

渗碳体粒子尺寸对低碳钢铁素体动态再结晶的影响*

王 猛 李龙飞 孙祖庆

(北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083)

杨王玥

(北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘 要 利用单向热压缩实验和 OM、SEM、EBSD 及 TEM 技术, 研究了低碳钢铁素体晶粒尺寸相似、渗碳体粒子尺寸不同的两种原始组织在 700 °C、0.01 s⁻¹ 条件下的组织演变过程, 分析了渗碳体粒子尺寸对铁素体动态再结晶的影响. 实验结果表明: 变形过程中, 在尺寸较大的渗碳体粒子附近容易产生大的应变梯度, 通过粒子激发形核导致动态再结晶核心的形成. 在变形初期, 动态再结晶核心主要在尺寸大于 1.0 μm 的渗碳体粒子附近形成; 随着应变量的增加, 动态再结晶核心也可以在 0.5—1.0 μm 的渗碳体粒子附近形成; 而小于 0.3 μm 的渗碳体粒子附近无法形成大的应变梯度, 只能钉扎位错和亚晶界, 阻碍动态回复和动态再结晶的发展.

关键词 低碳钢, 铁素体, 渗碳体粒子, 动态再结晶, 粒子激发形核

中图法分类号 TG111.7, TG142.31 **文献标识码** A **文章编号** 0412-1961(2007)10-1009-06

EFFECT OF CEMENTITE PARTICLE SIZE ON DYNAMIC RECRYSTALLIZATION OF FERRITE IN A LOW CARBON STEEL

WANG Meng, LI Longfei, SUN Zuqing

State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

YANG Wangyue

School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083

Correspondent: YANG Wangyue, professor, Tel: (010)62334919, E-mail: wyang@mater.ustb.edu.cn

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.50471092) and Specialized Research

Fund for the Doctoral Program of Higher Education of China (No.20050008017)

Manuscript received 2007-01-10, in revised form 2007-04-25

ABSTRACT The microstructure evolution of ferrite in a low carbon steel during hot uniaxial compression tests at 700 °C and 0.01 s⁻¹ was investigated by means of OM, SEM, EBSD and TEM. In order to investigate the effect of cementite particles size on dynamic recrystallization (DRX) of ferrite, two different microstructures consisting of ferrite with similar size and cementite particles with different sizes were adopted by quenching and tempering of a low carbon steel. The results showed that large cementite particles acted as nucleation sites for DRX of ferrite by particle-stimulated nucleation (PSN) mechanism, due to the formation of large orientation gradient near them during hot deformation. In the earlier stage, DRX nuclei were mainly formed near cementite particles with size larger than 1 μm. With increasing strain, the nuclei would also be formed near particles with size between 0.5 to 1 μm. On the contrary, because of much smaller orientation gradient and pinning effect on the dislocation and sub-boundary, the cementite particles with size smaller than 0.3 μm retarded dynamic recovery (DRV) and DRX of ferrite.

KEY WORDS low carbon steel, ferrite, cementite particle, dynamic recrystallization, particle-stimulated nucleation

* 国家自然科学基金项目 50471092 和教育部博士点基金项目 20050008017 资助

收到初稿日期: 2007-01-10, 收到修改稿日期: 2007-04-25

作者简介: 王 猛, 男, 1981 年生, 硕士生

越来越多的研究表明, 虽然铁素体具有较高的层错能, 位错的攀移和交滑移容易进行, 但在热变形过程中动态回复并非其唯一的软化机制, 在合适的条件下铁素体也可以发生动态再结晶^[1-3]. 本课题组研究证实, 在变形参数合适的情况下, 将原始组织处理为铁素体 + 渗碳体粒

