

烘烤温度对 Al-Zn-Mg-Cu 合金微观组织和力学性能的影响

王海飞 李铁钢
(沈阳工程学院机械学院)

摘 要 利用透射电镜观察(TEM)、电子背散射衍射分析技术(EBSD)、能谱分析(EDS)以及力学性能测试研究了烘烤温度对高强 Al-Zn-Mg-Cu 合金微观组织和力学性能的影响。结果表明,随着烘烤温度升高, η 相体积分数有增加的趋势,而 η' 相数量变化不明显,同时小角度晶界比例升高。烘烤温度的升高促进合金的屈服强度和抗拉强度提升,当烘烤温度达到 180 °C 时,屈服强度和抗拉强度分别为 436 MPa 和 521 MPa。通过固溶强化、晶界强化、沉淀强化和位错强化机制的分析,认为 180 °C 烘烤试样的高强度归因于位错强化效果较好。

关键词 Al-Zn-Mg-Cu 合金;烘烤;微观组织;力学性能

中图分类号 TG146.21 **文献标志码** A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.011.012

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effects of Baking Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of Al-Zn-Mg-Cu Alloy

Wang Haifei, Li Tiegang

(School of Mechanical Engineering, Shenyang Institute of Engineering)

Abstract: Effects of baking temperature on microstructure and mechanical properties of high-strength Al-Zn-Mg-Cu alloy were investigated by transmission electron microscopy(TEM), electron backscatter diffraction analysis (EBSD), energy dispersive spectroscopy(EDS), and tensile testing. The results indicate that the volume fraction of η phase presents an increasing trend as the baking temperature increases, while the amount of η' phase has little change, and the proportion of low angle grain boundaries is increased. The increase of baking temperature is conducive to the improvement of yield strength and tensile strength of the alloy. When the baking temperature reaches 180 °C, the yield strength and tensile strength are 436 MPa and 521 MPa, respectively. The analysis of solid solution strengthening, grain boundary strengthening, precipitation strengthening, and dislocation strengthening mechanisms demonstrates that the high strength of specimens baked at 180 °C is attributed to the desirable dislocation strengthening effect.

Key Words: Al-Zn-Mg-Cu Alloy, Baking, Microstructure, Mechanical Properties

综合性能良好的 Al-Zn-Mg-Cu 高强铝合金一直广泛应用于生产汽车的安全部件,如 A 柱、B 柱及防撞梁等^[1-3],固溶处理后可通过自然时效或人工时效来提高材料的力学性能^[4-5]。

目前,国内汽车零部件制造商采用的时效处理方式是峰值时效处理,即 T6 处理(120 °C×24 h),目的是析出均匀细小的 η' 相(MgZn₂)。HU W T 等^[6]对 Al-Zn-Mg-Cu 合金采取峰值时效工艺,其抗拉强度可达 590 MPa 左右。细小的高密度 η' 相在时效期间析出并与基体呈半共格关系,晶格畸变促使合金性能提高。为了提升效率,有研究者也研究了烘烤工艺对铝合金组织

和性能的影响。DEHGHANI K 等^[7]应用面响应法(Response Surface Methodology, RSM)揭示了高强铝合金的烘烤硬化规律。ABL-AKL R 等^[8]认为 6000 系高强铝合金的强度可通过烘烤阶段析出的 Mg₂Si 相来实现。JIANG Y F 等^[9]利用预时效+模拟烘烤的方式对 7075 高强铝合金进行研究,发现预时效可以促进 G.P. 区形核,模拟烘烤后合金的抗拉强度可以达到 560 MPa,接近于峰值时效合金性能。

本研究从改善 Al-Zn-Mg-Cu 高强铝合金烘烤工艺的角度出发,借助透射电镜、电子背散射衍射等试验手段,研究烘烤温度对材料成形后的显微组织和力学性能

收稿日期:2023-05-17;修改稿收到日期:2023-06-17

第一作者简介:王海飞,男,1979 年出生,高级实验师,沈阳(110136),E-mail: wanghf@sie.edu.cn

引用格式:王海飞,李铁钢. 烘烤温度对 Al-Zn-Mg-Cu 合金微观组织和力学性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2023,43(11):1 508-1 512.

