DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2021.06.018

深冷处理对 D11 粉末冶金钢残余应力的影响

刘吉兆[1],张黎科[1],张　蓉[1],李德风[2],梁博娇[2]
(1. 湖南工学院 机械工程学院,湖南 衡阳 421008; 2. 湖南省产商品质量监督检验研究院,湖南 长沙 410007)

摘　要:研究了不同深冷处理时间对 D11 粉末冶金钢试样显微组织及残余应力的影响。结果表明:与常规热处理相比,深冷处理降低了试样残余应力和表面粗糙度,但硬度值与残余奥氏体含量在深冷前后无显著变化;残余应力的分布与试样显微组织有关,深冷处理 24 h 后碳化物析出更均匀,残余应力最小。

关键词:深冷处理;残余应力;D11 钢;碳化物
中图分类号:TG 139.8　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2021)06-0513-04

Effect of Cryogenic Treatment on Residual Stress of D11 Powder Metallurgical Steel

LIU Jizhao[1], ZHANG Like[1], ZHANG Rong[1], LI Defeng[2], LIANG Bojiao[2]
(1. School of Mechanical Engineering, Hunan Institute of Technology, Hengyang 421008, China; 2. Hunan testing institute of product and commodity supervision, Changsha 410007, China)

Abstract: The effects of cryogenic treatment time on the microstructure and residual stress of D11 powder metallurgical steel were studied. The results show that, compared with the conventional heat treatment, the residual stress and surface roughness of the samples are reduced by cryogenic treatment, but the hardness value and the residual austenite content have no significant changes before and after cryogenic treatment. The distribution of residual stress is related to the microstructure of the samples. After cryogenic treatment for 24 h, the carbide precipitation is more uniform and the residual stress is the minimum.

Key words: cryogenic treatment; residual stress; D11 steel; carbide

残余应力对零件强度、寿命及尺寸稳定性有很大影响[1]。深冷处理可提高金属材料尺寸稳定性、改善材料性能和使用寿命,从而被广泛应用于各个领域[2-8]。

在过去的几十年中,人们针对深冷处理进行了广泛研究。邵联合等人[9]研究发现轴承用钢在经过淬火和回火之后再进行深冷处理,可以在确保强度的前提下有效提高韧性和塑性。Bensely 等[10]研究了浅低温处理(-80 ℃×5 h)与深冷处理(-196 ℃×24 h)对 EN353 钢残余应力的影响,发现深冷处理后回火降低了残余应力,残余应力的减小与大量细小的碳化物有关。Senthilkumar 等[11]测定了深低温处理后 4140 钢的残余应力情况,研究发现常规热处理和浅低温处理均会导致拉伸残余应力,但深低温处理后残余应力表现为压应力。李涛等[12]研究了深冷对 Cr12MoV 模具钢组织及性能的影响规律,发现不同深冷处理工艺对钢的组织及耐磨性能具有重要影响。徐连勇等[13]研究了深低温处理对电子束焊接 Ti-6Al-4V 接头的残余应力和力学性能的影响,发现在保温 24 h 后,焊接区域的残余应力下降程度最大,纵向残余应力下降了 31.2%,横向残余应力下降了 46.5%。张玉婷[14]等采用正交试验法研究了深冷处理工艺对高速钢残余应力的影响规律,发现深冷处理后晶格缺陷处析出大量细小碳化物会减少位错应力最终影响宏观残余应力。目前,深冷处理对钢的组织和性能的研究已取得了一定的成果,但深冷处理对 D11 钢残余应力的影响尚无系统的研究。

基于以上研究成果,本文利用 X 射线衍射法对深冷处理的 D11 粉末冶金钢表面残余应力进行研究,并分析深冷处理对钢硬度和表面粗糙度的影响。

1　试验方法

DIN30960 D11 粉末冶金钢(以下简称“D11 钢”)的化学成分见表 1。采用线切割制备 ϕ20 mm×

收稿日期:2021-03-30
基金项目:湖南省自然科学基金(2018JJ4030)
作者简介:刘吉兆(1964—),湖南常宁人,硕士,教授.研究方向:金属加工工艺,电话:0734-3452140,Email: liujz080@163.com
通讯作者:张黎科(1986—),湖南长沙人,博士,高级工程师.研究方向:金属加工工艺,电话:0734-3452140,Email:36495969@qq.com

