

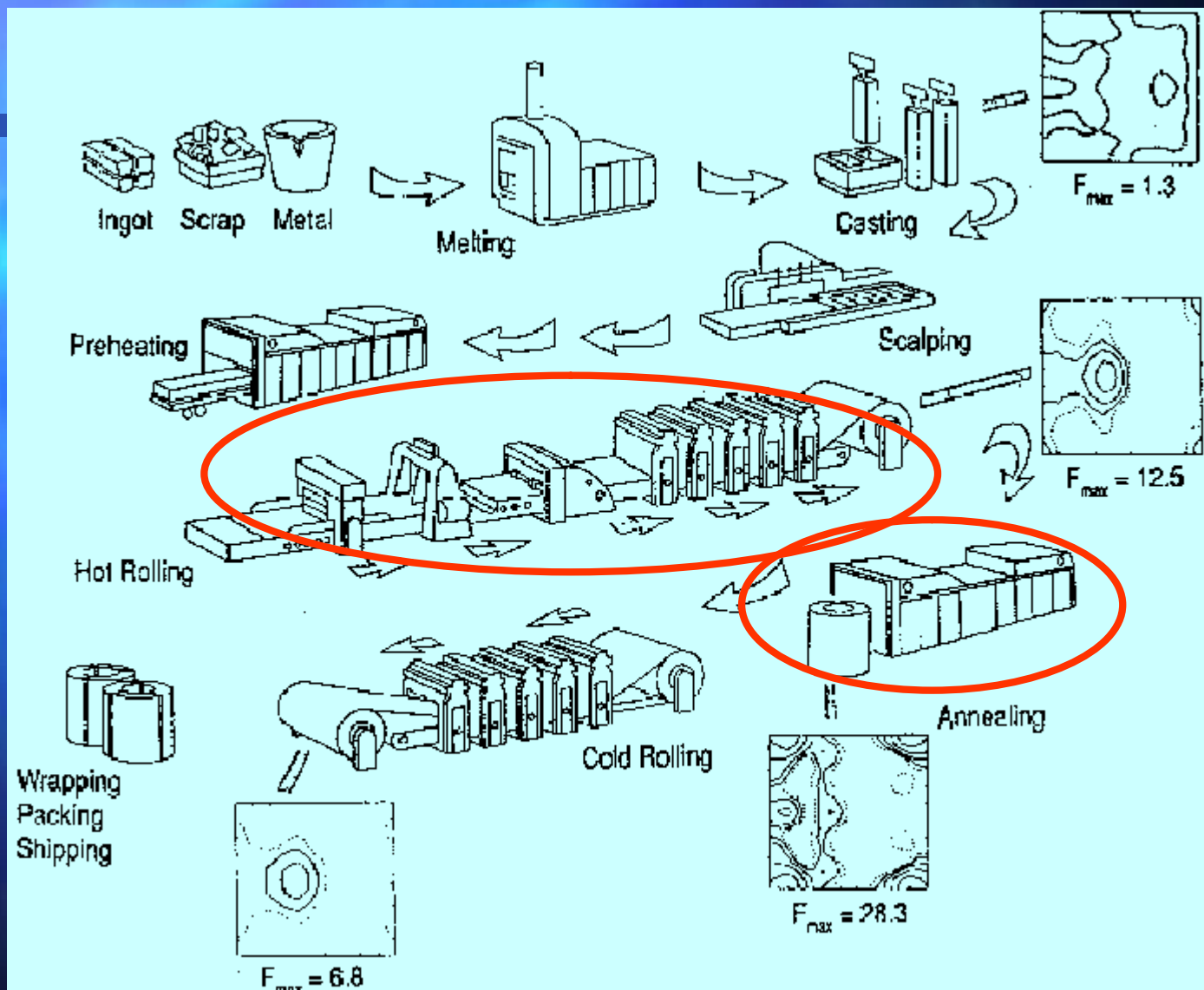
第九章

回复和再结晶

引言

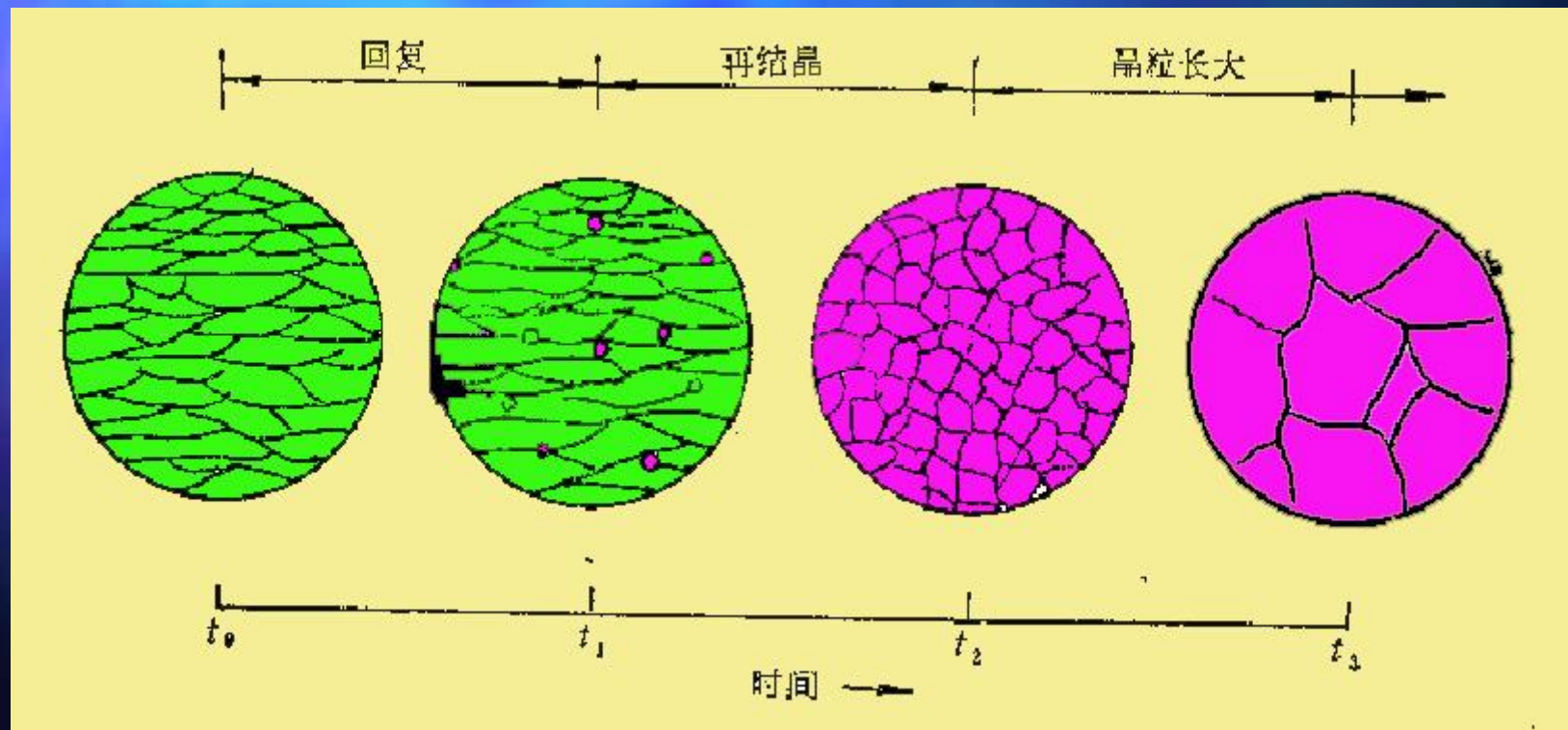
学习的意义:

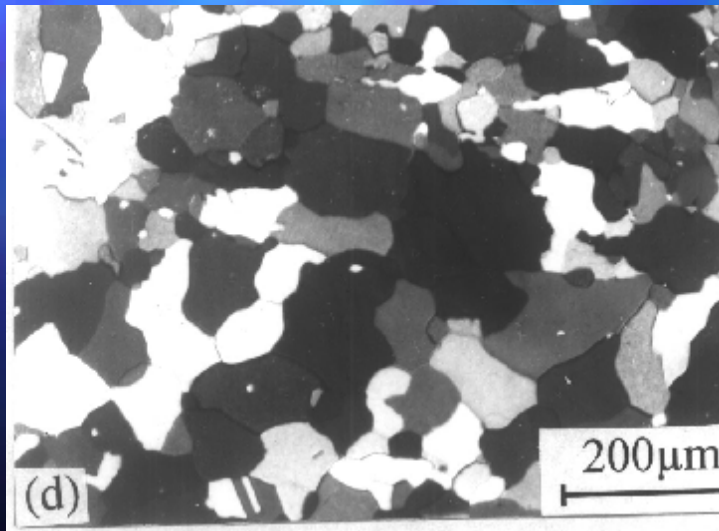
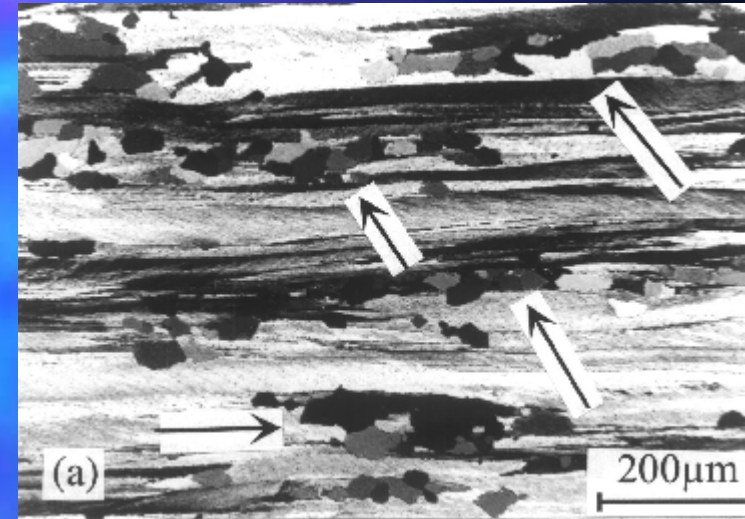
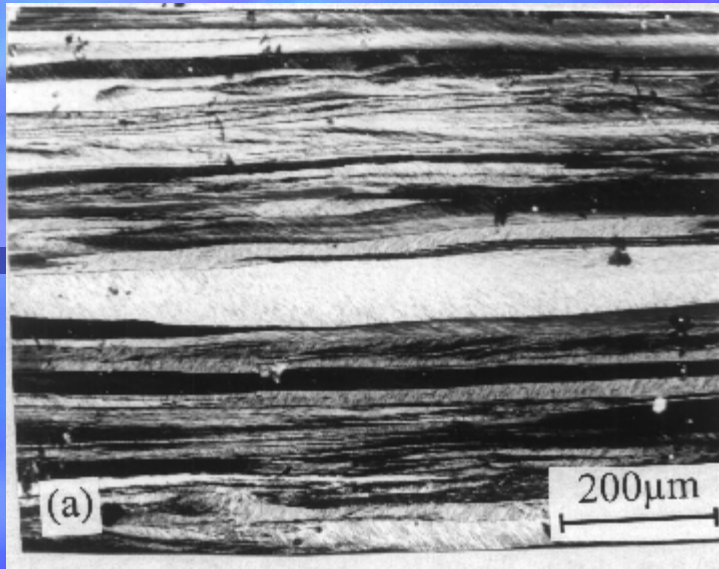
•基本生产过程;



- 特殊的组织、性能变化规律;

退火过程三个阶段:





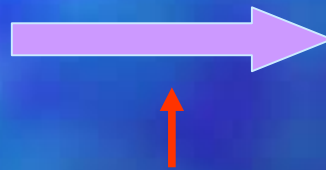
例：形变铝合金形变、再结晶形核和再结晶完毕后的组织/350°C。

发生的原因:

- 金属形变后的变化;
- 热力学不稳定性;

储存能主要依附于点缺陷、位错和层错等形式的缺陷而存在于晶体中。储存能的数值并不大(约几十到几百J/mol),

热力学不稳定



向低能状态转变

动力学条件控制

温度、加热速度、材料本身性质等

- 与相变的异同点: 没有晶体结构变化; 驱动力不是化学位差;

本章涉及内容:

冷加工后退火时的回复、再结晶、长大;
热加工过程的动态回复和动态再结晶;

- 回复时的基本特征、组织变化、性能变化、动力学过程表征;
- 再结晶时组织变化的基本规律、形核、长大机制、动力学过程、与脱溶的交互作用、取向变化;
- 连续及不连续式的长大的现象、原因及利用;
- 热加工过程组织变化原因、判别及利用;

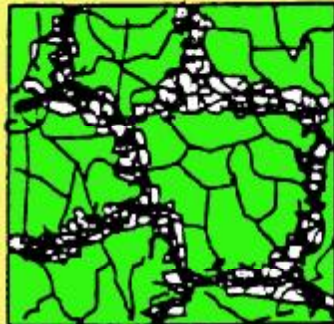
9.1 回复

要点:

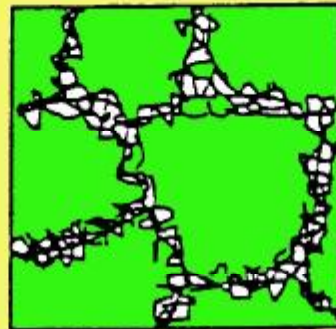
回复阶段不涉及大角度晶面的迁动;
通过点缺陷消除、位错的对消和重新排列来实现的;
过程是均匀的。



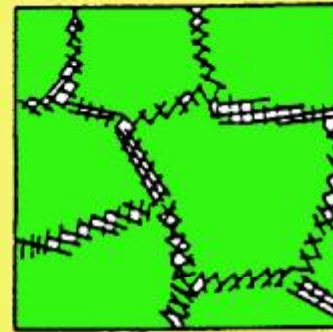
(a) 位错缠结



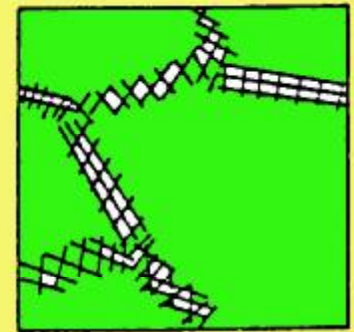
(b) 位错胞结构



(c) 胞内位错对消



(d) 形成亚晶



(e) 亚晶长大

过程示意

随着组织结构的变化，物理和机械性能也有变化，它们向着未形变前的值变化。因回复过程在光学镜下难以直接观察到，要用特殊方法测量：

研究方法

- ①量热法，测量回复时放出的储存能；
- ②电阻法，测量回复过程电阻的减小量；
- ③测量回复过程硬度或流变应力的降低量；
- ④测量回复过程位错密度的减小以及位错排列结构的变化；
- ⑤测量因形变而使X射线谱线的宽展和在回复过程中锋锐化程度；

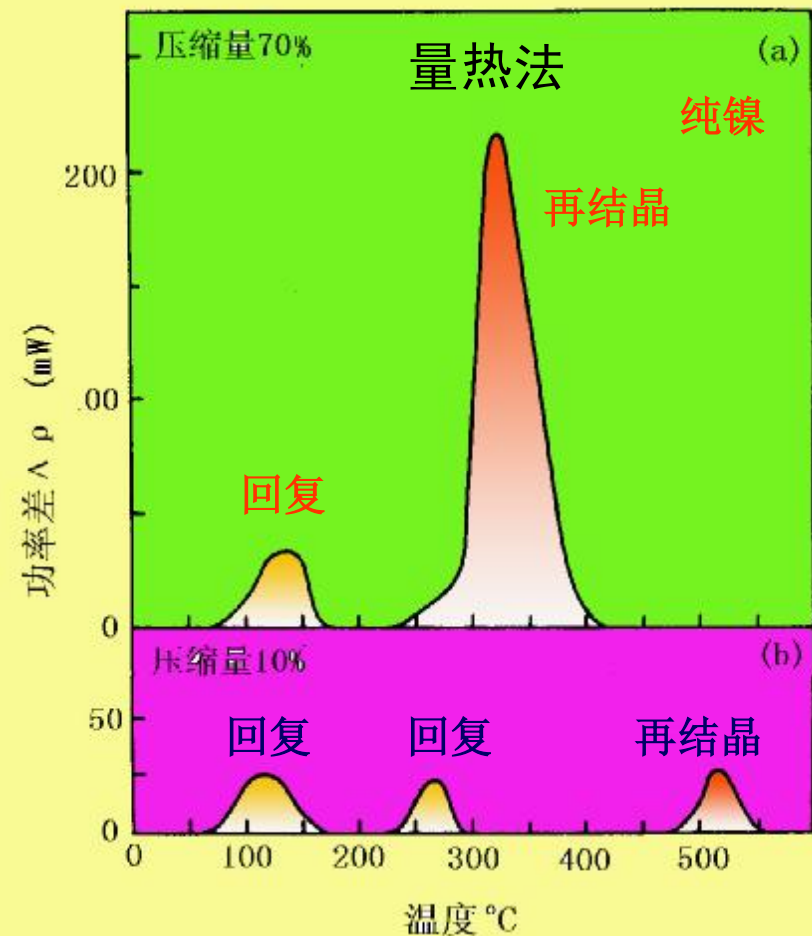
9.1.1 储存能的释放

储存能释放量及释放过程动力学是了解回复过程的重要信息。

方法：用高灵敏度示差量热计直接测量释放的储存能量。

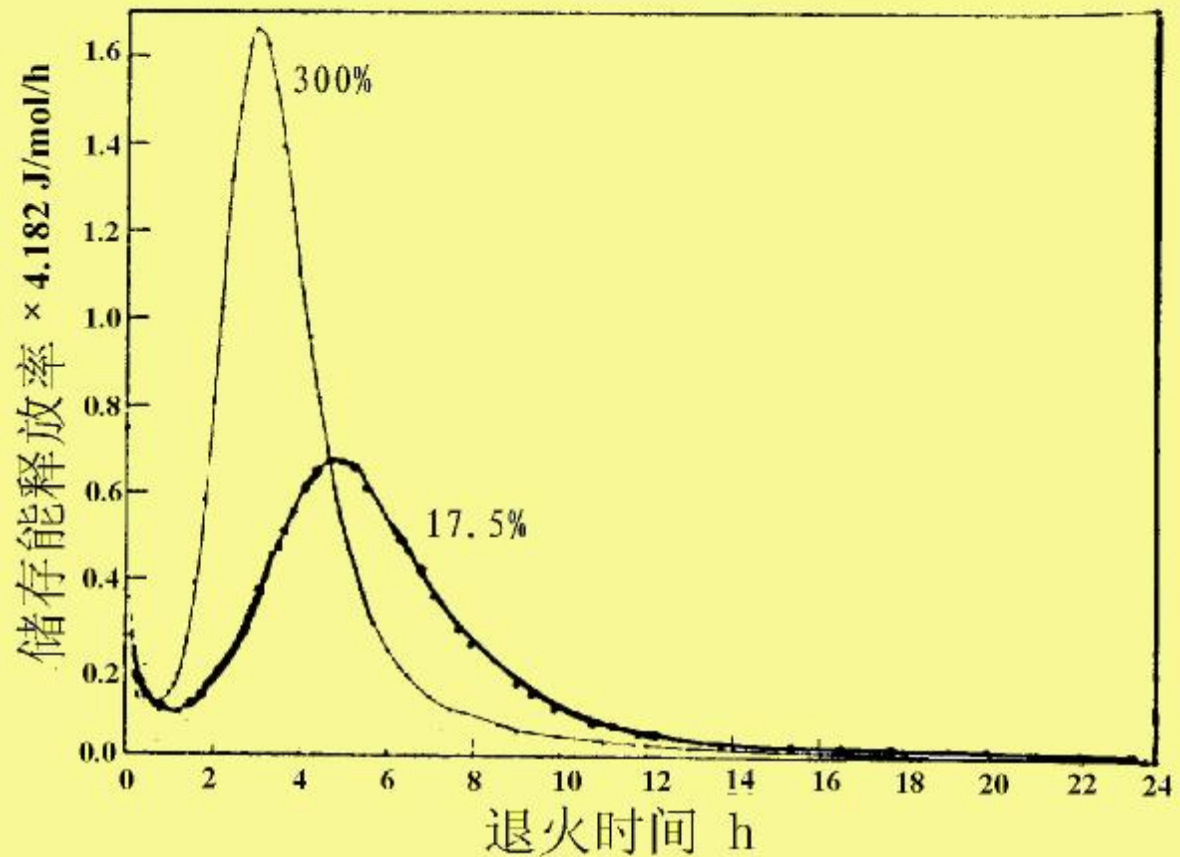
测量形变及未形变试样在相同升温速度加热时的功率差间接测量释放的储存能量。

曲线下的面积正比于释放能量。
低形变量试样：3个释放能量峰。
低温的2个峰对应回复，和空位消失有关。高温峰对应再结晶。
回复释放的总能量大于再结晶释放的能量。
高形变量试样：2个峰。发生再结晶的温度比低形变量试样低得多。低温峰对应回复，原来在低形变量试样看到的第二个回复峰和再结晶峰重叠。



纯铜经两种不同拉伸应变(真应变分别为0.28和0.16?)
后等温退火时能量释放率随退火时间变化的关系。

低形变试样再结晶出现的时间比高应变的迟。回复过程只释放少量的能量,且它不因形变量不同而有很大差异,而低形变量试样释放的总能量比高形变量试样低。



回复（再结晶）的影响因素

低形变量试样总储存能少，大部分储存能在回复阶段释放，只有小部分供作再结晶的驱动能，再结晶在较**高**的温度下发生。

高形变量试样的总储存能高，在回复过程只释放其中一小部分，大部分供作再结晶的驱动能，再结晶在较**低**温度下发生。

杂质可延缓空位的消除。杂质原子还可钉扎位错，阻止形变时的动态回复，提高储存能，从而加速退火时的回复，延缓再结晶。一般来说，纯度越高，再结晶开始的温度越低。

层错能越低，位错攀移或交滑移离开原滑移面越困难，这样回复释放能量所占的分数就越少。

退火温度高，在回复很短时间后就出现再结晶。退火温度低，则再结晶出现的时间推迟。

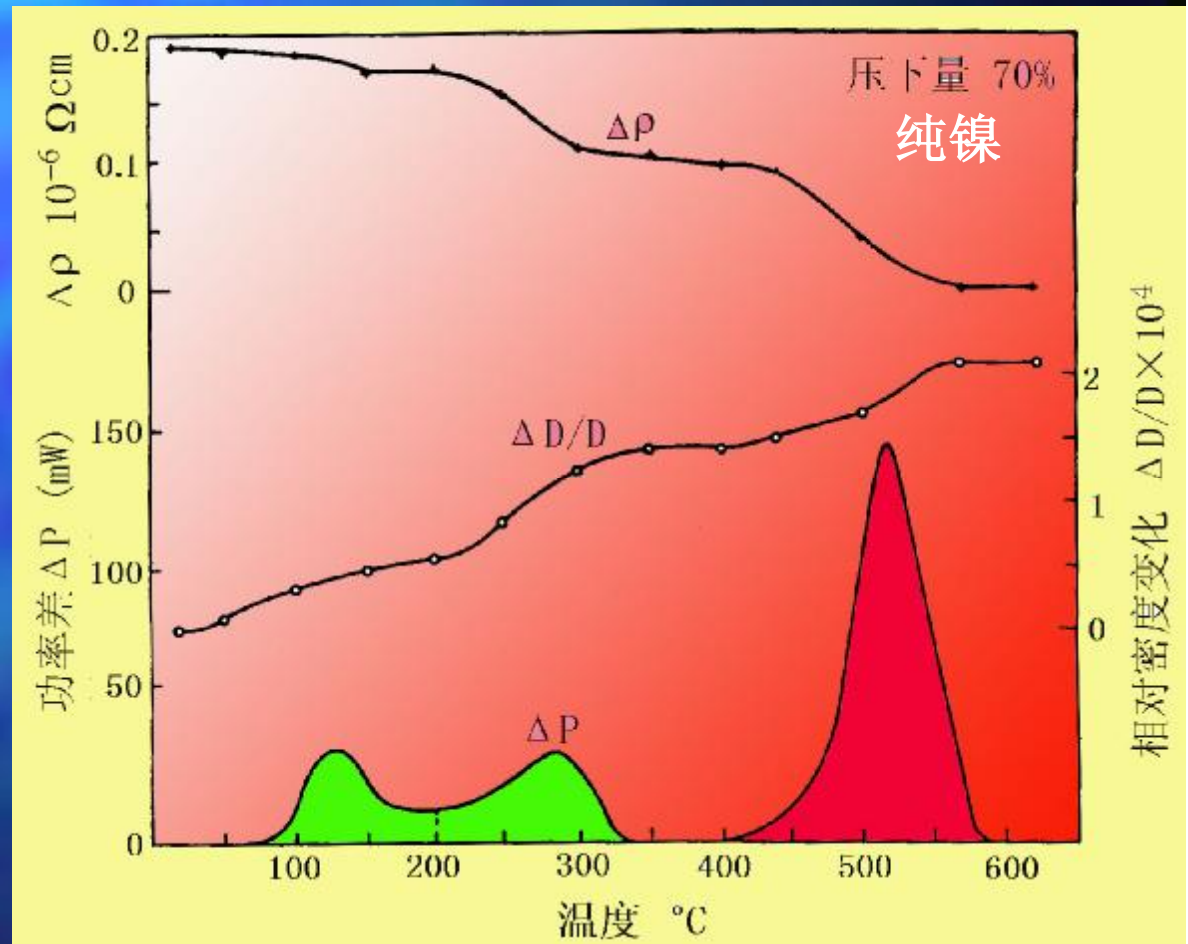
形变量越大，出现再结晶时间越早，再结晶所释放的能量所占的比例也越大。

9.1.2 电阻和密度的回复

金属经冷变形后，产生空位、位错和层错等晶体缺陷，电子定向流动时被这些缺陷散射而使电阻增加。

连续加热情况

两个回复储存能释放峰的位置，电阻率和密度都有明显的变化，表现为电阻率降低和密度增加。



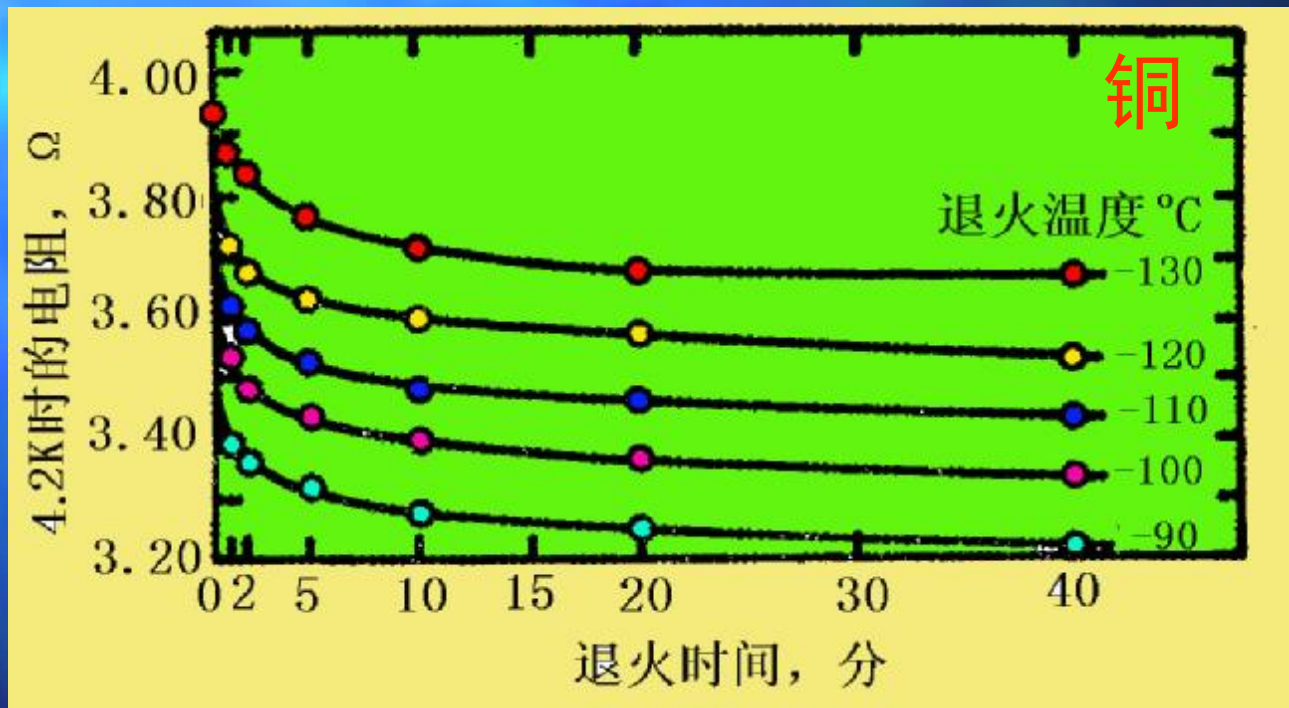
缺陷消除机制很多，不同机制所需激活能不同，它们发生的温度范围也不同。范布伦（Van Buern）分析经辐射和形变的铜和金退火的大量研究资料，对退火过程电阻率回复所对应的机制归纳。

表 9-1 铜和金电阻率回复的基本过程

基本过程	阶 段	温 度 范 围 /K	激活能/eV	过程的基本机制
回复： 点缺陷消失	I	30~40(0.03 T_m)	0.1	间隙原子-空位对重新结合
	II	90~200[(0.1~0.15) T]	0.2~0.7	间隙原子迁移
	III	210~320[(0.16~0.20) T_m]	0.7	空位迁移到阱, 空位对迁移
回复： 多边形化	IV	350~400[(0.27~0.35) T_m]	1.2	空位迁移到位错, 位错重新分布 (形成小角度界面)和部分消失
一次再结晶	V	400~500[(0.35~0.40) T_m]	2.1	位错攀移和热激活移动而部分消失以及形成大角度界面

*金属的纯度变化可改变过程的温度范围

等温退火时，在退火早期电阻率随时间延长急剧下降，后来变化缓慢，最终趋于一稳定值。不同温度退火，这一稳定值不同。退火温度越高，稳定值越低。



不同温度下电阻随保温时间的变化

9.1.3机械性能的回复

流变应力和**硬度**是位错**密度**和位错分布的**函数**，只有发生位错迁动时才会有机械性能的回复。

低温回复只涉及点缺陷的运动，机械性能几乎不变。

较高温度回复时，机械性能回复程度取决于金属的形变性质以及金属本身特征。**层状**性质塑性形变（如六方结构金属只在基面滑移，又如立方晶体单系滑移等）时，晶体没有严重局部点阵弯曲，不会发生再结晶，只能通过回复消除加工硬化。若塑性形变具有**湍流**性质（如多系滑移），特别是靠近晶界的复杂形变。这时晶体出现严重局部点阵弯曲区域，除在高温回复消除部分加工硬化外，只有在再结晶时才能消除全部加工硬化。

普遍的规律：形变量越大，塑性流变越具有湍流性质，回复退火使加工硬化消除的分数越小。高层错能金属中位错易交滑移和攀移，回复阶段位错可对消和重排，机械性能有一定程度的回复。低层错能金属中位错不易交滑移和重排，回复时机械性能回复少。

