



深冷时效循环处理铝基原位 复合材料的显微组织和力学性能

李桂荣^{1,2}, 崔玉华¹, 王宏明¹, 赵玉涛¹

(1. 江苏大学 材料科学与工程学院, 镇江 212013;
2. 上海交通大学 金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200240)

摘要: 采用熔体直接反应法, 以工业 7055 铝合金为基体, 利用 K_2TiF_6 和 K_2ZrF_6 多组元制备 $Al_3(Ti_{0.5}Zr_{0.5})$ 原位颗粒强化铝基复合材料, 再将复合材料经过挤压、固溶时效处理后进行深冷时效循环处理。采用正交实验设计法研究降温速度、处理时间和循环次数对复合材料显微组织和力学性能的影响。采用差示热分析仪对复合材料进行低温热分析, 采用 SEM 和 TEM 对材料显微组织进行观察。结果表明: 材料从液氮温度 77 K 升温至 165 K 左右时出现了明显的放热峰, 此温度处出现了相变。热计算结果表明该温度下大量析出了 S 相(Al_2CuMg)。深冷处理后复合材料内部细小析出相数量增多, 主要组分是 $\eta(MgZn_2)$ 相和 $\eta'(MgZn_2')$ 相; 随着降温速度、处理时间和循环次数增加, 性质不稳定且硬度高的 η' 相数量减少, 性质稳定硬度较低的 η 相数量增加。与未冷处理试样相比, 深冷时效循环处理后试样的平均抗拉强度提高 14.7%, 冲击韧性提高 10.9%, 伸长率提高 50%, 断裂机制为韧窝型断裂机制。当试样具有高强度、高韧性时, 对应的最优冷处理参数为: 降温速度 v 为 1 °C/min、保温时间 t 为 24 h、循环次数 N 为 1 或 2。当试样的伸长率最高时, 对应的参数为: v 为 10 °C/min、 t 为 36 h、 N 为 1。复合材料强化机制为析出相强化、位错强化和细晶强化等。

关键词: 铝基原位复合材料; 深冷时效循环处理; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146 文献标志码: A

Microstructure and mechanical properties of in-situ aluminum matrix composites treated by cryogenic aging circular treatment

LI Gui-rong^{1,2}, CUI Yu-hua¹, WANG Hong-ming¹, ZHAO Yu-tao¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China;
2. The State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: The in-situ $Al_3(Ti_{0.5}Zr_{0.5})$ composite was synthesized using K_2TiF_6 and K_2ZrF_6 components in 7055 aluminum alloy by melt direct reaction method. Cryogenic aging circular treatment (CACT) was performed after extrusion deformation and solution-aging heat treatment. The effects of cooling rate (v), processing time (t) and circular index (N) on the microstructure and mechanical properties of composites were studied by orthogonal experimental method. The composite was studied by differential scanning calorimetry (DSC) under cryogenic condition, and the microstructure of composite was studied by SEM and TEM. The result shows that when the specimen is heated from the cryogenic temperature (77 K) to about 165 K, there will be an obvious exothermic peak. The phase transforms from matrix to S phase (Al_2CuMg). There are amounts of fine precipitates in the composites, the main components are regarded as η ($MgZn_2$) and η' ($MgZn_2'$) phases. With increasing the v , t and N , the amount of η' phase that is unstable but hard will decrease, while the stable but soft η phase will increase. Compared with the sample without CACT, the average tensile

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51371091, 51001054, 51174099, 51174098); 江苏省自然科学基金资助项目(BK2011533); 金属基复合材料国家重点实验室开放基金资助项目(MMC-KF12-06)

收稿日期: 2014-10-09; 修订日期: 2015-01-09

通信作者: 李桂荣, 副教授, 博士; 电话: 18652886379; E-mail: liguirong@ujs.edu.cn

strength (σ_b), impact toughness (a_k) and elongation (δ) of the sample with CACT have been enhanced by 14.7%, 10.9% and 50%, respectively. The main fracture mechanism is dimple one. When the samples with high σ_b and a_k are acquired, the optimal CACT parameters are: $v=1$ °C/min; $t=24$ h and $N=1$ or 2. When the samples with superior elongation are acquired, the corresponding CACT parameters are: $v=10$ °C/min, $t=36$ h and $N=1$. The strengthening mechanisms of CACT composite are precipitation strengthening, dislocation strengthening and fine crystalline strengthening.

Key words: in-situ aluminum matrix composite; cryogenic aging circular treatment; microstructure; mechanical property

7xxx 系铝合金为 Al-Zn-Mg-Cu 合金, 是航空航天领域使用的一种重要金属材料, 具有超高强度和良好塑性, 在合金基础上对其进行原位颗粒增强的目的在于进一步提高合金的力学性能, 以进一步提高合金的安全使用下限值。一般地变形铝合金在原位复合浇铸完成后需进行挤压或者轧制, 再实施固溶与时效常规热处理, 但常出现时效过程中应力释放不完全、材料的力学性能提高幅度有限的问题^[1-4]。

