

短时退火对纳米层片结构低碳钢加工硬化的影响

程庆顺^{1,2,3}, 韩培德¹, 武晓雷^{2,3}

- (1. 太原理工大学 材料科学与工程学院, 山西 太原 030024;
2. 中国科学院力学研究所 非线性力学国家重点实验室, 北京 100190;
3. 中国科学院大学 工程科学学院, 北京 100049)

摘要:通过准静态拉伸测试、显微硬度测试研究短时退火对含碳量为0.10% (质量分数)的纳米层片结构低碳钢加工硬化的影响,利用扫描电镜观察微观结构和断口形貌。结果表明:短时退火处理使轧制态10号钢试样软硬微区组织不均匀性增加,增强了加工硬化能力。随着退火温度升高,晶粒长大,层片结构不明显,导致加工硬化能力减弱。

关键词:低碳钢;退火;力学性能;加工硬化;微观组织

中图分类号: TG142.1 **文献标志码:** A **文章编号:** 0254-6051(2018)02-0182-05

Effect of short-time annealing on work hardening of low carbon steel with nano lamellar structure

Cheng Qingshun^{1,2,3}, Han Peide¹, Wu Xiaolei^{2,3}

- (1. School of Material Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan Shanxi 030024, China;
2. The State Key Laboratory of Nonlinear Mechanics, Institute of Mechanics, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100190, China;
3. School of Engineering and Science, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

Abstract: Effect of short-time annealing on work hardening of low carbon steel with 0.10% C (mass fraction) and a nano lamellar structure was studied by quasi-static tensile test and microhardness test, and the microstructure and fracture surface were observed by SEM. The results show that the inhomogeneity of the soft and hard microstructure zones of rolled steel sample is increased by short-time annealing treatment, and the work hardening ability is enhanced. With the increase of annealing temperature, the grain size increases and the lamellar structure are not obvious, which leads to the weakening of the work hardening ability.

Keywords: low carbon steel; annealing; mechanical properties; work hardening; microstructure

研究发现低碳钢退火组织主要为铁素体和少量珠光体,其强度和硬度较低,塑性和韧性较好^[1]。低碳

钢主要含 Fe 及少量 C 元素,还含有 Si、Mn 等合金元素,有增加强度和脱氧作用^[2]。在高温时仍有较好力学性能,一般使用温度极限小于 650 °C,经济适用性好。研究工作侧重于低碳钢力学性能的增强工艺上,主要成形工艺有剧烈塑性变形 (SPD)、等通道角挤压 (ECAP)^[3]、累积叠轧 (ARB)、表面机械碾压 (SMAT)^[4]。这些都能有效提高强度,但工艺复杂、综合性价比不高,增加塑性的加工硬化能力不足。目前

收稿日期:2017-07-15

基金项目:国家自然科学基金(11572328;11072243)

作者简介:程庆顺(1990—),男,硕士研究生,主要从事金属材料微观变形机理研究,E-mail:chengqingshun@lm.imech.ac.cn。通讯作者:韩培德,教授,博士,E-mail:hanpeide@126.com

DOI:10.13251/j.issn.0254-6051.2018.02.035

Gao Diankui, Shen Dejiu, Wang Yulin. Thickness of micro-arc oxidized ceramic layer on hot dip aluminized carbon steel [J]. Materials Protection, 2001, 34(3): 26-27.

[13] Karpushenkov S A, Shchukin G L, Belanovich A L, et al. Plasma electrolytic ceramic-like aluminum oxide coatings on iron [J]. Journal of Applied Electrochemistry, 2010, 40: 365-374.

[14] Di S C, Pan M Q. Micro-arc oxidation treatment on surface of steel: CNP 200510010012. 3 [P]. 2005-05-23.

[15] 卜海涛,姜兆华,姚忠平. 工艺参数对 Q235 钢微弧氧化膜层厚度及粗糙度的研究 [J]. 金属热处理, 2015, 40(5): 107-112.

Bu Haitao, Jiang Zhaohua, Yao Zhongping. Effect of process parameters on thickness and roughness of micro-arc oxidation ceramic

coating of Q235 steel [J]. Heat Treatment of Metals, 2015, 40(5): 107-112.

[16] 杨文斌,肖乾,梁军,等. 钢铁表面微弧氧化膜的制备及摩擦磨损性能研究 [J]. 摩擦学学报, 2015, 35(3): 328-334.

