

doi: 10.12068/j.issn.1005-3026.2019.03.007

冷轧低合金高强钢再结晶和析出行为研究

李志红¹, 任家宽¹, 霍建生², 李建平¹

(1. 东北大学 材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819; 2. 唐钢中厚板材有限公司, 河北 唐山 063016)

摘 要: 利用热模拟试验机研究了冷轧低合金高强钢的再结晶动力学规律,并基于 JMAK 方程建立了再结晶动力学模型,为退火过程中铁素体再结晶和析出行为的控制提供了理论依据. 结果表明,随退火温度升高,铁素体达到完全再结晶时所用时间大大缩短;冷轧压下量相同时,初始贝氏体组织具有更高的位错密度和储存能;80 ℃/s 快速加热条件下,回复和再结晶过程相应同步提前,且再结晶发生前的剩余变形储能增大,从而使铁素体再结晶快速完成. 同时新工艺下实验钢析出粒子尺寸更均匀,体积分数更高,析出强化贡献更明显.

关 键 词: 冷轧;低合金钢;再结晶;退火;析出

中图分类号: TG 115.5 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-3026(2019)03-0339-06

Study on Recrystallization and Precipitation Behavior of Cold-Rolled Low-Alloy High Strength Steel

LI Zhi-hong¹, REN Jia-kuan¹, HUO Jian-sheng², LI Jian-ping¹

(1. School of Material Science & Engineering, Northeastern University, Shenyang 110819, China; 2. Tangshan Steel Plate Co., Ltd., Tangshan 063016, China. Corresponding author: LI Jian-ping, E-mail: ljp@mail.neu.edu.cn)

Abstract: The kinetics of recrystallization in cold-rolled low-alloy high strength steel was studied by thermal simulation test. A kinetic model of recrystallization was built based on JMAK equation, which provided a theoretical basis to control ferrite recrystallization and precipitation behavior. The results show that the recrystallization completion time is greatly decreased with increasing annealing temperature. For the same reduction of cold rolling, the initial bainite structure contains a higher dislocation density and storage energy during annealing. The recovery and recrystallization process are synchronously advanced at the heating rate of 80 ℃/s, and the residual deformation storage energy increases before recrystallization so that the ferrite recrystallization can be quickly completed. Moreover, after the new process, the precipitation size in the experimental steel is more uniform and the volume fraction is higher, which lead to a better performance of precipitation strengthening.

Key words: cold-rolled; low-alloy steel; recrystallization; annealing; precipitation

近年来,节能环保成为汽车工业发展的主要方向,而汽车轻量化是减轻污染,节省能源的最有效措施之一,因而既能满足车身设计的安全碰撞性能要求,又能降低车身质量的高强钢和超高强钢越来越广泛地应用于现代汽车制造行业^[1]. 低合金高强钢(简称 HSLA)以其低成本高强度的优势应用日益广泛,HSLA 的高强度归因于其微观结构,如晶粒细化^[2]、析出强化^[3]和夹杂物形状控制^[4]等. 目前,我国冷轧低合金高强钢的主要牌号有 HC340LA、HC380LA、HC420LA 等,其屈服强度普遍偏低,并且在生产过程中存在明显的再结晶不充分现象,因而导致其组织不均匀,造成力学性能波动,在使用过程中出现折弯开裂等问题. 对以上问题常见的解决方案是高温均热,但此

收稿日期: 2017-12-13
基金项目: 国家重点研发计划项目(2017YFB0304100).
作者简介: 李志红(1992-),女,辽宁朝阳人,东北大学博士研究生; 李建平(1958-),男,吉林长春人,东北大学教授,博士生导师.

