

文章编号: 1004-0609(2003)06-1467-06

复合强韧化对高强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: 采用化学成分优化、熔体净化、晶粒细化、铸锭长时间均匀化即“四化”处理、高温长时间固溶处理及长时间时效处理, 对高强铝合金的组织和性能进行了研究。结果表明: 采用该方法能明显改善和提高高强铝合金的综合性能, 合金 B 的 σ_b , $\sigma_{0.2}$, δ 和 K_{IC} 分别为 652 MPa, 604 MPa, 12 % 和 36 MPa·m^{1/2}, 该性能指标已超过美国和俄罗斯同类材料的标准。

关键词: 高强铝合金; 复合强韧化; 组织; 性能

中图分类号: TG 166.3

文献标识码: A

高强铝合金主要是 Al-Cu-Mg 和 Al-Zr-Mg-Cu 基的合金。近年来随着航空、航天等高技术领域的发展, 对其性能的要求越来越高。不但要求其具有高的强度和塑性, 而且也要有更强的断裂韧性(K_{IC})、抗应力腐蚀开裂性能(SCC)和抗疲劳性能^[1, 2]。因此, 如何提高铝材的综合性能, 是材料工作者们研究的重点之一。近百年来, 人们在铝合金的成分、熔铸、成形、固溶和时效等方面进行了大量的试验和研究^[3-7], 取得了一定的进展。然而, 这些研究大多是从单个影响因素进行考虑, 研究的一般结果是: 合金的强度提高, 但塑性降低(或不变), 或者是塑性提高, 而强度降低(或不变)。综合诸因素进行考虑, 使强度和塑性同时大幅度提高的研究至今尚未多见。本文作者以 Al-Zr-Mg-Cu 合金为例, 研究了复合强韧化(“四化”处理+ 高温长时间固溶+ 长时间时效)对高强铝合金的组织和性能的影响。

1 实验

1.1 工艺流程与化学成分优化

实验的工艺流程为: 熔体合金化→细化、净化处理→铸造→均匀化处理→压力加工→固溶处理→时效处理→检测。为了便于比较, 配制了 2 种合金。合金 A 的成分(质量分数, %)为 Al-5.0~6.5Zr-2.35Mg-1.4~1.7Cu-0.16Cr-0.15~0.20Fe-

0.40Mn-0.06Si, 试样按常规工艺制备。合金 B 的成分为 Al-5.5~6.0Zr-2.35Mg-1.45~1.65Cu-0.16Cr-0.10~0.15Fe-0.40Mn-0.04Si-0.02Ti, 试样按复合强韧化工艺制备。

1.2 熔体净化与晶粒细化

熔体净化主要是除气、除钠和除渣。炉内熔体净化采用 N₂-Cl₂ 混合气体精炼, 炉外熔体净化采用 DFU 旋转除气+ 进口 40PPi(Pores per inch)泡沫陶瓷板过滤装置进行在线净化处理。晶粒细化采用 Al-5Ti-1B 块炉内加入和 Al-5Ti-1B 丝进口流槽在线加入的方法, 最后浇注成直径为 630 mm 的圆铸锭。铸锭达到的指标为氢含量< 1.4 μL/g, Na 含量< 5×10⁻⁶, 夹渣尺寸为 30~50 μm。

1.3 铸锭均匀化处理与压力加工

参照 7075 铝合金和 7A04 铝合金的均匀化制度^[8, 9], 制定本试验合金的均匀化制度为: 温度 468 °C, 时间为 12, 24, 36, 48, 60, 72 h, 并对不同均匀化制度的试样进行了检测, 以确定最佳均匀化制度。将 ϕ 630 mm 的铸锭, 加热到 440 °C 后, 放入直径为 650 mm 的挤压筒中, 挤压成直径为 320 mm 的圆棒, 再将直径为 320 mm 的圆棒自由锻至直径为 180 mm, 总变形系数为 12.25。

1.4 固溶与时效处理

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: 2003-06-04; 修订日期: 2003-08-27

