

# 深冷处理对 7050 铝合金尺寸稳定性及断裂韧性的影响

刘轩之<sup>1,2</sup>, 翁泽钜<sup>1,3</sup>, 王凯凯<sup>1</sup>, 顾开选<sup>1</sup>, 蔡惠坤<sup>3</sup>, 王俊杰<sup>1,2</sup>

(1. 中国科学院 低温工程学重点实验室(理化技术研究所), 北京 100190;

2. 中国科学院大学, 北京 100049; 3. 厦门大学 航空航天学院, 福建 厦门 361005)

**摘要:** 研究了不同深冷处理工艺对 7050 铝合金尺寸稳定性和断裂韧性的影响。采用圆环开口方法对尺寸稳定性进行评价, 对比了不同深冷处理工艺对尺寸稳定性的改善效果, 从材料析出的角度分析了提高尺寸稳定性的深冷处理机理, 并对微观组织的变化进行了分析。通过研究探索出了 7050 铝合金的最佳深冷处理工艺为  $-150\text{ }^{\circ}\text{C} \times 24\text{ h} \times 2$  次, 尺寸稳定性提高了 77.9%, 同时断裂韧性提高 13.42%。

**关键词:** 7050 铝合金; 尺寸稳定性; 深冷处理; 圆环开口; 断裂韧性

**中图分类号:** TG156.91 **文献标志码:** A **文章编号:** 0254-6051(2019)09-0103-05

## Effect of cryogenic treatment on dimensional stability and fracture toughness of 7050 aluminum alloy

Liu Xuanchi<sup>1,2</sup>, Weng Zeju<sup>1,3</sup>, Wang Kaikai<sup>1</sup>, Gu Kaixuan<sup>1</sup>, Cai Huikun<sup>3</sup>, Wang Junjie<sup>1,2</sup>

(1. CAS Key Laboratory of Cryogenics, Technical Institute of Physics and Chemistry, Beijing 100190, China;

2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China;

3. School of Aerospace Engineering, Xiamen University, Xiamen Fujian 361005, China)

**Abstract:** Effect of cryogenic treatment with different processes on the dimensional stability and fracture toughness of 7050 aluminum alloy was investigated. The effect of dimensional stability was evaluated by ring opening method. Compared with the different results of cryogenic treatment processes, the mechanism of dimensional stability was analyzed from the perspective of the residual stress. At the same time, the variational microstructure of 7050 aluminum alloy during treatment was analyzed. The results show that the best cryogenic treatment process of 7050 aluminum alloy is  $-150\text{ }^{\circ}\text{C} \times 24\text{ h}$  with 2 times, while the dimensional stability is increased by 77.9% and the fracture toughness is increased by 13.42%.

**Keywords:** 7050 aluminum alloy; dimensional stability; cryogenic treatment; ring opening; fracture toughness

7050 高强铝合金具有比强度高、加工性能好等特点, 广泛应用于航空、航天等领域。然而航空铝合金零部件由于尺寸大(机翼 20 ~ 30 m)、结构复杂、加工去除量大(90%以上)等, 尺寸稳定性问题非常突出, 成为了航空领域亟待攻克的“卡脖子”技术<sup>[1-2]</sup>。此外, 随着航空航天的发展, 断裂韧性也已成为高强铝合金应用推广过程的性能短板。因此, 在不改变材料成分的基础上采用有效的工艺手段提升高强铝合金的尺寸稳定性和断裂韧性具有重要的意义<sup>[3-4]</sup>。

残余应力以及微观组织的稳定性是影响铝合金尺寸稳定性和断裂韧性的主要因素。铝合金在传统制造

过程中, 包括铸造、锻造、轧制、热处理以及机加工均会产生残余应力, 从而导致材料尺寸不稳定; 组织中不稳定相的存在同样会促使铝合金宏观尺寸不稳定, 并降低断裂韧性。深冷处理是将材料置于一定的低温环境下(通常为  $-100\text{ }^{\circ}\text{C} \sim -196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) 通过材料低温下微观组织的转变来实现宏观性能的提升。研究表明深冷处理能够有效提高材料的力学性能<sup>[5-8]</sup>, 降低残余应力<sup>[9]</sup>。

