

[文章编号] 1004-0609(2002)04-0779-05

Al-Zn 对称成分合金不连续析出组织的再结晶^①

任玉平, 丁 桦, 郝士明, 王大鹏, 赵 刚

(东北大学 材料与冶金学院, 沈阳 110004)

[摘 要] 采用光学显微镜、扫描电镜和透射电镜研究了 Al-40% Zn(摩尔分数)二元合金的不连续析出细片层组织在冷轧后重新加热时所发生的再结晶。根据加热过程中的显微组织变化, 确定了该合金再结晶的形核及长大机制。结果发现, 再结晶的 2 种机制为非典型形核长大机制的连续粗化和典型形核长大机制的不连续粗化, 后者又分为在团域界面、滑移带等处发生的以变形储能为主要驱动力的粗化和在变形量很小区域发生的以界面能为主要驱动力的粗化。

[关键词] Al-Zn 合金; 不连续析出; 再结晶

[中图分类号] TG 111.7

[文献标识码] A

由于金属与合金的变形与再结晶是组织控制的有效手段, 所以多年来一直受到人们的密切关注。对于单相合金和带有沉淀相粒子的准单相合金的变形与再结晶, 已经进行了比较充分的研究^[1~7]。对于双相合金的再结晶虽然也进行了若干研究^[2, 8], 但由于双相之间存在着晶体结构、形态及二者所占体积分数比等差异, 研究起来比较复杂, 因此与单相合金相比尚不够充分和深入。

Al-Zn 合金的双相组织具有结构差异大、扩散系数大和溶解度随温度的变化明显等特点。对称成分合金经过失稳分解以及不连续析出所形成的组织, 是一种两相体积分数相近的细片层组织。这种片层状组织在加热过程中往往还在界面能驱动下发生不连续粗化, 这与变形之后的由变形储能驱动的不连续粗化以及其他再结晶机制交织在一起, 形成了很显著的特点, 与单相合金和等轴双相合金的再结晶有很大的不同。作者研究一种 Al-Zn 对称成分合金不连续析出组织的再结晶行为, 探讨塑性变形后细片层组织再结晶的机制, 以求深化对再结晶过程的认识。

1 实验方法

本实验合金的原料为高纯铝(99.999%)和高纯锌(99.999%)。用 3 kW 电阻加热炉在高纯刚玉坩埚中熔化后, 浇注在铁模中。铸锭经过成分均匀化

与开坯处理, 最终热轧成 4.25 mm 的板状试样。试样在 400 °C 固溶处理 2 h 后立刻放到 200 °C 的盐浴炉中保温, 然后水淬。得到的不连续析出的细片层组织即为冷变形前的原始组织。对该组织的试样冷轧 50% 后进行加热处理并最终水淬。采用光学显微镜(OM)、扫描电镜(SEM)和透射电镜(TEM)对所获得的试样进行组织观察。为了获得该合金的近平衡组织, 采用如下制度(简称为制度 A): 400 °C, 2 h, 炉冷 → 300 °C, 30 min, 炉冷 → 200 °C, 30 min, 炉冷 → 100 °C, 90 min → 250 °C, 5 d 炉冷至室温。

TEM 薄膜试样的制备方法如下: 首先从块状试样上用线切割机切出 0.30 mm 的薄片; 然后在 200# ~ 1 000# 的砂纸上磨薄到 0.07 mm, 然后用小冲床冲出直径为 3 mm 的圆片; 最后电解双喷减薄, 电解液为 20% 的高氯酸和 80% 的甲醇混合液。此操作在 -33 °C 和 20 V 电压下进行。透射电镜为 Philips EM 400T。

2 实验结果

2.1 不连续析出组织及其冷轧后的变化

400 °C 固溶处理后于 200 °C 保温 30 min 水淬的组织如图 1 所示。不连续析出组织是由片层相间的 Al 相和 Zn 相组成的细胞状组织(见图 1(a)), 而且图 1(b)表明, 不连续析出转变已经完成。

冷轧之后仍为片层相间的 Al 相和 Zn 相两相组

① [基金项目] 国家自然科学基金资助项目(59971015)

