

高建钢不同位置铁素体相变析出行为研究

郑非凡^{1,2} 张彩军^{1,2} 武绍文^{1,2} 李康康^{1,2}

(1.华北理工大学冶金与能源学院 河北 唐山 063009; 2.河北省高品质钢连铸工程技术研究中心 河北 唐山 063009)

摘 要: 利用高温激光共聚焦显微镜对高建钢针状铁素体的相变析出行为进行原位观察,并将其分类为晶界面、晶界棱和夹杂物析出铁素体,就其形核位置及长大速率进行理论分析。发现晶界铁素体存在生长速率不均匀与生长过程发生偏转两个普遍的生长特性;发现了铁素体的三种形核位置析出铁素体的先后顺序;最后通过原位观察揭示了不同位置析出铁素体的生长特性。

关键词: 高建钢; 针状铁素体; 原位观察; 晶界面; 晶界棱; 相变

中图分类号: TF76, TG115 文献标志码: A 文章编号: 1004-7638(2020)06-0124-06

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2020.06.022

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Study on the Transformation and Precipitation Behavior of Ferrite at Different Positions in High-rise Building Steel

Zheng Feifan^{1,2} Zhang Caijun^{1,2} Wu Shaowen^{1,2} Li Kangkang^{1,2}

(1.College of Metallurgy and Energy, North China University of Science and Technology, Tangshan 063009, Hebei, China; 2.Hebei Province High Quality Steel Continuous Casting Engineering Technology Research Center, Tangshan 063009, Hebei, China)

Abstract: The phase transformation and precipitation behavior of acicular ferrite in high-rise construction steel was observed in situ by high temperature laser confocal microscope. According to its nucleation site, the ferrite can be classified into crystal interface, grain boundary edge and inclusions. The nucleation position and growth rate of acicular ferrite were analyzed theoretically. The following conclusions are drawn: 1) the growth rate of grain boundary ferrite is inhomogeneous and the growth process deflects; 2) Three kinds of nucleation positions of ferrite and the sequence of ferrite precipitation were found; 3) finally, the growth characteristics of ferrite precipitated at different positions were revealed by in-situ observation.

Key words: high-rise building steel, acicular ferrite, in situ observation, crystal interface, grain boundary edge, phase transition

0 引言

在新一代钢铁材料的发展中,要求大多钢铁材料同时具备安全可靠、使用寿命长及焊接性好等条件,以满足高层建筑、超高层建筑、大跨度机场体育馆等当前工业发展的需求。氧化物冶金技术的关键性问题是铁素体的形核、尺寸以及形貌的深入理解,使得人们可以有效地预测钢铁材料组织的演变过程,配置合理的成分和有效的热处理制度,以提高钢铁材料的强韧性。

研究表明^[1],钢中以针状铁素体为主要组织,形成多相结构的钢材具有优良的力学性能,它的强度、韧性、塑性等综合力学性能有了很大提高,同时由于高建钢焊接组织中大角度晶界的特点,有利于组织裂纹的扩展,提高钢的强韧性^[2-4]。万响亮^[5]等采用高温激光共聚焦显微镜原位观察了低合金高强度钢模拟大线能量焊接热循环过程中 TiN 颗粒的细化效果。

为了深入了解高建钢奥氏体向铁素体转变过程及不同位置析出铁素体速率和形貌差别,笔者采用

CLSM (Confocal Laser Scanning Microscope) 显微镜^[6]对 Q420 级高建钢铁素体析出生长行为进行了观察研究。

1 试验方案

试验采用实验室熔炼的 Q420 级高建钢作为本研究所用材料,其主要化学成分如表 1 所示。

高温激光共聚焦显微镜检测步骤如下:通过线切割将该实验钢的试样加工成大小为 $\varnothing 7\text{ mm} \times 2\text{ mm}$ 的圆形薄片,将该样品上下表面及侧面分别用 180[#]–2000[#] 砂纸逐个打磨,要求上下表面平行且光滑,然后将观察面进行抛光,并用酒精擦拭后吹干。由于试样制作的非常薄,在该样品厚度区间

