



2195 铝锂合金时效析出行为与强化机理

谢冰鑫, 黄亮, 徐佳辉, 张会萍, 李建军

(华中科技大学 材料科学与工程学院 材料成形与模具技术国家重点实验室, 武汉 430074)

摘要: 采用透射电子显微镜、单向拉伸力学性能测试和扫描电子显微镜等方法研究了2195铝锂合金在不同形变热处理下时效析出行为, 并阐明了析出相强化机理。结果表明: 不同形变热处理下2195铝锂合金中主要强化相均为 T_1 相, 但是其尺寸、分布、数量密度和晶界形貌有差异。预应变可显著提高 T_1 相的形核率并加速其长大过程。时效温度越高, T_1 相的形核率越低, 但长大速度越快。形变热处理后的微观组织可显著提高2195铝锂合金的力学性能, T871态(固溶处理+7%预应变+(120 °C、4 h)+(160 °C、24 h))的屈服强度为(541±10) MPa, 抗拉强度为(606±9) MPa, 伸长率为(11±1)%。位错在 T_1 相多处沿着垂直于直径方向剪切, 有效阻止了微观尺度上的塑性局部化。

关键词: 2195 铝锂合金; 微观组织; 形变热处理; 力学性能

文章编号: 1004-0609(2022)-08-2160-13

中图分类号: TG391

文献标志码: A

引文格式: 谢冰鑫, 黄亮, 徐佳辉, 等. 2195 铝锂合金时效析出行为与强化机理[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(8): 2160–2172. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42382

XIE Bing-xin, HUANG Liang, XU Jia-hui, et al. Aging precipitation behavior and strengthening mechanism of 2195 Al-Li alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(8): 2160–2172. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42382

因添加了最轻的金属锂, 铝锂合金比传统铝合金具有更低的密度和更高的弹性模量^[1]。用2195铝锂合金(第三代铝锂合金)替代2xxx系铝铜合金制造火箭箭体结构, 能使强度提高30%, 密度下降5%, 显著提高火箭的运载能力^[2-3]。对于航空航天用构件不断要求其具备更高的强度, 来满足日趋严苛的服役条件^[4-6]。现有研究表明, 热处理是2195铝锂合金的主要强化手段^[7-9], 即通过固溶时效处理在铝基体中析出纳米级强化相, 起到析出强化的作用^[10]。2195铝锂合金的析出相有 $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ 、 $\theta'(\text{Al}_2\text{Cu})$ 和 $\delta'(\text{Al}_3\text{Li})$ 等, 其中沿着基体{111}惯习面析出的盘状 T_1 相最具强化效应, T_1 相单胞尺寸 $a=b=0.496$ nm,

$c=0.935$ nm, 时效析出温度为120~190 °C^[11]。

探明2195铝锂合金在热处理过程中微观组织演变, 尤其是时效析出相类型、尺寸、分布和体积分数等特征, 是获得高性能的基础和关键^[12-13]。时效前先进行预变形可提高强化效果, 该过程又称为形变热处理(TMP)。WANG等^[7]和MA^[14]等研究了预拉伸对Al-4Cu-1Li在人工时效过程中析出行为的影响, 研究表明, 预变形提高了 T_1 相的时效动力学和数量密度。更高的预变形水平形成更细密分布的 T_1 相, 屈服强度相应增加。RODGERS等^[15]指出, 随着预应变值增加, 时效动力学增加但是增幅逐渐变缓, 预应变值增加10%以上时几乎无明显差异。

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51975229); 武汉市应用基础前沿项目(2020010601012178); 中央高校基本科研业务专项资助项目(YCJJ202202012); 湖北省重点研发计划资助项目(2020BAB139)

收稿日期: 2021-09-22; 修订日期: 2021-11-16

通信作者: 黄亮, 教授, 博士; 电话: 027-87543490; E-mail: huangliang@hust.edu.cn

一些研究将轧制变形与时效热处理结合, 先通过大应变轧制产生超细晶和大量位错, 然后在时效过程中析出强化相^[16-18]。WU等^[19]对Al-2Cu-2Li在150~225 °C时效温度下的析出相演变及力学性能的研究表明, T_1 相的生长受Cu沿位错的扩散速率控制。TAO等^[20]研究表明, 在100~175 °C时效温度下, 随着时效温度的升高, Al-4Cu-1Li基体微观组织由GP区和 θ' 转变为 T_1 和 θ' , 同时材料强度逐渐升高而伸长率下降。此外, LIN等^[21]研究了Al-2.58Cu-1.64Li在T6、T8单时效和T8双级时效下的微观组织和拉伸性能, 研究表明T8双级时效下拉伸性能最佳, 主要是由于晶内形成了大量细小的 T_1 和 δ' 相, 晶间相为不连续分布的富Cu相。上述铝锂系合金的研究为2195铝锂合金热处理理论的完善和强化机制的阐明提供了一些参考。

材料的力学性能取决于基体中析出相的特征, 主要表现在析出相对位错运动的阻碍作用。前两代铝锂合金中, δ' 的剪切一直以来被认为倾向于导致平面滑移, 从而降低了合金延性^[22]。对于2195铝锂合金, 晶内主要析出可抑制平面滑移的 T_1 相。但是, T_1 相抑制平面滑移的原因有待进一步研究^[23]。早期研究通常是假设 T_1 相不可以被位错剪切, 类似于 θ' 相, 因此, 常用Orowan绕过机制来描述该强化过程^[24]。但是, 随着高分辨电镜的发展, 在变形试样中观察析出相的剪切现象变得可能。DORIN等^[25]和DESCHAMPS等^[26]通过高角度环形暗场扫描透射电子显微镜(HAADF-STEM), 发现了AA2198和AA2196峰时效试样在塑性应变为2%的条件下 T_1 相被剪切的现象。但是, 这些学者只研究了小塑性应变的情况, 关于大应变拉伸下析出相与位错的相互作用模式目前缺乏相关研究。综上所述, 阐明2195铝锂合金在形变热处理下的时效析出行为及微观组织特征, 揭示大应变拉伸下析出相-位错相互作用的强化机理, 对于促进2195铝锂合金在航天领域的应用具有重要意义。

因此, 本文旨在研究不同形变热处理对2195铝锂合金组织与性能的影响, 主要是时效析出行为及析出相的强化机理。通过双级时效、增加预变形、改变时效温度的方式, 2195铝锂合金获得了不同的微观组织与力学性能。采用透射电子显微镜(TEM)和高分辨TEM(HRTEM)分析了材料在形变热处理后和拉伸变形断裂后的微观组织, 以研究不

同实验条件下的微观组织特征和析出相-位错的相互作用。通过单向拉伸测试和扫描电子显微镜(SEM)分析了力学性能和断口形貌。

1 实验

1.1 实验材料及方法

本研究所用材料为喷射成形后经热挤压成形的2195铝锂合金板材, 厚度为13 mm, 其合金成分见表1。材料的退火态屈服强度为(151±4) MPa, 抗拉强度为(298±6) MPa, 伸长率为(23±1)%。材料经520 °C、30 min固溶处理后水淬, 随后在热处理炉中进行三组形变热处理, 如表2所示。第一组为无预应变的双级时效(T6态), 预时效120 °C、4 h, 终时效190 °C、24 h; 第二组和第三组先进行7%预应变, 然后进行双级时效(T87态和T871态), 预时效制度均为120 °C、4 h, 终时效分别为190 °C、24 h和160 °C、24 h。热处理加热速率15 °C/min, 固溶时效处理时间以等温段计。

表1 2195铝锂合金化学成分

Table 1 Chemical composition of 2195 Al-Li alloy (mass fraction, %)

Cu	Li	Mg	Ag	Zr	Si	Al
4.03	0.88	0.35	0.28	0.11	0.05	Bal.

