

# Al-Cu-Mg-Ag 耐热铝合金断续时效处理研究

Study on the Interrupted Aging Treatment of  
Al-Cu-Mg-Ag Heat-resistant Alloy

潘清林<sup>1,2</sup>, 刘晓艳<sup>1</sup>, 曹素芳<sup>1</sup>, 陆智伦<sup>1</sup>, 何运斌<sup>1</sup>

(1 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083; 2 中南大学  
有色金属材料科学与工程教育部重点实验室, 长沙 410083)

PAN Qing-lin<sup>1,2</sup>, LIU Xiao-yan<sup>1</sup>, CAO Su-fang<sup>1</sup>, LU Zhi-lun<sup>1</sup>, HE Yun-bin<sup>1</sup>

(1 School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha  
410083, China; 2 The Key Laboratory of Nonferrous Materials Science and Engineering  
(Ministry of Education), Central South University, Changsha 410083, China)

**摘要:** 采用维氏硬度测试、拉伸性能测试和透射电子显微分析技术,研究了断续时效处理对 Al-Cu-Mg-Ag 耐热铝合金组织与性能的影响。结果表明,较低的二次时效温度能够促进  $\theta'$  相的析出,抑制  $\Omega$  相的析出,降低合金强度,提高合金的伸长率;而较高的二次时效温度则会促进  $\Omega$  相的析出,抑制  $\theta'$  相的析出,细化  $\Omega$  相的尺寸,并且能够改善强化相在晶界的分布,从而提高合金的强度和伸长率。合金适宜的断续时效制度为  $185^{\circ}\text{C}/2\text{h}+150^{\circ}\text{C}/6\text{h}$ 。

**关键词:** Al-Cu-Mg-Ag 合金;耐热铝合金;断续时效;微观组织

**中图分类号:** TG146.21 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2012)11-0047-05

**Abstract:** The effects of the interrupted aging treatment on the microstructure and the properties of the Al-Cu-Mg-Ag alloy were studied by means of HV hardness tests, tensile testing and transmission electron microscopy (TEM), respectively. The results show that the lower secondary aging temperature for interrupted aging process accelerated the precipitations of  $\theta'$  but restrained the precipitations of  $\Omega$ . And correspondingly, it decreased the strength of the alloy and increased the elongation of the alloy. Whereas the higher secondary aging temperature accelerated the precipitations of  $\Omega$  and refined its size, but restrained the precipitations of  $\theta'$ , and it could also modify the distribution of the particles on the grain boundaries which led to the enhanced strength and elongation of the alloy. The suitable interrupted aging process for Al-Cu-Mg-Ag alloy was  $185^{\circ}\text{C}/2\text{h}+150^{\circ}\text{C}/6\text{h}$ .

**Key words:** Al-Cu-Mg-Ag alloy; heat-resistant alloy; interrupted aging; microstructure

Al-Cu-Mg 系耐热铝合金比如 2124, 2219 和 2618, 由于具有较高的强度和良好的耐热性能, 在航空航天领域被广泛应用<sup>[1-4]</sup>。随着航空航天技术的发展, 对铝合金材料工作温度的要求也越来越高。向高 Cu/Mg 比 Al-Cu-Mg 合金中添加 Ag 可改变合金的时效序列, 析出一种均匀细小弥散的耐热强化相—— $\Omega$  相, 此相可在  $200^{\circ}\text{C}$  以下长期存在而不发生聚集长大<sup>[5,6]</sup>。Al-Cu-Mg-Ag 新型合金有望满足超音速飞机的经济性及耐热性能要求, 是一种潜在的超音速飞机备选材料。

