

-180 °C 深冷处理对 7A99 铝合金峰值时效强韧性能与析出行为的影响

高文林^{1,2,3}, 王向杰¹, 李国爱^{2,3}, 班春燕¹, 陆政^{2,3}, 崔建忠¹

(1. 东北大学 材料电磁过程研究教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

(2. 北京航空材料研究院, 北京 100095)

(3. 北京市先进铝合金材料及应用工程技术研究中心, 北京 100095)

摘 要: 对 7A99 超高强铝合金反向挤压板材采用 T6 峰值时效处理与 -180 °C 冷热循环时效热处理 (简称 T6-DCT), 通过 XRD、TEM、HRTEM 与 3DAP 研究 -180 °C 深冷处理对 7A99 铝合金反向挤压板材强韧性能以及析出行为的影响。结果表明, -180 °C 冷热循环时效处理使得铝基体的晶格常数由 0.40551 nm 增至 0.40626 nm, 起到了一定的固溶强化作用; -180 °C 冷热循环时效处理后晶粒内部生成大量与基体非共格的 η 相, 晶界处 η 相呈现断续分布并形成晶界无析出带, 降低材料的拉伸强度; -180 °C 冷热循环时效处理促进基体中 Zn 和 Mg 元素原子的微观偏聚, 导致了 Zn 和 Mg 元素的非均匀析出; -180 °C 深冷处理可以减小时效终态析出相的平均等效半径与析出密度, 将等效半径由 1.20 nm 减小至 1.14 nm, 将析出密度由 $4.53 \times 10^{24}/\text{m}^3$ 降低至 $3.87 \times 10^{24}/\text{m}^3$, 削弱析出强化效果; -180 °C 冷热循环时效处理后合金的强韧匹配性能得到显著改善, 强度略有降低, 韧性显著提高。

关键词: -180 °C 深冷处理; 7A99 铝合金; 3DAP; 析出行为; 强韧性能

中图分类号: TG146.21

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)09-2937-07

近年来, 随着新式武器装备研制的快速发展与迫切需求, 以 Al-Zn-Mg-Cu 为主成分的 7A85、7A55、7050 等超高强铝合金因具备密度低、强度高、韧性优、加工性能好等优点, 在航空、航天、兵器等领域已经取得较为广泛的应用^[1-8], 但合金的强度与耐应力腐蚀、断裂韧性等性能存在此消彼长的矛盾问题。例如 7A85-T7452 锻件具备优良的耐应力腐蚀性能, 但拉伸强度偏低; 7A55 铝合金的强度较高, 但在高强度状态其耐应力腐蚀性能损失严重^[9-13]。7A99 铝合金是北京航空材料研究院研制的一种新的超高强韧铝合金, 峰值时效处理后其拉伸性能优异, 但材料的韧性偏低 (主要体现在断面收缩率与断裂韧性偏低), 强韧匹配不佳。由于服役环境特殊, 已经由追求高强度转变为追求高韧性与较高强度, 而现有的 T7X 等时效热处理工艺都无法满足要求。

深冷处理 (deep cryogenic treatment, DCT) 是以液氮为制冷剂在低于 -100 °C 温度下对材料进行处理的方法, 是传统热处理的一种创新与延伸, 是将待处理的零件置于特定可控的低温环境中, 使材料的微观组织结构发生变化, 从而改善材料机械、物理性能的一

种方法^[14-17]。近几年, 部分研究人员将深冷处理与铝、镁合金固溶时效工艺相结合, 发现合理的深冷处理工艺可以改变铝、镁合金的组织与性能, 国内外关于深冷处理对铝合金、镁合金的作用机理也有一定研究, 李桂荣^[18]等对 7055 铝合金挤压板材进行 -196 °C 的 4 道次冷热循环时效处理, 发现随着循环次数的增加析出相尺寸减小、位错密度增加; 陈鼎^[19]等对 1~8 系 12 种常用铝合金材料进行 -193 °C 的深冷处理研究, 发现深冷处理可以提高 1230、2017、2024、3003、4032、7075 和 8009 的室温抗拉伸强度; 中国科学院低温实验室^[20]对 Ti-6Al-4V 合金进行 -196 °C 的深冷处理研究发现, 深冷处理后 Ti-6Al-4V 合金组织中的位错增多, 材料的强度略有提升, 材料塑性显著提升。本课题组在前期研究中发现 7A99 铝合金挤压材经过 -120 °C 3 次深冷处理后, 合金的析出相尺寸变小、析出密度提高, 强韧性能得到改善^[21], 而关于 -180 °C 深冷处理对 7A99 铝合金反向挤压板材的析出行为与强韧性能影响尚未见报道。

因此, 本实验以 7A99 超高强韧铝合金反向挤压板

收稿日期: 2018-09-10

基金项目: 国家重点研发计划 (2016YFB0300901); 国家自然科学基金 (U1608252, U1708251, 51574075)

