

文章编号: 1000-5862(2017)01-0062-05

# 大变形轧制超细晶 TWIP 钢的组织及性能研究

张道达<sup>1</sup> 孙衍乐<sup>2</sup> 姚学峰<sup>2</sup> 熊伟<sup>1</sup> 付立铭<sup>2\*</sup> 单爱党<sup>2</sup>

(1. 江西省机械科学研究所 江西 南昌 330002; 2. 上海交通大学材料科学与工程学院 上海 200240)

**摘要:** 通过大变形异步-同步轧制及随后 600 ℃ 和 700 ℃ 退火处理, 成功制备了超细晶高锰 TWIP 钢, 并研究了退火处理对大变形 TWIP 钢的组织 and 性能的影响. 研究表明: 经 96% 异步-同步大变形轧制后, 材料组织显著细化, 抗拉强度从 621 MPa 大幅提升至 2 050 MPa; 经过 600 ℃ 退火后, 大变形轧制 TWIP 钢的组织基本完成了再结晶, 材料的平均晶粒尺寸约为 500 nm, 抗拉强度 1 079 MPa, 延伸率达到了 29%; 而经过 700 ℃ 退火后, 大变形 TWIP 钢的组织发生了完全再结晶, 平均晶粒尺寸约为 600 nm, 抗拉强度达到了 1 101 MPa, 延伸率达到了 54%. 退火后的组织中存在大量的层错、位错胞等亚结构. 相对于大变形轧制态和 600 ℃ 退火态, 700 ℃ 退火态的超细晶 TWIP 钢的优异的综合力学性能, 主要源于孪晶诱发塑性变形机制及合金较低的层错能.

**关键词:** 超细晶 TWIP 钢; 大变形轧制; 退火; 组织; 性能

**中图分类号:** TG 335.1 **文献标志码:** A **DOI:** 10.16357/j.cnki.issn1000-5862.2017.01.12

## 0 引言

目前, 油耗、污染和安全问题是汽车工业发展所面临的三大重要挑战. 如何提高车身安全性并降低车身质量是困扰汽车设计者的难题之一. 钢铁材料占据车身总质量的 50% ~ 60%, 高强度钢和超高强度钢的研发和应用将是解决汽车工业发展难题的最有效途径<sup>[1-2]</sup>. 高锰 TWIP 钢 (TWIP: TWinning Induced Plasticity) 是孪晶诱导塑性钢, 兼具高强度、高塑性和高能量吸收能力, 是最具潜力的新型汽车用钢之一<sup>[3-5]</sup>. TWIP 钢在形变时产生机械孪晶, 动态细化晶粒, 进而获得高应变硬化率和高强塑积. 高锰 TWIP 钢是一种低层错能的合金钢, 其室温变形时, 孪生是其主要塑性变形方式, 但是在其它温度下变形时, 这种钢会呈现不同的变形机制和变形行为<sup>[6-7]</sup>. 控制变形组织的主要参数是奥氏体基体的层错能. 自 O. Grässel 和 G. Frommeyer 于 1998 年正式提出 TWIP 效应以来, 国内外对 TWIP 钢的组织 and 性能进行了相关的研究<sup>[8-9]</sup>.

细化晶粒是一种有效提高强度的方法, 但有关纳米晶 (NG) 及超细晶 (UFG) TWIP 钢的研究相对较少. 研究发现, 采用异步轧制 (ASR: Asymmetric Rolling) 方式可以明显降低材料的轧制压力, 变形过程中能极大地提升材料总的等效应变, 从而使材料组织得到有效细化. 研究表明, 异步轧制 (asymmetric rolling, ASR) 是一种有效的大变形方法, 并被成功应用于制备纳米晶及超细晶纯铁、纯铝和纯钛<sup>[10-11]</sup>. 本文采用大变形异步-同步复合轧制方式, 制备了具有纳米组织的 TWIP 钢, 并研究了热处理工艺对 TWIP 钢组织性能的影响.

## 1 试验材料及方法

试验用 TWIP 钢的成分如表 1 所示. 在 50 kg 真空感应电炉中熔炼, 浇注成铸锭, 1 200 ℃ 保温 2 h 后热轧至 1 010 mm, 终轧温度为 900 ℃. 随后在 70 t 异步轧机冷轧至 1 mm, 然后在同步冷轧至 0.4 mm, 总变形量达 96%. 经过大变形轧制后的材料在 600 ℃、700 ℃ 下进行退火处理, 保温时间均为 1 h, 空冷至室温.

