

Al-4.5wt% Cu 合金中溶质原子及析出相对锯齿形屈服时空特性的影响^{*}

孙 亮 张青川[†] 晏顺平 江慧丰 刘颢文 卢俊勇 伍小平

(中国科学技术大学,中国科学院材料力学行为和 Design 重点实验室,合肥 230027)

(2006 年 6 月 1 日收到 2006 年 11 月 14 日收到修改稿)

借助不同温度下的固溶处理,得到一系列具有不同溶质原子浓度及析出相含量的 Al-4.5wt% Cu 合金材料试件.比较这些试件在拉伸实验中的锯齿形屈服现象的时空特性,分析溶质原子与析出相对位错运动的影响,从而探究动态应变时效产生的微观机理.实验结果显示,当固溶处理温度由 500℃ 逐步降低,应力-时间曲线上的应力锯齿跌落幅值逐渐减小,并在 300℃ 时达到最小.继续降低固溶处理温度至 100℃,应力锯齿跌落幅值又逐渐增大.同时,热处理方式的改变对剪切带的传播特性也有显著影响.实验发现,固溶处理温度高于 300℃ 时,溶质原子对 DSA 的影响强于析出相;反之,固溶处理温度低于 300℃ 时,析出相对 DSA 的影响强于溶质原子;室温下析出相是影响 Al-4.5wt% Cu 合金 DSA 机理的主要因素.

关键词:铝铜合金,锯齿形屈服,动态应变时效,固溶处理

PACC:6220F,8140C,4225H

1. 引 言

在一定的应变率和温度范围内,在多种合金材料的拉伸实验中,当进入塑性变形阶段后,材料表现出特殊的塑性失稳现象,伴随有空间上可传播的应变局域化.这一现象被称为材料的锯齿形屈服现象^[1-3].

锯齿形屈服现象在宏观时域上表现为应力-时间曲线上的锯齿形振荡和应变-时间曲线中的阶梯状变化^[4];空域上则表现为剪切带的形成和传播^[5,6].对于同一种材料,随着加载应变率由高到低,剪切带的运动特性逐步由连续的 A 类型向跳跃的 B 类型,直至随机产生的 C 类型过渡. A 类型带一般在试件的一端产生,连续传播到另一端,到达后随即消失.然后在起点附近重新产生一条带,再次向另一端传播.相应的应力锯齿振荡幅度较小. B 类型带同样具有明显的传播特性,但是运动的空间相关性较弱,无法连续地穿过整个试验段,多数情况下仅在试件的局部跳跃传播.对应的应力-时间曲线上锯齿振幅较大,也比较均匀. C 类型带的产生不存在空间相关

性,剪切带在试件标距段内的随机位置形成和消失.应力-时间曲线上的锯齿分布与 B 类型相似,但振幅更加均匀.与前两种类型相比, C 类型锯齿形屈服现象中的应力锯齿振幅最大^[7,8].

锯齿形屈服现象产生的机理,是材料微观结构演变过程中的动态应变时效(DSA)现象^[9],即可动位错与林位错、溶质原子之间的动态交互作用.但动态应变时效的微观机理目前尚无定论.依据 Cottrell 等人^[9]早期的观点,位错与溶质原子气团之间的“挣脱”和再“锁住”行为动态重复,导致了锯齿形屈服现象的产生.进一步的研究表明,溶质原子并不具备与位错相当的可动性,它是通过“管扩散”方式向暂时被障碍(如析出相、林位错等)所阻拦的可动位错偏聚,并对其施加额外“钉扎”的^[10].在外力作用下,可动位错将以热激活的方式重新大规模开动.微观上可动位错被“钉扎”继而“脱钉”这两个行为的反复发生,在宏观上即表现为锯齿形屈服现象;而位错的大规模雪崩运动,则造成了试件表面剪切带的形成和传播.目前被广泛接受的动态应变时效的微观机理是基于位错周围溶质原子浓度动态变化的位错-溶质模型^[11-14].最近 Picu 等人^[15,16]又提出

^{*} 国家自然科学基金(批准号:10232030,10372098)资助的课题.

