

固溶、时效对 7003 铝合金组织与性能的影响

陈小明 宋仁国 李杰 何望昭 任建平

(浙江工业大学机械制造及自动化教育部重点实验室, 杭州 310014)

文 摘 通过显微硬度测试、力学性能测试、SEM 观察以及 EDS 分析等手段对不同热处理制度下的 7003 合金的组织与性能进行了系统的研究。结果表明:时效前,随着固溶温度的提高,合金的显微硬度和强度不断降低,而塑性则不断提高;随着固溶时间的延长,强度和硬度先降低后增大,塑性则先降低后提高。经过 120℃/50 h 人工时效和 60 d 自然时效后,合金的力学性能明显高于时效前,且 470℃/70 min 固溶的综合力学性能最好($\sigma_{0.2} = 302$ MPa, $\sigma_b = 363$ MPa, $\delta = 12.5\%$)。7003 合金的优化固溶处理制度是 470℃/70 min。

关键词 7003 合金, 固溶, 人工时效, 自然时效, 组织, 性能

Effect of Solution and Aging on Microstructure and Properties of 7003 Aluminum Alloy

Chen Xiaoming Song Renguo Li Jie He Wangzhao Ren Jianping

(Key Laboratory of Mechanical Manufacture and Automation of Ministry of Education, Zhejiang University of Technology, Hangzhou 310014)

Abstract The microstructure and properties of 7003 alloy with different heat treating regimes were investigated by means of microhardness tester, electronic tensile machine, scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive X-ray spectrometer (EDS). The results show that the microhardness and strength decrease and the ductility increases with increasing the solution temperature; the microhardness and strength decrease and then increase while the ductility increases and then decreases, with solution time rising. The strength and microhardness of 7003 alloy after artificial aging and natural aging are evidently higher than those before aging, and the samples solutioned at 470℃ for 70 min possess the best mechanical properties ($\sigma_{0.2} = 302$ MPa, $\sigma_b = 363$ MPa, $\delta = 12.5\%$). The optimum solution treatment process of the alloy is 470℃ for 70 min.

Key words 7003 alloy, Solution, Artificial aging, Natural aging, Microstructure, Properties

0 引言

7003 铝合金具有良好的塑性加工、耐腐蚀性和焊接性能,在航空航天工业及民用工业等方面有广泛的应用前景^[1~3]。近年来,人们对 7000 系合金的固溶、时效及力学性能等进行了大量研究,并取得了重要进展,但对 7003 合金的研究却相对较少^[3~6]。固溶处理的目的是使 Zn、Mg、Fe 或 Si 等硬化溶质溶入到基体中,以获得高浓度的过饱和固溶体;而人工时效和自然时效的目的是从过饱和固溶体中析出第二相以达到对合金基体的强化作用。影响固溶和时效析出效果最重要的因素是固溶温度和时间:固溶温度过

低,则固溶不充分,从而导致时效析出强化不理想;温度过高,则易导致晶粒长大,甚至产生组织过烧,也会影响到时效析出强化效果。在固溶时间上,也存在类似问题^[7~9]。然而,已有的 7003 合金热处理制度都是工程上凭着经验制定的,缺乏系统性。因此,探索固溶温度和时间对 7003 合金时效前后组织与性能的影响规律十分必要。本文对不同热处理制度下的 7003 合金的组织与性能进行了系统的研究,旨在为 7003 合金的工业应用提供参考。

1 试验

材料是美国 ALCOA 公司加工生产 15 mm 厚的

收稿日期:2009-01-15;修回日期:2009-04-10

基金项目:国家自然科学基金资助项目(50771093)

作者简介:陈小明,1983 年出生,硕士研究生,主要从事 7XXX 系列铝合金的研究。E-mail: xiaoming840@163.com

7003 合金板材,其化学成分见表1。热处理试样尺寸为 15 mm × 10 mm × 10 mm,采用空气炉进行固溶处理。选择固溶温度为 440 ~ 490℃;固溶时间为 20 ~ 180 min。淬火转移时间在 5 s 以内,水温在 25℃ 以下,人工时效制度为 120℃/50 h,然后自然时效 60 d。

表1 7003 合金的化学成分

Tab.1 Chemical composition of 7003 alloy

%(质量分数)										
Zn	Mg	Cu	Zr	Ti	Mn	Cr	Fe	Si	Al	
6.20	0.60	0.20	0.10	0.20	0.30	0.20	0.35	0.30	余量	

