



长期热暴露对 Al-Cu-Mg 合金 微尺寸变化的影响

宋宇峰¹, 杨 亮², 丁学锋¹, 肖来荣³, 刘文辉¹, 陈宇强¹, 朱必武¹

1. 湖南科技大学 高温耐磨材料及制备技术湖南省国防技术重点实验室, 湘潭 411201;
2. 南昌航空大学 航空制造工程学院, 南昌 330063;
3. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083)

摘 要: Al-Cu-Mg 合金广泛应用于陀螺仪导航系统, 其在长期热暴露环境下的尺寸稳定性是影响导航精度的关键。本文以第二相和残余应力演变为基础, 利用 X 射线和球差透射电镜等微观结构分析手段, 研究了长期热暴露作用对 Al-Cu-Mg 合金微尺寸变化的影响。结果表明: 随着热暴露时间的增加, 残余应力逐渐降低, Al₂CuMg 相则逐渐析出并长大, 这使得合金的相对尺寸变化首先显著降低, 之后轻微增加。合金的相对尺寸首先下降主要与残余应力释放有关, 而之后上升则源于 Al₂CuMg 相形貌的改变。与铝合金基体相比, Al₂CuMg 相会导致约 5% 的横向体积膨胀。

关键词: Al-Cu-Mg 合金; 第二相; 微尺寸变化; 残余应力

文章编号: 1004-0609(2021)-09-2412-07

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

引文格式: 宋宇峰, 杨 亮, 丁学锋, 等. 长期热暴露对 Al-Cu-Mg 合金微尺寸变化的影响[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(9): 2412–2418. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37866

SONG Yu-feng, YANG Liang, DING Xue-feng, et al. Effect of long-time thermal exposure on dimensional change of Al-Cu-Mg alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(9): 2412–2418. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37866

Al-Cu-Mg 合金作为陀螺仪导航器件的关键用材, 其在服役环境下的尺寸稳定性是影响导航精度的关键^[1]。已有研究表明, 铝合金的尺寸稳定性主要受组织结构(如第二相)和残余应力影响^[2-4]。例如, QU 等^[2]分析了残余应力与铝合金微尺寸变化间的关系, 并通过冷热循环工艺调控残余应力分布, 提高了合金尺寸稳定性。SONG 等^[3]研究发现, 第二相的形貌、分布以及数量变化会显著影响 Al-Cu-Mg 合金的尺寸稳定性, 并通过时效工艺调控第二相的尺寸及分布, 改善了合金尺寸稳定性。UJU 等^[4]比较了多种外加颗粒对铝合金组织稳定性的影响, 并通过对陶瓷颗粒组分控制, 确保了铝合金基体的尺寸稳定性。上述研究通过调控组织结构

和残余应力, 改善了铝合金的尺寸稳定性, 但尚未结合实际服役环境对尺寸稳定性进行深入评估。

目前, 随着服役条件的升级(特别是航空航天领域, 陀螺仪长期导航精度的需求), 陀螺仪材料会与外界介质发生长期相互作用, 其表面温度接近 140 °C。在这种热效应作用下(热暴露)长时间服役, 会引起 Al-Cu-Mg 合金内部组织和残余应力发生复杂变化。因此, 研究铝合金材料在长期热暴露下的尺寸稳定性就显得尤为重要。而现有铝合金在热暴露中的相关研究主要涉及微观组织对力学性能的影响。例如, KOVARIK 等^[5]研究发现, 在短期热效应作用下形成的原子团簇聚集区对于 Al-Cu-Mg 合金力学性能的提高十分有益。SHIH 等^[6]的研究结

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(52005177, 51875197, 51905166); 湖南省自然科学基金资助项目(2019JJ60043)

