

· 组织和性能 ·

循环相变对 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti 马氏体时效不锈钢 晶粒细化和力学性能的影响

姜 越 周蓓蓓 艾莹莹 卢 伟
(哈尔滨理工大学应用科学学院, 哈尔滨 150080)

摘 要 研究了 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti 马氏体时效不锈钢 (/% : 0.009C, 13.28Cr, 7.37Ni, 5.36Co, 3.59Mo, 0.66Ti) 经 4 次 860 °C 15 min 水冷循环处理的细化晶粒工艺对力学性能的影响。以 1 100 °C 1 h 固溶处理的组织为原始组织, 经 3~4 次循环相变处理后, 马氏体时效不锈钢的晶粒尺寸由 180 μm 细化至 10 μm 的细小等轴晶粒。与传统 1 100 °C 1 h 固溶 + 450 °C 9 h 时效工艺相比, 经 1 100 °C 1 h 固溶 + 860 °C 15 min 水冷 α' ↔ γ 循环相变 + 450 °C 9 h 时效的钢的屈服强度 σ_{0.2} 由 1 420 MPa 提高至 1 560 MPa, 伸长率 δ 由 12.6% 提高至 14.9%。

关键词 马氏体时效不锈钢 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti 循环相变 晶粒细化 力学性能

Effect of Recycling Phase Transformation on Grain Refinement and Mechanical Properties of Maraging Stainless Steel 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti

Jiang Yue, Zhou Beibei, Ai Yingying and Lu Wei
(College of Applied Science, Harbin University of Science and Technology, Harbin 150080)

Abstract The effect of grain refining process with 4 times 860 °C 15 min water cooling recycling treatment on mechanical properties of maraging stainless steel 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti (/% : 0.009C, 13.28Cr, 7.37Ni, 5.36Co, 3.59Mo, 0.66Ti) has been studied. Based on the original structure of steel with 1 100 °C 1 h solid solution treatment, after 3~4 times recycling phase transformation treatment, the grain size of maraging steel refines to 10 μm equiaxed fine grains from original 180 μm. Compared with traditional 1 100 °C 1 h solid solution + 450 °C 9 h aging process, with 1 100 °C 1 h solid solution + 860 °C 15 min water cooling α' ↔ γ recycling phase transformation + 450 °C 9 h aging, the yield σ_{0.2} of steel increases to 1 560 MPa from 1 420 MPa and the elongation δ increases to 14.9% from 12.6%.

Material Index Maraging Stainless Steel, 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti, Recycling Phase Transformation, Grain Refining, Mechanical Properties

细化晶粒对同时提高马氏体时效钢的强度、韧性、塑性具有独特作用^[1-3], 常用方法主要有如下几种: 固溶处理过程中进行形变热处理^[4]; 冷加工后进行固溶处理; 反复循环相变热处理等。而循环相变热处理细化晶粒利用了原奥氏体晶粒的再结晶特点, 在无需塑性变形的条件下, 有效地使奥氏体晶粒充分细化。在相同的时效规程下, 大幅度提高马氏体时效不锈钢的强度和塑性, 特别适用于零件加工之前不能进行冷热变形的情况。这种细化晶粒方法在马氏体时效钢已获得应用^[4-7], 但在马氏体时效不锈钢中的应用研究报道还较少。

1 实验材料和方法

实验钢 (/% : 0.009C, 13.28Cr, 7.37Ni, 5.36Co, 3.59Mo, 0.66Ti) 采用工业纯 Fe, 电解纯度的 Cr、Co、Mo、Ti 等, 经过真空感应熔炼和真空电弧重熔精炼而成, 钢锭重 15 kg。钢锭在 1 250 °C 温度下均匀化处理 3 h 后, 再加热至 1 200 °C 1 h 后锻造开坯, 热

锻成 55 mm × 55 mm 的方坯, 然后热轧成直径 12 mm 坯料, 并进行热处理。

固溶及循环相变细化晶粒处理使用 10 kW 高温箱式炉, 在 1 100 °C 固溶处理 1h; 循环相变处理为 860 °C 保温 15 min, 共进行 4 次 (图 1), 将高温箱式炉从室温加热到所需温度后, 放入试样, 按规定时间保温; 固溶处理和循环相变处理后水冷。时效处理