之内,基本上几乎只存在着一层奥氏体的晶粒,高温激光共聚焦显微镜升温至一定温度后,试样组织发生奥氏体化,发现奥氏体晶界面垂直于本试验样品的表面,正因为奥氏体晶界垂直于试样表面致使我们观察到的那些沿着晶界生长出来的铁素体应该更加趋于该铁素体的真实长度,这就是采用毫米级超薄试样的意义所在。该试验的热加工工艺制度如下:首先,将升温速率设定为 $10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$,以此温度快速升温至 $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后进行 600 s 的保温,然后再设置降温速率为 $12\text{ }^{\circ}\text{C/s}$,并以此速度将试样温度降温至 $750\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后进行 60 s 的保温处理,同时进行进行原位观察,最后仍然以 $12\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 的冷却速率将试样快速冷却至室温。

表 1 试样主要化学成分
Table 1 Chemical compositions of the sample

												%
C	Si	Mn	P	S	Cu	Ni	Mg	Nb	V	Ti	Cr	Al
0.127	0.119	1.428	0.009	0.004	0.009	0.004	0.011	0.047	0.086	0.017	0.001 3	0.042

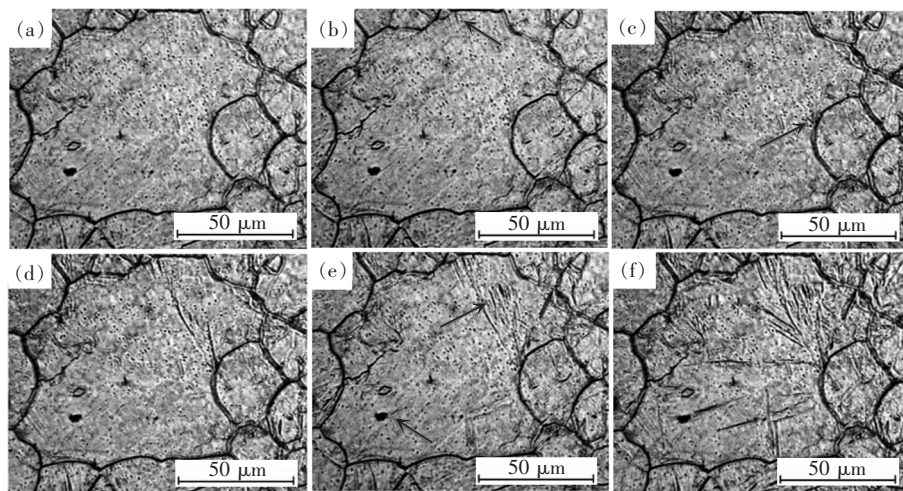
2 试验结果

2.1 铁素体形核位置排序

铁素体往往先由晶界析出,之所以晶界铁素体的析出优先于晶内,是因为奥氏体晶界上的大量位错降低了晶界的表面能,这一条件更适宜铁素体析出。在多晶体中,相邻两个奥氏体晶粒的边界是晶界,三个奥氏体晶粒的共同边界是晶界边缘,四个或更多奥氏体晶粒的交集是晶界拐角,能为铁素体相的形核提供晶界能量,但晶界面形核时只有一个界

面为铁素体相形核提供能量,而晶棱形核却有三个界面为铁素体相提供能量,在晶隅形核的话更是在六个以上界面为铁素体相提供能量,显然,在形核速率方面,晶体的晶界棱优于晶体的界面。观察铁素体的析出过程,如图 1 所示。

由图 1 可知,铁素体先由晶棱析出,然后才是晶界面,最后在夹杂物上析出,这与成林等^[7]研究结果一致。而且铁素体析出的速率的大小也符合以上的顺序,晶界棱上析出的铁素体的初始生长速率最快。



