

7075鋁合金時效處理之研究

A study on the aging treatment of 7075 aluminum alloy

洪榮德¹ 吳灝展² 劉正賢² 林昆明³ 林新智^{2*}

Steven Hong H.C. Wu C.H. Liu K.M. Lin H.C. Lin

¹振鋒企業有限公司

²台灣大學材料科學與工程研究所

³逢甲大學材料科學與工程研究所

* 連絡作者 e-mail: hclinntu@ntu.edu.tw

摘要

7075 Al-Mg-Zn-(Cu)屬於高強度鋁合金的一種，在工業上 7075 也可視為 7xxx 系鋁合金的基本型。本實驗主要以商用 7075 鋁合金擠製棒材為主，利用 T4、T6 及適當的二階段時效等熱處理方式，比較在不同時效條件下其機械性質的改變，並利用光學顯微鏡、掃描式電子顯微鏡、XRD、DSC 等儀器，觀察經時效處理後的材料微結構及析出物，藉此了解材料內部微結構及析出物對材料機械性質的影響。

關鍵詞：7075 鋁合金、時效處理、機械性質、顯微組織

Abstract

7075 Al-Mg-Zn-(Cu) is a one kind of high strength aluminum alloys which can be regarded as a basic type of 7xxx series aluminum alloy. In this study, the heat treatments of T4, T6 and two-stage aging process have been carried out on a commercial 7075 alloy. Then, the mechanical properties of these aged specimens are compared. Their microstructures are also examined by using OM, SEM, XRD and DSC. Meanwhile, the relationship between the microstructures and mechanical properties for these aged specimens are also discussed.

一、前言

7075鋁合金具質輕、高強度、耐蝕性高，屬熱處理型鋁合金。7075鋁合金的強化機制為析出硬化，其析出機制為：

過飽和固溶體 $\alpha \rightarrow \text{GP-Zones} \rightarrow \eta'(\text{MgZn}_2) \rightarrow \eta(\text{MgZn}_2)$ [1-3]。

目前常見的時效方式包含有單一時效、二階段時效。二階段時效是先於低溫時效使GP-Zones先行成核，再用高溫使 η' 在其上析出，進而產生緻密且快速長大的析出物[4]，可在短時間內大幅提高強度。

二、實驗方法

本實驗首先將7075-O在475°C/90mins固溶處理後水淬，然後分別進行自然時效、單一時效及二階段時效。之後進行硬度及拉伸測試、XRD、OM、DSC、SEM以了解顯微組織對機械性質的影響，所使用的拉伸試片如圖1所示。

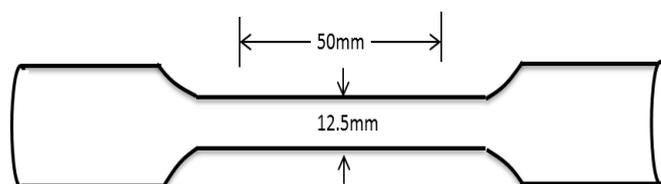


Fig.1. Size of a tensile specimen

三、結果與討論

3.1 自然時效

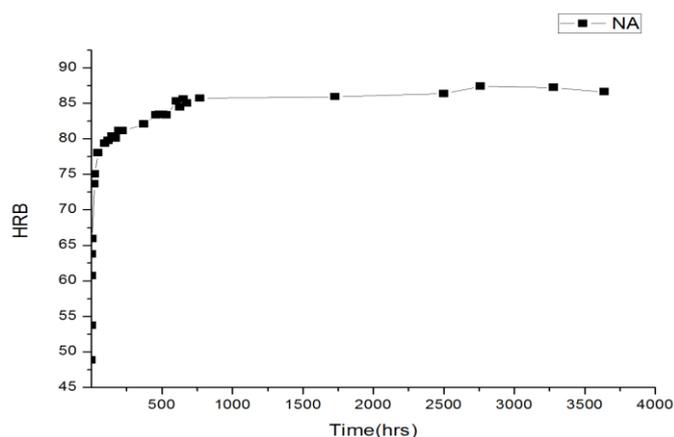


Fig.2. Hardness curve of natural aging of 7075 alloy

將固溶處理後之7075試片放置於室溫下進行自然時效，硬度變化結果如圖2所示。圖2顯示隨著時效時間的增加，在淬火完成後的24小時內，其硬度會由HRB40~45急遽上升至HRB70~75。之後隨著時間增加，其硬度變化漸趨減緩，即使1000小時之後，硬度仍在緩慢的增加，尚未達到時效尖峰。自然時效無法在短時間內得到最佳的硬度，因此對工業界來說自然時效並不實用。

3.2 人工時效

由於自然時效無法在短時間內達到頂時效，因此改以人工時效的方式，利用較高溫度以加速時效析出。NA-120°C及NA-150°C表示先自然時效3天，然後分別在120及150°C進行人工時效。由圖3、4、5中可知，在100-170°C不同溫度下進行人工時效，頂時效約略出現於26-96小時之間。其中120°C的頂時效出現在72小時，之後隨著時間的增加，硬度快速的降低，出現過時效的現象。若在150°C進行時效，只需5小時便能達到頂時效，但其硬度較120°C來的低，過時效速率較120°C來的緩慢。

