

# 8090 Al-Li 合金中 S'相的析出<sup>①</sup>

郑子樵

堀茂德

(中南工业大学)

(日本, 大阪大学)

## 摘 要

通过电镜观察, 研究了在不同时效条件下8090型Al-Li合金中S'相的析出规律。实验结果表明, 在单级时效时S'相的析出十分缓慢, 在峰值时效状态也只有少量S'相沿晶界或亚晶界析出。人工时效前的少量预变形由于增加位错密度而加速了S'相的析出过程, 促进了S'相的广泛析出。在自然时效时, 被Li原子束缚的空位释放出来形成位错环后, S'相便在这些位错环上优先形核长大。讨论了S'相析出的微观机理。

**关键词:** Al-Li合金 S'相 时效 沉淀

航空、航天工业的发展要求材料科学工作者提供更多的低密度高强结构材料, Al-Li合金的研究便是为满足这一要求而发展起来的。在Al中每加入1%的Li, 可使其密度下降3%, 弹性模量增加6%, 若用Al-Li合金代替目前广泛使用的2024、7075等工业铝合金, 可使航空、航天部件的重量减轻10~15%。但研究中发现, Al-Li合金的韧、塑性低于现有工业铝合金, 其原因与下列因素有关: (1) 变形时位错切割与母相共格的 $\delta$ (Al<sub>3</sub>Li)相粒子产生共面滑移; (2) 晶界无析出带的存在容易出现应变集中; (3) 平衡相在晶界的析出; (4) Na、K、H等杂质元素在晶界的偏聚等<sup>[1-2]</sup>。因此, 如何提高Al-Li合金的韧、塑性是当前Al-Li合金研究的重要课题之一。

目前, 材料研究者正在探讨通过改进热处理工艺、减少杂质含量以及添加合金元素等方法来细化晶粒、净化晶界和增加多种沉淀相的复合析出, 以期提高Al-Li合金的韧、塑性。作者及其他一些研究者的研究表明, 在

8090和2091等Al-Li-Cu-Mg-Zr系合金中S'(Al<sub>2</sub>CuMg)相的大量析出可分散共面滑移, 使变形均匀因而提高了韧、塑性<sup>[3-5]</sup>。因此, 进一步了解在时效过程中S'相析出的规律、形核长大机制以及影响S'相析出的工艺因素, 对于合理地选择热处理制度以获得最佳性能是十分重要的。本文的目的便是通过电镜观察, 研究在不同时效条件下8090Al-Li合金的显微组织, 重点探讨时效时间、自然时效和预变形对S'相析出的影响, 并讨论S'相析出的微观机理。

## 1 实验方法

本实验中所用的试样为8090Al-Li合金, 其化学成分为Al-2.7Li-1.2Cu-0.9Mg-0.14Zr, Fe、Si含量分别为0.15和0.05, Na的含量为5~6PPm(均为wt.-%)。合金试料在Ar气保护下熔铸后进行均匀化和去皮, 然后经热轧、冷轧成2mm厚的板材。为防止固溶处理时的脱Li, 用Ar气将

①于1992年1月25日收到

试样封入耐热玻璃管中, 经  $530\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $40\text{ min}$  固溶处理后淬入冰水中。然后一部分试样立即在  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效不同时间, 另一部分试样则在淬火后冷轧  $2\sim 15\%$  再在  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效  $16\text{ h}$ , 还有一部分试样在室温时效  $7\text{ d}$  后再在  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效。之后在 H800 透射电镜上观察。薄膜试样采用双喷工艺制备, 电解液为  $33\%\text{ HNO}_3+67\%\text{ CH}_3\text{OH}$  溶液, 温度为  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

## 2 实验结果

### 2.1 单级时效时 S'相的析出特点

Al-Li 合金中的主要析出相为  $\delta'$  相, 其析出速度很快, 电镜观察表明在时效初期便有大量细小的  $\delta'$  相粒子析出。与此相反, S'相的析出却相当缓慢, 在欠时效阶段没有观察到 S'相的存在。在  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $16\text{ h}$  时效之后的峰值状态观察到少量细小的 S'相沿晶界和亚晶界析出, 晶内几乎无析出, 见图 1(a)。进一步增加时效时间, 析出的 S'相数量有所增加。由图 1(b)可以看出, 试样经  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $100\text{ h}$  时效后, 晶内已有较多板条状 S'相和粗大的  $\delta'$  相同时存在。

