

doi: 10.12068/j.issn.1005-3026.2018.12.007

Nb – V 低碳微合金钢等温淬火过程析出行为

李小琳, 邓想涛, 李艳梅, 王昭东
(东北大学 轧制自动化及连轧国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

摘 要: 利用透射电镜和纳米压痕仪对 Nb – V 低碳微合金钢中纳米碳化物的析出行为进行研究. 研究表明, 在 700 ℃ 等温 60 min 试样中, 可同时观察到相间析出和弥散析出, 在其余试样中均未观察到相间析出, 此规律可以通过相变过程中的扩散准则和台阶机制来解释. 另外, 纳米压痕结果显示在 600 ℃ 等温 20 min 试样中, 平均硬度为 3.87 GPa, 650 ℃ 等温 20 min 试样中, 平均硬度为 4.10 GPa, 且通过 TEM 观察可以看出, 650 ℃ 等温 20 min 中试样析出物数量密度较大且分布均匀. 利用 Ashby – Orowan 机制对析出强化量进行计算, 可以得出在 650 ℃ 等温 20 min 试样中, 析出强化对整个屈服强度的贡献量可以达到 110 MPa.

关 键 词: 微合金高强度钢; 相间析出; 弥散析出; 纳米压痕

中图分类号: TG 335.58 **文献标志码:** A **文章编号:** 1005-3026(2018)12-1708-05

Carbide Precipitation in Ferrite in Nb-V-Bearing Low-carbon Steel During Isothermal Quenching Process

LI Xiao-lin, DENG Xiang-tao, LI Yan-mei, WANG Zhao-dong
(State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China.
Corresponding author: LI Yan-mei, E-mail: liym@ral.neu.edu.cn)

Abstract: Precipitation behavior of carbides in Nb-V HSLA steel during isothermal quenching process and its strengthening effect were studied using TEM and nanoindentation tests. The results indicated that interphase precipitations and dispersed precipitations could occur simultaneously in the specimen treated at 700 ℃ for 60 min, while in other specimens, only random precipitations were observed. This phenomenon can be explained by mass balance criterion and ledge mechanism during diffusional phase transformation. It was also found that the average hardness of the specimen held at 600 ℃ for 20 min was 3.87 GPa and was 4.10 GPa at 650 ℃ for 20 min. Moreover, the TEM results illustrated that carbide precipitations in the specimen holding at 650 ℃ for 20 min were dispersed more uniformly and the volume fraction of the precipitations was greater than that treated at 600 ℃ for 20 min. The strengthening contributed by the precipitations was 110 MPa in the specimen treated at 650 ℃ for 20 min, evaluated by the Ashby-Orowan mechanism.

Key words: HSLA steel; interphase precipitation; dispersed precipitation; nanoindentation

近年来,为了降低钢铁在桥梁建设、能源传输、建筑和汽车等领域的应用成本,一种新型超高强度钢的研发理念被提出^[1-2],其主要通过在钢中添加 Nb, V, Ti 和 Mo 等微合金元素,来实现析出强化以保证钢的强度^[3-5]. 日本 JFE 钢铁公司^[6-7]研发出一种屈服强度可达 780 MPa 的热轧 Ti – Mo 高强钢,其微观结构为在铁素体基体上分布着大量尺寸约 3 nm 的相间析出碳化物,并通过计算指出这种相间析出粒子对基体的析出强化贡献可达 300 MPa. 这一突破性成果引起了对析出强化的广泛研究. Yen 等^[8]对 Ti – Mo 的析出强化规律进行系统研究,利用改进后的 Orowan 机制进行计算可知析出强化对屈服强度的贡献值可达 400 MPa. 王国栋^[9]提出了超快冷工艺

(ultra-fast cooling, UFC) 并成功将其应用到工业生产中. UFC 的优势在于可以保留轧制过程中产生的大量位错, 并且抑制大尺寸析出物在奥氏体区间的形成, 能够很大程度上细化析出粒子, 提高实验钢强度, 并且可以通过控制超快冷终冷温度获得需要的组织.

