

固溶制度对 1933 铝合金自由锻件组织和力学性能的影响

张新明^{1,2}, 欧 军^{1,2}, 刘胜胆^{1,2}, 徐 敏^{1,2}

(1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;

2. 中南大学 有色金属材料科学与工程教育部重点实验室, 长沙 410083)

摘 要: 采用光学显微镜(OM)、扫描电镜(SEM)、透射电镜(TEM)、X 射线衍射和室温拉伸研究固溶制度对 1933 铝合金自由锻件组织和力学性能的影响。结果表明: 由于 Al_3Zr 粒子对晶界的钉扎作用, 在 470 °C 以下固溶时, 合金的再结晶程度很低(<15%); 随着固溶温度升高, 再结晶程度逐渐上升; 510 °C 固溶时, 合金的再结晶程度显著增大(约为 48%); 1933 铝合金锻件中第二相主要有 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相和 η 相; 合金经 470 °C 固溶 60 min 后, η 相溶解比较充分, 此后随温度升高或时间延长第二相变化不大; 合金的最佳固溶制度为 470 °C、60 min, 在此条件下合金具有最好的力学性能。

关键词: 1933 铝合金; 固溶; 再结晶; 第二相; 力学性能

中图分类号: TG 146.2; TG 113

文献标识码: A

Effects of solution treatment on microstructure and mechanical properties of 1933 aluminum alloy forgings

ZHANG Xin-ming^{1,2}, OU Jun^{1,2}, LIU Sheng-dan^{1,2}, XU Min^{1,2}

(1. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China;

2. Key Laboratory of Nonferrous Metal Materials Science and Engineering, Ministry of Education, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The effects of solution treatment on microstructures and properties of the aged 1933 aluminum alloy forgings were investigated by optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffractometry and tensile testing. The results show that the recrystallization fraction is very low (<15%) when the temperature is below 470 °C due to the pinning effect on grain boundaries of Al_3Zr dispersoids. When the forgings are treated at 510 °C, the recrystallization fraction increases significantly to about 48%. The main phases in this alloy are $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ and η phases. The second phases don't change obviously with increasing temperature and time because the η phase is dissolved almost completely after solution treatment at 470 °C for 60 min. The best solution treatment for 1933 alloy forgings is 470 °C, 60 min, and the alloys under these conditions have the best tensile properties.

Key words: 1933 aluminum alloy; solution treatment; recrystallization; second phases; mechanical properties

7×××系 Al-Zn-Mg-Cu 超高强铝合金具有优良的比强度、比刚度和加工性能, 广泛应用于航空领域^[1-2]。

固溶处理是提高 Al-Zn-Mg-Cu 系合金性能的关键工序之一, 其主要目的是要将合金元素充分溶入铝基体中, 并在快速淬火后, 获得空位与溶质原子的过饱

和固溶体。固溶过程中, 在第二相溶解的同时, 合金会不可避免地发生再结晶。研究表明, 固溶过程中组织的变化如再结晶程度及晶粒尺寸等会影响合金时效后的力学性能^[3-4]、断裂韧性^[5-6]与耐蚀性能^[7]等。黄振宝等^[3]研究固溶处理对 7A55 铝合金的组织 and 力学

性能的影响,发现再结晶组织相比未再结晶组织会降低合金的力学性能。FJELDLY 等^[8]研究发现,Al-Zn-Mg 合金固溶处理后得到的晶粒组织对应变不均匀程度有影响,纤维组织较再结晶组织可减少应变的局部化。PARK 等^[5]对 7475 合金的研究也发现,未再结晶或部分再结晶组织比再结晶组织时效后有更好的断裂韧性。所以,采用合适的固溶处理,使第二相充分溶入基体,并控制再结晶,可以提高 Al-Zn-Mg-Cu 系合金的性能。

1933 铝合金是俄罗斯在 B 93 铝合金基础上研发的一种 Al-Zn-Mg-Cu 系合金^[9-10]。因其具有较高的强度和断裂韧性以及较好的抗应力腐蚀性能,尤其具有低的淬火敏感性,其锻件大量用作飞机的隔框材料及一些大尺寸接头材料^[11]。本文作者以 1933 自由锻件为对象,研究其在不同温度固溶过程中组织和力学性能的变化,以期优化 1933 锻件的固溶工艺、控制再结晶组织提供依据。

