

试验研究

IF 钢再结晶晶粒尺寸、显微组织和晶界特征分布的 EBSD 研究

曹圣泉, 张津徐, 吴建生

(上海交通大学材料科学与工程学院 高温材料及高温测试教育部重点实验室, 上海 200030)

陈家光

(上海宝钢股份有限公司宝钢研究院测试中心, 上海 201900)

摘要: 对 IF 钢板的罩式退火工艺和连续退火工艺进行了模拟, 并运用电子背散射衍射 (EBSD) 技术研究了两种退火工艺处理的 IF 钢板的再结晶晶粒尺寸、显微组织和晶界特征分布及其与二次加工脆性间的关系。试验结果表明, 两种退火工艺的 IF 钢板在再结晶晶粒尺寸、显微组织和晶界特征分布上存在很大的差异, 这种差异导致了两种退火工艺的实验钢板在深冲性能和韧脆转变温度上的差异。

关键词: IF 钢; 显微组织; 晶界特征分布; 电子背散射衍射

中图分类号: TG113.1 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4012(2004)04-0163-05

RECRYSTAL GRAIN SIZE, MICROTEXTURE AND GRAIN BOUNDARY CHARACTER DISTRIBUTIONS OF IF STEELS STUDIED BY EBSD

CAO Sheng-quan, ZHANG Jin-xu, WU Jian-sheng

(Key Laboratory of the Ministry of Education for High Temperature Materials and Testing, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030, China)

CHEN Jia-guang

(Shanghai Baosteel Group Corp., Research Institute, Shanghai 201900, China)

Abstract: The batch annealing (BA) and continuous annealing (CA) of IF steel sheets have been simulated, and recrystal grain size, microtexture, grain boundary character distributions (GBCD) and which related with secondary working embrittlement (SWE) were investigated by electron back-scatter diffraction (EBSD). The results show that the two kinds of IF sheets are great difference in recrystal grain size, microtexture and grain boundary character distributions and which lead to the difference in formability properties and ductile-brittle transition temperature (DBTT) between two kinds of annealing technology of sheets.

Key words: IF steel; Microtexture; Grain boundary character distributions; Electron back-scatter diffraction

1 引言

无间隙原子钢 (Interstitial-free Steel, 简称 IF 钢) 由于其优异的深冲性能而被广泛应用于汽车工业。多晶 IF 钢其深冲性能与再结晶晶粒尺寸、显微

组织和晶界特征分布密切相关^[1,2], 因此对这些组织参数进行深入研究就显得尤为重要。近几年新开发的电子背散射衍射花样探测器、计算机控制与数据处理系统, 使得在一般扫描电镜或电子探针上安装这一附件后就可以对块状样品上的亚微米级显微组织逐点作结晶学分析, 从而取得有关晶体取向空间分布的大量信息。EBSD 中的晶体取向显微成像技术使显微组织、微区成分与结晶学数据分析联系

收稿日期: 2003-11-03

基金项目: 国家自然科学基金资助 (No. 50171040)

作者简介: 曹圣泉 (1976-), 男, 博士研究生。

表 1 实验用 IF 钢的化学成分

Tab. 1 Chemical composition of experimental IF steel

%

C	Si	Mn	P	S	Al	N	Ti
0.001 6	0.012 0	0.140 0	0.007 0	0.000 4	0.036 0	0.002 2	0.072 0

起来,能对晶界类型、取向、位向差和结构及其分布进行观察、统计测定和定量分析,从而建立起晶界结构、取向和显微织构等与多晶材料性能之间的定量和半定量关系,成为现代材料科学研究的重要实验技术^[3,4]。

笔者模拟了 IF 钢板的罩式退火(BA)和连续退火(CA)两种再结晶处理工艺,并运用 EBSD 技术对经两种工艺处理的 IF 钢板的再结晶晶粒尺寸、显微织构和晶界特征分布进行了研究。

