

氮强化高锰奥氏体低温钢的拉伸应变 硬化行为*

付瑞东 邱亮 王存宇 郑炆曾

(燕山大学)

摘要 采用低温拉伸、SEM和TEM等方法,对32Mn-7Cr-1Mo-0.3N奥氏体钢进行表征,研究了它的拉伸应变硬化行为。结果表明,32Mn-7Cr-1Mo-0.3N奥氏体钢的真应力与真应变不遵循Hollomon的线性关系,应变硬化指数 n 随着真应变的增大而提高,但当 $\epsilon > 0.2$ 后,77 K下的 $dn/d\epsilon$ 值明显高于其它温度的值。在77 K真应变 $\epsilon > 0.2$ 后材料的 $d^2\sigma/d\epsilon^2$ 变为正值。 $dn/d\epsilon$ 与 $d^2\sigma/d\epsilon^2$ 这一特殊变化趋势导致77 K下应变硬化率和延伸率的提高。其微观机制是,孪晶的形成速率以及孪晶与位错之间的相互作用与硬化率相协调,进而延迟了颈缩的产生,导致较高的均匀变形能力。

关键词 金属材料,高锰奥氏体钢,氮强化,应变硬化,孪生,位错

分类号 TG142

文章编号 1005-3093(2005)02-0193-07

Tensile strain hardening behaviours of nitrogen strengthening high manganese austenitic cryogenic steel

FU Ruidong QIU Liang WANG Chunyu ZHENG Yangzeng**

(Key Laboratory of Metastable Materials Science & Technology,

College of Materials Science & Engineering, Yanshan University, Qinhuangdao 066004)

* Supported by National Natural Science Foundation of China No.59771001, Natural Science Foundation of Hebei Province No.E2004000197. Manuscript received June 14, 2004; in revised form August 19, 2004.

** To whom correspondence should be addressed, Tel:(0335)8074727, E-mail: rdfu@ysu.edu.cn

ABSTRACT The strain hardening behavior of 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N austenitic steels was investigated and characterized. The results show that Hollomon relationship is inapplicable. The value of n increases with increasing true strain ϵ . However, after the value of true strain is larger than 0.2, the value of $dn/d\epsilon$ at 77 K is obviously higher than that at other temperatures, and the value of $d^2\sigma/d\epsilon^2$ at 77 K becomes positive, which results in the high strain hardening rate and elongation increasing at 77 K. The micro mechanisms are proposed to be the coordination of the forming rates of twins and the interactions between twins and dislocations with strain hardening rates. Subsequently, the necking is delayed and the ability of uniform deformation is obtained.

* 国家自然科学基金 59771001、河北省自然科学基金 E2004000197 和机械技术发展基金 92J50601 资助项目。

2004年6月14日收到初稿;2004年8月19日收到修改稿。

本文联系人:郑炆曾,教授,秦皇岛 066004,河北省秦皇岛市燕山大学材料科学与工程学院

KEY WORDS metallic materials, high manganese austenitic steel, nitrogen strengthening, strain hardening, twinning, dislocation

大型超导容器用钢要求在低温下具有无磁性、高强韧性以及较高的组织稳定性. 传统的奥氏体不锈钢和马氏体不锈钢均不能满足这些要求. 在发展新型无磁低温用结构材料的过程中, 无镍和少镍高锰奥氏体钢受到广泛重视^[1~6]. 因为铬锰奥氏体钢对间隙氮原子引起的强化效应敏感, 可以获得更高的低温强度, 不含镍使价格相对低廉, 极高的组织稳定性使其即使在低温高应变速率下变形也不易发生应变诱发马氏体相变. 但是, 当锰含量高于 30% 以后这类钢易出现低温沿晶脆性^[7~9]. 采用电渣重熔工艺能有效地抑制这一问题, 可制备出在 77 K 下具有高强韧性、无磁性 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体低温钢^[10].

虽然国内外对这一类钢的应变硬化行为开展了广泛的研究^[11~18], 但都局限在一定应变范围内讨论应变硬化行为, 缺乏对应变硬化率和应变硬化指数随应变变量变化的连续演变过程的描述, 限制了对其应变硬化行为更深入的认识和了解. 本文研究电渣重熔 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体钢应变硬化行为及其微观机制.

