

# 摘 要

现代钢铁工业的发展不再强调数量上的增长,而更多侧重技术层面上的研发。在新一代钢铁材料的开发中注重减量化的思想,即在不增加或者少增加成本的基础上提升产品的综合性能,而这其中细晶强化无疑是一种被多数研究所证实的行之有效的办法。通过奥氏体晶粒的超细化及其相变行为的有效控制获得一种实现低碳结构钢组织超细化控制的新思路。本书主要利用循环淬火工艺对含 Nb 钢和 Nb-V-Ti 复合微合金钢进行奥氏体晶粒超细化,并对超细晶奥氏体的长大动力学、超细晶奥氏体 $\rightarrow$ 铁素体的相变行为等方面进行研究。此外还根据之前的研究工作,利用 VN 析出物对铁素体相变的促进作用实现纳米晶钢的制备,对 V-N 钢纳米晶组织的形成机理和纳米晶钢的超塑性进行了研究。本书的主要研究工作及创新性成果如下:

(1) 在不同原始组织条件下,利用循环加热-淬火工艺细化奥氏体晶粒,将奥氏体晶粒细化至  $1\sim 3\mu\text{m}$ 。在所采用的原始组织中,以温轧铁素体+珠光体所获得的细化奥氏体晶粒的效果最好;另外,Nb-V-Ti 复合微合金钢要比单纯含 Nb 钢更有利于细化奥氏体晶粒。利用形变热处理细化奥氏体晶粒是一个多种相关因素(如变形温度、变形量、应变速率以及变形方向等)耦合的过程,需要对每一个因素进行合理的关联控制才能实现奥氏体晶粒最大程度的细化。

(2) 以 Nb-V-Ti 复合微合金钢为对象,讨论了原始晶粒尺寸为  $1\sim 3\mu\text{m}$  的超细晶奥氏体的等温长大行为,并建立了相应的长大动力学模型。分析不同尺寸奥氏体热变形的真应力-真应变曲线发现,随着奥氏体晶粒超细化以后,晶界行为在奥氏体热变形过程中的协调作用更加显著。奥氏体晶粒超细化使得晶粒(或晶粒簇)间对碳浓度的分布变得敏感,造成了单相奥氏体中“类两相”(硬相和软相)特征组织的存在,从而对超细晶奥氏体的热变形行为以及后续变形过程中的铁素体相变均产生显著影响。

(3) 奥氏体晶粒超细化对相变后铁素体的细化是显著的, 应变速率的增加和相变温度的降低均有利于终态组织的细化, 在两相区的较低温度变形时可以在高应变速率下将铁素体晶粒细化至 100 ~ 300nm; 而对于同样的应变量, 低应变速率 ( $0.1\text{s}^{-1}$ ) 下所获得的铁素体晶粒尺寸相对较大, 约在 500nm。

(4) 在实验条件下, 分别制备了晶粒尺寸  $1\mu\text{m}$  左右的超细晶 C-Mn 钢样品和铁素体晶粒为 100 ~ 300nm 的 Nb-V-Ti 复合微合金钢样品, 其室温拉伸曲线显示了超细晶钢所普遍具有的低应变硬化能力, 且结合超细晶 C-Mn 钢样品的 EBSD 分析认为超细晶钢的低应变硬化能力除了与位错累积能力差有关之外, 晶界的滑动也是原因之一。但是通过合理控制终态组织可以有效提高超细晶材料的应变硬化能力, 如超细晶铁素体 + 珠光体 (渗碳体) + 马氏体复合组织所具有的加工硬化能力要明显优于超细晶铁素体 + 珠光体 (渗碳体)。

(5) 对 V 微合金钢进行了马氏体冷轧及退火实验, 研究了退火温度、退火时间、变形量及 N 含量对组织演变和晶粒纳米化的影响。结果表明, 0.9mm 厚高 N 钢在  $550^{\circ}\text{C}$  退火 5min 获得 200nm 的等轴铁素体及 30 ~ 50nm 的渗碳体, 且该组织在  $500^{\circ}\text{C}$  长时间退火过程中具有极强的热稳定性。增大马氏体冷轧变形量提高组织均匀性, 但对高温组织热稳定性作用不大。高 N 的加入促进了 VN 析出而加速了再结晶铁素体的形核。室温拉伸受位错运动控制, 因此超细晶钢室温拉伸性能良好, 而高温拉伸取决于晶界滑动及晶界扭转机制, 在  $500^{\circ}\text{C}$  (低于  $0.5T_m$ ) 拉伸过程中, 200nm 等轴铁素体和 30 ~ 50nm 渗碳体组成的纳米晶组织实现了低温超塑性。

**关键词:** 低碳结构钢; VN 微合金钢; 纳米晶钢; 晶界行为; 控制轧制与控制冷却; 析出行为; 晶内形核铁素体; 组织性能; 超塑性

# 1 绪 论

## 1.1 钢材组织纳米化的一般方法

晶粒尺寸是影响材料力学性能和物理性能的重要因素。细化晶粒可以显著提高材料的强度和韧性，这已被人们所熟知，除此之外，对于生物用不锈钢材料来说，组织纳米化对提高材料的生物相容性也有非常有益的作用。晶粒尺寸细化到纳米尺度后，钢材的强韧性将得到进一步的提高，所以在工程上也就具有很好的应用前景。由于大尺寸纳米晶钢具有高的强度和韧性，在结构装备的应用方面前景广阔，因此大尺寸纳米晶钢的制备技术已经成为纳米材料研究领域的焦点，得到了国内外相关研究学者的极大关注。

