

轧制变形速率对 7050 铝合金板材淬火敏感性的影响

张新明, 刘文军, 李红萍, 刘胜胆, 钟奇明

(中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083)

摘要: 通过光学显微镜、扫描电镜、透射电镜、电子背散射衍射以及硬度测试研究轧制变形速率对 7050 铝合金微观组织演变的影响, 分析轧制变形速率影响合金淬火敏感性的微观机理。结果表明: 变形速率较小时(5 s^{-1} 和 8 s^{-1}), 合金再结晶分数低, 试样中存在大量的亚组织结构, 亚晶粒的尺寸较小, 晶界较难分辨, 为小角度晶界, 固溶慢速淬火的试样中少量 η 平衡相在亚晶界上析出; 随着变形速率的增加, 亚晶长大, 晶界平直逐渐向大角度晶界转变, η 平衡相在晶界上析出增加, 在亚晶内部亦有明显析出; 当变形速率升高至 15 s^{-1} 时, 固溶后试样的再结晶百分数明显增加, 在大角度晶界处以及再结晶晶粒内出现大量非均匀形核析出, 同时, 在亚晶区域观察到较多析出, 与微观组织演变对应, 合金时效态硬度性能测试结果表明: 随着轧制变形速率增加, 慢速淬火的试样力学性能损失变大, 合金淬火敏感性增加。

关键词: 7050 铝合金; 轧制变形速率; 淬火敏感性

中图分类号: TG146

文献标志码: A

Effect of rolling deformation rate on quench sensitivity of 7050 aluminum alloy plate

ZHANG Xin-ming, LIU Wen-jun, LI Hong-ping, LIU Sheng-dan, ZHONG Qi-ming

(School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The optical microscopy, scanning electron microscopy, transmission electron microscopy, electron backscatter diffraction, hardness and electric conductivity measurements are employed to study the effect of deformation rate on the microstructure evolution and quench sensitivity of 7050 aluminum alloy. The results show that, the recrystallized fraction is very low with deformation rate at low level of 5 s^{-1} and 8 s^{-1} . There are a large number of sub-structures in the samples and the average size of the sub-grains is quite small. The sub-grain boundary is hard to distinguish, which is called small-angle grain boundary, and a few equilibrium η phases mainly precipitates at these boundaries during air quenching after solution. With increasing the deformation rate, the sub-grains coarsen and the gradual boundary misorientation occurs, and more equilibrium η phase precipitates at the sub-grain boundary. Rolling at high deformation rate (15 s^{-1}) can increase the recrystallized fraction seriously. The equilibrium phases precipitate at the high angle grain boundaries and inside the recrystallized grains with high density. Meanwhile, some precipitates are also observed inside the sub-grains. Actually, the incoherent Al_3Zr particles play a vital role in the precipitation of equilibrium η phase during air quench. The results of hardness and electric conductivity tests indicate that, with increasing the rolling rate, the loss of mechanical properties subject to the slow quenched samples increases, and the quench sensitivity of the alloy increases.

Key word: 7050 aluminum alloy; deformation rate; quench sensitivity

7050 铝合金具有高强高韧和优异的抗应力腐蚀性能, 其厚板材料多用于飞机的结构件如机翼骨架和

桁条等关键部位^[1-2]。淬火敏感性将直接影响到成品板材厚度以及厚向上性能的均匀性。作为时效强化合

基金项目: 国家重点基础研究发展计划资助项目(2005CB623700)

收稿日期: 2010-00-25; 修订日期: 2011-00-22

通信作者: 张新明, 教授, 博士; 电话: 0731-8830265; E-mail: xmzhang_cn@yahoo.cn

金, 7050 铝合金优异的性能主要靠固溶淬火及后续时效获得, 过饱和固溶体在淬火速率较慢时将析出平衡相 η -MgZn₂, 这些 η 相尺寸较大与基体非共格对材料的力学性能无强化效果; 平衡相的析出同时将降低 Mg 和 Zn 元素的过饱和度, 直接影响后续时效过程 GP 区和 η' 相的析出数量和分布, 进而降低合金性能^[2-5], 因此, 对合金淬火敏感性能的研究非常必要。

国内外材料科学与工程的工作者一直致力于研究微观组织对 7×××系铝合金淬火敏感性的影响, 早在 20 世纪八十年代初, THOMPSON 等^[6]就已发现 Al-Zn-Mg-Cu 系铝合金中微量添加的 Cr、Zr 等元素将导致合金慢速淬火时力学性能受到损失; CONSERVA 等^[7-8]也通过透射电镜观察 Al-Zn-Mg-Cu 系铝合金在慢速淬火时, 平衡相 η (MgZn₂) 在含 Zr(Al₃Zr)和 Cr(Al₅Cr₂Mg₃)粒子界面上形核长大的析出行为; DESCHAMPS 和 BR^[9-10]在前人的基础上进一步阐述了含 Zr 粒子的分布对 7×××系铝合金淬火敏感性的影响; KIKUCHI 等^[11]在研究 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 系铝合金挤压变形过程的再结晶行为时, 发现再结晶导致合金的淬火敏感性增加。这些研究表明, 造成含 Zr 7 系铝合金淬火敏感性变化的原因主要是由于 Al₃Zr 粒子在热处理过程中将发生非共格转变, 从而提供高能量的界面促使平衡相 η 形核长大, 加快过饱和固溶体的分解。

