

淬火态 45 号钢在等通道角挤压过程中晶粒演化

汪建敏 陆晋 姜银方 周孔亢 许晓静

【摘要】 将马氏体相变与强塑性变形工艺相耦合,开发了基于等通道角挤压快速制备亚微米级中碳钢工艺。试验采用 45 号钢,就淬火态在不同回火温度和回火时间条件下进行挤压。试验结果表明,由马氏体相变得到的过饱和铁素体为动态再结晶和应变诱导碳化物析出了能量和组织准备,并在一定的回火温度下进行等通道角挤压使位错密度快速增加,实现了动态再结晶,形成了细小晶粒,同时应变诱导碳化物从过饱和的铁素体中以弥散形式析出,使亚微米铁素体基体上均匀分布着细小碳化物。这种组织结构具有较高的稳定性,在 550℃退火 30 min 后,晶粒尺寸仍保持在 1 μm 以内。

关键词: 45 号钢 等通道角挤压 超细晶 淬火态

中图分类号: TG142.1; TG376 **文献标识码:** A

Grain-refining Evolution for Quenched Medium-carbon Steel by Equal-channel Angular Pressing

Wang Jianmin Lu Jin Jiang Yinfang Zhou Kongkang Xu Xiaojing
(Jiangsu University)

Abstract

A technique coupled martensite transformation with severe plastic deformation (SPD) has been developed for rapid producing submicron grain medium carbon steel based on equal channel angular pressing (ECAP). Experiments were conducted on medium-carbon steel, and quenched steel was pressed at different tempering temperatures and time. The results indicted that the homogeneous supersaturated ferrites by martensite transformation was prepared for dynamic recrystallization and strain induced carbide precipitation, accumulated higher dislocation density in the crystal structure during ECAP at given tempering temperature urged to recrystallize and induced carbide particles to precipitate in dispersed phase. Homogeneous ultra-fine grain ferrites with fine carbide particles distributed grain boundaries could be achieved. These submicron microstructures possessed thermal stability and they remained grain size of less than 1 μm after annealing at 550℃ for 30 min.

Key words SAE 1045, Equal-channel angular pressing, Ultra-fine grain, Quenched steel

引言

提高材料强度的主要机制有通过形变增加位错密度,造成位错运动困难(位错强化);通过晶粒细化使位错穿越晶界受阻,产生晶界强化;通过第二相析

出,起到位错钉扎作用,达到弥散强化。在以上强化机制中,尤其是晶界强化不仅在提高强度的同时还可使材料韧性不下降或升高。由于超细晶(ultra-fine grain,简称 UFG)即亚微米或纳米晶材料具有高强度、高塑性性能以及较低温度下的高应变速率

收稿日期: 2006-11-28

汪建敏 江苏大学材料科学与工程学院 副教授, 212013 镇江市

陆晋 江苏大学电气信息工程学院 工程师

姜银方 江苏大学机械工程学院 教授

周孔亢 江苏大学汽车与交通工程学院 教授 博士生导师

许晓静 江苏大学机械工程学院 教授

加工超塑性,引起了人们对钢材 UFG 研究的关注。

采用传统工艺可使钢的晶粒细化到 $10\ \mu\text{m}$ 的数量级,但很难进一步将其细化到 $1\ \mu\text{m}$ 以下,于是提出了各种新的晶粒细化工艺,其中强烈塑性变形 (severe plastic deformation, 简称 SPD)^[1] 是制备超细晶较为有效的工艺,如等通道角挤压 (equal-channel angular extrusion/pressing, 简称 ECAE/ECAP) 工艺^[2~8]。但对于两相组织的钢材,单靠塑性变形很难将组织完全均匀化^[9],并得到在细小铁素体基体上弥散分布着颗粒状碳化物这种最佳组织。本文提出了一种快速制备超细晶中碳钢的加工工艺,以同时满足以上 3 种强化机制,即首先对碳钢进行淬火处理,使碳以过饱和的形式均匀地分布在铁素体中,然后快速回火并保温一定时间进行 ECAP,通过位错运动,应变诱导碳化物析出,动态再结晶使材料快速得到细化。

