

IF 钢织构与晶界特征分布的研究 *

曹圣泉 张津徐 吴建生

(上海交通大学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 (BA) 和连续退火 (CA) 工艺进行了模拟实验, 并运用 EBSD 技术对两种 IF 钢板的织构、晶界特征分布及其与二次加工脆性之间的关系进行了研究. 结果表明, 两种不同退火工艺的 IF 钢板在织构和晶界特征分布上存在很大的差异. (1) 连续退火 IF 钢板呈现强烈的 $\{111\}$ 再结晶织构, 它由 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 和 $\{111\}\langle 112 \rangle$ 两类取向晶粒组成; 罩式退火 IF 钢板的 $\{111\}$ 再结晶织构相对较弱, 且主要由 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 组成; (2) 连续退火 IF 钢板中含有较多的 $\Sigma 3$, $\Sigma 13$, $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 11$ 重位晶界, 而罩式退火的 IF 钢板中只含有 $\Sigma 3$ 和 $\Sigma 13$ 重位晶界; (3) 连续退火 IF 钢板中低能晶界与高能随机晶界均匀分布, 而罩式退火 IF 钢板中低能晶界成团集中分布, 高能晶界分布在团簇周围构成粗大的网状, 这是 IF 钢板产生二次加工脆性的重要原因.

关键词 IF 钢, 织构, 晶界特征分布, 二次加工脆性

中图分类号 TG113.1, TG142 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2004)10-1045-06

STUDY OF TEXTURE AND GRAIN BOUNDARY CHARACTER DISTRIBUTIONS OF IF STEELS

CAO Shengquan, ZHANG Jinxu, WU Jiansheng

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

CHEN Jiaguang

Testing Centre, Baosteel Institute, Shanghai Baosteel Group Corp., Shanghai 201900

Correspondent: CAO Shengquan, associate professor, Tel: (021)27606320,

E-mail: csquan1220@sjtu.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.50171040)

Manuscript received 2003-11-12, in revised form 2004-02-16

ABSTRACT The batch annealing and continuous annealing of IF steel sheets have been simulated. Texture, grain boundary character distributions (GBCD) and their relations 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 texture and grain boundary character distributions: (1) Continuous annealing IF sheets have a strong $\{111\}$ recrystallization texture composed of $\{111\}\langle 110 \rangle$ and $\{111\}\langle 112 \rangle$, while the batch annealing IF sheets is composed of weak texture of $\{111\}\langle 110 \rangle$; (2) Large number of $\Sigma 3$, $\Sigma 13$, $\Sigma 9$ and $\Sigma 11$ CSL boundaries produced in continuous annealing IF sheets, while in batch annealing IF sheets $\Sigma 3$ and $\Sigma 13$ CSL boundaries obviously occurred; (3) Low energy boundaries distributed uniformly in continuous annealing IF sheets, while in batch annealing IF sheets low energy boundaries are accumulative, and random boundaries distribute around the low energy boundaries to form a thick network, which leads to the SWE.

KEY WORDS IF steel, texture, grain boundary character distribution, secondary working embrittlement

无间隙原子钢 (interstitial-free steel, 简称 IF 钢)

具有优异的深冲性能而被广泛应用于汽车工业. 已有研究表明^[1-3], IF 钢之所具有高的塑性应变比与其强烈的 $\{111\}$ 再结晶织构密切相关. 因此, 除利用 X 射线衍射技术进行织构测定外, 对其各类特征取向晶粒的组成及其分布进行研究也是十分必要的.

