

2091Al-Li 合金的分级时效工艺^①

甄 良 孙东立 崔约贤 杨德庄

(哈尔滨工业大学材料科学与工程系, 哈尔滨 150006)

摘 要

用正交设计试验方案,研究了2091Al-Li合金的分级时效工艺,优选出了一种能够同时改善合金强度和塑性的热处理工艺。并通过示差扫描热分析、TEM和SEM观察等,探讨了分级时效改善合金性能的机制。结果表明,该合金经100℃成核处理后形成GPB区,可作为第二阶段时效时 S' 相的异质形核点,促使 S' 相在晶内弥散析出。从而有效地分散 δ' 相引起的共面滑移。成核处理还缩短了第二级时效时达到峰时效状态所需的时间,减弱了晶界无析出带的形成倾向,有利于改善合金的强度与塑性。

关键词: Al-Li基合金 分级时效 显微组织 拉伸性能

Al-Li合金具有低密度,高比刚度和高比强度等优异性能^[1,2],是一种竞争力很强的航天航空用金属结构材料。从八十年代初至今,国内外关于Al-Li合金的研究发展很快,现已进入实用性研究阶段。但该类合金塑性低和韧性差的弱点仍未得到根本解决,限制了其在实际中的广泛应用^[3]。因此,探索提高Al-Li合金塑性的途径和机理具有非常重要的实际意义。本工作采用正交设计试验方案,探索了Al-2Li-2.6Cu-0.9Mg-0.14Zr合金的分级时效工艺,从中优选出了一种最佳方案。研究了分级时效对合金显微组织、拉伸性能及断裂行为的影响及其改善合金强度和塑性的机制。

1 材料及试验方法

试验用合金的化学成份(wt.-%)为: 2.06Li; 2.58Cu; 0.88Mg; 0.137Zr; Fe $\leq$ 0.02; Si $\leq$ 0.02; 余铝。合金的制备采用铸锭冶金方法(I/M),在氩气保护下熔铸。铸锭经过510℃/24h均匀化处理后包铝,再经常

规工艺热轧和冷轧,最终得到2mm厚的薄板。

本文选用 $L_9(3^4)$ 正交设计试验方案,如表1所示。因素A、B为第一级时效温度和时效时间,分别取三个水平。由于试验条件所限,第二级时效温度只选190℃,而第二级时效时间(即因素C)则选三个水平。因素D代表因素A和B的交互作用。

固溶处理在 KNO_3 盐浴中进行,于530℃保温30min后水淬。时效处理在恒温干燥箱中进行。拉伸试验于室温下在INSTRON电子拉伸试验机上进行,夹头移动速度为1mm/min。示差扫描热分析(DSC)在TAS100型热分析系统上进行。用CM12/STEM型透射电子显微镜观察析出组织及位错组态,加速电压为120kV。薄膜样品在30%硝酸甲醇溶液中电解双喷减薄。

2 试验结果

正交试验结果见表1。其中每一组试验数

^① 于1992年11月28日收到初稿

据均为至少三个试样的平均值。各种因素对抗拉强度和延伸率的影响可从图 1 中直观地反映出来。图 1 中 R 为极差, 反映出某因素对合金性能影响的大小。由图 1(a) 所示, 各因素对抗拉强度影响重要性的次序为

$A > B > C$

各因素中不同水平的优劣顺序为

$A_2 > A_3 > A_1, B_2 > B_3 > B_1, C_2 > C_3 > C_1$

由图 1(b) 可得出各因素对延伸率的影响次序为

$C > A > B$

各因素中不同水平的优劣次序为

$A_2 > A_1 > A_3, B_1 > B_2 > B_3, C_1 > C_2 > C_3$

综合考虑各因素的重要性及各因素中不同水平的优劣, 确定出三个较优的分级时效工艺为 $A_2B_3C_1; A_2B_3C_2; A_2B_2C_2$ 。对这三种工艺进行重复试验, 确定出最佳分级时效工艺为 $A_2B_3C_2$, 即 $100\text{ }^\circ\text{C}/8\text{ h}+190\text{ }^\circ\text{C}/20\text{ h}$

