

含P高强度IF钢酸轧拉矫断带分析和工艺改进

李俊生¹ 薛仁杰¹ 马 娥² 曹晓恩¹ 罗 翔³

(1 河钢集团邯钢公司技术中心汽车家电板研发中心, 邯郸 056015; 2 河钢集团钢研总院, 石家庄 050023; 3 北京科技大学工程技术研究院, 北京 100083)

摘 要 采用化学成分、扫描电镜及俄歇电子能谱等手段分析了含P高强IF钢HC250IF酸轧拉矫断带原因, 明确B含量低未能抑制P的晶界偏聚, 形成的FeTiP或Fe₃P化合物导致晶界脆性是酸轧拉矫断带的根本原因。通过优化加硼工艺、提高钢中B含量从0.000 2%~0.000 7%升至0.000 8%~0.001 2%、严格控制N含量 $\leq 30 \times 10^{-6}$ 、RH添加硼铁后真空净循环 ≥ 8 min保证成分均匀性的措施可有效避免含P高强IF钢酸轧拉矫断带。

关键词 含P高强IF钢 断带 磷偏聚 硼

Analysis on Strip Fracture of High Strength IF Steel Containing Phosphorus During Straightening in Pickling & Rolling and Process Improvement

Li Junsheng¹, Xue Renjie¹, Ma E², Cao Xiaoen¹ and Luo Xiang³

(1 Automotive & Appliance Sheet R & D Center, Technique Center, Handan Company, Hesteel Group, Handan 056015; 2 Technology Research Institute, Hesteel Group, Shijiazhuang 050023; 3 Beijing University of Science and Technology, Engineering Technology Research Institute, Beijing 100083)

Abstract The chemical composition, scanning electron microscopy and auger electron spectroscopy were used to analyze the reasons of the strip fracture of high strength IF steel HC250IF containing phosphorus during straightening in pickling & rolling process. It is confirmed that the content of B is too low and the segregation of P at grain boundary could not be inhibited, and the FeTiP or Fe₃P compound formed at the grain boundary resulting in brittleness is the basic cause of strip fracture. By optimized process for adding boron, increasing the content of B from 0.000 2%~0.000 7% to 0.000 8%~0.001 2%, controlling strictly the content $N \leq 30 \times 10^{-6}$ and vacuum cycle for 8 min after adding the boron iron in RH process, it is to ensure the uniformity of the composition, the strip fracture of high strength IF steel containing phosphorus during straightening in pickling & rolling process can be effectively avoided.

Material Index High Strength IF Steel Containing Phosphorus, Strip Fracture, Phosphorus Segregation, Boron

高强IF钢是在普通IF钢基础上通过添加P、Si、Mn固溶元素提高铁素体强度的手段而开发的一类具有较高强度和良好成形性能的高强度深冲钢, 广泛应用于轿车C柱加强板、中地板横梁本体等汽车加强件, 可有效减轻汽车重量、降低能源消耗。众多合金元素中P是铁素体形成元素、固溶强化效果最佳、同时对IF的深冲性能影响最小且成本最低。但P元素极易在晶界偏聚, 其晶界偏聚量最高可达晶内10倍, 在晶界形成含磷化合物导致晶界脆性^[1]。为了避免高磷IF钢发生冷脆, 通常成分设计中加入微量硼元素, 硼元素在晶界处快速析出占位可以有效抑制磷元素的晶界偏聚, 是改善高强IF钢冷脆倾向的有效手



图1 4.3 mm热轧带钢HC250IF拉矫断带形貌
Fig.1 Morphology of 4.3 mm hot rolled strip fracture during straightening process of steel HC250IF

表 1 HC250IF 钢化学成分/%
Table 1 Chemical composition of steel HC250IF/%

项目	C	Si	Mn	P	S	Nb	Ti	B	N
控制要求	≤0.0035	0.4 ~ 0.5	0.75 ~ 0.95	0.08 ~ 0.10	≤0.012	0.02 ~ 0.03	0.018 ~ 0.032	0.0002 ~ 0.0007	0.004 0
测试点 1	0.003 0	0.43	0.81	0.090	0.007	0.012	0.028	0.000 09	0.002 8
测试点 2	0.003 2	0.44	0.80	0.088	0.007	0.012	0.029	0.000 14	0.003 0