对于含磷 (P) 高强 IF 钢, 由于 P 易在晶界产生偏

* 国家自然科学基金资助项目 50171040

收到初稿日期: 2003-11-12, 收到修改稿日期: 2004-02-16

作者简介: 曹圣泉, 男, 1976 年生, 副教授, 博士

析,大大降低了晶界结合强度,使得 IF 钢汽车板在冲压成型后的使用过程中存在受低温冲击而断裂的危险,即出现二次加工脆性现象^[4]。二次加工脆性的敏感程度通常用韧-脆转变温度 (DBTT) 来衡量,为避免出现二次加工脆性就应尽量降低 DBTT。研究表明^[5,6],多晶材料的脆性断裂与其晶界特征分布 (grain boundary character distribution, 简称 GBCD) 密不可分。从而希望通过调整材料的加工工艺,优化、控制 GBCD 进而达到改善和提高材料性能之目的。根据 Watanabe^[7] 提出的晶界特征分布的概念,将晶界分为三种类型:当相邻两晶粒间的取向差小于 15° 时,定义为小角度晶界 (也称 $\Sigma 1$ 晶界);当晶界的 Σ 值位于 3—29 时,定义为低 Σ 重位点阵 (CSL) 晶界;而 Σ 值大于 29 的晶界称为随机晶界。前两种晶界一般称为低能晶界,而第三种晶界称为高能晶界。众多研究表明^[8-10],低 Σ CSL 晶界结合力强、能量低,与随机晶界相比具有更好的抗脆性和抗腐蚀性。因而低 Σ CSL 晶界在多晶材料中所占的比重及其特征分布情况都将直接影响到多晶材料的机械和物理性能。

最近发展起来的电子背散射衍射 (electron back-scatter diffraction, 简称 EBSD) 技术,可以对块状样品上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、取向和组织等与多晶材料性能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^[11,12]。

本文模拟了 IF 钢板的两种退火工艺,并运用 EBSD 技术对实验钢板的组织和晶界特征分布及其与二次加工脆性间的关系进行了研究,为改善 IF 钢板的二次加工脆性,进一步提高钢板的深冲性能提供了理论指导。

1 实验材料和方法

实验用 IF 钢板取自上海宝钢生产的 Ti-IF 钢冷轧板,厚度为 0.8 mm,其成分 (质量分数, %) 为: C 0.0016, S 0.012, Mn 0.14, P 0.007, S 0.0004, Al 0.036, N 0.0022, Ti 0.072。

根据现场生产 IF 钢的退火制度,在实验室的保护气氛箱式退火炉中模拟罩式退火,其工艺设定如下:室温装炉,以 $50^\circ\text{C}/\text{h}$ 的升温速度将实验钢板加热至 710°C ,保温 4 h 后,随炉冷却;连续退火模拟在宝钢 CCT-WAY 薄板连续退火模拟装置上进行,工艺参数的设定如下:以 $15^\circ\text{C}/\text{s}$ 的升温速度升温至 850°C ,保温 2 min 后,以 $10^\circ\text{C}/\text{s}$ 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。组织和晶界特征分布的分析均在装有

EBSD 附件的 JCX-733 型探针扫描仪上进行。

2 实验结果与分析

2.1 性能比较

不同退火工艺得到的实验钢板的性能如表 1 所示。采用连续退火工艺的实验 IF 钢板其平均塑性应变比值 (r_m)、硬化指数 (n) 和延伸率 (δ) 都明显优于罩式退火工艺的实验钢板,而韧-脆转变温度 (DBTT) 尤为明显。这表明在二次冲压成形过程中罩式退火工艺的 IF 钢板更易出现二次加工脆性现象。

表 1 两种实验钢板的性能

Table 1 Property of batch and continuous annealing sheets

Process	σ_s , MPa	σ_b , MPa	δ , %	r_m	n	DBTT, $^\circ\text{C}$
BA	133	270	45	1.96	0.21	-10
CA	147	298	51	2.45	0.25	-70

2.2 再结晶晶粒尺寸分布与组织分析

图 1 为不同退火工艺实验 IF 钢板的 EBSD 图,图中反映出晶粒间取向差 $\theta > 2^\circ$ 的真实晶粒尺寸差异。两实验钢板得到的均为等轴铁素体晶粒,但采用 CA 工艺退火的实验钢板晶粒尺寸细小均匀,平均晶粒尺寸约 $25\ \mu\text{m}$ (图 1b),而 BA 工艺退火的实验钢板晶粒尺寸较粗大,平均晶粒尺寸约 $50\ \mu\text{m}$,且分布不均匀 (图 1a)。晶粒尺寸的