[收稿日期] 2001-09-04; [修订日期] 2002-01-09

[作者简介] 任玉平(1978-), 男, 硕士研究生。

织,但有大量的滑移带产生(图 2(a));图 2(b)示出某些不连续析出胞内还发生了片层的错动或扭曲,而且在两相片层内部有大量位错的缠结(图 3(a))。

2.2 加热过程中发生的连续粗化

图 3 显示了在不连续析出胞内,冷轧后的双相片层演变为等轴粒状组织的过程。在加热中,2 种相的片层中都形成了亚晶(图 3(b))。这些亚晶通过界面迁移或亚晶的聚合而发生尺寸的连续长大,图 3(c)即为正在聚合的一组亚晶。随着时间的延长,通过界面的迁移,亚晶逐渐连续长大成为等轴的粒状组织(图 3(d)),即连续粗化(Continuous Coarsening, CC),这是再结晶的机制之一。

2.3 加热过程中发生的不连续粗化

SEM 与 TEM 观察结果表明,冷轧后的不连续

析出组织在随后的加热过程中,在不连续析出的双相团域界面及滑移带处发生了一种不连续粗化(Discontinuous Coarsening, DC)。

在图 4(a)中,不连续粗化组织呈片层胞状,在不连续粗化胞心部是尺寸较小的等轴晶粒,处于生长前沿的则为粗片层状,而基体则是比不连续粗化胞细得多的片层组织,或细小的亚晶粒。在细片层组织中还存在许多位错。这说明不连续粗化胞的前沿是靠吞食含有各类缺陷的细片层组织而长大。可以认为这是一种由变形储能驱动的粗化,是再结晶的又一种机制。

而在另一些粗化胞前沿,粗化片层与基体片层之间的界面比较清晰,细片层内没有位错,而且与粗细片层的取向大致相同(图 4(b))。在这种情况下,不连续粗化胞通过直接吞食细片层长大。这是一种不依赖于变形储能而由界面能驱动的不连续粗

