

低碳 Si-Mn 系 DQ&P 钢组织演变模拟研究

李云杰, 康健, 袁国, 王国栋

(东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

摘 要: 以低碳 Si-Mn 钢为研究对象, 采用直接淬火-配分工艺, 研究了不同变形温度和配分时间对组织演变行为的影响. 结果表明, Q&P 钢典型组织由马氏体、铁素体和少量残余奥氏体组成. 其中马氏体呈现板条马氏体、孪晶马氏体等特征. 随着配分时间的延长, 显微组织呈现回火转变趋势. 当变形温度为 950 °C 和 880 °C 时, 残余奥氏体体积分数先增加后减少, 均在配分 150 s 时达到最大值, 分别为 9.1%、10.1%. 当变形温度在 820 °C 时, 由于先共析铁素体的存在易于获得较多的残余奥氏体, 体积分数高达 11.9%, 并且残余奥氏体中平均碳含量相对较低.

关键词: 低碳 Si-Mn 钢; 直接淬火; 变形温度; 配分时间; 残余奥氏体

中图分类号: TG 142

文献标志码: A

文章编号: 1005-3026(2017)01-0036-06

Simulation Study on Microstructure Evolution of Low Carbon Si-Mn Steel During Direct Quenching and Partitioning

LI Yun-jie, KANG Jian, YUAN Guo, WANG Guo-dong

(State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China.

Corresponding author: YUAN Guo, E-mail: yuanguoneu@163.com)

Abstract: Effects of deformation temperature and partitioning time on microstructure evolution of low carbon Si-Mn steel during direct quenching-partitioning process were investigated. The volume fraction of retained austenite and the carbon concentration in retained austenite were quantitatively studied. The results showed that the typical microstructure of Q&P steel consists of a small amount of retained austenite, ferrite and martensite containing lath martensite and twin martensite. With increase of the partitioning time, the microstructure shows a tempered transformation tendency. When deformation temperature is 950 °C and 880 °C, the volume fraction of retained austenite decreases after the first increase and reaches the maximum, 9.1%, 10.1%, respectively at the partitioning time of 150 s. When deformation temperature is 820 °C, the volume fraction of retained austenite increases up to 11.9% because of proeutectoid ferrite. And the carbon concentration in austenite is relatively lower.

Key words: low carbon Si-Mn steel; direct quenching; deformation temperature; partitioning time; retained austenite

近年来,在汽车制造过程中广泛应用的先进高强度钢一直是国内外学者研究的热点. 先进高强度钢经历了以双相(DP)钢^[1]、相变诱发塑性(TRIP)钢^[2]等为代表的第一代、孪生诱发塑性(TWIP)钢^[3]为代表的第二代以及以淬火-配分(Q&P)钢^[4-6]为代表的第三代的发展过程. 这些

高强度钢都着重于通过成分调整、工艺改变来调控组织, 希望获得高强度的同时保持较高的塑性.

Q&P 理念是 2003 年 Speer 教授提出的一种生产高强塑积钢种的工艺. 其工艺过程: 首先, 将部分或完全奥氏体化的实验钢淬火至 M_s (马氏体开始温度) 与 M_f (马氏体结束温度) 之间的某一

收稿日期: 2016-01-18

基金项目: 国家自然科学基金青年基金资助项目(51504063); 辽宁省自然科学基金资助项目(2014020027); 中央高校基本科研业务费专项资金资助项目(N130407001).

作者简介: 李云杰(1991-), 男, 四川宜宾人, 东北大学博士研究生; 袁国(1979-), 男, 山东泰安人, 东北大学教授, 博士生导师; 王国栋(1942-), 男, 辽宁大连人, 东北大学教授, 博士生导师, 中国工程院院士.

温度 t_q (淬火温度), 随后在此温度 (一步法) 或高于此温度 (二步法) t_p (配分温度) 保温一段时间, 最后, 将实验钢淬火至室温, 最终得到马氏体和残余奥氏体 (RA) 的混合组织. Q&P 钢具有优异综合力学性能的原因在于硬相马氏体提供强度和残余奥氏体发生 TRIP 效应提供塑性.

