

深冷处理对超低温轧制 2524 铝合金板材组织及性能的影响

谢尚恒^{1,2} 孙有平^{1,2,3} 何江美^{1,2,3} 朱嘉欣^{1,2} 方德俊^{1,2}

(1.广西科技大学机械与汽车工程学院;2.广西土方机械协同创新中心;3.广西汽车零部件与整车技术重点实验室)

摘 要 采用光学显微镜(OM)、X 射线衍射仪(XRD)、扫描电镜(SEM)和电子万能试验机研究了深冷处理对超低温轧制 2524 铝合金轧制板材显微组织和力学性能的影响。结果表明,深冷处理后 2524 铝合金中第二相主要沿晶界分布,数量增多,主要为 S-Al₂CuMg 相和 θ -Al₂Cu 相。与轧制板材相比,深冷处理后板材的组织极密度均有提升,呈现先增加后降低的趋势,在深冷处理 9 h 时达到了峰值。经深冷处理 6 h 后板材的抗拉强度和伸长率分别为 490 MPa 和 6.35%。同时该深冷条件下,试样的断裂模式主要表现为韧性断裂。

关键词 铝合金;深冷处理;显微组织;组织;力学性能

中图分类号 TG146.21;TG156.91

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.03.026

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Effects of Cryogenic Treatment on Microstructure and Properties of Cryogenic Rolling 2524 Aluminum Alloy Plate

Xie Shangheng^{1,2}, Sun Youping^{1,2,3}, He Jiangmei^{1,2,3}, Zhu Jiaxin^{1,2}, Fang Dejun^{1,2}

(1. School of Mechanical and Automotive Engineering, Guangxi University of Science and Technology;
2. Guangxi Earthmoving Machinery Collaborative Innovation Center;
3. Guangxi Key Laboratory of Automobile Components and Vehicle Technology)

Abstract: Effect of cryogenic treatment on microstructure and mechanical properties of cryogenic rolling 2524 aluminum alloy plate was investigated by means of optical microscope, X-ray diffraction(XRD), scanning electron microscopy(SEM) and electronic universal testing machine. The results indicate that secondary phases are mainly distributed along the crystal boundary with increasing amounts after cryogenic treatment, which is mainly composed of S-Al₂CuMg phase and θ -Al₂Cu phase. Compared with the rolled plate, the texture pole density of the plate is increased after cryogenic treatment, presenting a trend of increasing firstly and then decreasing, which reaches a peak value at 9 h. The desirable tensile strength and elongation of the plate are achieved after cryogenic treatment for 6 h, which are 490 MPa and 6.35%, respectively. Meanwhile, the fracture mode is dominated by ductile fracture under the cryogenic condition.

Key Words: Aluminum Alloy, Cryogenic Treatment, Microstructure, Texture, Mechanical Properties

2xxx 系铝合金具有密度低、比强度高以及成形性好等特点,在航天航空、交通、电子 3C 等工业领域都有着不可替代的作用^[1]。近些年来,相关领域的迅速发展对铝合金材料的需求更加旺盛,市场前景更加广阔,所以通过探索新工艺从而获得性能更为优异的铝合金具有积极的意义。

深冷处理(Cryogenic treatment)是在超低温(一般

低于-100℃)条件下对材料进行处理的一种工艺方法^[2]。该工艺使材料在低温环境下微观组织结构发生了改变,有利于材料力学性能以及使用寿命的提高^[3]。国内外研究者^[4-9]研究了深冷处理对 2xxx、4xxx、5xxx、6xxx 和 7xxx 系铝合金的力学性能及微观组织的影响,发现深冷处理能有效改善合金的强度及伸长率,促进第二相的析出并且细化晶粒。ARAGHCHI M 等^[10]、刘

收稿日期:2022-06-20;修改稿日期:2022-07-12
基金项目:中央引导地方科技发展专项资助项目(桂科 ZY21195053);广西高等学校高水平创新团队资助项目(桂教师范[2019]52 号);柳州市科技计划资助项目(2021CBA0102);广西研究生教育创新计划资助项目(YCSW2021323)
第一作者简介:谢尚恒,男,1997 年出生,硕士研究生,广西柳州(545006),E-mail:894169019@qq.com
通信作者:孙有平,男,1979 年出生,教授,广西柳州(545006),E-mail:syptaiji@126.com
引用格式:谢尚恒,孙有平,何江美,等. 深冷处理对超低温轧制 2524 铝合金板材组织及性能的影响[J]. 特种铸造及有色合金,2023,43(3):420-424.
XIE S H, SUN Y P, HE J M, et al. Effects of cryogenic treatment on microstructure and properties of cryogenic rolling 2524 aluminum alloy plate[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(3):420-424.