作者简介: 宁爱林(1956-), 男, 副教授, 博士研究生。

通讯联系人: 宁爱林, 副教授; 电话: 0739-5431794; E-mail: nal56@sohu.com

采用 2 种固溶制度((470 °C, 100 min) + (470 °C, 400 min)) 和 2 种时效制度((140 °C, 16 h) + (130 °C, 16 h)) 对合金进行固溶和时效处理。固溶处理在盐浴炉中进行, 室温水淬后立即进行人工时效处理, 时效在箱式干燥炉中进行。

1.5 组织观察与力学性能测试

用 NEOPHOT21 型金相显微镜观察合金的金相组织, 用 H-800 型透射电子显微镜观察合金的微观组织。力学性能(σ_b , $\sigma_{0.2}$, δ) 检测在 CSS-4400 万能电子拉伸机上进行, 试样按 GB/T16865-97 制取, 断裂韧性(K_{IC}) 按三点弯曲法测出。

2 结果与分析

2.1 合金的力学性能

从表 1 可见, 采用复合强韧化处理的合金 B 的各项性能, 比采用常规工艺处理的合金 A 的各项性能均有较大幅度的提高, 尤其是 δ 值提高 40% 以上。突破了一般工艺的强度提高, 塑性不提高, 或强度提高, 塑性降低的常规结果, 与 7075T6 和 B95T1 相比也是如此。通过分析比较可知: 合金成分的优化、强化均匀化和高温长时间固溶与长时间时效处理是合金力学性能全面提高的主要原因。试验中合金 B 与合金 A 相比, 在成分上有 3 点区别:

1) 将合金 B 中 Zn, Cu 元素的变化范围控制得比较窄(即将它们的变化范围从 1.5% 和 0.3% 分别变成 0.5% 和 0.2%), 以便更好地控制材料的综合性能。因为当材料的化学成分范围变化较大时, 其性能的波动也相对较大, 不利于材料综合性能的控制^[10]。实验中合金 B 的性能波动范围明显地低于合金 A 的性能波动范围(合金 B 和合金 A 的 σ_b , $\sigma_{0.2}$, δ , K_{IC} 波动范围分别为 2.2%, 0.5%, 11.4%, 0.3% 和 6.1%, 1.0%, 12.5%, 2.1%,

试样测试数量均为 4 件) 与其 Zn, Cu 含量的范围控制有关。将 Zn, Cu 含量的变化范围控制在中限, 有利于尽量减少它们的过剩相质点。因为高强铝合金中的主要元素, 有时由于浓度过大, 会形成粗大的过剩相质点, 成为裂纹源, 降低合金的韧性。

2) 严格控制 Fe, Si 含量, 以提高合金的韧性。因为高强铝合金中的 Fe, Si 元素, 可能与其它元素形成链状的沿变形方向分布的不溶相 $Al(Mn, Fe)$ 和 $\alpha(Al-Fe-Si-Mn)$ 。这些不溶性硬相质点强度低、脆性大, 加上它们的不利形状以及它们所占据的大量体积, 造成了局部塑性变形能力降低, 对合金的断裂韧性十分不利^[11]。

3) 添加微量的 Ti, 使合金的铸造组织更细化。此外, 控制夹杂物的尺寸, 有效地减少了合金的含氢量。有资料表明, 铝熔体中的含氢量随夹杂物的尺寸增加而增加^[12], 而含氢量的增加对合金的性能特别是断裂韧性十分不利。控制 Na 的含量, 有利于降低高温脆性, 改善合金的热加工性能和提高合金的韧性^[13]。因为 Na 在铝中的固溶度很低(600 °C 时, 最大固溶度 < 0.003%), 几乎不溶解, 而以游离 Na 存在。当合金中有 Si 存在时, 形成 $AlNaSi$ 化合物, 无游离 Na 存在, 不产生钠脆。但当合金中 Mg 含量 > 2% 时(7 系合金中一般 Mg 含量 > 2%), Mg 夺取 Si 析出游离 Na 产生钠脆, 即: $AlNaSi + 2Mg \rightarrow Mg_2Si + Na(\text{游离})$ ^[14]。故 7 系合金中要严格控制 Na 的含量。再通过强化均匀化(大幅延长均匀化时间, 略高于传统均匀化温度), 使非平衡凝固形成的多相组织基本上转变成了均匀化组织, 有效改善和提高了合金的铸态组织和性能。尤其是合金 δ 值提高了 70% 以上(见表 2), 为后续的压力加工和热处理准备了有利条件。最后, 通过高温长时间固溶与长时间时效处理, 尽可能地发挥了合金元素的有益作用, 使合金 B 的综合性能显著提高。