收稿日期: 2016-11-11

基金项目: 江西省科技厅项目 (20151BDH80082) 和中国博士后科学基金 (2015M581608) 资助项目.

通信作者: 付立铭 (1977-), 男, 上海人, 副研究员, 博士, 主要从事高强、高韧金属材料开发与应用、纳米及超细晶材料的制备及工艺研究. E-mail: lmfu@situ.edu.cn

表 1 试验用 TWIP 钢的化学成分

元素	C	Mn	Al	Si	S	P	Fe
含量/wt%	0.50	18.6	1.5	0.5	<0.05	0.01	余

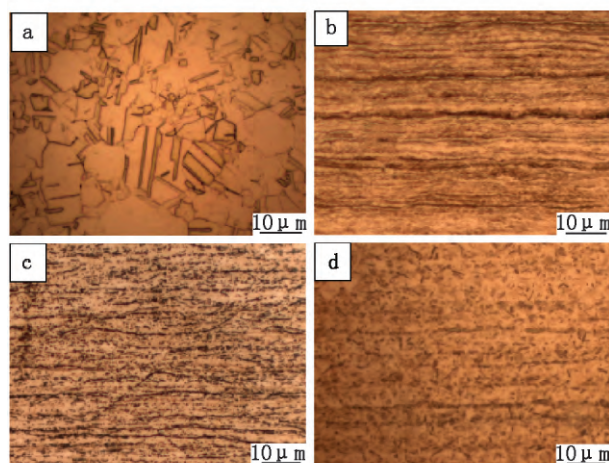
轧制前、大变形轧制后、600 °C 退火和 700 °C 退火 4 种状态的材料经线切割、抛光和腐蚀后,利用 ZEISS AXIO Imager. A1m 型金相光学显微镜(OM)进行显微组织观察.采用 MTP-4A 型电解双喷仪进行 TEM 样品制备,电解液为 5% 高氯酸酒精溶液,双喷液温度为  $-35 \sim -25$  °C,工作电压为 50 V,电流为 30 mA.采用 JEOL 2100F 高分辨透射电子显微镜(Transmission Electron microscope,TEM)对金属薄膜试样进行形貌观察和结构分析,加速电压为 200 kV.采用 Shimadzu XRD-6000 X 射线衍射仪对拉伸前后的样品进行物相分析,Cu 靶( $\lambda = 0.154\ 056\ 2$  nm), $K\alpha$  射线,扫描范围为  $30^\circ \sim 100^\circ$ ,扫描速度为  $3^\circ/\text{min}$ ,扫描电流、电压为 40 mA、40 V.对于拉伸变形后的试样测试前要经过电解抛光,去除表面应力的影响.拉伸试验在 Zwick/Roell 型标准拉伸试验机上进行,样品及测试方法依据 GB/T228-2002,拉伸应变速率  $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ .

## 2 实验结果与讨论

### 2.1 组织分析

图 1 给出了轧制前、大变形轧制后、600 °C 和 700 °C 退火 4 种状态下高锰 TWIP 钢的典型光学组织照片.轧制之前的晶粒为基本规则的奥氏体等轴晶,平均晶粒尺寸约为  $18\ \mu\text{m}$ ,此外组织中还出现一定数量的孪晶组织(图 1(a)).经过总变形量为 96% ASR + SR 复合大变形轧制后,材料组织明显细化,显微组织的形貌变成了长线形,无完整的晶粒.轧制变形带明显,并且变形条带非常细密,这是材料强烈的塑性变形的典型特征(图 1(b)).这些变形带包含了大量的高密度位错、位错胞和亚晶等<sup>[12-13]</sup>.从图 1(c)中可以看出大变形轧制后再经过 600 °C 退火,轧制流线带已经不明显,材料经回复后发生了明显的再结晶,对 TEM 进一步分析表明,此温度下材料再结晶基本完成.从图 1(d)可以看出,材料大变形处理并经 700 °C 退火处理后,轧制变形带基本消失,晶粒以等轴晶为主,相对于未大变形处理的组织(图 1(a)),晶粒明显细化.

