

· 组织和性能 ·

冷却速度对 0.45C 钢铸坯夹杂物和组织的影响

张庆军¹ 吴耀光³ 崔志敏¹ 朱立光²

(河北联合大学 1 分析测试中心, 2 冶金与能源学院, 唐山 063009; 3 河北钢铁集团石钢公司炼钢厂, 石家庄 050031)

摘要 借助控制冷却速度的高温激光共聚焦显微镜, 结合光学显微镜和扫描电镜、能谱分析仪研究 1150 ℃ 至 500 ℃ 时, 冷却速度 100 ~ 10 ℃/min 对 0.45C 钢铸坯中夹杂物的属性、诱发晶内铁素体形核行为的影响。结果表明, 随冷却速度减小, 高熔点夹杂物基本没有变化, 低熔点夹杂物的数量和尺寸有增加的趋势, 尤其是钒的碳氮化物数量增加明显; 随冷却速度降低, 析出的晶内铁素体的数量增加, 平均粒径增大, 铁素体比例先增加后减小。当 30 ℃/min 连续冷却时, 钢中夹杂物尺寸小于 10 μm 比例高达 93%, 铁素体平均粒径为 9.2 μm, 铁素体面积比例达 30.2%。

关键词 0.45C 钢 铸坯 冷却速度 夹杂物 晶内铁素体 组织

Effect of Cooling Rate on Inclusions and Structure of 0.45C Steel Casting Billet

Zhang Qingjun¹, Wu Yaoguang³, Cui Zhimin¹ and Zhu Liguang²

(1 Center of Analysis and Test, 2 College of Metallurgy and Energy Sources, Hebei United University, Tangshan 063009; 3 Steelworks, Shijiazhuang Steel Co, Hebei Iron and Steel Group, Shijiazhuang 050031)

Abstract The effect of cooling rate 100 ~ 10 ℃/min from 1 150 ℃ to 500 ℃ on attribute of inclusions and behavior of inducing intragranular ferrite nucleation in 0.45C steel casting billet has been studied by using high temperature confocal superpower laser-beam microscope to control cooling rate combined with optical, scanning electron microscope and energy dispersive spectrometer. Results show that with decreasing cooling rate the high melting-point inclusions in steel basically no-change while the low melting-point inclusions size and amount in steel trend towards increasing, especially the amount of vanadium carbo-nitride increases obviously; with decreasing cooling rate the amount of precipitated intragranular ferrite increases, the average grain size increases and the ferrite ratio first increases and afterwards decreases. As continuous cooling with 30 ℃/min, the ratio of size of inclusions in steel less than 10 μm is up to 93%, the average size of ferrite is 9.2 μm and the dimensions ratio of ferrite is 30.2%.

Material Index 0.45C Steel, Casting Billet, Cooling Rate, Inclusions, Intragranular Ferrite, Structure

从氧化物冶金技术提出至今, 众多学者对于该技术的应用做了大量深入细致的研究取得了很大的进展。目前的研究已经发现, Al₂O₃ (不能单独诱发晶内铁素体形核)、Ti_xO、TiN、MnS、VC、VN 及其复合夹杂物是目前最为有效的诱发晶内针状铁素体形核的夹杂, 典型夹杂物的尺寸为 0.1 ~ 10 μm^[1-5]。具备了诱发行核能力的夹杂物条件后, 钢液的冷却凝固条件也是影响诱发晶内铁素体形核的重要因素之一。其中胡志勇等人^[6]以 [C] = 0.1% ~ 0.2% Ti 脱氧钢为研究对象, 分析了奥氏体晶粒尺寸、晶内针状铁素体 (Intragranular Acicular Ferrite, IAF) 开始生成温度以及冷却速度对晶内铁素体形成的影响。王利伟等人^[7]以高纯铁粒和钛铁为原料, 研究了以 200、100、10 ℃/min 的冷却速度定向凝固对 Ti-O 超细夹杂析出的影响。

本文以 0.45C 钢铸坯为原料研究了不同冷却

速度下钢中夹杂物和组织结构的演变。

1 实验设备

实验主要使用高温激光共聚焦显微镜、同时结合金相显微镜, 扫描电镜以及能谱分析仪 (SEM-EDS) 进行夹杂物性质及组织演化的综合分析。激光共聚焦显微镜除具有比普通光学显微镜更高的分辨率外, 还可以实现控冷保温制度精确控制。可以在高温过程中实时地观察记录钢液中夹杂物的行为, 进行凝固过程中相变的原位观察。本实验利用该设备对降温过程的控冷保温进行精确控制。

