

分类号: TG142.1

密 级: 公开

学校代码: 10363

学 号: 2220210120



安徽工程大学

Anhui Polytechnic University

# 硕士学位论文

题 目

《异构304L不锈钢制备及

低温力学性能研究》

论 文 作 者

成威

校 内 导 师

李建生

校 外 导 师

秦文波

专业学位类别

材料与化工

研究方向(领域)

金属结构调控及力学性能研究

论文提交日期: 2025 年 5 月 10 日

分类号: TG142.1

学校代码: 10363

密 级: 公开

学 号: 2220220120

异构 304L 不锈钢制备及低温力学性能研究

Preparation and low-temperature mechanical properties  
of heterostructured 304L stainless steel

学生姓名: 成威

校内导师: 李建生

校外导师: 秦文波

专 业: 材料与化工

研究方向: 金属结构调控及力学性能研究

论文答辩日期: 2025 年 5 月 10 日

## 安徽工程大学学位论文原创性声明

本人郑重声明：我恪守学术道德，崇尚严谨学风。所呈交的学位论文，是本人在导师的指导下，独立进行研究工作所取得的成果。除文中已明确注明和引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的作品及成果的内容。论文为本人亲自撰写，我对所写的内容负责，并完全意识到本声明的法律后果由本人承担。

学位论文作者签名：

成成

日期：2025 年 5 月 15 日

## 安徽工程大学学位论文版权使用授权书

学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，同意学校保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅或借阅。本人授权安徽工程大学可以将本学位论文的全部或部分内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

保密 ☐，在 \_\_\_\_ 年解密后适用本版权书。

本学位论文属于

不保密 ☒。

学位论文作者签名：成成

日期：2025年5月15日

指导教师签名：李健

日期：2025年5月15日



## 异构 304L 不锈钢制备及低温力学性能研究

### 摘 要

304L 不锈钢作为一种广泛应用于低温液化气体储存、传送和运输等功能的工程材料,更高的强度和韧性是保证相关器件长久服役的关键。然而,粗晶态 304L 不锈钢强度相对较低,限制了其在相关领域中的应用。异质结构的引入可以显著改善金属材料的强-塑性,典型的异构组织是指金属材料内部由软相微米再结晶组织和硬相超细晶/纳米晶/纳米孪晶组织共同构成,软相微米再结晶一般被硬相超细晶/纳米晶组织牢牢地包裹着。本文选用在低温条件下具备更低层错能的 304L 不锈钢,利用传统的冷轧+退火工艺成功调控制备出层状异构和双峰异构两种不同异构组织,论文讨论 304L 不锈钢中两种异构组织的形成机制,并且对层状异构 304L 不锈钢的低温冲击行为进行探究,同时还进一步研究了双峰异构 304L 不锈钢的低温拉伸变形机制,最终揭示其优异的力学性能本质。主要研究成果如下:

(1) 对不同冷轧变形量的 304L 不锈钢进行退火处理,通过调节退火工艺制备出两种异构组织。当粗晶 304L 不锈钢经过~70%的中等轧制应变量轧制时,制备了包括层状纳米/超细晶粒和残余变形结构在内的不均匀变形结构。在随后的退火过程中,再结晶成核倾向于在更精细的变形纳米/超细晶中发生,然后迅速生长为等轴细晶粒。再结晶的超细晶是在较厚的变形纳米/超细晶中生成的。此外,残余变形结构还表现出更高的热稳定性。因此,制备了等轴细晶、超细晶、

层状变形结构和残余马氏体混合结构的典型层状异质结构。当 304L 不锈钢以~90%的高冷轧应变量进行轧制时，形成了具有层状纳米/超细晶的均匀变形结构。由于缺乏残余变形结构，最终制备了等轴细晶、超细晶和少量残余马氏体混合结构的双峰异质结构。

(2)层状异构 304L 不锈钢，在保持~900 MPa 的屈服强度和~30% 均匀延伸率的同时具有良好的低温抗冲击性能，其低温冲击吸收功 (~10.7 J) 可以达到原始粗晶态 (~7.6 J) 样品的 40.8%，并且也远远高于冷轧态 (~3.8 J) 和细晶 (~7.0 J) 样品，其优异的低温冲击性能主要归因于层状再结晶晶粒抑制裂纹扩展、位错结构和相变诱导塑性效应。此外，超细晶粒中的分层和大量超深韧窝也引起了额外的断裂能，很大程度上起到了提高冲击吸收功的作用。

(3) 通过冷轧和随后部分再结晶退火相结合的加工方法，制造出了具有新型双峰异质结构的 304L 不锈钢。双峰异质结构由均匀分布在超细晶粒基体中的微再结晶晶粒组成。与具有粗晶粒或细晶粒的传统均质 304L 不锈钢相比，目前的双峰异质结构 304L 不锈钢在低温抗拉强度和延展性方面表现出更优越的组合。其较高的屈服强度主要源于低温强化和异构变形诱导强化，而其良好的低温延展性则源于显著的吕德斯变形、相变诱导塑性效应和位错滑移/累积增韧效应。

**关键词：**304L 不锈钢，异构组织，低温，力学性能，变形机制，异构变形诱导强化

# PREPARATION AND LOW-TEMPERATURE MECHANICAL PROPERTIES OF HETEROSTRUCTURED 304L STAINLESS STEEL

## ABSTRACT

304L stainless steel is widely used as an engineering material for the storage, transfer, and transportation of cryogenic liquefied gases. Higher strength and toughness are key to ensuring the long-term service of related components. However, the relatively low strength of coarse-grained 304L stainless steel limits its application in these fields. The introduction of heterogeneous structures can significantly improve the strength-ductility balance of metallic materials. A typical heterogeneous structure consists of soft-phase micron-sized recrystallized regions and hard-phase ultrafine/nanocrystalline/nanotwinned regions, where the soft-phase regions are typically surrounded by hard-phase ultrafine/nanocrystalline structures. In this study, 304L stainless steel with lower stacking fault energy at cryogenic temperatures was selected. Using conventional cold rolling and annealing processes, two types of heterogeneous structures—lamellar and bimodal—were successfully fabricated. This paper discusses the formation mechanisms of these two heterogeneous structures in 304L stainless steel, investigates the

cryogenic impact behavior of the lamellar heterogeneous structure, and further explores the cryogenic tensile deformation mechanisms of the bimodal heterogeneous structure, ultimately revealing the intrinsic reasons for their excellent mechanical properties. The main research findings are as follows:

(1) By annealing 304L stainless steel with different cold rolling deformation levels, two types of heterogeneous structures were prepared through controlled annealing processes. When coarse-grained 304L stainless steel was subjected to a medium rolling reduction of  $\sim 70\%$ , a non-uniform deformation structure consisting of lamellar nano/ultrafine grains and residual deformation structures was formed. During subsequent annealing, recrystallization nucleation preferentially occurred in the finer deformed nano/ultrafine grains, which then rapidly grew into equiaxed fine grains. Recrystallized ultrafine grains were generated within the thicker deformed nano/ultrafine grains. Additionally, the residual deformation structures exhibited higher thermal stability. As a result, a typical lamellar heterogeneous structure comprising equiaxed fine grains, ultrafine grains, lamellar deformation structures, and residual martensite was prepared. When 304L stainless steel was cold-rolled with a high reduction of  $\sim 90\%$ , a uniform deformation structure with lamellar nano/ultrafine grains was formed. Due to the absence of residual deformation structures, a bimodal heterogeneous structure consisting of

equiaxed fine grains, ultrafine grains, and residual martensite was ultimately prepared.

(2) The lamellar heterogeneous 304L stainless steel exhibited excellent cryogenic impact resistance while maintaining a yield strength of  $\sim 900$  MPa and a uniform elongation of  $\sim 30\%$ . Its cryogenic impact absorbed energy ( $\sim 10.7$  J) was 40.8% higher than that of the original coarse-grained sample ( $\sim 7.6$  J) and significantly higher than that of the cold-rolled ( $\sim 3.8$  J) and fine-grained ( $\sim 7.0$  J) samples. The superior cryogenic impact performance is primarily attributed to the inhibition of crack propagation by lamellar recrystallized grains, dislocation structures, and transformation-induced plasticity (TRIP) effects. Additionally, delamination within ultrafine grains and the presence of numerous ultra-deep dimples contributed to additional fracture energy, significantly enhancing the impact absorbed energy.

(3) A novel bimodal heterogeneous structure in 304L stainless steel was fabricated using a combined process of cold rolling and subsequent partial recrystallization annealing. The bimodal heterogeneous structure consists of uniformly distributed micron-sized recrystallized grains within an ultrafine-grained matrix. Compared to traditional homogeneous 304L stainless steel with coarse or fine grains, the current bimodal heterogeneous structure demonstrates a superior combination of cryogenic tensile strength and ductility. The high yield strength is mainly

due to cryogenic strengthening and heterogeneous deformation-induced strengthening, while the excellent cryogenic ductility is attributed to significant Lüders deformation, transformation-induced plasticity (TRIP) effects, and dislocation slip/accumulation toughening effects.

Cheng Wei (Materials Science and Engineering)

Supervised by Li Jiansheng

**KEY WORDS:** 304L stainless steel, heterostructure organization, low temperature, mechanical property, hetero-deformation induced harden

## 目录

|                                |     |
|--------------------------------|-----|
| 摘 要 .....                      | I   |
| ABSTRACT .....                 | III |
| 目录 .....                       | VII |
| 第 1 章 绪论 .....                 | 1   |
| 1.1 引言 .....                   | 1   |
| 1.2 异构不锈钢简介 .....              | 3   |
| 1.2.1 层状异质结构不锈钢 .....          | 4   |
| 1.2.2 双峰结构不锈钢 .....            | 4   |
| 1.2.3 梯度纳米结构不锈钢 .....          | 5   |
| 1.2.4 谐波结构不锈钢 .....            | 6   |
| 1.3 异构不锈钢制备方法 .....            | 7   |
| 1.3.1 剧烈塑性变形+退火处理技术 .....      | 7   |
| 1.3.2 表面纳米结构化处理技术 .....        | 8   |
| 1.3.3 粉末冶金技术 .....             | 9   |
| 1.3.4 增材制造技术 .....             | 10  |
| 1.4 异构不锈钢低温拉伸性能研究进展 .....      | 10  |
| 1.4.1 异构不锈钢低温拉伸行为研究现状 .....    | 10  |
| 1.4.2 异构不锈钢低温拉伸强韧化机制研究现状 ..... | 12  |
| 1.5 异构不锈钢低温冲击性能研究进展 .....      | 16  |
| 1.5.1 异构不锈钢低温冲击行为研究现状 .....    | 16  |
| 1.5.2 异构不锈钢低温冲击强韧化机制研究现状 ..... | 16  |
| 1.6 本课题研究意义和主要研究内容 .....       | 18  |
| 1.6.1 研究意义 .....               | 18  |
| 1.6.2 主要研究内容 .....             | 19  |
| 第 2 章 实验方案与方法 .....            | 20  |
| 2.1 实验技术路线 .....               | 20  |
| 2.2 实验材料及实验方法 .....            | 21  |

---

|                                         |    |
|-----------------------------------------|----|
| 2.2.1 实验材料 .....                        | 21 |
| 2.2.2 实验方法 .....                        | 21 |
| 2.2.3 异步轧制设备 .....                      | 21 |
| 2.2.4 热处理设备 .....                       | 22 |
| 2.3 力学性能测试 .....                        | 23 |
| 2.3.1 低温单轴拉伸实验 .....                    | 23 |
| 2.3.2 低温夏比冲击实验 .....                    | 24 |
| 2.4 微观样品制备及结构表征 .....                   | 24 |
| 2.4.1 金相样品制备及结构分析 .....                 | 24 |
| 2.4.2 X 射线衍射样品制备、结构测试及分析 .....          | 25 |
| 2.4.3 扫描电子显微镜观察与分析 .....                | 26 |
| 2.4.4 背散射电子衍射样品制备及结构表征 .....            | 26 |
| 2.4.5 透射电子衍射样品制备及结构表征 .....             | 27 |
| 第 3 章 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢制备及组织形成机制 ..... | 28 |
| 3.1 引言 .....                            | 28 |
| 3.2 冷轧态 304L 不锈钢微观结构分析 .....            | 28 |
| 3.2.1 XRD 分析 .....                      | 28 |
| 3.2.2 EBSD 分析 .....                     | 29 |
| 3.2.3 TEM 分析 .....                      | 30 |
| 3.3 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢微观结构分析 .....      | 31 |
| 3.3.1 XRD 分析 .....                      | 31 |
| 3.3.2 EBSD 分析 .....                     | 32 |
| 3.3.3 TEM 分析 .....                      | 34 |
| 3.4 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢组织形成机制 .....      | 35 |
| 3.5 本章小结 .....                          | 37 |
| 第 4 章 层状异构 304L 不锈钢低温冲击性能研究 .....       | 38 |
| 4.1 引言 .....                            | 38 |
| 4.2 冷轧及层状异构 304L 不锈钢微观结构分析 .....        | 38 |
| 4.2.1 XRD 分析 .....                      | 38 |



|                                         |    |
|-----------------------------------------|----|
| 4.2.2 EBSD 和 TEM 分析 .....               | 39 |
| 4.3 冷轧及层状异构 304L 不锈钢低温冲击性能 .....        | 41 |
| 4.4 冷轧及层状异构 304L 不锈钢冲击断裂形貌及变形结构分析 ..... | 42 |
| 4.5 层状异构 304L 不锈钢低温韧化机制 .....           | 45 |
| 4.6 本章小结 .....                          | 47 |
| 第 5 章 双峰异构 304L 不锈钢低温拉伸性能研究 .....       | 48 |
| 5.1 引言 .....                            | 48 |
| 5.2 轧制+退火工艺制备双峰异构 304L 不锈钢 .....        | 48 |
| 5.3 原始及双峰异构 304L 不锈钢微观结构分析 .....        | 49 |
| 5.3.1 XRD 分析 .....                      | 49 |
| 5.3.2 EBSD 分析 .....                     | 49 |
| 5.3.3 TEM 分析 .....                      | 52 |
| 5.4 原始和双峰异构 304L 不锈钢低温拉伸性能 .....        | 53 |
| 5.5 双峰异构 304L 不锈钢低温拉伸过程中的微观结构分析 .....   | 54 |
| 5.6 双峰异构 304L 不锈钢低温强韧化机制 .....          | 57 |
| 5.7 本章小结 .....                          | 59 |
| 第 6 章 结论 .....                          | 60 |
| 参考文献 .....                              | 62 |
| 攻读硕士学位期间发表的学位论文目录 .....                 | 76 |
| 致 谢 .....                               | 77 |

# 第 1 章 绪论

## 1.1 引言

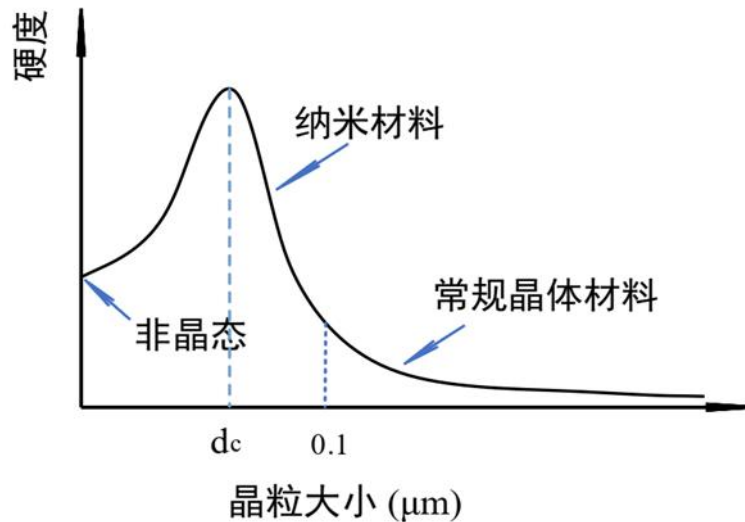
目前,由于煤炭等资源的短缺以及生态环境的污染日益严重,全球能源结构发生调整<sup>[1, 2]</sup>。天然气作为一种清洁能源,具有占地面积小、储存效率高以及可进行远距离运输等诸多优点,在全球能源结构中的比重不断提升,现已成为世界三大能源支柱之一,并被广泛应用于工业生产领域。根据《International Energy Outlook 2023》调查显示,全球天然气的消耗量逐年增加 0.9%,市场前景广阔<sup>[3]</sup>。

我国作为全球第二能源消耗及生产国,由于对煤炭能源的过多消费导致二氧化碳、二氧化硫等温室气体排放严重<sup>[4]</sup>。为确保我国能源结构的可持续发展,天然气的生产和消费量正在逐年递增。根据《BP Statistical Review of World Energy 2023》调查显示,中国在 2023 年的天然气的产量为 2218 亿立方米,同比增长 6.0%,天然气的消耗量巨大<sup>[5]</sup>。相比于气态天然气,液化天然气(Liquefied natural gas, LNG)的体积仅为同质量气体的 1/600 左右,运输及储存成本低、无杂质、不具备腐蚀性等优点,极大节约了空间资源,但 LNG 沸点一般在 $-162\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,对于制备设备、存储容器、运输管道以及相关核心零部件选材性能要求较高,尤其是 $-160\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下的低温力学性能。

通常,具有体心立方结构的金属在低温条件下会经历韧脆转变。具体而言,当温度降至某一临界温度以下时,材料会发生断裂机制的转变,即从韧性断裂模式转变为脆性断裂模式,这一转变温度通常被称为韧脆转变温度<sup>[6]</sup>。这一转变意味着材料在低温条件下会失去原有的延展性,变得更加脆弱,并且在承受外力时更易发生断裂。然而,面心立方结构的金属材料通常表现出优异的低温韧性特性。这类材料在低温环境下虽然会出现一定程度的塑性下降,但其断裂行为仍以韧性断裂为主导,一般不呈现明显的韧脆转变现象,这一特性使面心立方结构金属在低温应用中具有显著优势。304L 奥氏体不锈钢凭借其面心立方晶体结构的特性,展现出优异的综合性能。该材料不仅具有出色的低温韧性,还兼具良好的耐腐蚀

性能和加工成型性，这些特性使其成为低温环境下理想的结构材料，在低温环境下的工业领域得到广泛应用<sup>[7-11]</sup>。然而，原始粗晶态 304L 奥氏体不锈钢的力学性能存在明显不足，其较低的屈服强度（通常在 200-300 MPa 范围内）限制了其在工业上更为广泛地应用。

因此，研究人员通过改变材料中晶粒的分布或者晶粒尺寸以改善其力学性能<sup>[12-16]</sup>。近年来，得益于先进材料制备技术的突破性发展，材料微观组织的调控精度显著提升。通过新型制备工艺，现已能够实现材料晶粒尺寸的精确控制，使其达到亚微米级乃至纳米级水平，这为材料性能的优化提供了新的途径。有研究表明<sup>[17]</sup>：假设在材料内部晶体区域的特征尺度（如晶畴直径、晶粒及薄膜厚度等）满足某一特征长度（如平均自由程、电子波长及共格长度），材料的宏观性能将呈现出显著的尺寸效应。这种效应不仅源于原子间的本征相互作用，更受到晶粒细化引起的界面效应以及材料内部固有缺陷（如位错、晶界等）的协同影响，从而导致材料性能发生显著变化。当晶粒尺寸细化至纳米级时，由于其组织结构的特殊性，材料展现出卓越的力学性能，包括高强度、高硬度以及出色的耐磨性。值得注意的是，金属材料的晶粒尺寸与其力学性能密切相关：晶粒越细小，材料的强度越高，但塑性则会相应降低<sup>[18]</sup>。其原因在于，对于同种金属而言，粗晶结构的金属材料相较于细晶结构具有更为优越的延展性和断裂韧性。图 1-1 所示的曲线说明材料晶粒尺寸随硬度的变化情况，与常规晶体材料相比，晶粒越细，其硬度表现越高。研究显示<sup>[19, 20]</sup>，晶粒越细的材料，其试样的延展性往往较差。对于材料出现低延展性问题，研究人员最初认为，这种低延展性主要是由于制备工艺的不成熟，导致材料内部存在过多缺陷。然而，随着材料制备技术的持续革新，科研人员已成功开发出具有高致密度和低缺陷特征的纳米晶材料。但是有实验研究表明，即使对于这类低缺陷的纳米晶材料，其在拉伸和压缩实验中仍表现出极低的延展性<sup>[21, 22]</sup>。对于同种金属材料来说，强度与延展性往往呈现此消彼长的倒置关系，这种强度-塑性权衡效应本质上源于材料微观组织结构特征及其塑性变形机制的相互制约。为此，学者们通过不同的工艺处理使金属材料内部结构变为微米晶嵌入加超细晶和纳米晶基体两种结合方式获得异构材料，它结合了两种结构的优点：微米晶为其提供了塑性，而超细晶/纳米晶则增强了其强度。

图 1-1 材料硬度与晶粒尺寸的关系<sup>[23]</sup>

因此，本研究以粗晶态 304L 不锈钢为研究对象，通过特定工艺制备具有异构组织特征的样品，系统研究其微观组织形成机制，深入分析低温条件下微观组织演变对力学行为的影响机制，揭示其低温强韧化机理，为开发高强高塑不锈钢材料及其工程应用提供理论支撑。

## 1.2 异构不锈钢简介

2015 年朱运田教授和武晓雷教授率先在单金属钛中构筑层状异构组织<sup>[24]</sup>，实现了纯钛前所未有的强度-塑性突破，强度达到超细晶组织水平，塑性媲美粗晶组织。这种新兴材料的出现，打破了传统均质材料的局限性，成功地融合了高强度与良好的延展性这两大特性，这在以往的材料研究中是极为罕见的。之所以能够展现出这样的优异性能，主要归功于其内部独特的构造特征和变形原理。具体来说，这些异构材料是由多个微观结构单元构成的，而这些单元之间存在着明显的强度差异。这些结构单元的尺寸是灵活多变的，可以在微米到毫米的级别上自由调整。在材料发生形变的过程中，这些不同强度的结构单元界面附近会形成显著的应变梯度。这种应变梯度的存在引发了背应力及其加工硬化现象，从而实现了材料强度与延展性的同步提升。近年来，随着对不锈钢材料研究的深入，越来越多的文献报道了在强度和延展性方面表现出优异匹配的不锈钢材料，这些材料均具有独特的微观结构特征。诸如层状异质结构<sup>[25, 26]</sup>、双峰晶粒结构<sup>[27, 28]</sup>、梯度纳米结构<sup>[29]</sup>和谐波结构<sup>[30]</sup>等，该类材料有望在工业上取得更为广泛的应用。

### 1.2.1 层状异质结构不锈钢

层状异质结构由具有良好塑性的微米再结晶和高强度特性的超细晶/纳米级晶组成，软相微米晶组织以层状聚集，被硬相超细晶/纳米晶组织紧密包裹，整体呈层状分布。其结构示意图如图 1-2 所示<sup>[31]</sup>。该结构具有以下独特特征，这些特征对于产生所观察到的非凡力学行为至关重要：（a）结构的层状特性；（b）软层被硬基体的完全约束；（c）高密度的层间界面。首先，与等轴晶粒相比，拉长晶粒表现出更显著的应变硬化效应，这种各向异性特征在沿长轴方向加载时尤为明显。拉长晶粒的特殊几何形貌增强了软/硬相交替层状结构间的相互约束效应，通过背应力强化机制显著提高了材料的加工硬化能力；其次，软层被硬层基体完全约束，使得其对软层塑性变形的约束比其他结构更为有效，从而产生更高的背应力；第三，层状异质结构材料因其独特的微观组织特征，在层间界面处形成了高密度的界面网络，这些界面可作为有效的位错障碍，促进位错在界面处的累积和重组，从而协同强化了背应力强化效应和位错强化机制<sup>[24]</sup>。Li 等人<sup>[25]</sup>通过冷轧+退火获得了由纳米孪晶束、纳米晶粒、层状粗晶和嵌入纳米晶粒基体中的再结晶晶粒组成的奥氏体单相层状异质微观结构的 316L 不锈钢，该层状异质结构 316L 不锈钢屈服强度得到很大的提升，同时保持不错的均匀延伸率。

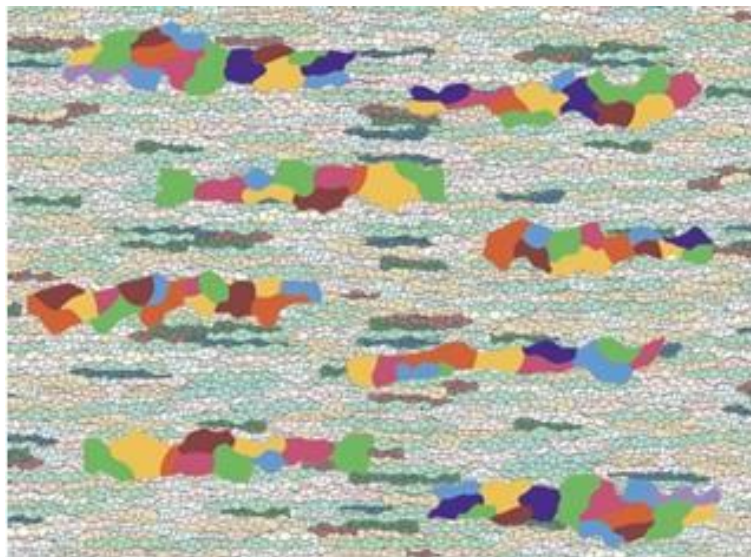


图 1-2 层状异质结构示意图<sup>[31]</sup>

### 1.2.2 双峰结构不锈钢

双峰结构是一种特殊的微观组织特征，其晶粒尺寸分布呈现出两个明显的峰值。其特点在于晶粒尺寸呈现双峰分布，即同时存在细小和粗大的晶粒。这种结



构通过调控材料的加工和热处理工艺获得，结合了细晶粒的高强度和粗晶粒的良好塑性，从而在强度和韧性之间实现平衡，如图 1-3 所示。Zheng 等人<sup>[28]</sup>采用等通道角挤压工艺对 304 不锈钢进行超细晶/纳米晶组织制备，经后续退火处理后观察到显著的微观组织演变：部分超细晶/纳米晶组织发生二次再结晶，形成异常长大的微米晶，微米再结晶晶粒被超细晶/纳米晶基体所包裹，呈现出显著的双峰晶粒尺寸分布特征。该结构中超细晶/纳米晶提供高强度，而微米晶则具有很好的延展性，主要因为微米晶 ( $>1\ \mu\text{m}$ ) 优先容纳应变，并有效地储存位错；其次，双峰晶粒尺寸分布，而不是均匀分布，可能通过复杂的应变路径引起晶粒的变形，正如对 Wang 等人<sup>[32]</sup>的研究表明的那样，这也有利于位错存储和应变硬化；此外，超细晶/纳米晶具有很高的抗裂纹成核和扩展能力，并导致韧性断裂特征。

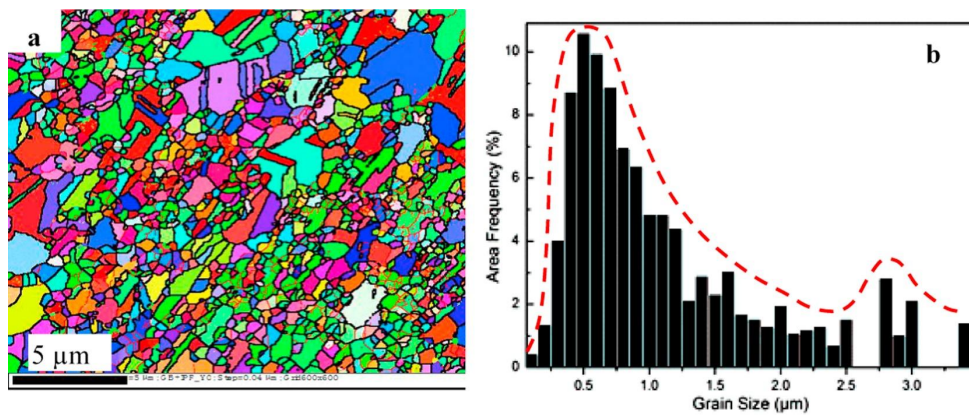


图 1-3 (a) EBSD 方向图；(b) 柱状图，表示测得的双峰结构 304 奥氏体不锈钢晶粒大小分布<sup>[28]</sup>

### 1.2.3 梯度纳米结构不锈钢

梯度纳米结构的概念最早是 Lu 等人<sup>[33]</sup>提出来的，典型的梯度结构特征是宏观尺度上的微观结构梯度，从表层到内层的晶粒尺寸逐渐增大，子结构尺寸增大，缺陷密度降低<sup>[34]</sup>。由于现有的晶粒尺寸梯度和缺陷密度梯度，梯度结构具有明显的力学不相容性，进而导致宏观应变梯度和复杂的应力状态，需要通过累积的几何必要位错来适应。梯度结构材料通过独特的跨尺度结构设计，实现了强度与塑性的协同优化，这归因于不稳定纳米结构表面层的机械驱动晶粒生长<sup>[35]</sup>或由应变梯度的存在以及机械稳定梯度结构的应力状态变化引起的额外应变硬化<sup>[36]</sup>。梯度结构引起的内在协同强化效应甚至远高于根据混合物规则计算的单个层的强度

之和。目前，Sun 等人<sup>[29]</sup>采用新开发的表面机械轧制处理技术获得了梯度纳米结构的 304 不锈钢，如图 1-4 所示，该结构的不锈钢的屈服强度从~320 MPa 提高到了~1073 MPa，并且保持着~21.1%的良好均匀延伸率。