为了研究分级时效对合金拉伸性能的影响, 图 2 示出了经 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 预时效 8 h 试样及未经预时效的试样在 $190\text{ }^\circ\text{C}$ 时效时的拉伸性能变化曲线。可见, 在 $190\text{ }^\circ\text{C}$ 时效初期, 分级时效试样的延伸率低于单级时效试样。随时效时间延长, 前者的延伸率下降较慢。在 $190\text{ }^\circ\text{C}$ 时效 12 h 以后, 分级时效试样的延伸率始终高于单级时效试样。在 $190\text{ }^\circ\text{C}$ 时效前 40 h 内, 分级时效试样的抗拉强度和屈服强度都高于单级

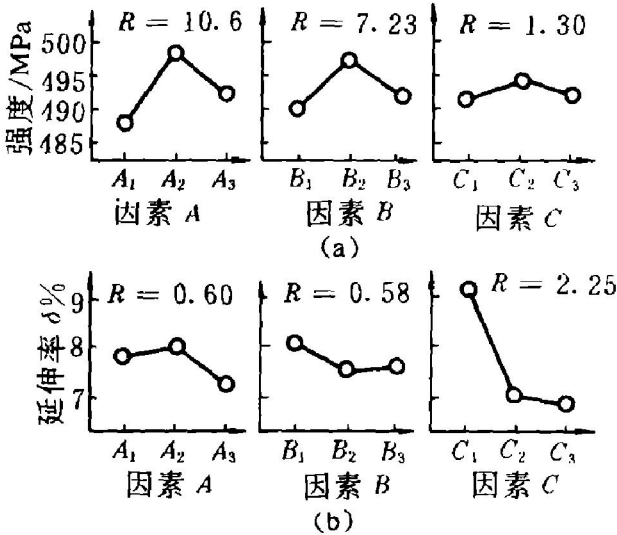


图 1 各种因素对抗拉强度和延伸率的影响
(a)—对抗拉强度的影响; (b)—对延伸率的影响

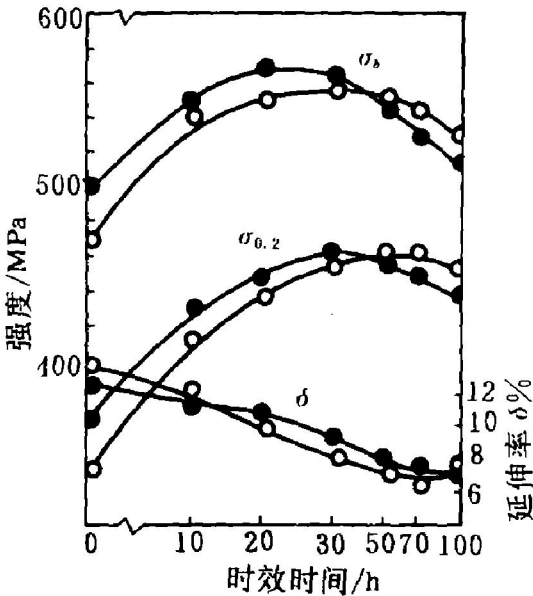


图 2 试样的拉伸性能
●—分级时效; ○—单级时效

表 1 正交设计试验方案及试验结果

因素	A/C	B/h	C/h	A×B	σ_b / MPa	$\sigma_{0.2}$ / MPa	δ %
	1	2	3	4			
1	80	2	10	1	486.6	374.8	9.69
2	80	5	20	2	493.4	406.2	6.90
3	80	8	30	3	483.1	398.3	6.71
4	100	2	20	3	492.0	387.7	7.36
5	100	5	30	1	504.9	405.2	7.12
6	100	8	10	2	498.1	373.0	9.80
7	120	2	30	2	498.4	407.7	6.35
8	120	5	10	3	491.6	388.3	3.42
9	120	8	20	1	495.1	405.1	6.71