WANG H F, LI T G. Effects of baking temperature on microstructure and mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(11):1 508-1 512.

的影响,并着重分析各强化机制在不同烘烤温度下对屈服强度贡献的影响,旨在为高性能汽车零部件生产制造提供参考。

1 试验材料及方法

1.1 试验材料

采用 2 mm 厚轧制态的 7000 系 Al-Zn-Mg-Cu 高强铝合金,其化学成分见表 1。

表 1 Al-Zn-Mg-Cu 合金的化学成分									
Tab.1 Chemical composition of Al-Zn-Mg-Cu alloy									
ω _B									
Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	其他微量元素	Al
0.36~0.42	0.42~0.52	1.2~2.0	≤0.30	2.1~2.9	0.18~0.28	5.1~6.1	0.18~0.24	≤0.05	%
									余量

1.2 试验方法

试样采用 ASTM-E8 标准进行切割,其尺寸示意图见图 1。首先将试样置于装有万能试验机(SANSCMT5000)的可开式热处理炉中,在 480 ℃下进行 1 h 的固溶处理,采用试验机配置的空气淬火模块将热变形前的试样冷却至 430 ℃左右,冷却速率约为 10 ℃/s。在进行 20% 变形的同时,用两块 H13 模具钢沿厚度方向对试样进行加压,随后立即水淬。在汽车生产流程中,为提高车身结构件性能,一般需在 120、140、160 和 180 ℃下进行 30 min 烘烤。

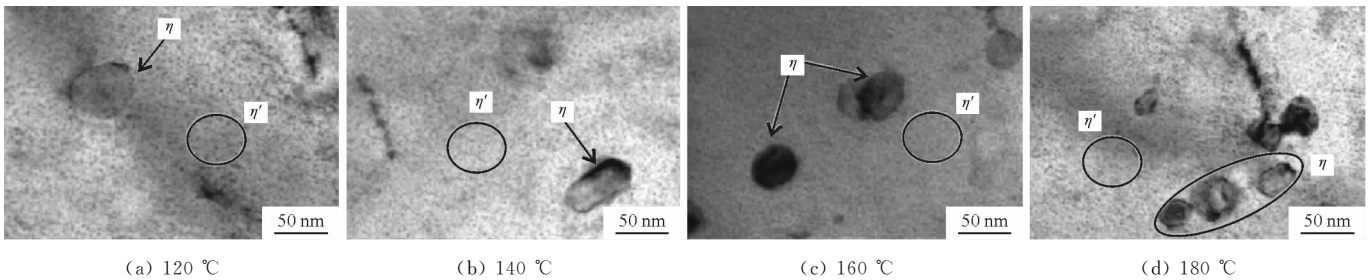


图 2 Al-Zn-Mg-Cu 合金在不同烘烤温度下的微观组织演变
Fig.2 Microstructure evolution of Al-Zn-Mg-Cu alloy at different baking temperatures

的沉淀粒子 η' -MgZn₂ 相,尺寸为 5~7 nm。随着烘烤温度升高, η 相体积分数有增加的趋势。这源于溶质的原子扩散,Al-Zn-Mg-Cu 合金析出相的主要元素是 Mg 和 Zn,温度升高可促使这些溶质原子运动加剧,而析出相的形核和长大主要依靠原子的扩散,因此 180 ℃烘烤试样有更高的 η 相体积分数。此外,对于 Al-Zn-Mg-Cu 合金,析出相的析出顺序为过饱和固溶体(Supersaturated Solid Solution, SSSS)→ G.P.区(Guinier Preston Zone)→ η' 相(过渡相)→ η 相平衡相(稳定相)^[7],可知 η' 相是 η 相的前身。同时发现, η' 相的体积分数并没有明显变化。因此,可推断 η' 相的长大速率和形核速率相近。

