

7050 铝合金板在固溶过程中微结构与织构的演变

熊创贤^{1,2}, 邓运来^{1,3}, 万里^{1,3}, 张新明^{1,3}

(1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;

2. 湖南城市学院 土木工程系, 益阳 413000;

3. 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: 采用光学金相(OM)、扫描电镜(SEM)、透射电镜(TEM)、X 射线衍射(XRD)和织构材料(ODF)分析等研究 7050 铝合金热轧板在逐级升温固溶过程中微结构与织构的演变。结果表明: 在固溶温度不超过 490 °C 的条件下, 板材中长条形再结晶晶粒平行于轧向分布, 固溶板材与热轧板材的织构组态相似, 均含有少量 {001} <100> 织构, 晶粒取向主要聚集在 β -取向线和 α -取向线上; 具有 {124} <211> 和 {112} <111> 取向的形变长条形组织由于回复和连续再结晶使其取向逐渐趋同, 取向密度增强; 最后经(475 °C, 12 h)处理的样品中残留有 Al₂CuMg 和 Al₇Cu₂Fe 相; 而经(490 °C, 4 h)处理的样品中, Al₂CuMg 相全部溶入基体, Al₇Cu₂Fe 相仍然存在。

关键词: 7050 铝合金; 固溶; 微结构; 织构; 再结晶

中图分类号: TG249.9 文献标识码: A

Evolutions of microstructures and textures of 7050 Al alloy plate during solution heat treatment

XIONG Chuang-xian^{1,2}, DENG Yun-lai^{1,3}, WAN Li^{1,3}, ZHANG Xin-ming^{1,3}

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

2. Department of Civil Engineering, Hunan City University, Yiyang 413000, China;

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

Abstract: Evolutions of microstructures and textures of 7050 Al alloy hot rolled plate during solution heat treatment were studied by OM, SEM, TEM, XRD and ODF techniques. The results show that when the samples are heated stage by stage up to 490 °C, the lamellar grains are still parallel to the rolling direction. The textures of the solution treated samples are similar to the rolled ones. The grain orientations mainly concentrate to β -fiber and α -fiber, in company with a little {001} <100> texture. The orientations densities of {124} <211> and {112} <111> textures increase with the recovery and continuous recrystallization of the deformed lamellar matrix. The sample, which is held at 475 °C for 12 h in the last stage during the solution, contains Al₂CuMg and Al₇Cu₂Fe particles. The sample, which is held at 490 °C for 4 h in the last stage during the solution, still includes Al₇Cu₂Fe particles, but excludes Al₂CuMg particles.

Key words: 7050 Al alloy; solution; microstructure; texture; recrystallization

Al-Zn-Mg-Cu(7000 系)铝合金厚板是航空航天领域广泛使用的承力结构材料^[1], 需经固溶-淬火-时效

处理才能使性能得到强化^[2-3]。时效处理是 7000 系铝合金材料制备的最后一道工序, 受到广泛关注。文献

基金项目: 国家重点基础研究发展计划资助项目(2005CB623700); 中铝公司基金资助项目(CHALCO-2007-KJ-07)

收稿日期: 2009-05-02; 修订日期: 2009-12-01

通信作者: 熊创贤, 副教授, 博士研究生; 电话: 13507376143; E-mail: xiongchuangxian@163.com

[4~7]报道了7000系铝合金分步时效、预变形、过时效等的微结构和性能的关系；文献[8]报道了时效对7055铝合金板淬火敏感性的影响。固溶是铝合金时效强化的基础，同样也倍受关注。一方面，7000系铝合金热轧板需要在高温度条件下固溶以促使粗大(大于1 μm)的第二相溶解，为时效获得析出强化提供基础^[9~10]；另一方面，固溶温度高又会使铝基体发生再结晶，使时效后材料的强度、韧性与耐蚀性能下降^[11]。为了系统地研究固溶冷却速度对热处理可强化铝合金材料多相微结构与性能的影响，已建立了一种适用于铝合金的末端淬火装置与方法^[12~13]。为了实现7050合金热轧厚板材料多相微结构的精确调控，提升该合金厚板的使用性能，探明该合金热轧板在固溶过程中微结构与组织的演变规律十分必要，而这方面的系统研究在文献中很少报道。

为此，本文作者从一块7050铝合金热轧厚板上割取试样，在150~520 °C的范围内采用逐步升温固溶方法，研究微结构与组织的演变规律。

1 实验

实验采用的7050铝合金热轧厚板的化学成分如表1所列，热轧总压下率约为80%。为尽量减少厚板轧制组织不均匀性带来的影响，所有试样均在1/2厚度层割取，试样尺寸为3 mm(厚)×10 mm(横向)×15 mm(轧向)。试样逐步升温，固溶制度如表2所列。试样从保温炉内取出后立即放入室温水中进行淬火。由于试样较薄，试样各部分淬火冷却速率和时效加热速率可以认为是相同的。