目前来说，许多工作都集中在如何制备出大尺寸的纳米晶粒钢上，其中包括：强烈塑性变形（SPD）<sup>[1,2]</sup>、低碳钢马氏体冷轧及退火<sup>[3,4]</sup>等。SPD 技术可以追溯到 20 世纪 50 年代，一些获得纳米晶及超细晶组织的新 SPD 新方法不断被开发出来，尤其在最近 20 年间，SPD 技术正在成为纳米材料最具竞争力的开发领域。球磨、摩擦磨损及超声喷丸加工等一些 SPD 手段能够应用于制备纳米结构的金属表层，等径角挤压（ECAP）、高压扭转（HPT）、叠轧（ARB）及多向锻造（MDF）可以被应用于制备体纳米结构材料。虽然一些研究获得了一些重要的突破进展，但工业化过程还很滞后，这是因为 SPD 需要大量的塑性变形能及特殊的工序，所以生产能力很低<sup>[5,6]</sup>。低碳钢马氏体冷轧退火是获得纳米结构材料的另一个工艺路线，可应用于低碳钢和奥氏体不锈钢，在制备纳米结构冷轧钢板方面前景广阔。

### 1.1.1 强烈塑性变形（SPD）技术制备纳米晶钢

细化金属晶粒方面涵盖了许多 SPD 方法，所有的 SPD 方法具有一个共同的特点，即在较低的温度条件下施加大的应变而不显著改变试样的维度。

ECAP、HPT、ARB 及 MDF 是制备纳米晶块体钢优势明显的典型方法。

### 1.1.1.1 等径角挤压 (ECAP)

ECAP 为在纯剪切应变状态下对大块的坯料施加大的塑性应变<sup>[7]</sup>, 由 Segal 等<sup>[8]</sup>在 20 世纪 80 年代早期发明。图 1-1 为 ECAP 工艺示意图, 当坯料经过两个管道交汇面时, 引入一个简单的剪切应力。坯料的横截面尺寸并未改变, 因此允许重复的挤压, 导致非常大的应变积累<sup>[6]</sup>。20 世纪 90 年代开始, 这个方法被进一步作为 SPD 方式而开发和应用于获得亚微米尺寸晶粒组织<sup>[9]</sup>。ECAP 方法主要应用于非铁合金 (例如 Al 和 Mg 合金) 及一些低碳钢。应用此方法获得的最细铁素体晶粒尺寸大约为  $0.2\mu\text{m}$ <sup>[10,11]</sup>。

### 1.1.1.2 高压扭转 (HPT)

HPT 从 Bridgman 的铁砧工艺演变而来<sup>[12]</sup>, 通过施加几个吉帕的压力而获得直径 10 ~ 20mm、厚度 0.2 ~ 0.5mm 的盘状样品。图 1-2 为 HPT 工艺示意图, 一个盘状试样 (通常首先为粉末样品) 在一个几乎封闭式的磨具中挤压。在加载过程中, 接触的压板为了施加一个剪切应变以相反的方向转动。剪切应变的全厚度分布取决于接触摩擦, 是接触板的粗糙度和润滑状态的函数。扭转应变获得显著程度的亚结构细化, 并控制相邻晶粒之间晶体结构大

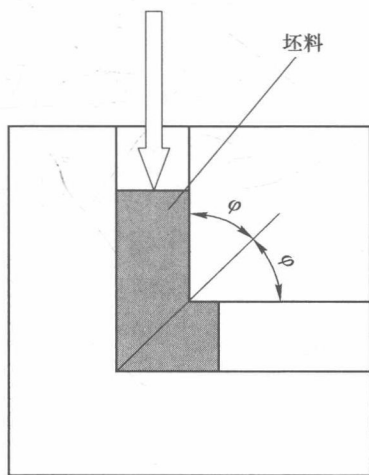


图 1-1 ECAP 工艺示意图<sup>[6]</sup>

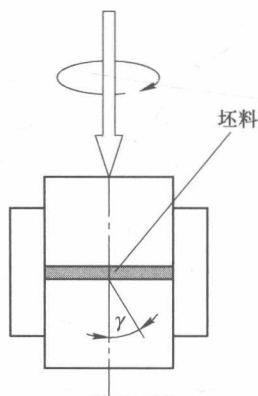


图 1-2 HPT 工艺示意图<sup>[6]</sup>

错配度的演变。HTP 技术在粉末固结过程中细化晶粒的作用也具有优势，能够从亚微米尺寸的金属粉末中生产块体纳米尺度材料<sup>[7]</sup>。由于尺寸的限制，高压扭转制备的样品主要用于研究<sup>[6]</sup>。

### 1.1.1.3 累积叠轧 (ARB)

等径角挤压的效率较低，而高压扭转的试样尺寸太小，因此为了克服这两类方法的局限，Saito 等<sup>[13]</sup>开发出累积叠轧技术，最主要的技术优势在于累积叠轧利用传统的轧制设备<sup>[6]</sup>，重复地应用传统的轧制方法，被认为具有大规模工业化的潜力。轧制是连续生产大块钢板具有极大吸引力的方法，可以获得厚度的总压下量（累积应变），但是局限于轧制压下量的增加而引起钢带厚度的降低。图 1-3 为 ARB 工艺示意图，为了获得块体材料，轧制的钢板叠放起来，然后在轧制过程中键合在一起。因此，这个过程包括同时键合和变形。在累积叠轧键合方法中，轧后的材料被剪切堆叠到原始厚度然后再重新轧制。多次重复此方法可以获得大应变，但限制在于轧制-键合钢板强度的增加和逐渐降低的表面质量<sup>[7]</sup>。

