

Q&P 钢配分过程中的组织演变

庄宝潼^{1,2)}✉ 唐 荻¹⁾ 江海涛¹⁾ 米振莉¹⁾

1) 北京科技大学高效轧制国家工程研究中心, 北京 100083 2) 北京航空制造工程研究所, 北京 100024

✉ 通信作者, E-mail: zhuangbt@gmail.com

摘 要 利用扫描电镜、透射电镜、X射线衍射和电子探针等研究了 0.2C-1.51Si-1.84Mn 钢在配分阶段组织的演变情况。配分温度为 400℃ 时, 碳在 10 s 时就可以完成配分, 得到残余奥氏体最大体积分数为 13.4%。随着配分时间的增长, 钢中马氏体发生回火现象, 奥氏体发生分解, 强度、延伸率降低。当配分时间达到 1000 s 时, 屈服强度、延伸率突然升高。分析认为马氏体回火带来的塑性提高抵消了残余奥氏体量减少引起的塑性降低, 并且由于渗碳体和碳化物的析出, 变形时阻碍位错的运动, 从而提高了屈服强度。通过电子探针分析说明配分阶段发生了碳的扩散, 随着配分时间的增长, 发生了渗碳体和碳化物的析出, 降低了残余奥氏体中碳的含量。

关键词 钢热处理; 组织演变; 奥氏体; 马氏体; 电子探针分析

分类号 TG142.2

Microstructural evolution in quenching & partitioning steel during partitioning process

ZHUANG Bao-tong^{1,2)}✉, TANG Di¹⁾, JIANG Hai-tao¹⁾, MI Zhen-li¹⁾

1) National Engineering Research Center for Advanced Rolling Technology, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

2) Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Beijing 100024, China

✉ Corresponding author, E-mail: zhuangbt@gmail.com

ABSTRACT Microstructural evolution in 0.2C-1.51Si-1.84Mn steel during partitioning process was studied by scanning electron microscopy (SEM), transmission electron microscopy (TEM), X-ray diffraction (XRD) and electron microprobe analysis (EMPA). When partitioning at 400℃, carbon atoms have redistributed within 10 s, and the volume fraction of retained austenite is 13.4%. When the partitioning time increases, martensite is tempered and austenite decomposes, leading to the decrease of strength and elongation. However, when the partitioning time is 1000 s, the tensile strength and elongation suddenly increase. The reason is that the elongation loss caused by decomposition of retained austenite is offset by tempered martensite, the precipitation of carbides and cementite impedes dislocation movement, and thus its tensile strength increases. EPMA results show that carbon atoms diffuse during partitioning process, and carbides and cementite precipitate when the partitioning time increases, which decreases the content of carbon in retained austenite.

KEY WORDS steel heat treatment; microstructural evolution; austenite; martensite; electron probe analysis

Q&P (quenching and partitioning) 钢于 2003 年由 Speer 等^[1]提出, 奥氏体化(分为完全奥氏体化和部分奥氏体化)后的钢经过淬火和配分两个阶段, 得到室温下马氏体和残余奥氏体(部分奥氏体化后还会产生铁素体组织)组织, 马氏体提高强度, 残余奥氏体提高塑性, 通过 Q&P 工艺生产的钢种称为 Q&P 钢^[2-4]。由于 Q&P 钢具有高强度和高塑性的

特点, 作为汽车安全件和加强件等具有广阔的市场前景^[5]。

在配分阶段, 由于化学势的不同, 碳会从马氏体扩散到奥氏体中, 最终在室温下得到稳定的奥氏体, 关于碳的扩散程度或扩散时间, 徐祖耀等^[6]较精确地计算出碳原子从马氏体扩散到奥氏体中的时间为 10^{-7} s 数量级, 结果表明马氏体和富碳的奥氏体几

收稿日期: 2011-09-03

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50804005); 中央高校基本科研业务费专项(FRF-TP-11-005B)