轩之等^[11]发现深冷处理有利于铝合金尺寸稳定性及断裂韧度的提高,并且能显著降低铝合金因加工产生的残余应力。但是也有研究指出,深冷处理对 2xxx 系等铝合金力学性能的提升很小^[12-14]。

综上,国内外对 2xxx 铝合金微观组织演变及强化机理仍有分歧,因此探究深冷处理诱使铝合金性能变化背后的机制仍具有一定的积极意义。

1 试验材料及方法

采用 2524 铝合金铸锭,其成分为 Al-4.5Cu-1.5Mg-0.6Mn-0.2Ti-0.1Er(质量分数,下同)。轧制之前对其进行 485 ℃×10 h 均匀化处理。然后在 10 s⁻¹ 应变速率下将 14 mm 板材经两道次热轧到 4 mm,再进行 475 ℃×40 min 固溶处理,随后进行超低温轧制。超低温轧制每道次轧制压下量约为 10%,轧制前板材需要在液氮中冷却 20 min,最终轧制至 2 mm 厚。将超低温轧制后板材放置于-196 ℃的液氮罐内进行深冷处理,分别保温 0.6、9、12、24 和 36 h 后迅速取出并恢复至室温,并分别命名为 CT0h、CT6h、CT9h、CT12h、CT24h 和 CT36h。

试样沿轧制方向获取,经磨抛处理后,选用 DMI3000M 型光学显微镜观察显微组织,腐蚀剂选用 Keller 试剂(2 mL 的 HF+3 mL 的 HCl+5 mL 的 HNO₃+190 mL 的 H₂O),腐蚀时间为 90 s。拉伸试验选用 ETM105D 型电子万能试验机,采用 Smartlab 型 X 射线衍射仪对物相及织构进行检测,Cu 靶射线为 40 kV,扫描角度为 10°~90°,扫描速度为 2°/min。采用 Sigma 场发射扫描电镜观察深冷处理后板材的显微组织和断口形貌并进行能谱分析。

2 试验结果与分析

2.1 力学性能

图 1 为经过不同时长深冷处理后 2524 铝合金板材的应力-应变曲线。表 1 为不同深冷处理时间下 2524 铝合金的力学性能。由图 1 和表 1 可知,对 2524 铝合金合金进行 0~36 h 的深冷处理后,合金抗拉强度(σ_b)呈现先增加后减小的趋势。其中,在深冷处理 6 h 时抗拉强度达到峰值,为 490 MPa,原因可能在于深冷处理导致合金内部体积收缩和晶粒旋转,基体中的空位和微孔收缩,从而提高了材料的性能^[15]。同时,当这种晶粒取向有利于阻碍位错滑移时,材料的强度会有所提高^[16]。而随着深冷时间延长,合金的抗拉强度有下降的趋势。伸长率(δ)基本呈先增加后减小的趋势,在深冷处理 6 h 时伸长率达到 6.35%,比未经过深冷处理的

板材提高了 50.5%。其余深冷处理时长下试样的伸长率较超低温轧制板材变化不大。研究表明,在低温下如果 FCC 晶体在不改变晶格结构的情况下激活位错运动,那么材料的延展性会增加或保持^[7]。

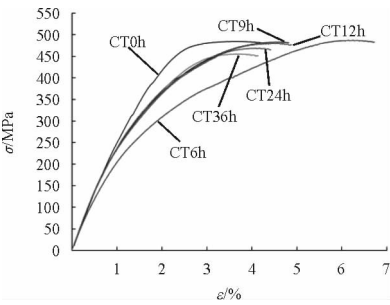


图 1 不同深冷处理时间下合金的应力-应变曲线
Fig.1 Stress-strain curves of the alloys for different cryogenic duration

表 1 不同深冷处理时间下 2524 铝合金的力学性能
Tab.1 Tensile performance of 2524 aluminum alloy for different cryogenic durations

