

喷射沉积 2195 铝锂合金轧制板材晶粒组织及性能控制研究

唐建国¹, 刘添乐¹, 李睿¹, 马云龙^{1,2}, 李劲风¹

(1. 中南大学, 湖南 长沙 410083)

(2. 北京宇航系统工程研究所, 北京 100076)

摘要: 研究了喷射沉积制备 2195 铝锂合金锭坯挤压板坯经不同终轧温度热轧至 6 mm 厚度板材, 以及经不同中间退火后再冷轧至 6 mm 厚度板材固溶后的晶粒组织。结果表明, 终轧温度 290 °C 时, 热轧板固溶后表层为粗大再结晶晶粒, 而中心层为细长纤维状晶粒; 终轧温度降低至 220 °C 时, 虽然表层再结晶晶粒尺寸减小, 但中心层转变为尺寸粗大的长条状再结晶晶粒。板材中尺寸 1 μm 以上的富 Cu 第二相粒子数量随中间退火(空冷)温度的增加(从 330 °C 提高至 450 °C)而增加; 冷轧固溶后表层等轴状再结晶晶粒尺寸增加, 而中心层晶粒逐渐由粗大长条状再结晶晶粒转变为细小等轴状再结晶晶粒。适当温度中间退火、随炉冷却并冷轧、固溶后表层和中心层全部为细小等轴状再结晶晶粒。优化中间退火后的冷轧板材 T8 时效态强度最高, 而终轧温度 220 °C 的热轧板材 T8 时效态强度最低。

关键词: 铝锂合金; 喷射沉积; 晶粒组织; 拉伸性能

中图法分类号: TG146.21

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)04-1337-08

铝锂合金具有低密度、高强度、低疲劳裂纹扩展速率和较好耐腐蚀性能等优点^[1,2], 已在航空航天领域获得广泛的应用。如 2195 铝锂合金板材成功应用于航天飞机的外挂低温燃料贮箱^[1], 2099 铝锂合金挤压型材应用于 A380 飞机的地板横梁、机翼纵梁和座位导轨等部件^[3]。

目前, 铝锂合金主要采用熔铸法生产铸锭, 再进行后续轧制、挤压等塑性变形加工。然而, 熔铸法生产铝锂合金锭坯容易出现成分不均匀、产生大量非平衡第二相等缺陷, 需采用长时间均匀化热处理进行消除^[4-6]。而喷射沉积方法制备锭坯, 由于其凝固冷却速度快可以有效地减少合金的偏析, 细化锭坯晶粒尺寸, 改善合金中第二相的分布、尺寸及形状^[7,8]。该技术在制备高合金化程度铝合金方面具有独特优势, 是开发新型超高强度铝合金的方向之一^[9,10]。

最近, 喷射沉积技术已用于铝锂合金锭坯的制备, 并进行了锭坯的后续挤压变形及热处理研究^[11,12]。然而, 铝锂合金需要进行最终的固溶、淬火及时效处理, 喷射沉积锭坯的上述优点能否在轧制变形及最终热处理后的成品中保留, 以及相应轧制板材热处理后的组织与性能, 目前均鲜有进行研究。基于此, 本工作进

行了喷射沉积锭坯经挤压和轧制制备的 2195 铝锂合金板材的热处理、组织与性能研究。

1 实验

研究用材料为国内某企业采用喷射沉积方法制备铸锭经过挤压加工制备的厚度 20 mm 的挤压板坯。一部分板坯采用 450 °C 温度开始热轧, 分别通过控制不同终轧温度轧制成 6 mm 厚度的热轧板材; 另外一部分合金则分别经不同温度中间退火(330~450 °C/2 h, 空冷或随炉冷却)后冷轧成 6 mm 厚度板材, 研究中间退火对冷轧板材固溶处理后晶粒组织的影响。

热轧板材及冷轧板材经 505 °C/40~50 min 固溶处理、水淬后进行 T8 态时效, 其工艺为 5% 的预拉伸变形后进行 150 °C/38 h 的人工时效。T8 态时效后采用 MTS 858 材料试验机进行室温拉伸性能测试, 拉伸速率为 2 mm/min。每个状态测试 3 个样品, 而后计算平均强度及平均伸长率。拉伸试样尺寸规格如图 1 所示。

固溶处理后的板材经打磨抛光及阳极覆膜处理后采用 Leica DMILM 金相显微镜进行金相组织观察。采用 Sirion 200 场发射扫描电镜(SEM)背散射电子(back scattering electron)模式观察不同中间退火后

收稿日期: 2019-10-05

基金项目: 国家重大基础研究项目(2017YFB0306301)

作者简介: 唐建国, 男, 1976 年生, 博士, 副教授, 中南大学材料科学与工程学院, 湖南 长沙 410083, E-mail: jgtang@csu.edu.cn

