

# 固溶温度对 Al-11.7Zn-2.2Mg-2.0Cu-0.12Zr 铝合金组织及性能的影响

李国爱, 张 坤, 陆 政, 何维维

(北京航空材料研究院, 北京 100095)

**摘 要:** 采用拉伸试验机、金相显微镜、XRD、SEM 以及 EMPA 等手段对合金元素总含量超过 15%(质量分数,下同)的新型超高强 Al-11.7Zn-2.2Mg-2.0Cu-0.12Zr 铝合金不同固溶温度处理后的组织与性能变化规律进行了研究。结果表明:晶内的固溶度随温度升高逐渐增加,在 474 °C 时基本达到稳定状态,约有 99 % 的 Zn、Mg 以及 75% 的 Cu 溶入晶内,其余的合金元素富集在晶界第二相内,此时,第二相主要由含 Cu 的  $\eta$  以及 T 相构成;合金的最佳固溶温度为 474 °C,此时合金的抗拉强度( $\sigma_b$ )为 688 MPa、延伸率( $\delta$ )为 8%;温度为 476 °C 时,合金局部区域出现轻微过烧,导致延伸率迅速降低;断口分析显示,随固溶温度的提高,再结晶程度增加,晶界第二相数量减少,合金的拉伸断口由较低温度时的沿晶+穿晶混合断口转变为较高温度时的沿晶断口为主。

**关键词:** Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金; 固溶温度; 第二相粒子; 再结晶; 断口形貌

中图分类号: TG146.2<sup>\*1</sup>

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)04-1040-05

超高强 Al-Zn-Mg-Cu (7xxx 系) 铝合金具有高比强度以及优良的综合性能,是航空航天、交通运输及其他工业部门的重要结构材料<sup>[1,2]</sup>。近年来为了进一步提高合金的性能,很多材料工作者采取了很多方法,如:调整合金中主要合金元素含量以及各组元比值、添加微量过渡族元素以及稀土元素等<sup>[3,4]</sup>。其中增加合金中 Zn 的含量,并调整 Mg、Cu 元素的含量是获得更高强度合金的主要方式<sup>[5]</sup>。目前,国内及国外的研究者在高 Zn (含量超过 10%) 合金的研究方面都取得了一定进展<sup>[6-12]</sup>。随着主要合金元素含量的增加,铸造过程中形成的非平衡相增多,这些非平衡相在经过后续均匀化、变形及固溶处理后如还有较多残留,将会使合金的性能特别是疲劳和断裂韧性恶化。为了减少非平衡相数量,众多研究者从热处理及热加工方面开展了较多研究,并取得了一些成果,如文献[13-15]表明,分级高温固溶可以有效提高 Zn 含量较高的 7xxx 系铝合金的性能。目前,这些研究多集中在合金的性能以及析出相等方面,对于晶内以及第二相内主要合金元素在固溶时的变化研究相对较少,尚未完全掌握各合金元素在热处理时的变化规律。

本研究以一种 Zn 含量超过 11% (质量分数),合金元素总含量超过 15% 的新型超高强铝合金为对象,通过分析合金晶粒内元素含量、微观组织形貌以及拉伸性能随固溶温度的演变规律,确定该合金最优的固溶处理

工艺,并为高合金含量铝合金成分设计提供参考。

## 1 实 验

实验材料为常规半连续铸造铸锭,化学成分(质量分数,%)为: 11.7 Zn, 2.2Mg, 2.0Cu, 0.12Zr, Ti $\leq$ 0.01, 0.06Fe, 0.08Si, 余量为 Al。铸锭均匀化处理后,经过等温锻造制成厚度 8 mm 的圆片状锻件。

采用线切割在锻件上切取直径 3.0 mm、厚度 2.0 mm 的圆片试样,通过 NETZSCH STA 409 C 型差示扫描仪进行 DSC 分析。试样升温速率 10 °C/min,试验温度范围在 20~550 °C,氩气环境中加热。

根据 DSC 分析结果(图 1),将制备的锻件分别在 468、470、472、474 以及 476 °C 5 种温度下进行 120 min 固溶处理。固溶在一级炉内进行,采用多根热电偶测量锻件附近温度,保证温度均匀性控制在  $\pm 0.5$  °C。锻件室温水淬火后进行 140 °C/16 h 的时效处理。

