

二次时效对微合金化的 Al-Cu-Li 微观组织及力学性能的影响

刘平礼¹ 张健¹ 李劲风¹ 陈永来² 张绪虎²

(1 中南大学材料科学与工程学院,长沙 410083)

(2 航天材料及工艺研究所,北京 100076)

文 摘 通过常规力学性能、扫描电镜、透射电镜等测试分析方法研究了 T8I6 二次时效制度对 Mg、Ag 和 Zn 复合微合金化的 Al-3.48Cu-1.44Li 合金微观组织和力学性能的影响。结果表明,与单级时效相比,二次时效合金强度提高,而塑性略降;合金强度随第三级时效时间的延长进一步提高。最优的合金其抗拉强度(UTS)、屈服强度(YS)和延伸率分别为 613.7、564.9 MPa 和 6.8%。合金的强化相主要为 T_1 相,另有少量的 θ' 相和 S' 相。二次时效促进强化相,特别是 T_1 相的二次沉淀,提高合金的强度,同时几乎不损失塑性。

关键词 Al-Cu-Li 合金,二次时效工艺,微观组织,力学性能

中图分类号: TG14

DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2014.05.011

Effect of Secondary Aging on Micro-Structure and Mechanical Properties of Micro-Alloyed Al-Cu-Li Alloy

LIU Pingli¹ ZHANG Jian¹ LI Jinfeng¹ CHEN Yonglai² ZHANG Xuhu²

(1 School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083)

(2 Aerospace Research Institute of Materials & Processing Technology, Beijing 100076)

Abstract The microstructure and mechanical properties of a Mg, Ag and Zn micro-alloyed Al-3.48Cu-1.44Li (wt%) alloy treated by T8I6 secondary aging were investigated by means of normal mechanical property test, scanning electron microscope(SEM) and transmission electron microscope(TEM). The results showed that, the strength of secondary aging alloy is improved and the elongation is slightly lowered compared with single aging alloy; the strength increased further with the third stage aging prolonging. The strengthening phases of the experimental alloy are mainly T_1 precipitates with minor θ' and S' precipitates. The UTS, YS and elongation of the optimum alloy are 613.7, 564.9 MPa and 6.8%, respectively. The secondary aging promoted the formation of aging precipitates, especially T_1 precipitates, which improved the strength. Meanwhile, the elongation of the alloy with T8I6 secondary aging is almost not lowered.

Key words Al-Cu-Li alloy, Secondary aging, Microstructure, Mechanical property

0 引言

航空航天对具有良好的强塑性匹配、轻质、低成本、优异服役性能的材料有着强烈的需求,从而激发了新型铝锂合金的巨大发展^[1]。近年来,相继开发了含多种微合金化元素 Mg、Ag 和 Zn 等的新型铝锂合金,如 2055,2060,2065,这些合金具有较优的综合性能匹

配,在航空航天结构上的应用展现出较好的前景^[2]。

二次时效工艺流程是合金样品经过固溶处理后,进行或不进行预变形(对应于 T8 或 T6),先在较高温度下人工时效一定时间,转而在较低温度(25 ~ 65℃)下时效一段时间,最后回到较高温度人工时效至稳定状态。常见的二次时效工艺类型有 T614、

收稿日期:2014-03-26

基金项目:国家高技术研究发展计划(863 计划)资助项目(2013AA032401)

作者简介:刘平礼,1987 年出生,硕士研究生,主要从事 2XXX 超高强铝锂合金的研究。E-mail:lpli100@163.com

通讯作者:李劲风,E-mail:lijinfeng@csu.edu.cn, jli2000@tom.com

T616 和 T816 等。二次时效工艺中第二阶段的低温时效可促使 GP 区的形成,或诱导更细小弥散的第二相粒子二次沉淀,从而获得比传统 T6 或 T8 工艺更好的强度和断裂韧性^[3-5]。有较多研究^[4,6]认为,二次时效可以不同程度地改善铝合金的强度、韧性和塑性,但在铝锂合金中,研究结果因合金成分不同而有较大的变化^[7],而且 Mg、Ag 和 Zn 复合微合金化的新型铝锂合金的二次时效处理还很少提及。本文在 T8 单级时效处理的基础上,研究了 T816 处理时不同时效工艺参数对一种 Mg、Ag、Zn 复合微合金化的 Al-Cu-Li 合金的组织 and 力学性能的影响,并探索了其可能的机理。

1 实验

铝锂合金的化学成分如表 1 所示。

表 1 实验合金的名义化学成分

Tab. 1 Chemical composition of the experimental alloy

									wt%
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.	

