

## 第九章 再结晶

### 一、学习的意义、基本线路及要求

材料加工时要经历形变，有时形变量很大，如热轧铝板 7 mm 厚，要冷轧到 0.3mm 厚；微电子封装用金连线，从铸锭得到的柱状晶要冷拔到直径为  $25\text{ }\mu\text{m}$  的细丝。冷加工后的加工硬化状态不能直接使用，而要经历再结晶软化。**再结晶的转变过程与相变很类似**，在了解其规律后，就可利用再结晶很好地控制组织及性能；如果将形变、再结晶及相变有效结合起来，组织性能调整的范围可很大，当然过程及涉及的原理也越复杂，所以再结晶（退火）是一项重要的工艺。

基本线路：1) 研究再结晶的意义；2) 回复过程：基本特征/组织变化/性能变化/动力学；3) 再结晶过程：基本规律/形核/晶核长大/动力学/与脱溶的交互作用；组织变化（包括退火孪晶）；取向变化；4) 长大过程：正常（连续）方式；动力学方程；钉扎作用；异常（不连续/二次）现象，原因，利用及控制；5) 热加工过程：应力应变曲线；动态再结晶组织；形成原因；利用及控制。

要求：1) 回复、再结晶及正常长大过程中的组织、性能、取向变化的动力学过程的基本规律。

2) 再结晶与形变一章的关系，与固态相变一章的关系。

3) 内、外因素变化对再结晶过程的影响，如形变量，温度，初始组织，层错能，溶质第二相。

### 二、主要内容

回复和再结晶都是使有畸变的高能晶体恢复到低能状态的过程。这两个过程的区别在于：前者不涉及大角度晶界的迁移，靠过饱和点缺陷消散和线缺陷对消、重排列来降低能量；后者是靠大角度晶界推移消除高能基体来降低能量。所以，回复期间的组织变化主要是多边化及亚晶长大，再结晶期间的组织变化是形核（严格说，核心已在恢复过程准备好了）和核的长大以及晶粒长大。回复动力学曲线与再结晶动力学曲线的形状有很大差异，前者无孕育期。

再结晶过程有一孕育期，有一动力学意义上的再结晶温度。讨论再结晶的基本规律、再结晶动力学的影响因素、再结晶形核率长大速度的影响因素时涉及的方面都相近，都受形变量、形变温度、原始晶粒大小、退火温度、溶质原子、第二相尺寸及量的影响。

再结晶形核总在高应变能和高取向梯度的地点，如形变不均匀区、原始晶界、形变产生的新晶界和第二相粒子周围等。再结晶有两个主要形核机制，一是应变诱导晶界迁移（英文缩写 SIBM）机制，另一是亚晶聚合长大机制。再结晶形核地点有很多，如原始晶界、形变诱导出的新的大角晶界、第二相粒子旁、过渡带，切变带，孪晶界。再结晶核的长大遵守一般的晶界迁移速度式  $v=Mp$ ，只是此时驱动力  $p$  是形变储能造成的。本质是大角晶界迁移，控制机制是界面原子扩散。一般新晶粒是等轴状的，但在有特殊取向关系并出现高迁移率界面或粒子钉扎时，再结晶晶粒的形状可以是盘状或长条状。大的第二相粒子可通过提高形变储能，或直接作为再结晶形核地点而促进再结晶，小的弥散分布的粒子因钉扎晶界而阻碍再结晶。若第二相粒子在退火时析出，则一定阻碍再结晶。再结晶组织出现的原因是形变的特定模式（如有初始组织，特殊的晶粒‘碎化’方式，留下特殊的形变不均匀区，原始晶粒尺寸较大等），以及新、旧晶粒之间高迁移率的大角晶界。立方组织、 $R$  组织、高斯组织及其孪晶取向是常见的再结晶组织。再结晶组织的形成理论或模型有择优形核和择优长大两个，前者指再结晶组织是有形变组织内特定取向的亚晶直接形核长大决定的；后者的含义是，再结晶核或新晶粒的取向为随机分布的，在其长大时具有高迁移率界面的晶粒快速生长从而决定最终再结晶组织。再结晶完成后的晶粒长大有正常（均匀）长大和异常长大（也称二次再结晶）两种，后者主要是第二相粒子、表面气氛或厚度效应、组织存在造成的。晶粒异常长大是当正常长大被抑制时才出现的，正常长大和异常长大对应不同的晶粒尺寸分布（‘单峰’特征与‘双峰’特征），长大驱动力是界面能的降低，通常是直 6 边形晶粒稳定，多于 6 边形的晶粒长大，少于 6 边形的晶粒消失。晶粒长大遵循  $D^2=Ct$  的基本规律。第二相粒子的钉扎力为  $P_z = 2\pi\gamma_b N_s$ ，它与曲率提供