Yang Wenbin, Xiao Qian, Liang Jun, et al. Preparation and tribological properties of plasma electrolytic oxidation coatings on carbon steel [J]. Tribology, 2015, 35(3): 328-334.

[17] 严为刚,蒋百灵,李洪涛,等. 阴极环境下微弧氧化陶瓷层的剥离 [J]. 热加工工艺, 2017(10): 158-161.

Yan Weigang, Jiang Bailing, Li Hongtao, et al. Exfoliation of ceramic layers formed by micro-arc oxidation under cathode environment [J]. Hot Working Technology, 2017(10): 158-161.

对于加工硬化的原因, Valiev 等^[3]用晶粒细化、位错塞积理论解释加工硬化行为。Fang 等^[4]提到 Cu 棒表层纳米晶与心部粗晶在拉伸时变形不协调而产生应变分配,使硬化能力增强。Li 等^[5]发现利用异步轧制技术制备的纳米晶 Ti 低温退火后位错密度减少及晶界附近位错有序性降低都会促进变形过程中的晶界滑移,从而使得塑性有所增加。这些制备技术都能获得纳米层片结构,研究者往往只将纳米层片结构特征理解为结构尺寸细化而使强度提高。2015 年 Wu 等^[6]通过异步轧制得到纳米层片结构纯钛,通过低温短时退火处理形成了软-硬微区组织。加卸载迟滞环的包辛格效应明显^[7],存在背应力硬化,有效提高了材料强度和塑性。对于低碳钢,能否同样从纳米层片结构角度研究其对加工硬化的贡献,能否引入软硬微区导致的背应力来解释层片结构应变硬化机理?带着这些问题,本文选择以简单及性价比极高的 10 钢材料为模型,选择成本极低的冷轧(Cold rolling)工艺得到纳米层片结构。通过准静态拉伸测试、硬度测试、SEM 微观结构和断口观察研究热处理对纳米层片结构加工硬化的影响,研究层片结构低碳钢的软硬微区演化,探究微观结构设计与其力学性能关系,继而有助于提出适用大部分结构材料的经济性强化工艺。

1 试验材料及方法

采用 10 钢为试验材料,化学成分(质量分数,%)为 0.10C、0.18Si、0.42Mn、0.002P、0.001S、0.11Cr、0.16Ni,余量 Fe。所有材料选自同一块 4.35 mm 厚板材,轧制压下量为 77%,冷加工轧制成 1 mm 厚度板材。然后选取试样进行 400、500、550 及 600 °C 保温 10 min,920 °C 保温 30 min(完全再结晶)的退火热处理,以得到不同组织结构的试样。

先使用线切割设备将热处理试样切割成狗骨状的准静态拉伸试样,拉伸试样如图 1。再依次用 100、300、600、1000 以及 1500 号砂纸磨光试样表面及侧面平行段。采用 MTS-793 拉伸试验机以 $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的应变速率对试样进行准静态拉伸测试,拉伸方向平行于板材的冷轧方向。EBSD 样品制备流程为:依次用 100、300、600、1000 以及 1500 号砂纸磨光试样侧面并用 0.25 μm 粒度金刚石抛光液进行机械抛光,接着用丙酮清洗试样,然后使用 5 mL HClO₄ + 95 mL CH₃COOH 腐蚀液电解抛光。电解抛光工艺为:加入液氮保持温度为 -20 °C,电压 30 V,电流 0.25 A,电解时间 20 ~ 25 s。抛光试样在 ARS900 型显微硬度仪上测试拉伸前后的显微硬度,硬度取点间隔 0.036 mm,面积为 0.72 mm × 0.72 mm 的矩阵,共计 400 个点。

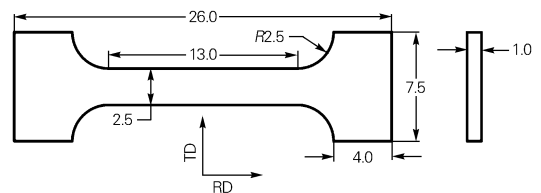


图 1 拉伸试样尺寸
Fig. 1 Size of tensile tested sample

2 试验结果与讨论

2.1 力学性能

2.1.1 拉伸性能及应变硬化

图 2 为不同温度退火处理试样的拉伸试验结果。图 2(a) 为经过不同温度退火处理的试验钢准静态拉伸的真应力-真应变曲线。与 920 °C 保温 30 min 粗晶态试样不同,400 °C 保温 10 min 试样的屈服强度明显提高,达到 814.2 MPa。与原始冷轧态相比,其均匀拉伸塑性大于 5%。退火温度升高,强度降低塑性升高,