2 试样制备及实验方案

在连铸坯拉坯方向上取 0.45C 钢铸坯试样 5 个, 加工成 Φ7 mm × 3 mm, 编号依次为 45ZP-1、45ZP-2、45ZP-3、45ZP-4、45ZP-5, 磨平、抛光, 分别对应控温方案: 升温至 1 150 ℃, 保温 10 min, 以 100、

80、50、30、10 °C/min 冷却速度冷却至 500 °C, 然后以 100 °C/min 冷却至室温, 在高温激光共聚焦显微镜中完成实验。实验结束后取出试样磨平抛光, 用 4% 的硝酸酒精溶液腐蚀, 利用 SEM-EDS 对钢中夹杂物成分和结构进行分析。利用金相显微镜观察分析组织形貌, 并利用二值化软件分析铁素体粒径和面积比随控冷的变化规律。

3 结果与分析

3.1 夹杂物尺寸、数量及分布

不同的冷却速度下, 析出的夹杂物的尺寸、数量及分布呈现出如下的规律。

由图 1 可看出, 随冷却速度的减小, 析出的尺寸为 0 ~ 2.5 μm 夹杂物数量有减少趋势, 尺寸为 2.5 ~ 5 μm 的夹杂物数量增大, 并且小于 5 μm 的夹杂物的比例逐渐增加。当冷却速度为 30 °C/min 时, 尺寸在 2.5 ~ 5 μm 的夹杂物的数量最多, 同时尺寸小于 10 μm 的夹杂物的比例高达 93%。但当冷却

速度为 10 °C/min 时, 小于 10 μm 的夹杂物数量明显减少, 而大于 10 μm 的夹杂物数量增多。说明夹杂物尺寸的分布随冷却速度减小, 存在最佳冷却速度, 冷却速度继续减慢将导致夹杂物长大。

3.2 夹杂物种类分析

对不同冷却速度下试样中诱发形核的夹杂物进行能谱分析, 发现诱发铁素体形核的夹杂物大致可分为 4 类: 高熔点复合夹杂、有较低熔点夹杂物附着的高熔点复合夹杂、低熔点夹杂、低熔点复合夹杂。主要有 Mg、Al、Ca、Si 氧化物或硫化物高熔点夹杂, MnS 附着在高熔点 Mg、Al、Ca、Si 氧化物或硫化物上的复合夹杂, MnS, TiN、VN、VC, TiN-VN, TiN-VN-MnS, 如图 2 所示。

为进一步研究各类夹杂物在不同冷却速度下析出比例的变化, 在电镜下随机对 50 个诱发形核的夹杂物进行分析统计, 其结果如图 3 所示, 图 3 中 (1) 复合夹杂物为 MnS 附着在高熔点 Mg、Al、Ca、Si 氧化物或硫化物上的复合夹杂; (2) 高熔点复合夹杂物为主要有 Mg、Al、Ca、Si 氧化物或硫化物。

由图 3 可看出, 夹杂物种类随冷却速度变化没有呈现出明显的规律性, 只有钒的碳氮化物有增多的趋势。发现有一定量的 Si-Fe-C 夹杂诱发晶内铁素体形核, 其并不符合溶质元素变化机理中由其它高熔点夹杂物引起的富 Si 而造成诱发晶内铁素体形核的说法^[8]。通过更高倍的局部放大, 发现 Si-Fe-C 复合夹杂物与铁素体之间存在明显的间隙, 如图 4 所示, 故推断其可能是由于应力-应变作用诱发的形核。其中, 在 45ZP-5 (冷却速度为 10 °C/min) 试样中复合夹杂物中有 VC 析出, 这是由于碳原子比较大, 扩散速度较小, 所以只有在冷却速度较小的情况下, 才会形成一定量的 VC 析出。

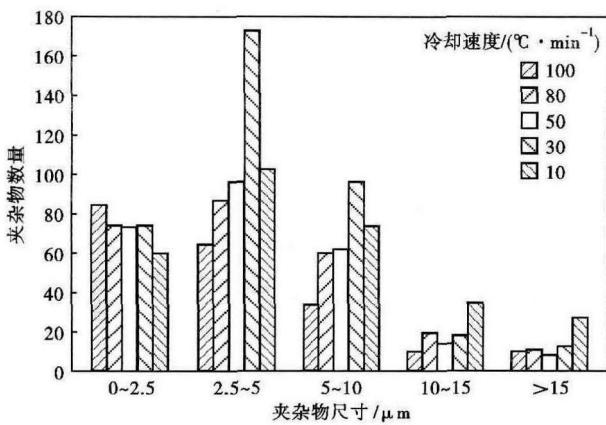


图 1 冷却速度对 0.45C 钢夹杂物尺寸及数量分布的影响
Fig. 1 Effect of cooling rate on distribution of inclusions size and amount in 0.45C steel

