

Al-Cu-Mg-Zn-Cr 合金热扭转变形中 连续动态再结晶机理*

万菊林 孙新军 顾家琳 陈南平
(清华大学材料科学与工程系, 北京 100084)

摘要 用透射电镜小角度会聚束产生的明锐 Kikuchi 线测量了大晶粒 LC9 超硬铝合金在高温慢速热扭转过程中的晶内亚晶界角变化。发现亚晶界角随变形量的增加逐步增加, 表明连续动态再结晶是该材料在高温慢速预变形中晶粒细化的主要机制。双态分布的析出相在连续动态再结晶中所起的作用与其在常规的热机械加工过程中所起作用有所不同。弥散分布的小沉淀相阻碍位错的滑移和攀移并钉扎晶界与亚晶界, 而大析出颗粒在此起不到有效地产生再结晶核心的作用。

关键词 晶界角度, LC9 Al 合金, 再结晶, Kikuchi 线

中图分类号 TG111.7, TG146.2

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(1999)10-1031-05

RESEARCH ON CONTINUOUS DYNAMIC RECRYSTALLIZATION IN HOT TORSION OF Al-Cu-Mg-Zn-Cr ALLOY

WAN Julin, SUN Xinjun, GU Jialin, CHEN Nanping

Department of Materials and Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084

Correspondent: SUN Xinjun, Tel: (010)62782126, E-mail: sunxj@mail.cic.tsinghua.edu.cn

Manuscript received 1999-03-27, in revised form 1999-07-19

ABSTRACT Sharp Kikuchi patterns generated by convergent beam electron diffraction (CBED) are introduced for accurate measurement of sub-grain misorientation evolution in large grains in slow speed hot torsion of LC9 alloy. Gradual increase of sub-grain misorientation with strain indicates that continuous dynamic recrystallization is the mechanism by which grains are refined. The role played by bimodal-distributed second phase particles is different from that in normal thermomechanical processing.

KEY WORDS grain misorientation, LC9 aluminium alloy, recrystallization, Kikuchi pattern

超塑性变形要求材料具有细小等轴的晶粒, 并且晶界角必须是可动的大角度晶界, 这样才能产生有效的晶界滑移^[1-3]。高强铝合金如 Al-Zn-Mg-Cu (7000 系列) 产生合乎这种要求的组织主要依靠中间形变热处理工艺 (ITMT)^[4-6], 该工艺包括固溶 - 过时效 - 再结晶温度下的轧制与退火产生的静态再结晶。这种工艺的主要特点是通过固溶处理和过时效产生双态分布的析出相。约 1 μm 尺度的大颗粒在热机械变形时其周围产生大的局部变形, 这些区域就成为随后退火时的再结晶核心^[7,8]。约 0.1 μm 的弥散颗粒起到钉扎晶界, 阻止晶界迁移和晶粒长大的作用^[9]。

近期的研究表明, 在远高于再结晶温度和远低于常规热机械加工变形速度的变形条件下, 此类 Al 合金也可以发生

再结晶产生细晶粒并能够获得一定程度的超塑性。白秉哲等人^[10]在 LC9 Al 合金中经过 500 $^{\circ}\text{C}$ 下剪切应变变量约为 2 的热扭之后, 初始态 100 μm 的粗大晶粒转变成约 10 μm 的细晶, 对这种变形后的组织进行超塑性拉伸获得 580% 的延伸率。很明显, 由于高温慢速变形时变形组织有足够的时间发生回复, 产生再结晶核心必须的高度局部变形集中于消除, 中间热处理工艺中细化晶粒的机制在此不再适用。这种情况下的晶粒细化涉及的是亚晶界角的连续增加即所谓的连续动态再结晶机制, 该机制所包含的过程可能有两类, 一类是相邻亚晶界在相交点通过迁移发生合并^[11], 另一类则是某些亚晶界在变形过程中分解, 分解出来的位错经滑移和攀移进入近邻界面^[12,13]。文献中对前一类机制作过详细的研究, 如 Nes^[14]在 Al-Cu-Zr 合金中和 Hales 等^[15]在 Al-Mg-Zr 合金中的工作, 对后一种则研究较少。本文的目的就是试图针对 LC9 超硬 Al 合金进行这方面的工作, 以期对连续动态再结晶的过程有更清楚的认识。

