

Cu 对 IF 钢再结晶动力学的影响^{*}

刘 静^{1,2)} 文慕冰¹⁾ 吴国运¹⁾ 陈乾惕¹⁾ 王仁卉²⁾ 桂嘉年²⁾

1) 武汉钢铁公司技术中心, 武汉 430080

2) 武汉大学物理系, 武汉 430072

摘 要 用透射电镜(TEM)、扫描探针(EPMA)及其 EBSD 附件等分析手段系统研究了不同 Cu 含量对 IF 钢再结晶动力学行为的影响。结果表明弥散析出的富 Cu 相阻碍含 Cu IF 钢的再结晶过程。利用 EBSD 技术,首次观察到 IF 钢再结晶显微组织中有两类晶粒:其中一类具有对深冲性有利的纤维组织,另一类具有分散的显微组织,其主要组分为 RD 110,ND 332。讨论了两类晶粒的形成机制。

关键词 IF 钢,铜,再结晶,电子背散射衍射,显微组织

中图法分类号 TG406, TGI13

文献标识码 A

文章编号 0412-1961(1999)01-0057-61

EFFECT OF COPPER ON THE RECRYSTALLIZATION KINETICS OF Cu - ADDED IF STEELS

LIU Jing^{1,2)}, WEN Mubing¹⁾, WU Guoyun¹⁾, CHEN Qianti¹⁾, WANG Renhui²⁾, GUI Jianian²⁾

1) National Enterprise's Technical Center, Wuhan Iron & Steel Corporation, Wuhan 430080

2) Department of Physics, Wuhan University, Wuhan 430072

Correspondent: LIU Jing, engineer, Tel: (027) 86804912 - 367, Fax: (027) 86806788, E-mail: rhwang@dns.whu.cn

Manuscript received 1998 - 04 - 20, in revised form 1998 - 07 - 20

ABSTRACT Effect of copper on the recrystallization kinetics of interstitial free steels (IF steels) has been studied by scanning and transmission electron microscopy and electron backscatter diffraction (EBSD). It was found that disperse Cu - rich precipitates suppress the recrystallization process of Cu containing IF steels. By using the newly developed EBSD technique it was observed that there are two types of crystalline grains in the recrystallized IF steels. Among them, one type of grains possesses fibre microtexture which is of benefit to the deep drawability and the other exhibits dispersed microtexture and their larger part has 110 RD and 332 ND. The formation mechanism of two types of grains was discussed.

KEY WORDS IF steel, Cu, recrystallization, electron backscatter diffraction (EBSD), microtexture

70 年代后期出现的含磷汽车板及双相钢等高强度、高延伸性的汽车板,打破了抗拉强度大于 400 MPa 的高强薄钢板不能用于汽车覆盖件的禁区,但是塑性应变比 r 值仍偏低,不能满足深冲压件的需求;80 年代至 90 年代初,研制开发的无间隙原子钢即 IF 钢具有较好的延伸性,但强度偏低,抗拉强度往往低于 300 MPa。预期含 Cu 的 IF 钢板可利用弥散析出的富 Cu 相作为强化相,使其在 IF 钢再结晶后析出,在保持 IF 钢优良的成形性条件下,增加其强度,从而获得抗拉强度与 r 值的较佳匹配。因此,研制新型含 Cu IF 钢板,适应近年来国内引进的轿车生产线对汽车板国产化的需求,具有重要意义。

目前兴津等^[1]已在开展含 Cu IF 钢板的研制工作,但有关此钢种的系统机理研究工作报道甚少。本文着重研究 Cu 对 IF 钢再结晶动力学及再结晶组织的影响。

1 试样制备及分析方法

1.1 试样制备

试验用钢成分为在普通含 Ti - IF 钢基础上添加不同质量分数的 Cu;为了防止加 Cu 后钢板出现网裂现象,亦添加一定量的 Ni。试验钢中 Cu 的含量分别为 0.25, 0.5, 1.0, 1.4, 1.7(均为质量分数,%,下同)。

试验钢在 50 kg 真空炉中熔炼。钢锭热锻成厚 32 mm 锻块,锻块在 1150 加热 1.5 h,900 左右终轧,热轧板厚 4.0 mm,然后快速冷却至 400,模拟卷取。热轧板经酸洗后进行 10 道次冷轧,冷轧板厚 1.0 mm。

