



马氏体时效钢 18Ni(250)超细晶化锻造工艺

谢斌, 王超, 徐志伟, 廖晓林

(中国空气动力研究与发展中心高速空气动力研究所, 绵阳 621000)

摘要: 本研究针对深低温环境中的特定应用需求, 优化了 18Ni(250)马氏体时效钢的超细晶化锻造工艺, 旨在提升该材料在深低温条件下的塑韧性。通过热变形方法, 分析了材料在热变形过程中的行为以及变形工艺对显微组织的影响, 观察热变形后的显微组织, 并建立了材料流变应力、变形温度和应变速率之间的本构方程和热加工图。最终, 确定了最佳的热处理工艺区域, 即变形温度和变形速率的范围。研究表明, 当变形温度高于 1 050 °C, 且变形量为 30% 时, 材料出现奥氏体晶粒再结晶现象, 当变形温度为 1 150 °C 时, 晶粒组织趋向细化。根据变形温度在 850~1 150 °C, 应变速率在 0.01~10 s⁻¹ 的热变形方程和热加工图, 得到了材料理想的热加工工艺区, 即变形温度为 1 050~1 150 °C, 应变速率为 0.01~10 s⁻¹。

关键词: 热变形; 18Ni(250)钢; 再结晶; 晶粒细化; 本构方程

DOI: 10. 20057/j. 1003-8620. 2024-00152 **中图分类号:** TG15

Ultra-fine Crystallization Forging Process of Maraging Steel 18Ni(250)

Xie Bin, Wang Chao, Xu Zhiwei, Liao Xiaolin

(High Speed Aerodynamics Institute, China Aerodynamics Research and Development Center, Mianyang 621000, China)

Abstract: This study optimized the ultrafine grain forging process of 18Ni(250) martensitic aging steel for specific application requirements in deep and low temperature environments, aiming to improve the plasticity and toughness of the material under deep and low temperature conditions. The study analyzed the behavior of materials during hot deformation process and the influence of deformation process on microstructure through hot deformation method, observed the microstructure after hot deformation, and established the constitutive equation and hot working diagram between material rheological stress, deformation temperature, and strain rate. Finally, the optimal heat treatment process area was determined, which is the range of deformation temperature and deformation rate. Research has shown that when the deformation temperature is higher than 1 050 °C and the deformation is 30 percent, the material exhibits austenite grain recrystallization phenomenon. When the deformation temperature is 1 150 °C, the grain structure tends to refine. Based on the thermal deformation equation and thermal processing diagram with deformation temperature between 850 °C-1 150 °C and strain rate within the range of 0.01 s⁻¹-10 s⁻¹, the ideal thermal processing zone of the material was obtained, which is the deformation temperature range of 1 050 °C-1 150 °C and the strain rate range of 0.01 s⁻¹-10 s⁻¹.

Key Words: Hot Deformation; 18Ni(250) Steel; Recrystallization; Grain Refinement; Intrinsic Equation

风洞试验是飞行器研制中重要的技术手段, 以高雷诺数为特征的低温风洞试验对于飞行器雷诺数效应研究具有重要意义^[1]。低温天平主要用于低温风洞深低温极限环境气动力测量, 是低温风洞配套的关键测试设备^[2-4]。低温天平研制材料必须具有强度高、韧性好、稳定性和机械加工性能好等特征。18Ni(250)马氏体时效钢由于其良好的物理和机械性能, 应用非常广泛, 特别是在航空航天等领域, 是低温天平研制的首选材料。18Ni(250)马氏体时效钢材料是一种超低碳超高强度合金钢^[5-8], 针对

该种材料深低温特殊服役要求和国产商用 18Ni(250)材料低温性能, 提出超细晶化锻造工艺优化研究, 以期获得同时低温条件下材料高强度和高韧性特性。

超细晶化锻造工艺是目前唯一可以同时提高强度与塑韧性的金属材料的强化机制^[9-15], 相关研究表明^[16], 细化晶粒的 18Ni 系马氏体时效钢较铸造态强度更高, 塑韧性也更高。本项研究通过对 18Ni(250)马氏体时效钢进行细晶化锻造、锻造工艺参数优化等相关研究, 实现材料组织均匀和细化晶