收稿日期: 2020-11-16; **修订日期:** 2021-03-12

通信作者: 刘文辉, 教授, 博士; 电话: 0731-58290888; E-mail: lwhhnust@163.com

果表明, 在 170~240 °C 的热暴露作用下铝合金的等温热反应可以分为 5 个阶段, 其在热暴露 30 d 后得到相对均匀分布的 Al_2CuMg 相, 可以改善合金的力学性能。刘晓艳等^[7] 研究报道, 由于热暴露时间增加导致的 θ' 相粗化现象会造成 Al-Cu-Mg-Ag 合金抗拉强度下降。魏修宇等^[8] 研究发现, T_1 相比较强的抗粗化效应以及 θ' 相的二次析出可使得 2197 铝合金在低于 150 °C 下短时热暴露后强度略有上升。彭小芒等^[9] 的研究结果表明, 强化相的粗化以及 PFZ(无沉淀析出带) 的宽化是导致热暴露后 7475 铝合金力学性能下降的重要原因。

通过上述研究发现, 热暴露作用会对铝合金第二相的演变产生显著影响, 进而改变其力学性能, 但对于微尺寸变化的作用尚鲜有报道。现有研究已经表明: 铝合金的尺寸稳定性主要受组织结构和残余应力的影响^[2-4]。因而, 本文将以第二相和残余应力演变为基础, 结合长期热暴露作用下合金的尺寸演变规律, 研究热暴露作用对 Al-Cu-Mg 合金尺寸稳定性的影响机理, 为高稳定性铝合金的制备奠定基础。

1 实验

本研究中所采用的材料为商用冷轧态 Al-Cu-Mg 合金板材, 其初始尺寸为 150 mm×100 mm×5 mm, 化学成分如文献[1]中所示。首先, 根据圆环开口测试、残余应力测试、微屈服强度测试以及显微组织观察等相应要求, 利用线切割将样品加工到合适尺寸后, 置于盐浴炉中于 505 °C 下保温 1 h 后, 迅速进行水淬处理至室温。其次, 将样品表面擦干进行(175 °C, 4 h)时效处理后, 水冷至室温。最后, 将擦拭干净的样品在 140 °C 下分别热暴露 5、20、80 和 160 d。

利用圆环开口法测试样品在长期热暴露后的微尺寸变化, 其具体原理参见文献[10]。采用 HD-D/Max2550VB+/PC X 射线衍射仪对材料的表面残余应力进行测试^[2]。光管所采用的参数为 5 mA、20 kV; 使用铜靶作为靶材, 取样步宽为 0.02°。同时, 设定 ψ 为 0.0°、24.2°、35.3°和 45.0°。利用 MTS 电子万能材料试验机, 通过连续加载法^[11]对样

品的微屈服强度进行测试。采用 TecnaiG220 透射电子显微镜(TEM)和 Titan G2 60-300 球差透射电子显微镜(HRTEM)观察热暴露后样品的微观组织。

2 实验结果

2.1 尺寸稳定性的影响因素

铝合金的尺寸稳定性主要受组织结构和残余应力的影响^[2-4]。为了进一步揭示长期热暴露条件下 Al-Cu-Mg 合金尺寸稳定性的影响因素, 该合金在 140 °C 下热暴露不同时间后的微观组织演变如图 1 所示。从图 1 中可以发现, 在热暴露初期, 合金中只有呈棒状的 T 相($\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$)出现(见图 1(a)), 这种相主要产生于合金熔铸后的均匀化处理过程(约 480 °C), 在之后的加工及热处理过程中(<200 °C)均保持较为稳定的状态^[12]。因此, 可以推断在当前温度的热暴露过程中, T 相不会对合金的尺寸稳定性造成显著影响。当热暴露时间达到 20 d 时, 从图 1(b)中可以发现, 合金中有少量针状析出相(Al_2CuMg)出现。而当热暴露时间继续延长到 80 d 后(见图 1(c)), 合金中针状析出相的数量开始迅速增加, 并较均匀地分布于铝合金基体之中。从图 1(b)~(d)中可以发现, 在热暴露的过程中, Al_2CuMg 相在数量增加的过程中也呈现出团簇状长大的趋势, 并且随着热暴露时间的增加, 团簇体积逐渐变大。当热暴露 160 d 时, Al_2CuMg 相的长度和宽度均比刚出现时有了大幅增长, 此时团簇长度为该相形成初期的 2~3 倍, 宽度则达 10 倍左右。因此, 在热暴露过程中, Al_2CuMg 相的形貌以及体积分数等发生了显著变化, 这将极大影响合金的尺寸, 在下文中会进一步讨论。

