Q-P-T 制备高强钢的马氏体形成激光共聚焦观察和力学性能测定

常颖^①, 王存宇^{②*}, 李晓东^①, 杨洁^③, 赵坤民^①, 胡平^①, 董瀚^{②*}

① 大连理工大学汽车工程学院工业装备结构分析国家重点实验室, 大连 116024;

② 钢铁研究总院华东分院北京研发部, 北京 100081;

③ 长城汽车股份有限公司技术中心, 保定 071000

* E-mail: wangcunyu@nercast.com; donghan@cisri.com.cn

收稿日期: 2014-10-15; 接受日期: 2014-12-31

国家重点基础研究发展计划(批准号: 2010CB630803)、国家自然科学基金(批准号: 51101036, 51201093, 11472072)和辽宁省自然科学基金(批准号: 2014028001)资助项目

摘要 作为第三代汽车钢的一种, 淬火-碳配分-回火(Q-P-T)工艺制备的高强度钢显微组织由先形成马氏体、新鲜马氏体和残余奥氏体构成. 本文利用激光共聚焦显微镜, 观察了一次淬火时马氏体和未转变奥氏体分布的不均匀形成过程. 在此基础上, 进一步表征了在不均匀的基体中, Q-P-T 工艺获得的马氏体具有多尺度的分布特征; 同时, 二次淬火获得的新鲜马氏体具有: 1) 更细的板条尺寸; 2) 在一个块状区域内具有相同的取向, 可视为一个“packet”; 3) 更高的力学性能. 研究结果客观地展示了 Q-P-T 制备高强度钢的微观组织演化本质, 为进一步改进 Q-P-T 工艺、提高性能提供了准确的理论依据.

关键词

Q-P-T 工艺
马氏体相变
激光共聚焦
残余奥氏体
力学性能

1 引言

高强度化是钢铁材料发展的要求和趋势^[1~4], 先进的超高强度钢的使用可降低钢材消耗, 减轻装备重量, 是实现节能减排的重要途径. 然而, 钢的强度与塑性之间性能矛盾长期存在, 随着钢强度水平的提高, 其塑性通常降低, 使表征塑性安全性的强塑积($R_m \times A$)很难提高. 在钢铁材料高强度化的发展趋势下, 如何提高钢的塑性, 是急需解决的重要问题. 董瀚^[5]教授在国家 973 项目中明确提出了新一代钢铁材料的发展目标, 即抗拉强度为 1500 MPa 级, 同时保证强塑积大于 30 GPa%. 而获得以马氏体为基体的

组织是实现这一目标的有效手段, 因此, 研究马氏体钢的强韧化对钢铁材料的发展和应用具有重要的现实意义^[6]. 目前, 高强度淬火态马氏体钢很少在不回火的情况下直接使用^[7,8], 传统淬火-回火(quenching and tempering, Q-T)工艺是常用的强韧化方法, 通过提高回火温度可以显著提高马氏体钢的塑性和韧性, 但也会导致强度和硬度水平大幅度降低^[9,10]. 2003 年, Speer 研究组^[11~13]针对马氏体钢最先提出了淬火-碳配分(quenching and partitioning, Q-P)工艺, 即通过先淬火至 M_s - M_f 之间的某一等温淬火温度(quenching temperature, QT)部分形成马氏体, 再控制碳从先形成马氏体向未转变奥氏体的配分, 最后淬火至室温,

引用格式: 常颖, 王存宇, 李晓东, 等. Q-P-T 制备高强钢的马氏体形成激光共聚焦观察和力学性能测定. 中国科学: 技术科学, 2015, 45: 714-720
Chang Y, Wang C Y, Li X D, et al. Laser confocal observation on the formation of martensite and test on the mechanical properties of steels treated by Q-P-T process (in Chinese). Sci Sin Tech, 2015, 45: 714-720, doi: 10.1360/N092014-0360

得到主要由马氏体和富碳的残留奥氏体组成的多相组织; 同时 Speer 建立了 Q-P 工艺过程中的相关模型, 其假设为淬火至 QT 以后, 碳在铁素体和奥氏体中的化学势相等, 马氏体中多余的碳“分配”至奥氏体中, 并假设碳在奥氏体中分布均匀. 理论上讲, 淬火-碳配分-回火(quenching and partitioning and tempering, Q-P-T)^[14]工艺处理钢由先形成马氏体、新鲜马氏体和残余奥氏体构成, 其中, 先形成马氏体产生于第一次淬火过程, 新鲜马氏体和残余奥氏体产生于第二次淬火过程. 因此, 对 Q-P-T 工艺过程中组织演变行为的真实地观察与理解是获得理想组织和性能的关键.

