



时效前的预变形对喷射成形 2195 铝锂合金组织与性能的影响

马晓光¹, 李韶颖², 韩宝帅¹, 叶帆³, 荣刚¹, 徐严谨¹, 曾元松¹

1. 中国航空制造技术研究院 材料应用研究部, 北京 100024;
2. 清华大学 材料学院, 北京 100084;
3. 北京航空航天大学 材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘要: 研究了时效前的预拉伸变形量对喷射成形 2195 铝锂合金时效析出行为及力学性能的影响规律。结果表明: 2195 合金经固溶处理后直接时效, 组织以 $\delta'(Al_3Li)$ 相+少量 $T1(Al_2CuLi)$ 相为主, 晶界处分布着大量断续分布的颗粒析出相组织(富 AlCu 相及 AlCuFe 相)。时效前的预拉伸变形在合金基体中引入的大量位错成为 $T1$ 相、 θ' 相的有效形核点, 显著促进 $T1$ 相和 θ' 相晶内均匀、细小弥散析出, 并降低晶界无析出带宽度, 形成以 $T1$ 、 δ' 相、 θ' 相为主的混合析出相组织。力学性能测试结果表明: 当热处理工艺为(510 °C, 2 h)固溶处理+3%预拉伸+(155 °C, 24 h)时效处理, 喷射成形 2195 铝锂合金室温抗拉强度约为(663±1) MPa, 屈服强度约为(647±1) MPa, 伸长率为(10.4±0.6)%, 能够获得良好的强韧性匹配。

关键词: 喷射成形; 2195 铝锂合金; 形变热处理; 时效析出相; 力学性能

文章编号: 1004-0609(2022)-01-0015-12

中图分类号: TG379

文献标志码: A

引文格式: 马晓光, 李韶颖, 韩宝帅, 等. 时效前的预变形对喷射成形 2195 铝锂合金组织与性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(1): 15–26. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37949

MA Xiao-guang, LI Shao-ying, HAN Bao-shuai, et al. Effect of pre-stretch on microstructure and properties of 2195 Al-Li alloy prepared by spray forming[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(1): 15–26. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-37949

铝锂合金具有低密度、高比强度、良好的耐腐蚀性能和焊接性能已被广泛地应用于航空航天领域^[1–5]。Al-Cu-Li 系铝锂合金属于时效热处理强化型铝合金, 其主要的强化析出相包括 $\delta'(Al_3Li)$ 、 $T1(Al_2CuLi)$ 、 $\theta''/\theta'(Al_2Cu)$ 相等。由于微合金化元素的添加, 合金中还会形成少量 $S'(Al_2CuMg)$ 、 $\beta'(Al_3Zr)$ 相。时效温度、时间及时效前的预变形处理会显著影响 Al-Cu-Li 系合金析出相的类型、尺寸及分布等典型形貌特征。

针对铝锂合金时效析出行为国内外学者已开展了大量研究^[6–14]。CASSADA 等^[11]研究了预变形对 Al-Cu-Li 系合金 $T1$ 相时效析出行为的影响, 发

现时效前施加一定的预变形会导致位错等缺陷的大量形成, 这些缺陷可作为 $T1$ 相的异质形核点, 促进 $T1$ 相在基体内均匀弥散析出, 显著改善了铝锂合金的强韧性匹配。CHEN 等^[12]研究了冷轧预变形对 1469 铝锂合金时效行为的影响, 发现增加预变形量会抑制 θ' 相的形成, 促进 $T1$ 相在晶内弥散析出, 同时抑制 $T1$ 相在晶界及亚晶界形核, $T1$ 相的析出由非连续析出转变为连续析出, 并伴随晶界无析出带宽度的减小。袁志山等^[13]分析了双级时效对高强铝锂合金 2A97 组织和性能的影响, 研究结果表明, 淬火后立即进行低温时效使得 δ' 相相变驱动力增大, 并增加基体 δ' 相形核密度, 有利于析出

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51971206); 航空工业制造院青年基金资助项目(KS912024144)

收稿日期: 2021-03-23; **修订日期:** 2021-09-13

通信作者: 徐严谨, 研究员, 博士; 电话: 010-85791653; E-mail: xuyj020@avic.com

细小弥散分布的 δ' 相, 减小 δ' 相晶界无析出带宽度。同时, 低温时效过程会形成一定数量的空位团和位错环, 空位团促进 δ' 相形核和弥散分布。淬火后开展预变形随后再进行低温时效会增加 $T1$ 相相变驱动力^[14], 预变形引入的位错和低温时效阶段形成的密集位错环, 都有利于增加基体 $T1$ 形核, 减小晶界平衡相的尺寸, 同时晶界 δ' 相无析出带变窄, 延长第一级时效时间形成更多的位错团和位错环, 促进溶质原子团簇形成, 增加 δ' 相和 $T1$ 相形核率, 使得双级时效形成 $T1$ 、 δ' 和 θ' 相等多相混合组织。

可见, 时效前的预变形以及时效处理制度对 Al-Cu-Li 系铝锂合金的时效析出行为及力学性能影响显著。尽管, 大量学者已经证实时效前的预变形会促进 Al-Cu-Li 系合金基体中 $T1$ 相的形核析出, 改善合金的力学性能, 但关于预变形程度对时效过程中合金基体强化相析出速率、晶界析出相分布特征及析出相之间的竞争析出关系的研究仍较少。因此, 本文以喷射成形 2195 铝锂合金为研究对象, 通过 XRD、TEM 等手段表征了合金的微观组织演变及时效析出行为, 并通过显微硬度、力学拉伸等性能测试手段系统研究了预拉伸变形量对喷射成形 2195 铝锂合金力学性能的影响。通过本文的研究揭示了预变形过程中位错密度及位错组态对晶内及晶界析出相类型、数量及分布的影响, 并通过合理的热处理工艺调控合金的强韧性匹配, 可对后续 Al-Cu-Li 系铝锂合金组织及性能优化提供指导。

1 实验

江苏豪然喷射成形合金有限公司制备的喷射成形 2195 铸锭初始直径为 600 mm, 经过去皮和热挤压预处理致密化后, 进一步通过热挤压制备成直径 160 mm 的棒材。本文以直径 160 mm 的喷射成形 2195 铝锂合金挤压棒为研究对象, 采用 ICP-AES Agilent5100 电感耦合等离子体-原子发射光谱仪测定的实际成分为 Al-3.8Cu-1.06Li-0.4Mg-0.3Ag-0.12Zr(质量分数, %)。试验试样取自挤压棒 $R/2$ (R 为半径) 位置的同心圆环区域, 沿挤压方向取直径为 12 mm 的试棒, 经 510 °C 保温 2 h 固溶处理后立即进行淬火, 淬火转移时间不超过 5 s, 淬

火介质为 (25 ± 5) °C 的水。

为了定量研究不同预变形量对 2195 铝锂合金基体位错密度的影响, 分别对拉伸试样进行 0%、1%、3% 和 5% 的拉伸预变形, 利用 D8 Advance X 射线衍射仪 (XRD) 测试了不同变形量下试样的 XRD 谱图, 并根据式(1)和(2)计算位错密度^[15]。本文结合 Cauchy 公式和 Gaussian 公式, 利用积分宽度法计算了样品的晶粒尺寸和微观应变:

$$\rho = 2\sqrt{3} \frac{\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{Db} \quad (1)$$

$$\frac{\beta^2}{\tan^2 \theta} = \frac{\lambda}{D} \left(\frac{\beta}{\tan \theta \sin \theta} \right) + 25 \langle \varepsilon^2 \rangle \quad (2)$$

式中: θ 为峰值处对应的入射角; β 为衍射峰半高宽; λ 为 X 射线入射波长, 其值为 0.1542 nm; D 为平均晶粒尺寸, nm; ε^2 为晶格微观应变; b 为柏氏矢量; ρ 为位错密度。

