第39卷 第4期 物 理 学 报 Vol. 39, No. 4
1990 年 4 月 ACTA PHYSICA SINICA Apr., 1990

冷轧取向硅钢二次再结晶过程的能量分析

李 树 尘
西南交通大学,峨眉,614202
陈梦谪 柯 俊
北京科技大学,北京,100083
1989年5月18日收到

冷轧取向硅钢片高温加热时,二次晶粒形核于极表面附近的区域,核的长大方式与冷轧形变率有关. 本文按二次冷轧工艺、HI-B (一次冷轧)工艺下二次晶核的长大特点,分别采用能量分析方法导出了各种组织参量,如: 初次晶粒半径、夹杂因子及二次晶核临界尺寸间的定量关系. 计算结果与文献实验数据符合.

PACC: 8140E; 7520E; 7550B

一、引 言

冷轧取向硅钢片的生产中,二次再结晶是决定成品质量的关键. 在微观机制上,过程分为二次晶核形成与长大两个阶段[1-4]. 观察认为[1],形核是一些取向接近{110}〈001〉的初次晶粒聚合的过程,而核长大则由基体初次晶粒被吞食所提供驱动力,克服弥散相阻力促使晶界迁移的过程[2-4].

近年来,在冷轧取向硅钢片二次晶核形成与长大的实验观察上取得了很大进展. 结果认为[5-8]: 二次冷轧(形变率为 50—55%)和 HI-B (一次冷轧形变率为 85%)硅钢中,二次晶核均形成于板面以下约 1/5—1/4 板厚的区域,而核的长大方式与冷轧取变率有关;二次冷轧板中、二次晶核沿轧面平行和垂直方向同性长大,但在形变率高的 HI-B 硅钢中,将沿轧面平行方向择尤长大. 根据上述特点,本文采用能量分析的方法,定量地对二次再结晶过程硅钢的各种显微组织参量间的关系作进一步的研究.

二、数学模型与过程能量分析

将二次晶核视为三维空间的扁球体,周围初次晶粒为十四面体 (tetrakaidecahedon). 二次晶核中与板面平行截面上的最大直径为 $2R$,扁球的厚度为 $2h$ (图 1), 由此可计算出二次晶核界面积为

$$S = 2\pi R\left[R + \frac{h^2}{\sqrt{R^2-h^2}}\ln\left(\frac{\sqrt{R^2-h^2}+R}{h}\right)\right]. \tag{1}$$

同时也可得出二次晶核的体积为

$$V = \frac{4}{3}\pi \cdot h \cdot R^2. \tag{2}$$

根据 Arbon 和 Bain (1937 年)发表的十四面体体积、表面积和近似半径 (R_0) 间的关系[4]，可推算出单位体积试样中的初次晶粒界面积为

$$A_V \doteq \frac{1.45}{R_0}. \tag{3}$$

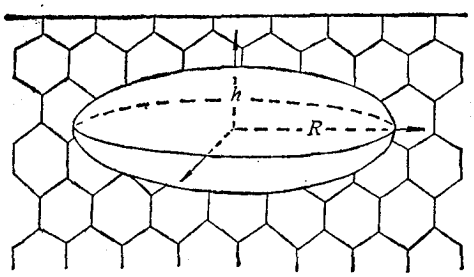


图 1　二次晶核长大的几何模型

按照能量理论，二次晶核长大过程系统总能量的改变 (dE) 应包括三部份：1) 初次晶粒被吞食引起的界面能下降($-dE_1$)；2) 二次晶核长大，其界面能的增加 (dE_2)；3) 弥散相 (MnS，AlN 等)对迁移界面的阻力功 (dE_3)．总括写为

