMT 处理的试样峰时效制度为 100 °C/48 h, 其硬度值为 2268 MPa, 表明 TMT 加快了合金试样的时效动力学, 同时提高硬度值。

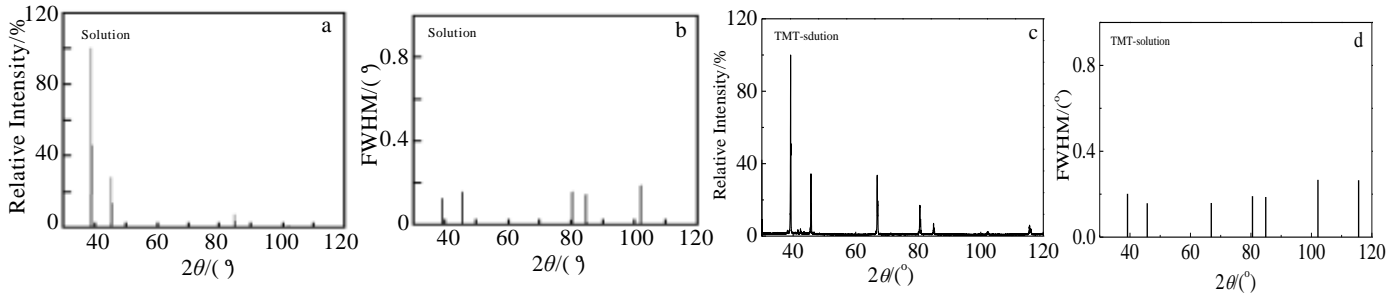


图 2 合金经不同处理后的 XRD 图谱和半高峰宽

Fig.2 XRD patterns (a, c) and FWHM (b, d) of alloy processed by different treatment: (a, b) solution; (c, d) TMT-solution

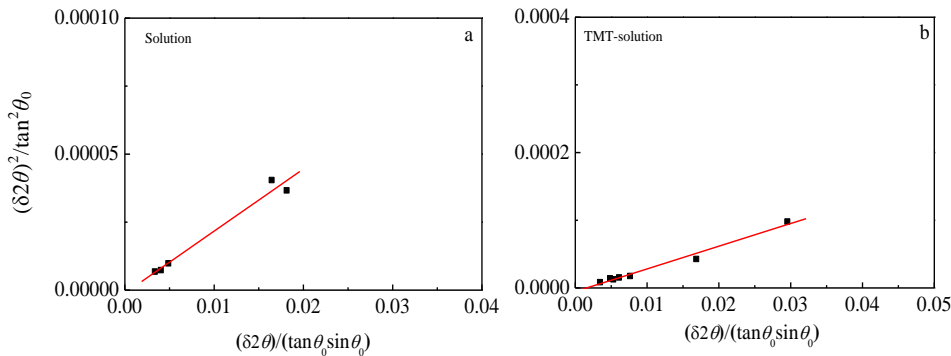


图 3 根据积分宽度分析计算 XRD 中晶粒尺寸与晶格应变

Fig.3 Grain size and lattice strain from XRD data according to integral breadth analysis to calculate: (a) solution and (b) TMT-solution

表 2 XRD 数据分析出的部分微观组织参数

Table 2 Some micro-structural parameters calculated from XRD data

Heat treatment	Lattice micro strain, $\langle e^2 \rangle^{1/2}$	Coherent domain size, d/nm	Dislocation density, $\rho/\times 10^{14} m^{-2}$
Solution	0	67.57	0
TMT-solution	0	45.99	0

表 3 强化机理计算过程中所涉及符号的物理意义和取值

Table 3 Physical meaning and values of different symbols used in the strengthening mechanism calculations^[5, 6]

Symbol	Meaning	Values	Unit
b	Magnitude of the Burgers vector	0.286 for Al	nm
M	Taylor factor	3.06 for texture-free Al	Dimensionless
α	Constant	0.24	Dimensionless
G	Shear modulus	26	GPa
k_{H-P}	Hall-Petch	0.04 for Al	MPa \sqrt{m}

