

鋁鈦二元合金與含鈦 7050 鋁合金之析出研究

Precipitations in binary Al-Sc alloys and a 7050 Al alloy containing Scandium

*葉秉洋 楊智富 邱六合

Ping-Yang Yeh Chih-Fu Yang Liu-Ho Chiu

大同大學材料工程研究所 葉秉洋 0910032425 j2721219@msn.com

摘要

本研究先利用 Al-0.2 Sc (wt.%) 合金，來探討不同條件之熱機處理對於合金的析出行為及再結晶行為之變化；再選用 7050-0.2 Sc (wt.%) 鋁合金，藉由相對之高溫時效處理(480°C)與低溫時效處理(120°C)，探討其機械性質之影響。以上兩部份實驗，藉由微硬度試驗機、拉伸試驗機及 X 光繞射儀(XRD)之測試，並配合光學顯微鏡(OM)、穿透式電子顯微鏡(TEM)，來分析各合金之退火性質、機械性質以及顯微組織之變化。實驗結果顯示，Al-0.2 Sc 合金在未經時效以及在 480°C 24 小時時效處理後，各別之再結晶溫度大約為 500°C 以及 400 °C，表示在富鋁 α 相中 Sc 之固溶量越大，其再結晶溫度越高。7050-0.2 Sc 鋁合金，可藉由散佈強化(Al_3Sc)和析出硬化(MgZn_2)之兩析出物，達到強化效果，尤以高溫析出(Al_3Sc 相)後之合金，使得低溫析出(MgZn_2 相)之效果更佳，經由適當的高溫時效處理與低溫時效處理後，強度可達 680 MPa 左右。

關鍵字：再結晶溫度、析出硬化

Abstract

In this study, the precipitation reactions and their effect on the mechanical properties in a binary Al-0.2 Sc alloy and a 7050-0.2 Sc Al alloy were examined. The results show that the recrystallization temperature in the Al-Sc alloy is closely related to the amount of Sc solutioning in the α matrix of the Al-Sc alloy. The precipitation of Al_3Sc in the Al-0.2 Sc alloy will drains off the Sc atoms in the α matrix and consequently decreases the recrystallization temperature of the alloy. The 7050-0.2 Sc alloy was found to be strengthened both by the high temperature precipitation of Al_3Sc and by the low temperature precipitation of MgZn_2 . Through the dual-precipitation the strength of the 7050-0.2 Sc alloy

reaches an incredible high value of 680 MPa.

Keywords: recrystallization、precipitation

1. 前言

鋁合金擁有質輕(2.7 cm³/g)、高比強度、高導熱、導電性、優異的抗腐蝕性，且易於加工成型及成本低，其中 7000 系高強度鋁合金廣泛應用於航空及民生用品之結構件，習知其強度上限為 600 MPa，難再增加。近年來在鋁合金中添加鈦(Sc)元素來突破鋁合金在強度及高溫機械性質方面的瓶頸^[1]，已漸被披露。

文獻報導中指出^[2]： Al_3Sc 相能阻擋差排滑移、阻止晶粒成長，並且抑制再結晶，使再結晶溫度提升。本實驗想藉此提出另一說法：因 Sc 熔點高(1541°C)，且為重金屬元素，擴散係數小，在鋁中擴散慢，不易產生再結晶，故擬藉由實驗觀察及驗證再結晶溫度是否與 Sc 在鋁合金中之固溶度成正比。

鋁合金中 7050 被廣泛運用，它擁有高抗腐蝕性，特別是其焊接性質優於其他 7000 系列鋁合金許多。而添加 Sc 之鋁合金能使其減少熱裂與提升機械性質，以至於在焊接加工成型後可保有一定的強度，本研究將會探討散佈強化(Al_3Sc)和析出硬化(MgZn_2)兩個強化機制，對 7050 鋁合金機械性質之提升的效果。

2. 實驗方法

2.1 試片製備

本實驗熔煉所使用之純鋁、Al-2Sc(預合金)、7050 鋁合金係由怡鋁企業有限公司提供，所欲配置之材料除了母合金純鋁及 7050 鋁合金外，尚包括 Al-0.1 Sc、Al-0.2 Sc、Al-0.3 Sc、7050-0.2Sc (wt.%)。合金之展伸材製作乃是將澆鑄後之鑄錠(10 mm)，於 500°C 空氣爐內預熱 15 分鐘後進行熱軋，軋軋轉速約 200 mm/s，每一道厚度減縮量約 0.5 mm，軋軋後回爐持溫 3 分鐘以保持軋軋溫度，如此軋軋至試片厚度達 1 mm 以獲得 1 mm 之展伸材。

