

等通道热挤压 00Cr19Ni10 奥氏体不锈钢的晶粒细化机制

王 昌 杨 钢 王立民 高永亮 钟海林
(钢铁研究总院结构材料研究所,北京 100081)

摘 要 $\Phi 8$ mm 00Cr19Ni10 不锈钢(% :0.025C、18.75Cr、10.96Ni)经 700 °C、挤压速度 9 mm/s、8 道次等通道挤压后获得 150 ~ 350 nm 超细晶组织。通过光学显微镜,扫描和透射电镜,X-射线衍射,分析了在等通道挤压变形过程钢的微观组织演变,提出晶粒细化的位错、孪晶和动态再结晶机制,研究发现在 1 ~ 4 道次以孪晶细化机制为主,5 ~ 8 道次以动态再结晶细化机制为主。

关键词 等通道热挤压法 奥氏体不锈钢 晶粒细化机理

Grain Refinement Mechanism of 00Cr19Ni10 Austenite Stainless Steel by Hot Equal Channel Angular Pressing

Wang Chang, Yang Gang, Wang Limin, Gao Yongliang and Zhong Hailin
(Structural Material Research Institute, Central Iron and Steel Institute, Beijing 100081)

Abstract 150 ~ 350 nm super fine grain structure of $\Phi 8$ mm round stainless steel 00Cr19Ni10-0.025C, 18.75Cr, 10.96Ni has been obtained by 8 pass equal channel angular pressing (ECAP) with extrusion speed 9 mm/s at 700 °C. The structure evolution of steel in ECAP was analyzed by optical microscope, scanning and transmission electron microscope and X-ray diffraction method. The grain refinement mechanism - dislocation, twins and dynamic recrystallization is proposed and the research discovers that the twins is main grain refining mechanism in 1 ~ 4 pass and the dynamic recrystallization is main refining mechanism in 5 ~ 8 pass.

Material Index Hot Equal Channel Angular Pressing, Austenite Stainless, Grain Refinement Mechanism

Segal^[1]等人在研究钢的变形结构时,为获得纯剪切变形提出了等通道挤压方法(equal channel angular pressing,简称 ECAP)。后来 Valiev^[2]发现,利用该方法可以使材料获得大应变,从而将粗晶粒金属或合金细化成具有纳米结构的材料。因此,通过 ECAP 工艺制备出多种致密的块状超细晶材料,如铝及铝合金、镁及镁合金、铜合金、钛及钛合金和金属化合物等^[3]。实验对 00Cr19Ni10 奥氏体不锈钢在 700 °C 条件下,进行了多道次 ECAP 挤压变形,成功制备出平均晶粒尺寸在 150 ~ 350 nm 的超细晶组织。

1 试验材料和方法

以直径 8 mm、长 45 mm 的 00Cr19Ni10 奥氏体不锈钢作为挤压材料,其化学成分(%):18.75Cr、10.96Ni、0.025C、0.005S、0.36Si、0.007P、<0.50Mn。等通道热挤压模具示意图见图 1。

采用 Bc^[4](每道次挤压后,试料按同一方向旋转 90°进行下一道次挤压)路径在 700 °C 进行挤压。试料在每道次挤压前与模具一起放到加热炉中,加热到挤压温度并保温 10 min,然后进行挤压。挤压速度为 9 mm/s,为减少摩擦,分别在通道的内壁和

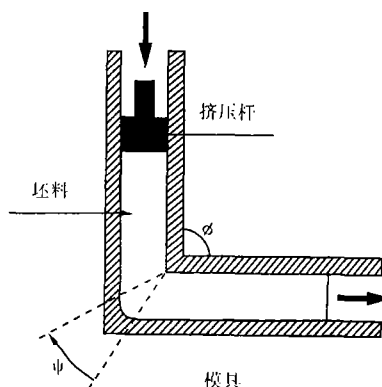


图 1 等通道热挤压模具示意图
Fig. 1 Schematic of die for hot ECAP

试料的表面涂一层 MoS₂ 润滑剂。

在等通道热挤压试验前,00Cr19Ni10 不锈钢试料经 1 100 °C 2 h 空冷处理。试料原始组织内有大量退火孪晶,晶粒平均尺寸为 140 μm。

00Cr19Ni10 奥氏体不锈钢经 700 °C 8 道次挤压后可以获得大角度等轴晶。晶粒尺寸基本呈正态分布(图 2),平均晶粒尺寸为 150 ~ 350 nm。