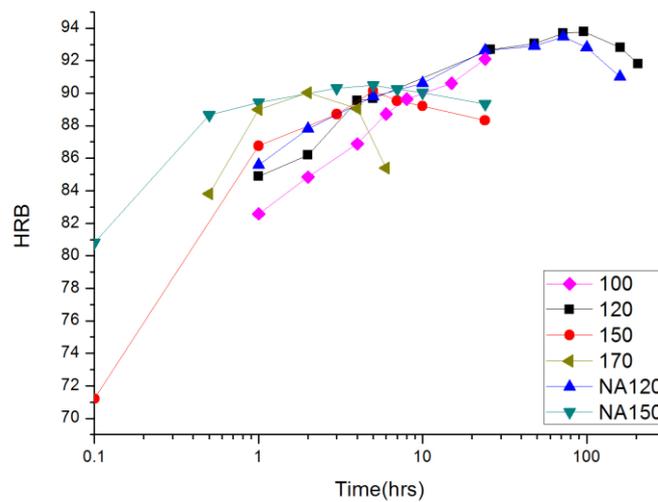


Fig.3. Hardness curve of artificial-aging of 7075 alloy

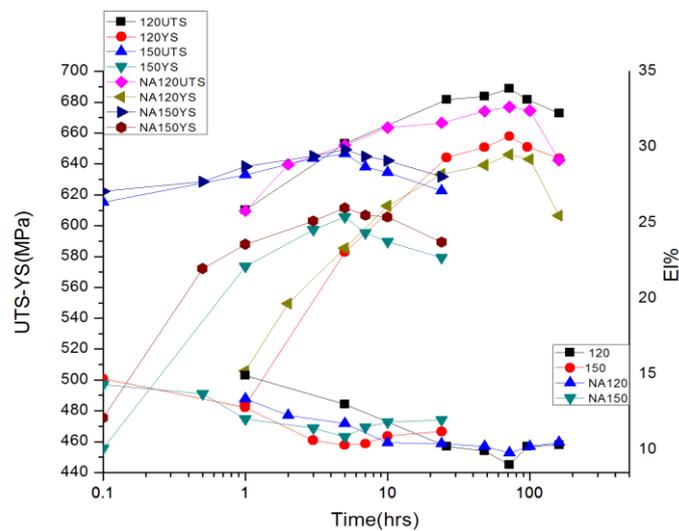


Fig.4. The strength and elongation curves of artificial aging of 7075 alloy

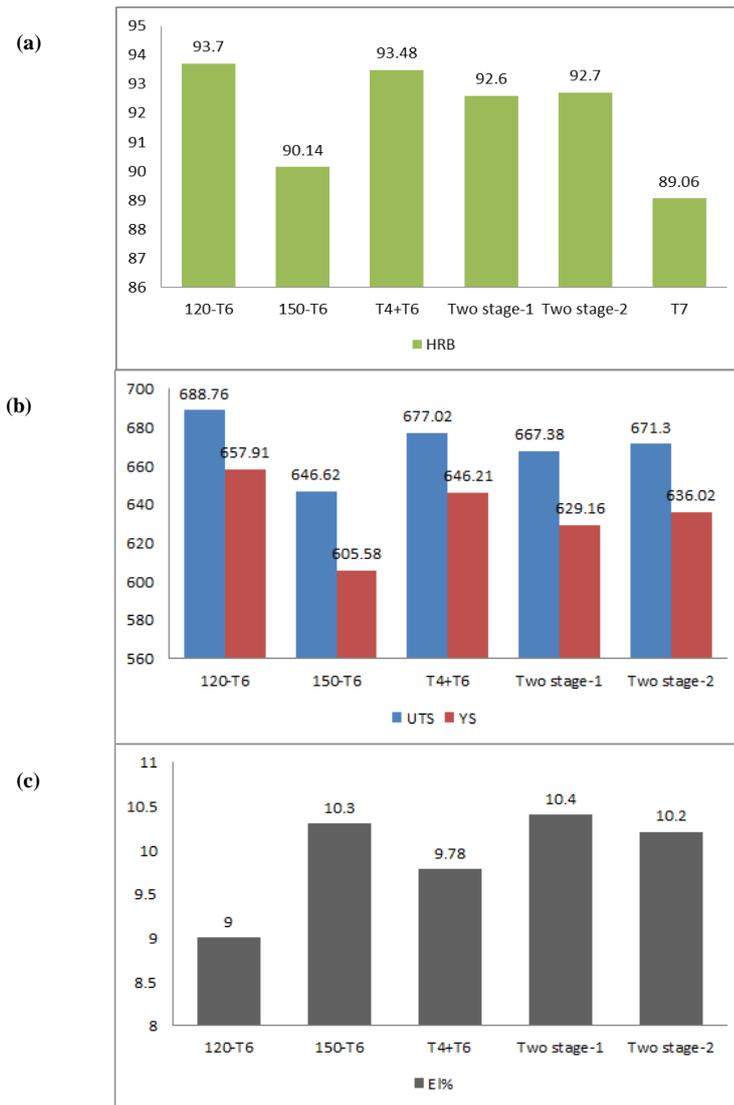


Fig.5. The bar charts of (a) hardness, (b) strength, and (c) elongation vs. different heat treatments for 7075 alloy