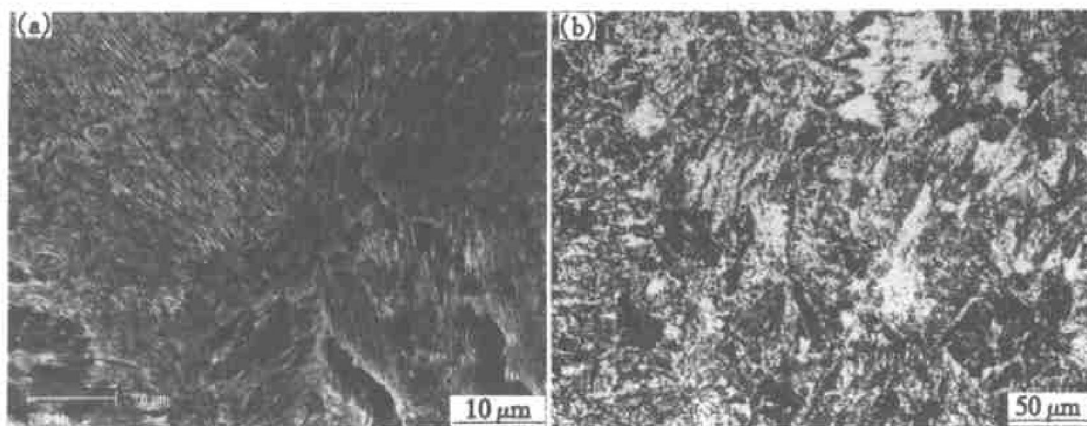


图 1 不连续沉淀片层胞状组织

Fig. 1 Discontinuous precipitation microstructures

(a) —SEM; (b) —OM

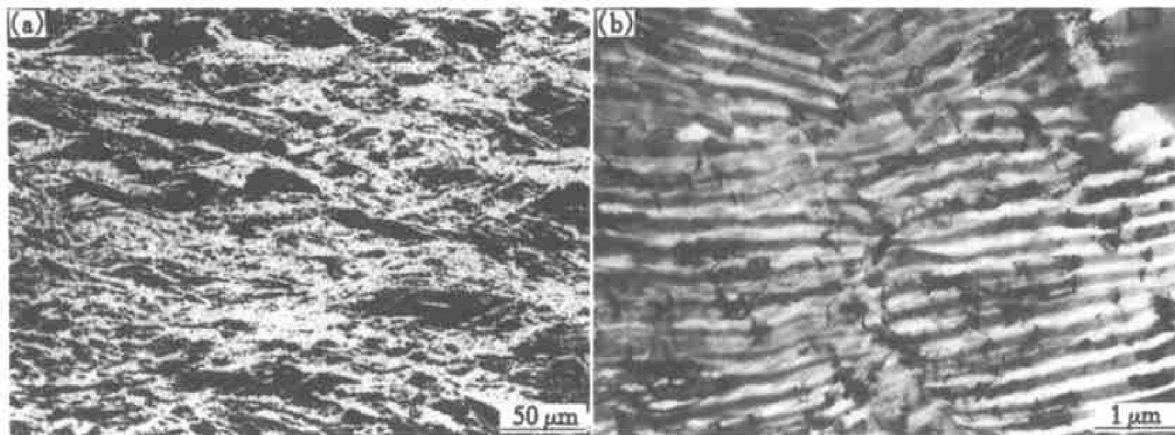


图 2 不连续析出组织经冷轧后的组织变化

Fig. 2 Cold rolled discontinuous precipitation microstructures(Cold rolled 50%)

(a) —OM; (b) —TEM

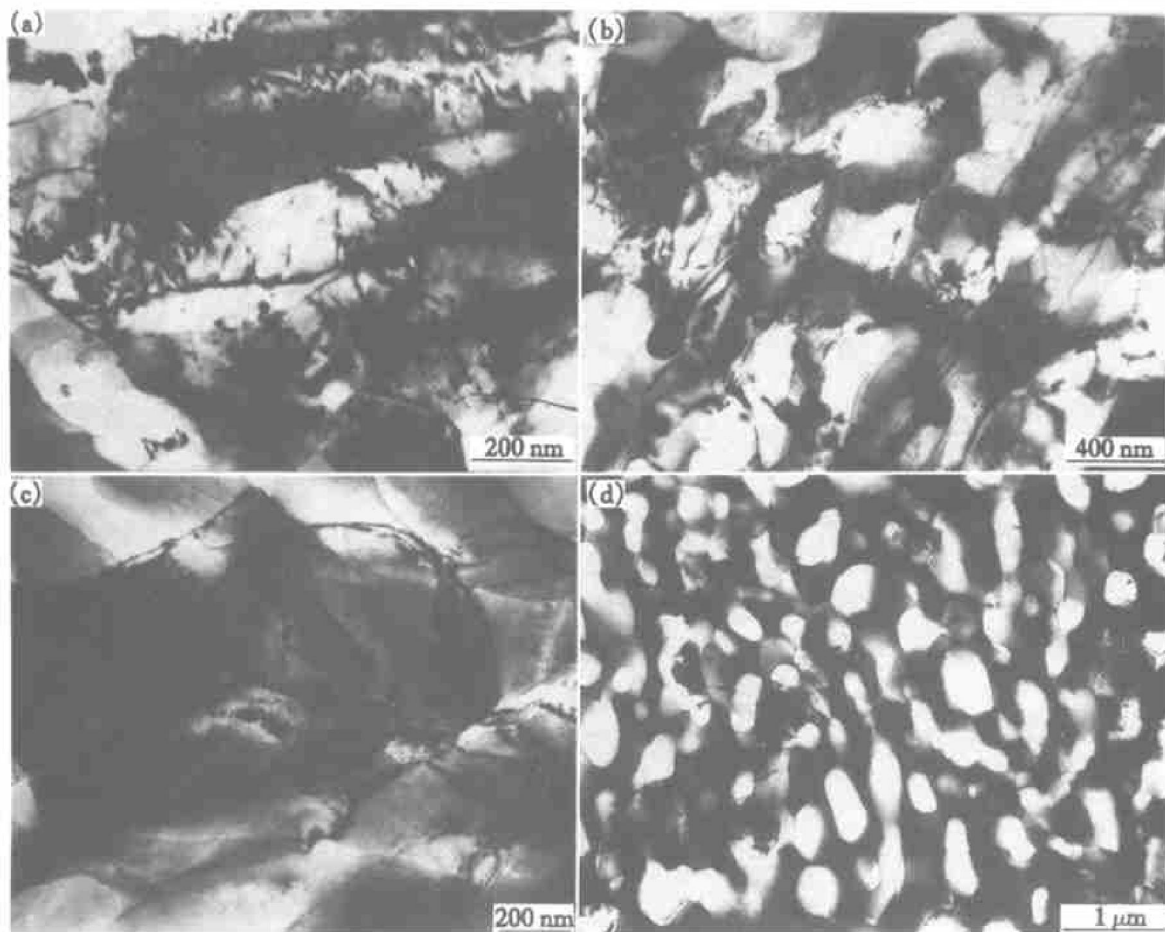


图 3 不连续析出胞内双相的连续粗化过程(TEM)

