

“锻-退”循环对微合金钢晶粒细化的作用机制

费彦民¹, 蔡忠贤², 陈伟¹, 高安阳³, 斯庭智²

(1. 安徽省安工机械制造有限公司, 安徽马鞍山 243131; 2. 安徽工业大学材料科学与工程学院, 安徽马鞍山 243032; 3. 安徽马钢重型机械制造有限公司技术中心, 安徽马鞍山 243000)

摘要:提出1种新型的“锻-退”循环热加工工艺,且对Ti-Nb-V-B微合金钢进行热处理实验,研究“锻-退”循环对Ti-Nb-V-B微合金钢晶粒尺寸和力学性能的影响;通过透射电镜组织观察和热力学计算,探究Ti-Nb-V-B微合金钢“锻-退”循环晶粒细化机理,并建立微合金钢晶粒细化模型。结果表明:“锻-退”循环热处理可显著细化Ti-Nb-V-B微合金钢的晶粒,“三锻三退”试样的晶粒度由锻前2.5~4.0级细化到9.5~11.5级;“三锻三退”试样的综合力学性能得到显著改善,与“一锻一退”相比,其抗拉强度(R_m)、屈服强度(R_{el})、断后伸长率(A)、断面收缩率(Z)和夏比冲击功(K_v)分别提高了10.6%, 9.9%, 18.8%, 30.2%和135.0%;Ti-Nb-V-B微合金钢中NbC, TiC, VC和 $Cr_{23}C_6$ 第二相的析出温度分别为1 202, 1 187, 897, 672 °C, 锻前加热和锻造过程中均发生VC和 $Cr_{23}C_6$ 的溶解, 锻后退火可促进第二相的析出, “锻-退”循环过程中发生NbC和TiC的析出, 锻前奥氏体再结晶、锻造再结晶和锻后退火第二相析出的协同效应是Ti-Nb-V-B微合金钢获得细晶的重要机制。

关键词:“锻-退”循环; 微合金钢; 析出相; 晶粒细化; 力学性能

中图分类号: TG 142.1+2 **文献标志码:** A **doi:** 10.12415/j.issn.1671-7872.24014



Mechanism of Grain Refinement of Microalloyed Steel via “Forging-Annealing” Cycle

FEI Yanmin¹, CAI Zhongxian², CHEN Wei¹, GAO Anyang³, SI Tingzhi²

(1. Angong Machinery Manufacturing Company of Anhui, Maanshan 243131, China; 2. School of Materials Science & Engineering, Anhui University of Technology, Maanshan 243032, China; 3. Technology Center, Ma Steel Heavy Machinery Manufacturing Company of Anhui, Maanshan 243000, China)

Abstract: A new “forging-annealing” cycle heat working process was developed, which was employed in heat treatment experiment on Ti-Nb-V-B microalloyed steel. The effects of “forging-annealing” cycle on the grain size and mechanical property of Ti-Nb-V-B microalloyed steel were studied. The mechanism of grain refinement of Ti-Nb-V-B microalloyed steel was explored by transmission electron microscopy observation and thermodynamic calculations, and its grain refinement model was established. The results show that the “forging-annealing” cycle heat treatment can significantly refine the grain size of Ti-Nb-V-B microalloyed steel. After the “three forging and three annealing” treatment, the grain size is refined from 2.5–4.0 levels before forging to 9.5–11.5 levels. The

收稿日期: 2024-01-07

基金项目: 安徽省科技重大专项(202103a05020036)

作者简介: 费彦民(1982—), 男, 安徽马鞍山人, 工程师, 主要研究方向为钢铁材料。

通信作者: 斯庭智(1974—), 男, 安徽怀宁人, 博士, 教授, 主要研究方向为钢铁材料。

引文格式: 费彦民, 蔡忠贤, 陈伟, 等. “锻-退”循环对微合金钢晶粒细化的作用机制[J]. 安徽工业大学学报(自然科学版), 2024, 41(3):256-264.

comprehensive mechanical properties of the “three forging and three retreating” specimens are significantly improved, compared to “one forging and one retreating”, its tensile strength (R_m), yield strength (R_{el}), elongation after fracture (A), reduction of area (Z), and Charpy impact energy (K_V) increase by 10.6%, 9.9%, 18.8%, 30.2%, and 135.0%, respectively. The precipitation temperatures of NbC, TiC, VC and $Cr_{23}C_6$ in Ti-Nb-V-B microalloyed steel are 1 202, 1 187, 897, 672 °C, respectively, and the dissolution of VC and $Cr_{23}C_6$ occurs during the pre-forging heating and forging process, while annealing promotes the precipitation of the second phase, and the precipitation of NbC and TiC occurs during the “forging-annealing” cycle. The synergistic effect of austenite recrystallization before forging, forging recrystallization, and second-phase precipitation by annealing after forging is the key mechanism for obtaining fine grains in the Ti-Nb-V-B microalloyed steel.

Keywords: “forging-annealing” cycle; microalloyed steel; precipitated phase; grain refinement; mechanical property

微合金钢是现代先进高强度钢发展的核心合金钢之一^[1],具有节能、低成本、良好的机械性能、易于加工等优点,在桥梁、建筑、汽车和工程机械等领域得到广泛应用^[2-3]。充分发挥微合金元素在钢中的作用,包括第二相弥散强化和细晶强化是改善微合金钢综合力学性能的关键^[4-5]。特别是,细晶强化不但可提高钢的强度,还可改善钢的塑韧性,在材料的强韧化方面具有重要的地位^[6-8]。细晶强韧化过程中,晶粒越细小,晶界总长度越长,对位错滑移的阻碍越大,材料的屈服强度就越高;同时在一定体积内,晶粒数目越多,塑性变形过程中可更多地分散在晶粒内,使塑性变形更均匀,从而有利于降低材料开裂的几率^[9-10]。Ti-Nb-V-B微合金钢是1种应用广泛的多组元联合合金化的新钢种,如何通过新型热加工工艺充分发挥多组元对晶粒细化作用,对提高Ti-Nb-V-B微合金钢的综合力学性能和拓宽其应用具有现实意义。

