



高压扭转变形的 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金 显微组织及织构

丁永根, 王薄笑天, 李 萍, 薛克敏

(合肥工业大学 材料科学与工程学院, 合肥 230009)

摘 要: 在 380 °C 变形条件下对不同高径比的 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金试样进行高压扭转实验, 借助于 EBSD 和 XRD 技术分析变形 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金的显微组织、第二相粒子和织构的演变规律。结果表明: 在高压扭转过程中, 大量第二相粒子从过饱和 Al 基体中脱溶析出, 显微组织明显细化, 在部分三叉晶界处出现了细小的动态再结晶组织; 材料织构强度随着高径比的减小而减弱; 当高径比为 0.20 时, 晶粒的择优取向方向也发生了明显变化, 晶粒在(102)、(111)方向上出现了择优取向。

关键词: Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金; 高压扭转; 显微组织; 织构; 高径比

文章编号: 1004-0609(2017)-06-1125-07

中图分类号: TG379

文献标志码: A

Al-Zn-Mg-Cu-Zr 系超高强铝合金作为新一代的优质结构铝合金材料, 具有密度小、比强度高、韧性好、扩散性能好、热加工性能以及焊接性能优异等特点, 已经被广泛应用于武器系统、航空航天及核工业等尖端领域^[1-3]。Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金化程度高, 微观组织中存在大量的多元合金相, 其形态、尺寸和分布对材料的性能具有非常重要的影响^[4-6]。传统的金属加工方法如轧制、锻造等改善组织性能的能力有限, 难以获得组织均匀、性能优良的合金材料。

大量研究表明^[7-9], 高压扭转工艺(High pressure torsion, HPT)可应用于各种金属材料的制备过程, 并使材料晶粒尺寸细化、组织性能均匀。其基本原理是在轴向施加强大压力的同时周向上做剪切变形^[10]。这种强塑性变形工艺可以获得较大变形量, 促使过饱和固溶体脱溶析出稳定相^[11-12], 而且可以诱导时效状态下 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金中多元合金相(T 相 $Al_2Mg_3Zn_3$ 和 η 相 $MgZn_2$)回溶, 形成过饱和固溶体^[13]。与传统工艺相比, 高压扭转工艺在挖掘 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金强度、硬度和超塑性等性能方面更有优势。

本文作者借助于电子背散射衍射技术(Electron backscattered diffraction, EBSD)和 X 射线衍射技术(X-ray diffraction, XRD), 探讨 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金在高压扭转变形过程中微观组织、第二相粒子和织构的演变规律, 为获得组织均匀性能优良的铝合金材料

提供理论依据。

1 实验

高压扭转实验采用天津理化工程研究院提供的 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金, 初始态为经 T6 处理的轧制板材, 板厚为 30 mm, 其主要成分如表 1 所示。采用线切割沿板厚方向切取 d 50 mm $\times$ 10 mm, d 40 mm $\times$ 10 mm, d 30 mm $\times$ 15 mm 3 组试样, 在 KSL-1100X 箱式电阻炉中加热到 380 °C。在配备压扭旋转台的 YH39-1000 型模锻液压机上进行高压扭转实验, 其中转台速度固定为 0.4 r/s, 扭转圈数为 5 圈。取 1/4 高压扭转变形后的试样在 XRD-6100 型衍射仪上进行 X 射线衍射实验, 测试时管电压为 40 kV, 管电流为 40 mA, 扫描衍射角为 10°~90°, 步宽为 0.01°。再取 1/4 高压扭转变形后试样经机械研磨后, 采用高氯酸和无水乙醇(高氯酸与无水乙醇的体积比为 1:9)的混合溶液进行电解抛光, 电解抛光时间约为 20~35 s。试样处理完成后, 采用配备有 SEM-EBSD 系统的 JSM-7001F 型场发射扫描电镜进行 EBSD 实验, 扫描测试区域的面积为 100 μ m $\times$ 100 μ m, 扫描步长取 0.1 μ m。测试时组织观测区域为压缩方向(对应 RD 方向)和横向(对应 TD 方向)组成的平面, 法向 ND 垂直于观测平面。

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51575153)

收稿日期: 2016-05-03; **修订日期:** 2016-08-30

通信作者: 李 萍, 教授, 博士; 电话: 0551-62901368; E-mail: li_ping@hfut.edu.cn

表1 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金主要化学成分

Table 1 Main chemical composition of Al-Zn-Mg-Cu-Zr aluminum alloy (mass fraction, %)

