

调质态 07MnNiMoDR 钢脆性断裂机制 及冲击功离散性

石 昆¹, 侯 洪², 李金富¹, 张汉谦^{1,3}

(1. 上海交通大学 材料科学与工程学院, 上海 200240; 2. 东北大学 冶金学院, 辽宁 沈阳 110819;

3. 宝山钢铁股份有限公司 研究院, 上海 201900)

摘 要: 测试了调质态 07MnNiMoDR 钢的冲击功,研究了其在 DBTT 区间的脆性断裂机制. 结果表明,调质态 07MnNiMoDR 钢在 DBTT 区间的解理断裂由贝氏体束尺寸控制;存在一个临界尺寸,当形成于贝氏体束内的微裂纹尺寸达到这个临界值,并在正应力作用下穿过贝氏体束界扩展至相邻贝氏体束时,发生脆性解理断裂. 另外,在 DBTT 区间的冲击断裂过程中,粗大贝氏体束的离散分布将使得脆性断裂载荷值不稳定,并最终导致冲击功出现离散. 因此,通过控制调质态 07MnNiMoDR 钢中贝氏体束尺寸并使其均匀分布,能够有效提高其在 DBTT 区间的冲击功及降低冲击功离散性.

关 键 词: 贝氏体束;冲击功;解理断裂;断裂机制;离散性

中图分类号: TG 142.1

文献标志码: A

文章编号: 1005-3026(2017)03-0350-06

Brittle Fracture Mechanism and Impact Energy Scattering of Quenched and Tempered 07MnNiMoDR Steel

SHI Kun¹, HOU Hong², LI Jin-fu¹, ZHANG Han-qian^{1,3}

(1. School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China;

2. School of Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110819, China; 3. Baosteel Research Institute, Baoshan Iron & Steel Co., Ltd., Shanghai 201900, China. Corresponding author: ZHANG Han-qian, E-mail: hq_zhang@baosteel.com)

Abstract: The impact energy of quenched and tempered (Q&T) 07MnNiMoDR steel was measured. The brittle fracture micro-mechanism in the ductile-brittle transition temperature (DBTT) region was studied. The results showed that the brittle fracture behavior is controlled by bainitic packets size. A critical packet size exists. When a micro-crack formed in the bainitic packet with a size exceeding the critical size propagates into adjacent packets under normal stress, brittle cleavage fracture occurs. The discrete distribution of the coarse bainitic packets leads to the scatter of brittle fracture load, which results in the impact energy scattering. It is suggested that homogenizing the distribution of fine bainitic packet sizes is an effective method of improving the impact energy and reducing its scattering in the DBTT region.

Key words: bainitic packet; impact energy; cleavage fracture; fracture mechanism; scattering

近年来我国乙烯工业发展迅速,每年都要新建数十台大型低温乙烯压力容器. 乙烯压力容器长期运行在低温、高压环境下,服役条件苛刻,使得高性能低温压力容器用钢的研发成为乙烯工业发展的关键. 低合金贝氏体钢以其较高的强度,尤

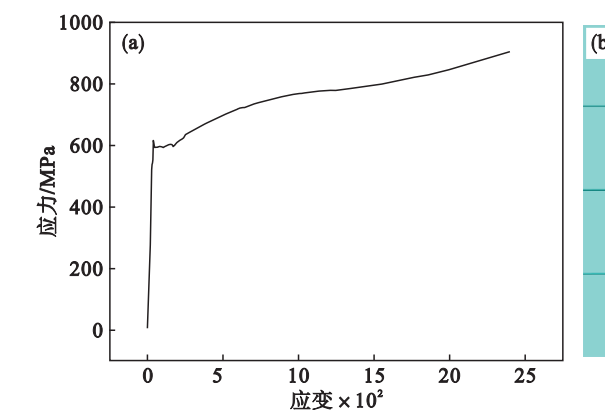
其是优异的低温韧性被普遍用作低温压力容器钢^[1-2]. 然而,大量研究发现具有体心立方结构(BCC)的钢,其韧性在韧脆转变温度(DBTT)区间的很小范围内,甚至在同一温度下都会表现出很大的离散性^[3-4]. 用作低温压力容器的调质态

07MnNiMoDR 钢为 BCC 结构的贝氏体钢,服役温度低至 $-40 \sim -60\text{ }^{\circ}\text{C}$,位于其 DBTT 区间,因此其低温韧性也表现出很大的离散性.由于脆性断裂往往发生在钢结构中的最弱链接处^[5],从而使得韧性离散现象成为低温压力容器服役过程中的安全隐患.

