

## 磁性法分析束状贝氏体基体渗碳钢

邹卫武<sup>1,2</sup>, 孙世清<sup>1,2</sup>, 刘家鹏<sup>1,2</sup>, 程世超<sup>1,2</sup>, 王仕东<sup>1,2</sup>

(1.河北科技大学材料科学与工程学院,河北石家庄 050018;2.河北省材料近净成形技术重点实验室,河北石家庄 050018)

**摘要:**钢件渗层中存在的大量残留奥氏体影响着渗层硬度,而深冷处理可以减少钢中的残留奥氏体含量,针对这一问题,采用振动样品磁强计(VSM)磁性分析与直读光谱分析等相结合的方法对比分析了试验钢渗碳空冷后453 K×1 h低温回火(T)以及113 K×30 min深冷处理,并453 K×1 h低温回火(CT)下的组织结构状态,探究了1 203 K×9 h渗碳空冷的贝氏体钢的深冷处理效果。结果表明,二者的有效硬化层深度均约为1.35 mm;在有效硬化层中,残留奥氏体质量分数分别约为29.8%(T)和12.6%(CT),最高硬度分别达到679 HV(T)和821 HV(CT);基体组织为束状贝氏体,其中残留奥氏体质量分数分别约为7.4%(T)和6.9%(CT),基体硬度均为430 HV左右。经过深冷处理,有效降低了渗层的残留奥氏体含量,使有效硬化层的最高硬度提高20%以上,可在重型钎具方面推广使用,降低材料成本,经济效益显著。

**关键词:**热处理工艺与设备;组织;有效硬化层;深冷处理;振动样品磁强计;残留奥氏体;回火

中图分类号:TG156.91 文献标志码:A

## Analysis of carburizing steel with lath bainite in matrix by magnetic method

ZOU Weiwu<sup>1,2</sup>, SUN Shiqing<sup>1,2</sup>, LIU Jiapeng<sup>1,2</sup>, CHENG Shichao<sup>1,2</sup>, WANG Shidong<sup>1,2</sup>

(1. School of Materials Science and Engineering, Hebei University of Science and Technology, Shijiazhuang, Hebei 050018, China; 2. Hebei Key Laboratory of Material Near-Net Forming Technology, Shijiazhuang, Hebei 050018, China)

**Abstract:** The cryogenic treatment is used to reduce the large amount of retained austenite in the steel infiltration layer which affects the hardness. The vibrating sample magnetometer (VSM) and direct reading spectroscopy are combined to compare and analyze the organization structure status of the test carburizing steel after air-cooling and low temperature tempering (T) at 453 K × 1 h, or after cryogenic treatment at 113 K × 30 min and low temperature tempering (T) at 453 K × 1 h. The cryopreservation effect of the 1 203 K × 9 h carburizing air-cooled bainitic steel is carried out. The results show that both the effective hardening layer depths are about 1.35 mm. The retained austenite mass fractions of T and CT in the effective hardened layer are approximately 29.8% and 12.6%, respectively, and the highest hardnesses of the effective hardened layer of T and CT are 679 HV and 821 HV, respectively. The matrix structure is lath bainite, and the retained austenite mass fractions in the matrix are approximately 7.4% for T and 6.9% for CT, respectively, and both the hardnesses of the matrixes are approximately

收稿日期:2017-05-23;修回日期:2017-09-28;责任编辑:陈书欣

基金项目:国家自然科学基金(51774108)

第一作者简介:邹卫武(1993—),男,河北沧州人,硕士研究生,主要从事贝氏体钢方面的研究。

通信作者:孙世清教授。E-mail:hbkdssq@126.com

邹卫武,孙世清,刘家鹏,等.磁性法分析束状贝氏体基体渗碳钢[J].河北科技大学学报,2017,38(6):585-589.

ZOU Weiwu, SUN Shiqing, LIU Jiapeng, et al. Analysis of carburizing steel with lath bainite in matrix by magnetic method[J]. Journal of Hebei University of Science and Technology, 2017, 38(6): 585-589.

430 HV. After the cryogenic treatment, the austenite content in the infiltration layer is effectively reduced, so that the maximum hardness of the hardened layer increases by 20% or more. It can be widely used because of the decreased material cost and remarkable economical benefit.

