

文章编号: 1004 - 0609(2004) 06 - 0922 - 06

时效制度对 7B04 铝合金组织和性能的影响^①

宁爱林^{1, 2}, 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: 通过力学性能检测、扫描电镜和透射电镜观察, 研究了不同时效制度、不同变形系数对 7B04 铝合金组织和性能的影响。结果表明: 变形系数为 12.5 的合金其性能优于变形系数为 6.5 的合金; 合金的断裂属晶内韧窝断裂与沿晶断裂的混合型断裂, 合金的 K_{IC} 主要受其 δ 值的影响并与其 δ 值有相似的变化趋势; 合金的完全时效制度为 130 °C, 16 h 或 140 °C, 15 h, 在此制度下, 合金的 σ_b , $\sigma_{0.2}$, δ 和 K_{IC} 分别为 645.5 MPa, 603.0 MPa, 11.4% 和 36.1 MPa·m^{1/2}。

关键词: 7B04 铝合金; 时效; 组织; 性能

中图分类号: TG 166.3

文献标识码: A

Effects of ageing system on microstructure and mechanical properties of 7B04 aluminum alloy

NING Ai-lin^{1, 2}, ZENG Su-min^{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 Fabrication Plant, Chongqing 401326, China)

Abstract: The effects of different ageing system and different deformation coefficient on the microstructure and mechanical properties of 7B04 aluminum alloy were investigated by means of mechanical properties test, SEM and TEM analysis. The results show that the mechanical properties of the alloy with deformation coefficient of 12.5 are higher than those of the alloy with deformation coefficient of 6.5; the fracture of the alloy is in transgranular/ intergranular mixed mode and the variety of K_{IC} of the alloy resembles the variety of δ of the alloy; the complete ageing system for 7B04 alloy is 130 °C, 16 h or 140 °C, 15 h. By the ageing system, the σ_b , $\sigma_{0.2}$, δ and K_{IC} of 7B04 alloy are 645.5 MPa, 603.0 MPa, 11.4% and 36.1 MPa·m^{1/2}, respectively.

Key words: 7B04 aluminum alloy; ageing; microstructure; properties

7B04 铝合金是我国在 7A04 铝合金的基础上经过改进而成的一种高纯高强铝合金, 属于 Al-Zr-Mg-Cu 系, 主要用于航空航天领域。研究表明, 该系铝合金的强化主要来自固溶强化、时效强化和细晶强化^[1, 2]。关于时效强化, 虽然自 20 世纪 20 年

代以来就有大量的文献报道, 我国材料工作者也对其进行了大量的研究, 取得了不少的成效^[3]。但由于国外技术的保密和生产条件的差异, 目前对 7B04 铝合金还没有完全适合国内生产现状的生产工艺。在研制初期, 由于对这种高纯高强铝合金缺乏足够

① 基金项目: 重庆市院士基金资助项目(2000 - 6285); 湖南省教育厅资助项目(03C444)

收稿日期: 2004 - 02 - 26; 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, 电话: 0739 - 5431794; 传真: 0739 - 5432250; E-mail: nal56@sohu.com

的认识和了解, 参照一般工艺进行生产, 结果生产出的产品断裂韧性($K_{IC}=28.6\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$)不能满足 $\times\times$ 标准($K_{IC}\geqslant 31\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$) 的要求。为此, 在小型实验的基础上, 通过对该合金的化学成分优化, 熔体净化, 晶粒细化, 铸锭长时间均匀化和热处理工艺优化, 探索了一套适合我国工业生产要求的工艺方案。按该工艺生产的产品其 σ_b , $\sigma_{0.2}$, δ 和 K_{IC} 分别比 $\times\times$ 标准提高了 33%, 47%, 140% 和 16%, 满足了 $\times\times$ 工程的要求。本文作者在对 7B04 铝合金的生产工艺作一般性介绍的基础上, 着重讨论时效处理对 7B04 铝合金组织和性能的影响。