铸锭经过 470℃/8 h+530℃/24 h 的双级均匀化后,再经热轧、中间退火、冷轧得到 2 mm 厚的板材。实验样品在盐浴炉中经 520℃/1 h 的固溶处理后水淬,预变形 6% 后进行时效处理(表 2)。

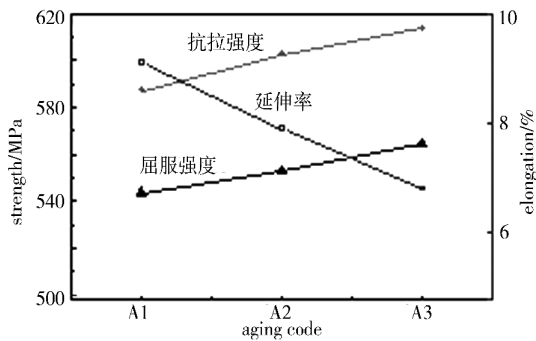
表 2 样品的人工时效制度

Tab. 2 Artificial aging treatment of the samples

样品编号	人工时效制度 ¹⁾
A1	160℃/20 h
A2	160℃/20 h + NA/15 d + 145℃/20 h
A3	160℃/20 h + NA/15 d + 145℃/120 h
B1	160℃/120 h
B2	160℃/120 h + NA/15 d + 145℃/20 h
B3	160℃/120 h + NA/15 d + 145℃/120 h

注:1)NA 表示自然时效。

依据 GB/T228.1—2010,用电火花线切割机沿轧



(a) 以单级近峰时效为基础

向切取拉伸样品。拉伸实验在 MTS858 拉伸试验机上进行,拉伸速率为 2 mm/min。拉伸断口样品经酒精清洗后置于 FEI Quanta-200 型环境扫描电镜 (SEM) 下观察断口组织。透射电镜观察样品在双喷仪上进行电解抛光,抛光液为 75% 甲醇和 25vol% 硝酸的混合溶液,温度为 -40 ~ -20℃,操作电压为 15 ~ 30 V,电流为 70 ~ 95 mA。样品的微观组织观察在 Tecnai G²20 ST 型透射电子显微镜 (TEM) 上进行,加速电压为 200 kV。

2 结果与讨论

2.1 力学性能

图 1 为实验合金 T8 单级时效下的力学性能与时效时间的关系曲线。合金强度在时效初期迅速增大,时效 16 h 左右就达到峰值 (UTS:594 MPa;YS:552 MPa),随后缓慢下降。延伸率的变化趋势与强度的基本相反,但延伸率基本都保持在 8% 以上。由此可见,该合金有较好的强塑性匹配。

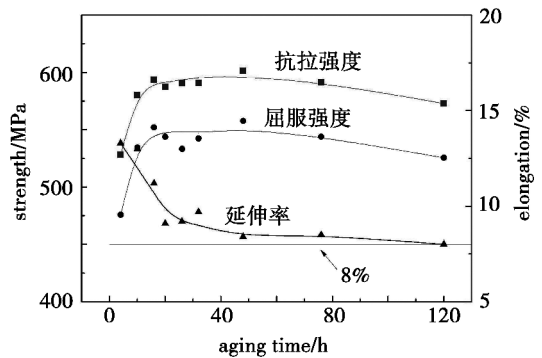
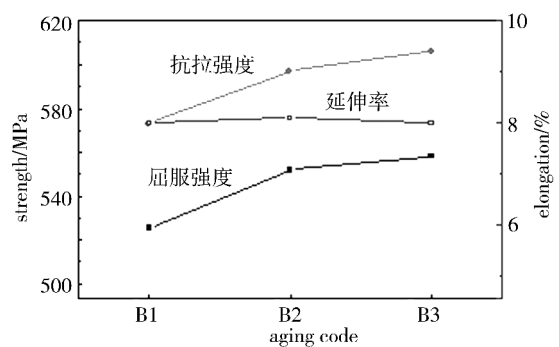