徐祖耀先生^[15]阐述了马氏体相变过程中多尺度马氏体形成的基本特征. 马鸣图教授等人^[16]利用投射电子显微镜(TEM), 观察到多尺度孪晶马氏体的显微结构. 本文通过激光共聚焦法, 观察了实际的马氏体相变中未转变奥氏体和马氏体形成的不均匀分布过程, 并且在这种不均匀分布的基体上, 通过 Q-P-T 工艺的二次淬火, 形成了新鲜马氏体. 本文的目的在于客观真实地表征出多尺度马氏体和残余奥氏体的非均匀形成过程, 理解 Q-P-T 工艺中基体组织的强化机制对宏观力学特性的影响作用, 以揭示 Q-P-T 工艺处理超高强度钢的组织演化本质. 试验中选取适用于 Q-P-T 制备工艺的高强钢, 其化学成分如表 1 所示, 试样钢热锻后, 在 650℃ 温度下进行退火处理 1 h.

2 淬火过程中马氏体形成和未转变奥氏体的分布特征

通过原位观察法, 对一次淬火马氏体钢组织演变进行研究. 采用 VL200021W-SVF17SP15FTC 型高温激光共焦显微镜对马氏体相变过程进行原位观察, 试样加工成 $\Phi 7.5 \text{ mm} \times 3.5 \text{ mm}$ 的圆柱, 两端平面进行研磨和机械抛光处理.

为了清楚地观察奥氏体晶界和马氏体转变过程, 试样首先加热到 1300℃, 保温 1 min, 然后以 400℃/min 的速度冷却至室温, 观察冷却时一次淬火马氏体的相变过程. 原位试验的结果如图 1 所示, 观察并截取了部分马氏体形成过程的典型图像, 清晰地展示

了高温奥氏体化试验钢在传统的一次淬火过程中马氏体形成和未转变奥氏体的分布特征. 从试验钢的奥氏体到马氏体相变过程可以发现, 马氏体转变属于变温相变, 马氏体量的增加不是靠马氏体板条的长大, 而是随温度的降低在某些区域成批次增加(图 1(a)). 一次淬火过程中, 随着温度的降低, 先形成的马氏体尺寸粗大, 将奥氏体晶粒分割成几个区域, 接着在这些区域中继续形成马氏体, 尺寸较细小. 板条马氏体的形核位置主要有 3 种, 即形核于奥氏体晶界角隅处(图 1(b)), 形核于旧晶界(图 1(b))或形核于先形成的马氏体并以一定的角度(60°或 120°)向奥氏体内部生长(图 1(c)). 马氏体板条束的形成机制主要有 3 种: 形成平行且紧挨着的板条, 并逐次形核和长大(图 1(d)); 形成不相邻但平行的板条, 束的长大依靠先形成板条之间其它平行板条的形核和长大来完成的(图 1(f)); 形成近似平行的小角度板条, 以分割奥氏体(图 1(e)).

一次淬火时, 先形成马氏体分割原始奥氏体晶粒, 由于马氏体板条在某些区域的批次增加及切分作用, 造成未转变奥氏体的尺寸在有些区域较大, 而在有些区域较小(图 1(c)), 这充分表明淬火过程中未转变奥氏体是不均匀分布的.

3 经 Q-P-T 工艺下二次淬火试验钢马氏体多尺度的形成和力学性能的差异

3.1 多尺度马氏体的表征和形成分析

如果在图 1 的基体组织形态下进行 Q-P-T 工艺的配分处理, 基于 Gibbs-Thomson 效应^[17], 尺寸较小的未转变奥氏体容易吸收更多的碳, 并且受到先形成马氏体造成的压应力的影响, 其具有较高的稳定性, 最终可能成为残余奥氏体; 而尺寸较大的未转变奥氏体, 由于周围先形成马氏体能够提供的碳较少, 使未转变奥氏体中的平均含碳量较低, 并且容易出现浓度梯度, 导致其稳定性较差, 在二次淬火过程中容易发生马氏体转变, 形成新鲜马氏体. 这种马氏体是在被分割的区域里形成的, 会由更小的、各自具有一致取向的 Packet 和 Block 构成, 在显微结构中, 其与一次淬火马氏体构成多尺度的分布特征, 表现为:

表 1 试验钢成分

含量	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Nb	S	P	Fe
wt%	0.21	1.75	0.29	1.03	2.86	0.31	0.08	0.049	0.003	0.006	Balance

图1 高温激光共聚焦显微镜下的马氏体形成过程截图

经过组织分割形成尺寸较小的未转变奥氏体易成为残余奥氏体,而尺寸较大的容易相变形成新鲜马氏体。从而,片状马氏体的形成机制和分割作用导致了奥氏体母相的非均匀分布形态,进一步证实了马氏体的实际分布是不均匀的,且具有多尺度特征。

基于膨胀法的测定,设计了 Q-P-T 工艺路线。膨胀法是检测马氏体相变的常用方法,由于马氏体比奥氏体具有更大的比容^[18],马氏体相变时将产生体积膨胀,由此判断其马氏体相变过程。试验钢在膨胀仪中执行 Q-P-T 工艺,温度和膨胀曲线如图 2 所示,用 Formastor-F II 型全自动相变测定记录仪测量 Q-P-T 工艺过程中的相变过程。

由图 2 得知,经膨胀法测量,得出 M_s 为 375°C , M_f 为 175°C 。同时,试样从 900°C 淬火至 340°C 过程

中其体积发生了膨胀,在升温到 500°C 之前体积线性膨胀而非发生体积减小的现象,从而表明此过程发生了马氏体转变,但是转变不完全;在 500°C 保温过程中样品的体积略有降低,根据 CCT 曲线可以粗略判断^[17,19], 500°C 处于亚稳奥氏体区,体积减小与碳的配分行为有关;另外,在二次淬火过程中试样体积发生了明显膨胀,表明有一定量的二次马氏体转变发生。可见,在此 Q-P-T 工艺过程中,第一次淬火发生了部分马氏体相变,配分没有相变发生,第二次淬火过程中又一次发生了马氏体相变。因此,本实验设计的工艺路线为:试样首先加热到 900°C 奥氏体化保温 5 min,然后用 20 s 冷却到 340°C 并停留 1 min,立即升温到 500°C 保温 1 min,最后快速冷却到室温。

图 3 展示了试验钢经 Q-P-T 工艺处理后的扫描电

子显微镜(SEM)显微形貌. 与经传统 Q-T 工艺处理后所表现的典型板条马氏体组织不同, 经 Q-P-T 工艺处理后的样品存在大量的条块状组织. 这些组织较难腐蚀, 用 SEM 观察过程中未发现析出物. 前期研究结果表明^[20], 这些条块状组织为 Q-P-T 工艺第二次淬火过程中产生的新鲜马氏体(M2)或马奥岛(M/A), 其细微结构为厚度较小的板条马氏体组织排列. 而第一次淬火过程中形成的马氏体由于在配分过程中发生回火, 因此较容易腐蚀, 如图 3 显示了二次淬火后 M2 或 M/A, 以及被腐蚀的先形成马氏体的微观形貌.

用 TEM 对新鲜马氏体进行精细结构表征, 如图 4 所示.

对照图 3, 根据新鲜马氏体的形成位置、空间排列和尺寸等方面的综合分析, 图 4 中的块状区域(如呈三角形和四边形的区域)为其细分结构, 这些区域内马氏体以板条形式存在, 并且同一区域内的马氏体板条取向基本相同, 可视为一个“packet”. 马氏体板条宽度约为 $0.1\sim0.2\ \mu\text{m}$, 小于基体中的正常马氏体

图 2 温度和体积膨胀曲线

图 3 试验钢经 Q-P 工艺处理后的 SEM 显微形貌

图 4 新鲜马氏体的块状细微结构

(a) 三角形; (b) 四边形

板条尺寸($0.2\sim0.3\ \mu\text{m}$), 尤其是新鲜马氏体与基体的成像衬度不同, 存在较大的位向差. 从而, 进一步证明了 Q-P-T 工艺下获得的具有多尺度马氏体分布特征的显微结构.

3.2 多尺度马氏体力学性能的差异性分析

纳米硬度测试在 Nano Indenter G200 上进行, 首先用纳米力学显微镜的原位扫描成像功能对试样的表面进行三维扫描成像, 然后利用动态接触模块(dynamic contact module, DCM)和连续刚度测量(continuous stiffness measurement, CSM)功能对所选的特定区域进行纳米压痕测试, 获得硬度和弹性模量随压入深度的连续曲线, 测出新鲜马氏体和基体的力学性能. 其中, 连续刚度测量的优势在于实现了硬度和弹性模量随压痕深度变化的连续测量^[21], 而不是像传统纳米压痕一样只能得到最大压痕处对应的硬度和弹性模量. 压痕位置如图 5 所示, 对应的压入深度和纳米硬度的连续曲线如图 6 所示, 纳米硬度和弹性模量的测试结果如表 2 所示.

