X2A66铝锂合金高温变形过程中的微观组织演变*

史国栋[1,2]，王璞光[2]，王云峰[3]，王圆圆[4]，陆　政[5]，陈子勇[1]

（1. 北京工业大学材料科学与工程学院，北京 100124；
2. 大连科天新材料有限公司，大连 116085；
3. 威海万丰镁业科技发展有限公司，威海 264209；
4. 万丰奥特控股集团有限公司，绍兴 312500；
5. 北京航空材料研究院，北京 100095）

[摘要] 研究了 X2A66 铝锂合金在高温变形过程中的微观组织及析出相的演变规律。结果表明，在变形温度为 420℃，应变速率为 $0.01s^{-1}$ 时，在变形初期，X2A66 铝锂合金基体中亚晶组织不完整，同时出现少量动态再结晶晶粒；随着变形量增加，可以观察到平直且清晰的晶界，当变形量大于 80% 时，部分晶界内出现大量位错，在析出相周围产生位错缠结。X2A66 在高温变形过程中 T_1 相出现破碎回溶的现象，同时在变形过程中动态析出 δ' 相。T_1 相的破碎回溶使基体重新达到过饱和状态，尤其是 Li 元素的过饱和促进了 δ' 相的析出。处于晶界内部的析出相能阻碍位错运动，提升再结晶晶粒的形核率。钉扎在晶界上的析出相能有效阻碍晶界及亚晶界的运动从而降低动态再结晶速率。

关键词：X2A66 铝锂合金；高温变形；析出相；微观组织；再结晶

DOI:10.16080/j.issn1671-833x.2020.07.022

史国栋

博士，高级工程师，主要研究方向为高性能铝合金及铝基复合材料，参与多项国防预研项目及国家自然科学基金项目。

* 基金项目：国家自然科学基金（E041501）。

航空航天材料的工作环境集高温、高压、高负荷于一体，对材料的性能要求极为苛刻，而铝锂合金具有的低密度、高弹性模量、高比强度和高比刚度等特点是其他铝合金难以比拟的，因此在航空航天领域显示出了广阔的应用前景 [1–3]。锂是自然界中密度最小的金属元素，在铝基体中每添加 1% 的锂，铝合金的弹性模量会提高 6%，比弹性模量会增加 9%，质量也会减少 3%。铝锂合金的生产工艺同普通铝合金没有原则性的差别，且与碳纤维增强等复合材料相比，它的成形、维修等都比较方便，成本也远低于复合材料，被认为是 21 世纪最有竞争力的航空航天材料之一 [4–6]。

近年来，北京航空材料研究院结合机身壁板的整体挤压技术，在 2A97 铝锂合金研制经验的积累之上，成功开发出我国具有自主知识产权的第 4 代铝锂合金——X2A66 铝锂合金，具有优异的综合性能 [7–9]。热加工参数影响材料的微观变形机制及变形过程中组织结构演变规律，最终影响材料的韧性、加工硬化程度、强度、疲劳性能等 [10–11]。飞机的整体壁板挤压结构是靠大量的热加工完成的，对 X2A66 合金热变形过程中微观组织演变进行研究可以为合金的轧制、挤压、锻造等热加工工艺提供理论依据。目前关于 X2A66 铝锂合金高温变形过程中的微观组织演变鲜有报道，针对这一问题，本文研究了 X2A66 铝锂合金热变形过程中微观组织演变过程，讨论了热变形过程中析出相的演变及强化机制，

以及析出相对微观组织演变的影响，为该合金在航空航天领域中的应用提供理论依据及工艺优化指导。

试验及方法

本试验所用的材料为航材院提供的 Al–Cu–Li–X 系新型铝锂合金——X2A66，该合金在 Al–Cu–Li 合金的基础上添加了少量的 Mg、Zn、Zr、Mn 等元素，其成分见表 1。

将 X2A66 铸锭先经过 420 ℃ /12h +520 ℃ /36h 均匀化处理，然后经线切割加工成 ϕ10mm × 15mm 的圆柱形压缩试样，为了避免产生应力集中，试样的两头进行简单的倒角处理。采用 Gleeble–3500 热模拟试验机进行等温压缩试验。采用日本 OLYMPUS PMG3 金相显微镜进行低倍显微组织观察与分析，采用 Keller 试剂（1.0% HF+1.5% HCl+2.5% HNO_3+ 95% H_2O 按体积比配成的混合酸）进行浸蚀。用 TEM 观察分析材料的微观组织。TEM 试样通过双喷电解法制备，电解液为 25% HNO_3+75% CH_3OH（体积比）混合溶液。