方法容易导致钢表面的质量差,如炉辊结瘤、带钢表面划伤等.此外,高温加热过程中必然引起高耗能、高排放.因此,为了保证铁素体实现完全再结晶以及均匀细晶,铁素体再结晶动力学及析出行为的控制成为影响性能的关键,通过调控工艺来对热轧、冷轧以及连续退火过程中的析出和再结晶规律进行控制^[5],实现改善组织均匀性和细化晶粒的目的,进而提高材料的力学性能.本文以节约成本和提高强度为目标,通过对两种实验钢的冷热一体化控制,研究其在退火过程中的再结晶规律,探讨初始组织、退火工艺对再结晶过程的影响以及析出粒子在连续退火过程中对低合金高强钢的强度贡献值,最终为低合金高强钢的生产和应用提供一定的理论参考依据.

1 实验材料和方法

实验钢的主要化学成分(质量分数/%)为 C 0.07, Si 0.2, Mn 1.2, $w(\text{Nb} + \text{Ti}) \leq 0.08$. 铸锭经过加热锻造成 60 mm × 60 mm × 800 mm 规格的钢坯,将其切割成 60 mm × 60 mm × 100 mm 的小块钢坯,重新加热至 1 200 ℃,并保温 2 h 使钢坯均匀奥氏体化.然后在 RAL 国家重点实验室 $\phi 450$ mm 可逆式热轧机上进行 7 道次轧制,终轧温度为 900 ℃,热轧板的最终厚度为 4 mm.随后将其放入石棉箱中缓慢冷却至室温.为了对比分析实验钢在不同工艺下的组织性能变化规律,热轧后冷却方式为 ACC 的实验钢编号为 1#实验钢,轧后冷却方式 UFC 的实验钢编号为 2#实验钢.热轧板经过酸洗除去其表面氧化铁皮后用直拉式四辊可逆冷轧机进行冷轧,其冷轧压下率为 75%.

为了研究具有不同初始组织的冷轧钢板在退火过程中的铁素体再结晶动力学规律,在冷轧实验钢板上用线切割切取尺寸为 12 mm × 60 mm × 1 mm(轧向 × 宽展 × 板厚)的热模拟试样,采用 K 型热电偶对试样温度进行跟踪及测量,利用氮气对热模拟试样进行冷却,热模拟实验工艺如图 1 所示.

分别在不同退火工艺热模拟试样的热电偶附近切取 8 mm × 5 mm × 1 mm(轧向 × 宽展 × 板厚)金相试样.经过研磨、抛光后用 4% 硝酸酒精腐蚀, BX53MRF 奥林巴斯金相显微镜用于显微组织形貌观察.退火后铁素体再结晶体积分数采用硬度法^[6]测定,试样的横截面上测量 8 个点的硬度值,舍去误差较大点后取其平均值作为退火

后铁素体维氏硬度值.

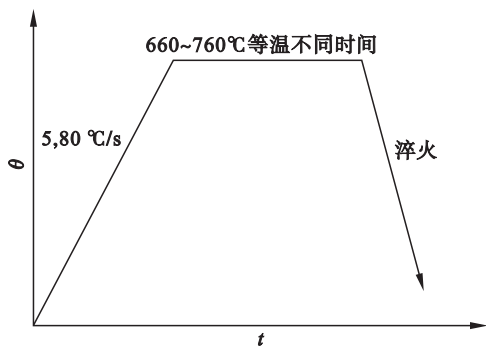


图 1 退火工艺示意图
Fig. 1 Schematic diagram of annealing process

透射电镜(TEM)试样的制备:将不同退火工艺热模拟试样在热电偶附近(平行于试样板面方向)切取厚度约为 0.3 mm 的均匀薄片,用 SiC 砂纸研磨到约 50 μm 厚,在薄片上冲出 $\phi 3\text{mm}$ 的圆片;然后在 -22 ℃ 温度下进行电解双喷,制成透射样品.析出粒子观察用 TecnaiG2F20 型透射电子显微镜,为了更准确地统计析出粒子的尺寸分布,采用 Image - Pro - Plus 6.0 对晶粒尺寸和微合金碳氮化物析出物的大小、数量及分布进行了统计分析,计算出析出物体积分数,从而得到不同实验钢析出粒子对强度的贡献值.