2 试验材料与方法

实验用 IF 钢板取自上海宝钢大批生产的 Ti-IF 钢冷轧板,厚度为 0.8mm,其成分(质量分数)见表 1。

根据现场生产 IF 钢的退火制度,在实验室保护气氛箱式退火炉中模拟罩式退火,其工艺为:室温装炉,然后以 50 /h 的升温速度对实验钢板进行加热至 710 ,保温 4h,最后随炉冷却。连续退火模拟在宝钢 CCT-WA Y 薄板连续退火模拟装置上进行,以 15 /s 的升温速度升温至 850 ,保温 2min 后,以 10 /s 的速度冷却至室温。

将经过 BA 和 CA 工艺退火后的实验钢板分别制成 JIS-5 号试样,在 Zwick/ Z100 型材料拉伸试验机上进行力学性能检测。实验钢板的韧-脆转变温度(DBTT)采用冲杯法进行测定。再结晶晶粒尺寸、显微织构和晶界特征分布的分析均在装有 EBSD 附件的 JCXA-733 型电子探针上进行。

3 实验结果与分析

3.1 性能比较

两种退火工艺得到的性能见表 2。采用连续退火工艺的 IF 钢板其平均塑性应变比值 r_m 比罩式退火工艺的 IF 钢板的 r_m 值高 25%,硬化指数(n)和伸长率(ϵ)也都明显优于罩式退火工艺的 IF 钢板。CA 工艺处理后的 IF 钢板的韧-脆转变温度为 -70 ,而 BA 工艺处理后的 IF 钢板的韧-脆转变温度仅为 -10 ,这表明在两次冲压成形过程中,BA 工艺处理的 IF 钢板更易出现二次加工脆化现象。

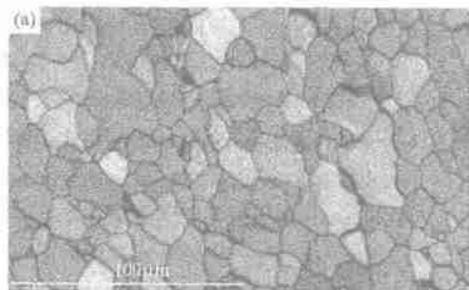
表 2 两种退火工艺的 IF 钢板的性能

Tab. 2 Properties of two kinds of annealing technology of IF steel sheets

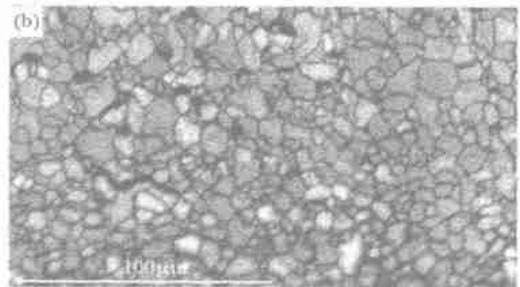
退火工艺	s /MPa	b /MPa	(%)	r_m	n	DBTT /
BA	133	270	45	1.96	0.21	-10
CA	147	298	51	2.45	0.25	-70

3.2 再结晶晶粒尺寸分布与显微织构分析

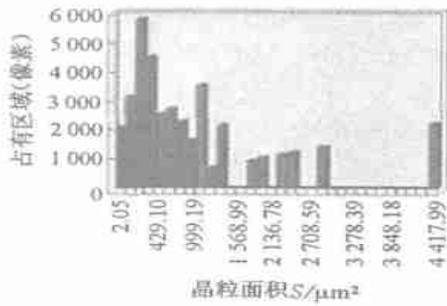
图 1 为两种退火工艺处理的 IF 钢板的电子背散射衍射花样和晶粒间取向差 $> 2^\circ$ 的真实晶粒尺寸分布统计图。从图中可以看出,经两种工艺处理后的钢板均为等轴铁素体晶粒,但 CA 工艺处理的钢板其晶粒细小均匀,平均晶粒尺寸约 8 μm ,而经 BA 工艺处理的钢板晶粒较粗大,平均晶粒尺寸约 20 μm ,且分布不均匀。这是因为与 BA 工艺相比,CA 工艺中试样是直接快速进入高温,该过程加热速度快,加热温度高,使再结晶形核率增加,从而细化再结晶晶粒。均匀细小的等轴铁素体晶粒使得经连续退火的 IF 钢板比罩式退火的 IF 钢板有着更好