(a)铁素体尚未析出;(b)、(c)、(d)铁素体在晶界上析出;(e)、(f)铁素体在晶内析出

图 1 等温开始铁素体析出过程

Fig.1 Diagram of ferrite precipitation process at isothermal start

2.2 针状铁素体生长速率的计算

高温共聚焦显微镜观察了铁素体转变和析出的位置,分析不同位置对铁素体形核及长大速率的影响。为了得到铁素体生长速率,将数组图片通过ImageJ进行统计计算,测算铁素体长度的时间间隔为0.1 s,通过计算得出铁素体平均生长速率,以及时间与针状铁素体长度的对应关系。铁素体相变析出的过程,发现三种不同位置形核析出的铁素体。

2.2.1 针状铁素体在晶界析出

由1 200 ℃降温到750 ℃,在等温过程中晶棱处析出的针状铁素体,观察发现其针状铁素体生长速率极快,且铁素体晶粒比较粗大。B箭头指的针状铁素体刚一长出便被其他铁素体截断,未能充分长大,而A箭头所指的针状铁素体则在析出后充分长大,如图2所示。

通过对图中B箭头所指的晶棱铁素体计算得出,该铁素体的初始平均生长速率达到了44.82 $\mu\text{m/s}$,随后生长速度急速降低至12.85 $\mu\text{m/s}$,但其生长速度快速上升,最高速度达到了59.55 $\mu\text{m/s}$,之后该铁素体与其他铁素体靠近生长速度逐渐下降,铁素体长度与时间关系如图3所示。

在此过程中出现了铁素体生长速率不均匀的情况,有人研究认为铁素体板条是由一系列的亚单元组成,各个亚单元之间存在一定角度,并且亚单元与观察表面成一定的角度,这与板条生长速率的变化有关^[8-9]。还有解释为板条的生长受到溶质的扩散与界面迁移的控制^[9-10],或与相变时产生的应力有关。此试验结果从铁素体生长速率的角度,进一步证实了针状铁素体板条是由几个亚晶粒相互首尾连接而成。

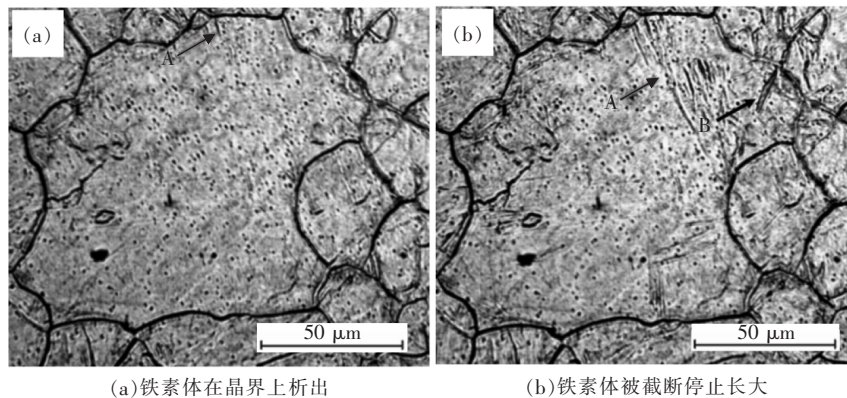


图2 晶棱处析出针状铁素体的生长过程
Fig.2 Growth process of acicular ferrite precipitated at the crystal edge

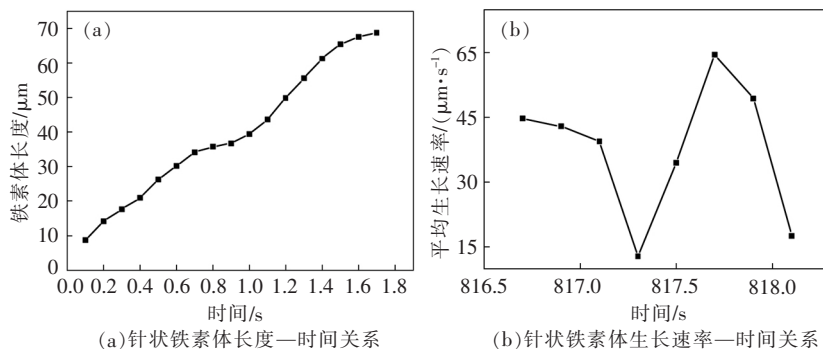


图3 晶界析出针状铁素体生长速率
Fig.3 Relationship between ferrite precipitated from crystal interface and time

