

# 一种变形低碳锰硼钢中条带状亚结构的组织演化\*

田素贵 于宏 张禄廷 洪鹤

(沈阳工业大学材料科学与工程学院, 沈阳 110023)

徐永波 胡壮麒

(中国科学院金属研究所沈阳材料科学国家(联合)实验室, 沈阳 110016)

**摘要** 利用透射电子显微镜观察冷拔缩径变形和退火后低碳锰硼钢的组织形貌, 研究了该钢的变形特征及组织演化规律. 结果表明: 在变形带中, 铁素体沿平行于剪切应力方向形成条带状亚晶,  $\{110\}$  晶面为变形条带状亚晶的滑移面, 条带状亚晶内存在高密度位错; 经退火处理后, 条带状亚晶内的位错束集成与条带状亚晶界垂直的位错胞壁, 形成类方形位错胞结构; 进一步经位错胞壁的扩散迁移, 形成各胞壁之间呈  $120^\circ$  夹角的亚晶结构.

**关键词** 锰硼钢, 冷变形, 亚晶, 位错, 再结晶

中图分类号 TG113.1

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(2003)08-0826-05

## MICROSTRUCTURE EVOLUTION OF THE STRIP-LIKE SUBGRAINS IN DEFORMED 15MnB STEEL

TIAN Sugui, YU Hong, ZHANG Luting, HONG He

School of Materials Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110023

XU Yongbo, HU Zhuangqi

Shenyang National Laboratory for Materials, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016

Correspondent: TIAN Sugui, professor, Tel: (024)25694659, Fax: (024)25691768,

E-mail: sgtian@mail.sy.ln.cn

Supported by the Educational Foundation of Liaoning Province of China (No.20141041)

Manuscript received 2002-09-16, in revised form 2003-01-06

**ABSTRACT** Microstructures of 15MnB steel after cold drawing and annealing are observed by means of transmission electron microscopy in order to investigate the evolution regularity of the deformation microstructures. The results show that the subgrain structures of the ferrite-strip along the drawing direction are formed in the deformation bands of steel. The  $\{110\}$  crystal planes are the slip planes of ferrite subgrain-strip, and the dense dislocations exist in the subgrains. After annealing, the denser dislocations in the strip-like subgrains are assembled into square-like cell walls which are vertical to the original subgrain-strip boundaries. The subgrain structure of  $120^\circ$  between the cell walls is further formed by means of the diffusion migration of dislocation cell walls.

**KEY WORDS** MnB steel, deformed alloy, subgrain, dislocation, recrystallization

塑性变形可以用简单的位错理论加以描述. Kuhlman 和 Wilsdorf<sup>[1]</sup> 提出的数学模型可量化的预测抛物线型应力-应变响应, 并认为在塑性变形期间, 当变形是以单取向滑移方式进行时, 合金具有层状位错结构<sup>[2,3]</sup>, 以多取向滑移方式变形时, 为胞状位错结构<sup>[4]</sup>. 形变合金在退火过程中, 发生位错缠结的束集, 形成 Y

结构, 并进一步发生再结晶. 合金经高应变速率下变形后, 可形成局部剪切带<sup>[5-7]</sup>. 许多文献报导: 在剪切带中, 沿轧制方向或沿剪切应力方向形成条带状亚晶, 但关于条带状亚晶如何进行再结晶方面的文献报导较少; 虽然文献<sup>[5-7]</sup> 认为在剪切带内可按“晶粒旋转”和“晶界迁移”两种机制发生动态再结晶, 但均没有实验结果给予验证.

