第 28 卷第 10 期 Volume 28 Number 10 2018 年 10 月 October 2018

DOI: 10.19476/j.ysxb.1004.0609.2018.10.06

# 时效对固溶+冷轧 7075 铝合金 力学性能和显微组织的影响



李 海<sup>1,2</sup>,陈 鹏<sup>1</sup>,王芝秀<sup>1,2</sup>,郑子樵<sup>3</sup>

(1. 常州大学 材料科学与工程学院,常州 213164;
2. 常州大学 江苏省材料表面科学与技术重点实验室,常州 213164;
3. 中南大学 材料科学与工程学院,长沙 410083)

摘 要:采用拉伸测试、金相显微镜、XRD及TEM等方法,研究时效处理对经历固溶+冷轧的7075铝合金显微组织和力学性能的影响规律。力学性能测试表明:80、100、120℃时效均能显著提高合金强度并保持一定塑性。(475℃,1h固溶处理)+80%压下量冷轧+(80℃,48h)时效合金的抗拉强度、屈服强度和伸长率分别为773MPa、720MPa和5%。显微组织分析表明:相较于冷轧合金,时效合金强度的提高源于冷轧加工硬化(高的位错密度、高的轧制织构体积分数及细化的晶粒尺寸)和析出强化的共同作用;时效合金伸长率的改善与位错回复程度和析出相特征同时相关。此外,根据时效析出和位错回复特征,分析了时效过程中合金强度和伸长率的变化规律。

关键词: 7075 铝合金; 形变热处理; 显微组织; 力学性能 文章编号: 1004-0609(2018)-10-1999-10 中图分类号: TG146.2

时效硬化 7000 系 Al-Zn-Mg-Cu 合金具有低密度、 高强度、高韧性以及良好的耐蚀性和塑性变形性能, 广泛应用于航空航天、轨道交通、军工装备等领域[1-2]。 通常情况下,时效硬化铝合金强度主要来源于纳米级 析出相的强化作用。因此, 增大元素含量能够增加析 出相数量,从而提高合金强度<sup>[3-5]</sup>,然而,溶解度极限 使得增大合金元素含量只能在有限范围内进行,也就 是说,通过析出强化来提高合金强度是有限的。为了 进一步提高金属材料强度,采用强塑性变形(Severe plastic deformation, SPD)方法将常规微米级晶粒尺寸 细化至亚微米、甚至纳米级,从而大幅度提高合金强 度,已经得到广泛研究并开发出多种实施方法[6-11], 例如等径角挤(Equal channel angular pressing, ECAP)、 高压扭转(High pressure torsion, HPT)、累积轧制 (Accumulative roll bonding, ARB)、超低温轧制(Rolling at cryogenic temperature, Cryorolling)等。然而, SPD 方法存在样品尺寸小、装备要求高、作业风险大、生 产成本高等问题,迄今难以应用于铝合金工业化生产。

为了适应高性能铝合金板材工业化生产,一种基 于常规固溶处理、冷轧及时效相结合的形变热处理方 法已被开发出来。根据这种方法,李海等<sup>[12]</sup>研究表明, 6061铝合金经(550 ℃,1 h)固溶处理+(180 ℃,2 h)欠时

效+75%压下量冷轧+(180 ℃, 48 h)再时效, 抗拉强度 和屈服强度分别为 560 MPa 和 542 MPa, 伸长率为 7%。顾媛等<sup>[13]</sup>研究表明,经(560 ℃, 30 min)固溶处 理+24 h 自然时效+80%压下量冷轧+(180 ℃, 1 h)时 效, Al-0.75Mg-0.75Si-0.8Cu 合金的抗拉强度为 450 MPa, 伸长率为 7.1%。HUANG 等<sup>[14]</sup>研究表明, 2024 铝合金经(500 ℃, 1 h)固溶处理+40%压下量冷 轧+(175 ℃,7 h)时效,抗拉强度和屈服强度分别达到 608 MPa 和 540 MPa, 伸长率为 7.8%。PANIGRAHI 等<sup>[15]</sup>研究表明,经过(490 ℃,6 h)固溶处理+应变量为 2.3 冷轧+(100 ℃, 35 h)时效, 7075 铝合金抗拉强度、 屈服强度和伸长率分别为 618 MPa、577 MPa 和 6%。 上述研究结果表明,与 SPD 方法相比,通过常规固溶 处理、冷轧及时效相结合,不仅大幅度提高时效硬化 铝合金强度,还能保持一定伸长率;更为重要的是, 这种形变热处理方法在现有生产条件下便可实施,具 有良好的工业化应用前景。

文献标志码: A

与 2000 系和 6000 系铝合金相比,采用常规固溶 处理、冷轧及时效相结合来提高 7000 系铝合金力学性 能的研究仍相对较少<sup>[15]</sup>。为此,本文作者以 7075 铝 合金为实验材料,研究后续时效处理对经历固溶处理 及室温冷轧合金拉伸性能的影响规律,优化出最佳形

基金项目:国家自然科学基金资助项目(51571038,51671038);江苏省自然科学基金资助项目(BK20151188,BK20171195) 收稿日期:2018-02-08;修订日期:2018-06-26

