

Al–Zn–Mg–Cu–Zr–(Sc) 合金搅拌摩擦焊接头组织和性能

王 宇^{1,2,3)}, 熊柏青^{1,3)}, 李志辉^{1,3)}✉, 温 凯^{1,3)}, 李锡武^{1,3)}, 张永安^{1,3)}, 闫丽珍^{1,3)},
刘红伟^{1,3)}, 闫宏伟^{1,3)}

1) 有研工程技术研究院有限公司有色金属材料制备加工国家重点实验室, 北京 101407 2) 有研亿金新材料有限公司, 北京 102200 3) 有研科技集团有限公司, 北京 100088

✉通信作者, E-mail: lzh@grinm.com

摘 要 利用光学显微镜、透射电子显微镜、显微硬度计和万能拉伸试验机等手段, 表征了 Al–Zn–Mg–Cu–Zr–(Sc) 合金搅拌摩擦焊(FSW)接头的显微组织和性能, 探究了 Sc 元素对改善超高强 Al–Zn–Mg–Cu–Zr 合金焊接性能的作用机制。结果表明: Al–Zn–Mg–Cu–Zr–(Sc) 合金焊接接头具有相似的组织特征, 焊核区为动态再结晶组织, 由细小均匀的等轴晶组成, 包含较高密度的位错线, 大部分时效析出相溶解; 热力影响区晶粒被拉长, 位错密度更高, 残留的时效析出相显著粗化; 热影响区保留与母材相同的晶粒形态, 大部分时效析出的 η' 相发生长大, 少部分粗化成 η 相。添加质量分数 0.17% 的 Sc, 可以使合金 FSW 接头抗拉强度提升 43 MPa, 屈服强度提升 23 MPa, 断后伸长率改善 2.3%, 焊接系数达到 74.1%。Al₃(Sc,Zr) 二次析出相可以强烈抑制位错、亚晶界、晶界的移动, 细化晶粒的同时保留大量的亚结构, 且自身可发挥 Orowan 弥散强化作用。因此, 可通过细晶强化、亚结构强化和弥散强化三种方式显著提高合金 FSW 接头的力学性能。

关键词 Al–Zn–Mg–Cu–Zr–(Sc) 合金; Al₃(Sc,Zr); FSW 接头; 显微组织; 力学性能

分类号 TG146.2

Microstructure and properties of friction stir welded joints for Al–Zn–Mg–Cu–Zr–(Sc) alloys

WANG Yu^{1,2,3)}, XIONG Bai-qing^{1,3)}, LI Zhi-hui^{1,3)}✉, WEN Kai^{1,3)}, LI Xi-wu^{1,3)}, ZHANG Yong-an^{1,3)}, YAN Li-zhen^{1,3)}, LIU Hong-wei^{1,3)},
YAN Hong-wei^{1,3)}

1) State Key Laboratory of Nonferrous Metals and Processes, GRIMAT Engineering Institute Co., Ltd., Beijing 101407, China

2) GRIKIN Advanced Materials Co., Ltd., Beijing 102200, China

3) GRINM Group Co., Ltd., Beijing 100088, China

✉ Corresponding author, E-mail: lzh@grinm.com

ABSTRACT Addition of Sc is capable of greatly improving the mechanical properties of aluminum alloy welded joints, reducing the hot crack sensitivity coefficient; thus, it could solve the welding problem of ultra-high strength aluminum alloys. Friction stir welding has the advantages of small heat-affected zone, low residual stress, and small deformation of welding work piece, making it a good choice for welding materials with high heat crack sensitivity. In this article, the microstructure and properties of friction stir welding (FSW) joints of Al–Zn–Mg–Cu–Zr–(Sc) alloys were characterized *via* optical microscopy (OM), transmission electron microscopy (TEM), micro-hardness testing, and universal tensile testing. The mechanism of the effect of adding Sc element on improving the welding properties of the ultra-high strength Al–Zn–Mg–Cu–Zr alloy was explored. The results show that the welding joints of Al–Zn–Mg–Cu–Zr–(Sc) alloy exhibit similar microstructure characteristics. The welding nugget zone (WNZ) displays a dynamic

收稿日期: 2019–05–29

基金项目: 国家重点研发计划资助项目(2016YFB0300903, 2016YFB0300803)

recrystallization feature comprising fine and uniform equiaxed grains with high density dislocations. Most of the aged precipitates dissolve into the matrix in the WNZ. The grains in the thermal-mechanical affected zone (TMAZ) are elongated with higher dislocation density, and residual aged precipitates coarsened remarkably. The heat-affected zone (HAZ) retains the same grain morphology as the base metal. Most of the aged η' precipitates grow, and a few coarsen to be the η phase in this zone. However, 0.17% (mass fraction) Sc addition increases the ultimate tensile strength of FSW joint by 43 MPa, yield strength by 23 MPa, elongation by 2.3%, and the welding coefficient up to 74.1%. $Al_3(Sc, Zr)$ dispersoids are found to achieve the following: 1) strongly inhibit the movement of dislocations, sub-grain boundaries, and grain boundaries; 2) significantly refine grains while retaining several sub-structures; and 3) factor in Orowan precipitation strengthening. Therefore, the mechanical properties of FSW joints can be improved using the refined grain, sub-structure, and precipitation strengthening mechanisms.