15MnB 钢经低应变速率冷拔缩径变形后, 观察到这种条带状亚晶, 该变形钢经退火处理后, 在条带状铁素体亚晶内形成由位错缠结束集形成的位错胞壁. 由于研究条带状亚晶的再结晶机制, 对完善形变合金的再结晶理论有重要意义, 本文试图对条带状亚晶发生再结晶的机制进行

\* 辽宁省教育厅基金资助项目 9718221112

收到初稿日期: 2002-09-16, 收到修改稿日期: 2003-01-06

作者简介: 田素贵, 男, 1952 年生, 教授, 博士

探讨。

## 1 实验方法

将 15MnB 钢在 780 ℃保温 4 h 退火处理后, 在 1 m/s 的应变速率下, 将直径为 11.5 mm 的 15MnB 退火圆钢经一次冷拔缩径变形, 缩径后直径为 9.66 mm, 断面收缩率为 29.44%。将变形 15MnB 圆钢中截取的试样, 在 300—700 ℃温度区间进行保温 2 h 退火处理。分别在不同处理状态的试样中, 沿平行于拉拔方向切片, 制取透射电镜样品。将机械研磨至厚为 50 μm 的样品置于 7% HClO<sub>4</sub> 酒精溶液中, 经 -20 ℃电解双喷减薄后, 在透射电镜下进行组织形貌观察。

## 2 实验结果与分析

### 2.1 变形特征

退火态 15MnB 钢经冷拔缩径变形后的金相观察表明: 沿拉拔方向晶粒被拉长, 其宽度约 5—10 μm (照片略去)。在局部变形量较大区域内铁素体基体的变形特征如图 1 所示, 铁素体基体沿剪切应力方向形成条带状亚晶结构, 条带状亚晶粒的宽度约为 0.4 μm。图 1b 为图 1a 的衍射图。可以看出, 衍射斑点 (晶带轴为  $[\bar{1}13]$ ) 呈弧状, 由衍射弧对应的圆心角 ( $<5^\circ$ ), 可估算出几个晶粒间的取向差约为  $5^\circ$ , 这表明, 若干条带状亚晶粒沿垂直于纸面方向, 具有相同的晶体学取向 (几组衍射斑点具有相同的晶带轴), 如果一个条带状亚晶粒对应于一组衍射斑点, 则几组条带状亚晶粒对应于几组衍射斑点, 由于几个亚晶粒之间的最大取向差为  $5^\circ$ , 可以推断出若干条带状晶粒为小角度亚晶粒。此外, 条带状亚晶内存在大量的位错和位错缠结。此外, 图 1b 中  $\bar{g}=110$  衍射矢量与图 1a 中的条带状亚晶界近似相垂直的事实表明: 形变合金的滑移面为  $\{110\}$  晶面。

### 2.2 条带状亚晶内形成的位错胞壁

图 2a 是 15 MnB 钢经冷拔变形后的组织形貌, 钢中

铁素体基体沿剪切应力方向形成条带状亚晶粒, 其晶界较为平直, 且铁素体基体内存在着大量的位错缠结。图 2b 是该变形合金经 400 ℃保温 2 h 退火处理后的组织形貌, 原条带状亚晶粒内的位错缠结经扩散迁移, 沿垂直于条带状亚晶晶界方向形成位错胞壁。由位错胞构成的亚晶尺寸相近, 约为 0.5 μm。但亚晶形状各不相同, 大部分位错缠结束集形成的胞壁垂直于原条带状亚晶界, 但仍有部分位错胞壁与条带状亚晶界呈非  $90^\circ$  夹角, 且胞壁较宽, 如图 2b 中 A 处箭头所示。而另有部分位错胞壁与原亚晶界已呈近  $120^\circ$ , 图中 M, N, P 三个亚晶之间的夹角即如此, 且其胞壁较宽。因此可以认为, 位错缠结束集形成的胞壁与条带状亚晶界的夹角由  $90^\circ$  逐渐转变成近  $120^\circ$ , 是由胞壁中的位错发生扩散迁移完成的。图中亚晶界交角不同的事实表明: 此时钢中的亚晶正处于由不稳定状态 (位错束集形成的胞壁与原条带状晶界呈  $90^\circ$  夹角) 向稳定态 (胞壁之间为  $120^\circ$  夹角) 转变阶段。转变后的形貌如图 3 所示 (图中黑色粒子为球化退火后局部区域存留的粒状渗碳体), 亚晶尺寸与图 2b 中的亚晶尺寸相当。