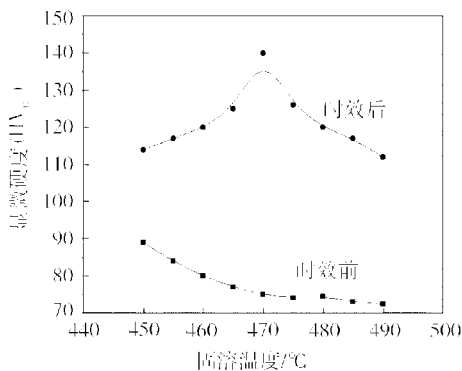
拉伸试样按照 GB/T16865—1997 执行,标距为 20 mm,试样长轴垂直于轧制方向。拉伸试验在日本岛津 AG-10TA 型万能材料试验机上进行。

将截取的试样依次用 400# ~ 1200# 水磨砂纸预磨后进行机械抛光,用混合酸腐蚀,其成分为: 2.5%

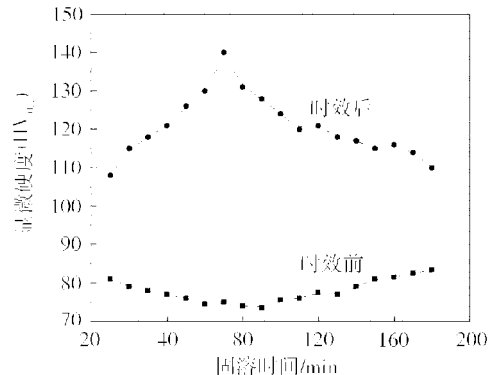
HNO₃ + 1.5% HCl + 1.0% HF + 95% H₂O, 腐蚀时间 30 s 左右。然后在 HMV-1T 型显微硬度及图像分析系统上进行显微组织观察分析,并测试第二相及基体的显微硬度,测试载荷分别为 10 和 100 g,加载保持时间为 10 s。在 Hitachi S-4700 扫描电子显微镜下观察第二相,并对其进行能谱点分析。

2 结果及分析

第二相的显微硬度约为 1 300HV_{0.01},基体的显微硬度结果如图 1 所示。由图 1 可见,时效前,合金的显微硬度随着固溶温度的提高,而不断降低;而随着固溶时间的延长则先降低后升高。经过 120℃/50 h 人工时效和 60 d 自然时效后,合金的显微硬度明显提高,且显微硬度随着固溶温度或固溶时间的变化具有一致的规律,即都是先升高后降低;470℃/70 min 固溶处理的试样显微硬度最大,达 140 HV_{0.1}。图 2 为 7003 合金力学性能随着固溶温度的变化曲线。



