

微量元素对高纯铝箔立方织构的影响

刘楚明, 张新明, 陈志永, 邓运来, 周卓平

(中南大学 材料科学与工程系, 湖南 长沙 410083)

摘要: 采用晶体取向分布函数(ODF)研究和分析了在高纯铝中分别加入不同含量的微量稀土或铍对成品高纯铝箔立方织构的影响. 研究表明: 添加微量稀土和铍, 能改变高纯铝箔变形织构组分含量, 单独加稀土时, 形变织构变化不大; 在单独加铍时, 其 S 取向{123} < 634> 和 Cu 取向{112} < 111> 变化较大, 随铍含量增加, 其 S 取向密度 $f(g)$ 减少, $B_s\{110\} < 112>$ 取向密度增加. 再结晶退火后, 随稀土加入量增加, 立方织构{100} < 001> 取向密度增加, R 织构{124} < 211> 取向密度减少; 铍添加较少时能增加成品箔材中立方织构{100} < 001> 强度, 但随铍含量增加, 立方织构含量急剧减少, R 织构强度相应增加. 稀土和铍在铝中溶解度都极小, 与铁等微量杂质元素可能形成化合物析出后, 能净化基体, 减小铁对形成立方织构的阻碍作用, 促进再结晶立方取向核心的形成与长大, 增加立方织构比例.

关键词: 高纯铝箔; 立方织构; 变形织构; 稀土; 铍

中图分类号: TG335.5; TG113.2

文献标识码: A

文章编号: 1005-9792(2001)02-0176-04

高纯铝箔主要用作铝电解电容器的阳极材料, 尤其是高压阳极电容铝箔要求箔材中有强的立方织构含量和低的 R 织构比例. 有许多因素影响高纯铝箔中立方织构含量, 包括生产过程中的热轧温度、中间退火、冷轧总变形量、成品退火以及杂质含量的多少与种类等^[1~4]. 其中尤以杂质铁的影响最大, 铁含量越多, 立方织构越少. 当铁以过饱和形式固溶或偏聚时, 严重降低立方织构的强度^[3]. 因此, 要增加高纯铝箔中立方织构含量, 应严格控制杂质铁的含量及存在状态. 为此, 作者对在高纯铝箔中添加微量稀土或铍对再结晶立方织构的影响进行了研究.

1 材料制备与织构检测

在高纯铝(99.99%)中分别加入 0.003 0%, 0.005 0%, 0.007 0% (质量分数, 下同) 的稀土或 0.000 5%, 0.002 0%, 0.002 8% 的铍, 在真空中频感应炉中熔炼, 铸成 20 mm × 100 mm × 150 mm 的小方锭, 然后在箱式电阻炉中进行均匀化处理, 均匀化制度为 610 °C 保温 10 h, 再经 520 °C 预热 2 h 后, 热轧至 4.5 mm. 热轧板在 190 °C 保温 1 h + 540 °C 保温 2 h

的条件下进行中间退火, 冷轧至成品厚 0.11 mm (机油润滑), 在真空炉中进行成品退火, 退火工艺为: 240 °C 保温 1 h + 420 °C 保温 2 h + 540 °C 保温 2 h. 制样工艺如图 1 所示.

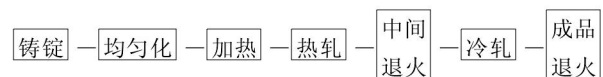


图 1 高纯铝箔制备工艺流程

箔材织构检测在德国亚琛(Aachen)工业大学 Liü-2 型全自动 X 射线衍射仪上采用 Schulz 反射法测量{111}, {220}, {200}, {311} 4 个不完整极图. 测试电压 V 为 35 kV, 管电流 I 为 30 mA, Cu 靶辐射. 极图测量范围 α 为 0~85°, β 为 0~360°, 利用 Bunge 级数展开法^[5] 计算晶体取向分布函数(ODF).

