

塑性变形对 Cu-Ni-Fe 合金失稳分解组织 不连续粗化的影响*

李洪晓 郝新江 赵刚 郝士明

(东北大学材料与冶金学院, 沈阳 110006)

摘要 固溶处理后的塑性变形能促进 Cu-Ni-Fe 合金时效过程中失稳分解组织的不连续粗化. 塑性变形程度对不连续粗化组织的最终形态有明显的影响: 变形程度较小时 (75%), 组织呈近片层状; 变形程度增大后 (98%), 组织呈近等轴状. 失稳分解组织不连续粗化转变的动力学可以用 JMA 方程很好地描述, 75% 变形时的 Avrami 指数约为 1.

关键词 失稳分解, 塑性变形, 不连续粗化

中图法分类号 TG113.12, TG146.1 文献标识码 A 文章编号 0412-1961(1999)05-0449-04

EFFECT OF PLASTIC DEFORMATION ON DISCONTINUOUS COARSENING OF SPINODALLY DECOMPOSED MICROSTRUCTURE IN Cu-Ni-Fe ALLOY

LI Hongxiao, HAO Xinjiang, ZHAO Gang, HAO Shiming

School of Materials and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110006

Correspondent: LI Hongxiao, lecturer, Tel: (024)23893000-7737

Manuscript received 1998-11-19, in revised form 1999-03-04

ABSTRACT Plastic deformation prior to aging has profoundly enhanced the discontinuous coarsening reaction of the spinodally decomposed microstructure in Cu-Ni-Fe alloy. The extent of plastic deformation has obvious effect on the morphology of discontinuous coarsening: when the deformation is relatively small (75% reduction in thickness), the morphology of discontinuous coarsening almost changes into lamellar microstructure; when the deformation is large (98% reduction in thickness), the morphology of discontinuous coarsening transforms into equiaxed structure. The kinetics of the discontinuous coarsening can be described by the Johnson-Mehl-Avrami equation very well, and the Avrami exponent of the sample deformed by 75% reduction is about 1.

KEY WORDS spinodal decomposition, plastic deformation, discontinuous coarsening

失稳分解有可能成为制备纳米材料的又一个途径, 近年来已引起人们新的关注^[1]. 但研究发现, 某些失稳分解后的组织在长时间时效中将发生不连续粗化转变, 即通过形核长大机制形成比失稳分解组织粗得多的胞状两相组织, 这种转变靠消耗细的失稳分解组织而持续进行^[2-4].

目前关于不连续粗化的研究还很不系统, 关于塑性变形对不连续粗化的影响, 研究得更少, 得到的结论还存在着分歧. 例如 Rao 等在变形后时效的组织中没有发现不连续粗

化^[5,6]; Lefevre 等则认为时效前的塑性变形对不连续粗化的生长有明显的促进作用^[7].

为了掌握失稳分解组织的转变规律, 实现对组织的有效控制, 本文研究了塑性变形程度及时效温度对 Cu-Ni-Fe 合金失稳分解组织不连续粗化的影响.

1 实验方法

实验合金的原料为高纯 Fe (纯度 99.9%)、电解 Cu (纯度 99.95%) 和电解 Ni (纯度 99.9%), 采用 ZG-10 型真空感应电炉, 在 Ar 气保护下熔炼并铸锭, 锭重 5 kg. 根据已测 Cu-Ni-Fe 系合金相图^[8], 设计合金成分为 45Cu-30Ni-25Fe (原子分数, %, 下同). 预期该成分合金发生失稳分解时形成的富 Cu 相和贫 Cu 相各占约 50% (体积分数).

