

# Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er 合金 低温力学性能与微观组织研究

刘 冉, 黄 晖, 马 俊, 文胜平, 高坤元, 吴晓蓝, 聂祚仁

(北京工业大学, 北京 100124)

**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, 完全退火态进行从室温降到 77 K 时的拉伸测试和冲击性能测试。运用背散射电子衍射 (EBSD), 透射电镜 (TEM), 扫描电镜 (SEM) 对合金的原始组织, 拉伸断口, 冲击断口进行观察, 研究不同温度下微观组织对材料拉伸性能及冲击性能的影响。结果表明: 随着测试温度的升高, 样品的抗拉强度、屈服强度及冲击韧性均逐渐降低; 温轧的 H114 态由于位错缠结规整, 亚晶界比较多等原因保持了较高的强度和冲击韧性, 实现了高强高韧性能的匹配。

**关键词:** 5xxx 系铝合金; 拉伸性能; 冲击性能; 微观组织

**中图分类号:** TG146.2<sup>+</sup>1

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2018)01-0162-07

液化天然气储罐、航天火箭的液体燃料储存系统、核磁共振等大型设备和装置中对材料的低温性能提出了严格的要求<sup>[1-4]</sup>。这些设备在低温和极低温状态下使用, 要求材料的强度性能高、脆性小、加工性、抗冲击性能和耐蚀性等优异, 并对材料的热传导、比热容、电阻、气密封性和放射性能均有一定要求<sup>[5-8]</sup>。铝合金材料具有密度低、低温下合金相稳定、在磁场中比电阻小、气密封性好、感应放射能衰减快等特性, 尤其对于 5XXX 铝合金, 由于其具有优良的焊接性、耐腐蚀性及良好的低温力学性能, 近年来已成为重要的低温材料<sup>[9]</sup>。

目前有学者研究了铝合金低温下力学性能的变化情况。柳川政洋等<sup>[10]</sup>和 K. S. Sohn 等<sup>[11]</sup>分别研究了 Al-Mg 和 Al-Zn-Mg 系合金、Al-Li 合金在液氮中的力学性能, 发现与室温相比, 在液氮温度下铝合金的抗拉强度和屈服强度都有较大提高; 而伸长率方面除 Al-Zn-Mg 系有所降低外, 其它铝合金均有一定程度的提高。Kyung-Tae Park<sup>[12]</sup>等人则对 5083 铝合金在 77 K 和室温压缩后的微观结构差别进行了研究, 发现合金在液氮中塑性变形后可获得超细晶粒。王东宁<sup>[13]</sup>等对 LY12 合金低温拉伸性能变形行为进行了研究, 发现该合金的析出相 Al<sub>2</sub>CuMg 随着实验温度的降低, 发生脆性断裂的倾向更明显, 同时析出相同基体分离所需外界能量更多, 另外析出相的脆性断裂会降低对位错的阻碍作用, 使位错更易滑移。刘瑛<sup>[14]</sup>等对 2519-T87、2219-T81、7039-T6 3 种合金进

行拉伸试验, 试验温度由 293 K 降至 77 K, 发现 3 种合金的抗拉强度和屈服强度都有所提高, 塑性也都会提高, 他们认为低温下合金强度提高的同时, 伸长率维持不变甚至有所增加的原因是由于低温变形过程中平面滑移受抑制, 加工硬化指数增加导致变形均匀性增强。米绪军<sup>[15]</sup>等研究了 Al-Li 合金低温变形微裂纹的形成及其对力学性能的影响, 发现 Al-Li 棒材低温拉伸时断面有大量微裂纹产生, 同时低温变形时大量位错被晶内强化相钉扎, 形成位错在晶内的均匀分布, 从而促进了解理和微裂纹的形成。

基于这一背景, 本实验通过对比研究不同形变热处理状态得到的 Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er(5E62)合金薄板从室温降至 77 K 时的拉伸性能和冲击性能, 以探索显微组织对该合金强度与冲击性能的影响, 寻求强度与冲击性能匹配的最佳模式。