2 结果与讨论

2.1 热轧、冷轧后初始组织

热轧钢板的显微组织如图 2 所示.可以看出, 1#实验钢的初始热轧组织由铁素体与珠光体组成.图中浅灰色区域为贫碳的铁素体,黑色部分为富碳的珠光体,由于组织中碳含量较低,珠光体主要集中在块状铁素体晶界处,形成小块的富碳区. 2#实验钢热轧组织为贝氏体铁素体基体上分布着岛状或粒状第二相(照片中黑色点状区域),另外在晶界处还零散分布着极少量的铁素体晶粒.实验钢冷轧组织如图 3 所示.可以看出, 1#钢内部存在明显的形变纤维状组织,晶粒被拉长,这是由于冷轧过程中的不均匀变形引起的. 2#钢冷轧后的显微组织与 1#钢类似,被拉长的变形组织更加致密,游离渗碳体以颗粒状均匀地弥散分布于晶粒内部或晶界处.具有不同热轧组织的实验钢在冷轧后也将具有不同的冷轧组织,从而影响整体储存能分布以及退火过程中的回复和再结晶行为^[7],研究表明,显微组织形态是影响储存能的重要因素^[8].

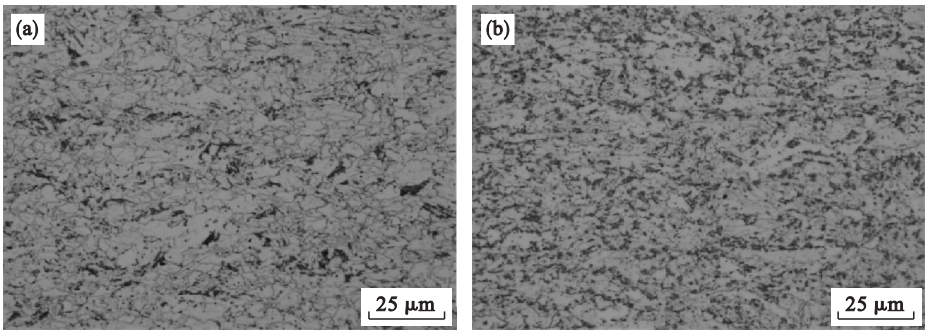


图 2 1#和 2#实验钢热轧显微组织
Fig. 2 Optical micrographs of 1# and 2# steels after hot rolling
(a)—1#实验钢; (b)—2#实验钢.

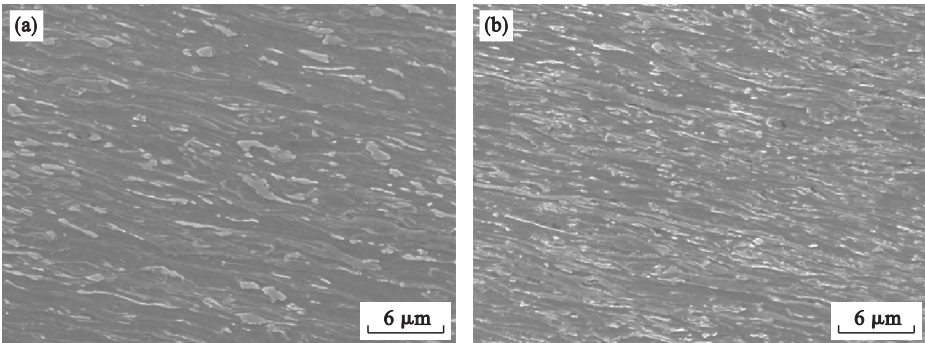


图 3 实验钢经过冷轧变形后的 SEM 显微组织
Fig. 3 SEM images of 1# and 2# steel after cold rolling
(a)—1#实验钢; (b)—2#实验钢.

2. 2 连续退火过程中再结晶规律

当加热速率分别为 5, 80 ℃/s 时, 2#实验钢在不同工艺退火后的显微组织演变如图 4 所示. 实

验钢退火后的显微组织差异是由于退火工艺的不同造成的.