* 国家自然科学基金 59671012 和中国科学院金属研究所固体原子像开放研究实验室资助项目

收到初稿日期: 1998-11-19, 收到修改稿日期: 1999-03-04

作者简介: 李洪晓, 女, 1968 年生, 讲师, 博士研究生

沿铸锭纵向取断面为 20 mm×20 mm 的条形坯料。坯料在固溶处理 (1000 °C, 保温 8 h, 并随炉升温至 1100 °C, 保温 48 h) 后水淬, 再分别进行 75% 和 98% 冷轧变形, 然后分别在 600, 700, 800, 900, 950 和 975 °C 时效不同时间。试样的固溶及时效处理均在真空下进行, 真空度约 1 Pa。

金相样品经硝酸-冰醋酸水溶液腐蚀, 在 Versamet-2 光学显微镜和 Philips XL30 FEG 扫描电镜上观察组织; 并用能谱分析了失稳分解组织的两相成分, 用截线法测定了不连续粗化组织的体积分数。

2 实验结果与讨论

2.1 失稳分解组织不连续粗化后的组织形态

固溶处理后直接在 900 °C, 时效 1 h, 合金即发生了均匀的失稳分解, 形成富 Cu 相和贫 Cu 相; 但即使时效时间延长到 100 h, 失稳分解组织也没有发生不连续粗化, 而只是发生了均匀的连续粗化如图 1 所示, 其中高亮度相为富 Cu 相, 成分为 24.25Cu-38.8Ni-36.95Fe; 另一相为富 Fe 相, 成分为 72.48Cu-15.86Ni-11.66Fe。

固溶处理的合金经冷轧变形 75% 后, 在 900 °C, 时效 2 h, 就在滑移带处观察到了失稳分解组织不连续粗化的形核, 如图 2a 所示。其它地方只发生了失稳分解, 及失稳分解组织的缓慢的连续粗化, 如图 2b 所示。已形核的不连续粗化组织以胞状向失稳分解组织中生长, 如图 2c 所示, 在时效 100 h 后粗化胞相互接触, 形成近片层状的组织, 如图 2d 所示。

与变形量为 75% 时不同的是, 变形量为 98% 的试样在 900 °C 时效时, 不连续粗化的形核率明显增大 (见图 3a)。随着时效时间的延长, 不连续粗化核心进一步长大, 但由于形核率高, 不连续粗化胞得不到充分生长, 使转变的最终组织成为近等轴状 (见图 3b)。

2.2 失稳分解组织不连续粗化转变的动力学

固溶处理后的合金, 不论变形量大小, 随后在 600 °C 时效直至 100 h, 都没有发生失稳分解组织的不连续粗化。固溶处理后冷轧变形 75% 的试样, 在 700-950 °C 间时效, 将发生不连续粗化转变。随时效温度的提高, 不连续粗化转变加快; 975 °C 已高于失稳分解的上限温度, 在此温度时效, 发生了向单一 γ 相的转变, 已不再是不连续粗化。变形 75% 的试样, 发生不连续粗化转变的动力学曲线如图 4 所示。采用 Johnson-Mehl-Avrami (JMA) 方程可以很好地描述这种转变的动力学。

用该方程对实验结果进行拟合, 可以求得 Avrami 指数 n 及常数 k

$$X = 1 - \exp(-kt^n)$$

式中的 X 是不连续粗化的体积分数, t 是时效时间。

值得指出的是各温度的 Avrami 指数均约为 1, 而不是一般固态相变的 3-4。这可以由不连续粗化只能在滑移带上形核这个制约条件得到解释。当滑移带上布满晶核后, 便不再形成新的晶核, 因而 n 值较低。这与 Cahn 等对只在晶界上形核时的转变动力学特征的解释相似^[9]。

固溶处理后冷轧变形 98%, 再在 900 °C 时效的不连续粗化转变的动力学曲线也在图 4 中一并画出。变形量增大后, 不连续粗化转变速度变快, 相同时间内不连续粗化转变的体积分数增大。

2.3 失稳分解组织不连续粗化转变的激活能

将变形量 75% 的失稳分解组织不连续粗化过程, 采用 Arrhenius 方程描述, 可以求出不连续粗化转变的激活能 Q 。由图 4 的动力学曲线, 取不连续粗化的体积分数达到 50% 时的时效时间 t , 以 $\ln t$ 与温度的倒数 $1/T$ 的关系作图 (见图 5), 由直线的斜率求得激活能 $Q=194$ kJ/mol。这个数值

