

铍铜箔片热时效强化平整工艺优化研究

王泽冉¹, 赵娟^{1,*}, 栗心明¹, 徐铁伟¹, 王世雷², 肖华林²

(1. 青岛理工大学 机械与汽车工程学院, 青岛 266525; 2. 青岛前哨精密仪器有限公司, 青岛 266111)

摘要: 铍铜箔片是制造弹性基片的首选材料, 传统热处理的基片表面存在波纹度、平面度超标等问题, 基于铍铜箔片传统热时效问题开展研究, 利用精密夹具进行热时效强化平整试验, 探究铍铜合金相的析出过程与强化平整机理。XED 和 SEM 试验结果证明: 铍铜相变过程为晶内连续析出 (CP) 与晶界不连续析出 (DP), CP 顺序为: 固溶体 α - γ'' 相— γ' 相 (半共格强化相)—独立 γ 相。 γ'' 相向 γ' 相转变过程中会产生晶格畸变强化效应, 硬度提高, 同时晶界变粗甚至有瘤状物析出, 随着热时效时间的延长, 独立 γ 相的析出比例增加, 晶界变厚, 硬度反而下降, 激光共聚焦检测结果表明铍铜箔片处于过时效状态平面度得到有效改善。优化的热时效强化平整工艺为时效温度 360 °C、时效时间 4 h、施加拧紧力矩 5 N·m, 硬度为 320.1 HV, 平面度为 48.753 μ m。

关键词: 铍铜箔片; 热时效强化; 热时效平整; 平面度

中图分类号: TG156.1 文献标志码: A 文章编号: 1673-4602(2025)03-0104-08

Optimization research on the thermal aging strengthening and leveling process of beryllium copper foil

WANG Yiran¹, ZHAO Juan^{1,*}, LI Xinming¹, XU Tiewei¹, WANG Shilei², XIAO Hualin²

(1. School of Mechanical and Automotive Engineering, Qingdao University of Technology, Qingdao 266525, China;

2. Qingdao Qianshao Precision Instrument Co., Ltd., Qingdao 266111, China)

Abstract: Beryllium copper foil is the preferred material for manufacturing elastic substrates. Traditional heat treated substrates had issues of excessive surface waviness and flatness. By utilizing precise fixtures for thermal aging strengthening and leveling test, this study delved into the precipitation process and strengthening and leveling mechanism of beryllium copper foil in response to its conventional thermal aging issues. The findings of this study demonstrated that the phase transition process observed in beryllium copper involved continuous precipitation (CP) within the grains and discontinuous precipitation (DP) at the grain boundaries. The sequence of CP was as follows: solid solution α - γ'' phase— γ' phase (semi-co-lattice strengthened phase)—independent γ phase. In the transition from the γ'' phase to the γ' phase, a lattice distortion strengthening effect was observed, leading to an increase in hardness. Additionally, the grain boundaries became coarser and tumors developed. As the thermal aging time increased, the proportion of independent γ phases in the precipitation contin-

收稿日期: 2023-12-18

基金项目: 山东省自然科学基金 (ZR2020ME006)

作者简介: 王泽冉 (1997—), 男, 山东潍坊人。硕士, 研究方向为摩擦学与材料表面工程。E-mail: 1160141802@qq.com。

* 通信作者: 赵娟 (1971—), 女, 山东青岛人。博士, 副教授, 主要从事高分子材料加工与改性等方面的研究。

E-mail: 2236729325@qq.com。

ued to rise, resulting in thickened grain boundaries and decreased hardness. The results of laser confocal detection show that when beryllium copper foil was subjected to overheating, a significant improvement in flatness was observed. The optimized thermal aging strengthening and leveling process is that the aging temperature is 360 °C, the aging time is 4 h and the tightening torque is 5 N · m, by which the hardness achieved 320.1 HV and the flatness achieved 48.753 μm.

Key words: beryllium copper foil; thermal aging strengthening; thermal aging leveling; flatness

铍铜合金作为一种高强度铜合金拥有“有色金属弹性之王”的美称,因其出色的性能指标而被用于各种高屈服强度、高弹性极限、高耐磨性、高灵敏度、无冲击火花等要求的精密设备部件^[1-2]。原始状态的铍铜硬度指标一般低于 200 HV,塑性好,具有良好的冷加工性能,经过一定热时效硬化处理硬度可超过 400 HV,屈服强度高达 1400 MPa。铍铜合金的塑性在高温热处理状态下仍然维持在较高水平,可以满足较宽的力学性能要求,广泛应用于航空航天、传感器、精密检测仪器中,其高端产品精度要求已经跨入微纳尺度^[3-5]。如厚度在 50~500 μm 的铍铜箔片是制造高端电子水平仪倾角传感器的核心元件弹性基片的关键材料,该弹性基片对表面完整性的要求很高,传统热处理工艺会出现表面污染、油污、划痕等异物附着,表面出现凹凸不平、翘曲变形等加工缺陷,铍铜箔片加工平面度超出 50 μm,而国外对铍铜箔片的热时效技术处于完全封锁状态,导致该技术成为我国高精端水平仪装备加工的制约因素^[6-7]。本文基于此开展铍铜箔片热时效平整工艺优化研究,主要通过时效强化平整工艺规程设计、热时效工艺试验,探索铍铜箔片合金强化平整的机理,进行工艺规程优化,以确定最优热时效平整工艺参数。该成果为铍铜箔片热时效强化平整加工提供了有效的数据支撑和理论指导,具有良好的社会效益和经济效益。