1 实验方法

采用感应炉冶炼试验用钢, 浇铸成重熔电极, 再进行电渣重熔. 重熔后钢的化学成分(质量分数)为: $w_C=0.098\%$, $w_{Mn}=31.15\%$, $w_{Cr}=7.34\%$, $w_{Mo}=0.69\%$, $w_N=0.30\%$, $w_{Si}=0.39\%$, $w_P=0.0194\%$, $w_S=0.003\%$.

将重熔锭经锻造开坯, 热轧成厚度为 12 mm 的板材. 将其在 1423 K 保温 1 h 水淬后再在 773 K 保温 45 min 时效处理, 然后加工成直径为 5 mm 的 5 倍拉伸试样.

采用 Inston model 4500 万能试验机进行低温拉伸试验, 拉伸前将试样浸泡在由液氮和无水乙醇按一定比例混合的冷却介质中约 10 min, 在拉伸过程中试样全部浸泡在冷却介质中. 试验温度分别设为 293、218、173 和 77 K, 拉伸速率为 $10^{-3}s^{-1}$. 用 KYKY-2800 型扫描电镜观察试样的断口; 用 NEOPHOT-21 型金相显微镜观察宏观变形组织; 沿断口横截面切取透射电镜样品, 经机械减薄、化学减薄及双喷电解减薄后在 JEOL-2010 上观察变形区的微结构.

2 结果与讨论

2.1 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体钢的拉伸特性

从图 1 可见, 随着试验温度从 223 K 下降到 77 K, 出现塑性伸长量增加的现象, 77 K 拉伸曲线终止于真应变量为 0.642 处, 而 173 K 和 223 K 的拉伸曲线终止于 0.523 处, 并且 77 K 时的真应力-应变曲线在真应变大于 0.2 后出现上翘(图 1b 中虚线处). 这种现象最初在 Fe-Mn-Al-X 钢的系列拉伸试验中发现^[12,13], 后来又在其他高锰高氮钢的研究中发现^[14,15].

图 2 表明, 随着温度的下降, 抗拉强度和屈服强度都逐渐增加, 并且两者增加的趋势大致平行. 在 77 K 抗拉强度 σ_b 达到 1350 MPa, 屈服强度 $\sigma_{0.2}$ 达到 883 MPa. 延伸率并未随着温度的下降而单调变化, 延伸率是先降后升, 77 K 时还具有高达 65% 的延伸率. 断面收缩率在 77 K 时为 56.2%, 比其它温度时略有下降, 说明发生断裂前的颈缩变形量较小.

2.2 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体钢的应变硬化行为

由图 3 可以清楚地看到, 在均匀塑性应变范围内真应力与真应变的 $\ln\sigma$ 和 $\ln\varepsilon$ 已经不是线性关系. 经典的 Hollomon 关系式 ($\sigma = k\varepsilon^n$) 在整个均匀塑性变形阶段不适用, 此时的应变硬化指

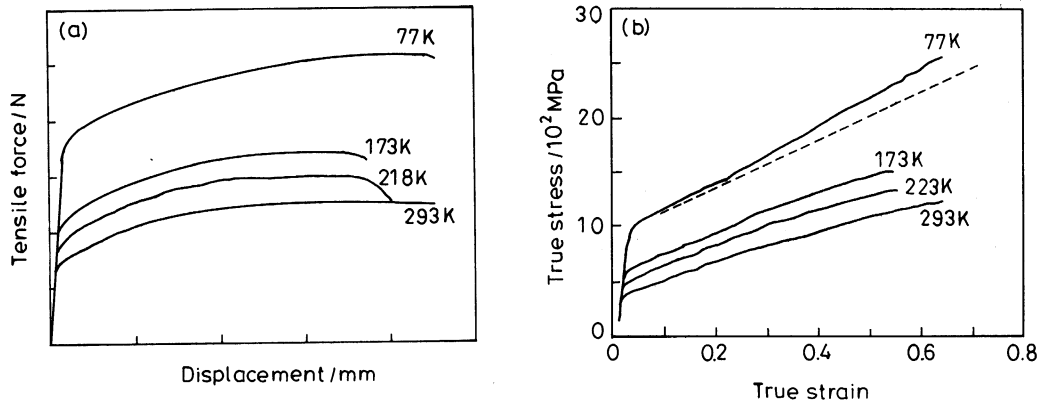


图 1 试验钢室温至 77 K 下拉伸试样的力 - 位移曲线和真应力 - 真应变曲线

Fig.1 Tensile testing results of 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N austenitic steels (a) tensile force vs. displacement curve; (b) true stress vs. true strain curve