1 实验

实验用 7B04 铝合金的化学成分(质量分数, %) 为: Al-5.75Zr-2.35Mg-1.55Cu-0.40Mn-0.16Cr-0.02Ti<0.15Fe<0.04Si, 通过熔体净化和晶粒细化, 使铸锭达到的指标为: 氢含量<1.4 $\mu\text{L/g}$, Na 含量< 5×10^{-6} (质量分数), 夹渣尺寸为 30~50 μm 。铸锭经 468 $^{\circ}\text{C}$, 48 h 的均匀化处理, 再取 2 种变形系数(12.5, 6.5) 进行挤压、锻造, 然后进行 470 $^{\circ}\text{C}$, 400 min 的固溶处理和不同温度、不同时间的时效处理及性能检测。

力学性能试样按 GB/T16865-97 制取, 检测在 CSS-4400 万能拉伸机上进行。断裂韧性 K_{IC} 按三点弯曲法测出, 并用 NEOPHOT21 型金相显微镜、

KYKY-2800 扫描电镜和 H-800 型透射电镜观察其微观组织。

2 结果与分析

2.1 时效温度的影响

时效温度对 7B04 铝合金力学性能的影响见表 1。可以看到, 对于相同变形系数的合金来说, 其 σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 随着时效温度升高, 先增大到峰值, 然后逐步减小。但不同变形系数的合金在各温度点, 其 σ_b , $\sigma_{0.2}$ 的数值均不相同, 且都是变形系数大的合金的性能指标高于变形系数小的合金的性能指标。这是由于合金的变形系数越大, 其晶粒破碎越严重, 吸收的储能越多, 固溶保温时使强化相溶入固溶体的速度加快, 同时, 变形储能还可以提高再结晶温度, 缩短固溶保温时间^[4]。这样, 在相同的固溶制度下, 变形系数大的合金其固溶体的过饱和程度相对较高, 所以, 导致随后的时效强化效果更明显, 强度指标就越高。这也与在热加工过程中, 当变形量相对较小时, 材料主要发生动态回复, 在大变形量时, 材料主要发生动态再结晶, 且动态再结晶可以使材料的晶粒更细小, 强度和韧性更高的研究结果相吻合^[5, 6]。随着时效温度升高, 变形系数为 12.5 的合金, 其 δ 值逐步降低(最大相差 15%), 变形系数为 6.5 的合金其 δ 值变化不大(最大相差 5%),

表 1 时效温度对 7B04 铝合金力学性能的影响

Table 1 Effect of ageing temperature on mechanical properties of 7B04 aluminum alloy

Sample No.	Ageing temperature/ $^{\circ}\text{C}$	Deformation coefficient	σ_b/MPa	$\sigma_{0.2}/\text{MPa}$	$\sigma_{0.2}/\sigma_b$	$\delta/\%$	$K_{IC}/(\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2})$
1	120	12.5	634.3	569.9	0.90	13.1	36.3
2	120	6.5	621.2	555.2	0.89	10.3	33.9
3	130	12.5	659.2	606.2	0.92	12.7	36.2
4	130	6.5	629.1	572.3	0.91	10.2	35.5
5	140	12.5	645.5	603.0	0.94	11.4	36.1
6	140	6.5	621.9	562.2	0.90	10.5	35.3
7	150	12.5	639.3	585.7	0.92	11.4	36.1
8	150	6.5	601.4	552.8	0.92	10.0	33.8
9	160	12.5	619.5	578.0	0.93	11.3	35.3
10	160	6.5	593.1	544.3	0.92	10.0	32.7

1) Each data is average of two samples;
2) Solution treated(470 $^{\circ}\text{C}$, 400 min) and ageing time(16 h) for all samples.