## 1 试验材料与方法

试验原材料选择 7050 铝合金轧制板材, 其主要化学成分如表 1 所示。

表 1 7050 铝合金化学成分(质量分数, %)  
Table 1 Chemical composition of the 7050 aluminum alloy( mass fraction, % )

Zn	Cu	Mg	Al
5.6 ~ 6.7	2.0 ~ 2.6	1.9 ~ 2.6	余量

深冷处理选择不同的深冷温度、保温时间和循环

收稿日期: 2019-03-26

基金项目: 国家自然科学基金(51805521); 中国科学院青年创新促进会(2016021)

作者简介: 刘轩之(1995—), 男, 硕士研究生, 主要从事材料深冷处理研究, E-mail: liuxzfighting@163.com。通讯作者: 顾开选, 副研究员, 博士, 主要从事材料深冷处理改性研究, E-mail: gukaixuan@mail.ipc.ac.cn

DOI: 10.13251/j.issn.0254-6051.2019.09.020

次数进行对比,加热温度为 150 °C 保温 3 h,其中升降温速率为 2 °C/min,避免热冲击对试样产生影响;循环处理过程中温度变化至 20 °C 时保温 30 min,从而使得升降温过程中温度更加均匀。具体工艺及编号如表 2 所示。

表 2 7050 铝合金深冷处理工艺参数  
Table 2 Processing parameters of cryogenic treatment of the 7050 aluminum alloy

工艺编号	深冷温度/°C	深冷保温时间/h	加热温度/°C	加热保温时间/h	循环次数
0					未深冷处理
1	-100	12	150	3	1
2	-150	24	150	3	2
3	-196	36	150	3	3
4	-100	24	150	3	3
5	-150	36	150	3	1
6	-196	12	150	3	2
7	-100	36	150	3	2
8	-150	12	150	3	3
9	-196	24	150	3	1

尺寸稳定性采用奥金格提出的圆环开口方法,通过开口后的尺寸变化率对不同工艺处理后的圆环尺寸稳定性进行评价,尺寸变化率小说明圆环内部残余应力较低,表示材料的尺寸稳定较好<sup>[10-13]</sup>。在室温下采用 CMT500 电子万能拉伸试验机,按照 GB/T 4161—2007《金属材料平面应变断裂韧性  $K_{IC}$  试验方法》标准进行断裂韧性检测,断裂韧性试样尺寸如图 1 所示,每组工艺包含 3 个测试试样,取平均值作为最终结果。

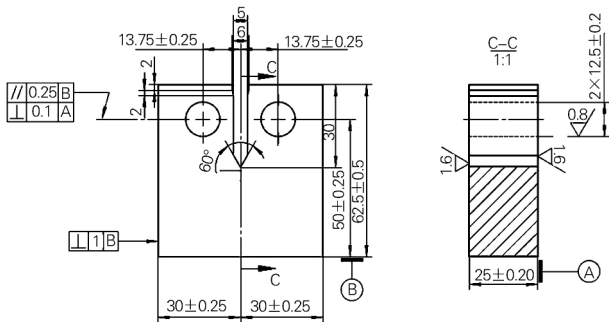


图 1 断裂韧性试样尺寸图

Fig. 1 Size diagram of fracture toughness specimen

采用巴赫淬火膨胀仪(D805L)记录不同工艺中铝合金试样在后续时效过程(120 °C × 4 h)中的膨胀曲线,试样尺寸为  $\phi 4$  mm × 10 mm,冷却介质为  $N_2$ ,升降温速率均为 10 °C/s。采用光学显微镜(OM)和扫描电

镜(SEM)对不同工艺处理后的微观组织进行观察,试样依次用 600、800、1000、1200、1500 和 2000 目砂纸顺序研磨,然后用 0.5  $\mu$ m 金刚石研磨膏抛光至镜面(转速 300 r/min),之后用电解液(酒精:高氯酸:甘油 = 17:2:1)对试样进行电解抛光,然后采用 2% HF + 3% HCl + 5% HNO<sub>3</sub> + 190% 蒸馏水的混合溶液腐蚀试样 30 s。