2.2.2 针状铁素体在晶界面析出的生长速率

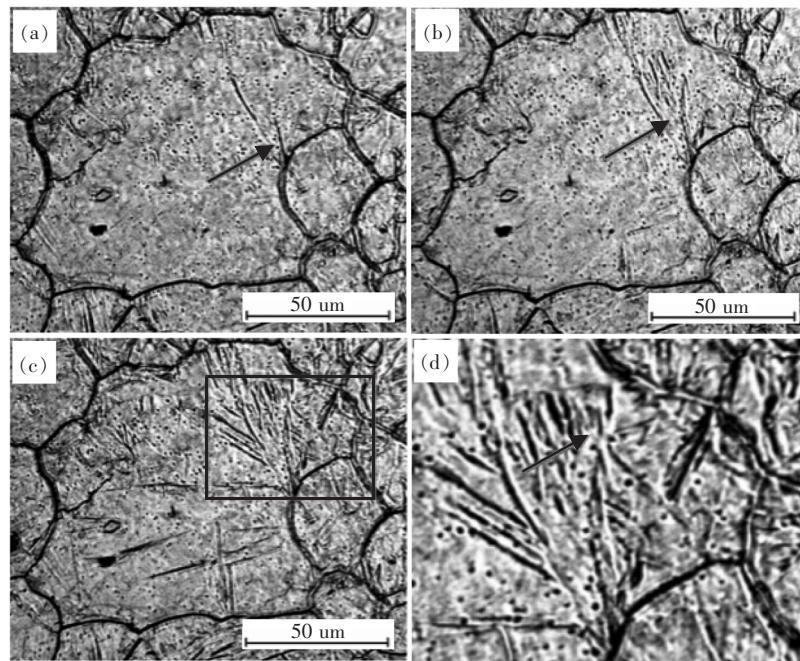
由1 200 ℃冷却到750 ℃进行保温处理,等温过程中针状铁素体由晶界面相变析出生长过程如图

4所示。在此过程中,针状铁素体沿初生方向几乎平直生长,但在生长过程中由于相邻铁素体的碰撞挤压生长方向发生偏转,随着等温时间的加长,该铁

素体上还形成了分支。

如图 5(a) 所示, 铁素体的长度随着保温时间的上升而不断增加, 但是由曲线斜率可以看出铁素体生长速率存在很大的浮动, 这一点由图 5(b) 针状铁素体生长速率与时间对应关系可以看出, 该铁素体生长分为三个阶段, 第一阶段为 0.5 s 前, 计算其平均生长速率为 $27.11 \mu\text{m/s}$; 第二阶段为 0.5 ~ 1 s 范

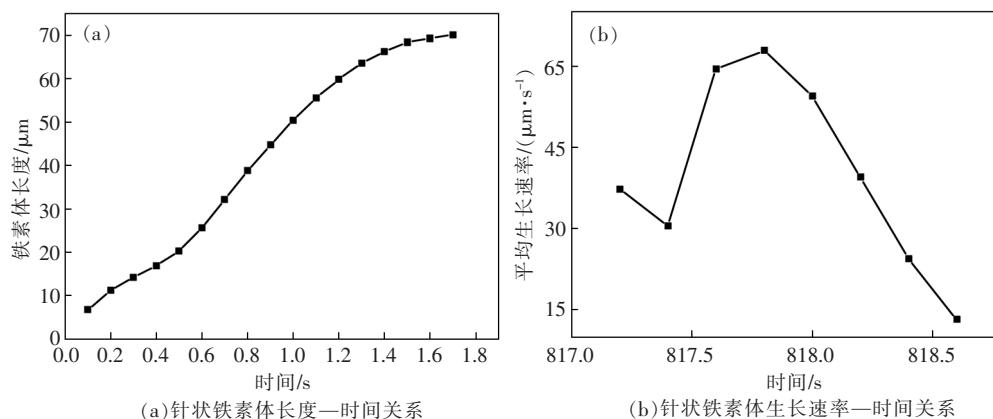
围内, 此时生长速率明显加快为 $49.58 \mu\text{m/s}$; 第三阶段为 1 s 之后, 生长速率逐渐下降为 $25.63 \mu\text{m/s}$, 直至与其他铁素体碰撞停止生长。由于相变初期温度刚到达 750°C , 溶质元素扩散效果不好, 因此铁素体初始生长速率很低, 随着等温时间变长, 溶质元素快速弥散, 铁素体的生长速率明显上升, 最后元素完全均匀弥散导致生长速率再次下降。



