

17%Cr 铁素体不锈钢中的第二相与织构 *

高 飞¹⁾ 刘振宇¹⁾ 张维娜¹⁾ 刘海涛¹⁾ 孙广庭²⁾ 王国栋¹⁾

1) 东北大学轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 沈阳 110819

2) 济钢集团工程技术有限公司, 济南 250101

摘要 通过工艺控制得到了不同尺寸及分布特征的析出相, 研究了其对再结晶织构的影响. 结果表明: 降低精轧温度有利于尺寸更加细小、分布更加弥散的析出相 TiC 的形成, 经冷轧及退火后这种析出相分布特征可遗传至冷轧退火板; 粗大、稀疏析出相的样品具有较强的 γ 纤维再结晶织构; 细小、弥散的析出相有助于随机取向再结晶晶核的形成, 抑制再结晶晶粒的长大, 从而弱化了 γ 纤维再结晶织构及恶化了冷轧退火板成形性能; 析出相对随机取向晶粒形核的作用及晶界迁移的钉扎作用是控制铁素体不锈钢再结晶织构的重要因素之一.

关键词 17%Cr 铁素体不锈钢, 析出相, 织构, 再结晶

中图法分类号 TG113

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2012)10-1166-09

TEXTURES AND PRECIPITATES IN A 17%Cr FERRITIC STAINLESS STEELS

GAO Fei¹⁾, LIU Zhenyu¹⁾, ZHANG Weina¹⁾, LIU Haitao¹⁾, SUN Guangting²⁾,
WANG Guodong¹⁾

1) State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819

2) Jigang International Engineering Technology Co. Ltd., Jinan 250101

Correspondent: LIU Zhenyu, professor, Tel: (024)83680571, E-mail: zyliu@mail.neu.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (Nos.50734002 and 51004035) and

Fundamental Research Funds for the Central Universities (No.N100507002)

Manuscript received 2012-04-05, in revised form 2012-06-03

ABSTRACT Improved mechanical properties of ferritic stainless steels (FSSs), such as toughness and high temperature or creep resistance, have been attained through the addition of stabilizing elements such as Nb and/or Ti. Therefore, stabilized ferritic stainless steels are good candidates to replace the conventional Cr-Ni austenitic stainless steels for specific applications to save the higher price of Ni. As compared to austenitic stainless steels, however, ferritic stainless steels possess lower formability which is closely depends on the γ -fiber recrystallization texture. Hence, improvement of formability is desired for further wide applications of FSSs. The stabilizing effects of alloying elements work by consuming not only the interstitial atoms in solid solution but also forming the carbide and nitride precipitates such as TiC, TiN and NbC. The precipitation takes place in steel making processes such as slab reheating, hot rolling and coiling. The parameters involving these processes have their effects on the size, shape and distribution of the precipitates that influence the γ -fiber recrystallization texture. Many papers intended to clarify the effect of precipitates. However, there were differences concerning the effect of precipitates, which may hinder further improvement of formability. In the present paper, precipitate size and dispersion were changed by controlling hot rolling processes and the effect of precipitate size and dispersion on the development of recrystallization texture in a 17%Cr ferritic stainless steels was investigated. Mechanical properties were measured by tensile tests.

* 国家自然科学基金项目 50734002 和 51004035, 以及中央高校基本科研业务费专项项目 N100507002 资助

收到初稿日期: 2012-04-05, 收到修改稿日期: 2012-06-03

作者简介: 高 飞, 男, 1985 年生, 博士生

DOI: 10.3724/SP.J.1037.2012.00173

The characteristics of precipitate were observed by transmission electron microscopy, and X-ray diffraction was used to characterize texture evolution processes. The results show that low temperature finish rolling promotes the formation of a large number of fine and dispersed TiC precipitates in the hot band. After rolling and annealing, the state of fine and dispersed precipitation can be inherited in the cold rolled and annealed sheets. Strong γ -fiber recrystallization texture is developed in the specimen with sparsely distributed and coarse precipitates. Fine and dispersed precipitates promote the nucleation of randomly oriented grains, strongly suppress the growth of recrystallized grain, and thereby weakening γ -fiber recrystallization texture and impairing the formability of the cold rolled and annealed sheets. The precipitates have significant effects on the nucleation of randomly oriented grains and pinning grain boundary mobility during recrystallization annealing after cold rolling, which plays an important roles in controlling the γ -fiber recrystallization texture in a ferritic stainless steels.

KEY WORDS 17%Cr ferritic stainless steel, precipitate, texture, recrystallization

17%Cr 铁素体不锈钢是一种节 Ni 型、低成本的不锈钢, 具有优异性能及合理价格, 被广泛应用于诸多领域^[1-5]. Zhang 等^[5] 和 Almagro 等^[6] 认为添加 Ti 和 Nb 等稳定化元素, 可改善铁素体不锈钢的韧性及耐蚀性, 并在部分应用领域替代奥氏体不锈钢. 这些元素的添加不仅固定了基体中的 C 和 N 间隙原子, 而且形成了一些 TiN, TiC 及 NbN 等析出相.

材料基体中的碳化物、氮化物等析出相除起到强化作用外, 还能有效地钉扎晶界、调节再结晶行为, 从而起到控制基体晶粒尺寸和再结晶织构的作用. 关于铁素体不锈钢中析出相对再结晶织构的影响, 国内外学者进行了研究. Raabe 等^[7-11] 认为, 细小的析出物对晶界具有选择性拖曳作用, 促进了再结晶织构强点向 $\{334\}$ (483) 偏转, 即再结晶织构的选择性生长理论. Sinclair 等^[12,13] 提出, 晶界处细小 Ti(C, N) 阻碍再结晶晶粒迁移, 易于形成粗大的晶粒簇, 不利于 γ 纤维再结晶织构形成. 张弛^[14] 通过控制铁素体不锈钢中析出相的含量发现, 析出相有利于热轧退火过程中 γ 纤维取向的形成, 并且这种影响将遗传至成品板, 使得 γ 纤维再结晶织构增加.

但是, 铁素体不锈钢中析出相对再结晶行为及织构影响的研究尚不充分, 且存在分歧, 这主要是由于上述研究主要基于理论计算、织构分析及少量的透射电镜 (TEM) 观察, 并且采用改变第二相粒子尺寸及分布进行的对比实验分析较少, 有必要继续深入研究. 本工作以 17%Cr 铁素体不锈钢为实验材料, 通过工艺控制析出相的尺寸及分布特征, 研究了其对退火过程中再结晶行为及织构的影响.