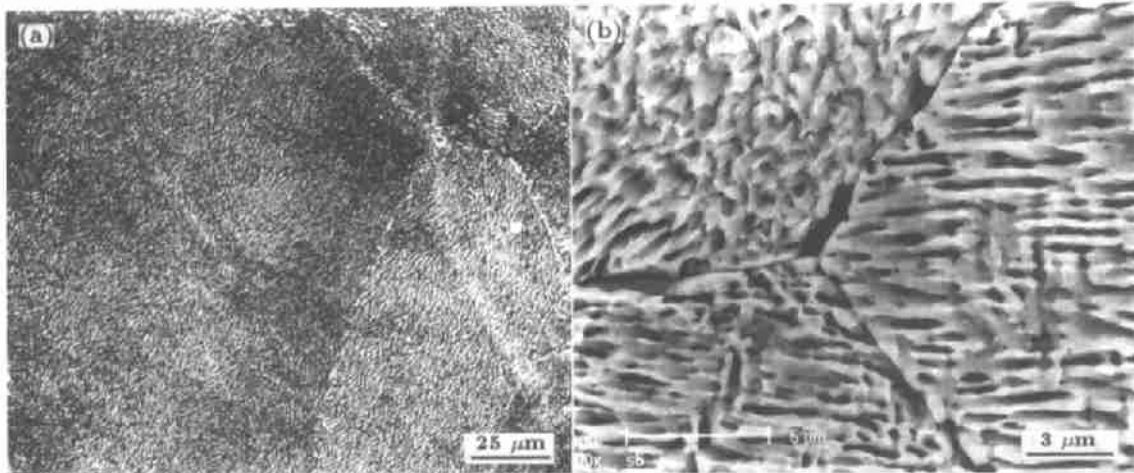


图 1 固溶处理后直接在 900 °C 时效 100 h 的显微组织
Fig.1 Microstructure of the alloy aged at 900 °C for 100 h after solution
(a) OM (b) SEM

