



回火温度对高 Co-Ni 二次硬化钢显微组织和力学性能的影响

庞学东, 梁晓东, 孙勇, 翟羽佳, 温博, 信振飞, 李建新, 王瑞, 严晓红
(抚顺特钢有限公司技术中心, 抚顺 113001)

摘要: 采用光学显微镜(OM), 扫描电镜(SEM), JMat Pro 软件以及拉伸试验等研究了 380 ~ 620 °C 回火对双真空熔炼的二次硬化钢显微组织及力学性能的影响。试验结果表明, 在 380 ~ 620 °C 回火, 试验钢基体组织随着回火温度的升高, 由回火板条马氏体转变为回火索氏体, 同时奥氏体增多; 抗拉强度和屈服强度数值在 440 °C 时达到峰值, 这可能和回火时析出的 Fe₃C 导致试验钢强度升高有关; 在 440 ~ 620 °C 回火时抗拉强度和屈服强度逐渐下降, 伸长率和断面收缩率则逐渐上升。此外, 冲击断面断裂形式由准解理断裂向韧性断裂+准解理断裂转变。综合试验结果发现, 试验钢在 496 °C 回火时, 力学性能最佳, 可以达到较好的强韧化匹配。

关键词: 齿轮钢; 显微组织; 力学性能; 回火温度

DOI: 10. 20057/j. 1003-8620. 2024-00209 **中图分类号:** TG161

Effect of Tempering Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of High Co-Ni Secondary Hardening Steel

Pang Xuedong, Liang Xiaodong, Sun Yong, Zhai Yujia, Wen Bo, Xin Zhenfei,
Li Jianxin, Wang Rui, Yan Xiaohong
(Technology Center, Fushun Special steel Co., Ltd., Fushun 113001, China)

Abstract: The effects of tempering at 380 °C - 620 °C on the microstructure and mechanical properties of the double-vacuum smelting secondary hardening steel were studied by optical microscope (OM), scanning electron microscope (SEM), JMat Pro software and tensile test. The test results showed that when tempering at 380 °C-620 °C, the matrix of the test steel changes from tempered lath martensite to tempered sorbite with the tempering temperature increasing, while the austenite increases. The tensile strength and yield strength reached their peak value at 440 °C, which may be related to the increase of the strength of the test steel caused by the precipitation of Fe₃C during tempering. The tensile strength and yield strength gradually decreased when tempering at 440 °C - 620 °C. Elongation and section shrinkage gradually increased. In addition, the fracture form of impact fracture changes from quasi-cleavage fracture to ductile fracture + quasi-cleavage fracture. The comprehensive test results showed that the test steel has the best mechanical properties when tempered at 496 °C, and can achieve better strength and toughness matching.

Key Words: Gear steel; Microstructure; Mechanical Properties; Tempering Temperature

美国 Questek 公司研制了新一代高 Co-Ni 航空齿轮钢 C64, 同 AISI 9310 齿轮钢相比, 大幅提升了其强度和回火温度, 保证了 C64 齿轮钢可以在较高温下服役。目前, C64 齿轮钢在国外已经应用在鱼鹰、CH-47 直升机主旋翼轴等^[1-2], 但是, 在国内应用还比较少。本研究的试验钢是在 C64 钢的基础上, 调整合金成分熔炼形成的。

二次硬化钢就是含有铬, 钼, 钒, 钛等的碳化物形成元素的合金钢, 当其经过 500 ~ 600 °C 的回火后, 硬度可以保持不降低, 有时甚至会出现提高的现象^[3]。国内外的研究学者对高 Co-Ni 二次硬化钢