表2 三组形变热处理工艺

Table 2 Three groups of thermo-mechanical processing (TMP)

Aging process	Pre-strain/%	Pre-aging	Final-aging
T6	-	120 °C, 4 h	190 °C, 24 h
T87	7	120 °C, 4 h	190 °C, 24 h
T871	7	120 °C, 4 h	160 °C, 24 h

1.2 测试方法

采用TMVS-1型显微维氏硬度仪测量材料在不同时效条件下的显微硬度, 载荷为2.94 N, 加载时间10 s, 每个样测10个点。按照ASTM E8标准沿材料挤压方向用线切割加工标准拉伸试样, 拉伸试样及所有表征的取样位置如图1所示。采用材料高温持久性能试验机AG-IC 100 kN进行准静态拉伸试验, 应变率为0.001 s⁻¹, 最终力学性能为三个拉伸测试试样的平均值。拉伸试验后, 采用FEI场发

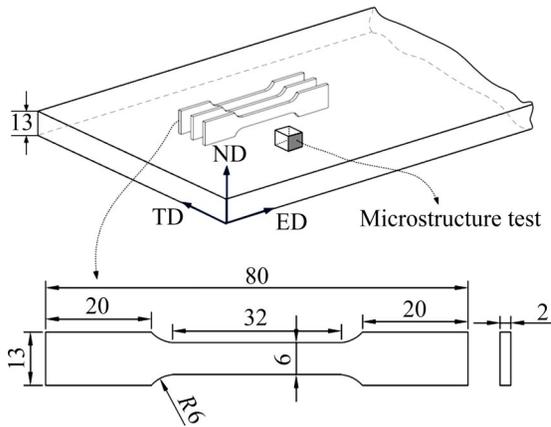


图1 拉伸试样及微观测试取样示意图

Fig. 1 Schematic diagram of selection position and dimensions of tensile and microstructure test specimen (Unit: mm)

射扫描电镜(SEM)Quanta 650 观测试样的断口形貌。采用场发射透射电子显微镜(TEM)Tecnai G2 F30 观察材料的微观组织、位错形态等,加速电压为300 kV。并采用高分辨TEM(HRTEM)进一步观察析出相结构。TEM试样的制备过程如下:首先用线切割将试样切成厚度为0.5 mm的薄片,然后在水砂纸上将试样磨至50~60 μm ,随后用冲孔机冲取直径3 mm的小圆片,最后在电解双喷仪TenuPol-5上进行电解双喷,获得厚度100 nm以内的薄区。电解液为30%硝酸+70%甲醇(体积分数)的混合溶液,电解温度-25~-30 $^{\circ}\text{C}$,电压16 V,流速适中。

2 实验结果

2.1 时效硬化演变

2195 铝锂合金在不同时效热处理过程中的时效硬化演变如图2所示,材料的硬度在24 h内随时效时间的延长而增加,但是增加的速率不同。其中,T6态硬化速度最慢,24 h时才接近峰时效153 HV。有预应变时,起始点的硬度比无预应变时高14 HV,为7%预应变产生的应变硬化。预应变可显著加快时效进程,T87态在4 h即达到峰时效强度157 HV,峰时效之后硬度变化不大。T871态由于终时效温度较低,在24 h时才接近峰时效166 HV。

图3所示为不同状态2195 铝锂合金的XRD谱。由图3所知,原始退火态有较多 $\text{Al}_x\text{Cu}_x\text{Li}_x$ 非平衡相

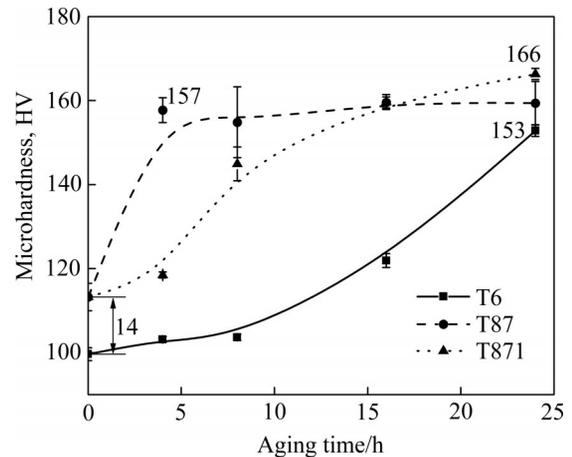


图2 2195 铝锂合金在不同形变热处理下的时效硬化曲线

Fig. 2 Age hardening curves of 2195 Al-Li alloy during different TMP

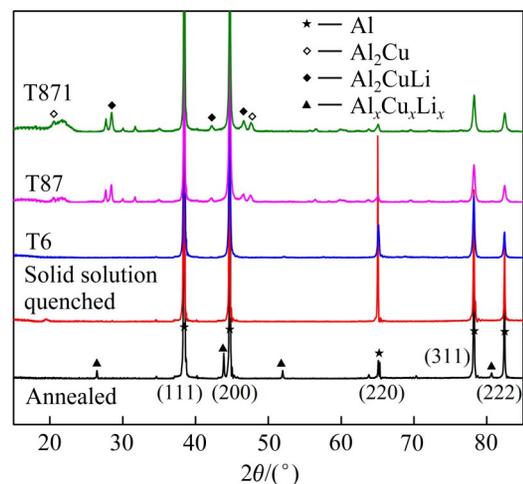


图3 几种不同热处理态2195 铝锂合金的XRD谱

Fig. 3 XRD patterns of 2195 Al-Li alloy under several typical heat treated states

的特征峰,固溶淬火后这些特征峰消失,仅出现明显的铝基体峰。可见2195 铝锂合金在该固溶淬火制度下具有较好的固溶度,大多数可溶共晶相以溶质原子的形式回溶入基体。T6态时析出相的特征峰不明显,可能是其析出相含量少,不足以表现出相应的特征峰。T87态和T871态时的析出相主要为 T_1 和少量 θ' 相。以上结果表明,在本实验中,2195 铝锂合金峰时效主要析出 T_1 和 θ' 相, δ' 相几乎没有或含量极少。三种TMP获得的主要析出相类型相同,因此,造成强化效果差异的是析出相的尺寸、分布和体积分数等特征。

2.2 微观表征

2.2.1 形变热处理后的微观组织特征

2195 铝锂合金经过不同形变热处理后, 晶内和晶界的微观组织如图 4 所示。图 4(a)、(b)、(c) 所示分别为 T6、T87 和 T871 态试样晶内的微观组织。图中标注了析出相的析出方向, 左下角为该区域的选区电子衍射(SAED)谱, 图 4(d)、(e)、(f) 所示分别为对应的晶界形貌。T6 态主要为沿两个 $\{111\}_{Al}$ 方向析出的 T_1 相, 存在少量沿 $\{200\}_{Al}$ 方向析出的 θ' 相。对应的 SAED 也观察到有明显的 T_1 相条纹及衍射斑(白色圈内)和较弱的 θ' 相衍射斑(白色虚线圈内)。此时晶界 PFZ 宽度约为 97.38 nm, 晶界上箭头所示有不连续的第二相粒子。相同晶带轴空间下, T87 态主要是高密度均匀分布的 T_1 相。此时晶界 PFZ 显著变窄, 且观察多边形位错墙(PDWs)形成的小角度晶界, 如箭头处所示, 少量 T_1 在晶界析出。T871 态主要为沿 $\{111\}_{Al}$ 方向平行致密析出的 T_1 相。T87 态和 T871 态的 SAED 均观察到有明显的 T_1 相条纹及衍射斑, 几乎无 θ' 相衍射斑。此时 T_1 相在晶界附近均匀析出。

进一步统计主要强化相 T_1 的平均直径和数量密

度, 纵坐标为归一化后的频率。由图 5 可见, 不同 TMP 下 T_1 相的尺寸均呈明显的正态分布。T6 态中 T_1 尺寸最大且分布范围最广, 尺寸差可达 200 nm, 平均尺寸为 198 nm。T87 态和 T871 态中 T_1 相的平均尺寸显著减小, 分别为 71 nm 和 59 nm, 分布也更为均匀和集中。以上结果表明, 预变形使析出相平均尺寸减小、尺寸分布更集中。减小终时效温度可使析出相尺寸进一步减小, 分布也更为集中。