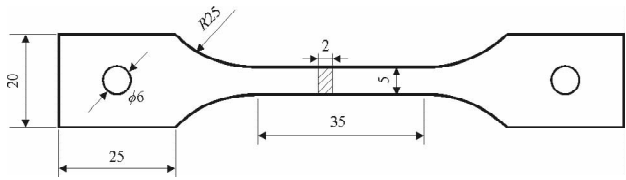


图 1 试样尺寸示意图
Fig.1 Dimension diagram of the specimen

1.3 表征手段

采用 JEM 2100-TEM 透射电镜观察纳米级析出相的演变。用体积分数为 30% 的硝酸甲醇溶液在 -30 ℃ 和 12 V 下电抛光 TEM 试样。利用离子减薄仪在 -15°~+15° 和 4.5 eV 下除去氧化膜。通过 EBSD 对晶粒尺寸和晶体结构进行表征,其中步长为 0.1 μm。EBSD 试样采用电解抛光,抛光液采用体积配比为 10% 的 HClO₄+90% 的 C₂H₅OH。采用 Channel 5 软件对等晶粒尺寸、大小角晶界比例等数据进行分析,析出相的尺寸利用 Nanomeasure 1.0 软件测量。采用 SAN-SCMT5000 万能拉伸试验机进行拉伸试验,其初始应变速率为 10⁻³ s⁻¹。

2 结果与讨论

2.1 微观组织

图 2 为 Al-Zn-Mg-Cu 合金在不同烘烤温度下的微观组织演变。可以看出,各烘烤试样上分布着均匀细小

2.2 力学性能

图 3 为不同烘烤温度下 Al-Zn-Mg-Cu 合金的力学

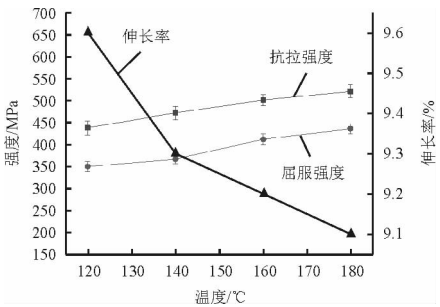


图 3 Al-Zn-Mg-Cu 合金在不同烘烤温度下的力学性能
Fig.3 Mechanical properties of Al-Zn-Mg-Cu alloy at different baking temperatures

性能。可以发现,当烘烤温度为 120 ℃时,抗拉强度和屈服强度分别为 438 MPa 和 350 MPa。随着烘烤温度升高,合金的屈服强度和抗拉强度都有不同程度升高。当烘烤温度达到 180 ℃时,抗拉强度和屈服强度为 521 MPa 和 436 MPa,强度提升了 20% 左右。但随着烘烤温度升高,伸长率有轻微降低的趋势。

2.3 强化机制分析

高强度 Al-Zn-Mg-Cu 合金主要的强化方式是沉淀强化。此外,晶界强化、位错强化和固溶强化均会对合金起到一定的强化作用。为了深入研究合金烘烤温度对强度的影响,需要对不同烘烤温度下的试样进行强化机制分析。

2.3.1 沉淀强化

研究表明,Al-Zn-Mg-Cu 合金的主要强化相是 η' ,与基体呈半共格关系(强化来自于晶格畸变)。 η' 相体积分数越大,尺寸越小,强化效果越明显。 η 相几乎没有任何强化作用。其强化公式如下^[10]:

$$\sigma_p = \frac{M}{b} \sqrt{\frac{3f_p}{2\pi}} \cdot (2\beta G b^2) \cdot \frac{1}{r} \quad (1)$$

式中, M 为泰勒因子(约为 0.3); b 为 Al 的伯格斯矢量(约为 0.286 nm); G 为 Al 的剪切模量(约为 26.9 GPa); β 为常数(0.36); r 为 η' 相的平均直径; f_p 为 η' 相的体积分数;120、140、160 和 180 ℃烘烤温度下试样的平均晶粒直径分别为:(6.32 ± 0.12)、(5.78 ± 0.11)、

(6.89 ± 0.23)和(6.25 ± 0.09) μm ;体积分数分别为 7.21% ± 0.32%、8.32% ± 0.11%、7.12% ± 0.25% 和 7.25% ± 0.13%。最终得到沉淀强化对 120~180 ℃烘烤试样屈服强度的贡献分别为 220、235、215 和 230 MPa。

