

快凝粉末冶金铝合金的微观结构*

徐永波

中国科学院金属研究所材料疲劳与断裂国家重点实验室, 沈阳 110015

E.A. Starke, Jr. R.P. Gangloff

Dept. of Materials Science and Engineering
University of Virginia, U.S.A

提要 利用X射线衍射, 透射电镜及高分辨电镜对快凝粉末冶金 Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si 铝合金的微观结构进行了初步观察。结果表明, 合金中仅含有一种硅化物强化相, 即 $Al_{13}(Fe, V)_3Si$, 点阵常数为 1.256 nm。发现有些分布于晶内的硅化物相与合金基体具有确定的取向关系, 即

$$\{110\} \text{Al基体} // \{110\} \text{硅化物}$$

$$\langle 111 \rangle \text{Al基体} // \langle 110 \rangle \text{硅化物}$$

但是位于晶界上的硅化物与基体没有确定的取向关系, 而常常存在厚度约为 50 Å 的非晶层。

关键词 快速凝固; 粉末冶金; 微结构; 界面取向关系; 电子衍射

1 引言

近年来, 快速凝固和粉末冶金技术生产的铝合金受到极大关注^[1-4, 6-14]。这种合金的比强度和比刚度可与普通铸造铝合金以及钛合金的性能相比。尤其是合金中含有高体积分数的(可达 20% 到 30% 以上)强化相以及它的超细晶粒尺寸(在微米之下, 通常在 0.2—0.5 μm 之间)使合金具有很好的热稳定性(达到 400℃), 这些使合金显示出极好的升温应用前景。在此法生产的几种铝合金系统中(例如: Al-Fe-Ce, Al-Cr-Zr 等), 由美国 Allied-Signal 公司生产的 Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si 合金, 由于力学性能以及热稳定性等都较优越, 研究工作也较多。关于该合金的物理冶金等一些基本问题, Skinner^[5] 曾给予详尽的评述。该合金中的强化相是在快速凝固过程中以连续膜的形式生成。这种网状物在条带冷却以及随后的热加工过程中快速球化从而产生不连续的颗粒, 它们一般分布在晶界^[5, 8]。有些硅化物可在真空热等静压以及热变形过程中从过饱和基体中析出, 这些析出相通常分布在晶粒内部。

* 本工作是国家自然科学基金委项目 (No. 59371039) 和中科院重点基础研究项目 (K85-33)

该合金仅含有一种析出相即 $Al_{13}(Fe,V)_3Si$ ，它的结构比较复杂，每个晶胞中含有138个原子，空间群为 $Im\bar{3}196$ ，点阵常数随合金成分不同而在1.256—1.262 nm之间变化^[10]。合金的粗化阻力主要由硅化物与基体之间界面较高的原子重位结构以及台阶的形成致使界面能较低造成的^[9]。

关于硅化物与合金基体的晶体学取向关系有不同看法，Skinner^[9]认为是共格的并表示为

$$\begin{aligned} \{112\}_{\text{硅化物}} // \{111\}_{\text{Al基体}} \\ \langle 111 \rangle_{\text{硅化物}} // \langle 110 \rangle_{\text{Al基体}} \end{aligned}$$

而Deurchaud^[11]则认为非共格的，其取向关系类似于Al-Cr-Zr合金中 $Al_{13}Cr_2$ 型金属间相的界面。为了深入了解Al-Fe-V-Si合金的力学行为以及它的热稳定性，本文对该合金中的析出物的形态、分布及结构等进行了初步观察。

2 材料及试验程序

用于本研究的材料是Allicd-Signal公司提供的快凝粉末冶金Al-8.5Fe-1.3V-1.7Si合金板。电镜观察的薄膜样品是在70%甲醇和30%硝酸溶液中在-30℃条件下双喷而成。电镜观察是在Philips TEM 400T和JEOL 4000 FX中进行。

3 结果与讨论

3.1 晶粒结构

快凝粉末冶金生产的铝合金组织结构的一个明显特征是它的超细晶粒尺寸。本研究的合金晶粒尺寸在0.2—0.5 μm间。有时也观察到尺寸较大的晶粒(1—3 μm)。这种超细晶粒使合金显示良好的高温稳定性。该合金在316℃经100℃退火其晶粒尺寸没有任何变化。图1则是一个典型的例子。晶界被一串串稳定的硅化物紧紧钉扎使之很难在高温中长大。

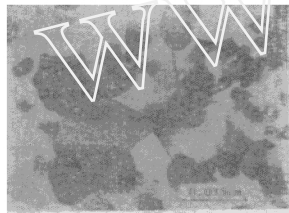


图1 合金的等轴晶粒形态

在观察时只要衍射条件合适便可见到小角晶界如图2a箭头所示。若将图2a稍加倾斜一个小角度便显示出清晰的水纹图案(图2b)。晶界两侧的晶粒的衍射衬度几乎相同。根据水纹图中条纹间距的测量可以估量出两晶粒的取向差约为5°。

