

# 锻态粉末冶金铁基合金的显微组织和力学性能

刘东华, 刘咏, 赵大鹏, 刘祖铭

(中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙, 410083)

**摘要:** 采用金相观察、能谱分析、X线衍射和洛氏硬度测定等研究锻态粉末冶金铁基合金显微组织和力学性能演变的规律。研究表明: 锻造态铁基合金已经开始发生再结晶, 但再结晶晶核较少, 再结晶不完全, 晶界处有第二相析出, 析出相成分主要为 Ti, Y 和 O; 经 1 300~1 450 °C 热处理后发生了再结晶, 在 1 300 °C 再结晶完全, 晶粒细小, 第二相弥散分布于晶粒内部, 样品最高洛氏硬度达 54.8; 随着热处理温度的提高, 晶粒长大明显, 强化相颗粒长大, 导致洛氏硬度下降; 经 700 °C 退火后, 铁基合金材料晶粒尺寸变化不明显, X 线衍射峰向右发生偏移, Cr 的固溶度降低, 洛氏硬度下降明显。

**关键词:** 铁基合金; 显微组织; 硬度

中图分类号: TG113.25<sup>+1</sup>

文献标志码: A

文章编号: 1672-7207(2010)02-0455-05

## Microstructure and mechanical properties of hot-forged powder metallurgy Fe-based alloys

LIU Dong-hua, LIU Yong, ZHAO Da-peng, LIU Zu-ming

(State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

**Abstract:** The evolution regularity of microstructures and mechanical properties of a forged Fe-based alloy were investigated by optical microstructure, energy spectrum analysis, X-ray diffractometry and Rockwell hardness testing. The results show that few nucleus of crystal is formed on the forged Fe-based alloy, the grains occur recrystallization and the second phase is composed of Ti, Y and O precipitated at grain boundary. The forged samples occur recrystallization at 1 300~1 450 °C through high temperature treatment. The HRC hardness is 54.8 at 1 300 °C, because there occurs full recrystallization, and the grain size becomes fine, the secondary phase is dispersively distributed within grains. The hardness decreases with the increase of temperature of heat treatment, because the grain size of recrystallization is unchanged but softening occurs. After annealing at 700 °C, crystal size of the forged Fe-based alloy changes unobviously, and the hardness decreases because of the dextral deviation of X-ray diffraction peak and the decrease of solid solubility of Cr.

**Key words:** Fe-based alloy; microstructure; hardness

铁基氧化物弥散强化高温合金是以铁素体/马氏体系耐热钢为对象发展起来的一类新材料。这类耐热钢与奥氏体系耐热钢和耐热合金相比具有熔点高、耐高温腐蚀性好、传热性好、热胀系数小(有利于耐热疲劳性)、抗快中子辐照等优点<sup>[1-4]</sup>, 目前, 多采用多

种粉末单质与 Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 粉末进行机械合金化制备预合金粉末。Ramar 等<sup>[5]</sup>采用高能球磨对 ODS EUROFER 97 粉末显微硬度进行研究, 但没有进行后续热加工; Sakasegawa 等<sup>[6-7]</sup>则通过对球磨粉末热挤等热加工工艺, 所获得铁基合金性能优良, 但浪费大, 成本高,

收稿日期: 2009-04-02; 修回日期: 2009-05-28

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50634060)

通信作者: 刘咏(1973-), 男, 江西莲花人, 教授, 博士生导师, 从事粉末冶金基础理论、新材料、新技术研究; 电话: 0731-88830406; E-mail: yonliu@mail.csu.edu.cn

不利于工业生产。在此,本文作者拟采用雾化工艺制备预合金粉末,经烧结和热锻成形<sup>[8-9]</sup>这一较简单的工艺路线,获得与热挤或热等静压铁基高温合金相接近的力学性能,并主要研究锻态铁基合金材料力学性能和显微组织的变化;通过金相、能谱分析、相成分分析和硬度测定分析锻态铁基合金显微组织和力学性能演变的规律。