7×××系铝合金淬火敏感性的机理研究已有一定理论基础, 但绝大多数的研究集中在再结晶行为以及含 Zr 粒子对 η 平衡相的析出影响^[7, 12-13], 具体变形工艺对淬火敏感性的影响少有报道(近年来, 张新明等^[12]论述了轧制变形量对 7055 铝合金淬火敏感性的影响), 同时, 亚晶组织对合金淬火敏感性的影响亦鲜见报。本文作者研究轧制过程中变形速率对 7050 铝合金固溶后微观组织演变的影响, 探求了慢速淬火过程 η 平衡相的析出规律(尤其是亚组织中的微观形貌演变对 η 平衡相的析出影响), 为降低合金淬火敏感性、提高板材力学性能和寻找合适的轧制速率提供实验依据。

1 实验

实验用 7050 铝合金的铸锭名义成分如表 1 所列。在铸锭上切取厚 12 mm 的试样于空气炉中进行均匀化处理(室温 16 h 慢速升温至 465 °C, 再于 475 °C 保温 8 h), 制备均匀化水淬样品进行微观形貌观察; 随

后对样品进行总变形量为 67% 的轧制变形(轧制前根据轧机辊径和线速度计算出变形速率分别为 5 s⁻¹、8 s⁻¹ 和 15 s⁻¹ 时需要的道次数目和变形量, 并在轧制过程严格控制轧制制度获得对应变形速率(正负偏差小于 2 s⁻¹)的热轧板; 轧制后试样于空气炉中进行固溶(固溶制度为 472 °C、60 min), 采用空气和室温水两种介质进行淬火处理并进行透射观察, 以研究慢速淬火时不同轧制变形速率对微观组织演变的影响, 实测淬火速率分别为 1 °C/s 和 300 °C/s; 试样经电导率测定后立刻置于油浴炉中进行时效(时效制度为 121 °C、24 h); 最后对时效态试样分别进行电导率、硬度测试, 并结合 OM、TEM 和 EBSD 等实验对样品进行分析。

表 1 7050 铝合金的名义成分

Table 1 Nominal composition of Al 7050 alloy (mass fraction, %)

Zn	Mg	Cu	Zr
6.3	2.2	2.3	0.12
Fe	Si	Ti	Al
0.08	0.04	0.04	Bal.

实验中的主要设备如下: XJP-6A 型光学显微镜, TecnaiG²20 透射电镜以及 HV10-B 硬度测试仪, TEM 试样采用双喷减薄制备, 电解液为 20% HNO₃+80% CH₃OH, 温度控制在 -20 °C 以下。

2 结果与分析

2.1 微观组织分析

首先对均匀化后的试样进行透射电镜观察, 结果如图 1 所示。均匀化过程晶内主要析出相为 Al₃Zr 粒子, 这些弥散粒子将在后续热处理过程中与位错和晶界交互作用, 抑制再结晶^[14-15], 并且影响合金的淬火敏感性。

图 2 所示为经不同变形速率轧制后固溶态试样的金相组织。由图 2 可知, 当变形速率较小时(5 s⁻¹、8 s⁻¹), 合金固溶后的再结晶变化不明显, 再结晶分数都在 26% 左右; 随着变形速率增加到 15 s⁻¹ 时, 相应的再结晶分数明显变大, 达到 65% 左右; 变形速率较小时, 形变应力较小, 位错密度较低, 变形储能亦小, Al₃Zr 粒子将有效抑制再结晶; 而随着变形速率增加, 形变应力提高, 位错密度增加, 储能增加, 再结晶分数显著上升。

对固溶后空气淬火试样再结晶和亚晶区域的微观组织演变进行分析。再结晶区域的透射观察结果显示

(见图 3), 3 种变形速率下对应的再结晶组织中都析出了大量 η 平衡相(尺寸主要在 100~200 nm 之间), Al_3Zr

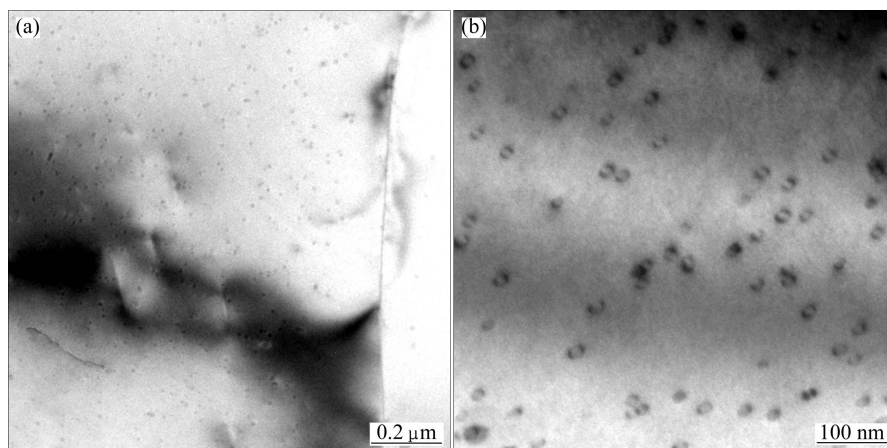


图 1 均匀化后试样的微观组织

Fig.1 Microstructures of homogenized sample: (a) Near grain boundary; (b) Center of grain

