

文章编号: 1004-0609(2004)07-1211-06

分级固溶对 7A04 铝合金组织与性能的影响^①

宁爱林^{1, 2}, 刘志义¹, 郑青春¹, 曾苏民^{1, 3}

(1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083; 2. 邵阳学院 机械工程系, 邵阳 422004;

3. 西南铝加工厂, 重庆 401326)

摘 要: 研究了分级固溶对 7A04 铝合金组织与性能的影响。结果表明: 7A04 铝合金在 470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 9 min 固溶和 140 ℃, 6 h+ 150 ℃, 1 h 时效后的 σ_b , $\sigma_{0.2}$ 和 δ_5 分别达到 544.6 MPa, 498.8 MPa 和 11.1%。金相观察发现, 短时分级固溶(470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 3~9 min)的晶粒尺寸较 485 ℃单级固溶的细小。断口扫描电镜观察表明: 分级固溶获得了典型的韧窝型断口。X 射线衍射分析结果表明: 470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 9 min 分级固溶后, 除少量 Al_2Cu 外, $MgZn_2$ 已完全溶解。能谱分析表明: 未溶相主要为富 Fe 和 Cu 的杂质相。由于 470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 9 min 分级固溶的晶粒比 485 ℃单级固溶的细小, 溶质过饱和度达到了 500 ℃, 20 min 单级固溶的水平, 使得时效后的试样获得了最高的力学性能, 达到了常规固溶工艺的性能水平。

关键词: 高强铝合金; 分级固溶; 组织; 性能

中图分类号: TG 166.3

文献标识码: A

Effects of progressive solution treatment on microstructure and mechanical properties of 7A04 aluminum alloy

NIN Ailin^{1, 2}, LIU Zhiyi¹, ZHENG Qingchun¹, ZENG Sumin^{1, 3}

(1. School of Materials Science and Engineering,

Central South University, Changsha 410083, China;

2. Department of Mechanical Engineering, Shaoyang Institute, Shaoyang 422004, China;

3. Southwestern Aluminum Ltd. Co., Chongqing 401326, China)

Abstract: The effects of progressive solution treatment on microstructure and mechanical properties of 7A04 aluminum alloy were investigated. Results indicate that after solutionized under condition of 470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 9 min and subsequent aging process of 140 ℃, 6 h+ 150 ℃, 1 h, σ_b , $\sigma_{0.2}$ and δ_5 of 7A04 alloy reach 544.6 MPa, 498.8 MPa and 11.1% respectively. Metallography observation indicates that the grain size after short-time progressive solution treatment (470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 3~9 min) is smaller than that after single-stage solution at 485 ℃. SEM observation indicates that the progressively solutionized sample in tension test behaves as typical dimpled fracture. X-ray diffraction analysis indicates that after progressive solution under the condition of 470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 9 min, $MgZn_2$ as main strengthening phase is totally dissolved except a small amount of Al_2Cu . EDAX analysis indicates that the main undissolved phases are inclusions rich in Fe and Cu. Because the grain size of the sample progressively solutionized at 470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 9 min is smaller than that of single-step solutionized at 485 ℃, the supersaturation degree of the progressively solutionized sample reaches that of the sample single-step solutionized at 500 ℃, 20 min, and obtains the highest mechanical properties after subsequent aging, which is equal to those got by traditional solution process.

Key words: high strength aluminum alloy; progressive solution; microstructure; property

基金项目: 湖南省教育厅资助项目(03C444)