1 实验

研究所用材料为厚度为 80 mm 的 1933 自由锻件,锻造温度区间为 350~400 °C。其名义成分为 7.0 Zn, 2.0 Mg, 1.0 Cu, 0.12 Zr, Fe 和 Si 总含量小于 0.1(质量分数, %),且 Fe 的含量大于 Si 的。

固溶处理在盐浴炉中进行。固溶温度分别为 420、450、470、490 和 510 °C,固溶时间 30、60 和 100 min。样品固溶后,立即淬入室温水,并取样进行组织观察分析。样品进行 120 °C、24 h 人工时效处理,然后进行金相组织观察与力学性能测试。

用于金相组织观察的样品经过粗磨、抛光后采用阳极覆膜处理,在 XJP-6A 型金相显微镜上进行观察。采用 X 射线衍射技术对合金形变态的样品进行物相分析。在 Sirion200 型扫描电镜(SEM) 上对析出相尺寸、形态及分布情况进行观察和分析,对典型析出相进行能谱分析(EDX)。透射电镜观察在 TECNAI G²20 分析电镜上进行,加速电压为 200 kV。力学性能测试在 CSS-44100 万能材料力学拉伸机上进行,拉伸速度 2 mm/min。

2 结果与分析

2.1 合金的锻造组织

图 1 所示为 1933 铝合金锻件的金相组织。其中,

L 为金属的主变形方向, N 为终锻法向。由图 1 可见,合金经过锻压后,晶粒沿主变形方向被压扁,基体中分布着弥散的第二相粒子。图 2 与表 1 所示分别为合金的 SEM 像及能谱分析结果。通过 SEM 像并结合能谱分析发现,两种相存在于铝基体中。尺寸较大且呈块状的初生相(5~15 μm)为 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相(见图 2 中 B 所示)。沿主变形方向弥散分布的第二相(0.5~3.0 μm)含 Al、Zn、Mg 和 Cu 元素(见图 2 中 A 所示)。结合 X 射线衍射分析结果(见图 3)可知,合金形变态组织中分布的弥散第二相主要为 $\eta(\text{MgZn}_2)$ 析出相。

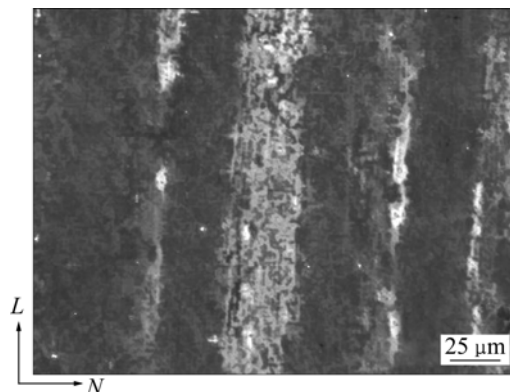


图 1 1933 铝合金锻件的金相组织

Fig.1 OM image of 1933 Al alloy forging

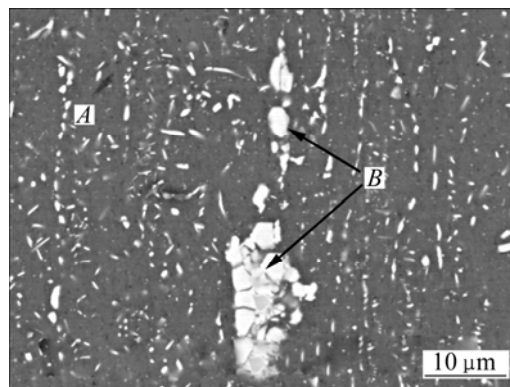


图 2 1933 铝合金锻件的 SEM 像

Fig.2 SEM image of 1933 Al alloy forging

表 1 典型第二相能谱分析结果

Table 1 EDX results of constituents in forgings

Area	Mole fraction/%				
	Al	Zn	Mg	Cu	Fe
A	70.55	18.32	11.12	4.2	0.31
B	72.57	2.03	0.85	17.70	9.74