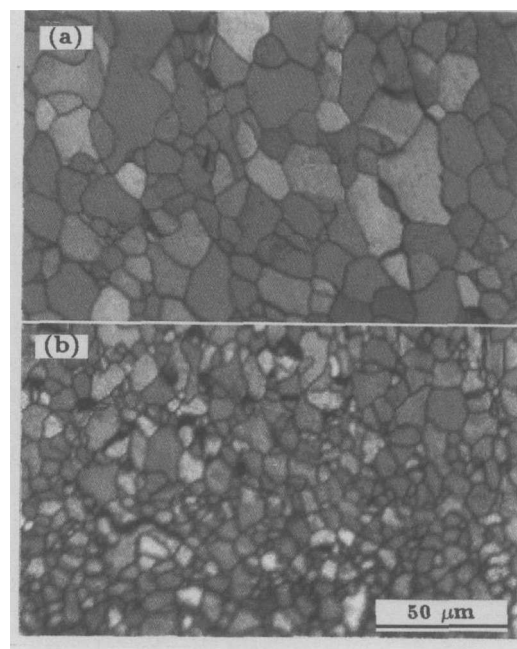


图 1 不同退火工艺条件下 IF 钢板中的真实晶粒尺寸分布

Fig.1 EBSD maps of two kinds of annealing IF steel sheets, showing the size distribution of grains with orientation difference $>2^\circ$

- (a) coarse and non-uniform grains in batch annealing (BA) IF sheets
- (b) fine and uniform grains in continuous annealing (CA) sheets

差异主要原因是与 BA 工艺相比, CA 工艺中试样是直接快速进入高温,使再结晶形核率显著增加,且远远大于长大速率。再结晶晶粒尺寸与形核率和长大速率之间的关系式为^[13]

$$D = 2 \left| \frac{3\nu}{\pi N} \right|^{1/4} \quad (1)$$

式中, D 为再结晶晶粒的尺寸, ν 为再结晶晶粒的长大速率, N 为再结晶晶粒的形核率。从式 (1) 可知, 形核率的增加使再结晶晶粒细化。这些均匀细小的等轴铁素体晶粒使得经连续退火的 IF 钢板获得比罩式退火的 IF 钢板更高的延伸率、断裂强度和硬化指数。

r_m 值的高低与再结晶织构密切相关。通常 γ 纤维织构越强, α 织构越弱, r_m 值则越高。图 2 为不同退火工艺条件下实验钢板的反极图。从图中可看出, 连续退火 IF 钢板比罩式退火 IF 钢板含有更多 $\{111\}$ 晶面平行与轧面的再结晶晶粒, 即连续工艺退火的 IF 钢板显示更强烈的 γ - $\langle 111 \rangle \parallel$ ND 再结晶织构。连续退火 IF 钢板的 $\{111\}$ 再结晶织构由 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 和 $\{111\}\langle 112 \rangle$ 取向的两类晶粒组成, 而罩式退火 IF 钢板的 $\{111\}$ 再结晶织构主要由 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 取向的晶粒组成, 含少量的 $\{111\}\langle 112 \rangle$ 取向晶粒。这种再结晶织构的强度与组分的差别原因主要是由于连续退火温度高, 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, 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, 各织构组分间发生相互转变^[14], 但转变率不尽相同, $\{111\}\langle 112 \rangle$ 取向和其它取向的晶粒转变为 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 取向的转变率要远远大于 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 转变为其它取向的转变率, 因而罩式退火工艺中 $\{111\}\langle 110 \rangle$ 取向多, $\{111\}\langle 112 \rangle$ 取向少。

表 2 为两实验钢板中晶粒取向分布的统计结果。从表中可看出, 经连续退火的 IF 钢板中不仅有利取向的晶粒要比罩式退火的多, 而不利的 $\{100\}\langle 110 \rangle$ 晶粒取向也要比罩式退火的少, 这主要是因为, 在高温短时的连续退火工艺中, 第二相粒子在 850 °C 时尚未溶解, 在保温 2 min

表 2 两实验钢板中晶粒取向分布的统计

Table 2 Statistics of grains orientation distribution in IF sheets treated by two processes

Grain orientation	Grain fraction $f(g)$, %	
	Batch ann.	Continuous ann.
$\{111\}\langle 110 \rangle$	15	18
$\{111\}\langle 112 \rangle$	5.6	16
$\{100\}\langle 110 \rangle$	4.6	3.2
$\{112\}\langle 110 \rangle$	7.5	8.7

