

非等温时效对一种铝锂合金力学性能与微观组织的影响

李劲风¹, 陈永来², 张绪虎², 刘平礼¹

(1. 中南大学, 湖南 长沙 410083)

(2. 航天材料及工艺研究所, 北京 100076)

摘要: 比较研究了一种 Mg、Ag、Zn 多元复合微合金化铝锂合金等温 T8 时效及非等温 (降温) T8 时效时的微观组织与力学性能。结果表明, 该铝锂合金主要时效强化相为 T1 相 (Al₂CuLi), 同时还存在 θ 相 (Al₂Cu) 及 δ 相 (Al₃Li) 的补充强化作用。相比于等温 T8 时效而言, 降温 T8 时效可在不降低延伸率的同时, 提高铝锂合金的强度。另外, 降温 T8 时效时 T1 相析出及生长速度较慢, 而且峰时效时 θ 相及 δ 相含量较高, 补充强化作用更大。

关键词: 铝锂合金; 力学性能; 微观组织; 等温 T8 时效; 非等温 T8 时效

中图分类号: TG146.2⁺1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)01-0183-06

新型铝锂合金不仅具有低密度、高弹性模量、高比强度和比刚度的优点, 同时还兼具低疲劳裂纹扩展速率、较好的高温及低温性能等特点, 是航空航天最理想的结构材料^[1,2]。铝锂合金是现阶段所有铝合金中发展最快的合金品种。据资料初步统计, 进入 21 世纪以来, 欧美国家新推出的铝锂合金牌号达 12 个。

时效工艺优化是提高铝合金性能最有效的方法之一。传统的时效过程都是在等温环境中进行, 而非等温环境中铝合金时效的研究报道较少。James 是研究铝合金非等温时效的少数先驱者之一, 发现非等温时效可以改善 7xxx 系铝合金的综合性能, 而且变温速率越小, 效果越好, 并于 2007 年申请了铝合金非等温时效工艺 (non-isothermal aging) 专利^[3]。在此之前, 有少数文献报道了在非等温加热过程中铝合金的组织变化 (如析出相的形核、粗化、溶解等)、理论计算及相关模拟^[4,5]。最近几年, 有文献报道了非等温时效对 Al-Mg-Si 及 Al-Zn-Mg 铝合金组织和性能的影响^[6,7]。

为提高新型铝锂合金的力学性能, 本实验将非等温时效 (均匀降温 T8 时效) 工艺运用于课题组开发的一种 Mg、Ag、Zn 多元复合微合金化新型铝锂合金, 研究了降温 T8 时效对其微观组织和力学性能的影响。

1 实验

实验所用铝锂合金为 Mg、Ag、Zn 多元复合微合金化的铝锂合金, 其成分如表 1 所示。

铸锭经均匀化处理, 再经热轧、中间退火、冷轧得到实验所用的 2 mm 厚的板材。实验样品经 520 °C/1 h 的固溶处理、冷水淬火后进行均匀降温 T8 时效及等温 T8 时效。其中等温 T8 时效工艺过程为: 6% 冷轧预变形后进行 160 °C 人工时效; 降温 T8 时效工艺过程为: 6% 冷轧预变形, 而后从 160 °C 均匀降温至 145 °C 进行降温时效 (降温速率约 0.6 °C/h), 之后于 145 °C 继续时效至 120 h。

拉伸样品依据国标 GB-T228.1-2010 沿轧向切取, 在 MTS858 拉伸试验机上进行常规拉伸性能测试, 拉伸速率为 2 mm/min。采用 FEI Quanta-200 型环境扫描电镜 (SEM) 进行拉伸断口形貌观察。采用透射电镜 (TEM) 进行不同时效处理铝锂合金的微观组织观察。TEM 试样首先机械减薄至 0.08 mm 左右, 而后采用双喷电解减薄仪制取。采用 Tecnai G²20 型 TEM 进行观察, 加速电压为 200 kV。

表 1 实验用铝锂合金化学成分

Table 1 Chemical composition of the experimental alloy ($\omega/\%$)

Cu	Li	Mg	Ag	Zn	Mn	Ti	Zr	Al
3.48	1.44	0.4	0.4	0.4	0.3	0.1	0.1	Bal.

