



7055铝合金中纳米尺度 Al_2ZnZr 的结构和析出特征

娄艳芝, 李春志

(中国航发北京航空材料研究院 钢与稀贵金属研究所, 北京 100095)

摘要: 利用透射电子显微镜(TEM)观察和分析了7055-T7751预拉伸厚板中的一种纳米尺度析出相, 采用选区电子衍射(SAED)分析方法以及能谱成分分析方法(EDS)对析出相的结构和成分进行了表征, 并结合析出相的明场像和高分辨(HRTEM)像, 确定了析出相的种类、形貌和分布特征; 通过分析基体 $\alpha(\text{Al})$ 的五个低指数晶带轴([100]、[110]、[111]、[112]和[013])的SAED图特征, 确定了纳米析出相与基体之间的取向关系; 采用会聚束电子衍射(CBED)分析方法测定了入射电子束方向铝合金试样的局部厚度, 分析了这种析出相的数密度。结果表明: 7055-T7751预拉伸厚板中存在纳米尺度析出相 Al_2ZnZr , 呈球形或圆片状, 尺寸大多在20 nm左右; Al_2ZnZr 为简单立方(SC)结构, 点阵参数为 $a=0.403$ nm; 7055-T7751预拉伸厚板中析出相 Al_2ZnZr 的数密度约为 $3.44 \times 10^{11} \text{ mm}^{-3}$; 简单立方(SC)结构的析出相 Al_2ZnZr 与面心立方(FCC)结构的基体 $\alpha(\text{Al})$ 之间存在共格关系, 二者之间的取向关系为 $\{100\}_{\text{Al}} // \{100\}_{\text{Al}_2\text{ZnZr}}$ 、 $\langle 001 \rangle_{\text{Al}} // \langle 001 \rangle_{\text{Al}_2\text{ZnZr}}$ 。

关键词: 7055铝合金; Al_2ZnZr ; 析出相; 取向关系; 会聚束电子衍射; 薄晶体厚度; 数密度

文章编号: 1004-0609(2022)-05-1277-12 **中图分类号:** TG146.21; TG113.12 **文献标志码:** A

引文格式: 娄艳芝, 李春志. 7055铝合金中纳米尺度 Al_2ZnZr 的结构和析出特征[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(5): 1277–1288. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2022-41047

LOU Yan-zhi, LI Chun-zhi. Microstructure and precipitation characteristics of nano-scale Al_2ZnZr in 7055 aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(5): 1277–1288. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2022-41047

7000系高强高韧铝合金以Zn、Mg、Cu为主要合金元素, 具有密度低、强度高、塑性良好等优点, 是目前在航空航天领域广泛应用的 structural 材料。析出强化是7000系铝合金的主要强化方式, 7000系铝合金中物相种类主要包括 $\alpha(\text{Al})$ 、 η 相(六方结构 MgZn_2 , 点阵常数为 $a=0.5233$ nm, $c=0.8566$ nm)、 T 相($\text{Al}_2\text{Zn}_3\text{Mg}_3$)、 S 相(正交晶系 Al_2CuMg , 点阵常数为 $a=0.4008$ nm, $b=0.9248$ nm, $c=0.7154$ nm)、 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 、 $\text{Al}_{23}\text{CuFe}_4$ 、 AlCuFeSi 和 Al_3Zr 相(四方晶系或 $L1_2$ 结构)^[1-5], 国内外研究者针对7000

系铝合金的析出行为进行了大量的研究^[6-9]。20世纪80年代, Alcan公司在7150合金的基础上, 成功研制了7055合金和T7751热处理状态。7055-T7751铝合金具有超高强度和良好的抗腐蚀性能, 同时又兼具优良的综合性能, 常被用于飞机的龙骨架、上翼蒙皮和水平尾翼等部位, 在航空航天领域得到了广泛应用^[10-11]。

Zr是目前超高强铝合金中不可或缺的微量元素。Zr元素可提高合金的再结晶温度, 有助于抑制或减缓热处理过程中再结晶的发生。另外, Zr与

基金项目: 国家安全重大基础研究项目(61385)

收稿日期: 2021-05-19; 修订日期: 2021-09-08

通信作者: 娄艳芝, 高级工程师, 博士; 电话: 18811519630; E-mail: louyanzhi2016@163.com

Al作用,易生成弥散分布的含Zr析出相,可起到细化晶粒和控制再结晶的作用^[12]。7055铝合金中含有0.08%~0.25%的Zr,含Zr析出相是7055铝合金中的主要强化相之一^[13]。目前,普遍认为^[14],7055铝合金中的含Zr析出相有两种,一种是四方结构的 Al_3Zr ,点阵参数为 $a=0.4014\text{ nm}$, $c=1.7320\text{ nm}$;另一种是立方结构的 Al_3Zr ^[15],点阵参数为 $a=0.403\text{ nm}$ 。但是在粉末衍射卡片库中并不存在第二种结构的 Al_3Zr 物相。析出相 Al_2ZnZr 具有与其相同的结构(SC, $a=0.403\text{ nm}$),文献[16]中指出,在含有少量Zr元素的 ZnAl_4 合金中存在析出相 Al_2ZnZr 。

本文通过透射电子显微镜,观察到超高强铝合金7055-T7751预拉伸厚板中存在纳米尺度球形(或圆片状)析出相,分析了析出相的选区电子衍射特征,与文献中 Al_3Zr 的选区电子衍射特征和粉末衍射卡片库中简单立方结构 Al_2ZnZr 的衍射图特征进行了对比,并通过对薄膜和微栅两种样品中此类析出相的能谱分析,确定了析出相的化学成分以及析出相的化学式。同时,本文分析了此类析出相的数密度,确定了其结构和形貌特征,研究了SC结构的析出相与FCC结构的基体 $\alpha(\text{Al})$ 之间的取向关系,为全面了解7055-T7751预拉伸厚板中析出相特征,改进材料制备工艺提供科学依据。

1 实验

实验用材料为超高强铝合金7055预拉伸厚板,规格为 $\delta=50\text{ mm}$ 。化学成分如表1所示。热处理制度为T7751,制备过程主要包括熔炼、铸锭均匀化、热轧、固熔淬火、预拉伸和时效五个阶段。

表1 7055铝合金的化学成分

Table 1 Chemical compositions of 7055 aluminum alloy (mass fraction, %)

Zn	Mg	Cu	Zr	Fe
7.6~8.4	1.8~2.3	2.0~2.6	0.08~0.25	≤0.15
Si	Ti	Cr	Mn	Al
≤0.1	≤0.06	≤0.04	≤0.05	Bal.