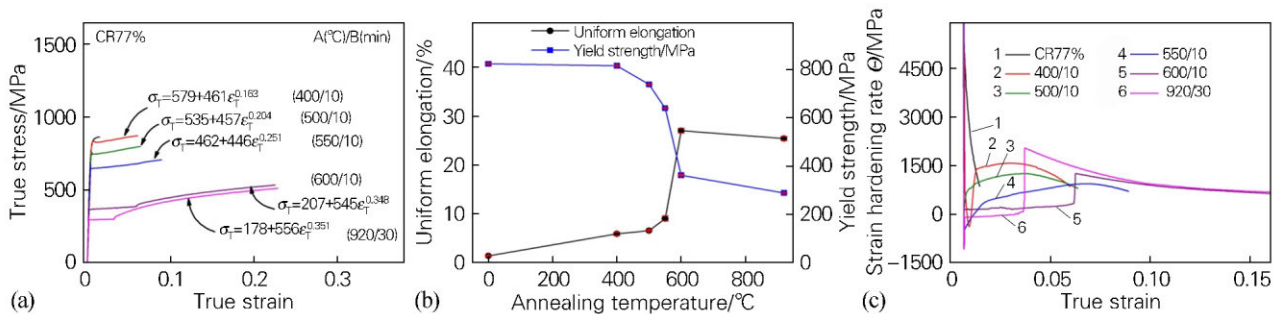


图 2 试验钢准静态拉伸曲线

(a) 真应力-真应变曲线; (b) 屈服强度与均匀伸长率随退火温度变化曲线; (c) 应变硬化率-真应变曲线

Fig. 2 Quasi-static tensile curves of the tested steel

(a) true stress-true strain curves; (b) curves of yield strength and uniform elongation with annealing temperature; (c) strain hardening rate ($\Theta = d\sigma/d\varepsilon$) vs true strain

宏观变形行为发生改变,在 600 °C 时出现了吕德斯带^[8]。并且用公式 $\sigma = \sigma_0 + k\varepsilon^n$ 拟合了塑性段的真应力-真应变曲线, σ 为真应力, σ_0 为常量, k 为常数, ε 为真应变, 得到试样的加工硬化指数 n 。随温度升高, 试样的加工硬化指数升高, 说明材料的均匀变形能力增强^[9]。

图 2 (b) 表明试样退火温度在 400 °C 以下时, 屈服强度高于 810 MPa, 均匀伸长率增加到 5.9 %。退火温度在 400 ~ 600 °C 时, 屈服强度和均匀伸长率变化剧烈, 表明加工硬化能力变化显著, 有助于研究不同微结构的硬化机理。在 600 °C 时强度和伸长率分别达到 362 MPa 和 25.2%。退火温度在 600 °C 以上时, 屈服强度和均匀伸长率变化平缓。

进一步的变形行为分析发现, 如图 2 (c) 给出不同退火温度试样对应的应变硬化率随真应变增加而演化的曲线, 当退火处理温度 < 600 °C 时, 试样连续屈服使应变硬化率降低, 然后瞬态硬化使应变硬化率急剧增加, 继续变形时加工硬化使应变硬化率平稳增加, 之后颈缩降低直至试样断裂。宏观变形为: 屈服峰 + 瞬态硬化 + 加工硬化 + 颈缩; 当热处理温度 > 600 °C 时, 试样连续屈服使应变硬化率降低, 然后被柯氏气团钉

扎的位错在外加载作用下滑移使应变硬化率出现平台, 继续变形时加工硬化使应变硬化率平稳增加, 之后颈缩降低直至试样断裂^[3-9]。宏观变形为: 屈服峰 + 吕德斯带 + 瞬态硬化 + 加工硬化 + 颈缩。图 2 (c) 意味着, 不同组织结构试样的变形行为发生改变, 应变硬化发生改变。为此, 需要对应变硬化机制开展科学研究, 同时探究材料显微硬度及微观组织结构演化。

