

热处理冷却速率对热轧 316L 不锈钢显微组织演变的影响

许峰¹, 陈前¹, 金传伟², 张尧成¹

(1. 常熟理工学院 汽车工程学院, 江苏 常熟 215500)

(2. 江苏省(沙钢)钢铁研究院, 江苏 苏州 215625)

摘要: 采用高温激光共聚焦显微镜、纳米压痕和 EBSD, 研究热处理冷却速率对热轧 316L 不锈钢显微组织演变的影响。结果表明: 316L 热轧板组织为带状组织, 奥氏体晶粒拉长变形, 长条状第二相由奥氏体、铁素体和 Sigma (σ) 相混合组成, 硬度为奥氏体的 2 倍, 达到 13.48 GPa。原位观察发现温度达到 1065.4 °C 时第二相中的铁素体和 σ 相开始向奥氏体转变; 1200 °C 保温 10 min 后, 原第二相区域奥氏体晶粒仍富集 Cr、Mo 元素, 降温后奥氏体转变为铁素体/ σ 相。不同冷却速率冷却后, 初始形变织构弱化, 转变为随机织构。冷却速度越慢, 合金均匀化程度越高, 奥氏体含量越高。原第二相长条位置的奥氏体晶粒, 500 °C/min 时全转变为铁素体, 100 °C/min 时出现少量 σ 相, 12 °C/min 冷速时, 大部分铁素体转变成 σ 相。

关键词: 316L; 冷却速率; 微结构; 织构; 相

中图分类号: TG156.1; TG142.71

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2022)04-1406-07

316L 奥氏体不锈钢具有较高的耐高温腐蚀性、抗晶间腐蚀和应力腐蚀性能, 在石油、化工、医疗等行业得到广泛应用^[1-4]。316L 板材和管材在制造过程中一般都需要进行焊接, 焊接等热加工过程使其快速升温 and 降温。使用激光焊、TIG 焊等不同焊接方法焊接 316L 过程中, 材料经历快速升温 and 快速降温, 在高温区域保温时间短, 合金成分难以彻底均匀化, 特别是冷却过程中冷却速度不尽相同, 对加工后的微结构和相组成有重要影响^[5,6]。目前, 可以用设备模拟此类快速升温后以不同冷却速率冷却的热处理过程, 但要进行实时、全面地原位观察分析冷却速率对微结构形貌和相转变影响的难度很高。目前, 对不同冷却速率下 316L 微结构、织构和相转变的仍缺乏系统的研究。

Emi^[7,8]等首先将红外线加热技术与激光共聚焦显微镜结合, 开发出高温激光共聚焦(confocal scanning laser microscope, CSLM), 为原位动态研究高温下材料相变和微结构转变提供了可能。Hao^[9]等对 Fe-Cr-Ni-Mo-N 超奥氏体不锈钢在 0.1~90 °C/s 冷却速率下的凝固偏析特征使用 CSLM 进行定量研究: 随着冷却速率由低到高的变化, 结晶温度、枝晶臂间距大小和共晶体积分数随着冷却速率的增加而减小。Huang^[10]等使

用 CSLM 原位观察 304 不锈钢以 0.05 K/s 冷却时, γ 相于 1452.2 °C 时在 δ 相晶界处析出。

本研究对 316L 奥氏体不锈钢进行不同冷却速率的高温激光共聚焦原位观察, 使用纳米压痕仪和 EBSD 技术系统地研究了其升降温过程中微结构、织构和相组成的演变, 为 316L 不锈钢的加工工艺优化提供参考。

1 实验

实验所用材料为 316L 不锈钢热轧板材, 终轧温度 850 °C, 其主要化学成分如表 1 所示。

使用 JMatPro 热力学软件对合金的 CCT 图进行计算, 分析凝固过程中合金在不同冷却速率下的物相类别和相变规律。

表 1 原始样品化学成分

Table 1 Chemical composition of the initial sample ($\omega/\%$)

C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Fe
0.020	0.53	1.97	12.08	18.84	2.50	Bal.