由于本实验采用同一材料且经过相同的固溶处理, 因此可以假设三种形变热处理后 T_1 相的饱和体积分数是恒定的^[25], 因此, 数量密度 N 可近似计算如下^[25]:

$$N = \frac{4f_v}{\pi h d^2} \quad (1)$$

式中: h 为析出相平均厚度; d 为析出相平均直径; f_v 为体积分率。计算结果见图 6。可见, 析出相的数量密度与直径的平方呈反比关系。T6 态中析出相的平均直径最大, 数量密度最小, 为 $1.15 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ 。T87 态平均直径减少, 且数量密度显著增加至 $9.14 \times 10^{21} \text{ m}^{-3}$ 。T871 态平均直径进一步减小, 数量

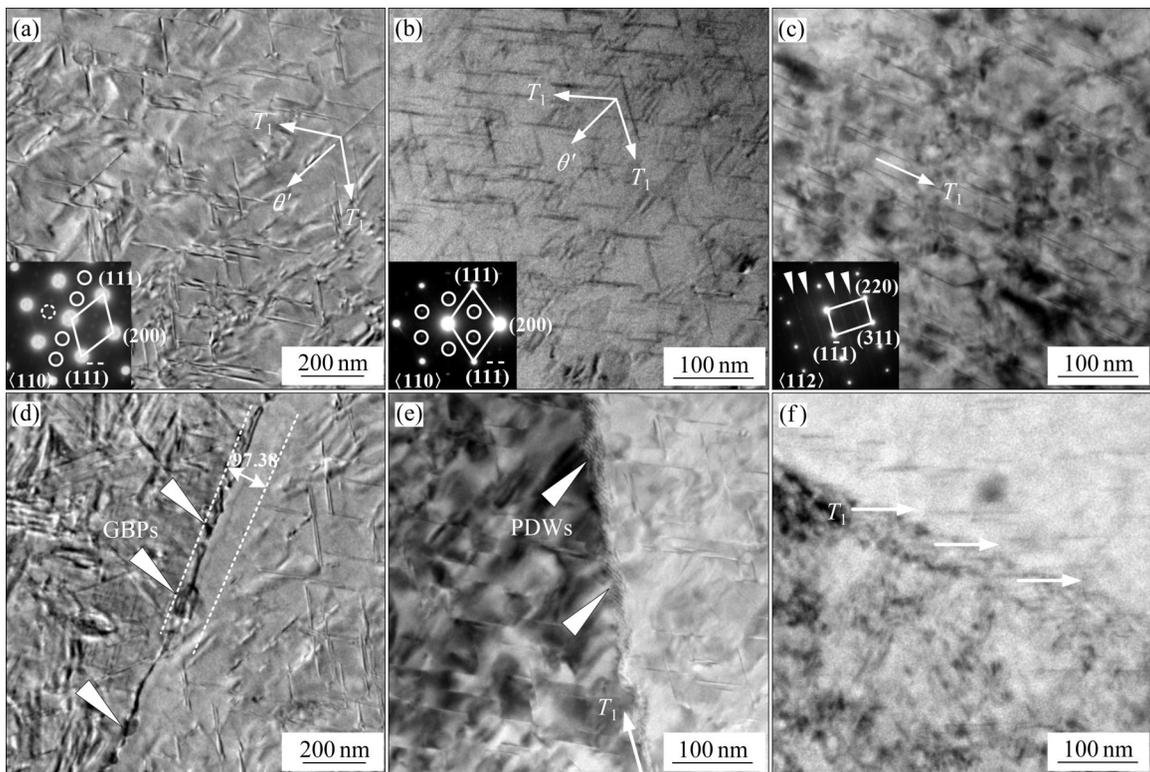


图 4 不同形变热处理下晶内和晶界的微观组织

Fig. 4 Microstructures of intragranular ((a), (b), (c)) and intergranular ((d), (e), (f)) under different TMP: (a), (d) T6; (b), (e) T87; (c), (f) T871

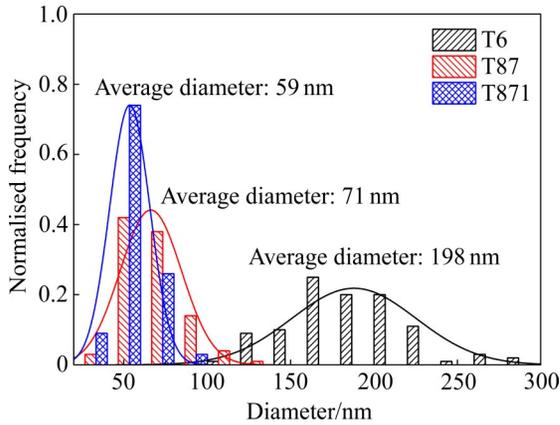


图5 不同形变热处理2195铝锂合金的 T_1 相尺寸分布和平均直径

Fig. 5 Size distribution and average diameter of T_1 phase in 2195 Al-Li alloy under different thermo-mechanical processing

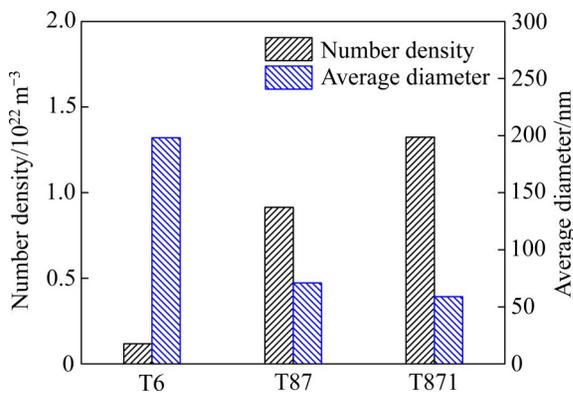


图6 不同形变热处理2195铝锂合金中 T_1 相的数量密度与平均直径

Fig. 6 Number density and average diameter of T_1 phase in 2195 Al-Li alloy under different thermo-mechanical processing

密度为 $1.32 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ 。

为深入研究 T_1 相在不同形变热处理下的结构特征，对 T_1 相进行了HRTEM分析。图7(a)、(b)和(c)所示分别为T6、T87和T871态中的 T_1 相。分别从 $\langle 112 \rangle$ 和 $\langle 110 \rangle$ 两个晶带轴进行表征，以获得更真实的结构。图像下方展示了析出相沿A1-A2和B1-B2的图像强度轮廓线扫描结果。测量结果表明，在两个晶带轴空间， T_1 相的单个厚度均为0.94 nm，约为 $\{111\}_{\text{Al}}$ 密排面晶面间距的4倍，如图7(b)所示，且与基体呈共格关系^[23]。 T_1 相沿 $\{220\}_{\text{Al}}$ 面的单层结构堆积高度为0.49 nm，如图7(a)和(c)所示。此外，本研究发现，T87和T871态析出相厚度恒为0.94 nm，而T6态析出相局部区域的厚度有所增加，增加的单层结构厚度为0.49 nm，即 T_1 相未完全长大时的 T_{1p} 前体厚度^[27]。

2.2.2 拉伸断口处的微观组织特征

为研究析出相与位错的相互作用机制，选择强度更高的T87和T871态试样，对单向拉伸断口附近进行了微观表征。图8(a)和(b)所示分别为T87和T871态试样的低倍微观形貌。由于断口附近塑性应变程度高，形成了高密度位错，在TEM像中表现为衬度较暗黑的区域，因此析出相的形貌较不清晰。图中可见位错被析出相钉扎，图8(b)中的位错分布更均匀。此外，同时存在位错绕过和切过析出相的形貌，如红色箭头所示。进一步地，图8((c1)~(c4))和图8((d1)~(d4))所示的HRTEM像展示了一部分析出相的剪切现象，白色箭头所示为发生剪切的区域，图8(c5)和(d5)所示为反傅立叶滤波晶格相。由于HRTEM的分辨率高(为原子级别)，所

