

doi: 10.3969/j.issn.1001-3849.2025.12.016

硫酸-硼酸阳极氧化返工对 7A65 铝合金疲劳性能的影响

张 锰¹, 吕 弛¹, 岳 珊¹, 陈素明¹, 吉 丽^{2*}

(1. 中航西安飞机工业集团股份有限公司, 陕西 西安 710089; 2. 南昌航空大学 材料科学与工程学院, 江西 南昌 330063)

摘要: 铝合金硫酸-硼酸阳极氧化具有氧化膜耐蚀性好、槽液污染小、节约能源等优点, 在铝合金机械制造领域具有优良的应用前景, 但阳极氧化常常对铝合金的疲劳性能产生不良影响。本文对比了新型铝合金 7A65-T7451 硫酸-硼酸阳极化前后及重复阳极氧化处理不同次数后的疲劳性能, 获得了阳极化次数与疲劳性能的对应关系。7A65 铝合金经过阳极氧化处理后, 其疲劳性能均有显著降低, 随着返工次数增多, 表现出先降低后略有提升的趋势, 其中经过两次阳极氧化处理后疲劳极限降至最低为 146 MPa。

关键词: 7A65 铝合金; 疲劳性能; 硫酸-硼酸阳极氧化; 返工

中图分类号: TQ153.6 文献标识码: A

Effects of sulfuric acid-boric acid anodizing reworking on fatigue properties of 7A65 aluminum alloy

Zhang Meng¹, Lyu Chi¹, Yue Shan¹, Chen Suming¹, Ji Li^{2*}

(1. AVIC Xi'an Aircraft Industry Group Co., Ltd., Xi'an 710089, China; 2. School of Material Science and Engineering, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China)

Abstract: Sulfuric acid-boric acid anodizing in aluminum alloy has the advantages of good corrosion resistance of oxide film, low pollution, energy saving, and so on. It has excellent application prospects in the field of aluminum alloy mechanical manufacturing. However, anodizing often has adverse effects on the fatigue performance of aluminum alloys. This study compares the fatigue properties of the new aluminum alloy 7A65-T7451 before and after sulfuric-boric acid anodizing, as well as after different numbers of repeated anodizing treatments. The relationship between the number of anodizing cycles and fatigue performance was established. The results show that the fatigue performance of 7A65 aluminum alloy significantly decreases after anodizing treatment. With the increasing of rework cycles, the fatigue performance initially decreases and then slightly improves. The fatigue limit reaches its lowest value of 146 MPa after two anodizing treatments.

Keywords: 7A65 aluminum alloy; fatigue properties; sulfuric acid-boric acid anodizing; reworking

硫酸阳极氧化因其工艺稳定、成本低廉、膜层性能优良等优势, 是应用最为普遍的铝合金阳极氧化技术^[1-3]。但是, 因硫酸的强腐蚀性以及满足相应耐蚀性时的硬质膜层厚度较大, 该技术对基体的疲

收稿日期: 2024-12-11 修回日期: 2025-05-19

作者简介: 张锰(1993—), 男, 博士, 工程师, 研究方向为金属材料 and 热加工技术, email: 249755783@qq.com

通信作者: 吉丽, email: jili@nchu.edu.cn

引用信息: 张锰, 吕弛, 岳珊, 等. 硫酸-硼酸阳极氧化返工对 7A65 铝合金疲劳性能的影响[J]. 电镀与精饰, 2025, 47(12): 124-130.

Zhang Meng, Lyu Chi, Yue Shan, et al. Effects of sulfuric acid-boric acid anodizing reworking on fatigue properties of 7A65 aluminum alloy[J]. Plating and Finishing, 2025, 47(12): 124-130.