2.2 熱處理

鋁鎢二元合金之熱處理溫度在 480°C 時，為均質化處理，但在鋁鎢合金中，它更代表了 Al_3Sc 的析出處理之高溫時效，再於各個時效溫度與時間處理作後續之研究。

而 7050-0.2Sc 於 480°C 進行熱處理，一來可作為 Al_3Sc 之析出處理，二來亦是 η (MgZn_2) 相之固溶處理，故此熱處理可稱為「 Al_3Sc 析出/ MgZn_2 固溶」熱處理，以下簡稱固溶處理（或高溫時效處理），接著於 120°C 進行低溫相之時效處理以得到低溫析出 MgZn_2 析出，如此一來 7050-0.2 Sc 合金同時具備 Al_3Sc 之散佈強化及 η 相(MgZn_2)之析出強化，再進一步作研究。

2.3 試片分析

使用 XRD、TEM、OM，探討 Al_3Sc 及 MgZn_2 之析出反應及金相組織觀察，並藉由硬度測試及拉伸試驗探討時效處理對機械性質之影響。

3. 結果與討論

3.1 XRD 分析

3.1.1 鋁鎢二元合金

Fig.1 XRD 圖可觀察，富鋁之 α 相其 (331) α 繞射峰之 2 θ 角度，隨含鋁量的增加而減少，由晶格常數計算得知，添加 Sc 造成 (331) α 之 2 θ 角度變小， α 相之晶格常數變大，因此 Sc 固溶於 α 相的量越多， α 相之晶格常數越大。

Fig.2 為 Al-0.2 Sc 在 480°C 下，分別時效 0、72、120 小時之 XRD 結果，由其分析可發現， α 相之 (331) α 之 2 θ 角度，隨著時效時間越長而增大，可知越大 2 θ 角度之 (331) α ， α 相晶格常數越小，比較 Fig.1 與 Fig.2 結果顯示，由於長時間高溫(480°C)時效，因 Al_3Sc 析出量增加，因此 Sc 在 α 相的固溶量相對減少。

3.1.2 7050-0.2 Sc 鋁合金

Fig.3 (a)、(b) 分別為 7050-0.2 Sc 鋁合金之板材於 480°C 固溶一小時後淬水，經 120°C 時效 0 小時及 72 小時之 XRD 繞射分析。比較 XRD 圖可知，未經析出者只有 Al 的特徵峰，而經低溫時效（120°C 時效處理 72 小時）者會出現 MgZn_2 之特徵峰。

3.2 微觀結構分析

3.2.1 鑄態及展伸材之金相觀察

比較 Fig.4 (a)、(b) 分別為純鋁及 Al-0.3 Sc 合金之鑄態金相圖，可明顯觀察到 Al-0.3 Sc 合金較純鋁具有更細小的晶粒。Fig.5 (a)、(b) 分別為 7050 鋁合金及 7050-0.2 Sc 鋁合金之鑄錠 (as-cast) 金相圖，不含鎢 7050 鋁合金之鑄造顯微組織為典型的樹枝狀結構，由初析之 pri- α 及共晶之 $\alpha + \beta$ 所組成；而 7050-0.2 Sc 鋁合金在相同製程下之顯微組織中之初析 pri- α 相則較為等軸。由金相圖可發現，在鋁合金中添加 Sc 可細化鑄件之晶粒，並改變樹枝晶成長型態，使之較為等軸。Fig.6 (a)、(b) 分別為 7050 及 7050-0.2 Sc

鋁合金經熱軋、淬水後，於 480°C 固溶 1 小時之金相圖，7050 鋁合金之再結晶晶粒沿軋壓方向呈略拉長之形狀；而相對的，7050-0.2 Sc 鋁合金在同樣製程下，發現有許多極細小之再結晶，顯示在 7050 鋁合金中添加 Sc，能有效抑制合金之晶粒成長。

