

文章编号: 1004-0609(2003)06-1477-06

高温预析出对 7055 铝合金组织和力学性能的影响^①

张 茁, 陈康华, 黄兰萍, 刘红卫, 李 松

(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083)

摘 要: 通过金相显微分析和 TEM 分析及力学性能测试, 研究了固溶后降温过程中高温预析出处理对 7055 铝合金显微组织和力学性能的影响。结果表明: 高温预析出可在晶界形成不连续的析出相; 465 °C 预析出在保证合金强度的同时, 抗应力腐蚀性能得到提高, 并且随着固溶后预析出时间的延长, 晶界上析出相更加粗大离散。

关键词: 7055 铝合金; 固溶; 预析出; 应力腐蚀

中图分类号: TG 249.9

文献标识码: A

几十年来, 人们对 Al-Zr-Mg-Cu 系高强铝合金应力腐蚀机理和时效热处理工艺做了大量研究, 以保证强度的同时, 提高合金的抗应力腐蚀性能^[1, 2]。7055 超高强铝合金是在 7050 和 7150 铝合金的基础上增加 Zn, Cu 含量发展起来的, 具有很高的比强度。抗应力腐蚀性能的改进对于该合金的实际应用是必要的^[1, 3]。热处理方法是改善 Al-Zr-Mg-Cu 系合金综合性能的主要措施之一^[4]。时效热处理过程中, 铝合金的微观结构特征——GP 区, 基体沉淀相和晶界沉淀相的种类、大小和分布, 无沉淀带的宽度以及位错的数量和分布等都不断变化, 而这些变化对应力腐蚀和剥落腐蚀性能有重要影响^[8, 9]。几十年来, 人们对这类合金的应力腐蚀和时效热处理工艺做了大量研究, 以期在保证强度的同时, 提高合金的抗应力腐蚀性能。晶界析出相在腐蚀介质下优先阳极溶解和氢在晶界富集导致氢脆是应力腐蚀机理的 2 种主要的观点^[10]。晶内析出物的数量与弥散性和晶界析出物的粒度和连续性决定了合金的强度与耐应力腐蚀性能。

目前, 人们对热处理工艺的研究与发展主要集中在时效方面^[11, 12], 对利用固溶阶段处理调控析出组织研究很少。本文作者的前期研究发现, 固溶后降温处理可有效调控铝合金晶界析出和应力腐蚀性能。本实验中研究了 7055 铝合金固溶后在不同降温处理条件下晶界上预先析出不连续析出相的组织状态及对应的性能变化。

1 实验

1.1 样品制备

按名义成分 Al-8.4Zr-2.4Mg-2.6Cu-0.20Zr (质量分数, %) 配制合金。采用 99.9% 高纯铝为原料, 合金元素 Zn, Mg 以纯元素形式加入, Cu, Zr 以中间合金形式加入, 合金的熔炼在坩埚炉中进行, 熔炼温度控制在 700~740 °C。加入 0.2%~0.4% 的 C₂Cl₆ 精炼, 静置 10~15 min, 浇入直径为 45 mm 的石墨模中成锭。

铸坯在 455~470 °C 下均匀化处理 24 h。铸坯的热挤压在 5 MN 的压机上进行, 挤压前预热温度为 400~430 °C, 挤压筒直径为 45 mm, 挤压嘴直径为 15 mm, 挤压比为 9, 适当控制挤压速度以保证变形组织的均匀性。采用分步固溶, 即 450 °C, 保温 1 h, 0.5 h 后升至 470 °C 保温 1 h, 再用 0.5 h 升至 480 °C 保温 3 h。固溶后降温与恒温进行高温预析出处理, 条件如表 1 所示。

1.2 电阻率和硬度的测量

用 SX1931 数字式微欧计测量电阻率。用 HBRVU-187.5 型布洛维硬度计测量硬度(HRB)。

1.3 应力腐蚀性能测试

实验按 GB12445.1-90《高强度合金双悬臂试样应力腐蚀实验方法》进行, 双悬臂(DCB)试样用螺钉加载预裂, 实验介质为 3.5% (质量分数) NaCl

① 基金项目: 国家重点基础研究发展规划项目(G1999064900); 教育部高等学校骨干教师资助项目(教育司[2000]65)

