

文章编号: 1004 - 0609(2005)04 - 0590 - 06

分级时效对 Al-Cu-Li-Mg-Mn-Zr 合金 微观组织与性能的影响^①

范云强¹, 陈志国², 郑子樵², 李艳芬²

(1. 西南铝业(集团)有限责任公司 技术中心, 重庆 401326)

(2. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083)

摘 要: 通过合金室温力学性能测试及时效组织的透射电镜分析, 研究了分级时效对 Al-Cu-Li-Mg-Mn-Zr 合金显微组织与性能的影响。结果表明, 经过先低温后高温的三级时效可使合金获得比 T6 处理更高的强度, 且随着第二级时效时间的延长, 合金抗拉强度和屈服强度逐渐提高。采用先高温后低温二级时效, 可获得较先低温后高温三级时效更高的力学性能, 且其强度随第一级高温时效时间的延长而增加, 达到 T8 峰时效的强度水平。合金在先低温后高温时效时, 在 100 °C 低温预时效形成 GP 区, 在 140 °C 析出弥散细小的 δ 、 θ 和 T_1 相并稳定下来, 然后在 175 °C 进一步析出长大, 从而提高了合金强度。当合金在先高温后低温二次时效时, 高温欠时效析出 δ 和 T_1 等强化相, 然后在 140 °C 较低温度二次析出大量细小弥散的 δ 相, 产生二次强化效果。

关键词: 铝锂合金; 时效; 微观结构; 力学性能

中图分类号: TG 146. 2

文献标识码: A

Effects of multi-stage ageing treatments on microstructure and mechanical properties of Al-Cu-Li-Mg-Mn-Zr alloys

FAN Yun-qiang¹, CHEN Zhi-guo², ZHENG Zi-qiao², LI Yan-feng²

(1. Technology Centre, Southwest Aluminum Industry Ltd. Co., Chongqing 401326, China;

(2. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The effects of multi-stage ageing treatments on the microstructure and mechanical properties of Al-Cu-Li-Mg-Mn-Zr alloy were investigated. Compared with T6 treatment, higher mechanical properties can be obtained by multi-stage ageing treatments, especially the treatment of (175 °C, 24 h) + (140 °C, 36 h) leads to an excellent combination of strength and ductility. When the alloy is pre-aged at lower temperature(100 °C), the GP zone is preferentially precipitated, and the fine and dispersed δ , θ and T_1 phases are precipitated at 140 °C. These precipitates continue to grow at 175 °C, which improves the strength of alloy. The combined effects of δ , θ and T_1 precipitates at the first age stage of 175 °C and the secondary-precipitation at the second stage of 140 °C can be aroused, which results in higher strength(close to that in T8 treatment) than that of the alloy pre-aged at lower temperature then at elevated temperature.