收稿日期: 2004-03-10; 修订日期: 2004-04-28

作者简介: 宁爱林(1956-), 男, 副教授, 博士研究生。

通讯作者: 宁爱林, 副教授; 电话: 0739-5431794; E-mail: nal56@sohu.com

降低铝材生产及加工过程中的能源消耗和提高铝材生产效率、降低加工成本是目前我国铝工业发展中面临的重要问题之一^[1]。7A04 铝合金属于量大面广的 Al-Zr-Mg-Cu 系超硬铝合金, 提高其热加工生产效率和装备使用效率以及降低能源消耗及加工成本具有显著的经济效益和社会效益。目前, 国内外在该合金或相应牌号合金的成分及热加工方面进行了大量的研究^[2-4], 积累了丰富的实践经验。而对该系合金进行的热处理组织与性能的研究, 主要集中在时效组织与性能的关系方面^[5-9], 以提高铝合金热加工效率、降低能耗和加工成本为目的的快速热处理的研究至今未见公开报道。近年来的研究表明^[10-13], 强化固溶可以使最终固溶温度超过多相共晶温度而不产生过烧组织, 提高了合金的溶质原子固溶程度和最终力学性能。其工艺特点是固溶过程分为二级: 第一级选择较低的常规固溶温度, 第二级温度较高, 且第一级至第二级固溶温度之间的加热速度较低, 以便较低熔点的多元共晶相能够溶解。在避免组织过烧的前提下提高溶质原子固溶度, 从而获得更充分的析出强化效果。如果根据强化固溶的这一特点进行反向思考, 就可以得出在保持合金的合格力学性能前提下, 缩短固溶时间、降低能耗、提高固溶效率和热处理装备使用效率的新思路。据此, 本文作者研究了短时分级固溶对 7A04 铝合金组织与性能的影响, 以期达到降低能耗、提高装备使用效率的目的。

1 实验

实验用 7A04 铝合金的化学成分(质量分数, %)为: 6.28Zn, 2.19Mg, 1.60Cu, 0.22Fe, 0.15Cr, 0.09Si, < 0.05Ni, < 0.05Ti, 余量 Al。材料的制备过程是: 1) 在 750~760 °C 熔炼后进行半连续铸造, 铸锭的规格为 d 192 mm $\times$ 680 mm; 2) 对铸锭进行 460 °C, 36 h 的均匀化处理; 3) 在 d 200 mm 的挤压筒中进行热挤压, 挤压温度为 420~430 °C, 挤压比为 17.3。为了缩短试样的均热时间, 特将试样的标距尺寸加工成 d 6 mm $\times$ 40 mm 的短标距试样。分级固溶温度以常规固溶温度 470 °C 为一级固溶温度、485 °C 为二级固溶温度; 一级固溶时间为 5 min。二级固溶时间分别选定为 3, 6 和 9 min。为了方便比较, 单级固溶温度选定为 470 °C 和 485 °C, 时间定为分级固溶的两段时间之和, 分别为 8, 11 和 14 min。同时, 为了考察分级固溶时溶质原子固溶程度, 特将其与过烧温度 500 °C,

20 min 的固溶程度进行比较。时效制度采用二级时效, 一级时效温度为 140 °C, 时间为 6 h; 二级时效温度为 150 °C, 时间分别为 1, 2 和 3 h。拉伸试样按 GB/T 16865—97 标准规定的短试样尺寸制备。用 CSS-4400 万能电子拉伸机测试力学性能(σ_b , $\sigma_{0.2}$ 和 δ_5)。用 NEOPHOT21 大型金相显微镜(OM)观察各固溶态金相组织。用 KYKY-2800 扫描电镜观察分级固溶加时效状态试样的拉伸断口。利用 X-650 X 射线衍射仪对固溶态的未溶相进行物相分析, 并用能谱仪对未溶相进行成分分析。

2 结果与分析

表 1 所列是 470 °C, 5 min+485 °C, 3 min、470 °C, 5 min+485 °C, 6 min 和 470 °C, 5 min+485 °C, 9 min 分级固溶及 470 °C 和 485 °C 单级固溶相同时间(8, 11 和 14 min)并进行 140 °C, 6 h+150 °C, (1, 2, 3 h) 二级时效后的拉伸性能测试结果。图 1 所示是 470 °C, 5 min+485 °C, 3 min 和 470 °C, 5 min+485 °C, 9 min 两种分级固溶及 485 °C 单级固溶相同时间的金相组织。图 2 所示是 470 °C, 5 min+485 °C, 3 min 和 470 °C, 5 min+485 °C, 9