收稿日期: 2003-01-14; 修订日期: 2003-05-02

作者简介: 张 茁(1976-), 女, 硕士研究生。

通讯联系人: 张 茁, 电话: 13117510235; E-mail: zhangzhuo.1998@163.com

表 1 7055 铝合金固溶后高温预析出及时效处理工艺

Table 1 Higher temperature pre-precipitation following solution and ageing-process treatment of 7055 alloy

Sample No.	High temperature pre-precipitation after solution treatment	Ageing processing
1	480 ℃(quenching)	130 ℃, 24 h
2	480 ℃ $\xrightarrow{30\text{ ℃/h}}$ 465 ℃, 0.5 h(quenching)	130 ℃, 24 h
3	480 ℃(quenching)	(130 ℃, 24 h) + (173 ℃, 3 h) + (130 ℃, 24 h)
4	480 ℃ $\xrightarrow{30\text{ ℃/h}}$ 465 ℃, 0.5 h(quenching)	(130 ℃, 24 h) + (173 ℃, 3 h) + (130 ℃, 24 h)
5	480 ℃ $\xrightarrow{60\text{ ℃/h}}$ 435 ℃, 0.5 h(quenching)	130 ℃, 24 h
6	480 ℃ $\xrightarrow{30\text{ ℃/h}}$ 435 ℃, 0.5 h(quenching)	130 ℃, 24 h
7	480 ℃ $\xrightarrow{15\text{ ℃/h}}$ 435 ℃, 0.5 h(quenching)	130 ℃, 24 h

水溶液, 溶液温度控制在(35 ±1) ℃, 每个测量时间的平均裂纹长度为 a , 用下式计算相应的应力强度因子 K_I :

$$K_I=\frac{E\lambda[3h(a+0.6)^2+h^3]^{1/2}}{4[(a+0.6h)^3+h^2a]}$$

式中 λ 为加载位移; E 为弹性模量; h 为试样的半高度。最后作速率 $da/dt-K_I$ 曲线。

1.4 显微组织观察

用光学显微镜和透射电镜观察不同预析出条件的显微组织。观察金相前, 将试样在 95 mL H₂O、1 mL HF、1.5 mL HCl、2.5 mL HNO₃ 的混合液中浸蚀 8~ 15 s。TEM 试样的制备过程为: 先用水磨砂纸和金相砂纸将试样机械减薄至 0.1 mm 以下, 然后在 MTP-1A 型电解双喷仪上进行电解双喷, 试样穿孔后用酒精清洗 2 次, 双喷时工作电压为 12~ 15 V, 工作电流控制在 70~ 90 mA; 双喷过程中采用液氮进行冷却, 温度控制在- 15~- 20 ℃, 电解液采用 1: 3 的硝酸甲醇混合液。TEM 观察在 H-800 和 JEOL-100 型电镜上进行, 加速电压为 100 kV 或 200 kV。

1.5 拉伸性能测试

在 Instron8032 万能电子拉伸仪上测定直径为 8 mm, 标距为 40 mm 的圆棒拉伸试样的力学性能。

2 结果与分析

2.1 预析出对 7055 铝合金电阻率和硬度的影响

对比表 2 中样品 1(无预析出, 单级时效) 和样

品 2(预析出, 单级时效) 以及样品 3(无预析出, 三级时效) 和样品 4(预析出, 三级时效) 的电阻率和硬度(HRB), 可以发现高温预析出与无预析出处理相比, 前者可以降低 7055 铝合金时效态的电阻率, 并且固溶后降至 465 ℃保温预析出处理对合金硬度(HRB) 的影响不大。由样品 1、2 电阻率的对比可知, 电阻率随着预析出温度的降低而减小。由样品 5、6 和 7 硬度(HRB) 的对比可以看出, 经不同降温速度降至同一温度预析出处理的合金的硬度(HRB) 差别不大。由样品 2 和 6 的硬度(HRB) 对比可知, 硬度(HRB) 随着预析出温度的降低而减小。

表 2 不同预析出处理 7055 铝合金
试样的硬度(HRB) 和电阻率(ρ)

Table 2 HRB and ρ of 7055 alloy specimen
by different pre-precipitation treatment

