

700—1000℃间含 Nb 钢铸坯的延塑性降低与 Nb(C,N)析出*

王新华 昌波 李景捷
(北京科技大学, 北京 100083)

张立 叶锦渭
(宝山钢铁公司, 上海 201900)

摘要 在 $1 \times 10^{-3} / \text{s}$ 应变速率下对含 Nb 钢连铸坯试样的高温延塑性进行了测定. 在温度降至 1100℃ 以下的变形试样中 Nb(C,N) 开始由 γ 晶中析出, 1000—950℃ 之间析出的 Nb(C,N) 较粗大并在钢中零散分布; 温度降至 900℃ 左右时, 大量微细的 Nb(C,N) 在 γ 晶界和晶粒内析出, 尺寸平均为 5—8 nm, 间距在 30 nm 左右, 造成了 γ 相区低温域含 Nb 钢延塑性的急剧减少; 温度降至 800℃ 时, 先共析铁素体开始在 γ 晶界析出, 钢的延塑性继续降低. 由于含 Nb 钢试样共析转变的推迟, 与不含 Nb 钢相比, 其第 III 脆性温度域向低温延伸.

关键词 含铌钢, 连铸坯, 热塑性, Nb(C,N)

Nb 是强的碳化物、氮化物生成元素, 连铸过程中, 含 Nb 微合金化钢铸坯冷却到奥氏体相区低温域时, 铸坯中微细的 Nb(C,N) 由 γ 晶粒中析出, 钢的延塑性变差, 铸坯表面裂纹频繁发生, 因此成为有关连铸质量问题的研究重点之一^[1-3].

为了弄清含 Nb 钢铸坯的高温延塑性能的变化规律, 防止和减轻铸坯裂纹缺陷, 本文对含 Nb 钢铸坯试样高温下的面缩率 RA 值以及碳、氮化物析出相的组成、形貌、析出量等进行了测试研究.

1 实验方法

高温应力应变测试试样取自宝钢生产的 250 mm 厚连铸板坯, 直径为 10 mm, 长为 110 mm. 试样在铸坯上的截取位置为: 试样的长度方向与铸坯长度方向垂直、与柱状晶成长方向平行, 沿铸坯厚度方向可截取两根试样. 表 1 为试样的化学成分. 为了对比, 对宝钢生产的普通中碳铝硅镇静钢(表中试样 B)的高温延塑性也进行了测试.

高温应力应变测试在 Gleeble-1500 试验机上进行. 测试时试样室通入流量为 1 L/min 的氩气流, 以 10℃/s 的速率升温到 1350℃ 后保持 5 min, 然后以 3℃/s 的速率降温(个别试样升温)到预定的试验温度, 保持 2 min 后以 $1 \times 10^{-3} / \text{s}$ 的应变速率进行拉伸. 试样拉断后, 立即对拉断部位大量喷水冷却以保持测试温度下试样的组织形貌.

* 收稿日期: 1996-05-14

本文通讯联系人: 王新华, 教授, 北京(100083)北京科技大学冶金系

表 1 试样的化学成分

Table 1 Composition (mass fraction) of specimens, %

Specimen	C	Si	Mn	P	S	Nb	Al	Ti	N	Fe
A	0.177	0.428	1.33	0.015	0.0073	0.024	0.039	0.004	0.0035	bal.
B	0.17	0.08	0.69	0.016	0.014	<0.005	0.034			bal.

采用金相显微镜和扫描电镜对试样断口部位的显微组织和形貌进行观察和分析, 对试样中析出物的形貌采用碳萃取复型方法利用透射电镜进行分析研究, 采用文献〔4〕介绍的方法, 在 10%KCl-0.5%柠檬酸溶液中对试样进行电解, 用 0.2 μm 滤膜过滤提取电解不溶沉淀物, 分析沉淀物的化学组成, 得到试样中 Nb 的析出物含量.

2 实验结果与讨论

2.1 钢的高温延塑性变化

图 1 为面缩率 RA 随温度的变化. 可以看出, 含 Nb 与不含 Nb 钢试样 RA 值的差别主要出现在 1000—700 $^{\circ}\text{C}$ 区间, 即通常所称钢的第 III 脆性温度区间. 当温度降低到 1000 $^{\circ}\text{C}$ 时, 不含 Nb 的 B 钢试样 RA 仍在 90% 以上, 而 A 钢试样的 RA 却开始了急剧减小. 除了第 III 脆性区上限温度显著升高以外, 含铌钢的第 III 脆性区也向低温延伸. 由图 1 可以看到, 在 775—750 $^{\circ}\text{C}$, A 钢和 B 钢的 RA 都降低到了最低点. 然后, 随着温度的继续降低 RA 出现恢复, B 钢 RA 最高可恢复到 80% 以上, 而含 Nb 钢 A 钢试样的 RA 只有较少的回升, 由 13.5% 上升到 38.3%.