[†] 通讯联系人. E-mail: zhangqc@ustc.edu.cn

了一种新的观点,认为已经聚集了溶质原子气团的林位错对可动位错的阻拦导致了应力的上升.这种可动位错被林位错阻拦及随后在外力的作用下克服障碍继续运动的反复发生,导致了锯齿形屈服现象.

如上所述,以前的研究重点多集中于可动位错与林位错、溶质原子气团间的动态交互作用,而对其他障碍(如析出相、空位等)所起的作用知之甚少.而大量的研究证明,金属固溶体中,沉淀相的析出和溶解等动力学过程对合金材料塑性行为的影响非常显著^[17-20].

在本实验室前期的工作中,研究了固溶处理及不同的时效条件下 Al-Cu 合金中锯齿形屈服现象的时空特性,并联系合金中的溶质原子浓度及 GP 区的形成进行了分析^[21, 22].通过研究固溶处理对 Al-Cu 合金中锯齿形屈服空域行为的影响,进一步证实了基于可动位错和障碍之间的相互作用的 DSA 微观机理假设的合理性^[18].综合考虑沉淀动力学和动态应变时效机理,又建立了一套具有明确物理内涵的本构模型^[23].另外,从时序演化规律的角度对锯齿形应力-时间曲线中应力跌落幅度、跌落时间等多个特征物理量进行了系统的研究.借助自组织临界性概念,从微观涨落被非线性机理放大的角度对锯齿形屈服现象的形成做出了解释^[24].实验手段方面,本实验室采用数字散斑干涉法和数字散斑相关法^[25, 26]对锯齿形屈服现象进行研究,显著提高了观测的空间分辨率和测量精度.对剪切变形带的形成、演化和传播现象进行了可视化观察^[27, 28];运用高速数字散斑相关法清晰地再现了剪切带的成核及传播过程^[29].

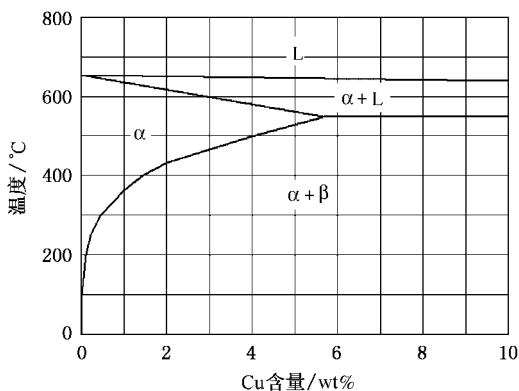


图 1 Al-Cu 合金系平衡相图富 Al 部分

析出相作为一种重要的障碍形式,能够引起固溶体的晶格畸变,阻碍位错运动,从而影响合金的塑

性变形.所以,研究微观上位错、溶质原子及析出相之间的相互关系有助于深刻理解 DSA 产生的机理.观察图 1 所示的 Al-Cu 合金系平衡相图富 Al 部分,在一定温度范围内,Cu 在 Al 基中的溶解度随温度升高而增大,在 548°C 达到最大值 5.65wt%.对于本实验所用的 Al-4.5wt% Cu 合金(A2024),其含 Cu 量高达 4.5wt%,在室温下并非所有 Cu 原子都能溶于 Al 基.例如在充分退火的条件下,在 300°C 时仅有约 0.45wt% 的 Cu 可溶于 Al 形成 α 固溶体,其余未能溶解的 Cu 原子则以析出相(其成分为 CuAl_2)的纳米颗粒形式存在.图 2 给出了 Al-4.5wt% Cu 合金(A2024)退火热处理后的 TEM 显微结构照片,其中含有针状的析出相纳米颗粒.本文提出了如下方案来改变固溶体中溶质原子的浓度与合金中析出相颗粒的含量,研究它们对 DSA 的影响,进一步探求锯齿形屈服现象的深层机理.

