



热处理温度对 0Cr21Al6 热轧板材组织结构及性能的影响

高培军¹, 杨密¹, 张涵², 王文先²

(1 山西太钢不锈钢股份有限公司, 太原 030003; 2 太原理工大学材料科学与工程学院, 太原 030024)

摘要:为提高热轧态 0Cr21Al6 合金板材的组织均匀性和塑性,以改善其高温性能及冷加工特性,分析研究了不同温度的热处理试验及组织性能。采用光学显微镜、X 射线衍射仪、Gleeble 高温热拉伸实验、扫描电镜和纳米压痕仪等研究了热处理前后 0Cr21Al6 合金板材的显微组织和力学性能。结果表明,通过热处理的方式改善 0Cr21Al6 合金板材的组织均匀性,在 960 °C 保温 6 min 40 s 后快速冷却,晶粒平均尺寸为 42 μm,整体的晶粒尺寸相对于 940、980、1 000、1 020 °C 热处理后较为均匀、细小,硬度和塑性达到最佳匹配,断裂韧性 K_{IC} 在 960 °C 处理下达到最佳,拥有最佳的综合性能,可有效避免生产过程中材料的脆性断裂问题。另外 Gleeble 实验显示 1 000 °C 以上的热处理温度不再适合于热加工。

关键词: FeCrAl 合金; 0Cr21Al6 钢; 热轧板; 热处理; 微观组织; 力学性能

DOI:10. 20057/j. 1003-8620. 2023-00175 **中图分类号:** TG156

Effect of Heat Treatment Temperature on Microstructure and Properties of 0Cr21Al6 Hot Rolled Sheet

Gao Peijun¹, Yang Mi¹, Zhang Han², Wang Wenxian²

(1 Shanxi Taiyuan Stainless Co., Ltd., Taiyuan 030003, China;

2 Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: In order to investigate the microstructure uniformity and plasticity of hot-rolled 0Cr21Al6 alloy sheet and improve its high temperature and cold working characteristics, heat treatment tests and microstructure properties analysis were carried out at different temperatures. The microstructure and mechanical properties of 0Cr21Al6 alloy sheet before and after heat treatment were studied by optical microscopy, X-ray diffraction (XRD), Gleeble high temperature thermal tensile test, scanning electron microscopy (SEM) and nanoindentation. The results show that the microstructure uniformity of 0Cr21Al6 alloy sheet can be improved by heat treatment, and the average grain size is about 42 μm after holding at 960 °C for 6 min 40 s, and the overall grain size is relatively uniform and fine compared with at 940, 980, 1 000, 1 020 °C heat treatment, the hardness and plasticity are the best combination, and the fracture toughness K_{IC} is the best after 960 °C heat treatment. With the best comprehensive performance, it can effectively avoid the brittle fracture of materials in the production process. In addition, Gleeble test shows that the heat treatment temperature over 1 000 °C is no longer suitable for hot processing.

Key Words: FeCrAl Alloy; 0Cr21Al6 Steel; Hot Rolled Sheet; Heat Treatment; Microstructure; Mechanical Properties

高性能、高可靠性的合金材料^[1-4]逐渐成为工业制造和现代科技领域的研究热点之一。FeCrAl 合金是由 Fe、Cr 和 Al 等组成的一种高温合金材料,由于其高温下具有优异的耐腐蚀和氧化稳定性,在多个领域得到广泛应用。

Liu 等^[5-8]通过对 FeCrAl 合金的成分进行优化,发现添加少量的其他合金元素可以显著改善 FeCrAl 合金的高温稳定性和耐腐蚀性。薛润东等^[9]发现通过改变冷加工工艺,可以改变孪晶数量、孪晶

宽度和孪晶间距,进而改变其力学性能。米振莉等^[10]通过研究 00Cr20Al6 不锈钢箔材的退火工艺,发现当退火温度为 700 °C,保温时间为 20 min 时,能获得较好的综合力学性能。He Y 等^[11]探究了 FeCrAl 合金的热处理工艺对其微观结构和性能的影响,结果表明,适当的热处理可以改善材料的机械性能和高温稳定性。热轧材料在连续生产线的退火处理是常规铁素体类不锈钢关键工序,目前仍然缺少该方面的基础性研究。