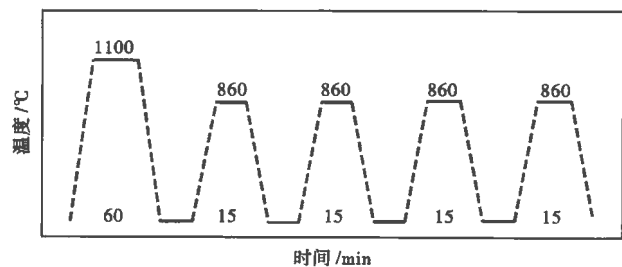


图 1 循环相变晶粒细化工艺示意图

Fig. 1 Schematics of recycling phase transformation grain refining process

用 4 kW 中温箱式炉,450 °C 9 h,空冷。

利用 FORMASTOR-D 热膨胀仪测定马氏体/奥氏体转变温度。拉伸试样 $d_0 = 5 \text{ mm}$, $l_0 = 5 d_0$ 。

透射电镜 (TEM) 试样在 233 K 电解双喷减薄, 电解液为 15% 高氯酸酒精溶液。金相试样用 15% CrO_3 水溶液电解腐蚀。

2 实验结果与分析

2.1 高温固溶处理后的显微组织

固溶温度升高,会引起马氏体时效不锈钢的晶粒粗化,但固溶温度太低,合金元素不能充分溶解到奥氏体中,影响后续时效处理工艺中金属间化合物

的析出^[8]。因此,本文选择 1 100 °C 固溶处理 1 h 作为高温固溶处理工艺。由图 2(a) 可见,固溶处理后晶粒较均匀且完全等轴化,平均尺寸在 180 μm 左右。由图 2(b) 可见,马氏体时效不锈钢固溶处理后的微观组织为高位错密度的板条状马氏体;由图 2(c) 的衍射花样可以看出,除马氏体衍射斑点外无其它衍射斑点存在,马氏体衍射斑点均是明锐的圆点状,没有发现衍射斑点分裂现象或条纹出现。表明固溶后,马氏体时效不锈钢冷却到室温时由纯净的板条马氏体组成。

2.2 循环相变细化晶粒

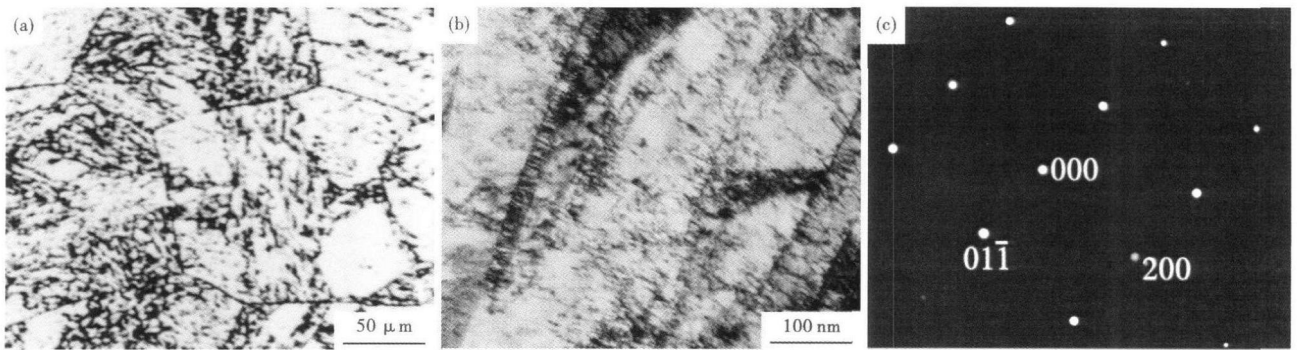


图 2 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti 马氏体时效不锈钢 1 100 °C 1 h 固溶处理后的组织形貌:(a) 光学;(b) TEM;(c) 衍射花样
Fig. 2 Morphology of structure of maraging stainless steel 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti with 1 100 °C 1 h solid solution treatment; (a) optical; (b) TEM; (c) diffraction pattern

图 3 为测定马氏体 (α')-奥氏体 (γ) 相变时的热膨胀曲线,把马氏体时效不锈钢在 1 100 °C 固溶处理 1 h 后,以 5 °C/min 的加热速度加热到 900 °C,然后空冷。由加热膨胀曲线可见,从室温升温到约 620 °C 时热膨胀曲线开始发生的剧烈收缩,此为马氏体发生逆转变,即 620 °C 为该实验用马氏体时效