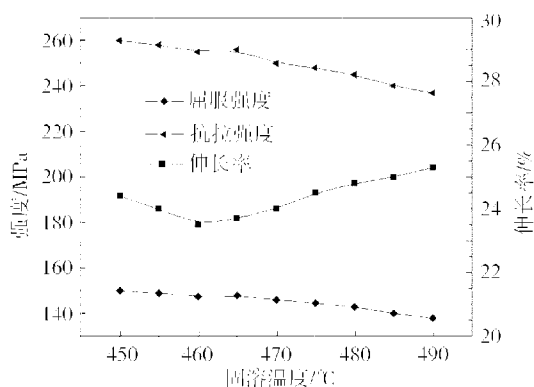
(a) 不同固溶温度



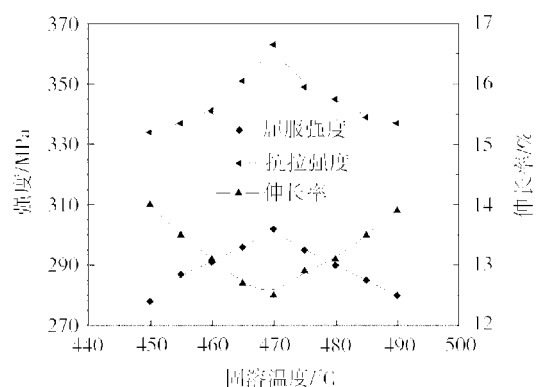
(b) 不同固溶时间

图 1 不同固溶工艺下 7003 合金基体的显微硬度

Fig. 1 Microhardness of matrix of 7003 alloy at different solution regimes



(a) 时效前



(b) 时效后

图 2 固溶温度对 7003 合金力学性能的影响

Fig. 2 Effect of solution temperature on mechanical properties of 7003 alloy

由图 2 可见,时效前,随着固溶温度的提高,合金的抗拉强度及屈服强度不断降低,而塑性则先降低到最小值后有升高;经过 120℃/50 h 人工时效和 60 d

自然时效后,合金的抗拉强度和屈服强度随着固溶温度的提高先升高到最大值,后又下降;合金的塑性随着固溶温度的提高先降低至最小值,后又回升。

图3为7003合金的力学性能随着固溶时间变化的曲线。由图可见,时效前,随着固溶时间的延长,合金的抗拉强度及屈服强度先降低后回升且变化幅度非常小,而塑性则不断升高;经过120℃/50h人工时

效和60d自然时效后,随着固溶时间的延长,合金的抗拉强度和屈服强度先升高到最大值后又下降,而塑性则先降低至最小值后又回升。

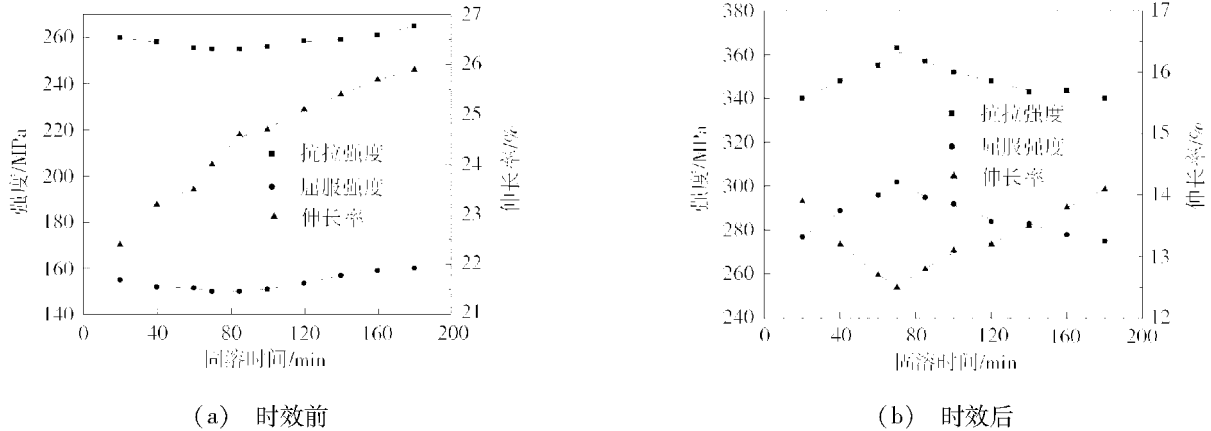


图3 固溶时间对7003合金的力学性能的影响

Fig.3 Effect of solution time on mechanical properties of 7003 alloy

图4为不同热处理制度下7003合金第二相析出情况的SEM照片。由图4(a)、4(b)可见,时效前7003合金组织中的第二相溶解程度随着固溶温度的提高而不断加强;由图4(c)、4(b)和4(d)可见,随着固溶时间的延长,第二相溶解程度先加强,后又有新的第二相形成并长大粗化;由图4(e)和图4(a)~

(d)可见,经过470℃/70min固溶并经过120℃/50h人工时效和60d自然时效后组织情况,第二相析出充分,颗粒细小,分布均匀,且不连续。因此,合金综合力学性能最好($\sigma_{0.2} = 302$ MPa, $\sigma_b = 363$ MPa, $\delta = 12.5\%$) [见图1(b)、图2(b)及图3(b)]。