### 1.1.1.4 多向锻造 (MDF)

MDF 也被称为双相大应变变形，提出于 20 世纪 90 年代初期<sup>[14~16]</sup>。图 1-4 为 MDF 工艺示意图，与轧制只能局限于单方向变形相比，MDF 能够施加大且多轴方向的塑性应变。而且，为了降低压缩阻力，MDF 的变形温度一般选为  $0.1 \sim 0.4T_m$  ( $T_m$  为熔点温度)。由于可以同时利用 SPD (大且多轴方向应

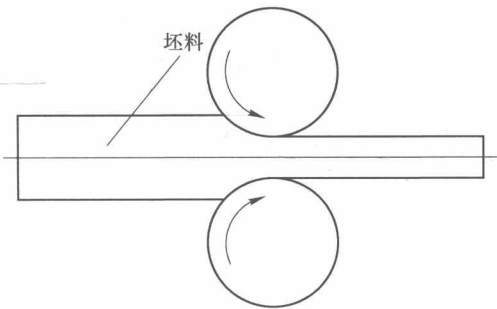


图 1-3 ARB 工艺示意图<sup>[6]</sup>

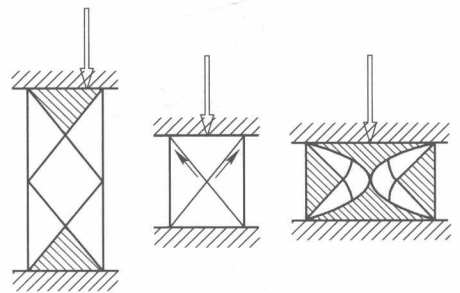


图 1-4 MDF 工艺示意图<sup>[6]</sup>

变)及TMCP(相变),因此MDF能够制备大尺寸产品。通过优化温度及压下量等工艺参数实现高硬度及脆性金属的变形。通过MDF技术已经成功制备出超细晶/纳米晶钢<sup>[17]</sup>。

### 1.1.2 低碳钢马氏体冷轧及退火

与SPD技术需要大应变相比,获得纳米组织对低碳钢马氏体冷轧及退火所需的应变显著降低<sup>[17,18]</sup>。这可能取决于原始组织的差异,图1-5为板条马氏体内的组织层次,板条马氏体具有板条束、板条块及亚板条等不同层次的多尺度结构<sup>[19,20]</sup>。具有高角度晶界的板条束和板条块被认为在马氏体相变过程中可以细化原奥氏体晶粒,再者冷轧后显著破碎的板条形成位错胞,随着应变的增加晶界角度增大,以至于显微组织进一步细化。而且,连续的再结晶过程是使得位错胞转变成真正清晰晶界的另一个重要因素,最终导致纳米尺度铁素体晶粒的形成<sup>[21]</sup>。

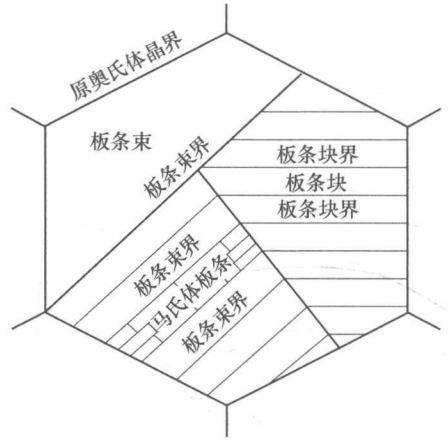


图 1-5 板条马氏体内的组织层次<sup>[19]</sup>

## 1.2 钢材热加工过程中的奥氏体相变及其晶粒细化

### 1.2.1 加热过程中的奥氏体相变

对于碳钢来讲,奥氏体的形成过程符合相变的普遍规律,即形核和长大的方式,然后达到均匀化。不过,碳含量不同的钢,如共析钢、过共析钢、亚共析钢和纯铁等,它们的奥氏体化及均匀化各有特点。

#### 1.2.1.1 加热过程中的奥氏体形核

不同碳含量的碳素钢在平衡条件下的奥氏体相变点可以从铁碳平衡相图中获得。然而现实中商品用钢由于其中大多都含有合金元素,造成实际奥氏体临

界相变点与单纯从铁碳相图中得到的数值存在较大差异；同时，在实际生产实践的连续加热过程中，加热速度相对较快，从而很难使相变保持在一种平衡条件下，也使得实际相变点与理论值之间产生误差，且加热速度越快，误差越大。一直以来，人们为了能根据合金的化学成分预测其临界点，相继建立了一些成分与临界点之间关系的数学模型，一般可以用下列形式表达<sup>[22]</sup>：

$$T_c = \sum A_i X_i + K \quad (1-1)$$

式中， $A_i$  为系数， $^{\circ}\text{C}/\%$ ； $X_i$  为合金元素含量， $\%$ ； $K$  为常数， $^{\circ}\text{C}$ 。通过上述表达式，可以粗略地估计不同成分钢种在实际加热过程中的奥氏体形核开始温度。一般来讲，奥氏体的形核属于非均匀形核过程，对于这一过程中总自由能的变化，可用式 (1-2) 表示<sup>[23]</sup>：

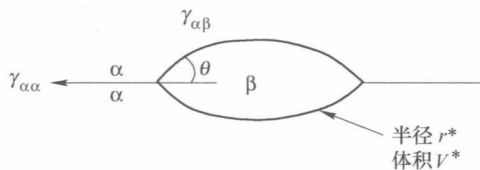
$$\Delta G_{\text{非均匀}} = -V(\Delta G_v - \Delta G_s) + A\gamma - \Delta G_d \quad (1-2)$$