试样进行不同程度的预拉伸(0%、1%、3%、和 5%)后开展时效处理, 时效温度均为 155 °C, 时效时间均为 24 h, 空气冷却。经过时效热处理后, 从试棒均匀变形部分切取组织分析试样以及拉伸试样, 拉伸试样如图 1 所示。

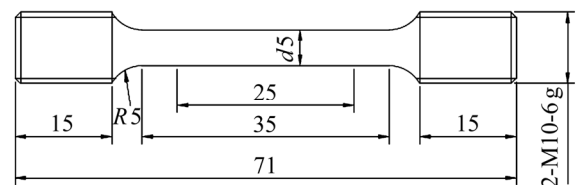


图 1 拉伸试样尺寸示意图

Fig. 1 Schematic diagram showing size of tensile sample (Unit: mm)

室温拉伸力学性能测试依据标准 GB/T 228.1—2010 进行。显微硬度测试在 FM-ARS900 型全自动显微硬度测试仪上进行, 载荷为 10 N, 保载时间为 15 s; XRD 测试在德国布鲁克 D8 Advance X 射线衍射仪上进行, 加速电压为 40 kV, 电流为 40 mA, 射线源为 Cu K_{α} , 2θ 角范围为 30°~120°; 微观组织分析在 TESCAN MIRA3 场发射扫描电镜 (SEM) 上进行, 并开展电子背散射衍射 (EBSD) 分析, 通过 OIM 软件进行数据后处理分析。EBSD 试样通过机械抛光和电解抛光制备, 抛光电压为 20 V, 电流为

100~150 mA, 时间为 12~18 s, 电解液为 10%高氯酸溶液+90%乙醇溶液(体积分数)。析出相组织形貌表征在 JEM-2010 透射电子显微镜(TEM)上进行, 并利用 Image J 软件统计析出相的尺寸以及晶界无析出带宽度。

2 实验结果

2.1 初始组织

图 2 所示为喷射成形 2195 铝锂合金挤压棒固溶前后的横截面微观组织形貌。由图 2 可以看出, 喷射成形较快的凝固速率能够有效抑制合金元素的宏观偏析, 因此, 未经固溶处理的挤压棒横截面组织没有明显的元素宏观偏析, 为近等轴晶组织(晶粒尺寸约为 15 μm); 晶粒内部及晶界处含有大量第二相, 通过能谱分析证实这些析出相为富 Cu 相以及少量尺寸较大的 $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 相(见图 2(a)和(c))。经过(510 $^{\circ}\text{C}$, 2 h)固溶淬火处理后, 绝大多数细小析出相回溶到基体中, 形成过饱和固溶体。此时, 合金横截面组织平均晶粒尺寸略有增加, 平均晶粒直径约为 20 μm (见图 2(b)和(d))。

图 3 所示为不同预变形量下固溶态 2195 铝锂

合金的 XRD 谱。随着预变形量的增加, 衍射峰强度并未发生显著变化(见图 3(a)), 但合金的 XRD 谱衍射峰宽度略有增加(见图 3(b)和(c))。采用公式(1)和(2)进行计算分析, 结果显示合金经过 1%、3%、5%预拉伸变形后, 2195 合金内的位错密度分别为 3.28×10^{13} 、 5.08×10^{13} 和 $6.81 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$ 。可见, 预拉伸变形量的增加显著提高了合金基体中的位错密度。

2.2 力学性能分析

2.2.1 显微硬度

图 4 所示为预拉伸量对不同时效处理 2195 铝锂合金显微硬度的影响。当预拉伸变形量为 1%时, 合金显微硬度约为 174 HV; 当预拉伸变形量达到 3%时, 获得最佳时效强化效果, 显微硬度达到约 185 HV; 继续增加预拉伸变形量至 5%, 时效强化增加不明显, 甚至出现显微硬度降低的现象。可见, 当预拉伸变形量较小时($\leq 3\%$ 预拉伸变形量), 随着预变形量的增加, 2195 合金显微硬度逐渐增加, 当应变量超过一定范围, 合金显微硬度变化不明显, 甚至略微降低, 这与后文中合金的拉伸力学性能变化规律一致。

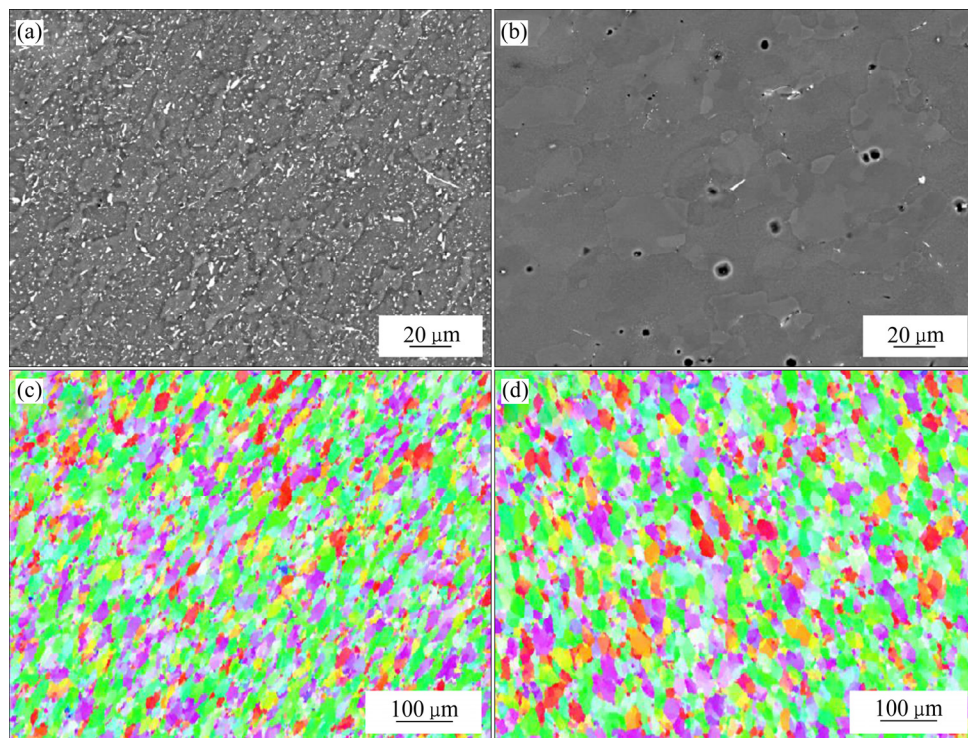


图 2 喷射成形 2195 合金试棒横截面的微观组织

Fig. 2 Microstructures of extruded rod of spray-formed 2195 alloy: (a), (c) Before solution treatment; (b), (d) After solution treatment