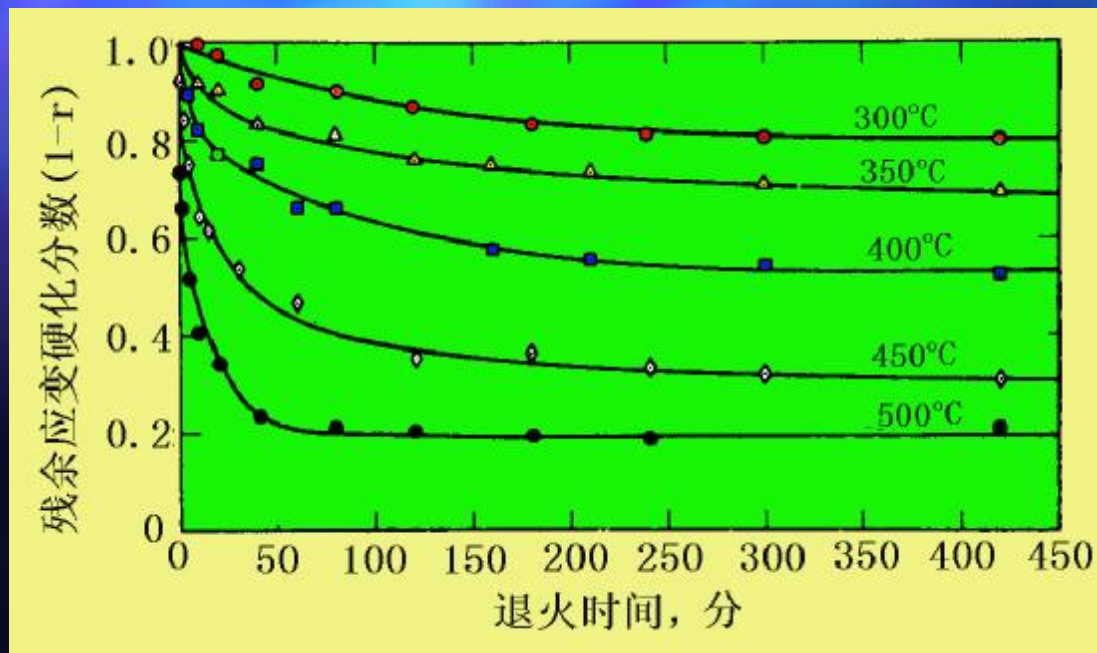
为描述机械性能回复程度，引入回复参数

回复过程的流变应力

$$r = (S_m - S_r) / (S_m - S_0)$$

未形变的流变应力

形变后的流变应力



r : 回复的分数,
 $1-r$: 残余硬化分数。

9.1.4 回复动力学

等温退火时电阻回复及机械性能回复都有相似的动力学特征，共同点是：无孕育期，开始阶段变化率最快，然后逐渐变慢，最后趋于零，性质回复到某一稳定的特征值。

I型动力学符合如下关系：

$$\frac{dr}{dt} = \frac{a}{t}$$

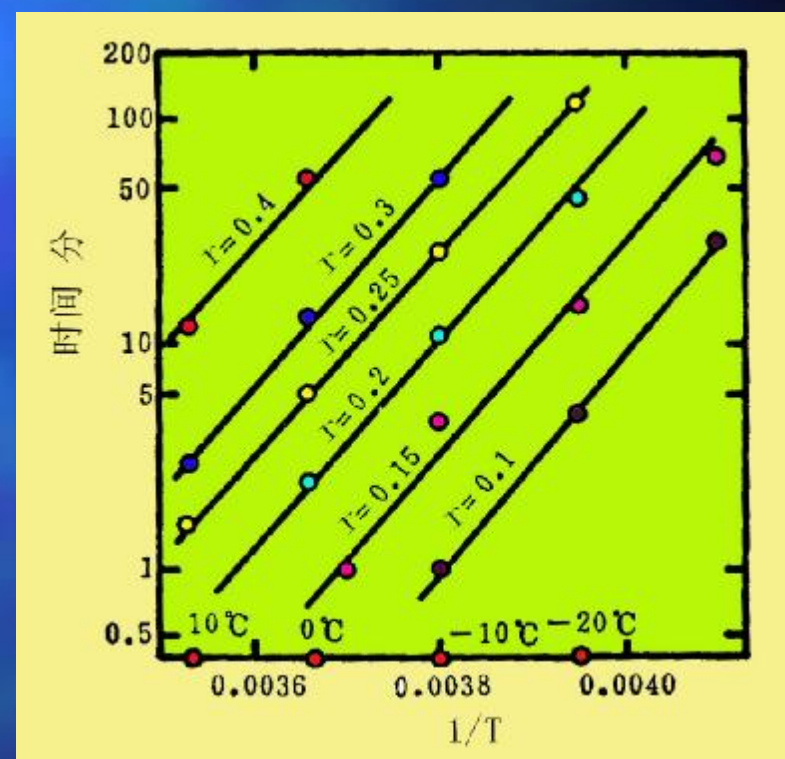
$$r = a \ln t + b$$

回复速率和温度有Arrhenius关系

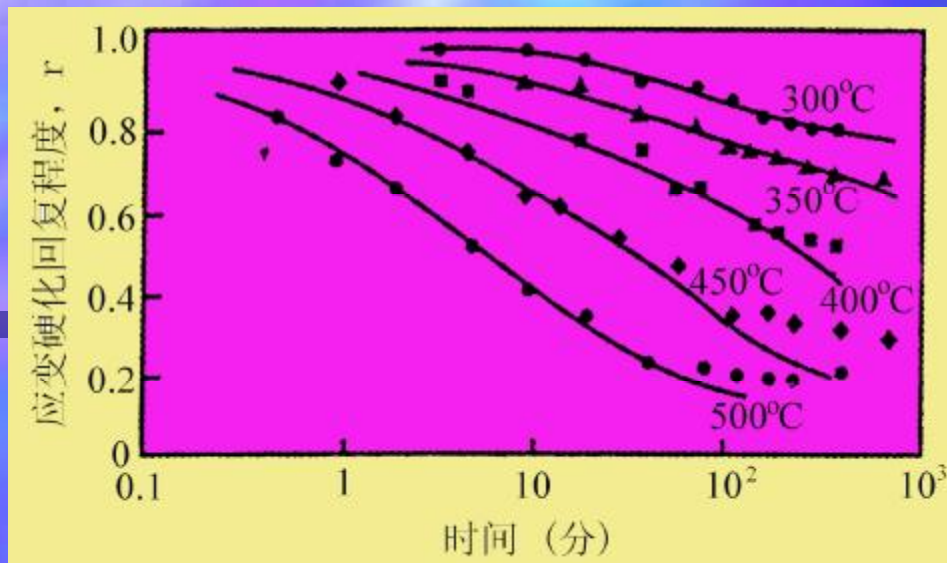
$$\frac{dr}{dt} = \frac{a}{t} = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

$$\ln \frac{dr}{dt} = \ln \frac{a}{t} = \ln A - \frac{Q}{RT}$$

以 $\ln(1/t)$ 对 $1/T$ 作图，得直线，直线斜率为 Q/R 。 求出激活能。



-50°C切变的单晶锌应变硬化回复到不同的 r 值所需时间与温度的关系



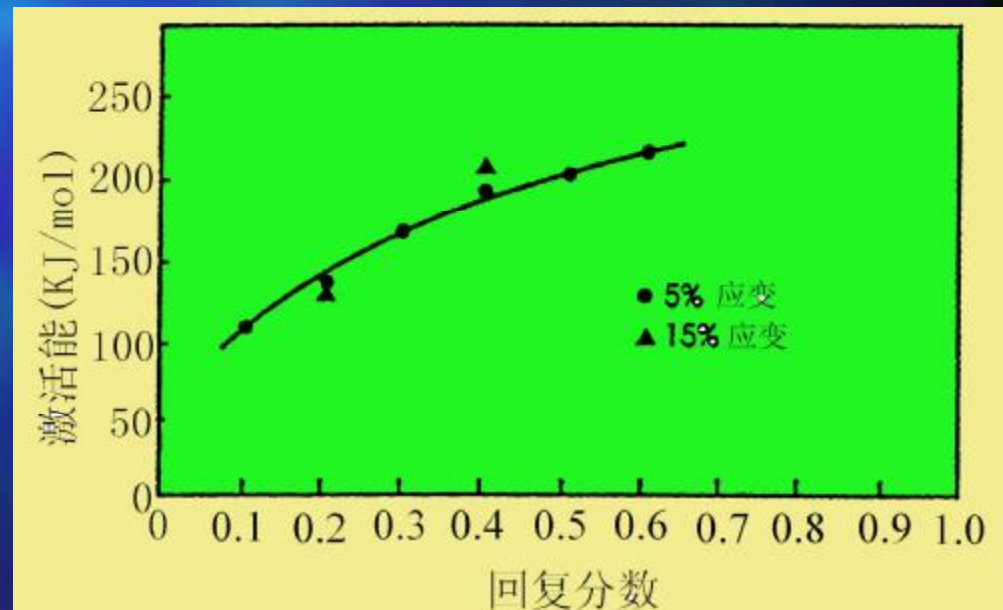
多晶铁0°C形变5%的回复动力学
(左) 应变硬化回复程度 r
与 $\ln t$ 间的函数关系;
(下) 回复激活能 Q 与回复
分数间的关系 (复杂
形变, 激活能变化);

II型回复动力学符合如下关系:

$$\frac{dr}{dt} = -c_1 r^m$$



$$r^{-(m-1)} - r_0^{-(m-1)} = (m-1)c_1 t$$

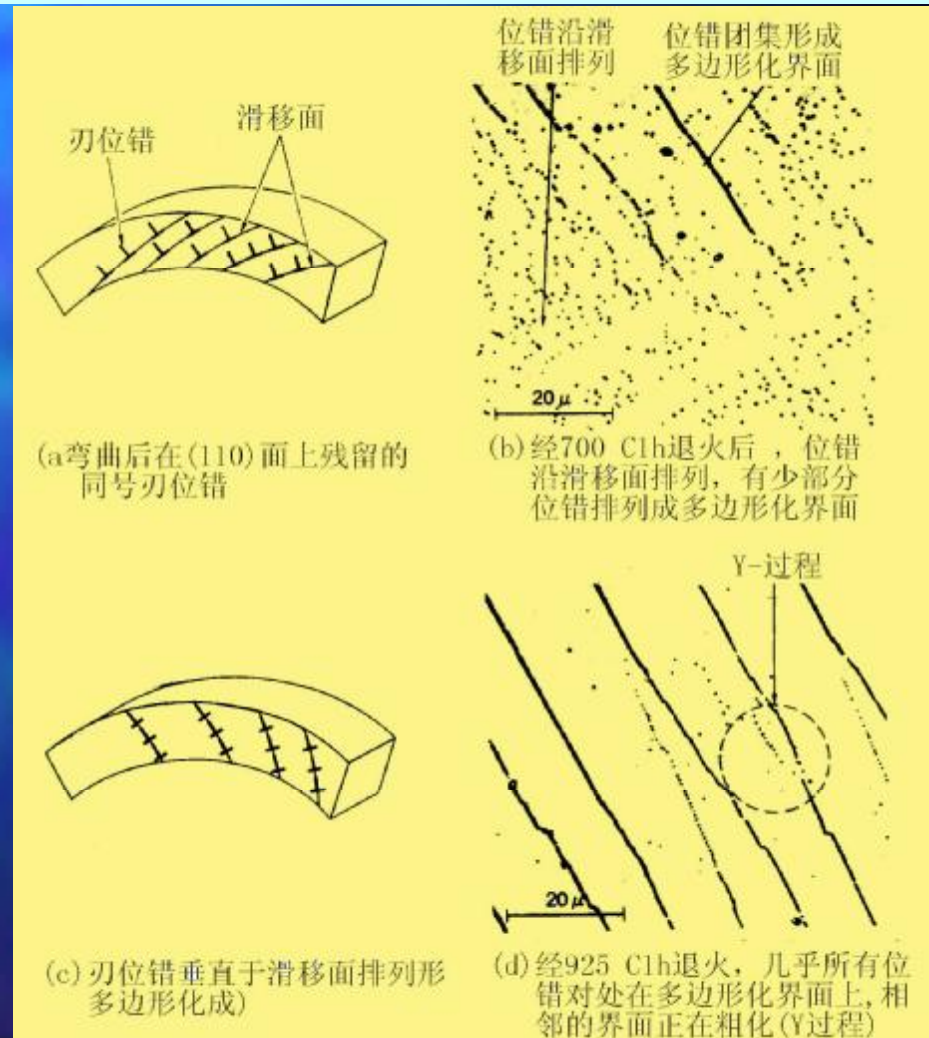


9.1.5 回复过程组织的变化

回复时空位迁动和消失是不会影响显微组织的，只有涉及位错迁动时才会影响显微组织。位错迁动和重排引起的显微组织变化主要是多边形化和亚晶形成和长大。

多边形化

起源于单晶体经一定程度弯曲后退火所发生的一种简单的显微组织变化。现泛指回复过程中有位错重新分布而形成确定的亚晶结构的过程。



亚晶形成

晶内位错胞，胞内位错密度低，胞间高位错密度的位错缠结构成的漫散胞壁。

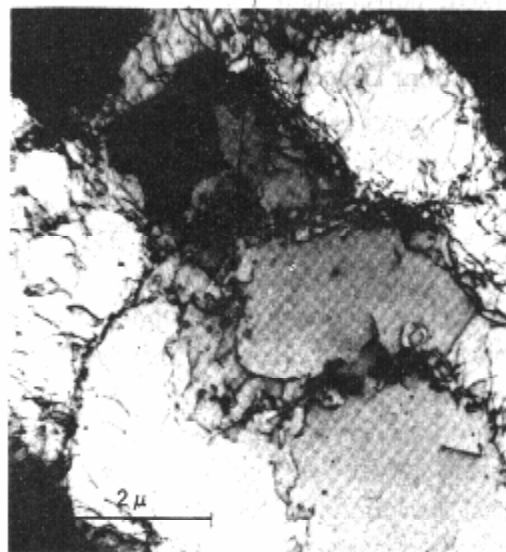


胞内位错变少，胞壁位错重新排列和对消，使胞壁减薄变锋锐，形成位错网络。



转化为亚晶（界）

位错缠结



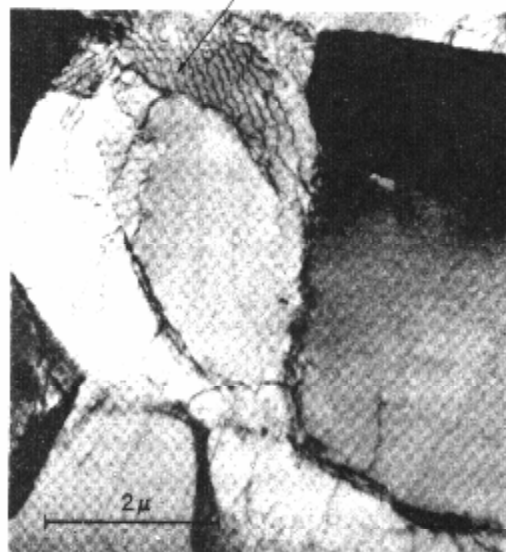
(a) 冷加工后的胞状结构，胞壁中含有高密度的位错缠结

位错平直化



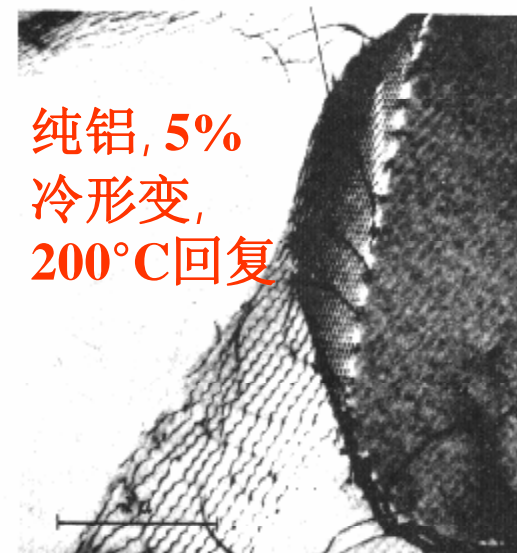
(b) 回复退火0.1h后，胞壁中的位错平直了一些

位错网络



(c) 回复退火50h后，在胞壁中的位错形成网络，亚晶伸长了

大的稳定网络



(d) 回复退火300h后，一些位错网络断开并连成更稳定的网络

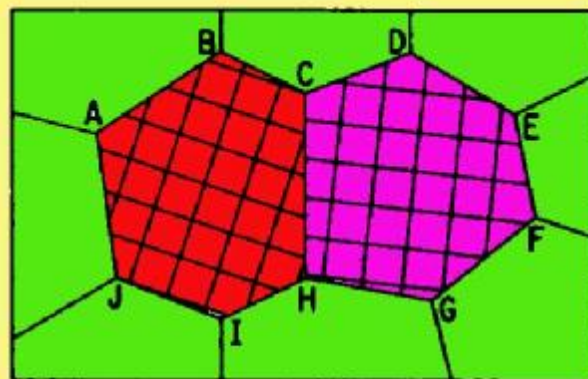
纯铝, 5%
冷形变,
200°C回复

•亚晶粗化和长大

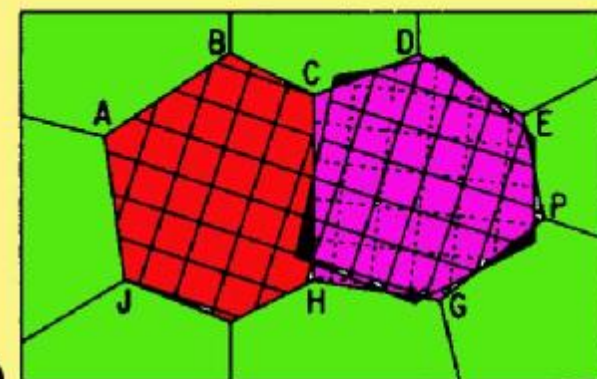
亚晶长大的驱动压力 $p = \sigma_s/R$;
亚晶长大速度是亚晶间取向差的函数。

存在多种模型：李振民；胡郇；J.J.Jones；

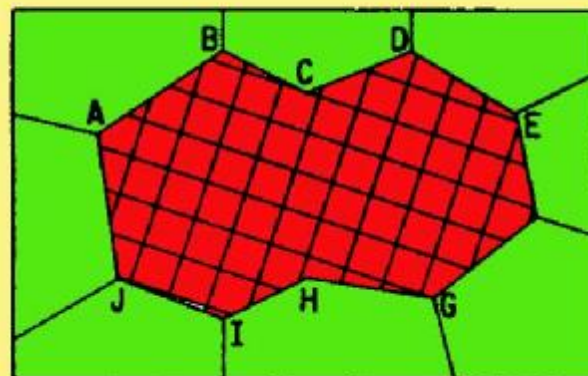
亚晶必须转动。
转动过程引起
原子从影线面
积沿界面扩散
到空白面积中
去。位错/空位
的协同运动。



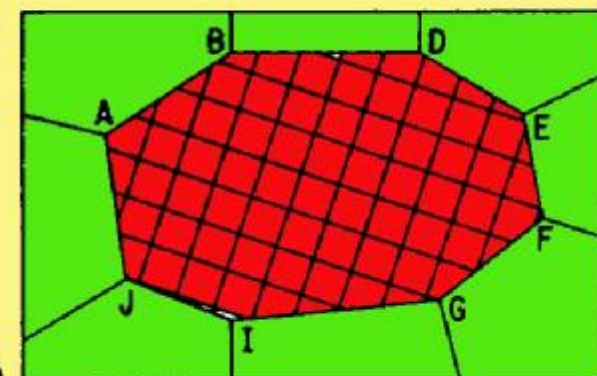
(a)



(b)

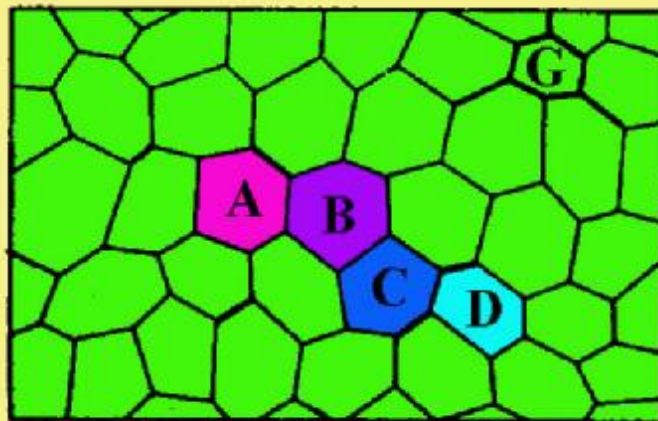


(c)

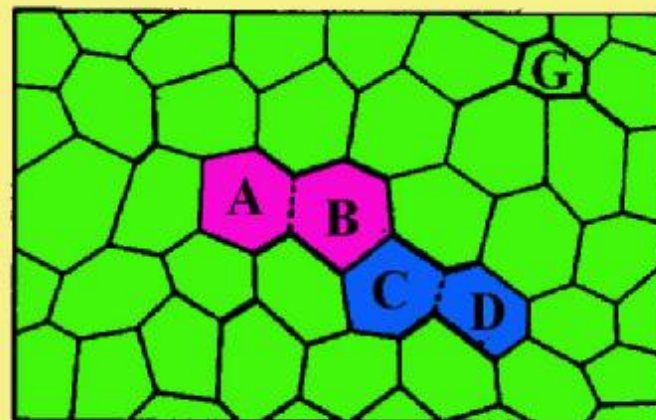


(d)

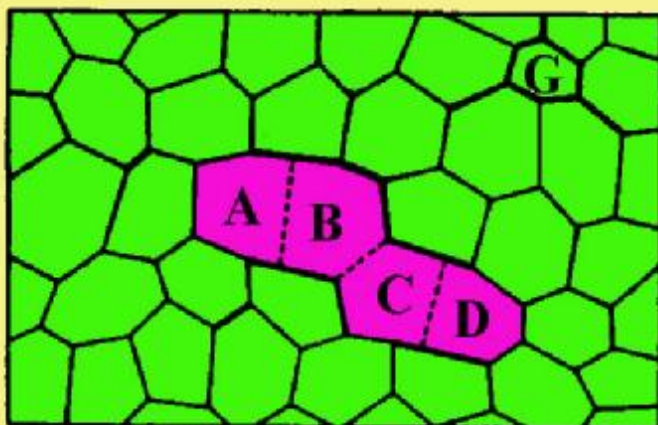
胡郁，冷轧Fe-Si单晶退火过程：显微带状区的亚晶聚合过程（再结晶晶核的形成）。



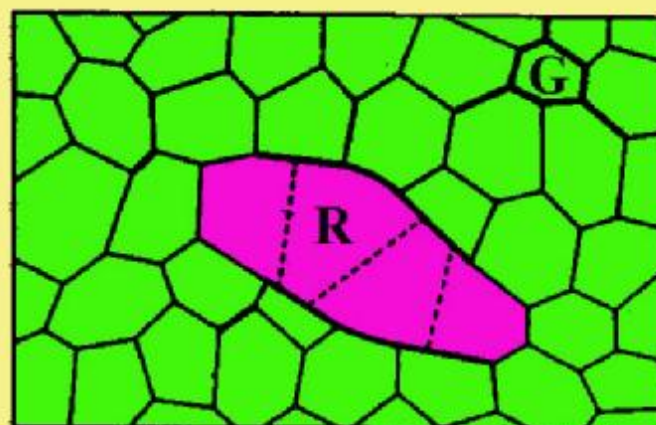
(a)



(b)



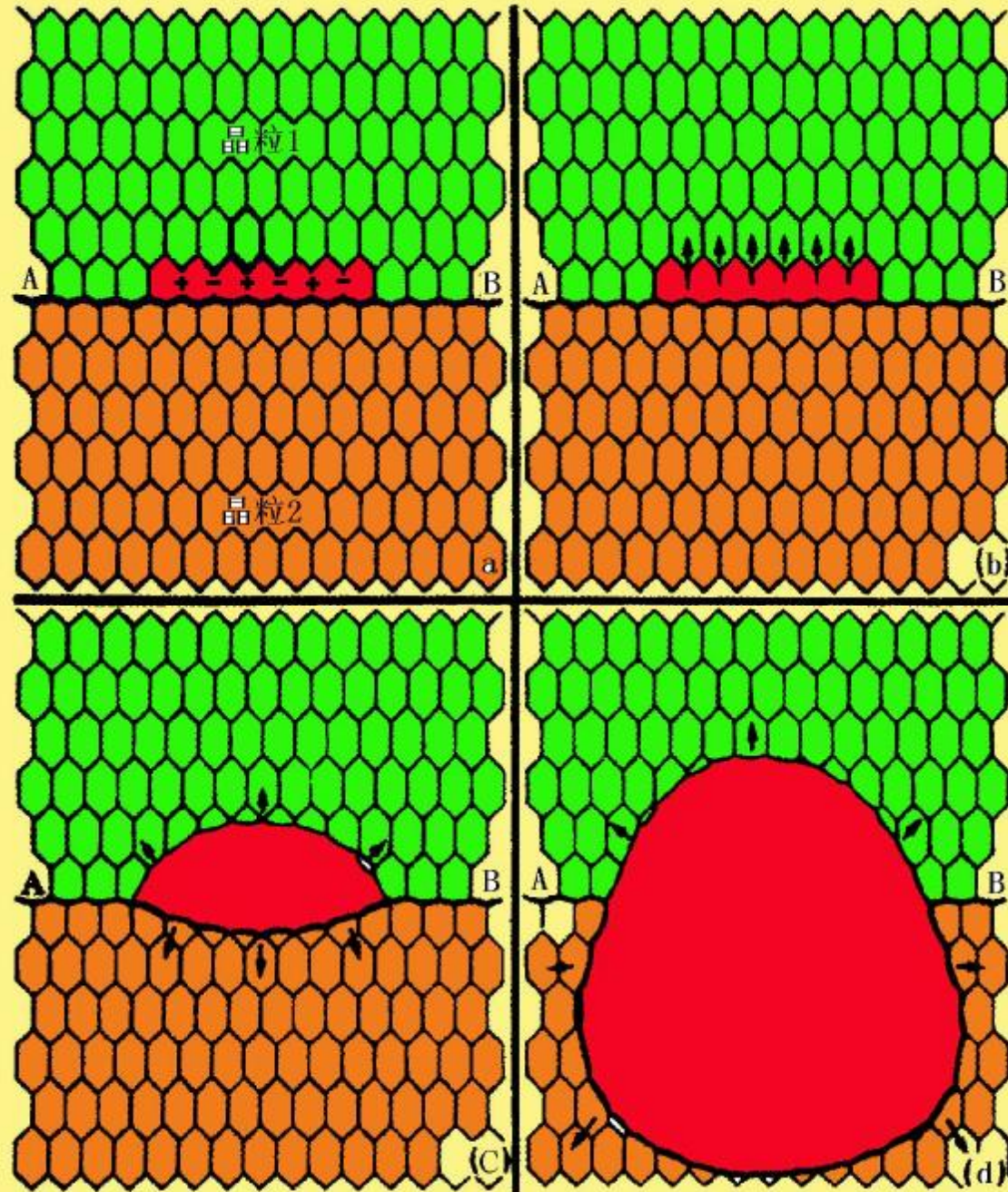
(c)



(d)

Jones等提出 另一个亚晶粗 化聚合模型

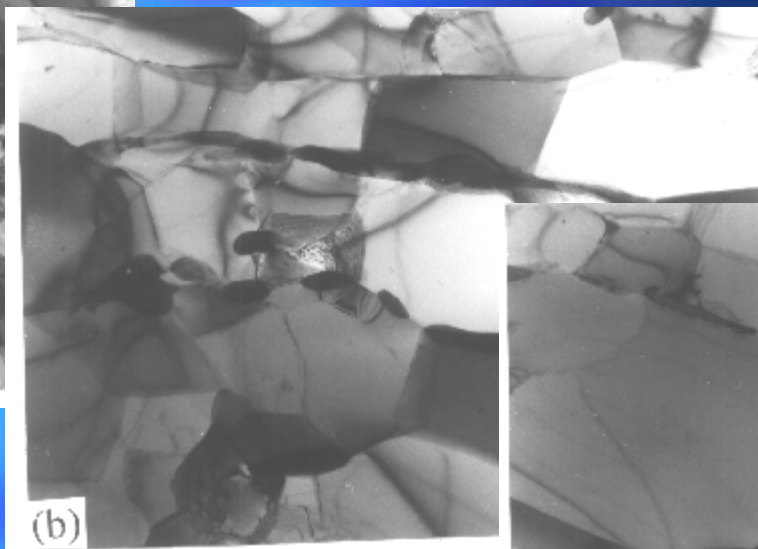
相邻的亚晶界中所含的是反号位错（错），通过位错的运动，这些亚晶很易和很快聚合，形成一个大的亚晶。



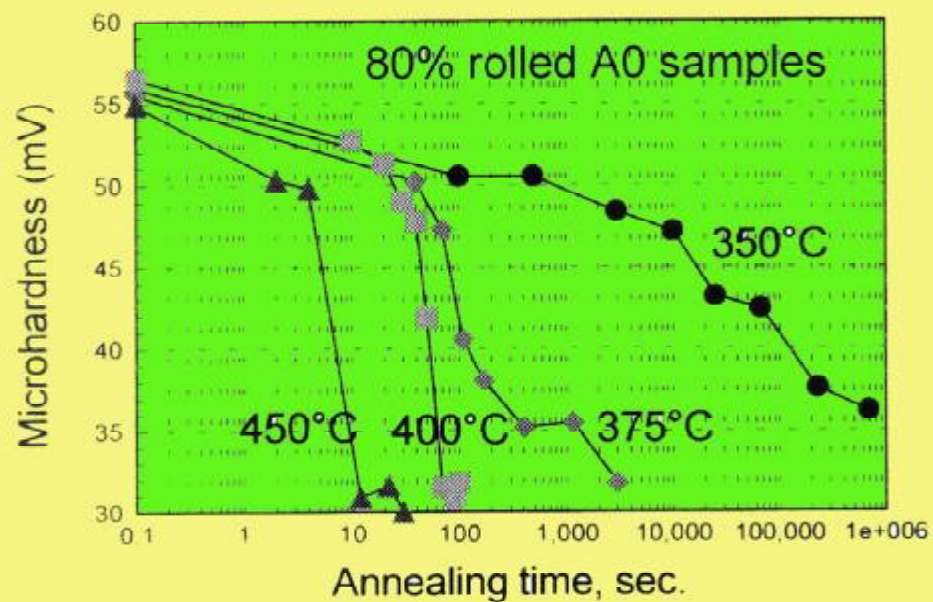
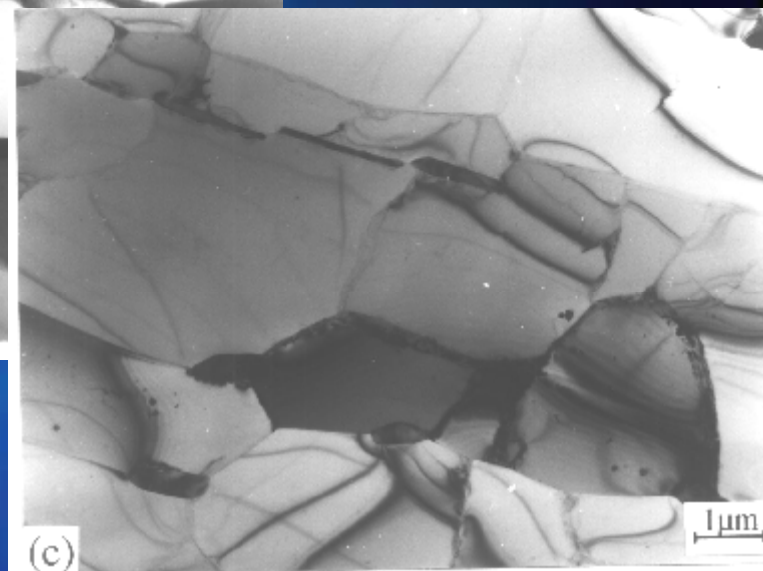


3days

14days



30days



Al-1.3%Mn合金80%轧后350°C退火
连续再结晶=回复

流变应力 σ 和亚晶尺寸 d 的关系:

$$\sigma = \sigma_0 + k_y d^{-m}$$

σ_0 和 k_y 是常数

对于冷加工态，胞壁是漫散的，这时 $m \approx 1$ 。
随着回复的进行，亚晶逐渐长大， m 值逐渐下降，最后降至0.5，
这时和大家所知的Hall-Petch公式相同。

