

热轧态 410S 不锈钢的再结晶动力学

杨瑞成^{1,2}, 李杰¹, 舒俊¹, 胡天雷¹, 靳塞特¹

(1. 兰州理工大学甘肃省有色金属新材料重点实验室, 甘肃 兰州 730050;

2. 兰州理工大学有色金属合金教育部重点实验室, 甘肃 兰州 730050)

摘要:以系列温度-时间组合的退火试验考察了具有部分马氏体的 410S 铁素体不锈钢热轧态板材的再结晶与组织转变,并且用 Larson-Miller ($P = T(C + \lg t)$) 参数描述其再结晶过程,研究了其再结晶动力学。结果表明:410S 不锈钢的再结晶退火与 Larson-Miller 参数之间存在着良好的对应关系,确定了常数 C 值为 19.5,随着 P 值的增加再结晶程度加大;构建了热轧态 410S 不锈钢退火-组织转变图,确定了热轧态 410S 的最佳再结晶工艺(780~800 °C, 30~50 h);410S 不锈钢的再结晶过程为 Cr 的原子扩散所控制,其再结晶激活能为 278.5 kJ/mol。

关键词:铁素体不锈钢; 再结晶; Larson-Miller 参数; 动力学; 激活能

中图分类号: TG111.7 **文献标志码:** A **文章编号:** 1009-6264(2010)09-0094-05

Recrystallization kinetics of 410S hot-rolled ferritic stainless steel

YANG Rui-cheng^{1,2}, LI Jie¹, SHU Jun¹, HU Tian-lei¹, JIN Sai-te¹

(1. State Key Laboratory of Gansu Advanced Non-ferrous Metal Materials, Lanzhou University of Technology,

Lanzhou 730050, China; 2. Key Laboratory of Non-ferrous Metal Alloys, The Ministry of Education,

Lanzhou University of Technology, Lanzhou 730050, China)

Abstract: The recrystallization and microstructure evolution of 410S hot-rolled ferritic stainless steel, with part of martensite, were studied by means of optical microscope, DSC and annealing experiments at different temperature for different time. The recrystallization processes of 410S stainless steel were described by Larson-Miller ($P = T(C + \lg t)$) parameter and the recrystallization kinetics was investigated. The results show that recrystallization of 410S steel can be effectively described by the Larson-Miller parameter with the constant C of 19.5, which agrees with experimental results as a whole. The annealing-microstructure graph of 410S hot-rolled stainless steel was constructed and the optimum recrystallization annealing parameters, which were annealing temperature of 780 °C to 800 °C and annealing time of 30 h to 50 h, were obtained. The recrystallization process of 410S hot-rolled ferritic stainless steel is controlled by diffusion of Cr atoms, and its activation energy is 278.5 kJ/mol.

Key words: ferritic stainless steel; recrystallization; Larson-Miller (P) parameter; kinetics; activation energy

410S 不锈钢是一种最低铬含量级别的铁素体不锈钢,多以板材形式用于制造汽车消声器和排气系统部件等结构零件,同时还广泛应用于集装箱、热交换器、地下管道等^[1-2]。近年来对合金冷轧薄板的再结晶研究较多,其范围包括不同变形条件下再结晶的产生机制^[3]和动态再结晶行为^[4-5]等。关于热轧态钢材再结晶的研究报道很少,钢厂的现场也有热轧后再

结晶退火效果不良的情况^[6-7]。

本文对于热轧态 410S 不锈钢板材,考察其再结晶过程中组织演变的特征;并根据温度与时间二者作用的对应性,即时——温等效原理,试图用温度—时间综合参数(P)来表达热轧态 410S 的静态再结晶行为,以及研究其再结晶动力学。以期对具有铁素体—马氏体组织的热轧态不锈钢的再结晶提供理论依据和生产指导。

1 实验材料及方法

材料取自氩氧脱碳(AOD)工艺生产的 410S 铁素体不锈钢热轧板材,板胚厚度 220 mm,初轧温度 1085 °C,终轧温度为 920 °C,热轧总变形率为 97%,

收稿日期: 2009-10-16; 修订日期: 2010-03-05

基金项目: 甘肃省有色金属新材料省部共建国家重点实验室基金资助项目(SKL05011)

作者简介: 杨瑞成(1946—),男,教授,主要从事材料微观结构性能及新材料开发,获省级科技进步奖 4 项,发表论文 100 余篇,著作 5 部,电话:0931-2755239, E-mail: yangruicheng@lut.cn。

变形后的板材厚度 4 mm。合金成分如表 1 所示。

表 1 410S 不锈钢的化学成分(质量分数,%)

Table 1 Chemical composition of 410S stainless steel(wt%)

C	Cr	Si	Mn	S	P	N	Fe
0.024	12.15	0.36	0.30	0.002	0.026	0.0261	Bal.

