

快速凝固 Al-Fe 基合金的组织演化和相选择

Microstructure Evolution and Phase Selection in Rapidly Solidified Al-Fe Based Alloy

陈翌庆, 苏勇, 黄新民, 丁厚福, 郑玉春 (合肥工业大学, 合肥 230009)

CHEN Yi-qing, SU Yong, HUANG Xin-min, DING Hou-fu, ZHENG Yu-chun
(Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

[摘要] 对 Al-7.83Fe, Al-5.16Fe (wt%) 两种 Al-Fe 快凝条带中不同冷速部位的组织进行了 TEM 分析, 着重考察了 Al-Fe 快凝合金的组织演化及其各竞争初生相的析出次序。结果表明: Al-Fe 合金快凝组织与成分及熔体的冷速有关。对一定成分的合金, 当增加其熔体冷速时, 亚稳 Al_mFe 相优先于 Al_6Fe 相析出, 初生 $\alpha-Al$ 相优先于金属间化合物相析出。当合金中 Fe 含量越低, 形成无初生金属间化合物相的单一 $\alpha-Al$ 微胞晶相所需的临界过冷度越小。当两种 Al-Fe 合金以相对较低的相同冷速快凝时, 成分不同, 其初生析出相不同, 对于 Al-5.16Fe 合金而言, 优先析出 Al_mFe 初生相; 而 Al-7.83Fe 合金中, 则优先析出 Al_6Fe 和二十面体李晶初生相。

[关键词] Al-Fe 基合金; 快速凝固; 组织演化; 相选择

[中图分类号] TG 146.2, TG 115.21 [文献标识码] A [文章编号] 1001-4381 (1999) 08-0006-03

Abstract: The microstructures of the regions with different cooling rates in rapidly solidified Al-7.83Fe, Al-5.16Fe (wt%) ribbons have been studied by TEM. The microstructure evolution and the precipitating sequence of competing primary phases in rapidly solidified Al-Fe alloys have emphatically been investigated. The experimental results show that the microstructures in rapidly solidified Al-Fe alloys depend upon the alloy composition and cooling rates. At a given alloy composition, with increasing cooling rate of the melt, metastable Al_mFe primary phase will be precipitated prior to Al_6Fe primary intermetallic phase. The critical undercooling required to form only a $\alpha-Al$ microcellular structure without any intermetallic primary phase is less at the lower iron concentration. While the two alloys are quenched at a relatively lower but identical cooling rate, different primary phases will be produced at alloys with different composition. Al_mFe primary is preferred in Al-5.16Fe alloy, while Al_6Fe and isosahedral twins phase is preferred in Al-7.83Fe alloy.

Key words: Al-Fe based alloy; rapid solidification; microstructure evolution; phase selection

由于快速凝固 Al-Fe 基合金是航天工业中极具竞争能力的高温结构材料, 因此近十年来引起材料研究工作者们的广泛关注^[1,2]。在 Al-Fe 基合金的快速凝固过程中, 过冷液相中各竞争形成的固相的优先析出顺序, 即相选择, 是一个重点关注的问题, 因为它对整个快凝显微结构的特征和使用性能有着首要的影响^[3]。在 Al-

Fe 合金显微结构的研究中, 由于研究人员的试验条件不同, 因而凝固过程中存在着不同的相选择, 结果出现了有关获得各种不同类型的亚稳相和显微结构的研究报道^[4]。为了进一步弄清 Al-Fe 快凝显微结构相的优先析出规律, 本文对不同成分, 不同冷速条件下 Al-Fe 快凝组织进行了观察, 从而判定各相的优先析出顺序, 为快速凝固 Al-Fe 合金的成分及快速凝固参数设计提供有益的参考。

