

两相区退火温度对高铝低硅 TRIP 钢组织性能的影响

黄慧强, 邱洪双, 张天宇, 闫宁
(东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

摘 要: 对高铝低硅 TRIP 钢进行两相区退火,通过分析退火后实验钢的微观结构和力学性能,建立了加工硬化指数与相组成的关系,探讨了残余奥氏体稳定性对力学性能的影响. 结果表明,随着两相区退火温度的升高,实验钢中贝氏体含量逐渐降低,残余奥氏体含量先增大后降低,并在 930 ℃退火时达到最大. 随着两相区退火温度的升高,实验钢的抗拉强度逐渐降低,延伸率先增大后降低,930 ℃退火时抗拉强度为 665 MPa,延伸率达到最大,为 30 %,强塑积约为 20 GPa·%. EBSD 统计和拉伸试验的结果表明,两相区退火温度为 930 ℃时,残余奥氏体稳定性适中,从而在拉伸过程中不断地提供加工硬化,推迟颈缩的发生,大幅度提高塑性.

关 键 词: TRIP 钢;微观组织;残余奥氏体;孪晶马氏体;力学性能
中图分类号: TG 156.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-3026(2019)12-1700-07

Effect of Intercritical Annealing Temperature on Microstructure and Mechanical Property of High Al-Low Si TRIP Steel

HUANG Hui-qiang, DI Hong-shuang, ZHANG Tian-yu, YAN Ning
(The State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China.
Corresponding author: DI Hong-shuang, E-mail: hongshuangdi_ral@126.com)

Abstract: The high Al-low Si TRIP steels were annealed at different intercritical temperatures. The microstructures and mechanical properties were examined to establish the relationship between work hardening exponent and phase components, and the effect of retained austenite stability on mechanical properties of tested steels were analyzed. The results show that, with the increase in intercritical annealing temperature, the content of bainite gradually decreased, while the volume fraction of retained austenite increased first and then decreased. The volume fraction of retained austenite reached largest when annealing temperature was 930 ℃. The tensile strength of experimental steel decreased with the increase of intercritical annealing temperature, and the elongation increased first and then decreased. When the annealing temperature was 930 ℃, the tensile strength was 665 MPa, and the elongation reached its maximum of about 30 %, and the resulting product of strength and elongation was approximately 20 GPa·%. By combining EBSD analyses and tensile tests, it can be concluded that the retained austenite possessed moderate stability when the tested steel was annealing at 930 ℃, so that work hardening ability is continuously provided during tensile testing period. As a result, the plasticity of annealed TRIP steels had been improved.

Key words: TRIP steel; microstructure; retained austenite; twin martensite; mechanical property

随着制造业对提高能源利用效率和减少温室气体排放的要求越来越高,汽车制造业越来越倾向于生产轻量化汽车,同时还要提高产品的安全性能. 相变诱导塑性钢 (TRIP 钢) 由于其低成本、

高性能和优异碰撞能量吸收率在汽车零部件上的应用得到推广,而且它还可以用来生产更薄的汽车板来降低能耗^[1-3].

TRIP 钢的组织由铁素体、贝氏体和残余奥氏体组成.在形变过程中,处于亚稳态的残余奥氏体在应变的作用下,会转变为硬相马氏体,这不仅增加了钢的强度而且提高了塑性^[4].TRIP 钢中的残余奥氏体需以亚稳态存在才能发挥良好的增塑作用,稳定性过高不易发生 TRIP 效应,而稳定性不够时,在小应变情况下就会发生相变,不能提供持续的加工硬化.一般情况下,薄膜状或者针状的残余奥氏体最佳,稳定性差的粗块状和稳定极好的细小粒状都会导致 TRIP 效应变差.研究发现^[5],残余奥氏体尺寸一般在 0.1~1 μm 之间较为理想.加工硬化指数能反映均匀塑性变形能力,被广泛地用来研究材料变形过程中的加工硬化能力^[6-7].

本研究通过对冷轧 TRIP 钢进行连续退火热处理,以获得不同两相区退火温度下的多相钢.最终研究不同两相区退火温度对高铝低硅 TRIP 钢组织和力学性能的影响,分析残余奥氏体的稳定性及其对钢塑性改善的机理.