1 试验材料与方法

1.1 铍铜箔片材料

所用材料为日本 NGK 铍铜带材,厚 50 μm,牌号 C17200,将铍铜合金带材冲压成直径 28 mm 的铍铜箔片,成分含量如表 1 所示。

表 1 铍铜箔片元素成分

成分	Be	Co	Ni	Fe	Cu
质量分数	1.80~2.00	0.23	0.026	0.021	余量

1.2 热时效强化平整工艺设计

冲压后铍铜箔片因为残余应力出现翘曲变形,平面度超过 100 μm,硬度为 110~160 HV,最终产品要求平面度达到 50 μm 以下,硬度在 320 HV 以上,箔片必须进行热时效强化平整处理。采用的热时效设备是管式真空炉,功率 10 kW,真空度 10⁻⁴ Pa,配合耐高温精密平整工装夹具。

铍铜合金在热时效有欠热时效、峰值热时效及过时效 3 个阶段,所以热时效强化平整工艺选择在 320、340、360、380 °C 下分别保温 0.5、1、2、3、4、8、20 h。随后进行维氏硬度、各相组分分析(XRD)、微观组织结构和平面度检测。

1.3 夹具材料、升温速率及压紧力的预优化

1) 根据不同导热系数及热膨胀系数确定夹具材料为 SKD11。

2) 在相同时效温度和时效时间下升温速率通过在 100、120、140 °C/h 下进行筛选,在 120 °C/h 下,观测箔片翘曲度最小,硬度均匀性好,所以选用热时效升温速率为 120 °C/h。

3) 通过扭力扳手施加不同扭矩拧紧螺栓,进行热时效强化平整试验,使得产生轴向压力夹紧铍铜箔片从而改善箔片的平面度来选择压紧力。对夹具施加 1、3、5、7 N · m 扭矩进行平面度观测,当扭矩小于 5 N · m 时,铍铜箔片会在表面产生小凹坑,产品平面度不合格;大于 5 N · m 达到 7 N · m 时,由于扭矩过大会使箔片发生严重翘曲变形,箔片平面度也不达标。扭矩为 5 N · m 时,箔片表面无凹坑,翘曲变形小,平面度较好。所以选用 5 N · m 扭矩为夹具压紧扭矩,既可以使热处理的平整夹块充分夹持铍铜箔片,又不会引入过多的残余应力,从而改善平面度。

1.4 性能表征

1) 维氏硬度测试选用新型数字式显微硬度计(日本 FUTURE-TECH 公司 FM-700),测试载荷 0.01 N,加载时间 15 s,每个样品取 5 点测试硬度,并取平均值作为测量结果。

2) 采用场发射扫描电镜(ZETSS SIGMA 300)进行 SEM 拍摄。

3) 采用射线衍射仪(Bruker D8 Advance X)进行 XRD 物相分析,扫描速度为 $5 (^{\circ})/\text{min}$ 。

4) 采用激光光谱共聚焦显微镜(木木西里 KathMatic)测试平面度。扫描间距 $70 \mu\text{m}$,采样频率 2000 Hz,扫描速度 $70000 \mu\text{m}/\text{s}$,精度 2 nm。

2 试验结果与讨论

2.1 镀铜箔片热时效强化 XRD 测试分析

为了研究镀铜箔片热时效强化平整过程的相变规律和特点,对在 320°C 热时效下的镀铜箔片进行 XRD 测试,镀铜箔片在不同热时效时间的 X 射线衍射峰的宽化和峰位的偏移分别是由晶格畸变和基体中溶质原子析出引起的^[8-11]。如图 1 所示,在热时效强化过程中,箔片经过 1 h 热处理后,主衍射峰峰形发生比较明显的宽化,峰位也往低角度偏移(向左偏移),即发生 γ'' 相向 γ' 相转化;热时效时间为 3~4 h 时,峰形开始锐化,峰位的变化逐渐减小,峰位再次向低角度偏移,即 γ'' 完全转化为 γ' 相;随着热时效至 8 h,合金除了继续脱溶出溶质原子外,还会有 γ 相的析出和 γ' 相向 γ 相的转变,从而降低晶格畸变,使得主峰的峰形变得锐化;热时效时间为 20 h 时,峰位的变化趋于稳定。