1 实验材料及方法

实验所用的材料为在实验室冶炼的 17%Cr 铁素体不锈钢, 其化学成分 (质量分数, %) 为: C 0.006, N 0.006, Cr 17.2, Si 0.19, Mn 0.25, Ti 0.14, V 0.11, Fe 余量. 热轧过程中的加工条件可以显著影响组织中碳氮化物 (如 TiC 和 NbC) 的析出行为. 为控制析出相分布特征, 采用如下 2 种不同轧制工艺: (1) 常规工艺 CP (conventional process), 部分坯料在 1200 °C 保温 1 h 后热轧. 其中, 粗轧开轧温度为 1050 °C, 精轧开轧温度为 900 °C, 终轧温

度为 820 °C, 经 7 道次热轧至 5 mm. 且在粗轧完成后利用超快速冷却装置将中间坯水冷至精轧开轧温度后精轧. (2) 析出控制工艺 PCP (precipitation controlling process), 部分坯料采用与上述常规工艺相同的轧前保温、粗轧工艺及压下规程. 粗轧完成后, 将中间坯水冷至 800 °C 后精轧并轧至 5 mm, 终轧温度为 730 °C. 2 种工艺得到的热轧板均在 900 °C 保温 7 min 完成热轧退火. 热轧退火板酸洗后, 采用 80% 的冷轧压下至 1.0 mm. 最终, 经 900 °C 保温 2.5 min 得到冷轧退火板.

冷轧退火板性能的检测是在 CMT7000 型微机控制电子万能实验机上进行的; 样品的纵截面组织经 5 g CuSO₄+20 mL HCl+20 mL H₂O 溶液腐蚀后, 在 LEICA DMIRM 多功能光学显微镜 (OM) 上观察; 采用 Tecnai G² F20 透射电子显微镜 (TEM) 进行析出相观察, 并采用能量色散 X 射线光谱仪 (EDX) 确定析出相的成分; 采用 Bruker D8 Discover X 射线衍射仪 (XRD) 通过测量样品中心层的 $\{110\}$, $\{200\}$ 和 $\{112\}$ 3 个不完整极图计算取向分布函数 (ODF) 得到宏观织构. 采用安装在 ZEISS ULTRA-55 场发射扫描电镜 (SEM) 上的 Oxford EBSD 系统分析样品在不同退火阶段组织中再结晶晶粒相对应的织构.

2 实验结果

表 1 示出了不同工艺冷轧退火板的机械性能. 由表可知, 冷轧退火板 CP 和 PCP 具有不同的机械性能. 与冷轧退火板 CP 相比, 冷轧退火板 PCP 的 \bar{r} 值偏低. 图 1 示出了不同工艺冷轧退火板的组织. 由图可知, 冷轧退火板 CP 和 PCP 的平均晶粒尺寸分别为 27.8 和 23.5 μm .

为研究不同工艺对退火过程中再结晶行为的影响, 冷轧板以 25—30 °C/s 的速率加热至 500—900 °C 保温 2.5 min 后快速水冷至室温. 图 2 示出了在上述退火过程中样品中心层的硬度变化. 由图可知, 样品 CP 的硬度在 500 °C 时开始变化, 并在 600 °C 以上退火时随着温度的增加, 硬度开始显著下降, 在 750 °C 时达到完全软化. 样品 PCP 的硬度在 600 °C 以上时发生变化, 并在 650 °C 以上开始显著下降, 在 775 °C 时达到完全软化. 在完全再结晶之后, 样品 CP 的硬度略低于 PCP 的, 这与 2 种工艺

表 1 不同工艺条件下冷轧退火板的机械性能

Table 1 Mechanical properties of cold rolled and annealed sheets after different processing

Spencimen	R_p , MPa	R_m , MPa	Yield point elongation, %	r			\bar{r}	Δr
				r_{0°	r_{45°	r_{90°		
CP	230	405	0.78	1.68	1.40	1.95	1.61	0.41
PCP	240	420	0.77	1.56	1.29	1.71	1.46	0.35

Note: R_p —yield strength; R_m —tensile strength; r —anisotropy index (the ratio between the strain in plane and the through-thickness strain in the tensile tests); r_{0° , r_{45° and r_{90° —the r value in the direction of 0° , 45° and 90° to the rolling direction; $\bar{r}=(r_{0^\circ}+2r_{45^\circ}+r_{90^\circ})/4$; $\Delta r=(r_{0^\circ}-2r_{45^\circ}+r_{90^\circ})/2$

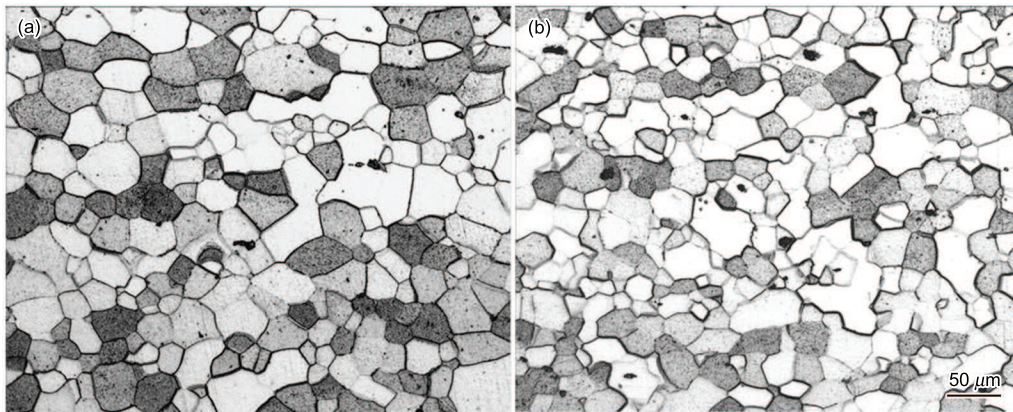


图 1 不同工艺条件下冷轧退火板的组织

Fig.1 Microstructures observed on the TD (transverse direction) planes of the cold rolled and annealed sheets CP (a) and PCP (b)

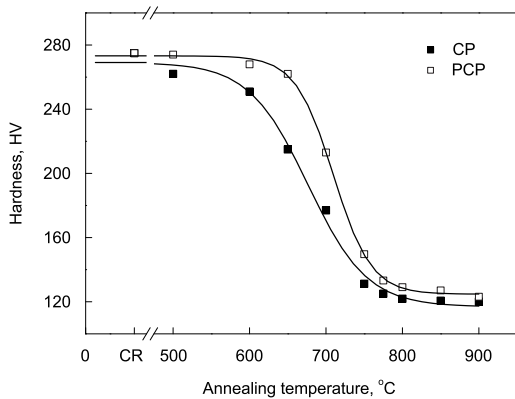


图 2 退火过程中不同工艺冷轧板的硬度变化

Fig.2 Changes in hardness of cold-rolled samples after different processes during annealing (CR—cold-rolled sample)

条件下冷轧退火板强度的差别相符^[15].

