

冷却速度对5Ni钢组织和相变温度的影响

王 猛, 孙明雪, 李成刚, 刘振宇

(东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

摘 要: 应用 Formastor - F II 相变膨胀仪测定并研究了 5Ni 钢的静态 CCT 曲线, 测定了相变临界点 A_{c1} 与 A_{c3} , 为制定热处理工艺提供依据. 通过万能硬度计及 OM, SEM 和 EPMA 分析了冷却速度对 5Ni 钢硬度、显微组织及微观成分偏析的影响. 结果表明: 随着冷却速度的增大, 试样显微组织由多边形铁素体和珠光体变成贝氏体和马氏体. 从 CCT 曲线上可以看出, 淬火热处理时为了避免铁素体和贝氏体相变, 临界冷却速度要大于 $20\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; 在不同冷速下, Ni 元素都存在偏析, 这有助于回火时产生逆转奥氏体, 进而改善 5Ni 钢的韧性.

关键词: 5Ni 钢; 冷却速度; 显微组织; CCT 曲线; 成分偏析

中图分类号: TG 142

文献标志码: A

文章编号: 1005-3026(2014)02-0223-05

Effects of Cooling Rate on Microstructure and Phase-Transformation Temperature of 5Ni Steel

WANG Meng, SUN Ming-xue, LI Cheng-gang, LIU Zhen-yu

(State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China.

Corresponding author: WANG Meng, E-mail: wmang87@126.com)

Abstract: Using the Formastor-F II phase transformation thermal expansion instrument, the static CCT diagram and critical points A_{c1} and A_{c3} of 5Ni steels were investigated in order to provide the basis for the process plan of the heat treatment. Microstructures, Vickers microhardness and composition segregation were investigated by means of durometer, optical microscopy (OM), scanning electron microscope (SEM) and electron probe micro-analyzer (EPMA). It was found that with the increase of the cooling rate, microstructures of the specimens transformed from polygonal ferrite and pearlite to bainite and martensite. The CCT diagram revealed that the critical cooling rate need exceed $20\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ to avoid ferrite and bainite transformation in quenching treatment. The composition segregations of Ni were found under different cooling rates that were beneficial to the formation of retained austenite during the tempering, which improved the toughness of 5Ni steels.

Key words: 5Ni steel; cooling rate; microstructure; CCT diagram; composition segregation

Ni 系低温钢是国际上通用的低温用钢, 广泛用于 $-40\sim-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的低温设备及容器中, 具有优良的低温韧性; 其中, 5Ni 钢在 $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的低温下仍然具有良好的韧性, 因此广泛应用于液化乙烯和液化石油气的储存和运输行业中^[1].

国内外相关研究和生产实践表明, 要使 5Ni 钢获得足够的 $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ 低温韧性, 涉及到轧制、热处理等一系列热成形工艺控制和强韧化冶金技术. 在热处理环节, 要求在准确确定淬火和回火工

艺参数与组织和性能关系的基础上, 采取合理的热处理工艺, 以获得在细化的回火马氏体基体上分布一定数量、深冷稳定性高的逆转奥氏体为特征的两相组织, 这是最终使钢的韧脆转变温度低于 $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$, 且有足够低温韧性储备的关键环节. 相变温度是奥氏体化参数选择的重要参考^[2]. 同时, 研究不同冷速下的 5Ni 钢组织, 对于控制最终组织结构、确定热处理工艺参数也具有重要的指导意义.

然而目前国内尚没有关于 5Ni 钢相变温度和微观组织演变的研究报道. 本文利用相变仪采用热膨胀法分析了 5Ni 钢加热和连续冷却过程中的相变规律, 得到 5Ni 钢的静态连续冷却转变曲线 (CCT 曲线), 并且利用 EPMA 技术对 5Ni 钢主要元素的微观偏析进行了分析.

1 实验材料和实验方法

实验用钢为国内某钢厂的热轧板, 主要元素的质量分数 (%) 为: C 0.049, Mn 0.67, Si 0.14, Ni 5.04. 从热轧板上截取一段, 加工成图 1 所示的试样.

