

含 Zr Al-Cu-Mg 合金的微观组织与疲劳行为

孙晓旭, 郑子樵, 陈圆圆, 李世晨, 魏修宇

(中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083)

摘要: 采用常规力学性能和疲劳性能测试、扫描电镜以及透射电镜观察等研究 T3 和 T4 热处理制度对含 Zr Al-Cu-Mg 合金组织和疲劳性能的影响。结果表明: 该合金在 T3 状态下具有更好的综合性能。预变形引入高密度位错导致合金屈服强度显著提高, 而伸长率降低不多。当应力比为 0.5 时, T3 状态合金的 S-N 曲线位于 T4 状态之上, 经 10^6 循环周次后, T3 状态合金的疲劳强度比 T4 状态的高 10 MPa。在应力强度因子幅度 ΔK 相等的条件下, T3 状态合金的疲劳裂纹扩展速率比 T4 状态的略慢。

关键词: Al-Cu-Mg 合金; S-N 曲线; 疲劳裂纹扩展速率; 疲劳断口

中图分类号: TU 512.4; TG 115.5

文献标识码: A

Microstructures and fatigue behavior of Al-Cu-Mg alloy containing Zr

SUN Xiao-xu, ZHENG Zi-qiao, CHEN Yuan-yuan, LI Shi-chen, WEI Xiu-yu

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

Abstract: The effects of T3 and T4 heat treatments on the microstructures and fatigue properties of Al-Cu-Mg alloy containing Zr were studied by tensile and fatigue test, SEM and TEM observations. The results show that the alloy has better combined properties at T3 condition. The high density dislocation introduced by pre-deformation significantly increases yield strength and slightly decreases elongation of the alloy. When the stress ratio is 0.5, with the same level cycles, the fatigue strength at T3 condition is higher than that at T4 condition, such as the fatigue strength (σ_{max}) at 10^6 cycles is higher 10 MPa than that at T4 condition. Under the same level of stress intensity factor range ΔK , the fatigue crack propagation rate (da/dN) at T3 condition is slower than that at T4 condition.

Key words: Al-Cu-Mg alloy; S-N curve; fatigue crack propagation rate; fatigue fracture

Al-Cu-Mg 系合金作为航空航天工业中的基础材料已有几十年的历史, 如美国 20 世纪 50 年代研制的 2024 合金就长期用于飞机的机身蒙皮及机翼下部结构。但为了不断满足飞机结构材料高强度、高断裂韧性和抗疲劳性能的综合要求^[1-2], 材料工作者从 20 世纪 70 年代通过降低 2024 合金中杂质元素 Fe 和 Si 的含量以及优化合金成分, 陆续开发了 2124、2224、2324、2424 和 2524 等系列高纯度 2×24 铝合金。由于减少了 Fe 和 Si 脆性难溶化合物的形成, 从而提高了合金的断裂韧性、抗应力腐蚀性能和抗疲劳性能。美

国铝业公司在 20 世纪 90 年代新开发的 2524 铝合金, 目前已大量用于波音 777 飞机和欧洲空中客车公司的 A380 型客机。随着我国大型飞机研制重大科技攻关专项的正式启动, 研制国产高性能航空材料具有重大意义。

近年来, Zr 元素在铝合金中的应用得到深入研究。研究表明: 将 Zr 元素添加在 Al-Zn-Mg 系、Al-Cu-Li 系和 Al-Mg 系合金中不仅细化晶粒, 而且对合金的断裂韧性、抗应力腐蚀性能、耐疲劳性能以及焊接性能产生显著影响^[3-8], 但在 Al-Cu-Mg 系合金中

添加 Zr 的研究并不多^[6, 9]。为此, 本文作者研究一种含 Zr Al-Cu-Mg 系合金在 T3 和 T4 热处理制度下的常规力学性能和微观组织, 疲劳性能与裂纹扩展速率, 同时对其疲劳断口形貌进行分析。