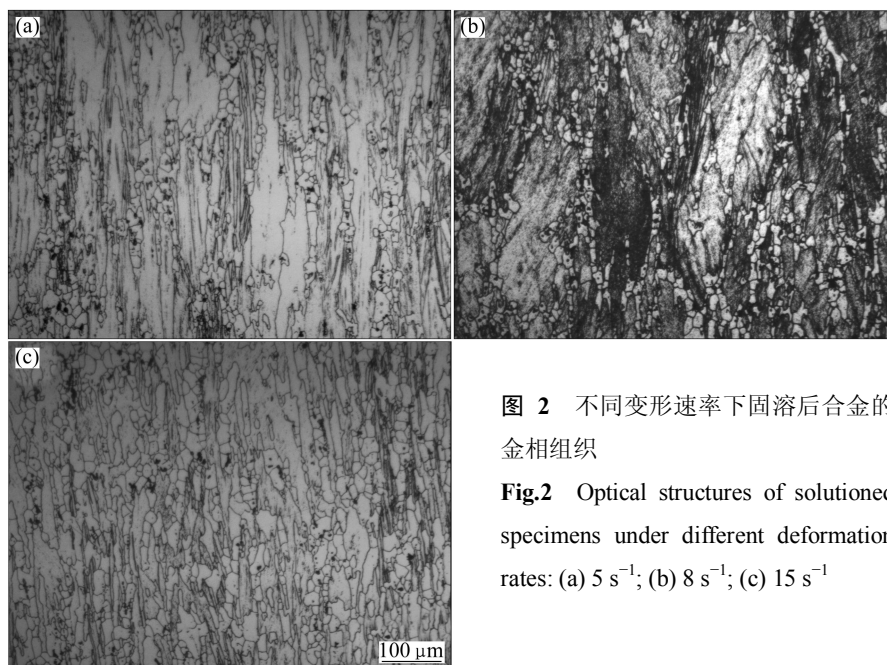


图 2 不同变形速率下固溶后合金的金相组织

Fig.2 Optical structures of solutioned specimens under different deformation rates: (a) 5 s^{-1} ; (b) 8 s^{-1} ; (c) 15 s^{-1}

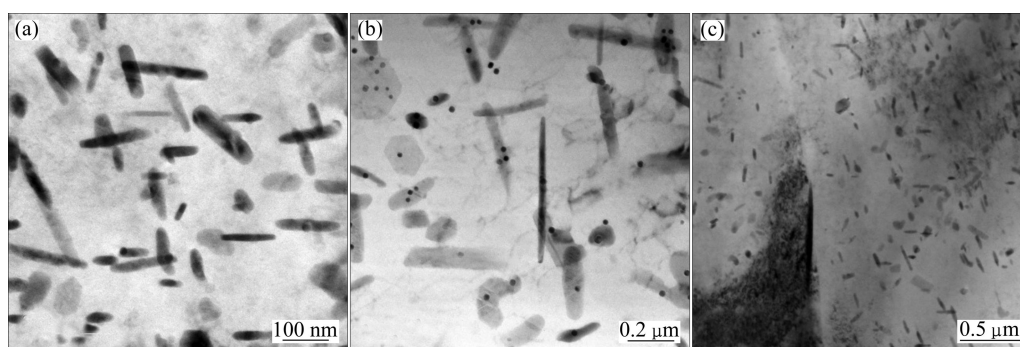


图 3 不同变形速率下空气淬火试样再结晶晶粒中 η 平衡相的析出形貌

Fig.3 Microstructures of η phase within recrystallized grains of air-quenched specimens under different deformation rates: (a) 5 s^{-1} ; (b) 8 s^{-1} ; (c) 15 s^{-1}

粒子促使 η 平衡相的析出非常明显。TEM 结果分析表明: 随着再结晶的进行, 新晶粒中的 Al_3Zr 粒子与基体间的错配度将显著增加, 转变为非共格态, 均匀化态中析出的 Al_3Zr 粒子与基体呈共格或半共格态, 促进了 η 平衡相在高能界面上的非均匀形核析出^[8, 13]。此外, 对于慢速淬火过程, 再结晶组织中 η 平衡相的析出行为与上述变形速率无明显关系, 只与再结晶晶粒中 Al_3Zr 粒子的分布密度有关。

对亚晶区域的透射观察表明, 不同变形速率下慢

速淬火时亚晶区中 η 平衡相的析出行为有明显差别。图 4(a)和(b)所示为变形速率为 5 s^{-1} 时固溶后空气淬火试样的透射照片, 此时得到的亚晶尺寸在 $0.5 \mu\text{m}$ 以内, η 平衡相主要于晶界附近析出(尺寸较小、密度不高, 多为针状形貌), 晶内基本没有析出; 当变形速率增加到 8 s^{-1} 时, 空气淬火态试样的组织较为复杂(见图 4(b)), 亚晶尺寸略有长大, 亚晶界上析出的 η 平衡相密度增加, 同时在亚晶内部发现了相当多的析出, 这些析出相大都长到 200 nm 以上并呈层片状分布。图