乎可以同时形成; Rizzo 等^[7]利用 DICTRA 软件^[8]模拟了 Q&P 钢中碳从马氏体向奥氏体扩散所需的时间和奥氏体中碳的均匀化过程。模拟结果显示,奥氏体中碳的均匀化所需时间为 10 s 左右。以上是通过理论计算或计算机模拟的结果,而实际情况的复杂程度高于理论模拟,所以有必要通过实验了解配分阶段碳分配过程以及组织的演变情况。本文通过采用不同的配分时间研究了 Q&P 钢中碳在马氏体与奥氏体间的扩散规律、配分过程中组织变化以及组织对性能的影响。

1 实验材料与方法

实验用钢的化学成分如表 1 所示。实验用钢在 50 kg 真空感应炉中冶炼,冶炼后将其锻成长、宽、高分别为 80、80 和 30 mm 的长方体钢坯。钢坯经过 5 道次轧制成 3 mm 厚热轧板,其中坯料加热温度为 1 150 ℃,开轧温度 1 100 ℃,终轧温度 880 ℃,卷取温度为 650 ℃。热轧板经酸洗后冷轧成 1 ~ 1.2 mm 厚的冷轧板。

表 1 实验用钢化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of the tested steel					%
C	Si	Mn	P	S	Fe
0.20	1.51	1.84	0.010 0	0.005 2	余量

从钢坯上取 $\phi 4 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ 圆柱形试样,采用淬火变形膨胀仪 DIL805A 测得相变点 A_{c3} 、 A_{c1} 和 M_s 温度分别为 872.751 和 354 ℃。

Q&P 工艺如表 2 所示。其中加热温度结合热膨胀曲线计算得出,为 800 ℃,在此加热温度条件下,可获得体积分数为 47% 的铁素体;淬火温度用 Speer 提出的方法计算得出^[11],为 240 ℃;配分温度设定为 400 ℃。

表 2 实验钢 Q&P 热处理工艺

Table 2 Q&P process of the tested steel				
样品	加热 温度/℃	淬火 温度/℃	配分 温度/℃	配分 时间/s
1 [#]	800	240	400	10
2 [#]	800	240	400	60
3 [#]	800	240	400	300
4 [#]	800	240	400	1 000

拉伸试样采用非标准薄板拉伸试样,测试方法依据 GB/T228—2002 标准。

将热处理后的试样经粗磨、精磨及抛光,用 2% 硝酸酒精侵蚀,在 CARL ZEISS AX10 光学显微镜下

观察金相组织,采用 ZEISS ULTRA 55 扫描电镜获得扫描组织。

残余奥氏体量的定量测定采用了日本理学公司生产的 DMAX-RB 12 kW 旋转阳极衍射仪进行结构和相分析。实验参数为:铜靶,电压 40 kV,电流 150 mA,步宽 0.02°,速度 5 °·min⁻¹。另外,为避免织构的影响,选择奥氏体(200)_γ、(220)_γ和(311)_γ三条衍射线以及马氏体(200)_α和(211)_α两条衍射线,共五条衍射线进行步进扫描。精确测定对应的衍射角 2θ 和积分强度 I ,残余奥氏体的体积分数利用下式计算^[9],

$$V_{\gamma} = \frac{1}{1 + \frac{I_{\alpha} \cdot K_{\gamma}}{I_{\gamma} \cdot K_{\alpha}}} \quad (1)$$

式中, V_{γ} 为残余奥氏体的体积分数, I_{γ} 为奥氏体(200)、(220)和(311)晶面衍射峰的积分强度, I_{α} 为马氏体(200)和(211)晶面衍射峰的积分强度, K_{γ} 和 K_{α} 分别为奥氏体相和马氏体相的反射系数。

根据奥氏体点阵参数和碳含量关系的经验公式^[10]可以计算得到奥氏体中碳的质量分数。

$$C_{\gamma} = (a_{\gamma} - 3.547) / 0.0467 \quad (2)$$

式中: C_{γ} 为残余奥氏体中碳的质量分数; a_{γ} 为残余奥氏体(220)晶面的晶格常数, nm。

为了消除机械研磨时可能发生的形变诱导相变对奥氏体含量检测结果产生影响,X 射线衍线试样在机械研磨后,要进行电解抛光,电解液为无水乙醇、高氯酸和甘油按体积比为 7:2:1 的混合溶液,电解抛光电压为 15 V。

