

含 Nb - Ti 低碳微合金钢纳米碳化物析出行为

李小琳, 王昭东

(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: 采用热膨胀仪、显微硬度计和透射电镜研究了等温温度对 Nb - Ti 微合金钢组织性能及析出行为的影响规律。结果表明, 在不同温度下等温淬火均得到铁素体与马氏体的双相组织, 且随着等温温度的降低, 铁素体的体积分数逐渐增大。实验钢中存在两种主要的析出形态, 分别为相间析出和弥散析出, 且随着等温温度的降低, 析出形态逐渐从相间析出向弥散析出转变。通过 HRTEM 确定相间析出碳化物具有 NaCl 型晶体结构, 晶格常数为 0.432 nm, 且与铁素体基体满足 Baker - Nutting (B - N) 关系。铁素体相的维氏硬度随着等温温度的降低而逐渐增大。

关 键 词: 微合金高强度钢; 相间析出; 过饱和析出; 取向关系; 显微硬度

中图分类号: TG 335.58

文献标志码: A

文章编号: 1005-3026(2015)12-1701-05

Precipitation Behaviors of Nanometer-sized Carbides in a Niobium-Titanium Contained Low-Carbon Steel

LI Xiao-lin, WANG Zhao-dong

(State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China.
Corresponding author: WANG Zhao-dong, E-mail: zhaodongwang@263.net)

Abstract: The microstructure, mechanical properties and precipitation behaviors in a low carbon Nb-Ti micro-alloyed steel were investigated using the dilatometer, Vickers-hardness tester and transmission electron microscope. The results showed that the microstructure of the experimental steel treated by an isothermal quenching process under different temperatures all mainly consisted of ferrite and martensite phases. The volume fraction of ferrite phase increased with the decrease of the isothermal temperature. Both of the interphase precipitation and supersaturated precipitation of carbides appeared in the samples treated by the isothermal quenching process. Along with the decrease of isothermal temperature, the precipitation form gradually changed from the interphase precipitation to supersaturated precipitation. Furthermore, the interphase-precipitated carbides had a NaCl-type crystal structure with a lattice parameter of 0.432 nm and obeyed the Baker - Nutting (B - N) orientation relationship with respect to the ferrite matrix which confirmed by HRTEM. The Vickers-hardness of the ferrite increased with the decrease of the isothermal temperature.

Key words: HSLA steel; interphase precipitation; supersaturated precipitation; orientation relationship; micro-hardness

汽车工业的发展方向为轻量化^[1], 发达国家实现轻量化的主要举措是在车身采用大量先进高强度钢 (advanced high strength steel, AHSS), 其中微合金高强度钢 (high strength low alloy (HSLA) steel) 作为 AHSS 的典型代表, 因其具有显著的析出强化效应而被广泛关注^[2-4]。Funakawa 等^[5]以

Ti - Mo 微合金钢为基础成功开发出抗拉强度超过 780 MPa 的高强度汽车用钢, 这类钢的特征在于铁素体基体上分布着大量尺寸约为 3 nm 的碳化物, 对屈服强度的贡献可达 300 MPa。Yen 等^[6]和 Okamoto 等^[7]通过透射电子显微镜 (TEM) 分别在 Ti, Ti - Mo 和 Nb 微合金钢中观察到了规

则排列的相间析出,发现等温温度越低,相间析出面间距和析出粒子尺寸越小,显微硬度越高.目前,研究者对于析出物的晶格结构及其与基体之间的取向关系研究较少.

本工作以 Nb – Ti 微合金钢为研究对象,通过热膨胀实验研究了等温温度对实验钢显微组织和析出行为的影响,利用高分辨透射电子显微镜(HRTEM)对铁素体中析出物形态、晶体结构、晶格常数以及析出物与基体的取向关系进行了细致研究,并结合显微硬度分析不同工艺下铁素体相的微观力学性能.

1 实验材料和实验方法

实验用 Nb – Ti 微合金钢的化学成分如表 1 所示.实验钢采用 150 kg 真空感应炉熔炼并浇注,切去缩孔,锻为 100 mm × 100 mm × 120 mm 的钢坯.将钢坯重新加热至 1 250 ℃,保温 2 h,在轧制技术及连轧自动化国家重点实验室 450 mm 二辊可逆热轧实验轧机上进行 7 道次轧制,最终板厚约为 12 mm.将 12 mm 厚钢板置于 1 250 ℃ 箱式电阻炉中保温 72 h,使碳化物尽可能完全溶解于基体,然后淬火至室温.从处理后的钢板上切取直径 3 mm,长 10 mm 的标准热膨胀试样.