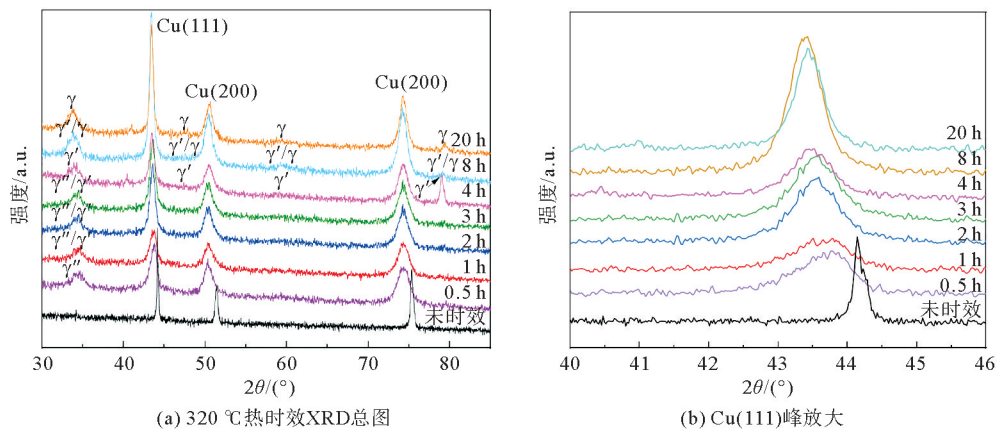


图 1 镀铜箔片在 320°C 热时效下的 XRD

在热时效过程中 γ'' 相向 γ' 相转变过程中会产生晶格畸变,析出半共格强化相 γ' 相,箔片硬度持续增加;随着时间的延长, γ' 相比比例增加,硬度达到峰值,表现为热强化;随着热时效时间继续增加, γ' 相脱离基体相半共格关系,形成独立相 γ 相,随着半共格关系的解除,强化效果减弱,硬度反而衰减^[12]。

2.2 热时效 SEM 微观组织结构

为进一步研究镀铜箔片强化过程的相演化历程,进行微观组织结构研究,图 2 为镀铜箔片在未热时效和 320°C 下不同热时效时间的 SEM 图。由图 2 可以看出未热时效时镀铜箔片为均匀的 α 固溶体。因为本试验所用带材经过浅度硬化处理,微观组织结构为等轴晶及一些由于轧制而产生的孪晶结构,随着热时效时间延长,孪晶结构逐渐减少,这是因为合金在热时效时发生溶质析出发生再结晶,使其逐渐减少退化,图 2(a)~(e) 的红色线框为孪晶在不同热时效时间的数量变化,3 h 时孪晶基本消失。在 0.5~4 h 热时效时间内,SEM 显示新析出的晶粒大小不均匀,晶界不明显,随着时间的增加,晶内析出越来越明显,相界线越来越清晰,甚至在晶界析出极少数的节瘤状析出物,此时基体内析出半共格强化相 γ' 相,并且随着热时效的进行 γ' 半共格强化相析出数量和尺寸增加,晶界处偏析程度也增加,为晶界处胞状不连续脱溶产物 DPC(Discontinuous Precipitate Cells)^[13],出现明显的 DP 区,同时 γ'' 相逐渐转化为 γ' 半共格强化相,演化成强化相,硬度逐渐增加,达到峰值,热时效强化的总体效果就是箔片整体硬度增加,如图 2(b)~(f) 所示。当热时效时间继续增加达到 8 和 20 h,晶粒继续长大,DP 区宽度会随着时间的延长增加,晶界处析