Al	Zn	Mg	Cu	Zr	Impurity
Matrix	8.0-9.0	2.3-3.0	2.0-2.6	0.1-0.2	-

2 结果与讨论

2.1 显微组织分析

图1所示为380℃变形条件下经高压扭转5圈后Al-Zn-Mg-Cu-Zr合金的EBSD显微组织。由图1可以发现,经过T6处理的Al-Zn-Mg-Cu-Zr轧制板材,其显微组织沿轧制方向明显被拉长,晶粒粗大(见图1(a))。

Al-Zn-Mg-Cu-Zr合金中大量的第二相如 T 相 $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ 、 η 相 MgZn_2 等经T6处理后固溶进Al基

体,少量的第二相(图中白色亮点所示)沿晶界呈链状分布,晶粒内部含量相对较少。经高压扭转剪切变形后,初始拉长的组织被剪切细化,晶粒破碎出现一定的等轴化趋势(见图1(b))。此时,大量的第二相粒子主要分布于晶粒内部,局部区域还出现了少量的团聚现象(见图1(b)圆圈所示部位)。这表明在强大的静水压力(GPa级别)下,高压扭转剪切变形促使第二相粒子从过饱和Al基体中脱溶析出^[10-11]。此外,第二相粒子的尺寸、形态也出现了一定变化,有球形、方形和棒状的第二相粒子出现。

高压扭转过程中材料的等效应变与高径比密切相关,研究表明^[14]可采用以下公式表示其等效应变程度:

$$\varepsilon = \frac{\gamma}{\sqrt{3}} = \frac{2\pi Nr}{\sqrt{3}H} = \frac{\pi ND}{\sqrt{3}H} \quad (1)$$