* 国家教委先进材料开放实验室资助项目

收到初稿日期: 1999-03-27, 收到修改稿日期: 1999-07-19

作者简介: 万菊林, 男, 1967 年生, 博士

1 实验方法

实验用原始材料系直径为 20 mm 的 LC9 挤压棒材。其化学成分 (质量分数) 为: Cu 1.8%, Mg 2.4%, Zn 5.6%, Cr 0.2%, 余为 Al。材料在 500 ℃ 的盐浴中保温 12 h 后淬火, 加工成直径为 10, 长 55 mm 的棒状扭转试样。热扭转实验在 NJ-50B 扭转机上进行, 实验时试样一端固定, 一端可沿轴向伸缩。在 500 ℃ 下进行不同速率的热扭转变形。变形到一定程度后立即淬火。从平行于试样轴向的方向, 离轴心 4.5 mm 处截取薄片制成透射电镜样品。之后, 在 Philips EM400 电镜上用小角度会聚束产生的 Kikuchi 线进行晶粒取向的精确定位, 用公式^[16]

$$\gamma = \cos^{-1}[\sin \alpha_0 \sin \alpha_1 + \cos \alpha_0 \cos \alpha_1 \cos(\beta_0 - \beta_1)]$$

计算出晶界角。式中, (α_0, β_0) 和 (α_1, β_1) 分别为界面两侧晶粒的某一准确的晶带轴方向调整到与电子束平行时电镜双倾样品台两轴的读数。每一试样对 50—100 个晶界进行统计。

2 实验结果

2.1 热扭转变形中的组织变化

2.1.1 原始组织 经盐浴处理的试样得到的是轴向与棒轴平行、横截面为不规则形状的柱状晶粒, 晶粒横向截径约为 0.1 mm, 长度为一到几个毫米。内部的析出物由几个微米的大颗粒与弥散的小颗粒组成, 如图 1 所示。透射电