2 晶粒细化机制

2.1 位错滑移细晶化

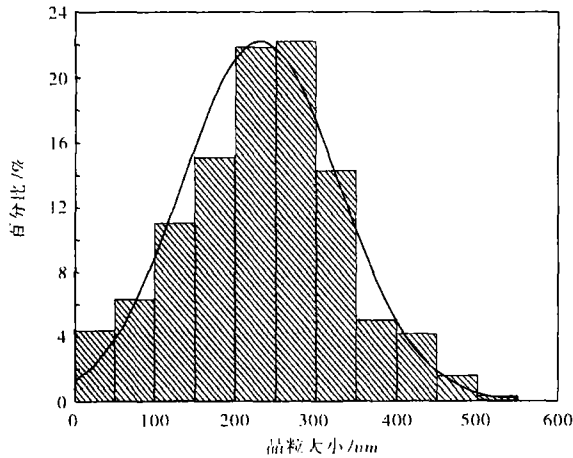


图 2 8 道次等通道热挤压后 00Cr19Ni10 不锈钢晶粒尺寸分布图

Fig. 2 Distribution of grain size of 00Cr19Ni10 stainless steel extruded by 8 passes hot ECAP

1 道次后 SEM 出现大量不同的滑移线(图 3a); 2 道次后可见大量波纹状滑移线(图 3b 的 a 区),这是交滑移作用的结果,交滑移的出现也是晶粒得以细化的原因之一;图 3(b)中 b 区为多系滑移形成的形貌。图 3(c)分别为 3 道次变形后 SEM 形貌,此时不同的滑移线将晶粒分割成许多四方形小块,在小块交界处能量较高,对位错的滑移起到阻碍作用,有利于位错的堆积聚集,形成位错密度高低不同的区域,进而形成具有亚晶结构的位错胞;由图 3(d)、(e)3、5 道次 TEM 形貌可以看到位错使滑移带断裂,并形成许多由位错包围的貌似晶粒的小区域,区域边界由高密度位错构成,只是造成滑移带的分割碎断,为随后继续变形转变成大角度晶粒的前期阶段。图 3(f)为 8 道次后由位错转变成的大角度晶粒形貌,在此可以清楚的看到晶界由位错构成,晶

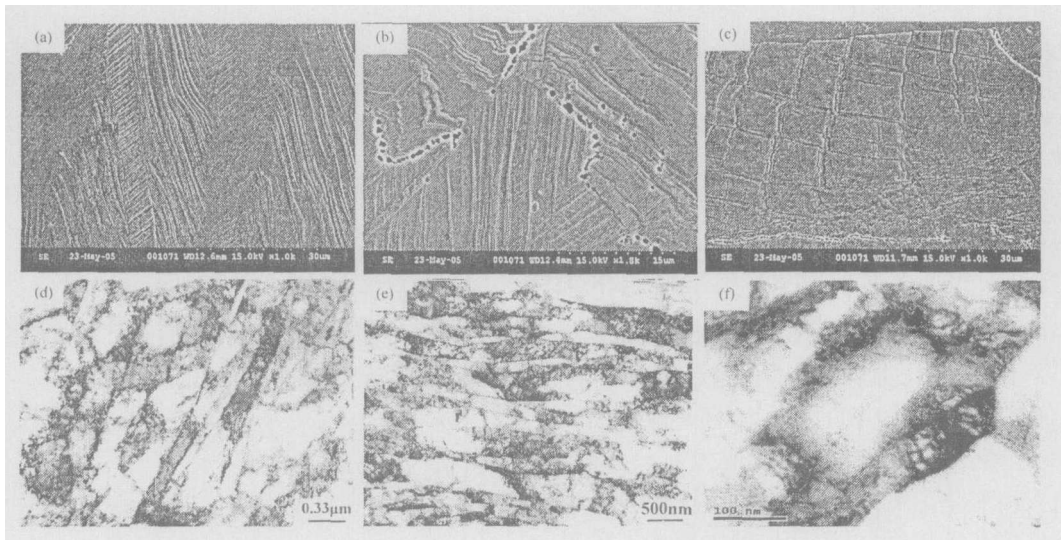


图 3 700 °C 不同道次等通道热挤压后 00Cr19Ni10 不锈钢位错滑移组织形貌:SEM- (a) 1 道次,(b) 2 道次,(c) 3 道次;TEM- (d) 3 道次,(e) 5 道次,(f) 8 道次