式中: γ 表示剪切应变; N 表示扭转圈数; D 表示试样直径; H 表示试样高度。当材料的高径比减小为0.25

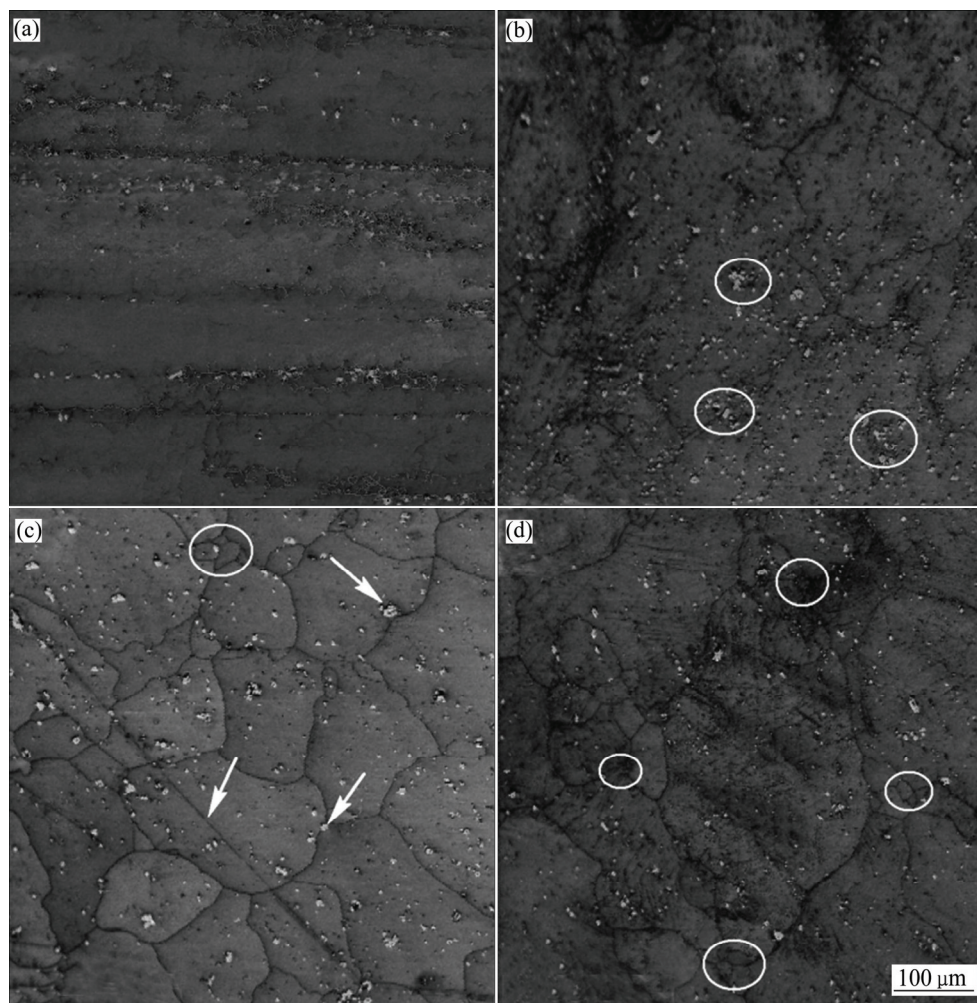


图1 不同高径比条件下Al-Zn-Mg-Cu-Zr合金高压扭转变形后的EBSD显微组织

Fig. 1 EBSD microstructures of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy under different aspect ratios: (a) Initial; (b) $H/D=0.50$; (c) $H/D=0.25$; (d) $H/D=0.20$ ($t=380^\circ\text{C}$, $N=5$)

时, 高压扭转的剪切作用增强, 等效应变程度增大, 变形后组织明显细化, 晶粒的等轴化程度更高, 在部分三叉晶界处出现了细小的等轴晶粒(见图 1(c))。大量的第二相粒子主要分布于晶粒内部, 少数分布于晶界处(见图 1(c)箭头所示)。同时, 在图 1(c)左下方 45° 方向还出现了一条明显的剪切变形带, 这表明金属在高压扭转过程中发生了明显的塑性流动和剪切变形。图 1(d)所示为高径比为 0.20 时的显微组织, 可以发现, 在三叉晶界处细小的等轴晶组织明显增多(见图 1(d)圆圈所示部位)。这是由于高压扭转过程中扭转圈数较大, 等效应变程度更高, 应变积累量较大, 材料内部形变储能较高, 同时剪切变形过程中会产生温升效应, 两者共同作用导致高压扭转过程中 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金发生了动态再结晶现象, 在晶界处形成了细小的等轴晶组织。除此以外, 晶界处合金元素浓度较大, 部分溶质原子在晶界处偏聚, 这为再结晶形核提供了化学和物理条件。

图 2 所示为 EBSD 分析 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金高压扭转变形后大角度晶界和小角度晶界分布的统计结果。由图 2 可以发现, 在 380°C 的变形条件下, Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金高压扭转 5 圈后, 大角度晶界(晶界取向角 $\theta > 15^\circ$)的比例在高压扭转过程中总体上呈现增大的趋势, 当高径比为 0.25 时, 大角度晶界比例最高为 0.583。这表明高压扭转变形过程中, 随着等效应变程度的增大, 剪切变形作用增强, 在切应力作用下位错源增殖产生的位错向亚晶界、晶界处迁移, 不同滑移面上的位错在晶界和粗大的第二相粒子前形成位错缠结, 高密度的位错缠结会分割低位错密度的区域。同时, 高压扭转过程中扭转圈数较大, 材料内部

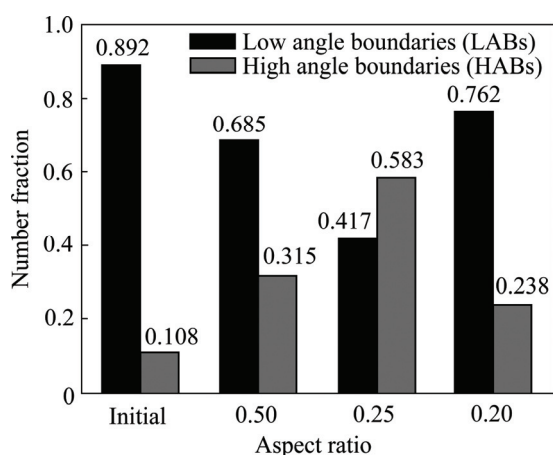


图 2 不同高径比条件下 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金高压扭转变形后大角度晶界和小角度晶界分布图

Fig. 2 LABs and HABs distributions of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy after HPT under different aspect ratios

形变储能较高, Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金发生了动态再结晶现象, 显微组织中形成了一定量的具有大角度晶界的再结晶晶粒, 因此, 大角度晶界比例在高压扭转过程中会明显增加。此外, 可以发现当高径比为 0.20 时大角度晶界的比例出现明显降低, 而此时小角度晶界(晶界取向角 $2^\circ \leq \theta \leq 15^\circ$)的比例升高, 为 0.762。这表明在高压扭转 5 圈条件下, 当高径比小于 0.25 时已不能单纯的通过减小高径比来进一步提高剪切变形程度。