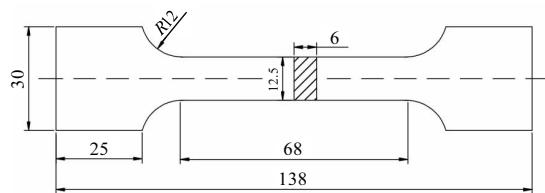


图 1 厚度 6 mm 板材拉伸样品规格

Fig.1 Diagrammatic sketch of tensile sample with thickness of 6 mm

合金中的第二相粒子，并使用 Genesis60E 型能谱(EDS)仪对其中第二相粒子进行成分分析。另外，T8 态时效后拉伸断口形貌采用 Sirion 200 场发射 SEM 二次电子成像 (secondary-electron imaging) 模式进行观察。

2 实验结果

2.1 热轧板材晶粒组织

图 2 所示为不同终轧温度时 2195 铝锂合金 6 mm 厚度热轧板材固溶处理后的纵截面金相照片。由图可知，当终轧温度为 290 °C 时，板材经固溶处理后表层为粗大的再结晶晶粒组织，其厚度可达 1~1.5 mm (图 2a₁)；而中心层则为非常细小的纤维状晶粒组织 (图 2a₂)。

当终轧温度降低至约 220 °C 时，热轧板材经固溶处理后表层为细小等轴状的再结晶晶粒组织，其厚度约 0.5 mm (图 2b₁)；中心层演变为长条状的再结晶晶粒组织，但相比终轧温度为 290 °C 时其厚度方向晶粒尺寸显著增大 (图 2b₂)。

2.2 不同中间退火时冷轧板材固溶态晶粒组织

图 3 所示分别为 330 °C/2 h、390 °C/2 h 及 450 °C/2 h 中间退火、空冷后再冷轧至 6 mm 厚度板材，而后固溶处理后的纵截面金相照片。由图可知，不同中间退火导致冷轧板材固溶态晶粒组织差别明显。330 °C/2 h 中间退火、冷轧并固溶后，表层再结晶晶粒呈等轴状，晶粒较细小 (图 3a₁)；中心层再结晶晶粒呈一定长条状，厚度方向晶粒尺寸粗大 (图 3a₂)。

当中间退火温度提高至 390 °C，冷轧并固溶处理后，表层再结晶晶粒仍然呈等轴状，晶粒尺寸较细小 (图 3b₁)；中心层再结晶晶粒仍然呈一定长条状，但厚度方向晶粒尺寸减小 (图 3b₂)。

当中间退火温度进一步提高至 450 °C 时，表层等轴状再结晶晶粒尺寸明显增加 (图 3c₁)。另外，中心层长条状再结晶晶粒转变为等轴状，而且晶粒尺寸明显减小 (图 3c₂)。

图 4 所示为 2195 铝锂合金经 420 °C 退火、随炉冷却而后冷轧至 6 mm 厚度板材，再固溶处理后的纵截面金相照片。由图可知，这种中间退火工艺导致冷

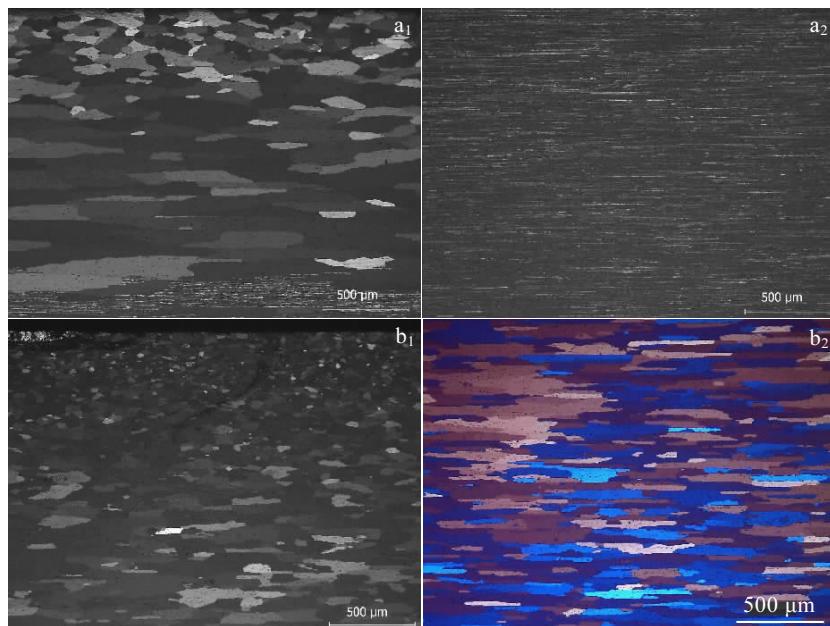


图 2 2195 铝锂合金 6 mm 厚度热轧板材固溶后纵截面金相照片

Fig.2 Longitudinal sectional optical images of the surface layer (a₁, b₁) and center layer (a₂, b₂) for solutionized 2195 Al-Li alloy plate hot rolled down to final thickness of 6 mm at different finish rolling temperatures: (a₁, a₂) 290 °C and (b₁, b₂) 220 °C