作者简介: 谢斌(1975—), 男, 硕士, 高级工程师; **E-mail:** 13980128576@163.com; **收稿日期:** 2024-06-11

通信作者: 廖晓林(1986—), 男, 硕士, 工程师; **E-mail:** 675094944@qq.com。

粒,为国内低温用 18Ni 马氏体时效钢的低温力学性能的提升提供理论支撑。

1 试验材料与方法

试验用 18Ni(250)低温钢的标准成分和优化的化学成分见表 1。将 18Ni(250)材料块体加热至 850、950、1 000、1 050、1 100、1 150 °C 后,再分别在 0.01、0.1、1、10 s⁻¹ 的应变速率进行热变形,变形量为 30%,工艺示意图如图 1 所示,采用金相显微镜(OM)观察显微组织。

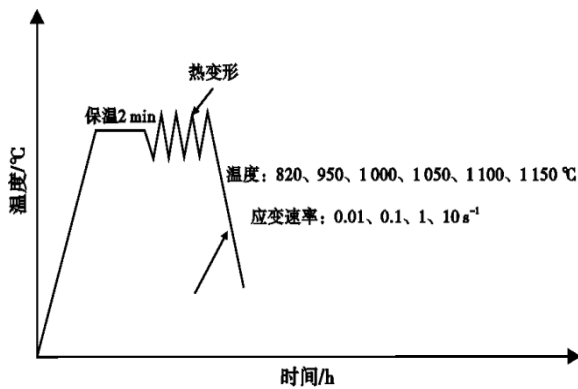


图 1 18Ni(250)低温钢工艺示意图

Fig. 1 18Ni(250) cryogenic steel process schematic diagram

2 结果与讨论

2.1 热变形

18Ni(250)材料在不同热变形条件下的真应力-真应变曲线如图 2 所示。18Ni(250)材料在热变形过程中会出现加工硬化以及动态回复和动态再结

晶引起的软化现象,这意味着硬化机制与软化机制并存,这对材料的热变形行为产生重要影响。通过比较图 2 中(a)、(b)、(c)、(d)在不同变形温度和应变速率下的真应力-真应变曲线,可以得出以下结论,在相同的应变速率下,变形温度越高,材料的流变应力越低;在相同的变形温度下,应变速率越快,18Ni(250)材料的流变应力值越大,其对塑性变形的抵抗能力越强;当变形速率为 10 s⁻¹ 时,出现动态回复,其特征是应力随应变增加而逐渐趋于平稳,而当变形速率为 0.01 s⁻¹ 时,应力随应变增加先达到峰值,随后略微下降,最终趋于稳定,表现出动态再结晶特征。

2.2 变形工艺对显微组织的影响

如图 3 所示,在应变速率为 0.01 s⁻¹ 的条件下,不同的变形温度对 18Ni(250)材料的微观结构影响显著。主要展示了在 850、950、1 000、1 050、1 100、1 150 °C 变形温度下,热变形 30% 后,该材料的显微组织变化情况。

当 18Ni(250)材料在应变速率为 0.01 s⁻¹ 时,不同的变形温度对 18Ni(250)材料的显微组织的改变有非常明显的影响,18Ni(250)材料的室温组织虽然均为典型的板条组织,但是其板条形貌亦存在差异。当变形温度低于 1 050 °C 时,会出现如图 3(a) 中红色椭圆区域所示的粗大马氏体组织,该组织的形成源于高温变形时的粗大原始奥氏体晶粒。在该温度范围变形时,再结晶发生不完全,存在粗大的变形奥氏体晶粒,冷却至室温时,奥氏体向马氏体转变,由于遗传效应,转变后的马氏体组织亦较

表 1 18Ni(250)低温钢化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of 18Ni(250) cryogenic steel

项目	C	Ni	Co	Mo	Ti	Al	Si	Mn	S	P
标准成份	≤0.03	17.0~19.0	7.0~8.5	4.6~5.2	0.30~0.50	0.05~0.15	≤0.10	≤0.10	≤0.010	≤0.010
优化成份	≤0.01	18.1~18.5	7.5~8.3	4.9~5.1	0.40~0.48	0.05~0.10	≤0.06	≤0.05	≤0.005	≤0.008