## 1 实 验

实验材料选用东北轻合金有限公司提供的 5E62 合金板材。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, 然后进行热轧, 热轧温度为 410 °C, 变形量为 90%, 空冷至室温, 板材最终厚度为 10 mm, 此状态记为工艺一(H112); 再将热轧 H112 态板材在 370 °C 保温 1 h, 然后进行温轧, 轧下量为 60%, 空冷至室温, 板材最终厚度为 4 mm, 该种材料状态记

收稿日期: 2017-01-13

基金项目: 国家重点基础研究发展计划(“973”计划)(2012CB619503); 中国博士后科学基金(2014M560865); 北京市博士后基金(2015zz-34)

作者简介: 刘 冉, 女, 1984 年生, 博士, 助理研究员, 北京工业大学材料科学与工程学院, 北京 100124, 电话: 010-67396439, E-mail: liuran\_njust@163.com

为工艺二 (H114)。将热轧态合金 (H112) 经  $(350\pm 10)$  °C, 2 h 退火, 室温下冷轧, 变形量为 60%, 此状态为中间冷轧状态。将中间状态合金在  $(350\pm 10)$  °C, 2 h 退火, 此状态记为工艺三 (O)。对中间状态合金在  $(170\pm 10)$  °C 退火记为工艺四 (H32)。

拉伸测试在 MTS-SANS CMT5000 系列微机控制电子万能试验机上进行, 试样厚度均为 4 mm, 拉伸速率为 2 mm/min, 测试温度分别为 293, 223, 150, 111 和 77 K, 温度误差  $\pm 5$  K, 其中测试温度 77 K 采用将试样完全浸入液氮获得, 223~111 K 通过液氮雾化产生的蒸汽获得, 采用铈铁温度传感器控制测试温度。夏比冲击试验是用以测定金属材料抗缺口敏感性的试验。冲击韧性测试根据 GB229-2007《金属夏比缺口试验方法》采用金属夏比 V 型缺口冲击试样, 沿轧向取样。冲击测试在 SUNS PTM1200 摆锤式冲击试验机上进行, 测试温度与拉伸测试相同。

采用 QUANTA200 型扫描电镜二次电子像对试样拉伸及冲击断面形貌进行观察。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, 所用设备为 JSM-7001F 场发射扫描电镜。采用 JEOL 公司产的 JEM2010/2010F 型透射电子显微镜观察不同状态合金的组织形貌、位错、亚晶等。电解液为 30% 的硝酸甲醇混合溶液, 双喷电压为 12 V 左右, 电流为 50~70 mA, 温度控制在  $-30$  °C 左右。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 结果与分析

### 2.1 室温拉伸性能及冲击性能

图 1 为不同加工工艺的合金在室温时的拉伸性能。从图中可以看出样品的屈服强度和抗拉强度均随着测试温度的降低而明显升高。

在室温下, 冷轧态的强度明显高于退火态和热轧态, O 态与 H112 态的强度几乎相当。室温下几种状态的 5E62 铝合金的强度由高到低依次为 H32 态、H114 态、H112 态、O 态。随着测试温度的升高, H114 态与 H112 态的延伸率随之降低, 而延伸率由高到低依次为 O 态、H112 态、H114 态、H32 态, H32 态的延伸率则逐渐升高。

图 2 为 H114 态、H112 态、O 态和 H32 态合金的冲击韧性随温度的变化情况。结果表明, 几种状态合金的冲击韧性值均是随着温度的降低而降低的, 其中 H114 态与 H112 态合金的冲击韧性随温度的变化几乎相同。

结合图 1 的拉伸性能可知, H114 态不仅在室温和低温下有较高的强度、塑性, 而且其冲击韧性与轧制前的 H112 态相比几乎没有降低, 在 77 K 时仍保持较高的冲击韧性值, H114 态的合金实现了强度和耐冲击性能的匹