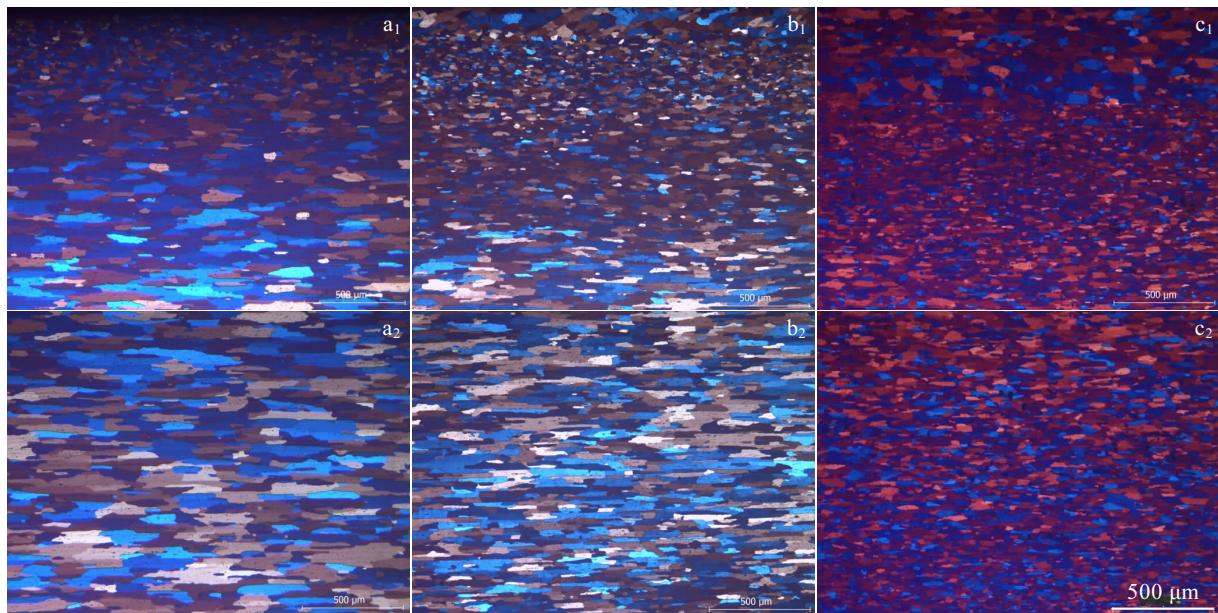


图 3 不同温度中间退火(空冷)、冷轧至 6 mm 厚度板材并固溶后纵截面金相照片

Fig.3 Longitudinal sectional optical images of the surface layer ($a_1 \sim c_1$) and center layer ($a_2 \sim c_2$) for solutionized 2195 Al-Li alloy plate cold rolled down to final thickness of 6 mm with different previous annealing (air cooling): (a_1, a_2) 330 °C/2 h, (b_1, b_2) 390 °C/2 h, and (c_1, c_2) 450 °C/2 h

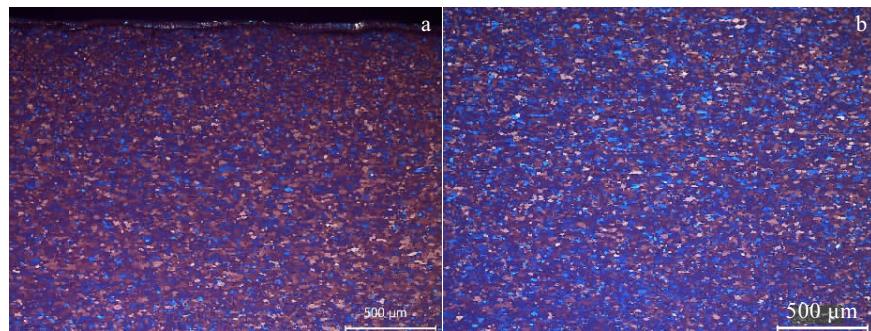


图 4 2195 铝锂合金经 420 °C 中间退火(随炉冷却)冷轧并固溶后纵截面金相照片

Fig.4 Longitudinal sectional optical images of the surface layer (a) and center layer (b) for solutionized 2195 Al-Li alloy plate cold rolled down to final thickness of 6 mm with previous annealing at 420 °C and furnace cooling

轧板材固溶处理后表层及中心层晶粒组织全部为非常细小的等轴状再结晶晶粒。

2.3 轧制温度对板材 T8 态时效拉伸性能的影响

图 5 所示为 2195 铝锂合金冷轧(420 °C 中间退火、随炉冷却后冷轧)及热轧板材 T8 态时效后分别沿纵向及横向的室温拉伸性能。由图可知, 相同 T8 态时效后, 冷轧板材纵向及横向平均抗拉强度及屈服强度均高于热轧板材, 且终轧温度 220 °C 的热轧板材 T8 态时效平均强度最低。冷轧板材 T8 态时效后纵向及横

