

低碳钢在高温共焦激光扫描显微镜下 马氏体相变的原位观察研究

班丽丽, 温娟, 史学星, 刘卫平

(首钢技术研究院, 北京 100041)

摘要:利用高温共焦激光扫描显微镜,对低碳钢进行了马氏体相变的原位动态观察。结果表明,实验用低碳钢在连续冷却过程中形成板条马氏体, M_s 点约为 $373\text{ }^\circ\text{C}$, M_f 点约为 $300\text{ }^\circ\text{C}$ 。板条马氏体主要在退火孪晶处以及奥氏体晶界及其角隅处形核,或者在先形成的板条处形核,再以 60° 或 120° 角向奥氏体晶内生长。板条束的形成也有两种类型,一类以先形成的板条为基准逐步形成彼此平行的板条束,另一类则由先形成的板条触发 60° 或 120° 方向的板条。最终构成正三角形、平行四边形等几何形状。

关键词:高温共焦激光扫描显微镜;低碳钢;马氏体相变;原位动态观察

中图分类号: TG111

文献标识码: A

通常我们采用光学显微镜、扫描电镜或透射电镜获得典型照片,以分析研究不同钢种经过既定热处理工艺后的金相组织(如贝氏体、马氏体等)形貌及其分布规律。但上述实验方法有其不足之处,即只能在室温下观察试样处于某种状态的静态组织,对相变过程的研究没有连续性和直观性,研究结果具有片面性或不确定性。而高温共焦激光扫描显微镜(简称 CLSM, 高温激光显微镜)作为 20 世纪 80 年代发展起来的具有划时代意义的高科技产品之一,它与传统光学显微镜相比,不仅具有较高的分辨率,而且可以在改变试样温度的条件下,做到原位、连续、动态式观察组织转变行为的整个过程^[1-4],为相变理论的深入研究提供帮助,更主要的是不同温度及保温时间对应的组织形态及原创性成果,可为实际生产中热处理工艺的优化以及控轧控冷工艺的改进,提供直观的理论依据和技术支持,并解决许多现场工艺问题,从而节约成本,提高效益。目前,高温激光显微镜在金属材料领域的应用研究日渐成熟^[5-10],具有传统方法无与伦比的优势与应用前

景。

马氏体转变是钢件热处理生产时的主要强化手段,研究马氏体转变的理论与热处理生产实践有着紧密联系,而淬火工序中的加热温度和冷却过程参数的选择和控制,对钢的组织与性能起决定作用。为此,本文应用高温激光显微镜对低碳钢在连续冷却过程的相变行为进行分析研究,以获得实验用低碳钢最佳的热处理工艺。

1 实验部分

1.1 主要仪器及材料

实验研究主要采用 VL2000.21W-SVF17sp.15FTC 型高温激光显微镜。高温激光显微镜采用 He-Ne 激光光源(波长为 632.8 nm ,分辨率为 $0.25\text{ }\mu\text{m}$),利用精密共焦空间滤波形成物像共轭,激光经物镜焦点处的针孔形成点光源对样品进行扫描,然后再经光的分离器把反射光聚集到光子探测器上,通过扫描光源聚集点而成像。实验温度由温控系统控制并实时监控,加热温度最高可达 $1700\text{ }^\circ\text{C}$,保温时温度精度为 $\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

收稿日期: 2010-06-22

作者简介:班丽丽(1980-),女,博士,主要研究方向为高强度结构钢的疲劳性能和冷轧薄板表面缺陷机理研究;
Tel: 010-88297237, E-mail: bjcatban@tom.com

实验材料为低碳钢(钢铁研究总院提供,其化学成分见表 1)。

表 1 实验用低碳钢的化学成分

Table 1 Chemical composition of the low carbon steel for the test

w/%

元素 Element	C	Si	Mn	B	P	S	Al
成分 Composition	0.20	1.51	1.02	≤0.005	≤0.005	≤0.05	≤0.005

1.2 实验方法

实验采用高温激光显微镜对低碳钢在连续冷却过程的相变行为进行研究。将锻造后的低碳钢圆棒,加工成 $\phi 7.5 \text{ mm} \times 3.5 \text{ mm}$ 的圆柱,试样经磨制、抛光后,用丙酮进行超声波清洗、吹干,放入 Al_2O_3 坩锅(直径为 8 mm,高 3.5 mm)后再置于加热炉内进行加热。

