

文章编号 1004-924X(2013)08-1995-05

弛豫过程中的纳米析出及贝氏体组织的细化

苑少强^{1,2*}, 张晓娟², 郝斌², 张济山¹

(1. 新金属材料国家重点实验室, 北京 100083; 2. 唐山学院 机电工程系, 河北 唐山 063000)

摘要:合金钢变形过程中奥氏体区域内的位错演变为与析出行为有着密切的关系。为了验证贝氏体细化结构与室温模拟的 Fe-40Ni 合金纳米级析出相钉扎位错网络结构的关联, 本文采用热模拟、金相显微技术和透射电镜(TEM)显微术研究了低碳微合金钢变形后 850℃弛豫过程中的析出行为及其对随后冷却过程中形成的贝氏体组织的影响。结果表明, 实验用钢的微观组织结构(超细晶贝氏体及马氏体的混合物)在弛豫过程中可以得到有效细化, 变形后在 850℃弛豫 60~200 s 可以得到最佳的组织细化结果。同时, 应变诱导析出的小于 10 nm 的析出相可以有效地钉扎住位错。实验结果与 Fe-40Ni 合金模拟结果一致。

关键词: Fe-40Ni 合金; 纳米级析出相; 弛豫过程; 组织细化; 贝氏体

中图分类号: TG142.33; TG113.25 **文献标识码:** A **doi:** 10.3788/OPE.20132108.1995

Nano-size precipitation during relaxation and refinement of bainite

YUAN Shao-qiang^{1,2}, ZHANG Xiao-juan², HAO Bin², ZHANG Ji-shan¹

(1. State Key Lab of Advanced Metal Materials, Beijing 100083, China;

2. Department of Electromechanical Engineering, Tangshan College, Tangshan 063000, China)

* Corresponding author, E-mail: shaoqiangyuan@163.com

Abstract: The evolution of dislocations in an austenitic region has a close relationship with the processing of precipitation during the alloy steel deformation. To verify the relevance of the refining structure of bainite and the pinning dislocation networks of nano-size precipitation for Fe-40Ni alloy, the thermo-simulation test, metallographic analysis, quantitative measurement and Transmission Electron Microscope (TEM) technique were used to study the precipitation of deformed low carbon microalloyed steel in a relaxation processing at 850 °C and its influence on bainite formed during subsequent cooling. The experimental results demonstrate that the microstructures (mixed ultra-fine bainite and martensite) of the tested steel have been refined effectively during relaxation processing and it shows that the optimum refinement can be obtained by 60—200 s relaxation after being deformed. Meanwhile, the dislocations can be pinned by the strain-induced precipitation whose sizes are less than 10 nm. The experimental results obtained from the tested steel are in a good agreement with that of the Fe-40Ni alloy simulations.

Key words: Fe-40Ni alloy; nano-size precipitation; relaxation; structure refinement; bainite

收稿日期: 2013-01-19; 修订日期: 2013-03-21.

基金项目: 新金属材料国家重点实验室开放基金资助项目(No. 2012Z-05); 河北省杰出青年基金资助项目(No. E2012105005)

1 引言

Nb、Ti 和 Mo 因其细晶强化作用而成为钢中广泛应用的微合金元素。变形奥氏体区域因应变诱导析出的第二相粒子可以有效钉扎位错,从而强烈地推迟了变形后的奥氏体的回复和再结晶行为^[1-2]。据文献^[3-4]报道,变形后经过一定时间的弛豫,由应变诱导析出的纳米级析出相可以强烈地钉扎位错网络,因此,位错网络结构在高温时仍可保持稳定。以上所提及的实验结果均可用奥氏体模型钢 Fe-40Ni 合金模拟实验获得^[5-6]。

以往对相变前变形奥氏体中发生的过程与相变后转变组织的特征都已经做了相当细致的研究,但都缺乏对这两者之间关联的分析。针对这一情况,本文利用微合金化钢研究经预变形处理后弛豫过程中的应变诱导析出相的析出行为和其对组织结构(晶粒/微观结构)的细化作用,验证了贝氏体细化结构与 Fe-40Ni 合金室温模拟的纳米级析出相钉扎位错网络结构结果之间的关联。