采用 JEOL JXA-8100 电子探针对不同组织中的碳元素进行线扫描,设定步长为 0.02 μm,扫描长度为 12 μm。

2 实验结果与分析

Q&P 钢处理后所得力学性能如表 3 所示。经过 Q&P 工艺后,钢的抗拉强度 σ_b 为 978 ~ 1 060 MPa,延伸率 A 为 19% ~ 25%,强塑积最高可达 26 500 MPa·%;当配分时间为 10 ~ 300 s 时,随着配分时间的延长,钢的强度和延伸率降低;当配分时间达到 1 000 s,钢的屈服强度和延伸率突然升高。

通过对 Q&P 处理后的金相照片分析可知,室温组织为铁素体、马氏体和残余奥氏体组织。利用软件 Image Pro plus 6.0 计算出四种工艺下金相组织中铁素体的体积分数为 45% 左右(43% ~ 49%),与理论值相近,故马氏体与残余奥氏体(金相组织相片无法分辨出马氏体与残余奥氏体组织)共占 55%

左右.

表 3 Q&P 钢的力学性能

Table 3 Mechanical properties of Q&P steel

样品	σ_s /MPa	σ_b /MPa	A /%
1 [#]	707	1 060	25
2 [#]	450	1 031	20
3 [#]	387	993	19
4 [#]	585	978	21

Q&P 钢中铁素体为多边形, 马氏体呈板条状, 随着配分时间的增长, 铁素体形貌基本不变, 马氏体也会发生变化. 如图 1 (a) 所示, 当配分时间为 10 s 时, 马氏体呈现板条状, 且板条边界明显; 由图 1 (c) 可得, 随着配分时间的增长, 马氏体板条边界变模糊, 并且板条间开始出现粒状物质; 当配分时间达到 1 000 s 时, 马氏体板条边界更加模糊, 并且伴有大量粒状物生成, 如图 1 (d) 所示.

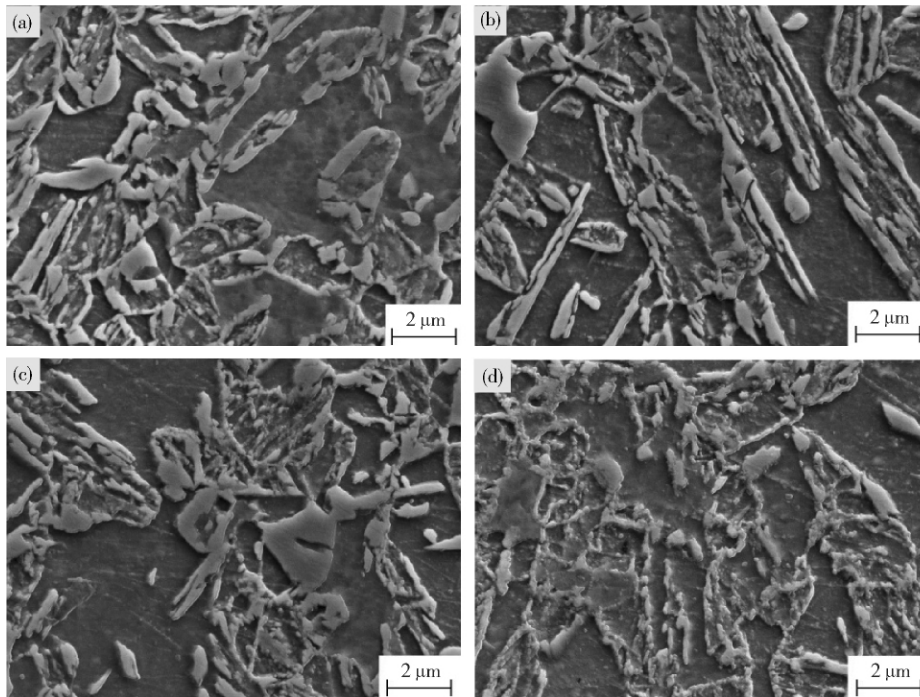


图 1 不同配分时间下 Q&P 钢的扫描电镜形貌. (a) 10 s; (b) 60 s; (c) 300 s; (d) 1000 s

Fig. 1 SEM images of Q&P steel partitioned for different time: (a) 10 s; (b) 60 s; (c) 300 s; (d) 1000 s

