

Influence of Solution Treatment Process Parameters on Semi-Solid 7075 Al Alloy Slurry

Yafei Kong, Xiaoyun Guo, Shuwen He, Mengjie Shi, Bin Yang*

School of Material Science and Engineer, Henan University of Science and Technology, Luoyang Henan
Email: *yang_bin19@163.com

Received: Oct. 8th, 2016; accepted: Oct. 30th, 2016; published: Nov. 2nd, 2016

Copyright © 2016 by authors and Hans Publishers Inc.
This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).
<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

The semi-solid slurry of 7075 aluminum alloy was prepared by inverted cone-shaped pouring channel process, and the influence of process parameters on the microstructure evolution of 7075 aluminum alloy slurry during solution treatment was investigated. The results shows that when the solution temperature was between 460°C - 475°C, and the solution time was between 1 h - 6 h, as the solution temperature and solution time increased, the dissolution of secondary phase particles in the matrix of slurry was significantly enhanced, and the size of the primary α -Al was still small with a slightly reduce of shape factor. When the solution temperature was above 490°C, the size of the primary α -Al was significantly enhanced and the grain remelting appeared. The increase in grain growth rate was ascribed to the dissolution of secondary phase particles, whose inhibiting effect on grain boundary migration decreased. When the solution temperature was 475°C, as the solution time increased, the dissolution of secondary phase particles was more obvious.

Keywords

7075 Al Alloy, Solution Treatment, Secondary Phase, Microstructure

固溶处理对半固态7075铝合金浆料组织的影响

孔亚非, 郭孝云, 和淑文, 师梦杰, 杨 斌*

河南科技大学材料科学与工程学院, 河南 洛阳

*通讯作者。

Email: *yang_bin19@163.com

收稿日期: 2016年10月8日; 录用日期: 2016年10月30日; 发布日期: 2016年11月2日

摘要

本文采用锥形管浇注流变成形技术制备了半固态7075铝合金浆料, 并研究了不同的固溶处理工艺对浆料组织的影响规律。结果表明, 当固溶温度在460~475℃之间, 固溶时间在1~6 h时, 随着固溶温度的提高和固溶时间的延长, 浆料组织中的第二相粒子逐渐的溶入基体中, 初生晶粒的合并和长大现象并不明显。当固溶温度超过490℃时, 组织中出现了较多的晶粒重熔及过烧现象, 并出现了较多的晶粒异常长大和合并。晶粒的异常长大主要是由于组织中的晶界析出相在较高固溶温度下的快速溶解。当固溶温度为475℃时, 随着固溶时间的延长, 组织中的第二相粒子的溶解现象更加明显。

关键词

7075铝合金, 固溶处理, 第二相, 显微组织

1. 引言

高质量的半固态合金浆料的制备是半固态流变成形技术应用的基础和关键[1] [2] [3] [4]。为了适应现代化工业生产的需要, 新型的半固态流变成形工艺要求在获得高质量浆料的同时, 尽可能地通过合理的热处理工艺使流变成形制件获得更高的力学性能[5] [6] [7] [8]。

作为航空、航天广泛应用的高强度铝合金, 7 系超高强度铝合金是现代化生产中以铸代锻、轻量化目标的理想材料[9] [10] [11] [12]。近年来, 越来越多的学者开始研究将半固态流变成形工艺应用于 7 系铝合金, 并开发出了很多新型的流变成形工艺。然而由于 7 系铝合金的多元合金性质, 导致在固溶处理及时效析出过程中的强化相复杂多变, 目前关于 7075 铝合金的热处理强化机制的研究多集中于轧制态合金, 对于铸态及半固态 7075 铝合金的热处理强化机理研究较少, 铸态条件下 7075 铝合金的热处理强化机制以及强化相的构成目前并无较为统一的认识。这对半固态流变成形 7 系铝合金的推广和应用带来了阻碍。针对这一问题, 本文初步探讨了不同的固溶温度及固溶时间对半固态 7075 合金浆料组织的影响规律, 研究结果可为优化半固态 7 系铝合金的热处理工艺, 揭示铸态 7 系铝合金的热处理强化机制提供参考。

