

冷轧变形对 Al-Cu-Li 合金晶粒形态和耐损伤性能的影响

洪鑫^{1,2,3}, 闫丽珍^{1,2,3*}, 张永安^{1,2,3}, 李锡武^{1,2,3}, 李志辉^{1,3}, 温凯^{1,2,3}

耿丽博⁴, 齐保⁴, 李颖^{1,2,3}, 熊柏青^{1,3}

(1 中国有研科技集团有限公司 有色金属结构材料全国重点实验室, 北京 100088)

(2 有研工程技术研究院有限公司, 北京 101407)

(3 北京有色金属研究总院, 北京 100088)

(4 西南铝业(集团)有限责任公司, 重庆 401326)

摘 要: 采用金相显微镜(OM)、电子背散射衍射(EBSD)、透射电子显微镜(TEM)、扫描电子显微镜(SEM)、X 射线衍射(XRD)和室温拉伸、撕裂和疲劳裂纹扩展实验方法, 探究了中间退火后 13%、23%、46% 和 68% 四种最终冷轧变形量对 Al-3.9Cu-0.74Li-0.68Mg 合金薄板晶粒形态与耐损伤性能的影响规律。研究结果表明, 随中间退火后冷轧变形量增大, 经固溶处理后薄板均发生了完全再结晶, 对应的平均晶粒尺寸和长径比明显减小, 晶粒更趋向于等轴状; 时效态合金中的析出相主要为 T_1 相, 四种变形量合金中 T_1 相尺寸、数量密度和体积分数差异不大, 定量计算了不同强化机制对屈服强度的贡献, 发现四种变形量合金的强化主要来自于 T_1 相的析出强化, 其对屈服强度的贡献为 336~367 MPa; 随冷轧变形量增大, 薄板的疲劳扩展速率增大, 对应的疲劳性能恶化, 而断裂韧性呈上升的趋势, 细小的晶粒有利于断裂韧性的改善而不利于疲劳性能。

关键词: Al-Cu-Li 合金; 冷轧变形; 微观组织; 耐损伤性能; 强化机制

中图分类号: TG???

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)0?-0???-0?

Al-Cu-Li 合金因其优异的比刚度、比强度和良好的耐损伤性能, 被视为理想的飞机结构材料之一。此类合金主要应用于飞机的机身框架、内部承力件以及机身蒙皮^[1-3]等关键部位; 其应用能够使飞机结构实现 10%~15% 的减重效果, 相较于复合材料, 该合金具有更显著的成本优势^[4-5]。在飞机服役的过程中, 不可避免会受到如沙尘、雨水、冰雹等环境因素的影响, 同时还需持续经受各类机械载荷、热冲击以及腐蚀介质的侵蚀作用。在这种恶劣条件的综合作用下, 可能导致飞机结构失效, 从而对飞行人员的安全构成威胁。机身蒙皮作为机身结构的关键组成部分, 需承受极为严苛的外部环境, 因而对其综合性能提出了更高的要求^[6-7]。一方面, 要求其具备较高的静强度; 另一方面, 还需具有优异的耐损伤性能, 即断裂韧性、疲劳性能和耐蚀性能, 在这种情况下, 即便材料出现一定的瑕疵、裂纹或其他形式的损伤, 仍能保持一定的服役能力^[8-11]。

近年来, 随着对飞机机身蒙皮材料耐损伤性能要求的不断提高, 如何通过工艺手段有效调控铝锂合金的微观组织以提升其性能, 成为了研究的重点方向。Ma^[12]等研究了冷轧预变形对 1460 合金时效析出行为和性能

的影响, 发现随着冷轧变形量的增大, 形变强化效果增强, 同时促进 T_1 相的析出, 从而提高合金的强度。Ji^[13]等人研究发现, 在轧制总压下量相同的条件下, 道次压下量对 2197 合金组织与力学性能有着显著的影响, 当单道次压下量越大、晶粒越细小、析出相越多, 有利于合金强度的提高。同时研究人员也针对微观组织对机身蒙皮材料耐损伤性能的影响进行了大量的研究工作。Yin 等^[14]研究了晶粒对 2524 合金疲劳裂纹扩展行为的影响, 发现晶粒粗大的合金拥有更高的裂纹闭合程度, 疲劳裂纹扩展速率随晶粒尺寸的增大而明显降低。Shi 等^[15]采用 Kahn 撕裂实验对 1420 合金薄板的断裂韧性进行了研究, 发现其撕裂断口的断裂模式为穿晶断裂时, 断裂韧性更好。Zhong 等^[16]研究了 2A97 合金的疲劳行为, 其疲劳裂纹早期扩展行为主要受晶粒结构与位错或驻留滑移带相互作用的影响。Li 等^[17]研究了时效析出相对 1445 合金薄板的疲劳裂纹扩展速率的影响, δ' 的粗化引起其与位错之间相互作用的方式由剪切机制转变为绕过机制, 疲劳性能变差。Cai 等^[18]的研究表明, 粗大晶粒中几何必须位错在循环作用下会趋向于晶界聚集, 增加微孔形成的概率, 导致疲劳裂纹速率降低。Li 等^[19]的研究

收到初稿日期: 20-?-?-?; 收到修改稿日期: 20-?-?-?

基金项目: 国家重点研发计划和其他相关项目 (项目号 2020YFF0218200、2023YFB3710400)

作者简介: 洪鑫, 男, 1999 年生, 硕士, 中国有研科技集团有限公司有色金属结构材料全国重点实验室, 北京 100088,

E-mail: hx09961@163.com

表明,具有旋转晶界结构的高斯织构能够抑制疲劳裂纹的扩展,进而提升合金的耐损伤性能。Xue 等^[20]人研究发现,晶界区域的无沉淀析出带(PFZ)以及平衡相的存在,会造成晶界强度降低,合金倾向于沿晶开裂,导致裂纹扩展速率提高。Yu 等^[21]人研究发现,7075 合金薄板经中间退火处理后,其晶粒长径比增大,再结晶晶界减少,析出相的尺寸也减小,断裂韧性得到提升。

由以上可知,晶粒和时效析出相是影响铝合金薄板耐损伤性能的主要因素,而变形工艺是调控晶粒形态的有效手段。因此本论文以 Al-3.9Cu-0.74Li-0.68Mg 合金为研究对象,基于冷轧变形量的调控,从而获得具有不同尺度晶粒组织的薄板,研究晶粒形态与断裂韧性、疲劳性能的相关性,为高耐损伤性铝锂合金的微观组织调控提供理论依据和数据支撑。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

本文所采用的 Al-Cu-Li 合金为 6.2 mm 厚热轧板材,其实际化学成分如表 1 所示。热轧板材经过不同的冷轧工艺,获得具有不同最终道次冷轧变形量的同一厚度(2.0 mm)薄板,其冷轧工艺路线如表 2 所示,中间退火制度为 420℃/2 h。将四种最终道次冷轧变形量的薄板于 504℃进行保温 10 min 的固溶处理,之后水淬,然后进行 T8 处理(T8 制度:3%预拉伸+143℃/35 h 的时效处理)。

表 1 Al-Cu-Li 合金化学成分 (wt. %)

Table 1 Chemical composition of Al-Cu-Li alloy (wt. %)

Elements	Cu	Li	Mg	Ag	Zn	Zr	Mn	Al
Content	3.90	0.74	0.68	0.33	0.36	0.11	0.29	Bal.