Key words: Al-Li alloy; ageing; microstructure; mechanical property

铝锂合金常用热处理为 T6 与 T8 工艺。研究表明^[1-3], 采用 T6 热处理可使合金具有较好的强度

和塑性, 而 T8 工艺(预变形+ 时效)能在稍微损失塑性的情况下显著提高合金强度, 从而充分发挥合

① 收稿日期: 2004 - 09 - 21; 修订日期: 2004 - 12 - 22

作者简介: 范云强(1968 -), 男, 高级工程师。

通讯作者: 范云强, 电话: 023 - 65808225; E-mail: fanyunq@163.net

金效能。但对于一些实际工业应用的铝锂合金制品, 如锻件或焊接件, 由于预变形使用不便而使得 T8 工艺难以实施, 因而寻求不需要预变形又能取得 T8 工艺强度水平的热处理制度成为当前铝锂合金研究的重要方向。应用于 7000 系合金的先较低温度时效, 接着在较高温度再次时效的热处理制度可大幅度调控合金的微观组织, 进而显著提高合金的综合性能^[4]。而在先低温后高温的分级时效前, 加入预变形, 可通过引入位错促进 T_1 相形核来提高合金强度并改善塑性和韧性^[5]。普通时效后再迭加短时加热快冷的特殊分级时效, 则可改善铝锂合金的滑移特性并减少 Li 在晶界的偏聚, 从而提高合金横向断裂韧性^[6]。此外, 近些年对二次时效^[7-11]现象的认识彻底改变了在高温时效后进行低温长时间时效其微观组织与性能不会发生改变的观点。分级时效能否成为挖掘铝锂合金效能的有利手段将有待于进一步探讨。本文作者研究了分级时效对铝锂合金力学性能与微观组织的影响, 并对其影响机理进行了较为深入的研究。

1 实验

采用工业纯 Al、Mg、Li 和 Al-49.35% Cu、Al-3% Mn 及 Al-4.05% Zr (质量分数) 中间合金为原料, 在熔剂保护下进行熔化和精炼, 在氩气保护下水冷铜模铸造成 Al-2.8Cu-1.5Li-0.4Mg-0.3Mn-0.12Zr (质量分数, %) 实验合金。铸锭经均匀化之后热轧、冷轧而成为厚 2 mm 的板材。经固溶处理、水淬后进行以下两类时效处理: 1) 先低温后高温的分级时效: ①(100 °C, 8 h) + (140 °C, t_1) + (175 °C, 24 h), $t_1 = 4, 16, 24, 36, 48$ h; ②(100 °C, 8 h) + (175 °C, 24 h); ③(140 °C, 48 h) + (175 °C, 24 h)。2) 先高温后低温的二次时效: (175 °C, t_2) + (140 °C, t_3), $t_2 = 8, 16, 24$ h, $t_3 = 0, 24, 36, 48$ h。拉伸试样取自板材的纵向, 拉伸实验在 Instron8019 材料试验机上进行, 拉伸速度为 2 mm/min。透射电镜样品经机械减薄后采用 33% 硝酸甲醇溶液在 -40 °C 左右的条件下双喷穿孔, 显微组织观察在 H-800 透射电镜上进行。加速电压为 200 kV。

2 结果与讨论

2.1 先低温后高温的分级时效

表 1 所列为合金在几种不同热处理制度下的力学性能实验数据。由表 1 可知, 合金若不经 140 °C 第二级时效, 而直接进行 (100 °C, 8 h) + (175 °C, 24 h) 时效, 抗拉强度 (σ_b) 和屈服强度 ($\sigma_{0.2}$) 比进行 140 °C 第二级时效的要低, 说明合金经过 140 °C 不同时间的第二级时效, 强度得到了提高, 但塑性有所下降。随着第二级时效时间 t_1 的延长, 合金抗拉强度和屈服强度逐渐得到提高, 时间达到 48 h 时的抗拉强度比 4 h 的提高了 20.8 MPa。这说明延长第二级时效时间有利于合金强度的提高。而从延伸率 (δ) 的规律来看, 变化趋势则相反, 随着时间 t_1 的延长, 延伸率一直呈下降的趋势, t_1 从 4 h 变化到 48 h, 延伸率则从 17.2% 下降到 12.8%。但总体来说, 合金仍然保持有较高的延伸率。同样地, 合金不经 (100 °C, 8 h) 的预时效, 即进行 (140 °C, 48 h) + (175 °C, 24 h) 时效, 与 (100 °C, 8 h) + (140 °C, 48 h) + (175 °C, 24 h) 的三级时效相比, 可知 (100 °C, 8 h) 预时效对合金的力学性能会产生一定的影响。