2. 试验方法

试验合金为商用 7075 铝合金, 其化学成分(质量分数)为: 5.9%的 Zn, 2.2%的 Mg, 1.7%的 Cu, 0.35%的 Fe, 0.1%的 Si, 余量为 Al。该铝合金的理论液相线温度为 635℃, 固相线温度为 477℃。试验所用制备半固态铝合金浆料的锥形管长度为 400 mm, 内壁锥度 4°, 出口内径 20 mm。半固态 7075 铝合金浆料的制备装置如图 1 所示。浆料收集装置采用不锈钢坩埚, 其尺寸为 $\Phi 80$ mm \times 150 mm。在浇注之前, 锥形管和收集坩埚均为室温。7075 铝合金浇注温度为 660℃, 合金浇注完毕后立即坩埚连同浆料一起淬火, 以保存高温浆料组织。之后采用电火花切割机从锭坯上取若干 10 \times 10 \times 10 mm 的样品进行固溶处理, 固溶处理在箱式电阻炉内进行, 固溶温度分别为 460℃、475℃、490℃、500℃, 固溶时间分别为 1 h、2 h、4 h、6 h。固溶处理前后的试样经过机械抛光之后, 用体积分数为 0.5%的 HF 水溶液进行浸蚀, 在 Neuphoto 光学显微镜下观察组织形貌, 在 Neuphoto 光学显微镜下观察组织形貌, 初生 α -Al 晶粒直径用显微镜直

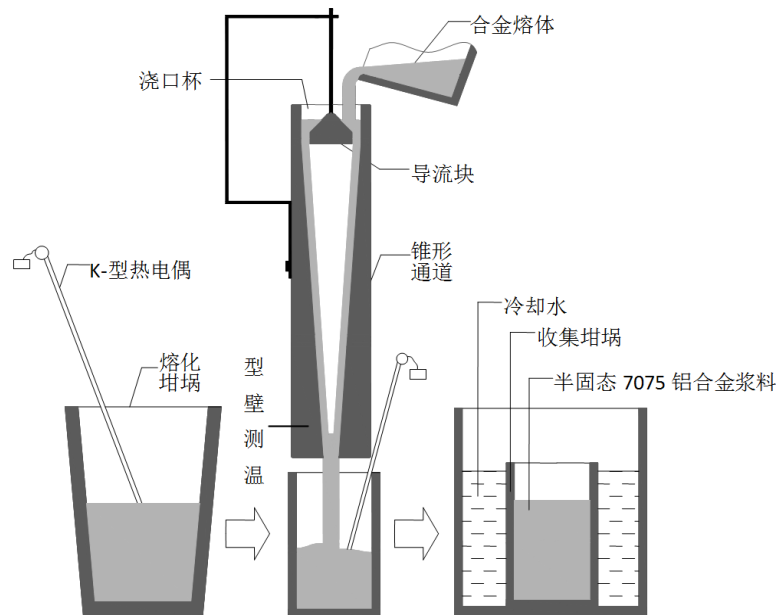


Figure 1. Semi-solid slurry of 7075 Al alloy prepared by schematic diagram of funnel-shaped channel process

图 1. 半固态 7075 铝合金浆料的锥形管浇注制备示意图

接测量。用 Image-proPlus 金相分析软件来分析金相图片，并对初生 α -Al 晶粒的面积和周长进行测量，初生 α -Al 晶粒形状因子利用公式 $F = 4\pi A/P^2$ 来计算，公式中 A 和 P 分别代表初生 α -Al 晶粒的面积和周长。F 值在 0 和 1 之间变化，F 值越接近 1，表明初生 α -Al 晶粒相形态越圆整。利用公式 $D = 2(A/\pi)^{1/2}$ 和 $F = 4\pi A/P^2$ 来分别计算初生 α -Al 晶粒的当量直径 D 和形状因子 F，式中 A 和 P 分别代表晶粒的面积和周长。