图 1 合金 T8 态 160℃ 单级时效时的力学性能

Fig. 1 Mechanical properties of the alloy with single T8 aging treatment at 160℃

图 2 所示为在 T8 单级时效的基础上,经二次时效处理后合金的力学性能变化曲线。



(b) 以单级过时效为基础

图 2 经二次时效处理的合金力学性能

Fig. 2 Mechanical properties of the alloy with secondary aging treatment based on near peak-aging and over-aging

从图 2(a) 可看到,在第一级 (160℃) 时效 20 h 后,合金强度接近峰值;后自然时效 15 d,再在 145℃ 时效

20 h 后强度有所提高,继续时效至 120 h,强度有进一步提高。这说明延长第三级时效时间对提高强度有

利。然而,延伸率的变化趋势与强度的变化相反。

若第一级(160℃)时效 120 h 至过时效, UTS 和 YS 分别下降至 573 MPa 和 526 MPa; 而经后续 T816 时效处理时, 其强度同样增加, 且随第三级时效时间延长, 强度提高更明显[图 2(b)], 与 T8 峰时效为基础的 T816 处理工艺相比, 强度变化趋势相同。然而延伸率变化却不同, 即延长第三级时效时间, 延伸率几乎不变, 且都保持在 8% 左右。

2.2 断口形貌

从图 3 可看到, 4 种不同时效处理合金的断口形貌呈现典型的冰糖状断口, 明显属于沿晶断裂模式, 但微观形貌又有稍许不同。在 T8 近峰时效基础上进行二次时效处理时, A2 样品断口在晶界处有一定量的沿晶韧窝, 这些韧窝较浅且尺寸不大[图 3(a)], 说明合金在断裂时沿晶界发生了塑性变形; 而 A3 样品断口完全呈现冰糖状断口, 韧窝很少[图 3(b)]。A2 与 A3 样品断口形貌特征与其延伸率变化相吻合, 即 A2 的延伸率大于 A3 的[图 2(a)]。