表 1 不同热处理状态下合金的力学性能

Table 1 Tensile properties of alloy under different heat treatments

Heat treatment	σ_b / MPa	$\sigma_{0.2}$ / MPa	δ / %
(175 °C, 24 h)	417.10	376.20	15.3
T6 aged peak (175 °C, 64 h)	437.60	400.70	12.0
T8 aged peak (6% cold working+ 175 °C, 16h)	489.40	426.50	10.8
(100 °C, 8 h) + (140 °C, 4 h) + (175 °C, 24 h)	445.20	378.60	17.2
(100 °C, 8 h) + (140 °C, 16h) + (175 °C, 24 h)	453.26	390.15	14.7
(100 °C, 8 h) + (140 °C, 24 h) + (175 °C, 24 h)	456.40	391.30	13.8
(100 °C, 8 h) + (140 °C, 36 h) + (175 °C, 24 h)	459.12	397.78	13.6
(100 °C, 8 h) + (140 °C, 48 h) + (175 °C, 24 h)	466.00	401.40	12.8
(100 °C, 8 h) + (175 °C, 24 h)	440.10	372.30	17.9
(140 °C, 48 h) + (175 °C, 24 h)	458.80	394.40	13.2

此外, 合金经过先低温后高温的三级时效, 强度要比单级时效高, 延伸率并没有下降。特别是合金经过 (100 °C, 8 h) + (140 °C, 48 h) + (175 °C, 24 h) 时效, 与 (175 °C, 24 h) 单级时效相比, 合金

抗拉强度要高出 48.9 MPa, 而延伸率只降低 2.5%; 与(175 °C, 64 h)的峰值时效相比, 抗拉强度要高出 28.4 MPa, 而且延伸率并不比峰值时效低。同样, 合金经过先低温后高温的二级时效, 强度也得到了提高。由此说明, 先低温后高温的多级时效能在一定程度上提高合金强度, 有利于合金综合性能的改善。

图 1 所示为合金在不同时效制度下的显微组织。由图 1 可见, 合金经过(175 °C, 24 h)单级时效, 晶内主要析出物为 T_1 相(见图 1(a))。而合金在(175 °C, 24 h)时效之前, 经过(100 °C, 8 h)的低温预时效, 析出数量较多、弥散分布的 δ' 、 θ 和 T_1 相, 且主要强化相为相互垂直的 θ 相(见图 1(b))。合金经过三级时效(100 °C, 8 h) + (140 °C, 48 h) + (175 °C, 24 h)后, 仍然析出弥散分布的 δ' 、 θ 和 T_1 相(图 1(c))。但与(100 °C, 8 h) + (175 °C, 24 h)时

效相比, 强化相析出密度有所加大、尺寸稍增大, 且 T_1 相增多, 而 θ 相数量减少。说明在时效过程中, T_1 相的析出长大伴随 θ 相的溶解, 即 T_1 相长大所需的 Cu 原子以消耗 θ 相而获取。此时, 由于 T_1 相增多, 尺寸加大, 且强化相析出较充分, 因此该时效制度下合金强度较高。

2.2 先高温后低温的二次时效

图 2 所示为合金在(175 °C, t_2) + (140 °C, t_3) ($t_2 = 8, 16, 24$ h; $t_3 = 0, 24, 36, 48$ h) 热处理制度下, 力学性能随 t_2 和 t_3 的变化曲线。由图 2 可见, 当 $t_3 = 0$ h 时, 也就是进行 175 °C 单级时效时, 合金强度比相应的二次时效要低得多。

当预时效时间 t_2 一定时, 第二级时效时间 t_3 从 24、36 变化到 48 h, 合金强度和延伸率变化很小, 在图 2 上几乎表现为平行线。也就是说, 在本研究