Al-Cu-Mg-Ag 系铝合金是一种时效强化合金, 通过对合金时效处理制度的改善能够使合金的性能大幅

度提高。第二相的种类、尺寸、数量及分布是影响合金性能最主要的因素, 这就决定了时效工艺是时效硬化型合金的重要研究内容之一。目前对 Al-Cu-Mg-Ag 合金时效制度的研究较少<sup>[7]</sup>。断续时效是 Lumley 等<sup>[8]</sup>在研究 Al-Cu-Mg-Ag 合金的抗蠕变性能时发现的。他们研究发现, 欠时效态合金在蠕变过程中, 强化相  $\theta'$  发生了二次析出, 这使得欠时效态合金的抗蠕变性能大大优于峰时效态合金。根据这一现象, CSIRO 公司发明了 T6I6 热处理技术<sup>[9]</sup>。T6I6 热处理工艺, 是指在合金时效过程中, 中断时效, 在低温 ( $25\sim 65^{\circ}\text{C}$ ) 下停留一段时间后再进行高温时效。目前这种热处理技术在  $7\times\times\times$  系合金中应用较为广泛<sup>[10-13]</sup>, 但是在

2×××系合金中应用较少<sup>[9,14]</sup>。采用 T6I6 技术虽然能够改善合金的性能,但是由于该时效工艺是三级时效,工艺复杂,并且中断时效后需在低温下长时间停留,工业生产周期长,成本较高。随后 CSIRO 公司对此工艺进行了改善,即先在高温下进行预时效处理,然后进行自然时效或在稍高于室温的条件下进行时效,该工艺称为 T6I4 工艺。采用 T6I4 工艺也可以获得与 T6I6 工艺相同的效果,并且减少了最后一步高温时效过程,简化了工艺程序。

虽然采用 T6I4 技术可以简化工艺程序,但是由于二次时效是在低温下进行,二次时效时间较长。张坤等<sup>[14]</sup>首次尝试提高合金的二次时效温度,发现较高的二次时效温度也能够保证合金强度的同时,提高合金的塑性,并且可以缩短生产周期,降低成本。为此,对这种新型时效工艺的研究对于提高合金性能、降低工业生产成本具有重要意义。本工作较为系统研究了 Al-Cu-Mg-Ag 合金的断续时效工艺,并从时效动力学角度探讨了二次时效温度对合金组织与性能的影响,优化了该系合金的断续时效工艺制度。

1 实验

采用工业纯 Al,Mg 和 Ag 以及 Al-Cu,Al-Mn 和 Al-Zr 中间合金,通过铸锭冶金方法制备了 Al-5.3Cu-0.8Mg-0.5Ag-0.3Mn-0.15Zr(质量分数/%)合金铸锭。将铸锭于 500℃ 均匀化处理 24h 后铣去表面,然后在 460℃ 下保温 2h 后将热轧至 6mm,经中间退火后再冷轧至 3mm。试样在 515℃ 下固溶处理 1.5h、水淬,之后进行时效处理。

合金的断续时效工艺采用高温预时效+低温或高温二次时效。该时效制度有四个参数:预时效温度  $T_1$ 、预时效时间  $t_1$  和二次时效温度  $T_2$  和时间  $t_2$ 。这里将预时效温度固定为 185℃,主要研究了预时效时间、二次时效温度和二次时效时间对 Al-Cu-Mg-Ag 合金组织与性能的影响。

合金的室温力学性能测试在 CSS-44100 电子万能材料试验机上进行,拉伸速率为  $10^{-3}$ /s。在 401MVDTM 数显显微维氏硬度计上进行硬度测试,每个试样取 5 次测量的平均值。用 TECNAI G2 20 电镜上进行微观组织观察,加速电压为 200kV。透射电镜样品经机械预减薄后双喷穿孔而成,电解液为 33.3%  $HNO_3$  甲醇溶液,减薄温度为 -20℃。

2 实验结果

图 1 给出了合金经 515℃/1.5h 固溶淬火处理后,在不同时效制度下硬度随时效时间的变化曲线。由图 1 (a)可见,当二次时效温度为 65℃,预时效时间为 0.5h 时,合金的硬化速率很低,时效进行 1500h 后,硬度值仍然没有达到峰值,这说明二次时效温度较低时,预时效时间不能过短;当预时效时间延长至 1h 和 2h 时,合金硬度大幅度提高,分别在 600h 和 900h 后达到峰值,二者峰值硬度相差不大,到达峰值后,硬度都保持在较高水平,但均低于 T6(185℃/4h)态峰值硬度。提高二次时效温度至 150℃时(图 1 (b)),合金硬度明显增大,随预时效时间的延长,合金到达峰值的时间越来越短,分别为 24,14,6h,但合金的峰值硬度相差不大,与 T6 态峰值硬度相当。