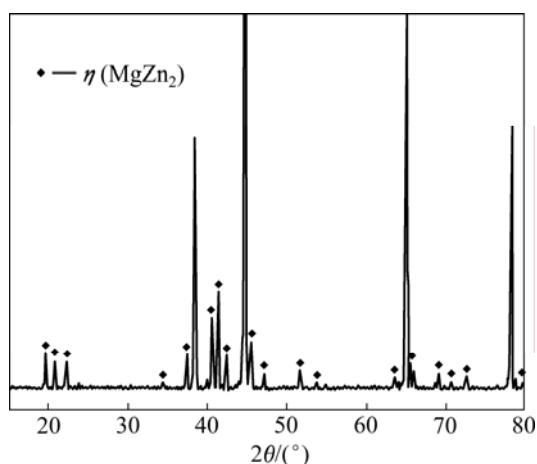


图 3 1933 铝合金锻件的 XRD 谱

Fig.3 XRD pattern of 1933 Al alloy forging

2.2 固溶制度对晶粒组织的影响

锻件经固溶处理后, 随温度和时间不同, 发生不同程度的再结晶。图 4 和 5 所示分别为合金固溶处理后的金相组织及再结晶程度统计结果。从图 4 中可以看出, 合金在固溶时间较短(如 470 °C、30 min, 图 4(a)所示)或者固溶温度较低(如 420 °C、60 min, 图 4(d)所示)的情况下, 发生少数再结晶(再结晶程度小于 15%), 再结晶晶粒分布在原始晶界上的粗大初生相周围; 随着固溶温度升高、时间延长(如 490 °C、60 min, 图 4(b)所示), 再结晶程度有所增加。图 4(e)所示为 510 °C 固溶时合金的金相组织, 结合图 5 可知, 合金在 510 °C 固溶 60 min 后, 再结晶程度明显增加(48%), 且开始向原始晶粒内部长大, 合金发生普遍再结晶。