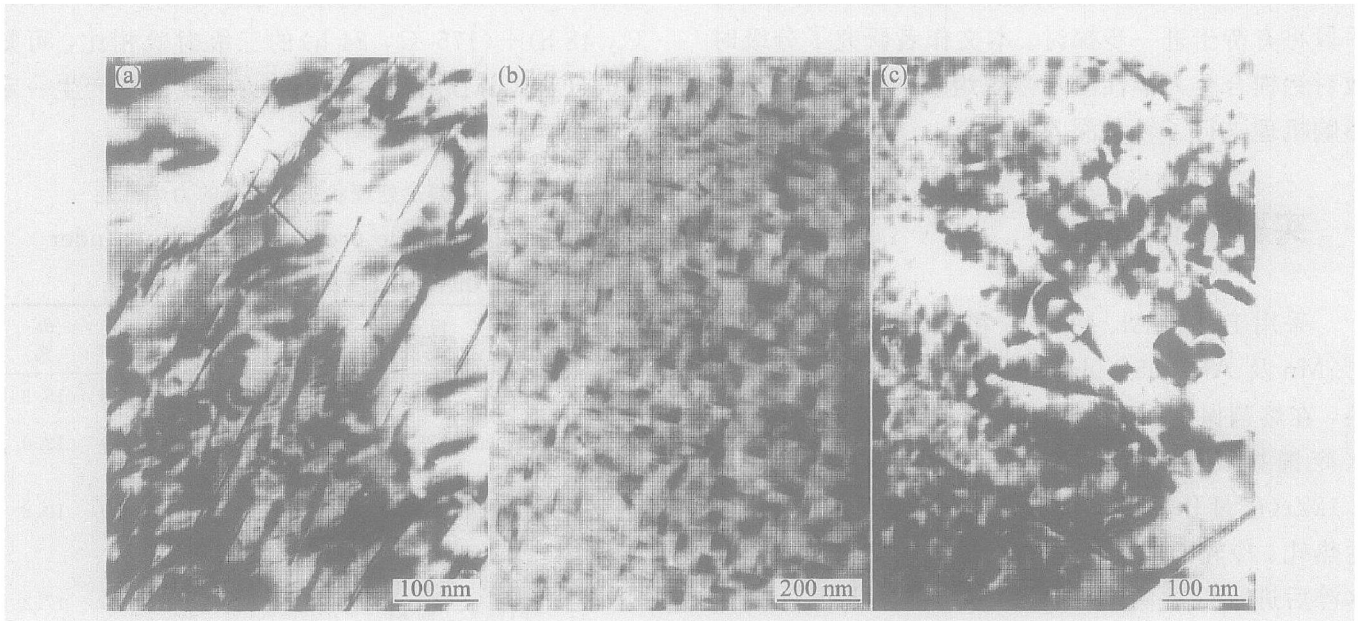


图 1 合金在不同时效状态下的显微组织

Fig. 1 Microstructures of alloy under different heat treatments

(a) —(175 °C, 24 h); (b) —(100 °C, 8 h) + (175 °C, 24 h);
(c) —(100 °C, 8 h) + (140 °C, 48 h) + (175 °C, 24 h)