表 2 Al-Cu-Li 合金薄板冷轧工艺

Table 2 Cold rolling process of Al-Cu-Li alloy sheets

Final cold rolling deformation/%	Cold rolling process route
13	6.2→2.3(Intermediate annealing)→2.0
23	6.2→2.6(Intermediate annealing)→2.0
46	6.2→3.7(Intermediate annealing)→2.0
68	6.2→2.0

1.2 性能测试

力学拉伸性能按照 GB/T16865 标准进行评价,每组实验选取 3 根平行试样,取样方向为轧制方向,实验在 CMT4034 万能力学试验机上完成,拉伸速率为 3 mm/min。

薄板根据 ASTM B871-01 标准进行 Kahn 撕裂试验,评价薄板的断裂韧性,每次实验取 5 个平行试样,在 CMT-5105 型万能电子试验机进行试验,试验速度为 2 mm/min,实验过程记录裂纹张开位移-载荷曲线,得出裂纹扩展后的单位扩展能 UPE(Unit Propagation Energy),由此可以对平面应变断裂韧性(K_{IC})进行表征。计算公式如下:

$$UPE = \frac{PE}{A} = \frac{PE}{bt} \quad (1)$$

其中, PE(Propagation Energy)为载荷-位移曲线上裂纹扩展后所对应的面积; b 为试样缺口根部到试样边缘的最小宽度; t 为试样厚度。

$$K_{IC}^2 = aUPE + b \quad (2)$$

其中, a、b 为与材料无关的常数。UPE 与 K_{IC} 的平方呈正比关系。

参照 ASTM E647 标准进行疲劳裂纹扩展速率测试,薄板采用标准紧凑拉伸 C(T)试样,在 MTS-810 伺服液压试验系统上进行试验, C(T)试样先需预制 2 mm 初始裂纹,实验条件为室温,采用恒载荷方法,频率 f=10 Hz,应力比 R=0.1,取 3 个平行试样。

1.3 组织表征

采用 Leica DMC 4500j 金相显微镜对样品 L-S 面进行观察,具体样品坐标如图 1 所示;采用配有 EBSD(Electron Backscatter Diffraction)测试系统的 JEOL JSM 7900F 型场发射扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)观察合金样品的断口形貌以及对固溶态样品 L-S 面进行电子背散射衍射分析。

采用 Talos F200X 透射电子显微镜(Transmission Electron Microscope, TEM)对时效态样品中析出相的分布特征、种类等进行观察,使用 Image Pro Plus 软件进行析出相尺寸及数量的统计,通过以下公式^[22]对 T_1 相的体积分数进行计算:

$$f_v = \frac{\pi N T d_t^2}{4 t A_s} \quad (3)$$

其中, N 为 $\langle 110 \rangle_{Al}$ 方向统计视场内 T_1 相的个数, T 为 T_1 相平均厚度, d_t 为 T_1 相平均直径, t 为统计区域的薄区厚度, A_s 为统计视场总面积。 T_1 相在常规热处理($< 160^\circ\text{C}$)的过程中较为稳定,为单层结构^[23](约为 1.15 nm)。采用双喷电解减薄仪对样品进行减薄,双喷液为硝酸和甲醇的混合溶液(体积比为 1:3),双喷时的操作电压为 15~20 V,电流 50~70 mA,温度为 -30~-20℃。

采用 Xpert PRO MPO 型多晶 X 射线衍射仪(X-Ray Diffraction, XRD)对合金的位错密度进行分析,加速电压为 40 kV,扫描范围为 10~100°,扫描速度为 1°/min。

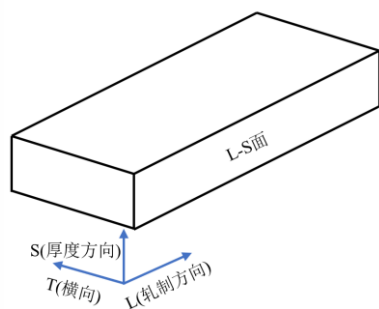


图1 样品坐标示意图

Fig. 1 Coordinate diagram of the sample

2 实验结果

2.1 合金的晶粒形貌

图2为四种最终道次冷轧变形量后合金薄板经固溶处理 L-S 面的组织形貌。从图中可以看出, 合金薄板经

固溶处理后, 晶粒发生了明显的再结晶; 随着最终冷轧变形量的增大, 薄板的晶粒尺寸明显减小, 对应的长径比也减小。当冷轧变形量为 13% 时, 薄板的晶粒最粗大; 当冷轧变形量为 23% 时, 薄板的晶粒明显细化; 当冷轧变形量为 68% 时, 薄板的晶粒呈近等轴状, 晶粒最细小。

为了进一步探究冷轧变形量对薄板晶粒组织的影响, 对经固溶处理后的组织进行了 EBSD 观察, 其中 $0\sim1^\circ$ 晶内平均取向差表明该晶粒内部具有均匀的应变分布, 说明其变形协调性更好, 为再结晶晶粒, 对应的形貌和统计结果如图 3、4。从结果可以看出, 随着中间退火后冷轧变形量的增大, 经固溶处理后 $0\sim1^\circ$ 晶内平均取向差比例均超过了 95%, 说明晶粒发生了完全再结晶; 晶粒尺寸和长径比明显减小, 更趋向于等轴晶粒, 平均晶粒尺寸从 $153.6\ \mu\text{m}$ 减小到 $18.2\ \mu\text{m}$, 长径比从 4.18 减小到 2.09。因此, 中间退火后的冷轧变形量主要影响了合金固溶处理后的晶粒尺寸和晶粒长径比。

