

10 1050-1054

低碳钢奥氏体晶粒尺寸的控制*

杨王玥 胡安民 孙祖庆

(北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083)

TG142.31
TG111.7

摘要 分别采用高温形变再结晶和低温变形后快速加热冷却等两种方法获得尺寸不同的低碳钢奥氏体晶粒组织。通过控制形变温度、形变量、应变速率及变形道次等工艺参数, 低碳钢奥氏体高温形变动态再结晶可使晶粒细化到 15—20 μm 左右。奥氏体动态再结晶晶粒尺寸取决于 Zener-Hollomon(Z) 参数, 提高应变速率及降低形变温度都有利于 Z 参数增大, 流变应力峰值较高, 奥氏体动态再结晶晶粒减小。通过奥氏体化后淬火—650 $^{\circ}\text{C}$ 回火—室温变形—快速加热冷却工艺, 得到奥氏体的平均晶粒尺寸可达 10 μm 以下。奥氏体晶粒细化可归结为铁素体向奥氏体的转变与铁素体回复再结晶的相互竞争。

关键词 低碳钢, 奥氏体, 动态再结晶, Zener-Hollomon 参数

中图分类号 TG111.7, TG142.31 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2000)10-1050-05

晶粒尺寸控制

CONTROL OF AUSTENITE GRAIN SIZE IN A LOW CARBON STEEL

YANG Wangyue, HU Anmin, SUN Zuqing

State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science & Technology Beijing, Beijing 100083

Correspondent: YANG Wangyue, professor, Tel: (010)62333390, Fax: (010)62327283,

E-mail: zqsun@ustb.edu.cn, zqsun@midwest.com.cn

Manuscript received 2000-04-03, in revised form 2000-06-16

ABSTRACT Two approaches, i.e., hot deformation induced recrystallization and quickly heating and cooling after cold deformation, were adopted to obtain different austenite grain sizes of a low carbon steel. The austenite grain sizes of 15–20 μm can be produced by dynamic recrystallization through optimizing processing condition of deformation temperature, reduction, strain rate and deformation pass number. The final dynamically recrystallized austenite grain size depends on Zener-Hollomon parameter, which is increased with increasing strain rate and decreasing deformation temperature. In contrast, the austenite grain size smaller than 10 μm can be achieved by austenitization followed by tempering at 650 $^{\circ}\text{C}$, and then deformation at room temperature followed by repeatedly quick heating and cooling. The austenite grain refinement in this case can be attributed to the competition between transformation from ferrite to austenite and ferrite recovery and recrystallization.

KEY WORDS low carbon steel, austenite, dynamic recrystallization, Zener-Hollomon parameter

对低碳钢而言, 未变形奥氏体中, 相变发生时铁素体依次在原奥氏体三个晶粒交界及相邻晶粒晶界等处优先形核。在相同的形变及处理工艺条件下, 相变前的奥氏体晶粒尺寸及均匀性是影响铁素体晶粒大小及组织分布均匀性的一个重要因素。多年来, 人们已对其高温下奥氏体形变再结晶及晶粒细化问题开展了广泛深入的研究, 并取得了许多卓有成效的结果。Grange 等人曾在 1965 年提

出了两种细化奥氏体晶粒的方法^[1,2]: 第一是在 A_{c3} 点附近施加大变形, 得到完全再结晶组织后快冷的所谓“热机械处理工艺”; 第二是在室温与 A_3 点之间快速加热冷却循环的所谓“快速加热冷却循环工艺”。

当前, 在研究低碳钢热加工, 特别是连铸热连轧过程中组织细化的可能性时, 不可避免的要涉及到高温奥氏体形变再结晶, 形变诱导铁素体相变及铁素体动态再结晶等三个主要环节对最终组织细化的影响, 及它们之间的交互作用等一些基本问题。因而, 探讨热加工过程中奥氏体组织的变化及其晶粒大小对应变强化相变铁素体组织演变规律的影响是非常必要的。本文报道了获得不同尺寸奥氏体晶粒组织的方法与机理的初步探讨, 有关奥氏体晶粒尺