时效试样。所以, 在峰时效段内, 分级时效试样的综合性能明显优于单级时效试样。

图 3 为不同时效状态试样的示差扫描热分析(DSC)结果。可见, 几种时效状态下试样的 DSC 曲线都有大的吸热峰 C 和放热峰 D。吸热峰 C 为 δ' 相的回溶峰^[5]; 放热峰 D 则可能是几个平衡相在这一温度范围内的同时沉淀, 具体应为哪些相, 本文未做讨论。对 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 时效 5 h 及 8 h 的试样而言, 在吸热峰之前还有一小的放热峰 B 和吸热峰 A。吸热峰 A 的存在说明 $100\text{ }^\circ\text{C}$ 时效时还有预沉淀(GPB 区)形成。加

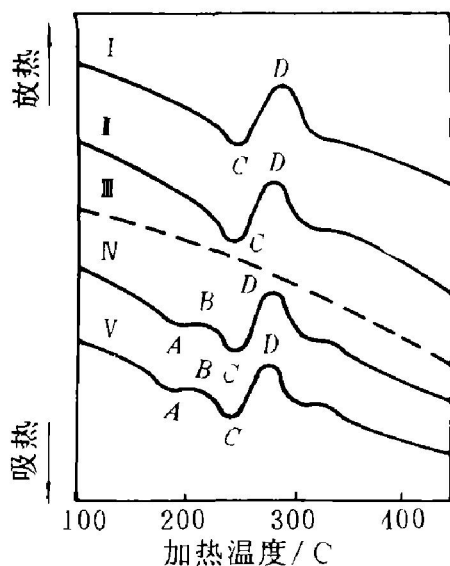


图3 不同时效状态下的DSC分析结果示意图

(加热速度为20 °C/min)

I—190 °C/30 h; II—190 °C/8 h; III—基线;

IV—100 °C/8 h; V—100 °C/5 h

热时, 部分GPB区回溶便形成吸热峰A, 其余部分GPB区向 S' 相转化, 则形成 S' 的沉淀放热峰B。

在100 °C成核处理8 h的试样中, 可观察到细小弥散的 δ' 相, δ' 相的存在会影响GPB区的观察, 使在透射电镜下不能直观地观察到GPB区。

在峰时效状态下, 单级时效与分级时效试样中 δ' 相的尺寸和分布基本上相同。两者均正处于 δ' 相的最佳强化尺寸。但 S' 相的数量和分布却相差很大。单级时效时, S' 相非均匀析出, 主要析出在晶界和亚晶界上。如图4(a)所示。而分级时效时 S' 相均匀地在晶内析出, 见图1(b)和(c)所示。