收稿日期: 2015-12-09

基金项目: 国家高技术研究发展计划 (“863” 计划) (2013AA032401); 中南大学教师基金 (2013JSJJ001)

作者简介: 李劲风, 男, 1971 年生, 博士, 教授, 中南大学材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410083, 电话: 0731-88830270, E-mail: lijinfeng@csu.edu.cn

2 实验结果

2.1 力学性能

图 1 所示为该铝锂合金进行降温 T8 时效时的时效硬化曲线。合金的硬度变化可分为 3 个阶段：时效初期 (0~10 h)，硬度值迅速增大；第 2 阶段 (10~35 h)，合金继续硬化，但硬化速率降低，这是由于时效温度降低的缘故；第 3 阶段 (35~45 h)，峰时效阶段；第 4 阶段 (40 h 以后)，过时效阶段，硬度值缓慢降低。降温 T8 时效与常规等温 T8 时效硬化曲线比较，其差异主要表现在出现持续硬化但硬化速率降低的第 2 阶段。

图 2 所示为降温 T8 时效及等温 (160 °C) T8 时效时铝锂合金的拉伸性能曲线。降温 T8 时效的铝锂合金强度变化规律与其硬度变化规律一致。然而等温 (160 °C) T8 时效强度快速增大至峰值，而后逐渐进入过时效阶段。

在时效时间 30 h 以内，等温 (160 °C) T8 时效的合金强度高于降温 T8 时效的合金强度。而时效 30 h 以后，降温 T8 时效的合金强度高于等温 (160 °C) T8 时效的合金强度，且后续时效过程中一直保持这种规律。

2 种方式时效铝锂合金的延伸率均随时效时间延长而降低，时效至峰时效后基本保持稳定。但时效方式的差异导致合金延伸率变化的不同。在时效 30 h 以内，等温 (160 °C) T8 时效的合金延伸率明显低于降温 T8 时效。而时效 40 h 以后二者的延伸率差别很小，基本保持为 8% 左右。上述结果表明，与常规等温 (160 °C) T8 时效比较，适当的降温 T8 时效可以在保持延伸率不降低的基础上，提高铝锂合金的强度。

2.2 拉伸断口形貌

图 3 所示分别为降温 T8 时效及等温 (160 °C) T8

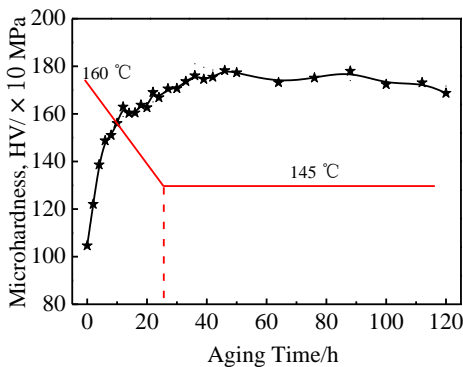


图 1 铝锂合金降温 T8 时效时硬化曲线

Fig.1 Microhardness of the Al-Li alloy with cooling T8 aging as a function of aging time