先将热轧态 410S 试样在 760 ~ 830 °C 进行系列加热工艺试验,然后在 780、790、800 °C 进行 1 ~ 60 h 的再结晶退火。借助耐驰 STA-449C 综合热分析仪测定 DSC 曲线以考察热轧态 410S 钢升温过程中的物态变化;将再结晶试样磨平、抛光后,再用苦味酸盐酸水溶液腐蚀,以显示铁素体晶界,用奥地利 MeF3 光镜观察退火后的金相组织,通过定量金相法统计再结晶晶粒的比例。

2 结果与讨论

2.1 410S 不锈钢热轧态再结晶温度的确定

热轧(空冷)状态下铁素体晶粒(190 HV0.05)被拉长成竹节状并含有约 30% 的马氏体(357 HV0.05,见图 1、图 4a)。由 DSC 分析(图 2)发现,对 410S 热轧态试样加热时在约 820 °C 即有部分奥氏体出现(对应第二个吸热峰,图中的第一个吸热峰为磁性-非磁性转变)。这也为 810 °C 以上的工艺试验(加热 6 h 后水冷)得到的部分马氏体所证实,见图 3。因此,热轧态 410S 的退火处理具有其特殊性,即要在完成铁素体基体再结晶的同时,既要消除原热轧态中存在的马氏体,又要防止退火加热时奥氏体的形成以及随后冷却时由于奥氏体中高的 Cr 含量(其 C 曲线鼻尖处稳定性 ≥ 300 s)导致马氏体的再度生成。鉴于炉温的实际波动和材料内部成分、组成的可能不均匀(如晶界部分和晶内)以及现场生产的大规模,为防止马氏体的出现以及加快再结晶过程的综合考虑,确定其退火温度范围为 780 ~ 800 °C。

2.2 410S 热轧态再结晶退火组织的演变

图 4 为 790 °C 下不同退火时间的组织。在加热过程初期,原始组织中的沿轧向分布的马氏体即行分解,5 h 时出现部分等轴晶(图 4b);随着时间延长,再结晶百分数增加,再结晶组织逐渐消耗未再结晶区并向原铁素体晶内推进^[8];当退火时间为 25 h 时,样品呈现基本的等轴晶组织(图 4d);30 ~ 35 h 时组织均匀化,再结晶接近完成。此后晶粒有所长大。

2.3 410S 热轧态再结晶动力学曲线

图 5 为 410S 在 780、790、800 °C 的再结晶分数 -

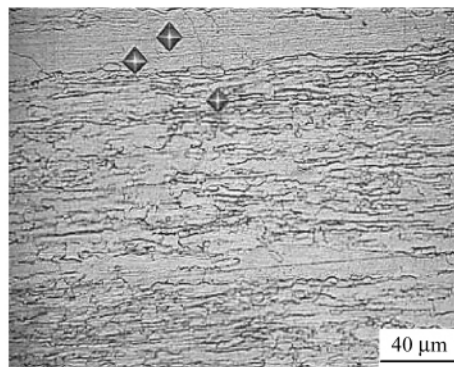


图 1 热轧态 410S 的原始组织图

Fig. 1 Micrograph showing microstructure of hot-rolled 410S steel

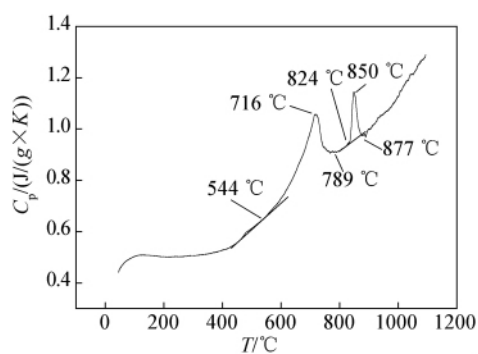


图 2 410S 的 DSC 曲线

Fig. 2 DSC curve of 410S steel

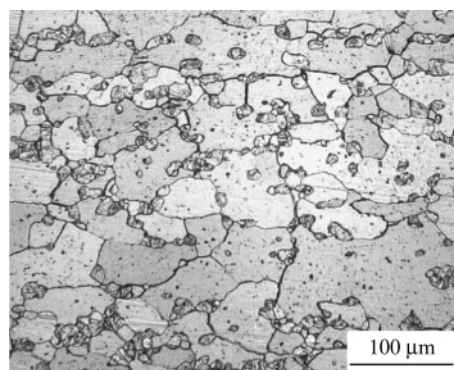


图 3 820 °C 退火 6 h 的组织图(铁素体 + 马氏体)