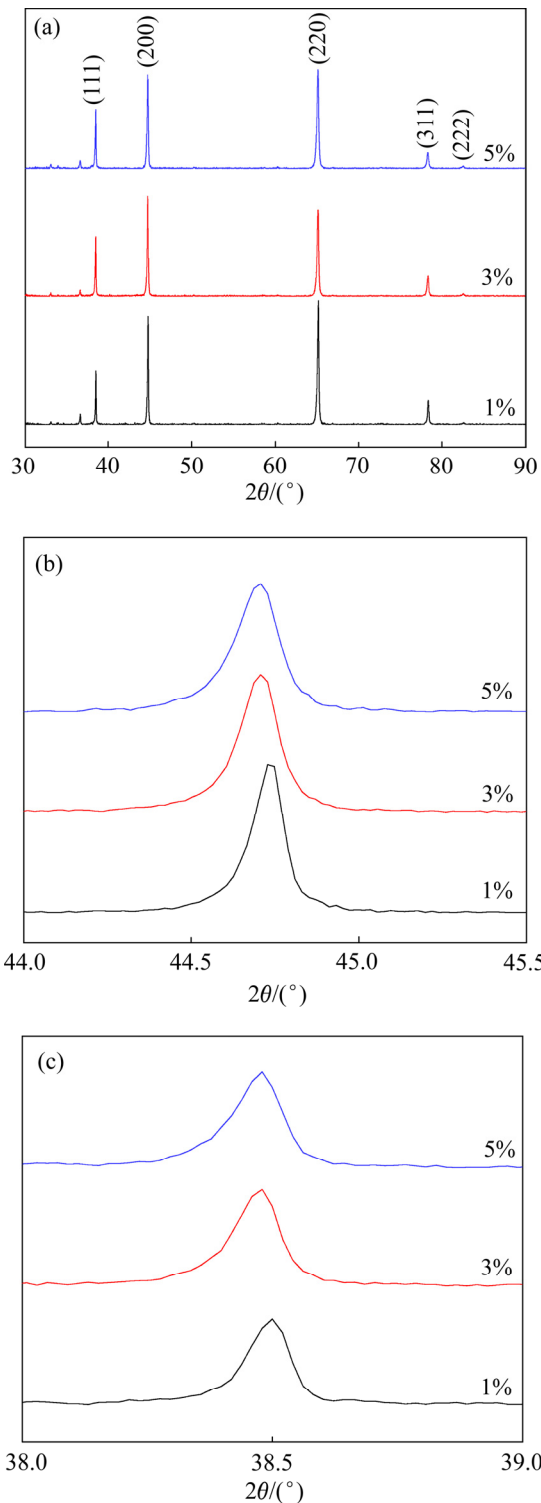


图3 不同预拉伸变形处理后 2195 合金的 XRD 谱
Fig. 3 XRD patterns (a) and local amplifications ((b), (c)) of 2195 alloy samples with different pre-stretching

2.2.2 室温拉伸性能

表 1 所示为不同形变时效热处理工艺下 2195 铝锂合金的室温拉伸力学性能。通过表 1 可以看出, 2195 铝锂合金随着预拉伸量的增加, 抗拉强度、屈

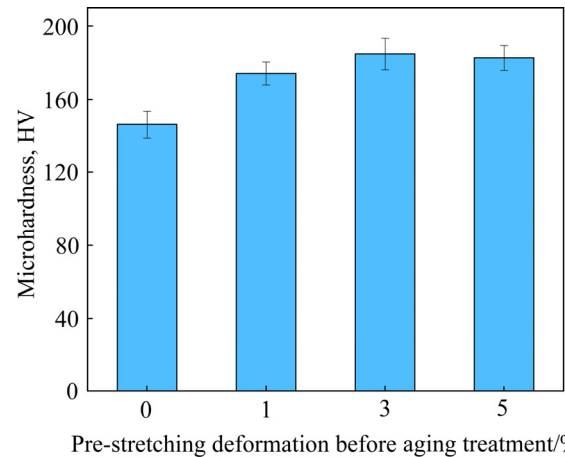


图4 不同预变形时效后 2195 铝锂合金显微硬度变化规律

Fig. 4 Microhardness evolution of aged 2195 Al-Li alloy with different pre-stretching

服强度逐渐增加。对于无预拉伸变形直接进行时效处理的 2195 合金, 室温抗拉强度约为 (591 ± 7) MPa、屈服强度约为 (536 ± 6) MPa, 伸长率为 $(11.8\pm 0.1)\%$ 。当预拉伸变形量为 1%时, 合金室温抗拉强度约为 (621 ± 5) MPa, 屈服强度约为 (598 ± 4) MPa, 伸长率为 $(11.2\pm 0.4)\%$ 。当预拉伸变形量为 3%时, 合金抗拉强度约为 (663 ± 1) MPa, 屈服强度约为 (647 ± 1) MPa, 伸长率为 $(10.4\pm 0.6)\%$; 当预拉伸变形量为 5%时, 合金室温抗拉强度约为 (653 ± 2) MPa, 屈服强度约为 (645 ± 3) MPa, 伸长率约为 $(10.8\pm 0.4)\%$ 。

通过上述结果可以看出, 时效前开展预拉伸变形能够显著提高合金的抗拉强度和屈服强度, 而伸长率仅略有降低。时效前引入 1%的预拉伸变形即可显著提高抗拉强度约 5%, 屈服强度提高约 12%, 伸长率略微降低 5%。当预变形量达到 3%时, 合金的强塑性达到最佳匹配, 相对于预拉伸 0%, 抗拉强度提升约 12%, 屈服强度提高约 21%, 伸长率略微降低 11.8%(此时, 伸长率依然可以达到 $(10.4\pm 0.6)\%$)。当预拉伸量超过 3%以后, 合金的抗拉强度和屈服强度增加不明显, 甚至出现降低。

此外, 随着预拉伸量的增加, 合金的抗拉强度和屈服强度不断增加, 但抗拉强度与屈服强度间的差距逐渐缩小, 表明预拉伸量的增加会减小合金后续加工硬化能力。CASSADA 等^[11]研究了预变形对 Al-Cu-Li 系合金 T_1 相时效析出行为的影响, 发现时效前引入预应变导致位错、亚晶界、空位等晶体缺

陷数量增加, 这些缺陷可以作为 T_1 相的异质形核点, 促进 T_1 相均匀弥散析出, 显著改善了铝锂合金的强韧性。

图 5 所示为 2195 铝锂合金不同时效制度下拉伸断口组织的典型形貌。对于未开展预拉伸变形(0%)直接时效合金试样而言, 断口组织以沿晶断裂为主要机制, 且沿晶断裂组织表面较为光滑, 仅有少量细小等轴韧窝(红色虚线所围面积), 如图 5(a)所示。随着时效前预拉伸变形($\leq 3\%$ 预拉伸)的引入, 合金拉伸断口形貌中沿晶断裂组织所占比例显著降低, 韧窝组织比例显著增加, 且韧窝尺寸和深度逐渐增加(见图 5(b)和(c)), 断裂机制由沿晶断裂向穿晶断裂转变。然而, 当预拉伸变形量达到 5% 时, 其拉伸断口组织与未预拉伸直接时效合金断口

组织类似(见图 5(a)和(d)), 断口组织形貌以沿晶断裂为主, 穿晶断口组织中含有少量较浅的等轴韧窝(见图 5(d)中红色虚线区域)。

2.3 微观组织演化

基于力学性能结果可以看出, 时效前的预拉伸变形程度显著影响合金的力学性能, 为了清楚地揭示预变形量对合金组织性能的影响, 本文分析了经过不同预拉伸变形后的合金微观组织, 如图 6 所示。由图 6(a)可以看出, 经过固溶淬火处理后, 合金基体中位错密度较低。当预拉伸变形量为 1% 时, 合金基体内部位错密度显著增加, 伴随部分位错缠结形成位错胞(见图 6(b))。当预拉伸变形量为 3% 时, 晶粒内部位错密度进一步增加, 微观组织中已形成

表 1 不同时效热处理下 2195 合金的拉伸力学性能

Table 1 Mechanical properties of 2195 alloys under different aging process parameter

pre-stretching deformation	Aging process parameter	Ultimate strength/MPa	Yield strength/MPa	Elongation/%
0% pre-stretching	(155 °C, 24 h)	591±7	536±6	11.8±0.1
1% pre-stretching	(155 °C, 24 h)	621±5	598±4	11.2±0.4
3% pre-stretching	(155 °C, 24 h)	663±1	647±1	10.4±0.6
5% pre-stretching	(155 °C, 24 h)	653±2	645±3	10.8±0.4