劳性能有严重的不利影响, 铬酸阳极氧化则可在表面形成致密的薄层氧化膜, 从而大幅降低对疲劳性能的影响^[4-6]。但由于六价铬具有毒性, 对人体的健康环境均造成压力。为了兼顾膜层耐蚀性和材料的疲劳性能, 国外首先开发出了硫酸-硼酸阳极氧化工艺。这种工艺对合金表面的侵蚀和对疲劳性能的影响比硫酸阳极氧化工艺要低, 其耐蚀性又可与铬酸阳极氧化相媲美, 此外还具有槽液浓度低、易处理, 对环境污染小等优势, 被视为一种环保型表面处理方法^[7-10]。但是, 在实际生产过程中经常会出现二次甚至多次返工的情况, 重复的硫酸-硼酸阳极氧化对材料疲劳性能的影响仍不明确^[11-13]。就上述问题,

本研究采用新型铝合金7A65-T7451材料作为对象, 通过测定不同次数硫酸-硼酸阳极氧化处理后合金的疲劳 $S-N$ 曲线(应力幅值 S 与失效循环次数 N 关系曲线), 研究硫酸-硼酸阳极氧化次数对7A65铝合金疲劳性能的影响。

1 实验部分

1.1 试验材料

试验材料采用7A65-T7451新型铝合金厚板, 毛坯厚度为150 mm, 疲劳试样均取自材料芯部, 材料成分见表1, 取L方向(纵向)预先加工为疲劳测试试样, 试样尺寸如图1所示。

表1 7A65 铝合金主要化学成分

Tab.1 Chemical composition of 7A65 aluminum alloy

成分	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zr	Zn	Ti	其它杂质		Al
										单个	合计	
含量/(wt.%)	≤0.06	≤0.08	1.9~2.3	≤0.04	1.5~1.8	≤0.04	0.05~0.15	7.1~8.3	≤0.06	≤0.05	≤0.15	余量

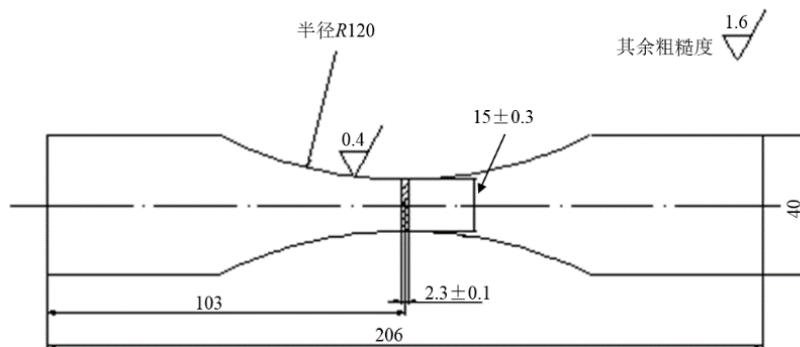


图1 疲劳试验件示意图(单位 mm)

Fig.1 Schematic diagram of the fatigue test specimen with dimensions in millimeters

1.2 阳极氧化及膜层退除工艺过程

硫酸-硼酸阳极氧化采用溶液为45 g/L硫酸+8 g/L硼酸, 电压13~15 V, 阳极氧化工艺过程为: 预清洗→装挂→碱清洗、漂洗→脱氧、漂洗→阳极化、漂洗→封闭、干燥。

阳极氧化膜层使用三酸脱氧溶液(铬酸酐50 g/L、硝酸110 mL/L、氢氟酸40%)进行褪除。工艺过程为: 清洗→装挂→脱氧、漂洗→干燥。

疲劳试验对比: 未进行硫酸-硼酸阳极氧化、硫酸-硼酸阳极氧化1次、1次返工(标记为硫酸-硼酸阳极氧化2次)、2次返工(硫酸-硼酸阳极氧化3次)。

1.3 疲劳试验

疲劳试验的加载波形为正弦波, 加载频率

$f=100\sim 120$ Hz。试验环境为室温大气, 应力比 $R=0.1$ 。试验包括两部分: 成组法和升降法。成组法选择3~5级应力水平, 每级应力水平3~5个数据, 用升降法测试疲劳极限, 寿命超过 10^7 视为溢出。试样的高周疲劳试验在QBG型高频疲劳试验机上进行, 断口观察使用VHX体视显微镜和CXEM EM-30AX台式扫描电镜。