收稿日期: 2021-04-07

基金项目: 江苏省高等学校自然科学研究重大项目 (18KJA460001)

作者简介: 许峰, 男, 1982 年生, 博士, 高级工程师, 常熟理工学院汽车工程学院, 江苏 常熟 215500, 电话: 0512-62252016, E-mail: xufeng388@cslg.edu.cn

从原始板厚度中间位置切取直径 5 mm，高 3 mm 的圆柱样，观察面为板材 TD 面，表面经磨制、抛光。在 VL2000DX-SVF17SP 高温激光共聚焦显微镜中进行原位高温热处理模拟试验，并进行原位观察组织形态转变。在氩气保护气氛内，样品先预热到 200 °C，后以 300 °C/min 的升温速率升至 1200 °C 保温 10 min，根据 CCT 计算结果和设备最大冷却速率限制，选择以 12、100 和 500 °C/min 的不同冷却速率降温至室温。对原始热轧板和实验样品使用 Jeol-7001F 扫描电子显微镜进行 EBSD 和 T-EBSD 微结构和织构分析，并使用 Channel-5 软件对 EBSD 数据进行处理。在 G-200 型纳米压痕仪上对样品进行微观尺度连续刚度点测量。

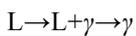
2 结果及讨论

2.1 初始热轧微结构、织构和相组成

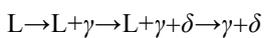
初始样品为热轧态带状组织(图 1a)，基体奥氏体晶粒沿水平轧向拉长变形，平均长度为 210 μm，平均宽度为 35 μm，同时还存在复杂相组成的长条状第二相，拉长方向平行于轧向。对奥氏体晶粒进行取向分布函数分析，如图 1b 中 $\phi_2=45^\circ$ 的 ODF 截面图所示，原始样品存在典型中高层错能面心立方金属形变织构：Copper ($\{112\}\langle 111\rangle$)、S ($\{123\}\langle 634\rangle$) 和 Brass ($\{011\}\langle 211\rangle$)^[11]。

奥氏体不锈钢的合金成分直接影响了平衡凝固过程中的相变，可使用 Cr 当量 (Cr_{eq}) 和 Ni 当量 (Ni_{eq}) 将其简化为 Fe-Cr-Ni 三元合金体系。根据 Cr 当量与 Ni 当量的比值将奥氏体不锈钢凝固机理分为 4 类^[12-14]：

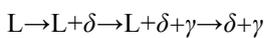
① (Cr_{eq}/Ni_{eq}) < 1.25, A 模式：



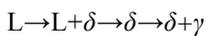
② $1.25 < (Cr_{eq}/Ni_{eq}) < 1.48$, AF 模式：



③ $1.48 < (Cr_{eq}/Ni_{eq}) < 1.95$, FA 模式：



④ (Cr_{eq}/Ni_{eq}) > 1.95, F 模式：



其中：L 为液相， δ 为铁素体相， γ 为奥氏体相；Cr 当量 (Cr_{eq}) 和 Ni 当量 (Ni_{eq}) 的计算公式为^[14,15]：

$$Cr_{eq} = w(Cr) + w(Mo) + 1.5w(Si) + 0.5w(Nb) \quad (1)$$

$$Ni_{eq} = w(Ni) + 0.5w(Mn) + 30w(C) + 30w(N) \quad (2)$$

经过计算，本合金的 Cr_{eq} 和 Ni_{eq} 分别为 22.14% 和 13.67%， Cr_{eq}/Ni_{eq} 的值为 1.62，属 FA 模式，表明其首先从液相中析出 δ 铁素体相，然后析出 γ 奥氏体相，温度低于固液相线后， δ 铁素体向 γ 奥氏体转变。热轧过程中，原料受到热-力综合作用，在非平衡状态下

铁素体向奥氏体转变不完全，除有奥氏体和 δ 铁素体外，还可能存在 σ 相和 chi 相^[16]。

对热轧 316L 样品中的长条状第二相进行详细地表征。图 2 为纳米压痕仪使用连续刚度测量方法对奥氏体基体中的第二相测量后的三维深度图。纳米压痕测量结果表明：奥氏体基体的平均硬度为 5.33 GPa，而第二相的硬度达到 13.48 GPa，是基体硬度的 2 倍多。由于第二相长条中相结构复杂、尺寸小，常规反射式 EBSD 技术分辨率不足，对其内部精细结构难以表征^[17,18]。故采用双喷方法制备薄区厚度在 20~30 nm 范围的透射样，在自制 T-EBSD 样品台上进行 T-EBSD 表征，步长 50 nm，结果如图 3 所示。图 3a 是原始样品中长条状第二相内部的复杂精细结构形貌，图 3b 是图 3a 中 A 区域的 T-EBSD 相组成图，结果表明第二相内部由奥氏体、铁素体和 Sigma (σ) 相混合组成。