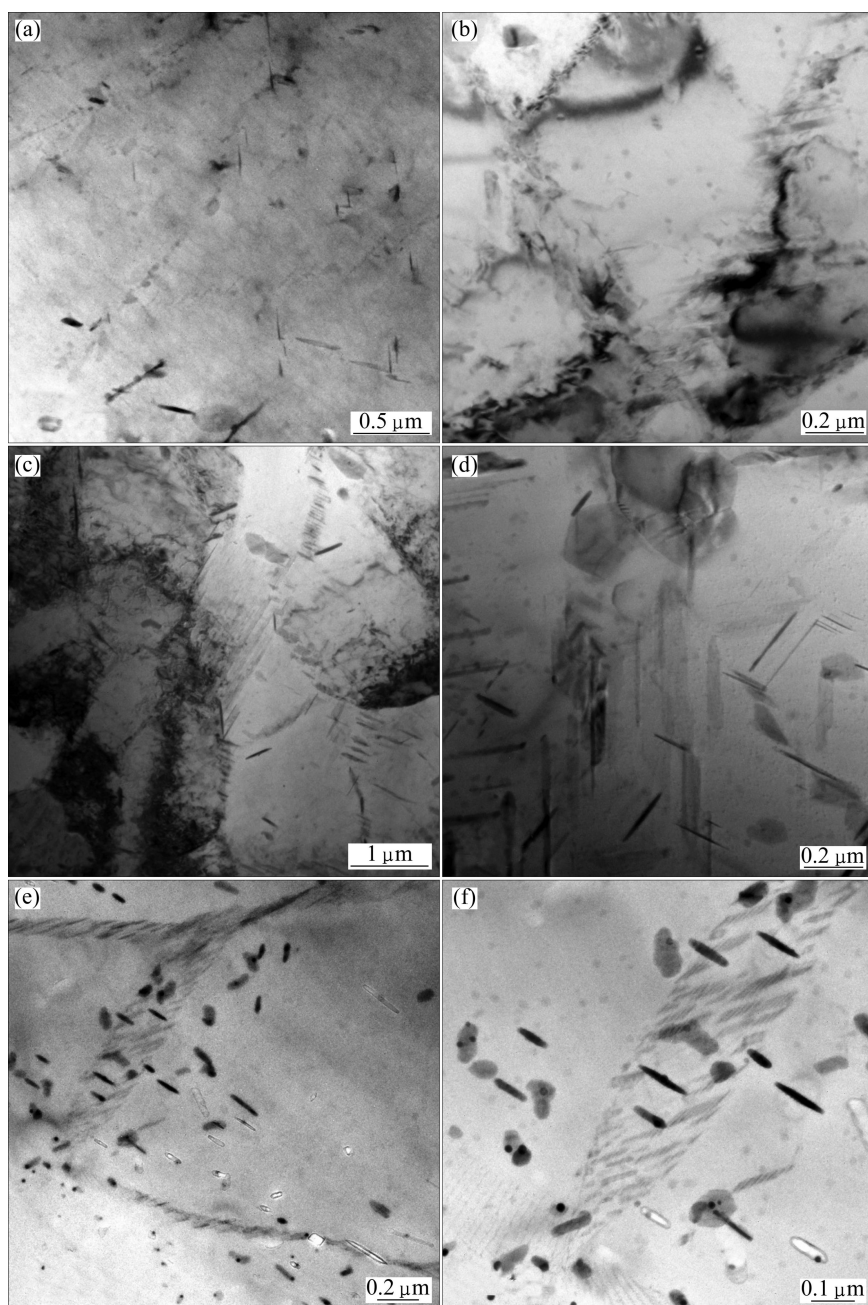


图 4 不同轧制变形速率下空气淬火试样亚晶区域的微观组织

Fig.4 Microstructures of sub-grains in quenched specimens under different deformation rates: (a), (b) 5 s^{-1} ; (c), (d) 8 s^{-1} ; (e), (f) 15 s^{-1}

4(e)和(f)所示为变形速率 15 s^{-1} 时固溶后空气淬火试样的亚晶区域组织,亚晶的尺寸进一步长大,晶界上有更多的 η 平衡相析出,并明显观察到亚晶内的一部分 Al_3Zr 粒子上亦析出了 η 粒子(较稳定的盘片状形貌),此时亚晶应属于多边形化完成后的原位再结晶组织。

3 种变形速率对应固溶态试样亚晶区域的 EBSD 测试结果如图 5 所示。由图 5 可以看出,随着变形速

率的增加,可明显观察到亚晶有一定程度的长大,高角度晶界所占比例亦明显增加;当变形速率增加到 15 s^{-1} ,亚晶区域相当比例区域发生原位再结晶,出现大角度晶界,其统计结果如图 6 所示。结合 TEM 结果分析可知,对于固溶后慢速淬火试样, η 平衡相主要有下面两种析出机制:1)再结晶中基体与 Al_3Zr 粒子的非共格界面上析出:由于再结晶晶粒中弥散分布着与基体非共格的 Al_3Zr 粒子,慢速淬火时将非均匀形

