

2197 铝锂合金化学铣切工艺研究

易慧芝, 邓飞跃, 张忠亭

(中南大学 化学化工学院, 长沙 410083)

[摘要] 为确定适用于 2197 铝锂合金的化学铣切工艺, 先通过对比实验筛选出适用的碱洗液和化铣液, 之后设计正交试验, 以化铣试样的表面粗糙度为参数, 确定了化铣液的最优配方, 并研究了化铣温度和化铣厚度对化铣效果的影响。结果表明: 碱洗液以 NaOH 溶液 (NaOH 质量浓度 10~20 g/L) 为好; 化铣液各组分最佳配比为 NaOH 200 g/L, Na₂S 35 g/L, Al³⁺ 45 g/L, 三乙醇胺 50 g/L; 该化铣液的化铣温度以 85 °C 为宜, 化铣厚度不宜高于 5 mm。

[关键词] 化学铣切; 2197 铝锂合金; 表面粗糙度

[中图分类号] TG506.9

[文献标识码] A

[文章编号] 1001-3660(2010)04-0073-04

Study on the Chemical Milling Process of 2197 Al-Li Alloy

YI Hui-zhi, DENG Fei-yue, ZHANG Zhong-ting

(School of Chemistry and Chemical Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

[Abstract] Through comparing the experimental application of the base lotion and chemical milling solution, the pre-treatment process was screened, and then the optimal formula of milling liquid was determined by orthogonal method with the surface roughness as the evaluation parameters, also the effect of chemical milling temperature and the thickness of milling on the chemical milling was studied. The chemical milling process was determined: alkaline lotion with NaOH solution (NaOH concentration of 10~20 g/L) is good; in chemical milling solution the optimum ratio of each component is NaOH 200 g/L, Na₂S 35 g/L, Al³⁺ 45 g/L, triethanolamine 50 g/L; The chemical milling temperature of 85 °C is suitable, chemical milling thickness should be less than 5 mm.

[Key words] chemical milling; 2197 Al-Li alloy; surface roughness

铝锂合金具有低密度、高弹性模量、高比强度和 high 比刚度, 在航空航天领域有十分广阔的应用前景。化学铣切^[1]是航空航天工业中常用的一种铝合金加工方法, 目前我国针对常规铝合金 (7000, 2000 系列) 的化学铣切工艺已经较为成熟, 已成功应用于工业生产, 并且相关化铣工艺研究的报道还在陆续出现^[2-3]; 但对铝锂合金的化学铣切加工还研究较少, 尚不能达到化铣零件性能指标的高精度和工艺条件控制的高精度, 其关键技术还有待突破。

第 3 代铝锂合金 (以美铝的 2099, 2199, 2397 和加铝的 2196, 2098, 2197 为代表) 在国外应用还不是很广泛, 国内的应用研究也刚刚起步, 基于安全性要求, 在新材料应用之前必须做好充分的技术基础研究, 化学铣切工艺是其中一项关键技术, 文中着重研究最有代表性的 2197 铝锂合金的化学铣切工艺。2197 铝锂合金是 Al-Cu-Li 系脱溶强化型铝锂合金^[4], 合金化程度

高且强度大, 合金中加入的合金元素 (如 Cu, Li, Zn, Mg 等) 提高了铝锂合金的耐蚀性、可焊性、韧性等性能, 但同时也使得对其进行化学铣切时要求更为苛刻, 因此, 研究 2197 铝锂合金的化学铣切工艺具有重大意义。

由于化学铣切对铝锂合金的表面粗糙度改变较大, 而表面粗糙度的大小将直接影响到基体材料的性能, 一般要求表面粗糙度 $Ra \leq 1.6 \mu\text{m}$, 故将试样经化铣后的表面粗糙度作为评价标准, 化铣速率作为参考, 设计对比性试验^[5-6], 拟确定适用于 2197 铝锂合金的化学铣切溶液及相关工艺参数。

