

一种 Mn-Al 系 TRIP 钢的临界区 奥氏体稳定化研究

胡智评, 许云波, 谭小东

(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: 利用实验室 MMS-200 热模拟试验机对 Fe-0.2C-7Mn-3Al 钢的临界区奥氏体稳定化行为进行研究. 通过 SEM, EPMA, TEM 和 XRD 等手段观察并分析了实验钢的微观组织演变以及 C 和 Mn 元素的配分过程. 实验结果表明, 不同的临界区退火温度下, 实验钢中均存在 25% ~ 30% 左右的粗大压扁状 δ 铁素体. 随着退火温度的升高, 微观组织中残余奥氏体的含量先增加后减小, 体积分数为 10.2% ~ 32.5%, 残余奥氏体与临界区铁素体呈板条状相间分布, 板条宽度约 200 ~ 300 nm. 最佳的临界区退火温度为 750 °C. C, Mn, Al 元素的协同作用促进了临界区奥氏体的稳定化, 使得实验钢能够在较短的时间内完成有效的配分.

关键词: Mn-Al 系 TRIP 钢; 奥氏体稳定化; 奥氏体逆相变; 组织演变; 残余奥氏体

中图分类号: TG 113.12 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-3026(2016)02-0179-05

Intercritical Austenite Stabilization of a Mn-Al TRIP Steel

HU Zhi-ping, XU Yun-bo, TAN Xiao-dong

(State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China.
Corresponding author: XU Yun-bo, E-mail: yunbo_xu@126.com)

Abstract: The intercritical austenite stabilization of Fe-0.2C-7Mn-3Al steel was investigated by MMS-200 thermo-mechanical test machine in the lab. The microstructure evolution and the partitioning process of C, Mn were characterized and analyzed by using SEM, EPMA, TEM and XRD. The results show that there are always 25% - 30% bulky flattened ferrite at different intercritical annealing temperatures. As the intercritical annealing temperature increases, the retained austenite content in the microstructure increases first and then decreases, with the volume fraction being 10.2% - 32.5%. The retained austenite and the intercritical ferrite are located with the lath shape, and the lath width is 200 - 300 nm. The optimized annealing temperature is 750 °C. The synergistic effect of C, Mn and Al promotes the austenite stabilization during intercritical annealing, which causes the partitioning process with less time of the tested steel.

Key words: Mn-Al TRIP steel; austenite stabilization; austenite reverse transformation; microstructure evolution; retained austenite

近年来,中锰钢($w_{Mn} = 3\% \sim 10\%$)作为典型的第三代 AHSS 用钢被广泛研究. 中锰钢依靠临界区奥氏体逆转变得到临界区铁素体及残余奥氏体组织,依靠残余奥氏体的 TRIP (transformation induced plasticity) 效应有效地提高汽车用钢的强度及延展性,强塑积可达到 30GPa% 左右^[1-5]. 在

Mn-TRIP 钢的基础上,从开发低密度汽车钢的角度,De Cooman 等提出了 Mn-Al 系 TRIP 钢的概念,其中 Al 元素的加入对有效抑制铁素体中碳化物的形成、扩大临界区温度范围、提供多选择的工艺窗口,以及促进临界区铁素体的生成具有积极的作用^[6-7]. 根据诸多研究奥氏体稳定化的文

收稿日期: 2014-12-03

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51174059, 51404155, U1260204); 国家重点基础研究发展计划项目(2011CB606306); 中央高校基本科研业务费专项资金资助项目(N130407003); 新世纪优秀人才支持计划项目(NCET-13-0111); 辽宁省高等学校优秀人才支持计划项目(LR2014007).

作者简介: 胡智评(1989-),男,辽宁鞍山人,东北大学博士研究生;许云波(1976-),男,山西孟县人,东北大学教授,博士生导师.