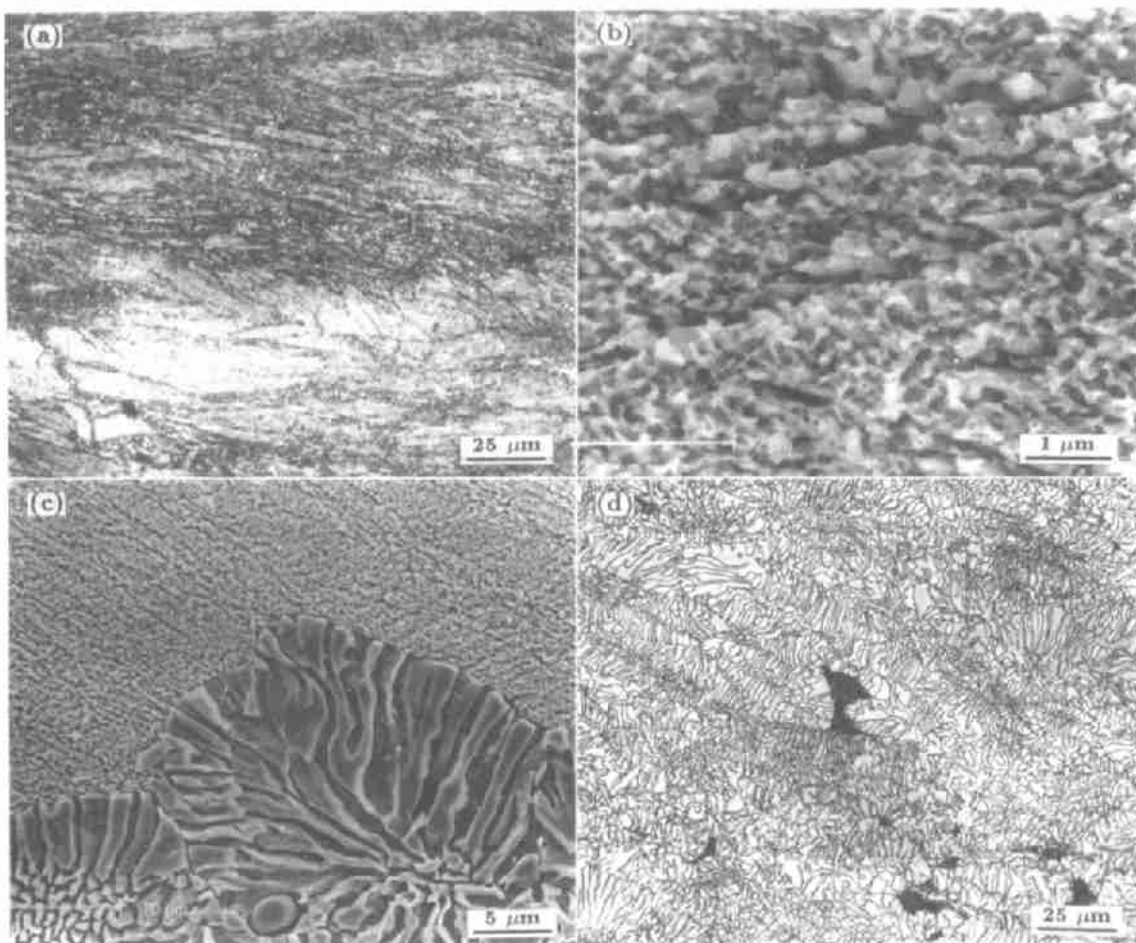


图 2 固溶处理后冷轧变形 75% 的合金在 900 °C 时效的显微组织

Fig.2 Microstructure of the alloy aged at 900 °C after solution and cold rolling by 75% reduction
(a) 2 h (b) 8 h (SEM) (c) 48 h (SEM) (d) 100 h

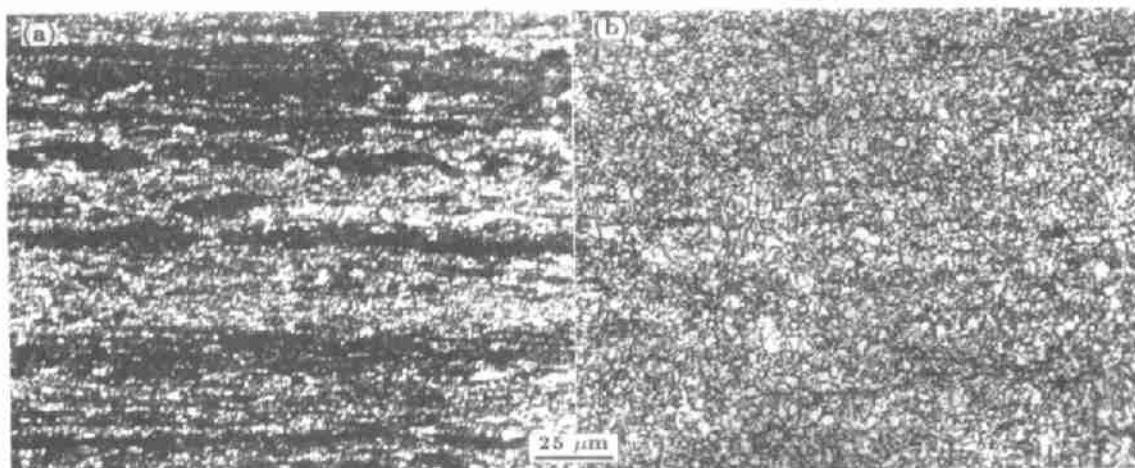


图 3 固溶处理后冷轧变形 98% 的合金在 900 °C 时效的显微组织

Fig.3 Microstructure of the alloy aged at 900 °C after solution and cold rolling by 98% reduction
(a) 2 h (b) 100 h