3.2.2 再結晶之觀察

Fig.7 (a)、(b) 為 Al-0.2 Sc 合金未經 480°C 時效析出(時效 0 小時者)，即施加 90% 室溫軋軋，之後於 400°C、500°C 退火處理之金相圖；由圖可知，在 400°C 退火者並未發生再結晶，500°C 退火者則始有較明顯之再結晶行為。Fig.8 (a)、(b) 為 Al-0.2Sc 合金經 480°C、24 小時之時效析出後，施予 90% 室溫軋軋，於 300°C、400°C 退火之金相圖，發現在 300°C 退火者無再結晶現象，而 400°C 退火者則可看到明顯的再結晶晶粒。比較以上經 0 及 24 小時高溫時效處理之兩種不同固溶量之鋁合金之再結晶行為，可發現未經高溫時效析出處理之 Al-0.2 Sc 合金，其再結晶溫度較有經高溫時效處理之 Al-0.2 Sc 合金高；換句話說，固溶量較高之鋁合金較不易發生再結晶。

3.3 機械性質量測

3.3.1 硬度量測

3.3.1.1 鋁鎢二元合金

Fig.9 為急冷鑄造之 Al-0.2 Sc 合金，分別在 300°C、350°C、400°C、480°C 溫度下進行時效處理之硬度時效曲線。由圖可知，Al-0.2 Sc 合金之 300°C、350°C、400°C、480°C 時效硬化曲線分別在 4 小時、2 小時、32 分鐘、及 32 分鐘，達尖峰時效 (peak aging)，其硬度值分別為 Hv 80、80、65、及 58，顯示時效溫度越高，越快達到尖峰時效，但硬度值相對減低。尖峰時效後之硬度值，隨時效溫度越高，下降越快。

3.3.1.2 7050-0.2 Sc 鋁合金

Fig.10 為 7050-0.2 Sc 之板材經 480°C、持溫 1 小時，(以固溶 Mg、Zn 等元素) 後淬水，再進行 120°C 時效處理之硬度曲線圖，可得知時效硬化大約在 24 小時左右達尖峰時效，之後之硬度值無明顯軟化，即使經長時間之時效處理；例如：7050-0.2 Sc 經 120°C 時效處理 264 小時，其硬度也和尖峰時效之硬度相近，故可知 7050-0.2 Sc 鋁合金在 120°C 不易過時效。

3.3.2 拉伸測試

Fig.11 為 7050 鋁合金與 7050-0.2 Sc 鋁合金熱軋後之板材 (as-rolled) 經 480°C 固溶處理 1 小時後，經低溫時效 (120°C) 24 小時之拉伸測試之結果，低溫時效前含鎢 7050 合金之抗拉強度較不含鎢者高約 40 MPa；而時效後，含鎢 7050 合金之抗拉強度較不含鎢者高約 110 MPa。比較兩合金各自在低溫時效前後抗拉強度之提昇情形可發現，不含鎢 7050 合金之抗拉強度時效前後增加 80 MPa，為 569 MPa；而含鎢 7050 合金之抗拉強度時效前後增加 150 MPa，為 679 MPa。

3.4 TEM 之顯微影像觀察

3.4.1 鋁鈦二元合金

Fig.12 (a)、(b) 為 Al-0.2 Sc 於 480°C 高溫時效 1、24 小時後所得到之 TEM 顯微影像，由圖可知，隨著時效時間的增加， Al_3Sc 相之析出量明顯增加，析出物大小隨時效時間增長，從約 20 nm 成長到約 100 nm，由此可知，隨著時效時間增長，合金析出大量的 Al_3Sc ，造成基材中 Sc 逐漸消耗。

3.4.2 7050-0.2 Sc 鋁合金

Fig.13 為 7050-0.2 Sc 鋁合金之板材 (as-rolled) 經 480°C 固溶處理 1 小時後，於 120°C 時效 1 小時得到之 TEM 顯微影像。由圖可發現，TEM 影像出現 line of no contrast，這些細小整合的析出物為 GP zone。此外由圖可觀察合金之晶粒尺寸大約為 1 μm 左右，即使經過固溶處理 (480°C、1 小時)，也不易使晶粒粗大。Fig.14 (a)、(b) 為 7050-0.2 Sc 鋁合金之板材經 480°C 固溶處理 1 小時後於 120°C 時效 24 小時析出物之 TEM 影像，可發現 η' 之介穩相明顯長大，同時也有 Al_3Sc 析出相的生成。根據文獻指出，此時 MgZn_2 已形成 η' 之介穩相，其溶解的溫度範圍約為 150°C ~ 220°C，搭配時效硬度曲線觀察可知另外還能觀察到析出物周圍佈滿應力場，推測可能是阻擋差排滑移形成之差排環，以上特徵能有效地強合金之機械性質。

