

2198 铝锂合金对时效温度敏感性及其析出行为

张赛飞¹, 曾卫东¹, 杨文华¹, 史春玲², 王浩军²

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 中航工业西安飞机工业(集团)有限责任公司, 陕西 西安 710089)

摘要: 通过拉伸测试和透射电镜分析, 研究了不同时效温度下 2198 铝锂合金组织和性能的变化。结果发现: 在峰时效之前的小温度区间内, 2198 铝锂合金对时效温度非常敏感, 经淬火变形后在 150~170 °C 下时效 14 h, 随温度的升高, 强化效果显著增加, 延伸率降低; 观察到的 2198 合金的析出相相主要是 δ' 、 θ' 、 β'/δ' 、 T_1 、 σ 相。不同时效温度下得到的析出相的种类和形貌不同, 160 °C 以下时效, 析出相以 δ' 、 θ' 、 β'/δ' 为主, 160 °C 以上, 以 T_1 、 σ 相的为主, 多种相复合强化。时效过程中析出相的种类和含量的变化是该合金力学性能对时效温度敏感的本质原因。

关键词: 铝锂合金; 2198 合金; 时效; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.2⁺1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)08-2024-05

新型铝锂合金不仅具有低密度、高弹性模量、高比强度和比模量的优点, 同时还兼具低疲劳裂纹扩展速率、较好的高温及低温性能等特点, 被认为是最理想的轻质结构材料。在航空航天领域甚至取代了常规 2xxx 系和 7xxx 系铝合金成为飞行器材料的首选^[1-3]。美国已用 2198-T8 铝锂合金取代 2219-T8 铝合金板材制造 Falcon 9 火箭的第一、二级整体燃料箱桶与整流罩部件并成功发射升空, 取代航天飞机向国际空间站运送物资^[4]。

2198 合金属于第 3 代 Al-Li-Cu 系时效强化合金, 添加有微量元素 Mg、Mn、Zn、Ag、Zr 等。中南大学郑子樵等对第 3 代铝锂合金合金化、微观组织演化、组织性能关系等进行了较为系统的研究^[5-8]; 西北工业大学陈铮等进行了铝锂合金中稀土元素的作用、强韧化机理、固态相变的计算机模拟、各向异性等方面的研究工作^[9-11]; 广西大学高英俊等从计算材料学的角度揭示了铝合金中多种析出相的强化作用^[12-16]。航空材料研究院袁志山等在铝锂合金固溶时效行为及组织性能方面也做了很多工作^[17,18]。总的来说, Al-Li-Cu 系合金的峰值强度对应的微观组织较为复杂, δ' 、 θ' 、 T_1 等多种析出相弥散分布。微量合金元素加入进一步增加了合金析出行为的复杂性, 但获得了更加优异的性能。然而, 2198 合金作为一种极具应用前景的合金, 目前关于其时效析出行为的研究未见公开报道。本工作研究了 2198 合金由 T3 态到 T8 态转变过程中的力学性能变化及其时效析出行为, 为确定该合金板材的最佳热处理工艺提供参考依据。

1 实验

实验所用 2198 铝锂合金板材由中航工业西安飞机工业(集团)有限责任公司提供, 原始状态为 T3 态, 合金化学成分如表 1 所示。板材经 510 °C, 保温 2 h 进行固溶处理, 室温水淬, 之后进行 3% 冷轧预变形, 以提高时效形核率、加快时效响应速度。根据工厂实际经验, 为定量研究 2198 铝锂合金对时效温度的敏感性, 设计以下时效制度: 在同一时效时间 14 h 下, 时效温度分别取 150、155、160、165、170、175 °C。

将不同温度下时效后的板材分别加工拉伸试样, 在 AG-250KNG 电子拉力试验机上进行拉伸试验, 名义拉伸速度 2 mm/min, 测试其力学性能; 透射电镜观察试样经打磨和双喷电解减薄制取, 电解溶液为 25% 硝酸和 75% 甲醇混合溶液(体积分数), 采用液氮冷却到 -20~-35 °C, 工作电压为 15~20 V, 电流控制在 80~95 mA, TEM 观察在 JEM-200CX 电镜上进行, 加速电压 120 kV。