展开了深入的研究。王晨充等^[4]在以 AerMet100 和 M54 钢为研究对象中发现, 在材料强度等同的条件下能够保证高 Co-Ni 二次硬化钢中奥氏体层具有较好的提高材料韧性的效果, 并提出设计奥氏体层需要关注以下四点: 1) 奥氏体向马氏体相变时的体积增量; 2) 奥氏体层稳定性; 3) 奥氏体层厚度; 4) 奥氏体含量。Veerababu R 等^[5]在研究中发现, 在二次硬化超高强度钢中增加 Cr 和 Mo 含量至 5% 以及提高奥氏体化温度可以增加奥氏体的稳定性, 从而在之后的油淬过程中产生几乎 100% 的奥氏体。此外, 较高的 Cr 和 Mo 会影响钢加工过程中形成的亚稳

态 M_2C 碳化物的稳定性。

本研究以高 Co-Ni 试验钢为研究对象,通过进行不同的热处理,从而找到最佳强韧化匹配的热处理制度,旨在为高 Co-Ni 试验钢的研制与应用提供试验数据的支持。

1 实验材料及方法

试验钢首先采用 6 t 真空感应炉熔炼 $\phi 580$ mm 电极,然后经过 6 t 真空自耗炉熔炼 $\phi 660$ mm 钢锭。钢锭经过 $1\ 220$ °C 高温扩散退火后锻造成棒材,其主要化学成分见表 1。将试验钢经线切割后制成金相试样、拉伸试样以及冲击试样,为保证完全奥氏体化,如图 1 所示,选择淬火温度为 950 °C,保温 1 h,此时能够得到单一的奥氏体组织,水冷;然后在 -73 °C 冷处理 1 h,最后分别在 380 、 440 、 496 、 560 、 620 °C 保温 8 h,空冷至室温。线切割试样经处理后,在光镜下进行金相组织观察;采用洛氏硬度仪对硬度试样进行标定,每个试样取三个不同的部位,将三个部位的平均硬度作为最终硬度指标;拉伸试样直径为 $\phi 5$ mm,标距 $L=25$ mm;冲击试样为 $10\ mm \times 10\ mm \times 55\ mm$,U 形缺口;冲击试样断裂后,在扫描电镜进行下断口分析;借助 JMat Pro 软件计算 $380 \sim 620$ °C 回火时试样的奥氏体含量。

2 试验结果与分析

2.1 不同回火温度对试验钢拉伸性能的影响

在 $380 \sim 620$ °C 范围内进行回火,试验钢的力学性能如图 2 所示。从图 2(a)中可以看出,试验钢的抗拉强度、屈服强度均在 440 °C 时达到峰值,强度分别为 $1\ 277$ 、 $1\ 239$ MPa;在 496 °C 回火后,抗拉强度和屈服强度分别为 $1\ 219$ 、 $1\ 128$ MPa,强度下降趋势较

小;当温度升高至 620 °C 时,二者明显下降,此时,抗拉强度只有 832 MPa,屈服强度为 761 MPa。从图 2(b)可以看出,回火温度提高,试验钢伸长率和断面收缩率有所增加,在 380 °C 时,伸长率和断面收缩率分别为 11.2% 和 33.3% ;在 496 °C 时,二者分别为 15.6% 和 44.3% ,涨幅较为明显;在 620 °C 时,二者分别为 20% 和 52.9% ,此时韧性最佳,但强度较低。综合而言,在 496 °C 时,试验钢的力学性能有良好的匹配。

表 1 试验钢的化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of test steel %						
C	Cr	Ni	Co	Mo	V	W
0.11	3.50	5.90	12.25	1.43	0.12	0.02

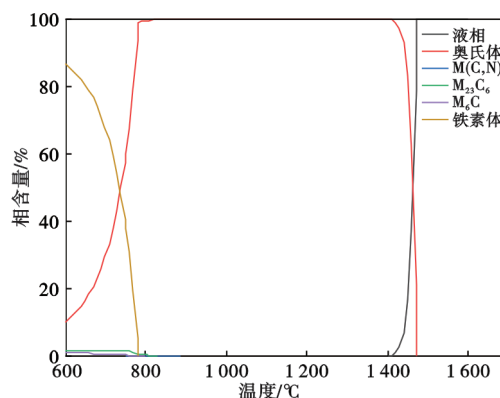


图 1 试验钢温度—相组成图

Fig. 1 Temperature-phase composition diagram of test steel

2.2 不同回火温度对试验钢硬度的影响

试验钢在 $380 \sim 620$ °C 回火区间中,其硬度先增加后降低,如图 3 所示。在 380 °C 时,其硬度为 36 HRC,此时硬度较低;在 496 °C 时,硬度值为 40 HRC,此时