$$dE = -dE_1 + dE_2 + dE_3. \tag{4}$$

在物理、化学反应中，只有使系统能量下降(即 $dE < 0$)的过程才能自发进行，在二次再结晶过程中，这也是判断二次晶核能否长大的依据．

1. 二次冷轧硅钢问题的分析

二次冷轧取向硅钢片高温加热时，二次晶核径向尺寸 ($2R$) 与厚度 ($2h$) 同时增加．引入二次晶核的形状因子 $\alpha = h/R$，可以认为 α 在过程中为一恒值．将形状因子 α 引入方程(1)，可得

$$S = 2\pi \cdot R^2 \cdot A(\alpha). \tag{5}$$

其中

$$A(\alpha) = 1 + \frac{\alpha^2}{\sqrt{1-\alpha^2}} \ln\left(\frac{\sqrt{1-\alpha^2}+1}{\alpha}\right).$$

因而，当二次晶核各向同性长大时，二次晶核界面积增加所引起系统能量变化为

$$dE_2 = 4\pi R \cdot \gamma_2 \cdot A(\alpha) \cdot dR. \tag{6}$$

式中 γ_2 为二次晶核与初次晶粒间的界面比能．同样，由(2)，(3)式可以导出初次晶粒被吞食后系统能量的变化

$$dE_1 = 5.8\pi \cdot \alpha \cdot \gamma_1 \cdot \frac{R^2}{R_0} \cdot dR. \tag{7}$$

弥散相中，单个颗粒对二次晶核界面迁移产生的拖曳力，按 Zenor 模型[9]，应为 $\pi \cdot r \cdot \gamma_2$($r$ 为颗粒半径)．由于基体中颗粒半径不同，设半径 r_i 颗粒的体积分数为 f_{V_i}，则能与单位面积晶界接触的粒子数为：$N_i = 3f_{V_i}/2\pi \cdot r_i^2$，因此，它们对晶界产生的拖曳力为

$$F_i = \frac{3f_{V_i} \cdot \gamma_2}{2r_i}. \tag{8}$$

考虑各种尺寸颗粒的总效果，(8)式则变为

$$F = \frac{3\gamma_2}{2}\sum_{i=1}^{n}\frac{f_{V_i}}{r_i} = \frac{3\gamma_2}{2} \cdot \sum_{i=1}^{n}\frac{4\pi}{3} \cdot n_i r_i^2. \tag{9}$$

定义单位体积夹杂因子为[10]：$I_v = \frac{4\pi}{3} \cdot \sum_{i=1}^{n} n_i r_i^2$，并将其代入(9)式，可得

$$F = \frac{3\gamma_2}{2} \cdot I_v. \tag{10}$$

二次晶核界面迁移时，需克服弥散相阻力功为

$$dE_3 = 3\pi \cdot \gamma_2 \cdot R^2 \cdot A(\alpha) \cdot I_v \cdot dR. \tag{11}$$

将(6)，(7)，(11)式代入(4)式并整理，导出二次晶核长大的临界尺寸公式为

$$\frac{R}{R_0} \geqslant \frac{B(\alpha) \cdot \frac{\gamma_2}{\gamma_1}}{1 - \frac{3}{4} B(\alpha) \cdot R_0 \cdot I_v \cdot \frac{\gamma_2}{\gamma_1}}. \tag{12}$$

式中 $B(\alpha) = \frac{A(\alpha)}{1.45\alpha} = \frac{1}{1.45\alpha}\left[1 + \frac{\alpha^2}{\sqrt{1-\alpha^2}}\ln\left(\frac{\sqrt{1-\alpha^2}+1}{\alpha}\right)\right]$.

2. 晶核各向异性长大（HI-B）问题的讨论

在冷轧形变量大的 HI-B 硅钢中，二次晶核沿轧面平行方向择尤长大，即图 1 模型中 h 取为常量，仅平行的截面尺寸 R 发生变化．从(2)，(3)式可导出初次晶粒被吞食引起界面能量变化的部份为

$$dE_1 = 3.87\pi \cdot \gamma_1 \cdot h \cdot \frac{R}{R_0} \cdot dR. \tag{13}$$

同样，二次晶核表面能的增加量为

$$dE_2 = \frac{2\pi \cdot \gamma_2}{R^2 - h^2}\left[R \cdot (2R^2 - h^2) - \frac{h^4}{\sqrt{R^2 - h^2}}\ln\left(\frac{\sqrt{R^2 - h^2} + R}{h}\right)\right] \cdot dR. \tag{14}$$