献,影响奥氏体稳定性的因素主要有 4 个^[8-9]:

①晶粒尺寸,较小奥氏体晶粒尺寸可以降低 M_s 点,增加室温下亚稳状态的残余奥氏体含量;②形貌特征,板条状的残余奥氏体相对再结晶后的等轴晶更有利于稳定元素的富集;③化学成分,C 和 Mn 元素在奥氏体中的含量直接影响奥氏体的化学稳定性,进而影响室温下残余奥氏体的含量;④机械稳定性,奥氏体中适当的位错含量有利于抑制马氏体相变.无论在 Mn-TRIP 钢还是 Mn-Al 系 TRIP 钢中,残余奥氏体的获得都依靠临界区退火过程中的奥氏体逆转变行为及临界区 C, Mn 原子的富集,所以有效地调控奥氏体稳定化过程,是保证室温下残余奥氏体含量及稳定性的关键.然而在 Mn-Al 系 TRIP 钢中,当 Al 元素达到一定量后,完全奥氏体化变得比较困难,钢中出现一定量的 δ 铁素体.铸态组织中粗大 δ 铁素体本身会造成 C, Mn 元素的不均匀化,即对原始组织形成一次元素配分;在随后的热轧过程中,位错在热变形条件下发生动态回复,位错攀移形成部分亚晶,间接促进了 Mn 元素的扩散,有利于奥氏体的稳定.关于含 δ 铁素体 Mn-Al 系 TRIP 钢的研究报道很少,本文以 Fe-0.2C-7Mn-3Al 为实验钢,通过模拟不同临界区退火温度下组织的演变行为,分析奥氏体稳定化过程中 C, Mn 元素的配分行为,确定使奥氏体稳定的最佳退火温度,重点分析 δ 铁素体及临界区铁素体对奥氏体稳定化的影响.

1 实验材料及方法

实验钢成分(质量分数,%)为:C 0.18, Si 0.48, Mn 6.4, Al 2.8, V 0.1. 加入 Mn 元素能提高实验钢的淬透性,在室温条件下得到马氏体组织,促进临界区退火过程中奥氏体逆转变.加入质量分数为 2.8% 的 Al 首先能在退火过程中抑制碳化物的形成,促进 C 向奥氏体中扩散,其次促进了 δ 铁素体的形成,并且在退火过程中促进 Mn 元素由铁素体向奥氏体中扩散,有利于稳定更多含量的残余奥氏体.实验钢由 150 kg 真空电磁感应炉冶炼浇铸成钢锭,再锻造成 60 mm × 60 mm 截面的锻坯.利用实验室 $\phi 450$ mm 二辊可逆热轧实验机轧制成 10 mm 厚的钢板.

奥氏体稳定化研究:将实验钢加工成 $\phi 8$ mm × 15 mm 的圆柱形压缩试样,在 MMS-200 热模拟试验机上进行临界区退火实验.以 10 °C/s 的速度升温至临界区退火温度,等温

5 min,使实验钢中组织均匀后断电冷却至室温;等温温度设定为:600, 650, 700, 750, 800, 850 °C,随后空冷至室温.

在热模拟试样中部靠近热电阻焊接点处用线切割机制取 SEM 和 XRD 试样,SEM 试样经过磨制、机械抛光后采用 4% 的硝酸酒精溶液腐蚀,然后在 JEOL JXA-8530F 型场发射电子探针下观察组织形貌及元素面扫图像.XRD 试样经磨制、电解抛光,在 D/max240 型 X 射线衍射仪上对不同退火温度下所得实验钢进行 XRD 分析(电压:56 kV;电流:182 mA;射线类型:CuK α 射线, $\lambda = 0.154\ 056$ nm;扫描步长:4°/min;2 θ 角扫描范围:40°~120°).利用 X 射线衍射法进一步测定实验钢中残余奥氏体含量,通常可用式(1)计算^[10].

$$V_{\gamma} = 1.4I_{\gamma}/(I_{\alpha} + 1.4I_{\gamma}). \quad (1)$$

式中 I_{γ} 和 I_{α} 分别为残余奥氏体与铁素体的积分强度.

2 实验结果及讨论

临界区不同退火温度的组织形貌如图 1 所示.600~650 °C 时组织为 δ 铁素体、M/A 岛、临界区铁素体,以及少量碳化物. δ 铁素体呈压扁状,宽度 3~5 μ m,长度方向平行于轧向,遍布整个视场.马氏体在临界区退火后 C 原子优先扩散至奥氏体中,基体在回复过程中位错发生滑移、攀移,剩余的铁素体继承原马氏体的板条形貌保存下来形成临界区铁素体,同时奥氏体在形核长大过程中会有部分铁素体从奥氏体中析出长大.这部分新生成的铁素体亦称为临界区铁素体,临界区铁素体分布于原马氏体板条之间,尺寸在 200~300 nm.由于退火温度太低,发生逆转变的奥氏体体积分数有限,碳化物未能充分溶解.如图 2 Thermo-Calc 计算结果所示,通过计算所得的碳化物回溶温度为 662 °C,但实际回溶温度为 702 °C,这是由于碳化物的形成占用了部分 C 原子,影响了临界区奥氏体中 C 原子的含量,进而影响残余奥氏体含量^[11-16].奥氏体均匀形核与温度之间的关系可用式(2)表示:

$$N = C' e^{-\frac{Q}{RT}} \times e^{-\frac{W}{kT}}. \quad (2)$$

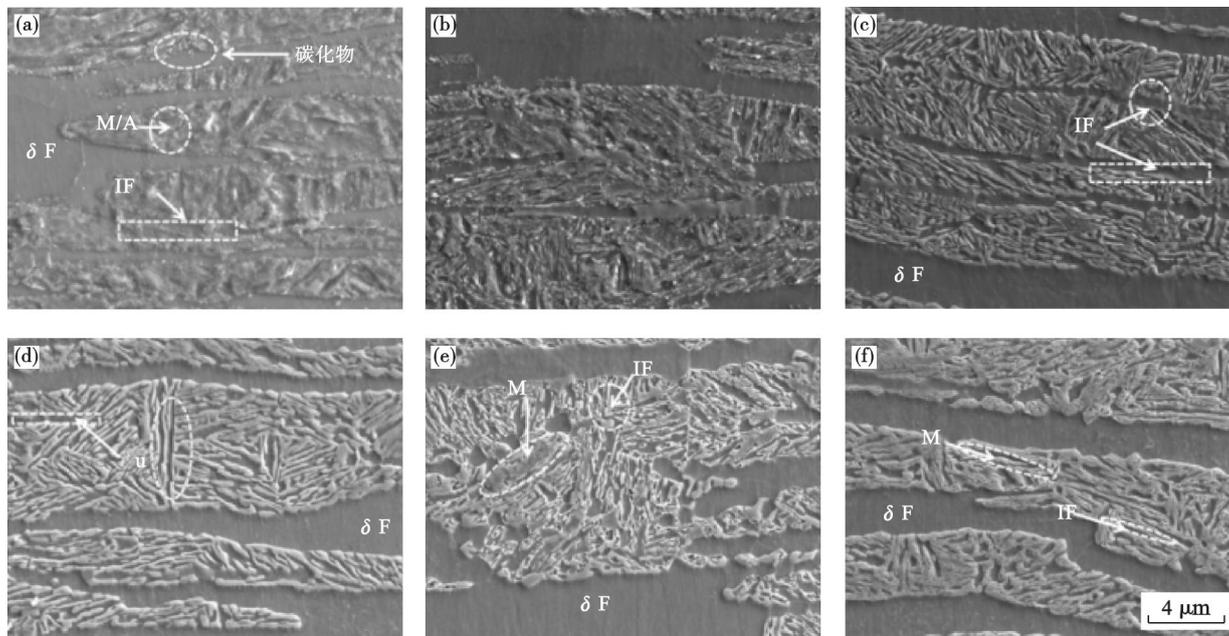
式中: C' 为常数; Q 为扩散激活能; T 为绝对温度; K 为玻耳兹曼常数; W 为形核功.

由式(2)可知,随着温度升高,相变驱动力增大,形核功 W 减小,因此奥氏体形核率增大;同时奥氏体温度升高,C 元素的扩散系数增大,扩散速度加快,促进奥氏体形核.在本组实验中,温度

较低(650 ~ 700 °C)时,C 元素的扩散系数较低,扩散激活能较低,不能固溶于奥氏体中,而以碳化物的形式存在,抑制了奥氏体的形核长大;而随着温度不断升高,C 元素扩散加快,逐渐固溶回奥氏体中,原先形成的碳化物消失。

随着临界区退火温度升高到 700 ~ 750 °C,粗大 δ 铁素体的带状组织位错密度低,仅发生动态

回复,不能进行完全的再结晶,δ 铁素体含量基本不变;临界区铁素体的含量虽然有所减少,但是由于高温下主要的奥氏体稳定元素 C, Mn 配分完全,因此奥氏体含量明显增加, M/A 组织含量逐渐减少,观察图 1c 可知,待温度升至 700 °C 时碳化物基本回溶. 待升温到 800 ~ 850 °C,残余奥氏体含量下降, M/A 组织含量增加。