从热力学方面考虑，对于任一系统而言，总自由能越低，系统就越稳定。因而奥氏体的形核要能够使其所在的系统自由能降低，同时也为其自身的形成提供了驱动力。在非均匀形核过程中，形核的位置多数都集中在材料本身的非平衡缺陷处，诸如超额空位、位错、晶粒边界、堆垛层错、夹杂物以及自由表面等。主要原因在于这些缺陷的存在提高了材料的自由能，使材料处于一种相对高能不稳定状态，而晶核的产生使得缺陷消失，从一定程度上释放了部分自由能 ( $\Delta G_d$ )，促使材料向低能稳定态转化。

当晶核在晶界形成时，应该有 3 种情况：(1) 两晶粒交界；(2) 晶棱；(3) 晶粒角隅。D. A. 波特等<sup>[23]</sup>指出，如果完全忽略应变能，最佳的晶核形状应该是使总的界面自由能最低，从而得出结论，一个非共格晶界晶核的最佳形状应该是两个相接的球冠，如图 1-5 所示。

其中，球冠的临界半径与晶界无关，为：

$$r^* = 2\gamma_{\alpha\beta}/\Delta G_v \quad (1-3)$$



而非均匀形核的激活能势垒由下式可得：

$$\Delta G_{\text{非均匀}}^* = \frac{V_{\text{非均匀}}^*}{V_{\text{均匀}}^*} = S(\theta) \quad (1-4)$$

式中,  $S(\theta)$  是一个形状因子, 为:

$$S(\theta) = \frac{1}{2}(2 + \cos\theta)(1 - \cos\theta)^2 \quad (1-5)$$

晶界减小  $\Delta G_{\text{非均匀}}^*$  的能力, 即作为形核位置的潜力取决于  $\cos\theta$ , 也就是取决于  $\gamma_{\alpha\beta}/\gamma_{\alpha\alpha}$  的比例。如果这一比值超过 2, 那么  $\theta = 0$ , 此时便不存在形核障碍。

在晶棱或晶粒角隅上形核, 还可以进一步减小  $V^*$  和  $\Delta G^*$ 。也就是说, 在这些位置形核的潜力更大。从这一点考虑, 如果基体和脱溶物能很好地适应, 形成低能界面 (如半共格界面), 就能够进一步减小  $V^*$  和  $\Delta G^*$ , 那么这种晶核就更容易生成。

在上述提到的其他几种缺陷中, 如夹杂、堆垛层错、自由表面, 均是类似于晶界的方式减小  $\Delta G^*$ 。但是与大角度晶界相比较而言, 由于它们的能量较低, 因而并不是强有力的潜在形核位置。

位错之所以能够成为有利形核点主要是由于其周围存在较高的点阵畸变能, 晶核的形成能够有效地降低应变能而减小  $\Delta G^*$ ; 另外溶质很容易在位错处产生偏聚, 从而造成浓度的梯度, 再加上位错本身能够提供一种良好的扩散通道环境, 对于奥氏体相变这样的扩散性相变, 这种环境能够有效促进原子的扩散, 从而更有利于临界尺寸胚的形成及长大。

空位作为一种普遍存在的缺陷类型, 由于它的存在能够提高扩散速度或者消除错配应变能, 所以理论上讲无论是单个空位还是积聚形成的小的空位团均能够影响形核过程。实际上, 由于空位的  $\Delta G_d$  相当小, 所以只有同时具备低的界面能、小的体积应变能和高驱动力这些条件的前提下才能够帮助形核。

### 1.2.1.2 加热过程中的奥氏体长大

奥氏体形成刚结束时的起始晶粒, 一般很细小但不均匀, 界面弯曲, 晶界面积大, 界面能高而不稳定, 因而必将自发地向减少晶界面积, 降低界面能的方向发展, 其宏观的体现就是晶粒长大过程。晶粒长大受驱动力和晶界



移动阻力两者综合作用的结果所控制<sup>[24]</sup>。对于扩散性相变来讲，奥氏体的长大速度受碳原子的扩散控制<sup>[25]</sup>。可见，晶粒长大的驱动力主要是指碳的浓度梯度。奥氏体晶界的迁移正是晶界两边碳浓度的失衡而引起碳在奥氏体中不断地由高浓度向低浓度扩散的结果。

### 1.2.2 奥氏体晶粒超细化

很显然，形核率与长大速度之比值越大，奥氏体的起始晶粒度就越细小，在起始晶粒形成之后，实际晶粒度则取决于奥氏体晶粒在继续保温或升温过程中的长大倾向。简单地说，为了尽可能获得细化的奥氏体晶粒，就需要最大程度地增加原始组织内部潜在形核点的数量，并且控制奥氏体形成后的长大速度。一直以来，人们围绕奥氏体晶粒细化问题展开了较为深入的研究，并取得了许多卓有成效的成果。Grange<sup>[26]</sup>曾在1965年提出了两种细化奥氏体晶粒的方法：（1）在 $A_{c3}$ 点附近施加大变形，得到完全再结晶组织后快速冷却的所谓“热机械处理工艺”；（2）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”。