1 晶粒细化原理

1.1 ECAP 原理

ECAP 的工作原理如图 1 所示,它是由相同横截面的两通道相贯,相交内角为 ϕ ,外角为 ψ ,挤压时,与通道形状一致,且配合、润滑良好的试样放入其中一个通道,在压力作用下试样从一个通道挤压到另一个通道,在经过通道转角处产生纯剪切塑性变形。图 2 为淬火态 45 号钢试样在 ECAP 温挤过程中及挤压完成后的变形情况。ECAP 的切应变 γ 以及等效应变 $\bar{\epsilon}$ 为^[5]

$$\gamma = 2\cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \phi\csc\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) \quad (1)$$

$$\bar{\epsilon} = \frac{2\cot\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right) + \phi\csc\left(\frac{\phi}{2} + \frac{\psi}{2}\right)}{\sqrt{3}} \quad (2)$$

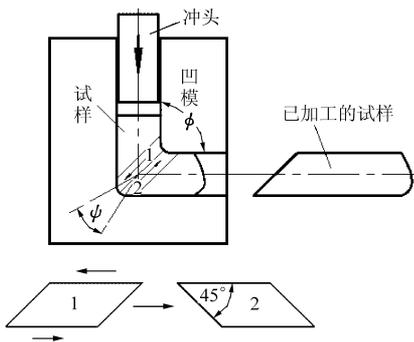


图 1 ECAP 原理图

Fig. 1 Experimental set-up for ECAP

1.2 相变与形变耦合晶粒细化原理

将中碳钢奥氏体化后快速水淬,得到均匀的过饱和铁素体即马氏体组织,之后快速加热到一定的回火温度并保温适当的时间进行 ECAP,由于变形

体内仍保持着相当数量的晶格畸变能,在形变的同时,晶粒内又蓄积了大量的形变能,在它们的共同作用下,为回复和再结晶提供了足够的动力,继而发生动态再结晶,使材料塑性得到提高,从而有可能继续进行 ECAP,同时,由形变所增加的内能也促使过饱和和铁素体向稳定的铁素体转变,应变诱导碳化物析出,使析出的碳化物呈细小的颗粒状均匀地分布在晶内或晶界处,以实现上述 3 种强化机制。因此,相变形成的过饱和晶体结构使材料成分分布均匀,形变产生的位错交割形成亚晶或晶粒,内能的提高使碳化物析出并产生动态再结晶,最终得到在具有一定位错密度的细小铁素体晶粒基体上分布着细小的第二相。

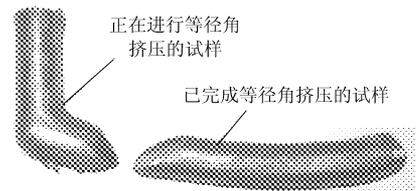


图 2 淬火态 45 号钢在 ECAP 挤压时的变形情况

Fig. 2 Quenched steel sample after ECAP

2 试验材料及方法

2.1 试验材料及试样制备

试验材料为热轧态优质碳素结构钢,牌号为 45 号钢,化学成分(质量分数,%)为:C 0.42~0.5, Si 0.17~0.37, Mn 0.5~0.8, P 0.035, S 0.035,其余为铁,图 3 为原始态 45 号钢的显微组织 SEM 照片,其组织为铁素体+珠光体,平均晶粒尺寸 $20\sim 30\ \mu\text{m}$ 。ECAP 试验时试样尺寸为 $\phi 10\ \text{mm}\times 90\ \text{mm}$, 镦粗试验时尺寸为 $\phi 10\ \text{mm}\times 25\ \text{mm}$ 。45 号钢淬火工艺为:1 113 K(840℃)保温 40 min 后快速在水中淬火,得到马氏体组织,如图 4 所示;之后快速加热到一定温度后并保温适当时间进行 ECAP;为减少挤压过程中的摩擦,降低变形抗力,采用含 MoS_2 的油脂作为润滑剂,挤压速度取 25 mm/s。