试样的光学金相观察用XJP-6A型金相显微镜观察，金相试样的腐蚀试剂为1 mL HF+16 mL HNO₃+3 g CrO₃+83 mL 蒸馏水(Graff Sargent试剂)。该试剂不仅能腐蚀晶界，而且能腐蚀取向差较大的亚晶界。一般经热变形和固溶处理后的7000系合金中未再结晶区域含有大量亚晶组织，经该试剂腐蚀后在光学显微镜下呈黑色，而再结晶晶粒内部几乎不含亚晶组织，经腐蚀后呈白色，从而可以区分试样中的再结晶分数^[8]。扫描电子显微(SEM)观察与分析用JSM-6360LV扫描

表1 7050铝合金热轧板的化学成分

Table 1 Chemical composition of investigated 7050 Al alloy hot rolled plate(mass fraction, %)

Zn	Mg	Cu	Zr	Fe	Si	Others (single)	Al
6.23	2.35	2.26	0.11	0.12	0.08	≤0.05	Bal.

表2 样品的固溶工艺

Table 2 Solution treatments of samples

Sample number	Solution heat treatment
S150	150 °C, 12 h
S200	(150 °C, 12 h)+(200 °C, 12 h)
S300	(150 °C, 12 h)+(200 °C, 12 h)+(300 °C, 12 h)
S400	(150 °C, 12 h)+(200 °C, 12 h)+(300 °C, 12 h)+(400 °C, 12 h)
S465	(150 °C, 12 h)+(200 °C, 12 h)+(300 °C, 12 h)+(400 °C, 12 h)+(465 °C, 12 h)
S475	(150 °C, 12 h)+(200 °C, 12 h)+(300 °C, 12 h)+(400 °C, 12 h)+(475 °C, 12 h)
S490	(150 °C, 12 h)+(200 °C, 12 h)+(300 °C, 12 h)+(400 °C, 12 h)+(490 °C, 4 h)
S520	(150 °C, 12 h)+(200 °C, 12 h)+(300 °C, 12 h)+(400 °C, 12 h)+(520 °C, 2 h)

电镜和其EDAX能谱仪(EDS)附件。透射电子显微(TEM)分析用TECNAIG²20型透射电镜，加速电压为200 kV。X射线衍射(XRD)物相分析采用Rigaku D/Max 2500型18 kW转靶X射线衍射仪。

样品的组织测试分析采用Brucker D8 Discovery测量{111}、{200}、{220}、{113}4个不完全极图，运用球谐函数级数展开法求出l=34时的取向分布函数(ODF)的C系数(包括奇数项与偶数项)^[14]。

2 结果与分析

2.1 基体的微观组织结构与组织

对大量金相照片观察后发现固溶温度低于400 °C和热轧样品的视场几乎全部呈黑色。图1所示为固溶样品的典型金相照片。由图1可看出，晶粒以沿轧制方向伸展的长条形晶粒为主(图1(a)~(c))，而在520 °C固溶样品中，最终形成等轴特征的再结晶晶粒。对于代表再结晶晶粒的白色区域，可以发现，随固溶温度的升高，再结晶分数增大，其相互关系如图2所示。由图2可看出，当温度低于450 °C时，试样在固溶时基体发生再结晶过程十分缓慢；当温度从450 °C逐渐升高到490 °C时，再结晶启动速度加快，并可以明显看到再结晶晶粒的出现，但是从图1可知其不是因大角度晶界迁移而形成的非连续再结晶，而是小角度晶界迁移形成的一种连续再结晶。这种连续再结晶对试样最终的力学性能的损失是不具有显著破坏性的。当温度高于490 °C时，基体大角度晶界迅速迁移，最终形成对试样力学性能有显著破坏性的、等轴状的、非