钢中析出物主要分为相间析出和弥散析出, 相间析出由于尺寸小、密度大, 可以很大程度上提高实验钢的析出强化增量. 然而, 文献[10]利用计算机模拟得出, 如果能将弥散析出控制在很小尺寸, 同样可以在很大程度上提高实验钢的强度, 并通过实验验证可以在钢中同时得到相间析出和弥散析出的混合.

本工作选取了还未广泛研究的 Nb - V 低碳微合金体系, 利用全自动相变仪研究超快冷至不同等温温度及等温时间对组织演变、析出行为及其对铁素体硬度的影响规律, 利用 HRTEM 对纳米碳化物的形貌及分布规律进行观察, 对析出物尺寸进行统计, 并通过 Ashby - Orowan 公式对析出强化对实验钢屈服强度的贡献进行计算.

1 实验材料及方法

实验用 Nb - V 微合金钢的化学成分(质量分数, %) 为 C 0.09, Si 0.25, Mn 1.05, Ti 0.01, Nb 0.03, V 0.03, S 0.004, N 0.002 6, Fe 余量. 实验钢采用 150 kg 真空感应炉熔炼浇注并去除冒口, 锻为 100 mm × 100 mm 的方坯. 将方坯重新加热到 1 200 °C 保温 1 h 进行均匀化处理, 经 450 mm 轧机 7 道次轧制至 12 mm. 热处理实验在 Formastor - FII 全自动相变仪上进行, 热处理工艺如图 1 所示, 以 10 °C/s 的加热速度加热至 1 200 °C 奥氏体化 5 min, 再超快冷(80 °C/s)至 600, 650 和 700 °C, 分别等温 10, 20 和 60 min, 后续利用 He 气冷却至室温, 冷速 ~100 °C/s.

采用 LEICA DMIRM 显微镜和 HYSITRON 纳米压痕仪进行显微组织观察及铁素体硬度检测, 金相试样于热膨胀试样热电偶下方约 1 mm 处切取, 并经研磨、抛光和腐蚀后进行金相和纳米硬度检测. 采用 FEI TECNAI G² F20 场发射高分辨透射电子显微镜(HRTEM)对析出物的形貌及分布规律进行观察, 并对析出物尺寸进行统计, TEM 试样机械研磨至 50 μm, 采用 Tenu - Pol - 5 型双喷减薄仪减薄, 电解液为 9% (体积分数) 高氯酸酒精溶液.

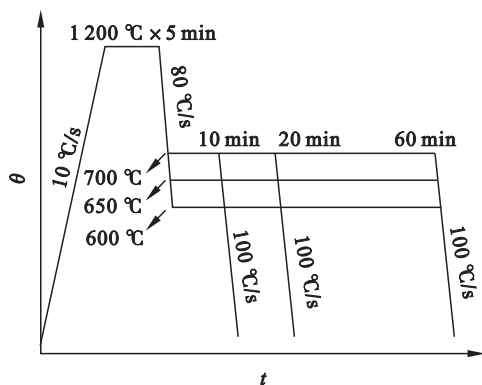


图 1 热处理工艺图

Fig. 1 Schematic diagram of heat treatment process

2 结果与讨论

2.1 金相组织分析

图 2a ~ 2c 为实验钢在 600, 650 和 700 °C 分别等温 10 min 的金相组织, 可以看出组织主要为多边形铁素体和马氏体, 其中多边形铁素体是在等温转变过程中形成的, 马氏体是未发生等温转变的奥氏体在后续的快冷过程转变得到的. 图 2d 为铁素体的体积分数及晶粒尺寸随等温温度的变化规律, 可以看出随着等温温度的升高, 晶粒尺寸逐渐增大, 而铁素体体积分数逐渐减小. 铁素体体积分数的改变主要是由此温度下的平衡量决定, 而铁素体晶粒尺寸在高温下较大主要是由于高温下形核率较低导致.