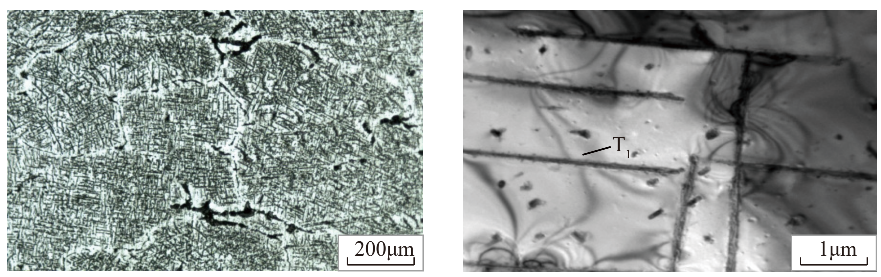
根据陈子勇教授课题组前期研究：X2A66 铝锂合金的最佳加工工艺区是应变速率为 0.01~0.3s^{-1}，温度为 420~470℃ [12]。本文根据 X2A66 铝锂合金最佳加工工艺区间结合实际热变形参数，对 X2A66 铝锂合金在温度为 380℃、420℃和 440℃高热变形过程中的微观组织演变进行研究，着重讨论 420℃时合金在高温变形过程中的微观组织演变。研究变形量对合金组织的影响时，选取变形温度为 420℃，应变速率为 0.01s^{-1}，变形量分别为 20%、40%、80%、120%。当材料变形至设定变形量，5s 之内取出试样，水淬，取均匀变形区观察试样内部组织。研究应变速率对合金组织的影响时，选取变形温度为 420℃，变形量为 50%，应变速率分别为 0.01s^{-1}、0.1s^{-1}、1s^{-1}、10s^{-1} 的试样进行对比。

结果与讨论

1 变形量对微观组织的影响

铸锭经过 400℃ /12h+500℃ /36h 双级均匀化处理后的组织如图 1 所示，可以看出经过双级均匀化处理以后的组织为近似等轴状的晶粒，同时晶粒内存在大量针状的 T_1 相。

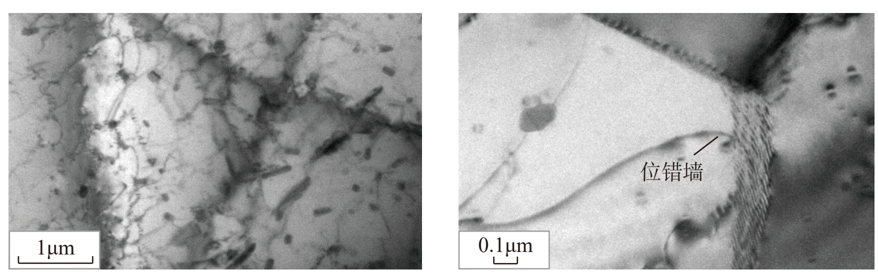
图 2 为 X2A66 铝锂合金在变形温度为 420℃，变形速率为 0.01s^{-1}，变形量为 20% 时的透射照片。此时为材料变形初期，合金基体部分区域位错密度很大，晶内位错排列无明显的规律，部分为网状，如图 2（a）所示。而在晶界处则存在大量沿着晶界方向平行排列的位错墙组织，如图 2（b）所示，说明组织此时发生了动态回复，位错的组态趋于低能的位错状态，但动态回复进行的不充分，形成的亚晶组织不完整，亚晶界还没有细化。图 2（c）中为典型的动态回复过程中的多边形化过程，进一步发