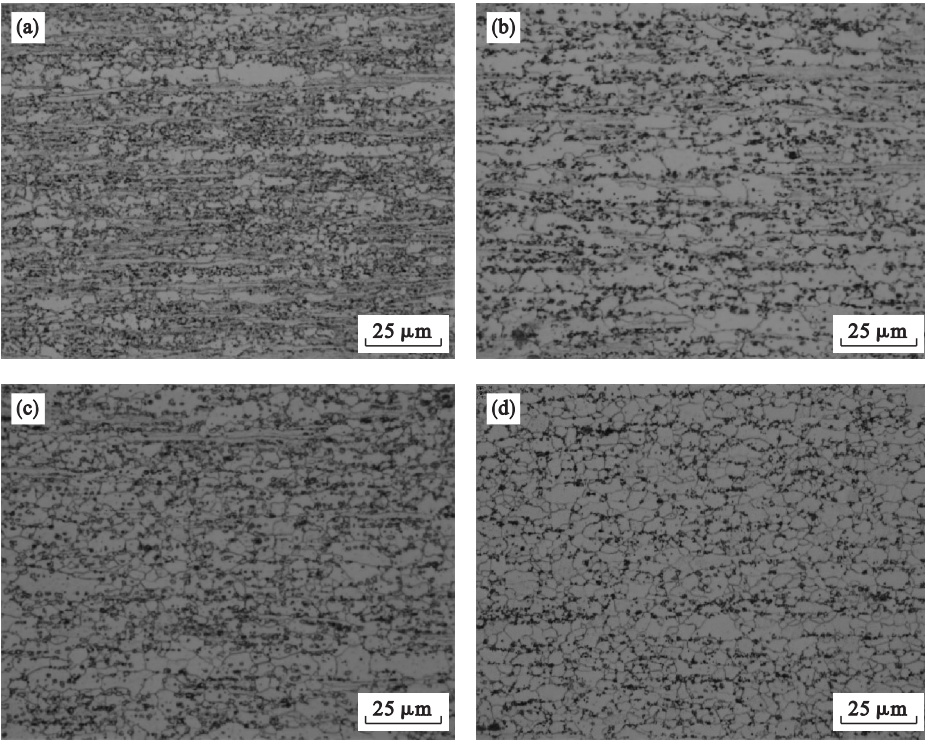


图 4 不同加热速率下 2#实验钢在退火后的显微组织
Fig. 4 Optical micrographs of 2 # steel after annealing at different heating rates
5 ℃/s; (a)—720 ℃, 100 s; (b)—760 ℃, 100 s; 80 ℃/s: (c)—720 ℃, 100 s; (d)—760 ℃, 100 s.

由图 4 可以看出,不同热模拟工艺退火后实验钢组织主要由变形纤维状组织、新形核的细小晶粒和完全再结晶后的等轴晶粒组成. 随着退火温度的升高,实验钢变形组织显著减少,加热速率为 5℃/s 时,2#实验钢在 720℃保温 100 s 时(图 4a)形变组织周围出现部分再结晶晶粒,而 80℃/s 快速加热时(图 4c)几乎实现了完全再结晶. 图 4d 快速加热工艺下,2#钢在 760℃保温 100 s 时已经实现完全再结晶,并且晶粒尺寸分布均匀,由截线法测得平均晶粒尺寸约为 3.23 μm. 对比分析发现,与 5℃/s 加热时相比,80℃/s 加热条件下,加热速度加快,同样的热力学条件所需的热激活过程缩短,回复和再结晶过程相应同步提前,再结晶发生前的剩余变形储能增大,再结晶快速完成、过程缩短,且铁素体晶粒尺寸明显较小,组织也相对均匀.

2.3 再结晶动力学方程的建立

本文借助 JMAK 模型建立了实验钢在退火过程中的铁素体再结晶动力学方程^[9]. 计算求得 5℃/s 加热时 1#实验钢在 660,690,720,760℃温度下进行退火时铁素体再结晶动力学方程分别如式(1)~式(4)所示:

$$\varphi(t)=1-\exp(-1.47E-2t^{0.77}); \quad (1)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-1.23E-2t^{0.88}); \quad (2)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-1.03E-2t^{0.99}); \quad (3)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-1.17E-1t^{0.55}). \quad (4)$$

式中: $\varphi(t)$ 为铁素体再结晶体积分数; t 为保温时间,s; $E-1,E-2$ 分别为 $10^{-1},10^{-2}$.

