

07Ni5DR 低温钢 150 mm 连铸板坯静态再结晶行为研究

熊涛 徐光袁 清 张庆泉 胡海江

(武汉科技大学耐火材料与冶金国家重点实验室, 430081, 武汉)

摘要 设计了不同间隔时间的双道次压缩实验,模拟热轧条件下 5% Ni 低温压力容器钢 07Ni5DR 的变形过程,实测了实验钢的应力-应变曲线。根据应力-应变曲线计算软化率,绘制出软化率-时间曲线,确定实验钢在不同变形温度变形后不同保持时间内的静态软化率。此外,分析静态再结晶动力学过程,为制定合理的轧制工艺提供了实验和理论依据。研究表明,5% Ni 低温钢的静态再结晶软化率随变形温度的升高和道次间隔时间的延长而增大,其静态再结晶激活能为 233.97 kJ/mol。此外,建立了 5% Ni 低温钢的静态再结晶动力学方程。

关键词 低温钢 热模拟实验 静态再结晶 激活能

Study on Static Recrystallization Behavior of 150 mm casting slab of Cryogenic Steel 07Ni5DR

Xiong Tao, Xu Guang, Yuan Qing, Zhang Qinxiao and Hu Haijiang

(The State Key Laboratory of Refractories and Metallurgy, Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081)

Abstract Double-pass compression experiment with different interval time was designed to simulate the deformation process of 5% Ni cryogenic steel 07Ni5DR under the hot-rolling procedure. The static softening rate was calculated based on the stress-strain curves of the tested steel. In addition, the kinetic process of static recrystallization was analyzed to offer experimental and theoretical guidance for reasonably planning the rolling technology. Results indicate that the softening rate of the tested steel increased with the increase of deformation temperature and interval time. The activation energy of static recrystallization for the 5% Ni cryogenic steel was calculated to 233.97 kJ/mol. Furthermore, the kinetic equation of the static recrystallization for the 5% Ni cryogenic steel was established.

Material Index Cryogenic Steel, Thermal Simulation Experiment, Static Recrystallization, Activation Energy

镍(Ni)系低温钢是国际上通用的低温用钢,目前被广泛应用于运输液化天然气、液化石油气。从低温用钢发展趋势看,目前应用较广的是 5% Ni 低温钢。相对 9% Ni 低温钢,5% Ni 低温钢由于合金元素较少,碳当量小,因而被广泛作为国内液化天然气等的储存与运输用钢。5% Ni 低温钢在焊接过程中,采用传统的埋弧焊即可。9% Ni 低温钢主要用于更低的低温环境。为了节约合金元素 Ni 的用量,降低液化天然气的储存和运输成本,国内外很多研究人员正致力于优化 5% Ni 钢的生产工艺技术,使其力学性能达到 9% Ni 钢的水平。

5% Ni 钢热加工过程中,由于高温变形产生的奥氏体加工硬化不能完全被消除,晶粒内部始终存在形变储能,这就造成材料内部组织结构的不稳定性。在两个热变形道次之间的等温过程中,变形奥氏体将发生静态回复和静态再结晶,静态回复和静态再结晶过程中会释放形变储存能,使系统由高能量状态转变为低能量状态,这是一个自发过程^[1-4]。目前,国内外对金属奥氏体区热加工时的静态回复

和静态再结晶进行了很多研究^[5-8]。静态再结晶对优化生产工艺参数及控制产品质量具有十分重要的意义,本试验研究了 5% Ni 低温压力容器钢热变形后不同停留时间内的静态再结晶软化规律、影响因素,建立静态再结晶动力学模型,为优化控轧控冷工艺提供参考。

1 实验方法

实验材料取自 5% Ni 低温钢铸坯,其化学成分(%)为 Fe-0.051 C-0.15 Si-0.68 Mn-0.004 P-0.001 S-5.01 Ni-0.033 V-0.041 Al,铸坯断面尺寸为 150 mm × 1 500 mm。在铸坯横断面宽度和厚度 1/4 处取样,然后按热模拟实验要求将材料加工成 Φ10 mm × 15 mm 的圆柱型试样,试样表面进行精加工处理,无明显表面裂纹。在 Gleeble-3800 热模拟机上进行双道次压缩试验,实验工艺如图 1 所示。将试样以 10 °C/s 速度加热到 1 200 °C,保温 3 min 后以 10 °C/s 速度冷却到不同变形温度进行双道次压缩变形,变形温度范围为 800 ~ 1 100 °C,温度