若比較直接作人工時效與先自然時效後再人工時效之強度，可發現先自然時效再做150°C人工時效(NA150)，其強度會比直接做150°C人工時效來得高。根據文獻[4]，先自然時效後再人工時效，其效應如同雙重時效般，主要是由於自然時效會先形成高密度的GP Zones，之後進行較高溫的人工時效時，許多GP Zones尺寸會變大，使得在高溫時效後，其顯微組織仍然可以擁有穩定且高密度的GP Zones。但NA120頂時效的硬度，反而低於120°C單階段時效的頂時效硬度。根據文獻[5]這原因可能是自然時效先行產生大量的GP Zones，而耗費較多的Zn及Mg元素，隨後120°C人工時效又相對150°C來得低溫，無法使原子有效擴散使析出物成長，因此析出物相對的較小，無法有效阻擋差排移動而使強度變弱。不過兩者(NA120及NA150)此現象的差異，仍然須進一步的研究。

若利用二階段時效:100°C-150°C，先在100°C進行8hrs低溫時效，使GP-Zone大量成核，之後在150°C進行高溫時效使析出物成長，藉此可得到HRB92.5以上的硬度，抗拉強度也可達667MPa，可減少時效強化所需之時間。

若改以120°C-150°C二階段時效方式，可發現其強度仍與100°C-150°C的熱處理方式相近(HRB92.6、671MPa)，並未有太大變化，但時間可減少為9hrs。

3.3 XRD結構分析

由 XRD 繞射圖(圖 6)中可發現 7075-O 材有大量 η 相 $MgZn_2$ 的特徵峰，此外還有明顯的 Al_7Cu_2Fe 特徵峰，但由於 Al 的信號太強，可能蓋過其他訊號，其中也未發現 T 相($Mg_{32}(AlZn)_{49}$)的存在，因此仍必須借助 EDX 進行分析才能確定是否有其他相的析出物。

在經過 120°C 人工時效處理後，可發現 $MgZn_2$ 的訊號大幅減少並減弱，主要是因 $MgZn_2$ 經固溶、淬火、時效後變得太過細小而難以利用 XRD 進行偵測。另外也可發現 Al_7Cu_2Fe 的特徵峰幾乎完全消失，此含鐵介金屬相主要是鐵雜質所致，而此種介金屬相是無法經由熱處理來消除的，但是因為其分佈較為隨機，且尺寸較大，有可能有些樣品含此顆粒相的量較少所致。

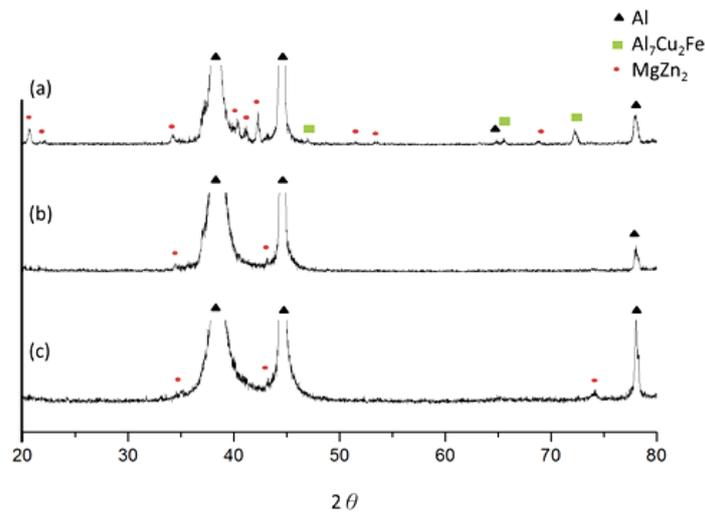


Fig.6. The XRD results of 7075 alloy: (a) O, (b) 120-T6, (c) 120-150 two-stage

3.4 顯微組織觀察及EDX分析

圖 7 為 7075-O 材及 T6 處理後縱橫斷面的金相組織。圖 7a 為 7075-O 材之橫斷面組織，可觀察到有大量長條狀的組織，經由 EDX(圖 8a)分析後確認為 Al-Cu-Fe 化合物。此外在 SEM 下也可發現有大小尺寸的白色顆粒，大尺寸的白色顆粒為 Al-Zn-Mg-Cu 的化合物，小尺寸的白顆粒因過於細小，難以利用 EDX 進行分析及判斷。

圖 7b 為時效後的金相，可發現其顯微組織有明顯的改變，原本可觀察到的白色顆粒相 Al-Zn-Mg-Cu 化合物，因固溶處理而消失只殘留少部分，因此在 XRD 中訊號大量消失。至於含鐵介金屬相則仍然存在(如圖 8b 所示)。圖 7c 為縱向的

金相組織，顯示擠製材的長軸狀組織。至於決定 7075 強化效果的主要析出物 $MgZn_2$ ，因為太過細小，無法藉由光學顯微鏡來觀察，需要藉助電子顯微鏡來進行觀察。