基金项目: 国家自然科学基金(52275360)

作者简介: 高培军(1982—),男,本科,工程师;

E-mail:13754844277@qq.com;

收稿日期: 2023-08-17

本研究通过调控热处理温度的方式来获得 0Cr21Al6 热轧板材的最佳综合性能,以改善 0Cr21Al6 热轧板材的脆性断裂问题,为其工业化生产及应用推广提供理论指导。

1 实验材料及方法

采用厚度为 3.0 mm 的 0Cr21Al6 热轧黑皮板材,化学成分见表 1,从表 1 可见,主要的添加 Cr 与 Al,为铁素体稳定元素,在热处理过程中不会发生相变。

表 1 0Cr21Al6 合金的化学成分(质量分数)
Table 1 Chemical composition of 0Cr21Al6 alloy %

C	Cr	Ni	Si	Al	Nb	Mn	Ti	V
0.0152	20.0033	0.1137	0.1223	5.5783	0.0768	0.1065	0.1206	0.1272

试样从常温分别加热至 940、960、980、1 000、1 020 °C,保温 6 min 40 s,为防止材料晶粒长大及有害的第二相析出,保温结束后需要将试样放入水中快速冷却。采用光学显微镜、X 射线衍射仪对试样的组织进行对比分析。

为分析 0Cr21Al6 材料在退火过程中的高温物理性能,采用美国 DSI 公司生产的 Gleeble 3800 热力模拟试验机。将不同热处理温度下的试样以相同的应变速率 0.1 s^{-1} 进行拉伸至断裂,对拉伸后的试样进行水冷处理,以便于对组织断口进行观察。

采用 Agilent 的 Nano indenter G200 微纳米力学测试仪,测试 0Cr21Al6 合金不同晶粒组织的微纳米力学行为。所有的压痕测试均采用定载荷的模块,加载速率为 0.05 s^{-1} ,热漂移速率小于 0.05 nm/s 。每个试样至少进行三次压痕实验,最大载荷为 100 mN,加载持续 15 s,并保持足够的间隔。

2 实验结果与分析

2.1 显微组织转变

图 1 为 0Cr21Al6 热轧材及不同热处理工艺下的金相组织图。从图 1 可知,经过 940~1 020 °C 保温后,从纤维状变形带组织转变为等轴晶态组织。由图 1(a)可知,0Cr21Al6 热轧材在 RD-ND (Rolling Direction-Normal Direction,轧制方向-轧制法向)方向基本上都是纤维状变形带,而图 1(b)940 °C 热处理后,纤维带状组织基本消失,整体转化成为等轴晶粒,实现了再结晶,但是晶粒大小不均匀,平均晶粒尺寸为 $30 \mu\text{m}$ 。由图 1(c)可知,960 °C 热处理后,晶粒平均尺寸增至 $42 \mu\text{m}$,但是整体晶粒尺寸趋于均匀,此时,再结晶完全。由图 1(d-f)可知,在 980~1 020 °C 热处理后,晶粒开始出现异常粗大的现象,并且随着温度不断升高,晶粒平均尺寸逐渐增加至 $300 \mu\text{m}$ 。

由 0Cr21Al6 热轧材及不同热处理工艺下组织演变可知,随着热处理温度的升高,热轧材初始的纤维带状组织逐渐被等轴状铁素体晶粒所取代,同时,铁素体等轴状晶粒逐渐增大,且趋于均匀化,晶粒均匀化的铁素体组织相对应的宏观力学性能为

