

原位观察 MnS 对非调质钢拉伸性能各向异性的影响

李梦龙^{1 2)}, 王福明¹⁾✉, 李长荣³⁾, 陶素芬¹⁾, 孟庆勇¹⁾

1) 北京科技大学冶金与生态工程学院, 北京 100083 2) 河钢集团唐钢公司技术中心, 唐山 063016

3) 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083

✉ 通信作者, E-mail: wangfuming@metall.ustb.edu.cn

摘 要 利用激光共聚焦扫描显微镜原位观察 S 质量分数为 0.065% 的非调质钢纵向与横向拉伸过程中 MnS 的行为, 研究 MnS 形貌与分布对非调质钢各向异性的影响。原位观察表明锻后钢中存在大量长条形 MnS, 横向与纵向拉伸过程中 MnS 长度方向与拉力方向取向不同。横向拉伸过程中 MnS 更易与基体分离产生裂纹, 裂纹随 MnS 长度方向扩展长大, 最终导致基体的断裂。MnS 在纵向拉伸时不易与基体分离, 因此对纵向拉伸性能影响较小。钢中群聚分布的 MnS 有利于裂纹的聚合长大, 会促进基体的断裂。

关键词 非调质钢; 原位观察; 硫化锰; 拉伸性能; 各向异性

分类号 TF701.3

In-situ observation of MnS effect on the tensile strength anisotropy of non-quenched and tempered steel

LI Meng-long^{1 2)}, WANG Fu-ming¹⁾✉, LI Chang-rong³⁾, TAO Su-fen¹⁾, MENG Qing-yong¹⁾

1) School of Metallurgical and Ecological Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

2) Tangsteel Company Technical Center, Hesteel Group Co., Ltd., Tangshan 063016, China

3) School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

✉ Corresponding author, E-mail: wangfuming@metall.ustb.edu.cn

ABSTRACT In-situ observation of the behavior of MnS inclusions in non-quenched and tempered steel with a sulfur mass fraction of 0.065% was performed during tensile tests by using a laser confocal scanning microscope (LCSM) to investigate the effects of the morphology and distribution of MnS inclusions on the tensile property anisotropy of the steel. The result shows that there exist a large number of rod-like MnS inclusions in the forged steel, which have different orientations with the load during transverse and longitudinal tensile tests. The rod-like MnS inclusions separate much easier from the steel base during transverse tensile tests to form initial cracks, and then the cracks spread along the MnS inclusions. In this way, the cracks grow up and lead to the fracture of the steel. In contrast, the MnS inclusions have little effects on the longitudinal tensile properties because the length direction of MnS is parallel to the tensile force. MnS inclusion aggregation promotes the assembling and growth of single cracks, thus accelerating the fracture of the steel during tensile tests.

KEY WORDS non-quenched and tempered steel; in-situ observation; manganese sulfide; tensile properties; anisotropy

MnS 在一般钢中作为有害夹杂出现,但在汽车用含硫非调质钢中可以大大改善切削性能^[1],降低零部件机械加工的成本。非调质钢目前已广泛代替调质钢

应用于汽车连杆、曲轴等轴类零件的加工。随我国汽车行业特别是中高端汽车的快速发展,非调质钢具有广阔的应用前景^[2],同时也对其提出更高的强韧性能要求。

收稿日期: 2015-11-12

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51174020; 51374018); 国家高技术研究发展计划资助项目(2013AA031601); 十三五国家重点研发计划资助项目(2016YFB0300102)

非调质钢中由于加入一定量的 S 而存在大量 MnS,改善切削性能的同时,由于 MnS 较软,在加工过程中易发生变形伸长,外加载荷时长条状 MnS 会引起应力集中,促进裂纹的萌生与扩展,从而造成钢材的断裂失效^[3].同时,研究认为非调质钢力学性能的各向异性会受 MnS 的取向影响^[4],但对 MnS 的详细作用机理缺乏比较深入的研究,不利于改善非调质钢的各向异性.

原位观察目前已经被应用于夹杂物加热过程变化与析出行为研究^[5-8]、金属材料加热与凝固过程中的相变研究^[9-11]等,可以实时连续地观察记录夹杂物与相的变化过程,对于揭示钢中夹杂物的作用及组织相变的作用机理有重要意义.本研究尝试原位观察锻后非调质钢中 MnS 在拉伸过程中的行为,有利于深入理解 MnS 对钢性能的影响机理.