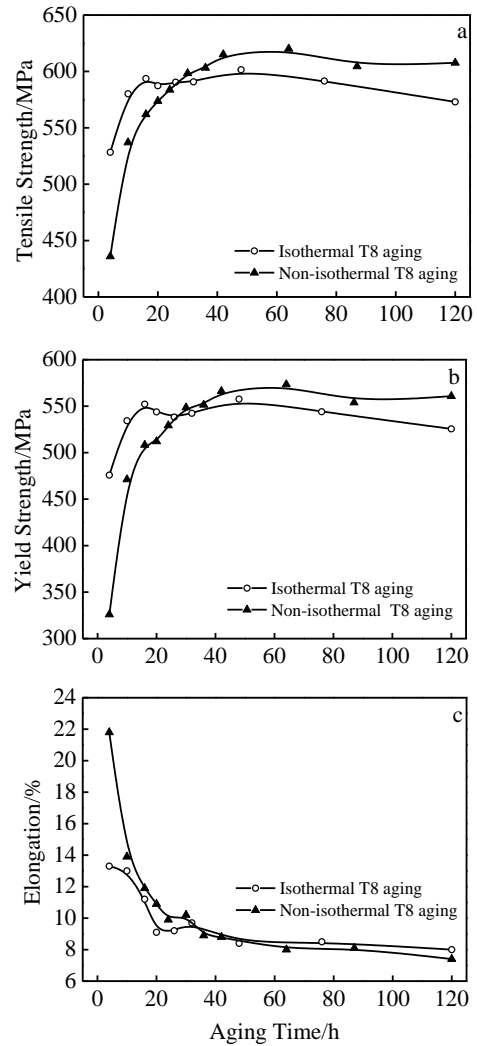


图 2 等温 T8 时效及降温 T8 时效的拉伸性能曲线
Fig.2 Tensile properties of the Al-Li alloy with isothermal T8 aging and cooling T8 aging: (a) tensile strength, (b) yield strength, and (c) elongation

时效时铝锂合金的拉伸断口形貌。对于降温 T8 时效处理而言，欠时效 4 h 的合金断口上分布着密集而且较深的韧窝 (图 3a)，表明此时为典型的韧窝型穿晶断裂，塑性较好；欠时效 24 h 后，断口韧窝数量大幅度降低，而且出现了明显的穿晶解理断裂特征 (图 3b)，表明此时为韧窝型断裂及穿晶解理断裂的混合型断裂；而达到峰时效 (42 h) 时，断口上韧窝比例进一步减少，而且出现明显的冰糖状断口形貌，并且可发现较深的晶间二次裂纹，此时的断裂已演化为沿晶脆性断裂模式 (图 3c)。

对于等温 (160 °C) T8 时效而言，欠时效 4 h 的合金断口上有部分尺寸较小、深度较浅的沿晶韧窝，同时还呈现出穿晶解理断裂及沿晶断裂特征 (少量冰

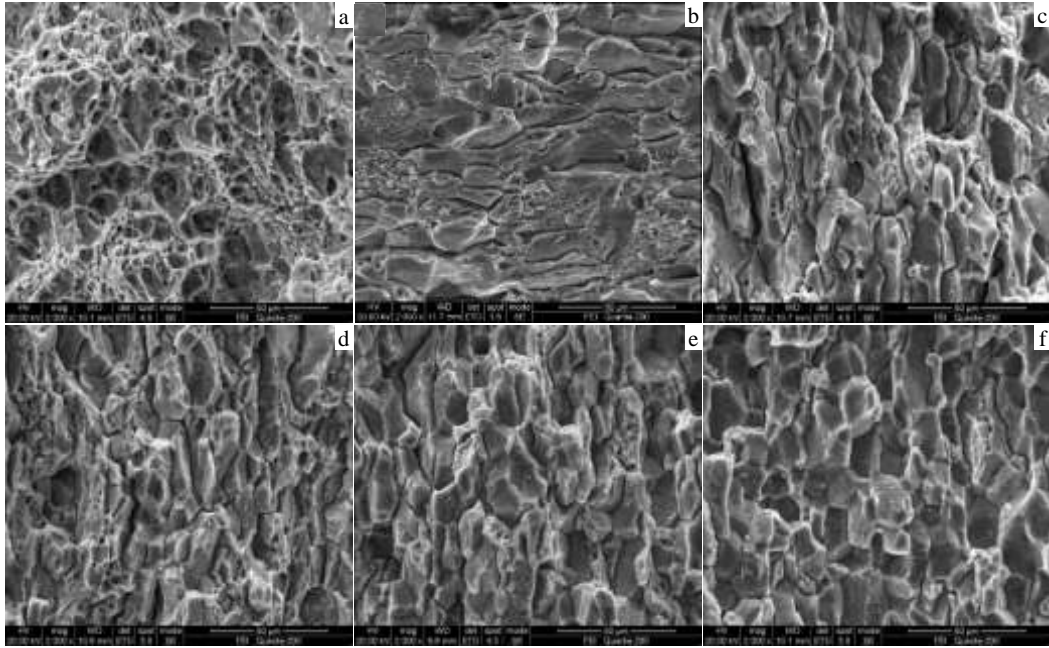


图 3 降温 T8 时效及等温 T8 时效拉伸断口形貌

Fig.3 Tensile fracture morphologies of the Al-Li alloy with cooling T8 aging for 4 h (a), 24 h (b), 42 h (c), and isothermal T8 aging for 4 h (d), 20 h (e), 48 h (f)