* 国家科技部资助项目 973G1998061506

收到初稿日期: 2000-04-03, 收到修改稿日期: 2000-06-16

作者简介: 杨王玥, 女, 1946 年生, 教授

寸对应变强化相变组织演变规律的影响将另文发表。

1 实验方法

实验样品为直径 130 mm 的商用低碳钢棒料, 其化学成分 (质量分数, %) 为: C 0.19, Si 0.25, Mn 0.32, P 0.011, S 0.039, Cr 0.04, Ni 0.03, Cu 0.10。经锻造及机加工成直径分别为 10 mm×15 mm 和 6×12 mm 的两种圆柱试样。始锻温度 1100 ℃, 终锻温度 850 ℃。分别采用改变奥氏体区形变工艺参数及低温形变后快速循环加热冷却等不同的工艺方法获得不同尺寸的奥氏体晶粒组织。热变形实验在 Gleeble 1500 试验机上进行。将变形后的试样沿加载方向纵向切开, 机械研磨成金相试样。用过饱和苦味酸 + 十二烷基苯磺酸钠溶液热蚀观察奥氏体晶粒组织; 用 3% 硝酸酒精溶液腐蚀后观察铁素体组织。采用定量金相截线法测定奥氏体晶粒尺寸。

2 实验结果和讨论

2.1 奥氏体区形变对再结晶晶粒尺寸的影响

图 1 为奥氏体高温热变形工艺示意图。首先在高于 A_{r3} 的高温区奥氏体化, 然后采用不同温度形变再结晶的方法获得不同尺寸的晶粒。考虑到连铸连轧或薄板连铸新工艺的实施及工厂的轧制能力, 每道次不可能以大变形的形式进行。本实验分别进行了单道次 50% 及两道次 30%+30% 的形变 ϵ_1 和 ϵ_2 , 两道次间隔时间 $\Delta t=1$ s, 累计名义总变形 50%, 应变速率 $\dot{\epsilon}$ 分别为 1 和 10 s⁻¹, 奥氏体化及形变温度 θ 为 850—1200 ℃ 的系列实验, 形变后喷水快冷至室温。考察了形变温度 θ , 应变速率 $\dot{\epsilon}$, 应变 ϵ (包括 ϵ_1 , ϵ_2 和总应变 ϵ_{total}) 以及变形道次 n_d 对变形前、后奥氏体的晶粒尺寸 d_0 和 d_1 的影响, 结果如表 1 所示。

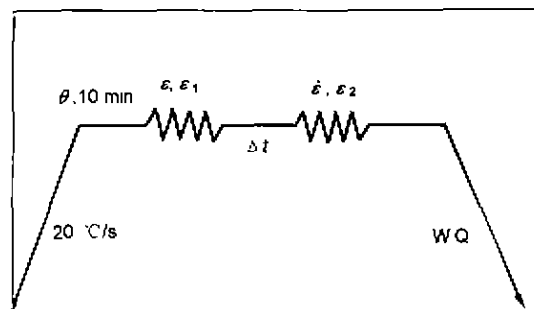


图 1 奥氏体高温热变形工艺

Fig.1 Hot deformation process of austenite

金相试样观察及晶粒测定结果表明, 实验用钢在上述实验条件下均发生了奥氏体再结晶。初始奥氏体晶粒尺寸及形变后再结晶晶粒大小随加热变形温度的升高表现出增加的趋势。但是当形变温度高于 950 ℃ 后, 不同温度下初始晶粒的尺寸差距加大, 从 950 ℃ 的约为 30—40 μm 增加到 1200 ℃ 的 160 μm 以上, 但形变后奥氏体再结晶晶粒尺寸随温度提高而增加的幅度却不相同 (见图 2)。在 950—1100 ℃ 变形时, 单道次 50% 名义变形比两道次 (30%+30%) 总变形量为 50% 名义变形的变形工艺得到的再结晶晶粒稍小; 变形温度升高至 1200 ℃ 时, 这种差距加大。这一结果说明, 在工业生产轧机能力允许的情况下, 随着奥氏体区每道次小变形量的多道次连续变形过程的进行, 形变温度随之降低, 此时连续变形中的重复再结晶细化奥氏体晶粒的效果与单道次大变形的相当。但 850 ℃ 单道次形变后再结晶不完全导致奥氏体晶粒的显著不均匀及混晶 (表 1), 将产生“遗传”, 不利于最终组织均匀性的提高, 应避免在此温度区间形变。

表 1 不同热变形工艺对实验合金奥氏体晶粒尺寸的影响

Table 1 Effect of hot deformation processing on austenite grain size in tested alloy