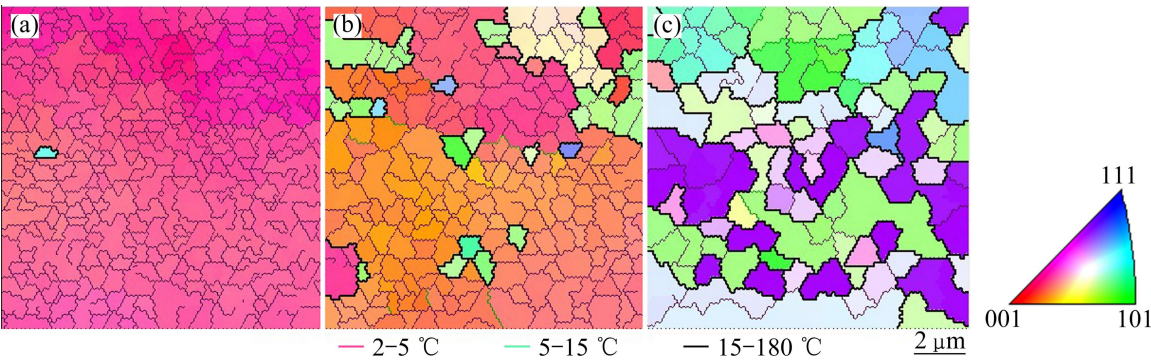


图 5 不同变形速率下固溶态试样亚晶区域的取向分布图

Fig.5 Inverse pole figure map and misorientation distribution of solution specimens under different deformation rates: (a) $3\text{--}5\text{ s}^{-1}$; (b) $8\text{--}10\text{ s}^{-1}$; (c) $>15\text{ s}^{-1}$

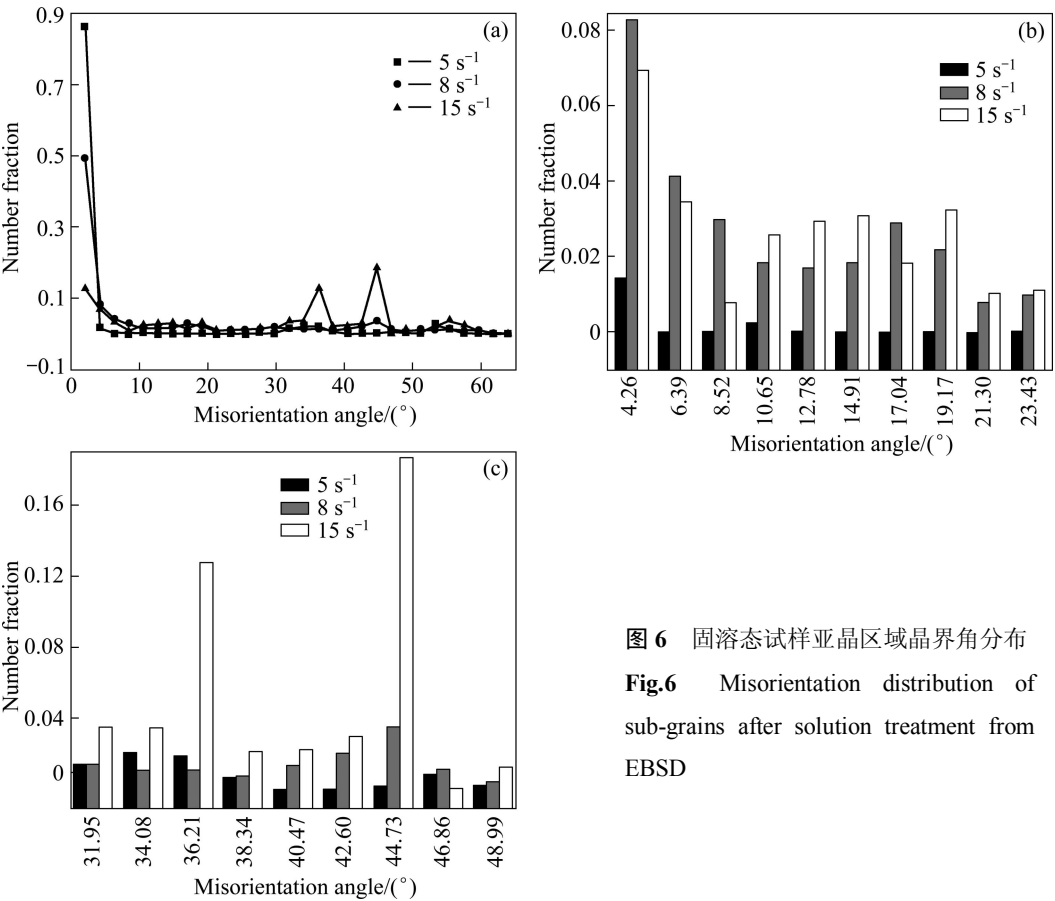


图 6 固溶态试样亚晶区域晶界角分布

Fig.6 Misorientation distribution of sub-grains after solution treatment from EBSD

