2016年9月 Sep. 2016

文章编号: 1004-0609(2016)-09-1850-08

# 新型 7056 铝合金双级时效的显微组织和性能

刘俊涛<sup>1,2</sup>,张永安<sup>1</sup>,李锡武<sup>1</sup>,李志辉<sup>1</sup>,熊柏青<sup>1</sup>,张济山<sup>2</sup>

(1. 北京有色金属研究总院 有色金属材料制备加工国家重点实验室,北京100088;2. 北京科技大学 新金属材料国家重点实验室,北京 100083)

**摘 要:**采用力学性能和电导率测试以及透射电子显微镜组织等观察分析新型 7056 铝合金双级时效制度下的性能和显微组织。结果表明:第二级时效处理后,合金基体沉淀析出相长大粗化,晶界析出相逐渐呈断续分布状态, 无析出带随时间的延长而变宽;经第二级 150 ℃、12 h 时效后,合金由 GP 区和 η 相构成,析出相的尺寸为 7~9 nm, 并出现明显的无析出带;随着第二级时效时间的延长,合金电导率逐渐升高,屈服强度先增大后减小;合金经 (110 ℃、6 h)+(150 ℃、14 h)双级时效处理后,屈服强度达到 650 MPa,电导率为 21.72 MS/m,表现出优异的综 合性能。

关键词: 7056 铝合金; 双级时效; 显微组织; 性能 中图分类号: TG146.2 文献标志码: A

7xxx 系铝合金具有比强度高、加工性能好、耐腐 蚀性能优异和断裂韧性高的优点,广泛应用于航空航 天领域。经过近几十年来的发展,7xxx 系合金已先后 开发了 7075、7050、7055 等系列的铝合金,并得到了 广泛的应用<sup>[1-3]</sup>。当前,随着波音 787 以及空客 A380 大型客机的开发应用,原有的合金已无法完全满足航 空工业迅猛发展的需求<sup>[4]</sup>。为此,法国科学家在 7055 合金的基础上,显著增加 Zn 含量,降低 Mg、Cu 含 量,并进一步降低 Fe、Si 杂质含量,开发了 7056 铝 合金,7056-T79/T76 合金具有高强韧的优良性能,已 用来代替 7449 合金用于空客 A380-800F 客机上机翼 壁板的制造<sup>[5-6]</sup>。本文作者以 7056 铝合金为研究对象, 对该高 Zn 含量 7xxx 系铝合金的制备工艺和组织特性 进行探索研究。

7xxx 系铝合金是典型的时效强化型合金,其主要 析出序列如下: 过饱和固溶体(SSS)→GP 区→η'→ η(MgZn<sub>2</sub>)<sup>[7-10]</sup>。时效制度对铝合金性能具有极为重要 的影响。峰时效处理后合金具有最高的强度,但抗应 力腐蚀性能差; 采用合适的双级时效处理后,尽管合 金的强度有所下降,但其抗应力腐蚀敏感性会明显提 高,综合性能会得到极大改善<sup>[11-12]</sup>。双级时效处理 已成为当前 7xxx 系铝合金工业生产中最常用的时效 热处理制度。国内外学者对 7xxx 系铝合金的双级时 效制度进行了大量的研究,其中对双级时效工艺的探 索以及显微组织演变分析是热点<sup>[13-18]</sup>。而关于新型 7056 铝合金及其双级时效工艺与组织的研究目前鲜 见报道,为此,本文作者主要针对新型 7056 铝合金 双级时效条件下的组织和性能进行探索研究,以为 7056 铝合金进一步工业化生产提供实验基础和理论 依据。

## 1 实验

本实验中所用合金的化学成分如表 1 所列。合金 经熔炼铸造、均匀化退火处理后,热挤压成截面为 102 mm×25 mm 的板带。固溶制度采用 468 ℃、2 h,水 淬。根据前期课题研究基础,选择第一级时效为 110 ℃、6 h,第二级时效温度为 150 和 160 ℃,时效 时间为 0~72 h。采用 JEM-2000FX 型透射电镜(TEM) 对合金的显微组织进行观察和分析。TEM 分析样品经 砂纸打磨至 50~60 µm 后,在 75% CH<sub>3</sub>OH+25% HNO<sub>3</sub>(体积分数)混合溶液中用 MTP-1 的双喷减薄仪 进行电解双喷,双喷参数为-20~-30 ℃,15~20 V。材 料的拉伸性能在 MTS-810 型万能试验机上测定,按 GB/T228.1-2010 进行,拉伸速率为 1 mm/min。采用

