

# Al-Mn 合金中粒子促进形核及 初期再结晶织构

## II. 粒子与其它形核位置的交互作用及初期再结晶织构 \*

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** 本文在分析了 Al-Mn 合金形变时不同形变取向基体中粒子周围亚晶转动规律及对应的粒子促进形核晶粒的取向特征的基础上, 进一步测定了处在晶界, 立方带上的粒子周围新晶粒的取向分布, 最后分析了再结晶织构的形成. 结果表明, 处在这些位置上的粒子周围新晶粒一方面保留了晶内 PSN 晶粒的取向特征, 另一方面也带有晶界及立方带形核的特点. 再结晶织构反映了不同类型形核位置形成的新晶粒的取向特征.

**关键词** Al-Mn 合金, 粒子促进形核, 再结晶织构, 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

### II. Interaction Between Particles and Other Nucleation Sites and the Formation of Recrystallization Texture

YANG Ping<sup>1)</sup>, O. ENGLER<sup>2)</sup>

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** On the basis of analyzing the subgrain rotations around particles within deformed matrices and their nucleation, a further investigation of the orientations of grains formed

\* 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

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

at particles locating at grain boundaries and cube bands was carried out and the formation of recrystallization texture was analyzed. Results reveal that the orientations of the grains at these places retain the orientational features of particle stimulated nucleation within deformed matrices and possess the characteristics of nucleation at grain boundaries or at cube bands. Recrystallization texture is produced by nucleation at different sites.

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

含粒子 Al 合金再结晶过程受多种因素影响, 如粒子尺寸、含量, 原始晶粒尺寸、原始织构和工艺参数 (形变量、退火温度) 等. 含粒子 Al 合金再结晶过程再结晶织构多数较弱且近似随机分布<sup>[1,2]</sup>. 这被认为是由于粒子促进形核 (PSN) 晶粒取向而随机分布所致<sup>[3-6]</sup>. 然而, 由于 Al 合金中粒子的体积含量一般较低, 不可避免地还存在着其它地点 (如晶界, 立方带) 的形核<sup>[3,4,7]</sup>, 从而产生不同于 PSN 晶粒的其它取向.

Nes<sup>[8]</sup> 在研究含粒子 Al-1%Mn 合金再结晶织构形成时观察到, 一些 PSN 晶粒为形变取向或立方取向, 并且立方取向的 PSN 晶粒尺寸较大. 他推测这两种晶粒是粒子与晶界、过渡带 (Transition bands) 交互作用的结果. 处在晶界、立方带上的粒子具有“催化”作用并加速了这些地点的形核. Johnson 和 Humphreys<sup>[6]</sup> 发现, 粒子含量高的 Al 合金再结晶后立方取向的强度可以高于粒子含量低的合金; 原始晶粒细的合金再结晶后立方取向的强度高于粗晶合金. Weiland 等<sup>[4]</sup> 用层磨法研究了含粒子 Al-Mn 合金并发现, 只有 50% 的晶粒为随机取向的 PSN 晶粒, 20% 为立方晶粒, 其余的为来自晶界的形变取向晶粒. 他们也观察到部分立方晶粒与粒子接触并认为它们形核于立方带, 在随后的生长过程中与粒子接触.  $\phi$ rsund 和 Nes<sup>[2]</sup> 测出, 含粒子 Al-Mn 合金高温退火时形成随机分布的织构, 而低温退火时形成形变取向的织构. 他们认为, 高温时形核地点是粒子周围的形变区, 低温形核地点是粒子周围形变区以外的某个地方, 即晶核由外部长入形变区. 综上所述, 多晶中其它形核地点对 PSN 的影响已广泛注意到, 但缺乏有关细节知识.

本文在前文<sup>[9]</sup> 工作的基础上研究处在晶界、立方带上的粒子周围新晶粒的取向特征并由此分析再结晶织构的成因.

## 1 实验方法

实验材料、实验过程及测试手段已在文章的第一部分<sup>[9]</sup> 作了介绍. 需要提到的是, 本部分实验除在 SEM 下使用背散射电子衍射 (EBSD) 技术测定单个晶粒取向, 还在 TEM 下应用微束电子衍射技术 (Micro-beam electron diffraction, 简称 MBED)<sup>[10]</sup> 分析了立方带上的取向.