图 2 为几个典型温度下含 Nb 钢变形试样断口的组织照片, 825 $^{\circ}\text{C}$ 以上变形试样表现为典型的 γ 相淬火组织-板条状马氏体组织, 温度下降至 800 $^{\circ}\text{C}$ 时, γ 晶界开始出现先共析铁素体析出的迹象, 析出的 α 相非常细薄. 温度降至 750 $^{\circ}\text{C}$ 时, 在 γ 晶界处网膜状 α 相基本形成, 厚度约为 10—25 μm .

根据照片给出的相组织变化可以推断, 本实验条件下, 含 Nb 钢试样的 A_{r3} 温度在 800 $^{\circ}\text{C}$ 左右, 而钢的 RA 则是从 975 $^{\circ}\text{C}$ 开始急剧降低, 这一事实表明, 在 1000—700 $^{\circ}\text{C}$ 区间含 Nb 钢试样的延塑性降低是由奥氏体相区低温域和 $\gamma+\alpha$ 两相区高温域出现脆化构成的.

2.2 γ 相低温域 Nb(C,N) 的析出和钢的延塑性降低

在 γ 相低温域不含 Nb 的 B 钢延塑性降低主要是由于 γ 晶界处 AlN 等的析出, 而含 Nb 的 A 钢除 AlN 析出之外, Nb 的碳、氮化物析出是另一重要原因.

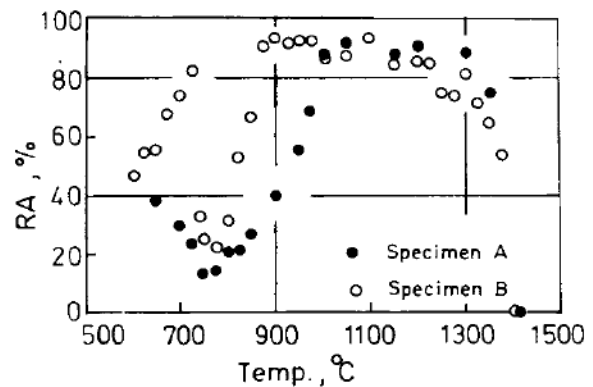


图 1 试样面缩率 RA 随温度的变化

Fig.1 Hot ductility of specimens with Nb (A) and without Nb (B) under different temperatures

图 3 给出了 A 钢试样不同温度下透射电镜观察到的析出物形貌, 1000℃ 变形试样中有 Nb 的析出物(图 4). 由图 3c, d 可以看到, 900℃ 变形的试样在晶界和基体同时析出微细 Nb(C,N), 在晶界上紧密排列, 平均间距仅为 30 nm 左右.