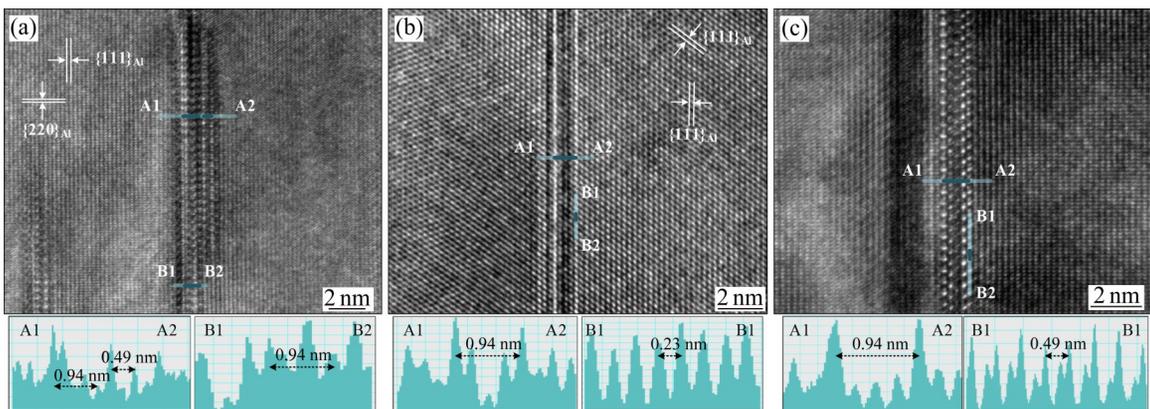


图7 T_1 析出相的高分辨TEM像

Fig. 7 High resolution HRTEM patterns of T_1 phase: (a) T6, in $\langle 112 \rangle$ zone axis; (b) T87, in $\langle 110 \rangle$ zone axis; (c) T871, in $\langle 112 \rangle$ zone axis

以不能直接观测到位错绕过析出相的现象, 因此这里仅仅展示了位错切过析出相和在析出相附近塞积的现象。可以看出, T_1 相多处发生了垂直于直径方向的剪切, T87态中单个析出相的剪切次数略低于 T871态中的, 但位错塞积密度更高。 T_1 相未发生剪切的部分保持着与基体的共格关系, 其附近有晶格畸变或位错堆积。被位错剪切后的 T_1 相仍然保持着与基体的共格关系。且两种情况下, T_1 相部分区域被多次剪切, 大于一个位错伯氏矢量 b , 不同于

DESCHAMPS 等^[26]得出的 T_1 相仅被单次剪切的结论。因为本实验中试样的拉伸变形量大于 10%, 即从开始发生塑性变形到断裂, 而他们的研究中只有 2% 的塑性应变变量。

2.3 拉伸力学性能及断口形貌

图9所示为不同状态下2195铝锂合金的拉伸力学性能。可见, 经过形变热处理后, 材料的微观组织得到改善, 屈服和抗拉强度均大幅提升。T87与

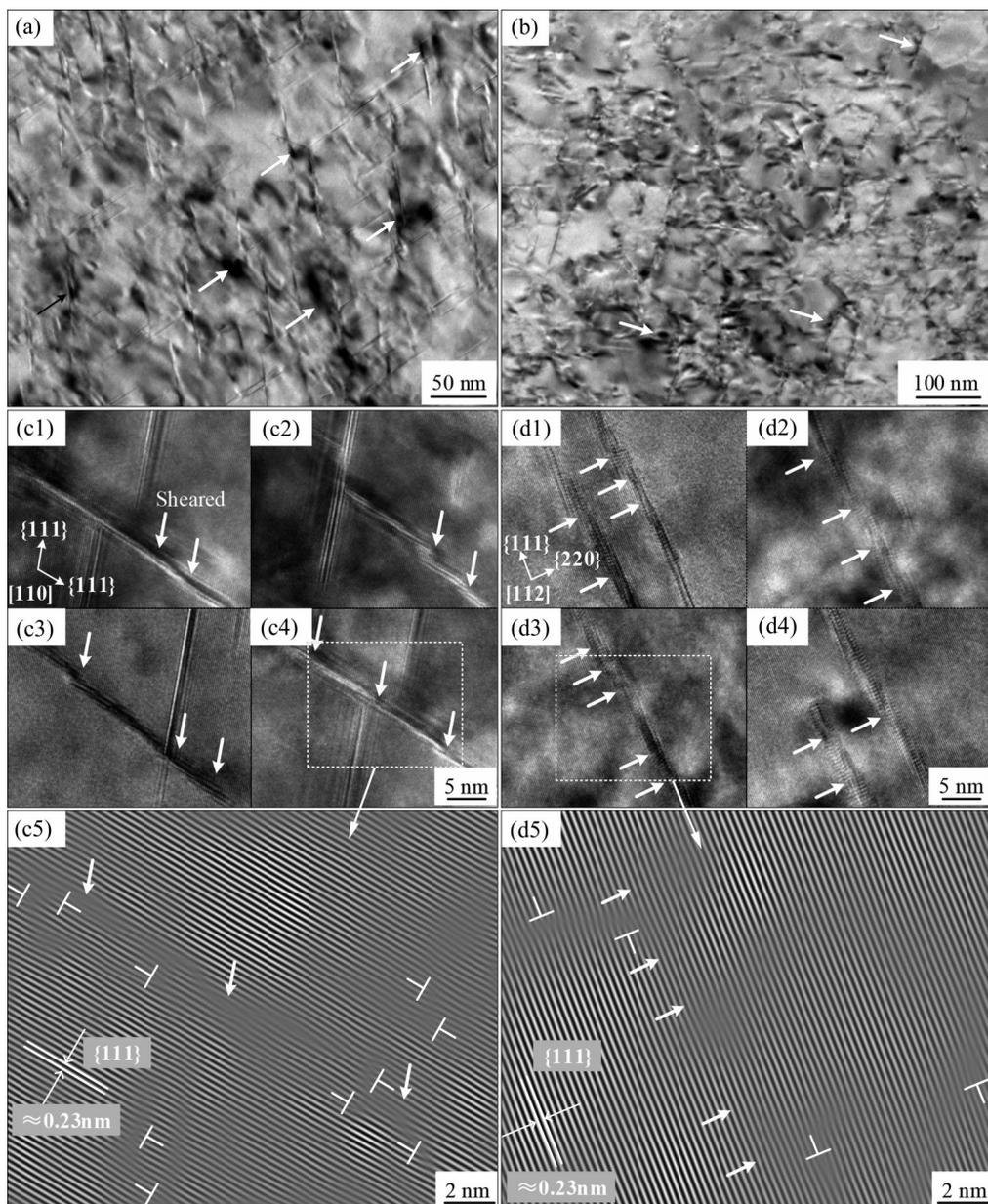


图8 T87态和T871态2195铝锂合金断口附近的微观组织

Fig. 8 Microstructures of 2195 Al-Li alloy near fracture: (a) T87 state; (b) T871 state; (c1)–(c4) HRTEM in $\langle 110 \rangle$ axis of T87 state; (c5) Inverse Fourier Filtered Transform patterns of (c4); (d1)–(d4) HRTEM in $\langle 112 \rangle$ axis of T871 state; (d5) Inverse Fourier Filtered Transform patterns of (d3)

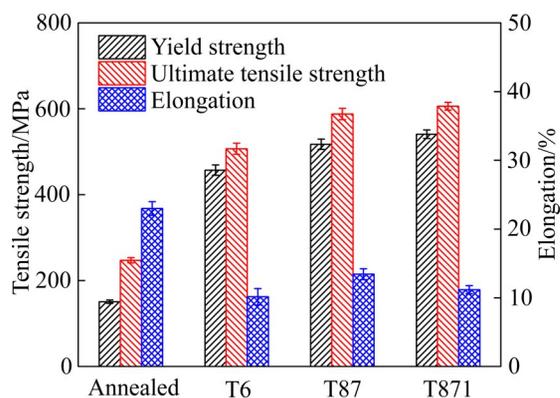


图9 不同状态下2195铝锂合金的拉伸力学性能
 Fig. 9 Tensile mechanical properties of 2195 Al-Li alloys under different state