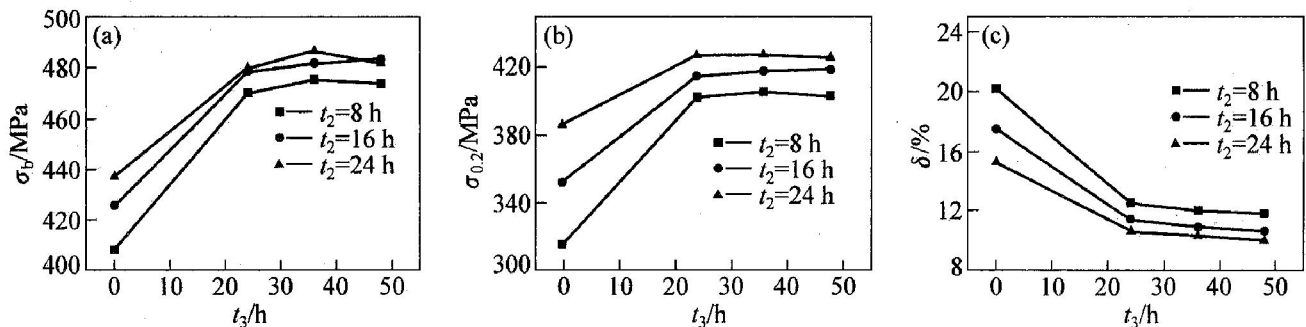


图 2 合金力学性能与时效时间的关系

Fig. 2 Relationship between tensile properties and ageing time

的条件下, t_3 超过 24 h 后, 时效时间对合金力学性能影响不大。这与 James 等^[12] 在 Al/Cu-458 合金中的二次时效实验结果一致。

而当第二级时效时间 t_3 一定时, 从图 2 可以看到, 随着预时效时间 t_2 的延长, 合金抗拉强度和屈服强度也相应增长, 延伸率则呈下降趋势。说明预时效时间 t_2 对合金力学性能有一定的影响, 延长预时效时间, 能在一定程度上提高合金的强度, 同时造成一定的延伸率损失。此外, 与该合金的 T6 处理与 T8 处理比较, 经过先高温后低温的二次时效后, 合金强度较 T6 峰值强度显著提高, 达到 T8 的峰值强度, 而延伸率与 T8 峰值的相当, 其中强度与塑性达到最佳的双级时效制度为 (175 °C, 24 h) + (140 °C, 36 h)。同时, 与前面的先低温后高温的多级时效相比, 平均强度也提高了 20 MPa 左右, 而延伸率相差无几。由此可见, 采用这种比较简单的

二次时效工艺, 可使合金性能得到显著提高, 远远超过 T6 处理的强度, 达到 T8 处理的强度水平。

图 3 所示为合金在不同时效制度下的微观组织。由图 3 可知, 合金在 T8 峰值时效时, 合金析出非常密集、尺寸较大的 T_1 相, 几乎观察不到 δ 相 (图 3(a))。当合金进行 (175 °C, 8 h) + (140 °C, 24 h) 时效时, 析出较多的 T_1 和 δ 相。研究表明, 时效前的预变形^[13] 或低温预时效^[14] 能在 Al_3Zr 粒子周围形成位错环, 以补偿 β 与基体间的晶格错配度。在本研究的时效制度中也观察到 β 周围位错环的存在 (如图 3(d) 所示), 而这种位错环可以成为 T_1 相的形核位置, 有利于 T_1 相的析出, 从而有利于提高合金强度。同时, T_1 相析出虽然不如 T8 峰值时效密集, 但数量也较多, 如图 3(e) 所示。此外, 更重要的是, 从图 3(f) 中可以看到, 合金中除了在 (175 °C, 24 h) 析出的 δ 、 T_1 相之外, 还在基体上