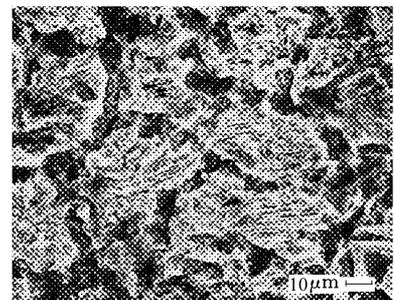


图 3 原始态 45 号钢显微组织 SEM 照片

Fig. 3 SEM image of annealed microstructure of the 0.45wt% C steel

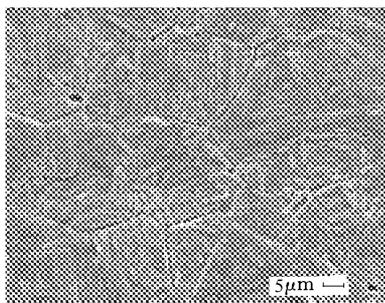


图 4 淬火态 45 号钢显微组织 SEM 照片

Fig. 4 SEM image of quenched microstructure of the 0.45wt% C steel

2.2 模具参数

模具通道交角 ϕ 直接关系到整个挤压过程的变形程度,考虑到变形的难易程度及变形时产生的死区,将模具通道相交处制成圆弧状。根据报道当模具角度 ϕ 取不同值时,剪切面相对于坯料轴线的夹角会发生改变,影响了剪切变形程度。一般随通道交角 ϕ 的增加,剪切变形程度会迅速下降,当 ϕ 大于 135° 时,即使挤压多道次,也较难形成大角度晶界^[10]。因此 ϕ 的取值范围在 $90^\circ \sim 115^\circ$ 为宜。本试验所用通道直径为 10 mm,通道交角 $\phi = 110^\circ$,并用 $R = 8$ mm 的圆弧过渡,在相交外角 $\phi = 30^\circ$ 处也用圆弧过渡。由式(1)~(2)可算出挤压一道次的切应变 $\gamma = 1.25$,等效应变 $\bar{\epsilon} = 0.72$ 。

2.3 试验用仪器

在 BY32-100 型万能油压机上进行镦粗和 ECAP 试验,金相样品用 4% 硝酸酒精溶液进行侵蚀,用 JXA-840A 型扫描电镜(SEM)观察微观组织,并摄取金相照片。表面显微硬度用 HV-1000 型硬度计测量,加载时间 20 s,加载载荷 1.96 N,取至少 5 个 HV 值的平均值作为一个测量值。

3 试验结果及其分析

3.1 挤压温度的选用

淬火态 45 号钢试样在 $400 \sim 650^\circ\text{C}$ 回火并保温 5 min 后,进行镦粗试验所得到的淬火态钢在不同的变形温度与极限压下率 $(H_0 - H)/H_0 \times 100\%$ (H_0 为原始试样高度, H 为肉眼看到出现裂纹时的试样高度)之间的关系如图 5 所示。从图中可以看出,淬火态钢从 400°C 起随着回火温度的升高,塑性逐渐增大,这主要是由于淬火态钢是一个不平衡的过饱和和铁素体,晶格畸变能很大,在低温变形时基本无塑性。随着回火温度的升高,过饱和度降低,晶格畸变程度也在下降,在相对较低的回火温度条件下,其晶体结构还是马氏体,变形主要以孪晶方式进行,塑性较低,当回火温度升高,部分碳化物析出,铁素体过

饱和度和下降,由正方结构向立方结构转变,此时部分位错开始运动,使塑性随回火温度的上升而提高。

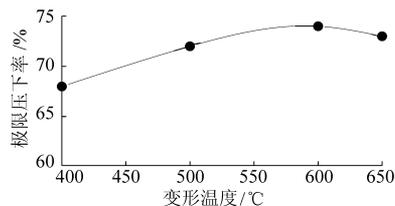
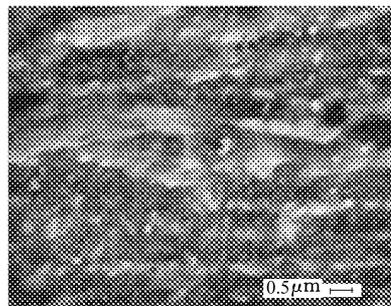