图 2 是试样 1[#] 与 4[#] 的透射照片. 马氏体呈板条状, 板条宽度为 50 ~ 200 nm, 并且发现在马氏体内部有大量位错, 如图 2 (a) 所示; 残余奥氏体呈薄膜状夹在板条马氏体间, 如图 2 (b) 和 (c). 当配分时间为 1 000 s 时, 发现有大量渗碳体析出, 如图 2 (d) 和 (e) 所示, 并且发现有针状马氏体, 宽度为 10 ~ 50 nm, 这种现象是由于发生了碳配分, 配分阶段的奥氏体不稳定, 在最后的淬火阶段生成孪晶马氏体所致.

利用 X 射线衍射计算的残余奥氏体体积分数和残余奥氏体中碳含量如表 4 所示. 从表 4 中可以看出: 奥氏体的体积分数最高可达到 13.4%, 随着配分时间的增长, 残余奥氏体量减少; 残余奥氏体中碳的质量分数为 1.33% ~ 1.06%, 并且也随着配分时间的增长而减少.

通过分析表 3、表 4 和图 1 可知: 当配分时间为 10 s 时, 延伸率最大, 并且残余奥氏体量最多, 说明

已经完成了配分, 即碳在马氏体与奥氏体中的化学势相同; 当配分时间为 60 s 时, 随着配分时间的延长, Q&P 钢中马氏体会发生回火, 发生回火的马氏体的强度降低, 延伸率提高, 同时残余奥氏体会发生部分分解, 导致室温下残余奥氏体量减少, 塑性降低, 由于马氏体发生回火提高的塑性不足以抵消残余奥氏体分解降低的塑性, 所以宏观上表现为总延伸率降低; 当配分时间达到 300 s 时, 残余奥氏体量进一步降低, 强度也进一步下降, 如表 3 所示; 当配分时间达到 1 000 s 时, 马氏体回火程度增强, 通过观察图 1 (d), 此时组织类似回火屈氏体, 而且发现有渗碳体析出, 如图 2 所示, 同时残余奥氏体进一步分解, 只剩 4.5%, 由于马氏体回火提高的塑性大于残余奥氏体分解降低的塑性, 所以总延伸率比配分时间 300 s 的有所提高, 由于渗碳体和碳化物的析出, 变形时阻碍了位错线的运动, 导致屈服强度提高. 因此可以得出, Q&P 钢的强度和塑性是由马氏