2 结果及讨论

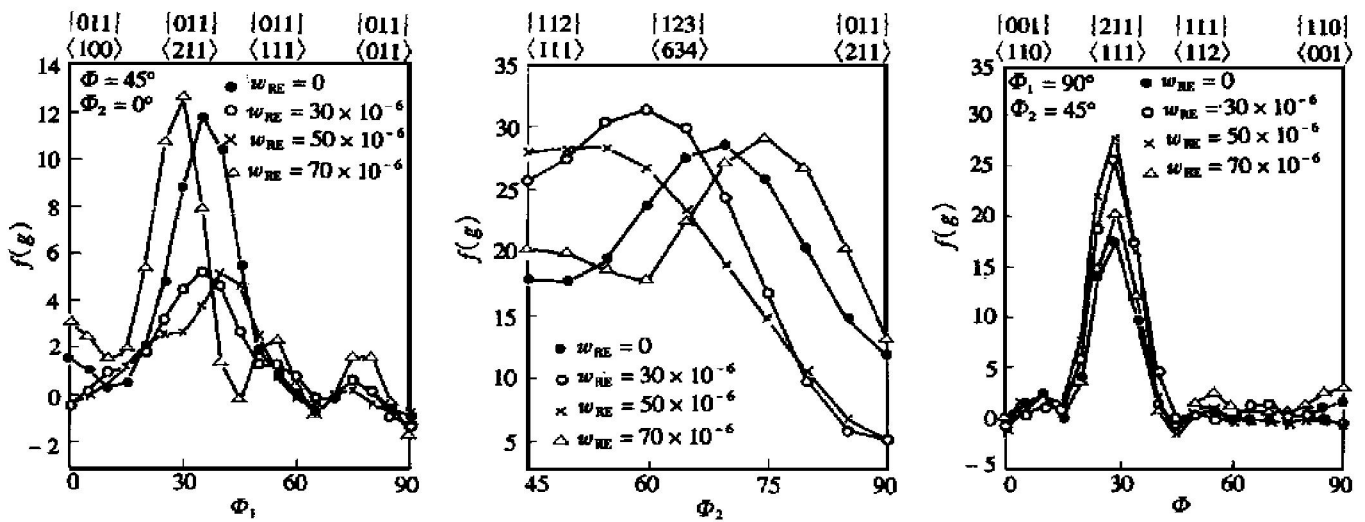
2.1 实验结果

不同稀土和铍含量硬态和软态铝箔的晶体取向线分析和 ODF 图如图 2~5 所示. 图 2 及图 3 结果表

收稿日期: 2000-05-11

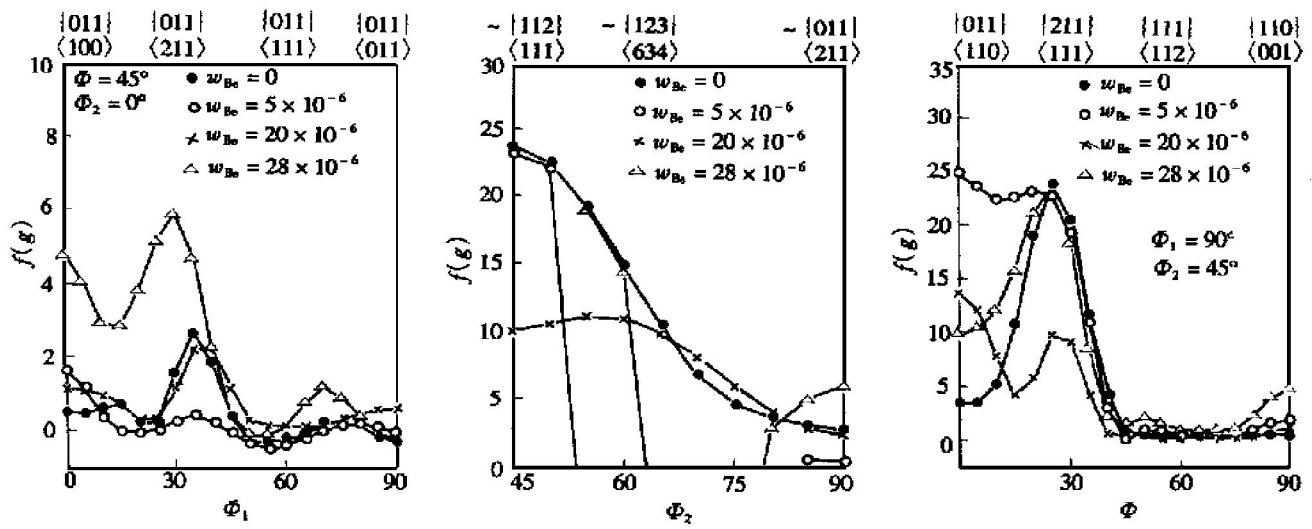
基金项目: 国家“973”重点基础研究发展规划项目(G1999064908); 国家教育部博士点基金资助项目(97053316)

作者简介: 刘楚明(1960-), 男, 湖南张家界人, 中南大学副教授, 博士研究生, 从事材料微观组织、织构与性能相关性的研究.



