

鉄硅合金(110)[001]单晶体的 形变和再結晶*

王維敏 周邦新 陈能寬

(中国科学院)

提 要

本文研究了含硅3.25%鉄硅合金(110)[001]的单晶,在压下量为5—50%范围内的形变和再結晶。沿样品軸向冷轧2—16%后,测出的滑移面为(101), (10 $\bar{1}$), (011)和(01 $\bar{1}$),孪生面为(112)和(1 $\bar{1}$ 2)。这很好地解释了本文所得冷轧織构的来源。

样品經過35%和50%冷轧后,在退火时再結晶晶粒形成的部位和生长的情况有所不同:前者在孪晶界上領先形成,并沿孪晶界择优生长;而后者除了观察到在孪晶界和形变带附近形成外,还观察到一种通过亚晶粒长大而成的晶粒,它們择优生长的趋势也不如前者明显。

一、引 言

近年来,許多研究陸續做出了性能优异的双取向硅鋼片;在体心立方结构的鉄硅合金中得到了立方織构^[1-3]。我們的研究表明:立方織构的形成,与(110)[001]取向晶粒的形变和再結晶有着密切的联系^[5],但是,这种联系的本質,目前看来还是不够清楚的;为了系統地掌握鉄硅合金中立方織构形成的規律,为生产双取向硅鋼片得出較完善的依据。同时,研究体心立方结构金属中立方織构形成的机理,也是一个重要的学科問題。因此,进一步研究(110)[001]单晶体的形变和再結晶就显得十分必要。

鉄硅合金(110)[001]单晶体的形变和再結晶,前人曾进行过研究^[6-8],但大多是研究在較大压下量时原始取向、冷轧織构取向和再結晶織构取向之間的几何关系,从而說明(110)[001]織构的来源,而对于較小压下量时的形变和再結晶,除了Dunn^[9]早期曾用大晶粒多晶样品做过一些工作之外,却很少有人研究,并且不曾注意到(110)[001]与(100)[001]之間的关系。本文研究了含硅3.25%鉄硅合金(110)[001]的单晶体,在压下量为5—50%范围内的形变和再結晶,为了了解冷轧織构的来源,我們观察了(110)[001]单晶体在軋压后的滑移和孪生;为了了解再結晶織构的来源,我們观察了退火后再結晶生核的特征及晶核成长过程。

* 1960年3月9日收到。

二、实验方法

采用含硅 3.25% 铁硅合金(110)[001]类型的单晶体(样品面和(110)面差 3° , 样品轴和[001]方向差 3.5°), 将样品沿轴向冷轧 5%, 10%, 35%, 50%, 然后在不同温度退火. 用 X 射线(光源为 FeK_α) 衍射照相的方法, 绘制成(110)和(100)极图. 对于晶粒粗大的样品, 采用劳厄背射照相的方法测定每个晶粒的取向.

测量滑移面及孪生面的样品, 一般为 $30 \times 7 \times 0.85$ 毫米的(110)[001]类型的单晶体. 电磨光^[10]后, 将样品沿轴向冷轧 2—16%, 用在两个面上测角的方法定出滑移面和孪生面.

三、实验结果及讨论

图 1 (a), (b), (c), (d) 为(110)[001]单晶体沿轴向冷轧 5%, 10%, 35%, 50% 的(110)极图. 由图 1 (a) 看出: 即使压下量为 5%, 晶体已发生强烈的碎化, 碎化的晶块除了绕 $[\bar{1}10]$ 轴产生小量的转动以外, 仍保留了原来(110)[001]的取向, 同时还有(100)[011]织构产生. 由图 1 (b), (c), (d) 看出: 随着压下量增加, 碎化的晶块绕 $[\bar{1}10]$ 轴的转动量也增加. 当压下量为 50% 时, 已接近转到(111)[$\bar{1}\bar{1}2$]和(111)[112]的取向, 而(100)[011]织构趋于集中.