KEY WORDS Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc alloy; $Al_3(Sc, Zr)$; FSW joint; microstructure; mechanical property

在航空航天用铝合金中,如高合金化的 2××× 和 7××× 系列,获得具备高强度、抗疲劳、耐腐蚀、断裂韧性高等良好综合性能的优质焊缝困难较大,长期以来阻碍了焊接技术在航空航天结构连接中的广泛应用^[1-6]。特别是超高强 7××× 铝合金通常被归类为不可焊接铝合金,因为这类铝合金的熔化区凝固组织粗大、气孔较多,导致焊缝处的力学性能与基础材料相比损失严重。

近些年,通过添加 Sc 元素来提高铝合金的焊接性能已成为研究热点^[7-8]。研究表明^[9],Sc 元素可以大幅度提升铝合金焊接接头的力学性能,降低铝合金的热裂纹敏感系数。Norman 和 Sundaresan 开发并研究了含 Sc 铝合金焊丝,这种新型焊丝可以有效改善焊接区域的凝固组织,减少焊接裂纹敏感系数,提升焊接接头的力学性能,满足航空用 7××× 铝合金焊接件的生产要求^[3]。元恒新^[10]也发现在焊接 7××× 铝合金时,使用含 Sc 的 5××× 铝合金焊丝可显著提升焊接接头强度。He 等^[11]对比研究了 Al-Mg-Mn-Sc-Zr 合金在钨极氩弧焊 (TIG) 和搅拌摩擦焊 (FSW) 两种焊接方式下的焊接行为,发现两种接头组织在 $Al_3(Sc,Zr)$ 粒子的作用下均得到明显细化。Seshagiri 等^[4]详细研究了含 Sc 和 Zr 的 Al-Cu 合金激光氩弧焊的焊接接头力学性能,得到相似的结果,晶粒得到明显细化的焊缝组织极大提升了焊接接头的强度。

搅拌摩擦焊 (Friction stir welding, FSW) 是上世纪 90 年代发明的一种焊接方法,与传统焊接方法相比具有许多优点,比如焊接接头热影响区小、残余应力低、焊接工件变形程度小,能一次性完成较长焊缝、大截面、不同位置的焊接,操作设备简单、操作过程容易实现机械化和自动化,无需添加焊丝和保护气体,可以焊接热裂纹敏感性高的材料甚至实现异种材料的连接,因此被认为是二十一世纪最有潜力的焊接方法^[12]。目前,针对 Sc 元

素优化 Al-Mg、Al-Zn-Mg 系合金 FSW 接头性能的研究工作已有报道^[11-12],而对于高合金化的 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金焊接行为的研究工作报道较少,关于母材中添加 Sc 元素对 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金焊接接头的作用仍需详细研究。本工作选取 Al-9.2Zn-2.2Mg-1.5Cu-0.11Zr-(Sc) 合金,采用搅拌摩擦焊对同种合金进行焊接,对比研究 Sc 元素对 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金 FSW 接头的微观组织和力学性能的影响。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验材料为利用实验室设备自制的 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 铝合金,化学成分和编号见表 1。合金铸锭的制备工艺见已报道的工作^[13]。合金铸锭经过热轧变形得到厚度为 6.0 mm 的板材,热轧板经过 470 ℃/2 h 的固溶淬火处理后在 120 ℃ 下保温 24 h 峰时效热处理。将热处理好的板材双面铣至厚度 5.2 mm,沿轴向中线切成两片试样,用于焊接实验。

表 1 合金的化学成分及编号

Table 1 Chemical composition and designation for the tested alloys		Composition (mass fraction) / %							
Number	Classification	Zn	Mg	Cu	Zr	Sc	Si	Fe	Al
1#	Nominal	9.2	2.2	1.5	0.11	0	≤0.08	≤0.10	Bal.
	Measured	9.42	2.33	1.62	0.12	0			
2#	Nominal	9.2	2.2	1.5	0.11	0.17			
	Measured	9.84	2.26	1.58	0.12	0.17			

1.2 实验方法

焊接实验是在北京赛福斯特技术有限公司 FSW2-4CX-006 型搅拌摩擦焊机上进行的,焊接方向平行于轧制方向,焊接前用丙酮对样品表面进行脱脂处理,防止焊接接头处产生气体和夹杂缺

陷. 搅拌头的轴肩直径为 15 mm, 搅拌针为螺纹圆锥体, 上端直径 6 mm, 下端直径 3 mm, 针长 5 mm. 主要焊接工艺参数为: 搅拌头转速 $500 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$; 焊接速度 $300 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$; 轴肩与工件的接触应力维持在 10 kN 左右.

焊接接头及母材用于显微组织观察的样品经过打磨、抛光、(腐蚀)处理后, 采用 Zeiss Axiovert 200MAT 型光学显微镜进行观察. 用于透射电子显微镜观察的样品从待观察的试样中线切割获得 $10 \times 10 \times 0.5 \text{ mm}^3$ 的薄片, 通过砂纸研磨至厚度为 $60 \sim 70 \mu\text{m}$, 采用冲片器, 冲出若干直径 3 mm 的小圆片. 继续用砂纸研磨至 $50 \sim 60 \mu\text{m}$ 左右, 再用 5000#砂纸轻轻打磨, 去除毛边, 用酒精洗净吹干后采用双喷减薄仪对样品进行冲孔, 双喷液为硝酸和甲醇, 二者体积比为 1 : 3, 温度为 $-30 \sim -20 \text{ }^\circ\text{C}$, 电压为 $15 \sim 20 \text{ V}$, 电流为 $50 \sim 80 \text{ mA}$. 将制备好的样品在 JEOL JEM2010 型透射电子显微镜下进行观察, 操作电压 200 kV.

采用 WILSON VH1150 型数显维氏硬度计对合金焊接接头的显微硬度进行测试, 加载载荷为 49 N, 加载时间为 15 s, 每个测试点测 3 个有效数值, 取平均值. 利用 WDW-3100 型电子万能试验机测量母材和焊接接头的拉伸性能, 取样方式以及试样尺寸如图 1 所示. 母材拉伸试样厚度为 5.2 mm, FSW 焊接样品的厚度为焊接接头的初始厚度, 焊接试样在拉伸测试前在室温下放置 30 d 以稳定微观组织.