(a) 铁素体在晶界上析出; (b) 铁素体长大发生偏转; (c) 铁素体最终形态; (d) 铁素体放大形态

图 4 针状铁素体在晶界面析出生长过程

Fig.4 Precipitation and growth process of acicular ferrite at crystal interface



(a) 针状铁素体长度—时间关系

(b) 针状铁素体生长速率—时间关系

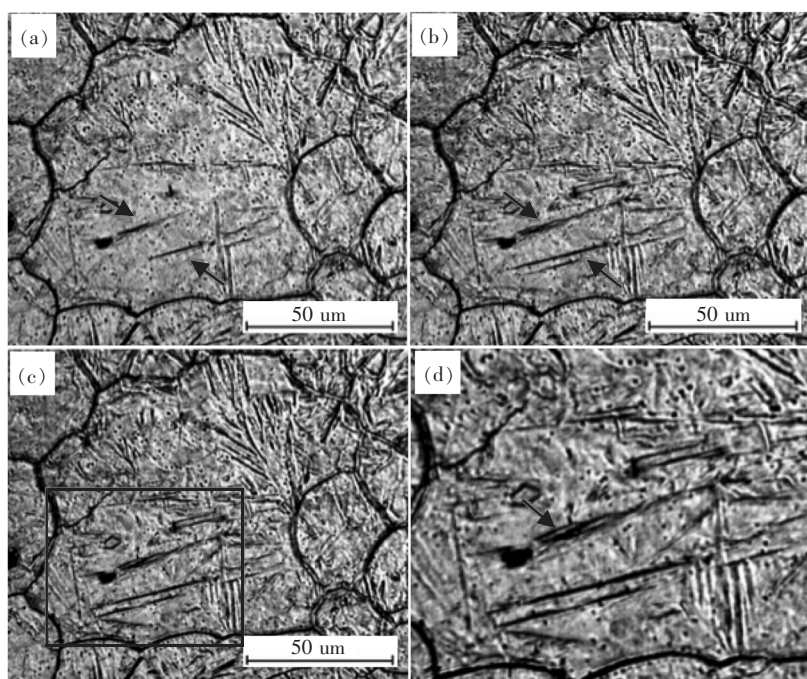
图 5 晶界面析出针状铁素体生长速率

Fig.5 Growth rate diagram of acicular ferrite precipitated from crystal interface

2.2.3 针状铁素体在夹杂物上析出的生长速率

夹杂物上析出的铁素体较之晶界上的生长速率要低很多, 且析出的时间较晚, 生长空间较小, 很容

易被析出的其它铁素体截断, 因此多为填补空位, 同时还发现铁素体生长停滞在夹杂物与铁素体交汇处有铁素体析出, 如图 6 所示。



(a)铁素体在晶内析出;(b)铁素体长大;(c)铁素体最终形态;(d)铁素体放大形态

图6 针状铁素体在夹杂物上析出生长过程

Fig.6 Precipitation and growth of acicular ferrite on inclusions

在此过程中,针状铁素体平直生长,在生长过程中,通过计算铁素体的平均生长速率发现,其生长速率基本恒定在 $31.5 \mu\text{m/s}$,这是由于夹杂物析出铁