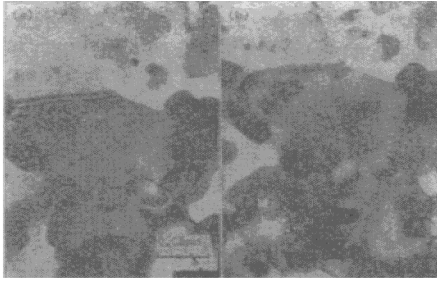


图2 小角晶界及其水纹图

3.2 析出相的分布与结构

X射线衍射和电子衍射分析表明,合金中仅含有一种强化相,其化学式为 $Al_{13}(Fe,V)_3Si$,点阵常数为1.256 nm,晶体结构为体心立方。

合金中强化相即硅化物的形状是不规则的,多数取作圆球形,直径在0.1—50 nm不等(图3a)。有时也观察到椭圆形的,轴比为1.9左右(图3b)。这些小的硅化物常常三五成群聚集在一起形成所谓小“集团”(cluster),“集团”内硅化物数多达20多个甚至更多。小球界面常常重叠在一起。它们一般分布在晶粒内部,在有些区域,大的和小尺寸的硅化物混合在一起,它们通常分布在晶界或三叉晶界(图3c)。这些硅化物的形状和尺寸很可能与凝固过程中硅化物的球化以及析出过程有关。

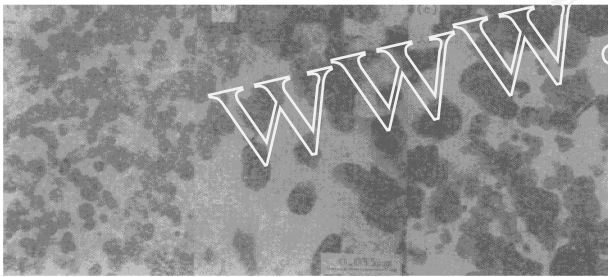


图3 合金中硅化物的形态与分布

3.3 取向关系

采用电子衍射和极射赤面投影对分布于晶粒内部的30多个硅化物进行测量与分析,图4是其中一例。图4a为明场象,图4b和图4c为位于晶内的硅化物(箭头所指)的电子衍射谱及其标定。可见基体的带轴[111]平行于硅化物的[110]方向,而基体的{110}面则与硅化物

的 {110} 面平行, 即有

$$\{110\} \text{Al基体} // \{110\} \text{硅化物}$$

$$\langle 111 \rangle \text{Al基体} // \langle 110 \rangle \text{硅化物}$$

应指出, Skinner 建议的一组取向关系^[9]在本研究中并未得到证实。观察还发现, 分布在晶界以及三叉晶界上的硅化物与合金基体一般并不存在确定的取向关系。

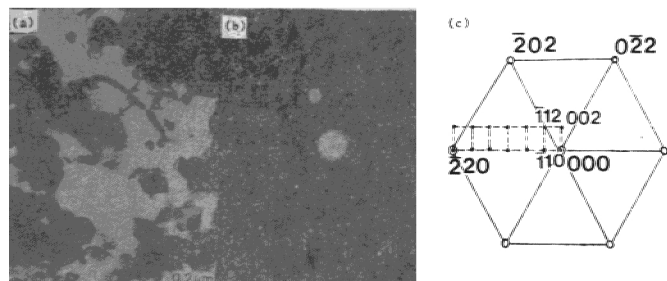


图4 晶粒内硅化物(箭头指)及其电子衍射与标定

3.4 界面结构

采用高分辨电镜对硅化物与合金基体的界面进行观察发现存在约 50 Å 厚的非晶层。图 5 是其中一个典型例子。电子束沿 [11 $\bar{7}$] 方向入射, 硅化物的点阵常数为 1.21 nm, 这与前面给出的电子衍射和 X 射线衍射结果基本相符。

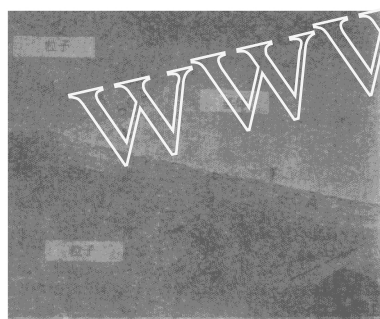


图5 析出相表面的非晶层: 薄面取向为 [11 $\bar{7}$]

应说明, 硅化物表面存在非晶层似乎与前面提及的硅化物与基体间的界面存在一定的取向关系彼此矛盾。大量的观察表明, 其表面存在非晶层的硅化物与合金基体并无确定的取向

关系；而有确定取向关系的硅化物表面常常没有观察到非晶层。当然，关于硅化物表面存在非晶层的事实还有待进一步确认，但至少为我们深入研究合金的力学行为，特别是形变与断裂机制以及热稳定性提供一个非常有价值的信息。