对照这两种方法，方法（2）是通过将钢加热至稍高于 $A_{c3}$ 的温度短时保温后淬火的反复执行来细化奥氏体晶粒。虽然该方法工序较多，但是随着循环处理次数的增加，对奥氏体晶粒细化的效果越显著。有研究表明<sup>[27,28]</sup>，通常循环3~4次细化效果最佳，6~7次时细化程度达到最大。一般情况下，利用该方法可将奥氏体晶粒细化至 $3\mu\text{m}$ 左右甚至到亚微米级别，因而为研究超细晶奥氏体的变形以及相变行为的需要，考虑用这种方法获取超细奥氏体晶粒未尝不是一个有效的途径；而相比之下，方法（1）的最大优点是其实际应用性更强，工艺简单，易于操作。对于这一方法，增大再结晶形核区密度和形核驱动力十分重要。由于再结晶形核区多为形变不均匀区域，如晶界、晶内形变带以及夹杂物等第二相附近区域，因而通常初期晶粒尺寸越小，变形程度越大，再结晶晶粒就越小。

## 1.3 奥氏体/铁素体相变过程的组织控制

### 1.3.1 奥氏体晶粒尺寸对相变铁素体的影响

奥氏体过冷至 $A_3$ 温度后，铁素体相变形核首先在晶界处发生，此后的相

变主要受碳原子的扩散控制。当冷却速率一定时,相变后铁素体直径与原奥氏体晶粒直径之比( $d_{\alpha}/d_{\gamma}$ )与原始奥氏体晶粒尺寸有关。对于较粗大的奥氏体晶粒,如 ASTM 晶粒级别在 3~5 级(晶粒直径为 111~55.3 $\mu\text{m}$ )时, $d_{\alpha}/d_{\gamma}\approx 0.3$ ;而对于细小的奥氏体晶粒,如 ASTM 晶粒级别在 8~10 级(晶粒直径为 19.6~9.8 $\mu\text{m}$ )时, $d_{\alpha}/d_{\gamma}\approx 0.7$ <sup>[29]</sup>。迄今为止,多数研究得到的最细的热变形奥氏体晶粒尺寸大约为 10 级,因而认为未变形奥氏体相变得到的铁素体晶粒的细化存在一极限值<sup>[30]</sup>,当奥氏体晶粒尺寸达到 11 级时,会约等于极限值 1。我们在前期研究中发现<sup>[31]</sup>,晶粒尺寸在 1~2 $\mu\text{m}$  的超细晶奥氏体在一般连续冷却条件下得到的铁素体晶粒直径将会接近甚至超过原奥氏体晶粒,即出现  $d_{\alpha}/d_{\gamma} > 1$  的情况。

另外,也有文献提到<sup>[32]</sup>,奥氏体晶粒的细化能够在一定程度上提高  $A_{c3}$  点,所以在冷速一定的条件下,细化奥氏体晶粒能够使先共析铁素体的数量增加;同时奥氏体晶粒尺寸的减小必然使得奥氏体晶界所占的体积分数大大增加,也就使得铁素体形核的有利位置大大增加,提高了单位体积内铁素体的形核密度,必然有利于获得相变后细化的铁素体组织,这一点已为多数研究所证实。然而,随着奥氏体晶粒的进一步细化,如在我们研究中所获得的 1~2 $\mu\text{m}$  的超细晶奥氏体,甚至当奥氏体进一步细化至亚微米水平时,较为系统地研究奥氏体 $\rightarrow$ 铁素体相变行为的报道还很少见。但是,伴随着奥氏体晶粒超细化的实现,其相变前以及相变过程中可能同时存在其长大行为,因此必须考虑对其后续的相变过程进行有效的控制,从而使奥氏体晶粒的细化在最大程度上获得细化相变后铁素体晶粒的效果,也就有必要对相变过程中的冷却路径以及变形方式等因素加以有效的控制,这两点将在后面两节中分别阐述。

### 1.3.2 形变在铁素体相变过程中的作用

实际的相变行为往往同时伴随着形变过程,而变形对奥氏体 $\rightarrow$ 铁素体相变的热力学、动力学过程均具有强烈的影响,因而国内外冶金界在此相变的理论问题上开展了大量的研究工作<sup>[33~36]</sup>。

相变前奥氏体状态通常分为再结晶与未再结晶两种,奥氏体在再结晶区

的变形的主要作用是利用再结晶机制细化奥氏体晶粒，由于相变前奥氏体晶粒的细化能够有效地影响后期的相变过程，使得相变后的组织同样得到细化<sup>[37,38]</sup>，因此奥氏体再结晶区变形对细化铁素体的贡献主要是通过奥氏体的细化来实现的。

奥氏体未再结晶区的变形对相变的影响较为复杂。总体来讲，未再结晶区变形使奥氏体晶粒被拉长，晶界面积增大；变形将奥氏体晶粒边界处的退火孪晶激活成铁素体形核地点；在变形奥氏体中形成变形带，而这形变带也可以作为铁素体的形核部位<sup>[39]</sup>。此外，变形对相变的加速作用还由于奥氏体晶界会发生应变集中，从而提高了晶界上铁素体的形核率。低温奥氏体区变形对相变的影响往往首先体现在对  $A_{3s}$  温度的影响上。通常随着变形量的增加， $A_{3s}$  温度升高，随着变形量的增大或者变形温度的降低，便发生所谓“应变诱导相变”，也有报道称之“变形诱导相变”和“应变诱导动态相变”。尽管上述名称各异，但其实质相同：相变均发生在变形过程而不是变形后的冷却过程，且都能获得超细铁素体晶粒。考虑到引起相变的本质是变形导致的自由能升高和形核地点的增多，因而除了应变之外，影响变形储能的各个变形因素（如应变速率、温度、变形方式等）均会影响相变过程。