图 3 示出了热轧退火板 CP 析出相的 TEM 像. 由图可知, 基体中存在各种尺寸及类型的析出相. 从尺寸上可分为以下两种: 一种是在 20 nm 以上, 形状各异的析出相. 通过 EDX 分析发现, 主要是一些含 Ti 的析出相, 如 TiC(如图 3a, 其中, C, Ti, Fe 及 Cr 的原子分数分别为 51.94%, 45.06%, 2.04% 及 0.93%) 或 Ti(C, N)(如图 3c 中“A”, 其中, C, N, Ti, Fe 及 Cr 的原子分数分别为 0.06%, 2.21%, 4.03%, 77.4% 及 18.58%). 另一种是 10 nm 左右的纳米级析出相, 如图 3c 中“B”. 图 4 示出

了图 3c 中纳米级析出相的 HRTEM(high-resolution transmission electron microscopy) 像. 通过 Fourier 变换可知, 该析出相为 fcc 结构, 其晶格常数为 0.430 nm, 确定为 TiC. 由以上分析可知, 基体中的析出相主要为一些近似呈“圆形”或“长方形”的 Ti 的碳氮化物, 这些析出相主要是在冶炼及加工过程中形成的. 对于稳定性较高的 Ti(C,N), 主要在铸锭冶炼时液态及浇注过程等高温区间优先形成; 而 TiC 主要倾向于在热轧及卷取过程中一些晶体点阵畸变较大的晶界、亚晶界、位错等缺陷处优先形核析出.

图 5 示出了热轧退火板 CP 和 PCP 析出相的 TEM 像. 由图可知, 与热轧退火板 CP 相比, 热轧退火板 PCP 中析出相的尺寸细小, 分布弥散. 这些细小、弥散的析出相主要是 TiC. 为统计不同工艺热轧退火板中析出相的分布, 利用图片分析软件对至少 5 张放大倍数为 7000 的 TEM 图片中的析出相进行分析. 图 6 示出了热轧退火板 CP 和 PCP 的析出相尺寸统计分布. 由图可知, 与 CP 相比, 热轧退火板 PCP 含有大量尺寸细小的析出相. 热轧退火板 CP 和 PCP 中析出相平均尺寸分别为 41.6 和 14.2 nm, 粒子密度分别为 3.03 和 32.14 μm^{-2} . 图 7 示出了冷轧退火板 CP 和 PCP 析出相的 TEM 观察. 显然, 与冷轧退火板 CP 相比, 冷轧退火板 PCP 中析出相尺寸细小, 分布弥散. 这与热轧退火板中析出相的分布规律相近, 表明经冷轧及退火后析出相的分布特征得到遗传.

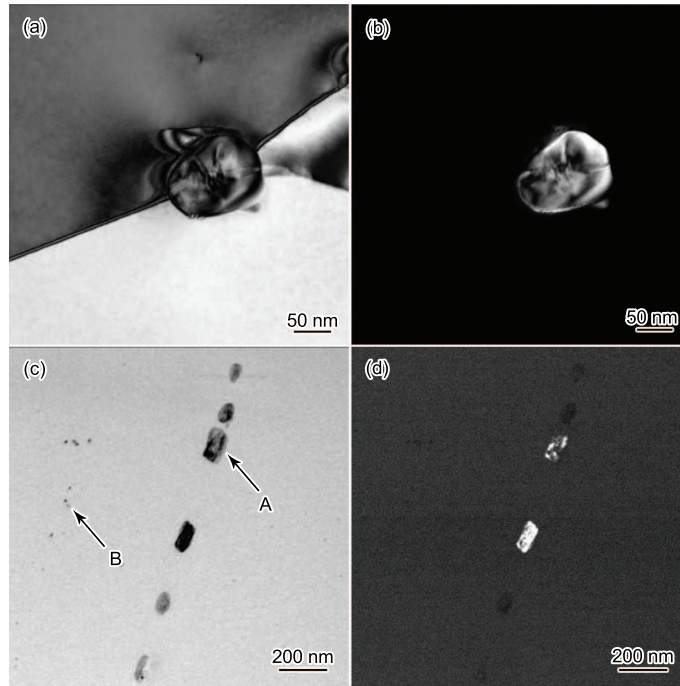


图 3 热轧退火板 CP 析出相的 TEM 像

Fig.3 Bright field images (a, c) and dark field images (b, d) of precipitates obtained formed in the hot rolled and annealed band CP (A— Ti(C, N), B—TiC)

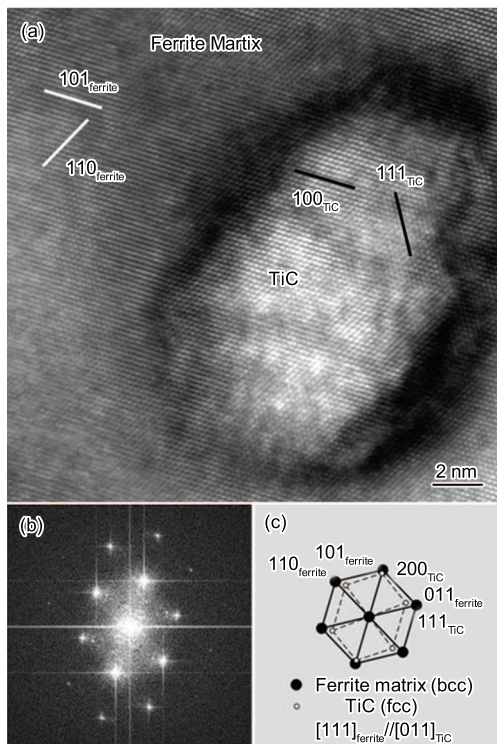


图 4 纳米级析出相的高分辨 TEM 像及 Fourier 衍射图

Fig.4 HRTEM image of a nanometer-sized precipitate at Fig.3c

- (a) HRTEM image of a nanometer-sized precipitate
- (b) corresponding fast Fourier transformed (FFT) diffractogram
- (c) schematic illustration of FFT

