Nb-V 复合微合金化对管线钢再加热奥氏体影响规律研究

马启林[1,2], 贾书君[2*], 阴树标[1], 李　拔[2], 刘清友[2]

(1. 昆明理工大学冶金与能源工程学院, 云南 昆明 650093; 2. 钢铁研究总院工程用钢所, 北京 100065)

摘　要: 借助光学显微镜(OM)、高分辨透射电镜(HRTEM)等分析手段, 通过热处理试验,热力学模型计算及 ther-me-cacl 软件分析等, 研究了再加热过程中管线钢奥氏体晶粒尺寸和微合金元素溶解和析出行为之间的耦合关系。结果表明, 试验钢在再加热温度 1 180 ℃、保温 1.5 h 时, 此时奥氏体晶粒尺寸存在以下规律: Nb 钢 (61.14 μm±5.59 μm)<Nb-V 钢 (63.84 μm±5.52 μm)<V 钢 (71.89 μm±6.8 μm), 此时 Nb 钢奥氏体中 Nb 元素的固溶量为 0.064%, 而 Nb-V 试验钢的固溶量为 0.05%, 此时两种试验钢在奥氏体中固溶的 Nb 含量差仅有 0.014 个百分点。通过建立热力学模型计算发现, 在 1 050~1 250 ℃ 温度区间内奥氏体晶粒长大激活能关系为 $Q_{Nb钢}>Q_{Nb\text{-}V钢}>Q_{V钢}$, 进一步证实在该阶段奥氏体晶粒的长大主要与 Nb 元素固溶量成正相关。在再加热温度 1 180 ℃、保温 1.5 h 下 Nb-V 试验钢和 Nb 钢原奥氏体晶粒尺寸、Nb 固溶量都在相近的范围内, 从再加热阶段进一步验证了含 V 管线钢的可行性。

关键词: 管线钢; Nb-V 复合微合金化; 奥氏体晶粒尺寸; 第二相析出; 激活能

中图分类号: TF704.2,TG156　　**文献标志码:** A　　**文章编号:** 1004−7638(2023)01−0158−09

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2023.01.025　　**开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID) :**

听语音 聊科研 与作者互动

Research on the effect of Nb-V composite microalloying on austenite recrystallization of pipeline steel

Ma Qilin[1,2], Jia Shujun[2*], Yin Shubiao[1], Li Ba[2], Liu Qingyou[2]

(1. School of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, Yunnan, China; 2. Engineering Steel Institute, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100065, China)

Abstract: Through heat treatment test, microstructure observation, thermodynamic model calculation and thermo-cacl software, the austenite grain size as well asthe dissolution and precipitation behavior of microalloying elements in pipeline steel during reheating had been investigated.. The results show that when the test steel is reheated at 1 180 ℃ and held for 1.5 hours, the austenite grain size order is as follows: Nb steel (61.14 μm±5.59 μm)<Nb-V steel (63.84 μm±5.52 μm)<V steel (71.89 μm ±6.8 μm) . Under this condition, the solid solution Nb content of Nb steel is 0.064%, while the solid solution Nb content of Nb-V test steel is 0.05%. The difference between the solid solution Nb content of the two test steels in austenite is only 0.014%. The predication from established thermodynamic model shows that the activation energy of austenite grain growth in the temperature range of 1 050 ℃ to 1 250 ℃ exists in QNb steel>QNb-V steel>QV steel, which further confirms that the growth of austenite grains at this

收稿日期: 2021−08−10

基金项目: 国家重点研发计划项目(2018YFC0310302); 河北省重点研发计划项目(19211007D)。

作者简介: 马启林, 1997 年出生, 男, 湖南常德人, 硕士研究生, 主要研究方向: X80 管线钢, E-mail:maqilin0812@163.com;

*通讯作者: 贾书君, 女, 教授级高工, 主要研究方向: 高钢级管线钢, E-mail: jiashujun@cisri.com.cn。

stage is mainly positively correlated with the solid solution amount of Nb element. Under investigated reheating condition, the prior austenite grain size and solid solution Nb content in Nb-V test steel is similar to that of Nb steel, which confirms the feasibility of Nb-V microalloying pipeline steel from the prospective of reheating stage.

Key words: pipeline steel, Nb-V composite microalloying, austenite grain size, second phase precipitation, activation energy

0　引言

近年以来, 随着我国能源行业的大力发展, 对管线钢的需求增大以及管道安全性问题日益突出, 对于管线钢质量的要求也越来越高, 因此急需提升高钢级管线钢的强韧性。国内的高钢级管线钢普遍以低 C 高 Nb 成分设计为主体。但在最近几年里, 随着对管线钢认识的进一步深入及系列技术攻关, 许多研究学者发现 Nb 含量过高对其焊接性并不十分友好, 乔桂英等人[1] 发现高铌高强管线钢焊接热影响区中临界两相区及焊接粗晶区的韧性显著恶化; 而 Mitchell P S 等人[2−3] 发现添加 V 对焊接接头的热影响区韧性有明显的改善, 而且 V 在钢中主要起沉淀强化作用和较弱的细晶强化作用。钢中 V 的加入量一般在 0.04% ~ 0.12%, 理论上来说用 V 替代一部分的 Nb 是可行的, 可丰富高钢级管线钢的成分体系。在再加热阶段, 一方面考虑微合金元素的固溶, 该阶段固溶的微合金元素不仅起到固溶强化的效果, 而且在轧制和锻造阶段, 通过变形量和变形温度的调控, 使得大量微合金元素析出, 起到析出强化的效果, 提升管线钢的强度, 而且部分析出物有钉扎晶界的作用, 从而起到一定细化晶粒的作用。另一方面在再加热的过程中, 奥氏体晶粒会面临长大的问题, 随着加热温度的升高、保温时间的延长, 晶粒会发生持续长大, 过于粗大的晶粒会严重影响材料的性能。所以对于再加热阶段工艺的选取尤为重要。此外 Erfan Abbasi 等人[4] 研究了 Nb-V-Mo 和单 V 微合金化的试验钢, 发现添加 Nb-V-Mo 会显著提高微合金沉淀物的温度稳定性,有利于细化奥氏体晶粒; 贺飞羽等人[5] 利用 Thermo-calc 软件对 PQ700 热轧高强钢铸坯进行第二相析出的热力学计算, 并研究 Ti、Nb 等微合金元素对奥氏体第二相析出的影响规律; 于银俊[6] 和鲜康[7] 通过改变合金中 C、N、Nb、Ti 的含量, 形成细小的 (Nb、Ti)(C、N)来细化奥氏体晶粒以达到细晶强化的效果; 目前大部分研究主要集中在 Nb、V、Ti 等微合金元素对组织和性能的影响以及第二相析出的强化[8−14], 但关于 Nb-V 复合微合金化管线钢再加热阶段奥氏体尺寸的研究并不深入。因此笔者采用奥氏体晶粒腐蚀的试验方法和热力学分析、计算来研究 Nb-V 复合管线钢的可行性, 为完善高钢级管线钢成分体系提供理论基础。