自从 Q&P 理念提出以来, 国内外学者对其进行了大量的研究, 主要关注成分及工艺参数对 Q&P 钢组织性能演变规律的影响, 也有学者将 Q&P 理念用于其他钢种, 如不锈钢^[7] 钢种进行工艺开发. 但是, 目前的研究工艺大多采用无变形、盐浴、离线热处理等方式. 随着以 UFC 为核心的 TMCP 技术的发展, 在线生产已经成为一种趋势. 因此在 Q&P 工艺中引入轧制变形以及进行在线控制冷却显得尤为重要, 即 DQ&P (直接淬火-配分) 工艺. 残余奥氏体的含量、形态、分布等是决定 Q&P 钢性能的关键因素. 目前的研究主要以配分工艺对残余奥氏体的影响为主, 轧制工艺 (变形温度、变形量) 对残余奥氏体的影响研究较少. 本文以低碳硅锰钢为实验材料, 通过热模拟机模拟了 DQ&P 工艺, 研究了其组织演变规律以及变形温度、配分时间对残余奥氏体含量的影响.

1 实验材料及方案

实验用钢在国内某钢厂 150 kg 真空感应熔炼炉中冶炼, 化学成分 (质量分数, %) 为 C 0.21, Si 1.617, Mn 1.63. 本实验在东北大学轧制技术及连轧自动化国家重点实验室 MMS-200 型热模拟实验机上进行, 热模拟试样为钢锭经锻造、热轧、机加工等工序处理后而获得的圆柱试样, 尺寸为 $\phi 8 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$. 利用膨胀仪进行了热膨胀实验, 试样尺寸为 $\phi 3 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$, 测定了实验用钢的热力学参数 A_{cl} , A_{cs} , M_s 以及 M_f 分别为 690, 865, 370, 207 $^{\circ}\text{C}$.

实验工艺: 首先以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 的速率将试样加热至 950 $^{\circ}\text{C}$, 保温 10 min 后, 分别以 5 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 冷却至 950, 880, 820 $^{\circ}\text{C}$ 进行 40% 的压缩变形, 应变速率为 1 s^{-1} , 然后直接淬火至 280 $^{\circ}\text{C}$ 并保温 25 s, 以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 加热至 325 $^{\circ}\text{C}$ 进行不同时间保温, 保温时间分别设定为 15, 45, 150, 500, 1 500 s, 最后直接淬火至室温.

获得的试样经 4% 硝酸酒精侵蚀后, 在 FEI QUANTA 600 扫描电镜 (SEM) 上进行微观组织观察; 透射电镜 (TEM) 试样经机械和双喷减薄后, 利用 TECNAI G²20 透射电镜对试样的微观结

构进行进一步研究; 残余奥氏体含量测定在 X 射线衍射仪 (XRD) 上进行, 采用 Cu 靶, 扫描角度为 40 $^{\circ}$ ~ 120 $^{\circ}$. 在计算残余奥氏体体积分数时, 选择 (200) γ , (220) γ , (311) γ 奥氏体峰和 (200) α , (211) α 的铁素体峰. 残余奥氏体体积分数 φ_{γ} 利用式 (1) 计算获得:

$$\varphi_{\gamma} = \frac{1.4I_{\gamma}}{I_{\alpha} + 1.4I_{\gamma}} \quad (1)$$

式中, I_{α} 与 I_{γ} 分别为铁素体特征峰和奥氏体特征峰的积分强度. 奥氏体碳含量采用式 (2) 计算:

$$w(\text{C}_{\gamma}) = (a_{\gamma} - 3.547) / 0.046 \quad (2)$$

其中: $w(\text{C}_{\gamma})$ 为奥氏体中碳质量分数 (%); a_{γ} 为奥氏体的晶格常数, 用式 (3) 计算 a_{γ} ,

$$a_{\gamma} = \frac{\lambda \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}{2 \sin \theta} \quad (3)$$

其中, λ , ($h k l$) 和 θ 分别为衍射线的波长、奥氏体晶面指数和布拉格角.

2 实验结果与分析

2.1 显微组织表征

由图 1 可知, DQ&P 工艺条件下的典型组织由马氏体和少量铁素体组成. 马氏体以块状分布, 并且呈现不同的取向. 一个马氏体板条束群内, 板条宽度均匀, 趋于平行分布. 铁素体以多边形状分布于原奥氏体晶界. 由于变形后直接淬火, 因此保留了高温硬化奥氏体的状态, 变形畸变能得以储存, 并且产生了很多变形带以及孪晶界. 这将为铁素体提供更多的形核位置, 促进了铁素体的相变过程. 因此在 880 $^{\circ}\text{C}$ (略高于 A_{cs} 温度) 下进行变形, 组织中仍然含有少量的铁素体. 从图中还可以观察到铁素体的分布是不均匀的, 这说明变形后奥氏体晶粒形态大小存在差异, 铁素体存在优先形核的位置.