细晶强化的方法较多,常见的有形变再结晶、正火、微合金化和提高过冷度等^[11]。工程研究与实际应用过程中,多采用优化正火工艺或通过多次循环正火的方法细化微合金钢晶粒,提高工件的力学性能。Wen等^[12]研究正火温度对Nb-V微合金化钢组织和力学性能的影响,结果表明,经880 °C正火,微合金化钢的晶粒得到显著细化,屈服强度和冲击能量得到较大提高,综合力学性能优良;Wei等^[13]研究循环正火对Nb微合金化低碳钢焊缝组织与力学性能的影响,结果显示,随正火次数的增加,焊缝的强度、伸长率和冲击能先增后减,经3次正火处理后,焊缝金属获得最佳的组织、强度、塑性和韧性。尽管,对微合金钢锻后工件进行正火处理在细化晶粒、提高力学性能等方面取得了良好的效果,但也

存在正火温度高、能耗大、工艺复杂、周期长和成本高等不足点。针对上述问题,设计1种新型微合金钢细化晶粒的热加工工艺,利用多次“锻-退”循环代替传统热加工中的锻造和正火处理,通过“锻-退”循环使钢坯中储存大量变形功,促进再结晶过程中新晶粒的形核,增加形核率;锻造结束,利用余热对微合金钢进行退火处理,以期节约能源、降低生产成本,并显著细化微合金钢晶粒,改善其综合力学性能。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验材料为Ti-Nb-V-B微合金钢,化学成分(质量分数)为C 0.32%, Si 0.25%, Mn 1.00%, Cr 0.20%, Mo 0.15%, Ti 0.035%, Nb 0.035%, V 0.035%, Al 0.035%, B 0.006%, P≤0.010%, S≤0.003 0%,余量为Fe。

1.2 实验方法

1.2.1 “锻-退”循环热加工实验

将真空熔炼微合金钢坯加热至1 100 °C完全奥氏体化后开始锻造,终锻温度为900 °C,终锻结束后空冷至650 °C并送入保温炉,利用锻造余热使锻坯在650 °C下保温2 h后随炉冷却,如此重复,完成3次“锻-退”循环处理。每次“锻-退”循环结束,取样进行“880 °C×4 h加热油冷淬火+620 °C×5 h回火空冷”的调质处理。对调质处理试样进行力学性能测试,分析“锻-退”循环对Ti-Nb-V-B微合金钢组织与性能的影响。

1.2.2 显微组织表征

利用线切割截取“锻-退”循环试样,先采用200#, 400#的砂纸对试样粗磨,再采用600#, 800#的

砂纸进行精磨,之后通过抛光机抛光至试样表面光滑无划痕,用吹风机吹干。腐蚀液为 50 mL 饱和苦味酸溶液+5 g 十二烷基苯磺酸钠,采用水浴锅将腐蚀液加热至 70 ℃ 时,再将抛光试样置于腐蚀液中腐蚀 5 min,期间不断用脱脂棉擦拭试样表面。腐蚀结束后用煮沸的蒸馏水冲洗并吹干试样表面,通过金相显微镜观察晶粒尺寸,并根据 GB/T 6394—2002《金属平均晶粒度测定方法》进行评级。

利用线切割将“锻-退”循环试样加工成薄片状后,用砂纸将其打磨至厚度为 30~50 μm,再使用冲片器将其加工成直径为 3 mm 的圆片。利用无水乙醇将圆片样品清洗、吹风机吹干后,采用 Gatan 691 型离子减薄仪对小圆片进行离子减薄,将减薄成功的样品放入 FEI Tecnai G2 F20 型透射电镜(transmission electron microscope, TEM)观察钢中第二相的析出,并选取第二相进行电子衍射分析(selected area electron diffraction, SAED)和 X 射线能谱分析(energy dispersive spectrometry, EDS)。

1.2.3 力学性能测试

采用线切割制作室温拉伸和夏比 V 型缺口冲击标准试样(具体尺寸见图 1),根据 GB/T 228.1—2010《金属材料拉伸试验第 1 部分:室温实验方法》和 GB/T 229—2007 金属材料夏比摆锤冲击试验方法,测量 Ti-Nb-V-B 微合金钢的抗拉强度(R_m)、屈服强度(R_{e1})、断后伸长率(A)、断面收缩率(Z)和夏比冲击功(K_V),所有测试数据均为 3 个测试结果的平均值。

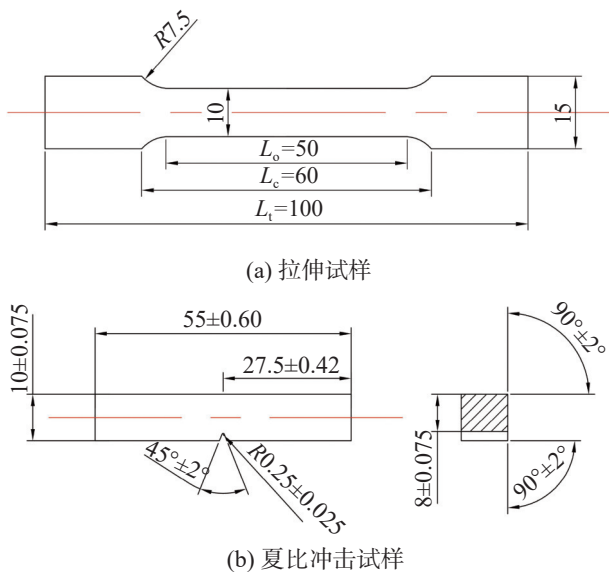


图1 测试试样尺寸
Unit: mm

2 结果与讨论

2.1 晶粒度与力学性能

图 2 为锻前和“锻-退”循环各阶段 Ti-Nb-V-B 微合金钢的晶粒度照片。由图 2 可看出:锻前原始平均晶粒尺寸在 90~150 μm,平均晶粒度等级为 2.5~4.0 级,钢中晶粒尺寸大小不均匀,有一定的混晶现象;“一锻一退”后,钢中混晶现象明显减少,平均晶粒尺寸降至 23~45 μm;“二锻二退”后,晶粒进一步细化,平均晶粒尺寸降至 13~23 μm;“三锻三退”试样的晶粒得到极大细化,平均晶粒尺寸仅 7~13 μm,晶粒度显著细化到 9.5~11.5 级。上述结果表明,“锻-退”处理可细化微合金钢的晶粒, Ti-Nb-V-B 微合金钢经 3 次“锻-退”循环处理获得了超细晶粒,“锻-退”循环工艺可替代“锻造+循环正火”的传统工艺,甚至比传统工艺获得的晶粒更细小均匀,这也意味着,“锻-退”循环处理可较好地改善微合金钢的力学性能。