注:(H+O+N) < 30×10⁻⁶

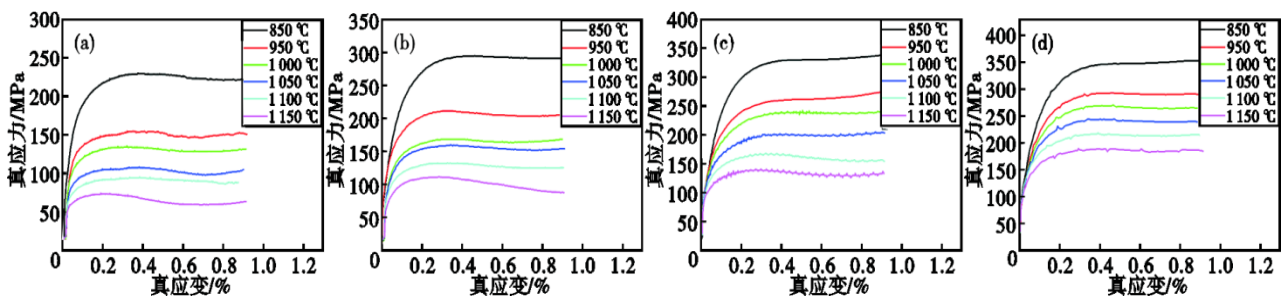


图 2 18Ni(250)材料真应力-真应变曲线,应变速率:(a)0.01 s⁻¹, (b)0.1 s⁻¹, (c)1 s⁻¹, (d)10 s⁻¹

Fig. 2 True stress-true strain curves of 18Ni(250) steel, strain: (a) 0.01 s⁻¹, (b) 0.1 s⁻¹, (c) 1 s⁻¹, (d) 10 s⁻¹

为粗大,形成红色椭圆区域所示组织。当变形温度高于 1 050 °C 时,室温组织为均匀的板条马氏体组织,可以推断在高温变形时,奥氏体晶粒发生了再结晶,从而转变后的马氏体组织也较为均匀。此外,从图 3(e)(f)可以看出,温度升高,再结晶的奥氏体晶粒发生长大,转变后的马氏体组织也略显粗大。

图 4 给出了 18Ni(250) 材料在变形温度为 1 150 °C 且变形量为 30% 时,应变速率分别为 0.01、0.1、1、10 s⁻¹ 变形后的显微组织。该温度变形后,室温组织均为较为均匀的板条马氏体组织,差别在于变形速率更高时,组织更为细小,可以推断高温变形时均发生了动态再结晶,形成了未变形的等轴奥氏体晶粒,变形速率较低情况下,处于高温

的时间更长,高温奥氏体晶粒更易于长大,从而导致室温马氏体组织也较为粗大。

2.3 本构方程的建立

化学成分对金属材料的流变应力有显著影响,同时,热变形过程中的变形温度和应变速率也对流变应力起着重要作用。相同成分的材料,流变应力、变形温度及应变速率的本构方程:

$$\dot{\epsilon} = A [\sinh(\alpha\sigma)]^n \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

式中, $\dot{\epsilon}$ 表示变形速率, Q 为热变形激活能, R 为气体常数, T 为变形绝对温度, A 、 n 与 α 是材料常数, σ 为流变应力。

当应力较低时,(1)式可转化为:

$$\dot{\epsilon} = A_1 \sigma^{n'} \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