9.2 再结晶

过程示意



本节课涉及：

- 1 再结晶时组织变化的基本规律、1 形核、长大机制、
- 1 动力学过程、1 与脱溶的交互作用、1 取向/织构变化；

再结晶驱动力：形变金属的机械储存能；

再结晶基本标志：晶核通过大角度界面迁动而长大；

再结晶与相变的关系：

都有形核、长大过程，有孕育期，相似的动力学方程；

本质区别：驱动力不同。相变驱动力是新/母相间的化学自由能差，而再结晶驱动力是形变金属的机械储存能。

相变必有一个临界温度，该临界温度是**热力学**意义的温度。

再结晶临界温度只是一个**动力学**意义的温度。

再结晶温度

对形变金属，从受形变开始就获得储存能，它立刻就具有回复和再结晶的热力学条件，原则上就可发生再结晶。温度不同，只是过程的速度不同罢了。所以，再结晶并没有一个热力学意义的明确临界温度。

人为定义了一个“再结晶温度：

在一定时间内（一小时）刚好完成再结晶的温度。
是一个动力学意义的温度。

形变量足够大时，一般纯金属的再结晶温度为 $(0.35 \sim 0.4) T_m$ 。

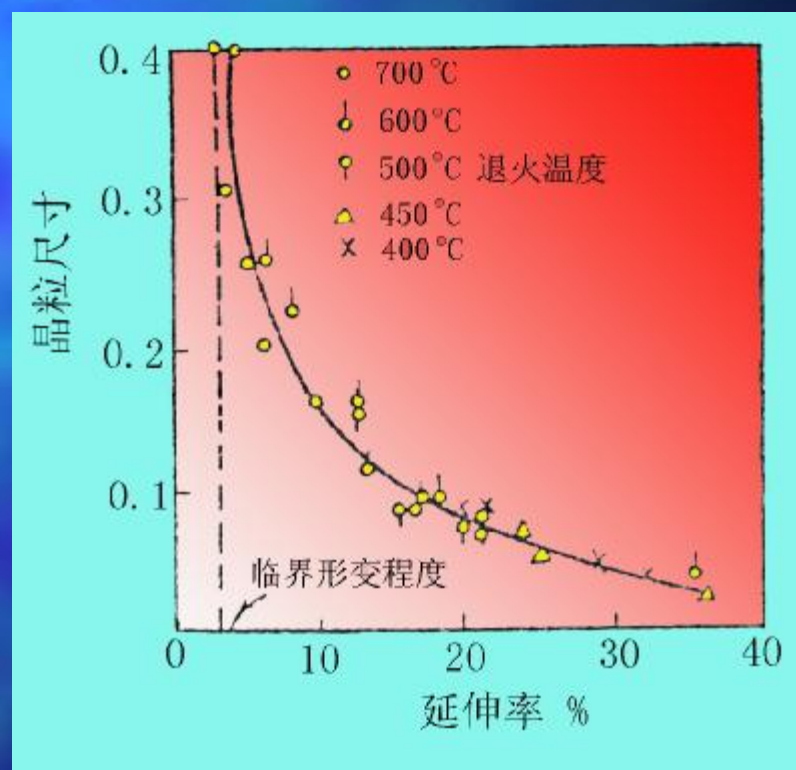
9.2.1 再结晶的基本规律

- (1) 需超过一最小形变量—— ε_c 。
- (2) 随 $\varepsilon \uparrow$, $T_{\text{再}} \downarrow$; 但当 ε 大到一定值后, $T_{\text{再}}$ 趋于一稳定值。
- (3) 再结晶刚完成时的 d 取决于 ε 而和 T 关系不大。
- (4) 原始 $d_0 \uparrow$, 要获得相同的 $T_{\text{再}}$ 的 ε 越大。
- (5) $T_{\text{def}} \uparrow$, 要获得相同程度的应变硬化所需的 $\varepsilon \uparrow$ 。
- (6) 新晶粒不会长入取向相近的形变晶粒中。
- (7) 再结晶后继续加热, $d \uparrow$ (此为长大问题)。

(1) 需超过一最小形变量—— ε_c 。
形变量过小，层状性质变形，只能回复。

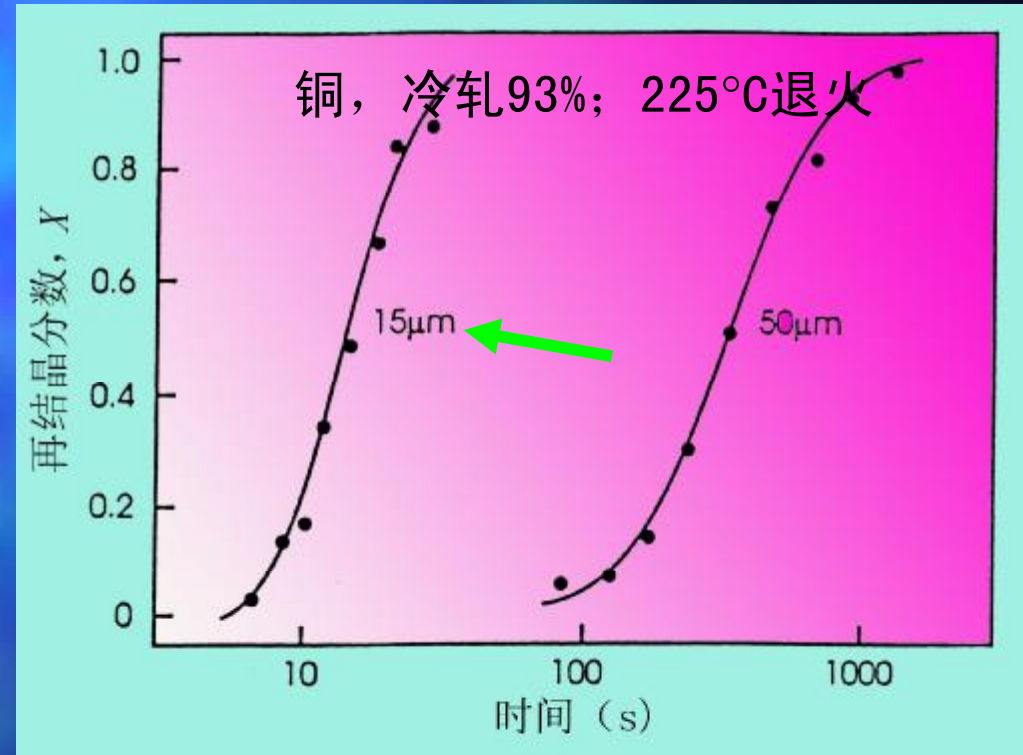
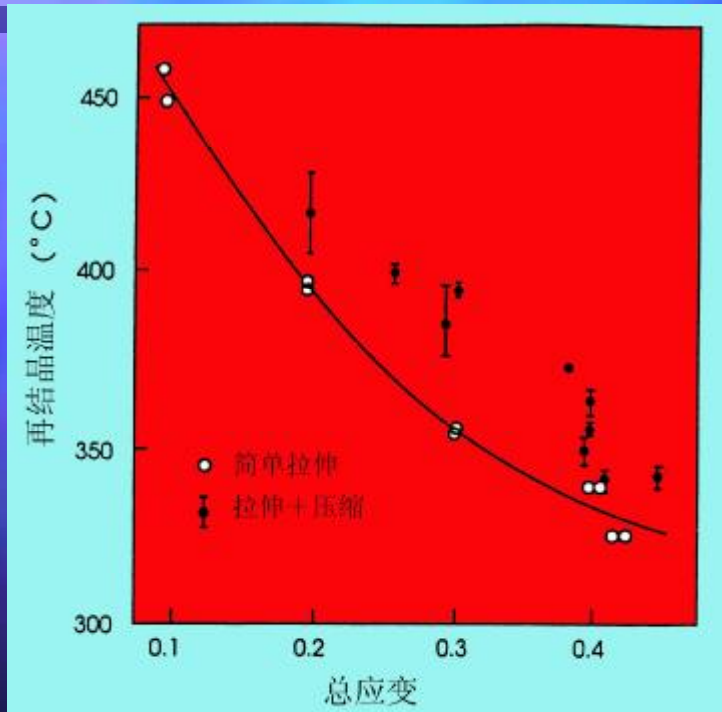
(3) 再结晶刚完成时的 d 取决于 ε 而和 T 关系不大。

形变量越大，再结晶刚完成的晶粒尺寸越小。
在相同的形变量下，若给定退火时间，则晶粒尺寸随退火温度增加而增加，这是再结晶后晶粒长大的结果。



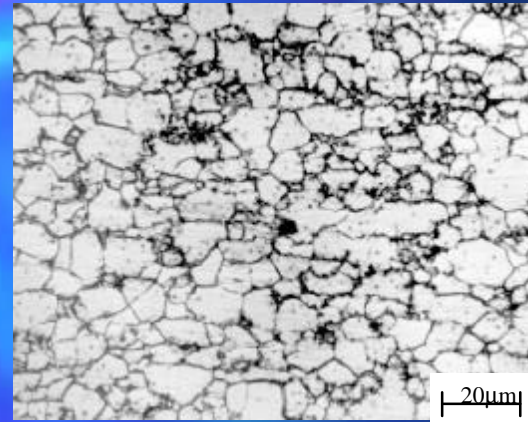
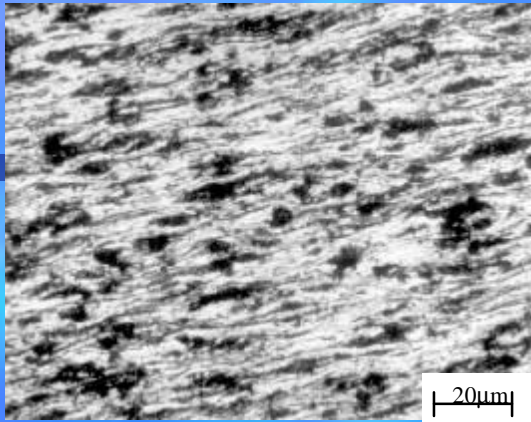
α 黄铜再结晶终了的晶粒尺寸和再结晶前冷加工变形量的关系²⁹

(2) 随 $\epsilon \uparrow$, $T_{\text{再}} \downarrow$; 但当 ϵ 大到一定值后, $T_{\text{再}}$ 趋于一稳定值。

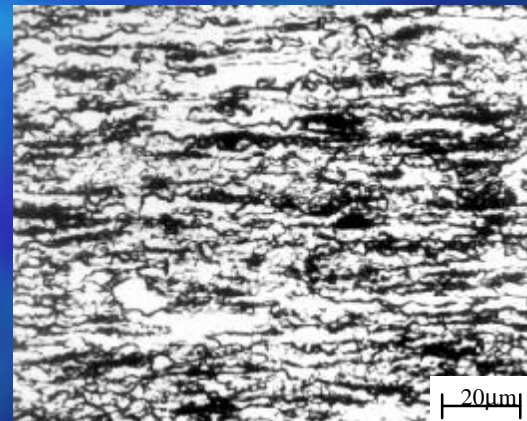
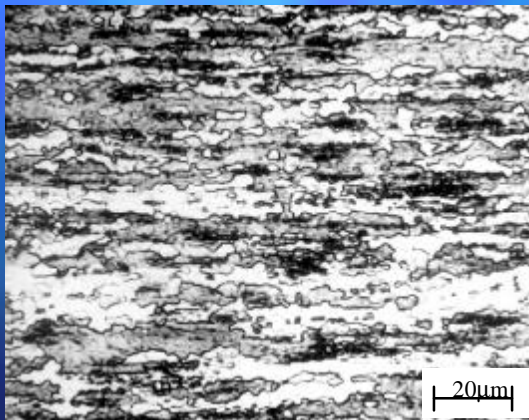


(4) 原始 $d_0 \uparrow$, 要获得相同的 $T_{\text{再}}$ 的 ϵ 越大。

(5) $T_{\text{def}} \uparrow$, 要获得相同程度的应变硬化所需的 $\epsilon \uparrow$ 。

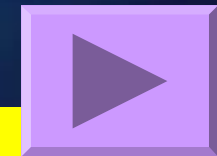


室温变形1.4的组织; 650°C保温30min后的组织;

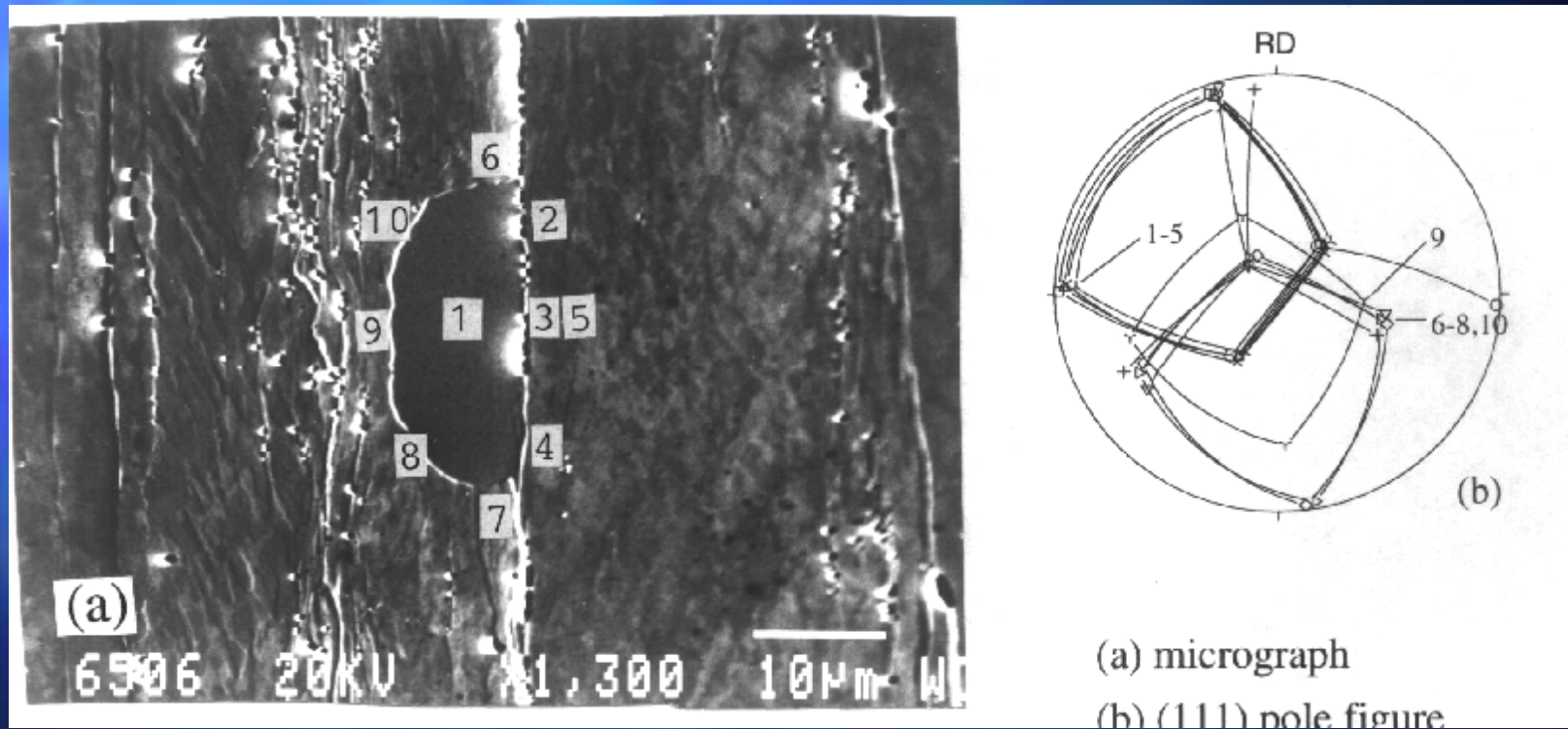


Q235钢

700°C应变1.4的组织; 650°C保温30分后的组织;



(6) 新晶粒不会长入取向相近的形变晶粒中。

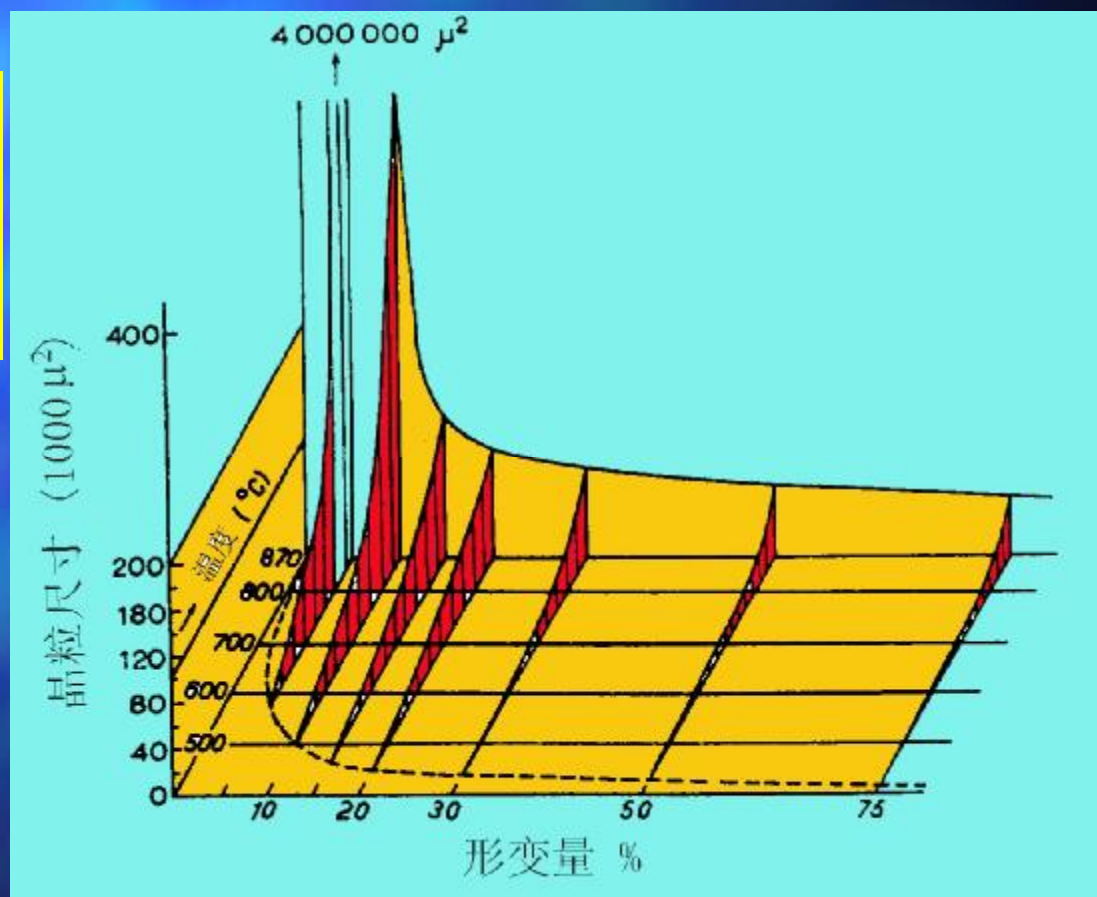


再结晶图

生产上常关心再结晶后的晶粒尺寸与形变量及退火温度和时间
的关系用来获得所希望的晶粒大小（和性能）。对应再结晶图。

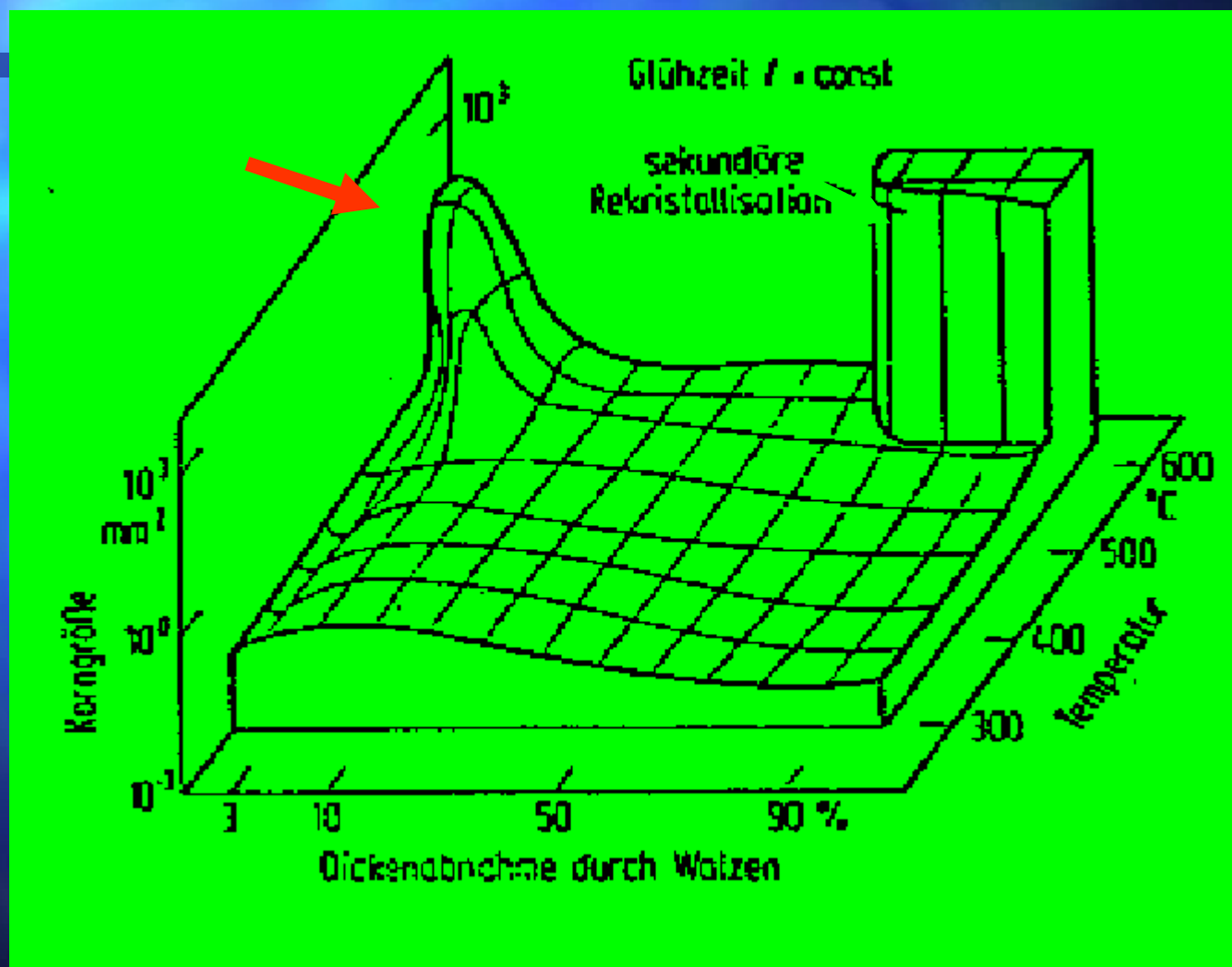
即 T ， ε ， D 的关系。
条件：时间1小时，
可包含长大效应。

纯铁的 再结晶图



纯铝的再结晶图

注意两个晶粒异常粗大的区域



9.2.2再结晶动力学

条件:

- 形核率不随时间变化;
- 形核地点在整个体积内随机分布;
- 所有核心的长大速度相同, 不随时间变化;
- 核心在相碰处停止长大;

导出动力学方程: $X = 1 - \exp(-\frac{1}{4} f G^3 N t^4)$ Johnson-Mehl EQ

实际上N和G随t而变, 公式要修正。假定形核率N随时间增加而下降, 其形式为 $N = a \exp(-vt)$, 其中a和v是常数, 则:

$$X = 1 - \exp(-Bt^n) \quad \text{J-M-Avrami EQ}$$

Johnson—Mehl 恒温转变动力学曲线的推导

设在时间 t 前某一时刻 t 形成一晶核，它以 G 的速度长大时未与其它晶核相碰，则在 t 时刻此晶核的体积为

$$V = fG^3(t-t)^3 \quad f: \text{形状因子 (球状时}=4\pi/3)$$

若假想晶粒之间不相碰，且未再结晶体积不改变，则在 t 时刻内单位体积中获得再结晶所占的体积为

$$X_{\text{ex}} = \int_0^t VNdtdt = \int_0^t fG^3(t-t)^3 Ndtdt \quad N: \text{形核率 (个/s.cm}^3)$$

实际再结晶时，未再结晶体积是不断减少的，则上式的计算偏高。实际两者的关系为：

再结晶体积分数 X $dX = (1 - X)dX_{\text{ex}}$ 假想情况下再结晶体积分数 X_{ex}

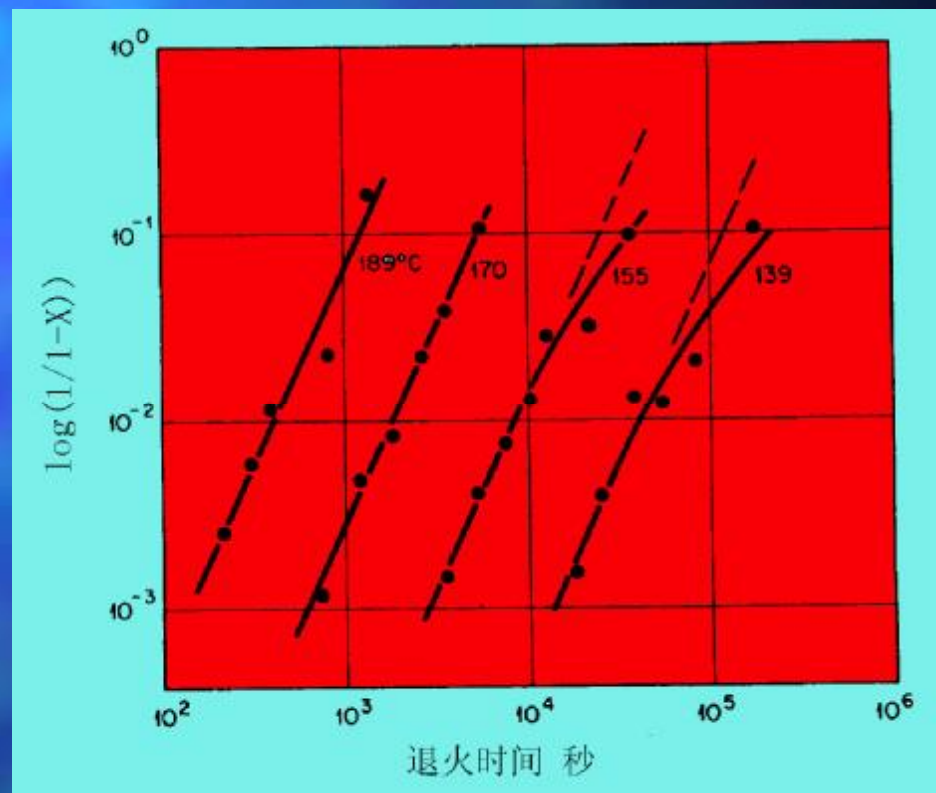
未再结晶体积

积分得 $X_{\text{ex}} = -\ln(1 - X)$ 代回 $-\ln(1 - X) = \int_0^t fG^3(t-t)^3 Ndtdt$

解出 $X = 1 - \exp(-\int_0^t VNdtdt)$ 设 G 和 N 不随时间而变，故 $X = 1 - \exp(-\frac{1}{4} fG^3 N t^4)$

通过实验测出X~t的关系确定两重要参数B/n

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-X} \right) = \ln B + n \ln t$$



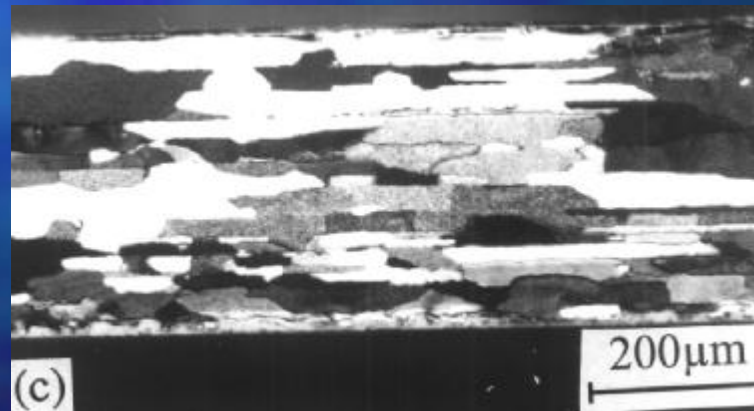
40%形变的铝可测动力学
方程中的B/n值;

等温再结晶的动力学方程

上式是按三维长大导出的，如果核心二维（板状）长大或一维（丝状）长大，把核心的体积代入，则可得类似三维的方程，这时 G 和 t 的方次有所降低。结果见下表。

再结晶类型	Johnson和Mehl ^① N =常数	JMA方程 $N = a \exp(-vt)$
三维 (块状)	$X = 1 - \exp(-\frac{1}{4} f G^3 N t^4)$	$X = 1 - \exp(-B t^n)$ $3 \leq n \leq 4$
二维 (板状)	$X = 1 - \exp(-\frac{1}{3} f d G^2 N t^3)$	同上方程 $2 \leq n \leq 3$
一维 (丝状)	$X = 1 - \exp(-\frac{1}{2} f d^2 G N t^2)$	同上方程 $1 \leq n \leq 2$

①其中 δ 表示板状核心厚度或丝状核心截面半径

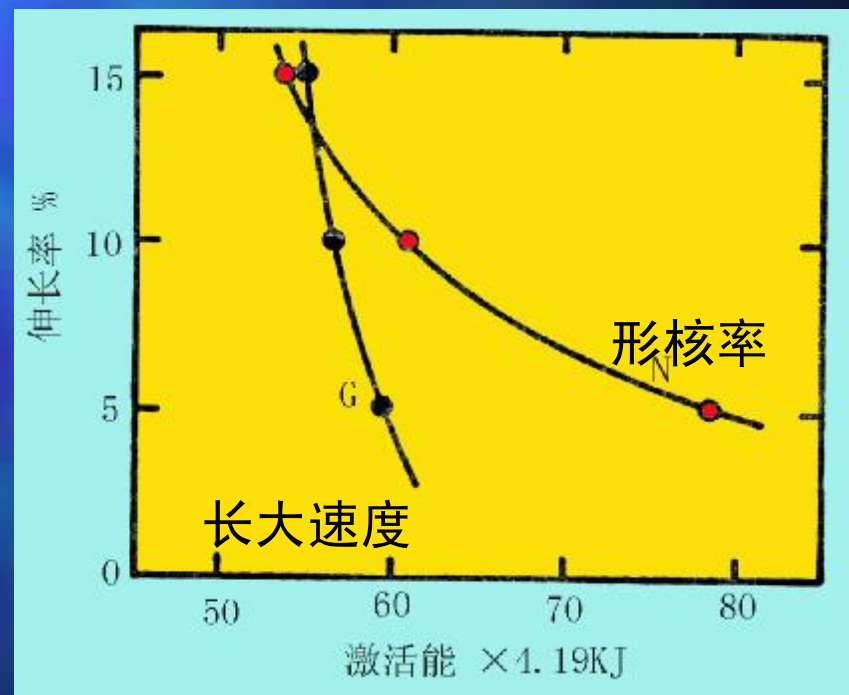
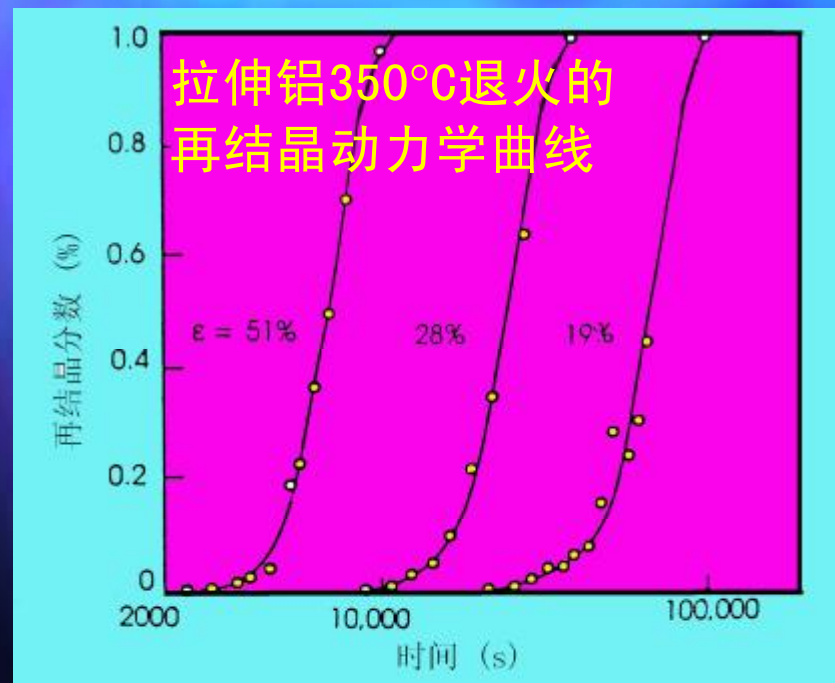