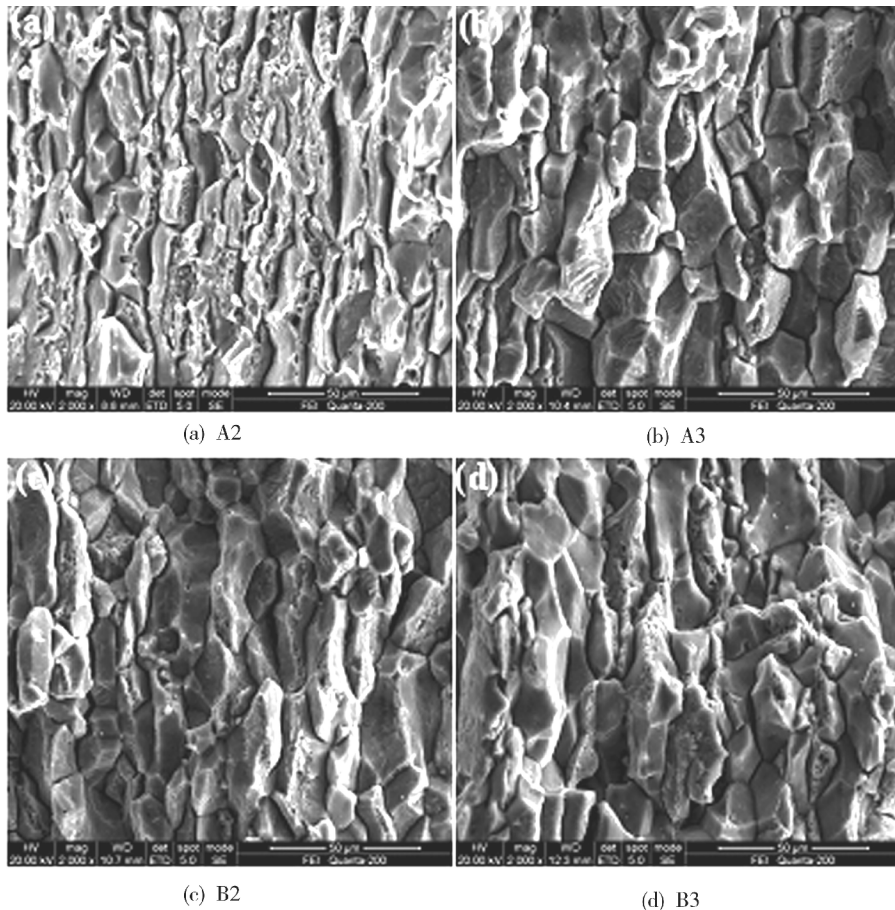


图 3 样品经二次时效处理后的拉伸断口形貌

Fig. 3 Fractographs of the secondary aged specimens

在 T8 过时效基础上进行二次时效处理时, B2、B3 样品断口特征一致, 表现为冰糖状断口, 同时均存在少量细小的沿晶韧窝, 表明二者塑性相当, 这与[图 2(b)]中 B2、B3 样品的延伸率基本相同是一致的。

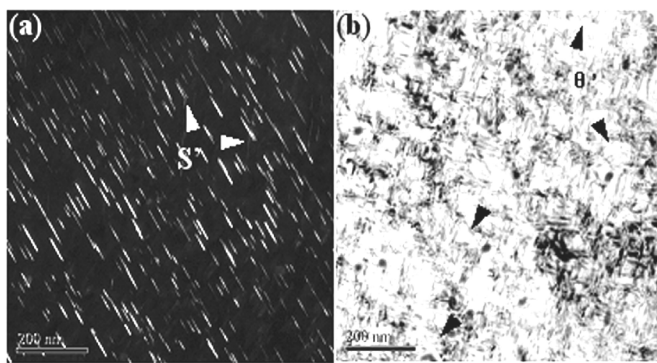
2.3 微观组织

从图 4 可看到, 在 A1 样品中, 有大量细小弥散分布的 T_1 (Al_2CuLi) 相、少量微细的 S' (Al_2CuMg) 相[图 4(a)]及细小的 θ' (Al_2Cu) 相[图 4(b)], 且 T_1 相尺寸均在 50 nm 左右。在 A2 样品中, 有大量弥散的 T_1 相, 其大小较为均匀, 且大多数处在 50 ~ 100 nm, 另外有少量尺寸稍小的 S' 相[图 4(c)]; 同时还发现有少量细小的 θ' 相[图 4(d)]。在 A3 样品中, 发现大量、密集的 T_1 相, 尺寸多在 100 nm 左右[图 4

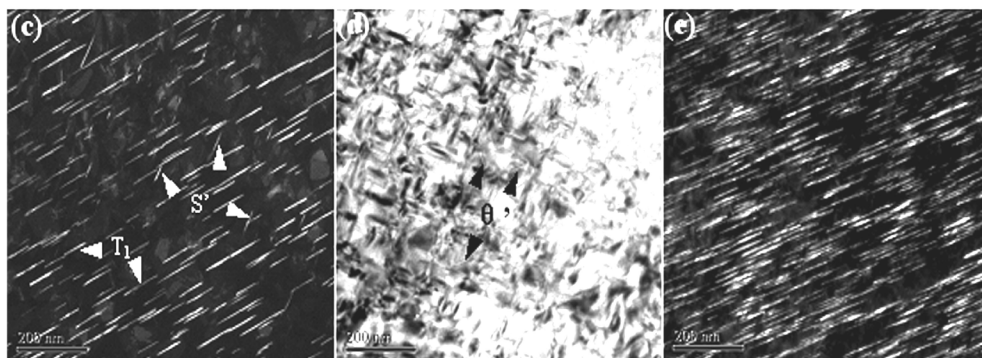
(e)], 但未发现明显的 θ' 和 S' 相。

与 A1 样品相比, A2 样品组织中出现了较多的 S' 相, 而且有两类尺寸相差较大的 T_1 相, 说明二次时效过程中发生了第二相粒子(如 T_1 , S' 相)的二次沉淀。虽然二者的主要强化相都是具有最大强化效应的 T_1 相, 但 A2 样品中 T_1 相分布更为密集, 而且发生了明显的长化效应, 对位错滑移的阻碍作用更强, 因而也显示出更高的强度。而与 A2 相比, A3 样品中 θ' 相和 S' 相基本都消失了, 可能是在第三级长时间时效中逐渐转变为 T_1 相^[8]; 同时 T_1 相也更密集、粗大, 相应地, 强度进一步提高。上述微观组织的变化与[图 2(a)]中反映的峰时效基础上进行的二次时效时强度的提高是一致的。图 5 为 T8 单级过时效及相