长大驱动力抗衡时的晶粒稳定尺寸为  $R^* = \frac{4\gamma}{3f}$ 。二次再结晶组织不论是强还是弱，一般与（一次）

再结晶组织不同。再结晶时出现脱溶是一个两种转变复合在一起的复杂过程，存在两个基本过程：退火温度越高，再结晶越快；但脱溶是相变过程，遵循 C 曲线变化规律，即在一个特定温度下孕育期最短。形变加速脱溶，两个关键温度是，高于  $T_1$  只有再结晶；在  $T_1$ - $T_2$  温度之间，再结晶在前，脱溶在后，析出得不到形变缺陷的帮助； $T_2$  以下脱溶在前，且因形变而加快，再结晶被强烈滞后，甚至不能进行，发生原位再结晶。组织变化是亚晶界上的析出物，不断粗化，亚晶得以长大。

在加工过程同时产生回复和再结晶时称为动态回复和动态再结晶，一般在较高的加工温度出现。因为在回复和再结晶的同时发生加工硬化，所以发生的组织和性能变化取决于这两个相反过程的消长。对单相合金，动态再结晶形核地点主要是原始晶界，因为高温变形时在较小的应变下即可再结晶，这时在晶粒内部还未形成明显的形变不均匀区。动态再结晶晶粒尺寸主要是形变温度和应变速率的函数。高  $Z$  值下可细化晶粒，低  $Z$  值下可导致再结晶晶粒的粗化。形变温度一定时，晶粒尺寸随时间的变化不大。动态再结晶后一般保留了形变组织，动态再结晶进行的程度可由应力应变曲线直接观察到。

### 三、常见问题及学习难点

- 1、回复时的组织变化是什么？
- 2、亚晶长大与再结晶形核的关系和区别？
- 3、再结晶机制与再结晶形核机制的区别？
- 4、什么是形变组织中的过渡带及在过渡带上的再结晶形核？
- 5、亚晶长大、核心长大、晶粒长大的区别是什么？
- 6、什么是连续再结晶？
- 7、晶粒异常长大在生产上是希望的还是要避免的？
- 8、什么是择优形核及择优长大理论？
- 9、动态再结晶与静态再结晶的差异？哪一过程细化晶粒更有效？

### 四、典型题解答

1. 厚度为 40mm 厚的铝板，轧制成一侧为 20mm、另一侧仍保持为 40mm 的楔形板，经再结晶退火后，画出从 20mm 的一侧到 40mm 一侧的截面的组织示意图，并说明。

解：这铝板轧制后，沿板长度的变形量是不同的，在轧成 20mm 一侧的变形量最大，而在 40mm 一侧变形量为 0。因此，在靠近 40mm 一侧在临界变形量（大约为百分之几）的地方在再结晶退火后获得最大的晶粒，在小于临界变形量的地方，晶粒尺寸和未再结晶（未变形）时的一样；在大于临界变形量的一侧，晶粒尺寸随变形量加大而逐渐减小。组织示意图如下图所示



2. 下面是在不同温度下保温晶粒长大实验所测得的数据，如果忽略了晶粒开始长大时的尺寸，问晶粒界移动速度是否和驱动力成正比。求出晶界迁移的激活能。

保温时间/h	0.25	0.5	1	2
--------	------	-----	---	---

平均晶粒尺寸 / $10^{-3}$ cm	475°C	1.1	1.5	2.1	3.0
	500°C	1.6	2.2	3.2	4.5
	600°C	2.8	3.9	5.5	7.8
	650°C	3.3	4.7	6.6	9.4

解：如果忽略了晶粒开始长大时的尺寸，晶粒界移动速度和驱动力成正比时，晶粒长大的等温动力学方程是

$$\bar{D}^2 = Kt$$

式中  $\bar{D}$  为晶粒平均直径，在恒温下， $K$  是常数；但它是温度的函数： $K = B \exp(-Q/RT)$ ， $Q$  是晶界移动激活能。为了验证晶粒界移动速度是否和驱动力成正比，把上式写成

$$\bar{D} = K' t^n$$

式中  $K' = K^n$ 。如果求得  $n$  为 0.5，则说明晶粒界移动速度是和驱动力成正比。两端取对数，得

$$\ln \bar{D} = \ln K' + n \ln t$$

把给出的数据换成对数，得

$\ln t / \ln(\text{min})$		2.71	3.40	4.09	4.79
平均晶粒尺寸 / $10^{-3}$ cm	475°C	-6.81	-6.50	-6.16	-5.81
	500°C	-6.44	-6.12	-5.74	-5.40
	600°C	-5.88	-5.55	-5.20	-4.85
	650°C	-5.71	-5.36	-5.02	-4.67