再结晶动力学影响因素

1) 形变量

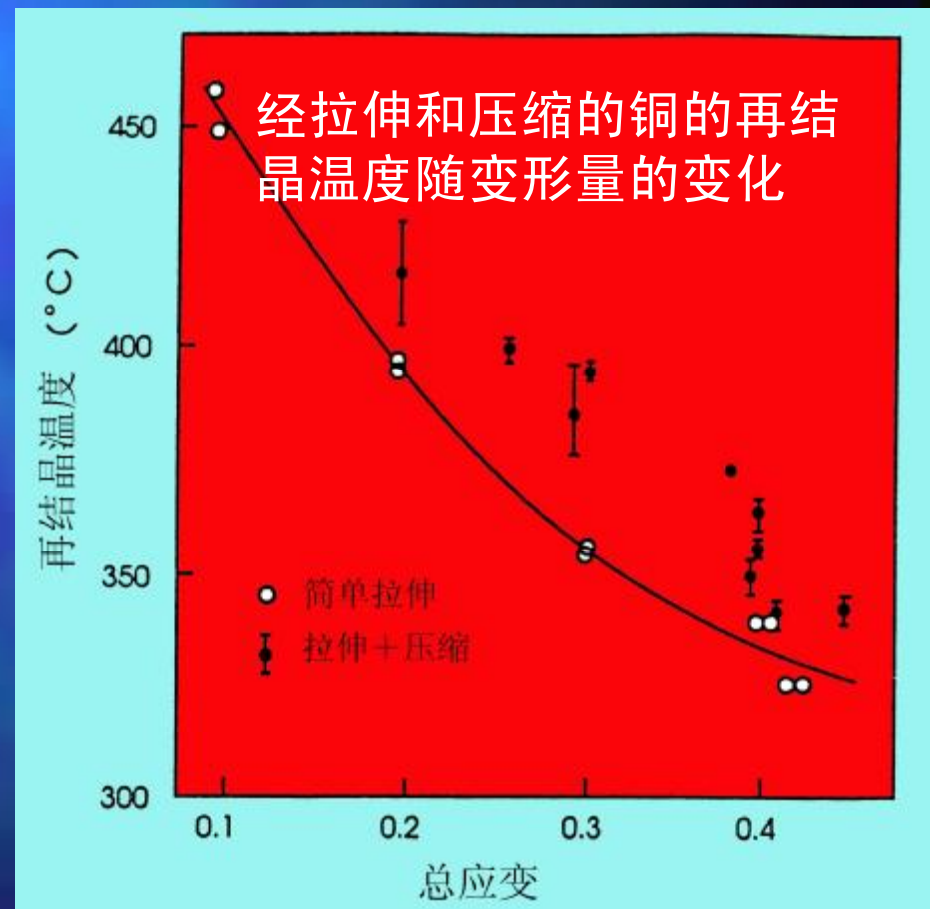
变形量增大，使储存能及形核位置增加，加速再结晶。

铝的再结晶形核和长大
激活能与形变量的关系；
此为对晶粒尺寸的影响



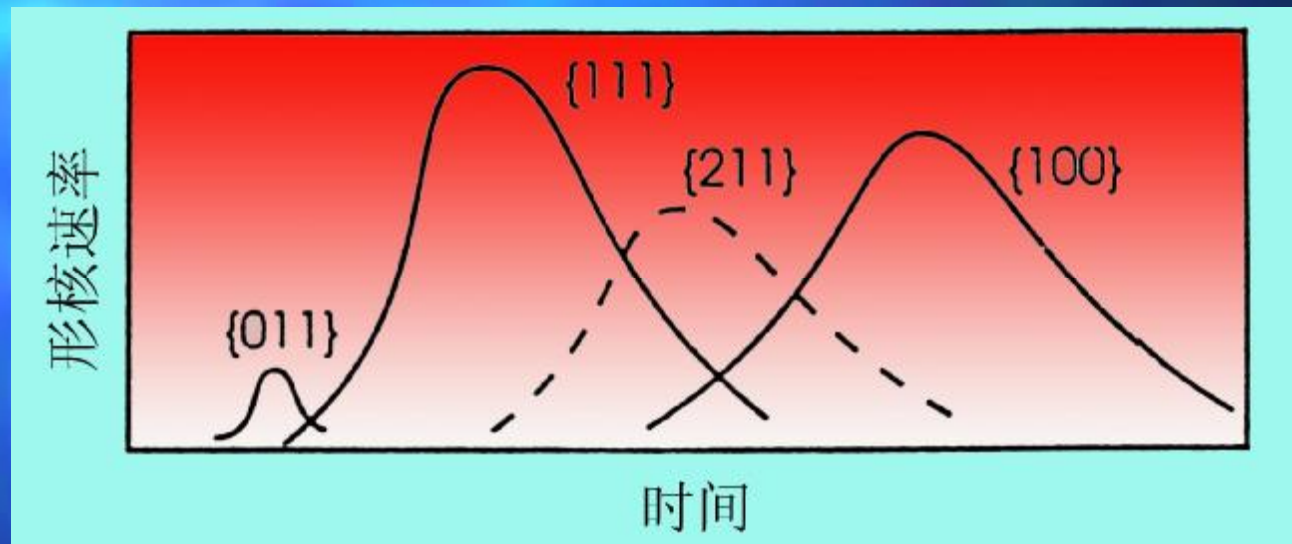
2) 形变方式

单晶体易滑移阶段变形不会产生再结晶形核所需要的“位向梯度”，进而只产生回复而不发生再结晶。压缩变形的影响不如拉伸变形的影响大，在同样的变形量下，拉伸变形比压缩变形材料的再结晶温度低。



3) 晶粒取向

变形晶粒的储存能大小取决于开动的滑移系的多少及交互作用的大小，即取决于晶粒的原始取向。对多晶体，再结晶速度取决于变形前的织构及变形织构。



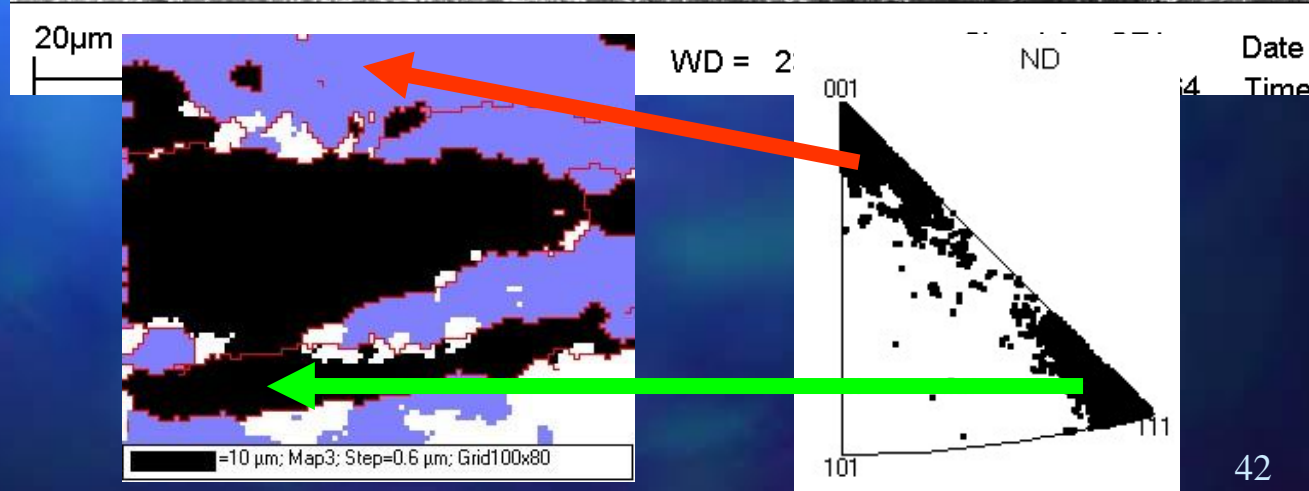
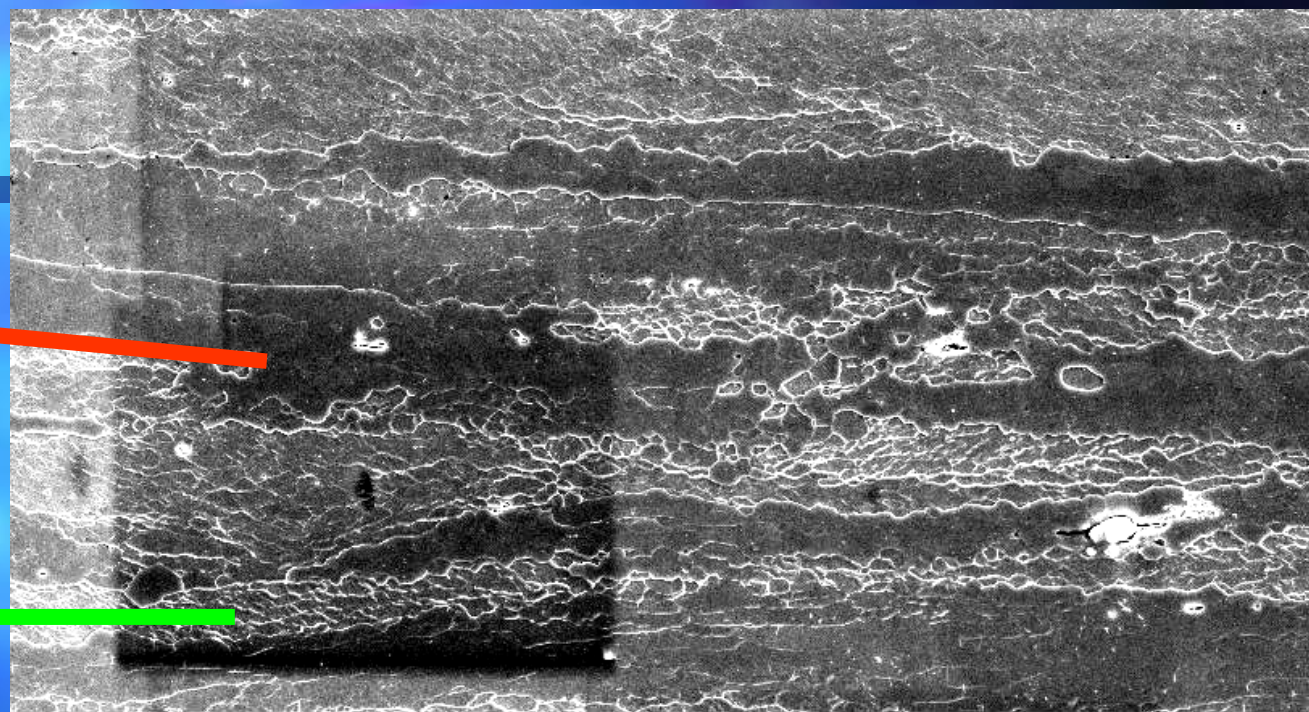
形变铁的再结晶形核速率与晶粒取向间关系

表明: $E_{\{110\}} > E_{\{112\}} > E_{\{100\}}$

取向成像证明 Fe_{bcc} 中（111）取向晶粒内形变储存能高

形变均匀

形变不均匀



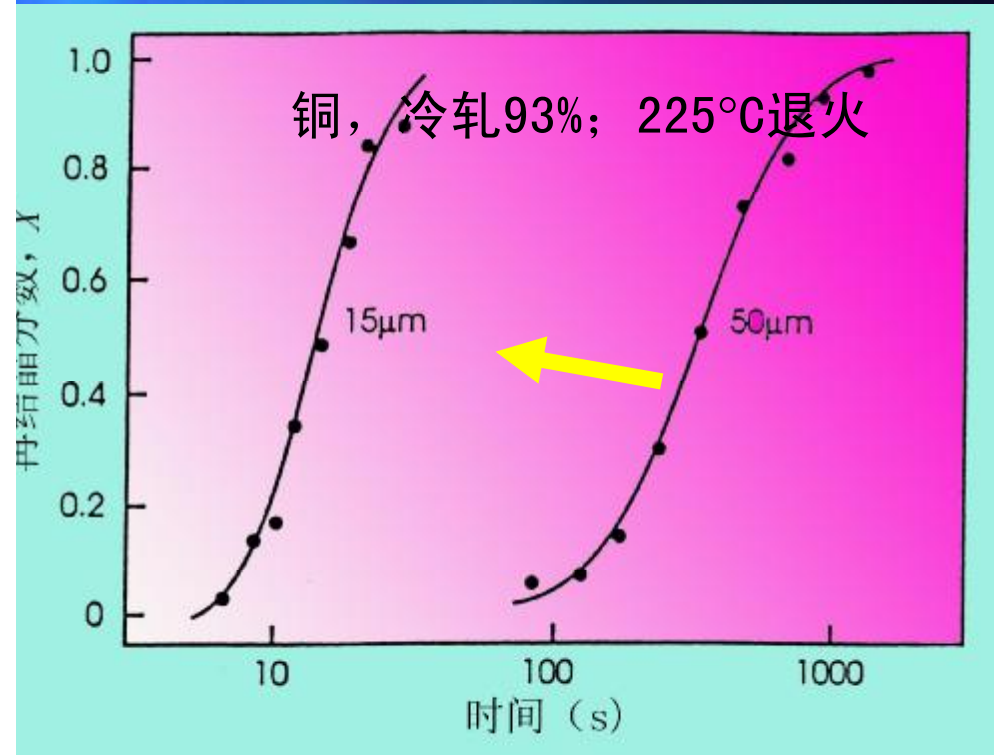
4) 原始晶粒尺寸的影响

相同应变量下细晶内形变储存能高，加速再结晶；

两方面影响：

晶界是有利的再结晶形核位置，原始晶粒小，再结晶形核位置多，有利于再结晶；但原始晶粒小，变形较均匀，减少形核位置，不利于再结晶。

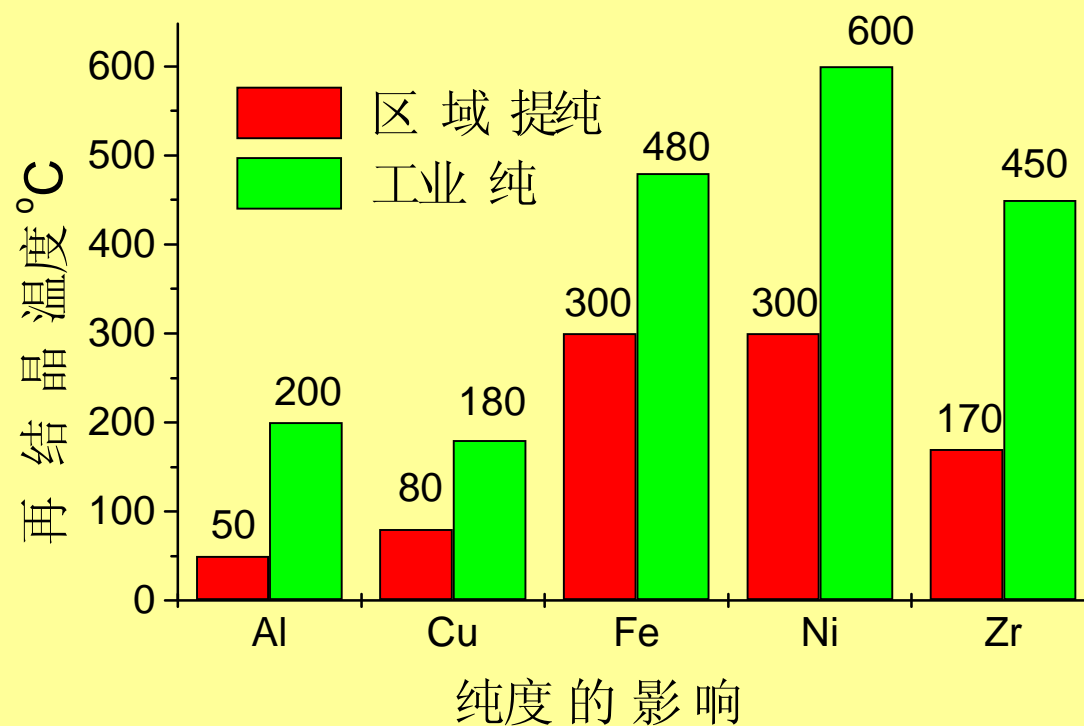
总体是前者影响大于后者。原始晶粒尺寸还可能影响变形织构，从而影响再结晶动力学。



5) 溶质/杂质的影响

延缓再结晶，对再结晶形核和长大都有影响，但主要是通过通过对晶界迁移率的影响而提高再结晶温度。

例：
大轧制量区域提纯金属。



6) 形变温度/应变速率;



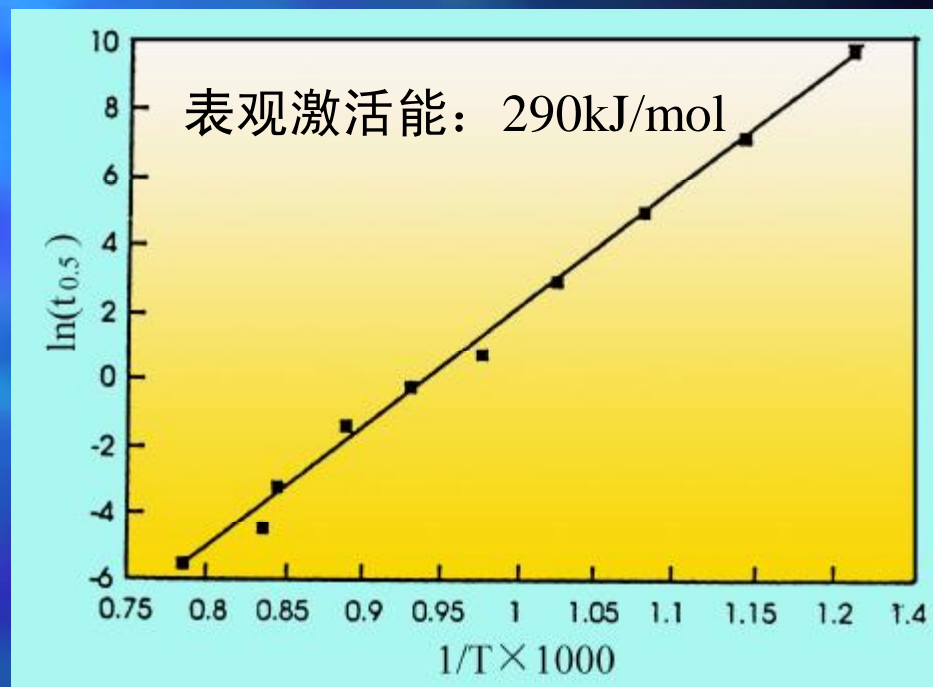
热激活的作用（如位错攀移）受温度影响；
高温及低应变速率变形时
回复强烈，降低形变储存能，不利于再结晶。

7) 退火温度;

$$\frac{1}{t_{0.5}} = C \exp\left(-\frac{Q}{kT}\right)$$

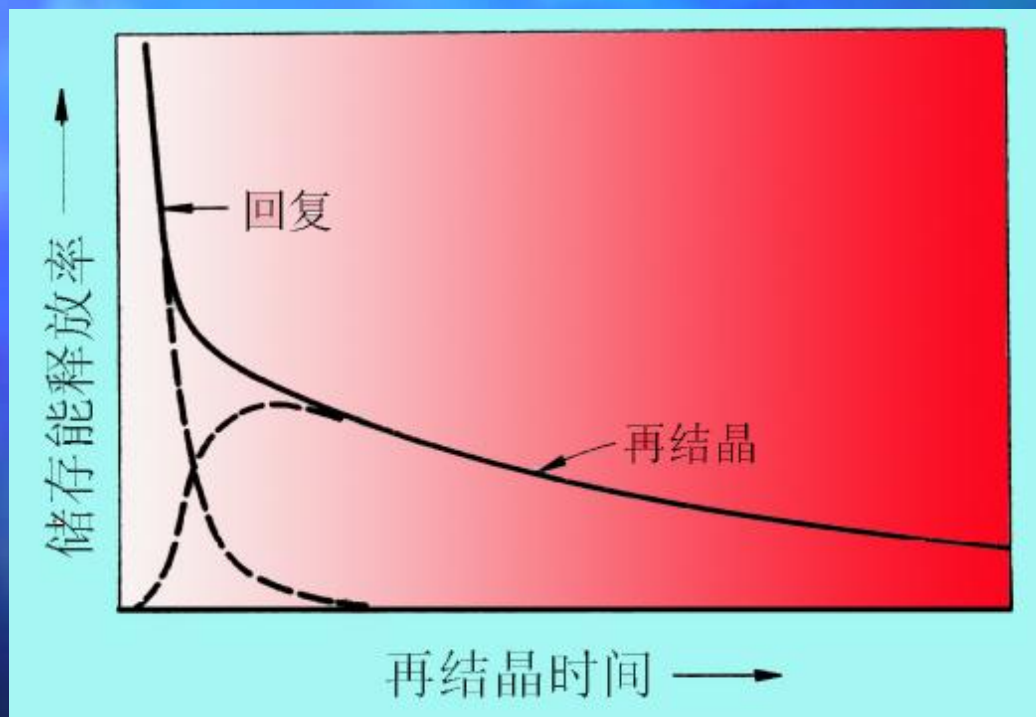
再结晶50%的时间

再结晶激活能



$t_{0.5}$ 与 $1/T$ 的关系
Fe-Si合金, 60%变形;

9.2.3再结晶和回复的关系



竞争



重叠



相互削弱

9. 2. 4再结晶的形核

特点 / 实验事实：

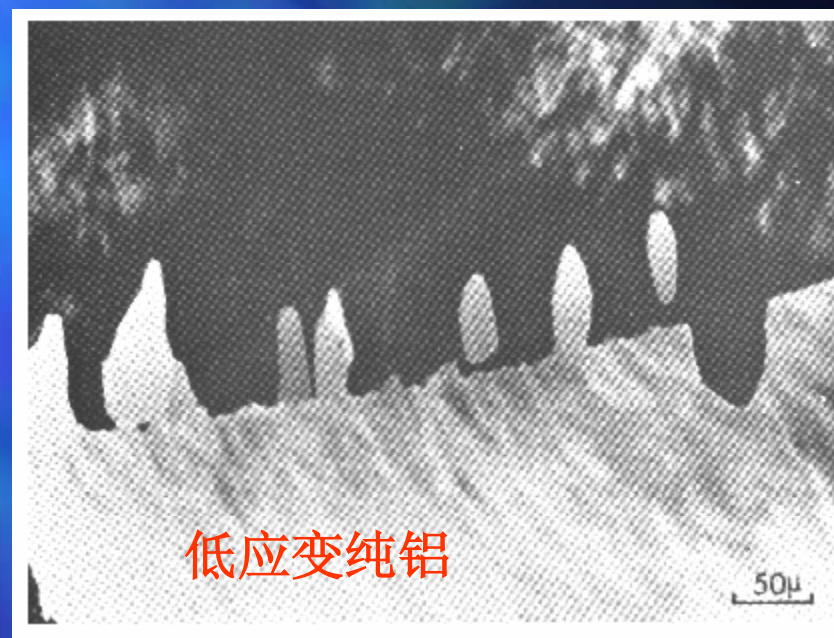
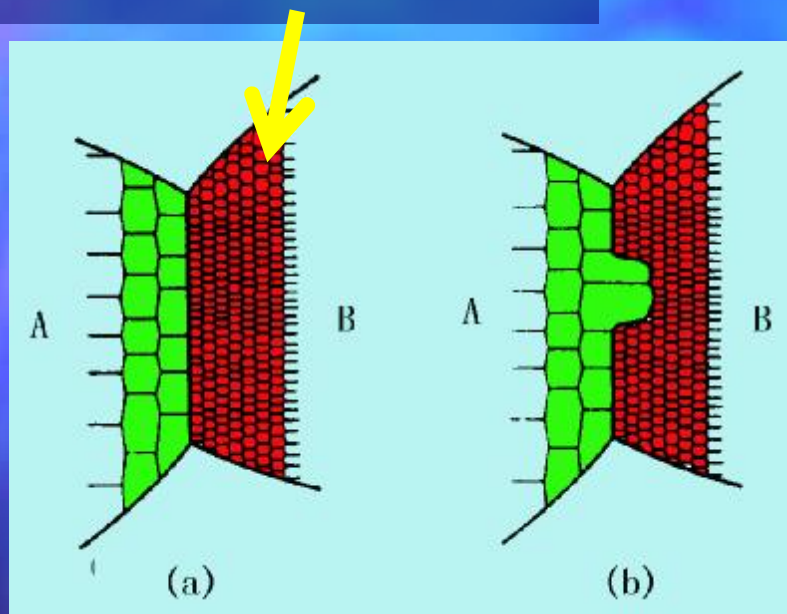
- 核心优先在局部形变高的区域形成。
(形变带, 晶界, 夹杂附近及自由表面附近等)。
- 形变量高于一临界值后, 形核率随形变量增加而急剧增加。
- 一般情况下(中等形变量下), 核心的晶体学位向与它形成所在的形变区域的晶体学位向有统计关系。
- 核心不能长入和它的位向差别不大的区域中。

例

• 应变诱发晶界迁动形核 / Bailey和Hirsch



高的位错密度



低应变纯铝

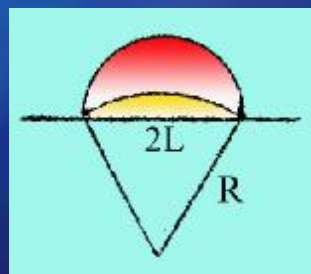
形核条件

$$\Delta G = (g_b \frac{dA}{dV} - E)dV$$

球面拱出时

$$\frac{dA}{dV} = \frac{2}{R}$$

$$L \geq \frac{2g_b}{E}$$

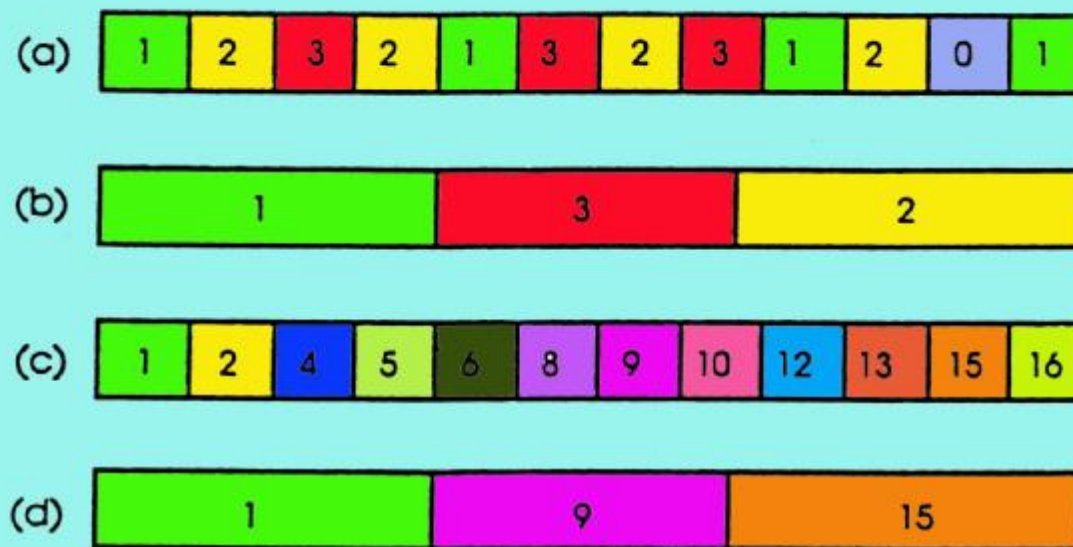


以拉伸20%的银为例,
 $E \approx 1.66 \times 10^6 \text{ J/m}^3$,
 $\gamma_b = 0.4 \text{ J/m}^2$, 计算得
 $L > 5 \times 10^{-7} \text{ m}$ 。Baily的
 实验给出 $L \approx 10^{-6} \text{ m}$,
 说明和实际接近。

•亚晶聚合粗化形核 / 胡郁

没有取向梯度，回复后虽然亚晶长大，但并不存在大角度晶界。

取向梯度对回复后的组织结构的影响
数字代表相对于左侧亚晶（数字为1）的取向，数字和1相差越大，取向差越大；(a)和(c)是形变后的亚晶结构；(b)和(d)是回复后的组织结构