糖状断口) (图 3d); 而时效时间延长至 20 h (峰时效), 沿晶韧窝明显减少, 冰糖状形貌比例明显增加 (图 3e); 时效时间进一步延长至 48 h (过时效) 时, 断口基本完全呈现为冰糖状形貌 (图 3f), 其断裂为典型的沿晶脆性断裂模式。

从 2 种工艺时效铝锂合金拉伸断口形貌比较可以发现, 随时效时间延长, 合金由韧性断裂向脆性断裂转变。但相比于等温 (160 °C) T8 时效而言, 降温 T8 时效时沿晶断裂比例降低。

2.3 微观组织

图 4 所示为等温 (160 °C) T8 时效铝锂合金的 TEM 照片。时效 4 h 时, 合金中主要析出较多的 T1 相 (图 4a), 以及极少量的 δ' 相、 θ' 相和 δ'/θ' 复合相 (图 4b)。时效至 20 h 时, 合金中析出大量弥散、密集, 尺寸在 50~80 nm 之间的 T1 相 (图 4c); 同时存在少量的 θ' 相 (图 4d)。继续延长时效时间至 48 h, 合金中 δ' 相和 θ' 相几乎消失, 只剩余大量的 T1 相 (图 4e); 但 T1 相尺寸有所粗化, 密度略有下降。

图 5 所示为降温 T8 时效时铝锂合金的 TEM 照片。欠时效 4 h 时, 合金中仅观察到尺寸非常细小的 δ' 相 (图 5a, 5b), 未发现 T1 相和 θ' 相形成; 而且与等温 (160 °C) T8 时效 4 h (图 4a, 4b) 比较, 其 δ' 相尺寸更细小, 密度更高。达到峰时效 (42 h) 时, 可以观察到合金中大量密集分布的 T1 相 (图 5c) 以及

较多的 θ' 相和 δ' 相, 还有少量 θ'/δ' 复合相 (图 5d)。

3 分析与讨论

等温 (160 °C) T8 时效在欠时效 4 h 时已经析出了较多的 T1 相和少量 θ' 相和 δ' 相, 然而降温 T8 时效在欠时效 4 h 时仅析出较多尺寸非常细小的 δ' 相, 而并未观察到 T1 相和 θ' 相。这与合金在非等温环境中的时效析出行为比较复杂有关。在非等温时效过程中, 随温度的变化, 析出相的热力学和动力学参数, 如扩散系数、形核驱动力和形核势垒等都发生相应的变化。对于多数可热处理强化的铝合金, 时效析出要经历一系列亚稳相的转变, 最后形成稳定相; 而非等温时效过程中不同种类、不同尺寸的亚稳相间出现复杂的竞争关系, 从而使其析出序列复杂化^[8]。析出相的稳定性主要受变温速率、原始晶核的种类及尺寸影响^[8]。球形 δ' 相与基体共格, 错配度小, 形核驱动力大, 在降温时效时更容易稳定下来, 而后迅速从合金中析出并生长。而 θ' 相与基体半共格, 错配度大, 形核势垒大, 同时还要经历 GP 区和 θ'' 相的转化, 稳定形核生长所需的孕育期较长^[9]。T1 相的形成有赖于 Cu-Mg-空位团簇和 Ag-Li-空位团簇的交互作用及 Cu、Li 原子的扩散作用, 这个过程受温度影响较大。在降温 T8 时效初期, 时效温度一直在降低, 使原子扩散速率降低, 因而导致 T1 相析出速度较慢^[10]。另外, T1 相