1 实验

实验合金铸锭的成分分析值为 4.0 Cu、1.14 Mg、0.3 Mn、0.08 Zr、0.05 Fe、0.05 Si、0.05 Ti, 余量为 Al(质量分数, %)。尺寸为 78 mm×320 mm×760 mm 的铸锭经 420 °C, 8 h+490 °C, 16 h 双级均匀化处理, 切头、铣面、热轧、冷轧得到 2.4 mm 厚的板材。板材经 500 °C, 40 min 盐浴固溶处理之后淬入冷水中, 其中部分试样淬火后进行 6% 的冷轧变形, 然后, 在室温自然时效 96 h, 得到 T3 状态; 另一部分不经预变形, 直接自然时效 96 h, 获得 T4 状态。拉伸实验在 Instron 8032 万能材料力学拉伸机上进行, 拉伸速度为 2 mm/min, 试样沿轧向截取。疲劳实验在 Amsler-10T 高频疲劳试验机(瑞士)上进行, 试样采用光滑试样, 沿轧制方向(L 方向)切取, 参照国标 GB 3075—82 矩形光滑试样标准加工^[10], 应力比 R 取 0.5, 实验频率为 110~120 Hz, 室温, 大气环境。疲劳裂纹扩展速率实验在 Schenck-6T 液压伺服程控疲劳试验机(西德)上进行, 频率为 10 Hz, 疲劳裂纹扩展实验按照国标 GB/T 6398—2000^[11]进行, 实验条件为室温、大气环境。在 KYKY-2800 扫描电镜和 Sirion 200 场发射扫描电镜上进行断口分析, 能谱分析在配备的 GENE SIS60E 型能谱仪上进行。透射电镜分析在 TecnaiG²20 电子显微镜上进行, 加速电压为 200 kV, 薄膜试样采用电解双喷减薄, 电解液为 25%硝酸和 75%甲醇混合液。

2 结果与分析

2.1 常规拉伸性能

表 1 所列为合金经 T3 和 T4 热处理状态下常规力学性能的测试结果。由表 1 可知, T3 工艺与 T4 工艺相比较, 抗拉强度和屈服强度都提高, 其中屈服强度的提高尤其显著, 提高了约 50 MPa, 而伸长率降低不多。由此可见, 合金在 T3 工艺具有更好的拉伸力学性能。相比国产 2024 合金, 经 T3 和 T4 状态^[12], 该合金的抗拉强度和伸长率保持相当, 而屈服强度提高 40~50 MPa。

表 1 T3 和 T4 状态的常规力学性能

Table 1 Tensile properties of alloy under T3 and T4 conditions

Treatment	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	η /%
T3	463.6	380.6	20.8
T4	453.6	325.2	24.2

2.2 显微组织

图 1 所示为合金自然时效的 TEM 像。从图 1 可看出, 在 T3 和 T4 状态下, 合金晶内都分布着少量尺寸为 0.1~0.2 μm 的呈棒状或圆形粒子及零星析出的豆瓣状 Al_3Zr 粒子(见图 1(b)中箭头), 这些棒状粒子应为 $\text{Al}_{20}\text{Cu}_2\text{Mn}_3$ (T 相), 沿 $\langle 010 \rangle$ 方向生长, 但这种棒状粒子的析出密度明显比 2024 和 2524 合金的低^[7]。由 2×24 系列合金的析出序列可知, 在淬火后自然时效过程中, 合金中的 Cu 原子和 Mg 原子将在基体中沿 $\langle 100 \rangle$ 方向富集, 形成极细小的 GPB 区。由于其尺寸很小, 因此在普通透射电镜下难以直接观察其形貌, 图 1(d)中的基体斑点间出现的微弱星芒表明了 GPB 区的存在^[3]。由图 1(b)可以看出, 由于 T3 工艺引入 6% 预变形, 导致基体中形成密度较大且分布均匀的位错, 位错数量的增加有利于 GPB 区的形成, 从而使 T3 状态的合金较 T4 状态的合金具有更高的强度。

2.3 S-N 曲线与断口形貌

图 2 所示为合金在应力比 $R=0.5$ 时, 应力集中系数 $K_t=1$, T3 和 T4 2 种热处理条件下光滑试样轴向的 S-N 曲线。从图 2 可看出, 2 条曲线变化趋势基本相同, T3 状态的曲线位于 T4 状态的上方。在高应力和中等应力条件下, 曲线下降速度较快, 而在低应力水平下, 曲线渐趋平缓。T3 状态经 10^6 循环周次下的疲劳强度为 280 MPa, 而 T4 状态在 10^6 循环周次下的疲劳强度为 270 MPa。总体上来看, T3 态合金表现出较高的疲劳性能。