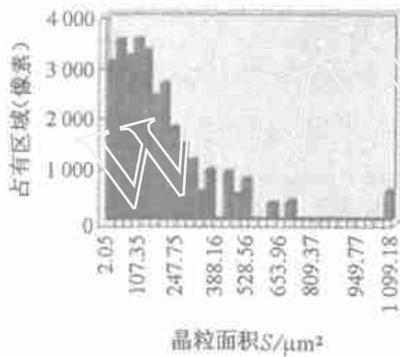
(a) 经 BA 工艺处理后的 EBSD 图



(b) 经 CA 工艺处理后的 EBSD 图



(c) 经 BA 工艺处理后的晶粒尺寸分布统计图



(d) 经 CA 工艺处理后的晶粒尺寸分布统计图

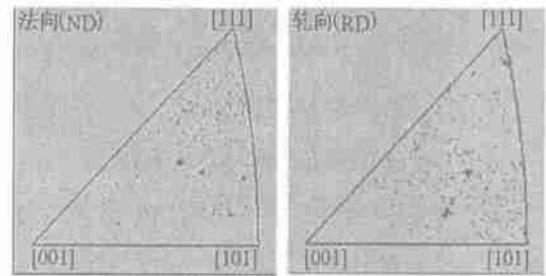
图 1 两种退火工艺的 IF 钢板的 EBSD 花样与晶粒尺寸分布统计图

Fig. 1 EBSD patterns of two kinds of annealing technology of IF sheets and grain size statistics

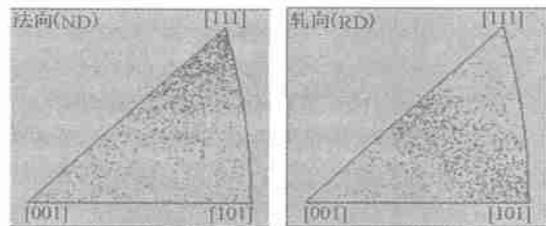
的伸长率、断裂强度和应变硬化指数。

r 值的高低与再结晶组织密切相关, $\{111\}$ 织构越强, $\{100\}$ 织构越弱, r 值越高。因此, 把有利于深冲性能的 $\{111\}$ 再结晶织构称为有利织构, 把不利于深冲性能的 $\{100\}$ 织构称为不利织构。图 2 为采用两种退火工艺得到的 IF 钢板的显微组织反极图。从图中可看出, 连续退火的 IF 钢板比罩式退火的 IF 钢板含有更多 $\{111\}$ 晶面平行于轧面的再结晶晶粒, 即 CA 工艺退火的 IF 钢板显示更强烈的 $\{111\} // ND$ 再结晶显微组织。此外, 两者再结晶 $\{111\}$ 织构在组分上也存在很大差别, 经连续退火的 IF 钢板的 $\{111\}$ 再结晶织构由具有 $\{111\} // 110$ 和 $\{111\} // 112$ 取向的两类晶粒组成, 而经罩式退火的 IF 钢板的 $\{111\}$ 再结晶织构主要由 $\{111\} // 110$ 取向的晶粒组成, 只包含少量的 $\{111\} // 112$ 取向晶粒。表 3 为两种退火工艺的 IF 钢板中晶粒取向分布的统计结果。从表中可看出, 经 CA 工艺退火的 IF 钢板中有利取向的晶粒要比 BA 工艺退火的多, 而不利的 $\{100\} // 110$ 晶粒取向却要比 BA 工艺的少, 这种显微组织的差异导致了 IF 钢板塑性应变比 r 值