## 2 试验结果及讨论

### 2.1 深冷处理对 7050 铝合金尺寸稳定性的影响

不同工艺处理后圆环开口尺寸变化率随时间变化对比结果如图 2 所示。从图 2(a)中可以看出,深冷处理后的圆环尺寸变化率普遍要比未经深冷处理的小。不同的工艺会有不同的效果,深冷温度、保温时间、循环次数等工艺参数对结果均有重要的影响。其中经 -100 °C × 12 h, 1 次(工艺 1)、-150 °C × 24 h, 2 次(工艺 2)及 -100 °C × 36 h, 2 次(工艺 7)处理后圆环开口尺寸变化率相对较小,效果最佳。针对优化后的工艺进一步采用圆环开口法进行验证,结果如图 2(b)所示,可以看出圆环试样在开口后的尺寸不再随时间变化。验证试验的结果与工艺优化结果一致,其中经 -150 °C × 24 h, 2 次(工艺 2)处理尺寸变化率最小,较未深冷试样(工艺 0)尺寸变化率降低了 77.9%,尺寸稳定性得到了明显提高,为本次试验的最佳深冷工艺。7050 铝合金材料在热处理、机加工等过程中会产

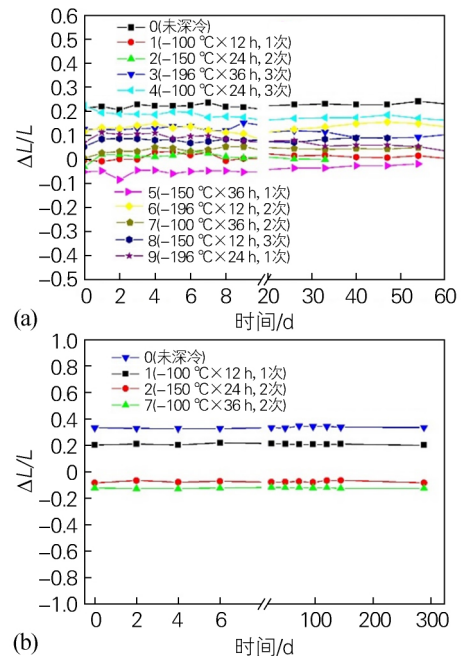


图 2 不同工艺处理后 7050 合金圆环开口的尺寸变化  
Fig. 2 Dimensional variations of the 7050 aluminum alloy opening rings treated by different processes

生较大的残余应力<sup>[14-16]</sup>,该结果表明,深冷处理能明显地降低圆环的宏观残余应力,从而使得材料的尺寸稳定性得到提高<sup>[17-22]</sup>。

## 2.2 深冷处理对7050铝合金断裂韧性的影响

7050铝合金断裂韧性测试结果如图3所示。从图3中可以看出,不同工艺处理后7050铝合金的断裂韧性均有一定的改善。深冷处理能改善7050铝合金材料的断裂韧性,主要是由于在深冷处理过程中材料微观应力得到了一定的释放,同时促进晶粒内部沉淀析出弥散细小的析出相,从而引起了材料断裂韧性的提高<sup>[23-24]</sup>。经工艺3、6、9处理后材料的断裂韧性提高不是很大,可见-196℃并非7050铝合金理想的深冷处理温度。而工艺2对7050铝合金断裂韧性的提高幅度最大,为13.42%。

## 2.3 深冷处理对7050铝合金微观结构的影响

采用光学显微镜(OM)和扫描电镜(SEM)对工艺0和工艺2处理后的试样进行表征,如图4所示。与深冷处理前相比,深冷处理后铝合金的析出相增多,呈弥散分布,且在晶界处更加明显。时效析出相的数量很大程度上取决于溶质原子的扩散率和驱动力,晶界具有丰富的空位和溶质原子,可以为时效析出物提供均匀的成核位点。然而,由于空位机制,晶粒边界附近通常形成无沉淀区(PFZs),由图4可以看出,未经深

