RRA 过程中 7B50 铝合金厚板预时效工艺研究①

郑皓[1], 沈松[2], 顾斌[1], 杨健[1], 姬浩[1]
(1.中国航空工业集团公司第一飞机设计研究院, 陕西 西安 710089; 2.东北轻合金有限责任公司 技术质量中心, 黑龙江 哈尔滨 150060)

摘 要: 采用回归再时效(RAA)处理 7B50 铝合金板材时,为了获得 RRA 的预时效工艺参数,通过维氏硬度、电导率测试及透射电镜表征、差式扫描热量法等,研究 RRA 处理中不同预时效工艺对 7B50 铝合金微观组织演变和性能的影响。结果表明:相比于 120 ℃/24 h预时效,110 ℃/16 h 预时效后合金析出相尺寸更小,回归处理后回溶更充分,有利于晶界析出相在高温下聚集长大并完全断开,适用于大规格厚板 RRA 工程化生产。

关键词: 7B50 铝合金; 预时效; 沉淀析出相; 回归再时效
中图分类号: TG146.2 **文献标志码**: A doi:10.3969/j.issn.0253-6099.2025.06.030
文章编号: 0253-6099(2025)06-0167-05

Effect of Pre-aging Process in RRA Treatment for 7B50 Aluminum Alloy Plate

ZHENG Hao[1], SHEN Song[2], GU Bin[1], YANG Jian[1], JI Hao[1]
(1. *The First Aircraft Institute, Aviation Industry Corporation of China, Ltd., Xi'an* 710089, *Shaanxi, China*; 2.*Technical Quality Center, Northeast Light Alloy Co., Ltd., Harbin* 150060, *Heilongjiang, China*)

Abstract: Retrogression and re-aging (RRA) treatment is adopted for 7B50 aluminum alloy plate. To obtain the parameters of pre-aging process in RRA treatment, the effect of pre-aging process on the microstructural evolution and properties of 7B50 aluminum alloy were systematically investigated via Vickers hardness testing, electrical conductivity measurement, transmission electron microscopy for characterization, and differential scanning calorimetry technique. The results show that pre-aging at 110 ℃ for 16 h, compared to at 120 ℃ for 24 h, can result in the precipitates in the alloy smaller in size and completely redissolved after retrogression process. It is also found that pre-aging at 110 ℃ for 16 h is conducive to the aggregation, growth and complete discontinuity of grain boundary precipitates at elevated temperatures, thus suitable for production engineering of RRA treatment of large-size thick plates.

Key words: 7B50 aluminum alloy; pre-aging; precipitated phases; retrogression and re-aging (RRA)

Al-Zn-Mg-Cu 系合金具有高强度、高韧性与高耐腐蚀性等优异性能,被广泛应用于航空、航天、核电和武器装备领域[1-2]。Al-Zn-Mg-Cu 系合金在固溶淬火后的时效过程中,过饱和固溶体(SSS)会发生分解[3]。过饱和固溶体完全分解的过程十分复杂,基体内的析出相(MPt)顺序为:SSS→GP 区→η′相(过渡相)→η 相(平衡相)[4]。GP 区分为 GP Ⅰ 和 GP Ⅱ,皆与基体完全共格,是欠时效状态合金的主要强化产物,其形状通常为球形[5]。Al-Zn-Mg-Cu 系合金的高强度及其显著的时效硬化效应主要归功于 η′相[6]。η′相为六方结构,与基体保持半共格关系,通常认为 η′相由 GP 区转变而来[7]。T6 状态下合金的耐应力腐蚀性能较差[8]。采用双级时效制度虽然可以提高耐应力腐蚀性能,但会使合金的强度降低 10%~15%[9]。为解决 Al-Zn-Mg-Cu 系超强铝合金强度和抗腐蚀性能之间的矛盾, Cina 等人于 1974 年提出回归再时效(retrogression and re-aging,RRA)的三级时效工艺并申请专利[10],使 Al-Zn-Mg-Cu 系合金同时拥有高强度和优异的耐蚀性能[11]。

针对 RRA 工艺的第一阶段即预时效,采用峰值时效还是欠时效状态更有利于提高强度及耐应力腐蚀性能存在争论[12]。RRA 工艺是在峰值时效(120 ℃时效 24 h)后高温短时回归处理[13]。美国 Alcoa 公司的研究认为,稍欠时效状态的预时效处理可获得较好的结