出大量聚集的节瘤状析出物,并且向晶内延伸^[14],进入过时效阶段,强化效果减弱,硬度下降,如图 2(g)(h)所示。

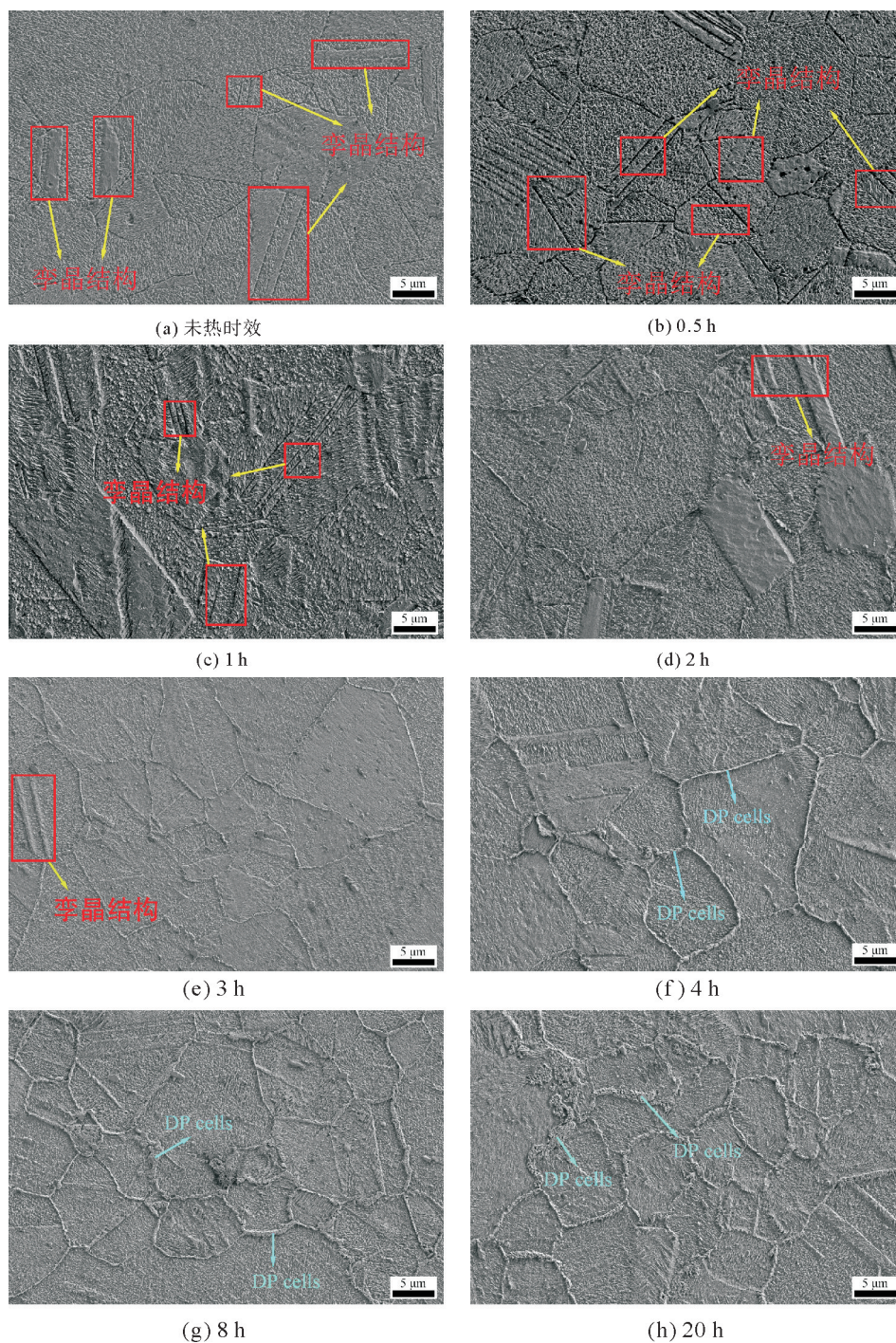


图 2 铍铜箔片在未热时效及 320 °C 下不同热时效时间后 SEM 图

为了进一步研究相界面的演化过程,将 320 °C 下热时效 0.5、3、8 h 后箔片热时效强化不同时间的 SEM 微观组织结构图放大 5000 倍,观测晶界宽度如图 3 所示,晶界宽度 D 的测试数据如表 2 所示。可以看出 0.5 h 时晶界没有明显的析出物产生,3 h 的 DP 区平均晶界宽度 D_{av} 达到 0.376 μm ,极差值为 0.241 μm ,标准差在 0.073 μm ,说明其晶界较细,分布比较均匀;热时效时间增加到 8 h,晶界不连续析出开始向晶内延伸,平均晶界宽度 D_{av} 达到 0.945 μm ,极差值为 0.240 μm ,标准差在 0.274 μm ,说明其晶界分布宽度较大。