子组织后可以促进铁素体动态再结晶的发生和发展^[4],但渗碳体粒子尺寸对铁素体动态再结晶过程的影响尚待进一步研究。

由于第二相粒子和基体的力学性能存在差异,变形过程中为协调塑性形变,在较大的粒子附近形成大的应变梯度,从而促进再结晶形核,这种现象称之为粒子激发形核(PSN)^[5],它首先在静态再结晶中发现。Humphreys^[6,7]在对冷轧 Cu-Al 合金退火研究中发现,大的第二相粒子($>0.6 \mu\text{m}$)周围的大应变梯度促进静态再结晶形核,并在对变形后的铝合金和含硅颗粒镍单晶退火研究中针对 PSN 进行了深入分析。此后,在热变形过程中也发现 PSN 现象, McQueen 等人^[8]在对 Ag-Mg 合金的热扭转实验中发现尺寸大于 $0.6 \mu\text{m}$ 的第二相粒子可以促进合金的动态再结晶。随着第二相粒子尺寸的减小,粒子对再结晶的作用由促进转化为抑制。Nes^[9]在对不同的合金的变形组织退火研究中也发现 PSN 存在临界尺寸,尺寸小于 $0.3 \mu\text{m}$ 的粒子对再结晶会产生明显的抑制作用。Corti 等人^[10]在研究了变形 Fe-Al 和 Zr-Al 合金退火实验后,强调粒子对再结晶的抑制作用会随粒子间距缩小而增大。然而对于 PSN 的形核机制始终没有统一的解释:一种观点认为, PSN 通过粒子畸变区内小角度晶界(LAGB)的迁移长大实现,但考虑到晶界迁移距离较大,且小角度晶界的可动性较差,这一观点并未得到广泛认同,也没有在实验中得到证实^[5];另一种观点则认为,粒子附近的高畸变区易于形成可动性较强的大角度晶界(HAGB),晶界迁移造成核心长大,这一现象已在实验中观察到^[6]。

本实验通过对低碳钢马氏体组织进行回火处理,得到两种铁素体晶粒尺寸相近(平均尺寸 $15 \mu\text{m}$ 左右)、渗碳体粒子大小不同的组织,利用金相显微镜(OM)、扫描电镜(SEM),电子背散射衍射技术(EBSD)和透射电镜(TEM)研究了不同尺寸的渗碳体粒子对低碳钢铁素体动态再结晶的影响,分析了 PSN 的形核机制和小粒子的抑制作用。

1 实验方法

实验所用材料为 Q235 级别低碳钢,化学成分(质量分数,%)为: C 0.171, S 0.013, P 0.017, Si 0.09, Ni 0.03, Cu 0.01, Al 0.025, Mo 0.01。在 $1100\text{--}850 \text{ }^\circ\text{C}$ 热锻成直径为 15 mm 棒材,经过 $980 \text{ }^\circ\text{C} / 15 \text{ min}$,水淬 + $710 \text{ }^\circ\text{C} / 6 \text{ h}$ 回火(样品 1)与 $980 \text{ }^\circ\text{C} / 15 \text{ min}$,水淬 + $710 \text{ }^\circ\text{C} / 60 \text{ h}$ 回火(样品 2)工艺得到铁素体晶粒尺寸相近(约为 $15 \mu\text{m}$),渗碳体粒子尺寸、间距不同的两种组织,如图 1 和 2 所示。样品 1 粒子尺寸较小、间距小,样品 2 粒子尺寸大、间距大。将处理后的棒材经机加工成直径 8 mm 、长 15 mm 的圆柱试样。热变形实验在 Gleeble1500 热模拟机上进行,形变温度为 $700 \text{ }^\circ\text{C}$,应变速率为 0.01 s^{-1} 。

变形后采用水淬固定变形组织,将变形试样沿压缩方向切开,经机械抛光和 4% 硝酸酒精侵蚀后,利用光学显微镜和 Zeiss Supra 55 场发射扫描电镜观察组织形貌。电解

