



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101429633 B

(45) 授权公告日 2010.10.13

(21) 申请号 200710157967.0

例 1 第 2 段.

(22) 申请日 2007.11.06

审查员 孔德明

(73) 专利权人 中国科学院金属研究所

地址 110015 辽宁省沈阳市沈河区文化路
72 号

(72) 发明人 王东 马宗义

(74) 专利代理机构 沈阳晨创科技专利代理有限
责任公司 21001

代理人 张晨

(51) Int. Cl.

G22F 1/04 (2006.01)

(56) 对比文件

CN 1680616 A, 2005.10.12, 说明书第 3 页第
3-7 段.

US 2001054247 A1, 2001.12.27, 权利要求
1.

CN 1507501 A, 2004.06.23, 说明书第 5 页第
4 段.

WO 2006086534 A2, 2006.08.17, 说明书实施

权利要求书 1 页 说明书 5 页 附图 1 页

(54) 发明名称

一种改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处
理工艺

(57) 摘要

一种改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处
理工艺,该工艺对热加工高强铝合金依次进行固
溶处理、一次淬火处理、预拉伸处理、高温短时
时效处理、二次淬火处理、低温时效处理,使用
该工艺处理的合金可以达到足够的强度以及良好
的抗应力腐蚀性能。

1. 一种改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,其特征在于:该工艺对热加工高强铝合金依次进行固溶处理、一次淬火处理、预拉伸处理、高温短时时效处理、二次淬火处理、低温时效处理;

其中,

- 高温短时时效处理的工艺参数为:温度 $200^{\circ}\text{C} \sim 240^{\circ}\text{C}$,时间 $0.5\text{min} \sim 5\text{min}$;

- 低温时效处理的工艺参数为:温度 $80^{\circ}\text{C} \sim 140^{\circ}\text{C}$,时间 $16\text{h} \sim 48\text{h}$ 。

2. 按照权利要求 1 所述的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,其特征在于:固溶处理的工艺参数为——温度 $430^{\circ}\text{C} \sim 470^{\circ}\text{C}$,时间 $30\text{min} \sim 120\text{min}$ 。

3. 按照权利要求 1 所述的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,其特征在于:一次淬火处理冷却至室温,淬火介质为室温水。

4. 按照权利要求 1 所述的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,其特征在于:在一次淬火后 $1 \sim 4\text{h}$ 内进行预拉伸,预拉伸变形量在 $2\% \sim 10\%$ 。

5. 按照权利要求 1 所述的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,其特征在于:二次淬火处理冷却至室温,淬火介质为室温水。

一种改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺

技术领域

[0001] 本发明涉及高强铝合金的一种热处理工艺,该工艺在不明显降低合金强度的同时,改善合金的抗应力腐蚀性能。

背景技术

[0002] Al-Zn-Mg-Cu 系铝合金属于高强变形铝合金,具有高的比强度和硬度,是航空、航天、兵器、交通运输等行业重要的结构材料之一。但这一系列的铝合金在强度峰值时效状态下存在明显的应力腐蚀现象,制约了该系列合金的广泛工业应用。因此,在保持高强度的同时,改善合金的抗应力腐蚀性能成为该系列合金的一个难点。

[0003] 对于 Al-Zn-Mg-Cu 系铝合金,通常认为其应力腐蚀性能与晶界析出相和晶界无析出带有关。当晶界的析出相呈细小连续状态时,如峰值时效状态 T6,合金抵抗应力腐蚀的能力较弱。当晶界的析出相粗大并且分布不连续,而且晶界无析出带较宽时,其抵抗应力腐蚀的能力变强。

[0004] 目前,工业中普遍采用的提高该系列合金的抗应力腐蚀性能的方法是将该系列合金进行过时效处理,如 T73、T74、T76 状态。在这些状态下,合金晶界析出相比较粗大,且分布不连续,并且晶界处出现无析出带。合金几乎不发生应力腐蚀。但由于过时效,合金晶粒内部的强化相也相应地粗化,导致强度下降 10% -20%。