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

表1 D11钢化学成分表 w(%)
Tab. 1 The chemical composition of D11 steel

Cu	C	其他	Fe
1.5	0.6	<0.5	余量

50 mm 的 D11 钢样品分别进行常规热处理(常规淬火+回火热处理,下称为 HT)和常规热处理 + 深冷处理（常规淬火+深冷处理+回火热处理，下称为 HCT)。首先进行常规淬火,将所有样品在 850 ℃的温度下奥氏体化 30 min 后油淬至室温。然后,将一部分样品进行深冷处理,具体过程为将试样放入深冷处理箱中从室温逐渐冷却至 -145 ℃,冷却速率为 1.5 ℃/min,分别保温 2、4 和 24 h(分别称为 HCT-2、HCT-4 和 HCT-24)。淬火后样品和深冷后样品的回火热处理均为 200 ℃下回火 2 h。

深冷处理设备为 DY-L/0.012 型深冷处理箱,采用液氮蒸发制冷。采用 XSRESS 3000 型衍射仪测量试样表面残余应力情况和残余奥氏体含量,借助激光小孔法残余应力分析仪测量试样表面至 0.5 mm 深度处的残余应力，均选取如图 1 所示的 x 和 y 两个测量方向，并对残余奥氏体含量进行了测定;试样打磨抛光后用 2%硝酸盐腐蚀，并借助 Quanta2000 扫描电镜分析微观组织；使用 HD9-45 型光学表面洛氏硬度计测量试样在 150 kg 载荷下表面 10 个不同位置的硬度值，取平均值为其最终硬度值;采用 SRM-1D 台式粗糙度测量仪测量试样表面粗糙度。

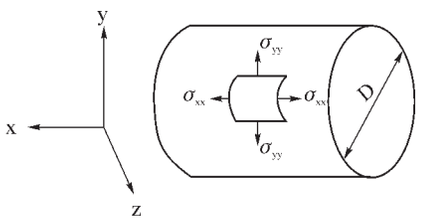


图 1 试样表面和亚表面的应力分量
Fig.1 Stress components measured on the surface and subsurface of the samples