Fig. 3 Microstructural evolution inside discontinuous precipitation cells (TEM)

(a) —Cold rolled 50%; (b), (c) —Cold rolled 50%, 200 °C, 60 min; (d) —Cold rolled 50%, 200 °C, 90 min

化。图 4(c), 4(d) 示出在团域界面及滑移带处的不连续粗化, 但此处不连续粗化胞呈不规则形状。

图 5(a) 所示为不连续粗化组织与粗等轴组织的混合组织。随着温度的提高和时间的延长, 双相片层状不连续析出组织将通过 Ostwald 熟化机制转变为等轴粒状双相组织。图 5(a) 所示是处于转变中途的组织形态, 而合金的最终组织形态如图 5(b) 所示。

3 讨论

在冷轧过程中, 向 Al-Zn 合金细片层组织中引入了大量位错。同时, 面心立方的 Al 相比密排六方的 Zn 相有更多的滑移系, 更易于变形。这将在相界面间产生应力。另外片层组织团域的取向不同, 变形的难易不同, 团域间也存在着变形的不均匀性。冷轧组织中大量的滑移带和片层的错动与扭曲也说明, 合金变形后内部产生了大量的应变储能, 处于热力学不稳定状态。

在加热过程中, 冷轧片层团域内部发生了很大的变化。位错缠结在加热过程中发生了重排, 双相都发生了多边化, 形成亚晶。这些亚晶通过界面迁移或聚合而增加尺寸, 通过吸收位错而增大位向差。从而实现了亚晶的连续粗化, 形成了等轴晶粒。这是变形储能驱动的组织转变, 是双相组织再结晶的一种重要机制。

加热中在片层团域界面及滑移带处发生了另一种粗化。由于这些部位变形储能更高, 成为不连续粗化胞形核的有利位置。这时, 形核和长大过程是形变储能和界面能共同驱动的。这与 Cu-Ni-Fe 合金在冷塑性变形后, 失稳分解组织的不连续粗化的形核和长大类似^[9]。这是双相组织再结晶的另一种重要机制——不连续粗化机制。

其实, 还存在另一种不连续粗化。在滑移带之间的变形很小的区域所发生的不连续粗化, 如图 4(b) 所示。变形储能并没有参与驱动。在细片层区并未发现位错, 粗片层直接吞食细片层而长大, 这是一个界面能驱动的过程。未经变形的层状组织在加热时发生不连续粗化是常见的。文献[10]曾对

