

DOI: 10.19416/j.cnki.1674-9804.2024.01.015

硫酸阳极化对 7075 铝合金疲劳性能影响研究

张正礼*

(上海飞机设计研究院, 上海 201210)

摘要: 针对硫酸阳极化处理后铝合金材料疲劳性能可能会下降的问题,以 7075 铝合金材料为研究对象,沿材料 L 向和 LT 向制造了一批分别进行铬酸阳极化和硫酸阳极化的试验件,对这些试验件开展细节疲劳对比试验,使用三维显微镜观察断口样貌,并根据试验结果计算出两种阳极化在 L 向和 LT 向的 DFR 值。结果表明:两种阳极化处理后 7075 铝合金疲劳断口样貌基本一致,DFR 值也相当,两种阳极化处理后 7075 铝合金疲劳性能一致,在工程实践中,可以使用硫酸阳极化代替铬酸阳极化。

关键词: 铝合金;硫酸阳极化;铬酸阳极化;细节疲劳

中图分类号: V216

文献标识码: A

OSID:



0 引言

7075 铝合金 Al-Zn-Mg-Cu 系超硬铝,具有较高的强度、良好的机械性能和易于加工等特点,在航空航天、模具加工和机械设备等领域中有着广泛的应用,如塑料模具^[1]、海洋钻井隔水管^[2]和钻杆^[3]等。7075 铝合金暴露在外部环境中,表面会形成一层致密的氧化膜层。该氧化膜层能提高铝合金的防腐蚀性能,但由于氧化膜层较薄,一般为 1~3 nm,其耐腐蚀性能会受到一定限制^[4]。为提高其耐腐蚀性能,一般采用阳极化表面处理技术在铝合金表面形成一层保护膜层,常用的阳极化方式包括铬酸阳极化^[5]、硫酸阳极化^[6]和磷酸阳极化^[7]等。铬酸阳极化存在着有毒污染环境等缺点,目前在很多国家已被禁止使用。磷酸阳极化一般用于铝合金胶接面表面处理以提高胶接质量,对环境影响较轻,但有研究认为硫酸阳极化会造成铝合金疲劳寿命下降^[8-11],且传统的硫酸阳极化工艺影响程度最大,铬酸阳极化的影响程度最小^[12-13]。因此低污染或无污染,同时又不降低材料疲劳性能的铝合金阳极化技术,一直是研究的热点。含添加剂的硫酸阳

极化工艺^[14-15]抗腐蚀性能与铬酸阳极化相当,且不降低基体疲劳性能,在国外已经开始应用。在波音的工艺规范 BAC 5632(硼酸-硫酸阳极化)和 BAC 5884D(铝合金的阳极化)以及美军标 MIL-A-8625 F 中的阳极化分类中都增加了相应的类型^[16],美国航空宇航标准 AMS2471 也增加了硫酸阳极化^[17]。细节疲劳额定强度(Detail Fatigue Rating,简称 DFR)可用以表征材料、结构某特定细节的疲劳品质,不同的阳极化会对 DFR 值产生影响。当前的研究缺少硫酸阳极氧化对 7075 铝合金疲劳性能的研究,因此需要开展相关研究以确认采用硫酸阳极化代替铬酸阳极化的可行性。

本文将通过对采用铬酸阳极化和硫酸阳极化表面处理的 7075 铝合金试件的细节疲劳试验对比分析,根据试验结果获得不同试验件的 DFR 值,研究硫酸阳极化对 7075 铝合金疲劳性能影响。

1 试验方法

1.1 试验件

试验件所用材料为 7075-T6 非包铝薄板材料,材料规范为 AMS4045,材料厚度为 1.6 mm。试验件

* 通信作者。E-mail: 46765679@qq.com

引用格式: 张正礼. 硫酸阳极化对 7075 铝合金疲劳性能影响研究[J]. 民用飞机设计与研究, 2024(1):95-100. ZHANG Z L. Effect research on sulfuric acid anodizing on fatigue properties of 7075 Al-alloy[J]. Civil Aircraft Design and Research, 2024(1):95-100(in Chinese).