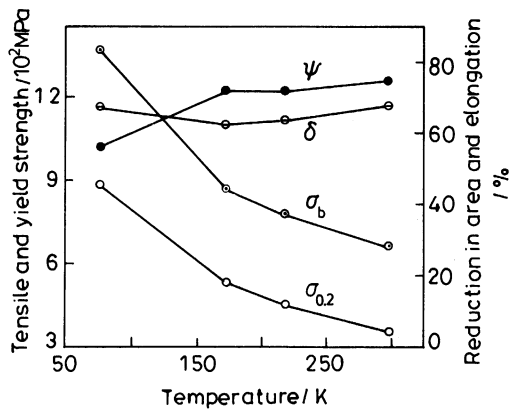


图 2 拉伸性能与试验温度的关系

Fig.2 Relationship between tensile properties and temperature

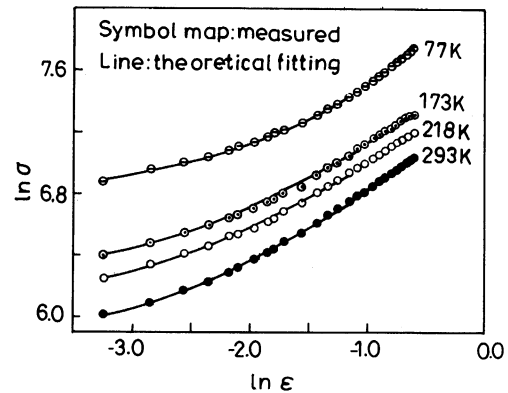


图 3 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体钢的 $\ln \sigma$ 和 $\ln \epsilon$ 的关系曲线

Fig.3 Relationship between $\ln \sigma$ and $\ln \epsilon$ for 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N austenitic steel

数不是恒定值, 应变硬化指数在不同应变变量下具有多重性. 应变硬化指数 n 的多重性已在许多面心金属材料中发现, 特别是在高锰奥氏体钢中更为常见.

关于应变硬化曲线拟合的方法和理论目前已有相当多的报道^[12~20], Ludwigson 在早期的研究中发现^[21], 锰和氮强化的奥氏体不锈钢以及银、铜、铝、镍等合金的拉伸行为存在相似的特征 (即对数坐标下的非线性关系), 并指出在均匀变形阶段的高应变区, Hollomon 关系式仍然成立. 据此可以求得

$$\sigma = K_1 \epsilon^{n_1} \quad (1)$$

其中 K_1 和 n_1 的意义与 Hollomon 公式中的相同. 而在低应变区, 采用此式描述的应力应变关系与实测曲线间存在一偏差

$$\Delta = \exp(k_2 + n_2\varepsilon) = K_2 \exp(n_2\varepsilon) \quad (2)$$

进而得到流变方程

$$\sigma = K_1 \varepsilon^{n_1} + \Delta = K_1 \varepsilon^{n_1} + \exp(K_2 + n_2\varepsilon) \quad (3)$$

对于 Fe-Mn-Al-X 系列低温钢, 可以利用二次多项式拟合其真应力 - 应变曲线^[12,13], 且应变硬化指数与真应变之间有线性关系, 从而得到如下流变方程

$$\sigma = K \varepsilon^N \exp(M\varepsilon) \quad (4)$$

同时, 还有用两个线性方程来拟合真应力 - 应变的对数曲线. 上述各种方法都存在一定的局限性, 本文对真应力 - 应变曲线进行了拟合 (图 3), 并得到了流变方程

$$\ln\sigma = a \exp(\ln\varepsilon/b) + c \quad (5)$$

在不同温度下方程中各参量的值列于表 1, 由误差分析结果可知其拟合的精度相当高.