Sample No.	θ C	$\dot{\epsilon}$ s ⁻¹	Strain ¹⁾		Pass interval Δt , s	Austenite grain size, μm	
			ϵ_1	ϵ_2		d_0	d_1
1	850	10	-0.69			21.2±12.23	13.73±10.91
2	900	1	-0.69			23.65±2.30	15.96±3.23
3		1	-0.35	-0.34	1		20.61±2.34
4		10	-0.69				13.97±2.05
5		10	-0.35	-0.34	1		17.15±1.76
6	950	1	-0.69			38.80±7.84	22.34±3.42
7		10	-0.69				18.91±3.12
8		10	-0.35	-0.34	1		20.90±2.05
9	1000	10	-0.69			44.10±5.82	20.98±2.30
10		10	-0.35	-0.34	1		23.76±2.38
11	1100	10	-0.69			92.47±44.03	23.53±2.30
12		10	-0.35	-0.34	1		27.78±3.15
13	1200	10	-0.69			168.15±59.82	26.88±3.04
14		10	-0.35	-0.35	1		44.65±8.25

1) $\epsilon_{total} = -0.69$

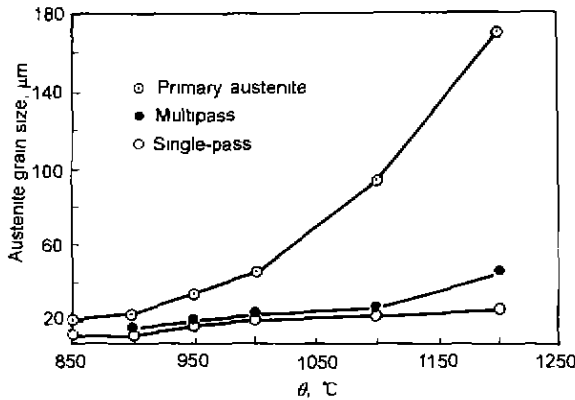


图2 应变速率 $\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$, 奥氏体化温度及变形道次对奥氏体再结晶晶粒尺寸的影响

Fig.2 Effect of austenitizing temperature and deformation pass on austenite recrystallized grain size ($\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$)

2.2 奥氏体区热变形特性

2.2.1 应力-应变曲线 实验合金在应变速率 $\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$, 单道次名义变形 50% 及相应的两道次名义变形 (30%+30%) 的流变曲线如图 3a, b 所示。从图可见, 单道次变形中, 应力-应变曲线达到峰值应力后持平或有

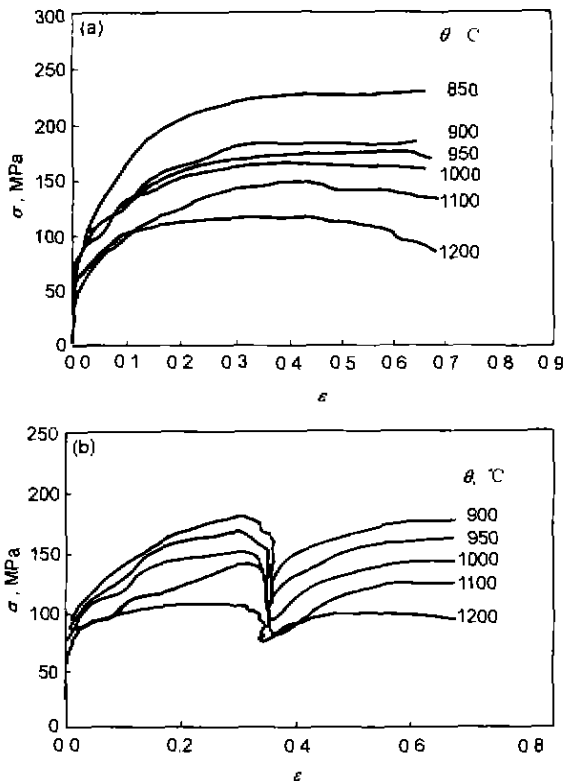


图3 应变速率 $\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$, 不同温度变形的应力-应变曲线
Fig.3 True stress-strain curves at various temperatures ($\dot{\epsilon}=10\text{ s}^{-1}$)
(a) single pass deformation, $\epsilon=0.69$
(b) two pass deformation, $\epsilon=(0.34+0.35)$