向平均抗拉强度约为 560 和 571 MPa, 终轧温度 290 °C 热轧板材 T8 时效后纵向及横向平均抗拉强度分别降低至约 544 和 550 MPa。终轧温度降低至 220 °C, 热轧板材 T8 时效后纵向及横向平均抗拉强度分别进一步降低至约 530 和 517 MPa。

图 6 所示为 T8 态时效 2195 铝锂合金板材室温纵向拉伸表层及中心层断口 SEM 形貌照片。终轧温度为 290 °C 的热轧板材 T8 时效后拉伸表层断口分布着许多细小的韧窝, 但同时也存在面积很大且光滑的解理

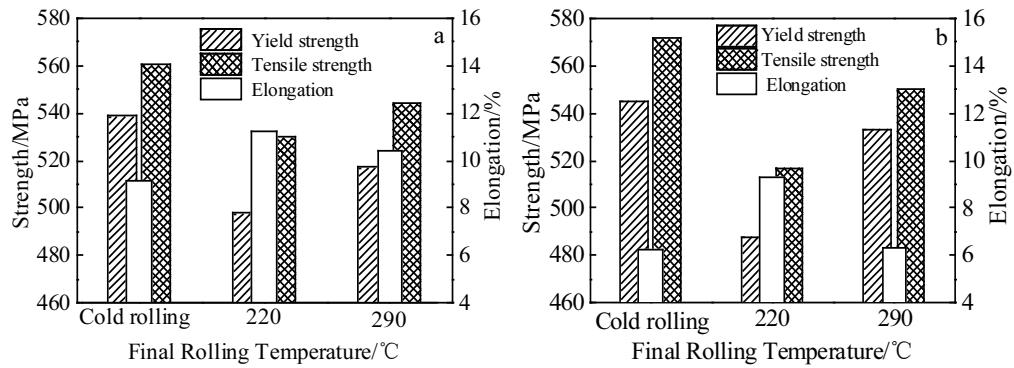


图 5 2195 铝锂合金冷轧及热轧板材 T8 态时效后拉伸性能

Fig.5 Tensile properties of cold-rolled and hot-rolled 2195 Al-Li alloy plate after T8 aging: (a) longitudinal direction and (b) transverse direction