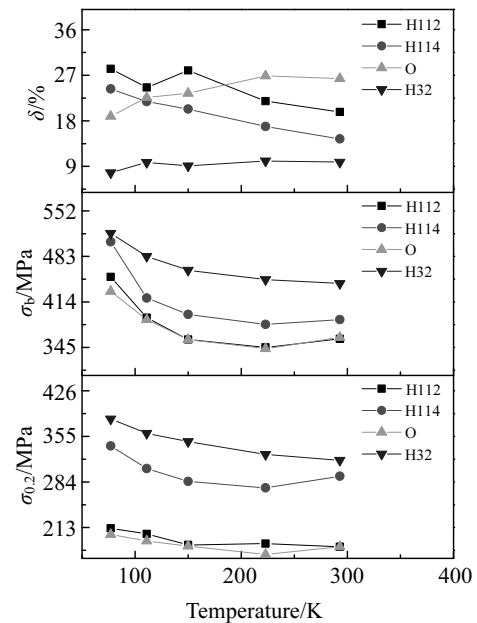


图 1 5E62 铝合金在不同测试温度下的拉伸性能  
Fig.1 Tensile properties of 5E62 alloy at different testing temperatures

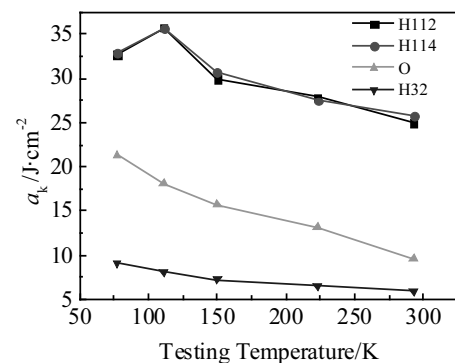


图 2 5E62 合金不同测试温度下的冲击韧性  
Fig.2 Impact toughness of 5E62 aluminum alloys at different testing temperatures

配, 故将此状态的加工工艺定为最终的优化工艺。

### 2.2 EBSD 微取向观察

图 3a、3b 所示分别为 H112 和 H114 两种状态的合金的 EBSD 微取向图。H112 态与 H114 态合金的晶粒均沿轧制方向被拉长, H112 态合金中的晶粒一部分发生了完全再结晶, 还有一部分没有完全再结晶, 而 H114 态合金经过 230 °C 温轧后, 呈现了明显的变形组织状态, 板条状的晶粒沿着轧制方向更加狭长, 并且出现了很多细小的晶粒。冷轧的 H114 态相较于热轧的 H112 态的初始组织具有更高的变形程度, 晶粒细化更加明显, 其屈服强度及抗拉强度较高。而 H32 态是在热轧的基础上进

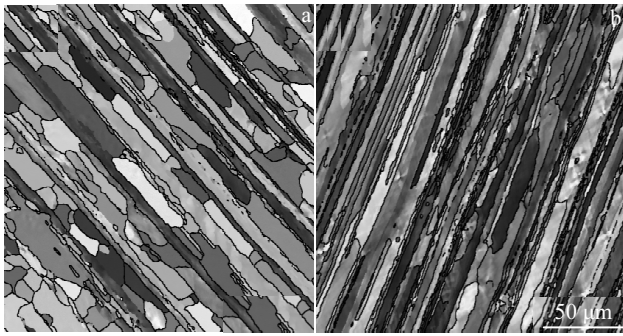


图 3 5E62 合金微取向图

Fig.3 Orientation distribution of 5E62 alloy: (a) H112 and (b) H114

行冷轧，之后进行低温退火，冷轧与 H114 态的温轧相比，会使得材料的位错密度更高，晶粒的变形程度更大，尽管进行了退火，但退火温度较低，不会使得晶粒发生再结晶，因此其强度应是高于 H114 态。O 态合金是在较高温度及较长时间的完全退火，因此其组织相较于 H112 态应是具有更多的再结晶晶粒，其性能屈服强度和抗拉强度则略低于 H112 态。

### 2.3 TEM 微观组织

图 4 所示为 H112 及 H114 态合金的 TEM 形貌。从图 4a 中可以看出，晶粒内位错密度较低，同时可以看到黑色板条状的析出相粒子沿着轧制方向排列，合金中出现沿轧制方向呈带状分布的胞状组织和亚结构，这是因