T871态的强度和伸长率均高于T6态的，T871态的屈服强度为 (541 ± 10) MPa、抗拉强度为 (606 ± 9) MPa、伸长率为 $(11\pm 1)\%$ 。

三种TMP试样拉伸断口形貌如图10所示。图10(a)和(b)所示为T6态断口呈沿晶断裂形貌。该形貌中存在一些无特征的表面，为拉伸时沿晶界开裂形成，说明晶界强度不足^[23]。白色虚线框区域表面或晶界上有等轴小韧窝，说明其为韧性沿晶断裂模式。此外，存在极少量的粗大长条状粒子，如箭头所示，其元素分析结果见图11。该粒子是主要含Al、Cu和Fe元素的金属间化合物，难以固溶入基体而稳定存在于晶界，拉伸时是晶界裂纹源之

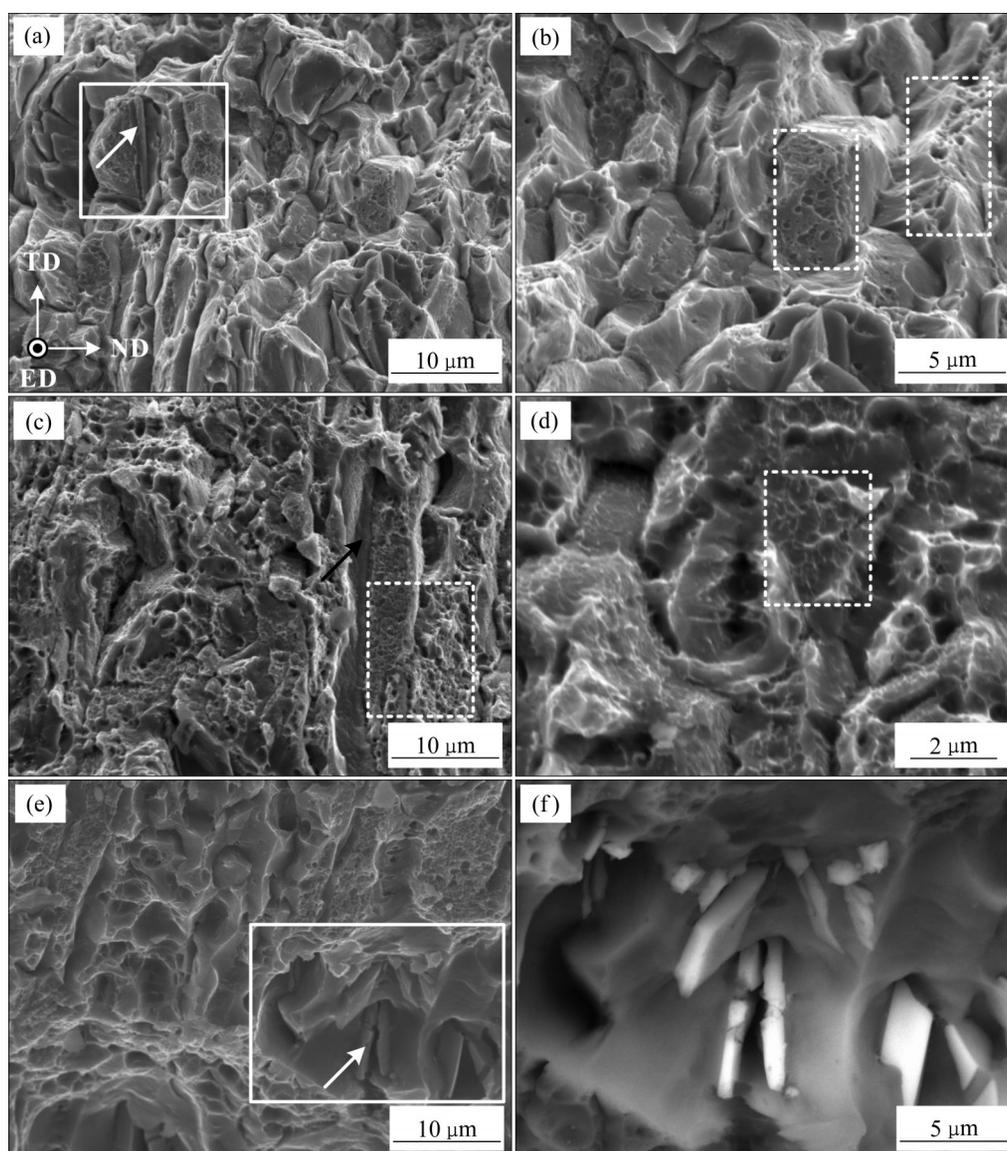


图10 不同形变热处理后的试样的拉伸断口形貌
 Fig. 10 Tensile fracture morphologies of samples after different thermo-mechanical processing: (a), (b) T6; (c), (d) T87; (e), (f) T871

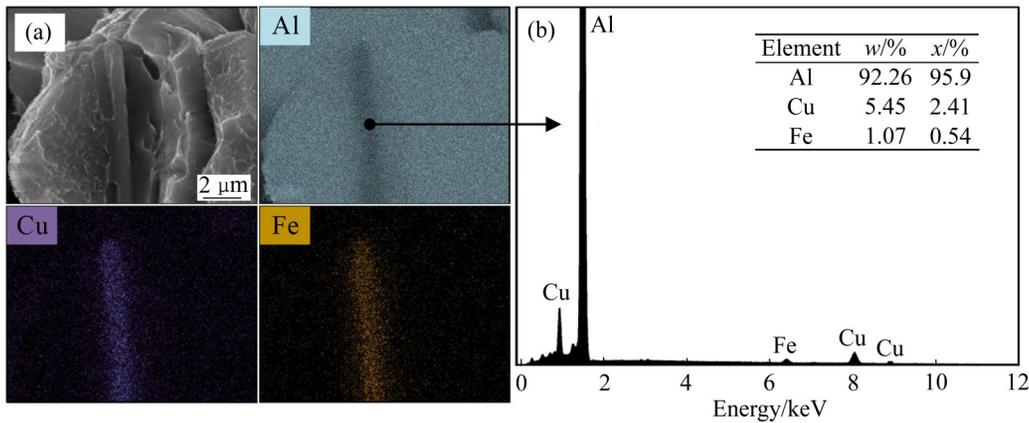


图 11 粗大粒子的元素分析

Fig. 11 Elemental analysis of coarse second particles: (a) EDS mapping scan; (b) Elemental composition analysis

—^[28]。三种热处理态试样的拉伸断口中都存在极少量的长条状粒子。增加预变形后,材料的断口形貌发生显著变化。图 10(c)和(d)所示为 T87 态呈沿晶断裂和穿晶韧窝断裂混合形貌,许多致密的小尺寸等轴浅韧窝分布在晶面和晶界上。图 10(e)和(f)中 T871 态也呈现出混合形貌,但是韧窝尺寸更大、更深。部分韧窝底部仍可见被折断或分离的粗大长条状粒子,由背散射图像可以明显地看出其与基体元素含量的不同。

3 分析与讨论

3.1 时效析出行为

实验结果表明,在三种形变热处理条件下,材料呈现出不同的析出相尺寸及分布、数量密度和晶界形貌等。因此,进一步分析预时效处理、预变形和终时效温度对析出行为的影响。基于析出热力学、长大动力学和位错理论,盘片状析出相的均匀形核率可用经典的 Becker-Doring 形核理论^[29]表达:

$$\frac{dN}{dt} = N_0 Z \beta^* \exp\left(-\frac{\Delta G^*}{kT}\right) \quad (2)$$