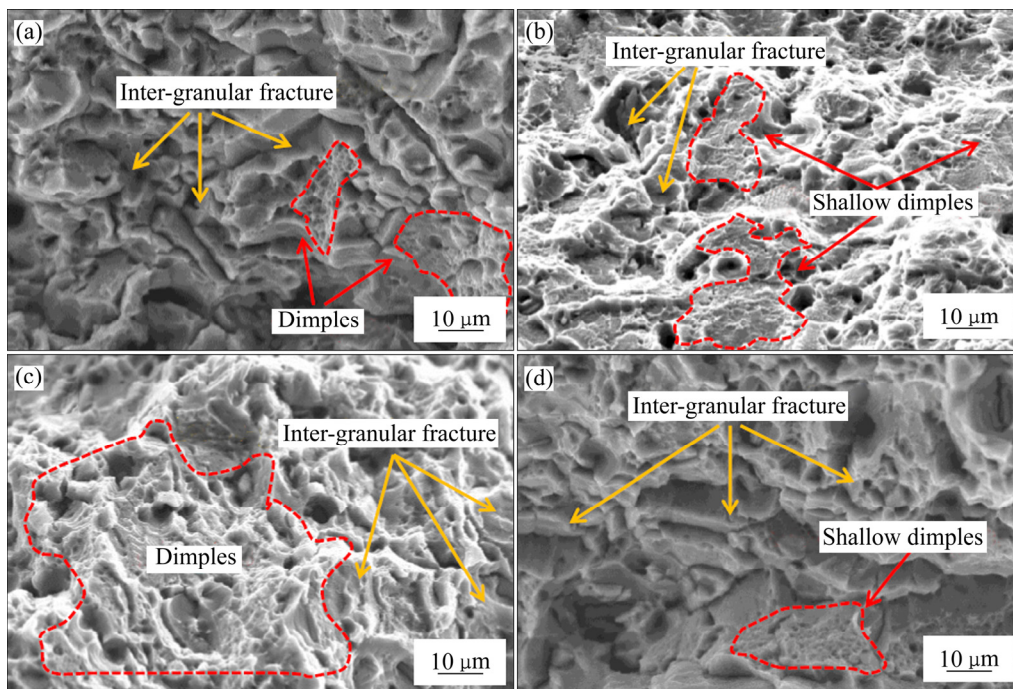


图 5 2195 合金不同时效制度下拉伸断口组织形貌

Fig. 5 Typical fracture morphologies of 2195 alloy samples under different aging parameters with pre-stretching: (a) 0%; (b) 1%; (c) 3%; (d) 5%

大量位错胞结构(见图 6(c))。随后继续增加预变形量至 5%时, 位错密度继续增加, 但微观组织形貌变化不大, 与预拉伸量 3%微观组织类似(见图 6(d))。

图 7 所示为 2195 铝锂合金经过不同预拉伸变形及时效热处理后晶内析出相的微观组织形貌。由

图 7(a)可以看出, 对于直接开展时效处理(预拉伸 0%)的合金, 基体析出相以 δ' (Al_3Li)、 $T1$ (Al_2CuLi)相为主, 且 $T1$ 相数量相对较少, 同时组织中可观察到少量 β' (Al_3Zr)相、 θ' (Al_2Cu)相存在, 由于 θ' (Al_2Cu)相数量太少, 因此从其衍射花样谱图上无

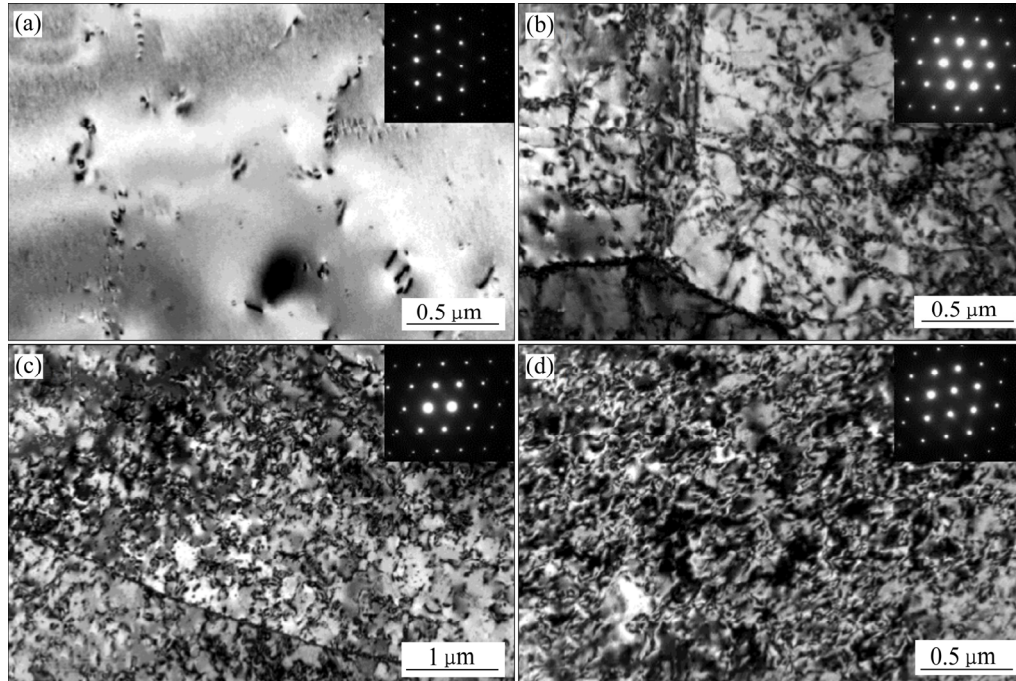


图 6 不同预拉伸变形量下 2195 铝锂合金 TEM 像

Fig. 6 TEM images of 2195Al-Li alloy bars after solution treatment with different pre-stretching: (a) 0%; (b) 1%; (c) 3%; (d) 5%

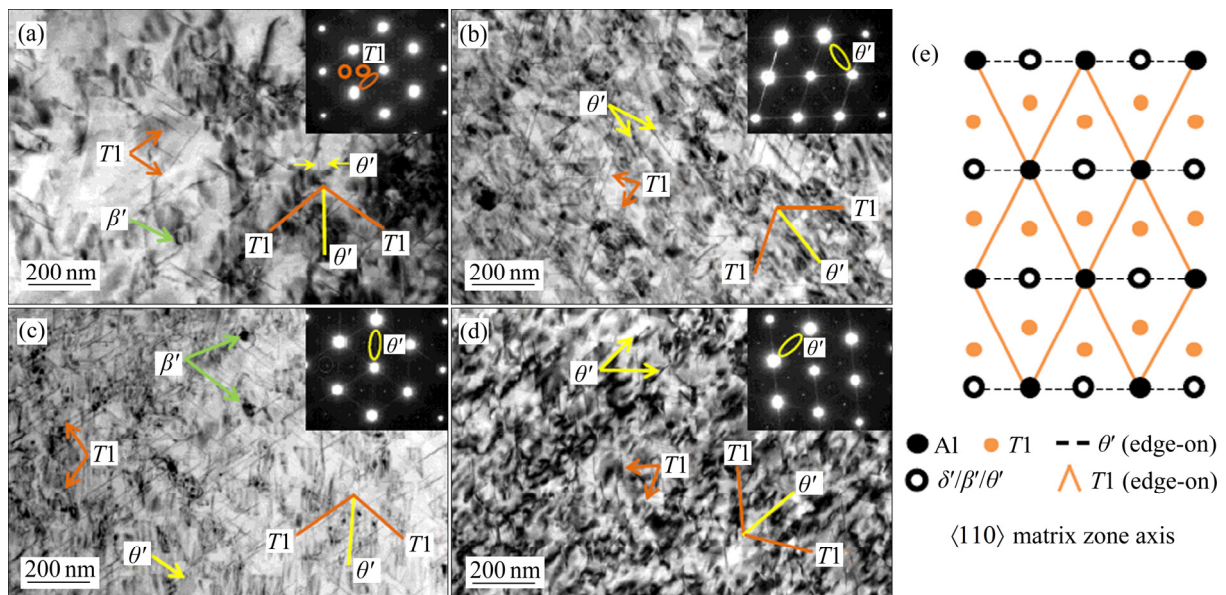


图 7 不同预拉伸变形量时效处理 2195 合金晶内析出相 TEM 像

Fig. 7 TEM images of ingrain precipitation of 2195 alloy under different aging parameters with different pre-stretching: (a) 0%; (b) 1%; (c) 3%; (d) 5%; (e) Schematic electron diffraction patterns showing $T1$, δ' , θ' , β' phases in $\langle 110 \rangle$ matrix zone axis