图中 δF 和 IF 分别表示 δ 铁素体和临界区铁素体

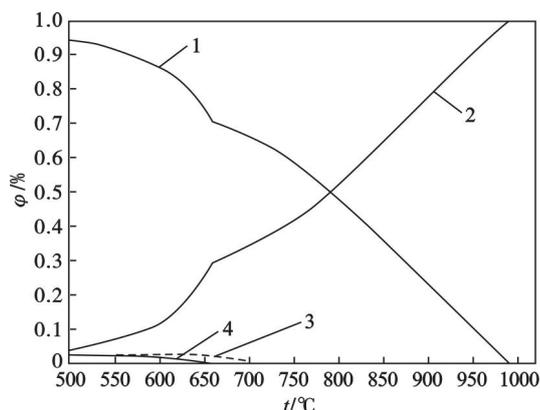
图 1 不同退火温度下的临界区组织形貌

Fig. 1 Microstructure and morphology at different intercritical annealing temperatures

(a)—600 °C; (b)—650 °C; (c)—700 °C; (d)—750 °C; (e)—800 °C; (f)—850 °C.

结合热力学分析图 2 示出的计算结果可知, 600 °C 时总铁素体的体积分数为 85% 以上, 奥氏体体积分数不到 15%, 此时 C 主要以碳化物的形式存在, 少部分配分且富集至奥氏体的晶界或晶粒内部; Mn 在此温度下扩散系数很小, 基本没有向奥氏体中的富集. 此条件下临界区的奥氏体中 C, Mn 元素含量较低, 稳定至室温后残余奥氏体含量不足. 随着温度升高至 700 °C 以上, 铁素体与奥氏体的比例发生变化, 奥氏体比例增加, 碳化物逐渐回溶至基体中并扩散至奥氏体中; Mn 元素的扩散系数也随温度升高而变大, 逐渐向奥氏体中扩散, 此时基体中奥氏体体积分数已经达到 40% 以上. 临界区退火过程中, C 和 Mn 元素在奥氏体中的富集提高了奥氏体的化学稳定性, 冷却至室温后仅有少量不稳定的奥氏体相变为新鲜铁素体或马氏体组织. 当温度在 800 °C 以上时, 典型的马氏体板条或 M/A 组织明显增加, 这是由于在临界区等温温度过高情况下奥氏体的含量居多, 铁素体中 C 和 Mn 元素不断向奥氏体中富集,

但总奥氏体含量较高的情况下单位奥氏体中 C 和 Mn 元素的平均含量下降, 降低了临界区奥氏体的稳定性.



1—铁素体; 2—奥氏体; 3—渗碳体(实测回溶温度 702 °C); 4—渗碳体(计算回溶温度 662 °C).

图 2 不同退火温度下临界区各相体积分数

Fig. 2 Volume fractions of phases at different intercritical annealing temperatures

如图 3 所示,600 °C 时的 XRD 分析结果表明,临界区退火温度过低时,由式(1)计算得到的残余奥氏体含量较低,说明临界区退火过程中奥氏体逆转变进行不充分,Mn 元素的配分因温度过低受到阻碍,C 元素由铁素体配分至奥氏体,使部分奥氏体得以稳定且保留至室温.经测定,此时残余奥氏体体积分数为 15.3%.随着临界区退火温度升高,奥氏体化程度逐渐加深,Mn 元素逐渐由铁素体向奥氏体中扩散,逐渐提高了奥氏体的稳定性,待退火温度升至 750 °C 时,经 XRD 测定,残余奥氏体体积分数为 32.5%.随着临界区退火温度持续升高,临界区奥氏体的含量逐渐增加,但是单位奥氏体内平均 C,Mn 含量下降,致使部分不稳定的奥氏体在冷却时再次相变成马氏体,测定残余奥氏体体积分数为 10.2%.