经过冷轧 5% 的样品, 在 1100°C 保温 5 小时后, 并未发生再结晶, 但已接近回复到原来单晶体的状态, 从 X 射线衍射的照片中, 可以观察到清晰的劳厄斑点, 这与前人的工作^[9]是有些类似的. 图 2 (a) 为 7 号样品(样品面与(110)面相差 6° , 轴向与[001]方向差 7.5°)沿轴向冷轧 10%、在 1030°C 退火后, 测定了 21 个大晶粒的取向所绘制的(100)极图. 不难看出: 再结晶织构是距离(110)[001]约 $15-30^\circ$ 的一些取向, 而理想的(110)[001]织构却观察不到. 图 2 (b) 为冷轧 35% 的样品在 850°C 退火后的(110)极图, 其中较强的再结晶织构仍为(110)[001], 此外, 还有较弱的(120)[001]和(111)[$\bar{1}\bar{1}2$]. 而(332)[113], (332)[113]和(100)[011]织构仍维持在冷加工状态, 这与前人在(110)[001]单晶体以及多晶体的工作^[7,11]是不完全相符合的. 冷轧 50% 的样品, 在 760°C 退火后的织构由图 2 (c) 看出: 主要仍为(110)[001]和(120)[001], 剩下来没有再结晶的基体也是(332)[113]. 图 2 (b), (c) 的(100)极图也有如图 2 (a) 所示的共同特点, 即偏离(110)[001]理想取向较少的冷加工织构是不稳定的, 它们在再结晶过程中首先消失, 得到的是(110)[001]和距离(110)[001]约 $15-30^\circ$ 的再结晶织构. 随着退火温度的升高, (110)[001]再结晶织构增强的事实看来, 在再结晶过程中, 已再结晶的(110)[001]织构吞并其周围和它取向差约 10° 左右的冷加工织构而壮大自己是有可能的. 而领先再结晶的(110)[001]织构的来源, 可能是通过“同位再结晶”过程.

为了了解再结晶核的形成及生长情况, 我们对样品进行了金相观察. 图 3 为冷轧 35% 的样品再结晶过程的金相照片. 图 3 (a) 为开始再结晶的情况. 一般说来, 再结晶核首先在孪晶界上形成, 而在冷加工基体上, 形核的相对数目要少得多, 图中较暗的部分是还维持在冷加工状态的基体, 其中被位错腐蚀刻穴和极细的网状组织所布满. 再结晶核首先在孪晶界、亚晶界等畸变较大的地方形成, 这与许多面心立方金属中所观察到的现