Sample No.	HRB	$\rho/(\Omega\cdot m)$
1	96.3	62.3
2	96.4	57.5
3	95.3	52.9
4	95.5	52.1
5	94.0	
6	93.7	
7	93.5	

2.2 预析出对 7055 铝合金显微组织的影响

由图 1 所示的金相显微组织和图 2 所示的 TEM 明场像可以看出, 7055 铝合金固溶后降温至 465 ℃预析出处理后, 晶界上形成不连续的粗大析出相, 而固溶淬火合金晶界没有粗大析出相。

图3所示为单级峰值时效的试样1(未预析

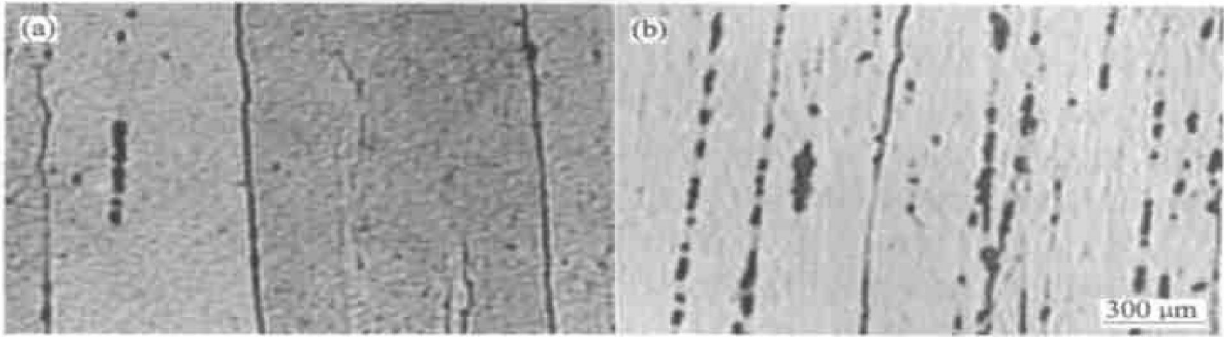


图 1 固溶和预析出淬火时效后 7055 铝合金试样沿挤压方向的金相组织

Fig. 1 Optical photographs of quenched samples without pre-precipitation(a) and with pre-precipitation(b)

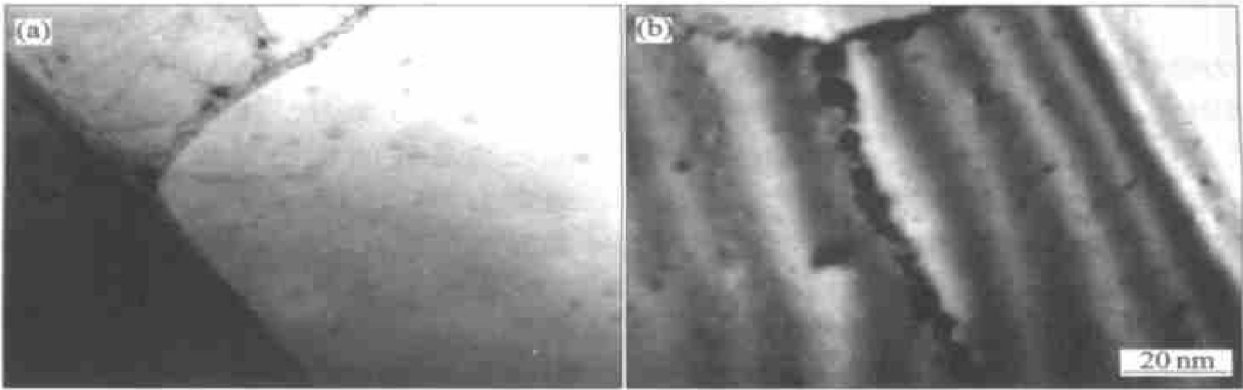


图 2 固溶和预析出淬火后 7055 铝合金试样的 TEM 明场像

Fig. 2 TEM bright field images of quenched sample without pre-precipitation(a) and with pre-precipitation(b)

