

2024 合金极低温度下蠕变特性

关春龙, 何伟春, 赵志伟, 王改民

(河南工业大学 材料科学与工程学院, 郑州 450001)

摘要: 研究了 190℃ 时效 12h 后的 2024 合金在 77 ~ 150K 温度范围内蠕变行为。结果表明, 2024 合金低温下存在蠕变现象, 并且所有温度下蠕变第 I 阶段的蠕变应变量与蠕变时间均满足对数规律。100K 和 150K 时蠕变曲线的第 I 阶段持续 500h 以上, 77K 时试样经过 1000h 后仍未出现蠕变的稳态阶段。利用透射电镜观察了合金低温蠕变前后的位错组态, 表明在定载条件下, 随温度的升高蠕变后试样的位错密度上升, 位错交互作用增强。在温度为 150K 时, 看到位错的长程滑移, 表明极低温度下 2024 合金的蠕变机制为位错机制。

关键词: 蠕变行为; 过渡蠕变; 位错; 极低温

doi: 10.11868/j.issn.1005-5053.2014.3.015

中图分类号: TG 146.2

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2013)05-0093-04

冷黑空间环境是航天器在飞行轨道中经历的主要环境之一, 其最低温度达到 3K, 是一个任何辐射都能吸收的绝对黑体^[1,2]。航天器长期处于低温环境下, 会使材料的组织性能发生不同程度的变化。铝合金作为一种重要的低温材料具有密度低、无磁性、低温下合金相稳定、在磁场中比电阻小、气密封性好等特性。因而, 有许多学者对其进行了研究, 但领域大多集中在极低温度下的拉伸断裂行为^[3-5], 而引起航天器紧固件、密封件松动的极低温度下的蠕变行为却很少研究。Keisuke Ishikawa^[6], McDonald L. C^[7] 以及 B. W. Chua 等人^[8] 对纯铝和镁合金进行了低温蠕变研究, 但实际上实验温度却在室温以上。虽然国外有些研究学者从事极低温度材料蠕变行为研究, 但材料都集中在纯金属上^[9,10]。最近, 国内学者对低温下的蠕变研究还主要为室温下的蠕变^[11,12], 对于极低温度下蠕变的研究尚未报道。以金属的熔点 T_m 为准, 当 $T < 0.25T_m$ 时, 称为低温。而低于此温度以下发生的蠕变称为低温蠕变。本工作采用液氮作为冷却介质研究极低温度下 2024 铝合金的蠕变行为, 为极端低温下紧固和密封件的蠕变松弛性能研究提供技术依据

1 实验过程

所用材料为 190℃ 时效 12h 后的 2024 铝合金, 其化学成分见表 1。实验室用的拉伸与蠕变试样为非标准试样, 试样尺寸如图 1 所示。蠕变试验与拉伸试验在 $\Theta-71$ 万能拉伸机上完成, 实验温度为 77K, 100K 和 150K。为了对试样所在环境控温, 要在试样表面贴上热电偶, 试样外部套上加热炉, 然后在试样及加热炉外部套上一保温筒保温。加热炉的功率可以调节, 当功率调至适当的值时, 温度便会恒定。控温精度在 $\pm 3^\circ\text{C}$ 。应变通过传感器来测量, 应变测量的敏感度达 10^{-6} 数量级。每次试验前要对应变的敏感度进行标定, 以减少试验误差。低温时, 由于试样以及传动杆要浸在液氮中, 试样及传动杆因温度效应必然会收缩, 所以一定要在因温度效应引起的收缩趋于零时, 试验才可进行。薄膜透射电镜实验在 Philips CM-12 型透射电镜下进行, 观察试样蠕变前后位错形态变化。薄膜样品经机械减薄至 0.5mm, 然后研磨到 50 ~ 80 μm , 最后再电解双喷穿孔。

表 1 2024 铝合金的化学成分 (质量分数/%)

Table 1 Chemical compositions of 2024 alloy
(mass fraction/%)

Cu	Mg	Mn	Fe	Si	Al
4.5	1.5	0.6	0.2	0.3	Bal.