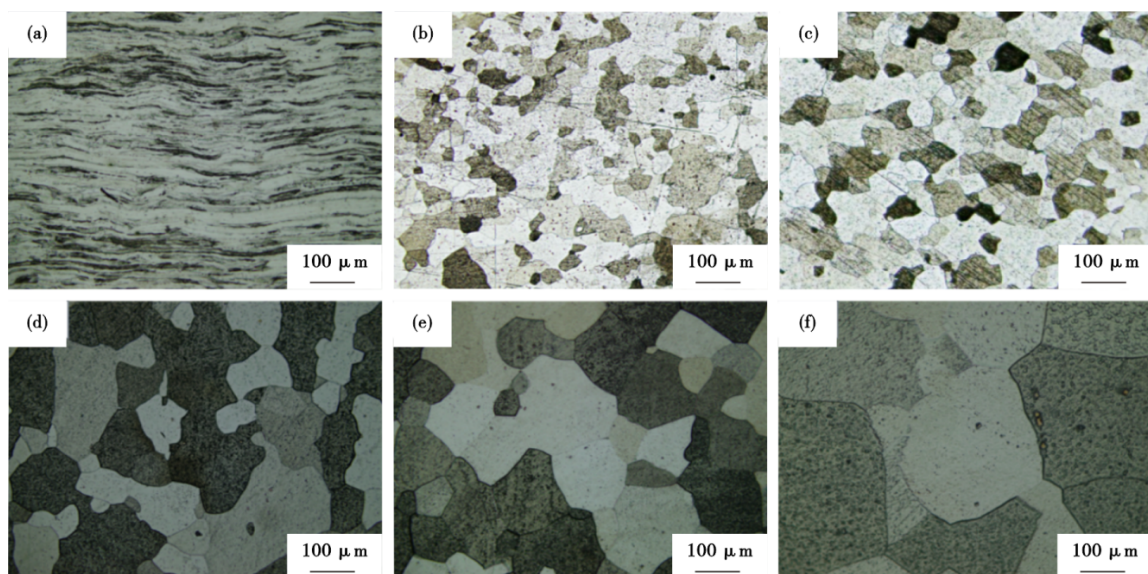


图 1 0Cr21Al6 热轧材及不同温度热处理金相组织图: (a) 热轧材, (b) 940 °C, (c) 960 °C, (d) 980 °C, (e) 1 000 °C, (f) 1 020 °C

Fig. 1 Metallographic structure of 0Cr21Al6 hot rolled material and different heat treatment processes: (a) hot rolled material, (b) 940 °C, (c) 960 °C, (d) 980 °C, (e) 1 000 °C, (f) 1 020 °C

最优,但是过高的热处理温度会使晶粒部分发生异常长大,因为没有相变,晶粒粗大会导致材料强韧性降低^[12]。在 960 °C 热处理后,0Cr21Al6 合金整体的晶粒尺寸相对于其他温度较为均匀,从而可以作为合适的热处理温度参数。

由图 2 可知,0Cr21Al6 热轧材及不同热处理工艺下的 XRD 衍射峰结果均证实其主要相为 α -Fe 相,但是对比几组数据可以发现,热处理工艺下的半峰宽度相较于轧制态明显变窄。半峰宽是色谱峰高的中点所作的平行于峰底的直线,此直线与峰两侧相交的两个点之间的距离,常用来表征的是晶粒的大小,晶粒越大,衍射峰越尖锐;反之晶粒越小,衍射峰宽化现象越严重。由此说明,经过热处理工艺后,0Cr21Al6 合金板材中的位错密度降低,晶粒尺寸呈现增大的趋势,合金硬度会降低,塑性加工能力会得到一个较大的提高,有利于二次加工。

2.2 纳米压痕测试

通过分析载荷-位移曲线获得材料单一相态的

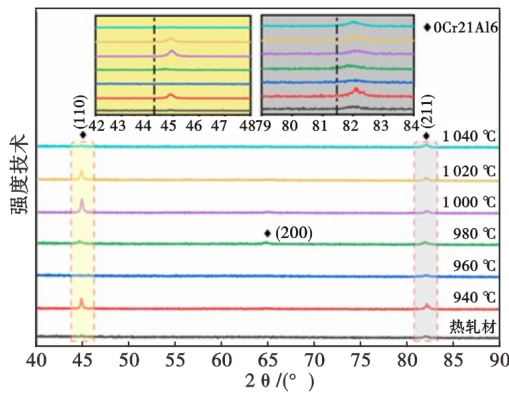


图 2 0Cr21Al6 热轧材及不同热处理工艺下的 XRD 实验结果

Fig. 2 XRD test results of 0Cr21Al6 hot rolled material and different heat treatment processes