1 实验方法

两种成分的实验合金由高纯铝 (99.99%) 和成分 (wt%) 为 Al-16.7Fe 中间合金熔配而成。成分 (wt%) 分析结果为: Al-7.83Fe 和 Al-5.16Fe。在铜制单辊急冷旋铸机上喷制成厚约 60~80 μm , 宽约 5~8mm 的急冷合金条带, 铜辊线速度为 17.7m/s。对上述两种成分条带样品的贴辊面和自由面分别进行单面机械研磨, 再经电解减薄制成 TEM 分析样品。电解液为 10% 高氯酸溶

液。在 H-800 透射电镜上分析其显微结构。

2 试验结果及其分析

2.1 快凝 Al-Fe 合金的组织结构演化

快凝 Al-7.83Fe 合金条带自由侧和贴辊侧的 TEM 照片分别如图 1a 和 1b 所示, 图 1c 和 1d 分别为快凝 Al-5.16Fe 合金条带自由侧和贴辊侧的 TEM 组织。

图 1a, 1b 组织主要为 α -Al 微胞晶组织上分布有玫

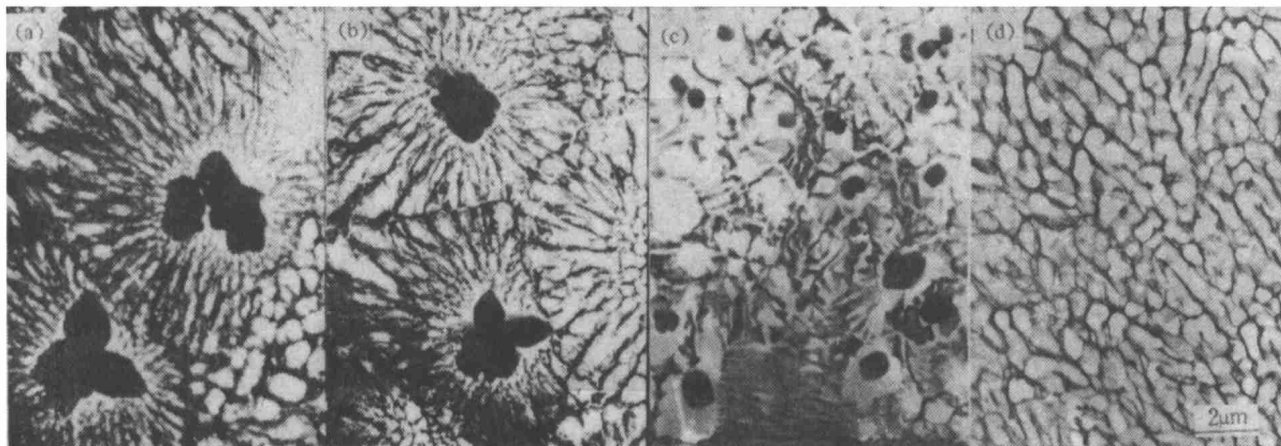


图 1 两种成分快凝 Al-Fe 合金在不同冷速下的透射电镜显微组织

(a) 和 (b) Al-7.83Fe; (c) 和 (d) Al-5.16Fe; (a) 和 (c) 非激冷表面; (b) 和 (d) 激冷表面

Fig.1 TEM images of the rapidly solidified Al-Fe alloys with two different compositions at different cooling rates

(a) near the unchilled surface of Al-7.83Fe; (b) near the chilled surface of Al-7.83Fe;

(c) near the unchilled surface of Al-5.16Fe; (d) near the chilled surface of Al-5.16Fe

瑰形状的初生相和一些团块状的初生相, 图 1b 组织相对图 1a 来说更细小。对图 1a, 1b 组织中的团块状的初生相分别进行选区电子衍射分析。发现图 1a 中的团块相为 Al_6Fe (如图 2a), 1b 中的团块相为 Al_mFe ($m = 4 \sim 4.4$) (如图 2b)。Singh^[5] 等人对玫瑰状初生相已进行了相结构分析, 确定该相为孪晶二十面体相。图 1c 为无其它金属间化合物初生相的单一 α -Al 微胞晶组织, 胞晶尺寸约 0.4~0.6 μm 。图 1c 为 0.4~1.0 μm 团块相均匀分布在 α -Al 微胞晶基体的组织上, 此外, 组织中还有 $\text{Al} + \text{Al}_6\text{Fe}$ 共晶相组织。对图 1d 组织中团块相进行选区电子衍射分析, 结果为 Al_mFe 相, 如图 2c 所示。