表 1 公式 (5) 中 a 、 b 、 c 的值及误差分析结果
Table 1 Value of a , b , c and error analysis result of Eq.(5)

Temp./K	a	b	c	Mean square deviation	Fitting precision
293	2.15817	2.81027	5.31097	1.22×10^{-4}	0.9989
218	1.98778	2.10854	5.60865	1.22×10^{-4}	0.9987
173	1.85844	2.48492	5.88592	1.65×10^{-4}	0.9982
77	1.54838	1.53502	6.70724	2.13×10^{-4}	0.9998

对公式 (5) 给出的流变方程以 $(\ln\varepsilon)$ 为变量求导, 得到应变硬化指数和真应变之间的关系

$$n = d \ln\sigma / d \ln\varepsilon = (a/b) \exp(\ln\varepsilon/b) \quad (6)$$

其中的参数 a 、 b 与式 (5) 中的相同, 由此可得到在不同温度下应变硬化指数与真应变的关系 (图 4), 还能方便地给出应变硬化率与真应变的关系 (图 5).

2.3 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体钢应变硬化行为的微观机制

32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体低温钢具有很高的组织稳定性, 从其在不同温度下的变形区金相组织可以看到相互平行或交叉的细条束, 并且在断口附近的条束密度较大 (图 6). 其室温下的断口颈缩很明显, 且主要表现为塑性断裂特征, 77 K 断口中颈缩量很小且在断口放射区中可看到明显的脆性特征 (图 7). 这些断口特征表明, 室温下的断裂过程与 77 K 时的明显不同, 说明其高延伸率的产生机制是不同的.

在应变诱发产物的 XRD 图谱中未发现形变诱发马氏体相^[10], 变形区的微结构主要为平面分布特征的扩展位错 (图 8a) 和形变孪晶 (图 8b), 形变孪晶和位错密度随着变形量的增大而增大 (图 8c), 并能看到形变孪晶与位错之间的交互作用 (图 8d).

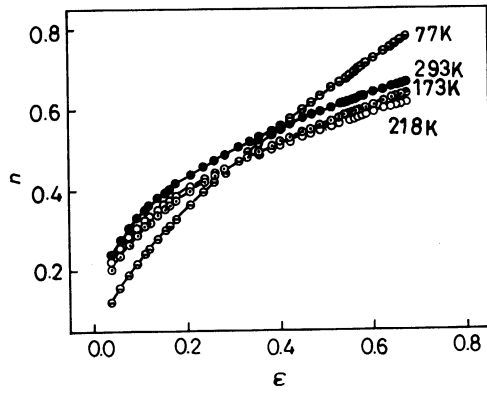


图 4 应变硬化指数和真应变的关系

Fig.4 Relation between strain hardening exponent and true strain

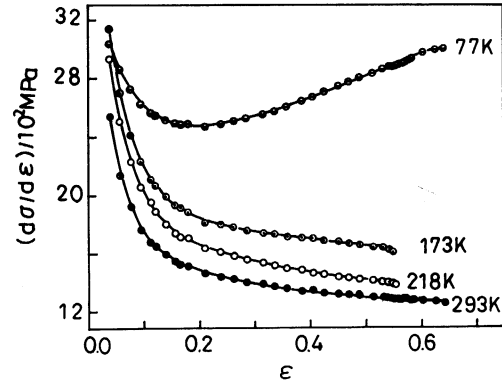


图 5 应变硬化率与真应变的关系

Fig.5 Relation between strain hardening rates and true strain

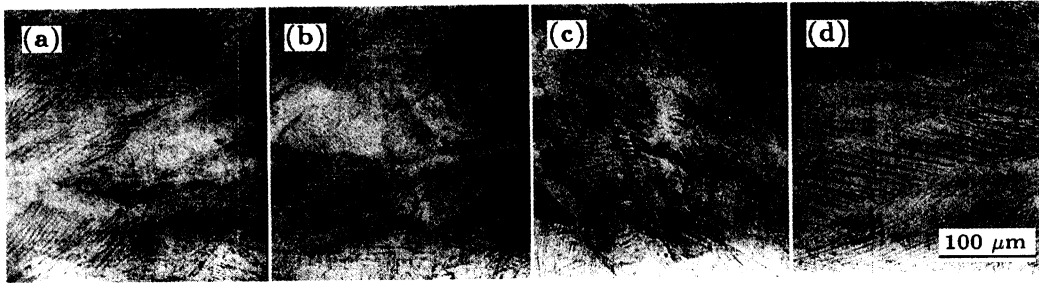


图 6 不同温度下的变形组织

Fig.6 Deforming microstructure at different temperatures (a) 293 K; (b) 218 K; (c) 173 K; (d) 77 K

