

The Quantitative Research of Deformation, Dislocation Density and Dislocation Strengthening in Al-Cu-Mg Alloy

Chenqi Lei¹, Jin Zhang^{2,3}, Yunlai Deng^{1,3*}, Ming'an Chen¹

¹School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha Hunan

²Light Alloy Research Institute, Central South University, Changsha Hunan

³State Key Laboratory of High Performance Complex Manufacturing, Central South University, Changsha Hunan

Email: *lucdeng@csu.edu.cn

Received: May 4th, 2015; accepted: May 20th, 2015; published: May 27th, 2015

Copyright © 2015 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

Abstract

The quantitative research of deformation, dislocation density and aging strengthening in Al-Cu-Mg alloy during artificial aging was studied by tensile test, X-ray diffractometry (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). The results indicate that the pre-deformation increased the dislocation density of the alloy hot-rolled plate, refined the size of precipitated phase, improved the strength of alloy and reduced the time of peak aging. The dislocation density measured by TEM line intersection method and XRD profile method becomes higher with the increase of predeformation and the increase rate is gradually decreased. Finally it tends to saturation, and the function model of dislocation density and pre-deformation is established: $\rho = 1.28 - 1.08e^{-0.7\epsilon}$. According to the experimental data, the curve of dislocation strengthening caused by pre-deformation and dislocation density is made, therefore, the dislocation strength of 67 MPa of the alloy hot-rolled plate at solid solution state is obtained, which accounts for 27% of strength of the alloy at solid solution state. And we obtain the relationship between dislocation strengthening and dislocation density: $\sigma_d = 150\rho^{1/2}$.

Keywords

Dislocation Density, Pre-Deformation, Dislocation Strengthening, Al-Cu-Mg Alloy

*通讯作者。

Al-Cu-Mg合金的预变形、位错密度与位错强化的定量研究

雷郴祁¹, 张 劲^{2,3}, 邓运来^{1,3*}, 陈明安¹

¹中南大学材料科学与工程, 湖南 长沙

²中南大学轻合金研究院, 湖南 长沙

³中南大学高性能复杂制造国家重点实验室, 湖南 长沙

Email: luckdeng@csu.edu.cn

收稿日期: 2015年5月4日; 录用日期: 2015年5月20日; 发布日期: 2015年5月27日

摘 要

通过拉伸性能测试、X射线衍射仪(XRD)和透射电镜(TEM)分析等方法,研究了Al-Cu-Mg合金的预变形、位错密度与位错强化的定量关系。结果表明:预变形增加了合金热轧板的位错密度,使晶内析出相细小弥散分布,提高了合金的强度,缩短了合金达到峰值时效的时间。采用TEM网格交线法和XRD图谱法测得的位错密度都随着预变形量的增加而增大,增大速率逐渐减小,最终趋于饱和,建立了位错密度与预变形量的函数模型 $\rho = 1.28 - 1.08e^{-0.7\varepsilon}$ 。根据实验数据作出了预变形产生的位错强化随着位错密度的关系曲线图,由此得到了合金热轧板固溶态的位错强化值为67 MPa,占合金固溶态总强度的27%,获得了合金位错强化与位错密度的关系: $\sigma_d = 150\rho^{1/2}$ 。

关键词

位错密度, 预变形, 位错强化, Al-Cu-Mg合金

1. 引言

轻质高强的 Al-Cu-Mg 系合金在航空、航天、交通运输等领域应用广泛,该类合金采用预变形后人工时效的热处理方法可获得更好的综合性能[1] [2]。Al-Cu-Mg 系合金人工时效的主要强化相为片状的 Al₂CuMg 相,一般认为时效过程中的析出顺序为[3] [4]: Supersaturated solid solution (SSSS)→Cu-Mg co-clusters (GPB zone)→S''/S'→S'/S(Al₂CuMg)。Shih H. C.等人的研究[5]发现预拉伸使 Al-Cu-Mg 合金中初期产生较多位错,促进 S'相形核,并使峰值时效阶段的析出相细小、致密,延后了 S 相的粗化过程,提高了合金的时效强化效果。本课题组前期的相关研究结果[6] [7],也同样验证了该现象,即预变形产生位错影响 Al-Cu-Mg 合金时效析出过程。此外,在同时涉及形变与热处理的情况,如应力时效,位错会同时影响合金的加工硬化与析出强化,对材料最终性能产生重要影响[8] [9]。尽管如此,迄今为止针对“预变形-位错-时效强化”三者关联规律的研究还未见报道。