1 实验材料与方法

实验所用钢锭采用真空感应炉熔炼,其化学成分如表 1 所示.通过 Thermo-calc 软件计算,获得不同 Al 含量的 CMnAlSi-TRIP 钢升温过程奥氏体转变起始温度 A_{c1} 和完全奥氏体化温度 A_{c3} ,如图 1 所示.可以看到,通过加入 1.69% 的 Al,将两相区温度区间由 683~807℃ 提高到 713~1 022℃.将铸锭锻造横截面为 80 mm×80 mm 的锻坯,然后用锯床切割为 80 mm×40 mm×40 mm 的钢块,以备进行热轧及随后的冷轧试验.将坯料在箱式炉中加热到 1 200℃,保温 2 h 使钢中的组织成分均一化.经过 5 道次热轧(40 mm→28 mm→18 mm→10 mm→6 mm→4 mm)将钢板轧至 4 mm 厚.开轧温度为 1 100℃,终轧温度为 860℃.轧后空冷至 600℃左右,再将钢板放入石棉中缓冷以模拟卷取.

表 1 实验 TRIP 钢的化学成分(质量分数)							
Table 1 Chemical composition of the experimental TRIP steel (mass fraction)							
C	Si	Al	Mn	Ti	P	S	Fe
0.19	0.46	1.69	1.67	0.018	0.04	0.002 9	余量

将热轧钢板酸洗之后进行冷轧,将钢板轧至 1 mm,压下率为 75%.将冷轧板切成若干块矩形板,采用氮气保护气氛,按照图 2 所示的工艺在 CAS-120 型多功能退火模拟试验机上进行热处理实验.先以 10℃/s 的速度加热到一定的两相区温度,这里选取 900、930 和 960℃ 三个温度进行研究.在两相区保温 5 min 后再以 10℃/s 的冷速降至 450℃,在此贝氏体转变温度持续 3 min 后以 30℃/s 冷却至室温.降温过程中通过控制吹气量来控制冷速.

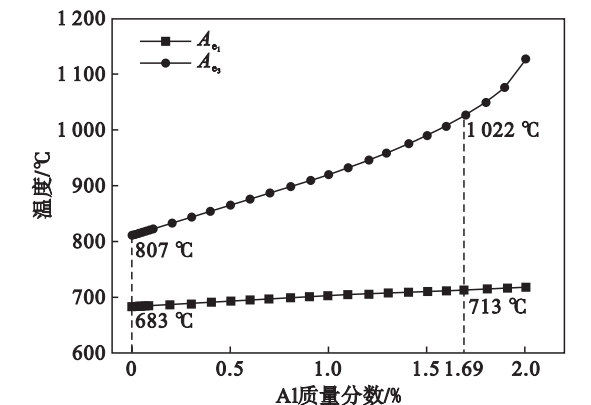


图 1 A_{c1} 和 A_{c3} 随 CMnAlSi-TRIP 钢中 Al 质量分数变化图

Fig. 1 The values of A_{c1} and A_{c3} vary with mass fraction of Al in CMnAlSi-TRIP steel

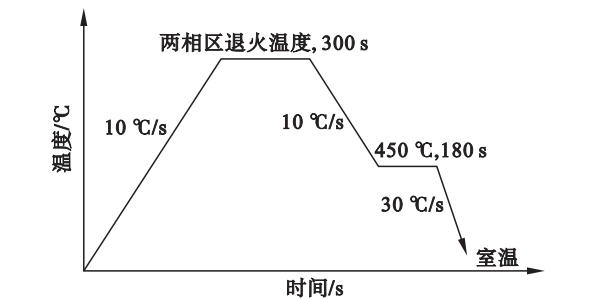


图 2 热处理阶段的退火工艺图

Fig. 2 The annealing procedure of heat treatment

在退火后的钢板上取金相试样,对纵断面经过研磨和机械抛光后,使用体积分数为 4% 的硝酸酒精溶液进行腐蚀,在 ZEISS ULTRA 55 场发射扫描电子显微镜(SEM)下进行微观形貌观察.使用高氯酸和酒精体积比为 1:7 的电解抛光液进行电解抛光,然后在 SEM 下进行电子背散射衍射分析(EBSD),可以获得残余奥氏体的尺寸信息.在 50 kN 万能试验机上进行拉伸试验,拉伸试样采用 A25 标准,拉伸速率为 2 mm/min,测试所用引伸计为非接触式激光引伸计.在拉伸前后的试样上各取一块直径为 3 mm 的圆形小样,对这些小样进行机械研磨后,在酒精、高氯酸和水的体积

比为 13:2:1 的溶液中进行电解双喷,在 Tecnai G2 F20 的场发射透射电子显微镜下分析圆片小样,观察 TEM 形貌.