3. 试验结果与讨论

3.1. 半固态 7075 铝合金浆料的显微组织

7075 铝合金为高强度变形铝合金，极少采用铸造方式对其加工成形，因而需要对其传统凝固组织进行观察和分析。本论文首先研究了一定过热度下液态 7075 铝合金的传统凝固组织。图 2(a) 为浇注温度为 660°C 时，过热的 7075 铝合金熔体不经过锥形管直接浇入收集坩埚并立即淬火后的组织。可以看到，在常规 7075 凝固组织中，无论是试样的心部还是边部，初生 α -Al 晶粒几乎全部都是发达的枝晶，平均晶粒直径为 $200\ \mu\text{m}$ 以上。初生 α -Al 的形状因子仅为 0.28 左右。图 2(b) 所示为采用锥形管浇注流变成形工艺在浇注温度 660°C 时获得的半固态 7075 铝合金浆料组织。从图中可以看出，通过锥形管浇注流变成形工艺制备得到的半固态 7075 铝合金浆料与常规凝固组织相比有了很大的变化，组织中的初生 α -Al 晶粒均为球状或近球状颗粒，平均晶粒直径约也降低到 $42\ \mu\text{m}$ 左右，初生 α -Al 的形状因子为 0.82，组织相对细小均匀，半固态浆料的质量较高。

3.2. 固溶温度对浆料组织的影响

7075 铝合金的理论固相线温度为 477°C ，过低的固溶温度会使合金的固溶效果明显减弱，而过高的固溶温度则会使合金中的初生相出现重熔和过烧现象，本文参考轧制态 7075 铝合金的处理方式制定了半固态 7075 铝合金浆料的固溶处理温度范围，并研究了合金分别在 460°C 、 475°C 、 490°C 、 500°C 时，固溶时间为 4 h 条件下固溶温度对浆料微观组织的影响趋势。不同的固溶处理温度下半固态 7075 铝合金浆料的微观组织如图 3 所示。由图可知，当固溶温度为 460°C ，固溶时间为 4 h 时，组织中的初生晶粒形态

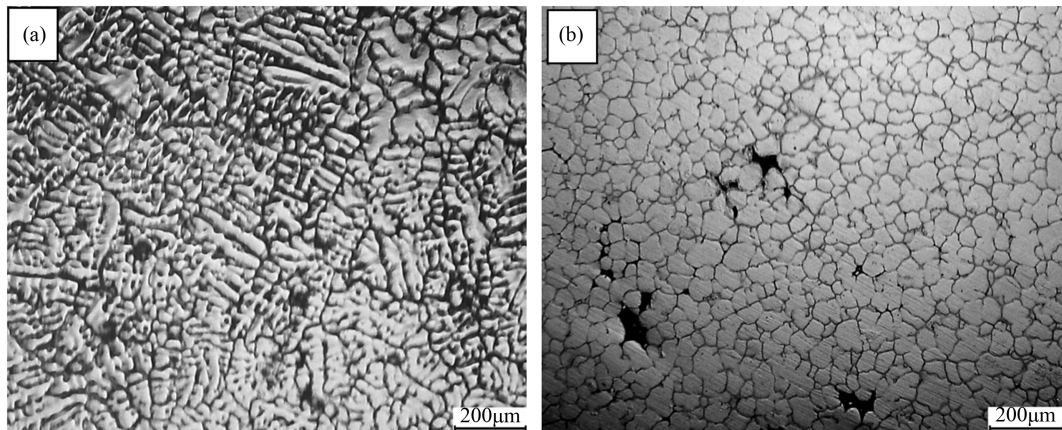


Figure 2. Typical microstructures of original cast 7075 Al alloy vs. water quenched semi-solid slurry of 7075 Al alloy: (a) original cast 7075 Al alloy at pouring temperature of 660°C, (b) semi-solid slurry of 7075 Al alloy at pouring temperature of 660°C