图 3 所示为 $\sigma=280$ MPa 时, T3 状态合金疲劳试样的断口形貌。从图 3(a)可以看出, 疲劳断口主要由疲劳裂纹源区、裂纹稳定扩展区及最后的瞬断区 3 个典型区域^[13-15]组成, 在试样的表面只观察到一个疲劳裂纹源, 其形成位置与试样表面加工状态和微观缺陷以及表面粗大第二相有密切的关系。裂纹从源区位置以扇形状放射性扩展, 并在裂纹源和起裂区出现小平台和撕裂棱以及二次裂纹(见图 3(b)疲劳裂纹源区 I 的放大图)。裂纹源的开裂处存在第二相粒子, 对图 3(c)进行分析得知, 主要为含 Al、Si 和 Fe 等元素的杂质未溶相, 粒子直径为 2~4 μm , 这种杂质相是产生裂

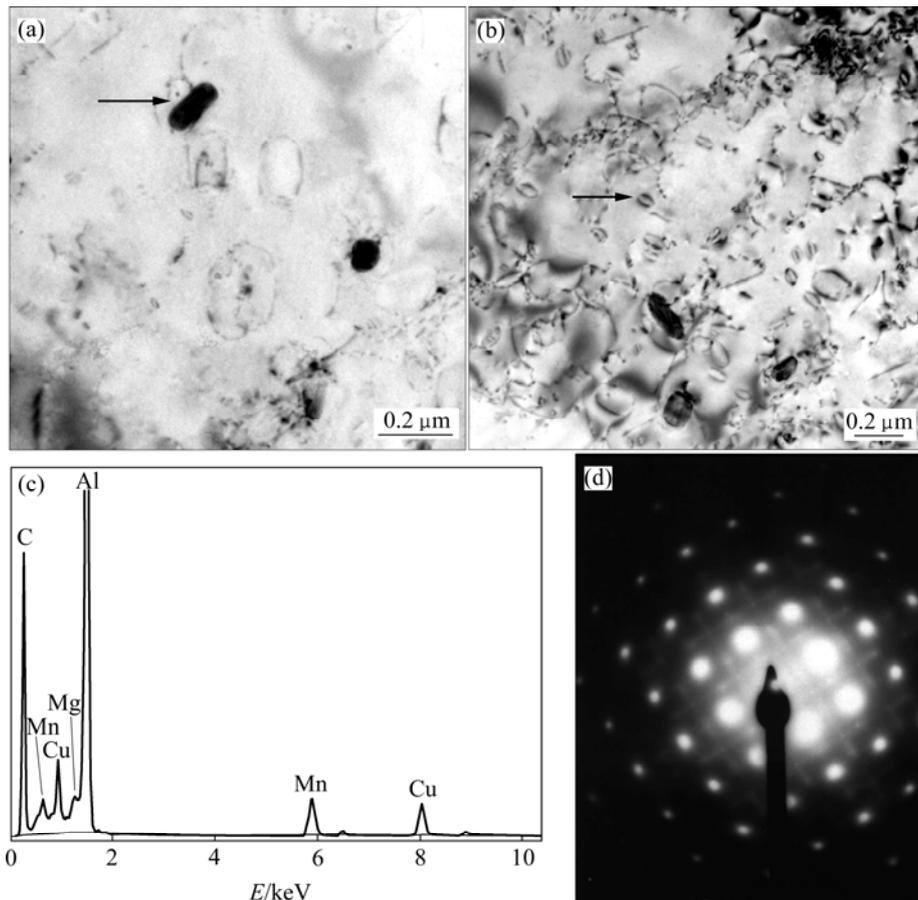


图1 合金自然时效态的 TEM 像、能谱图及其衍射斑点

Fig.1 TEM images under T4(a) and T3(b) conditions, EDS pattern(c) and diffraction pattern(d) along $\langle 100 \rangle$ direction