图 4 为第二相复杂结构的 EDS 面扫描，如图所示，第二相中 Mn 元素分布相对均匀；白亮区域为铁素体相和 σ 相，Cr 元素和 Mo 元素在此区域富集。

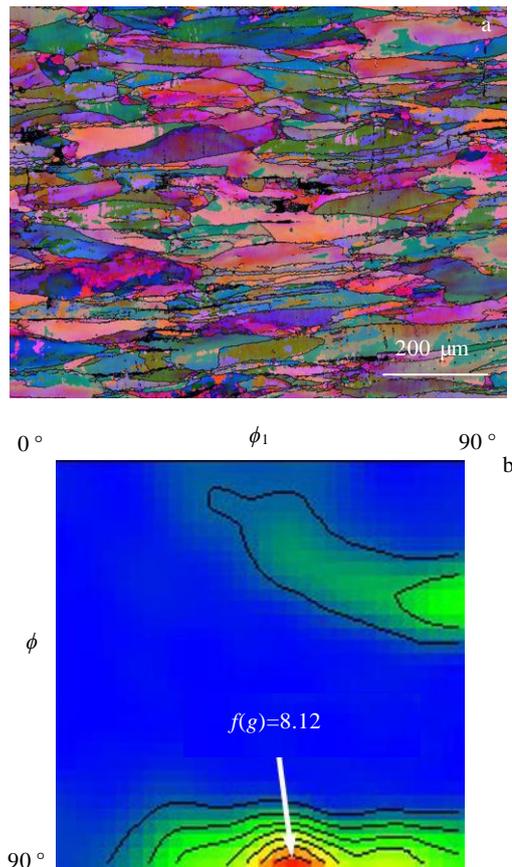


图1 原始样品的微结构和 $\phi_2=45^\circ$ ODF 截面图

Fig.1 Microstructure (a) and $\phi_2=45^\circ$ ODF figure (b) of the initial sample

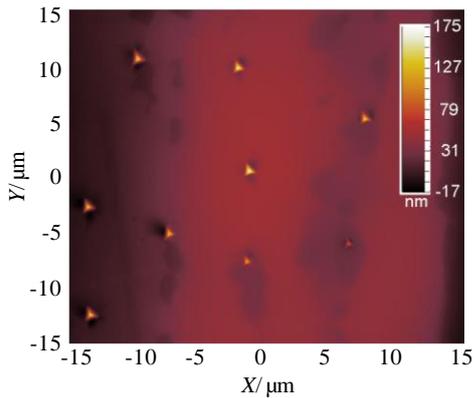


图 2 纳米压痕三维深度图

Fig.2 3D indentation mapping by nano-indentation

2.2 CCT 曲线图计算

图 5 是使用 JMatPro 热力学软件计算该合金的 CCT 曲线图, 可以看到奥氏体完全成分均匀化后以不同冷却速率连续冷却过程中相转变开始温度。当试验样品分别以 12 °C/min (0.2 °C/s)、100 °C/min (1.67 °C/s) 和 500 °C/min (8.33 °C/s) 的不同冷却速率连续冷却后, 对比计算 CCT 曲线图, 冷却后的相组成分别为奥氏体相+ σ 相; 奥氏体相; 奥氏体相。

如图 4 所示, 第二相中的铁素体相和 σ 相富集 Cr、Mo 元素。而在实际连续降温过程中样品在 1200 °C 保温仅 10 min, 时间较短, 少于固溶均匀化所需时间, 难以完成合金元素均匀化, 原第二相区域转变成的奥氏体晶粒仍存在 Fe、Cr、Mo 的富集, 在后续冷却过