图 2. 半固态 7075 铝合金浆料与常规凝固组织对比: (a) 660°C 时的常规凝固组织, (b) 660°C 通过锥形管浇注工艺制备的半固态浆料组织

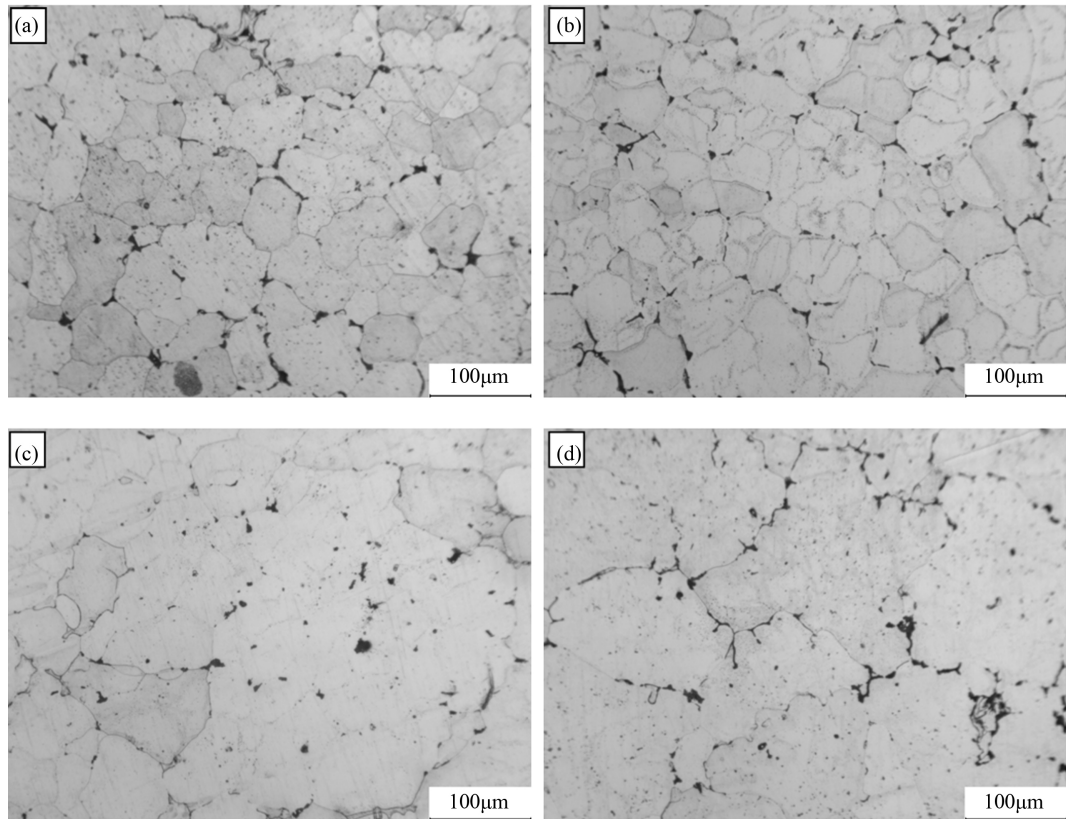


Figure 3. Microstructures of semi-solid 7075 Al alloy slurry after solution treatment (solution time 4 h): (a) 460°C, (b) 475°C, (c) 490°C, (d) 500°C

图 3. 不同固溶温度下半固态 7075 铝合金浆料的显微组织(固溶时间 4 h), (a) 固溶温度 460°C, (b) 固溶温度 475°C, (c) 固溶温度 490°C, (d) 固溶温度 500°C