## 1 试验过程

本试验采用的雾化铁基合金粉末,其名义成分为 Fe-12Cr-2.5W-0.4Ti-0.3Y-0.3O (质量分数,%)。铁基合金粉末制备采用惰性气体雾化方法制备<sup>[10]</sup>,将所有合金原料直接熔化,然后采用氩气雾化。熔化温度为 1 650 ,雾化压力为 3.5 MPa,金属熔液流量为 6.0 kg/min,雾化介质为氩气。为了减小成分误差,对 Ti 和 Y 等易挥发性元素,待温度升高至接近雾化温度时再加入,溶解均匀后立即进行雾化。雾化粉末化学成分如表 1 所示。雾化粉末在钢模中通过模壁润滑压制成直径×高度为 20 mm×25 mm 的生坯<sup>[11]</sup>。在卧式钼发热体真空烧结炉中于 1 350 烧结 2 h,然后进行 1 200 等温锻造,总变形量为 80%。锻造样分别在 1 300,1 350,1 400 和 1 450 4 个温度点热处理 1 h、空冷,将上述样品在 700 退火 1 h、空冷。

表 1 铁基合金粉末的化学成分

Table 1 Compositions of iron-based powder					w/%
Cr	W	Ti	Y	O	Fe
13.15	3.30	0.43	0.44	0.23	余量

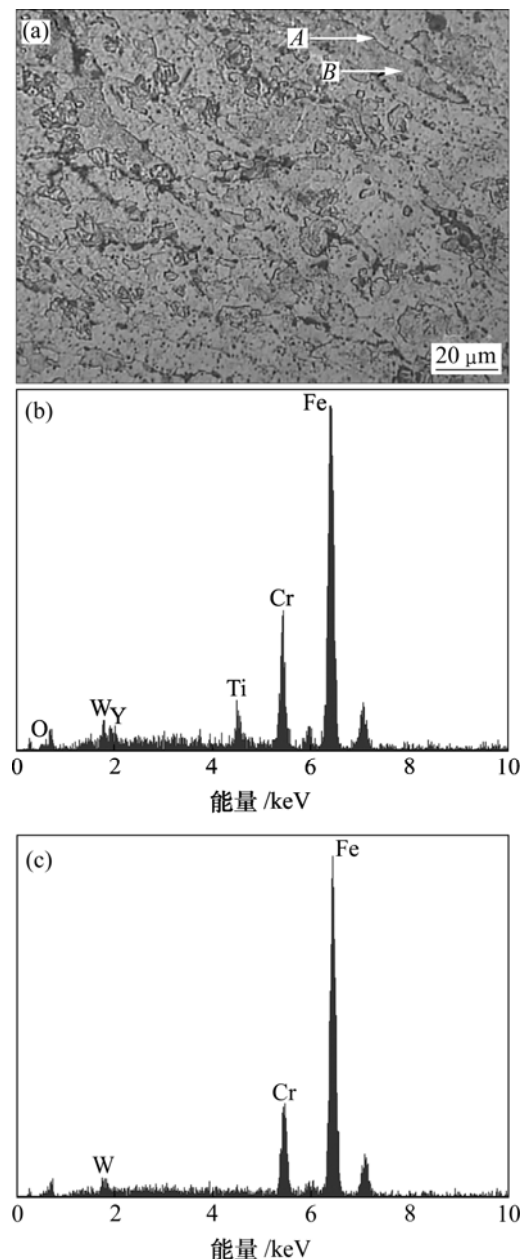
将锻造样、热处理样以及退火样置于德国 LEICA 公司的 MEF3A 金相显微镜上进行显微组织观察,腐蚀剂为 FeCl<sub>3</sub> 酒精溶液。采用 JM-6360LV 扫描电子显微镜观察试样的显微组织形貌,同时,用 EDAX 公司的能谱分析仪对部分区域进行能谱分析,采用 D8-Advance 型全自动 X 线衍射仪进行物相分析,试样的硬度用洛氏硬度(HRC)表示,每个试样测量 3~5 个点,然后取平均值。