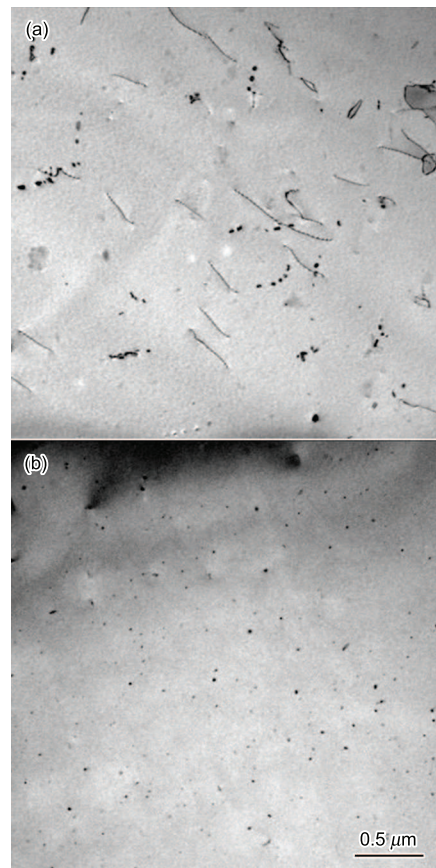


图 5 热轧退火板 CP 和 PCP 析出相的 TEM 像

Fig.5 TEM images of precipitates formed in the hot rolled and annealed bands CP (a) and PCP (b)

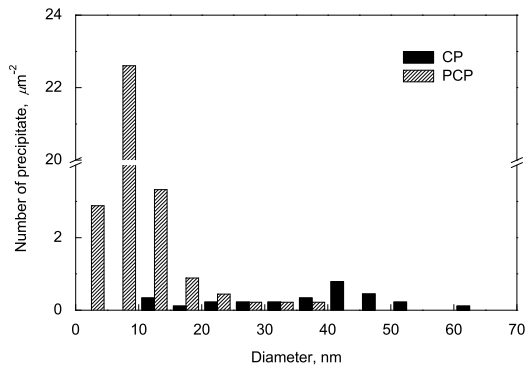


图 6 热轧退火板 CP 和 PCP 的沉淀析出相尺寸统计分布
 Fig.6 Statistical size distribution of precipitates in the hot rolled and annealed bands CP and PCP

图 8 示出了不同工艺轧制及退火织构的演变情况. 由图 8a 和 e 可知, 热轧织构以 α 纤维织构为主, 并伴有 γ 纤维织构. 与常规工艺相比, 析出控制轧制有利于得到主要织构组分更为稳定及强度弱化的 α 纤维织构, 强度强化的 γ 纤维织构. 经热轧退火后, 织构以 α 纤维织构为主, 伴有强度较弱的 γ 纤维织构 (图 8b 和 f). 与常规工艺相比, 析出控制轧制有利于弱化热轧退火 α 纤维织构的强度并提高 γ 纤维织构的相对强度. 经 80% 冷轧压下后, 织构以 α 纤维织构为主, 伴有强度较弱的 γ 纤维织构 (图 8c 和 g). 与常规工艺相比, 析出控制轧制有利于弱化冷轧 α 纤维织构的强度, 提高 γ 纤维织构的相对强度. 经 900 °C 保温 2.5 min 后, 冷轧退火织构以不均匀 γ 纤维再结晶

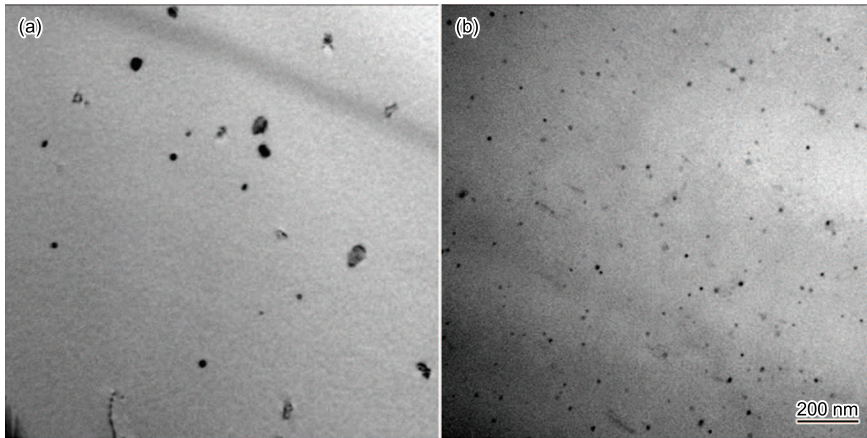


图 7 冷轧退火板 CP 和 PCP 析出相的 TEM 观察
 Fig.7 TEM images of precipitates formed in the cold rolled and annealed bands CP (a) and PCP (b)

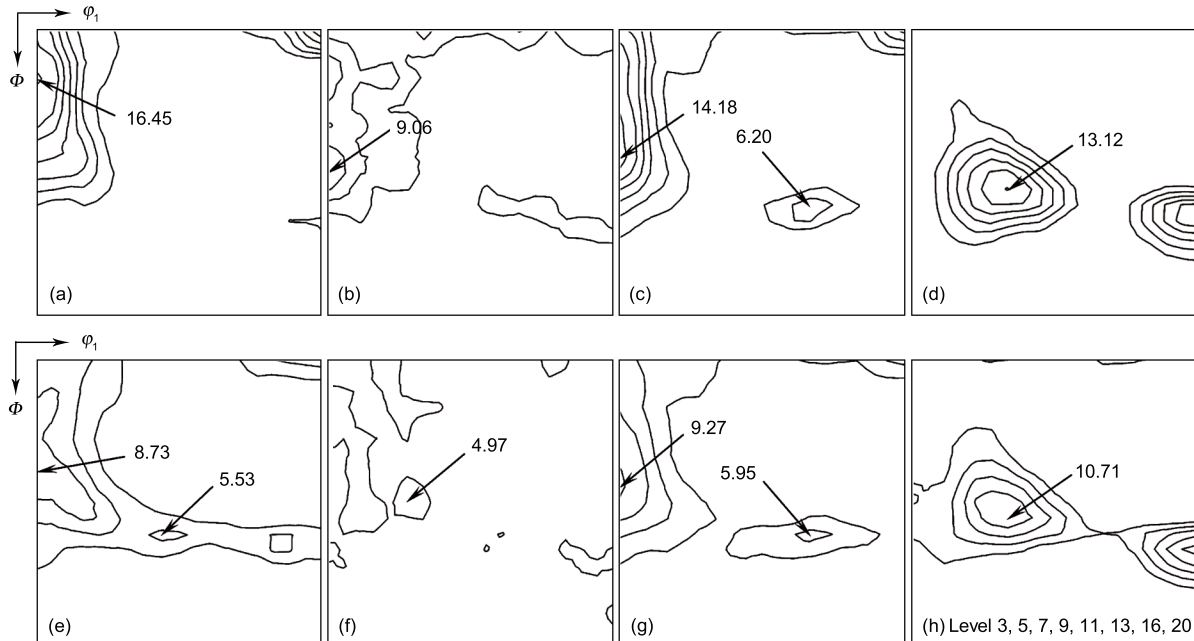


图 8 不同工艺条件下织构演变 ($\varphi_2=45^\circ$)
 Fig.8 Texture evolution of CP (a—d) and PCP (e—h) after hot rolling (a, e), hot rolling and annealing (b, f), cold rolling (c, g) and cold rolling and annealing (d, h)