① **收稿日期**: 2025-06-01
基金项目: 国防科工局大飞机专项(JPPT-G2008-2 7B50(7150))
作者简介: 郑皓(1990—),男,辽宁大连人,硕士,工程师,主要研究方向为铝合金在飞机上的应用。E-mail:540042936@qq.com

果[14]。合金经过预时效后,析出大量 GP 区和少量的半共格 η′相,第二级高温回归时效处理的目的是使合金的晶界析出相(GPB)断开,提高合金电导率,从而改善合金耐应力腐蚀性能,同时保证合金经第三级再时效处理后具有较高时效强化的潜力。为成功研制 7B50-T7751 板材,本文研究不同预时效工艺对析出相尺寸、分布及性能的影响,可为 7B50-T7751 板材的研制提供数据参考及理论支撑。

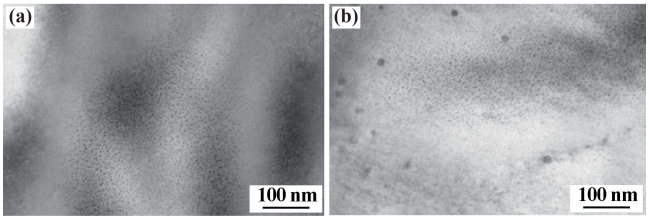
1 试验材料与方法

试验材料为 80 mm 厚 7B50 合金板材,经双级固溶淬火后进行时效处理,淬火转移时间不超过 30 s,在预时效处理中对比欠时效(110 ℃/16 h)和峰值时效(120 ℃/24 h)对合金析出相尺寸、分布及性能的影响差异。采用 JEM-2010F 透射电子显微镜(TEM)观察显微组织,采用 HB-3000B-Ⅰ维氏硬度计测试样品硬度,采用 D65K 金属电导率测试仪测试样品电导率,采用 NETZSCH STA 449C 型热分析仪对预时效态试样进行差示扫描热分析(DSC)。

2 试验结果及讨论

2.1 微观组织形貌

110 ℃/16 h 和 120 ℃/24 h 预时效处理制度下,合金的透射电镜明场像(BF-TEM)如图 1 和图 2 所示。110 ℃/16 h 的晶内析出相呈细小球形,尺寸 3~5 nm,晶界析出相析出完整;120 ℃/24 h 预时效制度下的晶内析出相仍以球形为主,但析出相尺寸有所长大,为 3~8 nm,同时晶界析出相尺寸长大,可能会使第二级高温回溶不充分。

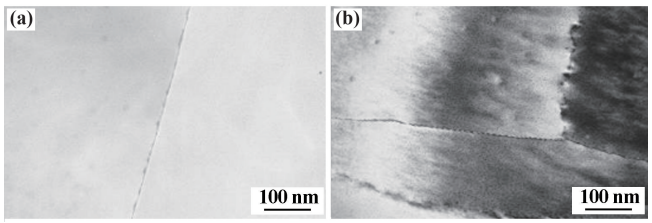


(a) 110 ℃/16 h; (b) 120 ℃/24 h

图 1 7B50 合金不同预时效后的晶内析出相的透射电镜明场像

Fig. 1 BF-TEM images of 7B50 aluminum alloy MPt by different pre-aging process

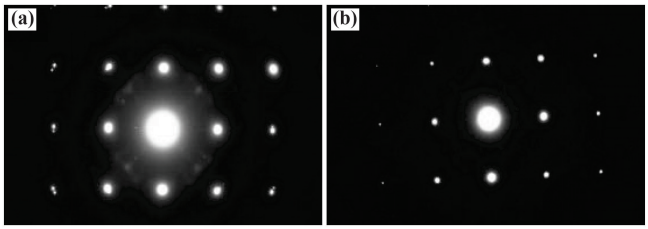
图 3 为不同预时效处理后合金[001]$_{Al}$的电子衍射花样(SAED)。图 3(a)中,在{1,(2n+1)/4,0}出现模糊的斑点,而图 3(b)中,除了{1,(2n+1)/4,0}的斑点,在 1/3{220}和 2/3{220}位置上出现明显的衍射斑点。由此可见,110 ℃/16 h 预时效后晶内析出相以 GP 区为主,而 120 ℃/24 h 预时效后晶内析出相以 GP 区和 η′相为主。