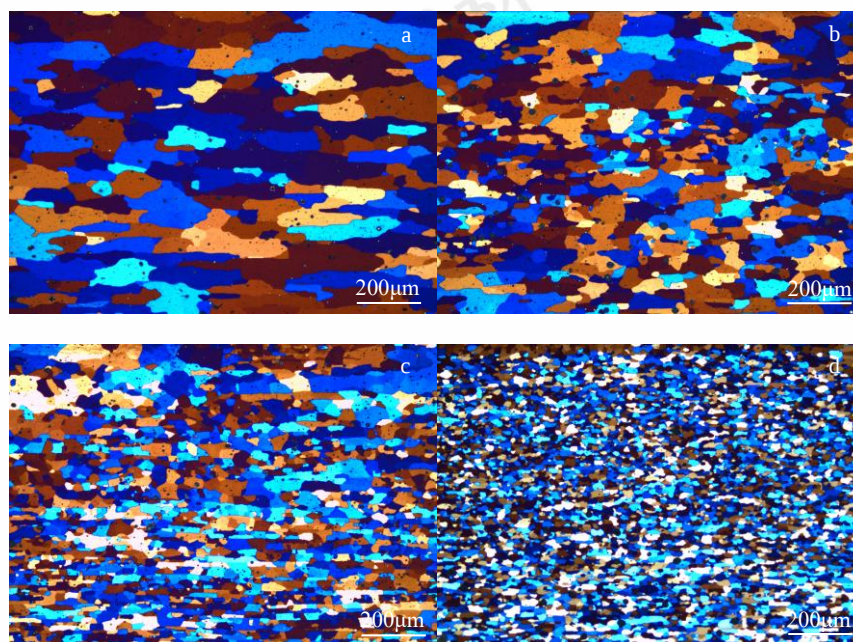


图2 不同冷轧变形量合金 L-S 面组织形貌

Fig. 2 OM micrograph of L-S surface of alloys with different cold rolling deformations: (a) 13%, (b) 23%, (c) 46%, (d) 68%

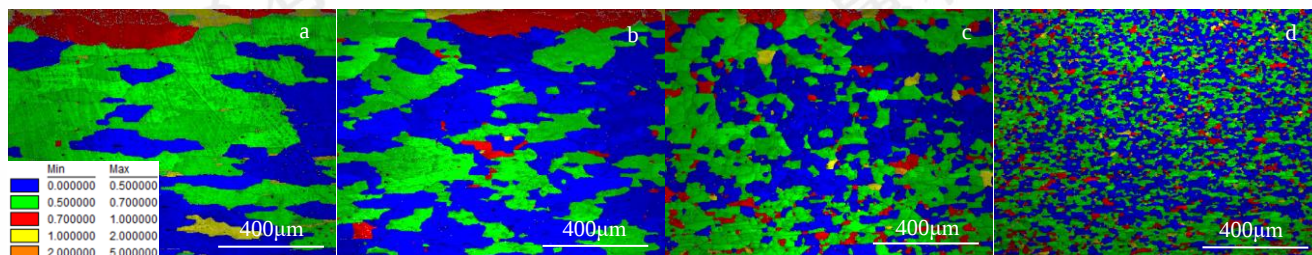


图3 不同冷轧变形量合金 L-S 面晶内取向差分布图

Fig 3 Grain average misorientation patterns of L-S surface of alloys with different cold rolling deformations: (a) 13%, (b) 23%, (c) 46%, (d) 68%

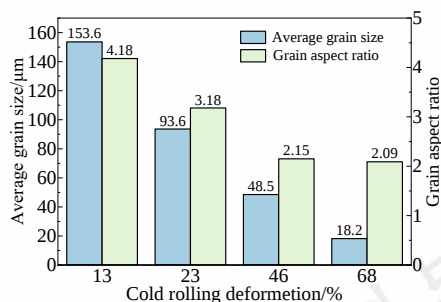


图4 不同冷轧变形量合金 EBSD 结果汇总

Fig. 4 Summary of EBSD results for alloys with different cold rolling deformations:

(a) 13%, (b) 23%, (c) 46%, (d) 68%

2.2 合金的时效强化相

图5 为不同冷轧变形量合金沿 $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ 方向的时效析出相的 TEM 明场像及所对应的选区电子衍射花样

(Selected Area Electron Diffraction, SAED)。从图中可以看出,合金中的析出相主要为灰色的细针状析出相。通过对选区电子衍射花样的标定分析可知,观察到 $1/3$ 和 $2/3\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ 处存在明显的衍射斑点(圆圈所指),以及衍射芒线(箭头所指),根据与文献资料对比^[24],发现该衍射信息对应的时效析出相为 T_1 相;结合明场像,四种合金中存在大量弥散分布的相,由析出相之间的位相关系可以得知^[24],其中呈 109.4° 或 70.6° 角的相均为 T_1 相,另一种数量极少且与 T_1 相形成 54.7° 或 35.3° 角的为 θ' 相,由于 θ' 相的数量较少,因此选区电子衍射花样上未观察到衍射信息。因此,四种冷轧变形量合金中的时效析出相主要为 T_1 相,同时存在极少量的 θ' 相;对比四种合金析出相的差异可以看出,46%变形量合金的析出相尺寸最大,数量最少,13%和 68%变形量合金的析出相尺寸相近。 T_1 相是铝锂合金的主要强化相之一。