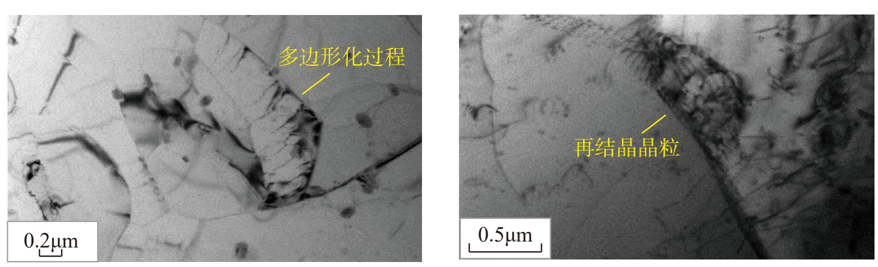
（a）金相显微镜照片　　（b）透射显微镜照片

图1　X2A66铝锂合金均匀化后的微观组织

Fig.1　Microstructure of X2A66 aluminum-lithium alloy after homogenization



（a）网格分布位错　　（b）晶界处位错墙



（c）亚晶内多边形化过程　　（d）再结晶晶粒

图2　X2A66铝锂合金变形量为20%时的微观组织

Fig.2　Microstructure of X2A66 aluminum-lithium alloy after 20% deformation

表1　X2A66铝锂合金成分

Table 1　X2A66 aluminum-lithium alloy composition

组成	Li	Cu	Mg	Zr	Zn	Mn	Ti	Fe	Si	Al
质量分数 /%	1.3 ~ 1.8	3.5 ~ 4.1	0.2 ~ 0.6	0.08 ~ 0.16	0.2 ~ 0.8	0.2 ~ 0.6	< 0.1	< 0.1	< 0.1	余量
原子分数 /%	4.9 ~ 6.8	1.5 ~ 1.7	0.2 ~ 0.7	0.03 ~ 0.05	0.08 ~ 0.3	0.1 ~ 0.3	< 0.1	< 0.1	< 0.1	余量

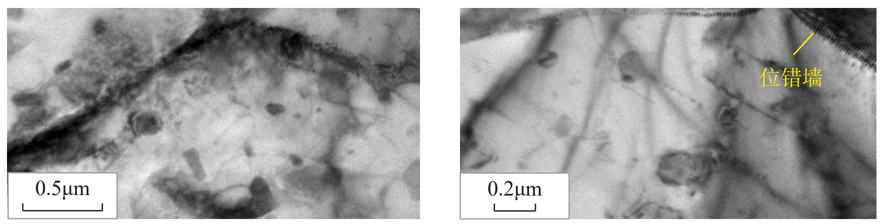
展便形成多个亚晶粒。同时在应变量为 20% 时，部分晶界处出现少量动态再结晶晶粒，如图 2（d）所示。

变形温度为 420℃，变形速率为 $0.01s^{-1}$，变形量为 40% 时 X2A66 铝锂合金的微观组织结构特征如图 3 所示，此时基体内的位错有所减少，但仍然存在不规则分布的位错。从图 3（a）中可以清晰发现析出相对晶界及位错运动的阻碍作用，在豆瓣状析出相出现的区域，还存在一定量的位错，如图 3（b）所示。在 X2A66 铝锂合金变形量为 40% 时，晶界处存在大量沿着晶界方向平行排列的位错墙组织，说明在变形量为 40% 时，动态回复仍在进行。随着变形的进行，产生更多的空位，使位错的运动速度加快，同时部分异号位错相互抵消也降低了位错的密度，当变形量达到 80% 时，X2A66 铝锂合金基体内可以观察到平直且清晰的晶界，晶内还有很少量的位错，亚晶组织进一步完善，此时基体内的位错密度整体较低，如图 4 所示。

变形温度为 420℃，变形速率为 $0.01s^{-1}$，当变形量达到 120% 时，X2A66 铝锂合金基体内晶界平直清晰，此时基体内已经发生了充分的动态回复，如图 5（a）所示。同时发现部分晶界内出现大量位错，δ'相析出且对位错的钉扎作用明显，如图 5（b）所示。部分位错在析出相周围形成位错缠结，如图 5（c）所示。分析认为，随着变形量的增加，为了协调塑性变形，基体内产生新的位错，位错的密度也相应增加，尺寸较大的析出相对位错运动形成了强烈的阻碍作用，位错在析出相周围产生位错缠结。值得注意的是，在变形量为 120% 时，基体内发现少量的再结晶晶粒，如图 5（d）所示，说明 X2A66 铝锂合金在高温变形过程中，变形量较大时会出现动态再结晶。