2 结果与讨论

2.1 两相区退火温度对实验钢微观组织的影响

图 3 为不同两相区退火温度的试样在扫描电镜下的微观形貌组织,其中 F 为铁素体,B 为贝氏体,A 为残余奥氏体.表 2 中贝氏体体积分数是通过面积法统计出来的结果,残余奥氏体的体积分数是 EBSD 分析的结果.

从图 3a 中可以看出,900 ℃ 退火时实验钢的组织主要由铁素体、贝氏体和残余奥氏体组成.当退火温度升高到 930 ℃(图 3b)之后,贝氏体含量减少,残余奥氏体含量增加.两相区退火温度为 900 ℃和 930 ℃时铁素体晶粒比较细小,当退火温度升高到 960 ℃时,如图 3c 所示,晶粒明显粗化,且贝氏体含量明显下降.实验钢经过热轧和卷取后的组织为絮状的珠光体和等轴的铁素体组织,因此冷轧后退火前的初始组织由破碎的珠光体和变形的铁素体组成.两相区退火时奥氏体会

在富渗碳体区快速形核并长大,形变储能使得铁素体发生再结晶,铁素体的再结晶和奥氏体的长大的同时,C, Si, Mn, Al 等元素会在铁素体和奥氏体进行不断扩散和分配.

将奥氏体和铁素体的比例控制在 1:1 的两相区温度,被认为可以提高最终组织中残余奥氏体含量,是两相区热处理的最优温度^[8-9].本实验钢奥氏体和铁素体体积比为 1:1 时的两相区温度约为 900 ℃左右,铝含量的增加能扩宽 TRIP 钢的两相区范围,提高两相区的温度,因此本文选用 900 ~ 960 ℃ 进行讨论.碳在奥氏体中的固溶度比在铁素体中大得多,在两相区保温过程中会向奥氏体中富集.当两相区温度从 900 ℃ 提高到 930 ℃时,奥氏体的体积分数提高,最终在室温保留下来的残余奥氏体增多了,但是由于其中的碳减少了,因此残余奥氏体中的碳含量以及贝氏体的含量降低了.随着温度继续提高到 960 ℃,高温下奥氏体的体积分数继续提高,奥氏体与铁素体达到碳平衡后单位体积含碳较少,冷却过程的稳定性不足,难以形成残余奥氏体,且能转变为贝氏体的过冷奥氏体不多,大多数的碳以弥散的形式存在于基体中,于钢的强度和韧性均不利.

