

ZL114A 合金的双级固溶处理工艺研究

仲崇宇¹, 房灿峰¹, 王蓉¹, 冯杰涛¹, 尹家新², 王德清², 姜建兵³, 王英敏³

(1. 大连理工大学 辽宁省凝固控制与数字化制备技术重点实验室, 辽宁 大连 116024)

(2. 湖北三江航天万峰科技发展有限公司, 湖北 孝感 432100)

(3. 大连理工大学 三束材料改性教育部重点实验室, 辽宁 大连 116024)

摘要: 传统 T6 热处理的 ZL114A 合金难以满足航空航天领域日益提高的性能要求。为此, 设计了新型低温-高温双级固溶热处理工艺, 对比研究了单级固溶和双级固溶对后续时效组织和力学性能的影响。结果表明, 双级固溶处理将基体中 Mg 溶解度从 0.43% 提高到 0.54% (质量分数), 从而显著提高 Mg₂Si 时效析出相的数目密度, 并将单级固溶难以消除的长条状 π -Fe (Al₈MgFe₃Si₆) 相转变成球状 β -Fe (Al₅FeSi) 相, 同时提高共晶硅颗粒的圆整度。由此, ZL114A 合金的力学性能得到明显改善, 其中抗拉强度、屈服强度和伸长率分别达到 347 MPa、287 MPa 和 7.7%。

关键词: ZL114A 合金; 双级固溶处理; 共晶硅

中图分类号: TG146.21

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)12-4788-05

ZL114A 合金具有高的比强度和良好耐蚀性, 在航空航天领域已有较广泛应用^[1,2], 其零部件一般经过 T6 热处理(单级固溶处理+时效处理)^[3]。早期热处理工艺, 通常采取 8 h 以上的长时固溶处理^[4,5]。后期研究表明, 1~2 h 短时固溶即可完成 Mg₂Si 相的分解与溶解, 并因避免了共晶 Si 相的粗化(但存在锐化现象), 材料反而获得了更高的强韧性^[6,7]。但受固溶温度(一般为 535~545 °C)的限制, 基体 Mg 溶解度亦存在极限(<0.5%, 质量分数)^[8,9], 且对含 Fe 杂质相的结构、形貌调控能力有限, 而固溶时间的长短都无法改变这一现状^[10,11]。如提高固溶温度, 即可增加 Mg 溶解度, 但将面临局部过烧或晶粒异常粗化的风险^[12]。

为此, 本研究设计了新型低温-高温双级固溶处理工艺, 试图在保证热处理质量的前提下, 提高 Mg 溶解度、调控含 Fe 杂质相与共晶硅的形貌, 达到整体提升 ZL114A 合金性能的目的。

1 实验

实验用主要材料有 ZL114A 合金锭、Al-10Sr 变质剂、Al-5Ti-1B 细化剂, 以及 GJL170602 铝合金专用精炼剂。试样采用低压铸造工艺制备, 主要工艺参数为: 浇注温度 695 °C、充型速度 40 mm/s、保压压力 250 kPa、保压时间 480 s。表 1 为低压铸造试样的化

学成分。

采用 DSC822° 型差示扫描量热仪对合金进行 DSC 分析。根据 ZL114A 合金 DSC 曲线(图 1), 多相共晶组织熔化起始温度为 552 °C。为避免过烧, 一级固溶温度选取为 540 °C。随着固溶时间延长, 熔化吸热峰变小直至消失, 表明多相共晶组织逐渐解体并融入基体中, 也预示了升温至 550 °C 的固溶不会产生过烧现象。综上, 设计了低温-高温双级固溶工艺, 具体为 540 °C/14 h+550 °C/2 h, 并与 540 °C/2 h, 540 °C/14 h 这 2 种单级固溶工艺作对比研究。固溶处理后, 时效工艺均为: 165 °C/10 h。具体热处理工艺如表 2 所示。

采用 XJL-30 光学显微镜(OM)、SUPRA55 扫描电子显微镜(SEM)、JOEL-2010 透射电子显微镜(TEM)观察样品的微观组织结构, 并使用 Image J 分析软件统计样品中共晶硅颗粒尺寸。利用 JXA-8530F 电子探针(EPMA)对试样进行点、面成分分析。至少 10 个晶内 EPMA 点分析结果的平均值作为 α -Al 中固溶元

表 1 低压铸造 ZL114A 合金化学成分

Table 1 Chemical composition of low pressure casting ZL114A

aluminum alloy (ω %)

Si	Mg	Fe	Ti	Be	Sr	Al
7.23	0.63	0.06	0.15	0.04	0.03	Bal.