由再结晶动力学方程并利用 OriginPro 9.0 软件绘制得到 1#实验钢铁素体再结晶体积分数随等温时间变化的曲线如图 5 所示.

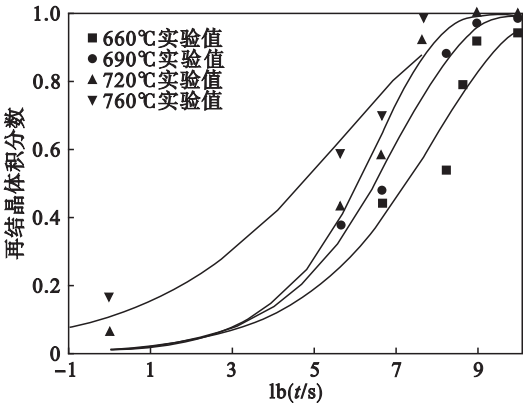


图 5 5℃/s 加热时 1#实验钢铁素体再结晶动力学曲线
Fig. 5 Ferrite recrystallization kinetics curves of 1# steel at the heating rate of 5℃/s

5℃/s 加热时,2#实验钢在不同温度下进行退火时铁素体再结晶动力学方程分别如式(5)~

式(8)所示:

$$\varphi(t)=1-\exp(-5.21E-3t^{1.21}); \quad (5)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-3.43E-3t^{1.27}); \quad (6)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-3.23E-3t^{1.34}); \quad (7)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-3.09E-2t^{0.46}). \quad (8)$$

根据再结晶动力学方程绘制得到的再结晶体积分数随等温时间变化的曲线如图 6 所示. 80℃/s 加热条件下,2#实验钢在不同温度下进行退火时铁素体再结晶动力学模型分别如式(9)~式(12)所示. 根据再结晶动力学方程绘制得到的再结晶体积分数随等温时间变化的曲线如图 7 所示. 由图 6、图 7 不同加热速率下 2#实验钢铁素体再结晶动力学曲线对比分析可知,快速加热条件下铁素体再结晶速率明显加快,这是因为 5℃/s 加热条件下,低温阶段回复过程使变形组织内部晶

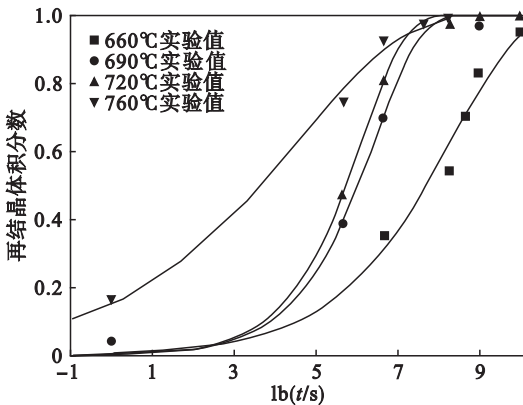


图 6 5℃/s 加热时 2#实验钢铁素体再结晶动力学曲线
Fig. 6 Ferrite recrystallization kinetics curve of 2# steel at the heating rate of 5℃/s

$$\varphi(t)=1-\exp(-1.04E-2t^{0.87}); \quad (9)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-1.57E-2t^{1.03}); \quad (10)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-1.80E-2t^{1.05}); \quad (11)$$
$$\varphi(t)=1-\exp(-1.35E-1t^{0.67}). \quad (12)$$