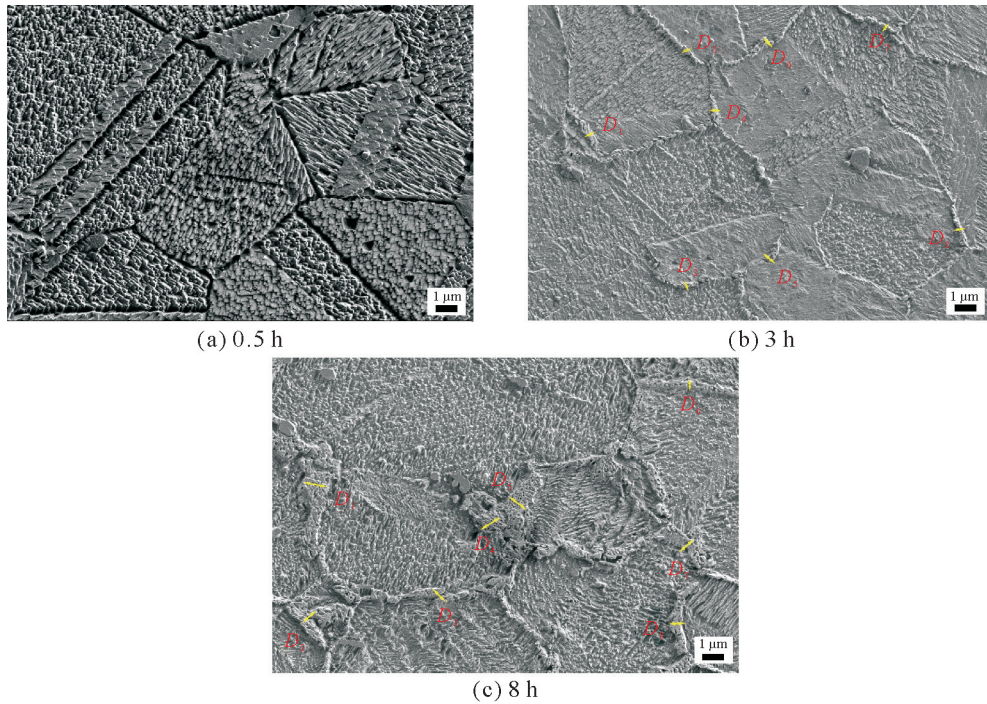


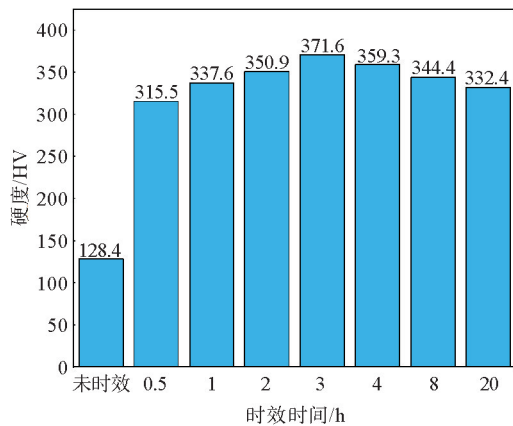
图3 320 °C热时效 0.5、3、8 h后 5000 倍晶界宽度 SEM 图

2.3 热时效强化硬度变化分析

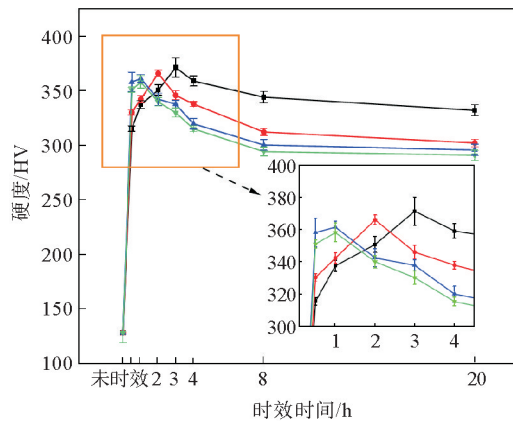
图4显示 320~380 °C不同热时效时间的硬度变化,可以看出随着热时效时间延长,硬度呈先上升后下降趋势,并且随着热时效温度的提高,达到峰值硬度的时间也更快,温度越高,硬度峰值越低。当热时效温度为 320、340、360、380 °C,硬度峰值分别在热时效 3、2、1、1 h 时,硬度峰值分别为 371.6、366.2、361.6 和 358.3 HV,峰值硬度随着温度的增加而降低。320 °C热时效硬度(图4(a))的变化趋势与 XRD 所分析的强化相析出特点相吻合,时效初期析出与基体共格的 γ'' 相,表现为一定的强化效应,硬度提高;随着时间的增加, γ'' 相转化为 γ' 相,其与基体相半共格,起到显著的强化效果;随着时间的延长, γ' 相比比例增加,硬度达到峰值;热时效时间继续增加, γ' 相脱离基体相半共格关系,形成独立相 γ 相,半共格关系解除,硬度降低。

表2 320 °C热时效 3、8 h 晶界宽度参数 D μm

热时效时间/h	最大值 D_{max}	最小值 D_{min}	中位数 D_m	极差值 D_r	平均值 D_{av}	标准差 D_s
3	0.497	0.256	0.376	0.241	0.376	0.073
8	1.220	0.980	0.945	0.240	0.945	0.274