1.1 电解双喷样品制备

首先用线切割的方法切取 $10\text{ mm}\times 10\text{ mm}\times 0.3$

mm的薄片试样,之后用水砂纸双面手工研磨至厚度为 $50\text{ }\mu\text{m}$ 左右,然后用透射电镜专用冲样器获得 3 mm 直径小圆片,最后采用双喷电解减薄的方法制备成对电子束透明的薄膜样品。减薄用电解液为1:3(体积比)的硝酸甲醇溶液,温度约为 $-30\text{ }^\circ\text{C}$,电流约为 50 mA 。

1.2 粉末微栅样品的制备

首先切取 $50\text{ mm}\times 20\text{ mm}\times 0.5\text{ mm}$ 的7055铝合金的薄片样品,采用电解腐蚀的方法萃取出7055铝合金样品中的析出相。电解用电解液为1:3的硝酸甲醇溶液,常温,电压约为 3.0 V ,电解时长约为 4 h 。电解之后将电解液经多次清洗过滤,得到7055铝合金样品的电解萃取粉末。将粉末用水稀释,超声均匀后,滴在铜网微栅上,制备成TEM样品。

2 结果与分析

2.1 析出相的TEM观察

使用FEI Tecnai G² F20透射电子显微镜观察7055-T7751预拉伸厚板的薄膜样品,加速电压: $U=200\text{ kV}$,电压波动范围为 0.02 V/min 。在超高强铝合金7055-T7751预拉伸厚板中观察到纳米尺度的析出相,明场(BF)像及其SAED结果如图1(a)和图1(b)所示。图1(b)中圆圈所示衍射斑点的暗场(DF)像如图1(c)所示。较高倍数DF像如图1(d)所示。

在图1(c)中心位置所示晶粒内,析出相相对均匀分布,且晶界与晶内无明显差异。高倍DF像中可见析出相呈球形或圆片状,其最大尺寸约 36 nm ,大多数析出相尺寸集中在 20 nm 左右,最小析出相尺寸在 5 nm 以下,在10万倍放大倍数下隐约可见。高倍DF像中析出相有一定的排列规则,这可能与亚晶界有关。可见,弥散分布的纳米尺度析出相对细化亚晶起到了积极作用。

2.2 析出相结构及其与 $\alpha(\text{Al})$ 的取向关系

在透射电镜下观察析出相分布特征,选择球形析出相较多的区域,倾转样品,得到基体的五个低指数晶带轴([100]、[110]、[111]、[112]和[013])的

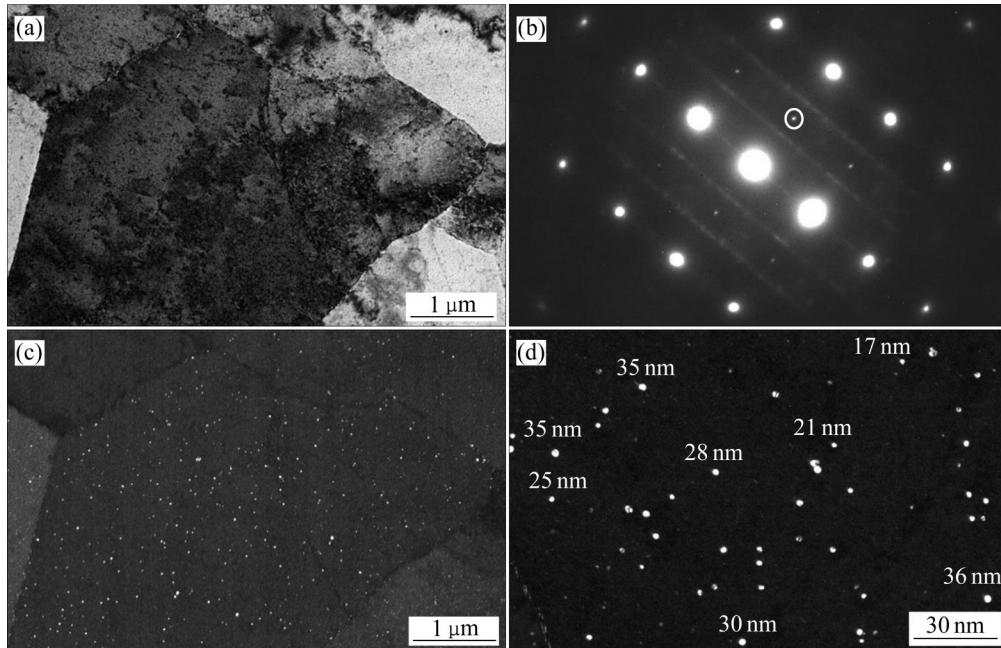


图 1 7055 铝合金中的析出相

Fig. 1 Precipitates in 7055 aluminum alloy: (a) BF image; (b) SAED; (c) DF image of diffraction spot marked by circle in Fig. 1(b); (d) Partial enlarged image of Fig. 1(c)

SAED 图, 其结果如图 2 所示。

通过 SAED 和 DF 两种模式下的观察与比较, 可以确定球形析出相对应的衍射斑点, 如图 2 中圆圈所示, 测量图 2 所示的多张 SAED 图中球形析出相对应衍射斑点的晶面间距, 从大到小依次为 $d_1=0.403$ nm、 $d_2=0.285$ nm、 $d_3=0.233$ nm、 $d_4=0.202$ nm、 $d_5=0.180$ nm、 $d_6=0.165$ nm、 $d_7=0.143$ nm、 $d_8=0.134$ nm。球形析出相的晶面间距及相关处理数据如表 2 所示。

立方晶系的晶面间距与晶面指数之间的关系为^[17]:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2} = \frac{N}{a^2} \quad (1)$$

式中: d 为晶面间距; a 为立方晶系晶胞的点阵参数; (hkl) 为晶面指数; $N=h^2+k^2+l^2$, 表示晶面指数的平方和。对于简单立方晶体, N 为除 7、15、23 以外的整数。由表 1 可知, 球形析出相的衍射斑点符合简单立方晶系的衍射特征, 点阵参数约为 $a=0.403$ nm。图 2 中五个晶带轴的 SAED 图的指数标定如图 2(b)、图 2(d)、图 2(f)、图 2(h)和图 2(j)所示。

图 2 中, 图 2(a)、图 2(c)、图 2(e)、图 2(g)和图 2(i)五张 SAED 图显示的 $\alpha(\text{Al})$ 与析球形出相之间的取向关系^[18-19] 分别如下: $(100)_{\text{Al}}// (100)_s$ 、 $[001]_{\text{Al}}//$

$[001]_s$; $(001)_{\text{Al}}// (001)_s$ 、 $[110]_{\text{Al}}// [110]_s$; $(0\bar{1}1)_{\text{Al}}// (0\bar{1}1)_s$ 、 $[111]_{\text{Al}}// [111]_s$; $(1\bar{1}1)_{\text{Al}}// (1\bar{1}1)_s$ 、 $[112]_{\text{Al}}// [112]_s$ 和 $(100)_{\text{Al}}// (100)_s$ 、 $[013]_{\text{Al}}// [013]_s$ 。由此可以得到 $\alpha(\text{Al})$ 与球形析出相之间具有普遍意义的取向关系:

$$\{100\}_{\text{Al}}// \{100\}_s, \langle 001 \rangle_{\text{Al}}// \langle 001 \rangle_s \quad (2)$$

2.3 析出相的 HRTEM 观察及能谱分析

2.3.1 薄膜样品中析出相的 HRTEM 观察

图 3(a)所示为电子束沿基体 $\alpha(\text{Al})$ 的 $[100]$ 方向入射时球形析出相的 HRTEM 像, 此析出相尺寸约 21 nm。图 3(a)中球形析出相的傅里叶变换结果如图 3(b)所示。分析表明, 图 3(b)中共有两套衍射谱, 其中一套为基体 $\alpha(\text{Al})$ 的 $[100]$ 晶带轴的衍射, 另一套为简单立方结构球形析出相的 $[100]$ 晶带轴的衍射, 即基体 $\alpha(\text{Al})$ 的 $[100]$ 晶带轴与球形析出相的 $[100]$ 晶带轴平行, 图 3(b)中指数标定结果如图 3(c)所示。图 3(a)中析出相的过滤像如图 3(d)所示。析出相与基体 $\alpha(\text{Al})$ 之间的取向关系为 $(001)_{\text{Al}}// (001)_s$ 、 $[100]_{\text{Al}}// [100]_s$, 此关系与式(2)所示的具有普遍意义的取向关系一致。