由此可见, 快速凝固 Al-Fe 合金组织中的初生析出相类型和优先析出顺序随合金成分、冷却速度的变化而变化。

2.2 快凝 Al-Fe 合金组织中的相选择分析

文献 [6] 指出, 对于大的过冷度下开始的快速凝固过程, 稳态形核理论关于形核孕育期的计算方法不再适用, 而应根据时间依从形核理论 (Time Dependent Nucle-

ation Theory) 来计算。据此得到形核孕育时间 (t) 与过冷熔体温度 (T) 之间的关系式:

$$\tau = \frac{7.2Rf(\theta)}{1-\cos\theta} \cdot \frac{a^4}{d_a^2 X_{L,eff}} \cdot \frac{T_r}{DS_m \Delta T_r^2} \quad (1)$$

式中: $T_r = T / T_m$, $\Delta T_r = 1 - T_r$,

T - 熔体温度,

T_m - 固相的熔点,

S_m - 克分子熔化熵,

R - 气体常数,

d_a - 固相的平均原子直径,

$X_{L,eff}$ - 有效合金熔体浓度, 当晶核成分富 A 时,

$$X_{L,eff} = X_{L,A} / X_{s,A}$$

当晶核成分富 B 时, $X_{L,eff} = X_{L,B} / X_{s,B}$

D - 熔体中的扩散系数

a - 原子跃动距离

θ - 非均质形核时的接触角

$$f(\theta) = 0.25(2 - 3\cos\theta + \cos^3\theta)。$$

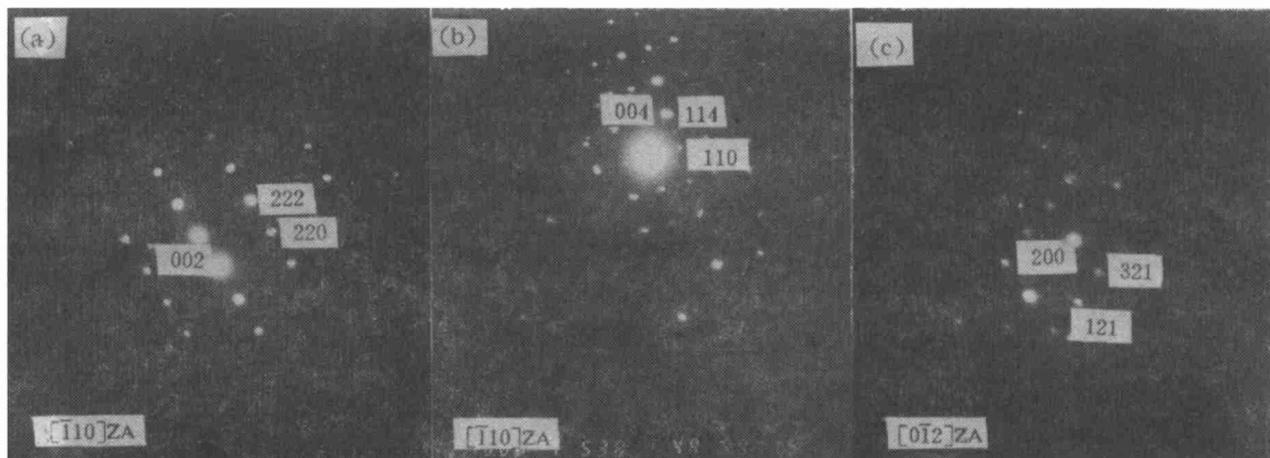


图2 图1a (a), 1b (b) 和 1c (c) 中团块相的选区电子衍射图

Fig. 2 Selected-area diffraction patterns of the precipitated particles in Fig. 1a (a), Fig. 1b (b) and Fig. 1c (c)