2 结果与分析

图 1 所示为 2198 合金拉伸试样在不同温度下时效 14 h 后的拉伸性能与时效温度的关系曲线。由图 1a 所示, 2198 合金在不同温度下时效 14 h 时表现出明显的时效强化现象。在 150 °C 至 165 °C 时效时, 强度随着温度的增加迅速增大, 二者基本成线性关系。在 15 °C 温度范围内, σ_b 从 413 MPa 增大到 511 MPa, 增

收稿日期: 2014-08-11

基金项目: 教育部博士点基金项目(20116102110015)

作者简介: 张赛飞, 男, 1988 年生, 博士生, 西北工业大学, 陕西 西安 710072, E-mail: zhsaifei@mail.nwpu.edu.cn

加

表 1 2198 合金名义化学成分

Table 1 Chemical nominal compositions of 2198 alloy ($\omega/\%$)

Cu	Li	Mg	Ag	Zn	Mn	Zr	Si	Al
3.2	0.8~1.1	0.52	0.3	0.35	0.5	0.12	0.08	Bal.

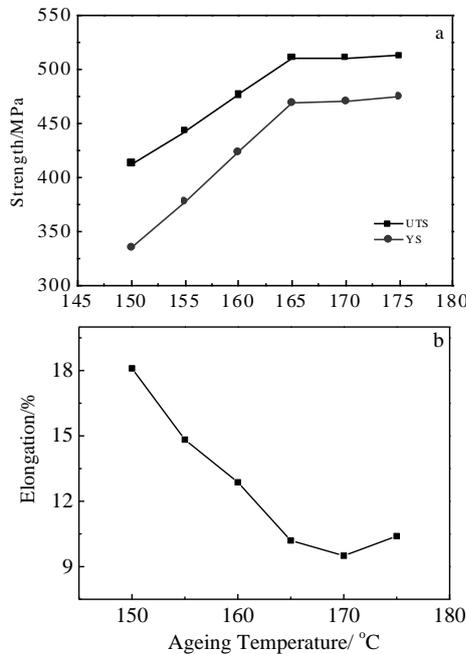


图 1 2198 合金试样在不同温度下时效 14 h 后拉伸性能
Fig.1 Tensile properties of 2198 alloy aged for 14 h at different temperatures: (a) tensile strength and (b) elongation

近 100 MPa, σ_s 从 335 MPa 增大到 469 MPa, 增加 134 MPa。170 °C 后的曲线基本趋于平稳; 图 1b 所示, 延伸率则随着温度的升高呈现下降的趋势, 延伸率则由 18% 下降至 10% 左右。由此看出, 该合金在达到峰时效之前的小温度区间内时效, 其力学性能对温度非常敏感, 加热温度变化 1 °C, 可能引起 10 MPa 左右的性能变化。

组织决定性能, 宏观性能的变化是微观组织变化的反映。对于铝锂合金, 时效过程中的析出强化是其主要强化机制, 析出相的数量、大小、形貌和分布会直接影响合金的力学性能。图 2 为 2198 合金淬火变形后 150 °C 下时效 14 h 的 TEM 显微组织形貌和电子衍射花样。由图 2a 可以看出, 150 °C 时效 14 h 时已有较多第二相脱溶析出, 析出相分布较为弥散。图 2b SAD 花样显示析出相主要是 δ' (Al_3Li) 相, θ' (Al_2Cu) 相和 $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ 相, 除基体相斑点外, 由 δ' 相产生的超点阵斑点强度最大 (如图 2b 中箭头 2、3 所示), θ' 相和 T_1 相产生衍射斑点和条带均较弱 (如图 2b 中箭

头 1、4、5、6 所示), 说明此时的强化相以 δ' 为主, θ' 和 T_1 均较为细小, 这一点从图 2a 的明场相中也得到证实。图 2c、2d 是采用选区电子衍射技术获取的球形 δ' 相的显微组织形貌明暗场相, 从图 2d 中还可以看到 δ' 相包覆在 $\beta'(\text{Al}_3\text{Zr})$ 外层形成的 β'/δ' 复合相^[19] (图 2d 中箭头所示)。