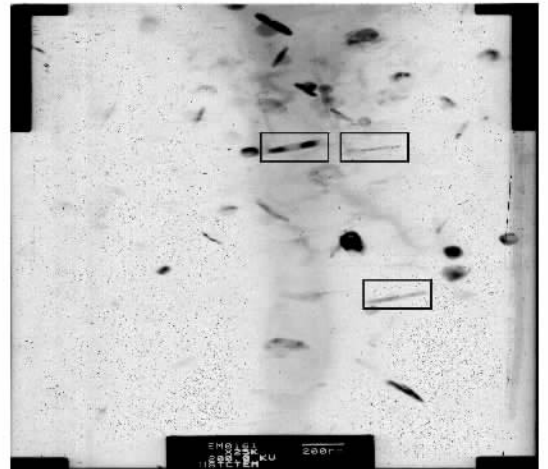


图 2 Al-4.5wt% Cu 合金(A2024)退火热处理后的 TEM 显微结构照片.以矩形框标示出了几处针状 CuAl_2 纳米颗粒.图中下方标尺长度 200 nm.

高温下形成的高浓度固溶体在室温下不能稳定存在,但可以借助固溶处理(solution treatment, ST),形成暂时稳定的过饱和固溶体.将含 Al-4.5wt% Cu 合金加热到某一温度,经过一段时间保温后投入水中快冷淬火,使次生相来不及从 α 相中析出,在室温下得到过饱和的 α 固溶体组织,其余的 Cu 原子则形成 CuAl_2 的纳米颗粒,即析出相.

这样就可以通过不同温度下的固溶处理来改变溶质原子在固溶体中的浓度及析出相在晶体内的含量,从宏观的实验结果来分析这两个因素对锯齿形屈服现象的影响,从而探究 DSA 产生的微观机理.

具体来说,固溶处理的温度越高, α 固溶体中的 Cu 原子浓度越高,合金中析出相的密度就越低。

2. 实验方法

实验材料为铝合金 A2024,基体为 Al,主要化学成分(wt%)为:Cu3.8—4.9,Mg1.2—1.8,其他元素含量均低于 1%。拉伸试件试验段尺寸:长 55 mm,宽 20 mm,厚 3 mm。拉伸方向与材料压延方向一致。实验拉伸速率为 5,50,250 和 500 $\mu\text{m/s}$,对应的名义应变率分别为 10^{-4} , 10^{-3} , 5×10^{-3} 和 10^{-2} s^{-1} 。拉伸实验中,载荷传感器的采样频率为 100 Hz。同时,为了获取锯齿形屈服现象发展的空域信息,即剪切带的产生和传播特征,实验中采用了动态数字散斑干涉法(DSPI)^[27,28]对试件表面进行观测和记录。

对试件进行固溶处理前,先将其加热至 500℃ 并保温 3 h,以使 Cu 原子充分溶于 Al 基。然后让试件随炉缓慢冷却至固溶处理温度(分别选择 500,400,300,200 及 100℃),再保温 5 h。最后在室温下的水中淬火。

为防止试件受自然时效的影响,淬火后 4 min 之内即开始拉伸实验。按照上述条件,拉伸实验在 2 h 内即可结束。根据 Al-4.5wt% Cu 合金的自然时效特性,这期间尚未发生明显的时效,可以忽略其对合金组织结构的影响^[22]。