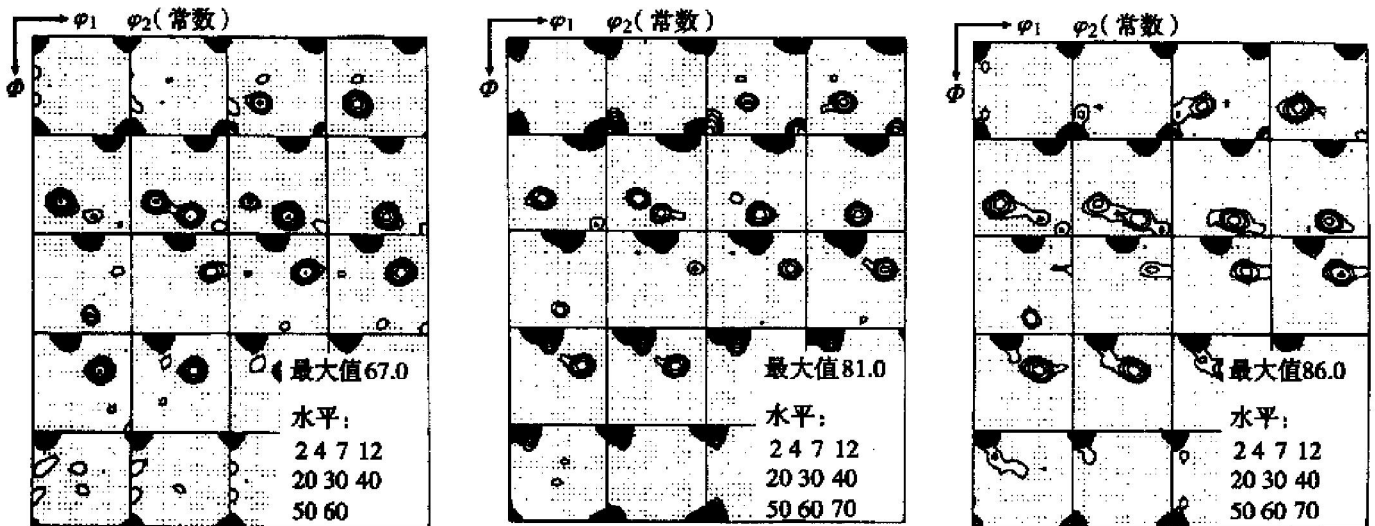
a- α 取向线; b- β 取向线; c- τ 取向线

图2 含稀土铝箔轧制结构的取向线分析($\epsilon = 98\%$)