表 1 高强铝合金的力学性能

Table 1 Mechanical properties of high strength aluminum alloys

Alloy	σ_b / MPa	$\sigma_{0.2}$ / MPa	δ / %	K_{IC} / (MPa·m ^{1/2})
B	645~ 659	603~ 606	11.4~ 12.7	36.1~ 36.2
A	570~ 605	525~ 530	8.0~ 9.0	28.3~ 28.9
7075 T6 ^[14]	572	503	11	
7075 T6 ^[15]	475	400	6	28.4
B95 T1 ^[15]	470		7	28.4

表 2 合金铸态试样的力学性能

Table 2 Mechanical properties of as-cast aluminum alloy

Sample No.	Homogenization process	σ_b /MPa		$\sigma_{0.2}$ /MPa		δ /%	
		Alloy A	Alloy B	Alloy A	Alloy B	Alloy A	Alloy B
1	As-cast	268.9	282.4				
2	468 ℃, 12 h	246.0	239.9	123.4	135.0	9.10	16.7
3	468 ℃, 24 h	244.1	253.8	152.8	159.1	10.1	17.7
4	468 ℃, 36 h	256.3	245.9	159.2	162.1	10.3	18.4
5	468 ℃, 48 h	277.5	271.6	171.6	184.5	11.2	19.0
6	468 ℃, 60 h	337.2	323.9	192.4	211.3	9.6	9.3
7	468 ℃, 72 h	330.4	334.4	188.9	227.3	9.1	8.7

Each data is average of two samples

2.2 合金的组织特征

图 1(a) 所示为合金 B 的铸态组织, 可以看到晶界和晶内均存在粗大的共晶组织, 尤其是晶界大量的粗大共晶组织呈连续的链状分布, 这种共晶化合物为 $S(\text{CuMgAl}_2)$ 相和 $T(\text{AlZnMgCu})$ 相^[16], 它们严重影响合金的强度和塑性, 对压力加工十分不利。此外, 这类粗大的第二相尽管在后续的变形过程中会有所碎化, 但总有一部分会保留在最终组织中, 从而降低合金的断裂韧性^[17]。因此, 必须采取措施使它们尽可能地溶入基体。本研究通过强化均匀化处理来达到此目的。从图 1(b) 可以看到粗大的共晶组织已基本溶入基体, 未溶的第二相也已发生不同程度的球化, 得到了比较理想的均匀化组织。所以, 合金的铸态力学性能, 尤其塑性明显提高, 如表 2 所示。

图 1(c), (d) 中除了固溶时间不同外, 其余处理条件均相同。可以看到: 图 1(c) 中的粗大第二相粒子数量比图 1(d) 的多, 尺寸比图 1(d) 的大; 而晶内弥散分布的细小强化相却比图 1(d) 的少。这说明常规的固溶处理是不彻底的, 合金元素的有效作用没有得到充分发挥。研究表明, 7 系铝合金的力学性能与其固溶程度密切相关^[8]。因此, 通过工艺手段使合金中粗大的第二相尽可能地溶入其基体, 提高固溶体的过饱和度, 以最终提高时效析出相的数量, 无疑是提高合金力学性能的一条有效途径。实验中采用延长时间的固溶处理来提高合金的固溶程度, 因为合金中不同结晶相的固溶速度不同。X 射线衍射分析表明, 合金 B 中存在 MgZn_2 , $\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3$ 和 Al_2CuMg 等相。而富 Mg/Zn 相固溶快, 富 Cu 相固溶慢, 延长固溶时间可以使富 Cu 相也尽量固溶, 达到最终使所有粗大的第二相粒子尽可能地溶入基体的目的(图 1(d) 说明已达到此目