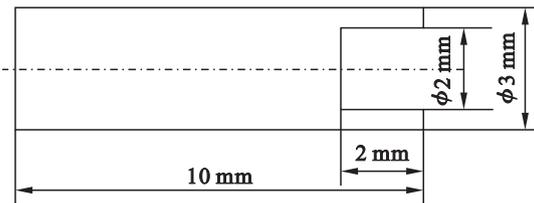


图 1 标准试样
Fig. 1 Standard specimen

在 Formastor - F II FTF - 340 相变仪上进行不同冷速条件下的连续冷却实验, 测定 5Ni 钢的静态 CCT 曲线, 工艺示意图如图 2 所示: 将试样以 10 °C/s 加热到 900 °C, 保温 180 s 使组织均匀化, 再以 0.2, 1, 2, 5, 10, 20, 30 和 50 °C/s 的速率冷却至室温, 得到不同冷速下的膨胀量 - 温度曲线; 采用切线法确定各冷速条件下相变的开始点和结束点. 试样经切割、研磨和抛光后, 采用 4% Nital 溶液腐蚀, 采用 OM, SEM 等方法进行组织观察分析. 采用 JEOL XM - 8530F 场发射电子探针 (EPMA) 进行成分偏聚分析, 加速电压 20 kV. 采用维氏显微硬度计对各冷却试样的硬度进行测定, 载荷为 10 kg.

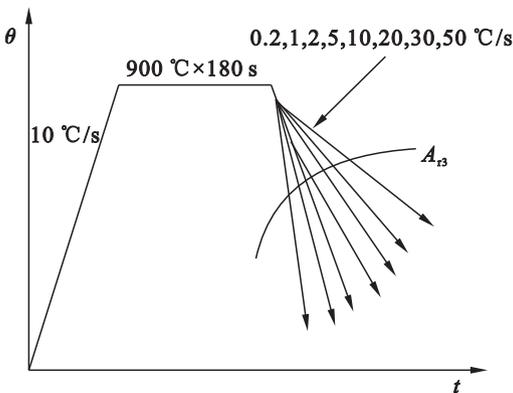


图 2 静态 CCT 连续冷却工艺示意图
Fig. 2 Schedule graph of static CCT

2 结果与讨论

2.1 5Ni 钢临界点的测定

5Ni 钢需要良好的低温韧性, 在工业生产中一般进行调质热处理, 因此确定 $\alpha \rightarrow \gamma$ 的相变温度 A_{c1} 与 A_{c3} 非常重要. 图 3 为试样缓慢加热过程中膨胀量变化曲线, 其中加热速度为 200 °C/h. 加热的过程中会发生 $\alpha \rightarrow \gamma$ 的相变, 由于 α 相与 γ 相的比容是不同的, 相变引起的体积变化就会与热胀冷缩引起的体积变化叠加, 从而破坏正常的温度 - 膨胀量曲线的线性关系而出现拐点. 根据切线法可以得到 $\alpha \rightarrow \gamma$ 的开始转变和转变结束温度分别为 640 和 753 °C.