已有工作对 BCC 结构铁素体钢在 DBTT 区间的脆性断裂机制进行了研究,主要认为脆性断裂由微裂纹的失稳扩展所控制^[6-7].初始萌生微裂纹在正应力作用下稳定扩展至铁素体晶界后被阻碍,此时如果外加正应力超过由微裂纹尺寸(对应于铁素体晶粒尺寸)所决定的临界解理断裂应力 σ_r^* ,则微裂纹将越过铁素体晶界的阻碍并扩展至相邻铁素体晶粒发生失稳扩展,即将发生脆性解理断裂^[7].Chen 等把上述具有铁素体晶粒尺寸的临界微裂纹发生失稳扩展的条件称为临界事件,并认为其是在整个断裂过程中最重要的阶段^[7].因此,可以看出脆性断裂临界事件中微裂纹对应的特征微观组织(铁素体晶粒)及其尺寸是脆性断裂研究中的一个重要参数.但是贝氏体钢的微观组织十分复杂,包括原奥氏体晶粒、贝氏体束、贝氏体块及贝氏体条等组织单元,以及碳化物、M-A 岛(马氏体奥氏体共存组织)及残余奥氏体等第二相^[8],而这些组织单元和第二相均有可能成为脆性断裂临界微裂纹对应的特征组织.因此,本文从调质态 07MnNiMoDR 钢脆性断裂临界微裂纹所对应的特征微观组织入手,探讨了其在 DBTT 区间的脆性断裂机制,并在此基础上讨论了冲击功离散产生的原因.

1 实验材料与方法

实验材料采用工业批量轧制 45 mm 厚



07MnNiMo-DR 钢板,化学成分(质量分数,%)为:C 0.09,Mn 1.33,Si 0.24,Ni 0.34,Mo + Cr + V 0.24,P 0.008,S 0.001.

钢板采用高温调质热处理,加热至 $910\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保温 90 min 后,水冷淬火;在 $625\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下回火,保温 180 min 后空冷至室温.在板厚 1/4 处取试样,其轴向与钢板轧制方向一致.冲击试样符合 GB/T 229—2007《金属材料夏比摆锤冲击试验方法》的 $10\text{ mm} \times 10\text{ mm} \times 55\text{ mm}$ 标准冲击试样.冲击实验采用 Zwick - Roell PSW - 750 型仪器化冲击试验机,实验温度范围为 $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 至 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$,每隔 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 进行一次测试,每个实验温度下重复进行三次测试,并记录载荷 - 位移及载荷 - 时间曲线.低温拉伸试样符合 GB/T 13239—2006《金属材料低温拉伸实验方法》,直径为 5 mm 的圆棒试样,标距为 25 mm.采用 SANS CMT5105 万能试验机进行低温拉伸试验,加载速度为 1 mm/min ,实验温度为 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ (为冲击功离散度最大发生温度,将在讨论中进行详述),并记录应力 - 应变曲线(见图 1).

在平行于冲击断口附近处切取金相分析试样.金相分析采用 Leica MEF4A 型光学显微镜(OM)、Zeiss ULTRA 55 型场发射扫描电子显微镜(SEM)及 JEOL JEM 2100F 型透射电镜(TEM).用 SEM 电子背散射衍射(EBSD)技术对晶界取向差分布进行观察.使用饱和苦味酸和 4% 硝酸酒精溶液分别腐蚀试样用于测量奥氏体晶粒和贝氏体束、块的尺寸.在 OM 下测量晶粒中最大长度方向尺寸 d_1 以及与其垂直方向的尺寸 d_2 ,用公式 $d = (d_1 \times d_2)^{1/2}$ 计算晶粒尺寸.使用 SEM 观察冲击断口,并测量解理源距离缺口根部的距离 X_f ^[9].最后,在垂直于冲击断口方向上切取试样,用 SEM 观察二次裂纹.