弥散相与晶界间的交互作用能为

$$dE_3 = 3\pi \cdot \gamma_2 \cdot R\left[R + \frac{h^2}{\sqrt{R^2 - h^2}}\ln\left(\frac{\sqrt{R^2 - h^2} + R}{h}\right)\right] \cdot I_v \cdot dR. \tag{15}$$

将(13)—(15)式代入(4)式，并再次引入形状因子 $\alpha = h/R$，得出一次冷轧硅钢片的二次晶核临界尺寸公式为

$$\frac{R}{R_0} \geqslant \frac{C(\alpha)\cdot\frac{\gamma_2}{\gamma_1}}{1-D(\alpha)\cdot I_v\cdot R_0\cdot\frac{\gamma_2}{\gamma_1}}. \tag{16}$$

其中

$$C(\alpha)=\frac{6}{11.6\alpha(1-\alpha^2)}\left[(2-\alpha^2)-\frac{\alpha^4}{\sqrt{1-\alpha^2}}\ln\left(\frac{\sqrt{1-\alpha^2}+1}{\alpha}\right)\right];$$

$$D(\alpha)=\frac{9}{11.6\alpha}\left[1+\frac{\alpha^2}{\sqrt{1-\alpha^2}}\ln\left(\frac{\sqrt{1-\alpha^2}+1}{\alpha}\right)\right].$$

三、分析与讨论

对比(12)和(16)式，可以看出，尽管两种硅钢中由于形变率差异而引起二次晶核长大方式不同，但临界晶核尺寸与初次晶粒半径、夹杂因子以及界面比能（γ_1,γ_2）之间却有相同的定量关系形式．两者数值上的差异则直接由与形状因子 α 有关的参数 $B(\alpha)$，$C(\alpha)$ 和 $D(\alpha)$ 所决定．

冷轧取向硅钢脱碳退火板的显微组织已有大量的实验测定结果． 金相检测得出[6,8]二次冷轧板初次晶粒尺寸（$2R_0$）约为 20μm，而 HI-B 硅钢的晶粒很细，仅 10μm 左右．两种硅钢采用了不同类型的抑制相，前者单纯采用 MnS，而 HI-B 硅钢用 MnS＋AlN 联合得到更强的抑制效果．电子显微镜观测并进行定量统计计算，它们的夹杂因子数值分别为 29mm^{-1} 和 44mm^{-1}[10]．在近似计算临界晶核尺寸时，可忽略二次晶核界面比能（γ_2）和初次晶粒之间界面比能（γ_1）的差别，即(12)，(16)式中 $\gamma_2/\gamma_1\doteq1$．

在利用(12)，(16)式计算二次晶核临界尺寸时，首要问题是确定晶核的几何形状因子 α．对于 HI-B 硅钢，二次晶核长大时，厚度（$2h$）为恒量，几何因子（α）随径向尺寸（$2R$）的变化而变化． 实验观察得出[6-8]二次晶核的径向尺寸为 100—150μm，厚度为 30—50μm，因而形状因子 $\alpha\doteq0.3$．在二次冷轧取向硅钢中，二次晶核的径向与厚度同时增加，因而对长大到一定程度的二次晶粒观察也能得到二次晶核的形状信息．本实验中，将二次冷轧硅钢脱碳退火板在 1000℃ 加热 4min 后，板纵剖面金相组织如图 2 所示．从图 2 可看出，在板表层以下区域出现的二次晶粒已长大到相当程度，但从几何尺寸的测量，可推算出二次晶核形状因子也为 0.3—0.4．