图 4(a)所示为电子束沿基体 $\alpha(\text{Al})$ 的 $[110]$ 方向入射时球形析出相的 HRTEM 像, 此析出相尺寸约

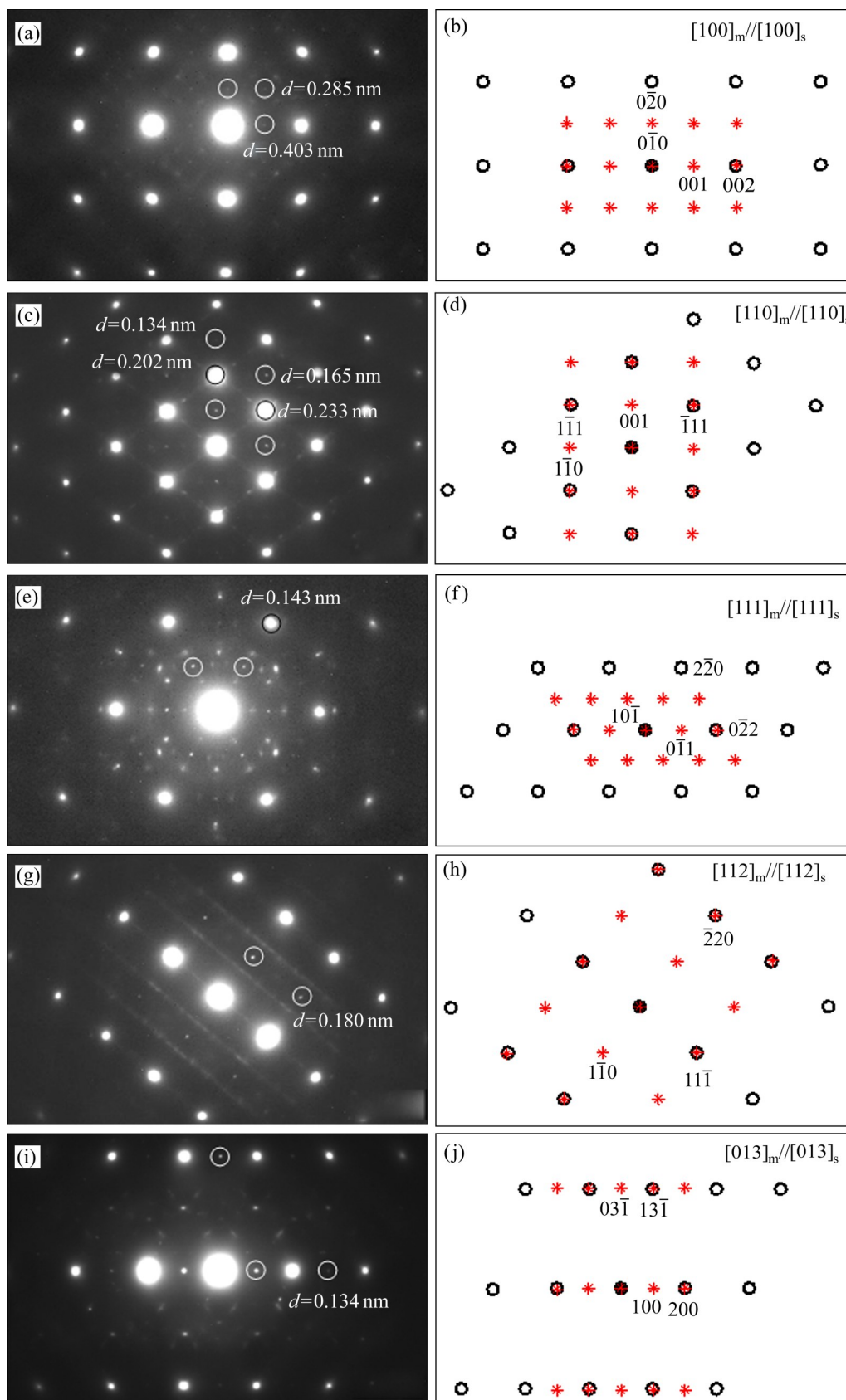


图2 SAED图及其指数标定

Fig. 2 SAED diagrams and their index calibration: (a), (b) $[100]_{Al}$; (c), (d) $[110]_{Al}$; (e), (f) $[111]_{Al}$; (g), (h) $[112]_{Al}$; (i), (j) $[013]_{Al}$

表2 球形析出相的晶面间距及相关数据

Table 2 Interplanar distance and related data of spherical precipitates

Data No.	d/nm	d^{-2}/nm^{-2}	d^{-2}/d_1^{-2}	$\{hkl\}$
1	0.403	6.157	1	{001}
2	0.285	12.311	2	{011}
3	0.233	18.420	3	{111}
4	0.202	24.507	4	{002}
5	0.180	30.864	5	{012}
6	0.165	36.731	6	{112}
7	0.143	48.902	8	{022}
8	0.134	55.692	9	{122}

为 13 nm。图 4(a) 中虚线方框处析出相的傅里叶变换结果如图 4(b) 所示。分析表明, 图 4(b) 中共有两套衍射谱, 其中一套为基体 $\alpha(\text{Al})$ 的 [110] 晶带轴的衍射, 另一套为简单立方结构球形析出相的 [110] 晶带轴的衍射, 即基体 $\alpha(\text{Al})$ 的 [110] 晶带轴与析出相的 [110] 晶带轴平行, 图 4(b) 的指数标定结果如图 4(c) 所示。图 4(d) 所示为图 4(a) 中虚线方框所示析出相的 HRTEM 像的过滤像。图 4(a) 中析出相 Al_2ZnZr 与基体 $\alpha(\text{Al})$ 之间的取向关系为 $(100)_{\text{Al}}// (100)_{\text{s}}$ 、 $[110]_{\text{Al}}// [110]_{\text{s}}$, 此关系是式(2)所示具有普遍意义的取向关系的一种变式。

2.3.2 薄膜样品中析出相的能谱分析

为进一步确定析出相的成分, 在透射电镜下对球形析出相进行 EDS 分析, 结果如图 5 所示。由图 5 可知, 球形析出相的主要成分为 Al、Zn 和 Zr, 三种合金元素的含量如表 3 所示。结合衍射图分析结果, 并与粉末衍射数据库 PDF(Powder diffraction file) 中的物相进行比对发现, 与此析出相的晶体结构和化学成分一致的物相只有一种, 即简单立方晶系的 Al_2ZnZr (PDF: 65-4732), 其点阵参数为 $a=0.403 \text{ nm}$, 空间群国际符号为 $Pm\bar{3}m$, 空间群序号为 221。

