



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117758173 A

(43) 申请公布日 2024. 03. 26

(21) 申请号 202311602075.2

(22) 申请日 2023.11.28

(71) 申请人 宁波大学

地址 315000 浙江省宁波市江北区风华路
818号

(72) 发明人 左锦荣 张庆东 杨晨 束学道
李子轩 谯自健 谢重阳 徐海洁
游军军 高明江

(74) 专利代理机构 宁波甬致专利代理有限公司
33228
专利代理师 李迎春

(51) Int. Cl.

G22F 1/00 (2006.01)

G21D 9/00 (2006.01)

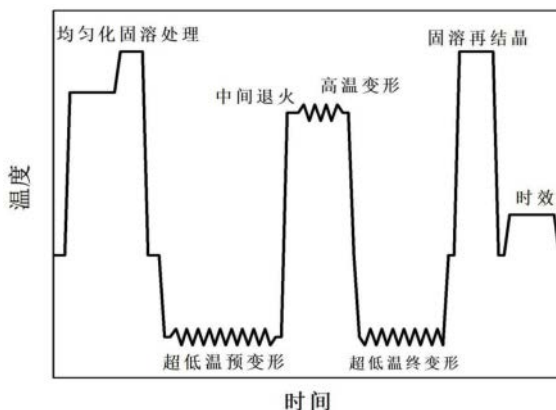
权利要求书2页 说明书9页 附图6页

(54) 发明名称

一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的
Al-Zn-Mg-Cu合金及其制备方法和应用

(57) 摘要

本发明提供了一种制备基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的方法,包括以下步骤:S1、进行均匀化固溶处理;S2、进行超低温预变形;S3、进行短时中间退火;S4、进行高温变形;S5、进行超低温终变形;S6、进行固溶再结晶;S7、进行峰时效,从而获得基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金。通过本发明提供的制备方法制备得到的基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金相对于传统热轧态板材具有更大的塑性提升,以满足航空航天和汽车工业的需求。此外,本发明还提供了基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金在有色金属技术领域的潜在应用。本发明具备有较高的商业化价值与推广价值。



1. 一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,其特征在于,包括以下步骤:

S1. 均匀化固溶:将Al-Zn-Mg-Cu合金板材初次升温至460~470°C,进行初次保温;然后再再次升温至475~485°C,再次保温,最后通过水淬冷却至室温,以获得固溶态铝合金板材;

S2. 预变形:将所述步骤S1得到的固溶态铝合金板材迅速浸泡至液氮中,保温5~15分钟,然后进行多道次轧制预变形;

S3. 中间退火:将所述步骤S2经过预变形后的合金板材加热至350~400°C,并保温5~10分钟;

S4. 高温变形:对所述步骤S3处理后的合金板材进行高温轧制变形,然后通过水淬冷却,获得淬火板材;

S5. 终变形:将所述步骤S4制得的淬火板材再次迅速浸泡至液氮中,保温5~15分钟,然后进行多道次轧制终变形;

S6. 固溶再结晶:将经过终变形的合金板材升温至470~480°C,保温,然后通过水淬冷却;

S7. 峰时效:最后,将所述步骤S6处理后的合金板材置于时效炉中进行峰时效处理,即得到基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金。

2. 根据权利要求1所述的一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,其特征在于,所述步骤S1中,所述初次升温与所述再次升温的速率均为20~40°C/h;所述初次保温的时间为16小时,所述再次保温的时间为8小时。

3. 根据权利要求1所述的一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,其特征在于,所述步骤S2中,所述多道次轧制预变形的变形量为20~60%,道次压下量为1-3mm。

4. 根据权利要求1所述的一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,其特征在于,所述步骤S3中,所述中间退火使用盐浴炉或者感应加热,且升温速率>100°C/min。

5. 根据权利要求1所述的一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,其特征在于,所述步骤S4中,高温轧制变形的条件为:变形量为10~40%,道次压下量为10~20%,单向轧制。

6. 根据权利要求1所述的一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,其特征在于,所述步骤S5中,超低温终变形的条件为:变形量为10~20%,道次压下量为5~20%,单向轧制。

7. 根据权利要求1所述的一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,其特征在于,所述步骤S6中,所述升温的速率为5~10°C/分钟,且所述保温的时间为1小时。

8. 根据权利要求1所述的一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,其特征在于,所述步骤S7中,所述时效炉的温度为110~130°C,所述峰时效处理的时效时间为15h~25h。

9. 一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金,其特征在于,所述基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金由权利要求1-8任意一项制备方法制备

而得。

10. 一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金在有色金属技术领域中的应用,其特征在于,所述应用包括将权利要求9所述基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金应用在有色金属技术领域。

一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金及其制备方法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及有色金属及其制备领域,具体而言,涉及一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金及其制备方法和应用。

背景技术

[0002] 铝合金作为一种优秀的工程材料,具有众多优点,因此在各个应用领域得到了广泛使用。首先,铝合金的显著优点之一是其轻量化,拥有较低的密度,这使得它在汽车制造、航空航天、船舶建造以及建筑业等领域中广泛应用。其次,铝合金还表现出优异的抗腐蚀性,适用于户外环境和海洋应用。此外,铝合金还具备良好的导热性和可塑性,因此在电子、包装、运输工具和体育用品等领域得到广泛应用。其中,7xxx系铝合金(Al-Zn-Mg-Cu合金)的优势在于其高强度和硬度。7xxx系铝合金在航空工业中广泛应用,用于制造飞机的机身、发动机零部件以及导弹的外壳等。此外,它也被用于制造高强度的自行车车架和军事装备。然而,7xxx系铝合金的一个明显缺点是其相对较低的塑性。虽然这些合金在强度方面非常出色,但它们的延展性和变形能力有限,因此在一些应用中可能受到限制。因此,为了克服这一缺陷,通常需要采用晶粒细化等技术来改善其塑性,以满足特定工程应用的需求。

[0003] 晶粒细化对铝合金的作用在材料工程中至关重要。它是通过控制晶粒尺寸和结构,可以显著改善铝合金的物化性能的工艺。晶粒细化可以提高材料的塑性,使其更容易发生变形不容易破裂。这对于7xxx系铝合金的成形、锻造和深冲等加工成形非常重要。晶粒细化能够减少应力集中,提高材料的变形能力。且有助于提高铝合金的韧性,使其能够更好地抵抗裂纹的扩展。这在受到冲击或振动负载时特别重要,因为细小的晶粒可以减缓裂纹的传播,提高材料的抗疲劳性能。在增强塑韧性的同时通常不会降低材料的强度。相反,通过更均匀的晶粒分布,它可以改善材料的强度,使其在高应力环境下更加可靠。同时细晶结构有助于提高铝合金的抗腐蚀性能,减少点蚀倾向,降低晶界腐蚀,从而延长材料的寿命,特别是在恶劣环境条件下的应用中。