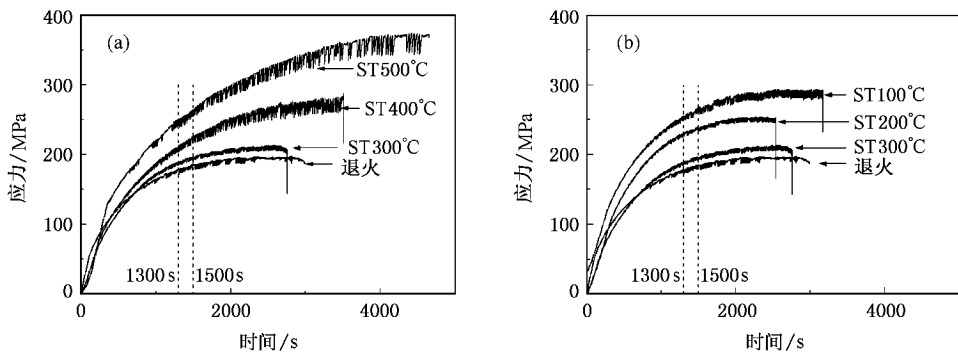


图 3 拉伸速率为 $5 \mu\text{m/s}$ (对应名义应变率为 10^{-4} s^{-1}) 时,不同温度下固溶处理的 Al-4.5wt% Cu 合金的应力-时间曲线 (a) 包括 500,400,300℃ 固溶处理和退火材料的拉伸曲线 (b) 包括 300,200,100℃ 固溶处理和退火材料的拉伸曲线,为便于观察,100℃ 固溶处理材料的拉伸曲线向上平移了 30 MPa

截取图 3 中各应力-时间曲线上两条虚线间的部分(对应时间段为 1300 s 至 1500 s),分别统计各段曲线的平均应力跌落幅度。各种热处理方式对应的平均应力跌落幅度绘制于图 4 中。可以看出,热处理方式对应应力锯齿的跌落幅度具有显著影响,其演

另外,在上述各拉伸速率下对退火试件进行了同样的实验,以便做出比较。退火的热处理流程为:将试件加热至 500℃ 并保温 3 h,然后在空气中冷却。

3. 实验结果

图 3 中,对在拉伸速率为 $5 \mu\text{m/s}$ 时,试件经各种温度下的固溶处理后,所得到的应力-时间曲线进行了比较。可以看出,对于同一加载速率下的拉伸曲线,热处理方式对材料的屈服强度、拉伸强度及延伸率等都有显著影响。各拉伸曲线在相同应变下的强度,随着固溶处理温度由 500℃ 降低到 300℃ 而逐渐减小,而 100℃ 及 200℃ 固溶处理材料的强度又有所上升,且二者十分接近;强度最小的则为退火处理材料。

比较各拉伸曲线的极限应变(与各试件的断裂时间相关),由大到小依次为 ST500℃,ST400℃,ST100℃,退火,ST300℃ 和 ST200℃。其他几个应变率下进行的实验,极限应变也具有相似的规律。依据材料塑性及断裂的理论,工程用合金发生塑性变形时,材料中的夹杂物和第二相颗粒发生断裂或从基体中分离,由此引起的空洞长大,导致断裂。可见第二相颗粒含量越大,材料断裂发生得越早。以上实验现象基本符合该规律,只是 ST100℃ 曲线的极限应变超出了 ST300℃ 和 ST200℃,其原因有待进一步研究。

变趋势以 300℃ 为界。固溶处理温度由 500℃ 逐步降低到 300℃,应力锯齿的跌落幅度随之逐渐减小;200℃ 固溶处理材料的应力跌落幅度与 300℃ 的相近而略有增加,继续降低固溶处理温度至 100℃,锯齿幅度又明显增大。退火材料的应力锯齿跌落幅度比

100℃固溶处理的材料略高.