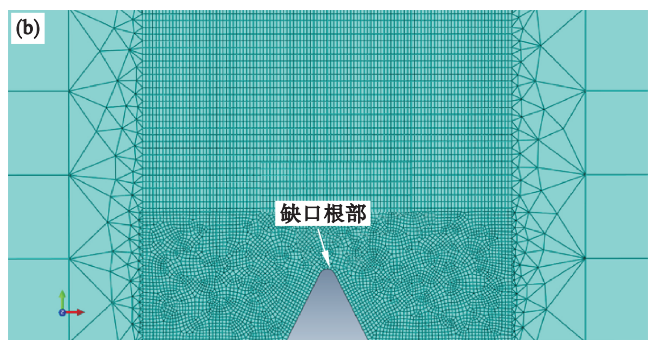


图 1 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下拉伸真应力 - 真应变曲线和夏比 V 型冲击试样缺口根部附近用于 FEM 计算的网格划分图
Fig. 1 Tensile true stress-strain curve at $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ and FEM mesh arrangements around the notch root for calculation of Charpy V specimen

(a)—真应力 - 真应变曲线;(b)—网格划分.

使用 ABAQUS 软件,采用 8 节点平面应变减缩积分单元的三维模型(C3D8R)对 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下缺口根部半径为 0.25 mm 的 V 型缺口根部附近正应力 σ_{yy} 分布进行有限元(FEM)计算,单元总数为 880 331 个,节点总数为 857 470 个,网格划分如图 1 所示.加载模式选用动态加载,并且结合 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下的拉伸测试中的真应力-真应变曲线(见图 1a)进行计算.最后,将测得的解理源距离缺口根部的距离 X_f 作为横坐标代入解理时刻发生时的缺口根部应力分布曲线中,对应的纵坐标即为解理断裂应力 $\sigma_f^{[9]}$.

2 实验结果及讨论

2.1 冲击功

图 2 为调质态 07MnNiMoDR 钢在 $-100\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 系列温度下冲击实验结果.可以看出其上平台温度高于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$,下平台温度低于 $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$,DBTT 区间在 $-80\sim -20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间,冲击功离散现象主要发生在 DBTT 区间,在 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下的离散程度最大.为了便于统计分析,在 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下又进行了 12 次冲击测试,以期利用在此温度下的 15 次测试数据,分析本钢种在 DBTT 区间的断裂微观机制及其冲击功的离散性.

图 3a 为 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下冲击功为 56,166,236 J 的载荷-位移曲线图,曲线下包围面积即为冲击功.图 3b 为典型冲击载荷-位移曲线示意图,与图 3a 中的 236 J 的曲线十分相似,可以把冲击功分为 4 个部分:弹性应变能(E_1)、塑性应变能(E_2)、裂纹稳定扩展能(E_3)和裂纹失稳扩展能(E_4),其中 E_1+E_2 是裂纹形成所需能量,而 E_3+E_4 是裂纹扩展所需能量.由图 3a 可知,三者裂纹形成能基本相同,但 E_3 部分差异明显,且 E_3 又远大于 E_4 .因此,07MnNiMoDR 钢在 DBTT 区间的冲击功大小由 E_3 控制.也就是说,同一温度下不同试样的冲击功离散性是由 E_3 的离散造成的.

