Vol.45, No.2 February 2016

预变形对新型铝锂合金组织和性能的影响

李华冠¹,胡玉冰¹,凌 娟¹,孙中刚²,刘红兵²,郑兴伟²,陶 杰¹

- (1. 南京航空航天大学, 江苏 南京 211106)
- (2. 上海飞机制造有限公司,上海 200436)

摘 要:为了进一步提高新型铝锂合金的强度及断裂韧性,探索了预变形+人工时效对该合金组织和性能的影响。采用拉伸试验、撕裂试验测试材料性能并主要通过透射电镜探索其相析出行为。结果表明,塑性变形导致大量 T1 相均匀弥散的析出在基体内,使材料获得了更为优异的强度和韧性;同时,预变形有效避免了 PFZ 的形成与宽化。合金在经过 4.5% 预变形+145 \mathbb{C} , 35 h 时效可获得最优的材料性能,实现了更好的强度与韧性匹配。

关键词: 铝锂合金; 预变形; 时效; 断裂韧性; 相析出行为

中图法分类号: TG146.2; TG389⁺1

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)02-0465-05

铝锂合金作为一种特殊的铝合金材料,具有低密度、高强度、高模量以及优异的抗腐蚀性能,是航空航天领域最具潜力的新型金属材料^[1-3]。但与传统铝合金相比,其塑性和断裂韧性较差,各向异性明显,长时间在 65~135 ℃环境下暴露后,合金的韧性变差,这些性能的不足严重妨碍了铝锂合金在航空工业中的实际应用^[4]。

航空领域的损伤容限设计方法^[5]不仅要求材料有良好的静力学性能,更需要具备较高的塑性、断裂韧度和优异的疲劳性能^[6]。时效强化是铝锂合金实现材料强化、改善塑韧性的最关键手段,包括单、多级人工时效及预变形+人工时效等。较单、多级时效而言,对固溶、淬火后的铝锂合金进行预变形处理,可增大位错密度或形成位错缠结,促进强化相的非均匀形核,在实现材料强化的同时,更好地改善材料的塑性及断裂韧性^[7]。作为一种新型 Al-Cu-Li 合金,该铝锂合金在成分设计上显著提高了 Cu/Li 元素比例,与其它铝锂合金相比,具有不同的相析出序列和增强机制;探索该新型铝锂合金的预变形+人工时效处理(形变热处理)工艺及其相析出行为与合金强韧化之间的协调关系具有重要意义。

此外,对于航空航天重点关注的损伤容限型合金板料而言,其断裂韧性一般以平面应变断裂韧性 $K_{\rm IC}$ 值作为主要衡量指标。而对于薄板的 $K_{\rm IC}$ 值测试,国内外目前研究和报道的测试方法有 J 积分法 [8.9]、缺口拉伸法 [10] 和撕裂试验法 [11,12]等。 J 积分法的加载条件苛刻,测试选点困难,计算量大且对厚度的减小量有限;而缺口拉

伸法无法得到对应的线性关系,且无法实现小试样测试;只有撕裂试验法,对裂纹扩展的性质较为敏感,与 K_{IC} 之间存在很好的线性关系且试验简单、试样尺寸小,愈加受到国内外学者的关注。本研究采用撕裂试验法评价新型铝锂合金薄板的断裂韧性,探索该方法对高强铝锂合金的适用性,并实现该合金断裂韧性的有效评价。

1 实验

选用的试验材料为 T8 态新型铝锂合金薄板(厚度 2.1 mm), 其合金成分见表 1 所示。

采用 KU-15-06-A 型空气循环箱式炉对新型铝锂合金进行 525 ℃,30 min 固溶处理,控温精度和温度均匀性均保持在±1 ℃以内; 使用 DHG-9623A 恒温鼓风干燥箱对其进行时效处理,不能及时进行时效处理时,试样需放置在-20 ℃环境下储存。

根据标准 ASTM E8/E 8M-08 进行该铝锂合金的拉伸试验,试验加载速度为 2 mm/min。并采用 ASTM B 871-2001 标准进行该合金的撕裂试验,试验加载速度均为 2 mm/min,试样尺寸及典型应力-变形曲线如

表 1 新型铝锂合金成分

Table 1 Chemical composition of the novel aluminum-lithium alloy $(\omega/\%)$

I	Li	Cu	Mg	Ag	Zr	Mn	Zn	Al
0	.7	3.7	0.7	0.34	0.11	0.29	0.32	Bal.