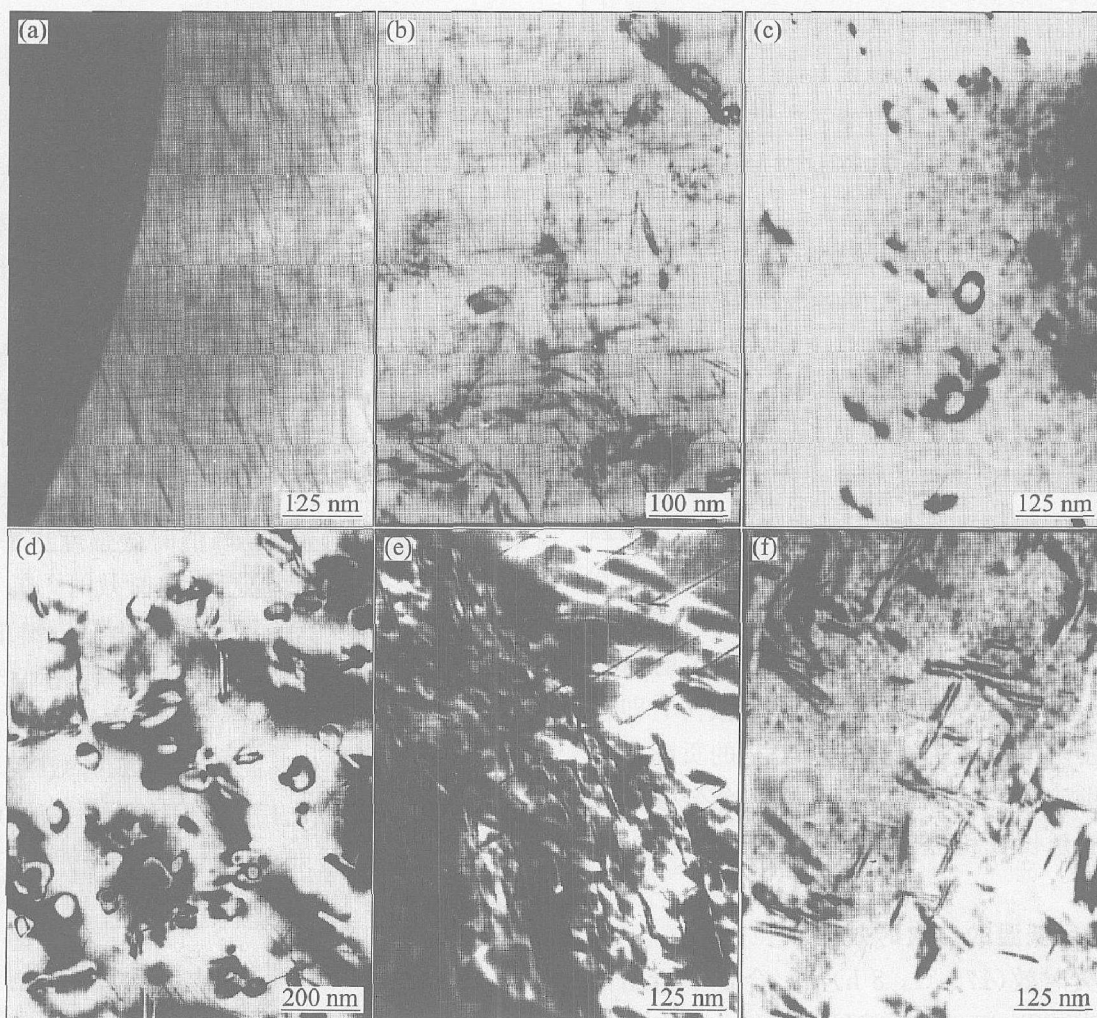


图 3 合金在不同热处理态下的显微组织

Fig. 3 Microstructures of alloy under different heat treatments

- (a) -6% cold working + (175 °C, 16h), T_1 ; (b) -(175 °C, 8 h) + (140 °C, 24 h), T_1 ;
 (c) -(175 °C, 8 h) + (140 °C, 24 h), δ ; (d) -(175 °C, 24 h) + (140 °C, 36 h), Al_3Zr and dislocation loop;
 (e) -(175 °C, 24 h) + (140 °C, 36 h), T_1 ; (f) -(175 °C, 24 h) + (140 °C, 36 h), T_1 and secondary precipitates

二次析出大量细小弥散的 δ 相。正是由于这种大量弥散析出二次相 δ 相的存在, 导致了强度的进一步提高。这与 Lumley 等^[15, 16] 的研究结果相一致。

3 分析与讨论

3.1 先低温后高温的分级时效

采用先低温后高温的三级时效, 第一级时效温度选择在 100 °C (低于 GP 区的溶解温度^[17]), 使合金中形成大量弥散分布的 GP 区; 然后将温度提高到 140 °C 进行第二级时效, 这样能使合金析出弥散细小的 δ 、 θ 和 T_1 相, 并在此温度保持一段时间稳定下来; 最后进一步提高时效温度到 175 °C, 使强化相进一步析出并长大, 并逐渐转化为强化效果更大的 T_1 相, 以此来实现合金强度的提高。

当合金不进行 140 °C 中间时效, 而直接进行 (100 °C, 8 h) + (175 °C, 24 h) 时效时, 合金在 (100 °C, 8 h) 的低温预时效处理时, 已形成均匀分布的 GP 区, 作为强化相弥散形核的核心, 然后在 175 °C 时效, 合金形成尺寸较细、分布非常弥散的 δ 、 θ 和 T_1 相。正是由于这些强化相的细小弥散分布提高了合金强度, 使强度远远超过 (175 °C, 24 h) 时效的强度, 但由于 T_1 相的数量没有 T6 峰值时效多, 因此其强度只比 T6 峰值强度略高。