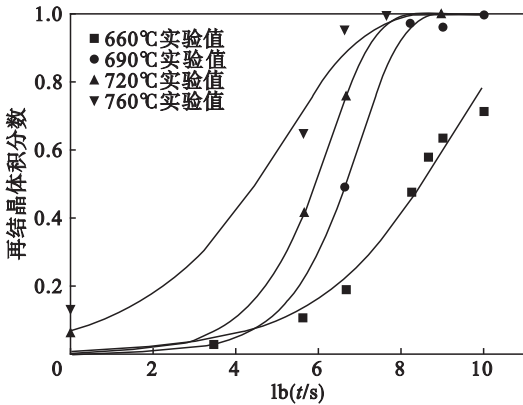


图 7 80℃/s 加热时 2#实验钢铁素体再结晶动力学曲线
Fig. 7 Ferrite recrystallization kinetics curve of 2# steel at the heating rate of 80℃/s

体缺陷密度下降,变形储能降低,从而使再结晶驱动力减小,阻碍再结晶及长大过程. 有研究表明^[10],快速加热条件下的回复过程并不改变变形组织的宏观结构,但其内部的高密度位错能够得到较大程度保留,从而增加再结晶发生前的剩余变形储能,因而使形核率增加,晶粒得到细化. 根据再结晶动力学方程可以看出,Avrami 指数 n 的值介于 0.4 ~ 1.5 之间.

根据再结晶的形核长大理论得到 Arrhenius 形式^[9],如式(13)所示:

$$t_{0.5} = t_0 \exp(Q_{\text{activ}}/RT) . \tag{13}$$

式中: $t_{0.5}$ 为发生 50% 再结晶所需要的时间, s; R 为理想气体常数, 8.314 J/mol; T 为退火温度, K; t_0 为常数; Q_{activ} 为再结晶激活能, kJ/mol. 对式(13)两边取对数如式(14)所示:

$$\ln t_{0.5} = \ln t_0 + Q_{\text{activ}}/RT . \tag{14}$$

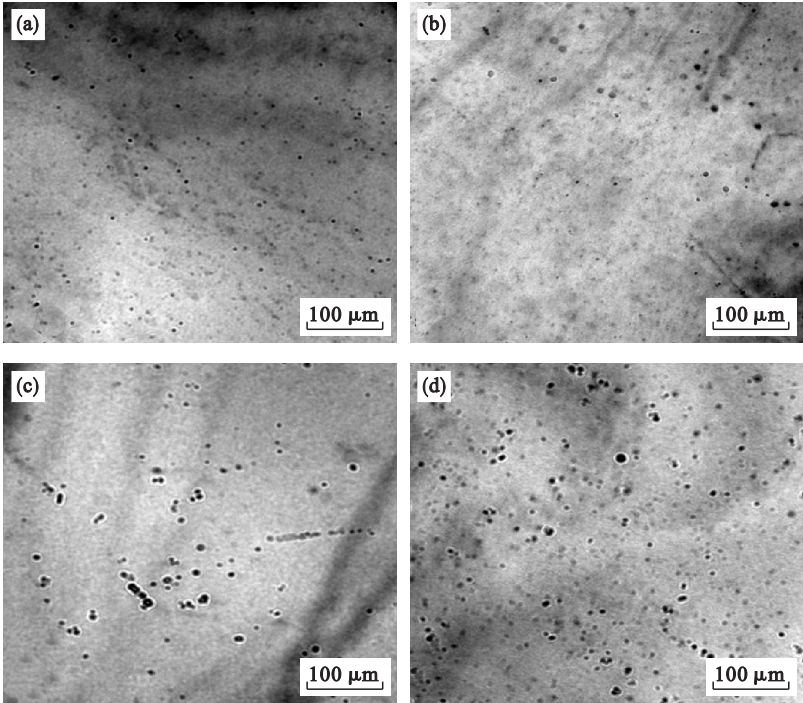


图 8 1#和 2#实验钢在 760 °C 保温不同时间时的析出物 TEM 形貌
 Fig. 8 TEM images of precipitates in 1# and 2# steels annealed at 760 °C with different holding time
 1#实验钢: (a)—760 °C, 0; (b)—760 °C, 100 s; 2#实验钢: (c)—760 °C, 0; (d)—760 °C, 100 s.