随着配分时间的延长, 组织呈现明显的回火特征. 马氏体浮凸性减弱, 变得模糊、不明锐, 并且机体上有碳化物析出. 析出碳化物以条状与马氏体板条呈一定角度分布. 当配分时间为 500, 1 500 s 时, 可观察到大量的碳化物, 如图 1d, 1e 箭头所示. 虽然实验钢中加入了一定含量的 Si 元素, 在配分过程中能有效地抑制碳化物的形成, 但是在长时间较高温度保温过程中, 马氏体将会发生分解, 形成由 α 相和与之共格的 ε 亚稳碳化物组成的回火马氏体. 此外, 在组织中还发现少部分未侵蚀出结构的组织, 此结构为二次淬火过程中形成的新鲜马氏体 FM (fresh martensite) (见图

1a). 形成新鲜马氏体的原因是,一次淬火过程中未转变奥氏体的形态大小和碳含量有差异,导致其具有不同的稳定性. 比如在马氏体板条内部以薄膜状为主,而铁素体以及原奥氏体晶界周围以块状为主. 在后续配分过程中,薄膜状的奥氏体由于位于过饱和碳的马氏体板条内,碳原子能更容易从周围马氏体板条内向其迁移,并且处于马氏

体板条的静水压力下,一般能稳定地保留至室温. 而块状奥氏体尺寸更大,由于配分不足或者碳在其内部均匀化后,导致其 M_s 点高于室温,因此在二次淬火过程中将形成新鲜马氏体. 应该指出,由于配分时间的不同,若碳在奥氏体内部分布不均匀,存在浓度梯度,在二次淬火过程中也会形成马奥岛.

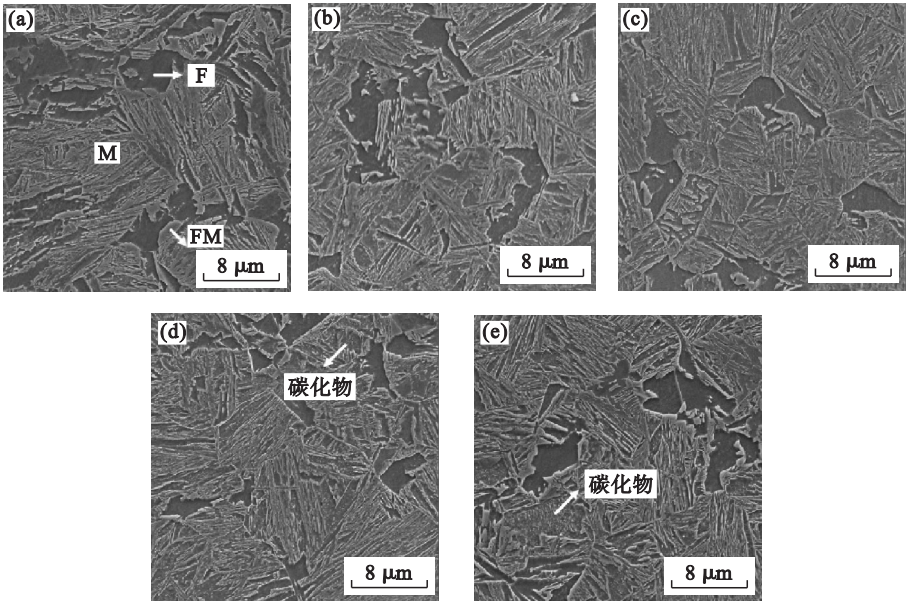


图 1 试样在不同配分时间条件下的 SEM 图像(变形温度 880 °C)

Fig. 1 SEM images of specimens with various partitioning time(deformation temperature 880 °C)

(a)—15 s; (b)—45 s; (c)—150 s; (d)—500 s; (e)—1 500 s .