本文首先对非调质钢中 MnS 的三维形貌进行观察,随后制取了横纵向拉伸试样,其中横向试样中 MnS 长度与拉伸方向垂直,纵向试样中二者方向平行.原位观察拉伸过程中不同取向 MnS 的行为,对 MnS 取向导致各向异性的机理进行探讨,并为高性能非调质钢中 MnS 形貌的控制方向提供参考.

1 实验材料与方法

实验钢成分设计参照 GB/T 15712—2005 中 F45MnVS 成分范围,采用真空感应炉冶炼,经熔炼、浇注后得到 20 kg 铸锭,随后将铸锭在 1150 ℃ 均热 3 h 后锻打成直径 55 mm 的圆棒,开锻温度 ≥ 1100 ℃,锻后空

冷至室温.最终实验钢主要成分见表 1.

表 1 实验钢的主要化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of the test steel								%
C	Si	Mn	P	V	T. O.	N	S	Fe
0.42	0.38	1.33	0.018	0.10	0.0006	0.0098	0.065	余量

沿圆棒的伸长方向制取金相试样,经 4% 硝酸乙醇腐蚀后,在 9XB-PC 型金相显微镜下观察显微组织及夹杂物.将金相试样于 1% 四甲基氯化铵-10% 乙酰丙酮-甲醇无水电解液^[12]中进行恒电流低温电解浸蚀,随后于 JSM-6480LV 型扫描电子显微镜下观察夹杂物的三维形貌,并利用自带的 Noran System Six 能谱仪对夹杂物成分进行分析.

实验钢的原位拉伸观察在 VL2000DX-SVF17SP 激光共聚焦扫描显微镜附带的 SVF15FTC 拉伸-疲劳试验系统下进行,系统最大载荷加载量为 5 kN,拉伸速率设定为 $0.2 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$,原位观察试样厚度为 1.5 mm,具体尺寸及横纵向试样取样方法见图 1.其中 L 为圆棒长度方向,也即纵向拉伸方向;T 为圆棒直径方向,也即横向拉伸方向.拉伸过程原位观察中,利用显微成像系统高频率捕获了试样的高分辨率图像,保留实时的观察信息如位移、拉力与 MnS 的图像用以分析.拉伸性能测试在 CMT4105 电子万能试验机上进行,按照 GB6397—86 加工成直径 5 mm,平行长度为 30 mm 的标准拉伸试样,两个取样方向与原位试样相同.

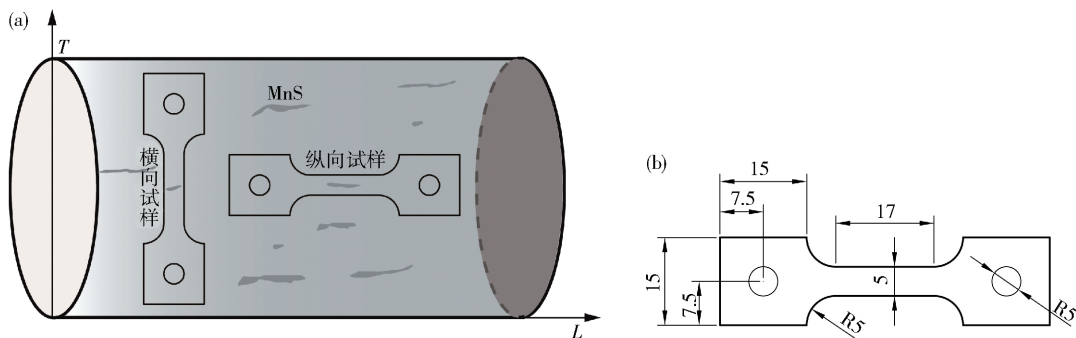


图 1 原位拉伸试样制取示意图 (a) 与试样尺寸(单位: mm) (b)

Fig. 1 Schematic diagram of prepared in-situ tensile test specimens (a) and specimen size in mm (b)

2 实验结果与讨论

2.1 拉伸性能测试

锻后空冷实验钢的显微组织为铁素体和珠光体,部分铁素体上存在长条状的 MnS 夹杂,如图 2 所示.锻后实验钢的横纵向拉伸性能测试结果与拉伸断口形貌如图 3 所示.根据测试结果,平均横向屈服强度与抗拉强度均比纵向低 70 MPa 左右.

由图 3 (b) 和图 3 (c) 可知,横纵向断口形貌差别

很大.纵向拉伸断口是以韧窝为主的延性断口,存在部分较深的韧窝,而这些韧窝底部均存在硫化物夹杂.横向拉伸断口则呈现韧脆混合形貌,断口表面出现部分以硫化物夹杂为起源的准解理状花纹,且分离的准解理面整体方向平行于硫化物长度方向,可能是裂纹的起源.