段^[2]。目前,针对高强 IF 钢的研究主要集中在热轧及退火工艺对含磷 IF 钢中 FeTiP 相的析出行为及力学性能的影响^[3-5]。对于此类高强 IF 钢生产过程中出现的质量问题鲜有报道。

HC250IF 钢是含磷高强 IF 钢中的典型代表,生产过程出现偶发酸轧拉矫断带事故,热轧卷(规格 4.3 mm × 1 500 mm × L)断带形貌如图 1 所示,造成酸轧停车严重影响生产节奏,同时对产品的上车使用性能带来不利影响。本文采用化学分析、金相、扫描电镜及俄歇电子能谱等手段探究其断带原因,制定工艺改进措施为避免此类事故再次发生和避免冲压成形二次加工脆性具有指导意义。

1 断带原因分析

1.1 化学成分

采用 ARL4460 直读光谱仪对 HC250IF 钢断带试样进行化学成分检测,为避免测量偶然性误差,检测断带试样两点不同位置化学成分,具体检测结果如表 1 所示。其中 Nb 含量为 0.012%,低于控制要求 0.02% ~ 0.03%;另外钢中 B 含量低于控制下限,属于痕量范围,其它元素均在控制范围内且成分相对均匀。

Nb 在 高 强 IF 钢 中 的 作 用 主 要 包 括 三 个 方 面:(1)固定间隙原子 C、N,促进 {111} 面织构的形成,提高 IF 钢成形性能;(2)第二相粒子析出,发挥弥散强化作用;(3)固溶原子及弥散析出的第二相共同作用抑制奥氏体晶粒长大,细化铁素体晶粒。Nb 含量控制偏低,会降低热轧带钢及最终冷轧板的强度,对热板拉矫开裂影响不大,不会严重降低晶界强度而导致脆性开裂。

P 易于在晶界偏聚形成置换固溶体或金属间化合物从而降低晶界能,是造成晶界脆化的主要原因之一。由于 B 原子半径低于 P、扩散系数高,更容易扩散至晶界占据晶界空位。B 原子在晶界处与位错发生纠缠,降低 P 在晶界的偏聚,使 P 元素偏离晶界在晶内实现固溶强化,从而提高晶界与基体强度,避免由于 P 晶界偏聚导致的脆性。

文献[6]显示,首钢高磷 IF 钢 B 含量控制在

0.001 0% 左右,可有效降低 P 的晶界偏聚。邯钢成分设计中添加了少量 B,内控范围 0.000 2% ~ 0.000 7%,检测结果显示,B 含量在 0.000 09% ~ 0.000 14%,低于控制要求。统计了 2017 年 1 月至今的 354 炉 HC250IF 钢中的 B 含量,整体控制水平低于首钢,且本次实测 B 含量控制偏低。鉴于上述分析,钢中 B 含量偏低是促进 P 晶界偏聚的重要原因之一。

1.2 显微组织

图 3 为 HC250IF 钢断带试样显微组织。由图 3 可知,基体组织为铁素体,铁素体晶粒细小呈等轴分布,其组织相对均匀,未发现异常组织。现场带钢不同部位多处发生脆断,从而排除了晶粒异常导致其脆断的原因。

1.3 断口分析

(1) 扫描电镜(SEM)分析

断口分析是研究材料断裂机理的重要手段。图 4 为现场断裂热板的断口微观形貌。由图 4 可知,断口为典型的冰糖状沿晶断口,属于脆性断裂。此类断裂产生原因是由于晶界弱化导致沿晶开裂,现场带钢多处发生脆断均符合沿晶断裂特征。对沿晶断口表

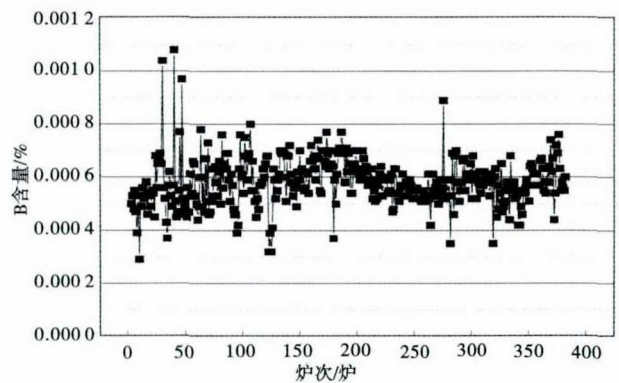


图 2 HC250IF 钢冶炼 B 含量控制水平
Fig. 2 Control level of B content in smelting of steel HC250IF