通信作者: 李 海, 教授, 博士; 电话: 0519-86330069; E-mail: lehigh\_73@163.com

变热处理工艺参数,并在显微组织分析基础上,进一步探讨合金强化与韧化机制。

## 1 实验

实验材料为 5 mm 厚的 7075 铝合金板材, 化学成 分为 5.8 Zn, 2.4 Mg, 1.8 Cu, 0.3 Mn, 0.1 Cr, 0.4 Si, 0.5 Fe, 0.1 Ti, 余量 Al(质量分数, %)。板材经 475 ℃、 1 h 固溶处理(Solution treating, ST)和室温水淬, 多道次 冷轧(Cold-rolling, CR)至 1 mm 厚(总压下量为 80%)。 随后, 冷轧板分别进行 80、100、120 ℃人工时效 (Artificial ageing, AA)。为了比较力学性能, 部分淬火 板材直接进行 120 ℃、24 h 峰值时效(Peak ageing, PA)。

采用电火花线切割技术,沿板材轧向加工出标距 长 35 mm、宽 8 mm 的板状试样,在 WDT-30 型电子 试验机上进行拉伸性能测试,拉伸速率为 2 mm/min。 每种处理状态测试 3 个平行试样,并以平均值形式给 出抗拉强度、屈服强度和伸长率。

截取拉伸试样夹持端,通过机械减薄至约 100 μm 厚,然后在-30 ℃左右的 30% HNO<sub>3</sub>+70% CH<sub>3</sub>OH 溶 液(体积分数)中进行双喷电解减薄,制得透射电镜 (Transmission electron microscopy, TEM)薄膜样品,电 压约为 12 V,电流约为 80 mA。利用 JEM-2100 型高 分辨 TEM 进行组织观察,操作电压为 200 kV。

利用 Bruker D8 型 X 射线衍射仪(X-ray radiation, XRD, Cu K<sub>a</sub>)分析冷轧和时效试样的织构和位错密度, 管电压 40 kV, 管电流 40 mA。按 Schulz 背反射法扫 描出{111}、{200}和{220} 3 张不完整极图( $\chi$ =0°~80°,  $\Phi$ =0°~360°),通过 Bunge 级数展开法获取取向分布函 数(Orientation distribution function, ODF),然后,根 据分解法估算出织构组分及体积分数<sup>[16]</sup>。此外,根据 XRD 峰的宽化程度,采用 Williamson-Hall 法线性拟 合出晶格微应变  $\varepsilon$  和微晶直径 *d*,按下式估算试样的 位错密度  $\rho$ <sup>[17]</sup>:

$$\rho = \frac{2\sqrt{3}\varepsilon}{db} \tag{1}$$

式中: b 为纯铝 Burgers 矢量的大小,约 0.286 nm。

### 2 实验结果

#### 2.1 拉伸性能

7075 铝合金经过 475 ℃、1 h 固溶处理和室温水 淬,ST 试样抗拉强度、屈服强度和伸长率分别为 492 MPa、232 MPa 和 26.9%。ST 试样进一步进行 120 ℃、 24 h 时效,得到 PA 试样,合金抗拉强度、屈服强度 分别大幅度提高到 629 MPa 和 531 MPa,而伸长率降 至 12.4%。ST 试样进行 80%压下量冷轧变形,CR 试 样抗拉强度和屈服强度分别大幅度提高至 714 MPa 和 677 MPa,而伸长率则急剧降至 2.5%。

图 1(a)和(b)所示分别为CR 试样经 80、100、120 ℃ 时效后, AA 试样抗拉强度和屈服强度的变化规律。 可以看出, 3种温度时效过程中 AA 试样均存在 2个 强度峰。时效初期, AA 试样强度略有降低; 随后, 随着时效时间的延长,强度先增加至峰值 I 后逐渐下 降至最低值,然后,再次上升至峰值 II 后再次下降。 时效温度的高低不改变强度峰数量,但影响达到强度 峰的时间。例如,当CR试样进行100℃时效时,即 AA 试样经(100 ℃, 12 h)处理后达到强度峰 I, 抗拉强 度和屈服强度分别为 751 MPa 和 707 MPa; AA 试样 经(100 ℃, 72 h)处理后达到强度峰 II, 抗拉强度和屈 服强度分别为 768 MPa 和 738 MPa。与 100 ℃时效相 比,80℃时效合金峰值时效时间有所延长,120℃时 效合金峰值时效时间则有所缩短。具体来说, AA 试 样经(80℃,48h)处理后达到强度峰 I,抗拉强度和屈 服强度分别为 773 MPa 和 720 MPa, AA 试样经(80 ℃, 96 h)处理后达到强度峰 II, 抗拉强度和屈服强度分别 为 788 MPa 和 735 MPa;相比之下, AA 试样经(120 ℃, 8 h)处理后到达强度峰 I, 抗拉强度和屈服强度分别 为 718 MPa 和 692 MPa; AA 试样经(120 ℃, 48 h)处理 后达到强度峰II,抗拉强度和屈服强度分别为 722 MPa和676 MPa。