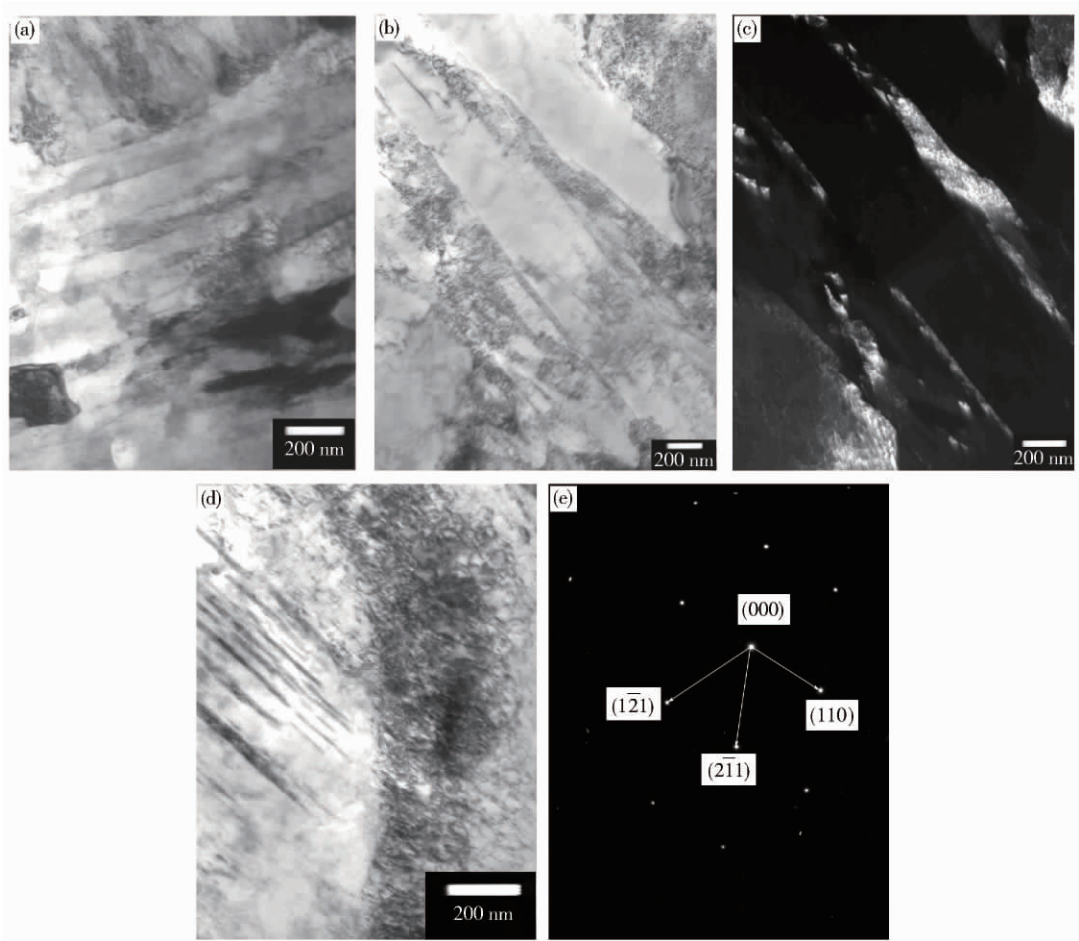


图 2 不同配分时间下 Q&P 钢的透射电镜形貌. (a) 10 s ,板条马氏体; (b) 10 s ,残余奥氏体的亮场图像; (c) 10 s ,残余奥氏体的暗场图像; (d) 1000 s ,渗碳体; (e) 1000 s ,衍射图样

Fig. 2 TEM micrographs of Q&P steel partitioned for different time: (a) 10 s ,martensitic laths; (b) 10 s ,bright-field image of retained austenite; (c) 10 s ,dark-field image of retained austenite; (d) 1000 s ,cementite; (e) 1000 s; diffraction pattern

体回火程度与残余奥氏体量多少共同决定的,在马氏体发生明显回火之前,塑性主要由残余奥氏体量决定,当配分时间过长时,回火的作用大于残余奥氏体的作用,这在以前的文献没有提出.

表 4 各试样的残余奥氏体体积分数及其碳的质量分数

Table 4 Volume fraction and carbon content of retained austenite in samples %

样品	残余奥氏体体积分数	残余奥氏体中碳的质量分数
1 [#]	13.4	1.33
2 [#]	10.5	1.25
3 [#]	6.8	1.11
4 [#]	4.5	1.06

为了证明碳原子在配分阶段发生从马氏体向奥氏体的扩散,通过电子探针对不同配分时间试样中不同组织中的碳进行线扫描.两相区加热时室温组织含有铁素体,铁素体中碳原子含量极低,所以根据碳原子含量很难分辨出铁素体还是贫碳马氏体,而

且也不能证明碳原子在马氏体与残余奥氏体中扩散.所以把加热温度提高到 900 ℃,进行完全奥氏体化 Q&P 工艺,其他工艺参数不变,避免铁素体影响.实验结果如图 3 所示,图中横坐标扫描长度,纵坐标代表碳原子含量的相对值.从图 3 可以看出,碳含量高低起伏,证明配分阶段碳原子进行了扩散.如果碳没有进行扩散,配分之前的淬火阶段生成的马氏体,属于非扩散性转变,其中的碳含量与未转变奥氏体及原始钢中碳含量相同,电子探针就不会测出碳原子含量起伏.

如图 3 所示,随着配分时间的增长,从波谱中反映出碳原子含量下降,当配分时间为 10 s 时,相对值约为 30,而当配分时间为 1000 s 时平均值约为 20,分析认为当配分时间为 10 s 时完成碳的扩散,继续增加时间,马氏体发生回火,奥氏体分解,从而碳含量降低.图 3(d)中发现有的峰值高达 45,分析可能是扫到析出的渗碳体或碳化物的原因.