法明显辨认(见图 7(a)中衍射花样)。随着时效前预拉伸过程的引入, 合金时效后基体组织中 $T1$ 相密度显著增加, 形成由 $T1$ 、 δ' 和 θ' 相组成的多相混合组织, 且基体中 $T1$ 相数量显著多于 θ' 相(见图 7(b)~(d))。同时, 随着预拉伸变形量的增加, $T1$ 相的密度显著增加, 长度逐渐降低。

由于时效前预拉伸变形使合金基体中形成大量位错, 这些缺陷可以作为 $T1$ 相形核析出的有效异质形核点, 时效过程中合金元素会向位错缺陷处扩散, 显著促进 $T1$ 相在晶粒内均匀弥散析出, 降低合金原子向晶界处的扩散动力, 使得基体与晶界处合金元素的过饱和浓度梯度差降低, 进而影响晶界析出相的形成。图 8 所示为不同时效制度下 2195 合金晶界析出相的组织形貌。由图 8 可以看出, 淬火后直接时效的合金(0%预拉伸), 晶界处分布着大量断续分布颗粒析出相(EDS 分析为富 $AlCu$ 相及 $AlCuFe$ 相), 并具有显著的晶界无析出带(PFZs), 宽度约为 100 nm(见图 8(a))。随着时效前预拉伸变形的引入, 合金经过时效处理后, 在晶粒内部析出大量 $T1$ 相, 晶界处析出少量 $T1$ 相, PFZs 宽度显著变窄, 基本观察不到断续分布的颗粒状晶界析出相(见图 8(b)~(d))。可见, 时效前的预拉伸过程显著

影响合金的晶界析出相类型及分布。

由以上分析可以看出, 不同时效热处理制度下 2195 合金基体微观组织中均观察到 $T1$ 析出相的形成, 为了揭示不同时效制度下基体内 $T1$ 相组织特征差别, 进一步开展了基体内部 $T1$ 相的 TEM 高分辨组织分析(见图 9)。可以看出, 对于直接时效处理的合金(预拉伸 0%), $T1$ 相厚度相对较宽(100 nm, (见图 9)), 且合金基体中 $T1$ 相密度相对较低。随着时效前预拉伸变形的引入, 大量位错作为 $T1$ 相异质形核点, 显著增加了 $T1$ 相的密度, 且 $T1$ 相厚度也显著降低, 约为 2 nm, 如图 9(b)~(d)所示。随着预拉伸量的进一步增加, $T1$ 相的厚度并未发生显著变化。

3 分析与讨论

3.1 预拉伸变形对强化作用的影响

2195 铝锂合金经过固溶淬火处理后, 微观组织中仍可以观察到少量 δ' 相和位错(见图 6(a))。由于 $T1$ 相和 θ' 相具有较高的界面能, 它们的析出很大程度上依赖于基体中的缺陷(比如位错、晶界等)进行形核析出以降低新相形成所需的界面能。对于未经

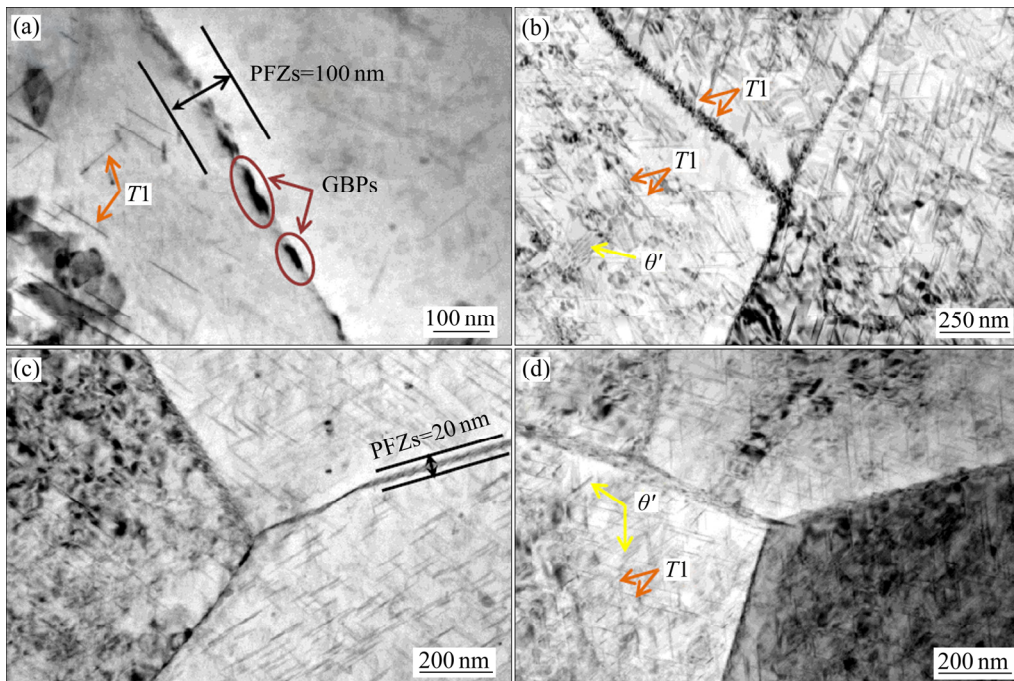


图 8 不同预拉伸变形量时效处理 2195 合金晶界析出相的 TEM 像

Fig. 8 TEM images of grain boundaries precipitation phases in 2195 alloy under different aging parameters with 0% pre-stretching(a), 1% pre-stretching(b), 3% pre-stretching(c), 5% pre-stretching(d)