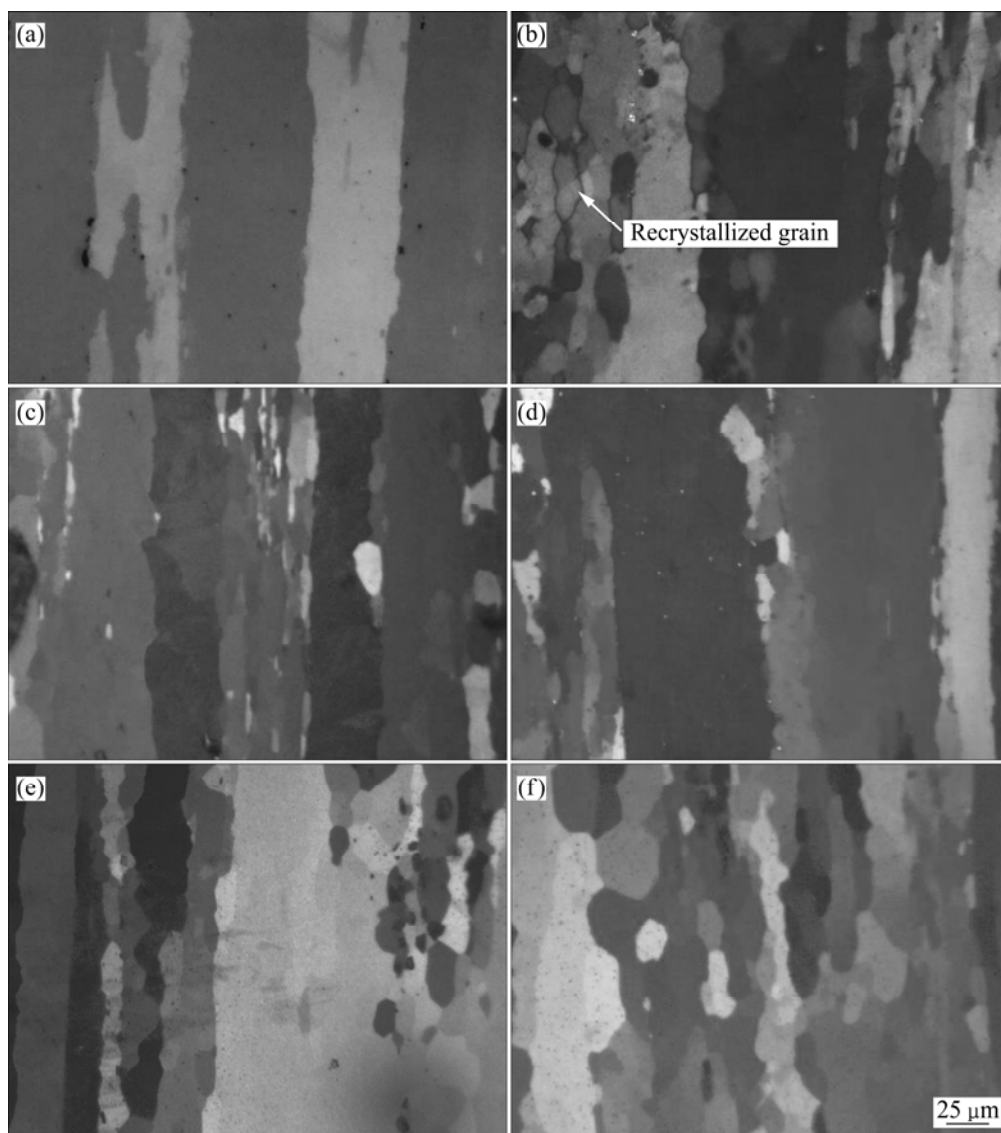


图 4 锻件固溶时效后的金相组织

Fig.4 OM images of forgings after solution treatment and aging: (a) 470 °C, 30 min; (b) 470 °C, 60 min; (c) 470 °C, 100 min; (d) 420 °C, 60 min; (e) 490 °C, 60 min; (f) 510 °C, 60 min

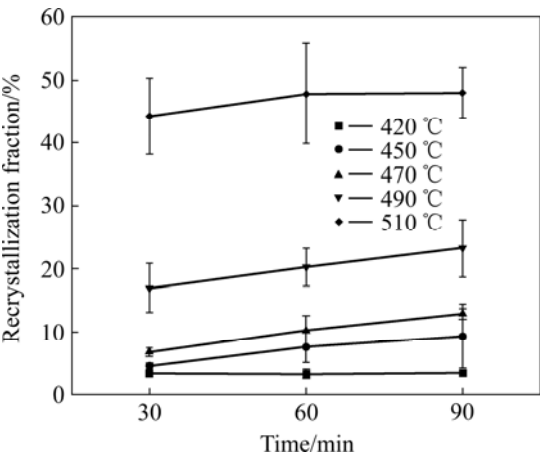


图 5 不同固溶温度时再结晶程度与时间的关系
Fig.5 Relationships between recrystallization fraction and time at different solution treatment temperatures

2.3 固溶制度对第二相的影响

图 6 与表 2 所示分别为锻件在 3 种固溶制度下的

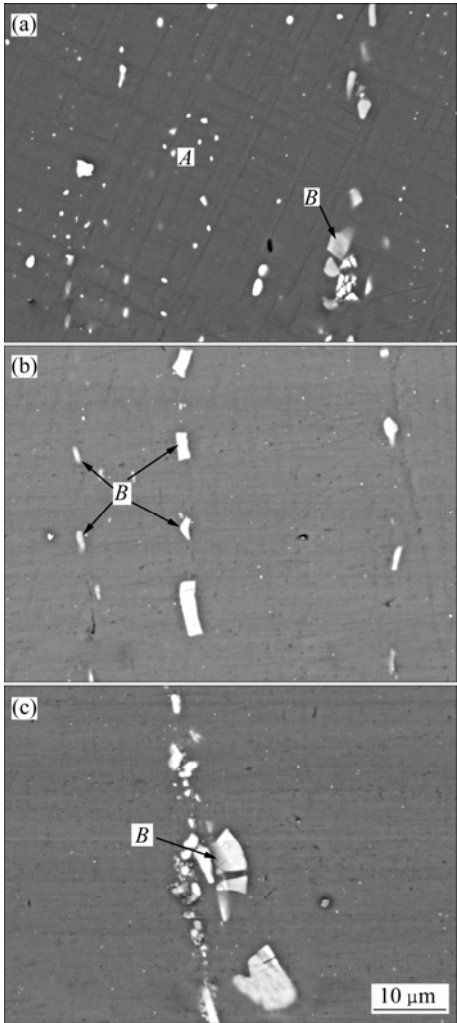


图 6 锻件固溶后的 SEM 像
Fig.6 SEM images of forgings after solution-treatment: (a) 420 °C, 60 min; (b) 470 °C, 60 min; (c) 490 °C, 60 min

表 2 图 6 中典型第二相能谱分析结果
Table 2 EDX results of constituents of remnant particles after solution treatment in Fig.6

Area	Mole fraction/%				
	Al	Zn	Mg	Cu	Fe
A	79.48	7.76	8.54	3.92	0.3
B	76.91	1.98	0.76	14.28	6.07