由于电子探针最大的放大倍数为 1 000 倍,最

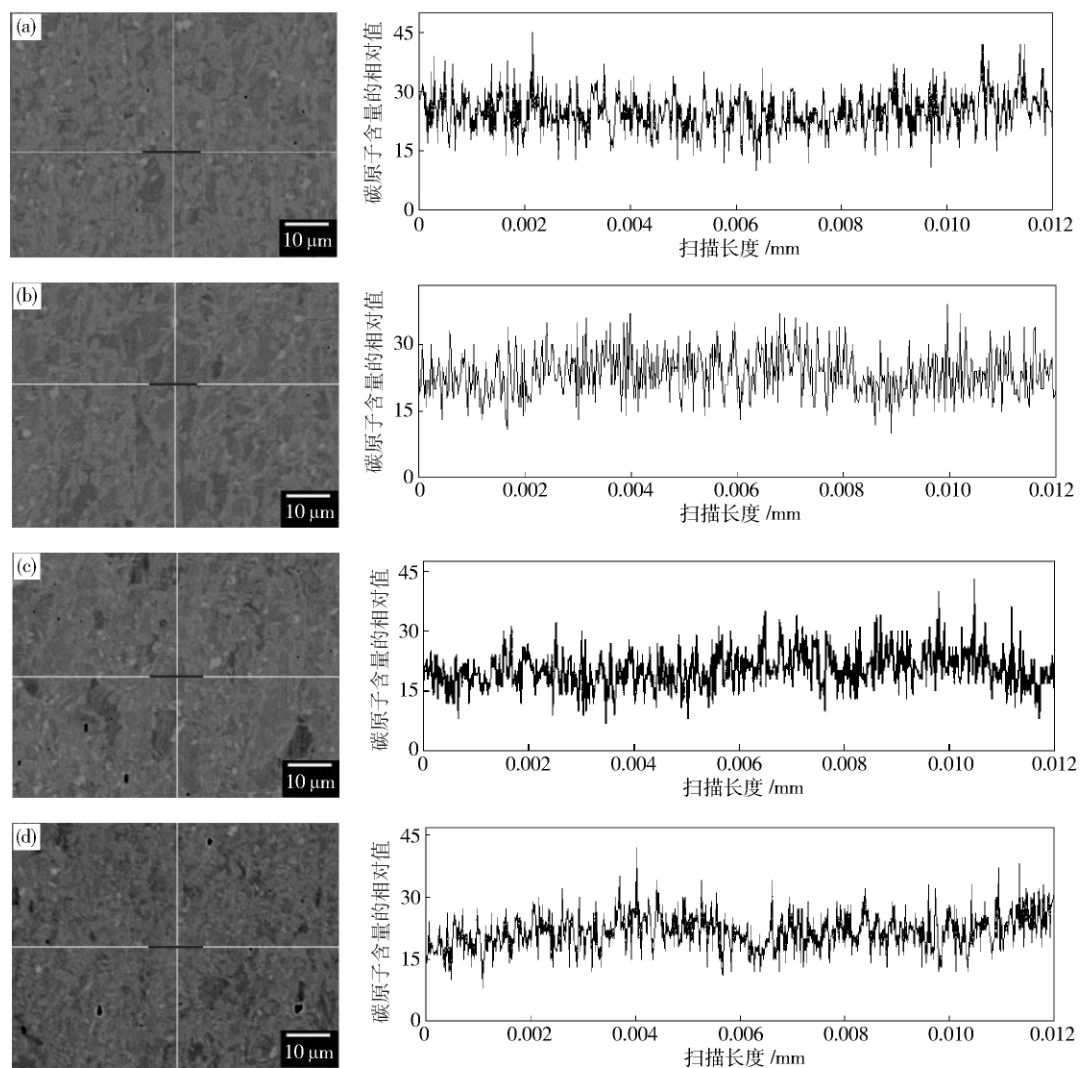


图3 不同配分时间 Q&P 钢的碳原子波谱. (a) 10 s; (b) 60 s; (c) 300 s; (d) 1000 s

Fig.3 Wavelength dispersive spectroscopy of C atoms for Q&P steel partitioned for different time: (a) 10 s; (b) 60 s; (c) 300 s; (d) 1000 s