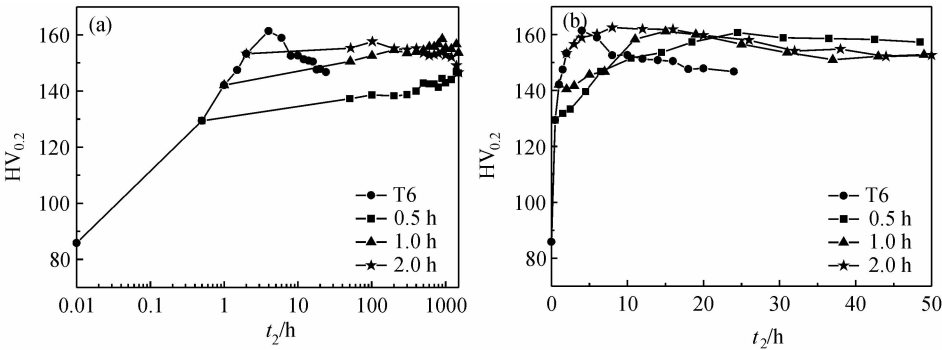


图 1 合金在不同二次时效温度下的时效硬化曲线 (a)65℃;(b)150℃  
Fig. 1 Age hardening curves for Al-Cu-Mg-Ag alloy aged at different second aging temperatures (a)65℃;(b)150℃

图 2 给出了合金经不同时效制度处理后的拉伸力学性能曲线。从图中可以看出,合金的抗拉强度和屈服强度变化趋势一致。二次时效温度为 65℃时,合金

的强度均较低。预时效时间为 0.5h 时,合金的强度最小,抗拉强度为 417MPa,屈服强度为 340MPa,伸长率为 17.2%。随着预时效时间的延长,合金强度逐渐增

大,伸长率逐渐减小。二次时效温度升高到 150℃时,合金强度增大,伸长率略有降低。预时效时间为 0.5,

1h,2h 时,合金抗拉强度分别为 511,498,518MPa,屈服强度分别为433,428,436MPa,伸长率分别为

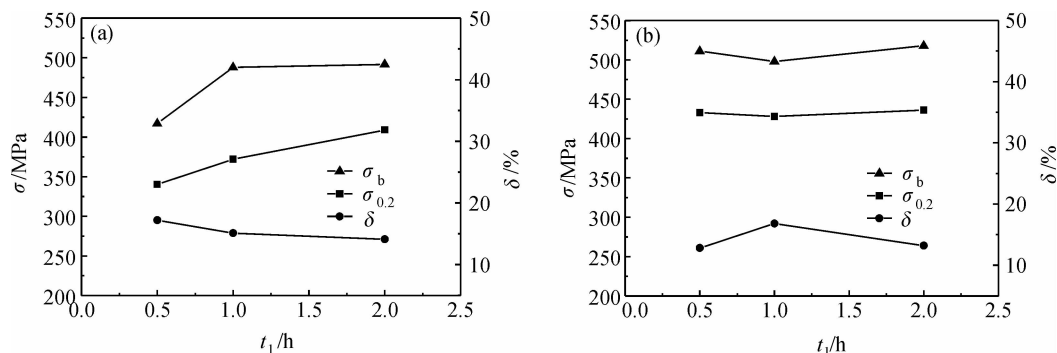


图2 合金在不同二次时效温度下经峰时效处理后的拉伸力学性能 (a)65℃;(b)150℃

Fig. 2 Tensile properties of Al-Cu-Mg-Ag alloy peak-aged at different second aging temperatures (a)65℃;(b)150℃