将上述数据代入(12)，(16)式，分别对两种硅钢二次晶核临界尺寸进行计算．二次冷轧取向硅钢计算表明：二次晶核临界径向尺寸（$2R$）约为初次晶粒直径（$2R_0$）的 6.6 倍．按照 Pease 等人的实验结果，典型的二次晶核尺寸约为初次晶粒平均尺寸的 10 倍，是最大初次晶粒的 3 倍[5]，因而计算结果与实验相符合．另外，用(16)式计算出 HI-B 硅钢临界二次晶核尺寸为 110μm，与有关的实验观测值（100—150μm）[6-8] 也非常符合．因而，本文中二次再结晶过程形核阶段的能量分析对其物理本质有了进一步认识，而且对两种工业硅钢的显微组织参量得出了定量的计算关系．

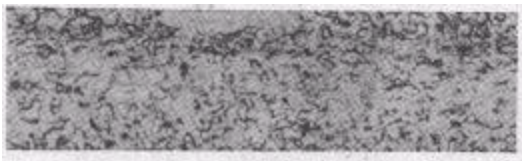


图2

图 2 3% Si 钢脱碳板高温加热后的晶粒组织纵剖面 ×50

[1] J. P. Nielsen, Recryst. Grain Growth and Textures,(1966), Metals Park, Ohio, ASM,p.141.
[2] M.Hillert, *Acta Met.*, **13**(1965), 227.
[3] J. E. May and D. Türnbull, *Trans. Met. Soc. AIME*, **212**(1958),769.
[4] T. Gladman, *Proc. Roy Soc.* **A294**(1966), 298.
[5] N.C.Pease, D.W.Jones, M.H.L.Wise and W.B. Hutchinson, *Met. Sci.*, **15**(1981), 203.
[6] T.Sakai, M.Matsuo, M.Tanino, T. Shindo and M.Shiozaki, The 6th Inter. Conf. on Textures of Materials, I.S.I.J.(1981/9) Tokyo, Japan, p. 938.
[7] Y. Inokuti, C.Maeda, Y. Imon and H.Shimanaka, *ibid.* p.948.
[8] 何忠治、孙学范、师人杰，金属学报，**21**(1985), A126,
[9] C.Zener, quoted by C.C.Smith, *Trans. AIME*, **175**(1948),15.
[10] J.W.Flowers, *IEEE Trans. Magn.*, **MAG-15**(1979), 1601.

AN ENERGY ANALYSIS OF SECONDARY RECRYSTALLIZATION IN GRAIN-ORIENTED 3%Si STEEL

LI SHU-CHEN
Southwestern Jiaotong University, Emei, 614202

CHEN MENG-ZHE KE JUN
Beijing University of Science and Technology, Beijing, 100083

(Received 18 May 1989)

ABSTRACT

During final annealing of the grain-oriented 3%Si steel sheet, the secondary nuclei form in the subsurface layer of the sheet, but their growth modes depend on cold-rolling reduction. According to the growth characters of conventional and high permeability grain-oriented silicon steels, a quantitative relationship among the parameters, such as the diameter of primary grains, inclusion factor and critical size of secondary nuclei, is derived by the energy analysis. The calculated result is consistent with experimental data of previous works.