2.2 XRD 分析

Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金原始材料及高压扭转变形后试样的 XRD 谱如图 3 所示。从图 3 中可以发现, (220) 晶面的衍射峰强度最高, 这表明铝合金晶粒在 (220) 晶面方向生长有利且有序。在高压扭转变形过程中, 率先达到临界分切应力的滑移系开始启动, 随之, 其他晶粒也参与运动, 以保持变形协调、连续、稳定地进行, 因此, (220) 晶面特征峰强度开始减弱, 其余晶面特征峰的强度开始此消彼长。(111) 晶面特征峰的强度相对原始材料明显增强, 这与高压扭转变形的过程有关。不同高径比的材料在高压扭转变形时会有有一个镦粗过程, 高径比越大镦粗作用越明显, 变形沿 (111) 晶面程度较大, 因此, 图 3(b) 和 (c) 中 (111) 晶面特征峰强度变化较为明显。衍射峰的强度在一定程度上反映了晶粒度的变化, 高压扭转变形前试样在 (200) 和 (220) 晶面上衍射峰尖而高, 变形后衍射峰强度明显降低, 这表明高压扭转过程中发生了晶粒细化^[15]。

此外, XRD 谱中出现了 MgZn_2 的特征衍射峰, 但是受制于 XRD 对被检测物质含量的要求, 在测量范围内只能标注出 MgZn_2 的存在。由此可以看出, MgZn_2 的特征峰主要出现在铝基体特征峰 (111) 晶面和 (200) 晶面之间。同时可以看到, 初始试样的 MgZn_2 相的特征峰强度很低, 高压扭转变形后特征峰强度明显增强, 这是由于初始试样经过 T6 处理, 第二相粒子如 MgZn_2 等已固溶进铝基体, 而在高压扭转过程中过饱和的 Al 基体会脱溶析出稳定相 MgZn_2 , 对组织起到一定的弥散强化作用。

2.3 极图与反极图分析

Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金原始材料及高压扭转变形后的极图如图 4 所示。对比面心立方晶系铝的标准极图可知, Al-Zn-Mg-Cu-Zr 原始材料在 {100} <001> 和 {011} <001> 方向上存在织构, 其最大极密度值为 34.466。这表明经过 T6 处理的 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 轧制板材在高压扭转变形前已经存在强度非常高的板织