1　试验材料与方法

试验采用的 Nb 钢、Nb-V 钢及 V 钢由 50 kg 真空感应炉冶炼, 分别浇铸成 50 kg 的钢锭, 其主要化学成分见表 1, 分别命名为 Nb 钢、Nb-V 钢、V 钢, 经电火花切割取 18 mm×18 mm×18 mm 的方块试样。经过热力学计算试验钢的 Ae_3 温度在 830 ℃左右, 考虑到工业轧制时轧机的能力和经济成本问题, 将再加热温度设计在 1 180 ℃左右, 模拟开轧前保温阶段奥氏体晶粒的长大情况。将三种成分钢的部分试验样品在不同温度(1 050、1 080、1 100、1 130、1 150、1 180、1 200、1 230、1 250 ℃)的箱式电阻炉中保温 1.5 h 水淬到室温, 另一部分试样经 1 180 ℃保温不同时间(0.5、1、1.5、2、3 h)后水淬到室温。然后利用过饱和苦味酸+雕牌洗涤液的混合溶液腐蚀, 先按 1:1 的比例配制溶液, 将试样浸泡于溶液中, 采用水浴炉 50 ℃加热保温(加快腐蚀速度), 3 min 后观察试样, 若组织已出, 则加入少量洗涤剂, 试样重新抛光再重新腐蚀。若没有变化, 则加入少量苦味酸, 重新腐蚀, 直至找到合适的配比。腐蚀后采用 OLYMPUS GX53 型金相显微镜(OM)进行数据采集, 采用 Nano Neasurer1.2 对试验钢奥氏体晶粒尺寸进行数据采集,取不同视场下 200 倍的 5 张金像数据, 然后取平均值, 并插入误差棒; 利用 Thermo-Calc 热力学软件对该成分下奥氏体中第二相的析出及指定微合金元素的析出溶解进行计算, 同时对试样进行研磨、抛光、腐蚀, 再进行碳膜复型试验, 利用铜网对碳膜进行捞取、制备, 再利用高分辨透射电镜(Tecnai G2F20)对试验钢中的析出相进行对比分析试验。

表 1 试验钢主要化学成分

Table 1 Main chemical compositions of experimental steel %

钢种	Ac_3/℃	C	Mn	Si	Nb	V	Ti	Cr+Mo+Cu+Ni
Nb	830	0.054	1.73	0.214	0.080		0.012	0.62
Nb-V	833	0.055	1.73	0.221	0.050	0.031	0.010	0.62
V	838	0.043	1.70	0.205		0.073	0.007	0.62