(a) 110 ℃/16 h; (b) 120 ℃/24 h

图 2 7B50 合金不同预时效后的晶界析出相的透射电镜明场像

Fig. 2 BF-TEM images of 7B50 aluminum alloy GPB by different pre-aging process



(a) 110 ℃/16 h; (b) 120 ℃/24 h

图 3 7B50 合金不同预时效处理后[001]$_{Al}$ 电子衍射花样

Fig. 3 SAED pattern of 7B50 aluminum alloy along [001]$_{Al}$ by different pre-aging process

图 4 为经 110 ℃/16 h 预时效后,在 190 ℃时效不同时间的晶内析出相和晶界析出相 TEM 明场像。合金经 190 ℃/8 min 时效后,晶内析出相细小,尺寸在 5 nm 左右,相比 110 ℃/16 h 预时效无明显粗化;合金的晶界析出相细小连续。合金经 190 ℃/30 min 时效后,晶内析出相尺寸大多为 6~12 nm,晶内析出相开始出现粗化,晶内析出相之间距离增大,晶界析出相开始断开。合金经 190 ℃/60 min 时效后,合金的晶内析出相尺寸 8~15 nm,晶内析出相继续长大,晶界析出相尺寸 40~80 nm,已经明显断开。合金经 190 ℃/90 min 时效后,合金的晶内析出相尺寸继续长大,尺寸 8~20 nm。合金经 110 ℃/16 h 预时效、190 ℃/120 min 时效后,绝大多数晶内析出相尺寸 10~25 nm,其中尺寸大的晶内析出相比例增大,晶界析出相尺寸 50~100 nm,晶界析出相断开。

图 5 为经 120 ℃/24 h 预时效后,在 190 ℃时效不同时间的晶内析出相和晶界析出相 TEM 明场像。经 120 ℃/24 h 预时效后的合金晶内析出相尺寸略大于经 110 ℃/16 h 预时效后在 190 ℃时效相同时间的合金晶内析出相尺寸。晶界析出相状态则有明显不同,合金经 120 ℃/24 h+190 ℃/60 min 时效后,晶界析出相明显长大,尺寸 30~50 nm,但未完全断开,这种连续

的晶界析出相成为阳极腐蚀通道,极大降低了合金的耐腐蚀性能[15]。合金经 120 ℃/24 h+190 ℃/120 min 时效后,晶界析出相尺寸 50~100 nm,完全断开。