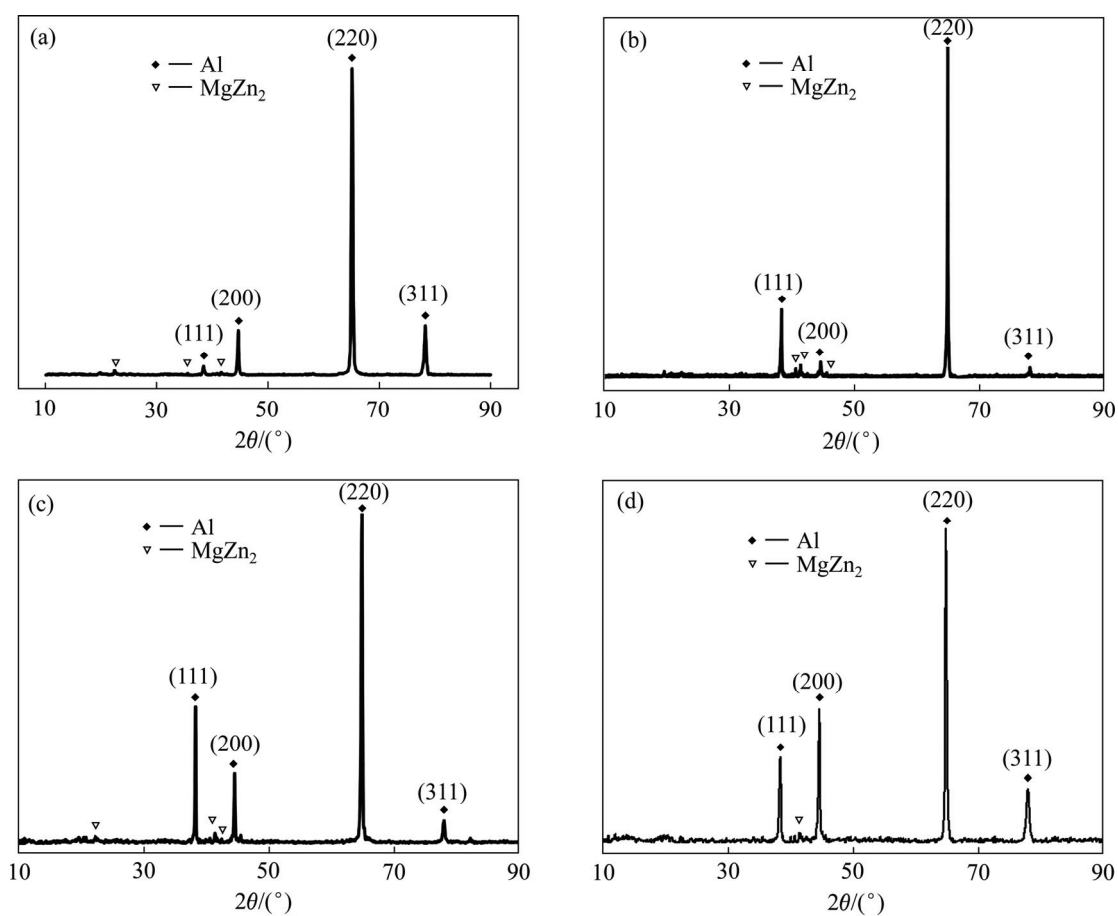


图3 Al-Zn-Mg-Cu-Zr合金高压扭转变形前后的XRD谱

Fig. 3 XRD patterns of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy before and after HPT under different aspect ratios: (a) Initial; (b) $H/D=0.50$; (c) $H/D=0.25$; (d) $H/D=0.20$ ($t=380^\circ\text{C}$, $N=5$)

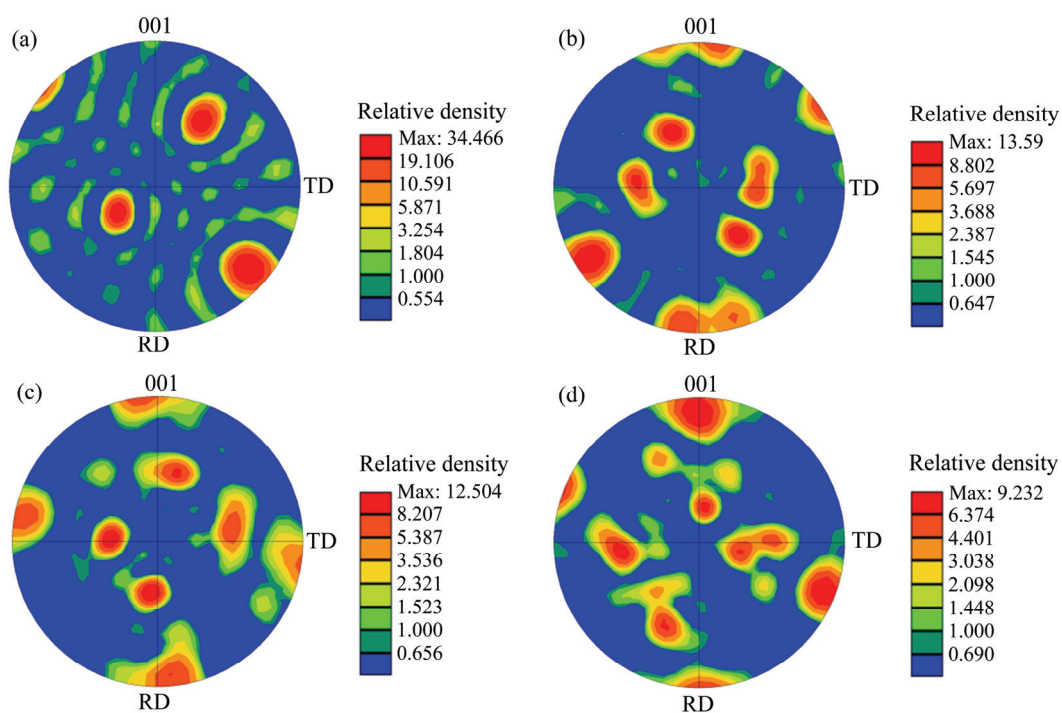


图4 不同高径比条件下Al-Zn-Mg-Cu-Zr合金高压扭转变形前后的极图

Fig. 4 Pole figures of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy before and after HPT under different aspect ratios: (a) Initial; (b) $H/D=0.50$; (c) $H/D=0.25$; (d) $H/D=0.20$ ($t=380^\circ\text{C}$, $N=5$)