作者简介: 高文林, 男, 1986 年生, 博士生, 高级工程师, 东北大学材料电磁过程研究教育部重点实验室, 辽宁 沈阳 110819, E-mail: 13241663121@163.com

材为研究对象,以-180 ℃为深冷处理温度,将宏观分析与微观表征相结合,研究-180 ℃深冷处理对 7A99 超高强铝合金反向挤压板材强韧性能与析出行为影响。

1 实验

本实验采用半连续铸造制备的 $\Phi 540$ mm 7A99 铸锭,合金化学成分如表 1 所示。

铸锭完成退火、均匀化后在 55 MN 反向挤压机上进行挤压,挤压板材截面尺寸为 60 mm×300 mm。完成挤压后,将挤压板材分别进行 T6 与 T6-DCT 热处理,其中 T6 热处理制度如下:材料完成固溶淬火后,进行 120℃,24 h 人工时效处理;T6-DCT 热处理制度图 1 所示。

具体工艺如下:材料固溶处理后立刻(30 s 内)进行低温冷处理,低温冷处理后立刻(30 s 内)将挤压板材进行人工时效,人工时效完成后空冷至室温,完成 1 次冷热循环处理,然后按照如上工艺完成 2 次与 3 次冷热循环处理,最终补全剩余的时效进程(时效总时间按峰值时效的 24 h 计算),挤压板材的三维光学显微组织照片如图 2 所示。

表 1 7A99 铝合金的成分

Table 1 Composition of 7A99 aluminum alloy ($\omega/\%$)							
Zn	Mg	Cu	Zr	Ti	Fe	Si	Be
7.6~8.6	1.7~2.5	1.4~2.0	0.1-0.20	0.05	≤ 0.08	≤ 0.06	0.002

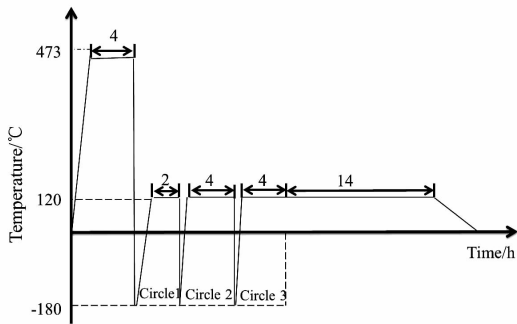


图 1 冷热循环峰值时效(T6-DCT)工艺路线

Fig.1 Schematic diagram of T6-DCT

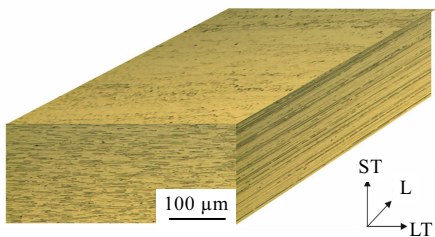


图 2 7A99 合金挤压板材的三维光学显微组织照片

Fig.2 Three-dimensional optical micrograph of 7A99 indirect extrusion plate

本研究采用 CMT5105 型电子万能拉伸试验机进行拉伸性能测试,加工好的试样进行室温拉伸试验前用 800#水磨砂纸磨光,拉伸速度均为 2 mm/min,试样标准如图 3 所示,取样位置为中心层,取样方向为纵向,拉伸试棒平均值计算得出;采用 X' PetPro MPD X 射线衍射仪对材料进行物相分析,扫描速率为 6°/min,测量范围为 5°~120°;采用 JEM-1200EX 透射电镜对材料的晶粒、晶界形貌及其析出相分布进行观察;采用 LEAP 4000 HR 三维原子探针材料中 Zn 和 Mg 元素及其组成的析出相进行定性定量分析。

2 实验结果与讨论

2.1 -180 ℃深冷处理对合金强韧性能的影响

7A99 超高强铝合金反向挤压板材在 T6 与 T6-DCT 时效过程中的强韧性能(屈服强度—断面收缩率)变化趋势曲线如图 4 所示。从图 4 中可知,在 T6 工艺条件下随着时效进行,合金的屈服强度逐渐提高、断面收缩率逐渐降低,时效终期时屈服强度达到 660 MPa,断面收缩率达到 13.6%;在 T6-DCT 工艺条件下,合金的屈服强度与断面收缩率呈现同步递增,时效终期屈服强度为 611 MPa,较 T6 态终期降低 49 MPa,降低率为 8%,但断面收缩率提高至 20.6%,提升率 54%。

