

[文章编号] 1004- 0609(2000)06- 0891- 05

铝和铝合金的深冷处理^①

陈 鼎, 黎文献

(中南大学 材料科学与工程系, 长沙 410083)

[摘]要 采用了在- 193 ℃长时间保温, 缓慢升温到 150 ℃的深冷处理工艺, 对 1~ 8 系的 12 种常用铝合金进行处理。研究发现, 深冷处理可以提高 1230, 2017, 2024, 3003, 4032, 7075 和 8009 合金的室温拉伸强度, 但其塑性有所下降; 深冷处理对 2618 和 5254 合金的室温力学性能影响不大, 但降低了 6063 合金的室温拉伸强度, 提高了它的塑性。对上述常用铝合金深冷处理前后的 XRD 衍射图谱研究表明, 深冷处理可以使得这些合金某些衍射晶面上的衍射强度发生明显的变化。研究了二次深冷处理对 1230, 7075 和 8009 合金力学性能的影响以及深冷处理对 8009 合金高温性能影响。对铝合金深冷处理的机理进行了探讨, 并提出了深冷处理的收缩效应和晶粒转动效应。

[关键词] 铝合金; 深冷处理; 晶粒转动

[中图分类号] TG 146. 2; TG 156. 91

[文献标识码] A

深冷处理称为超低温处理, 它是指在- 130 ℃以下对材料进行处理的方法, 是常规冷处理的一种延伸。一般来说, 深冷技术不仅用于高速钢、轴承钢、工模具钢的处理, 以提高材料的耐磨性和韧性^[1~ 3]; 同时深冷处理还能对铝合金、铜合金、硬质合金、塑料和玻璃等材料进行改性, 以改善材料的均匀性和提高尺寸稳定性, 减少变形和提高其使用寿命^[4~ 6]。目前国内外对钢铁材料进行深冷处理的应用和机理研究的工作较多, 但是对铝合金旨在提高其强度性能、探索其深冷机理的研究工作却非常少。本研究目的主要是为了提高铝和铝合金的强度性能, 因而采用了一种长时间深冷处理的工艺。研究发现, 某些铝合金的性能得以提高, 并且发现深冷处理引起铝合金 X 射线衍射峰值的强弱发生了明显的变化。

1 实验装置和方法

采用美国 CI 公司 CF-351 装置进行深冷处理。该设备使用了先进的微电子处理器对深冷处理过程进行控制, 并可以通过显示器进行人机对话来改变工艺参数, 而机器本身对于不同的处理材质具有不同的相对成熟的工艺曲线程序。实验采用的深冷处理工艺为, 10~ 12 h 缓慢从室温降温到- 193 ℃, 20~ 24 h 超低温(- 193 ℃)保温, 12~ 18 h 缓慢回

复到室温, 5~ 6 h 升温到 150 ℃。预先加工好的试样经深冷处理后在 CSS-4410 电子万能试验机上进行拉伸实验, 试样个数为每实验点 5~ 10 个, 取平均值。另外, 在德国西门子 D500 上进行 X 射线衍射实验, 为了保证 X 射线衍射结果的正确性, 先将未进行深冷处理的试样进行 X 射线衍射分析, 并作好标记, 以确定样品和样品架的位置, 然后将样品进行深冷处理后, 再在同一台仪器上, 按完全相同的实验条件对深冷处理后的样品进行 X 射线衍射实验。

2 结果和讨论

2.1 深冷处理对铝和铝合金力学性能的影响

2.1.1 一次深冷处理后的室温力学性能

对 1~ 8 系 12 种不同成分和热处理状态的铝合金进行深冷处理, 再将深冷处理前后材料的力学性能进行比较。表 1 为铝合金深冷处理前后的力学性能比较表。从表 1 可以看出, 热挤压态的工业纯铝 1230 合金和淬火+ 自然时效的 2017 合金经深冷处理后屈服强度有明显的提高, 延伸率有所下降。淬火+ 自然时效的 2024 合金、全硬态的 3003 合金、热挤压态的 4032 合金、热挤压态的 7075 合金、淬火态+ 自然时效 7075 合金、喷射沉积及粉末固结的 8009 合金经深冷处理后抗拉强度、屈服强度和