不锈钢的奥氏体转变开始温度 (A_s);在大约 755 °C 时,奥氏体转变结束,此为奥氏体转变结束温度 (A_f)。马氏体时效钢循环相变温度一般在逆转变奥氏体结束温度 A_f 以上 50 ~ 150 °C^[4-7],据此可以确定等温循环相变细化晶粒工艺。即马氏体时效不锈钢经过 1 100 °C 高温固溶处理 1 h 后,重新加热到 860 °C 保温 15 min。图 4 给出了 4 次 $\alpha' \leftrightarrow \gamma$ 循环相变细化晶粒处理的金相组织。1 次循环相变后组织为明显的混晶 (图 4a),晶粒大小不均匀;2 次循环相变后 (图 4b),晶粒尺寸减小但仍为混晶;当循环 3 次时晶粒最为细小,其晶粒直径在 10 μm 左右 (图 4c);当循环次数增加时,再结晶晶粒没有进一步得到细化,反而有长大趋势,这可能与再结晶的晶粒长大有关。经过再结晶处理后的马氏体时效不锈钢组织内部的储存能比固溶处理后有所增加,而且随着循环相变再结晶次数的增加,马氏体时效不锈钢组织内部储存能也呈现增加趋势。经过相变再结晶处理后的试样,再次再结晶处理时,能够实现完全再结晶所需的能量会减少,故再结晶晶粒有增大趋势。因此,等温循环相变细化晶粒循环次数以 3 次为宜。

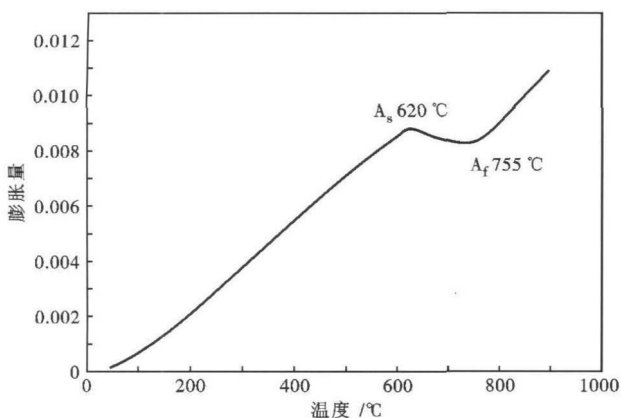


图 3 马氏体时效不锈钢 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti 热膨胀曲线
Fig. 3 Dilatometric curve of maraging stainless steel 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti

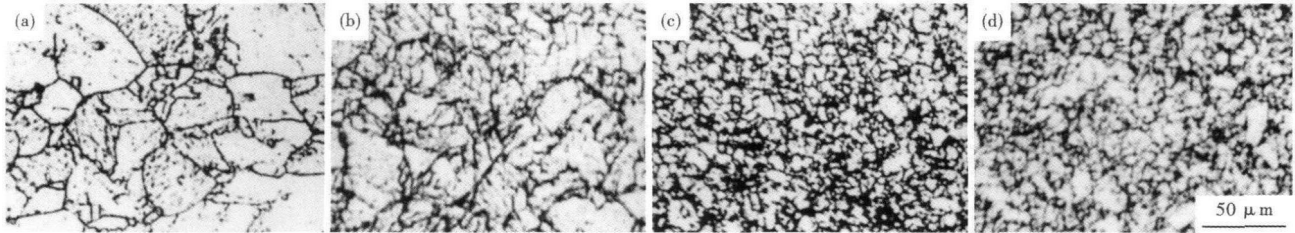


图4 马氏体时效不锈钢00Cr13Ni7Co5Mo4Ti 860 °C 15 min 循环相变处理后的组织形貌:循环次数- (a)1;(b)2;(c)3;(d)4

Fig.4 Morphology of structure of maraging stainless steel 00Cr13Ni7Co5Mo4Ti with 860 °C 15 min recycling phase transformation; recycling times- (a) 1; (b) 2; (c) 3; (d) 4

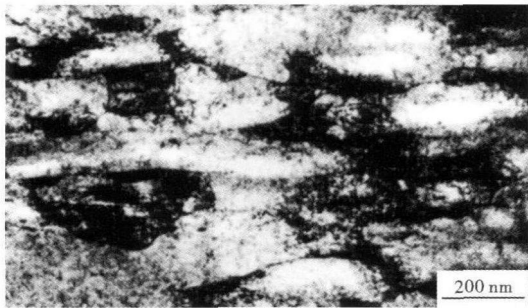


图5 860 °C 15 min 3次循环相变处理后马氏体时效不锈钢00Cr13Ni7Co5Mo4Ti 组织形貌,TEM

Fig.5 Morphology of structure of maraging stainless steel 00Cr13Ni7Co5Ni4Ti with three times of recycling phase transformation treatment at 860 °C for 15 min, TEM