2 结果与讨论

2.1 阳极氧化返工次数对7A65 铝合金疲劳性能的影响

7A65铝合金的拉伸性能测试结果见表2。根据结果可知, 7A65铝合金厚板材料的抗拉强度 R_m 均大

于510 MPa, L(纵向)、LT(长横向)、ST(短横向)3个方向的平均值分别为555.5、551.5和534.7 MPa, 0.2%规定塑性延伸强度(屈服强度) $R_{p0.2}$ 平均值分别为

529、528.5和510 MPa, 延伸率 A 在L和LT方向比较接近, 分别为12.4%和12.7%, ST方向延伸率较低, 平均值为7.2%。

表 2 7A65-T7451 铝合金厚板拉伸性能测试结果

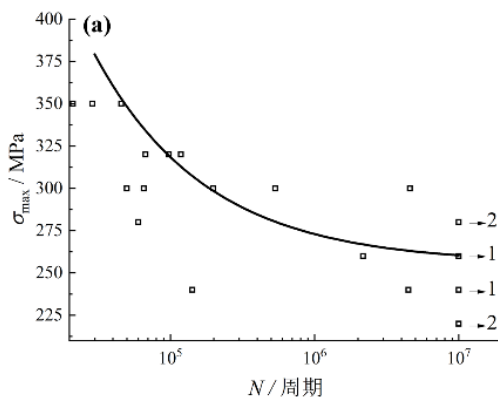
Tab.2 Tensile property test results of 7A65-T7451 aluminum alloy thick plate

序号	取样方向								
	L			LT			ST		
	R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A /%	R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A /%	R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A /%
1	559.0	528.0	10.7	565.0	541.0	11.9	512.0	510.0	3.5
2	545.0	519.0	12.6	545.0	518.0	9.3	534.0	510.0	6.5
3	556.0	527.0	11.5	546.0	529.0	16.2	540.0	518.0	6.3
4	563.0	539.0	12.5	546.0	528.0	14.6	539.0	518.0	7.4
5	539.0	517.0	14.9	565.0	536.0	11.1	542.0	508.0	10.3
6	571.0	544.0	12.1	542.0	519.0	13.0	541.0	496.0	9.6
平均值	555.5	529.0	12.4	551.5	528.5	12.7	534.7	510.0	7.2

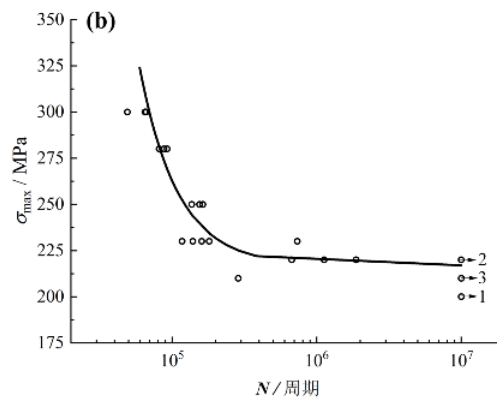
未进行阳极氧化的7A65铝合金试样的高周疲劳 $S-N$ 曲线如图2(a)所示。成组法获取中、短寿命区应力水平和断裂寿命之间的变化趋势, 升降法计算获得寿命 10^7 次的疲劳极限 σ_r 。可以看出, 材料整体疲劳数据较分散, 高应力水平下, 材料的疲劳寿命较集中, 低应力水平下, 疲劳寿命分散性明显增大, 未阳极氧化试样的疲劳极限 σ_r 为260 MPa。由于试样均来自于7A65铝合金厚板芯部, 由于毛坯尺寸规格较大, 材料本身存在一定晶粒尺寸及相组分差异, 易导致应力集中, 在低应力水平下, 材料疲劳寿命离散性更显著。