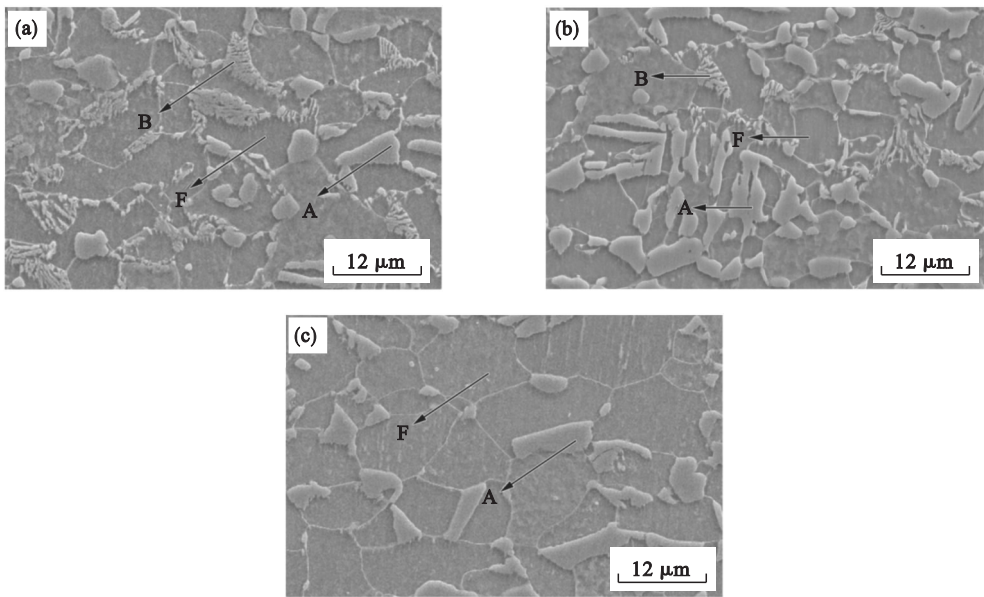


图 3 不同退火工艺下实验钢的 SEM 形貌
Fig. 3 SEM morphologies of experimental steel at different annealing processes
(a)—900 ℃; (b)—930 ℃; (c)—960 ℃.

为了进一步分析退火后实验钢中残余奥氏体的形貌和分布情况,对不同两相区温度退火条件下的试样进行了 EBSD 分析,如图 4 所示,其中红色区域为残余奥氏体,有不同灰度的大尺寸块状组织为铁素体,黑色未识别区为贝氏体或者碳化

物,右侧的柱状图为对应工艺统计的奥氏体晶粒尺寸分布.研究表明,存在于铁素体和贝氏体晶界处,薄膜状的残余奥氏体有较好的稳定性,利于发生 TRIP 效应^[10].而除了残余奥氏体的形貌、分布及含碳量等因素,尺寸大小对其稳定性也有影响,

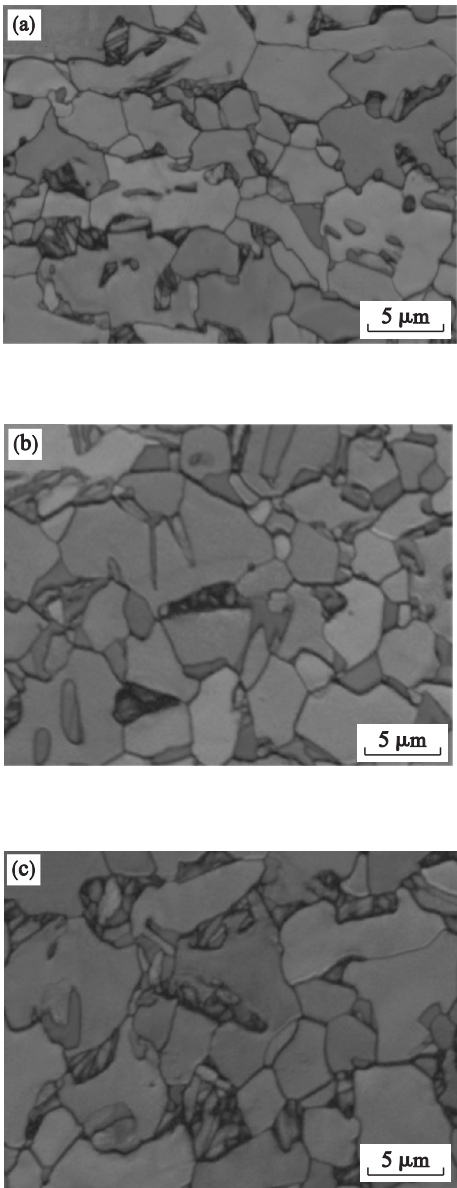
处于合适尺寸的残余奥氏体才能在变形过程中提供持续 TRIP 效应,提升钢的力学性能^[11].

表 2 不同退火工艺下实验钢组织中贝氏体和残余奥氏体的体积分数

Table 2 The volume fraction of bainite and retained austenite in the microstructures of experimental steel with different annealing processes

IAT/℃	900	930	960
$\varphi_B/\%$	18.29	10.33	<5
$\varphi_{RA}/\%$	6.16	12.4	3.72

注:IAT 表示两相区退火温度, φ_B 表示贝氏体的体积分数, φ_{RA} 表示残余奥氏体的体积分数.