新鲜马氏体相的纳米压痕硬度分布范围较大, 硬度数值范围为 $5.2\sim10.6\ \text{GPa}$, 平均值为 $7.059\ \text{GPa}$; 弹性模量的分布范围为 $165\sim358\ \text{GPa}$, 平均值在 $215\ \text{GPa}$. 而基体相的硬度测试范围为 $3.6\sim4.1\ \text{GPa}$, 平均值为 $3.864\ \text{GPa}$; 弹性模量的分布为 $157\sim172\ \text{GPa}$, 平均值为 $162.7\ \text{GPa}$. 可以明显看出, 新鲜马氏体和基体相力学性能的存在差异. 即新鲜马氏体的纳米硬度约为先形成马氏体的 2 倍, 这是由于 C 含量在体心立方结构的马氏体固溶度小于面心立方结构的奥氏体,

图 5 纳米压痕三维形貌

图 6 压入深度和纳米硬度的关系
(a) 新鲜马氏体相; (b) 基体组织

在 500℃ 配分过程时, C 从一次马氏体向未转变奥氏体中扩散, 导致奥氏体相中的含 C 量增加, 从而, 二次淬火时形成的新鲜马氏体含 C 量高于一次淬火马氏体. 另外, 由于新鲜马氏体具有细小的晶粒和板条尺寸, 因此, 相应的力学性能也高于基体. 从而, 可以得出, Q-P-T 工艺下制备的具有多尺度马氏体分布特征的超高强度钢, 其新鲜马氏体和基体组织上存在明显的力学性能差距.

4 总结

本文研究的目的是利用激光共聚焦观察了试样在淬火过程中未转变奥氏体和马氏体形成的不均匀

表 2 纳米压痕测试结果

测量位置	序号	H (GPa)	E (GPa)	深度(nm)
新鲜马氏体相	1	6.06	216.30	60~75
	2	8.366	242.667	35~45
	3	10.224	281.735	35~45
	4	5.779	168.90	35~40
	5	5.972	196.32	50~60
	6	6.018	164.077	50~60
	7	7.261	183.824	50~60
	8	5.251	183.547	50~60
	9	7.014	246.231	50~60
	10	8.648	273.921	69~71
	11	10.623	358.778	60~68
平均值		7.059	215.752	—
基体组织	1	4.073	171.815	35~40
	2	3.611	157.288	35~40
	3	3.908	159.024	25~35
	平均值	3.864	162.709	—

分布过程, 通过对实验现象的客观分析, 进一步陈述和证明了实际 Q-P-T 工艺下超高强度钢具有多尺度马氏体和非均匀奥氏体的分布特征, 并测定了二次淬火时获得的新鲜马氏体与基体相力学性能的差异, 研究结论如下.

1) 高强钢在一次淬火过程中, 随着温度的降低, 先形成的马氏体尺寸粗大, 将奥氏体晶粒分割成几个区域, 接着在这些区域中继续形成马氏体, 尺寸较细小, 形成了马氏体和未转变奥氏体不均匀的分布形貌.

2) 在上述 1) 的不均匀基体中, Q-P-T 工艺下的二次淬火时获得的新鲜马氏体与先形成马氏体具有多尺度的分布特征.

3) 与基体中的先形成马氏体相比, 新鲜马氏体具有更为细化的板条显微结构、在块状细微结构中具有一致的取向和更高的力学性能.

多尺度马氏体分布特征的出现并非局限于固定的成分和工艺参数, 而本文选取的样品成分也不代表最优的成分及配比, 因此, 通过调整成分, 改善 Q-P-T 工艺以获得的超高强度钢力学性能尚有研发空间.

