

文章编号:1673-9981(2019)03-0173-07

铝锂合金原位拉伸断裂行为研究^{*}

王亮¹, 冉嘉², 张浩²

1. 北京航空材料研究院, 北京 100095; 2. 重庆机场集团有限公司, 重庆 401120



摘要:采用 OM, SEM, TEM 及拉伸试验机等测试分析手段对 T3 和 T6 两种状态的铝锂合金的组织特征及拉伸行为进行研究, 同时通过原位观察试验方法对拉伸试样的组织演变规律进行了研究. 组织分析表明, T3 态铝锂合金主要强化相是弥散细小的 δ' 相, T6 态铝锂合金主要析出相是 δ' 相、 θ' 相以及部分小尺寸 T1 相. 原位拉伸结果表明: T3 铝锂合金晶内出现大量滑移带, 随拉伸应变的增大, 滑移带越来越粗大, 并出现交叉滑移, 裂纹在粗大第二相及滑移带交叉位置萌生并沿滑移带扩展; T6 态铝锂合金晶内滑移带相对较少, 裂纹主要形成于粗大第二相及晶界位置并沿晶界及第二相扩展; T3 态铝锂合金中 δ' 相与基体共格, 易被位错切过, 因此断口主要为滑移剪切穿晶断裂形貌; T6 态铝锂合金中部分 T1 相在位错作用下发生变形, 对位错阻碍作用较强, 断口分层严重, 存在大量沿晶二次裂纹, 以沿晶断裂为主.

关键词: 铝锂合金; 拉伸断裂行为; 原位观察

中图分类号: TK91

文献标识码: A

铝锂合金材料是近年来航空航天材料中发展最为迅速的一种先进轻量化结构材料. 除了具有铝合金通常的优势外, 铝锂合金具有密度更低、弹性模量更高等诸多优点. 研究表明, 在传统铝合金中每添加 1% 的 Li, 可以使合金密度降低 3%, 而弹性模量提高 6%^[1-5], 并可保证合金在淬火和人工时效后硬化效果良好. 随着冶金技术及合金设计理念的发展, 众多学者都在进行第四代铝锂合金的开发, 希望第四代铝锂合金在裂纹扩展速率、疲劳性能以及弹性模量等和第三代铝锂合金相当的条件下, 拥有更高的强度和断裂韧性. 因此众多学者对铝锂合金的强韧化机理进行了进一步研究, 然而这些研究多集中于拉伸前后宏微观组织的静态观察^[6-9], 而对拉伸过程中铝锂合金内部组织变化尤其是析出相的变化研究

较少, 因此本文通过研究铝锂合金拉伸过程中位错与析出相的作用关系, 结合断口组织分析, 解释原位拉伸过程中观察到的组织变化规律. 通过不同状态铝锂合金原位拉伸的对比研究, 明确其强韧化机理, 为后续铝锂合金强韧化设计提供参考.

1 试验

试验材料为 T3 和 T6 态铝锂合金薄板成分列于表 1, 原位拉伸所用试样尺寸如图 1 所示. 试样经研磨抛光后, 用 Keller 试剂腐蚀, Keller 试剂基本配比为 1.0% HF + 1.5% HCl + 2.5% HNO₃ + 95% H₂O.

收稿日期: 2019-09-06

^{*} 基金项目: 国家自然科学基金(51175361)

作者简介: 王亮(1983-), 男, 河南孟州人, 北京航空材料研究院, 工程师, 工学博士, 主要研究方向: 铝合金及其复合材料研发与应用研究.

