

Effect of Cryogenic Treatment on Microstructure and Hardness in Carburized Layer of 17CrNiMo6 Steel

Zhuo Cheng, Yawei Li, Xianquan Jiang*, Meng Shi

Faculty of Materials and Energy, Southwest University, Chongqing
Email: 763195940@qq.com, *jsq89@swu.edu.cn

Received: Apr. 30th, 2017; accepted: May 22nd, 2017; published: May 25th, 2017

Abstract

The microstructure, mechanical properties, wear resistance and X-ray diffraction of 17CrNiMo6 steel with different cryogenic treatment were investigated. The results revealed that, when the samples experienced cryogenic treatment before tempering, the residual austenite content decreased significantly, more carbides precipitation formed in the steel and the microstructure was more uniform, thus the effective hardened layer depth increased. As a result, hardness and wear resistance improved obviously with a slight decrease of impact toughness. However, when the samples experienced cryogenic treatment after tempering, the lumpish carbides emerged, the content of retained austenite increased and the microstructure was less uniform than that of common heat treatment, which could not improve the performance of the steel well. In conclusion, the microstructure and combination properties of 17CrNiMo6 steel when it experienced cryogenic treatment at -150°C for 10 h before tempering at 200°C for 4 h achieved best.

Keywords

Cryogenic Treatment, 17CrNiMo6 Steel, Microstructure, Hardness

深冷处理对17CrNiMo6钢渗碳层组织和硬度的影响

成卓, 李亚微, 蒋显全*, 施梦

西南大学 材料与能源学部, 重庆
Email: 763195940@qq.com, *jsq89@swu.edu.cn

*通讯作者。

收稿日期：2017年4月30日；录用日期：2017年5月22日；发布日期：2017年5月25日

摘要

对经不同深冷工艺处理后的17CrNiMo6钢进行了组织观察、力学性能检测、摩擦磨损试验和X射线衍射试验。结果表明，回火前深冷处理能显著降低钢中残余奥氏体量，析出细小弥散的碳化物颗粒，且组织更加均匀，从而增大有效渗硬层深度，使钢的硬度和耐磨性得到显著提高，但冲击韧性略有降低。与普通热处理相比，回火后深冷处理出现大的块状碳化物，残余奥氏体含量增加，组织均匀性变差，对钢的性能改善不利。综合来讲，“淬火，840℃ × 2 h + 深冷处理，-150℃ × 10 h + 回火，200℃ × 4 h”工艺能使17CrNiMo6钢的组织 and 综合性能都达到最佳状态。

关键词

深冷处理，17CrNiMo6钢，组织，硬度

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 引言

深冷处理(DCT)又称超低温处理或超亚冷处理，处理温度在-100℃以下，是从普通冷处理(0℃~-100℃)基础上发展起来的一门新技术[1]。深冷处理作为热处理工艺在冷却过程中的延伸[2]，指的是将材料置于可控的低温环境中，使其微观组织结构产生变化，从而提高或改善材料性能[3]。与其它热处理工艺相比，深冷处理具有成本低、设备简单、耗能少且无污染等特点[4]，已在工业生产中得到广泛的应用。

17CrNiMo6 是德国 DIN17210-(86)标准的钢号，属于中合金齿轮渗碳钢，用于要求具有高强度和高耐磨性的重载齿轮。目前国内外对黑色金属(钢铁材料)深冷机理有较为深入的研究，而少有研究有色金属及其它材料的深冷机制[5]，也未见过对 17CrNiMo6 等重载齿轮钢的研究报道。现代大型船舶等领域对齿轮性能提出了更高的要求，使得原有的热处理工艺在生产过程中难以满足要求，导致重载齿轮出现不耐磨、寿命短等问题，希望通过改变热处理工艺使齿轮钢组织和性能得到改善。有关文献表明[6] [7]，深冷处理能促进残余奥氏体向马氏体转变和马氏体内细小碳化物的析出，从而增强马氏体基体，使齿轮硬度得到有限提高，耐磨性得到显著改善。本文试验所选材料为 17CrNiMo6 的重载齿轮渗碳钢，试验旨在研究不同热处理工艺后其渗碳层微观组织及硬度的变化，找出其规律，为推广深冷处理在工业上的应用提供参考。