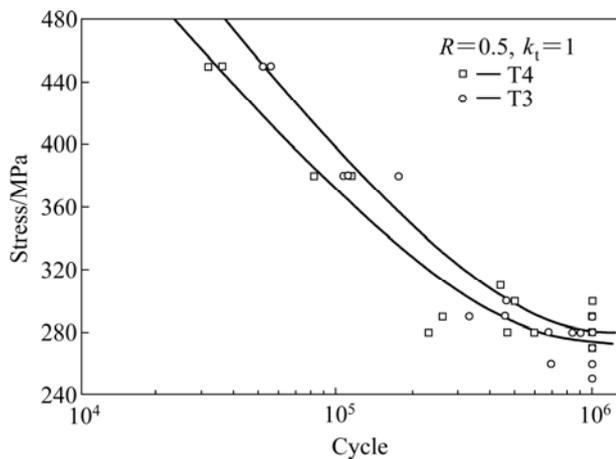


图2 T3 和 T4 状态的 S-N 曲线

Fig.2 S-N curve of alloy under T3 and T4 conditions

纹源的重要因素。在循环载荷的作用下，裂纹继续扩展进入第二阶段稳定扩展区，此时，断口上出现典型的疲劳辉纹，辉纹基本上垂直于裂纹扩展方向，沿一定角度发生偏转(见图 3(d))。疲劳辉纹的出现是疲劳裂纹稳定扩展的重要特征，疲劳辉纹的形状也随应力

和裂纹成长速率的变化而不同；疲劳断口具有静态拉伸的断口特征(见图 3(e))，主要是由大量不同形状，不同尺寸的韧窝以及撕裂棱组成，呈现出韧性断裂的特点，在韧窝内发现极少的破碎颗粒，经能谱分析为 AlCuMg 的未溶相(见图 3(f))。

2.4 疲劳裂纹扩展速率及断口形貌

图 4 所示为短横向(L-T 方向)取样的合金 T4 和 T3 状态在 $R=0.5$ 时的疲劳裂纹扩展速率曲线。由图 4 可看出，合金的疲劳裂纹扩展速率曲线呈现“S”型变化规律，整个曲线分为 3 个区域，即微观裂纹扩展阶段、宏观裂纹扩展阶段和瞬时断裂阶段^[16]。T3 工艺在前 2 个阶段的曲线比较平缓，且进入瞬间断裂阶段较缓慢；而 T4 工艺在前 2 个阶段的曲线倾斜较大，且迅速进入瞬间断裂阶段。这是由于合金在 T3 状态对应更高的屈服强度，屈服强度对疲劳行为具有较明显的影响。

当 $\Delta K < 5.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时，2 种状态的 da/dN 都小于 $3 \times 10^{-5} \text{ mm/cycle}$ ，为裂纹扩展第 I 阶段；当 $\Delta K = 5.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时，T3 状态的疲劳裂纹扩展速率为