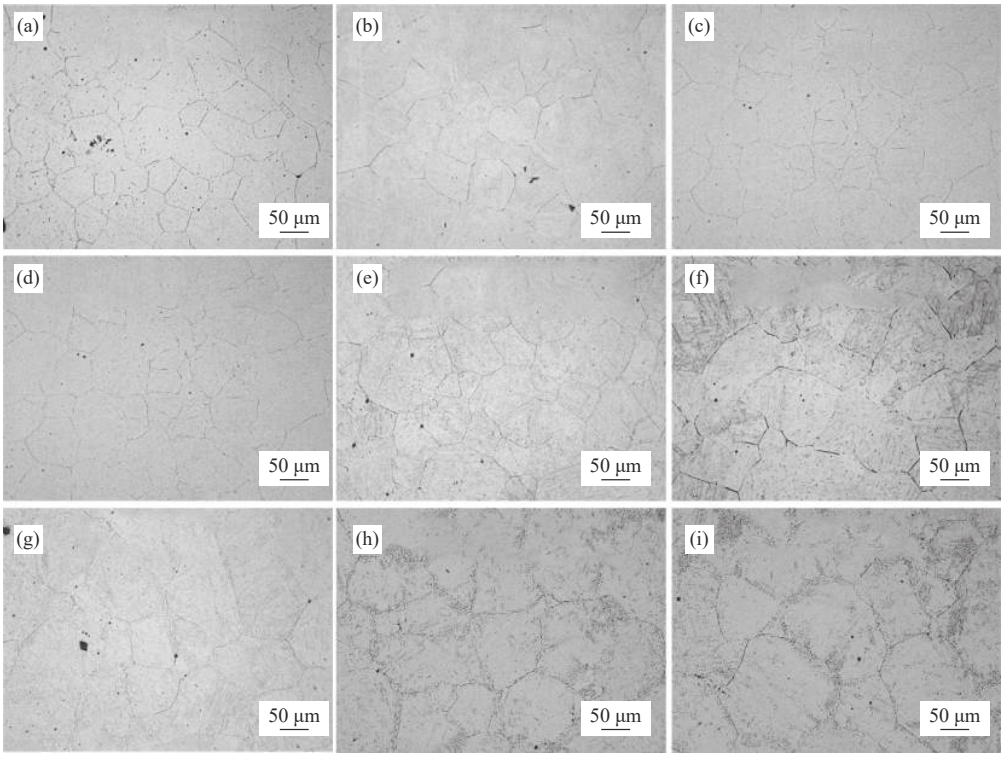
2 试验结果与分析

2.1 Nb-V 复合微合金化对高钢级管线钢再加热奥氏体长大规律的影响

图 1 为保温温度 1 180 ℃，不同保温时间时奥氏体晶粒长大的情况，总体来看随着保温时间的延长，试验钢的奥氏体晶粒都呈长大趋势，在同一温度下，Nb 钢的奥氏体晶粒尺寸相对其他试验钢保持较为细小的状态，V 钢奥氏体晶粒尺寸是最为粗大的状态，而 Nb-V 钢的奥氏体晶粒尺寸保持在中间状态。采用 Nano Neasurer1.2 对试验钢奥氏体晶粒尺寸进行数据采集，沿 45°方向进行测量，不同视场下 200 倍的 5 张金像数据，然后取平均值，并插入误差棒。在 1 180 ℃、保温 0.5 h 时(图(a)、(d)、(g))，三种试验钢奥氏体晶粒尺寸存在 V 钢 (61.7 μm)>Nb 钢 (58.61 μm)>Nb-V 钢 (56.86 μm) 的关系，此时 Nb、Nb-V 试验钢奥氏体晶粒相对较小，分析其原因：一方面主要是因为 Nb 原子尺寸与 Fe 原子尺寸相差较大，而且 Nb 元素在奥氏体中有较大的固溶度，当 Nb 固溶到奥氏体中后，Nb 的溶质拖曳作用会阻碍晶界的迁移，从而阻止奥氏体晶粒长大。另一方面是部分析出相的存在，对晶界的钉扎作用从而阻止奥氏体晶粒长大[15−16]；当保温时间长达 3 h 时(图(c)、(f)、(i))，三种试验钢奥氏体晶粒进一步粗化，此时，晶粒尺寸存在 V 钢 (81.77 μm)>Nb-V 钢 (72.11 μm)>Nb 钢 (69.62 μm) 的关系，由于在 1 180 ℃ 下保温 3 h，此时三种试验钢中大部分第二相已固溶进奥氏体中，极少量析出相对奥氏体晶界并不能起到钉扎作用，此时真正起阻碍奥氏体晶粒长大的主要原因是固溶的 Nb 元素，而在 1 180 ℃ 中保温 3 h 后，Nb 元素完全固溶到奥氏体中，引起晶格畸变，通过溶质原子的拖曳作用阻碍奥氏体晶粒长大，从而 Nb 试验钢奥氏体晶粒尺寸最为细小。

图 2 为保温 1.5 h，不同保温温度下奥氏体晶粒长大情况，总体来看，随着保温温度的升高，奥氏体晶粒尺寸呈增加的趋势。在 1 050 ℃，保温 1.5 h 时，如图(a)、(d)、(g)) 所示，Nb 钢和 Nb-V 钢的奥氏体晶粒尺寸相似，而 V 钢奥氏体晶粒较为粗大，晶粒尺寸存在 V 钢 (53.14 μm)>Nb-V 钢 (22.36 μm)>Nb 钢 (21.29 μm)。随着保温温度升高，1 180 ℃ 时，奥氏体晶粒尺寸关系为 Nb 钢 (61.14 μm±5.59 μm)<Nb-V 钢 (63.84 μm±5.52 μm)<V 钢 (71.89 μm±6.8 μm)(如图(b)、(e)和(h)所示)。当温度升高到 1 250 ℃ 时(图(c)、(f)和(i))，此时 Nb-V 试验钢奥氏体晶粒明显长大并粗于 Nb 试验钢，但 Nb 试验钢的奥氏体晶粒尺寸也在快速增大，证明 Nb 元素虽然固溶在奥氏体中通过溶质原子的拖曳作用对奥氏体晶粒长大有阻碍作用，但并不能完全阻碍奥氏体晶粒的长大，分析 Nb 试验钢之所以在 1 180 ℃ 之前奥氏体晶粒长大缓慢，一方面与 Nb 的析出相的钉扎作用有关，另一方面与 Nb 元素的固溶作用有关。当温度高于 1 180 ℃ 后，奥氏体中大量的第二相已回溶进入奥氏体中，此时阻碍奥氏体晶粒长大就只有 Nb 元素的溶质拖曳作用。而 V 钢中不存在 Nb，而 V 在奥氏体中很少析出，又没有 Nb 强烈的溶质拖曳作用[17]，故 V 钢的奥氏体晶粒尺寸始终保持最大。