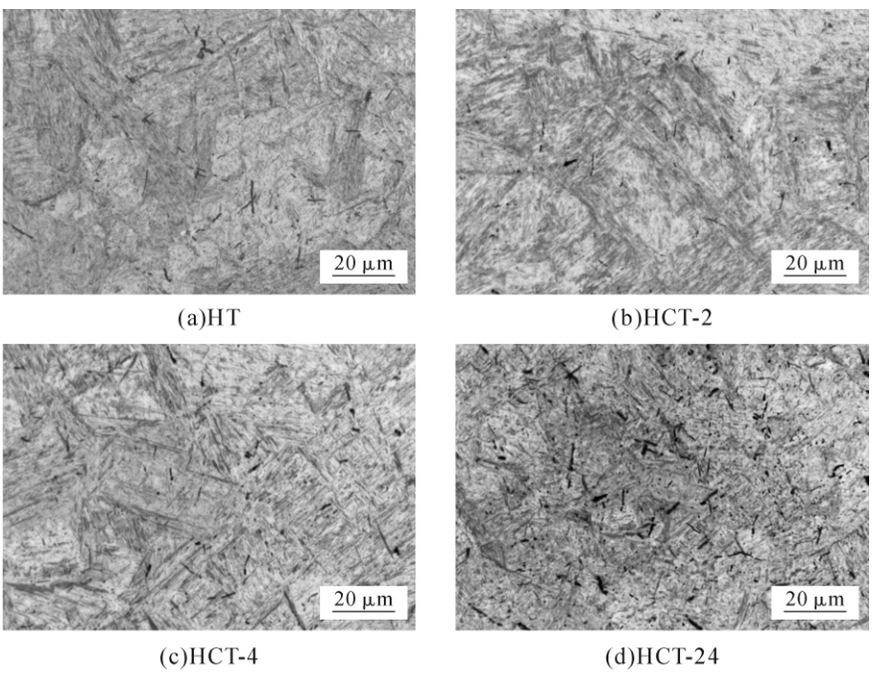
2 试验结果及讨论

2.1 残余奥氏体含量与微观组织

表 2 为不同处理后残余奥氏体含量。可见 HT 和 HCT 后,材料内部残余奥氏体含量均小于 4%,无显著变化。图 2 为不同工艺处理后试样的微观组织形貌。图 2(a)、(b)和(c)中黑色碳化物分布和大小无显著变化。这是由于碳化物的形成(数量、尺寸和分布)取决于奥氏体化过程的温度和保温时间[15]。在深冷处理过程中,马氏体体积收缩、晶格常数降低,而超低温下固溶度变小使马氏体的过饱和度有所增加,增强了碳原子析出的驱动力;但低温下原子运动困难、扩散距离短,马氏体内过饱和碳原子往往偏聚在附近位错线上，在随后的回火过程中逐步形成超

表 2 不同工艺处理后残余奥氏体含量 w(%)
Tab.2 Retained austenite content after treatment with different processes

不同工艺处理	残余奥氏体含量
HT	3.9
HCT-2	3.5
HCT-4	3.1
HCT-24	2.6



(a)HT (b)HCT-2
(c)HCT-4 (d)HCT-24

图 2 不同工艺参数处理后的 D11 钢的微观组织
Fig.2 Microstructure of D11 steel after treatment with different process parameters

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

微细碳化物[16-17]。董允等[18]通过研究发现深冷时间的延长有利于细小碳化物的析出，深冷时间越长，更多的碳原子将迁移到位错线处，填补了金属缺陷，使结构变得致密和均匀，在增强韧性的同时保持了材料强度。图 2(d)中碳化物增多趋势与董允等研究结果一致，随着深冷时间的延长，HCT-24 中碳化物的数量将增加。

2.2　硬度及表面粗糙度

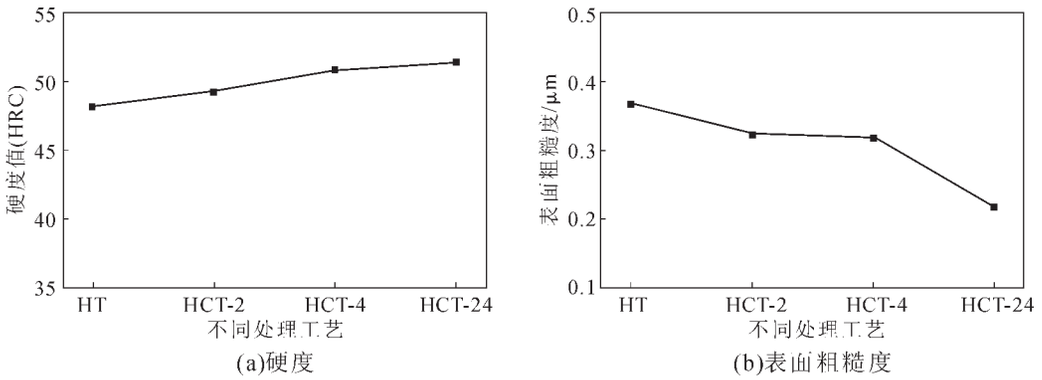
不同工艺处理后试样的硬度变化情况如图 3(a)所示，深冷处理前后硬度值无显著变化，但 HCT-24 后硬度增加较明显。根据表 2 结果得知，这是由于虽然钢中奥氏体几乎均转变成马氏体，但深冷处理可促进回火过程中碳化物的析出，从而导致硬度增加。HT 后钢的硬度为 41HRC，经过 HCT-2、HCT-4 和 HCT-24 处理后，钢的硬度分别增加了 2.3%、5.4%和 8.5%。

表面粗糙度是影响零件工作性能和使用寿命的重要参数之一，残余应力和表面裂纹的存在均会影响表面粗糙度。图 3(b)为不同工艺处理后的表面粗糙度变化，发现深冷处理后表面粗糙度呈降低趋势。HT 后的试样表面粗糙度为 0.368 μm，经过 HCT-2、HCT-4 和 HCT-24 处理后，表面粗糙度分别降低了 12.2%、15.5%和 27.4%。