1 实验

1.1 实验材料及仪器

试样采用 2197 铝锂合金板材, 规格为 200 mm ×

100 mm×10 mm,合金中 Cu,Li,Mg,Zn,Mn,Zr,Ti,Fe,Si 的质量分数分别为 3.87%,1.56%,0.34%,0.48%,0.3%,0.12%,0.07%,0.07%,0.03%,Al 为余量。

实验中用到的仪器包括 WykoNT9100 三维表面白光轮廓仪、超声波测厚仪、微米千分尺、金相显微镜。

1.2 工艺

化学铣切之前,试样需先进行表面预处理,以去除铝合金表面的自然氧化膜,露出新鲜的基体,具体工艺流程如下:丙酮除油→水洗→碱洗→水洗→出光(出光液为体积分数约 30%的硝酸溶液)→干燥。实验中所用碱洗液有 2 种,其配方及相关工艺参数见表 1,拟筛选出最佳碱洗工艺。

表 1 碱洗液组分及其工艺参数

Tab.1 The chemical components of alkaline solution and craft parameter

| 碱洗液 编号 | 组成 | | 工艺 | |
|-----------|-------------------------------|--|------|--------|
| | NaOH /(g·L ⁻¹) | Na ₂ CO ₃ /(g·L ⁻¹) | 温度/℃ | 时间/min |
| 1 | 10~20 | | 30 | 1 |
| 2 | 25 | 20 | 50 | 1 |

化学铣切工艺流程如下:工件表面预处理→涂胶保护→固化→刻型→化铣→冷水洗→出光→冷水洗→热水洗→除胶→成品检测。实验中所用化铣液有 3 种,其配方见表 2,拟筛选出最佳化铣液。

表 2 化铣液主要配方

Tab.2 The chemical components of milling solution

| 化铣液 | 配方 |
|-----|--|
| 1 | FeCl ₃ (1.25 mol/L) |
| 2 | NaOH(100 g/L)+Na ₂ S(50 g/L)+Al ³⁺ (22 g/L) +三乙醇胺(25 g/L) |
| 3 | NaOH(100 g/L)+Na ₂ S(50 g/L)+Al ³⁺ (22 g/L) +EDTA(25 g/L)+Na ₂ CO ₃ (5 g/L) |

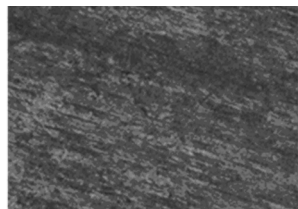
2 结果与讨论

2.1 优化工艺的确定

2.1.1 碱洗工艺的筛选

按照 1.2 中的表面预处理工艺流程,采用碱洗液 1 和碱洗液 2 分别对两块试样进行表面预处理,用金相显微镜观察其微观形貌,并与未进行预处理的试样进行对比,见图 1。从图 1 可以看出,预处理基本去除了铝基体表面的氧化层,露出了光鲜的铝基体,但采用碱洗液 1 的试样的表面晶界腐蚀和点腐蚀明显比采用碱洗液 2 的试样轻微。表面预处理后,晶界腐蚀越低,点腐蚀越不明显,化铣前的表面粗糙度就越小,化铣后