**Keywords:** heat treatment process and equipment; microstructure; effective hardened layer; cryogenic treatment(C); vibrating sample magnetometer(VSM); retained austenite; tempering(T)

对于低碳贝氏体钢的研究和应用愈来愈广泛<sup>[1]</sup>。低碳贝氏体钢在热处理冷却时可以选用空冷的方式,对于油冷或者水冷来说,可以降低工件变形的几率,从而避免不必要的缺陷。对于汽车用十字轴、齿轮等零件,生产中采用渗碳处理来增加表面的耐磨性并且提高疲劳强度<sup>[2-4]</sup>。Si能强烈阻止从基体中析出碳化物<sup>[5]</sup>,成为提高低碳贝氏体钢塑韧性的主要元素之一,但渗碳后导致高碳渗层中残留奥氏体量的大幅升高。

经过渗碳后,表面层中会存在大量的残留奥氏体(Ar)从而会影响渗层的硬度,为提高硬度,其中一个有效的方法就是对工件进行深冷处理。目前,已经对渗碳钢<sup>[6]</sup>、工具钢<sup>[7-10]</sup>及其他的钢种<sup>[11-13]</sup>开展相关研究,经过深冷处理的工件,能够稳定其尺寸,降低其变形的几率,从而提高力学性能和使用寿命。利用磁性法<sup>[14-15]</sup>可以对非铁磁性相与铁磁相的相变过程进行分析与讨论,通过分析总结,制定相应的深冷处理工艺。X射线衍射法虽然可以进行试样表面的相定量分析<sup>[16]</sup>,但无法克服由于表面应力状态不同于内部而导致的表面相变(例如制样过程中由表面应力诱发的马氏体相变)对测试结果的显著影响。特别是无法一次测定成分或组织有明显变化的块材(例如渗碳层)内部的相平均含量。

本文对贝氏体钢样品进行磁性分析,综合使用(PPMS-VSM)振动样品磁强计,结合直读光谱分析技术等,对渗碳件不同位置的相组成进行讨论,同时研究了深冷处理对钢中组织转变的影响。

## 1 样品实验

试验钢选用商业钢,其主要化学成分(质量分数,%)为9C,1.22Si,2.00Mn,0.88Cr,0.26Mo。原料加工成 $\Phi 25\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ 圆柱体作为渗碳试样。

1 203 K $\times$ 9 h 渗碳,渗碳后进行空冷。其中第1组试样随后进行453 K $\times$ 1 h 低温回火(T)。第2组试样在SLX-80型程序控制深冷箱首先完成113 K $\times$ 30 min 深冷处理后,再进行453 K $\times$ 1 h 低温回火(CT)。利用JSM-IT100扫描电镜观察试样的显微组织。

用德国产SPECTROLAB型直读光谱仪进行测试,得出渗碳试样端面中心部位的化学成分。然后进行磨削,注意要逐层进行,每磨削掉200  $\mu\text{m}$ 后再次重复操作。经过反复测量,确定全渗层深度。

用TMVS-1型显微硬度计测量试样的显微硬度,试验力为0.981 N,加载时间为15 s,通过分析硬度曲线,从而确定试样的有效硬化层深度。

由上面的实验得到渗层深度、有效硬化层深度的数据。用电火花切割试样,将处理后的试样加工得到包含距表面不同深度的样品,用(PPMS-VSM)振动样品磁强计对样品进行恒温磁滞回线测试。所选用的最大磁场强度( $H$ )为 $30\ 000 \times 79.6\text{ A/m}$ 。