收稿日期: 2022-05-07

基金项目: 国家自然科学基金(52174357)

作者简介: 仲崇宇, 男, 1990 年生, 硕士生, 大连理工大学材料科学与工程学院, 辽宁 大连 116024, 电话: 0411-84706114, E-mail: 15642381991@mail.dlut.edu.cn

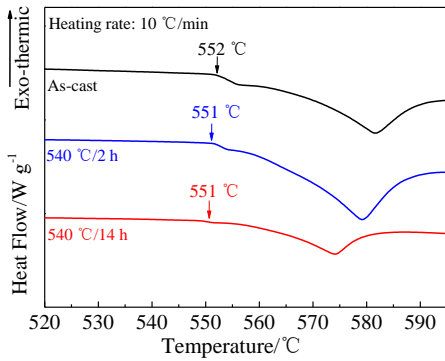


图 1 铸态及不同固溶处理状态下 ZL114A 合金 DSC 曲线
Fig.1 DSC curves of ZL114A alloy in as-cast and different solution treatment states

表 2 ZL114A 合金热处理工艺

Table 2 Heat treatment process of ZL114A alloy

Type	Heat treatment
1	540 °C/2 h; 165 °C/10 h
2	540 °C/14 h; 165 °C/10 h
3	540 °C/14 h+550 °C/2 h; 165 °C/10 h

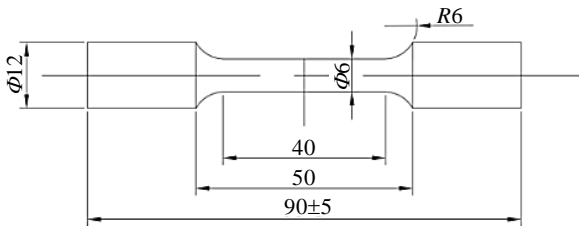


图 2 拉伸试样尺寸

Fig.2 Dimensions of tensile specimen

素的含量。拉伸试验采用 UTM5504 型电子通用测试机进行, 拉伸速率为 2 mm/min, 拉伸试样尺寸如图 2, 取 3~5 个拉伸测试结果的平均值作为相应热处理状态下的力学性能。

2 结果与讨论

2.1 固溶态组织

图 3 为不同条件下 ZL114A 合金的金相组织。ZL114A 合金铸态组织由 α -Al 和共晶硅组成。其中, 共晶硅主要以 3 种形态存在: 纤维状、片状和针状。统计显示, 随着单级固溶时间的延长, 片状或针状共晶硅逐渐溶解破碎, 且发生明显球化 (共晶硅单颗粒平均长宽比从 1.84 降至 1.71)、粗化 (共晶硅单颗粒平均面积从 $7.1 \mu\text{m}^2$ 增至 $12.0 \mu\text{m}^2$)。双级固溶处理后, 共晶硅单颗粒平均长宽比降至 1.67, 球化程度进一步提高, 但未见显著长大粗化 (共晶硅单颗粒平均面积为 $12.4 \mu\text{m}^2$)。