微纳米力学性能。图 3 为 0Cr21Al6 热轧材板材经过纳米压痕仪器测试的硬度分布图,平均硬度为 2.7 GPa,晶界内的硬度相对高于晶界外的硬度,不同的晶粒之间的硬度差别较大。一些第二相的出现,导致晶界内局部硬度升高,在晶界处应力相对比较集中,又因为位错容易在此处产生缠绕,会导致该材料的整体力学性能不佳。这也从微观角度上解释了 FeCrAl 热轧材常温下脆性偏大,生产过程中易发生脆断的问题^[13]。

图 4 为 0Cr21Al6 热轧材及经过不同热处理工艺后的板材在 100 mN 载荷下的载荷-位移曲线。经过计算,在相同的最大压痕载荷下:压痕深度随温度的增加而出现先增大再减小的趋势,960 °C 热处理后的压痕深度最大,而 1040 °C 热处理后的 0Cr21Al6 合金位移深度最小,这主要是由于在热处理的过程中 0Cr21Al6 热轧材发生了晶粒的长大和再结晶导致的。因此,随着热处理温度的增加,晶粒长大和再结晶程度逐渐加强,即压痕深度先增加再逐渐减小。

断裂韧性反映材料抵抗脆断及裂纹失稳扩展的能力,为判断 0Cr21Al6 合金在不同热处理工艺后的韧性情况,特对断裂韧性 K_{IC} 进行计算。在本实验中,利用 Berkovich 压头在较小的压力下测得晶体表面硬度和弹性模量等参数值,然后压头压出径向裂纹。针对 Berkovich 压头径向裂纹面的断裂韧性 K_{IC} 表达式为^[14]:

$$K_{IC} = \delta \left(\frac{E_{IT}}{H_{IT}} \right)^{1/2} \frac{F_m}{c^{3/2}} \quad (1)$$

式中, δ 为压头的系数,根据 Harding 等的实验数据分析,对应的 Berkovich 压头系数 $\delta = 0.036$; E_{IT} 是试样材料的压入弹性模量; H_{IT} 是检测硬度时加载过程中压入载荷与压入接触投影面积的比值; F_m 是每次

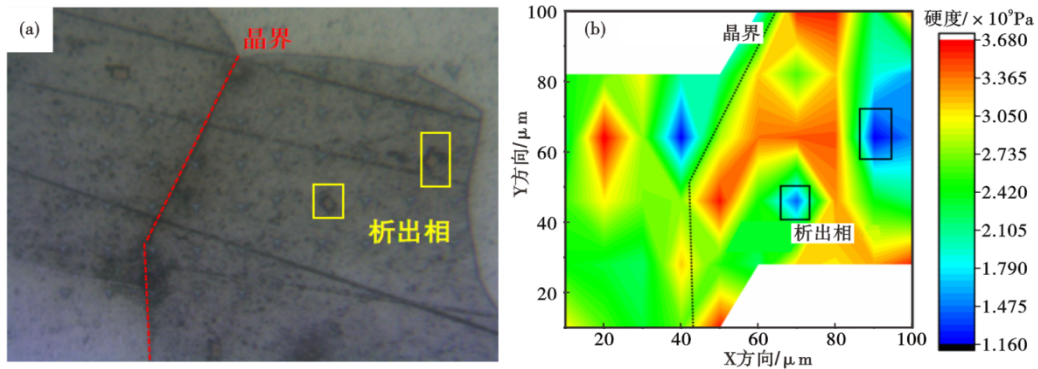


图 3 0Cr21Al6 热轧材的硬度分布图(a)硬度测试区域微观形貌图 (b)硬度分布图

Fig. 3 Hardness distribution of 0Cr21Al6 alloy in hot rolled (a)microtopography map of hardness test area (b)hardness distribution