SEM 像及能谱分析结果。由图 6 可看出, 固溶处理时, 合金中尺寸较小的 η 相很快溶解, 而尺寸较大的含 Fe 初生相没有溶解。合金经过 420 °C 固溶 60 min 后, 样品中小尺寸的 η 相已基本溶解, 而大尺寸的 η 相溶解较慢, 仍有部分 η 相保留在样品中, 如图 6(a)所示; 随着固溶温度的上升, 基体中第二相溶解速率加快, 在 470 °C 固溶 60 min 后, η 相几乎完全溶解, 基体中只剩下 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相(见图 6(b))。此后, 随着温度继续升高只能观察到 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相(见图 6(c))。由于熔点较高, 合金中的 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相在固溶过程中不能消除, 故其形貌和尺寸等在固溶处理过程中没有变化。

2.4 固溶温度对合金力学性能的影响

1933 锻件经过不同温度固溶处理 60 min 后再经 120 °C、24 h 人工时效后的力学性能如图 7 所示。从图 7 可以看出, 从 420 °C 开始, 抗拉强度和屈服强度随着温度的升高逐渐提高; 在固溶温度为 470 °C 时达到最大值; 此后随着固溶温度继续升高, 抗拉强度与屈服强度呈下降趋势。伸长率则先减小后增加, 在 470 °C 时最小。由此可知, 1933 铝合金锻件最佳的固溶温度为 470 °C。确定最佳固溶温度后, 对锻件进行不同时间固溶处理, 随后进行 120 °C、24 h 人工时效后进行室温拉伸, 其结果如图 8 所示。由图 8 可知, 随着固

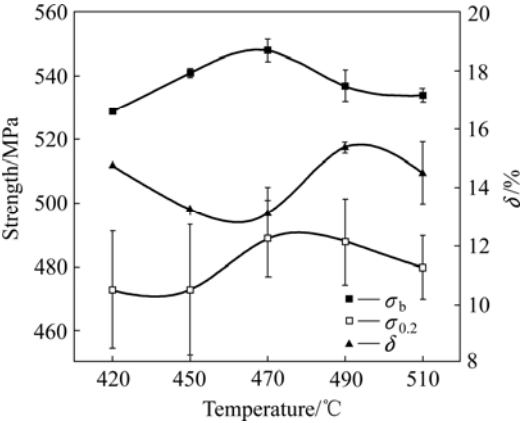


图 7 1933 锻件经不同温度固溶 60 min 后再经 120 °C、24 h 时效后的力学性能
Fig.7 Mechanical properties of 1933 forging after solution treatment for 60 min at different temperatures and aging at 120 °C for 24 h

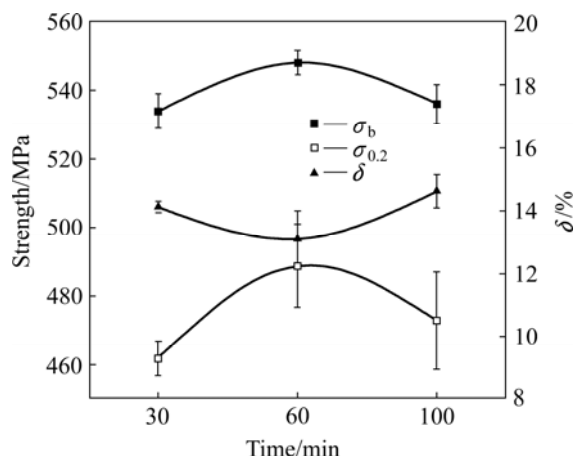


图 8 1933 锻件经 470 °C 固溶不同时间再经 120 °C、24 h 时效后的力学性能

Fig.8 Mechanical properties of 1933 forging after solution treatment at 470 °C for different times and aging at 120 °C for 24 h

溶时间延长, 合金的抗拉强度及屈服强度先增大, 达到峰值后减小, 而伸长率则先减小后增大, 抗拉强度与屈服强度的最大值出现在 60 min 处。此后继续延长, 抗拉强度与屈服强度均减小。因此, 1933 铝合金锻件的最佳固溶制度为 470 °C、60 min。

3 讨论

固溶处理对 7×××系铝合金力学性能的影响主要来自以下两个方面: 1) 基体中第二相的溶解程度; 2) 再结晶程度。

固溶处理的主要目的是使合金元素充分溶入基体, 获得过饱和固溶体, 影响这一过程的主要因素是固溶温度、保温时间和淬火速度。其中, 固溶温度是最显著的影响因素。固溶温度越高(不产生过烧), 溶质原子溶解越充分, 合金的过饱和度越高, 且空位浓度增加, 同时基体成分更加均匀。随后的时效过程中, 强化相的析出将具有更大的相变驱动力, 可减少析出相的临界晶核尺寸, 提高形核率, 使析出相的数量增多, 尺寸减小, 分布弥散均匀, 从而提高时效析出强化效果, 提高合金强度^[12]。固溶处理后, 若基体中仍残留粗大的 η 相, 会降低合金的过饱和度和时效强化潜力。由合金固溶后的 SEM 观察可知(见图 6), 1933 锻件经过 420 °C 固溶 60 min 后, 仍有部分 η 相残留在基体中。而当固溶温度上升到 470 °C 时, η 相已经充分溶解, 只剩下初生 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相。 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相熔点