因此,在峰值时效过程中施加 3 次-180℃深冷处理虽然降低合金的屈服强度,但较大程度提升合金的断面收缩率,即提升合金的韧性。

2.2 -180 ℃深冷处理对析出相种类的影响

在 Al-Zn-Mg-Cu 合金中,一般认为合金的析出相析出序列为:过饱和固溶体(super saturated solid solution, SSSS)-G.P 区-亚稳平衡相 η' -平衡相 η ,对合金起主要强化作用的是与基体共格的 G.P 区和与基体半共格的 η' 相, η 相与基体非共格,对合金的强化作用较小^[22-27]。

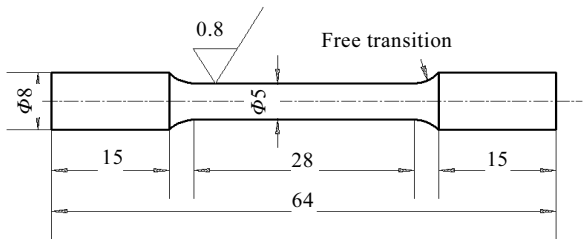


图 3 拉伸试样尺寸

Fig.3 Dimension of tensile test sample

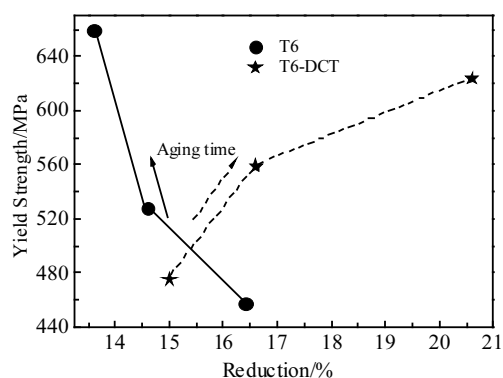


图4 7A99 铝合金挤压板材 T6 与 T6-DCT 强韧性能

Fig.4 Strength and toughness of 7A99 indirect extrusion plates aged by T6 and T6-DCT

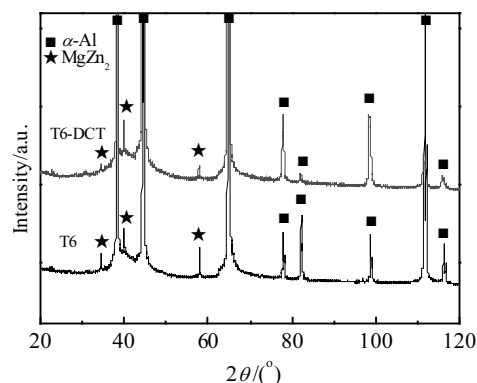


图5 7A99 铝合金挤压板材 T6 与 T6-DCT 物相种类

Fig.5 Phases of 7A99 indirect extrusion plates aged by T6 and T6-DCT

为研究深冷处理后析出相种类是否发生变化, 采用大角度 XRD 对 T6 与 T6-DCT 热处理状态合金进行物相分析。从图 5 中可知, 深冷处理后合金中析出相仍是 Mg 和 Zn 元素组成的 MgZn_2 相, 但在 35° 和 57° 附近的析出相衍射峰强度显著变弱, 这说明深冷处理后 MgZn_2 析出相的数量减少。7xxx 铝合金中的 η' 和 η 相均是 MgZn_2 , 已知 T6 处理后组织中的析出相是以 η' 相为主, 可是无法判断 T6-DCT 处理后合金中主要强化相的种类是否仍然是 η' 相。

为进一步研究 -180 °C 深冷处理对析出相种类的

影响, 采用 TEM 与 HRTEM 对深冷前后微观组织进行观察如图 6 所示。从图 6 可知, 从 T6 态到 T6-DCT 态, 随着深冷处理的施加, 晶内析出相呈现粗化特征, 晶界明显变宽且晶界析出相粗化呈不连续分布, 产生明显晶界无析出带 (PFZ)。T6 热处理后, 合金晶内析出相呈现细小且弥散分布特征, 析出相以与基体共格的针状 η' 相为主 (见图 6a, 6b 和 6c), 长度为 5~6 nm; T6-DCT 热处理后, 合金晶内析出相尺寸明显增大, 且以棒状与块状形貌为主, 析出数量有所减少, 晶界处析出相完全断开, 并存在一个宽度 40~50 nm 的