① [收稿日期] 2000- 03- 30; [修订日期] 2000- 07- 10

[作者简介] 陈 鼎(1975-), 男, 博士研究生。

硬度均有提高,但延伸率有所下降。淬火+自然时效的 2618 合金和全硬态的 5254 合金深冷处理前后力学性能变化不大。热挤+自然时效的 6063 合金经深冷处理后强度性能下降,但延伸率有所提高。

2.1.2 二次深冷处理效果

为了研究二次深冷处理是否能进一步提高材料的性能,选择了一次处理效果较明显的 1230 合金、7075 合金和 8009 合金进行二次深冷处理。二次深冷处理的力学性能如表 2 所示。从表中看出,对于热挤压态 1230 合金,经二次深冷处理后,其强度性能反而有所下降;对于热挤压态 7075 合金和喷射沉积+热挤压态 8009 合金,经二次深冷处理后,其性能得到进一步提高;而对于粉末固结的 8009 合金,二次深冷处理与一次深冷处理后的力学性能相差不大。

2.1.3 深冷处理对耐热铝合金高温性能的影响

经深冷处理的耐热铝合金室温性能如表 3 所

示。从表中可知深冷处理不但可以明显地提高耐热铝合金(8009)的室温抗拉强度、而且能提高其高温强度。

2.2 铝和铝合金深冷处理前后的 X 射线衍射结果比较

2.2.1 一次深冷处理的 X 射线衍射结果分析

对经过一次深冷处理前后的各种铝合金进行了原位 X 射线衍射分析。结果表明,深冷处理会引起合金的 X 射线衍射峰值的强弱变化。表 4 给出了 12 种合金一次深冷处理前后 X 射线衍射峰值强度的变化强度的情况,表 5 为 12 种合金经深冷处理后衍射晶面发生变化的总结。对于铝合金深冷处理前后 X 射线衍射峰值强度的变化和力学性能的改变进行了比较,发现了一些基本规律。一般来说,强度性能有所提高的合金的(200)面衍射峰值有明显增强(耐热铝合金的为(111)面衍射峰值增强),但如果其他衍射面峰值同时出现增强,一般会影响

表 1 铝及铝合金材料深冷处理前后室温力学性能比较

Table 1 Tensile properties of aluminum alloys at room temperature before and after cryogenic treatment

Alloy	State	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	δ /%	HBS _{0.02} /MPa	Percentage of change/ %		Number of sample
						σ_b	$\sigma_{0.2}$	
1230R	W	63.3	36.5	48	18			5
1230R	L	62.6	57.1	40	19	- 1.1	+ 56.4	5
2017CZ	W	421.5	265.2	18	104			5
2017CZ	L	439.1	302.6	15	114	+ 4.2	+ 14.1	5
2024CZ	W	459.1	316.7	18	116			5
2024CZ	L	483.1	329.5	16	133	+ 5.2	+ 4.0	5
2618CZ	W	447.5	320.1	11	119			10
2618CZ	L	451.4	322.4	10	120	+ 0.9	+ 0.7	10
3003Y4	W	146.2	126.7	10	45			5
3003Y4	L	156.3	134.1	9	47	+ 6.9	+ 5.8	5
4032R	W	183.8	131	15	80			5
4032R	L	212.3	153	13	85	+ 15.5	+ 16.8	5
5254Y4	W	277.8	183.1	14	66			5
5254Y4	L	275.8	180.3	14	66	- 0.7	- 1.5	5
6063RZ	W	128.9	101.6	18	40			10
063RZ	L	125.3	96.4	22	38	- 2.8	- 4.9	10
7075R	W	371.1	227.5	12	120			5
7075R	L	416.3	262.6	9	130	+ 12.2	+ 15.4	5
7075CS	W	636.6	598.7	7	147			5
7075CS	L	658.6	614.0	6	168	+ 3.5	+ 2.6	5
8009SPR	W	405.9	336.1	9	79			10
8009SPR	L	453.4	350.1	7	88	+ 11.7	+ 4.2	10
8009RSR	W	388.6	336.4	10	73			20
8009RSR	L	420.2	365.1	8	81	+ 8.1	+ 8.5	20

W—Pre cryogenic treatment; L—Cryogenic treatment; CZ—Quenching+ natural ageing treatment; CS—Quenching+ artificial ageing treatment; Y4—Full hardness; R—Hot extrusion; RZ—Hot extrusion+ natural ageing; SPR—Spray deposited+ hot extrusion; RSR—Rapidly solidified+ hot extrusion