断口观察表明其形貌与 MnS 有关.金相观察显示,锻后钢中存在大量长条状的 MnS.利用电解浸蚀将基体中铁素体腐蚀后,于扫描电镜下观察 MnS 形

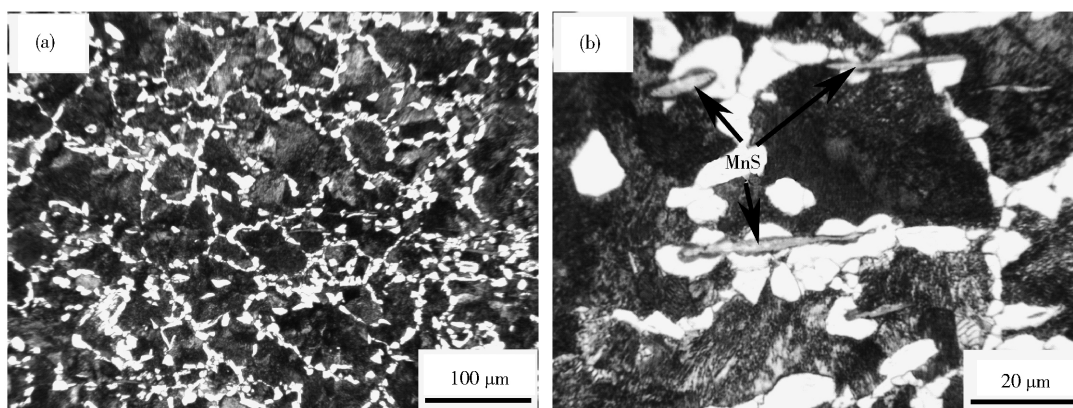


图2 锻后钢的显微组织形貌 (a) 与 MnS 分布 (b)

Fig. 2 Microstructure of the steel after being forged (a) and the distribution of MnS (b)

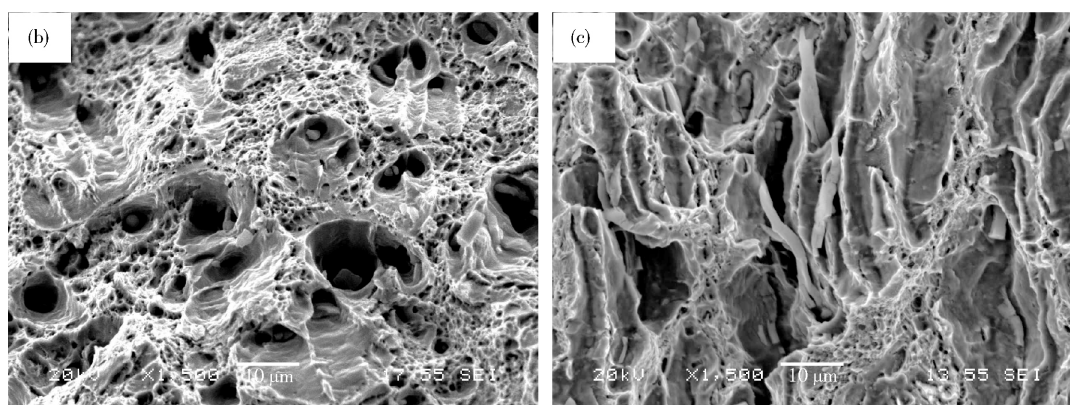
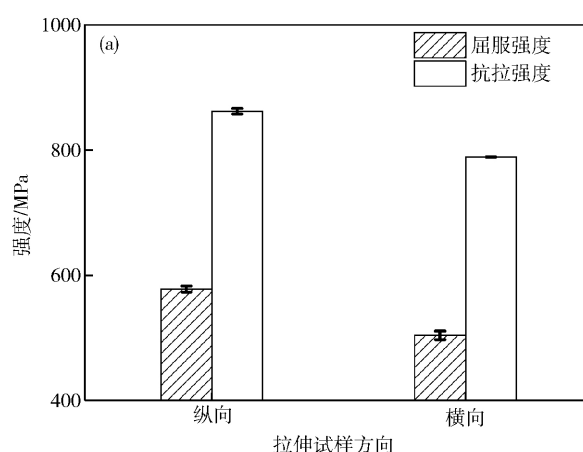