图 3 HC250IF 钢带组织形貌
Fig. 3 Morphology of structure of steel HC250IF strip

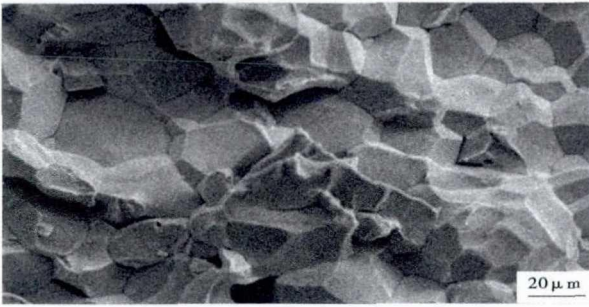


图4 HC250IF钢带断口形貌

Fig. 4 Fracture morphology of steel HC250IF strip

面进行能谱分析,未观察到含P化合物。

(2)俄歇电子能谱(AES)分析

为了深入研究 HC250IF 钢发生脆断的根本原因,采用检测精度更高的俄歇电子能谱(AES)进行分析。检测设备为日本 ULVAC-PHI 公司生产的纳米扫描俄歇系统(型号 PHI-700),采用同轴电子枪和 CMA 能量分析器,电子枪高压为 10 kV,能量分辨率为 1%,入射角为 30°,分析室真空度优于 5.20×10^{-7} Pa。溅射条件为扫描型 Ar⁺ 枪,标样为热氧化 SiO₂/Si。检测依据为 GB/T 26533-2011 俄歇电子能谱分析方法通则。俄歇电子能谱主要看负峰,负峰值越高,说明元素含量越高。

首先进行断口俄歇电子分析,为了获得与拉矫断带相似的沿晶脆性断口,将板料加工成非标 V 口冲击试样,然后进行 -40 °C 低温冲击试验。在保护断口未受污染情况下进行 AES 断口 P 元素检测。在实验钢低温冲击断口处选取两参考点进行 P 元素检测,分别为晶界处明显凸点和基体。由俄歇谱图可知晶界凸点处存在明显的 P 元素负峰和 Ti 元素负峰,说明该点的 P、Ti 含量明显高于基体。各主要元素原子百分含量检测结果如图 5 所示。由于沿晶断裂特征,断口表面即为晶界,P 元素偏聚以类椭圆形凸点 FeTiP

或 Fe₃P 化合物的形式分布于晶界处,其中 FeTiP 在 800 °C 时开始析出,该金属化合物在 800 °C 时可完全溶解,在 650 °C 时少量析出^[34]。晶界基体主要是 Fe、少量 C 和断口氧化带入的 O。

为了更直观的观察 P 偏聚的位置,对脆断 HC250IF 钢进行金相试样制备,用 4% 硝酸酒精溶液腐蚀出清晰的晶界,保护试样未受污染情况下进行晶界及晶内 P 元素的俄歇电子能谱分析。检测位置及结果如图 5 所示。由图 5 可知,晶界处存在明显的 P、Ti 负峰,晶内未见明显 P 负峰,说明 P 元素在晶界处发生明显偏聚,检测结果与断口俄歇分析一致。

高倍视场下将显微组织旋转一定角度,让 1 号点所在晶界处于水平,沿 1 号点上下区域进行线扫描,得出从晶内到晶界再到晶内过程中,P 元素的含量在上下晶内一直保持极低含量水平,在晶界处 P 含量突然升高,说明 P 元素在晶界发生明显偏聚现象。

1.4 断裂机理分析

众所周知,高磷钢容易发生冷脆。上述俄歇电子能谱分析结果显示,P 在晶界处存在明显的偏聚现象,形成白色凸点形态的 FeTiP 或 Fe₃P 化合物。由于 FeTiP 类化合物的晶界偏聚析出、脆化晶界,导致拉矫过程中带钢发生沿晶脆断^[6]。同时 P 在晶界偏聚浓度低时 P 以固溶体形式存在于晶界处,当 P 偏聚浓度高时可形成 Fe₃P 化合物^[7],Fe₃P 硬度高并且沿晶界分布,与基体铁素体晶粒之间存在较大应力,使钢的晶界脆性增加,也是产生冷脆的根本原因。化学成分分析结果显示,B 元素含量偏低、属于痕量未起到有效抑制 P 晶界偏聚的作用,是导致酸轧拉矫断带事故的直接原因。