表 1 7A04 铝合金的热处理制度与力学性能

Table 1 Heat treatment process and mechanical properties of 7A04 aluminum alloy

Sample No.	Solution time/min		Aging time/h		σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ_5 /%
	470 °C	485 °C	140 °C	150 °C			
1	5	3	6	1	477.4	393.3	12.3
2	5	6	6	1	528.2	462.4	11.2
3	5	9	6	1	544.6	498.8	11.1
4	5	9	6	2	477.2	398.3	11.4
5	5	9	6	3	482.4	409.5	9.6
6	8	—	6	1	422.3	290.8	12.1
7	—	8	6	1	427.3	283.7	12.3
8	11	—	6	1	463.1	313.7	11.3
9	—	11	6	1	495.3	441.5	11.4
10	14	—	6	1	466.3	352.8	11.5
11	—	14	6	1	487.9	369.3	11.8
12	14	—	6	2	471.7	344.2	13.4
13	—	14	6	2	477.8	387.9	10.0
14	14	—	6	3	469.0	327.0	14.4
15	—	14	6	3	471.7	377.7	12.0

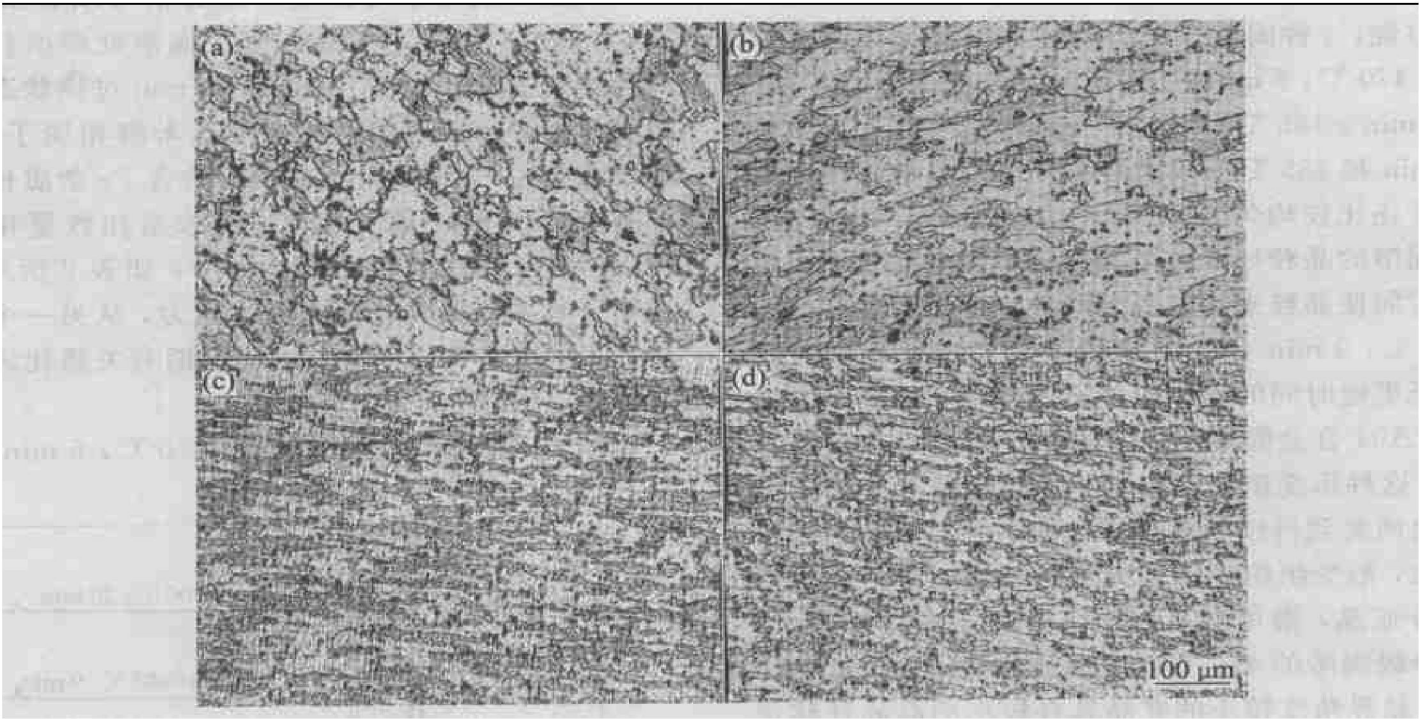