合金进行三级时效时, 第二级时效时间 t_1 的长短对合金析出相有一定影响。 t_1 较短时, 析出的 δ 、 θ 和 T_1 数量较少, 也不能较好的稳定下来, 进一步提高温度时效时, 部分小于临界尺寸的 δ 相会回溶, 大于临界尺寸会继续长大, 因此, 时效强化主要来自于后来形成的 T_1 相。随时效时间 t_1 的延长, 尺寸增大的 δ 相数量增多, 阻碍位错运动的作用增强, 但此时 α 中过饱和的 Li 已较多的消耗于 δ 相的析出, 致使析出的 T_1 相数量减少, 即在 δ 相对时效强化贡献增加的同时, T_1 相的贡献却下降, 但由于前者作用大于后者, 因此, 合金强度仍然增长, t_1 的延长有利于合金强度的提高。

3.2 先高温后低温的二次时效

在高温欠时效 (175 °C, 8 h) 时, 合金中析出了少量的 δ 、 θ 和 T_1 相, 此时其尺寸较细小, 在随后进行 140 °C 不同时间的时效中, 已析出相将继续长大, 但其速度较慢, 同时还在基体上进一步析出细小弥散的 δ 相等。正是由于这些二次析出的细小弥散相造成的强化使得合金强度能超过相同时间单级时效的强度。

当高温 175 °C 欠时效时间 t_2 一定时, 140 °C 第二级时效时间 t_3 延长时, 出现两种相反的作用: 一方面弥散析出相增多, 尺寸增大, 强化作用增加; 另一方面初次析出相粗大, 强化作用减弱。因此, 虽然在不同第二级时效时间 t_3 下, 各强化相尺寸、数量和分布发生不同的变化, 但这些变化均存在对时效强化作用利弊共存的两方面, 综合效果表现为 t_3 超过 24 h 后对拉伸性能影响不明显。但 James 等^[12] 研究表明, 此时对合金性能的影响表现为对断裂韧性的提高。

当 140 °C 第二级时效时间 t_3 一定, 175 °C 预时效时间 t_2 延长时, 析出强化相的数量增多, 尺寸长大, 强化作用增强。而进行随后 140 °C 时效时, 由于预时效析出强化相数量多, 强化相在 140 °C 时效时长大所带来的强化效果也越大。因此, 当低温 140 °C 时效时间 t_3 相同时, 延长高温预时效时间 t_2 有利于合金强度的提高。

4 结论

1) 经过先低温后高温的三级时效可使合金获得比 T6 处理更高的强度, 且随着第二级时效时间的延长, 合金抗拉强度和屈服强度逐渐提高, 但延伸率有所下降。

2) 采用先高温后低温的双级时效处理, 可获得较先低温后高温的三级时效更高的力学性能, 且其强度随第一级高温时效时间的延长而增加, 其中以 (175 °C, 24 h) + (140 °C, 36 h) 时效制度的强度和塑性最佳, 达到 T8 峰值时效强度水平。

3) 合金在先低温后高温时效时, 在 100 °C 低温预时效形成 GP 区, 接着在 140 °C 析出细小弥散的 δ 、 θ 和 T_1 相, 并稳定下来, 然后在 175 °C 进一步析出长大, 从而提高了合金强度。

4) 当合金在先高温后低温时效时, 合金在高温欠时效析出强化相 δ 和 T_1 , 然后在 140 °C 较低温度二次析出大量细小弥散的 δ 相, 产生二次强化效果。

REFERENCES

- [1] Kim J D, Park J K. Effect of stretching on the precipitation kinetics of an Al-2.0Li-2.8Cu-0.5Mg (0.13Zr) alloy[J]. Metall Trans, 1993, 24A: 2613-2621.
- [2] Cassada W A, Shiflet G J, Starke E A Jr. The effect of plastic deformation on Al₂CuLi (T_1) precipitation