硫酸-硼酸阳极氧化后及阳极氧化返工后疲劳 $S-N$ 曲线如图2(b)~2(d)所示。从图中曲线位置可以看出, 进行了硫酸阳极氧化后, 7A65的疲劳性能相较于未进行阳极氧化具有显著的降低, 同时硫酸-硼酸阳极氧化后的疲劳性能为: 硫酸-硼酸氧化1次>硫酸-

硼酸氧化3次>硫酸-硼酸氧化2次。说明多次硫酸-硼酸阳极氧化并不会导致材料的疲劳性能持续降低, 而存在一个下限, 当超出下限继续进行返工时, 疲劳性能不会进一步降低。同时从图中可以看出, 经过阳极氧化后的试样疲劳数据离散性对比未进行氧化的试样有显著降低, 特别是高应力水平下, 数据离散性最小。4条 $S-N$ 曲线拟合后的结果见表3。从拟合结果看, 未氧化、阳极氧化1次、阳极氧化2次、阳极氧化3次的疲劳极限分别为260、217、146和162 MPa, 从未进行氧化到氧化2次, 疲劳极限发生了显著的降低, 第3次氧化后疲劳极限略提升16 MPa。阳极氧化过程存在阳极氧化对材料近表面基体的损伤累积过程^[13-14], 同时损伤累积存在阈值, 由于氧化过程带来的应力集中会导致在下一工序过程中优先发生腐蚀而释放, 导致疲劳产生微弱变化, 但仍保持在较低的疲劳性能状态。



(a) 未阳极氧化



(b) 阳极氧化返工1次

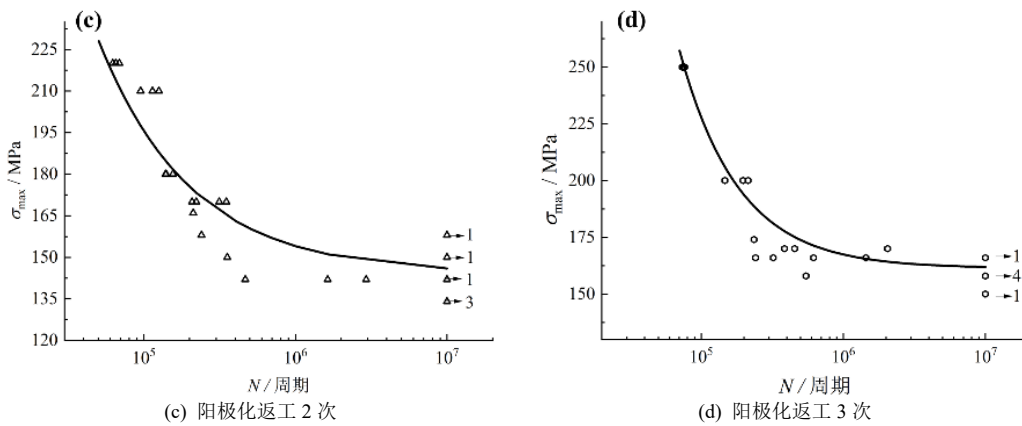


图 2 7A65 疲劳 S-N 曲线

Fig.2 Fatigue S-N curves of 7A65 aluminum alloy

表 3 疲劳 S-N 曲线拟合结果

Tab.3 Fatigue S-N curve fitting results

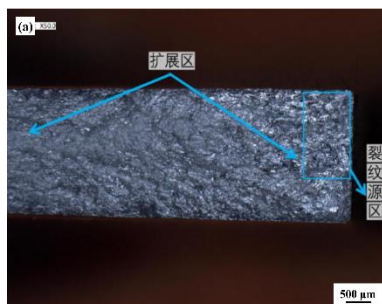
状态	10 ⁷ 疲劳极限/MPa	S-N 曲线拟合方程	适用范围/周期	回归判定系数 r ²
未氧化	260	lgN=8.22-1.79lg(σ _{max} -255.6)	3.0×10 ⁴ ≤N≤10 ⁷	0.972
1 次	217	lgN=6.01-0.61lg(σ _{max} -217.0)	6.0×10 ⁴ ≤N≤10 ⁷	0.995
2 次	146	lgN=7.40-1.40lg(σ _{max} -144.1)	4.1×10 ⁴ ≤N≤10 ⁷	0.981
3 次	162	lgN=6.75-0.96lg(σ _{max} -161.4)	7.5×10 ⁴ ≤N≤10 ⁷	0.999