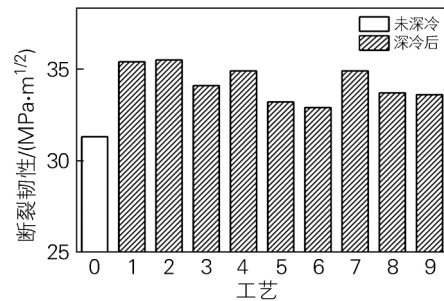


图3 不同工艺处理后7050铝合金断裂韧性测试结果  
Fig.3 Fracture toughness of the 7050 aluminum alloy treated by different processes

冷处理的试样晶界上的析出相较少,深冷处理后晶界析出相明显增多<sup>[7]</sup>。

为探究深冷处理对7050铝合金析出的影响,采用膨胀仪记录不同工艺处理后铝合金试样在120℃时效过程中的膨胀曲线,如图5所示。受时效过程中试样析出行为的影响,膨胀曲线随之发生增大或减小。一般认为,试样析出程度越深,则膨胀曲线下降幅度越大<sup>[24-27]</sup>。由图5可以看出,与未深冷处理(工艺0)相比,一次深冷(工艺1)后时效过程中膨胀曲线的析出程度减小,说明相比未经深冷处理的试样,经一次深冷处理后铝合金的析出相对更加充分,组织相对更加稳定;类似地,经两次深冷处理(工艺2)后,时效过程中

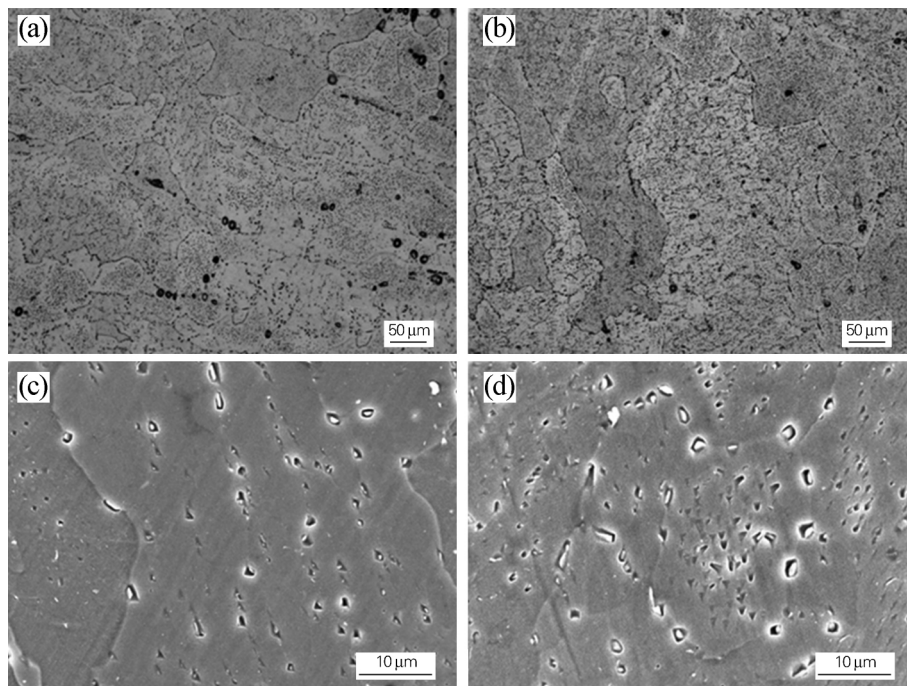


图4 不同工艺处理后7050铝合金的微观组织  
(a c) 工艺0; (b d) 工艺2

Fig.4 Microstructure of the 7050 aluminum alloy treated by different processes  
(a c) process 0; (b d) process 2

膨胀曲线略有下降,且在时效过程中组织倾向于较为稳定的状态,这表明第一次及第二次深冷处理之后,组织的析出行为已进行得比较充分,经过第二次时效处理后组织进一步稳定化,组织中继续析出一部分析出物。由第二次深冷处理后的时效膨胀曲线可知,铝合金组织整体呈现较为稳定的状态<sup>[25]</sup>。结合图4可知,试样在经过深冷处理后组织中析出相显著增加,膨胀曲线结果也从另一角度印证了不同工艺处理后微观组织的演变结果。