2 实验结果

2.1 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金母材的组织 and 力学性能

Al-Zn-Mg-Cu 合金在时效态下的主要析出相是 GPI 区、GP II 区、 η' 相和 η 相, 这些析出相在低指

数晶带轴的选区电子衍射花样 (SAED) 的特定位置有特征衍射斑点出现, 因此可以通过 $\langle 001 \rangle_{\text{Al}}$ 、 $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ 、 $\langle 111 \rangle_{\text{Al}}$ 和 $\langle 112 \rangle_{\text{Al}}$ 等入射方向的 SAED 来区分. Sha 和 Cerezo^[14]、Li 等^[15]、Habiby 等^[16] 的研究工作表明, GPI 区的斑点易在 $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ 方向的衍射花样中的 $\{1, (2n+1)/4, 0\}$ 位置处观察到, 如图 2(a); GP II 区的斑点在 $\langle 111 \rangle_{\text{Al}}$ 方向的衍射花样中临近 $1/3\{422\}$ 位置处有特征衍射斑点, 但由于其衍射强度较低不易观察到; η' 相的斑点在 $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ 、 $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ 和 $\langle 112 \rangle_{\text{Al}}$ 方向的衍射花样中均容易观察到, 其中在 $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ 晶带轴的 $1/3\{220\}$ 和 $2/3\{220\}$ 的位置处出现衍射斑点 (图 2(a) 和 2(c)), 另外在 $\langle 111 \rangle_{\text{Al}}$ 晶带轴的 $1/3\{220\}$ 和 $2/3\{220\}$ 的位置处也出现较强衍射斑点 (图 2(b) 和 2(d)); η 相的斑点在 $\langle 111 \rangle_{\text{Al}}$ 晶带轴的 $1/6\{220\}$ 、 $3/6\{220\}$ 、 $5/6\{220\}$ 、 $1/4\{422\}$ 的位置处出现衍射斑点, 见图 2(b) 和 2(d). 此外, $\text{Al}_3\text{Zr}/\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 粒子的斑点在 $\langle 100 \rangle_{\text{Al}}$ 和 $\langle 111 \rangle_{\text{Al}}$ 方向的衍射花样中均易观察到, 位于 $\{100\}$ 和 $\{110\}$ 位置, 如图 2(c) 和 2(d) 所示. 基于以上分析, η' 相的衍射斑强度最高, $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 粒子的特征也很明显, 而 GPI 区、GP II 区、 η 相的衍射斑则有强有弱. 1#合金和 2#合金在时效过程中的析出相种类相同, η' 相是主要的强化相, 辅以少量的 GPI 区、GP II 区以及 η 相.

此外, 进一步研究了 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金在峰时效 T6 态的晶内析出相和晶界析出相的透射电镜形貌, 如图 3 所示. 可以看出, 由于析出相取向的缘故, 晶内析出相有椭圆形和细长形两种, 均呈现尺寸细小、弥散分布的特点, 尺寸范围基本在 $2 \sim 10 \text{ nm}$ 之内, 且较小尺寸的析出相占绝大部分. 需要指出的是, 两个合金的峰时效态的晶界析出相均比较粗大, 呈现明显的不连续分布, 并且存在较为明显的无沉淀析出带 (PFZ), 其宽度约为 $3 \sim 5 \text{ nm}$.

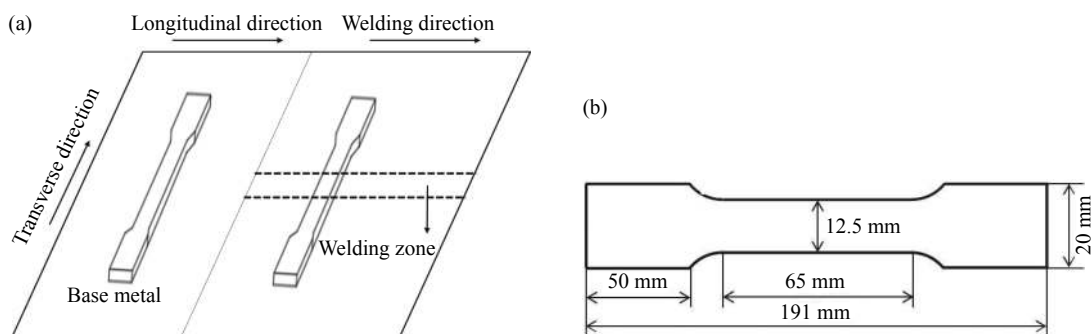


图 1 拉伸力学性能测试取样示意图(a)和试样尺寸示意图(b)

Fig.1 Schematic diagram (a) of the specimen sampling from the weld plates and dimensional schematics (b) of the tensile specimens tested in this work

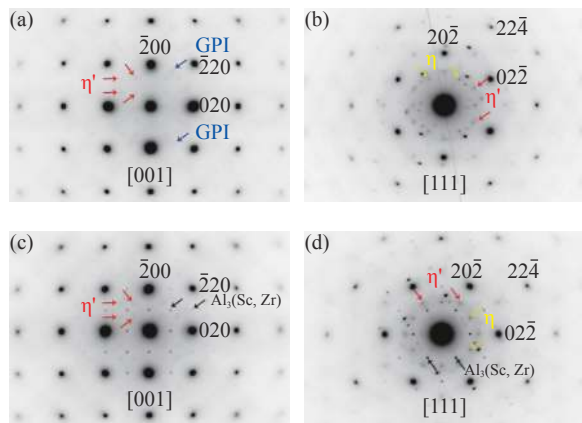


图2 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金母材的选区电子衍射花样。(a, b) 1#合金; (c, d) 2#合金

Fig.2 SAED patterns of base material for Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) alloys: (a, b) Alloy 1#; (c, d) Alloy 2#

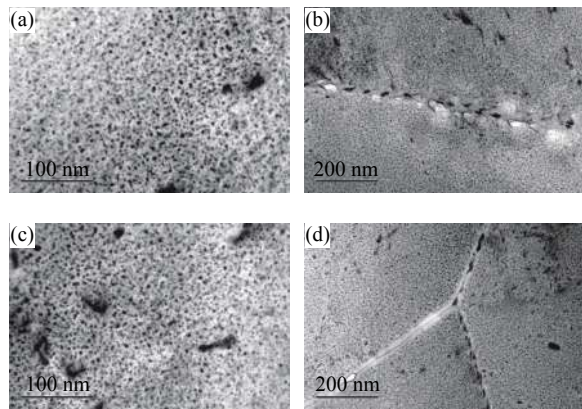


图3 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金母材的晶内和晶界析出相。(a, b) 1#合金; (c, d) 2#合金