的差异。这种再结晶组织的强度与组分的差别原因在于, 与罩式退火相比, 连续退火温度高, 再结晶驱动力大, 从而有更多 $\{111\}$ 取向的亚晶或晶粒择优形核长大, 从而生成更强烈的 $\{111\}$ 再结晶织构; 此外, 在罩式退火过程中由于长时间的低温保温, 各织构组间发生相互转变, 但转变率不尽相同, $\{111\} // 112$ 取向和其它取向的晶粒转变为 $\{111\} // 110$ 取向的转变率要远远大于 $\{111\} // 110$ 转变为其它取向的转变率^[5], 因而 BA 工艺中 $\{111\} // 110$ 取向多, $\{111\} // 112$ 取向少。



(a) 经 BA 工艺处理



(b) 经 CA 工艺处理

图 2 两种退火工艺的 IF 钢板的显微组织反极图

Fig. 2 Inverse pole figures of two kinds of annealing technology of IF sheets

表 3 两种退火工艺的 IF 钢板中晶粒取向分布的统计

Tab. 3 The statistics of grains orientation distribution in IF sheets by two kinds of annealing technology

晶粒取向	BA 工艺 (%)	CA 工艺 (%)
$\{111\} // 110$	15	18
$\{111\} // 112$	5.6	16
$\{100\} // 110$	4.6	3.2
$\{112\} // 110$	7.5	8.7

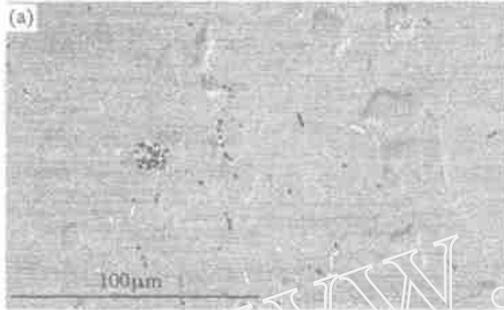
3.3 IF 钢板在不同退火工艺下的晶界特征分布

图 3 为两种退火工艺的 IF 钢板的低 CSL 晶界特征分布 (GBCD) 图。结果表明, 连续退火 IF 钢板中的重位点阵 (CSL) 晶界数量要明显多于罩式退

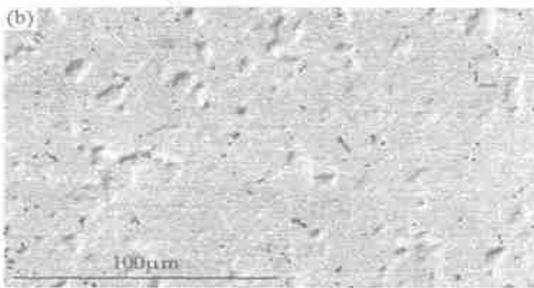
火 IF 钢板,且连续退火 IF 钢板中的低 CSL 晶界均匀分布,而罩式退火 IF 钢板中的 CSL 晶界呈团聚分布。在 CSL 晶界类型上两种退火工艺的 IF 钢板也存在差异,CA 工艺处理的 IF 钢板中除 3 和

13 两类主要重位点阵晶界外,还含有较多的 7, 9 和 11 等重要低 CSL 晶界,而 BA 退火工艺的 IF 钢板中除 3 和 13 两类主要重位点阵晶界外,其它 CSL 晶界含量很少。