本文以 Al-4.5Cu-0.88Mg 合金为例,采用“固溶-预变形-人工时效”的热处理工艺流程,对预变形量、位错密度、时效强化三者进行定量测定与规律分析,为 Al-Cu-Mg 合金的应用研究与工艺设计提供参考。

2. 实验材料和方法

2.1. 实验材料

实验材料为实验室制备的厚度为 5 mm 的 Al-Cu-Mg 合金热轧板，其化学成分见表 1。

2.2. 实验过程

在制备的 Al-Cu-Mg 合金热轧板上沿轧制方向截取 36 块尺寸为 25 mm × 140 mm 的试样，然后进行 490°C × 45 min 的固溶，水淬后将试样分成 3 组，分别进行 0%、2% 和 5% 的预拉伸变形，最后将 3 组试样都在 190°C 下时效 0 h、6 h、12 h 和 18 h。固溶处理在电阻加热炉中进行，用电位差计控制炉温，误差控制在 ±3°C，淬火介质为室温水，淬火转移时间少于 5 s，为便于比较，每个试样从淬火到人工时效实验的间隔不超过 4 h。

2.3. 实验测试分析方法

试样的室温拉伸力学性能(σ_b 、 $\sigma_{0.2}$ 和 δ) 在 CSS44100 电子万能拉伸机上进行，测定值为 3 个试样的平均值，夹头移动速率为 2 mm/min；TEM 使用 TECNAIG²20 型场发射透射电镜，样品磨至 80 μm 后冲成 Φ3 mm 的小圆片，然后进行电解双喷减薄，双喷液采用硝酸和甲醇(体积比为 3:7)的混合溶液，仪器内温度控制在 -30°C 左右；XRD 在 Rigaku D/max 2500 型 X 射线衍射仪上进行，选取连续扫描方式，扫描速度为 4°/min，扫描范围为 30°~90°。

2.4. 位错密度的测量方法

本文采用目前已得到公认的基于 XRD 的 Modified Williamson-Hall(W-H)法[10]-[15]和 TEM 分析法[15]两种方法测量位错密度。

2.4.1. XRD 图谱分析法[10]-[15]

基于 XRD 的 Modified Williamson-Hall(W-H)方法测定位错密度，其基本原理如下：将 XRD 图谱读入 Jade 软件中拟合后得到衍射峰的衍射角和半高宽；假设合金中的应变宽化是由位错引起的，那么衍射峰的半高宽可以用 Modified Williamson-Hall 方程表示，方程如下：

$$\Delta K \cong \frac{0.9}{D} + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2} \right)^{\frac{1}{2}} \rho^{\frac{1}{2}} K \bar{C}^{\frac{1}{2}} + O(K^2 \bar{C}) \quad (1)$$

式中 $K = 2 \sin \theta / \lambda$ ， $\Delta K = \cos \theta [\Delta(2\theta)] / \lambda$ ，其中 θ 为衍射角， $\Delta(2\theta)$ 为衍射峰的半高宽， λ 为 X 射线的波长； D 为晶胞柱体积； \bar{C} 为平均对比系数； b 为柏氏矢量； ρ 为位错密度； M 为常数，在变形体中 M 取 1~2 [13]。它的二次型如(2)式所示：

$$(\Delta K)^2 \cong \left(\frac{0.9}{D} \right)^2 + \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2} \right) \rho K^2 \bar{C} + O(K^4 \bar{C}^2) \quad (2)$$

将 $\bar{C} = \bar{C}_{h00} (1 - qH^2)$ 代入(2)式，整理得：

$$(\Delta K)^2 - \left(\frac{0.9}{D} \right)^2 \cong \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2} \right) \rho K^2 \bar{C}_{h00} (1 - qH^2) \quad (3)$$

令 $\beta = \left(\frac{\pi M^2 b^2}{2} \right) \rho$ ， $\alpha = \left(\frac{0.9}{D} \right)^2$ ，则(3)式可化简为：

