

半固态等温热处理对 7075 合金组织的影响

朱 成, 罗周梅, 王 瑞, 赵志浩
(东北大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819)

摘 要: 研究了半固态等温热处理过程中, 7075 合金由枝晶组织转变为非枝晶组织的演变机理, 并对比了半固态组织和铸态组织相组成的区别. 结果表明, 非枝晶组织的形成经过分枝特征的消失、晶界的平直化、晶界的弧状化与晶粒的长大 3 个阶段. 其中, 分枝特征的消失是由于位于二次枝晶臂的低熔点相熔化; 部分液相团聚被包裹于固相颗粒内部; 部分由枝晶通道流动至晶界处; 另一部分液相与枝晶网格的边界处液相汇合, 包裹着小固相颗粒. 7075 铸态枝晶组织与半固态组织的组成相相同, 都是由 α -Al, η (MgZn₂) 和 θ (Al₂Cu) 组成.

关 键 词: 半固态; 等温热处理; 7075 合金; 非枝晶; 组织
中图分类号: TG 166.3 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-3026(2018)12-1723-04

Effect of Semi-solid Isothermal Heat Treatment on Microstructure of 7075 Alloy

ZHU Cheng, LUO Zhou-mei, WANG Rui, ZHAO Zhi-hao
(School of Materials Science & Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China. Corresponding author: ZHAO Zhi-hao, E-mail: zzhepm@126.com)

Abstract: Microstructure evolution of 7075 alloy from dendrite to non-dendrite during semi-solid isothermal heat treatment was studied and the difference of the phase constituents between as-cast and semi-solid microstructure was also investigated. The results show that the formation of non-dendritic structures has three stages: the disappearance of branching characteristics, flattening grain boundaries, arcuating grain boundary and grain growth. The disappearance of branching characteristics is caused by the melt of the low-melting-temperature phases located in the secondary dendrite arm; the agglomeration of part liquid phase wrapped inside the solid particles, some liquid phase flowed from the dendrite channels to the grain boundaries and the other liquid phase lapped together to form new solid particles. The phase constituents of both as-cast and semi-solid microstructures in 7075 alloys are all α -Al, η (MgZn₂) and θ (Al₂Cu).

Key words: semi-solid; isothermal heat treatment; 7075 alloy; non dendrites; microstructure

半固态成形工艺因其具备凝固收缩少、组织均匀性好、材料利用率高等优点,是 21 世纪金属制造关键技术之一,其中,细小均匀的非枝晶近球形组织的坯料制备是该技术的基础与关键^[1-5]. 目前制备半固态坯料的方法中:近液相线法对熔体温度控制要求较高;应变诱发熔化激活法是利用变形合金的再结晶机制,过程较为复杂;电磁搅拌法设备复杂,需要耗费大量财力;而半固态等温热处理法省略了非枝晶坯料的制备步骤,设备简单,工艺过程简便、可行性高,获得了广泛应用并被众多学者研究.

但是关于半固态等温热处理过程中,铸态枝晶组织转变为非枝晶组织机理的看法尚不统一,研究表明^[6],在非枝晶组织变化过程初期是由大部分粗大的树枝晶二次枝晶臂合并成大块状,然后大块状晶在液相和固液界面曲率的作用下熔化分离成小块状. 杨明波等^[7]认为,在半固态等温热处理开始阶段,合金的枝晶分枝特征由于成分

均匀化消失而使晶粒形成团块状枝晶. 因此, 半固态等温热处理过程中铝合金内部非枝晶组织的演变需要系统研究.

本文以 7075 铝合金为研究对象, 分析了半固态等温热处理过程中, 7075 铝合金非枝晶组织的演变机理, 并对对比分析了半固态坯料凝固后组织与铸态组织相组成的区别.