2.2 析出行为研究

图 3 为实验钢在 700 °C 等温 60 min 的析出物形貌, 可以同时观察到相间析出和弥散析出, 其中相间析出是沿铁素体的 [100] 带轴进行观察, 相间析出平面为 (013) α, 如图 3a 所示. 图 3b 为弥散析出物, 通过旋转带轴, 析出物均呈现弥散析出形态. 图 4 为实验钢在 600 和 650 °C 等温 20 min 的析出物形貌, 可以看出在实验钢 650 °C 等温 20 min 试样中析出物密度明显较 600 °C 等温 20 min 高. 利用纳米压痕仪对在 650 和 600 °C 等温 20 min 实验钢硬度进行测量可知, 实验钢在 650 °C 等温 20 min 试样中基体硬度值约为 64.10 GPa, 在 600 °C 等温 20 min 基体的平均硬度为 3.87 GPa, 由此可以推断在 650 °C 析出物的密度更大, 且更加弥散.

实验钢在 700 °C 等温 60 min 试样中出现相间析出, 而在其余试样中未观察到相间析出, 可以得出结论, 高温长时间等温有利于相间析出的形成. 此现象可以通过台阶移动机制解释, 由于台阶

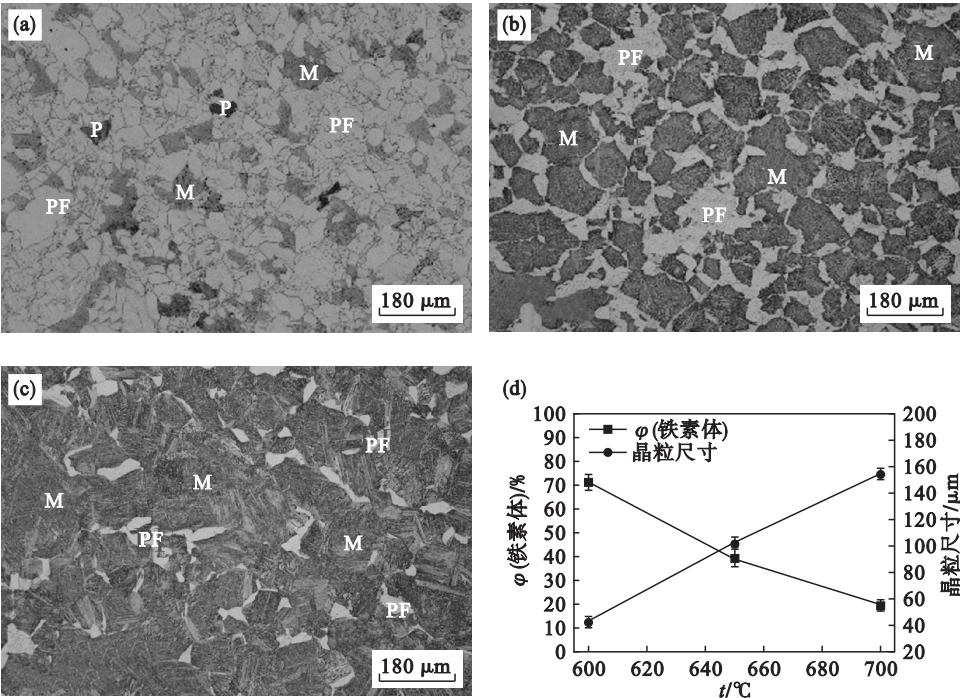


图 2 实验钢等温 10 min 的金相组织

Fig. 2 Optical micrographs obtained from specimens isothermally holding for 10 min

(a)—600 °C; (b)—650 °C; (c)—700 °C; (d)—铁素体体积分数和晶粒尺寸随温度变化曲线.

