

Al-Li 基合金中 S' 相透射电镜原位观察^①

甄 良 崔约贤 孙东立 杨德庄

(哈尔滨工业大学)

摘 要

用透射电镜双倾台围绕 $[220]_z$ 作系列倾转, 原位观察了Al-Li-Cu-Mg-Zr合金中S'相的形貌及其与母相的位向关系。观察结果表明, Al-Li基合金中S'相成群析出, 其单体呈板条状, 惯习面为 $\{021\}_z$, 沿 $\langle 100 \rangle_z$ 方向长大。沿同一方向生长的多个S'相单体组合成片状的板条群并躺在 $\{110\}_z$ 面上。

关键词: Al-Li基合金, 显微组织, S'相

文献[1~3]表明, S'相以板条状析出, 惯习面为 $\{021\}_z$, 沿 $\langle 100 \rangle_z$ 方向长大; 在Al-Li-Cu-Mg合金中, S'相是重要强化相之一, 可分散共面滑移, 以提高Al-Li基合金的强度和塑性^[1-5]。但迄未完全搞清Al-Li基合金中S'相的形态及分布。本文作者则用Al-Li-Cu-Mg-Zr合金试样, 在透射电镜下做系列倾转原位观察, 搞清了S'相的空间形貌及惯习面等晶体学特征, 对深入理解Al-Li基合金中S'相的强化机制具有重要的理论与实践意义。

1 材料及试验方法

试验用合金的化学成份(wt.-%)为 Al-1.94 Li-2.36 Cu-0.84 Mg-0.073 Zr- < 0.02 Fe- ~ 0.02 Si。在氩气保护下熔铸。铸锭在 $510^\circ\text{C} / > 24\text{h}$ 均匀化处理后, 表面包铝, 再按常规工艺热轧和冷轧, 最终得到2mm厚薄板。固溶处理在 KNO_3 盐浴中进行, 温度为 530°C , 保温30min后水淬。时效处理在恒温干燥箱中进行, 时效温度为 170°C 及 190°C 。

显微组织观察在CM12/STEM型电子显微镜上进行, 加速电压为120kV。薄膜样品在30% HNO_3 甲醇溶液中电解双喷减薄, 温度为 -20°C , 电压为15~30V。

2 试验结果

透射电镜观察结果表明, 试验用合金中S'相以片状板条群形式析出。 170°C 时效时, 片状板条群的形状较规则, 且片内板条较细长, 如图1(a)和(b)所示。 190°C 时效时, S'相析出量较 170°C 时效时少很多, 板条较粗且近于棒状。由于 190°C 时效时S'相析出量少, 所以S'相以片状形式聚集的趋势不大明显。但 190°C 时效前施加2%预拉伸, 时效后S'相析出量明显增大, 则又呈现片状聚集趋势, 只是形态不大规则, 见图1(c)和(d)。

为了分析片状S'相板条群的空间形态及其与母相的位向关系, 通过系列倾转对 170°C 时效140h的试样进行了原位观察, 结果如图2所示。

图2(a)和(b)分别为基体 $[011]_z$ 晶带轴的衍

^①于1992年1月20日收到

衬像和衍射花样。衍衬图中有两种典型形态：细长的 A 型析出和片状的 B 和 C 型析出。参照衍射花样可以确定出 A 型析出的长轴方向为 $[100]_{\alpha}$ ，B 和 C 型析出中条纹的方向为 $[01\bar{1}]_{\alpha}$ 方向。从 $[011]_{\alpha}$ 晶带轴转过 35° 后到 $[111]_{\alpha}$ 晶带轴，可得到如图 2(c)和(d)所示的衍衬像和衍射花样。由衍衬像可见，晶体从 $[011]_{\alpha}$ 转到 $[111]_{\alpha}$ 晶带轴时，A 型析出的形态未变，而片状的 B 和 C 型析出则变为与 A 型析出形态相同但方向不同的细长针片状。由衍射花样分析可知，A 型析出的长轴方向为 $[211]_{\alpha}$ ，B 型析出为 $[11\bar{2}]_{\alpha}$ ，C 型析出为 $[1\bar{2}1]_{\alpha}$ 。除这些衬度较大的板条群外，还可看到分别与这些析出物平行的衬度很小的条纹。从 $[111]_{\alpha}$ 晶带轴再倾转 20° 到 $[211]_{\alpha}$ 晶带轴时，其衍衬像及衍射花样如图 2(e)和(f)所示。发现 A 型析出的形态仍未改变，只是尺寸略有缩小，而 B 型和 C 型析出稍变宽，并出现平行排列的条纹衬度。在 $(\bar{1}1)_{\alpha}$ 膜面上，A 型析出的长轴方向为 $[111]_{\alpha}$ ，B 型析出中条纹方向为 $[2\bar{5}1]_{\alpha}$ ，C 型析出中条