且 2 种变形系数的合金其 δ 值大的温度点, 对应的屈服比均较低。这说明高强铝合金的 δ 值受屈服比的影响较大, 也与 Eto 的研究结果相一致^[7]。但在同一温度点变形系数大的合金其 δ 值均大于变形系数小的合金的 δ 值(最大相差 27%)。这说明变形系数对合金 δ 值的影响是明显的, 其原因和变形系数对强度值的影响类似。变形系数为 12.5 的合金其 K_{IC} 随着时效温度的升高, 呈逐步降低的趋势, 但降低幅度不大(总降低 0.6%)。当时效温度超过 150 °C 后, K_{IC} 急剧降低(降低 2.3%)。众所周知, 就金属材料力学性能之间的关系来讲, 材料的断裂韧性受到其强度和塑性的影响, 但是影响的程度难以定量描述。本实验中可以看到: 在 150 °C 以下, 材料的 K_{IC} 主要受其塑性(δ 值)的影响, 尽管强度值呈先升后降的趋势, 但 K_{IC} 的变化趋势始终保持和 δ 值的变化趋势相同; 而 150 °C 以上材料的 K_{IC} 主要受其强度的影响, 因为这时材料的 δ 值基本没有变化, 但强度降低较快, 导致 K_{IC} 急剧降低。

图 1 所示为变形系数为 12.5 的试件的断口形貌和透射电镜像, SEM 照片取自断裂韧性测试试件的断口。从图 1(a) 和(b) 可以看出, 合金断口中含有韧窝和晶界裂纹, 显示断裂属于第二相引起的晶内断裂与晶界断裂的混合型断裂。但是试样 A 的韧

窝特征比试样 B 的明显, 所以在性能上表现出试样 A 的塑性比试样 B 的高。从图 1(c) 和(d) 可以看出两者微观组织的主要差别是: 试样 B 的晶界析出物比试样 A 的大, 晶内第二相的粒子也比试样 A 的大, 这种差别是由于试样在其他条件(成分、熔铸、均匀化、压力加工、固溶处理、时效时间)完全相同时, 时效温度不同造成的。参考有关文献^[8], 并分析 7B04 铝合金时效处理后的性能(见表 1)可知, 该合金在时效时间为 16 h 时, 其完全时效温度是 130 °C。此时, 合金微观组织中晶内及晶界的第二相析出物粒子分布比较均匀、密集、细小、晶界较窄(图 1(c)), 故其强度取得峰值 σ_b 为 659.2 MPa, $\sigma_{0.2}$ 为 606.2 MPa。又由于该合金进行了成分优化, 强化均匀化和高温长时间固溶处理(固溶温度比类似合金的强化固溶温度^[9]还高 10 °C), 使合金的铸态组织得到了有效改善, 固溶体的过饱和程度得到提高^[10], 所以在取得高强度的同时, 其塑性(12.7%)和断裂韧性(36.2 MPa)也相对较高。这说明采用合理的工艺制度, 可以突破传统铝合金材料的性能“强度提高, 塑性降低(或不变); 或塑性提高, 强度降低(或不变)”的现状, 实现强度和韧性的同步提高。此外, 由分析可知, 试样 B 的晶内及晶界上第二相粒子比较粗大, 这是由于过时效造成

