

氧化物对快速凝固 Al-Li-Mg 合金超塑性的影响

北京航空材料研究所 吴一雷 张少卿 柴世昌 余正华

本文利用扫描电镜、图象分析仪等研究了氧化物对快速凝固 Al-Li-Mg 合金超塑性的影响, 结果表明: 随着超塑温度的升高, 合金的断裂特征由沿晶向沿粉粒边界断裂过渡, 粉界强度取决于其氧化膜的含量。在同等条件下, 粉粒越细, 氧化膜越多, 超塑性越差。

The Effect of Oxide on the Superplasticity of P/M Al-Li-Mg Alloy

Wu Yilei Zhang Shaoqing Chai Shichang Yu Zhenghua
(Institute of Aeronautical Materials, Beijing)

The effect of oxide on the superplasticity of P/M Al-Li-Mg alloy has been studied by the SEM and image analysis system. It shows that the fracture feature of the alloy would transit from intergranular to inter-PPB with the increasing temperature. The strength of PPB is determined by the content of oxide on it. Under the equal conditions, with the decreasing of power particle diameter, the oxide increases and the superplasticity of the alloy deteriorates.

一、前言

铝锂合金在与普通铝合金强度相当条件下, 其密度可降低约 10%, 弹性模量可提高约 10%。做为目前唯一可与复合材料相竞争的铝合金, 受到世界各国宇航界的高度重视。快速凝固铝锂合金成分均匀, 是微晶材料, 其第二相细小且分布均匀, 众多研究作业已证明快速凝固铝锂合金具有超塑性^[1~3], 这便为铝锂合金在宇航工业中的广泛应用打下了更加坚实的基础。但快速凝固铝锂合金中氧化物与超塑性的相互关系迄今了解不多。因此本文采用超声雾化技术和轧制工艺制备了微晶低密度的 Al-3Li-1Mg 合金, 对氧化物在超塑变形中的作用进行了初步的研究。

二、实验过程

1. 材料制备

在超声雾化装置上制备快速凝固 Al-Li-Mg 合金粉末。经筛分后, 将其装入铝包套。冷压实、热除气、焊合。在压力机上压扁后, 于 450℃ 热轧成 10mm 厚板, 随后进行 400℃/8h 过时效处理, 最后在 300℃ 温轧成 2mm 薄板。温轧板经 450℃/20min 再结晶处理后加工成板片状拉伸试样, 其晶粒呈等轴状, 尺寸小于 4μm。合金 A 的成分列于表 1, 其密度为 2.44g/cm³。

2. 试验

在 INSTRON-1185 试验机上进行超塑拉伸, 控温精度 ±0.5℃, 测定合金 m 值及最大延伸率 δ_p 。

表 1 合金 A 的化学成分

元 素	Li	Mg	Zr	Fe	Si	Al
wt %	3.48	1.55	0.10	0.30	<0.05	余

利用 JSM-35 扫描电镜观察合金断口形貌和空洞特征。在 H-800 透射电镜上观察合金细微组织结构。氧化物质点百分含量由 M-V2 型图像分析仪测出, 其类别则由 XSAM800 表面分析仪进行鉴定。

三、实验结果及讨论

图 1 示出了合金 A 在 370℃、400℃、450℃ 和 500℃ 下的 m - $\dot{\epsilon}$ 曲线。从中可以看出, 随试验温度的升高, 4 条曲线极值点的 $\dot{\epsilon}$ 值也依次增大, 但变化范围不大, 约为 $5 \times 10^{-3} \sim 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 。370℃、400℃ 和 450℃ 时的最大 m 值很接近, 约为 0.28, 而在 500℃ 时则升至 0.33。

根据 m - $\dot{\epsilon}$ 曲线, 选择了几个试验温度和几个应变速率, 测出了它们对合金最大延伸率和流动应力的影响, 结果示于图 2。随 $\dot{\epsilon}$ 增大, 合金的 δ_p 在约 $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 处出现峰值, 且 400℃ 时的 $\delta_{\max} > 450℃$ 时的 $\delta_{\max} > 500℃$ 时的 δ_{\max} 。合金最大延伸率为 238%。流动应力变化规律与其它超塑铝合金相同, 随试验温度升高而下降, 随应变速率增大而上升。