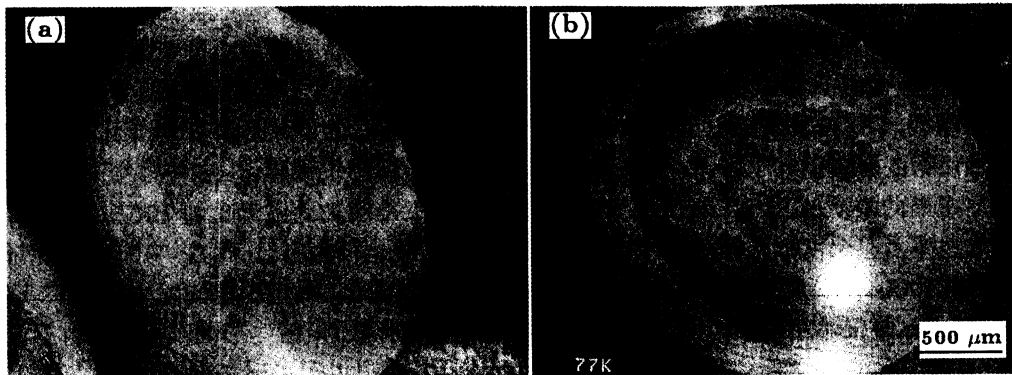


图 7 在室温和 77 K 下的拉伸断口宏观形貌

Fig.7 Macrography of tensile fracture surface (a) room temperature; (b) 77 K



图 8 变形晶粒内部的孪晶和位错形态

Fig.8 Twin and dislocation in deformation grain, (a) stacking fault; (b) twins; (c) dislocations and twins; (d) interaction between twin and dislocation

在应变较小, 室温拉伸过程中位错的运动主要以平面滑移为主, 位错硬化机制占主导. 基体原子的短程有序排布 (Fe-Mn-C 形成的原子团) 以及“柯氏气团”的钉扎效应在变形温度较高和变形量较小时会促进硬化效果. 这些硬化效果随着温度的下降而减弱, 从而导致室温时硬化指数较高的情形 (图 4). 随着应变量的进一步增大, 室温变形组织中塞积的位错可能在外加应力作用下穿过障碍, 导致应变硬化率随着应变量的增加而减小, 类似情况也发生于 218 K 和 173 K 下的变形过程中.

值得注意的是, 当应变量为 0.2~0.4 时, 77 K 应变硬化行为与上述情况截然不同 (图 4), 出现了应变硬化指数随着应变量的增加而快速增长的反常现象, 此时的应力对应变的二阶导数 ($d^2\sigma/d\varepsilon^2$) 在 $\varepsilon > 0.2$ 以后变为正值. 这一现象可归结为所谓的“孪晶诱发塑性” (twinning induced plasticity, 简称 TWIP) 机制^[22]. 对于低层错能的高锰奥氏体钢, 在化学成分和变形条件 (包括形变温度、应变速率等) 一定的条件下, 当奥氏体向马氏体转变的吉布斯自由能 $\Delta G^{\gamma \rightarrow \alpha}$ 为正值以及钢的层错能在合适范围内, 应变诱发产物将主要为形变孪晶^[23]. 在本文试验用钢的 77 K 冲击试样变形区中未发现应变诱发马氏体, 故其低温应变硬化行为主要与形变孪晶有关. 形变孪晶对变形行为的影响包括: 引入附加应变^[24], 或孪晶软化; 使界面增多, 提高强度和应变硬化率^[25]. 需要指出的是, 如果在形变过程中只有少量孪晶产生, 虽然孪晶的产生会调整施密特因子, 协调塑性变形, 但是滑移只集中在少量孪晶中 (见图 6) 反而造成形变不均匀, 出现应力集中, 过早出现缩颈而断裂, 173 K 和 218 K 的延伸率较低可能与此有关. 随着变形温度的降低, 孪晶的体积分数增加而钢的层错能却下降, 由于先形成的孪晶阻碍随后的位错运动, 这种相互作用是导致应变硬化率提高的本质原因. 但是, 形变孪晶的体积分数不是控制低温应变硬化的主要因素, 而孪晶的形成速率及其温度敏感性对低温拉伸过程中的应变硬化行为有显著的影响^[23]. 要保证高的均匀变形能力, 必须使应变硬化率随着应变的增加而协调变化, 阻止颈缩的发生. 在 77 K 拉伸时, 一旦拉伸试样局部出现软点马上会被孪晶导致的硬化所抵制, 使变形继续进行而推迟了颈缩的发生, 从而导致高的延伸率. 77 K 试样的颈缩变形量较小也说明了这一点 (图 7b). 而在 218 K 或 173 K 拉伸时, 应变硬化率的变化滞后于应变的增加而导致颈缩过早的发生, 使延伸率较低.