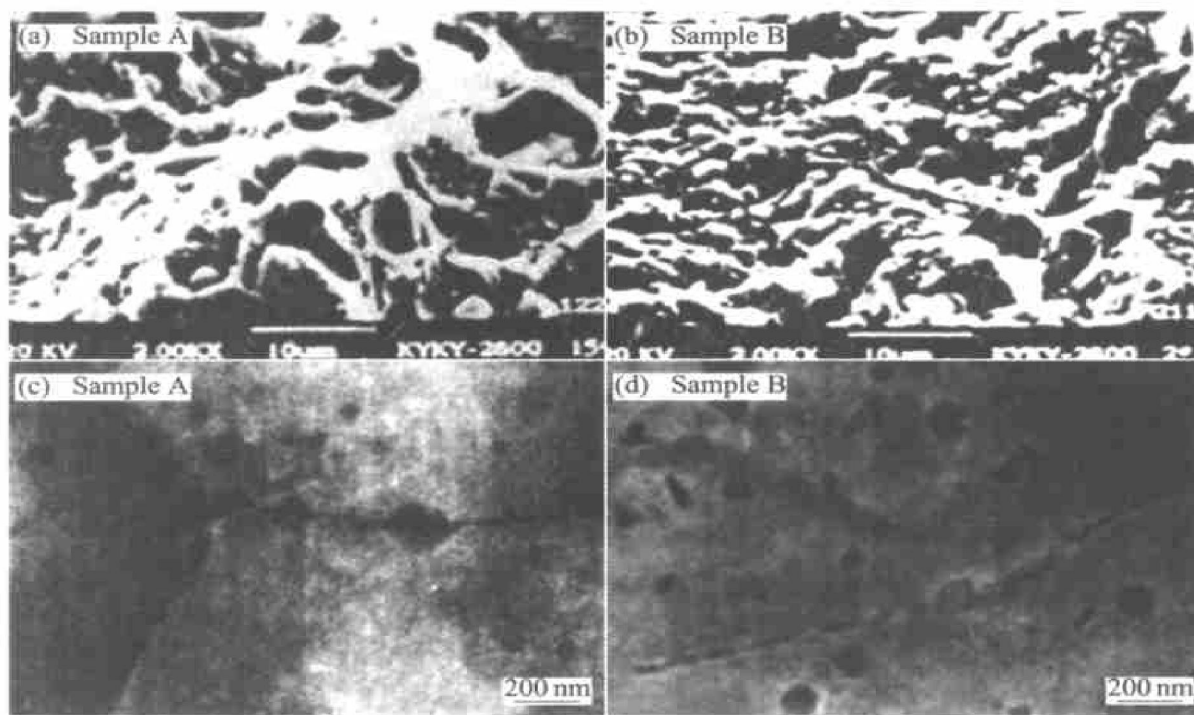


图 1 7B04 铝合金断口的 SEM 形貌和透射电镜像

Fig. 1 SEM morphologies and TEM images of fracture of 7B04 aluminum alloy

(a) —Age treated at 130 °C for 16 h(SEM); (b) —Age treated at 160 °C for 16 h(SEM);
(c) —Age treated at 130 °C for 16 h(TEM); (d) —Age treated at 160 °C for 16 h(TEM)

的。这种粗大的第二相粒子, 对合金的性能十分不利。因为无论铝合金以何种断裂模式(穿晶破断、穿晶剪切和沿晶断裂)断裂, 其断裂机理均是微孔形核、长大和聚合^[11]。而这种粗大的第二相粒子由于本身的硬脆性能和不利形状, 在变形过程中与基体的协调性不好, 容易成为微孔的形核质点, 引起合金的局部塑性变形能力降低。尤其是当这些粒子沿晶界分布时, 降低了晶界的强度, 引起沿晶断裂。故试样 B 的强度、塑性和断裂韧性均比试样 A 的低, 其沿晶断裂的成分(见图 1(b))也比试样 A 多。另外, 当时效温度为 120 ℃时, 由于处于欠时效状态, 所以其 σ_b 和 $\sigma_{0.2}$ 比 130 ℃完全时效时低, δ 和 K_{IC} 比 130 ℃完全时效时高。

2.2 时效时间的影响

时效时间对 7B04 铝合金力学性能的影响见表 2。从表 2 可知, 试件的 σ_b , δ 和 K_{IC} , 随着时效时间的延长总体呈现先增长后下降的趋势, 但增降的幅度各不相同, δ 值变化最大为 19.7%, σ_b 和 K_{IC} 均变化不大, 分别为 2.3% 和 2.4%, 说明合金的塑性对时效时间的依赖性最强。另外, σ_b , δ 和 K_{IC} 取得峰值点的时间也不尽相同, σ_b 在时效时间为 16 h 取得峰值(621.9 MPa), K_{IC} 取得峰值(35.3 MPa)点的时效时间为 15 h, δ 值取得峰值(11.4%)点的时间也为 15 h。这再一次说明 K_{IC} 变化趋势和 δ 值相似, 也就是说 δ 值对 K_{IC} 的影响比 σ_b 大。这与对于高纯变形铝合金, 其断裂过程主要受基体控制, 当基体的塑性增加时, 断裂韧性也相应提高的研究结果一致^[12]。对于 $\sigma_{0.2}$ 随时效时间的延长, 呈先增大后降低再增大的趋势的原因, 目前还不够清楚, 可能与具体的实验条件有关, 有待进一步研