程中很容易转变为铁素体和 σ 相^[19]。

2.3 高温 CSLM 原位动态观察

利用高温 CSLM 将试验圆柱样快速升温至 1200 °C, 保温 10 min, 再以不同冷却速率降至室温。图 6 以 500 °C/min 冷却速率试验为例, 原位观察奥氏体晶粒再结晶和长大, 特别是第二相区域的相转变过程。300.00 s 时温度达到 200.1 °C, 热轧样中显现出长条状的第二相, 其沿水平轧制方向分布; 温度升至 950 °C 左右, 热轧奥氏体晶粒的晶界由于烧蚀作用而开始显现, 457.01 s 时温度达到 1065.4 °C, 可以明显观察到晶界, 奥氏体晶粒开始再结晶形核和长大, 第二相中的铁素体和 σ 相向奥氏体转变, 此时, 细小奥氏体相转变晶粒晶界的烧蚀, 导致表面反光率降低, 使第二相区域颜色略深于奥氏体基体; 487.01 s 时温度达到 1202.5 °C, 热轧形变奥氏体晶粒再结晶完全并发生长大, 新生成的等轴状奥氏体晶界显现, 而第二相中相变完成, 转变成的奥氏体晶粒开始长大, 原晶界被烧蚀平整, 呈光亮平面, Cr、Mo 元素向周边奥氏体晶粒扩散; 564.01 s 时继续在 1200 °C 保温, 基体等轴状奥氏体晶粒长大明显, 原第二相位置相变生成奥氏体晶粒随扩散也发生长大, 但其整体轮廓仍保持原第二相形状并略有粗化; 1081.61 s 后, 基体奥氏体晶粒和原第二相位置相变奥氏体晶粒较 564 s 时晶粒尺寸长大不明显, Cr、Mo 元素扩散有限, 仅随着时间的延长, 奥氏体晶界烧蚀更深, 降温开始; 1164.32 s 时降温至 700.3 °C, 原第二相处奥氏体晶粒仍富集较多的 Cr、Mo 元素, 后续 EBSD 分析结果表明奥氏体向铁素体/ σ 相转变, 但由于前期高温段奥

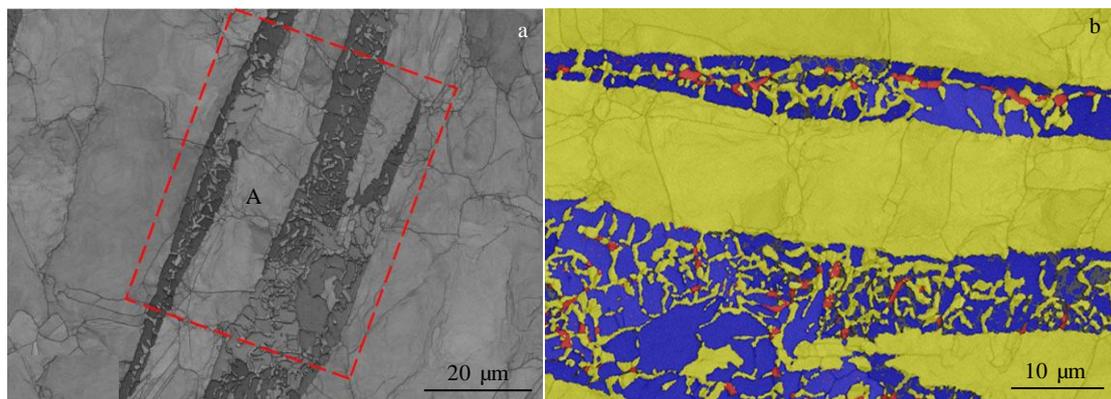


图 3 第二相内部结构形貌和选定区域相组成 (黄色-奥氏体, 蓝色-铁素体, 红色- σ)

Fig.3 Internal structure morphology of second phase (a) and phase composition mapping of region A marked in Fig.3a (b) (yellow-austenite, blue-ferrite, red- σ)