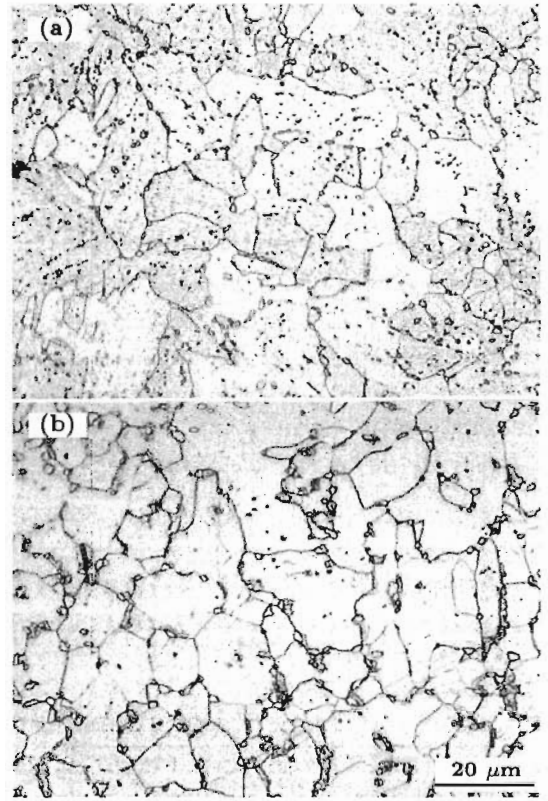


图 1 两种热处理工艺样品显微组织

Fig.1 Microstructures of the low carbon steel quenched at $980 \text{ }^\circ\text{C} / 15 \text{ min}$, tempered at $710 \text{ }^\circ\text{C} / 6 \text{ h}$ (sample No.1) and $710 \text{ }^\circ\text{C} / 60 \text{ h}$ (sample No.2), in both samples ferrite grain sizes are about $15 \mu\text{m}$ but cementite particle sizes and spacings are obviously different

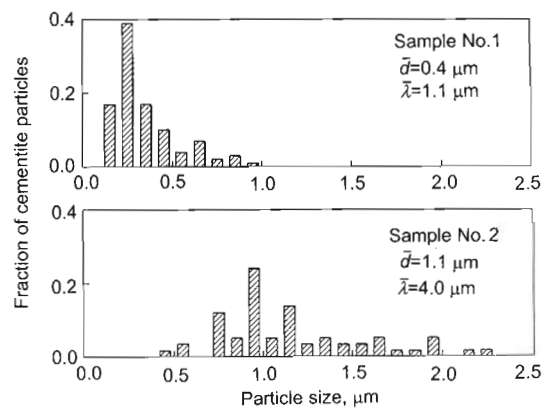


图 2 渗碳体粒子尺寸分布

Fig.2 Distributions of cementite particle size in the two samples (\bar{d} -average particle size, $\bar{\lambda}$ -average spacing)

抛光后采用电子背散射技术 (EBSD) 分析铁素体晶粒取向分布, 获得晶界取向差别的信息. 电解抛光液为 20% 高氯酸 + 10% 甘油 + 70% 无水乙醇, 电解电压为 15 V. 采用双喷减薄制备 TEM 薄膜试样, 双喷液为 5% 高氯酸 + 95% 无水乙醇, $-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 到 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (液氮冷却), 电压 $(75\pm 5)\text{ V}$. TEM 研究在 H-800 型透射电镜上进行.

2 实验结果及分析

2.1 组织演变过程

两种不同原始组织的低碳钢在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 0.01 s^{-1} 条件下变形至应变量为 1.60 时的变形组织如图 3 所示, 金相蚀刻显示的晶界均为大角度晶界 (HAGB). 图 4 示出相应的 EBSD 取向成像图.

从图 3 和图 4 可以看出, 样品 1 的变形组织中铁素体动态再结晶晶粒 (由 HAGB 包围的等轴晶粒) 数量较少, 样品 2 的变形组织中铁素体动态再结晶晶粒数量较多, 即样品 2 变形过程中铁素体动态再结晶发生程度较高. 样品 1 的变形组织中在严重变形的晶粒内部存在大量的小尺寸渗碳体粒子, 而在样品 2 的变形组织中变形