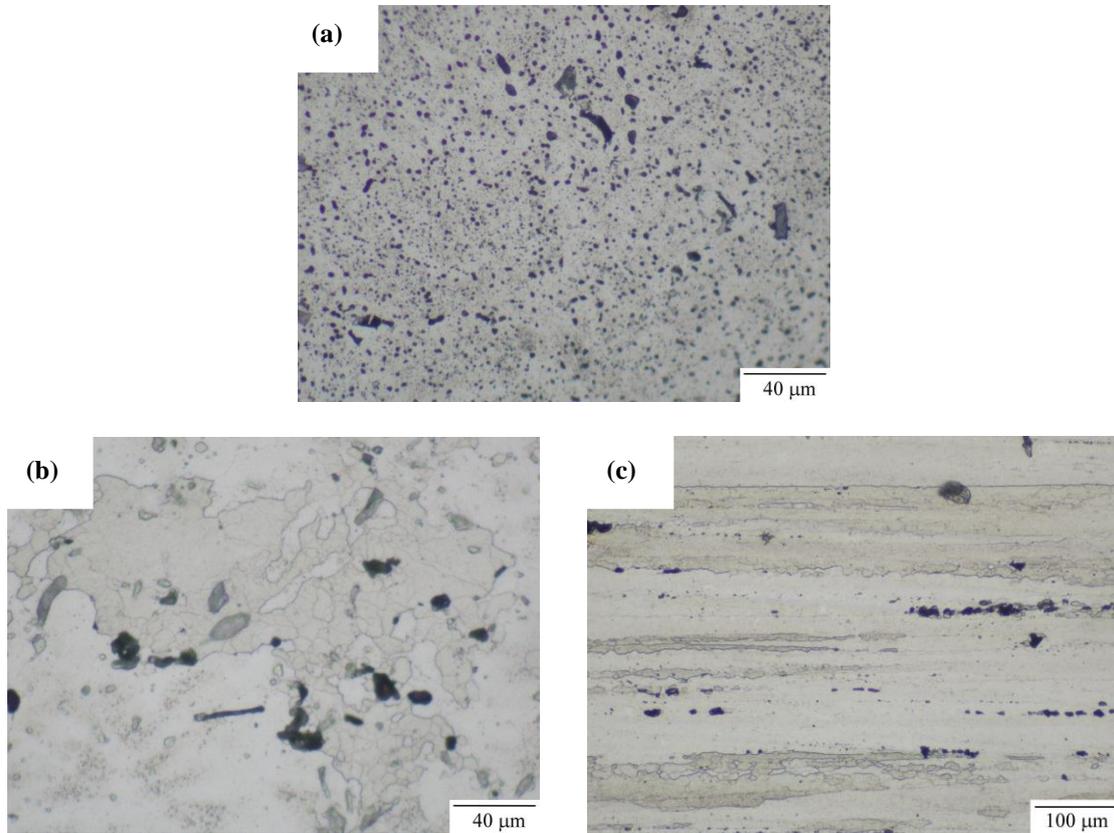


Fig.7.microstructure of the extruded-rod (a)7075-O (b)7075-T6(橫斷面) (c)7075-T6(縱斷面)