Fig. 3 Micrograph showing microstructure of 410S steel annealed at 820 °C for 6 h (ferrite and martensite)

退火时间的关系曲线。热轧态 410S 在不同温度下所发生的再结晶,均需要 1 ~ 3 h 的孕育时间。随后当已再结晶的铁素体小晶体周围环境适合,静态再结晶大量进行,表现为 410S 钢 5 ~ 10 h 后再结晶动力学曲线的急剧上升。随着时间的推移,再结晶过程的大量发生会导致变形储存能的大量释放,从而导致相变驱动力的下降和成核势垒升高,最后使成核过程趋于

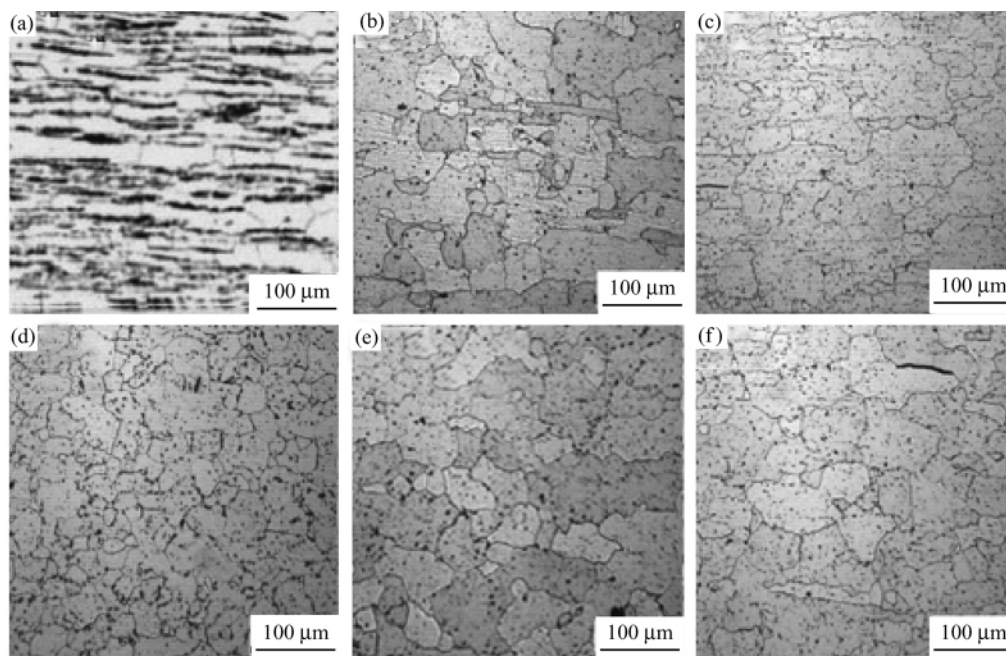


图 4 410S 不锈钢热轧态不同时间退火后的组织演变 (790 °C)

Fig. 4 Microstructural evolution of hot-rolled 410S stainless steel annealed at 790 °C for different time

(a) as-rolled; (b) 5 h; (c) 10 h; (d) 20 h; (e) 30 h; (f) 48 h

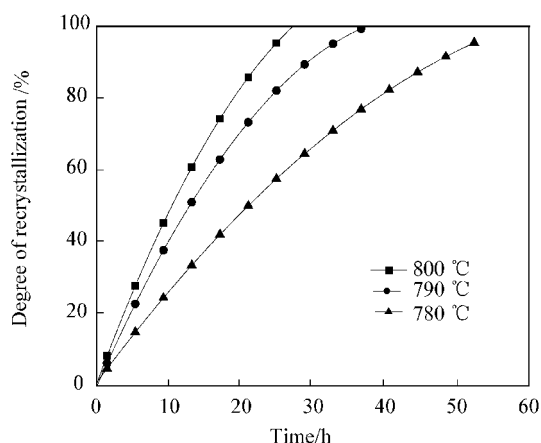


图 5 3 个温度下的再结晶动力学曲线

Fig. 5 Kinetic curves of recrystallization of 410S steel at different temperatures