图 4 为 750 °C 退火试样中 EPMA 的面扫图像,此时 C,Mn,Al 元素富集区域与贫瘠区域形成了较大的浓度差,这是临界区退火过程中元素配分及稳定化的结果.C 原子本身为间隙原子,在 750 °C 临界区退火条件下快速配分至奥氏体中并稳定下来,面扫图像中 C 原子在残余奥氏体与临界区铁素体的相界面上已经形成较大浓度梯度.Mn 原子优先从位错密度高、板条宽度小的临界

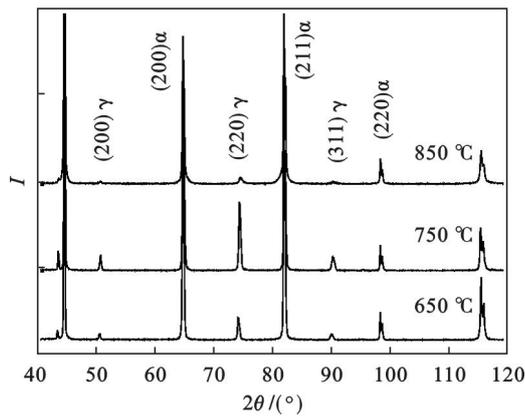


图 3 不同温度下所得实验钢的 X 射线衍射图
Fig. 3 XRD patterns of the tested specimens with different temperatures

区铁素体向周围奥氏体板条扩散;而在粗大的 δ 铁素体中 Mn 原子所需配分时间较长,配分过程可能主要在试样制备之前钢板的加热和热轧过程中进行,这可以称为 Mn 原子的第一次配分.Al 原子主要集中在 δ 铁素体基体及临界区铁素体中,δ 铁素体本身存在于原始组织中,在很大程度上促进了奥氏体中 Mn 原子的第一次富集.在优化的临界区退火温度下,C,Mn,Al 原子的协同作用促进了奥氏体的形成与稳定.

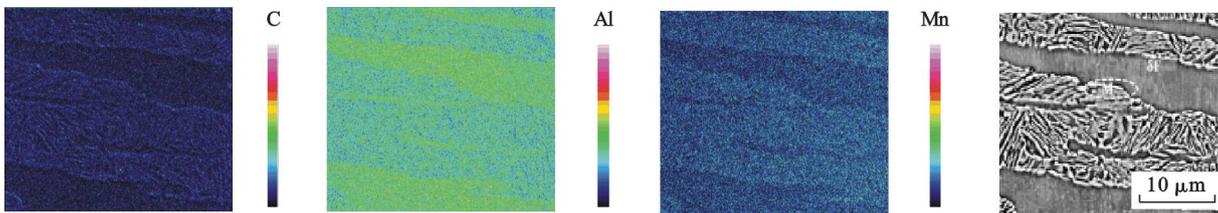


图 4 750 °C EPMA 元素面扫图像
Fig. 4 Microstructure and morphology of line scanning of EPMA at 750 °C

图 5a 示出了 750 °C 时临界区退火 TEM 组织,其中残余奥氏体与临界区铁素体呈板条状相间排布,残余奥氏体板条宽度在 200 nm 左右,临界区铁素体板条宽度在 300 nm 左右,同时部分不

稳定奥氏体相变成高密度位错的马氏体;图 5b 中 δ 铁素体板条宽度在 1.3 μm 左右,板条内有部分位错存在.δ 铁素体可能在试样制备之前的高温热处理过程中完成了 Mn 元素的第一次配分,而在本实验的临界区退火过程中完成了 C 和 Mn 原子的第二次配分.与第一次配分相比,第二次配分对奥氏体稳定化起决定性作用.

3 结 论

1) 600 ~ 650 °C 退火温度下奥氏体逆转变程度有限,组织以 δ 铁素体和马氏体为主,残余奥氏体质量分数为 15.3%;700 ~ 750 °C 温度下,马氏体完成向奥氏体的逆转变,组织为 δ 铁素体、残余

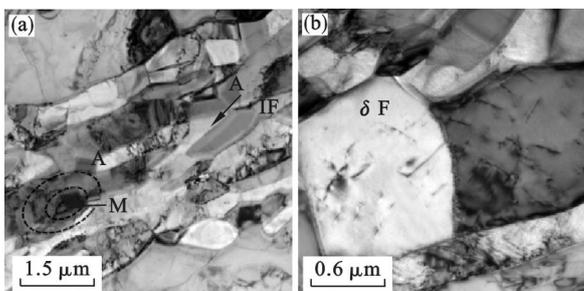


图 5 750 °C 临界区退火 TEM 形貌
Fig. 5 TEM images of intercritical annealing at 750 °C
(a)—奥氏体形貌;(b)—粗大铁素体形貌.