## 2 结果及分析

### 2.1 粒子与晶界的交互作用

图 1 示出再结晶初期新晶粒的三种分布特征: 一是“纯”晶界形核 (A 处所示); 二是晶内 PSN 形核 (B 处所示); 三是晶界处 PSN 形核 (C 处所示). 晶界上的 PSN 晶粒有时成串形成 (见图的右下角). 对此串中远离粒子的新晶粒, 还很难说明它们的成因. 因为它们既可以处在粒子的微形变带<sup>[9]</sup> 上而属于 PSN 晶粒, 也可能是由于 PSN 而诱发的一般晶界形核.

图 2 则给出再结晶初期这三种地点形成晶粒的取向分布, 即: 晶界 (或立方带) 上粒子周围晶粒 (图 2a), 晶内 PSN 晶粒 (图 2b) 以及 ‘纯’ 晶界 (或立方带) 上形成晶粒 (图 2c) 的取向分布. 为避免处在截面上下粒子可能引起的干扰 (即晶界上单个晶粒可能在截面的上或下方与粒子接触), 晶界 (或立方带) 上晶粒的挑选是那些成群 (串) 的晶粒. 经比较可以看出, 晶内 PSN 晶粒的取向主要是  $C\{112\}\langle 111\rangle/S\{123\}\langle 634\rangle$  基体上的  $Cub_{END}\{001\}\langle 310\rangle$  取向和  $B\{011\}\langle 211\rangle$  基体上的  $B$  取向. 晶界 PSN 晶粒的取向一方面保留了晶内 PSN 的特征, 如  $Cub_{END}$ , 另一方面有大量的随机取向, 使总组织强度很低 (图 2a). 但比较图 2a, c 可知, 随机取向既可由粒子造成, 也可由 ‘纯’ 晶界形核产生. 它们的共同作用使组织强度大大下降. 还要指出的是, 图 2a 中  $B$  取向处对应的峰值并非是完全保留了

