

高强度铝合金显微组织高温原位研究

空军第一研究所 秦铁光

IN SITU OBSERVATIONS OF MICROSTRUCTURE OF HIGH-STRENGTH ALUMINIUM ALLOY AT HIGH TEMPERATURE

The First Research Institute, PLAAF

Qin Tiegua

摘要 利用高压透射电镜对高强度铝合金 LC4-CS 进行高温原位组织观察, 研究合金由完全时效状态快速瞬时加热到 300°C 过程中的显微组织变化, 测定不同温度加热后的性能。试验证明, 快速瞬时加热可以将晶间析出和基体沉淀, 控制在预期的沉淀序列的不同阶段上。

关键词 原位观察, 快速瞬时加热, 晶间析出。

Abstract The microstructures of LC4-CS high-strength aluminium alloy in the full-ageing state and during heating up to 300°C were studied by high-voltage TEM. The parameters of microstructure in situ at different temperatures were calculated, and the corresponding mechanical properties and the stress-corrosion resistance were measured also. It has been proven that using the instantaneously rapid heating and cooling the grain boundary precipitation and precipitation within the matrix in different stages of ageing can be controlled. The optimum combination of properties can be obtained through reageing.

Key words in situ observation, instantaneously rapid heating, grain boundary precipitation.

一、前言

广泛应用的 Al-Zn-Mg-Cu 系高强度铝合金, 如我国的 LC4, 美国的 7075 和苏联的 B95 等, 多年来一直用于常温, 作为结构材料常会遇到瞬时加热作用, 需要明确其承受能力。利用快速瞬时加热并速冷的办法, 造成晶间析出和基体沉淀在沉淀序列上的差异, 以期获得预想的最佳组织因素组合。

1989年2月21日收到

二、试验与结果

1. 显微组织研究

(1) 选材与试验设备

选取工厂生产的 LC4-CS 合金包铝板材, 厚度 2.0mm, 化学成分分析结果见表 1。

表 1 LC4-CS 板材的化学成分

元 素	Al	Zr	Mg	Cu	Mn	Cr	Fe	Si
含量 (wt%)	余量	5.10	2.50	1.62	0.26	0.13	0.39	0.21

试验设备为百万伏高压透射电镜 JEM-1000。

(2) 试验方法

将试样装在高压电镜的加热台上, 首先观察并拍摄 LC4-CS 合金在完全时效状态下的常温组织。试样的试场观察部位选取既有晶界又有清晰基体沉淀的位置。将试样快速加热, 在加热过程中, 始终保持观察的试样位置不变。于 200°C、250°C、300°C 皆保持 5 s, 拍摄显微组织照片。在全部加热时间内, 不间断地观察合金晶间和基体析出相的演变情况。

(3) 试验结果

① 不同受热温度下显微组织的变化

完全时效 LC4-CS 合金的常温显微组织见图 1(a)。合金基体上存在细微的弥散质点, 它们是尺寸很小的 G.P 区; 晶间析出为尺寸较大的 G.P 区, 还有少量 η' 过渡相。

显微试样由完全时效状态在电镜加热台上快速升温, 因为试样很小, 加热速率极高。在升温开始阶段, 试样温度较低时, 合金显微组织无明显变化。当温度接近 200°C 时, 视场里很多细微质点快速隐没。同时有些质点逐渐变大。晶界上出现析出质点的相互吞并, 晶界轮廓渐趋明显。基体内淬火形成的较大块状相有缩小的趋势, 见图 1(b)。

快速加热到 250°C, 组织变化更加剧烈, 又有些质点在消失。晶间和基体上的大量沉淀质点在增大。晶间析出的变化尤为显著。在 200~250°C 的温度间隔内, 质点增长速率加快, 形成孤立的颗粒, 晶界愈加明显, 见图 1(c)。

试样受热到 300°C 的过程, 沉淀质点继续长大, 互相吞并。淬火的化合物相与长大的时效析出相混淆。出现较宽的无沉淀带, 见图 1(d)。

② 组织参数测算

基体沉淀相

$$N_v = \frac{N_d}{d + t}$$

式中 N_v ——沉淀相密度; d ——质点直径; N_d ——电镜图片上质点面密度; t ——薄膜试样厚度 (取 $t = 0.15\mu\text{m}$)。

晶间析出相采用截线法, 在 $0.1\mu\text{m}^2$ 的晶界面内作 10 条截线, 计算质点平均直径时取质点数 100 次测量值。晶间析出质点的面密度按投影面上晶界面面积中晶间析出所占