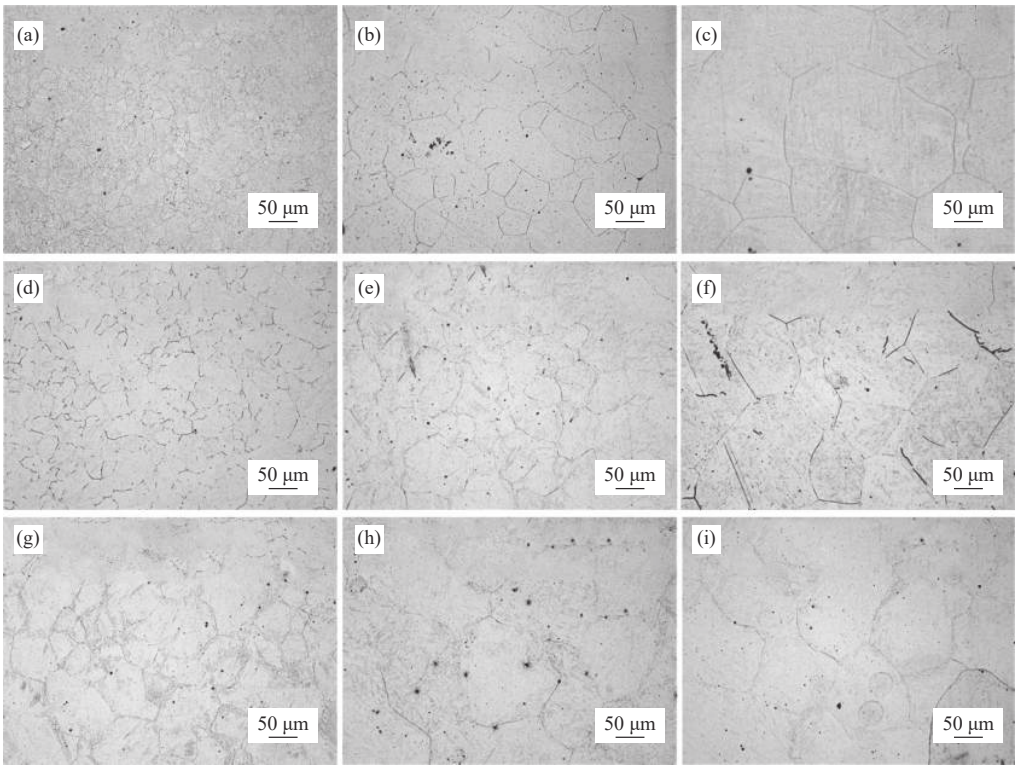
图 3(a) 为三种试验钢保温 1 180 ℃，不同保温时间奥氏体晶粒的尺寸分布。随着保温时间的延长，所有试验钢的奥氏体晶粒均呈长大趋势，奥氏体晶粒尺寸总体存在 V 钢>Nb-V 钢>Nb 钢的关系。在保温时间 1 h 以下时，此时 Nb 试验钢奥氏体晶粒尺寸与 Nb-V 钢差异并不明显；当待温时间超过 1 h 后，三种试验钢奥氏体晶粒进一步粗化，此时 V 钢的奥氏体晶粒尺寸远大于其他试验钢。这一试验现象进一步说明 Nb 元素阻碍奥氏体晶粒长大的能力大于 V 元素。图 3(b) 为三种试验钢在保温时间为 1.5 h、不同加热温度后奥氏体晶粒尺寸分布。从图 3(b) 可以看出，随着保温温度的提高，三种试验钢的奥氏体晶粒尺寸总体来看也是增大的趋势，通过对比三种试验钢的长大情况，存在 V 钢>Nb-V 钢>Nb 钢的关系，但是此时可以发现 Nb、Nb-V 试验钢奥氏体晶粒尺寸差异并不明显，也无准确的规律，说明在保温 1.5 h 时，它们对于阻碍奥氏体晶粒长大的能力上并无明显的区别。综合图 3(a)、(b) 两图的分析，在试验阶段我们发现 Nb、Nb-V 试验钢的奥氏体晶粒尺寸并无明显差异，但明显小于其他试验钢。



(a) Nb, 0.5 h; (b) Nb, 1 h; (c) Nb, 3 h; (d) Nb-V, 0.5 h; (e) Nb-V, 1 h; (f) Nb-V, 3 h; (g) V, 0.5 h; (h) V, 1 h; (i) V, 3 h

图 1　试验钢在 1 180 ℃ 保温不同时间奥氏体长大情况

Fig. 1　Austenite growth in experimental steel reheated at 1 180 ℃ for different time



(a) Nb, 1 050 ℃; (b) Nb, 1 180 ℃; (c) Nb, 1 250 ℃; (d) Nb-V, 1 050 ℃; (e) Nb-V, 1 180 ℃; (f) Nb-V, 1 250 ℃; (g) V, 1 050 ℃; (h) V, 1 180 ℃; (i) V,1 250 ℃

图 2　试验钢在保温 1.5 h 不同待温温度奥氏体长大情况

Fig. 2　The austenite growth of experimental steel at different holding temperature for 1.5 h

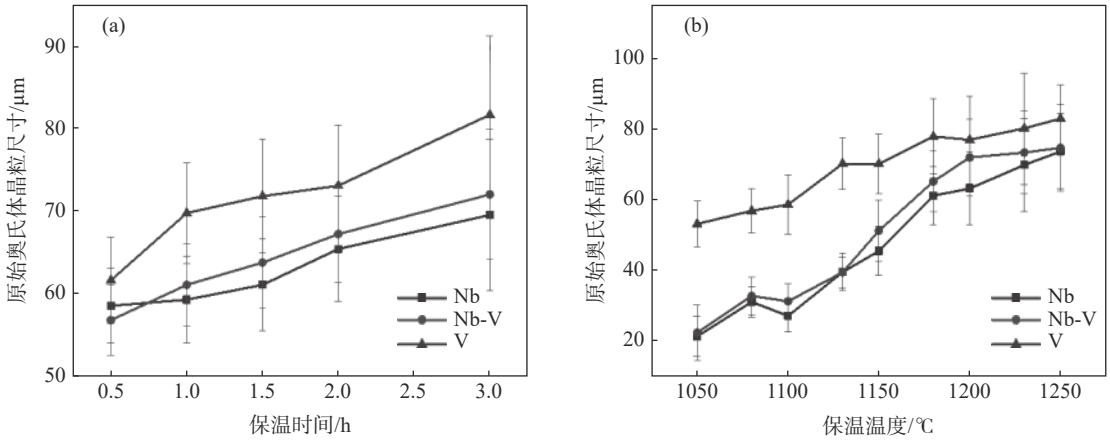


图 3 (a) 试验钢在 1 180 ℃ 不同保温时间下的奥氏体平均晶粒尺寸；(b) 试验钢在保温 1.5 h 不同待温温度奥氏体平均晶粒尺寸

Fig. 3 (a)The austenite grain size of the experimental steel reheated at 1 180 ℃ for different holding times; (b) The austenite grain size of the experimental steel reheated at different holding temperatures for 1.5 h

2.2 Nb-V 复合微合金化的热力学分析

通过 Thermo-Calc 热力学计算，计算出三种试验钢中 Nb、V 元素随着温度的变化在奥氏体中的溶解度曲线，如图 4 所示，在平衡状态下，随着温度的不断升高，Nb、V 元素会缓慢溶解进入奥氏体中，直至完全固溶在奥氏体中。图 4(a)为试验钢中 Nb 随温度升高的固溶曲线，结果表明在平衡状态下随着 Nb 含量的不同，完全固溶时的温度也不同，而 Nb 含量越高，所需要的固溶温度也越高，Nb 试验钢含有 0.08%Nb，此时完全固溶温度为 1 200 ℃，Nb-V 试验钢含有 0.05%Nb，此时 Nb 完全固溶温度为 1 160 ℃。当温度达到 1 180 ℃ 时，此时 Nb 试验钢中 Nb 是未完全固溶的，此时固溶的 Nb 含量为 0.064%，而 Nb-V 试验钢固溶 Nb 含量为 0.05%，此时固溶 Nb 含量差别仅为 0.014%，而随着保温时间的延长，此时富 Nb 的析出相会存在一个不断的元素富集，第二相粒子会不断长大的过程，而且当粒子长大到一定程度后 (接近 100 nm)，由于其分布也不弥散且尺寸较大对奥氏体晶界的钉扎效果较差[18−21]。图 4(b)为两种含 V 试验钢中 V 随温度升高的固溶曲线，结果表明在平衡状态下，当温度高于 860 ℃ 时 V 元素已完全固溶到奥氏体中。