构, 材料内部各向异性较强, 不同区域内材料性能不均匀。如图 4(b)所示, 在 380℃变形条件下, 经高压扭转变形 5 圈后, Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金在 $\{110\}\langle 001\rangle$ 、 $\{1\bar{1}0\}\langle 001\rangle$ 、 $\{101\}\langle 001\rangle$ 和 $\{010\}\langle 001\rangle$ 方向上都存在织构, 但最大极密度值减小到 13.598。这表明经高压扭转变形后晶粒的择优取向减弱, 各向同性增强, 变形区内材料的性能逐渐趋于均匀。当高径比减小为 0.25 时, 如图 4(c)所示, 剪切变形后 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金的织构强度进一步减弱, 其最大极密度值为 12.504, 且只在 $\{1\bar{1}0\}\langle 001\rangle$ 和 $\{110\}\langle 001\rangle$ 方向存在织构。如图 4(d)所示, 当变形材料的高径比为 0.2 时, 其等效应变程度最大, 剪切变形后织构强度最弱, 其最大极密度值为 9.232。这表明随着高径比逐渐减小, 高压扭转变形等效应变程度逐渐增大, 剪切作用增强, 材料内部的各向异性减弱, 整个变形区域内材料性能趋于均匀^[16]。

Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金原始材料及高压扭转变形后的反极图如图 5 所示。分析原始材料的反极图可以发现, 在 $\langle 101\rangle$ 方向上晶粒出现了明显的择优取向, 其最大极密度值为 3.689。如图 5(b)所示, 在 380℃变形条件下, 经高压扭转变形 5 圈后, Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金在 $\langle 101\rangle$ 方向上晶粒的择优取向程度增强, 其最大极密度值增大到 10.378。当高径比减小到 0.25 时, 在 $\langle 101\rangle$

方向上晶粒的择优取向程度随之减弱, 其最大极密度值减小到 4.726。分析图 5(d)所示的反极图可以发现, 晶粒的择优取向方向发生了明显变化, 即晶粒在 $\langle 102\rangle$ 、 $\langle 111\rangle$ 方向上出现择优取向, 且织构强度进一步减弱, 最大极密度值减小到 3.564。这表明高压扭转变形过程中, 不同晶粒之间发生了明显的旋转变形, 使晶粒的择优取向方向发生变化。

3 结论

1) 经 T6 处理的 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金原始材料, 晶粒沿轧制方向明显被拉长, 第二相粒子沿晶界呈链状分布; 经高压扭转变形后, 第二相粒子从过饱和 Al 基体中脱溶析出, 形态也出现了一定变化, 有球形、方形和棒状的第二相粒子出现, 主要分布于晶粒内部, 局部区域还出现了一定程度的第二相粒子团聚现象。

2) 经高压扭转变形后, Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金晶粒尺寸随着高径比的减小而明显减小, 在高径比为 0.20 时出现了细小的动态再结晶组织; 大角度晶界的比例在高压扭转过程中总体上呈现增大的趋势, 当高径比为 0.25 时大角度晶界比例最高为 0.583。

3) Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金原始材料在 $\{100\}\langle 001\rangle$ 和