2. 试验材料和方法

2.1. 试验材料

试验用钢为高 180 mm、直径 30 mm 的 17CrNiMo6 圆钢。经光谱分析，其化学成分如表 1 所示：

Table 1. The chemical component of 17CrNiMo6 steel (wt, %)**表 1.** 17CrNiMo6 钢的化学成分(质量分数, %)

元素	C	Si	Mn	S	P	Cr	Mo	Ni	Fe
质量分数	0.186	0.235	0.518	0.0081	0.0087	1.59	0.266	1.54	余量

2.2. 试验方法

试验采用的热处理工艺如表 2 所示。工艺 1 为普通热处理, 即 840℃ 淬火 2 h 后进行 200℃、4 h 的回火处理; 工艺 2、3 先 840℃ 淬火 2 h, 再放入温度分别为-100℃和-150℃的深冷箱中保温 10 h 后取出, 置于空气中恢复至室温, 再进行 200℃、4 h 的回火处理; 工艺 4、5 中试样经相同淬火工艺后先 200℃、4 h 回火处理, 再分别进行-100℃和-150℃的深冷处理。

2.3. 检测方法

根据 GB/T9450—2005 《钢件渗碳淬火硬化层深度的测定和校验中硬度的测定方法》, 采用 FMARS-9000 全自动显微硬度测量系统, 在试验力为 9.8N 的载荷下对渗碳层进行硬度检测, 以获得不同热处理工艺试样渗碳层表面的显微硬度。采用 ZEISS Axiovert 200MAT 型金相显微镜进行显微组织观察。用 HR-150A 型洛氏硬度计测试试样表面硬度值。在 ZBC2302-B 型摆锤式冲击试验机上进行冲击韧性测定, 冲击试样为 V 型缺口试样, 尺寸为 10 mm × 10 mm × 55 mm, 在室温下测定试样的冲击功(A_{kv} , 单位 J)。摩擦磨损试验在 MM200 试验机上进行, 对磨材料为 Cr12 钢制圆环, 硬度 60-62HRC, 磨损试样尺寸为 19 mm × 11 mm × 8 mm, 耐磨性以磨损质量损失率(%)表示。使用 XRD-6100 型 X 射线衍射仪测定残余奥氏体量。

3. 试验结果与讨论

3.1. 渗碳层的显微硬度测试

试样处理后进行检测, 获得不同热处理工艺试样渗碳层表面的显微硬度曲线, 如图 1 所示。由图可知, 随渗层深度增大, 试样硬度先升高后降低, 整体的下降趋势比较平缓, 这是由于 17CrNiMo6 钢热处理后, 硬度随碳含量由表层至心部逐渐降低。通过将不同深冷处理试样硬度与普通热处理(工艺 1)对比可知, 除工艺 5 的试样外, 深冷处理工艺试样硬度均高于普通热处理, 且在回火前深冷温度为-150℃的工艺 3 最为明显, 其在对应渗层深度的显微硬度较普通热处理高 60HV 左右, 这说明深冷处理可以提高渗碳表层的硬度值。

深冷处理后, 有效渗硬层深度(见表 3)有所升高, 且在回火前深冷处理的增幅更为明显。在回火前-150℃深冷处理后, 有效渗硬层深度(550 HV 处)由 2.1 mm 增至 2.4 mm。此外, 工艺 1-5 显微硬度最大值 HV_{max} 分别出现在距表面 0.5、0.4、0.4、0.6、0.6 mm 处, 数值分别为 677.1、690.4、713.5、678.8、664.5 HV。由此可见, 若想获得较浅的表层低硬度区域、较深的渗硬层, 工艺 3 是最合适的。

3.2. 深冷处理对渗碳层组织的影响

图 2 为 17CrNiMo6 钢经普通热处理后的金相组织。可看出, 渗碳层组织主要由细小针状马氏体、残余奥氏体以及颗粒状碳化物组成。其中, 马氏体基体组织较细密, 5~8 μm 长的黑色针状马氏体清晰可见, 但灰白色的残余奥氏体、白色的颗粒状碳化物数量较多, 分布不均匀。