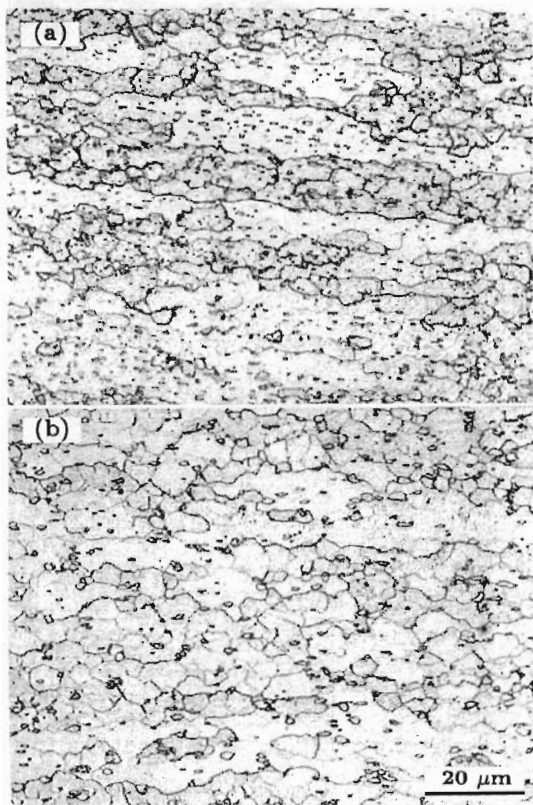


图 3 两种热处理样品在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 0.01 s^{-1} 条件下变形至应变量为 1.60 时的变形组织

Fig.3 Microstructures of the two samples deformed at $700\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1} to the strain of 1.60

- (a) sample No.1, a small amount of DRX grains of ferrite
- (b) sample No.2, more amount of DRX grains of ferrite

晶粒内部的小尺寸渗碳体粒子数量较少. 另外, 样品 2 的变形组织中存在大量的 HAGB 和 LAGB, 样品 1 的变形组织中两种晶界的数量均较少.

图 5a 总结了两种样品的变形组织中铁素体动态再结晶晶粒数量随应变增加的变化趋势. 直观地反映了在变形过程中两种样品铁素体动态再结晶的发展过程, 样品 2 中铁素体动态再结晶发展较快, 而且进行程度明显高于样品 1. 图 5b 是两种样品的变形组织中 HAGB 分数随着应变增加的变化趋势. 在样品 1 中, 随着应变量的增加, HAGB 分数持续降低, 但当应变增加到一定程度后 ($\epsilon \approx 0.6$), 趋势变缓. 在样品 2 中, 变形初期, HAGB 分数迅速降低, 应变达到一定程度 ($\epsilon \approx 0.6$) 后降至谷底. 随后, 随着应变量的增加, HAGB 分数开始增加, 当应变超过 1.0 后, HAGB 分数基本不变.

虽然变形过程中两种样品中均发生了可以增加 HAGB 数量的铁素体动态再结晶现象, 但由于热变形过程中铁素体易于发生动态回复过程, 变形初期铁素体动

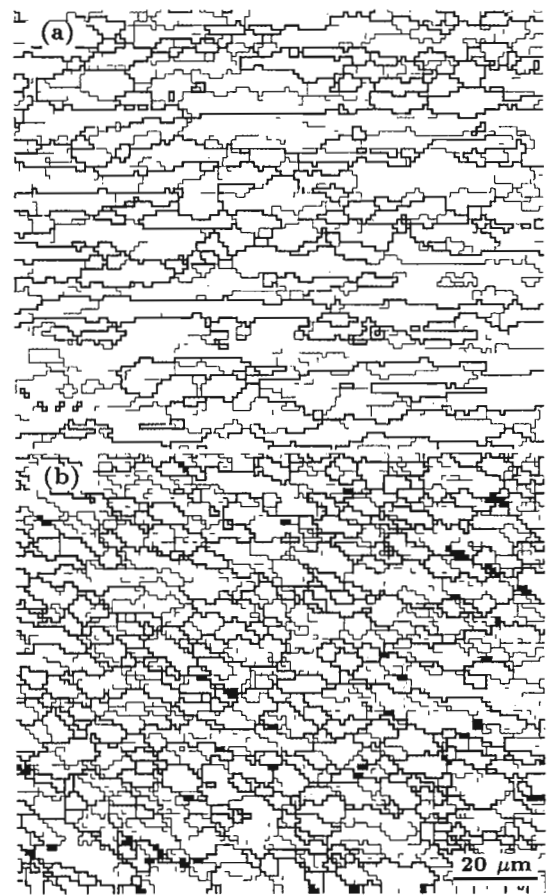


图 4 形变末期两种样品的铁素体晶粒取向差分布图

Fig.4 EBSD misorientation maps of the sample No.1 (a) and No.2 (b) at strain of 1.6, the amounts of LAGB and HAGB in sample No.1 are less than those in sample No.2 due to the DRV and DRX of ferrite were retarded by more cementite particles with small size in sample No.1. Thick lines indicated HAGBs and thin lines indicated LAGBs