在固溶淬火处理后锻件的相同位置切取 15 mm $\times$ 15 mm $\times$ 10 mm 的块状样品,进行研磨抛光,然后在型号为 JEOL JXA-8100 的电子探针上采用 WDS 对晶内、晶界成分进行定量分析。试样制备过程中采用流动水冷却,保持试样温度不超过室温。随后在型号为 D/Max-Ra 的 X 射线衍射仪上进行 XRD 分析测试,试验条件: Cu K $\alpha$  辐射,加速电压 36 kV,电流 28 mA,

收稿日期: 2015-04-20

作者简介: 李国爱,男,1978 年生,博士,高级工程师,北京航空材料研究院,北京 100096,电话: 010-62496396, E-mail: liguoai\_1@sina.cn

石墨单色器。将经过上述分析的试样用 Keller 试剂腐蚀后在型号为 Leica DM 2500M 的金相显微镜下观察金相组织形貌。

时效处理后，沿锻件径向在相同区域切取拉伸试样坯料，机械加工成标距直径 3 mm 的拉伸试样，在 CMT 拉伸试验机上进行拉伸，夹头移动速率为 2 mm/min，测量数据修约精度 0.1 MPa。在 JSA-6360LA 扫描电镜上观察拉伸断口形貌。

## 2 实验结果

### 2.1 拉伸性能

表 1 示出了在不同固溶温度处理 120 min 淬火后，再进行 140 °C/16 h 时效处理后锻件的拉伸性能（3 个有效数据平均值）。从表 1 可以看出，在 468 °C 至 476 °C 温度范围内，随固溶温度的升高合金的抗拉强度( $\sigma_b$ )也逐渐升高；延伸率( $\delta$ )以及断面收缩率( $\psi$ )先随温度的升高而略有升高，在 474 °C 达到最高值，然后在 476 °C 时又快速降低。由上述试验结果可知，对于该实验合金锻件来说，固溶温度过低或过高都不利于发挥合金的强度和塑性。最佳的固溶温度为 474 °C，此时合金获得强度、塑性较好的配合。

### 2.2 固溶后的显微组织

锻件经不同固溶温度处理后的金相组织形貌如图 2 所示。可以看出，当固溶温度低于 472 °C 时，在合

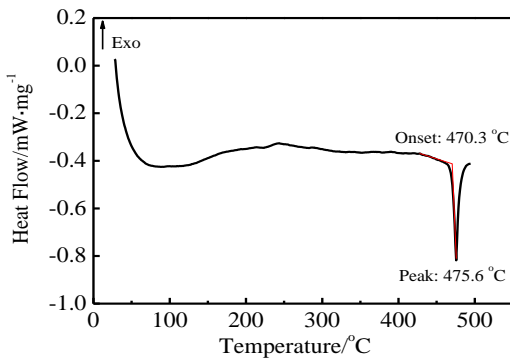


图 1 锻件 DSC 曲线

Fig.1 DSC curve of forged sample

表 1 不同固溶温度处理后锻件的拉伸性能

Table 1 Tensile properties of forged samples treated at different solution temperatures

Solution temperature/°C	$\sigma_b$ /MPa	$\delta$ /%	$\psi$ /%
468	682.4	7.0	22
470	685.5	7.2	23
472	687.5	7.5	25
474	688.5	8.0	28
476	693.6	6.0	26

金晶界存在着较多的残余第二相，尺寸多在 3~10  $\mu\text{m}$ ，同时，晶粒内也可以观察到 0.5~1  $\mu\text{m}$  的未溶颗粒，如图 2a 所示。当固溶温度达到或超过 472 °C 时，晶界及晶内未溶相数量显著减少，晶界上仅剩余较大尺寸的第二相，再结晶程度也随温度的升高略有增加，如图 2b, 2c 所示；当温度进一步提高到 476 °C 时，晶界残余相基本消失，晶内发生了明显的再结晶，出现了较多的块状小晶粒，同时部分块状晶粒晶界附近发生了宽化和液化现象，出现了轻微过烧，如图 2d 红色标记区所示。因此，对于实验合金锻件来说，固溶温度太低，可溶第二相粒子残留较多，影响合金固溶后的性能；温度过高，则会导致合金发生过烧。