| 表 1 实验钢化学成分(质量分数) | | | | | | | | |
|---|------|------|------|------|-------|-------|---------|----|
| Table 1 The chemical compositions of the test steel(mass fraction) | | | | | | | | |
| C | Si | Mn | Ti | Nb | P | S | N | Fe |
| 0.15 | 0.26 | 0.98 | 0.07 | 0.03 | 0.016 | 0.004 | 0.002 6 | 余量 |

热处理实验在 Formaster – FII 膨胀仪上进行,工艺如图 1 所示.先将试样以 10 ℃/s 的速度加热至 1 250 ℃,保温 3 min 进行奥氏体化,再以 50 ℃/s 的冷却速度超快冷至 680,660,640 和

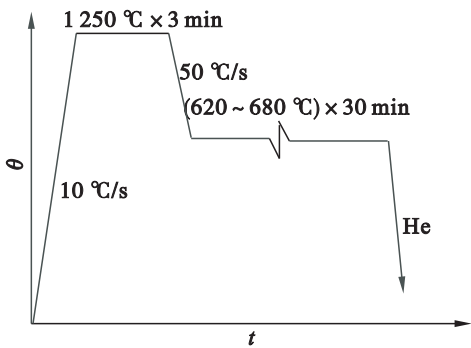


图 1 热处理工艺流程图

Fig. 1 Schematic diagram of the heat treatment

620 ℃,并在以上温度等温 30 min 使之发生铁素体相变,最后采用 He 气淬火至室温.

利用线切割于热电偶下方约 1 mm 处将热膨胀试样切开,经过机械研磨和抛光后采用 4% (体积分数)硝酸酒精溶液腐蚀约 15 s,通过 LEICA DMIRM 光学显微镜(OM)观察其显微组织.采用 HV – 50 Vickers 显微硬度计测定实验钢中铁素体的显微硬度,载荷为 25 g,检测 20 个点取平均值.

为了细致地观察实验钢在不同等温温度下的析出行为,从热膨胀试样上切取厚度约为 300 μm 的圆片,机械减薄至 50 μm,然后采用双喷减薄仪于 9% (体积分数)的高氯酸酒精溶液中进行双喷减薄,双喷电压为 30 ~ 35 V,温度为 – 20 ℃,使用 Tecnai G²F20 场发射 HRTEM 对析出物形态、晶体结构、晶格常数以及析出物与基体的取向关系进行研究.

2 结果与讨论

2.1 金相组织分析

图 2 为实验钢在不同等温温度下的 OM 像.可以看出,实验钢的显微组织均由铁素体与马氏体两相组成,其中白色衬度相为铁素体,是在等温过程中形成的;黑色衬度相为马氏体,是由等温过程中未转变奥氏体在后续的 He 气淬火过程中形成的.可以得出,铁素体的体积分数随着温度的降低逐渐增大.

2.2 析出行为研究

图 3 为实验钢在不同温度下等温所获得的纳米级析出相的 TEM 像.可以看出,铁素体相中存在两种不同的析出形态,分别为相间析出和弥散析出,且随着温度的降低,析出形态逐渐由相间析出向弥散析出转变.对于相间析出,其面间距可以直接测量,对每一种工艺处理下的实验钢分别统计 20 个晶粒的相间析出面间距,然后取平均值,得出在 680,660 和 640 ℃ 等温的相间析出面间距分别为 38,32 和 24 nm.可以得出,随着等温温度的降低,相间析出平面的面间距逐渐减小. Bhadeshia 曾提出描述半共格相界面条件下的最小析出层间距公式^[8]:

$$h_{\min} = \sigma / \Delta G_V^m.$$

(1)

式中,σ 和 ΔG_V^m 分别为界面能和单位体积奥氏体转变为铁素体的相变驱动力.析出层间距与相变驱动力成反比,等温温度较低时,相变驱动力较大,相间析出层间距较小,与 TEM 像相吻合.