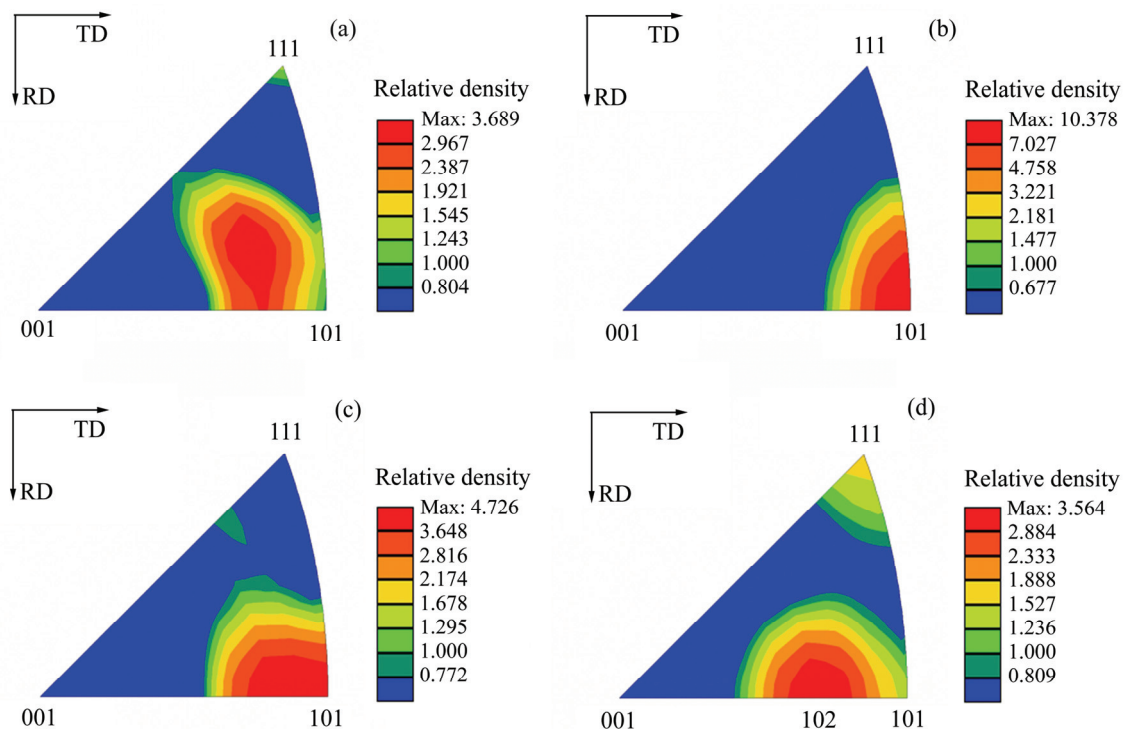


图 5 不同高径比条件下 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金高压扭转变形前后的反极图

Fig. 5 Inverse pole figures of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy before and after HPT under different aspect ratios: (a) Initial; (b) $H/D=0.50$; (c) $H/D=0.25$; (d) $H/D=0.20$ ($t=380^\circ\text{C}$, $N=5$)

{011}<(001)方向上存在强度非常高的板织构, 高压扭转过程中随着高径比的减小, 织构强度明显减弱, 材料的各向异性减弱; 当高径比为 0.20 时晶粒的择优取向方向发生了明显变化, 晶粒在<(102)、<(111)方向上出现了择优取向。

