

相变温度和奥氏体化温度对一种含 Nb 高碳钢相变动力学和组织的影响

周明星, 池亦骋, 刘敬韬, 李征乾, 刘思华, 张代琛, 苏雪, 田俊羽*

(武汉科技大学耐火材料与冶金国家重点实验室, 湖北 武汉 430081)

摘要: 为了优化一种含 Nb 高碳钢的热处理工艺, 采用热膨胀法、OM、SEM、EBSD、硬度仪等研究了加热温度和相变温度对珠光体相变动力学和组织性能的影响。结果表明: 升高加热温度将减慢珠光体相变动力学。原因: ①奥氏体晶粒增大导致珠光体形核点数量降低; ②奥氏体中固溶 Nb 含量增多, 其对 C 扩散系数的减慢程度增强, 从而降低珠光体长大速率。相变温度由 625 °C 降低至 575 °C 时, 珠光体相变动力学同样减慢。此外, 相变温度由 625 °C 降低至 575 °C 时, 珠光体形核方式发生了变化, 由主要在晶隅和晶棱处形核转变为主要在晶面和晶棱处形核。降低相变温度可以细化珠光体片层间距, 提高珠光体钢的硬度, 珠光体团簇尺寸同样随相变温度和加热温度的降低而显著细化。在试验所研究的三个工艺中, 900 °C 加热+575 °C 相变工艺具有最高的硬度和最细的团簇尺寸。因此, 为了获得最佳的强韧性匹配, 建议降低加热温度和相变温度。

关键词: 高碳钢; 珠光体; Nb; 加热温度; 相变动力学; 显微组织

中图分类号: TF76, TG142

文献标志码: A

文章编号: 1004-7638(2024)04-0143-07

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2024.04.020

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



听语音
与作者互动
聊科研

Effects of transformation temperature and austenitization temperature on the transformation kinetics and microstructure of a Nb microalloyed high-carbon steel

Zhou Mingxing, Chi Yicheng, Liu Jingtao, Li Zhengqian, Liu Sihua, Zhang Daichen,
Su Xue, Tian Junyu*

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

Abstract: In order to optimize the heat treatment process of a Nb microalloyed high-carbon steel, the effects of reheating temperature and transformation temperature on pearlite transformation kinetics and microstructure and properties were studied by dilatometry, optical microscope, scanning electron microscope, electron backscattering diffraction and hardness tests. The results show that the pearlite transformation kinetics is reduced by increasing the reheating temperature. One reason is that the number of pearlite nucleation sites decreases with the increase of prior austenite grain size. On the other hand, the solubility of Nb increases with the reheating temperature, which decreases the carbon diffusion coefficient.

收稿日期: 2023-03-20

基金项目: 中信-CBMM 钒钢研究与开发项目(2020-M836)。

作者简介: 周明星, 男, 1991 年出生, 河南南阳人, 博士, 讲师, 研究方向: 高性能钢铁材料组织性能研究, E-mail: kdmingxing@wust.edu.cn; *通讯作者: 田俊羽, 男, 1992 年出生, 湖北云梦人, 博士, 讲师, 研究方向: 钢铁材料加工和性能控制, E-mail: tianjunyu@wust.edu.cn。

cient and thus decreases the pearlite growth rate. The pearlite transformation kinetics decreases as the transformation temperature decreases from 625 °C to 575 °C. In addition, when the transformation temperature decreases from 625 °C to 575 °C, the pearlite nucleation mechanism changes from nucleation mainly at the corners and edges of prior austenite to nucleation mainly at the surfaces and edges. Moreover, the decrease in transformation temperature can refine the pearlite lamellar spacing and improve the hardness of the pearlitic steel. The pearlite nodule size is also significantly refined with the decrease of transformation temperature and reheating temperature. Among the three studied processes, 900 °C reheating with 575 °C transformation technology provides the highest hardness and the smallest nodule size. Therefore, in order to obtain the best combination of strength and toughness, it is recommended to reduce the reheating temperature and transformation temperature.