2 优化措施及效果

高强 IF 钢采用 260 t 顶底复吹转炉→RH 真空精

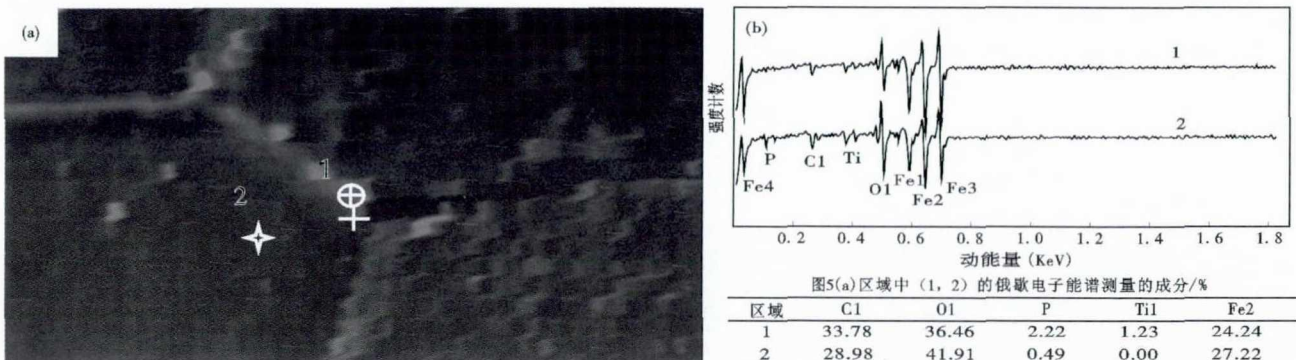


图5 显微组织俄歇电子能谱分析

Fig. 5 Analysis of Auger electron spectroscopy (AES) for microstructure

表 2 改进前后工艺措施

Table 2 Process measures before and after improvement

项目	改进前	改进后
加硼工艺	RH 脱碳结束、Al 脱氧后立即与其他合金一同加入,硼铁收得率 90%;真空净循环 ≥ 6 min	Al 脱氧后间隔 3 min 后与其他合金一同加入,可使硼铁收得率 $\geq 96\%$;真空净循环 ≥ 8 min
P 含量控制	转炉正常冶炼,RH 精炼前期按照中下限加入第一批磷铁,待 Al 脱氧后进行成分微调	转炉高磷出钢,RH 精炼 Al 脱氧后进行成分精调,此工艺可降低磷铁消耗、节约成本
N 含量控制	废钢加入比例不超过 20%,铸坯 $N \leq 40 \times 10^{-6}$	废钢加入比例不超过 12%,吹炼全程 Ar 气搅拌,出钢 N 含量 $(15 \sim 20) \times 10^{-6}$,RH 出站 $N \leq 20 \times 10^{-6}$,采用 Ar 气保护浇铸, $N_{(中间包)} - N_{(精炼出站)} \leq 8 \times 10^{-6}$,最终铸坯 $N \leq 30 \times 10^{-6}$

表 3 工艺优化前后化学成分/%

Table 3 Chemical composition before and after process optimization/%

工艺	P	B	N	C、Si、Mn 等其他元素
优化前	0.08 ~ 0.10	0.000 2 ~ 0.000 7	$\leq 0.004 0$	优化前后控
优化后	中限控制	0.000 8 ~ 0.001 2	$\leq 0.003 0$	制范围不变

炼→板坯连铸→2 250 mm 热轧→2 180 mm 酸轧→2 080 mm 连续退火的工艺路线进行生产。为了避免由于 B 含量偏低、晶界 P 偏聚导致含 P 高强 IF 钢酸轧拉矫断带事故的发生,从成分设计及冶炼工艺角度提出改进措施(见表 2)。具体包括以下方面:

(1) B 含量控制范围由原来的 0.000 2% ~ 0.000 7% 提高至 0.000 8% ~ 0.001 2%。优化前硼铁(硼含量 17% ~ 19%) 在 RH 真空循环精炼脱碳结束、铝粒完全脱氧后与硅铁、钛铁等其它合金一同加入,硼收得率约为 90%;工艺优化为铝粒完全脱氧后间隔 3 min,待脱氧产物充分聚合、上浮去除后再与其他合金一同加入,可使硼铁收得率 $\geq 96\%$;另外需要严格控制加入合金后真空净循环时间,确保真空净循环 ≥ 8 min,达到均匀成分的目的。