收稿日期: 2011-09-20; 修订日期: 2014-02-02

作者简介: 关春龙, (1973—), 男, 博士, 副教授, (E-mail) gcl_hit@163.com。

2 结果与讨论

在进行蠕变实验前对 2024 合金低温下的力学性能进行了试验研究,图 2 为在不同温度下 2024 合金应力-应变曲线,其结果见表 2。参考表 2 的数据,选择低于屈服极限的应力水平,即在恒应力 $\sigma = 320\text{MPa}$ 下给出 2024 合金试样不同温度时的蠕变曲线,如图 3 所示。由图可见,不同温度下的蠕变曲线有着相似的形状。开始阶段曲线较陡,斜率较大,随着时间的延长斜率逐渐减小,最后趋于恒定。100 和 150K 时蠕变曲线的过渡阶段均持续 500 h 以上,说明 500 h 或低于 500 h 的试验是不会出现稳态蠕变的。这与 Reed. *et al*^[9] 在 4K 和 77K 时,对 OFHC 铜(Oxygen-free high conductivity copper)进行 200 h 以上的试验没有出现稳态蠕变的结果一致。由图 3 还可以看到,低温下蠕变经过过渡阶段最终达到稳态阶段(文献[6]表明纯铝在室温下出现了稳态蠕变阶段)。在液氮温度 77K 时,试样经过 300 h 过渡阶段后达到了稳态,且最终稳态蠕变速率为零,也就是说在 1000 h 内材料没有蠕变现象产生;当 $T = 100\text{K}$ 时,虽然观察到蠕变现象的发生,但稳态蠕变速率和应变量较小;当 $T = 150\text{K}$ 时,经过 1000 h 后稳态蠕变速率与应变量均增加,此时总蠕变应变量比 77K 和 100K 时高出一个数量级,试验结果见表 3。

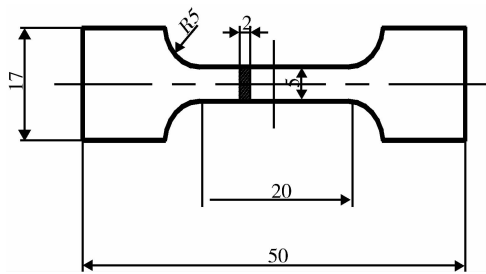


图 1 测试试样示意图

Fig. 1 Scheme of testing specimens

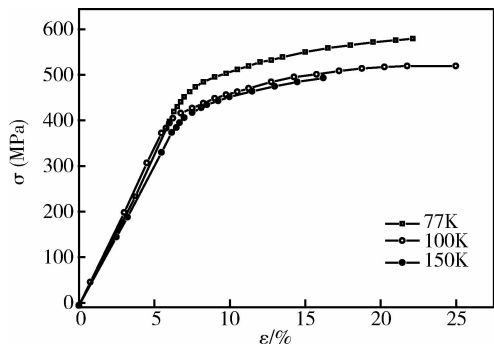


图 2 2024 合金低温应力-应变曲线

Fig. 2 Stress-strain curves of 2024 alloy at cryogenic temperatures

表 2 2024 合金低温下的拉伸性能

Table 2 Tensile properties of 2024 alloy

Temperature /K	Yield strength $\sigma_{0.2}$ /MPa	Tensile strength σ_b /MPa	Elongation δ /%
77	440.2	544.3	11.2
100	406.6	510.1	11.8
150	398.8	489.6	12.4

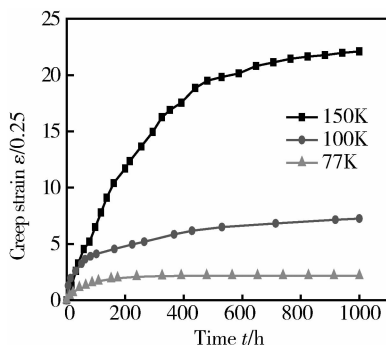


图 3 2024 合金不同温度下蠕变曲线

Fig. 3 Creep curves of 2024 alloy at different temperatures

图 4 给出了图 3 中蠕变曲线过渡阶段的蠕变应变量(与时间对数 $\ln t$ 拟合后的关系曲线。可以看出,应变量 ε 与时间对数 $\ln t$ 成直线关系,过渡阶段遵循对数规律:

$$\varepsilon = \alpha \ln(\gamma t + 1) \quad (1)$$

式中: ε 为蠕变应变量; α 为对数蠕变常数; γ 为频率因子

α 值越大,合金蠕变速率越大 α 的值可以从图 4 中直线的斜率获得)。从图 4 中可以看出随着温度的升高,过渡阶段合金的蠕变速率增加并满足对数规律。H. P. Chu 研究了温度对 Ti-6211 合金的蠕变性能的影响^[13]。试验数据表明,在 0°C 689.5MPa 的载荷下,该合金经 1007 h 试验产生的变形量为 0.95%。当温度为 25°C 时,在同样的应力水平与相同的试验时间的条件下,变形量达到 4 倍以上,并发现过渡蠕变阶段不满足对数规律。