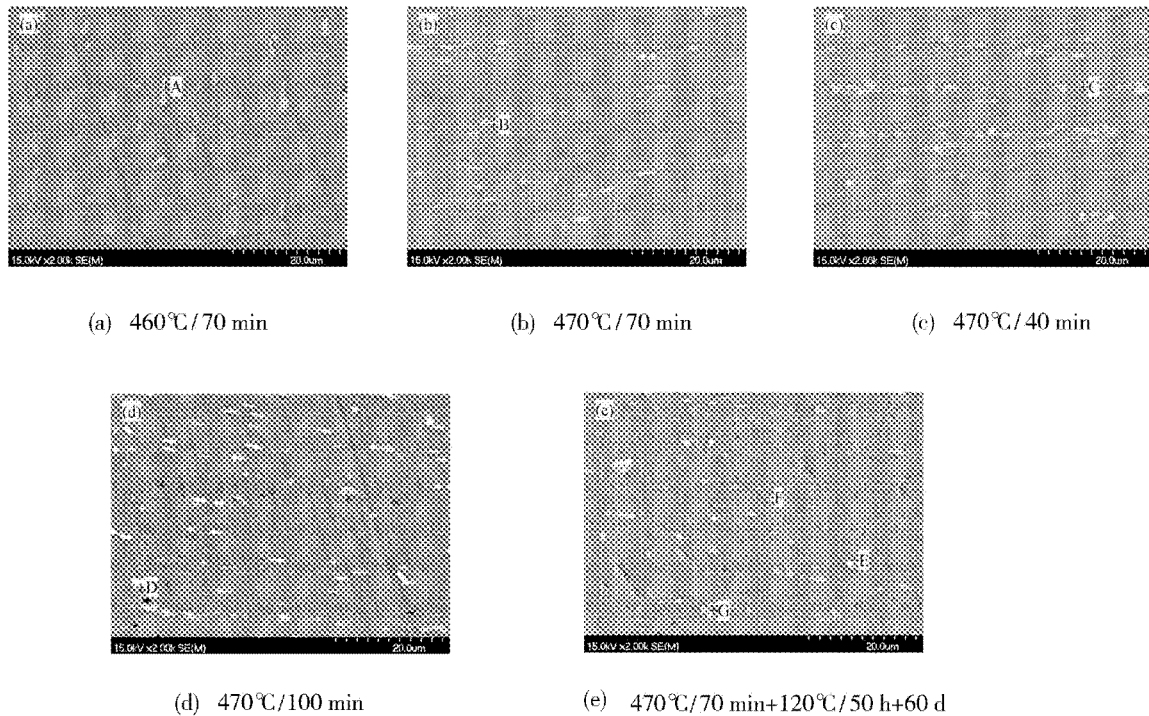


图4 不同热处理制度下7003合金组织的SEM照片

Fig.4 Scanning electron micrographs for samples of 7003 alloy under different heat treatment regimes

几种热处理制度下拉伸试样的断口形貌结果如图5所示。图5(a)、5(b)断口均为混合断口,图5

(a)解理断裂较多,韧窝断裂较少;图5(a)断口解理断裂较少,韧窝较多^[10]。固溶温度的提高导致合金

的过饱和度提高,且合金内部剩余的第二相随之减少。因此,合金的塑性提高,断口中韧窝增多[图 4(a)、4(b)]。由图 5(c)、5(b)和 5(d)可见,随着固溶时间的延长,断口中韧窝明显增多,经过 470°C/100 min 固溶的试样断口呈现明显的韧窝断裂。在此状态下,已经形成的相变驱动力寻求释放,导致合金中析出了新的第二相,而这些新的第二相改善了合金的塑性,故合金的塑性比前两者都高^[10]。图 5(e)的断口为

混合断口,解理比较少,韧窝较多;与图 5(b)相比,韧窝里多了一些非常细小的韧窝。主要原因是合金经过 120°C/50 h 人工时效和 60 d 自然时效后,组织中析出了大量颗粒细小、分布均匀的第二相,这些第二相强化了基体使合金的强度、硬度有明显提高,但是同时也在拉应力的作用下成为断裂源使合金的塑性相对时效前有明显下降。