## 2 试验结果

### 2.1 显微组织

图 1 所示为锻态粉末冶金铁基合金的显微组织

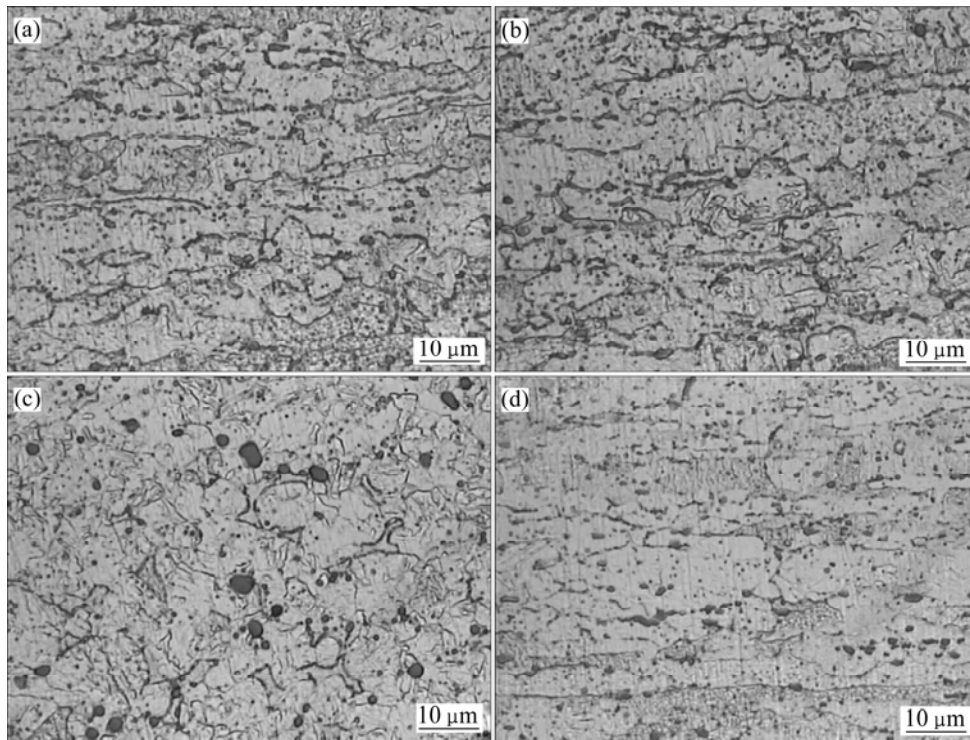
及成分分析。从图 1(a)可以看出:颗粒边界由原来的雾化粉末的球形边界转变成多边形,部分原始颗粒界面消失,颗粒内部的晶粒尺寸小,发生了明显的塑性变形,且存在定向排列趋势;在锻造的过程中,已经开始发生再结晶,所形成的再结晶晶核较少,再结晶不完全。对锻造样进行成分分析(图 1(b)和(c)),发现晶界 A 和晶粒内部 B 这 2 点处有第二相析出,析出相成分主要为 Ti, Y 和 O。



(a) 显微组织; (b) 图 1(a)中 A 点能谱分析结果;  
(c) 图 1(a)中 B 点能谱分析结果

图 1 锻造样品的显微组织及成分分析

Fig.1 Microstructure and composition analysis of hot-forging samples



热处理温度/ : (a) 1 300 ; (b) 1 350 ; (c) 1 400 ; (d) 1 450

图 2 热处理样品的显微组织

Fig.2 Microstructures of samples heat treated at different temperatures

在不同热处理温度下所获得的显微组织如图 2 所示。图 2(a)所示是退火温度为 1 300 时的显微组织, 其发生了再结晶, 晶粒尺寸小。随着热处理温度的提高, 再结晶晶粒变化不明显。对热处理态样品的晶界和晶内进行成分分析, 未发现明显的成分差异, 锻造样品晶界处的 Ti-Y-O 相经过高温退火后无法观察到。

