

## 低碳微合金双相钢沉淀相粒子的分析

陈连生<sup>1,2</sup> 李秀景<sup>2</sup> 褚春光<sup>3</sup> 高华<sup>3</sup> 耿立唐<sup>3</sup>

(1 东北大学轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 沈阳 110004; 2 河北理工大学冶金与能源学院, 唐山 063009; 3 唐山钢铁公司第一钢轧厂, 唐山 063016)

**摘要** 采用萃取复型技术研究了实验室  $\Phi 450$  轧机控轧控冷后铁素体-马氏体双相钢(0.08C, 0.22Si, 1.02Mn, 0.02Nb, 0.013Ti, 0.034Al)中沉淀相粒子。结果表明, 该钢在1 200 °C时就存在尺寸为几十纳米的(Nb, Ti)(CN), 经X-射线能谱分析得出, 小颗粒中Nb含量大于Ti含量, 形状不规则, 大颗粒沉淀相主要含Ti, Nb含量较少, 呈长方形; 经控轧控冷后(Nb, Ti)(CN)为间隙析出, 且主要在晶界处析出。

**关键词** 双相钢 铁素体-马氏体 沉淀相粒子 萃取复型

## An Analysis on Precipitated Phase Particles in Low Carbon Micro-Alloying Dual Phase Steel

Chen Liansheng<sup>1,2</sup>, Li Xiujing<sup>2</sup>, Chu chunguang<sup>3</sup>, Gao Hua<sup>3</sup> and Geng Litang<sup>3</sup>

(1 The State Key Laboratory of Rolling & Automation, Northeast University, Shenyang 110004; 2 School of Metallurgy and Energy Resources, Hebei Polytechnic University, Tangshan 063009; 3 No1 Mill, Tangshan Iron and Steel Co, Tangshan 063016)

**Abstract** The precipitated phase particles in ferrite-martensite dual phase steel (0.08C, 0.22Si, 1.02Mn, 0.02Nb, 0.013Ti, 0.034Al) rolled by  $\Phi 450$  mill with control rolling and cooling process in laboratory has been studied by using carbon extraction-replica technique. Results showed that there was (Nb, Ti)(CN) precipitates with size being dozens nm at 1 200 °C; with energy dispersive X-ray spectrometer analysis, the Nb content in smaller particles was higher than Ti content of which the shape was irregular, and in large particle of which the shape was rectangle, main content was Ti with minor Nb; and in steel by control rolling and cooling, the (Nb, Ti)(CN) was interstitial precipitated phase and mainly precipitated at grain-boundary.

**Material Index** Dual Phase Steel, Ferrite-Martensite, Precipitated Phase Particles, Extraction-Replica

铁素体-马氏体双相钢是近几十年发展起来的一种新钢种, 它在具有高强度的同时还具有高韧性, 不同的成分和工艺条件下双相钢的性能有很大差异。微量元素 Ti、Nb 可显著地提高钢的强度及韧性, 并改善钢的焊接性。

对设定成分的钢种, 通过特定轧制工艺, 获得 F-M 双相钢。在研究其工艺和力学性能的基础上, 采用萃取复型技术, 对该种双相钢中的沉淀相粒子的形状、尺寸、数量及成分进行分析, 明确了(Nb, Ti)(CN)化合物在双相钢中所起到的作用。

### 1 实验材料及方法

#### 1.1 实验材料及力学性能

实验用钢的化学成分如表 1。实验钢坯料在高温箱形电阻炉(SRTX-8-13)中加热后, 在 $\Phi 450$ mm

二辊可逆式轧机上进行热轧, 加热温度为1 200 °C, 保温 2 h。热轧工艺分为两阶段( $\gamma$ 再结晶 +  $\gamma$ 未再结晶区)控制轧制, 变形过程(mm)为 66-50-40-32-26-20-15-11-8-6-4-3。轧后先进行空冷, 冷却速度为 2 ~ 7 °C/s, 冷却到所需的温度, 再进行水冷(70 ~ 100 °C/s), 直至卷取温度, 其范围为 70 ~ 400 °C。为了与实际工业生产卷取过程相一致, 将热轧板放入保温棉中保温冷却模拟卷取。试样冷却制度及力学性能见表 2。

