

DOI: 10.13228/j.boyuan.issn0449-749x.20170478

钒和铌-钒低碳微合金钢的静态再结晶行为

王壮飞¹, 石明浩², 陈俊¹, 唐帅¹, 王国栋¹

(1. 东北大学轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819; 2. 沈阳工业大学材料科学与工程
工程学院, 辽宁 沈阳 110870)

摘 要: 采用 MMS-300 热力模拟试验机研究了钒和铌-钒微合金钢的静态再结晶规律, 绘制了试验钢的静态再结晶软化率曲线, 计算出试验钢的静态再结晶激活能并建立了静态再结晶动力学模型, 结合沉淀析出物的微观形貌观察, 分析了铌对钒微合金钢静态再结晶行为的影响规律。结果表明, 铌-钒钢的静态再结晶激活能要显著高于钒钢, 在 800~950 °C 变形保温 60 s 以上的试验条件下, 铌-钒钢发生了形变诱导析出, 细小的碳氮化物弥散分布在位错及晶界上, 使得软化率曲线在此范围内出现“平台”, 说明铌既限制了静态再结晶的发生, 又阻碍了软化行为的进行。

关键词: 微合金钢; 静态再结晶; 激活能; 软化率

文献标志码: A **文章编号:** 0449-749X(2018)04-0062-05

Static recrystallization behaviors in V and Nb-V microalloyed steels

WANG Zhuang-fei¹, SHI Ming-hao², CHEN Jun¹, TANG Shuai¹, WANG Guo-dong¹

(1. The State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, Liaoning, China; 2. School of Material Science and Engineering, Shenyang University of Technology, Shenyang 110870, Liaoning, China)

Abstract: The recrystallization regularities of V and Nb-V microalloyed steels have been studied with the MMS-300 hot simulation tester. The softening ratio curves caused by recrystallization were drawn. The static recrystallization activation energies of tested steels were estimated and the models of static recrystallization dynamic were established. The influence of Nb on the static recrystallization behaviors of V microalloyed steel was investigated with the observation of precipitates in the microstructure. The results show that, The static recrystallization activation energy of Nb-V microalloyed steel is significantly higher than that of V microalloyed steel. Under the conditions of deformed at 800 to 950 °C and kept for more than 60 s, the strain-induced precipitation occurs in Nb-V microalloyed steel. The tiny carbonitride is dispersed and distributed on dislocation lines and grain boundary. It leads to platform can be observed on the softening ratio curves of Nb-V microalloyed steel. All above these can indicate that Nb can not only present the occurrence of static recrystallization, but also obstruct the continuance of softening behavior.

Key words: microalloyed steel; static recrystallization; activation energy; softening ratio

微合金钢一般采用低碳同时加入铌、钒和钛等元素的成分设计思想^[1-2], 因其具有高强度、高韧性和良好的焊接性能而广泛应用于建筑、桥梁、石油管线、海洋平台、工程机械、舰船制造等行业^[3-6]。铌、钒和钛是强碳化物形成元素, 在控制轧制和控制冷却过程中会发生应变诱导析出, 与钢中的碳和氮间隙原子结合形成第二相粒子, 能够抑制硬化奥氏体晶粒的再结晶^[7-11]。VC 在奥氏体中具有较大的固溶度, 难以发生形变诱导沉淀析出, 对硬化奥氏体的再结晶过程几乎无影响。但铌-钒复合添加, 一

方面可以提高沉淀粒子的热稳定性; 另一方面将改变钒和铌单独添加时形变奥氏体的再结晶行为, 因此需要深入理解铌添加对钒微合金钢静态再结晶行为的影响规律。

本次试验在 MMS-300 热力模拟试验机上进行, 采用双道次压缩试验方法, 分别对钒和铌-钒低碳微合金钢的静态再结晶行为、再结晶激活能 Q_{rec} 和再结晶软化率进行了计算分析, 并建立了静态再结晶动力学方程, 研究了铌添加对钒微合金钢静态再结晶过程的影响及作用机理。

基金项目: 辽宁省博士科研基金资助项目(201601167)

作者简介: 王壮飞(1979—), 男, 博士生; **E-mail:** wangzhuangfei2009@126.com; **收稿日期:** 2017-09-20