当变形处于  $(\gamma + \alpha)$  两相区时，除了能够进一步促进剩余  $\gamma \rightarrow \alpha$  相变之外，还在一定程度上使得先共析铁素体内部由于变形而生成亚晶，所以此时施加变形可综合利用位错强化以及细晶强化的效果实现钢铁材料强韧化的目的。如果在  $\gamma \rightarrow \alpha$  相变结束后施加变形，即在单相铁素体区变形，由于铁素体的堆垛层错能较高，很容易在变形过程中回复而不易发生再结晶，但是随后一系列的研究表明，在合适的应变速率及变形温度下，当应变量达到一定的临界值以后，铁素体的再结晶行为也可以发生，且这一过程与 Zener-Hollomon 参数密切相关<sup>[40]</sup>。杨王玥等人<sup>[41]</sup>研究了低碳钢在应变速率  $(10 \sim 5) \times 10^{-4}$  以及变形温度在  $550 \sim 700^\circ\text{C}$  的范围内铁素体的组织演变后发现：随着  $Z$  值的增加，铁素体逐渐由不连续动态再结晶转变至连续动态再结晶，且对应于该过渡状态的  $Z$  值约为  $1 \times 10^{16} \text{s}^{-1}$ ；同时高  $Z$  值所对应的再结晶后铁素体的稳态晶粒尺寸较小。另外，Narayana Murty 等<sup>[42]</sup>利用超低碳钢在  $450 \sim 550^\circ\text{C}$  温度范围内，应变速率为  $0.01 \text{s}^{-1}$  变形时同样获得了再结晶铁素体的



直接证据。

可见,形变在相变过程中的作用是不容忽视的。但是,我们始终会有一个疑问,那就是上述提及的变形无论是在奥氏体再结晶区还是未再结晶区(高温),抑或是在两相区和单相铁素体区(低温区),通常需要一种应变累积的过程,而这一过程的发生往往建立在前期晶粒相对较为粗大的基础之上,变形协调机制为位错的滑移或攀移,但如果从初始的奥氏体晶粒开始其尺寸就实现超细化,随后的变形不再通过位错运动协调时,其对相变又该产生怎样的影响呢?因为通常随着晶粒尺寸的减小,晶粒内部位错累积能力减弱,尤其对于奥氏体晶粒的变形往往处于较高的温度( $T > T_m/2$ ),此时晶界行为(如晶界滑动,晶粒转动等)在协调变形中所起到的作用可能将不容忽视,而有关这方面的研究至今还不多见,更多文献涉及的是面心立方结构的高温合金以及部分有色合金<sup>[43~46]</sup>,真正针对超细晶奥氏体的变形及相变的很少。在有关细晶钛合金、Al-Mg-Mn-Cu合金以及纳米晶镍的研究中指出,细晶材料在高温变形时具有超塑性且晶界滑动在变形过程中扮演了重要的角色,并且同时伴随有晶粒长大现象的发生。鉴于此,为了能够有效利用超细化的奥氏体,在结合变形的条件下最大程度实现相变后铁素体等组织的细化,对超细晶奥氏体的控制则显得至关重要。对这方面的研究也就具有重要理论意义以及良好的实际应用价值。

### 1.3.3 冷却方式控制对铁素体相变的影响

随着新一代钢铁材料的发展,生产技术已经逐步从传统的控制轧制过渡至新型控轧控冷,其中控制冷却策略的改进成为钢铁材料产品升级换代的有效途径。不同的冷却方式的控制将会对终态组织产生显著的影响。

冷却速度增加,铁素体相变开始温度逐渐降低,同时过冷度增加能够激发更多潜在的形核点,从而达到细化铁素体的目的,曾有研究指出,当过冷度足够大时,有可能直接在原奥氏体晶粒内部缺陷处激发形核,而现代超快冷技术(冷却速度可高达 $400^{\circ}\text{C}/\text{s}$ )的发展使得这一形核方式成为可能。当然,除了控制冷却速度之外,冷却路径的控制也至关重要。图1-6为几种热轧后的在线冷却方法<sup>[47]</sup>。这些冷却过程最大的差别在于冷却速率和强制冷却温度不同。直接淬火通常是为了获得贝氏体和马氏体等低温相

变产物，而间断式直接淬火或加速冷却则是强制冷却在某一温度终止，不同的是间断式加速冷却的终止温度随冷却速度、钢的淬硬性和轧制条件有较大变化，而间断式直接淬火的终冷温度必须低于马氏体或贝氏体转变温度。

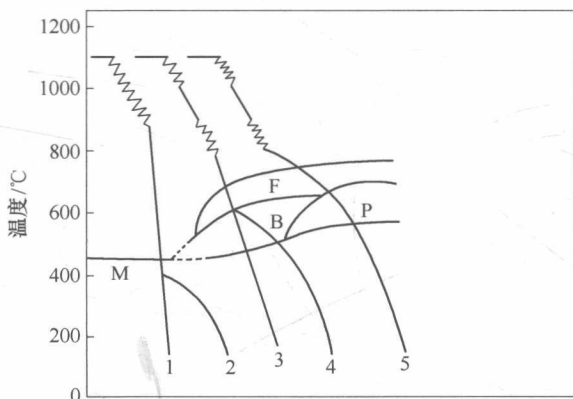


图 1-6 几种热轧后的在线冷却方法

1—直接淬火；2—间断式直接淬火；3—连续加速冷却；4—间断式加速冷却；5—控制轧制

## 1.4 利用轧制变形和相变进行钢材组织纳米化的技术路线

最近几年，通过快速相变及轧制变形技术获得纳米晶块体钢材的研究获得了引人注目的进展<sup>[4,48,49]</sup>。主要包括两个方面：奥氏体被细化至小于 $2 \sim 3 \mu\text{m}$ ，奥氏体的分解过程受冷却过程中的大变形控制。RTRP 方法的优势在于不需要大的塑性变形能和特殊工艺制度，而且纳米晶钢的组织性能可通过冷却过程奥氏体的相变进行控制。