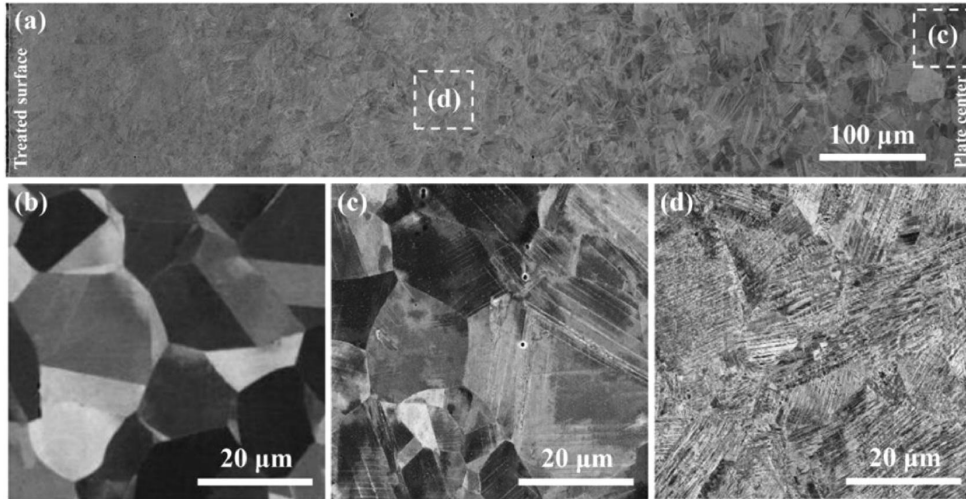


图 1-4 (a) P-SMRT 样品的 SEM 图；(b) 原始样品的典型截面 SEM 图；(c、d) 显示的是 (a) 中方框内区域的放大图像<sup>[29]</sup>

#### 1.2.4 谐波结构不锈钢

谐波结构是一种新的双峰结构设计理念，该结构由 Ameyama 和其合作者共同提出<sup>[37]</sup>，这是一种基于双峰晶粒尺寸分布的精细微观结构设计，其中粗晶粒结构（或“芯”）区域被封闭在超细晶粒结构（或“壳”）的三维连续连接网壳中，如图 1-5 所示。利用该设计理念，Zhang 等人<sup>[30]</sup>通过对等离子旋转电极工艺制备的 304L 钢粉进行机械铣削，然后进行火花等离子烧结，制备了具有谐波结构的 304L 不锈钢。研究表明，谐波结构材料的独特力学行为可归因于其由三维核/壳网络结构组成的特殊微观结构。在变形的早期阶段，较软的粗晶“芯”区域的塑性流动的起始被较强超细晶“壳”网络结构的弹性变形所延迟。这导致谐波结构材料的屈服强度值高于粗粒材料。在随后的变形阶段，由于“芯”区中积累的总塑性应变水平较高，较软“芯”区的强度接近外壳的强度水平。然而，即使核心和壳层之间的累积应变水平存在微小差异，也会导致它们的界面上出现反应力。当整体拉伸应力水平接近材料的极限拉伸强度值时，这种反应力在后期变形阶段发挥重要作用。这种整体应力水平会迅速导致应变局部化，随后出现颈缩，进而导致均质或简单异质材料断裂。相比之下，谐波结构材料中存在连续的壳层网络

和背应力，导致应力分布更加均匀，应变局部化变得延迟。因此，应变硬化阶段会延长，颈缩现象也会延迟。这使得谐波结构材料能够充分利用粗晶粒的高韧性和超细晶结构的高强度这两方面的优点。

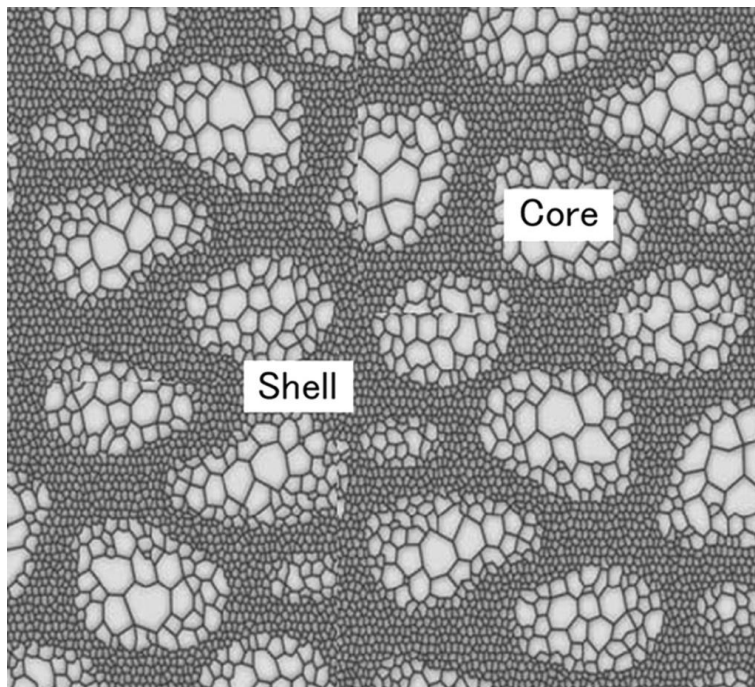


图 1-5 谐波结构示意图<sup>[30]</sup>

### 1.3 异构不锈钢制备方法

#### 1.3.1 剧烈塑性变形+退火处理技术

剧烈塑性变形（Severe Plastic Deformation, SPD）结合退火处理技术是一种通过剧烈塑性变形和后续热处理来调控材料微观结构和性能的先进材料加工方法。研究表明异构单金属可以通过剧烈塑性变形与不完全再结晶热处理相结合的技术来获得<sup>[38]</sup>，金属通过剧烈塑性变形可以细化晶粒至纳米级。其中剧烈的塑性变形包括重复波纹和矫直、冷轧、等通道角压、高压扭转等，使原始材料晶粒细化至纳米级，同时触发低层错能和短程有序的缺陷形成，如层错、孪晶、几何必要位错堆积以及特定金属中的相变诱导塑性的发生。随后对其进行一定程度的不完全再结晶退火处理，最终在晶粒尺寸、多相或晶体织构分布方面形成多种典型的异质结构。图 1-6 为不同塑性变形和随后热处理来获得异构组织的示意图。近期，Hu 等人<sup>[39]</sup>通过冷轧结合退火工艺成功制备出具有优异的强-塑性匹配的双峰层状异构的 18Cr-8Ni 奥氏体不锈钢。



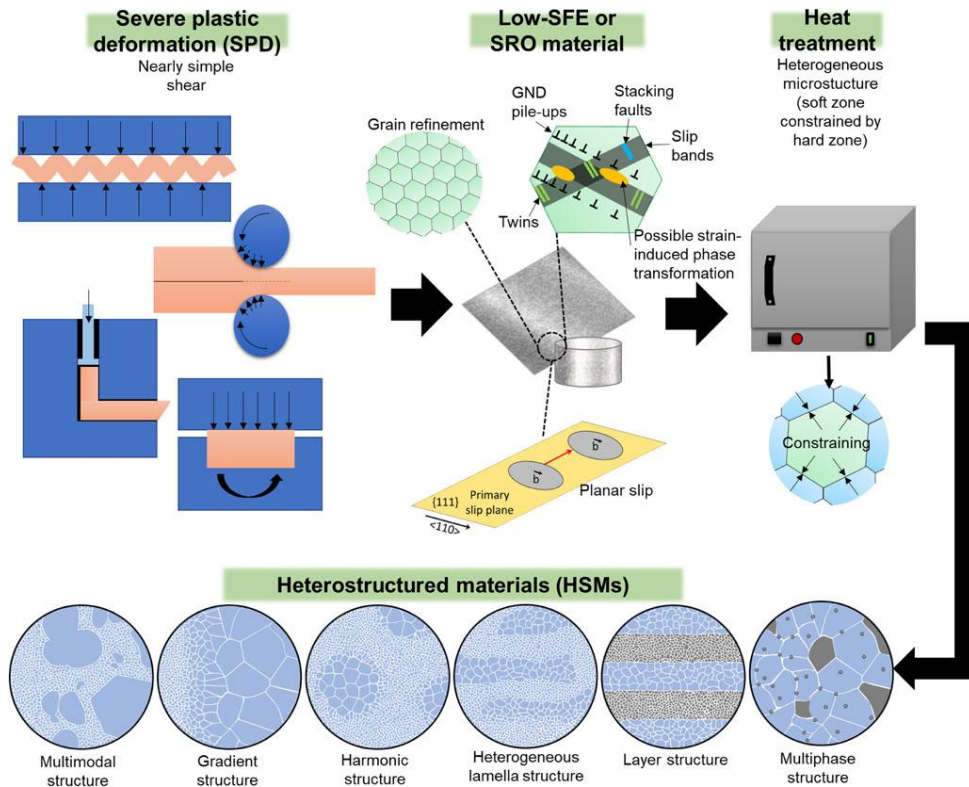


图 1-6 基于 SPD 的热机械路径和微结构演化，生产出具有低层错能或短程有序的异质结构材料<sup>[38]</sup>

### 1.3.2 表面纳米结构化处理技术

表面纳米结构化处理技术是一种通过物理、化学或机械方法在材料表面构建纳米尺度结构的表面改性技术。Sun 等人<sup>[29]</sup>采用新开发的表面机械轧制处理技术（Plate Surface Mechanical Rolling Treatment, P-SMRT）成功获得了异构组织的不锈钢材料，其具体的加工过程示意图如图 1-7 所示，将抛光后的 WC/Co 金属陶瓷球压入板表面，深度为一个  $\alpha_z$  沿长度方向（y）在表面上滚动到另一侧，速度为  $V_y$  随后，球沿宽度方向（x）以步长  $V_x$  并重复滚动过程，使整个表面在沿 y 续滚动并沿 x 动后由球处理。处理一个表面后，将样品翻转以处理另一个表面。在室温下在油润滑条件下进行处理。如图 1-7（b）所示，WC/Co 球下方的表层在梯度应变和应变速率下发生塑性变形，从而产生了与深度相关的微观结构。并且重复处理不同的通道（除非另有说明，否则在整个工作中都是双面加工 2 次），具有相同的  $V_y$  和  $V_x$  和增加一个  $z$ ，以获得不同的梯度微观结构。如图 1-7（c）所示。Lei 等人<sup>[40]</sup>利用该技术成功的制备了 316L 不锈钢的梯度纳米结构，该结构的 316L 不锈钢获得了实现了更高的强度-延展性协同作用。

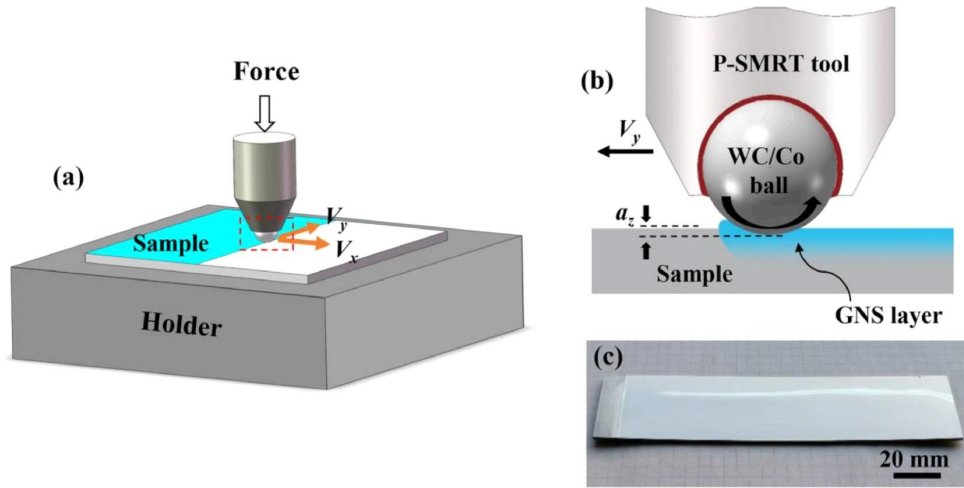


图 1-7 (a) P-SMRT 装置示意图；(b) WC/Co 金属陶瓷球滚动引起的样品表层塑性变形示意图；(c) P-SMRT304 不锈钢板<sup>[29]</sup>

### 1.3.3 粉末冶金技术

粉末冶金技术（Powder Metallurgy, PM）是一种通过金属或非金属粉末的成型与烧结制备高性能材料的先进工艺，兼具资源节约与复杂结构成形的双重优势。在典型的粉末冶金方法中，首先将粉末进行机械铣削，机械铣削是通过球磨或喷射铣削进行的，以实现所需的粉末纳米化或超细晶化，随后，将机械加工后的超细/纳米晶粉末与未处理的粗晶粉末按比例混合，通过多尺度颗粒的协同分布构建异质化微观结构。混合粉末经精密模具压制成型后，在可控气氛与温度下进行烧结，不同尺度晶粒通过扩散与致密化形成异质界面，最终制备出异质结构材料。Sharma 等人<sup>[41]</sup>采用粉末冶金技术成功制备出了谐波结构的 316L 不锈钢，该结构 316L 不锈钢具备良好的强度和伸长率组合，其制造工艺示意图如图 1-8 所示。

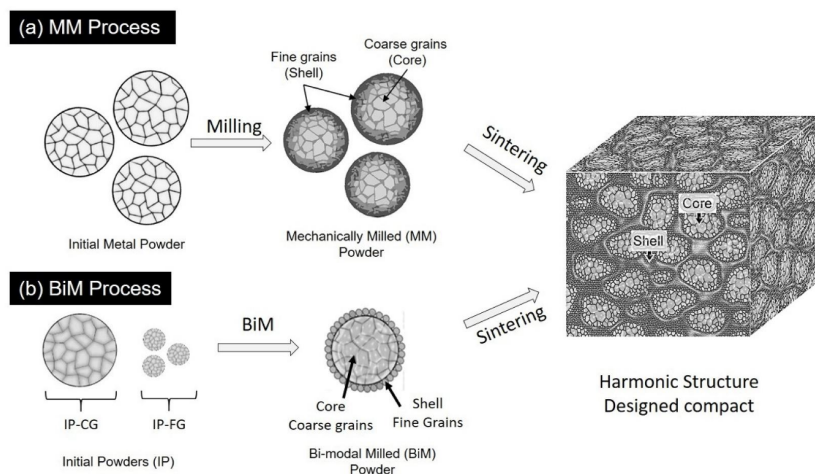
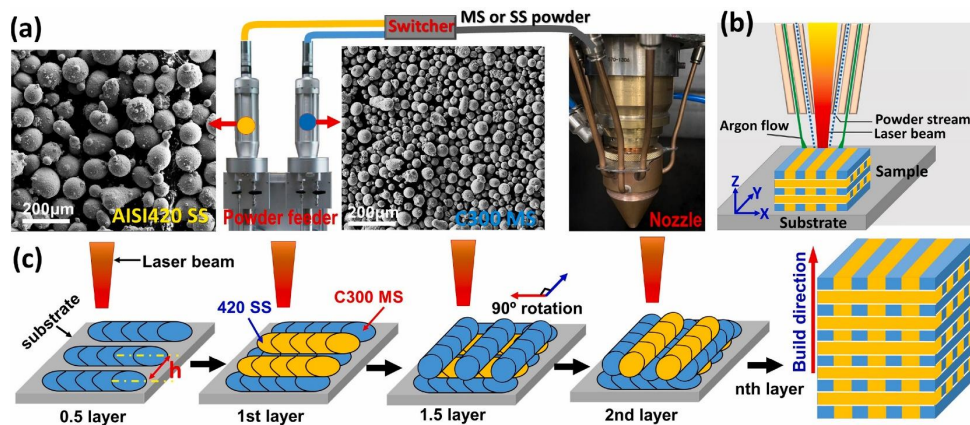


图 1-8 谐波结构材料的制造工艺<sup>[41]</sup>：(a) 机械铣削（MM）；(b) 双峰铣削（BiM）工艺

### 1.3.4 增材制造技术

增材制造技术（Additive Manufacturing, AM），又称 3D 打印技术，是一种通过逐层堆积材料来制造三维物体的一种方法。近期，Tan 等人<sup>[42]</sup>采用 420 不锈钢和 300 系列马氏体时效钢通过激光辅助增材制造技术制备出空间异质结构钢，该异构钢表现出~1.6 GPa 的高抗拉强度和~8.1%的合理断裂伸长率。空间异质结构材料的沉积过程如图 1-9 所示，具体制备流程为：（a）使用大舱口间距将马氏体时效钢粉末沉积在低碳钢基材上，以在马氏体时效钢轨迹之间保留间隙；（b）不锈钢粉末沿间隔的中心线沉积以完成一个完整的层；（c）第二层沉积将激光扫描方向旋转 90°，交替重复步骤（a）和（b）。在从一种粉末切换到另一种粉末之前，气体将保持开启，以吹出喷嘴内的残留粉末。马氏体时效钢和不锈钢粉末在上述过程之后的交替沉积形成了具有可配置架构的散装材料。



1-9 空间异质结构材料的沉积过程示意图<sup>[42]</sup>

## 1.4 异构不锈钢低温拉伸性能研究进展

### 1.4.1 异构不锈钢低温拉伸行为研究现状

优异的低温力学性能是不锈钢满足低温环境下服役要求的关键，而金属的拉伸性能是金属材料力学行为的内在表现形式之一，决定着金属材料的强度和塑性。近年来，关于不锈钢低温下的拉伸行为研究取得了一系列进展，获得了一定的成果<sup>[43-45]</sup>。

众所周知，温度作为不锈钢力学性能的关键影响因素，其作用机制已被广泛研究。当前现有的研究表明<sup>[46-48]</sup>，均质不锈钢的应力-应变响应具有显著的温度依赖性，在室温至高温条件下，材料表现出典型的抛物线型应力-应变关系；然

而，随着测试温度的降低，这种变形特征发生明显转变，曲线形态呈现出显著差异，如图 1-10 所示。

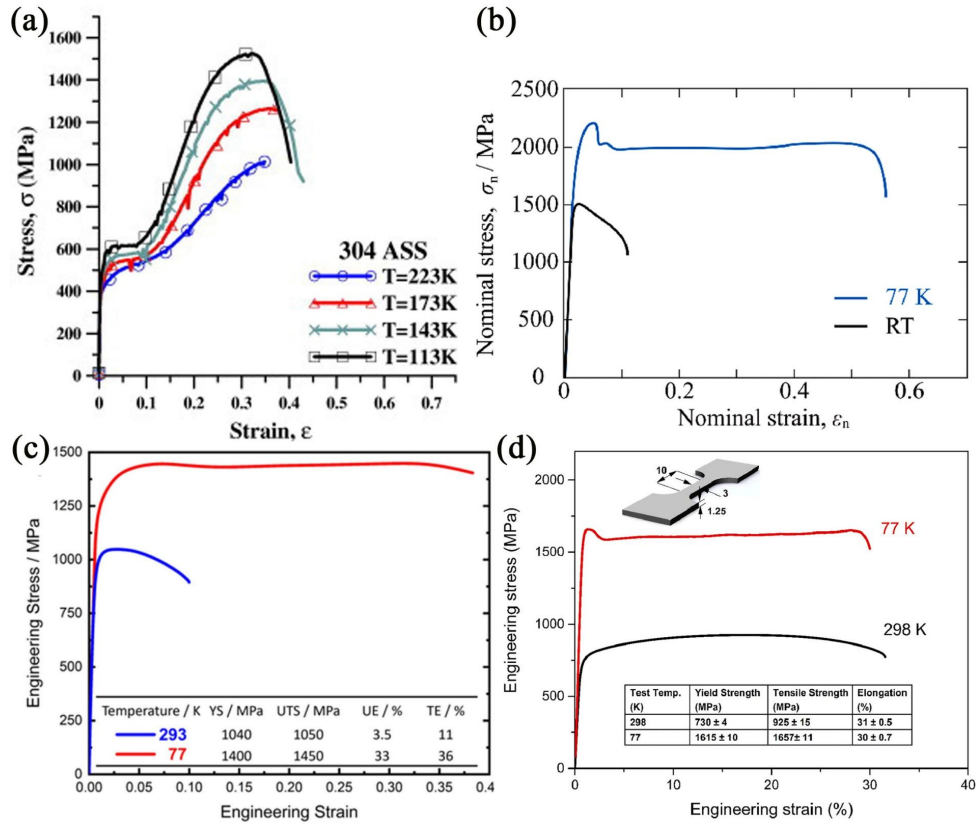


图 1-10 不锈钢不同温度下的拉伸曲线：(a) 均质 304 不锈钢<sup>[10]</sup>；(b) 异质纳米 316LN 结构<sup>[49]</sup>；(c) 异构 316L 不锈钢<sup>[50]</sup>；(d) 异质薄片结构 S32750 双相不锈钢<sup>[51]</sup>

Lee 等人<sup>[10]</sup>发现均质 304 不锈钢在低温下呈现出明显的曲线形状变化，应力应变曲线由室温下的抛物线状变为倒“S”形。在 113 K 下，304 不锈钢的应力-应变曲线甚至存在明显的屈服平台，如图 1-10 (a) 所示。而对于异构不锈钢而言，Jiang 等人<sup>[49]</sup>在 316LN 不锈钢中实现异质纳米结构，在 77 K 温度下，屈服强度高达~1900 MPa 和~55%断裂延伸率。在拉伸过程中，非颈缩区域发生了  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  的马氏体相变，而在颈缩区域，约 80% 的  $\gamma$ -奥氏体转变为  $\alpha'$ -马氏体，导致异质纳米结构的显著变形。这种相变机制在低温下尤为显著，显著提高了材料的延展性。如图 1-10 (b) 所示。Resendiz 等人<sup>[50]</sup>同样在 316L 不锈钢中添加 3% 的铜构建出由被纳米和超细晶粒包围的粗晶粒组成的异质结构，该结构的 316L 不锈钢在 77 K 时的屈服强度显著提高，达到~1400 MPa，延展性几乎是 293 K 的四倍，这种优异的性能归因于应变分区驱动的几何必要位错 (Geometrically



necessary dislocation, GND) 堆积以及相变诱导的塑性效应。如图 1-10 (c) 所示。Chen 等人<sup>[51]</sup>发现异质薄片结构的 UNS S32750 超级双相不锈钢在低温下的变形行为与在室温下的变形行为显著不同, 屈服行为从 298 K 时的典型连续屈服过渡到 77 K 时的不连续屈服。在 77 K 时, 样品在达到最高屈服点 (1657 MPa) 后, 表现出明显的屈服下降~50 MPa, 随后是一个较长的屈服平台。低温下不锈钢的拉伸行为表现出显著的高强度和延展性协同效应, 这主要归因于异质结构、细晶粒尺寸、纳米孪晶、背应力硬化以及变形诱导的马氏体相变等多种强化机制的共同作用。这些机制在低温下尤为显著, 显著提高了材料的力学性能, 如图 1-10 (d) 所示。而目前对于异构 304L 不锈钢在低温下的拉伸行为鲜有报道, 低温拉伸行为有待进一步研究。

#### 1.4.2 异构不锈钢低温拉伸强韧化机制研究现状

异构不锈钢材料由于其结构的特殊性, 在低温拉伸变形过程中表现出复杂的强韧化机制。其中, 其结构导致细晶强化是必然存在的强化机制。而研究表明<sup>[52]</sup>, 当不锈钢材料的层错能处于特定范围内时, 会诱发位错滑移、孪生或相变行为, 因此位错强化、孪生强化和相变强化同样不可忽视。此外, 背应力强化和异构变形诱导强化理论能够进一步解释异构界面在协调变形中的强化作用。然而, 目前针对不锈钢的研究主要集中在以下两个方面: 一是异构材料在常温条件下的强韧化机制, 二是均质材料在常温及低温环境下的强韧化机制。但是对于异构不锈钢在低温环境下的变形机制和强韧化机制的研究却十分有限, 尤其是对异构 304L 不锈钢在低温下的变形行为及其强韧化机制, 尚未得到充分揭示。

根据经典的 Hall-Petch 关系, 细晶强化作为提升材料强度的关键机制之一, 其强化机制源于晶粒细化导致的晶界密度增加。这一规律在异构不锈钢中得到了充分体现: 通过调控显微组织, 使硬相获得细化的晶粒结构, 从而显著提高了材料的整体强度。除细晶强化外, Liu 等人<sup>[53]</sup>对异构 316L 不锈钢在常温下进行拉伸实验过程中, 发现再结晶晶粒中发生大量位错, 非再结晶晶粒区的位错密度也增加。随着位错密度的增加, 流变应力 (强度) 会不断增加, 这是典型的位错强化机制, 此外, 在粗晶粒和退火孪晶中形成堆积断层, 还有少量纳米级晶粒变形诱导的孪晶形成, De Cooman 等人<sup>[54]</sup>表示孪晶界能够有效抑制位错滑移, 促使

位错在晶界处大量塞积，从而提升材料局部区域的强度。这种强化效应导致材料在后续变形过程中需要更高的应力才能继续发生塑性变形。在拉伸变形过程中，材料内部诱发了马氏体相变，这种相变显著提高了局部区域的强度，导致该区域需要更高的流变应力才能继续变形，因此，塑性变形主要向未发生相变的奥氏体区域转移，并在应力集中处诱发新的马氏体相变。这种渐进式的相变过程通过相变塑性效应有效协调了材料内部的应力分布，抑制了局部颈缩的形成，从而显著提高了材料的均匀延伸率<sup>[55]</sup>，如图 1-11 所示。而异构不锈钢由于在结构上存在着晶粒尺寸上的差异，结构中含有大量的软/硬界面或软/硬过渡界面，因此，在变形过程中不仅存在着由于本身微观结构导致的细晶强化以及不同晶粒尺寸软/硬界面之间带来的背应力硬化<sup>[31]</sup>，同时还会导致多种强化共同协调作用，如位错强化、孪晶强化和相变强化，从而使材料具备优异的强塑性匹配。

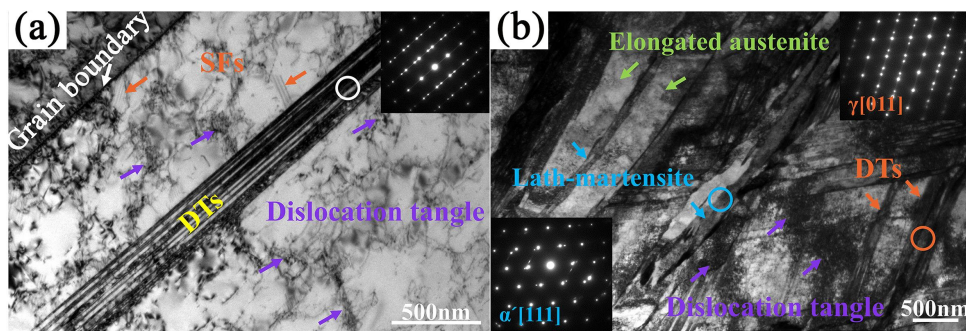


图 1-11 异构 316L 不锈钢样品的微观结构：(a) 变形至 10%样品的微观结构；(b) 断裂样品的微观结构<sup>[53]</sup>

而在低温条件下，Mallick 等人<sup>[56]</sup>表明降低温度可以显著降低不锈钢材料的层错能。Jiang 等人<sup>[43]</sup>也证实了均质 304L 不锈钢在低温环境中进行拉伸变形时，会产生高密度位错和马氏体相变。Behjati 等人<sup>[45]</sup>将均质 304L 不锈钢在低温下整个变形过程中的应变硬化率曲线分为三段区域。第一阶段，随着塑性应变的持续增加，位错密度快速累积，导致应变硬化率呈现急剧下降的趋势。与此同时， $\epsilon$ -马氏体相变开始发生，其体积分数随应变增加而增加，这一变化有效地抑制了应变硬化率的进一步下降；第二阶段， $\alpha'$ -马氏体相变开始占据主导地位，其体积分数随应变增加而快速上升。同时，由于 Lomer-Cottrell 位错的形成，导致位错在滑移面上发生塞积，这种双重作用使得应变硬化率逐步上升至最大值；第三阶段，尽管马氏体相变仍在进行，但其体积分数的增加速率显著降低，最终趋于饱和状

态。在较高应力条件下，肖克莱位错相互结合，使其更容易越过 Lomer-Cottrell 障碍，从而导致应变硬化率减小，如图 1-12 所示。

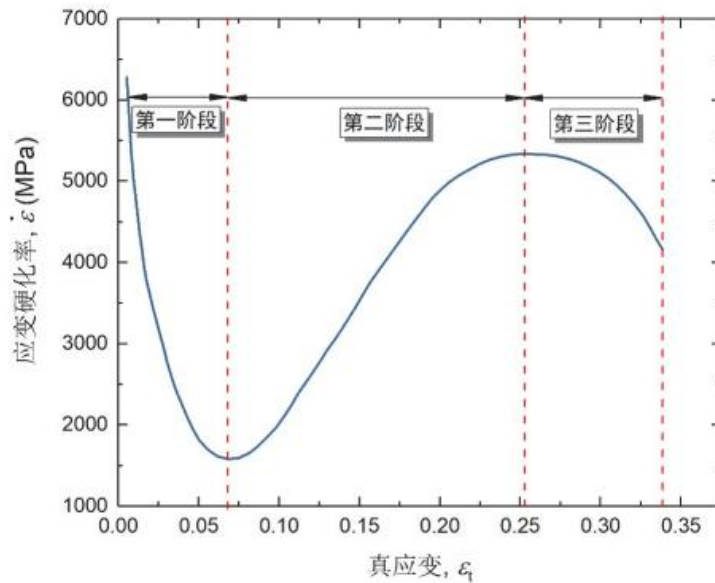


图 1-12 304L 不锈钢低温变形中应变硬化率变化趋势<sup>[45]</sup>

结合以上研究和近年来大量关于 Ti<sup>[24]</sup>、316L 不锈钢<sup>[25]</sup>、Cu<sup>[57, 58]</sup>、Al<sup>[59]</sup>、双相钢<sup>[60]</sup>等异构金属材料的研究结果，可以总结得出：相比于传统的均质金属材料，异构单金属材料常温条件下优异的强度和塑性主要来源于软相、硬相片层各自的贡献以及二者在动态变形过程中的协同贡献<sup>[31, 61]</sup>。其中软相和硬相片层组织各自对材料强度、塑性的贡献很好被理解，可以参考传统均质金属材料在变形过程中的强韧化机制（位错强化、晶界强化、相变强化和孪生强化等）。软相、硬相片层组织的协同强韧化作用被定义为异构变形诱导强化作用<sup>[62]</sup>，即如图 1-13 所示。常温拉伸过程中几何必要位错和局部剪切带在软/硬界面聚集，协调界面变形，几何必要位错塞积所产生背应力和前应力，提高层状异构材料整体的屈服强度，同时额外活跃的界面塑性变形提供了更高的加工硬化能力，进而增强异构金属的常温拉伸塑性<sup>[24, 58, 62]</sup>。

上述异构金属材料的常温拉伸行为和强韧化机制为本课题研究异构 304L 不锈钢低温拉伸行为和强韧化机制提供了思路。对于异构 304L 不锈钢而言，低温环境下其拉伸强度和塑性势必也是由软相片层、硬相片层以及软/硬片层界面共同作用所决定。先前的研究指出，均质粗晶不锈钢组织在低温环境下，位错运动阻力增加，屈服强度明显提升，同时更低的温度会降低层错能，诱导变形过程中