图3 拉伸性能测试结果 (a)、纵向断口形貌 (b) 和横向断口形貌 (c)

Fig. 3 Tensile test results (a) and morphologies of longitudinal (b) and transverse (c) fractures

貌,见图4。钢中MnS存在明显的方向性,其长度方向平行于锻造过程中钢的伸长方向,且分布与铁素体位置重合较好。MnS可以作为优先异质形核核心,促进钢中铁素体的生成^[13-14],这与本文观察结果相符。同时图4显示,钢中MnS存在一定程度的聚集分布情况,其长度最大为60 μm左右,长宽比约为45。部分研究认为夹杂物可能是导致拉伸性能各向异性的原因。为了确定这些长条状聚集分布的MnS对拉伸性能的影响机理,利用激光共聚焦扫描显微镜对非调质钢拉

伸过程进行原位观察。

2.2 拉伸过程原位观察

原位观察显示纵向与横向拉伸过程中MnS夹杂和基体的变化存在很大差异。纵向拉伸试样中,载荷方向与长条状MnS长度方向(即L方向)平行。纵向试样原位拉伸观察过程中,加载至不同载荷时两条相邻MnS与基体的变化如图5所示。此处应力为计算的工程应力,实验设备的最大载荷加载量为5 kN,受设备限制最大应力约为670 MPa。

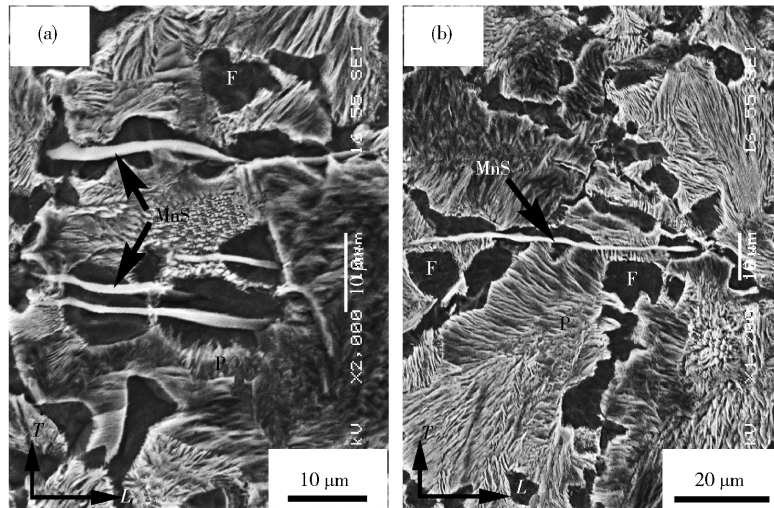


图 4 锻后钢中 MnS 的形貌与分布

Fig. 4 3D morphologies and distribution of MnS in the forged steel

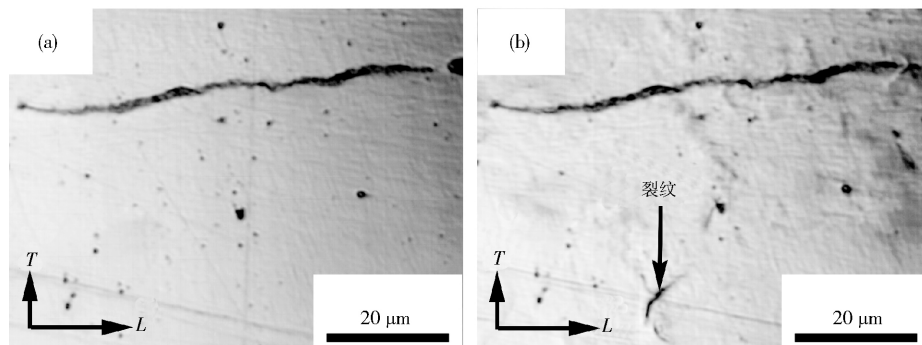


图 5 纵向拉伸试验中随应力的增加 MnS 与基体的变化. (a) 14 MPa; (b) 670 MPa

Fig. 5 In-situ graphs of MnS inclusions in the longitudinal tensile test with increasing stress: (a) 14 MPa; (b) 670 MPa

由图 5 可知, 随应力逐渐加载至最大值 670 MPa, MnS 变化很小, 与基体间未出现明显的分离缝隙, 而最大应力时基体表面已经发生明显的凹凸变形. 同时, 由于受力被基体挤压, 测量结果表明 MnS 的长度也增加约 $1.5 \mu\text{m}$. 卸载后利用扫描电镜观察试样表面的 MnS 形貌, 见图 6. 背散射模式下的观察显示, 卸载后长条状 MnS 均已断裂为多段, 且与非调质钢基体间存在一定的缝隙. 结合原位观察可知, 在拉伸过程中 MnS 已经发生断裂, 但由于受力时与基体紧密接触, 在原位观察中没有显示出来. MnS 与基体的变形回复能力不同, 所以卸载后才表现出已断裂并与基体分离的形貌. 细长的 MnS 与基体的分离更为明显.