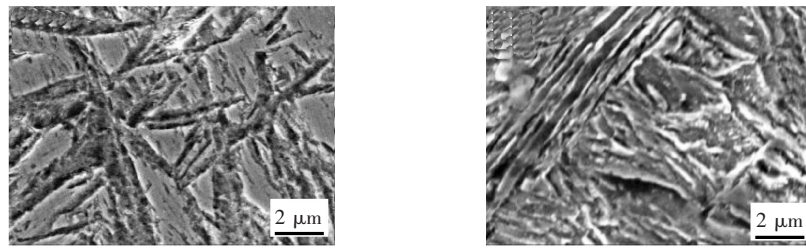
## 2 结果与讨论

### 2.1 显微组织分析

贝氏体钢渗碳空冷的第1组试样经453 K $\times$ 1 h 低温回火后,有效硬化层中马氏体得到回火,块状残留奥氏体则保留渗碳空冷时的形态,尚未发生明显分解,组织主要为回火针状马氏体和大块状残留奥氏体,如图1 a)所示。相应基体组织见图1 b),为典型的束状贝氏体<sup>[17]</sup>。

第2组试样在113 K $\times$ 30 min 深冷处理时,有效硬化层中残留奥氏体大量转变成马氏体,再经453 K $\times$ 1 h 低温回火后,有效硬化层组织主要为回火针状马氏体和细碎残留奥氏体,如图2 a)所示。

利用截线法,可测得图1 a)块状残留奥氏体平均为2  $\mu\text{m}$ ;而后续经过深冷处理的图2 a)残留奥氏体平均为0.5  $\mu\text{m}$ 。可见,残留奥氏体变的细碎。相应基体组织见图2 b),与图1 b)比较,组织形态未见明显变化。

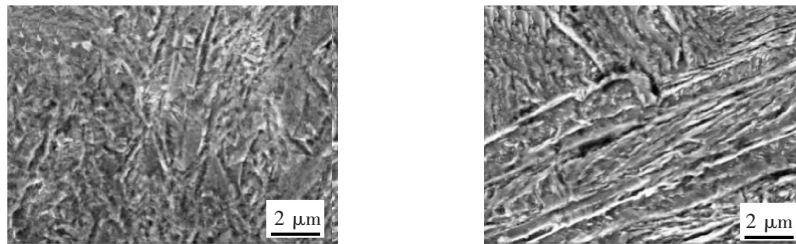


a) 有效硬化层

b) 基体

图 1 低温回火后的显微组织

Fig.1 Microstructure after low tempering



a) 有效硬化层

b) 基体

图 2 深冷处理并低温回火后的显微组织

Fig.2 Microstructure after cryogenic treatment and low tempering

### 2.2 渗层深度的确定

直读光谱分析结果和显微硬度分析结果见图 3。得到试样碳浓度随渗层深度的变化规律(AT),可知最高的碳浓度(质量分数,下同)大约为 1.12%。经过直读光谱分析,可确定试样表面全渗层的深度为 3.4 mm。第 1 组试样经低温回火(T)后渗层表面层硬度仅为 463 HV,最高硬度亦仅达到 679 HV,出现在距离表面 0.6 mm 处,由于硬度提升并不是很显著,因此无法达到渗碳硬化表面的目的;第 2 组试样经深冷处理并低温回火(CT)后渗层表面层硬度大幅度提高到 796 HV 以上,并且渗层最高硬度更是达到了 821 HV,出现在距离表面 0.4 mm 处。2 组试样的基体硬度均为 430 HV 左右。由图 3 可见,显微硬度分析结果确定的 2 组试样的有效硬化层深度(硬度下降到 550 HV 处的渗层深度)均约为 1.35 mm。全渗层包括有效硬化层和过渡层,在上面所提到的全渗层深度 3.4 mm 中,有效硬化层占 1.35 mm,过渡层占 2.05 mm。距离表面 1.35 mm 处的碳浓度最低,约为 0.38%。深冷处理工艺的主要作用是使有效硬化层的最高硬度提高 20% 以上,而过渡层和基体硬度没有明显变化。其中,深冷处理组织转变机理为残留奥氏体转变为马氏体,促进细小马氏体的形成,对原来较大片状马氏体发生撞击,使其完整性降低,改变了原先的形态。

### 2.3 磁性分析

为了深入对比深冷处理的效果,根据全渗层深度和有效硬化层深度数据,用电火花切割方法分别加工得到低温回火(T)的第 1 组试样和深冷处理并低温回火(CT)的第 2 组试样中包含有效硬化层深度的样品,包含有效硬化层的样品尺寸均为 2 mm×2 mm×1.35 mm,包含过渡层的样品尺寸均为 2 mm×2 mm×2.05 mm,基体样品尺寸均为 2 mm×2 mm×1.84 mm。经过测量得到的结果见图 4—图 6。可见,磁场强度(H)为 30 000×79.6 A/m 时,每种状态的试样均处于磁饱和状态。