图 5 变形温度与极限压下率的关系曲线

Fig. 5 Relationships between deforming temperature and limited reduction

淬火态 45 号钢在 500°C 保温 5 min 后,快速镦粗时其相对压下率为 70% 时的显微组织 SEM 照片,如图 6 所示。由图可以看出,在此条件下基体仍为过饱和的铁素体,过饱和度较大,变形主要以孪晶和位错运动的方式进行,随着变形量的增大,晶粒内蓄积了大量的形变能,由相变引起的晶格畸变能与变形引起的形变能使得碳原子的活动能力大大地增加,使不平衡的过饱和铁素体组织开始向稳定的铁素体组织转化,由于变形温度相对较低,变形速度较快,碳原子还只能做短程运动,过饱和的碳从铁素体中以碳化物的形式在晶内或晶界处以质点形式析出(见图 6 中白色小亮色的析出),在碳化物析出的同时,过饱和度下降,晶格畸变缓和,材料硬度有所下降,从而形成软化,使得塑性得以提高。但在这个温度范围变形,发生动态再结晶的速度要比加工硬化的速度低,还无法完全消除由于位错运动带来的加工硬化,使得材料的塑性还不能完全充分地发挥出来。

图 6 在 500°C 保温 5 min 后镦粗时其相对压下率为 70% 的显微组织 SEM 照片Fig. 6 SEM image of microstructure with reduction of 70% during warm forged at 500°C held 5 min

当加热到合适的温度并保温适当时间后,由于晶粒内部仍保持着一定数量的晶格畸变能,变形的同时,晶粒内又蓄积了大量形变能,在它们的共同作用下,为回复和再结晶提供了足够的动力,继而发生了连续的动态再结晶。此外,由变形所增加的内能也同时促使过饱和铁素体向稳定的铁素体转变,应变

诱导碳化物析出,使析出的碳化物呈细小的颗粒状均匀地分布在晶内和晶界处。图7为淬火态钢在600℃保温5 min后快速镦粗其相对压下率为70%时的显微组织SEM照片,由图可以看出,在这个温度下发生很大的变形,并没有发现大量的位错带及位错堆积,这说明发生了动态再结晶,表现出由于塑性变形导致的加工硬化与动态再结晶产生的软化正好达到一个动态平衡,硬化与软化交替进行着,使得材料塑性得以充分发挥。同时变形所增加的内能也加快促使过饱和铁素体向稳定的铁素体转变,从而应变诱导碳化物以质点的形式从晶界或晶内析出。若回火温度过高或保温时间过长,碳化物会完全从晶内析出,使内能降低,晶粒长大,此时变形主要以晶内的位错运动为主,动态再结晶以及应变诱导碳化物析出的概率就大大地减小,影响了晶粒细化,还会导致塑性有所下降,图8为回火温度650℃、保温30 min后镦粗时其相对压下率为60%时的显微组

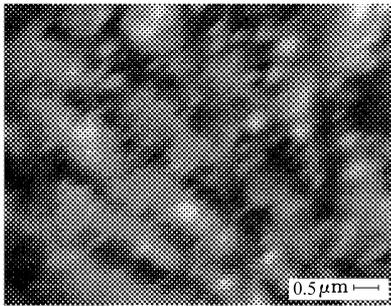


图7 在600℃保温5 min后镦粗其相对压下率为70%的显微组织SEM照片

Fig. 7 SEM image of microstructure with reduction of 70% during warm forged at 600℃ held 5 min