图5给出1 100 °C 1 h后,再经860 °C、15 min处理3次后的TEM像,可以看出,与图2(b)相比,马氏体板条明显碎化。马氏体切变相变的特征将在晶体内产生大量微观缺陷,其中包括位错、孪晶、层错等。这些缺陷在马氏体逆转变过程中会被继承^[9]。因此在非热弹性马氏体可逆转变过程中,当经过一正一反相变后,由马氏体逆转变来的奥氏体与原始状的奥氏体相比较,已有很大变化,其中缺陷密度显著增多,材料的内能提高,再结晶成核位置增多^[5,6]。随着热处理步骤的进行,马氏体时效钢的晶粒不断细化,最终得到均匀细小的组织,晶粒平均尺寸为10 μm左右,达到了晶粒细化的目的。

2.3 细化晶粒后马氏体时效不锈钢的力学性能

从表1可见,无论固溶态还是固溶+时效状态,晶粒细化都使得马氏体时效不锈钢的强度提高,塑性增加。晶粒细化使得马氏体时效不锈钢的屈服强

度($\sigma_{0.2}$)由1 420 MPa提高到1 560 MPa、伸长率(δ)由12.6%提高到14.9%。从表1中还可看出,时效强化对该钢强度增量约为600 MPa,与固溶态相比,时效处理后晶粒度对马氏体时效不锈钢强度的影响增大,时效处理后马氏体时效不锈钢的塑性比固溶态略有下降。

3 结论

(1)马氏体时效不锈钢经过1 100 °C 1 h高温固溶处理后采用860 °C、15 min 3~4次的高温式循环相变细化晶粒工艺,可从原始180 μm左右的奥氏体晶粒细化到10 μm左右。

(2)与传统高温固溶1 100 °C 1 h工艺相比,经 $\alpha' \leftrightarrow \gamma$ 循环相变处理后再经450 °C 9 h时效处理,钢的屈服强度($\sigma_{0.2}$)由1 420 MPa提高到1 560 MPa,伸长率(δ)由12.6%提高到14.9%。

黑龙江省教育厅科研项目(11531044)

参考文献

- 1 梁冬梅,朱远志,刘光辉. 马氏体时效钢的研究进展. 金属热处理, 2010,35(12):34
- 2 罗 鸿,尹钟大,朱景川,等. 晶粒尺寸对18Ni马氏体时效钢力学性能的影响. 材料科学与工艺,2000,8(1):59
- 3 李成魁,殷俊林,严 彪,等. 马氏体时效钢的热处理工艺及应用. 热处理,2010,25(5):15
- 4 闰春波,周维龙. 18Ni(2450 MPa级)马氏体时效钢细化晶粒工艺. 大型铸锻件,2004(2):1
- 5 赵荣达,朱景川,姜成文,等. 晶粒细化对Fe-Ni-Mo-Cr系马氏体时效钢组织和性能的影响. 金属热处理,2009,34(7):27
- 6 朱景川,尹钟大,罗 鸿,等. 18Ni(200)马氏体时效钢的循环相变晶粒新工艺. 钢铁,2001,36(6):52
- 7 陈建刚,卢凤双,张敬霖,等. 循环热处理对3J33(C)马氏体时效钢组织、性能的影响. 金属功能材料,2010,17(2):16
- 8 姜 越. 马氏体时效不锈钢热处理工艺优化. 材料科学与工艺,2010,18(4):571
- 9 许 锋,薛克敏,李 萍,等. 循环相变超细化20CrMnTi钢晶粒. 金属功能材料,2011,18(3):63

姜 越(1963-),男,博士,教授,1987年东北工学院毕业,特种合金的开发和应用。

表1 马氏体时效不锈钢的力学性能

Table 1 Mechanical properties of maraging stainless steel

工艺	$\sigma_{0.2}/\text{MPa}$	$\delta/\%$
1 100 °C 固溶	860	15.8
1 100 °C 固溶 + 循环相变	930	17.6
1 100 °C 固溶 + 450 °C 9 h 时效	1 420	12.6
1 100 °C 固溶 + 循环相变 + 450 °C 9 h 时效	1 560	14.9

收稿日期:2011-11-11