表 2 几种合金的二次深冷处理后的
室温力学性能

Table 2 Tensile properties of aluminum
alloys at room temperature after
twice cryogenic treatment

Alloy	State	σ_b / MPa	$\sigma_{0.2}$ / MPa	δ / %	HBS _{0.02} / MPa
1230R	L2	63.1	41.2	45	18
7075R	L2	444.1	282.8	6	136
8009SPR	L2	460.1	356.0	7	89
8009RSR	L2	422.1	366.1	9	81

L2—Twice cryogenic treatment

表 3 深冷处理对 8009 耐热铝合金
高温力学性能的影响

Table 3 Elevated temperature tensile
properties of 8009 aluminum alloy after
cryogenic treatment

Alloy	State	Temperature/ °C	σ^b / MPa	$\sigma_{0.2}$ / MPa	δ / %
8009 SPR	W	20	405.9	336.1	9.0
		350	196.8	188.5	5.0
	L	20	453.4	350.1	7.0
		350	208.4	201.7	4.7
8009 RSR	W	20	388.6	336.4	10.0
		350	178.9	172.0	5.8
	L	20	420.2	365.1	8.0
		350	187.1	184.1	5.4

强度性能的提高, 甚至还会使强度性能降低。如 6063 合金, 其(200)面衍射峰值有所增强, 但(311)和(220)面衍射峰值也有明显增强, 所以经深冷处理后强度性能反而有所降低。

2.2.2 二次深冷处理的 X 射线衍射结果分析

对 4 种进行了深冷处理的合金进行了 X 射线衍射分析, 分析结果表明, 二次深冷处理又一次引起合金的 X 射线衍射峰值的强弱变化。表 6 给出了 4 种合金的二次深冷处理前后的 X 射线衍射峰值强度变化的情况。从表中可以看出, 工业纯铝 1230 合金经二次深冷处理后(200)面衍射峰值较一次深冷处理衍射峰值有所下降, 而 7075 合金和喷射沉积 8009 合金分别在(200)和(111)面衍射峰值强度有所加强。粉末固结的 8009 合金二次深冷处理后(111)面的 X 射线衍射峰值没有什么明显变化。二次深冷处理的 X 射线衍射结果与强度性能关系再次说明了两者之间存在一定的联系。

3 常用铝合金深冷处理机理的探讨

铝合金深冷处理的机理是一个复杂的问题^[7], 它不像钢铁材料那样在深冷处理过程中产生马氏体

表 4 常见铝合金经深冷处理前后
主要 XRD 衍射峰的强度变化

Table 4 Change of the diffraction peak intensity
of some crystal planes in aluminum alloys before and
after cryogenic treatment

Alloy	State	Absolute intensity (Relative intensity/ %)			
		(100)	(200)	(311)	(220)
1230R	W	3 171(100)	2 923(92)	837(26)	495(16)
1230R	L	2 032(68)	5 919(100)	1 008(17)	441(7)
2017CZ	W	743(100)	468(63)	143(19)	62(8)
2017CZ	L	980(69)	1 420(100)	164(12)	48(3)
2024CZ	W	501(86)	400(69)	579(100)	122(21)
2024CZ	L	548(98)	558(100)	285(51)	94(17)
2618CZ	W	2 646(100)	1 903(72)	441(17)	193(7)
2618CZ	L	2 003(100)	1 406(70)	441(22)	726(36)
3003CZ	W	8 848(100)	2 957(33)	433(5)	250(3)
3003CZ	L	5 550(100)	2 197(40)	295(5)	129(2)
4032CZ	W	2 509(100)	1 013(40)	517(21)	143(6)
4032CZ	L	2 051(100)	1 150(56)	345(17)	163(8)
5254Y4	W	3 342(100)	1 615(48)	236(7)	83(2)
5254Y4	L	926(100)	660(71)	395(44)	84(9)
6063RZ	W	582(100)	141(24)	122(21)	188(32)
6063RZ	L	352(96)	174(47)	217(59)	368(100)
7075R	W	1 378(100)	788(57)	410(30)	182(13)
7075R	L	1 903(100)	1 150(72)	293(15)	127(7)
7075CS	W	1 165(100)	938(81)	182(16)	72(6)
7075CS	L	647(100)	619(96)	184(28)	83(13)
8009SPR	W	622(100)	210(34)	117(19)	83(13)
8009SPR	L	2 796(100)	293(10)	146(5)	44(2)
8009RSR	W	983(100)	131(13)	51(5)	39(4)
8009RSR	L	2 207(100)	183(8)	47(2)	40(2)