为了对比不同变形温度条件下组织形貌差异,选择典型试样进行观察,结果如图 2 所示. 变形温度分别是 820, 880, 950 °C, 配分时间均是 150 s. 从图中可以看出 820 °C 变形时,组织中含有大量均匀分布的铁素体;880 °C 变形时,含有少量优先形核长大的铁素体;而当变形温度为 950 °C 时,组织中几乎不含有铁素体. 应该明确,在 Q&P 钢中引入适量的铁素体,由于铁素体的排碳作用,将有助于在室温下获得更多、更稳定的残余奥氏体,以此来进一步提升实验钢的性能. 此外,在高倍扫描电镜下对试样马氏体进行观察,发现马氏体板条束宽度随着变形温度的降低有变细的趋势. 马氏体板条束宽度一般受原始奥氏体晶粒尺寸、碳含量以及淬火温度等因素的影响. 本实验中低温变形马氏体板条束更加细小,可能是由于低温大变形能保留更多的变形带以及在奥氏体中产生更高的位错密度,具体影响原理尚不清楚.

利用透射电镜对 880 °C 压缩变形 40% 经 325 °C 等温配分 150 s 后的试样进行观察,其精细结构如图 3 所示. 图 3a 所示为典型板条马氏体结

构,可以看出一个马氏体板条束群由许多尺寸大致相同的板条在空间位向大致平行排列所组成. 板条束之间以 1° ~ 5° 的小角度晶界分开,马氏体板条束群之间以大角度晶界区分. 除了板条马氏体之外,组织中还发现了少量的孪晶马氏体(图 3b 所示). 孪晶马氏体的形成主要有以下两个原因:一是由于变形以及铁素体的排碳作用导致部分形态不稳定、碳含量相对较高的奥氏体在一次淬火过程中发生相变,形成了片状马氏体;二是部分未转变奥氏体由于配分不足,在二次淬火过程中发生了马氏体相变,其亚结构为孪晶,如图 3b 所示. 此外,在马氏体基体上还发现了少量取向一致呈长条状的析出碳化物,宽约 10 ~ 20 nm,长约 50 ~ 300 nm,其析出方向与马氏体板条束之间存在一定的角度关系. 对铁素体进行观察,发现铁素体内部存在较多可动位错,尤其是在铁素体和马氏体的界面处. 可以预测,这种 Q&P 组织的实验钢,一旦变形,很多的自由位错可以开动,具有较低的屈服强度,其低屈强比的特征能有效地提高钢板成形性能.

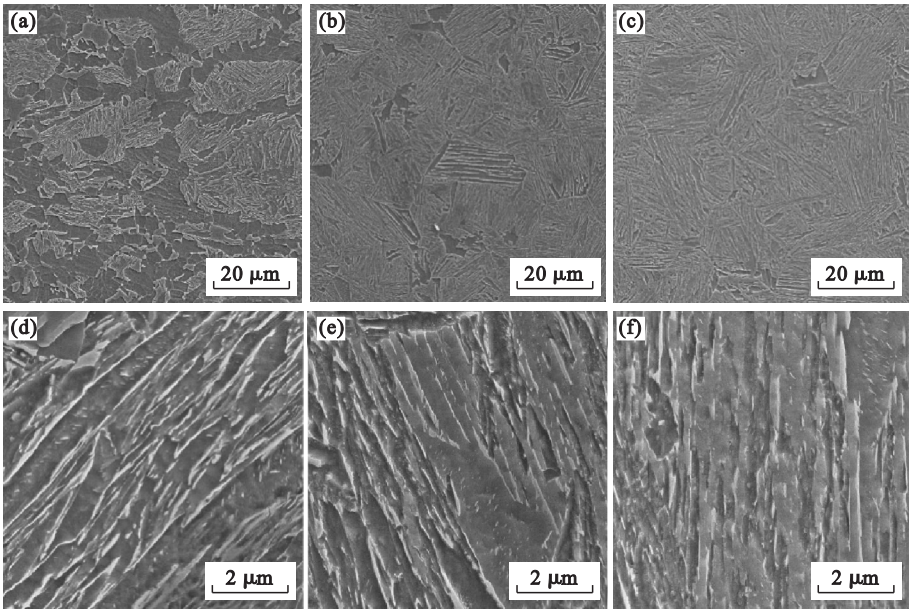


图 2 试样在不同变形温度下的 SEM 图像(配分时间 150 s)
Fig. 2 SEM images of specimens with various deformation temperature(partition time 150 s)
(a),(d)—820 ℃; (b),(e)—880 ℃; (c),(f)—950 ℃