2 实验材料及方法

实验用钢为 25 kg 真空电磁感应炉冶炼而成,然后将铸锭锻造成 $\Phi 14$ mm 的圆棒。其化学成分(质量分数)如下: C 0.049, Si 0.34, Mn 1.94, Ti 0.018, Nb 0.08, Mo 0.26, Cu 0.44, B 0.0019, 其他杂质元素含量(质量分数)为 P 0.0052, S 0.0014, N 0.008, O 0.0066。

用真空石英管密封圆棒试样,在 1 300 °C 等温加热不同时间后淬水冷却。将圆棒试样加工成 $\Phi 8$ mm \times 12 mm 的圆柱用以进行热模拟实验。利用 Gleeble-1500 型热模拟试验仪进行热模拟,实验过程如下:先将试样在 1 250 °C 下保温 20 min,再以 2 °C/s 冷却至 850 °C,然后施加 30% 变形后保温不同时间(0, 30, 60, 200, 1 000 s)后水淬,用于观察等温弛豫过程中合金的组织演变及析出物形态的变化。

另外,样品用 0.5% 的硝酸酒精侵蚀后,在金相显微镜下进行贝氏体束尺度的测量。为了获得合理的平均值,观察每个样品时,任意选择 30 个视场,统计了大约 100~150 个贝氏体板条束用以测量贝氏体板条束尺寸。利用碳萃取复型技术^[7]

萃取实验用钢中的析出相,在 H-800 型透射电镜下观察分析析出相。

3 实验结果

3.1 实验用钢中应变诱导析出相

应力随弛豫时间变化曲线如图 1 所示。若没有应变诱导析出过程的发生,应力松弛曲线会保持线性下降。从图 1 可以看出,应力松弛曲线分为 3 个阶段:(1)以变形结束点为起点,以弛豫 15 s 为终点,在这个阶段,应力随弛豫时间对数呈线性降低。(2)弛豫 15~300 s,在此阶段应力曲线发生倾斜,曲线的下降趋势明显减缓。(3)300~1 000 s,应力曲线在此阶段又发生倾斜变化,最后阶段的应力曲线斜率和第一阶段的曲线斜率相同。

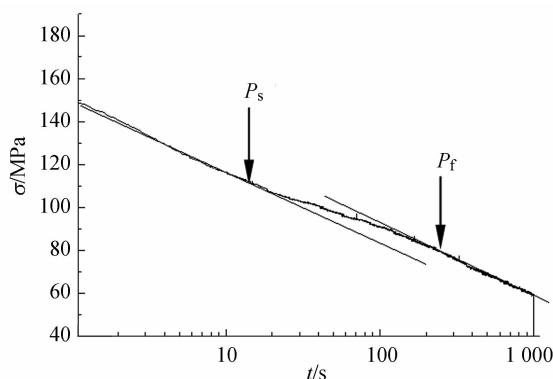


图 1 实验用钢 30% 变形后 850 °C 弛豫应力松弛曲线
Fig. 1 Stress relaxation curve of tested steel after being predeformed for 30% at 850 °C

3.2 弛豫过程中析出相形态及尺寸

进行了不同弛豫时间水淬试样中的大量析出相及其形态具体的分析,弛豫时间分别 0、30、60、200 和 1 000 s。

图 2 为经 30% 变形后 850 °C 弛豫不同时间析出相形态照片。0 s 为变形结束弛豫刚开始,此时观察不到析出相的出现。弛豫 30~60 s 时,可以观察到非常细小的析出相,其平均尺寸为 3 nm 左右,如图 2(a) 所示。当弛豫时间延长至 200 s 时,析出相的分布趋势趋于统一,同时其平均尺寸增至 8 nm,如图 2(b) 所示。当弛豫时间进步增加至 1 000 s 时,析出相呈现出不断粗化的趋势,同时其密度显著降低,如图 2(c) 所示。早期形成