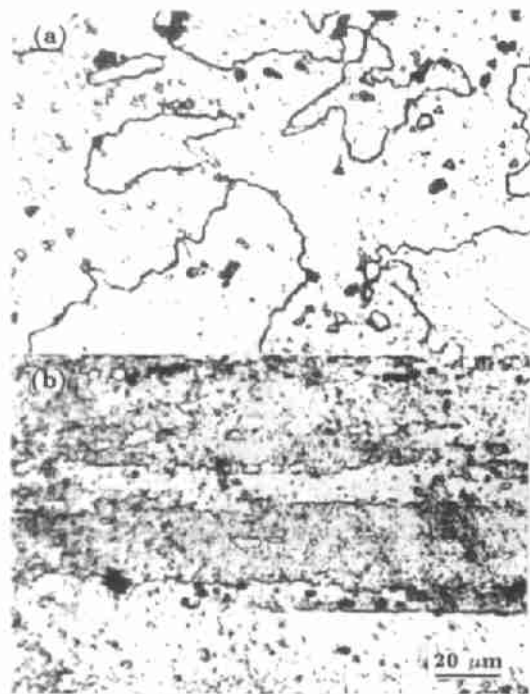


图 1 试样原始组织

Fig.1 Microstructures of LC9 aluminium alloy before hot torsion

(a) transverse section (b) longitudinal section

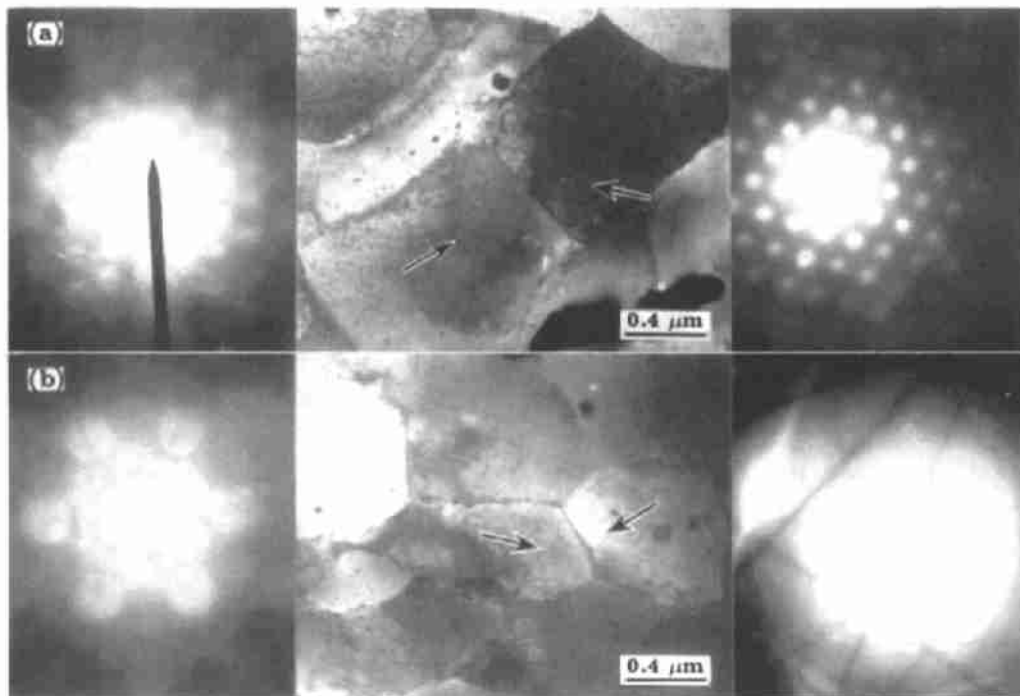


图 2 变形组织的透射电镜形貌及晶界两侧的 Kikuchi 线图像

Fig.2 TEM images and Kikuchi patterns near sub-grain boundaries of samples after various shear strains at strain rate $\dot{\gamma}=8.57 \times 10^{-4}/s$

(a) $\gamma=1.54$ (b) $\gamma=3.60$

镜观察表明:大柱状晶粒内部广泛存在镶嵌结构,尤其是在大颗粒密集处,存在许多细碎亚晶。移动样品使电子束扫过这些亚晶界时,从 Kikuchi 极的移动距离可判断其界面角多小于 1° 。细小弥散析出物在晶内晶界密集分布,多沿轴向排列;少数析出物呈杆状,长度方向与大晶粒轴向平行。晶内位错稀少。

2.1.2 扭转变形中的亚晶形态 透射电镜的研究结果表明,在各种变形速率下的一定扭转变形量范围内,组织都显示长方形晶粒以条带状形式排列,排列方向平行于扭转试样上最大拉伸方向,并且形变速率越高则亚晶越细小。随着应变量的增加,条带排列形式仍在一定程度上保持,但亚晶粒逐渐失去方形特征。同时, Kikuchi 线分析表明,在小变形量时亚晶间界面都是小角界面,如图 2a;大变形量下逐渐有大角界面出现,如图 2b。

2.1.3 亚结构特征和析出物的作用 热扭转过程中晶内的位错运动非常活跃,析出物既可作为位错源存在,同时又可成为位错滑移和攀移的障碍。位错在运动过程中发生同号位错重组,形成小角晶界。图 3 是一个位错列排列成的小角度晶界,可看出尚有部分位错还保留在晶内,图中也清楚地给出了弥散颗粒与运动位错相互作用的情形。