### 2.3 晶内及晶界残余相类型及成分定量分析

图 3 示出了 474 °C 固溶处理后锻件的 BSE 形貌及 XRD 结果。可以发现，除在晶界区域观察到部分较大尺寸的残余相外，绝大部分第二相都溶解到基体内，晶界的残余相为近球形形貌（图 3a）。XRD 的结果表明，锻件主要由  $\alpha(\text{Al})$  与少量 T 相构成（图 3b），晶界残余相为 T 相。

不同固溶温度下合金晶内主要合金元素含量的变化曲线如图 4 所示，图中每个数据为至少 5 个不同测量点的平均值。由图 4 可以发现，锻件晶粒内 3 种主要元素 Zn、Mg、Cu 含量随着固溶温度的升高呈现增加趋势，但变化趋势有所不同。晶内 Zn 含量在 468~470 °C 温度范围内基本不发生变化，在 470~474 °C 随温度提高呈现出明显增加趋势，随后随温度升高保持不变；在全部试验温度范围内，晶内 Mg 含量随温度升高持

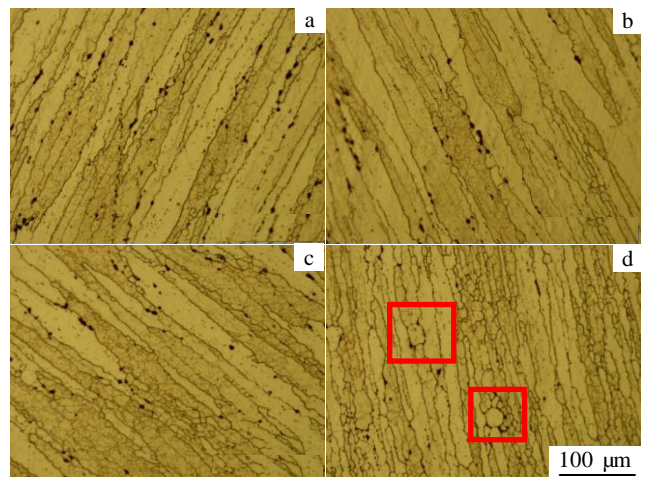


图 2 不同固溶温度下的合金金相组织形貌

Fig.2 Optical micrographs of microstructures of alloys treated at different solution temperatures: (a) 470 °C, (b) 472 °C,

(c) 474 °C, and (d) 476 °C

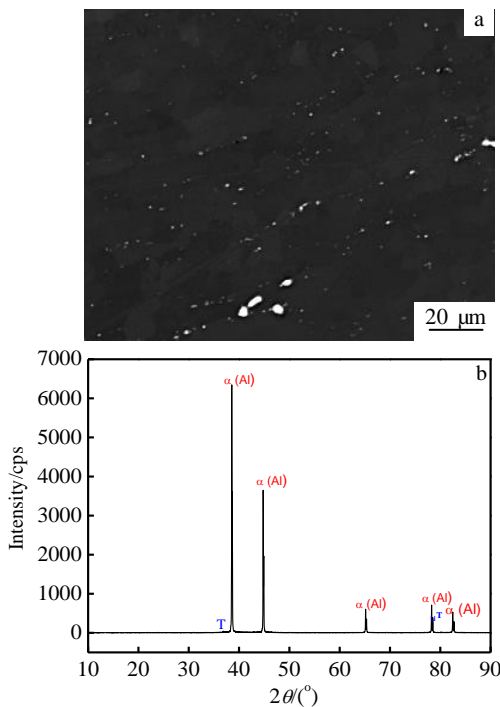


图 3 474 °C 固溶处理后锻件背散射电子形貌及 XRD 结果  
Fig.3 BSE image (a) and XRD result (b) of the forged sample after solution treating at 474 °C

续增加；Cu 含量在 468~472 °C 范围内持续增加，随后趋于平缓；在 474 °C 时，晶内各元素含量分别达到了加入量的 99% (Zn、Mg)、75% (Cu)。这说明提高固溶温度对增加固溶体内的合金元素含量有一定作用，但是随着温度升高，作用越来越不明显。实验合金基体中的 Zn、Cu 的含量在在温度达到 474 °C 以后已经逐步变得稳定。