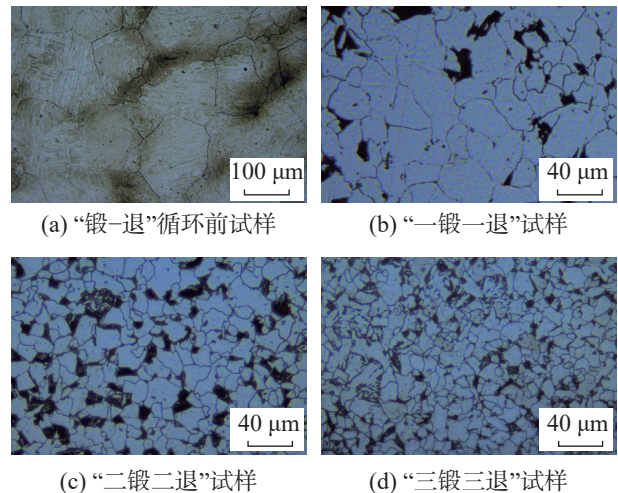


图2 Ti-Nb-V-B 微合金钢锻前和“锻-退”循环各阶段晶粒度照片

Fig. 2 Grain images of Ti-Nb-V-B microalloyed steel before forging and at various stages of “forging-annealing” cycle

表 1 为 Ti-Nb-V-B 微合金钢“锻-退”循环各阶段的力学性能。由表 1 可知:“二锻二退”Ti-Nb-V-B 微合金化钢试样的强度、塑性和韧性比“一锻一退”试样有所改善,特别是冲击韧性提高明显,平均 K_V 由“一锻一退”试样的 18.0 J 提高到 32.3 J;经“三锻三退”处理,试样的力学性能进一步提升,相比于“一锻一退”,“三锻三退”试样的抗拉强度(R_m)、屈服强度(R_{e1})、断后伸长率(A)、断面收缩率(Z)和夏比冲击功(K_V)分别提高了 10.6%、9.9%、18.8%、30.2% 和 135.0%, 分别达 759 MPa,

591 MPa, 19.0%, 56% 和 42.3 J。由此表明:“锻-退”循环处理可显著细化微合金化钢晶粒和全面改善微合金钢的力学性能,经“三锻三退”Ti-Nb-V-B微合金钢的综合力学性能优良,有利于拓宽微合金钢的工程应用范围,且可显著提升结构件的使用安全性。

表1 Ti-Nb-V-B微合金钢的力学性能

Tab.1 Mechanical property of Ti-Nb-V-B microalloyed steel

阶段	R_m /MPa	R_{cl} /MPa	A /%	Z /%	K_V /J
一锻一退	686	538	16.0	43	18.0
二锻二退	715	576	16.5	47	32.3
三锻三退	759	591	19.0	56	42.3

微合金钢强化机制来源于第二相的弥散强化和细晶强化,其中细晶强化既可提高强度又可显著改善韧性。因此,如何创新工艺方法充分发挥微合金细化晶粒的潜能并阐明其机制,是材料科学工作者的追求目标。显然,上述“锻-退”循环热加工工艺提供了1种创新的显著细化微合金钢晶粒的方法。

2.2 TEM组织观察与电子衍射分析

锻前加热温度在奥氏体化温度以上,并于空气中锻造冷却,从相变的角度,类似于钢的正火,故锻造加热和冷却过程中的相变重结晶可细化晶粒;另一方面,锻造施加的压制力将在钢中储存大量形变能,显著提高动态再结晶新晶粒的形核率,从而进一步细化材料的晶粒。无论是重结晶还是再结晶都包括形核和长大2个过程,晶粒的长大能迅速粗化晶粒并严重恶化材料的力学性能^[14],故抑制锻造过程中晶粒长大是获得细晶的又一关键举措。研究^[15-18]表明,在钢中添加铬(Cr)、钒(V)、铌(Nb)、钛(Ti)和硼(B)等合金元素,可促进第二相粒子($M_{23}C_6$, MC以及B化物, M为金属元素)的形成,细小弥散第二相钉扎晶界,从而降低晶粒长大驱动力和长大速率,产生晶粒细化的有益效果。

为探明“锻-退”循环对Ti-Nb-V-B微合金钢中第二相析出的影响,进一步分析“一锻一退”和“三锻三退”试样的TEM, SAED和EDS图(图3, 4)。由图3(a)可知:经“一锻一退”处理后,除试样组织晶内,晶界上也析出了较多的第二相,形貌为球状或棒状,尺寸为50~200 nm;由图3(c)选区电子衍射分析可知,该析出相为 $M_{23}C_6$ (M主要为Cr,其余为Fe, Mo等金属元素)。当晶界上 $M_{23}C_6$ 尺寸较小时, $M_{23}C_6$ 能起到钉扎晶界、阻碍晶界长大的作用,从而有利于细化晶粒,提高材料综合力学性能^[19]。图3(b)和(d)显示Ti-Nb-V-B微合金钢基体上弥

散析出较多的NbC,此类碳化物尺寸较小,在几纳米到十几纳米之间,具有显著的弥散强化效果^[18]。Ti, Nb, V都是强碳化物形成元素,具有相似的性质。由此表明,“一锻一退”处理的Ti-Nb-V-B微合金钢中析出的MC型(M为Ti, Nb, V)强碳化物不但起到弥散强化的作用,而且起到细化晶粒的作用。