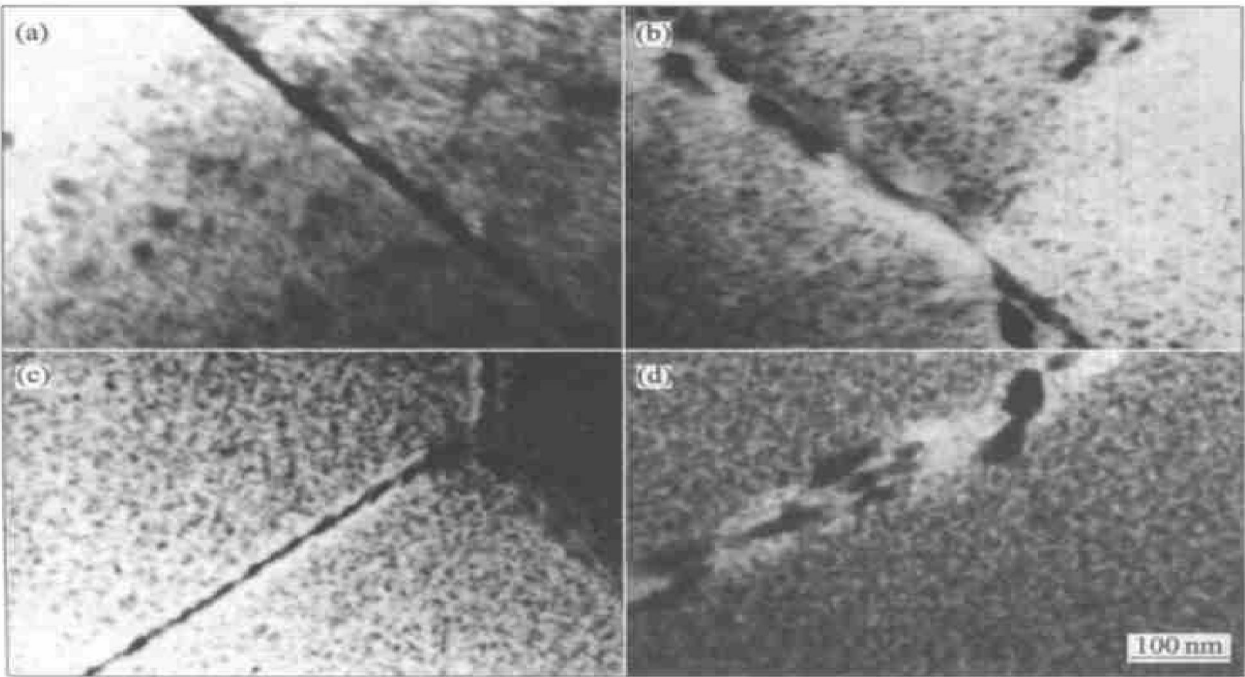


图 3 7055 铝合金淬火时效的 TEM 明场像

Fig. 3 TEM bright-field images of quenched-tempered 7055 alloy
(a) —Sample 1; (b) —Sample 2; (c) —Sample 3; (d) —Sample 4

出)、2(预析出)和三级时效试样 3(未预析出)、4(预析出)的 TEM 明场像。由图 3 可以看出:峰值时效状态下,未经高温预析出处理的样品 1 合金析出相在晶界连续分布,而经高温预析出处理的样品 2 合金析出相在晶界呈明显的离散分布。三级时效状态下,高温预析出处理也使晶界析出物的分布更为离散。

图 4 显示了不同预析出时间对 7055 合金晶界析出组织的影响。由图 4(a) 和(b) 样品金相对比可以看出,合金经过 435 ℃高温预析出后,在晶界上形成不连续的析出相;由图 4(b), (c), (d) 的对比可以看出,延长预析出时间晶界上析出相的数量减少,尺寸增大。

2.3 预析出对力学性能的影响

由表 3 单级时效试样 1(未预析出), 2(预析出)试样和三级时效试样 3(未预析出)、4(预析出)试样可以看出,合金经过 465 ℃高温预析出后,屈服强度和抗拉强度均没有下降,且能保持延伸率在 10% 左右。图 5 所示为对应试样的应力腐蚀曲线。对比图 5 中单级时效状态 1(未预析出)和 2(预析出)及三级时效状态 3(未预析出)和 4(预析出)试样的应力腐蚀可看出:合金经充分固溶,降温至 465 ℃预