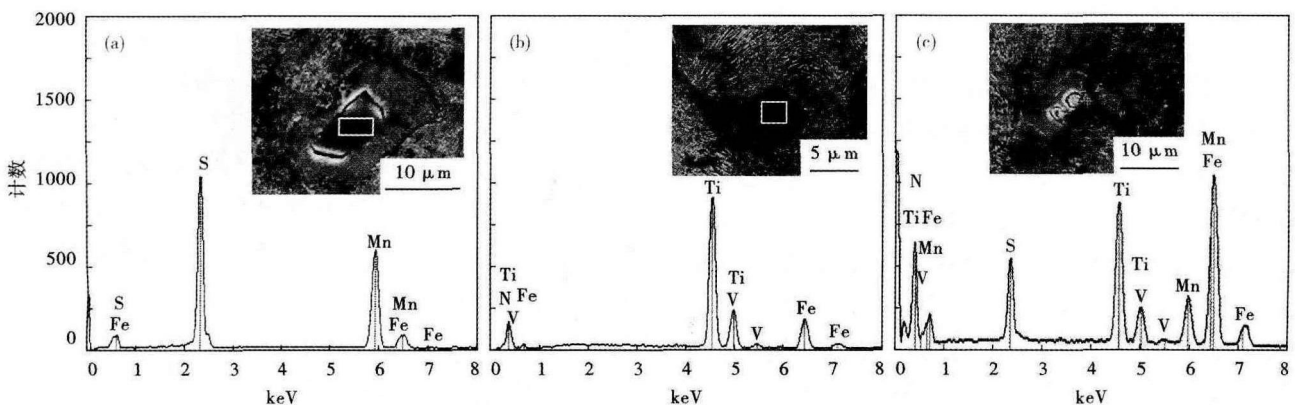


图 2 诱发晶内铁素体形核夹杂物 MnS (a), TiN-VN (b) 和 TiN-VN-MnS (c) 的形貌和能谱分析
Fig. 2 Morphology and energy spectrum analysis of MnS (a), TiN-VN (b) and TiN-VN-MnS (c) of inclusion inducing intragranular ferrite nucleation

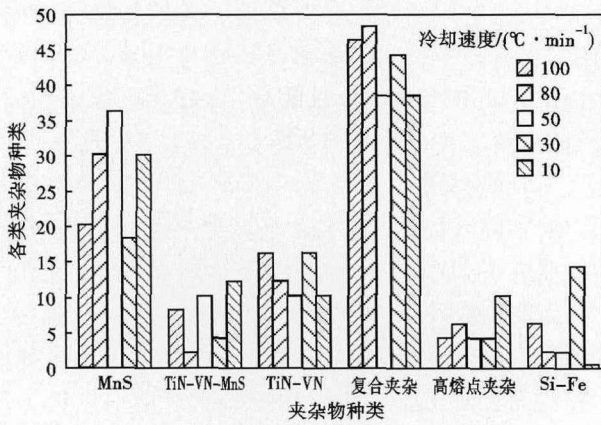


图 3 冷却速度对诱发晶内铁素体形核夹杂物数量的影响
Fig. 3 Effect of cooling rate on amount of each grade of inclusion inducing intragranular ferrite nucleation

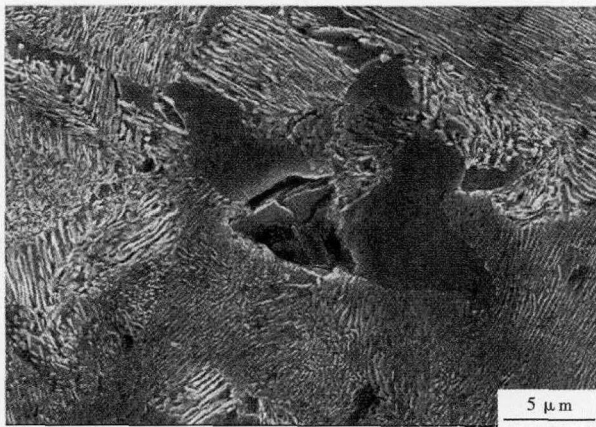


图 4 Si-Fe-C 夹杂诱发晶内铁素体形核的形貌
Fig. 4 Morphology of Si-Fe-C inclusion inducing intragranular ferrite nucleation