的效果就越好。故碱洗液 1 更适用于 2197 铝锂合金的表面预处理。



a 预处理前的试样



b 碱洗液1预处理后的试样



c 碱洗液2预处理后的试样

图 1 试样的表面微观形貌 200×

Fig.1 Surface metallographical image of samples 200×

2.1.2 化铣液的筛选

将经表面处理后的多个试样分别放入 3 组化铣液中,于不同温度下化铣 2 mm,测量化铣后的表面粗糙度,结果见图 2。从图 2 可以看出,在化铣厚度相同的前提下,铝合金在酸性 FeCl₃ 化铣液中化铣后的表面粗糙度高于用另外 2 种碱性化铣液化铣,且采用酸性化铣液时,温度越高,Ra 越大。由此可知,铝合金不宜用酸性溶液化铣。主要原因是:铝在酸性环境中的稳定性高于碱性环境,在酸性环境中,铝以水合氧化铝的形式在表面生成一层钝化膜,对铝起到保护作用,使其不被腐蚀;但铝合金中的铜、锌、铁等合金或杂质元素容易被溶解在化铣液中,且电位都较铝正,极易在铝合金表面置换析出,并呈分散的点状,从而使铝合金零件化铣后形成粗糙的表面。对比 2 种碱性化铣液,采用添加剂为三乙醇胺的化铣液时,化铣效果更好,根据实际生产应用情况,选择化铣液 2 成本更低。此外在碱性溶液中,Li⁺与 AlO₂⁻会形成几乎不溶的LiAlO₂,因此不必专门针对合金中的锂元素而加入特殊的添加剂。

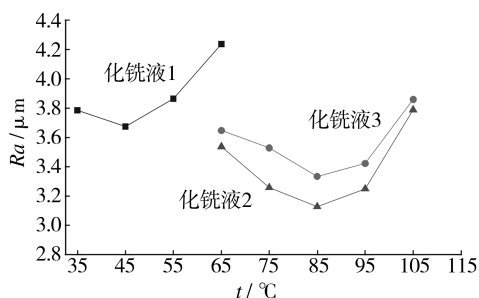


图 2 试样化铣后的表面粗糙度

Fig.2 The surface roughness of the milled samples

2.1.3 化铣液配比优化

根据 2.1.2 的结果,对化铣液 2 进行配比优化。以 NaOH、Na₂S、Al³⁺ 和三乙醇胺的浓度作为 4 个影响因素,参照 4 因素 3 水平正交表 L₉(3⁴) 配制化铣液,因素水平见表 3,设计的正交实验方案见表 4。化铣时,控制温度在 (85±1) °C,化铣深度为 (2.0±0.2) mm,以样品化铣后的表面粗糙度为评判标准。正交试验结果及相关分析数据也列于表 4。

表 3 正交试验的因素水平

| Tab.3 Factors and levels of orthogonal test | | | | |
|---|-------------------------------|--|---|-------------------------------|
| 水平 | 因素 | | | |
| | NaOH /(g·L ⁻¹) | Na ₂ S /(g·L ⁻¹) | Al ³⁺ /(g·L ⁻¹) | 三乙醇胺 /(g·L ⁻¹) |
| 1 | 150 | 25 | 30 | 20 |
| 2 | 200 | 35 | 45 | 50 |
| 3 | 250 | 45 | 60 | 80 |

表 4 正交试验结果及分析

| Tab.4 The result of the orthogonal design and its analysis | | | | | |
|--|-------------------------------|-------------------------------|---|--|-----------|
| 序号 | NaOH /(g·L ⁻¹) | 三乙醇胺 /(g·L ⁻¹) | Al ³⁺ /(g·L ⁻¹) | Na ₂ S /(g·L ⁻¹) | Ra /μm |
| 1 | 150 | 20 | 30 | 25 | 2.246 |
| 2 | 150 | 50 | 45 | 35 | 1.893 |
| 3 | 150 | 80 | 60 | 45 | 2.495 |
| 4 | 200 | 20 | 45 | 45 | 1.765 |
| 5 | 200 | 50 | 60 | 25 | 1.584 |
| 6 | 200 | 80 | 30 | 35 | 1.687 |
| 7 | 250 | 20 | 60 | 35 | 1.842 |
| 8 | 250 | 50 | 30 | 45 | 1.901 |
| 9 | 250 | 80 | 45 | 25 | 1.798 |
| K ₁ | 6.634 | 5.853 | 5.834 | 5.628 | |
| K ₂ | 4.349 | 5.378 | 5.456 | 5.422 | |
| K ₃ | 5.541 | 5.98 | 5.921 | 6.161 | |
| k ₁ (K ₁ /3) | 2.211 | 1.951 | 1.945 | 1.876 | |
| k ₂ (K ₂ /3) | 1.450 | 1.793 | 1.819 | 1.807 | |
| k ₃ (K ₃ /3) | 1.847 | 1.993 | 1.975 | 2.054 | |
| 极差 R | 0.761 | 0.2 | 0.156 | 0.245 | |