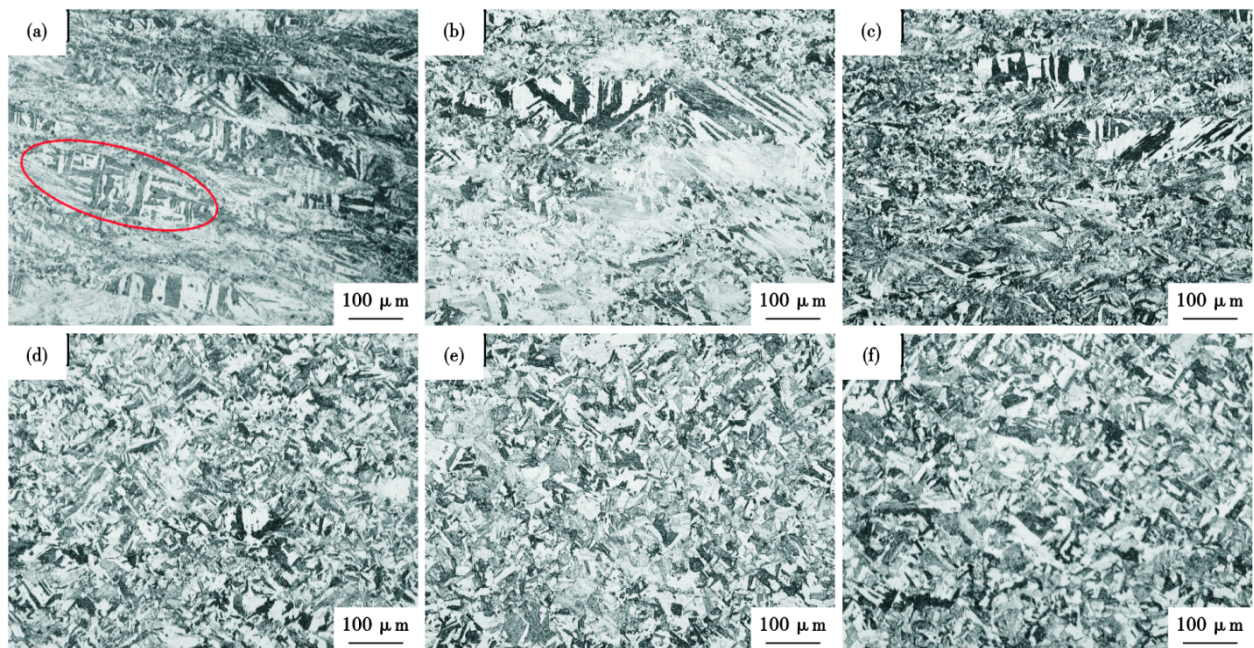


图 3 不同温度下应变速率为 0.01 s⁻¹ 时的组织:(a)850 °C,(b)950 °C,(c)1 000 °C,(d)1 050 °C,(e)1 100 °C,(f)1 150 °C
Fig. 3 Microstructure at strain rates of 0.01 s⁻¹ at different temperatures : (a) 850 °C, (b) 950 °C, (c) 1 000 °C, (d) 1 050 °C, (e) 1 100 °C, (f) 1 150 °C

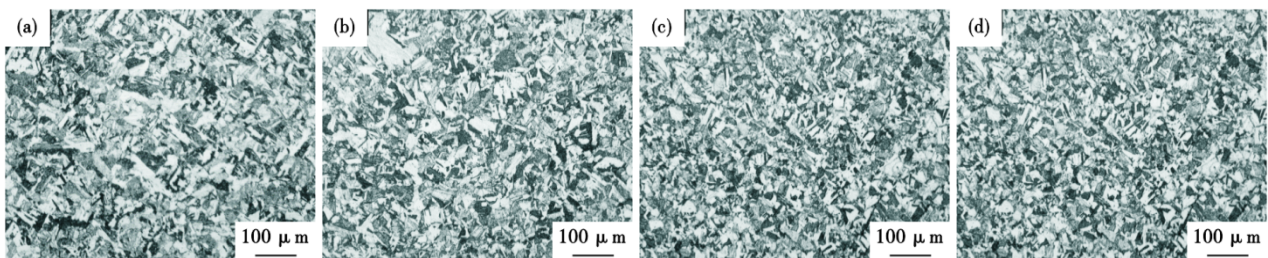


图 4 18Ni(250)材料在变形温度为 1 150 °C 以不同应变速率变形后的显微组织:(a)0.01 s⁻¹,(b)0.1 s⁻¹,(c)1 s⁻¹,(d)10 s⁻¹
Fig. 4 Microstructure of 18Ni(250) steel after deformation at different strain rates at a deformation temperature of 1 150 °C : (a) 0.01 s⁻¹, (b) 0.1 s⁻¹, (c) 1 s⁻¹, (d) 10 s⁻¹

当应力较高时,(1)式可转化为:

$$\dot{\epsilon} = A_2 \exp(\beta\sigma) \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (3)$$