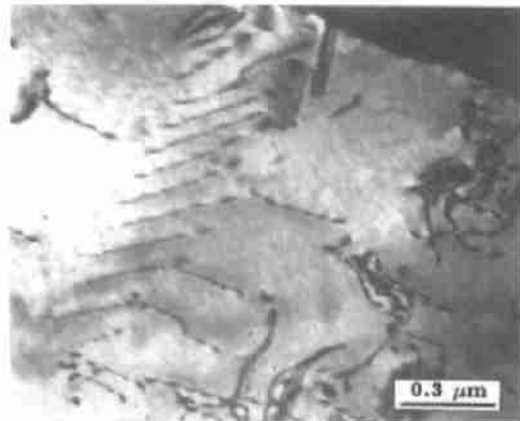


图 3 变形过程中位错重排产生的小角界面

Fig.3 A low-angle grain boundary produced by dislocations redistribution during deformation

弥散颗粒的另一个重要作用就是阻止了亚晶界的横向迁移。图 4a 给出了一个完全为弥散相所钉扎的亚晶界。弥散相对亚晶界的钉扎作用对于不同方向的界面是不同的,平行于条带方向(纵向)晶界上颗粒密集,而横向晶界上颗粒则很少(图 4b)。

粗大析出物颗粒是变形中的一种有效位错源,其周围的高密度位错为生成亚晶界提供了有利条件。但是并未在大颗粒周围发现以大角度界面与基体隔开的再结晶核心。并且,过于密集的大颗粒可以形成局部的难变形区,这些区域的母相始终保持原始的组织形态,即由细小破碎、界面角小于 1° 的镶嵌块组成。

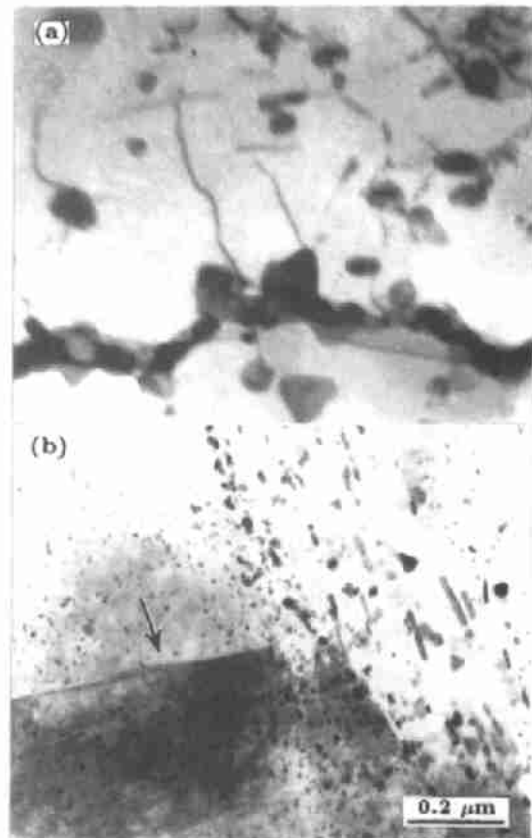


图 4 弥散相在亚晶界上的分布

Fig.4 Distribution of dispersoids along sub-grain boundaries
(a) a longitudinal sub-grain boundary pinned completely by dispersoids
(b) a transverse sub-grain boundary with very few dispersoids

2.2 动态再结晶的动力学特征

Kikuchi 线分析表明,热扭转变形不仅引起材料内部亚晶形态的变化,而且引起亚晶界角的增加,增加的速度与应变量及形变速率有关。图 5 是在同一变形速率不同应变量时亚晶界角的空间分布,可见当 $\gamma=3.56$ (外表面剪应变)时,已有较大角度晶界存在。在不同形变速率下变形至同样的应变量测量的亚晶角度空间分布的统计结果示于图 6,平均晶界角随形变速率与应变量的关系示于图 7。可见随形变速率和应变量的增加,较大角度的亚晶界增多,平均晶界角增大。