PACC: 8140E; 7520E; 7550B

图 1　400℃ 时，非晶基体上出现玫瑰花瓣状晶化相

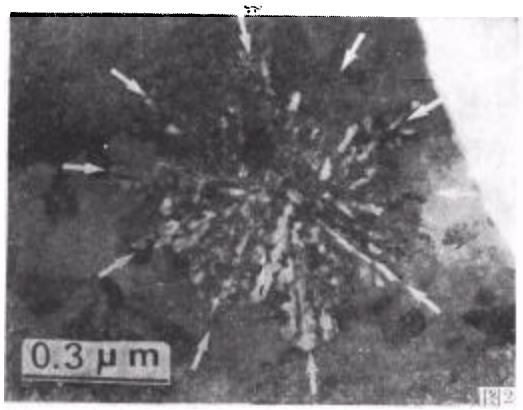


图 2　450℃ 时，晶体以十次对称型树枝晶长大

图 3　500℃ 时，晶化相增多，非晶基体减少

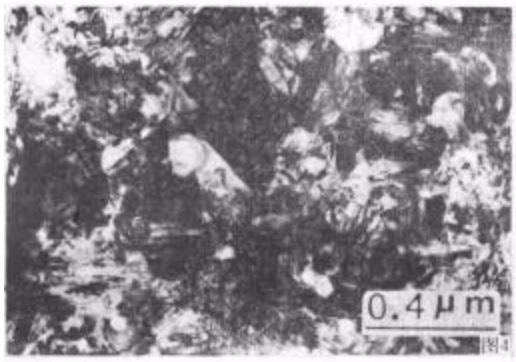


图 4　600℃ 时，非晶体几乎全部转化为晶体，晶粒内部缺陷很多

图 5　700℃ 时，晶粒多呈等轴状，它们之间有许多具有 36° 夹角的楔形晶体

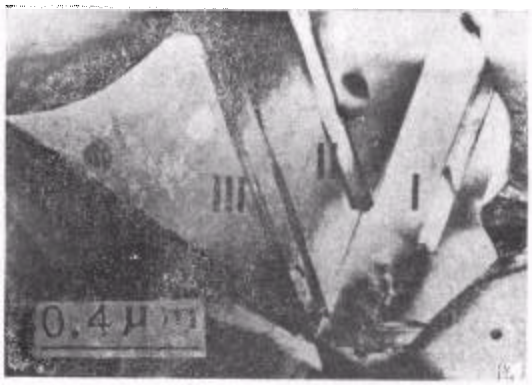


图 6　800℃ 时，楔形晶体进一步长大
I，II，III 晶体之间呈孪晶关系