析出大量 η 平衡相, 因此再结晶程度对合金的淬火敏感性影响最为显著; 2) 在亚晶中的晶界析出: 变形速率的差异将导致固溶后亚晶区域微观组织不同(亚晶晶粒的尺寸, 晶界角度差异), 慢速淬火过程中的 η 平衡相主要是在亚晶界上析出, 晶界界面能越高非均匀形核析出亦越明显, 而与基体错配度上升的 Al_3Zr 粒子亦将参与 η 平衡相非均匀形核析出, 直至发生原位再结晶非均匀形核位置数目迅速增加。

2.2 性能测试结果分析

图 7 所示为对应于不同变形速率下固溶后空气淬火和室温水淬火试样的电导率测试结果。对于室温水淬试样, 可以发现 5 s^{-1} 、 8 s^{-1} 两种变形速率对应试样的电导率差别不大, 而采用 15 s^{-1} 变形速率的试样电导率明显升高, 这主要与合金固溶后的缺陷密度有关, 对于 15 s^{-1} 变形速率由于再结晶程度较高, 合金中位错等缺陷密度相对较小, 因此电导率较高。

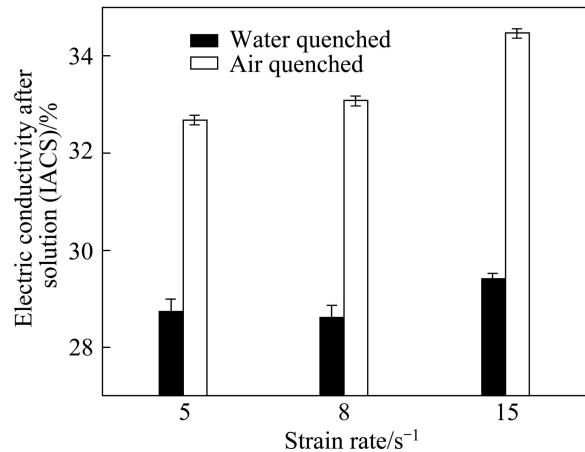


图 7 轧制变形速率对固溶淬火态试样电导率的影响
Fig.7 Effect of rolling deformation rate on electric conductivity of solution specimens

相较于室温水淬火试样, 合金固溶后空淬试样的电导率都有不同程度的增加, 这是因为空气淬火时, 降温速率较慢, 此时合金中析出了 η 平衡相, 从而导致电导率的升高; 测试结果说明随着变形速率的增加, 合金淬火敏感性提高, 尤其对于 15 s^{-1} 变形速率其电导率升高的幅度最大, 这说明了该制度下平衡相的析出最多。

测定固溶空气淬火和室温水淬火后时效态试样的维氏硬度值, 其结果如图 8 所示。由图 8 可见, 随着变形速率的增加, 合金空气淬火时效态试样硬度值快

速降低, 变形速率为 15 s^{-1} 时, 空气淬火试样的硬度降低至 123HV 左右。表 2 所示为不同轧制变形速率对应空气淬火试样的时效态硬度损失率。

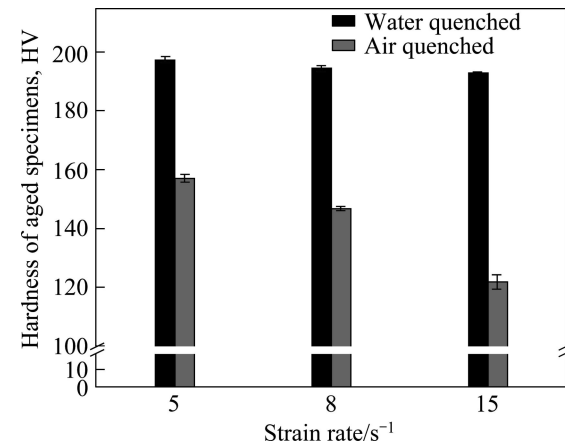


图 8 轧制变形速率对合金时效态硬度值影响
Fig.8 Effect of rolling deformation rate on hardness of aged specimens

表 2 不同轧制变形速率对时效态试样硬度下降率的影响

Deformation rate/s ⁻¹	5	8	15
Decrease hardness/%	19.2	22.1	36.9

因此, 根据 3 种不同变形速率对空气淬火态试样性能的影响结果, 并结合组织分析可以认为: 随着变形速率增加, 合金的淬火敏感性将增加。

3 讨论

采用较慢变形速率(5 s^{-1} 、 8 s^{-1})的空气淬火试样, 由于其固溶后的再结晶程度都较低, 所以亚晶区域平衡相的析出行为对合金淬火性能影响显著。相较 5 s^{-1} 变形速率时的试样, 变形速率增加到 8 s^{-1} 时, 亚晶中的 η 平衡相析出更为复杂, 不仅在亚晶界上析出增加, 且亚晶内部也存在一定数量的层片状 η 平衡相, 这是因为变形速率的增加虽没有改变试样的再结晶分数, 但明显提高亚晶区域位错密度和晶格畸变的程度, 固溶时亚晶界有向大角度晶界转变的趋势^[3, 16], 导致晶界畸变能增大的同时, 还将增加晶内 Al_3Zr 粒子与基体间的错配度。此外, 更大的变形速率意味着变形后更高的位错密度, 位错与 Al_3Zr 粒子交互作用时同样