结构为主。采用常规工艺和析出控制轧制时， γ 纤维再结晶组织强度分别为 13.12 和 10.71(图 8d 和 h)，这与不同工艺冷轧退火板的平均 r 值的变化相符。

3 分析讨论

3.1 不同工艺对析出相分布特征的影响

图 9 示出了热轧板 CP 和 PCP 析出相的 TEM 观察。由图可知，在热轧组织中晶内和位错及晶界附近均存在细小析出相，尤其是在热轧板 PCP 中存在纳米级的析出相，如图 9 中箭头所指。不同工艺的热轧板具有不同析出相分布特征。与热轧板 CP 相比，热轧板 PCP 的析出相尺寸细小、分布弥散。图 10 为利用 Thermo-Calc 计算的温度变化对实验钢中平衡稳态组织中各相含量及析出相 $M(C,N)$ 中各元素含量的影响。结合图 10a 和 b 可知，在复合添加 Ti 和 V 的 17%Cr 铁素体不锈钢中，形成的析出相以 Ti 的碳氮化物为主，这与上述析出相观察相一致。即 Ti 的添加不仅促进了基体中 C 和 N 含量

的降低，同时也形成了 TiC 及 Ti(C,N) 等析出相，这些析出相的形成依赖于加工过程中的温度。对 N 有稳定效果的 TiN 主要是从液相线温度附近开始形成并直到 1220 °C。而在 1220 °C 以下，主要形成 TiC 来固定间隙原子。

如实验材料与方法所述，2 种具有不同析出相特征的热轧板是经相同工艺的粗轧后快冷至 2 种不同的精轧温度，即 900 和 800 °C，进行精轧得到的。由于与较高轧制温度相比，较低温度下轧制时动态回复倾向降低，位错密度增加且热轧组织细化、晶界数量增加，这些均为形变诱导析出相提供了更多有效形核位置^[16-18]。另一方面，较低温度条件下原子扩散速率及析出相长大速率较低，导致了热轧板 PCP 中析出相尺寸更为细小。同时，2 种热加工过程的不同之处是在 900 °C 以下进行的，TiC 是最可能形成的析出相，即 2 种热轧板中析出相特征的差别主要集中在 TiC 上。因此与热轧板 CP 相比，热轧板 PCP 中析出相 TiC 尺寸细小、分布弥散，如图 9 所示。

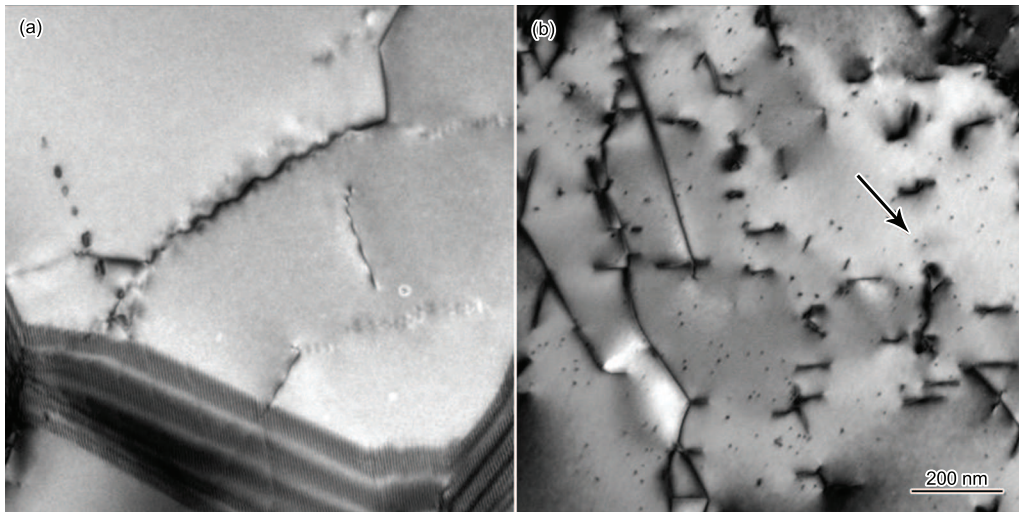


图 9 热轧板 CP 和 PCP 析出相的 TEM 观察

Fig.9 TEM images for the precipitates formed in the hot rolled bands CP (a) and PCP (b)

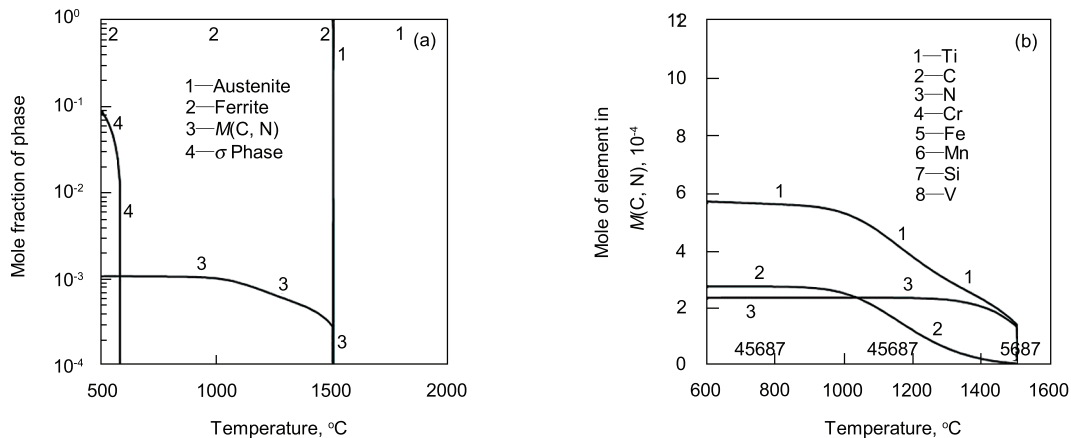


图 10 Thermo-Calc 计算的随温度变化实验钢的平衡相组分及 $M(C,N)$ 析出相中元素含量的变化

Fig.10 Equilibrium phase constituents (a) and elements content of precipitate $M(C,N)$ (b) in the experimental steel as a function of temperature calculated by Thermo-Calc

经热轧退火后这种不同的析出相分布特征遗传至热轧退火板 (图 5 和 6), 并经冷轧及退火后最终得以保留至冷轧退火板 (图 7), 即冷轧退火板 PCP 中尺寸在数纳米与十几纳米间的“圆形”析出相 TiC 数量较多, 分布弥散、密集.

