

喷射成形超高碳钢超塑性变形后的微观组织

Microstructure of a Spray-formed Ultrahigh Carbon Steel After Superplastic Deformation

李小军¹, 吴建生¹, 章靖国², 史海生², 林一坚²

(1 上海交通大学教育部高温材料及高温测试开放重点实验室, 上海 200030;

2 上海宝钢研究院前沿技术研究所, 上海 201900)

LI Xiao-jun¹, WU Jian-sheng¹, ZHANG Jing-guo², SHI Hai-sheng², LIN Yi-jian²

(1 Open Laboratory of the Ministry of Education for High Temperature Materials and High Temperature Tests, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200030, China;

2 Baosteel Advanced Technology Institute,

Shanghai Baosteel Research Institute, Shanghai 201900, China)

摘要: 研究了喷射成形超高碳钢的超塑性及其变形前后的显微组织。变形前, 喷射态超高碳钢的组织为典型珠光体组织, 而变形后, 珠光体中的条状碳化物逐渐发生碎化和球化, 并弥散分布于晶界处, 此外, 在铁素体基体中以及碳化物颗粒周围出现了高密度位错亚结构, 而基体铁素体晶粒也有所伸长。喷射成形超高碳钢超塑性微观机制是以晶界滑动为主, 晶内变形以及位错蠕变起了协调作用。

关键词: 喷射成形; 超高碳钢; 超塑性; 微观组织

中图分类号: TG142 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381 (2004) 06-0020-04

Abstract: The superplastic behavior of a spray-formed ultrahigh carbon steel (UHCS-3Si) and its microstructure after superplastic deformation were investigated. The typical microstructure of as-sprayed UHCS-3Si was fine lamellar pearlite. The lamellar pearlite changed to equiaxed grains stabilized by spheroidized cementite particles distributing at grain boundary during the superplastic deformation. High density dislocation and grain deformation were observed in UHCS after superplastic deformation. The mechanism of superplastic flow is grain boundary sliding (GBS) cooperating with the dislocation creep.

Key words: spray forming; ultrahigh carbon steel; superplasticity; microstructure

超高碳钢(Ultrahigh Carbon Steel, UHCS)是指含碳量为 1.0% ~ 2.1% (质量分数)的一类碳钢^[1]。由于超高碳钢中碳含量过高, 在常规铸造的凝固过程中, 很难避免碳的偏析以及粗大碳化物的形成, 也难以避免热加工中从奥氏体晶界处析出粗大网状碳化物, 这些都会造成超高碳钢材料的脆性, 因而长期被排除在实用工程材料之外^[2,3]。O. D. Sherby 等^[4-6]采取一系列热机械处理工艺如挤压、锻造、多道次轧制等消除了常规工艺下超高碳钢中的粗大网状碳化物, 并使其组织充分细化后, 超高碳钢不但具有高强度和一定韧性的良好综合力学性能, 而且还具有良好的超塑性。但由于上述工艺复杂, 实际工业生产中仍然难以应用。喷射成形技术兼有快速凝固和近终形的特点, 是近年来发展起来的一种材料制备新技术^[7]。上海宝钢研究院成功地运用喷射成形技术制备了超高碳钢, 在没有后续处理的条件下, 具有良好的超塑性

性能^[8]。

本工作研究了变形温度和应变速率对喷射成形超高碳钢超塑性的影响, 观察了变形前后超高碳钢的组织变化, 并探讨了喷射成形超高碳钢的超塑性变形机理。

1 实验材料及方法

试验用超高碳钢的化学成分(质量分数/%)为: 1.25 C, 2.98 Si, 0.5 Mn, 1.5 Cr, 余 Fe。采用真空感应炉将超高碳钢熔炼并浇注成棒作为喷射成形的原料。喷射成形工艺是在宝钢研究院自行研制的喷射成形设备上进行的, 过热度为 150, 雾化氮气的压力为 2.2 MPa, 喷嘴到水冷铜基板的距离为 360 mm。

超塑拉伸试验在 SHIMADZU Autograph 10 试验机上进行, 并通过不断调整夹头移动速度来保持试样变形时应变速率的基本恒定; 采用应变速率提升法

测定 m 值。拉伸试样标距处的尺寸为 $1.5\text{mm} \times 3.2\text{mm} \times 8\text{mm}$ 。变形温度和应变速率分别为 $760 \sim 910$ 和 $8 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ 。