导致晶格畸变的增加, 这些高界面能区域最终为 η 平衡相的非均匀形核提供了有利位置, 促使 η 相形核长大。而对于变形速率为 15 s^{-1} 时的空气淬火试样, 由于变形时高储能提供了再结晶动力, 试样再结晶程度较高, 且大部分亚晶组织中发生原位再结晶, 晶界角度大大增加, 晶内部分区域的 Al_3Zr 粒子将与基体失去共格性, 导致界面上有大量的平衡相析出, 并且在晶内有一定数目的 Al_3Zr 粒子亦成为 η 平衡相形核的核心。

建立模型描述合金不同变形速率对固溶后组织的影响, 其结果如图 9 所示。图 9(a)所示为均匀化后理想完整晶粒的晶格排布形貌, 在随后的轧制过程中, 不同轧制变形速率将引入不同密度的位错和应力集中, 促使试样固溶时将发生回复或再结晶。图 9(b)、(c)和(d) 所示分别为变形速率为 5 s^{-1} 、 8 s^{-1} 和 15 s^{-1} 时固溶后试样再结晶组织、回复组织的形貌及相应区域晶格排布示意图。当变形速率为 5 s^{-1} 时, 由于变形储能较小, 原晶粒中主要发生了不强烈回复过程, 轧制变形引入的位错从均匀分散逐渐聚集呈规则排列趋势但不明显, 此时亚晶界还不完整为小角度晶界(晶粒

间位向差非常小), 大部分 Al_3Zr 粒子依然保持于基体间的共格或半共格性; 随着变形速率增加到 8 s^{-1} 时, 晶粒中的组织演变仍然以回复为主, 但因变形速率增加, 储能增加, 强烈的多边化过程促使相邻晶粒的取向差增加, 同号位错的不断聚集重排促使晶界变得平直完整, 界面能升高, 并出现了少量与基体非共格的 Al_3Zr 粒子; 对于变形速率为 15 s^{-1} 的试样, Al_3Zr 粒子已不能有效阻碍位错以及亚晶界的迁移, 晶粒进一步合并长大, 固溶过程以不连续再结晶为主, 部分区域发生连续再结晶, 试样中存在大量的大角度晶界(见图 9(d)), 新生晶粒与原始晶粒取向差进一步增加, 相当数目的 Al_3Zr 粒子发生非共格转变, 为 η 平衡相析出提供更多的非均匀形核位置。

总之, 从微观组织上看, 不同的轧制变形速率导致了合金固溶时的回复和再结晶差异, 进而影响慢速淬火过程 η 平衡相的非均匀形核析出机制; 降低轧制变形速率可有效抑制再结晶, 保留亚晶中 Al_3Zr 粒子与基体间的共格关系, 改善合金淬火敏感性。实验结果显示: 变形速率为 5 s^{-1} 时, 合金获得了最好的淬火敏感性。