4 结 语

①合金中仅含有一种强化相即 $Al_{13}(Fe, V)_3Si$ ，基本上以球形分布于合金基体中，直径一般在 0.1—50 nm 之间，并常常发现它们三五成群形成“小集团”，有时也观察到轴比约为 1.9 的椭圆形硅化物，多分布于晶界。

②在研究 Al 合金中晶粒内部的硅化物与周围合金基体存在如下一组取向关系：

$$\{110\}_{Al基体} // \{110\}_{硅化物}$$

$$\langle 111 \rangle_{Al基体} // \langle 110 \rangle_{硅化物}$$

③位于晶界和三叉晶界上的硅化物表面存在厚度约为 50 Å 的非晶层。

本项工作得到 NASA-Langley 研究中心的支持(NAG-1-754)。作者之一徐永波对美国佛吉尼亚大学 E.A.Starke, Jr. 和 R.P.Gangloff 教授的资助，中国国家自然科学基金和中国科学院的资助深表谢意。

参 考 文 献

- 1 Quist W E, Lewis R E. in Rapidly Solidified Powder Metallurgy Aluminium Alloys ASTM STP 890, Fine M E, Starke E A, Jr. (eds). ASTM Philadelphia, PA (1986) : 7
- 2 Langenbeck S L, Griffith W M, Hildeman G J, Simon J W. in Rapidly Solidified Powder Metallurgy Aluminium Alloys. ASTM STP 890, Fine M E, Starke E A Jr (eds). ASTM Philadelphia, PA (1986) : 410
- 3 Das S K. *Int. J. Powder Metal.*, **24** (1988) : 175
- 4 Skinner D J, Bye R L, Raybould D, Brown A M, Zedalis M S. in Processing of Structural Metals by Rapid Solidification. Froes F H, Savage S J (eds). ASM International Metals Park, OH (1987): 291
- 5 Skinner D J. in Dispersoid Strengthened Aluminium Alloys, Kim Y-W, Griffith W M (eds). TMS-AIME Warrendale, PA (1988) : 181
- 6 Porr W C Jr. Ph D. Dissertation, University of Virginia, Charlottesville (1992)
- 7 Porr W C Jr, Leng Y, Gangloff R P. in Low Density, High Temperature P/M Alloys. Frazier W E, Koczak M J, Lee E W (eds). TMS-AIME, Warrendale, PA (1991) : 129
- 8 Park W J, Baek E R, Sunghak Lee, Koczak N J, Kim N J (eds). TMS-AIME, Warrendale, PA (1991) : 219
- 9 Cooper M. *Acta Cryst.*, **23** (1967) : 1106
- 10 Kim N J. *Int. J. Rapid Solidification*, **6** (1991) : 175
- 11 Bouchaud E, Kubin L, Octor H. *Metall. Trans. A*, **22A** (1991) : 1021
- 12 Skinner D J, Bye R L, Raybould D, Brown A M. *Scripta Metall.*, **20** (1986) : 867
- 13 Skinner D J, Zedalis M S, Gilman P. *Mats. Sci. and Engr.*, **A119** (1989) : 81
- 14 Skinner D J. Unpublished Research. Allied-Signal, Inc., Morristown, NJ (1992)

MICROSTRUCTURE OF A RAPIDLY SOLIDIFIED POWDER METALLURGY Al-Fe-V-Si ALLOY

Xu Yongbo

State Key Lab. for Fatigue and Fracture of Materials, Institute of Metal
Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110015

E.A.Starke, Jr. R.P.Gangloff
Dept. of Materials Science and Engineering,
University of Virginia, U.S.A.

Abstract The morphology, distribution, crystallography and microstructure of the precipitates in a dispersoid strengthened, powder metallurgy Al-3.5Fe-1.3V-1.7Si alloy were studied by X-ray and TEM. The results show that there is only one kind of precipitate, namely, $Al_{13}(Fe,V)_2Si$, with a 1.256 nm of lattice parameter. There is a preferred orientation relationship for intergranular dispersoids to be recognized as follows

$$\{110\}_{Al\text{-matrix}} // \{110\}_{\text{silicide}}$$

$$\langle 111 \rangle_{Al\text{-matrix}} // \langle 110 \rangle_{\text{silicide}}$$

Examinations by high resolution electron microscopy show that a 5nm thick amorphous layer is present along a portion of the silicide-matrix interface. Therefore, silicides located at grain boundaries have a random orientation with all surrounding grains. The preferred orientation relationship is not present when the amorphous layer separates the silicides from the alloy matrix.

Keywords *rapid solidification, powder metallurgy, microstructure, orientation relationship, electron diffraction*