冷轧薄板在 750 下于盐浴炉中进行再结晶处理,其

^{*}收到初稿日期:1998 - 04 - 20,收到修改稿日期:1998 - 07 - 20

作者简介:刘 静,女,1964 年生,工程师,博士

保温时间依次为 0.5, 1, 2, 4, 8, 16, 32, 64, 128 和 256 min, 冷却方式皆为水淬。

1.2 分析方法

用金相方法观察所有试样的组织, 并测定再结晶分数, 用洛氏硬度计测量硬度. 试样制成薄膜, 用 JEM-2000FX II 型透射电镜 (TEM) 及其能谱仪附件观察并分析试样不同晶粒的取向、显微组织及对应的富 Cu 相析出; 用 JXA 8800R 型扫描探针的电子背散射衍射 (EBSD) 附件观察测量试样各晶粒的取向, 并用极图、反极图表示; 编制计算机软件, 将仪器输出的各晶粒取向 Euler 角数据转换成取向分布函数 (ODF).

2 实验结果

2.1 Cu 对 IF 钢再结晶动力学的影响

不同 Cu 含量的 IF 冷轧钢板在 750 °C 下再结晶处理后, 硬度 HRB 与保温时间 t 的关系曲线见图 1. Cu 含量为 1.4% 和 1.7% 的试样, 再结晶的起始时间及完全再结晶所需的时间显著延长; Cu 含量为 0.25%, 0.5%, 1.0% 的试样, 再结晶的起始时间及完全再结晶所需的时间变化不太明显. Cu 含量为 1.4% 的试样保温 30 和 240 s 的金相组织如图 2a, b 所示, 它们的再结晶分数分别为 10% 和 50%, Cu 含量为 0.25% 的试样经同样时间保温后, 再结晶分数分别为 30% 和 100%; 而 Cu 含量为 1.7% 的试样经相同时间保温后, 再结晶分数分别为 1% 和 30%. 金相分析结果与图 1 的再结晶曲线一致.

2.2 再结晶组织的测定

用扫描探针对试样组织形貌进行观察, 发现试样中存在两类不同形貌的晶粒. 一类为平整的晶粒用 F 表示, 另一类为凸起的晶粒用 R 表示. 用 EBSD 附件分别测量了两

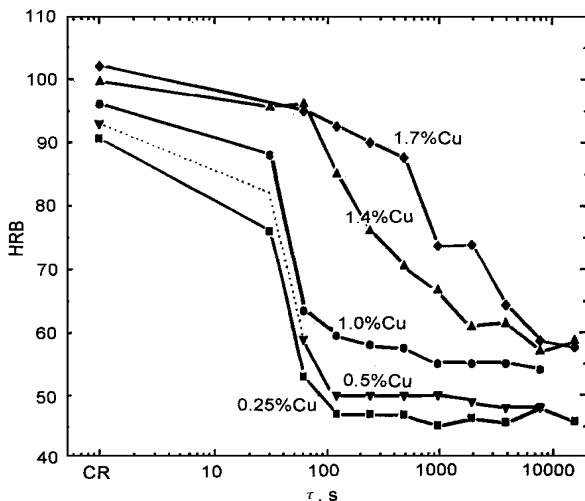


图 1 不同 Cu 含量的 IF 钢的 HRB 与 750 °C 保温时间 t 的关系
Fig. 1 HRB hardnesses as function of holding time t at 750 °C for IF steels containing different copper contents
CR—cold rolled state

类晶粒的取向并换算出极图和反极图. 每个试样 F 类和 R 类晶粒各测定了约 100 个晶粒的取向. 将仪器输出的每个晶粒的取向 Euler 角数据扩展成 Gauss 函数, 然后进行叠加, 可求得空间任意位置 (ϕ_1, ϕ_2) 的取向强度值, 绘出等强度值轮廓线, 可获得能确切描述和判定这两类晶粒织构的 ODF 图 (Bunge 表示). 图 3 给出 Cu 含量为 1.4% 试样经 750 °C, 128 min 处理后, 试样中平整晶粒 (F) 与凸起晶粒 (R) 的钢板法向 (ND) 及轧向 (RD) 反极图及 $\phi_2 = 45^\circ$ 时 ODF 截面图.

图 3 表明, 平整晶粒 (F) 具有 ND $\{111\}$ 的纤维织构, 而凸起晶粒 (R) 的织构比较分散, 其主要组分为 RD $\{110\}$, ND $\{332\}$. 另外, 对其它保温时间下的试样也进行了 ODF 测量, 同一 Cu 含量试样完全再结晶后, 随着保温时间的延长, 织构未见明显变化.