2.2 阳极化返工次数对 7A65 铝合金疲劳断口组织形貌的影响

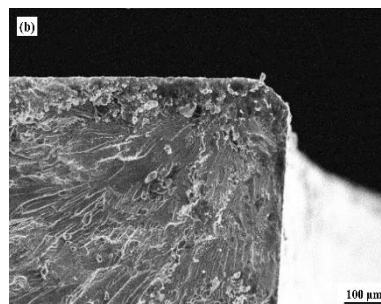
疲劳断口的典型特征为疲劳源区、裂纹扩展区和瞬断区 3 部分，由体视显微镜照片可以看到裂纹源区所占的面积比较小，裂纹源比较光亮。因为在裂纹源区、扩展速率很慢，裂纹往往需要多次循环而成，裂纹反复张开闭合引起匹配断口表面的摩擦。由图 3 可知，裂纹源起源于表面或近表面处，一般材料的疲劳裂纹源萌生于表面的缺陷或薄弱处，图 3(b) 的裂纹源萌生于合金的第二相 η 相，由于析出相的强化作用，疲劳寿命相比裂纹源萌生于表面的高^[15-16]。由 SEM 照片可以看出裂纹呈放射状扩展，以裂纹源为中心向周围辐射。裂纹扩展区可以看到典型的疲劳条带，且循环次数高(疲劳寿命高)的疲劳条带深、疲劳条带间距大，说明随着循环次数的

增加，裂纹扩展速率增大。当达到材料的临界裂纹长度，材料发生失稳断裂。瞬断区的微观形貌主要表现为静载瞬时特征，主要为拉长状或撕裂状的韧窝形貌。

3 组硫酸-硼酸阳极氧化后的疲劳断口照片如图 4 所示。对比图 3，硫酸-硼酸阳极氧化后的断口形貌和未氧化的断口形貌没有明显区别。硫酸-硼酸氧化后的疲劳断口裂纹源均起源于材料表面，周围有撕裂棱，裂纹源区呈现羽毛花样，且为单源起裂^[17-18]；扩展区的疲劳条带呈现河流状，裂纹扩展会由一个平面转移到另外一个平面，因此不同区域的疲劳条带分布在高度不同、方向有别的平面上。瞬断区呈现韧窝的形貌，可以看到韧窝与疲劳条带混合的形貌，因为裂纹扩展区刚刚转到高速扩展区(瞬断区)通常会有少量的疲劳条带。



