

针状铁素体组织的纳米硬度

Nano Hardness of Acicular Ferrite Microstructure

尹社会¹,徐鸿鹏¹,徐鹏飞²YIN She-hui¹,XU Hong-peng¹,XU Peng-fei²

(1. 河南工业职业技术学院,河南南阳 473000;2. 西南科技大学信息工程学院,四川绵阳 621000)

(1. Henan Polytechnic Institute, Nanyang, Henan, 473000, China; 2. Information Engineering College, Southwest University of Science and Technology, Mianyang, Sichuan, 621000, China)

摘要:以 Mn-Mo-Nb-B 微合金系统为研究对象,利用动态连续刚度测量纳米压痕技术,结合低碳微合金钢中针状铁素体组织的特点,分析针状铁素体组织的纳米硬度-位移曲线,计算针状铁素体组织的基体纳米硬度。结果表明:针状铁素体组织的基体纳米硬度为 2.14GPa,波动为 29.37%,与动态 CSM 方法提供的原始结果相比,通过对特定显微组织的纳米硬度-位移曲线分析而得出的纳米硬度数据的波动显著减小。

关键词:基体纳米硬度 针状铁素体 连续刚度测量 纳米压痕技术

中图分类号:TG111.5 文献标识码:A 文章编号:1005-9164(2013)04-0307-04

Abstract: Dynamic continuous stiffness measurement (CSM) nanoindentation method was applied to measure nano hardness of acicular ferrite in low carbon microalloying steels (Mn-Mo-Nb-B). The nano hardness-displacement curves of acicular ferrite were analyzed, and the matrix hardness was calculated. The results show that the matrix nano hardness of acicular ferrite microstructure is 2.14GPa, and the fluctuation is about 29.37%. Compared with the original results gained by dynamic CSM, the fluctuation obtained from the nano hardness-displacement curves of acicular ferrite significantly reduced.

Key words: matrix nano hardness, acicular ferrite, continuous stiffness measurement, nanoindentation technique

自从 1992 年 Oliver 和 Pharr 提出了利用纳米压痕技术测量硬度和弹性模量^[1],这种先进的实验技术便被广泛地应用于微区力学性能测定和显微组织表征^[2~5]。最近,在一些纳米探针系统上引入了连续刚度测量(CSM)纳米压痕方法。动态 CSM 方法可以详细记录纳米硬度/弹性模量与压入深度的关系,从而可以做出纳米硬度/弹性模量-位移曲线;而且动态 CSM 方法无需卸载过程,因为在压头深入材料的过程中材料的力学性能被动态地测定。尽管一些研究已经采用这种方法进行显微组织的微区力学测量^[6],然而对这种新方法尚未有像对传统准静态方法那样

细致的讨论和评价。由于通过动态 CSM 纳米压痕方法得到的原始数据本身出现了不一致性,因此很有必要对这些数据进行分析 and 讨论。以往的研究对象多为单晶体或高纯度金属材料,很少实验是针对具有广泛应用价值的钢铁材料。Mn-Mo-Nb-B 微合金系统主要应用于管线钢 X120 和高强度结构钢中。由于这种微合金钢中的组织较为复杂并且细小,因此采用传统的维氏硬度无法对其显微组织的本征硬度进行表征。我们选取 Mn-Mo-Nb-B 微合金系统进行研究,利用动态连续刚度测量纳米压痕技术,结合低碳微合金钢中针状铁素体组织的特点对这种组织的纳米硬度-位移曲线进行分析,并计算其基体纳米硬度,得到了更加准确和可靠的结果。

1 实验方法

本实验的试样为低碳微合金钢,其主要化学成分

收稿日期:2013-05-02

修回日期:2013-06-20

作者简介:尹社会(1979-),男,讲师,主要从事物理实验和数值计算研究。

(质量百分数, %)为: C 0.08, Mn 1.5, Si 0.35 以及总量约为 0.8 的 Nb、Cu、Ni、Mo、B 等微合金元素。试样为圆柱棒状, 直径 8mm, 长 6mm。将试样在高温变形模拟机 Gleeble1500 上进行热力学加工, 其工艺流程如图 1 所示。由于机械抛光会在试样表面留下一层严重的变形层^[7], 所以采用电解抛光来去除这一层破坏层。在电解过程中同时进行超声波振荡以避免电解抛光过程中点蚀现象的发生。最后用 3% 硝酸酒精侵蚀样品大约 10s 从而暴露晶界。