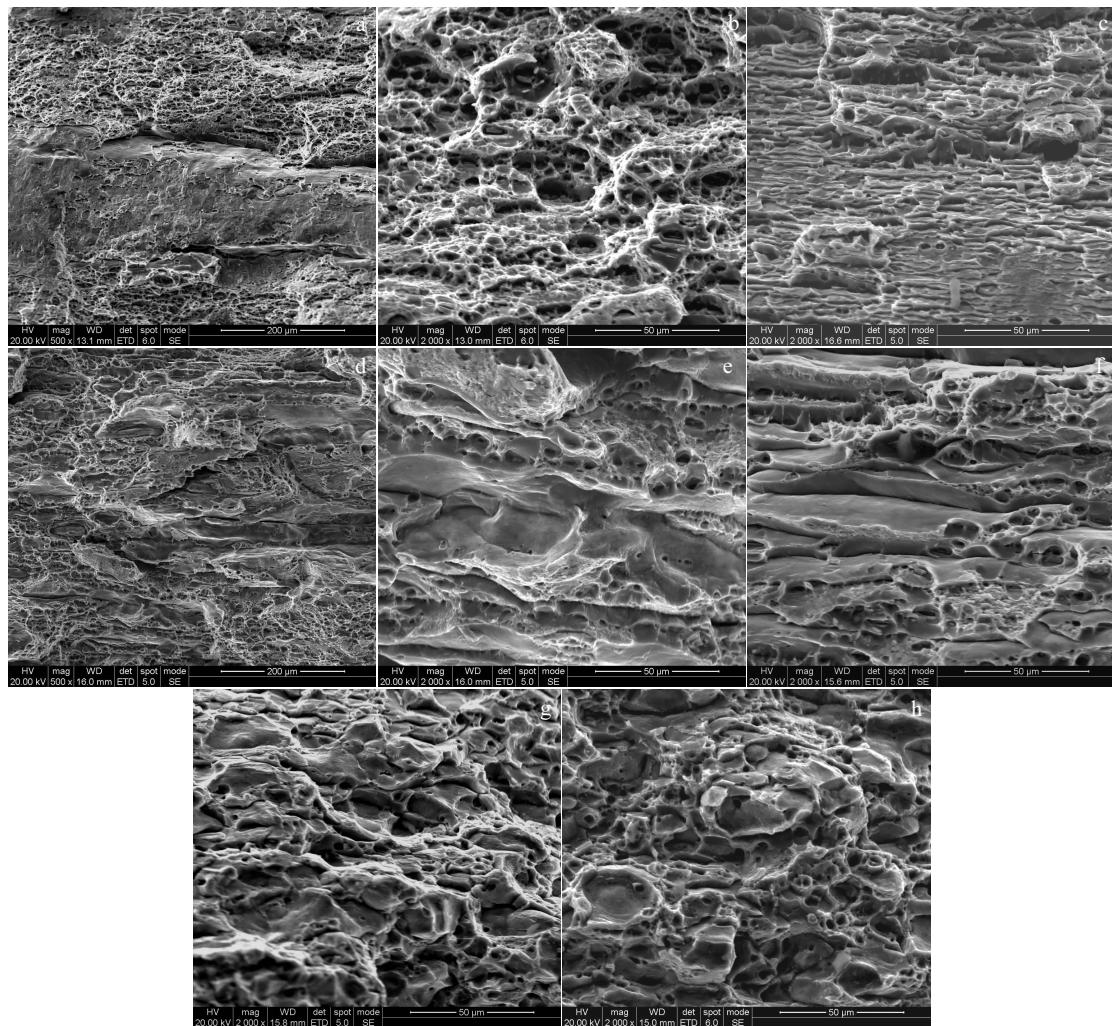


图 6 2195 铝锂合金板材 T8 时效后拉伸断口形貌

Fig.6 Tensile fracture morphologies of surface layer (a, b, d, e, g) and center layer (c, f, h) for 2195 Al-Li alloy plate after T8 aging: (a~c) hot-rolled plate with finish rolling temperature of 290 °C, (d~f) hot-rolled plate with finish rolling temperature of 220 °C, and (g, h) cold-rolled plate

断口(图 6a, 6b);而中心层基本未观察到解理断口特征及沿晶断口特征,可观察到大量撕裂棱的断口特征(撕裂棱间距与中心层晶粒厚度一致)及一定的韧窝(图 6c),总体表现为穿晶韧性断裂。

终轧温度为 220 °C 的热轧板材 T8 时效后拉伸表层断口韧窝数量减少,但未发现大面积的解理断口,同时断口呈现一定的沿晶断裂特征(图 6d, 6e);中心层观察到撕裂棱的断口特征(撕裂棱间距与中心层晶粒厚度一致)及较多的韧窝,表现为一定的准解理断裂特征(图 6f)。

420 °C 中间退火、随炉冷却后冷轧的板材 T8 态时效后拉伸断口表层及中心层差别很小,均为部分韧窝及部分沿晶断裂的混合断裂特征(图 6g, 6h)。

3 分析与讨论

3.1 中间退火制度对冷轧板固溶晶粒组织的影响

中间退火对冷轧板材固溶态晶粒组织的影响与第二相粒子的形成有关。当退火温度为 330 °C 时(空冷),在 SEM 背散射电子照片中可以发现呈白色的球形第二相粒子。这些第二相粒子分为 2 种类型,一种尺寸非常细小为 0.5 μm 以下,数量较多;另一种尺寸稍大为 1 μm 以上,但数量较少;而且表层粒子略少于中心层(图 7a, 7b)。

当退火温度提高至 390 °C(空冷)时,0.5 μm 以下尺寸细小粒子减少,然而 1 μm 以上粒子数量增加

(图 7c, 7d)。

当退火温度进一步提高至 450 °C(空冷)时,球形第二相粒子尺寸及分布发生显著变化。整体而言,球形第二相粒子尺寸均明显增加;另外,中心层和表层第二相粒子尺寸及分布也有所不同;中心层均为尺寸相对较大的球形第二相粒子,而表层尺寸 1 μm 以上球形第二相粒子较少,相反尺寸 0.5 μm 以下细小的粒子非常密集(图 7e, 7f)。

采用 420 °C 退火并随炉冷却后 SEM 背散射电子照片如图 7g, 7h 所示,中心层和表层球形第二相粒子数量和尺寸均明显增加。

经 EDS 分析,上述尺寸非常细小的呈白色的球形第二相粒子为富 Cu 第二相粒子(图 8b);而尺寸相对较粗大的第二相粒子同样为富 Cu 第二相粒子(图 8c)。

上述富 Cu 第二相粒子数量和尺寸与冷轧并固溶处理后的晶粒组织直接相关。图 9 所示为 450 °C/2 h 退火(空冷)后近表层 SEM 背散射电子照片及后续冷轧并固溶后近表层对应的金相照片。由图可知,退火后富 Cu 第二相粒子尺寸较粗(大于 1 μm)而且数量较多时,相应地冷轧并固溶处理后等轴状再结晶晶粒尺寸比较细小;而退火后较粗富 Cu 第二相粒子较少,但晶粒非常细小(小于 1 μm)的富 Cu 第二相粒子密集分布时,相应地冷轧并固溶处理后等轴状再结晶晶粒尺寸粗大。