残余应力是影响铝合金尺寸稳定性的另一关键因素, 其在热暴露后的演变如图 2 所示。随着热暴露时间的延长, 残余应力呈现出首先快速下降(5~80 d), 之后保持稳定的趋势(80~160 d)。与热暴露初期(5 d)相比, 长期热暴露(80 d)使得合金的残余应力下降至约-75 MPa, 降幅超过 50%。残余应力主要与弹性应变能和晶格缺陷(空位和位错等)等有关^[13-15]。随着热暴露过程的进行, 析出的大量 Al_2CuMg 相会消耗加工以及热处理过程中储存的

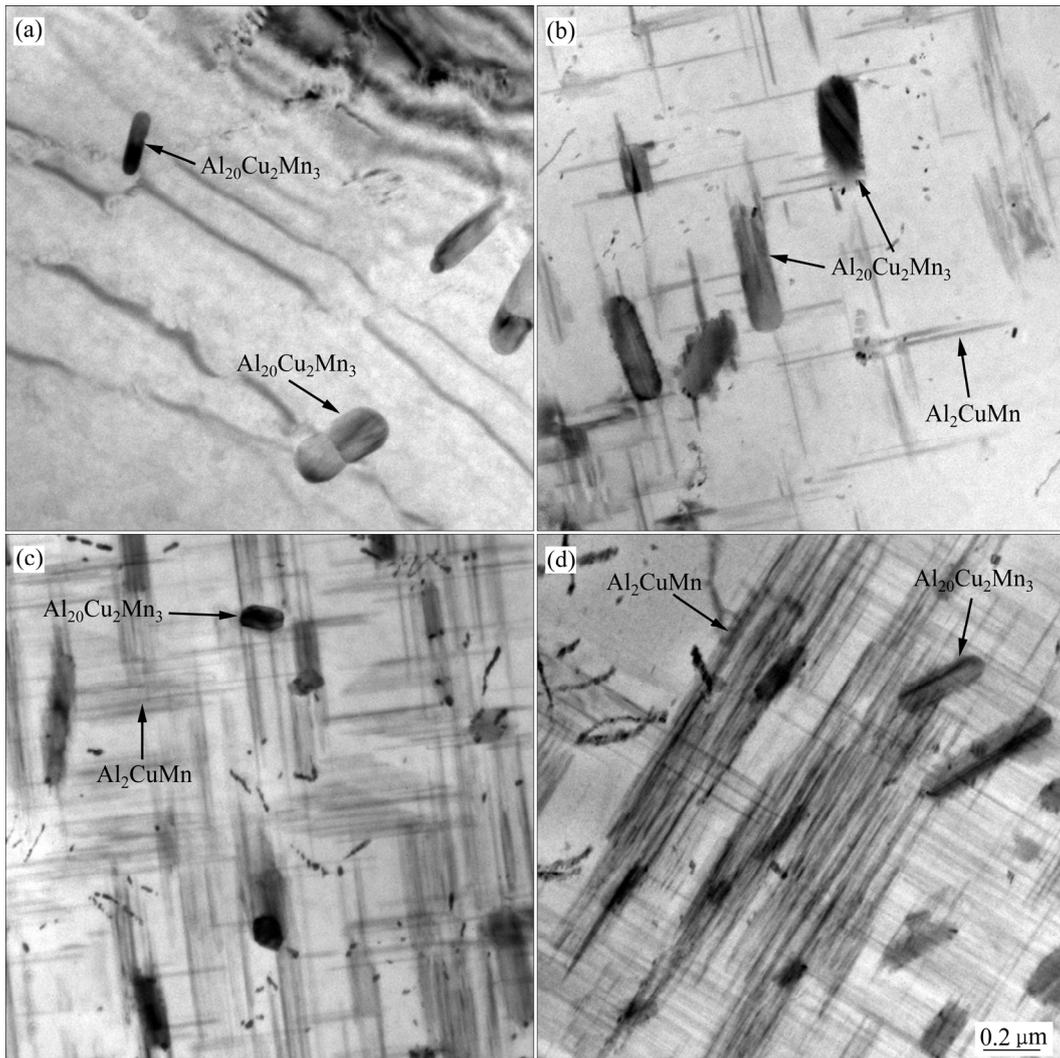


图1 Al-Cu-Mg合金在140 °C下热暴露不同时间的TEM像

Fig. 1 TEM images of Al-Cu-Mg alloy exposed at 140 °C for different time: (a) 5 d; (b) 20 d; (c) 80 d; (d) 160 d

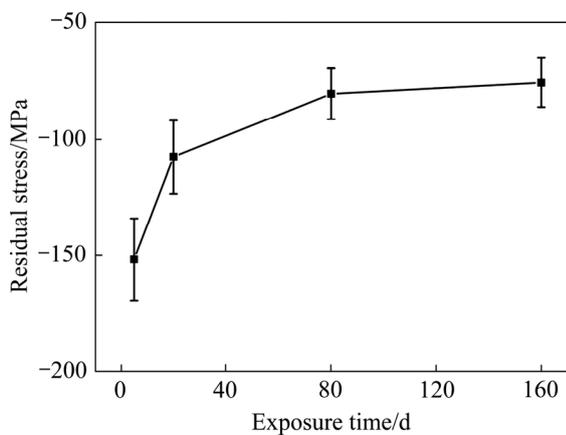


图2 Al-Cu-Mg合金在140 °C热暴露不同时间后的残余应力演变

Fig. 2 Variation of residual stress of Al-Cu-Mg alloy exposed at 140 °C for different exposure time

