

1235 超薄双零铝箔坯料中 Al-Fe-Si 第二相粒子在轧制过程中演化行为

谭国寅¹, 岳有成¹, 杨钢¹, 周娴¹, 马宁², 何慧刚², 袁荣²

(1. 昆明冶金研究院, 云南 昆明 650031)

(2. 云南浩鑫铝箔有限公司, 云南 昆明 650031)

摘要: 利用 TEM 观察了 1235 超薄双零铝箔坯料中 Al-Fe-Si 第二相粒子在轧制过程中的演化行为。结果表明, 随着轧制过程的进行, 块状第二相粒子在轧制剪应力的作用下被拉长, 同时在拉长的块状第二相粒子周围富集了许多从基体上脱落的球形小颗粒第二相粒子。导致第二相颗粒、溶解球化的主要原因是扩散引起的, 高密度的位错及空位等晶体缺陷是第二相粒子回溶的主要通道。

关键词: 1235 超薄双零铝箔; Al-Fe-Si 第二相粒子; 演化行为

中图分类号: TG146.2^{†1}

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)04-0979-03

由于铝是仅次于金、银、铜的良好导体, 当把铝箔绕成圈或者绕组时, 表面积增大, 因而导电性能良好, 同时, 与其他良好导体相比较, 其价格便宜、在自然界中的含量较大。因此, 得以广泛应用。随着我国微电子、信息、机械、包装、建筑等产业的迅速发展, 对铝及其合金材料的消耗需求剧增。从某种意义上讲, 铝箔消费水平已经成为衡量一个国家经济发展水平的标志。电容器是使用面广、用量大、不可取代的电子元件, 其产量约占电子元件的 40%, 电解电容器、陶瓷电容器和有机薄膜电容器已经占到电容器总产量的 90% 以上。在电解电容器家族中, 由于铝具有质轻、隔绝性好、保护性强、形状稳定性好及易加工等特点, 价格低廉, 用途广泛, 近 20 年来在世界范围内得到很大发展^[1,2]。

第二相粒子的尺寸、数量和分布对铝合金产品的组织和性能有重要的影响。周年润等^[3]研究了多元弥散相对铝合金的强化作用。结果表明, 细小弥散的第二相粒子可钉扎位错和晶界, 抑制再结晶的发生, 提高材料的强度和韧性。张廷杰等^[4]发现在 7075 铝合金基体锻造过程发生完全动态再结晶的晶粒内存在高密度位错与弥散细小的第二相粒子缠结, 经多向热锻后材料性能显著提高^[5]。

对于生产超薄双零铝箔, 其厚度已低至 4~5 μm , 在轧制过程中, 当成品的厚度小于或接近其中第二相粒子尺寸时, 便易在粗大第二相粒子处产生针孔, 甚至导致断带^[6]; 因此第二相化合物的尺寸应控制在 1~5 μm 之间;

如果第二相粒子的尺寸过大, 在轧制的过程中, 较大第二相粒子所在的位置易于产生应力集中, 容易成为裂纹源, 形成针孔, 从而使成品铝箔的针孔率增加; 如果第二相粒子的尺寸过小, 由于第二相粒子对位错的钉扎作用, 大大的提高了坯料的加工硬化率, 对后续的轧制不利, 因此要合理的控制第二相化合物的尺寸。

关于塑性变形过程中第二相的演化过程, 前人进行了大量的研究^[7-14]。1998 年 O. Senkov 等^[15]最先在 Al-5.6%Fe 合金的塑性变形过程中发现 Al_3Fe_4 的室温溶解现象。F. C. Ma 等^[16]和王岩等^[17]对热变形过程中第二相的演化特征进行了研究, 认为第二相弯曲、扭折、切断, 最后球化溶解。H. Y. Zhang 等^[18]研究表明在变形断裂和溶解断裂的共同作用下, 针片状的第二相逐渐转化为球状。可见, 在强塑性变形过程中第二相的球化是一种普遍现象。

本工作主要研究 1235 铝合金超薄双零铝箔坯料轧制塑性变形过程中的第二相粒子的演化行为, 开展对大变形条件下的第二相粒子演化行为的研究, 从而达到控制材料组织结构, 优化轧制工艺来最终实现提高材料性能的目的。

1 实验

实验材料为 1235 合金, 经熔炼、熔体除渣、除气后铸轧成厚度为 6 mm 左右铸轧卷, 冷轧至厚度为 2.55

收稿日期: 2015-04-18

基金项目: 国家高技术研究发展计划 (“863”计划) (2013AA030803); 云南省应用基础研究重大项目 (2013FC010)

作者简介: 谭国寅, 男, 1986 年生, 硕士, 昆明冶金研究院, 云南 昆明 650031, 电话: 0871-65161868, E-mail: tanguoyin@163.com

mm 左右的超薄双零铝箔坯料。在 2.55 mm 坯料上用线切割机切下一薄片，机械减薄至 0.1 mm 厚，再冲裁出直径为 3 mm 的小圆片，再进行双喷减薄，液氮冷却至温度为-30 ℃，电解液为 10%的高氯酸和 90%的冰醋酸混合液，双喷电解减薄仪的电压：50 V，电流：30 mA。在型号为 JEM-2100 的透射电子显微镜下观察薄膜试样，其加速电压为 200 kV。