Table 1. Chemical composition of the investigated Al-Cu-Mg alloy hot-rolled plate (mass fraction/%)**表 1.** 实验用 Al-Cu-Mg 合金热轧板的化学成分(质量分数/%)

Cu	Mn	Mg	Si	Fe	Al
4.5	0.54	0.88	0.06	0.23	Bal.

$$\frac{(\Delta K)^2 - \alpha}{K^2} \cong \beta \bar{C}_{h00} - \beta \bar{C}_{h00} q H^2 \quad (4)$$

对方程(1)和(4)进行曲线拟合, 再根据方程(4)就可计算出相应的位错密度。图 1 为经过 5% 预拉伸处理人工时效 6 h 后的试样拟合曲线, 从图 1 中得到 $\alpha = 2.21 \times 10^{-6} \text{ nm}^{-2}$, $q = 1.69$, 再根据方程(4)就可计算出位错密度。

2.4.2. TEM 网格交线测量法[15]

图 2 为 TEM 网格交线位错测量法示意图。在图 2 中位错密集的区域画纵横交错的直线段, 分别统计其与位错线的交点个数及纵横直线段的长度, 再根据表达式(5)来定量计算位错密度:

$$\rho = \frac{1}{t} \left(\frac{\sum n_v}{\sum L_v} + \frac{\sum n_h}{\sum L_h} \right) \quad (5)$$

式中 ρ 为位错密度; t 为试样薄区厚度; $\sum n_h$ 为位错线与水平线的交点总数; $\sum n_v$ 为位错线与竖直线的交点总数, $\sum L_h$ 为水平线的总长度, $\sum L_v$ 为竖直线的总长度。

3. 结果和分析

3.1. 预变形量对室温力学性能的影响

图 3 为经不同预变形后的该合金在 190℃ 的室温力学性能与时效时间的关系曲线。可以看出, 预变形明显提高了人工时效后合金的强度, 并缩短了合金强度达到峰值的时间。未预变形的试样在 190℃ 时效达到峰值的时间约为 18 h, 其峰值抗拉强度和屈服强度分别为 460.5 MPa、358.1 MPa; 经预变形 2% 后, 试样经时效 12 h 达到强度峰值, 此时抗拉强度和屈服强度分别为 476.9 MPa、448.4 MPa; 经预变形 5% 后, 试样时效 6 h 即达到峰值, 此时抗拉强度和屈服强度分别为 491.1 MPa、478.0 MPa。预变形的增加可明显提高合金的强度, 但伸长率则随之而下降, 预变形量 5% 的试样相比于未预变形试样约下降了 40%。

3.2. 预变形量对微观组织的影响

图 4 为不同预变形试样在 190℃ 峰值时效的 TEM 照片。从图 4 中可以看出: 未预变形试样峰值时效时(见图 4(a)), 基体中存在粗大第二相, 同时有少量互成 90° 的针状相在粗大第二相附近析出; 经预变形 2% 后(见图 4(b)), 基体中仍然存在少量粗大第二相, 但针状析出相数量却明显增加, 尺寸变得更为细小; 经预变形 5% 后(见图 4(c)), 此时的针状析出相最为细小并均匀分布在基体内。

图 5 为不同预变形试样在 190℃ 人工时效 12 h 的位错照片。由于试样经预变形后, 必然会产生大量位错, 形成位错相互作用的位错组态。从图 5 中可以看出, 未预变形时(见图 5(a)), 基体中存在着少量的位错线, 呈直线状分布; 经预变形 2% 后(见图 5(b)), 基体中位错线明显增加, 并出现位错缠结, 位错线不再呈现直线状分布的特征; 而经预变形 5% 后(见图 5(c)), 基体中几乎看不见直线状的位错线, 而是形成了大量的位错缠结。