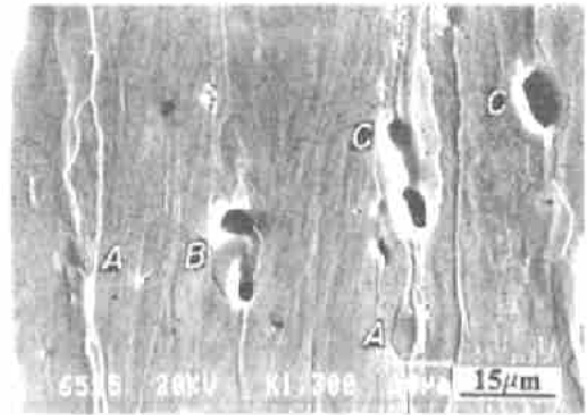


图 1 不同地点的形核, 82% 形变, 350 °C, 25 s, A200

Fig.1 Nucleation at different sites, 82% rolled, 350 °C, 25 s, A200

A — at grain boundary

B — PSN within deformed matrix

C — PSN at grain boundary

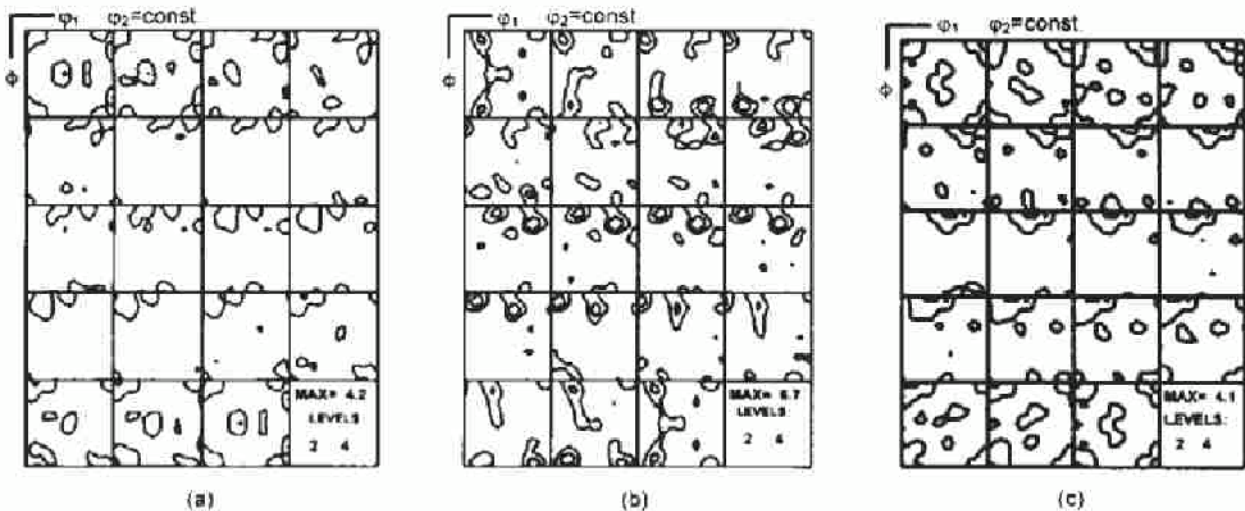


图 2 不同地点形成晶粒的取向分布, 82% 形变量, 350 °C, 25 s, A200

Fig.2 Orientation distribution of grains formed at different sites, 82% rolled, 350 °C, 25 s, A200

(a) PSN grains at grain boundaries (b) PSN grains within deformed matrix

(c) grains at grain boundaries

$B$  基体内 PSN 的特征, 而在一定程度上是晶界形核的表现, 这可由图 3 的局部取向分析得到说明.

在图 3 中, 晶界 PSN 晶粒 6, 7 与  $C$  基体 14, 15 有  $\langle 111\rangle$  型取向关系而首先形核. 这表明晶内 PSN 的特征. 再结晶晶粒 1 虽与粒子相接触, 但取向的测定表明, 它应是从右侧  $B$  基体



17,18 按 SIBM(Strain induced boundary migration, 应变诱导晶界迁移) 方式生长<sup>[11]</sup> 而与粒子接触的. 所以它不是真正的 PSN 晶粒. 这反映了一般晶界形核的特点. 与粒子接触的晶粒 4 也具有晶粒 1 的特点. 处在中间的两个新晶粒 2, 3, 4 虽然在截面上相互远离, 但取向的测定表明, 它们具有相同的取向, 并且与右边的 B 形变晶粒 17, 18 构成互补的取向关系, 它们是从观察截面上方或下方相同取向的基体而来, 因近似的孪晶关系无法生长进入 B 基体, 而最终长入中间的形变晶粒的. 晶内 PSN 与晶界 PSN 之间的一个显著差异是: 晶内 PSN 的取向明显地不同于基体, 而晶界 PSN 晶粒的取向可与基体之一相同 (如形变取向 B 及下面将讨论的立方取向).