4. 結論

1. 添加微量鈦入純鋁及 7050 鋁合金皆能有效細化鑄件及展伸材之晶粒。
2. Al-0.2 Sc (wt.%) 在不同溫度下時效，其效溫度越高，越快達到尖峰時效，但硬度值相對減低。合金於 480°C 時效經 32 分鐘即達尖峰時效 (Hv 58)，於 300°C 時效經 4 小時達尖峰時效 (Hv 80)。
3. 藉由 XRD 分析可得知，Al-0.2 Sc 合金隨著時效 (480°C) 時間越長， Al_3Sc 相大量析出， α 相 (FCC 富鋁相) 的 Sc 之固溶量越小，晶格常數越小。
4. 未經高溫時效析出處理之 Al-0.2 Sc 合金，其再結晶溫度較經高溫時效 (480°C 時效、24 小時) 處理之 Al-0.2 Sc 合金高，大約在 500°C 左右、400°C 左右，故鈦固溶量較高之鋁合金較不易發生再結晶。
5. 7050-0.2 Sc 板材時效熱處理條件為 480°C 固溶 1 小時 + 120°C 時效 24 小時，合金擁有最佳時效強化效果 (Hv 200)。經 120°C 時效處理 264 小時，其硬度也和尖峰時效之硬度相近，不易過時效。
6. 含鈦 7050 鋁合金之抗拉強度比不含鈦 7050 鋁合金者高，且能更有效的加強 MgZn_2 (於低溫時效之析出物) 之析出強化效果，使得 Al_3Sc 之散布強化與 MgZn_2 析出強化有加乘之功效，7050-0.2 Sc 合金時效後之抗拉強度約為 680 MPa。
7. 由 TEM 觀察可知，7050-0.2 Sc 合金於 120°C 時效時，在超過尖峰時效 (24 小時) 後除了 η' 相之外，仍有 GP zone 存在，使之過時效後仍維持一定強

度，不易過時效軟化。

8. 由 TEM 及機械性質量測可知，7050-0.2 Sc 合金之時效強化機制包括兩種：由高溫之 Al_3Sc 析出散佈相及低溫 MgZn_2 之析出 η' (介穩相) 在晶粒內生成，達到強化效果。

參考文獻

- [1] R. R. Sawtell. and C. L. Jensen., Metall. Trans., Vol. 21, 1990, p.421
- [2] L.S. Kramer, W.T. Tack, M.T. Fernandes, Vol. 10, 1997, p.23.

