

Al-Mn 合金中粒子促进形核 及初期再结晶组织

I. 粒子周围的形变区及粒子促进形核 *

杨 平 ** O.Engler ***

(德国亚琛工业大学金属研究所, Kopernikusstr. 14, D-52056, Aachen, Germany)

摘 要 利用 SEM 中的背散射电子衍射技术研究了 Al-1.3Mn(质量分数, %) 合金中不同形变取向基体中粒子周围亚晶以及再结晶初期相应的粒子促进形核晶粒的取向分布, 并将结果与单晶中的情形进行了比较. 结果表明, 多晶中各形变取向基体中粒子周围亚晶转动的规律及粒子促进形核晶粒的取向与同取向单晶中的情况相同, 并非是随机分布的. 文章的第二部分将分析粒子与其它形核地点(晶界、立方带)的交互作用以及再结晶组织的形成.

关键词 Al-Mn 合金, 粒子促进形核, 再结晶组织, 背散射电子衍射

中图分类号 TG111

PARTICLE STIMULATED NUCLEATION AND THE FORMATION OF RECRYSTALLIZATION TEXTURE IN Al-Mn ALLOY CONTAINING PARTICLES

I. Deformation Zones Around Particles and Particle Stimulated Nucleation

YANG Ping¹⁾, O. ENGLER²⁾

Institute of Metal Science and Metal Physics, Aachen University of Technology, Kopernikusstr. 14, D-52056, Aachen, Germany

1) Now: School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing, 100083

2) Now: Los Alamos National Laboratory, Center for Materials Science, K765, Los Alamos, NM87545, USA

Correspondent: YANG Ping, Tel: (010)62333436, Fax: (010)62332336

Manuscript received 1997-09-15, in revised form 1997-12-12

ABSTRACT The rotations of subgrains around particles in deformed matrices of different rolling orientations and their nucleation at the early stages of recrystallization were studied by

* 国家教委留学回国人员启动基金资助项目: 教外司留 97-832

收到初稿日期: 1997-09-15, 收到修改稿日期: 1997-12-12

** 现在北京科技大学材料科学与工程学院工作

*** 现在工作处: Los Alamos National Laboratory, Center for Materials Science, K765, Los Alamos, NM87545, USA

means of electron back scattering diffraction (EBSD) technique in an SEM and were compared with those in single crystals of similar orientations. Results show that the subgrain rotations around particles within deformed matrices and the orientations of particle stimulated nucleation grains are not random, but similar to those in the similarly oriented single crystals. The second part of this work will deal with the interaction of particles with other nucleation sites (i.e. grain boundaries and cube bands) and the formation of recrystallization texture.

KEY WORDS Al-Mn alloy, particle stimulated nucleation, recrystallization texture, EBSD

Al-Mn 合金(工业上为 3XXX 系列铝合金)广泛用于制作易拉罐,其深冲性能直接受 Mn 元素存在状态的影响.当 Mn 以 Al_6Mn 析出状态存在时,再结晶过程将由于粒子促进形核(Particle stimulated nucleation, 简称 PSN)而加速,晶粒得到细化.一般,当 PSN 是再结晶的主要形核方式时,再结晶织构较弱,近似随机分布^[1,2].PSN 产生的晶粒取向也被认为是随机的^[3-6].然而,单晶中 PSN 常导致较强的、特定的再结晶织构^[7-10].多晶体中,再结晶织构较弱是因为 PSN 发生在不同取向的形变晶粒上,或多晶 Al 中粒子周围形变区内开动的滑移系数目多于单晶 Al 中粒子周围形变区内开动的滑移系数目,形成晶粒的取向也就多^[11,12].另外,工业铝合金中粒子含量一般较低,这样,粒子以外其它地点的形核也会导致不同于 PSN 晶粒的取向,从而使再结晶织构减弱,甚至以其它地点形核产生的织构为主^[6].