在铝锂合金中, Al_3Li 相主要以细小球状形貌存在、或者包裹在 Al_3Zr 外形成 β'/δ' 核壳结构复合相。R. Yoshimura 等人采用 HREM 技术观察到 Al_3Li 相分布在 $\theta'(\text{Al}_2\text{Cu})$ 相的边缘^[20], 形成 δ'/θ' 复合相。 δ' 与基体完全共格, 具有有序的 Li_2 点阵结构, 点阵常数差别很小 (δ' , $a=0.404\sim 0.4308$ nm, 基体 $a=0.404$ nm)。由于与基体错配度小, 再加上 δ' 相的表面能也很小 ($\sigma=0.014$ J/m²), 且 Li 与空位结合能较高等因素, 使 δ' 相易于形成, 从过饱和固溶体中析出非常快^[21]。由于位错可以切过 δ' 相, 因此认为 δ' 相的强化效果有限。高英俊等人^[12,16] 通过计算认为 δ' 相与基体之间的界面电子密度在较低的应力下保持连续, 使得 δ' 相与基体界面的结合较好, 起到界面增强的效果。 Al_3Zr 相是一种非常不稳定的析出相, 以至于其在固溶-淬火过程中就可以脱溶析出^[22]。 β' 相与 δ' 相一样, 也是 Li_2 型结构, 与基体的错配度很小, 但是位错不能切过, 以 β' 相为核心的 β'/δ' 复合相有助于提高强化效果。关于该复合相的形成机制, 文献[12]计算了 Al-Li-Zr 合金中的析出相与基体的界面原子成键强度和异相界面的界面能, 认为复合相 β'/δ' 的界面电子密度差较小, 且界面能最低, 使得 δ' 相容易在 β' 相上异质形核长大形成复合 β'/δ' 相。Al-Cu 亚稳相 θ' 在铝锂合金中普遍存在, 沿基体 $\{100\}$ 晶面以片状析出, 电镜下呈针状。对 Al-Cu 亚稳相的理论计算表面^[13-15], θ' 具有比基体更强的共价键络, 它的析出提升了合金的整体键络强度, 从价电子结构层次上揭示了 θ' 相对基体的强化作用。由于 150 °C 时效时的析出相种类较少, 主要是强化效果有限的 δ' 、 θ' 相以及尚未长大的 T_1 相, 因此这个阶段的合金强度处于较低水平, 而塑性较好。

图 3 为 2198 合金淬火变形后 160 °C 下时效 14 h 的 TEM 显微组织形貌和衍射花样。从图 3a 中可以看到, 160 °C 下时效 14 h 后的显微组织由多种脱溶相弥散析出, δ' 和 $\theta'(\text{Al}_2\text{Cu})$ 相的数量有所减少, 取而代之的是, 出现了密度较高的 $T_1(\text{Al}_2\text{CuLi})$ 相和细小立方相 $\sigma(\text{Al}_5\text{Cu}_6\text{Mg}_2)$, β'/δ' 复合相仍然有被观察到。图 3b 显示了沿 $[110]$ 晶带轴方向的 T_1 相明场形貌, 图 3c 为对应图 3b 的选区电子衍射花样, 显示出强度较大的 T_1 相特征 (图中箭头所指的衍射斑点和条带), 显著的 T_1 相衍射花样特征证实了 2198 合金淬火变形后 160 °C

下时效 14 h 后合金组织中大量 T_1 相的存在。

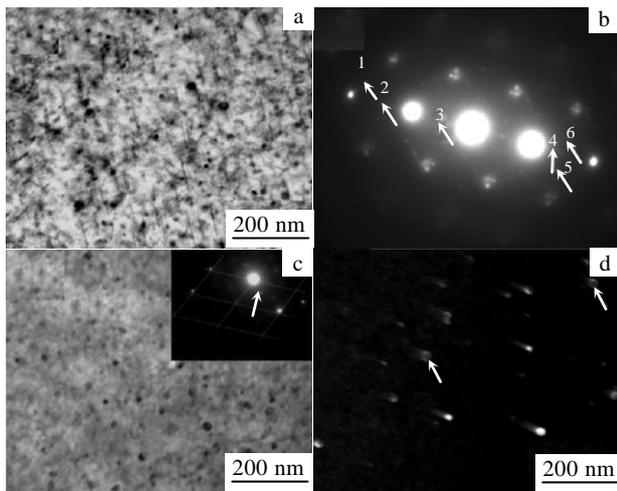


图 2 2198 合金淬火变形后在 150 °C 下时效 14 h 的明场像、SAD 衍射花样(晶带轴[110])，明场像及相应的 SAD 衍射花样(晶带轴[122])与 δ' 暗场像

Fig.2 Microstructure of 2198 alloy aged for 14 h at 150 °C: (a) general bright field image, (b) SAD pattern with [110] matrix zone axis, (c) bright field image and SAD pattern with [122] matrix zone axis (insert), and (d) dark field image of δ'