[0005] 近些年,针对这一情况,有学者提出回归再时效方法 (US Patent 3856584 24 December 1974)。该方法首先将合金处理成 T6 状态,再将该合金在较高的温度保温较短的时间,使得晶内的强化相溶解,晶界的析出相析出。之后将该合金再进行一次 T6 时效处理。这样合金即能具有近似于 T7× 状态的抗应力腐蚀性能,也具有 T6 状态的强度。但由于该方法需要对合金进行两次 T6 时效处理,工艺相对复杂,能源的消耗较大。

[0006] 针对这一情况,有学者提出了分步淬火工艺 (Materials Transactions, vol. 41 (2000) p. 783-789) 来改善合金的抗应力腐蚀性能。即铝合金固溶处理后进行两步淬火,首先将合金快速淬入 200-220℃ 的介质中,保温一段时间使晶界析出一些粗大的沉淀相,然后再淬火到室温。淬火后的样品进行 T6 时效处理,晶内析出细小的强化相,晶界处高温析出的相进一步长大,呈粗大不连续分布。这样合金即能具有近似于 T7× 状态的抗应力腐蚀性能,也具有 T6 状态的强度。但这种方法的淬火是分步进行的,冷却速度较慢,因此对于淬火敏感性较强的 Al-Zn-Mg-Cu 系合金效果不明显 (Metallurgical and Materials Transactions, vol. 3 8A (2007) p. 1760-1773)。

[0007] 另外,Al-Zn-Mg-Cu 系合金的合金元素较高,因此在固溶处理后的淬火过程中容易产生较大的残余应力,对最终产品的机械加工产生较大的影响。在工业生产中,通常对淬火之后的样品施加 1% -2% 的预变形,以消除淬火产生的内应力。对材料施加预变形会在合金中引入位错,影响合金的沉淀析出过程 (Acta Materialia, vol. 47 (1999) p. 281-292),进而影响合金的强度。

发明内容

[0008] 本发明的目的是为了解决 Al-Zn-Mg-Cu 系铝合金强度高而抗应力腐蚀性能较差这一问题,采取预拉伸和一种新型的热处理工艺相结合的方法,在使合金保持较高强度的同时,具有较好的抗应力腐蚀性能。

[0009] 本发明提供的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,该工艺对热加工高强铝合金依次进行固溶处理、一次淬火处理、预拉伸处理、高温短时时效处理、二次淬火处理、低温时效处理。

[0010] 本发明提供的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,固溶处理的工艺参数为——温度 430℃~470℃,时间 30min~120min。

[0011] 本发明提供的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,一次淬火处理冷却至室温,淬火介质为室温水。

[0012] 本发明提供的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,在一次淬火后 1~4h 内进行预拉伸,预拉伸变形量在 2%~10%。

[0013] 本发明提供的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,高温短时时效处理的工艺参数为——温度 200℃~240℃,时间 0.5min~5min。

[0014] 本发明提供的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,二次淬火处理冷却至室温,淬火介质为室温水。

[0015] 本发明提供的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,低温时效处理的工艺参数为——温度 80℃~140℃,时间 16h~48h。

[0016] 本发明提供的改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,在使合金保持较高强度的同时,具有较好的抗应力腐蚀性能。

附图说明

[0017] 图 1 为 7050 合金不同处理状态的拉伸性能

[0018] 图 2 为不同高温时效时间以及 T6, T76 状态 7050 合金在 3.5% NaCl 水溶液中慢速拉伸曲线

[0019] 图 3 为 T6 处理样品晶界析出相的透射电镜照片

[0020] 图 4 为 T76 处理样品的透射电镜照片

[0021] 图 5 为高温时效 5min 样品的透射电镜照片

具体实施方式

[0022] 本发明提供了一种改善高强铝合金抗应力腐蚀性能的热处理工艺,对固溶淬火的合金,进行预拉伸处理,在消除淬火残余应力的同时,在合金内部产生大量的位错,从而在晶内和晶界提供大量的析出相形核质点。之后将合金在较高温度短时间时效,使得晶界析出相在晶界迅速形核,并略有长大。最终将合金进行低温时效,合金内部引入的位错使强化相的析出量增多,密度增大,从而获得与 T6 处理相当的强度。同时,晶界析出相在时效过程中粗化并相对分散分布,从而获得较好的抗应力腐蚀性能。