2 结果与分析

2.1 第二相粒子的微观形貌

图 1 为不同厚度的铝箔中第二相化合物形貌。从图 1 可知，在 1235 工业纯铝铸轧生产的铝箔坯料组织具有明显的第二相化合物。研究表明，铸轧坯料组织中主要存在的是 Al-Fe-Si 三元化合物^[19,20]，在 6 mm 厚铸轧板中的第二相粒子形貌较规则并且为块状，如图 1a 所示。由衍射花样分析图 1b 可知，第二相粒子是三元相 Al₃FeSi₂ 的衍射花样。当轧制到 2.55 mm 时，第二相粒子的微观形貌由块状变为条状(图 1c)，且第二相粒子的附近聚集有很多细小的颗粒如图 1d 所示。经历轧制变形后，第二相粒子的尺寸逐渐减小。在 6 mm 铸轧板中基本观察不到小颗粒的第二相粒子，而在 2.55 mm 加工态样品中细小的第二相颗粒数量显著增多。颗粒形状为球形，尺寸为 20~30 nm，并且在长条状第二相粒子周围富集。

2.2 第二相粒子演化行为

在轧制变形过程中，块状第二相粒子如图 2a 所示，由于受到轧制剪应力的作用会被逐渐拉长，形成长条状的第二相粒子如图 2b 所示。随着轧制过程的继续，第二相粒子内部产生的位错密度将显著增加。同时由于基体中的第二相粒子对位错滑移的钉扎作用，将在第二相粒子内部产生强大的内应力。在内应力的作用下，拉长的第二相粒子边缘会首先出现脱落的第二相粒子如图 2c 所示，并且脱落的第二相粒子呈球形。当第二相粒子中累积的内应力达到一定程度后，第二相粒子中被钉扎的位错会重新开始滑移并横穿整个第二相粒子，最终导致块状第二相粒子断裂成独立的第二相粒子。

在轧制变形过程中，应力会使第二相粒子的自由能增大，进而打破材料内部各相的能量平衡。因为在轧制变形过程中，变形区域中会产生很大的内应力。在内应力的作用下材料内部产生大量位错及晶格畸变，同时原子间距和离开理想晶体平衡位置的原子位移变大，使得材料内部的晶格畸变能显著增加。根据固态相变热力学条件，两相的自由能差越大，对相变越有利。当轧制变形量达到满足固态相变的热力学条件时，在块状第二相粒子边缘的细小第二相颗粒会逐渐溶解、球化如图 1d 所示。在轧制变形过程中，由于基体中的位错运动在粗大第二相粒子周围受阻，将给第二相粒子以强大的应

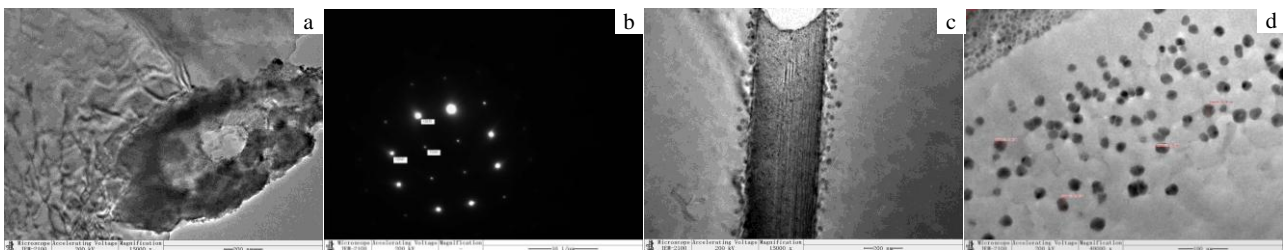


图 1 不同厚度的铝箔中第二相化合物形貌

Fig.1 Morphologies of secondary phase particles in different thickness of aluminum foil: (a) 6 mm cast-rolled plate, (b) selected area electron diffraction pattern, (c) 2.55 mm cold rolled plate, and (d) 2.55 mm cold rolled plate

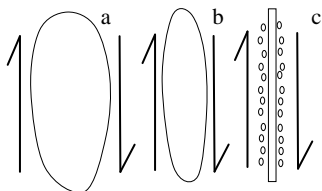


图 2 轧制变形过程中第二相粒子演化示意图

Fig.2 Sketch of secondary phase particles evolution during rolling process: (a) bulk secondary phase particles, (b) elongated secondary phase particles, and (c) secondary phase particles dropped and spheroidized