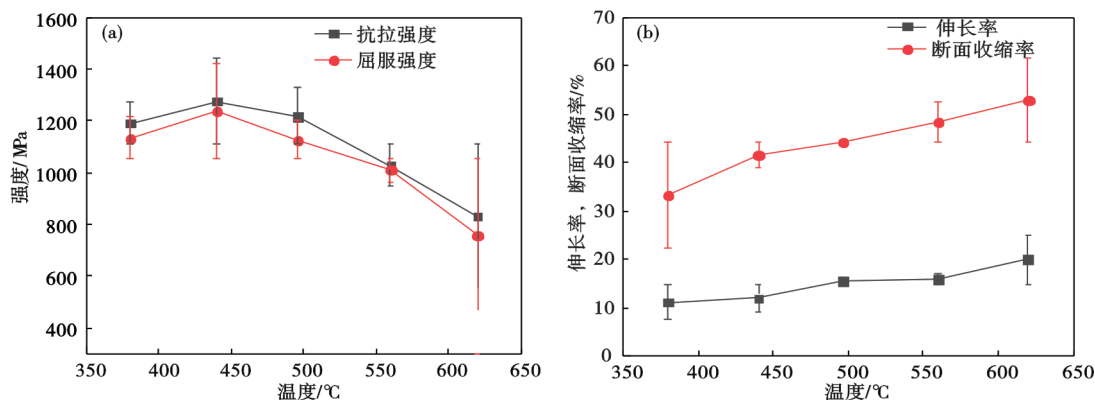


图 2 试验钢在 $380 \sim 620$ °C 回火时的力学性能:(a) 抗拉强度和屈服强度,(b) 伸长率和断面收缩率

Fig. 2 The mechanical properties of steel tempered at 380 °C- 620 °C : (a) tensile strength and yield strength, (b) elongation and area reduction

硬度最高,这可能与试验钢在此回火温度下,基体中析出纳米级 M_2C 碳化物,同时伴随着马氏体分解而析出 Fe_3C ^[6-7],从而提升硬度有关;当回火温度继续升高至 620 °C 时,硬度值最低,仅为 32 HRC。

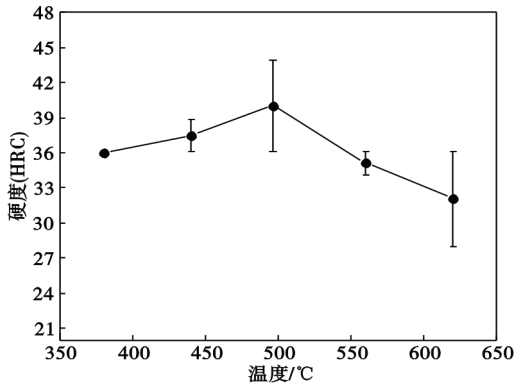


图3 试验钢在 380 ~ 620 °C 回火时的硬度
Fig. 3 Test the hardness of steel tempered at 380 °C-620 °C

2.3 不同回火温度对试验钢显微组织的影响

如图 4 所示,在 380 ~ 496 °C 回火时,试验钢的显微组织为典型的马氏体+奥氏体,此后,随回火温度的提高,基体组织开始粗化,试验钢的力学性能有所降低。在高 Co-Ni 二次硬化钢中,当回火温度 ≥ 482 °C 时,会析出纳米级 M_2C 碳化物,弥散分布于回火板条马氏体基体上^[8]。在长时间的保温下,基体组织中的位错发生了回复,消除了基体组织中的残余应力并减少了位错数量。回火温度高于 482 °C 时, M_2C 碳化物开始长大,软韧相的奥氏体也