从图 1 和图 2 综合考虑可发现, 虽然合金在 500℃ 时具有较高的 m 值, 但其延伸率却较 400℃ 和 450℃ 时的低, 这

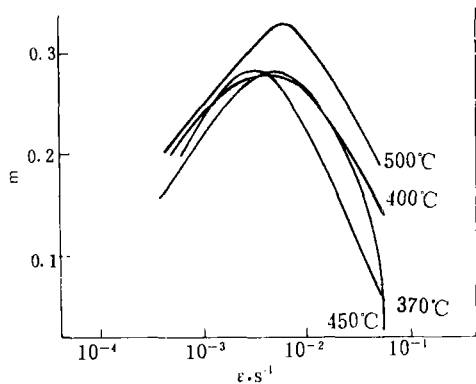


图 1 合金 A 的 m - $\dot{\epsilon}$ 曲线 (370~500℃)

似乎有背于常理。一般来讲, 首先, 合金晶界上的氧化物质点 (来源于粉末颗粒表面的氧化膜) 和析出相 (形成于过时效处理过程) 均能起钉扎晶界的作用, 从而在超塑变形过程中防止晶粒长大, 即起微细晶粒稳定剂的作用^[4]。从图 3 可以看到, 在合金 A 的晶界上分布着 γ - Al_2O_3 和 Al_2MgLi 等第二相质点, 其尺寸在 0.2~1.0 μm 之间。其次, 超塑断裂一般为沿晶断裂, 即主要起因于空洞的沿晶长大和联接, 而空洞一般是在第二相粒子 (诸如 Al_2MgLi 和 γ - Al_2O_3 等) 和三叉晶界优先形成的^[5]。图 4 示出了合金 A 超塑断裂表面上的空洞形貌, 在空洞底部可见到许多晶粒。这证实了空洞是沿晶长大和联接的。但从图 5 可以发现, 合金 A 在 400℃ 超塑变形时的断口基本上是沿晶的, 到了 450℃ 就有一些是沿粉末颗粒边界 (PPB) 断裂的了, 而到 500℃, 大量粉末颗粒均已脱离, 即粉末界面间结合强度已大大降低, 在经受轻微的径向应力后便与基体发生早期分离, 导致合金的低塑性断裂。这说明, 随着温度的升高, 合金 A 的超塑断裂方式由因空洞沿晶长大和联接而导致的沿晶断裂向由因粉末颗粒界面强度急剧下降而导致的低塑性 PPB 断裂过渡。这便较好地解释了图 1 和图 2 中的现象。

由于锂和氧的亲合力最强, 所以铝锂合金粉末表层极易产生氧化膜, 从而影响粉粒界面间的结合强度, 而且粉末粒度越细, 其原始颗粒边界表面积愈大, 氧化膜便越多, 越不容易破碎。在本试验中, 试样虽经轧制处理, 但受变形量、粉末粒度等因素的影响, 大量粉末颗粒界面上仍保存有氧化膜, 这便使粉粒在高温下的结合强度较低温更差, 导致低塑性的 PPB 断裂。