图 1 不同固溶处理后固溶态 7A04 合金的金相组织

Fig. 1 Metallographic microstructures of solid-soluted 7A04 alloy after different solution treatment

(a) $-485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 8 min; (b) $-485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 14 min; (c) $-470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 min+ $485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 min; (d) $-470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 min+ $485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 9 min

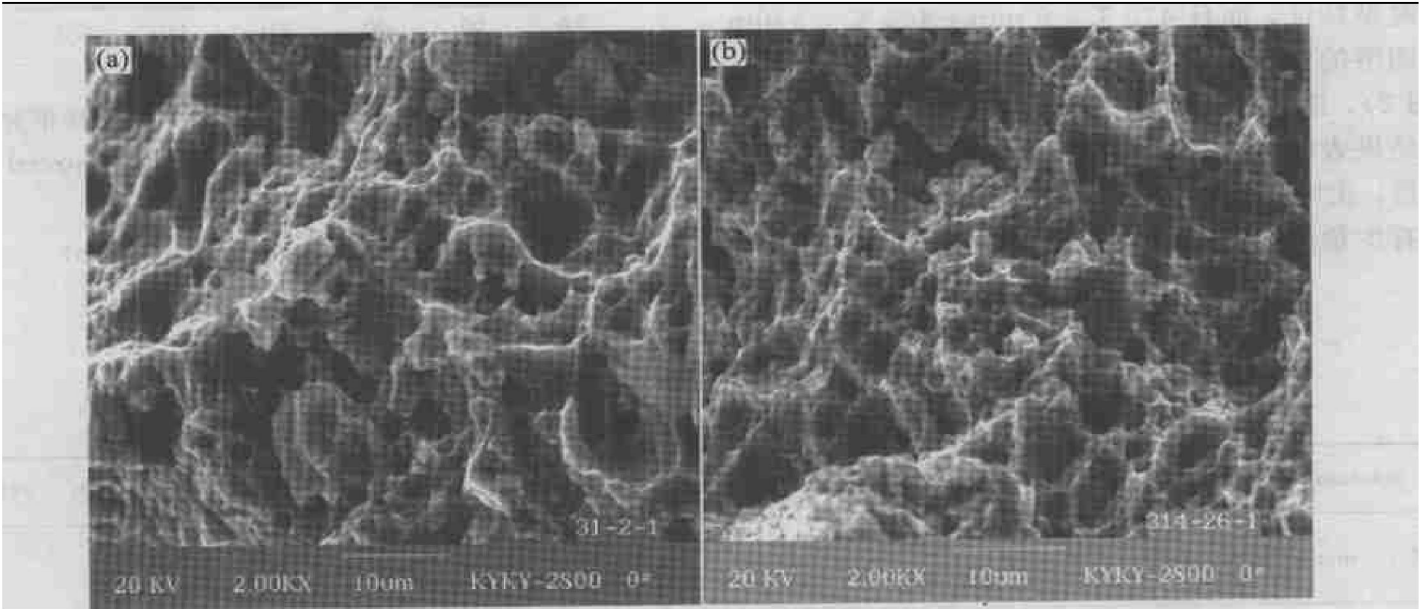


图 2 固溶态 7A04 合金的断口形貌($140\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6 h+ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 h 时效)