从图 4 中可以看出,当两相区退火温度为 900 °C 时钢中的残余奥氏体主要为块状,尺寸主要集中在 0.1 ~ 2 μm 之间,残余奥氏体的平均晶粒尺寸较小,大约为 0.395 μm. 这些残余奥氏体主要分布在铁素体或者贝氏体晶界处,也有少量残余奥氏体分布在铁素体晶粒内. 相对来说,铁素体晶界处的残余奥氏体比贝氏体晶界处尺寸稍大一些,贝氏体周围的残余奥氏体经过等温贝氏体转变的二次富碳,稳定性要高于铁素体晶界和晶粒内部的残余奥氏体. 当退火温度升高到 930 °C 后,残余奥氏体明显增多,尺寸在 0.1 ~ 3.2 μm

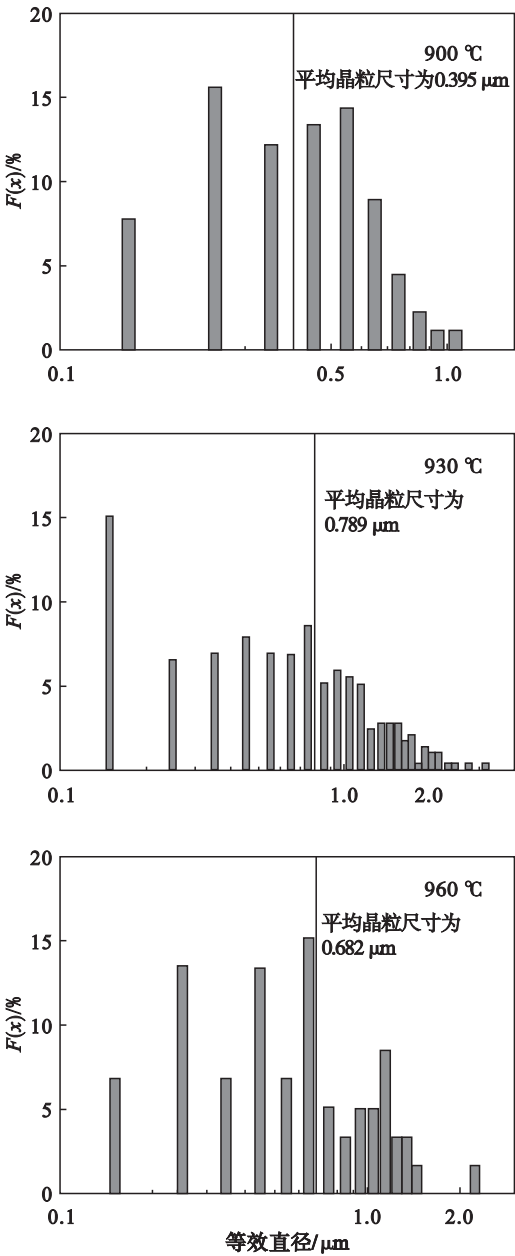


图 4 不同两相区退火温度下实验钢的 EBSD 相分布图及尺寸为 x 的晶粒所占百分比

Fig. 4 EBSD phase images of experimental steel at different intercritical temperatures and the percentage of grains with diameter of x

(a)—900 °C; (b)—930 °C; (c)—960 °C.

之间均有分布,平均晶粒尺寸增大,大约为 $0.789\text{ }\mu\text{m}$,一部分残余奥氏体尺寸超过 $1\text{ }\mu\text{m}$,还有大量的残余奥氏体尺寸在 $0.1\sim0.8\text{ }\mu\text{m}$ 之间.除了尺寸较大的块状残余奥氏体,还能观察到一些较为细小的薄膜状残余奥氏体.说明随着温度的升高,残余奥氏体的稳定性有所下降,但是也存在一部分稳定性较好的残余奥氏体.当退火温度升高到 $960\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之后残余奥氏体含量又降低了,尺寸在 $0.1\sim2.3\text{ }\mu\text{m}$ 之间,平均晶粒尺寸为 $0.682\text{ }\mu\text{m}$.

由于实验选取两相区温度较高,退火时间足够铁素体和奥氏体之间达到碳平衡,最终室温下保留的残余奥氏体以块状为主,但各个工艺条件下都存在一部分稳定细小的残余奥氏体.退火温度为 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,残余奥氏体的平均晶粒尺寸较小,温度升高到 $930\text{ }^{\circ}\text{C}$ 也存在相当一部分稳定细小的残余奥氏体,继续升高到 $960\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时残余奥氏体含量降低了,低于 5% ,且平均晶粒尺寸较大.可以得出结论,两相区退火温度为 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时残余奥氏体稳定性最好,但残余奥氏体含量和稳定性综合最优的是 $930\text{ }^{\circ}\text{C}$.