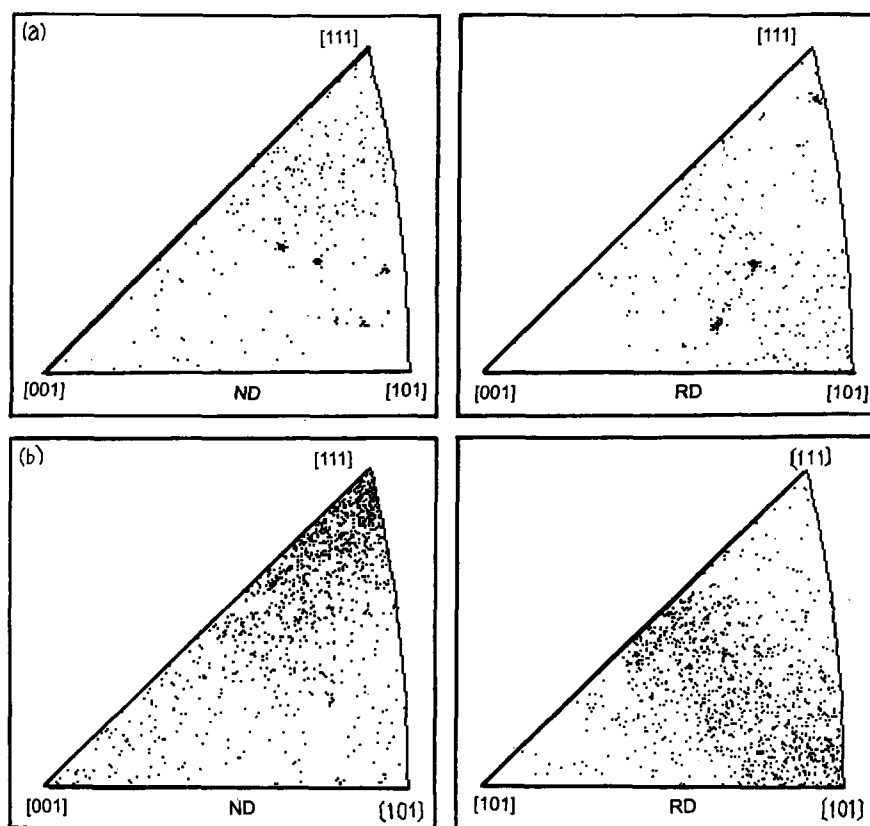


图 2 不同退火工艺条件下 IF 钢板的反极图

Fig. 2 Inverse pole figures of different annealing IF sheets, showing that CA sheets having a strong $\{111\}$ recrystallization texture composed of $\{111\}\langle 110 \rangle$ and $\{111\}\langle 112 \rangle$ (a), while BA sheets to be composed of weak texture of $\{111\}\langle 110 \rangle$ (b)

的时间里尚未长大,保持细小,稀疏分布状态,从而抑制了 $\{100\}\langle 110\rangle$ 取向的发展.

2.3 IF 钢板在不同退火工艺下的晶界特征分布

图3为不同退火工艺条件下IF钢板中的低 Σ CSL晶界分布及统计.结果表明,连续退火IF钢板中的CSL晶界数量上要明显多于罩式退火IF钢板,且连续退火IF钢板中的低 Σ CSL晶界均匀分布,而罩式退火IF钢板中的CSL晶界成团集中分布.在CSL晶界类型上两实验钢板也存在差异,连续退火的IF钢板中除 $\Sigma 3$ 和 $\Sigma 13$ 两类主要重位点阵晶界外,还含有较多的 $\Sigma 7$, $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 11$ 等重要低 Σ CSL晶界,而罩式退火工艺的IF钢板中除 $\Sigma 3$ 和 $\Sigma 13$ 两类主要重位点阵晶界外其它CSL晶界含量很少.两种实验钢板低 Σ CSL晶界数量与类型的差异与两实验钢板织构强度和组分的差异密切相关.晶界类型由晶界两侧位向关系决定,设某晶界两侧的晶粒位向矩阵分别为 A , B ,晶粒位向间的变换矩阵为 M

$$A = \begin{vmatrix} u_1 & u_2 & u_3 \\ v_1 & v_2 & v_3 \\ w_1 & w_2 & w_3 \end{vmatrix} \quad B = \begin{vmatrix} u'_1 & u'_2 & u'_3 \\ v'_1 & v'_2 & v'_3 \\ w'_1 & w'_2 & w'_3 \end{vmatrix}$$