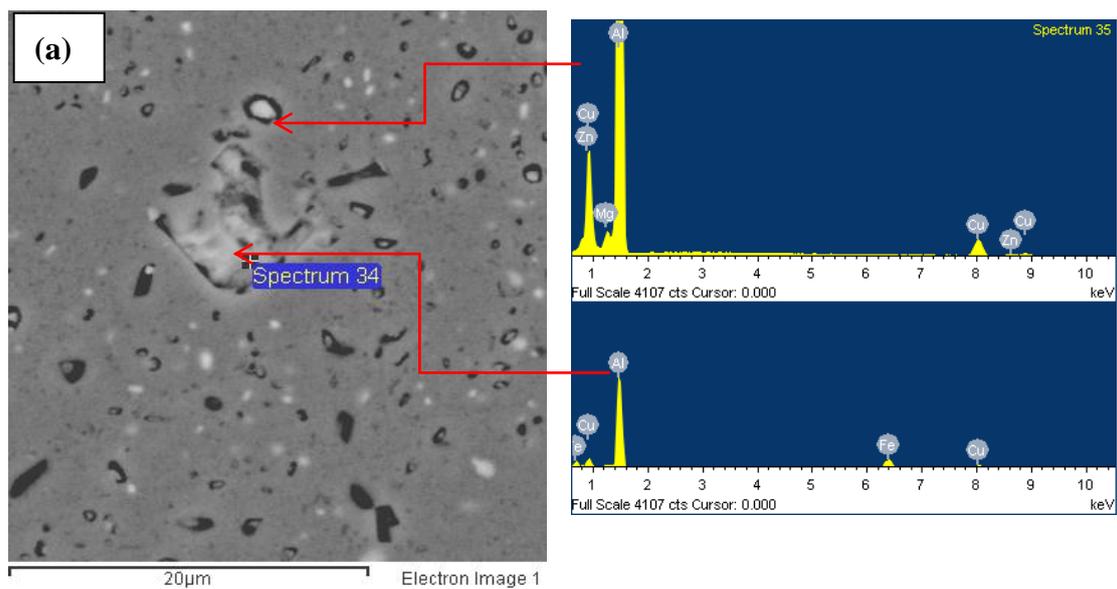


Fig.8a SEM back scattering image and EDX analysis

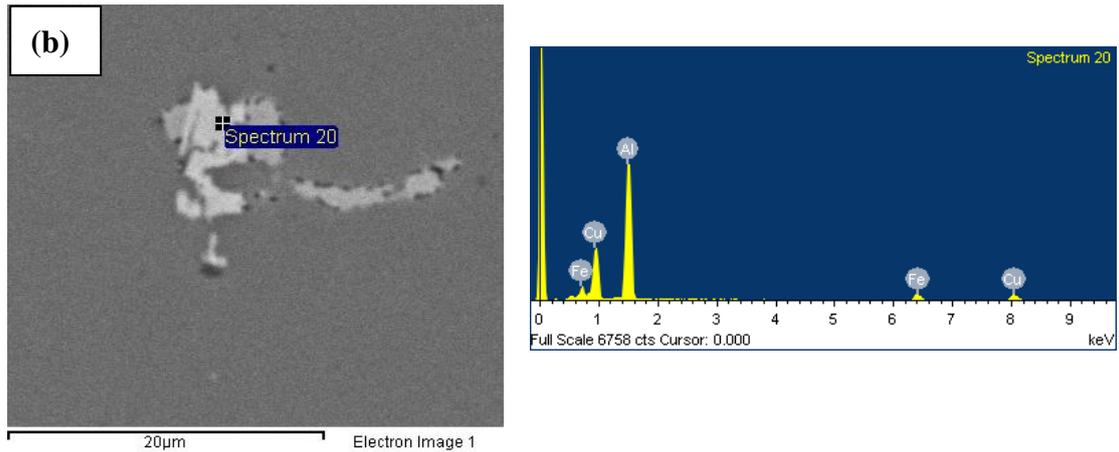


Fig.8b SEM back scattering image and EDX analysis

3.5 拉伸破斷面觀察及成分分析

經由拉伸後可發現，7075進行拉伸試驗會產生兩種不同的破斷方式，包含杯錐破斷及剪切破斷，如圖9a所示。

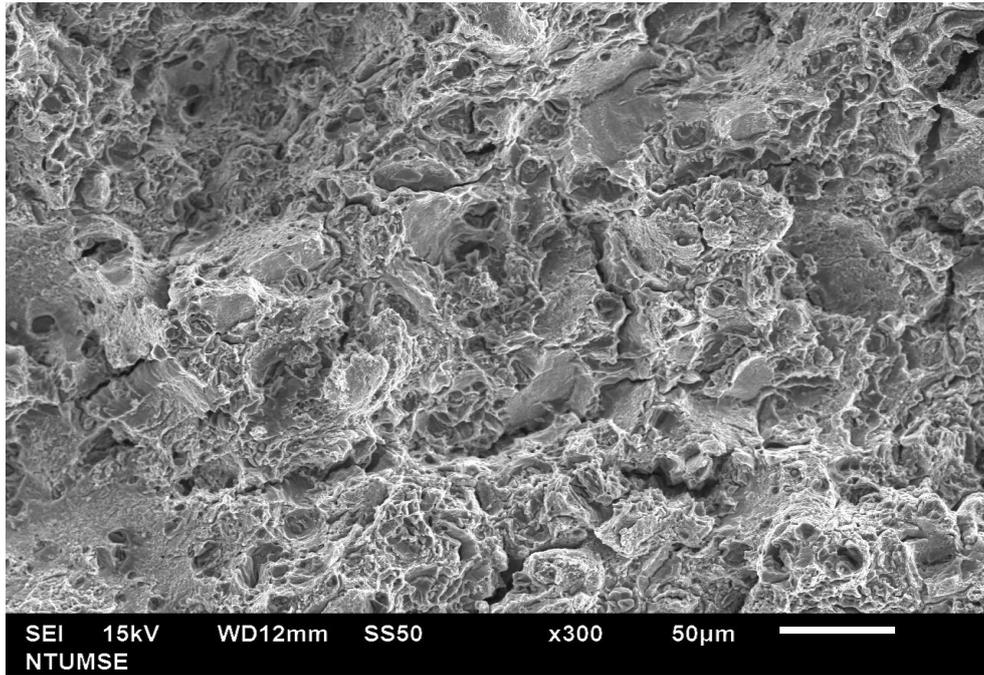


Fig.9a Cup cone fracture and shear fracture after tensile test.

圖9b顯示T6試片拉伸後，杯錐破斷面在SEM下觀察之形貌，可發現有大量的窩穴(dimple)狀組織，可以確定為延性破壞的特性，若利用BEI影像(圖10)則可清楚發現，在dimple底部有大量的化合物(白色顆粒)，由此可知dimple底部的析出物是裂縫成核地點，若進行EDX分析可得知化合物主要為Al-Cu-Fe及Al-Zn-Mg-Cu的殘留相。

圖9c為自然時效後再做人工時效的試片，拉伸後延性剪切破斷(Ductile Shear fracture)面在SEM下觀察之情形，在高倍率觀察仍可發現些許的dimple。在EDX分析可發現，在剪切面上有Al-Cu-Fe顆粒存在。

(b)



(c)