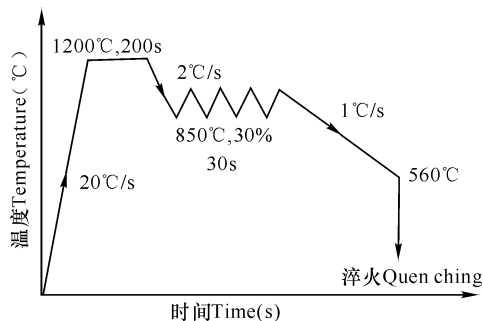


图 1 试样热力学模拟工艺流程示意

Fig. 1 Schematic diagram of the thermo-simulation process of the sample

对试样进行了 4 个动态 CSM 纳米压痕实验, 其压痕位置如图 2 所示。随着针状铁素体(AF)晶粒的生长, 大量的碳元素和其它合金元素会从这些晶粒中排出并富集在针状铁素体晶粒的两侧。因此, 在针状铁素体晶粒边缘处的板条马氏体(MF)和贝氏体铁素体(BF)含有相当数量的板间碳化物和其它硬相组织, 选择测试点 1 和 2 来测定淬火组织的基体硬度以及板间碳化物和其它硬相组织对硬度的贡献。又由于针状铁素体组织被认为是钢铁及焊接金属材料中理想的显微组织, 因此选择测试点 3 和 4 对其进行纳米硬度表征。设定纳米压痕实验的最大压入深度为 500nm, 设定计算平均纳米硬度的深度为 100~300nm。在测量过程中, 随着压头压入试样表面, 加在试样上的载荷逐渐增至最大载荷 19mN。经过一个最大载荷保持阶段后, 对试样进行卸载从而得到试样卸载时的纳米硬度。对试样进行 6 个准静态纳米压痕实验, 每两个点设定为一组, 其中一个测试点在淬火组织上, 另一个测试点在针状铁素体上, 这 3 组的峰值载荷分别设定为 200 μ N, 350 μ N, 500 μ N。上述所有纳米压痕实验中的泊松比均设定为 0.25, 允许热漂移速率为 0.05nm/s。

在定义深度范围内的平均硬度根据(1)式计算:

$$\bar{H} = \frac{\sum_{i=m}^{i=n} H_i}{(m-n+1)}, \quad (1)$$

式中: H_i 是加载时测量的动态硬度值, $(m-n+1)$

为定义深度范围内测量的纳米硬度数据的数量。

卸载时的硬度则根据 O&P 方法^[1,8] 计算:

$$H = P_{\max}/A, \quad (2)$$

式中: P_{\max} 为峰值载荷, A 为在峰值载荷处探针与试样接触面的投影面积。

波动百分比为:

$$Fl = \frac{H_m - H_n}{(H_m + H_n)/2} \times 100\%, \quad (3)$$

式中: H_m, H_n 为平均纳米硬度或卸载纳米硬度。

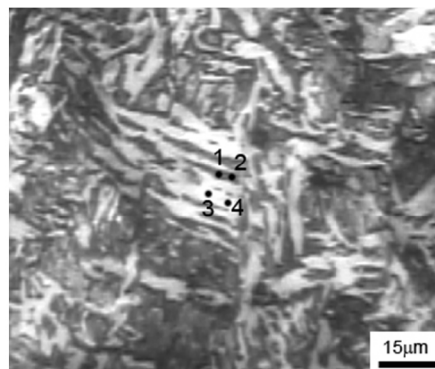


图 2 试样中纳米压痕的位置

Fig. 2 Nano indentation location in the sample

2 结果与分析

2.1 动态 CSM 纳米压痕实验的结果

由于弹性模量为组织不敏感的物理量, 因此这里不再考虑。表 1 为动态 CSM 纳米压痕测量技术对试样中显微组织进行测定的原始结果。

表 1 试样的动态 CSM 纳米压痕实验的原始结果

Table 1 The original results of dynamic CSM nano indentation test

显微组织 Micro- structure	测试点 Test point	平均硬度 Average hardness value (GPa)	卸载硬度 Unloading hardness value (GPa)	波动 Fluctuation (%)
MF & BF	1	4.52	5.55	8.47~10.26
	2	4.92	6.15	
AF	3	2.41	3.13	41.70~53.02
	4	1.40	2.05	