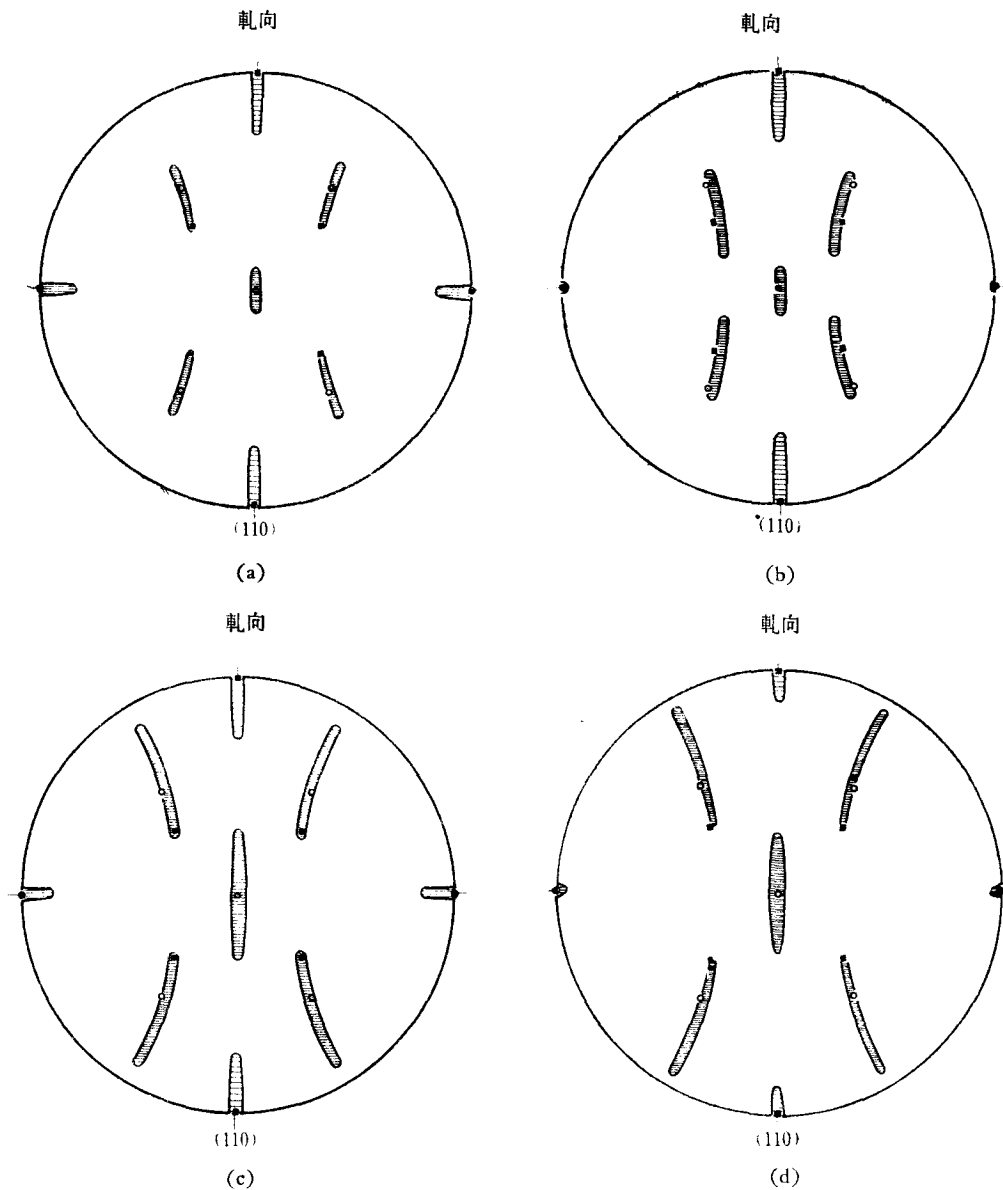


图 1 (110)[001]单晶体沿軋向冷轧后的(110)极图

- (a) 5%压下量; (b) 10%压下量;
 (c) 35%压下量; (d) 50%压下量
 ○——(110)[001] ■——(100)[011]

象^[12]是相符合的。随着退火温度升高,由图 3 (b) 不难看出:再結晶晶粒沿孪晶界生长有較高的速度,即 $[1\bar{1}0]$ 方向,因此,表现出生长的各向异性的特性,这和 Dunn^[9] 过去所看到的現象是类似的。这时,冷加工基体中的网状組織,比再結晶初期[图 3 (a)] 已有了明显的长大。而且,在已再結晶的晶粒中,随着取向的不同,位錯腐刻穴作不同方向的直綫排列。由于再結晶核的形成和长大基本上都沿着孪晶界进行,因此,在图 3 (c) 的低倍

照相中表现出条形的特征。上述的网状组织从X射线衍射照片看来,可能是亚晶粒结构。图4(a)为冷轧35%样品的X射线衍射照片,图4(b)为冷轧35%后并经过720℃退火的X射线衍射照片。比较图4(a),(b)不难看出:即使在开始再结晶以前,低于再结晶温度退火,X射线衍射点已分裂成许多碎块,这说明亚晶粒的存在,这和许多在铝中观察到的亚晶粒的生长情况是类似的。图5为(110)[001]单晶体冷轧50%以后、再结晶过程的金相照片。再结晶核除了能够沿孪晶界首先形成以外,在形变带的周界上,领先形

