预应变对 Nb 微合金化 09MnNiDR 低温钢高温塑性的影响

Effect of Pre-strain on Hot Ductility of Nb-microalloyed 09MnNiDR Cryogenic Steel

李建华^{1,2},吴开明¹,邱金鳌¹

(1 武汉科技大学,武汉 430081;2 武钢研究院,武汉 430080)
 LI Jian-hua^{1,2}, WU Kai-ming¹, QIU Jin-ao¹
 (1 Wuhan University of Science and Technology, Wuhan 430081, China;
 2 Research and Development Center of WISCO, Wuhan 430080, China)

摘要:利用光学和电子显微镜观察断口组织,并测定断面收缩率来研究预拉伸应变对 Nb 微合金化低温钢 09MnNiDR 高温塑性的影响。当试样进行 5%变形量预拉伸,800℃时断口组织主要为铁素体,晶界处有网状先共析晶界铁素体,断 面收缩率为 63%;900℃时断口组织主要为贝氏体和针状铁素体以及大量碳氮化物,断面收缩率降至 35%;1000℃时断 口组织主要为板条马氏体,断面收缩率升至 95%。与未进行预应变试样相比,在 800~920℃的温度区间,断面收缩率显 著降低,预应变明显恶化了 Nb 微合金化 09MnNiDR 钢的高温塑性,这主要与预应变促进了尺寸为十几纳米至几十纳米 Nb 碳氮化物的沿晶界析出有关。

关键词:Nb微合金钢;预应变;碳氮化物;高温塑性 中图分类号:TG111;TG142 文献标识码:A 文章编号:1001-4381(2012)11-0082-04

Abstract: The effect of tensile pre-strain on the hot ductility of the Nb-microalloyed 09MnNiDR cryogenic steel was investigated by examining microstructures of the tensile fracture using optical microscopy and electron microscopy, and by measuring the reduction of area. When 5% tensile pre-strain was applied at 800°C, the microstructure was composed of ferrite grains and lots of grain boundary ferrite allotriomorphs along grain boundaries, the reduction of area being 63%. When it was applied at 900°C, the microstructure was composed of bainite, acicular ferrite and lots of massive grain boundary carbonitrides, the reduction of area falling to 35%. When it was applied at 1000°C the microstructure mainly consisted of lath-like martensite, the reduction of area of the specimens applied with pre-strain between 800°C and 920°C dropped remarkably. Results indicate that pre-strain severely deteriorated the hot ductility of the Nb-microalloyed 09MnNiDR cryogenic steel, which was mainly attributed to precipitation of grain boundary niobium carbonitride (10-100nm).

Key words: niobium microalloyed steel; pre-strain; carbonitride; hot ductility

钢铁材料因其良好的综合性能和易于循环利用 等特点,至今仍是人类社会发展所需的不可替代的 材料。随着技术的进步,对钢的性能要求越来越高, 不仅要求具有高的强度,并且要具有良好的塑韧性、 低的韧脆转变温度以及优良的加工性能。在钢的强 化和韧化机理中,只有细化晶粒既能提高强度,又能 增加韧性。因此,细化晶粒一直作为开发新钢种的 主要途径。Nb,V,Ti在钢中与 C,N 有极强的亲和 力,可与之形成极其稳定的碳氮化物。弥散分布的 碳氮化物第二相质点沿奥氏体晶界的分布,提高了 原始奥氏体晶粒粗化温度,从而细化铁素体晶粒,提 高钢的强韧性^[1]。Nb,V,Ti等多元微合金化配合 TMCP控轧控冷工艺是经济有效的强化钢的方法, 各国冶金工作者围绕多元微合金化钢的开发和生产 进行了大量的研究。

Nb 是高强度低合金钢中的一种重要微合金化元素,在控轧控冷工艺中,细小的 NbC,NbN,Nb(C,N) 析出物能细化钢的组织,能提高钢强韧性^[2]。但是在 连铸过程中,Nb(C,N)的析出对钢的高温塑性会产生 不利影响,甚至会导致铸坯表面裂纹缺陷,严重影响铸 坯的表面质量^[3]。因此,Nb,V,Ti等微合金钢的组织 转变与微合金元素的析出与板坯表面裂纹、板坯皮下 裂纹产生机理的研究,一直是冶金工作者十分关注的 课题。本工作结合武钢开发 Nb 微合金化低温钢的需 要,研究预应变对 Nb 微合金化 09MnNiDR 低温钢铸 坯高温塑性的影响,从而为此类低温钢铸坯和热加工 的生产提供技术参考。