超塑性变形前后的显微组织观察是在 Hitachi S4200 (SEM) 和 JOEL JEM 200CX (TEM) 上进行的。SEM 试样的侵蚀剂为 4% 硝酸酒精, 在 Struers Tenupol-3 上对透射电镜试样进行了双喷减薄, 减薄溶液的成分为 95% 冰醋酸 (CH_3COOH) 和 5% 高氯酸 (HClO_4)。

2 实验结果及讨论

2.1 喷射成形超高碳钢的显微组织

超高碳钢的显微组织见图 1, 其中图 1a 和图 1b 分别为供货态超高碳钢 (常规冶炼方法制备) 和喷射态超高碳钢。供货态超高碳钢晶粒粗大, 约为 $320\mu\text{m}$, 并有大量的碳化物网络存在, 这是由于常规冶炼方法制备时冷速慢, 碳化物沿晶界析出造成的。而喷射成形工艺冷速较快, 碳化物来不及沿晶界析出, 制备的超高碳钢其组织为典型的珠光体组织, 珠光体层片均匀细密, 无网状碳化物。

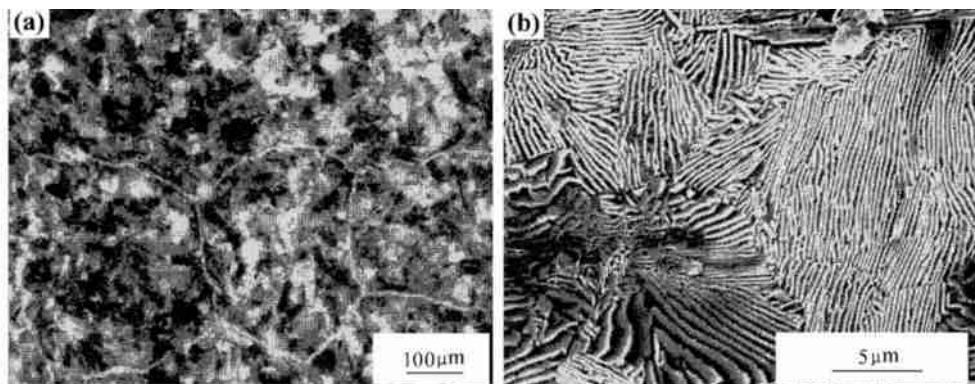


图 1 超高碳钢的显微组织 (a) 供货态 (金相组织); (b) 喷射成形 (扫描电镜)

Fig. 1 Microstructure of the UHCS-3Si (a) optical micrograph of as-received; (b) SEM micrograph of as-sprayed

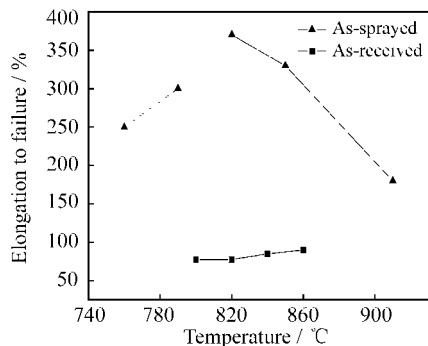


图 2 应变速率为 $2.5 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ 时, 喷射成形超高碳钢延伸率与变形温度的关系

Fig. 2 Elongation to failure is plotted as a function of temperature with strain rate $2.5 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$

2.2 喷射成形超高碳钢的超塑性力学表征

图 2 是在应变速率为 $2.5 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ 时, 供货态和喷射态超高碳钢在 $760 \sim 910$ 的温度范围内进行高温拉伸试验后得到的终断延伸率与变形温度的关系曲线。图中, 喷射态超高碳钢在整个温度范围都表现出了良好的超塑性性能。最大终断延伸率出现在变形温度为 820 时, 低于或高于该温度, 延伸率都呈下降的趋势。这表明变形温度为 820 时, 喷射成形超高碳钢材料 (UHCS-3Si) 具有最佳的超塑性。而图中供货态超高碳钢在整个变形温度范围内 ($800 \sim 860$), 终断延伸率均不超过 100% , 即不具备超塑性性能。这是由于在供货态超高碳钢中网状碳化物的存在而导致其高温变形能力下降。

