

含铌弹簧钢奥氏体晶粒长大与夹杂物的动态观察及分析

姜超¹ 刘雅政¹ 张朝磊¹ 肖金福¹ 张玮² 易敏²

(1 北京科技大学材料科学与工程学院,北京 100083; 2 首钢技术研究院,北京 100041)

摘要 采用高温金相显微镜观察了含铌弹簧钢 60Si2MnNb (% : 0.57C, 1.60Si, 0.76Mn, 0.34Cr, 0.022Nb) 在 950 ~ 1250 °C 真空加热时奥氏体晶粒长大现象, 得到其晶粒长大动力学曲线, 通过 Arrhenius 方程对粗化过程进行了曲线拟合; 通过 SEM (Scanning Electron Microscope) 和 EDS (Energy Dispersive Spectrometer) 对出现的二相粒子进行了分析。实验结果表明, 含铌弹簧钢 60Si2MnNb 晶粒粗化温度为 1050 °C, 较 60Si2MnA 钢的晶粒临界粗化温度 T_{cc} 提高了 100 °C; 出现的二相粒子为非金属夹杂物。

关键词 含铌弹簧钢 高温金相 晶粒粗化 夹杂物 分析

Dynamic Observation and Analysis on Austenite Grain Growth and Inclusions in Nb-Bearing Spring Steel

Jiang Chao¹, Liu Yazheng¹, Zhang Chaolei¹, Xiao Jinfu¹, Zhang Wei² and Yi Min²

(1 School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology, Beijing 100083;

2 Research Institute of Technology, Shougang, Beijing 100041)

Abstract The behavior of austenite grain growth of Nb-bearing spring steel 60Si2MnNb (% : 0.57C, 1.60Si, 0.76Mn, 0.34Cr, 0.022Nb) during heating at 950 ~ 1250 °C in vacuum has been observed by using high temperature microscope, and the curve of coarsening process is fitted by Arrhenius equation to get the austenite grain growth dynamic curve; and an analysis on occurred second phase particles has been carried out by using scanning electron microscope (SEM) and energy dispersive spectrometer (EDS). Test results show that the grain coarsening temperature T_{cc} of Nb-bearing steel 60Si2MnNb is 1050 °C it is higher that of steel 60Si2MnA by 100 °C; the occurred second phase particles in steel are nonmetallic inclusions.

Material Index Nb-Bearing Spring Steel, High Temperature Metallography, Grain Coarsening, Inclusions, Analysis

近年来,我国微合金化技术和含铌钢生产取得了快速发展^[1]。但是,国内外冶金学者对铌钢物理冶金学的深入研究和成功应用主要还是集中在低碳钢领域,铌在中高碳钢中研究和应用的报道较少^[2]。因此,铌在中高碳钢中的研究工作具有重要意义。高温金相技术解决了部分钢种奥氏体晶粒显示困难问题,判断各种钢奥氏体晶粒在加热时长大倾向等方面不失为一种最直观而且生动的实验方法,能直观、清晰地显示奥氏体晶粒照片,进行晶粒尺寸测量,适用于金属材料加热到 Ac_3 点以上奥氏体单相区域内的奥氏体晶粒度的评定^[3]。

1 实验材料及方法

实验钢 (% : 0.57C, 1.60Si, 0.76Mn, 0.34Cr, 0.022Nb, 0.010P, 0.005S) 由北京钢铁研究总院的 250 kg 真空感应熔炼炉冶炼,在 60Si2MnA 中添加微量的铌,浇注成 150 kg 钢锭,然后锻造开坯成 $\Phi 150$ mm 圆棒后,在高速线材轧机上轧制成 $\Phi 16$

mm 的线材。

高温激光金相的试样尺寸为 $\Phi 7.5$ mm \times 3.5 mm,设备真空度达到 0.053 Pa 以上,实验方案如图 1 所示。

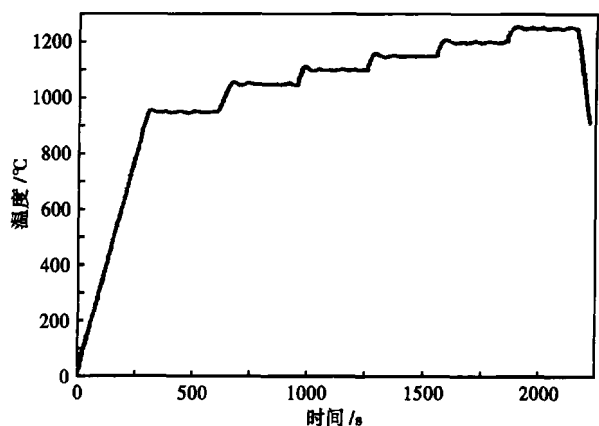


图1 含Nb弹簧钢 60Si2MnNb 加热实验方案
Fig. 1 Heating test scheme of Nb-bearing spring steel 60Si2MnNb