深冷处理又称超低温处理, 通常以液氮为介质将材料置于 -100 °C 以下, 通过调节不同冷处理参数对材料进行改性调控。目前, 国外深冷处理工艺一般使用在钢的工业生产中, 钢材在冷处理过程中发生残余奥氏体向马氏体的转变, 从而提高钢材的力学性能^[5-8], 而深冷处理在铝合金等有色金属、合金及其复合材料中的研究尚未成熟, 特别是对低温处理过程中的相变特征、材料的显微组织演变规律等的报道还有待完善^[9-12]。崔光华^[13]研究了深冷处理对 SiC_p 颗粒增强铝基复合材料性能的影响, 发现一次深冷处理后复合材料的抗拉强度和屈服强度均提高了约 10%, 硬度提高了 12%; 同时深冷处理降低了由于颗粒和基体热膨胀系数不匹配而在外界引入的热错配应力, 降低了复合材料的界面热阻, 提高了热导率。王秋成等^[14]研究了深冷处理对 7050 铝合金残余应力的影响, 发现将铝合金构件浸入液氮中进行深冷后, 铝合金内部的残余应力消除率达到 58%。本文作者以原位颗粒增强 7055 铝基复合材料作为研究对象, 采用深冷-时效循环处理方法, 研究不同降温速度、处理时间和循环次数下复合材料的显微组织演变规律和性能特性, 为探索深冷处理技术在高性能新材料研发领域的应用提供实验数据和理论基础。

1 实验

制备复合材料的原料包括工业 7055 铝合金、氟锆酸钾(K_2ZrF_6)、氟钛酸钾(K_2TiF_6)等。将 7055 铝合金置于中频感应炉中熔炼, 同时将 K_2ZrF_6 和 K_2TiF_6 在

250 °C 下进行烘干, 然后在 740~750 °C 下用石墨钟罩将反应物压入熔体中进行原位反应, 持续 2~3 min 后进行精炼、细化、扒渣, 在 710~720 °C 时进行浇铸。对铸件进行(450 °C, 24 h)的均质热处理后进行挤压比为 16:1 的热挤压和 T6 热处理, 之后对试样进行不同参数下的深冷时效循环处理(CACT)。图 1 所示为深冷处理箱的结构示意图。实验装置设备采用了对流换热冷却系统, 即液氮经喷管喷出以后在深冷箱内直接产生气化, 利用气化潜热以及低温氮气吸热, 使工件得到降温, 并通过液氮输入量的控制和设备内部的风机转速来控制降温速度, 从而可以调节处理温度和降温速度。

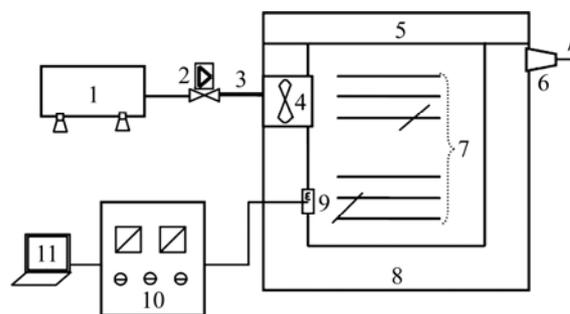


图 1 深冷处理箱的结构示意图

Fig. 1 Schematic diagram of cryogenic treatment container: 1—Liquid nitrogen tank; 2—Solenoid valve; 3—Vacuum insulation tube; 4—Air fan; 5—Tank cover; 6—Gas outlet; 7—Multilayer clapboard; 8—Container; 9—Thermocouple; 10—Electrical cabinet; 11—PC control system

深冷时效循环处理主要考察降温速度(v)、处理时间(t)和循环次数(N)3 个因素对复合材料显微组织和性能的影响。特别指出循环次数不是简单的重复深冷处理, 而是每次深冷处理结束后, 还要将试样升温到一定温度进行保温, 类似时效过程。图 2 所示为循环处理的工艺路线。

由于 CACT 的研究涉及 3 个因素, 每个因素又设计了 3 个水平, 因此采用 $L_9(3^4)$ 正交实验设计法来设计实验。表 1 所列为深冷时效循环处理实验的正交设

计。观察 CACT 后复合材料的显微组织，并测试复合材料的力学性能，再按照表 1 分析实验结果，优化参数组合，并进行 CACT 的作用机制分析。

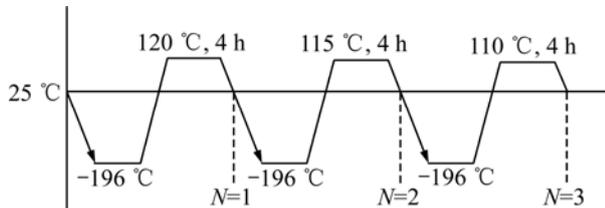


图 2 循环处理的工艺路线

Fig. 2 Process route of circular processing

表 1 复合材料深冷时效循环处理实验正交设计

Table 1 Orthogonal design for cryogenic aging circular treatment on composites

Sample No.	Cooling rate, $v/(^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1})$	Processing time, t/h	Circular index, N
1	1	24	1
2	1	36	2
3	1	48	3
4	5	36	3
5	5	48	1
6	5	24	2
7	10	48	2
8	10	24	3
9	10	36	1