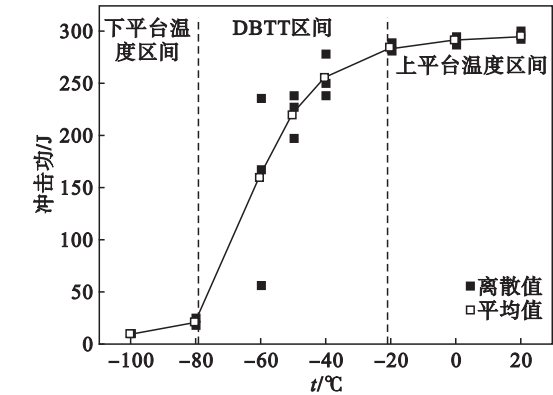


图 2 07MnNiMoDR 钢在 $-100\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 系列温度下冲击功
Fig. 2 Impact absorbed energy in the temperature range from $-100\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ of 07MnNiMoDR steel

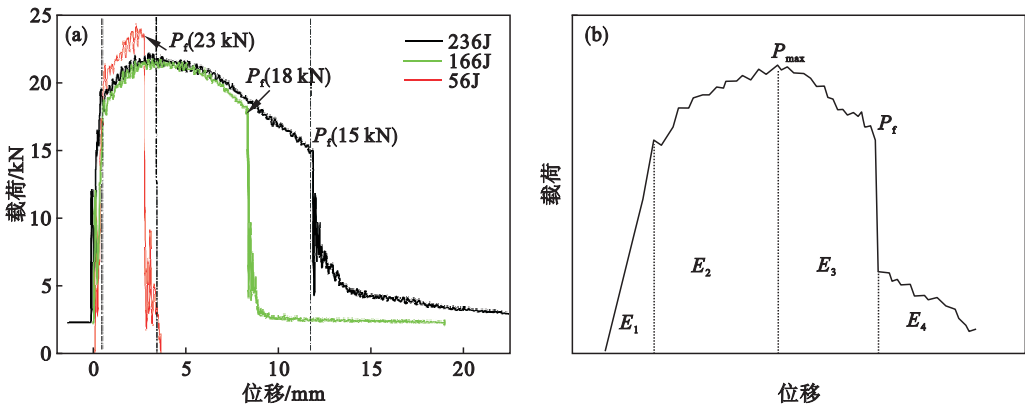


图 3 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下不同冲击功的载荷-位移曲线及典型载荷-位移曲线示意图
Fig. 3 Load-displacement curves with different Charpy V impact absorbed energy at $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ and schematic of typical load-displacement curve

(a)—不同冲击功;(b)—典型.

2.2 显微组织

图 4 为 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下冲击功为 166 J 试样的显微组织照片.图 4a 为 OM 金相照片,可以看出其组织主要为回火粒状贝氏体;图 4b 为在 TEM 下对贝氏体组织的放大观察,可以看到细小贝氏体条的存在.通过 EBSD 技术可以对贝氏体亚结构进

行有效分析^[10].图 5a 为通过 EBSD 技术绘制的 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下冲击功为 166 J 试样的晶界取向差对比衬度图,其中黑色线条为取向差大于 15° 的晶界,而白色线条为取向差小于 15° 的晶界;图 5b 为与图 5a 相同视场的反极图,不同颜色代表不同取向差的贝氏体束或块.结合两图进行分析,以图