[0023] 本发明是通过以下处理工艺实现的:

[0024] 1、固溶处理:将合金元素以溶质原子的形式溶入基体中,提高固溶溶质原子浓度,

以获得高的人工时效强化效果。固溶处理工艺为 430℃ -470℃, 30min-120min。

[0025] 2、一次淬火处理 :将固溶处理时溶解的溶质原子和平衡空位以过饱和形式保存到室温。淬火介质为室温水。

[0026] 3、预拉伸 :将淬火处理后的合金进行预拉伸, 将位错引入合金。预拉伸量为 : 2% -10%。

[0027] 4、高温时效处理 :将预拉伸后的合金在较高温度短时间时效处理, 使得晶界析出相形核、析出。时效工艺为 200℃ -240℃, 0.5min-5min。

[0028] 5、二次淬火处理 :高温时效处理后的合金淬火至室温, 淬火介质为室温水。使高温未湮灭的空位保留至室温, 以提高随后的时效速度, 并避免高温析出相在冷却过程中在晶内析出长大, 降低力学性能。

[0029] 6、低温时效 :在较低温度对合金进行时效处理。使晶内起强化作用的析出相析出并长大, 并且在位错附近析出更多的强化相, 提高合金强度。同时, 高温时效形成的晶界析出相进一步粗化并且分散分布。低温时效工艺为 80℃ -140℃ 区间内保温 16h-48h

[0030] 实施例 1

[0031] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例, 化学成分 (质量分数, %) 为 Zn 6.18, Mg2.20, Cu 2.21, Zr 0.13, Si 0.11, Fe 0.10, Al 余量。

[0032] 1、固溶处理 :将 7050 合金进行固溶处理, 固溶处理的工艺参数为 450℃, 120min。

[0033] 2、一次淬火 :对固溶处理后的合金进行一次淬火处理即用室温水淬至室温。

[0034] 3、预拉伸 :淬火处理后在 2h 时将合金预拉伸变形 3%, 将位错引入合金。

[0035] 4、高温短时时效 :将预拉伸后的合金在 200℃, 时效处理 0.5min。

[0036] 5、二次淬火处理 :高温短时时效处理后的合金用室温水淬至室温。

[0037] 6、低温时效 :将二次淬火处理后的合金在 80℃, 时效处理 48h。

[0038] 实施例 2

[0039] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例, 化学成分 (质量分数, %) 为 Zn 6.18, Mg2.20, Cu 2.21, Zr 0.13, Si 0.11, Fe 0.10, Al 余量。

[0040] 1、固溶处理 :将 7050 合金进行固溶处理, 固溶处理的工艺参数为 460℃, 90min。

[0041] 2、一次淬火 :对固溶处理后的合金进行一次淬火处理即用室温水淬至室温。

[0042] 3、预拉伸 :淬火处理后在 3h 时将合金预拉伸变形 5%, 将位错引入合金。

[0043] 4、高温短时时效 :将预拉伸后的合金在 220℃, 时效处理 2.5min。

[0044] 5、二次淬火处理 :高温短时时效处理后的合金用室温水淬至室温, 冷却。

[0045] 6、低温时效 :将二次淬火处理后的合金在 100℃, 时效处理 30h。

[0046] 实施例 3

[0047] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例, 化学成分 (质量分数, %) 为 Zn 6.18, Mg2.20, Cu 2.21, Zr 0.13, Si 0.11, Fe 0.10, Al 余量。