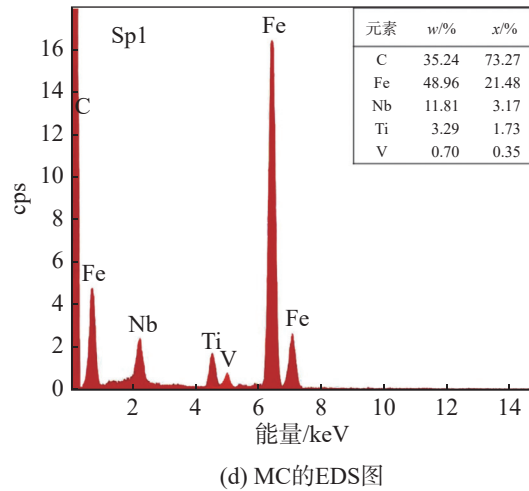
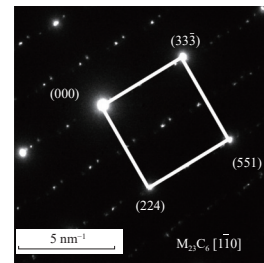
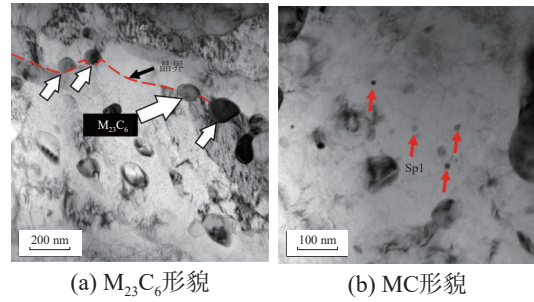
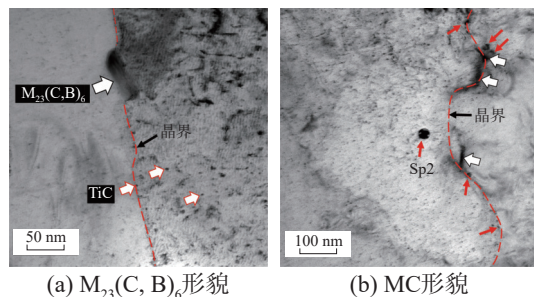


图3 “一锻一退”试样析出相的TEM及SAED与EDS图

Fig.3 TEM, SAED and EDS images of precipitates in “one forging and one annealing” sample



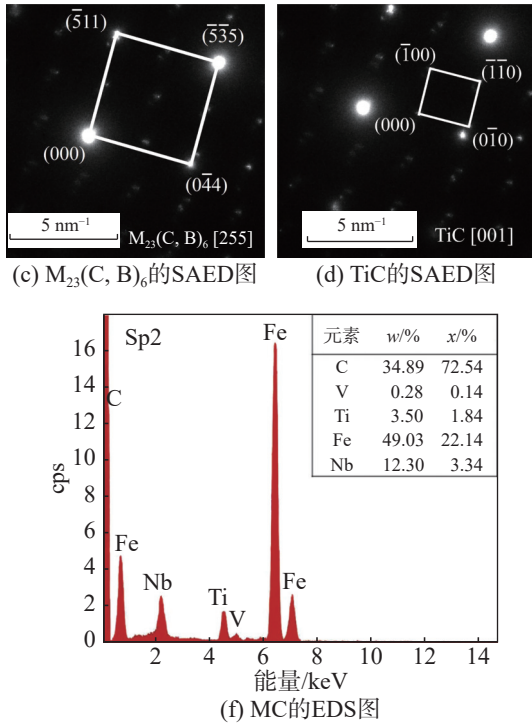


图4 “三锻三退”试样析出相的TEM及SAED与EDS图

Fig. 4 TEM, SAED and EDS images of precipitates in “three forging and three annealing” sample

对比图3(a), (b)和图4(a), (b)可发现:“三锻三退”试样中大尺寸析出相的数量和尺寸较“一锻一退”试样有所减少,形貌多为棒状,尺寸为20~70 nm。这暗示着,在“锻-退”循环过程中, $M_{23}X_6$ (X为C或B)型碳化物存在溶解和重新析出。结合SEAD分析进一步确定该析出相为 $M_{23}(C, B)_6$,表明“锻-退”循环促进了B固溶到 $M_{23}C_6$ 中形成 $M_{23}(C, B)_6$ 第二相。B是1种易于在晶界偏聚的合金,B在 $M_{23}C_6$ 中的固溶是导致晶界上 $M_{23}(C, B)_6$ 第二相尺寸降低的原因之一,尺寸细小的第二相具有更好的钉扎晶界的作用。由图4(d)和(e)还可发现:除纳米的NbC第二相以外,在“三锻三退”试样中还析出了TiC, (Nb, Ti, V)C等类型MC纳米粒子;与“一锻一退”试样相比,“三锻三退”试样中的MC第二相有所增多,少量纳米粒子有所长大。

2.3 热力学计算与第二相析出行为

在热加工过程中,第二相粒子可能产生析出,也可能发生溶解,这与第二相的种类以及成分相关。为研究Ti-Nb-V-B微合金钢“锻-退”循环过程中析出相的转变行为,采用JMatPro软件对平衡相图进行模拟,结果如图5。由图5可知:微合金钢中的析出物为MC和 $M_{23}C_6$ 型化合物,其中: $M_{23}C_6$ 在950℃左右开始少量析出,温度降至700℃时, $M_{23}C_6$