式中: N 为单位体积内析出相的数目,即数量密度; t 为时效时间; N_0 为单位体积原子数; Z 为 Zeldovich 非平衡因子; ΔG^* 为实际临界形核势垒; k 为玻尔兹曼常数; T 为时效温度; β^* 为与临界形核半径、原始溶质浓度和溶质原子扩散速率 D 相关的参数, $\beta^* \propto \frac{1}{T^2} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$ 。由式(2)可以看出,

在达到临界形核温度之后,形核率与时效温度呈负相关。换句话说,时效温度越高,形核率越低,反之越高。此外,位错可降低 ΔG^* 值。降低时效温度使平衡溶质含量减小,也可降低 ΔG^* 值。

形核后,析出相周围的基体仍然处于过饱和态,即析出相与周围基体存在浓度梯度。在该浓度梯度的驱动下,溶质原子由远处基体向析出相和基体的界面扩散,从而促进析出相逐渐长大。析出相长大过程中直径和厚度与 $t^{1/2}$ 呈线性正相关关系^[30]:

$$d = \lambda_i (Dt)^{1/2} \quad (3)$$

$$h = \lambda_j (Dt)^{1/2} \quad (4)$$

式中: λ_i 和 λ_j 为速率常数。时效温度对析出相长大速率的影响,主要体现在溶质原子的扩散速率 D 。析出相的析出过程本质上是通过热激活原子运动产生的扩散相变^[31]。因此,提高时效温度即提高了原子扩散自由能,溶质原子扩散速度提高,析出相就更容易获得溶质原子以满足长大需求。WU 等^[19]的研究也表明, T_1 相的生长受 Cu 原子在铝基体中的扩散率控制。对于 T_1 相而言,盘侧面的长大速率大于盘面的长大速率,即直径 d 的长大速率大于厚度 h 的。DORIN 等^[25]的研究表明, T_1 相在时效温度为 155 °C、时效时间 155 h 过程中,仅直径逐渐增长直至达到平衡,而厚度始终保持恒定。提高时效温度至 190 °C 时,厚度才会增加。

长大过程进行到一定阶段后,溶质将被耗尽,析出相进入粗化阶段。此时盘面直径和厚度与时效时间的三分之一方 $t^{1/3}$ 呈线性关系^[32]。粗化阶段,

析出相的体积分数恒为 f_m ，并满足以下关系：

$$\frac{\pi h d^2}{4} N = f_m = \frac{\pi h_m d_m^2}{4} N_m \quad (5)$$

式中： h_m 、 d_m 和 N_m 分别为粗化之前临界厚度、直径和数量密度值。该阶段析出相的粗化以“此消彼长”的方式实现，即一部分析出相因稳定性较低而不断溶解，以提供溶质原子给另一部分析出相，另一部分析出相的直径或厚度增加。因此，粗化阶段析出相平均尺寸增大，数量将减少。

基于以上理论，三种形变热处理下微观组织的演变如图12(a1)~(a4)、(b1)~(b4)和(c1)~(c2)所示。结合图12可知，具体的分析如下： T_1 相的形核位点主要有淬火残余位错、亚晶界、变形引入的位错和低温时效段形成的溶质团簇等缺陷^[7]。如图12(a1)~(a4)所示，T6态试样未经过变形，因此，位错密度较低， T_1 相形核位点较少。同时，低温预时效产生的富Cu溶质团簇，有利于转变为均匀的 θ 相。因此终时效早期主要是形核功更小的 θ 相首先在晶内形核析出，硬化程度相应较低。随着时效时间的增加，更稳定的 T_1 相开始析出，硬化效果逐渐增加。由于 T_1 相长大过程需要消耗溶质中的Cu原子，部分不稳定的 θ 相便以扩散方式溶解，提供Cu原子给 T_1 相。直径生长到极限之后，部分析出相便进入粗化阶段，HRTEM分析也展示出局部区域的增厚现象(见图7(a))。

增加预应变后，一方面位错密度增加，大大增加了 T_1 相形核位点，降低了临界形核势垒。另一方面，预变形抑制了低温预时效阶段富Cu溶质团簇的形成，而促进形成Al-Mg和Mg-Ag溶质团簇，进一步增加了 T_1 相形核位点^[7,14]。因此，图12(b1)~(b4)、(c1)~(c2)所示的T87和T871态中 T_1 相数量密度更高。之后， T_1 沿着位错管道扩散析出长大，时效硬化速度和程度相应更快、更高。均匀分布的位错和溶质团簇也使得 T_1 相的尺寸更加均匀，分布更为均匀和致密。由于溶质含量有限，析出相数量显著增加后，平均直径便相应减小，在峰时效或过时效后不会出现增厚现象。T871态的终时效温度比T87态的低，原子扩散速率更慢，因此，T871态中析出相密度更高、尺寸更小。

此外，晶界形貌也存在差异。T6态由于晶界

附近的溶质原子与过饱和空位易扩散到晶界，在晶界上析出不连续粗大第二相颗粒。由于位错密度较低，晶内原子扩散能力不足，造成晶界两侧溶质原子和空位贫化而没有相析出，最终形成较宽的PFZ。然而，经过预变形后，T87和T871态的晶界组织得到显著改善。此时，材料的位错密度提高且分布均匀，晶界/亚晶界处的密度更高。因此，促进时效过程 T_1 相在晶界或附近均匀析出，有效抑制了晶界形成粗大第二相，同时减小了PFZ宽度。

3.2 析出相强化机理

在拉伸载荷下，析出相强化主要表现在位错在滑移过程中遇到析出相，产生塞积、绕过或切过析出相，留下位错环或形成具有更高界面能的析出相/基体新界面^[25]。这增加了位错密度和析出相数量，进一步增强了位错之间的交互作用^[33]。因此，材料的力学性能与位错组态以及析出相的类型、尺寸、分布和数量密度、晶界形貌等密切相关。

具体而言，需要进一步探明位错与析出相的相互作用机制。 T_1 和 δ' 都是可以被剪切的析出相，不同的是， T_1 相不会导致应变局部化。实际上， T_1 相反反而会使塑性变形更加均匀，DESCHAMPS等^[26]开展的包辛格实验结果可以证实这一点。因此， T_1 相和位错之间以不同的作用方式改变了材料的强化行为。图8所示的HRTEM像表明， T_1 相多处发生了垂直于直径方向的剪切行为。由于位错在析出相同一个地方再次剪切需要消耗很大的能量，所以该处的剪切大多以单步进行。在总塑性应变量一定的条件下，位错切过析出相的地点增加，在同一个地点的剪切位移就相对减小。因此， T_1 相有效阻止了微观尺度上的塑性局部化，在多个滑移面上的塑性变形是均匀的，从而避免了灾难性的平面滑移。

基于以上理论，拉伸载荷下不同形变热处理态2195铝锂合金的微观强化机制如图12所示。由图12(a1)~(a4)可知，T6态的 T_1 相尺寸最大，位错切过需要克服很高的能量，所以切过次数少，较多位错在局部塞积。拉伸时，结合力较弱的晶界处便首先发生损伤，随后便沿晶界PFZ扩展，最终形成沿晶断裂模式。微孔洞在晶间相处形核、生长并聚集，形成沿着晶界分布的小韧窝。因此，T6态有一定