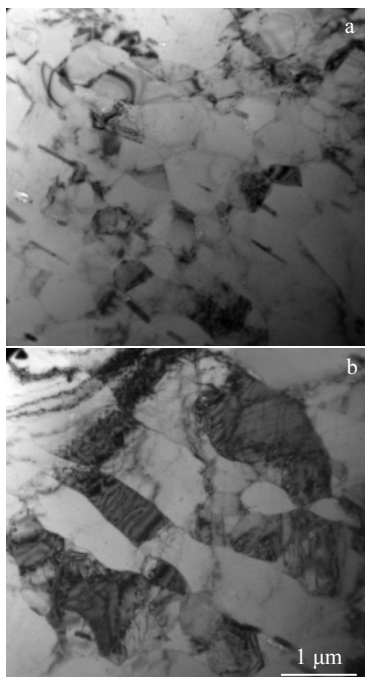


图 4 5E62 合金的 TEM 组织形貌

Fig.4 TEM structures of 5E62 alloy: (a) H112 and (b) H114

为合金在热轧的过程中发生了动态回复和再结晶，通过异号位错相消和螺位错的交滑移等方式，使位错重新分布，胞状结构中的位错通过攀移形成位错墙，位错墙分割变形晶粒，形成多边化亚组织。

而图 4b 中 H114 态合金的 TEM 形貌中可以看出，位错密度相对于 H112 态有显著增大，位错主要以胞状结构存在并缠绕在一起，在变形晶粒内部分区域出现少量亚晶，没有发现再结晶晶粒，这是因为合金中弥散分布的第二相粒子抑制高温变形中动态再结晶，变形过程中主要发生动态回复机制。这也说明了 H114 态高强度高韧性是受到了位错强化和一定程度的亚晶强化作用所造成的。根据 H114 态及 H112 态合金的 TEM 组织，结合加工工艺，可以认为 O 态由于再结晶程度高，其晶粒内部干净，位错密度低，没有亚晶。

### 2.4 拉伸断口

图 5 为不同加工状态的 5E62 合金在 273 K 拉伸后的断口形貌。从图中可以看出，室温下，H112 态断口由纤维区、放射区和剪切唇区组成，断面较平整，颜色较暗，微观上，断口由大量的撕裂棱和韧窝组成，并且断口有大量的由于正应力而产生的小的等轴韧窝以及由切应力产生的大的拉长韧窝，在韧窝底部发现大量的破碎第二相粒子，但是由于韧窝底部的第二相粒子的数量非常少，而且尺寸较小，其断裂机制为微孔聚集型断裂；H114 态宏观断口为杯锥状，由放射区和剪切唇区组成，颜色较暗，微观断口可以发现断口由撕裂棱、韧窝及少量准解理小刻面组成，韧窝底部发现大量的第二相粒子，属于韧脆混合型断裂；O 态的断口与 H112 态类似，由纤维区和剪切唇区组成，断裂机理属于微孔聚集型断裂；H32 态断口由许多放射纤维和剪切唇区组成，断口颜色较暗，表面较为粗糙，微观上可以发现较多的准解理小刻面以及少量的韧窝和撕裂棱，并且韧窝底部发现少量破碎的第二相粒子，其裂纹源在晶粒内部，它是一种介于解理断裂和韧窝断裂之间的一种过渡型断裂，属于准解理断裂。

图 6 为不同状态的 5E62 合金在 77 K 拉伸后的断口形貌。在 77 K 时，H112 态材料在宏观上，断口平面与拉伸轴呈 45°角，颜色相对光亮，为纯剪切断口，层片状开裂更明显，片层间距更小，微观上，撕裂棱和韧窝的数量明显增多，大韧窝数量明显减少，深度很深，其断裂机制仍属于微孔聚集型断裂；H114 断口由纤维区、放射区和剪切唇区组成，颜色较亮，出现层片状开裂，撕裂棱和韧窝的数量明显增多，韧窝底部发现大量的第二相粒子，断裂机理属于微孔聚集型断裂；O 态宏观断口由纤维区、放射区和剪切唇区组成，放射方向与裂纹扩展方向平行，断口表面出现大量的层片状开裂，层片