纹方向为 $[21\bar{5}]_{\alpha}$ 。

3 讨论

若按文献[1-3]的观点，Al-Cu-Mg 合金中的 S' 相为板条状，沿 $\langle 100 \rangle_{\alpha}$ 方向长大，惯习面为 $\{210\}_{\alpha}$ ，本试验中观察到的 S' 相的片状板条群就应躺在 $\{210\}_{\alpha}$ 面上，但这样就无法解释上述系列倾转中衍衬像所发生的变化。其次，假如片状 S' 相板条群躺在 $\{210\}_{\alpha}$ 面上，则通过位向关系应能确定图 2(e)中的 A 型析出躺在 $(0\bar{1}2)_{\alpha}$ 或 $(02\bar{1})_{\alpha}$ 面上，B、C 型析出分别躺在 $(\bar{1}02)_{\alpha}$ 和 $(\bar{1}20)_{\alpha}$ 面上；但 $(0\bar{1}2)_{\alpha}$ 或 $(02\bar{1})_{\alpha}$ 与样品膜面 $(211)_{\alpha}$ 间的角度为 79.48° ，而 $(\bar{1}20)_{\alpha}$ 和 $(\bar{1}02)_{\alpha}$ 却与 $(211)_{\alpha}$ 垂直。由图 2(e)也可以看出，B、C 型析出的宽度明显大于 A 型。说明片状板条群与膜面垂直时衍衬像的宽度大于与膜面成锐角时的宽度。所以，文献[1-3]所说该合金中的板条群也躺在 $\{210\}_{\alpha}$ 面上的观点与事实不符，且无法解释图 2 衍射花