表 1 T3 和 T6 态铝锂合金薄板组成成分
Table 1 Composition of T3 and T6 Al-Li alloy sheets

成分	Cu	Li	Zn	Mg	Mn	Fe	Si	Zr
含量 $w/\%$	3.78	1.47	0.64	0.46	0.36	0.07	0.05	0.11

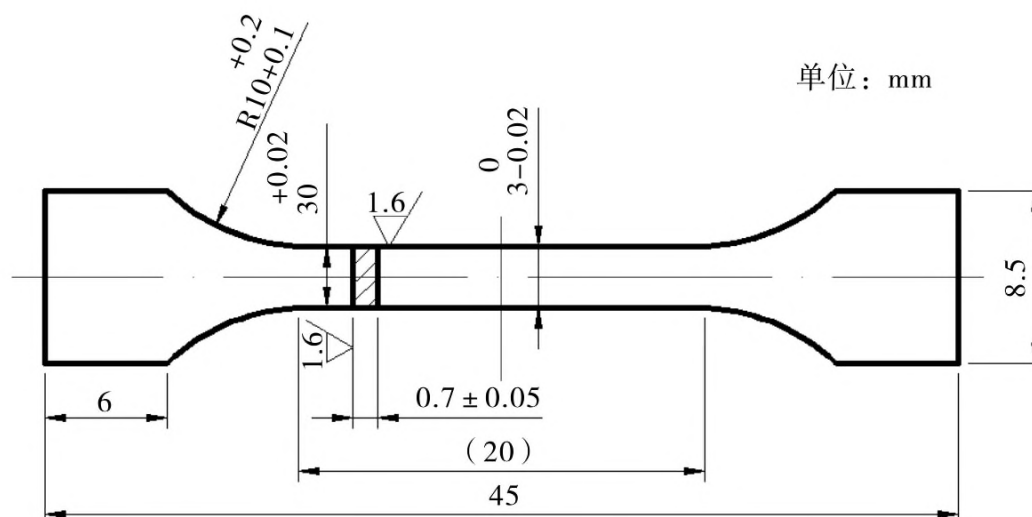


图 1 原位观察试样加工图

Fig. 1 Dimensions of in situ tension specimens

SEM 原位拉伸试验采用日本岛津 (SHIMADZU) 公司的 SEM-SERVO 550 扫描电镜及显微高温疲劳试验机, 该设备是将一套液压伺服疲劳试验机与扫描电镜结合在一起进行工作的. 为捕捉拉伸过程中合金的组织变化, 原位拉伸试验采用位移控制, 加载速率为 0.0005 mm/s. 图 2 显示了原位拉伸试样的安装方式.

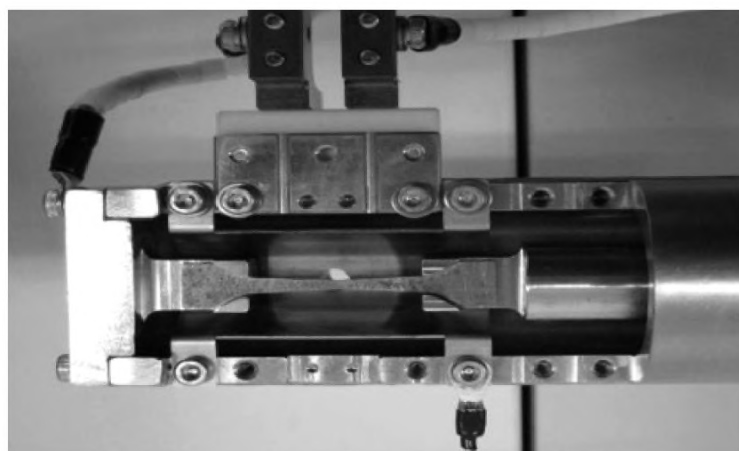


图 2 原位观察试样安装方式

Fig. 2 Installation of in-situ investigation specimen

面) 及横截面 (L 面) 金相图可以看出, 合金晶粒成薄片状, 相互嵌套.

从三个截面的组织观察结果来看, 晶粒内部发生了充分再结晶的晶粒, 通过划线法统计三个方向晶粒尺寸的平均值约为 $154 \mu\text{m} \times 128 \mu\text{m} \times 21 \mu\text{m}$, 纵向与横向尺寸基本相同.

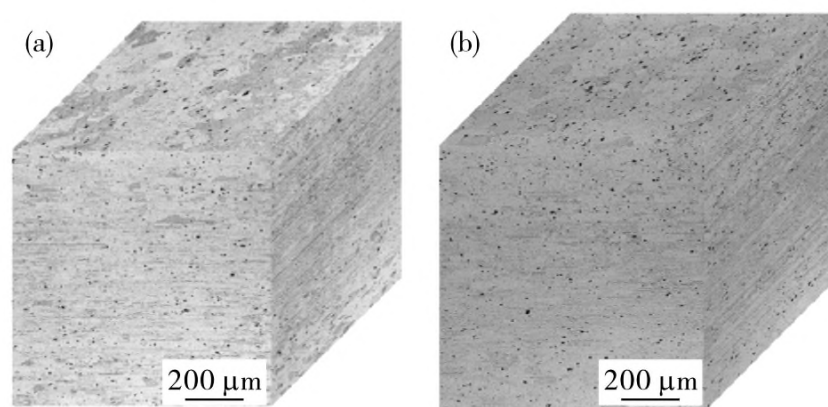


图 3 铝锂合金晶粒形貌

(a) T3 合金; (b) T6 合金

Fig. 3 Optical microstructure of T3 and T6 Al-Li alloys

(a) T3 alloy; (b) T6 alloy

2 试验结果

2.1 板材的宏微观组织特征

图 3 为材料三个方向金相组织形貌. 从图 3 轧制面 (ST 面) 金相图可以看出: T3 和 T6 铝锂合金晶粒等轴分布, 为典型再结晶组织; 从纵截面 (LT

图 4 为 T3 合金晶内及晶界的析出相形貌. 从图 4 可以看出, T3 态铝锂合金在 $[110]\text{AL}$ 和 $[100]\text{AL}$ 两个带轴下只观察到 δ' 相的衍射花样. T3 热处理制度为预拉伸后自然时效, 因此晶内观察到大量卷曲分布的螺旋状位错线和位错环及第二相周围形成的位错缠结 (图 4(a)). EDS 分析结果表明, 尺寸约 100 nm 的粒子是 $\text{Al}_{20}\text{CuMn}_3$ 等富 Mn 第二相.

[100]AL 带轴下 δ' 暗场形貌如图 4(b) 所示(β' 相和 δ' 相分别用箭头示出), 经测量 β' 相尺寸约 10 nm, δ' 相尺寸约 1~3 nm. 图 4(c) 是 T3 合金晶界形貌, 可

以看到位错在晶界位置聚集, 析出相紧密、均匀分布, 并未观察到晶间无析出带.