[0004] 形变热处理是实现晶粒细化的有效手段之一。虽然铝合金生产中已采用了多种传统的形变热处理方法,但它们在晶粒细化方面的效果有限。为了实现超细晶粒的形成,研究人员多年来通过引入大塑性变形 (SPD) 方法,比如等通道转角挤压 (ECAP)、高压扭转 (HPT)、多向锻造 (MDF) 等。ECAP作为一种制备铝合金超细晶材料的工艺,通过多次挤压和变换挤压方向,显著减小材料的晶粒尺寸。然而,ECAP工艺需要复杂的工艺控制,包括温度、速度和挤压角度的调整,以及可能导致表面质量问题 and 一定的强度降低。HPT是一种制备铝合金超细晶材料的工艺,其核心原理在于通过高压环境下的扭转,引入大量的塑性变形,导致材料晶粒尺寸显著减小。尽管HPT的优点包括显著的晶粒细化和提高材料性能,但这一方法也伴随着高昂的设备成本、可能对材料表面质量的影响以及尺寸范围的限制。MDF是一种制备铝合金超细晶材料的工艺,其核心原理在于通过在多个方向上施加压力,使铝合金材料发生多向的塑性变形,从而显著减小晶粒尺寸。尽管多向锻造的优点包括显著的晶粒细化和提高

材料性能,但这一方法也伴随着复杂的工艺控制、可能对表面质量的影响、需要多次锻造操作以及一定尺寸范围的限制。

[0005] 上述工艺方法都面临一系列共同的挑战。这些工艺通常需要昂贵的设备和高度精密的工艺控制,而且需要经历多次超大变形通过动态/静态再结晶细化晶粒。但是SPD在低温下难以应用于7xxx系铝合金,对于7xxx系铝合金等沉淀强化型合金,低温进行>80%以上的变形很难实现。这非常不利于该系合金细晶工艺的广泛应用。由此可见,为了更好地满足实际应用需求,急需开发出一种短流程的高效细晶工艺,调控析出相辅助细晶以提高该系合金板材的室温物化性能,其对于快速推进高强度7xxx系铝合金材料的广泛应用具有重要意义。

发明内容

[0006] 本发明要解决的第一个技术问题是解决现有技术中的缺陷,提供一种短流程且成本较低、工艺简单,无需高度精密工艺控制的高效细晶工艺,提供一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法。

[0007] 为解决上述问题,本发明提供了一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,包括以下步骤:

[0008] S1. 均匀化固溶:将Al-Zn-Mg-Cu合金板材初次升温至460℃~470℃,进行初次保温;然后再次升温至475℃~485℃,再次保温,最后通过水淬冷却至室温,以获得固溶态铝合金板材;

[0009] S2. 预变形:将所述步骤S1得到的固溶态铝合金板材迅速浸泡至液氮中,保温5~15分钟,然后进行多道次轧制预变形;

[0010] S3. 中间退火:将所述步骤S2经过预变形后的合金板材加热至350℃~400℃,并保温5~10分钟;

[0011] S4. 高温变形:对所述步骤S3处理后的合金板材进行高温轧制变形,然后通过水淬冷却,获得淬火板材;

[0012] S5. 终变形:将所述步骤S4制得的淬火板材再次迅速浸泡至液氮中,保温5~15分钟,然后进行多道次轧制终变形;

[0013] S6. 固溶再结晶:将经过终变形的合金板材升温至470℃~480℃,保温,然后通过水淬冷却;

[0014] S7. 峰时效:最后,将所述步骤S6处理后的合金板材置于时效炉中进行峰时效处理,即得到基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金。

[0015] 作为优选的方案,所述步骤S1中,所述初次升温与所述再次升温的速率均为20℃~40℃/h;所述初次保温的时间为16小时,所述再次保温的时间为8小时。

[0016] 作为优选的方案,所述步骤S2中,所述多道次轧制预变形的变形量为20%~60%,道次压下量为1-3mm;

[0017] 作为优选的方案,所述步骤S3中,所述中间退火使用盐浴炉或者感应加热,且升温速率>100℃/min;

[0018] 作为优选的方案,所述步骤S4中,高温轧制变形的条件为:变形量为10~40%,道次压下量为10~20%,单向轧制。

[0019] 作为优选的方案,所述步骤S5中,超低温终变形的条件为:变形量为10~20%,道次压下量为5~20%,单向轧制。

[0020] 作为优选的方案,所述步骤S6中,所述升温的速率为5~10℃/分钟,且所述保温的时间为1小时。

[0021] 作为优选的方案,所述步骤S7中,所述时效炉的温度为110℃~130℃,所述峰时效处理的时效时间为15h~25h。

[0022] 本发明上述制备方法中,各步骤操作的原理包括:

[0023] (1) 均匀化固溶热处理:首先针对Al-Zn-Mg-Cu合金板材中第二相过多、尺寸大,导致失去强化作用并易引发集体脱溶和裂纹源的问题,本发明采用两步固溶处理。此方法通过逐步提高固溶温度,防止组织过烧,并显著减少第二相尺寸和数量,提高基体固溶程度。经过淬火后,合金的过饱和程度增加,时效驱动力增大。具体操作如下:将第一步的固溶温度设在460℃~470℃,为第二步固溶提供准备,溶解粗大第二相,且温度相对低,降低晶粒长大倾向;第二步固溶处理的温度设在475℃~485℃,提高细小未溶相的溶解驱动力。实验对比发现,两步固溶可突破相图中的固溶温度上限而不引起过烧。相较于常规固溶条件,两步固溶能回溶所有粗大的MgZn₂相,使组织均匀性得到改观;

[0024] (2) 多道次超低温深冷轧变形:将样品浸泡于液氮中保温5~15分钟,然后对其进行多道次小变形量轧制,道次压下量1-3mm,总变形量:20~40%;

[0025] (3) 高温短时中间退火工艺为:将经过超低温多道次预变形的Al-Zn-Mg-Cu板材迅速加热至350℃~400℃,并保温5~10分钟,过饱和固溶体会在这个阶段大量析出,同时因为超低温预变形引入了高密度的晶体缺陷,成为扩散析出的短路通道,加速了第二相如MgZn₂的析出和长大速度,获得大量应变诱导析出相。并且在此过程中,析出相钉扎位错形成位错胞,随着静态回复,位错重排集中到胞壁,胞内逐渐清晰,形成大量亚晶组织;