### 2.3 再结晶晶粒的形成

图 4a 是形变 15MnB 钢经 450 ℃保温 2 h 退火后的组织形貌, 图中无畸变的白亮区为发生再结晶后的晶粒, 细小的晶粒尺寸约 0.9 μm, 晶内无位错, 而在相邻的区域, 基体仍保持条带状结构, 条带状晶粒内具有高密度位错。如果认为无畸变的小晶粒为再结晶核心, 则该再结晶晶核是在应变较大的高密度位错区内形成。图 4b 为再结晶晶核略有长大的形貌, 尺寸约为 1.4 μm。根据以上的实验观察, 可以认为当再结晶晶核形成时, 晶内原子发生重排, 晶内位错消失, 应变能密度下降。但由于晶粒尺寸较小, 仍有较大的界面能, 因此再结晶晶核吸收周围的高密度位错, 降低合金的应变能和界面能, 促使晶粒长大是热力学的自发过程。

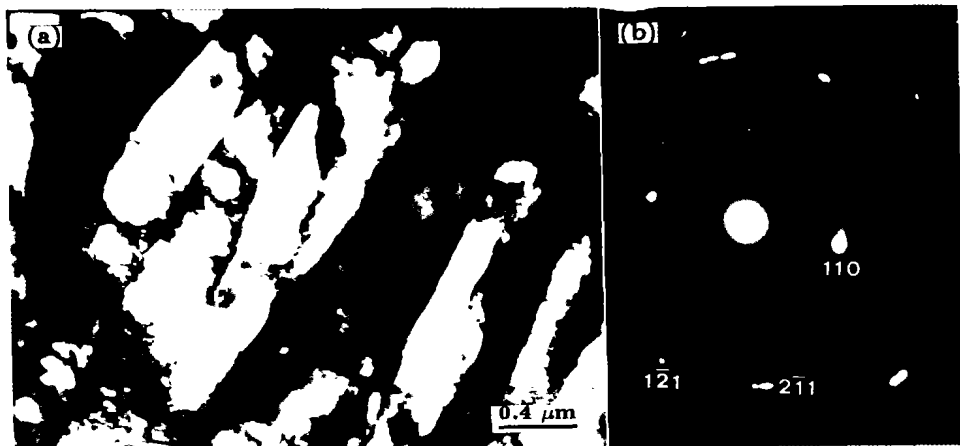


图 1 15MnB 钢基体的变形特征

Fig.1 Morphology (a) and EDP (b) of deformed 15MnB steel matrix, showing low angle subgrain structure