图 3 为 17CrNiMo6 钢经不同深冷处理工艺后的金相组织。对比图 2 和图 3(a)、图 3(b)可以发现, 回火前深冷处理后, 黑色针状马氏体增多, 残余奥氏体量下降, 在深冷温度为-150℃时几乎观察不到残余

Table 2. Deep cryogenic treatment combined with the traditional heat treatment

表 2. 不同深冷处理及常规热处理工艺组合

工艺编号	详细工艺	简称
1	淬火(840℃ × 2h) + 回火(200℃ × 4 h)	普通热处理
2	淬火(840℃ × 2 h) + 深冷(-100℃ × 10 h) + 回火(200℃ × 4 h)	回火前深冷处理
3	淬火(840℃ × 2 h) + 深冷(-150℃ × 10 h) + 回火(200℃ × 4 h)	回火前深冷处理
4	淬火(840℃ × 2 h) + 回火(200℃ × 4 h) + 深冷(-100℃ × 10 h)	回火后深冷处理
5	淬火(840℃ × 2 h) + 回火(200℃ × 4 h) + 深冷(-150℃ × 10 h)	回火后深冷处理

Table 3. Effective hardened layer depth treated by different heat treatment processes (mm)

表 3. 不同热处理工艺后的有效渗硬层深度(mm)

工艺编号	1	2	3	4	5
有效渗硬层深度/mm	2.1	2.3	2.4	2.2	2.1

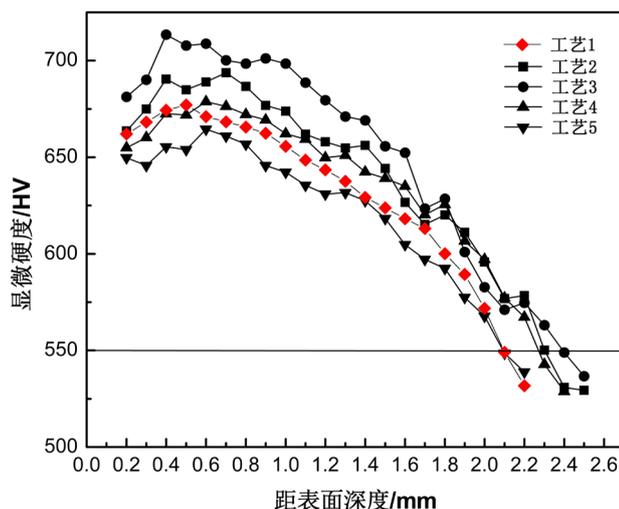


Figure 1. Hardness in carburized layer for 17CrNiMo6 steel treated by different heat treatment processes