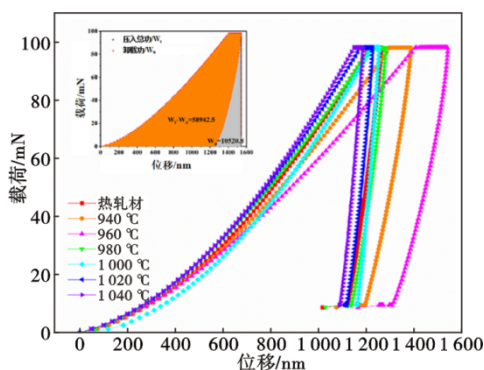


图 4 0Cr21A16 热轧材及不同热处理工艺下载荷-位移曲线
Fig. 4 Load-displacement curve of 0Cr21A16 hot rolled material and different heat treatment processes

压痕实验施加的最大载荷, mN; c 为径向裂纹长度, mm。

借助量纲分析在未开裂的情况下, 对具有较大等效半锥角 ($>60^\circ$) 的自相似压头的压入过程, 满足式 (2) ~ 式 (7) 的压入能量标度关系。

$$\frac{H_{IT}}{E_r} = \kappa \frac{W_u}{W_i} \quad (2)$$

$$\kappa = \frac{1.46}{3} \cot \alpha \quad (3)$$

$$E_r = 1.08E_{IT} \quad (4)$$

$$K_{IC} = \lambda \left(\frac{W_u}{W_i} \right)^{-1/2} \frac{F_m}{c^{3/2}} \quad (5)$$

$$W_i = \int_0^{h_m} F dh \quad (6)$$

$$W_u = \int_{h_p}^{h_m} F dh \quad (7)$$

式中, κ 为压头几何形状决定的无量纲常数; α 为等效半锥角 70.72° ; 玻氏压头半面角为 65.3° ; W_i 为加载总功, J; W_u 为卸载功, J; λ 为无量纲系数, 由压头的几何形状决定, 根据实验, 通过最小二乘法进行拟合确定玻氏压头的 $\lambda=0.0695$ 。

W_i 与 W_u 是通过图 4 中的载荷-位移曲线积分计算出来的, 为积分量, 受径向裂纹的影响较小。

图 5 为 0Cr21A16 热轧材及不同热处理工艺下的断裂韧性图。由图 5 可知, 在 960°C 热处理下的断裂韧度明显优于其他热处理温度, 则 0Cr21A16 合金在 960°C 热处理工艺下抵抗裂纹扩展的能力相对更佳。

2.3 Gleeble 热模拟

考虑到材料在工厂实际连续退火生产过程中, 需要在高温状态承受一定的载荷, 因此, 采用 Gleeble 热模拟对材料进行高温拉伸。图 6 为 0Cr21A16 热轧材及不同热处理工艺下的高温热拉伸 (Gleeble) 曲线。由图 6 可知, 铁铬铝合金为明显

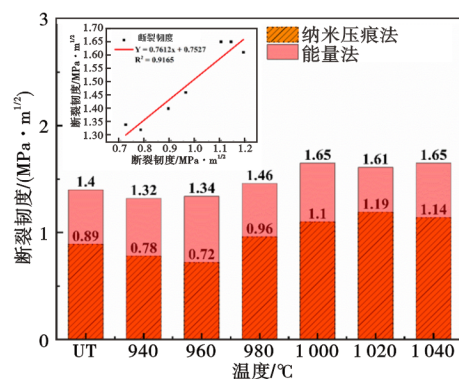


图 5 0Cr21A16 热轧材及不同热处理工艺下断裂韧性图
Fig. 5 Fracture toughness diagram of 0Cr21A16 hot rolled material and different heat treatment processes