由图 4—图 6 的磁滞回线可以得到相应的比饱和磁化强度  $M_s$  值。根据上述实验,试样中 Fe 的质量分数在 94.5%~95.3%,由于要进行相定量分析,取 94.9%。根据式(1)计算得到不同样品中的残留奥氏体质量

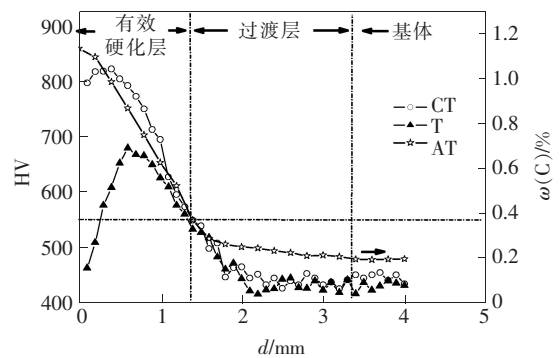


图 3 试样的碳浓度和显微硬度变化分布

Fig.3 Distribution of carbon concentration and micro-hardness of sample

量分数  $F_\gamma$ , 计算结果见表 1。由表 1 可知, 比饱和磁化强度  $M_s$  值越高,  $A_R$  的平均含量  $F_\gamma$  越低, 这是由于  $M_s$  值越高, 表明顺磁性的残留奥氏体相转变的量就越多, 因此剩余的含就会越少。

$$F_\gamma = \{1 - [(M_s / (M_s(\text{Fe}) \times 94.9\%))]\} \times 100\% , \quad (1)$$

其中,  $M_s(\text{Fe})$  为室温 300 K 时纯铁的比饱和磁化强度<sup>[18]</sup>, 取值  $217 \text{ A} \cdot \text{m}^2 / \text{kg}$ 。