1 实验材料和方法

实验所用材料为东北大学 EPM 实验室采用半连续铸造技术生产的直径为 152 mm 的 7075 铝合金铸锭, 取同一横截面距中心 36 mm 处尺寸为 15 mm × 15 mm × 15 mm 小试样若干. 用英国牛津仪器公司生产的落地式全谱直读光谱仪分析 7075 合金铸锭的化学成分, 结果如表 1 所示. 为了避免高温导致试样坍塌, 用内膛尺寸与试样相同、壁厚 1 mm 的铁坩埚置放试样, 内壁用钛白粉涂刷. 将坩埚放置于 KSL - 1100X - S 箱式电阻炉加热, 恒温误差为 ±1 ℃. 热处理温度由 495 ℃ 至 615 ℃, 保温时间 5 ~ 45 min, 热处理完成后取出试样快速放入水中冷却.

表 1 7075 铝合金的化学成分(质量分数)					
Table 1 Chemical compositions of 7075 alloy					%
(mass fraction)					
Zn	Mg	Cu	Cr	Ti	Al
5. 6	2. 48	1. 45	0. 241	0. 029	余量

试样经机械抛光后在室温条件下用混合酸溶液侵蚀 8 s, 混合酸溶液为 2 mL HF, 3 mL HCl, 5 mL HNO₃, 190 mL H₂O 的混合溶液, 用徕卡公司的 Leica 5000M 型金相显微镜观察试样的微观组织, 用 Image Pro Plus 软件统计合金的平均晶粒尺寸和固相率. 用 PANalytical 公司的 mpddy 2094 型 X 射线衍射仪进行合金的物相分析, Cu 靶, 电压 40 kV, 电流 100 mA, 扫描速度 2°/min.

2 结果与讨论

2.1 7075 合金的铸态组织

图 1 为光学显微镜下 7075 合金的原始铸态组织. 该铸态组织由呈灰色的基体相和在晶界或二次枝晶臂连续或间断分布的黑色相以及晶内颗粒状黑色相组成, 由图 5 铸态组织的 XRD 结果可知, 这些黑色相是由 η(MgZn₂), θ(Al₂Cu) 组成.

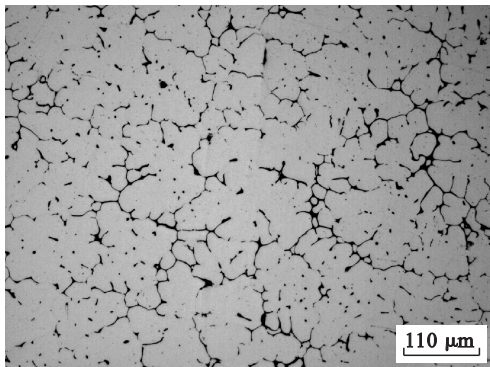


图 1 7075 合金铸态组织
Fig. 1 Microstructure of as-cast 7075 alloy

2.2 等温热处理过程中合金的组织演变

2.2.1 保温温度对 7075 合金组织演变的影响

图 2 所示为 7075 铝合金分别经过 495 ~ 615 ℃ 保温 5 min 后的微观组织. 由图 2a 可以看出, 495 ℃ 保温 5 min 后, 微观组织与铸态试样相差不大, 分枝特征依然显著, 只有局部位置观察到枝晶的熔断, 并呈现为团块状或长条状在晶粒内分布, 这是由于均匀化过程使枝晶间的低熔点相回熔于基体中. 由图 2b 可以看出, 535 ℃ 保温 5 min 后, 分枝特征几乎全部消失, 晶界连通程度较高, 此时, 晶粒形貌表现为不具有枝晶特征的不规则晶界的团块状大晶粒, 以及位于晶粒间由于枝晶熔化的过程中相互搭接形成的块状小晶粒. 这表明, 位于枝晶间隙内的低熔点相熔化后有 3 个去向: 部分枝晶间的液相团聚呈球状或块状被包裹在晶粒内部(图 2c 中 1); 部分液相熔化后由枝晶通道流动至晶界处, 与晶界处液相汇合(图 2c 中 2); 一部分液相与枝晶网格的边界处液相汇合, 包裹着小固相颗粒(图 2c 中 3).

随着保温温度逐渐提高至 615 ℃, 晶粒形貌呈多边形, 如图 2e 所示, 晶界平直化是由于界面曲率原因^[4], 降低系统能量. 并且在晶界由弯曲状逐渐变为平直状的过程中, 晶粒尺寸有所减小, 保温温度 615 ℃ 的固相颗粒尺寸比保温温度 535 ℃ 的小 6 μm, 约为 80 μm.