### 2.2 自然时效对 S'相析出的影响

电镜观察表明, 8090 Al-Li 合金在自然时效后再进行人工时效时, S'相的析出规律与直接人工时效时有很大差别。图 2 表示合金淬火后在室温时效  $7\text{ d}$  再经  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效后 S'相的

明场像。如图 2(a)所示, 在  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效  $5\text{ h}$  之后便有许多板条状 S'相沿位错环析出, 同时还看到一些被 S'相缀饰(decoration)的位错环是相互重叠的。随着时效时间延长, S'相不断长大, 位错环的痕迹也逐渐变得不明显, 见图 2(b)。与此相反, 未经自然时效的试样在  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效时未观察到被 S'相缀饰的位错环。这说明人工时效前的自然时效因有利于位错环的形成而促进了 S'相的析出。

### 2.3 预变形对 S'相析出的影响

电镜观察表明, 在固溶处理之后经过一定变形量的冷轧然后再在  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效时, S'相的析出速度明显加快。正如图 3(a)的电镜照片所表明的那样, 试样经  $5\%$  预变形并在  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$  时效  $5\text{ h}$  的欠时效状态, 已有一些 S'相在晶内析出。在峰值时效状态, S'相的析出数量明显增加。此外, 随着变形量的增加, S'相的析出密度也相应增加。当预变形量为  $8\%$  时, 晶内析出的 S'相最细密, 体积分数也最大。进一步增加预变形量, 如预变形量达到  $15\%$  时, S'相的析出密度和均匀性反而减少。这说明人工时效之前进行适量的预变形有助于晶内析出大量均匀分布的 S'相, 见图 3(b)~(d)。

## 3 讨论

### 3.1 空位对 S'相析出的影响

已有的研究表明, 在 Al-Cu-Mg 系合金中,

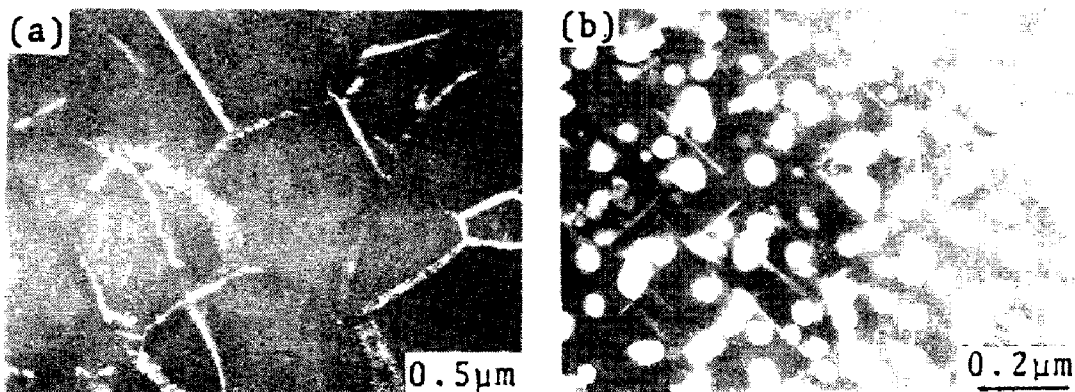


图 1 单级时效时试样中析出的 S'相

(a)— $190\text{ }^{\circ}\text{C}/16\text{ h}$  时效; (b)— $190\text{ }^{\circ}\text{C}/100\text{ h}$  时效