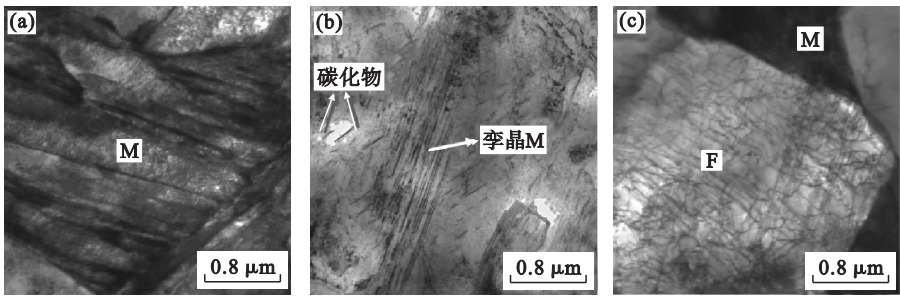


图 3 试样的 TEM 图像(880 ℃,150 s)
Fig. 3 TEM images of specimens(880 ℃,150 s)
(a)—板条马氏体; (b)—李晶马氏体、碳化物; (c)—铁素体 .

2.2 残余奥氏体的观察及定量分析

Q&P 工艺控制的要点在于获得尽可能多的能够充分发挥 TRIP 效应的残余奥氏体。不稳定的残余奥氏体在变形初期发生相变,对强度和塑性的提升贡献不大;过于稳定的残余奥氏体在变形过程中不会发生相变,不能发挥 TRIP 效应的作用。因此对残余奥氏体的形态、分布的观察以及其含量和碳含量的测定是必要的。

在透射电镜下对典型试样进行观察,结果如图 4 所示。在一次淬火过程中,由于奥氏体转变的不完全性,在马氏体板条束之间会存在未转变的残余奥氏体。在 325 ℃等温配分阶段,由于碳原子在 M/γ 界面两边化学势的不等关系,将会从临近的过饱和马氏体板条束内向未转变的残余奥氏体内迁移,其迁移的量受到残余奥氏体形态以及等温时间的影响。但是最终都有相对应的残余奥氏

体稳定保留至室温。如图 4a 箭头所示,在明场像下,残余奥氏体呈现黑色并以薄膜分布于马氏体板条束之间。在暗场像下能更加清晰地看到亮白色的残余奥氏体在一个马氏体板条群之间的分布。由于马氏体转变具有惯习面和一定的位向关系,进行衍射斑标定后,发现残余奥氏体和马氏体呈现 N-W 关系即 $[100]\alpha//[110]\gamma$ 。容易知道,该工艺条件下应该还存在块状的残余奥氏体分布于晶界,特别是铁素体晶界周围。如图 4d,4e 所示,大块残余奥氏体处于铁素体的包围中,表明引入铁素体后,由于其排碳作用使得室温组织继承了铁素体一次碳分配的效果。仔细观察马氏体板条群内部,M/γ 界面是弯折的。一方面原因在于等温配分过程中,组织发生了回火;另一方面是因为 M/γ 界面的不均匀移动。无论如何,这都充分说明了配分过程的复杂性,碳化物的析出、界面的

移动都影响到最终的配分效果,已有的 CCE 模型^[4]并不适用于该情况.