表3 球形析出相的主要成分

Table 3 Main compositions of spherical precipitates

Element	w/%	x/%
Al	63.66	84.47
Zn	8.17	4.47
Zr	28.17	11.06
Total	100.00	100.00

2.3.3 微栅样品中析出相的 HRTEM 观察

球形析出相的衍射特征在文献中多有提及, 其晶体结构和点阵参数与本文分析一致, 但普遍认为此类析出相的化学成分为 Al_3Zr 。因能谱分析受析

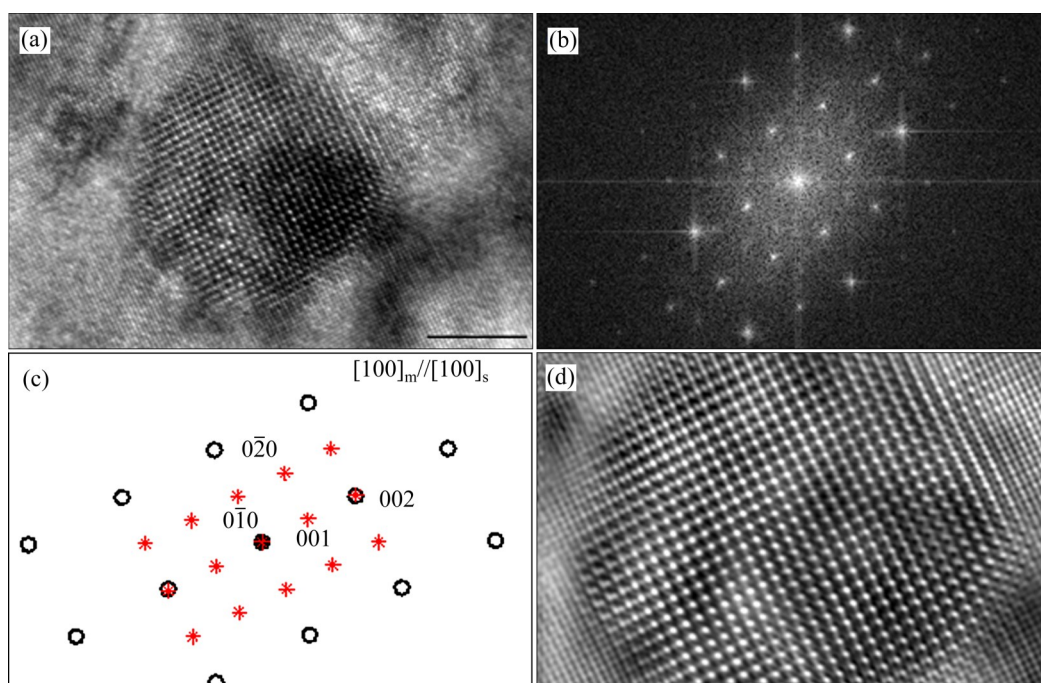


图3 [100]方向观察球形析出相

Fig. 3 Precipitates observed along [100] direction: (a) HRTEM image; (b) FFT of Fig. 3(a); (c) Indexing of Fig. 3(b); (d) Filter image of Fig. 3(a)

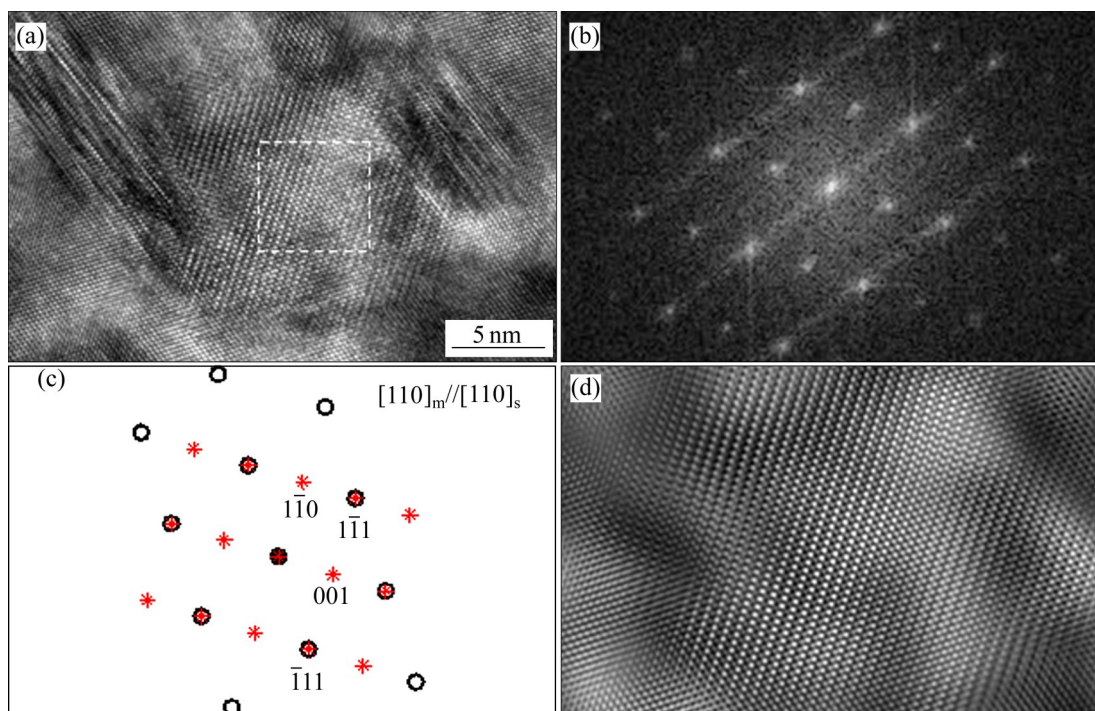


图4 [110]方向观察球形析出相

Fig. 4 Precipitates observed along [110] direction: (a) HRTEM image; (b) FFT of Fig. 4(a); (c) Indexing of Fig. 4(b); (d) Filter image of Fig. 4(b)

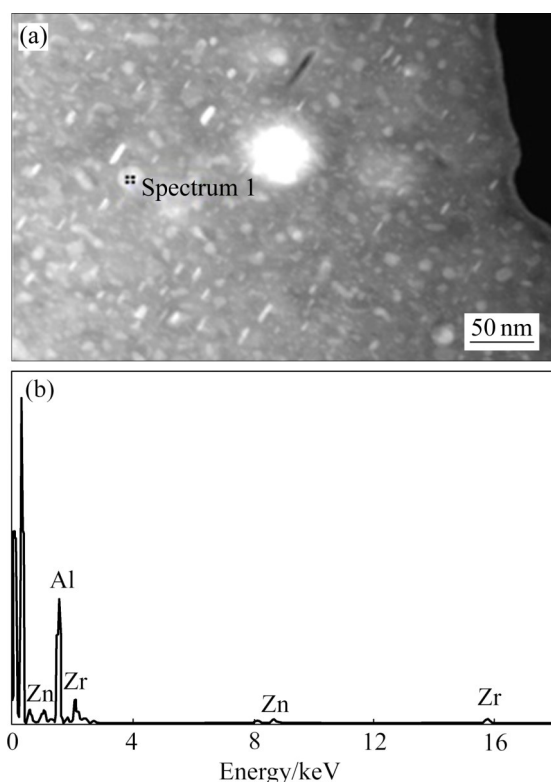


图5 球形析出相的形貌及其EDS能谱(薄膜样品)

Fig. 5 Morphology (a) and EDS spectrum (b) of spherical precipitates (thin foil specimen)

出相周围组织的影响较大,为进一步确定析出相中是否含有锌的成分,采用电解萃取的方法制备了Al7055合金的萃取粉末,并将其制备成透射电镜用微栅样品。电镜下观察到图6所示球形析出相。图6(a)所示为电子束沿析出相的[013]方向入射时的HRTEM像,此析出相尺寸约16 nm。图6(a)中球形析出相的傅里叶变换结果如图6(b)所示。分析表明,图6(b)中的斑点特征符合球形析出相[013]晶带轴的衍射谱特征,指数标定结果如图6(c)所示,析出相的过滤像如图6(d)所示。

2.3.4 微栅样品中析出相的能谱分析

图7(a)所示球形析出相与图6(a)为同一颗粒,在透射电镜下对此球形析出相进行EDS分析,结果如图7(b)所示,各合金元素的含量如表4所示。EDS谱中主要成分为Al、Zn、Zr和Cu,结合薄膜样品中此类析出相的能谱进行分析,可知Cu元素来自于铜网,因此,球形析出相的主要成分为Al、Zn和Zr。可见,球形析出相的晶体结构和元素类别均与 Al_2ZnZr 一致。