2.3.2 晶界强化

图 4 为 Al-Zn-Mg-Cu 合金在不同烘烤温度下的 EBSD-Euler 图。其中黑色线条和白色线条分别代表大角度晶界(High angle grain boundary, HAGB, $\geq 15^\circ$)和小角度晶界(Langle grain boundary, LAGB, $2^\circ \sim 15^\circ$)。分析可知,烘烤温度对变形后合金的晶粒尺寸影响不大。经统计,120、140、160 和 180 ℃烘烤试样的晶粒尺寸分别为(23.25 ± 2.36)、(24.56 ± 1.25)、(23.18 ± 1.98)和(22.25 ± 2.77) μm 。此外,小角度晶界比例分数随着烘烤温度的升高而增加。当烘烤温度为 180 ℃时, f_{LAGB} 可达 45%。这是由于高温促使位错运动加剧,进而位错增殖,大量的位错形成小角度晶界。晶粒尺寸没有明显变化是因为 20% 的变形量所提供的形变储能不足,所以尽管温度足够高,小角度晶界也没有发展成大角度晶界。根据霍尔-佩奇公式^[11]:

$$\sigma_{\text{GB}} = k_y d^{-\frac{1}{2}} \quad (2)$$

式中, σ_{GB} 为晶界强化的贡献; k_y 为霍尔-佩奇斜率(0.12 MPa/ $\text{m}^{1/2}$); d 为晶粒的平均直径。最终得到晶界强化对120、140、160和180 ℃烘烤试样屈服强度的贡献分

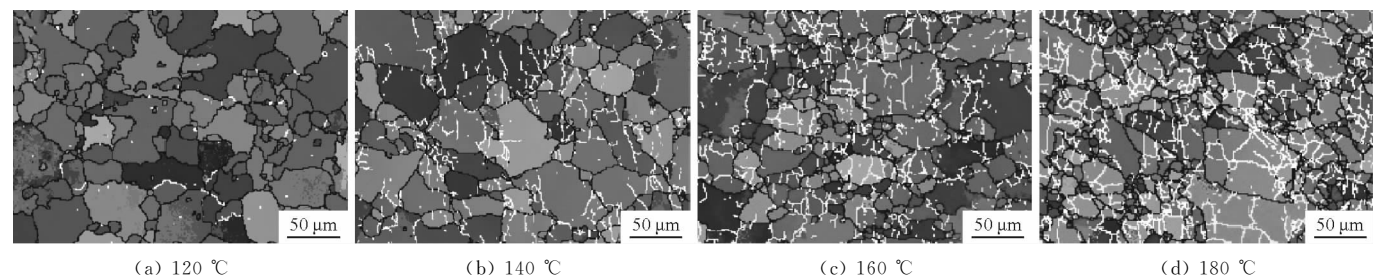


图 4 Al-Zn-Mg-Cu 合金在不同烘烤温度下 EBSD-Euler 图

Fig.4 EBSD-Euler images of Al-Zn-Mg-Cu alloy at different baking temperatures

别为 25、24、25 和 24 MPa。

2.3.3 位错强化

Al-Zn-Mg-Cu 合金的位错密度可通过几何位错密

度(GND)求得,而几何位错密度又与局部取向差值(KAM)有关^[12-14]。图 5 为 Al-Zn-Mg-Cu 合金在不同烘烤温度下的 EBSD-KAM 图,其中颜色的深浅代表着