对于横向拉伸试样, 载荷方向与 MnS 长度方向垂直, 原位观察发现 MnS 容易与基体发生分离, 见图 7. 拉伸过程中, MnS 与基体的分离首先在 MnS 一端出现, 产生可见的缝隙, 随后沿着 MnS 长度方向逐渐向另一端扩展. 试样拉断前 MnS 与基体已经完全分离, 产生明显的缝隙, 如图 7(c) 所示. 随着原位拉伸过程伸长量和外加载荷的增加, MnS 与基体间的缝隙宽度

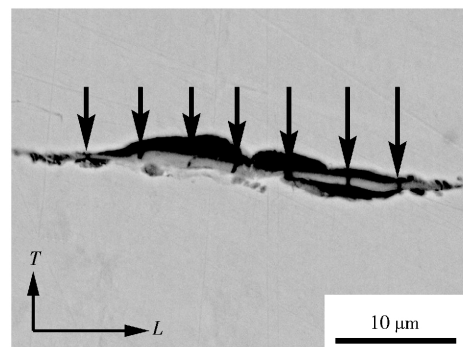


图 6 卸载后纵向拉伸试样表面与基体分离的断裂 MnS

Fig. 6 BSE graphs of the cracked unloaded MnS inclusion separated from the base at the longitudinal tensile test specimen surface

也随之增加. 观察位置没有恰好处于拉伸断裂处, 但通过对此位置的观察可以推断, 断裂处裂纹沿 MnS 的扩展更为严重, 直至多条裂纹聚合长大最终导致试样拉伸断裂.

对原位观察过程中图 7 中 MnS 与基体间的缝隙宽度最大值的变化进行定量统计, 如图 8 所示. 随着外加载荷的增加, 横向拉伸试样逐渐伸长, 应力也逐渐

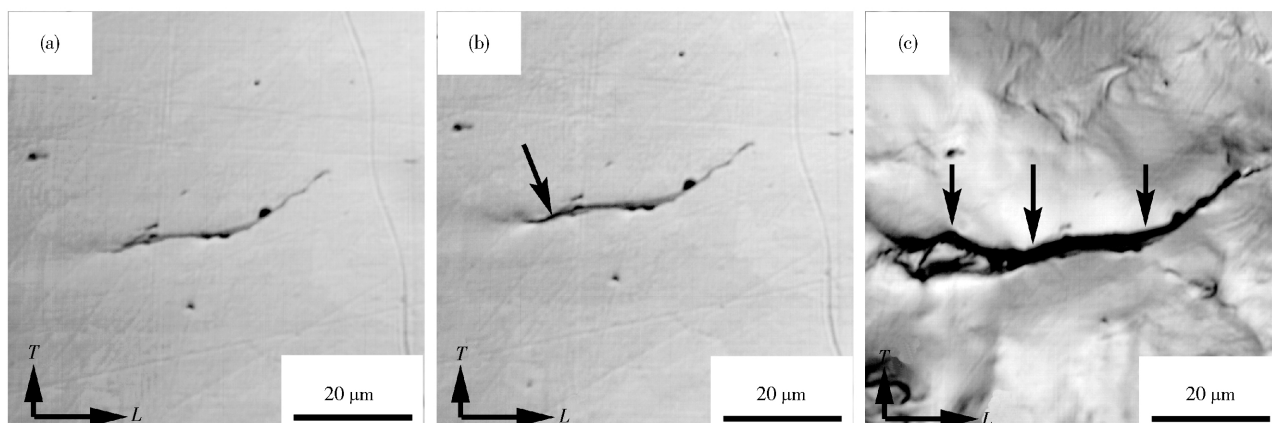


图7 横向拉伸试验中 MnS 的随外加载荷的变化。(a) 13 MPa; (b) 452 MPa; (c) 652 MPa

Fig. 7 In-situ graphs of MnS inclusions in the transverse tensile test with increasing tensile load: (a) 13 MP; (b) 452 MPa; (c) 652 MPa