大量能量以及溶质原子，导致合金内部不会产生明显的能量起伏和原子起伏。其次，由于 Al_2CuMg 相对位错的有效钉扎(下文会说明)，会使其开动需要消耗更大的能量。因此，大量储能及缺陷将在长期热暴露后减小，使得晶格畸变也随之降低，从而导致残余应力释放。

微屈服强度是评价铝合金尺寸稳定性的一种间接方式^[16]，其在热暴露后的演变如图3所示。从图3中可以看出，随着热暴露时间增加，样品的微屈服强度呈现首先显著提高，之后略微下降的趋势。当热暴露时间达到80 d时，合金的微屈服强度达到最大值为155.3 MPa。微屈服强度的提高主要与 Al_2CuMg 相的钉扎效应有关。一方面，当位错能量较低时， Al_2CuMg 相能起到位错钉扎效应，使材

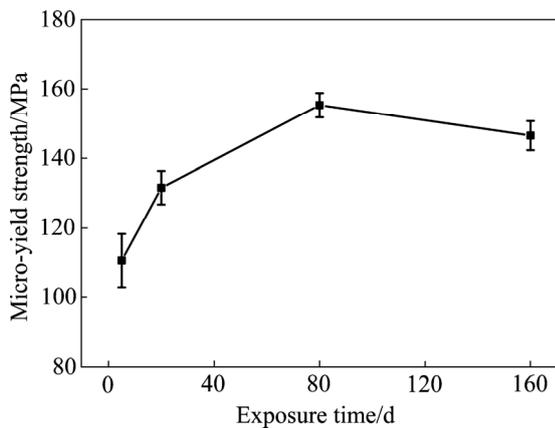


图3 Al-Cu-Mg合金在140 °C热暴露不同时间后的微屈服强度演变

Fig. 3 Variation of micro-yield strength with exposure time for Al-Cu-Mg alloy exposed at 140 °C

料变形抗力增加, 提高材料的微屈服强度; 另一方面, 对于这些弥散分布的析出相, 当位错能量足够大切过析出相时, 将出现新的表面, 使析出相总界面能升高, 析出相弥散程度越高, 新产生的表面积也就越大, 起到的强化效果则越佳^[17-19]。因此, 析出相的数量与材料微屈服强度呈正比例关系。而随着热暴露时间继续增加至160 d后, Al₂CuMg相长大粗化, 这会使析出相的数量降低, 进而导致合金微屈服强度下降。