析出速度开始显著增加;而MC的析出温度在1300℃左右,由于钢中强碳化物形成元素少,析出量也相对较少。

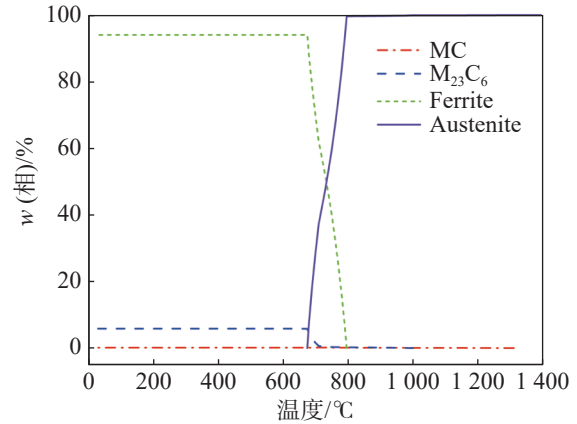


图5 Ti-Nb-V-B微合金钢平衡相图

Fig. 5 Equilibrium phase diagram of Ti-Nb-V-B microalloyed steel

为进一步探究碳化物的析出行为,采用热力学的计算方法计算第二相的析出温度。根据热力学原理,随温度的降低,析出相的实际溶解度降低,当实际溶度积大于平衡溶度积时第二相析出,比较碳化物的实际溶度积与平衡溶度积的对数值,归于反应式(1),可得到不同阶段碳化物的析出温度及析出顺序^[19-20]。



设平衡溶度积为 $K_{M_xC_y}$,实际溶度积为 $Q_{M_xC_y}$,则该反应自由能表达式为

$$\Delta G = \Delta G^0 + RT \ln \frac{1}{Q_{M_xC_y}} = -RT \ln \frac{1}{K_{M_xC_y}} + RT \ln \frac{1}{Q_{M_xC_y}} = RT \ln \frac{K_{M_xC_y}}{Q_{M_xC_y}} \quad (2)$$

式中:M为金属原子;C为碳原子; ΔG 为反应生成吉布斯自由能; ΔG^0 为标准生成吉布斯自由能; R 为气体常数; T 为热力学温度。当实际溶度积大于平衡溶度积时,即 $\Delta G < 0$,则反应向生成析出物的方向进行;当实际溶度积小于平衡溶度积时,即 $\Delta G > 0$,则反应不能进行,若有析出物则会进行溶解。

由2.2节可知,微合金钢中的第二相主要为MC和 $M_{23}C_6$,其中MC型碳化物主要是富Ti, Nb, V型碳化物, $M_{23}C_6$ 属于富Cr型碳化物。文献[21-23]中给出了NbC, TiC, VC和 $Cr_{23}C_6$ 在奥氏体中的平衡溶度积。合金元素在钢中存在交互作用,在一定程度上会影响第二相的溶度积,因此需对其进行修正。目前,普遍引入Wagner相互作用系数(e_j^M 和 e_j^C)对第二相的固溶度积公式进行修正,如式(3)。

$$\lg\{w[M] \times w[C]\} = A - \frac{B}{T} - \sum_{j=1}^n \frac{A_{Fe}}{100A_j \ln 10} e_j^M w_j - \sum_{j=1}^n \frac{A_{Fe}}{100A_j \ln 10} e_j^C w_j \quad (3)$$

式中: A_{Fe} 为 Fe 的相对原子质量; A_j 为所给合金元素的相对原子质量; w_j 为对应合金元素在钢中的质量分数; A, B 为常数。根据文献 [24-25] 提供的相互作用系数, 经计算可得碳化物在奥氏体中平衡溶度积公式:

$$\lg(w[Nb] \times w[C])\gamma = 1.89 - 5597.18/T \quad (4)$$

$$\lg(w[Ti] \times w[C])\gamma = 2.73 - 6956.25/T \quad (5)$$

$$\lg(w[V] \times w[C])\gamma = 6.72 - 9498/T \quad (6)$$

$$\lg\{w[Cr]^{23} \times w[C]^6\}\gamma = 61.33 - 50186/T \quad (7)$$

而第二相的实际溶度积可将碳化物组成元素的实际质量分数代入式 (8)~(11) 进行计算:

$$Q_{NbC} = w[Nb] \times w[C] \quad (8)$$

$$Q_{TiC} = w[Ti] \times w[C] \quad (9)$$

$$Q_{VC} = w[V] \times w[C] \quad (10)$$

$$Q_{Cr_{23}C_6} = w[Cr]^{23} \times w[C]^6 \quad (11)$$

通过式 (12) 可计算 Nb, Ti, V 和 Cr 的质量分数, 而 C 的质量分数可通过式 (13) 求解。进一步, 式 (12) 和 (13) 中的 f_s 由式 (14) 可得。

$$w[M] = w[M]_0 \times (1 - f_s)^{K_M - 1} \quad (12)$$

$$w[C] = \frac{w[C]_0}{f_s(K_C - 1) + 1} \quad (13)$$

$$f_s = \frac{(T_m - T_s)(T_1 - T)}{(T_1 - T_s)(T_m - T)} \quad (14)$$

式中: f_s 为凝固百分数; K_M 为金属元素的平均溶质分配因子; K_C 为非金属元素的平均溶质分配因子; T 为凝固过程中液相温度; T_m 为纯铁的熔点; T_1 为液相线温度; T_s 为固相线温度。其中, T_1 和 T_s 可由式 (15) 和 (16) 进行计算。

$$T_1 = 1526 + 273 - \{90w[C] + 6.2w[Si] + 1.7w[Mn] + 28w[P] + 40w[S] + 2.9w[Ni] + 1.8w[Cr] + 5.1w[Al]\} \quad (15)$$

$$T_s = 1526 + 273 - \{415.3w[C] + 12.3w[Si] + 6.8w[Mn] + 124.5w[P] + 183.9w[S] + 4.3w[Ni] + 1.4w[Cr] + 4.1w[Al]\} \quad (16)$$