(a) 疲劳寿命 535 000 次试样体式显微镜照片



(b) 疲劳寿命 535 000 次试样裂纹源区

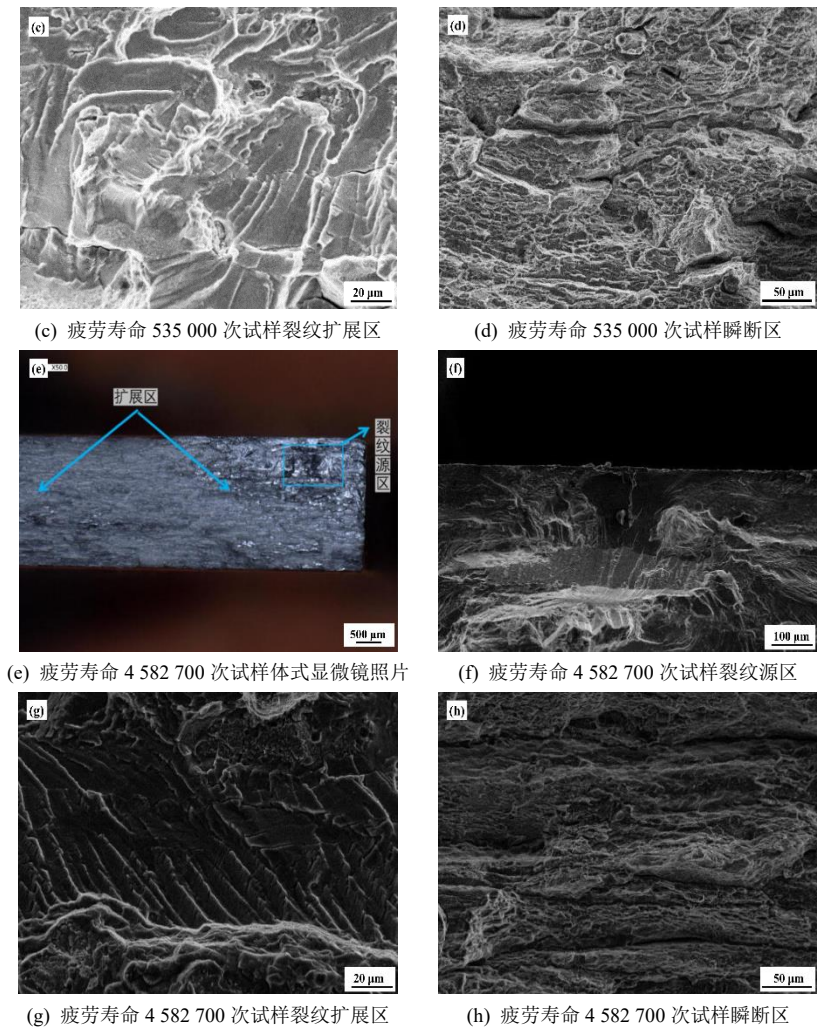
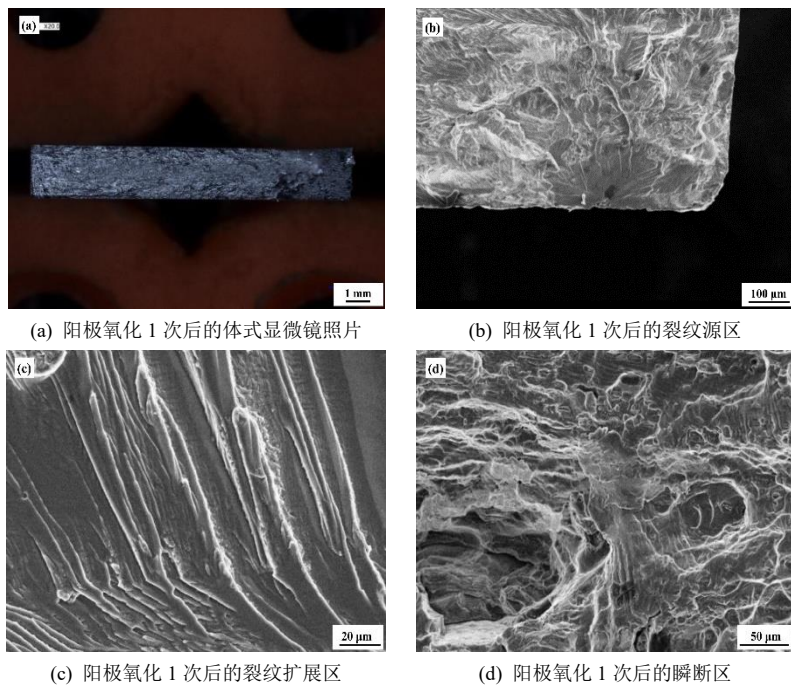


图 3 未进行阳极氧化 7A65 试样疲劳断口(应力 300 MPa)

Fig.3 Fatigue fracture surface of non-anodized 7A65 specimen (Stress level 300 MPa)