收稿日期: 2014-10-30; 修订日期: 2016-07-10

**基金项目**:国家重点研发计划资助项目(2016YFB0300803);国家重点基础研究发展计划资助项目(2012CB619504);国家自然科学基金资助项目 (51274046);国际科技合作项目(2010DFB50340)

通信作者: 张永安, 教授, 博士; 电话: 010-82241165; E-mail: zhangyongan@grinm.com

WD-Z型涡流电导仪测试电导率,硬度测试在沃伯特公司 430SVD 型维氏硬度计上进行,加载力为 49 N。

表1 实验材料的化学成分

 Table 1
 Chemical composition of experimental alloy (mass fraction, %)

Zn	Mg	Cu	Fe	Si	Zr	Al
8.5-9.7	1.5-2.3	1.2-1.9	< 0.12	< 0.10	0.05-0.15	Bal.

### 2 实验结果

#### 2.1 合金的力学性能

合金经第一级(110 ℃、6 h)时效处理后,随炉升 温至 150 和 160 ℃进行不等时间第二级时效处理,其 电导率与第二级时效时间的曲线如图 1 所示。从图 1 可以看出,合金的电导率随第二级时效时间的延长而 逐渐升高,160 ℃较150 ℃时上升趋势更明显。图2 所示为合金的硬度与第二级时效时间的关系曲线。从 图 2 可以看出,在第二级时效初期,合金的硬度迅速 增加到最高值,两个温度下合金达到峰值硬度的时间 相当;随着第二级时效温度的继续升高,合金的硬度 降低, 且 160 ℃硬度下降趋势更为显著。经 150 ℃时 效时,合金时效 4 h 后硬度和电导率分别达到 205.7 HV、19.3 MS/m,时效14h后,合金的硬度和电导率 分别为 197.1 HV、21.72 MS/m, 时效时间延长到 36 h 后硬度和电导率分布达到 186.4 HV、23.3 MS/m; 而 在 160 ℃进行时效时, 4 h 后合金的硬度和电导率为 204.2 HV、20.14 MS/m, 12 h 后改变为 188.0HV、22.95



**图 1** 不同第二级时效温度下合金的电导率随时间的变化 曲线





**图 2** 不同第二级时效温度下合金的硬度随时间的变化曲线

**Fig. 2** Changing curves of hardness of samples with second-step aging time at different temperatures



**图 3** 第二级时效温度 150 和 160 ℃时合金的强度和伸长 率随时间的变化曲线

**Fig. 3** Changing curves of strength and elongation rate of samples with time at second-step aging temperature of 150 (a) and 160 °C (b) ( $R_m$ : Ultimate tensile strength;  $R_{p0.2}$ : Yield tensile strength; *A*: Elongation)

MS/m, 时效 36 h 则变化为 173.6 HV、24.2 MS/m。

图 3 所示为合金的强度与伸长率随第二级时效时 间的变化。从图 3 可以看出,两个温度下合金的极限 抗拉强度均随着第二级时效时间的延长而逐渐降低, 而屈服抗拉强度则先增加后降低。150 ℃时,合金经 10 h 时效后屈服强度达到最高的 663 MPa,14 h 时效 后,降低到 650 MPa,而 36 h 时效后,迅速降低到 569 MPa;160 ℃时,合金经 14 h 时效后,屈服强度降低 至 578 MPa,36 h 时效后,减少到 496 MPa。