随着 SEM 背散射电子衍射(Electron back scattering diffraction, 简称 EBSD)技术^[13]和 TEM 微束电子衍射(Micro-beam electron diffraction, 简称 MBED)技术^[14]的广泛应用,已可测定大量单个(亚)晶粒的取向,从而实现从微观上研究织构的形成.由于目前还缺乏多晶中 PSN 微观织构方面的信息,本工作的目的在于利用单个晶粒取向测定技术研究含粒子合金再结晶这个复杂过程.

一般,铝合金大形变量轧制后形成由 C 取向 $\{112\}\langle 111\rangle$, S 取向 $\{123\}\langle 634\rangle$ 和 B 取向 $\{011\}\langle 211\rangle$ 组成的铜型形变织构,并以 S, C 取向为主.基于这个特点,本工作首先测定了不同取向形变晶粒内粒子周围亚晶的取向分布.然后分析了由于 PSN 产生的再结晶晶粒的取向分布.本文的第二部分^[15]将研究处在晶界、立方带(指形变后残留的立方取向的带状晶粒)上的粒子周围新晶粒的取向特点以及再结晶织构的成因.

1 实验过程

高纯 Al-1.3Mn(质量分数, %, 下同)合金经连续铸造及热挤压(500 °C)后,在 630 °C 固溶处理.然后在 400 °C, 170 h 时效.为防止可能出现的强起始织构,又将试样进行三向锻压并在 450 °C 短时退火.由此得到试样 A170(原始晶粒尺寸 40 μm , 粒子含量 3.6%, 粒子平均尺寸约 2—3 μm).为更好地区分大形变量下晶内、晶界上的粒子,再将试样在 628 °C, 24 h 退火以提高原始晶粒尺寸,并记为 A200(晶粒尺寸 120 μm , 粒子平均尺寸约 4 μm).本工作主要对试样 A200 进行分析,仅在讨论原始晶粒尺寸对 PSN 的影响时^[15],对试样 A170 的数据进行了分析.对试样 A170 的研究见文献[16].

由此得到经 82%—97% 的冷轧试样,并在 350—450 °C 的盐浴炉内短时退火.控制再结晶量小于 10%,研究不同地点粒子周围(亚)晶粒的取向.使用 X 射线衍射仪测定极图^[17],用 Bunge 方法^[18]由实测极图计算出取向分布函数(ODF).使用 EBSD 技术^[19]测定单个晶粒取向.ODF 也可由一定数目的单个晶粒取向计算出来(将每个晶粒的取向看成服从 Gauss 分布,半高宽 5°)^[20].

2 结果与分析

2.1 粒子周围的形变区 (Particle deformation zone, 简称 PDZ)

2.1.1 粒子周围形变区的形貌特征 粒子周围形变区的组织有两个特点: 一是这里的亚晶一般较小, 见图 1. 较小的亚晶是由于形变时粒子周围位错运动受阻、塞积, 并且多处滑移系开动, 引起相互间的交互作用所致. 需要说明的是, 多晶 Al 中的形变组织是不均匀的, 一些区域为等轴亚晶, 另一些区域为条形组织 (Lamellae structure). 因此, 粒子周围形变区的大小和形状是多样的; 二是粒子周围平行于轧制方向 RD 上常有细小的一段‘晶界’ (图 2a 中箭头所指). 这被称为‘微形变带’^[5] (Micro-deformation band). 微形变带的出现是为了保持形变时硬粒子和软基体之间的应变连续性, 即形变的兼容性. 微形变带内亚晶转动很大, 所以微形变带在均匀形变的基体上经浸蚀后很容易观察到.