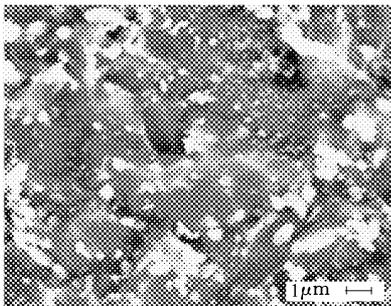


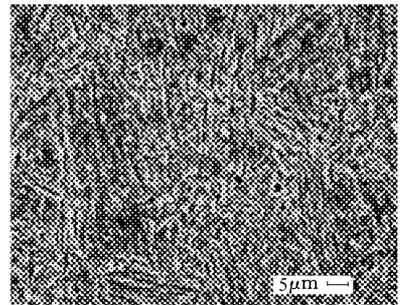
图8 在650℃保温30 min后镦粗时相对压下率为60%的显微组织SEM照片

Fig. 8 SEM image of microstructure with reduction of 60% during warm forged at 650℃ held 30 min

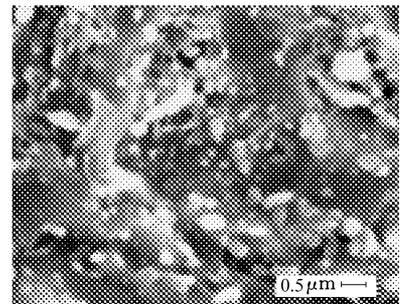
织SEM照片,由图可以看出,由于回火温度较高,保温时间较长,此时组织已近于平衡,碳化物已经析出并有所长大,这些长大了的碳化物对位错运动起了钉扎作用,从而导致位错堆积,加工硬化加剧,引起了应力集中,宏观上表现为塑性有所减低,不利于ECAP的顺利进行。

3.2 ECAP后的显微组织及显微硬度

由镦粗试验得出,淬火态45号钢在回火温度600℃并保温适当时间后进行变形能充分发挥其塑性指标。图9为淬火态45号钢在600℃保温10 min后快速进行一道次ECAP所得到的显微组织照片。由图9a可以看出,淬火态45号钢经过一道次ECAP后,组织分布均匀,仍保持着马氏体的形貌,但大部分板条晶呈现出破损和弯曲的形貌,说明ECAP时,大量的微剪切带破坏了原有板条的边界,使铁素体再结晶晶核形成过程中,原来过饱和的碳原子因应变析出会偏聚在晶核界面处,阻碍晶核的长大,如图9b所示,最终得到析出的碳化物(图中白色亮点)以质点的形式均匀地分布在晶粒尺寸 $1\mu\text{m}$ 的铁素体的基体上,并且在细小的铁素体晶粒中还存在着一定量的位错密度,满足了位错、细晶、弥散相3种强化机制,使材料的综合性能得到了充分的挖掘。45号钢相变后进行ECAP,其显微硬度从原始态的207HV增加到347HV,从硬度与强度之间的关系可推算出强度指标由原始态 $\sigma_b=720\text{MPa}$ 提高到 $\sigma_b=1\,160\text{MPa}$ 。



(a)



(b)

图9 在600℃保温10 min后一道次ECAP后的横截面显微组织照片

Fig. 9 SEM image of microstructure of quenched steel with 0.45% carbon after one pass ECAP at 600℃ held 10 min

(a) 低倍视场图 (b) 高倍视场图

3.3 ECAP后显微组织的稳定性

图10为ECAP后再经550℃退火30 min后的显微组织照片。由图可以看出,经550℃退火后,其晶粒尺寸仍保持在 $1\mu\text{m}$ 大小水平,说明用这种工