图 1(c)所示为 CR 试样经 80、100、120 ℃时效后, AA 试样伸长率的变化规律。可以看出, CR 试样伸长 率为 2.5%, 经 100 ℃时效 4 h, AA 试样的伸长率增加 至5.1%;继续进行时效处理AA试样伸长率逐渐下降; 并在时效至72h时,AA试样伸长率降至最低值3.8%; 随后,延长时效时间,AA 试样的伸长率再次上升。 经80 ℃处理的AA试样和经120 ℃处理的AA试样的 伸长率变化规律与经 100 ℃处理的 AA 试样的基本相 同。例如, AA 试样经(80 ℃, 8 h)处理后伸长率增加至 5.4%, 而 AA 试样经(80 ℃, 96 h)处理后的伸长率降到 最低值 4.5%; AA 试样经(120 ℃, 2 h)处理后伸长率增 加至 5.3%, 而 AA 试样经(120 ℃, 48 h)处理后的伸长 率降至最低值 3.7%。由此可见, CR 试样经 80、100、 120 ℃时效后,伸长率能够得到改善。总而言之,固 溶+冷轧+时效相结合能显著提高 7075 铝合金强度并 保持一定伸长率,例如, AA 试样经(80 ℃, 48 h)处理 后的抗拉强度、屈服强度和伸长率分别为773 MPa、 720 MPa 和 5%。

#### 2.2 金相组织

图2所示为几种状态下试样如PA、CR、AA-(80℃,

800 (a) AA-80 ℃ AA-100 ℃ AA-120 ℃ Ultimate tensile strength/MPa 750 700 650 101 102  $10^{0}$ Ageing time/h 6 (c) 5 Elongation/% AA-80 ℃ AA-100 ℃ AA-120 ℃ 3 CR 2 100 101 10<sup>2</sup>

Ageing time/h



72 h)、AA-(100 ℃, 72 h)和 AA-(120 ℃, 72 h)状态试

样的纵截面金相照片。从图 2(a)可以看出, PA 试样晶

**图 1** 固溶+冷轧 7075 铝合金经 80、100 和 120 ℃时效后的拉伸性能

**Fig. 1** Tensile properties of 7075 Al alloy aged at 80, 100 and 120 °C after being solution-treated at 475 °C for 1 h and cold-rolling by thickness reduction of 80%: (a) Ultimate tensile strength; (b) Yield strength; (c) Elongation





**图 2** 不同处理状态合金的纵截面金相 组织

**Fig. 2** Optical images of longitudinal sections of 7075 Al alloy in processing conditions of PA(a), CR(b), AA-(80 °C, 72 h)(c), AA-(100 °C, 72 h)(d) and AA-(120 °C, 72 h)(e)

粒呈扁平状,平均晶粒尺寸约 25 µm。此外,还可以 观察到一些黑色结晶相颗粒,这些颗粒以 Al<sub>7</sub>Cu<sub>2</sub>Fe 相 为主,同时含有少量 Al<sub>2</sub>CuMg 相。图 2(b)表明,经 80%压下量冷轧变形,CR 试样晶粒沿轧向拉长,并出 现波浪状的变形带;同时,板材厚度方向晶粒尺寸显 著减小。此外,与 PA 相比,CR 试样中结晶相颗粒的 尺寸和分布没有明显变化。从图 2(c)、(d)、(e)可以看 出,AA-(80 ℃,72 h)、AA-(100 ℃,72 h)和 AA-(120 ℃,72 h)这3种状态试样晶粒形貌与CR 试样的基 本相同,晶粒仍然沿轧向拉长,变形带依然存在,由 此表明,80、100、120 ℃时效过程中,AA 试样未发 生再结晶。

#### 2.3 晶体织构

图 3 所示为 ST、CR、AA-(100 ℃, 72 h)这 3 种状 态试样 φ<sub>2</sub> 为 0°、45° 和 60° 的 ODF 图。表 1 所示为试 样的织构组分和体积分数。从图 3(a)和表 1 可以看出, ST 试样中以 Cube{001} (110) 和 Goss{011} (110) 等再 结晶织构为主,总体积分数约65%,此外,还存在一些Brass{011} 〈211〉 轧制织构,体积分数约31%。对于 经过80%压下量冷轧变形的CR试样,再结晶织构的 总体积分数大幅降低至约18%,相比之下, Cu{112} 〈111〉和S{123} 〈634〉 等轧制织构增强,总体积 分数增加至约80%。图3(c)和表1进一步表明, AA-(100℃,72h)状态试样的织构类型和织构体积分 数均与CR试样类似,这应该与时效温度较低、试样没 有发生再结晶有关(见图2(d))。

根据不同处理状态试样测得的织构类型、体积分数( $f_i$ )以及 Taylor 因子值( $M_i$ )(见表 1),可以按混合法则估算出试样的平均 Taylor 因子值( $M_A$ )<sup>[18]</sup>,也列于表 1 中。

$$M_{\rm A} = \sum f_i M_i \tag{2}$$

由表 1 可以看出, ST 试样的 *M*<sub>A</sub> 值为 2.7,相比 之下,由于轧制织构体积分数增加,CR 试样的 *M*<sub>A</sub> 值 增大至 3.19;此外,因为 AA-(80 ℃,72 h)、AA-(100 ℃,



图 3 不同处理状态合金的 ODF 图

**Fig. 3** ODF plots of 7075 Al alloy under processing conditions of ST((a), (a'), (a")), CR((b), (b'), (b")) and AA–(100 °C, 72 h)((c), (c'), (c''))

表1 不同处理状态试样的织构组分、体积分数及平均 Taylor 因子值

Table 1 Texture components, volume fractions and average Taylor factors  $(M_A)$  of 7075 Al alloy under different processing conditions