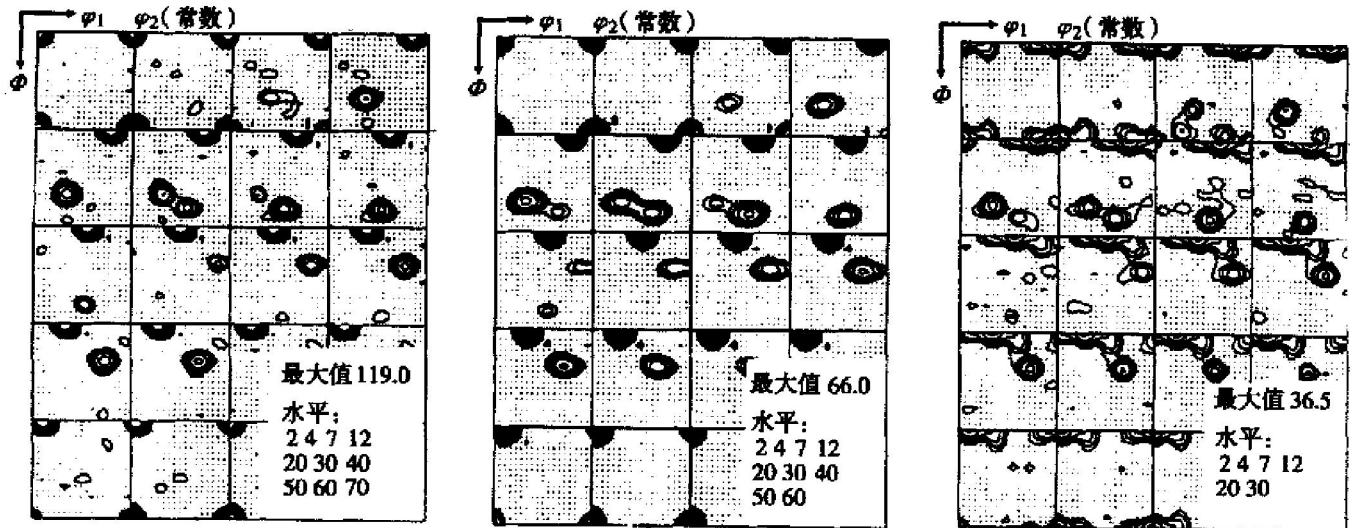
a- α 取向线; b- β 取向线; c- τ 取向线

图3 含铍铝箔轧制结构的取向线分析($\epsilon = 98\%$)



a- $w(\text{Re}) = 0.003\%$; b- $w(\text{Re}) = 0.005\%$; c- $w(\text{Re}) = 0.007\%$

图4 含稀土成品铝箔再结晶结构的ODF图



a— $w(\text{Be}) = 0.0005\%$; b— $w(\text{Be}) = 0.0020\%$; c— $w(\text{Be}) = 0.0028\%$

图 5 含铍成品铝箔再结晶结构的 ODF 图

明,在高纯铝中添加不同的微量元素,变形组织的组分及含量均存在较大差异.添加微量稀土(图 2),变形组织各组分的取向密度均较强,尤其是 $S\{123\} < 634 >$ 组织组分较强;添加微量铍,变形组织组分中除 $C\{211\} < 111 >$ 取向较强外, S 取向和 $B_s\{011\} < 211 >$ 取向均较弱,且含有较强的旋转立方结构 $\{001\} < 110 >$ 和高斯结构 $\{011\} < 100 >$ (见图 3).在退火组织组分中,均由 R 组织和立方结构组成.在添加稀土的试样中,立方结构随稀土含量增加而增加, R 组织含量减少,但稀土含量从 0.0050% 增加到 0.0070% 时,立方结构取向密度增加幅度较小(图 4b, 4c), R 组织变化也较小;在加铍的试样中,随铍含量增加立方结构和 R 组织同时减少,含铍 0.0005% 时立方结构和 R 组织同时具有最大值.另外,含铍铝箔中 R 组织含量均较强.

2.2 分析与讨论

在高纯铝中添加微量稀土和铍,产生上述结果的主要原因与稀土及铍在铝中的作用属性有关.根据 Al-Be 系^[6]和 Al-Y 系^[7]相图可知, Be 和 Y 在铝中的溶解度极小,随温度降低,其溶解度都急剧降低,室温下都几乎为 0. Be 在共晶温度 918 K 时最大溶解度为 0.08% ,在 400 K 时近似为 0; Y 在共晶温度为 910 K 时最大溶解度为 0.17% ,在 900 K 时下降到 0.15% ,在 800 K 时仅为 0.08% .因此, Be 和 Y 在高纯铝中只能以化合物的形式存在,由于在高纯铝中含有 Fe , Si , Cu 等多种微量杂质,根据 O. Engler ^[1]和 K. Ito ^[8]等人对高纯铝退火组织的研究结果,观察到含铁化合物粒子存在, K. Ito , R. Musizk 和 K. Lücke ^[8]等人通过实验发现,在 $400\text{ }^\circ\text{C}$ 时,同时析出

Al_3Fe 和 Al_6Fe , 在 $280\text{ }^\circ\text{C}$ 时单独析出 Al_6Fe 粒子,这些含铁粒子增加高纯铝再结晶温度,阻碍立方结构的形成. Be 和 Y 与这些杂质元素能形成多种化合物,这些含 Fe , Si 等化合物的形成,能净化基体,退火时有效消除了杂质元素特别是铁对立方取向晶粒形核和长大的阻碍作用,从而达到增加成品箔材中立方结构含量的目的. I. H. Hug 等人的研究结果表明^[9],铍还可降低高纯铝再结晶温度,退火时促进立方取向核心的形成和长大.