表 2 中纳米硬度(无论是定义范围内的平均值还是卸载时的计算值)都较好的表征了显微组织。对于同一个测试点, 其平均纳米硬度与卸载时计算的纳米硬度存在一定的差异; 对于同一种显微组织的不同测试点, 采用同一种纳米硬度计算方法得到的纳米硬度也存在较大差异, 尤其是对于针状铁素体, 测试点 3 在定义深度范围内的平均纳米硬度和卸载纳米硬度分别比测试点 4 高 72.23% 和 52.74%。

表 2 对纳米硬度-位移曲线分析后得到的显微组织的基体硬度

Table 2 The matrix hardness result with the nano hardness-displacement curves

显微组织 Micro-structure	测试点 Test point	基体硬度 Matrix hardness value (GPa)	平均值 Average value (GPa)	波动 Fluctuation (%)
MF & BF	1	4.28	4.23	2.60
	2	4.17		
MF	R1	3.62	\	\
AF	3	2.46	2.14	29.37
	4	1.83		
AF	R2	2.59	\	\

2.2 纳米硬度-位移曲线的分析

从试样中板条马氏体和贝氏铁素体曲线(图 3)我们可以看到两个平台及其中间出现的一个“跳跃”现象,图 3b 中尤为显著。而图 4 中只有一个平台,该平台对应于板条马氏体的基体强度。试样中的淬火组织中除了含有板条马氏体和贝氏体铁素体外,一般还含有碳化物或其它析出物,而参考试样 R1 中基本没有马氏体,可以推断在曲线上观察到的“跳跃”现象是碳化物或其它硬相组织造成的。对于试样在测试点 1 和 2 处,由于淬火组织板条的宽度约为 $0.1 \sim 0.3 \mu\text{m}$,因此当压入深度小于 150nm 时,塑性变形区包含较少数量的板条组织和板间的碳化物或其它相。在这种情况下,测得的硬度数值反映基体强度。从图 3 中发现试样曲线的第一个平台对应的硬度数值与参考试样曲线上的平台对应的硬度数值处于同一个水平,大约为 $3.5 \sim 4.0\text{GPa}$,由此可推断试样曲线的第一个平台对应于基体强度。然而,当探针继续深入试样表面时,其产生的塑性区域也不断增大。当压入深度超过 220nm 时,塑性区域就已经包含一定数量的板条。但是,由于板条晶界为小角度晶界,它们对硬度的影响不是很大。当压入深度达几百纳米时, R1 中板条马氏体的硬度并没有增加。这与 Ohmura 等人^[3,5]的研究结果是一致的。在排除了板条晶界的作用后,我们认为第二个平台的出现是由板条间的碳化物或其它硬相组织造成的。R1 中的板条马氏体比试样中的板条马氏体和贝氏体简单,而且关键的区别在于试样中的板条马氏体和贝氏体含有一定数量的碳化物或其它硬相组织。当压入深度足够大时,塑性区包含了一定数量的板条,同时也不可避免地包含一定数量的板间碳化物或其它硬相组织。因此,硬度数值升高。于是,曲线上的第二个平台对应的硬度不仅包括了基体强度,还包括了板间碳化物或其它硬相