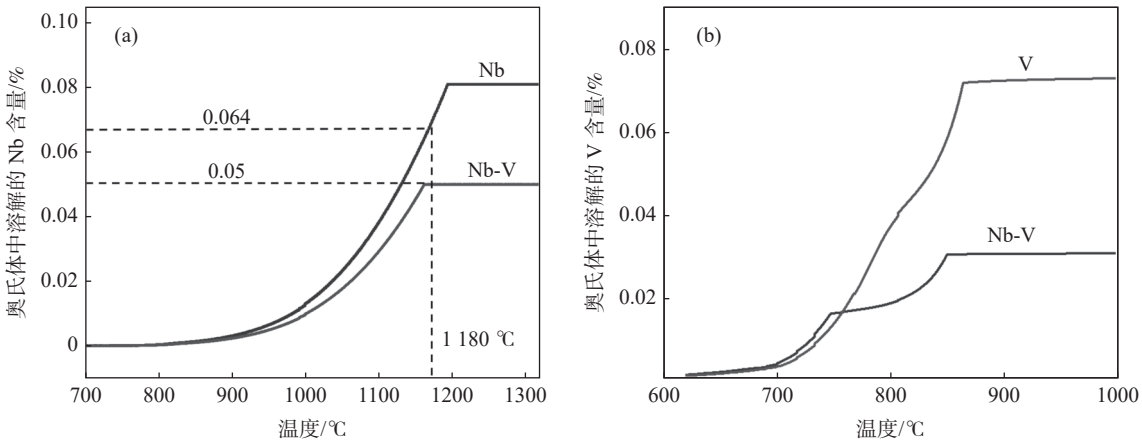


图 4 (a)Nb、Nb-V 试验钢中 Nb 元素在奥氏体中的固溶情况；(b)Nb-V、V 试验钢中 V 元素在奥氏体中的溶解情况

Fig. 4 (a) the solid solution of Nb element in austenite in Nb and Nb-V experimental steel; (b) the dissolution of V element in austenite in Nb-V and V experimental steel

根据金属学原理、钢铁中第二相的理论知识，从热力学和动力学原理，在再加热试验过程中，晶粒的长大是由自由能高到自由能低的自发反应，奥氏体晶粒的大小与再加热温度和待温时间有关。对于 C-Mn 系微合金钢，sellars[22] 认为奥氏体的平均尺寸和再加热温度遵循方程：

$$D^a = D_0^a + At\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

式中, D 为加热时间为 t 时的晶粒直径, μm; D_0 为加热时间 t=0 时的奥氏体晶粒尺寸, μm; A、a 为常数, 与材料有关; t 为加热时间, min; Q 为激活能, J/mol; R 为气体常数, 8.31 J/(mol·K); T 为加热温度, K。

在本试验条件下, 初始晶粒尺寸 D_0 远小于奥氏体晶粒平均尺寸 D, 可以忽略, 故方程改写成:

$$D^{a} \cong At\exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

对方程式两边取对数, 得到:

$$\ln D \propto \frac{\ln At}{a} - \frac{Q}{aRT}$$

其中, 热激活能 Q 在一定的温度范围内为常数, 根据上述方程, 可以得到 ln$D$ 与 T^{1} 的数据, 对 ln$D$ 与 T^{1} 进行线性回归分析, 可得到直线斜率 n 为 Q/aR, 由于 a 是常数, 只与材料的种类有关, 故认为 n 与 Q/R 直接相关, Q=n·R 对 ln$D$ 和 T^{1} 进行数据拟合, 如图 5 所示。

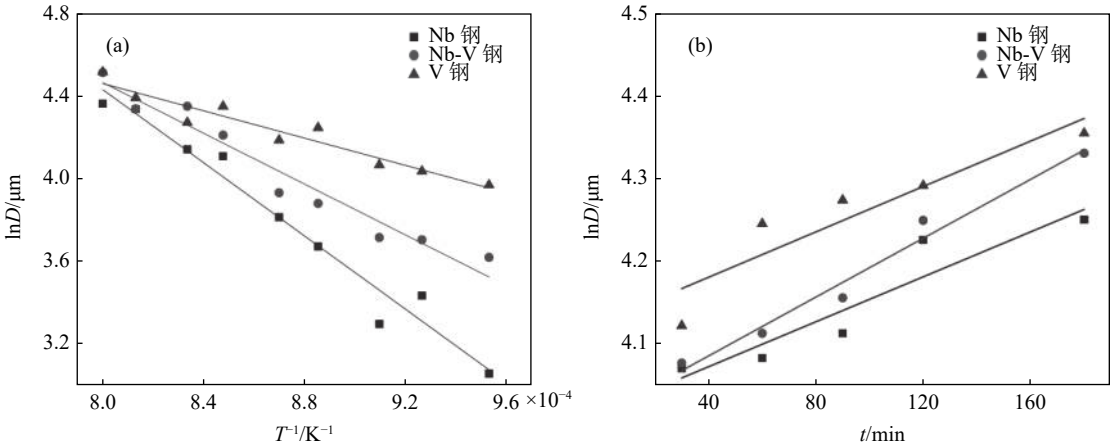


图 5　(a) 保温 1.5 h 再加热不同的温度 ln$D$ 与 T^{-1} 的关系; (b) 不同保温时间时 ln$D$ 与 t 的关系

Fig. 5　(a) The relationship between ln$D$ and T^{-1} after holding for 1.5 h and heating at different temperatures; (b) The relationship between ln$D$ and t for different holding time