2.1.2 显微硬度

退火温度 400 °C 保温 10 min 试样在准静态拉伸过程中, 产生约 5.9% 的均匀拉伸应变。对于退火试样的组织结构在拉伸过程中的应变硬化行为, Pan 等^[10] 借助纳米压痕测试来描述材料的硬化与软化行为, 通常也利用显微硬度测试来阐释^[5-9]。图 3 为拉伸前后的试样表面显微硬度分布和显微硬度的平均值。RD 为平行于拉伸方向, TD 为垂直于拉伸方向, 三维硬度是试样表面区域上硬度云图的立体展现, 二维硬度是试样表面区域上硬度云图的平面展现。图 3 (a) 和 (b) 表明在样品拉伸前后表面各处硬度存在较大差别, 硬度不均匀分布, 类似于软-硬微区存在。符合 Wu 等^[6] 在商业纯钛的变形行为研究中提

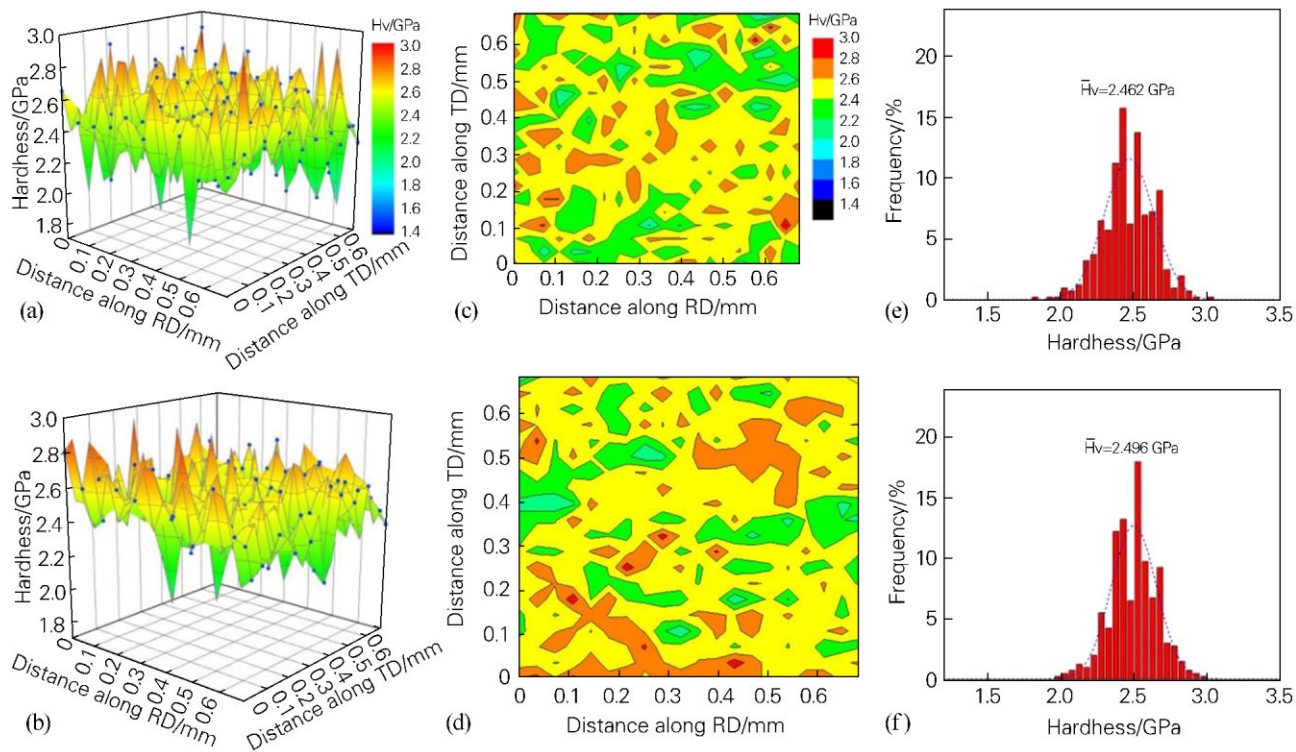


图 3 400 °C 退火 10 min 试样拉伸前 (a, c, e) 后 (b, d, f) 的显微硬度 (a, b) 三维硬度分布; (c, d) 二维硬度分布; (e, f) 硬度分布统计