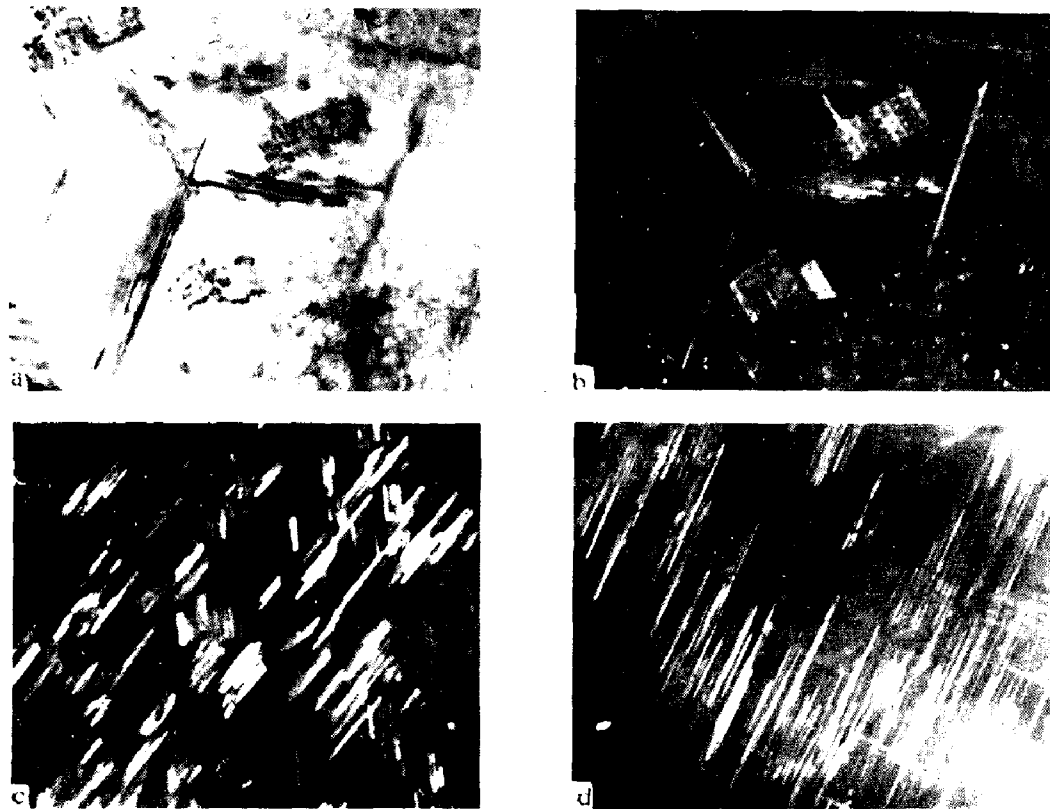


图 1 不同时效状态下的 S' 相形貌 ($\times 38,250$)

(a)— $170^{\circ}\text{C} / 140\text{h}$ ，明场像；(b)— $170^{\circ}\text{C} / 140\text{h}$ ，暗场像；

(c)—预拉伸 2% 后 $180^{\circ}\text{C} / 30\text{h}$ ，暗场像；(d)—预拉伸 2% 后 $190^{\circ}\text{C} / 100\text{h}$ ，暗场像