#### 2.2 合金的显微组织

图 4 和 5 所示分别为合金经 110 ℃、6 h 处理, 随后进行第二级 150 ℃不同时间时效后的晶内析出相 和晶界形貌。从图 4 可以看出,随着第二级时效时间 的延长,合金的沉淀析出相尺寸逐渐长大;晶界逐渐 变宽,且晶界析出相逐渐的长大粗化,由连续分布到 逐渐断开,并出现较明显的晶界无析出带。经110℃、 6h和(110℃、6h)+(150℃、2h)时效处理后,沉淀析 出相均呈细小弥散分布,尺寸约2~3nm;110℃、6h 处理合金的晶界析出相仍然十分细小且晶界呈连续分 布,而经第二级150℃、2h处理后,晶界析出相已经 产生粗化,并出现断续分布的特征;第二级150℃、 12h或150℃、18h处理后,析出相数目减少并长得 较为粗大,尺寸为8~10nm,此时晶界析出相已发生相 当程度的粗化,且产生了约20nm宽的晶界无析出带; 32h时效后,析出相尺寸可达到15nm左右,此时晶 界析出相更加粗大,晶界无析出带宽度达到50nm。

图 6 所示为合金经 110 ℃、6 h 预时效处理后,在 160℃时效不同时间后的透射照片。从图中可以看出, 合金经 2 h 时效处理后,晶内沉淀析出相已长大到 7~9 nm,晶界宽度约 18 nm;经过 18 h 时效处理后,析出 相长大粗化已十分严重,此时晶内析出相已较 150 ℃、







**Fig. 6** TEM images of novel 7056 aluminum alloy under second ageing temperature of 160  $^{\circ}C$ : (a), (b) Aged for 6 h at 110  $^{\circ}C$ , plus 2 h at 160  $^{\circ}C$ ; (c), (d) Aged for 6 h at 110  $^{\circ}C$ , plus 18 h at 160  $^{\circ}C$ 

32 h 处理样品更加粗大,此时晶界无析出带宽度达到 41 nm。

图 7 所示为不同时效状态下的选区电子衍射花 样。从〈112〉晶带轴中可以清楚地在{110}位置处观察 到Al<sub>3</sub>Zr衍射斑点,在{311}1/2位置处可见微弱的GPII 区斑点,在{220}1/3 和{220}2/3位置处可观察到散射 条纹,这说明合金中存在 η 相(见图 7(a)、(c)、(e))。 从 $\langle 100 \rangle$ 晶带轴中可以在 $\{100 \}$ 和 $\{110 \}$ 位置处观察到 Al<sub>3</sub>Zr 衍射斑点,在 $\{220 \}$ 1/3 和 $\{220 \}$ 2/3 处观察到  $\eta$ 斑点(见图 7(b)、(d)、(f));在 $\langle 100 \rangle$ 晶带轴方向个别  $\{1, (2n+1)/4, 0\}$ 位置处还可以看到较弱的斑点存在, 这说明存在一定的 GPI 区。观察图 7(f)还可以发现, $\eta$ 斑点的临近位置处出现分离状的斑点,通常被认作为  $\eta$ 相的斑点,说明此时合金中形成了 $\eta$ 相。因此,可





**Fig.** 7 SAED patterns of novel 7056 aluminum alloy at different ageing conditions: (a)  $\langle 112 \rangle_{A1}$  projection; (b)  $\langle 100 \rangle_{A1}$  projection aged for 6 h at 110 °C, plus 2 h at 150 °C; (c)  $\langle 112 \rangle_{A1}$  projection; (d)  $\langle 100 \rangle_{A1}$  projection aged for 6 h at 110 °C, plus 12 h at 150 °C; (e)  $\langle 112 \rangle_{A1}$  projection; (f)  $\langle 100 \rangle_{A1}$  projection aged for 6 h at 110 °C, plus 12 h at 150 °C; (e)  $\langle 112 \rangle_{A1}$  projection; (f)  $\langle 100 \rangle_{A1}$  projection aged for 6 h at 110 °C, plus 32 h at 150 °C

以认为合金经第二级 150 ℃、12 h 处理后,合金主要 存在的析出相为 GP 区和 η;而经第二级 150 ℃、32 h 时效后,主要析出相为 GP 区、η′和 η 相。