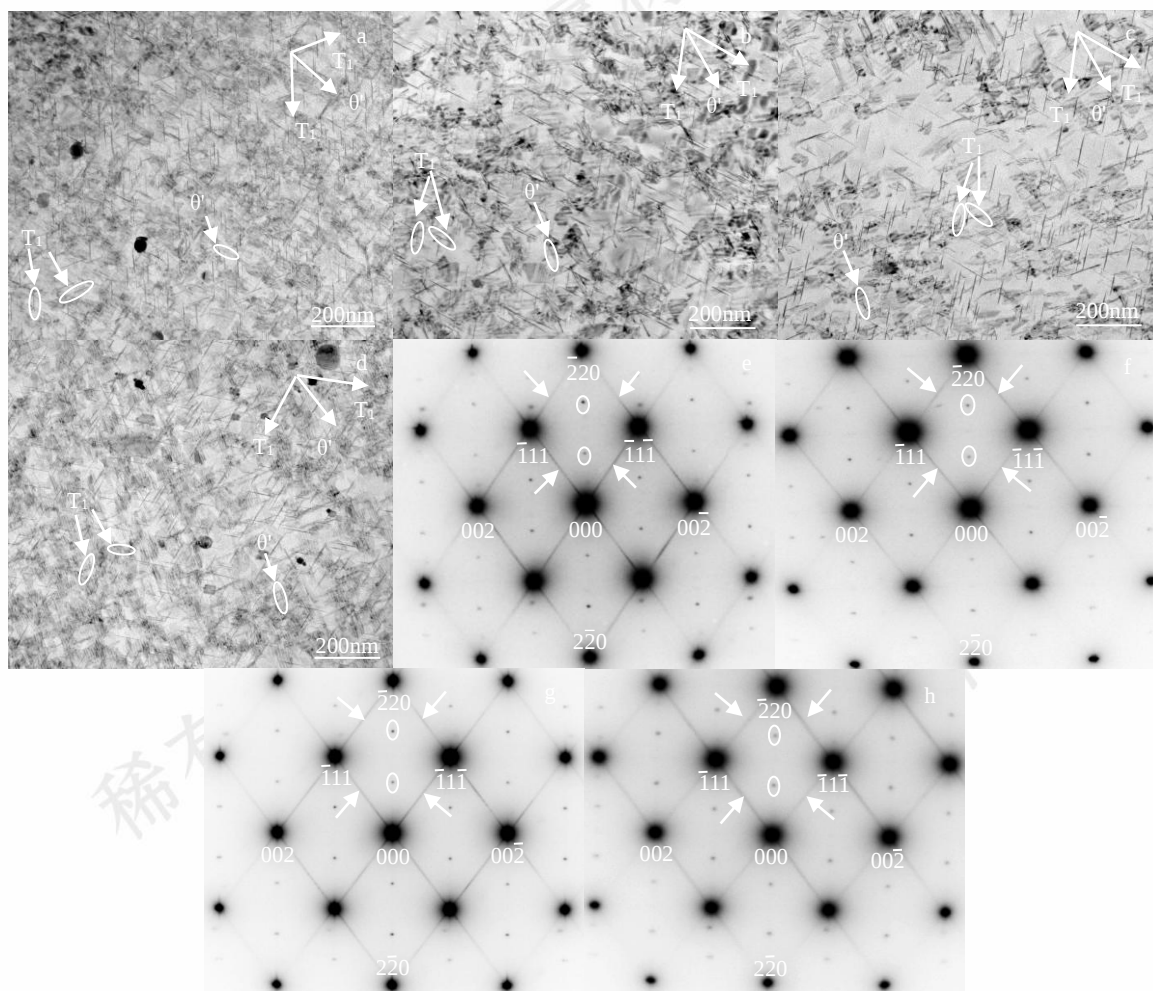


图5 沿 $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ 方向观察不同冷轧变形量合金透射明场像和选区电子衍射花样

Fig 5 TEM bright-field images of phases and selected electron diffraction patterns of alloys with different cold rolling deformations observed along $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ direction:

(a,e) 13%, (b,f) 23%, (c,g) 46%, (d,h) 68%

收到初稿日期: 20-?-?-?; 收到修改稿日期: 20-?-?-?

基金项目: 国家重点研发计划和其他相关项目(项目号 2020YFF0218200、2023YFB3710400)

作者简介: 洪鑫, 男, 1999 年生, 硕士, 中国有研科技集团有限公司有色金属结构材料全国重点实验室, 北京 100088,

E-mail: hx09961@163.com

图 6 为四种变形量下合金沿 $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ 方向的透射暗场像。对六张 TEM 暗场像进行析出相尺寸及数量的统计,表 3 为合金 T_1 相的统计结果。13%、23%、46%、68%冷轧变形量合金种 T_1 相的平均直径分别为 42.63 nm、44.03nm、47.46 nm 和 43.19 nm。通过公式(1)对 T_1 相的体积分数进行计算,发现统计结果与 TEM 明场像观察结果一致,冷轧变形量为 46%时析出相的体积分数最低,对应的 TEM 明场像(图 5(c))中数量也最少。由此可以看出,不同冷轧变形量未对析出相类型产生影响,析出相尺寸和密度存在差异,但这种差异不显著。

表 3 不同冷轧变形量合金 T_1 相统计结果

Table 3 Statistical results of alloy T_1 phases with different cold

rolling deformations

Final cold rolling deformation/%	Average diameter /nm	Number density / μm^{-2}	Volume fraction /%
13	42.63	5.53×10^2	2.73
23	44.03	5.03×10^2	2.63
46	47.46	3.43×10^2	2.08
68	43.19	4.57×10^2	2.29

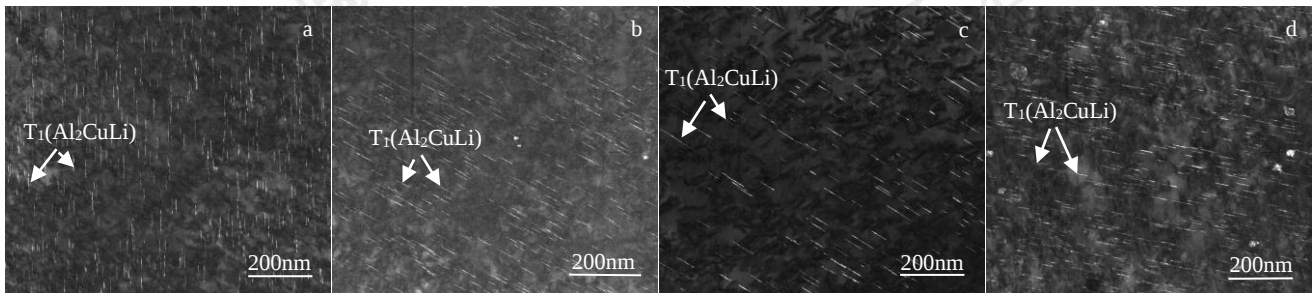


图 6 沿 $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ 方向观察不同冷轧变形量合金 T_1 相透射暗场像

Fig 6 TEM dark-field images of T_1 phases of alloys with different cold rolling deformations observed along $\langle 110 \rangle_{\text{Al}}$ direction:

(a) 13%, (b) 23%, (c) 46%, (d) 68%

2.3 力学性能

图 7 为不同冷轧变形量合金薄板力学性能数据(抗拉强度、屈服强度及断后伸长率)。由性能变化曲线可以看出,当冷轧变形量为 23%时,抗拉强度和屈服强度最高,为 545 MPa 和 500 MPa,随着冷轧变形量的进一步增大,力学性能稍有降低。整体上,冷轧变形量对薄板力学性能的影响不显著。

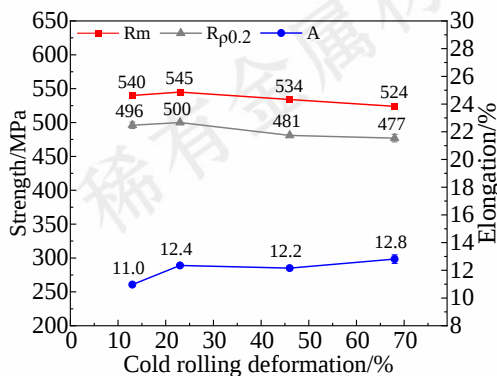


图 7 不同冷轧变形量合金薄板力学性能

Fig 7 Mechanical property of alloy sheets with different cold rolling deformations

2.4 断裂韧性

为了研究冷轧变形量对合金薄板断裂韧性的影响,采用了 Kahn 撕裂实验对薄板的断裂韧性进行评价。图 8 为断裂韧性随冷轧变形量的变化曲线。可以看出,随着冷轧变形量的增大,单位扩展能及 K_{IC} 呈现升高的趋势。当冷轧变形量为 68%时,晶粒尺寸最小, K_{IC} 值最大为 $43.24 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ 。当合金晶粒尺寸减小时,其晶界所占的体积分数越大,晶界区域原子排列呈现紊乱的状态,具

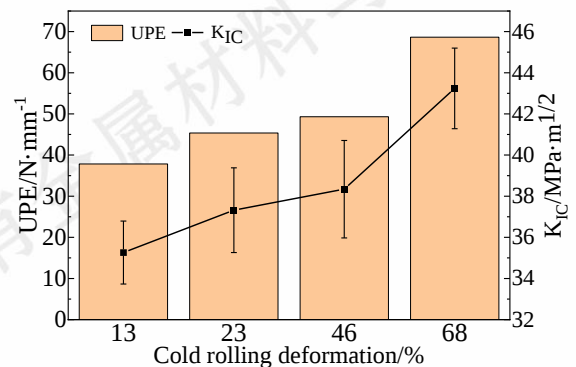


图 8 不同冷轧变形量合金薄板断裂韧性

Fig 8 Fracture toughness of alloy sheets with different cold rolling deformations

收到初稿日期: 20-??-??; 收到修改稿日期: 20-??-??