组织的贡献。而由于 R1 中高速淬火的板条马氏体中基本没有碳化物或其它析出物,因此就没有观察到类似于试样的现象。

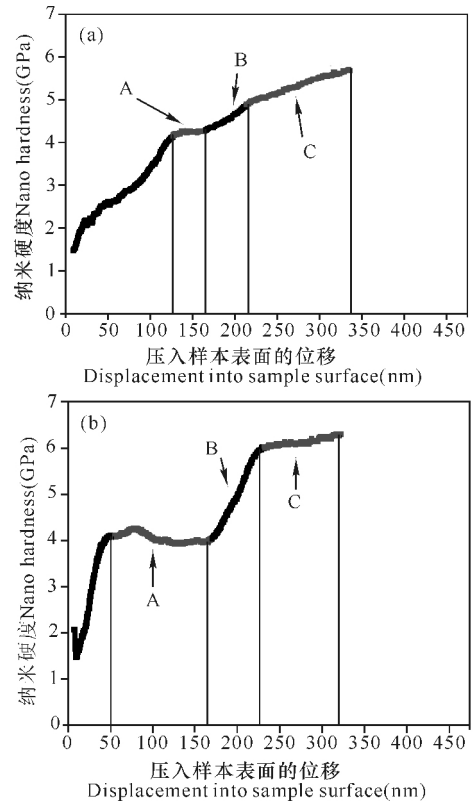


图 3 试样在测试点 1(a)和 2(b)的曲线

Fig. 3 Curve in test point 1(a) and 2(b) of the sample
A: 板状马氏体或贝氏体基体平台; B: 板间碳化物或其它相析出物跳变; C: 板间碳化物或其它硬相析出物基体。

A: Plateau for M or BF matrix; B: Jump by inter-lath carbides or other phases; C: Matrix inter-lath carbides or other harder phases.

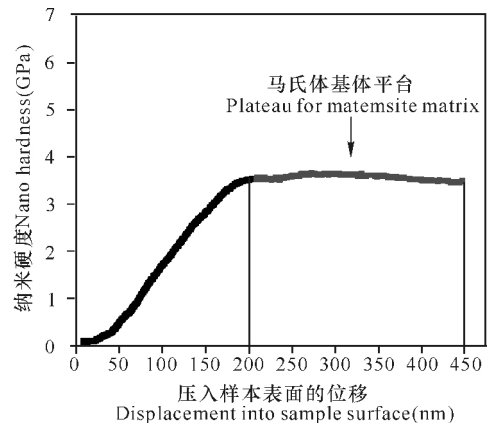


图 4 参考试样 R1 的曲线

Fig. 4 Curve of the reference sample R1

试样在测试点 3 的纳米硬度-位移曲线的初始阶段出现了一个很陡的“跳跃”现象(图 5a),这很可能是由于探针压入试样表面的区域存在孔穴所致。试样在测试点 4 中,对于针状铁素体,没有观察到非常

平稳的阶段(图 5b),而在参考试样 R2 的多边形铁素体(PF)中观察到了一段很长的平台(图 6)。因为 R2 中的铁素体的位错密度很低,并且基本上没有析出物,所以它的显微组织很均匀,导致其纳米硬度在不同的压入深度基本不变。而对于试样中的针状铁素体组织,观察发现位错和析出物在铁素体晶粒内是不均匀分布的,从而导致在不同深度处纳米硬度的波动变化。

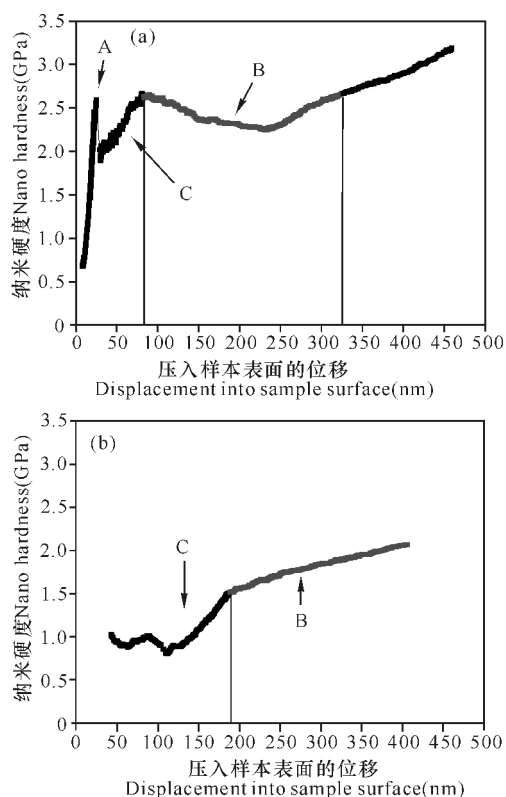


图 5 试样在测试点 3(a)和 4(b)的曲线

Fig. 5 Curve in test point 3(a) and 4(b) of the sample

A: 空穴引起的跳变; B: 针状铁素体基体; C: 位错和析出物的不均匀性引起的。

A: Jump by cavity; B: AF matrix; C: Caused by inhomogeneity of dislocations and precipitates.