#### 1.2 实验方法

(1) 显微组织的试样制备。试样经过砂纸打磨后进行抛光, 分别用 4% 的硝酸酒精和 Lepera 试剂腐蚀, 腐蚀后立即用酒精冲洗。将处理好的试样放

表 1 实验钢的化学成分/%  
Table 1 Chemical composition of test steel / %

C	Si	Mn	Nb	Ti	Al
0.08	0.22	1.02	0.02	0.013	0.034

表 2 实验钢控轧控冷工艺和力学性能  
Table 2 Control rolling and cooling process and mechanical properties of test steel

终轧温度/°C	层流开始温度/°C	卷取温度/°C	屈服强度/MPa	抗拉强度/MPa	伸长率/%	屈强比
830	740	120	360	565	36.98	0.64

到光学显微镜下观察,拍出显微组织照片。

透射电镜试样的制备:把试样用线切割机切割成 0.8 mm 的薄片,用砂纸打磨到 0.3 mm,冲压成直径为 3 mm 的圆形薄片,然后磨制到大约 30 μm 厚,进行电解双喷减薄(电解液配制成分为 5% 高氯酸和 95% 无水乙醇,电压为 50 ~ 70 V,电流为 50 mA)。双喷减薄穿孔后,用离子减薄仪再减薄 5 h。

(2)碳膜萃取复型实验。将试验用钢放在氩气炉中加热到 1 200 °C 保温 5 min,然后直接水淬,观察在高温时沉淀相粒子的析出情况。

萃取碳膜的制备步骤为:①利用 2% 的硝酸酒精溶液腐蚀金属试样 40 s;②用超声波清洗试样 5 min;③利用喷碳仪在腐蚀好的金属试样上喷一层 200 nm 厚的碳膜;④将碳膜划成 2 mm × 2 mm 的网

格后用 4% 的硝酸酒精溶液进行剥离;⑤将剥离下来的碳膜放进蒸馏水中漂洗,用铜网捞取碳膜,晾干后观察<sup>[1]</sup>。用 EDAX 分析粒子的成分。

## 2 实验结果及分析

### 2.1 组织结构

由图 1(a,b)可以看出,通过控制轧制和控制冷却,采用空冷加水冷的两段式冷却,可以得到理想的两相组织,获得的双相钢组织为弥散分布型无序组织,铁素体晶粒细小,马氏体在铁素体基体上呈岛状弥散分布,马氏体的体积分数在 15% ~ 20%。该双相钢具有较高的强度、大的伸长率和低的屈强比(表 2)。

由 TEM 照片也可以看出,铁素体的晶粒非常细

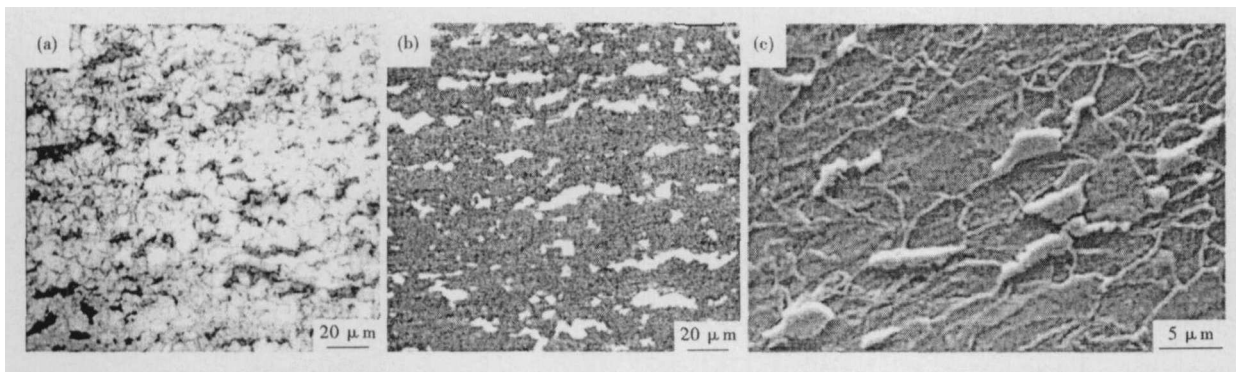


图 1 控轧控冷双相钢的组织形貌:(a)4% 硝酸酒精腐蚀,光学;(b) Lepera 腐蚀,光学;(c)4% 硝酸酒精腐蚀,SEM  
Fig.1 Structure morphology of control rolled and cooled dual phase steel: (a) 4% nitric acid-alcohol etching, optical; (b) Lepera etching, optical; (c) 4% nitric acid-alcohol etching, SEM