逐渐增多^[9-10]。当温度升高至 560 °C 时,回火板条马氏体逐渐分解,马氏体板条边界变得模糊不清; 620 °C 时,马氏体板条已经分解,其显微组织转变为回火索氏体,强度、硬度继续降低,这与之前的力学性能变化相吻合。

为了进一步表征试验钢的显微组织,进行了 SEM 试验。在不同回火温度下,试验钢的扫描电镜(SEM)微观结构如图 5 所示。回火温度在 380 ~ 440 °C 时,可以更直观的看出,试验钢基体为板条马氏体,。此后,提高回火温度,基体中开始析出了少量的小尺寸碳化物,如图 5(c) 所示。当回火温度达到 496 ~ 560 °C 时,小尺寸的碳化物开始不断长大,导致试验钢的强度和硬度降低。当回火温度为 620 °C 时,回火板条马氏体由于温度升高,已经分解为回火索氏体。

使用 JMat Pro 软件对高 Co-Ni 二次硬化钢中奥氏体相进行的模拟分析如图 6 所示,在 380 °C 回火时,奥氏体含量为 6.15%, 496 °C 回火时,奥氏体含量约为 6.01%,变化量不大。此后,随着回火温度的升高,奥氏体开始增多。当回火温度为 620 °C 时,奥氏体含量为 12.12%。由此可见,在 380 ~ 620 °C 的回火范围内,试验钢强度、硬度的下降,塑性、韧性的提高,与奥氏体含量的增加有着不可分割的关系。