1 实验材料与过程

实验材料为武钢生产的含 Nb 低温压力容器用钢 09MnNiDR,其化学成分如表 1 所示。利用材料模拟 软件 JMatPro 计算出,09MnNiDR 钢的 A_c。温度约为 812℃,A_{cl}温度约为 685℃。将铸坯加工成 \$10mm× 110mm 的试样。试样在铸坯上的截取部位为:试样的 长度方向与铸坯长度方向平行、与柱状晶的成长方向 垂直,沿铸坯厚度方向 1/4 处截取试样。

表 1 09MnNiDR 钢的化学成分(质量分数/%)

Table 1 The chemical composition of the 09MnNiDR steel(mass fraction/ $\%$))
--	---

Steel	С	Si	Mn	Р	S	Als	Ni	Nb	Fe
09MnNiDR	≪0.12	0.15-0.50	1.20-1.60	≪0.025	≪0.015	≥0.015	0.30-0.80	≪0.040	Bal

高温应力-应变测试在 Gleeble 热模拟机上进行。 测试时通入流量为 1L/min 的氩气流,以10℃/s的速 率升温到 1350℃后保温 5min,使钢中的碳氮化物溶 解,然后以 3℃/s 的速率降温到预定的实验温度保持 2min 后以 10⁻³/s 的应变速率拉伸。第一组(无预应 变):在预定的温度(1300,1200,1100,1000,900,800, 700℃)下采用 10⁻³/s 的应变速率对试样进行拉伸变 形试样,拉断后立即对拉断部位大量喷水冷却。第二 组(有预应变):在预定的温度(1000,950,900,850, 800℃)下采用 10⁻³/s 的应变速率对试样进行预拉伸 变形 5%后停留 5s,随后采用相同的应变速率(10⁻³/ s)对试样进行拉伸,拉断后立即对拉断部位大量喷水 冷却。图 1 为热模拟工艺示意图。



图1 热模拟工艺示意图

Fig. 1 The illustration of thermal simulation process

将拉断后的试样沿断口切下,经抛光、腐蚀后分别 在 PME3-3 光学显微镜和 XL30W/TMP 扫描电子显 微镜(SEM)观察组织。利用双喷减薄技术制成透射 电子试样,用带有能谱分析仪的 Tecnail G² 20 场发射 透射电子显微镜(TEM)对析出物进行观察与分析。

测量拉断试样的断口直径,计算不同温度下的断

面收缩率,分析不同温度下的组织及析出物对高温塑性的影响。断面收缩率是试样拉断后,缩颈处横截面积的最大缩减量与原始横截面积的百分比^[4]。

2 实验结果与讨论

2.1 未预应变试样的微观组织和高温塑性

图 2 为第一组试样在 700,800,900,1000,1100, 1200,1300℃不同温度下采用 10⁻³/s 的应变速率对试 样进行拉伸,拉断后断口处的光学显微组织。可以看 出:在 700℃和 800℃时,断口组织主要为板条贝氏体; 在 700℃时出现块状的先共析晶界铁素体(GBF);在 900℃时,断口组织主要为细小的多边形铁素体。利用 扫描电子显微镜观察发现:在 900℃时,铁素体基体上 和晶界处有 M/A 岛状物(图 3(a),(b)中黑箭头所 指);此外在晶内和晶界还出现大量尺寸为几纳米至十 几纳米的析出物(图 3(c))。在 1100℃以上时,断口组 织主要为贝氏体以及部分针状铁素体和残留奥氏体。

图 4 为断面收缩率(RA)随温度的变化曲线图。 可以看出,当试样未进行预拉伸变形时,试样在800~ 1000℃区域内的延塑性较差,特别在 900℃时,已经降 至 50%,从而可以确定该 09MnNiDR 钢的脆性区域 在 800~1000℃。在 900℃时,出现塑性低谷,这主要 是因为钢中析出大量细小弥散分布的碳氮化物,这些 点状析出物(见图 3(c)),由于尺寸只有几个纳米到十 几纳米,不易进行能谱分析。热力学计算结果表明, 900℃时,钢中析出的碳氮化物量已经达到 0.045% (见图 5),主要为 Nb(C, N)。这些析出物加剧了晶界 的应力集中,引起晶界脆化,这是含铌钢裂纹敏感性强 的主要原因。