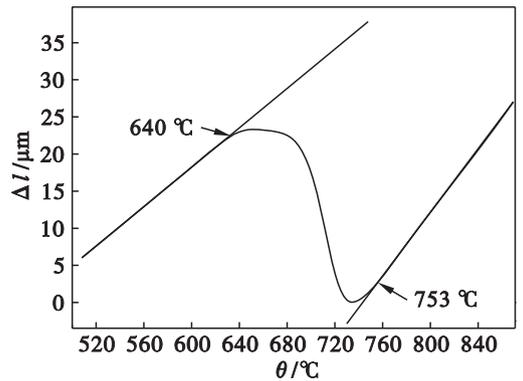


图 3 试样缓慢加热的膨胀曲线
Fig. 3 Expansion curve of the continuous heating specimen

2.2 微观组织分析与静态 CCT 曲线

5Ni 钢在不同冷速下的组织主要为多边形铁素体 (PF)、珠光体 (P)、针状铁素体 (AF)、粒状贝氏体 (GB)、下贝氏体 (LB)、板条马氏体 (LM). 多边形铁素体 (PF) 是在相对较慢的冷却速率下转变而来的先共析铁素体, 外形规则呈多边形形貌特征, 故称为多边形 (等轴) 铁素体. 在低碳钢中, 经常有一种不含或者含有很少碳化物的贝氏体存在, 这种贝氏体组织通常称为针状铁素体. 粒状贝氏体的特征为等轴的贝氏体基体上分布着许多 M/A 岛. 下贝氏体是在贝氏体转变区下部的温度范围内形成的, 在低碳钢中, 通常呈板条状, 若干个平行排列的板条便构成一束, 与板条马氏体很相似. 板条马氏体为低碳钢中形成的典型的马氏体组织, 其特征为每个单元的形状呈窄而细长的板条, 并且板条总是成群地、相互平行地连在一起^[3-4]. 由于 LB 和 LM 很难用除 TEM 以外的方法来区分辨认, 因此, 采用 LB/LM 来代替 LB 和 LM 的混合组织.

5Ni 钢在不同冷速下的金相组织如图 4 所示,从图中可以看到,冷速为 $0.2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 时,高温产物多边形铁素体首先在奥氏体晶界及形变带等缺陷处形核和长大,形成先共析铁素体;当剩余奥氏体达到共析成分时,发生珠光体相变,最终组织为先共析多边形铁素体和珠光体的混合组织;随着

冷速增加,铁素体尺寸变小,并且产生了中温相变产物——贝氏体;当冷速增加到 $5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 时,由于冷却速度较快,大部分奥氏体来不及转变为铁素体,在较低温度时转变为粒状贝氏体和板条组织(LB/LM)。随着冷速的进一步增加,贝氏体组织减少,板条组织增加,并且板条宽度减小。

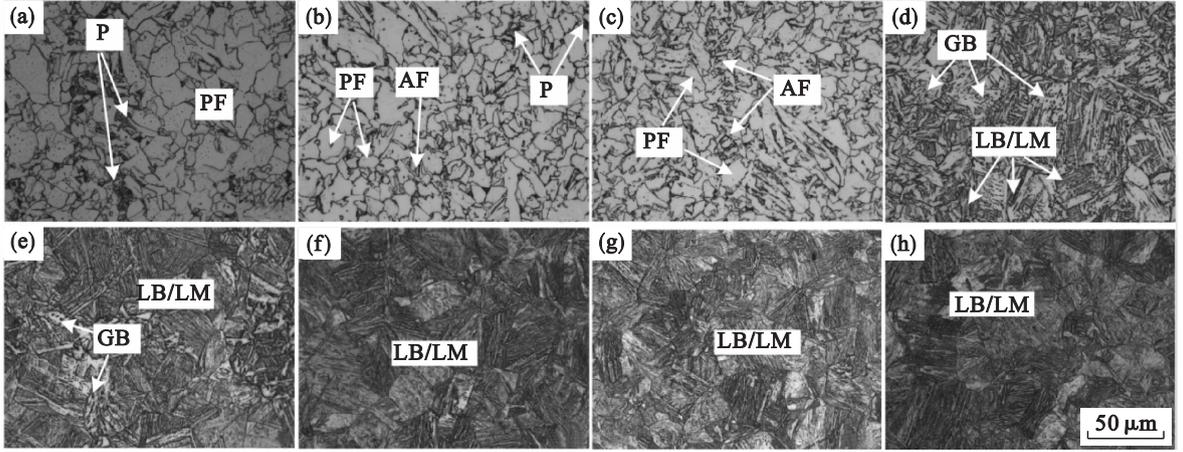


图 4 不同冷速下试样的显微组织

Fig. 4 Microstructures of specimens with different cooling rates

(a)— $0.2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (b)— $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (c)— $2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (d)— $5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (e)— $10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (f)— $20\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (g)— $30\text{ }^{\circ}\text{C/s}$; (h)— $50\text{ }^{\circ}\text{C/s}$.

图 5 为铁素体晶粒尺寸和相变量随冷却速率的变化规律.从图中可以看出,随着冷却速率的增加,铁素体析出量逐渐减少,而且晶粒尺寸也逐渐减小.这是由于铁素体相变是扩散型相变,随着过冷度的增大,晶界处的临界形核自由能与均匀形核时的临界形核自由能逐渐减小,铁素体相变温度降低,提高了形核率;而在较低温度下的相变促进了奥氏体晶内形核,从而细化了铁素体晶粒.