采用 Thermo-CALC 软件计算深冷处理过程中物相的质量变化；采用 DSC204 示差扫描量热仪研究深冷时效过程可能发生的相变，升温制度为：先从室温降温至深冷处理温度，然后再升温至时效温度。采用带有能谱仪(EDS)的 JSM-7001F 型扫描电子显微镜观察复合材料中颗粒新貌和大小；采用 JEOL-JEM-2100(HR)透射电镜观察显微组织中的析出相特征，用 D/max-2500PC 型 XRD 测试半高宽值以获得试样内部的位错密度。根据 Dunn 公式可知峰半高宽度的平方与位错密度成正比，如式(1)所示：

$$\rho = \frac{L^2}{4.35b^2} \quad (1)$$

式中： ρ 为位错密度； L 为峰半高宽； b 为伯格矢量的模。

在 ESH250 型万能拉伸试验机上进行室温拉伸试验，图 3 所示为拉伸试样示意图。

图 4(a)所示为原位反应后复合材料的显微组织，图 4(b)所示为图 4(a)中 A 位置的 EDS 谱，图 4(c)所示

为复合材料的 XRD 谱(因为基体中合金相种类和数量多，为了表征颗粒组分和种类，所以在 XRD 中去除了合金相峰)。由图 4 可知复合材料中的金属间化合物为 $\text{Al}_3(\text{Ti}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})$ ，显微组织为棒状，颗粒平均尺寸为微米级。

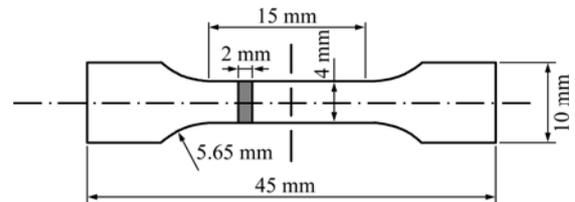


图 3 拉伸试样示意图

Fig. 3 Schematic diagram of tensile specimen

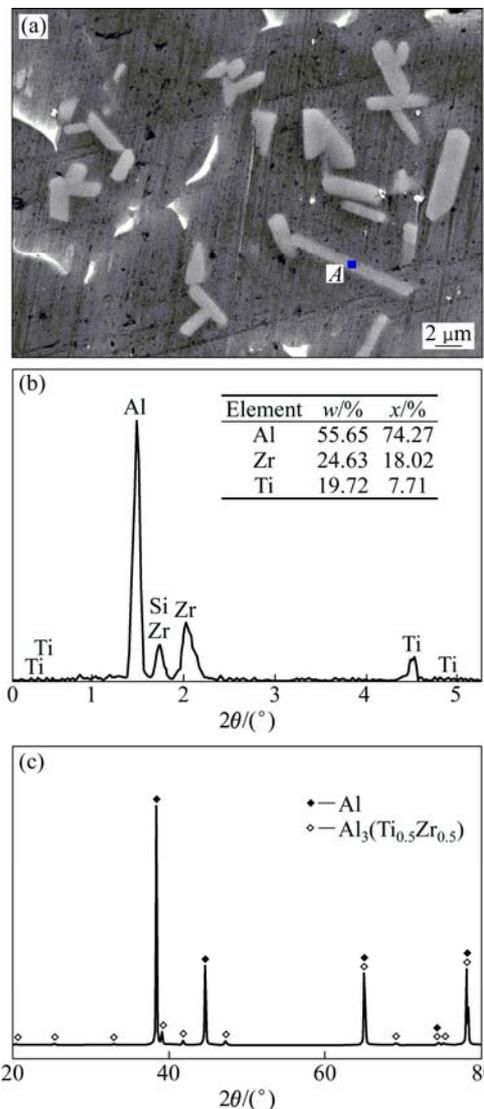


图 4 复合材料中金属间化合物颗粒的 SEM 像(a)，位置 A 的 EDS 谱(b)和 XRD 谱(c)

Fig. 4 SEM image (a), corresponding EDS pattern of position A (b) and XRD pattern (c) of intermetallic compounds particles

2 结果与讨论

2.1 深冷时效循环处理复合材料过程中的相变

图 5 所示为从深冷处理温度升温至时效温度时材料的 DSC 曲线。由图 5 可以看出, 从冷处理温度升温过程中样品在 $-108\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右时均会出现一个明显的放热峰, 因此可知在 $-108\text{ }^{\circ}\text{C}$ 会有新相的生成, 并在此之后生成的新相逐步溶解, 即低温处理改变了复合材料的相变过程。

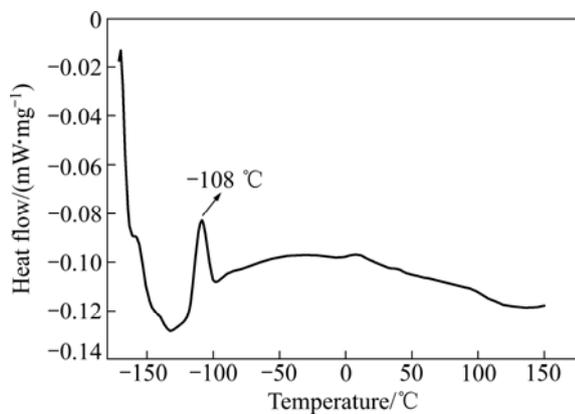


图 5 低温处理时复合材料的 DSC 曲线

Fig. 5 DSC curve of composite treated by cryogenic treatment

辅以 Thermo-Calc 计算结果讨论相变过程。图 6 所示为基体和 Al_2CuMg (S 相)在室温到深冷处理温度 ($77\sim 300\text{ K}$)时物相含量与温度关系。