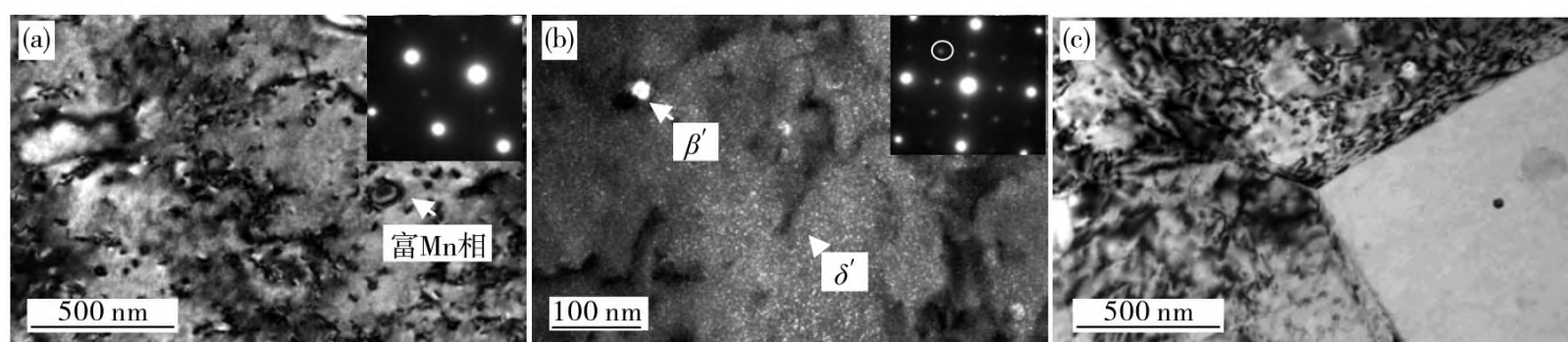


图 4 T3 合金 TEM 形貌

(a) 明场像 $B=[110]_{AL}$; (b) δ' 暗场像 $B=[100]_{AL}$; (c) 晶界

Fig. 4 TEM images of T3 alloy

(a) Bright field image $B=[110]_{AL}$; (b) δ' phase dark field image $B=[100]_{AL}$; (c) grain boundaries

图 5 为 T6 态铝锂合金在 [110]AL 和 [100]AL 两个带轴下的明暗场形貌. 从图 5 可见, 两个带轴下 δ' 相衍射花样非常清晰, 只能观察到微弱的 T_1 相衍射花样, 同时两个带轴下都观察到 θ' (Al_2Cu) 的衍射花样. 从图 5(a) 可以观察到, 析出相形貌有两种: 呈长针状的 T_1 相交错分布, 尺寸为 70~120 nm; 呈短针状的 θ' 相平行分布, 尺寸为 10~30 nm. 图 5(b) 是图 5(a) 对应的 δ' 相暗场, 暗场中短针状的 θ' 相两侧被半椭圆形析出相包裹, 这些椭圆形析出相是 δ'

相, 因为 θ' 相析出过程中会造成对应区域 Li 原子的偏析, 促进 δ' 相在片状 θ' 相上形核长大, 所以 δ' 相在 θ' 相两侧形核生长. 对比 5(a) 和 5(b) 的明暗场像可以发现, 明场 T_1 相存在的区域, 暗场相中对应区域观察不到 δ' 相和 θ' 相, 这是因为在高 Cu/Li 情况下 T_1 相与 δ 共同争夺 Li 元素, 竞争析出, 因此当 T_1 相长大后, 会消耗相应区域的 θ' 相和 δ' 相. 从图 5(c) 显示的晶界形貌可以看到, 宽度约 100 nm 的晶间无析出带.

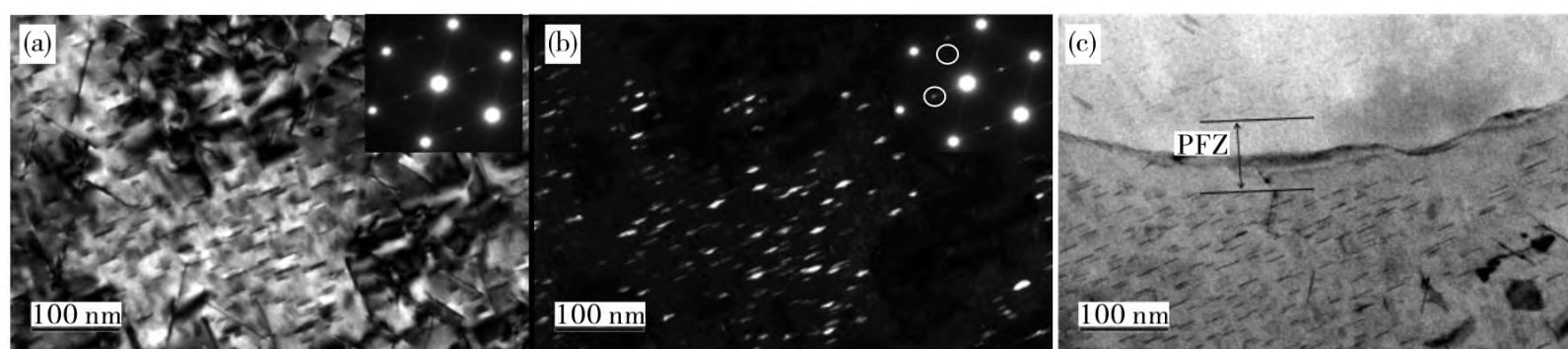


图 5 T6 合金 TEM 形貌

(a) 明场像 $B=[110]_{AL}$; (b) δ' 暗场像 $B=[100]_{AL}$; (c) 晶界

Fig. 5 TEM images of T6 alloy

(a) bright field image $B=[110]_{AL}$; (b) δ' phase dark field image $B=[100]_{AL}$; (c) grain boundaries