2.3.5 Al_2ZnZr 晶胞投影图

图8所示为沿[100]、[110]和[013]三个低指数

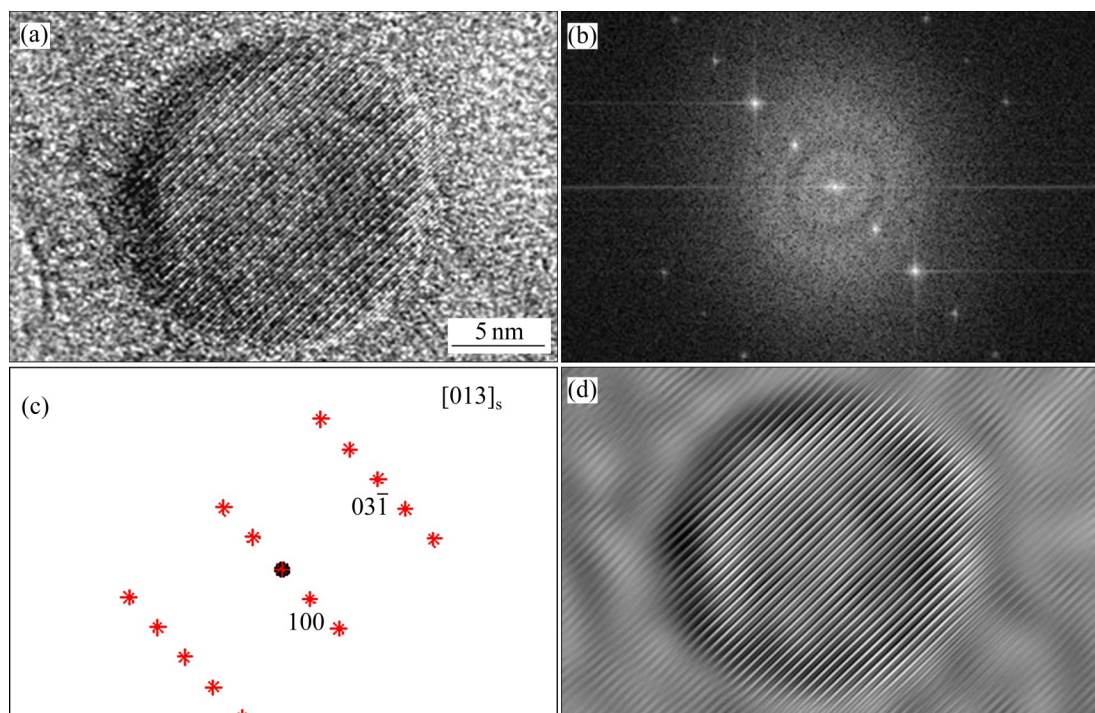


图6 微栅样品上的球形析出相

Fig. 6 Spherical precipitates on micro-grating: (a) HRTEM image observed along [013] direction; (b) FFT of Fig. 6(a); (c) Indexing of Fig. 6(b); (d) Filter image of Fig. 6(a)

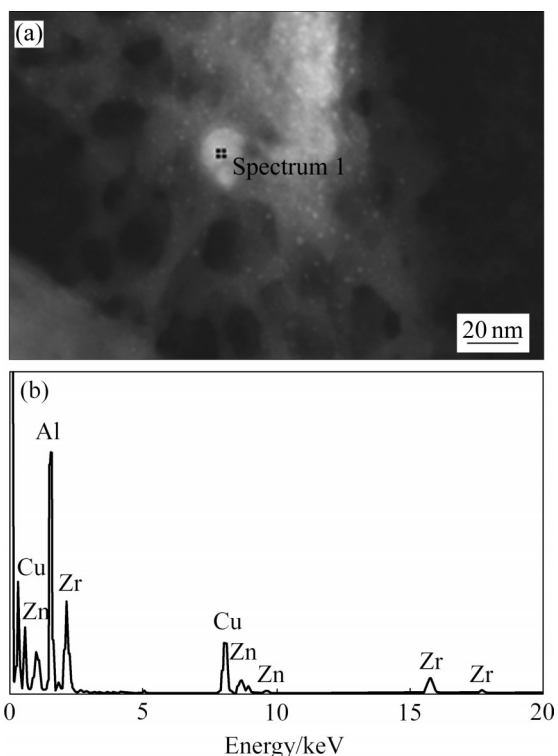


图7 球形析出相形貌及其EDS能谱(萃取粉末的铜网微栅试样)

Fig. 7 Morphology (a) and EDS spectrum (b) of spherical precipitates (extractive powder on micro-grating of copper)

表4 球形析出相的主要成分

Table 4 Main compositions of spherical precipitates

Element	w/%	x/%	w/%	x/%
Al	34.03	59.54	42.5	70.47
Cu	19.94	14.92	—	—
Zn	5.65	4.11	6.86	4.69
Zr	40.38	21.04	50.64	24.84
Total	100.00	100.00	100.00	100.00

晶带轴观察时 Al_2ZnZr 晶胞的投影示意图及其对应的从试验观察得到的析出相的高分辨过滤像。图 8 (b)、图 8(d)和图 8(f)中方框所示区域原子组合分别与图 8(a)、图 8(c)和图 8(e)中的投影示意图一一对应。可以看出,析出相在[100]、[110]和[013]三个低指数方向上的原子排列与简单立方结构 Al_2ZnZr 投影图基本一致,结合析出相能谱分析及SAED分析结果,可以确定析出相为简单立方结构的 Al_2ZnZr 。