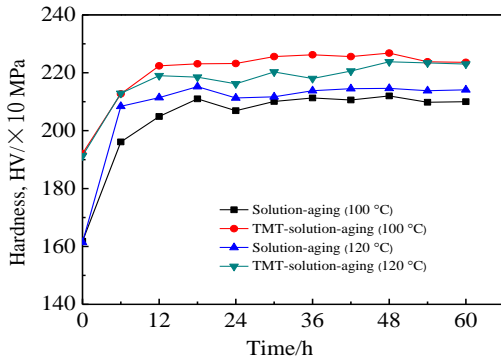


图 4 试样经不同处理后硬度随时效时间的变化

Fig.4 Variation of hardness along with aging time of alloy processed by different treatment

2.4 拉伸性能及断口分析

试样经不同处理后的室温拉伸性能见表 4。从表中的数据可以看出，未进行 TMT 的合金屈服强度为 598.2 MPa，抗拉强度为 644.6 MPa；而进行 TMT 处理的合金屈服强度为 597.3 MPa，抗拉强度为 647.0 MPa，表明热机械处理对合金的强度影响不大。从图 5 的断口形貌可以看出，两种状态下合金断口形貌类似，均为沿晶和撕裂混合断裂。经 TMT 的合金断口中撕裂棱密度增大，性能上表现为塑性有一定的提高，与拉伸性能测试的延伸率结果相符。

3 分析与讨论

热机械处理工艺细化晶粒的幅度主要取决于过时效、形变加工及固溶再结晶 3 个方面^[7]。过时效处理主要是形成尺寸平均、大小及间距合适的析出相，增加后续再结晶的形核率，达到细化晶粒的效果。文献指出^[8]，当析出相的尺寸和间距处在一个理想的区间时才能利于后续有效形核。本实验使用的过时效制度是 400 °C/24 h，取得了良好的实验效果。变形加工的目的是在析出相粒子附近形成平稳的形变区，使变形区在后续固溶处理中发生再结晶。

Al-Zn-Mg-Cu 系铝合金屈服强度($\sigma_{0.2}$)的组成可以用下面的公式描述^[6,9,10]：

表 4 试样经不同处理后的拉伸性能

Table 4 Tensile properties of alloy processed by different treatment

Heat treatment	$\sigma_{0.2}$ /MPa	σ_b /MPa	Elongation/%
Solution-aging (120 °C/48 h)	598.2	644.6	7.5
TMT-solution-aging (100 °C/48 h)	597.3	647.0	8.0

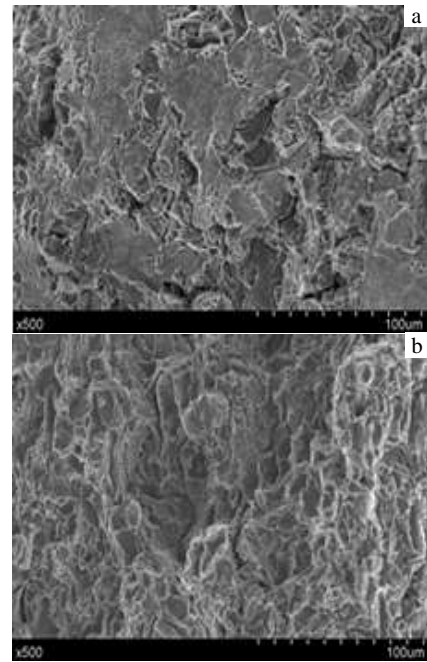


图 5 试样经不同处理后的拉伸断口形貌

Fig.5 Tensile fracture morphologies of alloy processed by different treatment: (a) solution-aging and (b) TMT-solution-aging

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + \sigma_{LAGB} + \sigma_{HAGB} + \sigma_{SS} + \sigma_t \quad (3)$$

式中 σ_0 为晶格摩擦应力， σ_{LAGB} 为位错强化， σ_{HAGB} 为晶界强化， σ_{SS} 为固溶强化， σ_t 为时效沉淀析出相强化。其中 σ_{LAGB} 及 σ_{HAGB} 可以用下面公式表示：

$$\sigma_{LAGB} = M\alpha G [b^2 \rho + 3b(1 - f_H) \bar{\theta}_L / \bar{L}]^{1/2} \quad (4)$$

$$\sigma_{HAGB} = k_{HP} (f_H / \bar{L})^{1/2} \quad (5)$$

式(4)中， b 、 M 、 α 、 G 及式(5)中 k_{HP} 意义及取值见表 3，其余参数见表 1。表 5 列出了位错强化和晶界强化计算数值。由表 5 看出，经热机械处理后的合金 位错强化从 49.3 MPa 下降到 47.0 MPa。这是因为 TMT 工艺每个过程均经过高温处理，所以合金中位错组态难以保持，位错强化贡献下降。位错强化和晶界强化的总强化值从 58.8 MPa 下降到 57.4 MPa，减小 1.4 MPa，与屈服强度下降幅度(为 0.9 MPa)相当，说明热机械处理基本没有改变合金在峰值时效态的固溶强化和时效沉淀强化的总强化。