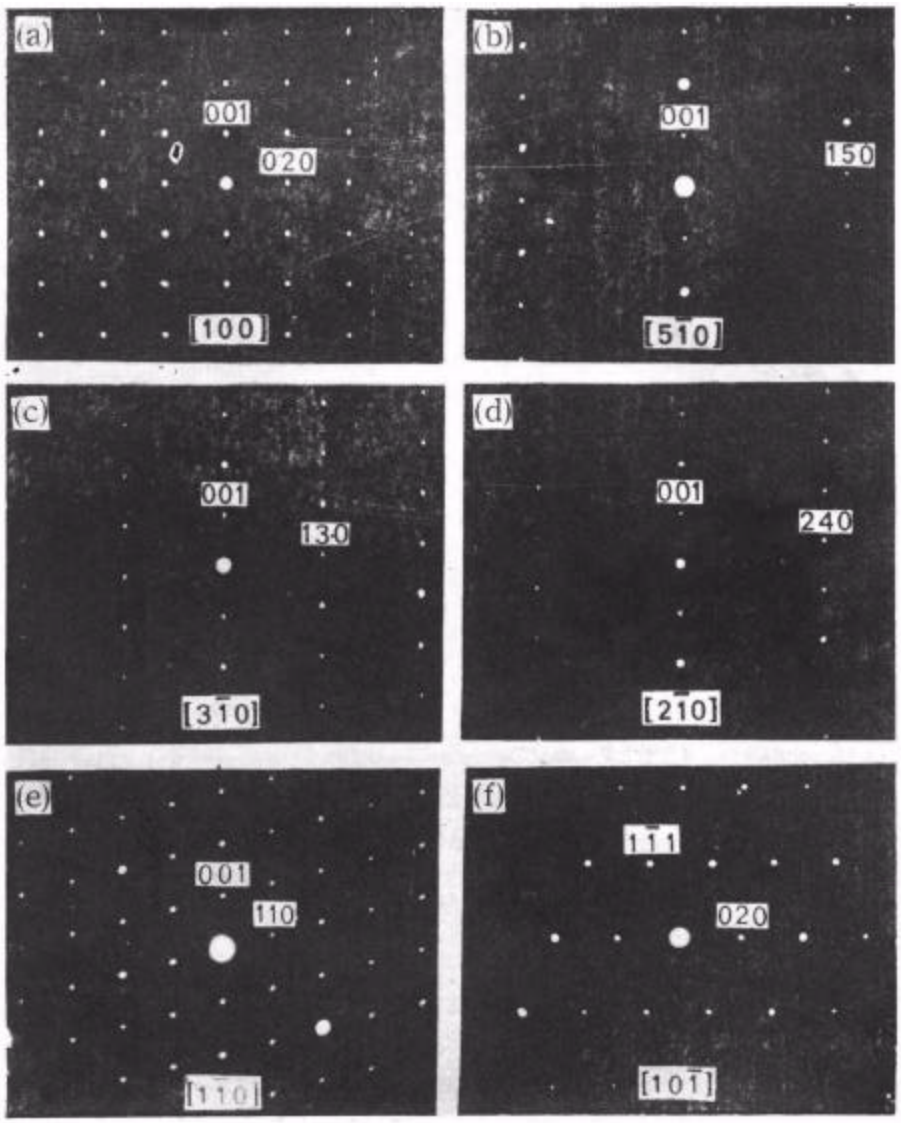


图 7　NiZr′ 相不同晶带的电子衍射图

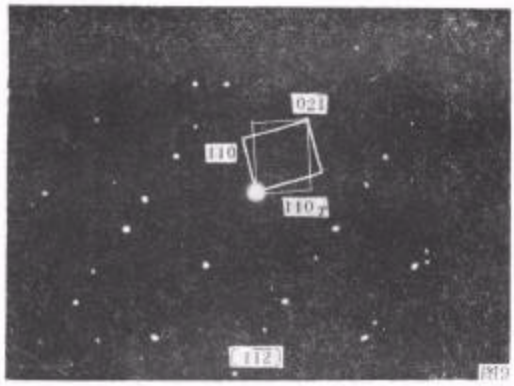


图 9　NiZr' [1$\bar{1}$2] 晶带及其孪晶电子衍射图

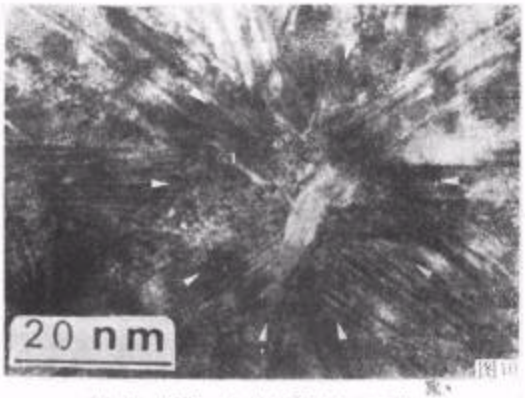


图 10　NiZr 十次孪晶的高分辨像

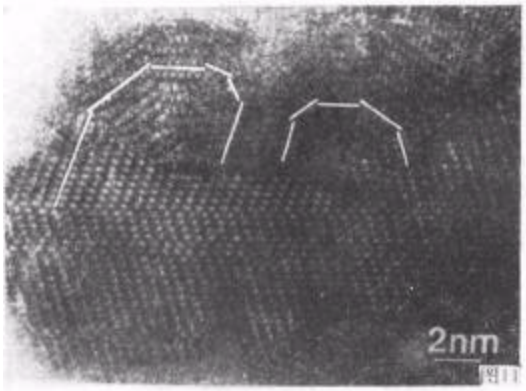
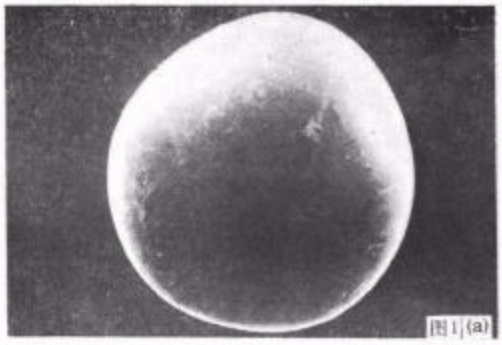
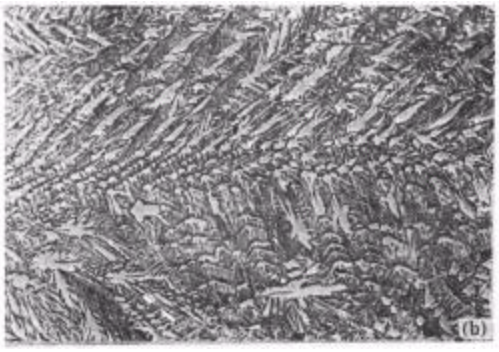