奥氏体及临界区铁素体,残余奥氏体体积分数达到 30% 以上;800 ~ 850 °C 退火,残余奥氏体含量大幅下降,马氏体含量增加,组织以 δ 铁素体、马氏体及临界区铁素体为主。

2) 不同的临界区退火温度下,实验钢中均存在质量分数为 25% ~ 30% 左右的粗大压扁状 δ 铁素体。临界区铁素体主要由马氏体退火后的铁素体及奥氏体冷却过程中相变形成的铁素体组成,分布于原马氏体板条之间,尺寸在 200 ~ 300 nm。残余奥氏体与临界区铁素体呈板条状相间排布,板条宽度在 200 nm 左右。

3) Al 原子的添加,C 原子快速、完善的配分及临界区铁素体生成过程中 Mn 原子的有效配分,大大促进了临界区奥氏体的稳定化,使实验钢在较短的时间内获得足够含量的残余奥氏体。

参考文献:

- [1] Lee S, Lee S J, De Cooman B C. Austenite stability of ultrafine grained transformation-induced plasticity steel with Mn partitioning [J]. *Scripta Materialia*, 2011, 65 (3) : 225 - 228.
- [2] Gibbs P J, De Cooman B C, Brown D W, et al. Strain partitioning in ultra-fine grained medium-manganese transformation induced plasticity steel [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 609 (15) : 323 - 333.
- [3] Sohn S S, Lee S, Lee B J, et al. Effect of annealing temperature on microstructural modification and tensile properties in 0.35 C-3.5 Mn-5.8 Al lightweight steel [J]. *Acta Materialia*, 2013, 61 (13) : 5050 - 5066.
- [4] Park S J, Hwang B, Lee K H, et al. Microstructure and tensile behavior of duplex low-density steel containing 5 mass% aluminum [J]. *Scripta Materialia*, 2013, 68 (6) : 365 - 369.
- [5] Lee S, Lee S J, De Cooman B C. Reply to comments on “ austenite stability of ultrafine-grained transformation-induced plasticity steel with Mn partitioning ” [J]. *Scripta Materialia*, 2012, 66 (10) : 832 - 833.
- [6] Speer J, Matlock D K, De Cooman B C, et al. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation [J]. *Acta Materialia*, 2003, 51 (9) : 2611 - 2622.
- [7] De Cooman B C. Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite [J]. *Current Opinion in Solid State and Materials Science*, 2004, 8 (3/4) : 285 - 303.
- [8] Yoo J D, Park K T. Microband-induced plasticity in a high Mn-Al-C light steel [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2008, 496 (1/2) : 417 - 424.
- [9] Remy L, Pineau A. Twinning and strain-induced F. C. C. \rightarrow H. C. P. transformation in the Fe-Mn-Cr-C system [J]. *Materials Science and Engineering*, 1977, 28 (1) : 99 - 107.
- [10] Xu Y B, Tan X D, Yang X L, et al. Microstructure evolution and mechanical properties of a hot-rolled directly quenched and partitioned steel containing proeutectoid ferrite [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 607 : 460 - 475.
- [11] Lee S, De Cooman B C. On the selection of the optimal intercritical annealing temperature for medium Mn TRIP steel [J]. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 2013, 44 (11) : 5018 - 5024.
- [12] Zhang R, Cao W Q, Peng Z J, et al. Intercritical rolling induced ultrafine microstructure and excellent mechanical properties of the medium-Mn steel [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 583 : 84 - 88.
- [13] Yi H L, Lee K Y, Bhadeshia H K. Mechanical stabilisation of retained austenite in δ -TRIP steel [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528 (18) : 5900 - 5903.
- [14] Cai Z H, Ding H, Misra R D K H, et al. Unique impact of ferrite in influencing austenite stability and deformation behavior in a hot-rolled Fe-Mn-Al-C steel [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2014, 595 : 86 - 91.
- [15] Cao W Q, Wang C, Shi J, et al. Microstructure and mechanical properties of Fe-0.2C-5Mn steel processed by ART-annealing [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528 (22/23) : 6661 - 6666.
- [16] Santofimia M J, Zhao L, Petrov R, et al. Microstructural development during the quenching and partitioning process in a newly designed low-carbon steel [J]. *Acta Materialia*, 2011, 59 (15) : 6059 - 6068.