2 变形温度对微观组织的影响

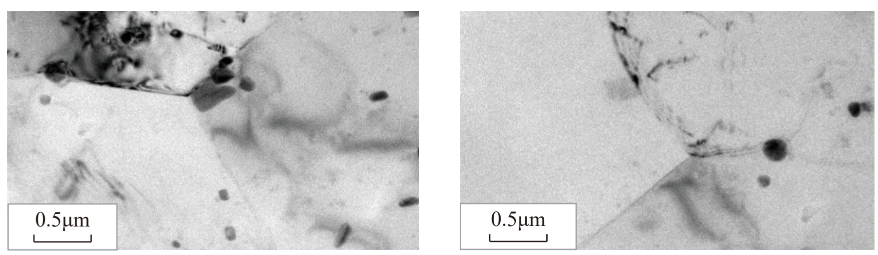
应变速率 $0.01s^{-1}$，变形量为 50%，不同温度下 X2A66 铝锂合金变形组织如图 6 所示。变形温度为 380℃时的组织如图 6（a）所示，此时变形温度较低，但位错已经出现了重排的现象，同时形成了少量的多边化亚晶组织，尺寸较小，亚晶晶界还比较宽，晶界不明显。当变形温度达到 420℃时，基体内形成了大量的亚晶组织，亚晶粒的尺寸变大，同时亚晶界细化，晶界已经清晰可见，晶内位错密度降低，但亚晶的尺寸不规则，如图 6（b）所示。随着温度的升高，亚晶粒逐渐变大，晶界变得清晰，位错密度逐渐降低，形状规则，大小基本一致，如图 6（c）所示。在应变速率和应变量相同时，变形温度越高，亚晶组织越完整，尺寸越大，形状越规则，晶内位错密度越低。在变形过程中产生大量的空位，随着温度升高，原子的热激活能力增强，同时原



（a）析出相对晶界及位错的阻碍作用　　（b）晶界处的位错墙

图3 X2A66铝锂合金变形量为40%时的微观组织

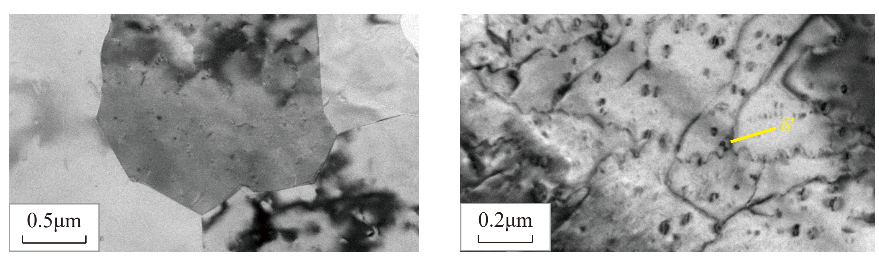
Fig.3 Microstructure of X2A66 aluminum-lithium alloy after 40% deformation