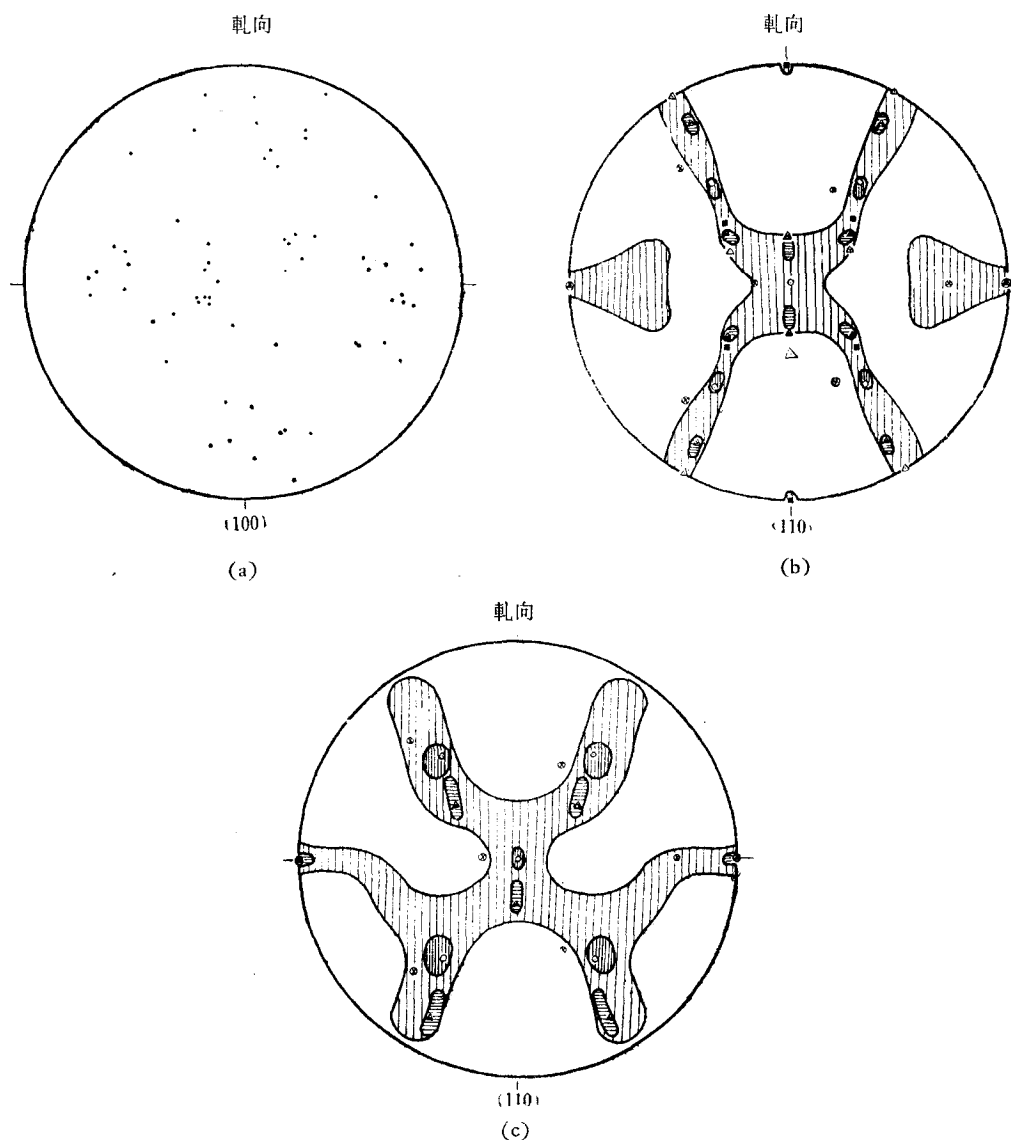


图2 (110)[001]单晶体沿轴向冷轧退火后的再结晶组织

(a) 冷轧10%并在1030℃退火; (b) 冷轧35%并在850℃退火;

(c) 冷轧50%并在760℃退火

○——(110)[001]; ■——(100)[011]; ⊗——(120)[001];

△——(111)[112]; ▲——(332)[113]