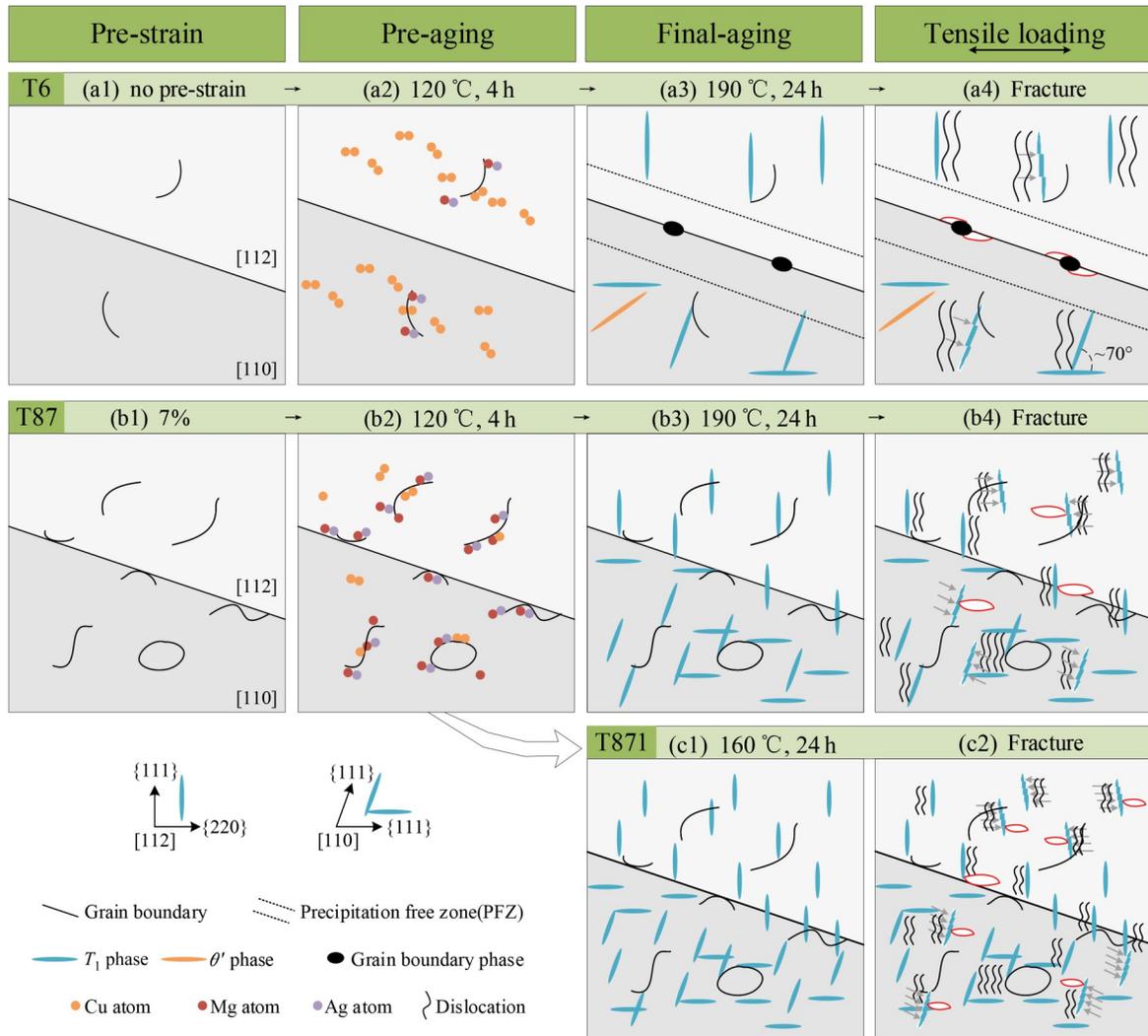


图 12 不同 TMP 下的微观组织演变及析出相强化机理示意图

Fig. 12 Schematic diagrams of microstructure evolution and precipitate strengthening mechanism under different TMP: (a1)–(a4) T6; (b1)–(b4) T87; (c1)–(c2) T871

的析出强化效果, 但是强度受限于薄弱的晶界。如图 12(b)所示, T87 态的 T_1 相尺寸减小, 位错切过的次数变多。均匀致密分布的 T_1 相对位错的钉扎作用也更为均匀, 显著提高了位错运动的协调性。此外, 预应变增加了位错密度, 进一步增加了强化效果。同时, 晶界组织得到显著改善, 提高了晶界强度。拉伸时, 失效便从晶内析出相和晶界多处同时开始发生, 最终形成混合断裂形貌。因此, T87 态的强度比 T6 态的更高, 同时韧性也进一步提升。T871 态的 T_1 相尺寸进一步细化且数量密度提升, 因此, 位错切过的次数最多。然而, 过多的位错切过事件会导致塑性的降低。

4 结论

1) 2195 铝锂合金在不同的形变热处理后呈现出不同的微观组织特征, 但是主要析出相均为 T_1 相。其中, T6 态的 T_1 相平均直径最大, 为 198 nm, 且局部厚度有所增加。预变形使析出相平均直径减小, 数量密度显著增加。降低终时效温度可使析出相尺寸进一步减小。T87 态和 T871 态中 T_1 相平均直径分别为 71 nm 和 59 nm。T6 态晶界析出不连续第二相粒子, PFZ 较宽。T87 和 T871 态晶界组织显著改善。

2) 预应变可增加位错密度、抑制富 Cu 溶质团

簇的形成,显著提高 T_1 相形核率,同时加速其长大过程。达到临界形核温度后,时效温度越高, T_1 相形核率越低。而析出相长大过程中,时效温度越高,溶质原子扩散速率越快,析出相长大速度越快。

3) 形变热处理后的微观组织可显著提高2195铝锂合金的力学性能,T87与T871态的强度均高于T6态的,伸长率也同时提升。T871态(固溶+7%预应变+(120 °C、4 h)+(160 °C、24 h))的屈服强度为(541±10) MPa、抗拉强度为(606±9) MPa、伸长率为(11±1)%。T6态试样拉伸断口为韧性沿晶断裂,T87和T871态为沿晶断裂和穿晶韧窝断裂混合形貌。

4) T_1 相会阻碍位错的移动,当位错塞积到一定量之后便绕过或切过析出相。位错在 T_1 相多处沿着垂直于直径方向剪切,有效阻止了微观尺度上的塑性局部化。 T_1 相尺寸越小,位错剪切的次数越多,材料的强度和塑性越好。然而,过多的位错切过事件会导致塑性的降低。

REFERENCES

- [1] BETSOFEN S Y, ANTIPOV V V, KNYAZEV M I. Al-Cu-Li and Al-Mg-Li alloys: Phase composition, texture, and anisotropy of mechanical properties[J]. Russian Metallurgy, 2016, 2016(4): 326–341.
- [2] DURSUN T, SOUTIS C. Recent developments in advanced aircraft aluminium alloys[J]. Materials & Design, 2014, 56: 862–871.
- [3] 邓运来, 张新明. 铝及铝合金材料进展[J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(9): 2115–2141.
DENG Yun-lai, ZHANG Xin-ming. Development of aluminium and aluminium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29(9): 2115–2141.
- [4] RIOJA R J, LIU J. The evolution of Al-Li base products for aerospace and space applications[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2012, 43(9): 3325–3337.
- [5] LI H W, YAO X, YAN S L, et al. Analysis of forming defects in electromagnetic incremental forming of a large-size thin-walled ellipsoid surface part of aluminum alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2018, 255: 703–715.
- [6] 谢冰鑫, 黄亮, 黄攀, 等. 铝合金板料电磁翻边全流程工艺研究[J]. 中国机械工程, 2021, 32(2): 220–226.
- [7] XIE Bing-xin, HUANG Liang, HUANG Pan, et al. Research on whole process route of electromagnetic forming flanging of aluminium alloy sheets[J]. China Mechanical Engineering, 2021, 32(2): 220–226.
- [8] WANG X M, SHAO W Z, JIANG J T, et al. Quantitative analysis of the influences of pre-treatments on the microstructure evolution and mechanical properties during artificial ageing of an Al-Cu-Li-Mg-Ag alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2020, 782: 139253.
- [9] DUAN S W, MATSUDA K, WANG T, et al. Microstructures and mechanical properties of a cast Al-Cu-Li alloy during heat treatment procedure[J]. Rare Metals, 2020, 40(7): 1897–1906.
- [10] LIU T, LI J, LIU D, MA Y. Microstructure evolution and mechanical properties of the 2195 Al-Li alloy via different annealing and ramp heating-up treatments[J]. Metals, 2020, 10(7): 910.
- [11] ABD EL-ATY A, XU Y, GUO X, et al. Strengthening mechanisms, deformation behavior, and anisotropic mechanical properties of Al-Li alloys: A review[J]. Journal of Advanced Research, 2018, 10: 49–67.
- [12] KANG S J, KIM T H, YANG C W, et al. Atomic structure and growth mechanism of T_1 precipitate in Al-Cu-Li-Mg-Ag alloy[J]. Scripta Materialia, 2015, 109: 68–71.
- [13] LIN Y C, DONG W Y, ZHU X H, et al. Deformation behavior and precipitation features in a stretched Al-Cu alloy at intermediate temperatures[J]. Materials, 2020, 13(11): 2495.
- [14] ZHU X H, LIN Y C, WU Q, et al. Effects of aging on precipitation behavior and mechanical properties of a tensile deformed Al-Cu alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 843: 155975.
- [15] MA P, ZHAN L, LIU C, et al. Pre-strain-dependent natural ageing and its effect on subsequent artificial ageing of an Al-Cu-Li alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 790: 8–19.
- [16] RODGERS B I, PRANGNELL P B. Quantification of the influence of increased pre-stretching on microstructure-strength relationships in the Al-Cu-Li alloy AA2195[J]. Acta Materialia, 2016, 108: 55–67.
- [17] WANG L, KONG C, TANDON P, et al. Effect of rolling temperature and subsequent ageing on the mechanical properties and microstructure evolution of an Al-Cu-Li alloy[J]. Metals, 2021, 11(6): 853.