试样采用 DFR_{cutoff} 形式,如图 1 所示,试样长 290 mm,宽 40 mm,在试验件中间的两侧各布置一个 R2.4 的 U 型缺口,为预设断裂处,表面分别采用铬酸阳极化和硫酸阳极化,材料方向分别取 L 向和 LT 向,试验件规划如表 1 所示,试验件编号规则为 L/LT-GS/LS-顺序号,GS 代表铬酸阳极化,LS 代表硫酸阳极化,L 表示 L 向,LT 表示 LT 向。

阳极化前工艺流程为:阳极化前检查-装挂-预清洗-冲洗-脱氧-冲洗-阳极化-封闭-干燥-拆卸-检验。

两种阳极化的工艺参数如下:

1) 铬酸阳极化:铬酸 40.0 g/L,温度 35 ℃,电压 22 V,时间 45 min;

2) 硫酸阳极化:硫酸 40.0 g/L,硼酸 8.0 g/L,温度 27 ℃,电压 15 V,时间 20 min。

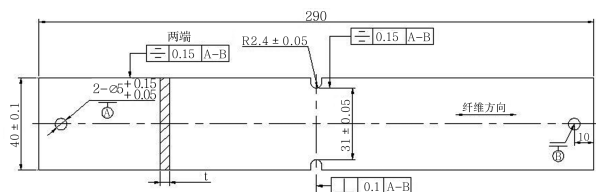


图 1 疲劳试验试样(尺寸单位:mm)

表 1 疲劳试验规划

材料	厚度	纤维方向	铬酸阳极化	硫酸阳极化
7075-T6	1.6 mm	L 向	10 件	10 件
7075-T6	1.6 mm	LT 向	10 件	10 件

1.2 疲劳试验

试验在室温 25 ± 10 ℃ 环境下进行,加载波形为正弦波,应力比 $R=0.06$,加载频率为 20 Hz,试验件循环次数超过 4×10^5 次则停止试验。

每组试验件的最大应力 $\sigma_{\max}$ 使用如下方法进行确定:

1) 根据材料特性预估 $\sigma_{\max}$ 作为初始最大应力进行试验,若试验件寿命在 $(0.5 \sim 4) \times 10^5$ 之间,则可确定该 $\sigma_{\max}$ 为本组试验件最大应力;

2) 反之则调整最大应力,重复进行 1) 过程直至试验件疲劳寿命符合 $(0.5 \sim 4) \times 10^5$ 要求,可重复 3 根试样,根据 3 根试样的结果确定正式试验应力。

试验件安装夹头要对中,加载轴线与试验件形心同轴。夹具的设计应保证良好的同心度,试验件的几何同轴度不大于 0.1%。试验装置按照 HB5287-96^[18] 关于试验设备的要求,其中疲劳试验



图 2 MTS 疲劳试验机

机为 MTS Landmark370.10 试验机,如图 2 所示,试验数据处理方法及计算公式参见 HB7110-94^[19],具体处理方法如下:

1) 基于威布尔分布求出同一应力水平下一组实验数据的特征寿命,本次试验要求试样全部破坏,则特征寿命 β 依据式(1)进行计算:

$$\beta = \left[\frac{1}{n} \times \sum_{i=1}^n N_i^{\alpha} \right]^{\frac{1}{\alpha}} \quad (1)$$

式中: n 为一组试样的个数; N_i 为一组第 i 个试验件的寿命。

2) 95% 置信区间寿命按式(2)进行计算:

$$N_{95/95} = \frac{\beta}{S_i \times S_R \times S_C} \quad (2)$$

式中: S_i 为试样系数,取 1.3; S_R 为可靠性系数,取 2.1; S_C 为置信度系数,取 0.965。

3) 将参数 S, σ_{m0} 以及 $N_{95/95}$ 带入式(3)可计算得到 DFR 值:

$$DFR = 0.94\sigma_{m0} / [0.94\sigma_{m0} S^{5 \lg N} - (0.47 S^{5 \lg N} - 0.53) - (0.028 2 S^{5 \lg N} + 0.031 8)] \quad (3)$$