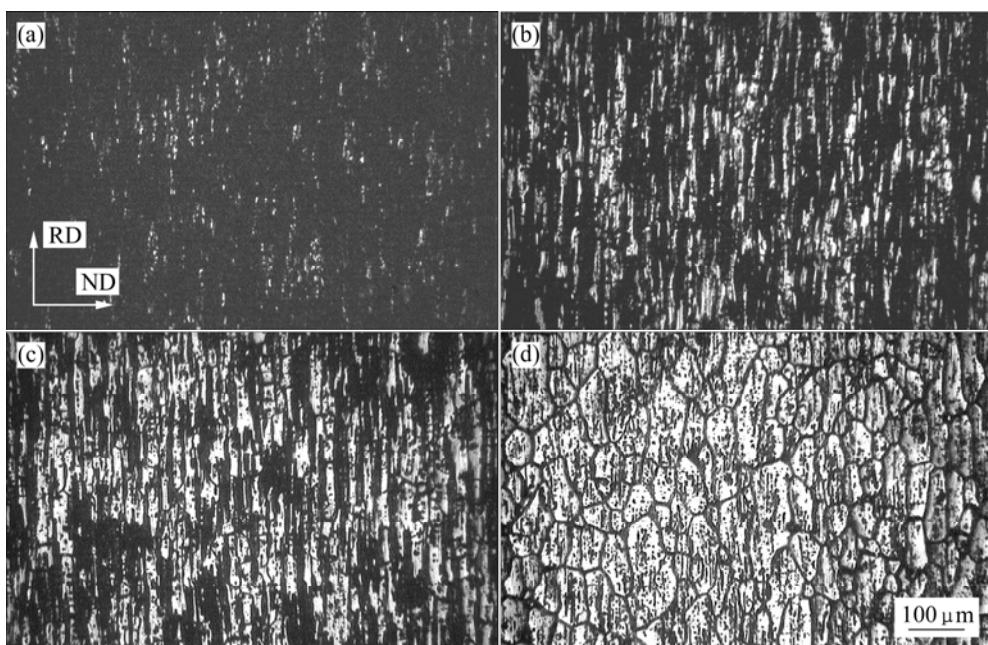


图1 固溶样品中再结晶晶粒的(白色区域)光学金相照片

Fig.1 Optical micrographs of recrystallization microstructures (white zone) of samples solution treated at different temperatures:
(a) 400 °C; (b) 475 °C; (c) 490 °C; (d) 520 °C

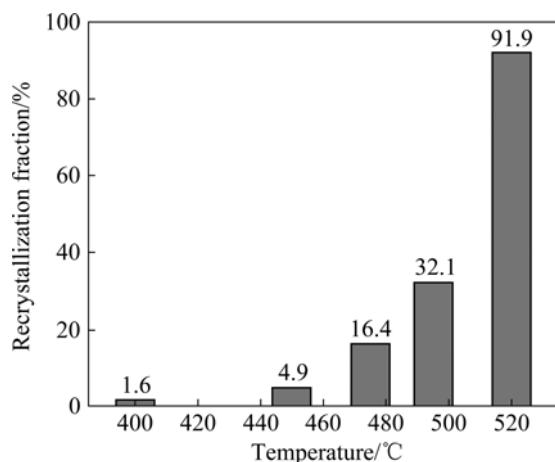


图2 再结晶百分数随固溶温度的变化

Fig.2 Change of recrystallization fraction during solutions at different temperatures

连续的再结晶。这里要指出的是, 本研究对再结晶百分数进行统计的时候针对的是图中的白色区域, 而没有把黑色晶界部分考虑在内。所以, 当固溶温度在 520 °C 时, 虽然从图 1 中可以明显看出其基体已经发生了 100% 的再结晶, 而统计数据仅为 91.9%。

图 3 所示为轧制板和固溶板(S475、S490、S520)样品的取向分布函数(ODF)图, 取向分布密度($f(g)$)的水平为 1.0, 3.0, 6.0, 9.0, 12.0 和 15.0。从图 3 中可

以看出, 热轧板和固溶处理板的组织组态没有发生显著变化, 取向密度最大的都是 $\{011\} < 211 \rangle (B-)$ 组织。为了更清晰地比较不同状态板中组织组分的差异, 图 4 显示了图 3 中 ODF 的 β -取向线、 α -取向线、Cube_RD 和 Cube_ND 取向线的分析结果。从图 4 可以看出, 从 $\{011\} < 211 \rangle$ 经 $\{124\} < 211 \rangle$ 到 $\{112\} < 111 \rangle$ 的 β -取向线上有明显的晶体取向聚集现象; S475、S490 和 S520 固溶样品的 $\{124\} < 211 \rangle (R-)$ 和 $\{112\} < 111 \rangle (C-)$ 组织的取向密度均强于轧制样品的。但 S520 与 S475 和 S490 相比, 其 R- 和 C- 组织的取向密度变弱; 轧制和固溶样品中 α -取向线上的 $\{011\} < 100 \rangle (G-)$ 和 $\{011\} < 211 \rangle (B-)$ 组织的取向密度几乎没有变化。Cube_RD 和 Cube_ND 取向线分别表示 $\{001\} < 100 \rangle$ (Cube) 立方组织沿轧向转动(Cube_RD)和沿板法向转动(Cube_ND)的取向密度分布情况。轧制板、S475 和 S490 样品的 $\{001\} < 100 \rangle$ (Cube-) 立方组织几乎没有变化, 但 S520 样品中 Cube- 组织的取向密度明显增强。

上述固溶过程中组织组分的演变表明, 轧制和固溶板材中晶粒取向主要聚集在 FCC 晶体结构铝的轧制形变中典型组织分布的 β -取向线和 α -取向线上, 同时, 板材中还含有少量 Cube- 组织。随着固溶温度逐步升至 490 °C 时, 具有大角度晶界迁移特征的 Cube- 组织的取向密度几乎不变, 在轧制压缩变形条件下, Taylor 因子小、形变储能低的 B- 组织的取向密度也未