较高, 在固溶过程中不能溶解。因此, 固溶温度从 420 °C 上升到 470 °C 时, 锻件中的 η 相溶解更加充分, 合金时效后的强度逐渐上升。

但固溶温度过高, 将使合金再结晶程度增加, 降低合金的强度。一般而言, 固溶过程中再结晶的发生不可避免, 但可以通过合适的工艺尽量控制再结晶。如优化合金成分以减少初生相(减少激发再结晶的形核点), 通过合适的均匀化制度优化 Al_3Zr 粒子的尺寸与分布(钉扎晶界, 抑制再结晶)和避免固溶温度过高(减少再结晶驱动力)等。

对于本合金, 再结晶主要是位于初始晶界上的粗大初生相通过粒子激发形核机制(PSN)产生^[13](见图 9)。随后再结晶晶粒的晶界向原始晶粒内部迁移。在含 Zr 的 7×××系铝合金中, 晶内弥散分布的 Al_3Zr 粒子往往会对晶界的迁移产生阻碍作用, 从而抑制再结晶^[13-15]。由 TEM 观察可知, 原始晶粒内部均匀分布着 20~40 nm 的 Al_3Zr 粒子(见图 10)。图 11 所示为在

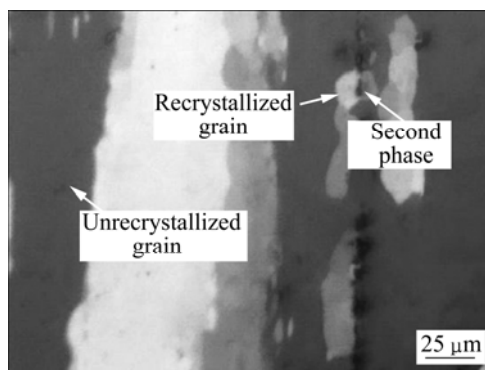


图 9 经 450 °C、30 min 固溶后再结晶晶粒在第二相周围的形成

Fig.9 Recrystallized grains forming around second phase after 450 °C, 30 min solution treatment

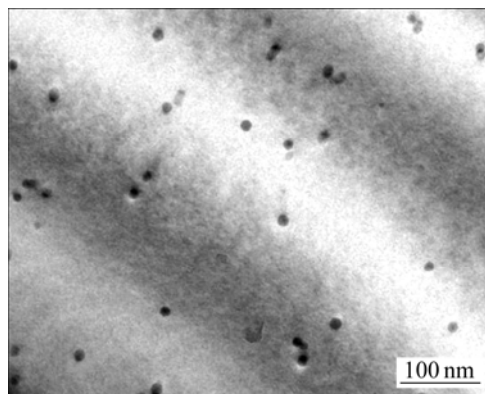


图 10 合金经 470 °C、60 min 固溶后原始晶粒内部弥散分布的 Al_3Zr 粒子的 TEM 像

Fig.10 TEM image of Al_3Zr dispersoids in interior of original grains of alloy after 470 °C, 60 min solution treatment

样品中通过 TEM 观察到的典型的 Al_3Zr 粒子钉扎晶界的结果。由图 11 可知, Al_3Zr 粒子钉扎晶界的迁移, 抑制再结晶。所以, 在 $470\text{ }^\circ\text{C}$ 及以下固溶时, 再结晶主要发生在晶粒内 Al_3Zr 粒子分布较少的区域, 而 Al_3Zr 粒子密度较大的原始晶粒内部主要是发生回复。图 12 所示为锻件经不同固溶温度固溶后的 TEM 像。由图 12 可知, 发生回复的原始晶粒内部由大量 $1\sim 6\text{ }\mu\text{m}$