2.3 含 Cu IF 钢再结晶组织的 TEM 观察

用 TEM 观察了 1.4% Cu 试样的冷轧态显微组织. 发现绝大多数晶粒有大量的缠结位错, 未观察到 Cu 的析出 (图 4a); 有少量晶粒位错密度较低, 且有大量的富 Cu 相析出 (图 4b). 用 TEM 对 Cu 含量分别为 1.4% 和 1.7% 的 IF 钢的完全再结晶组织进行观察, 试样组织有如下特点: 用电子衍射及菊池图观察, 大部分晶粒极易转到 $\{111\}$ 带轴, 即试样表面法向接近 $\{111\}$ 方向, 此类晶粒内有大量细小弥散的富 Cu 相析

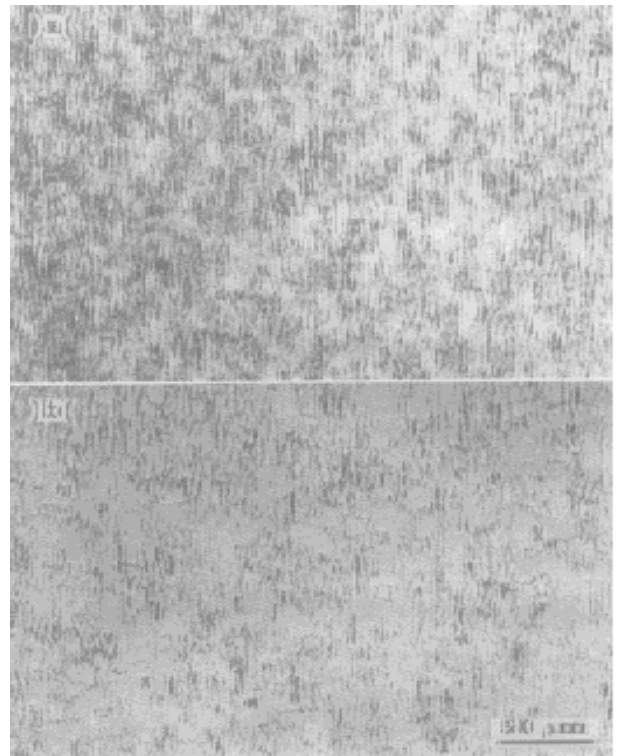


图 2 1.4% Cu 试样在 750 °C 下保温不同时间后金相组织照片
Fig. 2 Optic micrographs of IF steel containing 1.4% Cu
(a) 10% recrystallization at 750 °C for 30 s
(b) 50% recrystallization at 750 °C for 240 s