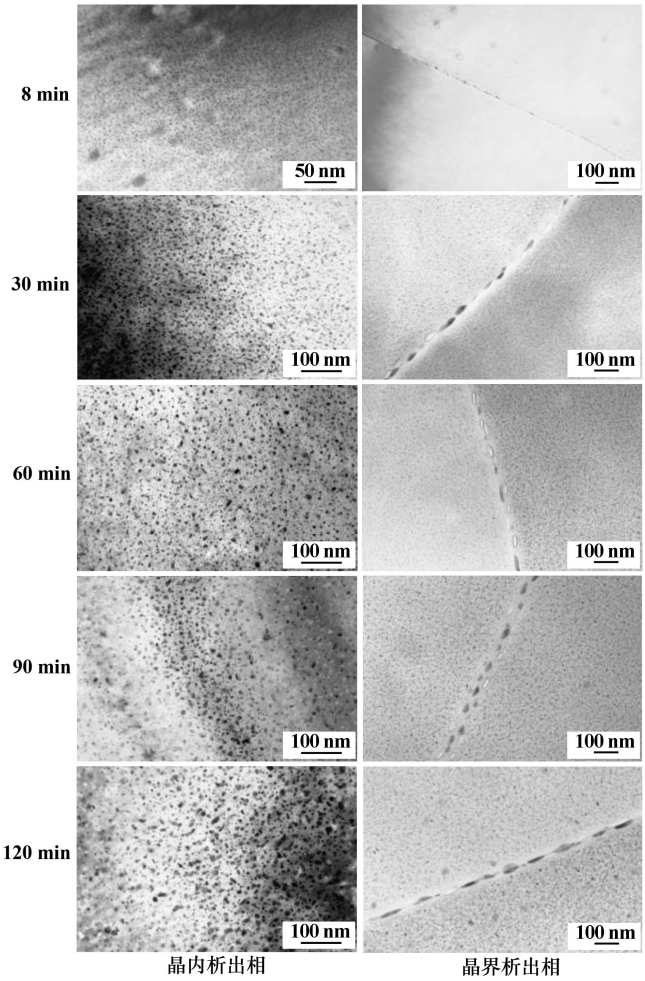


图 4　7B50 合金 110 ℃/16 h + 190 ℃ 时效不同时间的晶内析出相和晶界析出相 TEM 明场像

Fig. 4　BF-TEM images of MPt and GPB of 7B50 alloy aged at 110 ℃/16 h+190 ℃ for different time

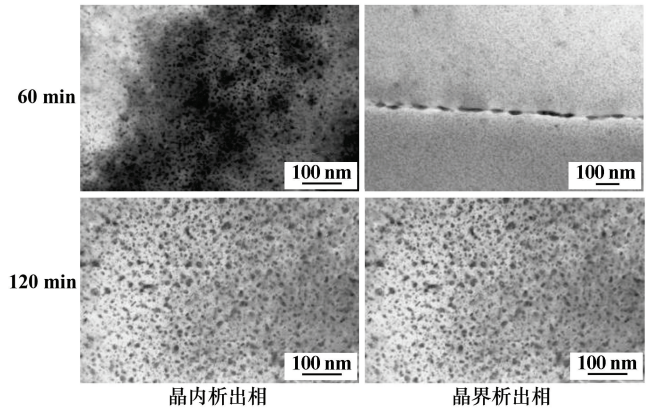
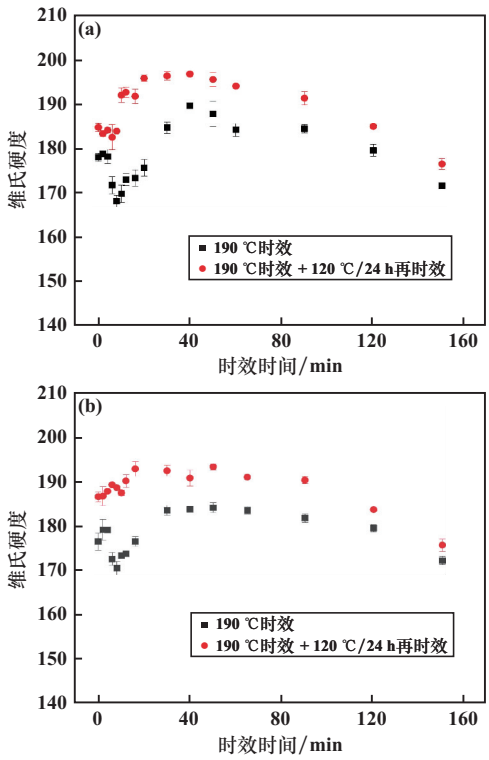


图 5　7B50 铝合金 120 ℃/24 h + 190 ℃ 时效不同时间的晶内析出相和晶界析出相 TEM 明场像

Fig. 5　BF-TEM images of MPt and GPB of 7B50 alloy aged at 120 ℃/24 h+190 ℃ for different time