素体是在 750°C 等温一段时间之后,此时溶质元素扩散速度较快,而随着其完全扩散,铁素体生长速率逐渐降低,其铁素体长度与时间关系如图7所示。

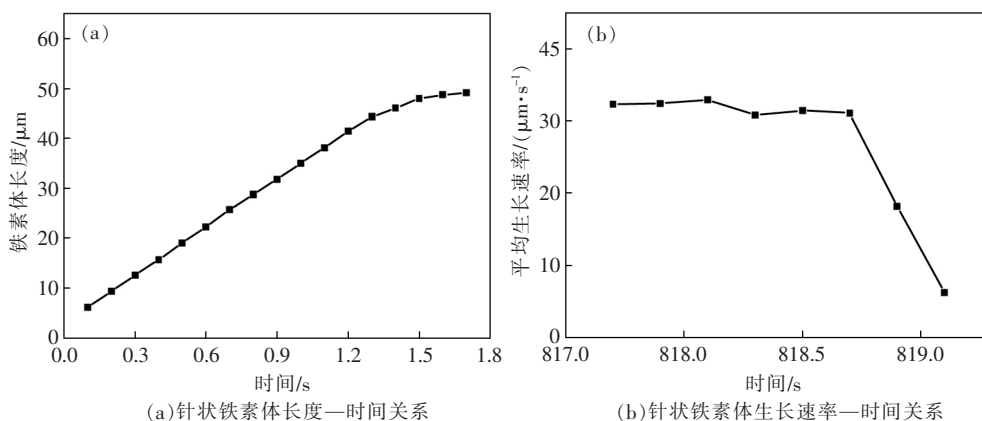


图7 夹杂物析出针状铁素体生长速率

Fig.7 Relationship between ferrite precipitated from crystal interface

综上所述,不同位置析出的针状铁素体的生长速率走势也有各自的特点,将不同位置析出的针状铁素体生长速率进行对比,如图8所示。

由图8可知:针状铁素体优先在晶界棱上析出,晶界面随后,最后才在夹杂物上析出;不同位置析出

铁素体的初始速率也有所不同,其由快到慢顺序为晶界棱、晶界面、夹杂物;晶界棱与晶界面上析出的铁素体生长速率前期都先下降,随后升高,而夹杂物析出的铁素体生长速率则基本不变;当晶界铁素体生长速率达到最高时,夹杂物上开始析出铁素体。

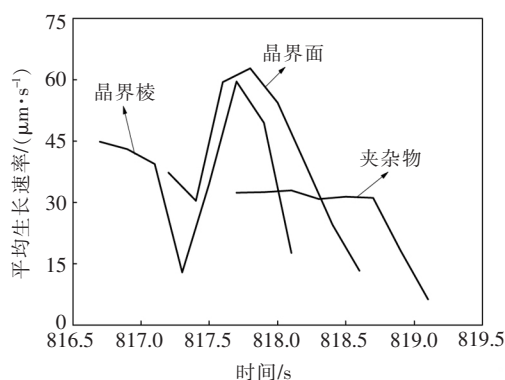


图8 不同位置析出针状铁素体生长速率对比

Fig.8 Comparison of growth rates of acicular ferrite at different positions

3 结论

1) 晶界棱优先析出铁素体,之后是晶界面铁素

体,最后是夹杂物析出铁素体,这是由于原奥氏体晶界能量高,同时有利于元素的扩散,而晶界棱又是多个晶界组成,铁素体析出动能能更高,因此优先析出,且析出后生长的初速度更高。

2) 发现晶界铁素体生长速率不均匀与生长过程发生偏转两个普遍的生长特性。

3) 通过原位观察,发现了针状铁素体的形核方式分别为夹杂物诱导形核、在奥氏体晶界上感生形核以及在晶界铁素体上感生形核。

4) 由于晶界铁素体析出时间较早,溶质扩散较慢,因此出现生长速率下降的现象,而夹杂物上析出铁素体的时间较晚,较之晶界上析出的铁素体生长速率要低很多,但基本为匀速生长。