上述观察说明,尺寸 1 μm 以上第二相粒子越多,

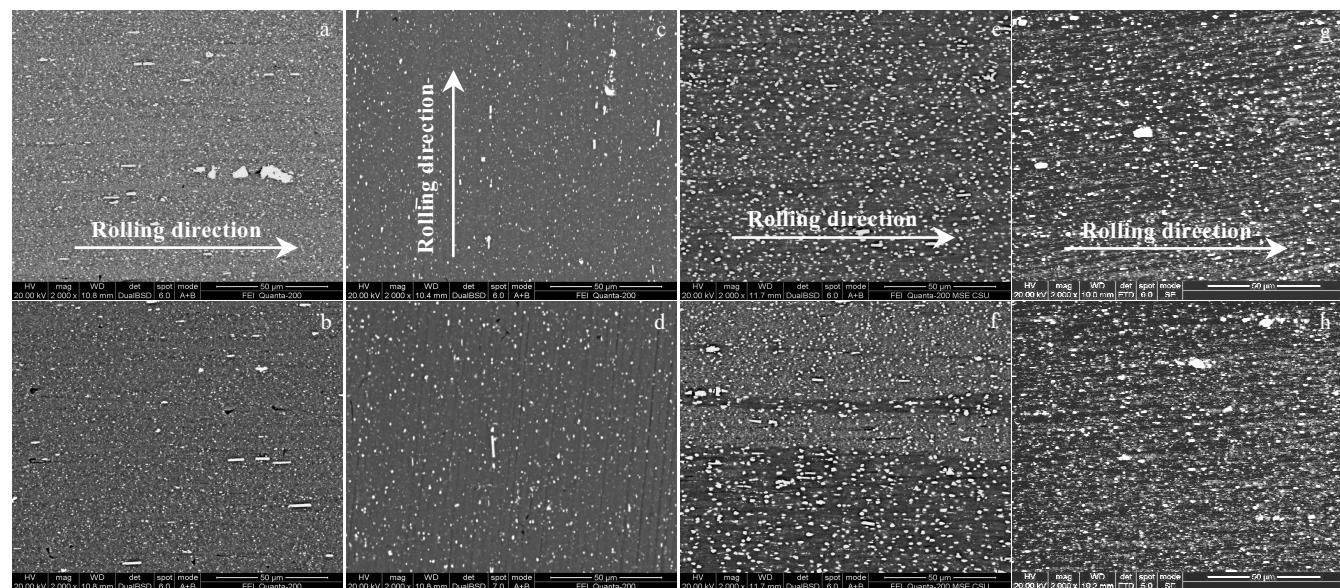


图 7 不同中间退火后 2195 铝锂合金的 SEM 背散射电子照片

Fig.7 Back-scattered electron SEM images of center layer (a, c, e, g) and surface layer (b, d, f, h) for 2195 Al-Li alloy after different annealing: (a, b) 330 °C and air cooling, (c, d) 390 °C and air cooling, (e, f) 450 °C and air cooling, and (g, h) 420 °C and furnace cooling

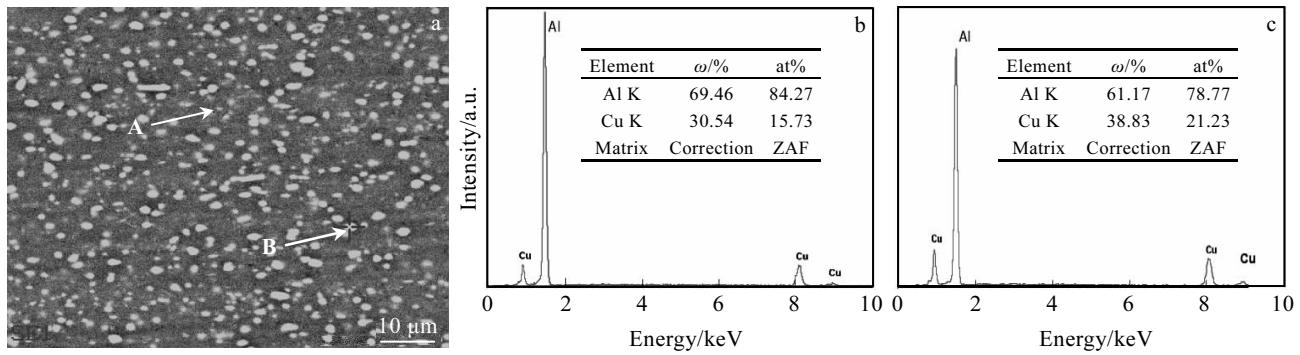


图 8 2195 铝锂合金中间退火后不同第二相粒子能谱 (EDS) 分析

Fig.8 SEM image (a) and EDS analysis of secondary phase particles in 2195 Al-Li alloy after annealing:
(b) particle A and (c) particle B