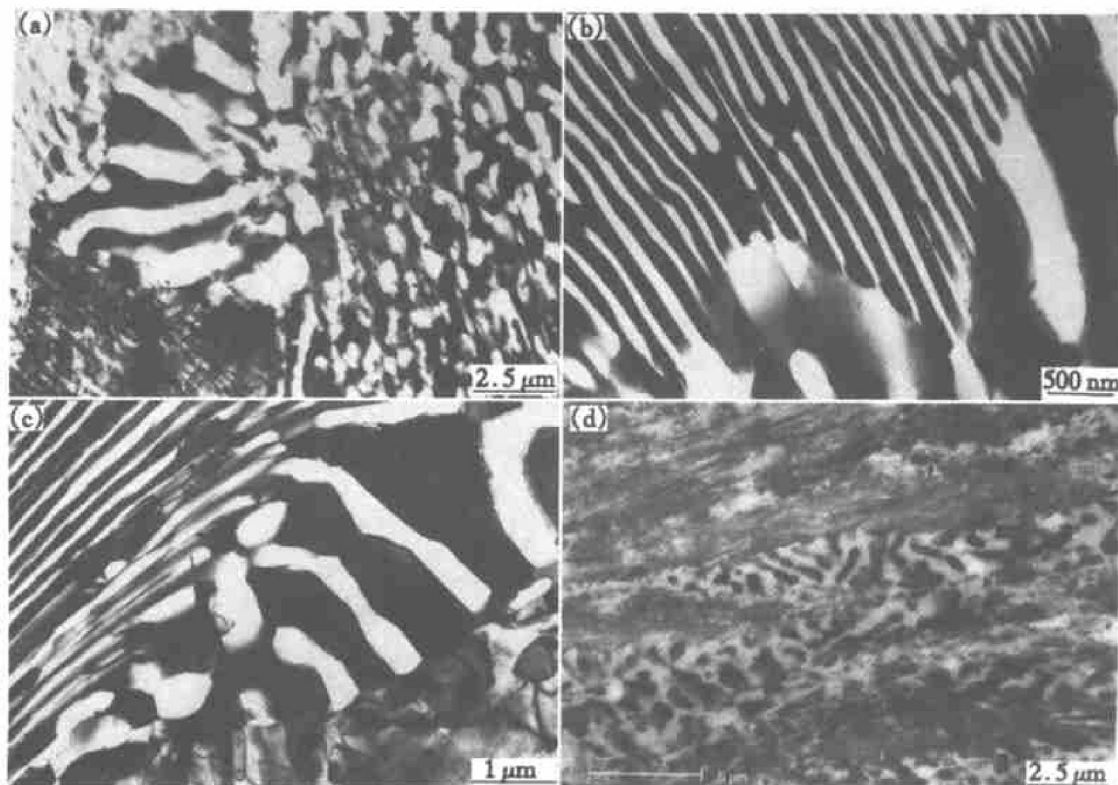


图 4 不连续粗化的形核与长大

Fig. 4 Nucleation and growth of discontinuous coarsening cells

(a), (b), (c)—Cold rolled 50%, 200 °C, 30 min(TEM); (d)—Cold rolled 50%, 200 °C, 60 min(SEM)

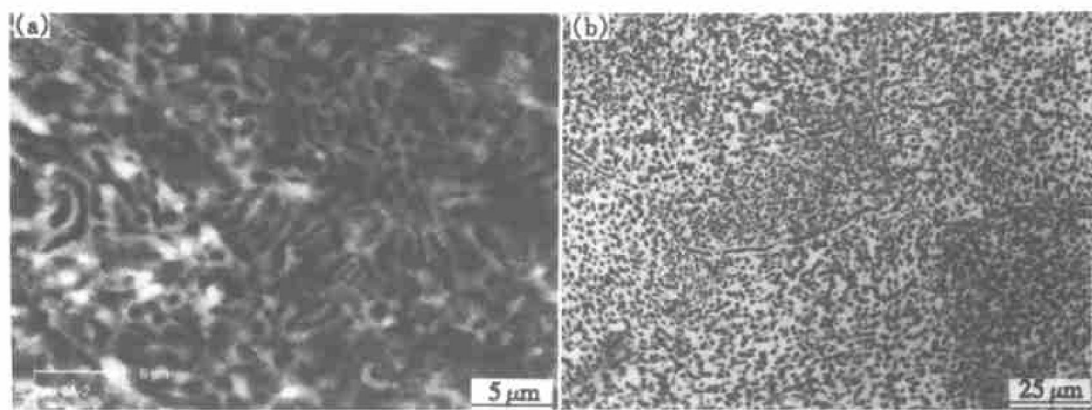


图 5 连续粗化与不连续粗化组织

Fig. 5 CC and DC microstructures

(a) —Cold rolled 50%, 250 °C, 60 min; (b) —Treatment A

Al-Zn 合金不连续析出组织加热过程中发生的不连续粗化进行了研究。许多研究者对 TiAl 片层组织的不连续粗化也进行过较为详细的研究^[11, 12]。如果把在加热中所发生的不伴随晶体结构改变的形核长大过程都看作是再结晶的话(例如二次再结晶),这种界面能驱动的不连续粗化是该合金再结晶的第 3 种机制。