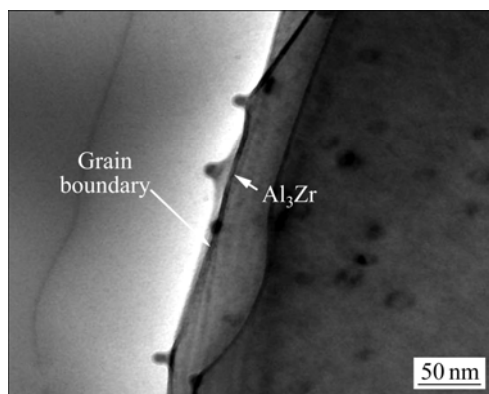


图 11 $470\text{ }^\circ\text{C}$ 、60 min 固溶过程中 Al_3Zr 粒子对晶界的钉扎作用

Fig.11 Pinning effect of Al_3Zr dispersoids on grain boundaries during $470\text{ }^\circ\text{C}$, 60 min solution treatment

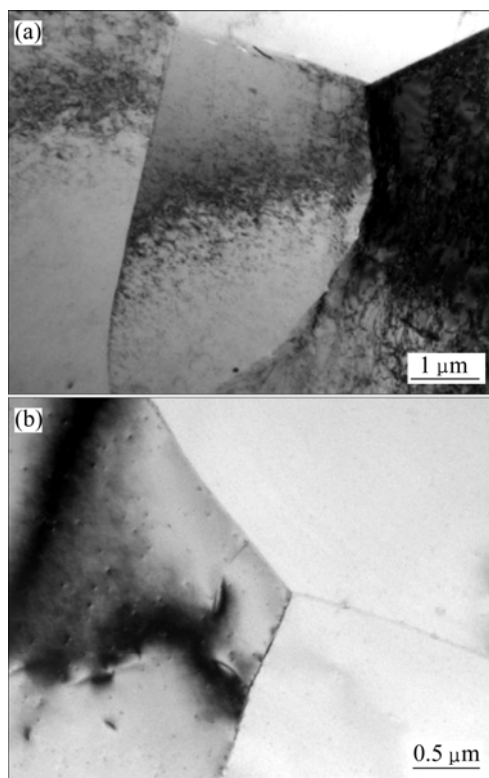


图 12 锻件经不同固溶温度固溶后的 TEM 像

Fig.12 TEM images of forging solution treated at different temperatures: (a) $470\text{ }^\circ\text{C}$, 60 min; (b) $510\text{ }^\circ\text{C}$, 60 min

的亚晶组成, 如图 12(a)所示。由于各亚晶方位不同, 对晶内位错的滑移起阻碍作用, 从而能够提高合金的强度。而锻件经过 $510\text{ }^\circ\text{C}$ 、60 min 固溶后, 原始晶粒内部发生再结晶, 锻件的再结晶程度显著增加。这是由于 $510\text{ }^\circ\text{C}$ 固溶时时, 高温促使晶界迁移的驱动力增加, 使其能够挣脱 Al_3Zr 粒子的钉扎, 迁移到原始晶粒内部。原始晶粒被新的不含亚结构的再结晶晶粒取代, 如图 12(b)所示。再结晶组织相比回复组织, 消除原始晶粒内部的亚结构, 从而降低合金强度。

综上所述可知, 1933 锻件经 $470\text{ }^\circ\text{C}$ 、60 min 固溶后, η 相溶解充分同时再结晶程度很低, 所以经此制度固溶再时效处理后, 1933 锻件具有最佳的力学性能。

4 结论

- 1) 锻件在 $470\text{ }^\circ\text{C}$ 以下固溶时, 由于 Al_3Zr 粒子对晶界的钉扎作用, 再结晶程度较低($<15\%$)。
- 2) 锻件在 $510\text{ }^\circ\text{C}$ 固溶处理时, 再结晶程度显著增加(为 48%)。
- 3) 锻件中的初生相只有 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相, 固溶时不溶解。 η 相在 $420\text{ }^\circ\text{C}$ 以上固溶一定时间后(如 $470\text{ }^\circ\text{C}$ 、60 min)可完全溶解。
- 4) 1933 铝合金锻件最佳的固溶制度为 $470\text{ }^\circ\text{C}$ 、60 min。在此固溶制度下, 锻件经 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 、24 h 人工时效后的抗拉强度为 548 MPa , 屈服强度为 489 MPa 。