3.3. 位错密度与预变形量的关系

如图 6 所示为 Al-4.5Cu-0.88Mg 合金中测得的位错密度与预变形量的关系。可见, 采用 TEM 网格交

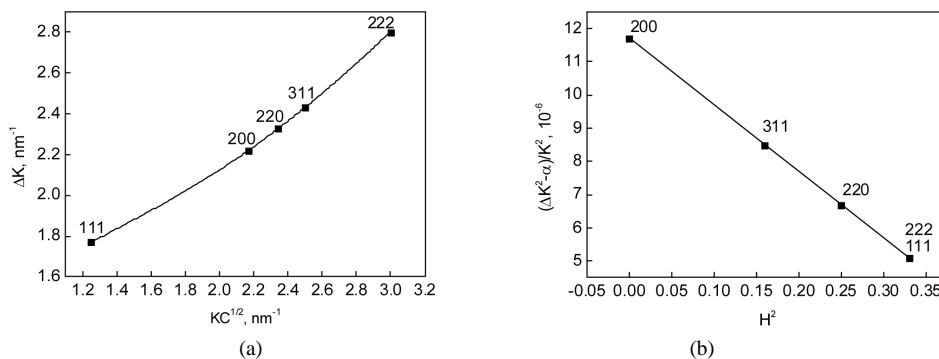


Figure 1. The FWHM of the sample with 5% pre-deformation after artificial aging 6 h plotted (a) according to equation (1) and (b) according to equation (4)
 图 1. 经 5% 预拉伸人工时效 6 h 后的试样根据方程(1)和方程(4)得到的拟合曲线

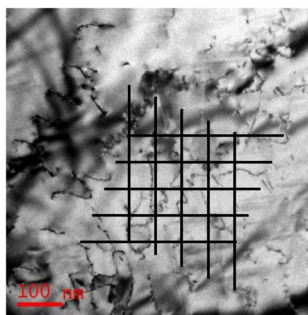


Figure 2. Schematic diagram of TEM line intersection method to determine dislocation density
 图 2. TEM 网格交线位错测量法示意图

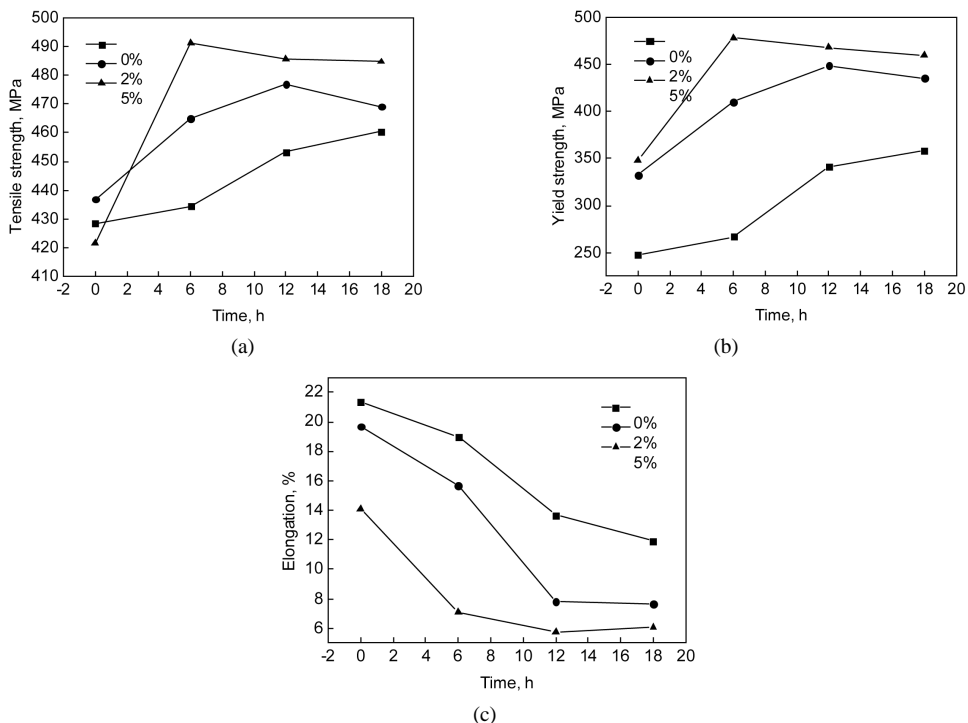


Figure 3. Mechanical properties of the sample with various pre-deformation after artificial aging
 图 3. 不同预变形试样人工时效后的室温拉伸性能