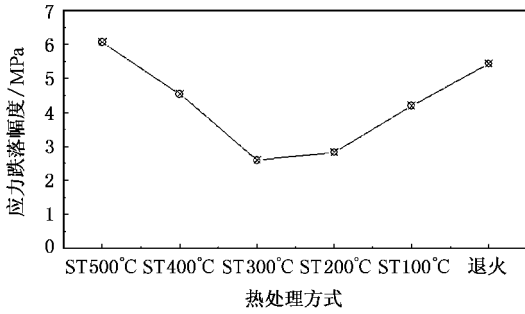


图 4 不同热处理方式对应的平均锯齿形应力跌落幅度 选取统计的时间段为 1300 s 至 1500 s

图 5 给出了在同一加载应变率下,经过不同方式热处理的 Al-4.5wt% Cu 合金的拉伸实验应力-时间曲线,及各曲线对应的剪切带运动轨迹信息.依据带的运动轨迹与时间的关系,可以判断出剪切带的类型.500 和 400℃固溶处理的试件,其剪切带在试验段随机出现,带之间没有明显的空间相关性,属 C 类型.对于 300,200 和 100℃固溶处理的试件及退火处理的试件,剪切带的运动呈现 B 类型的特征,其运动的间断性较强,呈跳跃式传播.在拉伸实验后半段,虽然带的空间相关性有所增加,但未能穿过整个试验段,在连续传播一小段距离后,跳跃至附近另一位置继续传播.

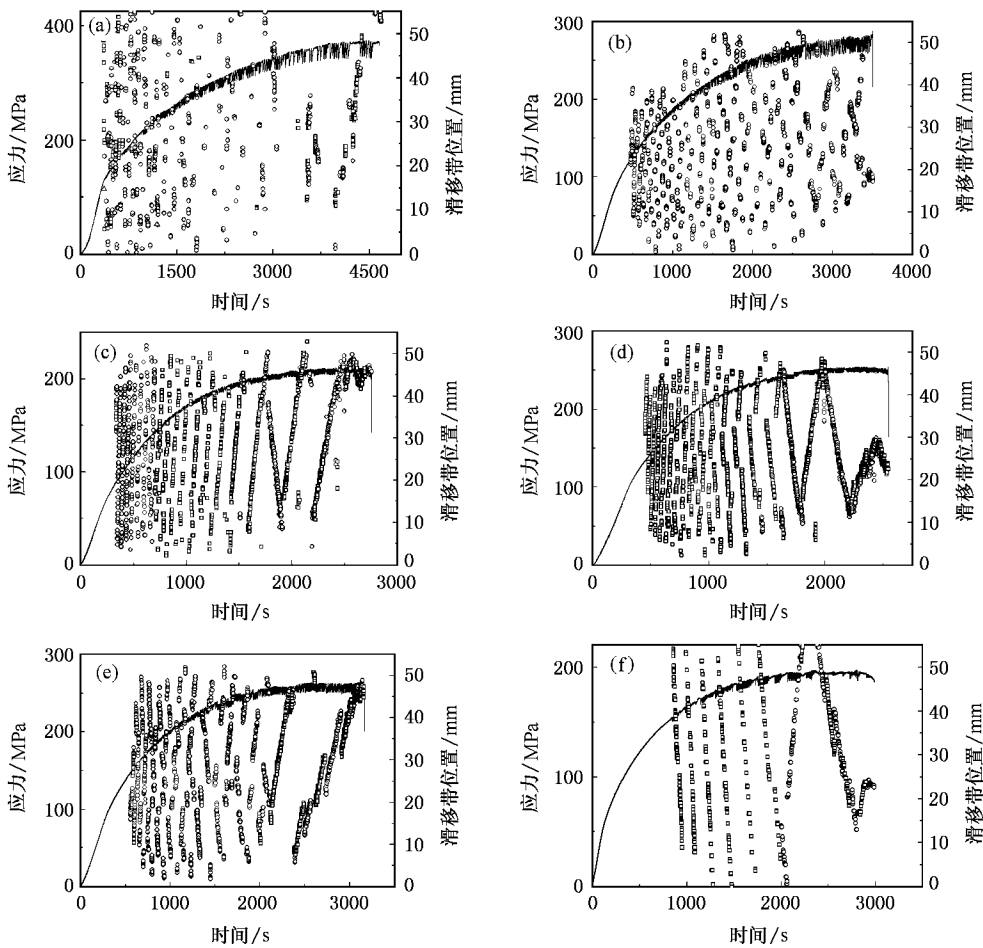


图 5 拉伸速率为 $5 \mu\text{m/s}$ (对应名义应变率为 10^{-4} s^{-1}) 时,经不同方式热处理的 Al-4.5wt% Cu 合金的应力-时间曲线及各曲线对应的剪切带运动轨迹 (a) 500℃固溶处理 (b) 400℃固溶处理 (c) 300℃固溶处理, (d) 200℃固溶处理 (e) 100℃固溶处理 (f) 退火处理