2.2.2 保温时间对 7075 合金组织演变的影响

图 3 为 615 ℃ 保温不同时间后 7075 铝合金的微观组织. 图 3 中的锯齿状或蜂窝状组织是热处理过程中液相在水淬后二次凝固形成, 晶内液相水淬后呈现出不规则的颗粒状. 由图 3b 与图 3c 可以看出, 在液相聚集处固相颗粒的晶界呈现出圆弧状, 被液相包围的晶粒呈现出椭球状. 图 3 表明, 随着保温时间的增加, 在晶界合并和 Ostwald 熟化机制^[8-9]共同作用下固相颗粒的尺

寸逐渐增大,同时,固相颗粒边界的弧状程度逐步增高。根据相关报道^[10-11],半固态成形的固相率可以是 20% ~ 90%,并且固相颗粒尺寸不宜过大。保温时间为 30 和 45 min 时合金的固相率分别为 79.9% 和 67.3%,处于上述范围之内,但保

温时间 45 min 的固相颗粒尺寸较大,约为 130 μm ,这比保温 30 min 固相颗粒尺寸大了 20 μm 。本文条件下,更适宜半固态成形加工的工艺条件是615 $^{\circ}\text{C}$,30 min。

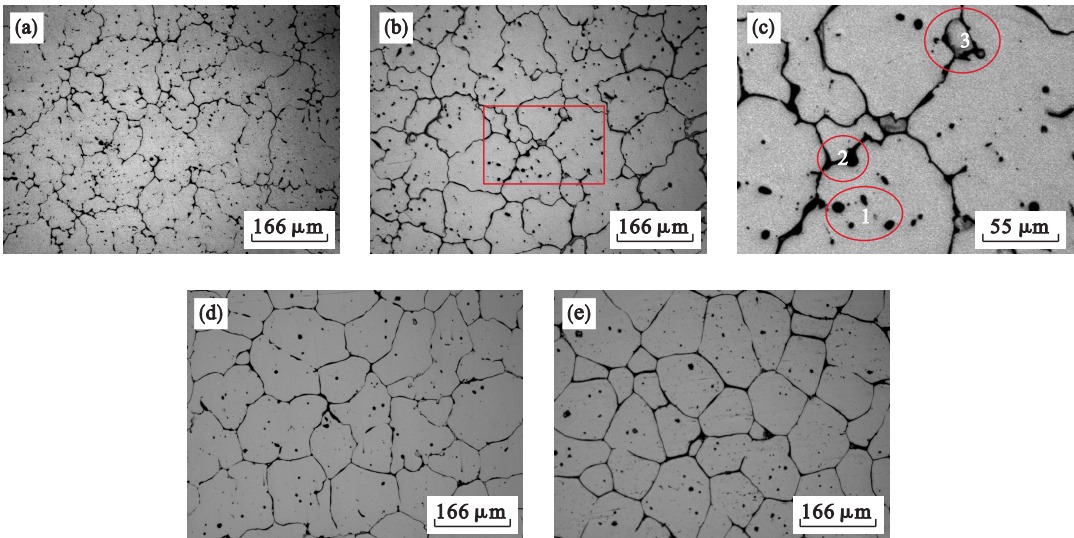


图 2 不同温度保温 5 min 后 7075 合金的微观组织
Fig. 2 Microstructures of 7075 alloy after isochronal heat treatment for 5 min at different temperatures
(a)—495 $^{\circ}\text{C}$; (b),(c)—535 $^{\circ}\text{C}$; (d)—575 $^{\circ}\text{C}$; (e)—615 $^{\circ}\text{C}$.