小步长为 $0.02\ \mu\text{m}$, 点大小是微米级, 而 Q&P 钢中马氏体为板条状, 宽度为 $100\sim 200\ \text{nm}$, 薄膜状奥氏体的宽度为 $50\sim 100\ \text{nm}$, 所以很难精确地反映具体组织的碳含量。

3 结论

(1) $0.2\text{C}-1.51\text{Si}-1.84\text{Mn}$ 钢经过 $800\ ^\circ\text{C}$ 加热、 $240\ ^\circ\text{C}$ 淬火和 $400\ ^\circ\text{C}$ 配分后, 室温组织为铁素体、马氏体和残余奥氏体。其中铁素体的体积分数为 45%; 马氏体呈板条状, 板条宽度为 $50\sim 200\ \text{nm}$, 在马氏体内部有大量位错; 残余奥氏体呈薄膜状夹在板条马氏体间。

(2) 经过 Q&P 处理后, 材料的抗拉强度为 $978\sim 1060\ \text{MPa}$, 延伸率为 19%~25%, 强塑积最高可达 $26\ 500\ \text{MPa}\cdot\%$ 。

(3) 当配分时间为 10 s 时, 完成碳的扩散, 得到

的残余奥氏体量最多, 其体积分数为 13.4%; 随着配分时间延长, 马氏体发生回火现象, 奥氏体分解, 导致抗拉强度下降, 塑性降低; 当配分时间为 1000 s 时, 钢的屈服强度和延伸率突然升高, 分析认为残余奥氏体量的降低引起的塑性下降不足以抵消马氏体回火所引起的塑性提高, 所以延伸率升高, 同时由于渗碳体和碳化物的析出, 变形时阻碍位错线的运动, 从而使屈服强度提高。

(4) 实验钢配分阶段发生了碳的扩散, 随着配分时间的增长, 发生了渗碳体的析出, 降低了实验钢中回火马氏体中碳含量, 提高了屈服强度, 改善了材料的塑性。

参考文献

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

- [2] Santofimia M J, Zhao L, Petrov R, et al. Characterization of the microstructure obtained by the quenching and partitioning process in a low-carbon steel. *Mater Charact*, 2008, 59(12): 1758
- [3] Clarke A J, Speer J G, Miller M K, et al. Carbon partitioning to austenite from martensite or bainite during the quench and partition (Q&P) process: a critical assessment. *Acta Mater*, 2008, 56(1): 16
- [4] Nayak S S, Anumolu R, Misra R D K, et al. Microstructure-hardness relationship in quenched and partitioned medium-carbon and high-carbon steels containing silicon. *Mater Sci Eng A*, 2008, 498(1/2): 442
- [5] Jiang H T, Tang D, Mi Z L, et al. Effect of partitioning parameters on the retained austenite in low-carbon Q&P steel. *Mater Sci Technol*, 2011, 19(1): 99
(江海涛, 唐荻, 米振莉, 等. 配分工艺对低碳 Q&P 钢中残余奥氏体的影响. 材料科学与工艺, 2011, 19(1): 99)
- [6] Xu Z Y, Li X M. Diffusion of carbon during the formation of low-carbon martensite. *Acta Metall Sin*, 1983, 19(2): 83
(徐祖耀, 李学敏. 低碳马氏体形成时碳的扩散. 金属学报, 1983, 19(2): 83)
- [7] Rizzo F C, Edmonds D V, He K, et al. Carbon enrichment of austenite and carbide precipitation during the quenching and partitioning (Q&P) process // *Proceedings of an International Conference on Solid-Solid Phase Transformations in Inorganic Materials* 2005. Phoenix, 2005: 535
- [8] Borgenstam A, Engström A, Höglund L, et al. DICTRA, a tool for simulation of diffusional transformations in alloys. *J Phase Equilib*, 2000, 21(3): 269
- [9] Zhou Y. *Material Analysis*. Beijing: Mechanical Industry Press, 2006
(周玉. 材料分析方法. 北京: 机械工业出版社, 2006)
- [10] Sugimoto K I, Sakaguchi J, Iida T, et al. Stretch-flangeability of a high-strength TRIP type bainitic sheet steel. *ISIJ Int*, 2000, 40(9): 920