Fig. 3 Micro-hardness of samples annealed at 400 °C for 10 min before (a, c, e) and after (b, d, f) tensile test (a, b) 3D hardness distribution; (c, d) 2D hardness distribution; (e, f) statistics of hardness distribution

到,硬度差别明显的层片结构材料的背应力作用显著,应变硬化机制包含背应力硬化的理论^[11]。而且二维平面上的硬度云图直观反映试样表面硬度区域性分布,如图3(c)和(d),拉伸变形后硬度云图颜色变深。图3(c)表示拉伸前平均硬度为2.462 GPa,拉伸后平均硬度为2.496 GPa,如图3(d)。拉伸变形后硬度增加,且拉伸变形后硬度分布峰宽比拉伸前较窄,说明软-硬微区整体变硬,拉伸过程中产生了应变硬化,符合背应力硬化机制。显微硬度测试有助于从硬度不均匀分布角度理解材料存在背应力硬化,有助于以后利用有限元软件分析模拟应变硬化过程,完善背应力硬化理论。

2.2 微观结构

为了研究背应力硬化的微观结构,可通过背散射衍射试验来表征^[13-15]。图4为热处理试样EBSD(Electron back scattering diffraction)图,不同颜色表示晶粒取向不同。从图4(a)看出400℃保温10 min试样有晶粒尺寸和取向差异明显的软-硬微区层片结构。与图4(a)相比,400℃保温10 min试样拉伸变形后晶粒变细小,晶粒在拉伸时沿着外加载荷方向拉长,晶面取向趋于(110),见图4(b)。晶粒尺寸一部分小于1 μm,晶粒细化明显,其余部分晶粒尺寸为1~3 μm,且织构几乎平行于冷轧方向。从图4(c)看,500℃保温10 min试样相比400℃保温10 min试样晶粒长大,部分晶粒尺寸为2~7 μm,晶粒数量减少,小于2 μm细晶粒比例较少。由图4(d)可知600℃

保温10 min试样的晶粒长大更明显,大部分晶粒尺寸为5~10 μm,几乎为等轴状的粗晶,晶粒数量更少,只有晶界处有小于2 μm的细晶粒。同时,反映晶粒取向角的颜色更深表示晶粒取向差变大,晶粒内部和晶粒间的取向差颜色差异明显,晶粒尺寸差异大,都表明存在软-硬微区结构。只是随退火温度上升,软-硬微区结构不太显著。如图4(e~g),统计的KAM(Kernel average misorientation)相对含量在拉伸后增加,表示变形更严重,塑性应变不均匀性越大^[12],几何必需位错密度相应更高^[13-14],加工硬化能力更强,同时表明背应力硬化明显^[15],软硬微区层片结构能获得优异的材料强度与塑性。

2.3 断口形貌观察

图5为拉伸变形后的断口形貌,图5(a)表明400℃保温10 min试样断裂时有剪切唇和二次裂纹出现,有尺寸不同的韧窝存在。500℃和600℃保温10 min试样断口观察显示退火温度升高后试样断口仍呈现出韧窝形貌^[16],但韧窝尺寸更趋向同等大小,达到4~8 μm尺度(见图5(b,c))。退火温度为600℃时材料在屈服后有摆脱柯氏气团钉扎的吕德斯带出现,宏观变形发生改变(见图5(d)),但仍是韧窝断裂。图5表明材料是韧性断裂机制,裂纹萌生后并没有迅速塑性失稳,断裂力学性能较好^[17]。退火温度不同,宏观变形发生转变,但拉伸断口形貌都是不同大小的韧窝,属韧性断裂。