2.2 两相区退火温度对实验钢力学性能的影响

图 5 为不同两相区退火温度条件下实验钢的工程应力-应变曲线.从图中可以看出,随着两相区退火温度的升高,屈服强度逐渐升高;抗拉强度逐渐降低,从 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的 735 MPa 降到 $960\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的 605 MPa ;延伸率先增大后降低,在两相区退火温度为 $930\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时达到最大的 30% ,强塑积也达到最大,约为 $20\text{ GPa}\cdot\%$.

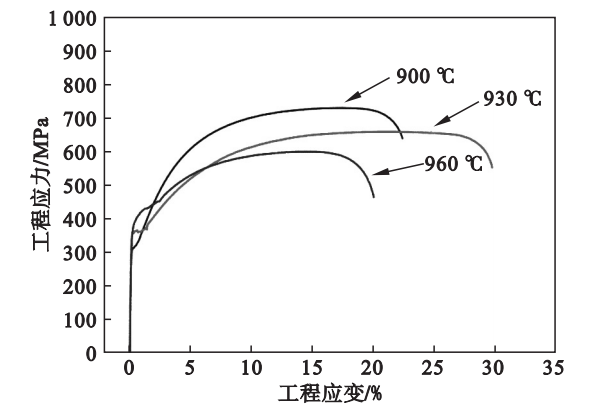


图 5 不同退火工艺下实验钢的工程应力-应变曲线
Fig. 5 Engineering stress-strain curves of different annealing processes

从图 3a 的微观组织可以看出,两相区退火温度为 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,硬质相贝氏体含量较多,故抗拉强度要大于 $930\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $960\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时的试样, $960\text{ }^{\circ}\text{C}$ 退火时试样中贝氏体很少且试样的铁素体尺寸粗大(图 3c),抗拉强度相对小很多.

从图 4 的 EBSD 相分布图可以看出,两相区退火温度为 $930\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时奥氏体含量最多,EBSD 统计结果为 12.4% ,在拉伸过程中发生比较明显的 TRIP 效应,因此延伸率最大,达到了 30% .关于残余奥氏体的稳定性以及在拉伸变形过程中对于强度塑性的作用机理,利用加工硬化指数进行分析.

根据拉伸工程应力-应变曲线,对不同两相区温度条件下的试样的加工硬化行为进行分析.采用 Hollomon 方程进行分析,得到瞬时加工硬化指数^[12]的公式:

$$n = \frac{d(\ln\sigma)}{d(\ln\varepsilon)}. \tag{1}$$

式中: n 为瞬时加工硬化指数; σ 为真应力; ε 为真应变.

通过式(1)计算,得到不同两相区退火温度下瞬时加工硬化指数随真应变变化的曲线如图 6 所示,当加工硬化指数 n 等于真应变 ε 时(图 6 中的虚线),颈缩开始,材料进入失稳状态^[13].

可以看出,不同退火温度下的曲线整体有一个共同特性,材料失稳之前随着拉伸应变的增加,实验钢的加工硬化指数先迅速上升到一个最高点再急速降低,达到某一应变之后加工硬化指数会再上升,最后缓慢降低,降低过程曲线坡度越来越缓.应变开始,由于铁素体中可移动位错较多,位错增速较快,因此加工硬化指数较大.随着应变的增加,位错在界面处堆积,位错增速下降,加工硬化指数急剧降低.应变继续增加,钢中的残余奥氏体开始发生作用,一方面,残余奥氏体吸收位错,使得铁素体中位错增速加大;另一方面,部分残余奥氏体在应变诱导下发生 TRIP 效应,转变为硬相马氏体,进行强化^[14-15].