图 1. 17CrNiMo6 钢经不同热处理工艺处理后的渗碳层硬度

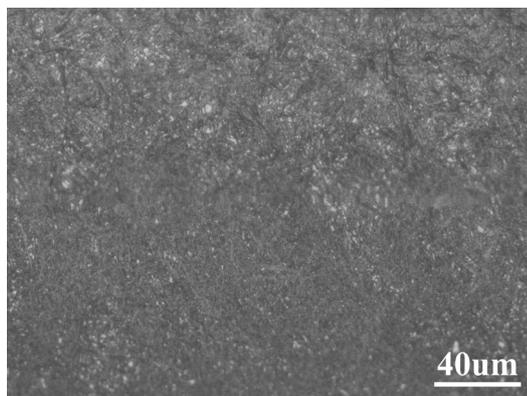


Figure 2. Microstructure of 17CrNiMo6 steel treated by common heat treatment

图 2. 普通热处理后 17CrNiMo6 钢的金相组织

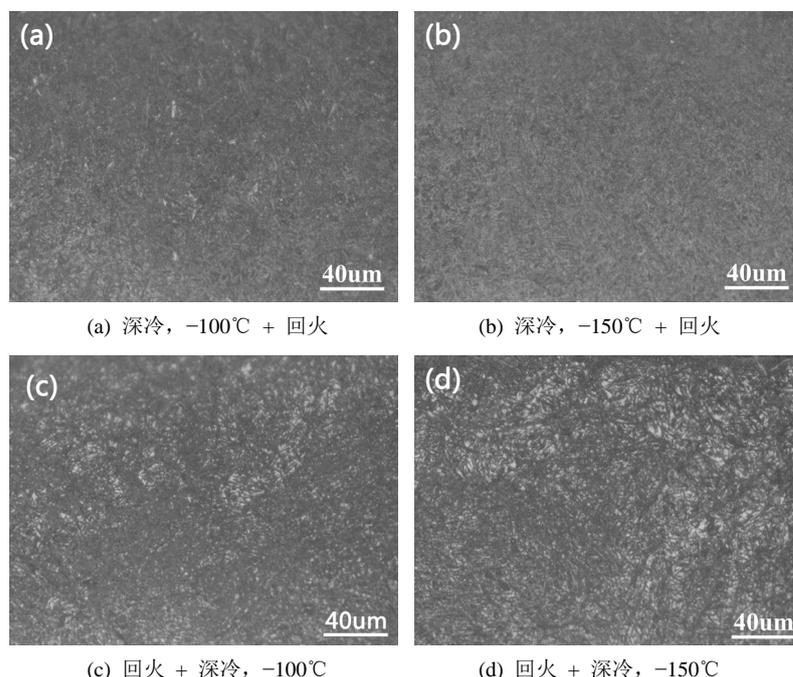


Figure 3. Microstructure of 17CrNiMo6 steel treated by different cryogenic treatment processes

图 3. 不同深冷处理后 17CrNiMo6 钢的金相组织

奥氏体的存在。故可以认为，深冷处理在一定程度上促进了残余奥氏体向马氏体的转化。同时颗粒状碳化物减少，马氏体基体上析出较多弥散分布的白色细小碳化物，它们大多均匀地分布在晶界上，这是深冷处理提高硬度和耐磨性的主要因素。且随着温度的降低，组织分布趋于均匀。这些变化可能与由深冷处理引起马氏体针片内亚单元细化和碳原子偏聚有关[8] [9]。马氏体经深冷处理后体积收缩，Fe 的点阵常数缩小，从而促进了碳原子的析出，而此时淬火马氏体处于热力学不稳定状态，分解驱动力大，但由于碳化物在低温下扩散困难，因而在马氏体基体上析出细小弥散的碳化物颗粒。

而对比图 2 和图 3(c)、图 3(d)可看出，回火后深冷过程中，白色的残余奥氏体和块状碳化物数量明显增多，组织分布极不均匀，且在-150°C 时出现大范围的连续块状碳化物，这将对该钢的韧性和耐磨性产生不利的影响。沈簧靓[10]和 Bensely [11]等人的研究表明了深冷处理与低温回火的先后顺序对组织的影响，深冷处理前低温回火将导致部分碳原子由马氏体相扩散至残余奥氏体相中，提高残余奥氏体的稳定性，同时淬火后直接回火也导致碳化物的增加，从而形成较多的块状碳化物；相反，回火前深冷处理将导致更多残余奥氏体转变为低温马氏体，有利于后续回火过程中更多弥散细小碳化物的析出。

3.3. 硬度和冲击韧性

表 4 为 17CrNiMo6 钢经不同热处理工艺处理后的洛氏硬度和冲击功测试结果。由表 4 可以看出，除工艺 5 外，深冷处理试样硬度较普通热处理试样有所提高。其中，经过回火前-150°C 深冷处理后的 3 号试样硬度较普通热处理提高 3.1 HRC，达到 61.5 HRC；而回火后深冷处理，硬度在工艺 4 增幅不大，在工艺 5 降至 57.7 HRC，降幅达 0.7 HRC。这主要是由于深冷处理使得淬火后的残余奥氏体发生马氏体相变并且细密化，同时在基体中析出均匀弥散细小的碳化物，发挥了其相变强化和析出强化的潜力[12]，从而提高了钢的硬度。而回火后深冷处理试样渗碳层碳化物粗大不均，降低了弥散强化的效果，同时残余奥氏体量增多，而残余奥氏体的强度和硬度远低于马氏体，使硬度基本不变或下降。