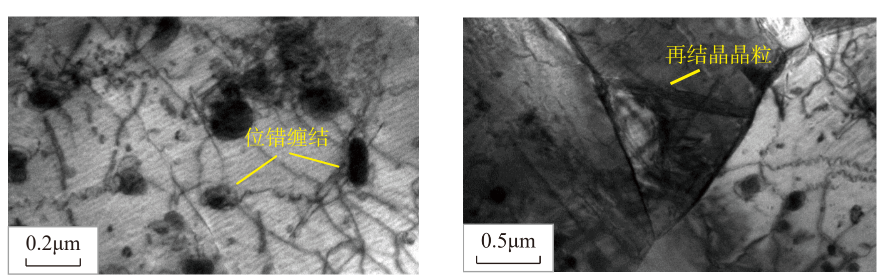
（a）平直清晰的晶界　　（b）基体内低位错密度区域

图4 X2A66铝锂合金变形量为80%时的微观组织

Fig.4 Microstructure of X2A66 aluminum-lithium alloy after 80% deformation



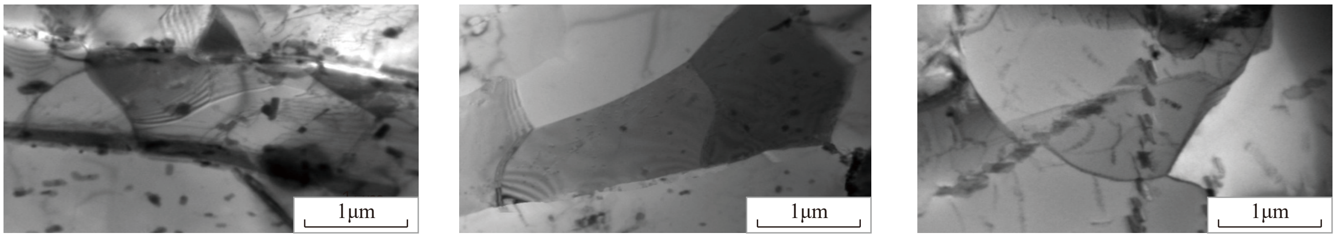
（a）充分动态回复组织　　（b）δ'相对位错的钉扎作用



（c）析出相的位错缠结　　（d）再结晶晶粒

图5 X2A66铝锂合金变形量为120%时的微观组织

Fig.5 Microstructure of X2A66 aluminum-lithium alloy after 120% deformation



（a）T=380℃ （b）T=420℃ （c）T=440℃

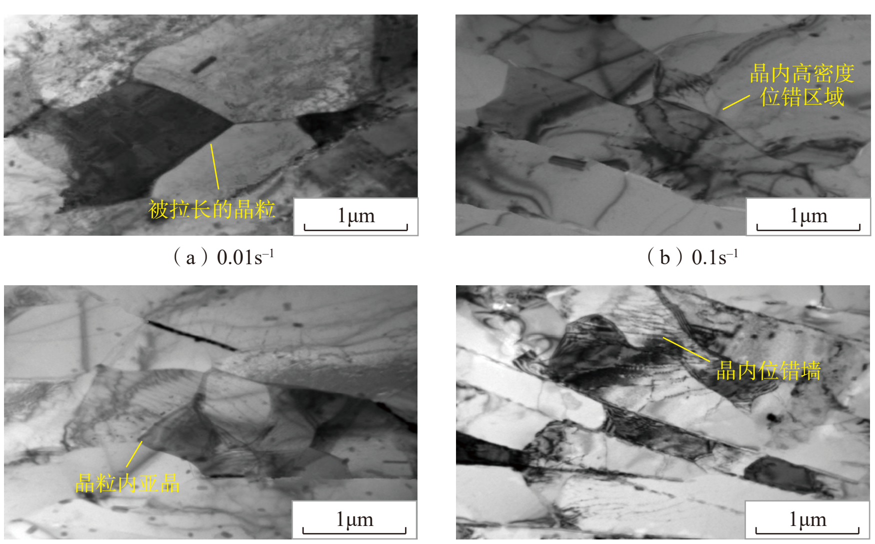
图6 不同变形温度下X2A66铝锂合金的透射组织

Fig.6 TEM structure of X2A66 aluminum-lithium alloy under different deformation temperatures

子的可移动距离增加；变形温度越高，位错的运动能力就越强，可运动范围增加，位错的相互抵消和重组能力进一步的增强。

3 应变速率对微观组织的影响

变形温度为420℃，变形量为50%，不同应变速率下的变形组织如图7所示。应变速率为0.01s^{-1}时，变形组织为典型的回复组织，基体中形成大量的亚晶，亚晶界清晰，晶内位错密度较低，如图7（a）所示。当应变速率为0.1s^{-1}时，基体内亚晶粒呈拉长状，晶内位错密度有所增加，如7（b）所示。当应变速率提高到1s^{-1}时，晶内存在大量的位错，部分位错有序排列，在尺寸较大的晶粒内部存在亚晶且尺寸较小，如7（c）所示。当应变速率提高至10s^{-1}时，组织内存在大量的位错，位错已经重排成位错墙，如7（d）所示。当变形温度和应变量相同时，应变速率越大，亚晶尺寸越小，形状越不规则，位错密度越大。随着应变率的增加，基体中位错增殖速度增加，位错没有足够的时间滑移重排相消。应变速率越低，组织内位错重排和相消程度越大，亚晶界越清晰。



（a）0.01s^{-1} （b）0.1s^{-1}

（c）1s^{-1} （d）10s^{-1}

图7 不同应变速率下X2A66铝锂合金的透射组织

Fig.7 TEM structure of X2A66 aluminum-lithium alloy at different strain rates

4 X2A66铝锂合金在高温变形过程中析出相的演变规律

根据图1可知，X2A66铝锂合金在进行均匀化处理后，基体内存在大量的板条状的T_1相，在经历热力耦合的作用后，T_1相产生了一定变化。经过变形温度为420℃，应变速率为0.01s^{-1}，变形量为20%的变形后，T_1相出现破碎，厚度变小，形状变得多样化且不规则，如图8（a）所示。当变形量为40%时，T_1相尺寸大大减小，但仍有尺寸较大的板条状T_1相，如图8（b）所示。当变形量为80%时，在基体中已经找不到尺寸较大的板条状T_1相，如图8（c）所示。当变形量为120%时，T_1相尺寸及数量继续减少，且基体中的析出相以δ'相为主(图8（d）)。在高温变形过程中T_1相发生回溶现象：由于热压缩，T_1相发生破碎，破碎的T_1相表面能增加，为了降低表面能，破碎T_1相边界出现圆润化并开始回溶。大板条状的T_1相经过变形破碎球化成了断续分布的针状，随着变形的进行，针状析出相的尺寸变小最终变为短棒状。