图 3 为喷射态超高碳钢在变形温度为 820 , 应变速率在 $8 \times 10^{-5} \sim 1 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ 的范围内时, 终断延伸率与应变速率的关系曲线。在整个应变速率范围内, 喷射态超高碳钢都具有良好的超塑性性能。而应变速率为 $2.5 \times 10^{-4}\text{s}^{-1}$ 时, 延伸率出现最大值, 为 370% ; 应变速率为 $1 \times 10^{-2}\text{s}^{-1}$ 时, 延伸率也较高, 为 175% 。

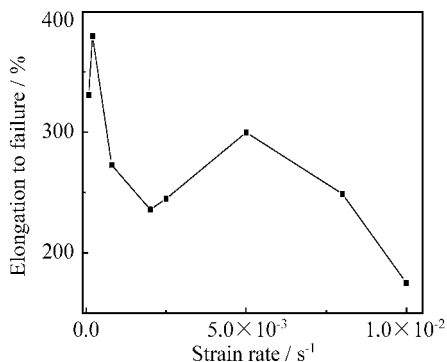


图 3 变形温度为 820 时, 喷射成形超高碳钢延伸率与应变速率的关系

Fig. 3 Elongation to failure is plotted as a function of strain rate at 820

2.3 喷射成形超高碳钢变形后的组织观察

2.3.1 变形后试样不同位置的显微组织

图4为喷射成形超高碳钢在820℃， $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 的高应变速率变形条件下，进行超塑性试验后的显微组织（SEM），其中，图4a和图4b分别为靠近试样夹头处（近似于未变形区）和断口附近（变形区）的典型显微组织。图4a中，试样夹头处（未变形区）的组织大部分仍保持为典型的层片状珠光体，只有很少一部分发生了球化。而图4b中试样断口附近（变形区）的组织与未变形的组织相比，发生了很大变化，珠光体的层片状碳化物大部分已经球化。变形区与未变形区的这种组织差异表明在超塑性的变形过程中，喷射成形超高碳钢的组织在朝有利于超塑性的组织发生

变化即层片组织转化为球化组织，而球化组织通常认为是有利于超塑性的。喷射成形超高碳钢在变形过程中组织发生球化的原因可以认为是片层组织首先在应力作用下发生碎化，并在加热过程中逐渐球化，这个过程相当于对喷射成形超高碳钢进行了热机械处理。

超塑拉伸试验采用的超高碳钢是直接取自喷射成形后的沉积坯，其组织为典型的层片状珠光体，在没有进行任何后续超塑热处理而直接进行超塑性变形后，其组织转变为了球化组织。这表明喷射成形超高碳钢在超塑性变形中具有独特的组织转变特性，并且是朝有利于超塑性的组织转变。

2.3.2 一定应变速率不同温度变形后显微组织

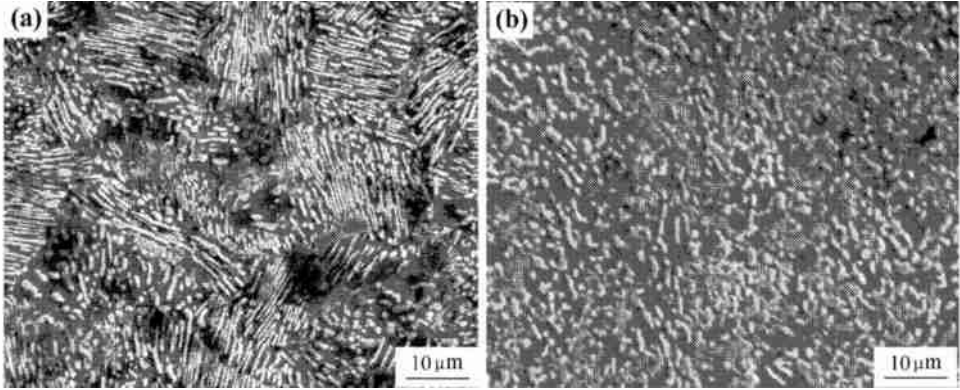


图4 喷射成形超高碳钢于820℃， $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ 变形后的显微组织 (a) 未变形区（试样夹头处）；(b) 变形区（近断口）
Fig.4 SEM micrographs of spray formed UHCS after superplastic deformation with initial strain rate $1 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$ at 820℃
(a) the grip region of tested sample; (b) strained region of tested sample