由图 6 可见, 升温过程中从 77 K 升温至 165 K 阶段, 基体含量(BPN)逐渐减小; 从 165 K 继续升温时, 基体含量增加, 说明在 77 K 升温到 165 K 过程中, 基体中的铝被逐渐消耗生成了其他相。观察发现 Al_2CuMg (S 相)的质量变化规律与基体正好相反, 即从 77 K 升温到 165 K 过程中 Al_2CuMg 质量逐渐增加, 当温度高于 165 K 时, Al_2CuMg 质量下降。结合热分析和热计算结果说明: 165 K 时发生的放热相变, 是基体中的 Al 元素结合 Cu 和 Mg 元素生成 Al_2CuMg 的过程, 是从 77 K 开始到 165 K 左右结束; 随着温度继续升高, S 相逐步溶解。关于 S 相在深冷处理过程中的行为特征还有待深入研究。

2.2 深冷时效循环处理后复合材料的显微组织

图 7 所示为深冷时效循环处理复合材料中的析出相 TEM 像。

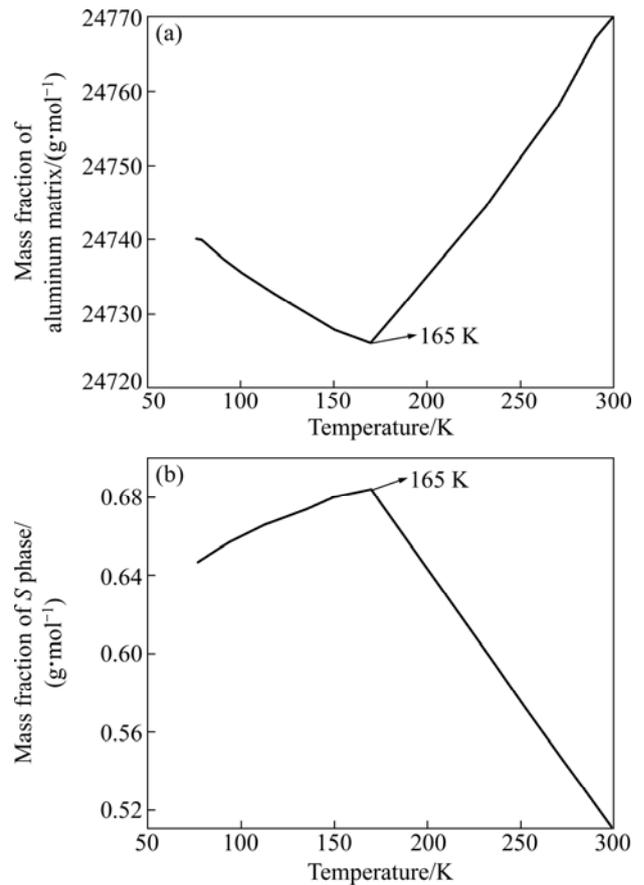


图 6 7055 铝合金中不同相含量与温度的关系

Fig. 6 Relationships between mass fraction of different phases in 7055Al alloy and temperature: (a) Aluminum matrix; (b) Al_2CuMg (S phase)

按照正交实验分析方法研究 v , t , N 3 个因子 3 个水平的分别作用效果, 按照析出相数量由多到少的顺序依次为: $v_1, v_2, v_3; t_1, t_2, t_3; N_1, N_2, N_3$ 。Al-Zn-Mg-Cu 系合金时效过程中沉淀相析出顺序为: α 相(过饱和固溶体)→GP 区→ η' 相(MgZn_2)→ η 相(MgZn_2), 在冷处理条件下, 析出相主要组分是 MgZn_2 。 MgZn_2 有两种存在状态: 一种是非平衡的 MgZn_2 相, 即 η' 相, 与基体半共格, 是主要强化相, 呈针状(见图 7(f)中位置 A); 第二种存在状态是平衡的 MgZn_2 相, 即 η 相, 呈六方结构, 与基体非共格, 呈片状或块状(见图 7(h)中位置 B)。 η 相稳定, 但是硬度较小, 强化作用不够显著。正交分析结果表明: 当 v 从 1、5 增加到 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 、 t 从 24、36 增加到 48 h 时, 低硬度的 η 稳定相数量增多, 成为主要强化相。

图 8 所示为通过 Thermo-calc 软件计算得到的 MgZn_2 相在 $300\sim 77\text{ K}$ 间质量分数与温度的关系, 此时 MgZn_2 相平均质量分数为 6.5%。平衡降温过程中