试样	σ_b /MPa	δ /%
CT0h	483	4.22
CT6h	490	6.35
CT9h	483	4.67
CT12h	479	4.74
CT24h	469	4.30
CT36h	456	4.12

X 射线衍射图谱中峰的角位置和强度揭示了晶体结构的信息,对衍射峰展宽的详细分析可以提供微应变(ϵ_x)和晶粒尺寸(d)的信息,而峰的展宽一般用半高宽(FWHM)来表示,即强度为最大强度的 50% 的衍射峰的宽度。研究表明,XRD 衍射峰半高宽数值会随着晶粒细化和微观应力而增加^[17-18]。

通过 Williamson-Hall 法^[18-19],得到 XRD 谱峰半高宽(β)计算试样的晶粒尺寸 d 和微应变 ϵ_x 关系为:

$$\beta \cos \theta / \lambda = 2 \epsilon_x \sin \theta / \lambda + 1 / d \tag{1}$$

式中, θ 为布拉格角; λ 为 Cu K α 辐射的波长; ϵ_x 为微应变; d 为晶粒的平均尺寸。由式(1)得出的 $\beta \cos \theta / \lambda$ 与 $2 \sin \theta / \lambda$ 的图称为 WH 图(见图 2)。可以看出,如果将

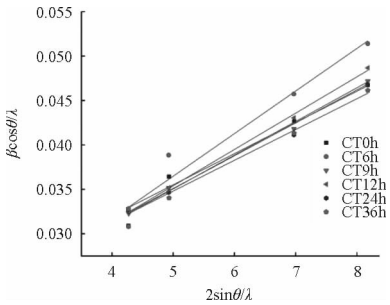


图 2 不同深冷处理时间后 2524 铝合金的 Williamson-Hall 图
Fig.2 The Williamson-Hall plots of 2524 aluminum alloy plate for different cryogenic durations

WH 图中的数据点拟合成一条直线,其斜率与微应变 ϵ_x 有关,截距的倒数与晶粒尺寸 d 有关。

计算得到的晶格应变、晶粒尺寸和位错密度数值见表 2。

位错强化与位错密度的关系为:

$$\Delta\sigma_D = \alpha MG b \rho^{1/2} \tag{2}$$

式中, $\alpha=0.3$ 为常数; $M=3$ 为泰勒因子; $G=27\text{ GPa}$ 为剪切模量; b 为柏氏矢量, $0.286\text{ nm}^{[20]}$ 。通过计算,得到不同深冷处理时长后板材位错强化数值见表 3。可以看出,超低温轧制 2524 板材深冷处理前后位错强化的效果几乎不变,表明深冷处理并未通过位错强化的作用

使超低温轧制板材力学性能提升。

表 2 不同深冷处理时间后 2425 铝合金的微应变、晶粒尺寸和位错密度

Tab.2 Micro-strain, grain size, and dislocation density of 2425 aluminum alloy for different cryogenic durations			
深冷处理时长/h	微应变 $\epsilon_x/\%$	晶粒尺寸/nm	位错密度/ m^{-2}
0	0.379	62.111 801 24	$1.482\ 77\times10^{15}$
6	0.479	79.872 204 47	$1.457\ 29\times10^{15}$
9	0.370	60.313 630 88	$1.490\ 71\times10^{15}$
12	0.409	66.800 267 20	$1.487\ 83\times10^{15}$
24	0.353	57.636 887 61	$1.488\ 27\times10^{15}$
36	0.346	57.208 237 99	$1.469\ 69\times10^{15}$

表 3 不同深冷处理时间下 2524 铝合金的位错强化

Tab.3 Dislocation reinforcement of 2524 aluminum alloy for different cryogenic durations						MPa
$\Delta\sigma_D$						
CT0h	CT6h	CT9h	CT12h	CT24h	CT36h	
267.613 868 4	265.305 341 6	268.329 979 8	268.070 254 7	268.110 094 1	266.431 050 0	

2.2 显微组织

图 3 为不同深冷处理时间下 2524 铝合金的显微组织与 EDS 分析。图 3a 为未经过深冷处理的超低温轧制 2524 铝合金板材轧面显微组织形貌。可以看出,沿轧制方向晶粒被拉长,大部分晶粒形态为宽带状,少量第二相粒子沿晶界不均匀分布。图 3b~图 3f 为不同