由图 2 可知,在高纯铝中加入不同含量的稀土,变形组织均由 Cu , Bs 和 S 取向构成,但 Cu 组织和 Bs 组织取向密度差别较大, S 组织差别较小;在高纯铝中加入不同含量的铍,冷变形后 S 组织均较弱,且出现高斯结构和旋转立方结构,其中含铍量为 0.0020% 时,未表现出强烈的变形组织(见图 3).微量元素对高纯铝箔变形组织的上述影响目前尚不能作出合理解释,还有待更深入地进行研究.分析上述结果可知,微量稀土和铍虽然对变形组织产生重要影响,但变形组织对再结晶组织影响不大,影响再结晶组织组分的关键因素是杂质铁的存在状态及分布形式.由于稀土和铍具有促进铁析出的作用,再结晶时减少了铁对立方结构形成的阻碍作用,因此,成品退火后立方结构较强, R 组织含量减少.

3 结 论

在高纯铝中添加微量稀土或铍,可改变变形组织的组分和强度,影响形变组织的组成.分别加入微

量稀土和铍后,成品退火后可增加立方织构含量,降低R织构比例。随着稀土加入量增加,立方织构增强,R织构减弱;当铍质量分数为0.0005%时,立方织构取向密度最大,R织构较强,随铍含量增加,立方织构减少,但R取向密度相应有所降低。

致谢 在本文织构检测中,德国亚琛工业大学金属物理提供了织构检测设备,北京有色金属研究总院沈健博士作了大量的测试工作,在此深表感谢。

参考文献:

- [1] Engler O, Moor-Young H. Evolution of the cube texture in high purity aluminum capacitor foils by continuous recrystallization and subsequent grain growth[J]. *Materials Science and Engineering*, 1999, A271: 371-381.
- [2] Suzuki T, Arai K, Shiga M, *et al.* Impurity effect on cube texture in aluminum foils[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1985, 16A(1): 27-36.
- [3] Ito K, Lücke K, Rixen R. The influence of pre-annealing and annealing temperatures on the recrystallization textures of cold rolled aluminum-iron alloys[J]. *Z Metallkunde*, 1976, 67(5): 338-347.
- [4] Hasenclever J, Scharf G. Evolution of microstructure and texture in Al 99/99 foils for high voltage electrolytic capacitors[A]. Driver J H. Proceedings of the 5th International Conference ICAA5[C]. Switzerland: Institut National Polytechnique de Grenoble, 1996. 565-570.
- [5] 毛卫民,张新明. 晶体材料织构定量分析[M]. 北京:冶金工业出版社,1995.
- [6] 王祝堂. 铝合金及其加工手册[M]. 长沙:中南工大出版社,1989.
- [7] 孙伟成,张淑荣,侯爱芹. 稀土在铝合金中的行为[M]. 北京:兵器工业出版社,1992.
- [8] Ito K, Musick R, Lücke K. The influence of iron content and annealing temperature on the recrystallization textures of high-purity aluminum-iron alloys[J]. *Acta Metall*, 1983, 31(12): 2137-2149.
- [9] Hug I H, Bichsel H. The effect of small beryllium contents on the recrystallization of high purity aluminium (Raffinal)[J]. *Metal Treatment and Drop Forging*, 1962. 258-266.

Effect of trace elements on cube texture of high-purity aluminum foils

LIU Chu-ming, ZHANG Xin-ming, CHEN Zhi-yong, DENG Yun-lai, ZHOU Zhuo-ping

(Department of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

Abstract: The effect of trace elements(Be and Y) on cube texture of high-purity aluminum foils was investigated by means of orientation distribution functions (ODF). The results show that trace elements can change the deformation textures of high purity aluminium. The rare earth Y has a little influence on deformation textures. But Be affects them strongly. The S texture decreased and the Bs texture increased with the increment of Be. And a small addition of Be and Y to high-purity aluminum brought about a considerable increment of the cube texture. And it reduced the content of R texture. The trace elements can combine with the other impurities to form metallic compounds. When the precipitation of these particles in the matrix is nearly completed and the Fe concentration in the matrix becomes low, the cube texture can develop well and the R texture can be suppressed.

Key words: high-purity aluminium foils; cube texture; deformation texture; rare earth; beryllium