2.4 不同回火温度对试验钢冲击性能的影响

当有外力作用在金属材料时,金属材料内部抵抗外力载荷破坏的能力越大,材料的抗冲击能力越

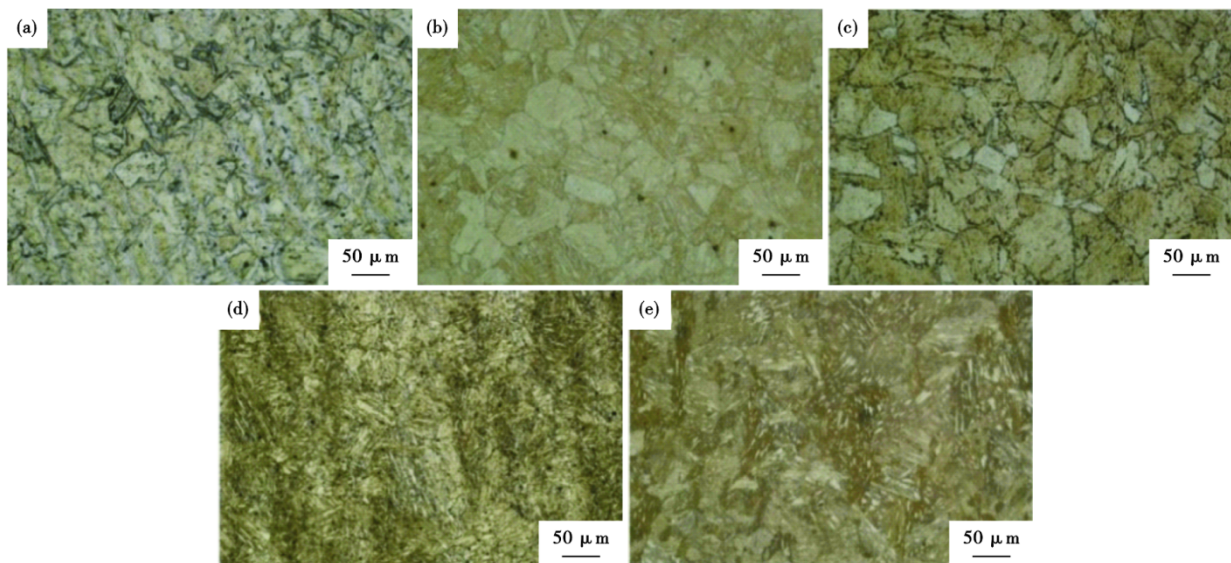


图4 试验钢在 380 ~ 620 °C 回火时的金相图片:(a) 380 °C, (b) 440 °C, (c) 496 °C, (d) 560 °C, (e) 620 °C
Fig. 4 Metallographic picture of test steel tempered at 380 °C-620 °C : (a) 380 °C, (b) 440 °C, (c) 496 °C, (d) 560 °C, (e) 620 °C

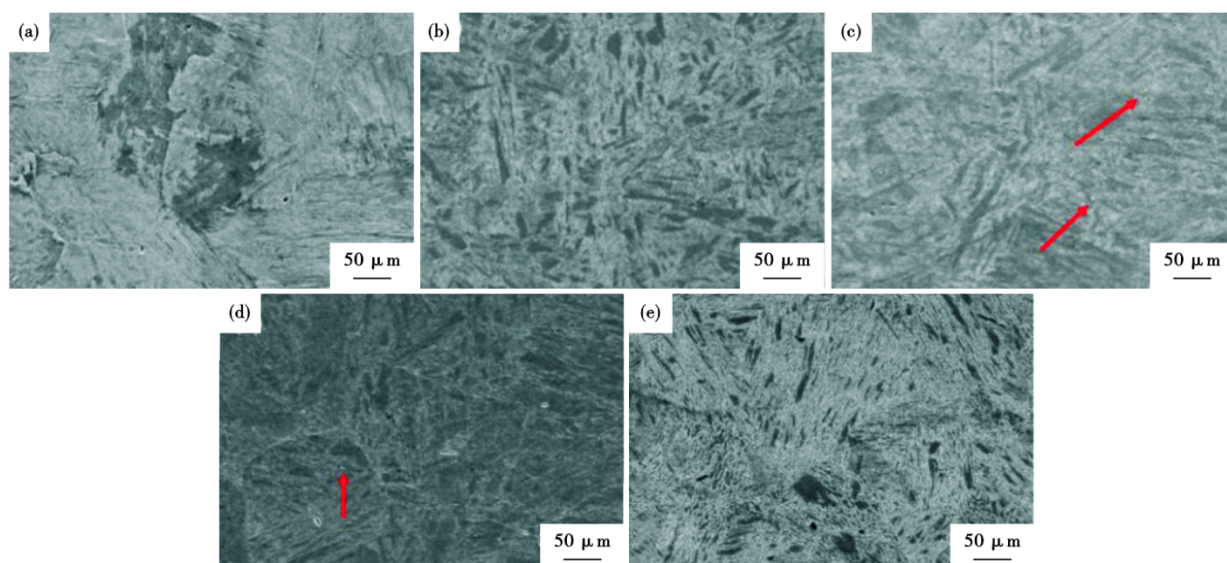


图5 试验钢在380~620℃回火时的SEM形貌:(a) 380℃, (b) 440℃, (c) 496℃, (d) 560℃, (e) 620℃

Fig. 5 The SEM morphology of steel tempered at 380℃-620℃ : (a) 380℃, (b) 440℃, (c) 496℃, (d) 560℃, (e) 620℃