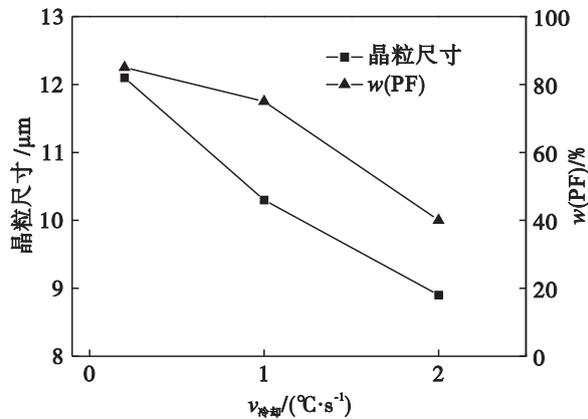


图 5 晶粒尺寸和铁素体相变量随冷速的变化规律

Fig. 5 Grain size and ferrite content dependent on cooling rates

图 6 为试样的维氏硬度随冷却速度变化的曲线.可以看到,试样的硬度随冷速的增加而增加:当冷速较低时,试样组织主要为铁素体,硬度较低,在 200 N/mm^2 以下;当冷速超过 $2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 之后,

硬度迅速上升,这是由于试样中铁素体含量下降,贝氏体、马氏体等硬相含量增加造成的;当冷速大于 $5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 后,组织为贝氏体和马氏体的混合组织,随着冷速增加,贝氏体含量减少,马氏体含量增加,从而硬度也增加;但是当冷速大于 $20\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 后,随着冷速的增加,硬度变化不大,此时组织基本为马氏体。

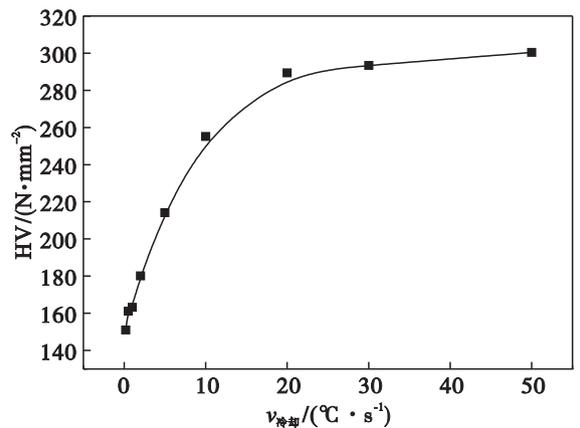


图 6 试样的维氏硬度随冷却速度的变化规律

Fig. 6 Vickers hardness of specimen dependent on cooling rates

根据金相组织和膨胀量-温度曲线绘制的5Ni钢的静态 CCT 曲线如图 7 所示:当冷速低于 $2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 时,奥氏体首先转变为铁素体,冷速越小,元素扩散的时间越充分,铁素体转变温度区间越宽.当冷速为 $5\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 时,奥氏体首先转变为