表 5 常见铝合金经深冷处理后
某些衍射面峰值增强的总结

Table 5 Increment of XRD peak intensity at
some crystal planes in aluminum alloys
after cryogenic treatment

Alloy	Crystal planes			
	(111)	(200)	(311)	(220)
1230R		Obvious		
2017CZ		Obvious		
2024CZ	General	Obvious		
2618CZ			General	Obvious
3003Y4		General		
4032CZ		Obvious		General
5254Y4		Obvious	Obvious	General
6063RZ		Obvious	Obvious	Obvious
7075R	Obvious			
7075CS	Obvious	General	General	
8009SPR	Obvious			
8009RSR	Obvious			

表 6 几种铝合金二次深冷处理后的
X 射线衍射峰值的变化

Table 6 Change of diffraction peak intensity
of some crystal planes in aluminum alloys after
twice cryogenic treatment

Alloy & state	Absolute intensity (Relative intensity/%)			Remark
	(111)	(200)	(311)	
1230R L2	4 340(100)	4 290(99)	1 106(25)	(200) decrease
7075R L2	1 661(100)	1 247(75)	262(16)	(200) increase
8009SPR L2	4 735(100)	302(6)	215(5)	(111) increase
8009RSR L2	1 675(100)	138(8)	45(3)	No change

相变,即残余奥氏体转变为马氏体。铝合金在低温下不存在相变问题,在金相照片中没有发现晶粒明显的细化现象,因此对于铝合金深冷处理的机理仅是一个初步探讨。

3.1 深冷处理过程中体积收缩效应

热胀冷缩是固体物质的共性,由固态物质的物态方程 $\alpha = -V^{-1}(\partial V/\partial T)_p$ (α 为膨胀系数, V 为体积, T 为温度)可知,温度变化将导致体积的变化: $V_T = V_0 e^{\alpha(T-T_0)}$ 。例如纯铝的 α 为 $68.1 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$,温度下降 200 K 时引起纯铝的体积收缩率为 1.37%。体积收缩必将对材料的组织结构,乃至性能产生以下影响。

1) 体积收缩可以使材料内的部分缺陷如空位和微孔得到弥合。对于粉末冶金和喷射沉积等一些非完全致密材料来说,这种体积收缩还有利于提高材料致密度。广西大学高英俊,吴伟明等人在研究低温下含 Zn, Ag, Sc 的 8090 合金正电子寿命谱时,发现合金在低温下空位浓度明显下降^[8, 9]。

2) 晶格产生收缩,当晶体的晶格产生收缩时,由于原子间距减少,根据 Peirls-Nabarro 公式可知,位错滑移阻力必将增大。

3) 体积收缩时,材料内部将产生很大的内应力,可以诱发大量的位错。

4) 根据位错平衡浓度公式可知,空位的平衡浓度对温度的变化很敏感,因而在深冷处理过程中,材料内空位的浓度程度高时,就可以汇集空位盘,并转变为棱柱位错,阻碍位错的滑移。

5) 材料体积和晶格收缩必将导致内能的升高,还可以促进沉积相的析出,这和钢铁材料在马氏体基体上析出弥散碳化物而强化材料的性能的原理是一样的^[10]。

以上这些变化都有利于提高材料的强度。

3.2 深冷处理过程中的晶粒转动效应

深冷处理过程中的体积收缩效应,实际上是所有深冷处理材料的一个共性。实验结果表明,在深冷处理过程中并不是所有铝合金强度性能都能提高,这给深冷处理的机理研究带来难题。为了解决这个矛盾,本研究提出了深冷处理过程中晶粒转动效应。所谓晶粒转动是指材料在深冷处理过程中由于体积收缩使得材料内部产生了大量的位错和亚晶等,在深冷回复过程中铝合金产生了回复再结晶,铝合金的晶粒发生转动,择优取向形成了再结晶组织。这种深冷处理使得铝合金晶粒发生偏转,择优取向,当这种晶粒取向有利于阻碍在位错滑移时,材料的强度性能得以提高,这就是深冷处理中晶粒转动效应。