在峰时效状态下, 分级时效及单级时效试样的拉伸断口均为沿晶断裂, 说明分级时效并未从根本上改变合金的断裂方式。在峰时效试

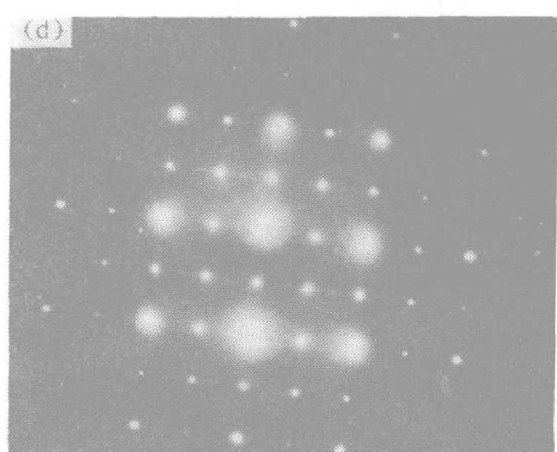
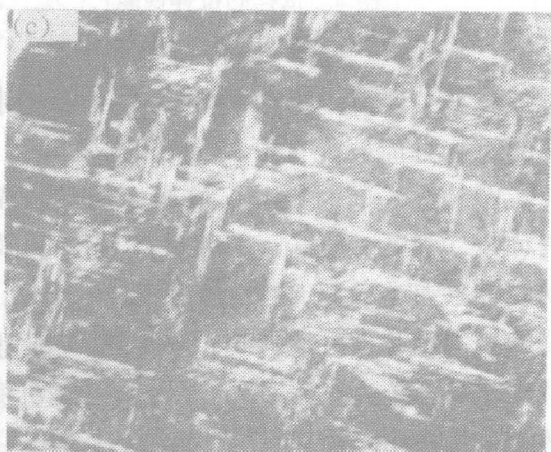
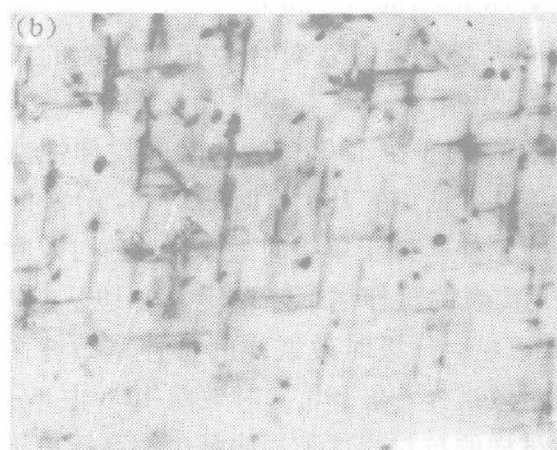
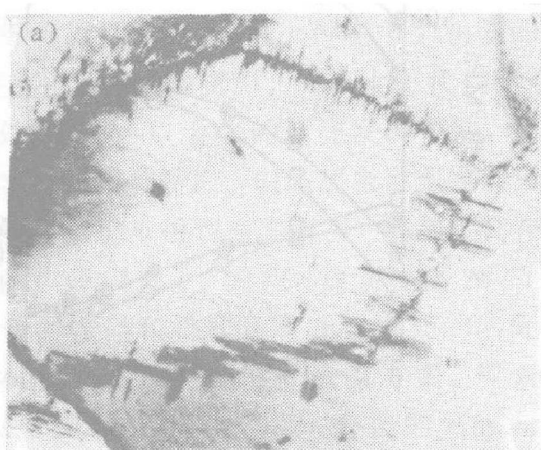


图4 在峰时效状态下单级时效与分级时效试样中的 S' 相

(a)—190 °C/30 h, S' 相在亚晶界上析出($\times 45\,000$);

(b)—100 °C/8 h+190 °C/20 h, S' 相明场像($\times 45\,000$); (c)—同(b), S' 相暗场像($\times 45\,000$); (d)—[100]衍射花样。

样的拉伸断口附近取样进行透射电镜观察时,发现单级时效试样内的塑性变形很不均匀,出现粗大的共面滑移带,见图 5(a)。分级时效试样的塑性变形则均匀得多,可见明显的交叉滑移,见图 5(b)。