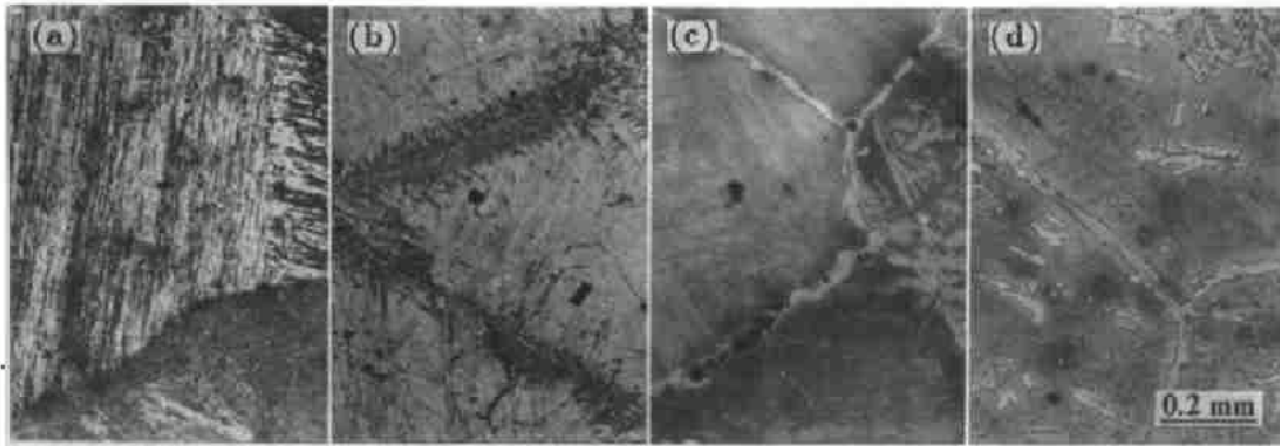


图 2 含 Nb 钢试样断口的光学显微镜组织照片

Fig.2 Optical fractographs of specimens tensiled at different temperatures

(a) 825℃ (b) 800℃ (c) 750℃ (d) 650℃

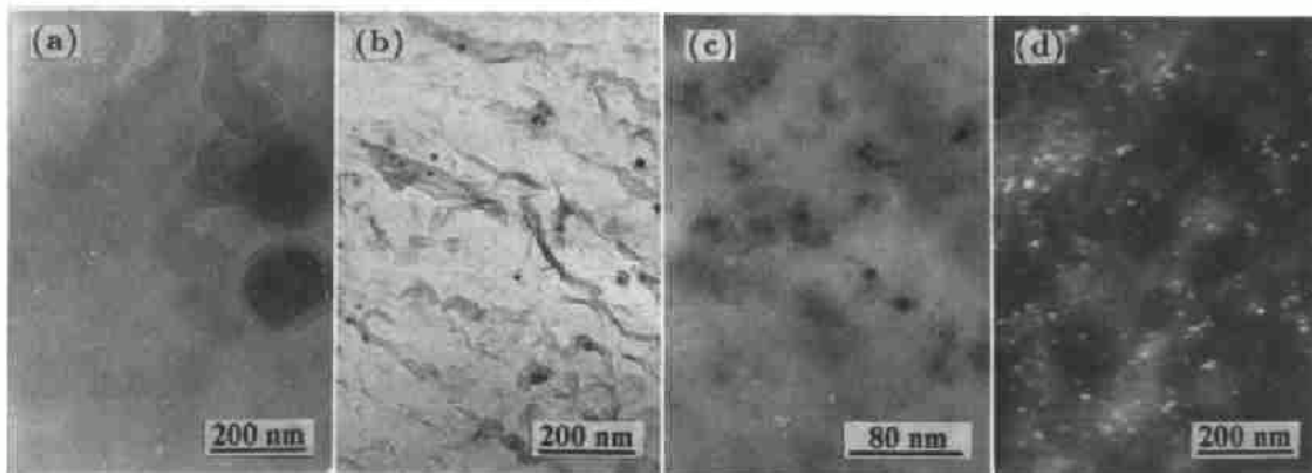


图 3 1000, 975 和 900℃ A 钢变形试样的析出物形貌

Fig.3 TEM morphologies of precipitates in specimens fractured at different temperatures

(a) 1000℃ (b) 975℃ (c) 900℃ (d) 900℃ (dark field)

Nb(C,N)析出造成试样脆化的主要原因是: (1) Nb(C,N)沿晶界析出, 降低了界面结合能, 应力下发生塑性变形时, 微细的晶界析出物作为应力集中源, 与晶界脱开形成微孔, 在晶界滑移的作用下, 微孔连接形成裂纹; (2) 微细 Nb(C,N)粒子钉扎在 γ 晶界, 阻止晶界移动, 抑制钢的动态再结晶的进行. 而变形过程如能发生动态再结晶, 引发的晶界迁移可将原

晶界处生成的微裂纹包围在新晶粒内,阻止裂纹的聚合、长大和延伸,改善钢的延塑性能.图5为应力-延伸率关系曲线,可以看到,在1000℃以下温度拉伸,由于Nb(C,N)析出物对 γ 晶界的“钉扎”,从曲线上观察不到发生再结晶的迹象;(3)伴随着Nb(C,N)在晶界处动态析出的同时, γ 晶粒内也会有微细Nb(C,N)的析出,从而在晶界两侧出现一薄的较软的无析出带.在应力作用下,沿晶界无析出带出现应力集中,造成沿晶界的开裂.

图6为含Nb钢试样中Nb析出量随温度变化情况,变形温度降低到1100℃以下后,试样中开始有Nb(C,N)析出.900℃左右时析出量超过了试样总Nb含量的80%,达到了最高值.继续降低温度,由于钢中Nb原子的扩散减慢,析出量减少,800℃以下析出量减少到50%以下.根据Nb(C,N)动态析出动力学“C”曲线〔5〕,Nb(C,N)析出的“鼻子”温度为900℃.Nb的析出量在900℃最多,这与文献〔5〕的结果是相符的.