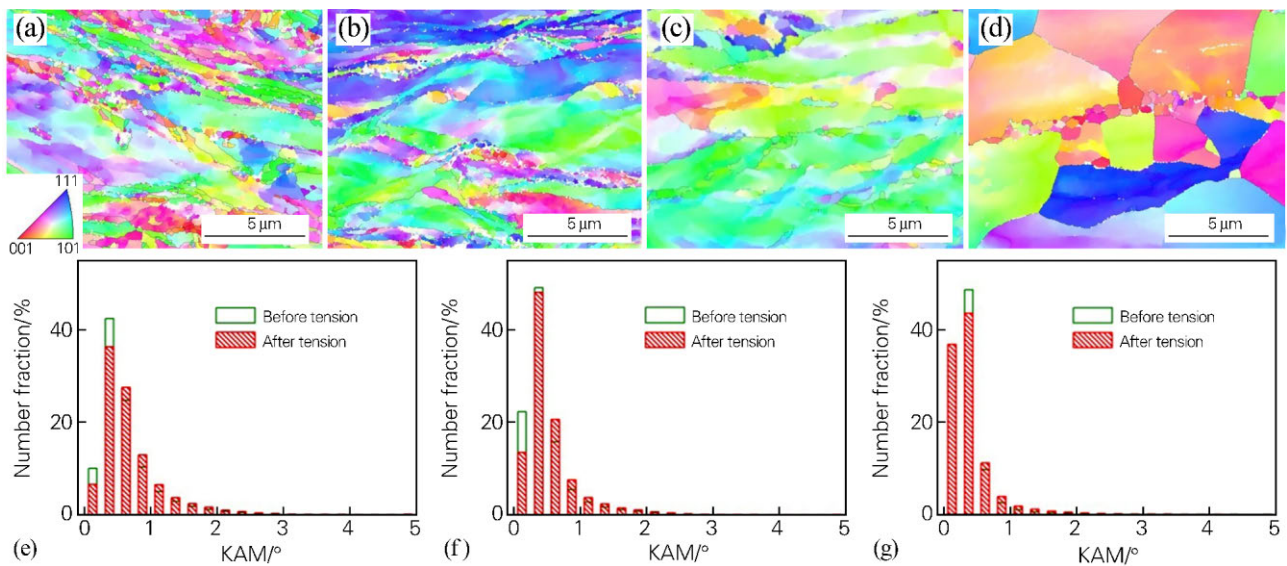


图4 不同温度退火10 min试样的EBSD图(a~d)及KAM统计(e~g)

(a) 400℃, 拉伸前; (b) 400℃, 拉伸后; (c) 500℃, 拉伸前; (d) 600℃, 拉伸前; (e) 400℃; (f) 500℃; (g) 600℃

Fig. 4 EBSD maps (a-d) and KAM statistics (e-g) of samples annealed at different temperatures for 10 min

(a) 400℃, before tensile test; (b) 400℃, after tensile test; (c) 500℃, before tensile test;

(d) 600℃, before tensile test; (e) 400℃; (f) 500℃; (g) 600℃

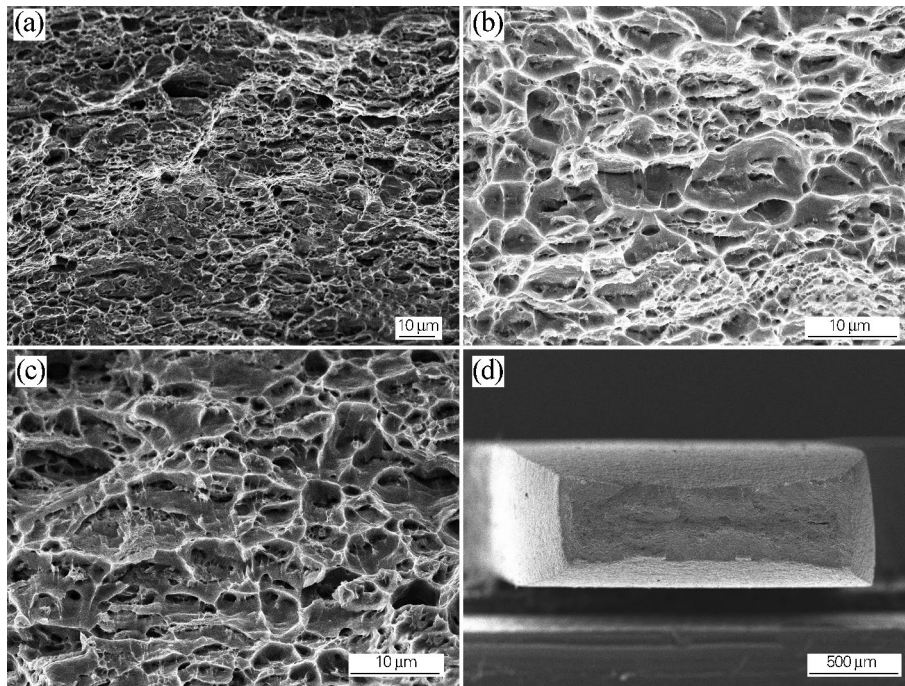


图 5 不同温度退火试样拉伸断口形貌

Fig. 5 Tensile fracture morphologies of samples annealed at different temperatures