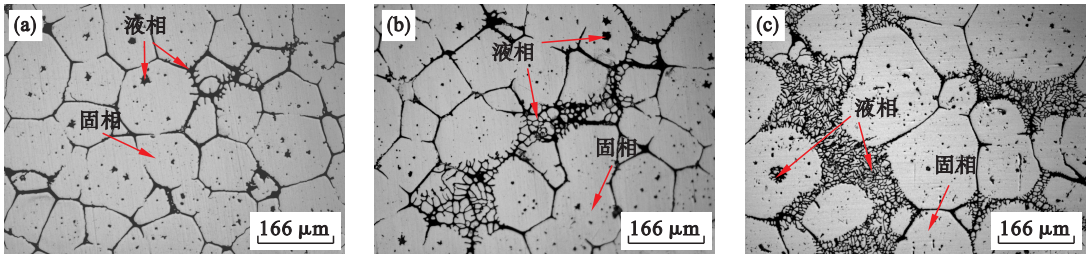


图 3 7075 合金在 615 $^{\circ}\text{C}$ 下保温不同时间后的微观组织
Fig. 3 Microstructures of 7075 alloy after isothermal heat treatment at 615 $^{\circ}\text{C}$ for different holding time
(a)—15 min; (b)—30 min; (c)—45 min.

为了明确分析铸态枝晶组织与半固态非枝晶组织的区别,用 SEM 观察铸态及 615 $^{\circ}\text{C}$,45 min

热处理后 7075 合金的微观组织如图 4 所示。可以看出,7075 合金的铸态组织枝晶特征明显,经过

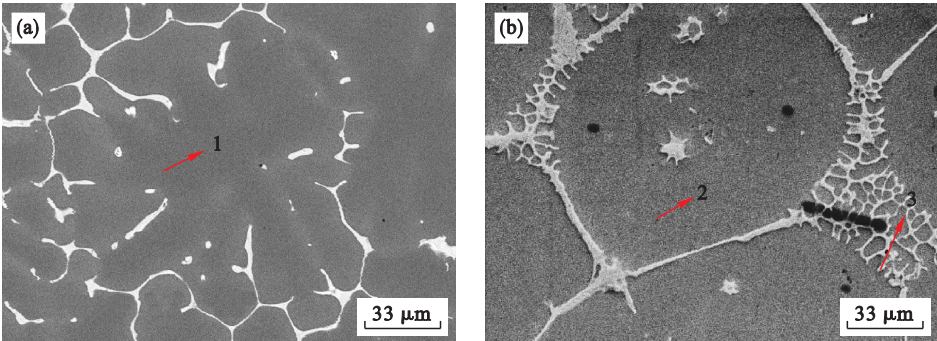


图 4 不同实验条件下 7075 合金的微观组织
Fig. 4 Microstructures of 7075 alloy under different experimental conditions
(a)—铸态; (b)—615 $^{\circ}\text{C}$,45 min.

615 ℃,45 min 等温热处理后,晶内分枝特征消失,并且在晶界交汇处组织呈现出蜂窝状,这与 OM 组织相对应.表 2 为图 4 中各点的 EDS 分析结果,对比点 1,2,3 的能谱结果可以看出,7075 铝合金经半固态等温热处理后固相颗粒 α_1 相中固溶元素的含量最少,液相水淬后的 α_2 相中固溶元素的含量最高,原始铸态组织 α 相中固溶元素含量居中.这表明,在等温热处理过程中合金组织的演变,是溶质扩散和界面张力双重因素影响的.

表 2 图 4 中各点的能谱分析结果				
Table 2 EDS results of different points in Fig. 4				
位置	质量分数/%			
	Zn	Mg	Cu	Al
点 1	5.60	3.18	2.89	88.33
点 2	4.27	2.07	1.91	91.75
点 3	7.46	4.11	3.20	85.23

为了分析铸态枝晶组织与半固态非枝晶组织的相组成的区别,用 XRD 检测铸态及 615 ℃,45 min 热处理后 7075 合金的相组成结果如图 5 所示.可以看出,7075 合金的铸态组织与经过 615 ℃,45 min 热处理后的半固态组织的相组成相同,由 $\alpha - \text{Al}$, $\eta(\text{MgZn}_2)$, $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ 相组成.