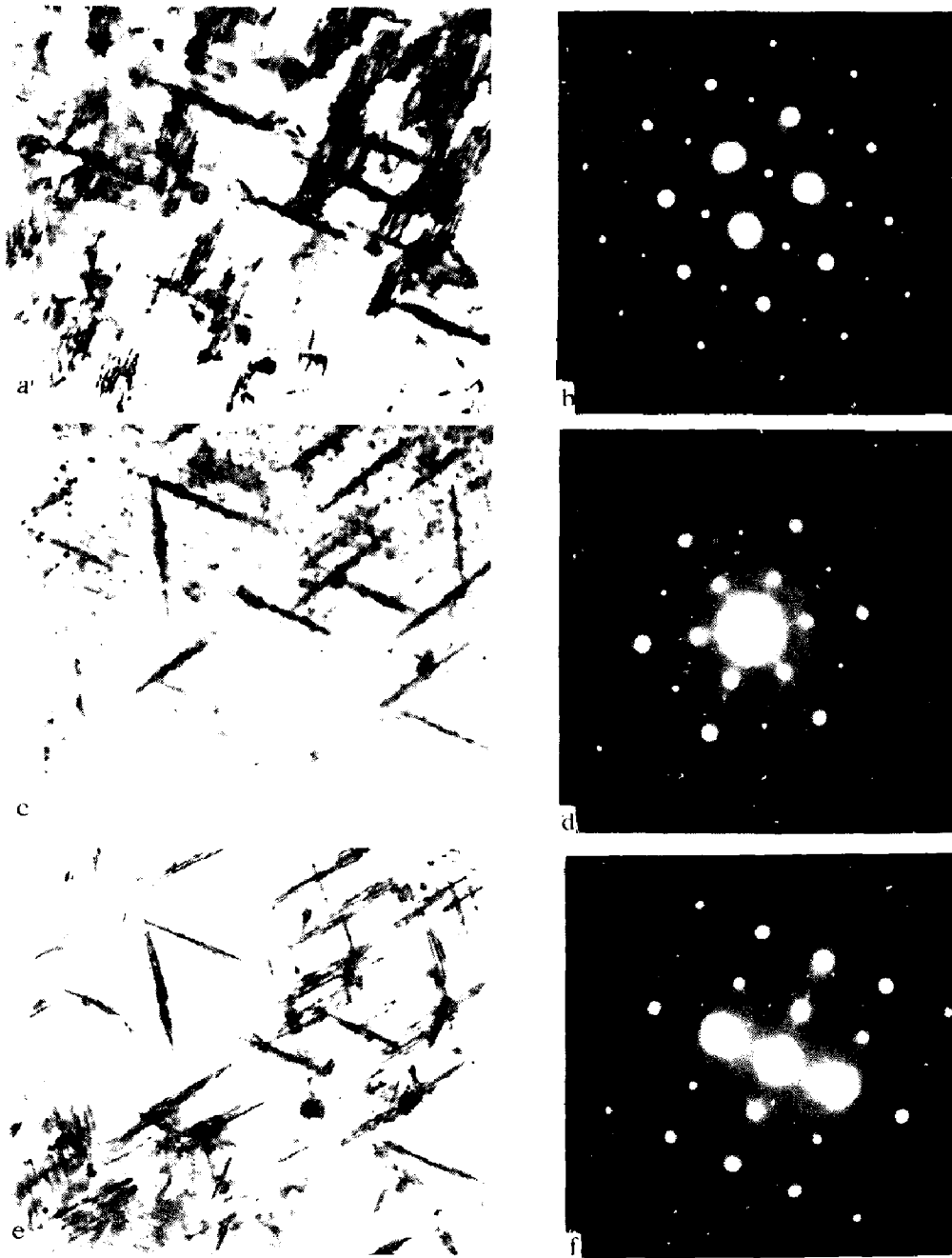


图2 170℃时效140h后试样中不同膜面S'相的衍衬像及对应的衍射花样($\times 33,750$)

(a)— $[011]_{\alpha}$ 膜面衍衬像; (b)— $[011]_{\alpha}$ 衍射花样; (c)— $[111]_{\alpha}$ 膜面衍衬像;
(d)— $[111]_{\alpha}$ 衍射花样; (e)— $[211]_{\alpha}$ 膜面衍衬像; (f)— $[211]_{\alpha}$ 衍射花样

样中 $\langle 110 \rangle_{\alpha}$ 方向的芒线。

从衍射花样中 $\langle 110 \rangle_{\alpha}$ 方向出现芒线这一事实出发,设想片状S'相板条群躺在 $\{110\}_{\alpha}$ 面上,并由此提出了如图3所示的模型。用此模型可对观察结果作为解释。

因 $\{110\}_{\alpha}$ 晶面组共有六个晶面,其中 (110) 、 $(\bar{1}10)$ 、 (101) 和 $(\bar{1}01)$ 都与膜面 (011) 成 60° 角。在 (110) 和 $(\bar{1}10)$ 面上各有一 $[001]$ 方向,在 (101) 和 $(\bar{1}01)$ 面上各有一 $[010]$ 方向,这两

个方向在 (011) 膜面上的投影都是 $[01\bar{1}]$ 方向。又 (011) 面与 (011) 膜面垂直,它的面上有一 $[100]$ 方向,在膜面上的投影还是 $[100]$ 方向。因此,可以认为图2(a)中A型析出为躺在 $(01\bar{1})_{\alpha}$ 面上片状S'相板条群的投影。因为它与膜面垂直所以衍衬像最窄。又由于S'相呈板条群析出其衍衬像有一定的宽度。图2中B、C型析出分别是 $(110)_{\alpha}$ 、 $(\bar{1}10)_{\alpha}$ 、 $(101)_{\alpha}$ 及 $(\bar{1}01)_{\alpha}$ 面上的S'相片状板条群在膜面上的投

影。因为它们与膜面都成 60° 角，故其衍衬像宽度大于 A 型析出。图 4(a) 为 $[110]_x$ 晶带轴的另一张衍衬像。这张照片的衬度较好，可以更清楚地分清 S' 相的形态。由图中躺在膜面 $(011)_x$ 上的 S' 相板条群 F 来看，片中条纹的方向为 $[100]_x$ 。说明 S' 相的板条是沿 $[100]_x$ 方向长大的。又由于 $[100]_x$ 方向与 $(011)_x$ 膜面平行，而 $[010]_x$ 和 $[001]_x$ 与膜面成 45° 角，所以 B、C 型析出的条纹短于 A、F 的相应条纹。