增大。外加应力增加到 450 MPa 附近时达到临界值, 应力-伸长量曲线处出现拐点, 应力曲线的斜率降低, 说明此时开始发生屈服现象, 而原位观察表明此时 MnS 开始与基体发生分离, 试样内部可能也已产生大量显微裂纹, 并优先在长条 MnS 上生成。随应力进一步增加到 650 MPa 附近时, 拉伸试样发生断裂, 而同样应力条件下纵向拉伸试样表面尚未产生明显裂纹(图 5)。因此, 横向拉伸时长条状 MnS 与基体的分离导致了钢中裂纹的生成, 裂纹随着拉伸的进行进一步延伸扩展, 导致非调质钢横向拉伸的强度降低, 危害钢的性能。

此外, MnS 的形貌与尺寸对裂纹的产生也有一定影响。图 9 给出卸载载荷后两种形貌硫化物夹杂与基体的分离情况。长条状 MnS 夹杂占钢中夹杂物的主要比例, 一般与基体间存在着平行于长度方向的裂纹。对于复合硫化物夹杂如 MnS-CaS, 由于其硬度相对较高, 锻造过程中变形较小而保持近球形形貌, 因此与长条状 MnS 相比在拉伸过程中不易与基体发生分离, 反而发生类似纵向拉伸过程中的断裂, 对横向拉伸性能

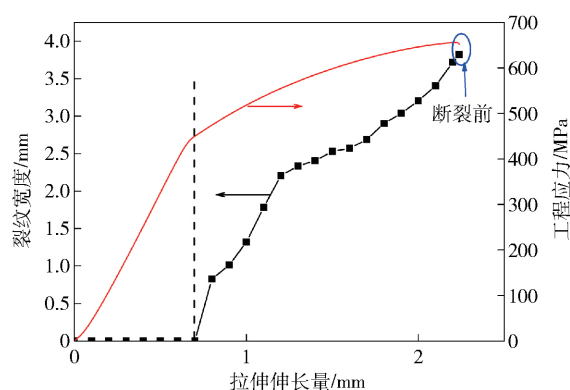


图8 横向拉伸过程中 MnS 与基体间分离程度随载荷的变化

Fig. 8 Relation between crack width and applied load

危害较小。因此, 细长条状硫化物更易恶化非调质钢的横向性能, 控制硫化物的形貌使其具有较小的长宽比有利于改善非调质钢的各向异性。

2.3 MnS 取向与分布对各向异性的影响

图 10 给出纵向与横向拉伸时钢中 MnS 受力示意

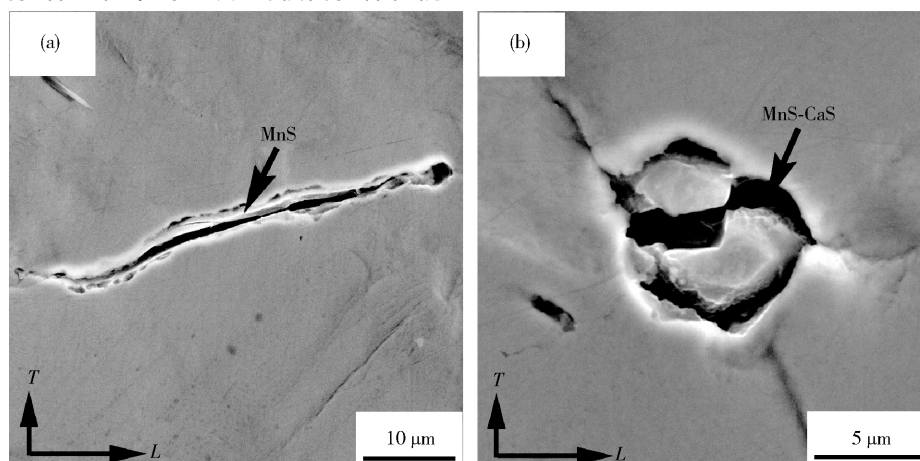


图9 卸载载荷后横向试样表面的硫化物。(a) 长条状 MnS; (b) 球形的 MnS-CaS 夹杂

Fig. 9 BSE graphs of unloaded MnS inclusions at the transverse tensile test specimen surface: (a) rod-like MnS; (b) spherical MnS-CaS complex inclusion