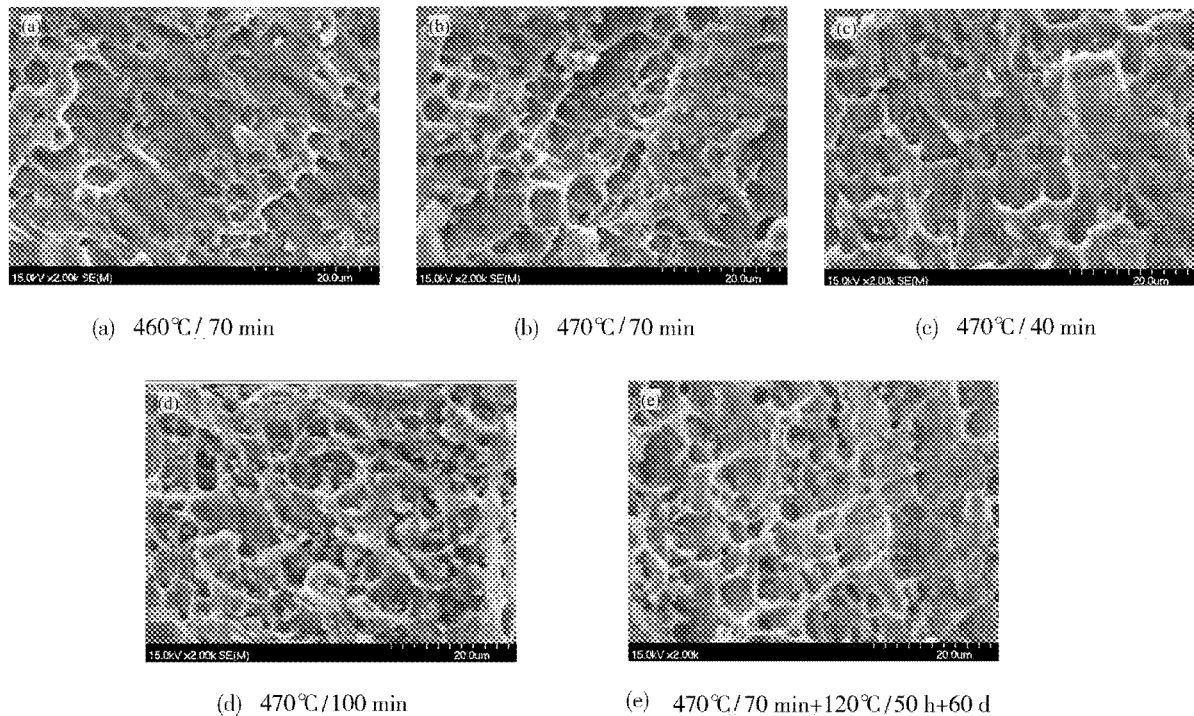


图 5 不同热处理制度下 7003 合金拉伸断口组织的 SEM 照片

Fig. 5 Scanning electron micrographs of tensile fracture surface of 7003 alloy under different heat treating regime

合金拉伸断口中第二相的能谱点分析结果如表 2 所示。

表 2 粗大第二相能谱分析结果

Tab.2 Contents of different elements in crass second-phases by EDS

测试点	% (原子分数)						
	Zn	Mg	Mn	Cr	Fe	Si	Al
A	2.28	1.52	0.48	0.18	3.87	1.89	余量
B	2.27	1.79	0.37	0.14	3.52	1.39	余量
C	2.36	1.88	0.49	0.16	3.69	1.56	余量
D	2.55	1.97	0.52	0.20	4.01	1.85	余量
E	2.45	1.85			1.89	0.68	余量
F	2.38	1.67			1.79	0.58	余量
G	2.13	2.93			1.67	0.68	余量

由表 2 可见,这些粗大的第二相主要是由 Al、

Zn、Mg、Fe、Si 等元素组成的富 Fe 相。时效后,粗大第二相中的 Fe、Si 含量降低,且在粗大第二相中未发现 Mn、Cr 元素。

3 讨论

影响固溶效果的主要因素是固溶温度、固溶时间以及淬火时的冷却速度,其中固溶温度和固溶时间对固溶效果的影响比较明显^[11]。在一定范围内,提高固溶温度或延长固溶时间,可以增加溶质原子在基体内的固溶度,从而提高固溶强化效果。但是,固溶温度的提高或固溶时间的延长同时还会有软化作用:(1)促使回复再结晶和晶粒长大,使合金强度降低;(2)导致合金中过剩相减少,第二相强化作用减弱,使合金软化。因此,合金固溶处理后的强度变化是强化和软化竞争作用的结果。由表 2 可知,这些粗大相是由上述各相聚合而成的富 Fe 相。又由显微硬度测试结果可知,这些相硬而脆,因而对基体有很大的强