Sample state	Recrystallization texture			Rolling texture			Random	andom
	Cube(2.45)	Cube RD(2.45)	Goss(2.45)	Brass(3.17)	Cu(3.7)	S(3.33)	(3.07)	MA
ST	38.9	14.4	4.4	31.3	3	0	4.3	2.7
CR	5.3	3.0	10	38.1	20.1	21	2.5	3.19
AA-(80°C, 72 h)	5.7	4.5	9.6	35.6	21.2	20.5	2.9	3.17
AA-(100 °C, 72 h)	5.6	4.8	9.8	33.9	22	20.6	3.3	3.17
AA−(120 °C, 72 h)	7.8	4.3	10	34.1	20.8	20.3	2.7	3.15

72 h)和 AA−(120 C, 72 h)这几种状态的试样没有发生 再结晶,其织构类型和体积分数均与 CR 试样的基本 相同,因此, $M_A$  值也大致相等,分别为 3.17、3.17 和 3.15。

#### 2.4 位错密度

根据不同处理状态试样的 XRD 峰的宽化程度, 采用 Williamson-Hall 法线性拟合出晶格微应变(ε)和 微晶尺寸(*d*),进而基于式(1)估算出位错密度( $\rho$ )。表 2 所示为 CR 试样和不同 AA 试样的位错密度。由于 80%压下量冷轧变形,CR 试样含有高位错密度,约 8.3×10<sup>14</sup> m<sup>-2</sup>。当 CR 试样进行 80、100、120 ℃时效 时,在相同时效温度下,随着时效时间延长,AA 试 样位错密度逐渐降低;当时效时间相同时,随着时效 温度增加,位错密度也相应降低。例如,AA-(80 ℃,12 h)、AA-(100 ℃,12 h)和 AA-(120 ℃,12 h)这几种状态 试样的位错密度分别为 5.1×10<sup>14</sup>、4.3×10<sup>14</sup>、2.7×10<sup>14</sup> m<sup>-2</sup>;当进一步时效至 72 h,AA-(80 ℃,72 h)、 AA-(100 ℃,72 h)和 AA-(120 ℃,72 h)这几种状态试

表 2 不同处理状态合金的微晶尺寸、晶格微应变和位错 密度

**Table 2** Micro-crystallite sizes, micro-strains and estimateddislocation densities of CR and AA samples

Sample state	Crystallite size/nm	Microstrain/ %	Dislocation density/m <sup>-2</sup>
CR	28	0.19	$8.3 \times 10^{14}$
AA-(80 °C, 12 h)	48	0.2	$5.1 \times 10^{14}$
AA–(80 °C, 72 h)	101	0.24	$2.9 \times 10^{14}$
AA-(100 °C, 12 h)	62	0.22	$4.3 \times 10^{14}$
AA–(100 °C, 72 h)	169	0.27	$2.0 \times 10^{14}$
AA-(120 °C, 12 h)	126	0.278	$2.7 \times 10^{14}$
AA–(120 °C, 72 h)	309	0.26	$1.0 \times 10^{14}$

样的位错密度分别降至  $2.9 \times 10^{14}$ 、 $2.0 \times 10^{14}$ 、 $1.0 \times 10^{14}$  m<sup>-2</sup>。

#### 2.5 TEM 观察

图 4 所示为不同处理状态试样的 TEM 像。经 475 ℃、1 h 固溶处理和室温水淬, ST 试样中 Zn、Mg、 Cu 等元素固溶于基体,形成过饱和固溶体。此外,能 谱分析表明, ST 试样还含有一些尺寸在 50~200 nm 的 Al<sub>18</sub>Cr<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub> 弥散相(见图 4(a))。当 ST 试样经过 120 ℃、 24 h 时效, PA 试样基体析出相以板条状 $\eta$ '相为主,同 时含有少量盘状 $\eta$ 相;此外,晶界上分布着粗大 $\eta$ 相, 晶 界 两 侧 分 布 着 宽 度 约 50 nm 的 无 析 出 区 (Precipitation free zone, PFZ)(见图 4(b))。ST 试样经 80%压下量冷轧变形, CR 试样中位错密度急剧增加并 缠结在一起,形成胞状结构(见图 4(c))。此外, CR 试 样中难以观察到析出相,表明 Zn、Mg、Cu 等合金元 素仍然处于过饱和状态。

当 CR 试样进行 80、100、120 ℃时效时, 一方面, AA 试样中仍然含有高密度位错,例如 AA-(100 ℃, 4 h)、AA-(100 °C, 48 h)、AA-(100 °C, 72 h)和 AA-(100 ℃, 120 h)这几种状态的合金(见图 4(d)、(g)、 (i)、(k)), 但是, 位错密度随着时效时间增加而降低(见 表 2), 表明 AA 试样在时效过程中没有发生再结晶, 但发生了回复过程;另一方面,AA 试样中开始析出 强化相,并且随着时效时间延长,析出相特征不断发 生变化<sup>[19]</sup>。以100 ℃时效为例, AA-(100 ℃, 4 h)状态 试样中基体析出相为 GP 区(见图 4(e)), 这点可从析出 相与基体保持共格关系加以证实(见图 4(e)中 HRTEM 像)。当时效至12h, AA-(100 ℃, 12h)状态试样基体 析出相仍以 GP 区为主,但析出少量 η'相(见图 4(f)); 继续时效至 48 h, AA-(100 ℃, 48 h)状态试样基体析 出相主要是η'相和少量 GP 区(见图 4(h)); 当时效至 72 h, AA-(100 ℃, 72 h)状态试样基体析出相以 η'相为主, 同时含有少量η相(见图 4(j)); 继续时效至 120 h