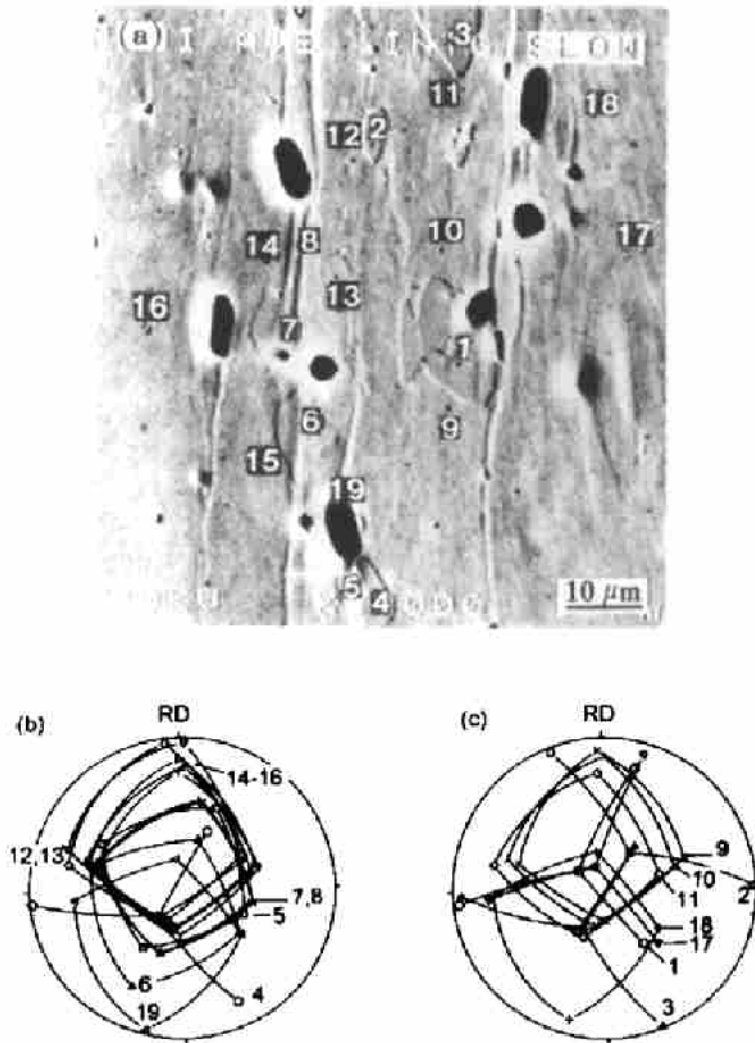


图 3 晶界 PSN 晶粒取向分析. 形变 82%, 350 ℃, 25s, A200

Fig.3 Orientation analysis of PSN at grain boundaries for A200 sample; 82% rolled, 350 ℃, 25 s  
(a) micrograph (b),(c) (111) pole figure

### 2.2 粒子与立方带的交互作用

图 4 给出 PSN 晶粒的取向随退火时间的变化. 可以看出, 再结晶初期 (图 4a), PSN 晶粒的取向为其它取向, 随再结晶的进行, 立方取向的 PSN 晶粒增多 (图 4b, c). 同时, 还观察到大的 PSN 晶粒中立方取向的比例大于小的 PSN 晶粒中立方取向的比例, 见图 5. 这里 PSN 晶

表 1 大、小 PSN 晶粒中立方取向所占的比例 (20° 偏差)

Table 1 Percentage of cube-oriented PSN grains classified according to relative size (20° scattering) for sample A200

Treatment condition	In small PSN grains, %	In large PSN grains, %
82% rolled, 350 °C, 25 s, 6% recrystallized	11.4	16.5
97% rolled, 350 °C, 25 s, 15% recrystallized	9.3	18.2
97% rolled, 380 °C, 3 s, 25% recrystallized	10.4	29.3