表 5 试样经不同处理后的部分强化贡献值

Table 5 Partial strengthening contribution of alloy processed by different treatment (MPa)

Heat treatment	σ_{LAGB}	σ_{HAGB}	$(\sigma_{LAGB} + \sigma_{HAGB})$
Solution	49.3	9.5	58.8
TMT-solution	47.0	10.4	57.4

4 结 论

1) 热机械处理可以细化合金晶粒, 相比未经 TMT 的试样, 平均晶粒尺寸从 7.30 μm 细化至 6.77 μm , 晶界角度从 21.45° 下降到 21.04°。

2) 热机械处理对合金硬度影响较大, 相比未经 TMT 的合金, 峰时效硬度从 2146 MPa 提高到 2268 MPa; 但 TMT 对强度影响较小, 二者屈服强度均为 600 MPa 左右, 拉伸断口均为沿晶和撕裂混合断裂。

3) 合金分别经固溶及 TMT-固溶后, 晶界位错密度均为零, TMT 固溶使位错强化与晶界强化的总强化从 58.8 MPa 下降到 57.4 MPa。

参考文献 References

[1] Zhang Jishuai(张纪帅), Chen Zhiguo(陈志国), Ren Jieke(任

杰克) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2015, 25(4): 910

[2] Wert J A, Paton N E, Hamilton C H *et al. Metallurgical Transactions A*[J], 1981, 12(7): 1267

[3] Paton N E, Hamilton C H, John A W *et al. JOM*[J], 1982, 34(8): 21

[4] Youssef K M, Scattergood R O, Murty K L *et al. Scripta Materialia*[J], 2006, 54(2): 251

[5] 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

[6] Marcello C. *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 560: 413

[7] Waldman J, Sulinski H, Markus H. *Metallurgical Transactions* [J], 1974, 5(3): 573

[8] Lei Yi(雷毅), Li Hai(李海), Liu Zhiyi(刘志义) *et al. Ordnance Material Science and Engineering*(兵器材料科学与工程)[J], 2003(3): 21

[9] Luo P, McDonald D T, Xu W *et al. Scripta Materialia*[J], 2012, 66(10): 785

[10] Ma Kaka, Wen Haiming, Tao Hu *et al. Acta Materialia*[J], 2014, 62: 141

Effect of Thermomechanical Treatment on Microstructure and Mechanical Property of Solution-aged Al-10.78Zn-2.78Mg-2.59Cu-0.22Zr-0.047Sr Aluminum Alloy

Zhang Jingyu, Xu Xiaojing, Ruan Hongyan, Ma Wenhai, Wang Zilu, Guo Yunfei

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

Abstract: Ultra-high strength aluminum alloy Al-10.78Zn-2.78Mg-2.59Cu-0.22Zr-0.047Sr was treated by the process of solution-aging and thermomechanical treatment (TMT) (solution-overaging-hot compression)-solution-aging. Electron back scattering diffractions (EBSD) technology, X-ray diffraction (XRD), hardness test and tensile testing were used to study the distribution of grain and grain boundaries, internal dislocation density and tensile properties, and the dislocation strengthening and grain boundary strengthening were calculated quantitatively. The results show that TMT refines grain with average grain size from 7.30 μm to 6.04 μm and reduces misorientation angle from 21.45° to 21.04°. TMT increases peak aging hardness from 2146 MPa (120 °C/48 h) to 2268 MPa (100 °C/48 h), but has little effect on strength with both yield strength almost 600 MPa. The tensile fracture morphologies of alloys both display intergranular and tear fracture. Dislocation density of alloys processed by solution and TMT-solution are both 0, and TMT reduces sum of dislocation strengthening and grain boundary strengthening from 58.8 MPa to 57.4 MPa.

Key words: Al-Zn-Mg-Cu alloy; thermomechanical treatment; microstructure; mechanical property; dislocation strengthening

Corresponding author: Xu Xiaojing, Ph. D., Professor, School of Mechanical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, P. R. China, Tel: 0086-511-88792058, E-mail: xjxu67@ujs.edu.cn