存在取向梯度，回复后长大的亚晶间取向差很大，形成大角度晶界。

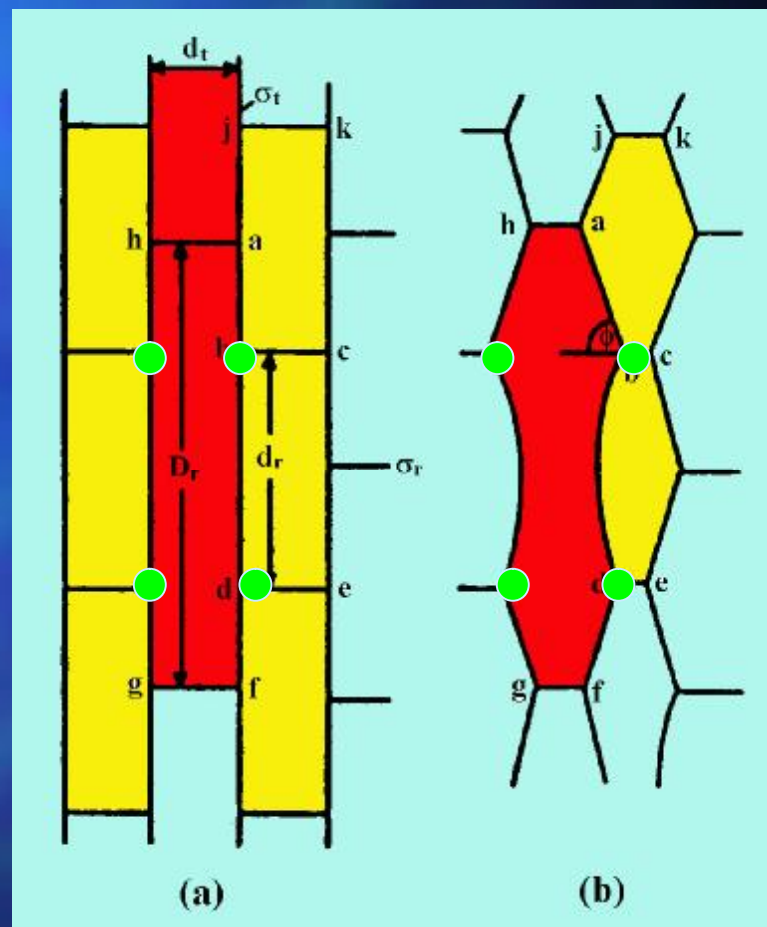
形变过程形成的过渡带中有大的取向梯度。

过渡带中亚晶是伸长的，在垂直于过渡带方向的位向梯度大，平行于过渡带方向的位向梯度小，这样，平行于过渡带的亚晶界界面能 γ_t 比垂直于形变带的亚晶界的界面能 γ_r 大。三叉点处有以下关系：

$$\cos f = \frac{g_r}{2g_t}$$

导致向外弓出

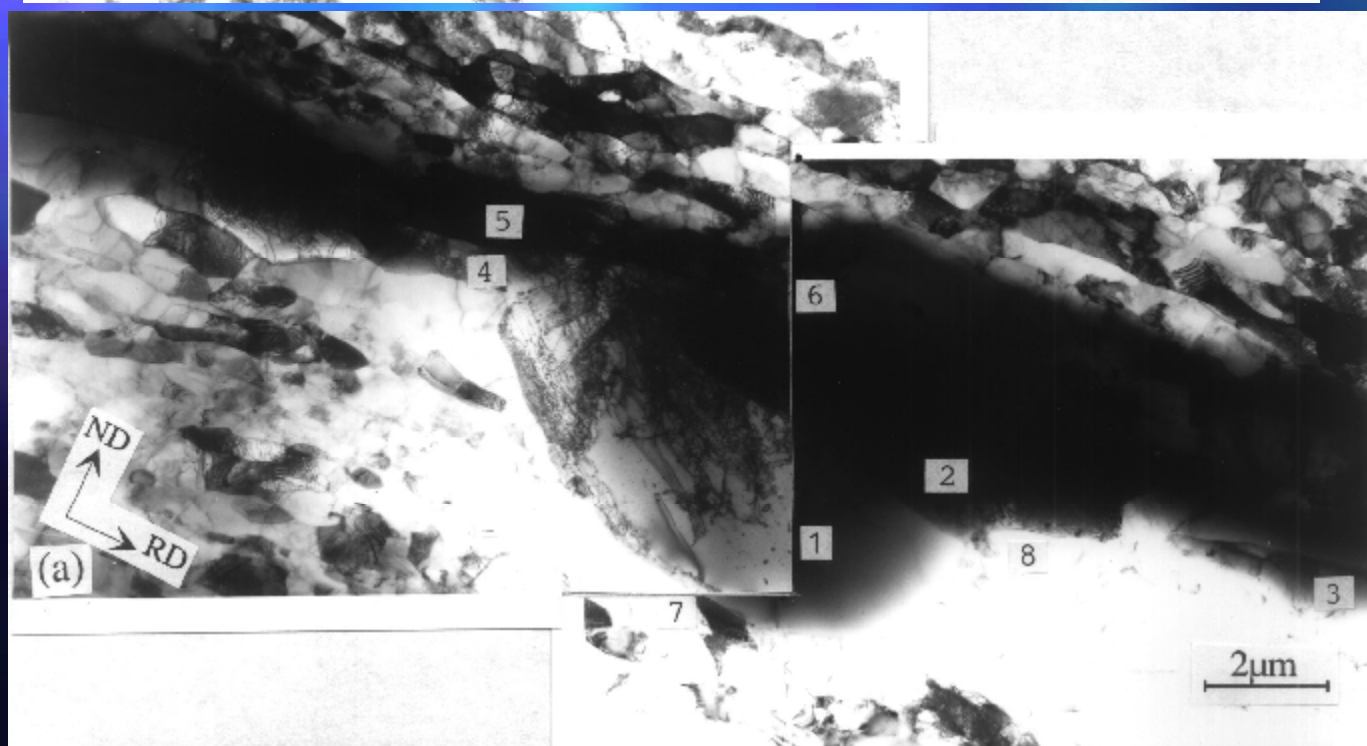
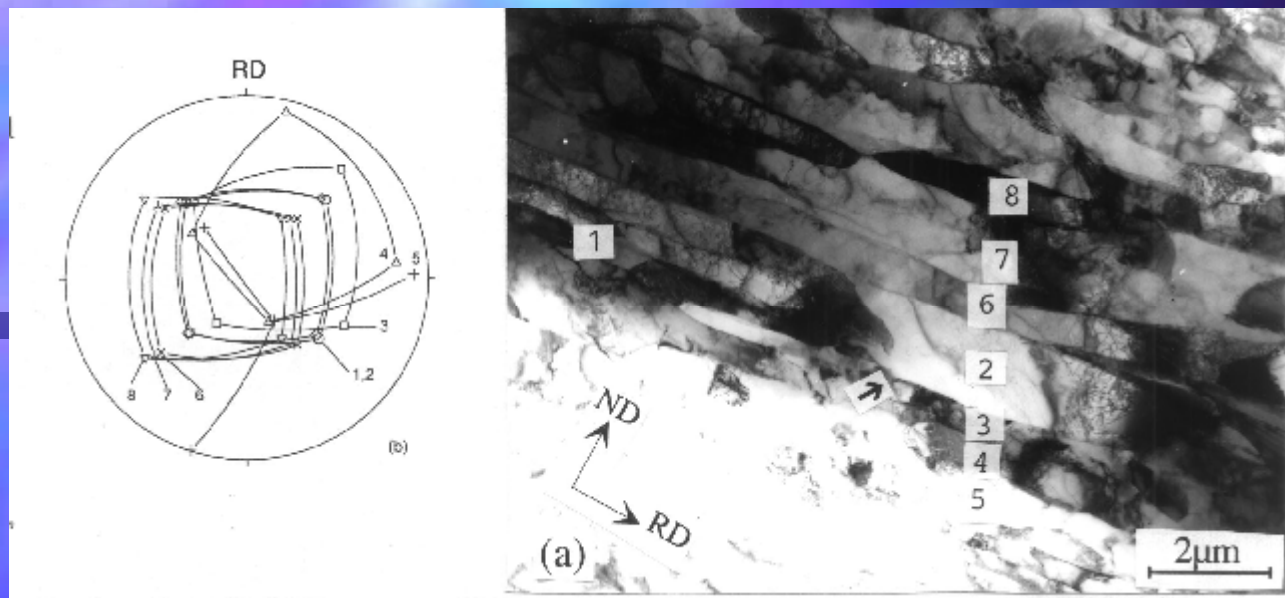
Dillamore-Kato模型1974





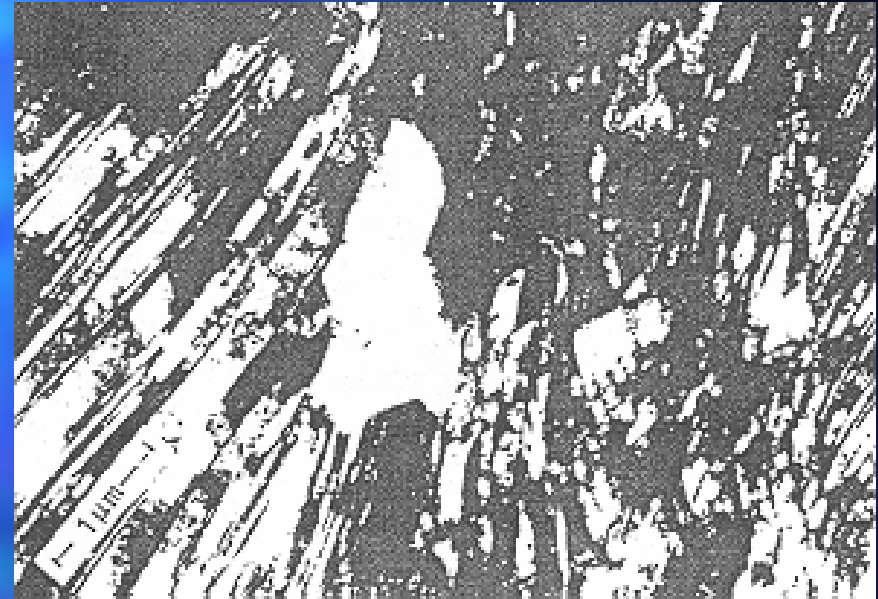
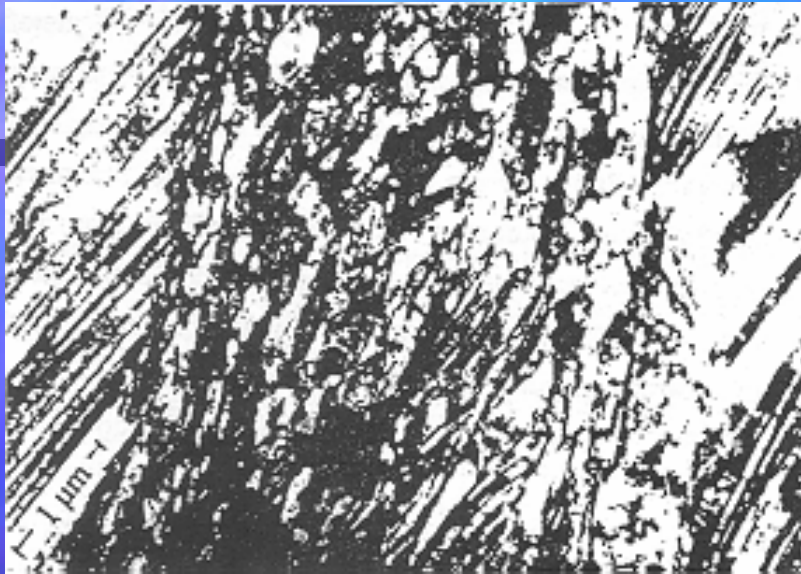
形变单晶硅钢 中的过渡带形 核

过渡带中的 立方取向亚晶



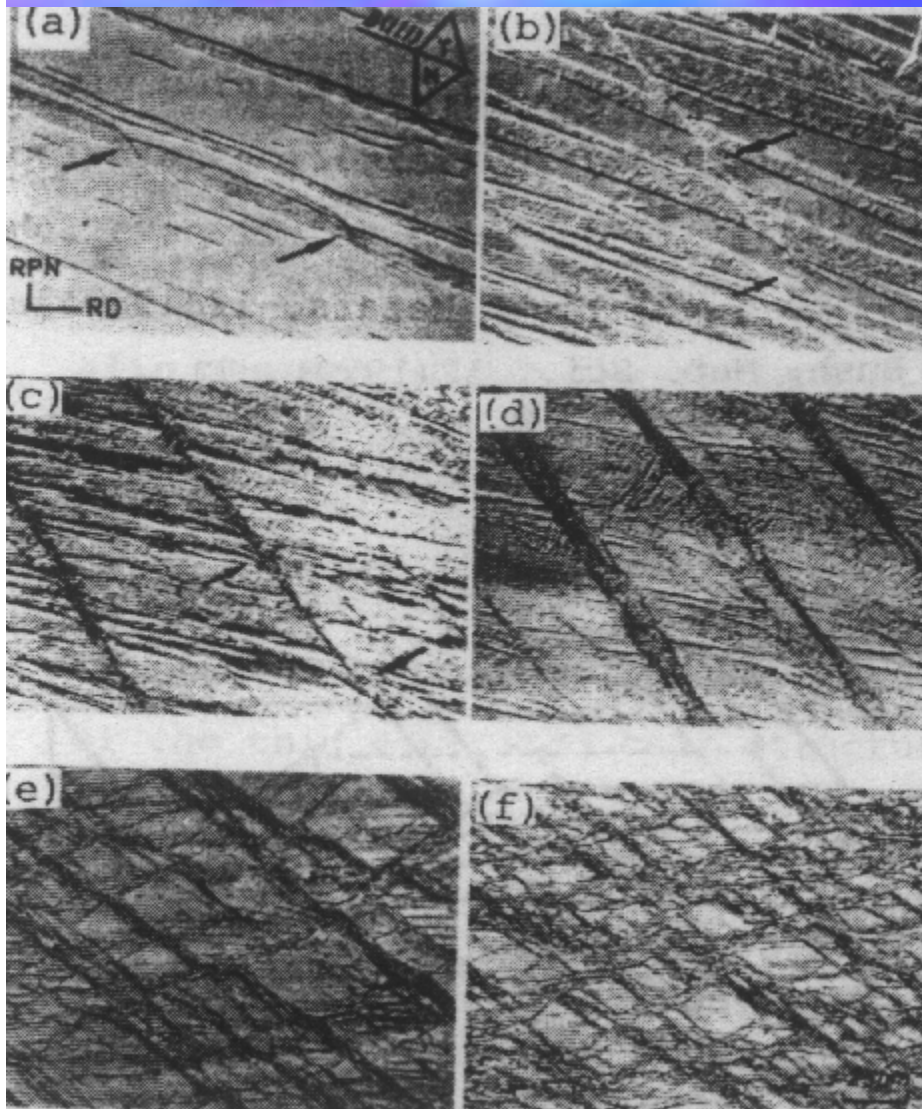
过渡带形核

下图说明什么现象？

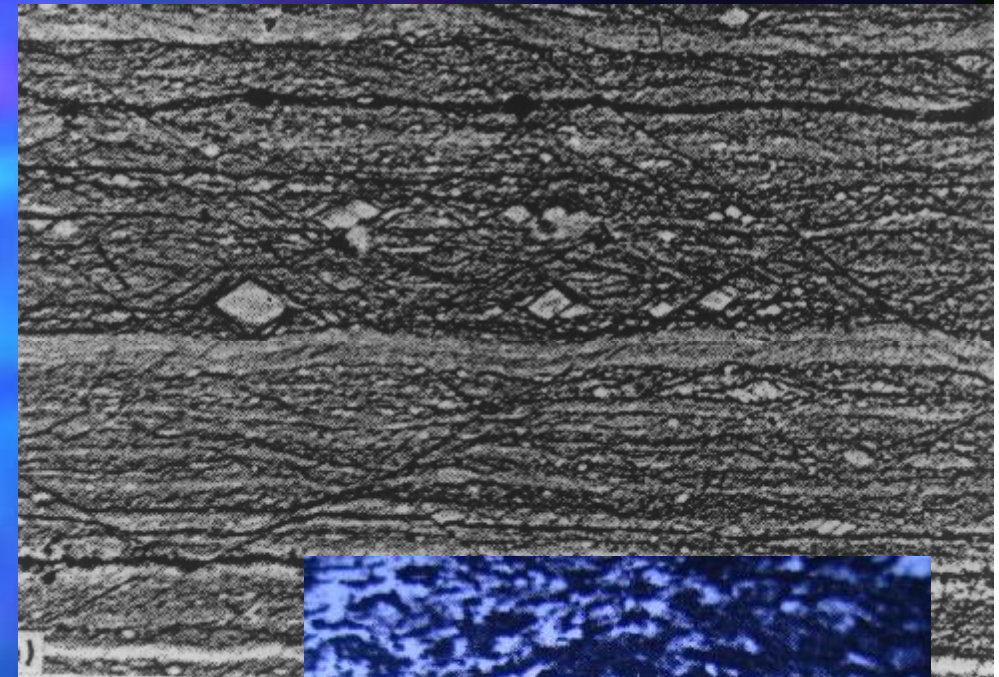


形变组织（孪晶+切变带） 形变孪晶与切变带交界处形核，黄铜

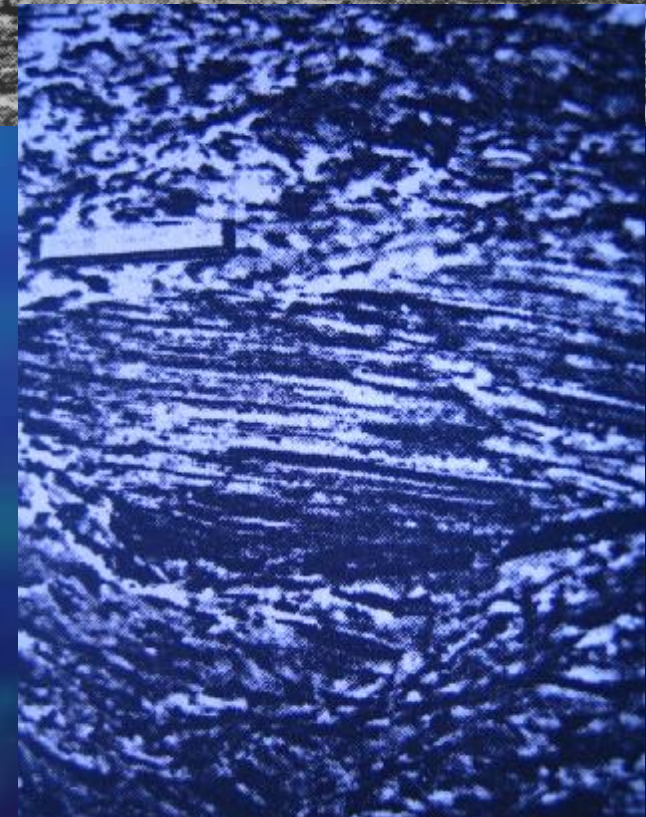
总之，一切大取向差和大应变能差的地方都可是形核地点。



铜单晶液氮变形



黄铜室温变形



9.2.5再结晶核心的长大

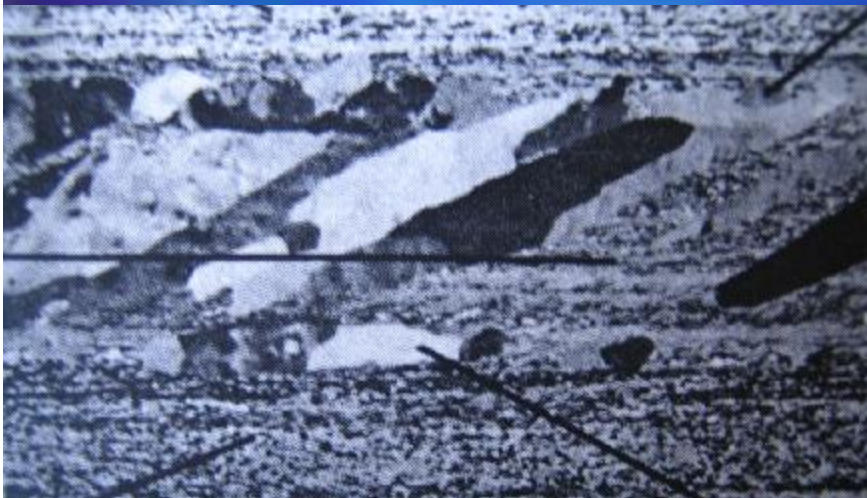
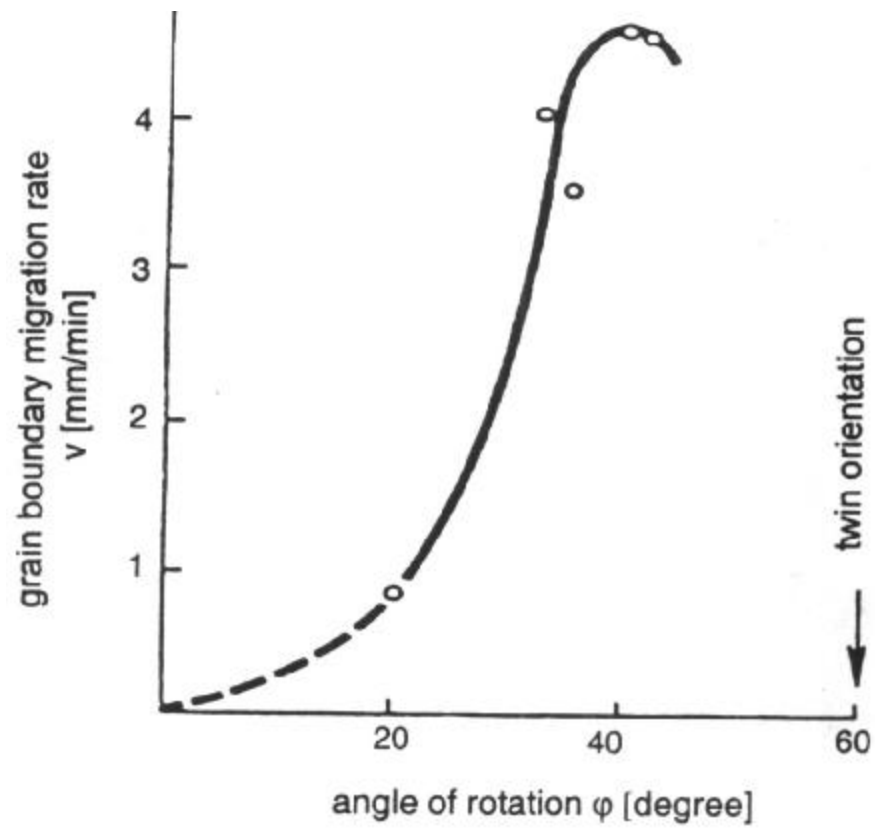
第七章已学过晶界迁移公式：

$$v = \frac{b^2 D_b}{kT} p = Mp$$

$$M = \frac{b^2 D_b}{kT}$$

原子随机
跳动导致
的界面迁
移。

储存能产生，而不是弯曲界面的压力差；



9.2.6 第二相粒子的作用

讨论意义：

多数工业合金都含2个以上的相；

第二相存在的形式：形变前已存在；退火时在过饱和基体中析出；
大、小、硬、软；

传统工业合金通常含少于5%体积分数的第二相（现进行讨论）；

对再结晶有三方面影响：

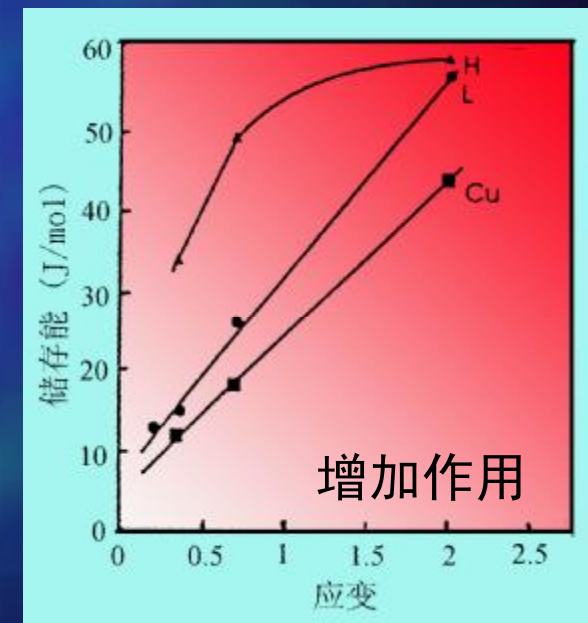
(1) 增加形变储存能而增加再结晶驱动力。

因为它使形变后的结构复杂，使位错密度增加的缘故。

含 Al_2O_3 粒子的铜以及纯铜的形变储存能与形变应变量间的关系。

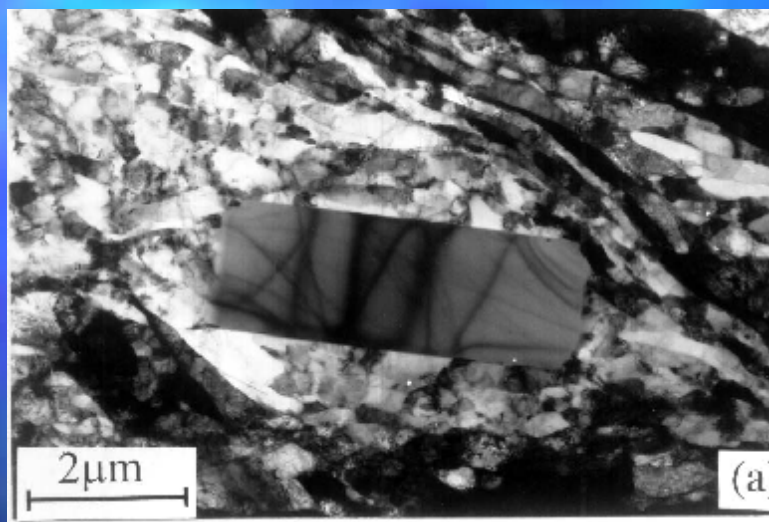
H线粒子 $d=46\text{nm}$ ， $f_v=1.5\times 10^{-2}$ ；

L线是 $d=38\text{nm}$ ， $f_v=4\times 10^{-3}$ ；



(2)粒子附近可能作为再结晶形核位置

大而硬且间距宽的第二相粒子，由于形变时粒子附近出现更多的不均匀形变区，这些区域有大的显微取向差，可促发形核（Particle Stimulated Nucleation）。

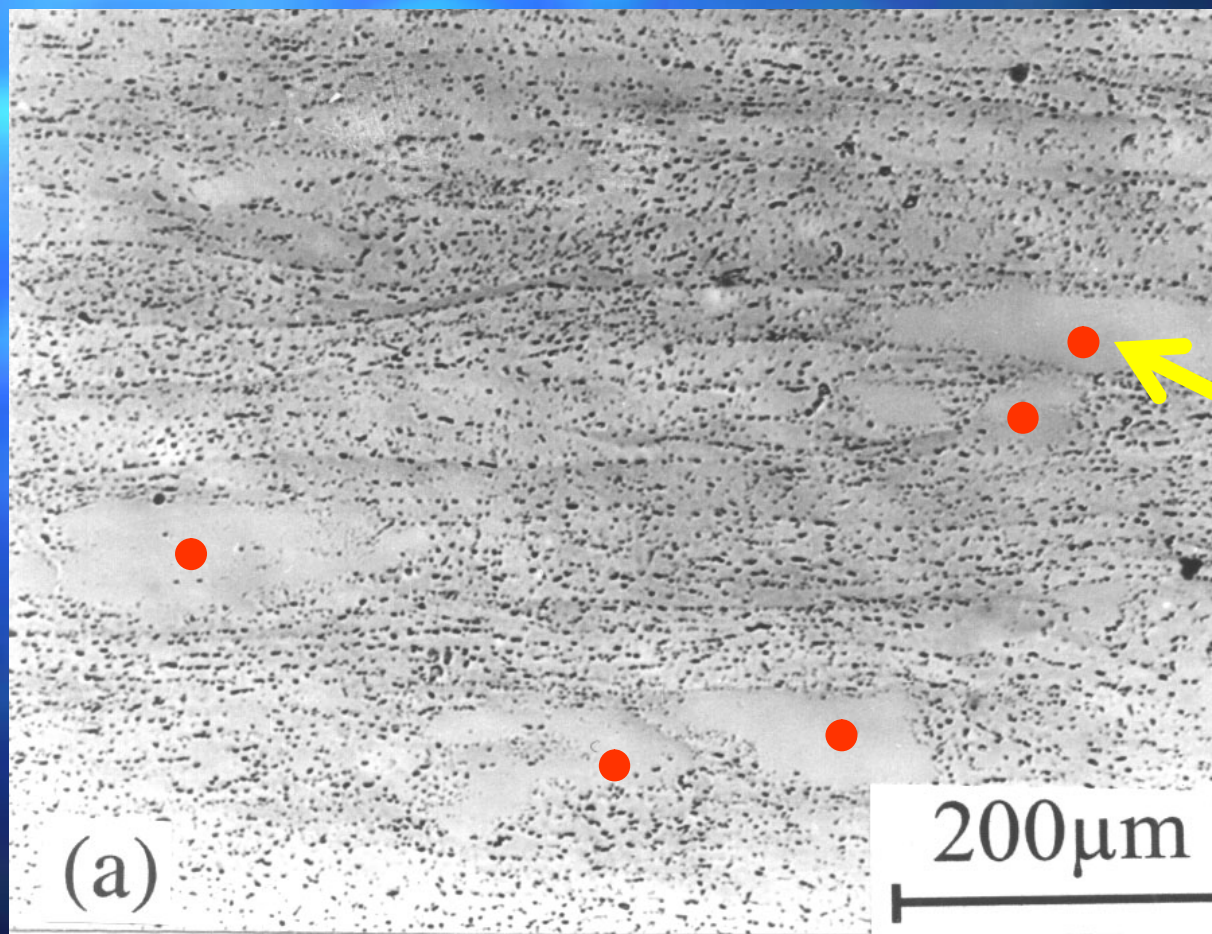


粒子周围的形变区
Al-1.3%Mn



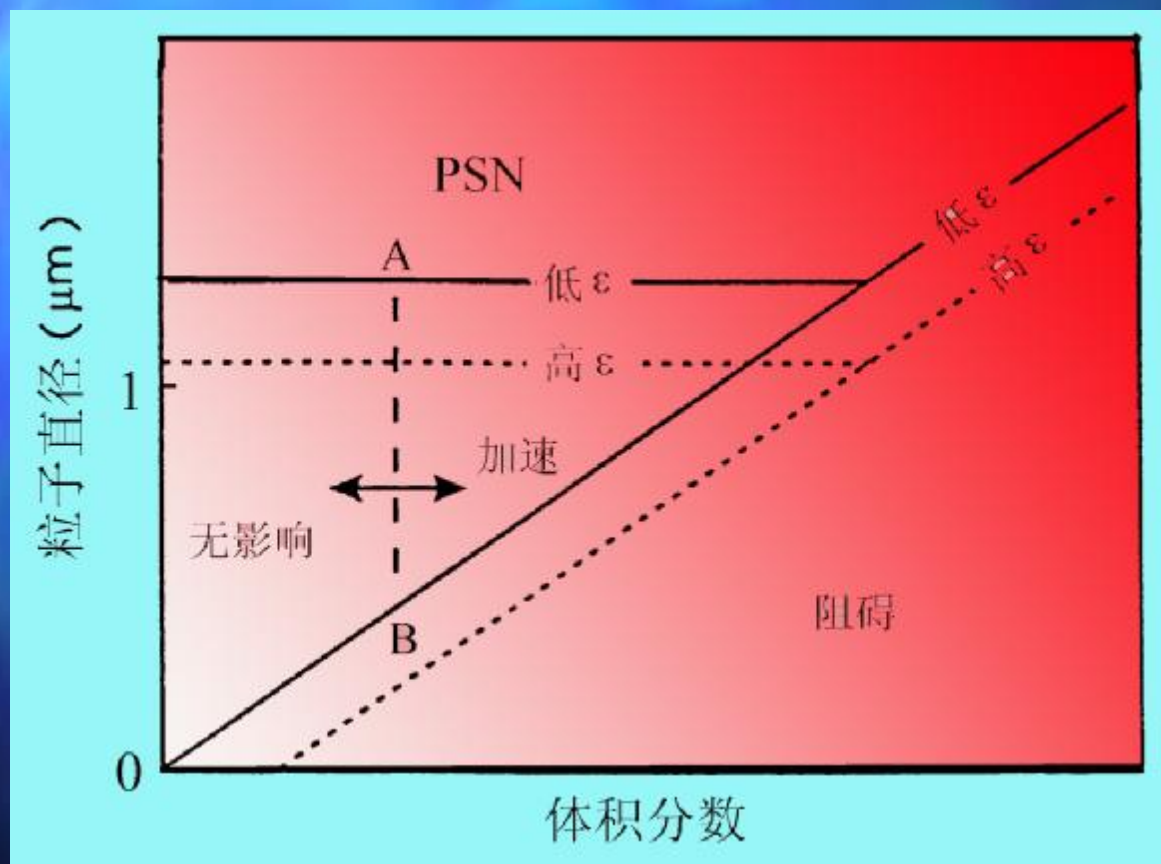
PSN机制

(3)弥散和稠密分布的第二相粒子钉扎晶界，阻碍迁动。



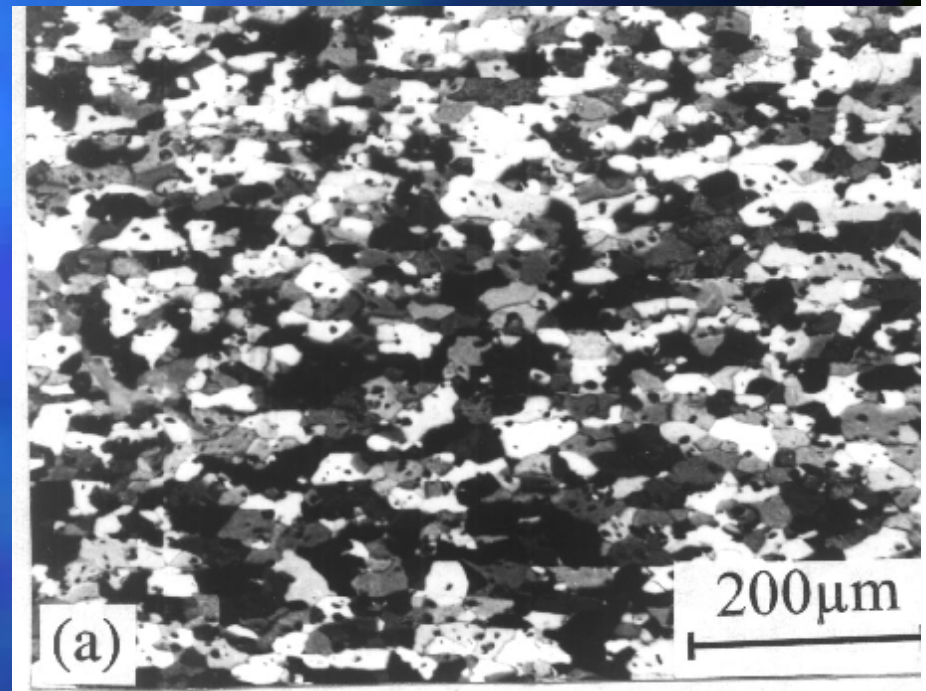
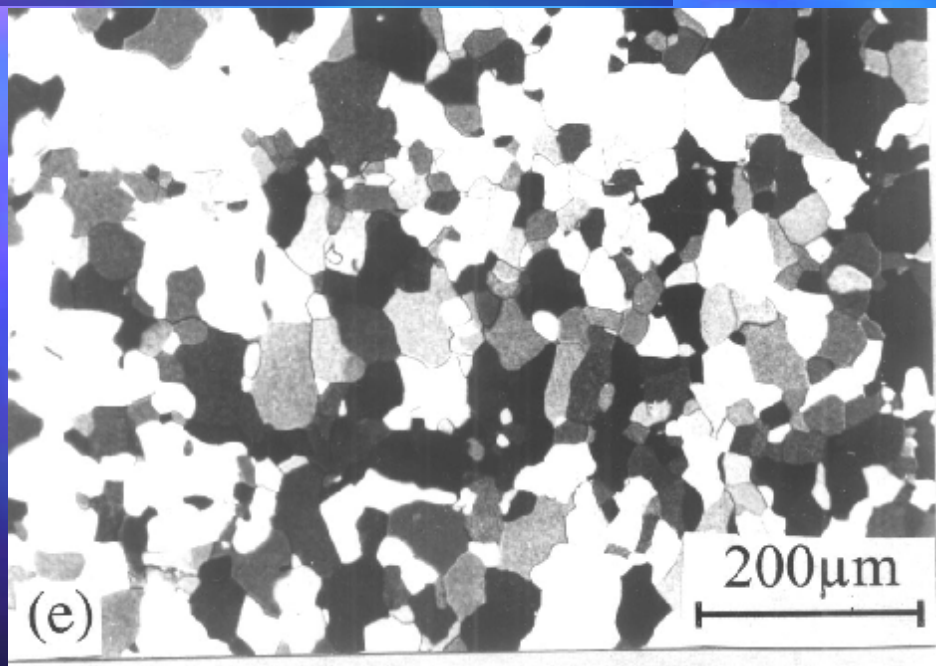
再结晶晶粒