式中: σ_{m0} 为零件零时破坏应力,取值 310 MPa, S 为标准 $S-N$ 曲线斜度,取值为 2.0。

2 结果与讨论

2.1 疲劳断口分析

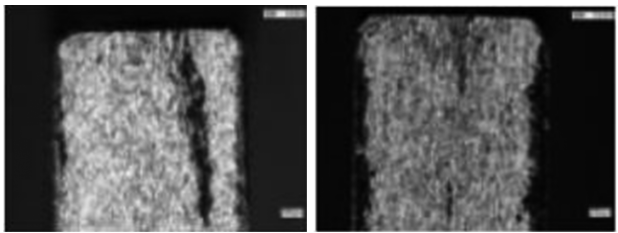
试验件破坏后目视检查确定破坏形式。从宏观上看,试样在 U 型缺口断裂,如图 3 所示。



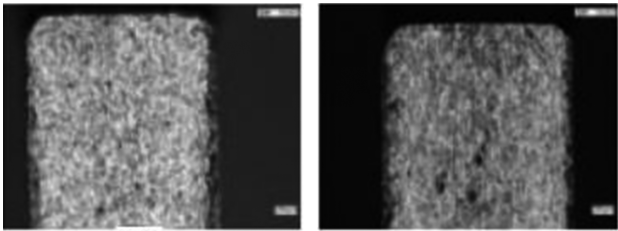
图 3 试样断裂情况

试样 L-LS-04、L-LS-09、LT-LS-01、LT-LS-02、LT-LS-09 和 LT-LS-10 断裂位置不在预设位置,其试验数据为无效数据。在微观上,使用超景深三维显微镜观察疲劳断口找出裂纹萌生位置。

图 4 给出了部分试样疲劳断口样貌,可以看出:两种阳极化的疲劳断口样貌均包括疲劳源、裂纹扩展区和瞬断区等典型区域;在试样受到轴向拉伸载荷时,试件在缺口处应力集中增加,更容易形成裂纹,并且裂纹沿着厚度方向进行扩展,使得材料的受力面积逐渐减小,裂纹处的应力也会不断变大,在所受到的应力值超过材料本身的断裂强度时,造成试样断裂;无论从 L 向还是 LT 向来看,表面采用铬酸阳极化或硫酸阳极化的 7075 铝合金试样断口样貌基本一致。