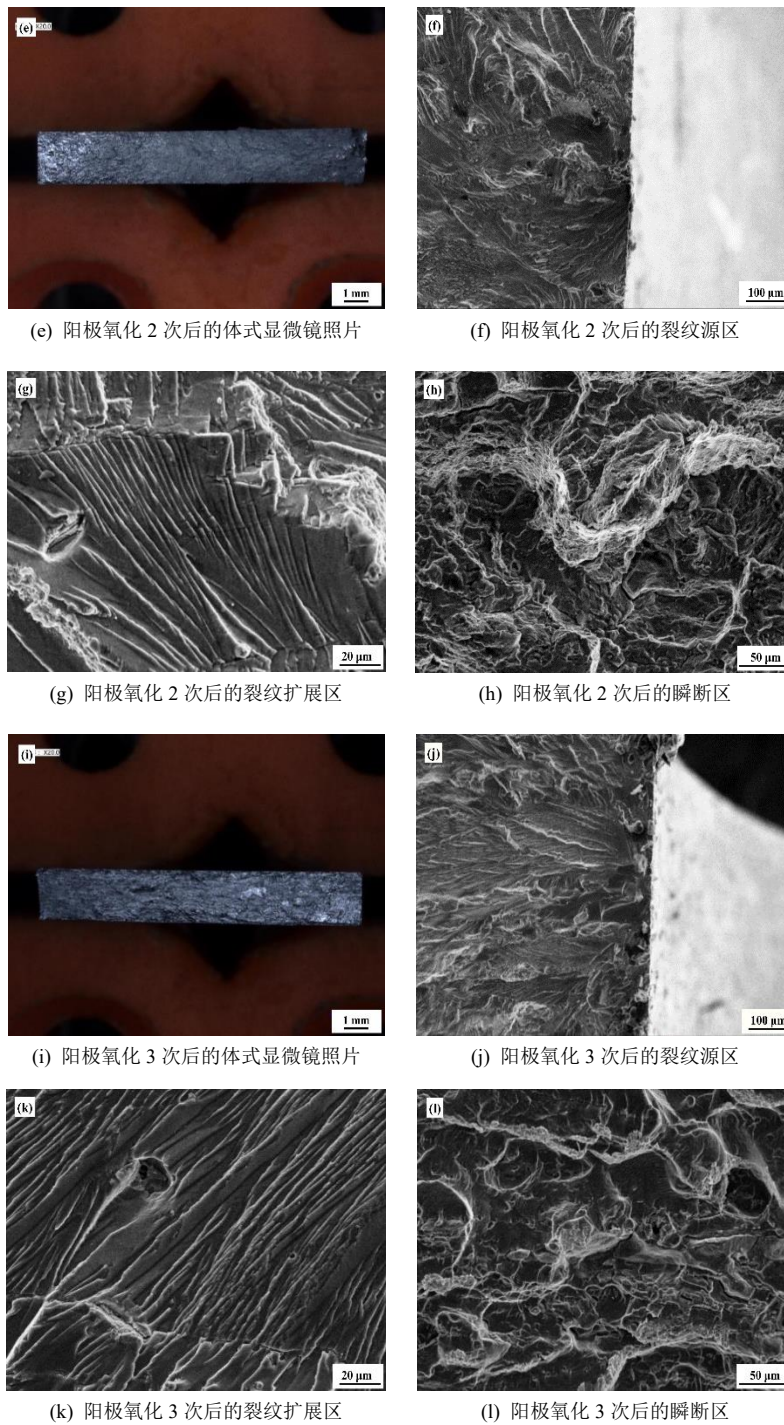


图4 阳极氧化后 7A65 试样疲劳断口

Fig.4 Fatigue fracture surfaces of anodized 7A65 specimens

3 结论

本文针对新型铝合金厚板材料7A65-T7451开展硫酸-硼酸阳极氧化和疲劳性能研究,对比了未进行氧化、硫酸-硼酸氧化1次、2次和3次后的疲劳性能,以及疲劳断口形貌,得到以下结论:

(1) 疲劳S-N曲线比较疲劳性能次序: 未氧化>

硫酸-硼酸氧化1次>硫酸-硼酸氧化3次>硫酸-硼酸氧化2次,疲劳极限分别为260、217、162和146 MPa,阳极氧化对材料近表面基体存在损伤累积过程,同时损伤累积存在阈值,由于氧化过程带来的应力集中会导致在下一工序过程中优先发生腐蚀而释放,导致疲劳产生微弱变化,但仍保持在较低的疲劳性能状态。

(2) 硫酸-硼酸阳极氧化后的断口形貌和未氧化的断口形貌没有明显区别, 裂纹源区呈现羽毛花样, 扩展区的疲劳条带呈现河流状, 瞬断区呈现韧窝或韧窝与疲劳条带混合的形貌。由于阳极氧化膜层的存在, 裂纹源位置存在差异, 未氧化试样疲劳裂纹萌生于材料次表面, 是由成膜过程中产生的残留拉应力引起的。而未氧化疲劳断裂是由次表面疲劳裂纹萌生所致, 由于裂纹萌生位置受基材和第二相影响而导致疲劳寿命数据离散性显著。

参考文献

- [1] 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.
- [2] 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.
- [3] 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.
- [4] 穆强, 于文刚, 卢刚, 等. 铝及铝合金的铬酸阳极化[J]. 山东化工, 2016, 45(5): 26-28.
- [5] 储威, 魏银苹. 铬酸阳极化的可替换性研究简述[J]. 山东工业技术, 2015(21): 293.
- [6] 范丽娜, 张晓林, 陈锋, 等. 铝合金铬酸阳极化在航空领域的环保替代工艺分析[J]. 电镀与精饰, 2023, 45(8): 81-86.
- [7] 李明祥, 邹玉洁, 孙宝龙, 等. 铝合金阳极氧化技术发展[J]. 电镀与精饰, 2014(8): 41-46.
- [8] 蔡健平, 李斌, 刘明辉, 等. 阳极化对航空铝合金疲劳性能的影响[J]. 航空材料学报, 2007, 27(2): 25-28.
- [9] 陈小丽, 麻彦龙, 黄伟九, 等. 环保型铝合金阳极氧化表面处理研究进展[J]. 材料导报, 2015, 29(4): 107-112.
- [10] 陈晶, 成阳, 陈东琛, 等. 铝及铝合金阳极氧化的发展现状[J]. 江西化工, 2019(4): 44-46.
- [11] 刘建华, 刘洲, 于美, 等. 3 种溶液体系下铝合金阳极氧化膜的性能[J]. 中国有色金属学报, 2012, 22(7): 2031-2039.
- [12] 李燕平, 王云飞, 胡建冬, 等. 多次铬酸阳极氧化对 7075-T7351 铝合金基体疲劳性能的影响[J]. 科技创新与应用, 2019, 20: 1-4.
- [13] 王进春, 孔德军. 阳极氧化对 7475 铝合金疲劳性能和断口形貌的影响[J]. 材料热处理学报, 2015, 36(11): 119-125.
- [14] 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.
- [15] 赵军, 朱建龙, 薛花娟, 等. 阳极氧化对 7075 铝合金疲劳性能的影响[J]. 南京航空航天大学学报, 2008, 40(3): 412-416.
- [16] 王艺淋, 潘清林, 韦莉莉, 等. 高强 7050-T7451 铝合金厚板的疲劳断口特征[J]. 机械工程材料, 2013, 37(6): 26-30.
- [17] 蹇海根, 姜锋, 郑秀媛, 等. 航空用高强高韧铝合金疲劳断口特征的研究[J]. 航空材料学报, 2010, 30(4): 97-102.
- [18] 舒志强, 袁鹏斌, 欧阳志英, 等. 铝合金钻杆旋转弯曲疲劳断口特征[J]. 理化检验(物理分册), 2017, 53(5): 309-313, 352.