Key words: high-carbon steel, pearlite, Nb, reheat temperature, transformation kinetics, microstructure

0 引言

钢轨用钢大多是以珠光体组织为主的高碳钢。随着国家高速铁路建设的快速发展,轨道交通领域对高强韧钢轨的需求越来越旺盛。我国各大钢企主要依靠 Mn、Si、Cr、V 等元素来提高钢轨的强度^[1],但强度提高的同时,钢轨韧性却降低了。我国北方大部分地区,如华北、西北、东北等,冬季环境气温较低,钢轨冬季往往处于低温环境下工作,这对钢轨的低温韧性提出了更加严格的要求。如何解决高强度和高韧性难以匹配的难题是当下珠光体钢轨发展所面临的挑战。而解决这一难题的关键在于细化珠光体钢显微组织。

Nb 元素被认为是最有效的细晶元素,其在低碳钢中已经得到广泛应用。Nb 在低碳钢中的作用主要为细晶强化和析出强化^[2-5]。然而,Nb 在高碳钢中的研究却十分匮乏。主要原因是传统观念认为 Nb 在高碳钢中的固容量太低,难以发挥作用^[6]。随着研究的进行,学者们发现 Nb 在高碳钢中的固容量远高于传统经验预测值,且微量 Nb 也可以起到细化高碳钢晶粒的作用^[6-8]。因此,采用 Nb 微合金化技术有望制备高碳高强韧珠光体钢轨用钢。Jansto^[9]和 Liu 等^[10]的试验结果证明了 Nb 可以提高珠光体钢的韧性。笔者前期研究结果也发现在 V 微合金化钢中添加微量 Nb,可以在强度不降低的情况下提高珠光体钢的韧性^[11]。

尽管已有报道表明 Nb 在高碳钢中可以发挥有利作用,但仍有许多基础和技术问题尚未解决。其中含 Nb 高碳珠光体钢热处理工艺设计和优化是亟待解决的问题之一。为了进一步提高珠光体钢轨的强度,可对钢轨进行轧后热处理。热处理工艺的设计直接决定了钢轨最终的力学性能,热处理时的主

要工艺参数包括加热温度(奥氏体化温度)和相变温度等。因此,笔者重点关注加热温度和相变温度对含 Nb 高碳珠光体钢相变行为和组织性能的影响,为优化含 Nb 高碳珠光体钢热处理工艺提供依据。

1 试验方案

以一种 Fe-C-Mn-Si-Cr-Cu-Nb 系高碳含 Nb 钢为试验材料,其中 C 含量为 0.65%,Nb 含量为 0.025%。经冶炼和轧制后,获得厚度约 17 mm 的热轧板,以备后续试验使用。

在热轧板上取样,并在 DIL806L 热膨胀仪上对试验钢进行热膨胀试验,试样尺寸为 $\varnothing 4 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ 。为了研究加热温度的影响,设置加热温度分别为 900 °C 和 1 180 °C,相变温度为 625 °C。此外,设置相变温度为 575 °C(加热温度为 900 °C),以研究相变温度的影响。试验期间测量时间-温度-膨胀量等信息。将不同工艺试样以“加热温度-相变温度”的形式进行编号,即 900-625、1180-625 和 900-575。

对热膨胀试验后的试样进行光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)观察。OM 和 SEM 试样处理包括打磨、抛光和腐蚀等步骤,腐蚀液为 4% 硝酸酒精溶液。采用电子背散射衍射(EBSD)检测试样的晶粒和晶界信息,扫描步长为 500 nm。EBSD 试样需经打磨、机械抛光和震动抛光等工序处理,震动抛光液为二氧化硅溶液。此外,采用维氏硬度仪检测试样的维氏硬度。