5b 中虚线内所示的区域为例,可以清晰地观察到一个原奥氏体晶粒由数个晶界取向差大于 15° 的

贝氏体束组成,而每个贝氏体束内包含了数个晶界取向差小于 15° 的贝氏体块。

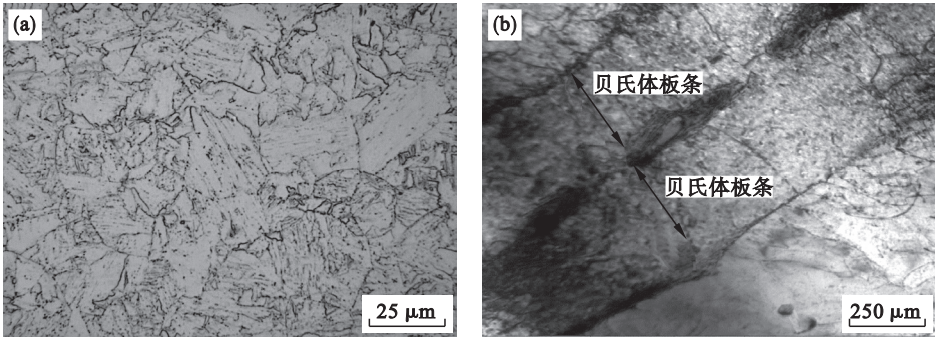


图 4 在 -60℃ 实验温度下的冲击功为 166 J 试样的 OM 和 TEM 显微组织照片

Fig. 4 The microstructure of OM and TEM images with impact absorbed energy 166 J fractured at -60℃
(a)—OM; (b)—TEM.

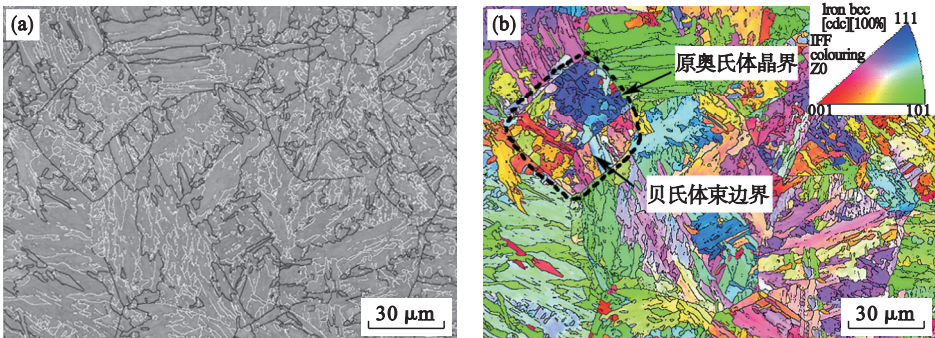


图 5 在 -60℃ 实验温度下的冲击功为 166 J 试样的 EBSD 分析

Fig. 5 EBSD analysis of sample when the impact absorbed energy is 166 J at -60℃
(a)—晶界衬度对比图; (b)—反极图.

2.3 DBTT 区间的脆性断裂机制

Chen 等认为材料在冲击过程中形成的微裂纹失稳扩展是材料在 DBTT 温度区间的解理临界事件,并通过对残留在如第二相颗粒、晶粒等特征微观组织中的所有尺寸中最大的微裂纹进行分析,可以确定临界微裂纹所对应的特征微观组织^[11]. 图 6a 为 07MnNiMoDR 钢在 -60℃ 下冲断后试样中的最大尺寸残留裂纹,如箭头所示,残留裂纹被贝氏体束限制. 图 6b 对残留裂纹与相应区域的不同微观组织(包括原奥氏体晶粒、贝氏体束及贝氏体块)尺寸进行了比较,可以看出其中贝氏体束尺寸与残留裂纹尺寸最为接近. 因此,调质态 07MnNiMoDR 钢在 DBTT 区间发生解理脆性断裂的临界微裂纹特征微观组织为贝氏体束。

根据改进的 Griffith 公式^[12-13], σ_f 与微裂纹尺寸的关系如式(1)所示:

$$\sigma_f = \left(\frac{\pi E \gamma}{(1 - \nu^2) d} \right)^{1/2} \tag{1}$$

其中: σ_f 是正应力; E 是杨氏模量; ν 是泊松比; γ

是有效表面能; d 是微裂纹尺寸. 因此,如果得到了临界解理断裂应力 σ_f^* 值,就可以反推得到临界微裂纹长度. 对于贝氏体组织,分别取物理参数 $E = 200 \text{ GPa}$, $\nu = 0.3$, $\gamma = 82 \text{ J} \cdot \text{m}^{-2}$ ^[14], σ_f^* 通过第 1 节介绍的方法,结合图 7 所示的解理源位置检测方法进行计算,计算结果见表 2. 通过式(1)对 15 个冲击试样的 d 进行计算,并认为所有 d 都能满足失稳扩展的要求,那么可以将最小 d 值作为 07MnNiMoDR 钢的临界微裂纹尺寸 d_c ,其值为 $16.2 \text{ } \mu\text{m}$,见表 2. 综上所述,07MnNiMoDR 钢在 DBTT 区间进行冲击测试时,首先由位错塞积导致晶界处微裂纹的萌生,经过稳定扩展至贝氏体束边界时被阻碍,如果此时微裂纹尺寸达到 $16.2 \text{ } \mu\text{m}$,那么当外加正应力进一步增大并超过由此时微裂纹尺寸所决定的 σ_f^* 时,微裂纹将克服贝氏体束界的阻碍扩展至相邻贝氏体束并失稳扩展,即脆性解理断裂发生。