贝氏体,随着温度的降低,再转变为马氏体,呈现贝氏体+马氏体的混合组织。

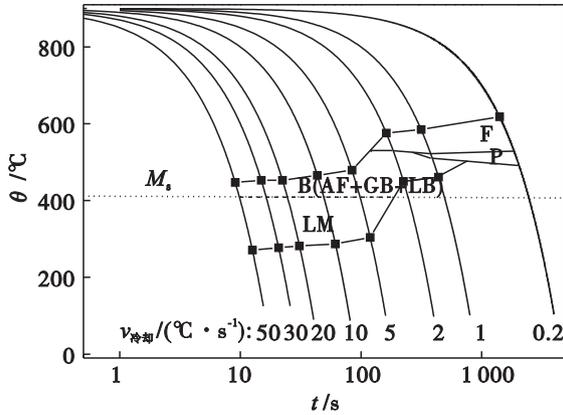


图 7 5Ni 钢静态 CCT 曲线

Fig. 7 The static CCT diagram of 5Ni steel

2.3 合金元素的微观偏析

5Ni 钢低温韧性机理的研究大都集中在逆转奥氏体对低温韧性的影响上. 逆转奥氏体不同于一般奥氏体,它是在低于 A_{c1} 温度时,由过饱和固溶体转变而来,含有较高的 Ni 元素及其他奥氏体稳定元素,冷却到极低的温度还保持稳定. 目前对其增韧机理的解释主要有 3 种,一种解释是逆转奥氏体是马氏体硬相附近塑性相对更好的软相,能强化微区塑性并使正在扩展的裂纹尖端钝化,阻止裂纹继续扩展,从而提高钢的韧性. 另一种解释是在断裂过程中发生形变诱导马氏体相变,即局部相变诱发塑性^[5-7]. 此外,还有一种解释是逆转奥氏体可以净化基体中 C 等有害于韧性的元素^[8]. Norstrom^[9]认为,逆转奥氏体的形成使 9Ni

钢中渗碳体析出减少,这会导致 DBTT 温度降低. 逆转奥氏体可以吸收 C 等间隙原子,并且增加了对裂纹扩展具有更强抵抗力的 fcc 相的比例. Kim 等^[10]认为,低温韧性随逆转奥氏体量的增加而线性增加是由于逆转奥氏体对基体的净化作用;但当逆转奥氏体量大于 14% 后会形成网状分布,在裂纹前端,这种网状分布的逆转奥氏体相变后会成为裂纹扩展的低能通道,反而不利于低温韧性.

由于相变过程同时伴随着成分的配分,而合金元素的配分将直接影响到各相比例、分布及钢板的力学性能,还会对组织中逆转奥氏体的生成和稳定性及基体材料的塑性产生影响;因此采用 EPMA 对组织的微观偏析进行了研究.

图 8 为不同冷却速度下试样显微组织和电子探针面扫描图像. 如图 8a 所示,冷速为 $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 时,组织为铁素体、珠光体和贝氏体的混合组织,相变过程中会发生 C 的扩散,因此 C 元素在一些部位有明显的富集;Ni 元素在位置 a 处含量稍高,对比 SEM 形貌图可以看出对应位置处的晶粒较为细小,这是因为 Ni 的富集降低了奥氏体向铁素体的转变温度;图 8b 显示,当冷速为 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 时,显微组织为下贝氏体与板条马氏体, Ni 元素存在明显的偏析,在 a 处富集;而 C 元素总体分布比较均匀. 由 CCT 曲线可知此时相变温度非常低, C 原子与合金元素原子的扩散非常困难,此时主要发生无需扩散的马氏体相变,因此 C 元素分布均匀;而 Ni 元素分布不均是由原始成分波动引起的. 无论低冷速还是高冷速, Mn 元素均分布均匀.

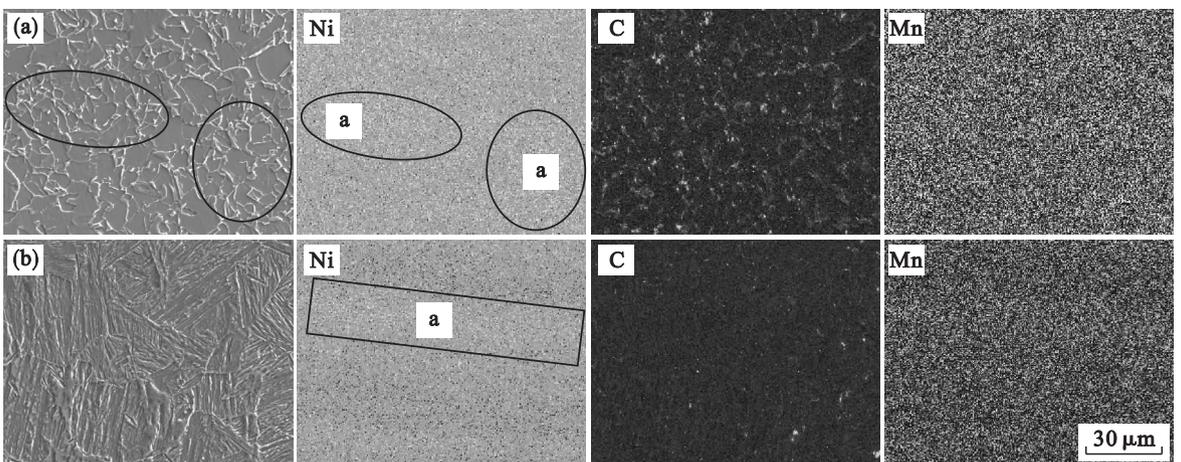


图 8 试样显微组织和面扫描图像

Fig. 8 Microstructure and EPMA mapping images of the specimen

(a) $-1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$; (b) $-20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