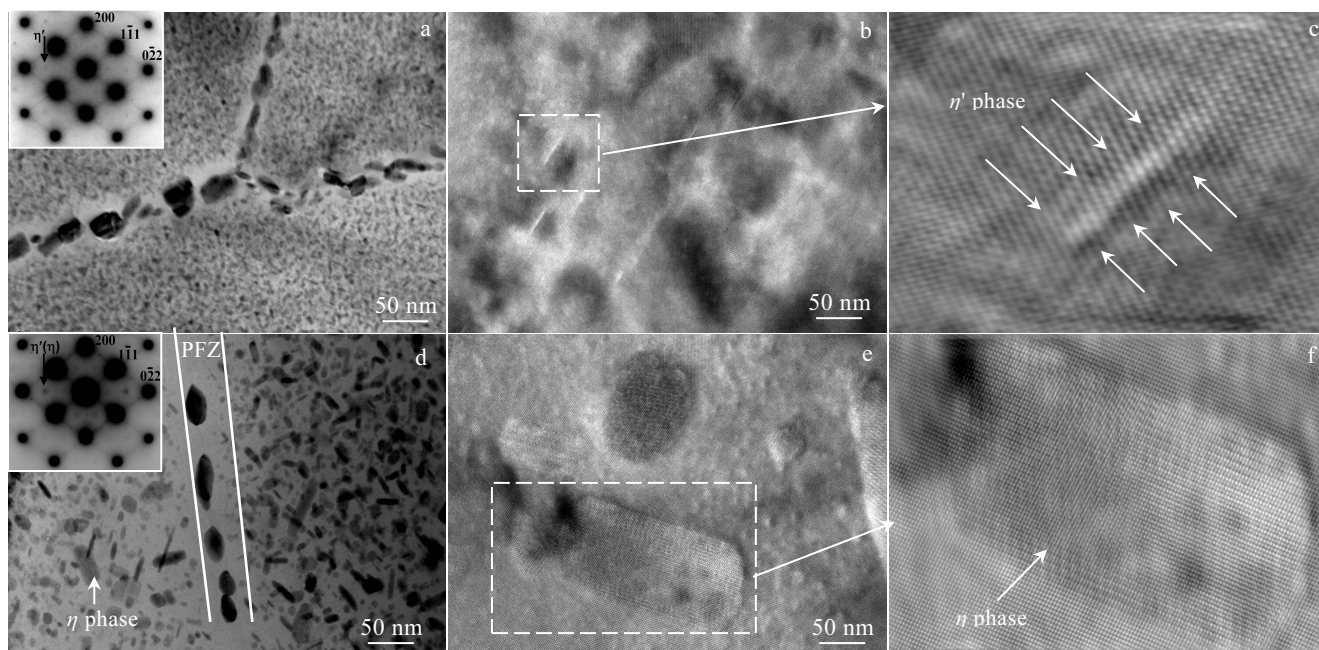


图6 7A99 铝合金挤压板材 T6 与 T6-DCT 处理 TEM 照片

Fig.6 Micrographs of 7A99 indirect extrusion plates aged by T6 and T6-DCT: (a) TEM, T6, <110>; (b) HRTEM, T6; (c) FFT, η' -T6; (d) TEM, T6-DCT, <110>; (e) HRTEM, T6-DCT; (f) FFT, η of T6-DCT

晶界无析出带,暗场衍射斑与 HRTEM 表明此时合金中析出相以粗化的 η 相为主,伴有少量的 η' 相(见图 6d~6f)),说明合金此时已经处于一定程度的过时效状态。

2.3 深冷处理对析出相密度以及尺寸的影响

如上述分析可知, -180°C 深冷处理促进了析出相的形核与长大,将时效进程推进。因此,为了深入探究 -180°C 深冷循环处理是如何将 T6 峰值时效进程推进至过时效,采用 3DAP 技术分析了 Zn 和 Mg 元素原子在 T6 与 T6-DCT 工艺条件的微观分布,如图 7 与图 8 所示。

从图 7 中可知, T6-DCT 处理后合金中 Zn 和 Mg 元素在铝基体中的偏析程度明显加重,分布均匀性降低,大尺寸原子团数目增多,小尺寸原子团数量减少,原子团之间空隙区域增大。

从图 8 可以看出: 冷热循环时效处理后合金中 10~50, 50~80, 80~120, 120~200, 200~400, 400~600, 600~800 nm 以及 800 nm 以上所有尺寸范围的 Zn 和 Mg 元素原子在基体中的比例均呈下降趋势,且二者变化规律相同,其中 Zn 元素原子分别由 0.87%, 0.46%, 0.64%, 0.97%, 2.63%, 1.89%, 1.58%, 15.3% 降低至 0.74%, 0.08%, 0.12%, 0.44%, 1.17%, 1.11%, 1.18%, 15.2%, 平均降低率为 44.5%; Mg 元素原子分别由 0.95%, 0.42%, 0.54%, 0.79%, 2%, 1.41%, 1.14%, 10.59% 降低至 0.64%, 0.07%, 0.08%, 0.33%, 0.83%, 0.72%, 0.77%, 9.53%, 平均降低率为 51.0%。

图 9 是 T6-DCT 处理后,不同尺寸 Zn 和 Mg 元素原子团在基体中所占比例减少量的变化曲线,从图中可知 Zn 和 Mg 两种元素变化规律几乎完全一致: 其中