SEM 分析 (图 4) 显示, 铸态合金中共晶硅处存在着板状 θ -Fe(Al_3Fe_4)、 β -Fe(Al_3FeSi) 和长条状 π -Fe ($\text{Al}_8\text{MgFe}_3\text{Si}_6$) 含铁相。无论短时或长时单级固溶都可促使板状含铁相转变为球状 β -Fe 相, 但无法改变 π -Fe 相的结构与形貌; 而双级固溶后, π -Fe 相全部转变为球状 β -Fe 相。从电子探针面扫描和背散射电子 (BEI) 图像可以看出 (图 5), 铸态组织存在大量 Mg_2Si 相及少量含镁铁相。单级固溶后, 仍有少部分 Mg_2Si 未溶入基体, 且 π -Fe 相始终存在; 而双级固溶处理后, Mg 元素分布均匀, 表明 Mg_2Si 相全部溶入基体, 且 π -Fe 相也全部转化为无 Mg 铁相。 π -Fe 向 β -Fe 相转变主要受 Mg 元素扩散主导: 低温 (540 °C) 固溶阶段, Mg_2Si 相部分溶解即可使基体中 Mg 元素达到该温度

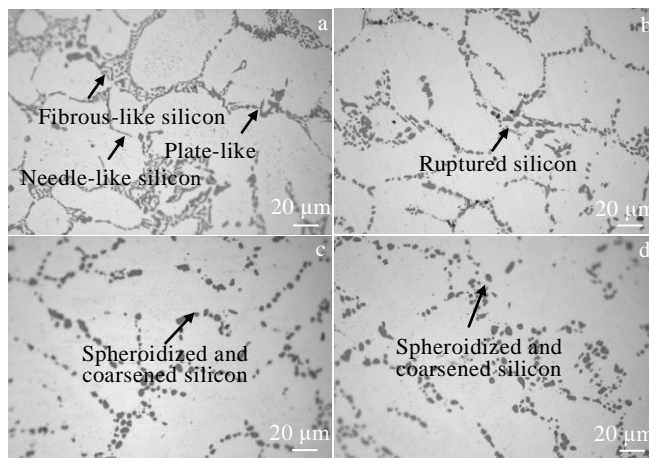


图 3 不同状态 ZL114A 合金金相组织

Fig.3 OM microstructures of ZL114A alloy in different states: (a) as-cast; (b) 540 °C/2 h; (c) 540 °C/14 h; (d) 540 °C/14 h+550 °C/2 h

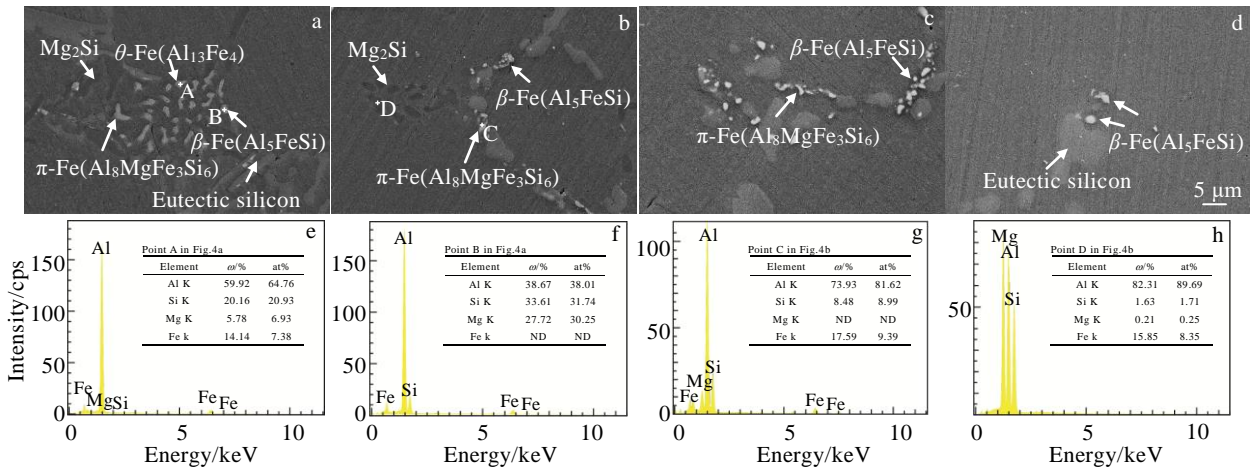


图 4 不同状态 ZL114A 合金 SEM 组织及不同位置点 EDS 分析结果

Fig.4 SEM microstructures (a~d) and EDS analysis results (e~h) of different points of ZL114A alloy in different states: (a, e) as-cast; (b, f) 540 °C/2 h; (c, g) 540 °C/14 h; (d, h) 540 °C/14 h+550 °C/2 h