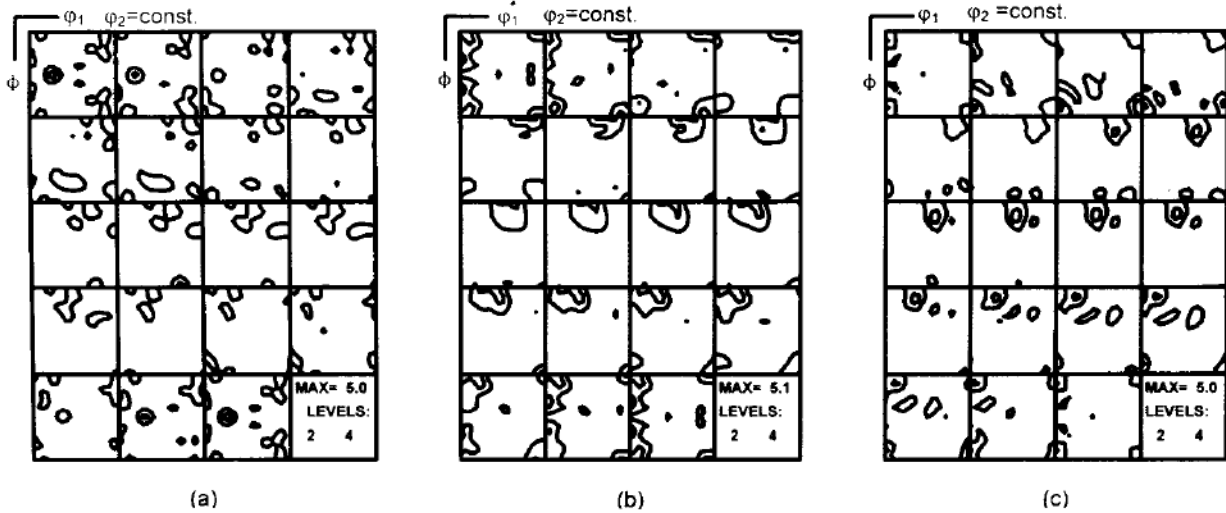


图 4 PSN 晶粒取向随退火时间的变化, 97% rolled, 380 °C, A200

Fig.4 Microtexture evolution of PSN grains in A200 sample, 97% rolled, 380 °C

(a) 1s, 160 orientations (b) 3s, 212 orientations (c) 5s, 204 orientations

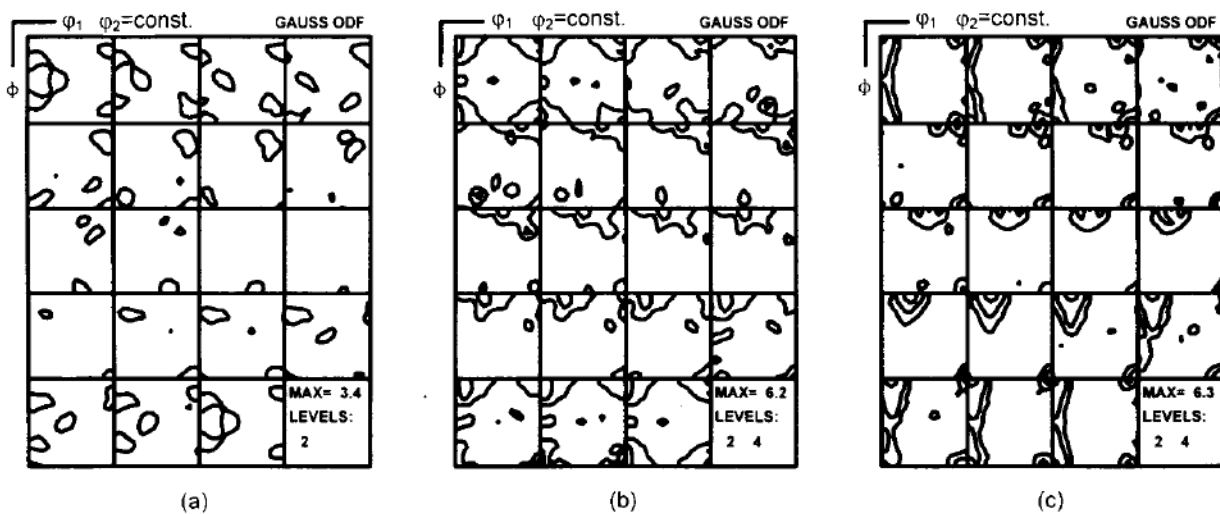


图 5 不同尺寸晶粒的取向分布, 97% rolled, 350 °C, 再结晶量 15%, A200

Fig.5 PSN grains classified according to their sizes, 97% rolled, 350 °C, 15% recrystallized A200

(a) small PSN grains (b) large PSN grains (c) grains at other sites

粒的大小是按其相对于粒子的大小而区分的,即大于粒子或小于粒子(形变区的大小相当于粒子的大小,真正的 PSN 晶粒首先消耗掉形变区,但其长出形变区的速度很低<sup>[5,12,13]</sup>).表 1 给出三个试样中大、小 PSN 晶粒中立方取向所占的比例.形变量加大,大 PSN 晶粒中立方取向的比例也加大.这是由于粒子与立方带接触的机会加大以及立方带形核的能力加大的缘故.这两种现象都说明 PSN 和立方带形核出现了交互作用.这种交互作用的具体表现形式有两种:一是立方取向的亚晶直接在粒子上形核;二是立方取向的亚晶在粒子周围并不直接出现(因粒子的作用而转到其它取向),而是从远处长入粒子周围的形变区<sup>[4]</sup>.

利用 TEM 进一步分析了立方带上粒子周围亚晶及形核的情况.图 6 表示处在立方带上粒子对周围亚晶取向的影响.这里同时也是一个晶界(如图 6a 中箭头所示).可看出,粒子使立方带出现绕 TD 的转动(图 6b),并在沿 RD 的一端使亚晶 15 转到 S 取向.但仍有许多立方亚晶在粒子周围保留下来(5—8).此例说明,立方取向可在粒子周围保留下来,为直接在粒子上形核提供条件. SEM 及 TEM 下的取向测定都证实粒子周围的立方亚晶可直接形核.