力，第二相粒子在该应力的作用下从基体脱落，并在温度和表面张力的驱动力作用下，脱落的第二相粒子从边界开始溶解、球化，逐渐回溶至基体。

第二相粒子的溶解、球化与溶质原子的扩散行为相关。在轧制变形过程中产生了大量高密度的位错及空位等晶体缺陷，为溶质原子的扩散提供了众多高速率扩散通道。同时缺陷的产生也增大了溶质原子的扩散系数，有利于扩散的进行。轧制过程中剧烈塑性变形区中产生的局部温升，也有利于扩散的进行。因此，导致第二相颗粒球化的原因主要是扩散作用。

3 结 论

1) 随着轧制过程的进行, Al-Fe-Si 第二相粒子的形状由块状变为长条状, 并且在长条状第二相粒子周围富集了球形的第二相颗粒, 尺寸为 20~30 nm。

2) 随着轧制过程的进行, 粗大块状第二相粒子在轧制剪应力的作用下被拉长。当粗大块状第二相粒子累积的剪应力超过基体强度后, 小颗粒第二相粒子从基体上脱落, 并富集在粗大第二相基体周围。

3) 导致脱落第二相颗粒溶解、球化的原因主要是扩散作用, 高密度的位错及空位等晶体缺陷是主要的扩散通道。

参考文献 References

- [1] Mao W M, Yang H. *Materials Review*[J], 2005, 19(9): 1
- [2] Feng Z S, Chen J J, Xu B N *et al. Electronic Components and Materials*[J], 2001, 20(5): 30
- [3] Zhou Nianrun(周年润), Hu Zhenqing (胡振青), Chen Kanghua(陈康华) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(9): 1615
- [4] Zhang Tingjie(张廷杰), Zhang Xiaoming (张小明), Tian Feng(田 锋) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2001, 30(5): 335
- [5] Zhang Xiaoming (张小明), Zhang Tingjie(张廷杰), Tian Feng(田 锋) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2003, 32(5): 372
- [6] Dai Q W, Zhang D F, Chen X *et al. Advanced Materials Research*[J], 2014, 884: 308
- [7] Allen C, O'reilly K, Cantor B *et al. Progress in Materials Science*[J], 1998, 43(2): 89
- [8] Kalu P N, Zhang L. *Scripta Materialia*[J], 1998, 39(2): 175
- [9] Murayama M, Horita Z, Hono K. *Acta Materialia*[J], 2001, 49(1): 21
- [10] Chinh N Q, Illy J, Kovács Z *et al. Materials Science Forum*[J], 2002, 396-402: 1007
- [11] Gao N, Davin L, Wang S *et al. Materials Science Forum*[J], 2002, 396-402: 923
- [12] Heason C P, Prangnell P B. *Materials Science Forum*[J], 2002, 396-402: 429
- [13] Oh-Ishi K, Hashi Y, Sadakata A *et al. Materials Science Forum* [J], 2002, 396-402: 333
- [14] Tsuji N, Ito Y, Nakashima H *et al. Materials Science Forum*[J], 2002, 396-402: 423
- [15] Senkov O, Froes F, Stolyarov V *et al. Nanostructured Materials*[J], 1998, 10(5): 691
- [16] Ma F C, Lu W, Qin J *et al. Materials Science and Engineering: A*[J], 2006, 416(1): 59
- [17] Wang Yan(王 岩), Shao Wenzhu(邵文柱), Zhen Liang(甄良). *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2011, 21(2): 341
- [18] Zhang H Y, Zhang S H, Cheng M *et al. Materials Characterization*[J], 2010, 61(1): 49
- [19] Zhang Jing(张 静), Pan Fusheng(潘复生), Zuo Rulin(左汝林) *et al. Chinese Journal of Nonferrous Metals* (中国有色金属学报)[J], 2006, 16(8): 1394
- [20] Zhang J, Pan F, Zuo R *et al. Journal of Materials Processing Technology* [J], 2008, 206(1): 382

Evolution Behavior of Secondary Phase Particles in 1235 Ultra-thin Double Zero Foil Blank during Rolling Process

Tan Guoyin¹, Yue Youcheng¹, Yang Gang¹, Zhou Xian¹, Ma Ning², He Huigang², Yuan Rong²

(1. Kunming Metallurgical Institute, Kunming 650031, China)

(2. Yunnan Haoxin Aluminum Foil Co., Ltd, Kunming 650031, China)

Abstract: The evolution behavior of Al-Fe-Si secondary phase particles in 1235 ultra-thin double zero foil blank during rolling process was observed by TEM. The results show that bulk secondary phase particles are elongated under the shear stress during rolling process. Meanwhile many small spherical secondary phase particles are concentrated around the elongated bulk secondary phase particles. The major reason for secondary phase particles dissolution and spheroidizing is diffusion process. In addition, crystal defects such as high density dislocations and vacancies are the main channels of secondary phase particles dissolution.

Key words: 1235 ultra-thin double zero foil; Al-Fe-Si secondary phase particles; evolution behavior

Corresponding author: Tan Guoyin, Master, Kunming Metallurgical Institute, Kunming 650031, P. R. China, Tel: 0086-871-65161868, E-mail: tanguoyin@163.com