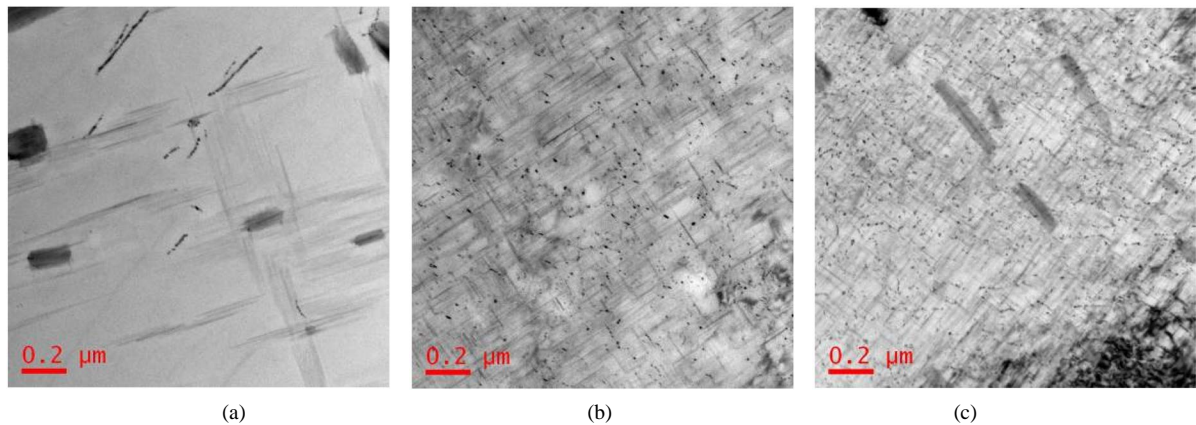


Figure 4. TEM micrograph of the sample with various pre-deformation at peak aging: (a) 0%; (b) 2%; (c) 5%
 图 4. 不同预变形试样峰值时效的 TEM 照片: (a) 0%; (b) 2%; (c) 5%

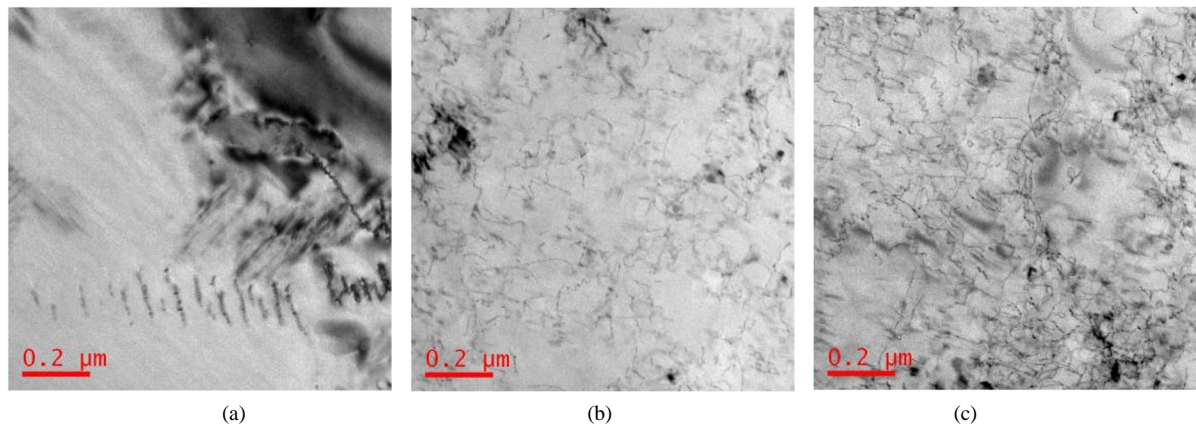


Figure 5. Dislocation morphology of the sample with various pre-deformation after artificial aging 12 h: (a) 0%; (b) 2%; (c) 5%
 图 5. 不同预变形试样人工时效 12 h 的位错照片: (a) 0%; (b) 2%; (c) 5%