[0048] 1、固溶处理 :将 7050 合金进行固溶处理, 固溶处理的工艺参数为 470℃, 30min。

[0049] 2、一次淬火 :对固溶处理后的合金进行一次淬火处理即用室温水淬至室温。

[0050] 3、预拉伸 :淬火处理后在 2h 时将合金预拉伸变形 10%, 将位错引入合金。

[0051] 4、高温短时时效 :将预拉伸后的合金在 230℃, 时效处理 5min。

[0052] 5、二次淬火处理 :高温短时时效处理后的合金用室温水淬至室温。

[0053] 6、低温时效:将二次淬火处理后的合金在 120℃,时效处理 16h。

[0054] 实施例 4

[0055] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例,化学成分(质量分数,%)为 Zn 6.18,Mg2.20,Cu 2.21,Zr 0.13,Si 0.11,Fe 0.10,Al 余量。

[0056] 1、固溶处理:将 7050 合金进行固溶处理,固溶处理的工艺参数为 470℃,60min。

[0057] 2、一次淬火:对固溶处理后的合金进行一次淬火处理即用室温水淬至室温。

[0058] 3、预拉伸:淬火处理后在 1h 时将合金预拉伸变形 5%,将位错引入合金。

[0059] 4、高温短时时效:将预拉伸后的合金在 200℃,时效处理 0.5min。

[0060] 5、二次淬火处理:高温短时时效处理后的合金用室温水淬至室温。

[0061] 6、低温时效:将二次淬火处理后的合金在 120℃,时效处理 24h。

[0062] 测试合金在高温时效处理(200℃,0.5min)后的拉伸性能,见图 1。同时测试该合金抗应力腐蚀性能,由慢速拉伸(SSRT)测量,应变速度为 $2 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$,在 3.5wt% NaCl 水溶液中测量,见图 2。

[0063] 实施例 5

[0064] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例,化学成分(质量分数,%)为 Zn 6.18,Mg2.20,Cu 2.21,Zr 0.13,Si 0.11,Fe 0.10,Al 余量。

[0065] 1、固溶处理:将 7050 合金进行固溶处理,固溶处理的工艺参数为 470℃,60min。

[0066] 2、一次淬火:对固溶处理后的合金进行一次淬火处理即用室温水淬至室温。

[0067] 3、预拉伸:淬火处理后在 1h 时将合金预拉伸变形 5%,将位错引入合金。

[0068] 4、高温短时时效:将预拉伸后的合金在 200℃,时效处理 1min。

[0069] 5、二次淬火处理:高温短时时效处理后的合金用室温水淬至室温。

[0070] 6、低温时效:将二次淬火处理后的合金在 120℃,时效处理 24h。

[0071] 测试合金在高温时效处理(200℃,1min)后的拉伸性能,见图 1。同时测试该合金抗应力腐蚀性能,由慢速拉伸(SSRT)测量,应变速度为 $2 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$,在 3.5wt% NaCl 水溶液中测量,见图 2。

[0072] 实施例 6

[0073] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例,化学成分(质量分数,%)为 Zn 6.18,Mg2.20,Cu 2.21,Zr 0.13,Si 0.11,Fe 0.10,Al 余量。

[0074] 1、固溶处理:将 7050 合金进行固溶处理,固溶处理的工艺参数为 470℃,60min。

[0075] 2、一次淬火:对固溶处理后的合金进行一次淬火处理即用室温水淬至室温。

[0076] 3、预拉伸:淬火处理后在 1h 时将合金预拉伸变形 5%,将位错引入合金。

[0077] 4、高温短时时效:将预拉伸后的合金在 200℃,时效处理 5min。

[0078] 5、二次淬火处理:高温短时时效处理后的合金用室温水淬至室温。

[0079] 6、低温时效:将二次淬火处理后的合金在 120℃,时效处理 24h。

[0080] 图 5 为高温时效(200℃,5min)样品的晶界析出相的透射电镜照片。

[0081] 测试合金在高温时效处理(200℃,5min)后的拉伸性能,见图 1。同时测试该合金抗应力腐蚀性能,由慢速拉伸(SSRT)测量,应变速度为 $2 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$,在 3.5wt% NaCl 水溶液中测量,见图 2。