究。但是可预计, 时效时间超过 20 h 后, $\sigma_{0.2}$ 会下降而不可能继续上升。综合时效时间对合金性能的影响的分析, 并结合时效温度对合金性能的影响(130 ℃, 16 h 为完全时效)的分析, 可以看出, 该合金在时效温度 140 ℃的情况下, 完全时效的时间应为 15 h。

图 2 所示为变形系数为 6.5 的试样的断口形貌和透射电镜像。SME 照片也取自断裂韧性测试试件的断口。比较图 2(a) 和图 2(b), 两者断口韧窝的大小、数量、深浅有明显的区别。并且试样 C 和试样 A 的断口形貌比较相似, 这再一次说明 140 ℃, 15 h 也是 7B04 铝合金的完全时效状态, 故试样强度和断裂韧性都比试样 D 的高。试样 D 和试样 B 分别属于试样欠时效和过时效状态, 其断口形貌也有相似的地方, 即沿晶断裂的成分都比较明显, 所以塑性和断裂韧性均比完全时效低。比较图 2(c) 和图 2(d) 可以看出, 试样 D 的晶界沉淀相呈连续的链状, 晶间无析出带(PFZ)比较明显, 晶内第二相粒子的数量比较少。这是由于在欠时效状态, 部分处于固溶体中的溶质原子, 还来不及析出造成的。试样 C 的晶间无析出带(PFZ)不明显, 晶内第二相粒子的数量比试样 D 的多, 虽然第二相粒子尺寸略大一些, 但仍和试样 D 的在同一数量级上(平均直径约 80 nm)。这种组织结构决定了试样 C 的力学性能优于试样 D 的。因为, 高强铝合金的强化主要来自第二相强化和晶界强化。铝合金基体中细小坚硬而弥散分布的第二相粒子对位错运动构成障碍, 其障碍作用比单个溶质原子强, 位错要运动必须绕过或切过这些障碍(粒子), 这种粒子的数量越多, 分布越均匀, 对位错运动的阻力越大, 强化效果越明显^[13]。另外, 试样 B 的晶间无析出带(PFZ)宽度

表 2 时效时间对 7B04 铝合金力学性能的影响

Table 2 Effects of ageing time on mechanical properties of 7B04 aluminum alloy

Sample No.	Ageing time/h	Deformation coefficient	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\sigma_{0.2}/\sigma_b$	$\delta/\%$	$K_{IC}/(MPa\cdot m^{1/2})$
1	12	6.5	608.0	555.8	0.92	10.7	34.8
2	14	6.5	616.5	559.5	0.91	10.3	35.0
3	15	6.5	619.3	572.4	0.93	11.4	35.3
4	16	6.5	621.9	562.2	0.91	10.5	35.2
5	17	6.5	619.9	559.0	0.91	10.2	35.2
6	18	6.5	615.3	561.6	0.91	9.6	34.7
7	20	6.5	615.1	569.8	0.93	9.5	34.5

1) Each data is average of two samples;
2) Solution treated(470 ℃, 400 min) and ageing time(16 h) for all samples.