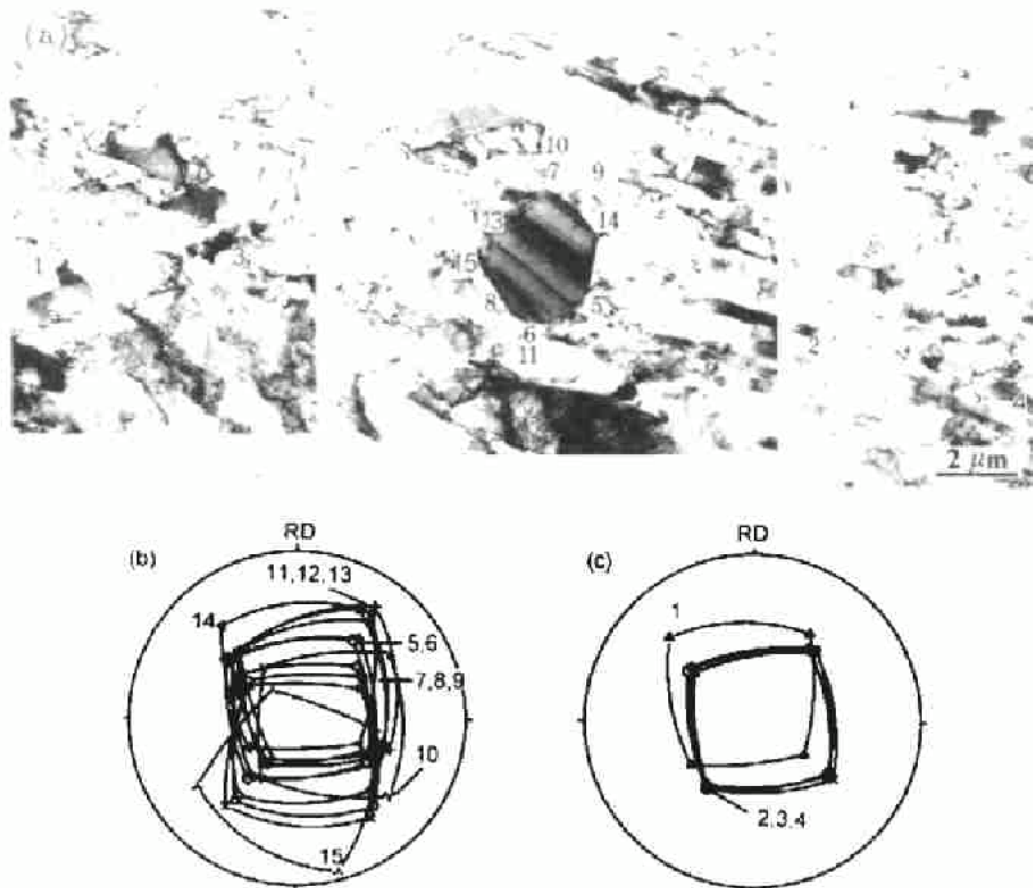


图 6 处在立方带上的粒子,形变量 82%, A200

Fig.6 Subgrain orientations near a particle in cube band of sample A200 82% rolled  
(a) micrograph (b) orientations of subgrains around the particle  
(c) orientations of grains in cube band

表 2 列出原始晶粒尺寸不同的两种试样(A170 和 A200)中不同形核地点形成的晶粒的取向构成.由此可看出原始晶粒大小对 PSN 晶粒取向的影响.两种试样的起始织构相似,均为弱立方织构.试样 A170, A200 的起始晶粒尺寸分别为 40  $\mu\text{m}$  和 120  $\mu\text{m}$ .由于 A170 的原始晶



粒细小, 立方带形核较强烈, 按 SIBM 方式的晶界形核 (产生形变取向) 很弱, 与此对应, 其 PSN 晶粒中立方取向的比例也大, 形变取向的比例也小; 相比之下, 粗晶试样 A200 中立方带形核弱, 但按 SIBM 方式产生形变取向的晶界形核强. 相应地, PSN 晶粒中立方取向也少, 而  $B$  取向的比例高. 简言之, 粒子周围新晶粒的取向在一定程度上反映了试样中其它地点形核的特征.