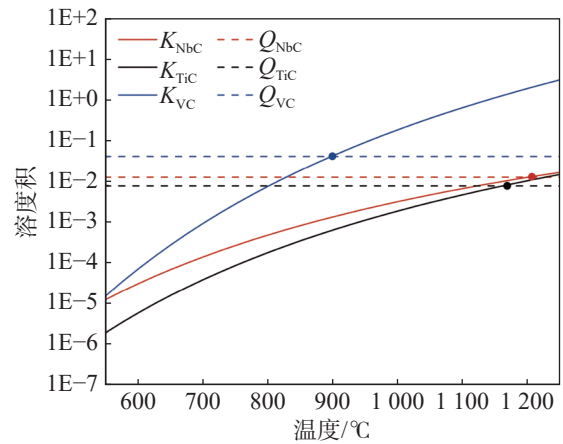
结合文献 [26-28] 中给出的 Cr, Nb, Ti, V 的平均溶质分配因子 K_M 和 C 的平均溶质分配因子 K_C (见表 2), 根据式 (12) 和 (13) 可计算金属和 C 的质量分数, 通过式 (8)~(11) 得到碳化物实际溶度积 $Q_{M,C}$ 与温度的关系曲线, 结果如图 6(a) 和 (b)。其中, $K_{M,C}$ 和 $Q_{M,C}$ 曲线或对应的对数曲线交点为第二

相析出温度, 结果如表 2。MC 型 NbC, TiC 和 VC 析出温度分别为 1202, 1187, 897 °C, 表明锻前加热 (加热温度 1100 °C) 可将 VC 粒子溶解, 并在随后的锻造冷却和退火时重新析出, 而 NbC 和 TiC 在“锻-退”循环过程中只发生析出; 此外, $Cr_{23}C_6$ 的析出温度为 672 °C, 意味着锻前加热阶段发生溶解, 锻造过程中伴随着溶解和析出, 而退火是其主要的析出阶段。

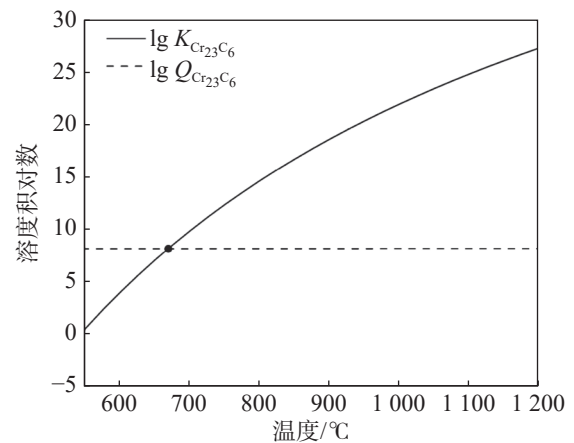
表 2 平均分配因子^[26-28]与热力学计算结果

Tab. 2 Average allocation factors^[26-28] and the thermodynamic calculated results

T_m/K	T_f/K	T_s/K	K_M					K_C	第二相析出温度/°C			
			Cr	Nb	Ti	V			NbC	TiC	VC	$Cr_{23}C_6$
1809	1766	1654	0.85	0.8	0.14	0.6	0.17	1202	1187	897	672	



(a) MC型碳化物溶度积-温度曲线



(b) $Cr_{23}C_6$ 溶度积对数值-温度曲线

图 6 Ti-Nb-V-B 微合金钢析出相的溶度积-温度曲线
Fig. 6 Curves of solubility product vs temperament for precipitation phase of Ti-Nb-V-B microalloyed steel

研究^[29]表明 B 固溶进入 $Cr_{23}C_6$ 中形成 $Cr_{23}(C, B)_6$, 对析出温度影响不大; 但能够降低原子扩散能力, 进而减缓 $M_{23}C_6$ 型碳化物的长大。因此,

“三锻三退”析出的 $\text{Cr}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ 粒子的尺寸较“一锻一退”析出的 Cr_{23}C_6 的明显减小。这不但能够增强晶界的钉扎力,有利于获得细晶组织;而且能够起到良好的第二相强化的作用。

2.4 晶粒细化机理与模型

钢铁材料在锻造过程中将发生锻前加热阶段的重结晶(包括奥氏体的形核和长大)和锻造形变过程中的动态再结晶(包括再结晶晶粒形核和长大)。重结晶时奥氏体可在1个晶粒的晶界等缺陷处形成多个晶核,形核越多,越有利于获得细晶奥氏体。然而,锻前加热温度高,晶粒长大速度快,多个起始小晶粒极易合并形成大晶粒。由此可知,获得细晶组织的关键是增加形核率的同时降低长大速率。相似地,锻造形变过程中(开锻~终锻温度均在再结晶温度以上),将在金属中产生大量的位错等缺陷和形变储存能,强烈地促进动态再结晶晶粒的形核;另一方面,高的锻造温度也促进了再结晶晶粒的长大。因此,如何减缓或阻止再结晶晶粒的长大是获得细晶的另一个关键因素。

采用“锻-退”循环热处理极大地细化了Ti-Nb-V-B微合金钢的晶粒,经“三锻三退”处理微合金钢试样的晶粒度由锻前的2.5~4.0级显著细化到9.5~11.5级;致使力学性能得到全面提升,相比于“一锻一退”,“三锻三退”试样的 R_m , R_{el} , A , Z

和 K_V 分别提高了10.6%, 9.9%, 18.8%, 30.2%和135.0%。通过TEM组织观察发现,“锻-退”循环热处理在Ti-Nb-V-B微合金钢中析出了 M_{23}X_6 (Cr_{23}C_6 , $\text{Cr}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$) 和MC(NbC, TiC和VC)型第二相,部分纳米尺寸的第二相分布在晶界上或其附近,第二相对晶界的钉扎起到了阻碍晶粒长大的重要作用。结合热力学第二相析出行为的研究结果,认为“锻-退”循环细化晶粒的机制,包括如下过程:

1) 锻前加热奥氏体化过程发生重结晶,在Ti-Nb-V-B微合金钢原晶粒内形成多个奥氏体晶核,在晶界及附近的MC型NbC和TiC以及部分发生溶解的VC和 M_{23}X_6 第二相纳米颗粒起到钉扎作用阻碍晶粒长大,其中,伴随着NbC, TiC的析出和VC, M_{23}X_6 的溶解;