对四个温度的  $\ln \bar{D}$  与  $\ln t$  画图，如下图所示。进行线性回归，得

$T$ (°C)	475	500	600	650
$1/T$ (1/K)	0.00134	0.00130	0.00115	0.00108
$\ln K'$	-8.126	-7.817	-7.23	-7.06
$n$	0.482	0.505	0.496	0.499

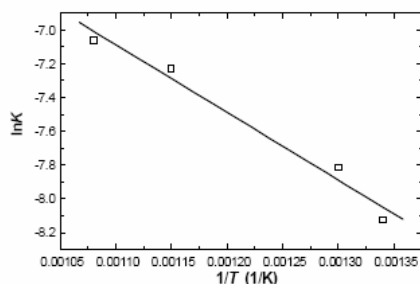
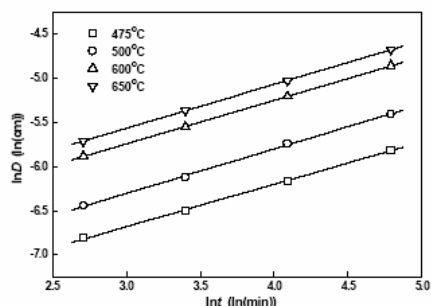
求得的  $n$  值都非常接近 0.5，说明晶界移动速度和驱动力成正比。因为  $K' = K^n$ ，现在  $n=0.5$ ，即  $K'^2 = K$ 。

而  $K = B \exp(-Q/RT)$ ，即  $K'^2 = B \exp(-Q/RT)$ 。把这个式子两端取对数，得

$$\ln K' = \ln B - Q/2RT$$

把  $\ln K'$  与  $1/T$  的数据也列于上表，作图，如下图所示。对数据进行线性回归，得斜率为 -4010，相关系数为 0.988。由上式可知，斜率等于  $-Q/2R$ ，故晶界移动激活能  $Q$  为

$$Q = 2R \times 4010 = 2 \times 8.314 \times 4010 \text{ J/mol} = 66678 \text{ J/mol}$$



## 五、小测验及答案

1、判断下列问题的对错，并简述原因（20分）

- 1) 形变金属在低于再结晶温度以下的温度是可能发生再结晶的。
- 2) 只要进行热加工，就会发生动态再结晶。
- 3) 合金的预变形量与退火温度同样对再结晶（刚刚完成再结晶的瞬间）晶粒大小都有很大影响。
- 4) 回复在再结晶之前发生，一旦再结晶核心形成，回复过程就终止了。

2、回复和再结晶过程有何区别？什么是再结晶温度？纯铅（熔点为 327.5℃）和纯铁（熔点为 1538℃）在室温经大变形量变形，两者加工过程有何不同？加工后在室温放置，两者内部会发生什么变化？（15分）

3、层错能高和层错能低的两种面心立方金属的再结晶组织的最大差异是什么？形核地点类型的最大差异是什么？（10分）

4、典型的再结晶织构是：（5分）

1) 铜型织构；2) S 或 R 织构；3) 高斯 G 织构；4) 只能是立方织构；5) 可能是立方织构+G；6) 可能是立方织构+G+R；

5、正常晶粒长大和异常晶粒长大的关系是：（5分）

1) 两者一般同时进行；2) 正常长大后一般都发生异常长大；3) 正常长大难以进行时才可能发生异常长大；4) 异常长大后还可能发生正常长大；5) 异常长大后不可能再发生正常长大；

6、BCC 结构金属轧制条件下含形变储能较高的晶粒取向一般是：（5分）

1)  $\{110\}$ ||轧面；2)  $\{111\}$ ||轧面；3)  $\{211\}$ ||轧面；4)  $\{100\}$ ||轧面；

7、第二相粒子对再结晶过程起怎样的作用？（10分）

8、应变诱发晶界迁移与亚晶聚合长大两种形核机制的主要差异是什么？（10分）

9、简述再结晶的基本规律。（20分）