的析出相多呈椭圆形,随弛豫时间的增长,析出相 的形貌逐渐变为多边形。

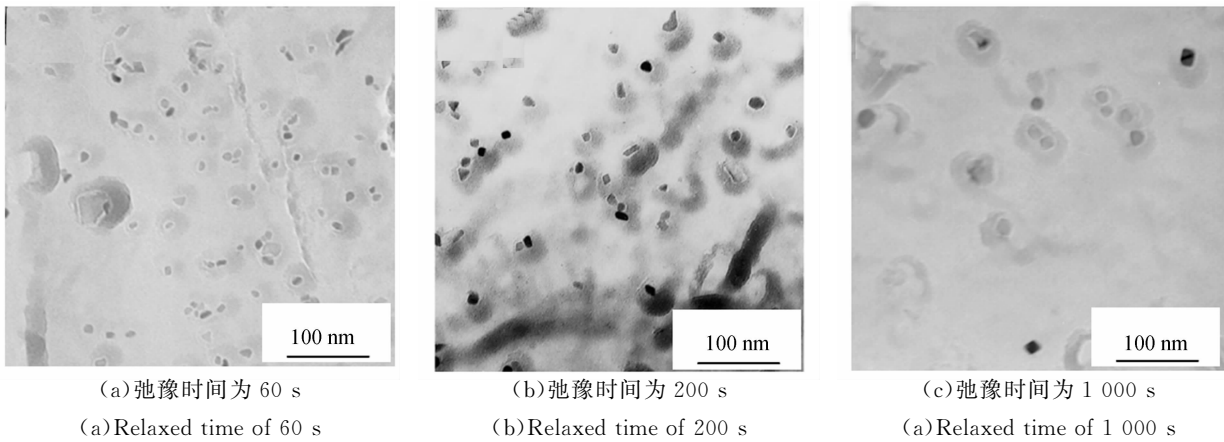


图 2 实验用钢 30%变形后 850 °C 弛豫不同时间后的析出相形貌

Fig. 2 Precipitates in specimens relaxed for different time after being deformed for 30% at 850 °C

3.3 弛豫不同时间贝氏体板条束尺寸的定量分析

贝氏体板条束的测量原理如图 3 所示,图中箭头 A、B 所示区域的平行带状微观结构贝氏体板条束。沿贝氏体板条束边界画矩形方框用以测量贝氏体的宽度和长度。测量时贝氏体板条束的实际尺寸需除以相片的放大倍数。

图 4 为采用图 3 方法得到的贝氏体板条束的分布结果。可以看出,未经弛豫时,试样中贝氏体板条束的长度分布为 200~400 μm。随弛豫时间的增长使贝氏体板条束长度分布范围缩小。当弛豫时间为 200 s 时,长度分布为 20~60 μm,如图 4 (d)所示。当弛豫时间达到 1 000 s 时,贝氏体板条束的长度分布范围再次扩大。定量分析贝氏体板条束的宽度分布范围时可得到同样的实验结果。

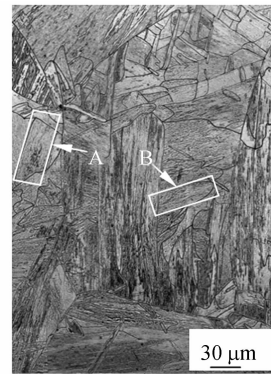
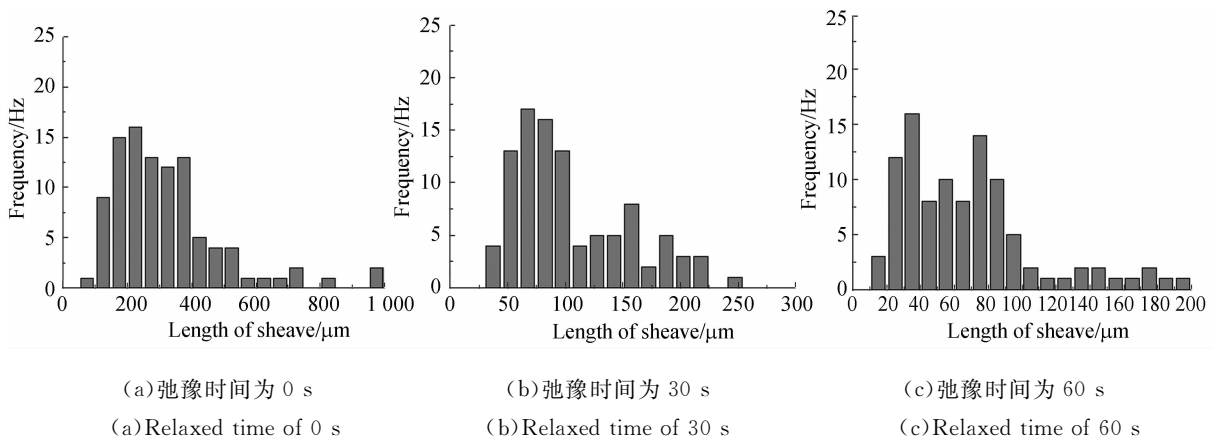