小,晶粒尺寸为 3 ~ 5 μm,这与控轧控冷工艺和微量元素 Nb、Ti 的加入密切相关。微合金元素的主要作用在于:(1)在热变形过程中,借助于它们的“溶质拖曳”和“沉淀钉扎”效应,使奥氏体晶粒充分细化;(2)通过形变诱导析出和轧后冷却析出使钢强

化<sup>[2]</sup>。原始奥氏体晶粒细小,相变后铁素体晶粒也就相应细小,在奥氏体还来不及长大时发生相变,可以得到细晶粒钢。钢中有成锯齿状的马氏体存在(图 2b)。

图 2(c)可以看出,在晶内和晶界都有析出。由

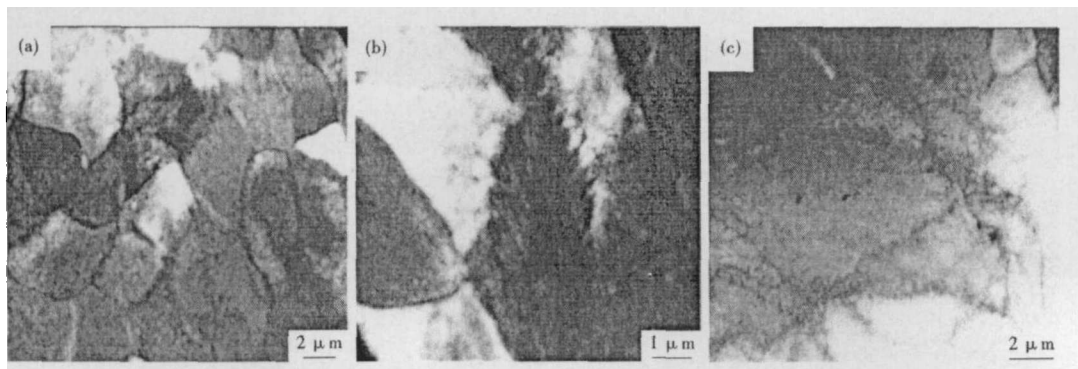


图 2 控轧控冷双相钢的铁素体晶粒(a),锯齿状马氏体(b)和晶内析出(c)形貌,TEM  
Fig.2 Morphology of ferrite grain (a), zigzag martensite (b) and trans-granular precipitates in control rolled and cooled dual phase steel, TEM

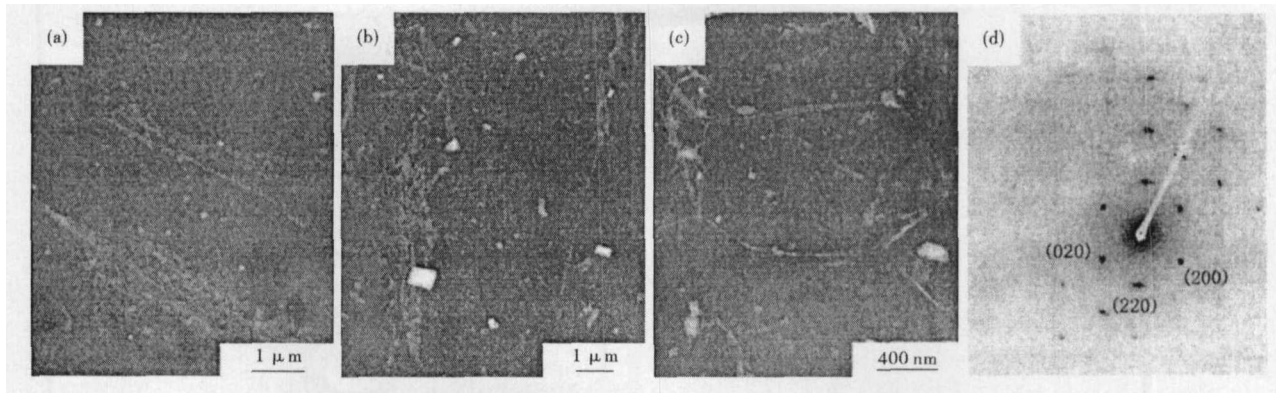


图3 双相钢萃取复型照片,TEM:(a)(b)1200 °C 5 min,水淬;(c)控轧控冷;(d)为(b)析出粒子衍射图

Fig.3 Photograph of extraction-replica of dual phase steel: (a), (b) 1200 °C for 5 min, water cooling; (c) control rolled and cooled; (d) diffraction pattern of precipitated particles at (b)