(a) 320 °C不同热时效时间硬度值

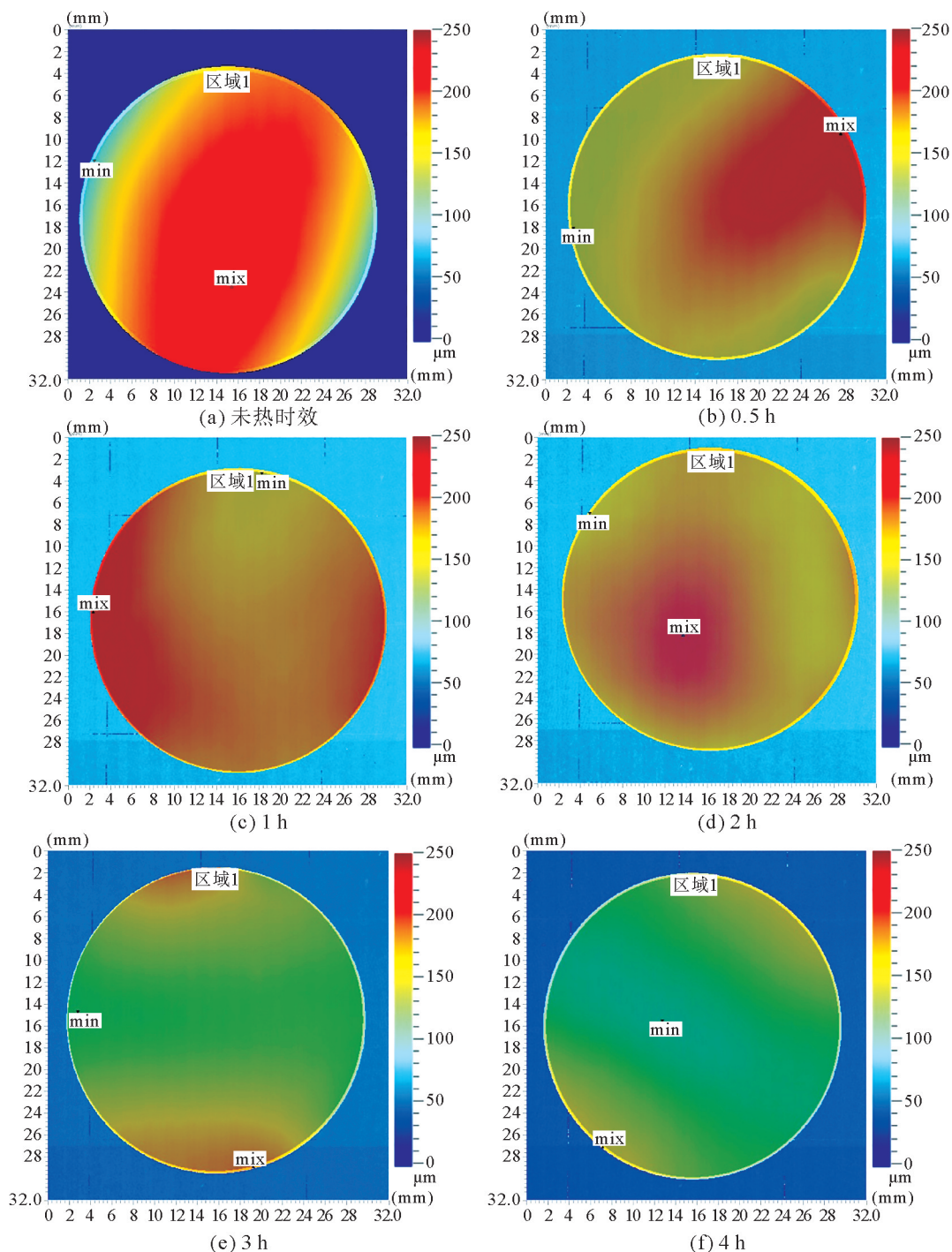


(b) 不同温度下热时效强化趋势

—■— 320 °C; —●— 340 °C; —▲— 360 °C; —▼— 380 °C

图4 不同热时效温度下的硬度变化趋势

由图 5 和表 3 可见:原始铍铜箔片由于冲压刀具边缘的剪切残余应力作用而翘曲变形,呈现锅盖形状(图 5(a)),平面度高达 $214.744\ \mu\text{m}$ 。热时效时间 0.5 h,如图 5(b)所示,颜色对比度降低,平整度改善,在一侧面出现翘曲现象,平面度降低到 $176.793\ \mu\text{m}$,这主要是因为短时间热处理,暂时消除了精密冷冲压所形成的残余应力所导致的残余应变,即翘曲变形。而当热时效时间增加到 1 h,如图 5(c)所示,平面度反而增加,呈现周边翘曲中间低的反锅盖形状,主要是由两方面原因所致,一是因为铍铜箔片本身温度传递过程的不均匀性,温度差异导致的析出不均匀,出现析出残余应变;另一方面晶内、晶界析出的不平衡性,导致内部相变差异,从而导致残余应变^[15],两方面原因叠加后平面度反而增加。随着时间的增加,如图 5(c)–(h)所示,当平面度越来越小,这时因为箔片温度逐渐趋于一致,基体内晶界连续和不连续析出也渐趋平衡,所以延长热时效时间,有助于降低平面度,改善表面平整度。在 20 h 平面度达到 $52.952\ \mu\text{m}$,说明随着热时效时间增加进入过时效时,可以有效降低平面度,提高表面平整度。