2.4 Al_2ZnZr 的数密度

Al_2ZnZr 是铸锭在均匀化热处理过程中析出的亚稳相,此析出相呈球形(或圆片状)且与基体共格。

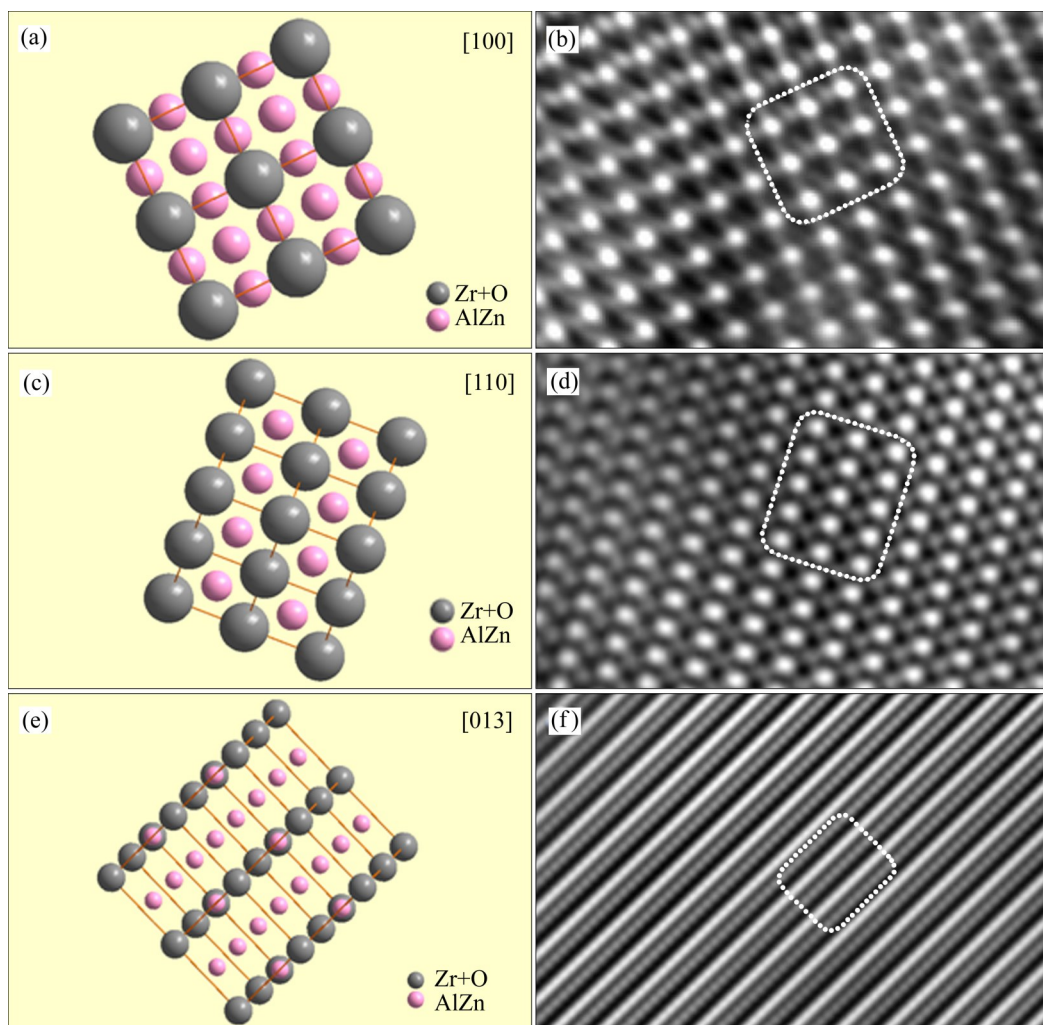


图8 Al_2ZnZr 晶胞在[100]、[110]和[013]三个低指数晶带轴方向的投影示意图及对应的高分辨过滤像

Fig. 8 Projection diagrams of cells and filter images of HRTEM images of Al_2ZnZr observed along three low index band axis directions of [100], [110] and [013]

析出相 Al_2ZnZr 与基体 $\alpha(\text{Al})$ (点阵常数比纯铝略小, 纯铝的点阵常数为 $a=0.4049\text{ nm}$) 都是立方结构, 且点阵参数非常接近, 在铝合金铸造过程中, 早期形成的 Al_2ZnZr 颗粒可以作为形核位置, 提高形核率, 起到细化晶粒和抑制再结晶的作用。析出相 Al_2ZnZr 的大小、尺寸和分布与热处理工艺息息相关^[20]。

材料中析出相的多少可以用析出相的数密度来表征^[21], 析出相的数密度指单位体积内析出相的数量。如果用 TEM 拍摄的中心暗场像分析析出相的数密度, 则析出相的数密度的表达式为:

$$\rho_{N_i} = N_i/V_i = N_i/(a_i \times b_i \times t_i) \quad (3)$$

式中: ρ_{N_i} 为析出相的数密度; N_i 为暗场像中的析出

相总数; V_i 为暗场像对应试样的体积; a_i 、 b_i 和 t_i 分别为暗场像的长、宽及其对应薄膜样品的厚度。

2.4.1 CBED 方法测定薄膜样品的局部厚度

透射电镜下测定析出相 Al_2ZnZr 的数密度, 首先需要测定观察区薄膜样品的厚度。可以选用不确定度较小的会聚束电子衍射(CBED)方法测定薄晶体的厚度^[22]。

基体 $\alpha(\text{Al})$ 的[110]方向 SAED 结果如图 9(a)所示, 其指数标定如图 2(d)所示。图 9(a)中圆圈所示衍射斑为基体 $\alpha(\text{Al})$ 的(022)晶面的衍射, 晶面间距 $d_{022}=0.1432\text{ nm}$ 。双束近似条件下, 基体 $\alpha(\text{Al})$ 的(022)晶面的会聚束电子衍射 Kossel-M llenstedt(K-M)花样如图 9(b)所示, 图中透射盘与衍射盘中心连

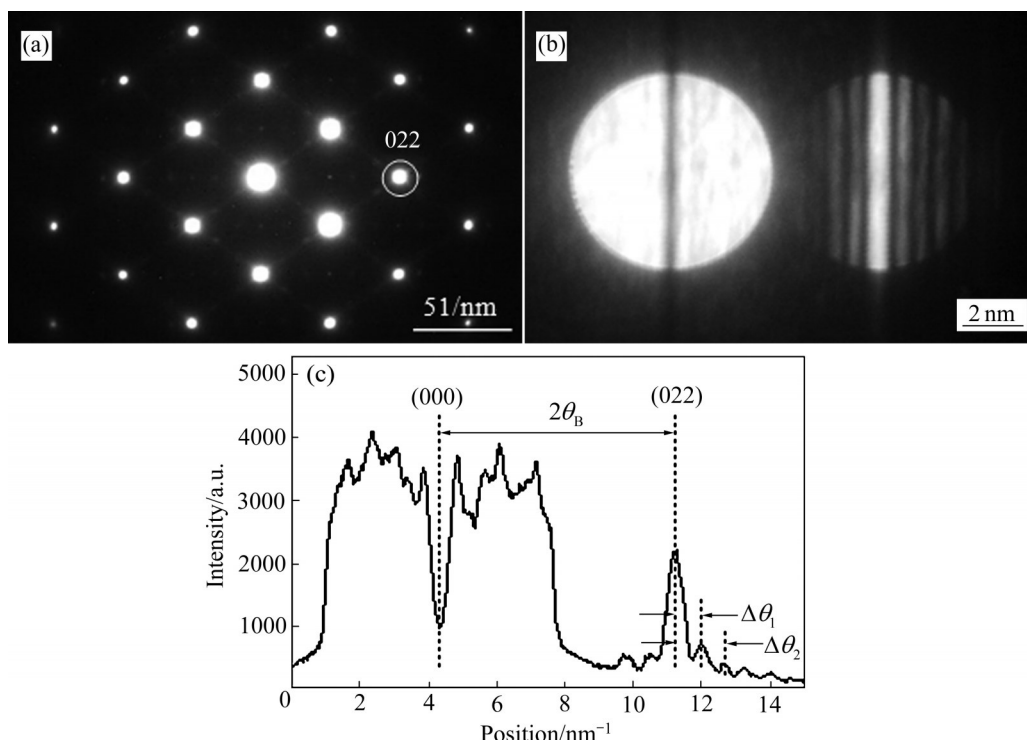


图9 CBED方法测定样品的局部厚度

Fig. 9 Measurement of local thickness of thin foil specimen by CBED method: (a) SAED; (b) K-M diffraction pattern of (022) crystal plane of $\alpha(\text{Al})$; (c) Intensity distribution of Fig. 3(a)

线方向的强度分布如图9(c)所示。

图9(c)透射盘中心与(022)衍射盘中心之间的距离为 $2\theta_B$ (θ_B 为布拉格角), 第 i 条暗条纹与盘中心的距离为 $\Delta\theta_i$ 。测量 $\Delta\theta_1$ 、 $\Delta\theta_2$ 、 $\Delta\theta_3$...的值, 结果如表5所示。

表5 K-M花样的测量数据

Table 5 Measurement data of K-M pattern

Data No.	$2\theta_B / \text{nm}^{-1}$	$\Delta\theta_1 / \text{nm}^{-1}$	$\Delta\theta_2 / \text{nm}^{-1}$	$\Delta\theta_3 / \text{nm}^{-1}$	$\Delta\theta_4 / \text{nm}^{-1}$	$\Delta\theta_5 / \text{nm}^{-1}$
1	6.925	0.361	0.848	1.389	1.876	2.417
2	6.926	0.343	0.866	1.407	1.894	2.417
Mean	6.926	0.352	0.857	1.398	1.885	2.417