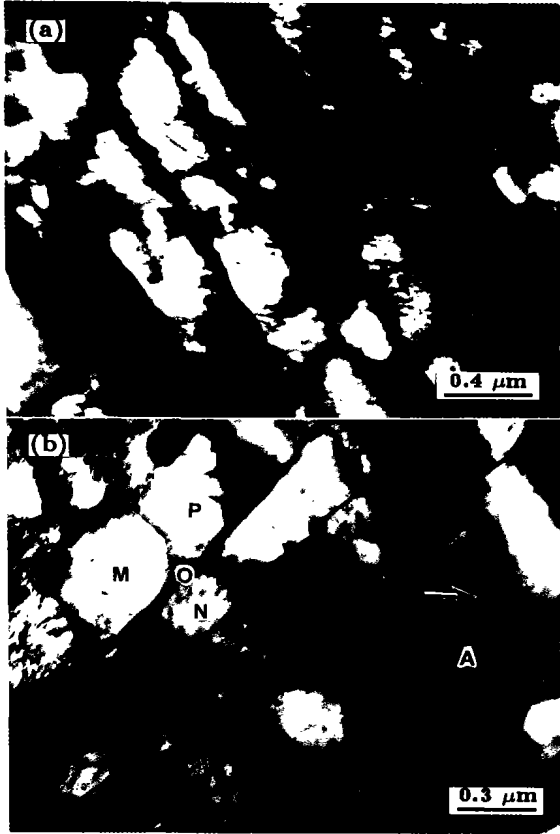


图 2 不同条件下变形 15MnB 钢的 TEM 形貌

Fig.2 TEM morphologies of 15MnB steel deformed under different conditions

- (a) ferrite-strips formed in the steel after cold drawing
- (b) subgrains formed in the ferrite-strips the wider dislocation cell walls shown with arrow A, three subgrains boundaries marked by M, N and P converged at the point O



图 3 亚晶的组织形貌

Fig.3 Subgrains morphology in the steel heat treated at 400 °C for 2 h (black particles are cementite)

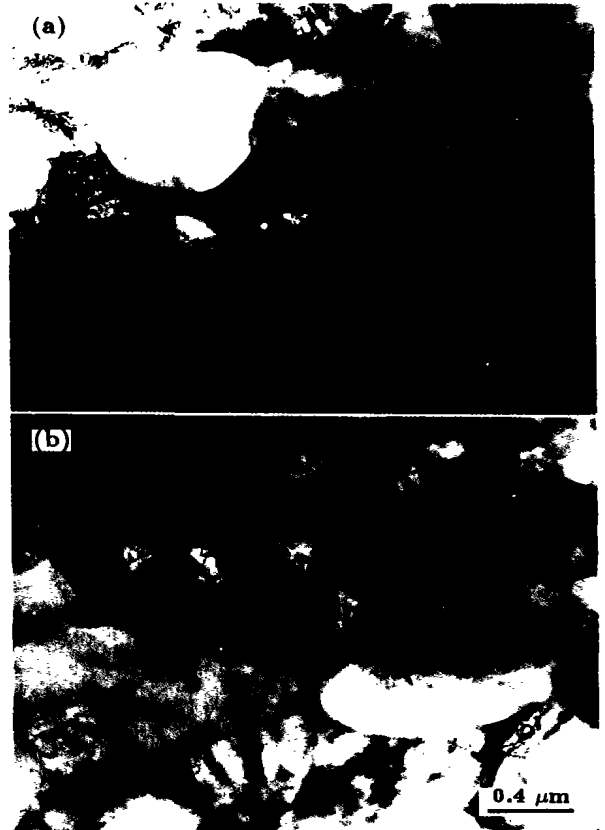


图 4 15MnB 钢退火后的组织形貌

Fig.4 Morphologies of deformed steel after recrystallization annealing (450 °C / 2 h)

- (a) recrystallized nucleus formed in the deformed matrix
- (b) further growth of the new grains

### 3 讨论

#### 3.1 亚晶形成机制探讨

近几年, 国内外研究者对各种材料经剪切变形后, 形成的剪切带进行了较详细的观察与分析<sup>[7-10]</sup>. 合金经高应变速率变形, 在形变量较大的区域内形成绝热剪切带, 剪切带内为具有条带状特征的亚晶粒, 并提出在条带状亚晶粒内可按‘微晶粒旋转’和‘亚晶界迁移’两种机制发生动态再结晶, 但并没有实验结果给以证实. 本实验 15MnB 钢在低变形速率下, 经冷拔缩径形变后, 并没有形成绝热剪切带, 但也观察到条带状铁素体亚晶粒, 并在退火后的条带状铁素体内发现了由位错胞壁构成的类方形胞状亚晶. 对位错缠结集形成位错胞壁的研究认为<sup>[11]</sup>: 合金经冷塑性变形后, 单位体积内形成位错缠结所具有的应变能  $E_1$  可表达为

$$E_1 = \rho_d \left( \frac{A\mu \cdot b^2}{4\pi} \right) \ln \left( \frac{\alpha}{2b\rho_d^{1/2}} \right) \quad (1)$$

式中,  $A$  为常数,  $\mu$  为剪切模量,  $b$  为 Burgess 矢量模,  $\alpha$  为考虑位错核心能量的常数,  $\rho_d$  为位错密度.