根据图 5, 得到拟合方程;

$$\text{Nb钢}\quad \ln D = 13.644\,94 - \frac{13\,984.375}{RT}$$

$$1\,324\,K \leqslant T \leqslant 1\,524\,K$$

$$\text{Nb}-\text{V钢}\quad \ln D = 10.806\,57 - \frac{9\,888.631\,7}{RT}$$

$$1\,324\,K \leqslant T \leqslant 1\,524\,K$$

$$\text{V钢}\quad \ln D = 7.367\,13 - \frac{4\,466.908\,5}{RT}$$

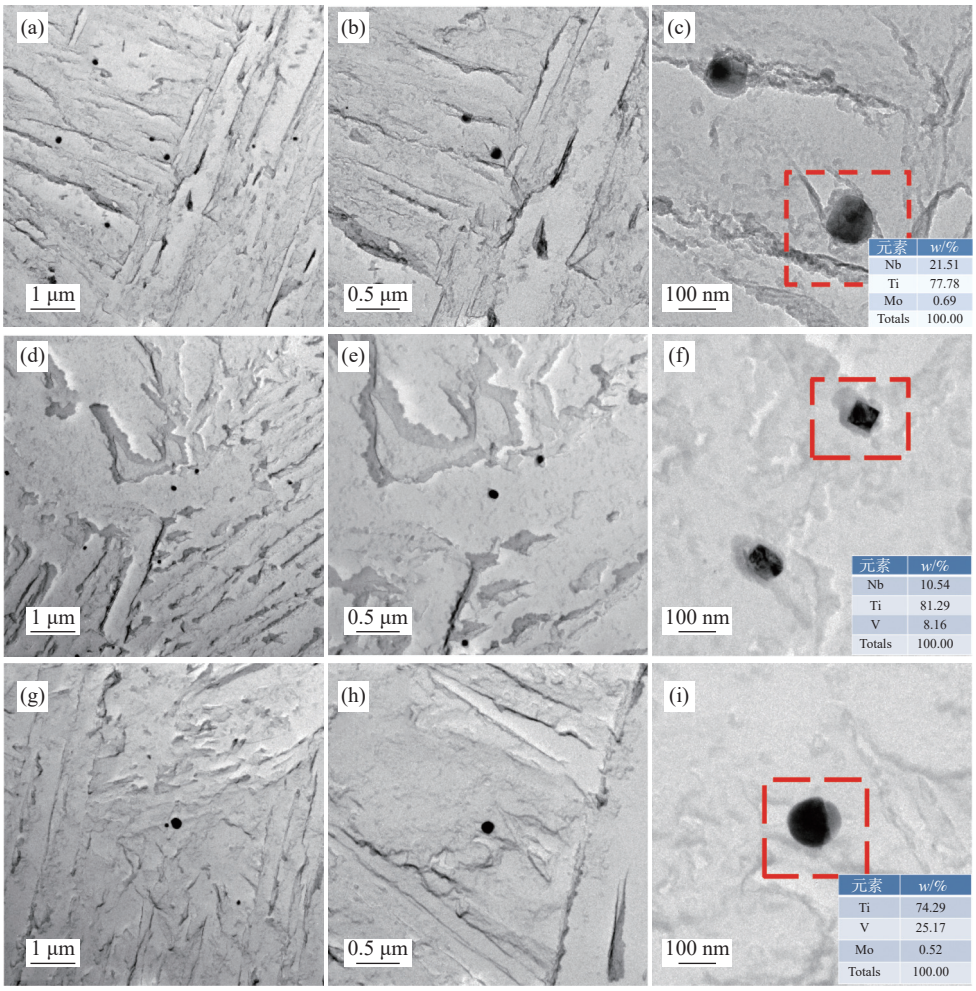
$$1\,324\,K \leqslant T \leqslant 1\,524\,K$$

在 1 050 ~ 1 250 ℃ 范围内, Q_{Nb}>$Q_{Nb\text{-}V}$>Q_V, 奥氏体晶粒长大激活能随着 Nb 含量的增加而增加。试验钢在不同的加热条件下, 奥氏体的长大情况主要与微合金元素的固溶有关, 在该温度范围内主要与 Nb 元素的固溶有关。

2.3　第二相析出表征

图 6 为三种试验钢在加热 1 180 ℃ 待温 1.5 h 后第二相的析出情况, 初步分析, 经过 1 180 ℃, 1.5 h 待温后, 三种试验钢中大量微合金元素已固溶进奥氏体中, 此时通过碳膜复型试验, 仅能看到少许析出颗粒。从图 6 可以看出, 仅含有少量的尺寸在 100 nm 左右的析出相, 说明一方面在该温度下, 大量弥散细小的富 Nb、V 元素的析出相已基本重新固溶到奥氏体中, 所以我们只能观察到少量的富 Ti 的析出相。另一方面, 随着保温时间的延长, 富 Ti 的析出相成为新的质点, Nb、V 在此基础上会复合析出, 从而使析出相粒子不断长大, 所以我们观察到的析出相尺寸往往在 100 nm 左右。对析出相进行能谱分析(c、f、i), 发现所有的大尺寸析出物均为富 Ti, 部分析出物中含有 Nb、V 复合析出的情况(由于碳膜复型采用 Cu 网, 故不考虑 Cu 元素的析出), 图(c)所示的 (Ti, Nb)(C, N) 复合析出物尺寸约为 100 nm, 其形貌类似于核帽型结构, 心部存在方形的核心, 整个粒子的形貌成椭圆形。有研究发现该结构通常是由一种析出物的核心和另一种析出物的圆壳组成, 该粒子往往心部的粒子为核心, 但外圈又是另外一种析出相[23], 张可[24] 等人根据多元复合析出相的固溶析出理论和经典形核长大动力学理论, 计算了 Ti-V-Mo 复合微合金钢中 (Ti, V, Mo)C 在奥氏体 (g) 和铁素体 (a) 中沉淀析出的形核参量、析