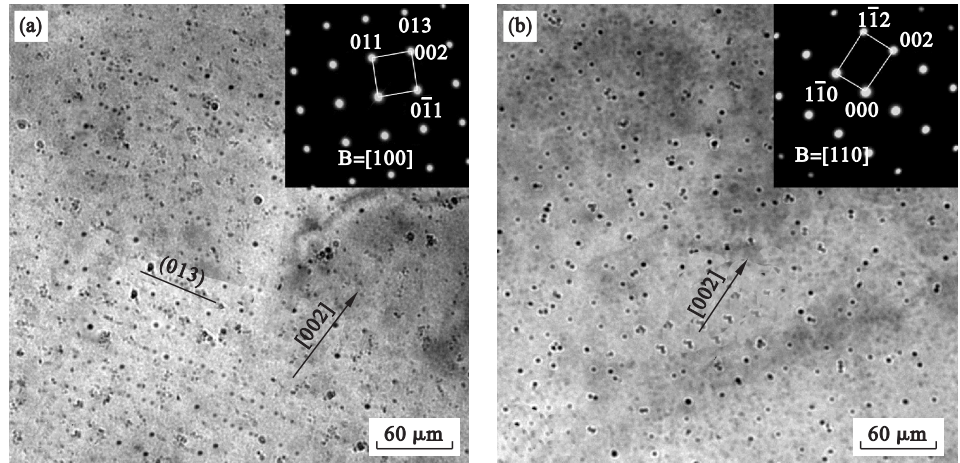


图 3 实验钢的析出物形貌及铁素体衍射花样

Fig. 3 Morphology of the interphase precipitations and diffraction pattern of ferrite

(a)—沿[100]_α观察到的相间析出物; (b)—沿[110]_α观察到的弥散析出物.

的移动速度与等温温度成反比,温度越低,相变驱动力越大,相间析出界面移动速度越快,不利于微合金元素在界面处的富集,因此在相对较低温度等温试样中未观察到相间析出.图 5 为奥氏体向铁素体相变过程中相界面移动示意图,可以看出 γ/α 界面由两部分组成,共格低能相间析出平面和非共格高能台阶面.根据质量守恒^[11],扩散型的铁素体相变过程必须遵守式(1):

$$V_{\text{coh}} \times L_1 = V_{\text{ledge}} \times L_2. \quad (1)$$

式中: V_{coh} 是 γ/α 低能共格相间析出面移动速度; V_{ledge} 是非共格高能台阶面移动速度; L_1 是相间析

出面的宽度; L_2 是台阶高度.

铁素体相变是由 C 原子控制,而 C 原子的扩散是以界面前沿 C 浓度梯度为驱动力, γ/α 界面处会保持局部平衡态.因此,可以推导出相间析出面移动速度及台阶移动速度与时间的关系:

$$V_{\text{coh}} = \frac{dx}{dt} = \frac{1}{2} \times \frac{(c^{\gamma/\alpha} - c^{\gamma/\infty})}{\sqrt{(c^{\gamma/\alpha} - c^{\alpha})(c^{\gamma/\infty} - c^{\alpha})}} \times \sqrt{\frac{D^{\gamma}}{t}}, \quad (2)$$
$$V_{\text{ledge}} = V_{\text{coh}} \times \left(\frac{L_1}{L_2}\right) = \frac{1}{2} \times$$

$$\frac{(c^{\gamma/\alpha} - c^{\gamma/\infty})}{\sqrt{(c^{\gamma/\alpha} - c^{\alpha})(c^{\gamma/\infty} - c^{\alpha})}} \times \sqrt{\frac{D^{\gamma}}{t}} \times \left(\frac{L_1}{L_2}\right) . \quad (3)$$

式中： X 是 t 时间内形核点到相界面的距离； D^{γ}

是 C 在奥氏体中的扩散系数； $c^{\gamma/\alpha}$ 、 $c^{\gamma/\infty}$ 和 c^{α} 分别表示界面处奥氏体中的 C 浓度、奥氏体中的原始 C 浓度及铁素体中的 C 浓度。