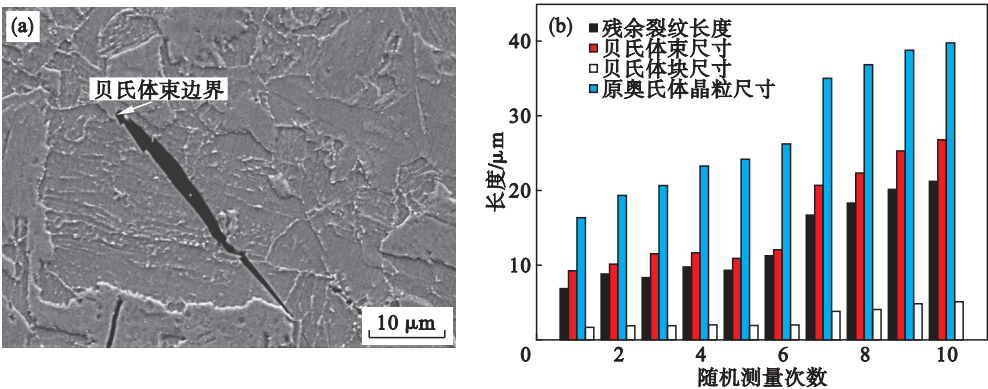


图 6 -60 °C 实验温度下断后试样中的最大尺寸残余微裂纹的观察及随机视场内二次裂纹与原奥氏体晶粒、贝氏体束和贝氏体块的尺寸对比

Fig. 6 Observed maximum length of the micro-cracks retained in the Charpy V specimens fractured at -60 °C and the histograms of comparison of the lengths of retained cracks with bainitic packets, blocks and austenite grain sizes randomly measured by random field of vision

(a) —二次裂纹观察; (b) —二次裂纹与不同组织单元尺寸的对比.

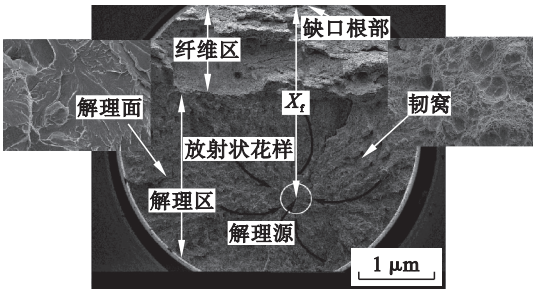


图 7 -60 °C 下冲击试样断口及解理源的观察

Fig. 7 Observation of the fracture surface and cleavage initiation site which fractured at -60 °C

表 1 15 个冲击试样的临界解理断裂应力 σ_f^* 和临界微裂纹尺寸 d_c 的计算结果

Table 1 Calculation results of σ_f^* and d_c of 15 Charpy impact specimens

变量	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
σ_f^*/MPa	1 638.1	1 665.7	1 767.3	1 707.6	1 597.4	1 791.5	1 748.3	1 634.2	1 725.3	1 686.3	1 872.8	1 817.7	1 524.4	1 608.2	1 757.7
$d_c/\mu\text{m}$	21.3	20.6	18.3	19.6	22.4	17.8	18.7	21.4	19.2	20.1	16.2	17.3	24.5	22.1	18.5