2 实验结果与讨论

2.1 奥氏体晶粒长大动态观察及动力学曲线

从图2的高温金相照片中可以看到,随着温度的升高,奥氏体晶粒晶界逐渐清晰,晶粒不断发生吞并、长大。此外,奥氏体晶粒的组织中在局部区域存在一些晶体学取向相近、彼此相邻的小晶粒组成的晶粒团,这些晶粒在低于晶界开始明显移动的温度时所发生的彼此间的小角度晶界分解消失,合并成大晶粒^[4]。随着长大过程的不断进行,晶界最终

形成平直且相邻夹角基本呈 120° 的稳定形态。晶粒的长大过程,主要是通过晶界的迁移、晶粒的吞并和原晶界的消失而进行^[5]。在 $1050 \sim 1200^\circ\text{C}$,晶粒开始发生明显长大,金相照片中可观察到少数很大的晶粒,并且其数目和所占视场比例随温度升高和保温时间延长也不断增加。在 1200°C 以上,晶粒尺寸基本相近,晶粒形状接近稳定,尺寸的增长速率明显降低,奥氏体晶粒的长大倾向反而减小。在较高温度下奥氏体晶界迁移过程中留下的 $2 \sim 3$ 重晶界现象,更为清楚地反映了晶粒的长大过程。

从图3(a)可以看出,晶粒在 $1050 \sim 1200^\circ\text{C}$ 晶粒长大速率最快,奥氏体晶粒长大速率随加热温度升高呈指数关系增加。温度继续提高,该长大趋势趋于平缓,这主要与在较高温度下晶粒形状趋于稳定,长大激活能增大有关。

奥氏体晶粒经历长大的过程就是小晶粒合并成大晶粒、弯曲晶界变成平直晶界并形成稳定结构的过程^[5]。当保温时间为给定值时,可以考虑用 Arrhenius 形式的公式描述奥氏体晶粒临界粗化温度规律^[6]。

$$D = B \cdot \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

将式(1)两边取对数得:

$$\ln D = \ln B - \left(\frac{Q}{R}\right) \cdot \left(\frac{1}{T}\right) \quad (2)$$

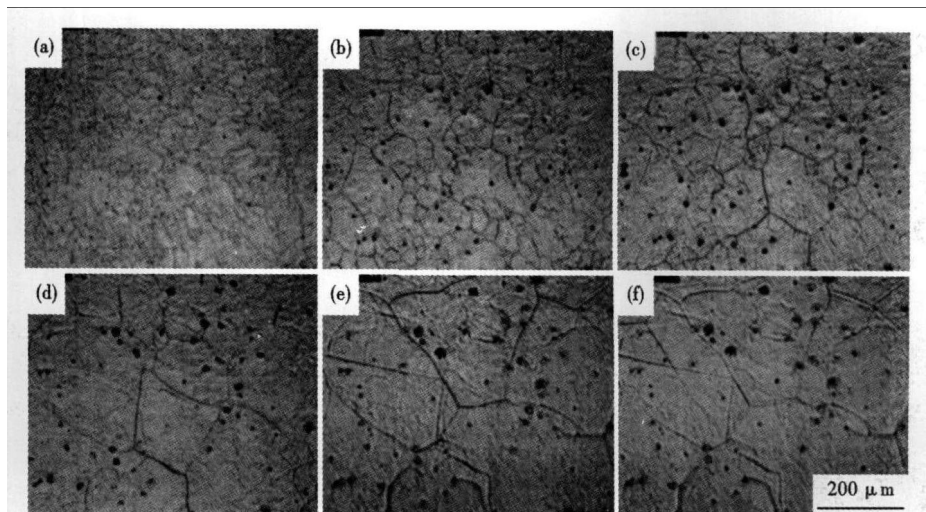


图2 (a)950 °C;(b)1050 °C;(c)1100 °C;(d)1150 °C;(e)1200 °C;(f)1250 °C时含Nb弹簧钢60Si2MnNb奥氏体晶粒形貌

Fig. 2 Morphology of austenite grain of Nb-bearing spring steel 60Si2MnNb at 950 °C (a), 1050 °C (b), 1100 °C (c), 1150 °C (d), 1200 °C (e) and 1250 °C (f)