上述公式中, $\alpha=\beta/n'$ 。对上述公式两边同时取对数,并求偏导数,可得:

$$n' = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \ln \sigma} \quad (4)$$

$$\beta = \frac{\partial \ln \dot{\epsilon}}{\partial \sigma} \quad (5)$$

在真应力-真应变曲线中,取值对各同变形条件的峰值应力,通过函数处理,得到图5。由图5可见, $\ln\sigma-\ln\dot{\epsilon}$ 和 $\sigma-\ln\dot{\epsilon}$ 都近似线性。由图5(a)可以求得 $n'=10.1159$,由图5(b)可求得 $\beta=0.0538214$ 。故求得 $\alpha=\beta/n'=0.0538214/10.1159=0.00532$ 。

通过对(1)式两边取对数可得:

$$\ln[\sinh(\alpha\sigma)] = -\frac{1}{n} \ln A + \frac{1}{n} \ln \dot{\epsilon} + \frac{1}{n} \ln \frac{Q}{RT} \quad (6)$$

对(6)式的应变速率求偏导数可得:

$$\frac{1}{n_1} = \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \quad (7)$$

对(6)式的温度求偏导数可得:

$$Q = \frac{\partial \ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial \left(\frac{1}{n_1 RT}\right)} \quad (8)$$

取值真应力-真应变曲线,通过函数拟合,可得 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 $\ln\dot{\epsilon}$ 关系和 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 $1/n_1 RT$ 的关系,如图6所示。由此可得到 $Q=390.705$ kJ/mol。

Z参数表征在热变形过程中,其与变形温度、变速率之间的关系如下:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (9)$$

将(9)式代入(1)式可转化为:

$$Z = A[\sinh(\alpha\sigma)]^n \quad (10)$$

如图7所示, $\ln Z$ 与 $\ln \sinh(\alpha\sigma)$ 为线性函数,通过已知热变形激活能 Q ,可计算得到不同变形条件下 Z 参数,从而得到 $A=7.334 \times 10^{14}$, $n=7.19431$,将上述结果带入式(1)中,可以确立18Ni(250)材料的热变形方程为:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp\left(\frac{390705}{8.314T}\right) = 7.334 \times 10^{14} [\sinh(0.00532\sigma)]^{7.19431} \quad (11)$$

2.4 热加工图的建立

根据动态材料模型理论,热变形过程中的材料单位体积内所吸收的能量 P 与能量耗散量(G)和能量耗散协量(J)关系为:

$$P = \sigma \cdot \dot{\epsilon} = G + J = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma \cdot d\dot{\epsilon} + \int_0^{\dot{\epsilon}} \dot{\epsilon} \cdot d\sigma \quad (12)$$

$$G = \int_0^{\dot{\epsilon}} \sigma \cdot d\dot{\epsilon} \quad (13)$$

$$J = \int_0^{\dot{\epsilon}} \dot{\epsilon} \cdot d\sigma \quad (14)$$

材料在热变形的过程中,应变速率敏感指数 m 可表示为:

$$m = \frac{\partial J}{\partial G} = \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\epsilon}} \quad (15)$$

非线性的能量耗散率 η 可以表示为

$$\eta = \frac{2m}{m+1} \quad (16)$$

失稳因子(ξ)定义为:

$$\xi(\dot{\epsilon}) = \frac{\partial \ln \left[\frac{m}{(m+1)} \right]}{\partial \ln \dot{\epsilon}} + m \leq 0 \quad (17)$$

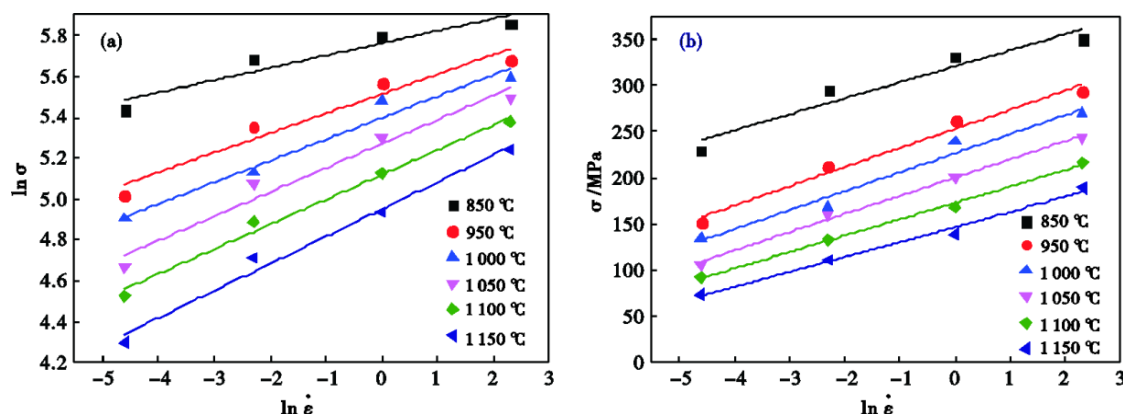


图5 峰值应力与应变速率关系图:(a) $\ln\sigma$ 与 $\ln\dot{\epsilon}$ 的关系,(b) σ 与 $\ln\dot{\epsilon}$ 的关系