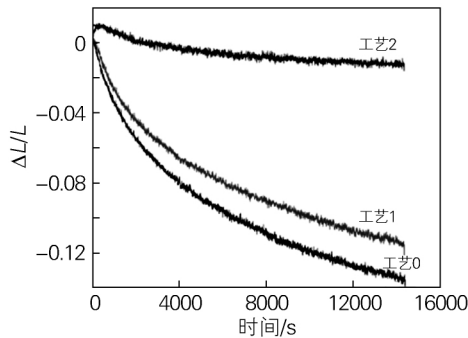


图5 不同工艺处理后铝合金试样在120 °C时效过程中的膨胀曲线

Fig. 5 Expansion curves of aluminum alloy specimens treated by different processes during aging at 120 °C

7050合金时效过程中强化相的沉淀顺序为过饱和 $\alpha$ 固溶体 $\rightarrow$ GP区 $\rightarrow\eta'$ 相 $\rightarrow\eta$ 相,7050合金的微观组织是由铝基体和晶界内析出相组成。低温下晶格收缩会促使沉淀的形成,促进过渡状态 $\eta'$ 阶段变换到稳定 $\eta$ 阶段。多次深冷和时效处理可以进一步促进 $\eta$ 阶段的析出,同时促使晶格调整来释放内应力<sup>[28]</sup>。减少7050合金的亚稳态 $\eta'$ 相有利于提高合金的尺寸稳定性<sup>[7]</sup>。另外,由于析出物会影响位错的运动方式和基体的强度变化,引起位错稳定性的提高,使得位错运动需要更高的外应力,断裂前便会消耗更多的能量。析出相粗化,位错不能切过而是绕过,变形会更加均匀,对断裂韧性有利。这些粗大析出相的出现,导致基体和晶界的强度差异降低,晶界处具有较高的变形抗力,从而提高断裂韧性<sup>[29-31]</sup>。

### 3 结论

1) 深冷处理能够提高7050铝合金的尺寸稳定性,其改善效果与处理工艺有关。经最佳深冷工艺(-150 °C × 24 h 2次)处理后,7050铝合金尺寸稳定性提高77.9%。

2) 深冷处理能够提高7050铝合金的断裂韧性,经最佳深冷工艺(-150 °C × 24 h 2次)处理后,7050

铝合金断裂韧性提高13.42%。

3) 深冷处理作为一种新型材料改性技术,可以同时提高铝合金的尺寸稳定性与断裂韧性。这主要是由于深冷处理使得7050铝合金材料中的残余应力提前得到释放,同时促使微观组织析出相的增加,从而提高材料的尺寸稳定性与断裂韧性。

#### 参考文献:

- [1] 王东,马宗义. 轧制工艺对7050铝合金显微组织和力学性能的影响[J]. 金属学报,2008,44(1): 49-54.  
Wang Dong, Ma Zongyi. Effects of rolling process on microstructure and mechanical property of 7050 aluminum alloy [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2008, 44(1): 49-54.
- [2] 徐戊娇,龚利华,王玉松,等. 强化固溶对7050铝合金组织与性能的影响[J]. 金属热处理,2015,40(4): 57-61.  
Xu Wujiao, Gong Lihua, Wang Yusong, et al. Effect of strengthening-solid-solution on microstructure and properties of 7050 aluminum alloy [J]. Heat Treatment of Metals, 2015, 40(4): 57-61.
- [3] M·J·亨金, N·X·洛克申. 精密机械制造与仪器制造中金属与合金的尺寸稳定性[M]. 北京: 科学出版社,1981.
- [4] 张红,顾开选,郭嘉,等. 一种提高尺寸稳定性的新工艺—深冷处理[J]. 金属加工(热加工),2015(5): 86-87.  
Zhang Hong, Gu Kaixuan, Guo Jia, et al. A new technology to improve dimensional stability-cryogenic treatment [J]. Machinist Metal Forming, 2015(5): 86-87.
- [5] 晋芳伟,黄晓因. 深冷处理对Al-Si合金组织和力学性能的影响[J]. 金属热处理,2005,30(8): 55-57.  
Jin Fangwei, Huang Xiaoyin. Effect of cryogenic treatment on the microstructure and mechanical properties of Al-Si alloy [J]. Heat Treatment of Metals, 2005, 30(8): 55-57.
- [6] 陈鼎,黎文献. 铝和铝合金的深冷处理[J]. 中国有色金属学报,2000,10(6): 891-895.  
Chen Ding, Li Wenxian. Cryogenic treatment of aluminum and aluminum alloys [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2000, 10(6): 891-895.
- [7] Kaixuan G, Kaikai W, Liubiao C, et al. Micro-plastic deformation behavior of Al-Zn-Mg-Cu alloy subjected to cryo-cycling treatment [J]. Materials Science and Engineering A, 2018, 742: 672-679.
- [8] Araghchi M, Mansouri H, Vafaei R. Influence of cryogenic thermal treatment on mechanical properties of an Al-Cu-Mg alloy [J]. Materials Science and Technology, 2017, 34(4): 468-472.
- [9] 王秋成,柯映林. 深冷处理消除7050铝合金残余应力的研究[J]. 浙江大学学报,2003,37(6): 748-751.  
Wang Qiucheng, Ke Yinglin. Relief of residual stresses in 7050 aluminum alloy by deep cryogenic treatment [J]. Journal of Zhejiang University, 2003, 37(6): 748-751.
- [10] 张红,王俊杰,郭嘉,等. 深冷处理对铝合金2A11尺寸稳定性的影响[J]. 热加工工艺,2005,38(20): 133-137.  
Zhang Hong, Wang Junjie, Guo Jia, et al. Effect of cryogenic treatment on dimensional stability of Al alloy 2A11 [J]. Hot Working Technology, 2005, 38(20): 133-137.