在双束近似条件下晶面(hkl)衍射盘内的强度分布 I_{hkl} 为^[17]:

$$I_{hkl} = \frac{1}{1 + (s\xi_{hkl})^2} \sin^2 \left(\pi t \frac{\sqrt{1 + (s\xi_{hkl})^2}}{\xi_{hkl}} \right) \quad (4)$$

式中: s 为(hkl)衍射束的偏离矢量; ξ_{hkl} 为(hkl)衍射束的消光距离; t 为薄晶体试样厚度。衍射盘内第 i

条暗条纹出现的条件为:

$$\left(\frac{s_i}{n_i} \right)^2 + \left(\frac{1}{\xi_{hkl}} \right)^2 \left(\frac{1}{n_i} \right)^2 = \frac{1}{t^2} \quad (5)$$

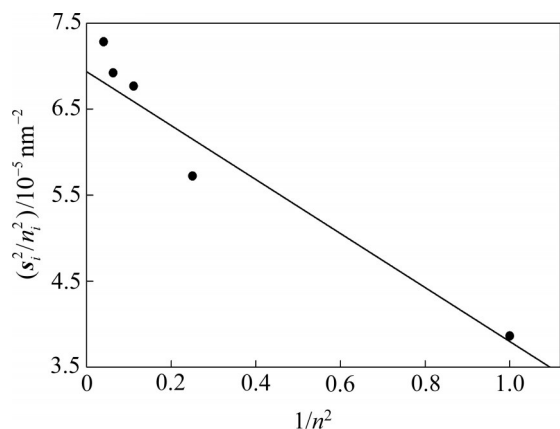
其中:

$$s_i = (\Delta\theta_i / 2\theta_B) \cdot (\lambda / d_{hkl}^2) \quad (6)$$

式中: i 和 n_i 为正整数; s_i 为(hkl)衍射盘内第 i 个强度极小值处的偏离矢量; ξ_{hkl} 是(hkl)晶面的消光距离; λ 为入射电子的波长。令 $y = (s_i/n_i)^2$ 、 $k = -(1/\xi_{hkl})^2$ 、 $x = (1/n_i)^2$ 、 $b = 1/t^2$, 则式(5)可以表达为: $y = kx + b$ 。将表5所示数据代入式(4)~(6), 数据处理^[23-27]结果如图10所示。实验数据采用最小二乘法拟合, 拟合后的直线方程为: $y = (-3.1362x + 6.9344) \times 10^{-5} \text{ nm}^{-2}$, 由此得出电子束入射方向试样的局部厚度为: $t = 120.1 \text{ nm}$ 。

2.4.2 数密度

图1(d)所示暗场像中的颗粒数为: $N_i = 89$, 暗场像的长度 $a_i = 1.799 \mu\text{m}$ 、宽度 $b_i = 1.199 \mu\text{m}$, 暗场像对应薄膜样品的厚度为: $t = 120.1 \text{ nm}$ 。将以上数据代入式(3), 求出析出相 Al_2ZnZr 的数密度为 $\rho_{N_i} = 3.44 \times 10^{11} \text{ mm}^{-3}$ 。

图10 $(s_i/n_i)^2 \sim (1/n_i)^2$ 关系图Fig. 10 $(s_i/n_i)^2 \sim (1/n_i)^2$ curve

3 结论

1) 7055-T7751 铝合金预拉伸厚板中存在纳米尺度的析出相 Al_2ZnZr ，呈球形或圆片状，尺寸多数在 20 nm 左右，另有少量 30 nm 以上较大尺寸的析出相 Al_2ZnZr 及较多隐约可见的细小析出相 Al_2ZnZr 。析出相在晶内相对均匀分布，无明显晶界聚集现象；析出相的分布与亚晶界有关，起到了细化亚晶的作用。

2) 析出相 Al_2ZnZr 的结构为简单立方结构，点阵参数为 $a=0.403$ nm。

3) 析出相 Al_2ZnZr 与 FCC 结构的 $\alpha(\text{Al})$ 之间有共格关系，两者之间取向关系为 $\{100\}_{\text{Al}} // \{100\}_{\text{Al}_2\text{ZnZr}}$ 、 $\langle 001 \rangle_{\text{Al}} // \langle 001 \rangle_{\text{Al}_2\text{ZnZr}}$ 。

4) 7055-T7751 铝合金预拉伸厚板中析出相 Al_2ZnZr 的数密度为 $3.44 \times 10^{11} \text{ mm}^{-3}$ 。

REFERENCES

- [1] WANG F, QIU D, LIU Z L, et al. Crystallographic study of Al_3Zr and Al_3Nb as grain refiners for Al alloys[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014, 24(7): 2034–2040.
- [2] LIU J Z, CHEN J H, LIU Z R, et al. Fine precipitation scenarios of $\text{AlZnMg}(\text{Cu})$ alloys revealed by advanced atomic-resolution electron microscopy study Part II: fine precipitation scenarios in $\text{AlZnMg}(\text{Cu})$ alloys[J]. Materials Characterization, 2015, 99: 142–149.
- [3] 王国军, 吕新宇. 7055 铝合金的化学成分、物相组成及其

性能特点[J]. 上海有色金属, 2008, 29(3): 118–122.

WANG Guo-jun, LÜ Xin-yu. The chemical composition and phase composition of aluminum alloy 7055 and its performance characteristics[J]. Shanghai Nonferrous Metals, 2008, 29(3): 118–122.

- [4] XU D K, BIRBILIS N, LASHANSKY D, et al. Effect of solution treatment on the corrosion behaviour of aluminium alloy AA7150: Optimisation for corrosion resistance[J]. Corrosion Science, 2011, 53(1): 217–225.
- [5] KHAN M A, WANG Y W, ANJUM M J, et al. Effect of heat treatment on the precipitate behaviour, corrosion resistance and high temperature tensile properties of 7055 aluminum alloy synthesis by novel spray deposited followed by hot extrusion[J]. Vacuum, 2020, 174: 109185.
- [6] 臧金鑫, 邢清源, 陈军洲, 等. 800 MPa 级超高强度铝合金的时效析出行为[J]. 材料工程, 2021, 49(4): 71–77.
ZANG Jin-xin, XING Qing-yuan, CHEN Jun-zhou, et al. Aging precipitation behavior of 800 MPa grade ultra high strength aluminum alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 2021, 49(4): 71–77.
- [7] 韦士龙, 冯艳, 王日初, 等. 热处理对 7056 和 7095 铝合金力学性能和 SCC 的影响[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(8): 1739–1749.
WEI Shi-long, FENG Yan, WANG Ri-chu, et al. Effect of heat treatment on mechanical properties and SCC of 7056 and 7095 aluminum alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(8): 1739–1749.
- [8] ZANG Jin-xin, ZHANG Kun, DAI Sheng-long. Precipitation behavior and properties of a new high strength Al-Zn-Mg-Cu alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2012, 22(11): 2638–2644.
- [9] 冯迪, 刘胜胆, 韩念梅, 等. 7A55 铝合金-RRA 态厚板组织和性能及其不均匀性的多因素影响[J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(6): 1150–1160.
FENG Di, LIU Sheng-dan, HAN Nian-mei, et al. Multifactorial effects on microstructure, properties and through-thickness inhomogeneity of 7A55-RRA treated aluminum alloy thick plate[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29(6): 1150–1160.
- [10] 刘萍. 7000 系铝合金中主要合金元素对其性能及微观组织的影响[D]. 长沙: 湖南大学, 2013.
LIU Ping. Effect of main elements on the mechanical properties and microstructures in 7000 series aluminium alloy[D]. Changsha: Hunan University, 2013.
- [11] 陈军洲, 戴圣龙, 甄良. AA 7055 铝合金板材的微观组织与力学性能[J]. 航空材料学报, 2017(5): 7–14.
CHEN Jun-zhou, DAI Sheng-long, ZHEN Liang.