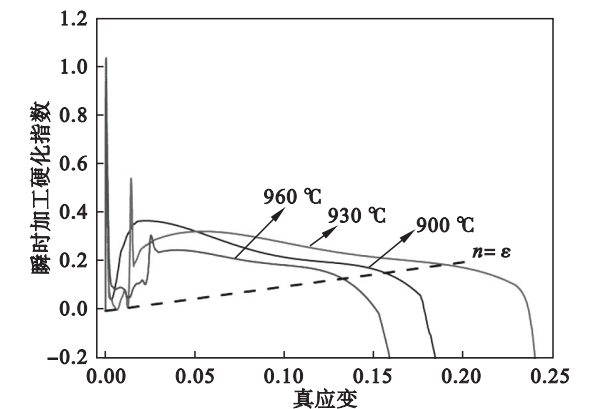


图 6 不同两相区退火温度下实验钢的加工硬化指数随应变的变化
Fig. 6 Work hardening exponent curves of experimental steel at different intercritical annealing temperatures

如图 7 所示,分别为透射电镜下观察到的块状残余奥氏体和孪晶马氏体.不同工艺处理后的试样在拉伸后的透射样品中都能观察到平行的细条状的孪晶马氏体,这些细小的马氏体之所以呈现统一方向的平行状,是因为它们都是残余奥氏体在应变条件下通过切变的方式转变而来的.钢中残余奥氏体越多,均匀塑性变形阶段越长,钢的延伸率越大.

从图 6 中可以看出,两相区退火温度为 900 ℃时残余奥氏体稳定性相对较高,能够持续一

段时间发生较强的 TRIP 效应,因而能够提供较长一段的高的加工硬化.退火温度上升到 930 ℃时虽然残余奥氏体含量很多,但是一部分不稳定奥氏体的转变,能够在短时间提供较强的加工硬化,之后由于部分稳定奥氏体继续相变,因而延伸率最大.退火温度继续上升到 960 ℃后,由于铁素体尺寸较大,能够容纳较多的位错,因而开始阶段加工硬化指数下降较慢,但是由于残余奥氏体较少,TRIP 效应不强,因此延伸率较小.

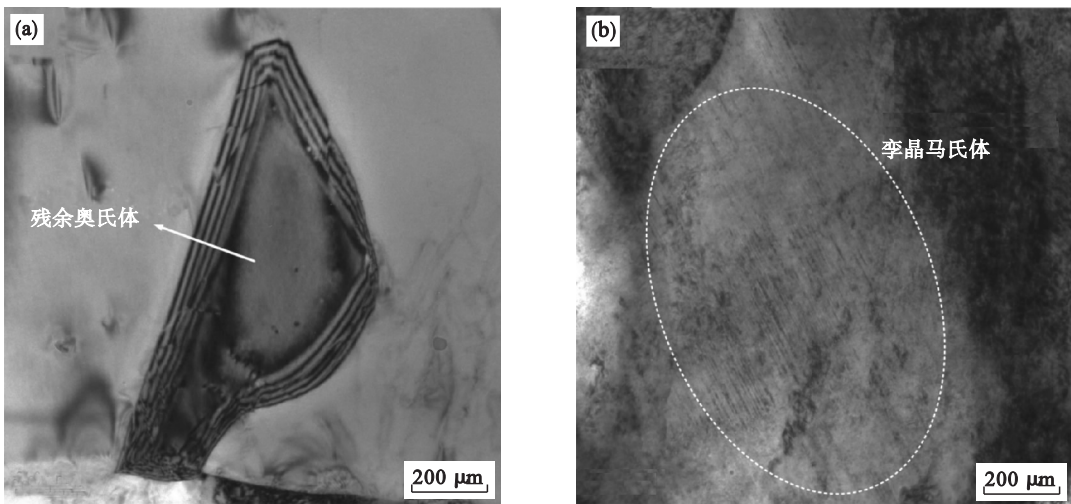


图 7 块状残余奥氏体和发生 TRIP 效应后形成的孪晶马氏体的透射电镜形貌
Fig. 7 TEM micrographs of blocky retained austenite and twin martensite after TRIP effect
(a)—块状残余奥氏体; (b)—孪晶马氏体.