图 4 不同处理状态 7075 铝合金的 TEM 像

**Fig. 4** TEM images for 7075 Al alloy under different processing conditions: (a) ST; (b) PA; (c) CR; (d), (e) AA–(100 °C, 4 h); (f) AA–(100 °C, 12 h); (g), (h) AA–(100 °C, 48 h); (i), (j) AA–(100 °C, 72 h); (k), (l) AA–(100 °C, 120 h)

时, AA-(100 ℃, 120 h)状态试样基体析出相主要是η 相(见图 4(1)),并且尺寸大于 AA-(100 ℃, 72 h)状态试 样的η相(见图 4(j)),表明析出相开始发生粗化,析出 相间距增加、数密度降低。

# 3 分析与讨论

作为时效硬化型 Al-Zn-Mg-Cu 合金,7075 合金经 过 475 ℃、1 h 固溶处理和室温水淬,Zn、Mg、Cu 等合金元素大部分已经固溶于 ST 试样中,形成过饱 和固溶体(见图 4(a)),此时合金强化机制主要来自于过 饱和溶质原子的固溶强化,此时,阻碍位错滑移的障 碍力低、容纳位错的晶格空间大,由此造成 ST 试样 强度低、塑性高(见图 1)。当过饱和 Al-Zn-Mg-Cu 合 金进行人工时效时,析出序列通常为过饱和固溶体→GP 区→ $\eta' \rightarrow \eta^{[20]}$ ,其中,半共格 $\eta'$ 相的强化效果大于共格 GP 区和非共格 $\eta$ 相<sup>[21]</sup>。图 4(b)表明(120 ℃, 24 h)时效 的 PA 试样基体析出大量 $\eta'$ 相,强化效果显著,合金 抗拉强度和屈服强度分别达到 629 MPa 和 531 MPa。 然而, $\eta'$ 相的大量析出同时造成基体中容纳位错的晶 格空间减少,并且,低强度晶界 PFZ 的形成又使得合

金易于发生沿晶断裂。因此,与 ST 试样相比,PA 试 样伸长率必然降低(12.4%)。当 ST 试样进行 80% 压下 量冷轧,CR 试样显微组织发生如下变化:位错密度 大幅度增加并形成胞状结构(见图 4(c)); 轧制织构显著 增加、再结晶织构大幅减少(见图 3),造成 CR 试样 M<sub>A</sub>值提高至 3.19(见表 1); 此外, CR 试样厚度方向晶 粒尺寸得到一定程度细化(见图 2)。基于以上组织变 化,与 ST 试样相比,CR 试样抗拉强度和屈服强度分 别大幅提高至 714 MPa 和 677 MPa、伸长率降至 2.5%, 这主要源于冷轧变形造成的加工硬化效果。由图 4(c) 可知, CR 试样中 Zn、Mg、Cu 等合金元素仍然处于 过饱和状态。当其进行80、100、120℃时效,由于时 效温度较低, AA 试样发生回复而没有再结晶, 因而 仍含有高密度位错,同时,织构类型和体积分数几乎 不变。不同与 CR 试样, AA 试样基体析出了不同类型 强化相。由此得出, AA 试样强度来源于冷轧加工硬 化和析出强化的共同作用。时效硬化型铝合金屈服强 度可以采用下式综合表达[22]:

$$\sigma_{\rm y} = \sigma_{\rm gb} + M_{\rm A} [\tau_0 + \Delta \tau_{\rm c} + (\Delta \tau_{\rm d}^2 + \Delta \tau_{\rm p}^2)^{1/2}]$$
(3)

式中:  $\sigma_{gb}$ 为晶界强化贡献,取决于晶粒尺寸<sup>[23]</sup>;  $M_A$ 为平均 Taylor 因子;  $\tau_0$ 为纯 Al 的临界剪切屈服应力, 约为 10 MPa<sup>[24]</sup>;  $\Delta \tau_c$ 为固溶强化贡献,取决于溶质原 子种类和数量;  $\Delta \tau_d$ 为位错强化贡献,取决于位错密 度;  $\Delta \tau_p$ 为析出强化贡献,取决于析出相特征参数。 由于 AA 试样处于时效状态,过饱和溶质原子已经析 出,故 $\Delta \tau_c$ 可忽略不计,式(3)进而简化为

$$\sigma_{\rm y} = \sigma_{\rm gb} + M_{\rm A} [\tau_0 + (\Delta \tau_{\rm d}^2 + \Delta \tau_{\rm p}^2)^{1/2}]$$
(4)