[0026] (4) 高温热轧:开轧温度:350~400℃;终轧温度:高于250℃,道次压下量20%~40%,轧制变形量30%~50%,轧制方式:单向轧制,然后通过水淬冷却,获得淬火板材,亚晶界为Al₃Zr等细小析出相钉扎,逐渐吸收位错,取向差逐渐增大,从小角度晶界转变成大角度晶界,产生不连续动态再结晶细晶效应;

[0027] (5) 再次进行多道次超低温深冷轧制变形工艺:将热轧淬火板材浸泡液氮中保温5~15分钟,然后对其进行多道次小变形量轧制,道次压下量0.5~1mm,总变形量:40%~50%,经过快速生长后,大尺寸(大于0.2微米)且间距较大的析出相在超低温最终变形过程中,其周围会产生大量的位错塞积,形成局部形变带。这些形变带会导致储存能量明显增加,因此大粒子及其周围区域会成为优先的再结晶形核部位;

[0028] (6) 再结晶固溶处理:将超低温最终轧制变形后的板材置于空气中,直至达到室温。然后,将该板材直接送入热处理炉中,进行高温短时固溶处理,处理温度为470~480℃,处理时间为20~60分钟。升温速率为5~10℃/分钟。随后,将经过固溶处理的合金试样从处理温度以大于200℃/s的降温速率进行水淬冷却至室温。通过这种粒子诱导形核的方式,可以增加大颗粒周围局部变形带的密度,从而增加再结晶形核点,细化晶粒。同时,弥散分布的小质点通过对晶界或亚晶界的迁移施加阻力,限制再结晶晶粒的长大,进一步细化晶粒。

[0029] (7) 等温峰时效处理:温度范围110~130℃,时间15~25小时,析出大量弥散析出的共格/半共格MgZn₂纳米相,提高材料强度。基于上述热加工过程调控即可保证所开发的

高强Al-Zn-Mg-Cu系合金板材具有细化的晶粒和优异强塑性。

[0030] 本发明要解决的第二个技术问题是:提供一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金,以解决本领域合金延展性和变形能力有限的问题。

[0031] 为了解决上述问题,本发明提供了一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金,所述基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金由上述制备方法制备而得。

[0032] 本发明要解决的第三个技术问题是,提供一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金在有色金属技术领域中的应用,所述应用包括将所述基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金应用在有色金属技术领域,从而满足特定工程应用的需求。

[0033] 本发明一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法提供了一种短流程超低温形变热处理工艺,充分利用了多种晶体缺陷和第二相的协同效应,包括应变诱导MgZn₂相的析出与回溶、粒子诱导晶核形成以及Al₃Zr的钉扎作用,以实现晶粒的细化。这一创新性方法在制备方法中引入了多重机制,为铝合金细晶板材的制备提供了更加全面和高效的解决方案,从而在能源效率和生产效益方面带来了显著的改进。

[0034] 本发明目的是满足当今工业对高强度和高韧性7xxx系铝合金的迫切需求,针对传统的Al-Zn-Mg-Cu系合金板材形变热处理工艺存在复杂、高生产成本以及制备合金板材晶粒粗大、塑性低等问题,提出了一种新的组织调控方法,以实现同时降低7xxx系铝合金板材的晶粒尺寸和提高性能。

[0035] 本发明充分利用超低温变形,引入高密度晶体缺陷,如位错和亚晶,将其作为Mg、Zn等原子的扩散短路通道,从而加速溶质原子的偏聚和诱导第二相析出速率,再进一步的高温变形过程中,亚晶界被弥散第二相(例如Al₃Zr)钉扎,导致界面取向差逐渐增大,从小角度晶界逐渐转变为大角度晶界,实现了动态再结晶;同时,经过Ostwald熟化的粗大相,如MgZn₂等,在后续的超低温最终变形过程中,周围形成局部变形带,成为后续固溶再结晶处理的择优形核点,从而实现了静态不连续再结晶细晶效果。此外,通过预时效调控合金,还能够获得较高的强度和塑韧性。

[0036] 相对于现有技术,本发明的制备方法引入了超低温预变形工艺,这有助于引入高密度的晶体缺陷,如点缺陷、位错和亚晶等。随后的中间退火过程促进了静态回复,产生了大量的亚晶结构和应变诱导析出相。在高温变形阶段,析出相钉扎在亚晶晶界上,从而增加了界面取向差,推动小角度晶界向大角度晶界的演变,最终实现了晶粒的细化。同时,引入的位错充当了第二相的短路扩散通道,提高了第二相的生长速度。随后的超低温终变形会在大颗粒第二相周围形成局部变形区,而固溶再结晶处理则成为粒子诱导形核的首选区域。这两种机理的协同作用最终导致晶粒的细化,形成了稳态高强高韧的细晶组织。这使得本合金相对于传统热轧态板材具有更大的塑性提升,以满足航空航天和汽车工业的需求。

附图说明

[0037] 图1为本发明一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金超低温轧制细晶工艺的工艺流程图;

[0038] 图2为本发明中Al-Zn-Mg-Cu合金均匀化固溶后的OM图(金相图Optical

Microscope) ;

[0039] 图3为实施例1超低温轧制板材再结晶固溶处理后OM图;

[0040] 图4为实施例1-3和对比例1(4#)的轧板时效处理后工程应力应变曲线;

[0041] 图5为实施案例1中板材超低温预变形并进行中间退火后的SEM(扫描电子显微镜 Scanning Electron Microscope)图;

[0042] 图6为实施例2超低温轧制板材再结晶固溶处理后OM图;

[0043] 图7为实施案例2中板材超低温预变形并进行中间退火后的SEM;

[0044] 图8为实施例3超低温轧制板材再结晶固溶处理后OM图;

[0045] 图9为对比例1板材超低温轧制板材再结晶固溶处理后OM图;

[0046] 图10为案例1~3工艺轧制板材宏观形貌图;

[0047] 图11为对比例案例1工艺轧制板材宏观形貌图。

具体实施方式

[0048] 下面将对本发明的技术方案进行清楚、完整地描述,显然,所描述的实施例是本发明一部分实施例,而不是全部的实施例。基于本发明中的实施例,本领域普通技术人员在没有做出创造性劳动前提下所获得的所有其他实施例,都属于本发明保护的范围。

[0049] 本发明提供了一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金的制备方法,包括以下步骤:

[0050] S1. 均匀化固溶:将Al-Zn-Mg-Cu合金板材初次升温至460℃~470℃,进行初次保温;然后再次升温至475℃~485℃,再次保温,最后通过水淬冷却至室温,以获得固溶态铝合金板材;