基金项目: 国家重点研发计划和其他相关项目(项目号 2020YFF0218200、2023YFB3710400)

作者简介: 洪鑫, 男, 1999 年生, 硕士, 中国有研科技集团有限公司有色金属结构材料全国重点实验室, 北京 100088,

E-mail: hx09961@163.com

有较高的能量,当裂纹在合金中穿过晶界扩展时,会对裂纹的扩展形成较大的阻力,扩展困难,即便裂纹克服阻碍穿过晶界并继续向前扩展时,其扩展方向也会因相邻晶粒的取向差异而发生改变,增加扩展所需的能量。因此晶粒尺寸越小,相应的晶界数量越多,断裂韧性越高。由此说明,减小晶粒尺寸有利于断裂韧性的提升。

图9为不同冷轧变形量合金薄板的撕裂断口形貌。由图可以看出,断口形貌由沿晶断裂和穿晶断裂两种方式组成,解理平面是沿晶断裂的重要特征,而穿晶断裂的主要特征是韧窝组织。沿晶断裂属于脆性断裂,相对

于穿晶断裂而言,其在断裂过程中所能吸收的功更小,显著降低合金的塑性和断裂韧性。

当冷轧变形量为13%时,可观察到一定数量的韧窝和解理平面。随着冷轧变形量的增大,即晶粒尺寸减小时,合金的撕裂断口中的穿晶断裂特征占比增大,等轴状韧窝数量增多、尺寸变小。当冷轧变形量为68%时,即晶粒尺寸最小,此时断口中韧窝数量最多,且韧窝尺寸小,说明合金在断裂过程中承受了更大的应变、消耗了更多的变形功,这与薄板断裂韧性的变化趋势是吻合的。

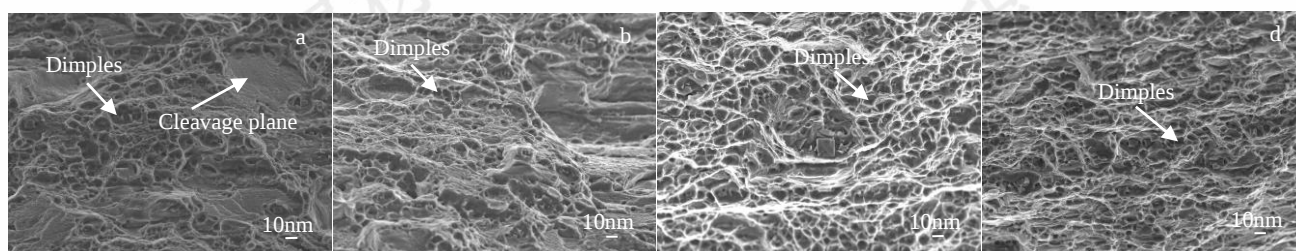


图9 不同冷轧变形量合金薄板撕裂断口形貌

Fig 9 Torn fracture morphology of alloy sheets with different cold rolling deformations

(a) 13%; (b) 23%; (c) 46%; (d) 68%

2.5 疲劳性能

如图10为不同冷轧变形量合金疲劳裂纹扩展速率曲线图。由图可以看出,随着冷轧变形量的增大,合金薄板的疲劳裂纹扩展门槛值逐渐降低,13%冷轧变形量的薄板具有最高的疲劳裂纹扩展门槛值,高门槛值的合金更不容易发生疲劳裂纹萌生。在疲劳裂纹稳定扩展区,疲劳裂纹扩展速率 da/dN 与应力强度因子 ΔK 符合 Paris 公式^[25]:

$$da/dN = C(\Delta K)^m \quad (4)$$

式中, da/dN 表示疲劳裂纹扩展速率, C 、 m 为材料常数, ΔK 为疲劳应力强度因子。随着冷轧变形量的增大,晶粒尺寸和长径比明显减小,疲劳裂纹扩展速率增大,合金的疲劳性能变差。当 $\Delta K=15 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$ 时,68%变形量合金

薄板的疲劳裂纹扩展速率为 $2.78 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$,13%冷轧变形量合金薄板的疲劳裂纹扩展速率为 $1.76 \times 10^{-4} \text{ mm/cycle}$,降低了36.7%,这是由于粗大晶粒组织的疲劳断口更为粗糙,由其引起的裂纹闭合效应更加明显,裂纹尖端驱动力得到有效的降低,从而提高疲劳裂纹扩展阻力^[26-28]。大晶粒尺寸能够提高疲劳裂纹扩展的门槛值,降低疲劳裂纹扩展速率,所以13%变形量合金薄板的疲劳性能最佳。图11为不同冷轧变形量的合金薄板的疲劳裂纹稳态扩展区断口SEM形貌。合金断口表面存在断续且曲折的疲劳裂纹扩展棱、疲劳辉纹和一定数量的韧窝,为穿晶和沿晶断裂的混合特征。随着冷轧变形量的增大,断口表面的韧窝数量变多,抗疲劳裂纹扩展的能力增强。

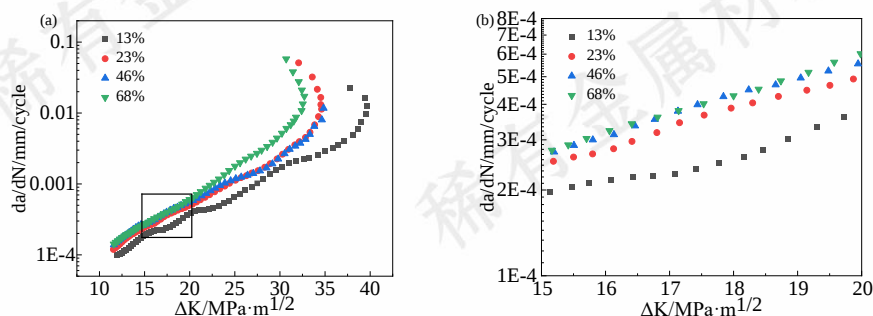


图10 不同冷轧变形量合金薄板 da/dN - ΔK 关系曲线

Fig 10 Relation curves of da/dN - ΔK for alloy sheets with different cold rolling deformations