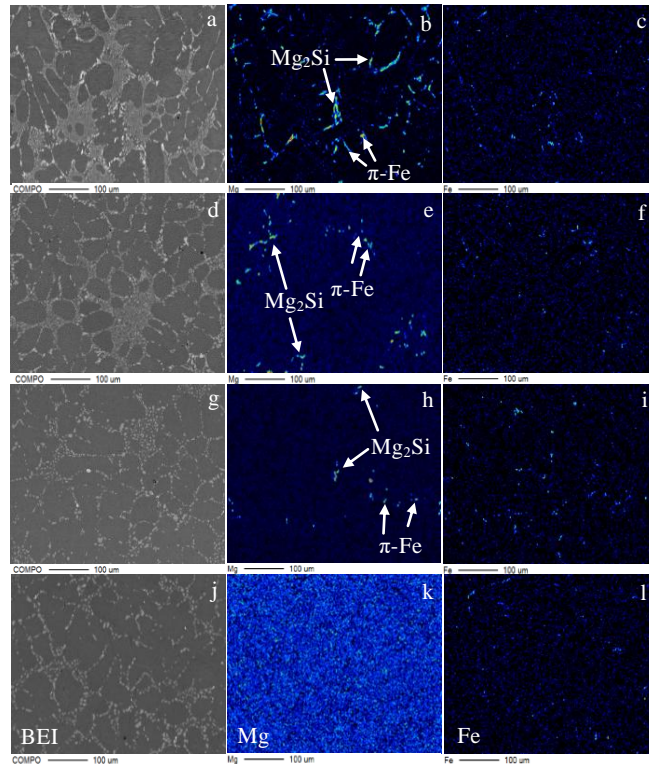


图 5 不同状态 ZL114A 合金背散射电子照片及 EPMA 元素面分析

Fig.5 BEI images and EPMA mapping results of element Mg and Fe of ZL114A alloy in different states: (a~c) as-cast; (d~f) 540 °C/2 h; (g~i) 540 °C/14 h; (j~l) 540 °C/14 h+550 °C/2 h

表 3 不同状态下 ZL114A 合金基体各元素浓度

Table 3 Element concentrations of ZL114A alloy matrix in different states (wt%)

State	Mg	Si	Al
As-cast	0.25	0.79	Bal.
540 °C/2 h	0.43	0.94	Bal.
540 °C/14 h	0.43	1.05	Bal.
540 °C/14 h+550 °C/2 h	0.54	1.12	Bal.

下溶解度极限 (0.43%, 见表 3), 因此 π -Fe 相难以分解; 高温 (550 °C) 固溶阶段, Mg 元素溶解度提升至 0.54%, 意味着 π -Fe 相不再稳定, 从而转化成 β -Fe 相, 释放的 Mg 元素亦溶入基体。

2.2 时效态组织性能

图 6 为不同固溶处理后时效态合金沿 Al-[001]带轴的 TEM 明场像、高分辨像 (HRTEM)。沉淀相颗粒尺寸统计分析表明, 双级固溶处理 (3.22 nm) 与单级固溶