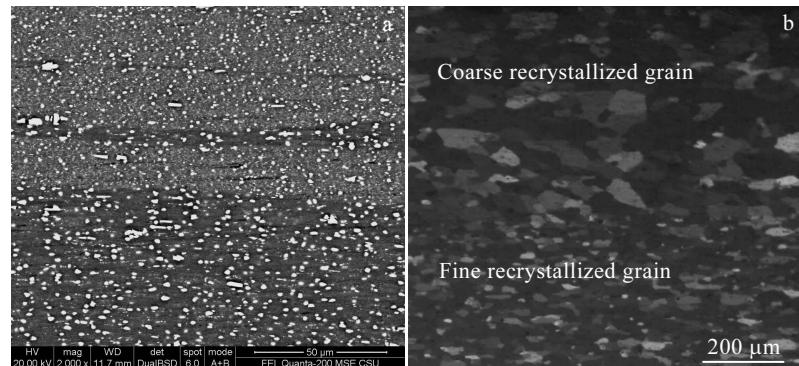


图 9 450 °C/2 h 退火 (空冷) 后近表层 SEM 背散射电子照片及后续冷轧并固溶后近表层金相照片

Fig.9 Back-scattered electron SEM image (a) of the plate with annealing at 450 °C for 2 h (air cooling) and corresponding optical image (b) of the cold-rolled plate after solutionization

冷轧、固溶后再结晶晶粒尺寸越细小。研究认为，冷变形过程中，尺寸大于 1 μm 的第二相粒子周围可形成的强烈变形区，能为再结晶提供驱动力和形核位置；而较小的第二相粒子具有钉扎晶界移动的作用，阻碍再结晶晶粒长大^[13,14]。有研究认为，铝合金中可以激发再结晶形核第二相的临界尺寸为 1 μm，但也有研究^[15-17]表明第二相粒子尺寸为 0.75~0.8 μm 时就可以起到促进再结晶形核的作用。

本研究中 390 °C 以下温度退火时，随退火温度提高，导致部分细小第二相粒子溶解至基体，而少部分较粗粒子则有所长大；而在后续空冷过程中，温度降低速度较快导致富 Cu 第二相粒子不能完全析出，结果合金中较粗（尺寸大于 1 μm）富 Cu 第二相粒子较少，导致冷轧固溶后再结晶晶粒较粗大。450 °C 退火空冷时，中心层冷却速度较慢，冷却过程中在中心层

可形成较多尺寸大于 1 μm 的富 Cu 第二相粒子；而表层冷却速度较快，则更容易形成尺寸小于 1 μm 的富 Cu 第二相粒子；结果导致该温度退火（空冷）、冷轧固溶后表层再结晶晶粒较粗大，中心层再结晶晶粒尺寸细小。而适当温度退火后，通过随炉冷却降低表层及中心层冷却速度，冷却过程中表层及中心层均形成大量尺寸大于 1 μm 的富 Cu 第二相粒子（图 7g, 7h），从而显著降低冷轧固溶后表层及中心层再结晶晶粒尺寸（图 4）。

3.2 终轧温度对热轧板材固溶晶粒组织的影响

热轧板材固溶处理后表层和中心层晶粒组织差异明显，而且这一差异与终轧温度相关，这与表层和中心层的温度变化和变形程度有关。

在热轧过程中，表层变形程度较高，而且还将发生剪切变形，另外表层与轧辊接触，温度降低速度较

快, 因而热轧结束后表层储能较高。而中心层由于温度降低速度相对较慢, 在变形过程中将发生动态回复及动态再结晶, 导致中心层储能快速释放, 因而热轧结束后合金中心层储能较低。

在后续固溶过程中, 终轧温度为 220 °C 的热轧板材中心层和表层均足以诱发再结晶形核。但由于表层储能高于中心层, 因而表层再结晶形核率高于中心层, 结果导致表层再结晶晶粒尺寸细小, 而中心层再结晶晶粒尺寸粗大(图 2b₁, 2b₂)。

当热终轧温度提高至 290 °C 时, 中心层储能不足以诱发再结晶形核, 而表层储能虽然可以诱发再结晶形核, 但不足以诱发大量再结晶形核。结果, 表层再结晶晶粒尺寸较粗大, 而中心层未发生再结晶, 仍然为非常细长的纤维状晶粒。

前面拉伸测试结果表明, 相同 T8 态时效时, 2195 铝锂合金冷轧板材纵向及横向强度均高于热轧板材, 且终轧温度 220 °C 的热轧板材 T8 态时效强度最低。这一现象与上述晶粒组织形态直接相关。

4 结 论

1) 随中间退火(空冷)温度从 330 °C 提高至 450 °C, 2195 铝锂合金内尺寸 1 μm 以上富 Cu 第二相粒子数量增加, 冷轧固溶后表层等轴状再结晶晶粒尺寸增加, 而中心层晶粒逐渐由粗大长条状再结晶晶粒转变为细小等轴状再结晶晶粒。

2) 适当温度(420 °C)中间退火、随炉冷却后表层和中心层形成高密度且均匀分布的尺寸 1 μm 以上的富 Cu 第二相粒子, 冷轧、固溶后表层和中心层全部形成均匀分布的细小等轴状再结晶晶粒组织。