Fig.3 Precipitates distributed in the grain and along the boundary of the base material for Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) alloys: (a, b) Alloy 1#; (c, d) Alloy 2#

1#和 2#合金母材峰时效 T6 态的拉伸力学性能如表 2 所示。由表可见, 不含 Sc 的 1#合金的抗拉强度和屈服强度为 613 MPa 和 557 MPa, 断后伸长率 8.3%; 添加微量 Sc 元素后, 2#合金的抗拉强度和屈服强度为 651 MPa 和 601 MPa, 分别提高 38 MPa 和 44 MPa, 断后伸长率 7.3%。可见, Sc 元素添加能够显著提高 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金的强度, 同时保持较好的塑性变形能力。

表 2 研究合金的母材和 FSW 接头拉伸力学性能

Table 2 Tensile properties of the base material and the FSW joint for the investigated alloys

Number	Ultimate tensile strength/MPa	Yield strength/MPa	Elongation/%	Welding coefficient/%	Fracture site
1#-Base material	613±8	557±11	8.3±2.1	—	—
1#-Weld joint	439±4	352±2	2.0±0.3	71.6	WNZ
2#-Base material	651±2	601±7	7.3±2.9	—	—
2#-Weld joint	482±3	375±6	4.3±0.4	74.1	WNZ

2.2 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金 FSW 接头的金相组织

图 4 为光学显微镜下观察到的 2#合金焊接接头横截面形貌, 1#合金焊接接头因具有相同特征而未列出。如图 4(a) 所示, 焊缝形状呈现为典型“盆型”, 其中上表面为搅拌头插入面, 对应焊缝区最大宽度。根据焊缝不同区域的组织特征, FSW 接头可以划分为四个区域, 如图 4(b) 所示, 居于焊缝中心的焊核区 (Weld nugget zone, WNZ), 热与机械力耦合作用下的热力影响区 (Thermal-mechanical affected zone, TMAZ), 单纯热影响区 (Heat-affected zone, HAZ), 以及母材区 (Base material, BM)。

图 5 为 1#和 2#合金 FSW 接头的金相显微组织。由图 5(a) 和 5(b) 可见, WNZ 区的晶粒形态为均匀、细小的等轴晶, 其组织特征呈现为典型的动态再结晶组织。Benavides 等^[17]、Sato 等^[18]、Mahoney 等^[19] 在研究 2024 合金、6063-T5 厚板、7075-T7651 合金的 FSW 接头组织中观察到相同的结果, 焊核区组织在经历了比较集中的摩擦热冲击后发生了动态再结晶。图 5(c) 和 5(d) 所示为 WNZ 近邻区域 TMAZ 的显微组织照片, 图中蓝线标出了两个区域的边界, 由图可见, WNZ 和 TMAZ 的晶粒形态与尺寸存在明显差异, 后者的晶粒呈现为被拉长的变形态, 随搅拌头旋转方向有明显的流动取向。TMAZ 是搅拌摩擦焊接头特有的区域, 区别于其它任何焊接方法的接头组织, 主要是由于独特的焊接原理所致。与 TMAZ 相邻的另一侧是 HAZ, 该区域在焊接过程中只经历了热冲击, 没有发生塑性变形。Mahoney 等^[19] 认为 HAZ 区域的温升在 250 ℃ 左右, 因此该区域的晶粒形态与晶粒尺寸保留了与母材相似的特征, 如图 5(e) 和 5(f) 所示, 部分组织为变态晶粒, 部分组织在固溶热处理过程中发生了静态再结晶。

对比 1#合金和 2#合金 FSW 焊接接头的金相显微组织, 可以看到, 含 Sc 的 2#合金在 HAZ 和母材区域的晶粒尺寸比不含 Sc 的 1#合金的更加细

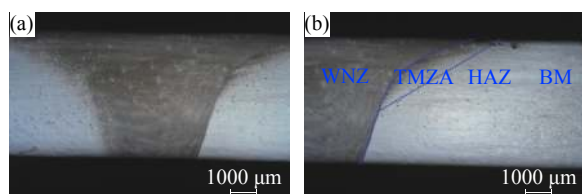


图 4 2#合金 FSW 接头. (a) 横截面形貌; (b) 区域划分

Fig.4 FSW joints for Alloy 2: (a) cross-sectional appearances; (b) divided zones

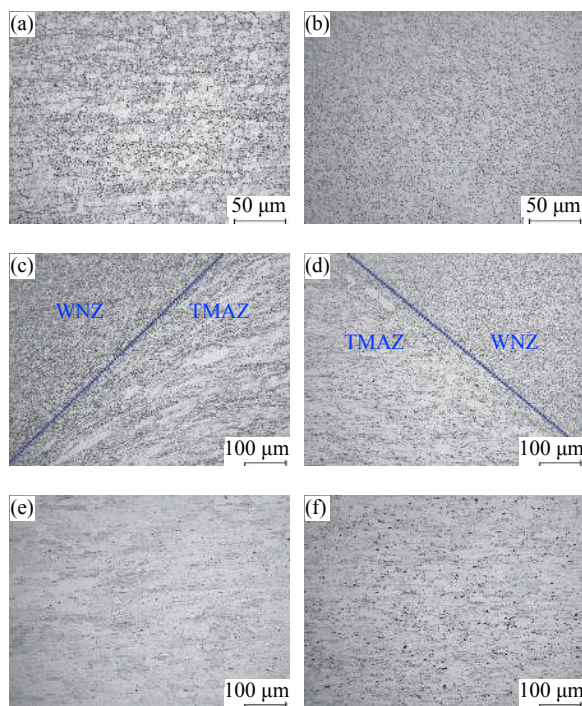


图 5 1#和2#合金 FSW 接头的金相显微组织. (a, b) WNZ; (c, d) TMAZ; (e, f) HAZ; 其中, 1#合金(a, c, e), 2#合金(b, d, f)