另外,尽管 $< 1^\circ$ 的亚晶界面随着变形进行在减少,但始终存在。

3 讨论

热扭转变形前的大晶粒虽经高温下长时间的盐浴处理,得到的仍是一种只发生了深度回复,而未经历通常意义下的再结晶和晶粒长大的组织。这种组织仍然带有挤压变形的痕迹,即晶粒和析出物分布沿轴向排列,因此考虑这种材料的热扭转动态再结晶问题必须充分重视这种各向异性特点。

由于析出物的密集分布,晶界面和亚晶界面的横向迁移

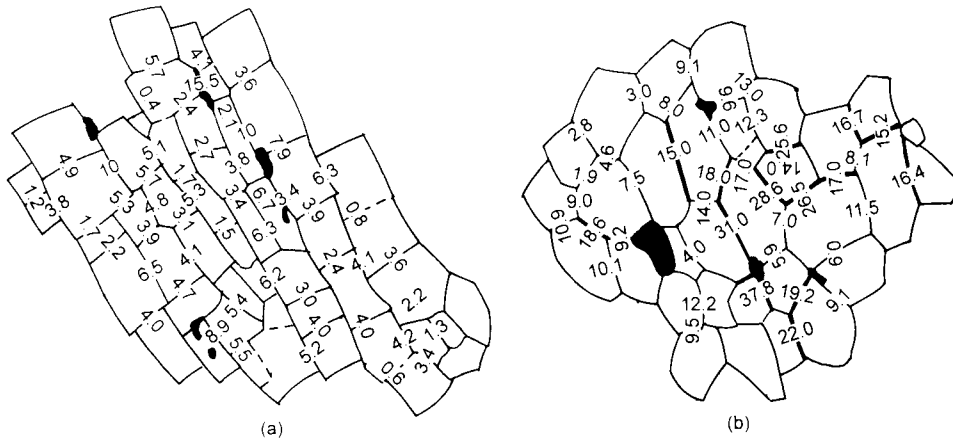


图5 热扭转过程中的亚晶界角纵截面的空间分布

Fig.5 Spatial distribution of sub-grain misorientations on longitudinal section during hot torsion at various shear strain rates and strains ($\dot{\gamma}=8.57 \times 10^{-4}/s$)