[0082] 比较例 1

[0083] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例,化学成分(质量分数,%)为 Zn 6.18,Mg2.20,Cu 2.21,Zr 0.13,Si 0.11,Fe 0.10,Al 余量。

[0084] 对 7050 合金进行 T6 峰值时效处理(120 °C,24h),图 3 为 T6 处理样品晶界析出相的透射电镜照片。测试合金在 T6 峰值时效处理(120°C,24h)后的拉伸性能,见图 1。同时测试该合金抗应力腐蚀性能,由慢速拉伸(SSRT)测量,应变速度为 $2 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$,在 3.5wt% NaCl 水溶液中测量,见图 2。

[0085] 比较例 2

[0086] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例,化学成分(质量分数,%)为 Zn 6.18,Mg2.20,Cu 2.21,Zr 0.13,Si 0.11,Fe 0.10,Al 余量。

[0087] 对 7050 合金进行预拉伸 5%后 T6 峰值时效处理(120°C,24h)——即 T651,测试合金的拉伸性能,见图 1。

[0088] 比较例 3

[0089] 以热轧 6mm 厚 7050 板材为例,化学成分(质量分数,%)为 Zn 6.18,Mg2.20,Cu 2.21,Zr 0.13,Si 0.11,Fe 0.10,Al 余量。

[0090] 对 7050 合金进行过时效处理 T76(120°C,6h+165°C,16h),图 4 为 T76 处理样品晶界析出相的透射电镜照片。测试合金在 T76 过时效处理后的拉伸性能,见图 1。同时测试该合金抗应力腐蚀性能,由慢速拉伸(SSRT)测量,应变速度为 $2 \times 10^{-6} \text{s}^{-1}$,在 3.5wt% NaCl 水溶液中测量,见图 2。

[0091] 说明

[0092] 实施例 4、实施例 5、实施例 6、比较例 1、比较例 2、比较例 3 中对 7050 合金进行了不同状态处理,PT0.5、PT1、PT5 分别代表高温时效时间为 0.5min、1min、5min。

[0093] 由图 1 可知,经预拉伸 5%的样品与未预拉伸样品相比,屈服强度明显升高,抗拉强度也略有增加。过时效样品 T76 的强度明显低于 T6 处理样品。预拉伸后高温时效的样品的强度随着时效时间的增加而降低,延伸率则逐渐增大。高温时效时间为 0.5min 和 1min 的样品,即 PT0.5、PT1,其强度略低于 T651,但屈服强度仍远高于 T6 并且屈服和抗拉强度远高于 T76 样品,PT1 的延伸率还高于 T76 样品。高温时效时间为 5min 时,强度虽然低于 T6,但仍高于 T76 样品的强度,并且延伸率明显高于 T76 样品。可见,经高温时效处理后,样品均高于 T76 样品强度,其中时效 0.5min、1min 的样品屈服远高于 T6 状态的样品,抗拉强度与 T6 接近,并且时效 1min、5min 的样品延伸率也得到明显改善,高于 T6 和 T76 样品。

[0094] 图 2 为不同高温时效时间 7050 板材在 3.5% NaCl 水溶液中的拉伸曲线,随着时效时间的增加,其在 3.5% NaCl 水溶液中的延伸率越高。当高温时效时间为 5min 时,样品的拉伸距离最大,说明高温时效 5min 样品具有最高的抗应力腐蚀性能。远高于 T6 状态的样品,与 T76 样品的抗应力腐蚀性能相似。

[0095] 图 3 为 T6 处理样品晶界析出相的透射电镜照片,可见 T6 样品的晶界析出相细小且连续分布。

[0096] 图 4 为 T76 处理样品的透射电镜照片,可见,在晶界上分布有粗大的不连续析出相。

[0097] 图 5 为高温时效 5min 样品的透射电镜照片,样品高温时效 5min 后晶界析出相呈不连续分布,明显大于 T6 状态样品,但略小于 T76 样品,因此其抗应力腐蚀能力远高于 T6,而与 T76 状态相似。