Fig.5 Optical microstructure of the FSW joints for Alloy 1 and Alloy 2: (a, b) WNZ; (c, d) TMAZ; (e, f) HAZ; among them, Alloy 1# (a, c, e) and Alloy 2# (b, d, f)

小. 研究工作表明^[20], Sc 元素可以显著细化铸态晶粒组织, 在经历相同的加工变形和热处理工艺后组织也更加细小; 而 2#合金 WNZ 和 TMAZ 区域的晶粒尺寸也比 1#合金的细小, 则与含 Sc 粒子和位错等亚结构的交互作用有关.

2.3 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金 FSW 接头的透射电镜组织

图 6 为利用透射电子显微镜观察到的 1#合金和 2#合金 FSW 接头组织中的位错形貌. 由图 6(a) 和 6(b) 可见, WNZ 虽然在摩擦热和机械力的作用下呈现为动态再结晶组织, 但是亚结构并未完全消失, 晶粒内部依然保留了一定数量的位错. 在搅拌头向前推进的过程中, TMAZ 区域的金属也经历了热与机械力的双重作用, 该区域的塑性变形产生的应变以及热导致的升温不足以使组织发生

动态再结晶, 因此发生变形晶粒的内部包含了更高密度的位错, 如图 6(c) 和 6(d) 所示. HAZ 组织特征呈现为部分变形态晶粒, 部分在固溶淬火处理过程中发生了静态再结晶. 由于发生了静态再结晶, 因此位错密度下降, 如图 6(e) 和 6(f).

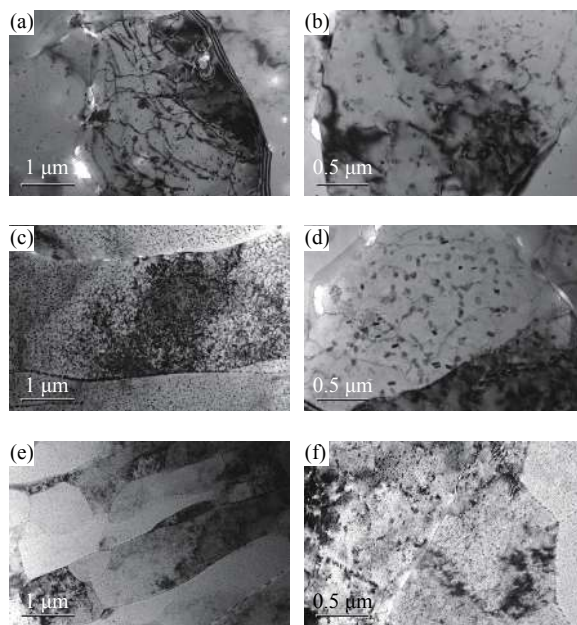


图 6 1#和2#合金 FSW 接头位错观察. (a, b) WNZ; (c, d) TMAZ; (e, f) HAZ; 其中, 1#合金(a, c, e), 2#合金(b, d, f)

Fig.6 Dislocations observation of the FSW joints for Alloy 1 and Alloy 2: (a, b) WNZ, (c, d) TMAZ, (e, f) HAZ; among them, Alloy 1# (a, c, e) and Alloy 2# (b, d, f)

图 7 为 1#合金和 2#合金 FSW 接头组织的选区电子衍射花样和析出相形貌观察. 由图 7(a) 和 7(b) 可见, WNZ 区的选区电子衍射花样在 $[001]_{Al}$ 晶带轴上没有看到主要强化相的特征衍射斑点, 仅在 $\{100\}$ 位置可见 $Al_3Zr/Al_3(Sc, Zr)$ 粒子的特征衍射斑点. 对 WNZ 区的析出相形貌进行透射电镜观察, 仅偶然可见已经粗化了的 η 相. WNZ 区为动态再结晶组织, Mahoney 等^[19] 和 Su 等^[21] 认为, WNZ 区在焊接过程经历的瞬时峰值温度超过 $480^\circ C$, 高温使得析出相回溶到基体中, 如果冷却条件合适, 析出相将会在冷却过程中重新析出. 然而, 在本工作中, 焊接速度为 $300\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$, 在冷却速率较快的情况下, 并没有发生析出相的重新析出, 而是由于焊接速度较快, 部分析出相来不及回溶而在热作用下发生长大, 少量残留于组织中.

图 7(c) 和 7(d) 分别为 1#合金和 2#合金 TMAZ 的选区电子衍射花样和析出相形貌观察, 在 $[111]_{Al}$ 晶带轴上可以清晰地看到 η 相的特征衍射斑点出现在 $1/6\{220\}$ 、 $3/6\{220\}$ 、 $5/6\{220\}$ 位置. 在