Fig. 5 Plot of peak stress versus strain rate : (a) plot between $\ln\sigma$ and $\ln\dot{\epsilon}$, (b) plot between σ and $\ln\dot{\epsilon}$

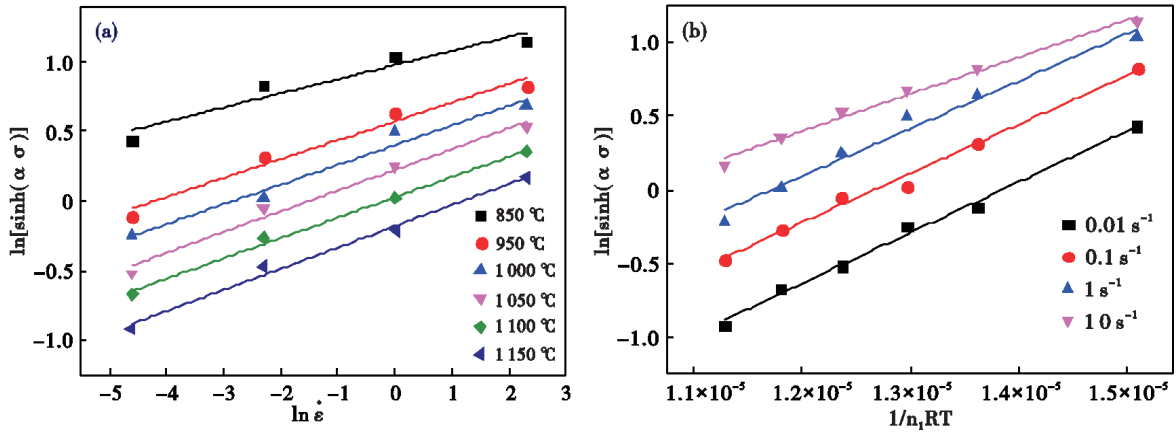


图 6 峰值应力-应变速率和峰值应力-变形温度的关系图: (a) $\ln \dot{\epsilon}$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系, (b) $1/n_1RT$ 与 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 的关系
 Fig. 6 Plot of peak stress versus strain rate and deformation temperature : (a) plot between $\ln \dot{\epsilon}$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$, (b) plot between $1/n_1RT$ and $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$

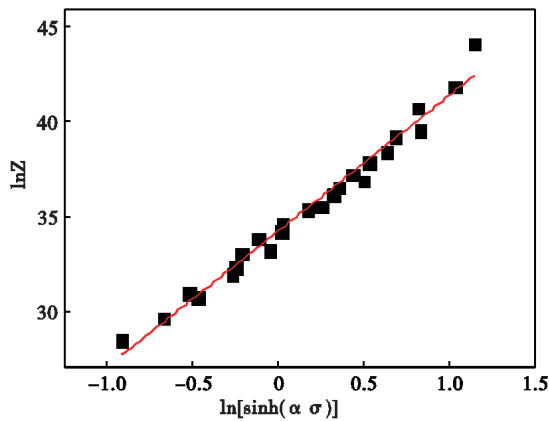


图 7 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ 与 $\ln Z$ 之间的关系图
 Fig. 7 Plot of the relationship between $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ and $\ln Z$

根据能量耗散率 η 和失稳因子 (ξ), 得到热加工图。利用热加工图中可实现对不同区域的微观组织变形现象的分析判断, 并据此优化热加工工艺

区间。

图 8 为 18Ni(250) 材料的真应力-真应变曲线, 其中真应变分别为 0.4、0.8。由图 8 可见, 失稳区域主要出现在温度低于 1 050 °C 温度范围, 此温度范围的能量耗散率也较低。该区域易于出现失稳现象, 对热变形较为不利。