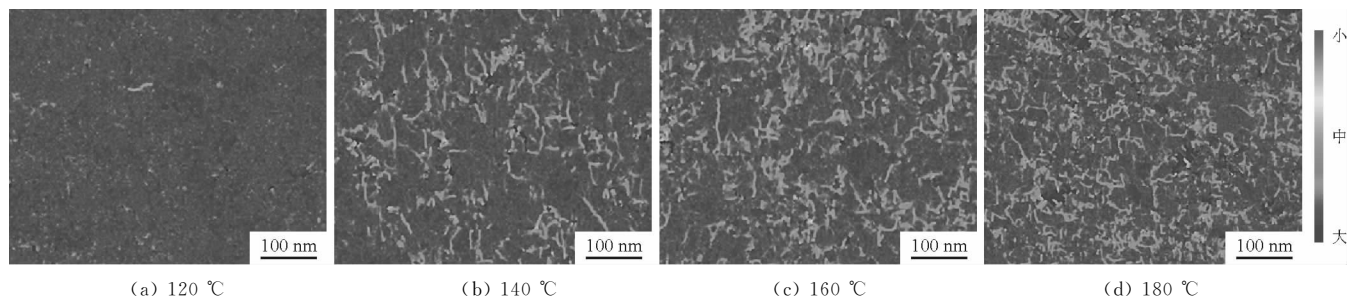


图 5 Al-Zn-Mg-Cu 合金在不同烘烤温度下的 EBSD-KAM 图

Fig.5 EBSD-KAM images of Al-Zn-Mg-Cu alloy at different baking temperatures

取向差值的大小。120、140 和 160、180 °C 烘烤温度下试样的局部取向差的平均值分别为 0.012 2°、0.013 1°、0.016 5°和 0.018 2°。其几何位错密度和位错强化公式为^[15-16]：

ρ_{GND} = $\frac{2K_{AMave}}{\mu b}$ (3)

Δσ_{Disl} = $M\alpha G b \rho^{\frac{1}{2}}$ (4)

式中, K_{AMave} 为局部取向差值的平均值; μ 为步长(取 100 nm); ρ 为位错密度; α 为常数。经计算位错强化对 120、140、160 和 180 °C 烘烤试样屈服强度的贡献分别为 42、56、94 和 108 MPa。

2.3.4 固溶强化

Al-Zn-Mg-Cu 合金的固溶强化公式为^[17]：

σ_{SS} = $MA_{Zn}C_{Zn}^{\frac{2}{3}} + MA_{Mg}C_{Mg}^{\frac{2}{3}}$ (5)

式中, A_{Zn} (3.1) 和 A_{Mg} (20.5) 为 Zn 和 Mg 在基体中的强化系数; C_{Zn} 和 C_{Mg} 为 Al 基体中 Zn 和 Mg 的浓度。经 EDS 标定, Mg 和 Al 在基体中浓度见表 2。最终得到固溶强化对 120、140、160 和 180 °C 烘烤试样屈服强度的贡献分别为 42、32、28 和 26 MPa。

表 2 各烘烤温度试样基体中 Zn 和 Mg 的浓度
Tab.2 Concentration of Zn and Mg in the matrixes at different baking temperature %

元素	w _B			
	120 °C	140 °C	160 °C	180 °C
Zn	0.83± 0.06	0.72± 0.04	0.54± 0.05	0.44± 0.03
Mg	0.53± 0.02	0.42± 0.03	0.21± 0.02	0.11± 0.01

图 6 为各烘烤温度试样的屈服强度构成分析示意图, 其中, σ_0 、 σ_{SS} 、 σ_P 、 σ_{GB} 、 σ_{Disl} 分别为纯 Al 的屈服强度及固溶强化、析出强化、晶界强化、位错强化的贡献。分析可得, 理论计算与试验结果基本吻合。180 °C 烘烤温度下的试样强度最高, 这源于位错强化的贡献较高。对于 Al-Zn-Mg-Cu 合金, 20% 的变形量造成位错的产生, 位错运动加剧。同时, η 相的数量增加也提升了位错与析出相相遇的概率。研究表明, 当位错遇到较大障碍物时会产生弯曲, 形成位错环并向外扩张, 以此来实现位错增殖。因此, 180 °C 烘烤温度下试样拥有较高的位错强

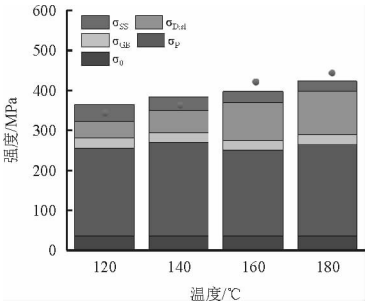


图 6 各烘烤温度试样的屈服强度构成分析示意图
Fig.6 Schematic diagram of yield strength composition for specimens at different baking temperatures