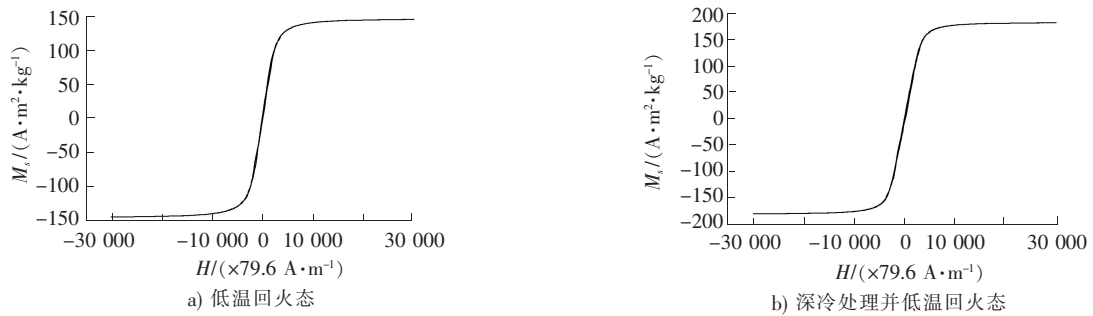


图 4 有效硬化层样品的磁滞回线

Fig.4 Hysteresis loop of sample from effective hardened layer

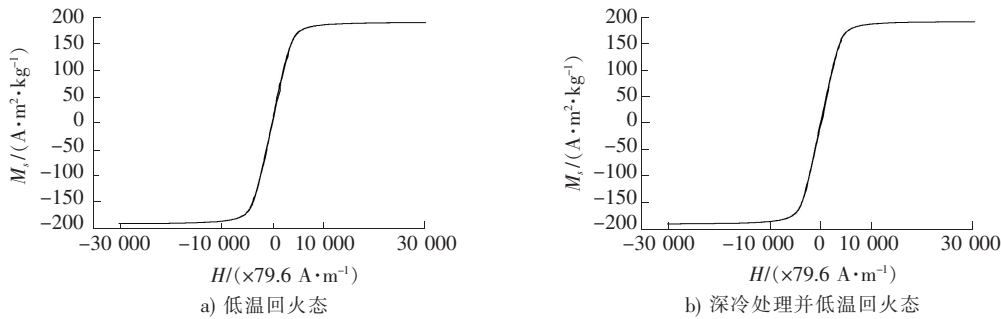


图 5 过渡层样品的磁滞回线

Fig.5 Hysteresis loop of sample from transition layer

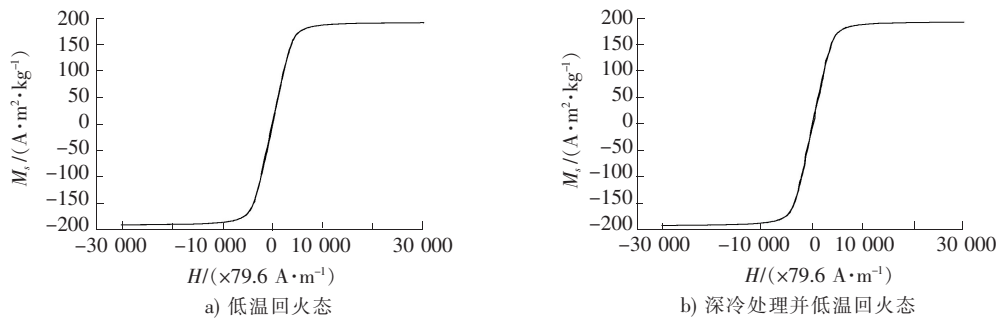


图 6 基体样品的磁滞回线

Fig.6 Hysteresis loop of sample from matrix

表 1 试样各部位的残留奥氏体质量分数

Tab.1 Retained austenite mass fraction at different positions of the sample

位置状态	有效硬化层		过渡层		基体	
	T	CT	T	CT	T	CT
$M_s / (\text{A} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{kg}^{-1})$	144.6	180.0	189.8	190.6	190.7	191.7
$F_\gamma / \%$	29.8	12.6	7.8	7.4	7.4	6.9

$F_\gamma$  反映了渗碳试样不同部位  $A_R$  的平均含量<sup>[19]</sup>。由图 3 和表 1 可见, 渗碳后低温回火, 有效硬化层最高硬度仅达到 679 HV, 这是由于残留奥氏体质量分数(29.8%)过高造成的。113 K×30 min 深冷处理并低温回火后, 有效硬化层中的  $A_R$  剩余 12.6%, 最高硬度达到 821 HV 以上, 基本可以满足大多数渗碳件如齿



轮的要求<sup>[20]</sup>。深冷处理对过渡层和基体组织中的残留奥氏体转变的促进作用不明显<sup>[21]</sup>。

### 3 结 论

1)磁性分析与直读光谱分析等相结合的方法,可以对渗碳钢有效硬化层、过渡层和基体中的残留奥氏体进行定量测试。

2)渗碳后低温回火,有效硬化层最高硬度仅达到 679 HV,这是由于残留奥氏体质量分数过高(29.8%)造成的。渗碳后深冷处理并低温回火,有效硬化层残留奥氏体质量分数减少约 12.6%,最高硬度达到 821 HV。

3)深冷处理对过渡层和基体组织中的残留奥氏体转变的促进作用不明显,基体硬度保持在 430 HV 左右。

4)由于钢中无碳化物,经过深冷处理后的渗碳贝氏体钢耐磨性没有很大的改善,但也因此渗碳贝氏体钢基体有着很好的韧性,应用于重型钎杆,具有使用寿命长的特点。如推广使用,可降低材料成本,经济效益显著。