采用 Ashby – Orowan 修正模型^[12-14]来计算析出粒子的强化贡献值,如式(15)所示:

$$\sigma = \sum_{i=1}^N \sigma_i = \sum_{i=1}^N [10\mu b / (5.72\pi^{3/2} r_i)] f_i^{1/2} \ln\left(\frac{r_i}{b}\right) . \tag{15}$$

式中: σ 为析出强度增量, MPa; i 为第 i 个析出粒子; r 为析出粒子半径, μm ; μ 为剪切系数 (钢材 $\mu = 80.26 \text{ MPa}$).

采用分段计算的方法计算不同尺寸范围的粒子对屈服强度的贡献值,并最终求和得到总强度

通过线性回归得到 1#与 2#实验钢退火过程中铁素体的 Q_{activ} 值分别为 308.83, 261.87 kJ/mol. 可以看出, 2#实验钢再结晶激活能更小, 而 Q_{activ} 的值与材料的初始状态和化学成分有关, 与退火工艺无关^[11-12].

2.4 退火过程中的析出规律

两种实验钢分别随机选择并统计 48 张 TEM 照片中析出粒子数量及尺寸, 经统计 1#和 2#实验钢析出粒子数量分别为 238 和 314, 平均尺寸分别为 5.55 和 4.89 nm. 实验钢析出物的形貌如图 8 所示. 可以看出, 1#实验钢在 760 °C 保温 0 时析出粒子比 2#实验钢均匀细小, 且数量多于 2#实验钢; 保温 100 s 时, 其析出粒子出现部分溶解及长大现象, 而 2#实验钢析出粒子数量迅速增加, 数量明显多于 1#实验钢.

贡献, 计算结果如表 1 所示. 可以看出, 析出粒子对 1#和 2#实验钢的强度贡献分别为 123.93, 150.37 MPa.

细晶强化对屈服强度的贡献通过铁素体晶粒细化公式计算^[13], 如式(16)所示:

$$\Delta\sigma_G = K_y d_F^{-0.5} . \tag{16}$$

式中: d_F 为铁素体的平均晶粒尺寸, mm; $K_y = 16.2 \text{ MPa} \cdot \text{mm}^{1/2}$.

通过截线法测得 1#和 2#实验钢在 760 °C 退

火 100 s 后的平均晶粒尺寸分别 6.51,3.23 μm . 计算可得,1#和 2#实验钢细晶强化对屈服强度的贡献值分别为 205,285 MPa. 表 2 给出了两种强

化机制对强度的贡献以及实际屈服强度. 可以看出两种实验钢主要以细晶强化为主要强化机制,而 2#实验钢的细晶和析出强化效果更好.

表 1 析出粒子尺寸、体积分数对强度的贡献值
Table 1 Size and volume fraction of precipitations and the related contribution for the strengthening

尺寸 nm	数量		平均直径 d/nm		体积分数 $\varphi/\%$		平均半径 r/nm		屈服强度 σ/MPa	
	1#	2#	1#	2#	1#	2#	1#	2#	1#	2#
2~5	151	107	4.36	4.42	0.67	0.49	2.18	2.21	50.85	43.08
6~9	74	179	7.0	6.9	0.85	2.0	3.50	3.45	43.32	67.09
10~13	10	25	10.8	10.52	0.27	0.65	5.40	5.26	18.53	29.05
14~17	3	3	15	15	0.16	0.16	7.50	7.50	11.23	11.23
总计	238	314							123.93	150.37

表 2 细晶强化和析出强化量化计算和实际强度的对比
Table 2 Comparison between the calculated strength from fine grain and precipitation strengthening with actual strength

试样	细晶强度 σ_G/MPa	析出强度 σ_P/MPa	实际强度 σ_A/MPa
1#	205	123.93	423
2#	285	150.37	506

3 结 论

1) 基于 JMAK 模型计算得到了不同初始组织的实验钢在不同退火工艺下的铁素体再结晶动力学方程并绘制了其再结晶动力学曲线,其中 Avrami 指数 n 的值介于 0.4~1.5 之间.