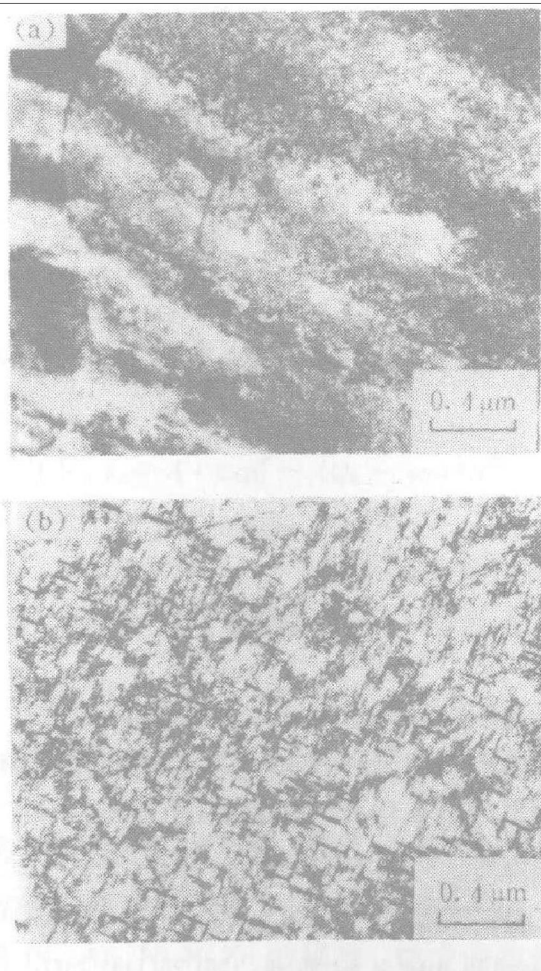


图5 峰时效态试样拉伸断口附近变形带的 TEM 照片
(a)—190 °C/30 h; (b)—100 °C/8 h + 190 °C/20 h
($\times 30\,000$)

3 分析与讨论

3.1 关于 GPB 区

近年来,关于 Al-Li 合金中是否存在 GP 区的研究较多^[4~6]。尽管存在不同看法,已初步认为 Al-Li 二元合金低温时效时有 GP 区形成^[4,5]。相对而言,有关多元 Al-Li-X 合金中 GP 区的研究较少。Flower^[7]的研究表明,Al-Li-Cu-Mg 合金中也存在 GPB 区, Li 原子的加入降低了 GPB 区的形成速度。这与本文的试

验结果相符。Li 原子的加入提高了 GPB 区的形成温度,而较高的时效温度必然导致 δ' 相的长大。 δ' 相的存在会影响在透射电镜下 GPB 区的观察。因此,至今不能在 Al-Li-Cu-Mg 合金中直接观察到 GPB 区。

3.2 100 °C 预时效对 S' 相的影响

在 100 °C 预时效 8 h 有利于第二级时效时 S' 相在晶内弥散析出,并且还使其沉淀速率加快。原因有二。首先,100 °C 预时效在晶内生成了均匀分布的 GPB 区,它们可以作为 S' 相的异质形核点,促使 S' 相在第二级时效时弥散析出。在 Al-Cu-Mg 合金中时效析出的顺序为 GPB $\rightarrow S'' \rightarrow S' \rightarrow S$ ^[8]。Li 的加入对 GPB 区向 S' 相的转化过程是否有影响还有待深入研究。其次,100 °C 预时效增加了晶内的空位浓度,为 S' 相的成核和长大提供了有利条件。 S' 相的成核和长大需要大量的位错或其它晶体缺陷。但在固溶淬火状态下,大量空位被 Li 原子所捕获,减少了赖以形成位错环的空位团数量。因此,单级时效时 S' 相主要集中在晶界及亚晶界上。预时效时, δ' 相的析出消耗了大量的 Li 原子,与之相结合的空位因此而得到释放。所以预时效后晶内的空位浓度增加,为 S' 相的析出提供了更多的异质形核点。同时,晶内高的缺陷密度还为溶质原子的扩散提供了高扩散率通道,从而加快了 S' 相的析出速度。

通过正交设计试验,我们确定出最佳的预时效工艺为 100 °C 时效 8 h。它的主要作用是提供均匀分布的 GPB 区及高的空位浓度,为第二级时效时 S' 相的形核和粗化准备好条件。这种分级时效方法不同于其他一些工作者的工艺。如有人选用 170 °C 和 190 °C 两级时效,其根据是分别在有利于 S' 相和 δ' 相析出的温度时效,以达到两种析出相强化作用的最佳配合。还有人则选用自然时效作为第一级时效,其主导思想也是为了给 S' 、 T_1 相等提供更多的异质形核点。尽管采用的方法各异,但最终目的都是为了在晶内引入更多的弥散强化相,用以分散 δ' 相引起的共面滑移,提高合金的

塑性和韧性。本文的试验结果表明,合金经 100 °C/8 h + 190 °C/20 h 分级时效处理后,在晶内析出均匀分布的 S' 相,明显改善了合金的强度和塑性。因此,是一种合适的分级时效工艺。