12.8%,16.2%,13.8%。

图3给出了T6态(185℃/4h)Al-Cu-Mg-Ag合金的TEM照片。从图中可以看出,合金中析出了大量

的 $\Omega$ 相和少量的 $\theta'$ ,强化相尺寸均在100nm左右。T6态合金晶界上析出了粗大的第二相粒子,这些第二相粒子连续分布,并且在晶界附近形成了较窄的无沉

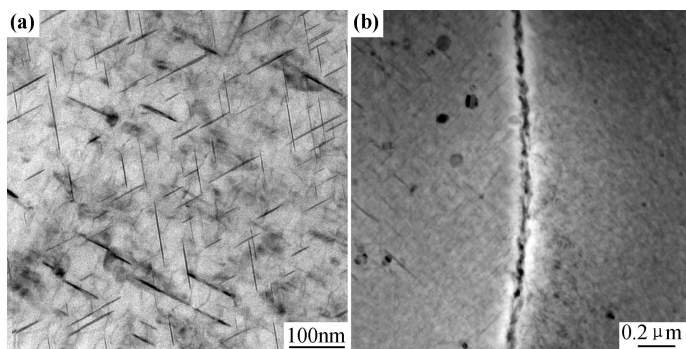


图3 T6态 Al-Cu-Mg-Ag 合金的 TEM 照片 (a)晶内;(b)晶界

Fig. 3 TEM images of Al-Cu-Mg-Ag alloy (a) in the grain; (b) on the grain boundary

淀析出带(PFZ)。

图4给出了合金经不同时效制度处理后的TEM组织。从图4(a-1)中可以看出,在185℃下预时效1h后,合金中仅有少量尺寸较小的 $\Omega$ 相析出;经185℃时效1h,然后在65℃下时效100h后, $\Omega$ 相仍没有发生明显变化,尺寸约为10~15nm,最大不超过20nm,但是合金中有大量细小的 $\theta'$ 相析出,这些二次析出的 $\theta'$ 尺寸只有3~5nm(图4(b-1)中箭头所示);二次时效温度为65℃时,时效800h后, $\Omega$ 相略有长大,而 $\theta'$ 相明显长大,尺寸约为8~10nm,呈弥散分布(图4(c-1))。从图4(a-1),(b-1),(c-1)中可以看出,在65℃下进行二次时效能够促进 $\theta'$ 相的二次析出。当二次时效温度提高到150℃时,合金中 $\theta'$ 相明显减少,出现大量弥散分布的尺寸细小的 $\Omega$ 相(图4(d-1))。

与T6态合金(图3(a))相比,经185℃/1h+150℃/14h时效处理的合金中 $\Omega$ 相尺寸明显减小,从100nm减小到50nm左右。

不同时效制度对合金晶界析出相也有较明显的影响。经185℃/1h时效处理的试样,晶界析出相尺寸较小,呈连续分布(图4(a-2));再经65℃/100h时效,晶界析出相略有长大(图4(b-2));二次时效温度为65℃,时效800h后,晶界析出相明显长大,且形成了明显的PFZ(图4(c-2));二次时效温度提高至150℃时,时效14h后,晶界析出相进一步长大,PFZ变宽(图4(d-2))。与T6态合金(图3(b))相比,经185℃/1h+150℃/14h时效后,晶界析出相仍连续分布,但尺寸变小,且PFZ宽度明显增大,说明这种时效制度能够改善合金的塑性。