通过以上分析可以看出, T3 态铝锂合金的主要强化相是 δ' 相, 不存在晶间无析出带, T6 态合金数量最多的强化相是 δ' 相和 θ' 相, 同时存在部分 T_1 和晶间无析出带.

2.2 原位拉伸过程宏微观组织变化特征

图 6 为 T3 铝锂合金原位拉伸试验过程的载荷一位移曲线及组织变化过程. 从图 6 可见: 合金屈服

时, 在部分晶内和晶界处发现第二相脱粘和破碎(图 6(b)); 随拉伸应变的增加, 晶内出现大量滑移带, 并且滑移带数量及尺度都不断增加, 部分位置出现交滑移(图 6(c)~(d)); 随着滑移的不断进行, 晶界处萌生裂纹, 裂纹从晶界沿滑移带向晶内扩展, 晶内滑移线不断加深, 部分交滑移位置形成裂纹并沿滑移线不断扩展, 从而形成穿晶裂纹(图 6(e)~(h)).

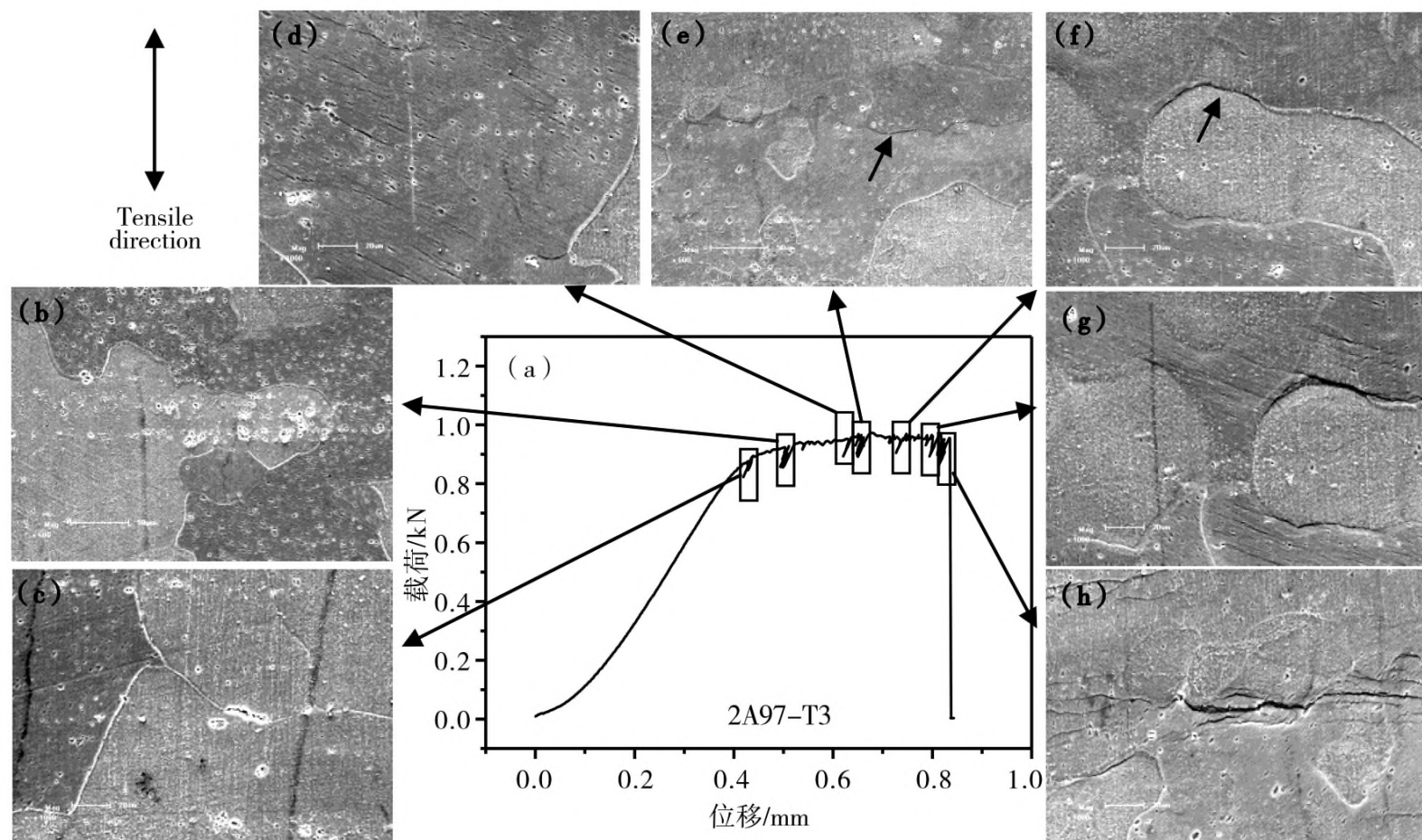


图6 T3合金原位拉伸过程组织变化

Fig. 6 SEM images of in-situ tensile experiment of T3 alloy