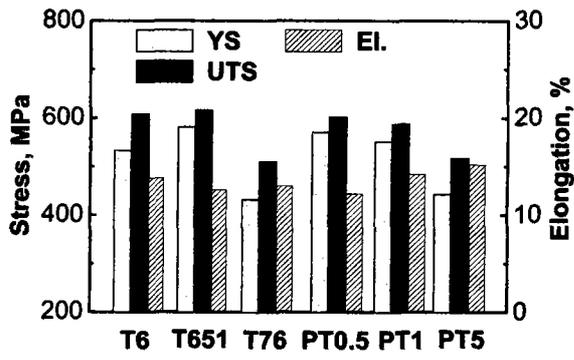


图 1

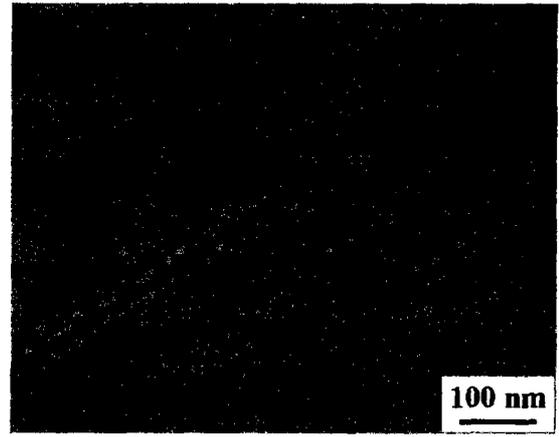


图 3

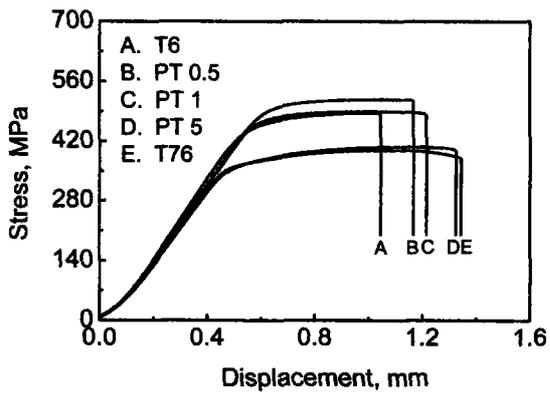


图 2

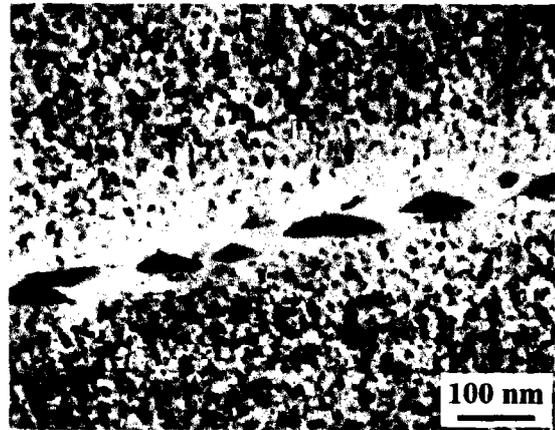


图 4

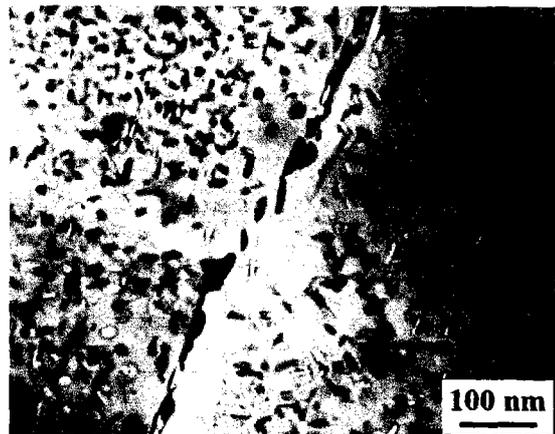


图 5