则

$$M = AB^{-1} \quad (2)$$

两晶粒的公共旋转轴 $[hkl]$ 可按以下公式求得:

$$[hkl] = [1, (m_{13} - m_{31})/(m_{32} - m_{23}), (m_{21} - m_{12})/(m_{32} - m_{23})] \quad (3)$$

旋转角

$$\theta = \cos^{-1}\{(m_{11} + m_{22} + m_{33} - 1)/2\} \quad (4)$$

根据 $[hkl]$ 与 θ 值即可确定该晶界的 Σ 值.由于实测的 $[hkl]$ 和 θ 与理论值往往存在偏差,被测晶界 Σ 值的有效性由Brandon准则^[15]来判定:

$$\Delta\theta \leq 15^\circ \Sigma^{-\frac{1}{2}} \quad (5)$$

$$\Delta\theta = 2\tan^{-1}[\tan^2(\Delta\theta_1/2) + \tan^2(\Delta\theta_2/2)]^{1/2} \quad (6)$$

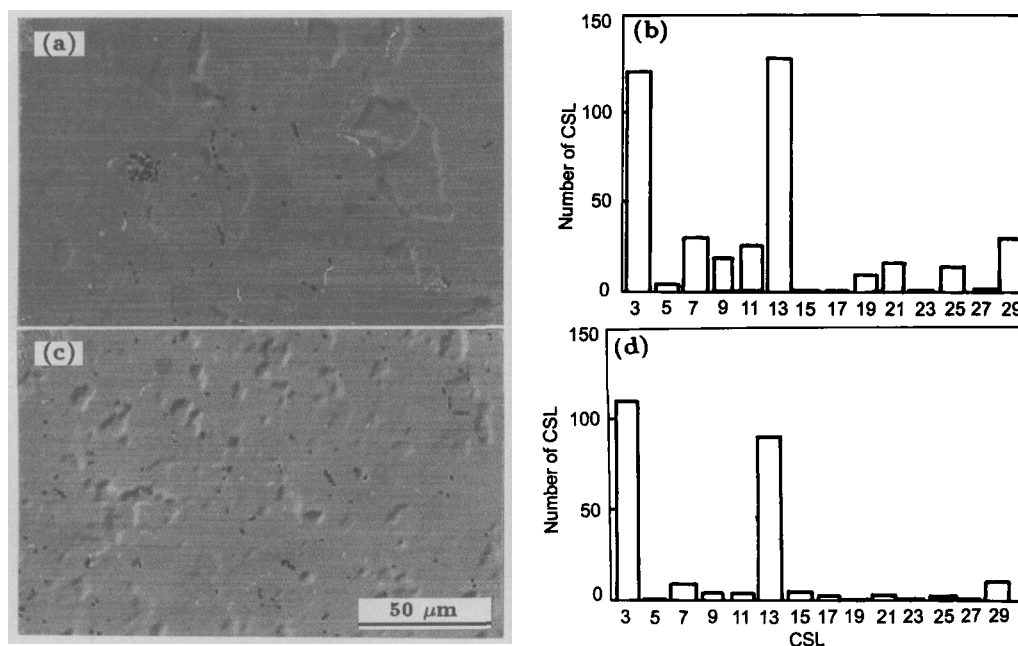


图3 不同退火工艺条件下IF钢板中的低 Σ CSL晶界分布及统计

Fig.3 Distribution and statistic of low Σ CSL boundaries of two kinds of annealing IF steels, showing that in addition to large number of $\Sigma 3$ and $\Sigma 13$, more $\Sigma 7$, $\Sigma 9$ and $\Sigma 11$ etc. CSL boundaries produced in continuous annealing IF sheets, while in batch annealing IF sheets $\Sigma 3$ and $\Sigma 13$ CSL boundaries occurred obviously (small black points are testing ones)

- (a) low Σ CSL boundaries distribution in BA sheets (b) statistic of low Σ CSL boundaries in BA sheets
(c) low Σ CSL boundaries distribution in CA sheets (d) statistic of low Σ CSL boundaries in CA sheets