(a) 400 °C; (b) 500 °C; (c,d) 600 °C

3 结论

1) 短时退火处理使 10 钢冷轧板拉伸时加工硬化能力增强,力学性能改善。

2) 随着退火温度升高,加工硬化行为发生改变,在 400 °C 时有瞬态硬化,在 600 °C 时出现吕德斯带现象;层片结构材料软-硬微区差异和分布不均匀性越大,加工硬化能力越强。

参考文献:

- [1] Okitsu Y, Takata N, Tsuji N. Mechanical properties of ultrafine grained ferritic steel sheets fabricated by rolling and annealing of duplex microstructure [J]. *Journal of Materials Science*, 2008, 43(23/24): 7391-7396.
- [2] 张学辉, 王建国. 合金元素对低碳钢力学性能的影响 [J]. *工业 A*, 2016, 25(6): 237.
Zhang Xuehui, Wang Jianguo. Effect of alloying elements on mechanical properties of low carbon steel [J]. *Industry A*, 2016, 25(6): 237.
- [3] Valiev R Z, Islamgaliev R K, Alexandrov I V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation [J]. *Progress in Materials Science*, 2000, 45(2): 103-189.
- [4] Fang T H, Li W L, Tao N R, et al. Revealing extraordinary intrinsic tensile plasticity in gradient nano-grained copper [J]. *Science*, 2011, 331(6024): 1587-1590.
- [5] Li Z, Fu L, Fu B, et al. Effects of annealing on microstructure and mechanical properties of nano-grained titanium produced by combination of asymmetric and symmetric rolling [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2012, 558(51): 309-318.
- [6] Wu X, Yang M, Yuan F, et al. Heterogeneous lamellar structure unites ultrafine-grain strength with coarse-grain ductility [J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2015, 112(47): 14501-14505.
- [7] Xiang Y, Vlassak J J. Bauschinger and size effects in thin-film plasticity [J]. *Acta Materialia*, 2006, 54(20): 5449-5460.
- [8] Beardsmore D W, Quinta da Fonseca J, Romero J, et al. Study of Lüders phenomena in reactor pressure vessel steels [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2013, 588: 151-166.
- [9] Lu L, You Z S, Lu K. Work hardening of polycrystalline Cu with nanoscale twins [J]. *Scripta Materialia*, 2012, 66(11): 837-842.
- [10] Pan D, Nieh T G, Chen M W. Strengthening and softening of nanocrystalline nickel during multistep nanoindentation [J]. *Applied Physics Letters*, 2006, 88(16): 593.
- [11] Feaugas X. On the origin of the tensile flow stress in the stainless steel AISI 316L at 300 K: back stress and effective stress [J]. *Acta Materialia*, 1999, 47(13): 3617-3632.
- [12] Ashby M F. The deformation of plastically non-homogeneous materials [J]. *Philosophical Magazine*, 1970, 21(170): 399-424.
- [13] Kubin L P, Mortensen A. Geometrically necessary dislocations and strain-gradient plasticity: a few critical issues [J]. *Scripta Materialia*, 2003, 48(2): 119-125.
- [14] Calcagnotto M, Ponge D, Demir E, et al. Orientation gradients and geometrically necessary dislocations in ultrafine grained dual-phase steels studied by 2D and 3D EBSD [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527(10): 2738-2746.
- [15] Lemoine G, Delannay L, Idrissi H, et al. Dislocation and back stress dominated viscoplasticity in freestanding sub-micron Pd films [J]. *Acta Materialia*, 2016, 111: 10-21.
- [16] Mandal G, Roy C, Ghosh S K, et al. Structure-property relationship in a 2 GPa grade micro-alloyed ultrahigh strength steel [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 705: 817-827.
- [17] Sarkar A, Okazaki M, Nagesha A, et al. Mechanisms of failure under low cycle fatigue, high cycle fatigue and creep interactions in combined cycling in a type 316LN stainless steel [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2017, 683: 24-36.