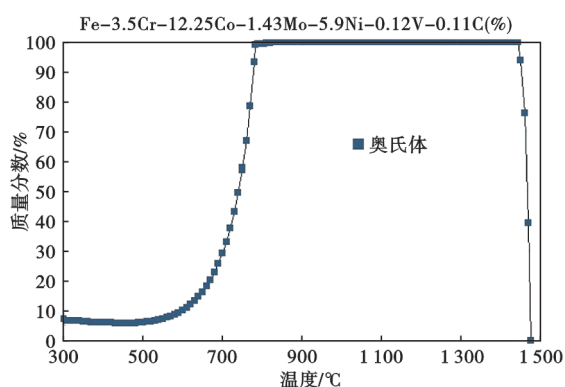


图6 试验钢中的奥氏体含量

Fig. 6 Austenite content in the test steel

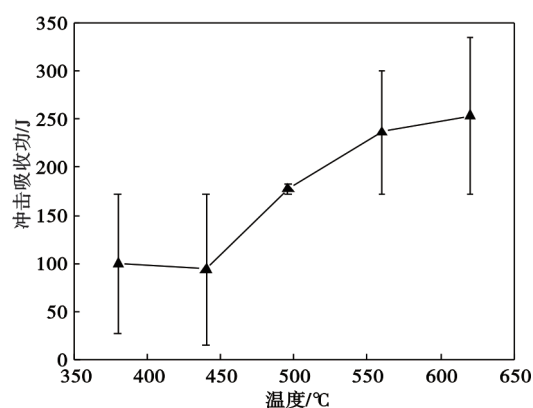


图7 试验钢在380~620℃回火时的冲击吸收功

Fig. 7 Test the impact absorption work of steel at 380℃-620℃ tempering

强^[11]。从图7可知,试验钢在380~620℃回火时,冲击韧性先下降后升高。其中,在440℃时,冲击韧性最低,仅为94.3 J,这可能与马氏体在回火过程中析出 Fe_3C 有关,导致试验钢的韧性下降。在496℃时,试验钢的冲击吸收功为177.3 J;在620℃时,冲击吸收功最高,可以达到253.5 J。

试验钢在380~620℃回火时的冲击断口形貌如图8所示。在380℃时,断裂形式为准解理断裂,解理面所占面积较大,同时,能够看到河流状花样,较小的能量便可使裂纹得到扩展,韧性水平受到很大影响^[12],此时,试验钢的韧性较差;当温度为440℃时,断裂形式转变为韧性断裂+准解理断裂混合断裂形式,解理面所占断口面积开始减小,韧窝开始明显增多,断裂形式开始出现韧性断裂特征,因此,其韧性有所提升;当回火温度为496℃时,在断口中存

在大量密集的、大而深的韧窝,连续分布,没有明显的棱状连接特征,这表明,此时试验钢的韧性较好;当温度继续升高至560℃,断口形貌依然是韧窝占主导地位,但同时会发现撕裂棱以及粗化碳化物的存在,在一定程度上影响了试验钢的韧性。

2.5 分析讨论

镍对高Co-Ni二次强化钢的强韧化具有显著的影响。镍可拓宽奥氏体稳态区,在固溶过程中形成单一、稳定的奥氏体区域,使其在固溶过程中溶解更多的合金元素,同时,还可以促进 M_2C 碳化物的析出。另外镍的加入则可以阻碍位错的分解,从而增强材料的塑性^[13]。Co与Mo协同作用,使Mo在基体中的固溶程度显著下降,从而起到类似Ni的作用,促进含Mo金属间化合物的析出。Co元素能阻止马