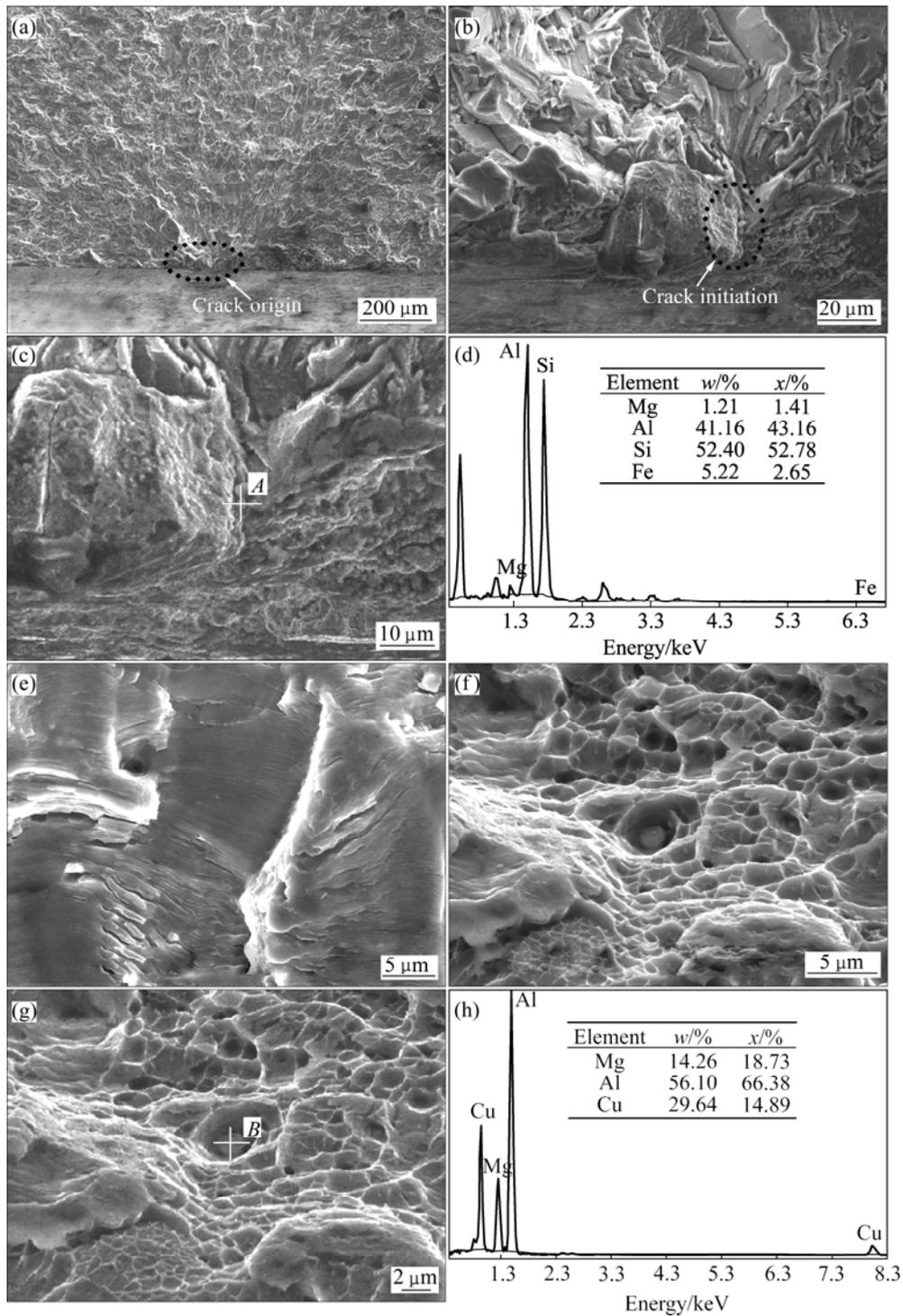


图 3 合金疲劳断口的 SEM 像

Fig.3 SEM images of fatigue fracture surfaces of alloy under T3 condition (T3, $k_t=1$, $R=0.5$, $\sigma=280$ MPa): (a) Overall morphology of fracture surface; (b) Fatigue initiation site; (c) Magnification graph of (b); (d) Energy spectrum of particle A; (e) Striation on stable crack growth; (f) Final failure area; (g) Magnification graph of (f); (h) Energy spectrum of particle B in dimple

2.5×10^{-5} mm/cycle; T4 状态的疲劳裂纹扩展速率为 2.6×10^{-5} mm/cycle, 此时, T3 状态的裂纹扩展速率比 T4 状态的略慢。

当 ΔK 在 $5.5 \sim 18$ MPa·m^{1/2} 之间时, 裂纹扩展速率

增幅趋缓, 曲线基本呈线性关系, 为裂纹扩展第 II 阶段, 此时, 处于宏观裂纹稳态扩展阶段。根据实验数据可知, 当 $\Delta K=9.0$ MPa·m^{1/2} 时, T3 状态的疲劳裂纹扩展速率为 1.1×10^{-4} mm/cycle, T4 状态的疲劳裂纹