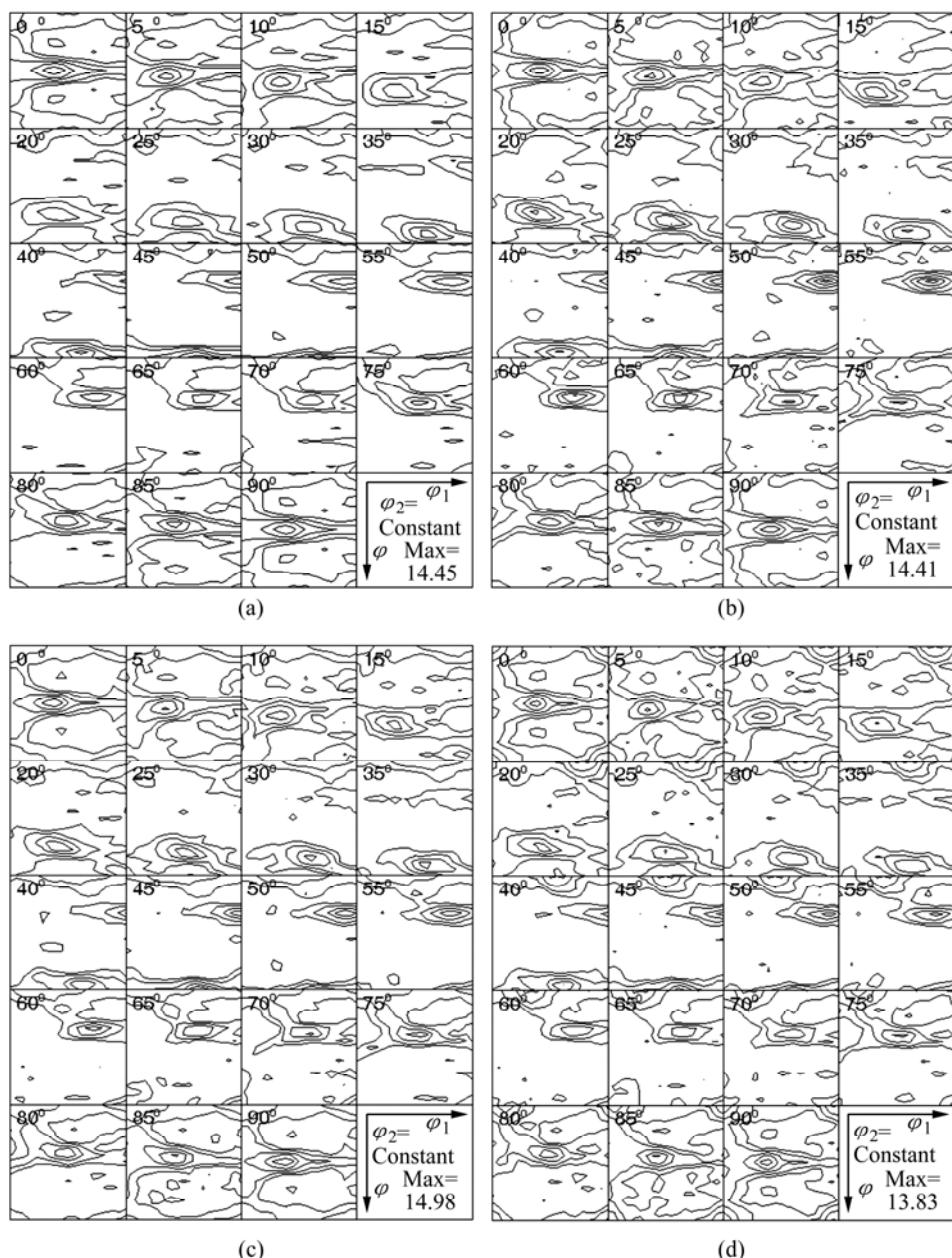


图3 轧制与固溶样品的取向分布函数图

Fig.3 Graphics of orientation distribution functions (ODFs) of samples: (a) Hot-rolled sample; (b) S475; (c) S490; (d) S520

发生明显变化，但 Taylor 因子大、形变储能高的 C- 和 R- 织构^[15]的取向密度明显增强。这说明在固溶温度逐步升至 490 °C 的过程中，形成长条形形变组织间的大角度晶界的迁移几率低，长条形形变组织内的亚晶粒取向逐渐趋同，主要的再结晶机制是连续再结晶，最终形成如图 1(a)~(c) 中所示的沿轧向分布的长条形再结晶晶粒。当固溶温度逐步升至 520 °C 时，Cube- 织构明显增强，而形变 C- 织构与 R- 织构组分的取向密度相对于 S475 和 S490 有减弱，说明此时再结晶主要受非连续再结晶机制控制，最终形成如图 1(d) 所示的等轴状再结晶晶粒。

2.2 粗大第二相

对 S465、S475、S490 和 S520 试样进行 SEM 观察和 EDS 分析，电子背散射像如图 5 所示。结合试样的 EDS(图 6)分析结果与 XRD 分析测试结果(图 7)，可以鉴别出粗大第二相种类(已标记在图 5 中)。