收稿日期: 2015-03-14

基金项目: 国家商用飞机制造工程技术研究中心创新基金(SAMC13-JS-15-032); 中央高校基本科研业务费专项资金(NZ2013307)

作者简介: 李华冠, 男, 1989 年生, 博士生, 南京航空航天大学, 江苏 南京 211106, 电话: 025-52112911, E-mail: lihuaguan@nuaa.edu.cn

图 1 所示。对于撕裂试验,随着施加的应力不断增长至最大应力时,裂纹产生并开始扩展,直至失稳破坏。撕裂试验中可获取材料的撕裂强度($T_{\rm S}$)、单位起裂能($E_{\rm UI}$)和单位扩展能($E_{\rm UP}$)等参数,其相关计算公式如下:

$$T_{\rm S} = \frac{P}{A} + \frac{MC}{I} = \frac{P}{bt} + \frac{3P}{bt} = \frac{4P}{bt} \text{ (MPa)}$$
 (1)

其中, T_S 为撕裂强度;P 为最大外加载荷;b 为试样 缺口处最小宽度;t 为试样厚度;A 为试样有效截面积; M 为惯性矩;C 为转动半径;I 为转动惯量。

$$E_{\text{UI}} = \frac{E_{\text{I}}}{A} = \frac{E_{\text{I}}}{ht} \text{ (N/m)}$$

其中, E_{UI} 表示单位起裂能; E_{I} 为起裂能,即载荷-位移曲线上裂纹扩展前的面积。

$$E_{\rm UP} = \frac{E_{\rm P}}{A} = \frac{E_{\rm P}}{ht} \, \left(\text{N/m} \right) \tag{3}$$

其中, E_{UP} 表示单位扩展能; E_P 为扩展能,即载荷-位移曲线上裂纹扩展后的面积。

在以上参数中,计算获得的撕裂强度与拉伸试验中获取的屈服强度的比值(T_{YR})和单位扩展能(E_{UP})都可对平面应变断裂韧性(K_{IC})表征。其中, E_{UP} 通过公式换算得到的条件断裂韧性值称为 K_{a} 值[13]:

$$K_{\rm q}^2 = aE_{\rm UP} + b$$
 (4)
其中, a 、 b 为与材料无关的常数。

此外,本实验主要采用透射电子显微镜(TEM)对试样进行微观组织分析。首先采用化学腐蚀法将该铝锂合金试样减薄至 100 µm; 再通过双喷减薄法制备试样,减薄液选用 25%的硝酸甲醇溶液; 最后,采用FEI-TECNAI G²型透射电子显微镜进行观察和分析。

2 结果与讨论

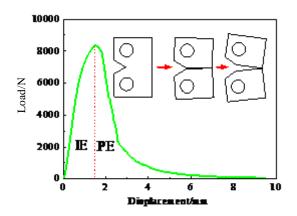


图 1 撕裂过程对应的典型应力-变形曲线

Fig.1 Typical load-displacement curve of tear test

2.1 拉伸性能

由图 2a 可知,新型铝锂合金经过预变形+人工时 效后, 其抗拉强度和屈服强度有明显提高, 表明预变 形行为显著加快了该合金的时效响应速度。同时,随 着预变形量的增加,材料弹性模量基本保持不变,断 后延伸率随之降低,如图 2b 所示。未预变形时,经过 145 ℃, 35 h 后处于欠时效阶段, 其断后延伸率为 20.98%; 在经过 1.5%预变形+145 ℃, 35 h 人工时效 后,其断后延伸率迅速下降至12.94%;但随着预变形 量的继续增加,其断后延伸率下降相对缓慢,经过 4.5% 预变形后,依然可以达到 11.24%;但预变形量增 加至 5.5%时, 塑性显著下降。总体而言, 该新型铝锂 合金经过预变形后,其时效响应速度显著加快,强度 提高明显,塑性下降。合金经过4.5%预变形+145℃, 35 h 达到峰值时效后,其抗拉强度为 555.88 MPa,断 后延伸率为11.24%; 较未经过预变形的单级峰值时效 (结果见表 2 所示),获得了更好的强塑性匹配。

2.2 断裂韧性

随着预变形量的增加,新型铝锂合金的 T_{YR} 值和 K_q 值均随之呈显著下降趋势,如图 3 所示。两者分别 作为对断裂韧性的定性和定量衡量指标,其结果表明,