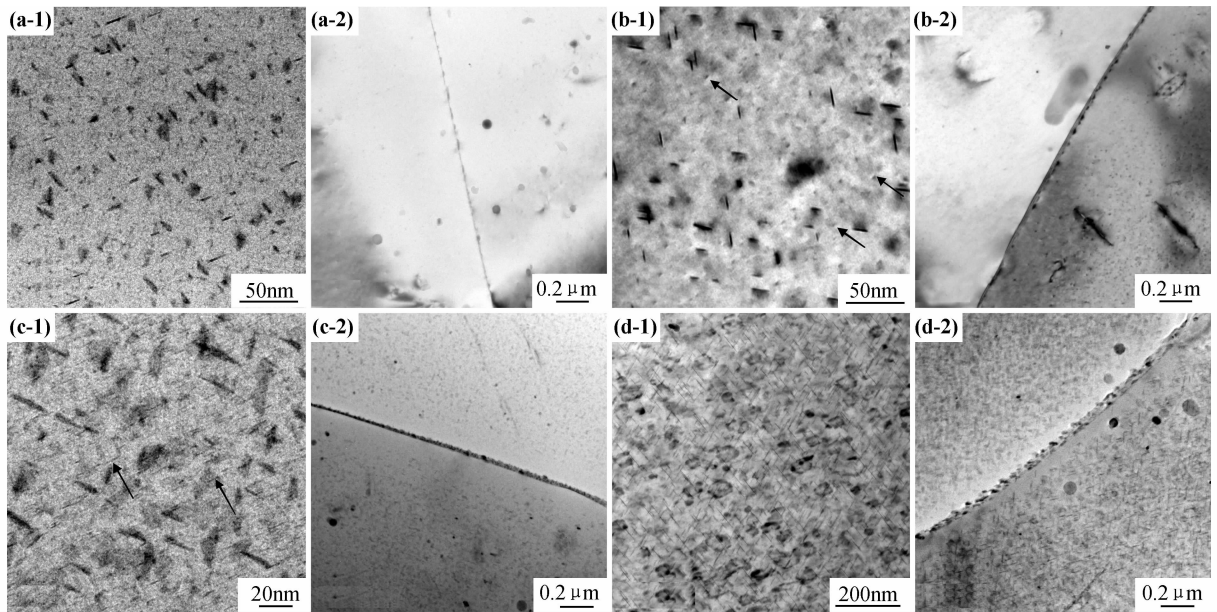


图4 合金经不同时效制度处理后的 TEM 组织 (a)185℃/1h;(b)185℃/1h+65℃/100h;  
(c)185℃/1h+65℃/800h;(d)185℃/1h+150℃/14h;(1)晶内;(2)晶界

Fig. 4 TEM images of Al-Cu-Mg-Ag alloy aged at different conditions

(a)185℃/1h;(b)185℃/1h+65℃/100h;(c)185℃/1h+65℃/800h;(d)185℃/1h+150℃/14h;  
(1)in the grain;(2)on the grain boundary

### 3 分析与讨论

从以上实验结果中可以看出,采用高温预时效然后在适当的温度下进行二次时效的热处理工艺可以明显改善合金性能,预时效时间、二次时效温度和二次时效时间这三个工艺参数中,二次时效温度对合金组织与性能影响最大。

Al-Cu-Mg-Ag 合金的主要强化相是  $\Omega$  相和  $\theta'$  相。从强化相的形核和长大机理来说,均是通过溶质原子扩散完成的,由于  $\Omega$  相和  $\theta'$  相具有相同的化学成分,二者在析出过程中处于竞争地位。固溶淬火态合金在高温预时效过程中,由于 Ag 原子和空位的结合能很小,在时效初期就会形成 Mg/Ag/空位聚合物,随后部分 Cu 原子通过扩散,逐渐加入到聚合物中,逐步演变成  $\Omega$  相。而  $\theta'$  相在竞争析出中处劣势,析出很少。但是由于高温预时效时间较短,合金中仅析出少量尺寸较小的  $\Omega$  相(图 4(a-1)),基体中还存在大量的溶质原子。在随后的二次时效过程中,合金的时效析出行为包括两个过程<sup>[14]</sup>:一是过饱和溶质原子与空位结合,通过扩散和迁移,完成强化相的形核与长大;二是已经析出的强化相通过原子扩散发生长大。

从图 4(b-1), (c-1)中可以看出,经低温二次时效后, $\Omega$  相的数量和尺寸几乎没有发生改变,这是由于:①空位浓度在低温下大大减少,因此作为  $\Omega$  相形核核