Yokota 等<sup>[50]</sup>分析了利用相变制备纳米晶组织的可能性。理论分析表明通过提高相变驱动力，合理晶粒尺寸的奥氏体可以转变成小于 $100\text{nm}$ 的铁素体组织。然而，如此大的驱动力很难实现，但是如果奥氏体晶粒细化至纳米尺度，在一定过冷度下铁素体可能会细化至纳米结构。

杜等<sup>[51]</sup>对含 Nb 钢进行了热模拟理论研究。通过温变形及循环淬火使奥氏体晶粒尺寸细化至 $1 \sim 2 \mu\text{m}$ 。图 1-7 为超细奥氏体晶粒经不同方式从 $900^\circ\text{C}$ 冷却至室温的 OM 显微组织，在连续冷却条件下，超细奥氏体会相变成接近

或略大于原始奥氏体晶粒尺寸的铁素体（图 1-7a），但如果在  $A_{c3}$  温度以下施加大变形，可以获得均匀等轴的亚微米铁素体晶粒（图 1-7b）。

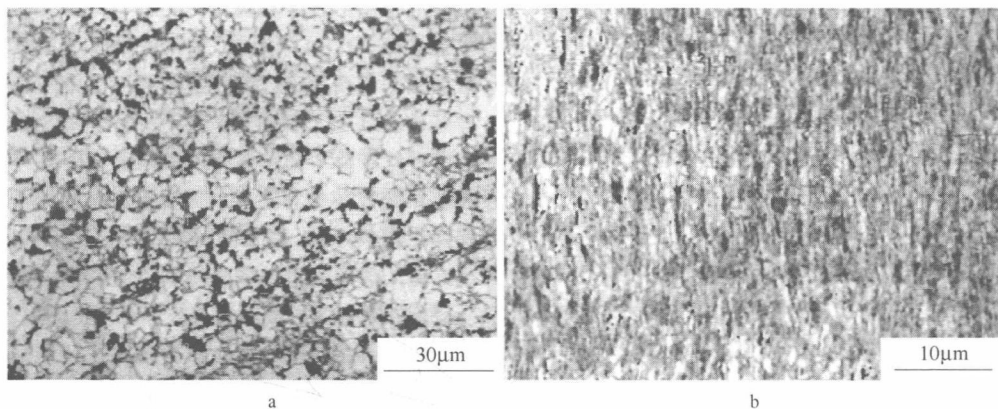


图 1-7 超细奥氏体晶粒经不同方式从 900℃ 冷却至室温的 OM 显微组织  
a—冷速为 10℃/s，铁素体和珠光体；b—冷却到 700℃ 随后进行 75% 的变形，空冷至室温

图 1-8 为 3 次循环淬火试样 700℃ 变形 75% 后空冷至室温的 TEM 显微组织及对应的 SADP，表明超细晶组织含有大量的高角度晶界。

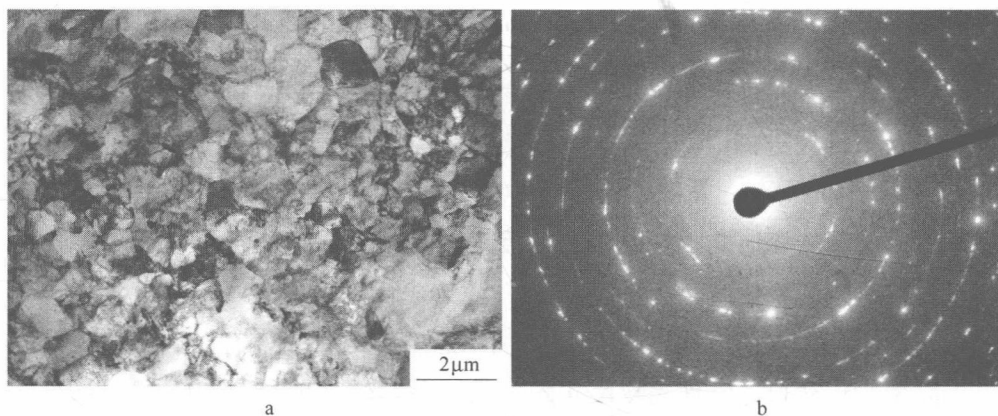


图 1-8 3 次循环淬火试样 700℃ 变形 75% 后空冷至室温的 TEM 显微组织 (a)  
及对应的 SADP (b)

利用 RTRP 进行组织控制过程中还需系统研究的 3 个方面的理论为：

(1) 超细晶奥氏体的变形行为。钢中经常被研究的奥氏体晶粒的变形行

为均局限于大于  $10\mu\text{m}$ ，总结出加工硬化、动态回复及再结晶等 3 个典型机制<sup>[52~55]</sup>，然而当奥氏体晶粒尺寸降低至  $10\mu\text{m}$  以下时，奥氏体晶界密度显著增加，因此变形机制可能有所不同。Yao 等<sup>[48]</sup>对超细晶奥氏体的变形行为做了系统的研究，图 1-9 为超细晶奥氏体的 OM 组织及变形行为，首先通过循环淬火工艺制备出  $1\sim 3\mu\text{m}$  的超细奥氏体晶粒（图 1-9a），继而在  $900^\circ\text{C}$  施加应变速率为  $10\text{s}^{-1}$  的单道次压缩变形，在此低温快速应变条件下动态再结晶难以发生，因此软化现象的发生主要取决于晶界滑动（图 1-9b）。而且部分奥氏体晶粒在变形后仍呈等轴形态，表明在高速变形过程中发生了晶界滑动及晶粒扭转。