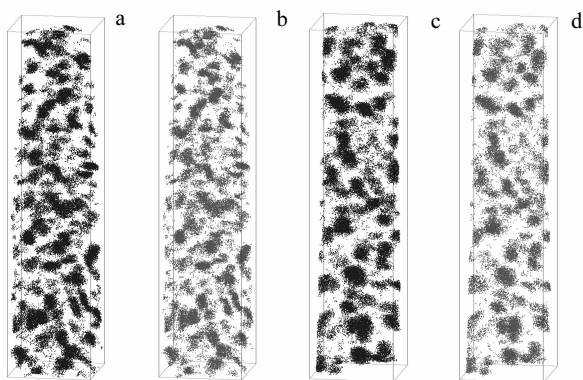


图 7 T6 与 T6-DCT 处理后 7A99 合金中 Zn 和 Mg 元素的定性变化

Fig.7 Qualitative research of the Zn and Mg elements in 7A99 plate aged by T6 and T6-DCT: (a) Zn, T6; (b) Mg, T6; (c) Zn, T6-DCT; (d) Mg, T6-DCT

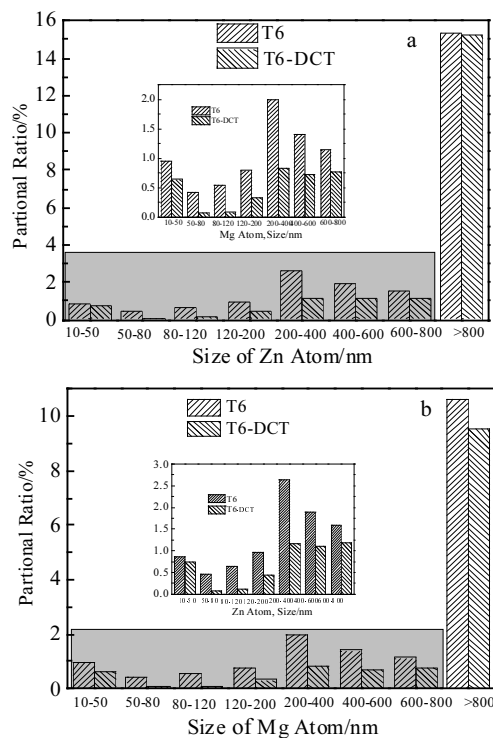


图 8 T6 与 T6-DCT 7A99 合金中 Zn 和 Mg 元素原子比例变化
Fig.8 Quantitative research of the Zn (a) and Mg (b) elements in 7A99 plate aged by T6 and T6-DCT

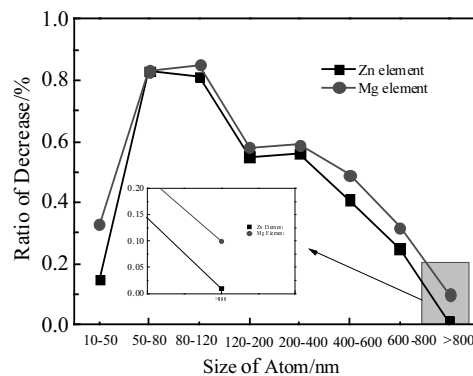


图 9 T6-DCT 处理后 7A99 合金中 Zn 和 Mg 原子降低比率曲线

Fig.9 Decrease ratio curve of the Zn and Mg elements in 7A99 plate aged by T6 and T6-DCT

50~80 nm 与 80~120 nm 范围内的原子团比例降低最严重,这可能是由于 50~120 nm 原子团在基体中的数量最多,分布最为密集,在冷热循环处理过程中多个原子团在冷致压应力与热致拉应力的共同作用下逐渐通过扩散形成相对较大尺寸的原子团,在高温时效过程中这些原子团只有部分析出,剩余的部分滞留在固溶体中。

从图 7 可知, Zn 和 Mg 元素在基体中的位置几乎完全重合, 因此, T6-DCT 处理后合金中由 Zn 和 Mg 元素组成的 η -MgZn₂ 相与 η' -MgZn₂ 相数量也同样减少。

为进一步明确 -180 ℃ 深冷处理后析出相尺寸与析出量的具体变化, 采用三维原子探针技术对 T6 与 T6-DCT 状态的析出相等效半径与析出密度进行定量计算。

为便于计算, 将析出相等视为球形, 其等效半径公式如式 (1) 所示, 析出相数量密度公式如式 (2) 所示:

$$R_p = \left(\frac{3n_p * \Omega}{4\pi * \xi} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (1)$$

$$N_v = \frac{N_p * \xi}{n_a * \Omega} \quad (2)$$

其中, n_p 是一个析出相中包含的原子数; Ω 是一个晶胞中原子的体积为 $1.66 \times 10^{-2} \text{ nm}^3$; ξ 是检测效率, 一般取 0.36; N_p 是分析体积中析出相的数量; N_v 是析出相密度, 即单位体积中析出相颗粒数量; n_a 是分析体积总原子数; 其中 N_v 、 N_p 、 n_p 是三维原子探针测得, 将上述各项参数代入式 (1) 与式 (2) 得到表 2 结果。