Fig. 3 Morphology of dislocation-slip structure of 00Cr19Ni10 stainless steel extruded by hot ECAP at 700 °C after different pass: SEM- (a) 1 pass, (b) 2 pass and (c) 3 pass; TEM- (d) 3 pass, (e) 5 pass and (f) 8 pass

粒内部位错已经很少。

2.2 孪晶细化

不同位向的孪晶交割也可使晶粒细化,如图 4(a)中看到 a、c 区为 2 个不同位向孪晶,b 区为 2 孪晶相交造成的孪晶碎化带。

孪晶界是一种特殊的具有高重位点阵的界面,可以被看作是一种沿 $\langle 111 \rangle$ 成 60° 的扭转界面或是沿 $\langle 110 \rangle$ 呈 70.5° 的倾转界面,也就是说,孪晶界是一种特殊的大角度晶界^[5]。当不同的孪晶相互交割,四边形的块便大量形成,同样的多系孪晶相互交割,大量的不规则形状的结构单元便产生了,此时的变形晶粒已经得到了有效分割,如图 4(b)所示,不

同位向的形变孪晶交割成许多四边形小区域。若继续变形孪晶进一步细化,最终形成具有孪晶结构的纳米晶粒,如图 4(c)所示。

2.3 动态再结晶

奥氏体带温挤压时,按照 Friedel-Escaig 机制^[6],位错的交滑移导致其从螺型转变为刃型。由于非基平面层错能高,所以在非基平面上的刃型位错易于攀移。交滑移和攀移产生的位错重组导致在原始晶界附近产生小角度晶界网络。在小角度晶界上,位错的连续吸收引发连续动态再结晶,形成新晶粒。新晶界在临近孪晶界的高位错区域以及原始晶界和滑移带内形成。在图 5(a)中,a、b 区为两不同

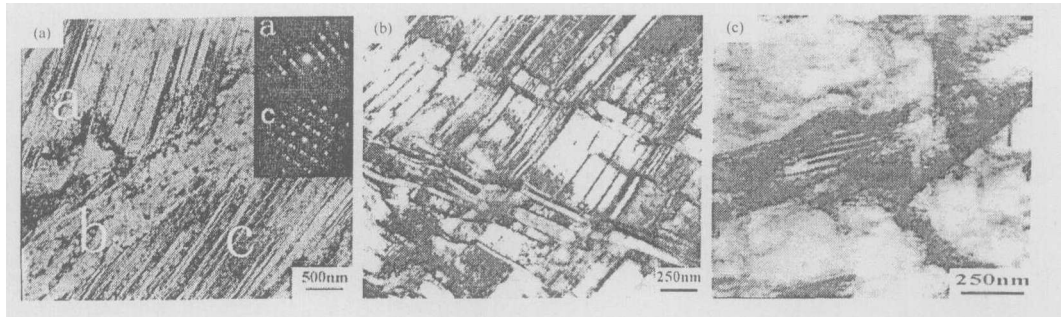


图 4 700 °C 不同道次等通道热挤压后 00Cr19Ni10 不锈钢的孪晶组织形貌:TEM- (a) 1 道次;(b) 1 道次;(c) 6 道次

Fig. 4 Morphology of twin structure of 00Cr19Ni10 stainless steel extruded by hot ECAP at 700 °C after different pass: TEM- (a) 1 pass; (b) 1 pass; (c) 6 pass