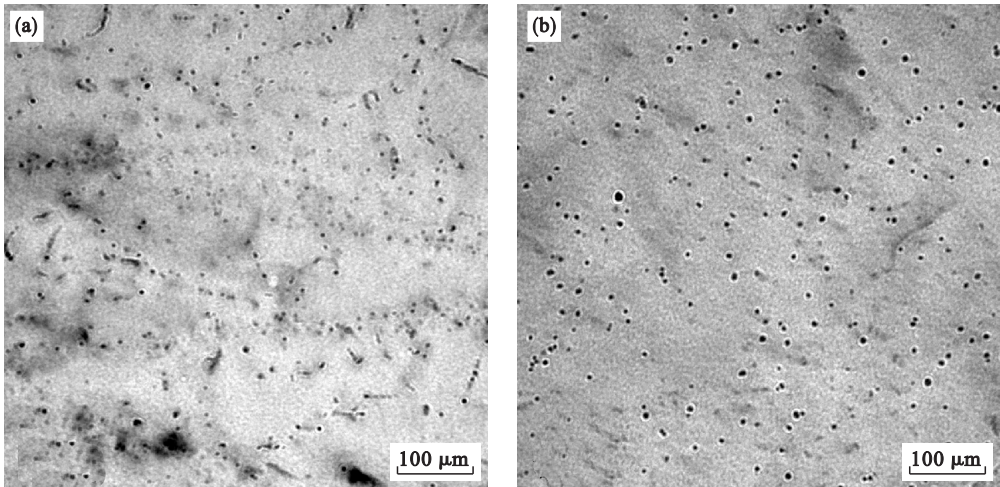


图 4 实验钢等温 20 min 析出物形貌

Fig. 4 Morphology of random distributed precipitates in specimens isothermally holding for 20 min
(a)—600 °C；(b)—650 °C.

通过式(3)可以看出,在铁素体转变初期,铁素体界面移动速度较快,因此很难发生相间析出.随着时间的延长,界面移动速度逐渐降低,在很大程度上有利于相间析出的发生,因此在高温长时间会出现部分铁素体晶粒中出现相间析出的现象.

3 结 论

1) 经等温淬火处理后实验钢显微组织主要为铁素体和马氏体. 铁素体的体积分数随着等温温度的升高逐渐减小,晶粒尺寸随着等温温度的升高而逐渐增大是因为高温降低铁素体的形核率.

2) 实验钢在 700 °C 等温 60 min 试样中,可以同时观察到相间析出和弥散析出,而在其余试样中仅观察到弥散析出,其可以通过扩散过程中的质量守恒准则和台阶机制来解释.

3) 实验钢在 650 °C 等温 20 min 后,通过 Orowan 机制进行计算,得出其析出强化增量可以达到 110 MPa.

参考文献：

[1] Kimberley W. Lighter weight leads to fuel savings [J]. *Automotive Engineer*, 2004, 29 (9) : 30 - 31.
[2] 焦增宝,刘锦川. 新型纳米强化超高强度钢的研究与进展 [J]. *中国材料进展*, 2011, 30 (12) : 6 - 11.
(Jiao Zeng-bao, Liu Jin-chuan. Research and development of advanced nano-precipitate strengthened ultra-high strength steels [J]. *Materials China*, 2011, 30 (12) : 6 - 11.)
[3] Ghosh A, Das S, Chatterjee S, et al. Effect of cooling rate on structure and properties of an ultra-low carbon HSLA - 100 grade steel [J]. *Material Characterization*, 2006, 56 : 59 - 65.

(下转第 1716 页)

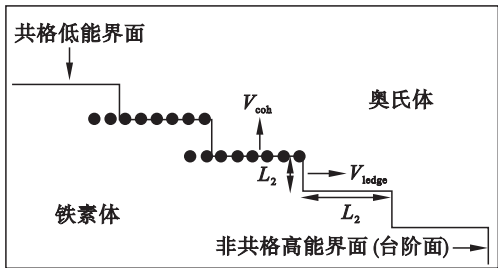


图 5 奥氏体/铁素体相变过程中相界面移动的示意图

Fig. 5 Schematic diagram showing interface movement during austenite/ferite transformation

2.3 析出强化增量计算

采用 Orowan 机制对析出强化增量进行估算：

$$\Delta\sigma = 10.8 \frac{\sqrt{f}}{d} \ln(1630d) . \quad (4)$$

其中： $\Delta\sigma$ 为析出强化贡献值, MPa； d 为析出物直径, μm ； f 为析出物体积分数. 通过计算可知, 在 650 °C 等温 10, 20 和 60 min 试样弥散析出强化增量分别为 79. 6, 109. 7, 104. 2 MPa, 700 °C 等温 60 min 试样析出强化增量为 94. 2 MPa.