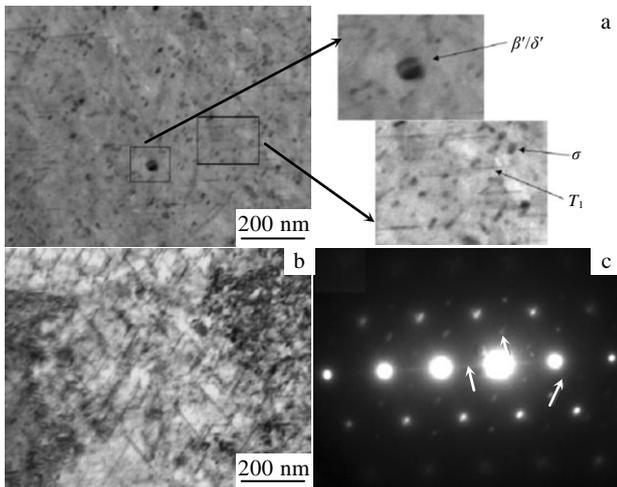


图 3 2198 合金淬火变形后在 160 °C 下时效 14 h 的多种脱溶相的明场相、 T_1 相明场像选区电子衍射花样、晶带轴方向[110]

Fig.3 Microstructure of 2198 alloy aged for 14 h at 160 °C: (a) general bright field showing dispersed precipitates, (b) variants of T_1 using bright field, and (c) SAD pattern

with [110] matrix zone axis

图 4 所示为 2198 合金淬火变形后在 170 °C 下时效 14 h 的显微组织形貌。图 4a 显示了此时 2 种不同截面形态的 σ 相：方形和平行四边形，同时与 2198 合金淬火变形后在 160 °C 下时效 14 h 相比， σ 相有较大幅度的长大。图 4b 中的衍射花样呈现多重斑点，且亮度较高，由此判断此时析出相种类多，尺寸较大。 T_1 相产生的衍射斑点清晰可见，同时可以观察到由 θ' (Al_2Cu)相产生的衍射条带(菱形短轴方向，亮度较弱，此时 θ' 相含量较少)。图 4c 的暗场像显示了大量均匀弥散分布的 T_1 相形貌，同时，图 4b 中的明场相中还显示，此时存在的数量不多、零散分布的球形 δ' 相，此时的体积较大。另外需要说明的是，在该温度下的现场 TEM 观察过程中，大部分视场(明场)都呈现出类似与图 4b 所示形貌，图 4a 所示的显微形貌仅在个别视场出现。

在 160 和 170 °C 时效(如图 3、图 4 所示)，强化相种类明显增多，总体积分数增加。主要的强化相是 $T_1(Al_2CuLi)$ 和立方相 $\sigma(Al_5Cu_6Mg_2)$ ，而 δ' 相和 θ' 相仍然存在，但数量大幅减少。

T_1 相被认为是 Al-Cu-Li 系合金中最主要的强化相，其强化作用最强。时效前的预变形对 T_1 相的脱溶析出具有很大影响，W. A. Cassada 等人^[23]的研究认为预变形增加了合金内部晶体缺陷，为 T_1 相的形核提供了优越的位置，提高了 T_1 相的分布密度，使合金峰值时效强度提高 20%~25%，同时，到达峰值强度的时间

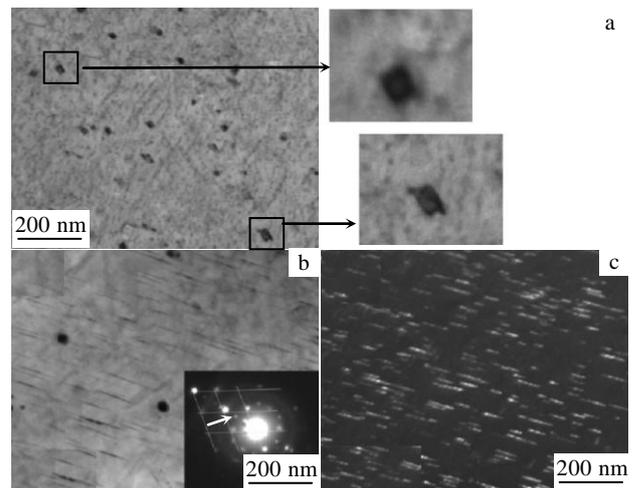


图 4 2198 合金在 170 °C 下时效 14 h 的两种不同形态的 σ 相、明场像及相应 SAD 衍射花样(晶带轴[110])、暗场像

Fig.4 Microstructure of the 2198 alloy (100) aged for 14 h at 170 °C: (a) two different morphology of σ phase, (b) bright field image and the SAD pattern with [110] matrix zone axis, (c) dark field image