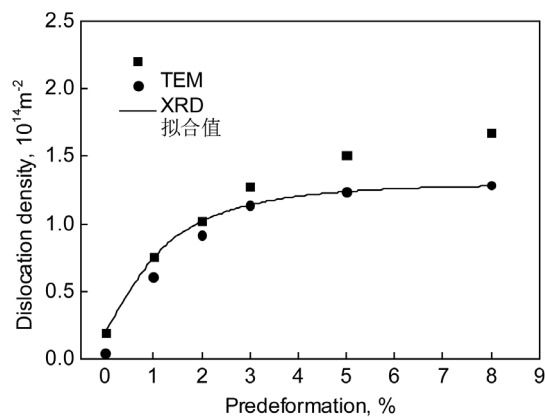


Figure 6. The relationship between dislocation density and pre-deformation
 图 6. 位错密度与预变形量的关系曲线图

线法和 XRD 图谱法测得的位错密度都随着预变形量的增加而增大, 增大速率逐渐减小, 最终趋于饱和。两种方法测得的结果直接存在一定的偏差, 因此需要在其间进行取舍。两种方法的测量精度主要受材料中位错密度大小的影响[13]: 当位错密度较小时, 由位错引起的微应变在 X 射线下形成的峰展宽极其微

小, 此时 XRD 图谱法测量误差较大; 当位错密度较大时, 基于照片统计的 TEM 网格交线法获得的结果则难以完全反应实际值。因此, 本文按照如下规则选定位错密度的测量值: 当位错密度较小时(变形量小于 2%), 选用 TEM 网格交线法测量值; 当位错密度较大时(变形量大于 2%), 则选取 XRD 图谱法测量值。最终确定的位错密度与预变形量的关系如图 6 中曲线所示。根据图 6 中曲线拟合得到位错密度与预变形量关系式:

$$\rho = 1.28 - 1.08e^{-0.7\varepsilon} \quad (6)$$

式中 ρ 为位错密度, ε 为预变形量。

3.4. 位错密度与位错强化的关系

合金的位错强化有如下关系:

$$\sigma_d = \sigma_{d0} + \Delta\sigma_d \quad (7)$$

式中 σ_{d0} 为固溶态合金内的位错强化, $\Delta\sigma_d$ 为预变形产生的位错强化。 $\Delta\sigma_d$ 又满足如下关系式:

$$\Delta\sigma_d = \sigma_x - \sigma_0 \quad (8)$$

式中 σ_x 为预变形试样的屈服强度, σ_0 为固溶态的屈服强度。根据实验结果获得 $\Delta\sigma_d - \rho$ 曲线如图 7 所示, 并拟合得到 $\Delta\sigma_d$ 与位错密度的函数关系:

$$\Delta\sigma_d = f(\rho) = 150\rho^{1/2} - 67 \quad (9)$$

将方程(9)代入方程(7)中得到:

$$\sigma_d = \sigma_{d0} + f(\rho) \quad (10)$$

假设 $\rho = 0$ 时, $\sigma_d = 0$, 所以

$$\sigma_{d0} = -f(\rho = 0) \quad (11)$$

其中 $f(\rho = 0)$ 是 $\Delta\sigma_d - \rho$ 曲线与纵坐标轴的交点值, 据此可得热轧态 Al-4.5Cu-0.88Mg 合金热轧板固溶态的位错强化值为 67 MPa, 占合金固溶态总强度的 27%。代入(10)式即可得到 Al-4.5Cu-0.88Mg 合金的位错强化与位错密度的关系为:

$$\sigma_d = f(\rho) - f(\rho = 0) = 150\rho^{1/2} \quad (12)$$

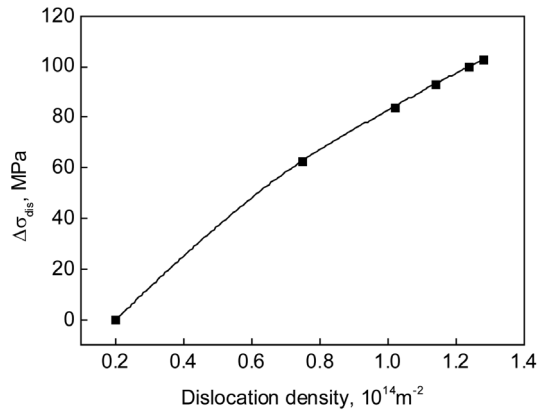


Figure 7. The relationship between dislocation strengthening caused by pre-deformation and dislocation density
图 7. 预变形产生的位错强化与位错密度的关系曲线图