图5为喷射成形超高碳钢在应变速率为 $2.5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ ，温度分别为790℃和850℃进行拉伸试验后试样上接近断口处的显微组织。上述两个变形条件下，喷射成形超高碳钢均具有良好的超塑性，终断延伸率分别为300%和330%。图5a是温度为790℃时超高碳钢变形后的组织，基体晶粒有一定程度的拉

长；碳化物呈颗粒状，大部分分布在晶界上。图5b是温度为850℃时超高碳钢变形后的组织，基体晶粒的拉长程度已不明显，基本上呈等轴状；碳化物呈颗粒状，大部分沿晶界分布。与图1b中喷射成形超高碳钢的原始组织即完全的层片状珠光体组织相比，可以看出超高碳钢经高温变形后，其组织向有利于超塑性变

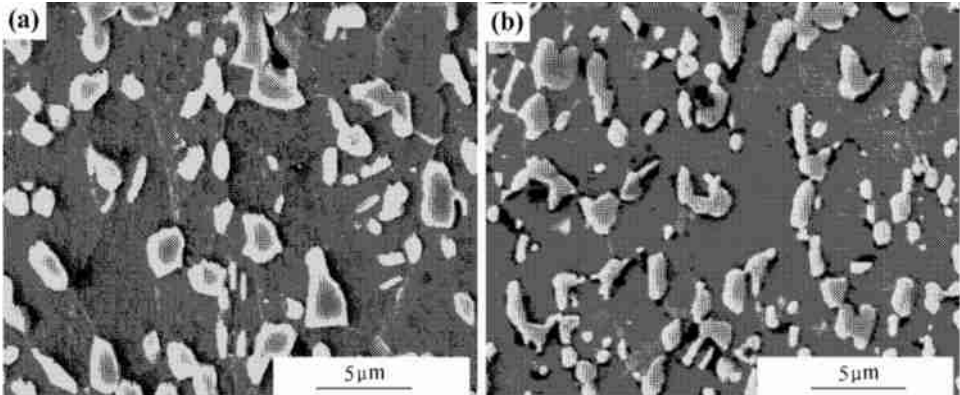


图5 应变速率 $2.5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 时，超高碳钢不同温度下变形后的显微组织
Fig.5 SEM micrographs of spray formed UHCS after superplastic deformation with initial strain rate $2.5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$
(a) 790℃；(b) 850℃

形的方向发生了转变, 珠光体中的层状碳化物转变为细小球状的碳化颗粒, 并沿晶界分布, 从而有效的阻碍了基体晶粒在高温下的长大, 有利于超高碳钢的高温变形性能。

2.3.4 超塑拉伸后的 TEM 观察

图 6 为喷射成形超高碳钢在应变速率为 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, 温度为 820 °C 时, 进行超塑性试验后试样的变形区 (近断口处) 的透射电镜 (TEM) 组织。在该变形条件下, 喷射成形超高碳钢具有良好的超塑性, 其最终延伸率为 300%。图 6a 为试样均匀变形区的组织, 而图 6b 为试样接近断口处的组织。可以近似认为图

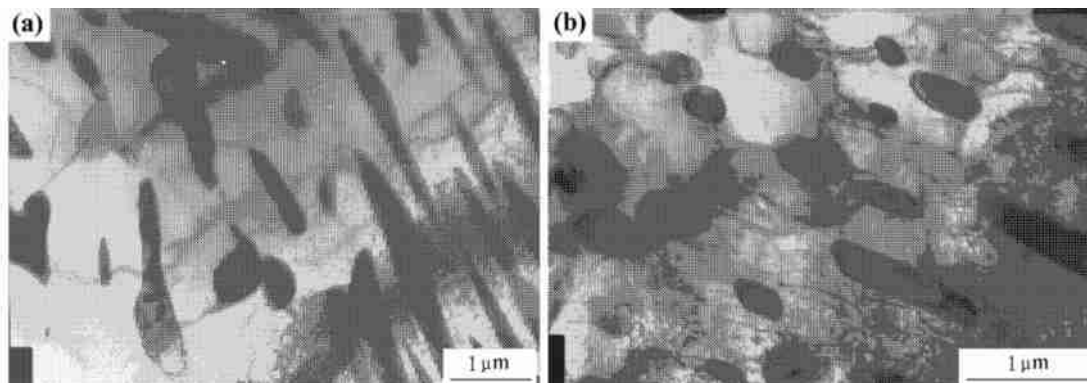


图 6 超高碳钢超塑拉伸后组织的 TEM 观察, 变形温度为 820 °C, 应变速率为 $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$