扩展速率为 1.5×10^{-4} mm/cycle; 当 $\Delta K=15.1$ MPa·m^{1/2} 时, T3 状态的疲劳裂纹扩展速率为 4.2×10^{-4} mm/cycle, T4 状态的疲劳裂纹扩展速率为 4.7×10^{-4} mm/cycle。此阶段 T3 状态的裂纹扩展速率比 T4 状态的略慢, 两者差别加大。由于前 2 个阶段裂纹扩展占试样预期寿命的 90%~98%, 因此, 合金在 T3 状态具有更大的疲劳裂纹扩展阻力。

当 $\Delta K=18$ MPa·m^{1/2} 时, 裂纹扩展速率进入第 III 阶段的临界值。此时, T3 状态的疲劳裂纹扩展速率为

7.4×10^{-4} mm/cycle, T4 状态的疲劳裂纹扩展速率为 1.1×10^{-3} mm/cycle, T3 状态合金的 da/dN 比 T4 状态合金的差别加大; 当 $\Delta K > 18$ MPa·m^{1/2} 后, 为裂纹扩展的第 III 阶段, 扩展速度明显加快直至断裂。

图 5 所示为 T3 工艺条件下疲劳裂纹扩展各个阶段的断口形貌。当 $\Delta K=4.8$ MPa·m^{1/2} 时(见图 5(a)), 此时处于裂纹扩展第 I 阶段, 可以看到解理小平面或裂纹的晶体学扩展^[12, 17]。当 $\Delta K=10.5$ MPa·m^{1/2} 时(见图 5(b)), 处于裂纹扩展第 II 阶段的初始阶段, 由此可看