2.2　电导率和硬度

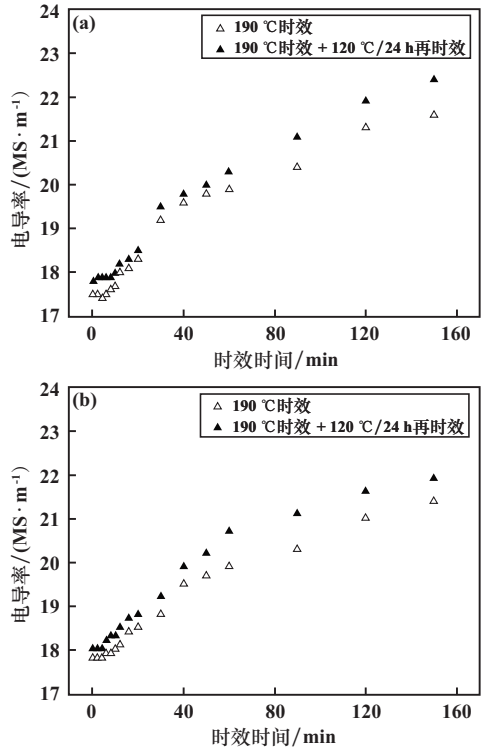
不同时效处理后的 7B50 铝合金样品的维氏硬度如图 6 所示,相应的电导率如图 7 所示。回归硬度曲线可以分为 3 个阶段:第 1 阶段,硬度迅速下降,对应小尺寸沉淀析出相的回溶;第 2 阶段,硬度上升,对应析出相尺寸长大、体积分数变大;第 3 阶段,合金硬度重新开始下降,对应合金沉淀析出相的粗化。110 ℃/16 h 预时效后,190 ℃/8 min 时效时合金维氏硬度达到谷值,为 168,190 ℃/40 min 时效时合金维氏硬度达到峰值,为 190,而后随着时效时间延长,合金维氏硬度单调下降,190 ℃/150 min 时效时合金维氏硬度为 172。120 ℃/24 h预时效后,190 ℃/8 min 时效时合金维氏硬度达到谷值,为 171,190 ℃/50 min 时效时合金维氏硬度达到峰值,为 185,而后随着时效时间延长,合金维氏硬度单调下降,190 ℃/150 min 时效时合金维氏硬度为 173。相比 120 ℃/24 h,110 ℃/16 h 预时效后再时效的硬度谷值更低。190 ℃下时效超过 2 h 后,预时效 120 ℃/24 h 合金的维氏硬度值略低于 110 ℃/16 h 预时效的相应值。金属的硬度与抗拉强度之间近似成正比关系,硬度越高,对应的强度也越高[16]。经 120 ℃/24 h 再时效处理,110 ℃/16 h预时效合金电导率提高了 0.6 MS/m,120 ℃/24 h预时效合金电导率提高了 0.6 MS/m。铝合金腐蚀主要沿着晶界向内部



(a) 110 ℃/16 h 预时效; (b) 120 ℃/24 h 预时效

图 6　7B50 铝合金维氏硬度

Fig. 6　Vickers hardness of 7B50 aluminum alloy



(a) 110 ℃/16 h 预时效; (b) 120 ℃/24 h 预时效

图 7 7B50 铝合金电导率

Fig. 7 Conductivity of 7B50 aluminum alloy

腐蚀,Al-Zn-Mg-Cu 系合金较好的耐应力腐蚀性能往往对应较高的电导率[17]。根据马西森定则,时效过程中基体固溶度及晶格畸变程度减小,对电子的散射作用减弱,导致电导率增加[18]。

2.3 预时效工艺对析出行为的影响

图 8 为预时效合金的 DSC 曲线。A 峰和 A′峰为 GP 区和 η′相溶解形成的峰,B 峰及 B′峰和 C 峰及 C′峰分别为 η′相转化和粗化为 η 相的峰。110 ℃/16 h 预时效合金的 A′峰面积比 120 ℃/24 h 预时效合金的 A 峰面积大,120 ℃/24 h 预时效合金的 B 峰、C 峰面积比对应的B′峰、C′峰面积大。结合微观组织形貌观察和 DSC 曲线分析,经 110 ℃/16 h 预时效的合金在高温阶段回溶的析出相比 120 ℃/24 h 预时效合金多,而 120 ℃/24 h 预时效的 η′相转化 η 粗化为 η 相的析出相比 110 ℃/16 h 预时效合金多,这是由于110 ℃/16 h 预时效比 120 ℃/24 h 预时效晶内析出相更细小,在高温下更容易回溶进基体,η′相向 η 相转化和粗化的相相对较少,具备较高的再时效强化的潜力。此外,A′峰比 A 峰温度低约 5 ℃,说明 120 ℃/24 h 预时效后的析出相热稳定性更高。