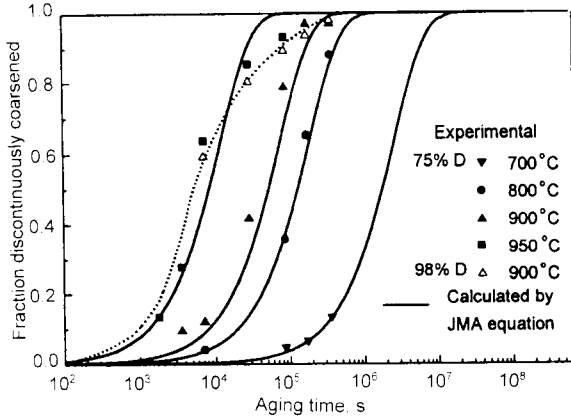


图 4 固溶后变形 75% 和 98% 时合金不连续粗化动力学曲线

Fig.4 Kinetics of discontinuous coarsening of the alloy after solution and cold rolling (75% and 98% reduction)

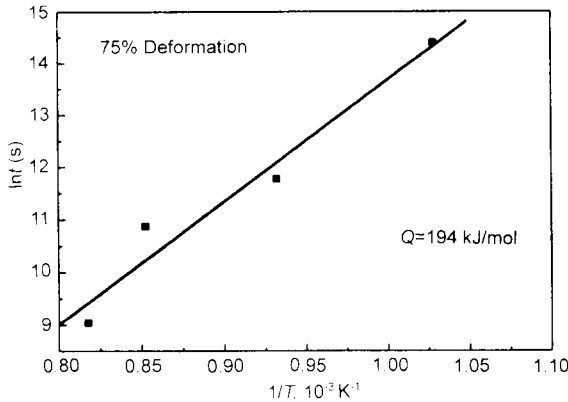


图 5 变形 75% 的合金不连续粗化转变 50% 时的时间与温度关系

Fig.5 Temperature vs time obtained 5% discontinuous coarsening for the alloy cold rolled 75%

比 Cu-Ni-Fe 系 γ 相中互扩散激活能小得多, 相当于界面扩散的激活能. 这个结果支持不连续粗化是界面扩散控制的推断.

3 结论

(1) 塑性变形显著改变了失稳分解组织不连续粗化后的形态. 在较小的变形程度 (75%) 下, 由于形核率低, 组织呈近片层状; 在较大的变形程度 (98%) 下, 由于形核率高, 组织呈近等轴状.

(2) 塑性变形显著改变了失稳分解组织不连续粗化的速度. 随变形量的增加, 不连续粗化速度明显加快.

(3) 失稳分解组织不连续粗化的动力学可以用 JMA 方程很好地描述, 75% 变形时的 Avrami 指数约等于 1. 这是由形核位置的限制所决定的.

参考文献

- [1] Wang X T, Ren X B, Wei Y H. *Rare Met Mater Eng*, 1995; 24 (3): 1
(王笑天, 任小兵, 卫英慧. 稀有金属材料与工程, 1995; 24 (3): 1)
- [2] Gronsky R, Thomas G. *Acta Metall*, 1975; 23: 1163
- [3] Findik F, Flower H M. *Mater Sci Technol*, 1992; 8: 197
- [4] Findik F, Flower H M. *Mater Sci Technol*, 1993; 9: 408
- [5] Bhat R R, Rao P P. *J Mater Sci*, 1994; 29: 4808
- [6] Bhat R R, Rao P P. *Z Metallk*, 1994; 85: 237
- [7] Lefevre B G, D Annessa A T, Kalish D. *Metall Trans A*, 1978; 9A: 577
- [8] Qin G W, Li H X, Jiang M, Zhao G, Hao S M. In: Zhang W J, Hao S M, Jin Z P eds, *CALPHAD XXVII International Conference*, Beijing: The Chinese Physical Society, 1998: 35
- [9] Feng D. *Metal Physics II*. Beijing: Science Press, 1990: 182
(冯端. 金属物理学. 第二卷, 北京: 科学出版社, 1990: 182)