在更高的应变率下,应力-时间曲线上的锯齿幅度和剪切带的空间传播特性也具有相似的规律.只是随着应变率的提高,锯齿跌落的幅度逐渐减小,而剪切带的传播特性也趋向于更低的空间相关性.

4. 讨 论

本实验中,在固溶处理温度为 500 和 400℃时,

Cu 原子能够较充分地溶入 Al 基体,形成较高溶质浓度的过饱和固溶体,DSA 的作用机理主要受溶质原子的影响.按照溶质原子向暂时被阻拦的可动位错扩散以施加额外“钉扎”的理论,溶质浓度越高,越有利于位错周围溶质原子气团的聚集,溶质原子气团的强化作用就越强.经过 400℃ 固溶处理的铝合金材料,溶质浓度相对较低,其溶质原子气团的强化作用不及 500℃ 的动态应变时效的效果相对较弱,因而应力锯齿幅度较小.

对于 300℃ 及更低温度下固溶处理的材料,Cu 原子未能充分溶入 Al 基体,大部分以析出相颗粒(CuAl_2)的形式存在,起阻碍位错滑移的作用.由于溶质浓度相对较低,其对 DSA 机理的影响减弱,析出相成为控制动态应变时效的关键.动态应变时效的强度与析出相含量相关,析出相含量越大, α 固溶体的晶格畸变越严重,位错运动受到的阻碍就越强.将 300、200 及 100℃ 三种温度下固溶处理的实验结果相比较,固溶处理温度的降低导致析出相的含量逐渐增大,因此析出相对可动位错的阻碍作用逐渐增强,反映在宏观实验现象上,应力-时间曲线上锯齿的振荡幅度逐渐增大.

由此可见,随溶质浓度和析出相密度的变化,DSA 微观机理中占主导地位的因素也随之改变,进而造成应力-时间曲线上锯齿幅度的变化.这种微观作用机理的改变,也导致了剪切带传播特性和锯齿形态的不同.根据晶体学理论,材料的塑性变形是通过位错的滑移来实现的.位错滑移的距离的不同导致了试件表面剪切带运动特性的差异.

当固溶处理温度为 500 和 400℃ 时,较高浓度的溶质原子参与 DSA 机理,溶质原子气团对可动位错的“钉扎”与“脱钉”频繁发生,可动位错滑移很短的距离就被“钉扎”.反映在宏观实验现象上,试件表面的剪切带并不传播,仅在试验段随机位置出现,符合 C 型带的特征.与之相应,应力锯齿分布均匀,且振荡幅度相对较大.

当固溶处理温度为 300、200 及 100℃ 时,DSA 主要受可动位错与析出相的相互作用影响.而析出相的分布相对稀疏,可动位错可以在更长的距离上自由滑移,直到在障碍(析出相)处被阻拦.因此试件表面的剪切带可以连续传播一小段距离(这对应于位

错在克服析出相障碍后的雪崩式滑移,属 B 类型.与之相应,虽然应力-时间曲线上的锯齿仍比较均匀,但每隔一段会出现无锯齿或锯齿很微小的区间.与 500 和 400℃ 固溶处理的材料相比,应力振荡幅度较低,这说明由于缺少溶质原子的参与,析出相“钉扎”作用相对较弱.