(a) Curve of da/dN - ΔK (b) Localized enlargement of the curve of da/dN - ΔK

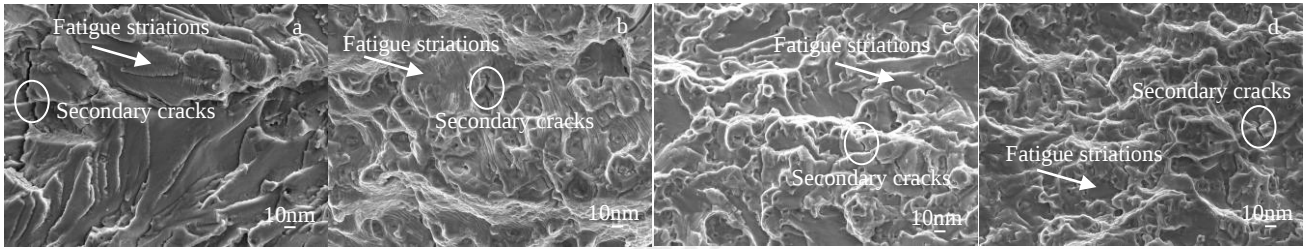


图 11 不同冷轧变形量合金薄板疲劳裂纹稳定扩展区断口 SEM 形貌

Fig 11 SEM morphology of the fatigue crack steady state expansion area of alloy sheets with different cold rolling deformations

(a) 13%; (b) 23%; (c) 46%; (d) 68%

除此之外还可观察到少量二次破裂的微裂纹,说明在疲劳过程中有应力集中产生,会进一步促进裂纹的扩展。当冷轧变形量为 13% 时,合金沿晶断裂特征占比较多,韧窝数量少,疲劳断口中分布着许多含有疲劳辉纹的大平面(图 11(a)箭头所指),平面与平面之间通过撕裂棱相互连接,且断面粗糙,裂纹闭合程度较高,有利于疲劳性能的提升。

3 分析与讨论

根据上述研究结果可知,合金经历冷轧变形后,其内部存在大量的形变储能,经固溶处理后,形变储能得到释放,晶粒组织为完全再结晶状态,而随着中间退火后冷轧变形量的增大,晶粒内部产生大量位错,位错密度上升,位错之间发生相互缠结,形成位错墙以及位错胞等结构^[29]。随着冷轧变形量的增大,位错墙和位错胞等亚结构不断细化,位错胞的尺寸会随着变形量的增大而减小,亚结构的细化也促使了整体晶粒的细化,因此晶粒尺寸和长径比呈减小趋势。从 TEM 结果可以看出,四种合金的时效析出相主要为 T_1 相,冷轧变形量的增大对其析出相的分布和数量没有造成明显差异。一般来说,合金的力学性能与微观组织密切相关。为了进一步分析冷轧变形量对合金力学性能的影响,对其进行强化机制定量计算。

Al-Cu-Li 合金属于典型的析出强化型合金,其主要的强化来源有 4 种,分别为晶界强化、固溶强化、位错强化及析出强化,可以用公式^[30]表示为:

$$\sigma_{YS} = \Delta\sigma_{gb} + \Delta\sigma_{ss} + \Delta\sigma_d + \Delta\sigma_p \quad (5)$$

对于铝合金来说,晶界强化贡献值可以通过 Hall-Petch 方程^[25]计算得到:

$$\Delta\sigma_{gb} = \Delta\sigma_0 + K_y \cdot d^{-1/2} \quad (6)$$

其中, $\Delta\sigma_0$ 为纯铝的屈服强度(30 MPa),即纯 Al 在退火状态下的屈服强度, K_y 为 Hall-Petch 常数,铝锂合金中约为 $0.12 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ^[31], d 是合金的平均晶粒尺寸。将统计的结果代入式(6),计算的结果如表 4 所示,随着冷轧变形量的增大,晶界数量越多,其细晶强化值越大。

表 4 细晶强化值计算结果

Table 5 Calculation results of grain boundary strengthening contribution

Final cold rolling deformation/%	Average grain size / μm	Grain boundary strengthening/MPa
13	153.6	39.68
23	93.7	42.40
46	48.5	47.23
68	18.2	58.23

Al-Cu-Li 合金中的微合金元素(如 Cu 和 Mg 等),会固溶于基体中造成晶格畸变,能够增大位错运动的阻力,从而提高合金的强度^[32]。固溶强化部分能够通过以下公式^[33]计算得到:

$$\Delta\sigma_{ss} = A_x C_x^{2/3} \quad (7)$$

其中 A_x 为常数, C_x 为溶质的重量百分比浓度,本研究的合金中的主要合金元素的 A_x 值如下: $A_{Cu}=12.132$, $A_{Mg}=20.481$ ^[33]。假设所有的溶质原子都溶解在合金基体中时,固溶强化效果最强,经计算约为 61.2 MPa。对于 T8 态合金来说,绝大部分的固溶原子主要以析出相的形式存在,仅余少量固溶原子,与析出强化对强度的贡献值相比,固溶强化对屈服强度的影响很小,因此在本文中近似认为固溶强化的贡献值忽略不计($< 10 \text{ MPa}$)。

形变强化又称为位错强化,金属随着变形量的增加,内部位错密度不断升高,位错之间的交互作用增强,大量位错缠结阻碍位错进一步运动,使得变形抗力增加。四组合金薄板经固溶处理后,均发生了完全再结晶,固溶态样品的位错结构基本消失,因此位错强化可认为仅来源于 T8 时效的预拉伸变形,其贡献可以由公式^[34]计算:

$$\Delta\sigma_d = M\alpha G b \rho^{1/2} \quad (8)$$

其中, M 为泰勒因子(3.1), α 为多晶体几何常数(0.3), G 为铝的剪切模量(26.2 GPa), b 为柏氏矢量(0.286 nm), ρ 为位错密度。位错密度可以通过对 XRD 衍射图谱的分析,利用 Williamson-Hall 公式^[35]进行计算获得:

$$B\cos\theta_b = \frac{\lambda K}{D} + \varepsilon\sin\theta_b \quad (9)$$

其中, B 为衍射峰的宽度, θ_b 为衍射峰所对应的布拉格角, λ 为靶材 Cu 辐射的波长(1.54Å), K 为常数(一般为 0.9), D 为平均晶粒尺寸, ε 为微观应变。图 12 为四种变形量合金的 XRD 图谱, 通过对图谱进行分析, 求得不同变形量合金的微观应变 ε 。

位错密度可由公式(10)^[36]求得:

$$\rho = \frac{2\sqrt{3}}{Db} \varepsilon \quad (10)$$

由公式(8)和(10)可以分别求出四种合金的位错密度和位错强化值, 结果见表 5。由于 T8 时效的预拉伸变形量相同, 四种变形量合金的位错密度和位错强化值基本相当。