图 5 示出了不同固溶温度处理后晶界残余第二相

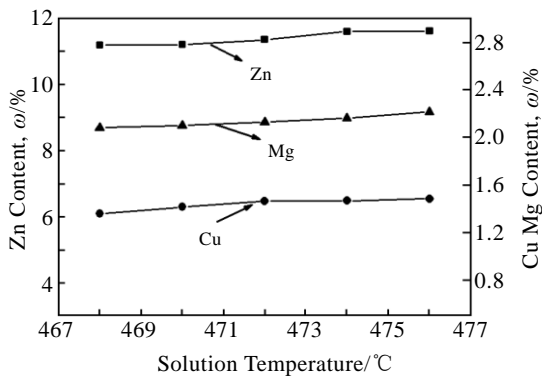


图 4 基体中合金元素含量随固溶温度的变化曲线  
Fig.4 Effect of solution temperature on content of alloying

elements in the matrix

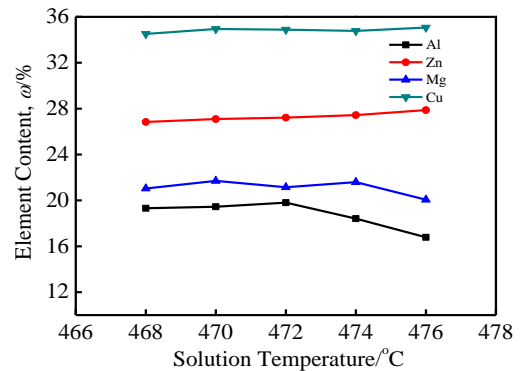


图 5 晶界第二相成分随固溶温度的变化曲线  
Fig.5 Effect of solution temperature on content of alloying elements in second phase particle

定量分析的结果。可以发现，未溶第二相中主要含有 Cu、Zn、Mg 等元素，其中 Cu 含量最多超过了 34%，Zn 含量次之，超过了 26%，Mg 含量在 20% 左右。随温度升高，第二相中 Cu 含量变化不大，Zn 含量略有增加，表明 2 种元素在第二相溶解的同时发生了富集；Mg 含量在 468~474 °C 范围内变化不大，在 476 °C 温度下迅速减少，表明此温度下 Mg 元素发生了向晶内的快速溶解。

### 2.4 拉伸断口观察

不同固溶温度处理后经过 140 °C/16 h 时效处理的拉伸试样断口的 SEM 形貌如图 6 所示。可以看出，470~474 °C 固溶处理的试样，主要是层状沿晶剪切+穿晶韧窝断裂。随着温度升高，沿晶断裂由低温时的层状沿晶断裂为主导（图 6a、6b）逐渐转变为层状沿晶+等轴沿晶断裂（图 6c）；穿晶断裂主要以韧窝为主，在温度较低时，存在较小的韧窝+较大韧窝混合体，韧窝中可以观察到残余的第二相粒子，随着温度升高，较小韧窝逐渐消失，只剩下较大韧窝，而且韧窝的数量也逐渐减少，见图 6c。当温度提高到 476 °C 后，拉伸试样断口在总体形貌上还呈现出层状断口，但断口内主要呈现沿晶断裂特征，沿晶断裂中较小的等轴沿晶断裂占据主要地位；穿晶韧窝基本消失，与之对应的残余第二相粒子基本消失，很难在断口中观察到，如图 6d 所示。

### 3 分析与讨论

7xxx 系铝合金在合金元素含量较高时，在经过均匀化、热加工处理后，仍然有较多的第二相粒子分布在纤维状的晶粒边界或晶粒内部<sup>[9,10]</sup>。文献[8]研究结果表明，经过均匀化、固溶处理后合金中残余第二相基本是由溶

解了较多 Cu 的  $\eta(\text{MgZn}_2)$ 、 $\text{T}(\text{Al}_2\text{Mg}_3\text{Zn}_3)$  以及  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$