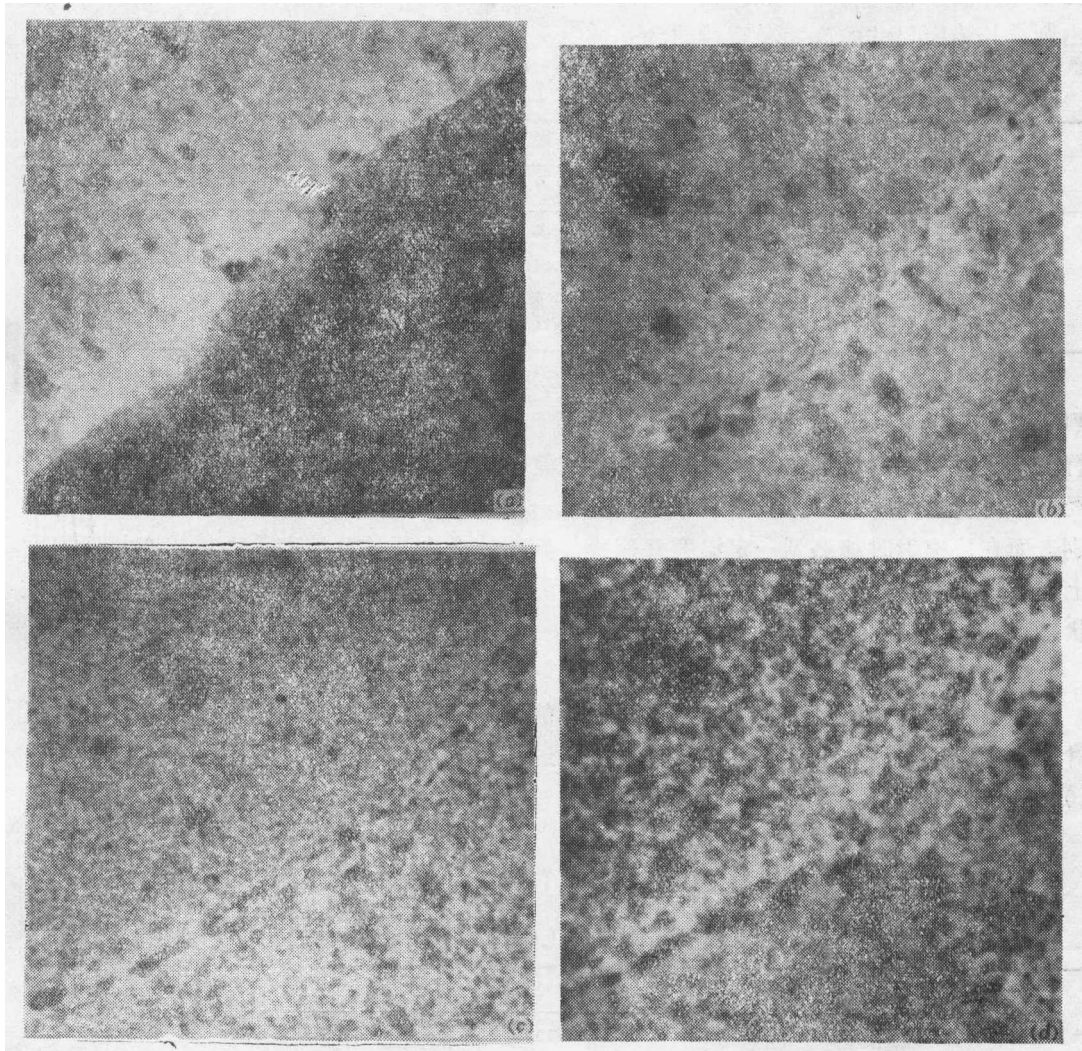


图 1 高压电镜下 LC4-CS 合金同位显微组织

(a) 常温组织 $\times 30000$; (b) 快速瞬时加热 200°C 组织 $\times 30000$; (c) 快速瞬时加热 250°C 组织 $\times 30000$; (d) 快速瞬时加热 300°C 组织 $\times 30000$ 。

份数比测算。

组织参数

LC4-CS 合金常温组织参数和不同温度快速瞬时加热的同位组织参数列于表 2 中。由于在观察和拍摄显微组织电镜照片时, 始终保持视场中试样部位不变, 所以组织参数之间有对比性。

完全时效状态的 LC4-CS 合金常温显微组织中基体沉淀为密度大、尺寸小的 G.P. 区; 晶间析出为稍大的 G.P. 区和部分 η' 过渡相。合金受热到 200°C , 基体和晶界上尺寸小的 G.P. 区溶入固溶体内, 质点密度减小, 出现部分“回归”现象。基体沉淀成长为尺寸较大的 G.P. 区; 晶间析出为少量尺寸更大的 G.P. 区和大量的 η' 过渡相。合金受热到 250°C , G.P. 区基本消失, 基体沉淀为尺寸小的 η' 过渡相, 质点密度快速减小; 晶间析出转化

为小尺寸的 η 相。合金受热到 300°C 时, 基体沉淀由 η' 过渡相变成较小的 η 相; 晶间析出则成长为大尺寸的 η 相, 直径约为基体沉淀的 2 倍。

表 2 不同温度快速瞬时加热 LC4-CS 合金同位组织参数

加热温度 ($^{\circ}\text{C}$)	基体沉淀相		晶间析出相	
	直径 (μm)	质点密度 (cm^{-2})	直径 (μm)	质点面密度
20	~ 4	~ 10^{18}	6~30	0.08
200	6~8	~ 7×10^{18}	8~40	0.11
250	15 ± 4	~ 1.5×10^{16}	30~60	0.24
300	40~60	~ 10^{14}	60~150	0.27