停顿^[9-10]、长大速度变缓,试验用钢动力学曲线后期斜率逐渐减小,直至进入晶粒长大阶段。总之,热轧态 410S 的再结晶速度开始很小,随之逐渐加快,当再结晶体积分数到达 30%~60% 时速度达到最大,然后逐渐平缓。这符合再结晶的一般规律,但整个再结晶过程较为缓慢(持续 25~50 h),显然,这与热轧态板材的变形储能较小有关。

2.4 410S 退火-组织转变图与 P 参数的建立

2.4.1 410S 热轧态退火-组织转变图的构建

本工作通过系列温度-时间组合的退火试验,所得到的 410S 热轧态退火-组织转变图(图 6)表明:首先,热轧态 410S 不锈钢加热过程中原有的 30% 马氏体分解, > 810 °C 后进入铁素体与奥氏体的两相区,即会有部分奥氏体形成,在完成铁素体基体再结晶后冷却时其奥氏体再度转变成马氏体。两相组织的存在将对 410S 不锈钢塑性以及耐腐蚀性能等方面产生很不利的影响。第二,在 780~800 °C 范围内随着再结晶退火温度的升高,铁素体再结晶完成的时间缩短,780 °C 需要 50 h,800 °C 时则缩短到 30 h。最后,410S 再结晶完成后得到较细小的等轴晶粒(20~30 μm),继续对试样加热,即进入晶粒长大区,如 790 °C 再结晶完成时铁素体平均晶粒大小为 30 μm,退火 45 h 后晶粒大小长大到 35 μm。

2.4.2 L-M(P) 参数对 410S 再结晶过程的描述

Larson-Miller 参数(简称为 P 参数)早已在钢材回火过程和高温蠕变行为中卓有成效地得到应用^[11],考虑到再结晶过程的时(间)和温(度)之间也应该具有等效性,本工作尝试用该温度-时间综合参数描述 410S 铁素体不锈钢的再结晶行为。由

$$P = T(C + \lg t) \quad (1)$$

式中 C 为常数, T 为绝对温度(K), t 为退火时间(h)。

当再结晶体积分数一定(如取 50%)时,可以认为其对应的 P 值应基本相同。将表 2 的数据代入式

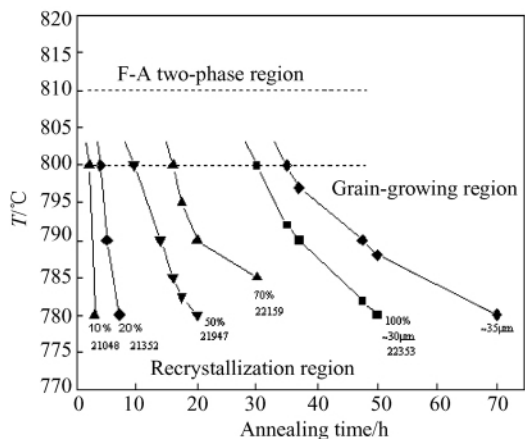


图 6 410S 热轧态退火 - 组织转变全图 (包括相应的 P 值)

Fig. 6 Annealing-microstructure graph of hot-rolled 410S stainless steel (including parameter P)

(1) 可得:

$$(780 + 273) * (C_1 + \lg 22) = (790 + 273) * (C_1 + \lg 14)$$

$$(780 + 273) * (C_2 + \lg 22) = (800 + 273) * (C_2 + \lg 9)$$

得: $C_1 = 19.52$; $C_2 = 19.45$

取二者的平均值, 即 $C = (C_1 + C_2) / 2 = 19.5$

那么, 对于 410S 热轧态的再结晶过程, 可得:

$$P = T(19.5 + \lg t) \quad (2)$$

表 2 再结晶体积分数 50% 对应的再结晶温度与时间

Table 2 The temperature and time at 50% recrystallization

T/°C	780	790	800
t/h	22	14	9

表 3 再结晶体积分数与相应 P 值

Table 3 The degree of recrystallization and P value

Degree of recrystallization/%	10	20	50	70	100
P value	21048	21352	21947	22159	22353