表 1 07Ni5DR 钢连铸坯双道次压缩工艺参数
Table 1 Technical parameters of double-pass compression process of steel 07Ni5DR casting slab

变形温度/℃	变形速率/s ⁻¹	第 1 真应变	第 2 真应变	间隔时间/s
800~1100	2	0.2	0.3	1,5,10,30,60,120,200

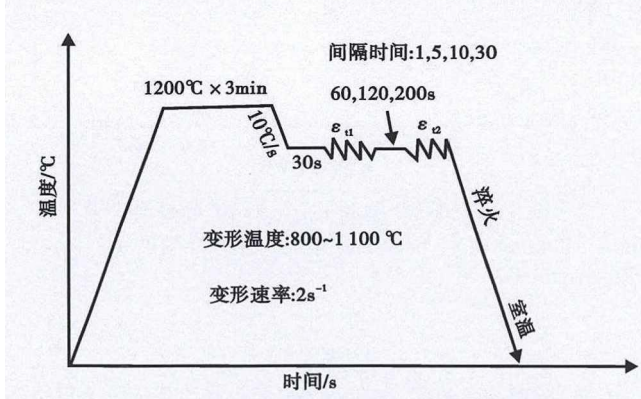


图 1 07Ni5DR 钢双道次压缩试验工艺示意图

Fig. 1 Schematic graph of double-pass compression process for steel 07Ni5DR

间隔为 50 ℃, 变形速率为 2s⁻¹, 道次间隔时间为 1~200 s, 为了保证第 1 道次不出现动态再结晶, 第 1 道次真应变为 0.2, 第 2 道次真应变为 0.3, 记录变形过程中的应力-应变曲线。具体实验参数见表 1。

2 结果与讨论

2.1 再结晶软化率

软化率 (X_s) 的测定, 主要有补偿法、后插法以及平均应力法等^[9]。补偿法在数据采集方面更加简单明了, 简化试验过程, 故通常采用补偿法测定软化率, 本实验采用的是 0.2% 补偿法。双道次得到的典型应力应变曲线如图 2 所示。补偿法测定软化率的公式如下:

$$X_s = \frac{\sigma_m - \sigma_2}{\sigma_m - \sigma_1} \quad (1)$$

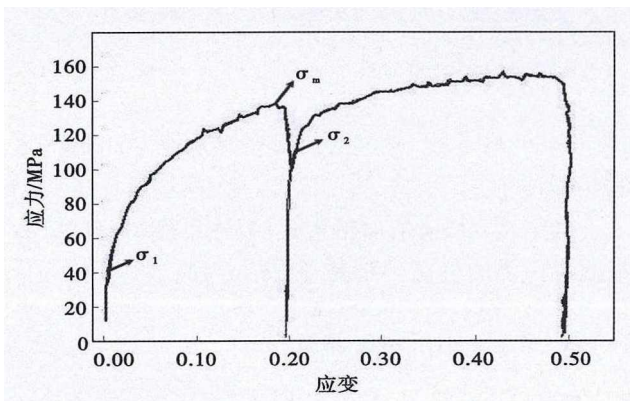


图 2 07Ni5DR 钢典型双道次应力应变曲线

Fig. 2 Typical stress-strain curves of double-pass compression process of steel 07Ni5DR

式中 σ_m 为第 1 道次变形结束时的最大应力, σ_1 、 σ_2 分别为第 1 和第 2 道次的屈服应力, 对应的塑性应变为 0.2%。

根据补偿法计算得到的软化率如图 3 所示。从图 3 中可以看出, 变形温度和间隔保温时间是影响静态再结晶发生的主要因素。当间隔时间一定时, 实验钢再结晶率随变形温度的升高而增大, 即再结晶程度随温度的升高而增加; 在相同变形温度下, 实验钢的软化率随着道次间隔时间延长而增大, 随着保温时间的延长, 静态再结晶越充分。

在变形温度为 850 ℃、道次间隔时间为 10 s 时, 软化过程进行了 10%; 在变形温度为 950 ℃、道次间隔 10 s 时, 软化过程进行了 70%, 而在变形温度为 1000 ℃ 及更高温度时, 道次间隔 10 s 时, 软化程度都超过了 90%。这是因为随着变形温度升高, 原子活动能力增加, 从而再结晶驱动力增大, 静态软化进程加速。当变形温度降低到一定程度时, 静态再结晶行为受到抑制。当变形温度在 1000 ℃ 及以上时, 道次间隔时间超过 10 s 后, 再结晶均已基本完成。在变形温度为 800 ℃, 道次间隔时间为 1 s 时, 软化过程只进行了 1%, 可以认为再结晶未开始。