2 试验结果与讨论

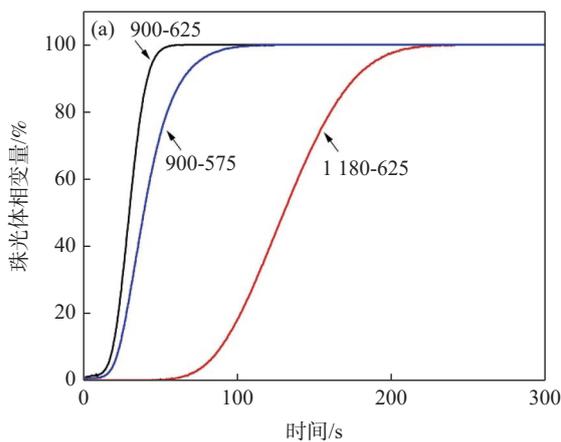
2.1 相变动力学

首先,以 900-575 试样为例,介绍试样在加热和冷却过程中膨胀量的变化,如图 1 所示。试样膨胀量首先随温度呈线性变化,当温度达到一定值时,膨

胀量突然下降, 该温度对应着珠光体向奥氏体转变的开始温度(Ac_1)。随着温度继续升高, 再次出现拐点, 此后膨胀量随温度再次呈线性变化, 该拐点为奥氏体结束转变温度(Ac_3)。产生这一现象的原因主要是钢中奥氏体与铁素体、珠光体、贝氏体和马氏体等具有不同的比容, 钢试样在加热或者冷却时, 除了热胀冷缩引起的体积变化之外, 还有因相变引起的体积变化。如果没有发生相变, 膨胀量随温度呈线性变化, 相反, 如果有相变发生, 膨胀曲线上会出现转折, 转折点对应的临界温度即为相变开始温度或结束温度。在冷却过程中, 膨胀量变化规律是类似的, 在相变温度($575\text{ }^\circ\text{C}$)之前和之后, 膨胀量均随温度呈线性变化, 而相变过程中, 膨胀量剧烈增加。由于奥氏体比容大于铁素体, 加热过程中发生铁素体向奥氏体转变, 所以试样收缩, 而冷却过程恰好相反。此外, 由于冷却过程中设定了在 $575\text{ }^\circ\text{C}$ 等温相变, 所以珠光体相变期间膨胀量是一条竖线, 它表示恒定温度下试样随时间延长而不断膨胀。

如前所述, 奥氏体转变为铁素体、珠光体、贝氏体、马氏体时会发生体积膨胀, 膨胀量越多则相变量越大, 所以可以采用公式(1)将膨胀量转换为相变量。

$$f = \frac{\Delta L(t)}{\Delta L_{\max}} \quad (1)$$



式中, f 为相变量, $\Delta L(t)$ 为某一时刻 t 时的膨胀量, ΔL_{\max} 为等温相变期间的最大膨胀量。计算结果如图 2(a) 所示, 其中时间零点为等温开始点。图 2(b) 给出了相变速率, 即 df/dt 。可以看出, 三个试样相变量随时间变化规律类似, 即相变速率先增大后降低。在相同相变温度下($625\text{ }^\circ\text{C}$), 加热温度由 $900\text{ }^\circ\text{C}$ 升高至 $1180\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 珠光体相变被显著推迟, 相变速率峰值显著降低, 表明升高相变温度减慢了珠光体相变动力学。此外, 当加热温度($900\text{ }^\circ\text{C}$)一定, 相变温度由 $625\text{ }^\circ\text{C}$ 降低至 $575\text{ }^\circ\text{C}$ 时, 珠光体相变动力学同样被减慢。

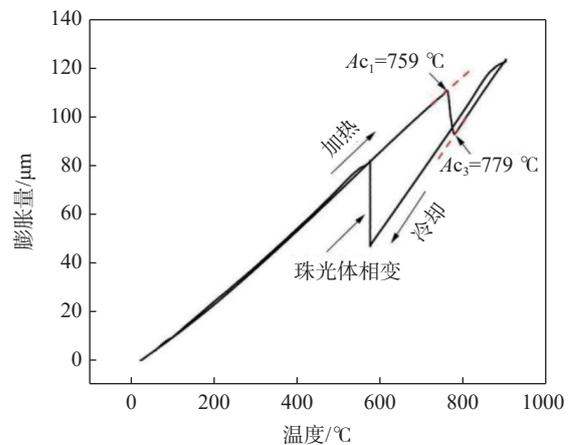


图 1 加热和冷却过程膨胀量随温度变化规律
Fig. 1 Dilatation versus temperature during heating and cooling processes

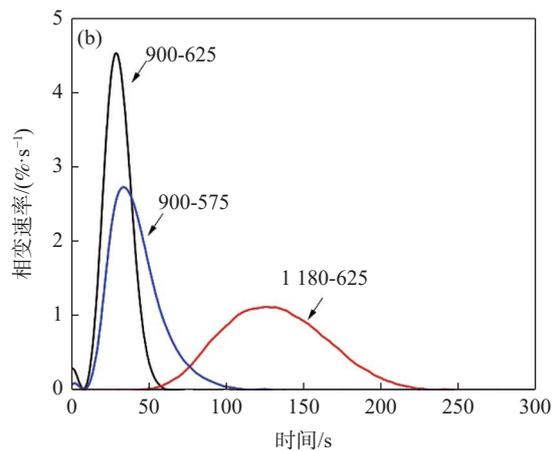


图 2 (a) 珠光体相变动力学; (b) 珠光体相变速率
Fig. 2 (a) Pearlite transformation kinetics; (b) Pearlite transformation rate