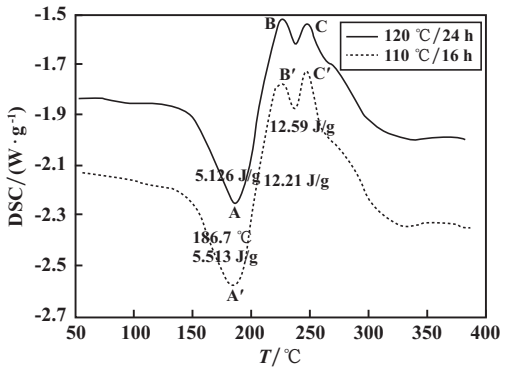


图 8 7B50 铝合金预时效的 DSC 曲线

Fig. 8 DSC curves of pre-aged 7B50 aluminum alloy

3 结论

1) 110 ℃/16 h 预时效比 120 ℃/24 h 预时效合金析出相尺寸更小;110 ℃/16 h 预时效的析出相主要为 GP 区,120 ℃/24 h 预时效的析出相以 GP 区和 η′相为主。观察 190 ℃下不同时间回归时效的晶界析出相的微观组织可知:110 ℃/16 h 预时效更有利于晶界析出相在高温下聚集长大并完全断开,有利于改善合金的耐应力腐蚀性能。

2) 与 120 ℃/24 h 预时效相比,110 ℃/16 h 预时效后经 190 ℃回归时效的硬度谷值更低,代表回溶更充分,经 120 ℃/24 h 再时效处理,合金电导率提高幅度相同。

3) 虽然 120 ℃/24 h 预时效析出相热稳定性更高,但 110 ℃/16 h 预时效能耗更低,且具有较宽的工艺窗口,更适用于大规格厚板 RRA 工程化生产。

参考文献(References):

[1] 薛克敏,李云辉,许兵,等. 时效制度对新型 Al-Zn-Mg-Cu 合金组织与性能的影响[J]. 金属热处理, 2021,46(3):1-7.
XUE Kemin, LI Yunhui, XU Bing, et al. Effect of aging on microstructure and properties of new Al-Zn-Mg-Cu alloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2021,46(3):1-7.

[2] 丁春慧,李萍,丁永根,等. 基于高压扭转工艺的 Al-Zn-Mg-Cu 合金强韧化机理研究[J]. 精密成形工程, 2018,10(4):126-131.
DING Chunhui, LI Ping, DING Yonggen, et al. Strengthening and toughening mechanism of Al-Zn-Mg-Cu alloy based on high pressure torsion[J]. Journal of Netshape Forming Engineering, 2018,10(4):126-131.

[3] SCHMUCK C, AUGER P, DANOIX F, et al. Quantitative analysis of GP zones formed at room temperature in a 7150 Al-based alloy[J]. Applied Surface Science, 1995(87/88):228-233.

[4] 王涛,尹志民. 高强变形铝合金的研究现状和发展趋势[J]. 稀有金属, 2006,30(2):197-202.
WANG Tao, YIN Zhimin. Research status and development trend of ultra-high strength aluminum alloys[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2006,30(2):197-202.

[5] ENGDAHL T, HANSEN V, WARREN P J, et al. Investigation of fine

scale precipitates in Al-Zn-Mg alloys after various heat treatments[J]. Materials Science and Engineering: A, 2002,327(1):59-64.

[6] 刘文军. Al-Zn-Mg-Cu 铝合金淬火析出行为及淬火敏感性研究[D]. 长沙:中南大学, 2011.
LIU Wenjun. The research about the quench induced precipitation and quenching sensitivty of Al-Zn-Mg-Cu alloys[D]. Changsha: Central South University, 2011.

[7] SHA G, CEREZO A. Early-stage precipitation in Al-Zn-Mg-Cu alloy (7050)[J]. Acta Materialia, 2004,52(15):4503-4516.

[8] LI Z H, XIONG B Q, ZHANG Y A, et al. Ageing behavior of an Al-Zn-Mg-Cu alloy pre-stretched thick plate[J]. Journal of University of Science and Technology Beijing, Mineral, Metallurgy, Material, 2007,14(3):246-250.

[9] STILLER K, WARREN P J, HANSEN V, et al. Investigation of precipitation in an Al-Zn-Mg alloy after two-step ageing treatment at 100 ℃ and 150 ℃[J]. Materials Science and Engineering: A, 1999, 270(1):55-63.

[10] CINA B M, GAN R. Reducing the susceptibility of alloys particularly aluminum alloys to stress corrosion cracking: US Patent 3856584[P]. 1974-12-24.