4. 结论

1) 预变形增加了合金热轧板的位错密度, 使晶内析出相细小弥散分布, 提高了合金的强度, 缩短了合金达到峰值时效的时间。

2) 采用 TEM 网格交线法和 XRD 图谱法测得的位错密度都随着预变形量的增加而增大, 增大速率逐渐减小, 最终趋于饱和, 建立了位错密度与预变形量的函数模型 $\rho = 1.28 - 1.08e^{-0.7\varepsilon}$ 。

3) 根据实验数据作出了预变形产生的位错强化随着位错密度的关系曲线图, 由此得到了合金热轧板固溶态的位错强化值为 67 MPa, 占合金固溶态总强度的 27%, 获得了合金位错强化与位错密度的关系: $\sigma_d = 150\rho^{1/2}$ 。

基金项目

国家重点基础研究发展规划(973 计划)项目(编号: 2012CB619500); 国家自然科学基金(编号: 51375503)。

参考文献 (References)

- [1] Heinz, A., Haszler, A., Keidel, C., et al. (2000) Recent development in aluminum alloys for aerospace applications. *Materials Science and Engineering: A*, **280**, 102-107.
- [2] 王建国, 王祝堂 (2013) 航空航天变形铝合金的进展(2). *轻合金加工技术*, **9**, 1-10.
- [3] Muthu, K.S. (2011) Evaluation of precipitation reaction in 2024 Al-Cu alloy through ultrasonic parameters. *Materials Science and Engineering: A*, **528**, 4152-4158.
- [4] Badini, C., Marino, F. and Verné, E. (1995) Calorimetric study on precipitation path in 2024 alloy and its SiC composite. *Materials Science and Engineering: A*, **191**, 185-191.
- [5] Shih, H.C., Ho, N.J. and Huang, J.C. (1996) Precipitation behaviors in Al-Cu-Mg and 2024 aluminum alloys. *Metallurgical and Materials Transactions A*, **27**, 2479-2494.
- [6] 周亮, 邓运来, 晋坤, 等 (2010) 预处理对 2124 铝合金板材蠕变时效微结构与力学性能的影响. *材料工程*, **2**, 81-85.
- [7] 赵建华, 陈泽宇, 李思宇, 等 (2012) 初始状态对 2124 铝合金蠕变时效行为与力学性能的影响. *材料工程*, **10**, 63-67.
- [8] Zhang, J., Deng, Y.L. and Zhang, X.M. (2013) Constitutive modeling for creep age forming of heat-treatable strengthening aluminum alloys containing plate or rod shaped precipitates. *Materials Science and Engineering: A*, **563**, 8-15.
- [9] Xu, F.S., Zhang, J., Deng, Y.L., et al. (2014) Precipitation orientation effect of 2124 aluminum alloy in creep aging. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, **24**, 2067-2071.
- [10] Ungár, T. (2001) Dislocation densities, arrangements and character from X-ray diffraction experiments. *Materials Science and Engineering: A*, **309-310**, 14-22.
- [11] Ungár, T. Gubicza, J., Hanák, P., et al. (2001) Densities and character of dislocations and size-distribution of subgrains in deformed metals by X-ray diffraction profile analysis. *Materials Science and Engineering: A*, **319-321**, 274-278.
- [12] Ungar, T., Dragomir, I., Révész, Á. and Borbély, A. (1999) The contrast of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice. *Journal of Applied Crystallography*, **32**, 992-1002.
- [13] Renzetti, R.A., Sandim, H.R.Z., Bolmaro, R.E., et al. (2012) X-ray evaluation of dislocation density in ODS-Eurofer steel. *Materials Science and Engineering: A*, **534**, 142-146.
- [14] Ribárik, G. and Ungár, T. (2010) Characterization of the microstructure in random and textured polycrystals and single crystals by diffraction line profile analysis. *Materials Science and Engineering: A*, **528**, 112-121.
- [15] Pešička, J., Kužel, R., Dronhofer, A. and Eggeler, G. (2003) The evolution of dislocation density during heat treatment and creep of tempered martensite ferritic steels. *Acta Materialia*, **51**, 4847-4862.