2) 锻造形变过程中发生动态再结晶,形变拉长的晶粒通过形核和长大形成进一步细化的近等轴状晶粒,其中第二相转变过程和阻碍晶粒长大机制与重结晶相似;

3) 锻后退火过程中促进了第二相(包括 M_{23}X_6 和MC)的析出,更多的第二相将在下一次循环过程中产生更大的钉扎作用,随“锻-退”循环次数的增加,晶粒细化程度越高。

根据上述机理,建立“锻-退”循环Ti-Nb-V-B微合金钢晶粒细化模型,如图7。

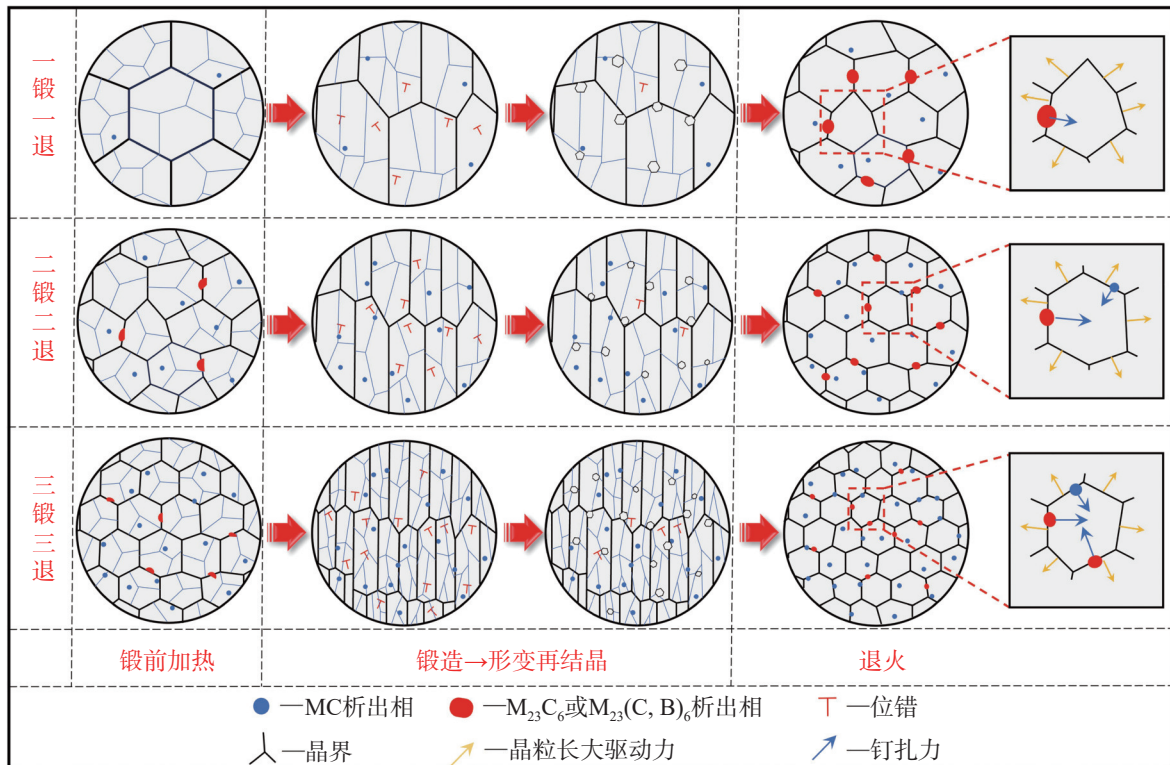


图7 “锻-退”循环晶粒细化模型

Fig. 7 Grain refinement model of “forging-annealing” cycle

由图7可知:该模型包括锻前重结晶、锻中再结晶和锻后退火析出3个过程,尽管锻前加热和锻造加工过程发生VC和 $M_{23}X_6$ 的溶解,但锻后退火第二相的析出,特别是NbC和TiC等高熔点MC型碳化物起到了钉扎晶界的优良效果;“锻-退”循环有利于 $Cr_{23}C_6$ 向更加细小的 $Cr_{23}(C, B)_6$ 粒子的转变,一定程度上增加了细化晶粒的效果。由此表明:“锻-退”循环热处理可充分发挥重结晶、再结晶和第二相的协同效应,能够替代工业广泛使用的“锻造-正火”循环处理。此外,“锻-退”循环促进了第二相析出,也可进一步充分发挥微合金钢的第二相弥散强化作用,经“三锻三退”的Ti-Nb-V-B微合金钢具有超细晶粒和优良的综合力学性能。由于利用锻后余热退火,与传统工艺相比,“锻-退”循环热处理具有节能和高效的特点。

3 结论

开发1种新型的“锻-退”循环热加工工艺,且对Ti-Nb-V-B微合金钢进行热处理实验,分析微合金钢循环热处理过程中第二相的析出行为,探究“锻-退”循环微合金钢晶粒细化机理,得到如下主要结论:

1) “锻-退”循环热处理可极大地细化Ti-Nb-V-B微合金钢的晶粒,经“三锻三退”处理微合金钢试样的晶粒度由锻前的2.5~4.0级显著细化到9.5~11.5级。

2) 相比于“一锻一退”,“三锻三退”Ti-Nb-V-B微合金钢的抗拉强度(R_m)、屈服强度(R_{el})、断后伸长率(A)、断面收缩率(Z)和夏比冲击功(K_v)分别提高了10.6%, 9.9%, 18.8%, 30.2%和135.0%,综合力学性能显著改善。

3) Ti-Nb-V-B微合金钢中NbC, TiC, VC和 $Cr_{23}C_6$ 第二相析出温度分别为1202, 1187, 897, 672℃,锻前加热和锻造过程中发生了VC和 $Cr_{23}C_6$ 的溶解,退火促进第二相的析出,“锻-退”循环过程中均发生NbC和TiC的析出。

4) “锻-退”循环热处理过程中,锻前加热重结晶、锻造再结晶和锻后退火析出第二相的协同效应,是Ti-Nb-V-B微合金钢获得细晶组织的重要机制,开发的“锻-退”循环热加工工艺能够替代传统的“锻造-正火”循环热加工工艺,由于其利用锻后余热退火,与传统工艺相比还具有节能和高效的特点。

参考文献:

[1] URANGA P. Advances in microalloyed steel[J]. Metals-

Open Access Metallurgy Journal, 2019, 9(3):279.