实验过程在氩气的保护下进行,以防止试样氧化,在冷却过程中,需要通入氩气以加快冷却速度。实验工艺如图 1 所示,即以 $5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ 的速度从室温($25 \text{ }^\circ\text{C}$)加热到 $1200 \text{ }^\circ\text{C}$ 后,再以 $2.5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ 的速度加热至 $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ 进行保温 30 s 后,以 $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ 的冷速冷却至 $550 \text{ }^\circ\text{C}$,再以 $5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ 的冷速冷却至室温的工艺进行实验,以观察实验用低碳钢在连续冷却过程的相变行为。

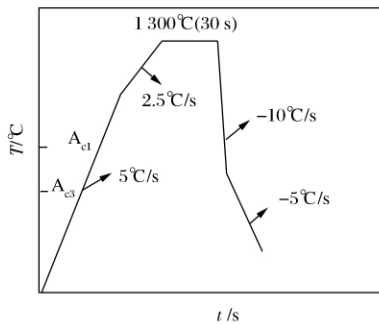


图 1 实验用低碳钢连续冷却工艺图

Fig 1 Diagram of the tested low carbon steel during the continuous cooling transformation

2 结果与讨论

2.1 低碳钢连续冷却组织转变实验结果

低碳钢在连续冷却时马氏体的形成过程如图 2a-2l 所示(每幅图中左上角为实验对应的时间和温度参数,第一行为时间(s),第二行为温度($^\circ\text{C}$)),它生动的显示了马氏体板条从无到有、从形核到长大的过程。图 2a 显示的是低碳钢在 $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ 保温 25 s 时完全奥氏体化的形貌,奥氏体新晶界细窄而平直,晶界夹角接近 120° ,而旧

晶界则被逐步填平,只留下少许痕迹,图中还存在退火孪晶以及一些尚未溶解的碳化物(呈黑色点状)和夹杂物。图 2b 则是试样在 $1300 \text{ }^\circ\text{C}$ 经氩气制冷降至 $375 \text{ }^\circ\text{C}$ 的组织形貌,图中仍保持高温奥氏体形貌,仅有极少的贝氏体铁素体板条(见图 2b 右下角)。当降温至 $373 \text{ }^\circ\text{C}$ 时,可原位观察到图 2c 的左下角出现互成 120° 的板条状浮凸形貌,同时在晶内出现平行于该组浮凸线之一的较为粗大的板条状浮凸(如箭头所示),其起点在新形成的奥氏体晶界,这标志着马氏体转变的开始,即实验用低碳钢的 M_s 点约为 $373 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

为了便于动态观察,将该视场以板条出现的先后顺序,划分为六个区域,并用 A、B、C、D、E、F 标注(如图 2b 所示)。当温度降至 $372 \text{ }^\circ\text{C}$ 时,A 区域的两条平行线迅速穿越晶界向外生长,并在 B 区域出现与上述两条平行浮凸线呈 60° 角的两条较短的浮凸线(见图 2d),接着迅速发展为三条平行浮凸线,同时在 C 区域沿晶界生成一条粗大的板条(见图 2e)。温度由 $367 \text{ }^\circ\text{C}$ 降为 $361 \text{ }^\circ\text{C}$ 的过程中,在最初形成的两条平行浮凸线的左右两侧,即 D、C、E 区域,先后形成几条与上述两条平行线呈 60° 的平行板条束(见图 2f 和图 2g)。随着温度的继续下降,马氏体组织明显增多,而且更加清晰,新生成的浮凸构成大小不同的梯形、正三角形及平行四边形,图 2h 是冷却至 $360 \text{ }^\circ\text{C}$ 的组织形貌,马氏体的转变量明显多于图 2f。接着发生的 $10 \text{ }^\circ\text{C}$ 温降过程中(降为 $351 \text{ }^\circ\text{C}$ 时),是板条马氏体爆发式形成过程,其形成量接近 50%,主要在 C、D、F 区域有明显增加(见图 2i 和图 2j)。而随后约 $30 \text{ }^\circ\text{C}$ 的温降过程(降温至 $320 \text{ }^\circ\text{C}$),发现各区域均有马氏体数量增多现象,但增幅明显减小,马氏体几乎接近其形成量的极限值 97%(白色基底是未显露的马氏体)。此后,在高纯氩气的吹冷降温过程中($320 \text{ }^\circ\text{C} \sim$ 室温),由图 2k 与图 2l 可见, $300 \text{ }^\circ\text{C}$ 与 $320 \text{ }^\circ\text{C}$ 的组织几乎完全相同,马氏体含量不再随温度下降而变化,由此可得实验用低碳钢的 M_f 点约为 $300 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