(a) $\gamma=1.54$ (b) $\gamma=3.60$

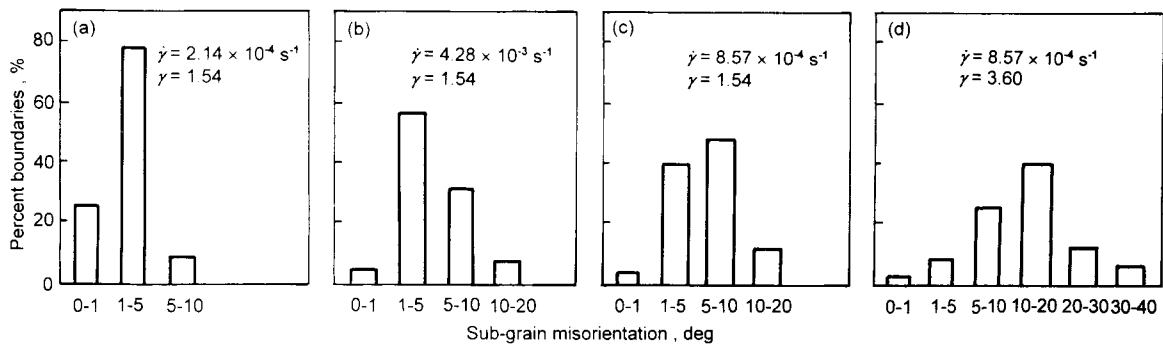


图6 界面角度数值分布的直方图

Fig.6 Numerical distribution of sub-grain misorientations in degree

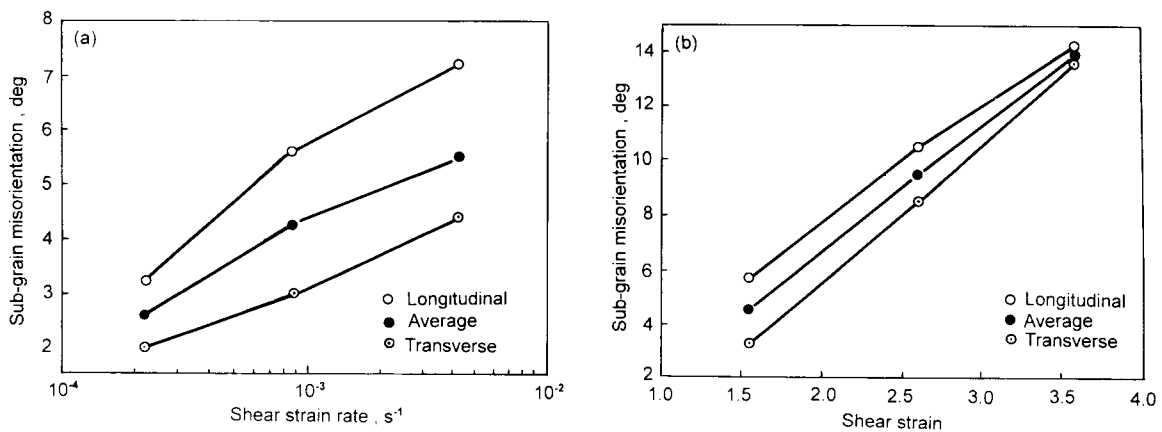


图7 平均界面角随应变速率和应变量的变化

Fig. 7 Dependence of average sub-grain misorientations on shear strain rate (a) and shear strain (b)

将会是十分困难. 这一点无论是从大角晶界的形状(图 1a)还是亚晶界的形状(图 4a)都可看出. 所以, 再结晶机制中所要求的界面在畸变能差的驱动下扫过变形组织、吸收位错并使晶界角达到大角晶界的级别这样一种再结晶形核的物理过程在这里是不起作用的.

在变形组织一定的应变范围可普遍看到长方形的亚晶粒, 即在晶界相交处是直角(如图 5a 所示). 考虑晶界能在晶界迁移过程中起主要作用, 则允许这种情况存在的条件必须是横向晶界的晶界能(因而也是晶界角)远小于纵向晶界的晶界能(晶界角). 对晶界角的测量结果表明并非如此. 这就说明在晶界能作用下晶界通过 Y 结迁移的形式发生合并并引起晶界角变化和晶粒长大的机制在这里也是不可能的. 这种现象也来自于析出物的钉扎作用.

由此看来, 该材料发生动态再结晶的机制只有一种可能, 即 Li 最先提出的亚晶转动合并机制^[12]. 这一机制认为, 亚晶合并是由于某些亚晶界“溶解”, 即晶界位错攀移进入其它界面, 同时造成晶界角的不断减小, 最后该亚晶界完全消失, 其两侧亚晶合二为一; 而吸收其晶界位错的界面角度增加并逐渐演变成大角晶界. 该机制只用于解释再结晶形核, 事实上尚未发现它不可以贯穿整个再结晶过程的迹象.

热变形过程中晶界角度持续增加最后达到大角界面数值的现象通常称作连续再结晶(continuous recrystallization). 基于上面的分析可以将 LC9 合金热变形连续再结晶的过程设想为: (1) 位错在源处产生(如析出物附近), 通过滑移和攀移直接进入现存亚晶界. (2) 位错暂时性的排列成一些亚稳定的位错墙(小角界面), 在继续变形过程中这些位错墙按亚晶转动合并机制所描述的方式消失而使较稳定的界面角度增加. 这两种作用可以并存. 再结晶过程中始终存在的小角度界面($<1^{\circ}$ — 5°)可能就是作用(2)的表现.