2.2 微尺寸变化及其影响分析

图4所示为Al-Cu-Mg合金在140 °C下长期热暴露后的尺寸变化。从图4中可以发现, 随着热暴露时间增加, 样品相对尺寸变化呈现出先快速减小($6.4 \times 10^{-4} \sim 1.9 \times 10^{-4}$)后缓慢增大($1.9 \times 10^{-4} \sim 2.1 \times 10^{-4}$)的趋势, 当热暴露时间为80 d时, 合金的相对尺寸变化值最低为 1.9×10^{-4} 。前期研究已经发现, 材料的尺寸变化主要是残余应力和组织结构变化共同作用的结果^[20]。残余应力的下降和细小Al₂CuMg相的析出, 可极大降低合金内部势能, 消除因加工而产生的不稳定状态, 减小样品相对尺寸变化, 使合金趋于稳定。而当热暴露时间继续延长, 残余应力已基本恒定, 不会对尺寸稳定性造成显著影响; 而Al₂CuMg相在此时则开始逐渐长大、粗化(见图1(d)), 这将造成合金内部晶格畸变增大, 导

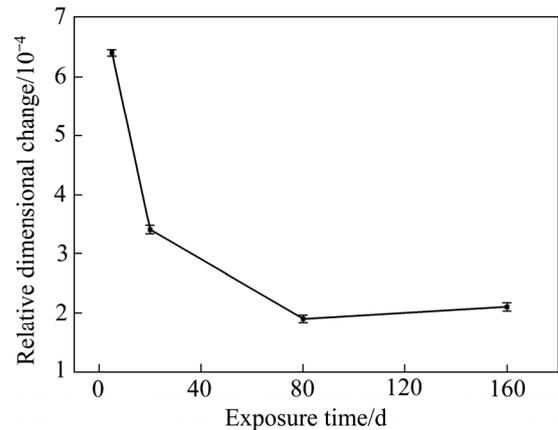


图4 Al-Cu-Mg合金在140 °C热暴露不同时间后的相对尺寸变化

Fig. 4 Variation of relative dimensional change with exposure time for Al-Cu-Mg alloy exposed at 140 °C

致合金相对尺寸变化增加。

图5所示为Al₂CuMg相相对Al-Mg-Cu合金晶格变化的影响。Al₂CuMg相、铝基体及二者界面的原子排布如图5(a)所示。从图5(a)中可以看到, 一条带状约7 nm宽的Al₂CuMg相嵌入在铝合金基体中。图5(b)所示为将图5(a)中白色方框部分进行反傅里叶变换得到的原子排布。同时, 铝合金基体和Al₂CuMg相的原子排布模型图分别如图5(d)和(e)所示。从图5(d)和(e)中可以看出, Al₂CuMg相在横向的原子排布与铝合金基体显著不同, 并且其中的Al、Cu、Mg原子均呈现出有序且周期性排布的规律。因此, Al₂CuMg相的析出能够消耗大量溶质原子, 降低溶质原子排列的无序性, 减小晶格畸变, 降低残余应力, 这与图2和3得到的结果相适应。同时, 从图5(c)中还发现, Al₂CuMg相可以有效钉扎位错, 这能提高合金的微屈服强度及降低晶内组织的无序性, 进而改善尺寸稳定性。为了进一步分析Al₂CuMg相相对微尺寸变化的影响, 通过图5(b)定量测试(一组18个原子, 3倍于图5(d)中所示结构)发现, Al₂CuMg相的宽度(图中虚线所示A部分)比同原子数的铝合金基体(图中虚线所示B部分)长约5%。上述结果表明, Al₂CuMg相的析出及演变除了提高尺寸稳定性外, 还会导致合金的微尺寸变化。特别当残余应力基本恒定及晶内缺陷基本控制后, 粗化的Al₂CuMg相会导致晶格畸变, 造成合金