于析出物非常细小,做金属薄膜的试样很难观测到,关于析出物的分析,需采取萃取复型技术进行。

## 2.2 萃取复型

图3(a,b)是将实验用钢放在氩气炉中加热到1200 °C保温5 min,然后直接水淬后得到的试样萃取复型照片,图3(c)是按照工艺设计控轧控冷后得到的试样萃取复型照片,图3(d)是图3(b)中显示的析出粒子的衍射图。

由图3(a)可以看出,在1200 °C高温时就有细小弥散的粒子存在,所析出的沉淀相粒子的尺寸不一,大多数粒子尺寸在几十个纳米。大个粒子有一定的规则形状,大体呈方形,经能谱分析主要是Ti的化合物,含有少量Nb;小个粒子不规则,含Nb较多,Ti较少;且有个别大尺寸的粒子存在,能谱成分分析,主要是Ti的析出物,对其衍射图分析为面心立方结构。从图3(a,b)还可看出,沉淀相粒子呈弥散分布,由图3(c)看到(Nb,Ti)(CN)化合物是间隙析出的,能谱分析结果显示,这些粒子也是(Nb,Ti)的碳氮化物。能谱成分分析图中显示Cu的含量很高,这是由于萃取复型的碳膜是用Cu网捞取的,故Cu的含量较高。图3(c)可以看出,沉淀相粒子在晶界和晶内都有析出,主要在晶界处析出,尺寸和1200 °C高温时相比没有太大变化,但析出数量明显增多,铁素体晶粒尺寸非常细小。

尺寸较小的粒子Ti含量较低,呈不规则状;尺寸较大的粒子Ti含量较高,呈近似方形。钢液凝固后,在冷却过程及轧制过程中,Ti、Nb等合金元素均能与钢中C、N等元素分别形成TiN、TiC、NbN、NbC碳氮化合物,这几种化合物均为面心立方点阵,且点阵常数相近,它们可相互作用形成复杂的碳氮混合物<sup>[3]</sup>。因此钢中同时存在Nb、Ti时,通常形成含

Ti、Nb、C、N等元素的复杂碳氮化合物,形成的复杂混合物仍具有面心立方结构。由于TiN、TiC、NbN、NbC等碳氮化合物的固溶度积依次增大,形成温度依次降低,因此在较高温度下形成的粒子Ti含量较高,Nb含量较低,在较低温度下形成的粒子Ti含量较低,Nb含量较高<sup>[4]</sup>。

## 3 结论

(1) 双相钢中马氏体的体积分率在15%~20%,在铁素体基体中呈岛状弥散分布,为弥散分布型无序组织,铁素体的晶粒只有3~5 μm。

(2) 含Nb、Ti的双相钢中存在大量的沉淀相粒子,这些粒子为Nb、Ti的碳氮化合物。粒子尺寸为几十个纳米,弥散分布的沉淀相粒子起到了阻止奥氏体晶粒长大的作用。

(3) 沉淀相粒子的大小与其成分具有一定的关联,尺寸较大的粒子富Ti,贫Nb,其形状接近长方形;尺寸较小的粒子一般富Nb而贫Ti,形状不规则。

河北省自然科学基金项目资助(E2006000353)

## 参考文献

- 1 陈俊华. Ti-V-Nb微合金钢第二相粒子研究. 现代制造技术与装备, 2006(3):12
- 2 黄杰, 徐洲. V-Ti微合金钢的轧后冷却相变及第二相析出行为. 上海金属, 2005, 27(1):14
- 3 Strid J, Easterling K E. On the Chemistry and Stability of Complex Carbide and Nitrides in Micro Alloyed Steels. Actametall, 1985, 33(11):2057
- 4 陈茂爱. Ti-V-Nb微合金管线钢中的第二相粒子分析. 钢铁钒钛, 2000, 21(3):34

陈连生(1968-),男,1998年燕山大学硕士毕业,金属材料组织性能预报与控制。

收稿日期:2008-01-11