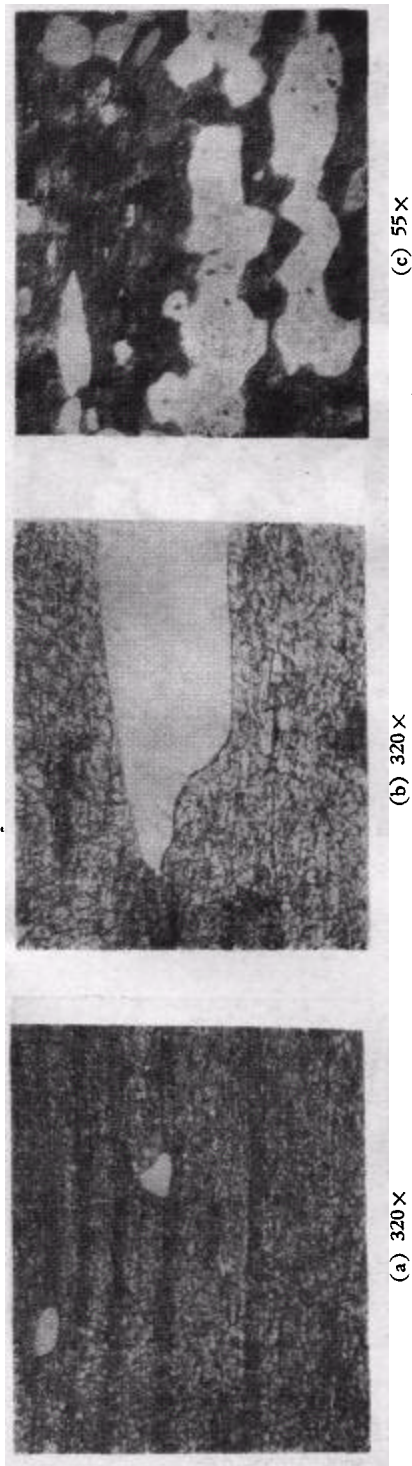


图 3 (110)[001]单晶体沿軸向冷軋35%,在不同溫度退火后的X射线衍射照片(↑軋向)
(a) 730°C—0分; (b), (c) 760°C—0分

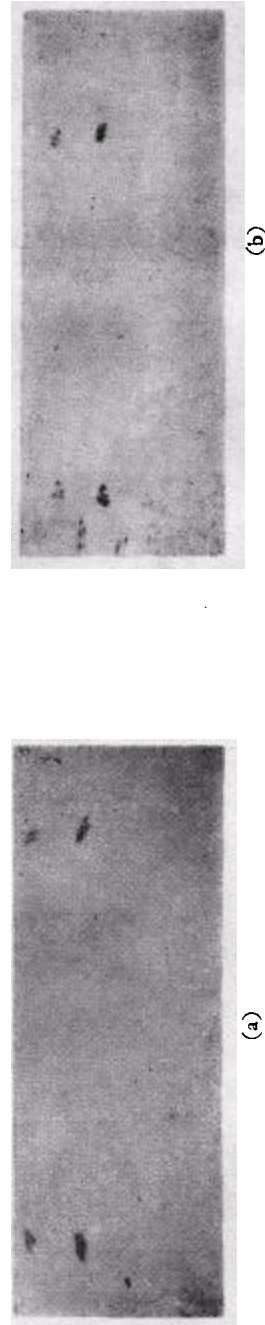


图 4 (110)[001]单晶体沿軸向冷軋及退火后的X射线衍射照片
(a)冷軋35%; (b)冷軋35%并在720°C退火

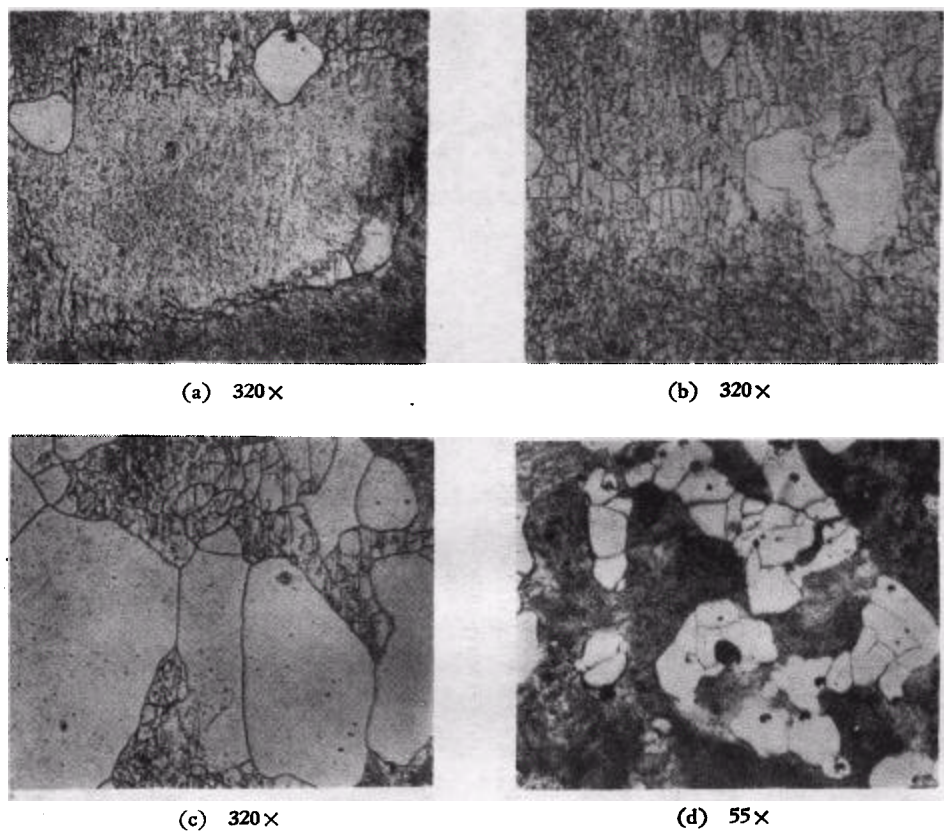


图5 (110)[001]单晶体沿轴向冷轧50%,在不同温度退火后的金相照片(→轧向)
(a),(b) 730℃—0分; (c),(d) 760℃—0分

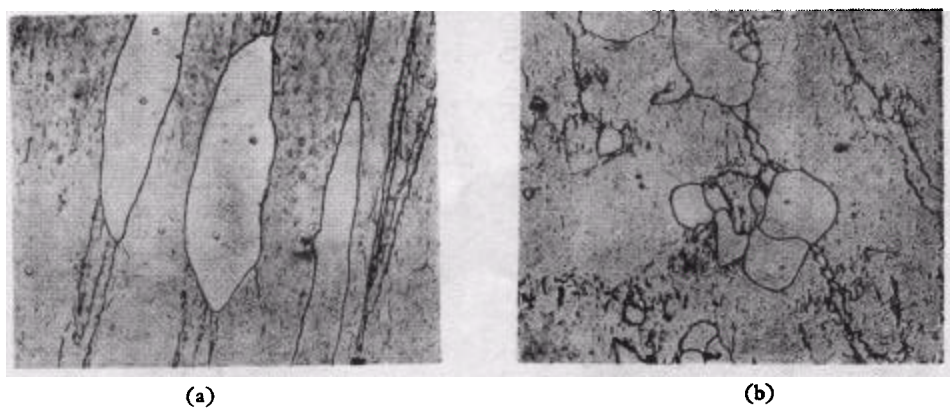


图6 (110)[112]单晶体沿轴向冷轧退火后的金相照片(→轧向)
(a) 冷轧35%, 750℃—0分; (b) 冷轧50%, 710℃—0分

核也占有重要的优势[图 5(a)], 整个样品都象图 5(a) 表示的那样, 被一块块的形变带所构成。由图中也能看出: 在这些区域中, 位錯腐刻穴的密度是不同的, 說明他們之間的取向及結構也有所区别。图 5(b) 也是样品在冷轧 50% 后开始再結晶时的金相照片。比較图 5(a) 和 (b) 可以看出: 再結晶核显现出两种不同的特征, 一种核在孪晶界上和形变带的周界上[图 5(a)] 形成, 而另一种[图 5(b)] 再結晶核, 看来是通过某些亚晶粒长大的过程, 这和 Wiener^[13] 的工作是有些类似的。