Table 4. Hardness and impact energy of 17CrNiMo6 steel treated by different heat treatment processes**表 4.** 17CrNiMo6 钢经不同工艺处理后的硬度和冲击功

工艺编号	1	2	3	4	5
洛氏硬度(HRC)	58.4	60.6	61.5	58.9	57.7
冲击功/J	100.45	87.06	91.42	83.13	75.64

同时, 冲击韧性在深冷处理后均有不同程度的降低, 意外的是, 冲击功也在工艺 5 降到最低, 相对于普通热处理降幅达 29.73%。冲击韧性的下降可能与深冷处理过程中的组织转变有关[8]。17CrNiMo6 钢在回火前深冷处理过程中, 大量残余奥氏体转变为马氏体, 而马氏体与奥氏体的比容不同, 故在转变过程中会产生较大的相变应力, 当应力无法通过滑移来释放时, 即可能在淬火组织中产生显微裂纹, 这些显微裂纹容易发生低能量扩展, 从而引起冲击功的降低, 导致韧性略有下降。而 17CrNiMo6 钢在回火后深冷处理过程中, 与普通热处理的显微组织相比, 基体中形状不一的块状碳化物明显增多, 这容易造成材料局部应力集中而萌生裂纹, 导致材料韧性的降低。特别在工艺 5 处理后, 由于显微组织中出現大范围分布不均的块状碳化物, 使硬度、韧性下降明显。

3.4. 摩擦磨损试验

为进一步研究深冷处理对 17CrNiMo6 钢耐磨性的影响, 进行了不同热处理试样的摩擦磨损试验, 试样结果如图 4 所示。在图 4 中, 通过把普通热处理的 17CrNiMo6 钢试样作为参考标准, 令其相对磨损率为 100%, 来计算经过深冷处理后各试样的相对质量损失, 即得到相应的相对磨损率数值。计算可得 2、3、4、5 号工艺处理后试样的相对磨损率分别为 74.9%、65.4%、87.8%、93.7%。由此可知, 深冷处理使试样的耐磨性得到不同程度的提高, 且回火前深冷处理对耐磨性的改善效果更为显著。

3.5. 测定残余奥氏体含量

为进一步证明试样中的残余奥氏体量对试样性能的影响, 用 X 射线衍射分析残余奥氏体含量。图 5 为不同处理状态样品进行了 X 射线衍射分析后得到的 X 射线衍射谱线。

根据 GB8362—1987《钢中残余奥氏体定量测定 X 射线衍射仪法》, 对图 5 中衍射数据进行计算, 得到残余奥氏体含量:

$$E_A = \frac{1 - F_C}{1 + G \frac{I_M(hkl)}{I_A(hkl)}} \times 100\%$$

式中, E_A —残余奥氏体相的体积分数, %; F_C —碳化物相总量的体积分数, %; $I_M(hkl)$ —钢中马氏体晶面衍射线累积强度; $I_A(hkl)$ —钢中奥氏体晶面衍射线累积强度; G —因子比, 奥氏体晶面与马氏体晶面所对应的强度。通过计算可知, 残余奥氏体量由普通热处理的 20.9%, 降至回火前深冷处理工艺 2 试样的 5.9% 和工艺 3 试样的 3.8%, 降幅分别为 71.8% 和 81.8%; 相反, 回火后深冷处理工艺 4 试样和工艺 5 试样残余奥氏体量反而分别增至 23.4% 和 26.6%。这是因为 17CrNiMo6 钢中含有大量的铬、镍、钼等合金元素, 增强了奥氏体的稳定性, 使 M_s 点显著下降, 淬火后渗碳层中存在大量的残余奥氏体, 而在低温环境下, 钢中的残余奥氏体进一步发生分解, 转变为马氏体, 从而提高了材料的硬度和耐磨性, 而工艺 4、5 试样在深冷处理前的低温回火稳定了残余奥氏体[10]。