4 结论

本论文采用了在 -193°C 长时间保温,缓慢升温到 150°C 的深冷处理工艺,对 1~8 系的 12 种常用铝合金进行深冷处理。研究发现:

1) 深冷处理可以提高 1230, 2017, 2024, 3003, 4032, 7075 和 8009 合金的室温拉伸强度,但其塑性有所下降;对 2618 和 5254 合金的室温力学性能影响不大;对 6063 合金反而降低其室温拉伸强度,提高了其塑性。

2) 二次深冷处理可以进一步提高热挤压态 7075 合金和喷射沉积+热挤压态 8009 耐热铝合金的室温抗拉强度、屈服强度和硬度,而粉末固结+热挤压态 8009 耐热铝合金的室温力学性能较一次深冷处理的变化不大;但对于 1230 工业纯铝二次深冷处理后室温屈服强度较一次深冷处理有所下降。

3) 深冷处理可以明显的提高耐热铝合金 8009 的高温的抗拉强度和屈服强度。

4) 深冷处理引起了铝合金的 X 射线衍射峰值的强度明显的变化。

[REFERENCES]

- [1] Owaku S. Cryogenic treatment [J]. Heating Treatment, (in Japanese), 1999, 39(1): 12-13.
- [2] Kamody D J. Using deep cryogenic to advanced [J]. Materials and Processes, 1999, 6: H67-69.
- [3] LI Wenxian(黎文献), GONG Haoran(龚浩然), BO Zhenhai(柏振海), et al. 金属的深冷处理 [J]. Materials Review(材料导报), 2000, 14(3): 16-18.

- [4] LI Huan(李 寰), LI Jia-bao(李家宝), SUN Li-zhi(孙立志) et al. 低温处理对 $\text{SiC}_p/6061\text{Al}$ 复合材料残余应力的影响 [J]. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报), 1996, 32(12): 1279–1284.
- [5] TANG Guang-ping(汤光平) and HUANG Wen-rong(黄文荣). 循环热处理对铝合金性能和组织结构的影响 [J]. *Metal Heating Treatment*(金属热处理), 1998, 5: 36–38.
- [6] CONG Ji-yuan(从吉远). 提高铜铬触头电寿命的研究 [J]. *Metal Heating Treatment*(金属热处理), 1999, 11: 27–29.
- [7] CHEN Ding(陈 鼎). 铝合金的深冷处理 [D]. Changsha: Central South University of Technology. 2000.
- [8] GAO Ying-jun(高英俊), WU Wei-ming(吴伟明), FENG Guan-zhi(冯冠之), et al. 低温下含 Zn, Ag 或 Sc 的 8009 合金正电子寿命谱分析 [J]. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报), 1995, 31(2): B91–96.
- [9] WU Wei-ming(吴伟明), GAO Ying-jun(高英俊), FENG Guan-zhi(冯冠之), et al. Al-Li 基合金中缺陷和电子密度的正电子寿命谱研究 [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报), 1997, 7(4): 123–126.
- [10] Owaku S. Cryogenic treatment [J]. *Heating Treatment*, (in Japanese), 1981, 21(1): 44.

Cryogenic treatment of Al and Al alloys

CHEN Ding, LI Wen-xian

(Department of Materials Science and Engineering, Central South University,
Changsha 410083, P. R. China)

[Abstract] The effect of cryogenic treatment on the microstructure and properties of twelve kinds of commercial Al alloys at -193°C for 24 h was investigated preliminary. The results show that cryogenic treatment can improve the room temperature strength of 1230, 2017, 2024, 3003, 4032, 7075 and 8009 alloy but reduce the ductility of these alloys; there is not obvious change in 5254 and 2618 alloy; the room temperature strength of 6063 alloy is decreased but the ductility improved. The XRD crystallograms before and after cryogenic treatment of these alloys were studied. It reveals that the cryogenic treatment can change the diffraction peak intensity of some crystal planes in these alloys. Finally, the effect of cryogenic treatment on the elevated temperature properties of 8009 alloy at 350°C and the effect of twice cryogenic treatment on the properties of 1230, 7075 and 8009 alloy were investigated. Mechanism of cryogenic treatment of Al alloys was discussed with volume shrinkage and crystal plane turn.

[Key words] Al alloys; cryogenic treatment; turn of crystal plane

(编辑 何学锋)