Fig. 2 Tensile fractographs of solid-soluted 7A04 alloy($140\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 h+ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 h aging)
after different solution treatment

(a) $-470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 min+ $485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 min; (b) $-470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 min+ $485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 9 min

min 分级固溶后 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6 h+ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 h 时效试样的拉伸断口形貌。对各固溶态残存未溶相的 X 射线衍射分析结果示于图 3。各固溶态残存未溶相形貌及相应的成分分析结果分别如图 4 和表 2 所示。

从表 1 可以看出: 进行 $470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 min+ $485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 9 min 分级固溶和 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6 h+ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 h 时

效的试样的拉伸性能最好, σ_b 、 $\sigma_{0.2}$ 和 δ_5 分别达以 544 MPa, 498.8 MPa 和 11.1%。国家相应标准为: $\sigma_b \geq 530\text{ MPa}$, $\sigma_{0.2} \geq 400\text{ MPa}$ 和 $\delta_5 \geq 6\%$ 。比较可知试样经 $470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 min+ $485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 9 min 分级固溶和 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6 h+ $150\text{ }^{\circ}\text{C}$, 1 h 时效后所获得的力学性能已经达到了国家相关标准的要求。从图 1 所示

的金相组织可以看出：分级固溶和 485 ℃单级固溶均未出现过烧，4 种固溶态组织的晶粒尺寸由小到大顺序为：470 ℃，5 min+ 485 ℃，3 min 分级固溶、470 ℃，5 min+ 485 ℃，9 min 分级固溶、485 ℃单级固溶 8 min 和 485 ℃单级固溶 14 min，分级固溶的晶粒尺寸还比较均匀。470 ℃，5 min+ 485 ℃，3 min 分级固溶的晶粒尺寸较小的原因可能是缩短了高温固溶时间使晶粒来不及长大所致，而 470 ℃，5 min+ 485 ℃，9 min 分级固溶的晶粒尺寸比相同时间或甚至更短时间的 485 ℃单级固溶的小，其根本原因是 7A04 合金固溶处理前的原始组织为热挤压态组织，这种变形组织在高温下进行固溶处理必定会发生由回复到再结晶的组织转变，由于固溶处理时间较短，变形组织来不及完成再结晶，必定会保留一部分亚晶，温度越低，所保留的亚晶比例越大，使在分级固溶的 470 ℃低温段能够获得较大比例的亚晶，晶界角度较小的亚晶具有较小的晶界迁移速率^[14]，从而使在分级固溶 485 ℃高温段能够获得较小尺寸的晶粒组织(见图 1)。对拉伸试样断口的扫描电镜观察表明：分级固溶的断口组织呈现出典型的韧窝型特征，而且 470 ℃，5 min+ 485 ℃，3 min 分级固溶的韧窝更深，表明发生了较大的塑性变形(见图 2)，这映证了表 1 的测试结果。X 射线衍射分析结果表明：470 ℃，5 min + 485 ℃，9 min 分级固溶后，主要的合金强化相 MgZn₂ 已经完全溶解，但仍有少量的 Al₂Cu 相存在，如图 3 所示。

从图 3 的衍射峰强度定性分析可以看出：470 ℃，5 min+ 485 ℃，9 min 分级固溶处理所获得的溶质原子过饱和度与 500 ℃，20 min 过烧状态下的相当。能谱分析表明，各固溶态未溶相属于富 Cu 相或含 Fe、Co 杂质相，在所有的含 Fe 杂质相中都含有较高的 Cu；真正富 Cu 的未溶相数量相对较少，且都出现在单级固溶试样中，如表 2 所示。这说明分级固溶具有较强的固溶能力，从另一个角度验证了图 3 的测试结果，这与近期有关强化固溶研究的观点一致^[15]。