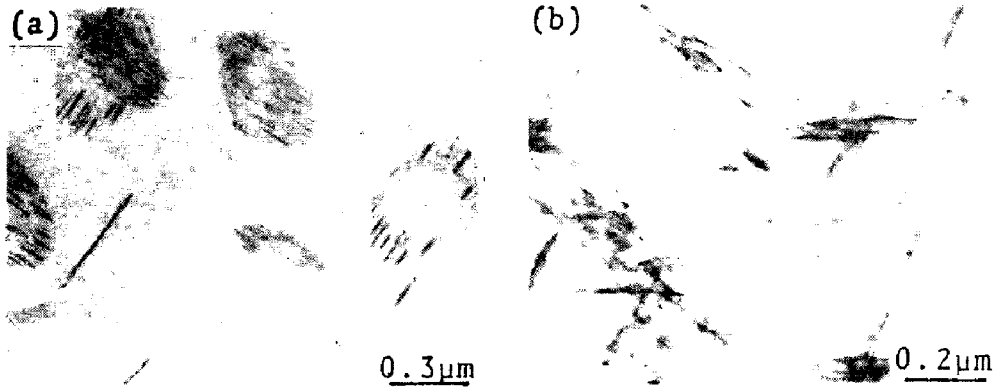


图2 自然时效后人工时效的试样中析出的 S'相

(a)—自然时效 7 d+190 °C / 5h; (b)—自然时效 7 d+190 °C / 16 h

S'相常在高密度的位错环及螺位错上形核长大, 这些缺陷是淬火所保留下来的过饱和空位凝聚的结果<sup>[6-7]</sup>。但在 Al-Li-Cu-Mg 系合金中, 由于 Li 和空位之间有较强的结合能而使空位移动困难, 因此淬火后立即时效时很少观察到位错环<sup>[8]</sup>。由于不能形成位错环, 所以在没有经过自然时效和预变形的样品直接在 190 °C 时效时, S'相只能沿晶界或亚晶界等缺陷析出。

另一方面, 由于  $\delta'$  相的析出速度很快, 即使淬火急冷也难以抑制  $\delta'$  相的析出<sup>[9]</sup>。因此, 可以认为, 在淬火后自然时效时, 随着  $\delta'$  相的析出长大, 被 Li 原子束缚的空位会逐渐释放出来, 这些自由空位将会凝聚成位错环以降低空位过饱和度。所以经过自然时效的样品在 190 °C 时效后,  $\delta'$  相便优先在这些位错环上形核长大, 图 2(a) 即其证据。此外, 空位能加速原子的扩散过程, 从而使位错环附近富集

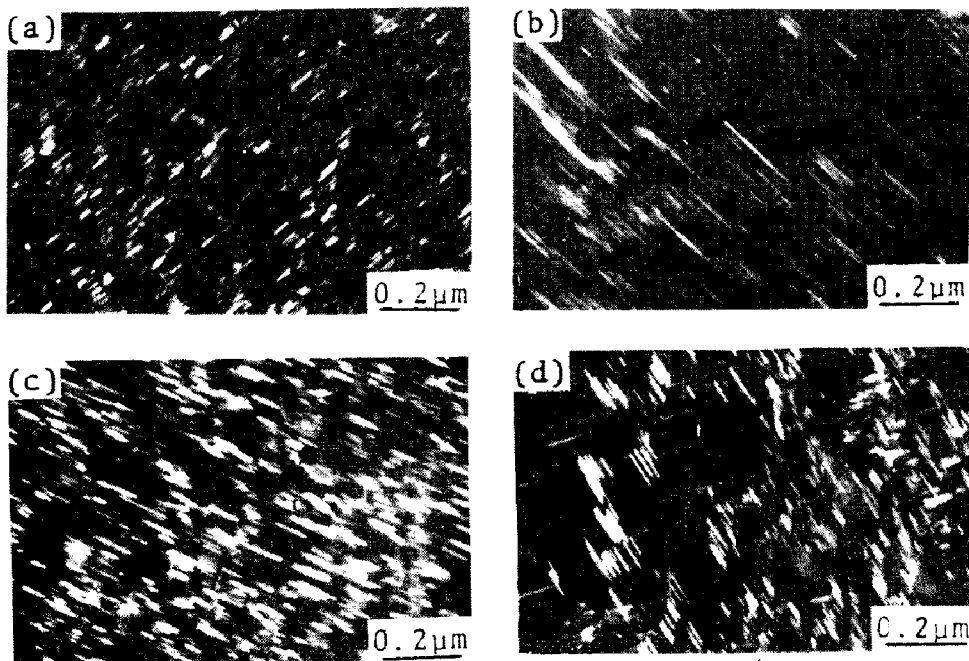


图3 预变形后人工时效的试样中析出的 S'相

(a)—预变形 5%+190 °C / 5h; (b)—预变形 2%+190 °C / 16h;  
(c)—预变形 8%+190 °C / 16h; (d)—预变形 15%+190 °C / 16h