图 2 不同温度下未预应变试样断口光学显微组织

(a)700℃;(b)900℃;(c)1100℃Fig. 2 Optical microstructures of the tensile fracture without pre-strain at different temperatures

(a)700℃;(b)900℃;(c)1100℃



图 3 900℃时未预变试样断口组织 (a)SEM;(b),(c)TEM Fig. 3 Electron microscope microstructures of the tensile fracture without pre-strain at 900℃ (a)SEM;(b),(c)TEM



图 4 不同温度下的断面收缩率

Fig. 4 The reduction of area at different temperatures



temperature change without pre-strain

当温度低于 900℃时,其塑性迅速升高,在 800℃ 时出现塑性峰值,这是因为在 800~900℃温度区域, 细小的板条贝氏体开始出现。当温度低于 800℃时, 塑形又开始下降,这是因为在晶界处出现先共析铁素 体膜,这些较软的铁素体相是裂纹产生的主要区域,常 常导致沿晶界断裂现象发生。

当温度超过 1000℃时,塑性保持在较高值水平 (断面收缩率超过 70%)。在 1000~1200℃温度区域 内,析出物数量较少,且在钢中是弥散分布,对高温塑 性影响很小。同时,在高温下易发生动态再结晶,钢的 塑性得到改善。动态再结晶发生后,晶界迁移的速度 上升,流变应力下降,软化作用加强,形变过程中晶界 的应力集中得以缓解。由于晶界容易迁移,使得由晶 界滑移引起的裂纹和析出物颗粒周围形成的孔隙被隔 断在晶粒中,阻止了裂纹的扩展^[5]。图 6 为试样热模 拟所得到的应力-应变曲线,可以看出:在 1100℃以上 时钢中发生了动态再结晶,塑性开始升高。

2.2 预应变试样的组织与高温塑性

试样在 800,850,900,950,1000℃ 拉伸之前经变 形量为 5%的预拉伸变形,观察冷却后的试样断口组 织,结果如图 7 所示。可以看到:预应变后,在 800℃ 时,断口组织主要为铁素体,晶界处有网状的先共析晶 界铁素体(GBF);在900℃时,断口组织主要为贝氏体



图 6 未预应变试样热模拟应力-应变曲线

Fig. 6 The stress-strain curves of the thermal simulation without pre-strain

和针状铁素体;在1000℃时,组织主要是板条马氏体。

利用透射电子显微镜观察 900℃时预应变试样断 口组织形貌,如图 8 所示。可以看到:碳氮化物在晶内 和晶界均有析出,沿晶界析出较多;与未进行预应变的 试样相比,预应变后析出物平均尺寸变大,而且沿晶界 析出较多,造成高温塑性急剧下降(断面收缩率降至 35%)。

预应变后拉伸断口的断面收缩率随着温度的变化 曲线如图 4 所示。可以看出:当温度为 1000℃时预应 变试样的断面收缩率保持在 90%以上,高于未进行预 应变的试样。温度降到950℃以下时,预应变的试样



图 7 不同温度下预应变试样断口的光学显微组织

(a)800℃; (b)900℃; (c)1000℃
 Fig. 7 Optical microstructures of the tensile fracture with pre-strain at different temperatures

 (a)800℃; (b)900℃; (c)1000℃



图 8 900℃预应变试样断口的析出物形貌(TEM) Fig. 8 Precipitates in the tensile fracture with pre-strain at 900℃

延塑性急剧下降,在800~920℃区间,断面收缩率远低于未经预拉伸试样,并且在900℃左右时已经降低到35%。在800~920℃温度区间,预应变对含Nb钢的高温延塑性产生明显不利影响。