产生上述现象的原因主要与珠光体相变的形核与长大行为有关。珠光体相变时, 首先在奥氏体晶面、晶棱和晶隅处形核。母相奥氏体晶粒尺寸随加热温度的升高而增大^[12], 所以奥氏体晶面、晶棱和晶隅的数量随之减少, 即潜在形核点的数量随加热

温度的升高而减少。这是珠光体相变速率减慢的一个主要原因。此外, 根据 Zener-Hillert 模型, 珠光体长大速率(G)受 C 扩散系数和过冷度等因素影响^[13]。Offerman 等^[14] 将该模型简化为公式(2)的形式。

$$G = cD_c(\Delta T)^2 \quad (2)$$

式中, D_c 为 C 扩散系数, ΔT 为过冷度, c 为常数。可以看出, 珠光体长大速率随 C 扩散系数的增大和过冷度的增大而加快。加热过程中, 原始组织中的 NbC 析出物将不断固溶进入奥氏体基体。采用雍岐龙提出的 NbC 在奥氏体中固溶度积公式(2)^[15], 计算得到 Nb 在奥氏体中固溶量和 NbC 含量随温度变化的规律, 如图 3(a)(b)所示。

$$\lg \{[\text{Nb}][\text{C}]\} = 3.555 - \frac{8800}{T} + \left(\frac{1320}{T} - 0.044 \right) w_c \quad (3)$$

式中, [Nb] 和 [C] 分别为 Nb 和 C 在奥氏体中的固

溶量, %; w_c 为钢中初始 C 含量, %。可以看出, 加热温度由 900 °C 升高至 1 180 °C 时, 奥氏体中固溶 Nb 的含量由 0.001 2% 显著增加至 0.018%, 增加 1 个数量级, NbC 析出相的含量显著降低。在大约 1 219 °C 时, NbC 完全固溶进入奥氏体基体。研究表明, 奥氏体中固溶的 Nb 可以阻碍 C 的扩散行为, 减小其扩散系数, 且 Nb 含量越高, 阻碍作用越强^[16]。当加热温度由 900 °C 升高至 1 180 °C 时, 奥氏体中固溶 Nb 含量显著增多, 导致 C 扩散系数下降, 所以珠光体长大速率减慢。这是升高加热温度后珠光体相变动力学减慢的另一个主要原因。