# 3 分析与讨论

双级时效工艺相较于单级峰时效处理,主要是在 强度牺牲不大的情况下获得耐应力腐蚀性能较好的合 金。通常第一级时效作为预时效,主要起到形核作用。 110 ℃、6h处理后,即预时效处理后,获得均匀细小 而又弥散的析出相,此时合金的η'斑点较弱,说明此 时合金的主要析出相为 GP 区以及少量的 ŋ'相。可以 观察到合金中存在 GPI 和 GPII 两种。GPI 区通常在室 温以及 140 ℃的温度区间形成, 而 GPII 区则在 450 ℃ 以上固溶以及 70 ℃以上时效的条件下形成,相比于 GPI 区具有较高的稳定性。第二级时效是高温时效阶 段,也是稳定化阶段。GP区开始向亚稳相 η'转变,并 随着第二级时效时间延长而粗化长大,并向稳定相  $\eta$ 转变。在第二级 150 ℃、2 h 时效后, 晶内析出相仍然 呈细小弥散分布, 而第二级 160 ℃、2h 时效处理后的 样品晶内析出相已长大到 7~9 nm,达到了 150 ℃、12 h 时效后的级别。7xxx 系铝合金是时效强化合金,在 预时效和第二级时效早期阶段,析出小尺寸的 GP 区 和 η'相,可以起到阻碍位错滑移的作用,使合金得到 强化;随着第二级时效时间的延长,析出相粗化,位 错线绕过析出相进行移动。绕过机制所需要的临界切 应力更低,因此,在第二级时效后期,合金的强度会 出现下降。有研究认为<sup>[19]</sup>,当晶内析出相主要为η'和 GP 区且二者弥散分布时, 合金的强度最高, 这也解释 了第二级温度为 150 ℃时, 合金经 2~18 h 时效后, 强 度均较高。而对于160℃时,时效强度平台较150℃ 时的明显缩短,这是由于温度升高时合金析出相粗化 更为明显。

在第二级时效阶段,随着时效时间的延长, $\eta'$ 和 $\eta$ 相的析出、长大和粗化,一方面需要消耗大量的溶质 原子,使基体溶质原子贫化,同时,晶界处出现无析 出带,晶格畸变程度降低,对基体点阵电子散射源的 数量和密度减小,对传导电子的阻碍减弱,引起电导 率的增加;另一方面 $\eta'$ 相与基体呈半共格关系, $\eta$ 相 与基体不共格,其长大、粗化均引起晶格畸变能降低, 使合金的电导率增加。在第二级时效初期,以溶质原 子消耗为主,此时合金的电导率增加迅速。随着第二 级时效时间的延长,基体内的溶质原子大量消耗,半 共格 $\eta'$ 相和共格的 $\eta$ 相长大粗化起到主要作用,此时 合金的电导率以较小的速度增加。

在 7xxx 系铝合金中,基体组织决定合金的强度, 而晶界组织决定合金的抗应力腐蚀性能<sup>[20]</sup>。对于新型 7056 铝合金,经过第二级 150 和 160 ℃时效处理后, 可以获得基体沉淀析出相在 10 nm 左右、析出相相对 均匀分布的组织,使合金保持高强度;而根据阳极溶 解理论,晶界析出相粗大、断续分布可以减慢晶界区 域在应力腐蚀过程中的溶解速度,提高合金的抗应力 腐蚀性能。因此,采用合适的双级时效制度,可使新 型 7056 铝合金获得优良的综合性能。

## 4 结论

1) 合金在第二级 150 ℃时效时,强度在 10 h达 到峰值后逐渐减低,而在第二级 160 ℃时效时,强度 在 4 h 即达到峰值,时效温度由 150 ℃升高至 160 ℃ 时,合金过时效程度显著增加。合金的电导率随着第 二级时效时间的延长均呈增加趋势。合金经(110 ℃、 6 h)+(150 ℃、14 h)时效后,屈服强度和电导率分别达 到 650 MPa、21.72 MS/m。

2) 经110 ℃、6 h 预时效处理后,合金中晶内析 出相细小弥散分布,晶界连续。在第二级150 ℃、12 h 时效后,晶内析出相长大,晶界断续分布,具有明显 的无析出带。合金在第二级160 ℃时效时,其析出相 较150 ℃时的析出相明显粗化。