的脆性断裂, 并且在不同的热处理工艺下, 不锈钢的强度均出现随着温度的升高而降低的趋势。 940°C 热处理时, 0Cr21A16 不锈钢的强度为 74.62 MPa , 优于其他热处理温度时 FeCrAl 不锈钢的强度。在热处理温度升至 1000°C 时, 0Cr21A16 合金出现了明显的强度降低, 说明热处理温度达到 1000°C 以上时, 该材料, 将出现明显的强度降低, 脆性大幅度上升的现象。

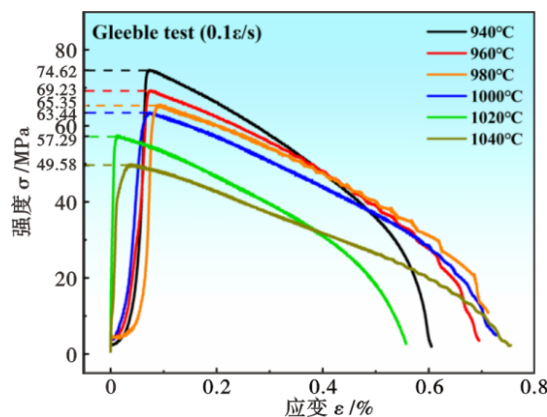


图 6 0Cr21A16 热轧材及不同热处理工艺下的 Gleeble 曲线
Fig. 6 Gleeble curves of 0Cr21A16 hot rolled material and different heat treatment processes

图 7 为 0Cr21A16 热轧材及不同热处理工艺下的高温拉伸 (Gleeble) 的断口图。由图 7 中可以看出, 0Cr21A16 合金的断口有大量的坑洞、缺陷, 并且伴有黑色的碳化物以及夹杂物, 产生这个现象的原因可能是因为在生产线过程中, 保护气体中含有杂质。

3 结论

(1) 0Cr21A16 热轧材不同热处理工艺下组织演变可以发现, 在 960°C 热处理下晶粒平均尺

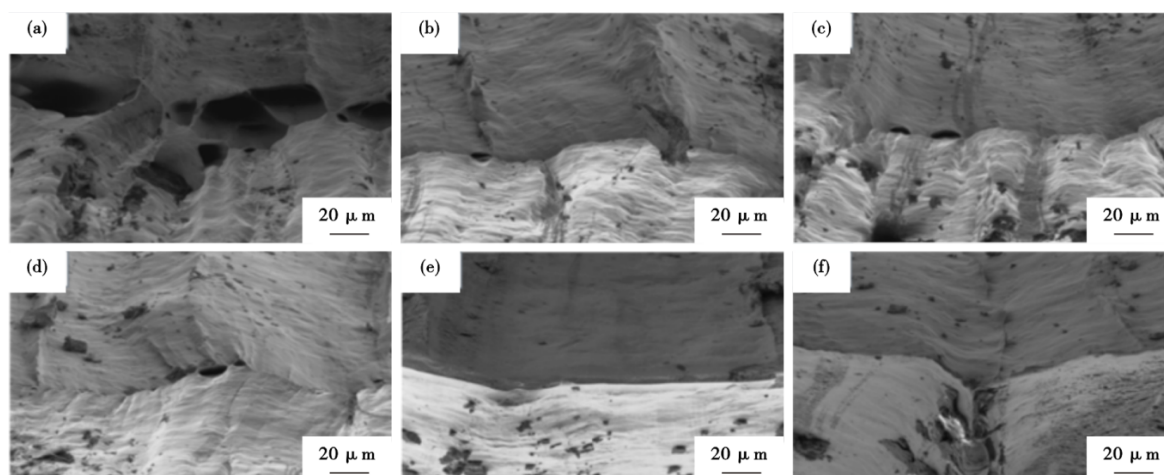


图7 0Cr21Al6热轧材及不同温度热处理下拉伸断口SEM图像:(a)热轧材,(b)940 °C,(c)960 °C,(d)980 °C,(e)1000 °C,(f)1020 °C