式中 $\Delta\theta_1$ 为旋转轴的偏差, $\Delta\theta_2$ 为旋转角的偏差. 根据上述关系计算可知: 具有相同取向的晶粒间形成 $\Sigma 3$ CSL 晶界 (孪晶界), 而 $\{111\}\langle 110\rangle$ 取向的晶粒和 $\{111\}\langle 112\rangle$ 取向的晶粒间存在较好的 $30^\circ\langle 111\rangle$ 取向关系, 构成 $\Sigma 13$ CSL 晶界; $\{111\}\langle 110\rangle$ 取向的晶粒与冷轧 $\alpha\{112\}\langle 110\rangle$ 基体间存在 $35^\circ\langle 110\rangle$ 取向关系, 构成 $\Sigma 9$ CSL 晶界; $\{111\}\langle 110\rangle$ 取向和 $\{111\}\langle 112\rangle$ 取向与冷轧 $\alpha\{100\}\langle 110\rangle$ 基体间存在 $54^\circ\langle 110\rangle$ 取向关系, 即 $\Sigma 11$ CSL 晶界. 这种 CSL 晶界类型与晶粒取向间的关系, 导致了两种具有不同织构的 IF 钢板在 CSL 晶界特征分布上的差异.

低 Σ 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^[16], 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^[17]. 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 Σ 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. 连续退火的 IF 钢板中高能随机晶界与低能晶界均匀分布, 且相互分

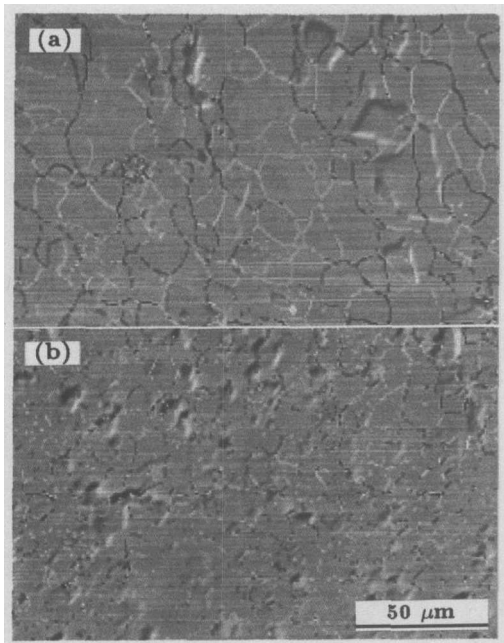


图 4 不同退火工艺条件下高能随机晶界与低能晶界在 IF 钢板中的特征分布

Fig.4 Grain boundary character distribution of IF steel sheets

- (a) low energy boundaries (white line) accumulating and random boundaries (black line) forming thick networks in batch annealing IF sheets
- (b) low energy boundaries and random boundaries distributing uniformly in continuous annealing sheets

割. 而罩式退火的 IF 钢板中, 低能晶界成团集中分布, 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 P 极易在这些构成粗大网状的随机晶界上产生偏聚^[18], 使晶界结合力降低; IF 钢板进行二次冲压成形时, 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, 这是导致产生二次冷加工脆性的重要原因.

图 5 为多晶材料中晶界特征分布和材料断裂方式之间的关系示意图. 途径 A 为裂纹扩展过程中受到低能晶界的阻挡, 而发生穿晶断裂; 途径 B 则为裂纹源沿着高能随机晶界迅速扩展, 产生典型的沿晶脆性断裂. 从该示意图很容易理解两实验钢板在二次加工脆性上的差异与它们的晶界特征分布的差异密切相关. 因此, 增加 IF 钢板中的低 Σ CSL 晶界和小角度晶界, 并使它们在钢板中均匀分布, 即优化钢板的晶界特征分布, 可以使 IF 钢板的二次加工脆性得到改善, 从而提高 IF 钢板的深冲性能.