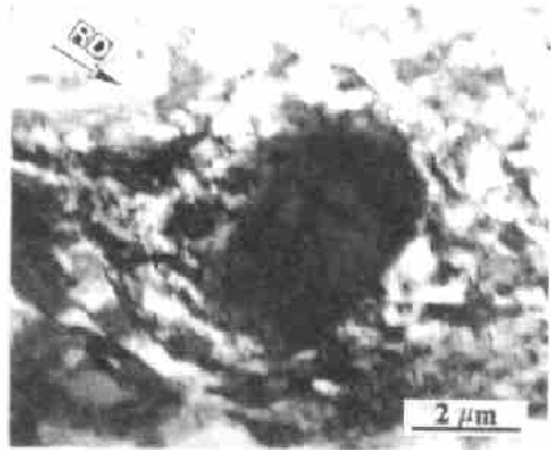


图 1 粒子周围形变区的形貌, 82% 形变量, 侧截面

Fig.1 Morphology of particle deformation zone, longitudinal section, 82% rolled

2.1.2 不同取向基体内粒子周围亚晶的转动 图 2 示出 C 取向基体中粒子周围亚晶转动的一个典型例子. 图 2b,c,d,e 用 111 极图表示亚晶的取向. 图 2e 示意标出图 2a 中两个粒子周围取向测定点的位置. 基体为绕横向 TD 转动了的 C 取向. 在形变区内亚晶由 C 取向绕 TD 过渡到 $Cube_{ND}$ 取向 $\{001\}\langle 110\rangle$, 再转到互补的 C 取向 (图 2 中 17, 25 号取向). 在

A, B 粒子的下端亚晶转动是逐渐进行的, 而在粒子的上端, 亚晶的转动是突发式的. 亚晶 18 由 C 取向绕负 TD 转到 Gauss 取向 $G\{011\}\langle 100\rangle$. 这种转动也符合同取向单晶中亚晶转动的规律^[21].

图 3a 示出测出的所有 C/S 基体中粒子周围转动最大的亚晶取向分布. 可看出, 绕 TD 转动的 C 取向, 即绕轧面法向 ND 转动 45° 的 Cube 取向和互补的 C 取向是主要的转动取向. 这与同取向单晶中粒子周围亚晶转动的规律显然是相同的^[7-9]. 另外, 需要提到的是, 某些具有互补取向的亚晶并不与粒子直接接触, 而是位于微形变带内远离粒子的地方. 图 3b 为最大转动的亚晶的转动轴 (相对于基体) 在反极图中的分布. 虽很分散, 但有向 $\langle 111\rangle$ 轴, 特别是 $\langle 110\rangle$ 轴聚集的倾向. $\langle 110\rangle$ 轴是 C 取向单晶轧制时亚晶绕 TD 的理想转动轴. 图 3c 给出转角大小的分布. $50^\circ - 60^\circ$ 的峰值对应互补的 C 取向, $30^\circ - 45^\circ$ 对应的是 $Cube_{ND}$ 取向. 在某些粒子周围没有测到大的取向差, 可能是这里没有大转动的亚晶, 也可能是截面效应而没有测到.

图 4a 示出测出的所有 B 取向基体内粒子周围最大转动亚晶的取向分布. 可看出由 B 取向绕样品 TD 转动到 A 取向 ($\{112\}\langle 110\rangle$, Eulerian angle $0^\circ, 35^\circ, 45^\circ$) 再到互补的 B 取向的过程. 这与同取向单晶中粒子周围亚晶转动规律相同^[7,8]. 从图 4b 看出, 转动轴倾向于集中在

以早于一部分粒子周围的形核. 同时, 不同基体内 PSN 的能力也不同. 图 5 示出再结晶初期最先形成的 PSN 晶粒对应的基体取向. 可以看出, B 取向的强度 (相对于 C 取向) 明显低于整个试样中 B 取向的强度 (用 X 射线测出的试样中 B 织构的强度为 5, C 织构的强度为 11). 这说明, B 取向基体中 PSN 过程较为迟缓. 其原因有两个: 一是粒子周围形变区内常象基体一样形变很均匀, 取向差梯度小; 二是 PSN 尽管某些地方取向差很大, 达 60° , 但这种 $60^\circ\langle 111 \rangle$ 型孪晶关系显然不利于晶界迁移.