相较固溶处理前变得更加圆整, 初生 α -Al 的形状因子为 0.84, 有一定的晶粒熟化效果, 晶粒尺寸变化并不明显, 平均晶粒尺寸约为 44 μm , 第二相粒子在晶界处的富集现象仍十分明显, 固溶处理效果较弱。

当固溶温度升高至 475℃时，初生晶粒的平均尺寸变为 52 μm，初生 α-Al 的形状因子为 0.87，同时可看到晶界处第二相粒子的数量显著减少，晶界变得纤细且模糊，少部分晶界出现断裂和晶粒融合现象。随着温度进一步升高至 490℃时，初生晶粒的平均尺寸变为 68 μm，初生 α-Al 的形状因子为 0.86，组织中的第二相粒子大部分已溶入基体中，部分晶界处残留有一定数量的硬质难熔相，面分布扫描显示为富铜相，如图 4 所示。当固溶温度提高至 500℃时，可以看到组织中已基本看不到第二相粒子，晶粒的异常长大和合并现象明显增多，初生 α-Al 的形状因子降至 0.68，晶界变得难以区分，且出现了部分区域晶界重熔现象，说明固溶处理温度过高。综合上述分析可以看出，适合半固态 7075 铝合金浆料的固溶处理温度为 475℃附近。