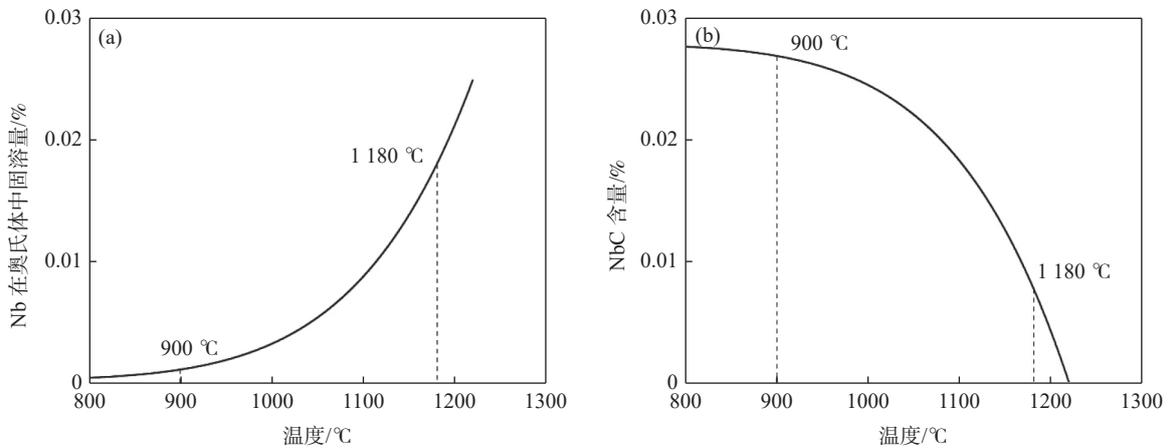


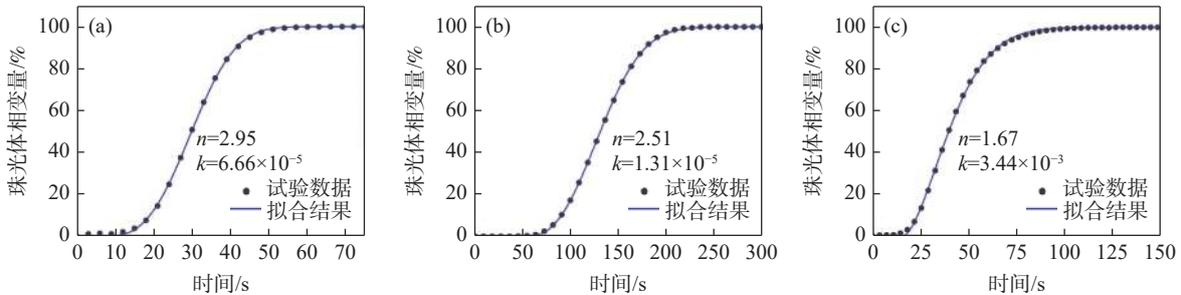
图 3 (a) Nb 在奥氏体中的固溶量; (b) NbC 含量随温度变化规律
Fig. 3 (a) solubility of Nb in austenite; (b) the amount NbC versus temperature

此外, 当加热温度一定时, 随着相变温度的下降, 相变过冷度增大, 有助于加快相变动力学, 但 C 扩散速率减慢, 导致相变动力学减慢。两者综合作用下, 相变动力学随相变温度的降低呈先加快后减慢的趋势, 在中间温度具有最快的相变动力学。对于本研究涉及的钢种, 当相变温度由 625 °C 降低至 575 °C 时, 珠光体相变动力学减慢, 表明在该温度范围内, C 扩散对相变动力学的影响占主导地位。

JMAK 模型是描述相变行为的常用模型(公式 4)^[12]。为了进一步分析珠光体相变动力学, 采用 JMAK 模型对珠光体相变动力学进行拟合, 结果如图 4 所示。

$$f = 1 - \exp(-k(t - t_0)^n) \quad (4)$$

式中, k 为与形核和长大相关的速率常数, n 为动力学指数, t_0 为孕育期。



(a) 900-625; (c) 1080-625; (d) 900-575

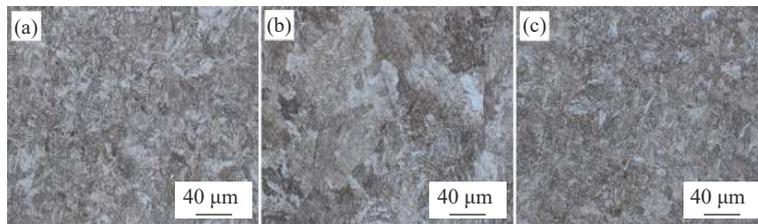
图 4 珠光体相变动力学拟合
Fig. 4 Fitting results of pearlite transformation kinetics

可以看出, JMAK 模型与试验结果匹配度很好。最优拟合得到每种工艺下的 n 和 k 值也在图 4 中给出。当相变温度为 625 °C, 加热温度由 900 °C 升高至 1 180 °C 时, 动力学参数 n 变化不大, 介于 2.5 ~ 3.0, k 值显著降低, 这是珠光体形核率减少, 长大速率减慢引起的。而当相变温度降低至 575 °C, n 值显著减少。研究表明, 动力学指数 n 反应了形核的机制^[17]。当 $n > 4$, 相变过程中形核率不断增大; 当 $n = 4$, 形核率保持恒定; 当 n 介于 3 ~ 4, 形核率不断衰减; 当 $n = 3$, 在晶隅处形核位置过饱和; $n = 2$ 时, 在晶棱处形核位置过饱和; $n = 1$ 时, 在晶面处形核位置过饱

和^[17]。因此, 当相变温度为 625 °C 时, 珠光体主要在晶隅和晶棱处发生形核, 而相变温度降低至 575 °C 时, 珠光体主要在晶面和晶棱处发生形核。