艺得到的组织具有较高的热稳定性,其原因就是应变诱导出的细小碳化物偏聚在晶界或晶内处,它们不容易聚集、长大,可有效地阻止铁素体晶粒长大。

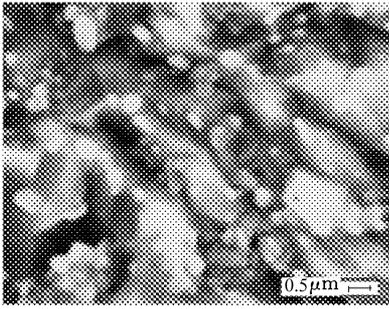


图 10 550 C 退火 30 min 后的显微组织 SEM 照片

Fig. 10 SEM image of microstructure of anneal at 550 C for 30 min

4 结论

(1) 淬火态 45 号钢在一定的回火温度下能成功地进行 ECAP,并使 45 号钢晶粒快速细化到 $1 \mu\text{m}$ 。

(2) 碳钢中的块状铁素体和珠光体两相组织可通过相变和 ECAP 工艺使其组织均匀化,消除了原先铁素体区域与珠光体区域的块状界线,使颗粒状渗碳体均匀地分布在铁素体基体上。

(3) 回火态马氏体晶粒越细小,ECAP 后得到的组织就越均匀,形变所析出的碳化物颗粒越细小,铁素体晶粒尺寸越细小。

(4) 相变与形变耦合得到的组织,具有很高的热稳定性。

参 考 文 献

- 1 赵新,高聿为,南云,等. 制备块体纳米/超细晶材料的大塑性变形技术[J]. 材料导报,2003,17(12):5~8.
- 2 Segal V M, Reznikov V I, Drobyshvskiy A E, et al. Plastic metal working by simple shear right bracket[J]. Russia Metallurgy, 1981(1):99~105.
- 3 Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M, et al. An investigation of micro-structural evolution during equal-channel angular pressing[J]. Acta Materilia, 1997,45(11):4 733~4 741.
- 4 Iwahashi Y, Horita Z. The process of grain refinement in equal-channel angular pressing[J]. Acta Materilia, 1998, 46(9):3 317~3 331.
- 5 Iwahashi Y, Wang Jingtao, Horita Z, et al. Principle of equal-channel angular pressing for the processing of ultra-fine grained materials[J]. Scripta Materialia, 1996, 35(2):143~146.
- 6 Segal V M. Materials processing by simple shear[J]. Materials Science and Engineering A, 1995, 197(2):157~164.
- 7 Ferrasse S, Segal V M, Hartwig K T, et al. Microstructure and properties of copper and aluminum alloy 3003 heavily worked by equal channel angular extrusion[J]. Metallurgical and materials Transactions A, 1997, 28(4): 1 047~1 057.
- 8 汪建敏,许晓静,石凤健,等. 侧向等径挤压过程中的材料组织演化规律[J]. 锻压技术, 2005, 30(2):41~43.
- 9 汪建敏,陆晋,周孔亢,等. 基于剧烈塑性变形的超细晶中碳钢制备技术[J]. 农业机械学报, 2006, 37(12):209~212.
- 10 Horita Z, Furukawa M, Nemoto M, et al. Development of fine-grained structures using severe plastic deformation [J]. Materials Science and Technology, 2000, 16(11~12):1 239~1 245.

(上接第 115 页)

- 8 李民赞. 基于可见光光谱分析的土壤参数分析[J]. 农业工程学报, 2003, 19(5):36~41.
- 9 Blanco M, Coello J, Montoliu I, et al. Orthogonal signal correction in near infrared calibration[J]. Analytica Chimica Acta, 2001, 434(1):125~132.
- 10 Lennart E, Johan T, Erik J, et al. Orthogonal signal correction, wavelet analysis, and multivariate calibration of complicated process fluorescence data[J]. Analytica Chimica Acta, 2000, 420(2):181~195.
- 11 Wold S, Henrik A, Fredrik L, et al. Orthogonal signal correction of near-infrared spectra[J]. Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, 1998, 44(1):175~185.
- 12 任芊,解国玲,董守龙,等. OSC-PLS 算法在近红外光谱定量分析中的应用的研究[J]. 北京理工大学学报, 2005, 25(3):272~275.
- 13 褚小立,袁洪福,陆婉珍. 近红外分析中光谱预处理及波长选择方法进展与应用[J]. 化学进展, 2004, 16(4):528~542.