(a) 铬酸阳极化 L 向 (b) 铬酸阳极化 LT 向



(c) 硫酸阳极化 L 向 (d) 硫酸阳极化 LT 向

图 4 试样断口样貌

2.2 疲劳试验结果

表 2 给出了 7075 铝合金 L 向铬酸阳极化和硫酸阳极化试样疲劳试验结果,表 3 给出了 7075 铝合

表 2 L 向铬酸阳极化和硫酸阳极化试样疲劳试验结果

试样编号	缺口宽度/mm	厚度/mm	最大应力/MPa	最小应力/MPa	最大载荷/kN	最小载荷/kN	疲劳寿命 N/次	是否失效
L-GS-01	31.027 5	1.565	95	5.7	4.613	0.277	98 897	是
L-GS-02	31.022 5	1.554	92.5	5.55	4.459	0.268	89 999	是
L-GS-03	31.020 0	1.572	90	5.4	4.389	0.263	199 625	是
L-GS-04	31.023 5	1.572	95	5.7	4.633	0.278	215 457	是
L-GS-05	31.025 5	1.568	95	5.7	4.622	0.277	116 089	是
L-GS-06	31.014 5	1.576	95	5.7	4.643	0.279	113 949	是
L-GS-07	31.017 5	1.563	95	5.7	4.606	0.276	112 574	是
L-GS-08	31.016 5	1.543	95	5.7	4.547	0.273	115 971	是
L-GS-09	31.017 5	1.572	95	5.7	4.632	0.278	132 080	是
L-GS-10	31.028 5	1.564	95	5.7	5.61	0.277	94 325	是
L-LS-01	31.015 0	1.564	91.5	5.49	4.438	0.266	453 830	是
L-LS-02	31.008 5	1.561	92.5	5.55	4.447	0.269	291 786	是
L-LS-03	31.012 0	1.561	95	5.7	4.599	0.276	200 023	是
L-LS-04	31.008 5	1.559	95	5.7	4.593	0.276	106 620	是
L-LS-06	31.017 5	1.559	95	5.7	4.594	0.276	262 692	是
L-LS-07	31.015 0	1.56	95	5.7	4.596	0.276	111 488	是
L-LS-08	31.003 5	1.558	95	5.7	4.589	0.275	131 761	是
L-LS-10	31.010 0	1.563	90	5.4	4.362	0.262	240 287	是

表 3 LT 向铬酸阳极化和硫酸阳极化试样疲劳试验结果

试样编号	缺口宽度/mm	厚度/mm	最大应力/MPa	最小应力/MPa	最大载荷/kN	最小载荷/kN	疲劳寿命 <i>N</i> /次	是否失效
LT-GS-03	31.023 0	1.57	90	5.4	5.114	0.307	61 373	是
LT-GS-04	31.009 0	1.57	90	5.4	4.382	0.263	144 016	是
LT-GS-05	31.005 0	1.56	90	5.4	4.353	0.261	111 107	是
LT-GS-06	31.002 0	1.577	90	5.4	4.4	0.264	138 990	是
LT-GS-07	31.025 5	1.568	90	5.4	4.378	0.263	110 511	是
LT-GS-08	31.016 5	1.56	90	5.4	4.355	0.261	109 537	是
LT-GS-09	31.016 0	1.553	90	5.4	4.355	0.26	210 567	是
LT-GS-10	31.025 5	1.571	90	5.4	4.386	0.263	104 473	是
LT-LS-01	31.023 0	1.567	90	5.4	4.375	0.263	276 614	是
LT-LS-02	31.018 5	1.563	90	5.4	4.363	0.262	90 855	是
LT-LS-03	31.023 5	1.566	90	5.4	4.372	0.262	160 489	是
LT-LS-04	31.013 5	1.566	90	5.4	4.371	0.262	154 997	是
LT-LS-05	31.021 5	1.557	90	5.4	4.347	0.261	125 154	是
LT-LS-06	31.028 0	1.559	90	5.4	4.354	0.261	371 029	是
LT-LS-07	31.028 5	1.572	90	5.4	4.39	0.263	164 150	是
LT-LS-08	31.018 0	1.561	90	5.4	4.358	0.261	100 693	是

金 LT 向铬酸阳极化和硫酸阳极化试样疲劳试验结果。表 2 中缺少试样 L-LS-04 和 L-LS-09 的数据,表 3 中缺少试样 LT-LS-01、LT-LS-02、LT-LS-09 和 LT-LS-10 的数据,因为这 6 件试样的断裂位置不在预设位置,所得试验数据不是有效数据,因此需要剔除。

对表 2 和表 3 给出的试验结果进行正态分析。将同一应力级的对数疲劳寿命按从小到大的顺序进行排列,存活估量 *p* 为:

$$p=1-\frac{i}{n+1}$$

(4)

式中:*i* 为一组观测值由小到大按次序排列的序数,*n* 为一组试样的总数。

以对数 lg*N* 疲劳寿命为横坐标,存活率估计量 *p* 为纵坐标,可得到存活率-寿命图(*p*-*N* 图)。对表 2 中 95 MPa 应力绘制的 *p*-*N* 图如图 5 所示,对表 3