2.2 组织和性能

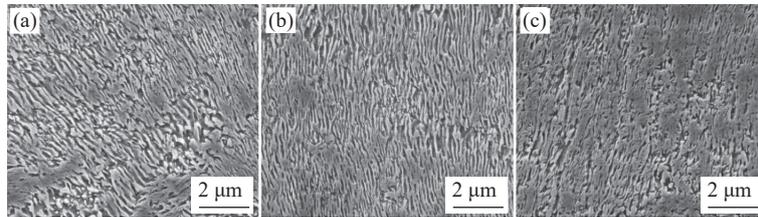
图 5、6 分别是三种工艺试样的 OM 和 SEM 显微组织。由图 5 可以看出试样为全珠光体组织。由图 6 的 SEM 形貌可以清晰地看到珠光体的片层状形貌。采用圆形截距法(公式 5)测量珠光体的片层间距, 如图 7 所示。由于珠光体片层与试样观察面具有一定夹角, 采用公式(5)测量得到的珠光体片层间距为真实片层间距。



(a) 900-625; (c) 1 080-625; (d) 900-575

图 5 OM 组织形貌

Fig. 5 OM microstructures



(a) 900-625; (c) 1 080-625; (d) 900-575

图 6 SEM 组织形貌

Fig. 6 SEM microstructures

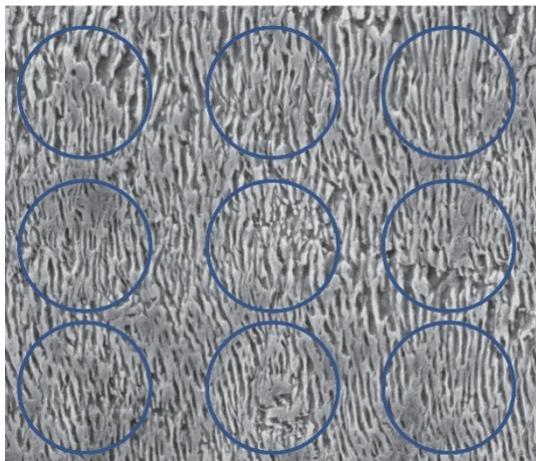


图 7 圆形截距法测量珠光体片层间距示意

Fig. 7 Schematic diagram of measuring pearlite lamellar spacing by the circular intercept method

$$\lambda = \frac{\pi d_c}{2nM} \tag{5}$$

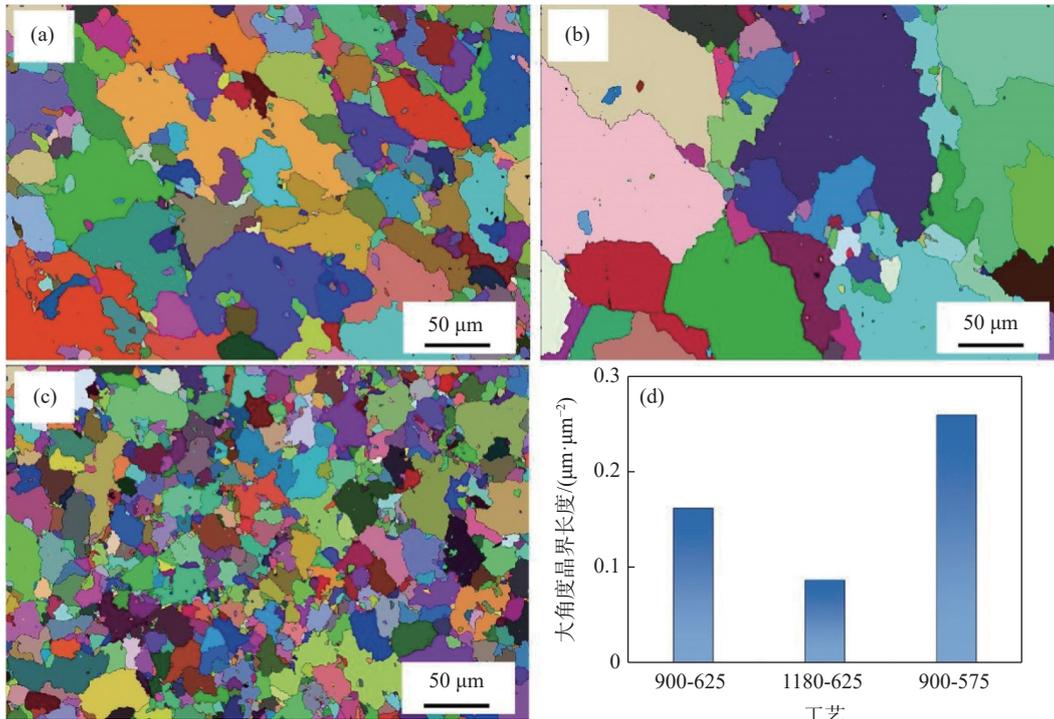
式中, λ 为珠光体平均片层间距, d_c 为图 7 中圆圈直径, n 为圆圈穿过的片层个数, M 为放大倍数。每个工艺统计多张图片, 并求取平均值。900-625, 1 080-625, 900-575 三个试样珠光体片层间距分别为 141、144 nm 和 122 nm。可以看出, 珠光体片层间距主要受相变温度影响, 降低相变温度可以细化珠光体片层间距, 这有利于提高珠光体钢的强度。