图 3 中还存在一个明显的分界线, 当变形温度在 950 ℃ 以上时, 开始阶段, 静态软化速率明显加快, 软化过程较充分。这是由于随着变形温度升高, 与缺陷运动相关的回复过程加快, 且再结晶形核和晶粒长大速率呈指数关系递增, 后者对再结晶的影响大于前者。

在变形温度在 1000 ℃ 以上、道次间隔大于 10 s 时, 停留时间的延长对再结晶影响较小, 这主要是因为高温下静态再结晶孕育期较短, 再结晶在短时间内便得到充分进行。而在变形温度较低的情况下, 再结晶孕育期较长, 在一定时间范围内进行的是静态回复, 此时随停留时间的增加, 再结晶会明显增加。

综合以上分析, 道次间隔时间的软化过程取决于变形温度和道次保温间隔时间。随着变形温度的升高, 静态再结晶进程加快, 完成再结晶所需的时间缩短; 随着保温时间加长, 静态再结晶软化越充分。

当变形温度为 1100 ℃, 实验钢发生完全静态再结晶; 当变形温度低于 850 ℃, 实验钢发生再结晶需要的道次间隔时间较长, 工业生产中轧制节奏较快, 故可以认为变形温度低于 850 ℃ 不发生再结晶; 变形温度为 900~1050 ℃ 时, 发生部分静态再结晶。因此, 对于 07Ni5DR 低温钢, 轧制温度高于

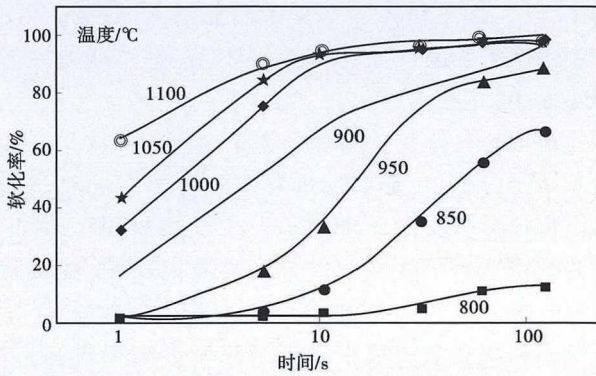


图 3 07Ni5DR 钢静态再结晶软化率曲线

Fig. 3 Softening rate curves of static recrystallization of steel 07Ni5DR

1 050 °C 时, 进行完全再结晶轧制; 轧制温度低于 900 °C 时, 进行未再结晶轧制; 轧制温度定于 900 ~ 1 050 °C, 道次间隔时间过短, 会产生混晶组织。因此, 最佳变形温度与道次间隔要避免在轧制温度为 900 ~ 1 050 °C, 道次间隔时间分别低于 120 ~ 5 s 中选择。

2.2 静态再结晶激活能

钢的化学成分对静态再结晶的影响很大, 主要是影响静态再结晶激活能 Q_{rex} 。因此, 针对特定的钢种, 需要测量其激活能值。某一钢种发生静态再结晶的难易程度可以用其静态再结晶激活能 Q_{rex} 来判断。通常可以依据软化率曲线中出现 50% 再结晶的时间来确定激活能。静态再结晶激活能与静态软化率达到 50% 的时间 $t_{0.5}$ 之间的关系可以表示为^[10]:

$$t_{0.5} = A\varepsilon^p \varepsilon^q \exp(-Q_{\text{rex}}/RT) \quad (2)$$

式中: Q_{rex} -再结晶激活能, $R = 8.31 \text{ J}/(\text{mol} \cdot \text{K})$ 为气体常数; T -绝对温度, $t_{0.5}$ -静态再结晶率达到 50% 的时间, A, p, q 为常数。对式(2) 两边取对数, 得到:

$$\ln t_{0.5} = \ln A + p \ln \varepsilon + q \ln \varepsilon + \frac{Q_{\text{rex}}}{RT} \quad (3)$$