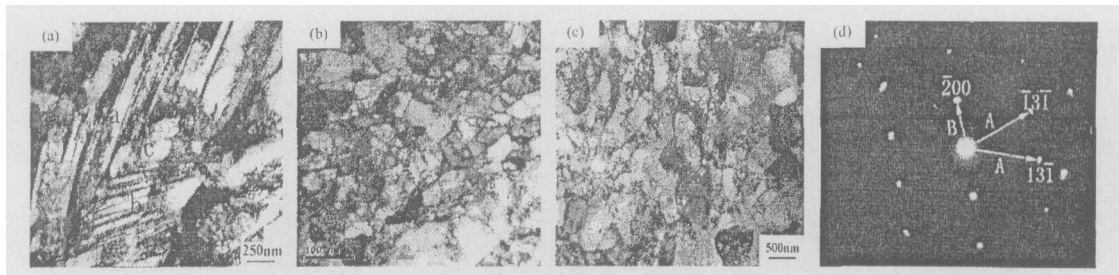


图 5 700 °C 不同道次等通道热挤压后 00Cr19Ni10 不锈钢再结晶组织形貌(a,b,c)和衍射图(d) TEM- (a) 3 道次;(b,c,d) 8 道次

Fig. 5 Morphology of recrystallization structure (a,b,c) and diffraction image (d) of 00Cr19Ni10 stainless steel extruded by hot ECAP at 700 °C, TEM- (a) 3 pass; (b,c,d) 8 pass

位相的孪晶区,c 区为临近孪晶的高位错密度区,此区域易于形成动态再结晶晶核;图 5(b)、(c) 可以看到经 8 道次变形后,晶粒已被细化到 200 ~ 300 nm,晶粒成等轴晶。图 5(d)为图 5(c)的衍射,衍射底板 A/B 的测量值为 1.662,标定值为 1.658,A、B 之间钝角夹角测量值为 108°,标定值为 107.55°,测量值和标定值非常接近,说明晶格畸变基本不存在。此套衍射斑点为标准奥氏体衍射,且衍射成单晶衍射特征,说明此时碎晶区已消除,这可能与 8 道次挤压时动态回复和动态再结晶进行的比较完全有关。

上述 3 种机制相互影响,相互作用,不能单一的认为奥氏体的细化过程与哪种机制有关;研究发现在前 4 道次以孪晶细化机制为主,5 道次后以动态再结晶细化机制为主。

3 结论

(1)00Cr19Ni10 奥氏体不锈钢经 700 °C ECAP 8 道次挤压,可以制备出平均晶粒尺寸为 150 ~ 350 nm 的超细晶组织。

(2)奥氏体不锈钢等通道热挤压的晶粒细化机理为:①位错交滑移和多滑移→滑移带→位错墙→位错胞→亚晶→大角度取向晶粒;②原始孪晶与形变孪晶的形成,以及不同位相的孪晶交割直接形成

大角度晶界晶粒;③通过在位错密度较高的区域,以及变形带间和孪晶与孪晶相交区域发生动态再结晶形成大角度晶粒。

国家 863 高技术研究发展计划基金资助项目 (2002AA302501)

参考文献

- 1 Segal V M. Materials Processing by Simple Shear. Materials Science & Engineering,1995, A197(2):157
- 2 Valiev R Z,Krasilnikov N A,Tsenev N K. Plastic Deformation of Alloys With Submicron-grained Structure. Materials Science & Engineering A,1991,137(15):30
- 3 王立忠,王经涛,王 媛,等. 等径弯曲通道变形制备超细晶低碳钢的热稳定性. 材料热处理学报,2004,25(2):11
- 4 Langdon T G,Furukawa M,Nemoto M, et al. Ultrafine-Grained Microstructures Evolving During Severe Plastic Deformation. Journal of the Minerals Metals and Materials Society,2000,52(4):30
- 5 张洪旺. AISI 304 不锈钢的表面自纳米化及混合表面纳米化研究 [学位论文]. 大连海事大学,2003:75
- 6 Escaig B. Thermal Activation of Cross Slip under Weak Constraint in the Hep and Bcc Structure. Physical Status Solidi,1968,28:463

王 昌(1977-),男,工程师,2003 年俄罗斯国立莫斯科大学毕业,从事金属材料、透射电子显微技术研究。

收稿日期:2006-08-21