- [11] 王旭, 吴私, 王晨充. 热处理工艺对 2A12 合金微观组织与尺寸稳定性的影响[J]. 材料热处理学报, 2011, 32(S1): 41-45.  
Wang Xu, Wu Si, Wang Chenchong. Effect of heat treatment process on microstructure and dimensional stability of 2A12 aluminum alloy [J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2011, 32(S1): 41-45.
- [12] Araghchi M, Mansouri H, Vafaei R, et al. A novel cryogenic treatment for reduction of residual stresses in 2024 aluminum alloy [J]. Materials Science and Engineering A, 2017, 689: 48-52
- [13] 孙东立, 杨峰, 武高辉. 尺寸稳定性评定的新方法——圆环开口法的初步尝试[J]. 理化检验(物理分册), 1999(10): 447-448.  
Sun Dongli, Yang Feng, Wu Gaohui. A new method for evaluation of dimension Al stability—open ring method [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part A: Physical Testing), 1999(10): 447-448.
- [14] Bensely A, Venkatesh S, Mohan Lal D, et al. Effect of cryogenic treatment on distribution of residual stress in case carburized En 353 steel [J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 479(1): 229-235.
- [15] Senthilkumar D, Rajendran I, Pellizzari M, et al. Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2011, 211(3): 396-401.
- [16] Surberg C H, Stratton P, Lingenhölle K. The effect of some heat treatment parameters on the dimensional stability of AISI D2 [J]. Cryogenics, 2008, 48(1): 42-47.
- [17] 顾开选, 张红, 王俊杰, 等. 深冷处理对 40CrNiMoA 合金结构钢组织和性能的影响[J]. 热加工工艺, 2012, 41(18): 189-191.  
Gu Kaixuan, Zhang Hong, Wang Junjie, et al. Effect of cryogenic treatment on microstructure and properties of 40CrNiMoA steel [J]. Hot Working Technology, 2012, 41(18): 189-191.
- [18] 李士燕, 刘秀芝. 深冷处理对轴承稳定性影响的研究[J]. 甘肃工业大学学报, 2001, 27(2): 17-19.  
Li Shiyan, Liu Xiuzhi. Investigation of the influence of cryogenic treatment on the stability of bearings [J]. Journal of Gansu University of Technology, 2001, 27(2): 17-19.
- [19] 段春争, 王敏杰. 高速钢循环深冷处理后的显微组织和力学性能[J]. 金属热处理, 2008, 33(3): 90-93.  
Duan Chunzheng, Wang Minjie. Microstructure and mechanical properties of high speed steel after cyclic cryogenic treatment [J]. Heat Treatment of Metals, 2008, 33(3): 90-93.
- [20] Simranpreet Singh Gill, Jagdev Singh, Rupinder Singh, et al. Metallurgical principles of cryogenically treated tool steels—a review on the current state of science [J]. International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 2011, 54(1/4): 59-82.
- [21] 陈峙, 董良, 闫献国, 等. 深冷回火处理对 YG8 硬质合金耐磨性的影响[J]. 金属热处理, 2018, 43(11): 135-140.  
Chen Zhi, Dong Liang, Yan Xianguo, et al. Wear resistance of cryogenic treated and tempered YG8 cemented carbides [J]. Heat Treatment of Metals, 2018, 43(11): 135-140.
- [22] 董良, 闫献国, 陈峙, 等. 深冷处理对 W6Mo5Cr4V2 高速钢硬度和冲击性能的影响[J]. 金属热处理, 2018, 43(12): 151-155.  