表 3 2024 合金不同温度下蠕变试验结果

Table 3 Creep test results of 2024 alloy at different temperatures

Temperature /K	Testing stress /MPa	Total Creep strain/($10^{-4}\%$)	Steady creep rate/(%/h)
77	320	2.165	—
100	320	7.254	1.82
150	320	22.1	5.62

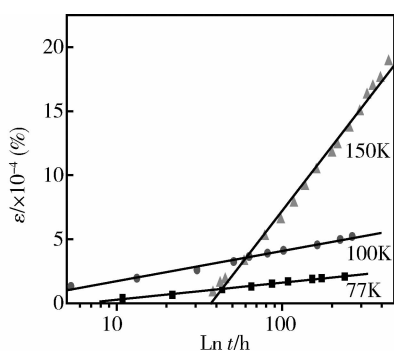


图4 2024 合金非稳态阶段蠕变应变变量与时间对数曲线

Fig. 4 dependence of Creep strain on Log time in the non-steady-stage for 2024 alloy

图5a为试样蠕变前的透射电镜照片,此时位错组态为胞状,而且胞内位错数很少。图5b为应力等于320MPa,温度为77K时试样蠕变1000h后的

透射电镜照片,可以看出此时位错胞壁平直,明显看出位错数量比变形前(见图5a)多,而且都缠结在胞壁的位置。图5c给出在应力等于320MPa,温度为150K时试样蠕变1000h后的透射电镜照片。比较图5a,c可以看出,蠕变后位错形态没有变化,但位错胞壁变厚,位错密度升高,在胞内有高密度的位错存在。比较图5b,c可以看出,77K时蠕变后位错缠结发生在胞壁处,150K时蠕变后位错在胞内缠结,并且可清晰地看到位错长直滑移线(图中黑色箭头标出)。图6为图5c中滑移线的放大照片,可以清晰地看到位错长距离滑移的痕迹。从以上分析可以看出随着蠕变温度升高位错容易运动,在150K时,位错容易长程滑移,所以此温度下蠕变容易进行,蠕变速率较高。因此,由以上分析可知在低温下2024合金蠕变机制为位错机制。

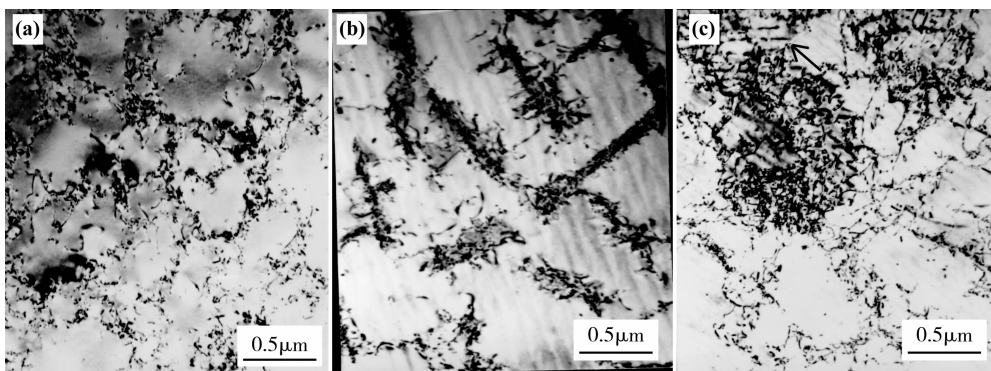


图5 试样蠕变前后位错形态

Fig. 5 Dislocation configurations of specimens before and after creep at different temperatures
(a) before creep; (b) after creep for 1000h at 77K, $\sigma = 320\text{MPa}$;
(c) after creep for 1000h at 150K, $\sigma = 320\text{MPa}$