珠光体是一个由团簇、球团和片层三级结构组成的复杂组织。最基本的单元是片层, 它是铁素体和渗碳体相间排列形成的(图 6), 渗碳体方向相同区域称之为“球团”, 而多个具有相近晶体学取向的球团构成了“团簇”。珠光体团簇之间通常以大角度晶界分割开来。采用 EBSD 技术表征了珠光体团簇, 如图 8 所示, 图 8 中不同颜色表示了不同的珠光体团簇。可以看出, 加热温度由 1 180 °C 降低至

900 °C 时,团簇尺寸显著细化,这是珠光体形核点数量增多引起的。相变温度由 625 °C 降低至 575 °C 时,团簇尺寸显著细化,这是形核点数量增多引起的。图 8 (d) 给出了 3 种工艺下大角度晶界数量。可以看出,奥氏体化温度由 1 180 °C 降低至 900 °C 时,大角度晶界数量由 0.087 $\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$ 增加至 0.163 $\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$,而相变温度由 625 °C 降低至 575 °C 时,大角度晶界数量由 0.163 $\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$ 增加至 0.260 $\mu\text{m}/\mu\text{m}^2$ 。研究表明,大角度晶界对裂纹扩展有显著阻碍作用,大角度晶界数量的增多有利于提高钢的韧性^[11]。因此,

从钢的韧性角度出发,应该降低珠光体钢热处理时的加热温度和相变温度。

图 9 给出了三种试样的硬度值,可以看出,降低加热温度和相变温度均可以提高珠光体钢的硬度,这是片层间距和珠光体团细化引起的。从提高钢的硬度和强度角度考虑,应当降低加热温度和珠光体相变温度。在试验所研究的三个工艺中,900 °C 加热+575 °C 相变工艺具有最高的硬度和最细的团簇尺寸。因此,为了获得最佳的强韧性匹配,建议降低加热温度和相变温度。



(a) 900-625; (c) 1180-625; (d) 900-575

图 8 EBSD 珠光体团簇晶粒形貌

Fig. 8 Pearlite grain morphology characterized by EBSD

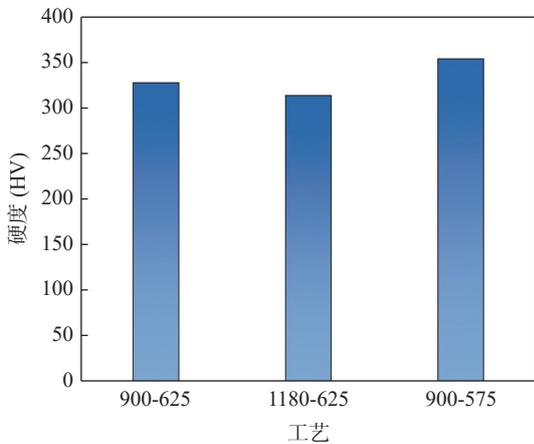


图 9 不同试样维氏硬度

Fig. 9 Vickers hardness of different samples

3 结论

研究了加热温度和相变温度对一种含 Nb 高碳钢相变和组织性能的影响规律,提出了含 Nb 高碳珠光体钢热处理工艺优化方案,主要结论如下:

1) 加热温度由 900 °C 升高至 1 180 °C 时,珠光体相变动力学显著减慢。一方面,形核点数量减少;另一方面,奥氏体中固溶 Nb 含量增多,导致 C 扩散系数降低,珠光体长大速率减慢。相变温度由 625 °C 降低至 575 °C 时,珠光体相变动力学同样减慢,表明在该温度范围内,C 扩散对相变动力学的影响占主导地位。