1 试验钢成分及试验方案

1.1 试验钢成分

试验钢均采用真空感应炉熔炼并浇注成锭,铸锭经过 1 200 ℃保温 2~3 h 奥氏体化后,在 1 100 ℃温度轧制为 12.5 mm 厚钢板,轧后淬火至室温。之后将热轧钢板于 1 200 ℃下固溶 5 h 后进行淬

火处理,以使铌和钒最大程度地固溶于基体。然后从固溶处理钢板上取料并加工为截面圆直径为 8 mm、高为 15 mm 的圆柱型热模拟试样,其轴线平行于轧制方向,端面垂直于轴线,试样表面光滑,端面涂抹石墨粉以防止压缩变形过程中出现过鼓形对结果产生影响。试验钢化学成分见表 1。

表 1 试验钢化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical compositions of tested steels									%
钢种	C	Si	Mn	P	S	Nb	V	Ti	N
钒钢	0.08	0.24	1.39	0.010	0.003		0.051	0.016	0.006 8
铌-钒钢	0.07	0.24	1.32	0.006	0.002	0.035	0.052	0.014	0.006 2

1.2 试验方案

本文采用双道次压缩热模拟试验,道次变形温度分别为 800、850、950 和 1 050 ℃,两个道次的真应变分别为 0.2 和 0.3,应变速率均为 5 s⁻¹,道次间隔时间为 1、5、10、30、60、120、300 和 500 s,试样先升温至 1 200 ℃保温 300 s,使试验钢中的微合金成分充分固溶,然后再以 10 ℃/s 的速度冷却至变形温度,第一道次变形前需保温 15 s 以消除温度波动,第二道次变形后迅速淬火至室温,如图 1 所示。

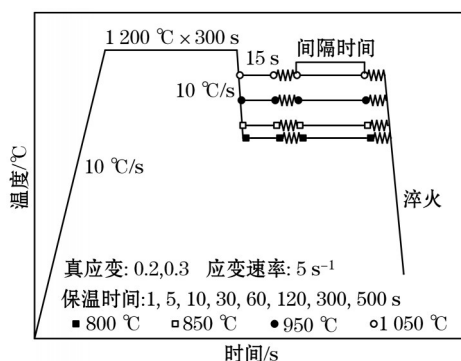


图 1 双道次压缩热模拟工艺

Fig. 1 Thermal simulation process of double pass compression

1.3 静态再结晶软化率计算方法

本文采用 0.2% 补偿法计算试验钢的静态再结晶软化率 X_s , 见式(1)。

$$X_s = \frac{\sigma_m - \sigma_r}{\sigma_m - \sigma_0} \quad (1)$$

式中: σ_0 为第一次加载时的屈服强度, MPa; σ_r 为第二次加载时的屈服强度, MPa; σ_m 为卸载前的抗拉强度, MPa。

1.4 组织观察

为了确定铌对钒微合金钢静态再结晶行为的

影响规律,对两种试验钢在 850 ℃保温 0 和 500 s 的试样淬火后进行 TEM 观察和分析。具体方法为:使用线切割机将淬火试样加工成 10 mm × 5 mm × 0.5 mm 的薄片,然后减薄至约 50 μm,冲取出直径为 3 mm 的圆形薄片,然后采用电解双喷方法在圆片的中心区域减薄出小孔,电解减薄液为高氯酸和乙醇的混合物,最后在 FEI Tecnai G2 F20 场发射透射电子显微镜上进行微观组织观察。

2 试验结果及分析

2.1 静态再结晶软化率曲线

如图 2 所示,通过对两种试验钢软化率曲线的比较,可以发现以下几个特征:在相同的试验条件下,铌-钒钢的软化率基本上都低于钒钢,这说明铌-钒钢的静态再结晶行为更难发生;钒钢的软化率随着变形温度的升高和道次间隔时间的延长持续增加,软化率曲线呈典型的“S”型;采用铌-钒复合微合金化时,在 950 ℃变形条件下,当道次间隔时间达到 30 s 时,以及在 800 和 850 ℃变形条件下,当道次间隔时间达到 60 s 时,随着道次间隔时间的延长,软化率不再增加,或增加缓慢,曲线出现了所谓的“平台”,这说明铌-钒钢的静态再结晶过程受到了抑制。

2.2 静态再结晶动力学模型

图 2(b) 显示,在 800~950 ℃变形温度范围内,软化率曲线出现“平台”,表明此阶段发生了应变诱导沉淀析出,延迟静态再结晶的进行,不能满足 Avrami 方程。但在应变诱导沉淀析出开始之前和结束之后,静态再结晶软化率仍满足 Avrami 方程,见式(2)^[12]。