- [17] LI C, XIONG H Q, BHATTA L, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of Al-3.6Cu-1Li alloy via cryorolling and aging[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2020, 30(11): 2904–2914.
- [18] LIU D Y, LI J F, LIU T L, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of Al-Cu-Li alloys with different rolling schedules and subsequent artificial ageing heat treatment[J]. Materials Characterization, 2020, 170: 110676.
- [19] WU G, ZHANG X, ZHANG L, et al. An insight into the precipitate evolution and mechanical properties of a novel high-performance cast Al-Li-Cu-Mg-X alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2021, 875: 159996.
- [20] TAO J, ZHANG L, WU G, et al. Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of extruded Al-4Cu-1Li-0.4Mg-0.4Ag-0.18Zr alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2018, 717: 11–19.
- [21] LIN Y, LU C, WEI C, ZHENG Z. Effect of aging treatment on microstructures, tensile properties and intergranular corrosion behavior of Al-Cu-Li alloy[J]. Materials Characterization, 2018, 141: 163–168.
- [22] TAYON W A, NYGREN K E, CROOKS R E, et al. In-situ study of planar slip in a commercial aluminum-lithium alloy using high energy X-ray diffraction microscopy[J]. Acta Materialia, 2019, 173: 231–241.
- [23] DECREUS B, DESCHAMPS A, DONNADIEU P, et al. On the role of microstructure in governing fracture behavior of an aluminum-copper-lithium alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 586: 418–427.
- [24] MERLE P, FOUQUET F, MERLIN J. Experimental and theoretical determinations of the yield stress of an alloy containing plate-like precipitates: θ' phase in an Al-4wt.% Cu alloy[J]. Materials Science and Engineering, 1981, 50(2): 215–220.
- [25] DORIN T, DESCHAMPS A, GEUSER F D, et al. Quantification and modelling of the microstructure/strength relationship by tailoring the morphological parameters of the T_1 phase in an Al-Cu-Li alloy[J]. Acta Materialia, 2014, 75: 134–146.
- [26] DESCHAMPS A, DECREUS B, DE GEUSER F, et al. The influence of precipitation on plastic deformation of Al-Cu-Li alloys[J]. Acta Materialia, 2013, 61(11): 4010–4021.
- [27] DONNADIEU P, SHAO Y, DE GEUSER F, et al. Atomic structure of T_1 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.
- [28] WANG Y, ZHAO G, XU X, et al. Effect of extrusion parameters on microstructure, texture and mechanical property anisotropy of spray deposited 2195 Al-Li alloy profile[J]. Materials Science and Engineering A, 2021, 818: 141406.
- [29] DESCHAMPS A, BRECHET Y. Influence of predeformation and ageing of an Al-Zn-Mg Alloy- II . Modeling of precipitation kinetics and yield stress[J]. Acta Materialia, 1998, 47(1): 293–305.
- [30] 刘刚, 张国君, 丁向东, 等. 具有盘/片状, 棒/针状析出相铝合金的时效-屈服强度变化模型[J]. 稀有金属材料与工程, 2003(12): 971–975.
LIU Gang, ZHANG Guo-jun, DING Xiang-dong, et al. A model for age strengthening of Al alloys with plate/disc-like or rod/needle-like precipitate[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2003(12): 971–975.
- [31] 王小娜, 韩利战, 顾剑锋. 铝合金时效析出动力学及强化模型[J]. 中国有色金属学报, 2013, 23(10): 2754–2768.
WANG Xiao-na, HAN Li-zhan, GU Jian-feng. Aging precipitation kinetics and strengthening models for aluminum alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2013, 23(10): 2754–2768.
- [32] 陈军洲, 吕良星, 甄良, 等. AA 7055 铝合金时效析出强化模型[J]. 金属学报, 2021, 57(3): 353–362.
CHEN Jun-zhou, LÜ Liang-xing, ZHEN Liang, et al. Precipitation strengthening model for AA7055 aluminium alloy[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2021, 57(3): 353–362.
- [33] 贺峰, 杨双平, 曹继敏, 等. 冷轧时效对新型 Ti-Nb-Zr 合金组织和性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(1): 42–48.
HE Feng, YANG Shuang-ping, CAO Ji-min, et al. Effect of cold rolling on microstructure and properties of Ti-Nb-Zr alloy by aging treatment[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(1): 42–48.

Aging precipitation behavior and strengthening mechanism of 2195 Al-Li alloy

XIE Bing-xin, HUANG Liang, XU Jia-hui, ZHANG Hui-ping, LI Jian-jun

(State Key Laboratory of Materials Processing and Die & Mould Technology,
School of Materials Science and Engineering, Huazhong University of Science and Technology,
Wuhan 430074, China)

Abstract: In this paper, the microstructure and mechanical properties of 2195 Al-Li alloy under different thermo-mechanical processing (TMP) were studied by transmission electron microscope, uniaxial tensile mechanical property test and scanning electron microscope. The aging precipitation behavior was analyzed and the strengthening mechanism of precipitates was clarified. The results show that the main strengthening phase under different TMP is T_1 phase, but its size, distribution, quantity density and grain boundary morphology are different. Pre-strain can significantly increase the nucleation rate of T_1 phase and accelerate its growth process. The higher the aging temperature, the lower the nucleation rate of T_1 phase, but the faster the growth rate. Microstructures formed by TMP can significantly improve the mechanical properties of 2195 Al-Li alloy. The yield strength, tensile strength and elongation of T871 state (solution treatment+7% pre-strain+(120 °C, 4 h)+(160 °C, 24 h)) are (541±10) MPa, (606±9) MPa and (11±1)%, respectively. The dislocation shears along the direction perpendicular to the diameter of T_1 phase at multiple locations, which effectively prevents plastic localization on the micro-scale.

Key words: 2195 Al-Li alloy; microstructure; thermo-mechanical processing; mechanical property

Foundation item: Project(51975229) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project (2020010601012178) supported by the Application Foundation Frontier Project of Wuhan, China; Project(YCJJ202202012) supported by the Fundamental Research Funds for the Central Universities, China; Project(2020BAB139) supported by the Key Research and Development Program of Hubei Province, China

Received date: 2021-09-22; **Accepted date:** 2021-11-16

Corresponding author: HUANG Liang; Tel: +86-27-87543490; E-mail: huangliang@hust.edu.cn

(编辑 龙怀中)