为对氧化物与塑性关系有定性认识, 本试验挑选了

材料工程

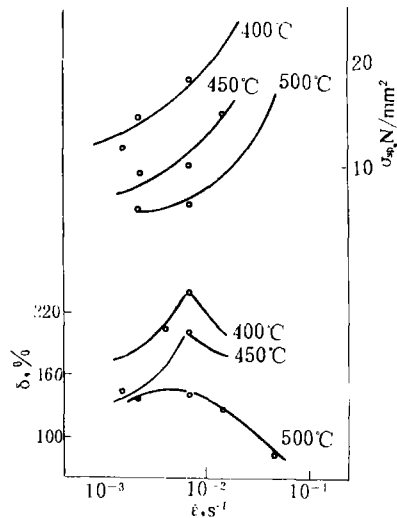


图 2 温度和应变速率对延伸率及流动应力的影响

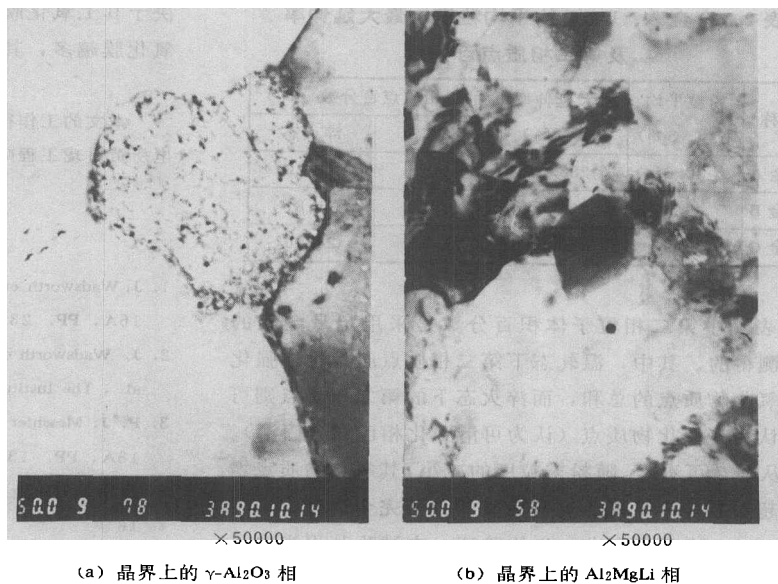


图 3

另外两种成分与合金 A 相当, 但粉末粒度不同的合金——合金 B 和 C, 在经受与合金 A 相同的热机械处理后, 在合金 A 的最佳超塑条件下进行拉伸 ($T=400^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}=8.33\times 10^3\text{s}^{-1}$), 其结果示于表 2。

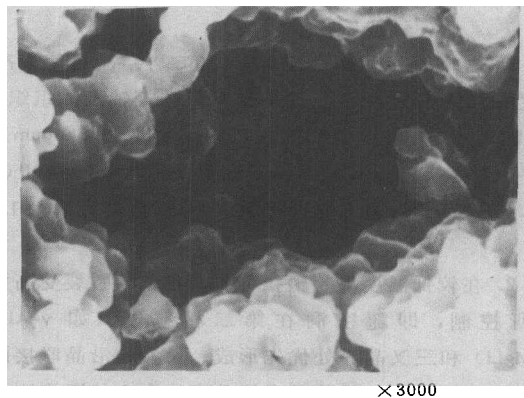


图 4 合金 A 超塑断口上的空洞形貌

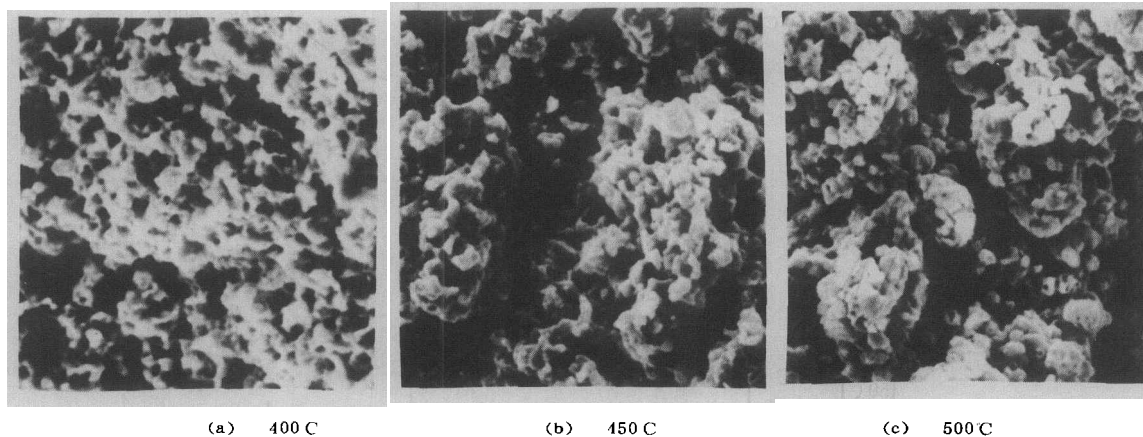


图5 合金A在不同温度下的断口形貌(×500)