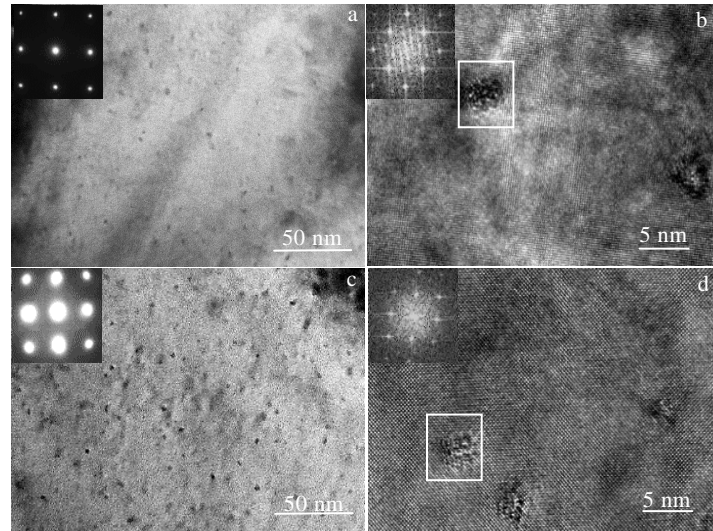


图 6 不同状态 ZL114A 合金的 TEM 明场像和 HRTEM 照片

Fig.6 TEM bright field (a, c) and HRTEM (b, d) images of ZL114A alloy in different states: (a, b) 540 °C/2 h, 165 °C/10 h; (c, d) 540 °C/14 h+550 °C/2 h, 165 °C/10 h

处理(3.18 nm)后沉淀物的平均粒径非常相近。这说明, 长时高温的双级固溶工艺对时效析出相尺寸影响较小。析出相所产生的沉淀硬化可表示为^[13]:

$$\sigma_y = \sigma_0 + kr^{\frac{1}{2}} f^{\frac{1}{2}} \quad (1)$$

其中, σ_y 、 σ_0 分别是合金的最终屈服强度和初始屈服强度, k 为常数; r 为沉淀物的平均直径; f 为沉淀物的数目密度。TEM 高分辨分析区域的薄膜厚度约为 100 nm, 据此估算出双级固溶处理析出相的数目密度约为 $6.0 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$, 显著高于单级固溶处理的 $2.4 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$, 预示着双级固溶处理后时效态合金将表现出更高的屈服强度。

图 7 给出了不同热处理条件下的典型工程应力-应变曲线。单级固溶处理合金时效后无法兼顾强韧性。短时固溶 (2 h) 合金的抗拉强度 (UTS) 和屈服强度 (YS) 为 338、273 MPa, 但塑性 (伸长率 5.4%) 较差; 长时固溶 (14 h) 合金塑性提高到 7.7%, 但强度较低 (UTS 为 328 MPa, YS 为 258 MPa)。而双级固溶处理合金在抗拉强度与屈服强度提高到 347、287 MPa 的同时, 保持了良好的塑性 (伸长率 7.7%)。这是得益于双级固溶中的高温固溶阶段提高了基体中 Mg 元素溶解度, 为后续人工时效储备了更大的调控空间, 增强了析出强化效果^[14]; 此外, 双级固溶处理还利于共晶硅圆整度的提高, 以及长条状 π -Fe 相转换为球状 β -Fe 相, 降低了其对基体的割裂作用, 保证了良好塑性^[15]。

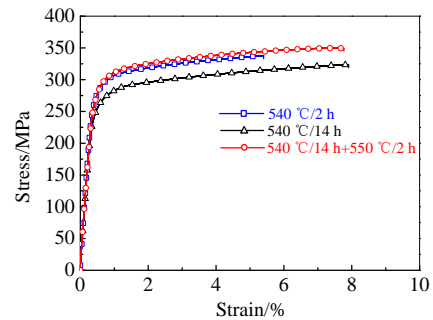


图 7 不同状态 ZL114A 合金的工程应力-应变曲线

Fig.7 Engineering stress-strain curves of ZL114A alloy in different states

3 结 论

1) 提出 ZL114A 合金的新型低温-高温的双级固溶处理工艺: 540 °C/14 h+550 °C/2 h。

2) 对比单级固溶, 双级固溶处理具有对第二相更强的调控能力: 基体中 Mg 溶解度从 0.43% 增至 0.54% (质量分数), 进而显著提升后续时效过程 Mg_2Si 相的析出数目密度; 长条状 π -Fe 相、板状 β -Fe 相转变成球状 β -Fe 相, 且共晶硅形貌圆整度进一步提高。