- Microstructure and mechanical property of aluminum alloy plate AA 7055[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2017(5): 7–14.
- [12] 刘胜胆, 张新明, 游江海, 等. 微量锆对 7055 型铝合金淬火敏感性的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2007, 36(4): 607–611.
- LIU Sheng-dan, ZHANG Xin-ming, YOU Jiang-hai, et al. Influence of trace Zr on quench sensitivity of 7055 type aluminum alloy[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, 36(4): 607–611.
- [13] ZUO J R, HOU L G, SHI J T, et al. Effect of deformation induced precipitation on grain refinement and improvement of mechanical properties AA 7055 aluminum alloy[J]. *Materials Characterization*, 2017, 130: 123–134.
- [14] 闫亮明, 王志强, 沈健, 等. 7055 铝合金的研究现状及展望[J]. *材料导报*, 2009, 23(5): 69–73.
- YAN Liang-ming, WANG Zhi-qiang, SHEN Jian, et al. Research status and expectation of 7055 aluminium alloy[J]. *Materials Review*, 2009, 23(5): 69–73.
- [15] 熊尚武, 潘清林, 张豪, 等. 喷射成形 7055 铝合金的热变形行为及显微组织演变[J]. *中国有色金属学报*, 2018, 28(5): 863–871.
- XIONG Shang-wu, PAN Qing-lin, ZHANG Hao, et al. Hot deformation behavior and microstructure evolution of spray formed 7055 aluminum alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2018, 28(5): 863–871.
- [16] 刘洋. 锌铝合金的组织性能优化及相关基础研究[D]. 长沙: 中南大学, 2013.
- LIU Yang. Optimization of microstructure and properties and its relative basic research of zinc-aluminum alloy[D]. Changsha: Central South University, 2013.
- [17] SPENCE J C H, ZUO J M. *Electron microdiffraction*[M]. Boston, MA: Springer US, 1992: 86–261.
- [18] 娄艳芝, 李春志, 柳得槽. TiC 在 Ti_2CS 上形核生长的电镜观察及其取向关系的测定[J]. *北京科技大学学报*, 2010, 32(4): 438–443.
- LOU Yan-zhi, LI Chun-zhi, LIU De-lu. Tem observation of tic precipitates nucleated on Ti_2CS and determination of orientation relationships[J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 2010, 32(4): 438–443.
- [19] GB/T 18907—2013. 微束分析 分析电子显微术 透射电镜选区电子衍射分析方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2013.
- GB/T 18907—2013. Microbeam analysis — Analytical electron microscopy — Selected-area electron diffraction analysis using a transmission electron microscope[S]. Beijing: Standards Press of China, 2013.
- [20] 陆文俊. 固溶态大变形调控 7000 系铝合金的性能及其机理的初步研究[D]. 镇江: 江苏大学, 2014.
- LU Wen-jun. Research on properties control of 7000 series aluminum alloy through solution-large eformation and its mechanisms[D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2014.
- [21] 刘玉, 赵东山, 聂鑫, 等. Mg-Al-Zn-Sn 合金时效析出的 γ 相颗粒数密度的测定[J]. *电子显微学报*, 2012, 31(2): 130–134.
- LIU Yu, ZHAO Dong-shan, NIE Xin, et al. The measurement of the density of the precipitated γ particles during the aging process of the Mg-Al-Zn-Sn alloy[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2012, 31(2): 130–134.
- [22] 娄艳芝. Kossel-M llenstedt 衍射花样特征及薄晶体厚度测定[J]. *电子显微学报*, 2021, 40(3): 234–241.
- LOU Yan-zhi. Characteristics of Kossel-M llenstedt diffraction pattern and measurement of thin crystal thickness[J]. *Journal of Chinese Electron Microscopy Society*, 2021, 40(3): 234–241.
- [23] JIA R G, ZHANG C H, FU X, et al. CBED and EELS measurements of post-irradiated aluminum specimen thickness[J]. *Materials Science Forum*, 2018, 913: 636–641.
- [24] ZHU J, TAN P K, TAN H, et al. Crystal thickness and extinction distance measurements by convergent beam electron diffraction fitting and application in quantitative TEM holography analysis on p-n junctions[J]. *Journal of Vacuum Science & Technology B*, 2015, 33(5): 052209.
- [25] EGERTON R F. *Electron energy loss spectroscopy in the electron microscope*[M]. New York: Springer, 2011: 293.
- [26] CASTRO RIGLOS M V, TOLLEY A. A method for thin foil thickness determination by transmission electron microscopy[J]. *Applied Surface Science*, 2007, 254(1): 420–424.
- [27] GB/T 20724—2021. 微束分析 薄晶体厚度的会聚束电子衍射测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2021.
- GB/T 20724—2021. Microbeam analysis—Method of thickness measurement for thin crystal by convergent beam electron diffraction[S]. Beijing: Standards Press of China, 2021.

Microstructure and precipitation characteristics of nano-scale Al_2ZnZr in 7055 aluminum alloy

LOU Yan-zhi, LI Chun-zhi

(Department of Steel and Rare-Noble Metals, AECC Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

Abstract: In this paper, a kind of nano-scale precipitate in 7055-T7751 aluminum alloy was studied by TEM. Bright field images and HRTEM images were observed in order to determine the morphology and distribution characteristics. SAED and EDS analysis were performed to characterize the composition and structure. In addition, by analyzing the SAED patterns of five low-index zone axes of $\alpha(\text{Al})$ (including [100], [110], [111], [112] and [013]), the orientation relationship between the precipitates and the matrix was determined. Finally, the local thickness of the aluminum alloy specimen was measured by CBED, and the number density of this precipitate was further determined. The results show that there are nano-scale Al_2ZnZr precipitates in 7055-T7751 pre-stretched thick plate. The precipitates are spherical or discs-shaped, and most of them are about 20 nm in size. The structure of Al_2ZnZr precipitates is simple cubic (SC) with lattice parameter $a=0.403$ nm. The number density of Al_2ZnZr precipitates in 7055-T7751 aluminum alloy is about $3.44 \times 10^{11} \text{ mm}^{-3}$. Moreover, there is a coherent relationship between Al_2ZnZr with simple cubic (SC) structure and $\alpha(\text{Al})$ with face centered cubic (FCC) structure, and the orientation relationship between them is $\{100\}_{\text{Al}} // \{100\}_{\text{Al}_2\text{ZnZr}}, \langle 001 \rangle_{\text{Al}} // \langle 001 \rangle_{\text{Al}_2\text{ZnZr}}$.

Key words: 7055 aluminum alloy; Al_2ZnZr ; precipitate; orientation relationship; convergent beam electron diffraction(CBED); thin foil thickness; number density

Foundation item: Project (61385) supported by the Major Basic Research on National Security of China

Received date: 2021-05-19; **Accepted date:** 2021-09-08

Corresponding author: LOU Yan-zhi; Tel: +86-18811519630; E-mail: louyanzhi2016@163.com

(编辑 龙怀中)