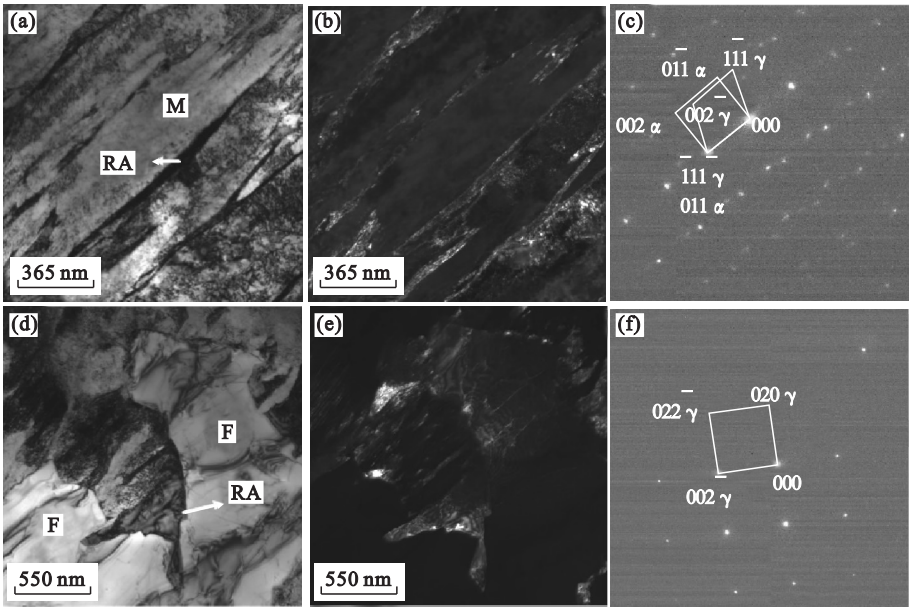


图 4 试样的 TEM 图像(880 ℃,150 s)
Fig. 4 TEM images of specimens
(a),(d)—明场像;(b),(e)—暗场像;(c),(f)—衍射斑.

利用 XRD 对部分试样的残余奥氏体含量以及残余奥氏体内碳含量进行了测定. 结果表明,在不同变形温度条件下,随着配分时间的增加残余奥氏体含量开始均呈现增加的趋势. 变形温度为 950,880 ℃时,试样在 150 s 均达到最大残余奥氏体含量,体积分数分别是 9.1%,10.1%. 在含有少量先共析铁素体的前提下,配分过程进行得很快,在几分钟内便能完成配分过程,即可获得室温条件下最大残余奥氏体的含量. 随着配分时间的进一步增加,未转变奥氏体内的碳元素基本分布均匀,将导致一部分存在浓度梯度的未转变奥氏体由于碳含量低、形态不稳定会发生分解或者二次转变. 此外,随着配分时间的延长,马氏体回火发生分解,析出大量的 ϵ 碳化物(见图 3b),大大减少了用于配分的碳,而且改变了碳元素化学势的界面状态,使得碳在未转变奥氏体、马氏体、碳化物之间重新进行分配,直到碳原子的化学势在三者之间相等. 这就是配分时间足够长时,残余奥氏体含量基本稳定的原因. 当然,配分时间过短,碳原子没有足够的时间进行迁移,也不利于获得更大含量的残余奥氏体. 当变形温度为 820 ℃,残余奥氏体含量的变化规律略有不同. 在选定的几个配分时间下,残余奥氏体含量一直呈现增加的趋势,在 500 s 时达到最大,体积分数为 11.9%. 变形温度为 820 ℃时,组织中存在较多的先共析铁素体. 先共析铁素体在原奥氏体晶界大量形核

长大,将会进行排碳,导致周围奥氏体发生局部富碳,相当于进行了一次碳配分过程. 由于变形后直接淬火,因此奥氏体的局部富碳将会得到保留,结合后续的配分过程,这部分富碳的奥氏体特征得到继承而获得室温下稳定的残余奥氏体. 块状残余奥氏体一般分布于原奥氏体晶界和铁素体晶界. 因此 820 ℃变形条件下,残余奥氏体呈现薄膜状和块状两种形态. 大量形态大小不一的块状奥氏体需要更长的时间来完成碳分配以及均匀化的过程,因此其最佳配分时间更长,残余奥氏体含量也大于另外二者.

对不同变形温度的典型试样进行残余奥氏体平均碳含量计算,结果如图 5b 所示. 随着配分时间的增加,残余奥氏体平均碳质量分数呈现增加的趋势. 这是由于配分过程的不断进行,碳原子不断从过饱和马氏体内向未转变奥氏体内迁移,在奥氏体内分布均匀,二次淬火过程中碳质量分数高的未转变奥氏体才能得到稳定保留. 应该指出,位于界面处块状残余奥氏体由于形态尺寸更大,相较于薄膜状的残余奥氏体需要更大的碳含量才能稳定保留到室温,其平均碳含量应更高,但平均碳含量受到配分程度和残余奥氏体的含量影响. 如图 5 所示,变形温度为 950 ℃时,当配分时间从 150 s 增加到 500 s,残余奥氏体体积分数从 9.1% 减少到 6.0%,而其碳含量则增加较多. 容易观察,变形温度为 950 ℃的试样在长时间配分后残

余奥氏体碳含量更高.这是因为 880 ℃ 和 820 ℃ 变形时,组织中残余奥氏体含量远高于950 ℃ 变形时组织中含有的残余奥氏体,由于实验钢碳含量的限制,残余奥氏体不能达到较高的碳含量.而配分 500 s 时,相较于 880 ℃ 变形,820 ℃ 变形时具有更高的残余奥氏体含量和残余奥氏体平均碳含量,这说明配分过程充分进行时,块状残余奥氏体含有更高的平均碳含量.应该明确,配分时间过

长,无先共析铁素体的实验钢得到的残余奥氏体过于稳定,不能充分地发挥 TRIP 效应.在 950 ℃ 时变形,配分 500 s 时,残余奥氏体平均碳质量分数达到了 1.387%.实验研究发现^[8],碳质量分数超过 1.4% 的残余奥氏体在变形过程中可能不会发生相变.因此长时间的等温配分过程不利于获得能有效发挥 TRIP 效应的残余奥氏体.