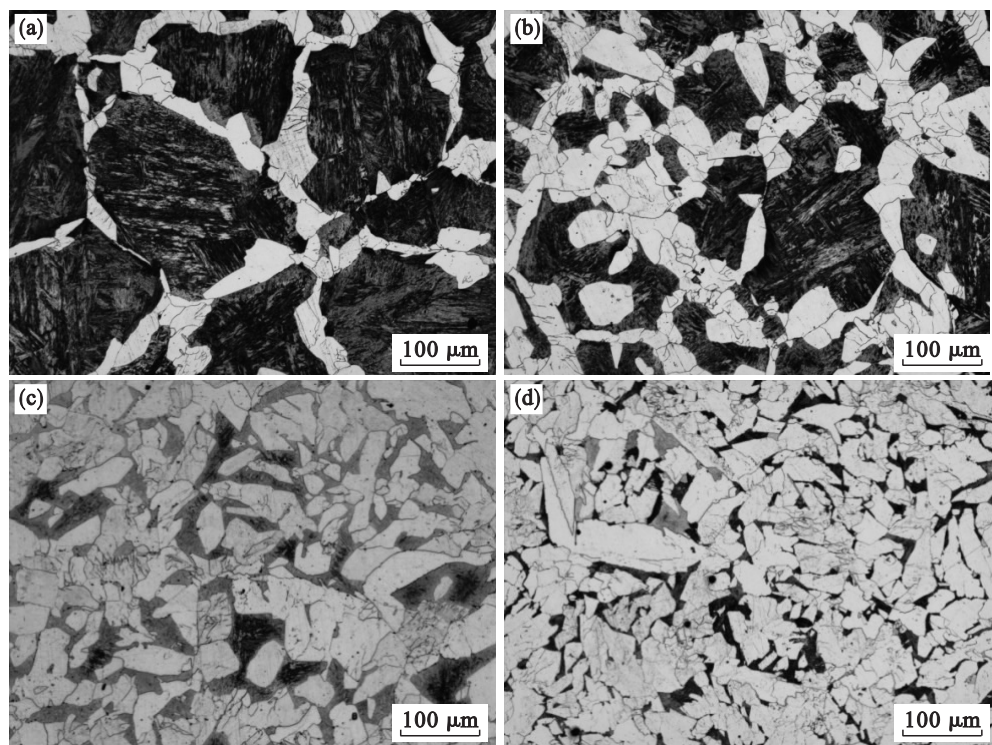


图 2 不同等温温度下实验钢的 OM 像

Fig. 2 OM images of the steel specimens isothermally treated at different temperatures
(a)— 680 °C ; (b)— 660 °C ; (c)— 640 °C ; (d)— 620 °C .

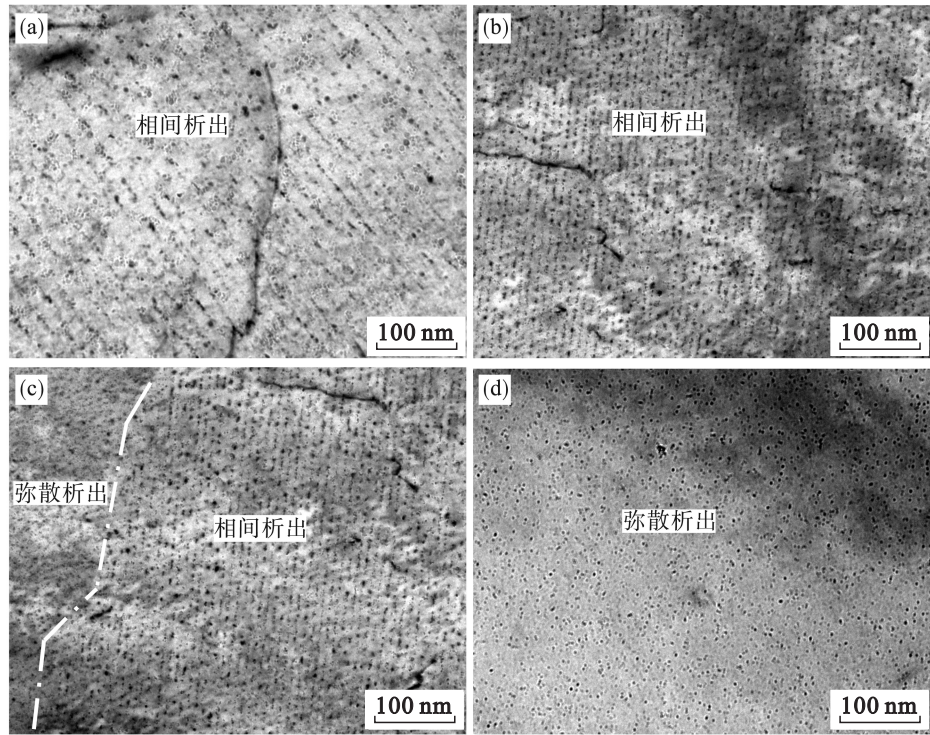


图 3 不同等温温度下所获得的纳米级碳化物的 TEM 像

Fig. 3 TEM images of the nanometer carbides in the steel specimens isothermally treated at different temperatures
(a)— 680 °C ; (b)— 660 °C ; (c)— 640 °C ; (d)— 620 °C .