预变形增加了位错、亚结构和空位的数量,有利于 碳氮化物形核。当大量碳氮化物沿晶界析出时,界面的 结合能显著降低,在应力作用下材料发生塑性变形时, 这些晶界碳氮化物作为应力集中源与晶界脱开、形成微 孔,在晶界滑移作用下,微孔连接形成裂纹;当碳氮化物 钉扎在 γ 晶界时,阻止晶界移动,抑制钢的动态再结晶 的进行;伴随着碳氮化物在晶界处动态析出,奥氏体晶 粒内也会有析出,从而使晶界两侧出现无析出带。在应 力作用下,沿无析出带出现应力集中,造成晶界开裂。 柳学胜等^[7]研究 5Cr21Mn9Ni4N 奥氏体耐热钢晶界碳 化物对高温塑性的影响表明,沿晶界析出的较大尺寸的 NbC 降低了晶界结合力(见图 8),对高温塑性不利。

在 1000℃以上时,预拉伸变形试样的高温塑性要 高于未经预拉伸变形试样。预应变增加了钢中形变储 存能,升高了平衡转变温度,发生超平衡固溶度沉淀析 出效应^[8],但高温时碳氮化物的溶解度较大,形变诱导 析出量较少,析出物对塑性影响较小。同时,预应变增 加了动态再结晶驱动力,发生动态再结晶时,钢的塑性 得到改善。

3 结论

(1)对于未预拉伸应变试样,在 700℃时断口组织 主要为贝氏体,晶界处形成块状先共析铁素体,造成塑 性下降;在 900℃时,断口组织主要为细小的多边形铁 素体,在晶界和晶内的 M/A 岛和大量细小的碳氮化 物,出现塑性低谷。 AL-TR-89-3116: 1989. GCA1-21.

- [25] SCHMIDT K, CURTIS F, MUZIANI E. Relsat damped equipment panels fabrication [A]. Proceedings of Damping'89 Conference [C]. AFWAL-TR-89-3116: 1989. JBD1-18.
- [26] BARRETT D J. Damped composite structures [J]. Composite Structures, 1991, 18:283-294.
- [27] ROTZ C A, BARRETT D J. Cocured damping layers in composite structures[J]. SAMPE Quarterly, 1991, 23(2):43-47.
- [28] RAO M D, HE S. Dynamic analysis and design of laminated composite beam with multiple damping layers[J]. AIAA Journal, 1993,31:736-745.
- [29] NAPOLITANO K L. A comparison of two cocured damped composite torsion shafts[J]. Composite Structures, 1998,43: 115-125.
- [30] BIGGERSTAFF J M. Vibrational damping of composite materials[D]. San Diego: University of California San Diego, 2006.
- [31] ROBINSON M J, KOOSMATKA J B. Embedding viscoelastic damping materials in low-cost VARTM composite structures
 [A]. Proceedings of SPIE[C]. 2005, 5760:349-360.
- [32] 张少辉,陈花玲.共固化复合材料黏弹阻尼结构的损耗因子研究 [J]. 航空材料学报, 2005, 25(1): 53-57.
- [33] ZHANG Shao-hui, CHEN Hua-ling. A study on the damping characteristics of laminated composite with integral viscoelastic layers[J]. Composite Structures, 2006, 74, 63-69.
- [34] SUZUKI K, KAGEYAMA K, KIMPARA I, et al. Vibration and damping prediction of laminates with constrained viscoelastic layers-numerical analysis by a multilayer higher-order-deformable finite element and experimental observations [J]. Mechanics of Advanced Materials and Structures, 2003,10(1):43-75.
- [35] 潘利剑,张博明,戴福洪.简谐激励下共固化复合材料黏弹阻尼 结构的损耗因子研究[J].振动与冲击,2008,27(2):57-60.
- [36] 潘利剑,张博明,戴福洪. 黏弹阻尼层共固化复合材料不同温度 下的阻尼性能[J]. 复合材料学报,2008,25(1): 168-172.
- [37] PAN Li-jian, ZHANG Bo-ming. A new method for the determi-

(上接第 85 页)

(2)对于预拉伸应变试样,在 800℃时断口组织主 要为铁素体,晶界处形成网状先共析铁素体,造成塑性 下降。在 900℃时,断口组织主要为贝氏体、针状铁素 体以及大量细小的 Nb 碳氮化物,出现塑性低谷。实 验结果表明,预拉伸加速铌碳氮化物沿晶内和晶界析 出,这是在 800~920℃的温度区间 Nb 微合金化 09MnNiDR 低温钢高温塑性恶化的主要原因。