的), 也就相当于提高了合金元素的含量。这样有利于促进随后时效过程中的强化相析出, 提高材料的强度和塑性, 表 3 所示的力学性能也说明了这一点。

表 3 固溶处理对合金 B 力学性能的影响

Table 3 Effect of solution treatment on mechanical properties of alloy B

Solution treatment	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ /%	$K_{1C}/(\text{MPa}\cdot\text{m}^{1/2})$
(470 ℃, 100 min) + (140 ℃, 16 h)	604.65	563.31	11.45	35.26
(470 ℃, 400 min) + (140 ℃, 16 h)	645.46	603.01	11.43	36.10
(470 ℃, 400 min) + (130 ℃, 16 h)	659.24	606.20	12.71	36.18

比较图 2(a) 和(b) 可以看到, 两者的微观组织有明显的区别: 一是图 2(b) 中的难溶或微溶相颗粒的数量和尺寸比图 2(a) 中的少而且小; 二是图 2(b) 中的晶界无沉淀带宽度比图 2(a) 中的窄; 三是图 2(b) 中晶界上的析出相连续而细密, 图 2(a) 中晶界上的析出相少而粗, 部分呈链状分布。这种组织差别显然与固溶时间有关。固溶时间长的, 其晶界和晶内的难溶相溶解比较彻底, 成分也比较均匀, 固溶体的过饱和程度高, 所以在随后的淬火时效过程中, 起强化作用的第二相粒子析出速度较快, 析出较均匀。从而导致晶界析出相连续而细密, 无沉淀带较窄和晶内第二相粒子析出较多。由于固溶时间短, 图 2(a) 中所示的试样晶界和晶内的难溶相残留相对较多, 成分均匀性相对较差, 固溶体的过饱和程度也相对较低。所以, 时效过程中溶质原子析出速度慢且均匀性不好。再加上未溶的残留相本来就较大, 其进一步长大又吸收了附近的溶质原子, 从而导致晶界无沉淀带较宽和析出相较粗。