图7为T6铝锂合金原位拉伸试验过程的载荷-位移曲线及组织变化过程.从图7可见:合金屈服后,部分粗大第二相脱粘(图7(b));随拉伸载荷的增加,晶界变粗并出现凹陷,而晶内形貌没有太大变化(图7(c)~(d));随拉伸应变的增加,距离较近的

粗大第二相位置形成微裂纹并发生相互连接,进一步增加应变,晶界更加清晰并出现沿晶裂纹,晶内观察到部分滑移,随沿晶裂纹的不断扩展试样发生断裂(图7(e)~(h)).

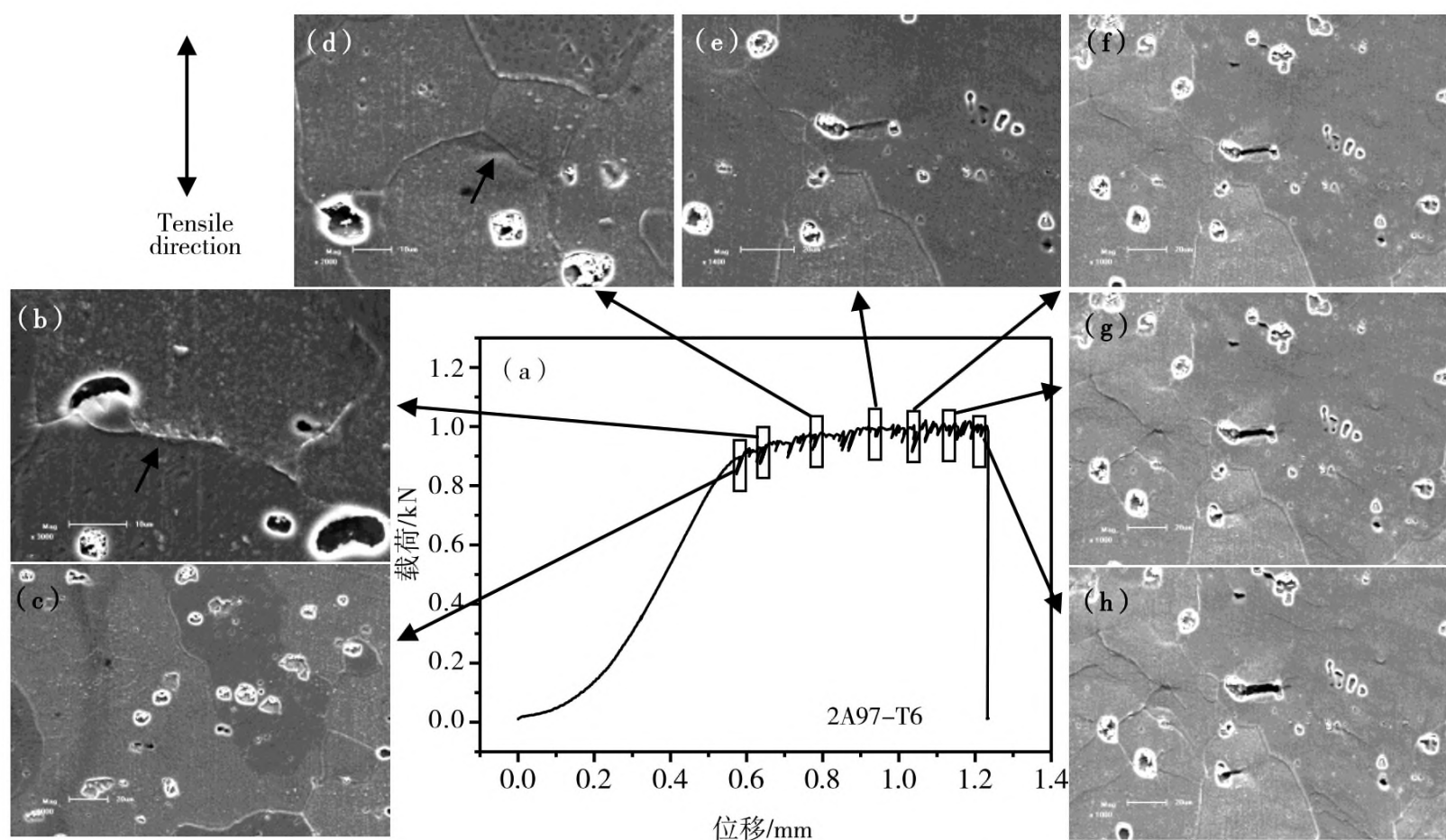


图7 T6合金原位拉伸过程组织变化

Fig. 7 SEM images of in-situ tensile experiment of T6 alloy

对 T3 和 T6 合金原位拉伸试样的断口进行 SEM 观察,其形貌如图 8 所示.从图 8 可见:T3 合金试样的断口形貌非常平坦,为典型的滑移剪切穿晶断口,滑移剪切平面内存在部分较浅的等轴韧窝;T6 合金试样的拉伸断口较粗糙,大量沿晶裂纹造成断口分层较严重,以沿晶断裂为主,并存在第二相粒子脱落形成的韧窝.