产生更剧烈的马氏体相变，因而导致更高的拉伸强度和塑性（强度、塑性同时提升）<sup>[63]</sup>。而纳米晶/超细晶均质组织由于晶界增多，虽然低温环境下拉伸强度超过了 2 GPa（远高于粗晶），但晶界低温脆性较为明显，拉伸塑性一般要显著低于粗晶低温拉伸塑性<sup>[64, 65]</sup>。通过层状粗晶、纳米/超细晶的组合是否也能借助界面在低温环境下的协同增强作用，进一步改善 304L 不锈钢的低温拉伸性能令人期待。低温环境下软/硬相片层如何影响低温拉伸性能尚不清楚，软/硬相片层界面低温协调变形机制亟待需要进一步揭示。

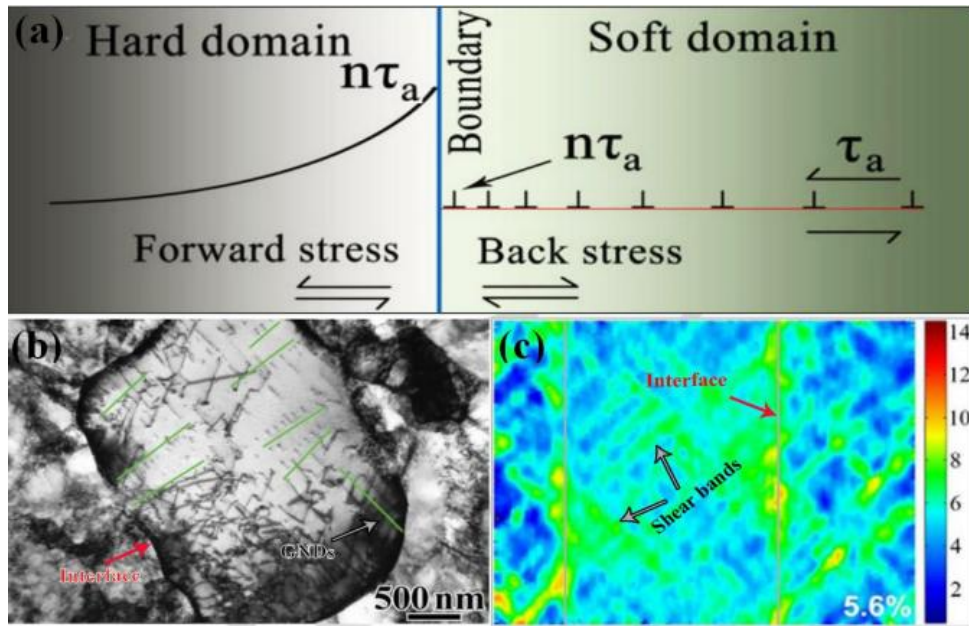


图 1-13 (a) 软/硬组织界面处变形诱导产生背应力和前应力示意图<sup>[62]</sup>；(b) 拉伸变形过程中异构组织纯钛软/硬界面处几何必要位错堆积形貌<sup>[24]</sup>；(c) 拉伸变形过程中层状异构铜合金属界面处剪切带的形貌分布<sup>[58]</sup>

上述文献指出，均质 304L 不锈钢在低温下的能保持良好的拉伸性能主要原因在于 304L 不锈钢在低温下层错能较低，马氏体相变以及位错运动困难两方面提高了材料的拉伸性能。然而对于异构的 304L 不锈钢在低温下的拉伸性能研究较少，特别是对于不同晶粒结构之间的变形机制尚未被揭示，因此，对异构 304L 不锈钢材料在低温环境下的拉伸性能研究至关重要。



## 1.5 异构不锈钢低温冲击性能研究进展

### 1.5.1 异构不锈钢低温冲击行为研究现状

材料的冲击性能是指材料在遭受冲击载荷作用时的抵抗能力，而冲击载荷下裂纹的萌生和扩展过程是断裂的内在表现形式，决定金属材料冲击韧性。对于不锈钢在低温下的冲击行为，目前的研究主要集中在均质的不锈钢材料。De Sonis 等人<sup>[66]</sup>对均质 316L 不锈钢在 20 °C 到 -196 °C 的温度条件下进行冲击实验，发现冲击韧性随着温度降低而降低，接近韧性损失范围为  $0.38 \sim 0.55 \text{ J} \cdot \text{cm}^{-2}/^{\circ}\text{C}$ ，这是由于在室温下，变形机制只涉及位错滑移和机械孪生，而当温度降低时， $\alpha'$ -马氏体的形成被激活，韧性随着温度的降低而降低可能是奥氏体基体延展性损失的结果，如图 1-14 (a) 所示。Ibrahim 等人<sup>[67]</sup>表示，温度降低，均质 304L 不锈钢和 316L 不锈钢的冲击吸收功并没有显著下降，双相不锈钢则大不相同，双相不锈钢冲击能量随着测试温度的降低而逐渐降低，具有延性到脆性的转变行为，如图 1-14 (b) 所示。在低温条件下，绝大多数奥氏体不锈钢金属不会表现出韧性到脆性的转变现象，但它们往往会表现出较低的抗断裂性，这主要是由于堆垛层错的产生在应变诱导的马氏体的形成中占主导地位。而 Park 等人<sup>[68]</sup>则表明，温度降低导致了均质 304L 不锈钢的冲击吸收功显著下降，在低温下，位错运动受到限制，其抗断裂性能大幅降低，并且 304L 不锈钢在低温下具备更低的层错能导致了其变形机制主要为马氏体相变，如图 1-14 (c) 所示。目前，关于异构不锈钢在低温环境下的冲击行为研究仍属空白，其冲击行为尚待深入探究和阐明。

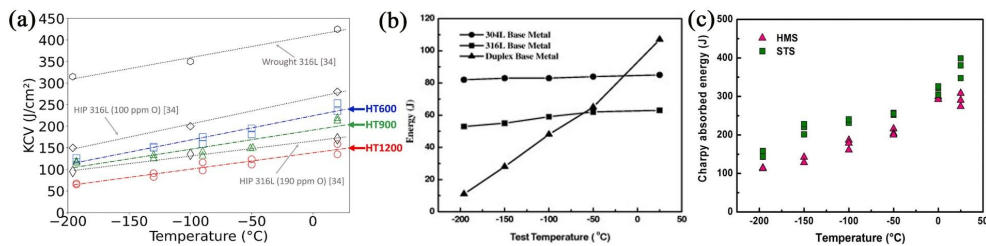


图 1-14 (a) 不锈钢冲击韧性和温度的关系<sup>[66]</sup>; (b) 测试温度对不锈钢冲击能量的影响<sup>[67]</sup>;

(c) 不同温度下不锈钢的冲击能量<sup>[68]</sup>

### 1.5.2 异构不锈钢低温冲击强韧化机制研究现状

对于异构金属材料而言，其冲击强韧化机制的研究目前主要集中在常温环境条件下，其材料体系包含 Cu<sup>[69]</sup>、不锈钢<sup>[25]</sup>、Cu/Cu 合金<sup>[70]</sup>、Al/Al 合金<sup>[71]</sup>等。

低温环境下异构不锈钢的冲击强韧化机制鲜有报道,由于异构不锈钢微结构包含软、硬两相结构,在低温冲击过程中,裂纹的扩展路径通常表现为两种模式:一种是直接穿过软相进行扩展,另一种是沿着软相与硬相的界面扩展,同时在此过程中也会伴随着马氏体相变。因此,对于异构不锈钢的低温冲击强韧化机制有待进一步去揭示。

事实上,大量研究工作都曾指出:异构组织设计可以有效地增强金属材料的常温冲击韧性,这主要归因于其结构特性<sup>[25, 69-72]</sup>。在高速载荷冲击的条件下,在含有大量晶界和缺陷的硬质基体中,微裂纹倾向于优先形核,并沿晶界和缺陷路径快速扩展,这种机制显著降低了金属材料的抗冲击性能。层状结构中的软相再结晶片层能够有效抑制裂纹扩展,这主要归因于裂纹在穿过软相或沿软/硬相界面扩展时发生的强烈耦合作用,消耗大量的冲击能量,因此大大提高了异构金属材料的冲击吸收功<sup>[73]</sup>。那么当裂纹在硬相中萌生并沿硬相扩展至软/硬界面时,裂纹的后续行为是选择穿过软相片层结构,还是沿软/硬界面发生耦合撕裂成为一个值得深入探讨的问题。这一行为可以通过 He 和 Hutchinson 模型进行理论判定,其模型公式如下所示<sup>[73]</sup>:

$$\frac{G_{ic}}{G_{fc}} \leq \frac{(h_m E_m + h_f E_f)}{h_f E_f} \left( \frac{1}{4\pi(1-\nu^2)} \right) \quad (1.1)$$

其中 $G_{ic}$ 和 $G_{fc}$ 分别是软/硬界面和软相结构层片的断裂能; $h_m$ 和 $h_f$ 分别为微裂纹萌生硬相细化晶粒区域和软相片层区域的厚度; $E_m$ 和 $E_f$ 分别为硬相细化晶粒结构和软相片层结构的杨氏模量, $\nu$ 是泊松比。当上述的不等关系成立时,裂纹将会沿着软相和硬相结构界面耦合作用发生撕裂(如图 1-15 (a)),反之,裂纹与软相片层结构相互作用,最终穿过软相片层继续前行(如图 1-15 (b))所示。

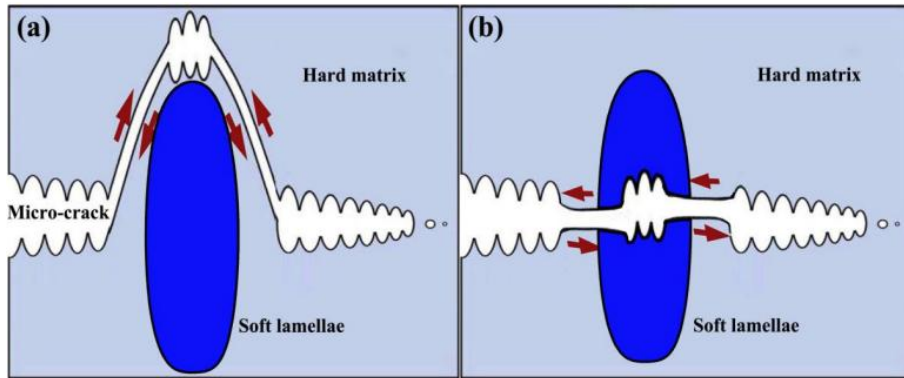


图 1-15 层状异构金属材料冲击载荷下裂纹扩展的两种过程示意图<sup>[73]</sup>

可想而知，对于异构不锈钢而言，低温环境下其冲击断裂行为也同样涉及上述的裂纹萌生和扩展过程。与常温条件下不同的是，低温环境必然会对硬相组织和软相组织中裂纹萌生和扩展产生一定的影响，这需要通过研究进一步揭示。结合以上分析，异构组织作为粗晶片层和超细晶/纳米晶片层混合的一体化组织，低温环境下软/硬界面对裂纹扩展的响应方式如何？软/硬界面两侧微观结构变化如何？这些对揭示低温环境下异构不锈钢冲击行为、断裂机制以及韧化机制至关重要。以上研究虽然指出温度对均质不锈钢冲击性能的影响及强韧化机制，但对于异构不锈钢而言，其低温冲击韧性并未见报道，尤其是缺乏不同晶粒尺度之间的协调变形对异构不锈钢断裂过程、裂纹传播过程及其断裂机制的完整分析。因此，异构不锈钢低温冲击性能和低温强韧化机制有待进一步被揭示。

## 1.6 本课题研究意义和主要研究内容

### 1.6.1 研究意义

材料的力学性能本质上是由其微观结构与变形机制的协同作用所决定的。对于均质材料而言，这种关系相对简单。而异构材料则因其独特的微观结构特征和优异的强塑性协同效应，在材料科学领域引起了广泛关注。特别是其多尺度结构特征与变形行为的相互作用机制，为新型高性能材料的开发提供了科学依据。

当前，异构单金属材料的研究在制备工艺、微观组织演变机制及低温协同变形行为等方面仍面临若干亟待解决的以下关键问题：

（1）对于大变形轧制结合退火工艺制备的异构单金属材料中，再结晶温度下异质结构的形成机理尚未可知。目前，该领域缺乏系统的实验验证和理论支撑，尤其在工艺参数优化方面，包括轧制变形量、退火温度及保温时间等关键参数对冷变形态样品中异质结构尺寸分布和体积分数的影响机制亟待深入研究。此外，异构单金属材料表现出优异强度和塑性的内在机制尚待深入分析，特别是在低温条件下，异构组织中软/硬结构单元的独立贡献及其协同作用对整体力学性能的影响机制仍不清楚。需要特别指出的是，层错能在低温条件下的降低会显著影响金属材料的变形行为，阐明这一效应对异构单金属材料变形机制的影响规律，是

深入理解材料强塑性协同作用机制的关键。

(2) 在实际低温应用中, 金属零部件的冲击失效问题时有发生。作为未来极具潜力的新型金属材料, 异构单金属的冲击断裂过程及失效机制亟待深入研究, 尤其是低温条件下, 软/硬结构单元及其界面在冲击断裂过程中对微裂纹萌生和扩展的作用机制尚不明确。阐明这些过程将对异构单金属材料的工业应用提供重要指导。

针对上述问题, 本研究选用低温下层错能较低的 304L 不锈钢作为研究对象, 采用传统的冷轧结合退火工艺制备了层状异构和双峰异构 304L 不锈钢。研究重点探讨了 304L 不锈钢异构组织的形成机制, 深入分析了层状异构 304L 不锈钢的低温拉伸变形机制, 并系统地研究了双峰异构 304L 不锈钢的低温冲击行为。通过实验揭示了两种异构 304L 不锈钢在低温下表现出优异力学性能的本质原因。

#### 1.6.2 主要研究内容

基于以上研究, 本课题以粗晶态 304L 不锈钢为原材料, 通过精准调控构筑出两种异构组织的 304L 不锈钢, 在低温条件下对其进行力学性能测试。主要研究内容如下:

(1) 研究不同异步轧制变形量、不完全再结晶退火温度和退火时间等工艺参数对异构组织形成规律的影响, 深入研究不同异步轧制变形 304L 不锈钢在退火过程中的异构组织形成机制。

(2) 研究层状异构 304L 不锈钢低温冲击韧性, 对其冲击断口形貌和裂纹附近结构进行观察, 研究低温条件下软/硬相片层和软/硬界面对冲击裂纹萌生和扩展过程的响应情况; 揭示低温环境对软/硬相片层内部和软/硬相界面的断裂方式的影响, 最终揭示低温环境下层状异构 304L 不锈钢冲击断裂机制。

(3) 研究双峰异构 304L 不锈钢在低温下的拉伸性能, 对其进行低温拉伸变形过程中的半原位结构观察, 研究低温条件下双峰异构 304L 不锈钢中软/硬相片层内部和软/硬界面的变形行为, 其中重点关注低温环境下界面协调变形行为, 研究低温环境对软/硬相片层内部和软/硬界面的变形行为的影响, 最终揭示低温拉伸过程中双峰异构 304L 不锈钢变形机制和低温强韧化机制。

## 第 2 章 实验方案与方法

### 2.1 实验技术路线

本课题围绕 304L 不锈钢，研究其异构组织形成机制及异构组织在低温下对其力学性能的影响，研究主要内容如下：（1）利用常规冷轧与退火相结合的加工方法，成功制备出具有层状异构和双峰异构的 304L 不锈钢。通过调整冷轧变形程度、退火温度以及保温时间等工艺参数，达到了对材料内部异构结构的精准控制，着重分析冷轧变形 304L 不锈钢在退火过程中的异构组织形成机制；（2）采用冷轧+退火工艺制备出层状异构的 304L 不锈钢，为探究其低温冲击性能，采用夏比冲击试验对具有不同组织结构的样品进行了系统测试，获得了冲击吸收功等关键力学性能数据，通过对冲击断口形貌及断口附近微观组织进行表征分析，揭示层状异构 304L 不锈钢在低温条件下表现出优异冲击韧性的内在机制；（3）采用冷轧+退火工艺制备的双峰异构 304L 不锈钢，在低温下对不同组织结构的 304L 不锈钢样品进行拉伸实验，选取具有优异低温强度与拉伸塑性的双峰异构 304L 不锈钢，对其进行低温拉伸变形过程中的半原位结构观察，通过显微组织，分析其在拉伸变形过程中的相变规律，揭示低温下相变对双峰异构 304L 不锈钢变形行为的影响。综上所述，本课题研究路线如图 2-1 所示：

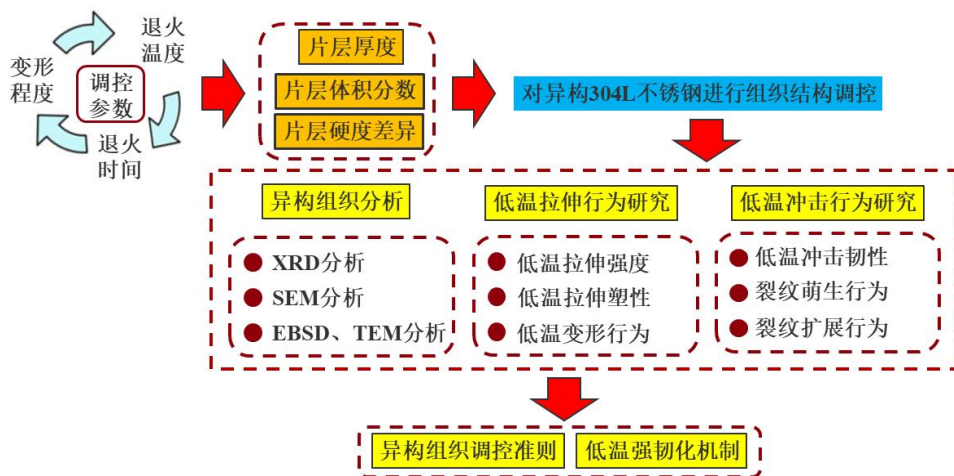


图 2-1 异构 304L 不锈钢材料制备及其低温力学性能研究技术路线图

## 2.2 实验材料及实验方法

### 2.2.1 实验材料

本实验采用的不锈钢材料为工业 304L 不锈钢，其化学成分见表 2-1

表 2-1 304L 不锈钢的化学成分 (wt.%)

| Material | Chemical composition (wt.%) |       |     |      |       |       |      |      |
|----------|-----------------------------|-------|-----|------|-------|-------|------|------|
|          | C                           | Cr    | Ni  | Mn   | S     | P     | Si   | Fe   |
| 304L     | 0.02                        | 18.21 | 8.1 | 1.23 | 0.005 | 0.026 | 0.36 | Bal. |

### 2.2.2 实验方法

本实验首先对几何尺寸为 100 mm×50 mm×15 mm 的热轧 304L 不锈钢板材进行了固溶处理。退火温度和退火时间分别为 1050 °C 和 1 h。经过上述固溶处理后，获得了具有等轴粗晶粒的奥氏体结构 304L 不锈钢板材。然后进行预先异步轧制冷变形处理，将不同轧制变形程度后的样品置于管式炉中进行不完全再结晶退火，退火温度一般要选择再结晶附近温度（695 °C、725 °C），保温时间分别为 0-60 min 和 0-25 min，通过调整冷轧变形量、退火温度和退火时间三个工艺参数，获得处理后的样品。其具体流程图如图 2-2 所示。

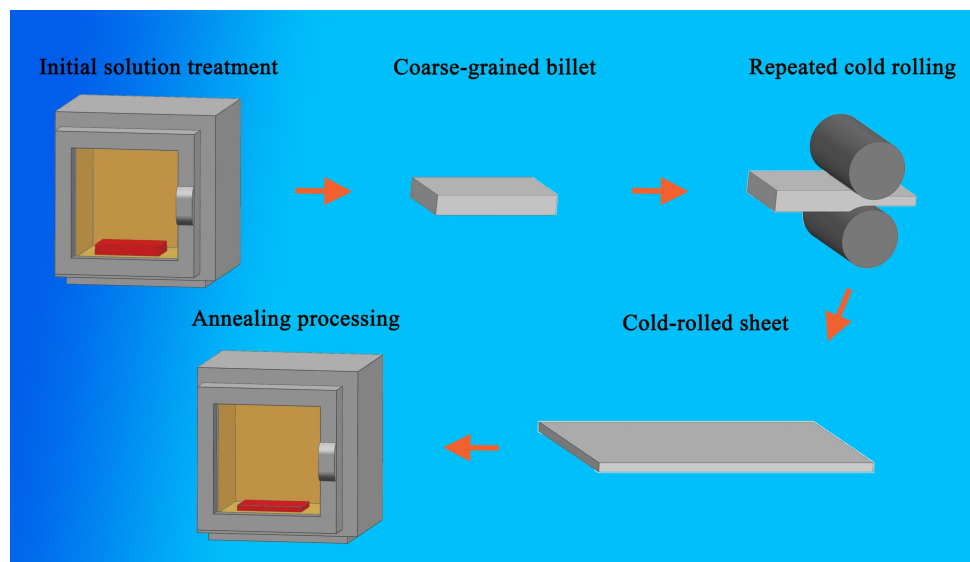


图 2-2 异步轧制+退火工艺流程图

### 2.2.3 异步轧制设备

冷轧工艺是指在低于材料再结晶温度的条件下，利用轧辊对金属或合金施加压力，使其发生塑性变形的一种加工方法。该工艺通过控制轧制过程中的变形量、



轧制力和道次等参数,可实现材料形状的精确调控和尺寸的定向改变,作为金属塑性加工领域最为普遍的一种变形方式。本实验通过采用异步轧制的方法对工业用 304L 不锈钢进行冷变形处理,因为异步轧制可以更容易获得剪切带分布的纳米/超细晶冷变形组织,后期在退火过程中有利于实现异构组织的调控,而且异步轧制还可以获得大尺寸样品,适合大规模工业生产。本实验中异步轧制工艺参数为:轧制温度为室温,轧制速度:上辊~200 mm/s、下辊~400 mm/s,每道次压下量为~0.2 mm,最终达到指定的轧制变形程度(70%、90%)。所用异步轧机如图 2-3 所示。



图 2-3 异步小型轧机实物图

#### 2.2.4 热处理设备

为调控冷轧后金属材料的微观组织结构,本实验采用退火处理工艺。实验设备选用安徽贝意克设备有限公司生产的 BTF-1200X-80SL 型开启式气氛保护管式滑轨电阻炉(如图 2-4 所示)。该设备具有以下技术特征:(1)配备多通道气路系统和真空系统,可实现  $10^{-3}$  Torr 的预抽真空度;(2)支持多种保护气氛环境控制;(3)最高工作温度达 1200 °C,控温精度为 $\pm 2$  °C;(4)采用 $\Phi 80 \times 1400$  mm 规格的加热腔室。这些技术参数为实验提供了精确的温度控制和气氛环境保障,确保了退火工艺的可靠性和重复性。在本实验中,对冷轧态 304L 不锈钢进行退火时,选择了 695 °C 和 725 °C 两种退火温度,并分别设定了 0-60 min 和 0-25 min 的退火时间,在所有试验过程中均通入氮气以提供保护。具体操作步骤:将滑轨



炉膛中心部位加热至指定温度，将样品移动至指定位置进行保温处理，待达到预设保温时间后，移开加热炉膛，使样品在保护性气体氛围中自然冷却，当温度降至 100 °C 以下时，开启设备取出样品。



图 2-4 气氛保护管式滑轨电阻炉设备实物图

## 2.3 力学性能测试

### 2.3.1 低温单轴拉伸实验

对具有粗晶态和冷变形 90%退火态的不锈钢样品进行低温环境下的拉伸实验,选用瑞士 w+b 公司生产的 LFM-20kN 型号万能拉伸机,应变速率为  $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ , 实验中考虑到 LNG 相关制备设备、存储容器、运输管道等一般在 -160 °C 以下的低温环境下工作,本研究选用液氮作为低温环境制冷液体,拉伸试样标距部位一直被浸泡于液氮中,进而顺利完成低温拉伸测试。该装置要求金属拉伸样品夹持部位宽度 ( $B_1$ ) 远大于标距部位宽度 ( $B_0$ ), 一般要求  $B_1 > 5B_0$  (最大程度减少夹持段的弹性应变和塑性应变对测试结果的影响), 这样就可以通过普通光学引伸计动态测定图中红色标记部位的伸长应变,该伸长应变可以近似代替拉伸样品标距部位的伸长应变。测试过程中应力的捕获与正常拉伸实验一样。其装置结构示意图如图 2-5 所示。利用电火花加工技术,沿轧制方向精确切割出扁平“狗骨”形拉伸试样,拉伸试样的标距尺寸为  $15 \times 3 \times 1.2 \text{ mm}^3$ 。为了保证力学数据的准确性和可靠性,在整个测试过程中,每个试样都连续浸泡在液氮 (77 K) 中。此外,每种拉伸试样严格执行至少重复三次。

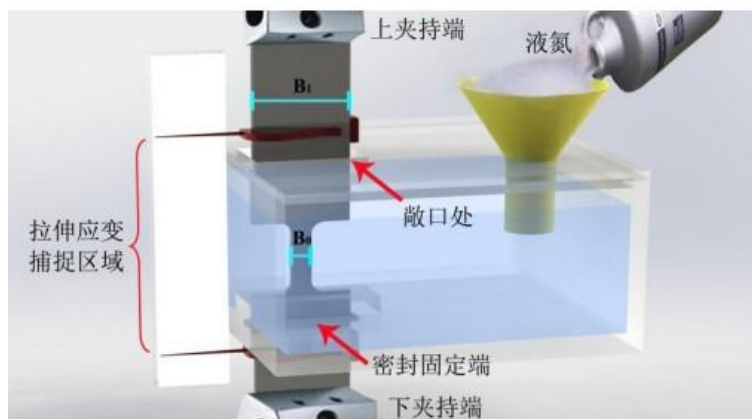


图 2-5 拉伸试样低温拉伸性能测试配套装置示意图

### 2.3.2 低温夏比冲击实验

对粗晶态、冷轧 70%、层状异构以及细晶态的 304L 不锈钢进行低温环境下夏比冲击实验,选用瑞士 w+b 公司 PH-50/15J 型冲击试验机进行材料冲击韧性实验,首先使用电火花线切割机将材料加工成标准夏比 V 型缺口冲击试样,尺寸为  $18 \times 4 \times 1.5 \text{ mm}^3$ ,缺口深度 0.8 mm,具体尺寸参数如图 2-6 所示。测试前,将试样置于液氮环境中浸泡 5 分钟进行低温处理,随后快速转移至试验机冲击位置,点击测试按钮进行测试,整个过程严格控制在 5 s 之内,从而尽可能确保样品的低温状态不变化。为保证实验数据的可靠性,冲击实验至少重复三次。

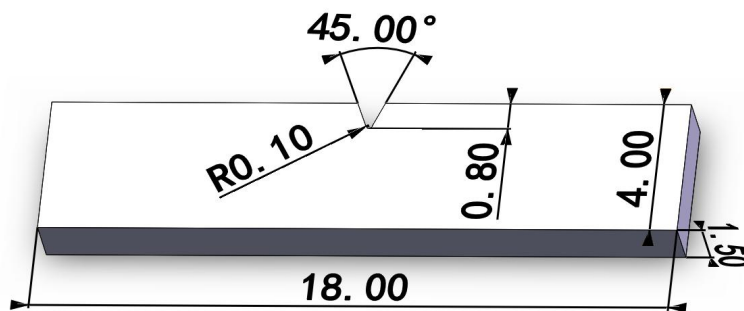


图 2-6 夏比冲击试样几何尺寸示意图

## 2.4 微观样品制备及结构表征

### 2.4.1 金相样品制备及结构分析

本实验中,采用电火花线切割设备(DK7720,正光机电,中国)将待测材料加工成规格为  $10 \times 5 \times 5 \text{ mm}^3$  的标准试样。试样表面处理采用分级精加工工艺:首先使用 600#至 1500#SiC 砂纸进行逐级研磨,随后依次采用粒径为  $1 \mu\text{m}$  和  $0.5$

$\mu\text{m}$  的金相抛光剂进行精细抛光。完成抛光后，使用去离子水和酒精对试样进行超声清洗，最后经冷风干燥处理，以最终获得表面光亮且无划痕的样品测试表面。

试样腐蚀处理采用王水腐蚀法（浓盐酸与浓硝酸体积比为 3:1）。具体操作如下：将适量王水溶液均匀滴涂于抛光表面，待表面出现均匀气泡反应 2-3 s 后，立即用去离子水冲洗，随后进一步使用酒精清洗表面，冷风干燥。表面形貌观察采用舜宇 CX40M 型金相显微镜，在  $200\times$ - $1000\times$  放大倍数下进行显微组织表征。

#### 2.4.2 X 射线衍射样品制备、结构测试及分析

X 射线衍射（X-ray diffraction, XRD）分析试样的表面处理工艺与金相试样制备流程相同。实验采用日本理学公司 Rigaku Ultima IV 型 X 射线衍射仪进行物相分析，仪器配置 Cu-K $\alpha$  辐射源（波长  $\lambda=1.54056 \text{ \AA}$ ），工作参数设置为：管电压 40 kV，管电流 40 mA，扫描范围  $40^\circ\sim 100^\circ$ ，扫描速率  $3^\circ/\text{min}$ 。通过上述测试条件，成功表征了 304L 不锈钢试样中奥氏体与马氏体的相组成。冲击断裂试样表面下的马氏体相和拉伸试样吕德斯带周围的奥氏体/马氏体相通过具有 0.4 mm 准直仪和 Cu-K $\alpha$  辐射（ $\lambda=1.54056\text{\AA}$ ）的微区 X 射线衍射仪（Rigaku SmartLab X）进一步检测，微区 X 射线衍射的光斑宽度为  $500 \mu\text{m}$ ，扫描速度为  $3^\circ/\text{min}$ ，扫描范围为  $40^\circ\sim 100^\circ$ 。