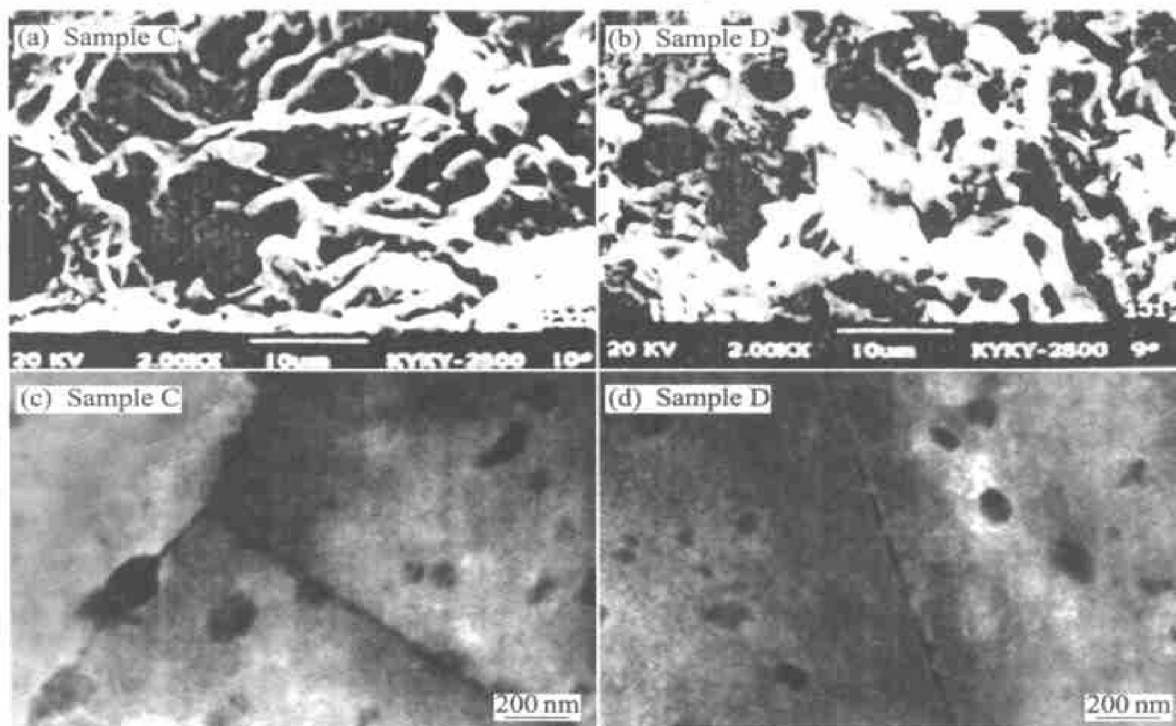


图 2 7B04 铝合金断口的 SEM 形貌和透射电镜像

Fig. 2 SEM morphologies and TEM images of fracture of 7B04 aluminum alloy

(a) —Age treated at 140 °C for 15 h(SEM); (b) —Age treated at 140 °C for 12 h(SEM);
(c) —Age treated at 140 °C fro 15 h(TEM); (d) —Age treated at 140 °C for 12 h(TEM)

较大。虽然关于 PFZ 对合金性能的影响各学者的看法不尽相同^[14, 15], 但多数人认为 PFZ 是有害的^[16], 因为 PFZ 屈服强度低, 在应力作用下塑性变形容易集中在 PFZ 内。此外, 发生了塑性变形的 PFZ 与其他部分比较呈阳性, 在应力下加速腐蚀, 这些都容易引起晶间断裂。本实验中试样 D 的晶间断裂的成分多, 也证实了这一点。

3 结论

1) 7B04 铝合金的完全时效制度为 130 °C, 16 h 或 140 °C, 15 h。在这种时效状态下, 合金不仅强度高, 而且塑性和断裂韧性都比较高, 这主要得益于时效处理前的强化均匀化和高温长时间固溶处理。也说明采用合理的工艺制度, 可以突破传统铝合金材料的性能“强度提高, 塑性降低(或不变); 或塑性提高, 强度降低(或不变)”的现状, 实现强度和韧性的同步提高。