Honeycombe^[9]曾提出相间析出台阶面的移动速度与等温温度成反比。在较高温度等温,过冷度较小,台阶移动速度较慢,相间析出层间距较大,而随着温度的降低,铁素体转变的驱动力逐渐增

大,台阶移动速度增大,致使析出层间距减小。当温度足够低,台阶的移动速度足够大时,相间析出碳化物没有足够的时间形核和长大,将会使得过多的微合金元素保留在转变后的铁素体基体中。

由于微合金元素在铁素体中的固溶度比在奥氏体中小两个数量级,这些过饱和的微合金元素将在随后等温过程中以碳化物的形式析出,呈弥散分布形态. 因此得出,随着等温温度的降低,析出形态逐渐从相间析出向弥散析出转变.

2.3 取向关系研究

图 4a 为在 660 ℃ 等温所获得的纳米级碳化物的 HRTEM 像. 可以看出,碳化物完全嵌在铁素

体基体中,且两者之间的叠加效应产生了清晰的摩尔条纹,可以通过摩尔条纹准确测量出碳化物的尺寸. 对 680,660,640 和 620 ℃ 下等温得到的析出物进行多次测量取平均值,析出物尺寸分别为 5.6,5.4,5.2 和 4.4 nm. 可以得出,析出粒子尺寸随着等温温度的降低逐渐减小. 碳化物的晶格结构及其与基体之间的取向关系可以通过傅里叶变换来确定. 经分析可知,相间析出碳化物均具有

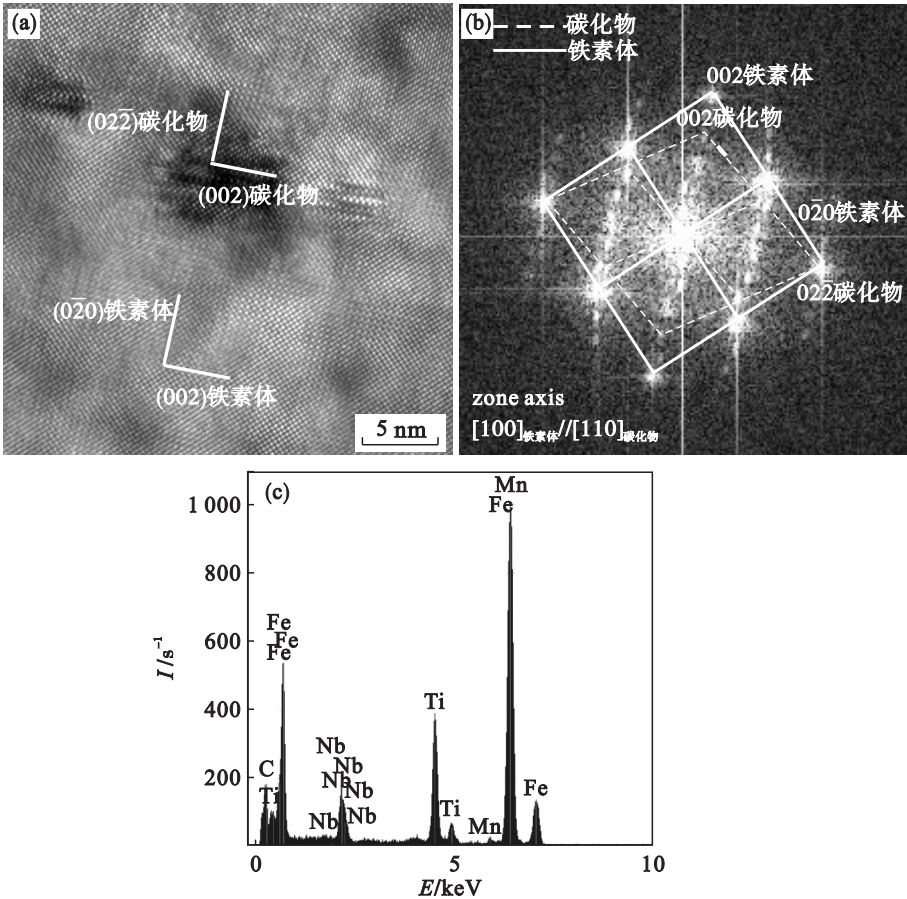


图 4 相间析出碳化物的 HRTEM 像、相应的傅里叶变换和能谱
Fig. 4 HRTEM results of the interphase precipitation carbide
(a)—HRTEM 像; (b)—傅里叶变换; (c)—EDX

NaCl 型晶体结构, 晶格常数为 0.432 nm, 与基体的取向关系符合 Baker - Nutting (B - N) 关系^[6]: $[100]_{\text{ferrite}} // [110]_{\text{carbide}}$, $(001)_{\text{ferrite}} // (001)_{\text{carbide}}$ 和 $(0\bar{1}0)_{\text{ferrite}} // (01\bar{1})_{\text{carbide}}$, 如图 4b 所示. 利用 EDX 分析确定析出相为 Nb - Ti 复合碳化物, 如图 4c 所示.