式中: D -晶粒尺寸/ μm ; B -常数; Q -晶粒长大激活能/ $(\text{J} \cdot \text{mol}^{-1})$; R -气体常数,为 $8.314 \text{ J} \cdot (\text{K} \cdot \text{mol})^{-1}$; T -绝对温度/ K 。

根据公式(2)拟合 $\ln D-1/T$ 关系曲线,所得曲线如图3(b)所示,通过直线斜率可求出不同晶粒长大阶段的晶粒长大激活能。激活能在两条直线的交点 1050°C 时发生突变,该交点所对应温度成为晶粒临界粗化温度,用 T_{CC} 表示,超过这一温度晶粒长大速度迅速增大;在 1200°C 以上出现另一个拐点,主要是由于此时晶粒突增过程基本结束,晶界呈现稳定态的缘故。

对于60Si2MnA来说, T_{CC} 在 950°C 左右^[7]。而添加微合金元素铌,该温度将被提高到 1050°C 左右,推迟了近 100°C ,这主要是由于铌的添加增大了粗化激活能 Q ,固溶的铌原子在晶界的内吸附及其

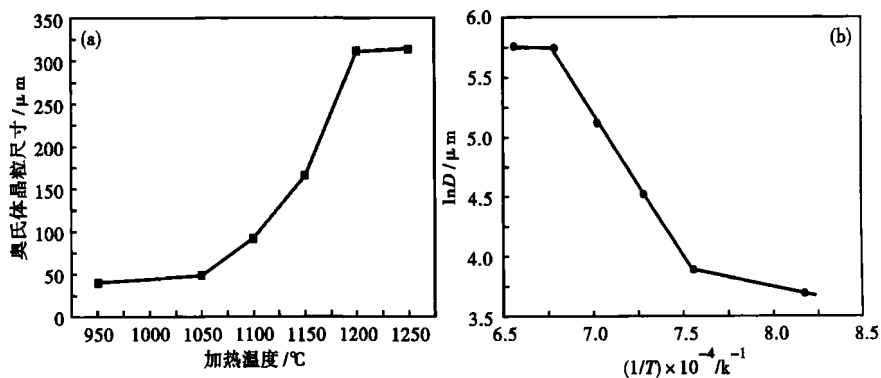


图3 含Nb弹簧钢60Si2MnNb奥氏体晶粒长大动力学曲线(a)和奥氏体晶粒长大规律(b)

Fig. 3 Kinetic curve (a) and coarsening behavior (b) of austenite grain coarsening of Nb-bearing spring steel 60Si2MnNb

碳氮化物对晶界的钉扎作用,明显地抑制了晶粒的粗化和长大。

2.2 奥氏体中的二相粒子分析

在本实验中,将高温金相试样加热到1 250 ℃后,在仪器的真空条件下自然冷却,随后进行 SEM 观察及 EDS 分析,对其成分进行初步判定。由于实

验钢属于 Si-Mn 系钢,因此含的硅酸盐夹杂物较多。试样按图 1 的实验方案加热空冷后其 SEM 照片及 EDS 能谱分析见图 4。

从图 4 中夹杂物能谱分析结果可以看出,图 4 (a,b)中的二相粒子基本属于非金属夹杂物,主要是 Al_2O_3 ,还含有 CaO、MnO、 SiO_2 和 FeO 等氧化物。

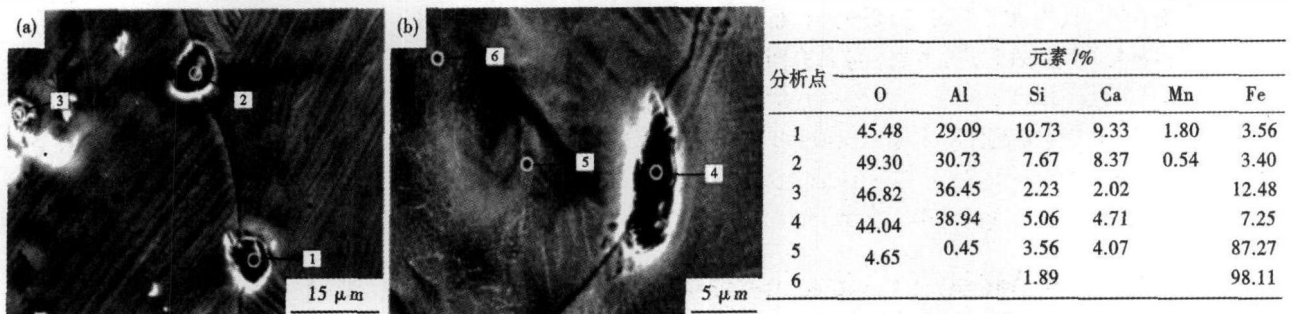


图 4 含 Nb 弹簧钢 60Si2MnNb 中各点能谱分析和夹杂物形貌, SEM

Fig. 4 Morphology of inclusions in Nb-bearing spring steel 60Si2MnNb, SEM, and spectrum analysis of each spot