以 PA 和 AA-(100 ℃, 72 h)状态试样为例,加以 说明形变时效提高合金强度的机理。AA-(100 ℃, 72 h)状态试样厚度方向晶粒尺寸比 PA 试样小(见图 1),故前者晶界强化贡献( $\sigma_{gb}$ )大于后者;尽管时效发 生位错回复,但 AA-(100 ℃, 72 h)状态试样仍含有高 位错密度(见表 2),而 PA 试样只经历固溶处理和时效, 位错密度低(见图 4(b)),因此,AA-(100 ℃, 72 h)状态 试样中位错强化贡献( $\Delta \tau_d$ )高于 PA 试样;由于 AA-(100 ℃, 72 h)状态试样(见图 4(j))和 PA 试样;低图 4(b))均含有高密度析出相,可以认为二者析出强化贡 献( $\Delta \tau_p$ )相近;最后,因为 120 ℃、24 h 时效不足以 改变晶粒形态和尺寸,因而 PA 试样应与 ST 试样具有 相同的织构特征,二者  $M_A$ 值也应相同,但都低于轧 制织构显著增加的 AA-(100 ℃, 72 h)状态试样的  $M_A$  值(3.17)。上述不同强化机制定性分析表明,PA 试样 强度主要取决于析出强化、较弱的晶界强化和较低的 *M*<sub>A</sub>值,相比之下,AA-(100 ℃,72 h)状态试样中除了 析出强化外,还引入了较强的位错强化和晶界强化以 及较高的*M*<sub>A</sub>值(即较强的冷轧加工硬化效果),因而, AA-(100 ℃,72 h)状态试样能比 PA 试样获得更高的 强度。

从图 1(a)和(b)可以看出, 80、100、120 ℃时效过 程中 AA 试样均出现两个强度峰。以 100 ℃时效为例, 时效过程中,冷轧残余压应力发生松弛,使得早期 AA-100 ℃状态试样强度略低于 CR 试样, 例如 AA-(100 ℃, 4 h)状态试样。鉴于 AA-(100 ℃, 4 h)状 态试样基体析出相为 GP 区(见图 4(e)), 而 AA-(100 ℃, 12 h)状态试样中除了 GP 区,同时析出少量的 n/相(见 图 4(f)),表明在此时效过程中 GP 区逐渐增加,因而 试样强度也相应增加,并于时效12h达到强度峰 I(见 图 1)。然而,继续时效,AA-100 ℃状态试样强度开 始下降,这一现象可以如下解释: Al-Zn-Mg-Cu 合金 中 GP 区包括 GP I 区和 GP II 区<sup>[25]</sup>,后续时效过程中, GPII 区可以直接转变为强化效果更佳的n/相,有利于 与提高强度,而 GP I 区发生溶解,使得其析出强化贡 献降低; 与此同时, 过饱和空位的减少使得η/相析出 速率降低,造成 AA-(100 ℃, 12 h)状态试样在随后一 段时效时间内, n/相增加造成的强化增量不足以弥补 GP 区减少产生的强化损失,导致 AA-100 ℃状态试 样强度逐渐减小,并在时效48h时达到最低值。此后, 继续时效, AA-100 ℃状态试样基体中大量析出η相, 其强化增量超过 GP 区强化损失,试样强度再次上升, 并在时效 72 h 时达到强度峰 II;同时,由于 η 相的强 化效果高于 GP 区的, 使得强度峰 II 要高于强度峰 I。 当 AA-(100 ℃, 72 h)状态试样继续时效时, 基体 η 相 不断转变为强化效果更弱的η相,并且,随时效时间 延长, η相不断粗化、数密度减小,因此,AA-100 ℃ 状态试样强度再次降低,例如析出相以η相为主的 AA-(100 ℃, 120 h)状态试样(见图 4(1))。需要说明的 是,时效过程中,AA-100 ℃状态试样的织构特征和 晶粒尺寸基本不变,只有析出相特征和位错密度发生 改变。然而,不断降低的位错密度只会使合金强度单 调下降,因而,AA-100 ℃状态试样强度的双峰变化 规律只能取决于析出相特征的不断改变。此外, AA-80 ℃状态和 AA-120 ℃状态试样的强度变化规 律与100℃时效态试样的基本相同(见图1),主要差异 在于80℃时效出现强度峰的时间延长,而120℃时效

出现强度峰的时间缩短,这是因为时效温度的高低影 响了强化相的析出速率,而未改变析出序列。

与 CR 试样相比, AA 试样伸长率也能够得到一定 程度改善(见图 1(c))。通常,金属材料的伸长率大小与 其在拉伸变形过程中累积位错能力密切相关。由于 80%压下量冷轧变形, CR 试样已经引入高密度位错 (见图 4(c)),在随后拉伸变形过程中难以进一步累积位 错,因而伸长率较低(2.5%)。在80、100、120℃时效 过程中,一方面,回复过程造成位错密度随着时效时 间延长而逐渐下降(见表 2),为拉伸变形时存储位错重 新提供了晶格空间,从而改善了试样累积位错能力; 另一方面,基体时效析出特征也会影响试样累积位错 能力。当基体析出相为共格 GP 区,其在拉伸变形过 程中可以被滑移位错切割,因而不影响位错的累积效 果;相比之下,当基体析出相为半共格 $\eta$ 相和非共格 $\eta$ 相时,由于不能被滑移位错切割,二者占据的晶格空 间不再为拉伸变形时累积位错提供位置。然而,当时 效至析出相粗化阶段, 析出相间距增加、数密度减少, 基体中容纳位错的晶格空间再次增大,试样在拉伸变 形时累积位错能力再次增强。综合来看,时效过程中, AA 试样中位错密度不断下降,始终有利于提高伸长 率,而析出相的影响则是不断变化的。以100℃时效 为例,时效早期,AA-100 ℃状态试样基体析出相为 GP 区, 例如 AA-(100 ℃, 4 h)状态试样(见图 4(e)), 其 对位错累积效果基本无不利影响,伸长率主要取决于 位错密度的下降,因此,时效早期 AA 试样的伸长率 逐渐增加,并于时效4h达到最大值(5.1%)。继续时效, 基体中析出η/相并逐渐增多,当其对位错累积效果的 不利影响超过位错密度下降的有利影响时, AA-100 ℃状态试样伸长率逐渐下降,并在时效 72 h 达到最低值(3.8%)。进一步时效,当AA-100 ℃状态 试样时效至基体析出相以η相为主并开始粗化时,试 样伸长率将再次增加,例如 AA-(100 ℃, 120 h)状态试 样伸长率增加至 5%。此外, 80 ℃和 120 ℃时效对 AA 试样伸长率的影响规律与100℃时效基本相同,只是 达到峰值伸长率的时间有所增加或缩短。