参考文献

- 1 董瀚. 钢铁材料基础研究的评述. 钢铁, 2008, 43: 1-7
- 2 马鸣图, Shi M F. 先进的高强度钢及其在汽车工业中的应用. 钢铁, 2004, 39: 68-72
- 3 杨福宝, 白秉哲, 刘东雨, 等. 无碳化物贝氏体/马氏体复相高强度钢的组织与性能. 金属学报, 2004, 40: 296-300
- 4 康永林. 现代汽车板的质量控制与成型性. 北京: 冶金工业出版社, 1999
- 5 翁宇庆. 超细晶钢—钢的组织细化理论与控制技术. 北京: 冶金工业出版社, 2003
- 6 Cao W Q, Chang W, Wang C Y, et al. Microstructures and mechanical properties of the third generation automobile steels fabricated by ART-annealing. *Sci China Technol Sc*, 2012, 55: 1814-1822
- 7 Briant C L, Banerji S K. Tempered martensite embrittlement in phosphorus doped steels, *Metall Trans A*, 1979, 10: 1729-1739
- 8 Lee W S, Su T T. Mechanical properties and microstructural features of ALSI 4340 high-strength alloy steel under quenched and tempered conditions. *J Mater Process Tech*, 1999, 87: 198-206
- 9 Salemi A, Abdollah-zadeh A. The effect of tempering temperature on the mechanical properties and fracture morphology of a NiCrMoV steel. *Mater Charact*, 2008, 59: 484-487
- 10 Matlock D K, Brautigam V E, Speer J G. Application of the quenching and partitioning(Q&P) process to a medium-carbon high Si microalloyed bar steel. *Mater Sci Forum*, 2003, 426-432: 1089-1094
- 11 Speer J G, Matlock D K. Quenched and partitioned steels. In: *Comprehensive Materials Processing*. Elsevier, 2014, 1: 217-225
- 12 Santofimia M J, Speer J G, Clarke A J, et al. Influence of interface mobility on the evolution of austenite-martensite grain assemblies during annealing. *Acta Mater*, 2009, 57: 4548-4557
- 13 Clarke A J, Speer J G, Matlock D K, et al. Influence of carbon partitioning kinetics on final austenite fraction during quenching and partitioning. *Scripta Mater*, 2009, 61: 149-152
- 14 徐祖耀. 钢热处理的新工艺. 热处理, 2007, 22: 1-11
- 15 徐祖耀. 马氏体相变与马氏体. 北京: 科学出版社, 1980
- 16 马鸣图, 汪德根, 吴宝榕. 高温形变热处理对 60Si2Mn 弹簧钢断裂特性的影响. 金属热处理学报, 1981, 2: 1-18
- 17 崔忠圻. 金属学与热处理. 北京: 机械工业出版社, 1997
- 18 Wang C Y, Shi J, Cao W Q, et al. Microstructure characterization of low alloy martensitic steel processed by quenching and partitioning. *Mater Sci Eng A*, 2010, 527: 3442-3449
- 19 Porter D A, Easterling K E. *Phase Transformations in Metals and Alloys*. London: Chapman & Hall, 1992
- 20 王存宇, 时捷, 曹文全, 等. Q&P 工艺处理低碳 CrNi₃Si₂MoVNb 钢马氏体的研究. 金属学报, 2011, 47: 720-726
- 21 Pharr G M, Oliver W C, Brotzen F R. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area and elastic modulus during indentation. *J Mater Res*, 1992, 7: 613-617

Laser confocal observation on the formation of martensite and test on the mechanical properties of steels treated by Q-P-T process

CHANG Ying¹, WANG CunYu², LI XiaoDong¹, YANG Jie³, ZHAO KunMin¹,
HU Ping¹ & DONG Han²

¹ Dalian University of Technology, State Key Laboratory of Industrial Equipment Structural Analysis, School of Automotive Engineering, Dalian 116024, China;

² Central Iron & Steel Research Institute, East China Branch, Beijing R&D Department, Beijing 100081, China;

³ Great Wall Motor Company Limited, Technical Center, Baoding 071000, China

The advanced high strength steels(AHSS) for auto manufacturing have been developed to the 3rd generation. The typical one is steel treated by Q-P-T process, which consists of the prior martensite, fresh martensite and retained austenite. In this paper, the

non-uniform distributive formation of martensite and untransformed austenite during the one-step quenching treatment was observed by laser scanning confocal microscope. For the Q-P-T process, the non-uniform distributions of untransformed austenite, prior martensite and segmented austenitic grains are the main reasons to form the multi-scale martensite. Moreover, the fresh martensite possesses three highlights, such as microstructure of finer laths, same orientation in a blocky area considered as a “packet” and higher mechanical properties. The research result of this paper reveals the microstructure evolution of Q-P-T treated steel, and provides the accurate theoretical basis for improving the Q-P-T process and the mechanical properties.

Q-P-T process, martensite transformation, laser scanning confocal microscope, retained austenite, mechanical properties

doi: 10.1360/N092014-0360