而针对深冷处理后材料韧性略有降低的问题, 可能与马氏体与奥氏体间的组织协调性有关。有学者[13]指出, 在马氏体组织中存在适量残余奥氏体, 在齿轮运行过程中可以起到吸收冲击功的作用, 从而有

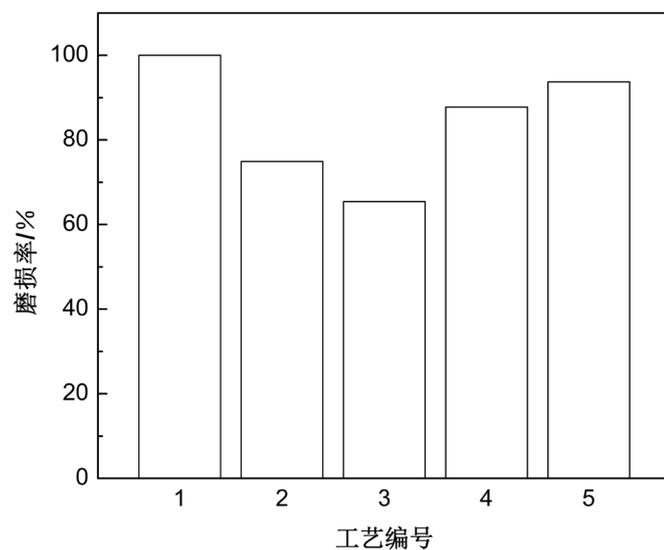
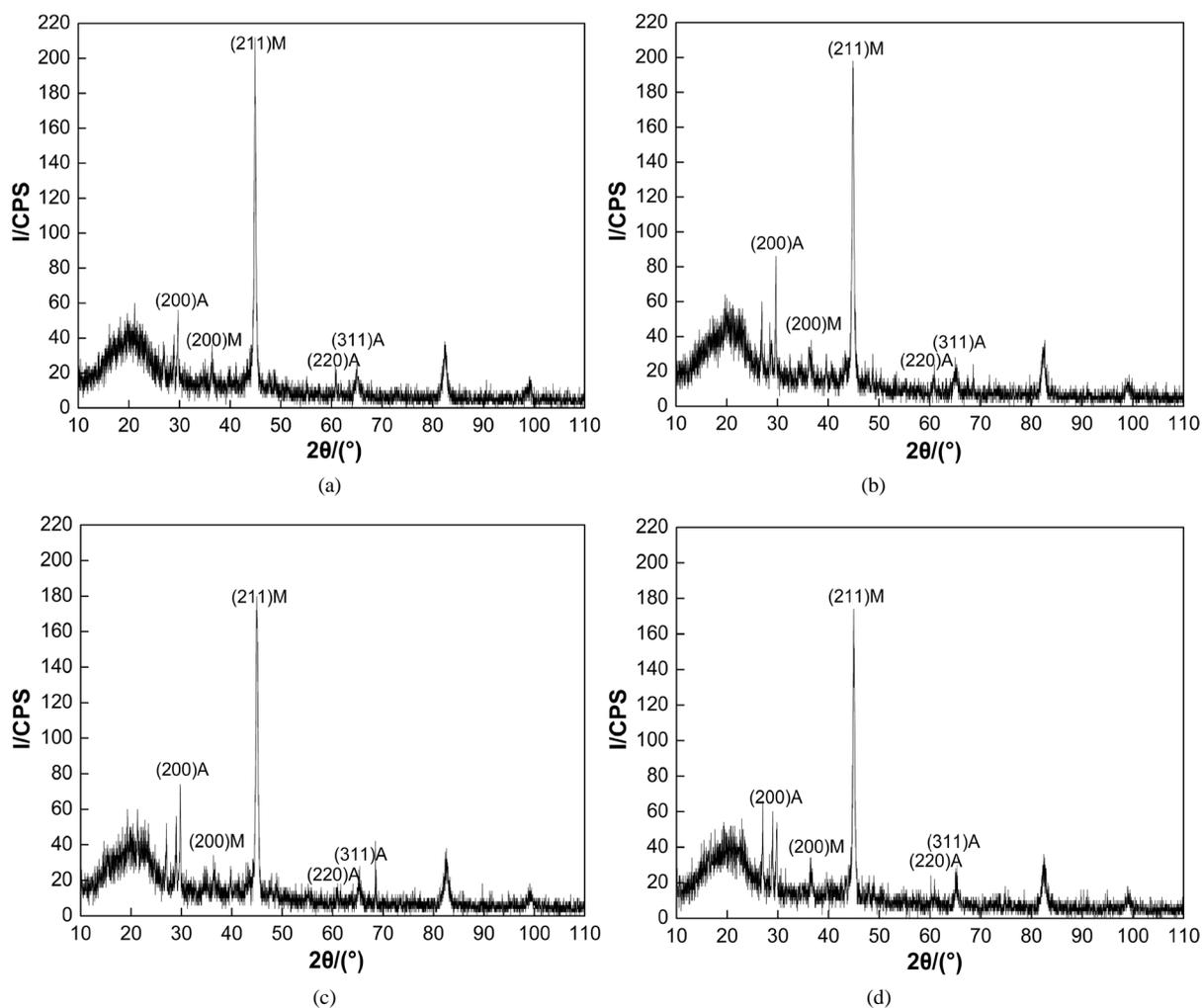