图9为变形温度为420℃，变形速率为0.01s^{-1}的热变形过程中不同变形量时析出相的强化作用。在变形初期，X2A66合金基体内由于变形产生大量位错并且动态回复及动态再结晶有限，基体中的析出相为T_1相且部分T_1相发生了破碎，此时析出相的强化作用主要体现为对位错的钉扎及对晶界迁移的阻碍，如图9（a）所示。随着变形的继续，X2A66合金发生了动态回复及动态再结晶，基体内位错密度减少，T_1相进一步破碎回溶尺寸降低，在这个阶段，T_1相的强化作用主要体现在对晶界及亚晶界迁移的阻碍作用，如图9（b）所示。当变形量继续增加，基体内产生大量位错，T_1相及δ'相对位错具有强烈的钉扎作用且部分析出相附近形成位错缠结。此时析出相的强化作用主要体现在对位错运动的阻碍，如图9（c）中所示。

X2A66铝锂合金高温变形过程中，析出相尺寸及分布位置都对X2A66铝锂合金高温变形过程中的

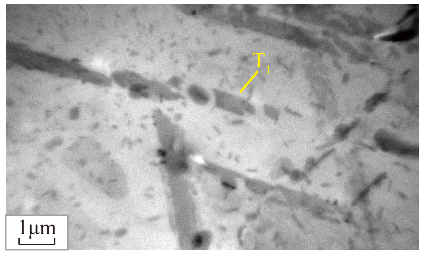
动态再结晶产生影响。从图10（a）中可以发现，破碎的T_1相分布在晶内，析出相尺寸大于0.2μm。晶内尺寸较大的T_1相阻碍了位错的运动，塞积的位错形成位错胞，如果继续吸收位错便会增大取向差变成新的再结晶晶粒。相对晶界处的析出相，晶内的析出相更有利于动态再结晶的形核[13]。处于晶界内部的析出相能够有效地强化对位错的阻碍作用，而变形时析出相周围畸变区域累积了大量的位错和相对大的晶界取向差，畸变区域成为再结晶的核心从而提升再结晶晶粒的形核率。图10（b）为钉扎在晶界处的析出相，在经历大应变后，合金内T_1相破碎回溶且析出δ'相，此时合金内部析出相尺寸较小。钉扎在晶界上的析出相有效阻碍了晶界及亚晶界的运动。而处于晶界处的T_1相及动态析出的δ'相则会有效降低动态再结晶速率。

结论

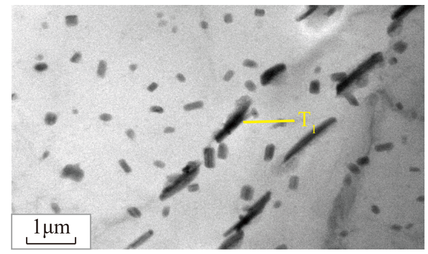
（1）X2A66铝锂合金在变形温度为420℃，应变速率为$0.01s^{-1}$，变形量为20%时，基体中亚晶组织不完整，同时出现少量动态再结晶晶粒。当变形量达到80%时，可以观察到平直且清晰的晶界，亚晶组织进一步完善，此时基体内的位错密度整体较低。当变形量大于80%时，部分晶界内出现大量位错，析出相对位错运动形成了阻碍作用，在析出相周围产生位错缠结。

（2）X2A66在高温变形过程中T_1相出现破碎回溶的现象，同时在变形过程中析出δ'相。T_1相的破碎回溶使基体重新达到过饱和状态，尤其是Li元素的过饱和，促进了δ'相的析出。

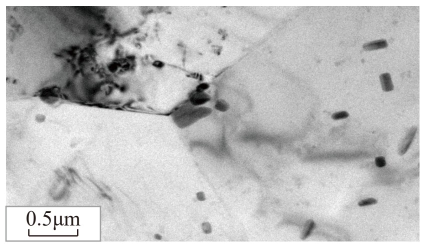
（3）尺寸较大的处于晶界内部的析出相能阻碍位错运动，提升再结晶晶粒的形核率。而钉扎在晶界上的T_1相及动态析出的δ'相则可有效阻碍晶界运动从而降低动态再结晶速率。