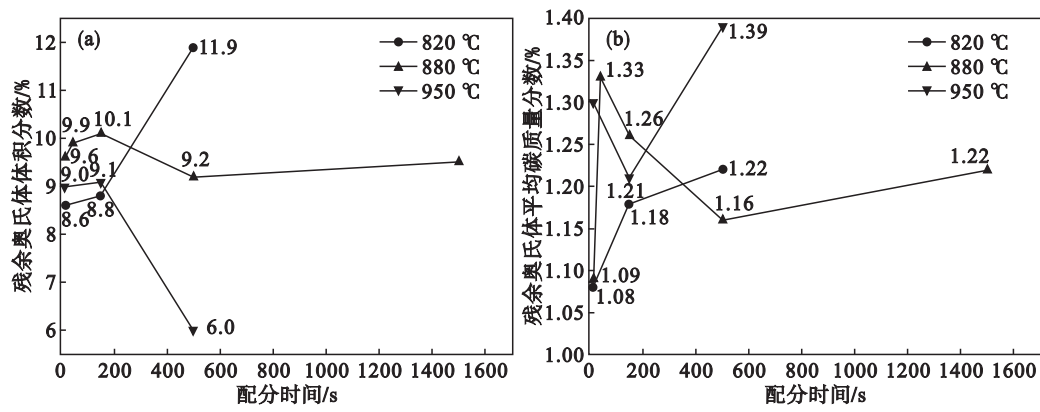


图 5 试样的 XRD 分析结果
Fig. 5 Results of XRD experiments analysis of specimens
(a)—残余奥氏体体积分数变化; (b)—残余奥氏体平均碳质量分数变化.

3 结 论

- 1) DQ&P 工艺模拟结果表明,组织由马氏体、铁素体和残余奥氏体组成. 其中马氏体包括回火马氏体、孪晶马氏体、二次淬火马氏体等形态. 残余奥氏体以薄膜状和块状两种形式存在.
- 2) 随着配分时间的增加,组织呈现回火转变的趋势. 当配分时间长达 500 s 时,组织中有大量的碳化物析出,将导致残余奥氏体的含量减少.
- 3) 变形温度较低时,组织存在较多的先共析铁素体,将有助于得到更多含量的残余奥氏体,其残余奥氏体平均碳含量相对较低.

参考文献:

[1] Lis J, Lis A K, Kolan C. Processing and properties of C-Mn steel with dual-phase microstructure[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2005, 162/163: 350-354.

[2] Chiang J, Boyd J D, Pilkey A K. Effect of microstructure on retained austenite stability and tensile behaviour in an

aluminum-alloyed TRIP steel [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2015, 638: 132-142.

[3] Yen H W, Huang M X, Scott C P, et al. Interactions between deformation-induced defects and carbides in a vanadium-containing TWIP steel[J]. *Scripta Materialia*, 2012, 66(12): 1018-1023.

[4] Speer J G, Matlock D K, De Cooman B C, et al. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation[J]. *Acta Materialia*, 2003, 51(9): 2611-2622.

[5] Clarke A J, Speer J G, Matlock D K, et al. Influence of carbon partitioning kinetics on final austenite fraction during quenching and partitioning[J]. *Scripta Materialia*, 2009, 61: 149-152.

[6] Speer J G, Moor E D, Findley K O, et al. Analysis of microstructure evolution in quenching and partitioning automotive sheet steel [J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2011, 42A: 3591-3601.

[7] Mola J, De Cooman B C. Quenching and partitioning processing of transformable ferritic stainless steels[J]. *Scripta Materialia*, 2011, 65: 834-837.

[8] Tan X D, Xu Y B, Yang X L, et al. Microstructure-properties relationship in a one-step quenched and partitioned steel[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 589: 101-111.