时间深冷处理后合金板材的微观形貌。板材经深冷处理 6 h(图 3b)后,晶粒形态并未发生显著变化。但是晶界上第二相粒子大量析出,沿轧制方向呈现链状分布,原因可能是在降温及低温保温过程中,晶格收缩导致溶质原子的过饱和度加大并且空位的平衡浓度进一步降低,从而促进溶质原子的析出。深冷处理 9 h 后,部分

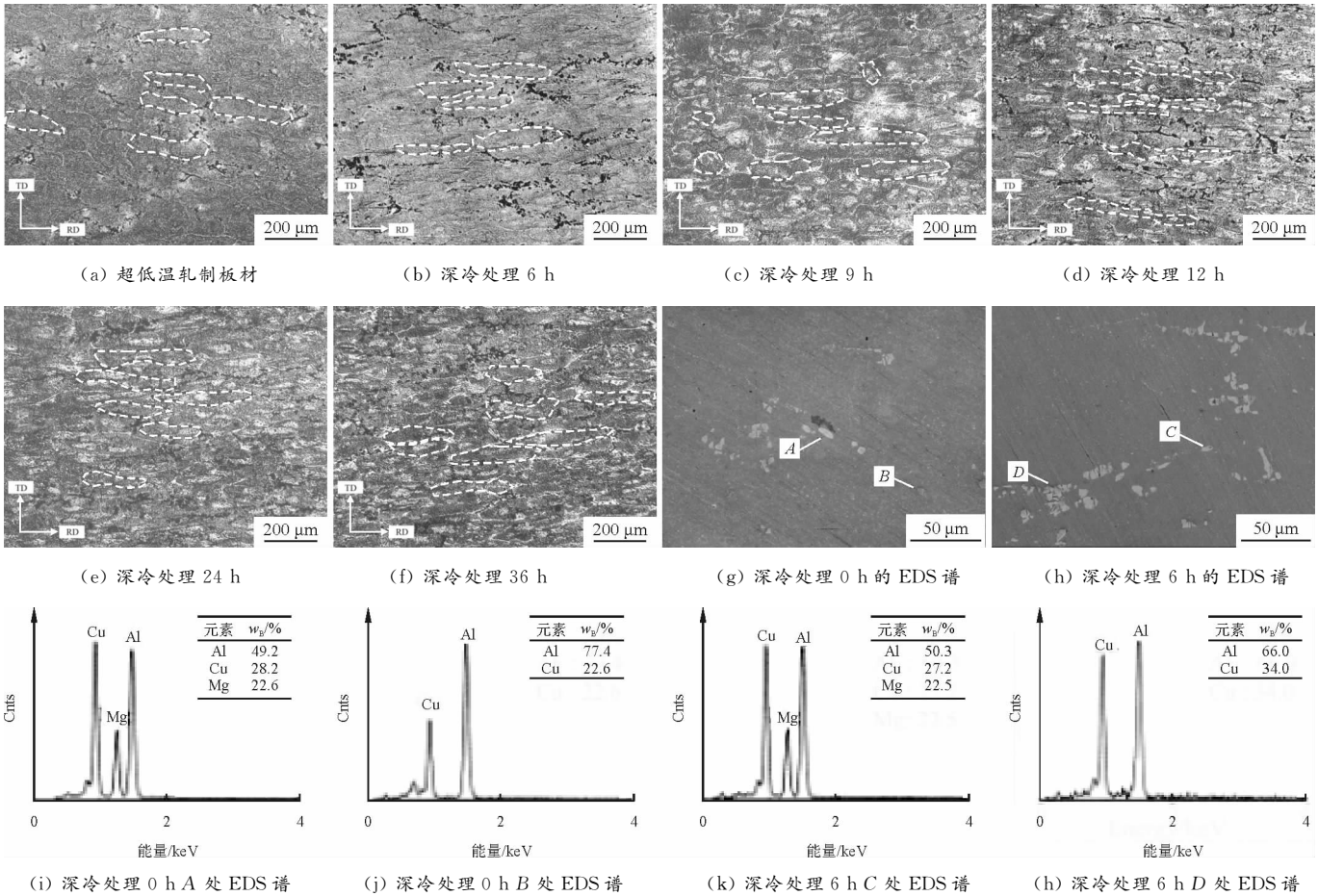


图 3 不同深冷处理时间下 2524 铝合金的显微组织和 EDS 谱

Fig.3 Microstructure and EDS spectra of 2524 aluminum alloy for different cryogenic durations