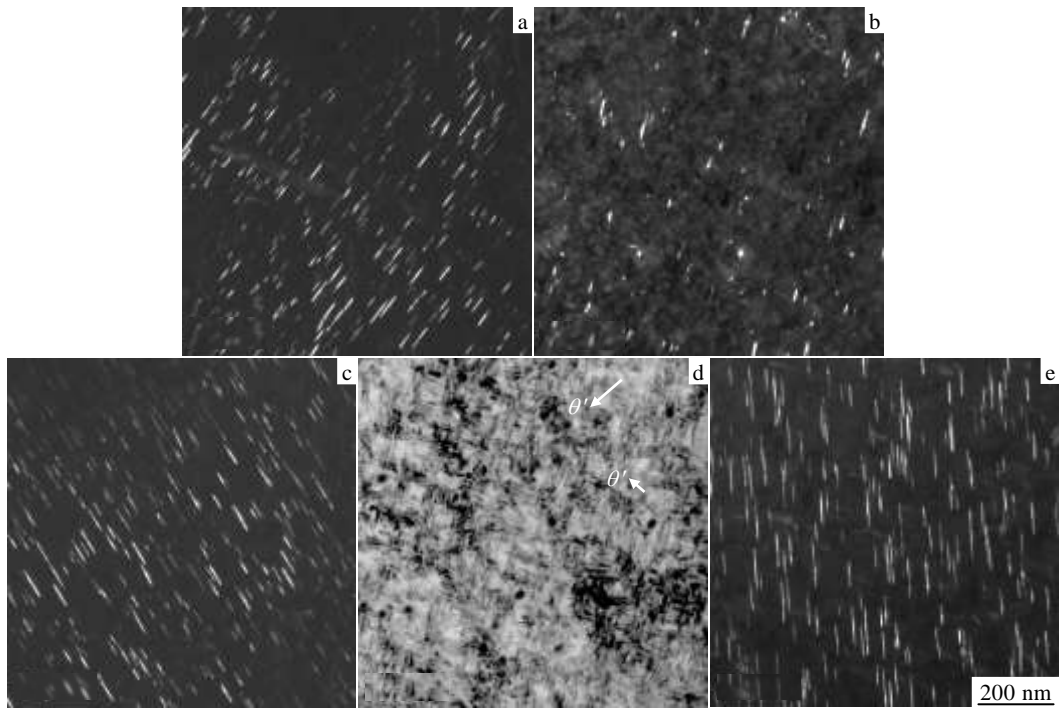


图 4 等温 T8 时效铝锂合金的 TEM 照片

Fig.4 TEM micrographs of the Al-Li alloy with isothermal T8 aging: (a) aging for 4 h, T1 precipitate, dark field (DF) image from $\langle 112 \rangle$; (b) aging for 4 h, θ' and δ' precipitate, DF image from $\langle 100 \rangle$; (c) aging for 20 h, T1 precipitate, DF image from $\langle 112 \rangle$; (d) aging for 20 h, θ' precipitate, DF image from $\langle 100 \rangle$; (e) aging for 48 h, T1 precipitate, DF image from $\langle 112 \rangle$