[0051] S2. 预变形:将所述步骤S1得到的固溶态铝合金板材迅速浸泡至液氮中,保温5~15分钟,然后进行多道次轧制预变形;

[0052] S3. 中间退火:将所述步骤S2经过预变形后的合金板材加热至350℃~400℃,并保温5~10分钟;

[0053] S4. 高温变形:对所述步骤S3处理后的合金板材进行高温轧制变形,然后通过水淬冷却,获得淬火板材;

[0054] S5. 终变形:将所述步骤S4制得的淬火板材再次迅速浸泡至液氮中,保温5~15分钟,然后进行多道次轧制终变形;

[0055] S6. 固溶再结晶:将经过终变形的合金板材升温至470℃~480℃,保温,然后通过水淬冷却;

[0056] S7. 峰时效:最后,将所述步骤S6处理后的合金板材置于时效炉中进行峰时效处理,即得到基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金。

[0057] 优选的,所述步骤S1中,所述初次升温与所述再次升温的速率均为20℃~40℃/h;所述初次保温的时间为16小时,所述再次保温的时间为8小时。

[0058] 优选的,所述步骤S2中,所述多道次轧制预变形的变形量为20%~60%,道次压下量为1-3mm;

[0059] 优选的,所述步骤S3中,所述中间退火使用盐浴炉或者感应加热,且升温速率>100℃/min;

[0060] 优选的,所述步骤S4中,高温轧制变形的条件为:变形量为10~40%,道次压下量为10~20%,单向轧制。

[0061] 优选的,所述步骤S5中,超低温终变形的条件为:变形量为10~20%,道次压下量为5~20%,单向轧制。

[0062] 优选的,所述步骤S6中,所述升温的速率为5~10℃/分钟,且所述保温的时间为1小时。

[0063] 优选的,所述步骤S7中,所述时效炉的温度为110℃~130℃,所述峰时效处理的时效时间为15h~25h。

[0064] 本发明还提供了一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金,所述基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金由上述制备方法制备而得。

[0065] 本发明还提供了一种基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金在有色金属技术领域中的应用,所述应用包括将所述基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金应用在有色金属技术领域,从而满足特定工程应用的需求。

[0066] 以下提供具体的实施例以对本发明上述技术方案进行展开的描述:

[0067] 本发明下述实施例中,选取商用15mm厚的AA7055铝合金作为原材料,合金的具体化学成分如表1所示,工艺流程如图1所示。

[0068] 其中,实施例1-3和对比例1的轧制工艺参数如表2所示。

[0069] 表1. Al-Zn-Mg-Cu合金成分表(单位:wt.%)

合金	Zn	Cu	Mg	Ti	Zr	Si	Fe	Al
wt%	8.38	2.31	2.07	0.16	0.13	0.056	0.092	Bal

[0071] 对上述AA7055铝合金进行均匀化固溶处理:以35℃/h的升温速率,从室温升温至470℃并保温16h,继续升温至475℃并保温8h,最后水淬。固溶处理后的微观组织如图2所示。

[0072] 实施例1

[0073] S1:初始化固溶:采用表2的条件进行初始化固溶;

[0074] S2:预变形:将上述初始化固溶板材浸泡于液氮中保温15分钟,然后对其进行超低温轧制,道次压下量3mm,总压下量3mm(轧制的过程为:15-3→12mm,式中,→号代表单道次压下量,=后为压下后板材的厚度,下同);

[0075] S3:中间退火:轧板恢复到室温后置于盐浴炉中加热到400℃并保温10min进行中间退火,获得大小两种尺寸应变诱导析出相(如图5所示);

[0076] S4:高温变形:随后进行单方向热轧,道次压下量3mm,总压下量6mm(轧制的过程为:12-3-3→6mm),开轧温度400℃,终轧温度300℃,然后通过水淬冷却,获得淬火板材,产生不连续动态再结晶细晶效应;

[0077] S5:终变形:再次进行多道次超低温深冷轧制变形工艺,将热轧淬火板材浸泡液氮中保温15分钟,然后对其进行多道次小变形量轧制,道次压下量0.5mm,经过8个道次,总压下量4mm(轧制的过程为:6→2mm);

[0078] S6:固溶再结晶:然后以每小时升温30℃的速度,将合金从室温加热至475℃,并保温1小时进行固溶再结晶处理,随后进行水淬;

- [0079] S7:峰时效:接着将合金放入120℃的时效炉中保温24小时进行峰时效处理,从而制得基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金。
- [0080] 经过表征,所制备的板材的微观组织如图3所示;
- [0081] 晶粒尺寸统计和力学性能如表3和图4所示。
- [0082] 实施例2
- [0083] S1:初始化固溶:采用表2的条件进行初始化固溶;
- [0084] S2:预变形:将上述初始化固溶板材浸泡于液氮中保温15分钟,然后对其进行超低温轧制,道次压下量3mm,总压下量6mm(轧制的过程为:15-3-3→9mm);
- [0085] S3:中间退火:轧板恢复到室温后置于盐浴炉中加热到400℃并保温10min进行中间退火,获得大小两种尺寸应变诱导析出相(如图7所示);
- [0086] S4:高温变形:随后进行单方向热轧,道次压下量3mm,总压下量3mm(9-3→6mm),开轧温度400℃,终轧温度300℃,然后通过水淬冷却,获得淬火板材,产生不连续动态再结晶细晶效应;
- [0087] S5:终变形:再次进行多道次超低温深冷轧制变形工艺,将热轧淬火板材浸泡液氮中保温15分钟,然后对其进行多道次小变形量轧制,道次压下量0.5mm,经过8个道次,总压下量4mm(6→2mm);
- [0088] S6:固溶再结晶:然后以每小时升温30℃的速度,将合金从室温加热至475℃,并保温1小时进行固溶再结晶处理,随后进行水淬;
- [0089] S7:峰时效:接着将合金放入120℃的时效炉中保温24小时进行峰时效处理,从而制得基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金。
- [0090] 经过表征,所制备的板材的微观组织如图6所示;
- [0091] 晶粒尺寸统计和力学性能如表3和图4所示。
- [0092] 实施例3
- [0093] S1:初始化固溶:采用表2的条件进行初始化固溶;
- [0094] S2:预变形:将上述初始化固溶板材浸泡于液氮中保温15分钟,然后对其进行超低温轧制,道次压下量3mm,总压下量9mm(轧制的过程为:15-3-3-3→6mm);
- [0095] S3:中间退火:轧板恢复到室温后至于盐浴炉中加热到400℃并保温10min进行中间退火,获得大小两种尺寸应变诱导析出相;
- [0096] S4:然后通过水淬冷却,获得淬火板材;
- [0097] S5:终变形:再次进行多道次超低温深冷轧制变形工艺,将热轧淬火板材浸泡液氮中保温15分钟,然后对其进行多道次小变形量轧制,道次压下量0.5mm,经过8个道次,总压下量4mm(具体轧制的过程为:6→2mm);
- [0098] S6:固溶再结晶:然后以每小时升温30℃的速度,将合金从室温加热至475℃,并保温1小时进行固溶再结晶处理,随后进行水淬;
- [0099] S7:峰时效:接着将合金放入120℃的时效炉中保温24小时进行峰时效处理,从而制得基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金。
- [0100] 经过表征,所制备的板材的微观组织如图8所示;
- [0101] 晶粒尺寸统计和力学性能如表3和图4所示。
- [0102] 实施例4