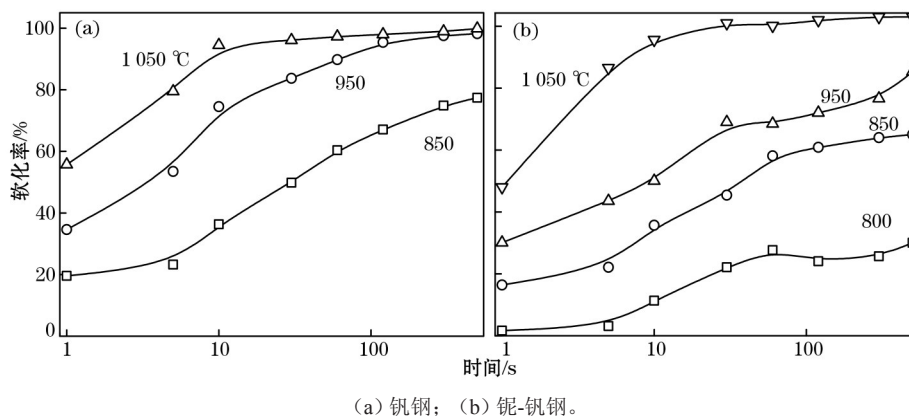


图2 试验钢静态再结晶软化率曲线

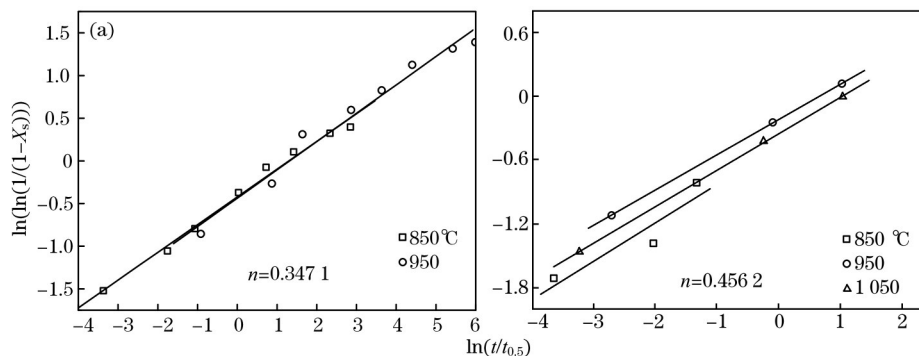
Fig. 2 Static recrystallization softening rate curves of tested steels

$$X_s = 1 - \exp \left[A \times \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right)^n \right] \quad (2)$$

式中: n 为材料常数; $t_{0.5}$ 为静态再结晶体积分数达到 50% 的时间, s; A 为常数; X_s 为软化率, %。

对式(2)两边取两次对数可得

$$\ln \ln \left(\frac{1}{1-X_s} \right) = n \ln \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right) + \ln(-A) \quad (3)$$



(a) 钒钢; (b) 铌-钒钢。

图3 加工硬化指数

Fig. 3 Work hardening index

之间, 取其平均值为 0.347 1; 铌-钒钢的加工硬化指数 n 在 0.424 2~0.483 6 之间, 取其平均值为 0.456 2。由此可以得出两种试验钢的静态再结晶动力学方程分别为

$$X_s = 1 - \exp \left[-0.693 \times \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right)^{0.3471} \right] \quad (4)$$

$$X_s = 1 - \exp \left[-0.693 \times \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right)^{0.4562} \right] \quad (5)$$

2.3 静态再结晶激活能 Q_{rex}

合金成分对静态再结晶过程的影响, 其本质就是对再结晶激活能 Q_{rex} 的影响^[13]。通常采用静态再

由式(3)可知, $\ln \ln \left(\frac{1}{1-X_s} \right)$ 与 $\ln \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right)$ 为线性关系, 将各个温度下不同时刻 t 的软化率 X_s 代入式(3), 然后用 $\ln \ln \left(\frac{1}{1-X_s} \right)$ 对 $\ln \left(\frac{t}{t_{0.5}} \right)$ 作图, 经线性回归后, 即可求出 n 值, 如图 3 所示。常数 $A = \ln 0.5 = -0.693$ 。钒钢的加工硬化指数 n 在 0.325 4~0.368 8