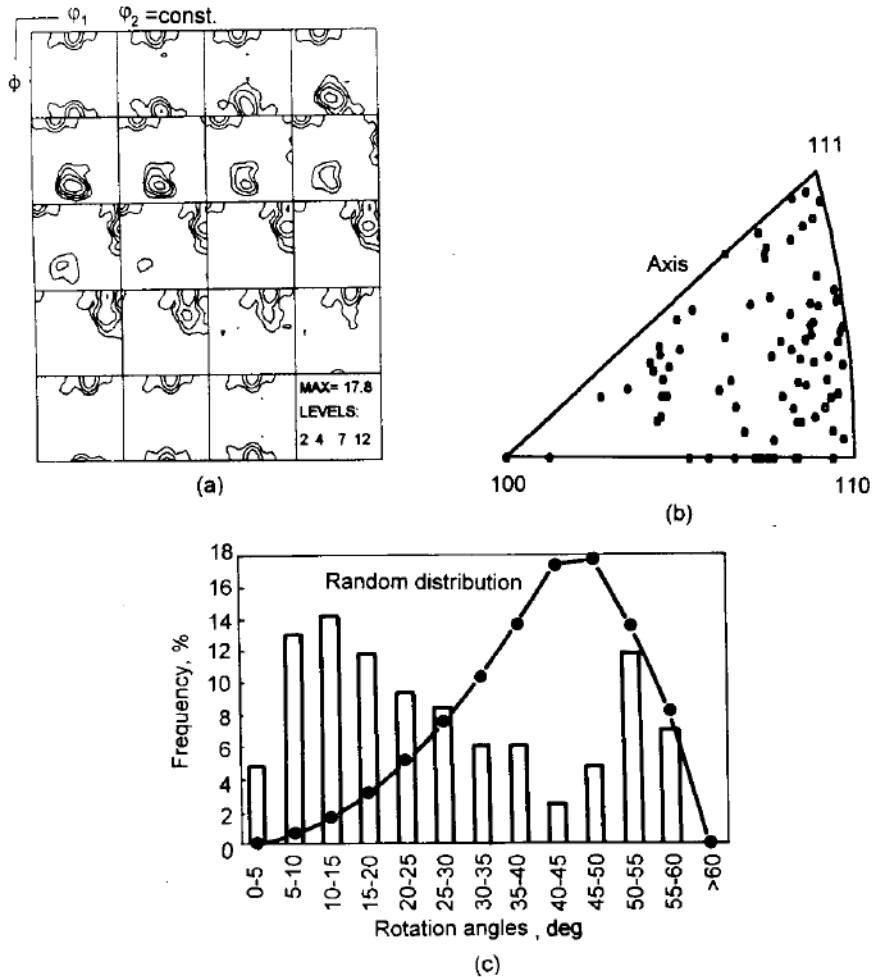


图 3 C/S 基体中粒子周围亚晶的转动, 82% 形变量

Fig.3 Rotation of subgrains around particles in the C/S -matrices

(a) orientations of misoriented subgrains

(b) rotation axes of misoriented subgrains with respect to matrix

(c) rotation angles of misoriented subgrains with respect to matrix

2.2.2 不同基体中 PSN 晶粒的取向分布 图 6 示出再结晶初期 C/S 基体中 PSN 晶粒的取向分布. 将其与图 3a 比较, 可以看出一些差异: 一是新晶粒中互补 C 取向明显减少, 这是由于 C 取向与互补 C 取向之间也是 $60^\circ\langle 111 \rangle$ 的孪晶关系而不利于生长; 二是 PSN 晶粒多为绕 ND 25° 转动的 Cube 取向, 而形变亚晶多为绕 ND 45° 转动的 Cube 取向. 前者与 C/S 基体是 $\langle 111 \rangle$ 型取向关系, 后者与 C 基体为 $\langle 110 \rangle$ 型取向关系. 并且亚晶及新晶粒的取向都是在样品经 350°C , 25 s 短时退火后测出的. 因此, 两者的迭加应是退火前粒子周围总的亚晶

取向分布. 具有 (111) 型取向关系的亚晶优先形核生长说明 PSN 过程也遵循显微生长选择的模式 [22].