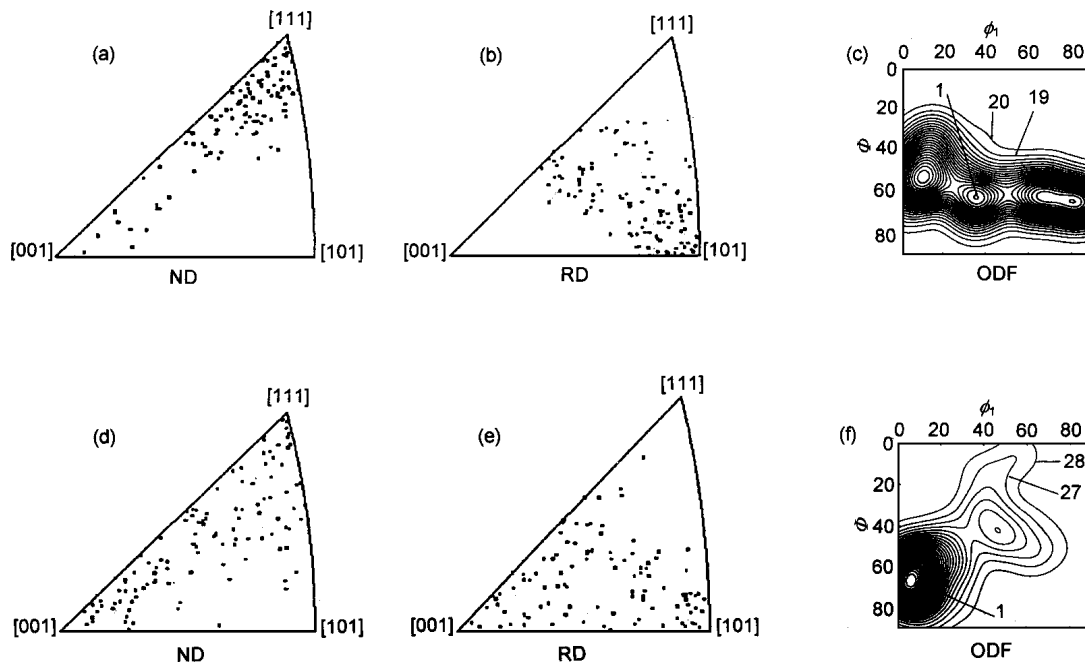


图 3 1.4%Cu 试样中平整晶粒(F)与凸起晶粒(R)的取向

Fig. 3 Orientation distributions of the flatten (F) and raised (R) grains in IF steel containing 1.4 %Cu (ND—normal direction inverse pole figure , RD—rolling direction inverse pole figure , ODF—section diagram ($\phi_2 = 45^\circ$) of orientation distribution function)

(a) —(c) F type grain (d) —(f) R type grain

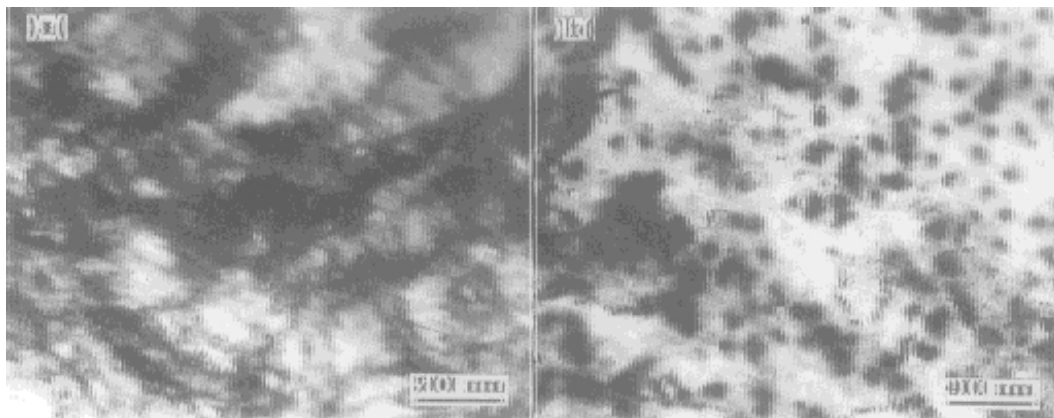


图 4 1.4%Cu 试样冷轧态晶粒形貌图

Fig. 4 TEM micrographs of cold - rolled IF steel containing 1.4 %Cu

(a) densely - tangled dislocations (b) an area with low dislocation density and high density Cu - rich precipitates

出,显然为 F 类晶粒(图 5a)。试样中还有少量晶粒较亮,取向远离 111 带轴,即为 R 类晶粒。晶粒内颗粒状的富 Cu 相析出比 F 类晶粒中的多且尺寸较大,也有少量弥散的富 Cu 相析出。R 类晶粒中富 Cu 相的 X 射线能谱见图 6a。F 类晶粒及 R 类晶粒中有分散的少量位错线,位错密度较低。试样中还有极少量 C 类晶粒,它们含有由位错网络构成的胞壁,此类晶粒中第二相质点很少。Cu 含量为 1.4% 试样中 C 类晶粒形貌见图 5b,相应的 X 射线能谱图见图 6b。能谱定量分析表明,其 Cu 含量较高(1.72%)。

3 讨论

3.1 Cu 对 IF 钢再结晶的影响

由图 1 所示的硬度 HRB 与保温时间 的关系以及图 2 的金相照片可知,Cu 含量 $\leq 1.0\%$ 时,同一温度下(750)再结晶起始时间和完全再结晶所需时间基本相同;Cu 含量为 1.4% 和 1.7% 的试样,再结晶起始时间和完全再结晶所需的时间较 1.0%Cu 含量以下的试样显著延长。Kim 等^[2]指出 IF 钢中呈固溶态的 Cu 和 Ni 会阻碍 IF 钢的再结晶过程,Hashimoto 等^[3]指出弥散析出物可使 IF 钢的