465 °C 固溶试样中粗大第二相形貌如图 5(a) 所示，可以看出，粗大第二相为不规则片状和球状粒子。从图 6 的 EDS 结果和图 7 中的 S465 试样的衍射峰可以看出，不规则的片状相为 Al₇Cu₂Fe，但数量少；球状粒子应是 Al₅Cu₆Mg₂ 和 Al₂CuMg(以下分别称为 S1 和 S)。475 °C 固溶试样中粗大第二相形貌如图 5(b) 所

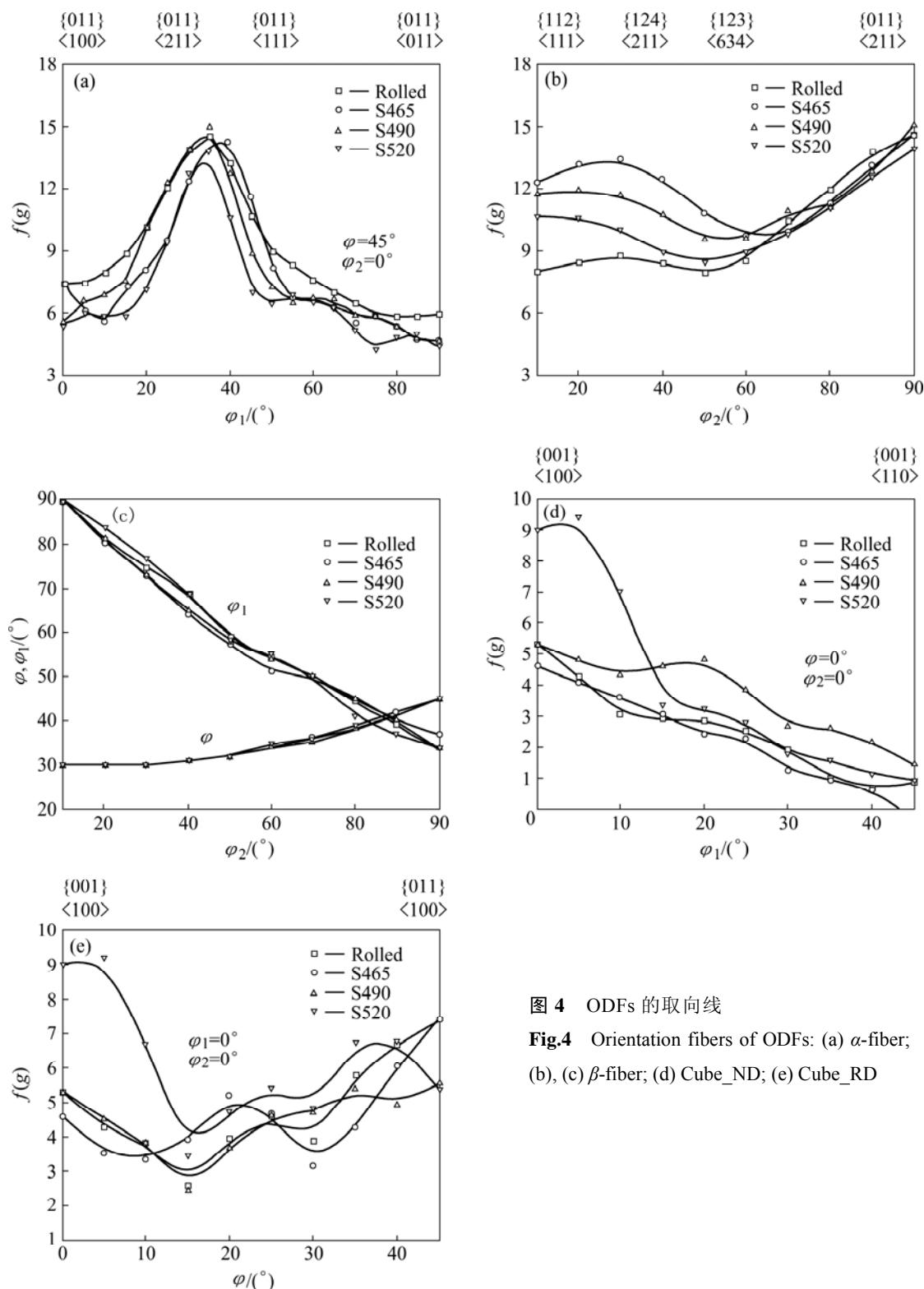


图 4 ODFs 的取向线

Fig.4 Orientation fibers of ODFs: (a) α -fiber; (b), (c) β -fiber; (d) Cube_ND; (e) Cube_RD

示, 图 7 中 S475 试样中仍有 S 相的衍射峰, S1 相是热轧过程或热轧降温时形成的非平衡析出相, 较 S 相更容易溶解, 故图中富 Cu、Mg 相主要是未充分溶解的 S 相。490 °C 固溶试样中粗大第二相形貌如图 5(c) 所示, 无论是其 SEM, 还是 XRD, 都未发现存在 S 相, 说明此时 S 相基本消除。520 °C 固溶试样中粗大

第二相如图 5(d)所示, 可见呈熔化状态的局部圆形区域的 S 和/或 S1 相, 以及棱角分明的 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相。尽管图 7 中的 XRD 结果未能清晰地探明在 S465、S475 和 S490 试样中 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相的存在, 但图 5 中粗大第二相形貌及图 6 的 EDS 分析结果表明, 试样中仍存在 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相。