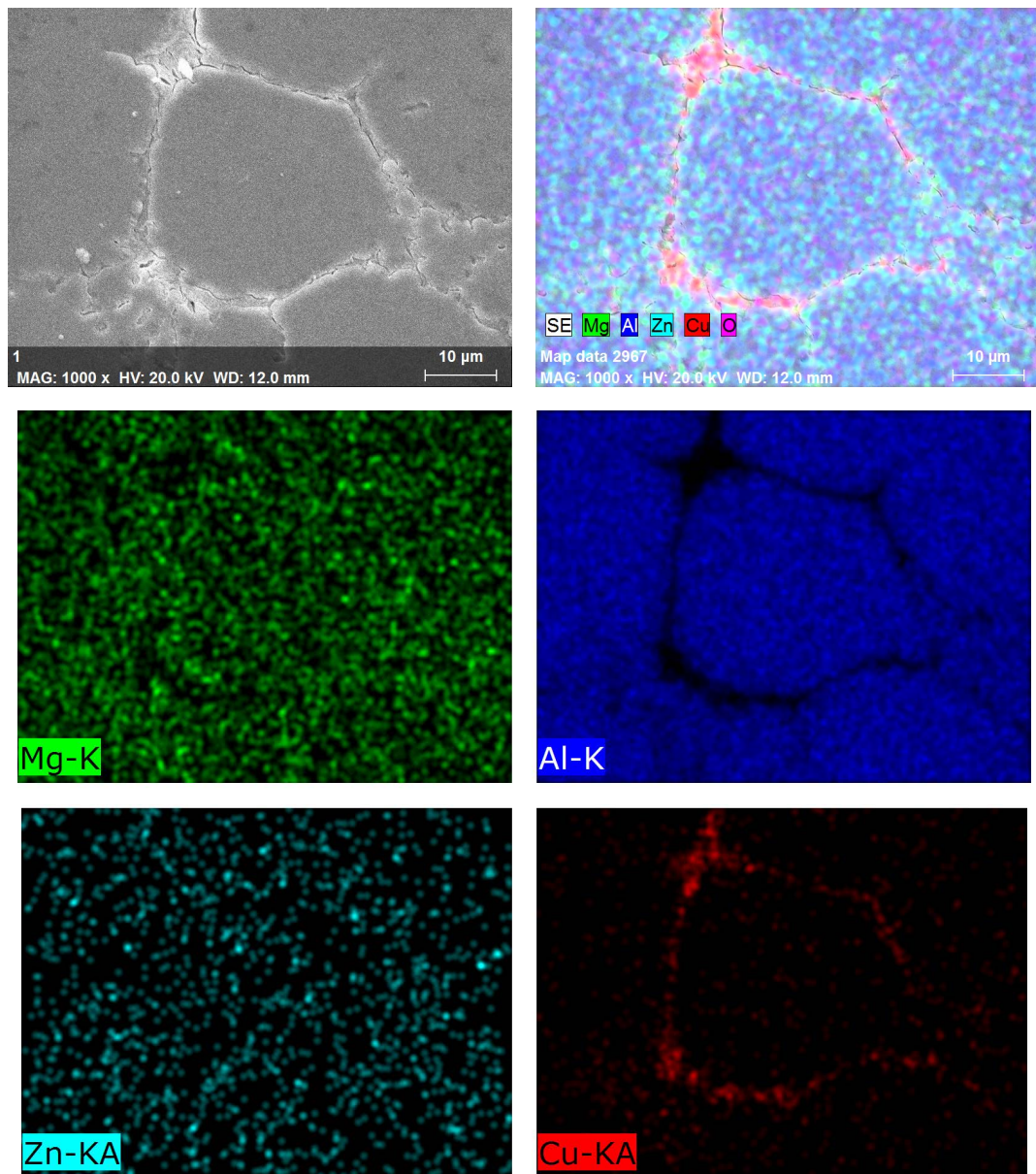


Figure 4. Surface scanning image of the microstructures of semi-solid 7075 Al alloy slurry after solution treatment: 490°C, 4 h

图 4. 固溶处理后 7075 铝合金组织的面分布扫描: 固溶温度 490℃, 固溶时间 4 h

3.3. 固溶时间对浆料组织的影响

本文研究了固溶时间分别为 1 h、2 h、4 h、6 h 时，固溶温度为 475℃ 条件下固溶处理过程中半固态 7075 铝合金浆料的微观组织演变趋势。不同固溶时间时浆料的微观组织变化情况如图 5 所示。可以看到，与未经固溶处理的半固态 7075 铝合金浆料组织相比，当固溶时间为 1 h 时，组织中的第二相粒子仍大部分聚集在晶界附近，溶入基体的趋势并不明显，晶粒也无明显长大现象，与处理前组织并无太大差别。当固溶时间为 2 h 时，组织中的晶界变得纤细，第二相粒子已部分溶于基体中，平均晶粒尺寸约为 45 μm 左右，初生 α-Al 的形状因子为 0.86。随着固溶时间的进一步延长，合金组织中的第二相粒子更多的溶入基体中，晶界进一步模糊，晶粒尺寸增长趋势逐渐加快，部分晶界处仍残留有难熔得富铜相质点。当固溶时间为 6 h 时，可以看到合金组织中的第二相粒子大部分都已溶解进入基体中，大部分晶界消失，同时难熔质点在合金组织中的分布也更加均匀，晶粒的异常长大和合并现象并不明显。因此，当固溶温度为 475℃ 时，适宜的固溶处理时间应为 4~6 小时左右。

由于经过锥形管流变工艺制备所得的半固态 7075 浆料主要以球晶或近球晶为主，因而在固溶处理时合金第二相的溶解与后续强化相的析出机理与轧制态 7075 铝合金并不一致[13] [14] [15]。在本试验中，制备半固态 7075 铝合金浆料时在晶界处聚集析出的第二相粒子对固溶过程中晶界的迁移有显著的阻碍作用。当固溶温度较低时，晶界上的第二相粒子溶入基体的速度较慢，固溶效果较弱，但由于第二相粒子的钉扎作用，合金组中的初生相长大并不明显。随着固溶温度的升高，第二相粒子的溶解速度加快，晶界逐渐变得纤细和模糊，晶界迁移效果增强，但初生相的尺寸也逐渐变大。当固溶温度过高时，合金