4 结 论

(1)通过正交设计试验,优选出该合金的一种最佳分级时效工艺为 100 °C 时效 8 h + 190 °C 时效 20 h。经这一工艺处理后合金的强度和延伸率明显优于单级时效处理的试样。

(2)在 100 °C 预时效 8 h,可在晶内形成均匀分布的 GPB 区,为 S' 相提供形核点,促使

其在第二级时效时均匀析出。预时效还可产生高的空位浓度,促进 S' 相的成核并加快其析出速度。

参考文献

- 1 Jong H F de. Aluminium, 1984, 60(10): 673.
- 2 Sanders T H Jr., Balmuth E S. Met Prog, 1978, 3: 32.
- 3 张 匀,赵洪恩等,金属学报,1989,25(3)A: 161.
- 4 姚太平,胡仕麒等,金属学报,1990,26(2)A: 122.
- 5 Nozato R, Nakai G. Trans Jap Met, 1977, 18: 679.
- 6 Balmuth E S. Scr Metall, 1984, 18: 301.
- 7 Ozbilen S, Flower H M. In: Sanders, T H Jr, Starke E A Jr., (eds). Aluminium-Lithium Alloys, MCEP. 1989, 651.
- 8 Bagaryatsky Y A. Dokl Acad Nauk SSSR, 1952, 87: 559.

(上接第 67 页)

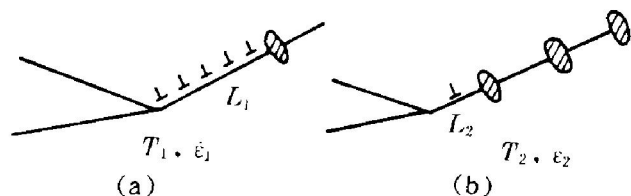


图 8 裂纹尖端微裂纹形成示意图 ($T_1 < T_2$, $\varepsilon_1 > \varepsilon_2$)

发生明显的脆韧性转变,此转变温度一般分为脆性区、过渡区及韧性区三个区间。

(2)A 合金脆韧性转变区间的划分为:(a)脆性区低于 200 °C;(b)脆韧过渡区,介于 200 ~ 500 °C 之间;(c)韧性区在 500 °C 以上。

(3)B 合金脆韧性转变区间的划分为:(a)脆性区低于 400 °C;(b)过渡区在 400 ~ 800 °C 之间;(c)韧性区在 800 °C 以上。

(4)金属间化合物的脆韧性转变受裂纹尖端位错塞积群对裂尖的屏蔽及微裂纹的控制。

参考文献

- 1 Gerhard Santhoff, I metallkde, 1986, 77: 655.
- 2 王沿东,孙祖庆,蔡军,陈国良,科学通报,1991,36(24): 1899.
- 3 王沿东,孙祖庆,陈国良,何崇智,中国有色金属学报,1992,2(2): 44.
- 4 Reuss S, Vehoff H. Scr Metall, 1990, 24(6): 1021.
- 5 Nagpal P, Baker I. Scr Metall, 1991 25(11): 2577.
- 6 Liu C T, George E P. Scr. Metall, 1990 24(7): 1285.
- 7 Barker I, Munroe P R. Journal of Metals, 1988, 2: 28.
- 8 Sastry S M L. Titanium, 1980, 2: 1231.
- 9 Lipisitt H A, Schafrik R E. Metall Trans, 1980, 11A: 1369.
- 10 王沿东,朱世杰,杨玉珊,陈国良,金属学报,1993,29(1): A43.
- 11 Chen G L, Sun Z Q et al. In: Mat Res Soc Symp Proc, Beijing, 1990.
- 12 Samuels J, Roberts S G. In: Proc R Soc, Lond, 1989, A421: 1.
- 13 Hirsch P B, Roberts S G, Samuels J. In: Proc R Soc, Lond, 1989, A421: 45.
- 14 CAD H C, Evans A G. Acta Metall, 1991, 39: 2-7.
- 15 Li J C M. Scr. Metall, 1986, 20: 1177.