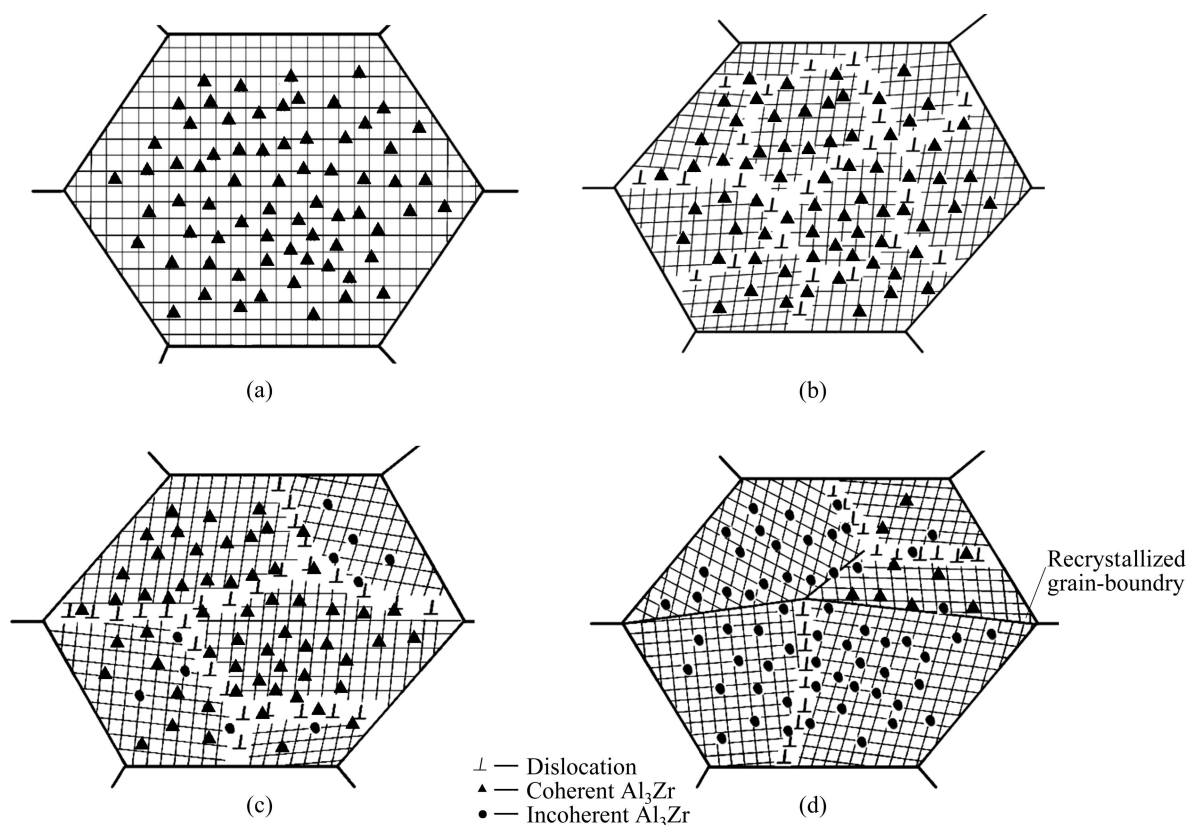


图 9 不同变形速率对合金固溶后组织影响示意图

Fig.9 Schematic diagrams showing influence of different deformation rates on microstructures of alloys after solution: (a) Normal lattice arrangement within grains; (b) 5 s^{-1} ; (c) 8 s^{-1} ; (d) 15 s^{-1}

4 结论

1) 轧制过程中的变形速率越低,形变应力越小,固溶时 Al_3Zr 粒子能有效阻碍晶界迁移,合金再结晶程度较小,淬火敏感性较低。

2) 随着变形速率的增加,亚晶尺寸逐渐增大,并逐渐从小角度晶界向大角度晶界转变,相邻晶粒取向差也随文增加;晶内 Al_3Zr 粒子与基体间错配度增加,亚晶界面能增加,最终 η 平衡相的非均匀形核率增加,合金淬火敏感性提高。

3) 慢速淬火时, η 平衡相易于晶界、亚晶界以及非共格的 Al_3Zr 粒子上非均匀形核析出,轧制时采用较小的变形速率,可减少 η 平衡相的非均匀形核数目,降低合金淬火敏感性。

REFERENCES

- [1] STARKE E A, STALEY J T. Application of modern aluminum alloys to aircraft[J]. Progress in Aerospace Sciences, 1996, 32(2/3): 131–172.
- [2] CAMPBELL F C. Manufacturing technology for aerospace structural materials: Chapter 2 aluminum[M]. London: Butterworth-Heinemann, 2006: 15–92.
- [3] WILLIAMS J C, STARKE E A. Progress in structural materials for aerospace systems[J]. Acta Materialia, 2003, 51(19): 5775–5799.
- [4] BUHA J, LUMLEY R N, CROSKY A G. Secondary ageing in an aluminium alloy 7050[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 492(1/2): 1–10.
- [5] WANG F, XIONG B, ZHANG Y. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of the spray-deposited Al-10.8Zn-2.8Mg-1.9Cu alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 486(1/2): 648–652.
- [6] THOMPSON D S, SUBRAMANYA B S, LEVY S A. Quench rate effects in Al-Zn-Mg-Cu alloys[J]. Metallurgical Transactions, 1971, 2(4): 1149–1160.
- [7] CONSERVA M, DI R E, CALONI O. Comparison of the influence of chromium and zirconium on the quench sensitivity of Al-Zn-Mg-Cu alloys[J]. Metallurgical Transactions, 1971, 2(4): 1227–1232.
- [8] CONSERVA M, FIORINI P. Interpretation of quench-sensitivity in Al-Zn-Mg-Cu alloys[J]. Metallurgical Transactions, 1973, 4(3): 857–862.
- [9] DESCHAMPS A, BR Y. Nature and distribution of quench-induced precipitation in an Al-Zn-Mg-Cu alloy[J]. Scripta Materialia, 1998, 39(11): 1517–1522.
- [10] DESCHAMPS A, BR Y. Influence of quench and heating rates on the ageing response of an Al-Zn-Mg-(Zr) alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 1998, 251(1/2): 200–207.
- [11] KIKUCHI S, YAMAZAKI H, OTSUKA T. Peripheral-recrystallized structures formed in Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy materials during extrusion and their quenching sensitivity[J]. Journal of Materials Processing Technology, 1993, 38(4): 689–701.
- [12] 张新明, 张 翀, 刘胜胆. 轧制变形量对 7A55 铝合金淬火敏感性的影响[J]. 中南大学学报: 自然科学版, 2007, 38(4): 589–594.
- [13] ZHANG Xin-ming, ZHANG Chong, LIU Sheng-dan. Effect of rolling reduction on quench sensitivity of aluminium alloy 7A55[J]. Journal of Central South University Science and Technology: Natural Science, 2007, 38(4): 589–594.
- [14] LIU Sheng-dan, ZHANG Xin-min, CHEN Min-an. Effect of Zr content on quench sensitivity of AlZnMgCu alloys[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2007, 17(4): 787–792.
- [15] WU L M, WANG W H, HSU Y F. Effects of homogenization treatment on recrystallization behavior and dispersoid distribution in an Al-Zn-Mg-Sc-Zr alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 456(1/2): 163–169.
- [16] ROBSON J D, PRANGNELL P B. Dispersoid precipitation and process modelling in zirconium containing commercial aluminium alloys[J]. Acta Materialia, 2001, 49(4): 599–613.
- [17] HORNBOGEN E. Combined reactions[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1979, 10(8): 947–972.

(编辑 龙怀中)