表 2 样品 A170, A200 中不同地点形成晶粒的取向构成 ( $20^\circ$  偏差)

Table 2 Orientation constitution of grains formed at different nucleation sites in samples A170 and A200 ( $20^\circ$  scattering)

Sample	Other nucleation sites				PDZs			
	Cube %	$B$ /rolling orientation, %	Random %	Total number	Cube %	$B$ /rolling orientation	Random %	Total number
A170 86%, 350 $^\circ\text{C}$ , <1% recr.	58.5	1.2 (3.7)	37.8	82	13.4	3.7 (14.6)	72	82
92%, 450 $^\circ\text{C}$ <1% recr.	52.7	4.3 (9.7)	37.6	93	20	5 (10)	70	60
A200 82%, 350 $^\circ\text{C}$ , <6% recr.	15.7	15.7 (27.1)	57.2	140	13.4	15.7 (32)	54.6	172
97%, 350 $^\circ\text{C}$ , <1% recr.					8.8	15.9 (31.9)	59.3	113
97%, 350 $^\circ\text{C}$ , 15% recr.	20.5	8.2 (19.9)	71.3	146	12.5	14.2 (28.1)	50.4	281

### 2.3 再结晶组织的形成

图 7 为 82%, 97% 轧下量, 450  $^\circ\text{C}$  退火的试样再结晶后用 X 射线方法测出的宏观组织 (图 7a,b) 和光学镜下的显微组织 (图 7c). 可以看出, 组织总体强度很弱, 显微组织为细小的等轴晶. 这都说明 PSN 提高形核率和弱化总组织强度的作用. 但如果将这一最终结果与本文第一、二部分再结晶的各个环节的结果联系起来, 则可知, 晶内 PSN, 晶界 (立方带)PSN 以及 ‘纯’ 晶界 (立方带) 形核都对再结晶组织有贡献. 通过粒子促进形核形成的新晶粒除具有随机分布的取向外, 还具有  $\text{Cube}_{\text{ND}}$ ,  $B$  等取向; 在晶界形成的新晶粒除具有  $B$  取向外, 还具有随机分布的取向; 在立方带上形成的晶粒则为立方取向<sup>[7]</sup>. 随形变量的加大, 虽然更多的粒子与晶界、立方带相接触, 但组织强度不是被减弱, 而是得到加强 (见图 7b). 即不但立方取向增强, 与粒子相关的  $\text{Cube}_{\text{ND}}$ ,  $P\{011\}\langle 122 \rangle$  取向也加强.

下列因素是使再结晶组织减弱的原因:

- (1) 成群的, 或处在晶界上的粒子; 因为成群粒子周围亚晶的转动同时受不同粒子的影响. 晶界附近亚晶会由于粒子的存在而进一步转动, 同时受晶界两侧形变晶粒取向的影响.
- (2) 形变后其它取向 ( $C, S, B$  取向以外) 基体中的 PSN; 因为不同取向基体中粒子周围亚晶转动的规律不同.
- (3) 由于粒子形状、位置的差异引起亚晶不规则的转动; 长条粒子轧后趋于平行于轧向, 但轧前它们的长轴是随机分布的. 由此可知, 其转动的角度是不同的. 其周围亚晶的转动也应

有差异.

(4) 晶粒尺寸效应: 相同的取向分布时, 细晶粒对应弱的织构. 由于并非所有的粒子都是有效的形核地点, 那些没有促进形核的粒子也会作为几何障碍阻碍新晶粒的生长, 从而细化晶粒.

(5) 其它地点形核产生的随机取向. 事实上, 立方带形核, 晶界形核 (SIBM<sup>[11]</sup>), 粒子促进形核都可产生特殊取向 (Cube, B/R, Cube<sub>ND</sub>), 但因取向不同而相互削弱. 这种差异在极图上常常不易看出<sup>[1,2]</sup>, 而在 ODF 中则可以看到 (如图 7).