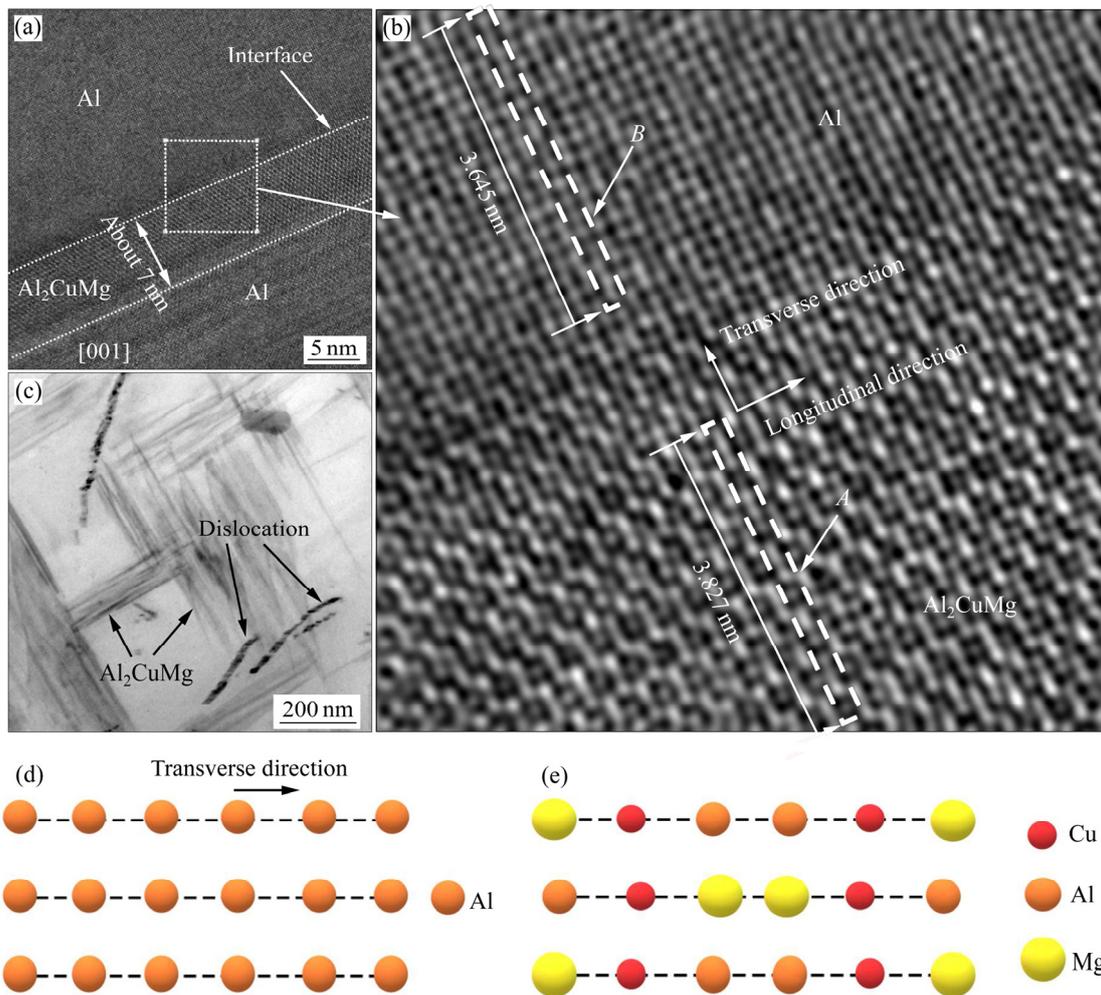


图5 Al-Cu-Mg合金中Al基体和 Al_2CuMg 相界面处的HRTEM像、对应的反傅里叶变换原子排布、 Al_2CuMg 相及位错分布以及Al基体和 Al_2CuMg 相原子排布示意图