图 3 贝氏体板条束的测量方法

Fig. 3 Procedure measurement of bainitic sheaves



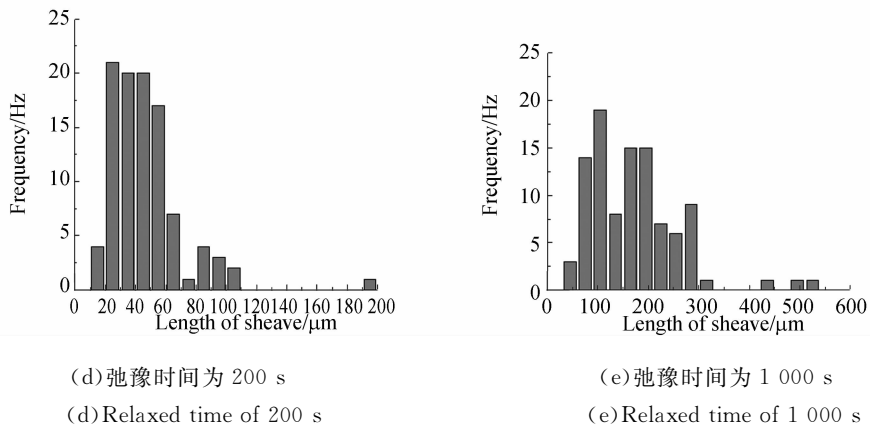


图 4 实验用钢变形后 850 °C 弛豫不同时间贝氏体板条束长度分布范围

Fig. 4 Length size distribution of bainitic sheaves relaxed for different time after being deformed at 850 °C

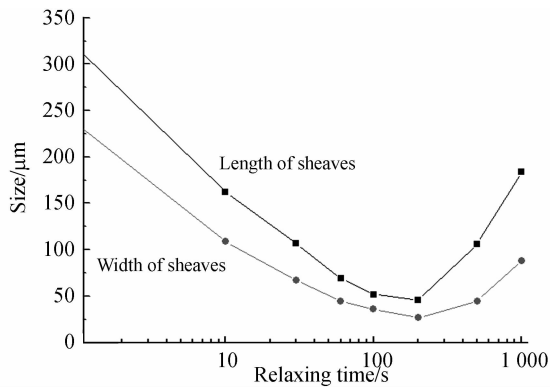


图 5 贝氏体板条束尺寸随弛豫时间变化曲线

Fig. 5 Bainitic sheave changing with relaxing time

弛豫时间对贝氏体板条束的细化作用的进一步研究结果如图 5 所示。可见,贝氏体板条束尺寸随弛豫时间的改变而改变。统计不同的贝氏体板条束宽度和长度尺寸都呈现了相同趋势。弛豫刚开始时对细化贝氏体无任何作用。随弛豫时间的延长,贝氏体开始变得细小。当达到合适的弛豫时间时,其对贝氏体细化作用将达到最佳。对本实验而言,最佳的弛豫时间为 60~200 s,此时可获得最优的贝氏体板条束的细化效果,贝氏体板条束的长度为 50~70 μm ,宽度为 25~30 μm 。