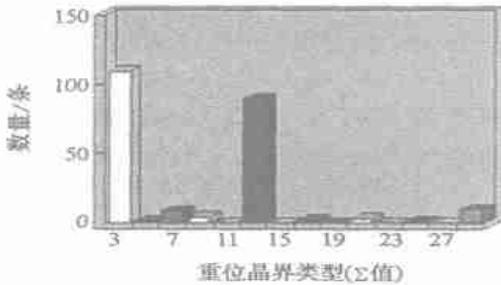
低 CSL 晶界和小角度晶界能量低,晶界结合力强,不易与溶质原子和位错发生交互作用,从而减少或避免微裂纹源的产生,而且这些低能晶界对微裂纹的扩展还能起到阻碍作用^[6,7]。因此,低能晶界在 IF 钢板中的含量和分布情况将直接影响到 IF 钢板的二次加工脆性。图 4 为低能晶界(低 CSL 晶界和 $\Sigma=1$ 晶界)与高能随机晶界在两种不同退火工艺的 IF 钢板中的特征分布图。图中深色为高能随机晶界,浅色为低能晶界。CA 工艺处理的 IF 钢板中高能随机晶界与低能晶界均匀分布,相互分割。而罩式退火的 IF 钢板中低能晶界呈团聚分布,高能随机晶界分布在团簇周围并构成粗大的网状。由于有害元素磷极易在这些构成粗大网状的随机晶界上产生偏聚^[8],使晶界结合力降低;IF 钢板进行两次冲压成形时,位错在成团低能晶界处运动不受阻挡,而快速移动到高能随机晶界处时受到阻碍,位错大量在此塞积引起沿晶断裂,这是导致 IF 钢板产生二



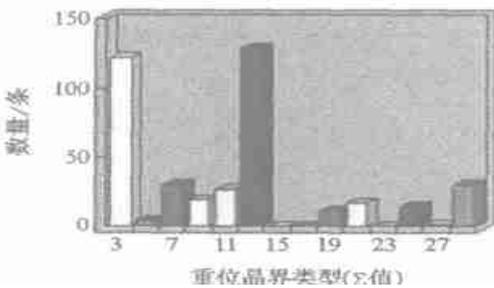
(a) 经 BA 工艺处理



(b) 经 CA 工艺处理



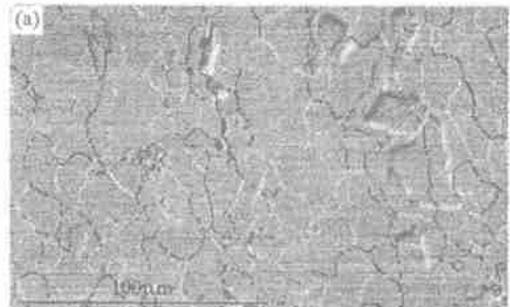
(c) 经 BA 工艺处理



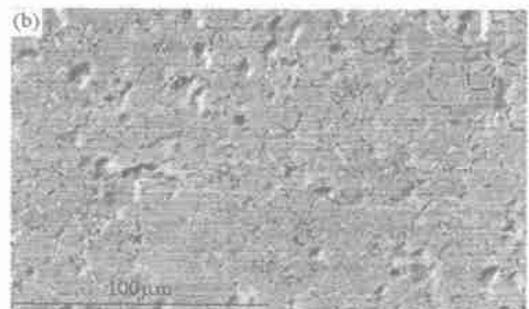
(d) 经 CA 工艺处理

图 3 IF 钢板在不同退火工艺下的 CSL 晶界特征分布

Fig. 3 CSL boundary character distribution of IF steel sheets



(a) 经 BA 工艺处理



(b) 经 CA 工艺处理

图 4 IF 钢板在不同退火工艺下的晶界特征

Fig. 4 Grain boundary character distribution of IF steel sheets in different annealing technology

次冷加工脆性的重要原因。

综上所述,再结晶退火后 IF 钢板中小角度晶界(1 晶界)和低值 CSL 晶界在数量、类型和分布上的差异是导致两种退火工艺钢板韧-脆转变温度差异的重要原因。数量众多、分布均匀的低能晶界使得连续退火 IF 钢板具有很低的韧-脆转变温度,从而在深冲变形过程中不易出现二次冷加工脆性。