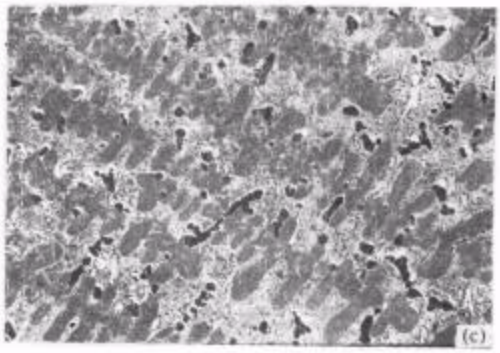
图 11　从一个晶条上长出五次孪晶的高分辨像



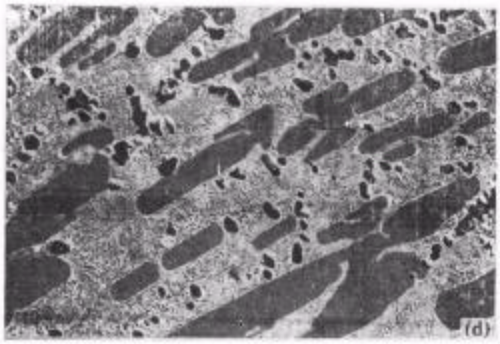
(a) $\bar{T}=1.5\mathrm{K/s}$，金属玻璃样品×24



(b) $\bar{T}=1.0\mathrm{K/s}$，鱼骨状枝晶结构×680



(c) $\bar{T}=5\times10^{-1}\mathrm{K/s}$，粗枝晶结构×570



(d) $\bar{T}=1\times10^{-1}\mathrm{K/s}$，共晶结构×462

图 1　不同冷却速度下，$Pd_{41}Ni_{40}P_{19}$ 合金的微观结构

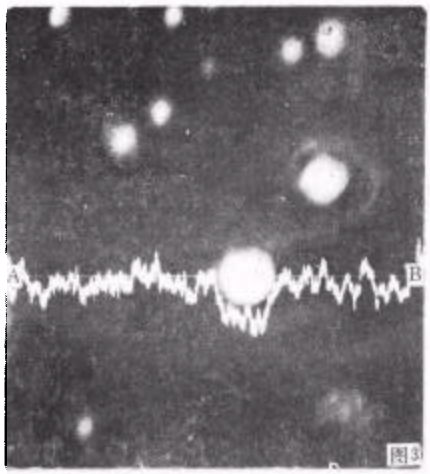
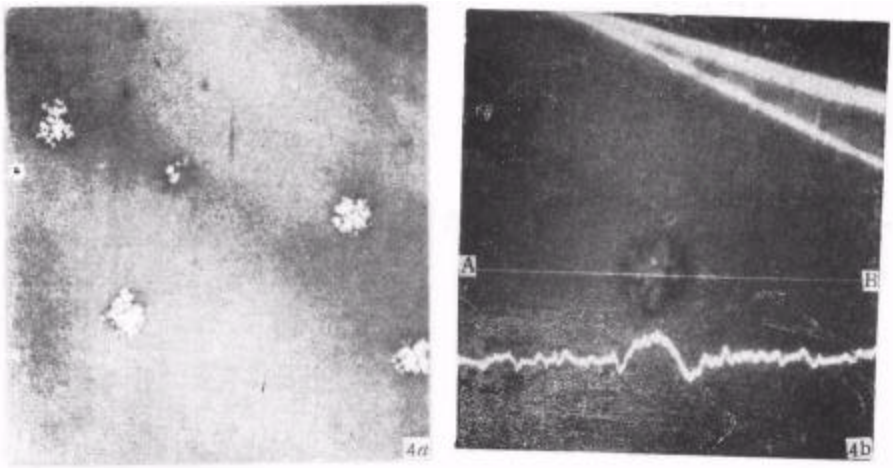