当位错缠结逐渐束集成近似椭圆形位错胞壁时, 所具有的应变能  $E_2$  为

$$E_2 = \rho_d \left( \frac{A\mu \cdot b^2}{4\pi} \right) \ln \left[ \frac{e\alpha}{4\pi b} \left( \frac{U}{V} \right) \frac{1}{\rho_d} \right] \quad (2)$$

式中,  $U$  为位错胞的面积;  $V$  为位错胞的体积;  $e$  为椭圆形胞壁的离心率, 其值在 0—1 之间。

比较式 (1), (2) 可以看出: 由于  $U$  与  $V$  在同一数量级, 而  $(\rho_d^{1/2})$  与  $(\rho_d)$  相差几个数量级, 因而有  $E_1 > E_2$ , 表明, 在热激活作用下, 位错缠结束集形成位错胞壁是能量降低的自发过程。

根据图 2 的组织形貌分析可以认为, 条带状晶粒内的胞壁是由位错缠结束集而成, 当束集形成的位错胞壁与条带状亚晶界呈一定角度 (如图 2b 中 A 处箭头所示) 时, 较宽的位错胞壁正处于逐渐束集的过程。如果认为原条带状亚晶界处于界面张力平衡状态, 则由位错束集形成胞壁 (与条带状亚晶界呈一定角度) 的界面张力作用在原条带状亚晶界上 (与条带状晶界相比, 较宽的胞壁具有较小的界面张力), 使其界面张力失去平衡, 因此导致束集的位错胞壁向垂直于条带状亚晶界的方向逐渐扩散迁移, 而形成  $90^\circ$  胞壁, 使胞壁的界面张力在条带状亚晶界的投影为 0, 以维持原条带状晶界的张力平衡。以上为位错束集形成垂直胞壁的第一阶段。

随  $90^\circ$  胞壁逐渐束集, 使界面张力提高至与条带状亚晶界的界面张力相当时, 该  $90^\circ$  胞壁使其与条带状亚晶界交角处的界面张力失去平衡, 成为不稳定亚结构, 界面张力的作用促使胞壁亚晶界扩散迁移, 形成各胞壁之间呈  $120^\circ$  夹角的稳定结构。由图 2b 中的形貌可以清楚地观察到, O 点即为通过位错胞壁的扩散致使亚晶界扩散迁移而形成的亚晶界新的交汇点, M, N, P 三个亚晶之间的夹角接近于  $120^\circ$ 。

条带状铁素体亚晶内, 由位错缠结束集形成的类方形胞状壁, 经位错胞壁扩散迁移而形成亚晶的机制, 可由图 5 进一步说明。图 5a 为条带状亚晶粒的示意图, 水平直线表示由拉拔而形成的条带状亚晶晶界, 垂直线段表示由位错缠结束集而形成的位错胞壁, 该胞壁与原条带状亚晶界夹角为  $90^\circ$ ; AB 为亚晶界的一部分,  $L$  为 AB 亚晶界的长度, AB 处的箭头表示晶界扩散迁移的方向。图 5b 为亚晶界经扩散迁移后所形成的平衡态亚晶粒形貌, A'B' 线段为由位错胞壁扩散迁移形成的亚晶晶界, 亚晶界之间的夹角为  $120^\circ$ 。图 2b 中近 O 点处为已形成的  $120^\circ$  亚晶界, 而在右侧相邻的亚晶内仍保持  $90^\circ$  位错胞壁的事实表明, 较短亚晶界的扩散迁移优先完成。

### 3.2 亚晶界的扩散迁移

退火温度为金属熔点的 0.35—0.5 倍时, 晶界扩散激活能仅是晶内体扩散激活能的一半, 晶界扩散系数要远大于晶内体扩散系数, 并随退火温度升高, 扩散激活能减