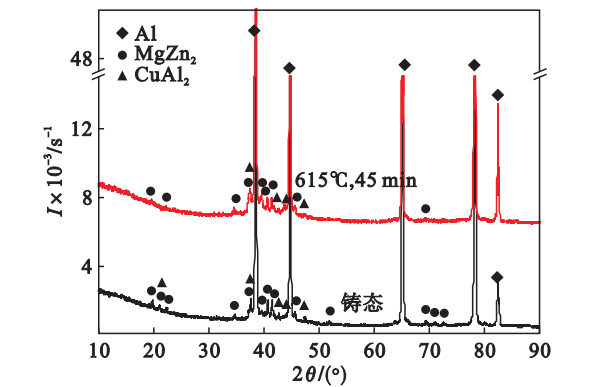


图 5 铸态及热处理后 7075 合金 X 射线衍射图谱

Fig. 5 XRD patterns of as-cast and heat treated 7075 alloy

3 结 论

1) 半固态等温热处理过程中,分枝特征的消失是由于位于二次枝晶臂的低熔点相熔化:部分液相团聚并被包裹于固相颗粒内部;部分由枝晶通道流动至晶界处;另一部分液相与枝晶网格的边界处液相汇合,包裹着小固相颗粒.

2) 7075 合金铸态组织与经过 615 ℃,45 min 热处理后的半固态组织皆由 $\alpha - \text{Al}$, $\eta(\text{MgZn}_2)$ 和 $\theta(\text{Al}_2\text{Cu})$ 相构成.

3) 本文实验条件下,经过 615 ℃,30 min 热处理后,7075 合金的固相率为 79.9% ,固相颗粒平均尺寸约为 110 μm ,该工艺优先作为 7075 铝合金半固态成形的热处理方案.

参考文献:

[1] Wang N,Zhou Z M,Lu G M. Microstructural evolution of 6061 alloy during isothermal heat treatment[J]. *Journal of Materials Science & Technology*,2011,27(1):8-14.

[2] Zhang Q Q,Cao Z Y,Zhang Y F,et al. Effect of compression ratio on the microstructure evolution of semisolid AZ91D alloy[J]. *Journal of Materials Processing Technology*,2007,184(1):195-200.

[3] Atkinson H V,Liu D. Microstructural coarsening of semi-solid aluminium alloys[J]. *Materials Science & Engineering A*,2008,496(1/2):439-446.

[4] Wang C C,Li Y Y,Chen W P,et al. Microstructure evolution of semi-solid 2024 alloy during two-step reheating process [J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*,2008,18(4):784-788.

[5] Wei L,Yang D,Quan G,et al. Microstructure evolution of semisolid Mg-2Zn-0.5Y alloy during isothermal heat treatment[J]. *Rare Metal Materials & Engineering*,2016,45(8):1967-1972.

[6] 李元东,郝远,闫峰云,等. AZ91D 镁合金在半固态等温处理中的组织演变[J]. *中国有色金属学报*,2001,11(4):571-575.

(Li Yuan-dong,Hao Yuan,Yan Feng-yun,et al. Structural evolution of AZ91D magnesium alloy during semi-solid isothermal heat treatment [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*,2001,11(4):571-575.)

[7] 杨明波,代兵,赵玮霖. 半固态等温热处理制备非枝晶组织合金坯料的研究进展[J]. *材料导报*,2004,18(sup3):56-59.

(Yang Ming-bo,Dai Bing,Zhao Wei-lin. Research and development of nondendritic structure alloy slurry producing using semi-solid isothermal treatment[J]. *Materials Review*,2004,18(sup3):56-59.)

[8] Cao M,Wang Z, Zhang Q. Microstructure-dependent mechanical properties of semi-solid copper alloys [J]. *Journal of Alloys and Compounds*,2017,715(8):413-420.

[9] Jiang H T,Li M Q. Grain growth of Al-4Cu-Mg alloy during isothermal heat treatment [J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*,2006,13(1):67-72.

[10] Zhang L,Cao Z Y,Liu Y B. Microstructure evolution of semi-solid Mg-14Al-0.5Mn alloys during isothermal heat treatment[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*,2010,20(7):1244-1248.

[11] Martin C L,Kumar P,Brown S. Constitutive modeling and characterization of the flow behavior of semi-solid metal alloy slurries—I. The flow response[J]. *Acta Metallurgica et Materialia*,1994,42(11):3595-3602.