2.4 解理源的离散分布对冲击功离散性的影响

由上可知,粗大贝氏体束由于 σ_f^* 较小而使得裂纹较易发生扩展,从而将作为解理源,而调质态 07MnNiMoDR 钢的贝氏体束尺寸分布存在不均匀性^[15],也即解理源分布存在一定的离散性.图 8 为解理源分布离散对 P_f 值离散影响示意图,其中横坐标为离缺口根部的距离,纵坐标为正应力,临界解理断裂应力 σ_f^* 如图中所示.在 X_0 对应的 T_0 时刻,缺口根部前的应力分布曲线如 L_0 所示,其对应的载荷大小为 P_0 ,若此时与 σ_f^* 值对应尺寸的贝氏体束(解理源)位于 X_0 处,可以看出 L_0 在 X_0 处对应的正应力大小超过 σ_f^* ,则此时满足应力要求,发生解理断裂,且其断裂载荷即为 P_0 .但是当相同尺寸的贝氏体束位于 X_1 时,则可以看出此时与 L_0 中对应的正应力小于 σ_f^* ,所

以不发生脆性解理断裂;而由于应力分布及载荷大小都随时间而变化,不同时间下的加载载荷对

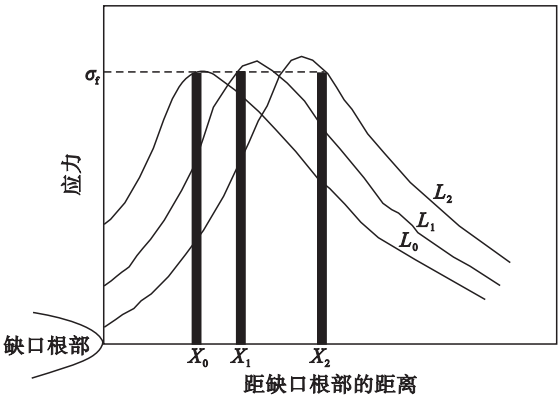


图 8 解理源位置对 P_f 离散性影响示意图

Fig. 8 Schematic diagram of the effect of cleavage initiation site location on the P_f scattering

应着不同的应力分布状态^[15],因此只有当应力分布曲线达到 X_1 对应的 T_1 时刻 P_{f1} 载荷下的 L_1 分布状态时,其所对应的应力值大于 σ_f^* ,脆性解理断裂才能发生,因此在相同尺寸的贝氏体束位于 X_1 时,其解理断裂载荷大小将变为 P_{f1} . 同理,当相同尺寸的贝氏体束位于 X_2 时,其解理断裂载荷大小变为 P_{f2} . 因此,可以看出同一尺寸的贝氏体束(解理源)的位置不同,会使得解理断裂载荷值 P_f 不同,而 P_f 值与裂纹稳定扩展能 E_3 的大小相关,从而最终对冲击功离散性产生影响.

3 结 论

- 1) 调质态 07MnNiMoDR 钢的 DBTT 区间为 $-80 \sim -20\text{ }^{\circ}\text{C}$,且在 $-60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下其冲击功的离散程度最大.
- 2) 调质态 07MnNiMoDR 钢在 DBTT 区间的冲击功主要由弹性应变能 (E_1),塑性应变能 (E_2),裂纹稳定扩展能 (E_3) 和裂纹失稳扩展能 (E_4) 四部分组成,而其值大小主要由 E_3 部分所决定.
- 3) 调质态 07MnNiMoDR 钢在 DBTT 区间的脆性断裂类型为解理断裂,解理源为尺寸大于 $16.2\text{ }\mu\text{m}$ 的粗大贝氏体束. 萌生微裂纹在经过稳定扩展至贝氏体束界被阻碍,若此时其尺寸达到 $16.2\text{ }\mu\text{m}$,且作用在微裂纹的外加正应力超过由此时微裂纹尺寸所决定的临界解理断裂应力时,微裂纹将穿过贝氏体束界扩展至相邻贝氏体束发生失稳扩展,从而导致脆性解理断裂发生.
- 4) 调质态 07MnNiMoDR 钢在 DBTT 区间受到冲击时,粗大贝氏体束(解理源)的分布存在离散性,导致其解理断裂载荷 P_f 不稳定,而 P_f 作为影响 E_3 值的重要参数,从而对冲击功的离散性产生影响.