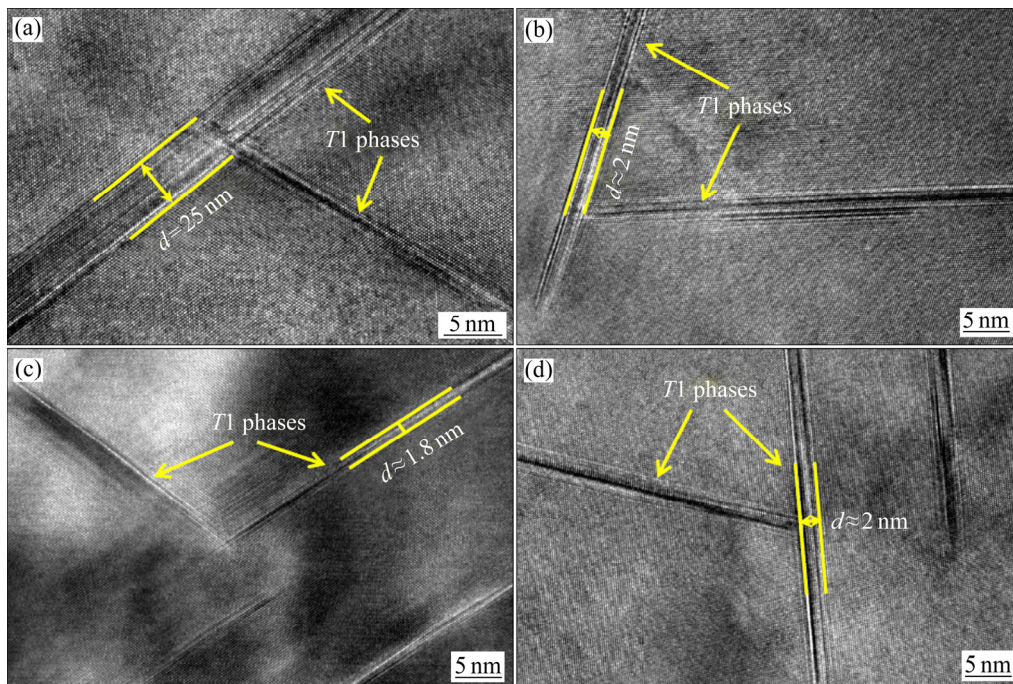


图9 不同预拉伸变形量时效处理2195合金基体内部T1相高分辨TEM像

Fig. 9 HRTEM images of T1 phases in 2195 alloy under different aging parameters with 0% pre-stretching(a), 1% pre-stretching(b), 3% pre-stretching(c) and 5% pre-stretching(d)

过预拉伸(0%)直接时效处理合金而言,其微观组织以 δ' 相为主,并形成一定数量的大尺寸T1相,此外基体组织中还可以观察到少量GP区、 β' 相,晶界处伴随形成断续分布的粗大析出相和较宽PFZ(见图7(a)和图8(a))。随着时效前引入预拉伸变形,合金基体中的位错密度显著增加,这些位错成为T1相和 θ' 相有效异质形核点,时效过程中促进T1相和 θ' 相在基体中的均匀弥散形核析出^[16](见图7(b)~(d))。

为了深入揭示预拉伸变形量对后续时效过程中T1相和 θ' 相形核及长大的影响规律,本文分别统计了T1相和 θ' 相的平均尺寸及数量密度(见图10)。由图10可以看出,无预拉伸变形时,合金经过时效以后T1相数量密度较小(仅为 $108/\mu\text{m}^2$),且尺寸较大,尺寸分布较宽(平均尺寸约为115 nm,范围在25~175 nm)。当预拉伸量为1%时,T1相密度达到 $277/\mu\text{m}^2$,平均尺寸约为85 nm,尺寸范围在52~133 nm;当预拉伸量达到3%时,T1相密度达到 $633/\mu\text{m}^2$,平均尺寸约为73 nm,尺寸范围在32~116 nm;进一步增加预拉伸变形量增加至5%,T1相数量密度略微降低($588/\mu\text{m}^2$),而尺寸略微增加

(77 nm)(见图10(a))。

对于 θ' 相而言,无预拉伸变形时,合金经过时效以后 θ' 相数量密度较小(仅为 $72/\mu\text{m}^2$),尺寸相对于T1较小,尺寸分布较宽(平均尺寸约为87 nm,范围在43~134 nm)。当预拉伸量为1%时, θ' 相密度达到 $177/\mu\text{m}^2$,平均尺寸约为56 nm,尺寸范围在24~119 nm;当预拉伸量达到3%时, θ' 相密度达到 $161/\mu\text{m}^2$,平均尺寸约为56 nm,尺寸范围在22~81 nm;进一步增加预拉伸变形量增加至5%, θ' 相数量密度显著降低($124/\mu\text{m}^2$),而尺寸略微增加(61 nm)(见图10(b))。

随着时效前预拉伸变形量增加,T1相和 θ' 相两者数量密度和尺寸分布变化规律类似。值得注意的是,当预拉伸变形量较小时($\leq 1\%$), θ' 相数量密度的增加速率显著高于T1相,随着预拉伸变形量的进一步增加($\leq 3\%$),T1相的数量密度增加速率超过 θ' 相,随后继续增加预拉伸变形量至5%, θ' 相数量密度显著降低,而T1相数量密度仅小幅度降低。可见,随着预拉伸变形量的增加,时效2195合金中T1相和 θ' 相的形核析出具有显著的竞争关系,当预拉伸变形量较小时($\leq 1\%$),时效过程中 θ' 相形

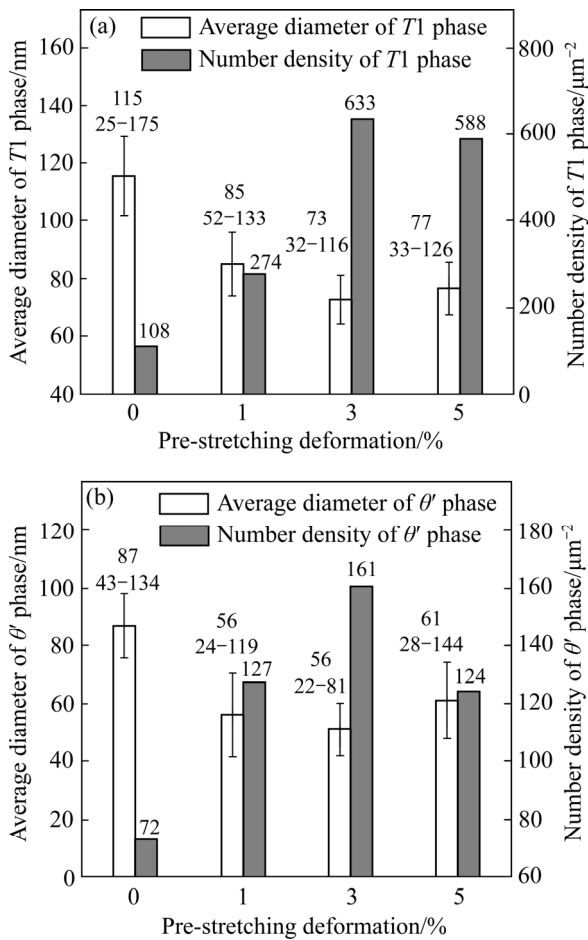


图 10 2195 合金时效组织中 $T1$ 相和 θ' 相平均尺寸及数量密度随预拉伸量统计变化趋势

Fig. 10 Statistical trend of average diameter and number density of precipitates $T1$ phase (a) and θ' phase (b) in 2195 alloy with pre-stretching increasing

核析出速率高于 $T1$ 相, 当预拉伸应变变量较大时 (3%), 合金 $T1$ 相时效析出形核速率明显超过 θ' 相, 更易于析出形核。

可见, 随着时效前预拉伸变形量的增加, 2195 铝锂合金经过时效处理后基体组织中 $T1$ 相和 θ' 相尺寸降低, 数量密度显著提升。当预拉伸变形量达到 3% 时, $T1$ 相和 θ' 相数量密度达到极大值。当应变变量进一步增加至 5% 时, $T1$ 相和 θ' 相发生长大, 尺寸均有所增加, 而数量密度略微降低。值得注意的是, 尽管预拉伸变形促进 $T1$ 相和 θ' 相的形核, 但两者在时效过程中需要消耗大量溶质元素 Cu, $T1$ 相和 θ' 相的析出行为是一种竞争关系^[17]。结合组织分析结果可以看出, 合金基体中 $T1$ 相数量密度远高于 θ' 相, 表明 $T1$ 相通过消耗 θ' 相周围的 Li 和