Dong Liang, Yan Xianguo, Chen Zhi, et al. Influence of cryogenic treatment on hardness and impact toughness of W6Mo5Cr4V2 high speed steel [J]. Heat Treatment of Metals, 2018, 43(12): 151-155.
- [23] 李江, 李付国, 薛凤梅, 等. 7050 高强铝合金断裂韧性及其影响因素研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2013, 42(9): 1921-1925.  
Li Jiang, Li Fuguo, Xue Fengmei, et al. Fracture toughness and influencing factor for 7050 high strength aluminum alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2013, 42(9): 1921-1925.
- [24] 韩念梅, 张新明, 刘胜胆, 等. 固溶处理对 7050 铝合金强度和断裂韧性的影响[J]. 中南大学学报(自然科学版), 2012, 43(3): 855-863.  
Han Nianmei, Zhang Xinming, Liu Shengdan, et al. Influence of solution heat treatment on strength and fracture toughness of aluminum alloy 7050 [J]. Journal of Central South University, 2012, 43(3): 855-863.
- [25] Wang K, Tan Z, Gao G, et al. Ultrahigh strength-toughness combination in Bainitic rail steel: The determining role of austenite stability during tempering [J]. Materials Science and Engineering A, 2016, 662: 162-168.
- [26] Podder A S, Bhadeshia H K D H. Thermal stability of austenite retained in bainitic steels [J]. Materials Science and Engineering A, 2010, 527(7/8): 2121-2128.
- [27] Gao G, Zhang H, Gui X, et al. Tempering behavior of ductile 1700 MPa Mn-Si-Cr-C steel treated by quenching and partitioning process incorporating bainite formation [J]. Journal of Materials Science and Technology, 2015, 31(2): 199-204.
- [28] 韩念梅, 张新明, 刘胜胆, 等. 预拉伸对 7050 铝合金断裂韧性的影响[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(11): 2088-2093.  
Han Nianmei, Zhang Xinming, Liu Shengdan, et al. Effect of prestretching on fracture toughness of 7050 aluminum alloy [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(11): 2088-2093.
- [29] 钱士强, 李曼萍, 严敏杰, 等. 深冷处理对 ZL201 铝合金短时时效析出的影响[J]. 上海工程技术大学学报, 2001, 15(4): 257-262.  
Qian Shiqiang, Li Manping, Yan Minjie, et al. The influence of cryogenic treatment on short-ageing in supersaturated ZL201 aluminum alloy [J]. Journal of Shanghai University of Engineering Science, 2001, 15(4): 257-262.
- [30] 宁爱林, 刘志义, 冯春, 等. 铝合金回归再时效状态的超峰时效强度行为分析[J]. 金属学报, 2006, 42(12): 1253-1258.  
Ning Ailin, Liu Zhiyi, Feng Chun, et al. Analysis on the behavior of exceeding peak aging strength of aluminum alloy at condition of retrogression and reaging [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2006, 42(12): 1253-1258.
- [31] 陈文思, 李春宇, 刘亮, 等. 7A04 铝合金深冷处理的组织和性能研究[J]. 现代机械, 2012(6): 80-82.  
Chen Wensi, Li Chunyu, Liu Liang, et al. The study of cryogenic process in 7A04 aluminum alloy [J]. Modern Machinery, 2012(6): 80-82.