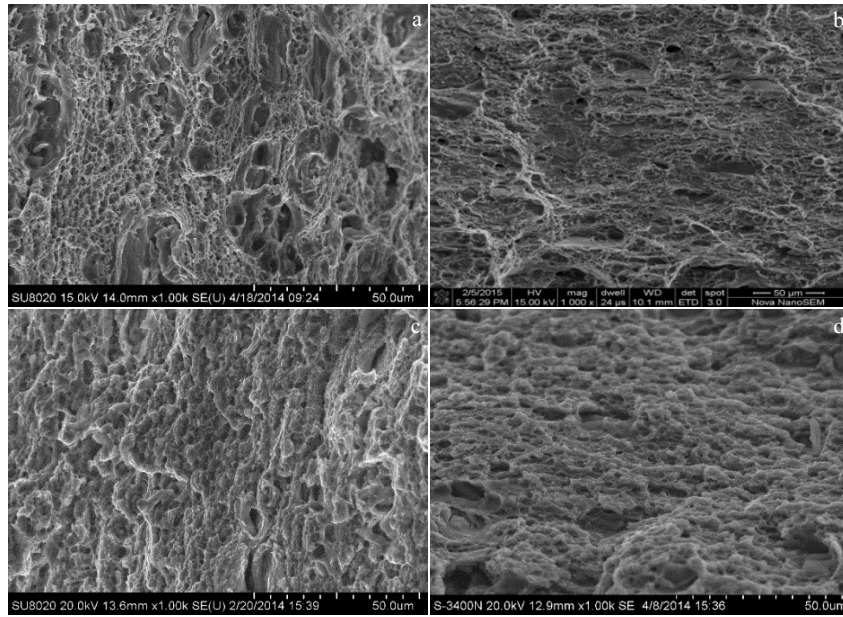


图 5 5E62 合金在 273 K 拉伸的断口形貌

Fig.5 SEM images of tensile fracture of 5E62 alloys at 273 K: (a) H112, (b) H114, (c) O, and (d) H32

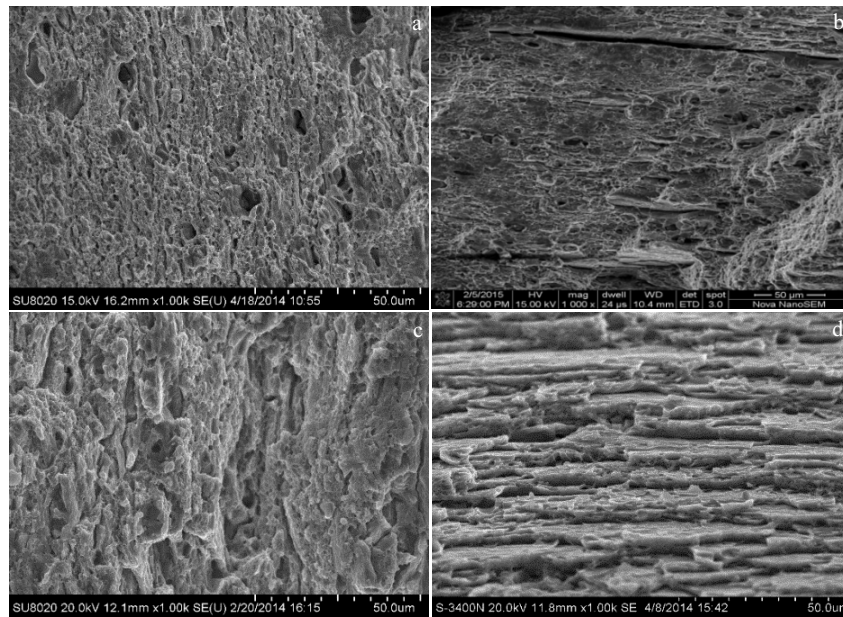


图 6 5E62 合金在 77 K 拉伸的断口形貌

Fig.6 SEM images of tensile fracture of 5E62 alloys at 77 K: (a) H112, (b) H114, (c) O, and (d) H32

状开裂的特征方向与轧制方向平行, 微观上, 断口呈现出岩石状, 韧窝数量明显减少, 并且在断口表面的晶界上有大量的小韧窝, 断裂机理属于韧性的沿晶断裂; H32 态断口颜色较亮, 出现层片状开裂, 但是片层间距相对于 O 态较小, 微观上, 断口呈现出河流状花样, 其断裂机制为典型的脆性解理断裂。