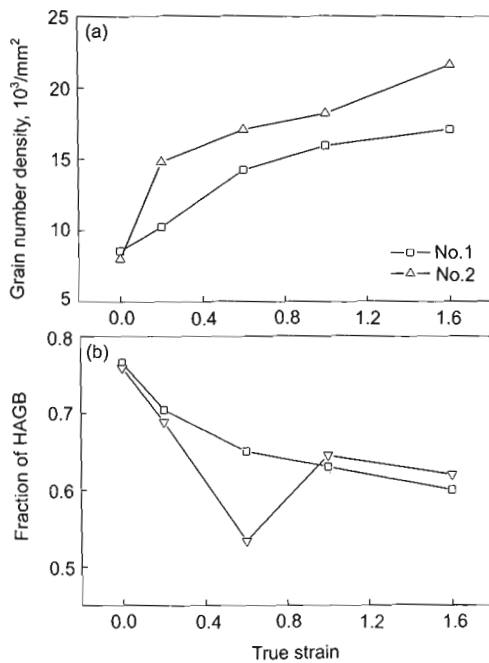


图 5 两种样品中晶粒密度和大角度晶界分数随应变增加的变化趋势

Fig.5 Variations of grain number densities (a) and fractions of HAGB (b) with strain in the two samples obtained by EBSD maps

态回复使样品内部形成大量 LAGB, LAGB 分数明显增加, 从而导致 HAGB 分数出现下降. 虽然样品 2 中铁素体动态再结晶过程进行得较快, 动态再结晶晶粒数量也较多, 但变形初期铁素体动态回复的充分进行导致 HAGB 分数明显下降. 或者说, 与样品 2 相比, 样品 1 中铁素体动态回复进行得不够充分是 HAGB 下降幅度比较小的原因. 随着应变量的增加, 样品 2 中铁素体动态再结晶的持续进行使 HAGB 分数明显增加, 所以出现 HAGB 分数降至谷底后明显上升的现象. 应变量增加到一定程度, 铁素体动态再结晶与动态回复达到一定平衡后, HAGB 分数的上升趋势变缓. 而样品 1 中铁素体动态再结晶进行缓慢, 只是在应变量增加到一定程度后, 由于动态再结晶与动态回复达到了一定的平衡, 从而 HAGB 分数下降的趋势变缓.

两种样品的铁素体原始晶粒尺寸相近, 出现上述现象的原因主要在于两种样品中渗碳体粒子的尺寸与分布不同, 样品 1 中的渗碳体粒子尺寸小、间距小, 多分布在铁素体晶粒内部 (图 1a); 样品 2 中的渗碳体粒子大、间距大, 多分布在铁素体晶界 (图 1b). SEM 观察表明, 变形初期, 铁素体动态再结晶晶粒主要在尺寸大于 $1.0 \mu\text{m}$ 的渗碳体粒子附近形成 (图 6a,b). 由于样品 2 中这种尺寸的渗碳体粒子数量明显多于样品 1 (图 2), 因此样品 2 中铁素体动态再结晶进行程度明显高于样品 1. 随着应变量的增加, 在 $0.5\text{--}1.0 \mu\text{m}$ 大小的渗碳体粒子附近也可以

形成铁素体动态再结晶晶粒 (图 6c), 导致铁素体动态再结晶过程的持续进行. 而样品 1 中尺寸大于 $0.5 \mu\text{m}$ 的渗碳体粒子的总数较少 (图 2), 因此铁素体动态再结晶进行程度明显小于样品 2. 从图 3 可以看出, 未发生动态再结晶的铁素体晶粒内部存在着大量的小尺寸渗碳体粒子 ($<0.3 \mu\text{m}$), 显然, 这种尺寸的渗碳体粒子对铁素体动态再结晶进行具有阻碍作用. 样品 1 中的小尺寸渗碳体粒子明显多于样品 2, 因此, 样品 1 中铁素体动态再结晶过程受到明显阻碍. 下面, 结合 TEM 观察, 对不同尺寸的渗碳体粒子对铁素体动态再结晶过程的影响作用进行分析.