### 参考文献/References:

- [1] SAMANTA S, BISWAS P, SINGH S B, et al. Analysis of the kinetics of bainite formation below the MS temperature[J]. *Article Scripta Materialia*, 2017, 136(7): 132-135.
- [2] HAJYAKBARY F, SIETSMA J, MIYAMOTO G, et al. Interaction of carbon partitioning, carbide precipitation and bainite formation during the Q & P process in a low C steel[J]. *Acta Materialia*, 2016, 104(1): 72-83.
- [3] SOLIMAN M, PALKOWSKI H. Development of the low temperature bainite[J]. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, 2016, 16(3): 403-412.
- [4] PERELOMA E V, AL-HARBI F, GAZDER A A. The crystallography of carbide-free bainites in thermo-mechanically processed low Si transformation-induced plasticity steels[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2014, 615(6): 96-110.
- [5] WANG L D, ZHU M, GAO K, et al. Enhancement of impact energy absorption of low-alloy ultra-high strength bainite steels containing silicon[J]. *Materials Science Forum*, 2007(7): 4526-4534.
- [6] ADACHI S, UEDA N. Combined plasma carburizing and nitriding of sprayed AISI 316L steel coating for improved wear resistance[J]. *Surface & Coatings Technology*, 2014, 259(8): 44-49.
- [7] DANIEL T, WITOLD B, KAZIMIERZ C, et al. Improvement of wear resistance of some cold working tool steels[J]. *Article Wear*, 2017, 382(1): 29-39.
- [8] SAITO H, JUNG H, SHAMOTO E, et al. Mirror surface machining of high-alloy steels by elliptical vibration cutting with single-crystalline diamond tool; Influence of alloy elements on diamond tool damage[J]. *Precision Engineering*, 2017, 49(2): 200-210.
- [9] NEIL S, BAILEY C, YUNG C. Laser direct deposition of AISI H13 tool steel powder with numerical modeling of solid phase transformation, hardness, and residual stresses[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2017, 247(3): 223-233.
- [10] DEIRMINA F, PELLIZZARI M. Production and characterization of a tool steel-PSZ composite by mechanical alloying and spark plasma sintering[J]. *Journal of Alloys & Compounds*, 2017, 709(1): 742-751.
- [11] KONESHLOU M, ASI K M, KHOMAMIZADEH F. Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors of AISI H13 hot work tool steel[J]. *Cryogenics*, 2011, 51(1): 55-61.
- [12] FONTANARI V, BENEDETTI M, GIRARDI C, et al. Investigation of the lubricated wear behavior of ductile cast iron and quenched and tempered alloy steel for possible use in worm gearing[J]. *Wear*, 2016, 350/351: 68-73.
- [13] RIGANTI G, CADONI E. Numerical simulation of the high strain-rate behavior of quenched and self-tempered reinforcing steel in tension [J]. *Materials & Design*, 2014, 57(3): 156-167.
- [14] LUZGINOVA N, ZHAO L, SIETSMA J. Evolution and thermal stability of retained austenite in SAE 52100 bainite steel[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2007, 448(1/2): 104-110.
- [15] FILHO I R S, SANDIM M J R, COHEN R, et al. Effects of strain-induced martensite and its reversion on the magnetic properties of AISI 201 austenitic stainless steel[J]. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 2016, 419(1): 156-165.
- [16] GAUSS C, FILHO I R S, SANDIM M J R, et al. In situ synchrotron X-ray evaluation of strain-induced martensite in AISI 201 austenitic stainless steel during tensile testing[J]. *Materials Science & Engineering A*, 2016, 651(2): 507-516.
- [17] MIHKINEN V T T, EDMONDS D V. Microstructural examination of two experimental high-strength bainitic low-alloy steels containing silicon[J]. *Materials Science and Technology*, 1987, 3(6): 422-431.
- [18] SOHAILI J, SHI H S, BALOO L, et al. Removal of scale deposition on pipe walls by using magnetic field treatment and the effects of magnetic strength[J]. *Journal of Cleaner Production*, 2016, 139(12): 1393-1399.
- [19] PUSAVEC F, HAMDI H, KOPAC J, et al. Surface integrity in cryogenic machining of nickel based alloy; Inconel 718[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2011, 211(4): 773-783.
- [20] HONG S Y, DING Y C. Cooling approaches and cutting temperatures in cryogenic machining of Ti-6Al-4V[J]. *International Journal of Machine Tools & Manufacture*, 2001, 41: 1417-1437.
- [21] ARAMCHAROEN A, CHUAN S K. An experimental investigation on cryogenic milling of inconel 718 and its sustainability assessment [J]. *Procedia CIRP*, 2014, 14(3): 529-534.