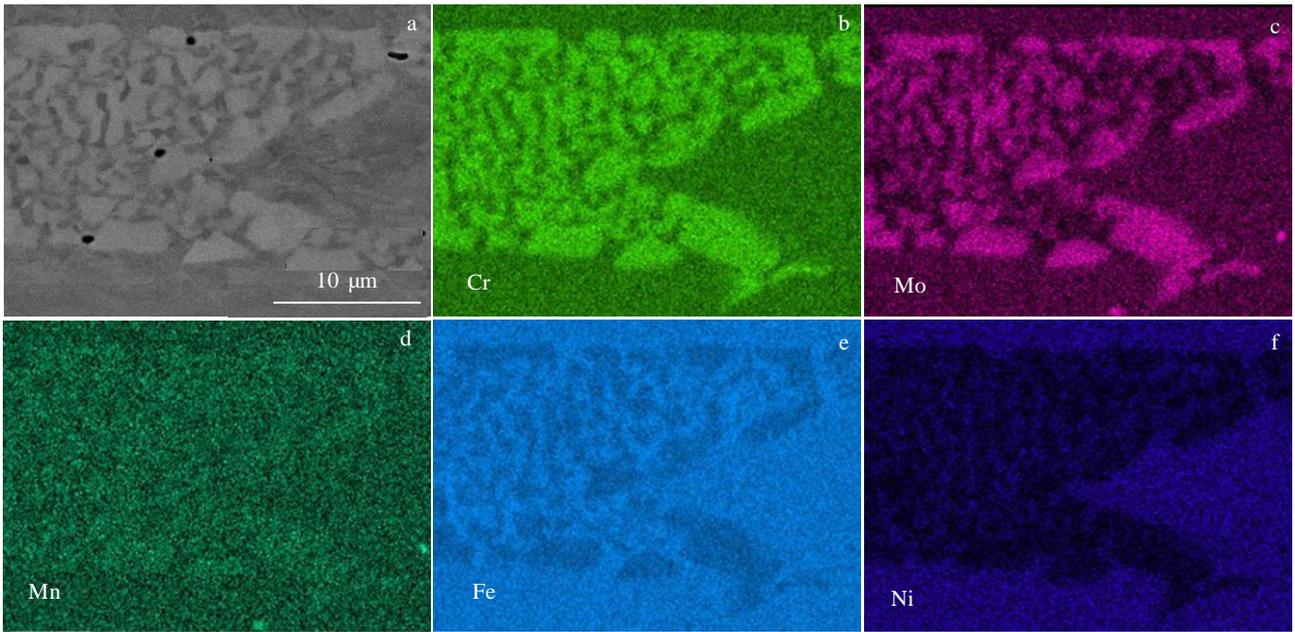


图 4 第二相及 EDS 面分布

Fig.4 SEM image (a) and EDS mappings (b~f) of the second phase

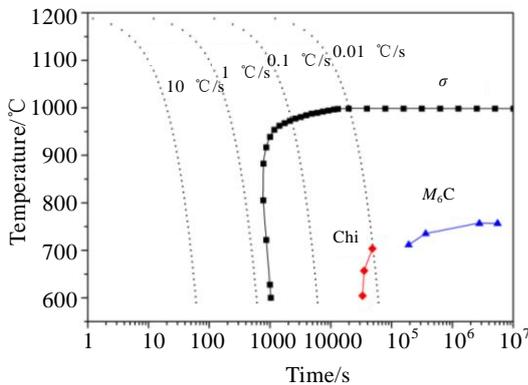


图 5 316L CCT 曲线图计算结果

Fig.5 Calculation results of continuous cooling transformation of 316L

氏体晶界烧蚀较深，掩盖了相变过程的形貌变化。12 和 100 °C/min 样品同样存在降温段掩盖问题，因此对其相变后的相组成和微结构使用 EBSD 技术进行热处理后表征。

2.4 物相、微结构和织构分析

对不同冷却速率降温的样品进行 EBSD 分析，相组成分析结果如图 7 所示：12 °C/min 样品经过更长时间的高温区，基体奥氏体晶粒发生长大，形成平均晶粒尺寸 61.9 μm 的等轴晶，原第二相长条位置生成总含量为 1.22% 的 σ 相和 0.38% 的铁素体；100 °C/min 样品高温区

停留时间缩短，奥氏体平均晶粒尺寸为 54.8 μm，原第二相长条位置生成总含量为 2.41% 的铁素体和 0.09% 的 σ 相；500 °C/min 样品快速降温，基本保留高温奥氏体晶粒形态，平均晶粒尺寸为 51.9 μm，原第二相长条位置生成总含量为 4.08% 的单一铁素体。需要注意的是，经过 10 min 的高温均匀化，原第二相的内部混合结构转变为铁素体或 σ 相长条，合金元素在原第二相区域内获得一定程度上的均匀分布。

不同冷却速率样品的 $\phi_2=45^\circ$ ODF 图如图 7 所示。对比初始材料中的 Copper、S 和 Brass 典型面心立方金属形变织构，热处理后样品的形变织构全都弱化，转向随机织构，极密度最大值分别为 3.59、3.34 和 2.97，属于比较弱的随机织构。这表明经过 10 min 的热处理后，奥氏体相发生完全再结晶，且再结晶晶粒大多呈随机方向，导致初始热轧态的强形变织构转变为随机织构。