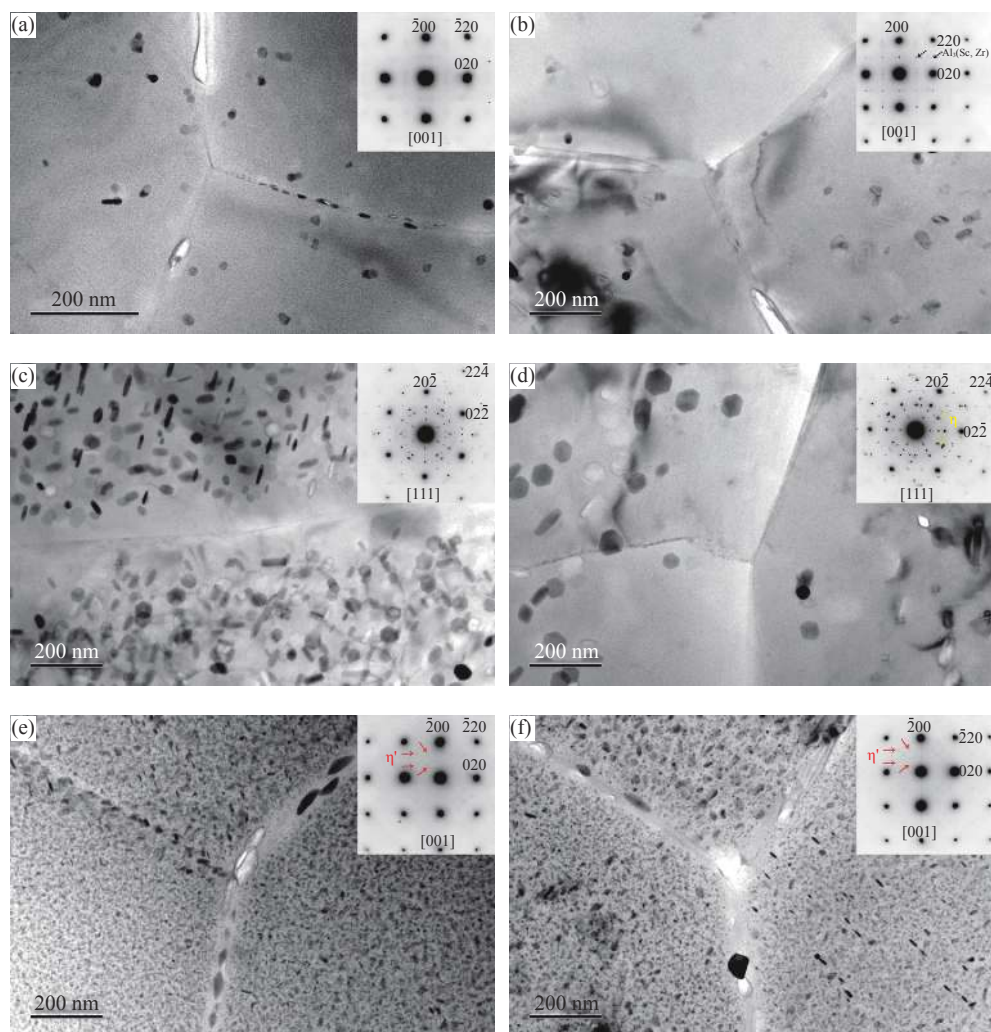


图 7 1#和 2#合金 FSW 接头的选区电子衍射花样和析出相形貌。(a, b) WNZ; (c, d) TMAZ; (e, f) HAZ; 其中, 1#合金(a, c, e), 2#合金(b, d, f)

Fig.7 SAED patterns and precipitates of the FSW joints for Alloy 1 and Alloy 2: (a, b) WNZ, (c, d) TMAZ, (e, f) HAZ; among them, Alloy 1# (a, c, e) and Alloy 2# (b, d, f)

[111]_{Al} 入射方向上观察到析出相形貌, 发现 η 相的形貌呈现为规则的正六边形^[21], 而主要强化相 GPI 区和 η' 相没有观察到。TMAZ 区在焊接过程中经历热和机械力的耦合作用, 瞬时峰值温度可达 350 °C 以上, 虽然不及 WNZ 区的温升高, 但依然高于强化相的回溶温度, 温升导致部分析出相回溶, 而来不及回溶的则在热力作用下粗化。因此, 与母材的析出相相比, TMAZ 区的析出相数量显著减少、尺寸明显增大。

图 7(e) 和 7(f) 分别为 1#合金和 2#合金 HAZ 区的选区电子衍射花样, 在 [001]_{Al} 晶带轴上可以清晰地看到 η' 相的特征衍射斑点出现在 $1/3\{220\}$ 和 $2/3\{220\}$ 的位置处。析出相的形貌在 [001]_{Al} 入射方向上表现为珍棒状。除 η' 相外, 可见少量粗大 η 相, 而 GPI 区未观察到。HAZ 区在焊接过程中经历的瞬时峰值温度大约 250 °C, 尽管已经处于 η' 相的回溶温度区间 (约为 180 ~ 260 °C)^[22], 但依然可

以看到相当数量的 η' 相存在于组织中, 表明维持 η' 相回溶温度的时间不足以导致所有的析出相都回溶。特别地, 在较快的焊接速度下, 焊接产生的热量可以较快散失, 因此 HAZ 区的析出相以粗化为主。与母材的析出相相比, HAZ 区的析出相尺寸约为 10 ~ 30 nm, 明显大于母材的 2 ~ 10 nm, Su 等^[21] 在研究 7050-T651 铝合金时观察到相似结果。

2.4 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金 FSW 接头的力学性能

1#合金和 2#合金 FSW 接头各区域硬度分布如图 8 所示。两种合金 FSW 接头各区的硬度变化规律相同, 沿焊缝中心向基材方向, 合金的硬度先下降后上升, 逐渐上升至母材硬度。在整个焊接接头区域中, 无论是 2#合金还是 1#合金, 硬度的最低值均出现在热力影响区与热影响区的交界处。此外, 对比两种合金, 发现添加微量 Sc 显著提高了合金焊接接头焊核区的显微硬度。