鉴于各类原子在钢中的扩散能力各异,因此,对不同冷却速度下形成的夹杂物的尺寸进行统计对比,如图 5 所示,图 5 中(1)复合夹杂物为 MnS 附着在高熔点 Mg、Al、Ca、Si 氧化物或硫化物上的复合夹杂;(2)高熔点复合夹杂物为主要有 Mg、Al、Ca、Si 氧化物或硫化物。

由图 5 可看出,随冷却速度的减小,晶内铁素体形核核心的夹杂物尺寸逐渐增大。其中,高熔点复合夹杂物,由于其形成析出时机早于 1 150 °C,故冷却速度对其几乎没有影响。TiN-VN 随冷却速度减小,尺寸增大的趋势明显。这是由于 VN 析出温度低于 1 150 °C,故较小的冷却速度,可供 VN 析出长大的时间就相对较长。

3.3 组织形貌观察

将不同冷却速度下的试样磨平、抛光、腐蚀,对其形成的组织结构进行观察对比,如图 6 所示。

由图 6(a, b, c, d)可看出,随着冷却速度的减小,凝固过程中析出的铁素体数量有增加的趋势。图 6(d)中铁素体的数量和比例最多,且分布均匀。而图 6(e)中析出的铁素体数量又相对减少,且晶内铁素体由原来的块状长大、联结成网状铁素体。可以发现,随冷却速度减小,晶内铁素体析出量逐渐增加,晶粒的晶界逐渐消失,铁素体的尺寸逐渐长大。之后进一步减小冷却速度,铁素体转变更加充分,原来分布均匀的块状铁素体联结形成网状铁素体。

由图 6 可看出,随冷却速度减小,晶粒变小,晶

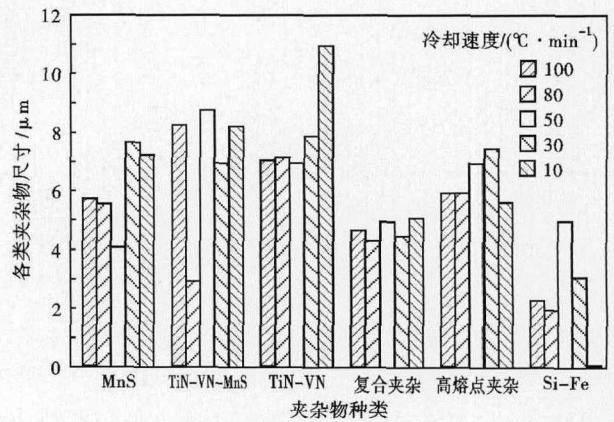


图 5 冷却速度对诱发晶内铁素体形核的夹杂物尺寸的影响
Fig. 5 Effect of cooling rate on size of inclusions inducing intragranular ferrite nucleation

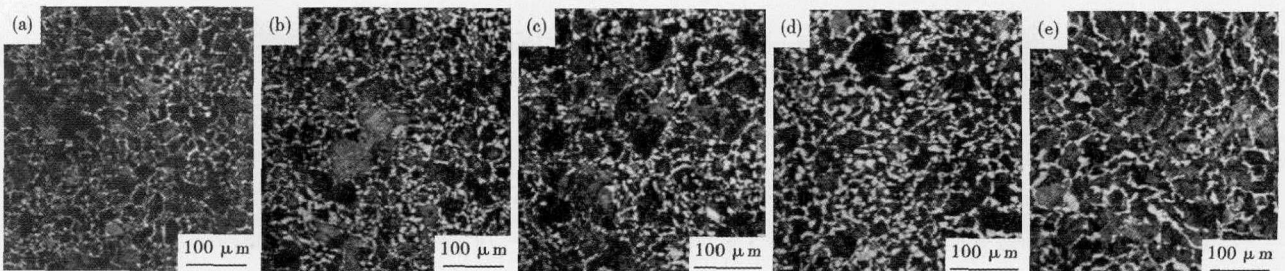


图 6 冷却速度/(°C · min⁻¹):100(a);80(b);50(c);30(d);10(e)的 0.45C 钢组织形貌
Fig. 6 Morphology of structure of 0.45C steel with cooling rate/(°C · min⁻¹): 100 (a); 80 (b); 50 (c); 30 (d) and 10 (e)