#### REFERENCES

- STALEY J T, LEGE D J. Advances in aluminium alloy products for structural applications in transportation[J]. Journal De Physique IV, 1993, 3: 177–179.
- [2] HEINZ A, HASZLER A, KEIDEL C, MOLDENHAUER S, CENEDICTUS R, MILLER W S. Recent development in aluminium alloys for aerospace applications[J]. Materials Science and Engineering A, 2000, 280(1): 102–107.
- [3] SRIVATSAN T S, SRIRAM S, VEERARAGHAVAN D, VASUDEVAN V K. Microstructure, tensile deformation and fracture behaviour of aluminium alloy 7055[J]. Journal of Materials Science, 1997, 32(11): 2883–2894.
- [4] 刘 兵,彭超群,王日初,王小峰,李婷婷.大飞机用铝合金的研究现状及展望[J].中国有色金属学报,2010,20(9): 1705-1715.

LIU Bing, PENG Chao-qun, WANG Ri-chu, WANG Xiao-feng, LI Ting-ting. Recent development and prospects for giant plane aluminum alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(9): 1705–1715.

- [5] AMS 4407. Aluminum alloy, plate (7056-T7651) 9.1Zn-1.6Cu-1.9Mg solution heat treated, stress relieved, and overaged[S].
   SAE International, 2007.
- [6] WARNER T, SIGLI C, BES B. Al-Zn-Mg-Cu alloys and products with improved ratio of static mechanical characteristics to damage tolerance: US, US 7550110[P]. 2009.
- [7] SHA G, ALFRED C. Early-stage precipitation in 7xxx alloy (7050)[J]. Acta Materialia, 2004, 52(15): 4503–4516.
- [8] JIANG X J, TAFTO J, NOBLE B, HOLME B, WATERLOO G. Differential scanning calorimetry and electron diffraction investigation on low-temperature aging in Al-Zn-Mg alloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, 31(2): 339–348.
- [9] STARINK M J, LI X M. A model for the electrical conductivity of peak-aged and overaged 7xxx alloys [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2002, 34(4): 899–911.
- [10] BERG L K, GJØNNES J, HANSEN V, LI X Z, KNUTSON-WEDEL M, WATERLOO G, SCHRYVERS D, WALLENBERG L R. GP-zones in Al-Zn-Mg alloys and their role in artificial aging[J]. Acta Materialia, 2001, 49(17): 3443–3451.
- WANG D, MA Z Y. Effect of pre-strain on microstructure and stress corrosion cracking of over-aged 7050 aluminum alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2009, 469(1): 445–450.
- [12] 李 海, 王芝秀, 郑子樵. 时效状态对 7000 系超高强铝合金 微观组织和慢应变速率拉伸性能的影响[J]. 稀有金属材料与 工程, 2007, 36(9): 1634-1638.
   LI Hai, WANG Zhi-xiu, ZHENG Zi-qiao. Effects of aging treatment on the microstructures and slow Strain tensile

properties of 7000 series ultra-high strength aluminum alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2007, 36(9): 1634–1638.

[13] 李志辉, 熊柏青, 张永安, 朱宝宏, 王 锋, 刘红伟. 7B04 铝 合金双级时效的微观组织与性能[J]. 稀有金属材料与工程, 2008, 37(3): 521-524.

LI Zhi-hui, XIONG Bai-qing, ZHANG Yong-an, ZHU Bao-hong, WANG Feng, LIU Hong-wei. Investigation on microstructure and properties of 7B04 aluminum alloy under two-step aging treatments[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2003, 37(3): 521–524.

[14] STILLER K, WARREN P J, HANSEN V, ANGENETE J, GJØNNES J. Investigation of precipitation in an Al-Zn-Mg alloy after two-step ageing treatment at 100 and 150 C[J]. Materials Science and Engineering A, 1999, 270(1): 55–63.

