

碲对硫化物轧制变形行为影响的研究

沈 平¹, 王 冬², 张 浩¹, 杨乾坤¹, 艾克南¹, 曾志崎¹, 付建勋^{1*}

(1. 上海大学材料科学与工程学院, 先进凝固技术中心, 省部共建高品质特殊钢冶金与制备国家重点实验室, 上海 200444; 2. 鞍钢股份有限公司, 辽宁 鞍山 114000)

摘 要:采用扫描电镜对 38MnVS6 钢中 Te 的赋存状态进行了分析, 采用 Gleeble-3500 模拟了轧制过程。对 MnS 夹杂和基体的硬度进行了检测, 并对夹杂物进行了统计, 由此对夹杂物的变形行为进行研究。结果表明, 少量的 Te 首先固溶在 MnS 中, 当 Te 含量超过 130×10^{-6} 时开始析出 MnTe。经过热压缩后, 随着 Te 含量的增加, 夹杂物的长宽比从 2.3 逐渐降低至 1.8 左右。钢中 Te 含量增加, 夹杂物与钢基体的硬度比 $H_{\text{夹}}/H_{\text{钢}}$ 基本为一个常数, 不能造成夹杂物的抗变形能力增加。经过热压缩后, 较小的夹杂物其长宽比也较小。钢中加 Te 后可使夹杂物尺寸减小, 进而减小了夹杂物的变形量, 抑制了轧制过程中夹杂物的变形。

关键词: 38MnVS6; Te; MnS 夹杂; Gleeble

中图分类号: TF76, TG335 文献标志码: A 文章编号: 1004-7638(2021)03-0180-07

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2021.03.027

开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID):



听语音
与作者互动
聊科研

Effect of tellurium on the deformation of sulfides in rolling process

Shen Ping¹, Wang Dong², Zhang Hao¹, Yang Qiankun¹, Ai Kenan¹, Zeng Zhiqi¹, Fu Jianxun^{1*}

(1. Center for Advanced Solidification Technology (CAST), State Key Laboratory of Advanced Special Steel, School of Materials Science and Engineering, Shanghai University, Shanghai 200444, China; 2. Angang Steel Co., Ltd., Anshan 114000, Liaoning, China)

Abstract: Modification of MnS inclusion by Te is one of the most efficient methods to improve the morphology and distribution of MnS inclusions. However, previous researches did not generate acceptable opinions on the deformation behaviors of MnS inclusions during the rolling process after adding Te. In the present study, the existing form of Te in the 38MnVS6 steel was detected by SEM-EDS. Gleeble-3500 was employed to simulate the rolling process. The hardness of MnS inclusions and steel matrix was measured and the statistics of inclusions were performed to analyze the effect of Te on the deformability of inclusions. The results show that Te initially dissolves in MnS inclusion after adding a small amount of Te. When the Te content reaches 130×10^{-6} , MnTe starts to generate. After hot-pressing, the inclusions were deformed. With the increase of Te content, the aspect ratio of inclusions decreases from 2.3 to approximately 1.8 and gradually reaches a constant value. The hardness determination result indicates that the deformation resistance of inclusions is not caused by the increase of inclusion hardness, since the hardness ratio $H_{\text{inclusion}}/H_{\text{matrix}}$ keeps relatively constant after adding different Te content. The statistics of inclusions prove that the inclusion with a small diameter shows low aspect ratio after hot-pressing. The addition of Te can reduce the size of inclusions, leading to less deformation of inclusions.

收稿日期: 2020-10-23

基金项目: 国家自然科学基金资助 (编号: 51874195、52074179)。

作者简介: 沈平 (1987—), 男, 江苏吴江人, 副研究员, 博士, 主要从事特殊钢中夹杂物的改质调控与性能提升, E-mail: koulvpinlei@126.com; * 通讯作者: 付建勋, E-mail: fujianxun@shu.edu.cn。

Key words: 38MnVS6, Te, MnS inclusion, Gleeble

0 引言

含硫钢中硫化物夹杂是促使钢具有良好切削性能的关键,然而其形态和分布又是影响钢的切削性能、力学性能^[1]、疲劳性能^[2]以及造成钢的热脆、轧制开裂^[3]、表面质量^[4]、磁痕检测超标^[5]等众多问题的成因。采用镁、钙等合金元素对硫化物进行改质,可在钢中形成以氧化物为核心,外围包裹硫化物的复合夹杂,有效改质硫化物^[6-7]。由于硬质氧化物核心的存在,可有效避免塑性 MnS 在轧制过程中的变形。但采用该改质工艺,生产过程中易造成水口絮流问题。