结晶体积分数达到 50% 的时间 $t_{0.5}$ 来确定再结晶激活能, 见式(6)。

$$t_{0.5} = A d_0^s \varepsilon^p \dot{\varepsilon}^q \exp[Q_{\text{rex}}/(RT)] \quad (6)$$

式中: ε 为真应变; $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率; Q_{rex} 为静态再结晶激活能, kJ/mol; T 为绝对温度, K; R 为气体常数, $R = 8.31 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$; A 、 p 、 q 、 s 为常数; d_0 为原始奥氏体晶粒尺寸, μm 。

对式(6)两边取对数, 可得

$$\ln t_{0.5} = \ln A + s \ln d_0 + p \ln \varepsilon + q \ln \dot{\varepsilon} + \frac{Q_{\text{rex}}}{RT} \quad (7)$$

研究结果^[14]表明, Q_{rex} 主要受材料自身因素的影响, 基本上不受变形条件 (ε 、 $\dot{\varepsilon}$ 、 T) 的影响。因而对于

具体的钢种来说,通过 $\ln t_{0.5}$ 对 $1/T$ 作图,其直线的斜率为 Q_{rex}/R 。钒钢的 $\ln t_{0.5}$ 与 $1/T$ 关系如图4所示,可得钒

钢的静态再结晶激活能 Q_{rex} 为 226.62 kJ/mol,同理可得铌-钒钢的静态再结晶激活能 Q_{rex} 为 289.47 kJ/mol。

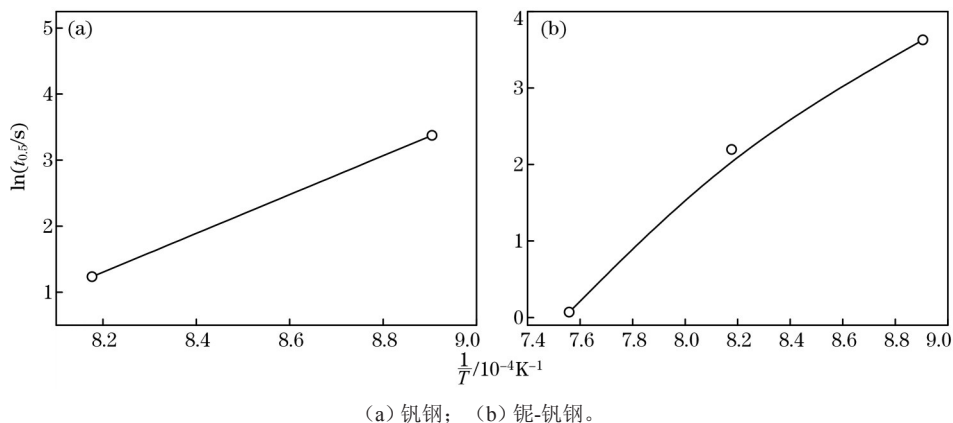


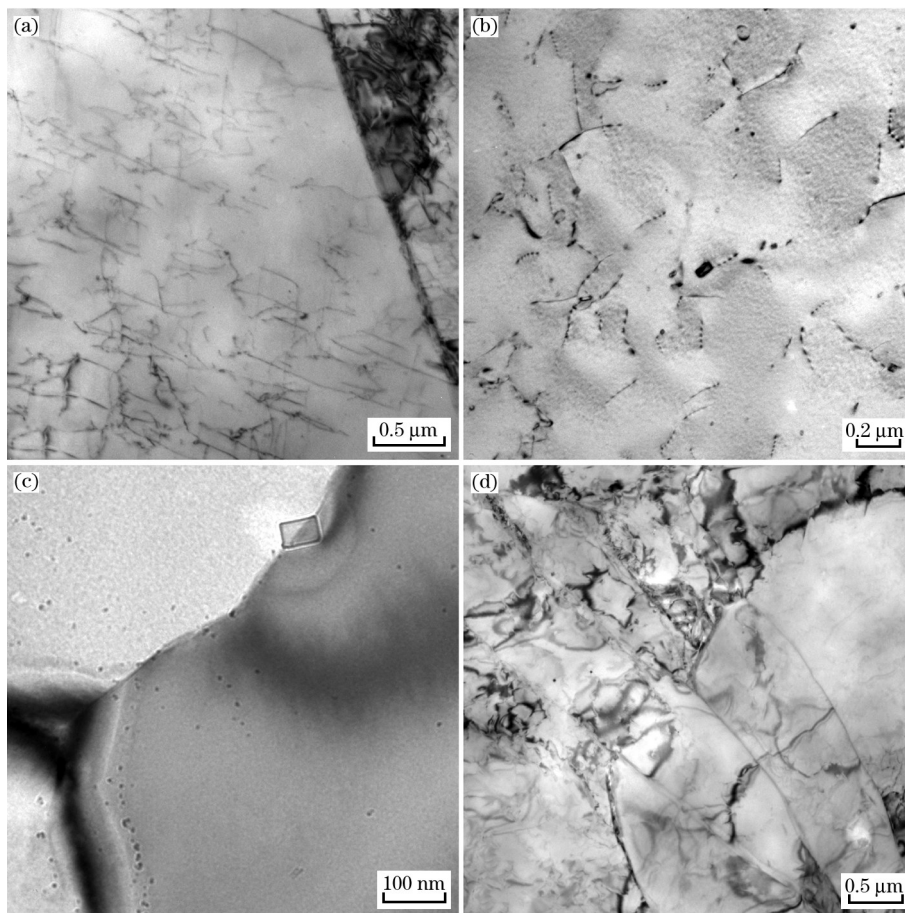
图4 $\ln t_{0.5}$ 与 $1/T$ 的关系

Fig. 4 Relationship between $\ln t_{0.5}$ and $1/T$