图 8 为不同冷却速率下样品中相组成的含量。实验分析表明冷却速度对材料的奥氏体平均晶粒尺寸有影响，冷却速度越慢，高温区停留时间越长，晶粒发生长大，合金均匀化程度越高，奥氏体含量越高，12 °C/min 样品达到 98.4%，而 500 °C/min 的样品最低，为 95.9%。而原第二相长条位置，Cr、Mo 元素富集，短时间难以完全均匀化，在连续冷却过程中向铁素体转变，冷却速度越慢，100 °C/min 冷速时出现少量 σ 相，12 °C/min 冷速时，大部分铁素体转变成 σ 相。

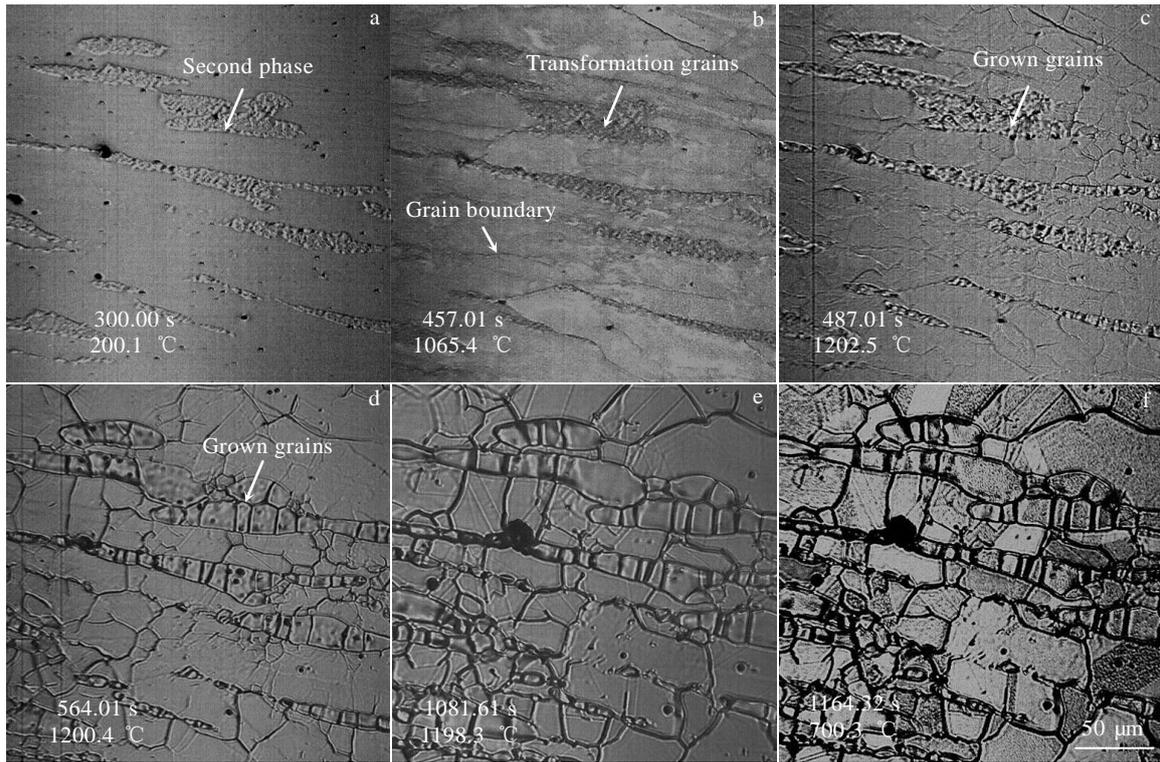


图 6 500 °C/min 冷却速率下不同冷却时间的高温激光共聚焦显微镜原位观察

Fig.6 In-situ observation by high temperature laser confocal microscope at cooling rate of 500 °C/min with different cooling time: (a) 300.00 s, (b) 457.01 s, (c) 487.01 s, (d) 564.01 s, (e) 1081.61 s, and (f) 1164.32 s