观察其生长情况[图 5(c)], 两类再結晶核沿 $[\bar{1}10]$ 方向生长也有較快的速度, 只不过不如冷轧 35% 后退火的样品明显而已; 而且, 再結晶晶粒的生长往往易于在腐刻穴密度較小的形变带的区域内进行, 它們首先吞掉这个区域内的冷加工基体而填满整个区域, 因此, 在低倍照相中[图 5(d)], 再結晶晶粒是聚合成堆的分布着。

綜合以上所述, 冷轧 35% 和 50% 的样品中, 形成再結晶核的部位和生长情况有所不同, 前者的再結晶核在孪晶界上形成占有較大的优势, 而且沿孪晶界长大的速度較快, 表现出明显的各向异性; 而后的再結晶核显现出两种不同的特征, 其一, 是在孪晶界及形变带的周界上形成, 其二, 是通过某些亚晶粒长大而成, 而其生长的各向异性的特性却不如冷轧 35% 的样品明显。这个現象从另一样品中(样品面与 (110) 面差 8.5° , 軸向与 [001] 方向差 30°) 更可以明显地观察到[图 6(a), (b)]。比較图 6(a), (b) 可以看出: 冷轧 35% 的样品中, 再結晶晶粒的生长, 表现出明显的各向异性, 而沿着孪晶界的方向恰恰是 $[\bar{1}10]$ 方向。产生上述現象的原因可能是由于当压下量为 35% 时, 孪晶和基体間的切变在总应变中所占的比重比冷轧 50% 的样品要大些, 因此, 孪晶界和基体間的能量差較大, 利于再結晶晶核形成及长大。当压下量为 50% 时, 这种能量差相对地減小了, 因而, 表现出再結晶核不仅能在孪晶界上領先形成, 而且在形变带的周界上也能領先形成, 它們生长的各向异性也就表現得不明显了。