以上的定性解释同样适用于退火材料.充分退火的 Al-Cu 合金中,Cu 原子从 α 固溶体中析出形成 θ 相(化学成分为 CuAl_2).而 α 固溶体的溶质浓度由室温下 Cu 原子在 Al 基中的溶解度决定,约为 0.2%.可以推测,由于退火材料中的析出相含量比 100℃ 固溶处理的材料略高,造成了退火材料的应力-时间曲线锯齿振幅略有上升;但由于 θ 相与 α 固溶体的晶格脱离,使 α 固液体的晶格畸变大为减轻,所以上升幅度并不明显.另外,二者的剪切带类型十分相似,这也从侧面证明了,在它们的 DSA 微观机理中都是析出相起主要作用.这种相似性的深层原因有待进一步研究.

5. 结 论

本文综合考虑溶质原子及析出相两种可对位错运动发生影响的因素,探讨了合金材料动态应变时效(DSA)的微观机理.本文设计的实验及其结果显示,析出相颗粒与溶质原子一样,也是导致合金材料动态应变时效现象的重要因素.固溶处理温度高于 300℃ 时,可以得到溶质浓度较高的过饱和固溶体,此时溶质原子浓度对 DSA 的影响大于析出相的影响而起主要作用.DSA 的强度随溶质浓度的增高而加强.反之,固溶处理温度低于 300℃ 时,晶体内部溶质原子浓度较低,析出相含量相对较高,析出相对 DSA 的影响大于溶质原子浓度的影响而起主要作用.DSA 的强度由析出相密度决定,随析出相密度的增加而加强.

产生 DSA 的微观机理不同,也导致了试件表面剪切带空间传播特征的不同.在溶质原子起主要作用时(固溶处理温度为 500 及 400℃),剪切带属 C 类型;当析出相含量相对较高,对 DSA 机理起主要作用时(固溶处理温度为 300、200、100℃ 及退火处理),剪切带属 B 类型.

- [1] Bell J F 1973 *Encyclopedia of Physics , Mechanics of Solids I* (Berlin : Springer-Verlag Press) p41 , p649
- [2] Munz D , Macherlauch E Z 1966 *Metallkd* **57** 552
- [3] Mulford R A , Kocks U F 1979 *Acta Metall.* **27** 1125
- [4] Jiang H F , Zhang Q C , Jiang Z Y , Wu X P 2005 *Acta Metall. Sin.* **41** 727 (in Chinese)[江慧丰、张青川、蒋震宇、伍小平 2005 *金属学报* **41** 727]
- [5] Chihab K , Estrin Y , Kubin L P 1987 *Scri. Metall.* **21** 203
- [6] Jiang H F , Zhang Q C , Jiang Z Y , Chen Z J , Wu X P 2005 *Chin. Phys. Lett.* **22** 99
- [7] Jiang Z Y , Zhang Q C , Jiang H F , Chen Z J , Wu X P 2005 *Materials Science and Engineering A* **403** 154
- [8] Jiang H F , Zhang Q C , Jiang Z Y , Wu X P 2007 *J. of Alloys and Compounds* **428** 151
- [9] Cottrell A H 1953 *Dislocations and Plastic Flow in Crystals* (London : Oxford University Press) p1
- [10] McCormick P G 1972 *Acta Metall.* **20** 351
- [11] McCormick P G 1988 *Acta Metall.* **36** 3061
- [12] Lebyodkin M , Brechet Y , Estrin Y *et al* 1996 *Acta Mater.* **44** 4531
- [13] Chen Z J , Zhang Q C , Jiang Z Y *et al* 2004 *J. Mater. Sci. Technol.* **20** 535
- [14] Chen Z J , Zhang Q C , Wu X P 2005 *Europhy. Lett.* **71** 235
- [15] Zhang D , Picu R C 2004 *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* **12** 121
- [16] Picu R C 2004 *Acta Mater.* **52** 3447
- [17] Pink E , Grinberg A 1982 *Acta Metall.* **30** 2153
- [18] Jiang H F , Zhang Q C , Xu Y H , Wu X P 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 409 (in Chinese)[江慧丰、张青川、徐毅豪、伍小平 2006 *物理学报* **55** 409]
- [19] Tan Q 1994 *Acta Phys. Sin.* (in Chinese) **43** 1658 [谭启 1994 *物理学报* **43** 1658]
- [20] Fang Q F , Ge T S 1993 *Acta Phys. Sin.* (in Chinese) **42** 458 [方前锋、葛庭燧 1993 *物理学报* **42** 458]
- [21] Jiang H F , Zhang Q C , Sun L , Wu X P 2006 *Chin. Phys.* **15** 1051
- [22] Jiang H F , Zhang Q C , Wu X P 2006 *Scri. Mater.* **54** 2041
- [23] Jiang H F , Zhang Q C , Chen Z J , Wu X P 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 2856 (in Chinese)[江慧丰、张青川、陈忠家、伍小平 2006 *物理学报* **55** 2856]
- [24] Lu J Y , Jiang Z Y , Zhang Q C , Jiang H F , Liu H W 2006 *Acta Phys. Sin.* **55** 3558 (in Chinese)[卢俊勇、蒋震宇、张青川、江慧丰、刘颢文 2006 *物理学报* **55** 3558]
- [25] Wu X P , He S P , Li Z C 1980 *Acta Phys. Sin.* **29** 50 (in Chinese)[伍小平、何世平、李志超 1980 *物理学报* **29** 50]
- [26] Wu X P , He S P , Li Z C 1983 *Acta Phys. Sin.* **32** 1 (in Chinese) [伍小平、何世平、李志超 1983 *物理学报* **32** 1]
- [27] Zhang Q C , Wu X P 2003 *Proc. of SPIE* **5058** 257
- [28] Zhang Q C , Jiang Z Y , Jiang H F , Chen Z J , Wu X P 2005 *Inter. J. of Plasticity* **21** 2150
- [29] Xiang G F , Zhang Q C , Liu H W , Jiang H F , Wu X P 2006 *Chin. Phys.* **15** 2378