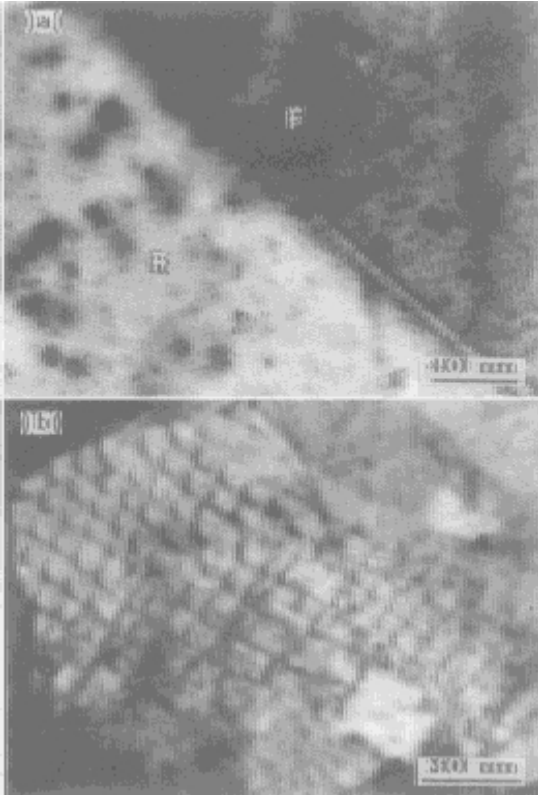


图5 1.4%Cu试样再结晶晶粒形貌图

Fig. 5 TEM micrographs of recrystallized IF steel containing 1.4%Cu

- (a) F type grain and R type grain
(b) C type grain containing dislocation cell

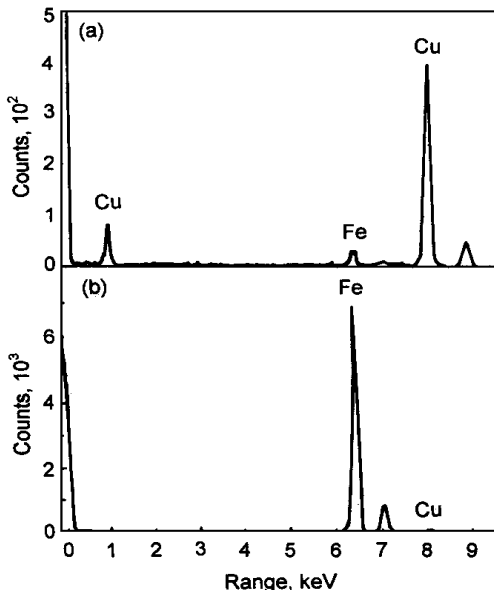


图6 1.4%Cu试样的X射线能谱图

Fig. 6 Energy-dispersive spectrographs
(a) Cu-rich precipitate in R type grain
(b) C type grain

的再结晶温度升高. 根据 TEM 观察的结果, 含 Cu IF 钢完全再结晶试样中大量的晶粒为 F 类平坦晶粒, 其中 Cu 呈弥散析出状态(图 5a). 对 IF 钢的再结晶起阻碍作用. 且 Cu 含量越高, 这种抑制作用越明显. 按照 Kimura 等^[4]给出的 Fe - Cu 相图, 750 °C 时, Cu 在单相铁素体区的饱和固溶度约为 0.9%. 考虑到 IF 钢中含有 CuS 等含 Cu 夹杂物, 可以认为, Cu 含量分别为 0.25%, 0.5% 和 1.0% 的 3 个试样在 750 °C 的温度下, Cu 并未过饱和, 无富 Cu 相析出. 图 1 表明这 3 个试样的再结晶过程基本相同, 说明固溶 Cu 对再结晶动力学影响不明显. 而 1.4% 和 1.7% Cu 试样在 750 °C 加热过程中, 则有超过饱和的 Cu, 使试样中大量弥散的富 Cu 相析出, 而延缓了再结晶的动力学过程.