- [15] LI Zhi-hui, XIONG Bai-qing, ZHANG Yong-an, ZHU Bao-hong, WANG Feng, LIU Hong-wei. Investigation of microstructural evolution and mechanical properties during two-step ageing treatment at 115 and 160 °C in an Al-Zn-Mg-Cu alloy pre-stretched thick plate[J]. Materials Characterization, 2008, 59(3): 278–282.
- [16] 张 茜, 汪明朴, 盛晓菲, 李 周, 杨文超, 王正安. 双级时 效对 1973 铝合金组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(3): 529-537.
  ZHANG Qian, WANG Ming-pu, SHENG Xiao-fei, LI Zhou, YANG Wen-chao, WANG Zheng-an. Effect of two-stage ageing on microstructures and properties of 1973 aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(3): 529-537.
  [17] 张新明, 宋丰轩, 刘胜胆, 韩念梅. 双级时效对 7050 铝合金
- 板材剥蚀性能的影响[J]. 中南大学学报 (自然科学版), 2011, 42(8): 2252-2259. ZHANG Xin-ming, SONG Feng-xuan, LIU Sheng-dan, HAN Nian-mei. Influence of two-step aging on exfoliation corrosion properties of 7050 aluminum alloy plate[J]. Journal of Central South University (Science and Technology), 2011, 42(8): 2252-2259.
- [18] WANG Shao-hua, ZHANG Xing-guo, YANG Shou-jie, FANG Can-feng, HAO Hai, DAI Sheng-long. Microstructure and mechanical properties of forged Al-7.1 Zn-1.1 Mg-1.6 Cu-0.14 Zr alloy after two-step ageing treatment at 120 and 170 °C[J]. Rare Metals, 2010, 29(4): 433–437.
- [19] CHEN Jun-zhou, ZHEN Liang, YANG Shou-jie, SHAO Wen-zhu, DAI Sheng-long. Investigation of precipitation behavior and related hardening in AA 7055 aluminum alloy[J]. Material Science and Engineering A, 2009, 500(1/2): 34–42.
- [20] 黄继武, 尹志民, 聂 波, 方家芳, 陈继强. 双级时效对 7A52
   铝合金组织与性能的影响[J]. 中南大学学报(自然科学版),
   2007, 38(6): 1045-1049.
   HUANG Ji-wu, YIN Zhi-min, NIE Bo, FANG Jia-fang, CHEN

Ji-qiang. Effects of duplex ageing conditions on microstructures and properties of 7A52 alloy[J]. Journal of Central South University (Science and Technology), 2007, 38(6): 1045–1049.

# Microstructure and properties of two-step aged novel 7056 aluminum alloy

LIU Jun-tao<sup>1, 2</sup>, ZHANG Yong-an<sup>1</sup>, LI Xi-wu<sup>1</sup>, LI Zhi-hui<sup>1</sup>, XIONG Bai-qing<sup>1</sup>, ZHANG Ji-shan<sup>2</sup>

 State Key Laboratory for Fabrication and Processes of Nonferrous Metals, General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, China;
 State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology, Beijing 100083, China)

**Abstract:** The properties and microstructure of two-step aged Al-9.73Zn-1.98Mg-1.76Cu aluminum alloy were studied by using of measuring properties and electrical conductivity and TEM analysis. The results show that matrix precipitates growth and coarsening, grain boundary phases distribute discontinuous, and precipitation free zone (PFZ) become broader with increasing the second ageing time. The second (150 °C, 12 h) aged alloy consists of GP zone and  $\eta'$  phase, the size of precipitates is between 7–9 nm, and PFZ can be found apparently. The electrical conductivity increases with increasing the second step ageing time, while yield strength increases firstly, and then reduces. Alloy aged at (110 °C, 6 h)+(150 °C, 14 h) can obtain the yield strength of 650 MPa, and electrical conductivity of 21.72 MS/m, which shows good performance matching.

Key words: 7056 aluminum alloy; two-step ageing; microstructure; property

Foundation item: Project(2016YFB0300803) supported by the National Key Research and Development Program of China; Project(2012CB619504) supported by the National Basic Research Development of China; Project(51274046) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project(2010DFB50340) supported by the International Cooperation of Science and Technology

Received date: 2014-10-30; Accepted date: 2016-07-10

Corresponding author: ZHANG Yong-an; Tel: +86-10-82241165; E-mail: zhangyongan@grinm.com

(编辑 龙怀中)