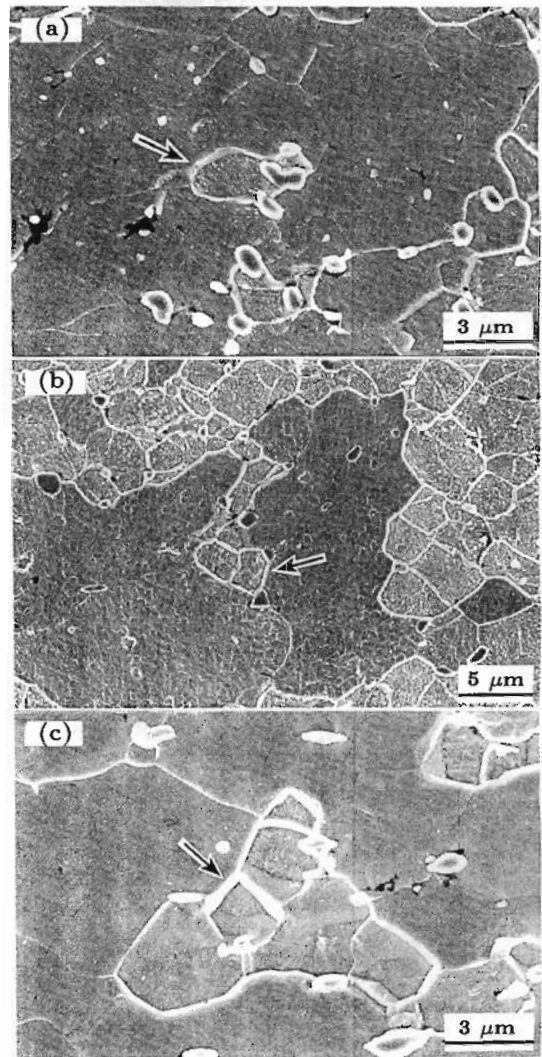


图 6 热变形诱导渗碳体粒子激发形核的 SEM 观察

Fig.6 SEM images of particle simulated nucleations (shown by arrows) during hot deformation in the two samples

- (a) sample No.1, $\epsilon=0.2$, larger cementite partilces acted as nucleation sites
- (b) sample No.2, $\epsilon=0.2$, larger cementite partilces acted as nucleation sites
- (c) sample No.2, $\epsilon=1.6$, middle cementite partilces also acted as nucleation sites

2.2 渗碳体粒子对铁素体动态再结晶的影响

2.2.1 大尺寸渗碳体粒子 ($>0.5 \mu\text{m}$) 的激发形核机制 已有研究 [5] 表明第二相粒子和基体力学性能存在差异, 变形过程中容易在第二相粒子附近的基体内产生大的畸变区, 为再结晶提供有利的形核位置, 但对于粒子激发形核机制始终没有统一的解释, 铁素体内的 PSN 现象更鲜有报道. Humphreys 等人 [6] 在关于铝合金的 PSN 现象的研究中提出 PSN 核心在大尺寸第二相粒子附近的高畸变区内形成, 通过 HAGB 的迁移实现长大.

实验表明, 铁素体内的粒子激发形核机制主要通过以下方式实现: 在渗碳体粒子附近畸变区内 PSN 核心通过 LAGB 向高位错密度区域迁移长大, 同时 LAGB 吸收位错向 HAGB 转化; 长大的驱动力为粒子畸变区内的储存能, 即粒子附近的高密度的位错, 如图 7 所示. 大尺寸渗碳体粒子附近基体内 (晶粒 1) 存在高的位错密度 (应变梯度差异), 再结晶核心 2 通过 LAGB 向左侧高位错密度区域 (晶粒 1) 的迁移实现长大. 小角度晶界在迁移过程中不断吸收位错, 其角度不断增加, 当达到临界角度 (约为 15°) 时, LAGB 将转变为迁移率高的 HAGB, 从而促进再结晶核心长大. PSN 核心并不一定紧挨渗碳体粒子, 如图 7 中核心 3, 也可以在渗碳体粒子附近形成.