誌謝

本研究承蒙國科會 NSC96-2221-E-036-012 計劃之經費補助及怡鋁企業有限公司在實驗上之材料提供，在此致以最大謝意。

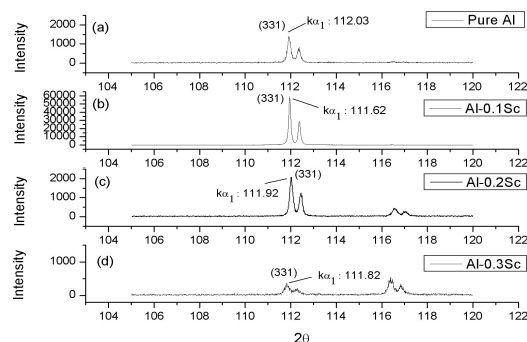


Fig.1 純鋁、Al-0.1Sc、Al-0.2Sc、Al-0.3Sc(wt.%)二元合金之 XRD 分析

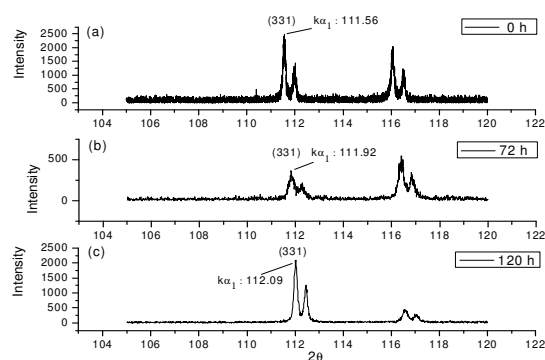


Fig.2 Al-0.2Sc 於 480°C 下分別時效 0 小時、72 小時、120 小時之 XRD 分析

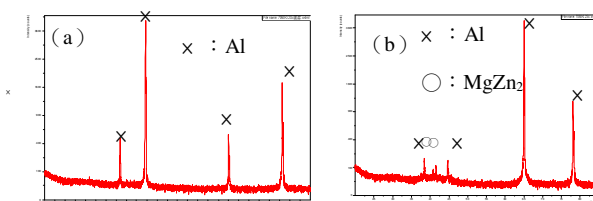


Fig.3 7050-0.2Sc (a) 固溶後淬水、(b) 固溶、淬水於 120℃時效 72 小時之 XRD 分析

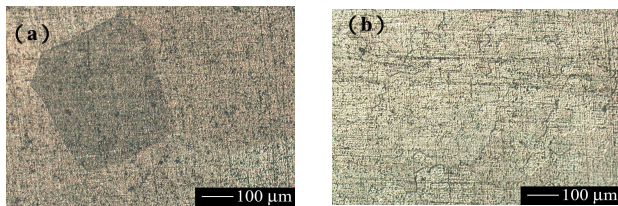


Fig.4 鑄態金相：(a) 純鋁、(b) Al-0.3Sc (wt.%)

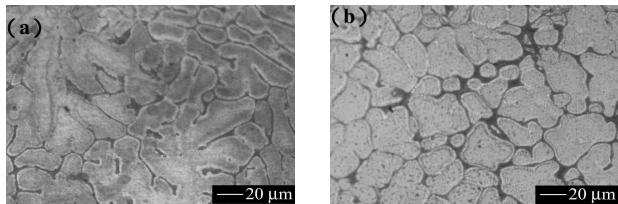


Fig.5 7050 鋁合金及 7050-0.2Sc (wt.%) 鋁合金之鑄態金相圖：(a) 7050 鋁合金；(b) 7050-0.2Sc (wt.%)