本实验采用 XRD 曲线对异构材料的相组成进行系统分析，包括物相定性鉴定和马氏体/奥氏体两相定量测定。定量分析基于 X 射线衍射强度与物相含量的相关性原理：各物相的衍射峰强度与其体积分数呈正相关，但由于不同物相对 X 射线的质量吸收系数存在差异，需引入吸收修正因子进行校准。具体分析方法如下：将实验获得的 XRD 衍射谱导入 Jade 6.0 分析软件，通过匹配国际衍射数据中心（ICDD）的标准 PDF 卡片，精确定位马氏体和奥氏体的特征衍射峰，并提取各衍射峰的积分强度等结构参数，为后续定量计算提供基础数据。本实验在物相定量分析中，选取  $\alpha'$  马氏体的（110）、（200）、（211）和（220）衍射峰，以及  $\gamma$  奥氏体的（111）、（200）、（220）、（311）和（222）衍射峰作为特征峰。基于 X 射线衍射强度数据，采用以下公式计算马氏体相的体积分数（ $V_\alpha$ ）<sup>[74-76]</sup>：

$$V_\alpha = \frac{1/n \sum_{j=1}^n I_\alpha^j / R_\alpha^j}{1/n \sum_{j=1}^n I_\gamma^j / R_\gamma^j + 1/n \sum_{j=1}^n I_\alpha^j / R_\alpha^j} \quad (2.1)$$

$$R = \frac{1}{v} F^2 P \left( \frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin \theta \sin 2\theta} \right) e^{-2M} \quad (2.2)$$

式 (2.1) 和式 (2.2) 中,  $n$  为对应奥氏体和马氏体相衍射峰的个数,  $I$  为衍射峰积分强度,  $R$  为材料散射因子,  $v$  为单胞体积,  $F$  为结构因子,  $P$  为多重因子,  $e^{-2M}$  为温度因子,  $\frac{1+\cos^2 2\theta}{\sin\theta \sin 2\theta}$  为角因子。

### 2.4.3 扫描电子显微镜观察与分析

本实验采用美国 FEI 公司生产的 Quant 250 F 型扫描电子显微镜 (Scanning electron microscope, SEM) 进行显微结构表征。实验过程中, 工作电压设置为 20 kV, 探头与样品的工作距离保持在 10 mm, 分别对拉伸试样表面形貌和冲击试样断口特征进行系统表征, 以获得样品表面的微观结构信息。

### 2.4.4 背散射电子衍射样品制备及结构表征

为满足背散射电子衍射 (Electron backscattered diffraction, EBSD) 测试对样品表面的严格要求, 本实验采用机械-电解复合抛光工艺制备测试样品。具体操作流程如下: 实验过程首先使用 600# 至 1500# 的 SiC 水磨砂纸对测试表面进行逐级机械研磨, 直至表面呈现镜面光泽且无明显宏观划痕; 随后采用 1  $\mu\text{m}$  和 0.5  $\mu\text{m}$  粒径的金相抛光剂进行精细机械抛光, 待表面无划痕时, 样品经去离子水和酒精清洗后, 使用美国标乐 (Buehler) 公司生产的 Electromet 4 型电解抛光仪进行最终抛光处理, 电解液由体积分数为 25% 高氯酸和 75% 乙酸的混合制成。其操作参数设定如下: 抛光温度保持在室温, 工作电压~10 V, 电流为~0.1 A, 持续时间~15 s。抛光完成后, 样品经酒精清洗并冷风干燥, 最终获得满足 EBSD 测试要求的无应力、无氧化层、表面平整的测试样品。

本研究中是通过借助于 Zeiss Auriga 扫描电子显微镜设备完成 EBSD 测试的, 实验测试参数为: 测试电压 15 kV, 工作距离~13 mm, 扫描步长 25-1000 nm, 晶体结构类型选择 Iron fcc 和 bcc 晶格类型。所有原始 EBSD 数据都使用 HKL Channel 5 软件进行进一步分析和处理。晶界根据相邻晶粒的取向差可分为三种类型: 当取向差在 2°-15° 之间时, 定义为低角度晶界 (Low-angle grain boundaries, LAGBs); 当取向差超过 15° 时, 则定义为高角度晶界 (High-angle grain boundaries, HAGBs); 此外, 退火过程中形成的孪晶界 (Twin boundaries, TBs) 具有特定的取向差特征, 其取向差为~60°。

#### 2.4.5 透射电子衍射样品制备及结构表征

本研究采用透射电子显微镜 (Transmission Electron Microscope, TEM) 进行微观结构表征, 该设备为美国 FEI 公司生产的 TECNAL G220 LaB6 型透射电子显微镜, 加速电压范围为 20 kV 至 200 kV。与扫描电子显微镜 (SEM) 和电子背散射衍射 (EBSD) 相比, TEM 具有更高的分辨率, 可更精确地解析材料的微观形貌与晶体结构特征。在本实验过程中, 测试电压设定为 200 kV。TEM 样品制备流程如下: 首先采用国产电火花线切割机将金属样品切割成 500  $\mu\text{m}$  均匀薄片, 然后使用 600#至 1500#的 SiC 水磨砂纸将样品厚度逐级打磨至~80  $\mu\text{m}$ 。接着, 使用冲孔器将金属薄片冲制成 $\Phi 3\text{ mm}$ 的小圆片, 并进一步用 1500#水磨砂纸继续打磨厚度至 50  $\mu\text{m}$  以下, 随后使用电解双喷仪制备薄区。本实验中所使用的电解双喷设备为上海交大生产的 MTP-1A 型号双喷仪器, 电解双喷液选用体积分数为 25%高氯酸+75%乙酸的混合溶液, 电解电压为 10 V, 测试温度控制在零下 20  $^{\circ}\text{C}$ 左右。经过电解双喷处理后的样品需用酒精和离子水反复进行冲洗, 以确保残留在样品表面的电解液清洗干净, 最后使用冷风吹干。

## 第3章 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢制备及组织形成机制

### 3.1 引言

本章首先采用高效的冷变形工艺制备出具有不同变形压下量（70%、90%）的变形态 304L 不锈钢板材，再对变形量 70%（CR70%）和变形量 90%（CR90%）的不锈钢样品分别在 725 °C 退火 5 min 和 695 °C 退火 10 min，得到两种不同的异质结构，分别是层状异构（Heterogeneous lamella structure, HLS）和双峰异构（Bimodal heterostructure, BHS）。最后对冷轧和退火后的样品的微观结构进行观察和分析，最终揭示其异质结构形成机理。

### 3.2 冷轧态 304L 不锈钢微观结构分析

#### 3.2.1 XRD 分析

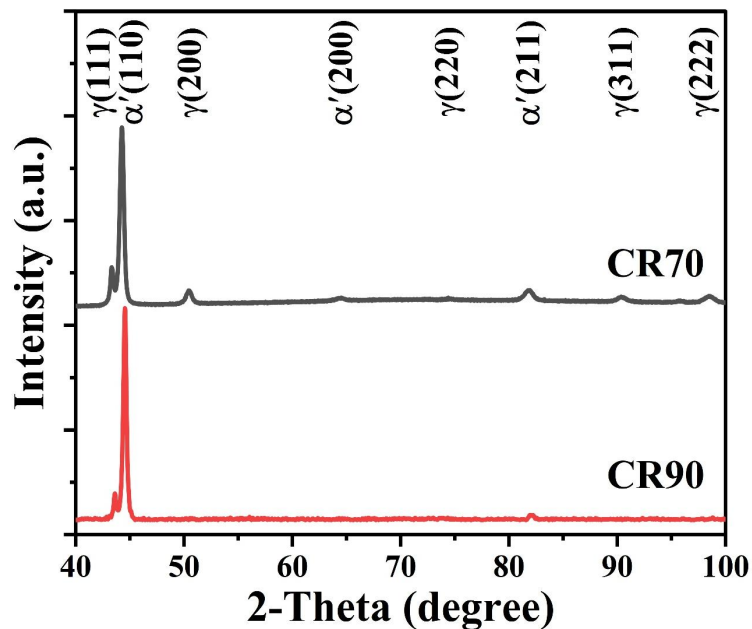


图 3-1 冷轧 70%和冷轧 90%的 304L 不锈钢的 XRD 曲线

图 3-1 为冷轧 70%和冷轧 90%样品的 XRD 曲线，从该曲线上的衍射峰位置及强度可以看出，冷轧 90%样品由于变形的更加剧烈，几乎由马氏体相组成，通过相关计算可知，其马氏体的体积分数为~97.5%，而冷轧 70%样品属于中等变



形量，虽然大部分奥氏体向马氏体转变，但由于变形的不够充分，仍然存在部分的奥氏体相。

### 3.2.2 EBSD 分析

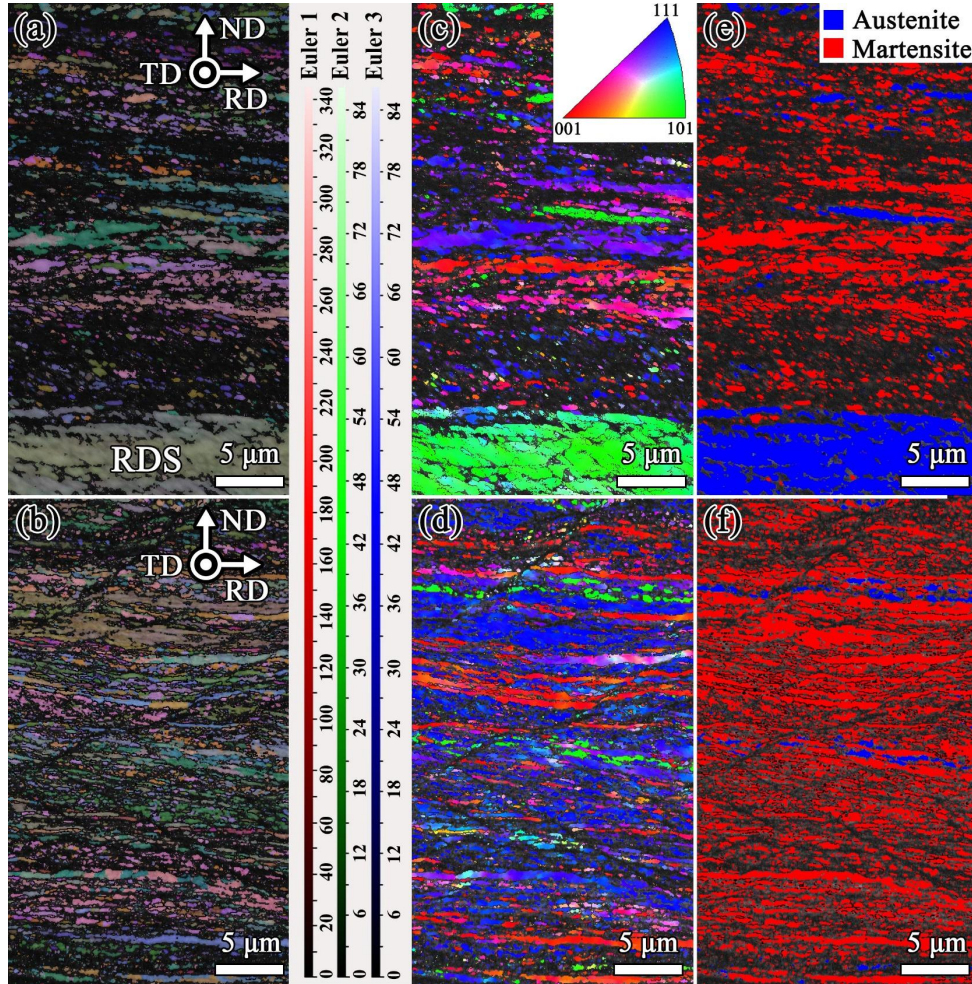


图 3-2 (a) 和 (b) 为冷轧 70%和冷轧 90%的 304L 不锈钢的 EBSD 欧拉图；(c) 和 (d) 为冷轧 70%和冷轧 90%的 304L 不锈钢的 EBSD 取向差分布图；(e) 和 (f) 为冷轧 70%和冷轧 90%的 304L 不锈钢的相图

图 3-2 (a) 和 (b) 显示了冷轧 70%和冷轧 90%的 304L 不锈钢的微观结构，从图中可以发现经过~70%应变量轧制处理后，原始粗晶态的 304L 不锈钢样品产生了显著的冷变形态组织，冷轧 70%的 304L 不锈钢主要由变形纳米/超细晶粒 (Nano/ultrafine grains, NG/UFGs) 和残余变形结构 (Residual deformation structure, RDS) 组成，纳米/超细晶粒呈现典型的层状变形结构。由于变形不够充分，冷变形组织中存在一些残留变形结构，并且含有大量与轧制方向呈~45°的微剪切带，残留变形结构一般是由于在轧制变形过程中，塑性变形优先在软取向晶粒中发生，



而处于硬取向的粗大晶粒则变形相对不够充分，~70%应变属于中等变形量，很难使得所有的晶粒都能充分发生剧烈的塑性变形，因此会在组织中残留一些变形形态的拉长粗晶组织（残余变形结构），而该结构几乎由奥氏体相组成，变形的纳米/超细晶粒几乎是马氏体相（如图 3-2（e）），这是因为 304L 不锈钢具有较低的层错能（Stacking fault energy, SFE），An 等人<sup>[77, 78]</sup>证实，对于低层错能金属，位错滑移通常是相对有限的。在剧烈剪切变形下，微剪带在塑性变形的协调中起主导作用，微剪切带诱发的剧烈剪切效应容易产生晶粒细化和应变诱导的马氏体。这是冷轧 70%的 304L 不锈钢中变形纳米/超细晶粒的起源，在许多先前的研究中也有报道<sup>[19, 79, 80]</sup>。随着应变量进一步增加到 90%，更大的轧制变形量会使得原本残留的变形结构发生更加充分的塑性变形，如图 3-2（b）所示，冷轧 90%样品显示出了更加均匀的层状变形组织。图 3-2（e）和图 3-2（f）指出剧烈的轧制变形会使得 304L 不锈钢发生应变诱导马氏体相变，对于冷轧 70%样品中的残留变形结构而言，由于其变形程度相对较低，所以其仍主要为奥氏体结构，但是由于其存在大量的微剪切带结构，微剪切带内部含有细小的马氏体相。

### 3.2.3 TEM 分析

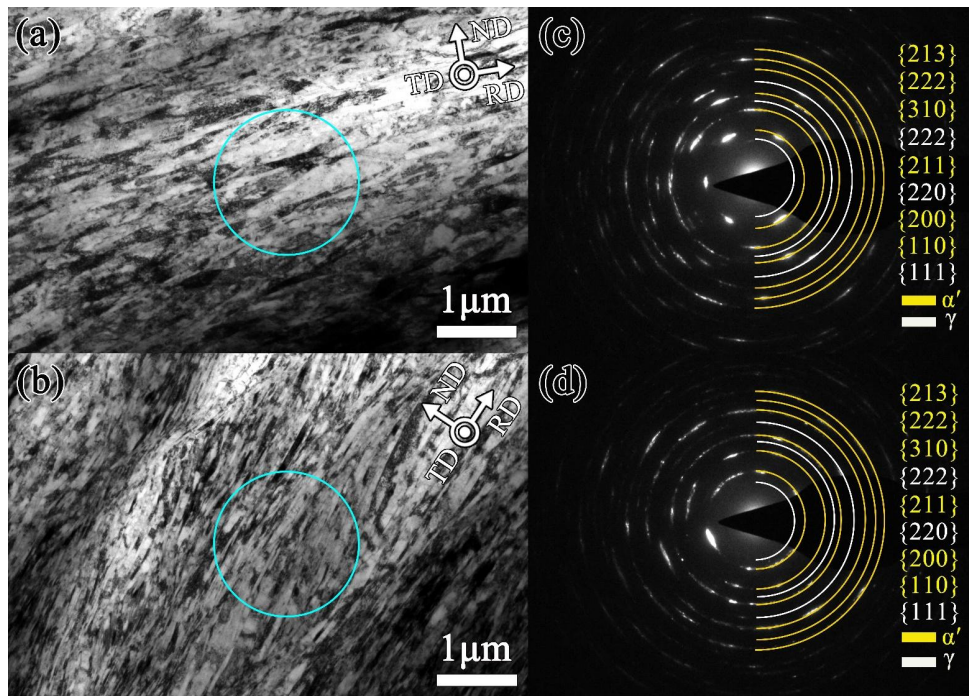


图 3-3（a）和（b）显示了冷轧 70%和冷轧 90%的 304L 不锈钢中变形纳米/超细晶的 TEM

图，其中（c）和（d）是（a）和（b）中相应的选定区域衍射图

TEM 测试可以有效地揭示变形态微结构形貌，图 3-3（a）和（b）为冷轧

70%和冷轧 90%的 304L 不锈钢中变形结构的细节形貌，在冷轧 70%不锈钢中层状变形组织主要为纳米/超细片层晶组织，对于冷轧 90%不锈钢而言，更加剧烈的轧制变形使得该样品内部的纳米/超细片层晶组织更细，相关衍射花样指出了该纳米/超细片层晶组织主要为马氏体相结构，如图 3-3 (c) 和 (d) 所示。根据 EBSD 和 TEM 所观察到的结果，图 3-4 (a) 和 (b) 分别是对冷轧 70%和冷轧 90%的 304L 不锈钢进行大量晶粒尺寸统计，然后经高斯拟合，冷轧 70%的不锈钢样品平均晶粒尺寸约为 190 nm，冷轧 90%的不锈钢样品平均晶粒尺寸约为 65 nm，进一步说明了冷轧 90%的不锈钢样品的晶粒尺寸显著低于冷轧 70%不锈钢样品。

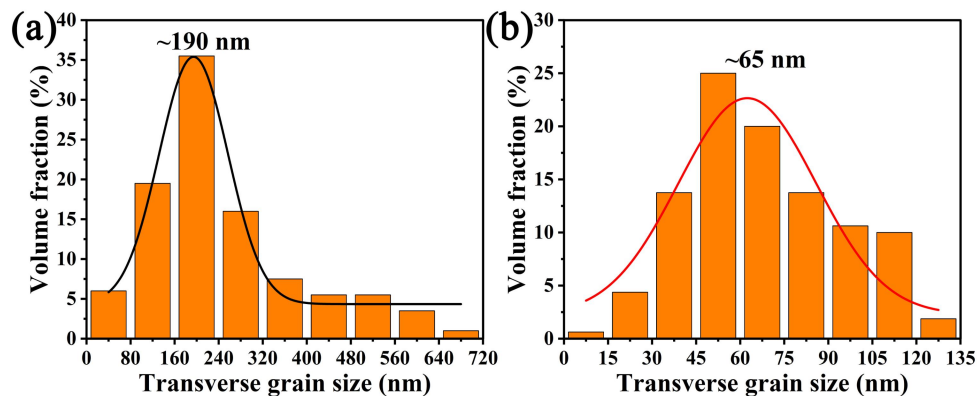


图 3-4 (a) 冷轧 70%的 304L 不锈钢晶粒尺寸分布图；(b) 冷轧 90%的 304L 不锈钢晶粒尺寸分布图

### 3.3 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢微观结构分析

#### 3.3.1 XRD 分析

图 3-5 为层状异构和双峰异构 304L 不锈钢样品的 XRD 曲线，这两种结构经过不完全再结晶退火后，马氏体 (200)、(211) 峰消失不见，并且 (110) 峰减弱许多，而奥氏体峰增强，说明原先冷轧态组织内通过形变诱导形成的马氏体相都几乎发生了逆相变，大量的马氏体再热激活作用下重新转变成奥氏体，由于退火时间较短，再结晶并没有完全结束，仍然可以发现存在少许残留的马氏体相。

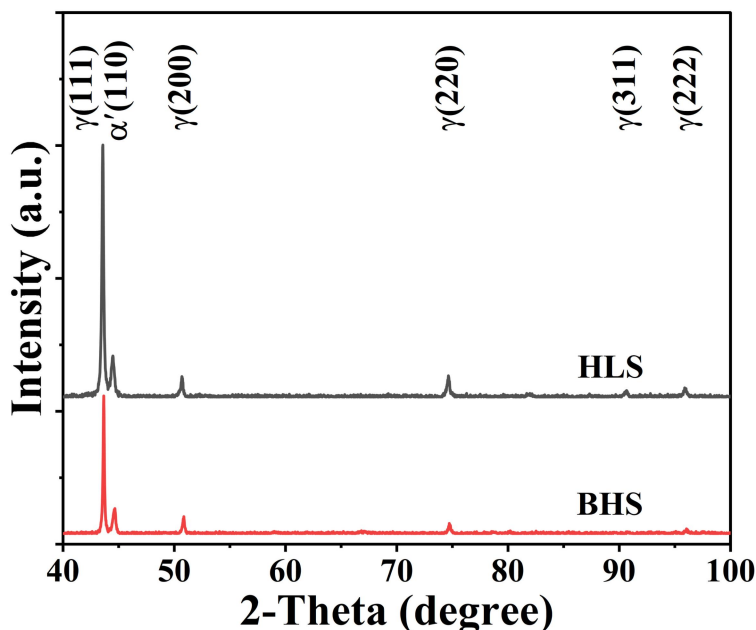


图 3-5 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢样品 XRD 曲线

### 3.3.2 EBSD 分析

不完全再结晶退火工艺可以有效地获得具有异构组织的 304L 不锈钢样品。图 3-6 (a)、3-6 (c) 和 3-6 (e) 为冷轧 70%样品在 725 °C退火 5 min 后的晶界分布、Euler 图和相分布图，可以发现在 725 °C的条件下原先冷变形态的不锈钢组织开始发生明显的再结晶现象，这是因为对于 304L 不锈钢材料而言，其再结晶温度一般在 650 °C左右，725 °C明显高于再结晶温度，但是由于退火时间较短，只有 5 min，因此最终形成的组织为不完全再结晶组织，主要包含细晶再结晶、超细晶再结晶、层状变形结构和残留马氏体的混合组织，混合组织在整体结构分布上呈现层状堆叠分布特征，为典型的层状异构组织。图 3-6 (a) 指出细晶再结晶和超细晶再结晶为等轴的晶粒结构，图 3-6 (e) 证实了细晶再结晶和超细晶再结晶都为奥氏体结构。图 3-6 (b)、3-6 (d) 和 3-6 (f) 为冷轧 90%样品在 695 °C退火 10 min 后的晶界分布、Euler 图和相分布图，可以发现在 695 °C的条件下冷变形态不锈钢组织也发生再结晶现象，所形成的组织为不完全再结晶组织，主要包含细晶再结晶、超细晶再结晶和残留马氏体的混合组织，细晶再结晶一般呈现互相聚集特征，分散于超细再结晶和残留马氏体的混合基体组织中，整体晶粒结构分布上呈现双峰结构分布特征，为典型的双峰异构组织。



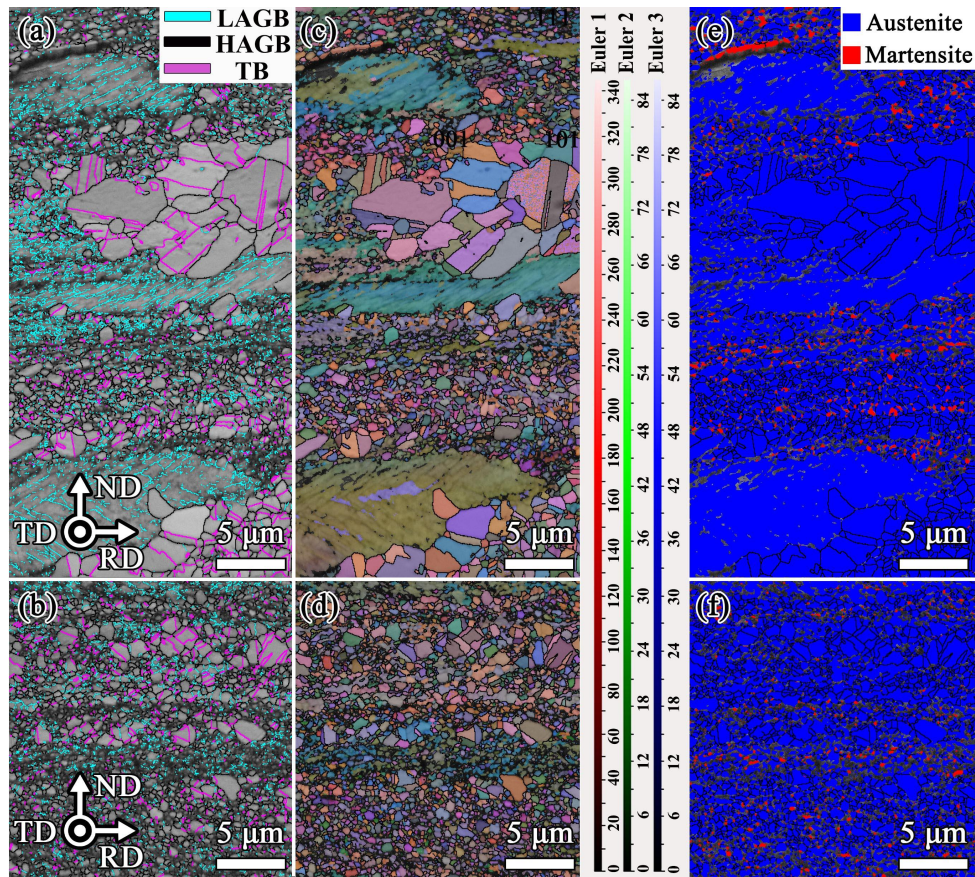


图 3-6 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢样品微观结构：(a) 层状异构样品晶界分布；(b) 双峰异构样品晶界分布；(c) 层状异构样品 Euler 图；(d) 双峰异构样品 Euler 图；(e) 层状异构样品相分布图；(f) 双峰异构样品相分布图

图 3-7 显示了层状异构及双峰异构 304L 不锈钢样品再结晶尺寸分布和取向差分布，根据大量的晶粒统计结果可知，层状异构样品中再结晶（细晶再结晶和超细晶再结晶）晶粒尺寸呈现双峰分布特征，其平均的晶粒尺寸分别为 $\sim 4.1 \mu\text{m}$ 和 $\sim 0.65 \mu\text{m}$ ，如图 3-7 (a) 所示。由于层状异构样品中存在大量的层状变形结构，因此层状异构样品中的小角度晶界含量较高，为 41.45%（图 3-7 (c)）。然而对比层状异构样品可以发现双峰异构样品中再结晶（细晶再结晶和超细晶再结晶）晶粒尺寸也呈现双峰分布特征，但是其晶粒尺寸总体上较小，细晶再结晶和超细晶再结晶的平均的晶粒尺寸分别为 $\sim 1.8 \mu\text{m}$ 和 $\sim 0.5 \mu\text{m}$ ，如图 3-7 (b) 所示。并且双峰异构样品组织中由于缺少层状变形结构，因此样品中的小角度晶界含量较低，为 29.50%（图 3-7 (d)）。

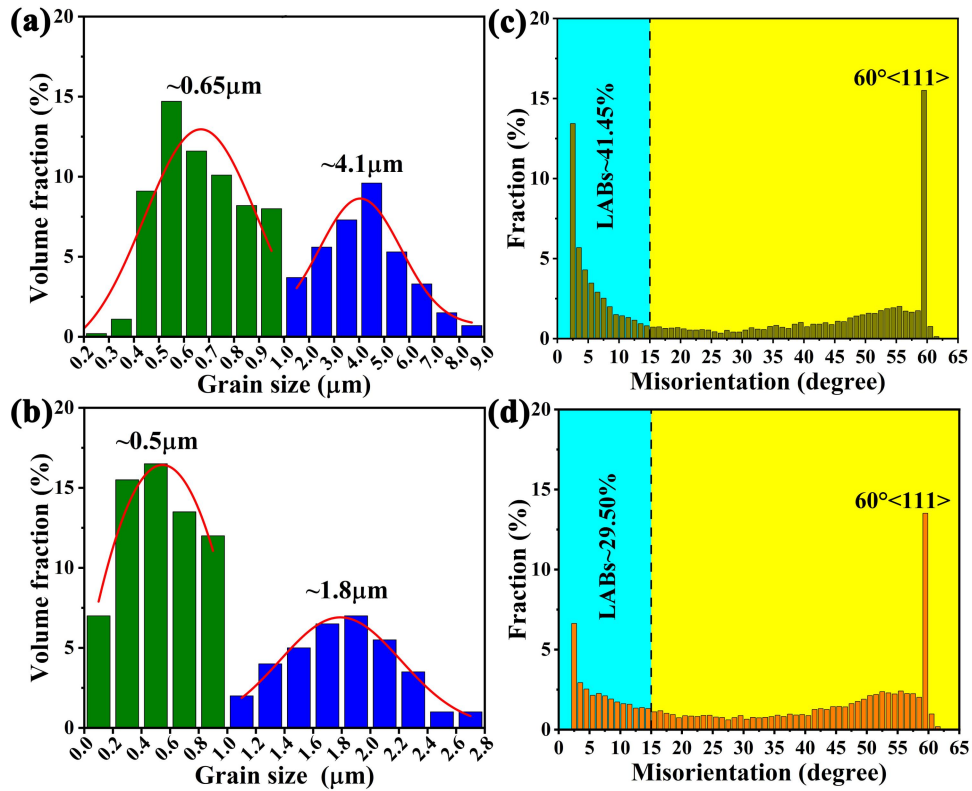


图 3-7 (a) 和 (b) 为层状异构及双峰异构 304L 不锈钢样品再结晶尺寸分布；(c) 和 (d) 为层状异构及双峰异构 304L 不锈钢样品取向差分布