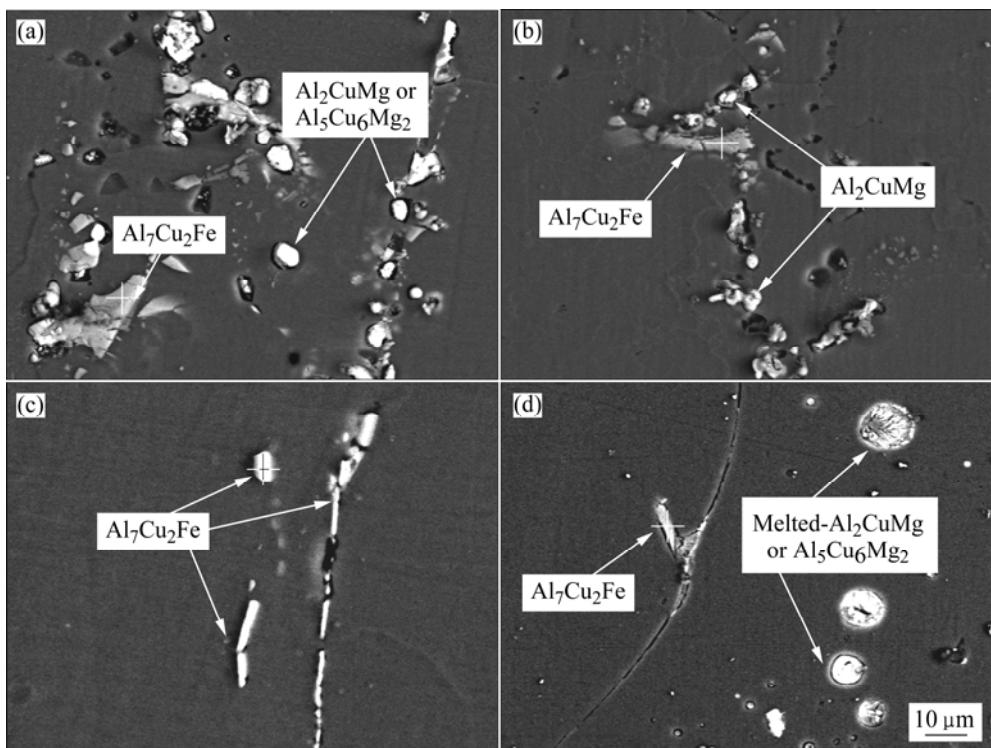


图5 固溶样品的背散射电子像

Fig.5 Backscattered electron images of solution treated samples: (a) S465; (b) S475; (c) S490; (d) S520

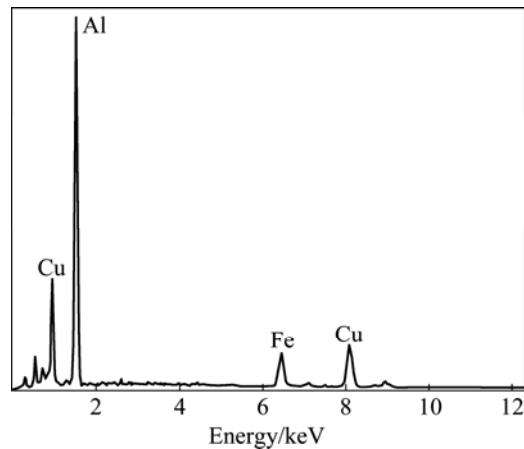
图6 S465样品中 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相的EDS结果

Fig.6 EDS result of $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ phase in S465 sample

2.3 微纳第二相与亚晶界

图8所示为热轧和S200、S300和S490试样的TEM像。从图8(a)可以看出,尽管在热轧态样品中存在很大的不均匀微观应力会影响衍射照片的清晰度,但还是能识别出亚晶界,在亚晶粒中可见较大的第二相粒子周围有钉扎的位错缠结(图中箭头处)。从图8(b)可以看出,200℃固溶试样中亚晶界清晰可辨,亚晶内部的位错逐渐从位错网和第二相粒子的钉扎作用下

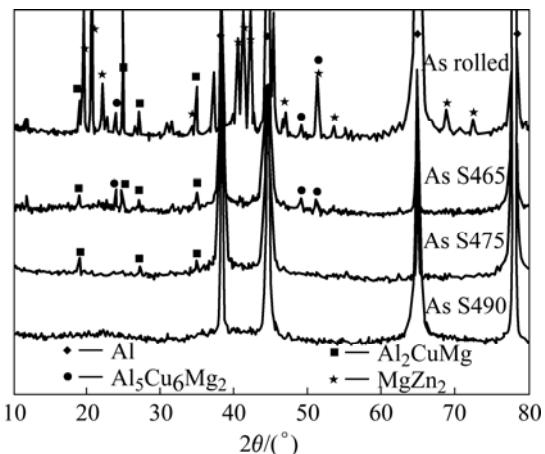


图7 样品的XRD谱

Fig.7 XRD patterns of samples

解脱出来,通过位错的交互作用,大量异号位错可相互抵消,位错密度降低,亚晶粒内部的衍衬度逐渐趋同,呈典型的回复微结构特征。另外,值得注意的是在亚晶界处有明显的非连续分布的亚微米和纳米级第二相粒子,在亚晶界两边形成的无沉淀析出带(PFZ, 图中箭头处)表明这些沿亚晶界分布的粒子是在200℃保温过程中析出的,根据7050合金的成分特点和图7的XRD分析结果,这些应是 MgZn_2 粒子。从