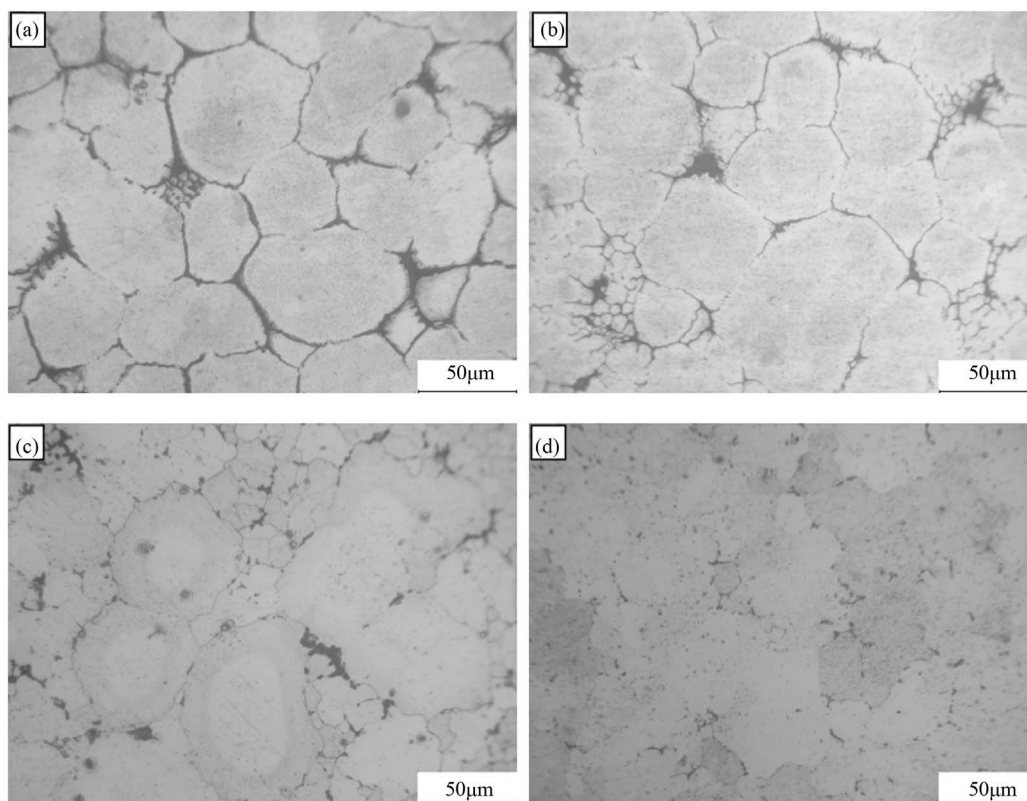


Figure 5. Microstructures of semi-solid 7075 Al alloy slurry after solution treatment (solution temperature 475℃): (a) 1 h, (b) 2 h, (c) 4 h, (d) 6 h

图 5. 不同固溶时间下半固态 7075 铝合金浆料的显微组织(固溶温度为 475℃): (a) 固溶时间 1 h, (b) 固溶时间 2 h, (c) 固溶时间 4 h, (d) 固溶时间 6 h

组织中的晶界重熔及合金过烧现象显著增加, 浆料质量显著恶化。同样, 当固溶温度一定时, 随着固溶时间的延长, 合金中第二相粒子的溶解现象进一步增强, 晶界迁移显著增加, 固溶效果逐渐增强。

4. 结论

1) 经锥形管浇注流变工艺制备所得的半固态 7075 铝合金浆料组织普遍为球状或近球状初生晶, 晶粒细小均匀, 浆料质量较高。

2) 当固溶温度为 460℃~500℃时, 随着固溶温度的升高, 合金中第二相粒子的溶解速度加快, 晶界迁移效果明显。当固溶温度低于 475℃时, 初生晶粒的长大效应不明显, 当固溶温度高于 475℃时, 浆料中的晶粒异常长大和合并现象显著增加, 浆料质量下降。