为了进一步研究两状态合金拉伸断裂的机理,对断口附近金属的组织进行 TEM 观察.图 9 为 T3 合金明场形貌及 δ' 相暗场.从图 9 可以看到, δ' 相均匀弥散分布,由于 δ' 相尺寸细小,无法阻止位错的移

动,位错以切过 δ' 相方式移动.图 9(b) 箭头指示为类似“牛眼”的 δ' 相和 Al_3Zr 相的伴生组织,虽然这些伴生相与基体共格,但其应变能和表面能较高,位错切过困难.

图 10 为 T6 合金拉伸后析出相 TEM 形貌.从图 10(a) 暗场中可以看出,针状 T_1 相在位错作用下产生弯曲变形.为了进一步观察位错对析出相的作用,进行了析出相的高分辨观察.从图 10(b) 可以看到, T_1 相原子层受位错移动发生错动,不同位置发生错动的原子层数量不同,部分位置被位错切过.

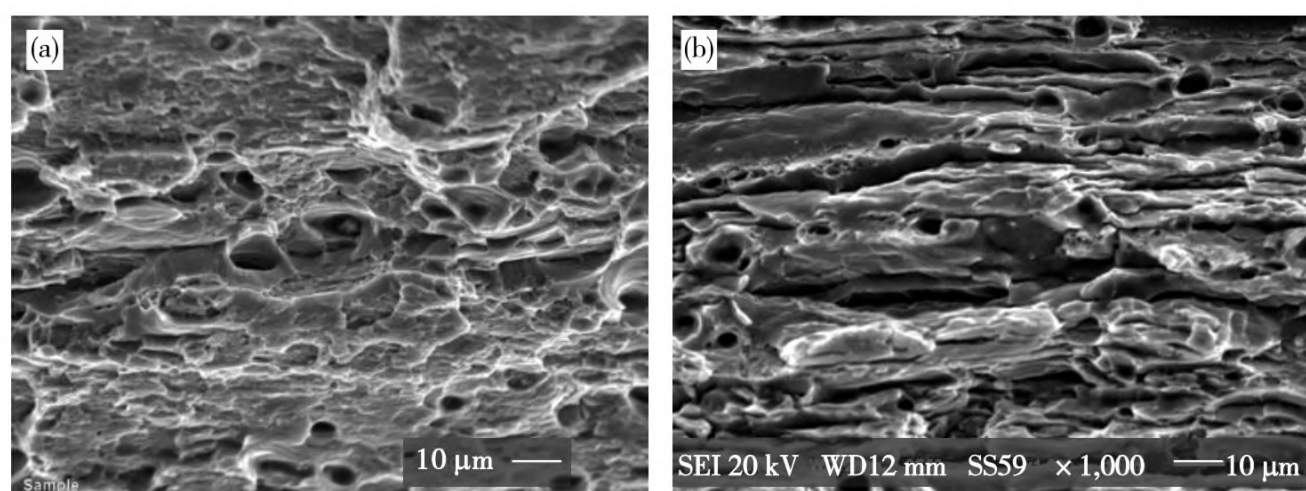


图 8 铝锂合金拉伸断口形貌

(a) T3; (b) T6

Fig. 8 SEM fractography of Al-Li alloys

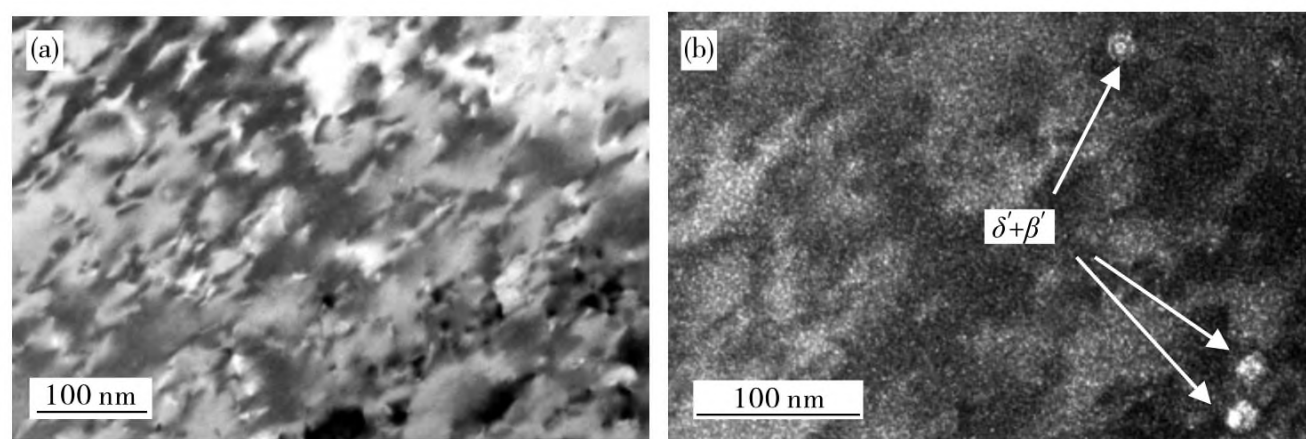


图 9 T3 合金 TEM 形貌

(a) 明场像 $B=[100]_{\text{Al}}$; (d) δ' 相暗场像 $B=[100]_{\text{Al}}$

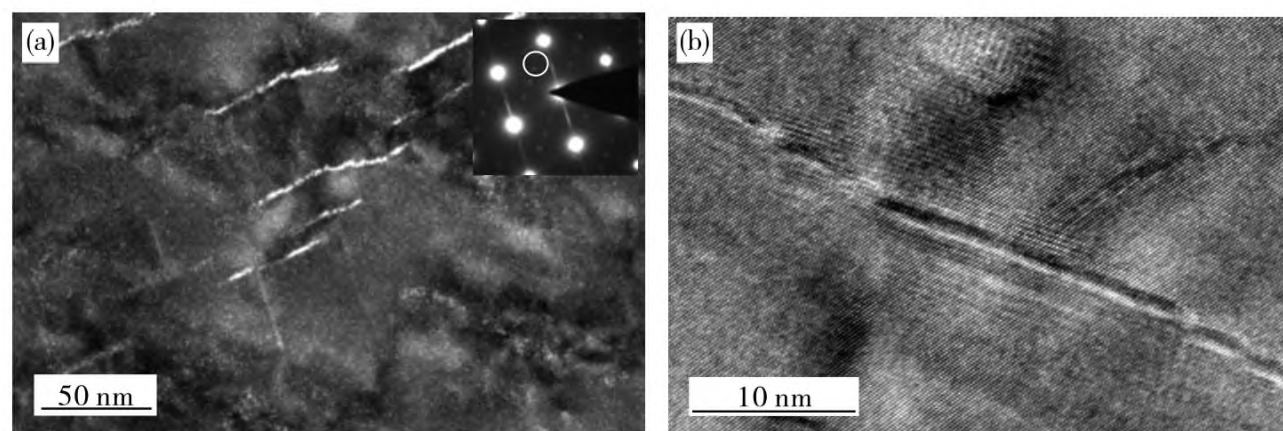
Fig. 9 TEM images of T3 alloy

(a) bright field image $B=[100]_{\text{Al}}$; (b) δ' phase dark field image $B=[100]_{\text{Al}}$

3 分析与讨论

对比 T3 和 T6 态铝锂合金发现,T3 态合金析出强化相以细小 δ' 相为主, δ' 相是与母体完全共格的亚稳相,它与基体有非常小的共格应变(0.08%~