图4 晶界近傍的S'无析出带

Cu、Mg等原子,从而有利于S'相的析出。图4是在190℃时效之前自然时效7d的样品中所观察到的晶界无析出带。在晶界两旁,无S'相析出。这是因为晶界附近空位容易扩散到晶界消失而使晶界两侧空位贫化的结果,由此也可以证实空位在S'相析出方面所起的作用。

淬火后直接在190℃时效时,随着 $\delta'$ 相的析出,按理也应有空位的释放,但此时并未观察到位错环形成以及S'相沿位错的析出。这可能是因为较高温度时效时,由 $\delta'$ 相释放出的空位扩散速度快,可以较快地移动到表面、晶界、位错等缺陷处湮没,无需形成位错环。即使形成位错环也可能因位错的线张力而在短时间内消失,因此不能成为S'相析出的核心。同时在190℃时的空位过饱和度也应低于室温的空位过饱和度,所以固溶处理后直接在190℃时效时未观察到位错环以及S'相沿位错环上的析出。

Alekseyev等人于1982年在电镜下直接研究Al-Cu-Mg合金中S'相沿位错环析出时发现,S'的生长伴随着空位的吸收<sup>[10]</sup>。这是因为当S'相粒子长大和数量增多时,空位可能从环上输运到相界面上从而使环的面积减少,直至最终消失。这与本实验中观察到的被S'相缀饰的位错环随时效时间延长而逐渐消失的结果是一致的。

### 3.2 位错对S'相析出的影响

许多研究已表明,时效沉淀相常常优先沿

位错线析出。由于时效前的预变形在试样中引入大量位错,使S'相的析出变得容易。所以正如图3(a)所显示的那样,预变形之后再人工时效的样品中在时效初期阶段便有S'相析出。图5是固溶处理后经2%预变形并在190℃,16h时效后的试样中观察到的S'相沿位错线析出的电镜照片。由此可以看到在均匀析出的 $\delta'$ 相的背底上,以一根单独的位错线为形核区,析出一组彼此平行、排列紧密的S'相。S'相为斜方晶系,晶格常数 $a=4.00\text{ \AA}$ , $b=9.23\text{ \AA}$ , $c=7.14\text{ \AA}$ <sup>[11]</sup>。晶格常数 $a$ 与面心立方的基体晶格常数几乎相等,但 $b$ 和 $c$ 则与基体晶格常数相差很大,因此S'相析出时沿 $b$ 轴方向的晶格畸变最大,所以沿 $b$ 方向存在最大的张应力场。另一方面,当析出物的最大张应力场方向与位错的柏氏矢量基本平行时可使彼此的应变能得到最大缓和<sup>[12]</sup>。因此,图5显示的一组S'相彼此平行地沿一根位错线的析出正是降低应变能的结果。

此外,上述的实验结果还表明,在一定的变形量范围内,随着变形量增加,析出的S'相密度增加;但变形量过大,析出的S'相反而变得不均匀,且密度降低。这种现象与变形产生的位错形貌有关。图6为固溶处理之后经不同程度冷变形的试样中位错形貌的电镜照片。由此可以看到,变形量较小时,位错密度较小,变形量为8%时,位错密度大且分布均匀。因此以这些均匀分布的位错为核心就形成