本工作所设计的退火温度和时间 (图 6) 对应着某些具体的 P 值, 从图中可以看出, 虽然材料所经历的时间、温度不同, 但它们再结晶程度基本相同。这样 410S 热轧态不锈钢完成再结晶的过程, 可以统一用 P 参数表达。对于一定的再结晶体积分数下不同的温度 - 时间组合, 依据式 (2), 可求出对应的 P 值 (如表 3 所示, 也已表示在图 6 中) 绘制曲线如图 7。由图 7 可见, 随着 P 参数的增加, 试样的再结晶程度在不断升高, 反映了 410S 热轧态的 P 参数和再结晶体积分数之间的良好对应关系。说明采用温度 - 时间综合参数 (Larson-Miller 参数) 描述铁素体不锈钢

的再结晶行为是可行的。

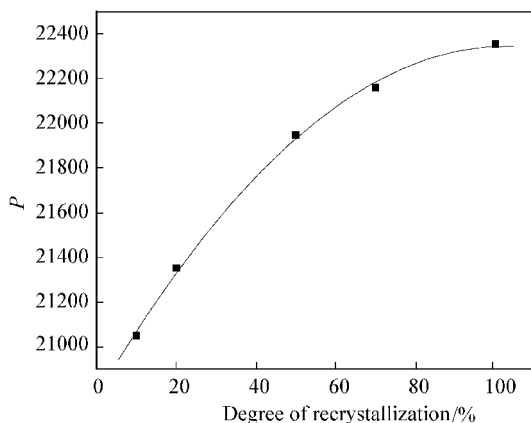


图 7 再结晶程度随 P 值的变化

Fig.7 Relationship between degree of recrystallization and P value

2.5 410S 热轧态再结晶动力学参数特征

再结晶是热激活过程, 通常用反应速率方程 $V = A \exp(-Q/RT)$ 来描述, 式中 Q 为再结晶过程激活能, R 为气体常数, A 为常数。设 t 为再结晶到一定体积分时所需的时间, 则 V 与 1/t 成正比:

$$1/t = A \exp(-Q/RT) \quad (3)$$

对 (3) 两边分别取对数, 得

$$\ln t = -\ln A + (Q/R)1/T \quad (4)$$

取 410S 一定再结晶体积分数 (如 50%) 以及不同温度下再结晶需要的时间 (表 2 及图 6 的数据) 作 $\ln t - 1/T$ 图 (图 8), 线性回归后得到 $Q/R = 33502$ 。得到 410S 钢再结晶激活能 $Q = 278.5 \text{ kJ/mol}$ 。

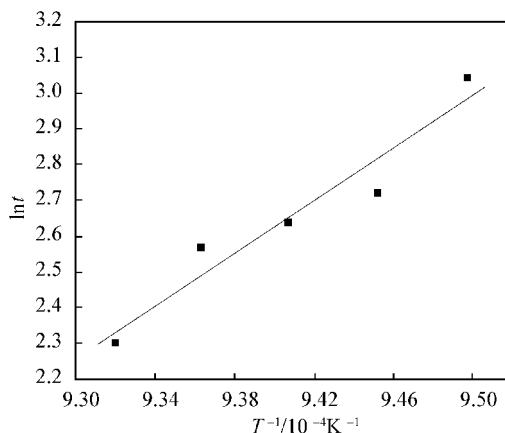


图 8 410S 钢的 ln t 与 1/T 的关系

Fig. 8 Relationship between ln t and 1/T of 410S steel

410S 不锈钢热轧态板材的再结晶形核、晶粒长大与母相中溶质原子 C、Cr 的扩散有密切关系, 间隙原子 C 在铁素体中扩散极快 (扩散激活能仅 80 kJ/mol), 而 Cr 在 $\alpha\text{-Fe}$ 中的扩散激活能为 291 kJ/mol

mol^[12-13]。考虑到轧制变形状态下因点阵畸变,原子扩散的激活能应有所降低(本工作中再结晶激活能为278.5 kJ/mol),因此,可以认为410S不锈钢热轧态再结晶过程为Cr的扩散所控制。适当提高退火温度、延长退火时间可以大大加快Cr原子的扩散,都能促进410S不锈钢完成再结晶。