粒子含量、粒子尺寸对再结晶的作用的总结



$$l = r \sqrt{\frac{2p}{3f_v}}$$

例：同一成分合金Al-1.3%Mn不同工艺的影响；



不含粒子，高温退火；

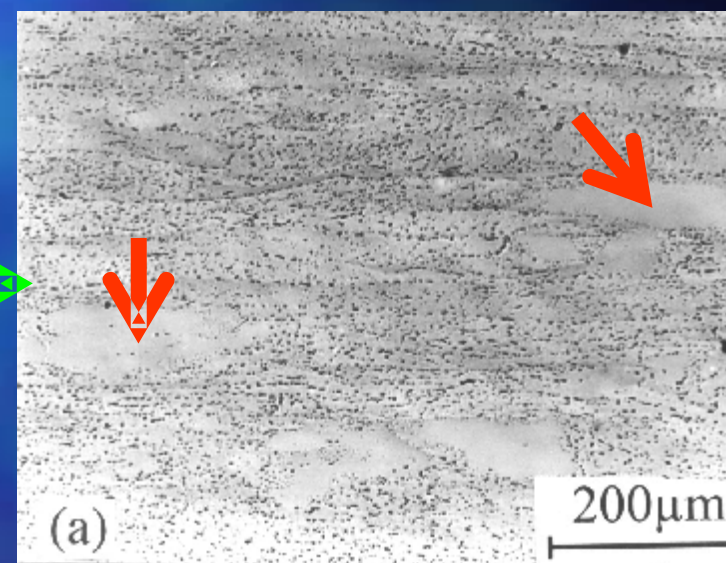
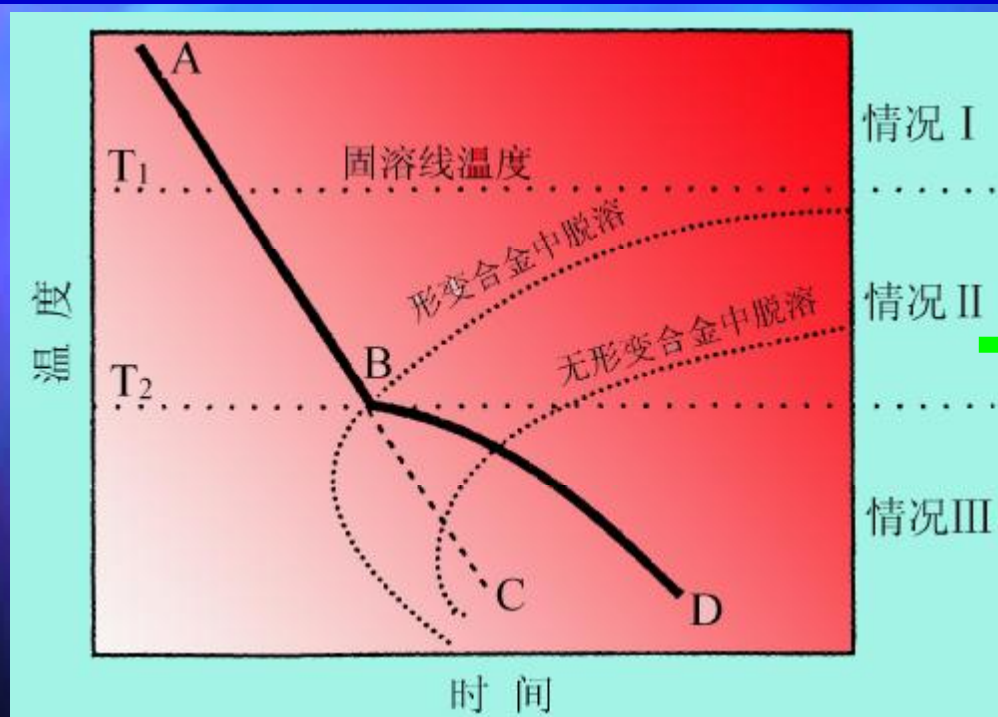
形变前含粒子，高温退火；

结果：PSN细化晶粒。

9.2.7 再结晶时的脱溶交互作用关系图Hornbogen,60年代

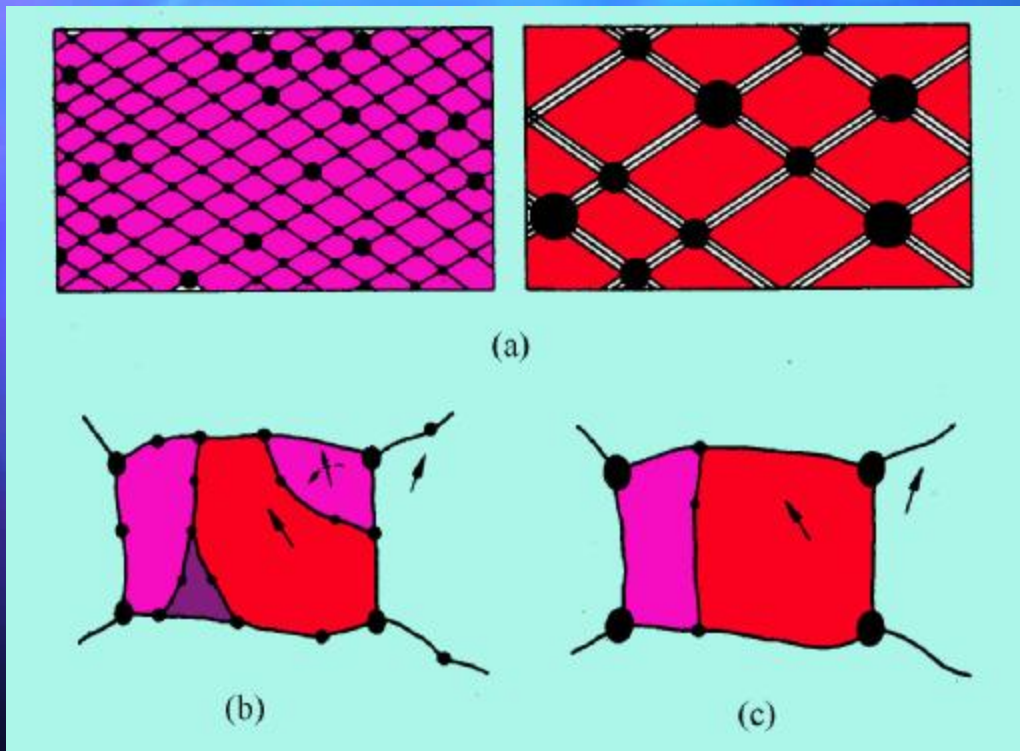
本质是两种转变（再结晶和脱溶相变）的交互作用。

基本规律：形变引入缺陷促进脱溶和再结晶形核，脱溶析出粒子影响再结晶形核并钉扎晶界从而延缓再结晶。

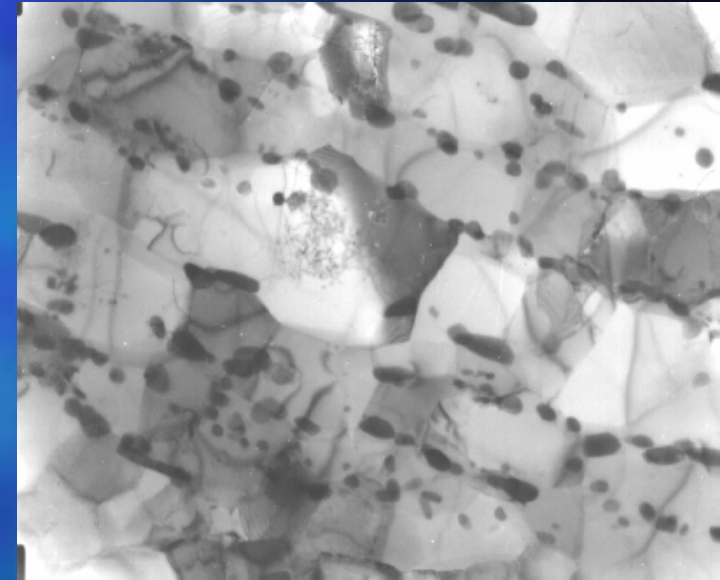


- I. $T > T_1$ 时，没有脱溶发生，再结晶行为与固溶体一样；
- II. $T_1 > T > T_2$ 时，脱溶之前已发生再结晶，再结晶行为和 I 情况相同；
- III. $T < T_2$ 时，在再结晶前已发生脱溶，粒子通过钉扎延缓再结晶。

微观组织变化



亚晶生长与粒子粗化的耦合关系



Al-1.3%Mn, 350°C退火

连续（原位）再结晶的概念：
退火时无大角晶界的迁移，
但最后形变基体可恢复为
原来的未形变状态。

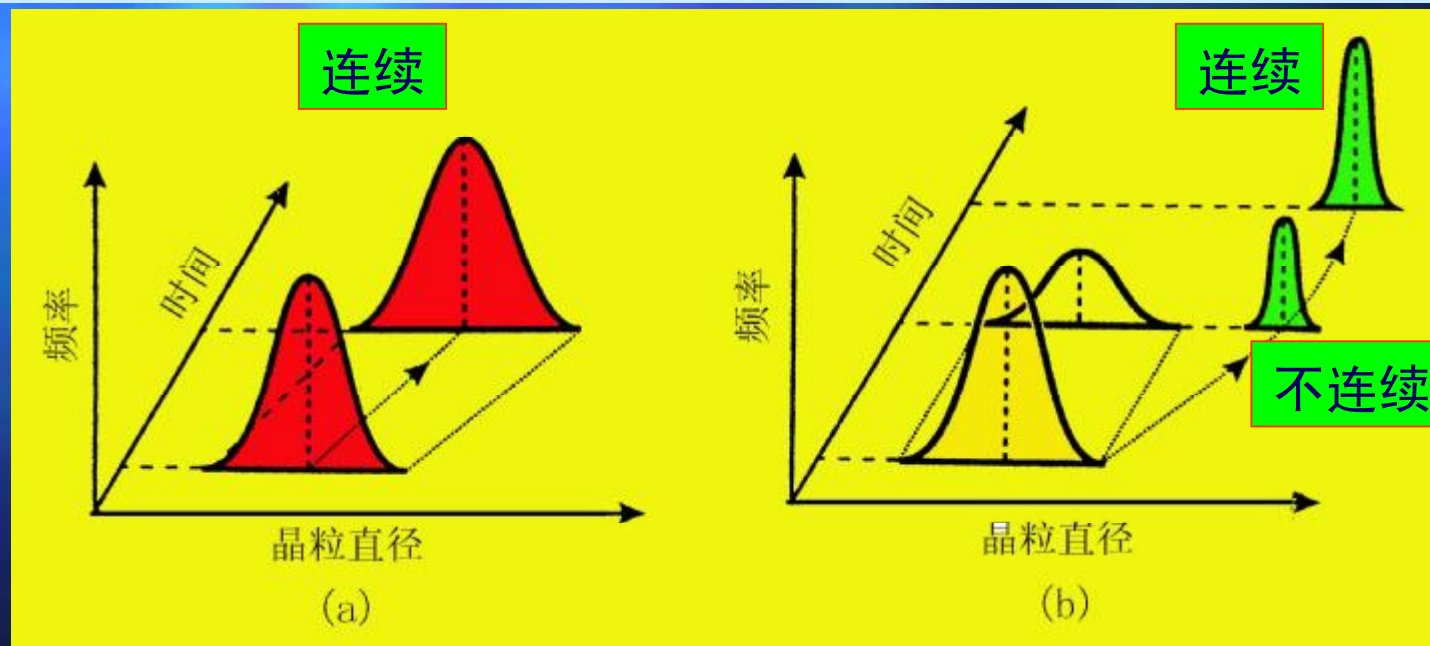
9.3 晶粒正常长大及二次再结晶

过程起点：再结晶完成，无形变组织；

此时能量状态：虽然形变储存能已完全释放，但材料仍未达到最稳定状态（含有晶界），为减少总界面能，晶粒力求长大。

晶粒长大驱动力：总界面能的减少；这部分能量约为再结晶时释放能量的1/100。

分类



不同方式的长大

9.3.1 晶粒正常长大

回忆界面一章讨论单相多晶体平衡形貌的拓扑关系，可知，对二维晶粒结构，只有正六面体排列才能填满空间并满足界面张力平衡条件。

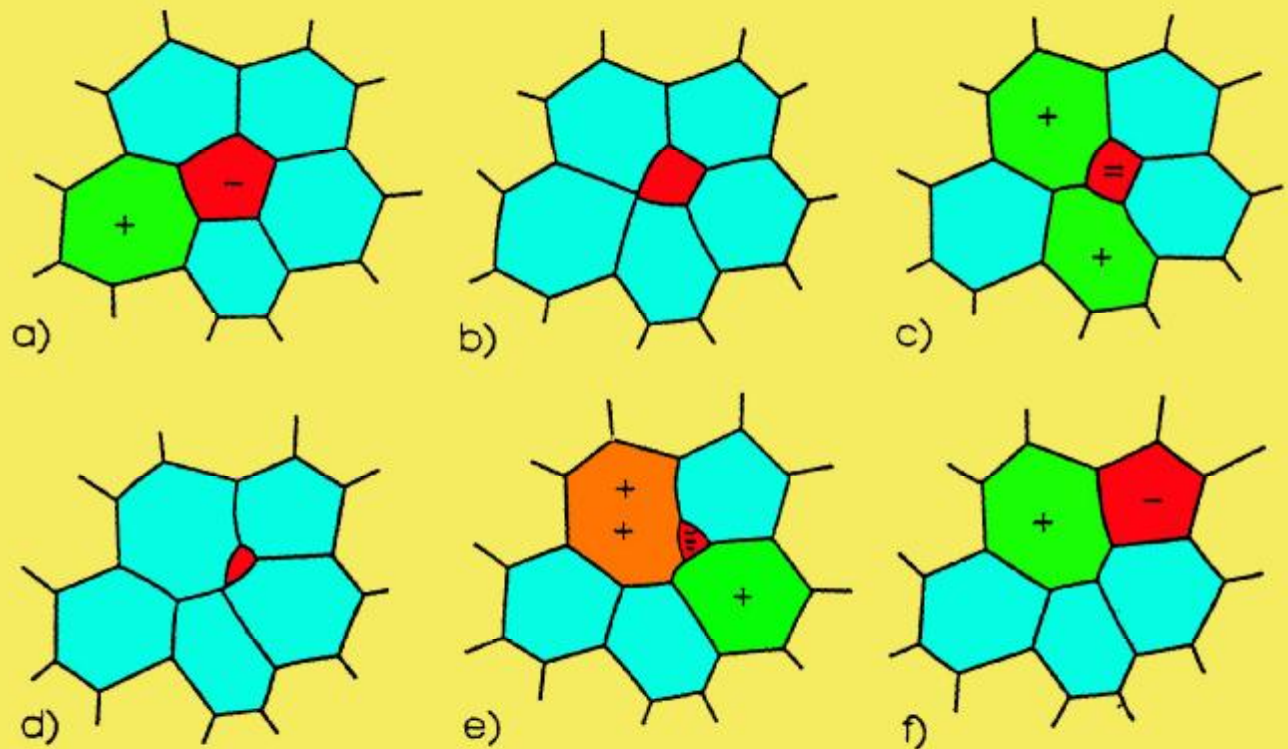
界面张力不平衡



界面弯曲



5边晶粒消失



•正常晶粒长大动力学

目的：找出晶粒尺寸与时间的关系

$$v = Mp$$

球状 $p = \gamma_b / D$

+ 界面扩散控制

$$v = \frac{b^2 D_b}{kT} P = \frac{b^2 D_b \gamma_b}{kTD}$$

即
$$\frac{dD}{dt} = \frac{c_1}{D}$$

$$\bar{D}^2 - \bar{D}_0^2 = 2c_1 t = c_2 t$$

通式：
$$\bar{D}^n - \bar{D}_0^n = c_2 t$$

实测 n 值与理论 n 值（=2）偏离原因：

①假设晶界迁移率是常数。但微小杂质原子对晶界有很大拖曳作用，在中等迁移速度下 M 随 V 变化。

即使是非常纯的金属，在高温时晶界结构和晶界迁移率会改变的。

②晶粒长大驱动力随晶粒长大而减小，这可能是因为固溶体中存在不易扩散的溶质原子丛集对晶界起钉扎作用。

$$\bar{D} = c_2 t^{1/n}$$

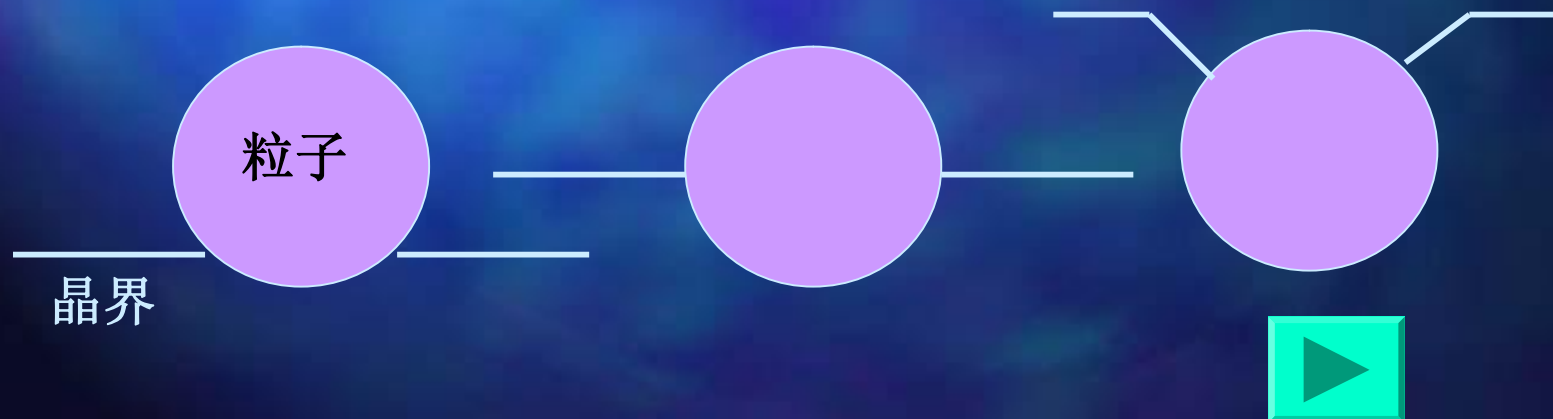
常数 n 称为晶粒长大常数，理想情况 $n=2$

•第二相粒子对晶粒长大的影响（Zener钉扎）

意义: 弥散第二相粒子对晶界移动有钉扎作用, 它对控制材料中晶粒尺寸有很重要作用。如钨灯丝, 铝合金, 新型纳米氧化物合金;

粒子钉扎的产生原因:

晶界开始穿过粒子时, 晶界面积减小, 即减少了总的界面能量, 这时粒子是帮助晶界前进的。但当晶界到达粒子的最大截面处后, 晶界继续移动又会重新增加晶界面积, 即增加了总的界面能量, 这时粒子对晶界移动产生拖曳力, 即起钉扎作用。

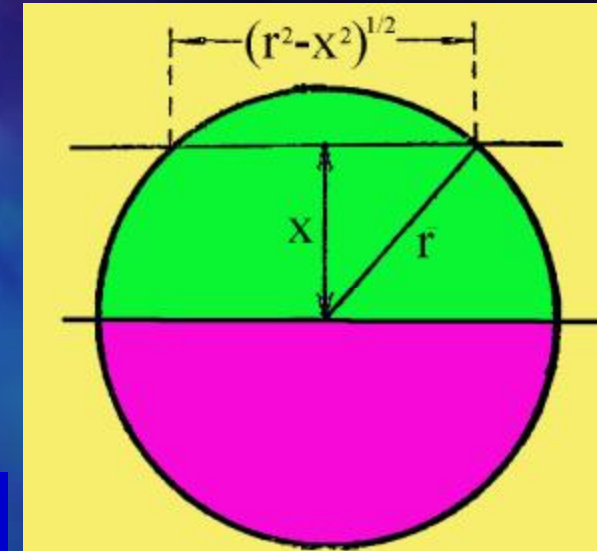


定量计算

假设

- (1) 第二相颗粒的是尺寸相同的球;
- (2) 颗粒是随机地均匀分布的;

晶界从粒子中心位置继续移动时, 晶界面积随晶界距颗粒中心距离 x 而改变, 晶界面积增加相当于界面截过的粒子面积减小。截过粒子的面积为 $\pi(r^2-x^2)$ 。所以, 晶界面积随 x 的增加率为



$$-\frac{dp(r^2 - x^2)}{dx} = 2px$$

在 $x=r$ 处增加率最大, 等于 $2\pi r$ 。所以, 晶界移动时单个第二相颗粒使晶界能的最大增加率为 $P_r = 2\pi r\gamma_b$ (γ_b 为界面能), 它就是粒子对界面移动的钉扎力。

第二相粒子对单位面积晶界移动的拖曳力为

$$P_z = 2prg_b N_A$$

晶粒长大中，当晶粒两侧的压力差与单位面积晶界移动阻力相等时

$$\frac{2g_b}{R} = 2prg_b N_A \text{ 达平衡}$$

所以最终晶粒
平均半径为

$$R^* = \frac{1}{prN_A}$$

按体视学原理，若粒子均匀随机分布，则单位体积中粒子数目 N_V 与单位面积随机截面截过粒子数目 N_A 有如下关系：

$$N_A = 2N_V r$$

晶粒停止长大时最终半径为

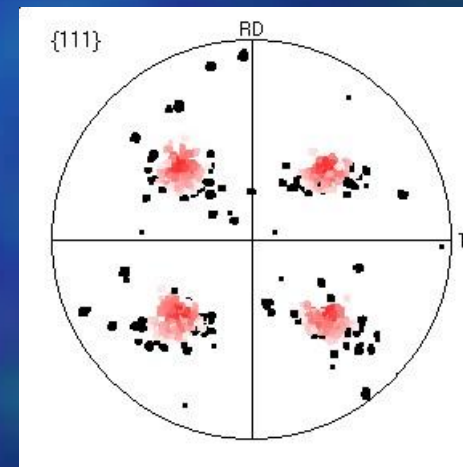
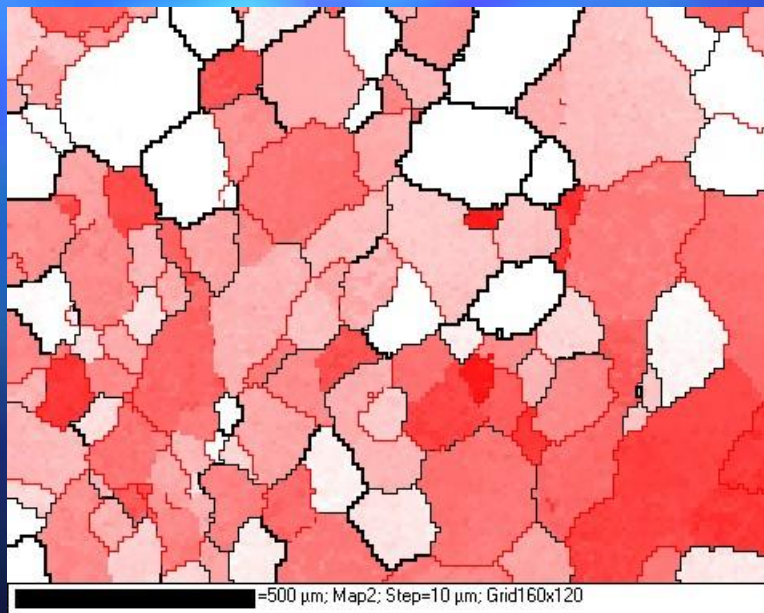
已知

$$N_V = \frac{3f}{4pr^3}$$

$$R^* = \frac{4r}{3f}$$

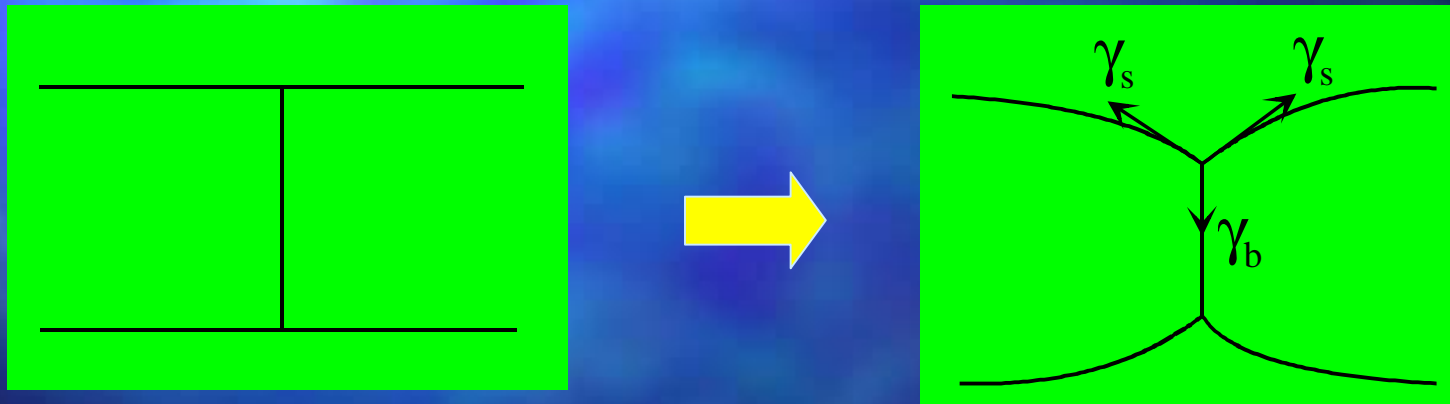
• 织构和表面对晶粒长大的影响

若一次再结晶后形成很锋锐的织构，因晶粒之间取向差不大（少于 10° ），这样的晶界能较低。由于晶粒长大的驱动力是界面能，所以存在强织构时，阻碍晶粒的长大，这种影响称为**织构抑制**。



取向成像（红色为立方晶粒，铝箔）

对薄板材，当很多晶粒长大到其尺寸横跨板材厚度时，长大的晶粒两面都暴露于表面，这些晶粒的长大变成了二维长大。露在自由表面上的晶界由于晶界张力与表面张力平衡而形成表面蚀沟，这些蚀沟总是与晶界的瞬间位置相连，它随晶界移动而移动，结果对晶界产生钉扎作用。这种影响称为**厚度抑制**。

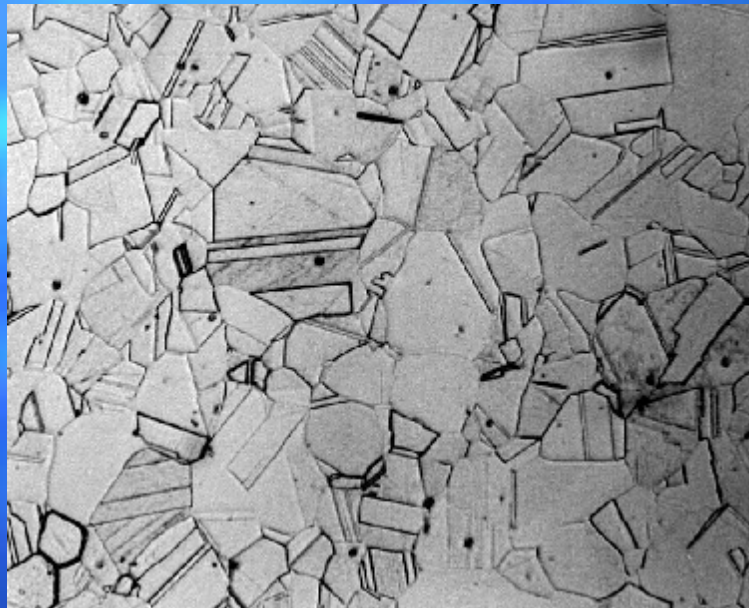


在铝箔及电工硅钢生产中此现象明显；
控制表面气氛可达到控制取向及长大的作用。 71

9.3.2 退火孪晶

出现的条件：在一些中、低层错能的FCC金属的退火组织中。
如：银，黄铜、铜、不锈钢、镍等。

组织
特征



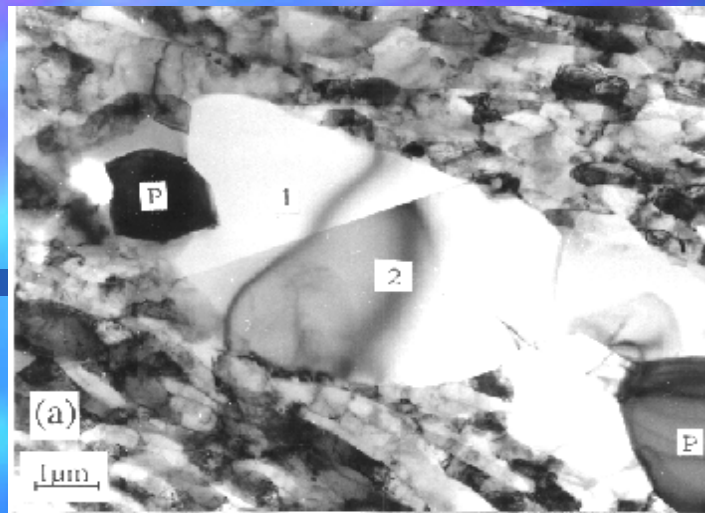
黄铜



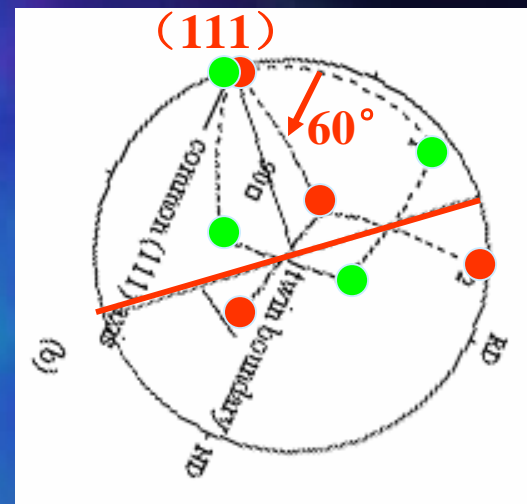
Al-1.3%Mn（较少）

孪晶关系是 $60^\circ \langle 111 \rangle$ ，孪晶界是共格的 $\{111\}$ 面；

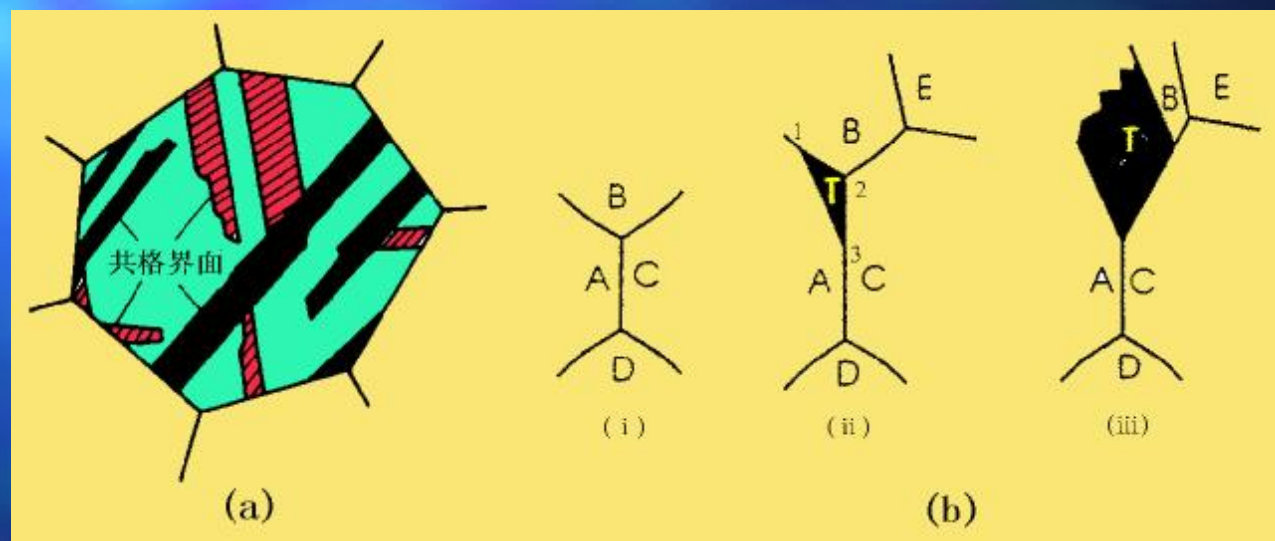
孪晶关系的确定:



Al-1.3%Mn



形成过程及能量变化。



孪晶形成时，界面面积虽增加；但孪晶界面能很低，所以总自由能是降低的。

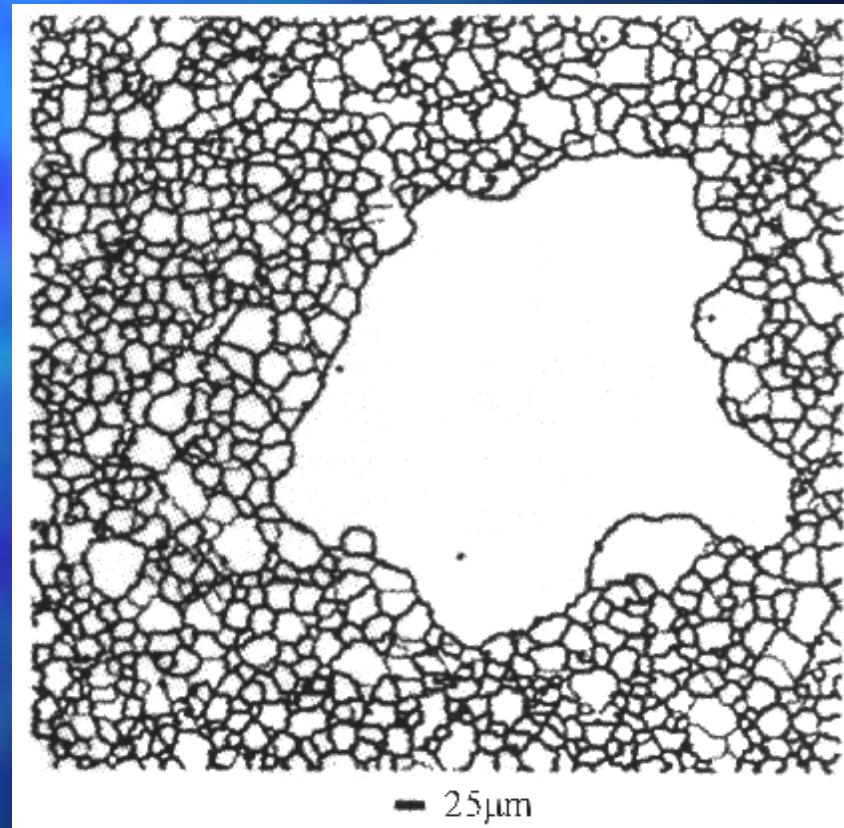
9.3.3 晶粒的非正常长大

晶粒尺寸分布变化见P47



现象

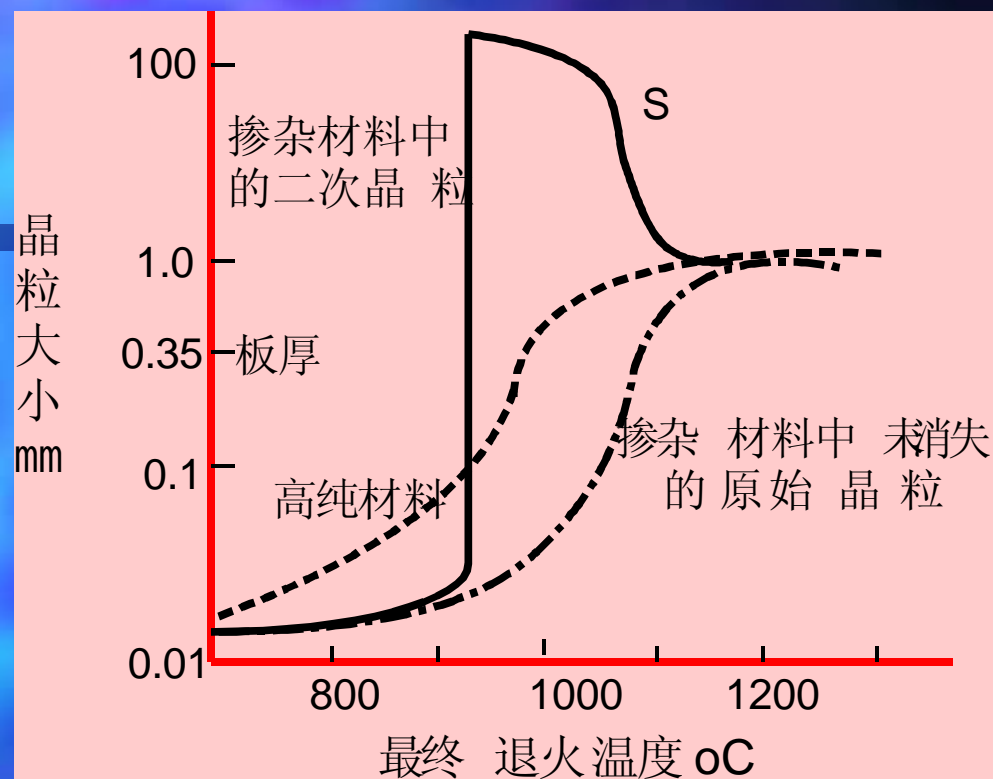
原因：
织构抑制；
第二相粒子的溶解；
厚度抑制；



Fe-3%Si二次再结晶组织

74

第二相粒子
MnS溶解造
成的晶粒不
均衡长大；



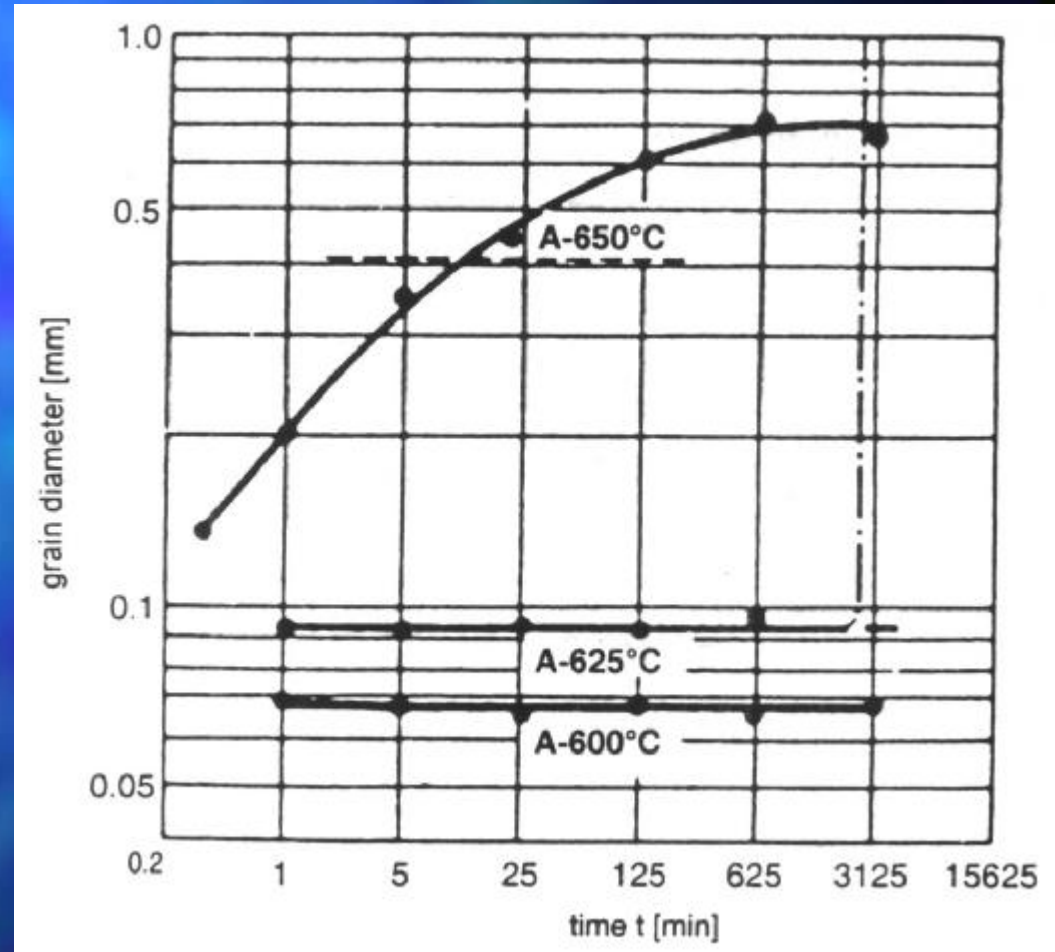
Fe-3%Si冷轧后再结晶退火，晶粒尺寸与温度的关系

对性能的影响：

硅钢片的生产（对磁性的影响）；高压电容器铝箔的生产（立方织构提高电容量）。

Al-1%Mn合金中出现的二次再结晶

水平虚线是铝板的厚度。第二相例子的溶解温度在 625°C ，在 650°C 退火没有粒子的析出，晶粒均匀长大； 600°C 退火，粒子均匀钉扎，晶粒难以生长； 625°C 退火时，正好在第二相的溶解温度附近，少数区域粒子溶解，晶粒得以充分生长，见垂直的虚线；而大部分区域仍受粒子钉扎。



9.4 再结晶组织

再结晶组织的概念：

具有形变组织的材料在再结晶退火时会再度获得组织，这称为再结晶组织或退火组织。再结晶组织可能和原来的形变组织一致，但更经常和原来的形变组织完全不同。

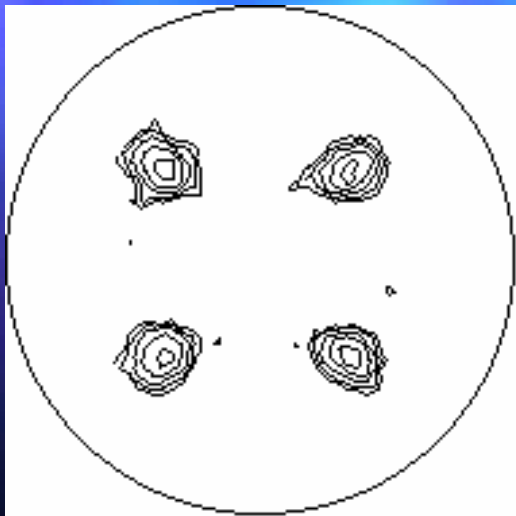
讨论的意义：

广泛存在；有时是所期望的，要设法提高组织的强度；如铝箔、电工钢、IF深冲钢板；及许多功能材料；有时要避免，如铝易拉罐的生产；

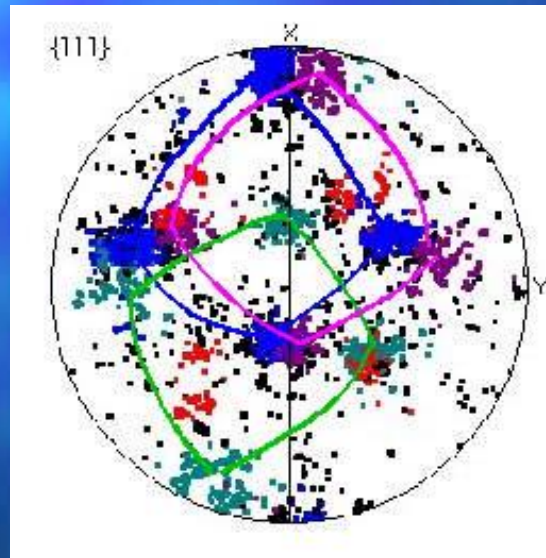
9.4.1 典型金属和合金的再结晶组织

面心立方金属的再结晶组织

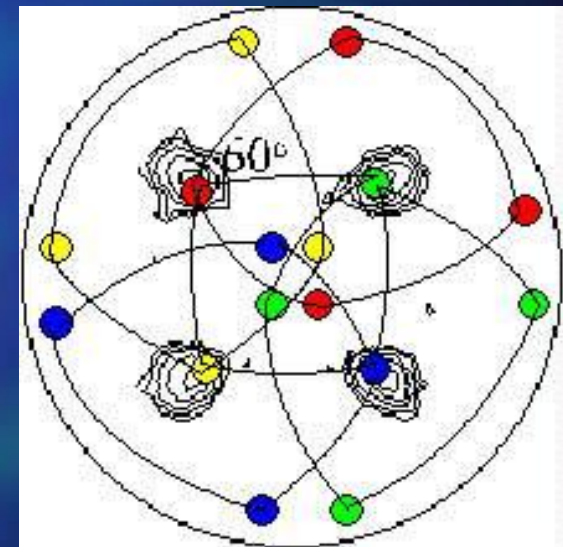
- 铝中的立方织构和R织构（高层错能）；
- 铜中的立方织构和 $\{236\}\langle 385\rangle$ 织构（孪晶产生，层错的影响）；



立方织构的 (111) 极图

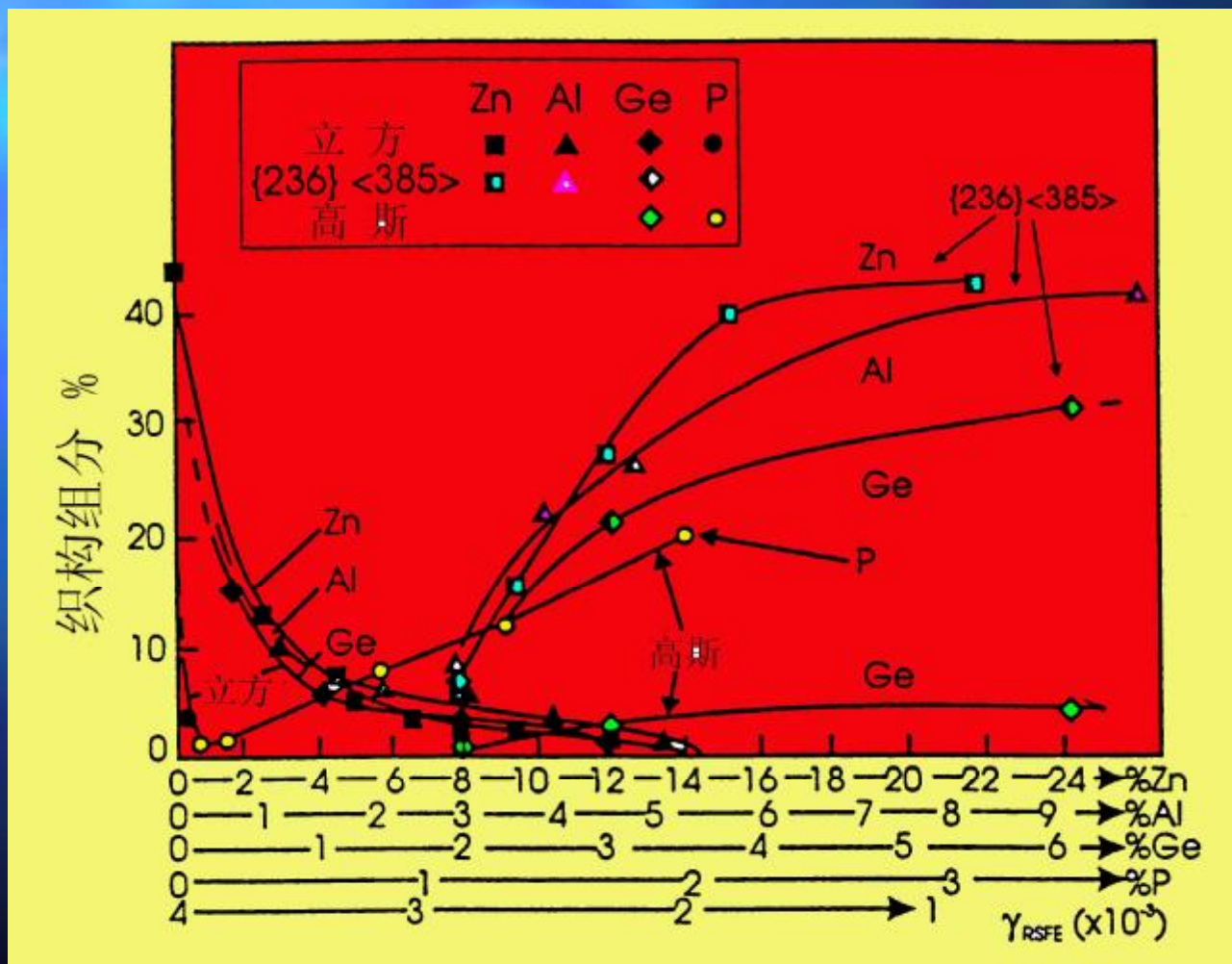


R/S织构的 (111) 极图



铜中的立方织构和 $\{236\}\langle 385\rangle$ 织构⁷⁸

合金的加入改变铜层错能而影响织构

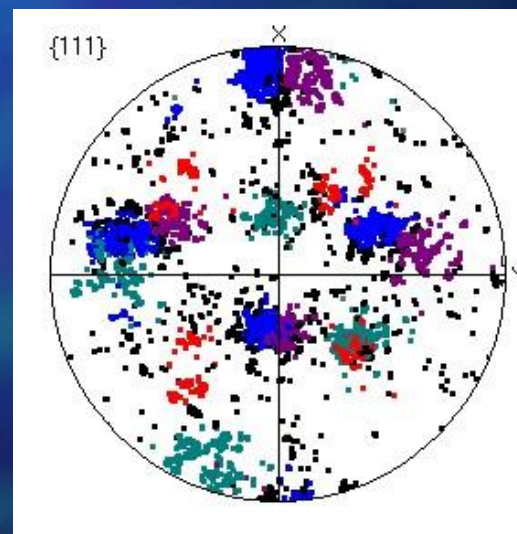


9.4.3 再结晶组织形成的理论

再结晶组织是如何形成的？两大派别。

取向形核理论

在形变组织基体上形成特定的晶体学取向的核心，这些核心长大而成的晶粒必然会具有相对于基体位向的某种特定取向。因为基体是择优取向的，所以这些晶核长大后的晶粒也必然具有择优取向。

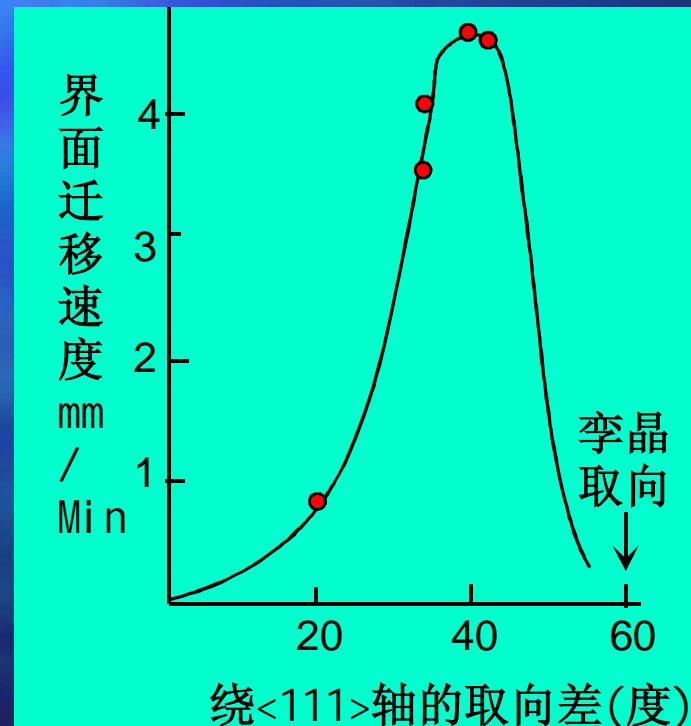


取向长大理论

认为核心不必有特殊取向，但只有那些相对于基体的某些有利特殊取向的核心才有较大的长大速度，其它取向的核心因界面迁移速度太慢，在竞争生长中被淘汰。

如，面心立方金属有利于生长的取向关系是再结晶晶体相对于形变基体绕 $\langle 111 \rangle$ 轴转动约 40° ；Cube/S关系；
对体心立方金属是绕 $\langle 110 \rangle$ 轴转动约 27° ；IF钢中出现；

铝晶界迁移率的测定



- 织构的控制与应用

织构---性能产生各向异性---获得特殊性能。

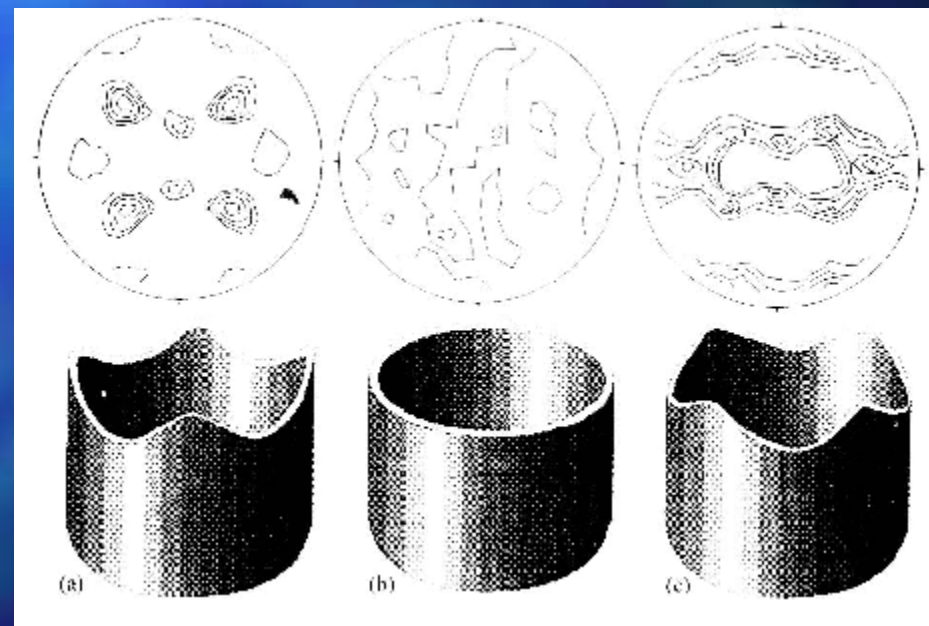
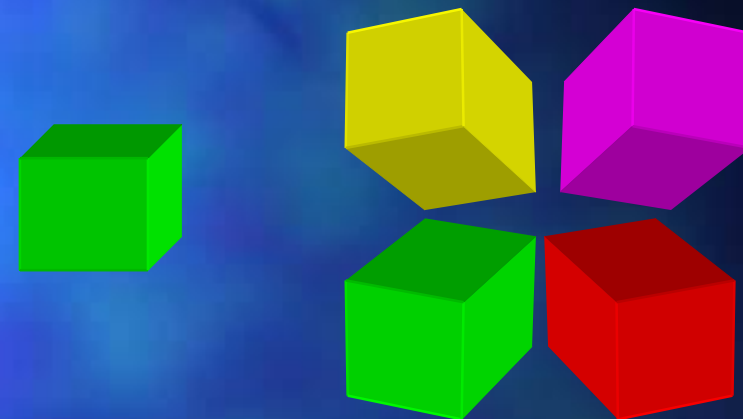
晶体学织构影响性能的例子

1)、深冲铝板/钢板

易拉罐，3000/5000系列铝合金；
轿车壳体，IF钢；

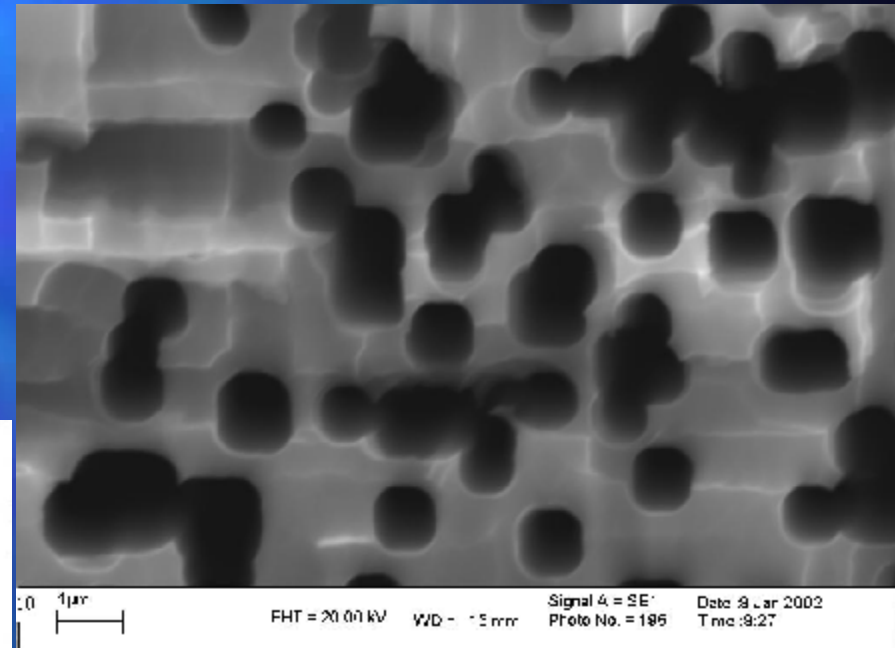
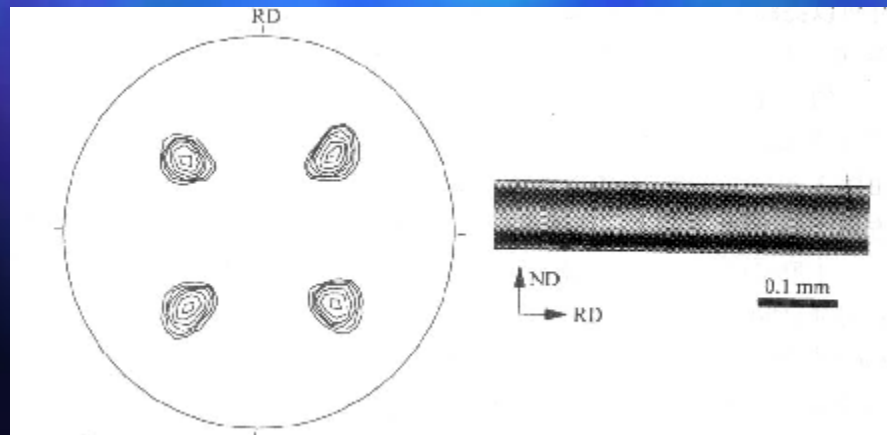
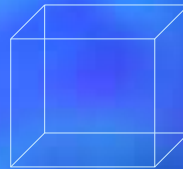
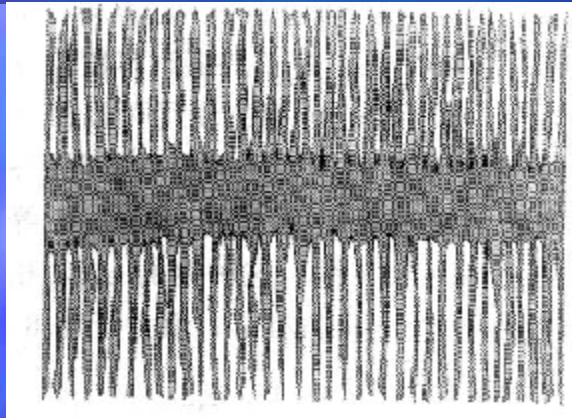
现象：制耳的存在；
原因：晶粒取向择优；
解决方法：
消除择优取向；
轧制/退火织构抵消；





2) 高压电子铝箔

希望高电容值，尽可能多的表面积。 $\{100\}$ 面的腐蚀。

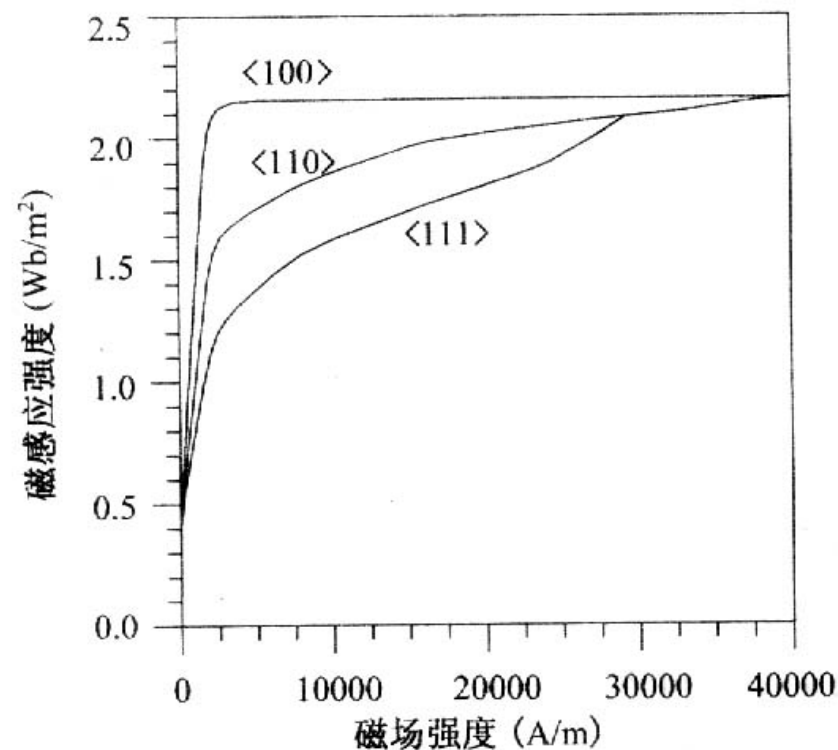
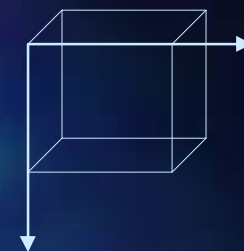