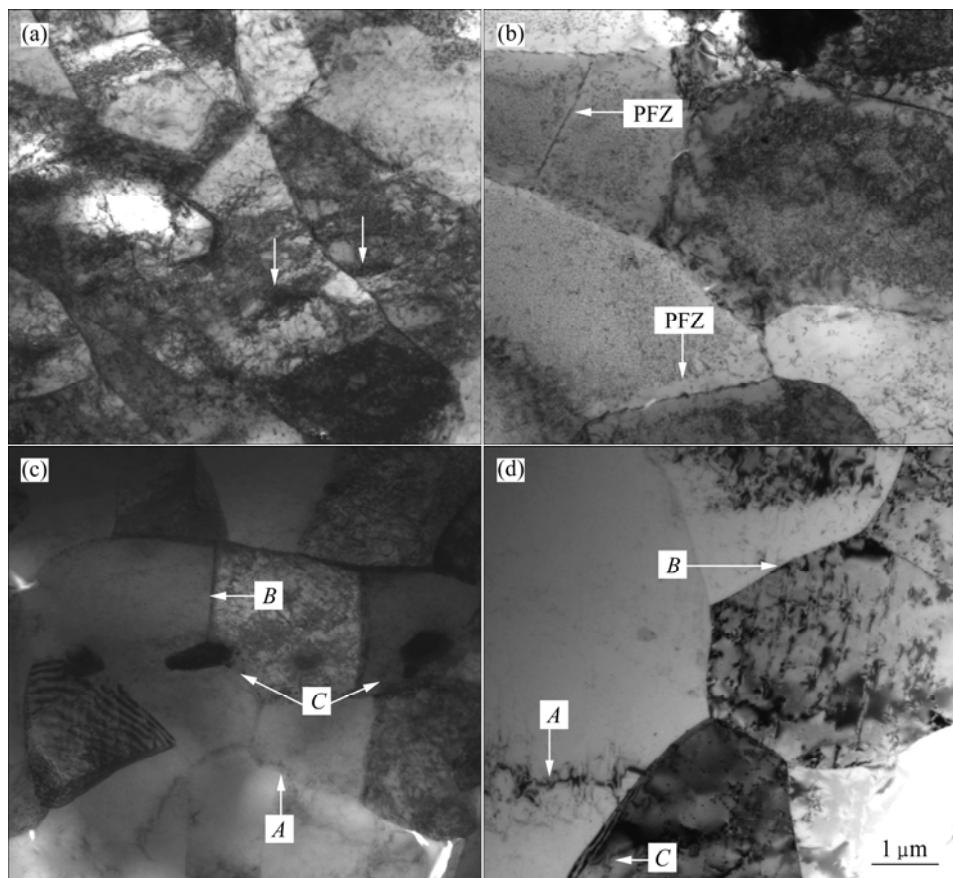


图8 轧制和固溶样品的 TEM 像

Fig.8 TEM images of samples hot-rolled (a) and solution treated at 200 °C for 12 h (b), 300 °C for 12 h (c) and 490 °C for 4 h (d)

图8(c)中可以看出, 300 °C固溶试样的亚晶内部的衬度趋同度更高, 亚晶界上析出的MgZn₂相和热轧过程中析出的MgZn₂已开始溶入基体, 由于亚晶合并使得亚晶界开始变得不清晰(图中标记A), 也可见到亚晶界迁移的痕迹(图中标记B), 另外, 还可见到处于亚晶界交叉处和亚晶粒内部的微米级第二相粒子(图中标记C)。

从图8(d)中可以看出, 490 °C固溶试样中能观察到衬度相似、取向差较小的亚晶合并(图中标记A)和亚晶界迁移(图中标记B)痕迹, 亚晶粒尺寸明显变大。此外, 还可观察到部分微米级亚晶粒间形成大角度界面(图中标记C)。这些具有大角度界面的亚晶粒意味着非连续再结晶的核心已经形成。

3 结论

1) 当固溶温度不超过490 °C时, 固溶板材中再结晶晶粒形貌以平行于轧制方向的长条形连续再结晶晶粒为主, 并且随着固溶温度的升高, 再结晶百分数增大。

2) 热轧和固溶处理板材的组织组态没有发生显

著变化, 晶体取向主要聚集在从{011}<211>经{124}<211>到{112}<111>的β-取向线和α-取向线上, 取向密度最大的组织组分都是{011}<211>组织。当固溶温度不超过490 °C时, 具有大角度晶界迁移特性的{001}<100>组织的取向密度几乎不变。