[110]matrix zone axis (insert), and (c) dark field image

比未变形条件下缩短 4~5 倍。J. F. Nie 等人^[24]也通过数学建模证实, 在同等体积分数和密度条件下, 与球形相相比, 片状相的强化效果要强 1~3 个数量级, 与沿{100}晶面析出的片状相相比, 沿{111}晶面析出的片状脱溶相强化效果更强, 且强化效果随片状相的长宽比增大而增大。另外, 合金中添加元素 Mg 和 Ag 能够促进 T_1 相的均匀、弥散析出, 而 θ' 相和 δ' 相析出则受到抑制^[25,26]。

对于立方相 σ ($\text{Al}_5\text{Cu}_6\text{Mg}_2$), 其形核机制目前尚无定论, 一般认为, σ 相的形核与 Si 元素有关, 微量聚集的 Si 原子是 σ 相的形核质点^[27]。但也有文献证明在不含 Si 元素的合金中也观察到了 σ 相。由于 σ 相中合金元素 Cu 含量较高, σ 相的形核和长大必然以 θ' 相的减少为代价。关于 σ 相对铝锂合金基体的强化机制和强化效果, 文献鲜有报道。S. C. Barr 等人^[28]研究发现, 在较高温度长时间时效时, σ 相具有较高的抗粗化和分解能力, 这对提高铝合金使用温度有利。李红英等人^[29]在研究一种新研制的 Al-Cu-Li 系合金时, 认为 σ 相对该合金的强化作用优于 θ' 相。 σ 相的强化作用虽然没有 T_1 相显著, 但是也不容小视。

综上所述, 在时效过程中, 随着时效温度的升高, 析出相种类不断增多, 析出相总的体积分数增加。同时, 强化效果较强的 T_1 相和 σ 相大量形核、长大, 而强化效果较弱的 δ' 相和 θ' 相则相应减少, 最终使合金强度的得到大幅提高。力学性能的数据证实了这一结论。

3 结 论

1) 2198 合金在峰时效之前的温度区间内对时效温度非常敏感。在 150~165 °C 时效 14 h, 在 15 °C 范围内, σ_b 从 413 MPa 增大到 511 MPa, σ_s 从 335 MPa 增大到 469 MPa。170 °C~175 °C 温度区间时效 14 h, 强度基本保持不变。延伸率随着温度的升高呈现下降的趋势, 由 18% 下降至 10% 左右。

2) 2198 合金的主要强化相是 δ' 、 θ' 、 β'/δ' 、 T_1 、 σ 相。160 °C 以下时效, 合金以 δ' 、 θ' 、 β'/δ' 强化为主, 160 °C 以上, 以 T_1 、 σ 相的强化为主。时效过程中析出相的种类和含量的变化是该合金力学性能对时效温度敏感的本质原因。另外, 应该指出的是, 峰时效阶段的高强度是多种相弥散分布、共同强化的结果。

参考文献 References

[1] Zhang Ziqiao(郑子樵), Zhang Weibin(张伟斌), Cui Qi(崔 祺). *Metal Materials and Engineering*(材料科学与工程)[J], 1990,