晶粒长大,晶粒形态呈现宽带状,少部分呈现不规则形状,而第二相粒子数量较深冷处理处理 6 h 有所减少。深冷处理时长增加到 12、24、36 h 后,晶粒尺寸与晶粒形态相比较于未经深冷处理试样变化不明显,但是第二相粒子均有所增多。深冷处理过程中晶格收缩促使铝合金的微观结构积累更多的弹性应变能,在后续的升温过程中这些能量可以为第二相的析出提供驱动力^[21]。结合图 4 的 XRD 图谱可知,深冷处理后 2524 合金中析出相主要是 S-Al₂CuMg 相、 θ -Al₂Cu 相。由能谱分析(图 3g 和图 3h)可知,深冷处理后 2524 铝合金板材的析出相种类并未发生变化,主要为S-Al₂CuMg相、 θ -Al₂Cu 相,这与 XRD 物相测试结果一致。结合位错强化对深冷处理后超低温轧制板材性能提升的贡献不大,判断深冷处理后板材性能提升的原因可能在于第二相强化。

可以看出,未经过深冷处理的超低温轧制板材和深冷处理后的板材主要物相有 α -Al 相、S-Al₂CuMg相和 θ -Al₂Cu 相。当深冷处理时长为 6、9、24 和 36 h 时,Al 峰强度较超低温轧制板材均有所降低,其中在深冷处理 6 h 后, α -Al 峰强度达到最低。而在深冷处理 12 h 时, α -Al 峰强度较其他试样显著增强。

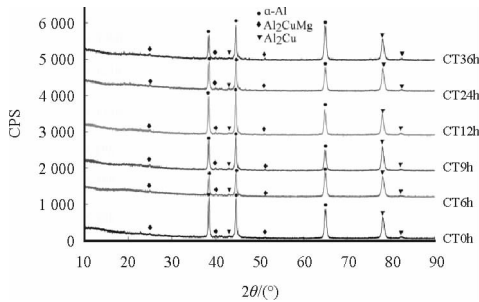


图 4 不同深冷处理时间下 2524 铝合金的 X 射线衍射图谱
Fig.4 X-ray patterns of 2524 aluminum alloy for different cryogenic durations

2.3 织构分析

图 5 为不同深冷处理时间后板材的织构极密度。可以看出,深冷处理后合金板材的织构极密度较未深冷处理试样均有所提升。随着深冷处理时间延长,板材织

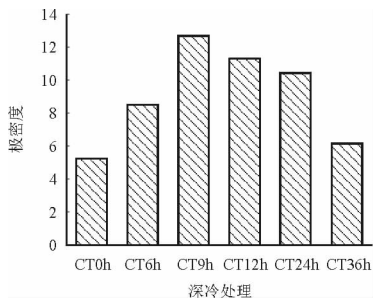


图 5 不同深冷处理时间后 2524 铝合金的织构极密度
Fig.5 Texture pole density of 2524 aluminum alloy for different cryogenic durations

构极密度呈现先增加后降低的趋势。其中在深冷处理 9 h 时板材的织构极密度达到最大值。

图 6 为未经过深冷处理和深冷处理 6 h 后 2524 铝合金的(111)、(200)和(220)3 个晶面的极图。不同工艺使织构强度发生了变化,织构极密度提高,宏观上可以认为板材的各向异性增大。陈鼎等^[13]从晶格的角度出发,提出了晶粒转动理论,认为在深冷处理过程中铝合金会发生晶粒偏转,择优取向,从而导致织构极密度增大^[21]。

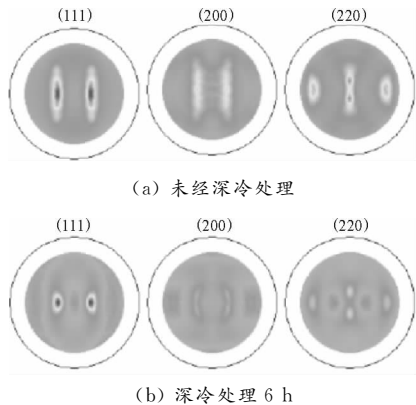


图 6 未经深冷处理和深冷处理 6 h 后 2524 铝合金的(111)、(200)和(220)晶面的极图
Fig.6 Polar diagrams of (111), (200) and (220) crystal planes of 2524 aluminum alloy before and after cryogenic treatment for 6 h