Effect of solute atoms and precipitated phase in Al-4.5wt% Cu alloys on the spatiotemporal characteristics of the serrated yielding^{*}

Sun Liang Zhang Qing-Chuan[†] Yan Shun-Ping Jiang Hui-Feng Liu Hao-Wen Lu Jun-Yong Wu Xiao-Ping

(CAS Key Laboratory of Mechanical Behavior and Design of Materials ,University of Science and Technology of China ,Hefei 230027 , China)

(Received 1 June 2006 ; revised manuscript received 14 November 2006)

Abstract

It is well accepted that the interaction between solute atom and precipitated phase leads to dynamic strain aging (DSA). In this research solution treatments at different temperatures are adopted to control the solute concentration in solid solution and precipitated phase content in the Al-4.5wt% Cu alloy material , and their influences on dislocation movement are analyzed by subsequent tensile experiments on these treated material specimens , and the corresponding micro-mechanism of DSA is discussed. It is found that , when the solution treatment temperature is reduced stepwise from 500°C , the amplitude of the serrated yielding decreases until it reaches a minimum at 300°C , whereas the amplitude begins to increase as the solution treatment temperature is reduced continually to 100°C . Meanwhile , the heat-treatment also affects the propagation characteristics of shear bands. The experimental results also show that , when the solution treatment temperature is higher than 300°C , the solute concentration is the key factor influencing DSA. However , when the solution treatment temperature is lower than 300°C , the intensity of DSA is determined by precipitated phase density. In the case of room temperature , the micro-mechanism of DSA is found to be primarily governed by precipitated phases.

Keywords : Al-Cu alloy , serrated yielding , dynamic strain aging , solution treatment

PACC : 6220F , 8140C , 4225H

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Nos. 10232030 , 10372098).

[†] Corresponding author. E-mail : zhangqc@ustc.edu.cn