REFERENCES

- [1] 刘斌, 汪明朴, 雷前, 段雨露, 刘林贤, 虞洪春. 喷射沉积法制备 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金的显微组织与性能[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(7): 1773-1780.
LIU Bin, WANG Ming-pu, LEI Qian, DUAN Yu-lu, LIU Lin-xian, YU Hong-chun. Microstructure and properties of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy prepared by spray deposition method[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2015, 25(7): 1773-1780.
- [2] CHEN Qiang, XIA Xiang-sheng, YUAN Bao-guo, SHU Da-yu, ZHAO Zu-de. Microstructure evolution and mechanical properties of 7A09 high strength aluminium alloy processed by backward extrusion at room temperature[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 588: 395-402.
- [3] 何振波, 李慧中, 梁霄鹏, 尹志明. Al-Zn-Mg-Sc-Zr 合金的热变形行为及加工图[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(6): 1220-1228.
HE Zhen-bo, LI Hui-zhong, LI Xiao-peng, YIN Zhi-ming. Hot deformation behavior and processing map of Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloy The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(6): 1220-1228.
- [4] 王一鑫. Al-Zn-Mg-Cu 系高强铝合金快速凝固条件下微合金化及作用机理[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2008.
WANG Yi-xin. Micro-alloying and mechanism of Al-Zn-Mg-Cu ultra high strength aluminum alloy prepared by rapid solidification[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2008.
- [5] 宁爱林. 析出相及其分布对高强铝合金力学性能的影响[D]. 长沙: 中南大学, 2007.
NING Ai-ling. The effect of precipitates and distribution on the mechanical properties of high strength aluminum alloy[D]. Changsha: Central South University, 2007.
- [6] 舒文祥, 郭明星, 侯陇刚, 崔华, 庄林忠, 张济山. Al-Zn-Mg-(Cu)合金抗应力腐蚀性能影响因素分析[J]. 材料导报, 2013, 27(7): 1-10.
SHU Wen-xiang, GUO Ming-xing, HOU Long-gang, CUI Hua, ZHUANG Lin-zhong, ZHANG Ji-shan. Effect of different factors on the stress corrosion cracking of Al-Zn-Mg-(Cu)[J]. Materials Review, 2013, 27(7): 1-10.
- [7] HORITA Z, LANGDON T G. Achieving exceptional super plasticity in a bulk aluminum alloy processed by high-pressure torsion[J]. Scripta Materialia, 2008, 58 (11):1029-1032.
- [8] DOBATKIN S V, BASTARACHE E N, SAKAI G, FUJITA T. Grain refinement and superplastic flow in an aluminum alloy processed by high-pressure torsion[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 408(1/2): 141-146.
- [9] IVANISENKO Y, LOJKOWSKI W, VALIEV R Z. The mechanism of formation of nanostructure and dissolution of cementite in a pearlitic steel during high pressure torsion[J]. Acta Materialia, 2003, 51(18): 5555-5570.
- [10] 康志新, 彭勇辉, 赖晓明, 李元元, 赵海东, 张卫文. 剧塑性变形制备超细晶/纳米晶结构金属材料的研究现状和应用展望[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(4): 587-598.
KANG Zhi-xing, PENG Yong-hui, LAI Xiao-ming, LI Yuan-yuan, ZHAO Hai-dong, ZHANG Wei-wen. Research status and application prospect of ultrafine grained and/or nano-crystalline metallic materials processed by severe plastic deformation[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(4): 587-598.
- [11] 许晓娟, 刘志义, 党朋, 于文斌, 宁爱林. 强塑性变形下 Al-Cu 合金不同析出相的溶解及性能变化[J]. 材料导报, 2006, 20(S2): 463-472.
XU Xiao-chang, LIU Zhi-yi, DANG Peng, YU Wen-bing, NING Ai-ling. Re-dissolution and evolution of properties of different precipitated phases in Al-Cu alloy under severe plastic deformation[J]. Materials Review, 2006, 20(S2): 463-472.
- [12] 许晓娟, 刘志义, 党朋, 于文斌, 宁爱林. 压缩变形对 6063 铝合金的变形特性和析出相粒子回溶的影响[J]. 材料热处理学报, 2006, 27(4): 73-76.
XU Xiao-chang, LIU Zhi-yi, DANG Peng, YU Wen-bing, NING Ai-ling. Compression deformation behavior of 6063 aluminum alloy and phase particles back and insoluble influence[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2006, 27(4): 73-76.
- [13] SHIMA S, TERENCE G. A critical evaluation of the processing of an aluminum 7075 alloy using a combination of ECAP and HPT[J]. Materials Science and Engineering A, 2013: 52-58.
- [14] VALIEV R Z. Nanostructuring of metals by severe plastic deformation for advanced properties[J]. Nature Materials, 2004(3): 58-64.
- [15] HUANG Run, HAN Yong. Structure evolution and thermal stability of SMAT-derived nanograin layer on Ti-25Nb-3Mo-3Zr-2Sn alloy at elevated temperatures[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2013, 554: 1-11.
- [16] 李成铭, 李萍, 赵蒙, 甘国强, 薛克敏. TA15 钛合金的热变形微观组织与织构分析[J]. 中国有色金属学报, 2014, 24(1): 91-96.
LI Cheng-ming, LI Ping, ZHAO Meng, GAN Guo-qiang, XUE Ke-min. Microstructures and textures of TA15 titanium alloy after hot deformation[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014, 24(1): 91-96.

Microstructures and textures of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy after high pressure torsion

DING Yong-gen, WANG Bo Xiao-tian, LI Ping, XUE Ke-min

(School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

Abstract: Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloys with different height-diameter ratios were deformed by high pressure torsion at 380 °C. The evolution of microstructures, second-phase particles and textures were studied by electron backscattered diffractometry (EBSD) and X-ray diffractometry (XRD). The results show that a large number of second-phase particles precipitate from supersaturated Al matrix, the microstructures are significantly refined, fine dynamic recrystallization structure occurs at the trigeminal grain boundaries. The density of textures reduces with height-diameter ratios decreasing. When the height-diameter ratio decreases to 0.20, the preferred orientation direction of grains has also undergone a significant change, it occurs on the direction of $\langle 102 \rangle$ and $\langle 111 \rangle$.

Key words: Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy; high pressure torsion; microstructure; texture; height-diameter ratio

Foundation item: Project(51575153) supported by the National Natural Science Foundation of China

Received date: 2016-05-03; **Accepted date:** 2016-08-30

Corresponding author: LI Ping; Tel: +86-551-62901368; E-mail: li_ping@hfut.edu.cn

(编辑 李艳红)