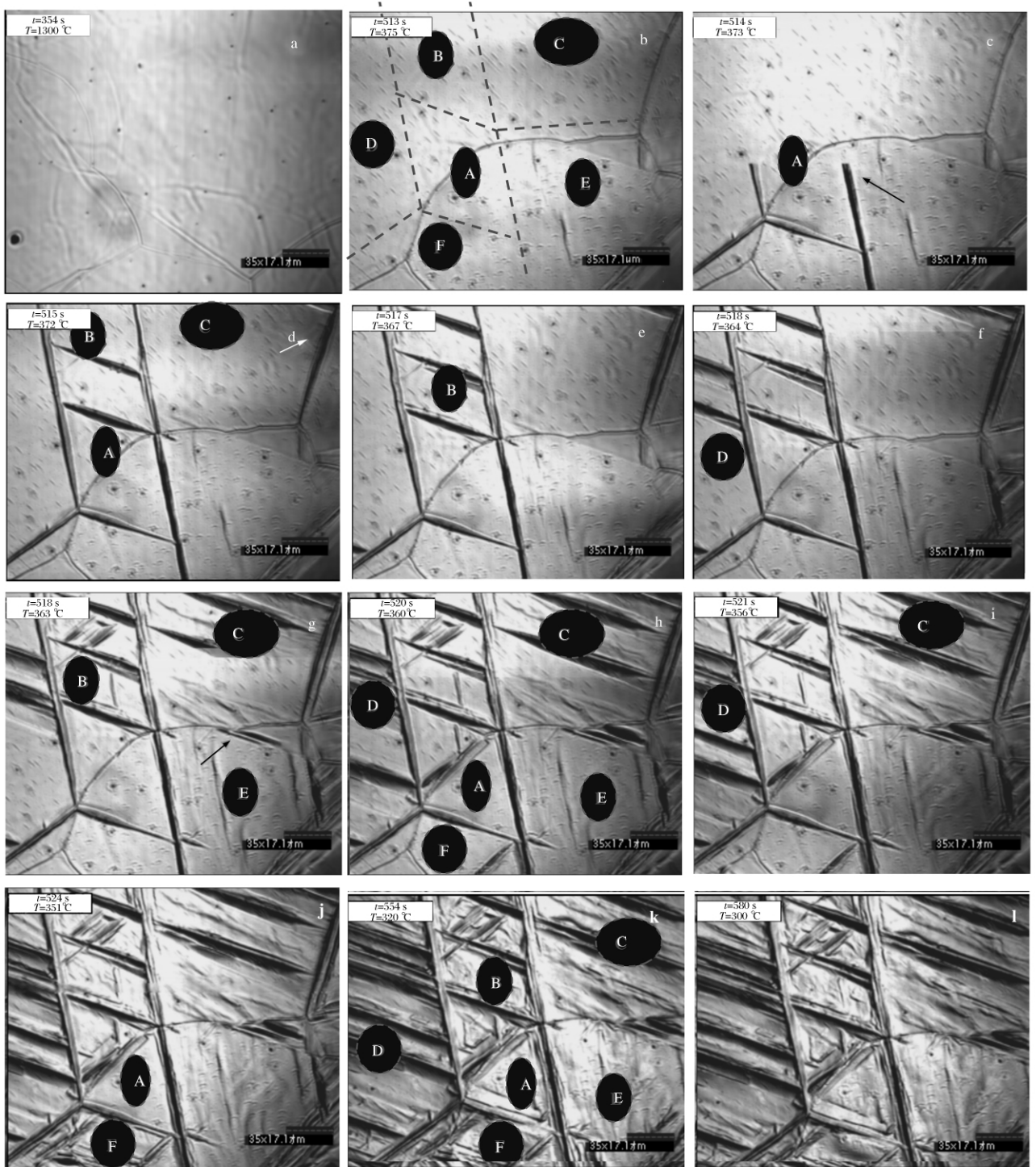


图2 实验用低碳钢在连续冷却过程中的组织转变图
Fig. 2 Microstructures transformation of the tested low carbon steel during the continuous cooling process