Fig. 7 SEM images of the Gleeble tensile fracture of 0Cr21Al6 hot rolled material and different heat treatment processes : (a) hot rolled material, (b) 940 °C, (c) 960 °C, (d) 980 °C, (e) 1000 °C, (f) 1020 °C

寸42 μm,整体的晶粒尺寸相对于其他温度较为均匀,为相对最佳状态。

(2)在相同的最大压痕载荷下,压痕深度随温度的增加而出现先增大再减小的趋势,960 °C热处理下的压痕深度最大。

(3)通过载荷-位移曲线计算得出的断裂韧度

K_{IC} 在960 °C热处理下达到最佳,即0Cr21Al6合金在此抵抗裂纹萌生的能力达到峰值。

(4)从Gleeble热拉伸模拟实验中,随着温度的升高,0Cr21Al6合金屈服强度直接断崖式下降,1000 °C以上的热处理温度不再适合于热加工。

参考文献

- [1] Bauman Y I, Vedyagin A A, Mishakov I V. Carbon Erosion of Fe-CrAl Bulk Alloy by Chlorinated Hydrocarbons [J]. Protection of Metals and Physical Chemistry of Surfaces, 2016, 52 (2) : 309-315.
- [2] Chao J, Capdevila-Montes C, González-Carrasco J L. On the delamination of FeCrAl ODS alloys [J]. Materials Science and Engineering a-Structural Materials Properties Microstructure and Processing, 2009, 515(1-2): 190-198.
- [3] EDMONDSON P D, BRIGGS S A, YAMAMOTO Y, et al. Irradiation-enhanced alpha ' precipitation in model FeCrAl alloys [J]. Scripta Materialia, 2016, 116: 112-116.
- [4] GEANTA V, VOICULESCU I, STANCIU E M. Hafnium influence on the microstructure of FeCrAl alloys; proceedings of the EUROINVENT International Conference on Innovative Research (ICIR Euroinvent), Iasi, ROMANIA, F 2016 May 19-20, 2016 [C]. 2016.
- [5] Liu N M, Cui Y, Zhang Y, et al. Effects of Zr addition on recrystallization behaviors and mechanical properties of FeCrAl alloys [J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 22: 393-402.
- [6] Liu W B, Liu Z, Liu H Q, et al. Effects of Zr on high temperature deformation and dynamic precipitation of laves phase in Fe-13Cr-5Al-2Mo-0.5Nb-0.4Ta alloy [J]. Results in Physics, 2021, 22, 103945.
- [7] 刘睿智, 谭建兴, 闫建新, 等. 253MA耐热不锈钢EAF-AOD-LF-板坯连铸生产工艺实践[J]. 特殊钢, 2020, 41(2): 40-42.
- [8] 王振虎, 李彬, 郭汉杰, 等. 电热合金钢0Cr21Al6NbRE电渣重熔用渣的研究[J]. 特殊钢, 2020, 41(1): 6-11.
- [9] 薛润东, 赵志毅, 费爱庚. 冷加工对CN1515奥氏体不锈钢包壳管亚结构的影响[J]. 特殊钢, 2023, 44(5): 107-112.
- [10] 米振莉, 焦竞仪, 江海涛等. 退火工艺对00Cr20Al6铁素体不锈钢组织及性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2013, 34(6): 84-88.
- [11] He Y, Liu J H, Han Z B, et al. Phase transformation and precipitation during solidification of FeCrAl alloy for automobile exhaust gas purifying systems [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 714: 251-257.
- [12] 孙鹏, 杨延安, 白文峰, 等. 铁铬铝复网毡缝焊工艺研究[J]. 热加工工艺, 2010, 39(19): 136-138.
- [13] 崔忠圻, 覃耀春. 金属学与热处理[M]. 3版. 北京: 机械工业出版社, 2020.
- [14] Tang C C, Jianu A, Steinbrueck M, et al. Influence of composition and heating schedules on compatibility of FeCrAl alloys with high-temperature steam [J]. Journal of Nuclear Materials, 2018, 511: 496-507.