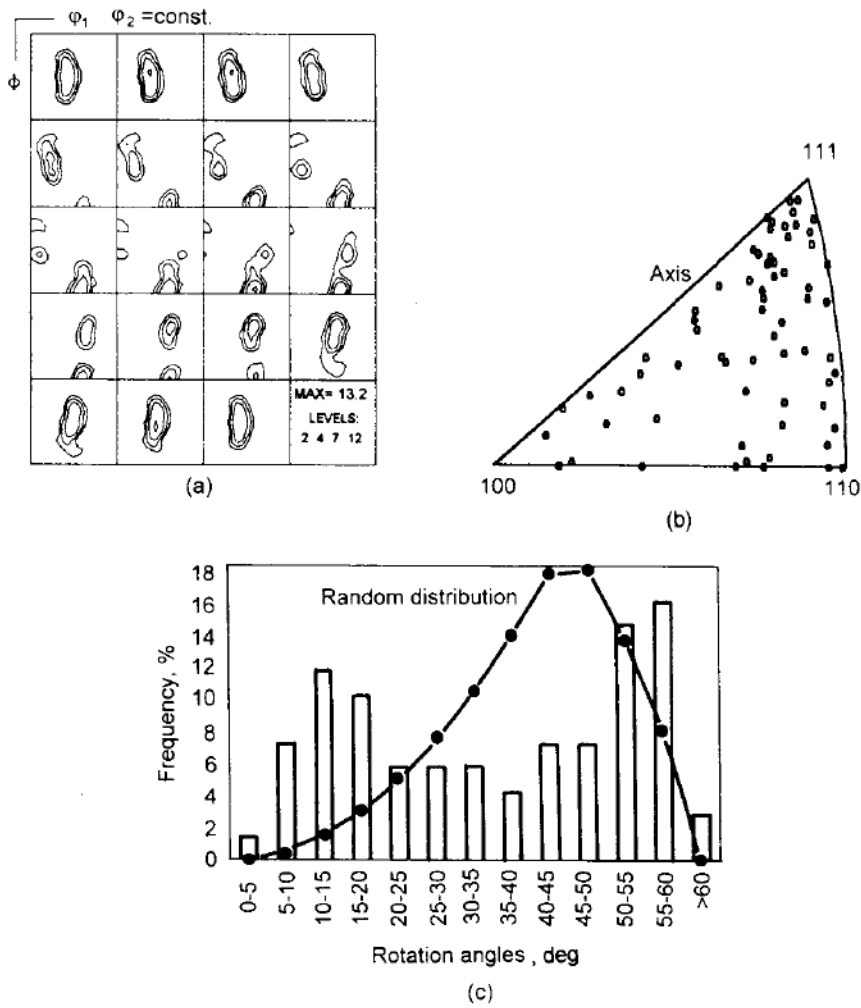


图 4 B 基体中粒子周围亚晶的转动

Fig.4 Rotation of subgrains around particles in the B-matrix

(a) orientations of most misoriented subgrains; (b) rotation axes of subgrains with respect to matrix
(c) rotation angles of subgrains around particles with respect to matrix

图 7 示出再结晶初期 B 取向基体中 PSN 晶粒的取向分布. 由于 PSN 受基体取向的影响 (图 5), 在再结晶初期 B 基体中很难找到足够的 PSN 晶粒 (只测到 23 个). 因此, 其统计性较差. 这些晶粒为偏转了的 B 取向和 A 取向, 但并不是随机分布的.

综上所述, 多晶中粒子周围亚晶转动规律虽然随基体取向的不同而改变, 但显然有特定的规律. 它与同取向单晶中的情况相同. 还要特别强调的是: 同一基体中粒子周围亚晶转动规律与不含粒子时基体中非均匀形变区内亚晶转动的规律也可以相同 (如 C 形变基体中的转动取向 Cube_{ND}) [7,8,23]. 这说明, 粒子的存在一方面加速了亚晶的转动, 另一方面是将亚晶的转动限制在粒子周围很小的区域内, 并未产生新的取向. 比较含粒子的和不含粒子的 G, B 取向单晶 (Al-1.8Cu, Al-1.3Mn) 的再结晶织构 [7,8,23] 甚至发现, 前者的织构强度高于后者. 这说明, 至少在一定条件下, 粒子并未使周围亚晶的取向变为随机分布.