[11] 冯迪,张新明,邓运来,等. 预时效温度及回归加热速率对 7055 铝合金组织及性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2014, 24(5):1141-1150.
FENG Di, ZHANG Xinming, DENG Yunlai, et al. Effect of pre-ageing temperature and retrogression heating rate on microstructure and properties of 7055 aluminium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014,24(5):1141-1150.

[12] 辛星. 回归再时效中预时效对 7050 铝合金热轧板抗腐蚀性能的影响[D]. 长沙:中南大学, 2013.
XIN Xing. Effect of pre-aging in RRA on corrosion resistance of 7050 aluminum alloy hot-rolled plates[D]. Changsha: Central South University, 2013.

[13] 沈茹娟,肖代红. 时效热处理对 7B50 超强铝合金组织与性能的影响[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2016,21(1):78-84.
SHEN Rujuan, XIAO Daihong. Effect of aging treatment on microstructure and properties of 7B50 super strength aluminum alloys[J]. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy, 2016, 21(1):78-84.

[14] LIU J, KERSKER M M. Heat treatment of precipitation hardening alloys: US5108520[P]. 1992-04-28.

[15] ROMETSCH P A, ZHANG Y, KNIGHT S. Heat treatment of 7xxx series aluminium alloys: Some recent developments[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2014,24(7):2003-2017.

[16] 张新全,臧金鑫,邢清源,等. 时效工艺对新型铝合金超厚板组织与性能的影响[J]. 航空材料学报, 2021,41(3):120-125.
ZHANG Xinquan, ZANG Jinxin, XING Qingyuan, et al. Effect of ageing process on microstructure and properties of new super thick aluminum alloy plate[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2021, 41(3):120-125.

[17] SONG R G, DIETZEL W, ZHANG B J, et al. Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of an Al-Zn-Mg-Cu alloy[J]. Acta Materialia, 2004,52(16):4727-4743.

[18] 冯朝辉,王少华,臧金鑫,等. 新型 Al-Zn-Mg-Cu 合金双级时效制度研究[J]. 航空材料学报, 2012,32(2):32-37.
FENG Zhaohui, WANG Shaohua, ZANG Jinxin, et. al. Investigation of two-step aging treatment of new type Al-Zn-Mg-Cu alloy[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2012,32(2):32-37.

引用本文:郑皓,沈松,顾斌,等. RRA 过程中 7B50 铝合金厚板预时效工艺研究[J]. 矿冶工程, 2025,45(6):167-171.
ZHENG Hao, SHEN Song, GU Bin, et al. Effect of pre-aging process in RRA treatment for 7B50 aluminum alloy plate[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2025,45(6):167-171.

(上接第 166 页)

[12] 郄喜望,李捷,马晓东,等. 超声场作用下 Al-Si 合金的除气效果及晶粒细化[J]. 金属学报, 2008,44(4):414-418.
XI Xiwang, LI Jie, MA Xiaodong, et al. Degassing effect and grain refinement of Al-Si alloy under ultrasound field[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2008,44(4):414-418.

[13] 赵君文,吴树森,毛有武,等. 超声振动对过共晶 Al-Si 合金半固态浆料凝固组织的影响[J]. 中国有色金属学报, 2008,18(9): 1628-1633.
ZHAO Junwen, WU Shusen, MAO Youwu, et al. Effect of ultrasonic vibration on microstructure of semi-solid hypereutectic Al-Si alloy slurry[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2008,18(9): 1628-1633.

[14] CAO B Y, JOSHI S P, RAMESH K T. Strengthening mechanisms in cryomilled ultrafine-grained aluminum alloy at quasi-static and dynamic rates of loading[J]. Scripta Materialia, 2009,60(8):619-622.

[15] BAHL S, XIONG L H, ALLARD L F, et al. Aging behavior and strengthening mechanisms of coarsening resistant metastable θ′ precipitates in an Al-Cu alloy[J]. Materials & Design, 2021,198: 109378.

引用本文:钟千禧,柏松,刘志义. 熔体超声处理对 Al-Si-Cu 合金组织和硬化的影响[J]. 矿冶工程, 2025,45(6):162-166.
ZHONG Qianxi, BAI Song, LIU Zhiyi. Effect of ultrasonic melt treatment on microstructures and hardening of Al-Si-Cu alloys[J]. Mining and Metallurgical Engineering, 2025,45(6):162-166.