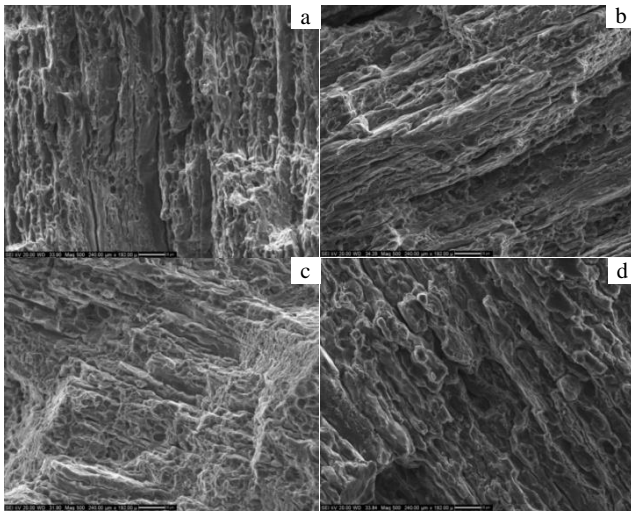


图6 拉伸试样断口形貌

Fig.6 SEM tensile fractography of the sample treated at different solution temperatures: (a) 470 °C, (b) 472 °C, (c) 474 °C, and (d) 476 °C

相构成。本研究中合金 Fe 含量很低, 没有观察到  $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$  相存在, 在固溶处理过程中含 Cu 的  $\eta$  相以及 T 相粒子中的合金元素通过扩散的方式进入基体, 导致  $\eta$  相粒子消失以及 T 相尺寸减小及数量的减少。该过程受固溶温度、时间以及合金元素的扩散系数及元素在铝基体中最大固溶度控制。对比 Zn、Mg、Cu 3 种合金元素在 Al 基体中的扩散系数可以发现, Zn、Mg 的扩散系数以及最大固溶度远高于 Cu<sup>[16]</sup>, 因此, 在固溶处理时, Zn、Mg 快速进入基体内, 第二相颗粒在溶解的同时导致 Cu 元素发生了富集, 使固溶后残余第二相内 Cu 含量达到 34% 以上。

随温度升高, Zn、Mg、Cu 扩散系数增大<sup>[17]</sup>, 溶解速度加快。当基体内的 Zn 含量达到总量的绝大部分时, 由于 Zn 含量较高 (11.7%) 固溶体接近饱和状态, 第二相内残留剩余部分 Zn 随温度变化较小; Mg 元素由于含量较低, 溶解驱动力较大, 固溶温度升高, 相同时间内可溶解的量加大, 残余第二相内的 Mg 含量随温度升高而减少; 当 Zn、Mg 大部分溶入基体后, 基体接近于饱和状态, 剩余 Cu 元素很难进入基体内, 残余第二相内的 Cu 元素随温度升高变化不大。

根据 DSC 结果 (图 1) 固溶温度为 470 °C 时, 位于第二相开始溶解温度的临界区, 在此温度下进行固溶处理, 第二相粒子的溶解驱动力较小, 扩散系数也较低, 固溶处理后残留的可溶第二相粒子较多, 处理后的强度偏低。由于较多残余相的存在, 在拉伸过程中, 除晶界

外, 位错还塞积到残余相周围, 导致基体与残余相剥离, 形成韧窝, 最终形成层状沿晶+穿晶韧窝混合断口。固溶温度为 471~474 °C 范围内, 正好位于第二相溶解区域, 随着温度升高, 溶解驱动力增大, 扩散系数提高, 残余第二相粒子数量减少, 断口内的韧窝数量减少, 特别是小尺寸的韧窝逐渐消失 (图 6a~6c), 时效后合金强度以及塑性也随之提高。当温度提高到 476 °C 时, 温度超过了非平衡共晶熔化温度, 此时, 由于固溶温度高, 第二相粒子溶入基体速度更快, 残余第二相数量大大减少, 在局部区域较大的第二相颗粒发生熔化, 形成了较宽的液晶晶界 (图 2d), 弱化了晶界结合, 导致拉伸时沿这些薄弱区域开裂, 延伸率迅速降低; 同时, 部分变形晶粒转化为等轴晶粒, 拉伸时形成沿再结晶晶界开裂的块状沿晶断口 (图 6d)。

## 4 结 论

1) 随固溶温度的提高, 溶入基体内的合金元素含量增多, 在 474 °C 时基本达到平衡, 此时基体内含有约 99% 的 Zn、Mg, 75% 的 Cu; 残余第二相在溶解时发生了 Cu 元素的富集, 随温度升高, 残余相中 Mg 含量不断减少, Zn、Cu 含量略有增加。