### 2.5 冲击断口

图 7 为 5E62 合金在 273 K 冲击的断口形貌。H112

态在室温下的断口主要由纤维区和剪切唇区组成, 断口呈现出杯锥状, 微观上, 韧窝尺寸较大, 深度较浅, 并且在韧窝底部发现大量破碎的第二相粒子; H114 态室温断口与 H112 态合金相比, 纤维区所占面积减小, 微观上, 以韧窝和撕裂棱为主要形貌特征, 韧窝尺寸较大; O 态室温冲击的断口呈现出大量的撕裂棱, 在剪切应力的作用下, 形成了很多剪切小面, 剪切小面上有许多拉长韧窝和浅韧窝, 同时发现大量的第二相粒子, 这是由

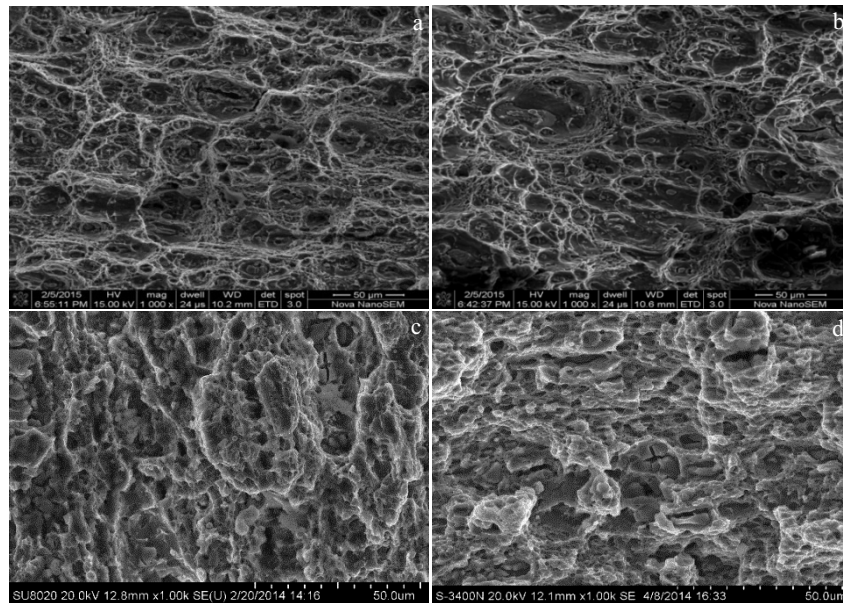


图 7 5E62 合金在 273 K 冲击的断口形貌

Fig.7 SEM images of impact fracture of 5E62 alloys at 273 K: (a) H112, (b) H114, (c) O, and (d) H32

于试样的塑性变形时间较短，第二相粒子周围的孔洞还没有来得及长大；H32 态断口上有很多微裂纹，裂纹扩展方向与轧制方向平行，断口颜色较亮，微观上，断口主要由撕裂棱、韧窝和准解理小刻面组成，局部发现大的解理面，断裂机理属于韧脆混合型断裂。

图 8 为 5E62 合金在 77 K 冲击的断口形貌。在 77 K 冲击时，H112 态断口出现层片状开裂，以韧窝和撕裂棱

为主要特征，韧窝尺寸变小，深度变深，剪切唇区的韧窝以拉长韧窝和浅韧窝为主，断裂机理为微孔聚集型断裂；H114 态断口出现层状开裂，与 H112 态合金相比，开裂现象比较剧烈，断口同样呈现大量的撕裂棱和韧窝，韧窝尺寸变小，部分呈现出抛物线状的撕裂韧窝；O 态 77 K 时，断口的纤维区面积减小，放射区面积增加，出现层片状开裂，断口颜色变亮，微观上，断口形貌以较