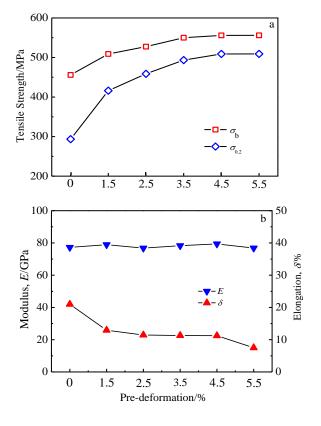


图 2 预变形量对拉伸性能的影响

Fig.2 Effect of pre-deformation on tensile properties of alloy:

(a) tensile strength and (b) modulus and elongation

表 2 合金不同时效工艺处理后的性能参数

Table 2 Properties of the alloy after different aging treatments

-	Aging treatments	Tensile strength /MPa	Yield strength /MPa	Elongation /%	$K_{\rm q}$ /MPa m ^{1/2}
	145 ℃, 50 h	535.19	441.98	9.50	37.42
	4.5% + 145 °C, 35 h	555.88	508.99	11.24	51.09

随着预变形量的增加,合金的断裂韧性随之降低。

同时, $K_{\rm IC}$ 的变化规律与 $T_{\rm YR}$ 值一致,也进一步验证了撕裂试验评价断裂韧性的可行性。但相比而言,该合金经过预变形+人工时效达到峰值强度时,其 $K_{\rm q}$ 值一直保持在较高水平;在经过4.5%预变形+145°C,35 h 人工时效后,其 $K_{\rm q}$ 值达到了51.09 MPa m $^{1/2}$,较未经过预变形的单级、多级时效并达到峰值强度的试样而言,断裂韧性大幅提高。

该新型铝锂合金撕裂扩展区的断口形貌如图 4 所示。其中图 4a 为经过 145 ℃, 50 h 单级时效达到峰值强度时的形貌特征,其扩展区具有明显的撕裂棱,解理特征显著,并可在垂直于撕裂方向看到横向裂纹;而经过 4.5% 预变形+145 ℃, 35 h 达到峰值时效后,其扩展区除了撕裂棱以外,解理特征不明显,均为密

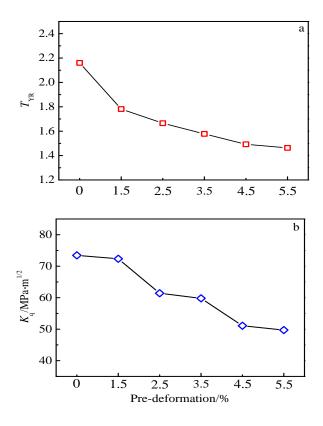


图 3 合金预变形量对断裂韧性的影响

Fig.3 Effect of pre-deformation on toughness of the alloy: (a) $T_{\rm YR}$ and (b) $K_{\rm q}$

集的韧窝且不再有横向裂纹出现,如图 4b 所示。故该形貌与图 3 的测试结果相一致,均说明预变形+人工时效可在提高该合金强度的同时,有效改善塑韧性。

2.3 相析出行为

新型铝锂合金经过 145 \mathbb{C} , 35 h 时效后的 TEM 形貌如图 5 所示。由试样的亚晶形貌可以发现,合金晶粒较为均匀,呈等轴趋势如图;其主要析出相为 δ '相 $^{[14,15]}$ 和尺寸较小的 T_1 相 $^{[16,17]}$,皆呈现均匀弥散分布;经过 145 \mathbb{C} , 35 h 的欠时效工艺后,合金形成了宽度为 85 nm 的无沉淀相析出带(PFZ)。

合金经过 4.5% 预变形 +145 °C , 35 h 人工时效后,其亚晶形貌与未预变形的试样基本一致,晶粒均匀并呈现等轴趋势;但主要析出相为 T_1 相,并较未预变形的试样,尺寸有显著增大,少量 δ '相依然存在,但数量显著减少,分别如图 6a 、6b 所示。经过预变形 + 人工时效后的试样,最为典型的 TEM 形貌如图 6c 所示,除了 T_1 相的均匀弥散析出,试样的变形特征显著;此外,经过 4.5% 预变形 +145 °C , 35 h 人工时效后,新型铝锂合金预变形后的晶界附近密布着析出的 T_1 相,无 PFZ 现象出现,说明该合金的预变形行为对于时效过程晶界无沉淀带的产生和宽化有非常好的抑制作用。