中 90 MPa 应力绘制的 *p*-*N* 图如图 6 所示。从图 5 和图 6 可以看出各数据点近似为一点直线,表明数据遵守正态分布。

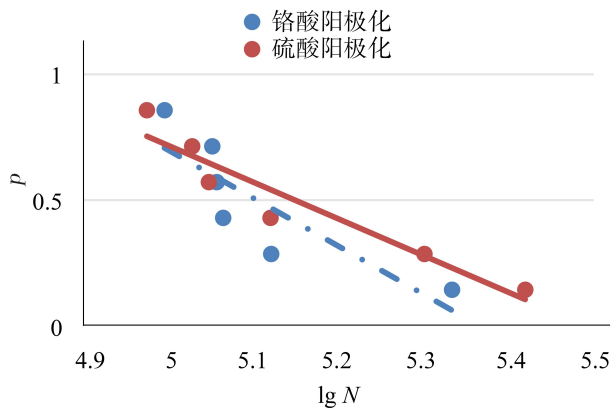
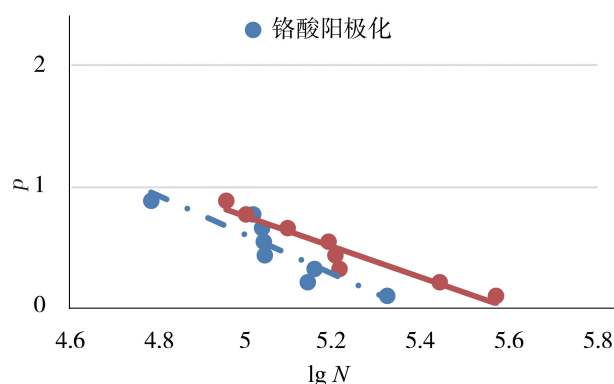


图 5 应力 95 MPa 的 *p*-*N* 图

图 6 应力 90 MPa 的 $p-N$ 图

2.3 DFR 结果

根据表 2 和表 3 的试验数据,利用式(1)、式(2)和式(3)可以计算获得采用铬酸阳极化或硫酸阳极化的 7075 铝合金的 DFR 值,如表 4 所示。从表 4 可以看出,对于 7075 铝合金,经过硫酸阳极化处理的试样的 DFR 值略高于经过铬酸阳极化处理的试样的 DFR 值。

表 4 DFR 值

纤维方向	铬酸阳极化 DFR 值/MPa	硫酸阳极化 DFR 值/MPa	差异百分比
L 向	77	79	+2.53%
LT 向	78	82	+4.88%

3 结论

通过以上研究可以发现:

1) 使用含有添加剂的硫酸阳极化处理后的 7075 铝合金和铬酸阳极化处理后的 7075 铝合金疲劳断口样貌基本一致;

2) 使用含有添加剂的硫酸阳极化处理后的 7075 铝合金的 DFR 值与铬酸阳极化处理后的 7075 铝合金的 DFR 值相当。

因此,可以认为两种阳极化处理后 7075 铝合金疲劳性能相当,在工程实践中可以使用含有添加剂的硫酸阳极化代替铬酸阳极化。

参考文献:

- [1] 王霆,卞云霞,周海飞. 铝合金模具的特点与应用[J]. 轻金属,2017(8):51-53.
- [2] 毛良杰,何鑫,蔡明杰,等. 接触载荷对铝合金隔水管

摩擦学性能的影响[J]. 机械科学与技术,2021. 40(9):1457-1463.