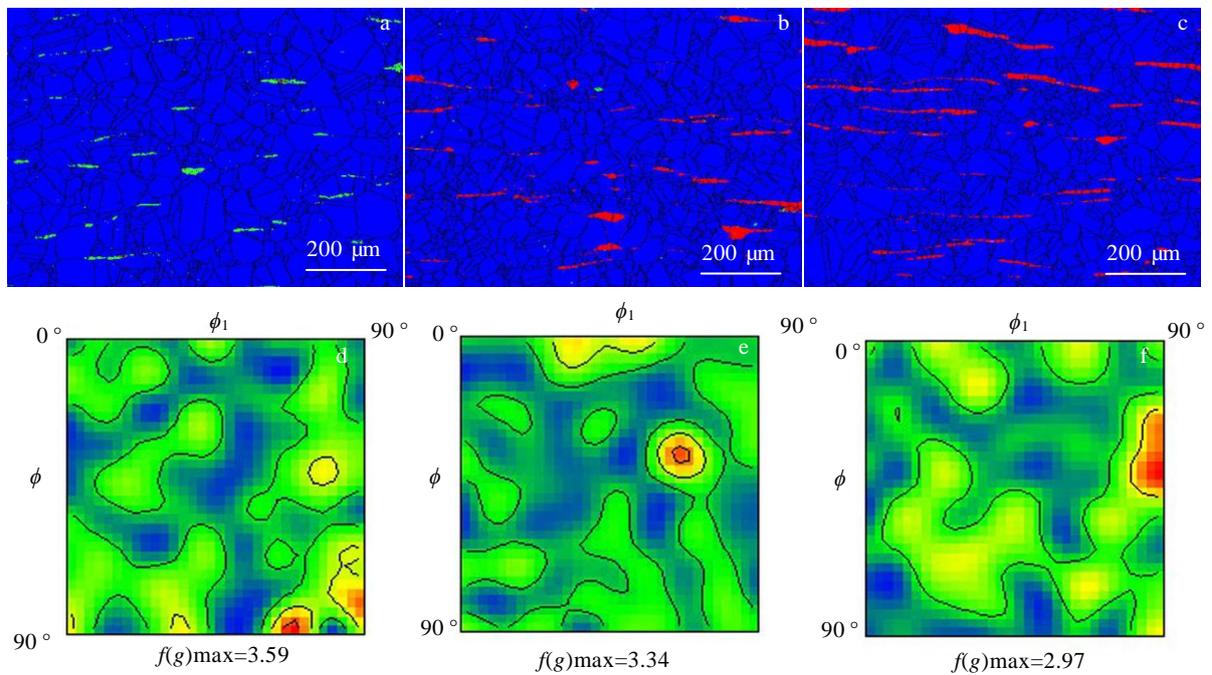


图 7 不同冷却速率样品相组成图及其 $\phi_2=45^\circ$ ODF 截面图

Fig.7 Phase composition maps (a~c) and $\phi_2=45^\circ$ ODF figures (d~f) of the samples with cooling rate of 12 °C/min (a, d), 100 °C/min (b, e), and 500 °C/min (c, f) (blue-austenite, red-ferrite, green- σ)

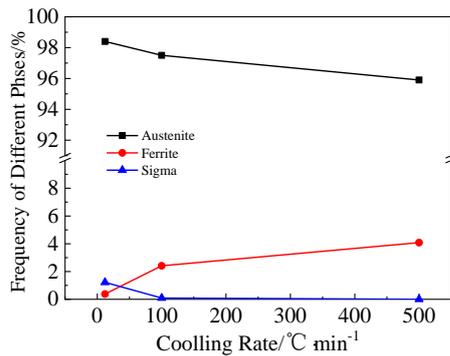


图8 不同冷却速率样品相组成含量

Fig.8 Frequency of different phases of the samples with different cooling rates

3 结论

1) 316L 热轧板中第二相呈长条状, 硬度达到 13.48 GPa, 是基体的 2 倍多。第二相长条中相结构复杂、尺寸小, 内部由奥氏体、铁素体和 σ 相混合组成。

2) 温度达到 1065.4 °C 时, 奥氏体晶粒开始再结晶形核和长大, 第二相中的铁素体和 σ 相向奥氏体转变; 1200 °C 保温 10 min 后降温, 原第二相区域 Cr、Mo 元素扩散有限, 奥氏体向铁素体/ σ 相转变。

3) 不同冷却速率冷却后, 初始形变织构弱化, 转变为随机织构。冷却速度越慢, 合金均匀化程度越高, 奥氏体含量越高。原第二相长条位置奥氏体晶粒, Cr、Mo 元素富集, 500 °C/min 时全转变为铁素体, 100 °C/min 时出现少量 σ 相, 12 °C/min 冷速时, 大部分铁素体转变成 σ 相。