从表 2 可知, 冷热循环峰值时效处理后的析出相平均等效半径由 1.20 nm 减小至 1.14 nm, 单位体积内析出相数量由 4.53×10^{24} 个/ m^3 降低至 3.87×10^{24} 个/ m^3 。同一材料在相同热处理制度下其析出量是恒定的, 当析出相等效半径变小时, 其析出密度往往是增大的, 但 T6-DCT 处理后材料中析出相的等效半径减小, 析出密度却降低, 这说明 T6-DCT 处理后材料的析出量降低。

析出相数量的减少是由于 Zn 和 Mg 元素固溶在铝基体晶格中, 在时效过程中未完全析出, 导致基体的晶格常数变大。如图 10 所示, T6-DCT 处理后铝基体的晶格常数由 0.40551 nm 增至 0.40626 nm。

2.4 -180 ℃ 深冷处理对合金时效进程与强韧性能的影响

结合以上分析, T6-DCT 时效过程具体如下: 合金完成固溶处理后立即进入 -180 ℃ 深冷环境, 随着深冷温度逐渐降低, 铝基体晶格受到冷致压应力逐渐增大, 基体晶格中的空位在压应力的作用下短程扩散, Zn 和 Mg 等元素原子同时借助空位进行运动形成多个短程有序分布的原子团^[28], 冷致压应力的增大促使晶格内部空位密度提高, 有助于 G.P 区数量和形核率的提升。当温度达到 -180 ℃ 时固溶在基体中的元素原子由短程有序原子团逐渐结合成较大尺寸的团簇, 此时组织中还未形成析出相 (暗场衍射斑点微弱), 晶界附近位错在冷致压应力作用下产生增殖现象, 如图 11a 所示。

表 2 析出相等效半径与析出密度

Condition	R_p / nm	$N_v / \times 10^{24} \text{ m}^{-3}$
T6	1.20	4.53
T6-DCT	1.14	3.87

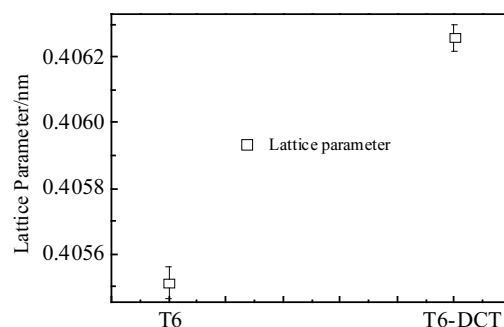


图 10 T6 与 T6-DCT 基体晶格变化

Fig.10 Lattice parameter variation of aluminum matrix in 7A99 alloy aged by T6 and T6-DCT

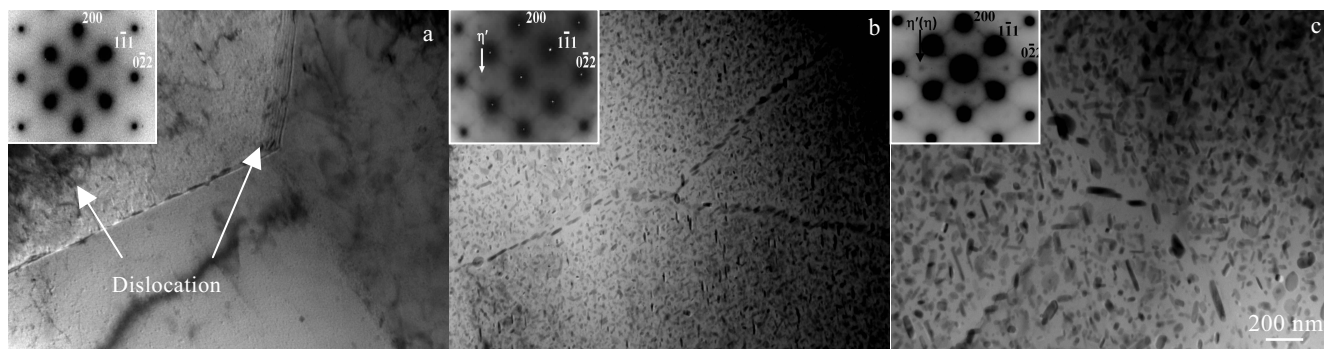


图 11 7A99 合金挤压材 T6-DCT 时效过程中晶粒形貌变化

Fig.11 TEM micrographs of 7A99 indirect extrusion plates during the T6-DCT aging: (a) quenched and -180 ℃, <110>; (b) quenched, -180 ℃ and 120 ℃/2 h, <110>; (c) quenched, -180 ℃, 120 ℃/2 h, -180 ℃, 120 ℃/4 h, <110>