作为所求得的410S不锈钢的再结晶激活能 Q 的应用($Q/R = 33502$),假设相同的再结晶程度,结合式(3)则有

$$t_1 \exp(-Q/RT_1) = t_2 \exp(-Q/RT_2)$$

$$t_1/t_2 = \exp[33502(1/T_1 - 1/T_2)] \quad (5)$$

根据410S不锈钢在温度 T_1 完成再结晶所需 t_1 ,就可算出在另一温度 T_2 完成再结晶所需时间 t_2 。

3 结论

1) 热轧态410S铁素体不锈钢在约810℃以上加热时即会进入铁素体与奥氏体的两相区,冷却时出现部分马氏体。因此最佳再结晶退火温度为780~800℃,相应的孕育期1~3h,完成再结晶的时间为30~50h;

2) 构建了热轧态410S不锈钢退火-组织转变全图,包括铁素体-奥氏体两相区、再结晶区和晶粒长大区,以及对应不同再结晶程度的 P 参数值;

3) 410S不锈钢热轧态的再结晶退火与Larson-Miller参数之间有着良好的对应关系,其表达式为 $P = T(19.5 + \lg t)$,随着 P 参数的增加,试样的再结晶程度不断增大;

4) 热轧态410S再结晶过程的反应速率方程表达式为: $V = A \exp(-278535/RT)$,再结晶激活能为278.5 kJ/mol,其再结晶过程为Cr的扩散所控制。

参 考 文 献

- [1] 杨瑞成,孟威. 铁素体不锈钢热轧板材的拉伸行为和断裂特征[J]. 兰州理工大学学报, 2008, 34(6): 26-29.
YANG Rui-cheng, MENG Wei. Tensile behavior and fracture characteristic of hot-rolled ferritic stainless steel plates [J]. Journal of Lanzhou University of Technology, 2008, 34(6): 26-29.
- [2] Jiang Zhu. Effect of rolling parameters on cold rolling of thin strip during work roll edge contact [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2003, 140(9): 535-541.
- [3] Cizek P, Wynne B P, et al. Microstructural study of softening processes in a duplex stainless steel deformed in hot torsion [J]. Minerals, Metals and Materials Society-(USA), 1997, 31(5): 467-470.
- [4] S. V. S. Narayana Murty, Shiro Torizuka, et al. Dynamic recrystallization of ferrite during warm deformation of ultrafine grained ultra-low carbon steel [J]. Acta Materialia, 2005, 9(6): 53-56.
- [5] Bianchi J H, Karjalainen L P. Modelling of dynamic and metadynamic recrystallisation during bar rolling of a medium carbon spring steel [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2005, 160(3): 267-277.
- [6] Zhang X J, Hodgson P D. The effect of through thickness strain distribution on the static recrystallization of hot rolled austenitic stainless steel strip [J]. Materials processing technology, 1996, 44(6): 615-620.
- [7] Tetsuo Sakai, Yoshihiro Saito. Inhomogeneous texture formation in high speed hot rolling of ferritic stainless steel [J]. Materials Science and Engineering, 1991, 36(1): 86-90.
- [8] 杨王玥,王洪梅. 不同形态第二组织低碳钢的铁素体动态再结晶[J]. 金属学报, 2003, 39(7): 691-698.
YANG Wang-yue, WANG Hong-mei. dynamic recrystallization of ferrite in a low carbon steel with different minor microstructures [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2003, 39(7): 691-698.
- [9] 刘建涛. FGH96合金动态再结晶行为的研究[J]. 材料热处理学报, 2006, 27(5): 46-49.
LIU Jian-tao. Investigation on dynamic recrystallization of FGH96 powder metallurgy superalloy [J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2006, 27(5): 46-49.
- [10] Hurley P J, Hodgson P D. Formation of ultra-fine ferrite in hot rolled strip: potential mechanisms for grain refinement [J]. Materials Science and Engineering, 2001, 160(3): 206-214.
- [11] Yang R C, Chen K. Determination and application of Larson-Miller parameter for heat resistant steel 12Cr1MoV and 15CrMo [J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2004, 17(4): 471-476.
- [12] 刘林飞,周上祺. C、N、O在 α -Fe中扩散激活能的计算[J]. 材料导报, 2008, 22(8): 120-122.
LIU Lin-fei; ZHOU Shang-qi. Computation of diffusion activation energies of C, N and O in α -Fe [J]. Materials Review 22(8): 120-122.
- [13] 王崇琳. 扩散方程解和烧结材料中含合金元素的分布[J]. 粉末冶金材料科学与工程, 2006, 11(2): 80-84.
WANG Chong-lin. Solution of diffusion equations and distribution of alloying elements in sintered materials [J]. Materials Science and Engineering of Powder Metallurgy, 2006, 11(2): 80-84.