2) 冷轧压下量相同时,初始贝氏体组织在退火的过程中位错密度和储能更高,再结晶激活能更小,完成再结晶的时间更短. 80 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 加热条件下再结晶发生前的剩余变形储能增大,铁素体再结晶快速完成.

3) 两种实验钢主要以细晶强化为主要强化机制,细晶强化对 1#和 2#实验钢的强度贡献值分别为 205,285 MPa,而析出强化对其强度的贡献值分别为 123.93,150.37 MPa.

参考文献:

[1] 王祖滨. 新世纪初期低合金高强度钢的发展[J]. 中国冶金,2003,13(2):16-19.
(Wang Zu-bin. Development of low alloy high strength steel in the beginning of new century[J]. China Metallurgy,2003,13(2):16-19.)

[2] Majta J, Muszka K. Mechanical properties of ultra fine-grained HSLA and Ti-IF steels[J]. Materials Science & Engineering A,2007,464(1):186-191.

[3] Zhang Y J, Miyamoto G, Shinbo K, et al. Effects of transformation temperature on VC interphase precipitation and

resultant hardness in low-carbon steels[J]. Acta Materialia, 2015,84(6):375-384.

[4] Das S K, Chatterjee S, Tarafder S. Effect of microstructures on deformation behaviour of high-strength low-alloy steel[J]. Journal of Materials Science,2009,44(4):1094.

[5] 利成宁,袁国,康健,等. 异步热轧对低合金钢显微组织及力学性能的影响[J]. 东北大学学报(自然科学版),2017,38(7):941-945.
(Li Cheng-ning, Yuan Guo, Kang Jian, et al. Effect of asymmetric hot rolling on microstructure and mechanical properties in low alloy steel[J]. Journal of Northeastern University(Natural Science),2017,38(7):941-945.)

[6] Saidi P, Shahandeh S, Hoyt J J. Relationship between recrystallization kinetics and the inhomogeneity of stored energy[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2015,46(7):2975-2985.

[7] Bon A L, Rofes-Vernis J, Rossard C. Recrystallization and precipitation during hot working of a Nb-bearing HSLA steel[J]. Metal Science Journal,2013,9(1):36-40.

[8] Liu Z Y, Olivares R O, Lei Y K, et al. Microstructural characterization and recrystallization kinetics modeling of annealing cold-rolled vanadium microalloyed HSLA steels[J]. Journal of Alloys and Compounds,2016,679(5):293-301.

[9] Weinberg M C, Birnie D P, Shneidman V A. Crystallization kinetics and the JMAK equation[J]. Journal of Non-crystalline Solids,1997,219(27):89-99.

[10] Oyarzábal M, Martínez-de-Guerenu A, Gutiérrez I. Effect of stored energy and recovery on the overall recrystallization kinetics of a cold rolled low carbon steel[J]. Materials Science & Engineering A,2008,485(1):200-209.

[11] Vandermeer R A, Rath B B. Interface migration during recrystallization: the role of recovery and stored energy gradients[J]. Metallurgical Transactions A,1990,21(5):1143-1149.

[12] Martínez-de-Guerenu A, Arizti F, Dlaz-Fuentes M. Recovery during annealing in a cold rolled low carbon steel. part I: kinetics and microstructural characterization[J]. Acta Materialia,2004,52(12):3657-3664.

[13] 雍岐龙,孙新军,郑磊,等. 钢铁材料中第二相的作用[J]. 科技创新导报,2009,6(8):2-3.
(Yong Qi-long, Sun Xin-jun, Zheng Lei, et al. The role of the second phase in steel materials[J]. Science & Technology Consulting Herald,2009,6(8):2-3.)

[14] Charleux M, Poole W J, Militzer M. Precipitation behavior and its effect on strengthening of an HSLA-Nb/Ti steel[J]. Metallurgical and Materials Transactions A,2001,32(7):1635-1647.