综合以上分析可以认为：470 ℃，5 min+ 485

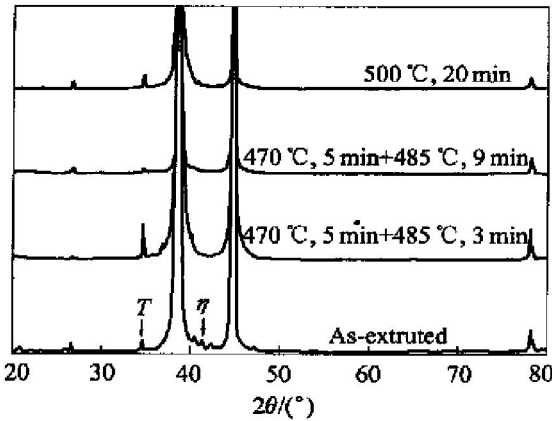


图 3 7A04 合金中残存未溶相的 X 射线衍射图

Fig. 3 XRD patterns of undissolved phases in 7A04 alloy after different solution treatment

表 2 7A04 合金固溶态未溶相的成分

Table 2 Composition of undissolved phase in 7A04 alloy after different solution treatment

Solution treatment	Type of undissolved phase	$x(\text{Zn})/\%$	$x(\text{Mg})/\%$	$x(\text{Cu})/\%$	$x(\text{Fe})/\%$	$x(\text{Co})/\%$	$x(\text{Mn})/\%$
470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 3 min	Cr rich phase	2.60	2.29	2.18	2.93	—	0.80
	Impurity	2.21	2.40	1.70	4.09	—	1.05
470 ℃, 5 min+ 485 ℃, 9 min	Cr rich phase	8.70	2.89	2.98	2.23	—	0.71
	Impurity	1.34	3.44	0.08	—	26.36	—
470 ℃, 8 min	Cr rich phase	19.36	1.97	4.98	—	—	—
	Impurity	0.60	1.92	3.16	8.86	2.01	4.44
485 ℃, 8 min	Cr rich phase	48.65	—	15.20	—	—	—
470 ℃, 14 min	Cr rich phase	17.45	—	8.58	—	—	—
	Impurity	3.37	1.04	3.55	9.80	1.70	2.04
485 ℃, 14 min	Cr rich phase	13.97	3.84	5.25	—	—	—
	Impurity	0.94	1.80	0.15	—	28.10	—