[0103] 实施例4与实施例1类似,其不同之处在于:所述步骤S1中,初始化固溶的温度和时间分别为:460°C/16h+475°C/8h;所述步骤S2中,保温的时间为5分钟;所述步骤S3中,加热的温度为350°C,保温时间为5分钟;所述步骤S5中,保温时间为5分钟;所以步骤S6中,升温温度为470°C。

[0104] 实施例5:

[0105] 实施例5与实施例1类似,其不同之处在于:所述步骤S1中,初始化固溶的温度和时间分别为:470°C/16h+485°C/8h;所述步骤S2中,保温的时间为10分钟;所述步骤S3中,加热的温度为375°C,保温时间为7.5分钟;所述步骤S5中,保温时间为10分钟;所以步骤S6中,升温温度为480°C。

[0106] 对比例1

[0107] 初始化固溶:采用表2的条件进行初始化固溶;将上述初始化固溶板材浸泡于液氮中保温15分钟;然后对其进行超低温轧制,道次压下量0.5~3mm,经过15道次轧制,总压下量13mm,(具体轧制的过程及道次压下量为:15-3→12-2→10-1→9-1→8-1→7-0.5→6.5-0.5→6-0.5→5.5-0.5→5-0.5→4.5-0.5→4-0.5→3.5-0.5→3-0.5→2.5-0.5→2mm),每两个道次重新浸泡液氮中15分钟;然后以30°C/h的加热速度,从室温加热至475°C并保温1h进行固溶再结晶处理后水淬;再将合金放入120°C的时效炉保温24h进行峰时效。

[0108] 图9给出了传统热轧板材再结晶固溶处理后的金相图。

[0109] 具体的晶粒尺寸统计和力学性能见表3和图4。

[0110] 表2.实施例1-4的工艺参数

工艺编号	S1: 初始化固溶	S2: 超低温 预变形	S3: 中间退火	S4: 高温 变形	S5: 超低温 终变形	S6: 固溶再结 晶	S7: 峰时效
实施 例 1	470°C/16 h+475°C/8h	15→ 12mm	400°C/10 min	12→ 6mm	6→ 2mm	475°C/1h	120°C/24 h
[0111] 实施 例 2	470°C/16 h+475°C/8h	15→ 9mm	400°C/10 min	9→ 6mm	6→ 2mm	475°C/1h	120°C/24 h
实施 例 3	470°C/16 h+475°C/8h	15→ 6mm	400°C/10 min	/	6→ 2mm	475°C/1h	120°C/24 h
对比 例 1	470°C/16 h+475°C/8h	/			15→ 2mm	475°C/1h	120°C/24 h

[0112] 表3.实施例1-4的晶粒度及力学性能统计

工艺编号	d _L (μm)	d _T (μm)	RM(MPa)	σ _s (MPa)	δ(%)
实施例 1	12.66	10.13	597.36	525.28	16.46
[0113] 实施例 2	9.87	7.63	602.23	531.38	18.8
实施例 3	15.79	10.65	599.83	540.09	16.38
对比例 1	33.42	10.39	592.54	518.05	14.93

[0114] 注:晶粒尺寸根据GB/T 6394-2017金属平均晶粒度测定方法中的截线法统计,力

学性能根据美标ASTM E8-2016a进行金属材料试验拉伸。

[0115] 对比工艺流程图1以及图10和图11可以发现相比于传统超低温轧制,本发明有效利用高温退火和热轧改善第二相组织,提高合金的成形能力,减少轧制时间和开裂倾向。对比图3、6、8、9的微观组织图和表3和图4,可以看出本发明所制备的铝合金板材在峰时效状态下具有与现有参考工艺相比更加优异的力学性能和均匀细小的组织。调节超低温预变形量,最终晶粒度相比于传统超低温轧制工艺有较大细化效果,断后延伸率有10%~26%的提升,同时经过工艺优化,提高了板材的成形能力,同时有效缩短了流程时间。

[0116] 综上所述,本发明的基于应变诱导析出和粒子诱导形核的Al-Zn-Mg-Cu合金制备方法,通过多道次超低温深冷轧变形工艺,首先在液氮中对Al-Zn-Mg-Cu板材进行预变形,引入高密度晶体缺陷,并通过高温短时中间退火促使过饱和固溶体析出,加速第二相如 $MgZn_2$ 的形成。在这过程中,析出相形成位错胞,随着静态回复,位错逐渐重排,形成大量亚晶组织。随后,进行高温热轧,通过单向轧制和水淬冷却得到淬火板材,其中亚晶界为 Al_3Zr 等析出相钉扎,形成不连续动态再结晶细晶效应。继而,通过再次进行多道次超低温深冷轧制变形,对热轧淬火板材进行小变形,使大尺寸析出相周围产生位错塞积,形成局部形变带,增加储存能量,使大粒子及其周围成为优先的再结晶形核部位,最终实现铝合金板材晶粒细化和塑性提升。

[0117] 虽然本公开披露如上,但本公开的保护范围并非仅限于此。本领域技术人员,在不脱离本公开的精神和范围的前提下,可进行各种变更与修改,这些变更与修改均将落入本发明的保护范围。