3) 终轧温度 290 °C 时, 热轧板材固溶后表层为粗大再结晶晶粒, 而中心层为细长未再结晶纤维状晶粒; 终轧温度降低至 220 °C 时, 虽然表层再结晶晶粒尺寸减小, 但中心层转变为尺寸粗大的长条状再结晶晶粒。

4) T8 态时效后, 喷射沉积 2195 铝锂合金冷轧板材纵向和横向强度均高于热轧板材。

参考文献 References

- [1] 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, 42(1): 13
- [2] Rioja R J, Liu J. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2012, 43(9): 3325

- [3] Chen Bin, Tian Xiaolin, Li Xiaoling et al. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2014, 23(6): 1929
- [4] Liu Qing, Zhu Ruihua, Li Jinfeng et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China[J], 2016, 26(3): 607
- [5] Zhang Long(张龙), Zheng Ziqiao(郑子樵), Li Jinfeng(李劲风) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(11): 3015
- [6] Lin Yi(林毅), Zheng Ziqiao(郑子樵), Zhang Haifeng(张海峰) et al. Journal of Central South University, Science and Technology(中南大学学报, 自然科学版)[J], 2013, 44(11): 4429
- [7] Wu Jianjun(吴建军), Sui Dashan(隋大山), Zhu Lingling(朱玲玲) et al. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy(粉末冶金材料科学与工程)[J], 2019, 24(3): 205
- [8] Zhang Haijun(张海军), Du Wenhua(杜文华), Xin Dongmei(辛栋梅). Powder Metallurgy Technology(粉末冶金技术)[J], 2019, 37(2): 124
- [9] Li Zhenliang(李振亮), Chen Wei(陈伟), Zhai Jing(翟景) et al. Ordnance Material Science and Engineering(兵器材料科学与工程)[J], 2009, 32(3): 41
- [10] Zhang Guowei(章国伟). Thesis for Doctorate(博士论文)[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2016
- [11] Xu Guifang(徐桂芳), Gu Xiaodong(顾晓栋), Long Jiangxin(龙江馨). Transactions of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报)[J], 2019, 40(2): 62
- [12] Wang Yongxiao, Zhao Guoqun, Xu Xiao et al. Materials Science & Engineering A[J], 2018, 727: 78
- [13] Wert J A, Paton N E, Hamilton C H et al. Metallurgical and Materials Transcations A[J], 1981, 12(7): 1267
- [14] Zhang Xinming(张新明), Ye Lingying(叶凌英), Du Yuxuan(杜予晅) et al. Journal of Central South University, Science and Technology(中南大学学报, 自然科学版)[J], 2007, 38(1): 19
- [15] Zhang Xinming(张新明), Liu Yingwei(刘颖维), Ye lingying(叶凌英) et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)[J], 2009, 19(4): 633
- [16] Du Yuxuan(杜予晅), Zhang Xinming(张新明), Ye Lingying(叶凌英) et al. Transaction of Materials and Heat Treatment(材料热处理学报)[J], 2006, 27(6): 52
- [17] Zhang Xinming(张新明), Xie Lei(谢磊), Ye Lingying(叶凌英) et al. Heat Treatment of Metals(金属热处理)[J], 2014, 39(2): 88

Grain Structure and Mechanical Property Control of Spray Deposited 2195 Al-Li Alloy

Tang Jianguo¹, Liu Tianle¹, Li Rui¹, Ma Yunlong^{1,2}, Li Jinfeng¹

(1. Central South University, Changsha 410083, China)

(2. Beijing Institute of Astronautical Systems Engineering, Beijing 100076, China)

Abstract: A spray deposited 2195 Al-Li alloy ingot was extruded into plates. Some of the extruded plates were hot rolled down to the thickness of 6 mm with different finish rolling temperatures, and others were cold-rolled down to the thickness of 6 mm after different intermediate annealing. The results show that the surface layer of the plate with finish rolling temperature of 290 °C consists of coarse recrystallized grains, but the center layer consists of non-recrystallized fine fibrous grains. As the finish rolling temperature is lowered to 220 °C, the size of the recrystallized grain in the surface layer decreases, but the grains in the center layer are transferred to coarse elongated recrystallized grains. As the intermediate annealing temperature is elevated from 330 °C to 450 °C, the number density of Cu-rich secondary phase particles with size larger than 1 μm increases. The recrystallized grains in the surface layer of the cold-rolled plate after solutionization coarsen, and the center layer grains are transferred to small equiaxed recrystallized grains from coarse elongated recrystallized grains. After appropriate intermediate annealing followed by furnace cooling, the cold-rolled plate through thickness after solutionization develops into fine recrystallized grains. After the same T8 aging, the strength of the cold-rolled plates is higher than that of the hot-rolled plates, and that of the plate with a finish rolling temperature of 220 °C is the lowest.

Key words: Al-Li alloy; spray deposition; grain structure; tensile property

Corresponding author: Li Jinfeng, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, P. R. China, Tel: 0086-731-88879341, E-mail: lijinfeng@csu.edu.cn