3) 当固溶温度为 475℃不变时, 随着固溶时间的延长, 第二相粒子的溶解现象更加明显, 固溶效果显著提高, 初生晶粒的长大趋势并不明显。

基金项目

本课题获河南科技大学大学生研究训练计划项目(2015020)支持。

参考文献 (References)

- [1] 毛卫民. 半固态金属成形技术[M]. 北京: 机械工业出版社, 2004.
- [2] Lukasson, M., Apelian, D. and Dasgupta, R. (2002) Alloy Characterization for the New UBE Rheocasting Process. *AFS Transactions*, **110**, 271-284.
- [3] Wannasin, J., Canyook, R., Burapa, R., *et al.* (2008) Evaluation of Solid Fraction in a Rheocast Aluminum Die Casting Alloy by a Rapid Quenching Method. *Scripta Materialia*, **58**, 1091-1094. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.07.029>
- [4] Matthew M.F. (2003) Seim-Solid Slurry Formation via Liquid Metal Mixing. Worcester Polytechnic Institute, Worcester.
- [5] 毛卫民, 白月龙. 半固态合金流变铸造的研究发展[J]. 特种铸造及有色合金, 2004, 24(2): 4-8.
- [6] Wu, S., Xie, L., Zhao, J. and Nakae, H. (2008) Formation of Non-Dendritic Microstructure of Semisolid Aluminum Alloy under Vibration. *Scripta Materialia*, **58**, 556-559. <http://dx.doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.11.010>
- [7] Martinez, R.A. and Flemings, M.C. (2005) Evolution of Particle Morphology in Semisolid Processing. *Metallurgical and Materials Transactions*, **36**, 2205-2210. <http://dx.doi.org/10.1007/s11661-005-0339-1>
- [8] Tang, M.O., Xu, J.U.N., Zhang, Z.F., *et al.* (2010) New Method of Direct Casting of Al-6Si-3Cu-Mg Semisolid Billet by Annulus Electromagnetic Stirring. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **20**, 1591-1596. [http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(09\)60344-7](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(09)60344-7)
- [9] Yang, X.R., Mao, W.M. and Pei, S. (2008) Influence of Process Parameters on Microstructure of Semi-Solid A356 Alloy Slug Cast through Vertical Pipe. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **18**, 99-103. [http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(08\)60018-7](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(08)60018-7)
- [10] Yang, B., Mao, W.M., Zeng, J.N., *et al.* (2013) Effect of the Parameters in Inverted Cone-Shaped Pouring Channel Process on the Microstructure of Semi-Solid 7075 Aluminum Alloy Slurry. *Solid State Phenomena*, **192**, 415-421.
- [11] Atkinson, H.V., Burke, K. and Vaneetveld, G. (2008) Recrystallisation in the Semi-Solid State in 7075 Aluminium Alloy. *Materials Science and Engineering*, **490**, 266-276. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2008.01.057>
- [12] Curle, U.A. and Govender, G. (2010) Semi-Solid Rheocasting of Grain Refined Aluminum Alloy 7075. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **20**, 832-836. [http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(10\)60590-0](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(10)60590-0)
- [13] Curle, U.A. (2010) Semi-Solid Near-Net Shape Rheocasting of Heat Treatable Wrought Aluminum Alloys. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **20**, 1719-1724. [http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326\(09\)60364-2](http://dx.doi.org/10.1016/S1003-6326(09)60364-2)
- [14] 郭洪民, 杨湘杰. 过冷熔体中球晶组织的形成规律[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(4): 651-659.
- [15] Peng, G.-S., Chen, K.-H., Chen, S.-Y. and Fang, H.-C. (2011) Influence of Repetitious-RRA Treatment on the Strength and SCC Resistance of Al-Zn-Mg-Cu Alloy. *Materials Science and Engineering: A*, **528**, 4014-4018. <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.01.088>

期刊投稿者将享受如下服务：

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：ms@hanspub.org