Q_{rex} 与变形条件 ($\varepsilon, \varepsilon, T$) 基本无关, 因此, $\ln t_{0.5}$ 与 $1/T$ 呈线性关系, 其直线的斜率为 Q_{rex}/R 。用 $\ln t_{0.5}$ 和 $1/T$ 分别做因变量和自变量作图, 进行线性回归, 如图 4 所示。进而可以计算出 07Ni5DR 钢静态再结晶激活能为 $Q_{\text{rex}} = 8.31 \times 2.814 16 \times 10^4 = 233.97 \text{ kJ/mol}$ 。

2.3 静态再结晶动力学

静态再结晶动力学一般可用 Avrami 方程表示为^[11-12]:

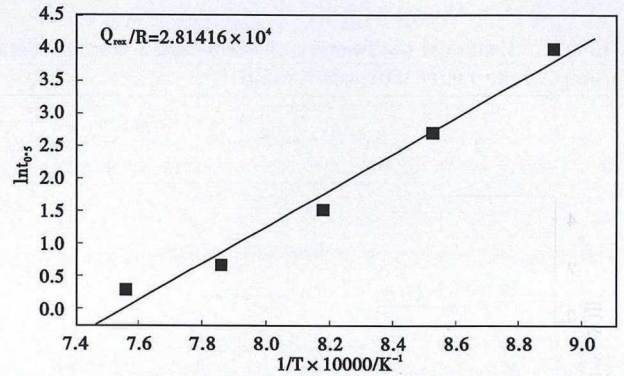


图 4 07Ni5DR 钢 $\ln t_{0.5}$ 与 $1/RT$ 的关系

Fig. 4 Relationship between $\ln t_{0.5}$ and $1/RT$ for steel 07Ni5DR

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

式中: n -材料常数, $t_{0.5}$ -再结晶体积分数为 50% 所用的时间, 用公式(1) 计算。对公式(4) 两边取双对数, 得到:

$$\ln \ln \frac{1}{1 - X_s} = n \ln \left(\frac{t}{t_{0.5}}\right) - 0.367 \quad (5)$$

由(5) 可知: $\ln \ln \frac{1}{1 - X_s}$ 和 $\ln \left(\frac{t}{t_{0.5}}\right)$ 呈直线关系, 其斜率就是时间指数 n 。根据双道次压缩实测数据中 $\ln \ln \frac{1}{1 - X_s}$ 和 $\ln \left(\frac{t}{t_{0.5}}\right)$ 的关系, 得到 5% Ni 钢不同变形温度下 Avrami 方程曲线如图 5。

通常 n 值被认为是与温度无关的常数, 只与钢的化学成分有关。根据式(5) 得到不同温度下常数 n 的值, 见表 2。可以看到, 随着变形温度增加, n 值减小, 显然 5% Ni 钢的 n 值受温度影响较大。对其它钢种的研究表明, n 值是随温度变化的变量。取 n 的平均值为 0.83。

变形温度与 n 值的关系通常可以表示为:

$$n = a \exp\left(\frac{b}{T}\right) \quad (6)$$

式中: a, b -均常数, 通过回归得到值分别为 0.000 218 和 9 891。

确定 $t_{0.5}$ 和 n 值后带入式(4) 中, 得到 5% Ni 钢高温奥氏体的静态再结晶动力学方程:

$$X_s = 1 - \exp\left[-0.693\left(\frac{t}{t_{0.5}}\right)^{0.83}\right] \quad (7)$$

3 结论

本文设计了不同变形温度和不同间隔时间的双道次压缩实验, 在热模拟实验机上进行压缩试验, 模

表 2 不同变形温度条件下的 n 值

Table 2 n values for different deformation temperatures

温度/°C	850	900	950	1 000	1 050
n	1.35	1.33	0.54	0.50	0.42

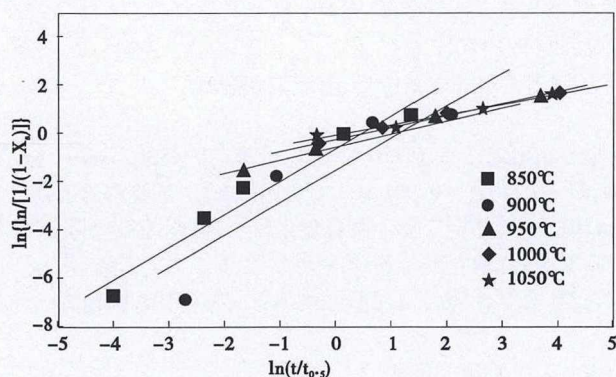


图 5 $\ln[\ln \frac{1}{1-X_s}]$ 与 $\ln(\frac{t}{t_{0.5}})$ 的关系

Fig. 5 Relationship between $\ln[\ln \frac{1}{1-X_s}]$ and $\ln(\frac{t}{t_{0.5}})$