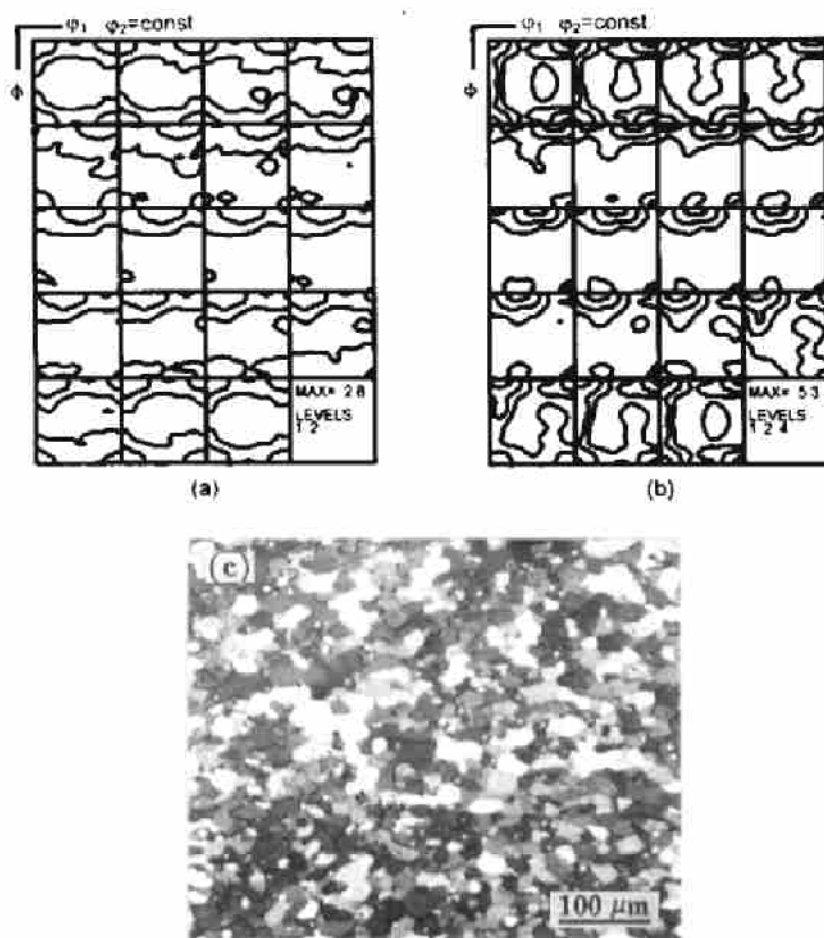


图 7 再结晶织构及显微组织, 450 ℃, A200

Fig.7 Recrystallization textures, 450 ℃, A200

(a) 82% rolled (b) 97% rolled (c) micrograph, 82% rolled

### 3 结 论

(1) PSN 及晶界形核都会产生随机分布的取向.

(2) 处在晶界上的粒子虽然相对于晶内粒子引起更多的随机取向, 但仍保留了晶内 PSN 的取向特征. 晶内 PSN 与晶界 PSN 之间的一个显著差异是, 晶内 PSN 的取向明显地不同于基



体, 而晶界 PSN 晶粒的取向可与基体之一相同 (如立方取向及形变取向  $B$ ). 多晶中粒子周围晶粒的取向在一定程度上反映了其它地点形核的取向特征.

(3) 再结晶组织由 Cube 取向,  $Cub_{END}$  取向及大量的随机分布的取向组成. 再结晶组织是不同形核位置形成晶粒生长的共同结果. PSN 产生  $Cub_{END}$  取向 (大形变量下还产生  $P$  取向).

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  $\phi$ rsund R, Nes E. *Scr 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. *16th Risø Inter Symp*, 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, Yang P, Kong X. *Acta Mater*, 1996; 44: 3349
- 8 Nes E, In: Hansen N et al eds., *1st Risø Inter Symp*, Risø National Lab., Denmark, 1980: 85
- 9 杨 平, Engler O. *金属学报*, 1998; 34: 785  
(Yang P, Engler O. *Acta Metall Sin*, 1998; 34: 785)
- 10 Engler O, Escher C, Gottstein G. *Textures Microstruct*, 1996; 26: 337
- 11 Yang P, Engler O. In: Hansen N eds., *16th Risø Inter Symp*, Risø National Lab., Denmark, 1995: 595
- 12 Humphreys F J. In: Hansen N ed., *1st Risø Inter Symp*, Risø National Lab., Denmark, 1980: 35
- 13 Humphreys F J. In: Chandra T ed., *Recrystallization'90*, The Minerals, Metals & Society, 1990: 113