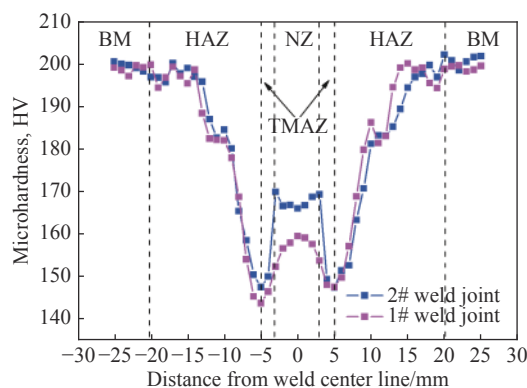


图 8 研究合金的 FSW 接头显微硬度分布图

Fig.8 Micro-hardness profile of the FSW joints for the investigated alloys

1#和 2#合金的 FSW 接头的拉伸力学性能列于表 2 中。1#合金焊接接头的抗拉强度和屈服强度为 439 MPa 和 352 MPa; 添加质量分数为 0.17% Sc 元素后, 焊接接头抗拉强度和屈服强度达到 482 MPa 和 375 MPa, 分别提高 43 MPa 和 23 MPa, 塑性改善 2.3%。1#合金的焊接系数为 71.6%, 添加 Sc 以后, 2#合金的焊接系数提高到 74.1%。

3 讨论与分析

Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金 FSW 接头由 WNZ、TMAZ 和 HAZ 区域组成。WNZ 区为动态再结晶组织, 晶粒内部包含较高密度的位错线, 晶内析出相大部分在焊接过程中发生回溶, 仅残留少量的大尺寸 η 相, 故而 WNZ 区在细晶强化和亚结构强化的强化机制作用下表现出较高的硬度。TMAZ 区的晶粒形态被拉长, 包含了更多数量的亚结构, 晶界类型以小角度晶界为主, 晶界上的析出相几乎全部回溶, 留下宽度 50 ~ 100 nm 的晶界无析出带, 晶内的析出相发生回溶和粗化, 以 η 相为主, 因此 TMAZ 区的细晶强化作用下降而亚结构强化作用上升, 总体保持与 WNZ 相同水平的硬度。HAZ 区保留了与母材相同的晶粒形态, 晶内的析出相为 η 相和 η' 相共存, 以 η' 相为主, 尺寸相比于母材区的析出相发生粗化, 晶界上的析出相也在热冲击的作用下发生粗化和回溶, 呈现断续分布, 晶界无析出带增宽, 尽管细晶强化和亚结构强化作用在 HAZ 区的作用已经非常微弱, 但是第二相的时效析出强化作用显著, 且随着远离焊缝中心, 热冲击对强化相的影响作用减小, 该区域的硬度值逐渐上升并接近母材 (BM) 的硬度。然而, 在 TMAZ 向 HAZ 转变的过渡区, 由于变形晶粒被拉长, 位错线密度下降, 第二相的回溶或粗化, 细晶

强化、亚结构强化和时效析出强化作用均比较弱, 因此该位置处的硬度值对应着硬度曲线的最低值。硬度的最低值位于 TMAZ 区和 HAZ 区的交界处, 理论上认为该位置是最有可能发生断裂的位置, 然而根据焊接接头拉伸力学性能测试结果, 含 Sc 的目标合金与不含 Sc 的对比合金的断裂位置均处于 WNZ 区, 可能原因为焊接接头各区域的厚度不均匀, WNZ 区在搅拌头的作用下厚度最薄。

对比 Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金与 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc 合金的焊接接头显微硬度和拉伸测试结果, 不难发现 Sc 元素的加入可以显著提升合金的焊接接头性能, 这主要得益于 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 颗粒杰出的热稳定性。李召明^[23]利用热力学软件计算了 Al-Zn-Mg-Zr-(Sc) 合金中的析出相随温度的变化规律, 结果表明, 合金中的时效析出相 MgZn_2 溶解温度约为 180 °C, 而 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 相的溶解温度高达 615 °C。在焊接热输入下, 合金中时效析出相发生溶解, 而含 Sc 合金焊后透射电镜组织中依然可以观察到 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 相。在本工作中, 通过对 2#合金焊核区 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 相的透射电镜观察, 如图 9 所示, 发现 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 相不仅没有回溶, 而且没有明显粗化, 尺寸分布在 10 ~ 30 nm, 保持了与母材相同的水平。 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 颗粒可以强烈抑制位错、亚晶界、晶界的移动, 细化晶粒的同时保留大量的亚结构, 再加上自身的 Orowan 弥散强化作用, Sc 元素增强合金的机制主要包含细晶强化、亚结构强化和弥散强化三种方式^[24]。在它们的协同作用下, 使得 Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc 合金的焊接接头强度提升 10%。

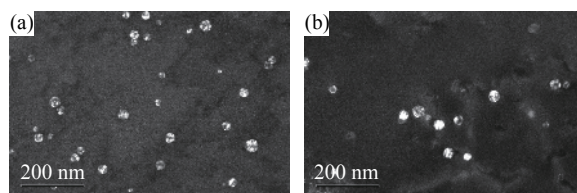


图 9 2#合金 FSW 接头处的 $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ 形貌。(a) BM; (b) WNZ

Fig.9 Morphologies of $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ particles of the FSW joint for Alloy 2: (a) BM; (b) WNZ

4 结论

(1) Al-Zn-Mg-Cu-Zr-(Sc) 合金 FSW 接头具有相似的组织特征: WNZ 区为动态再结晶组织, 由均匀、细小的等轴晶组成, 大部分时效析出相回溶或粗化; TMAZ 区晶粒被拉长, 残留的时效析出相粗化显著; HAZ 区保留与母材相同的晶粒形态, 大部分时效析出相 η' 相发生长大, 少部分粗化成 η 相。

(2) Al-Zn-Mg-Cu-Zr 合金的 FSW 焊接系数为 71.6%, Al-Zn-Mg-Cu-Zr-Sc 合金的 FSW 焊接系数为 74.1%。二者相比, 含 Sc 合金焊接接头的抗拉强度提升 43 MPa, 屈服强度提升 23 MPa, 断后伸长率改善 2.3%。

(3) $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$ 弥散相具有杰出的热稳定性, 可以强烈抑制位错、亚晶界、晶界的移动, 细化晶粒的同时保留大量的亚结构, 且自身可发挥 Orowan 弥散强化作用, 从而显著提高合金母材和 FSW 接头的力学性能。