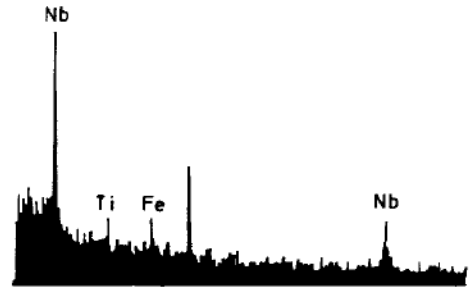


图4 析出物的EDAX能谱分析图

Fig.4 EDAX spectrum of precipitate corresponding to Fig.3a

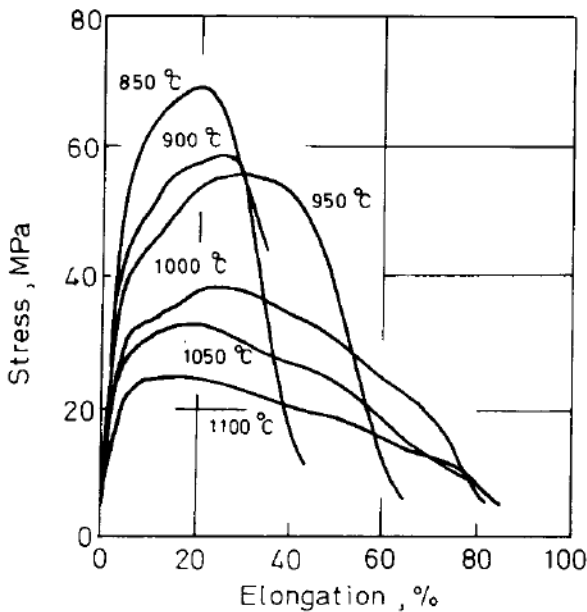


图5 试样的应力-延伸率关系曲线

Fig.5 Stress-elongation curves

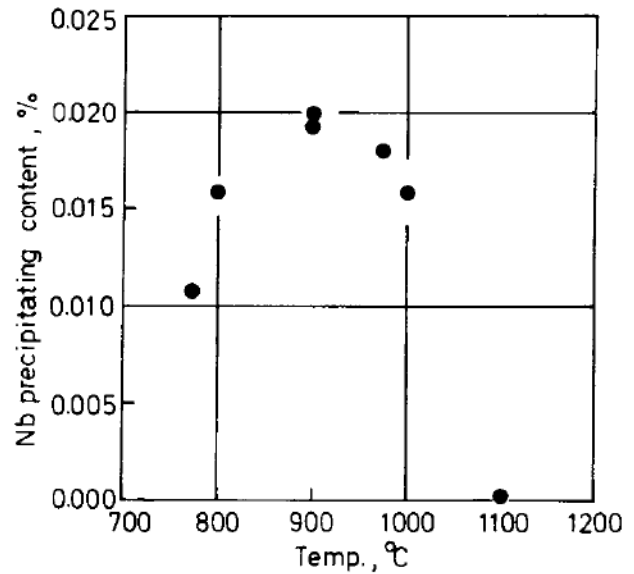


图6 试样中Nb的析出量随温度的变化

Fig.6 Change of Nb precipitating amount (mass fraction) with temperature

Nb(C,N)的尺寸和分布随变形温度而变化,在1000℃变形试样中透射电镜观察到的Nb(C,N)析出物颗粒尺寸多在40—50nm(图3a).尽管此时析出量并不低,但是由于析出物颗粒大,所占体积分数少,在钢中只是零散分布,对钢延塑性的影响不大,试样仍然具备高的延塑性.

温度降至975℃,试样中析出物数量增多(图3b),尺寸多在15—20nm,少数析出物分

布较集中, 但大部分仍零散分布. 此时析出物对钢的延塑性已有一定的作用, 试样的 RA 降低到了 68.6%, 但试样的断裂仍然呈现为穿晶塑性断裂的方式(图 7a).