5) 晶界铁素体生长速率达到顶峰时,此时溶质扩散速率也到达峰值,此时有利于晶内夹杂物上铁素体的析出。

参考文献

- [1] Shang Chengjia, Hu Liangjun, Yang Shanwu *et al.* Formation and control of acicular ferrite in low carbon microalloyed steel [J]. *Acta Metallurgica Sinica* 2005 41(5): 471-476.
(尚成嘉, 胡良均, 杨善武, 等. 低碳微合金钢中针状铁素体的形成与控制 [J]. *金属学报* 2005 41(5): 471-476.)
- [2] Liang Dongmei, Zhu Yuanzhi, Zhou Lixin *et al.* Needle ferrite and its inhomogeneous nucleation mechanism in steel [J]. *Heat Treatment of Metals* 2011 36(12): 105-111.
(梁冬梅, 朱远志, 周立新, 等. 钢中针状铁素体及其非均匀形核机制 [J]. *金属热处理* 2011 36(12): 105-111.)
- [3] Lai Chaobin, Zhao Qingsong, Tan Xiuzhen *et al.* Research status of intragranular ferrite and its microstructure control technology [J]. *Nonferrous Metals Science and Engineering* 2014(6): 53-60.
(赖朝彬, 赵青松, 谭秀珍, 等. 晶内铁素体及其组织控制技术概况 [J]. *有色金属科学与工程* 2014(6): 53-60.)
- [4] Yang Jie, Li Chunfu, Shen Wenzhu. Research status and application prospect of acicular ferrite [J]. *Heat Treatment of Metals*, 2013 38(2): 21-25.
(杨杰, 李春福, 申文竹. 针状铁素体形成的研究现状及应用前景 [J]. *金属热处理* 2013 38(2): 21-25.)
- [5] Wan Xiangliang, Li Guangqiang, Wu Kaiming. In situ observation of grain refinement effect of tin particles on coarse grain zone in simulated welding heat affected zone of high strength low alloy steel [J]. *Journal of University of Science and Technology Beijing*, 2016 38(3): 371-378.
(万响亮, 李光强, 吴开明. 原位观察 TiN 粒子对低合金高强度钢模拟焊接热影响区粗晶区晶粒细化作用 [J]. *北京科技大学学报* 2016 38(3): 371-378.)
- [6] Fang Yuan, Liang Gao, Zhu Guangming *et al.* Confocal laser scanning microscope and its application in in situ observation of steel phase transformation [J]. *Baosteel Technology* 2006(6): 64-69.
(方园, 梁高飞, 朱光明, 等. 共焦激光扫描显微镜及其在钢铁相变原位观察中的应用 [J]. *宝钢技术* 2006(6): 64-69.)
- [7] Cheng Lin. Nucleation, three dimensional morphology and growth kinetics of ferrite in low carbon microalloyed high strength steel [D]. Wuhan: Wuhan University of Science and Technology 2013.
(成林. 低碳微合金高强度钢中铁素体的形核、三维形态与长大动力学 [D]. 武汉: 武汉科技大学 2013.)
- [8] Eichen E, Aaronson H I, Pound G M *et al.* Thermionic emission microscope study of the formation of ferrite sideplates [J]. *Acta Metallurgica*, 1964 12(11): 1298-1301.
- [9] Onink M, Tichelaar F D, Brakman C M *et al.* An in situ hot stage transmission electron microscopy study of the decomposition of Fe-C austenites [J]. *Journal of Materials Science*, 1995 30(24): 6223-6234.
- [10] Krielaart G P, Sietsma J, Zwaag S V D. Ferrite formation in Fe-C alloys during austenite decomposition under non-equilibrium interface conditions [J]. *Materials Science & Engineering A*, 1997 237(2): 216-223.

编辑 邓淑惠