3 结 论

1. 对于 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体钢, 应变硬化率和应变硬化指数的大小受应变量和温度的影响较大. 在 $\varepsilon < 0.2$ 时, 应变硬化指数随温度的降低而减小, 而应变硬化率却随温度的降低而增大. 77 K 时 $d^2\sigma/d\varepsilon^2$ 在 $\varepsilon > 0.2$ 以后变为正值, 此时硬化率与应变相协调, 推迟了颈缩的发生.

2. 32Mn-7Cr-1Mo-0.3N 奥氏体钢的流变方程为 $\ln\sigma = a\exp(\ln\varepsilon/b) + c$.

3. 在应变量 $\varepsilon < 0.2$ 时, 室温下的拉伸形变区微结构主要为位错和少量孪晶, 随着变形温度的降低孪晶数量有所增加; 在应变量 $\varepsilon > 0.2$ 以后, 随变形温度的降低, 孪晶的形成速率对应变硬化率的提高起主导作用. 控制孪晶的体积分数和形成速率在合理的范围内可导致较高的延伸率.

参 考 文 献

- 1 T.S.Shimada, M.Kasamatsu, *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, **30**, 145(1984)
- 2 K.Suemune, K.Sugino, *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, **32**, 51(1986)
- 3 M.J.Strum, J.W.Morris Jr., *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, **34**, 371(1988)
- 4 H.Tancka, K.Fujita, *Advanced in Cryogenic Engineering Materials*, **38**, 199(1992)
- 5 K.Nohara, S.Sato, *Cryogenics*, **34**, 477(1994)
- 6 Y.Ozaki, O.Furukimi, *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, **12**, 1248(2002)
- 7 J.W.Morris Jr., S.K.Wang, *Advances in Cryogenic Engineering*, **24**, 91(1984)
- 8 Y.Tomoa, Y.Xin, K.Inoue, *Acta Mater.*, **46**, 1577(1998)
- 9 Fu Ruidong, Zheng Yangzeng, Li Shaohua, *J. Iron and Steel Research*, **1**, 31(2000)
- 10 Fu Ruidong, Zheng Yangzeng, *JMEPEG*, **4**, 456(2001)
- 11 K.Shibata, Y.Kobiki, *Advances in Cryogenic Engineering Materials*, **30**, 153(1984)
- 12 G.K.Young, J.K.Han, *Metall. Trans. A.*, **16A**, 1689(1985)
- 13 G.K.Young, Y.L.Cha. *Metall. Trans. A.*, **19A**, 1625(1987)
- 14 J.W.Simmons, *Acta Mater.*, **45**, 2467(1997)
- 15 L.Kruger, L.W.Meyer, *J.De Phy. IV.*, **9**, 189(2003)
- 16 P.H.Adler, G.B.Olson, W.S.Owen, *Metall. Trans. A.*, **17**, 1725(1986)
- 17 A.Soussan, S.Degallaix, *Mater. Sci. and Eng. A.*, **A142**, 169(1991)
- 18 T.S.Shun, C.M.Wan, J.G.Byrne, *Acta Metall. Mater.*, **40**, 3407(1992)
- 19 M.O.Speidel, P.J.Uggowitzer, *ASM International*, 135(1993)
- 20 S.Kubota, Y.Xia, Y.Tomota, *ISIJ International*, **38**, 474(1998)
- 21 D.C.Ludwigson, *Metall. Trans.*, **2**, 2925(1971)
- 22 O.Grassel, L.Kruger, *International Journal of Plasticity.*, **16**, 1391(2000)
- 23 G.Frommeyer, P.Neumann, *ISIJ International.*, **43**, 438(2003)
- 24 J.M.Han, Y.G.Kim, *Acta. Metall. Mater.*, **39**, 2169(1991)
- 25 B.W.Oh, S.J.Cho, S.H.Hong, *Advances in Cryogenic Engineering*, **40**, 1183(1994)