图 2 为大变形轧制、600 °C 退火和 700 °C 退火 3



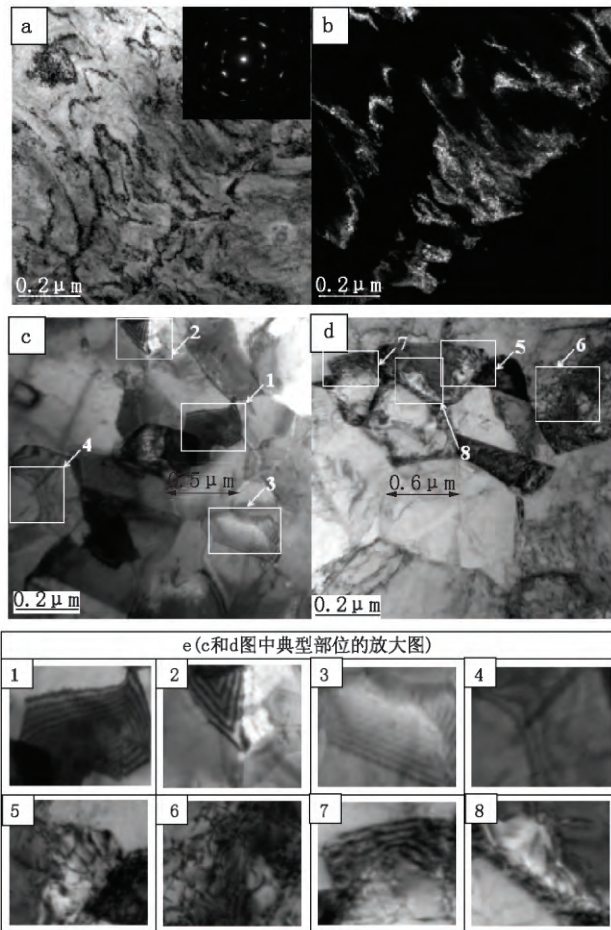
a: 轧制前; b: 96% 异步-同步大变形轧制态; c: 600 °C 退火; d: 700 °C 退火.

图 1 不同处理状态下 TWIP 钢的光学显微组织(OM)

种状态 TWIP 钢典型的 TEM 像.大变形轧制后的材料中含有大量由于强烈塑性变形而形成的高密度位错、位错胞以及亚晶等,选区电子衍射图(SAED)发现衍射斑点呈不连续环状,暗场像能够清晰看到粗大的被拉长的严重变形的晶粒和大角度细小的晶粒(图 2(b)).大变形轧制后的 TWIP 钢存在较高的内应力及高密度位错等缺陷,在随后的退火处理过程中,可以通过回复和再结晶获得细小而稳定的等轴晶粒<sup>[14]</sup>.从图 2(c)和图 2(d)可以看出,600 °C 和 700 °C 退火后,发生了回复和再结晶,而且回复后组织中位错密度明显降低.600 °C 退火后,平均晶粒尺寸大约在 500 nm 左右,回复再结晶基本完成,此外,组织中还存在一定数量的不同形态的层错,如图 2(e)中的 1、2、3 及 4 处(放大图如图 2(e)所示).经过 700 °C 退火后,组织为完全再结晶,相对 600 °C 退火时,晶粒有所长大,平均晶粒尺寸约 600 nm,晶粒呈现等轴形态,晶界清晰,此温度退火.从图 2(d)的指标 5、6、8 处可以看出,700 °C 退火后,晶粒并没有明显长大,完全再结晶的晶粒保持细小且稳定,并且组织中仍然存在一定量的高密度位错胞和层错(如图 2(e)中的放大图所示).

### 2.2 XRD 分析

图 3 给出了热轧态、大变形冷轧态、600 °C 和 CR + 700 °C 退火态的 X 射线衍射分析对比结果.可以发现,变形前后的不同状态下只有  $\gamma\text{-Fe}$  衍射峰出现,这表明轧制后的 TWIP 钢为完全奥氏体组织,尽管采用大变形轧制方式,并没有应变诱发马氏体相变.相对于热轧态的材料,大变形轧制后 TWIP 钢的



a: 轧制前; b: 96% 异步-同步大变形轧制态; c: CR + 600 °C 退火; d: CR + 700 °C 退火. 表格中的图片分别是对应 c 和 d 图中典型部位的放大图.