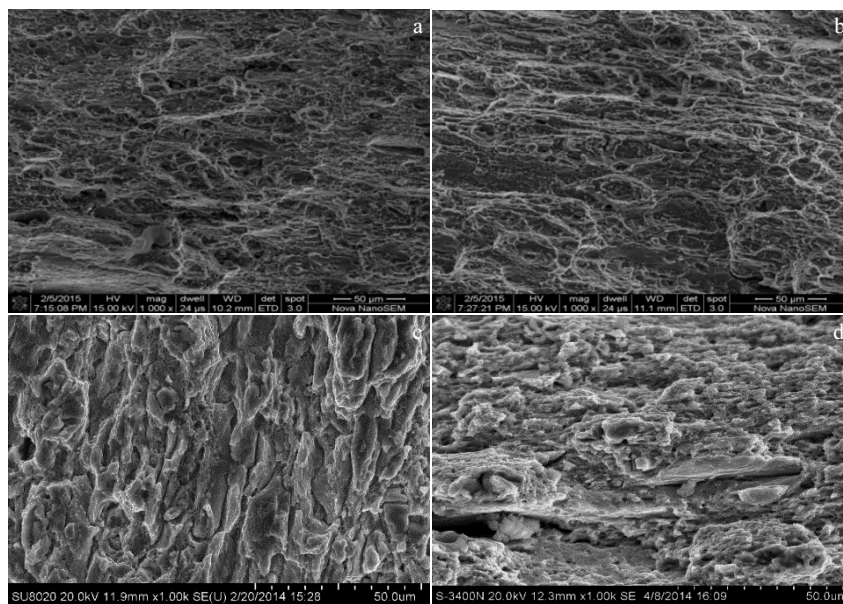


图 8 5E62 合金在 77 K 冲击断口形貌

Fig.8 SEM images of impact fracture of 5E62 alloys at 77 K: (a) H112, (b) H114, (c) O, and (d) H32

小的韧窝和撕裂棱为主要特征, 韧窝的数量减少, 且断口呈现出沿晶断裂的特征, 其断裂机理为韧性的沿晶断裂。通过对断口的分析也可以发现, O 态合金在温度降到 77 K 时, 其塑性是降低的, 且塑性下降幅度比较大, 也说明其韧性下降的比较剧烈; H32 态断口的层片状开裂相比 O 态更剧烈, 撕裂棱和韧窝的数量明显减少, 大的解理面的数量增多, 断口呈现沿晶断裂的特征。这说明 H32 态合金在室温和低温下的塑性相比 O 态更低。

### 3 讨 论

温度对铝合金强度的影响是通过对合金微观组织的影响导致的, 特别是对位错运动的影响不同所造成的。由于低温时, 晶格热振动能变小, 位错运动跨越势垒所需的外力增加, 即短程阻力 (P-N 力) 随温度降低而增大, 而长程阻力, 由于位错攀移所需的外力不是很大, 其随温度降低变化不大<sup>[16]</sup>。因此, 当测试温度降低时, 流变阻力增加, 从而使金属屈服强度得到提高。

经不完全退火处理后的合金 (H32 态) 的位错密度有所降低, 异号位错相互抵消, 发生多边形化, 使抗拉强度、屈服强度均有不同程度的降低, 塑性得到较大程度改善; 经完全退火后的合金 (O 态) 由于发生了完全再结晶, 位错密度大大降低, 变形组织消失, 形成新的无畸变等轴再结晶晶核, 所以其强度最低, 但塑性大大提高; 热轧态合金 (H112 态、H114 态) 由于其变形是在再结晶温度以上进行的, 其在加工过程中会发生形变强化、动态回复及动态再结晶, 是一个极其复杂的高温、动态、瞬时过程。

5E62 铝合金中主要包含 3 种第二相粒子: 粗大的 Al<sub>6</sub>Mn 相和 Al<sub>3</sub>Er 相混合物、微米级 Al<sub>6</sub>Mn 相和纳米级 Al<sub>3</sub>Er 相。如果粗大的第二相与基体的结合力不强, 就会与基体脱离形成微空洞, 在滑移的作用下, 微空洞聚集长大就会产生微裂纹; 如果第二相与基体结合力较强, 塑性变形使第二相的周围聚集大量的位错环, 产生应力集中, 使第二相粒子发生脆断而导致裂纹扩展。纳米级的 Al<sub>3</sub>Er 相通过钉扎位错阻碍其滑移, 可以延缓裂纹的扩展。Al<sub>6</sub>Mn 相在实验合金的热轧过程中钉扎位错和亚晶界抑制再结晶, 从而得到细小晶粒, 对实验合金的冲击韧性比较有利。