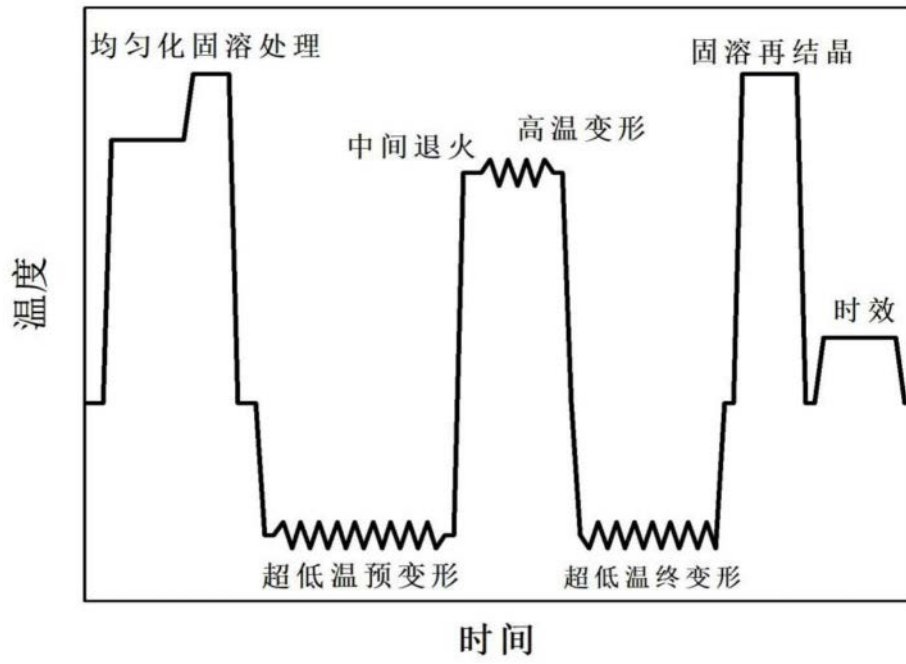


图1

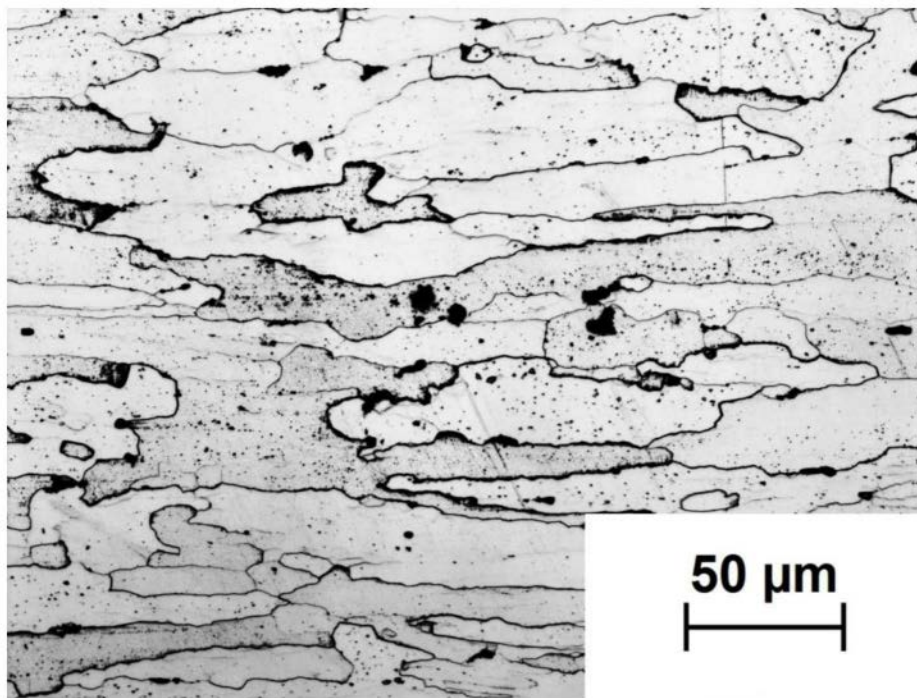


图2

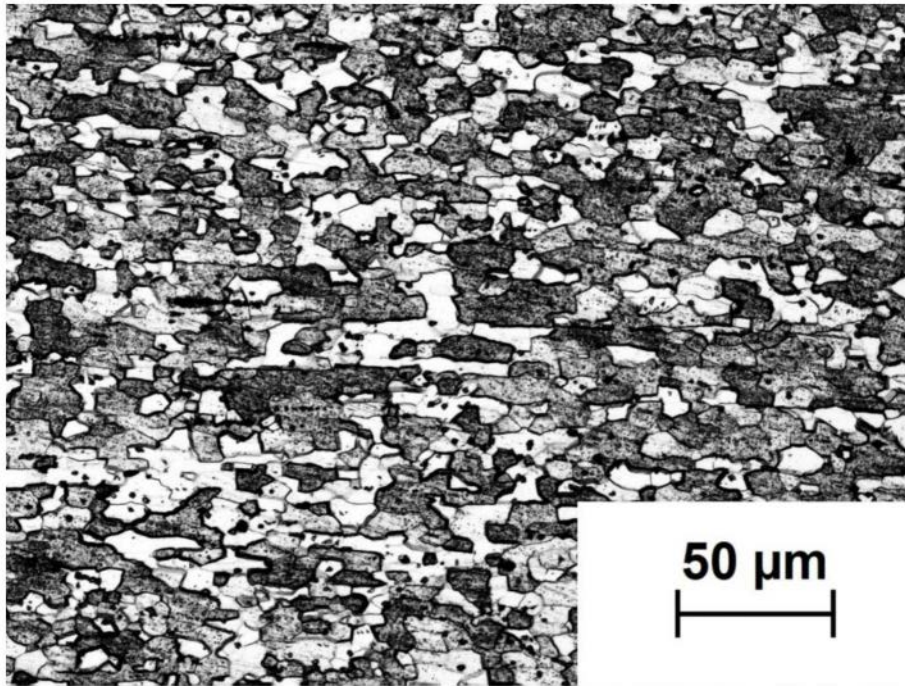


图3

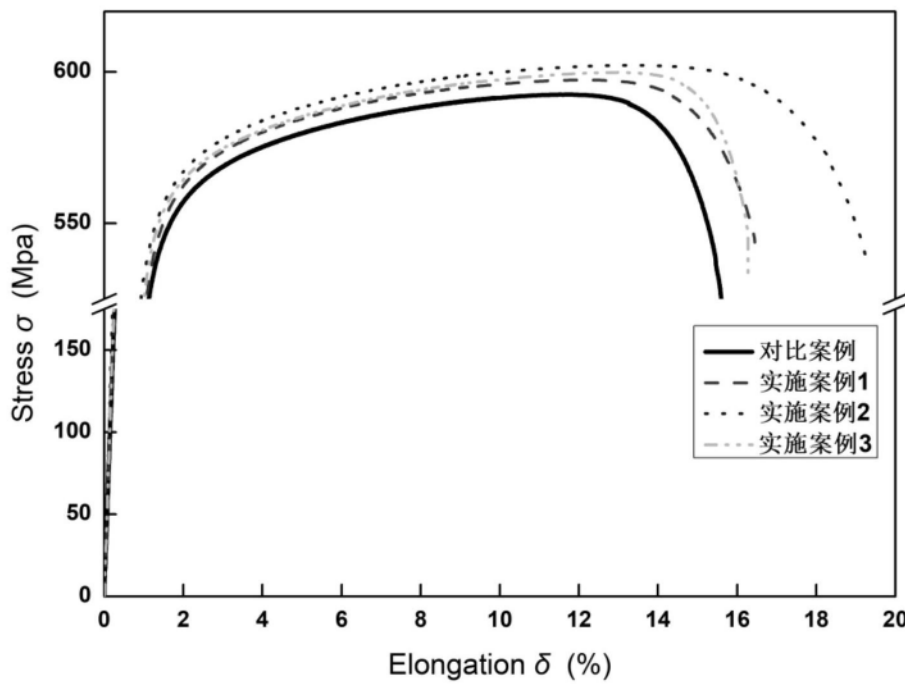