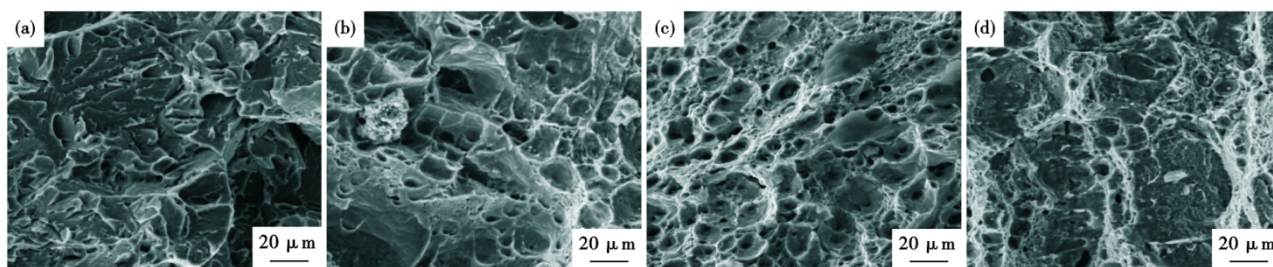


图8 试验钢在380~620℃回火时冲击断口SEM形貌:(a) 380℃, (b) 440℃, (c) 496℃, (d) 560℃

Fig. 8 The SEM morphology of impact fracture was tested when the steel was tempered at 380℃–620℃ : (a) 380℃, (b) 440℃, (c) 496℃, (d) 560℃

氏体中位错的回复,为析出相形核提供更多的形核位置,促进其细化和弥散分布^[14-15]。此外,Co还可以提高 M_s 点,有利于试验钢在淬火冷却过程中获得完全马氏体组织,使其结构可以保持在较高温度,提高钢的抗过时效能力^[16]。

研究认为,合金钢在回火过程中出现二次硬化现象是由析出针状的合金碳化物 M_2C 造成的^[17-18]。试验钢淬火后再进行回火时,淬火马氏体将发生分解以及一系列碳化物转变等行为。其中, Fe_3C 一般会优先析出,从而增强合金钢的强度及硬度。本文中的试验钢在440℃时强度、硬度提高就与 Fe_3C 的析出有关。此后,当回火温度提高时,亚稳态 Fe_3C 将被完全或局部地再溶解,转变成分散在材料中的新的合金碳化物,从而产生二次强化,进而使材料强度、硬度有所提升^[8]。试验钢在496℃抗拉、屈服强度以及硬度仍具有较好的匹配,就是基于 M_2C 弥散析出在回火板条马氏体基体上,提升了试验钢的力学性能。此后,提高回火温度可使 M_2C 碳化物发生粗化和长大,直至与基体脱离共格关系^[19],降低试验钢的力学性能。

另外,当试验钢受到外力作用时,位错开始运动,当其与第二相颗粒或夹杂相遇时,会产生塞集群,若在此过程中累积的应力超过了位错与基体之间的结合强度,将导致微观孔洞的产生^[20]。随后,在外部载荷的影响下,微观孔洞继续生长,周围其它微观孔洞的截面也随之减少,直至贯通,产生裂纹,从

而产生韧窝^[21]。试验钢在380~440℃回火时,冲击韧性很低。此时冲击断口断裂形式为准解理断裂,解理面较多,韧窝较浅,组织抵抗裂纹扩展的能力较弱。由于 Fe_3C 的存在以及奥氏体含量较少,在较小外力的作用下,基体中的裂纹源就可以开始不断扩展,进而导致试样断裂,因此在低温时,试验钢的韧性较差;当回火温度升高时,断口形貌中开始出现大量的等轴韧窝,如图8(c)所示,此时裂纹扩展需要克服较高的能量,同时 Fe_3C 开始逐渐溶解,且奥氏体增多,使得试验钢具有较好的韧性。

3 结论

对高Co-Ni试验钢进行了380~620℃的回火处理,研究了其在不同回火温度下的力学性能以及显微组织变化,得到了以下的结论:

1)试验钢在496℃下进行8h的回火后,抗拉强度、屈服强度分别为1 219、1 128 MPa;伸长率和断面收缩率为15.6%和44.3%;冲击吸收功为177.3 J,能够达到较好的强韧性匹配;

2)试验钢在380~620℃回火时,断裂形式由准解理断裂向塑性+准解理断裂转变,冲击韧性则先下降后升高;

3)奥氏体能够影响试验钢的力学性能,试验钢中奥氏体量在380~640℃回火时含量由6.15%增长至12.12%,由于奥氏体含量的增加、马氏体回火转变和 Fe_3C 溶解的共同作用,提高了试验钢的韧性。

参考文献

[1] 周敏,厉勇,黄顺喆,等. 奥氏体化温度对二次硬化渗碳钢组织与力学性能的影响[J]. 金属热处理, 2017, 42(2): 108-112.
[2] Kuehmann C J, Olson G B. Computational materials design and engineering[J]. Materials Science and Technology, 2009, 25(4): 472-478.