2) 固溶温度过低, 可溶解第二相粒子难以充分回溶, 影响合金的强度和塑性; 固溶温度过高, 容易使合金发生过烧, 导致性能恶化。合金获得最佳性能的固溶温度为 474 °C。

3) 残留第二相颗粒的尺寸、数量以及再结晶程度影响着拉伸断口形貌。随着固溶温度的升高, 残余第二相数量减少、再结晶程度增大, 拉伸断口由低温下的层状沿晶+穿晶韧窝断裂特征逐渐转变为高温下的层状沿晶+等轴沿晶断裂特征。

## 参考文献 References

- [1] Srivatsan T S. *J Mater Sci*[J], 1992, 27(17): 4772
- [2] Chen Junzhou, Zhen Liang, Yang Shoujie et al. *Mater Sci Eng A* [J], 2009, 500: 34
- [3] Tian Fuquan(田福泉), Li Niankui(李念奎), Cui Jianzhong(崔建忠). *Light Alloy Fabrication Technology*(轻合金加工技术)[J], 2005, 33(12): 1
- [4] Elagin V I. *Metal Science and Heat Treatment*[J], 2007, 40(9-10): 427
- [5] Mondolfo L F. *Aluminium Alloys: Structure and Properties*[M]. London: Butterworths, 1976: 782
- [6] Zhang Yongan(张永安), Zhu Baohong(朱宝宏), Liu Hongwei(刘红伟) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2005, 15(7):1013

- [7] Wang Hongbin(王洪斌), Huang Jinfeng(黄进峰), Cui Hua(崔华) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2004, 40(8): 827
- [8] Li Yanxia, Li Ping, Zhao Gang *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 397: 204
- [9] Milman Y V, Sirko A I, Lotsko D V *et al.* *Mater Sci Forum*[J], 2002, 396-402: 1217
- [10] Senkov O N, Miracle D B, Milman Y V *et al.* *Mater Sci Forum*[J], 2002, 396-402: 1127
- [11] Pourkia N, Emamy M, Farhangi H *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527: 5318
- [12] Seyed Ebrahimi S H, Emamy M, Pourkia N *et al.* *Materials and Design*[J], 2010, 31: 4450
- [13] Ning Ailin(宁爱林), Liu Zhiyi(刘志义), Zheng Qingchun(郑青春) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2004, 14(7): 1211
- [14] Chen Kanghua(陈康华), Liu Hongwei(刘红卫), Liu Yunzhong(刘允中). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2001, 37(1): 29
- [15] Chao Hong(巢宏), Chen Kanghua(陈康华), Fang Huachan(方华婵) *et al.* *Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy*(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2009, 14(3): 179
- [16] Zwickau E C, Freiberg U T. *Aluminum*[J], 1999, 75(1): 90
- [17] Feng Duan(冯端). *Metal Physics: First Volume-Structure and Defect*(金属物理: 第一卷——结构和缺陷)[M]. Beijing: Science Press, 1998: 492

## Effects of Solution Temperature on Microstructure and Properties of Al-11.7Zn-2.2Mg-2.0Cu-0.12Zr Aluminum Alloy

Li Guoai, Zhang Kun, Lu Zheng, He Weiwei  
(Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

**Abstract:** Effects of solution temperature on solid solubility, tensile properties, microstructure and fractography of a new Al-Zn-Mg-Cu-Zr aluminum alloy were studied by tensile testing, optical microscopy, XRD, SEM and EPMA. The results indicate that the solid solubility of the matrix increases with the increasing of temperature, and it reaches stable state at 474°C when about 99 wt% Zn, Mg and 75 wt% Cu enter into the matrix, and the residual elements enrichment in the second phase particles locate on grain boundary. The optimal solution temperature is 474°C; at the same time, the tensile strength of forge can get up to 688 MPa, and elongation is 8%. At 476°C, the slight over-burned in local region is observed, which lead to the decrease of elongation rapidly. It is found that the tensile fractography is affected by the volume fraction of residual particles and the recrystallization level of deformed grains. With the temperature increasing, the fractography transforms from intergranular cracking mixed dimple-type transgranular cracking to intergranular cracking.

**Key words:** Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy; solution temperature; second phase particle; recrystallization; fractography

---

Corresponding author: Li Guoai, Ph. D., Senior Engineer, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100096, P. R. China, Tel: 0086-10-62496396, E-mail: liguoai\_1@sina.cn