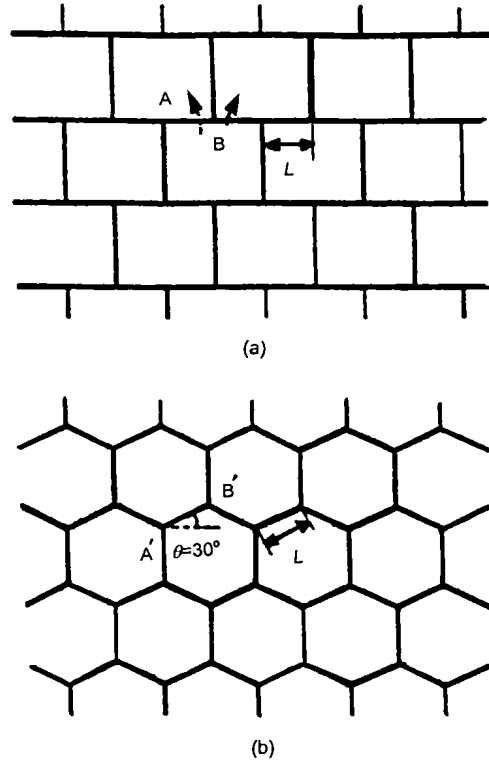


图 5 由亚晶界迁移形成等轴晶的示意图

Fig.5 Schematic diagram of the equiaxed grains formed by dislocation gathering and subgrain boundary migration

(a) dislocations concentrated into the cell walls normal to the original subgrain-strip boundaries, the square-like subgrains shown with A and B, the length of the subgrain boundary shown with L, the direction of subgrain boundaries diffusion migration shown with the arrows

(b) equiaxed grains formed by subgrain boundary migration,  $120^\circ$  subgrains shown with A' and B'

小, 扩散系数增大, 晶界扩散速率增加。

图 2b 的形貌表明, 亚晶胞壁之间夹角由  $90^\circ$  转变为  $120^\circ$ , 来自于胞壁内位错的定向迁移。图 5 给出了这一过程的示意图。若图 5 中的 A, B 两亚晶的形变程度不同, 则两亚晶内的应变能不同。两晶粒之间的化学位之差  $\Delta\mu$  是促使亚晶界扩散迁移的驱动力  $F$ ,  $F \propto \Delta\mu$ , 化学位差  $\Delta\mu = \Delta E + P\Delta V - T\Delta S$ , 由于形变合金在退火过程中, 体积和熵的变化较小, 因此, 在忽略体积变化  $\Delta V$  和熵变化  $\Delta S$  的情况下,  $\Delta\mu = \Delta E$ ,  $\Delta E$  为两晶粒之间的应变能之差。

晶界扩散迁移的平均速率 ( $\bar{v}$ ) 与两晶粒之间的化学位之差成正比:

$$\bar{v} = B\Delta\mu = B\Delta E \quad (3)$$

式中  $B = \frac{D}{kT}$ , 为晶界扩散的迁移率, 且晶界扩散的方向与原子扩散的方向相反, 由于原子的扩散通量等于单位体

积内扩散原子的数量与原子扩散平均速度的乘积, 则原子的扩散通量表达式为

$$J = L\delta BC_m \Delta E = \left( \frac{L\delta DC_m}{kT} \right) \Delta E \quad (4)$$

式中,  $\delta$  为晶界的厚度,  $D$  为原子的扩散系数,  $L$  为晶界的长度,  $C_m$  为单位体积内可扩散物质的浓度. 即原子的扩散通量决定于亚晶界的扩散迁移速率, 因此也决定了形成平衡态亚晶的速率.

两晶粒之间的应变能之差是促使亚晶界发生扩散迁移的驱动力, 而亚晶粒之间的界面张力, 或界面能变化又决定了界面迁移的平衡位置. 晶粒间界面张力的平衡示意图如图 6 所示. 条带状晶粒内, 垂直位错胞壁两侧的亚晶应变能相同, 可视作同类晶体, 均用 A 表示, 条带状晶粒用 B 表示.