2.2 低碳钢连续冷却组织转变讨论

实验表明,用氩气吹冷(冷速为 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$)的低碳钢,冷至 $375\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右会发生马氏体相变,在冷却

过程几乎未发生高温区域的珠光体转变以及中温区贝氏体转变,表明此试样在奥氏体化后的过冷稳定性较好,在等温冷却转变曲线(TTT)或连续

冷却转变曲线(CCT)图中必然存在一个较宽的河湾区域。其次,在 $360\text{ }^{\circ}\text{C}\rightarrow 350\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的温降过程,由于马氏体呈爆发式形成,会放出较多的相变潜热,使试样的温度维持不变甚至稍有提高,故此温度范围形成一定量的等温马氏体。此外,当温度低于 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 继续降温后,浮凸组织的形貌及数量不再变化,马氏体形成量几乎达 99% ,仅有极少量的残余奥氏体存在,但其氧化着色深度在增加,而试样在室温时出现的大量“花斑”组织形貌,则是由于室温下试样表层的氧化皮脱落所致。

由低碳钢的连续冷却转变图中可以看出,马氏体的形核有两种类型,一种在退火孪晶处或沿奥氏体晶界及其角隅处首先形成马氏体板条,如图 2c 的 A 区域、图 2d 的 C 区域,以及图 2g 的 E 区域等;第二种是以先形成的板条为起点,并以一定的角度(60° 或 120°)向奥氏体晶粒内部长大而形成另一个板条马氏体,见图 2d、图 2e 的 B 区域、图 2f 的 D 区域,及图 2g、图 2h 的 C 区域。而板条束的形成也可以分为两类,一类是以先形成的板条为基准逐步形成彼此平行的板条而构成板条束(如图 2d、图 2e 的 B 区域,及 2f、图 2h 的 D 区域);另一类则是先形成的板条可以触发产生另一方向(60° 或 120°)的板条马氏体,最终构成类似梯形、正三角形、平行四边形、六边形或其它几何形状的组织特征,这是由于板条马氏体条束受到惯习面(111) _{γ} 以及位向关系所遵循规律的影响,而彼此构成 60° 、 90° 或 120° 角。

板条马氏体的长大速度都很快,一般看不到它的长大过程,就像突然跳出似的,但板条马氏体的长大过程是能够通过高温共焦激光显微镜观察到的。由图 2c~图 2k 中的浮凸形态可以看出,板条的纵向比其侧向的长大速率快得多,未消失的旧晶界并不能阻止板条的长大,而且刚形成的板条马氏体的两端比较尖细,中间粗短,它沿孪晶界或奥氏体晶界的伸展速率较快,同时两侧增厚,但速率却慢得多,故呈板条状,典型相貌参见图 2e 的 B 区域,及图 2h 的 C 区域。本实验用低碳钢主要是依靠变温时一批批马氏体的增加,而不是靠马氏体板条的长大,而且板条马氏体在角隅或沿奥氏体晶界首先形成,从而逐步改变了原奥氏体晶界的形状。

从形貌上看,马氏体组织与下贝氏体非常类似,而且在较高温度下形成的马氏体有自回火现

象,即有碳化物析出,很容易把马氏体误认为下贝氏体,但二者有本质区别,首先,二者的形成机制显然不同,马氏体是过冷奥氏体连续冷却到 M_s 点以下发生的非扩散、共格切变性相变,而下贝氏体则是在贝氏体转变区等温冷却时产生的半扩散性相变。其次,马氏体的转变温度较低(约 $200\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$),其产物是单相(α' 马氏体),而下贝氏体是中温区(约 $350\sim 550\text{ }^{\circ}\text{C}$)的两相($\alpha\text{-Fe}+$ 碳化物)产物。此外,马氏体的形成速度极快,而下贝氏体要慢得多,并且下贝氏体针的横向长大速度比纵向长大速度更慢^[11]。