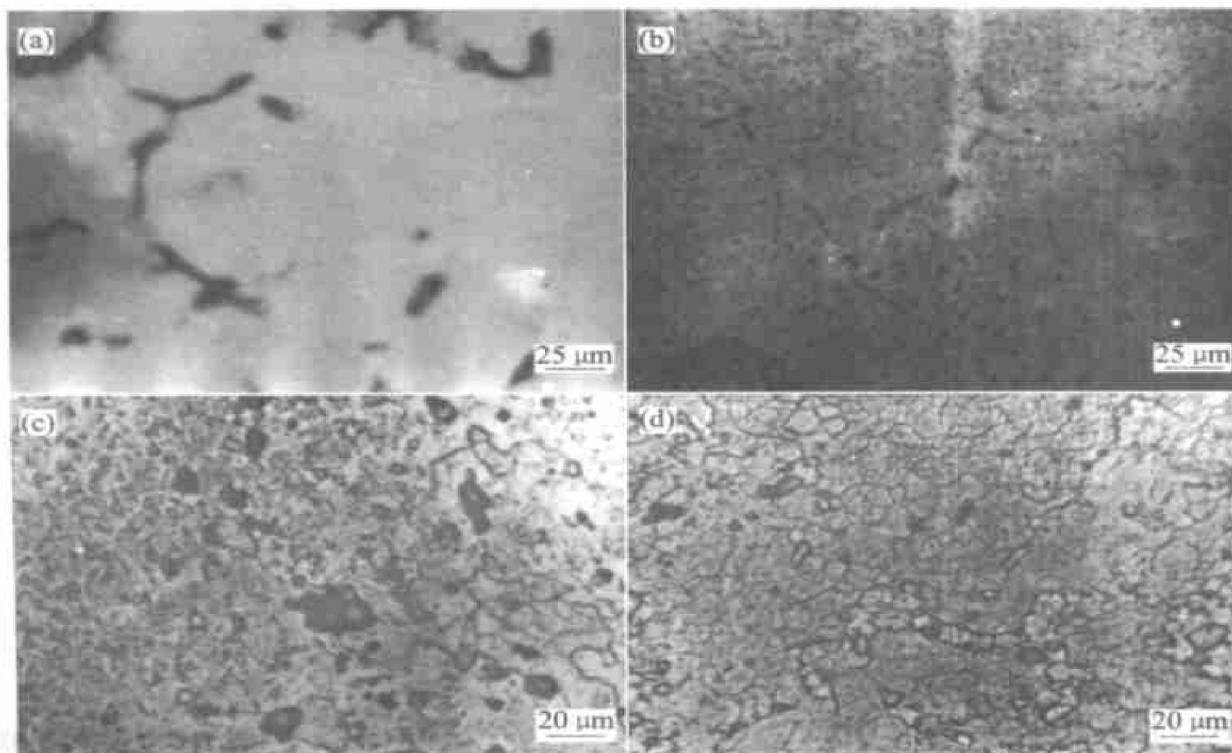


图 1 合金 B 的显微组织

Fig. 1 Microstructures of alloy B

- (a) —As cast; (b) —Enhanced homogenization treated(468 °C, 48 h);
 (c) —Solution and age treated((470 °C, 100 min) + (140 °C, 16 h));
 (d) —Solution and age treated((470 °C, 400 min) + (140 °C, 16 h))

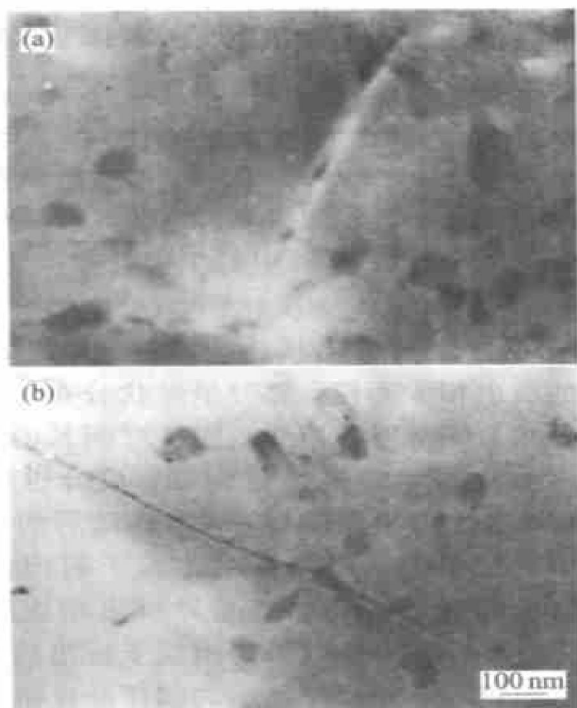


图 2 合金 B 的 TEM 形貌

Fig. 2 TEM micrographs of alloy B after solution and age treated

- (a) —(470 °C, 100 min) + (140 °C, 16 h);
 (b) —(470 °C, 400 min) + (140 °C, 16 h)

高强铝合金的强化主要是来自第二相的强化和晶界强化, 故图 2(b) 中试样的性能(主要是强度), 明显地高于图 2(a) 中试样的性能(见表 3)。

3 结论

通过几十年对高强铝合金的研究, 合金的基本成分已经定型。为解决合金强度提高时, 塑性降低(或不变); 或塑性提高, 而强度降低(或不变)的矛盾, 目前的研究主要有 2 个方向: 一是合理控制合金成分并提高合金纯度; 二是寻求更好的热处理制度。本实验将二者结合起来研究, 并特别注意了合金的铸态组织和性能对其最终性能的影响。实验证明, 采用“四化”处理的合金其铸态组织和性能(特别是塑性), 明显地优于常规处理的合金。配合合理的压力加工工艺和热处理制度, 即采用“高强铝合金复合强韧化”方法, 可以全面提高高强铝合金的综合性能, 特别是韧性。

实验中合金 B 的“四化”处理工艺(即化学成分优化、熔体净化、晶粒细化、铸锭长时间均匀化)和热处理制度(468 °C, 48 h 均匀化; 470 °C, 400 min 固溶; 130 °C, 16 h 时效)对其他高强铝合金生产工