由于 Ni 与 Mn 等合金元素能够降低 α 相向 γ 相转变的相变温度,因此当淬火后的 5Ni 钢回

火时,在某些 Ni 元素富集的区域会发生马氏体向奥氏体的转变,而且由于附近富集合金元素,因此

只需要较小范围的扩散便可以偏聚于逆转奥氏体内,有利于逆转奥氏体的长大和稳定,从而更加有利于低温韧性的提高.

3 结 论

1) 5Ni 钢 $\alpha \rightarrow \gamma$ 的相变温度 A_{c1} 与 A_{c3} 分别为 640 和 753 $^{\circ}\text{C}$.

2) 冷速 ≤ 2 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 时,室温组织中存在一定量的铁素体组织,且随冷速增加其尺寸和比例减小;随着冷速的增加,微观组织逐渐演变为贝氏体及板条马氏体.冷速大于 20 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 时,组织基本为马氏体.

3) C 元素在 1 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 冷速下发生了明显的迁移,在 20 $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ 时分布均匀;Ni 元素在高冷速时,成分偏析更明显,应该为原始成分的波动所引起,Ni 元素的微观偏析会有利于逆转奥氏体的形成和稳定.

参考文献:

- [1] 刘东风,杨秀利,侯利锋,等.液化天然气储罐用超低温9Ni钢的研究及应用[J].钢铁研究学报,2009,21(9):1-5.
(Liu Dong-feng, Yang Xiu-li, Hou Li-feng, *et al.* Research and application of ultralow temperature 9Ni steel for LNG storage tank[J]. *Journal of Iron and Steel Research*, 2009, 21(9):1-5.)
- [2] British Standard, EN 10028-4: 2003 Flat products made of steels for pressure purposes, part 4: nickel alloy steels with specified low temperature properties[S]. London: BSI, 2003.
- [3] Hwang B, Lee C G, Lee T H. Correlation of microstructure

and mechanical properties of thermomechanically processed low-carbon steels containing boron and copper [J]. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 2010, 41 (1): 85 - 96.

- [4] 胡立光,谢希文.钢的热处理[M].西安:西北工业大学出版社,1993:86-87.
(Hu Li-guang, Xie Xi-wen. Heat treatment of steel [M]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University Press, 1993: 86 - 87.)
- [5] Frear D, Morris J W. A study of the effect of precipitated austenite on the fracture of a ferritic cryogenic steel [J]. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 1986, 17 (2): 243 - 252.
- [6] 刘彦明,石凯,周勇,等.9Ni钢的热处理及低温韧度[J].材料热处理,2007,36(16):77-83.
(Liu Yan-ming, Shi Kai, Zhou Yong, *et al.* Heat treatment and low temperature toughness of 9Ni steel [J]. *Material & Heat Treatment*, 2007, 36(16): 77 - 83.)
- [7] Kim Y H, Kim H J, Morris J W Jr. The influence of precipitated austenite on hydrogen embrittlement in 5.5Ni steel [J]. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 1986, 17(7): 1157 - 1164.
- [8] Strife J R, Passoja D E. The effect of heat treatment on microstructure and cryogenic fracture properties in 5Ni and 9Ni steel [J]. *Metallurgical and Materials Transactions: A*, 1980, 11(8): 1341 - 1350.
- [9] Norstrom L A. Influence of austenitizing and tempering treatments on microstructure, yield strength and impact toughness of a martensitic 9 percent Ni steel [J]. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 1976, 5(1): 41 - 48.
- [10] Kim K J, Schwartz L H. On the effects of intercritical tempering on the impact energy of Fe-9Ni-0.1C [J]. *Materials Science and Engineering*, 1978, 33(1): 5 - 20.