图4

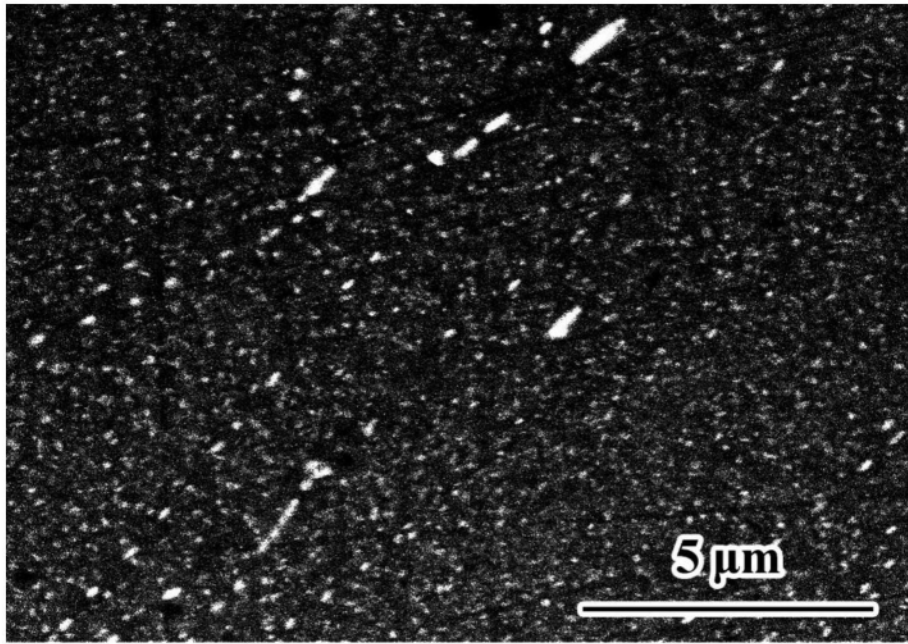


图5

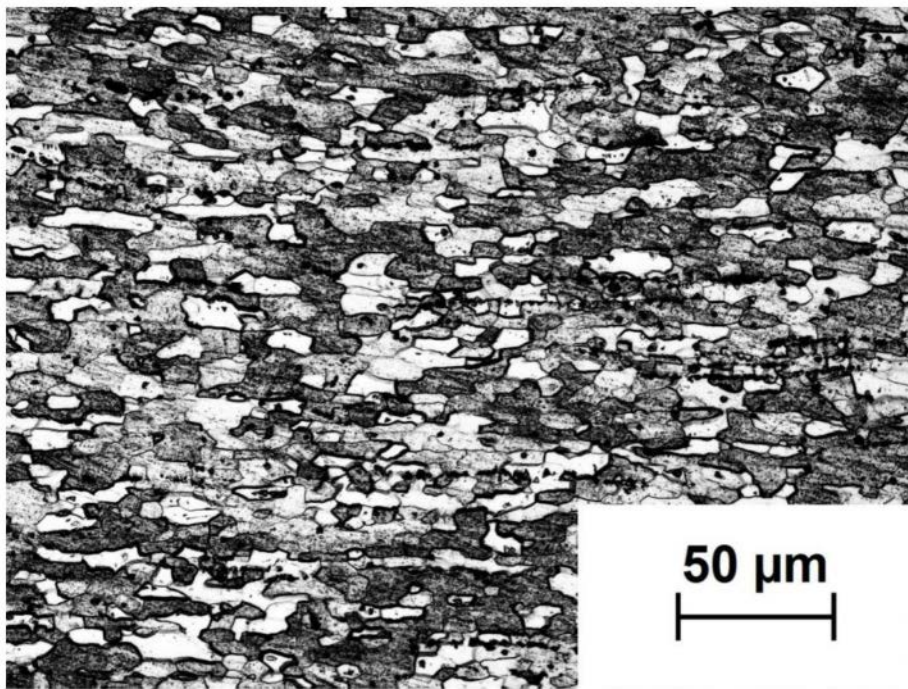


图6

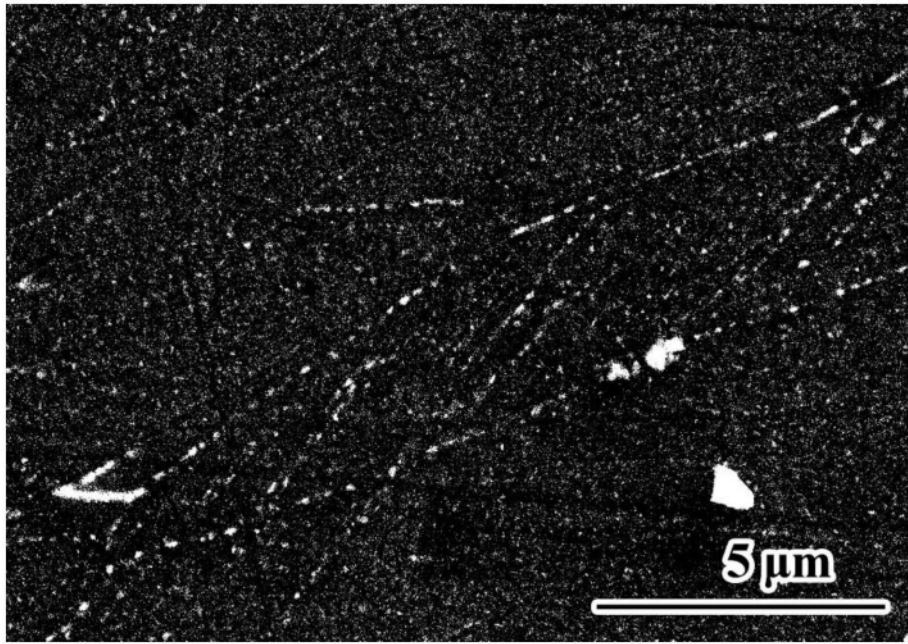


图7