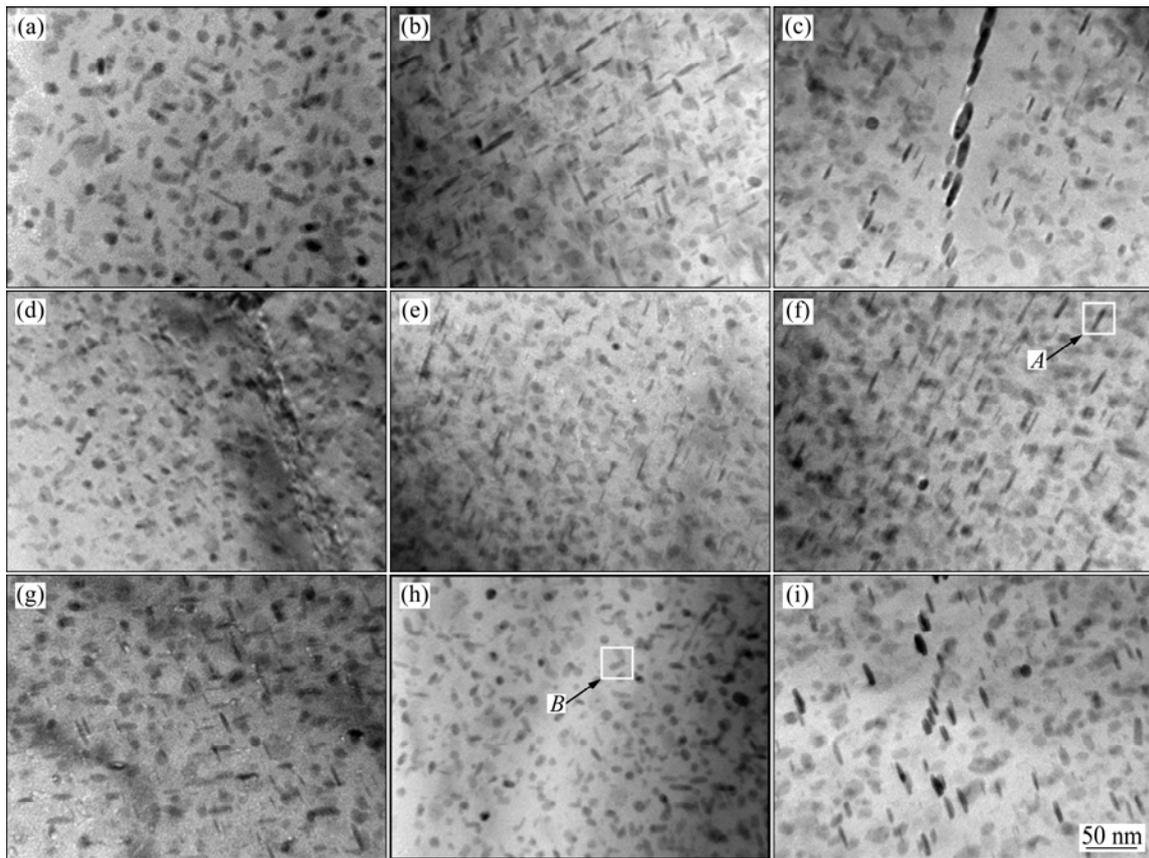


图7 深冷时效循环处理复合材料中基体析出相的TEM像

Fig. 7 TEM images of matrix precipitates in different samples treated by CACT: (a) Sample 1; (b) Sample 2; (c) Sample 3; (d) Sample 4; (e) Sample 5; (f) Sample 6; (g) Sample 7; (h) Sample 8; (i) Sample 9

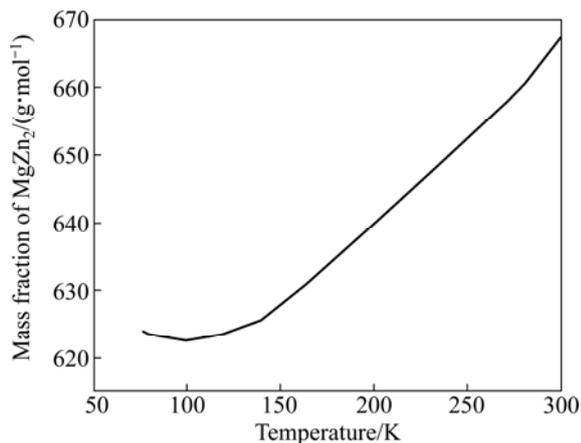


图8 7075 铝合金中 $MgZn_2$ 相质量分数与温度的关系

Fig. 8 Relationship between mass fraction of $MgZn_2$ precipitates in 7055Al alloy and temperature

$MgZn_2$ 相的析出量有所减少, 降幅为 0.5%~1%。通过热力学分析可知, 随着温度的下降, 合金元素 Mg 和 Zn 在合金中溶解度下降, 会同时增加内部结构的稳定程度, 有助于提高材料的尺寸稳定性和耐磨性等与材

料内部能量状态有关的物理化学性能。特别地, 当温度升高到 300 K 时, 质量分数为 0.5%~1% 的细小 $MgZn_2$ 相会沿着孔洞再次析出。尽管质量分数的变化绝对值只有 0.5%~1%, 但是因为 $MgZn_2$ 相尺寸细小, 所以仍保持着较高的体积分数; 而且在较低温条件下, 原子扩散速度慢、距离短, 不利于 $MgZn_2$ 相的长大, 会导致新析出相尺寸减小^[15-16]。