### 3.3.3 TEM 分析

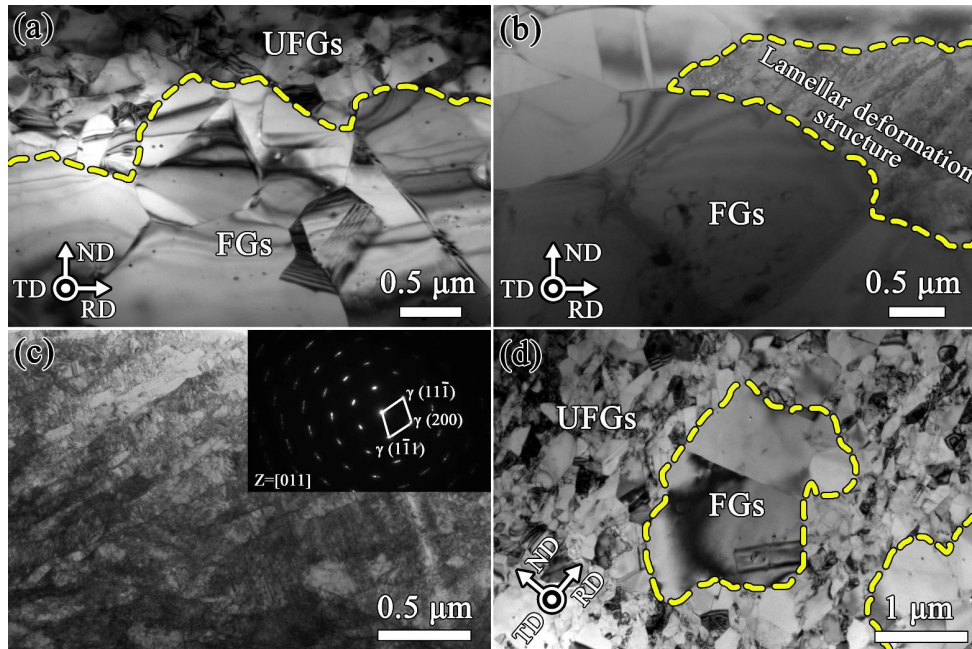


图 3-8 层状异构及双峰异构 304L 不锈钢样品 TEM 形貌：(a)层状异构样品再结晶形貌；(b)层状异构样品层状变形结构；(c)位错胞形貌，插图为 (c) 中区域衍射图；(d) 双峰异构样品再结晶形貌

图 3-8 为层状异构及双峰异构 304L 不锈钢样品 TEM 形貌, 图 3-8 (a) 进一步证实了层状异构样品中细晶再结晶和超细晶再结晶为等轴的晶粒结构, 图 3-8 (b) 和 (c) 显示了层状异构样品中层状变形结构中含有大量的位错胞结构, 图 3-8 (d) 为双峰异构样品的 TEM 形貌, 细晶组织完全由超细晶组织所包围, 并且细晶再结晶和超细晶再结晶也呈现出等轴的晶粒结构, 由于变形程度相较于层状异构样品更大, 因此晶粒显得更细。

### 3.4 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢组织形成机制

基于上述的微观组织观察和分析, 本研究中提出了两种异构组织的形成和演化过程, 具体示意图如图 3-9 所示。当粗晶 304L 不锈钢进行中等应变量 (~70%) 的冷轧处理时, 由于塑性变形程度不够充分, 所形成的变形态组织呈现出不均匀特征, 其冷变形态组织主要由纳米/超细片层晶和残留变形结构所组成 (如图 3-2 和图 3-9 (a) 所示)。其中纳米/超细片层晶的主体为马氏体结构, 而残留变形结构主要为奥氏体结构。在 725 °C 退火时, 这种较高的退火温度提供了足够的驱动力来进行应变诱导马氏体逆相变。根据热力学计算可知<sup>[81]</sup>, 当退火温度超过 672 °C 时, 304 不锈钢中马氏体逆相变由剪切型机制控制。这种马氏体逆相变过程往往在很短的时间内完成, 并产生一种新的奥氏体相结构, 其特征与之前的马氏体相组织相似<sup>[82, 83]</sup>。在图 3-10 (a) 和 3-10 (b) 中也观察到了由马氏体逆相变转变所形成的奥氏体纳米/超细片层晶。值得注意的是, 在该纳米/超细片层晶中观察到一些再结晶形核。经过统计可知, 该纳米/超细片层晶的平均厚度约为 70 nm, 显著低于冷轧 70% 样品中的马氏体纳米/超细片层晶的厚度 (约为 190 nm)。上述结果指出, 再结晶形核更趋向发生在晶粒较细的区域, 因为更细的片层晶储存了较高的能量, 有助于促进再结晶形核和长大<sup>[25, 84]</sup>, 图 3-10 (c) 指出形核后的晶粒会快速长大, 进而形成细晶再结晶组织。通常, 晶粒较细的区域是由微剪切带引起的, 具有严重剪切变形的微剪切带是重结晶成核的首选位点<sup>[25, 77, 78]</sup>。对于具有较厚尺寸的奥氏体纳米/超细片层晶区域, 由于晶界数量较少和驱动力较低, 再结晶形核和生长被认为受到阻碍, 导致最终形成超细晶再结晶组织。对于冷轧 70% 样品中的残留变形结构, 先前的一些研究表明<sup>[25]</sup>, 该结构源自变形不



充分的粗晶粒,由于其具有较高的施密特因子,因此具有较低应变量的塑性变形。这种残留变形结构由高密度位错和一些微剪切带组成。在 725 °C退火过程中,微剪切带被认为是亚稳态的,它们很容易消失,从而产生层状变形结构。因此,冷轧 70%样品在 725 °C 下经过 5 min 退火处理,最终形成的异构组织为细晶再结晶、超细晶再结晶、层状变形结构和残留马氏体的混合层状特征组织(如图 3-6 和图 3-9 (c) 所示)。当粗晶 304L 不锈钢经过~90%应变量的轧制处理,由于变形量较高,细小均匀的纳米/超细片层晶被制备,该纳米/超细片层晶主要为马氏体相结构,如图 3-2 和图 3-9 (d) 所示。在 695 °C 退火过程中,由于退火温度仍然较高,马氏体逆相变也被认为由剪切型逆相变机制主导<sup>[81, 83]</sup>,产生奥氏体纳米/超细片层晶和残留马氏体纳米/超细片层晶的混合结构,与上述层状异构样品中异构组织形成过程类似,再结晶形核也倾向于发生在更细的奥氏体纳米/超细片层晶区域。然而,对于冷轧 90%样品而言,由于其内部纳米/超细片层晶之间晶粒尺寸差异较小,导致细晶再结晶和超细晶再结晶尺寸差异减少,同时冷轧 90%样品中缺少残留变形结构,因而在经过 695 °C 下 10 min 退火处理后,最终的异构组织为细晶再结晶、超细晶再结晶和残留马氏体的混合双峰特征组织(如图 3-6 和图 3-9 (f) 所示)。

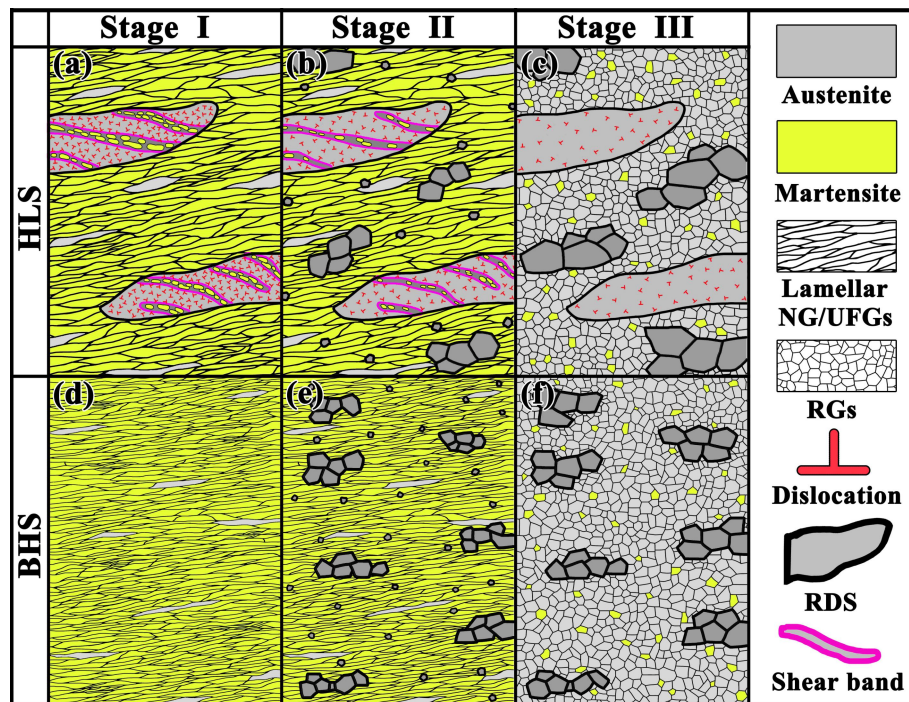


图 3-9 层状异构和双峰异构 304L 不锈钢中异构组织形成示意图

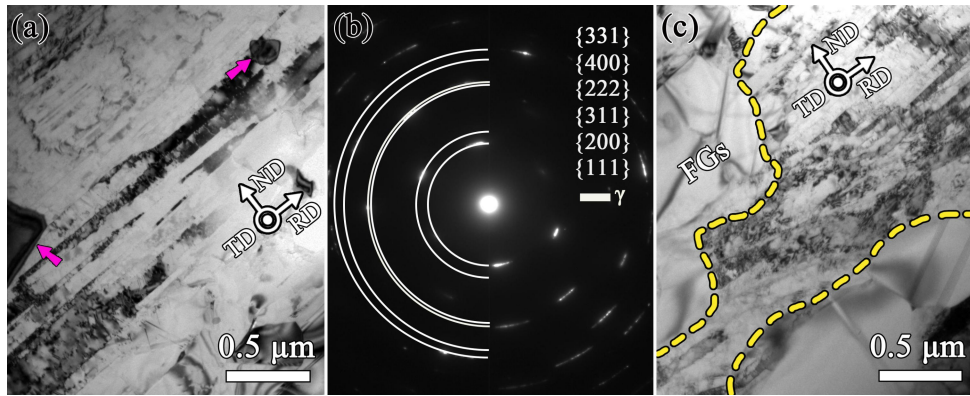


图 3-10 层状异构 304L 不锈钢退火过程中的 TEM 形貌：(a) 再结晶形核；(b) 为图 (a) 的衍射花样；(c) 再结晶长大形貌

### 3.5 本章小结

本章揭示了 304L 不锈钢在轧制和不完全再结晶退火工艺条件下的异构组织形成机制，当粗晶 304L 不锈钢经过~70%应变量的冷轧处理后，会形成不均匀的变形态组织，主要包含纳米/超细片层晶、残留变形结构，在随后的热处理过程中（725 °C，5 min），再结晶优先在更细的纳米/超细片层晶区形核，随后迅速长大成等轴的细晶再结晶。而超细晶再结晶则在更粗的纳米/超细片层晶区产生，由于残留变形结构具有更高的热稳定性，所以最终形成的层状异构组织为细晶再结晶、超细晶再结晶、层状变形结构和残留马氏体的混合层状特征组织。当粗晶 304L 不锈钢经过~90%应变量的冷轧处理后，会形成更加均匀的纳米/超细片层晶组织，由于缺少残留变形结构，最终的双峰异构组织为细晶再结晶、超细晶再结晶和残留马氏体的混合双峰特征组织（695 °C，10 min）。

## 第 4 章 层状异构 304L 不锈钢低温冲击性能研究

### 4.1 引言

第三章分析了层状异构 304L 不锈钢的组织形成过程，最终揭示了其组织形成机制。本章同样通过对粗晶 (Coarse grain, CG) 304L 不锈钢进行 70% 冷轧变形量，然后在 725 °C 不完全再结晶温度下对冷轧 (Cold roll, CR) 不锈钢进行不同保温时间 (0-60 min) 的退火处理，成功制备出层状异构 (Heterogeneous lamella structure, HLS) 和细晶 (Fine grain, FG) 结构的 304L 不锈钢。通过系统的低温夏比冲击试验，筛选出具有优异冲击韧性的层状异构 304L 不锈钢，并对其低温冲击行为进行深入研究。重点考察了冲击裂纹在层状异构组织中的萌生与扩展过程，系统分析了层状异构组织中不同微结构对冲击行为的影响机制，最终揭示了层状异构 304L 不锈钢在低温环境下的冲击断裂机理。

### 4.2 冷轧及层状异构 304L 不锈钢微观结构分析

#### 4.2.1 XRD 分析

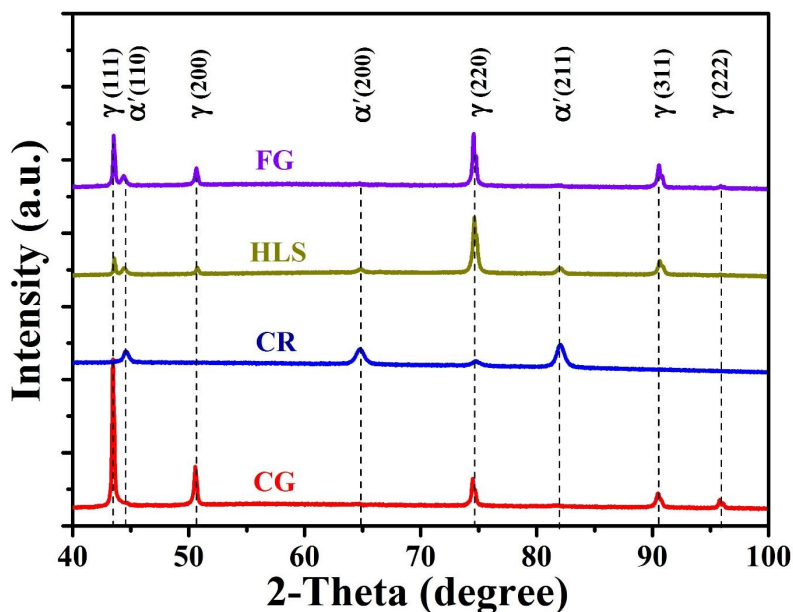


图 4-1 粗晶、冷轧、层状异构和细晶 304L 不锈钢的 XRD 曲线

图 4-1 为粗晶、冷轧、层状异构和细晶 304L 不锈钢样品的 XRD 曲线。由该图可知，原始的粗晶 304L 不锈钢组织为典型的单相奥氏体结构，冷轧变形使得发生了应变诱导马氏体转变，冷轧 304L 不锈钢样品中的组织几乎为马氏体，在 725 °C 退火处理 5 min 后（层状异构 304L 不锈钢），马氏体通过逆相变又几乎转变成奥氏体，但由于退火时间比较短，样品中仍然还存残留少量的马氏体，随着退火时间增加至 25 min（细晶 304L 不锈钢），基体内所有的马氏体组织都几乎转变成了奥氏体组织。

#### 4.2.2 EBSD 和 TEM 分析

图 4-2 (a)、(e)、(i) 指出，原始的 304L 不锈钢是一种粗晶结构，具有等轴奥氏体晶粒，平均晶粒尺寸约为 70  $\mu\text{m}$ 。粗晶 304L 不锈钢样品表现出极低的位错密度（图 4-2 (e) 插图），位错密度约为  $\sim 10^{12}-10^{13} \text{ m}^{-2}$  [85, 86]。冷轧厚度减少 70% 后，CR70% 的 304L 不锈钢样品表现出典型的变形层状结构，如图 4-2 (b)、(f)、(j)。这种冷轧 304L 不锈钢主要由具有马氏体相和高密度位错的纳米/超细片层晶组成（图 4-3 (a) 和 4-3 (b)）。这些高密度位错是由冷轧变形引起的位错增殖和储存造成的。一般来说，冷轧应变量为  $\sim 70\%$  的 304L 不锈钢的位错密度约为  $\sim 10^{14} \text{ m}^{-2}$  [85, 86]，根据图 4-3 (c) 的结果可知，纳米/超细片层晶的晶粒尺寸约为 190 nm。当冷轧 304L 不锈钢在 725 °C 退火 5 min 时，由于部分再结晶，获得了典型的层状异构样品（如图 4-2 (c)）。图 4-3 (d) 和 (i) 清楚地显示了层状异构 304L 不锈钢样品是由平均晶粒尺寸约为 4.1  $\mu\text{m}$  的细晶再结晶嵌入在平均晶粒尺寸约为 0.65  $\mu\text{m}$  的超细再结晶和位错胞结构（Dislocation-cell structure, DCS）的硬质基体中。层状异构 304L 不锈钢样品中的细晶再结晶倾向于与其它细晶再结晶聚集，从而形成层状聚集的细晶再结晶，层状细晶再结晶、超细晶和位错胞结构的体积分数分别为 23.3%、39.7% 和 37.0%，如图 4-3 (h) 所示。正如之前的研究 [25, 26, 84] 所揭示的，层状再结晶优先产生于具有变形纳米结构的窄剪切带中，这归因于高的储存能。图 4-2 (k) 表示超细晶主要由奥氏体晶粒和一些马氏体晶粒组成。冷轧 304L 不锈钢中超细晶的形成与重结晶和马氏体反转不足有关 [25, 87, 88]。对于位错胞结构，它起源于残余的变形粗颗粒。这是因为在低变形应变下，塑性变形发生总是不足的，从而产生残余的变形粗晶。这些具有低储存能量的残



余变形结构是稳定的,通常通过在重结晶温度下短时间退火而演化为位错胞结构[25, 26]。当冷轧 304L 不锈钢样品在 725 °C 下退火 25 min 时,所有变形结构都转化为平均晶粒尺寸 $\sim 3.5 \mu\text{m}$  的细晶奥氏体结构,如图 4-2 (d)、(h) 和 (l) 所示。

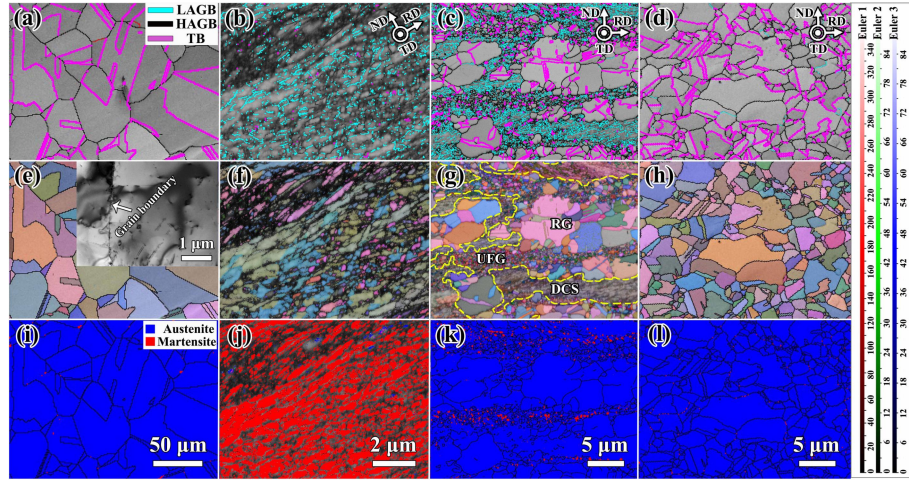


图 4-2 粗晶、冷轧、层状异构和细晶 304L 不锈钢样品的微观结构: (a)、(b)、(c) 和 (d) 是粗晶、冷轧、层状异构和细晶样品的 EBSD 对比图; (e)、(f)、(g) 和 (h) 是 (a)、(b)、(c) 和 (d) 对应的欧拉图; (i)、(j)、(k) 和 (l) 为 (a)、(b)、(c) 和 (d) 相应相分布图; (e) 的插图是粗晶样品的 TEM 图像

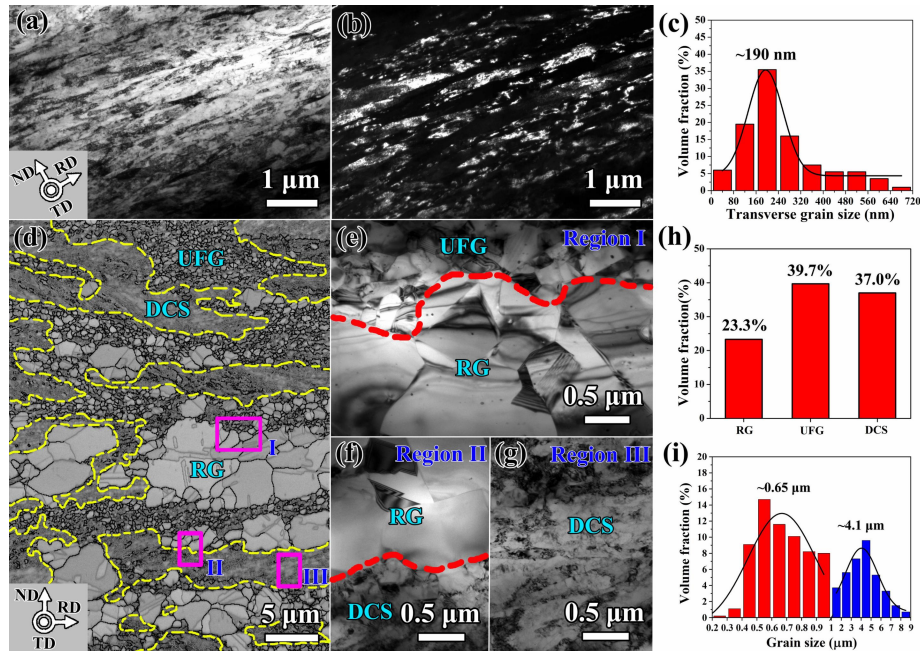


图 4-3 (a) 和 (b) 是冷轧 304L 不锈钢中纳米/超细层状晶粒的 TEM 明场和暗场图像; (c) 是 CR 样品中纳米/超细层状晶粒的横向粒度分布; (d) 是层状异构 304L 不锈钢的 EBSD 对比图像; (e)、(f) 和 (g) 分别是 (d) 中 I、II 和 III 区域的 TEM 图像; (h) 是层状异构样品中超细晶 (晶粒尺寸小于  $1\mu\text{m}$ )、层状再结晶 (晶粒尺寸 $\geq 1\mu\text{m}$ ) 和位错胞结构的体积分数;

(i) 显示了层状异构样品中再结晶尺寸分布

#### 4.3 冷轧及层状异构 304L 不锈钢低温冲击性能

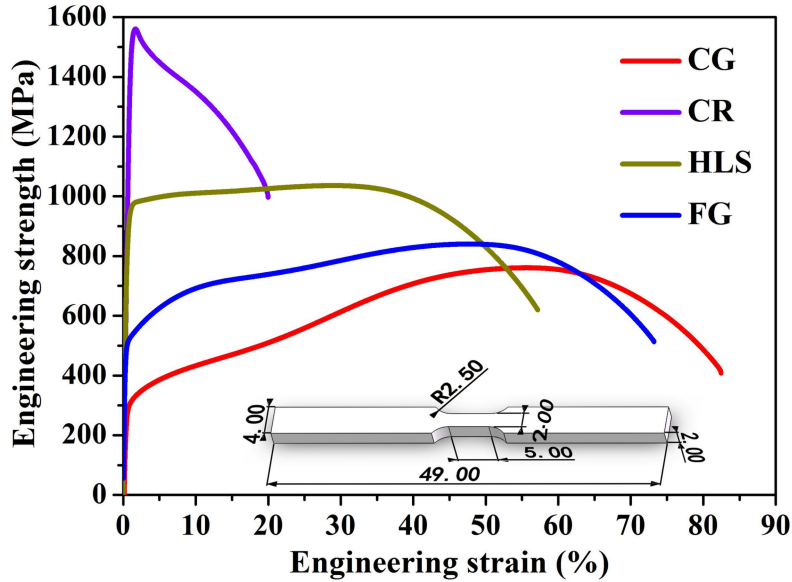


图 4-4 在室温下测试的粗晶、冷轧、层状异构和细晶 304L 不锈钢的工程应力-应变曲线

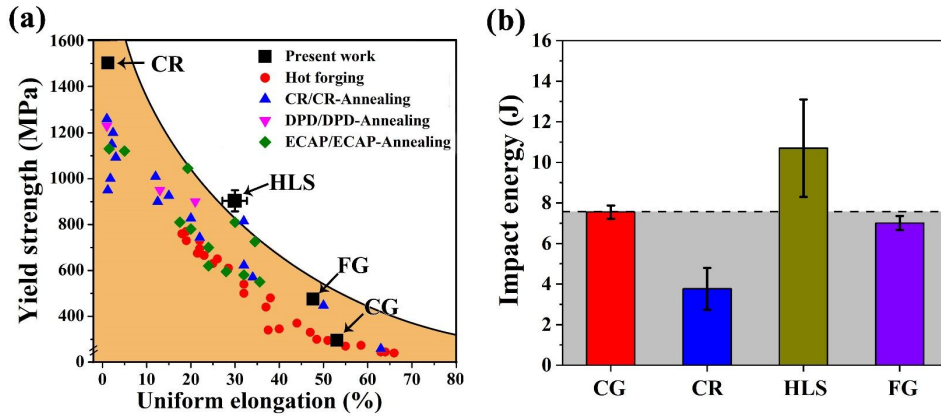


图 4-5 (a) 本研究和以往研究中 304L 不锈钢在室温下的屈服强度和均匀伸长率之间的关系：热锻<sup>[91]</sup>、CR/CR-退火<sup>[89, 90, 92-94]</sup>、DPD/DPD-退火<sup>[95, 96]</sup>和 ECAP/ECAP-退火<sup>[28, 97-99]</sup>；(b) 粗晶、

冷轧、层状异构和细晶 304L 不锈钢在低温下的冲击吸收功

图 4-4 和图 4-5 (a) 表明，与粗晶、冷轧、细晶 304L 不锈钢样品和之前一些关于 304L 不锈钢的工作报道相比，层状异构 304L 不锈钢具有优越的强度和延展性协同作用<sup>[28, 89-99]</sup>。尽管层状异构 304L 不锈钢选择了小尺寸的非标准试样，但与标准拉伸试样相比，它对屈服强度和均匀伸长率几乎没有影响<sup>[100]</sup>。目前层状异构 304L 不锈钢的屈服强度为~900 MPa，均匀伸长率为~30%，这可能意味



着层状异构 304L 不锈钢作为结构材料在工业应用中的巨大前景。获得低温冲击性能以进一步评估现有层状异构 304L 不锈钢的低温工业应用的可能性。之前的研究<sup>[13]</sup>已经证实，小型非标准简支梁样品的冲击韧性低于大型标准简支梁样品。因此，本研究只是比较了具有相同小尺寸非标准尺寸的粗晶、冷轧、层状异构和细晶样品的冲击吸收功。图 4-5 (b) 显示层状异构 304L 不锈钢的低温冲击吸收功为~10.7 J，高于粗晶样品 (~7.6 J)、冷轧样品 (~3.8 J) 和细晶样品 (~7.0 J)。在下一节中，将通过断裂行为和增韧机理来详细讨论这种优异的低温抗冲击性。

#### 4.4 冷轧及层状异构 304L 不锈钢冲击断裂形貌及变形结构分析

图 4-6 分别为粗晶、冷轧、层状异构和细晶 304L 不锈钢样品断口形貌，图 4-6 (a) - (d) 指出，冲击断裂后的粗晶 304L 不锈钢试样和细晶 304L 不锈钢试样在缺口下方均存在典型的宏观 V 形裂纹，粗晶 304L 不锈钢试样和细晶 304L 不锈钢试样的 V 形裂纹扩展路径总长度分别为 2.61 mm 和 3.28 mm，而粗晶 304L 不锈钢试样和层状异构 304L 不锈钢试样的宏观 V 形裂纹通常呈扭曲/分层状，导致冷轧 304L 不锈钢试样和层状异构 304L 不锈钢试样的 V 形裂纹扩展路径总长度分别为 5.66 mm 和 5.83 mm，裂纹扩展路径长度显著增加。裂纹扩展路径长度增加被认为与消耗大量变形/断裂能有关，并可有效地提高了材料的断裂抗力<sup>[87, 101]</sup>。事实上，冷轧 304L 不锈钢试样的低温冲击吸收功远低于层状异构 304L 不锈钢试样 (如图 4-5 所示)。这是由于冷轧 304L 不锈钢试样内部结构为具有高密度缺陷 (位错和晶界) 的马氏体纳米/超细片层晶组成。冲击过程中，由于应力集中效应，在临界拉伸应力下微裂纹往往在晶体缺陷周围产生。此外，具有体心立方晶体结构的马氏体晶粒通常在低温下表现为脆性断裂<sup>[102]</sup>。在图 4-6 (f) 和 4-6 (j) 中可以清楚地观察到典型的解理面和撕裂脊。对于层状异构 304L 不锈钢试样，断裂表面观察到许多尺寸为~1-10  $\mu\text{m}$  的中型韧窝，韧窝是韧性断裂的显著特征，这表明层状异构 304L 不锈钢试样是韧性断裂模式。这也与粗晶 304L 不锈钢试样和细晶 304L 不锈钢试样的断裂模式相似 (图 4-6 (e)、图 4-6 (h)、图 4-6 (i)、图 4-6 (l))。值得特别指出的是，图 4-6 (k) 中观察到层状异构 304L 不锈钢试样的塑性分层界面形貌，分层界面存在中型韧窝和脆性断面混合形态。

从图 4-7 可以看出，分层界面被证实优先发生在超细再结晶区域，同时伴随着应变诱导马氏体转变和裂纹尖端周围的高密度小角度晶界产生现象。

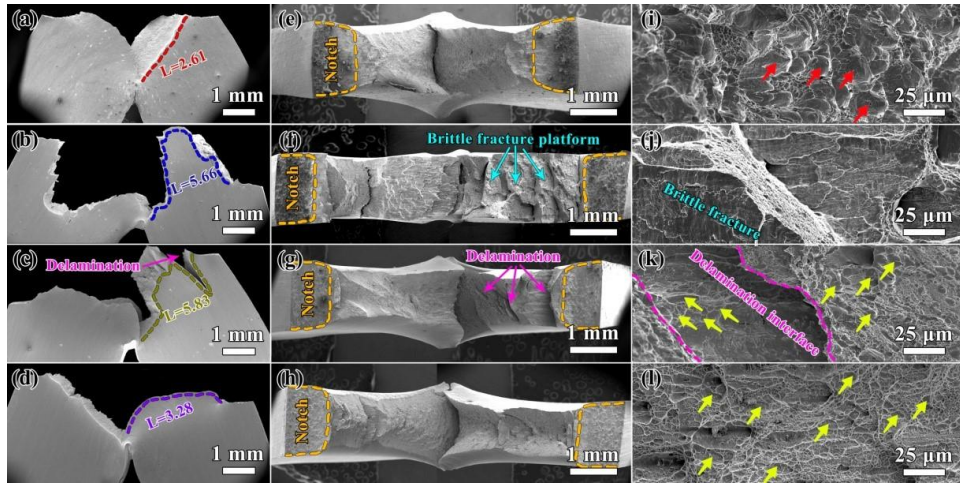


图 4-6 (a)、(b)、(c) 和 (d) 分别为低温下受冲击的粗晶、冷轧、层状异构和细晶 304L 不锈钢的扫描电镜图像 (ND-RD 平面); (e)、(f)、(g) 和 (h) 分别为低温下受冲击的粗晶、冷轧、层状异构和细晶 304L 不锈钢的断裂表面形态; (i)、(j)、(k) 和 (l) 分别为根据 (e)、(f)、(g) 和 (h) 得到的断裂表面放大形态。红色箭头表示大韧窝，尺寸范围为 10-20  $\mu\text{m}$ ; 黄色箭头表示中韧窝，尺寸范围为 1-10  $\mu\text{m}$