REFERENCES

- [1] 蹇海根, 姜 锋, 徐忠艳. 航空用高韧 Al-Zn-Mg-Cu 系铝合金的研究进展[J]. 热加工工艺, 2006, 35(12): 61–66.
JIAN Hai-gen, JIANG Feng, XU Zhong-yan. Study progress of high strength and tenacity Al-Zn-Mg-Cu aluminum alloy for aviation[J]. Hot Working Technology, 2006, 35(12): 61–66.
- [2] 戴晓元, 夏长清, 刘昌斌, 古 一. 固溶处理及时效对 $7\times\times\times$ 铝合金组织与性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2007, 28(4): 59–63.
DAI Xiao-yuan, XIA Chang-qing, LIU Chang-bin, GU Yi. Effects of solution treatment and aging process on microstructure and mechanical properties of $7\times\times\times$ aluminum alloy[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2007, 28(4): 59–63.
- [3] 张新明, 黄振宝, 刘胜胆, 刘文辉, 张 翀, 杜予珏. 双级固溶处理对 7A55 铝合金组织与力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(9): 1527–1533.
ZHANG Xin-ming, HUANG Zhen-bao, LIU Sheng-dan, LIU

- Wen-hui, ZHANG Chong, DU Yu-xuan. Effects of two-stage solution on microstructures and mechanical properties of 7A55 aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(9): 1527-1533.
- [4] CHEN Kang-hua, LIU Hong-wei, ZHANG Zhuo. The improvement of constituent dissolution and mechanical properties of 7055 aluminum alloy by stepped heat treatments[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2003, 142(1): 190-196.
- [5] CVIJOVIĆ Z, RAKIN M, VRATNICA M, CVIJOVIĆ I. Microstructural dependence of fracture toughness in high-strength 7000 forging alloys[J]. Engineering Fracture Mechanics, 2008, 75: 2115-2129.
- [6] 宁爱林, 刘志义, 郑青春, 曾苏民. 分级固溶对 7A04 铝合金组织与性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2004, 14(7): 1211-1216.
- NIN Ai-lin, LIU Zhi-yi, ZHENG Qing-chun, ZENG Su-ming. Effects of progressive solution treatment on microstructure and mechanical properties of 7A04 aluminum alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2004, 14(7): 1211-1216.
- [7] CHEN K H, FANG H C, ZHANG Z. Effect of Yb, Cr and Zr additions on recrystallization and corrosion resistance of Al-Zn-Mg-Cu alloys[J]. Mater Sci Eng A, 2008, 497(1/2): 426-431.
- [8] FJELDLY A, ANDERS S, ROVEN H J. Strain localisation in solution heat treated Al-Zn-Mg alloys[J]. Mater Sci Eng A, 2001, 300(1/2): 165-170.
- [9] TKACHENKO E A, VALKOV V I, BARATOV V J, FRIDLYANDER J N. The properties and structure of high-strength aluminum 1933 alloy forging[J]. Materials Science Forum, 1996, 217/222: 1819-1822.
- [10] FRIDLYANDER I N, TKACHENKO E A, BERSTENEV V V. Effect of microstructure on the cracking resistance characteristics of Al-Zn-Mg-Cu-Zr (1933) wrought high-strength alloy[J]. Materials Science Forum, 2002, 396: 1347-1352.
- [11] 陈石卿. 俄罗斯的航空用铝合金的发展及其历史经验(一)[J]. 航空工程与维修, 2001(3): 17-18.
- CHEN Shi-qing. Russian aeronautical aluminum alloy development and its historical experience (I)[J]. Aviation Engineering, 2001(3): 17-18.
- [12] 戴晓元, 夏长清, 孙振起, 华煜煜. 强化固溶对 Al-7.6Zn-2.1Mg-1.30Cu-0.15Zr-0.30Sc 合金组织与性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(3): 195-198.
- DAI Xiao-yuan, XIA Chang-qing, SUN Zhen-qi, HUA Man-yu. Effect of strengthening solution treatment on microstructure and mechanical properties of Al-7.6Zn-2.1Mg-1.30Cu-0.15Zr-0.30Sc alloys[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2007, 36(3): 195-198.
- [13] ROBSON J D, PRANGNELL P B. Predicting the recrystallized volume fraction in 7050 hot rolled plate[J]. Materials Science and Technology, 2002, 18 (6): 607-618.
- [14] ROBSON J D, PRANGNELL P B. Dispersoid precipitation and process modeling in zirconium containing commercial aluminium alloys[J]. Acta Materialia, 2001, 49(4): 599-613.
- [15] ZHANG Zhuo, CHEN Kang-hua, FANG Hua-chan. Effect of Yb addition on strength and fracture toughness of Al-Zn-Mg-Cu-Zr aluminum alloy[J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2008, 18(5): 1037-1042.

(编辑 李艳红)