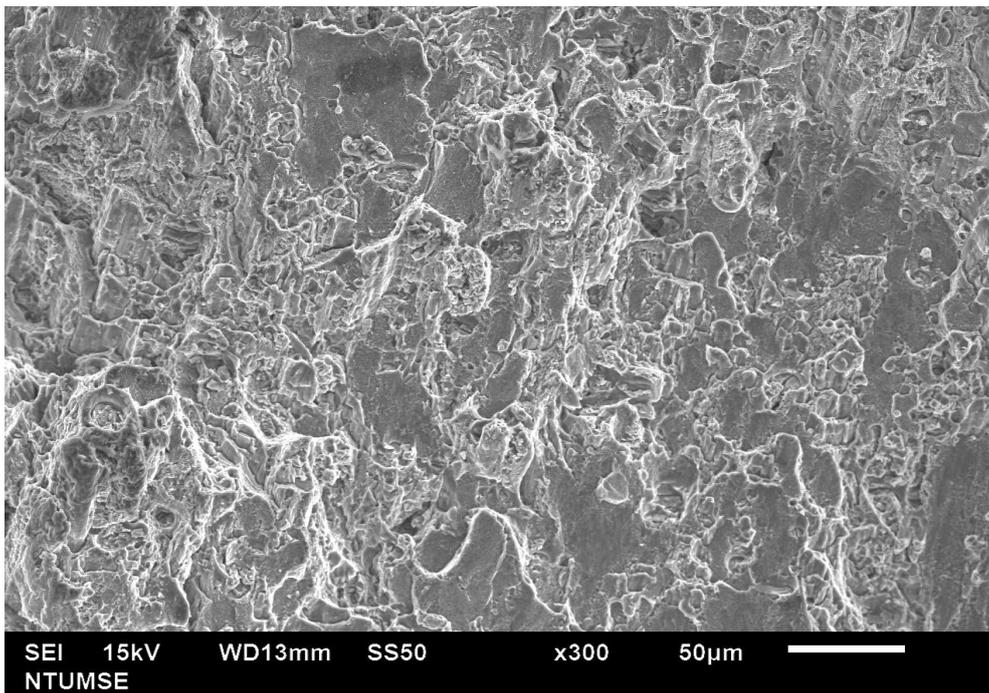


Fig.9 SEM fractographs, (b) cup cone and (c) shear fracture.

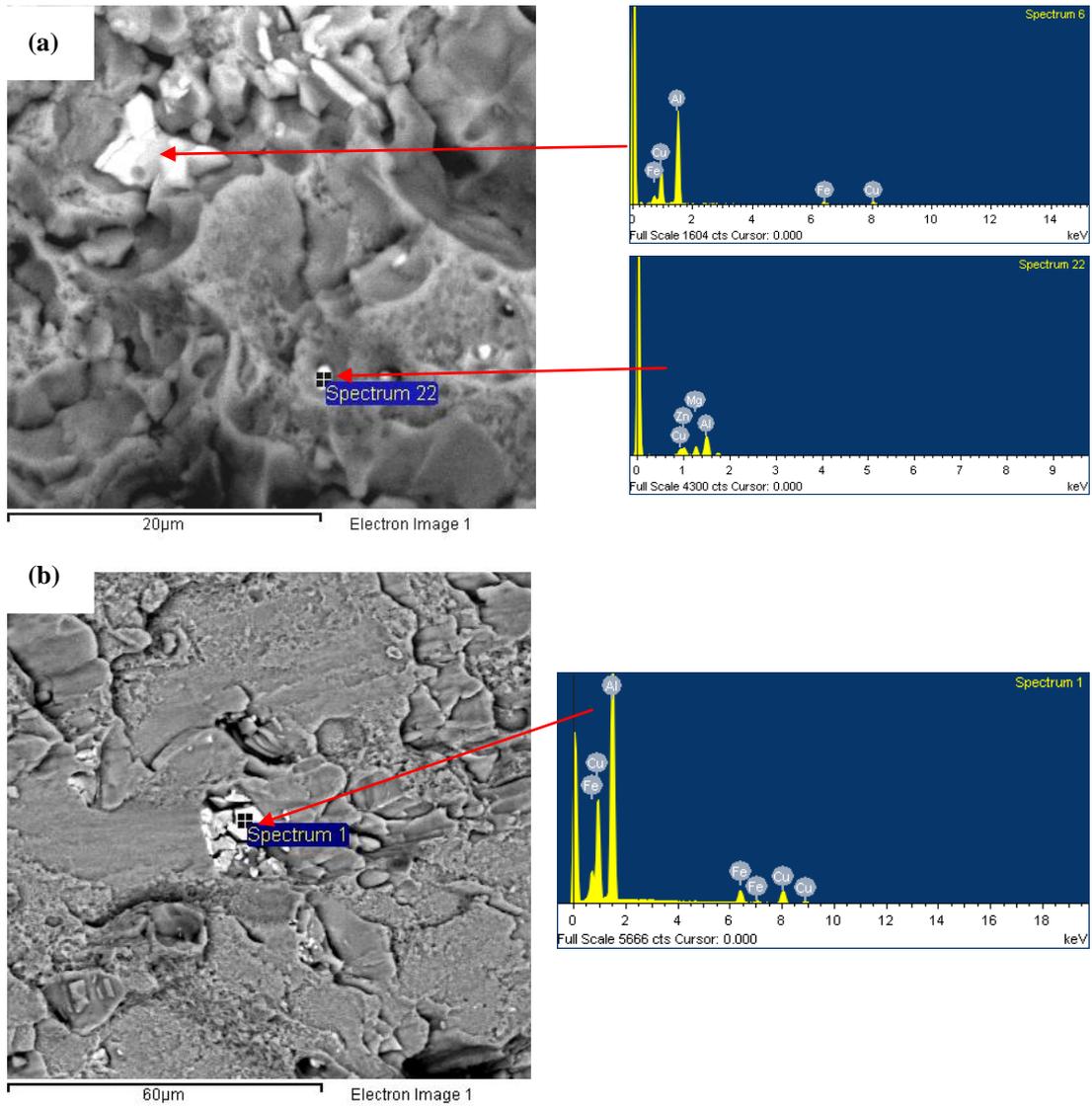


Fig.10. The EDX of fracture surface, (a) cup cone, (b) shear fracture

一般材料在承受單軸拉伸應力時，有兩種破裂模式，延性材料會出現杯錐狀的破裂型態，而脆性材料則出現與拉應力幾乎垂直的破裂方向。但是在鋁合金中還會出現所謂的延性剪切破裂，如圖11所示[6]。其形成原因可能與缺陷的存在，或是樣品尺寸造成拉伸時，應力狀態有所改變所致[7]。

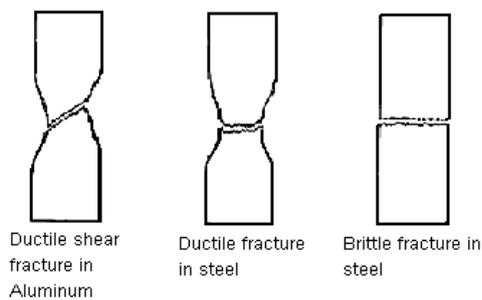


Fig.11. Fracture modes under tensile test.