析出强化主要指位错在合金基体中运动时, 会遇到析出相的阻碍作用, 合金的强度和硬度从而得到提高。本文所研究合金为 T8 态, 时效析出行为较为简单, 析出强化相主要为 T_1 相, 其直径较小、密度较高。 T_1 相强化对合金强度的贡献可以通过 Dorin^[37]等人所给出的模型进行计算:

$$\Delta\sigma_p = \frac{1.211MD\gamma_{eff}^{3/2}}{t^2} \sqrt{\frac{bf_v}{\Gamma}} \quad (11)$$

其中, D 为析出相的平均直径, t 为析出相厚度, γ_{eff} 为一个有效的界面能项(0.107J/m²), b 为柏氏矢量, f_v 为析出相的体积分数, Γ 为位错张力(近似为 $1/2Gb^2$)。从表 6 中析出强化值计算结果可得, 随着冷轧变形量的增大, 析出强化的贡献值稍有降低。

利用公式(5)对四种强化机制对合金屈服强度的贡献进行计算, 将理论计算值与实验结果进行对比, 如图

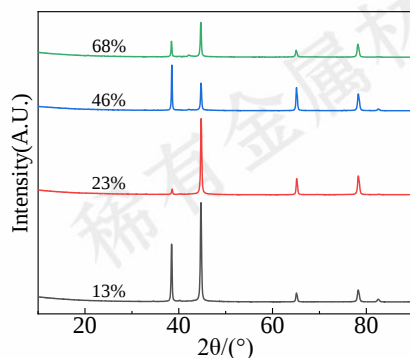


图 12 不同冷轧变形量合金薄板的 XRD 衍射图谱

Fig 12 XRD diffraction patterns of alloy sheets with different cold rolling deformations

表 5 位错强化值计算结果

Table 5 Calculation results of dislocation strengthening

contribution		
Final cold rolling deformation/%	Dislocation density /m ⁻²	Dislocation strengthening/MPa
13	6.10×10 ¹³	54.44
23	5.52×10 ¹³	51.80
46	5.15×10 ¹³	50.01
68	5.66×10 ¹³	52.42

表 6 析出强化值计算结果

Table 6 Calculation results of precipitation strengthening

contribution	
Final cold rolling deformation/%	Precipitation strengthening/MPa
13	361.58
23	366.54
46	351.66
68	335.79

13, 计算所得的数据结果较实测结果略低, 整体变化趋势一致。合金屈服强度主要来源于析出强化的贡献, 对于具有不同冷轧变形量的合金薄板而言, 它们之间屈服强度的差异主要体现在析出强化和晶界强化。随着晶粒尺寸的减小, 晶界强化的效果增强, 对应的晶界强化贡献值增加; 而晶粒最细小的薄板, 析出强化的效果相对减弱, 可能是由于晶界数量较多, 而晶界的能量也较高, 溶质原子易在晶界偏聚, 导致晶内析出强化效果减弱。

对于处于平面应力状态下的铝合金薄板来说, 细小的再结晶晶粒有助于断裂韧性的提高。晶粒尺寸会影响裂纹在晶界处扩展的难易程度, 进而对材料的断裂韧性产生影响。当冷轧变形量为 68% 时, 晶粒较为细小, 形变外力可以被越多的晶粒所承受, 能够大幅度减小晶粒内及晶界周围的应变差, 合金整体受力均匀, 不容易因应力集中产生裂纹, 此外晶界数量的增多, 使得裂纹在晶界处扩展更加困难, 裂纹需要频繁改变扩展方向, 消耗更多的能量^[38], 合金的断裂韧性最好。晶粒组织对合金的疲劳性能也有影响, 在较低 ΔK 水平时, 晶粒的粗化增加了应变局部化, 导致疲劳裂纹路径更加曲折, 从而降低疲劳裂纹扩展速率^[13], 具有细小晶粒的合金的穿晶裂纹扩展路径较为平直, 近门槛区疲劳裂纹速率相对较高^[25], 合金在应力和应变的作用下, 位错容易在晶界处塞积, 导致应力集中, 当位错堆积所产生的应力超过晶界间的作用力, 则会产生微裂纹, 因此晶界越多, 则越容易引起位错塞积, 合金的抗疲劳损伤性能降低。由以上讨论可知, 晶粒组织对合金的断裂韧性、疲劳性能的影响存在着制衡关系。

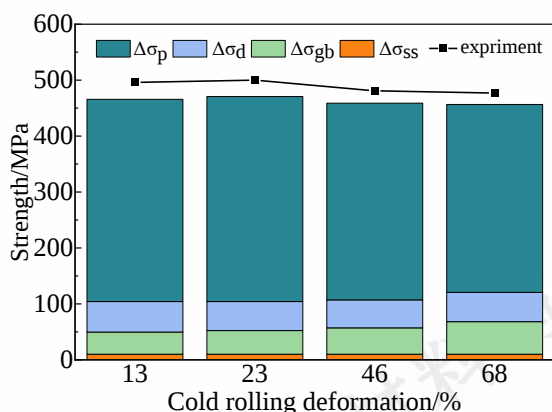


图 13 不同冷轧变形量合金屈服强度与理论计算值对比

Fig 13 Comparison of yield strength of alloys with different cold rolling deformations and theoretically calculated values

4 结论

为探究晶粒组织与 Al-Cu-Li 合金薄板耐损伤性能的相关性, 分别对 13%、23%、46% 和 68% 四种最终冷轧变形量的 Al-Cu-Li 合金薄板进行了微观组织和性能研究, 得到结论如下:

1) 合金薄板经固溶处理后, 再结晶比例超过了 95%, 晶粒组织均发生了完全再结晶; 随着冷轧变形量的增大, 平均晶粒尺寸和长径比减小, 晶粒更趋向于等轴; 当变形量为 13% 时, 晶粒最为粗大, 平均晶粒尺寸为 153.6 μm , 长径比为 4.18; 当变形量为 23% 时, 薄板的晶粒组织明显细化; 当变形量为 68% 时, 晶粒最为细小, 平均晶粒尺寸为 18.2 μm , 长径比为 2.09。

2) 四种冷轧变形量的合金薄板中的时效析出相主要为 T_1 相, 冷轧变形量的差异对 T_1 相的析出未产生显著影响, T_1 相的平均尺寸为 42.63~47.46 nm, 数密度为 $3.43\sim 5.53\times 10^2 \mu\text{m}^{-2}$; 对合金中主要的强化贡献值进行定量计算, 当冷轧变形量为 68% 时, 合金的晶粒组织最为细小, 其晶界强化值最高为 58.23 MPa, T_1 相的析出强化是合金主要的强化机制, 析出强化对合金强度的贡献为 336~367 MPa。