3.2 析出相分布特征对再结晶组织的影响机理

冷轧组织的形成与冷轧前热轧、热轧退火及冷轧等工艺密切相关^[5,19-21]. 不同的热轧、热轧退火及冷轧工艺均会形成不同冷轧组织, 如图 8c 和 g 所示. 由于超纯 17%Cr 铁素体不锈钢在热轧过程中不能发生 γ/α 相变及动态再结晶, 因此铸锭内大量的 $\{001\}\langle uvw \rangle$ 柱状晶促使常规工艺的热轧板 CP 中形成较强的 $\{001\}\langle 110 \rangle$ — $\{114\}\langle 110 \rangle$ 组分. 同时, 由于析出控制轧制时精轧温度较低, 有助于得到更为稳定的 α 和 γ 纤维组织组分 (如 $\{112\}\langle 110 \rangle$, $\{111\}\langle 110 \rangle$ 等组分)^[22,23], 从而弱化及稳定化热轧 α 纤维组织, 强化 γ 纤维组织. 经相同的热轧退火及冷轧工艺后, 组织的遗传特性将促使这种不同的热轧组织特征遗传至冷轧板. 与常规工艺的相比, 析出控制轧制后冷轧 α 纤维组织强度弱化, γ 纤维组织的相对强度增加.

经冷轧退火后, 与常规工艺的相比, 析出控制轧制的 γ 纤维再结晶组织强度弱化. 这表明强度弱化的冷轧 α 纤维组织及相对强化的 γ 纤维组织在一定程度上不利于 γ 纤维再结晶组织强度强化, 这与传统铁素体不锈钢的组织演变规律相悖^[19,20,24-26]. 其可能与不同工艺条件下存在显著差异的析出相分布特征有关. 为此, 将从以下几方面分析说明不同析出相分布特征对再结晶行为的影响机制.

3.2.1 回复及形核 不同工艺显著影响退火过程中冷轧板软化行为, 如图 2 所示. 冷轧板 PCP 的硬度在 600 °C 时发生变化, 并在 650 °C 以上退火时随着温度的增加冷轧板的硬度开始显著下降; 但冷轧板 CP 的硬度在 500 °C 以上时发生变化, 并在 600 °C 以上开始显著下降. 冷轧板 PCP 更高的软化开始温度表明其回复行为受到抑制.

在较高的温度下保温时, 回复的发生主要是通过位错的运动, 促使原来在变形基体中分布杂乱的位错向着低能量状态重新分布和排列成亚晶. 张弛^[14]认为, 在铁素体不锈钢再结晶初期, 通过位错的攀移和交滑移, 促使亚晶合并, 小角度晶界向大角度晶界转变及再结晶晶核的形成. 图 11 示出了冷轧板 CP 在退火过程中的 TEM 观察. 从图中可明显看出, 析出相对位错具有较强的钉扎作用 (如图 11 中箭头所指). 因此, 细小、弥散的析出相可通过钉扎位错, 抑制小角度晶界形成和亚晶形成及长大, 影响回复行为并阻碍铁素体不锈钢中再结晶晶核的形成.

图 12 示出了冷轧板 CP 和 PCP 在再结晶初期再

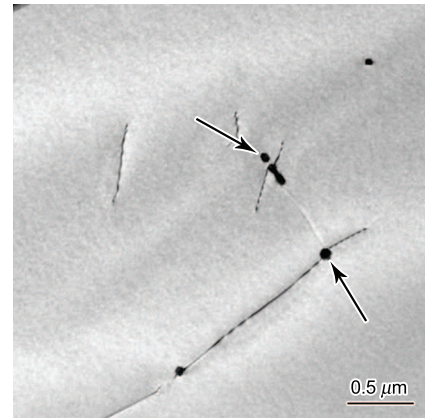


图 11 冷轧板 CP 在退火过程中析出相对位错钉扎作用的 TEM 观察

Fig.11 TEM observation of the pinning effects of precipitates on dislocation in the cold rolled sheet CP during annealing

结晶晶核的组织. 由图可知, 在再结晶初期, 冷轧板 CP 和 PCP 中均优先形成 γ 取向晶核, 这与铁素体不锈钢 γ 纤维再结晶组织的取向形核机制相一致^[19]. 与 PCP 的相比, CP 中再结晶晶核的组织较强, 这表明再结晶初期冷轧板 PCP 中存有较多的随机取向晶核. Satoh 等^[27]认为在变形过程中, 细小、弥散的析出相有助于不均匀微观组织的形成. 与冷轧板 CP 的相比, 具有细小、弥散析出相的冷轧板 PCP 中存在较多的不均匀微观组织. Huh 等^[28]研究表明, 在再结晶过程中不均匀微观组织易于形成随机取向的再结晶晶核, 这与图 12 的观察结果相一致. 因此, 细小、弥散的析出相促进再结晶过程中随机取向晶粒的形核, 弱化 γ 纤维再结晶组织.

3.2.2 再结晶晶粒的长大 在再结晶晶粒的长大过程中, 析出相对晶界的钉扎作用导致再结晶晶粒的长大同样受到析出相的影响. 再结晶晶粒的长大主要有以下两种类型:

(1) 再结晶晶粒在变形基体中长大

对于再结晶晶粒在变形基体中长大, 驱动力 F_m 随着析出相平均半径 r 的减小及体积分数 f 的增加而降低^[29-31]. 另外, Kubodera 等^[29]研究表明, 再结晶晶粒在变形基体中长大时, 细小、弥散的析出相将产生显著的钉扎效应. 因此, 在变形基体中长大时, 与样品 PCP 的相比, 样品 CP 的再结晶晶粒的长大驱动力 F_m 大, 更容易长大.