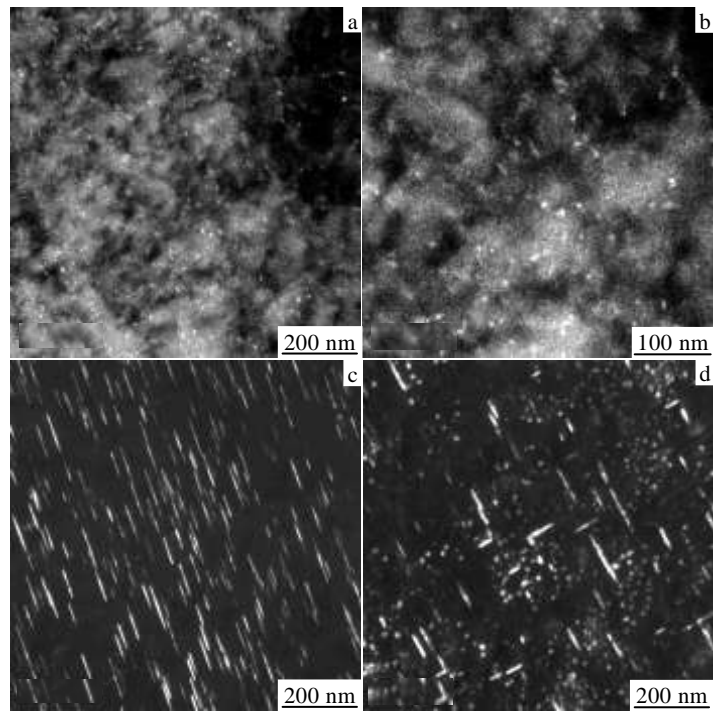


图 5 降温 T8 时效铝锂合金的 TEM 照片

Fig.5 TEM micrographs of the Al-Li alloy with cooling T8 aging: (a, b) aging for 4 h, δ' precipitate, DF image from $\langle 100 \rangle$; (c) aging for 42 h, T1 precipitate, DF image from $\langle 112 \rangle$; (d) aging for 42 h, θ' precipitate, DF image from $\langle 100 \rangle$

和 θ' 相的析出还受到 δ' 相的竞争及时效时间较短的影响。上述因素导致铝锂合金降温 T8 欠时效 4 h 时难以析出 T1 相。

随降温 T8 时效时间延长, T1 相和 θ' 相逐渐形核析出。此时时效温度已降低至 145 °C, 过饱和溶质原子增加, 析出驱动力增加; 然而, 由于温度降低, 原子扩散速率降低, 析出速度降低。因而相比等温 (160 °C) T8 时效而言, T1 相和 θ' 相形核长大的动力学过程减缓, 表现为降温 T8 时效时继续硬化但硬化速率降低的第 2 阶段。

另外, 同样由于降温 T8 时效时温度降低至 145 °C, 析出驱动力增加, 析出 θ' 相和 δ' 相分数增加; 而 T1 相生长和粗化可能需消耗 θ' 相和 δ' 相中的 Cu、Li 原子^[11,12], 但由于后续温度较低, T1 相生长速率较慢, 因而 θ' 相和 δ' 相保留较多。由于大量 T1 相强化及 θ' 相和 δ' 相的补充强化作用, 导致降温 T8 峰时效后铝锂合金强度高于等温 (160 °C) T8 峰时效。

与等温 (160 °C) T8 时效比较, 降温 T8 时效后韧性断裂比例略高, 而沿晶断裂比例降低。上述断裂特征差异与铝锂合金不同时效后的晶界微观组织有关。图 6 所示为等温 (160 °C) T8 峰时效及降温 T8 峰时效后铝锂合金的晶界 TEM 照片。2 种工艺时效

时, 晶界均未形成明显的无沉淀带 (PFZ)。但相比于等温 (160 °C) T8 峰时效, 降温 T8 峰时效合金晶界第二相尺寸略小、体积分数稍高, 间距略有减小。2 种工艺时效时, 晶内为大量细小的析出相强化, 晶内强度与晶界强度相差较大, 变形主要集中在晶界处。当晶界发生集中变形时, 由于等温 (160 °C) T8 峰时效时晶界析出相相对粗大, 晶界与晶界粒子界面处更易产生裂纹形核, 最终形成沿晶断裂比例很高的拉伸断口。

4 结 论

- 1) 该铝锂合金主要时效强化相为 T1 相 (Al_2CuLi), 同时还存在 θ' 相 (Al_2Cu) 及 δ' 相 (Al_2CuLi) 的补充强化作用。
- 2) 降温 T8 时效减慢 T1 相析出及生长速度, 减缓合金的时效动力学过程。同时, 由于时效温度较低, 降温 T8 时效后 θ' 相和 δ' 相含量较高, 补充强化作用更大。
- 3) 相比于等温 T8 时效而言, 降温 T8 时效可在不降低延伸率的同时, 提高铝锂合金的强度。