Figure 4. Wear ratio of 17CrNiMo6 steel treated by different heat treatment processes

图 4. 17CrNiMo6 钢经不同工艺处理后的相对磨损率



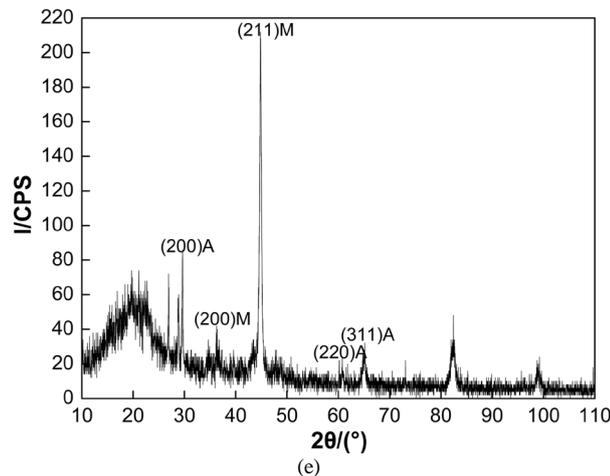


Figure 5. XRD patterns of 17CrNiMo6 steel after (a) common heat treatment, (b) cryogenic treatment before tempering at -100°C and (c) cryogenic treatment before tempering at -150°C , (d) cryogenic treatment after tempering at -100°C and (e) cryogenic treatment after tempering at -150°C

图 5. 17CrNiMo6 钢经(a)普通热处理、(b)回火前 -100°C 深冷处理和(c)回火前 -150°C 深冷处理, (d)回火后 -100°C 深冷处理和(e)回火后 -150°C 深冷处理后的 X 射线衍射图谱

利于材料疲劳强度和韧性的提高。也有学者认为[14], 残余奥氏体量较多或较少都不利于耐磨性和接触疲劳强度的提高。可知, 只有适量的残余奥氏体才可能给钢的性能带来最有益的影响, 因此在利用残余奥氏体时, 切实控制其数量及稳定性是十分必要的。据此分析, 减少回火前深冷处理的时间, 以适当提高残余奥氏体量, 可能会使钢的韧性得到提高, 耐磨性得到更好的改善。

4. 结论

1) 深冷处理后, 试样的有效渗硬层深度增大, 渗碳表层整体的显微硬度提高。

2) 回火前深冷处理, 使材料的组织趋于稳定化, 除了残余奥氏体大幅转变为马氏体组织外, 还发生细小碳化物在晶界上的弥散析出, 这是 17CrNiMo6 钢的硬度和耐磨性提高的主要原因。而回火后深冷处理稳定了残余奥氏体相, 且有大块碳化物的出现, 组织整体的均匀性较差, 使硬度基本不变或下降、韧性下降。