[3] 罗海文,沈国慧. 超高强度高韧化钢的研究进展和展望[J]. 金属学报, 2020, 56(4): 494-512.
[4] 王晨充,张弛,杨志刚,等. 高Co-Ni二次硬化钢的设计准则与时效工艺分析[J]. 金属学报, 2017, 53(2): 175-182.
[5] Veerababu R, Satya Prasad K, Phani S K, et al. Austenite stability and M_2C carbide decomposition in experimental secondary hard-

- ening ultra-high strength steels during high temperature austenitizing treatments [J]. *Materials Characterization*, 2018, 144: 191-204.
- [6] Morsdorf L, Emelina E, Gault B, et al. Carbon redistribution in quenched and tempered lath martensite [J]. *Acta Materialia*, 2021, 205: 116521.
- [7] Perez M, Deschamps A. Microscopic modelling of simultaneous two-phase precipitation: Application to carbide precipitation in low-carbon steels [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, 360(1-2): 214-219.
- [8] 胡正飞, 吴杏芳, 王春旭. 二次硬化合金钢中多组元强化相M₂C碳化物的粗化动力学研究[J]. *金属学报*, 2003, 39(6): 585-591.
- [9] 胡生双, 史利利, 何坤, 等. 回火保温时间对A-100钢力学性能和组织的影响[J]. *金属热处理*, 2021, 46(2): 140-143.
- [10] 赵艳丽, 王强, 杨庆祥, 等. 喷丸工艺参数对A-100高强度钢残余应力场的影响[J]. *金属热处理*, 2013, 38(8): 10-14.
- [11] 胥宏. *机械基础*[M]. 成都: 电子科技大学出版社, 2013.
- [12] 吉祥. 18Ni(350)超高强度马氏体时效钢强韧化机理研究及性能优化[D]. 秦皇岛: 燕山大学, 2021.
- [13] 梁冬梅, 朱远志, 刘光辉. 马氏体时效钢的研究进展[J]. *金属热处理*, 2010, 35(12): 34-39.
- [14] 徐东东, 陈旸, 许昊, 等. 超高强度马氏体时效钢研究进展[J]. *精密成形工程*, 2021, 13(5): 100-108.
- [15] Vasudevan V K, Kim S J, Wayman C M. Precipitation reactions and strengthening behavior in 18 Wt Pct nickel maraging steels [J]. *Metallurgical Transactions A*, 1990, 21(10): 2655-2668.
- [16] 章伟钢, 周芸, 刘少尊, 等. Mo与Co含量对18Ni马氏体时效钢性能的影响[J]. *金属热处理*, 2018, 43(4): 48-52.
- [17] HU Zheng-fei, WU Xing-fang, LI Xiu-qiu, et al. M₂C Precipitate in Isothermal Tempering of High Co-Ni Alloy Steel[J]. *Journal of Iron and Steel Research (International)*, 2001, 8(2): 5658.
- [18] Wang C C, Zhang C, Yang Z G. Effects of Ni on austenite stability and fracture toughness in high Co-Ni secondary hardening steel [J]. *Journal of Iron and Steel Research International*, 2017, 24(2): 177-183.
- [19] 李建凯. 2100 MPa高韧性二次硬化型超高强度钢组织与性能的研究[D]. 西安: 西安建筑科技大学, 2015.
- [20] 汪向荣. AerMet100钢热变形行为与热处理组织性能及其第一性原理表征[D]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学, 2009.
- [21] 上海交通大学《金属断口分析》编写组. *金属断口分析*[M]. 北京: 国防工业出版社, 1979: 95-102.