Cu 原子以补偿 $T1$ 相的形核析出和长大。

位错处析出相的均匀形核行为可以通过一个无量纲系数 α 进行表述, 见式(3)^[18]所示。随着 α 数值的增大, 位错对形核和沉淀行为的促进作用增强。

$$\alpha = \frac{\Delta G_V \mu b^2}{2\pi^2 \sigma^2} \quad (3)$$

式中: ΔG_V 是体积自由能的变化; μ 为剪切模量; b 是柏氏矢量; σ 为新相形成对应的界面能。

由于 $T1$ 相为平衡相而 θ' 相为亚稳相, 因此, $T1$ 相比 θ' 相具有更高的体积自由能^[18]。尽管 $T1$ 相和 θ' 相剪切应变相似, 但二者沿不同的基体晶面和方向析出。 $T1$ 相沿 $(111)_{Al}/[112]_{Al}$ 析出, 剪切应变大小为 0.354, 而 θ' 相沿 $(001)_{Al}/[100]_{Al}$ 析出, 剪切应变大小为 0.333^[17]。由于 $T1$ 相和 θ' 相的界面能几乎相等, 而 $T1$ 相比 θ' 相具有更高的体积自由能和剪切应变, 促使 $T1$ 相比 θ' 相更容易在位错处形核析出。随着预拉伸量的增加, 位错密度增加使得基体异质形核点数量增加, 导致 $T1$ 相分布间距降低以及原子扩散距离减小, 同时, 通过加速过饱和固溶体溶质原子的扩散也降低了溶质原子过饱和度, 上述共同作用导致析出相尺寸显著降低。因此, 随着预拉伸量的增大及时效时间的延长, 导致 $T1$ 相细小、均匀弥散析出, 且 $T1$ 相密度显著大于 θ' 相(见图 7 和图 10)。

$T1$ 相作为 Al-Cu-Li 系合金最重要的强化相, 对合金具有最大的时效强化贡献。 $T1$ 相的形核析出与不同预变形量下的拉伸变形行为密切相关, 其时效拉伸强度主要由 $T1$ 相的密度和尺寸决定。DORIN 等^[19]研究发现, $T1$ 相滑移界面一旦被领先位错切过后, 很难被后续位错再次切过。他们通过试验证明, 2198 铝锂合金峰时效状态下, $T1$ 相的强化效应可以描述为

$$\Delta\tau = D^2 N^{1/2} t^{-3/2} \quad (4)$$

式中: D 是 $T1$ 相的尺寸; N 是 $T1$ 相的数量密度; t 是 $T1$ 相的厚度。

结合上式可以看出, $T1$ 相尺寸 D 和数量密度 N 正比于强度, 而厚度 t 反比于强度。拉伸变形过程中 $T1$ 相周围会形成应力场, 增加了位错运动所需的临界剪切应力。位错与第二相的交互作用形式分为切过机制和绕过机制两种。位错的线张力取决于

第二相的分布距离,且距离越小线张力越大。当位错切过 $T1$ 相时具有较大的弯曲角,位错的线张力较大。一旦位错开动后,合金的屈服强度和流变应力主要受 $T1$ 相分布距离的影响,而 $T1$ 相分布距离随预变形量的增加而减小(见图 7 和图 8)。因此,随着预变形量的增大 $T1$ 相形核点增多,使得合金基体内部会形成高密度细小弥散分布的 $T1$ 相,对位错滑移具有显著的钉扎作用,需要较大的应力才会开始发生屈服变形,使得合金的屈服强度和流变应力增大。

GABLE 等^[20]研究结果表明,随着预变形量的增大,Al-Cu-Li 系合金 $T1$ 相密度显著增加,同时 θ' 相密度大幅度减少且尺寸增加,这与本文所述预变形量对 θ' 相析出的影响效果相反,但本文的研究结果与叶志豪等^[21]研究结果相一致。综上所述, $T1$ 相和 θ' 相尺寸及密度显著影响 Al-Cu-Li 系合金的强化效果。适当的预拉伸变形($\leq 3\%$ 预拉伸量)可以有效提高 Al-Cu-Li 系铝锂合金 $T1$ 相和 θ' 相的形核率,促进 $T1$ 相和 θ' 相细小均匀弥散析出,但预变形量超过一定范围, $T1$ 相和 θ' 相数量密度反而降低,析出相尺寸略有增大,导致合金强化效果反而有所下降。

3.2 晶界/亚晶界析出行为对合金强塑性的影响

晶界/亚晶界上 $T1$ 相的析出行为显著影响 Al-Cu-Li 系合金的力学性能,尤其是合金的塑韧性^[22-24]。大量过剩的 $T1$ 相在晶界/亚晶界的析出行为会导致合金断裂韧性变差。另外,拉伸变形优先在晶界/亚晶界无析出带区域发生塑性变形,导致该区域较易发生位错滑移及位错塞积导致应力集中,在应力集中作用下,晶界/亚晶界上粗大析出相易形成微裂纹和微空洞,并沿着晶界/亚晶界无析出带发生扩展和粗化,导致晶界/亚晶界结合力降低诱发低能量晶间断裂^[23-25]。

随着预拉伸变形量的增加,合金基体中位错密度显著增加,促进 $T1$ 相在晶粒内部均匀弥散析出,抑制了晶界/亚晶界 PFZ 的形成,并有效弱化了 $T1$ 相沿晶界/亚晶界的析出和长大(见图 8)。同时, $T1$ 相体积分数的增加消耗大量 Li 原子,进而影响 δ' 相和 θ' 相的析出和长大。 δ' 相易被位错切过并导致共面滑移,阻碍位错滑移的能力较弱,易导致合金发生低能量晶间断裂。时效前引入预拉伸变形过程

会显著影响晶界/亚晶界的析出行为,促进 $T1$ 相在晶内细小、均匀弥散析出,一定程度抑制 δ' 相在晶内形核析出,同时抑制 $T1$ 相在晶界/亚晶界析出及无析出带的形成,使得 Al-Cu-Li 系合金强度和韧性的同步得到改善。

4 结论

1) 喷射成形 2195 铝锂合金挤压棒材经过(510 °C, 2 h)固溶处理+3%预拉伸+(155 °C, 24 h)时效处理能够获得良好的强韧性匹配,室温抗拉强度约为(663±1) MPa,屈服强度约为(647±1) MPa,伸长率为(10.4±0.6)%。

2) 当无预拉伸变形时效时,2195 合金基体组织以 δ 、 $T1$ 相为主,且 $T1$ 相数量较少,同时组织中还可有少量 β' 相、 θ' 相存在。随着预拉伸变形量的增加,基体中位错密度显著增加,这些位错成为 $T1$ 相和 θ' 相有效异质形核点,促进其均匀弥散形核析出,并伴随 PFZ 宽度明显变窄或消失。当位错密度超过一定数量时,位错对铝锂合金 $T1$ 相和 θ' 相形核数量及降低尺寸的作用降低,合金的总体强化作用减弱。

3) 当拉伸变形量较小时($\leq 1\%$), θ' 相数量密度的增加速率显著高于 $T1$ 相,随着预拉伸变形量的进一步增加($\leq 3\%$), $T1$ 相的数量密度增加速率超过 θ' 相,随后继续增加预拉伸变形量至 5%, θ' 相数量密度显著降低,而 $T1$ 相数量密度仅小幅度降低。

REFERENCES

- [1] ARAULLO-PETERS V, GAULT B, GEUSER F D, et al. Microstructural evolution during ageing of Al-Cu-Li-x alloys[J]. Acta Materialia, 2014, 66: 199-208.
- [2] 潘毅,孙中刚,郭旋,等.时效工艺对 Al-Li-Cu-Mg 合金组织及力学性能的影响[J].金属热处理,2013,38(7): 179-181.
- [3] PAN Yi, SUN Zhong-gang, GUO Xuan, et al. Effects of aging treatment on microstructure and properties of Al-Li-Cu-Mg alloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2013, 38(7): 179-181.
- [3] WANG X H, WANG J H, YUE X, et al. Effect of aging treatment on the exfoliation corrosion and stress corrosion