### 4 结 论

1) 5E62 合金的屈服强度和抗拉强度均随着测试温度的降低而明显升高, 其中强度由高到低分别为中间 H32 态, 温轧 H114 态, 热轧 H112 态及完全退火 O 态。  
2) 合金的冲击韧性值均是随着测试温度的降低而

降低, 其中 H114 态与 H112 态合金的冲击性能最高且随温度的变化几乎相同, O 态次之, H32 态最低。

3) H114 态由于温轧过程中发生了动态回复, 位错结规程, 亚晶界较多, 因此不仅在室温和低温下具有较高的强度、塑性, 而且其冲击韧性值与轧制前的 H112 态相比几乎没有降低, 其在低温时仍保持较高的冲击韧性值, 实现了高强度和高冲击性能的匹配。

### 参考文献 References

- [1] Davydov V G, Rostova T D, Zakharov V V *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 280(1): 30
- [2] Wu Z G, Song M, He Y H. *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 504: 183
- [3] Wilson B A. *Corrosion Science*[J], 1971, 11(7): 527
- [4] Wen S P, Xing Z B, Huang H *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 516: 42
- [5] He L Z, Li X H, Liu X T *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(29-30): 7510
- [6] Pitbladao R M, Woodward J L. *Journal of Loss Prevention in the Process Industries*[J], 2011, 24(6): 827
- [7] Huang S, Chiu C H, Elliot D. *LNG: Basics of Liquefied Natural Gas*[M]. Austin: The University of Texas at Austin, 2007
- [8] Gu Anzhong(顾安忠). *LNG Technical Manual(液化天然气技术手册)*[M]. Beijing: China Machine Press, 2010
- [9] Brown T, Jukes P, Sun J. *Mechanical Design of Subsea and Buried LNG Pipelines*[A]. Texas, USA: Richardson Offshore Technology Conference, 2009: OTC 20226
- [10] Yanagawa Masahiro(柳川政洋). *Light Alloy(轻金属)*[J], 1994, 44(9): 492
- [11] Sohn K S, Lee Y J, Lee S *et al.* *Scripta Metallurgica et Materialia*[J], 1995, 32(8): 1255
- [12] Park Kyung-Tae, Park Jun Hwan, Lee Yong Shin *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 408: 102
- [13] Wang Dongning(王东宁), Lv Zhanjiang(吕占江), Wang Shuhua(王淑花). *Metal Hotworking Technology(热处理加工工艺)*[J], 2007, 36(10): 28
- [14] Liu Ying(刘 瑛), Zhang Xinming(张新明), Li Huizhong(李慧中) *et al.* *Heat Treatment of Metals(金属热处理)*[J], 2007, 32(1): 53
- [15] Mi Xujun(米绪军), Yuan Guansen(袁冠森), Zhao Zhuoyong(赵卓雍) *et al.* *Chinese Journal of Rare Metals(稀有金属)*[J], 1993, 17(4): 270
- [16] Chen Ding(陈 鼎), Chen Zhenhua(陈振华). *Aerospace Materials & Technology(宇航材料工艺)*[J], 2000(4): 1

## Mechanical Properties at Low Temperature and Microstructure of Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er Alloy

Liu Ran, Huang Hui, Ma Jun, Wen Shengping, Gao Kunyuan, Wu Xiaolan, Nie Zuoren

(Beijing University of Technology, Beijing 100124, China)

**Abstract:** The tensile strength and impact properties at low temperature were investigated on Al-6Mg-0.8Zn-0.5Mn-0.2Zr-0.2Er alloy for cold rolled, warm rolled and fully annealed samples. The original microstructures, tensile fracture and impact fracture were observed using 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 impact properties. The results show that with the decreasing of testing temperature, the stresses are drastically increased as well as the impact properties. The warm rolled alloy with more sub-boundaries has a higher strength and impact property, which realizes the matching of high strength and toughness.

**Key words:** xxx aluminum alloy; tensile strength; impact properties; fracture scanning

---

Corresponding author: Huang Hui, Researcher, 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