Fig. 5 HRTEM image of phase boundary between Al matrix and Al_2CuMg phase in Al-Cu-Mg alloy, inverse fast Fourier transformation (IFFT) image and schematic diagrams of atomic arrangement: (a) HRTEM image; (b) Corresponding inverse fast Fourier transformation (IFFT) image plotted from FFT reflection spots (marked by white rectangle) in Fig. 5(a) inset; (c) Distribution of Al_2CuMg phase and dislocations; (d) Al matrix; (e) Al_2CuMg phase

相对尺寸变化增加。

3 结论

1) 随着热暴露时间增加, 残余应力逐渐降低, Al_2CuMg 相则逐渐析出及粗化, 这使得合金相对尺寸变化首先显著降低, 之后轻微增加, 当热暴露时间为 80 d 时, 合金的相对尺寸变化值最低为 1.9×10^{-4} 。

2) 热暴露初期, 合金相对尺寸下降主要与残余应力释放有关, 而后期增加则源于 Al_2CuMg 相体积分数和形貌改变, Al_2CuMg 相与铝合金基体相比,

会导致约 5%的横向体积膨胀。

3) Al_2CuMg 相均匀弥散析出可释放残余应力, 降低合金相对尺寸变化, 而粗化的 Al_2CuMg 相会导致晶格畸变, 造成相对尺寸变化增加, 调控 Al_2CuMg 相的尺寸及分布有利于制备高稳定性的 Al-Cu-Mg 合金材料。

REFERENCES

- [1] SONG Y, DING X, ZHAO X, et al. The effect of stress-aging on dimensional stability behavior of Al-Cu-Mg alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 718: 298–303.

- [2] QU S, LOU H, LI X, KUANG T, LOU J. Effect of heat-treatment on stress relief and dimensional stability behavior of SiC_p/Al composite with high SiC content[J]. *Materials and Design*, 2015, 86: 508–515.
- [3] SONG Y, DING X, XIAO L, et al. Effects of two-stage aging on the dimensional stability of Al-Cu-Mg alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 701: 508–514.
- [4] UJU W, I OGUOCHA N. Thermal cycling behavior of stir cast Al-Mg alloy reinforced with fly ash[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2009, 526: 100–105.
- [5] KOVARIK L, COURT S, FRASER H, et al. GPB zones and composite GPB/GPBII zones in Al-Cu-Mg alloys[J]. *Acta Materialia*, 2008, 56: 4804–4815.
- [6] SHIH H, NEW-JIN H, HUANG J. Precipitation behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys[J]. *Metall. Mater. Trans. A*, 1996, 27: 2479–2494.
- [7] 刘晓艳, 潘清林, 陆智伦, 等. Al-Cu-Mg-Ag 耐热铝合金的热稳定性[J]. *中国有色金属学报*, 2011, 21(6): 1244–1251.
LIU Xiao-yan, PAN Qing-lin, LU Zhi-lun, et al. Thermal stability of Al-Cu-Mg-Ag heat-resistant alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2011, 21(6): 1244–1251.
- [8] 魏修宇, 郑子樵, 李世晨, 等. 2197 铝锂合金的耐热性能[J]. *中国有色金属学报*, 2007, 17(9): 1417–1422.
WEI Xiu-yu, ZHENG Zi-qiao, LI Shi-chen, et al. Heat resistant properties of 2197 Al-Li alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2007, 17(9): 1417–1422.
- [9] 彭小芒, 尹志民, 陈 军, 等. 热暴露对 7475-T7351 铝合金组织与性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2008, 18(10): 1781–1787.
PENG Xiao-mang, YIN Zhi-min, CHEN Jun, et al. Influences of thermal exposure on properties and microstructures of 7475-T7351 aluminum alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2008, 18(10): 1781–1787.
- [10] 徐丽敏. 2024 铝合金板材尺寸稳定性各向异性研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2012: 7–11.
XU Limin. Research n anisotropy of dimensional stability for 2024 aluminum alloy sheet [D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2012: 7–11.
- [11] XIAO Z, HUANG Y, CHEN C, et al. Effects of thermal treatments on the residual stress and micro-yield strength of Al₂O₃ dispersion strengthened copper alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 781: 490–495.
- [12] CHEN Y, PAN S, LIU W, et al. Morphologies, orientation relationships, and evolution of the *T*-phase in an Al-Cu-Mg-Mn alloy during homogenization[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 709: 213–226.
- [13] XIAO L, TU X, ZHAO X, et al. Microstructural evolution and dimensional stability of TiC-reinforced steel matrix composite during tempering[J]. *Materials Letters*, 2020, 259: 126871.
- [14] SUN Y, JIANG F, ZHANG H, et al. Residual stress relief in Al-Zn-Mg-Cu alloy by a new multistage interrupted artificial aging treatment[J]. *Materials and Design*, 2016, 92: 281–287.
- [15] LI X, LI Z, TAO X, et al. Distribution of residual strain around nanoindentations in silicon[J]. *Materials Letters*, 2014, 132: 285–289.
- [16] WANG X, WU G, SUN D, et al. Micro-yield property of sub-micron Al₂O₃, particle reinforced 2024 aluminum matrix composite[J]. *Materials Letters*, 2004, 58(3/4): 333–336.
- [17] LI B Q, WAWNER F E. Dislocation interaction with semicoherent precipitates (Ω phase) in deformed Al-Cu-Mg-Ag alloy[J]. *Acta Materialia*, 1998, 46(15): 5483–5490.
- [18] GAO F, LIU Z Y, WANG G D. Effect of the size and dispersion of precipitates formed in hot rolling on recrystallization texture in ferritic stainless steels[J]. *Journal of Materials Science*, 2013, 48(6): 2404–2415.
- [19] ZHANG Z, CHEN D L. Consideration of Orowan strengthening effect in particulate-reinforced metal matrix nanocomposites: A model for predicting their yield strength[J]. *Scripta Materialia*, 2006, 54(7): 1321–1326.
- [20] 宋宇峰, 肖来荣, 丁学锋, 等. 残余应力和第二相对 Al-Cu-Mg 合金微尺寸变化的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2019, 29(3): 467–473.
SONG Yu-feng, XIAO Lai-rong, DING Xue-feng, et al. Effect of residual stress and second phases on the dimensional change of Al-Cu-Mg alloy [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2019, 29(3): 467–473.