(2) 再结晶晶粒吞并相邻再结晶晶粒长大

对于吞并相邻再结晶晶粒的长大, Zener 等^[32]认为在此过程中的驱动力 F_g 为

$$F_g = 2\sigma V/R - 3\sigma V f / (2r) \quad (1)$$

式中, σ 为再结晶晶粒的界面能, R 为再结晶晶粒的半径, r 为析出相的平均半径, V 为摩尔体积. 由式可知, 驱动

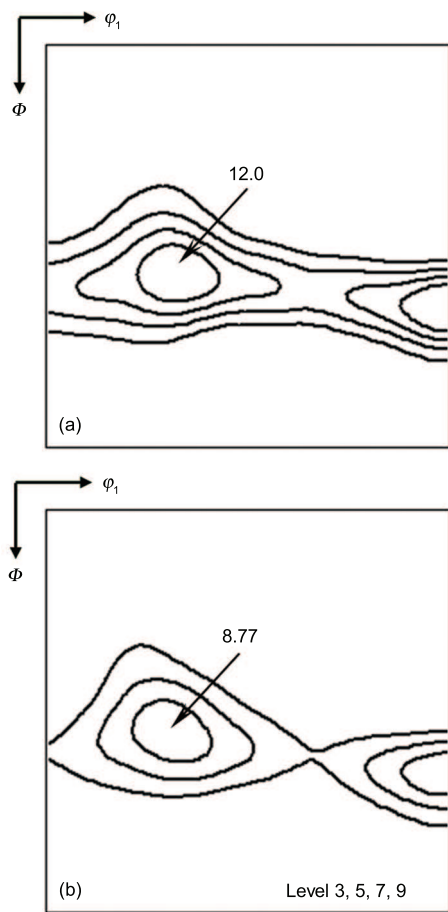


图 12 样品 CP 和 PCP 在再结晶初期再结晶晶核的组织
Fig.12 Nucleation textures at the early stage of recrystallization of samples CP (a) and PCP (b)

力 F_g 同样随着 r 的减小及 f 的增加而降低. 当取 $\sigma=6 \times 10^{-7} \text{ J/mm}^2$, $V=7.18 \times 10^{-3} \text{ mm}^3/\text{mol}$ 和 $R=7.5 \times 10^{-3} \text{ mm}$ 时, 根据上述热轧退火板中析出相的统计分布可知, 样品 CP 和 PCP 的 F_g 分别为 0.890 和 0.384 J/mol. 然而, 当基体中无析出相时驱动力 F_g 为 1.150 J/mol. 不同工艺条件下 0.506 J/mol 的驱动力 F_g 差别不可忽略. 因此, 在吞并相邻再结晶晶粒长大的过程中, 细小、弥散的析出相将产生更为显著的钉扎效应, 抑制再结晶晶粒的长大. 即与样品 PCP 的相比, 样品 CP 的再结晶晶粒的长大驱动力 F_g 大, 更容易吞并周围晶粒而长大.

由此可见, 退火时再结晶晶粒在变形基体中长大或吞并相邻晶粒的过程中, 细小、弥散的析出相将产生强烈的钉扎效应, 抑制再结晶晶粒的长大.

图 13 示出了再结晶后期样品 PCP 中小尺寸 (10 μm 以下) 及大尺寸 (10 μm 以上) 再结晶晶粒相应的组织. 由图可知, 再结晶后期样品中的再结晶晶粒仍以 γ 取向晶粒为主; 与小尺寸的相比, 大尺寸晶粒的 γ 纤维再结晶组织较强. 这可能是由于在再结晶初期 $\{111\}$ 晶核的优先形成并具有一定的尺寸优势, 且这一优势将在再结

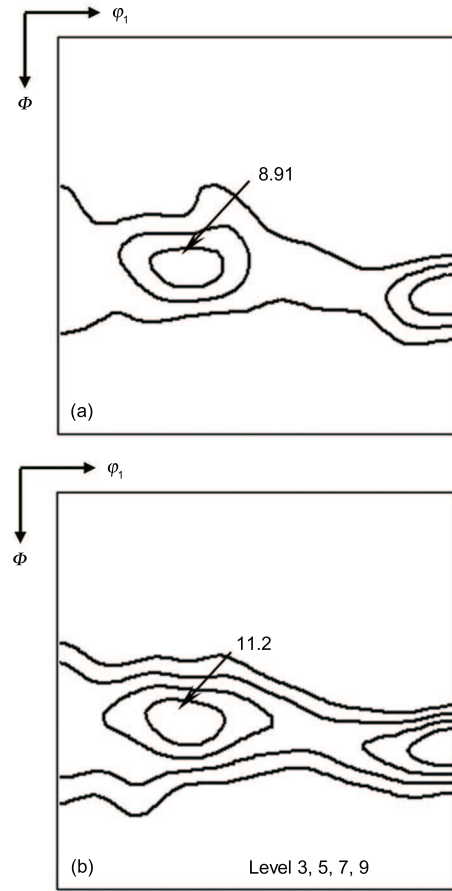


图 13 再结晶后期样品 PCP 中小尺寸及大尺寸再结晶晶粒相应的组织

Fig.13 Recrystallization textures for the fine (a) and coarse (b) grain of the sample CP at the later stage of recrystallization

晶后期晶粒长大的过程中得以保留, 导致大尺寸再结晶晶粒的组织较强 [33].

在再结晶初期, 具有较高 Taylor 因子及相应较高形变储能的 $\{111\}$ 取向冷轧变形晶粒将优先形成 $\{111\}$ 取向晶核 (图 12); 在随后的再结晶过程中, 这些晶核将通过消耗 γ 或 α 取向变形基体来长大, 或这些优先长大的大尺寸 $\{111\}$ 取向再结晶晶粒 (图 13) 将吞并周围尺寸较小的再结晶晶粒 [33,34]. 但由析出相分布特征的不同而引起钉扎效应的差异将显著影响再结晶晶粒的长大.

在消耗 γ 或 α 取向变形基体来长大的过程中, 样品 CP 中优先形核的 $\{111\}$ 取向再结晶晶粒长大的驱动力 F_m 较大, 更容易在变形基体中长大. 在再结晶晶粒吞并周围再结晶晶粒的过程中, 具有较强再结晶组织的大尺寸晶粒将吞并具有较弱再结晶组织的小尺寸晶粒. 图 14 示出了冷轧退火板 CP 退火过程中的 TEM 观察. 从图中可看出, 组织中的析出相与晶界产生强烈的交互作用导致晶界弯曲 (如图 14 中箭头所指), 表明析出相将在这一过程中产生强烈的钉扎作用. 样品 CP 中大尺寸 $\{111\}$ 再结晶晶粒通过吞并周围小尺寸再结晶晶粒长大的驱动力大,

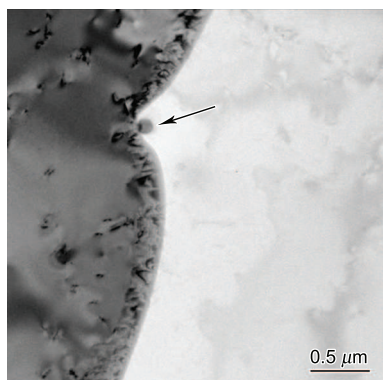


图 14 冷轧板 CP 在退火过程中在再结晶晶粒吞并过程中析出相的钉扎晶界的 TEM 观察

Fig.14 TEM observation of the pinning effects of precipitates on the grain boundaries during the eating stage of recrystallized grains in the cold rolled sheet CP during annealing

更容易长大. 因此, 在再结晶过程中, 由于析出相尺寸细小、分布弥散, 样品 PCP 中 $\{111\}$ 再结晶晶粒的长大受到较强的抑制作用, 不利于冷轧退火板再结晶组织的强化.