不同变形条件下 18Ni(250) 材料的显微组织如图 9 所示。可以看出, 变形温度为 1 050 °C 时, 发生了高温奥氏体晶粒的再结晶, 室温时马氏体组织较为均匀; 变形温度为 1 000 °C 时, 均会出现粗大马氏体组织, 组织均匀性较差。

综合热加工图与微观组织特征可以得到, 最佳的热加工工艺区间变形温度为 1 050~1 150 °C, 应变速率为 0.01~10 s^{-1} , 该工艺范围热加工后试样在室温时组织为均匀的板条马氏体组织。

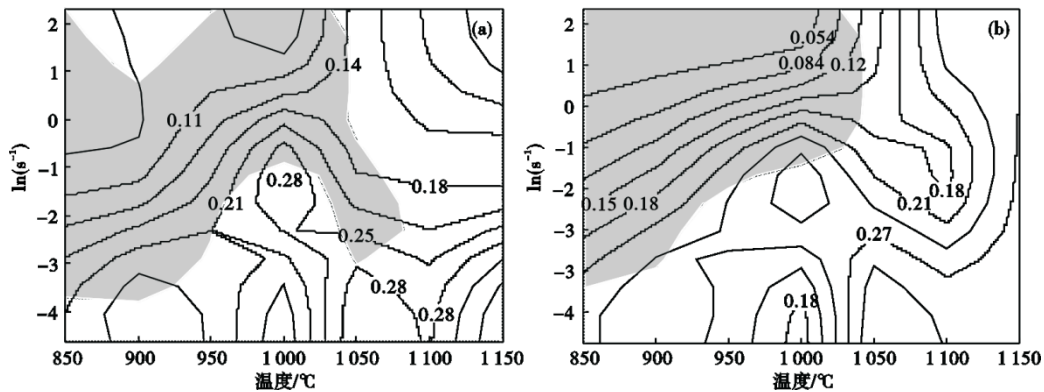


图 8 18Ni(250) 材料的热加工图: (a) 真应变为 0.4, (b) 真应变为 0.8
 Fig. 8 Hot working diagram for 18Ni(250) steel : (a) true strain is 0.4, (b) true strain is 0.8

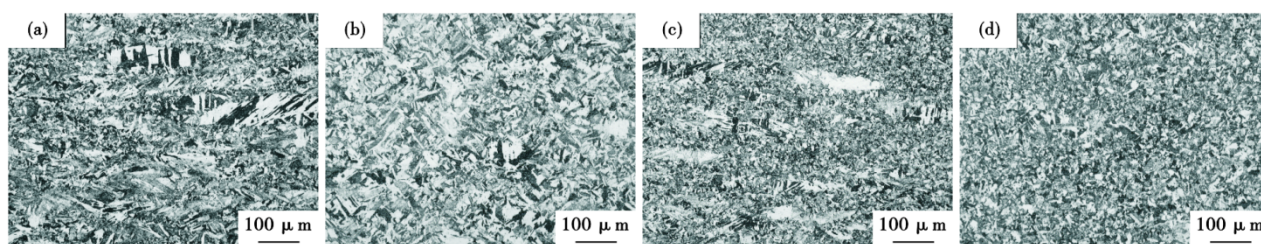


图 9 不同变形条件下 18Ni(250)材料的显微组织:(a) 变形温度为 1 000 °C,应变速率为 0.01 s⁻¹;(b) 变形温度为 1 050 °C,应变速率为 0.01 s⁻¹;(c) 变形温度为 1 000 °C,应变速率为 10 s⁻¹;(d) 变形温度为 1 050 °C,应变速率为 10 s⁻¹

Fig. 9 Microstructure of 18Ni(250) steel under different deformation conditions : (a) deformation temperature: 1 000 °C, strain rate: 0.01 s⁻¹; (b) deformation temperature: 1 050 °C, strain rate: 0.01 s⁻¹; (c) deformation temperature: 1 000 °C, strain rate: 10 s⁻¹; (d) deformation temperature: 1 050 °C, strain rate: 10 s⁻¹