2.4 显微硬度分析

考虑到马氏体相以及晶界的影响, 进行显微硬度测量时, 通常选择尺寸较大的铁素体晶粒中心进行测量^[10]. 图 5 为铁素体相显微硬度随等温温度的变化曲线. 可以看出, 随着等温温度的降低, 铁素体的显微硬度由 HV 208 增加至 HV 272, 显微硬度的增加主要源于沉淀强化.

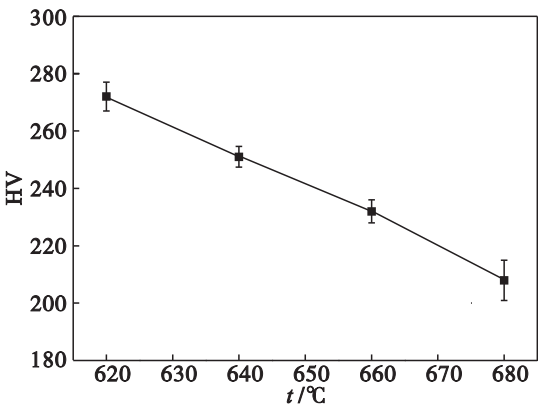


图 5 不同等温温度下铁素体相的显微硬度
Fig. 5 Micro-hardness of ferrite at different isothermal temperatures

3 结 论

- 1) 在不同温度下等温淬火均得到铁素体与马氏体的混合组织,且随着等温温度的降低,铁素体的体积分数逐渐增大.
- 2) 实验钢经等温淬火工艺处理后可以观察到两种不同的析出形态,分别为相间析出和弥散析出. 随着等温温度的降低,析出形态逐渐由相间析出向弥散析出转变,且相间析出面间距及析出物尺寸均逐渐减小.
- 3) 经 HRTEM 确定相间析出纳米碳化物具有 NaCl 型晶体结构,晶格常数为 0.432 nm,与铁素体基体符合 B – N 关系,经 EDX 分析确定析出相为 Nb – Ti 复合碳化物.

参考文献：

[1] Kimberley W. Lighter weight leads to fuel savings [J]. *Automotive Engineer*,2004 ,29(9) :30 – 31.

[2] Manohar P A, Chandra T, Killmore C R. Continuous cooling transformation behavior of microalloyed steels containing Ti,Nb, Mn and Mo[J]. *ISIJ International*,1996 ,36 :1486 – 1493.

[3] Ghosh P, Ghosh C, Ray R K. Thermodynamics of precipitation and textural development in batch-annealed interstitial-free high-strength steels [J]. *Acta Materialia*, 2010 ,58 :3842 – 3850.

[4] Speer J G, Michael J R, Hansen S S. Carbonitride precipitation in niobium/vanadium micro-alloyed steels[J]. *Metallurgical Transactions A*, 1987 ,18(2) :211 – 222.

[5] Funakawa Y, Shiozaki T, Tomita T, et al. Development of high strength hot-rolled sheet steel consisting of ferrite and nanometer-sized carbides [J]. *ISIJ International*, 2004 , 44 : 1945 – 1951.

[6] Yen H W, Chen P Y, Huang C Y, et al. Interphase precipitation of nanometer-sized carbides in a titanium-molybdenum-bearing low-carbon steel [J]. *Acta Materialia*, 2011 ,59 :6264 – 6274.

[7] Okamoto R, Borgenstam A, Agren J. Interphase precipitation in niobium-microalloyed steels [J]. *Acta Materialia*, 2010 , 58 :4783 – 4790.

[8] Bhadeshia H. Diffusional transformations; a theory for the formation of superledges [J]. *Physica Status Solid A—Applied Research*,1982 ,69(2) :745 – 750.

[9] Honeycombe R W K. Transformation from austenite in alloy steels[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*,1976 , 7 :915 – 935.

[10] Campos S S, Morales E V, Kestenbach H J. Detection of interphase precipitation in micro-alloyed steels by micro-hardness measurements [J]. *Materials Characterization*, 2004 ,52 :379 – 384.