应的二次时效处理后合金(对应于时效制度 B1、B2、 B3)的透射电镜照片。



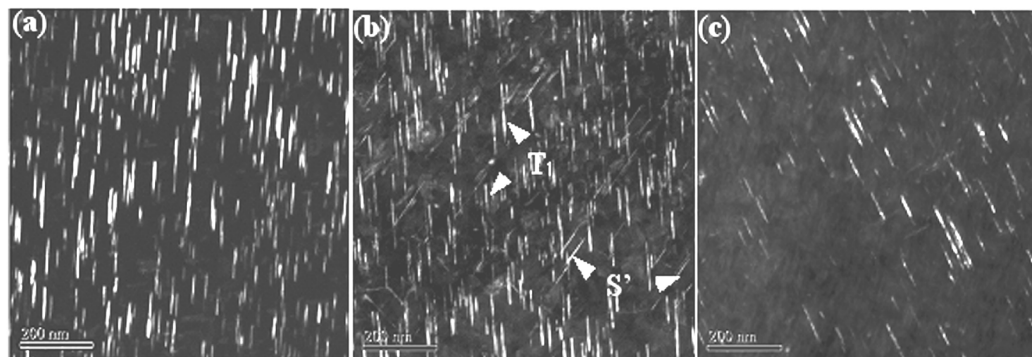
(a) A1 暗场 (DF), $b=\langle 112 \rangle_{\alpha}$ (b) A1 明场 (BF), $b=\langle 100 \rangle_{\alpha}$



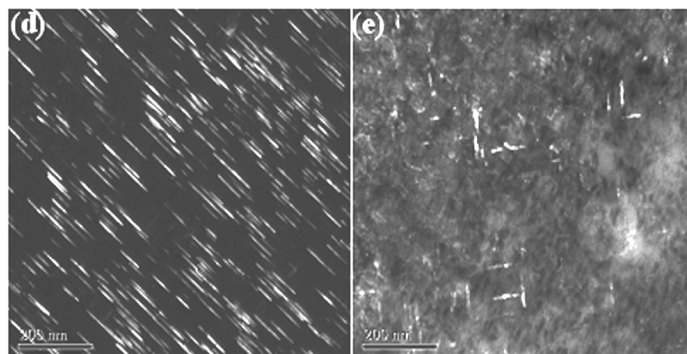
(c) A2 (DF), $b=\langle 112 \rangle_{\alpha}$ (d) A2 (BF), $b=\langle 100 \rangle_{\alpha}$ (e) A3 (DF), $b=\langle 112 \rangle_{\alpha}$

图4 T8 单级近峰时效样品及以其为基础的二次时效样品的透射电镜照片

Fig.4 TEM images of the specimens with near T8 peak-aging and subsequent secondary aging



(a) B1 DF, $b=\langle 112 \rangle_{\alpha}$ (b) B2 DF, $b=\langle 112 \rangle_{\alpha}$ (c) B2 DF, $b=\langle 100 \rangle_{\alpha}$



(d) B3 DF, $b=\langle 112 \rangle_{\alpha}$ (e) B3 DF, $b=\langle 100 \rangle_{\alpha}$

图5 T8 单级过时效样品及以其为基础的二次时效样品的透射电镜照片

Fig.5 TEM images of the specimens with over-aging and subsequent secondary aging

在样品 B1 中,发现了大量的分布密集且粗化的 T_1 相[图 5(a)],几乎观察不到 S' 相或 θ' 相。B2 样品组织中有大量的 T_1 相、少量的 S' 相[图 5(b)]和部分 θ' 相[图 5(c)],而且 T_1 相一部分较为细小密集,一部分尺寸明显较大。B3 样品也含有较丰富的 T_1 相[图 5(d)]和少量的 θ' 相[图 5(e)]。

上述微观组织对比可以发现,在 T8 单级过时效样品 B1 组织中并未发现 S' 相和 θ' 相[图 5(a)],而 B2 样品中发现有 S' 相和 θ' 相的析出,但 B3 样品中 S' 相几乎消失, θ' 相明显减少。这进一步说明二次时效促进强化相的二次沉淀,并且 S' 相和 θ' 相随后随二次时效时间延长逐步转变为 T_1 相。而且对比 B2、B3 样品还可以发现,B3 样品的 T_1 相更密集,且明显粗化,而 θ' 相更少一些,相应地其强度也更高。这些微观组织变化与[图 2(b)]所示的强度变化趋势相符。