所下降, 说明变形过程中不同程度地发生了动态回复或再结晶。随着变形温度的提高及初始奥氏体晶粒的长大, 相同应变及应变速率条件下流变应力是逐渐降低的。随变形温度的升高, 应力下降幅度增加, 奥氏体动态再结晶越完全。1200 °C 变形的最大流变应力约为 100 MPa, 1100 °C 时升至 150 MPa, 1000 °C 时升至 165 MPa, 900 °C 时升至 175 MPa, 当温度降至 850 °C 时流变应力最大值提高到 230 MPa 左右。相应地, 相同名义总应变下, 两道次变形中每道次的应变较小, 流变应力较低, 又由于道次间隔时间内可能发生的回复与再结晶晶粒长大, 畸变的累积效应较弱, 导致晶粒尺寸比多道次的稍大。这种区别随变形温度提高而增大是显而易见的。较高的应变速率提高了变形过程中的流变应力及应变硬化程度, 加速应变向晶粒内部传递的过程, 再结晶晶粒较小 (见图 4, 亦见表 1)。

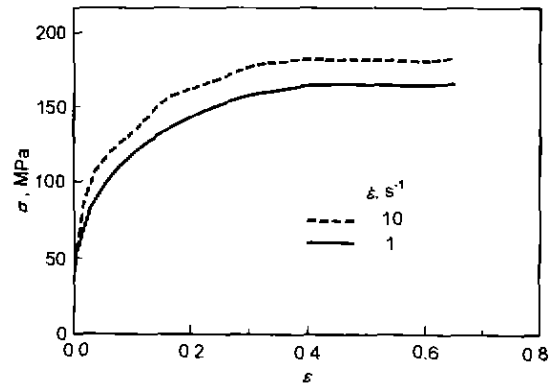


图4 奥氏体 900 °C 变形时, 应变速率对流变应力的影响
Fig.4 Effect of strain rate $\dot{\epsilon}$ on flow stress σ during austenite deformation at 900 °C

2.2.2 单道次变形过程的流变应力峰值与应变速率和温度的关系 热变形是一个热激活过程, 与 Zener-Hollomon 参数有关, 一般可表示为

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q/RT) = A \sigma_m^n$$

式中, σ_m 为流变应力峰值 (曲线上应力最大值), $\dot{\epsilon}$ 为应变速率; A 和 n 为材料常数; Q 为热变形激活能, 低碳钢的 Q 值为 280 kJ/mol [3]。

本实验中 Z 参数与流变应力峰值关系如图 5 所示, 流变应力峰值 σ_m 与 Z 参数的对数几乎为直线关系, 随应变速率的降低与形变温度的提高而降低。

2.2.3 单道次再结晶晶粒尺寸与流变应力 Z 参数的关系 动态再结晶晶粒尺寸 D_s 与 Z 参数的关系可用下述方程表示 [3]

$$D_s = BZ^{-P}$$

故

$$D_s \propto Z^{-P} \propto \sigma_m^{-k}$$

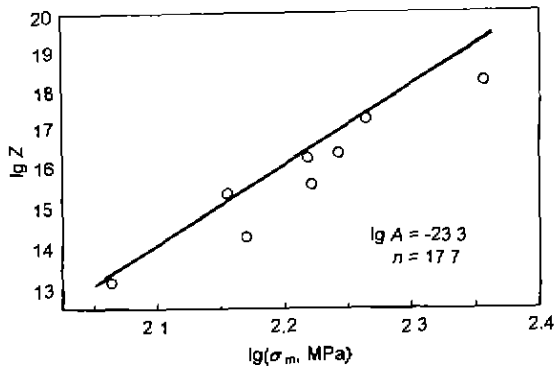


图 5 低碳钢奥氏体变形时 Z 参数 (应变速率、形变温度) 与应力峰值 σ_m 的关系

Fig.5 Relationship between parameter Z (strain rate and deformation temperature) and peak flow stress σ_m during austenite deformation

其中, B, P 和 k 均为材料常数。参数 Z 包含了应变速率、形变温度及原始奥氏体晶粒尺寸对形变后奥氏体再结晶晶粒的影响, Z 越大奥氏体晶粒越细。提高应变速率 $\dot{\epsilon}$ 与降低形变温度 θ , 都有利于 Z 参数增大, 对应的流变应力峰值 σ_m 较高。在其它工艺条件相同的情况下, 较高的应变速率、或较低的形变温度及较小的原始奥氏体晶粒尺寸 (图 2, 图 6 和表 1) 都能使热变形奥氏体再结晶晶粒尺寸减小。