# 4 结论

 1) 采用固溶+冷轧+时效这种形变热处理工艺,能 够显著提高时效硬化铝合金强度并保持一定塑性。例 如,经(475℃,1h)固溶处理+80%压下量冷轧+(80℃, 48 h)时效,7075 铝合金抗拉强度和屈服强度分别为773 MPa 和 720 MPa,伸长率为 5%。

2) 合金强度的提高源于析出强化和冷轧加工硬 化(高的位错密度、高的平均 Taylor 因子值和细化的晶 粒尺寸)的共同作用,但强度变化规律主要取决于时效 析出特征的改变。时效过程中,第一强度峰的出现主 要归功于基体 GP 区,第二强度峰的出现主要源于基 体 η/相。

 合金伸长率与位错密度和析出相同时相关。时 效过程中,位错密度不断下降,始终有利于提高伸长 率,而析出相特征的改变对伸长率产生不同影响。

#### REFERENCES

 WILLIAMS J C, STARKE E A. Progress in structural materials for aerospace systems[J]. Acta Materialia, 2003, 51: 5775–5799.

[2]	张纪帅, 陈志国, 任杰克, 陈继强, 魏 祥, 方 亮. 新型热
	机械处理对 Al-Zn-Mg-Cu 合金显微组织与性能的影响[J]. 中
	国有色金属学报, 2015, 25(4): 910-917.
	ZHANG Ji-shuai, CHEN Zhi-guo, REN Jie-ke, CHEN Ji-qiang,
	WEI Xiang, FANG Liang. Effect of new thermomechanical
	treatment on microstructure and properties of Al-Zn-Mg-Cu
	aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals,
	2015, 25(4): 910–917.
[3]	BERGSMA S C KASSNER M F LL X WALL M A

- [3] BERGSMA S C, KASSNER M E, LI X, WALL M A. Strengthening in the aluminum alloy AA6069[J]. Materials Science and Engineering A, 1998, 254: 112–118.
- [4] ZHANG H, LI L X, YUAN D, PENG D S. Hot deformation behavior of the new Al-Mg-Si-Cu aluminum alloy during compression at elevated temperature[J]. Materials Characterization, 2007, 58(2): 168–173.
- [5] ZHAO Y L, YANG Z Q, ZHANG Z, SU G Y, MA X L. Double-peak age strengthening of cold-worked 2024 aluminum alloy[J]. Acta Materialia, 2013, 61: 1624–1638.
- [6] SABIROV I, MURASHKIN M Y, VALIEV R Z. Nanostructured aluminum alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 560: 1–24.
- [7] CEPEDA C M, GARCIA J M, RUANO O A, CARRENO F. Mechanical properties at room temperature of an Al-Zn-Mg-Cu alloy processed by equal channel angular pressing[J]. Journal of Alloy and Compounds, 2011, 590: 8649–8656.
- [8] SHA G, TUGCU K, LIAO X Z, TRIMBY P W, MURASHKIN M Y, VALIEV R Z, RINGER S P. Strength, grain refinement and solute nanostructures of an Al-Mg-Si alloy (AA6060) processed by high-pressure torsion[J]. Acta Materialia, 2014, 63: 169–179.
- [9] JAYAGANTHAN R, BROKMEIER H G, SCHWEBKE B,

PANIGRAHI S K. Microstructure and texture evolution in cryorolled Al 7075 alloy[J]. Journal of Alloy and Compounds, 2010, 496: 183–188.

- [10] 张 兵, 袁守谦, 张西锋, 吕 爽, 王 超. 累积复合轧制对 镁合金组织和力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(8): 1607–1612.
  ZHANG Bing, YUAN Shou-qian, ZHANG Xi-feng, LÜ Shuang, WANG Chao. Effect of accumulative roll bonding on microstructures and mechanical properties of MB2 magnesium[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2008, 18(8): 1607–1612.
- [11] PESIN A, PUSTOVOYTOV D, LOKOTUNINA N. Modeling of the roll wear and material damage during high-ratio differential speed rolling of aluminum alloy 7075[J]. MATEC Web of Conferences, 2016, 80: 1–6.
- [12] 李 海,毛庆忠,王芝秀,苗芬芬,方必军,宋仁国,郑子樵. 预时效+冷轧变形+再时效对 6061 铝合金微观组织和力学性 能的影响[J].金属学报,2014,50(10):1244–1252.
  LI Hai, MAO Qing-zhong, WANG Zhi-xiu, MIAO Fen-fen, FANG Bi-jun, SONG Ren-guo, ZHEN Zi-qiao. Effect of the thermo-mechanical treatment of pre-ageing, cold-rolling and re-ageing on microstructures and mechanical properties on 6061 Al alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2014, 50(10): 1244–1252.
- [13] 顾 媛,陈江华,刘春辉,朱东晖,刘力梅,陶冠辉.预变形 对 Al-Mg-Si-Cu 合金时效硬化和显微结构的影响[J]. 金属学 报, 2015, 51(11): 1400–1406.