棒材是由大晶粒组织挤压而成的, 在挤压过程中晶界、形变带和形变微带都沿轴向排列. 这些地方在盐浴处理时即成为析出相富集处. 由于形变带中的剪切面相对于亚晶尺寸而言都是长程的, 因此析出相的定向排列也是长程的. 这些析出物富集处就成为以后扭转时形成的纵向亚晶界的雏形. 在热扭转时, 盐浴处理后已为析出物所稳定的镶嵌块界面被应力激活发生位错重排和合并, 由于析出相是位错滑移和攀移的障碍, 因此析出物密集处滞留的位错也就多. 亚晶界最易在此处形成. 同时在析出物密集带之间形成的界面(横向亚晶界)为了力求两侧的张力平衡和最小, 必形成与纵向亚晶界垂直的状态. 这样, 长方形亚晶粒成串排列的形式就形成了. 但是, 纵向晶界上由于析出物多, 不仅侧向迁移困难而且晶界位错沿界面的攀移也困难, 即亚晶转动合并机制的实

现较难, 比横向晶界更稳定. 所以横向晶界上的位错为纵向晶界所吸收也就成为一种必然趋势. 这种趋势实现的结果就是纵向晶界的角度比横向要大. 当然, 上述过程不是无止境的, 扭转变形产生的位错也参与该过程. 它们一方面通过自身的重排形成新的界面并参与上面的机制, 另一方面也直接滑移、攀移进入现存的界面. 应当注意的是, 晶内的析出相一定程度上也沿棒轴排列, 所以位错进入纵向界面和横向界面相比, 滑移障碍和攀移距离都要大, 因而较为困难. 故扭转产生的位错对界面的补充作用应是横向强于纵向. 变形的继续进行使得这种作用的发挥更为显著, 因而纵横向之间的差别趋于消失.

4 结论

(1) 大晶粒 LC9 Al 合金在高温慢速扭转时在足够的变形量下可以通过连续动态再结晶产生细小晶粒.

(2) 该合金的连续再结晶通过亚晶转动合并机制实现. 大的析出相周围的局部变形不足以形成常规的再结晶核心.

(3) 再结晶过程中的长方形串排列的亚晶来源于带状排列的弥散析出相, 这些析出相相对于位错运动及再结晶动力学行为有重要影响.

参考文献

- [1] Edington J W. *Metall Trans*, 1982; 13A: 703
- [2] Gifkins R C. In: Paton N E, Hamilton C H eds., *Proc Conf Superplastic Forming of Structural Alloys*, Warrendale, Pa: TMS-AIME, 1982: 3
- [3] Sherby O D, Wawdsworth J. In: Krouss G ed., *Proc Conf Deformation Processing and Microstructure*, Metals Park, Ohio: ASM, 1984: 355
- [4] Di Russo E, Conserva M, Buratti M, Gatto F. *Mater Sci Eng*, 1974; 14: 23
- [5] Waldman J, Sulinski H, Markus H. *Metall Trans*, 1974; 5: 573
- [6] Staley J T. *Met Eng Q*, 1976; 16: 52
- [7] Humphreys F J. *Acta Metall*, 1977; 15: 1323
- [8] Porter J R, Humphreys F J. *Met Sci*, 1979; 13: 83
- [9] Nes E. *Scr Metall*, 1976; 10: 1025
- [10] Bai B Z. *Dissertation*, Tsinghua University, 1991 (白秉哲. 清华大学博士学位论文, 1991)
- [11] Li J C M. *Recrystallization, Grain Growth and Texture*. Metals Park, Ohio: ASM, 1966: 45
- [12] Li J C M. *J Appl Phys*, 1962; 33: 2958
- [13] Hu H. In: Grewen J, Wasserman G eds., *Textures in Research and Practice*, Hamburg: Springer, 1969: 200
- [14] Nes E. In: Baudlet B, Suery M eds., *Superplasticity*, Paris: CNRS, 1985
- [15] Hales S J, McNelley T R. *Acta Metall*, 1988; 36: 1229
- [16] Liu Q. *Dissertation*, Harbin Institute of Technology, 1991 (刘庆. 哈尔滨工业大学博士学位论文, 1991)