心的 Mg/Ag/空位聚合物数量也就相应减少;② $\Omega$  相在垂直于 $\{111\}_\alpha$ 上与基体之间存在较大的错配度,相变阻力较大,在低温时效过程中很难析出;③由于 Mg, Ag 原子分布在  $\Omega$  相和基体的界面上, $\Omega$  相的长大必然伴随着 Mg, Ag 原子和 Cu 原子的扩散,而在低温下,原子扩散系数较小, $\Omega$  相很难发生长大,而 GP 区与基体完全共格,错配畸变很小,并且具有最小的界面能,因此低温二次时效过程中,GP 区易于优先析出,并在随后时效过程中逐步演变成  $\theta'$  相。并且由于  $\theta'$  相在垂直于 $\{100\}_\alpha$ 面上与基体的错配度小于  $\Omega$  相,相变阻力较小,因此在较低温度下,GP 区也能够顺利地完成向 $\theta'' \rightarrow \theta'$ 相的转变。因此在 65℃下时效 100h 后,就有大量尺寸细小的  $\theta'$  相析出(图 4(b-1)),并且随时效时间的延长, $\theta'$  相逐渐发生长大(图 4(c-1))。

二次时效温度提高到 150℃时,①空位浓度增大,容易形成 Mg/Ag/空位聚合物,从而为  $\Omega$  相的形核提供有利位置;②温度升高,相变驱动力增大, $\Omega$  相比较容易从基体中析出;③原子扩散系数增大, $\Omega$  相容易发生长大。因此,在 150℃下二次时效 14h 后,就能够观察到大量的  $\Omega$  相。与预时效合金组织(图 4(a-1))相比, $\Omega$  相尺寸也明显变大,而在竞争析出中处于劣势的  $\theta'$  相析出数量很少(图 4(d-1))。与低温二次时效相比,合金中  $\Omega$  相数量明显增多,尺寸变大,而  $\theta'$  相数量明显减少。说明高温二次时效能够促进  $\Omega$  相的析出,而抑制  $\theta'$  相的析出。

由以上分析可以看出,采用断续时效工艺时,二次时效温度不能太低。主要因为:①低温二次时效虽然促进了 $\theta'$ 相的析出,但却抑制了具有良好热稳定性的 $\Omega$ 相的析出,这样势必会影响合金的在高温条件下的性能;②由于时效温度较低,合金需要经过较长时间才能达到峰值硬度,工业生产周期较长,成本较高。而采用较高的二次时效温度不仅可以降低工业生产成本,还可以促进 $\Omega$ 相的析出。与T6态合金相比, $\Omega$ 相尺寸更加细小,合金强度有所提高,并且合金晶界析出相形貌也得到了改善,从而使合金塑性有所提高。本实验得到适宜的断续时效制度为 $185^{\circ}\text{C}/2\text{h}+150^{\circ}\text{C}/6\text{h}$ ,经此时效制度处理后,Al-Cu-Mg-Ag合金的抗拉强度为518MPa,屈服强度为436MPa,伸长率为13.8%。

## 4 结论

(1)低温二次时效能够促进 $\theta'$ 相的析出,抑制 $\Omega$ 相的析出,降低合金强度,提高合金的伸长率。

(2)高温二次时效能够促进 $\Omega$ 相的析出,抑制 $\theta'$ 相的析出,细化 $\Omega$ 相的尺寸,并且能够改善强化相在晶界的分布,从而提高合金的强度和伸长率。

(3)合金适宜的断续时效制度为 $185^{\circ}\text{C}/2\text{h}+150^{\circ}\text{C}/6\text{h}$ ,经此时效制度处理后,合金的抗拉强度为518MPa,屈服强度为436MPa,伸长率为13.8%。

## 参考文献

- [1] SUKUMARAN K, RAVIKUMAR K K, PILLAI S G K, et al. Studies on squeeze casting of Al 2124 alloy and 2124-10% SiCp metal matrix composite[J]. Materials Science and Engineering: A, 2008, 490(1-2): 235-241.
- [2] NAGA R P, SRINIVASA R K, REDDY G M, et al. Microstructure and high temperature stability of age hardenable AA2219 aluminium alloy modified by Sc, Mg and Zr additions[J]. Materials Science and Engineering: A, 2007, 464(1-2): 192-201.
- [3] WANG J, YI D, SU X, et al. Influence of deformation ageing treatment on microstructure and properties of aluminum alloy

2618[J]. Materials Characterization, 2008, 59(7): 965-968.