3 结论

(1)实验用低碳钢的 M_s 点约为 $373\text{ }^{\circ}\text{C}$, M_f 点约为 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

(2)实验用低碳钢的马氏体形核有两种类型,一种是退火孪晶处或奥氏体晶界及其角隅处首先形成马氏体板条,另一种则是以先形成的板条为起点,再以一定角度(60° 或 120°)向奥氏体晶粒内部生长而形成另一个板条马氏体。

(3)实验用低碳钢马氏体板条束的形成方式也有两类,一类是以先形成的板条为基准,逐步形成彼此平行的板条而构成板条束,另一类则是先形成的板条可触发产生另一方向(60° 或 120°)的板条马氏体,最终构成类似梯形、正三角形、平行四边形、六边形等几何形状。

参考文献:

- [1] Norio Y, Hiroyuki S, Toshihiko E. Solubility of MnS in Fe-Ni alloys as determined by in-situ observation of precipitation of MnS with a confocal scanning laser microscope[S]. ISIJ International, 1998, 38 (4) : 317-323.
- [2] 温娟,王立峰,刘晓岚,等. 高温激光显微镜的介绍及其对钢铁原位观察的应用[J]. 首钢科技(Shougang Science and Technology), 2008, (5) : 35-39.
- [3] Phelan D, Stanford N, Dippenaar R. In situ observations of Widmanstätten ferrite formation in a low carbon steel[J]. Materials Science and Engineering, 2005, A (407) : 127-134.
- [4] Dippenaar R, Phelan D. High temperature solid state phase transformations[C]. Iron & Steel Society International Technology Conference and Exposition. USA, 2003, 27-30(4) : 967-978.
- [5] Coletti B, Vantilt S, Blanpain B, et al. Observation

- of calcium aluminate inclusions at interfaces between Ca-treated, Al-killed steels and slags[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2003, 34B(10) : 533-538.
- [6] Dippenaar R J, Phelan D J. Delta-ferrite recovery structures in low-carbon steels[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2003, 34B(10) : 495-501.
- [7] Yin H, Emi T, and Shibata H. Morphological Instability of δ -ferrite/ γ -austenite interphase boundary in low carbon steels[J]. Acta Materials, 1999, (5) : 1523 -1535.
- [8] Yin H, Hiroyuki S, and Emi T, et al. Characteristics of agglomeration of various inclusion particles on molten steel surface[J]. ISIJ Internationai, 1997, 37 (10) : 946-955.
- [9] Phelan D, Dippenaar R. Instability of the delta-ferrite/austenite interface in low carbon steels: the influence of delta-ferrite recovery sub-structures[J]. ISIJ International, 2004, 44(2) : 414-421.
- [10] Taro K, Yasunobu N, Toru I, et al. Intergranular and internal oxidation during hot-rolling process in ultra-low carbon steel[J]. ISIJ International, 2002, (2) : 206-214.
- [11] 苏德达, 李家俊. 钢的高温金相[M]. 天津:天津大学出版社, 144-170.

Study on in-situ observation of martensitic transformation in low carbon steel by high temperature confocal laser scanning microscopy

BAN Li-li, WEN Juan, SHI Xue-xing, LIU Wei-ping
(Shougang Research Institute of Technology, Beijing 100041, China)

Abstract: The in-situ dynamical observation of martensitic transformation in low carbon steel was carried out by high temperature confocal laser scanning microscopy (CLSM). It was found that lath martensite was formed in experimental low carbon steel in continuous cooling process as the temperature reached about 373 °C (M_s). And the transformation stopped at about 300 °C (M_f). The lath martensite was mainly nucleated in annealing twin boundaries and austenitic boundaries & corners, or nucleated in previously formed laths and then developed to austenitic crystal at 60° or 120°. Furthermore, there were two types for the formation of lath bundle: one was parallel lath bundle which was gradually formed based on the previously formed laths; the other was laths which finally formed geometrical shapes such as regular triangle and parallelogram after being triggered by the previously-formed laths.

Key words: high temperature confocal laser scanning microscopy; low carbon steel; martensitic transformation; in-situ dynamical observation