参考文献

- [1] 翁宇庆. 超细晶钢 钢的组织细化理论与控制技术[M]. 北京: 冶金工业出版社,2003.
- [2] 杨春楣,胡贻苏,辛义德. 含 Nb、V 高强度钢强韧化机理研究[J].
 重庆大学学报,1998,21(6):73-78.
- [3] 杨菊娣,殷碧群,解宝荣. Nb 微合金化钢连铸坯表面裂纹[J]. 钢 铁研究学报,1990,2(3):46-51.
- [4] 王新华,刘新宇,吕文景,等. 含 Nb、V、Ti 钢连铸坯中碳、氮化物的析出及钢的高温塑性[J]. 钢铁研究学报,1998,10(6):32-36.
- [5] MINTZ B, YUE S, JONAS J J. Hot ductility of steels and its re-

nation of damping in cocured composite laminates with embedded viscoelastic layer [J]. Journal of Sound and Vibration, 2009, 319:822-831.

- [38] LIAO F S, SU A C, HSU T C. Vibration damping of interleaved carbon fiber-epoxy composite beams[J]. Journal of Composite Materials, 1994, 28(18):1840-1854.
- [39] WANG H J, CHEN L W Vibration and damping analysis of a three-layered composite anular plate with a viscoelastic mid-layer [J]. Composite Structures, 2002,58:563-570.
- [40] 余启勇,马玉璞,郭万涛,等.结构阻尼复合材料及其研究进展 [J].材料工程,2007,(增刊1):253-258.
- [41] 余启勇,郭万涛,马玉璞,等. FRP 的共固化阻尼改性[J]. 材料 工程, 2009,(增刊 2):20-24.
- [42] 杨加明,钟小丹,赵艳影.复合材料夹杂双层黏弹性材料的应变 能和阻尼性能分析[J].工程力学,2010,27(3):212-216.
- [43] 杨加明,张义长,吴丽娟. 多层黏弹性复合材料结构阻尼性能优 化设计[J]. 航空学报,2011, 32(2):265-270.
- [44] 张醒,徐超,李莉,等.复合阻尼结构梁动力特性分析[J]. 宇航材 料工艺,2007,37(6):11-14
- [45] 徐超,张醒,李瑞杰,等.多黏弹性胶膜夹层约束阻尼梁损耗因子 分析[J].宇航学报,2009,30(2):458-462
- [46] 林松,徐超,吴斌.嵌入多层黏弹性胶膜复合材料阻尼工字梁的 多目标设计优化[J].计算机辅助工程,2010,19(4):44-49.
- [47] 徐超,李瑞杰,游少雄.卫星飞轮支架的共固化阻尼减振设计
 [J]. 宇航学报,2010,31(3):907-910.
- [48] 徐超,田伟.卫星飞轮安装支架的黏弹性阻尼减振设计[J].噪声 与振动控制,2010,30(3):1-4.

收稿日期:2011-11-01;修订日期:2012-06-07

作者简介:赵云峰(1964-),男,研究员,工学博士,主要从事高分子材料、复合材料及其应用研究工作,联系地址:北京 9200 信箱 73 分箱 (100076),E-mail;zhaoyf@yahoo.cn

- [6] 柳学胜,李玉清,钟松. Cr21Mn9Ni4N 奥氏体耐热钢晶界碳化物 对高温塑性的影响 [J]. 材料科学与工艺, 1997, 5(4): 125-128.
- [7] 雍岐龙,马鸣图,吴宝榕. 微合金钢──物理和力学冶金[M]. 北 京:冶金工业出版社,1989.210.
- [8] YUAN Z X, SONG S H, LIU J, et al. Role of pre-deformation in age hardening of a niobium-microalloyed steel [J]. ISIJ International, 2005,45,388-391.

基金项目:国家自然科学基金重点项目(50734004)

收稿日期:2011-11-09;修订日期:2012-08-15

作者简介:李建华(1966一),男,高级工程师,博士,主要从事钢铁材料 的检测、分析及新产品开发研究,联系地址:武汉市青山区冶金大道 28 号武钢研究院(430080),E-mail: jianhua-li@163.com

通讯作者:吴开明(1966—),男,教授,博士,博士生导师,主要从事钢铁 材料相变、钢铁材料设计与焊接性研究,联系地址:武汉市青山区武汉 科技大学 8[#] 信箱(430081),E-mail: wukaiming@wust.edu.cn;wukaiming2000@yahoo.com