艺的优化也具有借鉴作用。

REFERENCES

- [1] 陈昌麒. 超高强度铝合金的发展[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(S2), 22-27.
CHEN Chang-qi. Development of ultrahigh-strength aluminum alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(S2), 22-27.
- [2] Imamura T. Current status and trend of applicable material technology for aerospace structure[J]. Journal of Japan Institute of Light Metals, 1999, 49(7): 302-309.
- [3] 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.
- [4] Park J K, Ardell A J. Effect of retrogression and reaging treatments on the microstructure of Al-7075-T651[J]. Metall Trans A, 1984, 15A: 1531-1543.
- [5] Essam E M, Michael B. Influence of precipitates on ductile fracture of aluminium alloy AA7075 at high strain rates[J]. Mater Sci Eng A, 2001, A307: 143-150.
- [6] Alexander F, Anders S, Hans J R. Strain localization in solution heat treated Al-Zn-Mg alloys[J]. Mater Sci Eng A, 2001, A300: 165-170.
- [7] ZHANG Jing-jie, ZHANG Xiao-min, TIAN Feng. Structure and properties of multi-directionally forged 7075 aluminum alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2002, 31(4): 257-260.
- [8] 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 Yan-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.
- [9] 张士林, 任颂赞. 简明铝合金手册[M]. 上海: 上海科学技术文献出版社, 2001. 341.
ZHANG Shi-lin, REN Song-zan. Concise Handbook of Aluminum Alloy[M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Document Press, 2001. 341.
- [10] 扬迎新, 颜建辉. 6063 铝合金化学成分合理选择[J]. 铝加工, 2002, 25(5): 45-46.
YANG Ying-xin, YAN Jian-hui. The rational selecting of chemical composition of 6063 aluminum alloy[J]. Aluminum Fabrication, 2002, 25(5): 45-46.
- [11] 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, 16(2): 38-43.
HOU Tai-xue, WU Yun-xue, XION Shan-jiang. The effect of heat treatment on the fracture toughness of aluminum alloy LC9 forgings[J]. Heat Treatment of Metals, 1991, 16(2): 38-43.
- [12] 丛红日, 边秀房. 铝合金熔体中夹杂物与含氢量的关系[J]. 特种铸造及有色金属, 2003, 21(3): 21-22.
CONG Hong-ri, BIAN Xiou-fang. Relationship between inclusion and hydrogen content in the molten aluminum alloy[J]. Special-cast and Nonferrous Metals, 2003, 21(3): 21-22.
- [13] 蒋大鸣, 张雨平. 微量元素在铝合金中的作用[J]. 轻合金加工技术, 2001, 29(3): 1-5.
JIANG Da-ming, ZHANG Yu-ping. Effect of trace elements on structures and properties of aluminum alloys[J]. Light Alloy Fabrication Technology, 2001, 29(3): 1-5.
- [14] 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. 169.
TIAN Rong-zhang, WANG Zhu-tang. Aluminum Alloys and Their Fabrication[M]. Changsha: Central South University of Technology Press, 2000. 169.
- [15] 饶曦, 宋庆. 多因素相关强韧化理论研究查新报告[R]. 重庆: 科学技术部西南信息中心查新中心, 2002.
RAO Xi, SONG Qing. Checked paper for theory study on multi-enhanced treatment of high strength aluminum alloy[R]. Chongqing: Southwestern Information Center of Ministry of Science and Technology of China, 2002.
- [16] 金相图谱编写组. 变形铝合金金相图谱[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1975. 90-175.
Metallographic Photos Editions Group. Metallographic Photos of Plastic Deformed Aluminum Alloys[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1975. 90-175.
- [17] Hahn G T, Rosenfield A R. Metallurgical factors affecting fracture toughness of aluminum alloys[J]. Metall Trans A, 1997, 38A: 177-184.

Effect of multi-enhanced treatment on microstructure and mechanical properties of high strength aluminum alloy

NIN Ailin^{1, 2}, ZENG Surmin^{1, 3}

(1. College 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 microstructure and mechanical properties of high strength aluminum alloy were studied by means of four treatments: optimizing component elements, purifying solution, refining grain and enhancing homogenization, and higher temperature long time solution treatment and long time age treatment. The results show that the mechanical properties of the high strength aluminum alloy are improved effectively, and the σ_b , $\sigma_{0.2}$, δ and K_{IC} of the B alloy are 652 MPa, 604 MPa, 12 % and $36 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, respectively. The values of the mechanical properties of B alloy are higher than the ones of similar materials made in USA and Russia.

Key words: high strength aluminum alloy; multi-enhanced treatment; microstructure; properties

(编辑 李向群)