图2 不同处理状态下 TWIP 钢的 TEM 组织

衍射峰较明显宽化,表明材料的组织一定程度细化<sup>[15]</sup>.与其他状态的衍射峰相比,经过大变形轧制后,  $(200)$  和  $(311)$  衍射特征峰几乎消失了,其它各衍射峰的比例也都出现了不同程度的明显变化,说明经大变形轧制后的 TWIP 钢出现了明显的织构,而经过 600 °C 和 700 °C 退火后,织构基本消失.这表明随着退火温度的升高,大变形退火后的组织发生了明显回复再结晶,并且材料组织状态变化更倾向于大变形冷轧前的原始状态.此外,从衍射图谱上还可以看出,相比热轧状态,大变形冷轧状态衍射峰向左较大幅度的偏移,而相对于大变形冷轧状态衍射峰,经过 600 °C 退火和 700 °C 退火后的衍射峰宽化现象明显减弱.  $(110)$  和  $(111)$  的相对峰强明显减弱,并且在 700 °C 退火后,几乎消失的  $(200)$  和  $(311)$  衍射特征峰又重新出现,织构现象不再明显,表明随着退火温度的升高,大变形退火后的组织发生了明显回复再结晶,这与前面金相和透射分析结

果相一致.

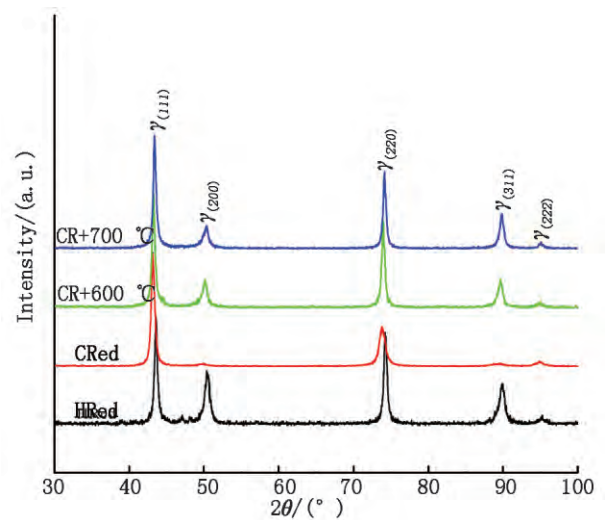


图3 不同处理工艺下的 X 射线衍射结果对比图

### 2.3 力学性能

图4 为不同处理工艺下的 TWIP 钢的拉伸曲线.表2 给出了拉伸性能的具体值.从表2 可以看出,经过大变形冷轧后的 TWIP 钢的抗拉强度从 621 MPa 提高到了 2 050 MPa.通过前面的组织分析可知,大变形轧制后,材料内部出现了大量的高密度位错、晶格畸变等亚结构,从而使得强度大幅度提高,但是此时 TWIP 钢的塑性也大幅度降低.经过退火处理后,材料的强度逐渐下降,延伸率增加,600 °C 退火后,材料的屈服强度、抗拉强度和延伸率分别达到了 705 MPa、1 126 MPa 和 29%,而 700 °C 退火后,超细晶 TWIP 仍然具有 626 MPa 的屈服强度,1 101 MPa 的抗拉强度和 54% 的延伸率,表现出了优异的综合力学性能.在不考虑成分因素的影响下,本研究大变形及退火处理后获得的这一优异的性能指标在国内外也是少有报道<sup>[16]</sup>.

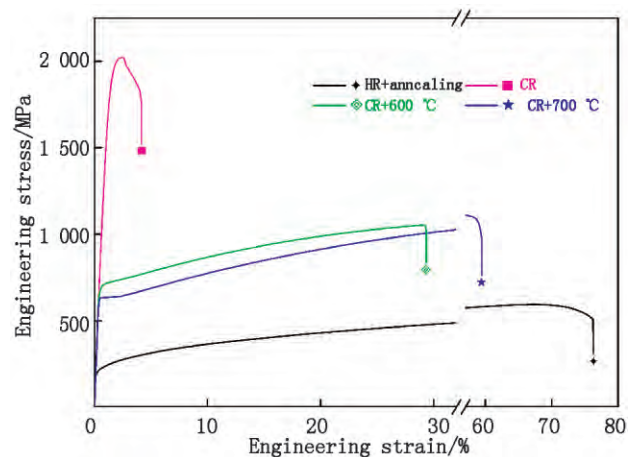


图4 不同处理状态下 TWIP 钢的拉伸性曲线

表 2 不同处理工艺下的拉伸性能

process	YS/MPa	UTS/MPa	EL/%
Hot-rolled and annealed at 950 °C	235	621	76.0
CR( 96% )	2 044	2 050	4.1
CR + 600 °C 退火	705	1 075	29.0
CR + 700 °C 退火	626	1 101	54.0