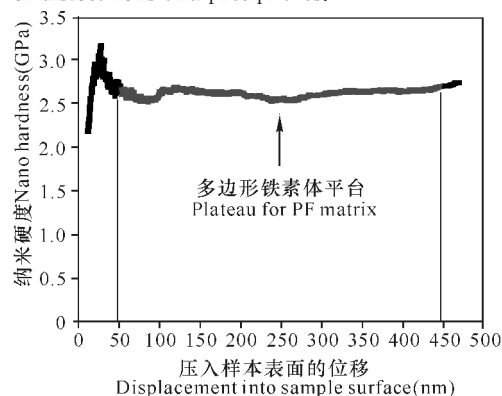


图 6 参考试样 R2 的曲线

Fig. 6 Curve of the reference sample R2

2.3 显微组织纳米硬度的确定

从图 3~6 可见,当压入深度小于 50nm 时硬度

数值非常不稳定。这可能是由于小载荷时接触面积很小,不能被准确测定。另外,试样的表面制备会影响表面的位错密度,从而影响较小压入深度时的硬度数值^[9]。这一不稳定阶段是普遍存在的,与显微组织的种类无关,因此这一段不能用来计算硬度。针状铁素体晶粒的尺寸一般为 $2\mu\text{m}$,因此在纳米探针下面的塑性区域通常小于针状铁素体晶粒的尺寸。而且即使有晶界恰好位于探针下面或者在塑性区域内,与塑性区域相关联的晶界的数量也是非常少的,晶界对纳米硬度的影响相对很小。因此,在计算针状铁素体基体硬度时可以不考虑晶界效应。另一方面,由于位错反应和晶内细小析出物硬化是基体强化的重要组成部分,因此在计算针状铁素体基体硬度时必须考虑位错和晶内析出物对基体的贡献。

当纳米探针逐渐进入基体时,探针前端不均匀分布的位错和析出物会增加硬度数值。鉴于此,应当选择硬度数值相对稳定且能够反映位错和晶内析出物强化作用的深度范围来计算针状铁素体基体硬度。对于测试点 3 和 4,用于计算针状铁素体基体硬度的深度范围分别为 $80\sim 325\text{nm}$ 和 $180\sim 390\text{nm}$ 。这些深度范围都用灰色标示于图 5 中。从针状铁素体和 580°C 等温转变铁素体的基体硬度的计算结果(表 2)可以看出,与原始结果的波动值相比,经过对纳米硬度-位移曲线分析后的结果的波动值降低了。这表明对针状铁素体纳米硬度-位移曲线的分析有助于确定其基体硬度。另外,表 2 中测试点 3 和 4 的纳米硬度数值的差异是由于探针压入区域的位错和析出物密度不同导致的。表 2 中的铁素体的纳米硬度并不比针状铁素体低,这主要是由于 R2 中的铁素体为 580°C 等温转变的相变产物,其硬度值与在该温度形成的针状铁素体应该基本一致。

3 结论

利用动态 CSM 纳米压痕技术测量低碳微合金钢中显微组织的纳米硬度,在针状铁素体纳米硬度-位移曲线上没有观察到显著的平台,这是由于在针状铁素体晶粒内位错和析出物是不均匀分布的。因此在针状铁素体纳米硬度-位移曲线上选择计算基体强度的平台应当是较平稳的,并且能够较充分地体现晶粒内位错和析出物对基体强度的贡献。在本实验中,针状铁素体组织的基体纳米硬度为 2.14GPa ,波动为 29.37% ,与动态 CSM 方法提供的原始结果相比,经过对特定显微组织的纳米硬度-位移曲线分析而得出的纳米硬度数据的波动显著减小,这表明我们对曲线采用的分析方法对确定显微组织的基体纳米硬度很有帮助。