0.18%)及界面能(0.014%~0.24%)^[10-11],因此在材料变形时易被位错切过. δ' 相被位错切过引发共面滑移,因此 T3 态合金在原位拉伸过程中可观察到大量滑移带,随拉伸载荷增加,不同取向的多个滑移系都满足临界条件并启动,形成交滑移.共面滑移造成位错在滑移面和晶界处堆积,引起应力集中,随

图 10 T6 合金 TEM 形貌 $B=[110]Al$

(a)暗场像;(b) 高分辨形貌

Fig. 10 High resolution TEM images of phases in T6 alloy ($B=[110]Al$)

(a) dark field image;(b) high resolution topographical images

拉伸应变的进一步增加及位错在交滑移及晶界处不断地堆积,当累计应力超过一定临界值时就形成微裂纹,因此 T3 态铝锂合金在原位拉伸过程中在晶界及晶内均能观察到裂纹萌生. 由于 T3 态合金不存在晶界无析出带,晶界强度相对较高,因此晶界裂纹在萌生后沿晶扩展缓慢,裂纹尖端在应力场作用下,当晶体位相处于有利位置时裂纹会沿滑移系进入晶内,从而形成穿晶裂纹. 所以 T3 态铝锂合金断口平坦,以滑移剪切穿晶断裂形貌为主.

T6 态铝锂合金中 T_1 相是六方结构,晶格常数为 $a=0.4965\text{ nm}$, $c=0.9345\text{ nm}$,与基体的位向关系为 $(0001)T_1//\{111\}Al$ 和 $\langle 10\bar{1}0 \rangle T_1//\langle \bar{1}10 \rangle Al$,与基体不共格^[12-13]. 所以在材料屈服后,由于 T_1 相对位错的阻碍作用在晶内并未观察到大量滑移带,而 T6 态铝锂合金晶界由于沉淀无析出带的存在晶界强度相对较低,因此当晶界位置的应力达到一定临界值时晶界位置首先发生了变形,晶界更加清晰,部分晶界位置产生凹陷. 随拉伸应变的进一步增大,位错在 T_1 相周围不断累积,当累积应力超过一定值时,位错切过 T_1 相形成滑移带. 继续加载,晶内由于 T_1 相的强化作用,滑移启动困难,而晶界强度相对较低,因此为协调拉伸应变,晶界撕裂形成微裂纹,同时晶粒发生少量扭转. 最终晶界裂纹沿晶扩展,拉伸断口观察到大量二次裂纹,以沿晶扩展形貌为主.