### 3 讨论

从以上的研究可以看出,通过大变形异步-同步混合轧制及随后的退火处理,获得了平均晶粒尺寸不大于 600 nm 的超细晶 TWIP 钢。经过 600 °C 和 700 °C 退火后,材料能保持高强度和良好塑性。尤其经过 700 °C 退火后,延伸率达到了 54%,抗拉强度达到了 1 101 MPa,屈服强度为 626 MPa 时材料的综合机械性能最优。研究表明,当 TWIP 钢晶粒尺寸达到亚微米级别,变形后的组织中仍然发现有变形孪晶存在,但是其数量明显降低,并且随着晶粒的进一步减小,尤其是降低到 500 nm 以下,孪晶已经不再是主要的变形方式。本研究中,600 °C 退火中的超细晶 TWIP 钢的平均晶粒尺寸为 500 nm,其塑性仅为 29%,明显低于 700 °C 退火状态材料 54% 的延伸率。尽管完全再结晶晶粒尺寸非常细小,但此时材料变形过程中依然会出现一定量的变形孪晶,孪晶诱发塑性依然是材料高强高塑性的因素之一。此外,有研究认为,当完全再结晶晶粒达到亚微米时,尽管变形孪晶已经不是影响材料的主要变形方式,但是, TWIP 钢仍然呈现较高的加工硬化能力以及良好的塑性,这与通常的 TWIP 钢具有较低的层错能有直接关系<sup>[17-18]</sup>。因此,本研究中 700 °C 退火后材料呈现的优异的综合力学性能,主要源于孪晶诱发塑性变形机制及合金较低的层错能。

### 4 结论

1) 通过 96% 大变形异步-同步轧制后,材料组织显著细化,抗拉强度从 621 MPa 大幅提升至 2 050 MPa。

2) 经过 600 °C 退火后,大变形轧制 TWIP 钢的组织基本完成了再结晶,材料的平均晶粒尺寸约为 500 nm,抗拉强度 1 079 MPa,延伸率达到了 29%; 经过 700 °C 退火后,大变形轧制 TWIP 钢的组织发生了完全再结晶,平均晶粒尺寸约为 600 nm,抗拉强度达到了 1 101 MPa,延伸率达到了 54%。

3) 700 °C 退火态超细晶 TWIP 钢优异的综合力学性能主要源于孪晶诱发塑性变形机制及合金较低的层错能。

### 5 参考文献

- [1] Timokhina I B, Medvede A, Lapovok R. Severe plastic deformation of a TWIP steel [J]. Materials Science and Engineering: A 2014, 593( 21) : 163-169.
- [2] Saha R, Ueki R, Tsuji N. Fully recrystallized nanostructure fabricated without severe plastic deformation in high-Mn austenitic steel [J]. Scripta Materialia, 2013, 68: 813-816.
- [3] Fu Liming, Li Zhiming, Wang Huanrong, et al. Lüders-like deformation induced by delta-ferrite-assisted martensitic transformation in a dual-phase high-manganese steel [J]. Scripta Materialia 2012, 67( 3) : 297-300.
- [4] Lee T, Koyama M, Tsuzaki K, et al. Tensile deformation behavior of Fe-Mn-C TWIP steel with ultrafine elongated grain structure [J]. Materials Letters 2012, 75( 1) : 169-171.
- [5] Bouaziz O, Allain S, Scott C P, et al. High manganese austenitic twinning induced plasticity steels: a review of the microstructure properties relationships [J]. Current Opinion in Solid State & Materials Science 2011, 15( 4) : 141-168.
- [6] Gutierrez-Urrutia I, Zaefferer S, Raabe D. The effect of grain size and grain orientation on deformation twinning in a Fe-22 wt. % Mn-0.6 wt. % C TWIP steel [J]. Materials Science & Engineering A 2010, 527( 15) : 3552-3560.
- [7] Ueki R, Tsuchida N, Terada D, et al. Tensile properties and twinning behavior of high manganese austenitic steel with fine-grained structure [J]. Scripta Materialia, 2008, 59( 9) : 963-966.
- [8] Dumay A, Chateau J P, Allain S, et al. Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe-Mn-C steel [J]. Materials Science & Engineering A 2008( S483/S484) : 184-187.
- [9] Grässel O, Krüger L, Frommeyer G, et al. High strength Fe-Mn-( Al, Si) TRIP/TWIP steels development-properties-application [J]. International Journal of Plasticity, 2000, 16( 10) : 1391-1409.
- [10] Allain S, Chateau J P, Bouaziz O, et al. Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe-Mn-C alloys [J]. Materials Science & Engineering A 2004, 387( 1) : 158-162.
- [11] Koyama M, Sawaguchi T, Lee T, et al. Work hardening associated with  $\epsilon$ -martensitic transformation, deformation