参考文献 References

- [1] Zheng Ziqiao(郑子樵), Li Jinfeng(李劲风), Chen Zhiguo(陈志国) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2011, 21(10): 2337
- [2] Chen Yuanyuan(陈圆圆), Zheng Ziqiao(郑子樵), Cai Biao(蔡彪). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(11): 1926
- [3] James T S, Durham N C. *US Patent*, US 20070267113A1[P], 2007-11-22
- [4] Myhr O R, Grong Ø. *Acta Materialia*[J], 2000, 48: 1605
- [5] Puchi-Cabrera E S, Villalobos-Gutiérrez C J, Carrillo A *et al.* *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2003, 12(3): 261
- [6] Yazdanmehr M, Bahrami A, Mousavi Anijdan S H. *Computational Materials Science*[J], 2009, 45: 385
- [7] Liu Yan, Jiang Daming, Li Bingqing *et al.* *Materials and Design*[J], 2014, 57: 79
- [8] Myriam Nicolas, Alexis Deschamps. *Acta Materialia*[J]. 2003, 51: 6077
- [9] Tsao Cheng-Si, Huang E-Wen, Wen Ming-Hsien *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2013, 579: 138
- [10] Luo Xianfu(罗先甫), Zheng Ziqiao(郑子樵), Zhong Jifa(钟继发) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2013, 23(7): 1833
- [11] Huang B P, Zheng Z Q. *Scripta Materialia*[J], 1998, 38(4): 611

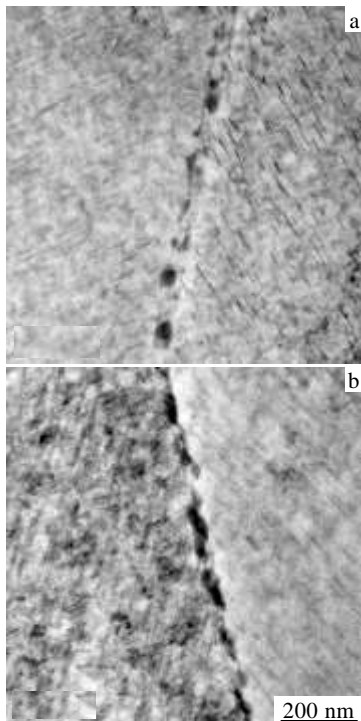


图 6 等温 T8 峰时效及降温 T8 峰时效的晶界 TEM 照片
Fig.6 TEM micrographs of grain boundary of the Al-Li alloy with isothermal T8 peak aging for 20 h (a) and cooling T8 peak aging for 42 h (b)

- [12] Wei Xiuyu(魏修宇), Zheng Ziqiao(郑子樵), Pan Zhengrong (潘峥嵘) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(11): 1996

Influence of Non-isothermal Aging on Microstructures and Mechanical Properties of Al-Li Alloy

Li Jinfeng¹, Chen Yonglai², Zhang Xuhu², Liu Pingli¹

(1. Central South University, Changsha 410083, China)

(2. Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology, Beijing 100076, China)

Abstract: The microstructures and mechanical properties of a kind of Mg, Ag and Zn multi-microalloyed Al-Li alloy with isothermal T8 aging and non-isothermal (cooling) T8 aging were studied. The results show that the main strengthening precipitates are T1 (Al₂CuLi); some θ' (Al₂Cu) and δ' (Al₃Li) precipitates play a supplementary strengthening role. Comparing to the isothermal T8 aging, the cooling T8 aging enhances the Al-Li alloy strength but does not lower its elongation. In addition, the precipitation and growth of T1 precipitates are slower during the cooling T8 aging process due to its lowered temperature. Meanwhile, the fraction of θ' and δ' precipitates are higher in the alloy with cooling T8 peak aging, which causes a greater supplementary strengthening effect.

Key words: Al-Li alloy; mechanical properties; microstructure; isothermal T8 aging; non-isothermal T8 aging

Corresponding author: Chen Yonglai, Ph. D., Senior Engineer, Aerospace Research Institute of Materials and Processing Technology, Beijing 100076, P. R. China, Tel: 0086-10-68757453, E-mail: chenyonlai@263.net