2) 变形系数对 7B04 铝合金的力学性能有较大影响, 为获得理想的力学性能, 变形系数应大于 10。

3) 7B04 铝合金的断裂韧性受其 δ 值的影响较大, 并且和 δ 值有相似的变化趋势。

REFERENCES

- [1] 宋仁国. 高强铝合金热处理工艺优化与氢致断裂机理研究[D]. 沈阳: 东北大学, 1995.
SONG Ren-guo. A Study on Heat Treatment Technology Optimization and the Mechanism of Hydrogen Induced Fracture in High Strength Aluminum Alloy[D]. Shenyang: Northeastern University, 1995.
- [2] Fleck P, Calleros D, Madsen M, et al. Retrogression and reaging of 7075 T6 aluminum alloy[J]. Mater Sci Forum, 2000, 331(1): 649 ~ 654.
- [3] 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(铝合金专辑): 1 ~ 13.
ZHONG Jue. Progress of basic research on improving aluminum alloys quality[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(Al Special): 1 ~ 13.
- [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] Bow den J W, Samuel F H, Jonas J J. Effect of interpass time on austenite grain refinement by means of dynamic recrystallization of austenite[J]. Metallurgical Transaction A,

- 1991, 22: 2947 - 2957.
- [6] Jonas J J. Dynamic recrystallization: scientific curiosity or industrial tool[J]. Materials Science and Engineering A, 1994, 184: 155 - 165.
- [7] Eto T, Nakai M. New aspect of development of high strength aluminum alloy for aerospace applications[J]. Materials Science and Engineering A, 2000, 285(1 - 2): 62 - 68.
- [8] 侯振庆. 时效制度对 7005 合金板材与性能的影响[J]. 轻合金加工技术, 1998, 26: 39 - 42.
- HOU Zhen-qing. Effect of ageing process on structure and properties of 7005 alloy[J]. Light Alloy Fabrication Technology, 1998, 26: 39 - 42.
- [9] 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.
- [10] 宁爱林, 曾苏民. 复合强韧化对高强铝合金组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2003, 13(6): 1467 - 1472.
- NING Ai-lin, ZENG Su-min. Effect of multi-enhanced treatment on the microstructure and mechanical properties of high strength aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2003, 13(6): 1467 - 1472.
- [11] 陈昌麒. 高强铝合金穿晶剪切断裂研究[J]. 北京航空航天大学学报, 2002, 28(5): 519 - 523.
- CHEN Chang-qi. Transgranular shear fracture of high strength aluminum alloy[J]. Journal of Beijing University of Aeronautics and Astronautics, 2002, 28(5): 519 - 523.
- [12] 侯太学, 吴运学, 熊山江. 热处理对 LC9 合金锻件断裂韧性的影响[J]. 金属热处理, 1991(2): 38 - 43.
- HOU Tai-xue, WU Yun-xue, XIONG Shan-jiang. The effect of heat treatment on the fracture toughness of aluminum alloy LC9 forgings[J]. Heat Treatment of Metals, 1991(2): 38 - 43.
- [13] 冯端. 金属物理学(第 3 卷)[M]. 北京: 科学出版社, 1999. 419 - 426.
- FENG Duan. Metal Physics(Vol. 3)[M]. Beijing: Science Press, 1999. 419 - 426.
- [14] 宋仁国. 高强铝合金的研究现状及发展趋势[J]. 材料导报, 2000, 14(1): 20 - 21.
- SONG Ren-guo. Current status and trends in high strength aluminum alloy research[J]. Materials Review, 2000, 14(1): 20 - 21.
- [15] LI Dong, CHU Xi, CHENG Shang-cong, et al. Synthesis of superhard carbon nitride composite coatings[J]. Appl Phys Lett, 1995, 67(2): 203 - 205.
- [16] 田荣璋, 王祝堂. 铝合金及其加工手册[M]. 长沙: 中南工业大学出版社, 2000. 96 - 98.
- TIAN Rong-zhang, WANG Zhu-tang. Aluminum Alloys and Their Fabrication[M]. Changsha: Central South University of Technology Press, 2000. 96 - 98.

(编辑 陈爱华)