2.3 深冷处理后复合材料的力学性能

表 2 所列为深冷时效循环处理后复合材料的力学性能的正交实验原始结果, 其中试样 0 为未进行深冷的空白样品, FWHM 是 XRD 衍射结果中的半高宽值。可以看出经深冷处理后材料抗拉强度和冲击韧性有小幅增加, 伸长率得到较大幅度的提升。从平均效果看, CACT 复合材料较空白样品试样的抗拉强度提高 14.7%, 伸长率提高 50%, 冲击韧性提高 10.9%。

表 3 所列为深冷时效循环处理后复合材料力学性能正交处理的分析结果。根据正交实验分析结果可知: 深冷时效循环处理复合材料具有高强度和高冲击韧性

特征的优化工艺参数为: $v=1\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, $N=1(\text{或 } 2)$, $t=24\text{ h}$; 复合材料具有高塑性的优化工艺参数为: $v=10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, $N=1$, $t=36\text{ h}$ 。

表 2 深冷时效循环处理后复合材料力学性能的正交实验原始结果

Table 2 Original mechanical properties of composites treated by CACT using orthogonal method

Sample No.	Tensile strength, σ_b/MPa	Elongation, $\delta/\%$	Impact toughness, $a_k/(\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2})$	FWHM, L
0	250	8.10	221.52	0.162
1	310	12.31	280.00	0.169
2	310	10.23	263.34	0.177
3	260	12.12	221.52	0.204
4	295	12.02	232.98	0.226
5	280	12.71	237.60	0.174
6	275	14.14	251.57	0.229
7	285	12.50	228.38	0.141
8	290	10.51	245.16	0.206
9	275	17.42	249.83	0.237

表 3 深冷时效循环处理后复合材料力学性能正交处理分析结果

Table 3 Orthogonal analysis results of mechanical properties of composites treated by CACT

Experimental condition	Tensile strength, σ_b/MPa	Elongation, $\delta/\%$	Impact toughness, $a_k/(\text{kJ}\cdot\text{m}^{-2})$	FWHM, L
Without CACT	250	8.10	221.52	0.162
$v_1=1\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$	293	11.55	254.95	0.183
$v_2=5\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$	283	12.96	240.72	0.211
$v_3=10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$	283	13.48	241.12	0.195
$N_1=1$	288	14.15	255.81	0.193
$N_2=2$	290	12.29	247.76	0.182
$N_3=3$	282	11.55	233.22	0.212
$t_1=24\text{ h}$	292	12.32	258.91	0.201
$t_2=36\text{ h}$	293	13.22	248.72	0.213
$t_3=48\text{ h}$	275	12.44	229.17	0.173

深冷循环处理后复合材料的强韧化机制主要有析出相强化、位错强化、细晶强化等, 材料冷处理参数、力学性能间的对应关系需要从显微组织上进行分析。

图 7 所示的显微组织结果表明: 随着深冷强度增加(即冷却速度增加、处理时间延长、循环次数增多)

后, 性质稳定但是强度小的 η 相数量增加, 会导致复合材料强韧性下降, 强韧化机制主要是析出强化作用。

与空白样对比, 当 $v=1\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 、 $N=1$ 、 $t=24\text{ h}$ 时, 半高宽值 L 较高, 对应较高的位错密度, 此时强韧化机制主要是位错强化作用。在颗粒增强铝基复合材料中, 位错强化主要表现为 Orowan 强化机制, 其对提高材料抗拉强度的贡献值 σ_o 如式(2)所示

$$\sigma_o = \frac{2Gb}{2\pi(1-c)^{1/2}} \frac{1}{\lambda} \ln(D/b) \quad (2)$$

式中: G 为基体的剪切模量; b 为伯格斯矢量的模; c 为泊松比; D 为颗粒的平均直径。根据式(2)可知小尺寸颗粒更有益于发挥 Orowan 强化机制。

图 9 所示为深冷处理后试样中典型的 Orowan 位错环显微组织^[17]。

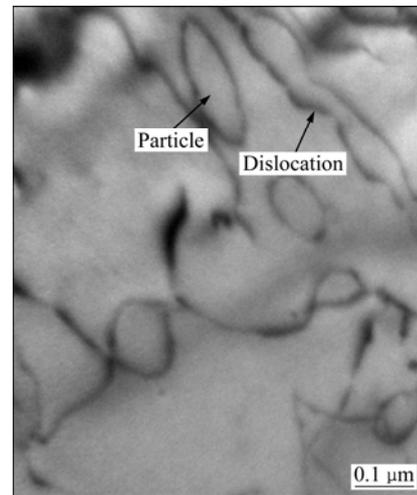


图 9 CACT 铝基复合材料中的典型位错环组织
Fig. 9 Microstructure of typical dislocation loops in CACT aluminum matrix composite