该合金在 145 ℃时效 35 h 后,还处于欠时效状态, T_1 相是以消耗 δ '相的方式进行生长,故 δ '相和 T_1

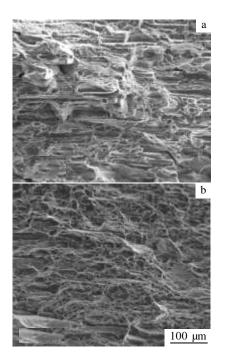


图 4 合金撕裂扩展区形貌

Fig.4 Morphology of propagation region of the alloy: (a) 145 $^{\circ}$ C, 50 h and (b) 4.5% pre-deformation + 145 $^{\circ}$ C, 35 h aging

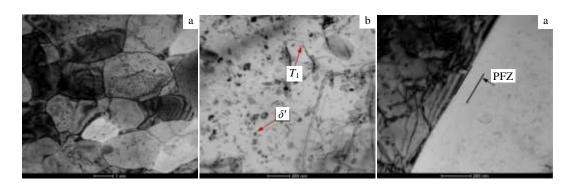


图 5 合金 145 ℃, 35 h 处理后的 TEM 形貌

Fig. 5 TEM images of the alloy aged at 145 °C, 35 h: (a) sub-boundary, (b) precipitated phase, and (c) PFZ

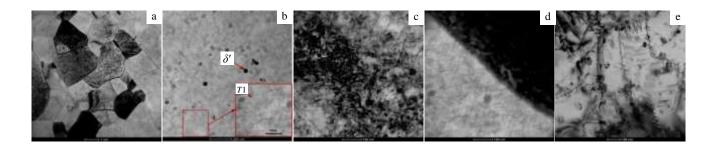


图 6 合金 4.5% 预变形+145 ℃, 35 h 人工时效后的 TEM 形貌

Fig.6 TEM images of the alloy after 4.5% pre-deformation + 145 °C, 35 h aging treatment: (a) sub-boundary, (b) precipitated phase, (c) the typical morphology after the pre-deformation, (d) grain boundary, and (e) the precipitation morphology around the defects

相都作为主要增强相存在于基体中,且 T_1 相尺寸较小。而在时效前的预变形在基体引入大量位错,显著影响随后时效过程主要强化相的种类、尺寸和体积分数及主要强化相竞争析出动力学。

针对于析出相在位错处形核的形核率,可采用公式(5)^[18]进行描述。

$$\alpha = \Delta G_{\nu} \mu b^2 / 2\pi^2 \sigma^2 \tag{5}$$

其中, α 为无量纲参数, α 越大,位错对析出相形核的促进作用就越大。 ΔG_v 为体积自由能的变化, μ 为剪切模量,b为布拉格矢量, σ 为形成一个新的界面所需的界面能。即 ΔG_v 越大, σ 越小,导致 α 值越大,位错对第二相形核促进作用的有效性也就越高。在铝基体中(111) α /[112] α 取向的 T_1 相,其剪切应变能较高,且 T_1 相的剪切应变位于铝基体位错柏式矢量所在的平面(111) α 上。故 T_1 相由于较大的体积自由能变化 ΔG_v 及{111}的剪切应变能促使其在基体位错处优先形核。

在 4.5% 预变形+145 °C , 35 h 人工时效后,预变形产生的大量位错为该铝锂合金的 T_1 相非均匀形核提供了有利位置,促进 T_1 相在缺陷处密集析出(如图 6e),且数量显著增加,密集分布在基体中;且由于预

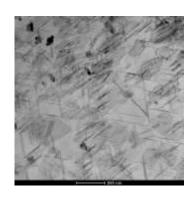


图 7 合金 145 ℃, 50 h 人工时效后的相析出形貌 Fig.7 Precipitation morphology of the alloy aged at 145 ℃, 50 h

变形提供的时效动力学作用, T_1 相尺寸有一定程度的增大,对合金起到了较为突出的强化作用。然而,虽然在同样的时效制度下,预变形行为可促进 T_1 相的形核与长大,但在 4.5% 预变形+145 \mathbb{C} ,35 h 达到峰值时效时, T_1 相的直径约为 80~90 nm;而单纯采用单级时效达到峰值强度时(145 \mathbb{C} ,50 h) ,其 T_1 相的直径超过 150 nm,如图 7 所示。这也说明大量位错的引入,为 T_1 相非均匀形核的有利位置,并降低了析出相粒子