参考文献 References

- [1] Tayyab K B, Farooq A, Alvi A A *et al.* *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials*[J], 2021, 28(3): 440
- [2] Lodhi M J K, Deen K M, Greenlee-Wacker M C *et al.* *Additive Manufacturing*[J], 2019, 27:8
- [3] Wang P, Grdanovska S, Bartels D M *et al.* *Journal of Nuclear*

Materials[J], 2021, 545: 152 744

- [4] Yuan Junping, Li Wei. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2013, 42(10): 2004
- [5] Zong Xuewen, Liu Wenjie, Yang Yumeng *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2020, 49(12): 4031
- [6] Han Liqing, Lin Guobiao, Wang Zidong *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2010, 39(3): 393
- [7] Chikama H, Shibata H, Emi T *et al.* *Materials Transactions JIM*[J], 1996, 37(4): 620
- [8] Yin H B, Shibata H, Emi T *et al.* *ISIJ International*[J], 1997, 37(10): 946
- [9] Hao Y S, Li J, Li X *et al.* *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2020, 275: 116 326
- [10] Huang Fuxiang, Wang Xinhua, Zhang Jiongming *et al.* *Journal of Iron and Steel Research, International*[J], 2008, 15(6): 78
- [11] Mao Weiming(毛卫民). *Crystallographic Texture and Anisotropy of Metallic Materials*(金属材料的晶体学结构与各向异性)[M]. Beijing: Science Press, 2002
- [12] Rajasekhar K, Harendranath C S, Raman R *et al.* *Materials Characterization*[J], 1997, 38(2): 53
- [13] Lee J H, Kim H C, Jo C Y *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 413-414: 306
- [14] Ma J C, Yang Y S, Tong W H *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2007, 444(1-2): 64
- [15] Brooks J A, Thompson A W. *International Materials Reviews*[J], 1991, 36(1): 16
- [16] Xu Feng(许峰), Yang Li(杨莉), Deng Changchun(邓长春) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2021, 50(8): 2921
- [17] Trimby P W. *Ultramicroscopy*[J], 2012, 120: 16
- [18] Trimby P W, Cao Y, Chen Z B *et al.* *Acta Materialia*[J], 2014, 62: 69
- [19] Zhang Ke(张珂), Jin Chuanwei(金传伟), Wu Yuanyuan(吴园园). *Metallurgical Analysis*(冶金分析)[J], 2019, 39(8): 8

Effect of Cooling Rate of Heat Treatment on Microstructure Evolution of Hot Rolled 316L Stainless Steel

Xu Feng¹, Chen Qian¹, Jin Chuanwei², Zhang Yaocheng¹

(1. School of Automotive Engineering, Changshu Institute of Technology, Changshu 215500, China)

(2. Institute of Research of Iron and Steel, Jiangsu Province and Sha Steel, Suzhou 215625, China)

Abstract: The effect of cooling rate of heat treatment on microstructure evolution of hot rolled 316L stainless steel was studied by high temperature laser confocal microscopy, nano-indentation and EBSD. The results show that the microstructure of 316L hot-rolled plate is banded structure, the austenite grains are elongated. The hardness of long second phase is 13.48 GPa, which is twice of austenite. Its internal phase structure is complex, which is composed of austenite, ferrite and Sigma (σ) phase. In-situ observation shows that the ferrite and σ phase in the second phase begin to transform to austenite when the temperature reaches 1065.4 °C. After holding at 1200 °C for 10 min, the austenite grains in the original second phase region are still rich in Cr and Mo elements. After cooling, the austenite therefore transforms to ferrite/ σ phase. The initial deformation texture weakens and transforms into random texture at different cooling rates. The homogenization degree and the content of austenite increase with the reducing of cooling rate. The austenite grains all transform from the second phase into ferrite at 500 °C/min, a small amount of σ phase appears at 100 °C/min, and most of ferrite transforms into σ phase at 12 °C/min.

Key words: 316L; cooling rate; microstructure; texture; phase

Corresponding author: Xu Feng, Ph. D., Senior Engineer, School of Automotive Engineering, Changshu Institute of Technology, Changshu 215500, P. R. China, Tel: 0086-512-52252016, E-mail: xufeng388@cslg.edu.cn