通过试验可以清楚地看到 200°C 以上的极短暂的快速加热过程中, 显微组织变化剧烈, 无论是 G·P 区的溶解, η' 过渡相的形成和增长, 都是在以秒计的加热瞬间明显进行的, 它说明空位和富空位溶质群在合金沉淀过程中的加速作用和影响。在 LC4 合金经过任何长时间时效后, 显微组织仅能呈现一种时效状态。晶间和基体沉淀无明显差别。而在快速瞬时加热到一定温度并速冷, 则能使合金基体沉淀和晶间析出在相变程度上产生很大差异, 当基体沉淀尚在完全时效的回归状态的同时晶间析出却已呈过时效状态。

2. 机械性能与抗腐蚀性能试验

LC4-CS 合金机械性能与抗应力腐蚀性能试样皆选自显微组织试样所用的同批板材。快速瞬时加热是在快速高温拉伸机上通过试样本身电阻实现, 加热速率 $50 \sim 100^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 。

(1) 常温拉伸性能

经快速瞬时加热到不同温度的 LC4-CS 包铝板材冷却后的常温拉伸性能见表 3。

表 3 不同温度快速瞬时加热 LC4-CS 板材常温拉伸性能[●]

加热温度($^{\circ}\text{C}$)	20	200	250	300
强度(MPa)	559	530	495	394
屈服点(MPa)	510	458	432	288

[●] 表中数据皆为 5 个试样平均值。

快速瞬时加热使 LC4-CS 合金升温到 200°C , 强度和屈服点均下降, 出现部分回归现象; 200°C 以上, 强度特性下降幅度加大, 250°C 和稍高温度下呈回归状态。

(2) 抗应力腐蚀性能

按标准的拉伸应力腐蚀试验方法, 介质为 $3\% \text{NaCl} + 0.1\% \text{H}_2\text{O}_2$ 溶液, 试验应力根据每种加热条件的无包铝层试样屈服点的百分之七十五计算。测试结果见表 4。

表 4 不同温度快速瞬时加热的 LC4-CS 板材抗应力腐蚀性能[●]

加热温度($^{\circ}\text{C}$)	20	200	250	300
持续时间(h)	40~82	306~540	>720	>720*

[●] 表中每组数据皆为 5 个试样高低范围值; 标有 * 号数据的试片剧烈延伸呈软化特征。

快速瞬时加热到 200°C, LC4-CS 抗应力腐蚀持续时间已明显加长。250°C 或更高温度加热材料持续 720h 以上未断裂, 基本上相当于过时效状合金的抗腐蚀性能。高强度铝合金应力腐蚀裂纹发源于晶界并沿晶界扩展。由上述显微组织原位观察结果表明, 对应于抗腐蚀性能最高材料的显微组织是晶间已进入过时效状态。而基体尚为完全时效的沉淀阶段。晶界状态对抗应力腐蚀性能的重要作用得到进一步证实。

3. 补充试验

如果将经受 200~300°C 快速瞬时加热的 LC4-CS 合金板材用原完全时效工艺 (120°C, 24h) 重复时效, 则合金由快速瞬时加热失去的部分强度和屈服点得到恢复。例如经 250°C 加热并重复时效的 LC4-CS 同批板材拉伸性能为: 强度 $\sigma_b = 534 \text{ MPa}$, 屈服点 $\sigma_{0.2} = 481 \text{ MPa}$ 。经重复时效后合金的常温拉伸性能明显回升, 其中屈服点提高 ~50 MPa, 强度提高 ~40 MPa。

三、结 论

(1) 快速瞬时加热过程能使 Al-Zn-Mg-Cu 合金发生剧烈相变, 并能同时将基体和晶间析出控制在沉淀序列的不同阶段上。

(2) 以 LC4 为代表的 Al-Zn-Mg-Cu 合金, 强度峰值出现在完全时效状态; 最佳抗应力腐蚀性能又是在过时效状态获得。采用快速瞬时加热到 250~270°C 并速冷, 可以同时合金中将基体沉淀固定在完全时效的回归状态; 而将晶间组织固定在过时效状态。

(3) 快速瞬时加热在 200~300°C 之间, 明显提高 LC4-CS 合金的抗应力腐蚀性能, 强度因回归而降低。但是通过重复时效, 强度可以恢复到接近加热前的水平, 从而获得最佳性能组合。

(4) LC4-CS 合金作为结构材料在快速受热到 270°C 以下, 如果强度尚在允许范围内, 合金可以安全使用, 而且比未受热材料寿命更长。

参 考 文 献

- [1] 有色金属及其热处理编写组. 有色金属及其热处理. 国防工业出版社 1981, 8, 112
- [2] Фридляндер И Н, Сандлер В С, Боровский С Н, Власкина И И. Изменения Структуры и Свойств при Ступенчатом Старении Плит из Алюминиевого Сплава В95. Металловедение и Термическая Обработка Металлов 1982, (11) 49-52
- [3] Wallace W, Beddoes J C, Malherbe M C. A New Approach to the Problem of Stress Corrosion Cracking in 7075-T6 Aluminium. Canadian Aeronautics and Space Journal 1981, 27, (3) 222-232