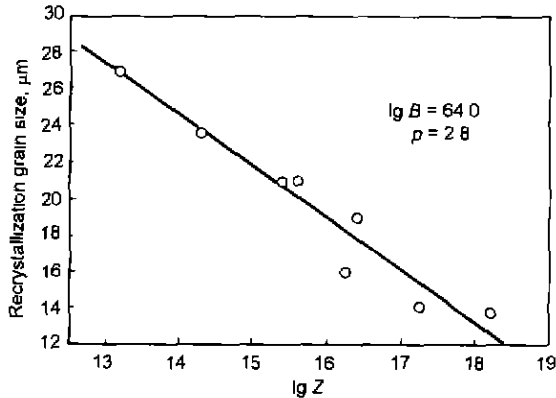


图 6 奥氏体动态再结晶晶粒尺寸 D_0 与 Z 参数的关系

Fig.6 Relationship between dynamic recrystallization grain size D_0 and parameter Z

2.3 低温变形后快速加热冷却循环对奥氏体晶粒尺寸的影响

上述实验在接近工厂轧机能力的温度范围及形变条件下高温变形得到的最小奥氏体再结晶晶粒尺寸约为 $15-20 \mu\text{m}$ 。为了考察奥氏体晶粒尺寸对相变后组织粗细及分布均匀性的影响是否显著, 需进一步拓宽奥氏体粒尺寸的范围, 因而利用低温变形后快速加热到 A_{c3} 点以上保温, 然后快冷, 同时试探用 A_3 与室温之间快速加热冷却循环的方法 [2] 获得不同尺寸级别的奥氏体晶粒, 其

工艺过程如图 7 所示。室温应变 ϵ , 高温保持时间 t 及循环次数 N 对奥氏体晶粒尺寸 d 的影响见表 2。

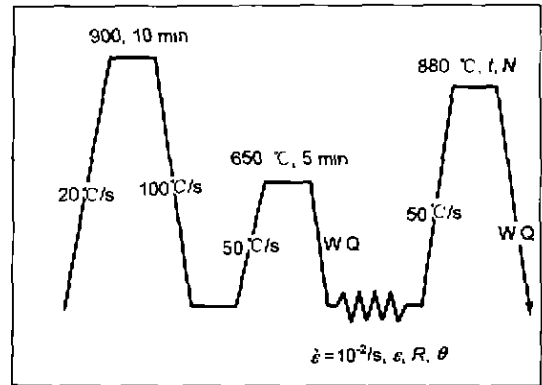


图 7 低温变形快速加热冷却循环工艺

Fig.7 Processing of cold deformation followed by repeatedly quick heating and cooling

表 2 室温应变 ϵ , 循环次数 N 及保持时间 t 对图 7 工艺过程奥氏体晶粒尺寸 d_A 的影响

Table 2 Effect of room temperature strain ϵ , cycle number N and holding time t on austenite grain size d_A of processing as shown in Fig.7

Sample No.	ϵ	N cyc	t s	d_A μm
1	-0.77	1	1	-
2	-0.77	1	5	7.61 ± 2.94
3	-0.78	1	10	6.77 ± 3.38
4	-0.84	1	30	10.09 ± 4.55
5	-0.51	1	30	16.80 ± 7.39
6	-0.79	3	10	17.85 ± 9.69
7	-0.78	3	30	19.55 ± 9.55

结果表明, 采用低温变形快速加热冷却循环工艺可以使低碳钢奥氏体晶粒进一步减至 $10 \mu\text{m}$ 以下。室温应变相同、循环次数 N 相同, 高温 $880 \text{ }^\circ\text{C}$ 保持时间 t 延长, 晶粒长大; 相同的循环次数 N 及保持时间 t , 室温应变 ϵ 的提高有利于晶粒细化。在相同的变形条件下, 加热冷却循环次数的增加并没有获得更细小的奥氏体晶粒。