析出后,在单级和三级时效制度下,合金裂纹前沿的应力强度因子提高,而且应力腐蚀裂纹扩展速率下降。

表 3 不同预析出处理条件下试样的力学性能

Table 3 Mechanical properties of 7055 alloy after different pre-precipitation treatments

Sample No.	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ /%	ϕ /%
1	718.44	696.777	10.5	8.1
2	755.14	737.819	10.0	7.6
3	690.65	680.446	12.3	15.6
4	705.08	699.381	9.4	15.6

2.4 讨论

析出强化是 7000 系高强铝合金的主要强化机制,但 7000 系合金析出强化的同时,应力腐蚀抗力一般随之降低。由于晶内与晶界在析出相形核与长大热力学与动力学上的差异,7000 系高强铝合金晶内与晶界的析出组织差别显著^[13]。晶内析出相通常为 GP 区, η' , η 相;晶界析出相为 η 相并存在晶界无沉淀区。而且这些析出组织特征易随热处理工艺参数的变化而变化。晶内平衡析出相(η 相)析出少,亚稳相(GP 区、 η')析出多且尺寸小而弥散,沉淀强化效应越显著,合金的强度越高;而晶界析出相(η 相)尺寸和间距越大,应力腐蚀抗力越高。

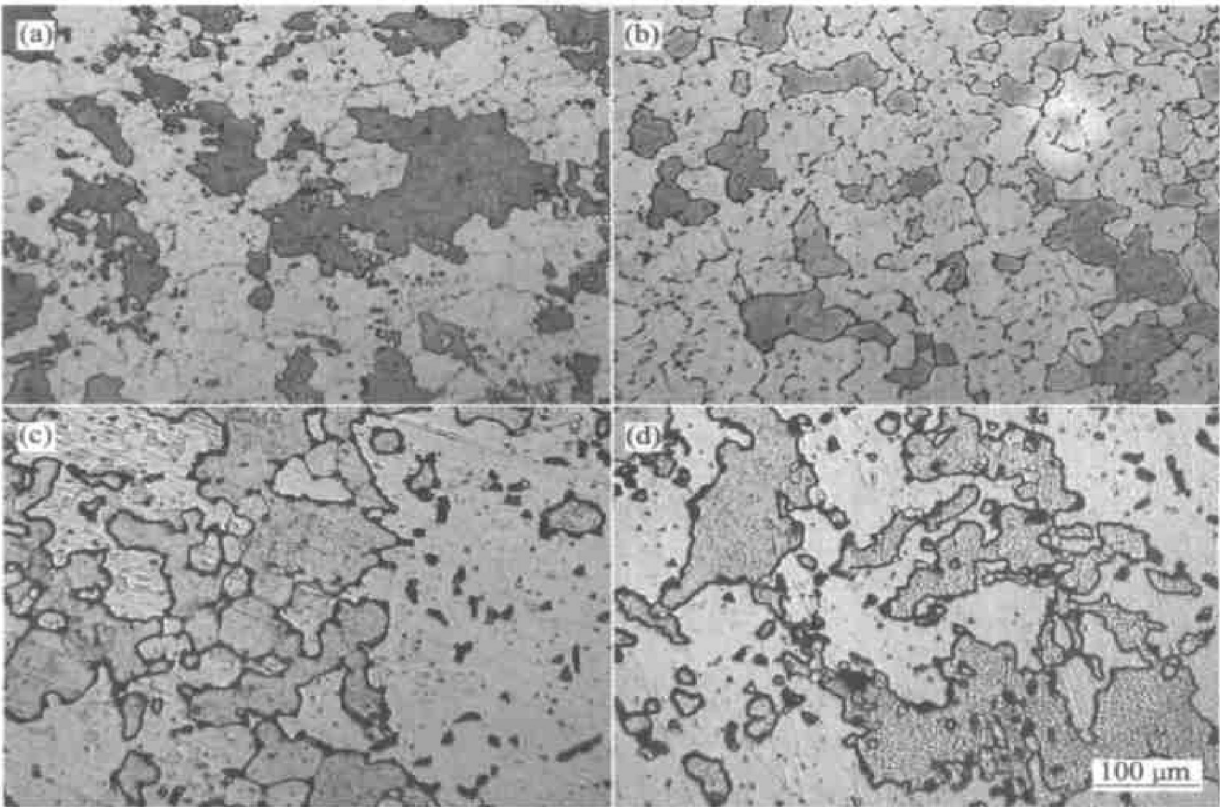


图 4 不同预析出时间处理的 7055 合金淬火试样垂直挤压方向的金相组织

Fig. 4 Optical photographs of quenched 7055 alloy specimens with different pre-precipitation durations