化作用,但是这些相的存在同时也会降低合金的塑性[图2(b)、图3(b)]。

在固溶时间不变的情况下,固溶温度的提高,促使第二相不同程度地溶解到基体中,基体也因此失去对第二相的强化;合金的回复再结晶程度随之也加强。这些因素的共同作用,使得7003合金的显微硬度及强度随着温度的提高而不断降低[图1(a)、图2(a)]。另外,在固溶温度不变的情况下,固溶时间的延长对固溶效果的影响分为两个阶段:第一阶段,固溶时间的延长使溶质原子在合金中固溶更加充分和均匀;第二阶段,随着固溶时间的进一步延长,促使已经形成的较大相驱动力寻求释放,析出新的粗大第二相。在第一个阶段,第二相不同程度地溶解到基体中,但是同时基体也失去了它们的强化作用;另外,随着固溶时间的延长,7003合金的回复再结晶的程度也加强,实际上也在一定程度上降低了基体的强度。这些因素的共同作用,使得7003合金的显微硬度和强度随着固溶时间的延长而降低;进入第二阶段,由于新的第二相的析出并长大,使第二相强化作用加强,且占主导作用。因此合金的显微硬度和强度又随着固溶时间的进一步延长而提高[图4(c)、4(b)及图4(d)]。

由图4(e)可见,470℃/70 min固溶的试样经120℃/50 h人工时效和60 d的自然时效后析出的第二相数量较多,颗粒细小,分布均匀。因此,析出强化效果较好,合金硬度及强度较高,合金综合力学性能最好[见图1(b)、图2(b)及图3(b)]。出现这样现象的主要原因有:(1)温度的提高使相变驱动力增加,可减少析出相的临界形核尺寸,提高形核率;(2)温度的提高也使溶质原子在合金中的扩散速率增大,使固溶体成分更加均匀;(3)有合适的保温时间,保证了第二相固溶充分,且无新的第二相析出。上述原因共同促使了时效析出相数量的增加,且更加细小、均匀,增加强化效果。

固溶效果的判定要综合考虑回复再结晶的程度及第二相强化、固溶强化和沉淀强化的效果等因素。由上述讨论可知,7003合金的优选固溶工艺是470℃/70 min。

4 结论

(1)随着固溶温度的提高,不仅第二相的固溶效

果加强,导致第二相强化效果降低,而且回复再结晶的程度也加强,所以合金的硬度及强度不断降低;随着固溶时间的延长,第二相先溶解,然后又有新的第二相析出并长大,导致第二相强化效果先降低后增强,合金的强度和硬度先降低后增大。

(2)经过120℃/50 h人工时效和60 d自然时效后,7003合金的显微硬度和强度明显高于时效前,且470℃/70 min固溶的力学性能最好,力学性能分别达到: $\sigma_{0.2} = 302$ MPa, $\sigma_b = 363$ MPa, $\delta = 12.5\%$,且该状态下第二相时效析出相对充分、颗粒细小、分布均匀。

参考文献

- 1 陈小明,宋仁国,李杰. 7xxx系铝合金的研究现状及发展趋势. 材料导报,2009;23(3):67~70
- 2 Imamura T. Current status and trend of applicable material technology for aerospace structure. Journal of Japan Institute of Light Metals, 1999;49(7):302~309
- 3 张新明,游江海,黄振宝等. 固溶降温处理对7A55铝合金组织和性能的影响. 稀有金属,2007;31(1):5~9
- 4 Robinson J S, Tanner D A. The influence of aluminum alloy quench sensitivity on the magnitude of heat treatment induced residual stress. Materials Science Forum, 2006;524~525:305~310
- 5 Liu D, Atkinson H V, Kapranos P et al. Microstructural evolution and tensile mechanical properties of thixoformed high performance aluminium alloys. Materials Science and Engineering, 2003;361:213~224
- 6 Song R G, Zhang Q Z. Heat treatment technique optimization for 7175 aluminum alloy by an artificial neural network and a genetic algorithm. Journal of Materials Processing Technology, 2001;117:84
- 7 蹇海根,姜锋,官迪凯等. 固溶处理对7B04铝合金组织和性能的影响. 材料热处理学报, 2007;28(3):72~76
- 8 林高用,彭大暑,魏圣明等. 强化固溶处理对7075铝合金组织的影响. 金属热处理,2002;27(11):30~33
- 9 刘红卫,陈康华,刘允中. 强化固溶对7075铝合金组织与性能的影响. 金属热处理, 2000;(9):17~18
- 10 常铁军,祈欣. 材料近来分析测试方法. 哈尔滨:哈尔滨工业大学出版社,1999
- 11 戴晓元,夏长清,刘昌斌等. 固溶处理及时效对7xxx铝合金组织与性能的影响. 材料热处理学报,2007;28(4):59~63

(编辑 李洪泉)