4 讨 论

利用 Fe-40Ni 合金室温观察变形奥氏体位错

组态的变化是一种研究位错结构的新方法^[5]。未经弛豫处理时,位错密度高且分布随机。随着弛豫时间的增加,位错网络结构逐渐形成。随弛豫时间的增长,位错网络结构会逐渐演变成大尺寸的亚晶结构。同时,因变形所析出相将优先在位错处形核^[8]。采用相同的热模拟过程,发现微合金钢弛豫时间为 60~200 s 时将获得组织的最优细化效果。因位错被析出相钉扎,位错网络结构也会更加稳定。然而,随析出相的粗化,其对位错的钉扎作用也逐渐丧失,因此,在变形奥氏体中形成的稳定位错网络结构可以有效细化相变后的组织。可见,微合金钢的实验结果与 Fe-40Ni 模型合金的模拟结果一致。

5 结 论

利用微合金化钢研究了其经预变形处理后弛豫过程中的应变诱导析出相的析出行为,研究结果表明,变形奥氏体经适当时间弛豫后可以获得最优的贝氏体组织细化结果。当弛豫 60~200 s 时,贝氏体板条束长度和宽度分别为 50~70 μm 和 25~30 μm 。同时,应变诱导析出相尺寸不到 10 nm。此时,位错组态演变与析出相的钉扎作用在弛豫过程中达到最佳匹配。

参考文献:

- [1] ZHEN Q, WANG, X P, *et al.*. Strain-induced precipitation in a Ti micro-alloyed HSLA steel [J]. *Materials Science and Engineering A*, 2011, 52: 459-467.
- [2] WANG X M, HE X L, YANG SH W. Refining of intermediate transformation microstructure by relaxation processing [J]. *ISIJ International*, 2002, 42 (12): 1553-1559.
- [3] YUAN S Q, YANG S W, NIE W J. Change in dislocation configuration of deformed Fe-Ni-Nb-Ti-C-B alloy during stress relaxation [J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 2003, 10(3): 76-78.
- [4] YUAN SH Q, YANG SH W, WANG X M. Over-relaxation effect of deformed austenite on ageing behavior of an Nb-bearing microalloyed steel [J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 2005, 12(3): 248-251.
- [5] RAINFORTH W M, BLACK M P, HIGGINSON R L. Precipitation of NbC in a model austenitic steel [J]. *Acta Materialia*, 2002, 50: 735-747.
- [6] 苑少强,杨善武,聂文金,等. Fe-Ni-Nb-Ti-C合金变形后等温弛豫过程中位错与析出的相互作用[J]. *金属学报*, 2004, 40(8): 887-890.
- YUAN SH Q, YANG SH W, NIE W J, *et al.*. Interaction between the dislocations and strain-induced precipitates during stress relaxation after deformation of Fe-Ni-Nb-Ti-C alloy [J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2004, 40(8): 887-890. (in Chinese)
- [7] YUAN SH Q, LIANG G L. Dissolving behavior of second particles in Nb-Ti microalloyed steel [J]. *Materials Letters*, 2009, 63: 2324-2326.
- [8] DUTTA B, SELLARS C M. Effect of composition and process variables on Nb(C, N) precipitation in Niobium microalloyed austenite [J]. *Materials Science and Technology*, 1987, 3(3): 197-206.

作者简介:



苑少强(1967—),男,黑龙江方正人,博士,教授,2004年于北京科技大学获得博士学位,主要从事微合金钢中温转变组织控制及品种钢开发等研究。E-mail: shaoqiangyuan@163.com



郝斌(1975—),女,山东聊城人,博士,副教授,2007年于北京科技大学获得博士学位,现为唐山学院环境与化学工程系副主任,主要从事金属基复合材料和无机非金属材料的制备和性能研究。E-mail: haobinlixin@163.com



张晓娟(1980—),女,河北石家庄人,硕士,实验师,2007年于河南科技大学获得硕士学位,主要从事微合金钢与铸铁材料组织及性能方面的研究。E-mail: zhangxj05@126.com



张济山(1957—),男,黑龙江齐齐哈尔人,博士,教授,教育部长江学者特聘教授,博士生导师,北京科技大学新金属国家重点实验室副主任。主要从事先进材料的设计、制备、评价及应用研究。E-mail: zhangjs@skl.ustb.edu.cn