3 结 论

- 1) 本研究采用增加 TRIP 钢中 Al 的含量来提高钢的临界相变温度 A_{c1} 和 A_{c3} . 随着两相区退火温度从 900 ℃升高到 960 ℃,由于奥氏体在两相区富碳量下降,贝氏体含量逐渐降低,残余奥氏体含量先增加后降低,在 930 ℃时最大.
- 2) 随着两相区退火温度的升高,实验钢的抗拉强度逐渐降低,延伸率先增加后降低,在 930 ℃时达到最大. 两相区退火温度为 930 ℃时实验钢的综合力学性能最优,抗拉强度为 665 MPa,延伸率为 30 %,强塑积约为 20 GPa · % .
- 3) 两相区退火温度为 900 ℃时残余奥氏体的稳定性很好,能够提供较强加工硬化;温度升高到 930 ℃时残余奥氏体含量较多,且存在大量稳定性较好的残余奥氏体,能够持续提供加工硬化,使得钢的塑性较好;当温度升高到 960 ℃时残余奥氏体稳定性较差,在应变开始就发生马氏体相变而消耗,对于提升塑性不利.

参考文献:

[1] De Cooman B C. Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite[J]. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*,2004,8(3/4):285 – 303.

[2] Gronostajski Z,Niechajowicz A,Kuziak R, et al. The effect of the strain rate on the stress-strain curve and microstructure of AHSS[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2017,242;246 – 259.

[3] Ranjan R, Bhattacharyya T, Singh S B. Advanced high strength steel: processing and applications[M]. Singapore: Springer,2018;27 – 38.

[4] Bleck W, Guo X F, Ma Y. The TRIP effect and its application and in cold formable sheet steels [J]. *Steel Research*,2017,88(10):1700218.

[5] 余伟,王潇,何博,等. 贝氏体区等温时间对热轧 TRIP 钢组织和力学性能的影响[J]. *材料热处理学报*,2015,36(2): 131 – 136.

(Yu Wei, Wang Xiao, He Bo, et al. Effect of isothermal time in bainite transformation region on microstructure and mechanical properties of hot-rolled TRIP steel [J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*,2015,36(2): 131 – 136.)

- [6] 谢振家,尚成嘉,周文浩,等. 低合金多相钢中残余奥氏体对塑性和韧性的影响[J]. 金属学报,2016,52(2):224–232.
(Xie Zhen-jia, Shang Cheng-jia, Zhou Wen-hao, et al. Effect of retained austenite on ductility and toughness of a low alloyed multiphase steel[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2016, 52(2):224–232.)
- [7] 李兴,陈礼清. 奥氏体化温度对 Fe–17Mn–0.05C 钢组织和拉伸性能的影响[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2017,38(8):1084–1087.
(Li Xing, Chen Li-qing. Effect of austenitizing temperature on the microstructure and tensile properties of Fe-17Mn-0.05C steel[J]. *Journal of Northeastern University (Natural Science)*, 2017,38(8):1084–1087.)
- [8] Kim S J, Lee C G, Choi I, et al. Effects of heat treatment and alloying elements on the microstructures and mechanical properties of 0.15 wt pct C transformation-induced plasticity-aided cold-rolled steel sheets[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2001,32(3):505–514.
- [9] Lee C G, Kim S J, Oh C S, et al. Effects of heat treatment and Si addition on the mechanical properties of 0.1 wt% C TRIP-aided cold-rolled steels[J]. *ISIJ International*, 2002,42(10):1162–1168.
- [10] Li Y J, Li X L, Yuan G, et al. Microstructure and partitioning behavior characteristics in low carbon steels treated by hot-rolling direct quenching and dynamical partitioning processes [J]. *Materials Characterization*, 2018,121:157–165.
- [11] Xie Z J, Xiong L, Han G, et al. Thermel stability of retained austenite and properties of a multi-phase low alloy steel[J]. *Metals*, 2018,8(10):807.
- [12] Jacques P J, Girault E, Mertens A, et al. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. Al-alloyed TRIP-assisted multiphase steels [J]. *ISIJ International*, 2001,41(9):1068–1074.
- [13] Jacques P, Cornet X, Harlet P, et al. Enhancement of the mechanical properties of a low-carbon, low-silicon steel by formation of a multiphased microstructure containing retained austenite[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 1998,29(9):2383–2393.
- [14] Xie Z J, Ren Y Q, Zhou W H, et al. Stability of retained austenite in multi-phase microstructure during austempering and its effect on the ductility of a low carbon steel [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014,603:69–75.
- [15] Liu L, He B B, Huang M X. The role of transformation-induced plasticity in the development of advanced high strength steels[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2018,20(6):1701083.