当材料第 1 次由-180 °C 深冷环境进入 120 °C 时效环境, 部分冷致压应力得以释放, 剩余的冷致应力转化为时效驱动力促进析出相时效, 第 1 次深冷过程中形成的 G.P 区在剩余冷致压应力与高温环境双重作用下率先依靠晶界、晶内位错等形核长大, 使得晶界和晶内形成 η' 相, 如图 11b 所示, 但由于-180 °C 温度过低, Zn 和 Mg 等元素的原子“冻结”在基体中, 即使进入 120 °C 高温保温, 仍会有部分原子处于“冻结”状态, 无法完全进行时效析出。

材料第 2 次进入-180 °C 深冷处理时, 固溶在基体中未析出的 Zn 和 Mg 元素原子再次受到冷致压应力的作用而处于冻结状态, 深冷后原子的活性能达到最低状态, 当再次进入 120 °C 高温时效后析出的元素原子数量仍然较少, 析出仍不充分, 但第 1 阶段时效形成的不稳定 η' 相继续吸收二次剩余冷致压应力进行长大并形成 η 相, 与此同时又伴有新的 η' 析出相形成, 如图 11c 所示。按照如上过程完成 3 次冷热循环处理后, 晶粒内外的析出相以 η 相为主, 伴有少量的 η' 析出相, 如图 6d 所示。

综上所述, T6-DCT 处理后合金的强韧性变化归结于以下原因:

一方面, T6-DCT 终期, 合金中析出相以 η 相为主, η 相与基体呈非共格状态, 其强化效应不及 η' 析出相。一方面, 合金的析出强化效果削弱, 导致强度降低。合金基体晶格常数变大导致析出相的析出密度降低, 同时析出相的等效半径也减小, 因此合金的析出强化效果受到较为严重的削弱。另一方面, 固溶强化对合金强度与塑韧性有所提升。合金的晶格常数增大, 表明此时固溶强化机制起到一定作用, 但固溶强化主要依靠 Mg 元素, Mg 的含量相对较低, 对合金强度的提升有限。因此, 即使固溶强化对材料强度有所提升, 也抵不过析出强化削弱所损失的强度。所以, 在以上双重机制的作用下, 时效终期合金呈现强度降低、断面收缩率提高的现象, 合金强度的降低必然会导致延伸率、断面收缩率等(韧性)的提高, 除此之外, 固溶强化机制也有利于断面收缩率的提升。

3 结 论

1) 固溶处理后对 7A99 挤压板材进行-180 °C 深冷处理可以起到促进时效的作用, 当冷热循环峰值时效完成时晶粒内部生成大量与基体非共格的 η -MgZn₂ 相, 促进晶界处 η -MgZn₂ 相呈现断续分布并形成晶界无析出带, 削弱析出强化效应, 使得材料的屈服强度降低。

2) 固溶处理后对 7A99 挤压板材进行 3 次-180 °C

冷热循环时效处理加剧基体中 Zn 和 Mg 元素原子的偏聚, 降低基体中 Zn、Mg 元素的析出比例以及析出相的分布均匀性。

3) 在 7A99 铝合金固溶与时效处理之间加入-180 °C 深冷处理可以减小时效终态析出相的平均等效半径, 将等效半径由 1.20 nm 减小至 1.14 nm; 降低单位体积内析出相数量, 将析出相数量由 $4.53 \times 10^{24}/\text{m}^3$ 降低至 $3.87 \times 10^{24}/\text{m}^3$, 削弱析出强化效果; 基体的晶格常数由 0.40551 nm 增至 0.40626 nm, 表明固溶强化机制对合金强度与韧性有所提升。

4) T6-DCT 处理终期, 7A99 铝合金挤压材在析出强化减弱、固溶强化增强的双重机制作用下, 呈现出屈服强度降低、断面收缩率(韧性)提升的现象。

参考文献 References

- [1] Li Chengbo, Wang Shaolin, Zhang Duanzheng *et al.* *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2016, 688(Part A): 456
- [2] Nie Baohua, Liu Peiying, Zhou Tietao. *Materials Science & Engineering A*[J], 2016, 667: 106
- [3] Singh A, Ramakrishna A, Baker D *et al.* *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2017, 719: 151
- [4] She H, Shu D, Wang J *et al.* *Materials Characterization*[J], 2016, 113: 189
- [5] Chen Yanxia, Yang Yanqing, Feng Zongqiang *et al.* *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2017, 726: 367
- [6] Yang Wenjing, Ding Hua, Mu Yongliang *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2017, 707: 193
- [7] Lin L H, Liu Z Y, Bai S *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2017, 682: 640
- [8] Liu Shengdan, Wang Shaoling, Ye Lingying *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2016, 677: 203
- [9] Liu S D, Chen B, Li C B *et al.* *Corrosion Science*[J], 2015, 91: 203
- [10] Wen Shizhen(文世珍), Liu Cuiyun(刘翠云), Wu Ruolin(吴若邻) *et al.* *Rare Metal Materials & Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(10): 2358
- [11] Yao Xiaohong(姚晓红), Zhang Lin(张琳), Gao Wenli(高文理) *et al.* *Rare Metal Materials & Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(12): 2581
- [12] Kong Dejun, Wang Jinchun. *Journal of Alloys & Compounds* [J], 2015, 632: 286
- [13] Martin Kadlec, Roman Ruzek, Lucie Novakova. *International Journal of Fatigue*[J], 2015, 74: 7
- [14] Wang J, Fu R D, Li Y J *et al.* *Materials Science & Engineering A* [J], 2014, 609: 147