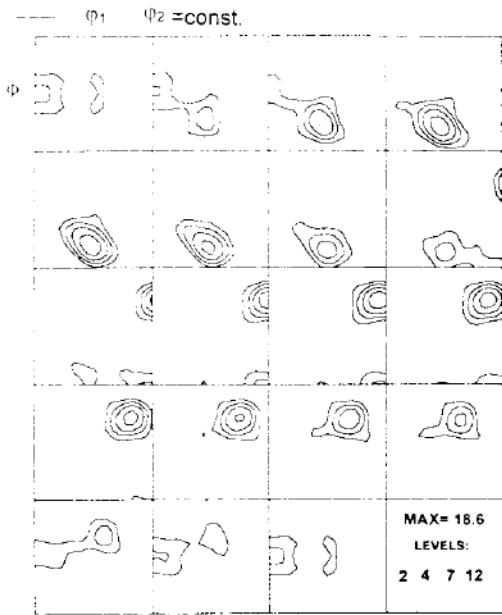


图 5 Gauss ODF, 显示基体取向对 PSN 的影响, 82% 形变量, 350 ℃, 25 s

Fig.5 Gauss ODF showing influence of matrix orientations on PSN, 82% rolled, 350 ℃, 25 s

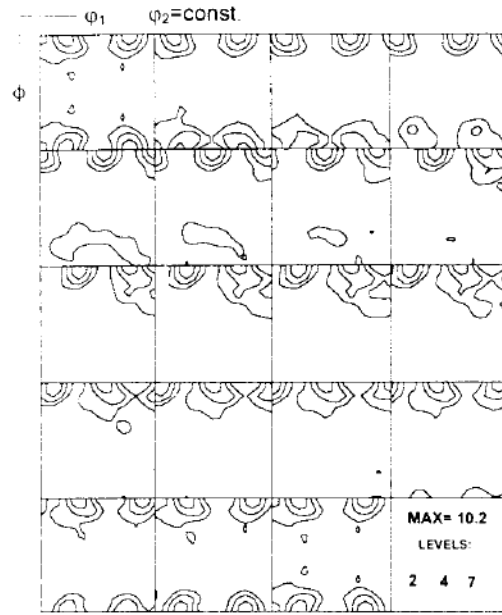


图 6 Gauss ODF, 显示 C/S 基体中 PSN 晶粒的取向, 82% 形变量, 350 ℃, 25 s

Fig.6 Gauss ODF showing orientations of PSN grains in C/S-matrix, 82% rolled, 350 ℃, 25s

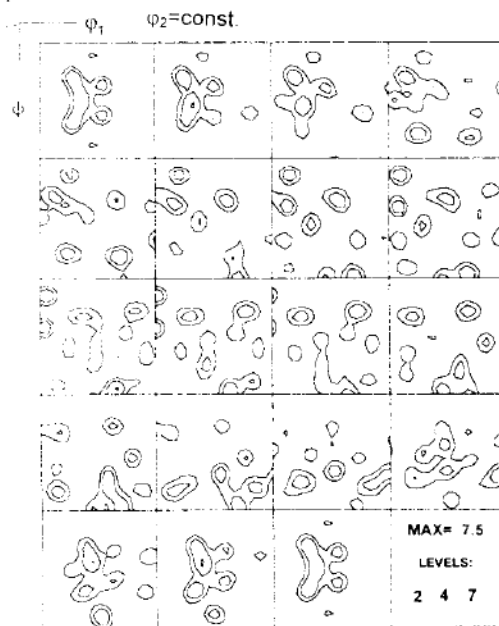


图 7 Gauss ODF, 显示 B 取向基体中 PSN 晶粒的取向, 82% 形变量, 350 ℃, 25 s

Fig.7 Gauss ODF showing orientations of PSN grains in B-matrix 82% rolled, 350 ℃, 25 s