- [J]. Metallurgical Transaction A, 1991, 22A(2): 299 - 306.
- [3] Huang J C, Ardell A J. Addition rules and the contribution of δ precipitates to strengthening of aged Al-Li-Cu alloys [J]. Acta Metall, 1988, 36(11): 2995 - 3006.
- [4] Park J K, Ardell A J. Microchemical analysis of precipitate free zones in 7075-Al in the T6, T7 and RRA tempers [J]. Acta Metallurgica et Materialia, 1991, 39(4): 591 - 598.
- [5] Acosta E, Garcia O, Dakessian A. On the effect of thermomechanical processing on the mechanical properties of 2197 plates [J]. Mater Sci Forum, 2002, 396 - 402: 1157 - 1162.
- [6] Blankenship C P, Starke E A. Mechanical behavior of double-aged AA8090 [J]. Metall Trans A, 1993, 24(4): 833 - 841.
- [7] Peel C J. Applications and developments for aluminium-lithium alloys [A]. Peters M. Proceeding of the 6th Aluminium-Lithium Alloy Conference [C]. Germany: Garmisch-Partenkirchen, 1991. 1259 - 1270.
- [8] Lynch S P. Fracture of 8090 Al-Li plate I. Short transverse fracture toughness [J]. Mater Sci Eng A, 1991, 136: 25 - 43.
- [9] Pitcher P D, Stewart R J, Gupta S. A study of reversion behaviour in 8090 alloys using small angle neutron scattering and transmission electron microscopy [J]. Scripta Metall, 1992, 26(4): 511 - 516.
- [10] Kerr M J, Sweet E D, Bennett C G, et al. Effect of alkali metal impurities on the low temperature thermal stability of 2090 Al-Cu-Li alloys [J]. Mater Forum, 1996, 217 - 222: 1079.
- [11] Lumley R N, Morton A J, Polmear I J. Enhanced creep performance in an Al-Cu-Mg-Ag alloy through underaging [J]. Acta Mater, 2002, 50(14): 3597 - 3608.
- [12] Fragomeni J M, Wheeler R. The strengthening and microstructure of precipitation hardened Al-Li-Cu alloys [J]. Mater Sci Forum, 2003, 426 - 432: 309 - 314.
- [13] 赵志龙, 韩 栋, 王永欣, 等. 2090 铝锂合金中 T_1 相与 β (Al_3Zr) 相间的交互作用 [J]. 有色金属, 1999, 51(3): 83 - 86.
ZHAO Zhilong, HAN Dong, WANG Yongxin, et al. Interaction between T_1 phase and β (Al_3Zr) phase in 2090 aluminium-lithium alloys [J]. Nonferrous Metals, 1999, 51(3): 83 - 86.
- [14] Tite C N J, Gregson P J, Pitcher P D. Further precipitation reactions associated with β (Al_3Zr) particles in Al-Li-Cu-Mg-Zr alloys [J]. Scripta Metallurgica, 1988, 22(7): 1005 - 1010.
- [15] Lumley R N, Polmear I J, Morton A J. Development of properties during secondary ageing of aluminium alloys [J]. Mater Sci Forum, 2003, 426 - 432: 303 - 308.
- [16] Lumley R N, Polmear I J, Morton A J. Interrupted aging and secondary precipitation in aluminium alloys [J]. Mater Sci and Tech, 2003, 19(11): 1483 - 1490.
- [17] Garcia J, Haboshi M, Galland J. Differential scanning calorimetric studies and stress-corrosion cracking in Al-Li alloys [A]. Sanders T H Jr, Starke E A Jr. Proceeding of the 5th International Aluminum-Lithium Conference [C]. Birmingham: Materials and Component Engineering Publication Ltd, 1989. 1293 - 1308.

(编辑 李艳红)