热处理样品(热处理温度为 1 300 )在 700 退火 1 h 的显微组织如图 3 所示, 可见: 样品晶粒细小、均匀, 晶粒尺寸为 5~10 μm, 热处理样品经低温退火后没有发生明显的长大。对退火样品进行成分分析, 发现晶界和晶内均出现 Ti-Y-O 析出相, 且分布均匀。

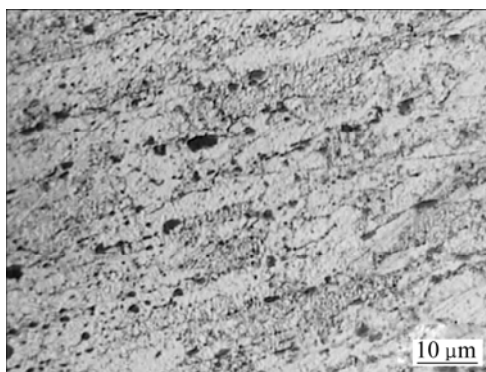
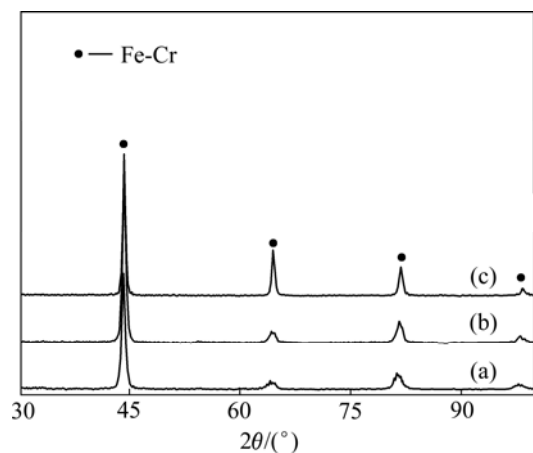


图 3 于 700 退火时样品的显微组织

Fig.3 Microstructure of sample annealed at 700

### 2.2 物相分析

铁基合金锻造样品、1 300 高温退火样品和低温退火样品的相成分分析结果如图 4 所示。可见: 锻造样品、高温退火样品和低温退火样品的相组成基本相同, 只是低温退火样品和高温退火样品的衍射峰相对锻造样品的衍射峰向右发生偏移, 衍射峰强度也逐渐提高。



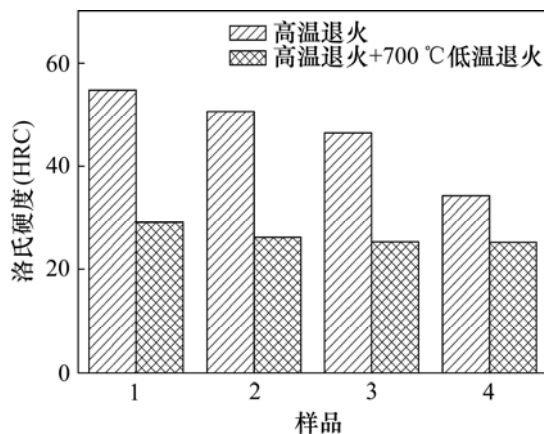
(a) 锻造样品 ; (b) 1 300 高温退火样品 ; (c) 700 退火样品

图 4 不同样品的 XRD 谱

Fig.4 XRD patterns of different samples

### 2.3 力学性能

铁基合金锻造态洛氏硬度为 27.6, 铁基合金经不同温度退火后的洛氏硬度如图 5 所示。可见: 热处理温度为 1 300 时材料的硬度最高为 54.8; 随着退火温度的升高, 洛氏硬度下降; 在 1 450 时, 铁基合金的洛氏硬度为 34.3, 但均高于锻造态材料的洛氏硬度。将高温退火合金进行低温退火, 低温退火合金的洛氏硬度比原高温退火后的洛氏硬度低, 且其洛氏硬度基本一致, 变化不大。