(a) —Sample 1; (b) —Sample 5; (c) —Sample 6; (d) —Sample 7

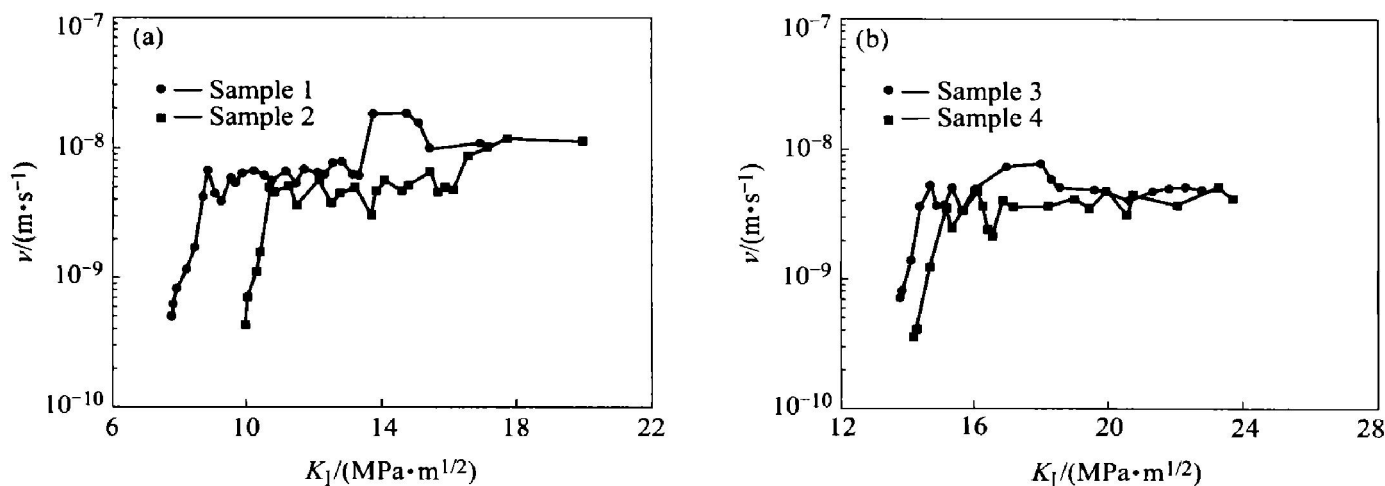


图5 样品应力腐蚀曲线
Fig. 5 Curves of stress corrosion cracking of specimens

其原因是应力腐蚀条件下晶界析出相可作为阳极优先溶解, 晶界析出相间距越大可在一定程度上切断阳极腐蚀通路, 增加应力腐蚀开裂的阻力; 另外, 粗大晶界析出相是 H 陷阱, 能减轻基体中晶界附近 H 原子聚集, 降低晶界氢含量, 抑制氢脆。因此, 利用小驱动力的高温预析出来扩大晶内与晶界析出组织的差异, 可以在保证 7000 系合金高强度的同时, 提高抗应力腐蚀性能。

固溶后降温过程中高温预析出可以降低合金的电阻率, 这可能与高温预析出改变了合金晶界析出相的分布状态有关。高温预析出使得晶界析出相的分布状态由固溶直接淬火时效的连续分布状态变为不连续的分布状态。晶界析出相的不连续分布, 对电子在晶界处传导的阻碍作用降低, 导致电导率增大, 因而电阻率降低。

3 结论

- 1) 7055 铝合金经 465 °C 高温预析出, 在不降低强度的同时, 应力腐蚀抗力得到提高。
- 2) 7055 铝合金经 465 °C 高温预析出可在晶界上形成不连续的析出相, 晶内无析出。
- 3) 7055 铝合金预析出时间延长会使晶界上析出相的数量减少, 尺寸增大。
- 4) 7055 铝合金高温预析出处理可以降低合金时效后的电阻率。

REFERENCES

[1] Liu J, Kulak M. A new paradigm in the design of aluminum alloys for aerospace applications[J]. Materials Sci-

ence Forum, 2000, 331-337: 127-140.