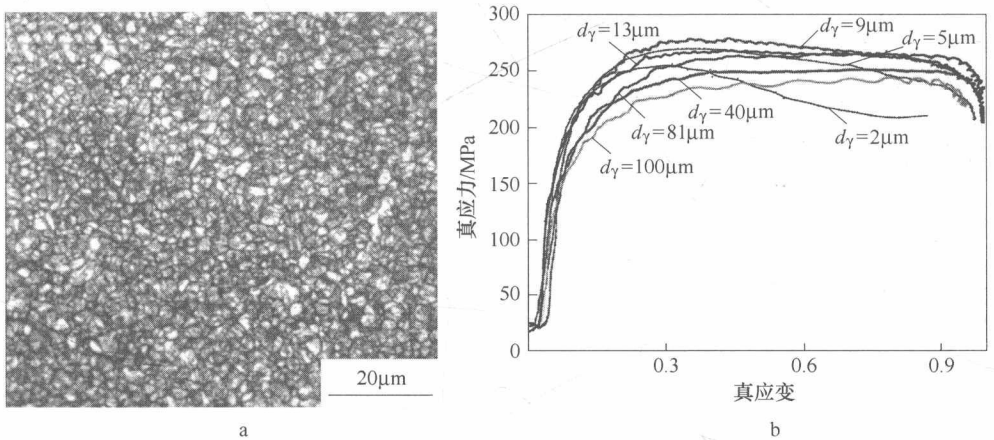


图 1-9 超细晶奥氏体的 OM 组织及变形行为

(2) 超细晶奥氏体的稳定性。控制奥氏体晶粒尺寸影响其分解行为，最终决定钢材的组织性能，因此完成奥氏体晶粒的超细化后，研究超细奥氏体的生长动力学及热力学机制尤为重要，Du 等<sup>[56]</sup>通过热模拟实验研究了超细奥氏体晶粒的等温生长动力学，结果表明，在  $1000^\circ\text{C}$  以下，Nb-V-Ti 钢中超细奥氏体晶粒具有较强的热稳定性，但是晶粒的粗化速率随着应变能的提高而显著增大，所以为了更好地利用细晶奥氏体对冷却相变的作用，通过晶界滑动及晶粒扭转抑制奥氏体晶粒粗化显得十分重要。

(3) 加热过程中铁素体变形对奥氏体相变的影响。绝大多数奥氏体晶粒细化的方式均为循环热处理，例如反复再加热及淬火<sup>[57]</sup>，然而降低了工业化

生产效率,最近, Yao 等<sup>[58]</sup>对简化细晶奥氏体制备技术做了系统的工作,研究不同变形温度下的奥氏体晶粒尺寸,发现在 800℃ 以应变速率  $0.1\text{s}^{-1}$  施加 0.8 应变时,奥氏体晶粒显著细化至亚微米尺度,并随着应变速率提高至  $1\text{s}^{-1}$  而进一步细化。而且,形变储能及弥散球化的珠光体对奥氏体再加热过程相变行为(形核率及形核点)具有显著的影响,因此形变热处理过程应相应地优化原始组织特征。



## 2 结构钢奥氏体晶粒超细化及其稳定性

### 2.1 低碳结构钢的奥氏体晶粒超细化

原始奥氏体晶粒的特征直接关系到冷却过程中的分解特征，进而影响相变后的组织及其性能，因此在利用奥氏体冷却过程相变细化终态组织的工艺中对奥氏体晶粒的控制就显得十分关键。通常原始奥氏体晶粒尺寸越小，相同的冷却相变条件下所获得的最终组织越细。但考虑到实际轧制生产的工艺特点，大多数研究工作所采用的奥氏体晶粒一般在几十微米左右。对于将奥氏体晶粒细化至  $1\mu\text{m}$  左右甚至亚微米级别后研究其冷却过程中的相变行为，至今还未见报道。

细化奥氏体晶粒的方法已有大量的文献报道，而且多种较为成熟的细化奥氏体晶粒的热处理工艺已经获得应用，早在 20 世纪 80 年代初期人们就利用变形和加热方式的控制将合金钢奥氏体晶粒细化到接近  $0.1\sim 0.3\mu\text{m}$ 。近年来，日本的研究者将中碳低合金钢的奥氏体晶粒细化到  $3\mu\text{m}$  以下，以此来改善钢的延迟断裂性能。因此，对于结构钢来说，利用加热过程奥氏体的形成理论，通过变形方式和加热方式的合理配合，将奥氏体细化到亚微米级在理论上是可能的。

基于上述考虑，本章主要阐述了两种成分的低碳结构钢，在不同原始组织以及加热和变形方式条件下对最终奥氏体晶粒的影响。目的在于探索实现一种能够有效获得超细晶乃至亚微米晶奥氏体的合理工艺方法，为后续的进一步实验研究确立前提条件。

#### 2.1.1 实验材料及方法

##### 2.1.1.1 实验材料

实验材料选用两种不同成分的低碳钢，其化学成分示于表 2-1。其中 A 钢