在形变前期, PSN 核心主要在大尺寸渗碳体粒子 ($>1.0 \mu\text{m}$) 附近形成; 在形变后期, 由于粒子协同形核 [11] 和应变积累的作用 PSN 核心可以在中等尺寸粒子 ($0.5\text{--}1.0 \mu\text{m}$) 附近形成, 造成铁素体动态再结晶进行程度的提高, 组织进一步细化 (图 6c).

2.2.2 弥散分布的小尺寸渗碳体粒子 ($<0.3 \mu\text{m}$) 对铁素体动态再结晶的影响 热变形过程中的动态回复和

再结晶是形变过程中储存能的释放过程, 通过位错对消、重排以及大角度晶界的迁移实现. 样品 1 的渗碳体粒子尺寸小、间距小, 无法产生大的畸变区, 只能对位错起到钉扎作用 (图 8a), 延缓动态回复; 另一方面, 小粒子钉扎小角度晶界 (图 8b 箭头所指为具有明显位错缠结特征的小角度晶界), 降低了 LAGB 可动性, 阻碍 LAGB 向 HAGB 转化, 抑制动态再结晶; 此外, 大量弥散分布的小尺寸渗碳体粒子的存在, 使变形组织内部的形变储存能分布比较均匀, 不利于在变形组织内产生大的应变梯度 [8,9], 从而影响动态再结晶核心的形成.

形变前期, 样品 1 内能够促进 PSN 形核的大尺寸渗碳体粒子较少, 动态再结晶形核较少 (图 3a), 而小粒子钉扎位错, 抑制回复的作用使动态回复进展缓慢 (LAGB 分数增加缓慢), 因而其晶粒数量增长及 HAGB 比例下降较 No.2 组织缓慢 (图 4); 形变后期, 样品 1 弥散分布的小粒子 ($<0.3 \mu\text{m}$) 无法为 PSN 形核提供足够的应变梯度和位错密度, 同时还会钉扎位错和晶界, 抑制了组织的动态回复和再结晶过程, 最终变形组织内的晶界总量明显小于 No.2 (图 5), 铁素体晶粒严重变形 (图 3a), 没有进一

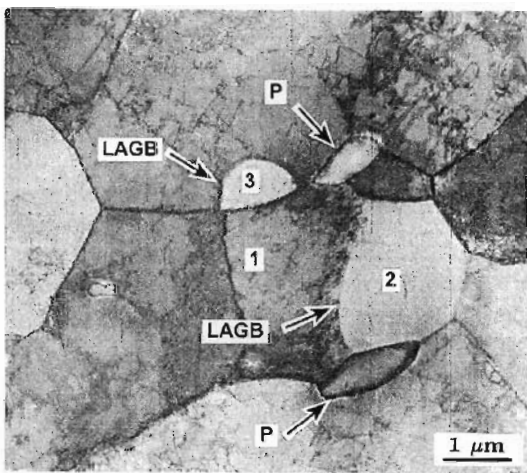


图 7 大粒子激发形核的 TEM 观察

Fig.7 TEM image of PSN near cementite particles with size larger than $1.0 \mu\text{m}$ (P—cementite particle; PSN—nucleus 2 grew up to grain 1 which contained lots of dislocations by the migration of LAGB between them; grain 3 was another PSN nucleus)