3) ZL114A 合金经 2 h 短时/14 h 长时单级固溶并时效的抗拉强度、屈服强度和伸长率分别为: 338 MPa/328 MPa、273 MPa/258 MPa 和 5.4%/7.7%。新热处理工艺在提高强度的同时, 保证了材料的良好塑性, 使得 ZL114A 合金的抗拉强度、屈服强度和伸长率分别达到 347 MPa、287 MPa 和 7.7%。

参考文献 References

- [1] Fan Zhenzhong(樊振中), Wang Duanzhi(王端志), Wang Kunpeng(王鲲鹏) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(12): 3880
- [2] Qin Lanyun(钦兰云), Pang Shuang(庞爽), Yang Guang(杨光) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(6): 1596
- [3] He Xiaojun(贺晓军), He Zhiyong(何智勇), Liu Yang(刘洋) *et al. Aerospace Materials and Technology*(宇航材料工艺)[J], 2013, 43(3): 92
- [4] Kang Fuwei(康福伟), Li Ruyi(李如一), Qiao Xin(乔昕) *et al. Journal of Harbin University of Science and Technology*(哈尔滨理工大学学报)[J], 2019, 24(1): 113
- [5] Wu M Z, Zhang J W, Zhang Y B *et al. Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2018, 27(11): 5992
- [6] Lados D A, Apelian D, Wang L B *et al. Metallurgical and Materials Transactions B*[J], 2011, 42: 181
- [7] Cai Q, Mendis C L, Chang I T H *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2020, 788: 139 610
- [8] Shivkumar S, Ricci S, Keller C *et al. Journal of Heat Treating*[J], 1990, 8(1): 63
- [9] Taylor J A, Stjohn D H, Barresi J *et al. Materials Science Forum*[J], 2000, 331-337: 277
- [10] Wu Liang(吴亮), Jin Qinglin(金青林), Jiang Yehua(蒋业华) *et al. Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2013, 34(4): 51
- [11] Wu X, Zhang H, Ma Z *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 786: 205
- [12] Wang Q G, Davidson C J. *Journal of Materials Science*[J], 2001, 36(3): 739
- [13] Kim Y, Mishra R K, Sachdev A K *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 820: 141 566
- [14] Donlon W T. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2003, 34(3): 523
- [15] Que Z, Mendis C. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2020, 836: 155 515

Research on Two-Stage Solution Treatment Process of ZL114A Alloy

Zhong Chongyu¹, Fang Canfeng¹, Wang Rong¹, Feng Jietao¹, Yin Jiaxin², Wang Deqing²,
Qiang Jianbing³, Wang Yingmin³

(1. Key Laboratory of Solidification Control and Digital Preparation Technology (Liaoning Province), Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

(2. Hubei Sanjiang Aerospace Wanfeng Technology Development Co., Ltd, Xiaogan 432100, China)

(3. Key Laboratory of Materials Modification, Ministry of Education, Dalian University of Technology, Dalian 116024, China)

Abstract: The traditional T6 heat treatment of ZL114A alloy is difficult to meet the increasing performance requirements of aerospace field. Therefore, a new low-to-high two-stage solution heat treatment process was designed in this paper, and the effects of single-stage solution treatment and two-stage solution treatment on the microstructure and mechanical performance of subsequent aged alloys were investigated. The results show that the two-stage solution treatment increases the Mg concentration from 0.43 wt% up to 0.54 wt%, and significantly improves the number density of Mg₂Si aging precipitates, and promotes the intractable long strips π -Fe (Al₈MgFe₃Si₆) phase which is difficult to eliminate in the single-stage solution treatment, into spherical β -Fe (Al₅FeSi). At the same time, eutectic silicon particles with higher spheroidization were obtained. As a result, the mechanical properties of ZL114A alloy are significantly improved: the ultimate tensile strength is 347 MPa, the yield strength is 287 MPa, and the elongation is 7.7%.

Key words: ZL114A alloy; two-stage solution treatment; eutectic silicon

Corresponding author: Fang Canfeng, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, P. R. China, Tel: 0086-411-84706114, E-mail: fcf@dlut.edu.cn