3.2 凸起晶粒(R类)与平整晶粒(F类)形成原因

光学显微镜、TEM 组织观察及能谱分析结果表明, 含 Cu IF 钢再结晶组织中, 主要为 F 类及 R 类晶粒, 另有少量 C 类晶粒. 含 Cu IF 钢为超低碳钢(碳的质量分数约为 30×10^{-6}), 另一方面 Cu 的加入, 又降低了 A_{c3} 点^[5], 本工作中热轧的终轧温度控制在 900—910 °C 左右, 故终轧时或为奥氏体单相区, 或已进入奥氏体加铁素体两相区. 当在两相区终轧时, 热轧组织中具有两类晶粒. 由于 Cu 在奥氏体中的溶解度比在铁素体中的大, 因此, 终轧时为奥氏体相的那部分组织具有较高的固溶 Cu 含量, 热轧后由此奥氏体相组织转变而来的那部分晶粒也具有较高的固溶 Cu 含量及一定量的富 Cu 析出物, 在随后的冷轧过程中, 由于固溶和析出 Cu 的强化作用, 其形变量较小. 位错密度较低, 750 °C 加热时不但有新的富 Cu 相析出, 原有的析出相也易于长大, 如图 5a 所示的 R 类晶粒. 而终轧时为铁素体的那部分, 冷轧时形变量较大且位错密度较高, 在 750 °C 加热过程中析出相成核地点较多, 导致第二相析出比较小. 如图 5a 所示的 F 类晶粒中的析出.

由于 IF 钢热轧组织决定于终轧温度^[6,7], 终轧时为奥氏体相的那类晶粒, 热轧组织不含 纤维, 最终演变为具有非 纤维组织的 R 类晶粒. 而终轧时为铁素体相的那部分, 热轧组织主要为 纤维和少量 纤维组织, 在随后的冷轧过程中, 纤维组织将进一步发展^[8]. 而 IF 钢在再结晶过程中, 再结晶晶粒在 纤维中即 {111} 面上优先成核, 再吞并其它取向晶粒^[9], 从而形成强的 纤维组织. 根据图 3, 含 Cu IF 钢再结晶组织主要包含两种纤维组分, 有利的 纤维来自于平整的 F 类晶粒; 而凸起的 R 类晶粒对有利组织没有贡献.

当在奥氏体相区终轧时, 终轧后冷却过程中发生奥氏体向铁素体的转变, 其中先转变的铁素体中含合金元素较少, 冷轧时形变量大, 再结晶后演变为具有 纤维组织的平整的 F 类晶粒. 最后转变成的铁素体中含合金元素含量较

多,冷轧时变形量小,再结晶后演变为具有非纤维结构的 R 类晶粒.

因此,可以认为含 Cu IF 钢再结晶组织中 F 类晶粒是由终轧时为铁素体或热轧后合金含量较少的铁素体演变而来的; R 类晶粒是由终轧时为奥氏体相且后转变成的铁素体(其中合金元素含量较高)演变而来的. 两类晶粒也可能源于铸态组织的不均匀性. 所有这些观点尚需要进一步的研究来证实.

4 结论

(1) Cu 的加入明显地延缓 IF 钢的再结晶,随着 Cu 含量的增加,抑制作用逐渐加强. Cu 的弥散析出是延缓 IF 钢再结晶的重要因素.

(2) 利用 EBSD 技术,发现含 Cu IF 钢再结晶组织中含有两类晶粒,一类为平整的 F 类晶粒,晶粒取向接近于 111,有利深冲成形;另一类为凸起的 R 类晶粒,晶粒取向远离 111,形成不利的织构. 在生产中,可以通过加工工艺来控制含 Cu IF 钢的织构,从而获得优良的塑性应变比 r 值.

参考文献

- [1] Yoshitaka O., Toshiyasu U., Masahiko O. *Tetsu Hagan* 1995; 81: 739
(兴津贵隆, 浮穴俊康, 织田昌彦. 铁与钢, 1995; 81:739)
- [2] Kim J H., Lee H C., Park Y B., L üke K. *Mater Sci Forum*, 1994; 157: 983
- [3] Hashimoto N., Yoshinaga N., Kovama K. In: Liang Z D., Zuo L., Chu Y Y eds., *Proc 11 th Int Conf on Textures of Materials (ICOTOM - 11)*. Beijing: International Academy Publishers, 1996:429
- [4] Kimura Y., Takaki S. *ISIJ Int*, 1997; 37: 290
- [5] Wand J A. *Metallography and Heat - Treatment*. Beijing: Mechanical Industry Publishing, 1986: 136
(王健安. 金属学与热处理. 北京:机械工业出版社, 1986: 136)
- [6] Reip C P., Bleck W., GroBerlinden R., Lotter U. *Mater Sci Forum*, 1994; 157 - 162: 2011
- [7] Butron - Guillen M P., Jonas J J. *ISIJ Int*, 1996; 36:68
- [8] Nagataki Y., Hsoya Y. *ISIJ Int*, 1996; 36:451
- [9] Hutchison B. *Mater Sci Forum*, 1994; 157 - 162: 1917