Effect of long-time thermal exposure on dimensional change of Al-Cu-Mg alloy

SONG Yu-feng¹, YANG Liang², DING Xue-feng¹, XIAO Lai-rong³, LIU Wen-hui¹, CHEN Yu-qiang¹, ZHU Bi-wu¹

(1. Key Lab of High Temperature Wear Resistant Materials Preparation Technology of Hunan Province, Hunan University of Science and Technology, Xiangtan 411201, China;

2. School of Aeronautical Manufacturing Engineering, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China;

3. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: Al-Cu-Mg alloy is widely utilized as the key component of gyroscope navigation system, and its dimensional stability under the service environment is the determinant for navigation reliability. Based on the evolution of the second phases and residual stress, the corresponding mechanisms of long-time thermal exposure on the dimensional change of Al-Cu-Mg alloy were identified by XRD and HRTEM. The results show that with the increase of exposure time, the residual stress is released and Al₂CuMg phases are gradually precipitated and coarsened. Meanwhile, the relative dimensional change firstly shows significant decrease and then slight increase. The dimensional change of this alloy is mainly associated with the release of residual stress at first and then related to the shape variation of Al₂CuMg phase, which leads to about 5% transverse expansion in comparison with the Al matrix.

Key words: Al-Cu-Mg alloy; second phase; dimensional change; residual stress

Foundation item: Projects(52005177, 51875197, 51905166) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project(2019JJ60043) supported by the Natural Science Foundation of Hunan Province, China

Received date: 2020-11-16; **Accepted date:** 2021-03-12

Corresponding author: LIU Wen-hui; Tel: +86-731-58290888; E-mail: lwhhnust@163.com

(编辑 何学锋)