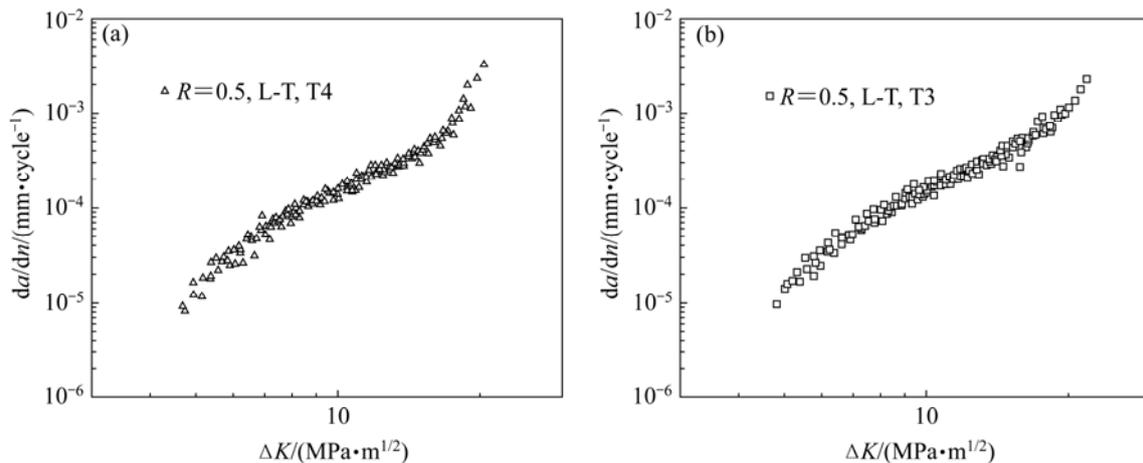


图 4 合金在 T3 和 T4 态的裂纹扩展速率曲线

Fig.4 Fatigue crack propagation rate curves under T3 and T4 conditions

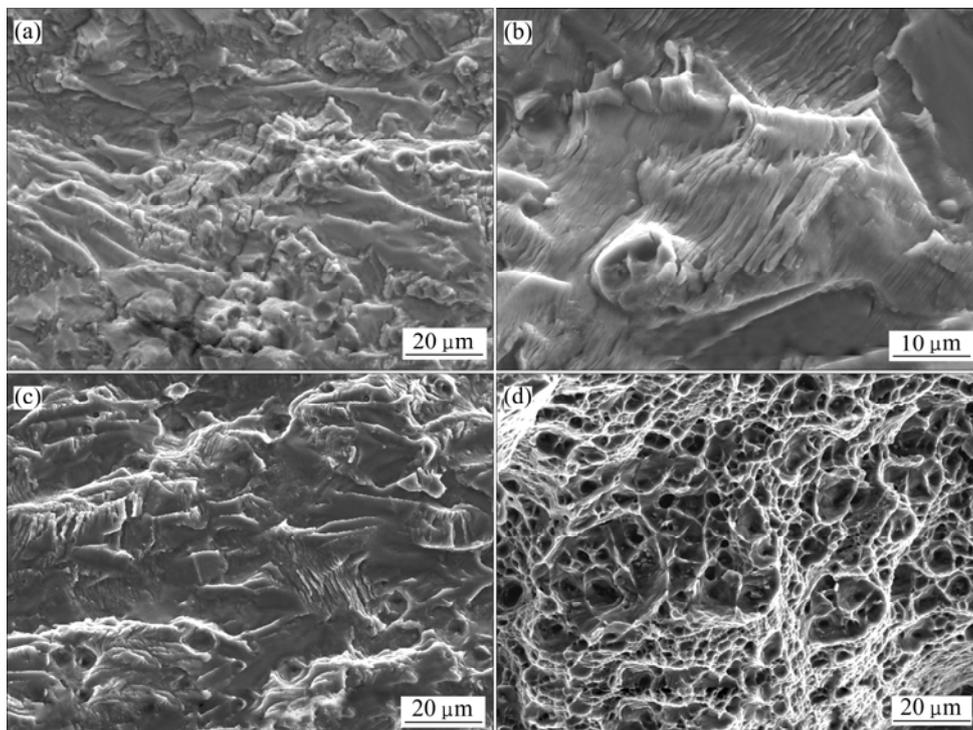


图 5 合金 T3 态疲劳裂纹扩展断口的 SEM 像

Fig.5 SEM images of propagating crack surface of specimen under T3 condition: (a) $\Delta K = 4.8$ MPa·m^{1/2}; (b) $\Delta K = 10.5$ MPa·m^{1/2}; (c) $\Delta K = 17$ MPa·m^{1/2}; (d) $\Delta K = 21$ MPa·m^{1/2}

出明显的疲劳条带特征, 疲劳条带的间距为 1~2 μm 。同时可见, 在疲劳裂纹扩展过程中出现破碎的第二相颗粒, 尺寸为 5~10 μm , 分布在疲劳辉纹上形成了孔洞, 疲劳条带的间距随应力强度因子幅度的增大而增大, 也随着裂纹扩展长度的增大而增大; 当 $\Delta K=17 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时(见图 5(c)), 处于宏观裂纹扩展阶段的后期, 即在接近快速断裂的高 ΔK 下, 合金的疲劳裂纹扩展速率较裂纹扩展初始阶段显著提高, 断口形貌除部分辉纹外, 伴随出现部分静态断裂失效特征, 如韧窝和微孔增多等模式^[9-11], 这些附加的静态断裂模式大大提高了扩展速率对微观组织结构的敏感性, 加快了疲劳进度; $\Delta K=21 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时(见图 5(d))为裂纹扩展第 III 阶段, 处于瞬时断裂阶段, 由此可以看到大量的韧窝, 呈现出韧性断裂的特点, 其断口形貌类似于拉伸断口。

3 结论

1) 合金在 T3 状态下的强度比 T4 状态的高, 其屈服强度的提高尤其明显, 而伸长率的降低较少。这可能与 T3 工艺中的预变形引入位错促进 GPB 区形成有关。

2) 当应力比 $R=0.5$ 时, 实验合金在 T3 状态及 10^6 循环周次下的疲劳应力 $\sigma_{\text{max}}=280 \text{ MPa}$, 高于 T4 状态的 $\sigma_{\text{max}}=270 \text{ MPa}$ 。疲劳断口形貌分析表明, 未溶的杂质相是产生裂纹源的重要因素。

3) 当应力强度因子幅值(ΔK)相等时, T3 状态合金的疲劳裂纹扩展速率比 T4 状态的略慢。 $R=0.5$ 时, 当 $\Delta K < 5.5 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时, 为裂纹扩展第 I 阶段; 当 ΔK 在 $5.5\sim 18 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 之间时, 为裂纹稳态扩展第 II 阶段; 当 $\Delta K > 18 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时, 为裂纹扩展的第 III 阶段。