高温退火温度/ : 1—1 300 ; 2—1 350 ; 3—1 400 ; 4—1 450

图 5 铁基合金经不同温度退火后的硬度

Fig.5 Hardness of Fe-based alloy annealed at different temperatures

## 3 分析与讨论

铁基合金在热锻过程中, 主要受孔隙变形、晶体塑性变形、颗粒间位移和变形等因素的影响<sup>[12]</sup>。热锻开始时, 在轻微的变形破坏、压制烧结过程中, 样品内形成的部分颗粒间联结, 随着变形程度的增大, 颗粒间晶界很容易产生滑移和塑性流动区域, 宏观塑性流动使颗粒间接触面增大, 联结增强, 从而阻碍颗粒晶界的相对移动、转动和变形, 由原始雾化粉末颗粒近球形变形为多边形, 在原孔隙周围形成较小的孔隙, 小孔隙又变成更小的孔隙, 锻造坯的致密度提高, 硬度提高。

将锻造样进行高温退火, 使形变晶粒重新结晶为均匀的等轴晶, 消除形变强化和局部残余应力, 既可使铁素体晶粒细化, 又便于成分均匀化。在锻造样中, 位于晶界处的 Ti-Y-O 析出相随温度升高而固溶在晶内, 使洛氏硬度提高。从图 2(a)的显微组织可以看出:

热处理温度 1 300 , 晶粒发生了再结晶, 且比较完全; 随着热处理温度的提高, 锻造样坯的再结晶晶粒尺寸变化不明显, 洛氏硬度随温度的提高而降低。文献[13-14]报道 ODS 铁素体合金在 700~800 附近能够抵抗再结晶软化, 当超过 1 100 时, 屈服强度才开始大幅度下降。而在本实验中观察到: 在超过 1 300 后硬度明显下降, 这一现象可以通过回复-再结晶行为来理解, 即合金中的弥散相能够通过位错的钉扎效应来延缓回复与再结晶的发生; 当温度进一步升高到 1 300 以上时, ODS 合金中氧化物弥散相开始粗化, 钉扎作用减弱, 从而发生软化。

高温退火材料经 700 退火后, 显微组织变化不明显, 在热处理状态下弥散分布的第二相均匀分布在晶内和晶界处, 洛氏硬度明显下降。这是由于 700 时 Cr 在  $\alpha$ -Fe 中的固溶度较 1 300 时降低, 随着 Cr 固溶度的下降<sup>[15-16]</sup>, 退火样品的强度也有所降低。图 4 所示结果也表明低温退火后, 衍射峰向右偏移。

衍射峰的宽化量与晶格畸变程度关系如下:

$$\varepsilon = W / (4 \tan \theta)$$

式中:  $\varepsilon$  为由晶格畸变引起的衍射峰宽化量;  $W$  为晶格畸变程度;  $\theta$  为衍射角。

当 1 个 Cr 原子进入铁素体晶格中后, 就会使原来的原子间距发生变化, 这种间距变化出现在这个异类原子位置或附近, 即发生晶格畸变。这种晶格畸变的程度与异类原子 Cr 的加入量成正比。随着晶格畸变的发生, 衍射峰位偏离原来的位置。反之, 根据 Fe-Cr 相图, 高温退火样品在低温退火后, 当退火温度为 700 时, Cr 的固溶度下降, 从原来的铁素体晶格中析出, 晶格常数变小, 衍射角增大, 从而导致衍射峰向右偏移。