特殊的冷轧退火工艺
90%以上的立方取向晶粒。

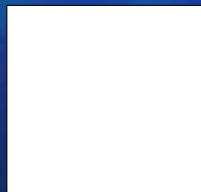
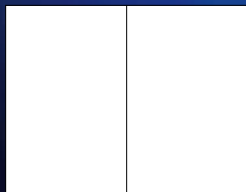
3) 电工硅钢片 (Fe-3%Si)

用途：变压器、马达(中的铁芯)；
要求：高软磁性能；
Si提高电阻率、磁导率、
降低矫顽力和铁损；

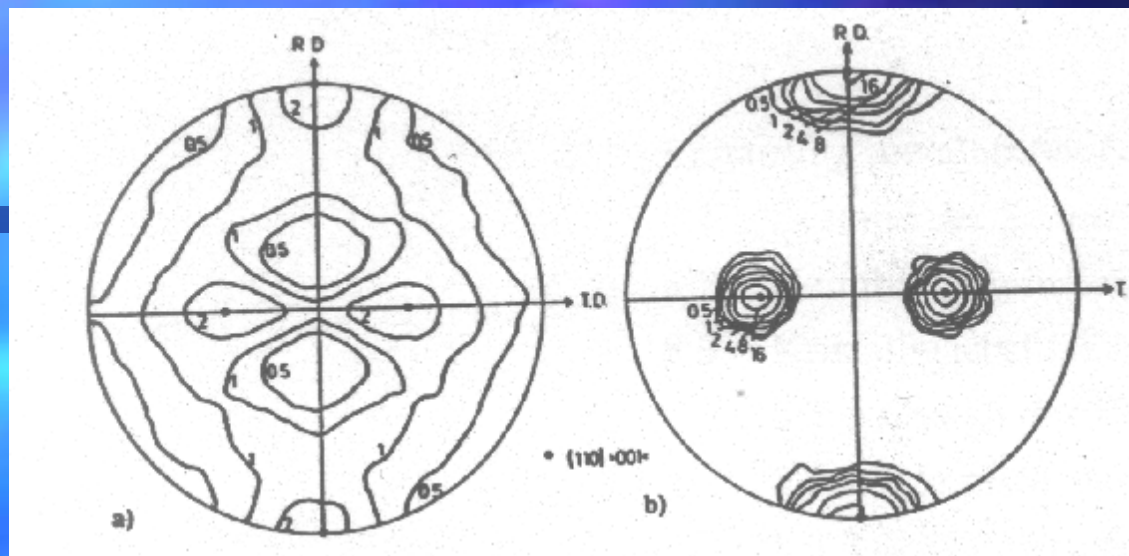
解决方法：
形变、退火(二次再结晶)；
得到高斯{110}<001>织构；
MnS粒子的帮助；



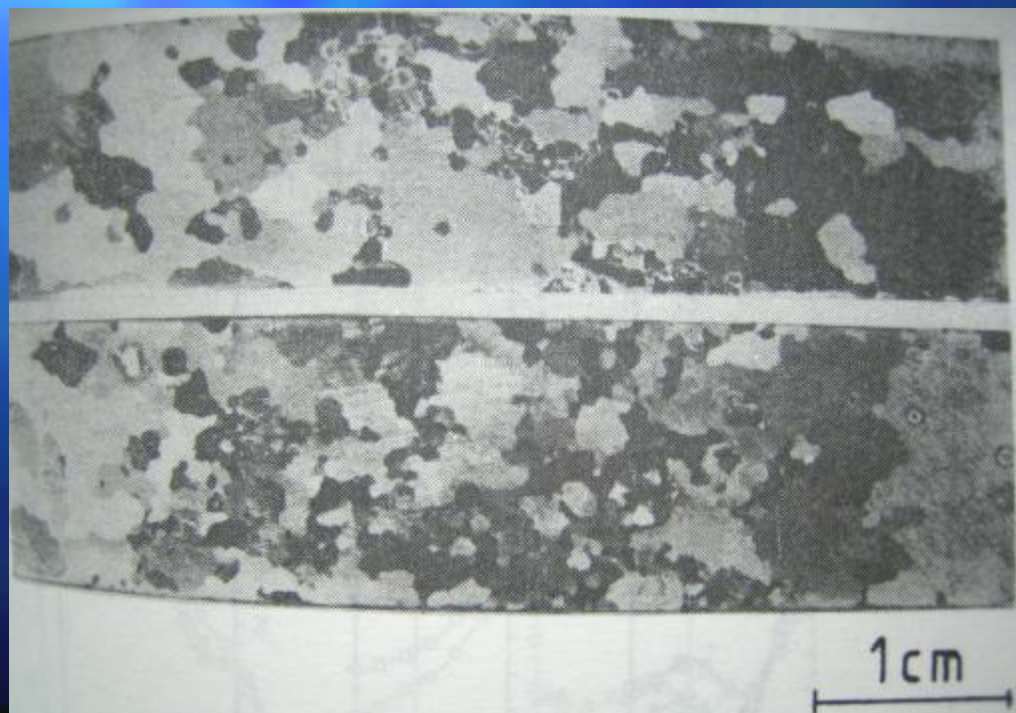
磁性的各向异性：
<100>方向最易磁化。



一次再结晶后的组织



二次再结晶后的组织

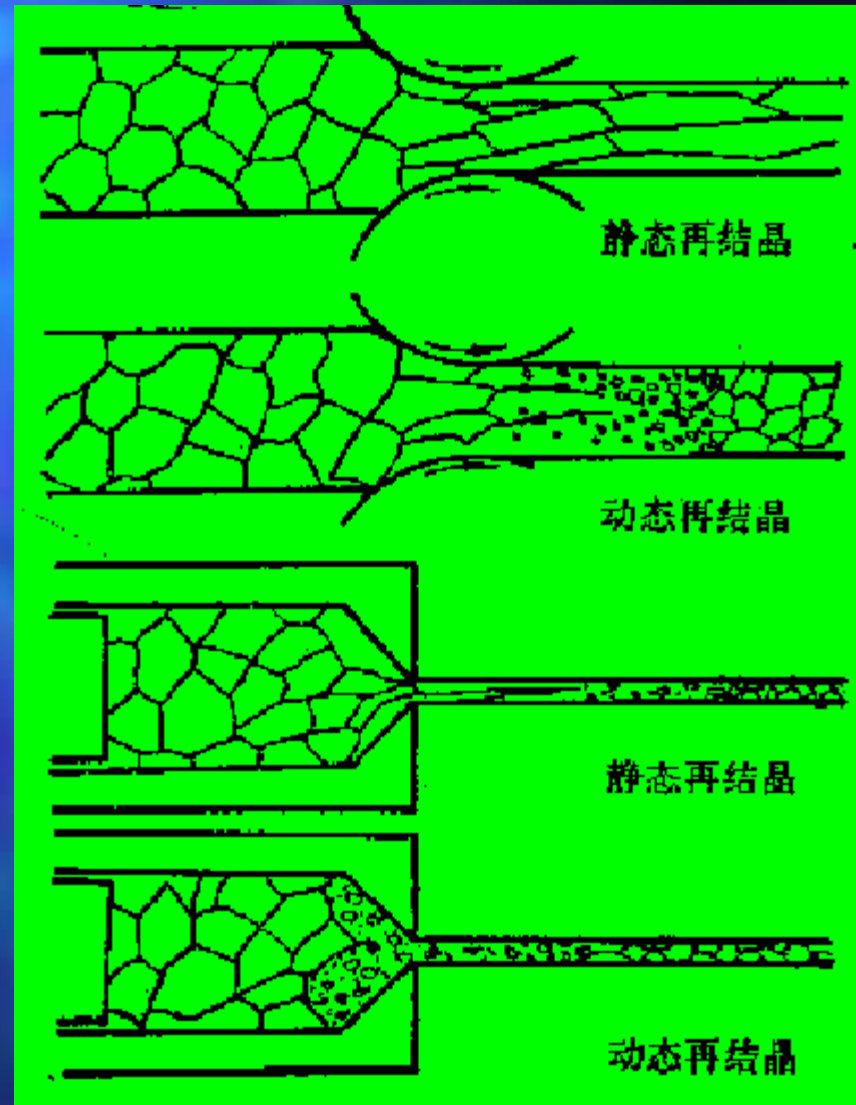


9.5 热加工过程的 回复和再结晶

热加工：

在材料的再结晶温度以上的加工过程。即形变中伴随回复和再结晶过程（称动态回复和动态再结晶），亚动态再结晶；

在动态再结晶时已形成的再结晶核心以及正在推移的再结晶晶粒界面，不必再经过任何孕育期继续长大和推移，



9.5.1 动态回复

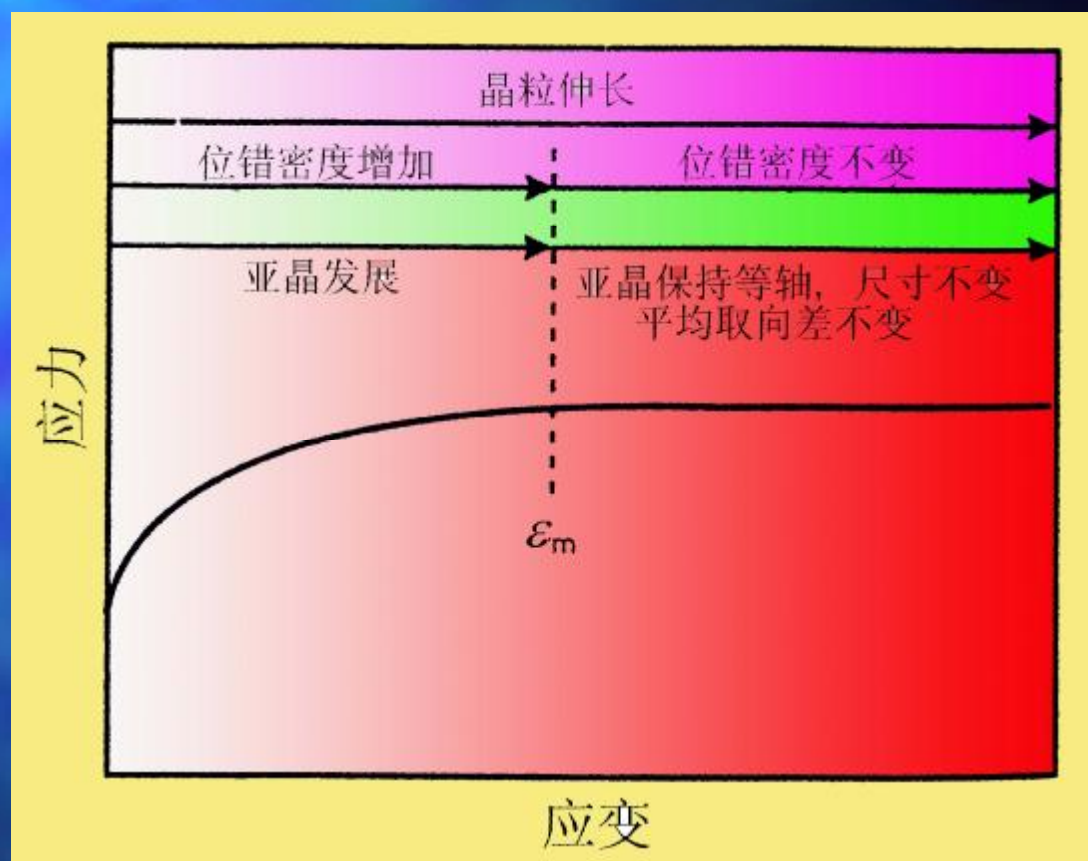
外在表现：流变应力不随应变而变的稳态流变过程。

原因：

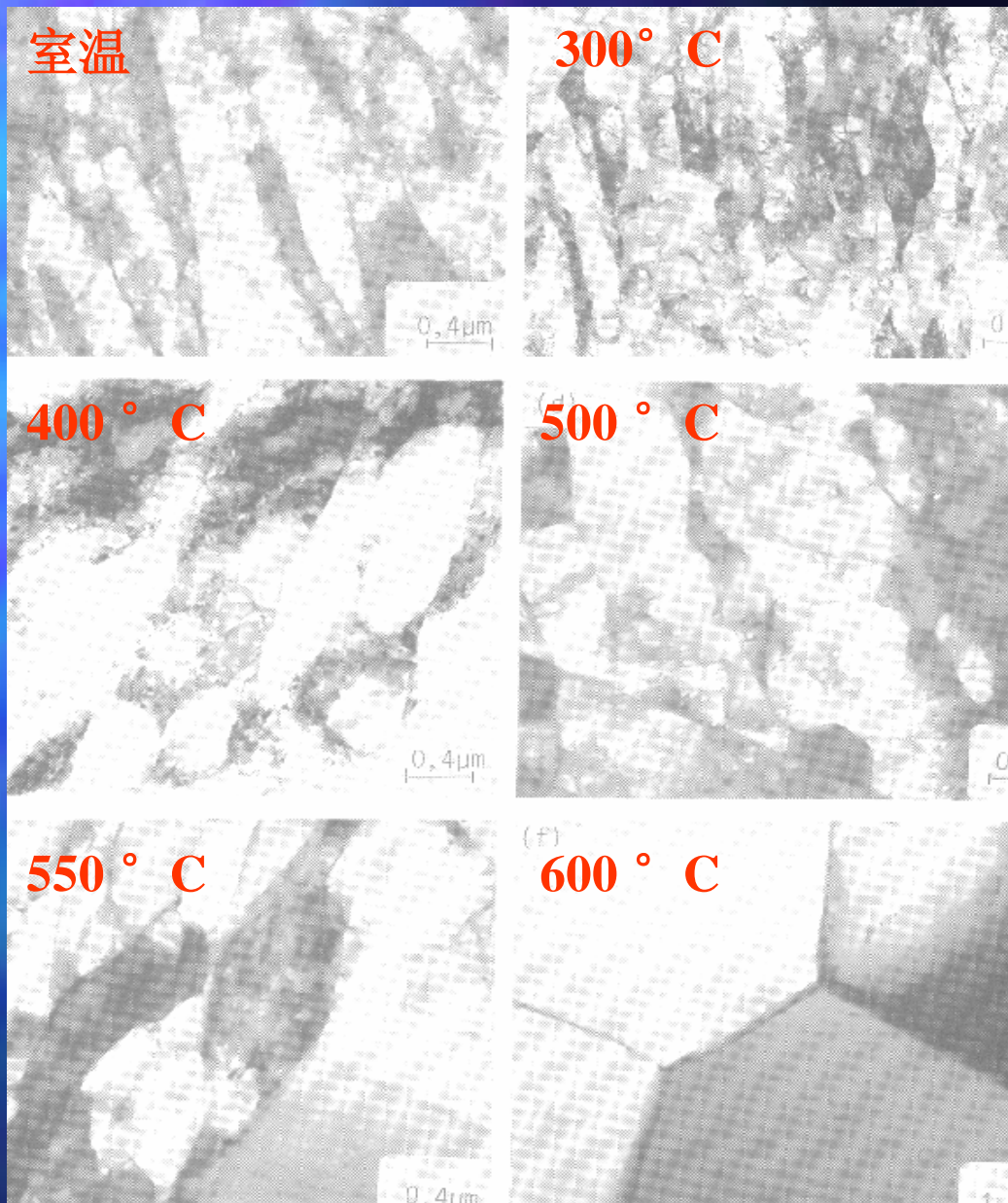
热加工时，形变使位错增殖和积累造成的硬化被通过热激活使位错对消、胞壁锋锐化形成亚晶及亚晶合并等软化抵消。

材料内因的影响：

高层错能的材料比低层错能材料更易动态回复，甚至将能量释放的不足以再结晶。



工业纯铁不同温度
下低应变的组织，
高温下只发生回复。



9.5.2 动态再结晶

出现条件:

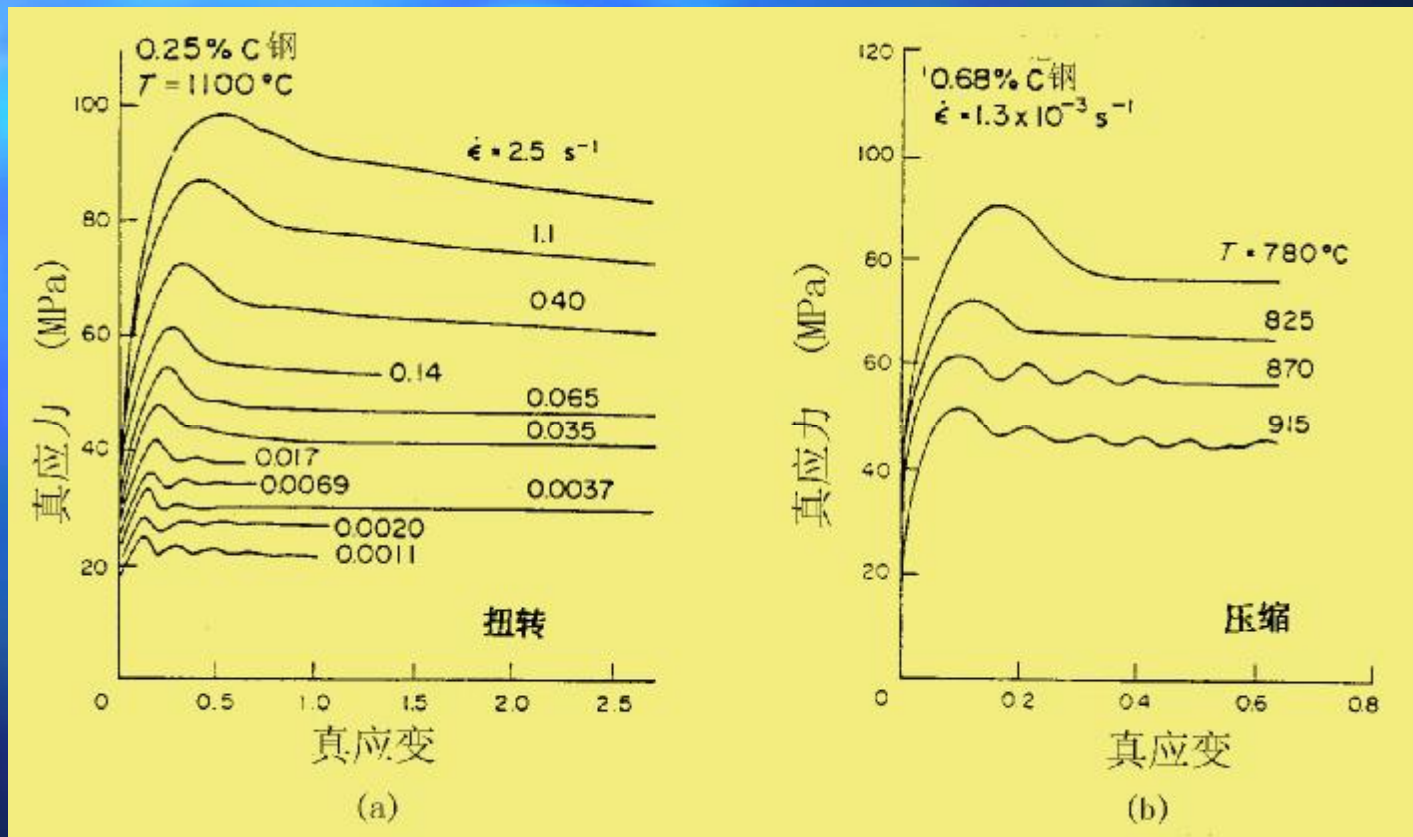
具有低、中层错能的金属，回复过程较慢，热加工时，动态回复未能同步抵消加工时位错的增殖积累，超过某一临界形变量后发生动态再结晶。动态再结晶时，大量位错被再结晶核心的大角度界面推移而消除，当这样的软化过程占主导地位时，流变应力下降，应力-应变曲线出现峰值。

随材料内、外影响因素的不同，应变曲线可出现单峰或多峰现象。

注：单峰、多峰对应不同的组织变化或细化效果。

原因：再结晶周期迭加效果不同。

应变速率改变

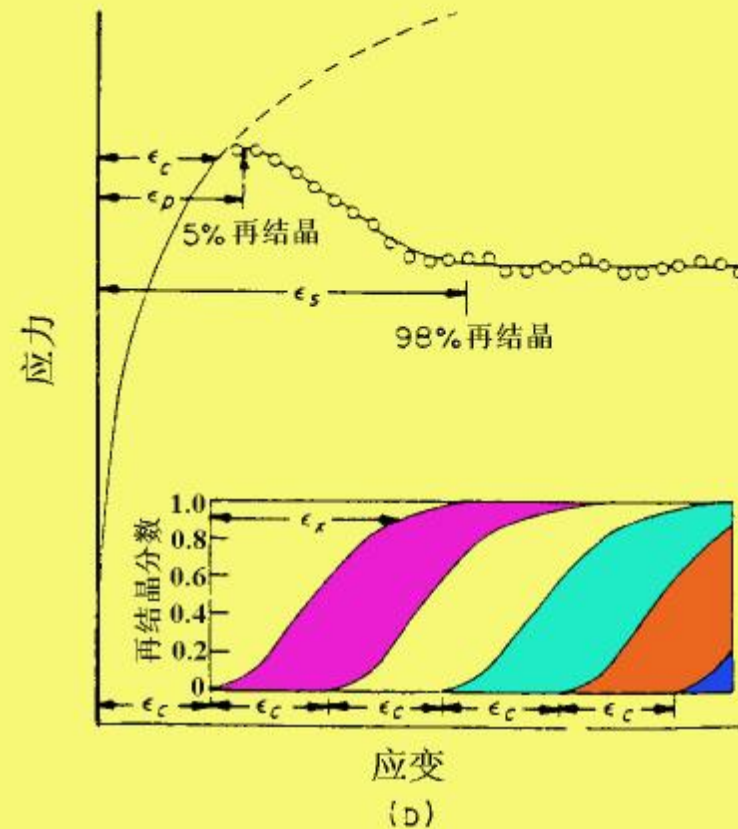
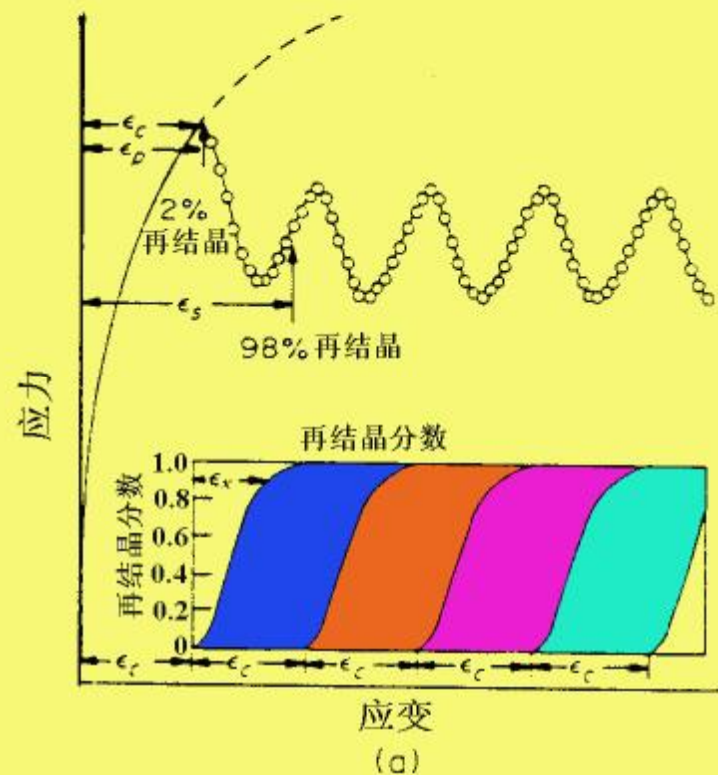


温度改变

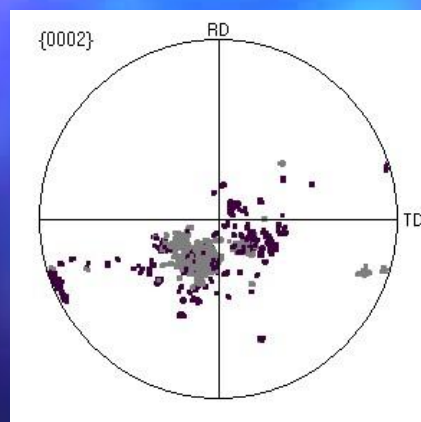
碳钢应力应变曲线

低 ϵ' ; 高 T_{def} ;
再结晶各周期分开。

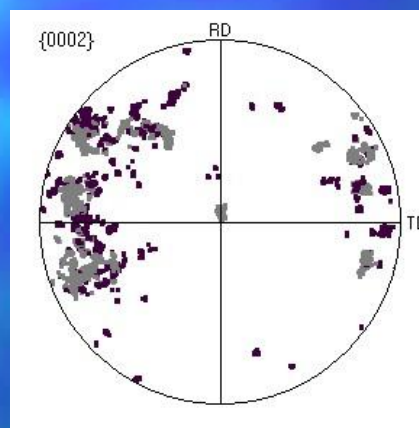
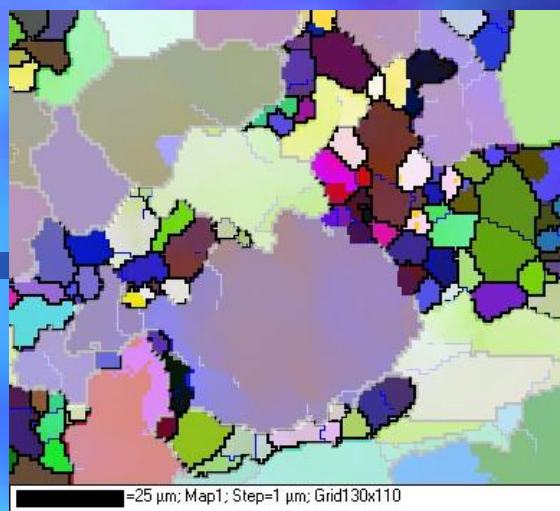
高 ϵ' ; 低 T_{def} ;
再结晶各周期重叠。



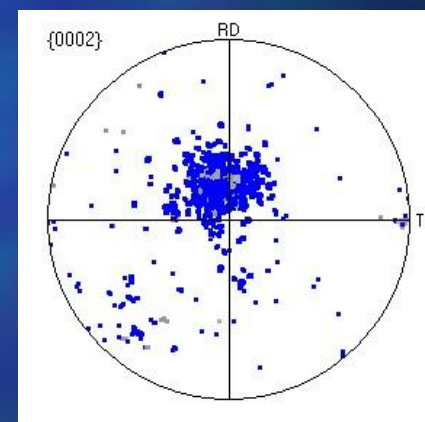
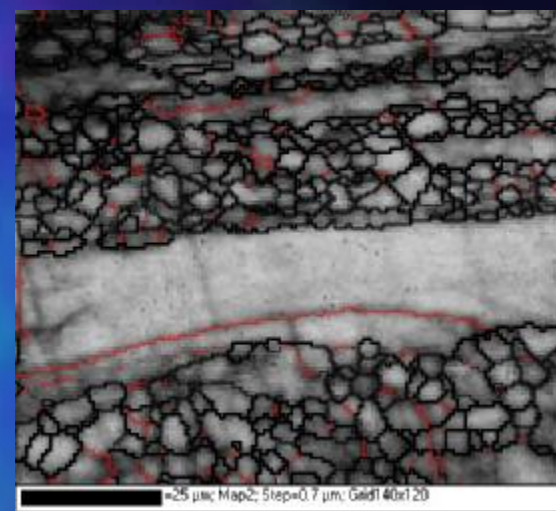
Luton和Sellars的计算机模拟结果。



应变25%



应变60%



应变100%

镁动态再结晶时的组织变化, 0.01/s

描述热加工过程的一个重要参数Zener-Hollomon参数Z:

表观激活能

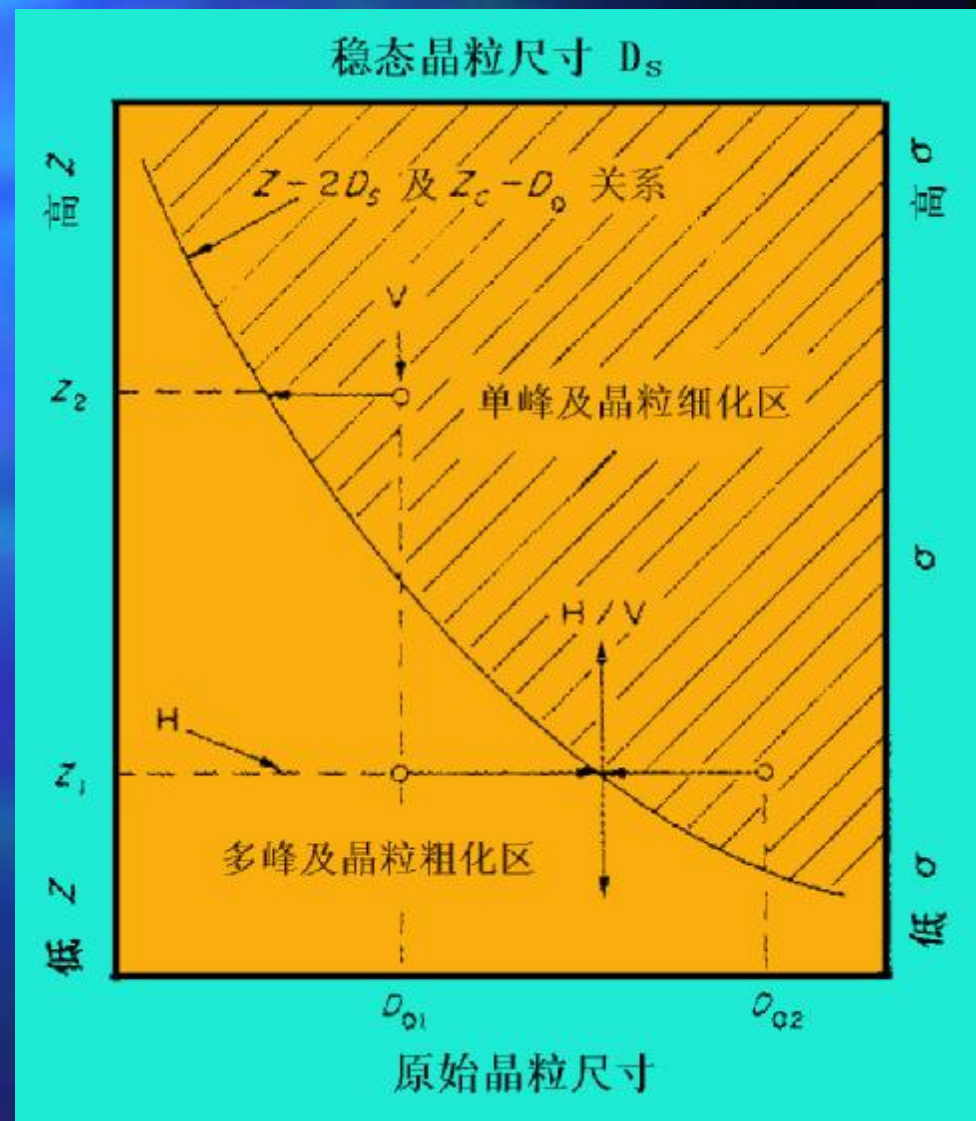
$$Z = \frac{Q_0}{RT} \exp\left(\frac{Q_0}{RT}\right) = F(\dot{\epsilon}_m)$$

应变速率

峰值应力

Z概括了变形温度和应变速率的热加工参数。
(温度校正的应变速率)

通过Z参数将两类组织
(粗晶、细晶) 区分开,
用于组织控制。



本章小结

•研究的意义

•回复



基本特征
组织变化
性能变化
动力学I, II型

•再结晶



基本规律
形核
长大
动力学
与脱溶的交互作用
组织变化（退火孪晶）
取向变化

•长大



正常（连续）



动力学
钉扎

异常（不连续/二次）



现象
原因
利用

•热加工



σ - ε 曲线
组织
原因
利用