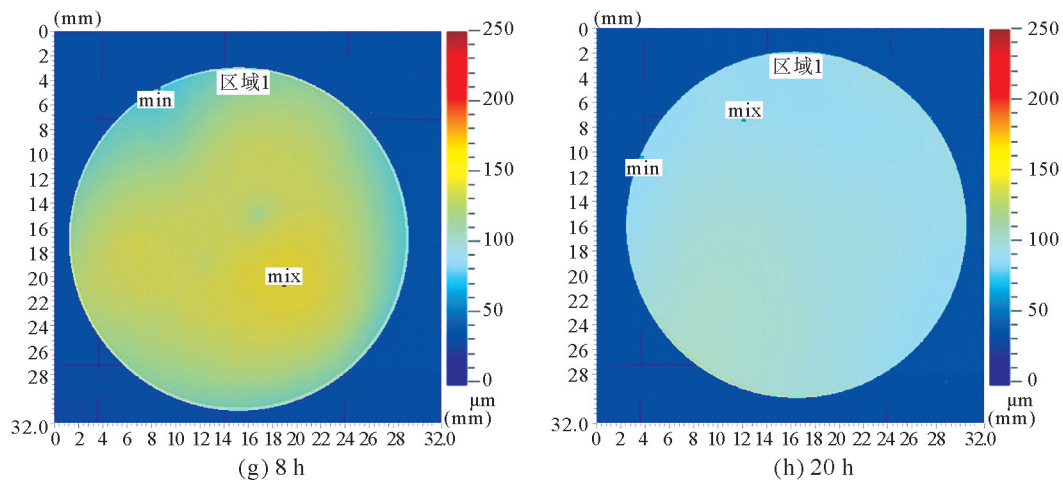


图5 铍铜箔片在未热时效及320℃不同热时效时间的平面度效果云图

表3 铍铜箔片未热时效及320℃不同热时效时间的平面度检测结果

μm

未热时效 平面度	320℃不同热时效时间的平面度						
	0.5 h	1 h	2 h	3 h	4 h	8 h	20 h
214.744	176.793	189.593	170.255	164.139	102.842	75.257	52.952

根据表3平面度数据讨论,在较低的温度下,平面度的改善受到一定地限制,因此继续提高温度,进行热时效工艺,其试验检测结果如图6所示。根据平面度数据分析,在同一温度下,热时效时间增加,平面度的变化趋势和320℃时一致,呈现先降低后增长再降低的趋势。随着热时效温度的增加,同一时间,温度越高,平面度降低得越大。在图4(b)中320、340、360、380℃的峰值热时效分别在3、2、1、1h。在图6中可以看出当热时效时间超过峰值热时效时,平面度大幅度降低。当不同热时效温度在进入过时效时,平面度会大幅度改善,平整效果更好,随后平面度持续降低,在340℃时20h,360℃时4h,380℃时4h均可以达到50μm以下。

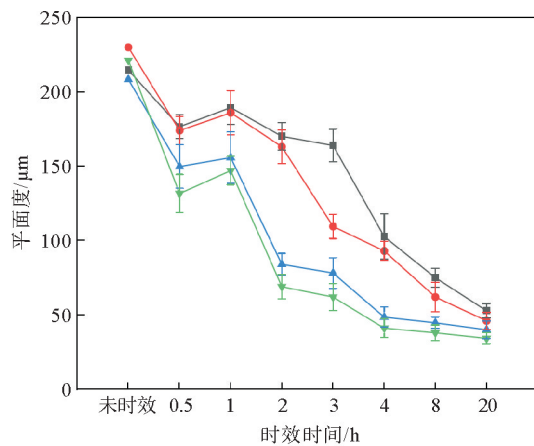


图6 铍铜箔片平面度检测结果

—■— 320℃; —●— 340℃; —▲— 360℃; —▼— 380℃

由以上数据分析可得,随着热时效温度的提高和时间的延长,平面度得到有效改善,表面平整度质量提高。但热时效温度和时间过长,箔片处于过时效状态,硬度反而会降低,强度降低,能耗也增加,因此从经济效益和质量可靠性两方面平衡,最优化的热平整工艺在360℃下保温4h,此时的平面度为48.753μm,硬度在320.1HV,符合铍铜箔片的硬度及平面度要求。

3 结论

1) 根据320℃热时效强化XRD分析,铍铜箔片热时效强化平整过程中析出沉淀强化相包含晶内连续析出(CP)与晶界不连续析出(DP),晶内连续析出顺序为:固溶体 α - γ' 相— γ' 相(半共格强化相)—独立 γ 相。在热时效过程中 γ' 相向 γ 相转变过程中会产生晶格畸变,使箔片硬度持续增加,起到热强化的作用,直至达到硬度峰值,再继续延长热时效时间, γ' 相(半共格强化相)转化为独立 γ 相,脱离半共格关系,硬度反而下降,这时处于过时效状态。

2) 在 320 °C 热时效过程中,原片中由于加工硬化导致的孪晶会随着热时效时间的延长发生再结晶,孪晶数量逐渐减少,晶界宽度随着热时效时间的延长逐渐清晰、变厚、有少量瘤状物出现,当热时效时间延长到 4 h,晶界不连续析出(DP)现象明显,晶界厚度可高达 1.220 μm 。