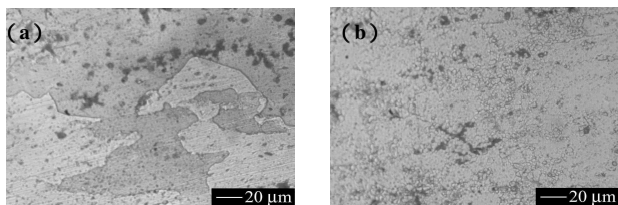


Fig.6 (a) 7050 鋁合金及 (b) 7050-0.2Sc 鋁合金之板材經熱軋、淬水後，於 480℃固溶 1 小時金相圖

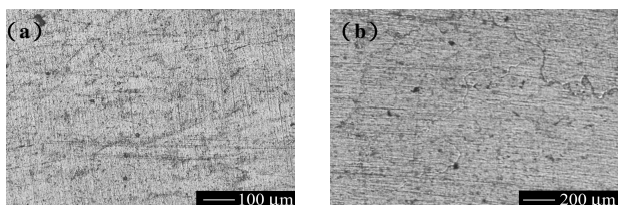


Fig.7 Al-0.2Sc (wt.%) 經 480℃時效 0 小時後冷加工 90%，於 (a) 400℃、(b) 500℃下退火一小時

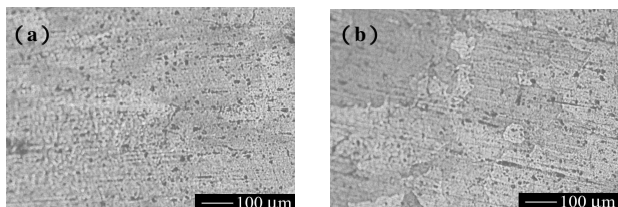


Fig.8 Al-0.2Sc (wt.%) 經 480℃時效 24 小時後冷加工 90%，於 (a) 300℃、(b) 400℃下退火一小時

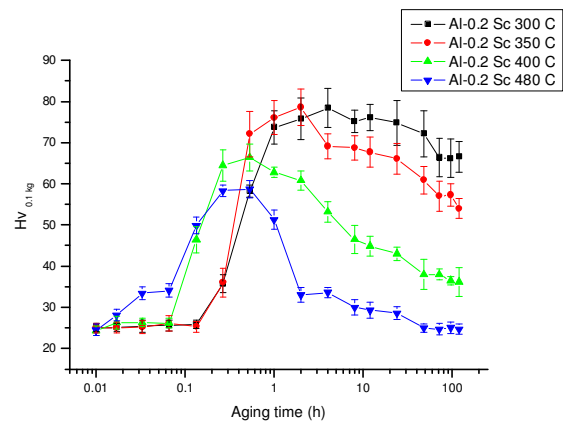


Fig.9 鑄造之 Al-0.2 Sc 合金，分別在 300℃、350℃、400℃、480℃溫度下進行時效處理之硬度時效曲線

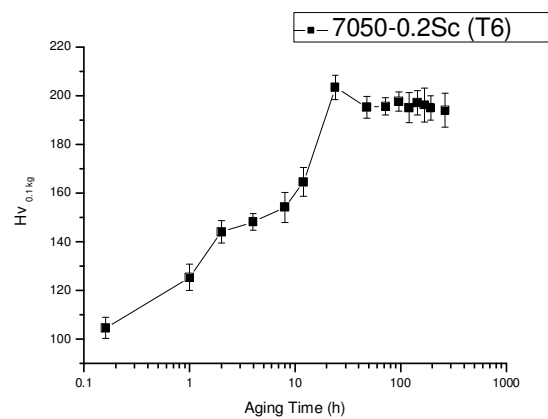


Fig.10 7050-0.2 Sc 之板材經 480℃、持溫 1 小時後淬水，再進行 120℃時效處理之硬度曲線圖

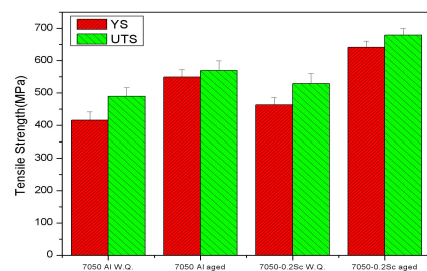


Fig.11 7050 鋁合金與 7050-0.2 Sc 鋁合金之板材經 120℃時效 0 (W.Q.)、24 (aged) 小時之拉伸測試之降伏及抗拉強度

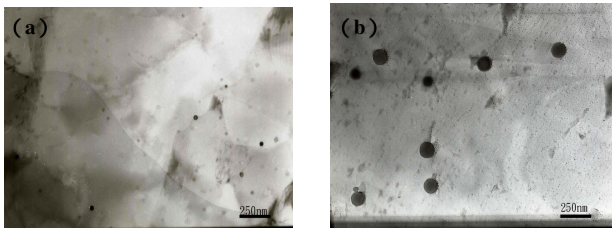


Fig.12 Al-0.2 Sc 於 480°C 高溫時效 1、24 小時後所得到之 TEM 顯微影像

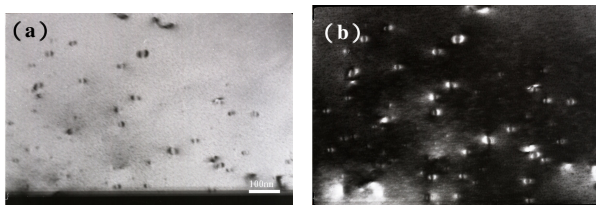


Fig.13 7050-0.2 Sc 鋁合金之板材經 480°C 固溶處理 1 小時後，於 120°C 時效 1 小時得到之 TEM 顯微影像 (a) 明視野、(b) 暗視野

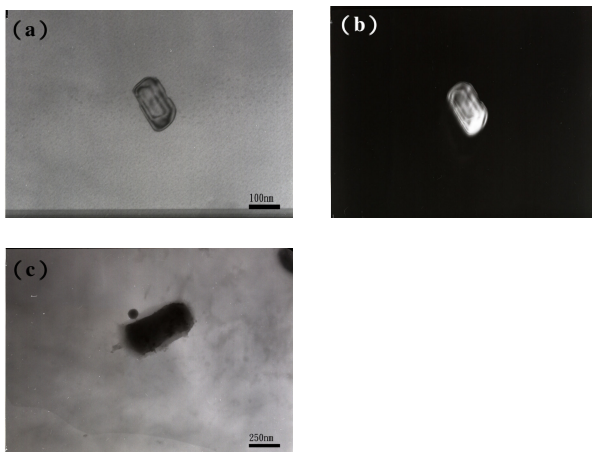


Fig.14 7050-0.2 Sc 鋁合金之板材經 480°C 固溶處理 1 小時後於 120°C 時效 24 小時析出物之 TEM 影像 (a) 明視野、(b) 暗視野、(c) 明視野