- cracking behaviors of 2195 Al-Li alloy[J]. *Materials & Design*, 2015, 67: 596–605.
- [4] ZHANG S F, ZENG W D, YANG W H, et al. Ageing response of an Al-Cu-Li 2198 alloy[J]. *Materials & Design*, 2014, 63: 368–374.
- [5] 高文理, 闫豪, 冯朝辉, 等. 时效制度对2A97铝锂合金组织和力学性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2014, 24(5): 1206–1211.
GAO Wen-li, YAN Hao, FENG Chao-hui, et al. Effect of aging treatment on microstructure and mechanical properties of 2A97 Al-Li alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2014, 24(5): 1206–1211.
- [6] JHA S C, SANDERS T H Jr, DAYANANDA M A. Grain boundary precipitate free zones in Al-Li alloys[J]. *Acta Metallurgica*, 1987, 35(2): 473–482.
- [7] LUO A, LLOYD D J, GUPTA A, et al. Precipitation and dissolution kinetics in Al-Li-Cu-Mg alloy 8090[J]. *Acta Metallurgica & Materialia*, 1993, 41(3): 769–776.
- [8] YOSHIMURA R, KONNO T J, ABE E, et al. Transmission electron microscopy study of the evolution of precipitates in aged Al-Li-Cu alloys: The θ' and T1 phases[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(14): 4251–4266.
- [9] DONNADIEU P, SHAO Y, GEUSER F D, et al. Atomic structure of T1 precipitates in Al-Li-Cu alloys revisited with HAADF-STEM imaging and small-angle X-ray scattering[J]. *Acta Materialia*, 2011, 59(2): 462–472.
- [10] SEUNGWON L, ZENJI H, SHOICHI H, et al. Age-hardening of an Al-Li-Cu-Mg alloy (2091) processed by high-pressure torsion[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2012, 546: 82–89.
- [11] CASSADA W A, SHIFLET G J, STARKE E A. The effect of plastic deformation on Al₂CuLi(T1) precipitation[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1991, 22(2): 299–306.
- [12] CHEN W B, XIAO D H, WU M D, et al. Effect of cold rolling pre-deformation on microstructure and properties of V-1469 Al-Li alloy[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, 9(5): 9675–9683.
- [13] 袁志山, 陆政, 戴圣龙, 等. 预时效对高强铝锂合金2A97组织和性能的影响[J]. *东北大学学报(自然科学版)*, 2007, 28(1): 53–56.
YUAN Zhi-shan, LU Zheng, DAI Sheng-long, et al. Effect of pre-aging on microstructure and properties of high-strength 2A97 Al-Cu-Li-X alloys[J]. *Journal of Northeastern University (Natural Science)*. 2007, 28(1): 53–56.
- [14] YOSHIMURA R, KONNO T J, ABE E, et al. Transmission electron microscopy study of the early stage of precipitates in aged Al-Li-Cu alloys[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(10): 2891–2903.
- [15] 王圣楠, 刘满平, 陈健, 等. Mg含量对高压扭转Al-Mg铝合金及其退火后微观结构与硬度的影响[J]. *材料热处理学报*, 2020, 41(11): 30–37.
WANG Sheng-nan, LIU Man-ping, CHEN Jian, et al. Effects of Mg content on microstructure and hardness of Al-Mg alloys after high-pressure torsion and subsequent annealing[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2020, 41(11): 30–37.
- [16] HU L, ZHAN L, LIU Z, et al. The effects of pre-deformation on the creep ageing behavior and mechanical properties of Al-Li-S4 alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2017, 703(4): 496–502.
- [17] XU J J, DENG Y L, CHEN J Q, et al. Effect of ageing treatments on the precipitation behavior and mechanical properties of Al-Cu-Li alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2020, 773: 138885
- [18] LI J F, YE Z H, LIU D Y, et al. Influence of pre-deformation on ageing precipitation behavior of three Al-Cu-Li alloys[J]. *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*, 2017, 30(2): 133–145.
- [19] DORIN T, GEUSER F D, LEFEBVRE W, et al. Strengthening mechanisms of T1 precipitates and their influence on the plasticity of an Al-Cu-Li alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2014, 605: 119–126.
- [20] GABLE B M, ZHU A W, CSONTOS A A, et al. The role of plastic deformation on the competitive microstructural evolution and mechanical properties of a novel Al-Li-Cu-X alloy[J]. *Journal of Light Metals*, 2001, 1(1): 1–14.
- [21] 叶志豪, 朱瑞华, 李劲风, 等. 一种2050铝锂合金薄板的微观组织与力学性能[J]. *稀有金属材料与工程*, 2018, 47(4): 1192–1198.
YE Zhi-hao, ZHU Rui-hua, LI Jin-feng, et al. Microstructure and mechanical properties of a 2050 Al-Li alloy sheet[J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2018, 47(4): 1192–1198.
- [22] NAYAN N, MURTY S V S N, JHA A K, et al., Processing and characterization of Al-Cu-Li alloy AA2195 undergoing

- scale up production through the vacuum induction melting technique[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2013, 576: 21–28.
- [23] WANG Y, ZHAO G, XIAO X, et al. Microstructures and mechanical properties of spray deposited 2195 Al-Cu-Li alloy through thermo-mechanical processing[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2018, 727(6): 78–89.
- [24] YAN Y, PEGUET L, GHARBI O, et al. On the corrosion, electrochemistry and microstructure of Al-Cu-Li alloy AA2050 as a function of ageing[J]. *Materialia*, 2018, 1: 25–36.
- [25] DENG Y, HUANG G, CAO L, et al. Improvement of strength and ductility of Al-Cu-Li alloy through cryogenic rolling followed by ageing[J]. *Nonferrous Metals Society of China*, 2017, 27(9): 1920–1927.

Effect of pre-stretch on microstructure and properties of 2195 Al-Li alloy prepared by spray forming

MA Xiao-guang¹, LI Shao-ying², HAN Bao-shuai¹, YE Fan³, RONG Gang¹, XU Yan-jin¹, ZENG Yuan-song¹

- (1. Department of Materials Application Research, AVIC Manufacturing Technology Institute, Beijing 100024, China;
2. School of Materials Science and Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China;
3. College of Materials Science and Engineering, Beihang University, Beijing 100083, China)

Abstract: The effect of pre-stretch on the precipitation behavior and the mechanical properties of spray formed 2195 Al-Li alloy were studied. The results shows that lots of δ' (Al₃Li) + less amount of $T1$ (Al₂CuTi) phases can be observed in the microstructure of 2195 alloy after solution and aging treatment, accompany with many discontinuous grain precipitates. The dislocations increase significantly in the 2195 alloy with the introduction of pre-stretching deformation before aging treatment, which can act as effective nucleation sites of $T1$ and θ' phase causing $T1$ and θ' phase size decreasing and uniform dispersion. Meanwhile, the microstructure has a mixed precipitate, such as $T1$, δ' and θ' phase, and with PFZ decreasing. The results of mechanical properties showed that 2195 Al-Li alloy will have a good balance between the strength and toughness under the heat treatment of (510 °C, 2 h) solid solution + 3% pre-stretching + (155 °C, 24 h) aging treatment. A good balance between strength and plasticity can be reached with the tensile strength of (663±1) MPa, the yield strength of (647±1) MPa and the elongation of (10.4±0.6) %.

Key words: spray forming; 2195 Al-Li alloy; thermo-mechanical treatment; precipitated phase; mechanical property

Foundation item: Project(51971206) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (KS912024144) supported by Youth Foundation of AVIC Manufacturing Technology Institute, China

Received date: 2021-03-23; **Accepted date:** 2021-09-13

Corresponding author: XU Yan-jin; Tel: +86-10-85701427; E-mail: xuyj020@avic.com

(编辑 龙怀中)