图 7 为不同工艺板材晶体取向分布函数 ODF (Orientation distribution function)图。可见经过深冷处

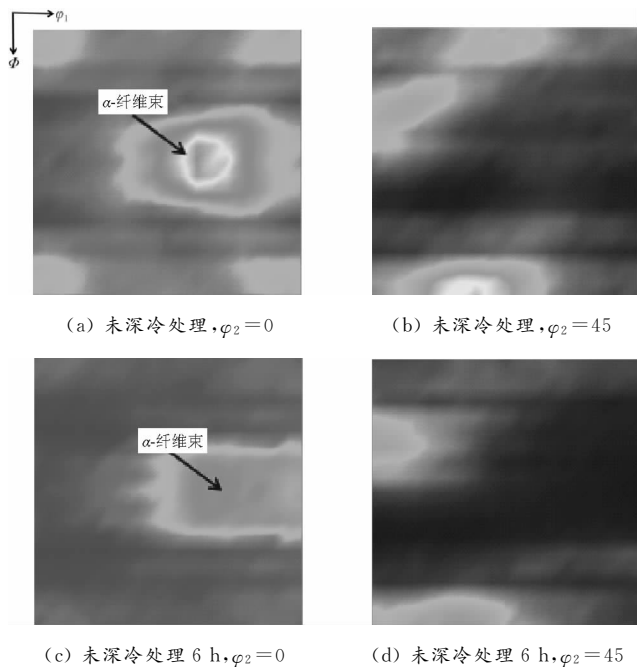
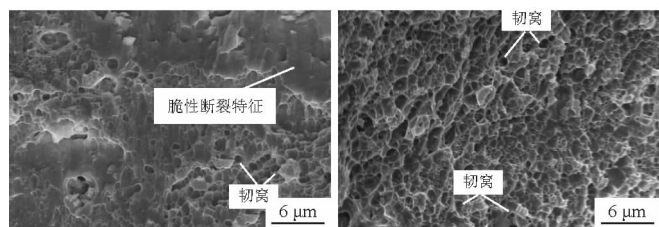


图 7 未经深冷处理和深冷处理 6 h 后 2524 铝合金板材的 ODF 图
Fig.7 ODF figures of 2524 aluminum alloy plate before and after cryogenic treatment for 6 h

理 6 h 后,合金板材的组织类型与未深冷处理的合金板材相比并未发生变化,可以看出组织类型均为 α 组织^[22]。

2.4 断口形貌

不同深冷处理下合金的拉伸断口形貌见图 8。可以看出,未经深冷处理的试样与深冷处理后的试样的断口表面都具有明显的等轴韧窝。但未经深冷处理的试样韧窝少而浅(图 8a),且存在明显的脆性断裂平台,表明其断裂模式为脆性断裂为主的混合断裂。经深冷处理 6 h 后试样的韧窝多而密(见图 8b),未发现解理台阶和撕裂棱等脆性断裂特征,韧性断裂区域所占比例较大,塑性较未处理试样高,表明其主要断裂模式为韧性断裂。深冷处理使断口中的大面积平整区域减少,细小的断裂韧窝逐渐增多,韧性逐渐改善,这与文献[9]的研究结果一致。



(a) 未经深冷处理

(b) 深冷处理 6 h

图 8 未经过深冷处理和深冷处理 6 h 后 2425 铝合金板材拉伸断口形貌

Fig.8 SEM images of fracture surface of 2524 aluminum alloy plates before and after cryogenic treatment

3 结 论

(1)经深冷处理后,超低温轧制 2524 铝合金板材第二相粒子沿晶界分布,数量增加,主要为 $S-Al_2CuMg$ 相和 $\theta-Al_2Cu$ 相。

(2)2524 铝合金超低温轧制板材经深冷处理后,板材的组织极密度增强,并且呈现先升高后降低的趋势,在深冷处理 9 h 时板材组织极密度达到最大值。深冷处理 6 h 后组织类型相比较于未经过深冷处理的试样没有改变,均为 α 组织。

(3)在深冷处理 6 h 时 2524 合金达到了最优的综合力学性能,抗拉强度和伸长率分别达到了 490 MPa 和 6.35%。同时该深冷条件下合金拉伸断口出现了大量的韧窝,表明其主要断裂模式为韧性断裂。

参 考 文 献

[1] 杨守杰,戴圣龙.航空铝合金的发展回顾与展望[J].材料导报, 2005 (2): 76-80.
[2] WENG Z, LIU X, GU K, et al. Modification of residual stress and microstructure in aluminum alloy by cryogenic treatment[J]. Materials Science and Technology, 2020, 36(14): 1 547-1 555.
[3] SONAR T, LOMTE S, GOGTE C. Cryogenic treatment of metal-A review[J]. Materials Today: Proceedings, 2018, 5(11): 25 219-

25 228.