(下转第 315 页 Continue on page 315)

- [M], 2nd ed, England: Cambridge University Press, 2004.
- [3] Yamakov V, Wolf D, Phillpot S R, et al. Dislocation processes in the deformation of nanocrystalline aluminium by molecular-dynamics simulation[J]. *Nature Materials*, 2002, 1: 45-49.
- [4] Elder K R, Katakowski M, Haataja M, et al. Modeling elasticity in crystal growth[J]. *Physical Review Letters*, 2002, 88(24): 245701.
- [5] Elder K R, Grant M. Modeling elastic and plastic deformations in nonequilibrium processing using phase field crystals[J]. *Physical Review E*, 2004, 70(5): 51605.
- [6] 高英俊, 罗志荣, 黄创高, 等. 晶体相场方法研究二维六角相向正方相结构转变[J]. *物理学报*, 2013, 62(5): 50507.
- [7] Hirouchi T, Takaki T, Tomita Y. Development of numerical scheme for phase field crystal deformation simulation[J]. *Computational Materials Science*, 2009, 44(4): 1192-1197.
- [8] 任秀, 王锦程, 杨玉娟, 等. 纯物质晶界结构及运动的晶体相场法模拟[J]. *物理学报*, 2010, 59(5): 3595-3600.
- [9] 杨涛, 陈铮, 董卫平. 应力诱发双位错组亚晶界湮没的晶体相场模拟[J]. *金属学报*, 2011, 47(10): 1301-1306.
- [10] Chen L Q. Phase-field models for microstructure evolution[J]. *Annual Review of Materials Research*, 2002, 32(1): 113-140.
- [11] Wang Y, Li J. Phase field modeling of defects and deformation[J]. *Acta Materialia*, 2010, 58(4): 1212-1235.
- [12] 高英俊, 罗志荣, 胡项英, 等. 相场方法模拟 AZ31 镁合金的静态再结晶过程[J]. *金属学报*, 2010, 46(10): 1161-1172.
- [13] 张爽, 黄礼琳, 张卫龙, 等. 相场法研究陶瓷粉末烧结体系的微观组织演变[J]. *广西科学*, 2012, 19(4): 337-340.
- [14] Tschopp M A, McDowell D L. Grain boundary dislocation sources in nanocrystalline copper[J]. *Scripta Materialia*, 2008, 58(4): 299-302.

(责任编辑: 陈小玲)

(上接第 310 页 Continue from page 310)

参考文献:

- [1] Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. *Journal of Materials Research*, 1992(7): 1564-1583.
- [2] Ohmura T, Tsuzaki K, Matsuoka S. Evaluation of the matrix strength of Fe-0.4wt.%C tempered martensite using nanoindentation techniques [J]. *Philosophical Magazine A*, 2002(82): 1903-1910.
- [3] Ohmura T, Tsuzaki K, Matsuoka S. Nanohardness measurement of high purity Fe-C martensite[J]. *Scripta Materialia*, 2001(45): 889-894.
- [4] Ohmura T, Hara T, Tsuzaki K. Relation between nanohardness and microstructures in high-purity Fe-C as quenched and quenched-tempered martensite[J]. *Journal of Materials Research*, 2003(18): 1465-1470.
- [5] Ohmura T, Hara T, Tsuzaki K. Evaluation of temper softening behavior of Fe-C binary martensitic steels by nanoindentation[J]. *Scripta Materialia*, 2003(49): 1157-1162.
- [6] Song H W, Shi B, Wang X F, et al. Characterization of a low carbon low alloy steel by nanoindentation[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2005(41): 287-290.
- [7] Liu Y, Ngan A H W. Depth dependence of hardness in copper single crystals measured by nanoindentation[J]. *Scripta Materialia*, 2001(44): 237-241.
- [8] Oliver W C, Pharr G M. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentations: Advances in understanding and refinements to methodology[J]. *Journal of Materials Research*, 2004(19): 3-20.
- [9] Scherl T, Gupta H S, Fratzl P. Measurements of mechanical properties in Ni-base superalloys using nanoindentation and atomic force microscopy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2003(363): 211-220.

(责任编辑: 陈小玲)