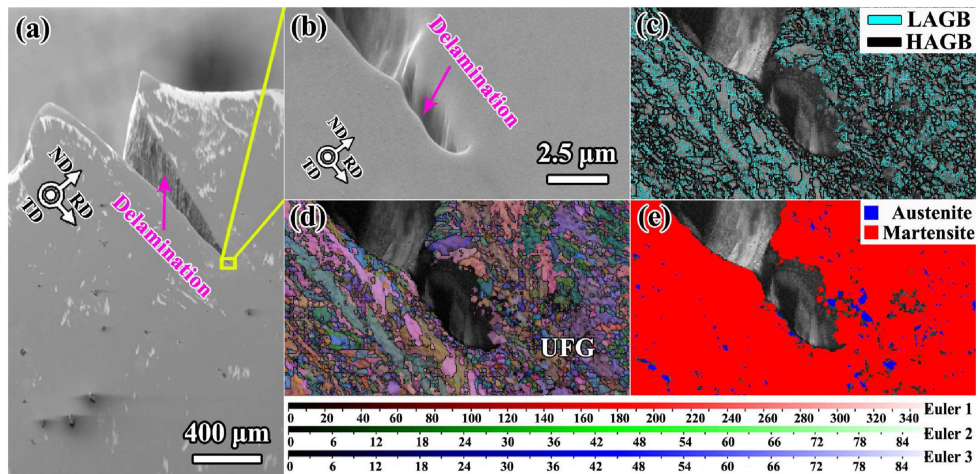


图 4-7 (a) 是低温下受冲击的层状异构 304L 不锈钢的分层形态 (ND-RD 平面); (b) 是 (a) 中所选区域的放大分层形态; (c)、(d) 和 (e) 分别是 (b) 中相应的 EBSD 对比图、欧拉图和相分布图

图 4-8 为层状异构 304L 不锈钢冲击断口断裂表面附近组织变化，在冲击断裂表面下的层状细晶再结晶和层状变形结构区域中发现了应变诱导马氏体转变现象，需要注意的是，应变诱导奥氏体-马氏体相变和位错滑移是两种塑性变形活动，它们可以增强应变硬化和延迟断裂，从而消耗大量冲击能量<sup>[87, 103]</sup>，因此

获得优异的低温冲击性能。

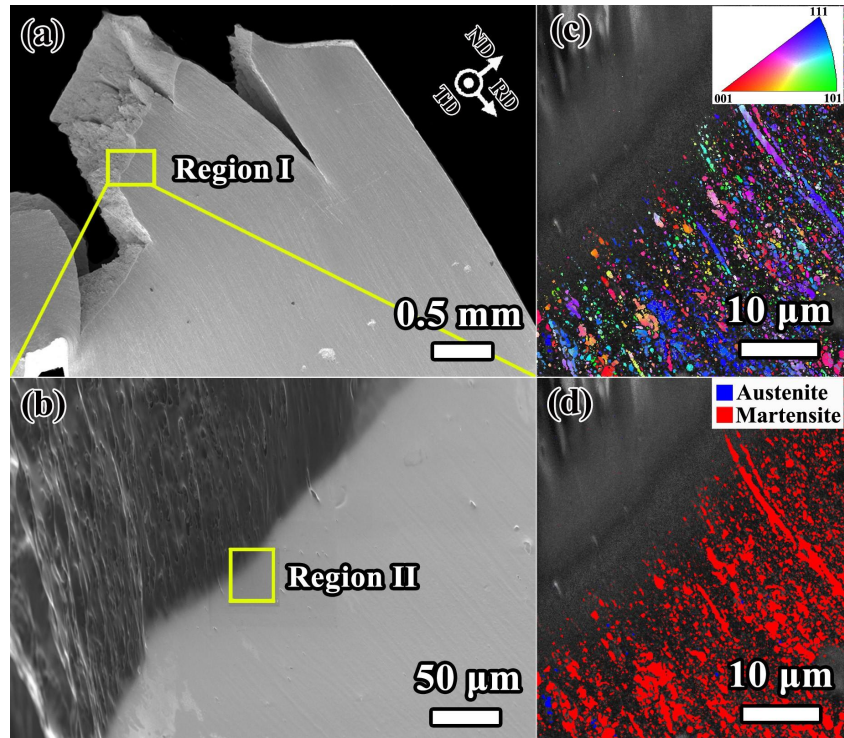


图 4-8 (a) 低温下受冲击的层状异构 304L 不锈钢的 SEM 图像；(b) 为 (a) 中区域 I 的 SEM 图像；(c) 和 (d) 是 (b) 中区域 II 的相应 EBSD IPF 图像和相分布图

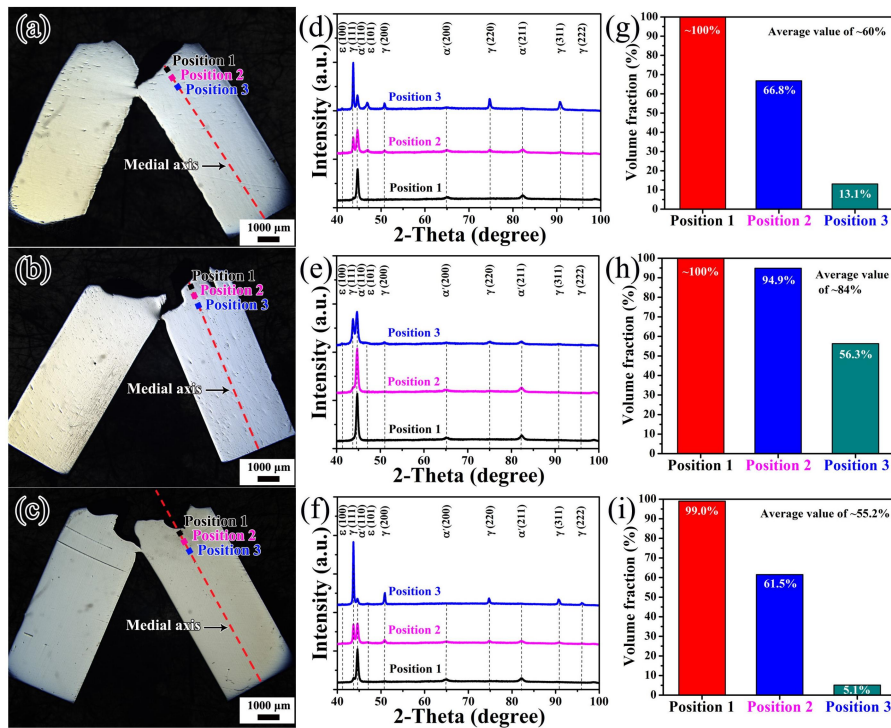


图 4-9 (a)、(b) 和 (c) 分别是粗晶、层状异构和细晶 304L 不锈钢在低温下的光学图像，位置 1、位置 2 和位置 3 分别位于断裂表面下~250 μm、~750 μm 和~1250 μm 的深度；(d)、(e) 和 (f) 是 (a)、(b) 和 (c) 中 1-3 号位置的 XRD 曲线；(g)、(h) 和 (i) 是根据 (d)、

(e) 和 (f) 的 XRD 曲线计算出的马氏体相的体积分数

为进一步揭示马氏体相变增韧效应, 分别对粗晶、层状异构和细晶 304L 三种样品断裂表面下 (深度约 0-1.5 mm) 不同位置马氏体体积分数进行检测, 如图 4-9 所示。基于 XRD 曲线测试结果并通过计算, 两种均质 304L 不锈钢样品的平均马氏体体积分数几乎相当, 其中粗晶 304L 不锈钢样品的平均马氏体相体积分数约为 60%, 细晶 304L 不锈钢平均马氏体相体积分数约为 55.2%, 远远低于层状异构 304L 不锈钢样品, 说明在低温冲击过程中, 层状异构 304L 不锈钢样品产生了剧烈的相变效应。

#### 4.5 层状异构 304L 不锈钢低温韧化机制

基于以上对层状异构 304L 不锈钢试样冲击过程中的微观结构演变和断裂形貌的观察分析, 可以揭示其低温下的冲击断裂过程和增韧机理, 如图 4-10 所示。在高速冲击载荷下, V 形缺口尖端前会产生三轴拉伸应力状态, 这是一个典型的平面应变受力状态, 包含三个拉伸应力 $\sigma_x$ 、 $\sigma_y$ 和 $\sigma_z$ 。由于缺口效应导致应力高度集中, 塑性变形倾向于在 V 形缺口尖端附近优先发生<sup>[103, 104]</sup>。通常, 由于 $\sigma_y$ 值最大, 在 $\sigma_y$ 最大应力的推动下, 首先在脆性的马氏体超细晶中形成主要微裂纹<sup>[41-43]</sup>, 然后裂纹沿法向 (Normal direction, ND) 方向扩展, 并进一步贯穿层状细晶再结晶晶和层状变形结构。层状细晶再结晶和层状变形结构都具有较软的结构, 可以作为高韧性屏障, 有效地阻止主裂纹的扩展。这是因为, 异构金属材料中的软粗晶可以促进分散应变局部化, 以防止吕德斯带的增长, 从而提高塑性和韧性<sup>[105]</sup>。图 4-11 显示, 随着层状变形结构体积分数的减小, 低温下的平均冲击吸收功保持不变。这意味着层状异构 304L 不锈钢试样中的层状奥氏体细晶再结晶和层状变形结构具有相同的低温增韧行为。除了主裂纹外, 本研究还发现, 在 $\sigma_x$ 的作用下, 一些次微裂纹也会形成并沿轧制 (Rolling direction, RD) 方向扩展, 导致在奥氏体/马氏体超细晶区域发生宏观塑性分层 (图 4-8)。这种宏观塑性分层通过奥氏体超细晶的塑性断裂 (图 4-6 (k) 中的中等尺寸韧窝) 消耗了额外的冲击吸收功。特别注意的是, 在主裂纹和次微裂纹周围有大量的奥氏体结构转变为马氏体结构 (图 4-7 和图 4-8), 通过分析可知, 应变诱导马氏体转变很大程度上取决



于低温下降低了的不锈钢材料的层错能。SFE ( $\gamma_{\text{SFE}}$ ) 可以通过以下公式 (4.1) 和 (4.2) 计算获得<sup>[56]</sup>:

$$\gamma_{\text{SFE}}^{\text{RT}} = -53 + 6.2(\text{Ni}) + 0.7(\text{Cr}) + 3.2(\text{Mn})(\text{wt}\%) \quad (4.1)$$

$$\gamma_{\text{SFE}} = \gamma_{\text{SFE}}^{\text{RT}} + 0.05(T - 293) \quad (4.2)$$

$\gamma_{\text{SFE}}^{\text{RT}}$  是 304L 不锈钢在室温下的层错能,  $T$  是热力学温度。通过上述公式计算,  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$  低温条件下 304L 不锈钢的层错能为  $3.1\text{ mJ/m}^2$ , 远低于室温条件下 304L 不锈钢的层错能  $13.9\text{ mJ/m}^2$ 。对于亚稳态的奥氏体 304L 不锈钢而言, 低层错能容易激活应变诱导马氏体转变。对于亚稳态的不锈钢应变诱导马氏体转变效应对断裂韧性的净贡献可能是正的或负的, 这取决于新相的断裂性能和在裂尖处相变消耗的能量<sup>[106, 107]</sup>, 如图 4-9 所示, 粗晶 304L 不锈钢样品、层状异构 304L 不锈钢和细晶 304L 不锈钢在断裂表面下 (深度约  $0\text{--}1.5\text{ mm}$ ) 的平均马氏体相体积分数分别约为  $60\%$ 、 $84\%$  和  $55.2\%$ 。层状异构 304L 不锈钢样品具有最高的马氏体相体积分数, 这表明了剧烈的相变效应以及严重的能量消耗行为, 间接证实了本研究中的层状异构 304L 不锈钢样品在低温下具有积极的相变增韧效应, 这也被图 4-6 (k) 中呈现的韧性断裂面上的许多中等大小的韧窝所证实。考虑到粗晶 304L 不锈钢、层状异构 304L 不锈钢和细晶 304L 不锈钢样品的裂纹扩展路径长度 (图 4-6), 层状异构 304L 不锈钢样品将具有最强的应变诱导马氏体转变效应, 由于变形诱导马氏体转变效应能够提供额外的应变硬化, 进而延迟颈缩断裂<sup>[108, 109]</sup>, 因此层状异构 304L 不锈钢样品具有最优异的低温韧性。

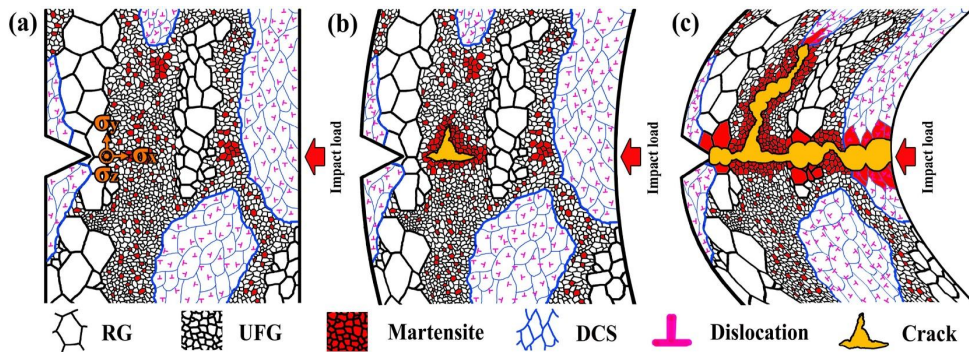


图 4-10 层状异构 304L 不锈钢的低温断裂过程示意图

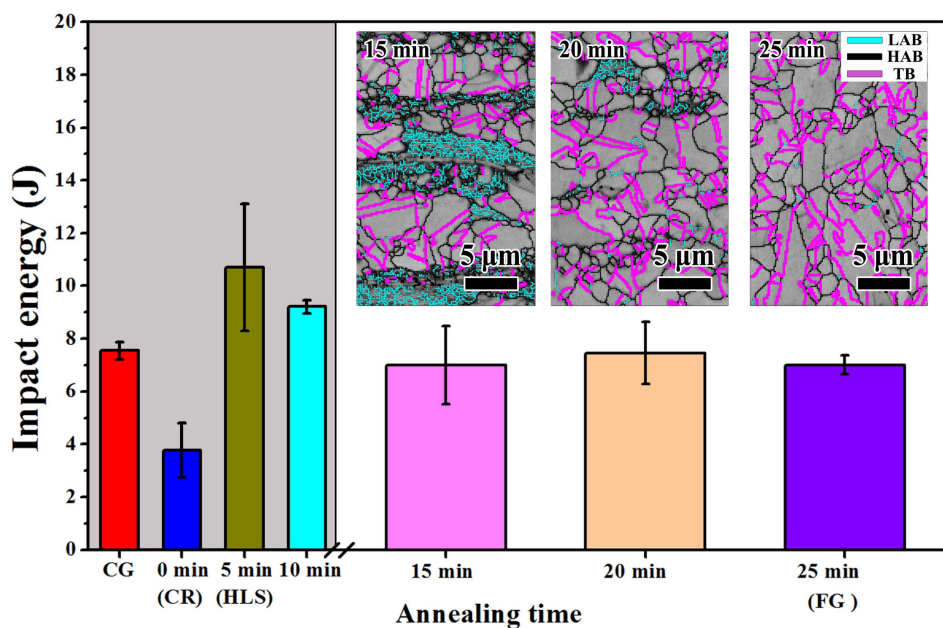


图 4-11 不同时间退火的粗晶和冷轧 304L 不锈钢的微观结构和低温冲击吸收功

## 4.6 本章小结

本章通过轧制+不完全再结晶退火工艺（CR70%+725 °C-5 min）成功制备出具有典型的层状异构 304L 不锈钢，该层状异构不锈钢主要由层状细晶再结晶、超细晶再结晶基体和层状变形结构（位错胞结构）所组成。层状异构 304L 不锈钢的低温冲击吸收功为~10.7 J，显著优于均质粗晶（~7.6 J）、均质细晶（~7.0 J）以及冷轧态（~3.8 J）304L 不锈钢的低温冲击吸收功，这主要由于冲击裂纹的扩展受到层状细晶再结晶和层状变形结构的阻碍，同时相变诱导塑性效应也削弱了冲击裂纹的扩展行为，进而消耗冲击吸收功。值得指出的是超细晶再结晶内部的塑性分层行为消耗了额外的冲击断裂功，这也进一步提高了层状异构 304L 不锈钢的低温韧性。



## 第 5 章 双峰异构 304L 不锈钢低温拉伸性能研究

### 5.1 引言

前面第三章节揭示了双峰异构 304L 不锈钢组织形成机制，本章通过结合第三章的大变形冷轧（90%）和不完全再结晶退火（695 °C）的工艺，在不同保温时间（0-60 min）下，成功制备出具有优异低温强-塑性匹配的双峰异构 304L 不锈钢。通过系统的低温拉伸试验和微观结构表征，研究了双峰异构（Bimodal heterostructure, BHS）304L 不锈钢的低温力学行为。研究发现，在拉伸过程中材料表现出明显的不连续屈服现象，并伴随吕德斯带的形成。为此，分别在 2%、12%、24%和 39%应变处中断拉伸实验，对样品截面进行 X 射线衍射（XRD）、电子背散射衍射（EBSD）和透射电子显微镜（TEM）分析，重点研究了吕德斯带（Lüders bands）的形成与演化机制。基于上述实验结果，揭示了双峰异构 304L 不锈钢优异低温拉伸性能的微观变形机理。

### 5.2 轧制+退火工艺制备双峰异构 304L 不锈钢

本研究中，双峰异构 304L 不锈钢可以通过冷轧+退火工艺制备，具体的制备流程示意图如图 5-1 所示。首先将粗晶 304L 不锈钢板材在室温下轧制，厚度减少~90%，以获得变形组织。随后选择了~695 °C的退火温度（在 304L 不锈钢的再结晶温度附近）来调整和制备双峰异质结构，退火时间范围为 0-60 min。

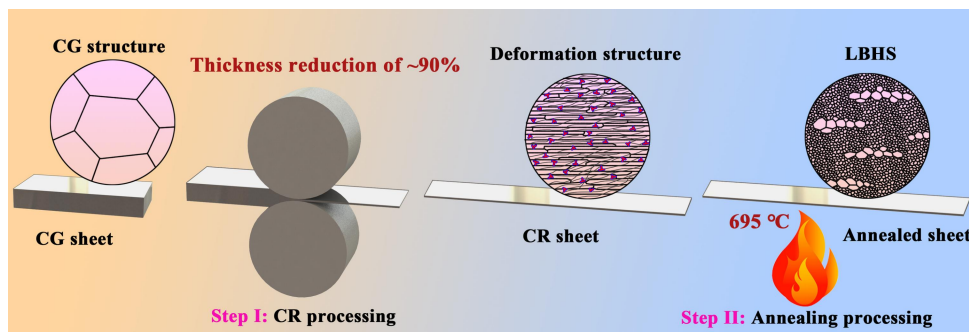


图 5-1 制备双峰异构 304L 不锈钢的示意图

### 5.3 原始及双峰异构 304L 不锈钢微观结构分析

#### 5.3.1 XRD 分析

图 5-2 为粗晶态和不同时间退火处理的冷轧 304L 不锈钢的 XRD 图谱,可以看出,原始粗晶样品只含有极少量马氏体,而经过冷轧和在 695 °C 退火 10 min 后,  $\alpha'$  (110) 峰衍射强度增强,表明在冷轧过程中,奥氏体向应变诱导的马氏体的转变,由于退火时间短,马氏体依然存在,随着退火时间的延长,  $\alpha'$  (110) 峰衍射强度逐渐减弱,因此,马氏体的含量在退火过程中逐渐减少,马氏体开始向着奥氏体转变。退火时间达到 60 min 时,弱  $\alpha'$  (110) 峰的存在表明马氏体几乎全部恢复为奥氏体。

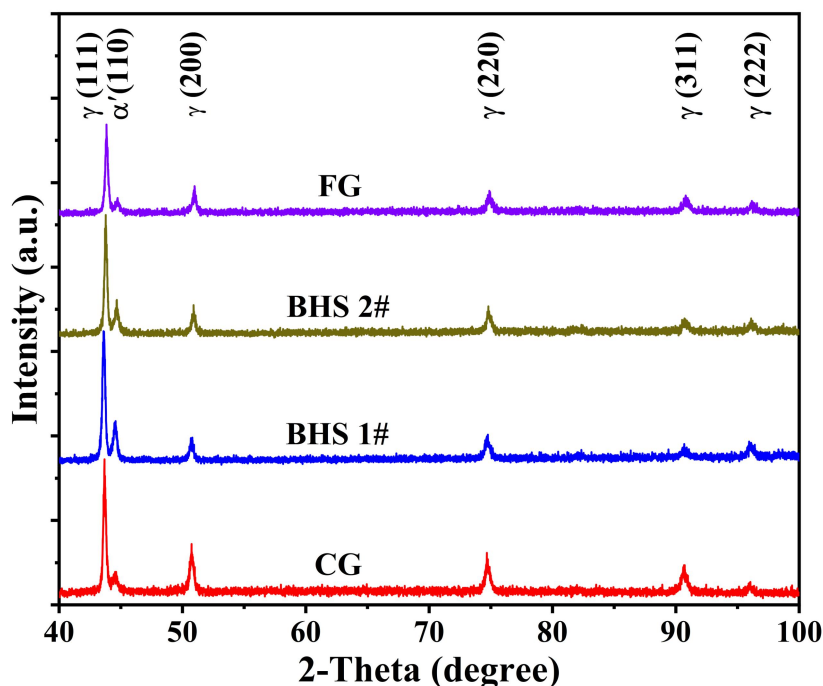


图 5-2 304L 不锈钢的 XRD 曲线

#### 5.3.2 EBSD 分析

对冷轧和 695 °C 退火 10 min (BHS 1#)、25 min (BHS 2#)、60 min (FG) 后的样品进行 EBSD 观察。图 5-3 显示了不同工艺处理后的晶粒微观结构,原始 304L 不锈钢为粗晶组织,具有等轴奥氏体晶粒结构,存在大量的高角度晶界和孪晶界。然后对粗晶态的 304L 不锈钢进行 90% 压下量的冷轧处理,接着对冷变形态的样品进行 695 °C 不同保温时间的不完全再结晶退火。由于冷轧导致晶粒破

碎，形成更细的超细晶，同时诱发马氏体相变，在 695 °C 退火 10 min 后，部分细晶组织发生再结晶，形成微米晶（Micro-recrystallization grain, MRG），并且依然可以观察到马氏体的存在，而马氏体主要存在于超细晶区，微米晶区基本上都是奥氏体，超细晶组织与微米晶组织形成了典型的双峰异构结构。如图 5-3（b）、（f）、（j）所示。当退火时间增加到 25 min 时，更多的超细晶发生再结晶，优先发生再结晶的晶粒进一步长大，马氏体逐渐逆转为奥氏体，如图 5-3（c）、（g）、（k）所示。当退火时间继续增加到 60 min 后，几乎没有超细晶再结晶，变形组织全部转变为细晶组织，并且马氏体也几乎全部逆转为奥氏体。

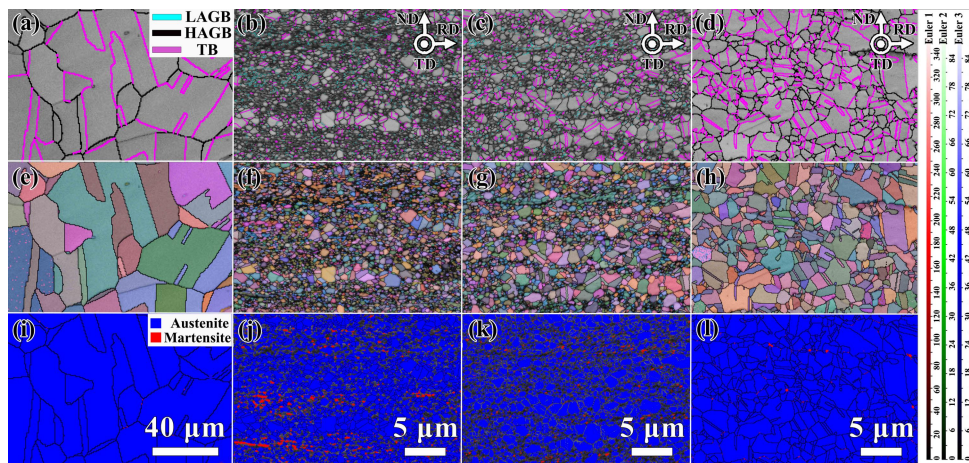


图 5-3 粗晶、双峰异构 1#、双峰异构 2#和细晶 304L 不锈钢样品的显微组织：（a）、（b）、（c）、（d）为粗晶、双峰异构 1#、双峰异构 2#和细晶 304L 不锈钢样品的晶界分布图；（e）、（f）、（g）、（h）为相应的 Euler 图；（i）、（j）、（k）、（l）为相应的相分布图

图 5-4 和图 5-5 分别显示了不同处理方式的 304L 不锈钢样品晶粒尺寸分布图和晶粒取向差分布图。对原始粗晶态的 304L 不锈钢晶粒尺寸进行统计，经高斯拟合后，其平均晶粒尺寸约为 70 μm，如图 5-4（a）所示，并且粗晶态的 304L 不锈钢存在着大量的高角度晶界和孪晶界，几乎不存在低角度晶界，如图 5-5（a）所示。经大变形冷轧处理后，晶粒尺寸迅速减小，随后退火 10 min，晶粒虽然发生再结晶，但由于退火时间短，晶粒尺寸依然保持在超细晶/纳米晶和微米晶级别，对其晶粒尺寸统计，经高斯拟合后，获得两个峰值，其中超细晶/纳米晶平均晶粒尺寸约为 0.5 μm，微米晶平均晶粒尺寸约为 1.8 μm，如图 5-4（b）所示，同时冷轧引入的位错局部缠绕导致大量的低角度晶界形成，占比约为 28.0%，如图 5-5（b）所示。当退火时间增加至 25 min 后，晶粒尺寸逐渐增大，超细晶/纳

米晶平均晶粒尺寸增加至  $0.62\ \mu\text{m}$ ，微米晶平均晶粒尺寸增加至  $2.2\ \mu\text{m}$ ，如图 5-4 (c) 所示。这是由于材料处于高温状态，原子或分子的扩散速率增加，有助于晶粒边界处的原子重新排列，从而促进晶粒长大。低角度晶界也大量减少，由 28.0% 减少至 13.8%，如图 5-5 (c) 所示。这是因为冷轧样品被加热到  $695\ ^\circ\text{C}$  的高温，即退火处理热激活过程（如固态扩散）提供了一种机制，可将变形过程中产生的缺陷去除或以所需能量较少的构型排列。因此，随着再结晶晶粒的形成，高角度晶界的数量迅速增加，而低角度晶界的数量则急剧减少，因为再结晶是在高角度晶界的迁移作用下，在变形或复原结构内形成新的无位错晶粒时发生的<sup>[110]</sup>。随着退火时间进一步增加至 60 min，材料的再结晶更充分，晶粒的平均晶粒尺寸也增长为  $2.8\ \mu\text{m}$ ，高角度晶界也几乎达到饱和，与上述 EBSD 显示结果基本一致，从 5-3 (d) 可以看出，几乎每个晶粒内部均存在退火孪晶。退火孪晶是在晶粒生长过程中，由于晶界的移动导致  $\{111\}$  面上产生层错而形成的。孪晶的形成与材料中层错能的大小密切相关，层错能越低，孪晶越容易形成，这进一步说明了 304L 不锈钢具有较低的层错能。

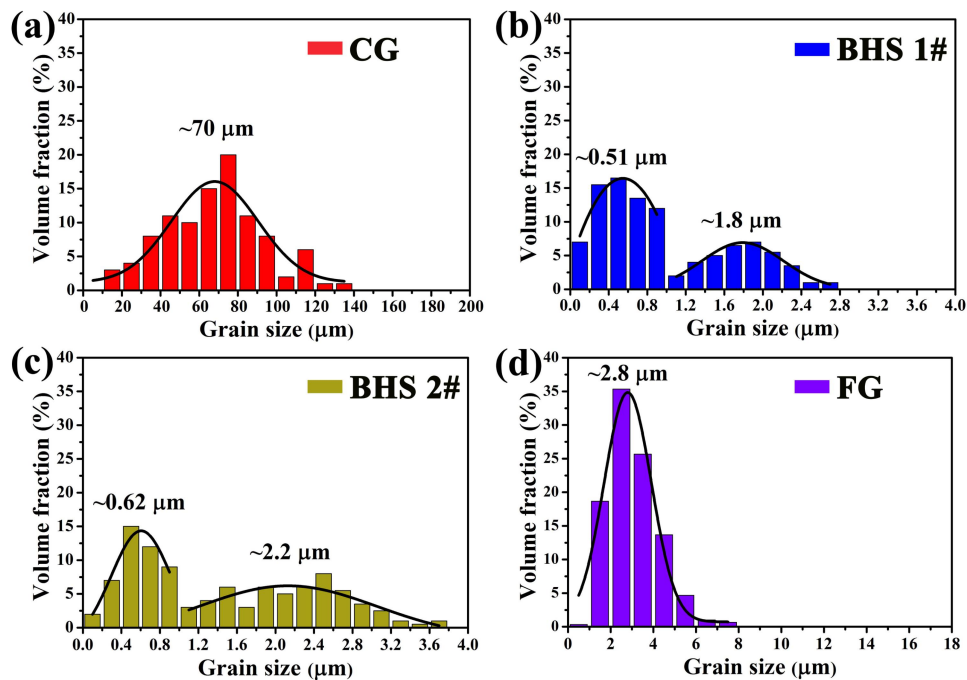


图 5-4 304L 不锈钢晶粒尺寸分布图：(a) 粗晶 304L 不锈钢样品；(b) 双峰异构 1#304L 不锈钢样品；(c) 双峰异构 2#304L 不锈钢样品；(d) 细晶 304L 不锈钢样品