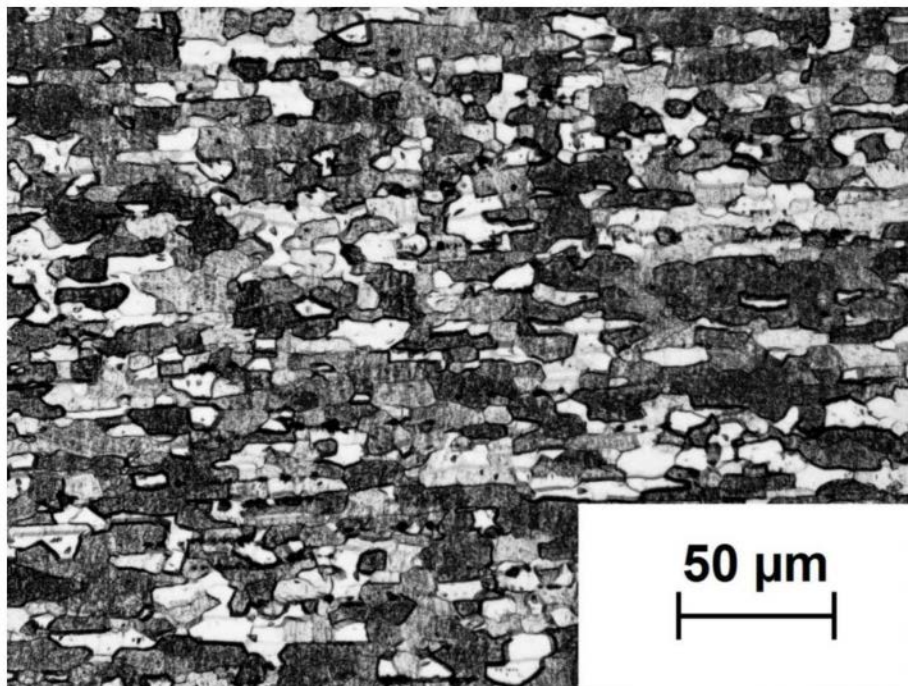


图8

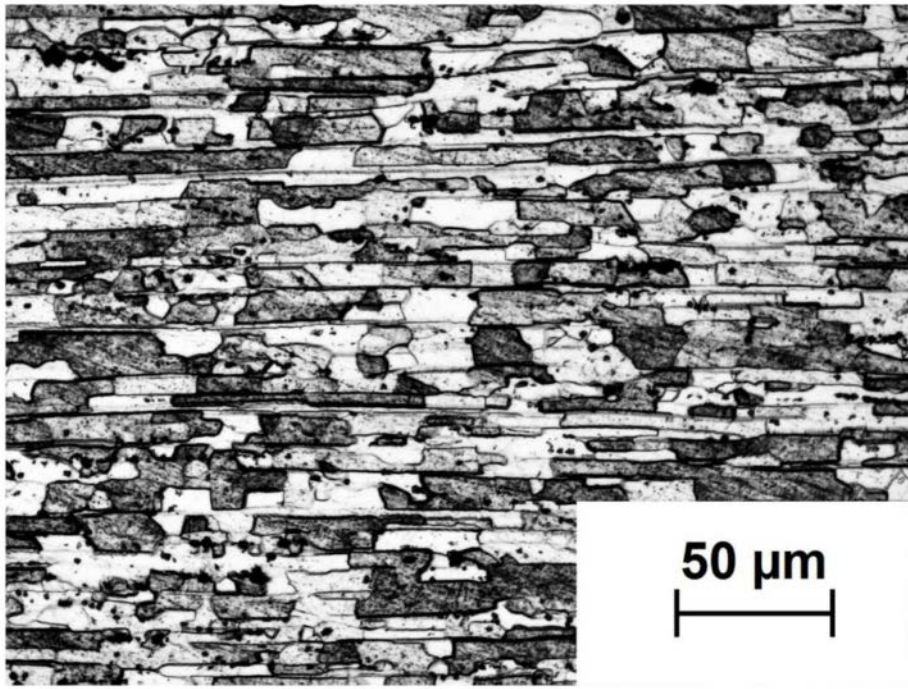


图9

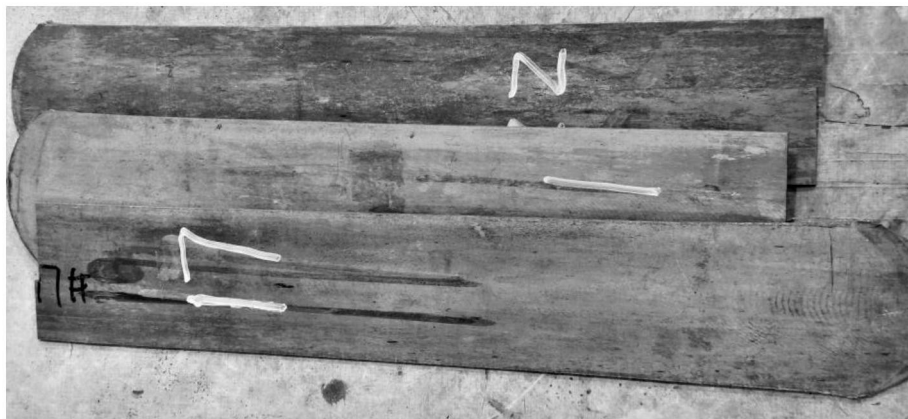


图10

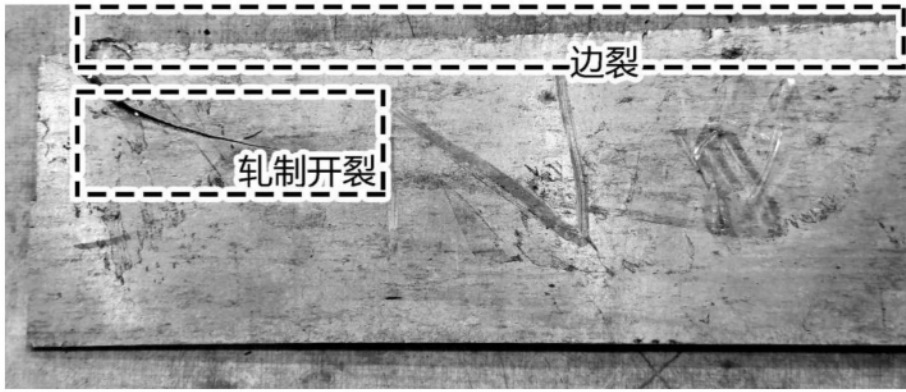


图11