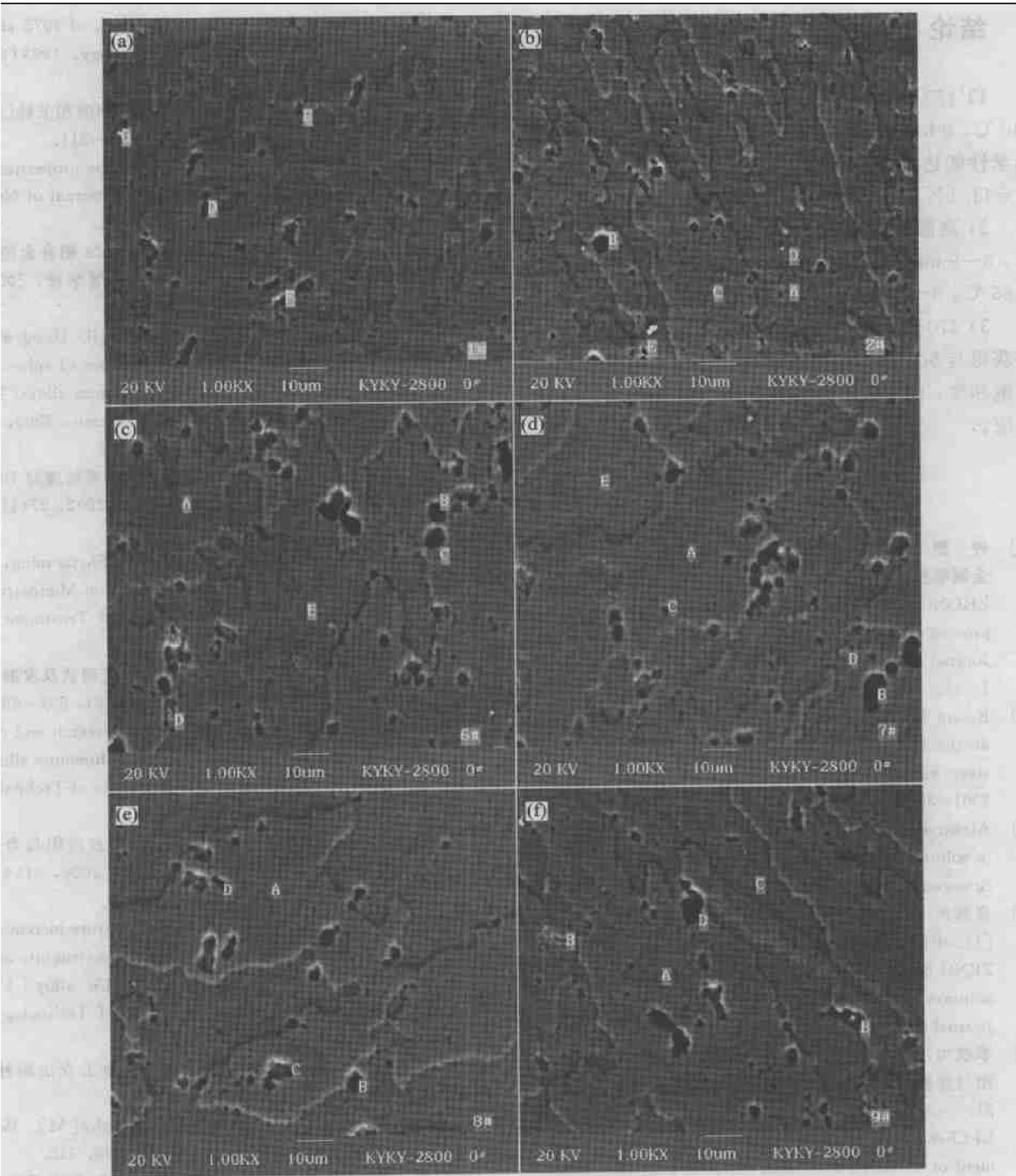


图 4 不同固溶处理后 7A04 合金固溶态未溶相的微观形貌

Fig. 4 Morphologies of undissolved phases in 7A04 alloy
after different solution treatment

(a) $-470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 min+ $485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 3 min; (b) $-470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 5 min+ $485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 9 min;
(c) $-470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 8 min; (d) $-485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 8 min; (e) $-470\text{ }^{\circ}\text{C}$, 14 min; (f) $-485\text{ }^{\circ}\text{C}$, 14 min

$^{\circ}\text{C}$, 9 min 分级固溶可以达到较高的溶质原子过饱和度和较细小的晶粒组织, 使时效后的力学性能达到了国家相关标准的要求, 并可以取得缩短固溶时间、提高热处理装备周转效率和生产率的效果。

3 结论

1) 470 °C, 5 min+ 485 °C, 9 min 分级固溶及 140 °C, 6 h+ 150 °C, 1 h 时效后 7A04 铝合金拉伸力学性能达到了 $\sigma_b = 544$ MPa, $\sigma_{0.2} = 498.8$ MPa 和 $\delta_5 = 11.1\%$ 。

2) 高温短时的分级固溶(470 °C, 5 min+ 485 °C, 3~ 9 min) 可以获得比相同时间高温单级固溶(485 °C, 8~ 14 min) 更加细小的晶粒组织。

3) 470 °C, 5 min+ 485 °C, 9 min 分级固溶能够获得与 500 °C, 20 min 单级固溶相当的溶质原子过饱和度, 使时效过程能够获得足够高的析出强化效应。