2.3　残余应力

图 4 所示的残余应力测量结果显示，经过 HT、HCT-2、HCT-4 和 HCT-24 处理后，试样轴向表面残余应力分别为 289、178、146 和 96 MPa，这表明深冷处理可以降低试样轴向上的表面残余应力。与未深冷处理的 HT 试样相比，HCT-2、HCT-4 和 HCT-24 处理后表面轴向残余应力分别降低了 38.4%、49.5%和 66.8%。尽管所有的轴向表面残余应力均表现为拉应力，但 HCT-24 的试样在 0.5 mm 深度处表现为压应力，而 HCT-2 和 HCT-4 的试样直到 0.5 mm 处仍然表现为拉应力，如图 5(a)所示。

切线方向上，试样 HT、HCT-2、HCT-4 和 HCT-24 后切向表面残余应力分别为 274、162、118 和 54 MPa。与 HT 处理后相比，HCT-2、HCT-4 和



(a)硬度　　(b)表面粗糙度

图 3 不同工艺参数处理后的 D11 钢的性能

Fig.3 Properties of D11 steel after treatment with different process parameters

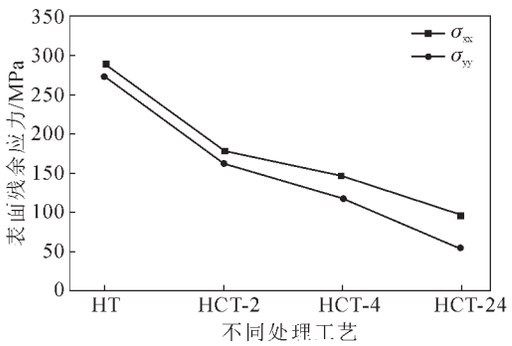
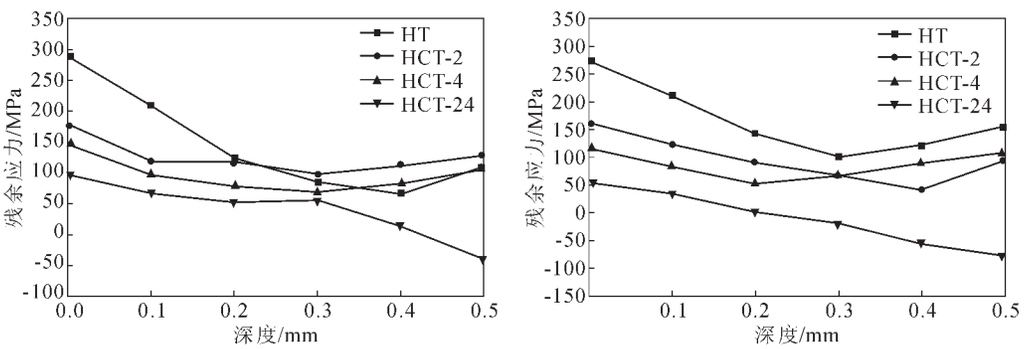


图 4 不同工艺处理后在 x 和 y 方向上的表面残余应力

Fig.4 Surface residual stress in x and y direction after treatment with different processes



(a)x方向　　(b)y方向

图 5 不同工艺处理后试样不同方向与不同深度处的残余应力

Fig.5 Residual stress along X and Y direction in different depths after treatment with different processes

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

HCT-24 处理后表面切向残余应力分别降低了40.9%、56.9%和 80.3%。与轴向上类似，深冷处理可降低试样在切线方向的表面残余应力，如图 4 所示。如图 5(b)所示，HCT-24 后试样在 0.4 mm 处才表现为残余压应力，而 HT、HCT-2、HCT-4 试样深冷前后均为拉应力。

深冷处理可以使试样内部发生热收缩，从而产生内应力，促使更多的碳原子析出，致使马氏体结构呈现超饱和性。回火过程可促进碳原子与其他合金元素聚集形成碳化物，碳化物阻碍了晶粒的位错运动导致相邻晶粒之间变形量减少，均匀分布将进一步减少位错应力最终影响宏观残余应力，深冷处理过程中提供的能量导致试样残余应力降低[19-20]。

3 结论

(1)与淬火+回火的常规热处理相比，常规淬火+深冷处理+回火热处理的深冷处理降低了 D11 粉末冶金钢表面的残余拉应力，并在深冷处理 24 h 后将试样表面的拉应力调整为有利于提高力学性能的压应力。

(2)深冷处理可以降低 D11 钢表面粗糙度，在深冷处理 24 h 后试样表面粗糙度最低，但深冷处理对硬度影响不大。

(3)与常规热处理相比，深冷处理 24 h 后 D11 钢的组织致密、碳化物分布均匀，有利于降低钢的残余应力。

参考文献：

[1] THORNTON R, SLATTER T, JONES A H, et al. The effects of cryogenic processing on the wear resistance of grey cast iron brake discs[J]. Wear, 2010, 271(9-10):2386-2395.