2.4 沉淀析出物的TEM形貌

在一定温度下,析出的动力学主要取决于两个因素,即析出元素在奥氏体中的过饱和度和析出元素的扩散能力^[15]。钒在奥氏体中具有较大的固溶

度,因此很难发生形变诱导析出,图5(d)所示为钒钢在 850 °C 保温 500 s 后淬火试样的TEM形貌,可以看出仅有少量析出物分布在晶粒内部;铌在奥氏体中的固溶度相对较低,易发生形变诱导析出,



(a) 铌-钒钢 0 s; (b)、(c) 铌-钒钢 500 s; (d) 钒钢 500 s。

图5 试验钢在 850 °C 不同保温时间变形的TEM形貌

Fig. 5 TEM images of tested steel transformed at 850 °C

铌-钒钢在再结晶前沉淀析出物主要是少数未溶的方形 TiN, 经过 500 s 保温后, 形变诱导析出在位错、晶界、亚晶界形成了大量细小弥散的微合金碳氮化物(图 5(b)和(c)), 这些析出物阻碍了变形后再结晶晶粒的形核和晶核的长大以及晶界的运动, 进而阻碍静态再结晶的持续进行^[16], 导致图 2(b)中软化率曲线出现“平台”。

3 结论

(1) 钒钢的软化率随着变形温度的升高和道次间隔时间的延长持续增加, 软化率曲线呈典型的“S”型; 铌-钒钢的软化率曲线在 800~950 °C 的变形温度范围内出现“平台”, 由于应变诱导析出在位错、晶界、亚晶界形成的微合金碳氮化物, 阻碍了再结晶晶粒晶核的长大以及再结晶晶界的运动, 进而抑制再结晶的进行。

(2) 钒钢的静态再结晶激活能为 226.62 kJ/mol, 铌-钒钢的静态再结晶激活能为 289.47 kJ/mol。铌对钒微合金钢静态再结晶影响的本质就是显著提高了再结晶激活能, 使得静态再结晶更加难以发生。

(3) 通过对试验钢 850 °C 变形后淬火试样 TEM 形貌的观察可以发现, 在保温 500 s 条件下, 铌-钒钢的沉淀析出物要远多于钒钢, 相应地, 铌-钒钢的软化率也远低于钒钢, 这真实地反映了静态再结晶过程中沉淀析出物对软化过程的影响规律。

参考文献:

- [1] 蔡珍, 韩斌, 谭文, 等. 钛微合金化技术发展现状 [J]. 中国冶金, 2015, 25(2): 1. (CAI Zhen, HAN Bin, TAN Wen, et al. Development status of titanium micro-alloying technology[J]. China Metallurgy, 2015, 25(2): 1.)
- [2] 庄汉洲, 毛新平, 李春艳, 等. EAF-CSP 流程铌微合金钢析出与再结晶规律研究[J]. 中国冶金, 2008, 18(1): 40. (ZHUANG Han-zhou, MAO Xin-ping, LI Chun-yan, et al. Precipitating and recrystallizing regulation study of Nb microalloyed steel in EAF-CSP process[J]. China Metallurgy, 2008, 18(1): 40.)
- [3] 朱松鹤, 戴兵, 张梅, 等. 含 Nb-Ti 低碳微合金钢双道次高温压缩软化行为[J]. 材料热处理学报, 2010, 31(10): 53. (ZHU Song-he, DAI Bing, ZHANG Mei, et al. Softening behavior of low carbon Nb-Ti microalloyed steel during hot compression with double-pass[J]. Transactions of Materials and Heat Treatment, 2010, 31(10): 53.)
- [4] Cizek P, Wynne B P, Davies C H J, et al. Effect of composition and austenite deformation on the transformation characteristics of low-carbon and ultralow-carbon microalloyed steels[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2002, 33(5): 1331.
- [5] 卿家胜, 沈厚发, 刘明. 高强耐候钢 YQ450NQR1 钒氮微合金化[J]. 钢铁, 2017, 52(5): 87. (QING Jia-sheng, SHEN Hou-fa, LIU Ming. V-N microalloying of high strength weathering steel YQ450NQR1[J]. Iron and Steel, 2017, 52(5): 87.)
- [6] 阳开生. 热处理及 NbV N 微合金化对船板钢组织性能的影响[J]. 中国冶金, 2017, 27(10): 34. (YANG Kai-sheng. Effect of heat treatment process and NbV N microalloying on mechanical property and microstructure of grade ship plate steel[J]. China Metallurgy, 2017, 27(10): 34.)
- [7] 雍岐龙. 钢铁材料中的第二相[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2006. (YONG Qi-long. The Second Phase in Steel[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006.)
- [8] 段修刚, 蔡庆伍, 武会宾. Ti-Mo 全铁素体基微合金高强钢纳米尺度析出相[J]. 金属学报, 2011, 47(2): 251. (DUAN Xiu-gang, CAI Qing-wu, WU Hui-bin. Ti-Mo ferrite matrix microalloy steel with nanometer-sized precipitates[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2011, 47(2): 251.)
- [9] 毛新平, 孙新军, 汪水泽. 薄板坯连铸连轧流程钛微合金钢控制轧制技术[J]. 钢铁, 2016, 51(1): 52. (MAO Xin-ping, SUN Xin-jun, WANG Shui-ze. Control rolling technology of Ti-microalloyed strip produced by TSCR[J]. Iron and Steel, 2016, 51(1): 52.)
- [10] 惠亚军, 于洋, 王林, 等. 钛微合金化 IF 钢第二相粒子应变诱导析出行为[J]. 钢铁, 2016, 51(1): 82. (HUI Ya-jun, YU Yang, WANG Lin, et al. Strain induced precipitation of second phase in titanium microalloyed IF steel[J]. Iron and Steel, 2016, 51(1): 82.)
- [11] 刘学伟, 赵楠. 600 MPa 级热轧双相钢组织与性能优化分析[J]. 钢铁, 2017, 52(1): 87. (LIU Xue-wei, ZHAO Nan. Microstructure and properties optimization of hot rolled 600 MPa dual phase steel[J]. Iron and Steel, 2017, 52(1): 87.)
- [12] Laasraoui A, Jonas J J. Recrystallization of austenite after deformation at high temperatures and strain rates-analysis and modeling [J]. Metallurgical Transactions A, 1991, 22A(1): 151.
- [13] Frost H J, Ashby M F. Deformation-Mechanism Maps[M]. Oxford: Pergamon Press, 1982.
- [14] 陈俊, 周砚磊, 唐帅, 等. Nb-Ti 微合金钢的静态再结晶行为[J]. 钢铁, 2012, 47(5): 54. (CHEN Jun, ZHOU Yan-lei, TANG Shuai, et al. Study on static recrystallization behavior of Nb-Ti micro-alloyed steel[J]. Iron and Steel, 2012, 47(5): 54.)
- [15] 李鸿美, 曹建春, 孙立军, 等. 含铌微合金钢碳氮化物析出行为研究的现状及发展[J]. 材料导报, 2010, 24(9): 84. (LI Hong-mei, CAO Jian-chun, SUN Li-jun, et al. Current situation and development of Nb microalloyed steel carbonitride precipitation behavior[J]. Materials Review, 2010, 24(9): 84.)
- [16] Dutta B, Sellars C M. Effect of composition and process variables on Nb(C, N) precipitation in niobium microalloyed austenite[J]. Mater Sci Tech, 1987, 3(3): 197.