拟热轧条件下 5% Ni 低温压力容器钢的变形过程, 研究其静态再结晶行为, 得到如下结论:

参考文献

[1] Quan G Z, Mao A, Luo G C, et al. Constitutive Modeling for the Dynamic Recrystallization Kinetics of As-extruded 3Cr20Ni10W2 Heat-resistant Alloy Based on Stress-strain Dadiam[J]. Materials and Design, 2013, 52:98-107.

[2] Rao K P, Prasad Y K D V, Hawbolt E B. Study of Fractional Softening in Multistage Hot Deformatio[J]. Journal of Materials Processing Technology, 1998, 300 (3): 166-171.

[3] 肖 翔, 刘国权, 胡本英, 等. 2Cr3WV 低活性 F/M 钢的高温热变形行为[J]. 材料科学与工艺, 2013, 21 (5): 57-71.

[4] Xie Z X, Gao H Y, Wang J, et al. Static Recrystallization Behavior of Twin Roll Cast Low-carbon Steel Strip[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2011, 18(2): 45-51.

[5] 蔺永诚, 陈明松, 钟 掘. 42CrMo 钢形变奥氏体的静态再结晶 [J]. 中南大学学报, 2009, 40(2): 411-416.

[6] 陈庆军, 康永林, 孙 浩, 等. X70 管线钢热变形奥氏体的静态再结晶行为 [J]. 北京科技大学学报, 2007, 29(12): 1212-1215.

[7] 李 壮, 张平礼, 李治华, 等. 热轧带钢奥氏体静态再结晶模型的研究[J]. 塑性工程学报, 2004, 11(4): 30-33.

[8] Duan X, Sheppard T. Influence of Forming Parameters on Static Recrystallization Behaviour during Hot Rolling Aluminium Alloy

(1) 道次间隔时间越长, 静态再结晶进行得越充分, 软化率逐渐增加。变形温度越高, 静态再结晶分数越大, 但当变形温度较低时, 静态再结晶很难发生。

(2) 轧制温度高于 1 050 °C 时, 进行完全再结晶轧制; 轧制温度低于 900 °C 时, 进行未再结晶轧制; 轧制温度定于 900 ~ 1 050 °C, 道次间隔时间分别不低于 120 ~ 5 s, 道次间隔时间过短, 会产生混晶组织。因此, 最佳变形温度与道次间隔要避免在轧制温度为 900 ~ 1 050 °C, 道次间隔时间分别低于 120 ~ 5 s 中选择。

(3) 5% Ni 低温钢的静态再结晶激活能为 233.97 kJ/mol, 静态再结晶动力学方程为

$$X_s = 1 - \exp[-0.693(\frac{t}{t_{0.5}})^{0.83}]$$

湖北省技术创新重大项目(2017AAA116); 国家自然科学基金项目(51274154); 国家自然科学基金青年基金项目(51274154); 河北省钢铁联合研究基金(E2018318013) 资助

5083[J]. Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering, 2002, 10(4): 363-380.

[9] 沈丙振, 方能炜, 沈厚发, 等. 低碳钢奥氏体再结晶模型的建立 [J]. 材料科学与工艺, 2005, 13(5): 516-520.

[10] Hodgson P D, Gibbs R K. A Mathematical Model to Predict the Mechanical Properties of Hot Rolled C - Mn and Microalloyed Steels[J]. ISIJ International, 1992, 32(12): 1329-1338.

[11] Cho S H, Kang K B, Jonas J J, et al. Effect of Manganese on Recrystallization Kinetics of Niobium Microalloyed Steel[J]. Materials Science Technology, 2002, 18(3): 389-395.

[12] Wu H Y, Du L X, Ai Z R, et al. Static Recrystallization and Precipitation Behavior of A Weathering Steel Microalloyed with Vanadium[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2013, 29 (12): 1197-1203.

熊 涛(1982-), 男, 博士生, 武汉科技大学(本科) 毕业, 金属组织和性能研究, 新钢种研发。E-mail:taoxiong@163.com

收稿日期:2018-08-23