2) 采用 JMAK 模型对珠光体相变动力学进行

了描述,发现相变温度由 625 °C 降低至 575 °C 时,珠光体形核方式发生了变化,由主要在晶隅和晶棱处形核转变为主要在晶面和晶棱处形核。

3)降低相变温度可以细化珠光体片层间距,提高珠光体钢的硬度。珠光体团簇尺寸随加热温度和相变温度的降低而细化。在试验所研究的三个工艺中,900 °C 加热+575 °C 相变工艺具有最高的硬度

和最细的团簇尺寸。因此,为了获得最佳的强韧性匹配,建议降低加热温度和相变温度。

致谢

研究工作得到中信-CBMM 铌钢研究与开发项目(2020-M836)的资助,特别表示感谢。

参考文献

- [1] Zhou Qingyue, Zhang Yinhua, Chen Zhaoyang, *et al.* Research and selection of rail steel in China[J]. Chinese Railways, 2011, (11): 47-51.
(周清跃, 张银花, 陈朝阳, 等. 我国铁路钢轨钢的研究及选用[J]. 中国铁路, 2011, (11): 47-51.)
- [2] Calvo J, Jung I H, Elwazri A M, *et al.* Influence of the chemical composition on transformation behavior of low carbon microalloyed steels[J]. Materials Science & Engineering A, 2009, 520: 90-96.
- [3] Xie K Y, Zheng T, Cairney J M, *et al.* Strengthening from Nb-rich clusters in a Nb-microalloyed steel[J]. Scripta Materialia, 2012, 66: 710-713.
- [4] Deardo A J. Niobium in modern steels[J]. International Materials Reviews, 2013, 48: 371-402.
- [5] Fu Liming, Wang Huanrong, Wang Wei, *et al.* Effect of solute drag and precipitate pinning on austenite grain growth in Ti-Nb microalloyed steels[J]. Journal of Iron and Steel Research, International, 2011, 18(s1): 383-387.
- [6] Ray A. Niobium microalloying in rail steels[J]. Materials Science and Technology, 2017, 33: 1584-1600.
- [7] Zhou Jiehu, Wu Feng, Feng Kaiming, *et al.* Ultrafine pearlitic transformation behavior of 2000 MPa ultra-high-strength steel wire under Nb microalloying[J]. Steel Research International, 2021, 92: 2000516.
- [8] Dey I, Chandra S, Saha R, *et al.* Effect of Nb micro-alloying on microstructure and properties of thermo-mechanically processed high carbon pearlitic steel[J]. Materials Characterization, 2018, 140: 45-54.
- [9] Jansto S G. MicroNiobium alloy approach in medium and high carbon steel bar, plate and sheet products[J]. Metallurgical & Materials Transactions B, 2014, 45: 438-444.
- [10] Liu Chengjun, Huang Yahe, Liu Hongliang, *et al.* Effects and mechanisms of niobium on the fracture toughness of heavy rail steel[J]. Advanced Materials Research, 2011, 163-167: 110-116.
- [11] Tian Junyi, Wang Houxin, Zhu Min, *et al.* Improving mechanical properties in high-carbon pearlitic steels by replacing partial V with Nb[J]. Materials Science & Engineering A, 2022, 834: 142622.
- [12] Liu Feng, Xu Gang, Zhang Yulong, *et al.* In situ observations of austenite grain growth in Fe-C-Mn-Si super bainitic steel[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2013, 20: 1060-1066.
- [13] Zener C. Kinetics of the decomposition of austenite[j]. Transactions AIME, 1945, 167: 550-595.
- [14] Offerman S E, Wilderen L J G W, Dijk N H, *et al.* In-situ study of pearlite nucleation and growth during isothermal austenite decomposition in nearly eutectoid steel[J]. Acta Materialia, 2003, 51: 3927-3938.
- [15] Yong Qilong, Zhang Zhengyan, Sun Xinjun, *et al.* Effect of dissolved niobium on eutectoid transformation behavior[J]. Journal of Iron and Steel Research, International, 2017, 24 973-978.
- [16] Lee K J, Lee J K. Modelling of γ/α transformation in niobium-containing microalloyed steels[J]. Scripta Materialia, 1999, 40: 831-836.
- [17] Yeong T P. Measurement and modelling of diffusional transformation of austenite in C-Mn steels[D]. Taipei: National Sun Yat-Sen University, 2001.