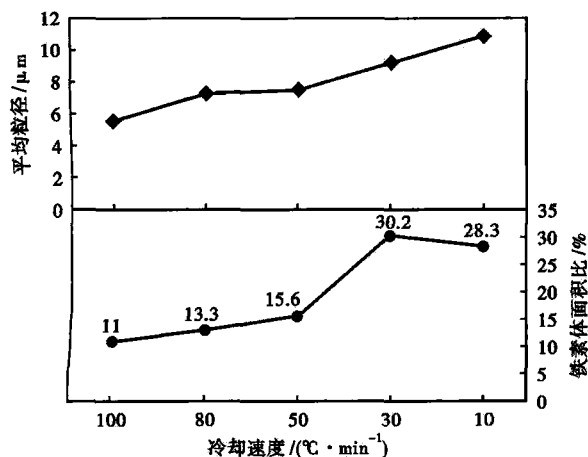


图7 冷却速度对0.45C钢铁素体粒径和铁素体面积比的影响

Fig.7 Effect of cooling rate on ferrite diameter and ferrite dimension ratio of 0.45C steel

界几乎消失,很难分清晶界铁素体和晶内铁素体。铁素体转变充分,尺寸增大,比例变大。

4 实验结果讨论

为进一步量化晶内铁素体转变的程度,利用二值化分析软件,对磨抛腐蚀后试样的金相组织进行铁素体的平均粒径和面积比计算分析,其结果如图7所示。

由图7可看出,随着冷却速度的减小,铁素体转变充分,粒径逐渐变大。这是由于冷却速度减小,使得钢中的碳元素能扩散到的距离变大,铁素体有较充分的时间长大。

由图7可看出,随着冷却速度的减小,凝固过程中铁素体面积比逐渐增加,当冷却速度为30 °C/min时,铁素体面积比达到最大,随后又开始减小。基于以上实验的研究分析,在同一连铸坯上,采用相同取样方案,实验方案,分析方法,进行了重复研究,并且得出了相似的结论。

5 结论

(1)冷却速度对夹杂物尺寸和数量有一定的影

响,随冷却速度减小,低熔点夹杂物尺寸变大,数量逐渐增加。当冷却速度为30 °C/min时,夹杂物尺寸和数量达到最佳值,且能有效诱发晶内铁素体形核的夹杂物比例也达到93%。

(2)冷却速度对生成夹杂物的种类也有一定的影响,随冷却速度减小,高熔点夹杂物基本没有变化,低熔点夹杂物的数量和尺寸有增加的趋势,尤其是钒的碳氮化物数量增加明显。

(3)冷却速度对晶内铁素体的影响比较明显,随冷却速度减小,析出的晶内铁素体的数量增加,平均粒径增大,铁素体比例先增加后减小。冷却速度为30 °C/min连续冷却时,铁素体平均粒径为9.2 μm,铁素体面积比例达30.2%。

河北省自然科学基金项目资助(E2013209207)

参考文献

- [1] 刘中柱,桑原守.氧化物冶金技术的最新进展及其实践[J]. 炼钢,2007,23(4):1-6.
- [2] 余圣甫,雷毅,黄安国,等.氧化物冶金技术及其应用[J]. 材料导报,2004,18(8):50-52.
- [3] Ma Zhongting Jank Dieter. 脱氧钢液凝固过程中氧化物的析出及长大特征[J]. 世界钢铁,2005(2):28-33.
- [4] 王超,朱立光.氧化物冶金技术及应用[J]. 河北理工大学学报,2011,33(2):18-23.
- [5] 王巍,付立铭.夹杂物/析出相尺寸对晶内铁素体形核的影响[J]. 金属学报,2008,44(6):723-728.
- [6] 胡志勇,杨成威,姜敏,等. Ti脱氧钢含Ti复合夹杂物诱发晶内针状铁素体的原位观察[J]. 金属学报,2011,47(8):971-977.
- [7] 王利伟,郑少波,郑庆,等. 定向凝固冷却对Ti-O超细夹杂物析出的影响[J]. 金属学报,2007,43(6):595-598.
- [8] Liu Zhongzhu, Kobayashi Yoshinao, Yin Fuxing, et al. Nucleation of Acicular Ferrite on Sulfide Inclusion during Rapid Solidification of Low Carbon Steel[J]. ISIJ International,2007,47(12):1781-1788.

张庆军(1965-),男,博士(河北工业大学),河北师范大学(本科)毕业,材料细晶化、氧化物冶金研究。

E-mail: zhangqingjun@heuu.edu.cn

收稿日期:2014-10-23