出-时间-温度 (PTT) 曲线、形核率-温度 (NrT) 曲线。Li X 等人[25] 研究 Nb-V-Ti-Mo 复合的低碳高强微合金钢，通过 TEM 试验，发现了关于含 Nb-Ti 钢中相间析出碳化物的片间距、颗粒间距、结晶学、成分和形核位置的详细结果。Shanmugam S[26] 研究 Nb-V-Ti 复合微合金钢，通过透射电镜发现试验钢中的析出相往往有三个尺度的析出相，它们的特点是长方体富 Ti (45 ~ 70 nm)、球形富 Nb (20 ~ 45 nm)、不规则 (20 ~ 45 nm) 和精细形富 V(10 ~ 20 nm)。综合分析本工作中的试验钢在该阶段的析出相往往会以富 Ti 的析出相为核心，在其基础上复合析出 Nb、V 等微合金元素，就会出现核心为方形加热后未溶解的富 Ti 的 (C, N)，而外部圆壳是部分复合析出的富 Nb、V 的第二相粒子。(Ti, Nb)(C, N) 易于沿高密度位错线、晶界、亚晶界析出，与位错、晶界发生弹性交互作用，通过析出物钉扎晶界以抑制奥氏体晶粒长大，实现细化原奥晶粒[26−27]。但该工作中由于析出相的数量太少，尺寸过大，而且并不存在析出聚集的现象。故影响奥氏体晶粒尺寸长大的关键作用还是固溶后 Nb 的溶质的拖曳作用。



(a)、(b)、(c): Nb 钢; (d)、(e)、(f): Nb-V 钢; (g)、(h)、(i): V 钢

图 6　试验钢加热 1 180 ℃ 待温 1.5 h 后第二相的析出情况

Fig. 6　The precipitation of the second phase in the experimental steel after heating at 1 180 ℃ for 1.5 h

3　结论

1)通过原始奥氏体晶界腐蚀试验，试验钢随着再加热温度的升高、保温时间的延长，试验钢奥氏体晶粒均会面临长大的问题，数据表明试验钢在再加热温度 1 180 ℃、保温 1.5 h 时，此时奥氏体晶粒尺寸存在如下关系：Nb 钢(61.14 μm±5.59 μm)<Nb-V 钢(63.84 μm±5.52 μm)<V 钢(71.89 μm±6.8 μm)，其中 Nb 钢、Nb-V 试验钢奥氏体晶粒尺寸相差并不大。

2)通过 themer-cacl 热力学软件计算, 平衡状态下当温度达到 1 180 ℃ 时, 此时 Nb 试验钢中 Nb 是未完全固溶进奥氏体中, 此时固溶的 Nb 含量为 0.064%, 而 Nb-V 试验钢固溶 Nb 含量为 0.05%, 此时 Nb 钢、Nb-V 试验钢在奥氏体中固溶的 Nb 含量差仅有 0.014%。

3)经过建立热力学模型计算, 发现在 1 050 ℃ 到 1 250 ℃ 温度区间内奥氏体晶粒长大激活能存在 $Q_{\text{Nb 钢}}>Q_{\text{Nb-V 钢}}>Q_{\text{V 钢}}$, 进一步说明在该阶段奥氏体晶粒的长大主要与 Nb 元素固溶量成正相关。

4)三种试验钢经过 1 180 ℃、1.5 h 保温处理后, 基体内仅有少量、尺寸在 100 nm 左右的富 Ti 的第二相析出。此时在阻碍奥氏体晶粒长大方面, Nb 元素溶质原子的拖曳作用起到了更重要的作用。

5)通过再加热阶段的研究, 发现 Nb-V 试验钢在控制温度 1 180 ℃、保温 1.5 h 时, 既可以保证微合金元素的固溶量, 又使原始奥氏体晶粒尺寸控制在与 Nb 钢相近的范围内, 在再加热阶段进一步验证了 Nb-V 复合管线钢的可行性。

参考文献

[1] Qiao Guiying, Han Yang, Han Xiulin, *et al*. Microstructure and properties of welding heat-affected zone of high-niobium and high-strength pipeline steel[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2014, 26(10): 40−45.
(乔桂英, 韩杨, 韩秀林, 等. 高铌高强管线钢焊接热影响区的组织与性能[J]. 钢铁研究学报, 2014, 26(10): 40−45.)

[2] Mitchell P S, Hart P H M, Morrison W B. The effect of microalloying on HAZ toughness[C]// Microalloying 95. Korchynsky M. ed. . , I&SS, Pittsburgh, USA, 1995: 149-162.

[3] Yu Quancheng, Gu Daqing, Ma Heng. Study on the microstructure and mechanical properties of welding heat-affected zone of V-N microalloy steel[J]. Shandong Metallurgy, 2021, 43(3): 39−45.
(于全成, 顾大庆, 麻衡. V-N微合金钢焊接热影响区组织与力学性能研究[J]. 山东冶金, 2021, 43(3): 39−45.)

[4] Erfan Abbasi, William Mark Rainforth. Microstructural evolution of Nb-V-Mo and V containing TRIP-assisted steels during thermomechanical processing[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2017, 33(4): 311−320.

[5] He Feiyu, Dong Jian, Sun Yanhui. Thermodynamic calculation and verification of ternary carbon and nitrogen precipitates in low carbon steel[J]. Iron Steel Vanadium Titanium, 2019, 40(4): 144−151.
(贺飞羽, 董健, 孙彦辉. 低碳钢三元碳氮析出物的热力学计算及验证[J]. 钢铁钒钛, 2019, 40(4): 144−151.)

[6] Yu Yinjun, Zhao Shiyu, Zhang Ke, *et al*. The effect of isothermal cooling time on microstructure transformation and hardness of Ti-V-Mo composite microalloyed steel[J]. Heat Treatment of Metals, 2021, 46(6): 95−101.
(于银俊, 赵时雨, 张可, 等. 等温冷却时间对Ti-V-Mo复合微合金钢组织转变及硬度的影响[J]. 金属热处理, 2021, 46(6): 95−101.)