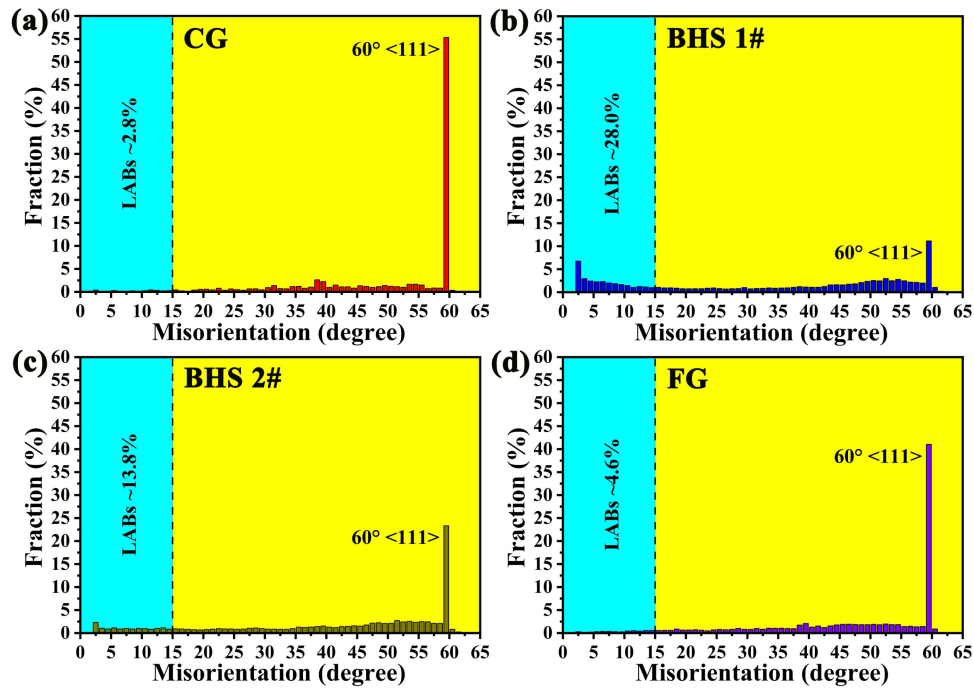


图 5-5 304L 不锈钢晶粒取向差分布图：(a) 粗晶 304L 不锈钢样品；(b) 双峰异构 1#304L 不锈钢样品；(c) 双峰异构 2#304L 不锈钢样品；(d) 细晶 304L 不锈钢样品

### 5.3.3 TEM 分析

为了更好地揭示退火时间对~90%冷轧 304L 不锈钢组织的影响，图 5-6 显示了采用 TEM 技术观察了粗晶态和不同退火时间下冷轧 304L 不锈钢组织的变化，粗晶态可以观察到明显的晶界，当退火时间为 10 min 时，晶粒开始再结晶，其中一部分完成了再结晶，晶界清晰可见。但由于退火时间短，晶粒内部存在着大量位错等缺陷。在退火时间 25 min 时，晶粒再结晶程度比 10 min 时更完全。此时，晶体内部的位错密度明显下降。随着时间的进一步增加至 60 min，晶粒再结晶完成，晶界清晰，晶粒中几乎没有发现位错等缺陷。由此可见，随着退火时间的增加，奥氏体晶粒再结晶的程度更加充分和彻底。同时，伴随着晶粒长大现象，晶粒变粗，位错密度明显降低。在退火过程中，形变存储能作为再结晶的驱动力，形变奥氏体晶粒通过热激活过程长大，使体系从不稳定的高能态转变为更稳定的低能态<sup>[111]</sup>。晶界不断迁移，亚晶界转变为高角度晶界，较小的奥氏体晶粒被其它大晶粒吞并，导致晶粒不断长大<sup>[112]</sup>。由于晶界迁移过程主要是原子的扩散过程，随着退火时间的延长，晶界迁移程度越大，晶粒再结晶程度越彻底。当退火时间增加到一定程度，变形存储能也基本释放<sup>[113]</sup>，晶粒生长速度减缓，当退火时间为 60 min 时，基本上全部生成等轴奥氏体晶粒。



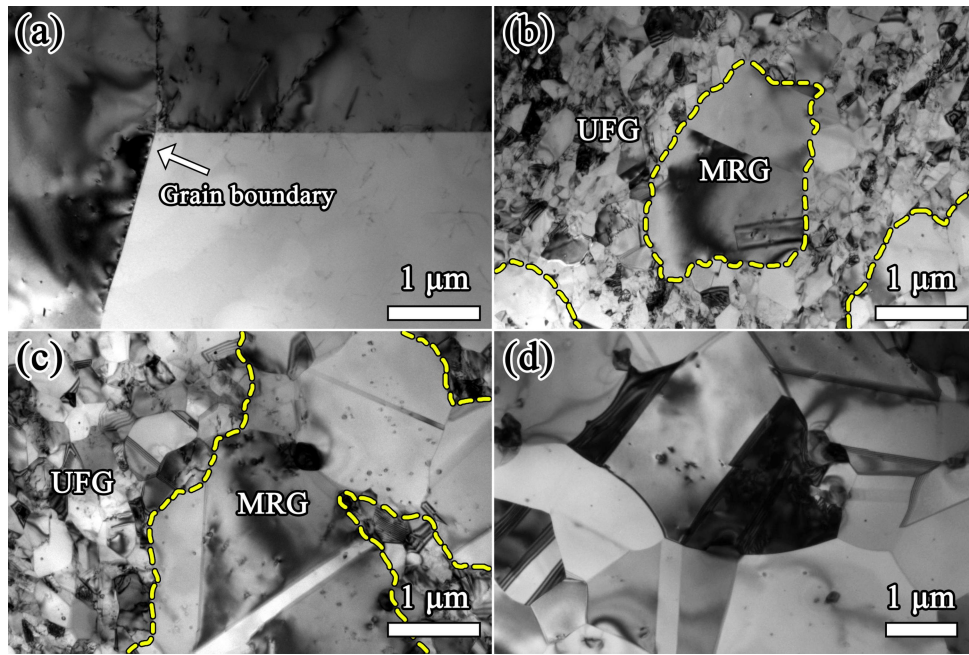


图 5-6 304L 不锈钢 TEM 形貌：(a) 粗晶 304L 不锈钢样品；(b) 双峰异构 1#304L 不锈钢样品；(c) 双峰异构 2#304L 不锈钢样品；(d) 细晶 304L 不锈钢样品

#### 5.4 原始和双峰异构 304L 不锈钢低温拉伸性能

粗晶、双峰异构 1#、双峰异构 2#和细晶的 304L 不锈钢试样拉伸工程应力-应变曲线如图 5-7 (a) 所示，粗晶 304L 不锈钢的屈服强度为~421 MPa，均匀延伸率为~49.7%，这很难满足工业应用对零部件强度的要求，经冷轧和退火 10 min 后，双峰异构 1#304L 不锈钢表现出良好的强度-塑性匹配，屈服强度达到~1530 MPa，比粗晶 304L 不锈钢提高了~263%，均匀延伸率达到了~34.7%。根据表 2 所示，当退火时间增加至 25 min 后，双峰异构 2#304L 不锈钢的屈服强度达到~1372 MPa，均匀延伸率达到了~36.6%。继续增加退火时间至 60 min 后，细晶 304L 不锈钢的屈服强度达到~1059 MPa，均匀延伸率达到了~40.7%，如表 5-1 所示。值得注意的是，粗晶 304L 不锈钢表现出连续加工硬化现象，不存在上下屈服点，经退火后的双峰异构 1#、双峰异构 2#、细晶 304L 不锈钢都出现了明显的屈服平台，主要是在低温拉伸时发生吕德斯带变形，其特征是屈服下降，随后在应力-应变曲线上出现应力平台，后面将进一步讨论其基本机制。通过与前人的工作<sup>[9, 114-122]</sup>进行对比发现，经冷轧和退火后的 304L 不锈钢具有超高的屈服强度和良好的强度与塑性结合，如图 5-7 (b) 所示。

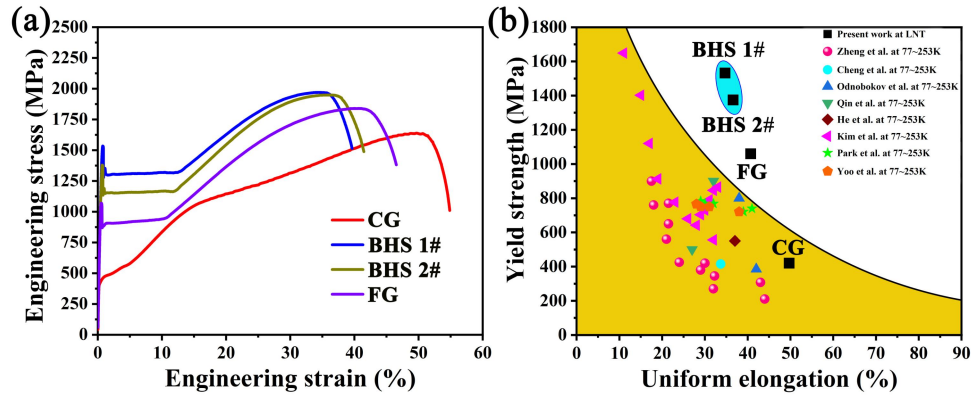


图 5-7 (a) 低温下粗晶、双峰异构 1#、双峰异构 2#和细晶 304L 不锈钢的工程应力应变曲线；(b) 本研究和先前相关研究中 304 不锈钢在低温环境中屈服强度与均匀延伸率对比关系

图[9, 114-122]

表 5-1 低温环境下 304L 不锈钢的强度与塑性

| 304L SS | UTS (MPa) | YS (MPa) | FE (%) | UE (%) |
|---------|-----------|----------|--------|--------|
| CG      | 1638      | 421      | 54.8   | 49.7   |
| BHS 1#  | 1969      | 1530     | 39.0   | 34.7   |
| BHS 2#  | 1948      | 1372     | 41.5   | 36.6   |
| FG      | 1839      | 1059     | 46.5   | 40.7   |

## 5.5 双峰异构 304L 不锈钢低温拉伸过程中的微观结构分析

为了阐明目前双峰异构 304L 不锈钢的优异低温拉伸性能，对双峰异构 1# 试样在拉伸过程中的微观结构演变进行了不同拉伸应变的研究。图 5-8 (a) 表明，拉伸应变为~2%时，拉伸的双峰异构 1#试样表面形成了明显的吕德斯带。根据 XRD 曲线<sup>[7]</sup>计算出了吕德斯带周围马氏体相的体积分数，如图 5-8 (d) 所示。可以看出，吕德斯带中心区域的马氏体相体积分数最高，约为 80.6%。Huang 等人<sup>[123]</sup>曾报道，吕德斯带的产生通常与马氏体相变的变形行为有关。而吕德斯带的主要变形机制是通过剪切变形得到证实的<sup>[123, 124]</sup>。当拉伸应变增加到 12%时（图 5-8 (a)、(e) 和 (f)），吕德斯带在拉伸试样的整个厚度上稳定扩展。事实上，塑性变形仅限于局部区域，在吕德斯带的扩展过程中，马氏体相的体积分数急剧增加。在这一阶段，吕德斯带由~85.5%马氏体相和~14.5%奥氏体相组成。

当拉伸应变增加到 24%时，变形双峰异构 1#试样中马氏体相的体积分数几乎达到饱和值为~96.2%。这表明残余奥氏体相（约 14.5%）几乎转化为马氏体相。因此，随后的塑性变形行为将不包括马氏体相变。

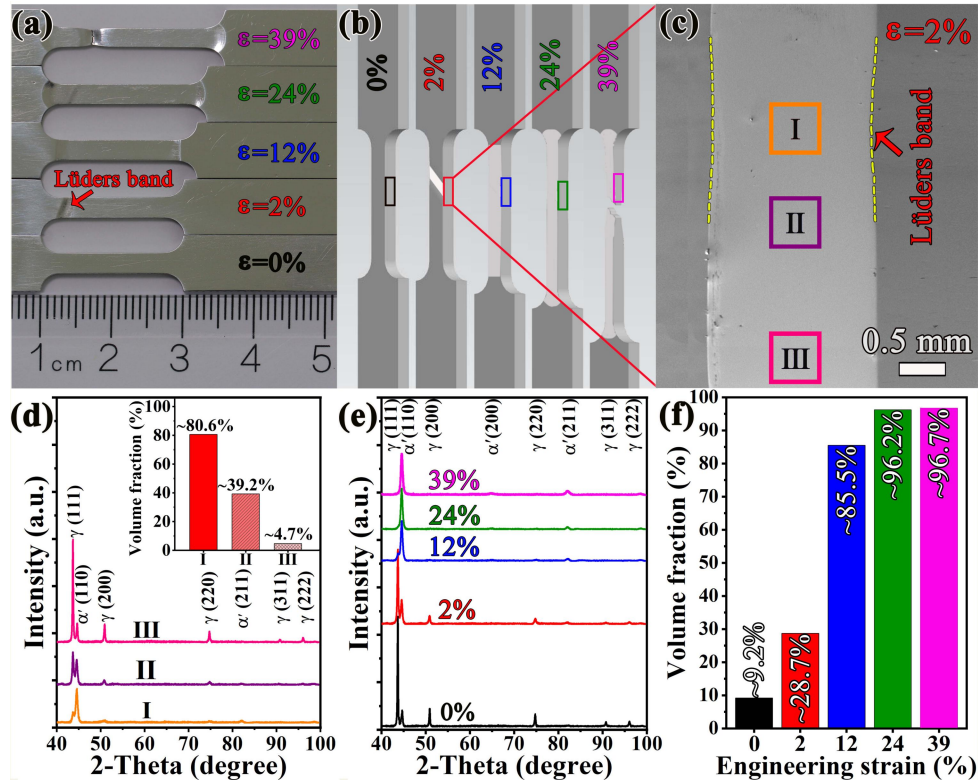


图 5-8 (a) 不同拉伸应变的双峰异构 1#样品光学照片；(b) 不同拉伸应变的双峰异构 1#样品示意图；(c) 为拉伸应变为~2%时双峰异构 1#试样的吕德斯带 SEM 形貌；(d) 为 (c) 中不同位置的微区 XRD 曲线，插图是相对应的马氏体相体积分数。(e) 不同拉伸应变的双峰异构 1#样品 XRD 曲线；(f) 是根据 (e) 中 XRD 曲线计算得到的马氏体相体积分数

为了进一步揭示吕德斯带变形，以最开始形成吕德斯带的工程应变 2%的不锈钢样品为例，如图 5-9 (a) 所示。根据变形程度不同，将其分为变形中心区（位置I）和未变形区（位置III），然后对其进行 EBSD 分析，发现在变形中心区有大量的马氏体生成，并且吕德斯带内的马氏体相变主要发生在超细晶域，而微米再结晶域中只有少量马氏体相，在未变形区主要还是以奥氏体相为主，如图 5-9 (b) - (e) 所示。说明局部应变导致变形诱发马氏体的形成，应变硬化主要由马氏体相变引起的。如图 5-9 (f) 和 (g) 所示，马氏体的形成过程同时也伴随着高密度位错的迅速增加，这在以前的研究中也有报道<sup>[47]</sup>。



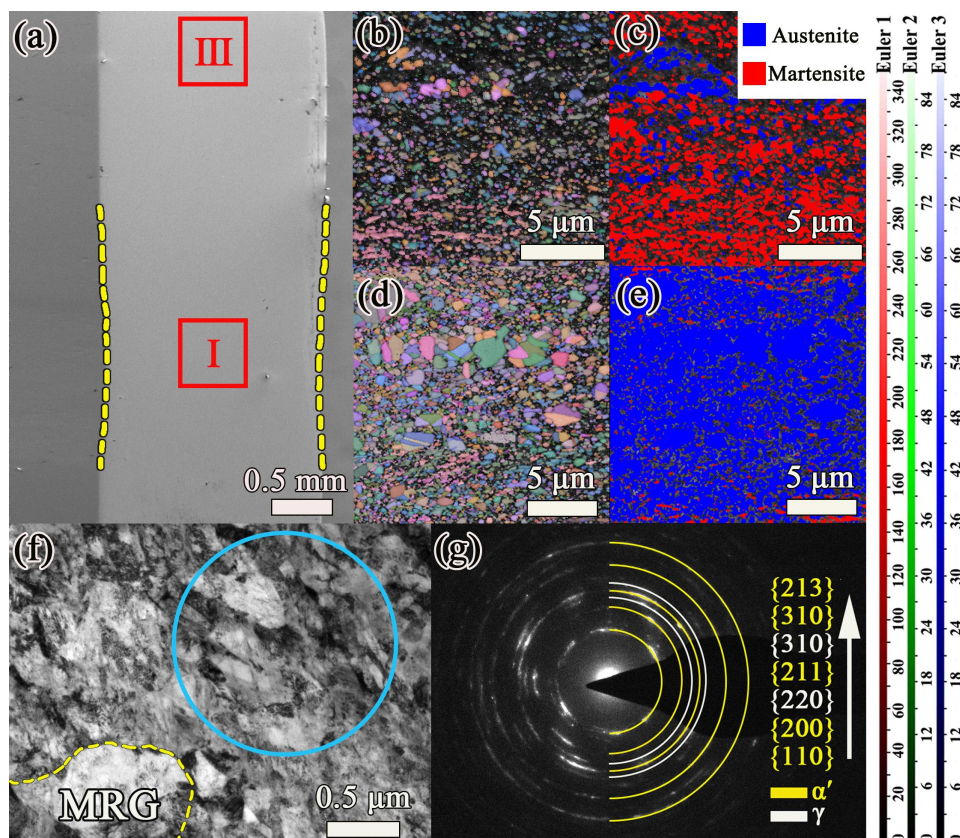


图 5-9 (a) 拉伸应变为~2%时双峰异构 1#试样的吕德斯带 SEM 形貌；(b)、(d) 为 (a) 中位置 I 和 III 的 EBSD 欧拉图；(c)、(e) 为 (a) 中位置 I 和 III 的对应的相分布图；(f) 拉伸应变为~2%时双峰异构 1#试样的吕德斯带 TEM 形貌；(g) 为 (f) 中对应蓝色选区电子衍射花样

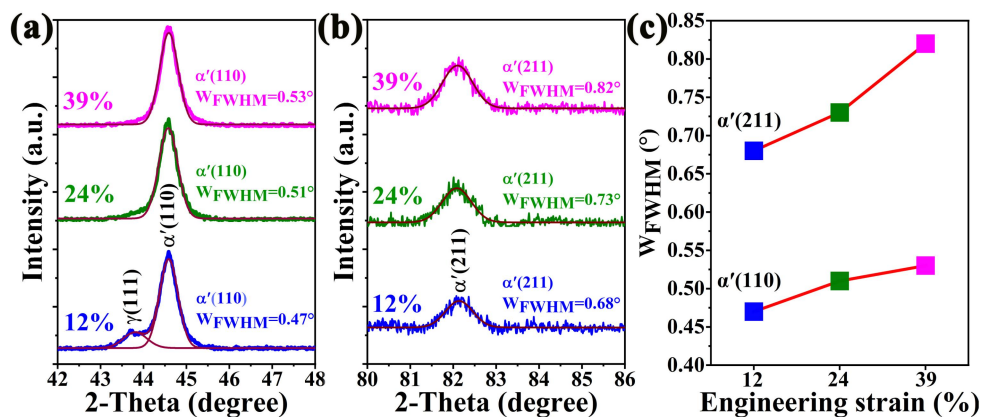


图 5-10 (a) 双峰异构 1#304L 不锈钢的 XRD 曲线，其中 $\gamma(111)$ 和 $\alpha'(110)$ 的峰值通过高斯函数拟合；(b) 双峰异构 1#304L 不锈钢的 XRD 曲线，其中 $\alpha'(211)$ 的峰值通过高斯函数拟合；(c)  $\alpha'(110)/\alpha'(211)$  峰的  $W_{FWHM}$  与拉伸应变的关系

图 5-10 (a) 和 (b) 清晰地显示了拉伸应变从 12% 到 39% 的双峰异构 1#试

样 XRD 曲线中的 $\alpha'$  (110) 峰和 $\alpha'$  (211) 峰。 $\alpha'$  (110) 和 $\alpha'$  (211) 峰的半最大全宽 ( $W_{FWHM}$ ) 随着拉伸应变的增加而变宽, 如图 5-10 (c) 所示。根据之前的研究<sup>[125, 126]</sup>, 室温和低温下体心立方金属的滑动系统主要由 $\{110\}<111>$ 和 $\{112\}<111>$ 主导。 $\alpha'$  (110) 峰和 $\alpha'$  (211) 峰的  $W_{FWHM}$  的增加与位错密度呈正相关, 表明位错在拉伸过程中传播和积累。这表明在拉伸应变从 12% 到 39% 的整个拉伸过程中, 位错活动仍然是一种重要的变形行为。

## 5.6 双峰异构 304L 不锈钢低温强韧化机制

根据对双峰异构 304L 不锈钢的微观结构和变形行为的分析, 低温拉伸试验过程中的断裂过程和强化/增韧机理如图 5-11 所示。双峰异构 304L 不锈钢在低温拉伸过程中会出现四个典型的变形阶段, 包括弹性变形阶段、吕德斯变形阶段、加工硬化阶段和断裂阶段。在弹性变形阶段 (拉伸应变小于 0.2%), 强度越来越取决于应变。正如 Wang 等人和 Jiang 等人<sup>[127, 128]</sup>所证实的那样, 由于低温强化效应, 微米晶和超细晶中位错滑动的晶格摩擦阻力都会显著增加。因此, 目前的双峰异构 304L 不锈钢显示出非常高的弹性极限, 其值约为 1300-1500 MPa (图 5-7 (a))。随着拉伸应变的增加, 流动应力也随之增加, 并接近双峰异构 304L 不锈钢的屈服极限点。随后发生塑性变形。如图 5-2 所示, 双峰异构 304L 不锈钢由微米晶和超细晶组成。晶粒大小大于超细晶的微米晶被认为是软结构, 优先发生屈服变形, 而超细晶仍处于弹性变形阶段<sup>[89]</sup>。一般来说, 在软质微米晶中激活的位错很难通过晶界转移到硬质超细晶中, 这可能会导致大量位错在软/硬界面周围的微米晶中积累, 从而导致异构变形诱导 (Heterodeformation-induced, HDI) 强化<sup>[62, 129]</sup>。因此, 本研究中的双峰异构 304L 不锈钢的屈服强度高于均质粗晶和细晶 304L 不锈钢。在本研究中, 由于低温环境 (77 K), 双峰异构 304L 不锈钢的层错能从 13.9 mJ/m<sup>2</sup> 降至 3.1 mJ/m<sup>2</sup>。Mallick 等人<sup>[56]</sup>证实, 在层错能较低的不锈钢中, 马氏体相变更有可能被激活。一旦微米/超细晶界面上由累积位错引起的集中应力达到马氏体相变的临界应力值, 大量马氏体相瞬间生成, 并在拉伸的双峰异构试样表面形成显著的吕德斯带, 从而释放之前的集中应力。因此, 流变应力迅速降低, 应力-应变曲线上出现了屈服台阶 (如图 5-7 (a) 所示)。随着



拉伸应变的进一步增加（吕德斯变形阶段，拉伸应变约为 2%-12%），活化的吕德斯带在拉伸的双峰异构试样表面不断扩展。之前的研究已经验证了吕德斯带的形成和延伸与马氏体相变有关，它可以有效协调奥氏体不锈钢的塑性变形并抑制颈状断裂<sup>[130, 131]</sup>，图 5-8 和图 5-9 也证实了这一点。当拉伸应变达到~12%时，拉伸的双峰异构试样的整个厚度几乎都被吕德斯带所覆盖，然后开始进入双峰异构试样的典型加工硬化阶段（拉伸应变约为 12%-34.7%）。如图 5-8 和图 5-10 所示，在这一阶段的前半部分（拉伸应变约为 12%-24%），变形行为主要由残余马氏体相变和位错扩展所主导，这将为目前的双峰异构试样提供较高且稳定的加工硬化率，从而导致流动应力持续增加。当拉伸应变介于~24%到~34.7%之间时，由于缺少马氏体相变的贡献，加工硬化能力呈下降趋势（图 5-7（a））。值得注意的是，双峰异构试样的强度和延展性在加工硬化阶段得到了显著提高。当拉伸应变为~34.7%时，双峰异构试样开始出现颈缩，并最终在拉伸应变为~39.0%时断裂。因此，双峰异构试样的低温屈服强度高主要归因于低温强化和背应力强化，而良好的低温延展性则来自于显著的吕德斯变形、相变诱导塑性效应和位错滑移/累积增韧效应。

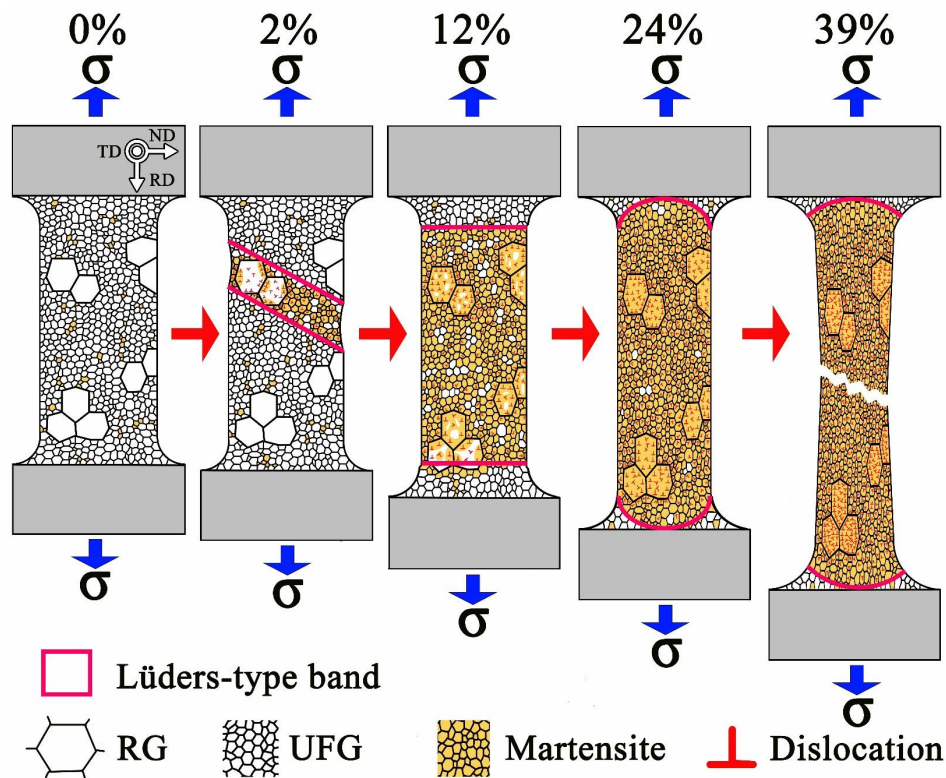


图 5-11 双峰异构 1# 304L 不锈钢试样的低温拉伸断裂过程示意图

## 5.7 本章小结

本章通过轧制+不完全再结晶退火工艺（CR90%+695 °C-10 min）成功制备出具有典型的双峰异构 304L 不锈钢，该双峰异构不锈钢主要由层状微米再结晶（平均晶粒尺寸~1.8  $\mu\text{m}$ ）和超细晶基体（平均晶粒尺寸~0.5  $\mu\text{m}$ ）所组成，具有典型的双峰晶粒尺寸分布的层状结构特征。在低温拉伸载荷下，双峰异构 304L 不锈钢表现出优异综合低温拉伸性能，其低温屈服强度为~1530 MPa，比传统粗晶 304L 不锈钢提高了~263%，而仍然表现出良好的低温塑性，其低温均匀延伸率为~34.7 %。层状双峰异构 304L 不锈钢较高的低温屈服强度主要源于低温强化以及异构诱导变形强化，良好的塑性则是来源于显著的吕德斯带、相变诱导塑性的增韧效应和位错存储增韧效应。

## 第 6 章 结论

本课题利用异构组织的设计理念，在 304L 不锈钢中构筑两种新颖的异构组织，通过调控异构组织结构特性，进而优化获得具有优异低温力学性能的异构 304L 不锈钢材料，对获得异构 304L 不锈钢材料进行低温环境下的拉伸和冲击测试，通过 X-射线衍射(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)、背散射电子衍射(EBSD)、透射电子显微镜(TEM)等技术进行结构变化分析，建立以“异构组织-低温协调变形机制/断裂机制-低温力学性能”为基础的异构金属低温强韧化机制。最终将为高强高韧异构 304L 不锈钢的低温工业应用提供理论依据和技术支持。具体结论如下：

(1) 揭示了 304L 不锈钢在不同轧制和退火工艺条件下的异构组织形成机制，针对冷轧 70%的 304L 不锈钢，制备了由层状马氏体纳米/超细晶和残余变形结构组成的典型不均匀变形结构。在 725 °C保温条件下，马氏体纳米/超细晶优先迅速转化为奥氏体纳米/超细晶。随着保温时间增加，再结晶成核首先发生在较薄的奥氏体纳米/超细晶中。接着，它迅速长大并出现了许多等轴细晶。而再结晶的超细晶则在较厚的奥氏体纳米/超细晶中形成。此外，由于残余变形结构的高热稳定性，还观察到了层状变形结构。因此，保温 5 min 后在 304L 不锈钢样品中形成了典型的层状异质结构，其中包含细晶、超细晶、残余变形结构和残余马氏体的混合结构。对于冷轧 90%的 304L 不锈钢，马氏体纳米/超细晶较薄的变形结构更加均匀。更重要的是，没有层状变形结构。因此，双峰异构 304L 不锈钢样品的最终异质结构是由细晶、超细晶和少量残余马氏体的混合结构形成的。

(2) 通过轧制+不完全再结晶退火工艺(CR70%+725 °C-5 min)成功制备出具有典型的层状异构 304L 不锈钢，该层状异构 304L 不锈钢的低温冲击吸收功为~10.7 J，显著优于均质粗晶(~7.6 J)、均质细晶(~7.0 J)以及冷轧态(~3.8 J) 304L 不锈钢的低温冲击吸收功，这主要由于在低温高速冲击载荷下，微裂纹很容易在 V 缺口根部周围的超细晶中产生。随后的裂纹扩展被层状再结晶再结晶、位错胞和相变诱导塑性效应有效抑制，这些效应会消耗大量的冲击能量。此外，额外的断裂能量也是由超细晶域中的分层撕裂效应引起的。这也进一步提高

了层状异构 304L 不锈钢的低温韧性。

(3) 经过 695 °C-10 min 退火后, 90%应变轧制的 304L 不锈钢组织成功演变为一种新型双峰异构组织。双峰异构组织由超细晶和片层状微米晶组成, 呈现典型的双峰晶粒尺寸分布。在低温条件下, 双峰异构 304L 不锈钢具有优异的拉伸性能。此双峰异构 304L 不锈钢的高屈服强度约为 1530 MPa, 与粗晶 304L 不锈钢相比显著提高了约 263%。此外, 双峰异构 304L 不锈钢还具有良好的延展性, 均匀伸长率约为 34.7%。优异的低温屈服强度主要归功于低温强化和异构变形诱导强化, 而良好的低温延展性则归功于显著的吕德斯变形、相变诱导塑性效应和位错滑移/累积增韧效应。

## 参考文献

- [1] 黎园. 我国天然气化工产业发展现状及前景分析[J]. 低碳化学与化工, 2024, 49(01): 105-112.
- [2] 王福祿. 我国液化天然气现状及发展前景分析[J]. 低碳世界, 2014, 13: 233-234.
- [3] International energy outlook 2023[R]. Washington D.C.: US Energy Information Administratio, 2023.
- [4] 张德久, 徐敏. 中国 LNG 产业发展现状、问题及对策[J]. 石化技术, 2019, 26(05): 24-25.
- [5] BP statistical review of world energy 2023[R]. London: BP Public Limited Company, 2023.
- [6] Xu X N, Kumar P, Cao R Q, etc. Exceptional cryogenic-to-ambient impact toughness of a low carbon micro-alloyed steel with a multi-heterogeneous structure[J]. Acta Materialia, 2024, 274: 120019.
- [7] Li J S, Zhou Z C, Wang S Z, etc. Deformation mechanisms and enhanced mechanical properties of 304L stainless steel at liquid nitrogen temperature[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 798: 140133.
- [8] Kim J H, Choi S W, Park D H, etc. Charpy impact properties of stainless steel weldment in liquefied natural gas pipelines: Effect of low temperatures[J]. Materials & Design, 2015, 65: 914-922.
- [9] Odnobokova M V, Belyakov A, Enikeev N A, etc. Cryogenic impact toughness of a work hardened austenitic stainless steel[J]. Materialia, 2022, 23: 101460.
- [10] Lee K J, Chun M S, Kim M H, etc. A new constitutive model of austenitic stainless steel for cryogenic applications[J]. Computational Materials Science, 2009, 46(4): 1152-1162.
- [11] 谭粤, 李蔚, 夏莉, 等. 奥氏体不锈钢低温力学性能研究综述[J]. 广州化工, 2022, 50(18): 13-16.