图 3　热处理时间 $t=0$ 时，初始样品 SEM 形貌图(×2000)和 EMP 线扫描(沿 AB) 曲线



(a)　　(b)

图 4　热处理时间 $t=3h$ 时，样品的 SEM 形貌图(×2000) (a) 和 EMP 线扫描 (沿 AB)曲线 (b)

图 5　热处理时间 $t=16h$ 时，样品的 SEM 形貌图×2000

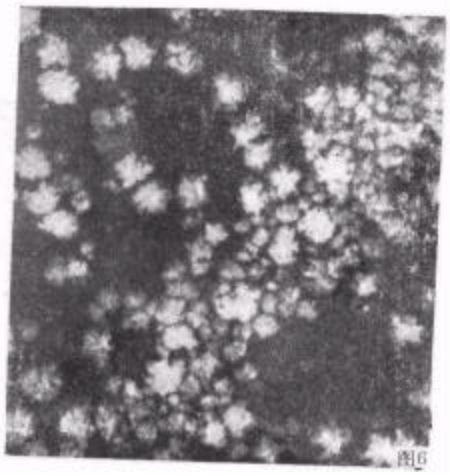


图 6　热处理时间 $t=30h$ 时，样品的 SEM 形貌图×1000

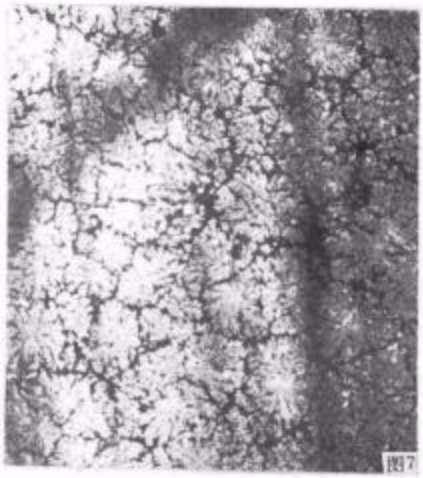


图 7　热处理时间 $t=50h$ 时，样品的 SEM 形貌图×400

图 8　热处理时间 $t=70h$ 时，样品的 SEM 形貌图×3000

图 3　$SmCo_5$ 在650℃时分解出的 Sm_2Co_7 相和 Sm_2Co_{17} 相条纹状为 Sm_2Co_7 相；黑块为 Sm_2Co_{17} 相

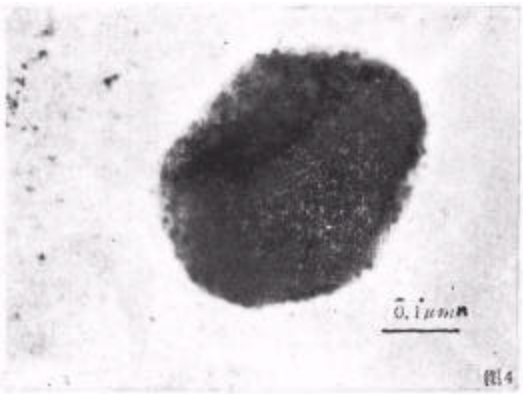


图 4　$SmCo_5$ 在 750℃ 时分解出的 Sm_2Co_{17} 相上的缺陷黑块为 Sm_2Co_{17} 相；中间大黑块上的缺陷最明显