3 结 论

(1) 大形变量下, 粒子周围的组织有两种特征: 由较小亚晶组成的形变区和沿轧向延伸的

微形变带。微形变区内亚晶转动很大,甚至达到互补取向。

(2) 多晶形变后,形变晶粒内部粒子周围亚晶转动是有规律的,而不是随机的。它与单晶中同取向的基体内亚晶转动的规律相同。在 C/S 基体内,粒子周围亚晶转动一般为由 C/S 取向到 Cube_{ND} 取向,再到互补的 C/S 取向,即近似为绕 TD 的转动;在 B 基体内也存在类似的 TD 转动,即由 B 取向经过 A 取向再到互补的 B 取向。

(3) 由于最大转动的亚晶主要在粒子沿轧向的两端,再结晶形核也优先出现在这里。

(4) PSN 晶粒的取向也随基体取向而变。在 C/S 基体中, 25° ND 转动的 Cube 亚晶比 45° - Cube_{ND} 亚晶形核快。因为前者与 C/S 基体有 $\langle 111 \rangle$ 型取向关系,从而有利于生长。在 B 基体中,由于粒子周围亚晶间较多的小取向差和互补的孪晶取向关系而不利于形核。

衷心感谢德国亚琛工业大学金属研究所所长 G.Gottstein 教授多方面的热情支持与指导。

参 考 文 献

- 1 Bleck W, Bunge H J. *Acta Metall*, 1981; 29: 1401
- 2 ϕ rsund R, Nes E. *Scripta Metall*, 1988; 22: 665
- 3 Juul Jensen D, Hansen N, Humpherys F J. *Acta Metall*, 1985; 33: 2155
- 4 Weiland H, Rouns T N, Liu J. *Z Metallkd*, 1994; 85: 592
- 5 Humphreys F J, Ferry M, Johnson C, Pailard P. In: Hansen N et al eds., *16th Risø Inter Sym. Risø National Lab, Denmark*, 1995: 87
- 6 Johnson C P, Humphreys F J. In: Liang Z et al eds., *ICOTOM-11. X'ian, China*, 1996: 1263
- 7 Engler O. *Doctoral Thesis*, RWTH Aachen, Germany, 1990
- 8 Kong X W. *Doctoral Thesis*, RWTH Aachen, Germany, 1992
- 9 Ardakani M G, Humphreys F J. *Acta Metall Mater*, 1994; 42: 763
- 10 Ferry M, Humphreys F J. *Acta Mater*, 1996; 44: 3089
- 11 Humpherys F J, Kalu P N. *Acta Metall Mater*, 1990; 38: 917
- 12 Habiby F, Humphreys F J. *Textures Microstruct*, 1996; 20: 125
- 13 Dingley D J. *Scan Electron Microscopy*, 1987; 11: 569
- 14 Engler O, Escher C, Gottstein G. *Textures Microstruct*, 1993; 26-27: 337
- 15 杨平, Engler O. *金属学报*, 1998; 34: 793
(Yang P, Engler O. *Acta Metall Sin*, 1998; 34: 793)
- 16 Engler O, Yang P, Kong X. *Acta Mater*, 1996; 44: 3349
- 17 Hirsch J, Burmeister G, Hoenen L, Lücke K. In: Bunge H J ed., *Experiment Techniques of Texture Analysis*. 1986: 63
- 18 Bunge H J. *Quantitative Texture Analysis*. DGM-Informationsgesellschaft, Oberursel, 1981
- 19 Engler O, Gottstein G. *Steel Res*, 1992; 63: 413
- 20 Engler O, Gottstein G, Pospiech J, Jura J. *ICOTOM-10, Materials Sciences Forum*, 1994; 157-162: 259-274
- 21 Wagner P. *Doctoral Thesis*, RWTH Aachen, Germany, 1995
- 22 Duggan B J, Lücke K, Kölhoff G D, Lee C S. *Acta Metall Mater*, 1993; 41: 1921
- 23 Engler O, Escher C, Gottstein G. *Materials Science Forum*, 1993; 113-115: 127-132