REFERENCES

- [1] 钟 掘. 提高铝材质量基础研究的进展[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(A1 Special): 1~ 13.
ZHONG Jue. Progress in fundamental reseach of improving quality of aluminum products[J]. The chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(A1 Special): 1~ 13.
- [2] Essam E M, Michael B. Influence of precipitates on ductile fracture of aluminium alloy AA7075 at high strain rates[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 307: 143~ 150.
- [3] Alexander F, Anders S, Hans J R. Strain localization in solution heat treated Al-Zr-Mg alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 300: 165~ 170.
- [4] 曾苏民. 影响铝合金固溶保温时间的多因素相关规律[J]. 中国有色金属学报, 1999, 9(1): 79~ 86.
ZENG Su-min. Disciplines of multiple factors affecting solution treating of aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 1999, 9(1): 79~ 86.
- [5] 李成功, 巫世杰. 先进铝合金在航空航天工业中的应用与发展[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(3): 16~ 21.
LI Cheng-gong, WU Shi-jie. Application and development of advanced aluminum alloys in aerospace industry[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(3): 16~ 21.
- [6] Heinz A, Haszler A. Recent development in aluminum alloys for aerospace applications[J]. Mater Sci Eng, 2000, A280: 102.
- [7] Lukasak D A. Strong aluminum alloy shaves airframe weight[J]. Advanced Materials & Processes, 1991 (10): 46~ 49.
- [8] Huang Z W, Loretto M H. Influence of lithium additions on precipitation and age hardening of 7075 alloy[J]. Materials Sciences and Technology, 1993(9): 967~ 980.
- [9] 刘继华. 7075 铝合金耐腐蚀性与热处理的相关性[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(3): 208~ 211.
LIU Ji-hua. Heat treatment and corrosion properties of 7075aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(3): 208~ 211.
- [10] 陈康华, 刘允中, 刘红卫. 7075 和 2024 铝合金的固溶组织与力学性能[J]. 中国有色金属学报, 2000, 10(6): 819~ 822.
CHEN Kang-hua, LIU Yun-zhong, LIU Hong-wei. Microstructure and mechanical properties of enhanced solution treated 7075 and 2024 aluminum alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2000, 10(6): 819~ 822.
- [11] 林高用, 彭大暑, 魏圣明, 等. 强化固溶处理对 7075 铝合金组织的影响[J]. 金属热处理, 2002, 27(11): 30~ 32.
LIN Gao-yong, PENG Da-shu, WEI Sheng-ming, et al. Influence of strengthened solution on Microstructures of 7075 aluminum alloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2002, 27(11): 30~ 32.
- [12] 曾 渝, 尹志民. 超高强铝合金的研究现状及发展趋势[J]. 中南工业大学学报, 2002, 33(6): 592~ 596.
ZENG Yu, YIN Zhi-ming. Present research and developing trends of ultra high strength aluminum alloys[J]. Journal of Central South University of Technology, 2002, 33(6): 592~ 596.
- [13] 陈康华. 升温固溶对 Al-Zr-Mg-Cu 合金组织与力学性能的影响[J]. 中南工业大学学报, 2000, 31(4): 339~ 341.
CHENG Kang-hua. Effect of temperature-incremental solution heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Al-Zr-Mg-Cu alloy[J]. Journal of Central South University of Technology, 2000, 31(4): 339~ 341.
- [14] 刘国勋. 金属学原理[J]. 北京: 冶金工业出版社, 1980. 310.
LIU Guo-xun. Theory of Metallography[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1980. 310.
- [15] 张 坤. 合金元素和热处理制度对高 Zn 超高强铝合金微观组织和力学性能的影响[D]. 长沙: 中南大学, 2003. 35.
ZHANG Kun. Effects of Alloy Elements and Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Super-high-strength Aluminum Alloy with High Content of Zinc[D]. Changsha: Central South University, 2003. 35.

(编辑 杨 兵)