- [15] Wu Hongyan(吴红艳), Ai Zhengrong(艾峥嵘), Liu Xianghua(刘相华). *Transactions of Materials and Heat Treatment*(材料热处理学报)[J], 2013, 34(12): 1
- [16] Wang K K, Tan Z L, Gu K X *et al. Materials Science & Engineering A* [J], 2017, 684: 559
- [17] Wang J, Fu R D, Li Y J *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 609: 147
- [18] Li Guirong(李桂荣), Wang Hongming(王宏明), Yuan Xueting(袁雪婷) *et al. Rare Metal Materials & Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(S1): 251
- [19] Chen Ding(陈鼎), Li Wenxian(黎文献). *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*(中国有色金属学报)[J], 2000, 10(6): 891
- [20] Gu Kaixuan, Zhang Hong, Zhao Bing *et al. Materials Science & Engineering A* [J], 2013, 584: 170
- [21] Gao Wenlin(高文林), Wang Xiangjie(王向杰), Chen Junzhou(陈军洲) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(4): 1155
- [22] Sha G, Alfred Cerezo. *Acta Materialia* [J], 2004, 52: 4503
- [23] Shojaei K, Sajadifar S V, Yapici G G. *Materials Science & Engineering A* [J], 2016, 670: 81
- [24] Bidyapati Mishra, Chandan Mondal, Rajnish Goyal *et al. Materials Science & Engineering A* [J], 2014, 612: 343
- [25] Lidia Lityńska-Dobrzyńska, Jan Dutkiewicz, Wojciech Maziarz *et al. Journal of Alloys & Compounds*[J], 2011, 509: S304
- [26] Chen Junzhou(陈军洲). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2008
- [27] Chen S Y, Chen K H, Peng G S *et al. Journal of Alloys & Compounds* [J], 2012, 537: 338
- [28] Dumontab D, Deschamps A, Brecheta Y. *Acta Materialia*[J], 2004, 52(9): 2529

Effect of Deep Cryogenic Treatment of -180 °C on Strength and Toughness Properties and Precipitation Behavior of 7A99 Aluminium Alloy

Gao Wenlin^{1,2,3}, Wang Xiangjie¹, Li Guoai^{2,3}, Ban Chunyan¹, Lu Zheng^{2,3}, Cui Jianzhong¹

(1. Key Laboratory of Electromagnetic Processing of Materials, Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

(3. Beijing Engineering Research Center of Advanced Aluminum Alloys and Application, Beijing 100095, China)

Abstract: Indirect extrusion plate of 7A99 ultrahigh-strength aluminium alloy was heat treated by T6 peak aging treatment and peak cold-heat cycle aging treatment of -180 °C (T6-DCT). XRD, TEM, HRTEM and 3DAP were applied to study the influences of T6-DCT treatment on the strength and toughness properties and precipitation behavior. The result shows that the lattice constant of Al matrix increases from 0.40551 nm to 0.40626 nm after T6-DCT, which plays a solid solution strengthening role. A large number of η phase occur in the grains, and the η phases at the grain boundaries are discontinuous; meanwhile the precipitation free zone is formed at the grain boundaries, which reduces the tensile strength. After T6-DCT treatment, the segregation degree of Zn and Mg increases, the precipitation ratio and distribution uniformity of precipitated phases decrease. The average equivalent radius of the precipitated phases changes from 1.2 nm to 1.14 nm after T6-DCT treatment, the density of the precipitated phases decreases from $4.53 \times 10^{24}/\text{m}^3$ to $3.87 \times 10^{24}/\text{m}^3$, which weaken the precipitation-strengthening effect. The match between strength and toughness improve significantly after T6-DCT treatment, i.e. the strength is slightly reduced and the toughness is increased remarkably.

Key words: -180 °C deep cryogenic treatment; 7A99 aluminium alloy; 3DAP; precipitation behavior; strength and toughness properties

Corresponding author: Wang Xiangjie, Ph. D, Associate Professor, Key Laboratory of Electromagnetic Processing of Materials, Ministry of Education, Northeastern University, Shenyang 110819, P. R. China, E-mail: wangxj@epm.neu.edu.cn