关于 (110)[001] 单晶体冷加工織构的来源問題, 我們可以从观察到的形变机构上得到解释。图 7 为我們測出的 (110)[001] 类型单晶体的滑移面和孪生面, 并将其表示在 (110) 标准极图上。图中的 P 和 X 分別代表晶体的面和軸的位置, 1, 2, 3, …… 代表晶体的编号。不难看出: 測出的滑移面为 (101), (10 $\bar{1}$), (011), (01 $\bar{1}$), 而孪生面为 (112) 和 (11 $\bar{2}$), 所得結果的分散范围, 距离理想极点約 10° 左右。当晶体的軸向偏在 (110) 标准极图中 [001] 极点的左边时, 則 (101) 和 (01 $\bar{1}$) 易于滑移, 而当晶体的軸向在 (110) 标准极图中 [001] 极点的右边时, 則 (10 $\bar{1}$) 和 (011) 易于滑移, 而正的 (110)[001] 单晶体的滑移面为 (011) 和 (01 $\bar{1}$), 这个事实从滑移的临界分切应力的观点是容易得到解释的。我們測出的滑移面的結果和早期 Barret 的工作^[14] 是不相符合的。也証明了 Decker 等认为滑移面是 (112) 和 (11 $\bar{2}$) 的假定^[15] 是不恰当的。由于 (110)[001] 类型的单晶体是上述几个滑移面, 而可能的滑移方向总是 $[111]$ 和 $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$, 因而对 (101)[11 $\bar{1}$] 这組滑移系統來說, 在形变过程中可以找到一个在滑移面內、距离滑移方向成 90° 的 $[\bar{1}21]$ 旋轉軸, 同样, 对于其他三个滑移系統來說, 也可分別找到 $[\bar{1}21]$ 、 $[2\bar{1}1]$ 、 $[2\bar{1}\bar{1}]$ 的旋轉軸。因此, 宏觀的看来, 在形变过程中, 随着压下量的增加 (110) 极图中理想的 {110} 极点表現为繞 $[\bar{1}10]$ 軸发生了不同程度的轉动, 这与实验观察結果是符合的。

(100)[011] 冷加工織构的来源, Dunn 曾认为^[7] 是由于孪生的結果, 但缺少实验数

据证明,从现在的工作看来,一方面,当压下量即使小到 5% 左右就已有孪晶出现,而在相应于这个压下量的冷加工极图中,也可找到(100)[011]冷加工织构,这可以说明孪生取向与(100)[011]织构的来源是有一定联系的。另一方面,从测出的孪生面和孪生的几何关系看来,如果把(100)极点绕[112]或 $[\bar{1}\bar{1}2]$ 轴旋转 180° ,则近似地得到(100)[011]织构。极图中,理想的(100)极点与旋转后得到的(100)极点间相距不过 $19^\circ 28'$,这与图 1 中测出的极图形状是符合的。

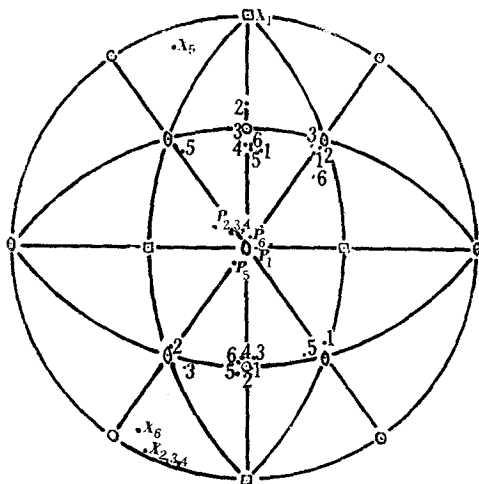


图 7 (110)[001] 型单晶体沿轴向冷轧 2—16% 后测出的滑移面和孪生面

四、总 结

1. 含硅 3.25% 铁硅合金 (110)[001] 单晶体沿轴向冷轧 5—50% 后, 碎化的晶块除了绕 $[\bar{1}10]$ 轴发生不同程度的转动以外, 仍然得到 (110)[001] 加工织构, 同时, 还产生了较稳定的 (100)[011] 织构, 它们的来源可以从形变机构上得到解释。