3) 固溶样品中{124}<211>和{112}<111>组织的取向密度均强于轧制态样品的。在固溶过程中, 形变组织在亚晶长大和合并机制的共同作用下, 具有{124}<211>和{112}<111>取向的形变长条形组织内的亚晶粒取向逐渐趋同。当固溶温度不超过490 °C时, 基体组织演变的机制是回复和连续再结晶。

4) 轧制板材中Al₇Cu₂Fe、Al₅Cu₆Mg₂和Al₂CuMg等粗大相随温度升高逐渐减少, 最终经(475 °C, 12 h)处理的试样中残留有Al₂CuMg和Al₇Cu₂Fe相; 经(490 °C, 4 h)处理的试样中Al₂CuMg相全部溶入基体, Al₇Cu₂Fe相仍然存在。

REFERENCES

- [1] HEINZA A, HASZLER A, KEIDEL C, MOLDENHAUER S,

- BENEDICTUS R. Recent development in aluminium alloys for aerospace applications[J]. *Mater Sci Eng A*, 2000, 280: 102–107.
- [2] 冯春, 刘志义, 宁爱林, 曾苏民. RRA 处理对超高强铝合金抗应力腐蚀性能的影响[J]. 中南大学学报: 自然科学版, 2006, 37(6): 1054–1059.
- FENG Chun, LIU Zhi-yi, NING Ai-lin, ZENG Su-min. Effect of retrogression and reaging treatment on stress corrosion cracking resistance of super-high strength aluminum alloy[J]. *Journal Central South University: Science and Technology*, 2006, 37(6): 1054–1059.
- [3] DUMONT D, DESCHAMPS A, BRECHET Y. Characterisation of precipitation microstructures in aluminium alloys 7040 and 7050 and their relationship to mechanical behavior[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(3): 713–729.
- [4] WANG D, NI D R, MA Z Y. Effect of pre-strain and two-step aging on microstructure and stress corrosion cracking of 7050 alloy[J]. *Mater Sci Eng A*, 2008, 494: 360–366.
- [5] WANG D, MA Z Y. Effect of pre-strain on microstructure and stress corrosion cracking of over-aged 7050 aluminum alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2009, 469: 445–450.
- [6] 田福泉, 崔建忠. 双极时效对 7050 铝合金组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(6): 958–962.
- TIAN Fu-quan, CUI Jian-zhong. Effect of duplex aging on microstructure and properties of 7050 aluminium alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2006, 16(6): 958–962.
- [7] CAI B, ADAMS B L, NELSON T W. Relation between precipitate-free zone width and grain boundary type in 7075-T7 Al alloy[J]. *Acta Mater*, 2007, 55(10): 1543–1553.
- [8] LIU S D, ZHANG X M, CHEN M A, YOU J H. Influence of aging on quench sensitivity effect of 7055 aluminum alloy[J]. *Mater Char*, 2008, 59: 53–60.
- [9] LI Xiao-mei, STARINK M J. The effect of compositional variations on the characteristics of coarse intermetallic particles in overaged 7xxx Al alloys[J]. *Mater Sci Technol*, 2001, 17: 1324–1328.
- [10] LI Xiao-mei, STARINK M J. Analysis of precipitation and dissolution in overaged aluminum alloys using DSC[J]. *Mater Sci Forum*, 2000, 331/337: 1071–1076.
- [11] ROBSON J D. Microstructural evolution in aluminium alloy 7050 during processing[J]. *Mater Sci Eng A*, 2004, 382: 112–121.
- [12] 张勇, 邓运来, 张新明, 刘胜胆, 杨柳. 7050 铝合金热轧板的淬火敏感性[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(10): 1788–1793.
- ZHANG Yong, DENG Yun-lai, ZHANG Xin-ming, LIU Sheng-dan, YANG Liu. Quenching sensitivity of 7050 aluminium alloy hot-rolled plate[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2008, 18(10): 1788–1793.
- [13] 张新明, 邓运来. 铝合金淬透性的测试装置与方法: 中国, 200710034410.8[P]. 2007-02-09.
- ZHANG Xin-ming, DENG Yun-lai. Jominy end quench test for aluminum alloy: CN 200710034410.8[P]. 2007-02-09.
- [14] BUNGE H J. *Mathematische methoden der texturanalyse*[M]. Berlin: Akademie-Verlag, 1969.
- [15] 张新明, 邓运来, 刘瑛, 唐建国, 周卓平. 不同温度轧制多晶铝的微观组织与晶界分布[J]. 金属学报, 2005, 41(9): 947–952.
- ZHANG Xin-ming, DENG Yun-lai, LIU Ying, TANG Jian-guo, ZHOU Zhuo-ping. Microstructures and boundaries distribution in Al polycrystals rolled under different temperatures[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2005, 41(9): 947–952.

(编辑 杨华)