- [3] 谈衡,王泽,姚远远,等. 喷射成形 7075 铝合金钻杆的摩擦性能研究[J]. 铸造技术,2020,41(8):720-726.
- [4] 周芝凯,宋丹,王国威,等. 铝合金阳极氧化的研究进展[J]. 热加工工艺,2020,49(18):8-11,16.
- [5] 成映星,王宣,马伟. 铝合金铬酸阳极化膜层表面灰色条纹分析[J]. 材料保护,2019,52(10):163-165.
- [6] 王剑,魏晓伟. H_2SO_4 浓度对 6061 硬质阳极氧化膜层质量的影响[J]. 西华大学学报:自然科学版,2009,28(2):100-102.
- [7] 黄燕滨,仲流石,宋高伟,等. 阳极氧化在铝合金表面粘接技术中的应用综述[J]. 装备环境工程,2012,9(3):71-74.
- [8] MAXIMILIAN S, ROY M, THOMAS L. Anodic oxidation of the AlCu4Mg1 aluminium alloy with dynamic current control [J]. Surface&Coatings Technology, 2016.
- [9] MA Y, ZHOU X R, THOMPSON G E, et al. Anodic film formation on AA 2099-T8 aluminum alloy in tartaric-sulfuric acid [J]. Journal of the Electrochemical Society, 2011, 158(2):C17-C22.
- [10] MINGO B, NĚMCOVÁ A, HAMAD D, et al. Efficiency of anodising of Al-Cu alloy in sulphuric acid at low potentials [J]. Transactions of the IMF,2015, 93(1):18-23.
- [11] 张艳斌,张立民,张继旺,等. 阳极氧化处理对 2014-T6 铝合金弯曲疲劳性能的影响[J]. 金属学报,2014,50(6):715-721.
- [12] 于美,陈高红,刘建华,等. 己二酸对铝合金硫酸阳极氧化疲劳性能的影响[J]. 金属热处理,2011,36(6):50-53.
- [13] 陈高红,胡远森,于美,等. 硫酸阳极化对 2E12 铝合金力学性能的影响[J]. 中国腐蚀与防护学报,2018,38(6):579-586.
- [14] 赵冰,蔡林涛,顾宁. 阳极氧化法制备多孔氧化铝膜的研究[J]. 东南大学学报:自然科学版,1999(6):45-47.
- [15] 马胜利,井晓天. 铝及铝合金阳极化氧化膜结构及其应用[J]. 兵器材料科学与工程,1998(4):54-57.
- [16] 刘松良,王金权. 2D70 铝合金硼硫酸阳极化工艺[J]. 沈阳航空航天大学学报,2015,32(1):61-69.
- [17] 赵永岗,吕红军,曾小莉. 铝合金硫酸阳极化耐蚀性试验失败原因分析[J]. 装备环境工程,2018,15(7):15-19.
- [18] 中国航空工业总公司. 金属材料轴向加载疲劳试验方法:HB 5287-96 [S]. [S. l. :s. n.],1996.

- [19] 中国航空工业总公司. 金属材料细节疲劳额定强度
截止值(DFR_{cutoff})试验方法: HB 7110-94 [S]. [S. l. :
s. n.], 1995.

作者简介

张正礼 男, 硕士, 高级工程师。主要研究方向: 飞机结构设计。E-mail: 46765679@qq.com

Effect research on sulfuric acid anodizing on fatigue properties of 7075 Al-alloy

ZHANG Zhengli *

(Shanghai Aircraft Design and Research Institute, Shanghai 201210, China)

Abstract: Regarding the possible decrease in fatigue performance of aluminum alloy after sulfuric acid anodizing treatment, 7075 aluminum alloy is taken as study object. A batch of test pieces were manufactured along L and LT directions of the material for chromic acid anodizing and sulfuric acid anodizing. Detailed fatigue tests were conducted on these pieces. Fracture appearance was observed using a three-dimensional microscope. After calculating DFR of two types of anodizing on the L and LT directions based on the tests results, the results show that the fatigue fracture morphology of 7075 aluminum alloy after two anodizing treatments is consistent. DFR is also consistent. The fatigue properties of 7075 aluminum alloy after two anodizing treatments are consistent. In engineering practice, sulfuric acid anodizing can be used instead of chromic acid anodizing.

Keywords: aluminum alloy; sulfuric acid anodizing; chromic acid anodizing; detail fatigue

* Corresponding author. E-mail: 46765679@qq.com