[2] 陈昌麒. 超高强度铝合金的发展[J]. 中国有色金属学报, 2002, 12(2): 22-27.

CHEN Chang-qi. Development of ultra high strength aluminum alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2002, 12(2): 22-27.

[3] Imamura T. Current status and trend of applicable material technology for material technology for aerospace structure[J]. Journal of Japan Institute of Light Metals, 1999, 49(7): 302-309.

[4] 陈康华, 刘红卫, 刘允中, 等. 强化固溶对 7055 铝合金力学性能和断裂行为的影响[J]. 中南工业大学学报(自然科学版), 2000, 31(6): 528-531.

CHEN Kang-hua, LIU Hong-wei, LIU Yur-zhong. The effect of promotively-solutionizing treatment on the mechanical properties and fracture of ultra high strength 7055 aluminum alloys[J]. Journal of Central South University of Technology (Natural Science), 2000, 31(6): 528-531.

[5] 陈康华, 刘红卫, 刘允中, 等. 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 Yur-zhong, LIU Hong-wei, et al. Solution microstructure and mechanical properties of 7075 and 2024 aluminum alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2000, 10(6): 819-822.

[6] 王学书, 聂波, 谢延翠, 等. 热处理制度对 7075 铝合金电导率的影响[J]. 轻合金加工技术, 2001, 29(7): 40-42.

WANG Xue-shu, NIE Bo, XIE Yan-cui, et al. Effect of heat-treatment institutions on conductivity of 7075 aluminum alloy [J]. Process Technology of Light Alloys, 2001, 29(7): 40-42.

[7] 钱九红. 航空航天新型钛合金的研究发展与应用[J].

- 稀有金属, 2000, 24(3): 218 - 223.
- QIAN Jir-hong. The development and application of newly Ti alloys in aviation and spaceflight[J]. Journal of Rare Metal, 2000, 24(3): 218 - 223.
- [8] 刘静安. 国外铝合金技术的发展现状与技术[J]. 铝加工, 1991(6): 1 - 11.
- LIU Jing-an. The development status and technology of international aluminum alloys [J]. Aluminum Fabrication, 1991, (6): 1 - 11.
- [9] Najjar D, Magnin T, Warner T J. Influence of critical surface defects and localized competition between anodic dissolution and hydrogen effects during stress corrosion cracking of a 7050 aluminum alloy[J]. Inter J Fatigue, 1997, A238: 293 - 302.
- [10] Najjar D, Magnin T, Warner T J. Influence of critical surface defects and localized competition between anodic dissolution and hydrogen effects during stress corrosion cracking of a 7050 aluminum alloy[J]. Mater Sci Eng A, 1997, 238(2): 293 - 302.
- [11] Murakami Y. Recent investigations on precipitation phenomena of aluminium alloys[J]. Sumitomo Light Metals Technology, 1988, 29(1): 3 - 17.
- [12] Lendvai J. Precipitation and strengthening in aluminium alloys[J]. Mater Sci Forum, 1996, 217 - 222: 43 - 56.

Effect of high temperature pre-precipitation on microstructure and mechanical property of 7055 alloy

ZHANG Zhuo, CHEN Kang-hua, HUANG Lan-ping, LIU Hong-wei, LI Song

(State Key Laboratory for Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The effect of high temperature pre-precipitation following solution treatment on grain boundary precipitation and mechanical/corrosion properties of 7055 alloy was investigated. The pre-precipitation at 465 °C results in discrete precipitation on the grain boundary, which enhances the stress corrosion resistance of alloy with the same mechanical property. With prolonged pre-precipitation following solution, the mechanical properties of 7055 alloy remains unchanged with more coarse precipitate on the grain boundary.

Key words: 7055 alloys; solution; pre-precipitation; stress corrosion

(编辑 李向群)