参 考 文 献

- [1] Sharma N, Khan Z A, Siddiquee A N. Friction stir welding of aluminum to copper-an overview. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2017, 27(10): 2113
- [2] Cam G, Mistikoglu S. Recent developments in friction stir welding of Al-alloys. *J Mater Eng Perform*, 2014, 23(6): 1936
- [3] Janaki Ram G D, Mitra T K, Shankar V, et al. Microstructural refinement through inoculation of type 7020 Al-Zn-Mg alloy welds and its effect on hot cracking and tensile properties. *J Mater Process Technol*, 2003, 142(1): 174
- [4] Seshagiri P C, Nair B S, Reddy G M, et al. Improvement of mechanical properties of aluminum-copper alloy (AA2219) GTA welds by Sc addition. *Sci Technol Weld Join*, 2008, 13(2): 146
- [5] Tong J H, Li L, Deng D, et al. Friction stir welding of 6061-T6 aluminum alloy thin sheets. *J Univ Sci Technol Beijing*, 2008, 30(9): 1011
(佟建华, 李炼, 邓冬, 等. 6061-T6 铝合金薄板的搅拌摩擦焊接. *北京科技大学学报*, 2008, 30(9): 1011)
- [6] Zhang K, Jiang H T, Meng Q, et al. Effect of the welding speed on the microstructure and the mechanical properties of robotic friction stir welded AA7B04 aluminum alloy. *Chin J Eng*, 2018, 40(12): 1525
(张坤, 江海涛, 孟强, 等. 焊接速度对机器人搅拌摩擦焊 AA7B04 铝合金接头组织和力学性能的影响. *工程科学学报*, 2018, 40(12): 1525)
- [7] Norman A F, Hyde K, Costello F, et al. Examination of the effect of Sc on 2000 and 7000 series aluminium alloy castings: for improvements in fusion welding. *Mater Sci Eng A*, 2003, 354(1-2): 188
- [8] Chen Y, Liu C Y, Zhang B, et al. Effects of friction stir processing and minor Sc addition on the microstructure, mechanical properties, and damping capacity of 7055 Al alloy. *Mater Charact*, 2018, 135: 25
- [9] Zhao Z H, Xu Z, Wang G S. Effect of Sc, Zr, Er in ER5356 welding wire on mechanical properties of welded joint of 7A52 aluminum alloy. *Chin J Mater Res*, 2013, 27(3): 287
(赵志浩, 徐振, 王高松. ER5356 焊丝中 Sc、Zr、Er 对 7A52 铝合金焊接性能的影响. *材料研究学报*, 2013, 27(3): 287)
- [10] Yuan H X. *Study on Effect of Welding Materials and Procedures on Weldability of Aluminum Alloys*[Dissertation]. Chongqing: Chongqing University, 2006
(元恒新. 焊接材料及工艺对铝合金焊接性能的影响[学位论文]. 重庆: 重庆大学, 2006)
- [11] He Z B, Peng Y Y, Yin Z M, et al. Comparison of FSW and TIG welded joints in Al-Mg-Mn-Sc-Zr alloy plates. *Trans Nonferrous Metal Soc China*, 2011, 21(8): 1685
- [12] Mishra R S, Ma Z Y. Friction stir welding and processing. *Mater Sci Eng R*, 2005, 50(1-2): 1
- [13] Wang Y, Xiong B Q, Li Z H, et al. Hot compressive deformation behavior and microstructure characterization of new ultra strength Al-Zn-Mg-Cu alloy. *J Mater Eng*, 2019, 47(2): 99
(王宇, 熊柏青, 李志辉, 等. 新型超高强 Al-Zn-Mg-Cu 合金热压缩变形行为及微观组织特征. *材料工程*, 2019, 47(2): 99)
- [14] Sha G, Cerezo A. Early-stage precipitation in Al-Zn-Mg-Cu alloy (7050). *Acta Mater*, 2004, 52(15): 4503
- [15] Li X Z, Hansen V, GjØnnes J, et al. HREM study and structure modeling of the η' phase, the hardening precipitates in commercial Al-Zn-Mg alloys. *Acta Mater*, 1999, 47(9): 2651
- [16] Habiby F, Haq A U, Hashmi F H, et al. Some remarks on the hardness and yield strength of aluminum alloy 7075 as a function of retrogression time. *Metall Mater Trans A*, 1987, 18(2): 350
- [17] Benavides S, Li Y, Murr L E, et al. Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum. *Scripta Mater*, 1999, 41(8): 809
- [18] Sato Y S, Kokawa H, Enomoto M, et al. Microstructural evolution of 6063 aluminum during friction-stir welding. *Metall Mater Trans A*, 1999, 30(9): 2429
- [19] Mahoney M W, Rhodes C G, Flintoff J G, et al. Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum. *Metall Mater Trans A*, 1998, 29A: 1955
- [20] Wang Y, Xiong B Q, Li Z H, et al. As-cast microstructure of Al-Zn-Mg-Cu-Zr alloy containing trace amount of Sc. *Rare Met*, 2019, 38(4): 343
- [21] Su J Q, Nelson T W, Mishra R, et al. Microstructural investigation of friction stir welded 7050-T651 aluminum. *Acta Mater*, 2003, 51(3): 713
- [22] Adler P N, Delasi R. Calorimetric studies of 7000 series aluminum alloys: II. Comparison of 7075, 7050 and RX720 alloys. *Metall Trans A*, 1977, 8(7): 1185
- [23] Li Z M. *Study on the Microstructure and Properties of Al-Zn-Mg Alloy with Scandium Addition*[Dissertation]. Beijing: University of Chinese Academic Science, 2018
(李召明. Sc 对 Al-Zn-Mg 合金组织和性能影响的研究[学位论文]. 北京: 中国科学院大学, 2018)
- [24] Deng Y, Peng B, Xu G F, et al. Effects of Sc and Zr on mechanical property and microstructure of tungsten inert gas and friction stir welded aerospace high strength Al-Zn-Mg alloys. *Mater Sci Eng A*, 2015, 639: 500