3.6 DSC分析

將材料經固溶淬火後直接進行DSC分析(圖 12a)可發現幾個主要的吸熱及放熱區，一般而言：

1. 50°C-120°C: GP-Zone 析出或回溶
2. 120°C-200°C: η' 析出或回溶
3. 200°C-280°C: η 析出及成長
4. 280°C 以上: η 回溶

圖 12b 為固溶後自然時效 3 天之 DSC 曲線，可以發現在 50-120°C 有明顯的 GP-Zone 回溶尖峰，代表自然時效時 GP-Zone 的析出。隨著自然時效時間增加到 85 天，此回溶尖峰更加明顯，代表 GP zone 攜出的體積分率增加，而回溶區向高溫移動，則代表 GP-Zone 逐漸成長粗大。

圖 12c 為 120°C 人工時效的 DSC 曲線圖，可看出時效 1hr 在 80-140°C 之間出現 GP-Zone 的回溶尖峰，表示已有 GP-Zone 析出。隨時效時間增加，開始出現 η' 回溶尖峰，表示 GP-Zone 回溶並開始析出 η' 。在時效尖峰 72hrs 時仍以 η' 回溶尖峰為主，由此可知 7075 的主要強化相以 η' 為主。此外發現到當時效時間增加，回溶尖峰會逐漸向高溫偏移，表示析出物逐漸成長粗大化。在 200°C 以後的區域，DSC 曲線則無明顯的變化。

150°C 人工時效的 DSC 曲線(圖 12d)，可明顯發現 24hrs 時 η 析出峰大幅衰減，在比較 150-24hrs 的強度之後，可確定 η 析出峰的衰減為過時效的特徵，推測此時材料內部已有大量 η 存在，因此 η 相在 DSC 升溫期間，無法再大量析出所致。至於 NA120 的 DSC 曲線結果，與 120°C 人工時效，並無太大差別。

若利用 100°C+150°C 二階段時效(圖 12e)，先在 100°C-8hrs 時效後，出現 GP-Zone 及 η' 的回溶尖峰，表示已有 GP-Zone 及 η' 存在。之後再在 150°C 進行時效，其回溶尖峰會向高溫移動，表示 GP-Zone 及 η' 析出物成長，並藉此強化合金。在 120°C+150°C 二階段時效方面，在 120°C 進行 6hrs 時效後，發現只有 η' 的存在。在比較兩種二階段時效強度，可發現其強度相差不大，由此推測二階段時效強化，無須藉由細小的 GP-Zone 作為 η' 的成核位置，可直接在低溫形成大量的 η' ，之後再利用高溫快速成長緻密化，藉此也可在短時間得到強化效果。