- [4] YU K, LI W, LI S, et al. Mechanical properties and microstructure of aluminum alloy 2618 with Al3(Sc, Zr) phases[J]. Materials Science and Engineering A, 2004, 368(1-2): 88-93.
- [5] CHANG C H, LEE S L, LIN J C, et al. Effect of Ag content and heat treatment on the stress corrosion cracking of Al-4.6Cu-0.3Mg alloy[J]. Materials Chemistry and Physics, 2005, 91(2-3): 454-462.
- [6] XIAO D H, WANG J N, DING D Y, et al. Effect of Cu content on the mechanical properties of an Al-Cu-Mg-Ag alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2002, 343(1-2): 77-81.
- [7] 肖代红, 宋致, 陈康华, 等. 热处理对含Ag耐热铝合金组织与性能影响[J]. 材料热处理学报, 2008, 29(1): 75-79.
- [8] LUMLEY R N, POLMEAR I J. The effect of long term creep exposure on the microstructure and properties of an underaged Al-Cu-Mg-Ag alloy[J]. Scripta Materialia, 2004, 50(9): 1227-1231.
- [9] LUMLEY R N, POLMEAR I J, MORTON A J. Heat treatment of age-hardenable aluminum alloys [P]. United States: US7025839B2, 2006.
- [10] MACCHIC E, SOMOZA A, DEPASQUIER A, et al. Secondary precipitation in Al-Zn-Mg-(Ag) alloys[J]. Acta Materialia, 2003, 51(17): 5151-5158.
- [11] BUHA J, LUMLEY R N, CROSKY A G. Secondary ageing in an aluminium alloy 7050[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 492(1-2): 1-10.
- [12] 李海, 郑子樵, 王芝秀. 7055 铝合金二次时效特征研究-(I)力学性能[J]. 稀有金属材料与工程, 2005, 34(7): 1029-1032.
- [13] 周古为, 郑子樵, 李海. 基于人工神经网络的7055铝合金二次时效性能预测[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(9): 1583-1588.
- [14] 张坤, 戴圣龙, 黄敏, 等. 高纯Al-Cu-Mg-Ag合金的断续时效工艺研究[J]. 航空材料学报, 2007, 27(4): 1-5.

基金项目:中南大学优秀博士学位论文扶植基金项目(2008yb012)

收稿日期:2011-05-03;修订日期:2012-03-25

作者简介:潘清林(1964—),男,教授,博导,研究方向为高性能铝合金,联系地址:中南大学材料科学与工程学院(410083),E-mail:pql@mail.csu.edu.cn

\*\*\*\*\*

(上接第46页)

- [14] 吴佳卿,郑敏. 燃烧合成法制备氮掺杂粉色氧化锌纳米晶[J]. 无机材料学报, 2008, 23(6): 1277-1282.
- [15] 陈亮,宋武林,谢长生,等. 熔融燃烧法制备四针状纳米氧化锌[J]. 功能材料, 2007, 38(3): 495-498.
- [16] 周忠诚,阮建明,黄伯云,等. 用燃烧合成法制备纳米氧化锌[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2008, 11(4): 229-233.
- [17] 李阳, 卢俊瑞, 辛春伟, 等. N-(5-氯-2-羟基苯基)氨基酸衍生物

及其金属配合物的合成、表征及抑菌活性[J]. 应用化学, 2011, 28(6): 645-651.

收稿日期:2011-11-01;修订日期:2012-08-20

作者简介:赵荣祥(1971—),男,副教授,主要从事纳米材料的制备与应用研究,联系地址:辽宁省抚顺市望花区丹东路西段一号,辽宁石油化工大学石油化学院(113001),E-mail:zyhlzrx@126.com