化, 对屈服强度的贡献最高。

3 结 论

(1) 随着烘烤温度升高, η' 相数量变化不明显, η 相略有增多。

(2) 烘烤温度的升高促使 Al-Zn-Mg-Cu 合金的屈服强度升高。当烘烤温度达到 180 °C 时, 屈服强度和抗拉强度分别为 436 MPa 和 521 MPa。

(3) 强化机制贡献的理论计算结果与试验结果基本吻合。180 °C 烘烤温度试样的高强度归因于位错强化机制对强度的贡献较高。

参 考 文 献

[1] 马鸣图, 毕祥玉, 游江海, 等. 铝合金汽车板性能及其应用的研究进展[J]. 机械工程材料, 2010, 34(6): 1-5.
[2] 潘占福, 李悦, 付林, 等. 轻量化技术在汽车上的应用[J]. 汽车工艺与材料, 2021, 5(11): 1-8.
[3] 钟奇, 施毅, 刘博. 铝合金在汽车轻量化中的应用[J]. 新材料产业, 2015(2): 23-27.
[4] NAKAI M, ETO T. New aspect of development of high strength aluminum alloys for aerospace applications[J]. Materials Science and Engineering, 2000, A285(1): 62-68.
[5] HEINZ A, HASZLER A, KERDEL C, et al. Recent development in aluminum alloys for aerospace application[J]. Materials Science and Engineering, 2000, A280(1): 102-107.
[6] HU W T, HOU L G, ZHANG Y S. Warm formability and post-forming microstructure/property of high strength AA7075-T6 Al alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2016, A675: 44-54.
[7] DEHGHANI K, NEKAHI A, MIRZAIE M A M. Optimizing the bake hardening behavior of Al7075 using response surface methodology[J]. Materials & Design, 2010, 31(4): 1 768-1 775.
[8] ABL-AKL R, MOHR D. Paint-bake effect on the plasticity and fracture of pre-strained aluminum 6451 sheets[J]. International Journal of Mechanical Science, 2017, 124-125: 68-82.
[9] JIANG Y F, DING H, CAI M H. Investigation into the hot forming-quenching integrated process with cold dies for high strength aluminum alloy[J]. Materials Characterization, 2019, 158: 109 967.
[10] MYHR O R, GRONG Ø, ANDERSEN S J. Modelling of the age hardening behaviour of Al-Mg-Si alloys[J]. Acta Materialia, 2001, 49: 65-75.
[11] MA K, WEN H W, HU T, et al. Mechanical behavior and strengthening mechanisms in ultrafine grain precipitation-strengthened aluminum alloy[J]. Acta Materialia, 2014, 62: 141-155.
[12] KAMAYA M, FONSECA D J Q, LI L M, et al. Local plastic strain measurement by EBSD[J]. Applied Mechanics and Materials, 2007, 7-8: 173-179.
[13] YAN Z F, WANG D H, HE X L, et al. Deformation behaviors and cyclic strength assessment of AZ31B magnesium alloy based on steady ratcheting effect[J]. Materials Science and Engineering, 2018, A723: 212-220.
[14] LI J G, LI H, LIANG Y, LIU P L, et al. The microstructure and mechanical properties of multi-strand, composite welding-wire welded joints of high nitrogen austenitic stainless steel[J]. Materials, 2019, 12: 2 944.

废料回炉比对 AlSi10MgFe 合金组织及性能的影响

袁际滨¹ 姜 博^{1,2} 杨婉婷¹ 吉泽升^{1,3} 胡茂良¹ 王 晔¹ 王云龙³ 张永冰³

(1.哈尔滨理工大学材料科学与化学工程学院; 2.哈尔滨理工大学先进制造智能化技术教育部重点实验室;
3.哈尔滨吉星机械工程有限公司)