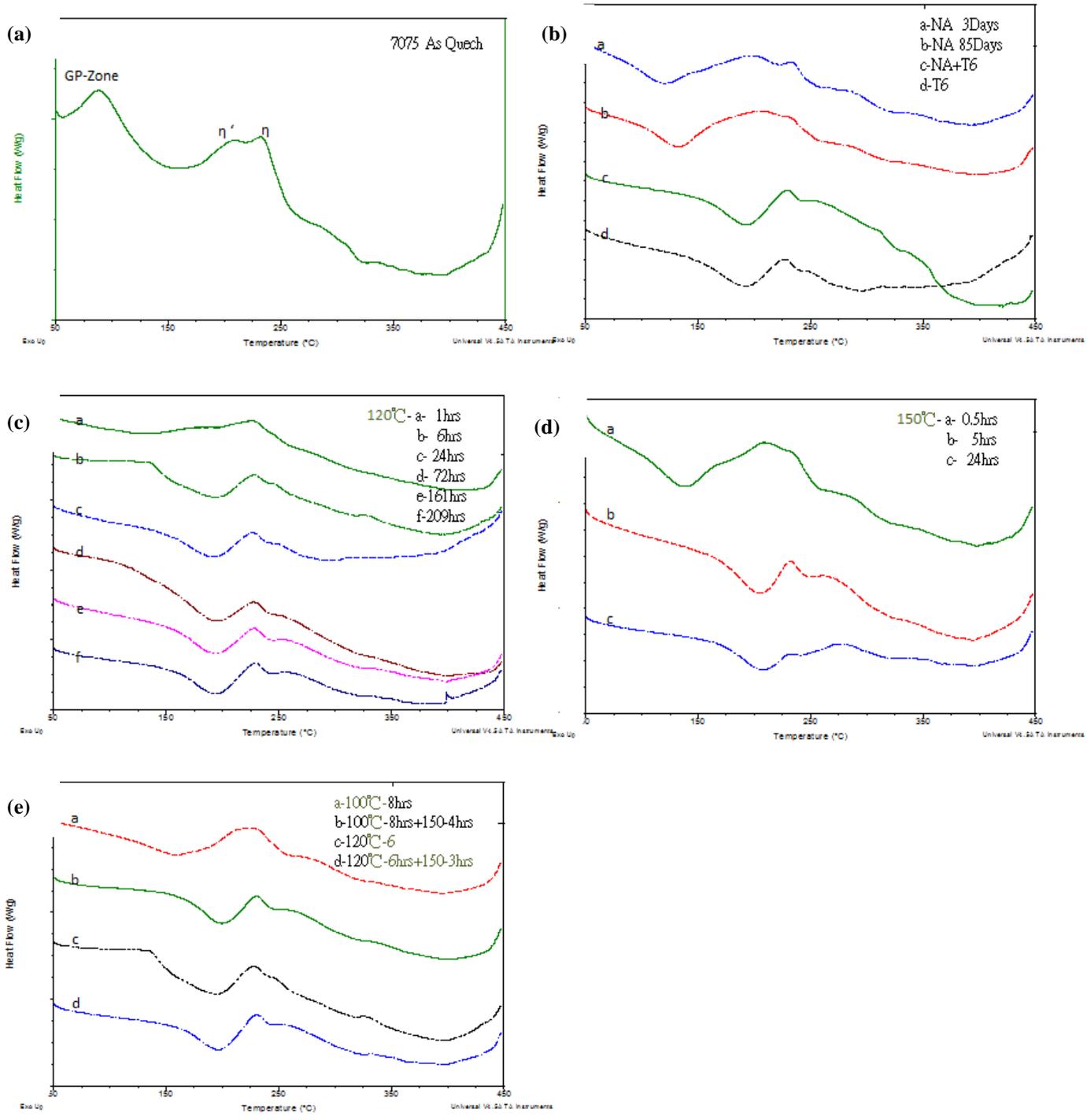


Fig.12. The DSC analysis of (a) as quench, (b) NA and NA+T6, (c) 120°C, (d) 150°C, (e) two stage

四、結論

1. 若考慮機械性質，由實驗結果得知，7075 棒材無論在 120°C 或 150°C 進行時效，其強度都會高於 600MPa，最高甚至可到達 688MPa，而硬度最高也可到達 HRB 93.78，因此適用於高強度工件上。但 7075 的延性較低，在時效尖峰之伸長率約為 9-10%，且所花時間過長。因此考量到實用性及熱處理時間，通常不會選用尖峰時效(120°C-72 小時)，可選用強度與尖峰時效相當的 120°C-(24-48)小時作為時效的條件，若強度並未嚴格要求，也可使用雙重時效 100°C-150°C、120°C-150°C 以節省熱處理時間。
2. 經過金相觀察後可發現，7075 擠製 0 材在經由腐蝕後無法觀察到其晶界，只能觀察到大量的粗大化合物顆粒，經 EDX 分析後確認為 Al-Cu-Fe 及 Al-Zn-Mg-Cu 相。固溶析出後其顯微組織有明顯的改變，平均晶粒大小約在 50-100 μm 左右，縱向則為擠製造成的長軸狀組織。而粗大化合物顆粒則被大量消除，只殘留少部分未固溶。
3. 觀察拉伸破斷面可發現 7075 有兩種破斷形式，包含剪切破斷及杯錐破斷，經 SEM 及 EDX 觀察，發現杯錐破斷具有大量 dimple 為延性破壞特徵，而 dimple 底部具有大量的 Al-Zn-Mg-Cu 及 Al-Cu 化合物，應為微裂縫生成處進而擴展成杯錐破裂。而剪切破斷面也可觀察到些許的 dimple，在剪切面上可觀察到有的 Al-Cu-Fe 析出相。
4. 由兩種二階段時效之結果可發現，二階段時效強化無須藉由 GP-Zone 作為 η' 的成核位置，可直接在第一階段先形成大量 η' ，之後再利用高溫快速成長緻密化，所得到的效果會相當。

參考文獻

1. Smith, Structure and Properties of Engineering Alloys 2nd Edition, P176-181
2. The Effect of Thermal and Mechanical Pretreatments on the Guinier-Preston Zone State of a Commercial 7075 Aluminum Alloy J.T.Healey and R.W.Gould
3. L.K.Berg, J.Gjonnes, V.Hansen, X.Z.Li, M.Knutson-Wedel, G.Waterloo, D.Schryvers, and L.R. Wallenberg, GP-ZONES IN Al-Zn-Mg ALLOYS AND THEIR ROLE IN ARTIFICIAL AGING Acta mater. (2001) P2-9
4. The Effect of Multiple-Step Aging on the Strength Properties and Precipitate-Free Zone Widths in Al-Zn-Mg Alloys F. SMITH AND N. J. GRANT
5. 台灣大學材料科學與工程學研究所 李溢芸 王文雄 超高強度 Al-Zn-Mg-Cu 合金的時效析出、機械性質與應力腐蝕特性研究 2008 10 P27,28
6. <http://www.materialsengineer.com/CA-ductbrit.htm>, "Ductile and brittle fracture".
7. Liang and Tomasz Wierzbicki, "DUCTILE FRACTURE CHARACTERIZATION OF ALUMINUM ALLOY 2024-T351 USING DAMAGE PLASTICITY THEORY", Inter. J. App. Mech. Vol. 1, No. 2 (2009) 267-304.