3) 摩擦磨损试验和 X 射线衍射试验的结果表明, 回火前深冷处理后, 材料残余奥氏体量显著降低, 耐磨性明显提高。在深冷温度为 -150°C 时残余奥氏体量较普通热处理降幅高达 81.8%, 相对质量损失降至 65.4%, 这必将提高材料的寿命。

4) 综合考虑几种工艺, “淬火, $840^{\circ}\text{C} \times 2 \text{ h} +$ 深冷处理, $-150^{\circ}\text{C} \times 10 \text{ h} +$ 回火, $200^{\circ}\text{C} \times 4 \text{ h}$ ”的深冷工艺最佳, 相对于普通热处理, 其有效渗硬层深度增加 0.3 mm, 硬度提高 3.1 HRC, 耐磨性得到显著提高, 可为该钢种在工业生产中的应用提供理论指导。

参考文献 (References)

- [1] 李雄, 李士燕, 袁子洲. 深冷处理对高速钢高低温力学性能的影响研究[J]. 甘肃工业大学学报, 2001, 27(3): 80-81.
- [2] 陈鼎, 肖廷, 蒋琼, 陈劲松. 深冷处理对钢铁材料耐磨性的影响[J]. 矿冶工程, 2010, 30(2): 107-111.
- [3] 闫献国, 庞思勤, 李永堂. 高速钢深冷处理技术研究进展[J]. 新技术新工艺, 2008(3): 14-18.
- [4] 吕雁文, 闫献国, 韩晓君, 刘冈超, 智红英. 深冷处理对 W6Mo5Cr4V2 高速钢红硬性的影响[J]. 金属热处理, 2015, 40(10): 91-94.

- [5] 陈鼎, 陈吉华, 严红革, 黄培云. 深冷处理原理及其在工业上的应用[J]. 兵器材料科学与工程, 2003, 26(3): 68-72.
- [6] 蔡红, 叶俭, 卢军. 《钢件深冷处理》标准探讨[J]. 金属热处理, 2011, 36(9): 67-69.
- [7] 张劲松, 袁子洲, 刘秀芝, 李士燕. 金属材料深冷处理现状[J]. 甘肃工业大学学报, 2003, 29(1): 32-35.
- [8] 刘勇, 于文平, 张金东, 田保红. 深冷处理对 T8A 钢组织和力学性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2010, 31(10): 48-52.
- [9] 阎红娟, 徐宏海. 深冷处理对 W4Mo3Cr4VSi 钻头耐磨性的影响[J]. 北方工业大学学报, 2009, 21(1): 63-66.
- [10] 沈簧靓, 闵娜, 谢尘, 吴晓春. 深冷处理对 80Cr9Mo2 钢组织的影响研究[J]. 上海金属, 2014, 36(5): 13-18.
- [11] Bensely, A., Venkatesh, S., Mohan Lal, D., *et al.* (2008) Effect of Cryogenic Treatment on Distribution of Residual Stress Incase Carburized En353 Steel. *Materials Science and Engineering A*, **479**, 229-235.
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2007.07.035>
- [12] 张红, 王俊杰, 郭嘉. 深冷处理 3Cr13 对组织和力学性能的影响[J]. 热加工工艺, 2008, 37(22): 64 -66.
- [13] 沙桂英. 高温奥氏体化对 40Cr 钢疲劳裂纹扩展行为的影响[J]. 金属热处理, 1990(11): 12-19.
- [14] Liu, H.-H., Wang, J., Yang, H.-S., *et al.* (2006) Effect of Cryogenic Treatment on Property of 14Cr2Mn2V High Chromium Cast Iron Subjected to Subcritical Treatment. *Journal of Iron and Steel Research International*, **13**, 43-48.
[https://doi.org/10.1016/S1006-706X\(06\)60108-8](https://doi.org/10.1016/S1006-706X(06)60108-8)

期刊投稿者将享受如下服务:

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击: <http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱: ms@hanspub.org