复合材料高伸长率时的优化工艺参数为: $v=10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 、 $N=1$ 、 t 的影响较小(可忽略)。从位错密度来看, 当 $v=1$ 、5 和 $10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 时, 半高宽分别为 0.183、0.211 和 0.195; 当 $v=10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 时, 半高宽值居中, 位错密度处于中间值。当 $N=1$ 、2 和 3 时, 半高宽分别为 0.193、0.182 和 0.212; 当 $N=1$ 时, 半高宽值居中, 位错密度处于中间值。该条件下对应材料较高的伸长率和塑性。分析认为当位错密度低时, 生成的纳米亚晶组织少, 不易发挥细晶强化作用; 而当位错密度高时, 容易出现位错缠结和局部团簇现象, 不利于改善塑性; 而当位错密度适中时易生成高密度纳米亚晶组织, 起到细晶效果。在拉伸过程中, 细晶材料塑性变形趋于均匀, 应力集中程度减小; 同时晶界面积大, 晶界曲折度增加, 减缓了裂纹的扩展, 使得材料

能承受更大的应力和应变作用。此时强韧化机制主要为细晶强化的作用。

2.4 拉伸断口形貌

图 10 所示为经深冷处理前后复合材料的拉伸断口 SEM 像。由图 10(a)可以看出, 未经冷处理的复合材料的拉伸断口韧窝较少(见图 10(a)中区域 D), 有较大范围的脆性断裂平台(见图 10(a)中区域 C), 同时可以看到脆性断裂裂纹(见图 10(a)中区域 E), 断裂类型为韧窝和准解理型的混合型断裂特征。

经深冷处理的复合材料韧窝数量明显增多, 而且在局部区域呈现出大量细小韧窝, 未发现脆性断裂平台、断裂裂纹等脆性断裂特征, 为典型的韧窝型断裂特征(见图 10(b)中区域 F)。因此, 从拉伸断口 SEM 像可以看出, 深冷处理后的样品较之未深冷处理样品呈现出更好的韧性, 从拉伸数据上分析, 则表现在较好的伸长率, 这与上述拉伸数据的结果是吻合的。

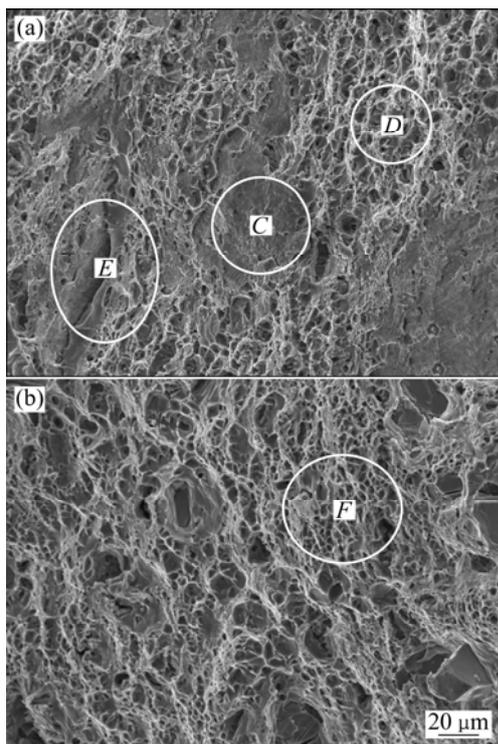


图 10 深冷时效循环处理前后铝基复合材料拉伸断口 SEM 像

Fig. 10 Tensile fracture SEM images of aluminum matrix composite without CACT (a) and with CACT (b)

3 结论

1) 在深冷时效处理过程中, 热分析观察到

$\text{Al}_3(\text{Ti}_{0.5}\text{Zr}_{0.5})$ 铝基复合材料在 165 K 左右时内部出现相变, 通过热计算分析认为此时生成了大量 Al_2CuMg (S 相)。

2) 深冷处理后, 复合材料内部的细小析出相明显增多, 分析认为主要是 η 相(MgZn_2)和 η' 相(MgZn_2'); 基体析出相以高硬度的 η' 相为主要增强相, 随着深冷程度的增加(即降温速度 v 增加, 处理时间 t 延长, 循环次数 N 增多), 基体中的 η' 相含量减少, 低硬度的 η 相含量增多, 可得深冷处理强韧化适合缓慢减温 ($1\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$), 处理时间不宜过长(不超过 24 h), 且循环次数不宜过多(不超过 2 次)。

3) 深冷处理后复合材料的力学性能得到增强, 与未深冷处理材料相比, 平均抗拉强度提高了 14.7%, 伸长率提高 50%, 冲击韧性提高 10.9%。当复合材料的强度和韧性最高时对应的优化参数为: $v=1\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 、 $t=24\text{ h}$ 、 $N=1$ (或 2); 当复合材料的延伸率最高时对应的优化参数为: $v=10\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 、 $t=36\text{ h}$ 、 $N=1$ 。