上式表明, 各竞争相的形核孕育时间受熔体过冷度, 接触角以及合金成分等因素的影响。

比较图 1a 和图 1b, 可以看出, 当 Al-Fe 合金的过冷度增大时, 亚稳 Al_mFe 相优先于 Al_6Fe 相的析出, 这和文献 [7] 的报道相一致。比较图 1c 和图 1d, 可以得知, 对于一定成分的 Al-Fe 合金而言, 可以通过增加合金熔体冷却速度来抑制金属间化合物作为初生相核, 从而使 $\alpha-Al$ 在尽可能大的过冷条件下形成超细晶粒和溶质过饱和的基体。再将图 1b 和图 1d 进行比较可发现, 在相同的冷速条件下, 随着合金中含 Fe 量的减少, 快凝 Al-Fe 合金更易获得无初生金属间化合物相的 $\alpha-Al$ 相, 说明 $\alpha-Al$ 作为初生相优先析出的临界过冷度 ΔT_c 随合金含 Fe 量的降低而减小, 这一规律与文献 [6] 对 Al-TM 合金 (TM: 过渡元素) 根据式 (1) 所计算的结果相吻合。另一方面, 当所试验的两种 Al-Fe 合金以相对较低的相同冷速进行快凝时, 成分不同, 其初生析出相也不同, 对于 Al-5.16Fe 合金而言, 优先析出 Al_mFe 初生相; 而在 Al-7.83Fe 合金中, 则优先析出 Al_6Fe 和李晶二十面体相, 究其原因, 可能是由于熔体成分的变化改变了熔体中各溶质富集相和熔体间的接触角 θ , 从而使各竞争相的形核孕育时间发生改变, 出现有关相选择次序的变化。

3 结论

(1) 快速凝固 Al-Fe 合金可获得 $\alpha-Al$ 微胞晶基体及一系列分布其上的初生亚稳相: 李晶二十面体相、 Al_6Fe 相和 Al_mFe 相, 合金快凝组织和合金成分以及熔体冷却速度有关。

(2) 对于一定成分 Al-Fe 合金, 熔体冷却速度增大

时, Al_mFe 优先于 Al_6Fe 相析出, $\alpha-Al$ 相先于金属间化合物相析出的倾向增大。

(3) 当两种 Al-Fe 合金以较高的同一冷速快凝时, 含 Fe 量低的快合金易倾向获得单一 $\alpha-Al$ 相组织, 但当两种合金以较低的同一冷速快凝时, 两种合金中均有初生颗粒相析出, 对于含 Fe 量低的 Al-5.16Fe 合金, 优先析出 Al_mFe , 而对含 Fe 量较高的 Al-7.83Fe, 则优先析出 Al_6Fe 和李晶二十面体相。

参考文献

- [1] Boettinger W. J., Bendersky L., Early J. G. Met. Trans., 1986, 17A: 781.
- [2] Kim D. H., Cantor B. J. Mater. Sci., 1994, 29: 2884.
- [3] 沈宁福, 汤亚力, 关绍康, 张东捷. 金属学报, 1997, 32: 673.
- [4] Cotton J. D., Kaufman M. J. Metall. Trans., 1991, 22A: 927.
- [5] Singh A., Ranganathan S. Acta Metall. Mater., 1995, 43: 3539.
- [6] Shao G., Tsakiroopoulos P. Acta Metall. Mater., 1994, 42: 2937.
- [7] 张立春, 何安强, 叶恒强, 张永昌, 黄春. 金属学报, 1995, 31: A 519.

[作者简介] 陈翌庆 (1963-), 男, 副教授, 材料系副主任, 已发表论文 20 多篇。通信地址: 合肥工业大学材料系 (邮编 230009)