当亚晶界扩散迁移后的平衡位置或亚晶粒的平衡形貌受界面张力制约时, 根据晶粒间界面张力 ( $\sigma_{AA}$ ,  $\sigma_{AB}$ ) 的平衡示意图, 亚晶界面迁移的驱动力为:

$$F = \left( \sigma_{AA} - 2\sigma_{AB} \cos \frac{\theta}{2} \right) L \quad (5)$$

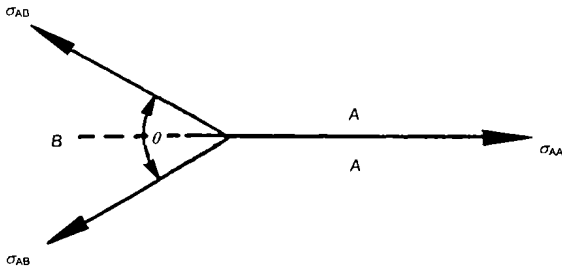


图 6 晶界界面张力的平衡示意图

Fig.6 Schematic diagram of tension equilibrium at grain boundaries, the subgrains in the vertical cell wall sides, due to having the equal strain energy, regarded as the same kind grains shown with A, the subgrains-strip shown with B, the boundary tension between the grains A and A shown with  $\sigma_{AA}$ , the boundary tension between the grains A and B shown with  $\sigma_{AB}$

当界面扩散迁移驱动力为零时, 晶界扩散迁移终止. 界面扩散迁移后的平衡位置由界面张力和晶界间的  $\theta$  角所决定. 当  $\sigma_{AA} = \sigma_{AB}$  时, 晶界处于平衡状态,  $\theta=120^\circ$  对应  $F=0$ , 与实验结果相一致.

#### 4 结论

(1) 低碳 15MnB 钢经冷拔缩径变形后, 在形变带中可形成与剪应力方向平行的条带状亚晶,  $\{110\}$  晶面为剪切形变滑移面, 条带状亚晶内存在高密度位错.

(2) 形变钢经退火处理后, 条带状亚晶内的位错可束集成垂直于原条带状亚晶界的胞壁, 形成类方形亚晶结构; 随原条带状亚晶界的扩散迁移, 可形成与胞壁呈  $120^\circ$  夹角的亚晶结构; 进一步, 在高密度位错区内可形成再结晶晶核, 发生静态再结晶.

#### 参考文献

- [1] Kuhlmann D, Wilsdorf H G F. *Trans TMS-AIME*, 1962; 224: 1047
- [2] Sestak B, Seeger A. *Phys Status Solidi*, 1971; 43: 433
- [3] Sestak B, Seeger B. *Z Metallkde*, 1978; 69: 355
- [4] Clauer AH, Wilcox B A, Hirth J P. *Acta Metall Mater*, 1970; 18: 381
- [5] Peeters B, Bacroix B, Teodosiu C, Van Houtte P, Aernoudt E. *Acta Mater*, 2001; 49: 1621
- [6] Andrade U, Meyers M A, Vecchio K S, Chokshi A H. *Acta Metall Mater*, 1994; 42: 3183
- [7] Meyers M A, Han-Ryong Pak, *Acta Metall*, 1986; 34: 2493
- [8] Meyers M A, Andrade U, Chokshi A H. *Metall Mater Trans*, 1995; 26A: 2881
- [9] Meyers M A, Chen Y J, Marquis F D S, Kim D S. *Metall Mater Trans*, 1995; 26A: 2494
- [10] Li Q, Xu Y B, Lai Z H, Shen L T, Bai Y L. *Acta Metall Sin*, 1999; 35: 49  
(李强, 徐永波, 赖祖涵, 沈乐天, 白以龙. 金属学报, 1999; 35: 49)
- [11] Meyers M A, Nesterenko V F, Lasalvia J C, Xu Y B, Xue Q. *J Phys IV France*, 2000; 10: 51