REFERENCES

- [1] CASSADA W, LIU J, TALEY J. Aluminum alloys for aircraft structure[J]. *Advanced Materials Processes*, 2002, 160(12): 27-29.
- [2] NAKAI M, ETO T. New aspects of development of high strength aluminum alloys for aerospace applications[J]. *Mater Sci Eng A*, 2000, A285(15): 62-68.
- [3] STARINK M J, GAO N. Relations between microstructure, precipitation, age-formality and damage tolerance of Al-Cu-Mg-Li-(Mn, Zr, Sc) alloys for age forming[J]. *Mater Sci Eng A*, 2006, 418(25): 241-249.
- [4] MUKHOPADHYAY A K, SHIFLET G J, Jr STARKE E A. Role of vacancies on the precipitation processes in Zr modified aluminum based alloys[J]. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1990, 24(2): 307-312.
- [5] BRAY G H, GLAZOV M. Effect of artificial aging on the fatigue crack propagation resistance of 2000 series aluminum alloys[J]. *International Journal of Fatigue*, 2001, 23(1): 265-276.
- [6] 谢优华, 杨守杰, 戴圣龙. 锆元素在铝合金中的应用[J]. *航空材料学报*, 2002, 22(4): 56-61.
XIE You-hua, YANG Shou-jie, DAI Sheng-long. Application of element Zr in aluminum alloys[J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2002, 22(4): 56-61.
- [7] WANG S C, STARINK M J. Precipitates and inter-metallic phases in precipitation hardening Al-Cu-Mg-(Li) based alloys[J]. *International Materials Reviews*, 2005, 50(4): 193-215.
- [8] CABIBBO M, EVANGELISTA E. A TEM study of the combined effect of severe plastic deformation and (Zr), (Sc+Zr)-containing dispersoids on an Al-Mg-Si alloy[J]. *Journal of Materials Science*, 2006, 41(16): 5329-5338.
- [9] SARKAR B, LISAGOR W B. Fracture resistance and fatigue crack growth characteristics of two Al-Cu-Mg-Zr alloys[J]. *Scripta Metallurgica et Materialia*, 1992, 26(2): 169-174.
- [10] GB 3075—82. 金属轴向疲劳试验方法[S].
GB 3075—82. Method of axial force controlled fatigue testing of metals[S].
- [11] GB/T 6398—2000. 金属材料疲劳裂纹扩展速率试验方法[S].
GB/T 6398—2000. Standard test method for fatigue crack growth rates of metallic materials[S].
- [12] 中国航空材料手册. 第三卷[M]. 北京: 中国标准出版社, 2002: 148-166.
China aeronautic materials handbook. Vol 3[M]. Beijing: Standards Press of China, 2002: 148-466.
- [13] 钟群鹏, 赵子华. 断口学[M]. 北京: 高等教育出版社, 2006: 242-326.
ZHONG Qun-peng, ZHAO Zi-hua. Fractography[M]. Beijing: Higher Education Press, 2006: 242-326.
- [14] 崔约贤, 王长利. 金属断口分析[M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 1998: 77-135.
CUI Yue-xian, WANG Chang-li. Fracture analysis of metals[M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 1998: 77-135.
- [15] 徐 灏. 疲劳强度[M]. 北京: 高等教育出版社, 1988: 11-23.
XU Hao. Fatigue strength[M]. Beijing: Higher Education Press, 1988: 11-23.
- [16] SURESH S. Fatigue of materials[M]. 王中光, 译. 北京: 国防工业出版社, 1993: 193-214.
SURESH S. Fatigue of materials[M]. WANG Zhong-guang, transl. Beijing: The National Defence Industry Publishing House, 1993: 193-214.
- [17] KOCANDA S. Fatigue failure of metals[M]. 颜鸣皋, 刘才穆, 译. 上海: 上海科学技术出版社, 1983: 210-218.
KOCANDA S. Fatigue failure of metals[M]. YAN Ming-hao, LIU Cai-mu, transl. Shanghai: Shanghai Science and Technology Publishing House, 1983: 210-218.