4 结论

(1) 连续退火的 IF 钢板具有较高的平均塑性应变比 r_m 值和低的韧-脆转变温度,深冲性能上大大优于罩式退火的 IF 钢板。

(2) 连续退火的 IF 钢板晶粒尺寸细小且分布均匀,而罩式退火的 IF 钢板晶粒较粗大且分布不均匀。

(3) 连续退火的 IF 钢板呈现强烈的{111}再结晶显微结构,它由{111} 110 和{111} 112 两类晶粒组成;罩式退火的 IF 钢板的{111}再结晶显微结构相对较弱,且主要由{111} 110 晶粒组成。

(4) 连续退火的 IF 钢板中低能晶界(低 CSL 晶界和小角度晶界)与随机晶界均匀分布,而罩式退火的 IF 钢板低能晶界呈团聚分布,高能随机晶界分布在团簇周围构成粗大的网状,这是导致两种退火工艺的 IF 钢板韧-脆转变温度差异的重要原因。

参考文献:

- [1] Hayakawa Y, Szpunar J A. A Comprehensive Model of Recrystallization for Interstitial-Free Steel [J]. Acta Mater, 1997, 45(9):3721 - 3730.
- [2] Caul M, Randle V. Microtexture Analysis of Interstitial-Free Steel[J]. Materials Characterization, 1997, 38(5): 155 - 163.
- [3] Wall M A, Schwartz A J, Nguyen L. A High-resolution Serial Sectioning Specimen Preparation Technique for Application to Electron Backscatter Diffraction[J]. Ultramicroscopy, 2001, 88(7):73 - 83.
- [4] 陈家光,李忠. 电子背散射衍射在材料科学研究中的应用[J]. 理化检验-物理分册, 2000, 36(2):71 - 75.
- [5] 王刚,孙建伦,王福,等. IF 钢退火过程中织构变化的模拟研究[J]. 东北大学学报(自然科学版), 1998, 19(4):381 - 383.
- [6] Lehockey E M, Palumbo G, Lin P. Grain Boundary Structure Effects on Cold Work Embrittlement of Microalloyed Steels[J]. Scripta Materialia, 1998, 39(3): 353 - 358.
- [7] Watanabe T, Tsurekawa S. The Control of Brittleness and Development of Desirable Mechanical Properties in Polycrystalline Systems by Grain Boundary Engineering [J]. Acta Mater, 1999;47(15):4171 - 4185.
- [8] 陈家光,李忠. 晶体取向显微成像的应用[J]. 中国机械工程, 2001, 12(3):334 - 336.

辽宁省无损检测学会 2004 年各类探伤培训班信息

1 一级探伤培训班

根据国标 GB 9445 关于无损检测人员的培训考核规则,我会于 2004 年 5 月上旬继续举办超声、射线、磁粉、渗透和涡流一级人员培训班(含级)。对考试合格者将颁发中国无损检测学会一级人员证书。

2 管道焊接接头超声探伤培训班

管道在电力建设、石油、天然气、化工、造船、航天、建筑和其它行业中得以广泛使用。应用超声波探伤方法来检验和监督管理焊接接头的质量,有其独特的效果和优点。为尽快推广管道焊接接头超声波检验技术,辽宁省无损检测学会拟定在 2004 年举办此项培训班(含第七期中小径管超声波探伤内容)。培训班由一流专家执教,结合国家标准和最近有关行业(如电力等)标准,系统讲解中厚壁管、中小径薄壁管、奥氏体中小径薄壁管焊接接头超声波探伤理论、仪器

和探头的要求、调试方法和缺陷质量判定方法等。教学中理论联系实际,安排学员实习操作。

3 X 射线探伤机维修培训班

2004 年我会拟在国家射线基地丹东市举办 X 射线探伤机维修培训班,由专家授课,理论联系实际,充分实习操作。着重提高学员解决实际问题能力。

欲参加者请速与我会培训部联系报名,索取具体培训通知。

联系地址:辽宁省丹东市春三路 23 号

辽宁仪表研究所省学会培训部

邮编:118002 联系人:赵友杉

电话:(0415)6161157 宅电:(0415)3155636

手机:13904956780

E-mail:lnndti@online.ln.cn

(辽宁省无损检测学会)