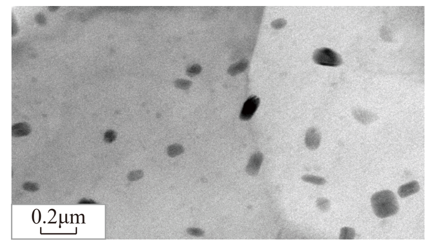
（a）变形量为20%



（b）变形量为40%



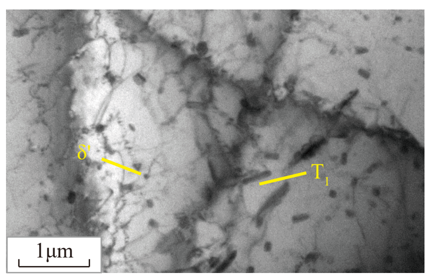
（c）变形量为80%



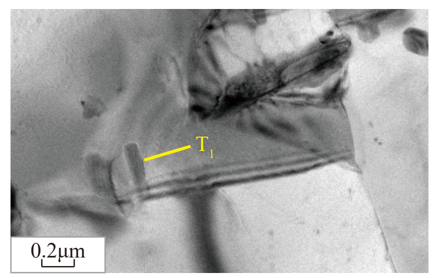
（d）变形量为120%

图8 X2A66铝锂合金高温变形过程中T_1相的演变规律

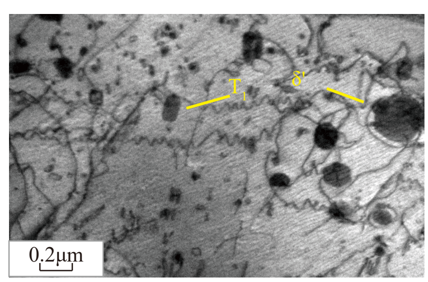
Fig.8 Transformation of T_1 during deformation for X2A66 aluminum-lithium alloy



（a）变形量为20%



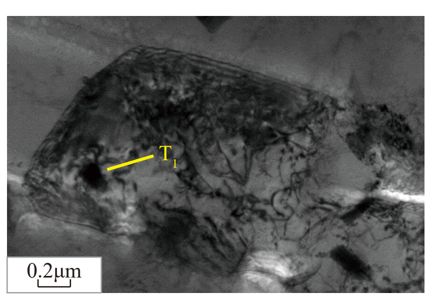
（b）变形量为40%



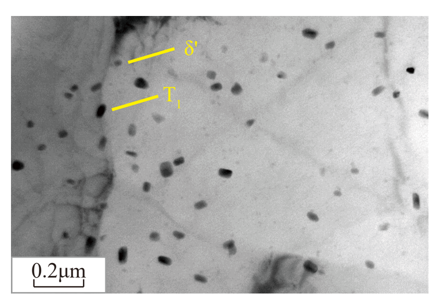
（c）变形量为80%

图9 X2A66铝锂合金高温变形过程微观组织

Fig.9 Microstructure of X2A66 aluminum-lithium alloy during high temperature deformation



（a）晶内T_1相对动态再结晶的影响



（b）晶界处T_1相和δ'相对动态再结晶的影响

图10 析出相对X2A66铝锂合金动态再结晶的影响

Fig.10 Effect of precipitation on dynamic recrystallization of X2A66 aluminum-lithium alloy

参 考 文 献

[1] 高文理, 闫豪, 冯朝辉, 等. 时效制度对2A97铝锂合金组织和力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2014, 24(5): 1206–1211.

GAO Wenli, YAN Hao, FENG Zhaohui, et al. Effect of aging treatment on microstructure and mechanical properties of 2A97 Al–Li alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2014, 24(5): 1206–1211.

[2] ARAULLO P V, GAULT B, GEUSER F D. Microstructural evolution during ageing of Al–Cu–Li–x alloys[J]. Acta Materialia, 2014, 66: 199–208.

[3] WILLIAMS J C, STARKE E A. Progress in structural materials for aerospace systems[J]. Acta Materialia, 2003, 51(19): 5775–5799.

[4] 郑子樵, 李劲风, 陈志国, 等. 铝锂合金的合金化与微观组织演化[J]. 中国有色金属学报, 2011, 21(10): 2337–2351.

ZHENG Ziqiao, LI Jinfeng, CHEN Zhiguo, et al. Alloying and microstructural evolution of Al–Li alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2011, 21(10): 2337–2351.

[5] RIOJA R J . Fabrication methods to manufacture isotropic Al–Li alloys and products for space and aerospace applications[J]. Materials Science & Engineering A, 1998, 257(1): 100–107.