表 3 对比了 T8 单级时效与二次时效、二次时效不同时间处理的样品强度差值。A2、A3 样品相对于 T8 单级近峰时效(A1 样品)抗拉强度分别提高了 12.4 MPa 和 23.7 MPa,这很可能源于 T_1 相(部分 S' 、 θ' 相)的二次析出。R. N. Lumley 等人^[4]利用核

磁共振法研究了二次时效第二级低温时效中 Cu 原子的迁移规律,发现随该级时效时间延长,基体中 Cu 原子逐渐减少,形成了新的 GP 区,从而使硬度逐渐增大,强度提高。在本文中,第二级低温时效形成了 GP 区,并在第三级逐步演变为 T_1 相及少量的 S' 相和 θ' 相,从而提高了合金的强度。随第三级时效延长,二次 T_1 相生成并长化,长宽比增大(实际上,长和宽分别对应盘片状 T_1 相的直径和厚度),引起了更大的强化效应^[9],同时组织中少量的 S' 相和 θ' 相也向 T_1 相转变;另外,由于第三级时效温度较低,首次形成的 T_1 相粗化速率较小,强度弱化效应较小,故而延长第三级时效时间可进一步提高其强度。

与 T8 单级过时效(B1 样品)相比,B2、B3 样品的抗拉强度同样有所提高,分别为 24 和 33.1 MPa。B. Decreus 等人^[10]认为,时效初期, T_1 相宽化速率很大,但几乎不发生宽化;当强度达到峰值后继续延长时效时间, T_1 相平均长度基本稳定,其粗化主要来源于相对增大的宽化速率。强度的这种提高应是源于二次强化相(如 T_1 相, S' 相)的作用,它们的体积分数增多,弥散性增强,长宽比增大,都可以提高强化相的强化效果^[9],使合金表现出更高的强度。

表 3 不同二次时效工艺处理的样品强度差值对比

Tab.3 Strength difference of the specimens with different aging treatment

MPa

样品	ΔUTS		ΔYS	
	二次时效与单级时效 20 h 或 120 h 对比	二次时效 20 h 与 120 h 对比	二次时效与单级时效 20 h 或 120 h 对比	三级时效 20 h 与 120 h 对比
A2	12.4	-	8.3	-
A3	23.7	11.3	19.9	11.6
B2	24	-	26.3	-
B3	33.1	9.1	32.6	6.3

文献[11-13]表明,二次时效工艺对铝合金的性能产生重大影响。本文中,在二次时效的第一个阶段,由于预变形及 Mg、Ag、Zn 的复合微合金化作用,合金内迅速析出了大量细小弥散的 T_1 相[图 4(a)],提高了合金强度。在随后的第二时效阶段(即低温长时效),由于基体中残留溶质原子和空位,会进一步析出一定量的二次 GP 区。这些 GP 区在第三阶段的时效过程中可演化为二次 T_1 相、 S' 相或 θ' 相[图 4(c)],[图 5(b)],且 T_1 相占主导地位,从而进一步提高强度。在 T8 时效强化的基础上,T8I6 处理可进一步提高合金的强度,其强化效果可达 5%。而文献[4]报道,T6I6 工艺的二次强化效果平均可达 10% 左右。这主要是由于 T6I6 工艺缺少预变形的作用,使首次强化相对溶质原子的利用率并不高,基体中残留的溶质原子和空位较多,因而二次强化相的析出量相

对较多,二次强化效果也较好。

3 结论

(1)二次时效可以不同程度地提高合金强度,且延长第三级时效时间,强度进一步提高。最优的合金其抗拉强度、屈服强度和延伸率分别为 613.7、564.9 MPa 和 6.8%。

(2)与单级时效对比,二次时效合金中强化相种类基本不变,主要由 T_1 相构成。二次时效可析出少量的 T_1 相、 S' 相和 θ' 相,但随二次时效时间延长 S' 相和 θ' 相逐渐减少,甚至消失。

(3)经过 T8I6 二次时效处理,合金中析出二次强化相,强化相含量更多,分布也更加弥散(主要是 T_1 相),可使合金强度提高。

(下转第 60 页)