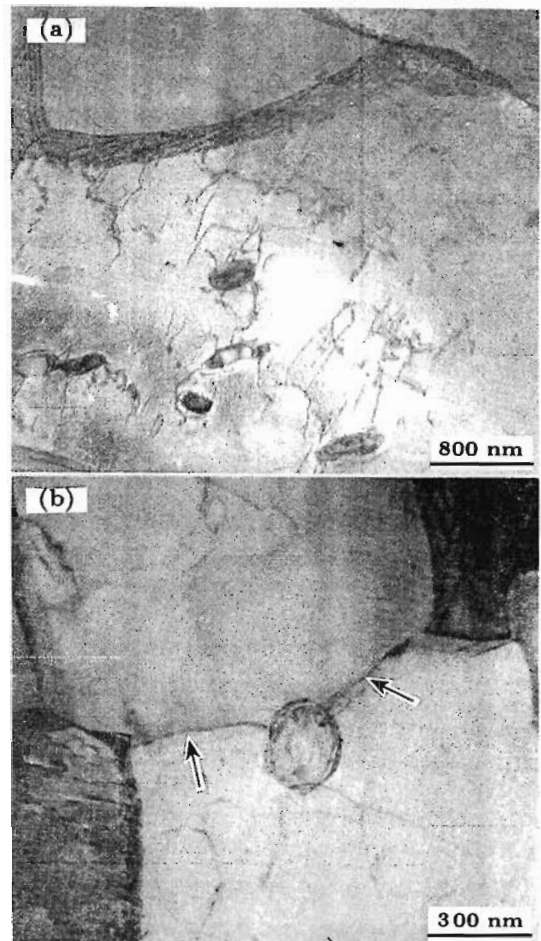


图 8 样品 1 中小粒子钉扎位错和晶界的 TEM 观察

Fig.8 TEM images of sample No.1, dislocations (a) and LAGB (shown by arrows) (b) were pinned by cementite particles with size smaller than $0.3 \mu\text{m}$

步细化, 晶粒数量增长缓慢(图4a), HAGB 比例持续下降(图4b).

3 结论

(1) 变形过程中, 两种组织都发生了铁素体动态再结晶现象. 形变初期, 动态再结晶核心主要在尺寸较大的渗碳体粒子附近 ($> 1.0 \mu\text{m}$) 形成; 随着应变量的增加, 在中等尺寸 ($0.5\text{--}1.0 \mu\text{m}$) 的粒子附近同样可以发生动态再结晶形核.

(2) 渗碳体粒子尺寸较大的样品中, 铁素体动态再结晶过程较快, 随着应变量的增加, 组织明显细化; 渗碳体粒子较为细小 ($< 0.5 \mu\text{m}$) 且较弥散的样品, 一方面铁素体动态再结晶形核位置较少, 另一方面尺寸小的渗碳体粒子 ($0.3 \mu\text{m}$ 以下) 还会钉扎位错, 阻碍晶界迁移, 对铁素体动态回复和动态再结晶起到阻碍作用, 动态再结晶进行程度明显低于前者.

(3) 铁素体内渗碳体粒子激发形核机制为: 在较大尺寸的渗碳体粒子附近的高畸变区内, 小角度晶界向高位错密度区迁移, 吸收位错并向大角度晶界转化, 导致动态再结晶核心的形成. 再结晶核心长大的驱动力为粒子附近的高畸变区内的储存能, 即粒子附近的高密度位错.

在北京科技大学新金属材料国家重点实验室研究员何建平老师、张燕老师的帮助下, 本实验的工作才得以顺利完成, 在此向两位老师在本实验中给予的帮助表示感谢.

参考文献

- [1] Glover G, Sellars C M. *Metall Trans*, 1973; 4: 765
- [2] Li L F, Yang W Y, Sun Z Q. *Acta Metall Sin*, 2003; 39: 419
(李龙飞, 杨王玥, 孙祖庆. 金属学报, 2003; 39: 419)
- [3] Murty S V S, Torizuka S, Nagai K, Kitai T, Kogo Y. *Scr Mater*, 2005; 53: 763
- [4] Yang W Y, Wang H M, Li L F, Sun Z Q. *Acta Metall Sin*, 2003; 39: 691
(杨王玥, 王红梅, 李龙飞, 孙祖庆. 金属学报, 2003; 39: 691)
- [5] Humphreys F J. *Met Sci*, 1979; 13: 136
- [6] Humphreys F J. *Acta Metall*, 1977; 25: 1323
- [7] Humphreys F J. *Scr Mater*, 2000; 43: 591
- [8] McQueen H J, Evangelista E, Bowles J, Crawford G. *Met Sci*, 1984; 18: 395
- [9] Nes E. *Acta Metall*, 1976; 24: 391
- [10] Corti C W, Fitzpatrick G A, Cotterill P. *Conf Recrystallization in the Control of Microstructure*. London: Iron and Steel Institute, 1973: 8
- [11] Gawne D T, Higgins G T. *J Mater Sci*, 1971; 6: 403