8(2): 20

- [2] Williams J C, Starke Jr. E A. *Acta Mater*[J], 2003, 51: 5775
- [3] Lequeu P *et al. Advanced Mater & Processes*[J], 2008(2): 47
- [4] Wang Zhutang(王祝堂). *Light Alloy Fabrication Technology* (轻合金加工技术)[J], 2012, 40(6): 15
- [5] Zheng Ziqiao(郑子樵), Li Jinfeng(李劲风), Chen Zhiguo(陈志国) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2011 (10): 2337
- [6] Huang B P, Zheng Z Q. *Acta Mater*[J], 1998, 46(12): 4381
- [7] Zhong Shen(钟 申), Zheng Ziqiao(郑子樵), Liao Zhongquan(廖忠全) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2011, 21(3): 546
- [8] Li Jinfeng(李劲风), Zheng Ziqiao(郑子樵), Chen Yonglai(陈永来) *et al. Aerospace Materials & Technology*(宇航材料工艺)[J], 2012(1): 13
- [9] Liu B, Chen Z, Wang Y *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2001, 313(1-2): 69
- [10] Chen Zheng(陈 铮), Wang Yongxin(王永欣), Xu Lei(徐 磊). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 1997, 7 (1): 56
- [11] Li Xiaoling(李晓玲), Liu Bing(刘 兵), Chen Zheng(陈 铮) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2002, 31(2): 110
- [12] Gao Yingjun(高英俊), Wen Chunli(文春丽), Mo Qifeng(莫其逢) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2011, 21(9): 2202
- [13] Zhong Xiaping(钟夏平), Gao Yingjun(高英俊), Liu Hui(刘慧). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2004, 14(1): 55
- [14] Gao Yingjun(高英俊), Zhong Xiaping(钟夏平), Liu Hui(刘慧) *et al. Rare Metals*(稀有金属)[J], 2003, 27(6): 845
- [15] Huang Chuanggao(黄创高), Wen Chunli(文春丽), Wei Na(韦娜) *et al. Nonferrous Metal*(有色金属)[J], 2010, 2: 1
- [16] Gao Yingjun(高英俊), Huang Chuanggao(黄创高), Mo Qifeng(莫其逢) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2005, 15(7): 1069
- [17] Yuan Zhishan(袁志山), Lu Zheng(陆 政), Xie Youhua(谢优华) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2006, 16(12): 2027
- [18] Yuan Zhishan(袁志山), Lu Zheng(陆 政), Xie Youhua(谢优华) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(3): 493
- [19] Gayle F W, Vander Sande J B. *Scr Metall*[J], 1984(18):473
- [20] Yoshimura R, Konno T J, Abe E *et al. Acta Mater*[J], 2003, 51: 4251

- [21] Wei B C, Chen C Q, Huang Z *et al.* *Mater Sci Eng A* [J], 2000, 280A: 161
- [22] Kumar K S, A Brown S, Pickens J R. *Acta Mater*[J], 1996, 44(5): 1899
- [23] Cassada W A, Shiflet G J, Starke E A. *Metall Trans A*[J], 1991, 22A: 299
- [24] Nie J F, Muddle B C. *J Phase Equilib*[J], 1998, 19(6): 543
- [25] Murayama M, Hono K. *Scripta Mater*[J], 2001, 44: 701
- [26] Wei Xiuyu(魏修宇), Zheng Ziqiao(郑子樵), Pan Zhengrong(潘峥嵘) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(11): 1996
- [27] Barlow I C, Rainforth W M, Jones H. *J Mater Sci*[J], 2000, 35(6): 1413
- [28] Barr S C, Rylands L M, Jones H. *Mater Sci Technol*[J], 1997, 13(8): 655
- [29] Li Hongying(李红英), Sun Yuan(孙远), Wang Xiaofeng(王晓峰) *et al.* *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2008, 12: 41

Sensitivity of 2198 Al-Li Alloy to Aging Temperature and Its Precipitation Behavior

Zhang Saifei¹, Zeng Weidong¹, Yang Wenhua¹, Shi Chunling², Wang Haojun²

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Xi'an Aircraft Industry (Group) Company Ltd, Aviation Industry Corporation of China, Xi'an 710089, China)

Abstract: The effect of aging temperature on the microstructure and tensile properties of 2198 Al-Li alloy were investigated by tensile test and TEM. The results show a great dependence of tensile properties on aging temperature in a narrow temperature region before peak aging. When the temperature (150 °C~170 °C /14 h) increases, the tensile strength rises dramatically; meanwhile the tensile elongation decreases. The main precipitates detected in 2198 alloy are δ' , θ' , β'/δ' , T_1 and σ phase. The combination and morphology of precipitates vary with different aging temperatures; the main precipitates are δ' , θ' , β'/δ' when aging below 160 °C, while above 160 °C, T_1 and σ phases come out in large numbers, and become the dominating strengthening phases gradually. It is concluded that the sensitivity of 2198 Al-Li alloy to aging temperature is essentially attributed to the variety and amount of precipitates.

Key words: aluminum lithium alloy; 2198 alloy; aging; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Zeng Weidong, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88494298, E-mail: zengwd@nwpu.edu.cn