GU Yuan, CHEN Jiang-hua, LIU Chun-hui, ZHU Dong-hui, LIU Li-mei, TAO Guan-hui. Effect of pre-deformation on age-hardening and microstructure in Al-Mg-Si-Cu alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 51(11): 1400–1406.

- [14] HUANG Y J, CHEN Z G, ZHENG Z Q. A conventional thermo-mechanical process of Al-Cu-Mg alloy for increasing ductility while maintaining high strength[J], Scripta Materials, 2010, 64(5): 382–385.
- [15] PANIGRAHI S K, JAYAGANTHAN R. Effect of ageing on microstructure and mechanical properties of bulk, cryorolled, and room temperature rolled Al 7075 alloy[J]. Journal of Alloy

and Compounds, 2011, 509: 9609-9616.

- [16] TANG J G, ZHANG X M, DENG Y L, DU Y X, CHEN Z Y. Texture decomposition with particle swarm optimization method[J]. Computational Materials Science, 2006, 38: 395–399.
- [17] ZHAO Y H, LIAO X Z, JIN Z, VALIEV R Z, ZHU Y T. Microstructures and mechanical properties of ultra fine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing[J]. Acta Materialia, 2004, 52: 4589–4599.
- [18] LI H, XU W, WANG Z X, FANG B J, SONG R G, ZHENG Z Q. Effects of re-ageing treatment on microstructure and tensile properties of solution treated and cold-rolled Al-Cu-Mg alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2016, 650: 254–263.
- [19] STILLERA K, WARREN P J, HANSEN V, ANGENETE J , GJOMMES 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: 55–63.
- [20] SHA G, CEREZO A. Early-stage precipitation in Al-Zn-Mg-Cu alloy (7050)[J]. Acta Materialia, 2004, 52: 4503–4516.
- [21] NIE X W, ZHANG L J, DU Y. Experiments and modeling of double-peak precipitation hardening and strengthening mechanisms in Al-Zn-Mg alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24: 2138–2144.
- [22] STARINK M J, WANG S C. A model for the yield strength of overaged Al-Zn-Mg-Cu alloys[J]. Acta Materialia, 2003, 51: 5131–5150.
- [23] NES E, MARTHINSEN K. Modeling the evolution in microstructure and properties during plastic deformation of f.c.c.-metals and alloys-an approach towards a unified model[J]. Materials Science and Engineering A, 2002, 322: 176–193.
- [24] ESMAEILI S, LLOYD D J, POOLE W J. Modeling of precipitation hardening for the naturally aged Al-Mg-Si-Cu alloy AA6111[J]. Acta Materialia, 2003, 51: 3467–3481.
- [25] BERG L K, GJONNES J, HANSEN V, LI X Z, KNUTSON-WEDEL M, WATERLOO G, SCHRYVERS D, WALLENBERG. GP-zone in Al-Zn-Mg alloys and their role in artificial aging[J]. Acta Materialia, 2001, 49: 3443–3451.

# Effect of ageing on mechanical properties and microstructures of solution treated and cold-rolled 7075 Al alloy

LI Hai<sup>1, 2</sup>, CHEN Peng<sup>1</sup>, WANG Zhi-xiu<sup>1, 2</sup>, ZHENG Zi-qiao<sup>3</sup>

School of Materials Science and Engineering, Changzhou University, Changzhou 213164, China;
 Jiangsu Key Laboratory of Materials Surface Science and Technology,

Changzhou University, Changzhou 213164, China;

3. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

**Abstract:** The effects of ageing at 80, 100 and 120 °C on the mechanical properties and microstructures of 7075 Al alloy solution treated at 475 °C for 1 h and cold-rolled at room temperature by thickness reduction of 80% were studied by tensile test, optical microscopy, X-ray diffractometry (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). Tensile test results show that the strength of the alloy is significantly improved by the thermomechanical treatment with acceptable ductility. Especially, after being aged at 80 °C for 48 h, the ultimate tensile strength, yield strength and elongation to failure of the alloy are 773 MPa, 720 MPa and 5%, respectively. Microstructural observations show that the strength of the alloy is attributed to the combination of cold-rolling work hardening (high dislocation density, increased rolling textures and refined grains) and precipitation strengthening. Meanwhile, the improved elongation of the alloy is mainly due to dislocation recovery and ageing precipitation. Furthermore, the change in strength and ductility of the alloy during ageing was analyzed further based on the dislocation density and precipitation characterization.

Key words: 7075 aluminum alloy; thermomechanical treatment; microstructure; mechanical property

Foundation item: Projects(51571038, 51671038) supported by the National Natural Science Foundation of China; Projects(BK20151188, BK20171195) supported by the Natural Science Foundation of Jiangsu Province, China

**Received date:** 2018-02-08; **Accepted date:** 2018-06-26

Corresponding author: LI Hai; Tel: +86-519-86330069; E-mail: lehigh\_73@163.com

(编辑 龙怀中)