最终, 虽然具有较弱 α 纤维组织及相对较强 γ 纤维组织的冷轧板 PCP 可得到较强 γ 纤维再结晶组织, 但是由于不同析出相特征对退火过程中回复和再结晶晶粒形核及长大等不同作用, 导致冷轧退火板 PCP 的 γ 纤维再结晶组织的强度弱于 CP 的. 由此可知, 在控制铁素体不锈钢再结晶行为的过程中, 析出相对随机取向晶粒形核的作用及晶界迁移的钉扎效应是重要的因素.

4 结论

(1) 对于含 Ti 和 V 的超纯 17%Cr 铁素体不锈钢, 组织中的析出相以 Ti 的碳氮化物为主. 降低精轧温度有利于尺寸更加细小、分布更加弥散析出相的形成. 最终, 经冷轧及退火后这种析出相分布特征为冷轧退火板所继承.

(2) 粗大、稀疏析出相的样品具有较强的 γ 纤维再结晶组织; 细小、弥散的析出相有助于再结晶过程中随机取向晶粒的形核, 抑制再结晶晶粒的长大及吞并周围晶粒, 从而弱化 γ 纤维再结晶组织, 恶化冷轧退火板成形性能.

(3) 析出相对随机取向晶粒形核的作用及晶界迁移的钉扎作用, 是控制 17%Cr 铁素体不锈钢再结晶组织的重要因素之一.

参考文献

- [1] Yazawa Y, Ozaki Y, Kato Y. *JSAE Rev*, 2003; 24: 483
- [2] Liu H T, Liu Z Y, Wang G D. *ISIJ Int*, 2009; 49: 890
- [3] Miyamoto H, Xiao T, Uenoya T, Hatano M. *ISIJ Int*, 2010; 50: 1653
- [4] Siqueira R P, Sandim H R Z, Oliveira T R. *Mater Sci Eng*, 2008; A497: 216

- [5] Zhang C, Liu Z Y, Wang G D. *J Mater Process Tech*, 2011; 211: 1051
- [6] Almagro J F, Llovet X, Heredia M A, Luna C, Sanchez R. *Microchim Acta*, 2008; 161: 323
- [7] Raabe D, Lücke K. *Scr Metall*, 1992; 27: 1533
- [8] Raabe D, Hölscher M, Dubke M, Reher F, Lücke K. *Steel Res*, 1993; 64: 359
- [9] Raabe D. *J Mater Sci*, 1996; 31: 3839
- [10] Hölscher M, Raabe D, Lücke K. *Steel Res*, 1991; 62: 567
- [11] Raabe D, Lücke K. *Scr Metall Mater*, 1992; 26: 19
- [12] Sinclair C W, Robaut F, Maniguet L, Mithieux J D, Schmitt J H, Brechet Y. *Adv Eng Mater*, 2003; 5: 570
- [13] Sinclair C W, Mithieux J D, Schmitt J H, Brechet Y. *Metall Mater Trans*, 2005; 36A: 3205
- [14] Zhang C. *PhD Thesis*, Northeastern University, Shenyang, 2011
(张 驰. 东北大学博士学位论文, 沈阳, 2011)
- [15] Barnett M R, Jonas J J. *ISIJ Int*, 1997; 37: 697
- [16] Pandit A, Murugaiyan A, Saha Podder A, Haldar A, Bhattacharjee D, Chandra S, Ray R K. *Scr Mater*, 2005; 53: 1309
- [17] Sun W P, Militaer M, Jonas J J. *Metall Trans*, 1992; 23A: 821
- [18] Chang S K, Kang H J. *Steel Res Int*, 1995; 66: 463
- [19] Liu H T. *PhD Thesis*, Northeastern University, Shenyang, 2009
(刘海涛. 东北大学博士学位论文, 沈阳, 2009)
- [20] Gao F, Liu Z Y, Liu H T, Wang G D. *Acta Metall Sin (Engl Lett)*, 2011; 24: 343
- [21] Huh M Y, Engler O. *Mater Sci Eng*, 2001; A308: 74
- [22] Uematsu Y, Yamazaki Y. *Tetsu Hagane*, 1992; 78: 632
- [23] Park S H, Kim K Y, Lee Y D, Park C G. *ISIJ Int*, 2002; 42: 100
- [24] Kang H G, Huh M Y, Park S H, Engler O. *Steel Res Int*, 2008; 79: 489
- [25] Hamada J, Ono N, Inoue H. *ISIJ Int*, 2011; 51: 1740
- [26] Liu H T, Ma D X, Liu Z Y, Wang G D. *J Iron Steel Res*, 2010; 22(8): 31
(刘海涛, 马东旭, 刘振宇, 王国栋. 钢铁研究学报, 2010; 22(8): 31)
- [27] Satoh S, Obara T, Nishida K, Irie T. *Trans ISIJ*, 1986; 26: 838
- [28] Huh M Y, Kim H C, Engler O. *Steel Res*, 2000; 71: 239
- [29] Kubodera H, Inagaki H. *Bull Jpn Inst Met*, 1986; 7: 383
- [30] Satoh S, Obara T, Tsunoyama K. *Trans ISIJ*, 1986; 26: 737
- [31] Subramaniam S V, Prikryl M, Gaulin B D, Clifford D D, Benincasa S, Reilly I O'. *ISIJ Int*, 1994; 34: 61
- [32] Zener C, Smith S C. *Trans AIME*, 1984; 175: 47
- [33] Verbeken K, Kestens L, Jonas J J. *Scr Mater*, 2003; 48: 1457
- [34] Ray R K, Jonas J J, Hook R E. *Int Mater Rev*, 1994; 39: 129
- [35] Pereloma E V, Gazder A A, Jonas J J, Miller M K, Davies C H J. *ISIJ Int*, 2008; 48: 1443