- [2] YANG B, GUO C, LI C, et al. Experimental investigation and thermodynamic description of the Fe-Ta-Ti system[J]. *Calphad*, 2019, 65:260-272.
- [3] LIU H, YANG B, CHEN Y, et al. Precipitation law of vanadium in microalloyed steel and its performance influencing factors[J]. *Materials*, 2022, 15(22):8146.
- [4] ZENG Z, REDDY K M, SONG S, et al. Microstructure and mechanical properties of Nb and Ti microalloyed lightweight δ -TRIP steel[J]. *Materials Characterization*, 2020, 164:110324.
- [5] JIANG B, FANG W, CHEN R, et al. Mechanical properties and microstructural characterization of medium carbon non-quenched and tempered steel: microalloying behavior[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2019, 748:180-188.
- [6] DE OLIVERIRA A P, GONZALEZ B M. The engineering behind the mechanical properties enhancement on HSLA steels, microalloyed with niobium: effects of boron and titanium[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, 9(4):9372-9379.
- [7] WANG B. Microstructure and properties of Nb-bearing high-strength low-alloy surfacing layers[J]. *Materials Science and Technology*, 2017, 33.8:1004-1012.
- [8] HUO W. Effect of Nb contents on microstructure characteristics and yielding behavior of Fe-4Mn-2Al-0.2 C steel[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2021, 819:141457.
- [9] ZHAO T, HAO X, WANG Y, et al. Influence of thermo-mechanical process and Nb-V microalloying on microstructure and mechanical properties of Fe-Mn-Al-C austenitic steel[J]. *Coatings*, 2023, 13(9):1513.
- [10] BO W. Mechanical properties and strengthening mechanism of V-containing weathering steel[J]. *Materials Research Express*, 2023, 10.4:046501.
- [11] ZHANG G, MA W, JI P, et al. The effects of partial recrystallization annealing and aging treatment on the microstructural evolution and mechanical behavior of austenitic lightweight steel[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2023, 885:145602.
- [12] WEN X, MEI Z, JIANG B, et al. Effect of normalizing temperature on microstructure and mechanical properties of a Nb-V microalloyed large forging steel[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2016, 671:233-243.
- [13] WEI S, LU S. Effects of multiple normalizing processes on the microstructure and mechanical properties of low carbon steel weld metal with and without Nb[J]. *Materials & Design*, 2012, 35:43-54.
- [14] WANG Y, SUN J, JIANG T, et al. A low-alloy high-carbon

- martensite steel with 2.6 GPa tensile strength and good ductility[J]. *Acta Materialia*, 2018, 158:247–256.
- [15] YU X, WU H, ZHANG Y, et al. Influence of niobium microalloying on the thermal stability of medium-carbon carbide-free bainitic steel[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, 12:487–499.
- [16] XU Y, NIE Y, WANG M, et al. The effect of microstructure evolution on the mechanical properties of martensite ferritic steel during long-term aging[J]. *Acta Materialia*, 2017, 131:110–122.
- [17] MAALEKIAN M, RADIS R, MILLITZER M, et al. In situ measurement and modelling of austenite grain growth in a Ti/Nb microalloyed steel[J]. *Acta Materialia*, 2012, 60(3):1015–1026.
- [18] XU Y, LI W, WANG M, et al. Nano-sized MX carbonitrides contribute to the stability of mechanical properties of martensite ferritic steel in the later stages of long-term aging[J]. *Acta Materialia*, 2019, 175:148–159.
- [19] MAO W, NING A, GUO H. Nanoscale precipitates and comprehensive strengthening mechanism in AISI H13 steel[J]. *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*, 2016, 23:1056–1064.
- [20] 付乐. 冷却速度对D2冷作模具钢碳化物特征的影响[D]. 鞍山: 辽宁科技大学, 2022:23–27.
- [21] 杨少朋, 周大元, 王雅倩, 等. 微合金化渗碳齿轮钢 18CrNiMo7–6的热塑性及本构方程[J]. *金属热处理*, 2023, 48(6):178–185.
- [22] WANG Z, SUN X, YANG Z, et al. Effect of Mn concentration on the kinetics of strain induced precipitation in Ti microalloyed steels[J]. *Materials Science and Engineering:A*, 2013, 561:212–219.
- [23] 张志慧, 杨卯生, 孙世清, 等. 高氮不锈钢轴承钢碳化物演变规律及球化机制[J]. *材料热处理学报*, 2017, 38(9): 104–113.
- [24] 孙潭. 钛微合金化模具钢复合第二相溶解与析出行为[D]. 镇江: 江苏科技大学, 2019:19–23.
- [25] HORI K, KATO K, ONO H. Interaction coefficients of Mo, B, Ni, Ti and Nb with Sn in molten Fe–18mass% Cr alloy[J]. *ISIJ International*, 2022, 62(3):405–412.
- [26] 黎志英, 李长荣, 曾泽芸, 等. 高强抗震钢筋中铌的碳、氮化物析出热力学研究[J]. *钢铁研究学报*, 2020, 32(8): 727–733.
- [27] 杨进玲, 彭其春, 邹健, 等. X80管线钢中氮化物和碳化物析出热力学分析[J]. *武汉科技大学学报*, 2013, 36(6): 406–410.
- [28] LI S, XI X, LUO Y, et al. Carbide precipitation during tempering and its effect on the wear loss of a high-carbon 8mass% Cr tool steel[J]. *Materials*, 2018, 11(12):2491.
- [29] ZEISIG J, SCHADLICH N, HUFENBACH J, et al. Effect of cooling rate on precipitation behaviour and transformation characteristics of a novel FeCrVBC cast alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 816:152544.

责任编辑: 何莉