[7] Xian Kang, Huo Xiangdong, Fang Menglong, *et al*. Thermal simulation study on the mechanism of titanium strengthening low carbon steel[J]. Journal of Materials and Heat Treatment, 2021, 42(8): 144−152.
(鲜康, 霍向东, 方梦龙, 等. 钛元素强化低碳钢机理的热模拟研究[J]. 材料热处理学报, 2021, 42(8): 144−152.)

[8] Chen Zihao, Zhang Ke, Fu Xibin, *et al*. Effect of V content on microstructure and mechanical properties of Ti-V composite microalloyed steel[J]. The Chinese Journal of Process Engineering, 2021, 21(7): 827−835.
(陈子豪, 张可, 付锡彬, 等. V含量对Ti-V复合微合金钢组织和力学性能的影响[J]. 过程工程学报, 2021, 21(7): 827−835.)

[9] Huang Jie, Xu Zhou. Formation mechanism of composite microalloyed precipitates during hot deformation of V-Ti microalloyed steel[J]. Shanghai Metals, 2005, (6): 16−19.
(黄杰, 徐洲. V-Ti微合金钢热变形过程中复合微合金析出相的形成机制[J]. 上海金属, 2005, (6): 16−19.)

[10] Liu Shuai, Wang Fuming, Li Yongliang. Effects of microalloying elements Nb and Ti on low-temperature impact properties of high-strength engineering structural steels[J]. Chinese Journal of Engineering Science, 2018, 40(S1): 41−46.
(刘帅, 王福明, 李永亮. 微合金元素Nb和Ti对高强工程结构钢低温冲击性能的影响[J]. 工程科学学报, 2018, 40(S1): 41−46.)

[11] Yong Qilong. Secondary phase in steels[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006: 361.

（雍岐龙. 钢铁材料中的第二相[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2006: 361.）

[12] Qiu Yubin, Lin Dawei, Han Anchang. The effect of hot rolling temperature parameters on the mechanical properties of Nb-Ti and Nb-V microalloyed steels[J]. Journal of Iron and Steel Research, 2007, (1): 48−52.
（邱昱斌, 林大为, 韩安昌. 热轧温度参数对Nb-Ti和Nb-V微合金钢力学性能的影响[J]. 钢铁研究学报, 2007, (1): 48−52.）

[13] Luo Yanzhao, Zhang Jiongming, Xiao Chao, *et al*. The evolution of the precipitation process of low carbon Nb-Ti binary microalloyed steel[J]. Journal of University of Science and Technology Beijing, 2012, 34(7): 775−782.
（罗衍昭, 张炯明, 肖超, 等. 低碳Nb-Ti二元微合金钢析出过程的演变[J]. 北京科技大学学报, 2012, 34(7): 775−782.）

[14] Li Yuanyuan. Research on the structure and precipitation control of Nb-Ti low-carbon microalloyed steel[D]. Shenyang: Northeastern University, 2013.
（李远远. Nb-Ti低碳微合金钢的组织及析出控制研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2013.）

[15] Lewis M H, Hattersley B. Precipitation of M23C6 in austenitic steels[J]. Acta Metallurgica, 1965, 13(11): 1159−1168.

[16] Fu Liming, Shan Aidang, Wang Wei. Effects of Nb solute dragging and precipitation NbC pinning on recrystallized grain growth in low carbon Nb microalloyed steels[J]. Acta Metallurgica Sinica, 2010, 46(7): 832−837.
（付立铭, 单爱党, 王巍. 低碳 Nb 微合金钢中 Nb 溶质拖曳和析出相 NbC 钉扎对再结晶晶粒长大的影响[J]. 金属学报, 2010, 46(7): 832−837.）

[17] Adrian H, Pickering F B. Effect of titanium additions on austenite grain growth kinetics of medium carbon V–Nb steels containing 0.008%-0.018%N[J]. Materials Science and Technology, 1991, 7(2): 176−182.

[18] Renata Staśko, Henryk Adrian, Anna Adrian. Effect of nitrogen and vanadium on austenite grain growth kinetics of a low alloy steel[J]. Materials Characterization, 2006, 56(4): 340−347.

[19] Staśko R, Adrian H, Adrian A. Effect of nitrogen and vanadium on austenite grain growth kinetics of a low alloy steel[J]. Materials Characterization, 2006, 56(4-5): 340−347.

[20] Chang K, Feng W, Chen L Q. Effect of second-phase particle morphology on grain growth kinetics[J]. Acta Materialia, 2009, 57(17): 5229−5236.

[21] Gladman T. On the theory of the effect of precipitate particles on grain growth in metals[C]// Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences, 1966, 294(1438): 298-309.

[22] Sellars C M, Mc Tegart W J. On the mechanism of hot deformation[J]. Acta Metallurgica, 1966, 14(9): 1136−1138.

[23] Pang Q, Guo J, Li W, *et al*. Complex precipitation mechanism of Ti-Nb-V microalloyed bainitic base high strength steel[J]. Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed., 2019, 34(6): 1444−1450.

[24] Zhang Ke, Sun Xinjun, Zhang Mingya, *et al*. Kinetics of (Ti, V, Mo)C precipitation in γ/α in Ti-V-Mo composite microalloyed steel[J]. Chinese Journal of Metals, 2018, 54(8): 1122-1130.
（张可, 孙新军, 张明亚, 等. Ti-V-Mo复合微合金钢中(Ti, V, Mo)C在γ/α中沉淀析出的动力学[J]. 金属学报, 2018, 54(8): 1122-1130.）

[25] Li X, Wang Z. Interphase precipitation behaviors of nanometer-sized carbides in a Nb-Ti-bearing low-carbon microalloyed steel[J]. Acta Metall. Sin., 2015, 51(4): 417−424.

[26] Shanmugam S, Tanniru M, Misra R D K, *et al*. Precipitation in V bearing microalloyed steel containing low concentrations of Ti and Nb[J]. Materials Science and Technology, 2005, 21(8): 883−892.

[27] Solis-Bravo G, Merwin M, Garcia C I. Impact of precipitate morphology on the dissolution and grain-coarsening behavior of a Ti-Nb microalloyed linepipe steel[J]. Metals, 2020, 10(1): 89.

编辑 唐肖