根据极差 R 的大小,可以判断出溶液中 NaOH 对试样表面粗糙度的影响最大,其次是 Na₂S 和三乙醇胺,Al³⁺ 的影响最小。根据 K 值的大小,可以确定化铣液 2 各组分的最佳配比为:NaOH 200 g/L,Na₂S 35 g/L,Al³⁺ 45 g/L,三乙醇胺 50 g/L。

采用如上优化组分进行验证试验,化铣温度 85 °C,化铣试样在扫描电镜下的微观形貌如图 3 所示,可见其表面腐蚀均匀,测得 Ra 较小(为 0.842 μm),说明这种化铣液适合铣切 2197 铝锂合金。

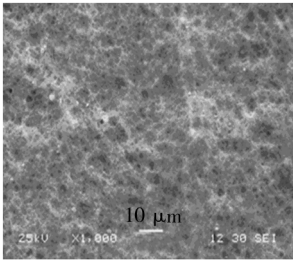


图 3 样品经优化组分的化铣液处理后的表面形貌
Fig. 3 Surface morphology of the milled sample using optimum composition

2.2 工艺条件的影响

2.2.1 温度对化铣效果的影响

实验中发现,化铣溶液的温度对化铣速率的影响非常大,当采用最佳配比的化铣液 2 化铣相同厚度时,化铣速率随温度的变化情况见图 4,可见,每升高 20 °C,化铣速率增加近 2 倍。

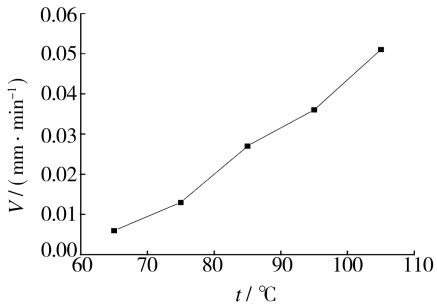


图 4 温度对化铣速率的影响

Fig. 4 The effect of temperature on milling speed

化铣试样的表面粗糙度 Ra 随温度的变化也较大,见图 5。当温度在 65~85 °C 时,Ra 随温度的升高而降低;但温度较高时,Ra 随温度升高而增大。在各温度下化铣的试样的金相图见图 6,从图中的表面形貌可看出其表面粗糙度随温度变化的情况与图 5 一致,在 85 °C 时表面粗糙度最低。根据实验结果分析可知,在 85 °C 左右进行化铣时,试样的表面粗糙度较低(为 0.842 μm),化铣速率较高(为 0.027 mm/min),满足工业生产要求。

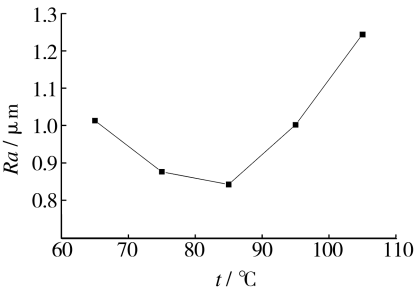


图 5 温度对化铣试样表面粗糙度的影响
Fig. 5 The effect of temperature on surface roughness of milled sample