间距,使析出相长大所能获得的溶质原子扩散区变小,使材料在达到峰值强度时析出相平均尺寸减小。这也是该新型铝锂合金经过预变形+人工时效工艺后,较单级时效达到更高强度的同时,获得塑性、韧性优化的主要原因。

3 结 论

- 1) 采用预变形+人工时效工艺对新型铝锂合金的强韧化效果十分显著,较单级、多级时效而言,实现了更好的强度与塑性匹配并显著改善断裂韧性。该合金在经过 4.5% 预变形+145 ℃,35 h 可获得最优的材料性能。
- 2) 预变形增加了基体的位错密度,使新型铝锂合金的时效响应速度显著提高,促进了 T_1 相的均匀和弥散析出,并有效避免了 PFZ 的形成与宽化。
- 3) 较单级峰值时效工艺,预变形+人工时效达到峰值强度时, δ '相较少, T_1 相成为主要析出相,且更为密集的析出并均匀分布在基体内,直径约 80~90 nm,细化作用显著。

参考文献 References

- [1] Gurao N P, Adesola A O, Odeshi A G et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2013, 578: 183
- [2] Bois-Brochu A, Blais C, Goma F A T et al. Materials Science and Engineering: A[J], 2014, 597: 62
- [3] Wang T, L Z, Fu S H et al. Advanced Materials Research[J], 2013, 709: 143
- [4] Dursun T, Soutis C. Materials & Design[J], 2014, 56: 862
- [5] Carta F, Pirondi A. Fracture and Structural Integrity[J], 2011, 16: 34

- [6] Ritchie R O. Nature Materials [J], 2011, 10: 817
- [7] 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
- [8] Jeolmir M D S, Huberto N Y, Fabiano M P et al. Polymer Testing[J], 2012, 31: 834
- [9] Budzakoska E, Carr D G, Stathers P A et al, Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures[J], 2007, 30(9): 796
- [10] Pirondi A, Fersini D. Engineering Fracture Mechanics[J], 2009, 76(1): 88
- [11] Steglich D, Wafai H, Besson J. Engineering Fracture Mechanics[J], 2010, 77(17): 3501
- [12] Morgeneyer T F, Besson J, Proudhon H et al. Acta Materialia[J], 2009, 57(13): 3902
- [13] Khanbareh H, Wu X. Journal of Materials Science[J], 2012, 47(17): 6246
- [14] 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], 2011, 40(3): 443
- [15] Ahmadi S, Arabi H, Shokuhfar A. Journal of Materials Science & Technology[J], 2010, 26(12): 1078
- [16] Yuan Zhishan (袁志山), Wu Xiuliang (吴秀亮), Lu Zheng (陆 政) et al. Rare Metal Materials and Engineering (稀有金属材料与工程) [J], 2007, 37(11): 1898
- [17] Terrones L A H, Monteiro S N. *Materials Characterization*[J], 2007, 58(2): 156
- [18] 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

Effect of Pre-deformation on Microstructure and Properties of a Novel Aluminum-lithium Alloy

Li Huaguan¹, Hu Yubing¹, Ling Juan¹, Sun Zhonggang², Liu Hongbing², Zheng Xingwei², Tao Jie¹

- (1. Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 211106, China)
- (2. Shanghai Aircraft Manufacturing Company Limited, Shanghai 200436, China)

Abstract: The effect of pre-deformation + artificial aging on microstructure and properties of a novel aluminum-lithium alloy was investigated to achieve the superior combination of strength and toughness. The mechanical properties were evaluated by tensile and tear test, and the precipitation behavior was primarily characterized by TEM. The results indicate that the samples after a pre-deformation + artificial aging possess preferable strength and toughness, owing to the precipitation of well-dispersed T1 (Al₂CuLi) phases promoted by the plastic deformation. The formation and coarsening of PFZ are also effectively avoided in the condition. The better combination of strength and toughness could be obtained with the route of 4.5% pre-deformation + 145 $\,^{\circ}$ C, 35 h aging.

Key words: aluminum-lithium alloy; pre-deformation; aging treatment; toughness; precipitation behavior

Corresponding author: Tao Jie, Professor, Nanjing University of Aeronautics and Astronautics, Nanjing 211106, P. R. China, Tel: 0086-25-52112911, E-mail: taojie@nuaa.edu.cn