在 900℃ 变形试样中, 可观察到在晶界和晶粒内部析出的大量微细 Nb(C,N) 粒子, 析出物的尺寸显著减小, 大多为 5—8 nm, 颗粒紧密排列在一起, 平均间距 30 nm 左右. 这种微细的动态析出物对钢延塑性的作用最为显著, 在 900℃ 时 RA 值已降低到 40%. 此时试样的断口(图 7b)已开始由穿晶延性断裂向沿晶界断裂方式转变, 断口表面覆盖着细小的塑坑或微孔, 这是由于优先在晶界附近变形、在析出物或夹杂物处产生微孔、微孔集聚导致了沿晶塑性断裂的结果.

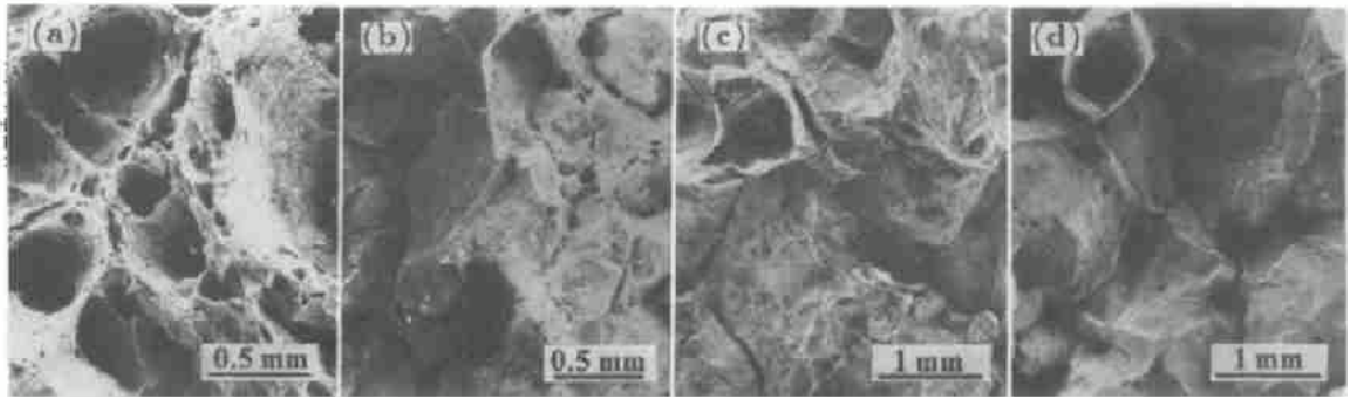


图 7 不同温度变形试样断口的扫描电镜照片

Fig.7 SEM fractographs of specimens tensiled at different temperatures

(a) 975℃ (b) 900℃ (c) 850℃ (d) 750℃

900℃ 以下, 试样中 Nb(C,N) 的平均尺寸更小, 尽管析出量有所减少, 但因为析出物尺寸小, 降低钢延塑性的作用仍然十分显著, 试样的 RA 继续降低. 850℃ 变形试样的断裂已完全转变为沿晶界断裂的方式(图 7c), 二次裂纹几乎全部沿晶界扩展, 晶界侧面为波浪状的塑性断裂, 此时试样的 RA 已降低到 35% 以下.

2.3 $\gamma+\alpha$ 两相区高温域试样的延塑性降低

变形温度降低到 800℃ 以下, 由于为钢中 Nb 的扩散所限制, Nb(C,N) 的析出量显著减少, 但试样的 RA 仍在随温度的降低而减小, 在 775—750℃ A 钢和 B 钢试样的 RA 均降低到最低值. 此时钢的脆化主要起因于先共析铁素体沿原奥氏体晶界的析出, 这是 A 钢和 B 钢延塑性降低的根本原因. 而含 Nb 钢中 Nb(C,N) 的析出则是在进一步降低 RA 的同时扩展了钢的脆性温度范围.

在 $\gamma+\alpha$ 两相区高温域, 如 γ 晶界形成 α 相网膜, 在应力作用下变形将主要集中在沿 γ 晶界分布的较软的 α 相中. 当应力超过晶界 α 相所能承受的强度时, 在 α 相中便会生成空洞, 空洞聚合长大最后发展成裂纹. 这一温度域钢的脆化与 γ 晶界析出的 α 相的形态、尺寸有关. 750℃ 时, γ 晶界的 α 相网膜厚度在 10—25 μm , γ 晶界网膜状 α 相中存在空洞(图 2c), 试样的 RA 最低. 由图 7d 可以看到, 断口呈典型的沿晶塑性断裂形貌, 晶界面之间完全脱开, 裂纹在晶界之间延伸, 提高放大倍数可观察到无数小的塑坑和晶界间孔洞的连接.