[4] 徐苏强. 深冷预处理对 2024-T351 铝合金组织性能及激光喷丸强化效果的影响[D].江苏镇江:江苏大学, 2017.
[5] ARAGHCHI M, MANSOURI H, VAFAEI R. Influence of cryogenic thermal treatment on mechanical properties of an Al-Cu-Mg alloy[J]. Materials Science and Technology, 2018, 34(4): 468-472.
[6] 田振乾,魏坤霞,魏伟,等.深冷处理铝硅合金的微观组织与力学性能[J].金属热处理, 2017, 42(2): 54-58.
[7] PARK D H, CHOI S W, KIM J H, et al. Cryogenic mechanical behavior of 5000 and 6000 series aluminum alloys: Issues on application to offshore plants[J]. Cryogenics, 2015, 68: 44-58.
[8] SONIA P, VERMA V, SAXENA K K, et al. Effect of cryogenic treatment on mechanical properties and microstructure of aluminum 6082 alloy[J]. Materials Today: Proceedings, 2020, 26: 2 248-2 253.
[9] 袁焕,尚林伟,王向杰.轧制态 7075 铝合金深冷处理工艺研究[J].热加工工艺, 2016, 45(10): 202-204.
[10] ARAGHCHI M, MANSOURI H, VAFAEI R, et al. A novel cryogenic treatment for reduction of residual stresses in 2024 aluminum alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2017, A689: 48-52.
[11] 刘轩之,翁泽钜,王凯凯,等.深冷处理对 7050 铝合金尺寸稳定性及断裂韧性的影响[J].金属热处理, 2019, 44(9): 103-107.
[12] WANG Y, JIANG Z. Dynamic compressive behavior of selected aluminum alloy at low temperature[J]. Materials Science and Engineering, 2012, A553: 176-180.
[13] 陈鼎,黎文献.深冷处理下铝和铝合金的晶粒转动[J].中南工业大学学报(自然科学版), 2000(6): 544-547.
[14] CHEN P, MALONE T, BOD R, et al. Effects of cryogenic treatment on the residual stress and mechanical properties of an aerospace aluminum alloy[C]//AMPET Conference, 2000.
[15] CHAANTHINI M K, GOVINDARAJU M, ARUL S. Effect of cryogenic treatment on mechanical properties of aluminum alloy AA2014[J]. Journal of the Institution of Engineers, 2020, D101 (2): 265-270.
[16] 陈鼎,黎文献.铝和铝合金的深冷处理[J].中国有色金属学报, 2000 (6): 891-895.
[17] 董学光,王眉眉,韦绍林,等.3004 铝合金晶格和组织演化的原位 X 射线衍射研究[J].材料科学与工艺, 2022, 30(2): 91-96.
[18] WILLIAMSON G K, HALL W H. X-ray line broadening from fcc aluminum and wolfram[J]. Acta Metallurgica, 1953, 1(1): 22-31.
[19] ROODPOSHI P S, SARKAR A, MURTY K L, et al. Dislocation density evolution during creep of AZ31 Mg alloy: A study by X-ray diffraction line profile analysis[J]. Metallography, Microstructure and Analysis, 2015, 4(5): 337-343.
[20] LI X Y, XIA W J, YAN H G, et al. High strength and large ductility of a fine-grained Al-Mg alloy processed by high strain rate hot rolling and cold rolling[J]. Materials Science and Engineering, 2020, A787: 139 481.
[21] 刘轩之,顾开选,翁泽钜,等.铝合金深冷处理研究进展[J].材料导报, 2020, 34(3): 178-183.
[22] ROOHOLLAH J, MOHAMMAD R T. Effect of stacking fault energy on deformation texture development of nanostructured materials produced by the ARB process[J]. Materials Science and Engineering, 2014, A598: 263-276.

(编辑:栗万仲)