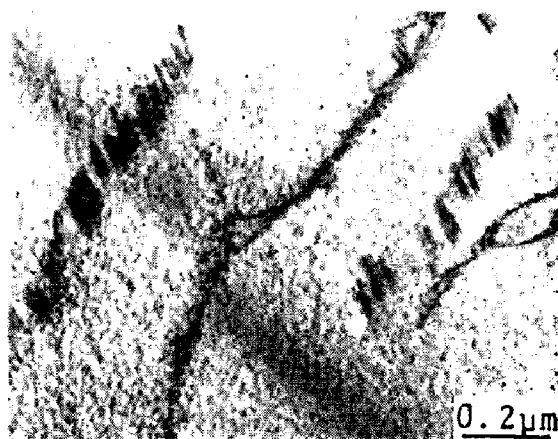


图5 S'相沿位错线的析出

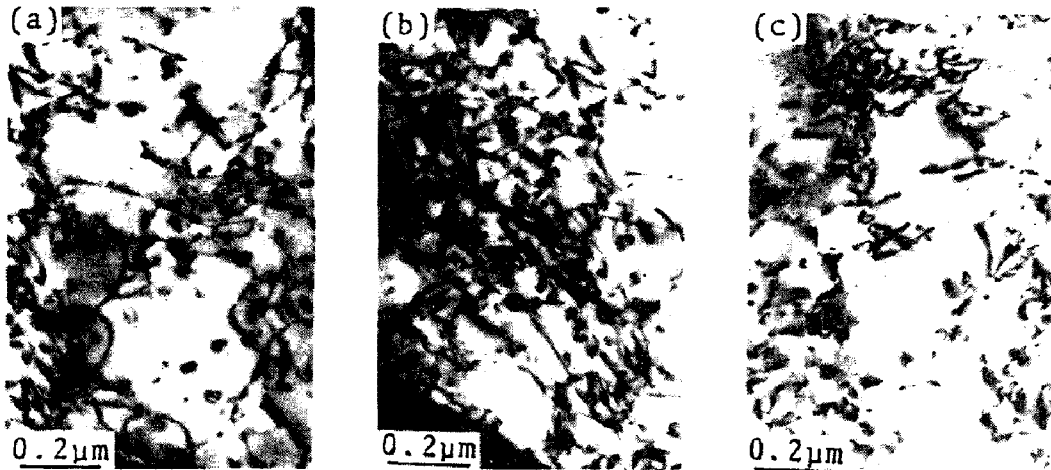


图6 预变形量对位错形貌的影响

(a)-预变形 2%; (b)-预变形 8%; (c)-预变形 15%

了大量均匀分布的 S'相。相反, 在变形量为 15% 时, 大量位错缠结在一起, 其中部分位错形成胞状结构, 使晶内位错分布的均匀性减少。此时 S'相沿位错胞壁或亚晶界析出, 因而使 S'相的析出变得不均匀, 析出量也相应减少。由此可知, 只有适量的预变形才可促进 S'相在整个晶内广泛均匀地析出。

#### 4 结论

(1) 在单级时效条件下, 8090 合金中 S'相的析出较缓慢, 在 190℃ 时效到峰值时才有少量 S'相沿晶界和亚晶界形核长大; 仅在过时效状态才有较多的 S'相在晶内析出;

(2) 人工时效前进行自然时效时, 由于被 Li 原子束缚的空位被释放出来形成位错环, S'相主要沿这些位错环形核长大并伴随位错环的吸收;

(3) 人工时效前的预变形在晶内引入大量位错而促进了 S'相的析出。在一定变形量范围内, 随着变形量增加, 析出的 S'相更加均

匀细密; 但超过一定变形量之后, 由于位错形成胞状结构, 反而使 S'相的分布密度和均匀性减少。

#### 参考文献

1. Enrique JL, Nicholas JG. *J. Mater. Sci.*, 1987, 22: 1521.
2. Lynch SP. *Mater. Sci. Eng.*, 1991, A136: 25.
3. 郑子樵, 堀茂德. *轻金属*, 1989, 39: 269.
4. Flower HM, Gregson PJ. *Mater. Sci. Technol.*, 1987, 3: 81.
5. 郑子樵, 张伟斌. *材料科学进展*, 1991, 5: 35.
6. Wilson RN, *J. Inst. Metals*, 1969, 97: 80.
7. Wilson RN, Moore DM, Forsyth PJE. *J. Inst. Metals*, 1967, 95: 177.
8. Ceresara S, Giarda A, Sanchez A. *Philos Mag.*, 1977, 35: 97.
9. 古城纪雄, 石原知, 张荻, 堀茂德. *轻金属*, 1986, 36: 744.
10. Alekseyev A A, Ber L S, Pavlenko S G. *Phys. Met. Metall.*, 1982, 53: 162.
11. Wilson RN, Partyidge PG. *Acta Metall.*, 1965, 13: 1321.
12. 幸田成康. *合金の析出*. 东京: 丸善株式会社, 1972, 117.