## 4 结论

(1) 铁基合金锻造样品经 1 300~1 450 高温退火发生再结晶, 细晶强化和第二相弥散强化共同作用下, 强度明显提高。

(2) 于 1 300 热处理的样品再结晶完全, 晶粒细小, 洛氏硬度最高; 随热处理温度的提高, 由于强化相颗粒长大, 导致洛氏硬度下降。

(3) 经低温退火处理后, 由于材料中 Cr 的固溶度降低, 铁基合金晶格常数变小, 衍射角增大, 衍射峰向右偏移, 洛氏硬度下降。

## 参考文献:

- [1] Ukai S, Nishida T, Okuda T, et al. R&D of oxide dispersion strengthened ferritic martensitic steels for FBR[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 1998, 258/263: 1745-1749.
- [2] Ukai S, Fujiwara M. Perspective of ODS alloys application in nuclear environments[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2002, 307/311: 749-757.
- [3] Miller M K, Kenik E A, Russell K F, et al. Atom probe tomography of nanoscale particles in ODS ferritic alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2003, 353(1/2): 140-145.
- [4] Lindau R, Möslang A, Rieth M, et al. Present development status of EUROFER and ODS-EUROFER for application in blanket concepts[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2005, 75/79: 989-996.
- [5] Ramar A, Oksiuta Z, Baluc N, et al. Effect of mechanical alloying on the mechanical and microstructural properties of ODS EUROFER 97[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2007, 82(15/24): 2543-2549.
- [6] Sakasegawa H, Ohtsuka S, Ukai S, et al. Microstructural evolution during creep of 9Cr-ODS steels[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2006, 81(8/14): 1013-1018.
- [7] Klueh R L, Shingledecker J P, Swindeman R W, et al. Oxide dispersion-strengthened steels: A comparison of some commercial and experimental alloys[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2005, 341(2/3): 103-114.
- [8] 郭庚辰. 液相烧结粉末冶金材料[M]. 北京: 化学工业出版社, 2003.  
GUO Geng-chen. Powder metallurgy materials of liquid-phase sintering[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2003.
- [9] 徐平姣. 粉末烧结体緻粗致密与成形的有限元分析[J]. *塑性加工技*, 2003, 43(3): 121-125.  
XU Ping-jiao. FEM analysis densification and deformation in upsetting a powder sintering compact[J]. *Plastic Working Technology*, 2003, 43(3): 121-125.
- [10] 欧阳鸿武, 陈欣, 余文焘, 等. 气雾化制粉技术发展历程及展望[J]. *粉末冶金技术*, 2007, 25(1): 53-58.  
OUYANG Hong-wu, CHEN Xin, YU Wen-tao, et al. Progress and prospect on the gas atomization[J]. *Powder Metallurgy Technology*, 2007, 25(1): 53-58.
- [11] 刘咏, 方京华, 温玉仁, 等. 模壁润滑对铁基粉末制品力学性能的影响[J]. *中南大学学报: 自然科学版*, 2007, 38(6): 1028-1032.  
LIU Yong, FANG Jing-hua, WEN Yu-ren, et al. Influences of die wall lubrication on mechanical properties of iron-based superalloy powder compacts[J]. *Journal of Central South University: Science and Technology*, 2007, 38(6): 1028-1032.
- [12] 黄培云. 粉末冶金原理[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1997.  
HUANG Pei-yun. Principles of powder metallurgy[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1997.
- [13] Schmit H. Mathematical-physical considerations regarding the production of metal powders for powder metallurgy[J]. *Powder Metallurgy International*, 1979, 11(2): 68-71.
- [14] LIU Huimin, Dandy D S. Modeling of liquid metal flow and heat transfer in delivery tube during gas atomization[J]. *Materials Science and Engineering A*, 1995, 197(2): 199-208.
- [15] 刘文胜, 唐芳, 马运柱, 等. 微量Cr对合金93W-Ni-Fe组织及力学性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2008, 18(9): 1645-1650.  
LIU Wen-sheng, TANG Fang, MA Yun-zhu, et al. Effect of minor Cr additions on microstructure and mechanical properties of 93W-Ni-Fe alloys[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2008, 18(9): 1645-1650.
- [16] 王庆娟, 徐长征, 黄美权, 等. Cr分布对Cu-Cr合金性能的影响[J]. *功能材料*, 2007, 38(7): 1125-1128.  
WANG Qing-juan, XU Chang-zheng, HUANG Mei-quan, et al. Effect of Cr distribution on the properties of Cu-Cr alloy[J]. *Journal of Functional Materials*, 2007, 38(7): 1125-1128.

(编辑 陈爱华)