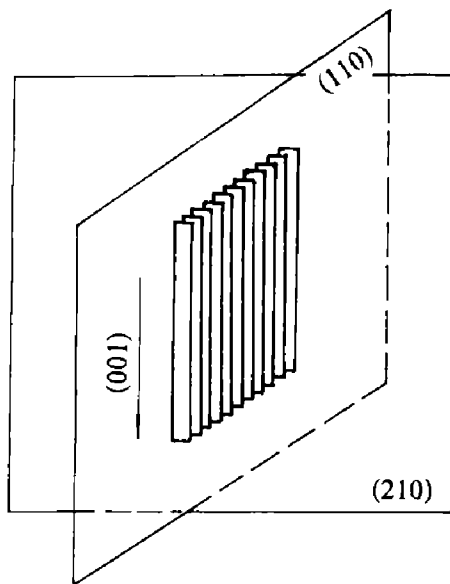


图 3 S' 相片状板条群的空间形貌模型

对 $(111)_x$ 膜面而言， (110) 、 (101) 及 (011) 面与之成 35° ，而 $(\bar{1}10)$ 、 $(\bar{1}01)$ 及 $(0\bar{1}1)$ 面与之

成 90° 。在后三个面上分别有 $[001]$ 、 $[010]$ 和 $[100]$ 方向，它们在膜面上的投影分别为 $[11\bar{2}]_x$ 、 $[1\bar{2}1]$ 和 $[2\bar{1}1]$ 。这三个方向互成 60° 角，与图 2(c) 中的衍衬像是对应的。因此，可以认为图 2(c) 中 A、B 和 C 型析出。分别是 $(0\bar{1}1)_x$ 、 $(\bar{1}10)_x$ 和 $(\bar{1}01)_x$ 面上片状 S' 相板条群在 $(111)_x$ 膜面上的投影。

对 $(211)_x$ 膜面而言， (110) 和 (101) 面与之成 30° 角。在两个面上分别有 $[001]$ 和 $[010]$ 方向，它们与膜面成 24° 角，在膜面上的投影分别为 $[21\bar{5}]$ 和 $[2\bar{5}1]$ 。 $(\bar{1}10)$ 和 $(\bar{1}01)$ 面与膜面约成 73° ，其上分别有 $[001]$ 和 $[010]$ 方向。 (011) 面与膜面约成 55° 角，其上的 $[100]$ 方向与膜面成 54° 角，投影为 $[\bar{1}11]$ 方向。 $(0\bar{1}1)$ 面与膜面垂直。由图 2(e) 可以确定，A 型析出位于 $(0\bar{1}1)_x$ 面上，B 型析出位于 $(\bar{1}10)_x$ 面上，C 型析出位于 $(011)_x$ 面上。这一位向关系与图 2(a) 和 (c) 中所得结果完全相同。因为 $(\bar{1}10)_x$ 和 $(\bar{1}01)_x$ 面与膜面所成的角度小于 $(0\bar{1}1)_x$ 与膜面所成的角度，致使 B 和 C 型析出的宽度大于 A 型。

图 4(b) 为另一张 $(211)_x$ 膜面的衍衬照片。从中可同时观察到 $\{110\}_x$ 晶面组的大个晶面上的 S' 相片状板条群。其中 A、B 和 C 型析出与图 2 中的 A、B 和 C 型相对应，分别为 $(0\bar{1}1)_x$ 、 $(\bar{1}10)_x$ 和 $(\bar{1}01)_x$ 面上的析出物。D 型析