除此之外,硅是强烈促进石墨化的元素。由于渗碳体在热力学上的不稳定性,在加热过程中,一部分渗碳体必然分解为稳定相石墨,进行 $Fe_3C \rightarrow A + G$ 过程,A 为奥氏体,G 为石墨相。随着温度的继续升高,石墨球通过蒸发而逐渐变浅和消失。

在较低温度下加热时,亚显微尺寸的氧化物等主要为弥散分布,只有少数尺寸较大的比较容易观察到,随着温度的升高和保温,这些弥散的氧化物伴随着晶粒长大的过程开始不断析出并在晶界周围聚集长大,并且观察到的夹杂主要位于现存或已经消失的晶界上。同时,加热温度升高,金属表面原子不断蒸发,使得夹杂物的观察更为明显,如图 2 (e, f) 中观察到的夹杂物尺寸主要分布在 3 ~ 8 μm ,大部分都是高温加热时聚集长大而成。实验钢为真空感应熔炼炉冶炼,夹杂物主要是内生夹杂物^[8],尺寸本身就很小;其次钢中的夹杂物是随机分布的,金相试样的切面不一定刚好切在夹杂物的最大截面上^[9]。随着温度的进一步升高,部分夹杂边缘出现水纹样,主要是低熔点成分发生熔解的缘故。

二相粒子 EDS 能谱分析中并没有发现含 Nb 的颗粒析出,主要是由于实验钢冷却后析出的 Nb 的碳氮化物很少且细小弥散难于观察。

3 结论

(1) 实验钢在 1 050 ℃ 到 1 200 ℃ 的温度区间晶粒迅速长大,长大速率随加热温度升高呈指数关系增加,粗化现象显著。

(2) 加铌使得晶粒粗化温度 T_{GC} 从 950 ℃ 推迟到 1 050 ℃,提高了约 100 ℃,可见少量铌的添加可有效延迟和抑制弹簧钢的晶粒长大趋向。

(3) 空冷后保留下来的二相粒子主要由 Al_2O_3 等氧化物聚集长大而成,尺寸为 3 ~ 8 μm 。

中信-CBMM 铌钢研究与开发项目资助(2007RMJS-D031)

参考文献

- Mariana Oliveira, Steve Jansto, Hardy Mohrbacher, et al. Thirty Years of Niobium Steel Development in China. Proceedings of International Symposium on Nb-bearing Steel Technology Development in China for the 30th Anniversary Celebration, 2009, 12: 119
- 付俊岩. 汽车零部件用高品质特殊钢技术的最新发展. 汽车工程, 2009, 31(5): 407
- 首钢总公司. 一种用高温激光显微镜测量奥氏体晶粒尺寸的方法. 中国专利: 200810227821, 2009-04-22
- 刘荣运, 欧金玉, 王乃宣. 关于几种合金钢奥氏体晶粒混晶长大机构的研究, 特殊钢, 1983, 4(2): 54
- 苏德达. 65Mn 钢奥氏体晶粒长大与孪晶的动态观察. 金属制品, 2002, 28(6): 55
- 钟云龙, 刘国权, 刘胜新, 等. 新型油井管钢 33Mn2V 的奥氏体晶粒长大规律. 金属学报, 2003, 39(7): 699
- Cui Juan, Liu Ya-zheng, Pan Hui, et al. Reheating Austenitizing Temperature of Spring Steel 60Si2MnA for Railway. Journal of Iron and Steel Research, International, 2008, 15(6): 62
- 王 郢, 李 宏, 郭 佳, 等. 超低氧弹簧钢 60Si2MnA 精炼过程夹杂物的研究. 钢铁, 2008, 43(10): 29
- 薛正良, 李正邦, 张家雯, 等. 不同脱氧条件下弹簧钢氧化物夹杂的性质和形貌. 特殊钢, 2001, 22(3): 24

姜 超(1985-), 男, 硕士研究生, 主要从事特殊钢组织性能控制研究。

收稿日期: 2010-09-25