温度降低到 650℃ 时, 除原 γ 晶界外, 铁素体已开始在晶粒内部析出, α 相数量增多,

与奥氏体的强度差别缩小, γ 晶界先共析 α 网膜的应力集中程度减小, 试样的塑性开始恢复(图 2d). 但是, 由照片中可以看到, 650 °C 时尽管晶粒内已开始发生 $\gamma \rightarrow \alpha$ 转变, 但是晶界的网状 α 相尚未被破坏, 因此 RA 仅恢复到 38.3%. 不含 Nb 的 B 钢试样在 725 °C 左右除 γ 晶界外, 在原 γ 晶粒基体内大部分 γ 相也已转变为铁素体. 含 Nb 钢试样直到 650 °C 时 γ 晶界的 α 网膜仍未被完全破坏, 是由于 Nb 使共析转变推迟, 这也是含 Nb 钢试样的第 III 脆性温度域较不含 Nb 钢向低温延伸的原因.

3 结 论

(1) 温度低于 1000 °C, 含 Nb 钢的延塑性随温度的下降而急剧减少, 在 775—750 °C RA 降低到最低点. 与不含 Nb 钢相比, 含 Nb 钢的第 III 脆性温度域范围向高温和低温两个方向延伸.

(2) 温度降低到 1000 °C 左右时, Nb(C,N) 开始析出, Nb 的析出量在 900 °C 左右达到最大值, 其后随温度降低析出量减少, 至 800 °C 以下, Nb 的析出量的质量分数降低到 50% 以下.

(3) 在 975—950 °C 之间析出的 Nb(C,N) 较粗大, 零散分布. 温度降低到 900 °C 左右时, 大量微细的 Nb(C,N) 动态析出物在晶界和晶粒内析出, 析出物尺寸大多为 5—8 nm, 平均间距 30 nm 左右, 钢的延塑性急剧减少.

(4) 温度降低到 800 °C 时, 先共析铁素体开始在原 γ 晶界析出, 造成含 Nb 与不含 Nb 两种钢的延塑性均继续降低, 在 775—750 °C RA 降低到最小. 沿初生 γ 晶界析出的网膜状 α 铁素体是导致钢 RA 降低的根本原因. 与不含 Nb 钢相比, 含 Nb 钢共析转变推迟, 造成其第 III 脆性温度域向低温延伸.

参 考 文 献

- 1 Turkdogan E T. *Steelmaking Conf Proc*, 1987; 70: 399
- 2 Maehara Y, Yotsumoto K, Tomono H, Nagamichi T and Ohmori Y. *Mater Sci Technol*, 1990; 6: 793
- 3 Mintz B, Yue S, Jonas J J. *Int Mater Rev*, 1991; 36: 187
- 4 马 翔. 物化检验, 1985; 4: 215
- 5 Weiss I, Jonas J J. *Metall Trans*, 1979; 17A: 831

DUCTILITY LOSS AND Nb(C,N) PRECIPITATION IN Nb-CONTAINING STEEL SLAB IN THE TEMPERATURE RANGE FROM 700 TO 1000 °C

WANG Xinhua, CHANG Bo, LI Jingjie (University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083), ZHANG Li, YE Jinwei (Baoshan Iron and Steel Co., Shanghai 201900)

(Manuscript received 1996-05-14)

ABSTRACT Hot ductility of the continuously casted Nb-containing steel slab was measured under the strain rate of 1×10^{-3} /s. It was found that in the fractured specimens, Nb(C,N) precipitation took place when temperature decreased to below 1100 °C. The Nb(C,N) particles precipitated in the temperature range from 1000 to 950 °C were coarse and randomly distributed in the specimens. When the temperature was lowered to 900 °C, the precipitation content of Nb(C,N) reached maximum and fine Nb(C,N) precipitates were found both along γ grain boundaries and inside the grains with mean particle size of 5—8 nm and interparticle spacing of about 30 nm. As the result of Nb(C,N) precipitation, the hot ductility of the steel was significantly reduced in the lower temperature region of γ single phase. As the temperature decreased to below 800 °C, film-like proeutectoid ferrites formed along the γ grain boundaries that further reduced the steel ductility. The eutectoid transformation of the Nb-containing steel was delayed compared to the steel without Nb. This leads to the extension of the low ductility of the steel to the lower temperature.

KEY WORDS Nb-containing steel, continuous cast slab, hot ductility, Nb(C,N)

Correspondent: WANG Xinhua, professor, Department of Metallurgy, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083