表2 合金A、B、C的平均粒度、最大延伸率
及第二相质点百分数

名称	粉粒平均 粒度(μm)	最大延伸率 δ_{\max} (%)	第二相质点百分数(%)	
			温轧态	淬火态
合金A	52.6	238.2	—	11.12
合金B	44.4	225.4	20.11	11.81
合金C	32.9	150.3	28.67	20.00

表2中第二相粒子体积百分数是采用定量金相的方法测得的。其中,温轧态下第二相质点应是可溶强化相和氧化物质点的总和,而淬火态下的第二相质点则可近似认为是氧化物质点(认为可溶强化相已充分固溶)。

从表2可看出,随粉末粒度的减小,其氧化物质点增多,超塑延伸率下降。这与前文的分析完全吻合。

为对上述观点作进一步的验证,本试验利用光电子能谱对合金A淬火态试样中的第二相质点进行了分析。为避免表层污染的影响,采谱前对试样进行了3min的刻蚀。结果表明,试样中存在 γ - Al_2O_3 、 Li_2O 和 MgO 等氧化物,未发现如 Al_2MgLi 等可溶相质点。其中, $\text{Al}^{3+}:\text{Li}^+:\text{Mg}^{2+}=1:0.56:0.44$; $\text{Al}^{3+}/\text{Al}^{\text{met}}=2.97$ 。

四、结论

1. 热轧+过时效+温轧+450℃再结晶可使激冷低密度Al-3Li-1Mg合金获得小于4μm的等轴细晶组织。如 Al_2MgLi 、 γ - Al_2O_3 等微细第二相质点(尺寸 $\leq 1.0\mu\text{m}$)在晶界上弥散分布。其最佳超塑变形条件为: $T=400^\circ\text{C}$, $\dot{\epsilon}=8.33\times 10^{-3}\text{s}^{-1}$,最大延伸率为238%,流动应力为18N/mm²。

2. 在较低温度下超塑拉伸时,合金的断裂受晶界强度所控制,即随空洞在第二相粒子(如 γ - Al_2O_3 、 Al_2MgLi)和二叉晶界处优先形成、长大和沿晶联接而产生超塑沿晶断裂。随着温度的升高,合金的断裂则从受晶界强度控制向受粉界强度控制过渡,而粉界强度则取

决于其上氧化膜的含量。在同样试验条件下,粉粒越细,氧化膜越多,其超塑延伸率越低。

本文的工作得到了于桂复高级工程师、侯淑娥工程师、机电所黄月珑工程师等同志的大力协助,在此表示衷心的感谢!

参考文献

1. J. Wadsworth et al., Metallurgical Transactions A, 1985, Vol. 16A, PP. 2319-2332
2. J. Wadsworth et al., Aluminum-Lithium Alloys II, C. Baker et al., The Institute of Metals, London, 1986, PP. 199-212
3. P. J. Mesehter et al., Metallurgical Transactions A, 1987, Vol. 18A, PP. 1333-1335
4. 张永昌等,金属科学与工艺,1985,Vol. 4, No. 3, PP. 11-16
5. 刘勤,金属的超塑性,上海交大出版社,1989

高纯硅溶胶通过技术鉴定

由北京航空材料研究所研制的高纯硅溶胶于1992年5月25日~27日在京通过技术鉴定。来自天津大学、北京大学、化学工业部等8个单位的专家、代表共23人出席了会议。天津大学沈继耀教授主持会议,航空航天部科学技术研究院负责同志胡元凯讲了话,高纯硅溶胶课题负责人王兴业高级工程师详细介绍了硅溶胶的研制过程及性能指标。经专家、代表们评议一致认为:北京航空材料研究所研制的高纯硅溶胶理化指标已达到任务书要求,其纯度和稳定性居国内领先水平,与国外同类产品相当;高纯硅溶胶的制备工艺可行,技术条件选择有新意,满足了介电复合材料的技术要求,为军工产品的研制做出了贡献。

(祝印兰)