- twinning and dynamic strain aging in Fe-17Mn-0.6C and Fe-17Mn-0.8C TWIP steels [J]. *Materials Science & Engineering A* 2011 528(24): 7310-7316.
- [12] Dini G ,Najafizadeh A ,Ueki R ,et al. Tensile deformation behavior of high manganese austenitic steel: the role of grain size [J]. *Materials & Design* 2011 31(7): 3395-3402.
- [13] Zhao Y H ,Zhu Y T ,Liao X Z ,et al. Tailoring stacking fault energy for high ductility and high strength in ultrafine grained Cu and its alloy [J]. *Applied Physics Letters* , 2006 89: 121906.
- [14] Matoso M S ,Figueiredo R B ,Kawasaki M ,et al. Processing a twinning-induced plasticity steel by high-pressure torsion [J]. *Scripta Materialia* 2012 67: 649-652.
- [15] Bagherpour E ,Reihanian M ,Ebrahimi R. Processing twinning induced plasticity steel through simple shear extrusion [J]. *Materials & Design* 2012 40: 262-267.
- [16] Hamada A S ,Karjalainen L P. High-cycle fatigue behavior of ultrafine-grained austenitic stainless and TWIP steels [J]. *Materials Science & Engineering A* 2010 527(21/22): 5715-5727.
- [17] Ji Y H ,Park J J. Development of severe plastic deformation by various asymmetric rolling processes [J]. *Materials Science & Engineering A* 2009 499(1/2): 14-17.
- [18] Ding Yi ,Jiang Jianhua ,Shan Aidang. Microstructures and mechanical properties of commercial purity iron processed by asymmetric rolling [J]. *Materials Science & Engineering A* 2009 509: 76-80.

## The Study of Microstructure and Properties of Ultrafine-Grained TWIP Steel with Heavily Deformation

ZHANG Daoda<sup>1</sup> ,SUN Yanle<sup>2</sup> ,YAO Xuefeng<sup>2</sup> ,XIONG Wei<sup>1</sup> ,FU Liming<sup>2\*</sup> ,SHAN Aidang<sup>2</sup>

( 1. Jiangxi Mechanical Science Institute ,Nanchang Jiangxi 330002 ,China;

2. School of Materials Science and Engineering ,Shanghai Jiaotong University ,Shanghai 200240 ,China)

**Abstract:** The ultrafine-grained( UFG) high-Mn austenitic steels are successfully produced by combination of heavily asymmetric rolling( ASR) and symmetric rolling( SR) method and the subsequent annealing treatment at 600 °C and 700 °C. The effect of the annealing treatment on the microstructures and properties of UFG TWIP steel is studied. The result shows that the microstructures are greatly refined after heavily cold ASR-SR processing and the ultimate tensile strength( UTS) of the steel is increased from 621 MPa to 2 050 MPa. After 600 °C annealing treatment ,the average grain size of theUFG TWIP steel is about 500 nm and the UTS and elongation are 1 079 MPa and 29% ,respectively. After 700 °C annealing treatment ,the average grain size of the steel is increased to 600 nm and the UTS and elongation are 1 101 MPa and 54% ,respectively. The microstructures also mainly comprise high density stacking faults ,dislocations in the annealed heavily ASR-SR TWIP steels. In comparison of the heavily ASR-SR and the 600 °C annealed steels ,the excellent comprehensive mechanic properties of the 700 °C annealed UFG TWIP steel is mainly attributed to the relative lower stacking faults energy of the steel and the twinning mechanism during the deformation.

**Key words:** ultrafine-grained TWIP steel; large deformation rolling; annealing treatment; microstructures; properties

( 责任编辑: 冉小晓)