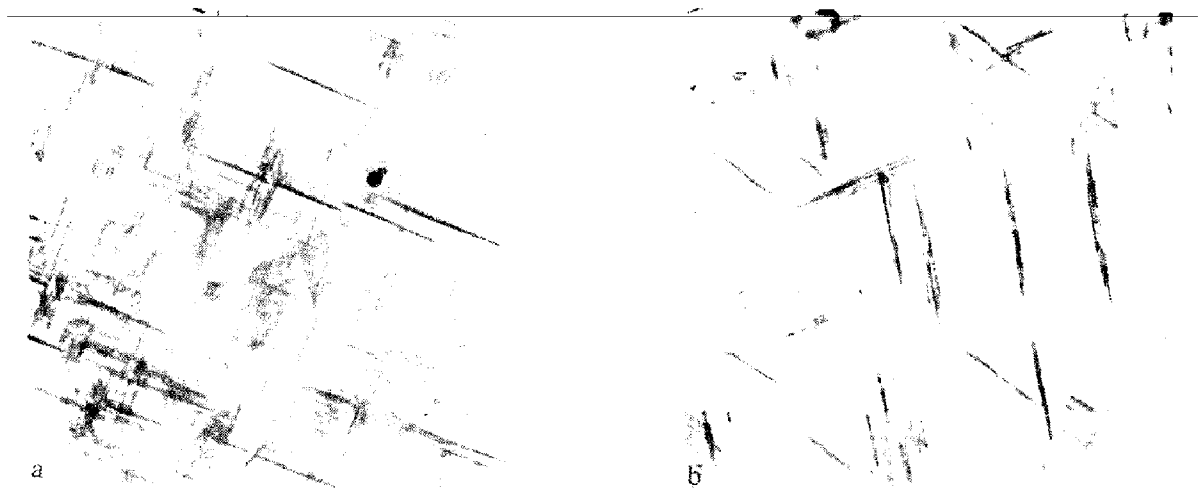


图 4 170° 时效 140 h 试样中不同膜面的 S' 相形貌 (×38,250)

(a)— $[011]_x$ 膜面明场像; (b)— $[211]_x$ 膜面明场像

出中条纹方向为 $[2\bar{5}1]_{\alpha}$, E 型为 $[21\bar{5}]_{\alpha}$, F 型为 $[\bar{1}11]_{\alpha}$ 。不难看出, D 和 E 分别为躺在 $(101)_{\alpha}$ 和 $(110)_{\alpha}$ 面上的片状板条群在膜面上的投影。因为这两个面与膜面仅成 30° 角, 所以它较宽, 但衬度小。在图 2(e)中也可观察到 D 和 E 型析出, 只是不太清晰。F 型析出躺在 $(011)_{\alpha}$ 面上。由于 $(011)_{\alpha}$ 面与膜面约成 55° 角, 使 F 型析出的宽度大于 B 和 C 型析出的宽度, 却略小于 E 和 D 型析出的宽度。又由于 $[010]$ 和 $[001]$ 方向与膜面所成的角度为 24° , 而 $[100]$ 的方向与膜面成 54° 角, 所以 B、C、D 和 E 型析出的长度大于 A 和 F 型析出的长度。

4 结论

(1) Al-1.94 Li-2.36 Cu-0.84 Mg-0.0732 Zr 合金的 S' 相单体为板条状, 多个平行生长的 S' 相单体组合成片状 S' 相板条群。S' 相单体的惯习面为 $\{210\}_{\alpha}$, 沿 $\langle 100 \rangle_{\alpha}$ 方向长大, 但 S' 相的片状板条群却躺在 $\{110\}_{\alpha}$ 面

上;

(2) 热处理制度对 Al-Li 基合金中 S' 相的形态略有影响。170℃时效时, S' 相的片状板条群较规则, 板条较细; 190℃时效时, S' 相析出量少。时效前施以 2% 预拉伸后, 则形成由较粗的板条聚集在一起的不大规则的板条群。

徐仁根同学参加了本文的部分工作, 借以表示衷心的感谢

参考文献

- 1 Silcock J M J. *Inst. Met.*, 1961, 89: 203
- 2 Lorimer C W. In: Russel K C, Aron H I. *Precipitation Process in Solid*. TMS-AIME. 1978, 87
- 3 Sen N, West D R F. *J. Inst. Met.*, 1969, 97: 87
- 4 Gregson P J, Flower H M. *Acta Metall.*, 1985; 33(3): 527
- 5 Peel C J et al. In: Starke E A Jr., Sanders T H Jr., *Aluminium-Lithium Alloys II*, TMS-AIME:1984, 219