2. (110)[001] 类型的单晶体在室温沿轴向冷轧 2—16% 之后, 测出滑移面为 (101), (10 $\bar{1}$), (011), (01 $\bar{1}$), 孪生面为 (112) 和 ($\bar{1}\bar{1}2$), 这一观察与 Decker 早期的假设不相符合, 但是, 能够比较满意地解释本文所得织构的来源。

3. (110)[001] 单晶体沿轴向冷轧 10—50% 后的再结晶织构是比较散漫的 (110)[001], 基本上仍保留了原来 [001] 方向。

4. (110)[001] 单晶体在冷轧 35% 和 50% 的样品中, 形成再结晶核的位置及其生长情况有所不同, 前者有沿孪晶界领先形核、并沿孪晶界——即 $[\bar{1}10]$ 方向择优生长的优势, 而后的再结晶核在形成时表现出两个特征, 其一是沿孪晶界及形变带的周界上领先形成, 其二是通过某些亚晶粒长大而成, 他们沿 $[\bar{1}10]$ 方向择优生长的趋势不如冷轧 35% 的样品那样明显, 一般形成等轴晶粒。

参 考 文 献

- [1] Assmus, F., Boll, R., Ganz, D. and Pfeiter, F., *Z. Metallkunde*, **48** (6) (1957), 341.
- [2] Wiener, J. L., Albert, P. A., 等, *J. Appl. Phys.*, March (1958) 366.
- [3] Walter, J. L., Hibbard, W. R., Fiedler, H. C., Grenoble, H. E. and Frischmann, P. G., *J. Appl. Phys.*, March (1958), 363.
- [4] 池内駿, 金属, **29** (1959), 5, 390.
- [5] 周邦新, 王維敏, 陈能寬, *Φ. M. M.* **8** (1959), 885; 物理学报 **16** (1960).
- [6] Dunn, C. G., *Acta Met.* **1** (1953), 163.
- [7] Dunn, C. G., *Acta Met.* **2** (1954), 173.
- [8] Koh, P. K., Dunn, C. G., *Trans. AIME* **203** (1955), 401.
- [9] Dunn, C. G., *Trans. AIME* **158** (1944), 372.
- [10] Morris, C. E., *Metal Progress* **56** (1949), 696.
- [11] 陈能寬, 刘长祿, 金属学报, **3** (1958), 30.
- [12] Уманский, Б. Н. 等, *Физическое Металловедение*, 473—493.
- [13] Wiener, G. and Conorn, R. *Trans. AIME* **206** (1956), 901.
- [14] Barrett, S. and Levenson, L. H., *Trans. AIME* **137** (1940), 76.
- [15] Decker, F. and Harker, D., *J. Appl. Phys.* **22** (1951), 900.

DEFORMATION AND RECRYSTALLIZATION IN (110)[001] SINGLE CRYSTALS OF IRON-SILICON ALLOY

WANG WIEN-MIN CHOU PANG-HSIN CHEN NENG-KUAN

ABSTRACT

This paper described deformation and recrystallization in (110)[001] single crystals of iron-silicon (3.25%) which reduction of thickness 5—50%. In the range of a reduction 2—16%, the slip planes are (101), (10 $\bar{1}$), (110) and ($\bar{1}$ 10); and the twinning planes are (112) and (11 $\bar{2}$). Which coincided satisfactorily with our explanation on the formation of cold-rolling textures in (110) [001] single crystals of iron-silicon alloy.

We observed that the position and growing process of recrystallized grains are difference between cold-rolling 35% and 50% with annealing treatment. The recrystallized grains of the former formed first at twinning boundary and preferred growth along the twinning boundary. But the latter may be formed by subgrain except forming at twinning boundary and near the deformation bands, and the preferred growth is not as apparent as former.