摘 要 利用 AlSi10MgFe 合金废料与新料制备出不同废料回炉比的 AlSi10MgFe 合金,通过成分分析、物相分析、显微组织、力学性能以及断口形貌分析等,探究了铝料回炉比对 AlSi10MgFe 合金组织及力学性能的影响。结果表明,随着废料占比的增加,合金中条片状共晶 Si 的粗化程度和针状 β -Fe 相的面积分数增加。合金的抗拉强度呈现先上升后下降的趋势,伸长率整体呈下降趋势,硬度逐渐增加,合金逐渐趋向脆性断裂。另外,气孔在 β -Fe 相富集区形成。

关键词 AlSi10MgFe 合金;废料占比;微观组织;力学性能

中图分类号 TG146.21;TG249.2;TP311

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.011.013

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effects of Scrap Recycling Ratio on Microstructure and Properties of AlSi10MgFe Alloy

Yuan Jibin¹, Jiang Bo^{1,2}, Yang Wanting¹, Ji Zesheng^{1,3}, Hu Maoliang¹,
Wang Ye¹, Wang Yunlong³, Zhang Yongbing³

(1.School of Material Science and Chemical Engineering, Harbin University of Science and Technology;
2.Key Laboratory of Advanced Manufacturing and Intelligent Technology, Ministry of Education,
Harbin University of Science and Technology; 3.Jixing Mechanical Engineering Co., Ltd.)

Abstract: AlSi10MgFe alloys with different scrap recycle ratios were prepared using AlSi10MgFe alloy scrap and new alloy material. The influence of different scrap recycle ratios on microstructure and mechanical properties of AlSi10MgFe alloy was investigated through composition analysis, phase analysis, microstructure, mechanical properties and fracture morphology analysis. The results indicate that as the proportion of scrap increases, the coarsening degree of the lamellar eutectic Si and area fraction of needle-like β -Fe phase in the alloy are increased. The tensile strength of the alloy presents a tendency to rise firstly and then down, elongation tends to fall, and hardness is gradually increased, while the alloy gradually tends to brittle fracture. In addition, gas holes are generated at β -Fe-rich zone.

Key Words: AlSi10MgFe Alloy, Scrap Recycle Ratio, Microstructure, Mechanical Properties

铝合金作为一种可循环利用的再生资源,拥有极大的可回收性及再生效率^[1]。与初生铝坯料相比,完全由废料制成的再生铝可以将能耗和温室气体排放量减少 90% 以上^[2],再生铝的回收与利用具有重要意义^[3-8]。

国内外研究者对于铝合金的高效回收与利用进行了大量研究。LIN R 等^[9]使用飞机废铝直接重熔生产 7075 合金,并通过低 Cu 含量的 5xxx 系列铝合金进行成分调整。ZHOU B 等^[10]使用 7xxx 系列废铝为原料,

收稿日期:2022-12-11;**修改稿收到日期:**2023-01-09
基金项目:黑龙江省百千万工程科技重大专项资助项目(2021ZX05A02);国家重点研发计划资助项目(2019YFB2006500)
第一作者简介:袁际滨,男,1998 年出生,硕士研究生,哈尔滨(150080),E-mail:2367443615@qq.com
通信作者:姜博,男,1990 年出生,讲师,哈尔滨(150080),E-mail:jiangbo@hrbust.edu.cn
引用格式:袁际滨,姜博,杨婉婷,等. 废料回炉比对 AlSi10MgFe 合金组织及性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2023,43(11):1 512-1 517.
YUAN J B, JIANG B, YANG W T, et al. Effects of scrap recycling ratio on microstructure and properties of AlSi10MgFe alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(11):1 512-1 517.

[15] JUNG S H, LEE J S, KAWASAKI M. Effects of pre-strain on the aging behavior of Al 7075 alloy for hot-stamping capability[J]. Metals, 2018, 8: 137.

[16] ZHAO Y H, LIAO X Z, JIN Z, et al. Microstructures and mechanical properties of ultrafine grained 7075 Al alloy processed by ECAP and their evolutions during annealing[J]. Acta Materialia, 2004, 52: 4 589-4 599.

[17] DIXIT M, MISHRA R S, SANKARAN K K. Structure-property correlations in Al 7050 and Al 7055 high-strength aluminum alloys [J]. Materials Science and Engineering, 2008, A478: 163-172.

(编辑:栗万仲)