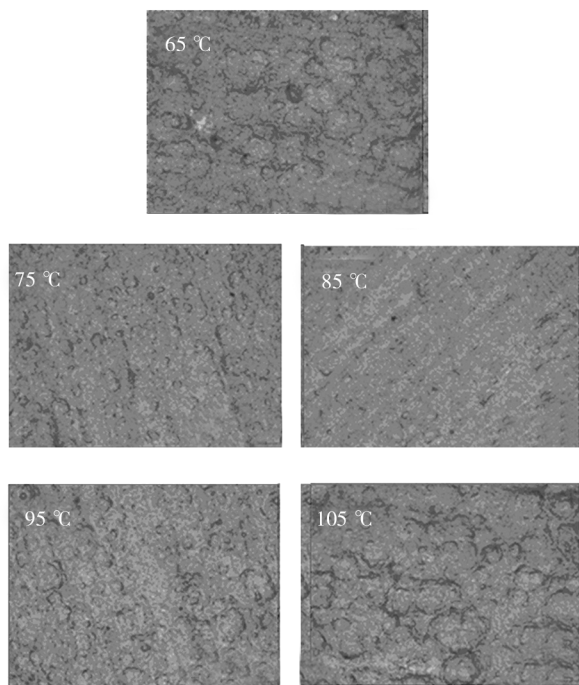


图6 不同温度下化铣样品的金相图 200×

Fig. 6 Metallographical image of

the milled sample in different temperatures 200×

2.2.2 化铣厚度对试样表面粗糙度的影响

试样表面粗糙度随化铣厚度的变化情况见图7。随着化铣厚度的增加,表面粗糙度越来越大,当化铣厚度不高于5 mm时, $Ra \leq 1.6 \mu\text{m}$,在要求的范围内;但化铣厚度超过5 mm时, $Ra > 1.6 \mu\text{m}$,且随化铣厚度的增加,其值增大得很快。其主要原因,一方面是由于化铣液与铝合金中各金属元素反应的速率各不相同,随着化铣厚度的增加,铝合金的化铣时间延长,其反应程度差异增大,导致表面粗糙度增大;另一方面,由于形成铝合金的晶粒随厚度的增加而增大,故随着化铣深度的加深,容易发生晶界腐蚀,也会导致粗糙度越来越大。

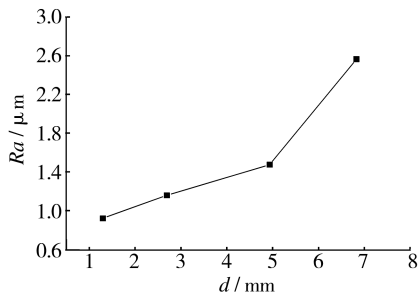


图7 试样表面粗糙度随化铣厚度的变化

Fig. 7 The effect of milling thickness on surface roughness of sample

3 结论

1) 针对2197铝锂合金,采用组分为NaOH(质量浓度10~20 g/L)的碱洗液和组分为NaOH, Na_2S , Al^{3+} 和三乙醇胺的化铣液,可以较好地达到表面预处理和化铣的要求。

2) 化铣液的最佳配方为:NaOH 200 g/L, Na_2S 35 g/L, Al^{3+} 45 g/L,三乙醇胺 50 g/L。采用该化铣液,在85 °C化铣得到的化铣试样表面光滑平整,表面粗糙度约为0.842 μm ,化铣速率达到约0.027 mm/min。

3) 化铣厚度不高于5 mm时,表面粗糙度可达到要求,用户可根据要求选择化铣厚度。

[参 考 文 献]

- [1] 哈里斯·威廉·T. 化学铣切[M]. 朱永昌译. 北京:国防工业出版社,1983.
- [2] 周一扬,黄明珠,李澄. 铝合金的化学铣切加工[J]. 模具技术,2000(1):90-91.
- [3] 尹茂生,廖广其,文庆杰,等. 铝合金筒段化学铣切工艺研究[J]. 材料保护,2005,38(8):24-25.
- [4] 黄兰萍,郑子焦,黄永平. 2197铝锂合金的组织 and 性能[J]. 中国有色金属学报,2004,14(12):2066-2072.
- [5] Dolphus L Coggins, St Louis, Walter E Lindner, et al. Aluminum Lithium Etchant: United States, 4915782[P]. 1990-04-10.
- [6] Cakir O. Chemical Etching of Aluminum[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2008, 199(1/2/3):337-340.