3) 随着晶粒尺寸和长径比的减小, 合金薄板的疲劳扩展速率增大, 疲劳性能恶化; 而断裂韧性呈上升趋势; 综上所述, 当冷轧变形量为 23% 时, 平均晶粒尺寸为 93.6 μm , 长径比为 3.18, 其综合性能最佳。

参考文献 References

- [1] Rioja R J, Liu J. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2012, 43(9): 3325-3337
- [2] Yang X M, Wang B Y, Zhou J et al. *International Journal of Lightweight Materials and Manufacture*[J], 2020, 3(1): 36-42

- [3] Wang Yi Chang(王一唱), Tong Xin(童鑫), You Guo Qiang(游国强) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(03): 1069-1083
- [4] Wu L S, Wang T, Hu Y et al. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*[J], 2020, 106: 102444
- [5] Li Jin Feng(李劲风), Cheng Yong Lai(陈永来), Zhang Xu Hu(张绪虎) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(12): 3715-3720
- [6] Meric C. *Materials Research Bulletin*[J], 2000, 35: 1479-1484
- [7] Wu P F, Deng Y L, Zhang J et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2018, 731: 1-11
- [8] Lu D D, Wang G, Li J F et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2022, 159: 106834
- [9] Li Hua Guan(李华冠), Hu Yu Bing(胡玉冰), ling Juan(凌娟) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(02): 465-469
- [10] Lu D D, Ning H, Deng S X et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2023, 167: 107363
- [11] Karabin L M, Bray G H, Rioja R J et al. *The Minerals, Metals & Materials Society*[J], 2012, 13: 529
- [12] Ma Juan(马娟), Yan De Sheng(闫德胜), Rong Li Jian(戎利建) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(02): 594-600.
- [13] Ji Hong Liang(冀宏亮), Bian Li Ping(边丽萍), Zheng Yi(郑毅) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2023, 52(04): 1476-1482.
- [14] Yin D Y, Liu H Q, Cheng Y Q et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2016, 84: 9-16
- [15] Shi Y W, Zhong F, Li X Y et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2007, 465(1-2): 153-159
- [16] Zhong J, Zhong S, Zheng Z Q et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2014, 24(2): 303-309
- [17] Li H R, Sang F J, Zheng Z Q et al. *Materials Characterization*[J], 2024, 209: 113758.
- [18] Cai X F, Zeng G J, Liu T L et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2024, 180: 108078
- [19] Li F D, Liu Z Y, Wu W T et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2016, 669: 367-378
- [20] Xue Xi Li(薛喜丽), Zheng Zi Qiao(郑子樵), Hu Fang(胡芳) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(12): 3319-3324
- [21] Yu F, Yang L F, Zhao Z C et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2024
- [22] Xie B X, Huang L, Xu J H et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2023, 315: 117922

- [23] Deschamps A, Decreus B, De Geuser F et al. *Acta Materialia* [J], 2013, 61(11): 4010-4021
- [24] Zhu Z X, Han J, Gao C et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2017, 681: 65-73
- [25] Hansen N, *Scripta Materialia*[J], 2004, 51:801-806
- [26] Paris P, *Journal of Fluids Engineering*[J], 1963,85(12): 528-534.
- [27] Venning L, Hogg S C, Sinclair I et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2006, 428(1-2): 247-255
- [28] Shou W B, Yi D Q, Liu H Q et al. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*[J], 2016, 16(3), 304-312
- [29] Kawabata T, Izumi O, *Acta Metallurgica*[J], 1976, 24(9): 817-825
- [30] Rodgers B I, Prangnell P B, *Acta Materialia*[J], 2016, 108: 55-67
- [31] Li Y, Shi Z S, Lin J G, *Materials & Design*[J], 2019, 183: 108121
- [32] Liu Z Z, Li J F, Liu D Y et al. *Journal of Materials Research and Technology*[J], 2021, 11(9): 1806-1815
- [33] Starink M J, Hobson A J, Sinclair I, et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2000, 289(1): 130-142
- [34] Bailey J E, Hirsch P B, *Philosophical Magazine*[J], 1960, 5(53): 485-497
- [35] Ortiz A L, Shaw L, *Acta Materialia*[J], 2004, 52(8): 2185-2197
- [34] Ma K K, Wen H M, Tao H et al. *Acta Materialia*[J], 2014, 62: 141-155
- [36] Dorin T, Deschamps A, Geuser F D, et al. *Acta Materialia*[J], 2014, 75: 134-146
- [37] Han N M, Zhang X M, Liu S D, et al. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2011, 528(10-11): 3714-3721

Effect of cold rolling deformation on grain morphology and damage resistance of Al-Cu-Li alloy

Hong Xin^{1,2,3}, Yan Lizhen^{1,2,3*}, Zhang Yongan^{1,2,3*}, Li Xiwu^{1,2,3}, Li Zhihui^{1,3}, Wen Kai^{1,2,3}, Geng Libo⁴
Qi Bao⁴, Li Ying^{1,2,3}, Xiong Baiqing^{1,3}

(1. State Key Laboratory of Nonferrous Structural Materials, China GRINM Group Co., LTD., Beijing 100088, China)

(2. GRIMAT Engineering Institute Co., LTD., Beijing 101407, China)

(3. General Research Institute for Nonferrous Metals, Beijing 100088, China)

(4. Southwest Aluminum (Group) Co., Ltd, Chongqing 401326, China)

Abstract: Metallographic microscopy (OM), electron backscatter diffraction (EBSD), transmission electron microscopy (TEM), scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), and room-temperature tensile, tearing, and fatigue crack extension experimental methods were used to investigate the effect of the four final cold-rolling deformations (13%、23%、46%、68%) after intermediate annealing on the grain morphology and damage resistance properties of the Al-3.9Cu-0.74Li-0.68Mg alloy sheets. The results indicate that with increasing cold-rolling reduction after intermediate annealing, complete recrystallization occurred in the sheets after solution treatment, leading to a significant reduction in the average grain size and aspect ratio, with grains tending to become more equiaxed. The primary precipitates in the aged alloy were T₁ phase, and the size, number density, and volume fraction of T₁ phase showed little variation among the four reduction levels. Quantitative calculations of the contributions of different strengthening mechanisms to the yield strength revealed that the strengthening of the alloys with the four reduction levels was mainly attributed to the precipitation strengthening of T₁ phase, contributing 336-367 MPa to the yield strength. With increasing cold-rolling reduction, the fatigue crack growth rate of the sheets increased, resulting in deteriorated fatigue performance, while the fracture toughness showed an upward trend. Fine grains were beneficial for improving fracture toughness but detrimental to fatigue property.

Key words: Al-Cu-Li alloy; cold rolling deformation; microstructure; damage resistance properties; strengthening mechanism

Corresponding author: Yan Lizhen, Ph. D., Professor, State Key Laboratory of Nonferrous Structural Materials, China GRINM Group Co., Ltd, Beijing 100080, P. R. China, E-mail: yanlizhen@grinm.com