3) 热时效强化平整工艺中 320、340、360、380 °C 分别在时效 3、2、1、1 h 后达到峰值热时效,峰值硬度在 371.6、366.2、361.6、358.3 HV;铍铜箔片在精密冲压过程中由于冲压剪切应力导致边缘部分残余应力引起翘曲变形,平整度差,经过热强化平整后,一方面通过热效应消除前期冷加工造成的残余应变、翘曲变形,另一方面利用沉淀析出过程的超塑性进行表面平整,优化的热时效强化平整工艺为保温温度 360 °C、保温时间 4 h、拧紧力矩 5 N·m,硬度达到 320.1 HV,平面度 48.753 μm ,表面平整度得到有效改善。

参考文献(References):

- [1] ZHOU Y J, SONG K X, XING J D, et al. Precipitation behavior and properties of aged Cu-0.23Be-0.84Co alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 658: 920-930.
- [2] XIE G L, WANG Q S, MI X J, et al. The precipitation behavior and strengthening of a Cu-2.0 wt% Be alloy[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2012, 558(12): 326-330.
- [3] WANG Z, LI J, ZHANG Y, et al. Comparison of the mechanical properties and microstructures of QB2.0 and C17200 alloys[J]. *Materials*, 2022, 15(7): 2570-2570.
- [4] 方森鹏, 陈乐平, 周全, 等. 高性能铍青铜研究进展[J]. *铸造技术*, 2020, 41(4): 384-390.
FANG Senpeng, CHEN Leping, ZHOU Quan, et al. Research progress on properties and heat treatment of beryllium bronze[J]. *Foundry Technology*, 2020, 41(4): 384-390.
- [5] 姜雁斌, 张同同, 雷宇, 等. 制备参数对 HCCM 水平连铸 Cu-0.36Be-0.46Co 铍铜合金板材表面质量、组织和性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2020, 30(2): 245-263.
JIANG Yanbin, ZHANG Tongtong, LEI Yu, et al. Influences of preparing parameters on surface quality, microstructure and mechanical properties of Cu-0.36Be-0.46Co plate produced by HCCM horizontal continuous casting[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2020, 30(2): 245-263.
- [6] ZHANG W W, ZHAO Z H, FANG J H, et al. Evolution and strengthening mechanism of metastable precipitates in Cu-2.0 wt% Be alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, 857: 157601.
- [7] 何钦生, 李方, 蔡欣男, 等. 时效处理对 TBe2 微细游丝材料组织及性能的影响[J]. *材料热处理学报*, 2020, 41(8): 19-26.
HE Qinsheng, LI Fang, CAI Xinnan, et al. Effect of aging treatment on microstructure and properties of TBe2 tiny hairspring material[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2020, 41(8): 19-26.
- [8] 彭丽军, 熊柏青, 解国良, 等. C17200 合金时效早期相变行为[J]. *材料热处理学报*, 2013, 34(8): 42-46.
PENG Lijun, XIONG Baiqing, XIE Guoliang, et al. Transformation of early stage of aging in C17200 alloy[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2013, 34(8): 42-46.
- [9] 唐延川, 许举文, 张磊磊, 等. Cu-Be/Cu-Zn 层状复合材料固溶时效后的显微组织与力学性能[J]. *金属热处理*, 2020, 45(11): 43-49.
TANG Yanchuan, XU Juwen, ZHANG Xinlei, et al. Microstructure and mechanical properties of Cu-Be/Cu-Zn laminated composites after solution and aging treatment[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2020, 45(11): 43-49.
- [10] 徐志刚, 杨阳, 杨中娜, 等. 表面强化对随钻测井设备用 C17200 铍青铜基体组织和性能的影响[J]. *金属热处理*, 2023, 48(6): 107-113.
XU Zhigang, YANG Yang, YANG Zhongna, et al. Effect of surface strengthening on microstructure and properties of C17200 beryllium bronze substrate for logging while drilling equipment[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2023, 48(6): 107-113.
- [11] ZHANG H T, JIANG Y B, XIE J X, et al. Precipitation behavior, microstructure and properties of aged Cu-1.7 wt% Be alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 773: 1121-1130.
- [12] LIU Y, CHEN D, ZHU D, et al. Effects of pre-deformation and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of Cu-2.5Be sheets[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2020, 29(9): 1-10.
- [13] HUANG X, XIE G, LIU X, et al. The influence of precipitation transformation on Young's modulus and strengthening mechanism of a Cu-Be binary alloy[J]. *Materials Science Engineering*, 2020, 772: 138592.
- [14] CAO J, LI C, SUN Y Z, et al. Study on the effect of heat treatment on the microstructure and properties of C17300 beryllium copper alloy microwires[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, 25: 6578-6592.
- [15] IVAN L, ALFIA N, XAVIER S. Nanostructuring of beryllium bronze: Contribution of grain boundaries segregation and solid solution[J]. *Materials Letters*, 2024, 357: 135632.