图. 横、纵向拉伸时钢中 MnS 相对于基体和拉伸方向的取向存在差异, 导致两种拉伸过程中 MnS 的受力情况不同, 从而引发拉伸性能的各向异性. 结合图 3(b) 中的断口形貌, 由图 10(a) 可知, 纵向拉伸时 MnS 主要承受来自基体的挤压应力, 应力方向垂直于 MnS 长度方向, 因此 MnS 以伸长为主而不易与基体发生分离. 同时钢中位错的移动和裂纹的扩展如果接触到 MnS 也会受到其阻碍, 因此对钢的纵向拉伸性能影响很小, 并且压力会导致 MnS 的碎裂, 因此纵向拉伸断口处可以观察到位于韧窝底部的破碎 MnS 的断面. 图 10(b)

显示, 横向拉伸时, 应力可以直接作用于 MnS 与基体间的结合处, 因此 MnS 容易与基体发生分离而形成微小裂纹, 成为裂纹起始源, 且有利于裂纹沿 MnS 长度方向扩展, 大大危害横向性能. 结合图 3(c) 中的横向拉伸断口形貌, 可以更直观地理解 MnS 对引发试样断裂的贡献. S 含量较高的非调质钢中存在大量的长条状 MnS, 因此钢的各向异性问题更为严重, 而对于尺寸较小的 MnS 或近球形的复合硫化物, 其在拉伸过程中的受力情况与图 10(a) 相似, 因此对非调质钢力学性能危害较小.

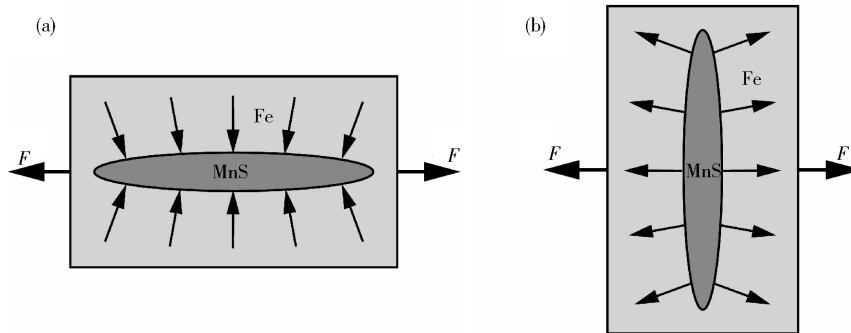


图 10 拉伸过程中受力示意图. (a) 纵向拉伸; (b) 横向拉伸

Fig. 10 Schematic diagram of tensile force during the tensile tests: (a) transverse tensile test; (b) longitudinal tensile test

此外, 非调质钢中大量的 MnS 往往以群聚形式存在, 这种聚集分布对钢的力学性能危害很大. 图 11(a) 给出横向拉伸试样卸载后近断口位置处的一簇 MnS 的状态, 这些 MnS 与基体间的裂纹已经有了扩展的趋势, 如果其所在位置进一步受力, 裂纹会发生汇合现象, 如图 11(b) 所示, 表明聚集的 MnS 会给裂纹提

供大量扩展长大的机会, 对横向拉伸性能的危害更大. 因此, 为了提高非调质钢的综合性能, 实际生产中应控制硫化物在成品钢中的形貌与分布, 获得长宽比较小、分布均匀的硫化物, 在改善切削性能的同时降低对力学性能的危害.

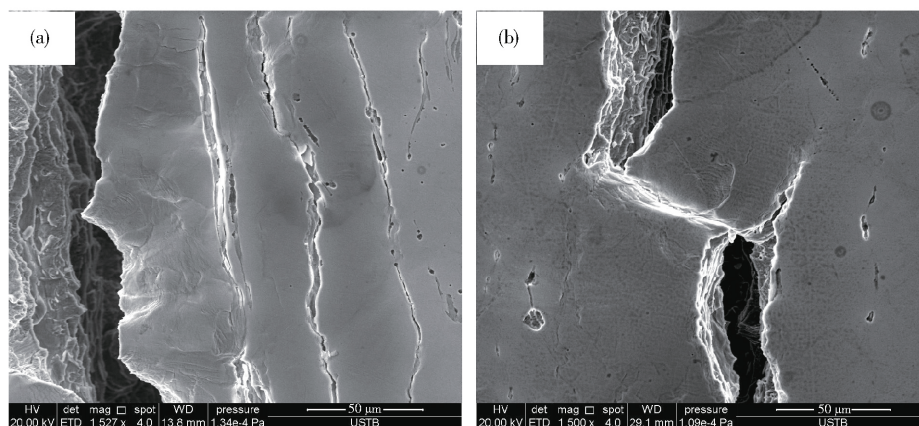


图 11 卸载后横向试样表面 MnS 与裂纹形貌. (a) 聚集的 MnS; (b) 裂纹的聚合

Fig. 11 Graphs of aggregated MnS inclusions (a) and crack combination (b) at the transverse tensile test specimen surface

3 结论

(1) 锻后非调质钢的拉伸性能存在明显的各向异性, 横纵向断口形貌差异很大. 纵向拉伸断口是以韧窝为主的延性断口, 横向拉伸断口则呈现韧脆混合形貌, 断口形貌受到 MnS 的影响.