4) 强韧化机制为析出相强化、位错强化和细晶强化。未经深冷处理样品的拉伸断口为韧窝和准解理型的混合拉伸断口, 深冷处理后样品的拉伸断口为典型的韧窝型拉伸断口。

REFERENCES

- [1] LI Gui-rong, WANG Hong-ming, YUAN Xue-ting, ZHAO Yu-tao. Microstructure of nanometer Al_2O_3 particles reinforced aluminum matrix composites processed by high pulsed electromagnetic field[J]. Materials Letters, 2013, 99: 50–53.
- [2] WANG Hong-ming, LI Gui-rong, ZHAO Yu-tao, ZHANG Zhao. Microstructure, billet surface quality and tensile property of $(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Al}_3\text{Zr})_p/\text{Al}$ composites in situ synthesized with electromagnetic field[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2011, 509(18): 5696–5700.
- [3] 李桂荣, 赵玉涛, 戴起勋, 程晓农, 曹建峰, 王宏明, 刘忠德, 陈刚. 铸造工艺对 $(\text{Al}_3\text{Zr}+\text{Al}_2\text{O}_3)_p/\text{A356}$ 原位复合材料组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(12): 2060–2065.
LI Gui-rong, ZHAO Yu-tao, DAI Qi-xun, CHENG Xiao-nong, CAO Jian-feng, WANG Hong-ming, LIU Zhong-de, CHEN Gang. Effect of casting technologies on microstructures and properties of $(\text{Al}_3\text{Zr}+\text{Al}_2\text{O}_3)_p/\text{A356}$ in situ composites[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(12): 2060–2065.
- [4] 王宏明, 李桂荣, 赵玉涛, 戴起勋. 电磁铸造法制备的 $(\text{Al}_2\text{O}_3+\text{Al}_3\text{Zr})_p/\text{A359}$ 复合材料的磨损行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2006, 35(4): 669–672.
WANG Hong-ming, LI Gui-rong, ZHAO Yu-tao, DAI Qi-xun.

- Wear behavior of $(Al_2O_3+Al_3Zr)_p/A359$ composites by in-situ electromagnetic casting[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2006, 35(4): 669–672.
- [5] BENSELY A, SENTHILKUMAR D, LAL D M, NAGARAJAN G, RAJADURAI A. Effect of cryogenic treatment on tensile behavior of case carburized steel-815M17[J]. *Materials Characterization*, 2007, 58(5): 485–491.
- [6] LI Shao-hong, XIE Yin-zi, WU Xiao-chun. Hardness and toughness investigations of deep cryogenic treated cold work die steel[J]. *Cryogenics*, 2010, 50(2): 89–92.
- [7] 陈鼎, 黎文献. 铝和铝合金的深冷处理[J]. *中国有色金属学报*, 2000, 10(6): 891–895.
- CHEN Ding, LI Wen-xian. Cryogenic treatment of Al and Al alloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2000, 10(6): 891–895.
- [8] WANG Ping, LU Wei, WANG Yue-hui, LIU Jian-hua, ZHANG Rui-jun. Effects of cryogenic treatment on the thermal physical properties of $Cu_{76.12}Al_{23.88}$ alloy[J]. *Rare Metals*, 2011, 30(6): 644–649.
- [9] LI Gui-rong, WANG Hong-ming, CAI Yun, ZHAO Yu-tao, WANG Jun-jie, GILL S P A. Microstructure and mechanical properties of AZ91 magnesium alloy subject to deep cryogenic treatments[J]. *International Journal of Minerals Metallurgy and Materials*, 2013, 20(9): 896–901.
- [10] ROMETSCH P A, ZHANG Yong, KNIGHT S. Heat treatment of 7XXX series aluminium alloys-some recent developments[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2014, 24(7): 2003–2017.
- [11] PAPA ZIAN J M. Calorimetric studies of precipitation and dissolution kinetics in aluminum alloys 2219 and 7075[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1982, 13(5): 761–769.
- [12] ROBSON J D, PRANGNELL P B. Modelling Al_3Zr dispersoid precipitation in multicomponent aluminium alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2003, 352(1): 240–250.
- [13] 崔光华. 深冷处理对铝基复合材料性能的影响[D]. 上海: 上海交通大学, 2009.
- CUI Guang-hua. Influence of cryogenic treatment on properties of aluminum matrix composites[D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2009.
- [14] 王秋成, 柯映林. 深冷处理消除 7050 铝合金残余应力的研究[J]. *浙江大学学报(工学版)*, 2003, 37(6): 120–123.
- WANG Qiu-cheng, KE Ying-lin. Relief of residual stresses in 7050 aluminum alloy by deep cryogenic treatment[J]. *Journal of Zhejiang University (Engineering Science)*, 2003, 37(6): 120–123.
- [15] AKHBARIZADEH A, GOLOZAR M A, SHAFEIE A, KHOLGHY M. Effects of austenizing time on wear behavior of D6 tool steel after deep cryogenic treatment[J]. *Journal of Iron and Steel Research, International*, 2009, 16(6): 29–32.
- [16] 曾渝. 超高强 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金组织与性能研究[D]. 长沙: 中南大学, 2004.
- ZENG Yu. Study on microstructure and properties of ultra-high strength Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy[D]. Changsha: Central South University, 2004.
- [17] 黄依娜, 万发荣, 焦治杰. 利用透射电镜衬度像变化判定位错环类型及注氢纯铁中形成的位错环分析[J]. *物理学报*, 2011, 60(3): 503–514.
- HUANG Yi-na, WAN Fa-rong, JIAO Zhi-jie. The typical identification of dislocation loops by TEM and the loop formation in pure Fe implanted with H^+ [J]. *Acta Physica Sinica*, 2011, 60(3): 503–514.

(编辑 王超)