(a) 试样均匀变形区的组织; (b) 试样接近断口处的组织

Fig. 6 TEM micrographs of UHCS-3Si after superplastic deformation with initial strain rate $5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ at 820 °C

(a) strained region of tested sample (b) strained region near the necking of tested sample

中晶粒的长大, 从而有利于晶界滑动, 而位错可以起到变形协调的作用。

3 结论

(1) 喷射成形超高碳钢的显微组织为典型的珠光体组织, 其珠光体层片均匀细密, 晶界无网状碳化物。

(2) 喷射成形超高碳钢在温度为 820 °C, 应变速率为 $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的变形条件下, 具有最好的超塑性性能, 最大延伸率为 370%。

(3) 喷射成形超高碳钢在超塑性变形过程中发生了具有显著的组织转变, 珠光体中的条状碳化物逐渐发生碎化和球化, 并弥散分布于晶界处。

(4) 喷射成形超高碳钢超塑性微观机制可认为是以晶界滑动为主, 晶内变形以及位错蠕变起了协调作用。

参考文献

- [1] KIM W J, TALEFF E M, SHERBY O D. Superplasticity of fine-grained Fe-C alloys prepared by ingot-and powder-processing routes [J]. *Journal of Materials Science*, 1998, 33: 4977- 4983.
- [2] LESURE D R. The case for ultrahigh-carbon steels as structural

6b 所对应的试样部位变形程度大于图 6a 所对应的。图 6a 中, 部分条状碳化物发生断裂, 并转化为球状碳化物, 而图 6b 中, 条状碳化物发生断裂转化为球状碳化物的程度更为明显, 细小的球状碳化物颗粒 (平均尺寸小于 $1 \mu\text{m}$) 弥散分布在晶界上。值得注意的是, 图 6b 中右下角的碳化物形态与左上角相比, 仍然保持条状形态, 这也在一定程度上反映了碳化物的转变过程。碳化物形态的这种转变现象与图 4 所观察的结果一致。此外, 图 6b 中基体晶粒平均尺寸小于 $1 \mu\text{m}$, 在晶界上以及碳化物颗粒的周围也出现大量位错。这种弥散分布球化碳化物可以有效阻止超塑性变形过程

materials [J]. *JOM*, 1993, 8: 40.

- [3] SHERBY O D. Ultrahigh carbon steels [J]. *J of Mater*, 1985 (6): 50- 56.
- [4] SHERBY O D, WALSER B, YOUNG C M, CADDY E M. Superplastic ultrahigh carbon steels [J]. *Scripta Metall*, 1975, 9: 569- 574.
- [5] SHERBY O D. Divorced eutectoid transformation process and product of ultrahigh carbon steels [P]. *United States Patent*: 4448613, 1984- 05- 15.
- [6] SHERBY O D, WALSER B, YOUNG C M, CADDY E M. Superplastic ultrahigh carbon steels [P]. *United States Patent*: 3951697, 1976- 04- 20.
- [7] SINGER A R E. Recent developments in the spray forming of metals [J]. *The International Journal of Powder Metallurgy & Powder Technology*, 1985, 21 (3): 219- 234.
- [8] ZHANG J G, SHI H S, LIN Y J, et al. A method to produce a superplastic ultrahigh carbon steel and its applications [P]. *Patent of China*: 011269529, 2002.

收稿日期: 2003-11-10; 修订日期: 2004-04-10

作者简介: 李小军 (1975-), 男, 博士研究生, 上海交通大学材料科学与工程学院, 主要从事喷射成形工艺及其材料性能方面的研究, 发表论文 10 余篇, 联系地址: 上海交通大学材料学院高温材料与测试实验室 (200030)。