4 结 论

(1) T3 态铝锂合金主要强化相是弥散细小的 δ' 相,不存在晶间无析出带. T6 态铝锂合金同时含有

δ' 相、 θ' 相和 T_1 相,其中 T_1 相呈针状交错分布,尺寸 $70\sim 120\text{ nm}$;

(2) 拉伸过程中, T3 态铝锂合金中 δ' 相易被位错切过,因此晶内出现大量滑移带,并出现交叉滑移,裂纹在晶界及滑移带位置萌生并沿滑移带扩展,断口平坦,以滑移剪切穿晶断裂为主. T6 态合金中 T_1 相与基体不共格,对位错阻碍作用较强,因此晶内滑移带较少,裂纹多在晶界萌生并沿晶界扩展,断口同时存在穿晶和沿晶扩展的特征,观察到大量二次裂纹.

参考文献:

- [1] 薛景川. 以结构完整性为中心的飞机结构耐久性/损伤容限设计分析和试验评估[C]. 北京:中国机械工程学会,2008:10.
- [2] ROBERT E, SANDERS J R. Technology innovation in aluminum products[J]. Journal of the Minerals, 2001, 53(2):21-25.
- [3] LIU J, KULAK M. A new paradigm in the design of aluminum alloys for aerospace applications[J]. Materials Science Forum. 2000, 331-337: 127-140.
- [4] 徐晓飞. 飞机结构多裂纹损伤容限研究综述[J]. 洪都科技, 2002(1):14-22.
- [5] RIOJA R J, LIU J. The evolution of Al-Li base products for aerospace and space applications [J]. Met Mater Trans A, 2012, 43A:3325
- [6] 魏修宇, 郑子樵, 潘峥嵘. 预变形对 2197 铝锂合金显微组织和力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2008, 37(11):1996-1999.
- [7] 温培刚, 李国爱, 陆政. 时效处理对铝锂合金断裂行为的影响[J]. 失效分析与预防, 2016, 11(3):139-142.
- [8] 王永欣, 陈铮, 徐磊. Al-Li 合金的拉伸断裂过程研究

- [J]. 稀有金属材料与工程. 2005, 34(7):1025-1028.
- [9] 尹登峰, 余志明, 陶颖. Zn 对 2195 铝锂合金显微组织和拉伸性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程. 2005, 34(7): 41-44.
- [10] NOBLE B, THOMPSON G E. Precipitation characteristics of aluminum-lithium alloys[J]. Metals Sci, 1971(5):114-120.
- [11] WILLIAMS D B, EDINGTON J W. The precipitation of δ_0 (Al_3Li) in dilute aluminum-lithium alloys [J]. Metal Sci, 1975, 189:529-532.
- [12] NOBLE B, Thompson G E. Precipitation characteristics of aluminum-lithium alloys containing magnesium[J]. Inst Metals, 1973, 5(1): 111-115.
- [13] POLMEAR I J. Aluminium alloys-a century of age hardening[J]. Materials Forum, 2004, 28:1-14.

SEM in-situ observation of the tensile fracture behaviors of aluminum-lithium alloy

WANG Liang¹, RAN Jia², ZHANG Hao²

1. Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China; 2. Chongqing Airport Group Limited Company, Chongqing 401120, China

Abstract: Microstructure and tensile behavior was investigated by means of OM, SEM, TEM and tensile test methods of aluminum-lithium alloy under two different temper. Tensile crack initiation and propagation behavior was studied by in situ scanning electron microscope observation at room temperature. It was found that main precipitations of T3 temper Al-Li alloy are small δ' phase, and small T1 phase, δ' phase and θ' phase for T6 temper alloy. Results of in-situ tensile test indicate: lots of slip bands appeared inside the grains of T3 temper Al-Li alloy. The slip bands turned coarse with the increase of strain. With the occurrence of cross slip cracks initiated at second phases and grew along slip bands. Less slip bands were found during the tensile of T6 temper Al-Li alloy, and the cracks initiated and propagated along the grain boundary and second phases. The main precipitation δ' phase in T3 alloy was coherent with the matrix so it can be easily cut through by dislocation, and the fractography is smooth with transgranular fracture. T1 phases in T6 alloy can be sheared by dislocation, but the retardant affect is significant, and its fractography is showing character of intergranular mostly with lots of secondary crack.

Key words: Al-Li alloy; tensile damage behavior; SEM in-situ observation

• 本刊开设特约文章专栏 •

为了尽快反映科技动态,宣传科研及学科带头人,本编辑部决定增设特约文章专栏。特约文章由国家重大科研项目和基金项目的负责人、学科带头人撰写,报道内容主要包括先进材料、功能材料、金属材料、复合材料、陶瓷材料等材料类的科研成果、理论探讨、专题性或综合性的动态评述等,来稿应具有创新性、科学性。论文篇幅 8000 字左右。特约文章优先发表,欢迎各位专家、学者踊跃投稿。

联系电话:020-61086285

投稿邮箱:clyjyyy@gdinm.com 或 gdys6108@163.net