3 结论

(1) 18Ni(250)材料在变形温度高于 1 050 °C 且变形量为 30% 时发生高温奥氏体晶粒再结晶, 室温下得到均匀的板条马氏体组织。在变形温度为 1 150 °C 时, 随着应变速率的增加, 组织趋于细化。

(2) 18Ni(250)材料变形温度为 850~1 150 °C, 且

变形量为 30% 时, 应变速率在 0.01~10 s⁻¹ 条件下, 得到了该钢的热变形激活能 Q 为 390.705 kJ/mol, 其热变形方程为: $Z = 7.334 \times 10^{14} [\sinh(0.00532\sigma)]^{7.19431}$ 。

(3) 根据热加工图和不同变形条件下的 18Ni(250)材料的显微组织可以确定, 较佳的热加工工艺区间为: 变形温度为 1 050~1 150 °C, 变形量为 30%, 应变速率为 0.01~10 s⁻¹。

参考文献

- [1] 张 振, 牛 玲. 低温风洞的发展现状与关键技术[J]. 低温工程, 2015(2): 57-62.
- [2] 赵 莉, 邹满玲, 田静琳, 等. 国外低温内式应变天平技术研究进展[J]. 实验流体力学, 2016, 30(6): 1-9.
- [3] 任艳茹, 刘周利, 杨维宇, 等. 固溶温度对新型无钼马氏体时效钢 00Ni14Cr3Mo3Ti 冲击性能的影响 [J]. 特殊钢, 2020, 41(1): 64-67.
- [4] 郑步云, 陈 鑫, 雷剑波, 等. 热处理对激光熔化沉积 18Ni300 马氏体时效钢微观组织和力学性能的影响[J]. 表面技术, 2023, 52(3): 388-398.
- [5] 何焕生, 余黎明, 刘晨曦, 等. 新一代马氏体耐热钢 G115 的研究进展[J]. 金属学报, 2022, 58(3): 311-323.
- [6] Guo L L, Zhang L N, Andersson J, et al. Additive manufacturing of 18% nickel maraging steels: Defect, structure and mechanical properties: A review[J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 120: 227-252.
- [7] Rohit B, Muktunatalapati N R. Austenite reversion in 18% Ni maraging steel and its weldments[J]. Materials Science and Technology, 2018, 34(3): 253-260.
- [8] Casati R, Lemke J, Tuissi A, et al. Aging behaviour and mechanical performance of 18-Ni 300 steel processed by selective laser melting[J]. Metals, 2016, 6(9): 218.
- [9] 杜丽萍, 龚志华, 赵吉庆, 等. 9Cr3W3Co 叶片钢的热变形行为研究[J]. 特殊钢, 2023, 44(5): 90-96.
- [10] 高首磊, 徐晓卫, 张 宏, 等. 高温均匀化对 GH4710 镍基合金组织及性能的影响[J]. 特殊钢, 2024, 45(1): 87-93.
- [11] 史咏鑫, 李 青, 钟庆元, 等. 超级奥氏体不锈钢 254SMo 的均质化工工艺研究[J]. 特殊钢, 2023, 44(2): 12-16.
- [12] 杨东青, 王小伟, 黄 勇, 等. 熔化极电弧增材制造 18Ni 马氏体钢组织和性能[J]. 焊接学报, 2020, 41(8): 6-9+21.
- [13] Song J, Tang Q, Feng Q X, et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical behaviours of 18Ni-300 maraging steel manufactured by selective laser melting[J]. Optics & Laser Technology, 2019, 120: 105725.
- [14] Seyedi S S, Shabgard M R, Mousavi S B, et al. The impact of SiC, Al₂O₃, and B₂O₃ abrasive particles and temperature on wear characteristics of 18Ni (300) maraging steel in abrasive flow machining (AFM) [J]. International Journal of Hydrogen Energy, 2021, 46(68): 33991-34001.
- [15] Parvinian S, Yabansu Y C, Khosravani A, et al. High-throughput exploration of the process space in 18% Ni (350) maraging steels via spherical indentation stress-strain protocols and Gaussian process models[J]. Integrating Materials and Manufacturing Innovation, 2020, 9(3): 199-212.
- [16] Zhang J, Fan J K, Xu J Q, et al. The effect of heat input on the microstructure and mechanical properties of 18Ni 300 maraging steel fabricated by arc directed energy deposition [J]. Materials Science and Engineering: A, 2023, 884: 145545.