- [12] Qin W B, Li J S, Liu Y Y, etc. Effects of grain size on tensile property and fracture morphology of 316L stainless steel[J]. Materials Letters, 2019, 254: 116-119.
- [13] Li J S, Qin W B, Peng P, etc. Effects of geometric dimension and grain size on impact properties of 316L stainless steel[J]. Materials Letters, 2021, 284: 128908.
- [14] Zhao M M, Wu H Y, Lu J N, etc. Effect of grain size on mechanical property and corrosion behavior of a metastable austenitic stainless steel[J]. Materials Characterization, 2022, 194: 112360.
- [15] Sun G S, Zhao M M, Du L X, etc. Significant effects of grain size on mechanical response characteristics and deformation mechanisms of metastable austenitic stainless steel[J]. Materials Characterization, 2022, 184: 111674.
- [16] Ravi Kumar B, Sharma S, Kashyap B P, etc. Ultrafine grained microstructure tailoring in austenitic stainless steel for enhanced plasticity[J]. Materials & Design, 2015, 68: 63-71.
- [17] 卢柯. 青年科学家-卢柯谈纳米金属材料的进展和挑战[J]. 中国新技术新产品精选, 2001, Z1: 10-13.
- [18] Lin Y, Yu Q, Pan J, etc. On the impact toughness of gradient-structured metals[J]. Acta Materialia, 2020, 193: 125-137.
- [19] Sohrabi M J, Mirzadeh H, Sadeghpour S, etc. Grain size dependent mechanical behavior and TRIP effect in a metastable austenitic stainless steel[J]. International Journal of Plasticity, 2023, 160: 103502.
- [20] Shen X X, Wu M, Ji D M, etc. The mechanical behavior of a layered nanostructured Ni with an alternating growth of ultrafine grains and nano-sized grains fabricated by electrodeposition[J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 713: 43-51.
- [21] Duan F H, Lin Y, Pan J, etc. Ultrastrong nanotwinned pure nickel with extremely fine twin thickness[J]. Science Advances, 2021, 7(27): 5113-5119.
- [22] Kumar K S, Van Swygenhoven H, Suresh S. Mechanical behavior of nanocrystalline metals and alloys[J]. Acta Materialia, 2003, 51(19): 5743-5774.

- [23] 张茁林. 奥氏体 304 不锈钢力学性能与本构行为研究[D]. 兰州: 兰州大学, 2022.
- [24] Wu X L, Yang M X, Yuan F P, etc. Heterogeneous lamella structure unites ultrafine-grain strength with coarse-grain ductility[J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 2015, 112(47): 14501-14505.
- [25] Li J S, Cao Y, Gao B, etc. Superior strength and ductility of 316L stainless steel with heterogeneous lamella structure[J]. *Journal of Materials Science*, 2018, 53(14): 10442-10456.
- [26] Li J S, Gao B, Huang Z W, etc. Design for strength-ductility synergy of 316L stainless steel with heterogeneous lamella structure through medium cold rolling and annealing[J]. *Vacuum*, 2018, 157: 128-135.
- [27] Sharma S, Kumar B R, Kashyap B P, etc. Effects of concurrent strain induced martensite formation on tensile and texture properties of 304L stainless steel of varying grain size distribution[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, 725: 215-227.
- [28] Zheng Z J, Liu J W, Gao Y. Achieving high strength and high ductility in 304 stainless steel through bi-modal microstructure prepared by post-ECAP annealing[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 680: 426-432.
- [29] Sun Y T, Kong X, Wang Z B. Superior mechanical properties and deformation mechanisms of a 304 stainless steel plate with gradient nanostructure[J]. *International Journal of Plasticity*, 2022, 155: 103336.
- [30] Zhang Z, Vajpai S K, Orlov D, etc. Improvement of mechanical properties in SUS304L steel through the control of bimodal microstructure characteristics[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 598: 106-113.
- [31] Wu X L, Zhu Y T. Heterogeneous materials: a new class of materials with unprecedented mechanical properties[J]. *Materials Research Letters*, 2017, 5(8): 527-532.
- [32] Wang Y M, Chen M W, Zhou F H, etc. High tensile ductility in a nanostructured

metal[J]. *Nature*, 2002, 419:912-915.

[33] Lu K, Lu J. Nanostructured surface layer on metallic materials induced by surface mechanical attrition treatment[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 375-377: 38-45.

[34] Pan Q S, Zhang L X, Feng R, etc. Gradient cell-structured high-entropy alloy with exceptional strength and ductility[J]. *Science*, 2021, 374(6570): 984-989.

[35] Fang T H, Li W L, Tao N R, etc. Revealing Extraordinary Intrinsic Tensile Plasticity in Gradient Nano-Grained Copper[J]. *Science*, 2011, 331(6024): 1587-1590.

[36] Bian X D, Yuan F P, Zhu Y T, etc. Gradient structure produces superior dynamic shear properties[J]. *Materials Research Letters*, 2017, 5(7): 501-507.

[37] Saeangrat C, Kato S, Orlov D, etc. Harmonic-structured copper: performance and proof of fabrication concept based on severe plastic deformation of powders[J]. *Journal of Materials Science*, 2014, 49(19): 6579-6585.

[38] Romero-Resendiz L, Naeem M, Zhu Y T. Heterostructured Materials by Severe Plastic Deformation: Overview and Perspectives[J]. *Materials Transactions*, 2023, 64(10): 2346-2360.

[39] Hu C Y, He C J, Zhu X X, etc. The significant role of bimodal lamellar heterostructure for Lüders deformation and TRIP effect in 18Cr-8Ni austenitic stainless steel[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2023, 887: 145748.

[40] Lei Y B, Wang Z B, Zhang B, etc. Enhanced mechanical properties and corrosion resistance of 316L stainless steel by pre-forming a gradient nanostructured surface layer and annealing[J]. *Acta Materialia*, 2021, 208: 116773.

[41] Sharma B, Dirras G, Ameyama K. Harmonic Structure Design: A Strategy for Outstanding Mechanical Properties in Structural Materials[J]. *Metals*, 2020, 10(12): 1615.

[42] Tan C L, Chew Y X, Weng F, etc. Laser aided additive manufacturing of spatially heterostructured steels[J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2022, 172: 103817.

- [43] Jiang W, Zhu K R, Li J S, etc. Extraordinary strength and ductility of cold-rolled 304L stainless steel at cryogenic temperature[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 26: 2001-2008.
- [44] Kim J H, Kim S K, Kim M H, etc. Numerical model to predict deformation of corrugated austenitic stainless steel sheet under cryogenic temperatures for design of liquefied natural gas insulation system[J]. Materials & Design, 2014, 57: 26-39.
- [45] Behjati P, Najafizadeh A, Kermanpur A. Microstructural investigation on strengthening mechanisms of AISI 304L austenitic stainless steel during cryogenic deformation[J]. Materials Science and Technology, 2011, 27(12): 1828-1832.
- [46] Odnobokova M, Belyakov A, Enikeev N, etc. Annealing behavior of a 304L stainless steel processed by large strain cold and warm rolling[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 689: 370-383.
- [47] Zhu Z G, Li W L, Nguyen Q B, etc. Enhanced strength-ductility synergy and transformation-induced plasticity of the selective laser melting fabricated 304L stainless steel[J]. Additive Manufacturing, 2020, 35: 101300.
- [48] Towfighi S, Romilly D P, Olson J A. Elevated temperature material characteristics of AISI 304L stainless steel[J]. Materials at High Temperatures, 2014, 30(2): 151-155.
- [49] Jiang H, Watanabe T, Watanabe C, etc. Deformation behavior of heterogeneous nanostructured austenitic stainless steel at cryogenic temperature[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 840: 142871.
- [50] Romero-Resendiz L, Huang Y, Knowles A J, etc. Exceptional strength–ductility combination of heterostructured stainless steel for cryogenic applications[J]. Scripta Materialia, 2025, 258: 116527.
- [51] Chen M, He J S, Li J S, etc. Excellent cryogenic strength-ductility synergy in duplex stainless steel with heterogeneous lamella structure[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 831: 142335.
- [52] Li S N, Withers P J, Kabra S, etc. The behaviour and deformation mechanisms

for 316L stainless steel deformed at cryogenic temperatures[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2023, 880: 145279.

[53] Liu X B, Zhou M C, Zhang X F. Ultra-flash annealing constructed heterogeneous austenitic stainless steel with excellent strength-ductility[J]. *Materials Characterization*, 2022, 192: 112182.

[54] De Cooman B C, Estrin Y, Kim S K. Twinning-induced plasticity (TWIP) steels[J]. *Acta Materialia*, 2018, 142: 283-362.

[55] Zeng L Y, Song X Y, Chen N L, etc. A new understanding of transformation induced plasticity (TRIP) effect in austenitic steels[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 857: 143742.

[56] Mallick P, Tewary N K, Ghosh S K, etc. Effect of cryogenic deformation on microstructure and mechanical properties of 304 austenitic stainless steel[J]. *Materials Characterization*, 2017, 133: 77-86.

[57] Ding F Z, Han P C, Tao N R. Achieving strength-ductility synergy by tailoring the domain size of ultrafine structures in heterostructured Cu[J]. *Scripta Materialia*, 2024, 243: 115992.

[58] Huang C X, Wang Y F, Ma X L, etc. Interface affected zone for optimal strength and ductility in heterogeneous laminate[J]. *Materials Today*, 2018, 21(7): 713-719.

[59] Fang X T, He G Z, Ruiz M, etc. Influence of annealing parameters on the mechanical properties of heterogeneous lamella structured 5083 aluminum alloy[J]. *Letters on Materials*, 2019, 9(4s): 556-560.

[60] Gao B, Hu R, Pan Z Y, etc. Strengthening and ductilization of laminate dual-phase steels with high martensite content[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, 65: 29-37.

[61] Gao B, Lai Q Q, Cao Y, etc. Ultrastrong low-carbon nanosteel produced by heterostructure and interstitial mediated warm rolling[J]. *Science Advances*, 2020, 6(39): 8169-8175.

[62] Zhu Y T, Wu X L. Perspective on hetero-deformation induced (HDI) hardening



- and back stress[J]. *Materials Research Letters*, 2019, 7(10): 393-398.
- [63] Zheng C S, Liu X L, Yu W W. Investigation of the effect of low temperature on the mechanical behavior of an ultrafine-grained metastable steel using a physically based analytical model[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, 772: 138752.
- [64] Czarkowski P, Krawczynska A T, Slesinski R, etc. Low temperature mechanical properties of 316L type stainless steel after hydrostatic extrusion[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2011, 86(9-11): 2517-2521.
- [65] Wang Y M, Ma E. Three strategies to achieve uniform tensile deformation in a nanostructured metal[J]. *Acta Materialia*, 2004, 52(6): 1699-1709.
- [66] De Sonis E D, Dépinoy S, Giroux P F, etc. Impact toughness of LPBF 316L stainless steel below room temperature[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2024, 915: 147189.
- [67] Ibrahim O H, Ibrahim I S, Khalifa T A F. Impact behavior of different stainless steel weldments at low temperatures[J]. *Engineering Failure Analysis*, 2010, 17(5): 1069-1076.
- [68] Park J, Lee K, Sung H, etc. J-integral Fracture Toughness of High-Mn Steels at Room and Cryogenic Temperatures[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2019, 50(6): 2678-2689.
- [69] Qin E W, Lu L, Tao N R, etc. Enhanced fracture toughness and strength in bulk nanocrystalline Cu with nanoscale twin bundles[J]. *Acta Materialia*, 2009, 57(20): 6215-6225.
- [70] Qin W B, Mao Q Z, Kang J J, etc. Superior impact property and fracture mechanism of a multilayered copper/bronze laminate[J]. *Materials Letters*, 2019, 250: 60-63.
- [71] Cepeda-Jiménez C M, García-Infanta J M, Pozuelo M, etc. Impact toughness improvement of high-strength aluminium alloy by intrinsic and extrinsic fracture mechanisms via hot roll bonding[J]. *Scripta Materialia*, 2009, 61(4): 407-410.
- [72] Haghdadi N, Cizek P, Hodgson P D, etc. Microstructure dependence of impact

toughness in duplex stainless steels[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, 745: 369-378.

[73] 李建生. 层状异构金属材料制备及力学性能研究[M]. 南京: 南京理工大学, 2020.

[74] De A K, Murdock D C, Mataya M C, etc. Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction[J]. *Scripta Materialia*, 2004, 50(12): 1445-1449.

[75] Roland T, Retraint D, Lu K, etc. Enhanced mechanical behavior of a nanocrystallised stainless steel and its thermal stability[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 445-446: 281-288.

[76] Huang H W, Wang Z B, Lu J, etc. Fatigue behaviors of AISI 316L stainless steel with a gradient nanostructured surface layer[J]. *Acta Materialia*, 2015, 87: 150-160.

[77] An X H, Lin Q Y, Wu S D, etc. Microstructural evolution and shear fracture of Cu-16at.% Al alloy induced by equal channel angular pressing[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, 527(16-17): 4510-4514.

[78] An X H, Qu S, Wu S D, etc. Effects of stacking fault energy on the thermal stability and mechanical properties of nanostructured Cu-Al alloys during thermal annealing[J]. *Journal of Materials Research*, 2011, 26(3): 407-415.

[79] Odnobokova M, Belyakov A, Kaibyshev R. Development of Nanocrystalline 304L Stainless Steel by Large Strain Cold Working[J]. *Metals*, 2015, 5(2): 656-668.

[80] Li J S, Cheng W, Chen M, etc. Formation mechanism of the eye-shaped nano-twin bundles in cold rolled 316L stainless steel[J]. *Vacuum*, 2022, 206: 111557.

[81] Amininejad A, Jamaati R, Hosseinipour S J. Influence of Deformation and Post-Annealing Treatment on the Microstructure and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steel[J]. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, 2021, 74(7): 1799-1807.

[82] Lei C S, Li X L, Deng X T, etc. Microstructural Evolution and Microstructure-Mechanical Property Correlation in Nano/ultrafine-Grained

Fe-17Cr-6Ni Austenitic Steel[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2018, 49(12): 6134-6146.

[83] Niu G, Wu H B. Microstructural evolution and mechanical behavior of phase reversion-induced bimodal austenitic steels[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 772: 138669.

[84] Yan F K, Liu G Z, Tao N R, etc. Strength and ductility of 316L austenitic stainless steel strengthened by nano-scale twin bundles[J]. Acta Materialia, 2012, 60(3): 1059-1071.

[85] Shintani T, Murata Y. Evaluation of the dislocation density and dislocation character in cold rolled Type 304 steel determined by profile analysis of X-ray diffraction[J]. Acta Materialia, 2011, 59(11): 4314-4322.

[86] Naghizadeh M, Mirzadeh H. Processing of fine grained AISI 304L austenitic stainless steel by cold rolling and high-temperature short-term annealing[J]. Materials Research Express, 2018, 5(5): 1-17.

[87] Li J S, Mao Q Z, Nie J F, etc. Impact property of high-strength 316L stainless steel with heterostructures[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 754: 457-460.

[88] Niu G, Zurob H S, Misra R D K, etc. Strength-ductility synergy in a 1.4 GPa austenitic steel with a heterogeneous lamellar microstructure[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 106: 133-138.

[89] Li J S, Fang C, Liu Y F, etc. Deformation mechanisms of 304L stainless steel with heterogeneous lamella structure[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 742: 409-413.

[90] Shirdel M, Mirzadeh H, Parsa M H. Nano/ultrafine grained austenitic stainless steel through the formation and reversion of deformation-induced martensite: Mechanisms, microstructures, mechanical properties, and TRIP effect[J]. Materials Characterization, 2015, 103: 150-161.

[91] Mataya M C, Brown E L, Riendeau M P. Effect of hot working on structure and

strength of type 304L austenitic stainless steel[J]. Metallurgical Transactions A, 1990, 21(7): 1969-1987.

[92] Milad M, Zreiba N, Elhalouani F, etc. The effect of cold work on structure and properties of AISI 304 stainless steel[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2008, 203(1-3): 80-85.

[93] Ravi Kumar B, Mahato B, Sharma S, etc. Effect of Cyclic Thermal Process on Ultrafine Grain Formation in AISI 304L Austenitic Stainless Steel[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2009, 40(13): 3226-3234.

[94] Ravi Kumar B, Raabe D. Tensile deformation characteristics of bulk ultrafine-grained austenitic stainless steel produced by thermal cycling[J]. Scripta Materialia, 2012, 66(9): 634-637.

[95] Yi H Y, Yan F K, Tao N R, etc. Comparison of strength-ductility combinations between nanotwinned austenite and martensite-austenite stainless steels[J]. Materials Science and Engineering: A, 2015, 647: 152-156.

[96] Yi H Y, Yan F K, Tao N R, etc. Work hardening behavior of nanotwinned austenitic grains in a metastable austenitic stainless steel[J]. Scripta Materialia, 2016, 114: 133-136.

[97] Huang C X, Hu W P, Wang Q Y, etc. An Ideal Ultrafine-Grained Structure for High Strength and High Ductility[J]. Materials Research Letters, 2014, 3(2): 88-94.

[98] Huang C X, Yang G, Gao Y L, etc. Influence of processing temperature on the microstructures and tensile properties of 304L stainless steel by ECAP[J]. Materials Science and Engineering: A, 2008, 485(1-2): 643-650.

[99] Qu S, Huang C X, Gao Y L, etc. Tensile and compressive properties of AISI 304L stainless steel subjected to equal channel angular pressing[J]. Materials Science and Engineering: A, 2008, 475(1-2): 207-216.

[100] Zhu Y T, Wu X L. Ductility and plasticity of nanostructured metals: differences and issues[J]. Materials Today Nano, 2018, 2: 15-20.

[101] Liu T, Gu C Y, Li J S, etc. Effect of structural orientation on the impact

- properties of a soft/hard copper/brass laminate[J]. Vacuum, 2021, 191: 110388.
- [102] Zhang M X, Kelly P M. Relationship between stress-induced martensitic transformation and impact toughness in low carbon austenitic steels[J]. Journal of Materials Science, 2002, 37: 3603-3613.
- [103] Niu G, Zurob H S, Misra R D K, etc. Superior fracture toughness in a high-strength austenitic steel with heterogeneous lamellar microstructure[J]. Acta Materialia, 2022, 226:117642.
- [104] Panin S V, Maruschak P O, Vlasov I V, etc. The role of notch tip shape and radius on deformation mechanisms of 12Cr1MoV steel under impact loading. Part 1. Energy parameters of fracture[J]. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2016, 40(4): 586-596.
- [105] Sun G S, Liu J Z, Zhu Y T. Heterostructure alleviates Lüders deformation of ultrafine-grained stainless steels[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 848: 143393.
- [106] Hwang B, Kim S J. Grain size dependence of ductile-to-brittle transition temperature of a high-nitrogen Cr-Mn austenitic steel[J]. Materials Science and Engineering: A, 2012, 531: 182-185.
- [107] Hwang B, Lee T H, Park S J, etc. Correlation of austenite stability and ductile-to-brittle transition behavior of high-nitrogen 18Cr-10Mn austenitic steels[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(24): 7257-7266.
- [108] Wu X L, Yang M X, Yuan F P, etc. Combining gradient structure and TRIP effect to produce austenite stainless steel with high strength and ductility[J]. Acta Materialia, 2016, 112: 337-346.
- [109] Zhang H L, Sun M Y, Liu Y X, etc. Ultrafine-grained dual-phase maraging steel with high strength and excellent cryogenic toughness[J]. Acta Materialia, 2021, 211: 116878.
- [110] Yuan L, Gou F Q, Sun D Q, etc. The Effects of Cold Rolling and Annealing on the Microstructure Evolution of Ordered C-2000 Alloy during Metallic Wire



Preparation[J]. *Metals*, 2023, 13(4): 651-664.

[111] Li Z D, Wu Y Z, Xie Z B, etc. Grain Growth Mechanism of Lamellar-Structure High-Purity Nickel via Cold Rolling and Cryorolling during Annealing[J]. *Materials*, 2021, 14(14): 4025-4035.

[112] Dhal A, Panigrahi S K, Shummugam M S. Insight into the microstructural evolution during cryo-severe plastic deformation and post-deformation annealing of aluminum and its alloys[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 726: 1205-1219.

[113] Chatterjee D. Effect of Cryorolling-Annealing and Bake-Hardening on the Microstructure and Mechanical Properties of AISI 301LN Grade Austenitic Stainless Steel[J]. *Metallography, Microstructure, and Analysis*, 2020, 9(5): 695-708.

[114] Zheng C S, Hu L, Zhen Q N, etc. Low temperature mechanical behavior of fine- and ultrafine-grained 304 austenitic stainless steel fabricated by cryogenic-rolling and annealing[J]. *Materials Characterization*, 2022, 191: 112084.

[115] Zheng C S, Yu W W. Effect of low-temperature on mechanical behavior for an AISI 304 austenitic stainless steel[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2018, 710: 359-365.

[116] Cheng W J, Cui D D, Sun Y N, etc. Cryogenic work-hardening behavior for a metastable austenitic stainless steel at liquid nitrogen temperature[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2022, 861: 144352.

[117] Qin S, Yang M X, Yuan F P, etc. Simultaneous Improvement of Yield Strength and Ductility at Cryogenic Temperature by Gradient Structure in 304 Stainless Steel[J]. *Nanomaterials*, 2021, 11(7): 1856-1867.

[118] He J Y, Yuan F P, Yang M X, etc. Exceptional tensile properties under cryogenic temperature in heterogeneous laminates induced by non-uniform martensite transformation and strain delocalization[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, 791: 139780.

[119] Kim J H, Park W S, Chun M S, etc. Effect of pre-straining on low-temperature mechanical behavior of AISI 304L[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2012,

543: 50-57.

[120] Park W S, Chun M S, Han M S, etc. Comparative study on mechanical behavior of low temperature application materials for ships and offshore structures: Part I-Experimental investigations[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(18): 5790-5803.

[121] Park W S, Yoo S W, Kim M H, etc. Strain-rate effects on the mechanical behavior of the AISI 300 series of austenitic stainless steel under cryogenic environments[J]. Materials & Design, 2010, 31(8): 3630-3640.

[122] Yoo S W, Lee C S, Park W S, etc. Temperature and strain rate dependent constitutive model of TRIP steels for low-temperature applications[J]. Computational Materials Science, 2011, 50(7): 2014-2027.

[123] Huang C X, Yang G, Wang C, etc. Mechanical Behaviors of Ultrafine-Grained 301 Austenitic Stainless Steel Produced by Equal-Channel Angular Pressing[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2010, 42(7): 2061-2071.

[124] Moon D W. Considerations on the present state of Lüders band studies[J]. Materials Science and Engineering, 1971, 8(4): 235-243.

[125] He B B, Hu B, Yen H W, etc. High dislocation density–induced large ductility in deformed and partitioned steels[J]. Science, 2017, 357(6355): 1029-1032.

[126] Zhou P, Liang Z Y, Liu R D, etc. Evolution of dislocations and twins in a strong and ductile nanotwinned steel[J]. Acta Materialia, 2016, 111: 96-107.

[127] Wang C, Zhang J, Zhu C N, etc. Multi slip activation enabled excellent low-temperature strength-ductility synergy in Al-Cu-Li alloy[J]. Vacuum, 2022, 204: 111328.

[128] Jiang J Y, Wang H L, Tong M M, etc. Effect of cryogenic environment on tensile property and microstructure evolution of an Al-Mg-Sc alloy[J]. Materials Characterization, 2023, 195: 112550.

[129] Sun J Y, An X H. Hierarchical heterogeneities engineering towards sustainable high-performing alloys[J]. Materials Today Sustainability, 2024, 25: 100694.

[130] Zhang Y, Ding H. Ultrafine also can be ductile: On the essence of Lüders band elongation in ultrafine-grained medium manganese steel[J]. Materials Science and Engineering: A, 2018, 733: 220-223.

[131] Ma J W, Liu H T, Lu Q, etc. Transformation kinetics of retained austenite in the tensile Lüders strain range in medium Mn steel[J]. Scripta Materialia, 2019, 169: 1-5.

## 攻读硕士学位期间发表的学位论文目录

- [1] Li J S, **Cheng W**, Chen M, Liu T, Zhao Y, Wang M M, Mao Q Z, Sun Y F, Li Y S, Qin Wenbo. Formation mechanism of the eye-shaped nano-twin bundles in cold rolled 316L stainless steel[J]. Vacuum, 2022, 206, 111557.
- [2] Li J S, **Cheng W**, Qin W B, Chen M, Zhao Y, Li Y S, Sun Y F, Mao Q Z. Cryogenic impact property of a high-strength-ductility 304L stainless steel with heterogeneous lamella structure[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 24, 1401-1409.
- [3] Liu T, Li J S, **Cheng W**, Li Z M, Jiang W, Qin W B, Duan Y P, Mao Q Z, Wang Z Y, Mao J J. Formation mechanisms of heterostructures in 304L stainless steel processed by cold rolling and annealing[J]. Vacuum, 2024, 223, 113104.
- [4] Wei K, Li J S, **Cheng W**, Qin W B, Jiang W, Li Z M, Zhao Y, Meng A, Sun X, Mao Q Z. Remarkable cryogenic tensile property of the 304L stainless steel with a lamellar bimodal heterostructure[J], Journal of Materials Science, 2024, 59, 14065-14077.
- [5] 李建生, **成威**, 陈明, 赵禹, 刘桐, 鹿宪珂, 卫勇, 桂凯旋, 王秒, 王刚. 一种铜基金刚石复合板/带材及其制备方法. 申请号: 202211167313.7.

## 致 谢

岁月不居，时节如流。行文至此，我的硕士生涯也即将落幕，从一开始的懵懵懂懂到如今完成这篇毕业论文，这一路充满了探索的艰辛与收获的喜悦。这段旅程不仅是一场求知的修行，更是一幅由师长的教诲、家人的关爱和朋友的陪伴共同勾勒的画卷。在此刻落笔之时，我满怀感激与敬意，向所有支持我、帮助我的人献上最诚挚的谢意。

仰之弥高，钻之弥坚。首先，我要深深感谢我的导师李建生老师。本论文是在导师李老师的悉心指导之下完成的，三年来，李老师渊博的专业知识，严谨的治学态度，精益求精的工作作风，诲人不倦的高尚师德，朴实无华、平易近人的人格魅力对我影响深远。李老师不仅在学业上给我以精心指导，同时还在思想、生活上给我以无微不至的关怀，在此谨向李老师致以诚挚的谢意和崇高的敬意。

萍水相逢，共度时光。此外，本论文的完成也离不开其他各位老师、同学和朋友的关心与帮助，在此也要感谢同课题组的王晓震师兄、刘克张师兄、周健、徐组缘、洪文理、郑王毅以及同学邓文龙、张昊等，在科研过程中给我以许多鼓励和帮助。在实验数据采集和论文讨论的过程中，你们的热心协作和真诚建议是我的行路上的重要助力。正因有你们的陪伴，这段充满挑战的研究生生涯至了一份温暖与力量。

思岁并谢，与友长兮。感谢本科以及研究生期间遇到的学友们，无论是闲暇时的交谈，还是低谷时的安慰，你们的陪伴让我在学术之外感受到生活的美好。正是这些点滴，构成了我人生中不可或缺的亮色。

寸草春晖，无以为报。感谢父母在我求学生涯中一直以来的支持和鼓励，是你们无条件的支持与默默付出，你们始终是我坚实的后盾，你们的理解和支持，是我成长路上不可或缺的指引与动力。这份学位不仅属于我，更属于一直守护和鼓励我的家人，感谢你们陪我走过这段求学的旅程，未来的每一步，我都与你们一同分享。

至此，求学生涯暂告段落，但求知的道路却永无停滞。最后祝愿大家追风赶月莫停留，平芜尽处是春山。