(2) 按照控制范围 0.08% ~ 0.10% 中限控制 P 含量。对于 P 的控制前期采用转炉正常冶炼,根据炉

后 P 含量在 RH 精炼脱碳前期加入第一批磷铁,将 P 含量控制在中下限,待铝脱氧后进行成分微调,保证 P 含量精准控制。优化工艺后采用转炉高磷出钢,保证转炉终点温度、碳含量的同时通过转炉高温冶炼、低 FeO、低碱度的方式减少转炉脱磷,RH 精炼铝脱氧后进行成分精调,该方式能够降低磷铁消耗、节约成本;磷铁收得率控制在 98% 以上。

(3) 由于高温下 N 易与 B 形成 BN 析出物,提高 B 含量控制范围后更容易析出 BN。为了充分发挥 B 元素抑制 P 晶界偏聚作用,保证有效 B 含量、减少 N 对 B 的不利消耗,需要严格控制含 P 高强 IF 钢中 N 含量。采用转炉冶炼全程 Ar 气搅拌、控制废钢加入比例不超过 12%,出钢 N 含量控制在 $(15 \sim 20) \times 10^{-6}$,RH 精炼出站钢水 N 含量不超过 20×10^{-6} ,连铸过程采用 Ar 气保护浇铸,保证精炼出站到连铸中间包过程钢水增 N 量控制在 8×10^{-6} 以下,通过上述工艺优化后铸坯 N 含量控制在 30×10^{-6} 以下。

表 3 为工艺优化前后化学成分控制对比情况。其中常规元素控制范围未发生改变,优化后 P 含量按照中限控制、B 含量提高至 0.000 8% ~ 0.001 2%、N 含量控制在 30×10^{-6} 以下。

通过采取上述措施,HC250IF 钢的酸轧拉矫断带事故得到有效解决。

3 结论

(1) 钢中 B 含量低未起到占据晶界空位、降低 P 在晶界偏聚的作用,使 P 元素偏聚晶界形成 FeTiP 或 Fe₃P 化合物导致晶界脆性是高强 IF 钢 HC250IF 钢的酸轧拉矫断带的根本原因。

(2) 优化加硼工艺、提高 B 含量至 0.000 8% ~ 0.001 2%,延长真空净循环 ≥ 8 min 实现成分均匀;采用转炉高磷出钢,RH 精炼铝脱氧后进行成分精调,严格按照铸坯中限控制 P 含量;降低废钢加入量,控制铸坯 N 含量在 30×10^{-6} 以下的工艺措施,有效解决了含 P 高强 IF 钢酸轧拉矫断带质量问题。

参考文献

- [1] 李守华,李俊. 汽车用高强度 IF 钢的研究进展[J]. 上海金属, 2007, 29(5): 66-70.
- [2] Yasuhara Eiko, Sakata Kei, Furukimi Osamu. Effect of Boron on Planar Anisotropy of r-value in Extra-low-c Steel Sheet[J]. Tetsu to Hagane, 1999, 85(4): 58-63.
- [3] 贾耿伟,吝章国,谷凤龙,等. 终轧温度对含 P 高强 IF 钢组织和性能的影响[J]. 热加工工艺, 2012, 41(17): 25-27.
- [4] 张洁岑,邸洪双,蒋光炜,等. 退火温度对含磷高强 IF 钢 FeTiP 析出行为的影响[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2014, 35(10): 1404-1407.
- [5] 赵子苏,毛卫民,余永宁,等. 钛对高强 IF 钢第二相粒子析出规律和力学性能的影响[J]. 钢铁, 2000, 35(9): 47-51.
- [6] 王畅,于洋,王林,等. 含磷高强 IF 钢拉矫断带的原因及机制[J]. 钢铁, 2014, 49(5): 81-87.
- [7] 闫永其,崔衡,王征,等. 含 P 高强 IF 钢的高温力学性能[J]. 材料研究学报, 2015, 29(8): 602-606.

李俊生(1973-),男,高级工程师,主要从事汽车板产品研发。
E-mail:lijunsheng@hbisco.com

收稿日期:2018-10-11