概括起来,该合金的再结晶有 2 种机制:非典型形核长大机制的连续粗化和典型形核长大机制的不连续粗化。后者又分为以变形储能驱动为主的粗

化和以界面能驱动为主的粗化。

4 结论

Al-40% Zn 合金的不连续析出细片层组织在塑性变形后重新加热到 200 °C 时发生了再结晶。再结晶的 2 种机制为非典型形核长大机制的连续粗化和典型形核长大机制的不连续粗化。后者又分为发生在团域界面、滑移带等处的以变形储能为主要驱动

力的粗化和发生在滑移带之间的以界面能为主要驱动力的粗化。

[REFERENCES]

- [1] Doherty R D, Hughes D A, Humphreys F J, et al. Current issues in recrystallization: a review [J]. Mater Sci Eng, 1997, A238: 219– 274.
- [2] 毛卫民. 金属和合金的再结晶及晶粒长大 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1994.
MAO Wei-jin. Recrystallization and Grain Growth of Metal and Alloy [M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1994.
- [3] Humphreys F J, Hatherly M. Recrystallization and Related Annealing Phenomena [M]. Oxford: Pergamon Press, 1995.
- [4] Goetz R L, Seetharaman V. Static recrystallization kinetics with homogeneous and heterogeneous nucleation using a cellular automata model [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1998, 29(9): 2307– 2321.
- [5] Faivre P, Doherty R D. Nucleation of recrystallization in compressed aluminium: studies by electron microscopy and Kikuchi diffraction [J]. J Mater Sci, 1979, 14(4): 897– 919.
- [6] 余 琨, 李松瑞, 黎文献, 等. 微量 Sc 和 Zr 对 2618 铝合金再结晶行为的影响 [J]. 中国有色金属学报, 1999, 9(4): 709– 713.
- YU Kun, LI Song-rui, LI Wen-xian, et al. Effect of trace Sc and Zr on recrystallization behavior of 2618 alloy [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 1999, 9(4): 709– 713.
- [7] 沈 健, 章四琪, 卢 斌, 等. 材料科学与工艺, 1999, 3(4): 67– 71.
SHEN Jian, ZHANG Shi-qi, LU Bin, et al. The nucleation behavior of 3004 aluminium alloy during annealing [J]. Material Science & Technology, 1999, 3(4): 67– 71.
- [8] Smidoda K, Gottschalk W, Gleiter H. Diffusion in migrating interfaces [J]. Acta Met, 1978, 26(12): 1833 – 1836.
- [9] Li H X, Hao X J, Zhao G, et al. Characteristics of the continuous coarsening and discontinuous coarsening of spinodally decomposed Cu-Ni-Fe alloy [J]. Journal of Materials Science, 2001, 36(3): 779– 784.
- [10] Yang C F, Sarkar G, Fournelle R A. Discontinuous precipitation and coarsening in Al-Zn alloys [J]. Acta Metal, 1988, 36(6): 1511– 1520.
- [11] Qin G W, Oikawa K, Sun Z M, et al. Discontinuous coarsening of the lamellar structure of γ -TiAl based intermetallic alloys and its control [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2001, 32(8): 1927– 1938.
- [12] Qin G W, Hao S M. Discontinuous coarsening of primary α_2/γ lamellae in surface layer of the Ti₅₈Al₄₂ intermetallic alloy [J]. Scripta Materialia, 1996, 44(1): 343.

Recrystallization of cold deformed discontinuous precipitation microstructure in symmetrical Al-Zn alloy

REN Yu-ping, DING Hua, HAO Shi-ming, WANG Da-peng, ZHAO Gang
(School of Materials and Metallurgy, Northeastern University,
Shenyang 110004, China)

[Abstract] Recrystallization of cold rolled discontinuous precipitation microstructure which has fine lamellar structure in a Al-40% Zn (mole fraction) binary alloy was investigated by optical microscopy, SEM and TEM. According to the microstructural evolution during the heating process, the nucleation and growth of recrystallization of this alloy was determined. It is found that there are two types of recrystallization: continuous coarsening (CC) which is non-typical nucleation and growth mechanism and discontinuous coarsening (DC) which is typical nucleation and growth one. The latter can be divided into coarsening mainly driven by deformation stored energy at colony boundaries and slip bands and the one mainly driven by boundary energy in the area without much deformation.

[Key words] Al-Zn alloy; discontinuous precipitation; recrystallization

(编辑 陈爱华)