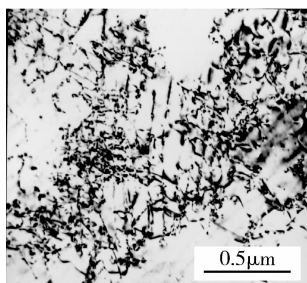


图6 位错滑移线放大 TEM 照片

Fig. 6 High magnification TEM photo of slip lines in Fig. 5 b

4 结论

2024 合金在极低温下确实存在蠕变现象,其蠕变的第1阶段的规律属于对数规律。在77K时

材料经过1000h后仍未出现稳态蠕变阶段。随着温度的升高,合金总蠕变应变量和蠕变速率均增加。透射显微分析表明极低温下2024合金的蠕变机制为位错机制。

参考文献:

- [1] 冯克嘉. 日地空间物理[M]. 北京:北京师范大学出版社,1987.
- [2] 黄本诚. 空间环境工程学[M]. 北京:宇航出版社,1993.
- [3] SOHN KS. Deformation and fracture behavior of an 8009 Al-Li alloy at cryogenic temperature[J]. Scripta Metallurgica et Materialis, 1995; 32(8): 1255.
- [4] KEN YAMAMURA. Temperature dependence of mechanical properties at cryogenic temperature in Al-Li-Mg alloys [J]. Light Metal, 1991, 41(8): 515.

- [5] 陈鼎,陈振华. 铝合金在低温下的力学性能[J]. 宇航材料工艺,2000,4:1-10.
(CHEN D, CHEN Z H. Mechanical properties of aluminum alloy at low temperature[J]. Aerospace Materials & Technology, 2000, 4:1-10.)
- [6] KEISUKE I, HIROSHI O, YASUO K. Creep of pure Aluminium materials at a low temperature[J]. Journal of Materials Science Letters, 1998, 17:423-424.
- [7] McDONALD L C, HARTWING K T. Creep of Aluminium at Cryogenic Temperature [J]. Advances in Cryogenic Engineering, 1989, 36(B):1135-1139.
- [8] CHUA B W, LU L, LAI M. Creep behavior of nanostructured Mg alloy at ambient and low temperature[J], Materials Research Bulletin, 2006, 41: 2102-2110.
- [9] REED R P, SIMON N J, WALSH P. Creep of copper:4 to 295K[J]. International Cryogenic Materials Conference, 1989(7), 1-13.
- [10] HENDESSON P J, SANDSTRÖM R. Low temperature creep ductility of OFHC copper [J]. Materials Science and Engineering, 1998, 246(A):143-147
- [11] 马秋林,张莉,徐宏. 工业纯钛 TA2 室温蠕变第 1 阶段特性研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(1):11-14.
(MA Q L, ZHANG L, XU H. Primary creep characteristic of TA2 at room temperature [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2007, 36(1):11-14)
- [12] 刘德福. 一种估算结构钢室温蠕变的方法[J]. 金属学报, 2011, 47(2):179-184.
(LIU D F. An approach to estimate room temperature creep of structural steels [J]. Acta Metall Sin, 2011, 47(2): 179-184.)
- [13] CHU H P. Low Temperature Creep of a Titanium Alloy Ti-6Al-2Cb-1Ta-0.8Mo [P], NASA. Technical Memorandum, 1997:1-1.

Creep Characteristics of 2024 Alloy at Cryogenic Temperatures

GUAN Chun-long, HE Wei-chun, ZHAO Zhi-wei, WANG Gai-min

(Henan University of Technology, College of Materials Science and Engineering, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: The tensile creep tests in the range from 77K to 150 K were performed to investigate the creep behavior on 2024 alloy aging at 190°C for 12h. It is found that there exists a creep and creep strain and logarithm time follows linear law during primary creep. The primary creep lasts over 500h at 100K and 150K and steady creep did not occur after 1000h at 77K. The dislocations configurations of 2024 alloy before and after cryogenic creep were observed by TEM. It is showed that under the constant load, the density and interaction of the dislocations after creep increase with rise of the temperature. Long distance slip of dislocations occurs when the temperature is 150K. The results indicate that the creep mechanism at cryogenic temperature is dislocation mechanism.

Key words: creep behavior; primary creep; dislocation; cryogenic temperature