[6] 王东林, 李世晨, 王小宁, 等. 铝锂合金新型立方相的析出规律及机理[J]. 中国有色金属学报, 2009, 19(12): 2119–2127.

WANG Donglin, LI Shichen, WANG Xiaoning, et al. Precipitation of new cubic phase in Al–Li alloys and its mechanism[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2009, 19(12): 2119–2127.

[7] 张显峰, 陆政, 高文理, 等. 2A66铝锂合金板材各向异性研究[J]. 材料工程, 2017, 45(7): 7–12.

ZHANG Xianfeng, LU Zheng, GAO Wenli, et al. Anisotropy of 2A66 Al–Li alloy sheet[J]. Journal of Materials Engineering, 2017, 45(7): 7–12.

[8] GAO W L, XU J, TENG J, et al. Microstructure characteristics and mechanical properties of a 2A66 Al–Li alloy processed by continuous repetitive upsetting and extrusion[J]. Journal of Materials Research, 2016, 31(16): 2506–2515.

[9] WU Y, WANG X D, LI J L, et al. Effects of homogenization temperature on microstructure of 2A66 Al–Cu–Li alloy[J]. materials science forum, 2016, 4328(1700): 575–580.

[10] LUO J, LI M Q, MA D W. The deformation behavior and processing maps in the isothermal compression of 7A09 aluminum alloy[J]. Materials Science & Engineering A, 2011, 532: 548–557.

[11] LUO J, LI M Q, LI H, et al. Effect of the strain on the deformation behavior of isothermally compressed Ti–6Al–4V alloy[J]. Materials Science & Engineering A, 2008, 505(1): 88–95.

[12] 翟彩华, 冯朝辉, 柴丽华, 等. X2A66铝锂合金等温压缩时的流变变形行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2017, 46(1): 90–96.

ZHAI Caihua, FENG Zhaohui, CHAI Lihua, et al. Rheological deformation behavior of X2A66 aluminum–lithium alloy during isothermal compression[J]. Rare Metal Materials and Engineering 2017, 46(1): 90–96.

[13] 张娅, 马春江, 卢晨. 变形镁合金的塑性变形机制与动态再结晶[J]. 轻合金加工技术, 2003, 31(7): 35–39.

ZHANG Ya, MA Chunjiang, LU Chen. Plastic strain mechanism and dynamic recrystallization of magnesium alloy[J]. Light Alloy Fabrication Technology, 2003, 31(7): 35–39.

通讯作者：陈子勇，博士，教授，主要从事轻质耐高温难变形特种结构材料研究，其中高温钛合金及钛铝金属间化合物是典型代表，E–mail：czy@bjut.edu.cn。

Microstructure Evolution of X2A66 Aluminum-Lithium Alloy During High Temperature Deformation

SHI Guodong[1,2], WANG Puguang[2], WANG Yunfeng[3], WANG Yuanyuan[4], LU Zheng[5], CHEN Ziyong[1]

(1. College of Materials Science and Engineering, Beijing University of Technology, Beijing 100124, China;
2. Dalian Ketian Materials Company Ltd, Dalian 116085, China;
3. Weihai Wanfeng Magnesium S & T Development Company Ltd, Weihai 264209, China;
4. Wanfeng Auto Holding Group, Shaoxing 312500, China;
5. Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

[ABSTRACT] The microstructure evolution of X2A66 aluminum-lithium alloy during hot deformation was analyzed. When the deformation temperature was 420°C and the strain rate was 0.01 s^{-1}, sub-grain structure was incomplete in the matrix and a small amount of dynamic recrystallized grains were observed. When the deformation amount reached 80%, a flat and clear grain boundary and low dislocation density in the matrix can be observed. When the amount of deformation was greater than 80%, a large number of dislocations occurred in a part of the grain and impeded dislocation motion around the precipitated phase. T_1 phase appeared to be broken and remelted and the δ′ phase was precipitated during high temperature deformation. The crushing and remelting of the T_1 phase caused the matrix to re-saturate, especially the supersaturation of the Li element, which promoted the precipitation of the δ′ phase. The precipitation phase inside the grain boundary can effectively hinder the dislocation movement and increase the nucleation rate of recrystallized grains. The precipitated phase pinned on the grain boundary reduced the dynamic recrystallization rate by hindering the movement of the grain boundary and the sub-grain boundary.

Keywords: X2A66 aluminum-lithium alloy; High temperature deformation; Precipitated phases; Microstructure; Dynamic recrystallization

（责编　雪松）