实验用钢 $900 \text{ }^\circ\text{C}$ 奥氏体化后水淬得到的板条马氏体组织在室温下难以变形, $650 \text{ }^\circ\text{C}$ 回火后发生碳化物的球化析出, 再快冷到室温, 以 -0.77 应变进行变形, 得到具有畸变亚结构的基体组织。快速升温到 A_{c3} 以上及在 $880 \text{ }^\circ\text{C}$ 的保温过程中, 同时可能有铁素体基体的回复、再结晶或奥氏体相变这三个相互竞争的过程发生。低温下大变形及快速升温为上述过程提供了较大的驱动力, 亚结构或亚结构上析出的碳化物可能成为奥氏体形核的有利位置, 如果在上述位置的相变形核发生在铁素体基体再结晶之前, 可能得到细微的奥氏体组织 [4,5]。但是, 如果铁素体再结晶发生在相变之前, 奥氏体在再结晶铁素体晶界上形核, 组

织将比较粗大. 本研究 1 号试样 (见表 2) 室温变形后快速升温到 880 ℃ 保温 1 s 后水淬得到的组织为大量细小的铁素体和少量奥氏体 (图 8a); 延长保温时间达 5 s 以上的 2 号试样淬火组织为奥氏体 (图 8b). 说明在本实验工艺条件 (图 7) 下铁素体基体的再结晶可能发生在奥氏体相变形核之前. 显然, 奥氏体晶粒随着 880 ℃ 保温时间的延长继续长大.

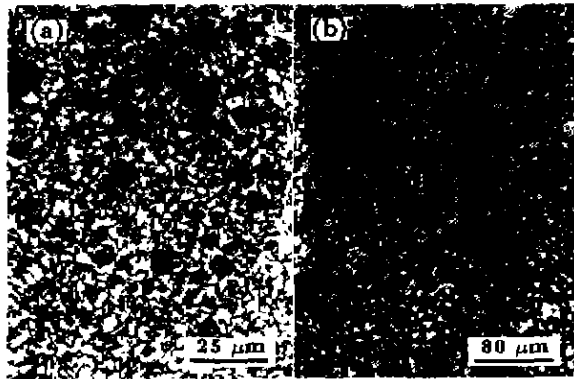


图 8 图 7 工艺中两种试样在室温变形后快速加热到 880 ℃ 不同保温时间后淬火得到的铁素体以及奥氏体形貌

Fig. 8 Morphologies of ferrite and austenite in samples treated by processing in Fig. 7, where quick heating temperature is 880 ℃
 (a) sample No. 1, holding time 1 s, hot etched by 3% HNO₃ + CH₃COOH
 (b) sample No. 2, holding time 5 s, hot etched by supersaturated picric acid

低温变形后加热到 A_3 点以上至室温时的快速加热冷却循环次数的增加反而导致晶粒的长大, 可能与加热冷却速度的控制、高温及低温保持时间间隔及环境等工艺因素有关, 尚需进一步探索.

3 结论

(1) 通过控制形变温度、形变量、应变速率及变形道次等工艺参数, 经过名义形变量为 50% 的高温形变, 低碳钢再结晶晶粒可以细化到 15—20 μm. 在 900—1100 ℃ 温度范围内, 小形变量、多道次累积变形导致重复再结晶细化奥氏体晶粒的效果与单道次大变形的相当.

(2) 可用 Zener-Hollomon 参数表达应变速率、变形温度及原始奥氏体晶粒尺寸等因素对奥氏体动态再结晶晶粒尺寸的影响.

(3) 本实验中, 奥氏体高温淬火 — 650 ℃ 高温回火 — 室温变形 — 快速加热冷却细化奥氏体晶粒的机制是铁素体向奥氏体相变与铁素体的回复再结晶相互竞争的过程. 本研究中铁素体回复再结晶过程发生在铁素体向奥氏体相变之前, 奥氏体平均晶粒尺寸可达 10 μm 以下.

参考文献

- [1] Grange R A. *US Pat.* 3 201 288, 1965
- [2] Grange R A, Sharchelford E R. *US Pat.* 3178 324, 1965
- [3] Tanura I, Sekine H, Tanaka T, Ouchi C. *Thermomechanical Processing of High-Strength Low-Alloying Steels*. London: Butterworth, 1988: 58
- [4] Tokizane M. *Metal Trans*, 1982; 13A: 1379
- [5] Tomimura K, Takaki S, Tanimoto S, Tokunaga Y. *ISIJ Int*, 1991; 31: 721