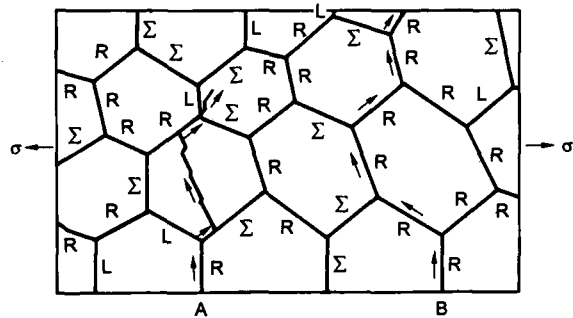


图 5 多晶材料中晶界特征分布和材料断裂方式之间的关系示意图

Fig.5 Schematic representation of grain boundary structure dependent fracture process in polycrystal, in which path A: combined process of intergranular and transgranular fractures, path B: typical intergranular fracture (L: low angle boundary, Σ : low Σ CSL boundary, R: random boundary)

3 结论

(1) 连续退火 IF 钢板具有较高的塑性应变比 r 值, 和低的韧 - 脆转变温度, 其深冲性能大大优于罩式退火 IF 钢板.

(2) 连续退火 IF 钢板的晶粒尺寸细小, 且分布均匀而罩式退火的实验钢板晶粒较粗大且分布不均匀.

(3) 连续退火 IF 钢板呈现强烈的 $\{111\}$ 再结晶织构, 它由 $\{111\}\langle 110\rangle$ 和 $\{111\}\langle 112\rangle$ 两类取向晶粒组成; 罩式退火 IF 钢板的 $\{111\}$ 再结晶织构相对较弱, 且主要由 $\{111\}\langle 110\rangle$ 晶粒组成.

(4) 连续退 IF 钢板中含有较多的 $\Sigma 3$, $\Sigma 13$, $\Sigma 7$, $\Sigma 9$ 和 $\Sigma 11$ 重位晶界, 而罩式退火的 IF 钢板中只含有 $\Sigma 3$ 和 $\Sigma 13$ CSL 晶界, 这种差异是由于两种实验钢板中的织构不同造成的.

(5) 低 Σ CSL 晶界和小角度晶界能减少裂纹源的产生和阻碍裂纹源的扩展, 连续退火 IF 钢板中数量众多的低能晶界与高能随机晶界均匀分布, 使得其 DBTT 大大降低; 而罩式退火 IF 钢板中低能晶界数量较少且成团集中分布, 随机晶界分布在团簇周围构成粗大的网状, 这是罩式退火 IF 钢板易产生二次加工脆性的重要原因。

参考文献

- [1] He C S, Zhang Y D, Wang Y N. *Scr Mater*, 2003; 48: 737
- [2] Lee S H, Lee D N. *Mater Sci Eng*, 1998; A249: 84
- [3] Pero-Sanz J, Ruiz-Delgado M, Martinez V. *Mater Character*, 1999; 43: 303
- [4] Chu Y Z, Fan Y. *Spec Steel*, 2001; 1: 36
(初元璋, 潘岩. 特殊钢, 2000; 1: 36)
- [5] Tadao W, Sadahiro T. *Acta Mater*, 1999; 15: 4171
- [6] Bystrzycki J, Varin R A, Nowell M, Kurzydowski K J. *Intermetallics*, 2000; 8: 1049
- [7] Watanabe T. *Mater Forum*, 1988; 11: 284
- [8] Don J, Majumdar S. *Acta Metall*, 1986; 34: 961
- [9] Hayakawa Y, Szpunar J A. *Acta Mater*, 1997; 3: 1285
- [10] Palumbo G, Erb U, Aust K T. *Mater Sci Eng*, 1994; A37: 27
- [11] Brochu M, Yokota T, Satoh S. *ISIJ Int*, 1997; 9: 872
- [12] Adachi Y, Seki A. *J Inst Met*, 1998; 8: 754
- [13] Mao W M, Zhao X B. *The Metallic Recrystallization and Grain Growth*. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1994: 15
(毛卫民, 赵新兵. 金属的再结晶与晶粒长大. 北京: 冶金工业出版社, 1994: 15)
- [14] Wang G, Sun J L, Wang F, Liang Z D. *J Northeastern Univ*, 1998; 4: 381
(王刚, 孙建伦, 王福, 梁志德. 东北大学学报, 1998; 4: 381)
- [15] Brandon D G. *Acta Metall*, 1966; 14: 1479
- [16] Lehigh E M, Palumbo G, Lin P. *Scr Mater*, 1998; 3: 353
- [17] Palumbo G, King P J, Aust K T. *Scr Mater*, 1991; 25: 1775
- [18] Chen J G, Li Z. *Chin Mach Eng*, 2001; 3: 334
(陈家光, 李忠. 中国机械工程, 2001; 3: 334)