参考文献:

[1] Kang J S, Seol J B, Park C G. Three-dimensional characterization of bainitic microstructures in low-carbon high-strength low-alloy steel studied by electron backscatter diffraction[J]. *Materials Characterization*, 2013, 79 (3) : 110 – 121.

[2] 孙明雪,王猛,衣海龙,等. 回火温度对低碳贝氏体高强度钢组织性能的影响[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2013, 34 (12) : 1725 – 1729.

(Sun Ming-xue, Wang Meng, Yi Hai-long, et al. Effects of tempering temperatures on microstructure and properties of

low carbon high strength bainitic steels [J]. *Journal of Northeastern University (Natural Science)*, 2013, 34 (12) : 1725 – 1729.)

[3] Samal M K, Chakravarty J K, Seidenfuss M, et al. Evaluation of fracture toughness and its scatter in the DBTT region of different types of pressure steels[J]. *Engineering Failure Analysis*, 2011, 18 (1) : 172 – 185.

[4] Zhang X Z, Knott J F. The statistical modelling of brittle fracture in homogeneous and heterogeneous steel microstructures[J]. *Acta Materialia*, 2000, 48 (9) : 2135 – 2146.

[5] Beremin F M, Pineau A, Mudry F. A local criterion for cleavage fracture of a nuclear pressure vessel steel [J]. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 1983, 14 (11) : 2277 – 2287.

[6] Bowen P, Druce S G, Knott J F. Micromechanical modeling of fracture toughness[J]. *Acta Metallurgica*, 1987, 35 (7) : 1735 – 1746.

[7] Chen J H, Cao R. Micromechanism of cleavage fracture of metals[M]. London: Elsevier, 2014.

[8] Lan H F, Du L X, Liu X H. Microstructure and mechanical properties of a low carbon bainitic steels[J]. *Steel Research International*, 2013, 84 (4) : 352 – 361.

[9] Cao R, Zhang X B, Wang Z, et al. Investigation of microstructural features determining the toughness of 980MPa bainitic weld metal [J]. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 2014, 45 (2) : 815 – 834.

[10] 段争涛,李艳梅,朱伏先,等. 不同工艺低碳 Nb – B 贝氏体钢组织性能[J]. 东北大学学报(自然科学版), 2012, 33 (6) : 823 – 826.

(Duan Zheng-tao, Li Yan-mei, Zhu Fu-xian, et al. Microstructures and mechanical properties of low carbon Nb-B bainitic steel with different processing [J]. *Journal of Northeastern University (Natural Science)*, 2012, 33 (6) : 823 – 826.)

[11] Chen J H, Wang G Z, Yan C, et al. Advances in the mechanism of cleavage fracture of low alloy steel at low temperature. Part I : critical event [J]. *International Journal of Fracture*, 1997, 83 (2) : 105 – 120.

[12] Ray A, Sivaprasad S, Chakrabarti D. A critical grain size concept to predict the impact transition temperature of Ti-microalloyed steels [J]. *International Journal of Fracture*, 2012, 173 (2) : 215 – 222.

[13] Wang G Z, Chen J H, Wang J G. On the characteristic distance and minimum fracture toughness for cleavage fracture in a C-Mn steel [J]. *International Journal of Fracture*, 2002, 118 (1) : 57 – 76.

[14] Rancel L, Gómez M, Medina S F, et al. Measurement of bainite packet size and its influence on cleavage fracture in a medium carbon bainitic steel [J]. *Materials Science Engineering: A*, 2011, 530 (1) : 21 – 27.

[15] Shi K, Hou H, Chen J B, et al. Effect of bainitic packet size distribution on impact toughness and its scattering in the ductile-brittle transition temperature region of Q&T Mn-Ni-Mo bainitic steels[J]. *Steel Research International*, 2016, 87 (2) : 165 – 172.