[2] 孙惠斌. 航空难加工材料的深冷加工技术研究进展 [J]. 航空制造技术，2017 (8): 16-21.

[3] 吴红艳，艾峥嵘，刘相华. 钢铁材料深冷处理技术研究和应用进展[J]. 材料热处理学报，2013，34(12): 1-8.

[4] PODGORNIK B, PAULIN I, ZAJEC B, et al. Deep cryogenic treatment of tool steels[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2016, 229: 398-406.

[5] 陈鼎，黄培云，黎文献. 金属材料深冷处理发展概况[J]. 热加工工艺，2001(4): 57-59.

[6] WAYNE R, JOHN P. Cryoprocessing of materials: A review of current status[J]. Materials and Manufacturing Processes, 2001, 16 (6): 829-840.

[7] 陈鼎，刘芳，滕杰，等. 深冷处理对低碳钢组织与性能的影响[J]. 金属热处理，2008，33(9): 66-69.

[8] FRANJO C, VOJTEH L, DARKO L, et al. Effect of deep-cryogenic treatment on high speed steel properties [J]. Materials and Manufacturing Processes, 2009, 24(7-9): 743-746.

[9] 邵联合，李兴国. 深冷处理对自动化机械轴承用钢组织和性能的影响[J]. 铸造技术，2015，36 (1): 97-98，107.

[10] BENSELY A, VENKATESH S, LAL M D, et al. Effect of cryogenic treatment on distribution of residual stress in case carburized EN353 steel [J]. Materials Science & Engineering A, 2007, 479 (1-2): 229-235.

[11] SENTHILKUMAR D, RAJENDRAN I, PELLIZZARI M, et al. Influence of shallow and deep cryogenic treatment on the residual state of stress of 4140 steel [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2010, 211(3): 396-401.

[12] 李涛，王向杰. Cr12MoV 模具钢的强韧化热处理工艺研究[J]. 铸造技术，2018，39(7): 1565-1567.

[13] XU L Y, ZHU J, JING H Y, et al. Effects of deep cryogenic treatment on the residual stress and mechanical properties of electron-beam-welded Ti-6Al-4V joints[J]. Materials Science & Engineering A, 2016, 673(15): 503-510.

[14] 张玉婷，卢青波，赵卫军. 深冷处理对 W6 高速钢表面残余应力的影响研究[J]. 低温工程，2020，(6) : 44-47, 61.

[15] DAS D, DUTTA A K, RAY K K. On the refinement of carbide precipitates by cryo-treatment in AISI D2 steel[J]. Philosophical Magazine, 2009, 89(1):55-76.

[16] 钱士强，李曼萍，严敏杰. 深冷处理后低碳马氏体的形态和回火特性研究[J]. 上海金属，2001, 23(5) : 21-25.

[17] 韩晓君. 深冷处理工艺对高速钢性能及残余应力影响的试验研究[D]. 太原: 太原科技大学, 2014.

[18] Dong Y, Lin X P, Xiao H S. Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism [J]. Heat Treatment of Metals (UK), 1998, 25 (3):55 59.

[19] DHOKEY N B, HAKE A, KADU S, et al. Influence of cryo-processing on mechanism of carbide development in cobalt-bearing high-speed steel (M35)[J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2014, 45(3): 1508-1516.

[20] 韩晓君，李淑娟，闫献国，等. 深冷处理对高速钢磨削表面残余应力的影响[J]. 热加工工艺，2015，44(2):227-231.

杭州文特机电有限公司

热处理炉、加热炉、工业自动化工程、环保节能工程、机电设备的设计、制造、加工、安装、技术开发、技术咨询、技术服务。工业自动化设备、仪器仪表、工业炉窑配件、计算机等的生产、批发、零售。

地址：杭州市西湖区万塘路 262 号 6 号楼 5-65 室
厂址：长兴县林城镇午山岗开发区
联系人：丁为兵
电话：15088362822
传真：0572-6087688
邮箱：dwb150@163.com

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net