(2) 原位观察表明, 横向与纵向拉伸过程中 MnS 长度方向与拉力方向的相对取向不同, 导致其受力情况存在差异. 横向拉伸时长条状 MnS 的受力情况决定了其更容易与基体发生分离, 分离处将成为裂纹的起始源, 并促使裂纹沿 MnS 扩展长大, 最终导致钢的断裂, 是硫化物对非调质钢横向性能危害更大的原因.

(3) 长宽比较小、分布均匀的硫化物对非调质钢横向力学性能的危害较小, 有利于改善各向异性。

参 考 文 献

- [1] Stuart H. The properties and processing of microalloyed HSLA steels. *JOM*, 1991, 43(1): 35
- [2] Wang J H, Piao F Y, Yu Y C, et al. Industrial production process of unquenched steel front axle for heavy automobile. *J Univ Sci Technol Beijing*, 2007, 29(Suppl 1): 105
(王俊华, 朴峰云, 于咏春, 等. 重型汽车专用非调质钢前轴工业性生产工艺. 北京科技大学学报, 2007, 29(增刊 1): 105)
- [3] Hashimura M, Hirata H, Kanisawa H, et al. Development of lead free micro alloyed steel for crank shafts. *Nippon Steel Tech Rep*, 2003(88): 76
- [4] Li M L, Wang F M, Li M W, et al. Effect of sulfur content on tensile property of medium carbon non-quenched and tempered steel. *Heat Treat Met*, 2015, 40(5): 1
(李梦龙, 王福明, 李茂旺, 等. S 含量对中碳非调质钢拉伸性能的影响. 金属热处理, 2015, 40(5): 1)
- [5] Yan P C, Guo M X, Blanpain B. In situ observation of the formation and interaction behavior of the oxide/oxy sulfide inclusions on a liquid iron surface. *Metall Mater Trans B*, 2014, 45(3): 903
- [6] Shao X J, Wang X H, Jiang M, et al. Effect of heat treatment conditions on shape control of large-sized elongated MnS inclusions in resulfurized free-cutting steels. *ISIJ Int*, 2011, 51(12): 1995
- [7] Valdez M E, Wang Y, Sridhar S. MnS precipitation behavior in re-sulfurized steels with intermediate levels of sulfur. *Steel Res Int*, 2005, 76(4): 306
- [8] Valdez M E, Wang Y, Sridhar S. In-situ observation of the formation of MnS during solidification of high sulphur steels. *Steel Res Int*, 2004, 75(4): 247
- [9] Hu Z W, Xu G, Hu H J, et al. In situ measured growth rates of bainite plates in an Fe-C-Mn-Si superbainitic steel. *Int J Miner Metall Mater*, 2014, 21(4): 371
- [10] Li Q C, Qi Y F, Xu S, et al. Migration of δ/γ interface in low carbon steels during continuous cooling. *J Iron Steel Res Int*, 2014, 21(9): 855
- [11] Pak J, Suh D W, Bhadeshia H K D H. Displacive phase transformation and surface effects associated with confocal laser scanning microscopy. *Metall Mater Trans A*, 2012, 43(12): 4520
- [12] Janis J, Nakajima K, Karasev A, et al. Effects of primary oxide and oxide-nitride particles on the solidification structure in a Fe-20 mass% Cr alloy deoxidised with Ti and M (M = Zr or Ce). *ISIJ Int*, 2013, 53(2): 221
- [13] Mabuchi H, Uemori R, Fujioka M. The role of Mn depletion in intra-granular ferrite transformation in the heat affected zone of welded joints with large heat input in structural steels. *ISIJ Int*, 1996, 36(11): 1406
- [14] Park J Y, Park J K, Choo W Y. Effect of Ti addition on the potency of MnS for ferrite nucleation in C-Mn-V steels. *ISIJ Int*, 2000, 40(12): 1253