Te 与 S 同主族,性质相近,Te 同样可改质钢中硫化物,调控硫化物形态和分布,避免其在轧制过程中的变形^[8]。然而 Te 对夹杂物抗变形能力的影响不同学者存在不同的观点。Katoh^[9]等人认为,钢中加 Te 后可形成 MnTe 并包裹在 MnS 夹杂外围,MnS-MnTe 存在共晶点温度 810 °C,在热加工过程中可形成液相,在轧制过程中可吸收轧制应力,到达 MnS 夹杂两端,避免了 MnS 夹杂的变形,在随后的缓冷或再加热过程中,低熔点液相又恢复成椭球

形。但有研究^[10]表明,一些未被 MnTe 包裹的夹杂物,同样具有较好的轧制抗变形能力。由于 Te 在 MnS 中存在一定的固溶度,有研究者提出 Te 可使 MnS 硬度增加,从而抑制 MnS 在轧制过程中的变形^[11]。然而 Yaguchi^[10]对不同 Te 含量的钢中夹杂物硬度的检测结果表明 Te 并未显著增加夹杂物硬度。

为研究 Te 对轧制过程中夹杂物变形的影响,笔者以 38MnVS6 非调质钢为研究对象,对实验室冶炼的不同 Te 含量的 38MnVS6 开展 Te 的赋存状态的分析,对钢进行了模拟轧制试验,研究了 Te 对夹杂物变形行为规律的影响,阐释了 Te 对夹杂物在轧制过程中抗变性能提升的作用。

1 Te 在钢中的赋存状态的分析

试验所用样品为高温管式电阻炉冶炼的不同 Te 含量的 38MnVS6 钢锭,钢锭质量约为 500 g。不含 Te 的原始 38MnVS6 成分如表 1 所示,各钢中 Te 的含量如表 2 所示。从钢锭中心切取 10 mm×8 mm 的样品,对钢样表面进行磨抛处理,之后用酒精冲洗烘干。

表 1 原始 38MnVS6 钢成分
Table 1 Chemical compositions of original 38MnVS6 steel

C	Si	Mn	P	S	Cr	V	Al	Ti	Nb	Ni	%
0.383	0.574	1.399	0.01	0.051	0.179	0.099	0.018	0.017	0.016	0.123	

表 2 不同钢中 Te 含量×10⁶
Table 2 Te content in different steels

1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0	3.4	8.5	22	38	46	130	230	320	400

采用 Phenom 扫描电镜对钢中夹杂物进行检测,结果如图 1 所示。当钢中 Te 含量较少时,钢中主要为浅灰色的 MnS 夹杂。当钢中 Te 含量达到 130×10⁻⁶ 时,个别 MnS 夹杂外围出现白亮色的 MnTe 夹杂。进一步增加 Te 含量,MnS-MnTe 复合夹杂数量增多。

碲在钢中的溶解度较小,几乎不溶在钢中^[12]。而 Te 可与 Mn 结合,形成 MnTe 夹杂。由 MnTe-MnS 二元相图^[13]可知,在室温下,Te 在 MnS 中可少量固溶。当固溶达到一定值后,Te 在 MnS 中达到饱和,

开始析出 MnTe。为研究 Te 在 MnS 中的固溶情况,对于 130×10⁻⁶ 的 Te 含量以下钢样中 MnS 夹杂的固溶 Te 进行能谱分析,选定 Mn、S、Fe、Te 四个元素,对每个样品中 50 个以上的夹杂物进行检测,部分夹杂物的成分已在图 1 中显示。以 Te 与 S 质量分数的比值作为 Te 的固溶情况衡量指标,对每个样品中所有夹杂物的 Te/S 值取平均值,结果如图 2 所示。在钢中 Te 含量较少时,MnS 夹杂中固溶微量的碲,随着钢中 Te 含量的增加,MnS 中固溶碲也增加,直至达到饱和,开始析出 MnTe。

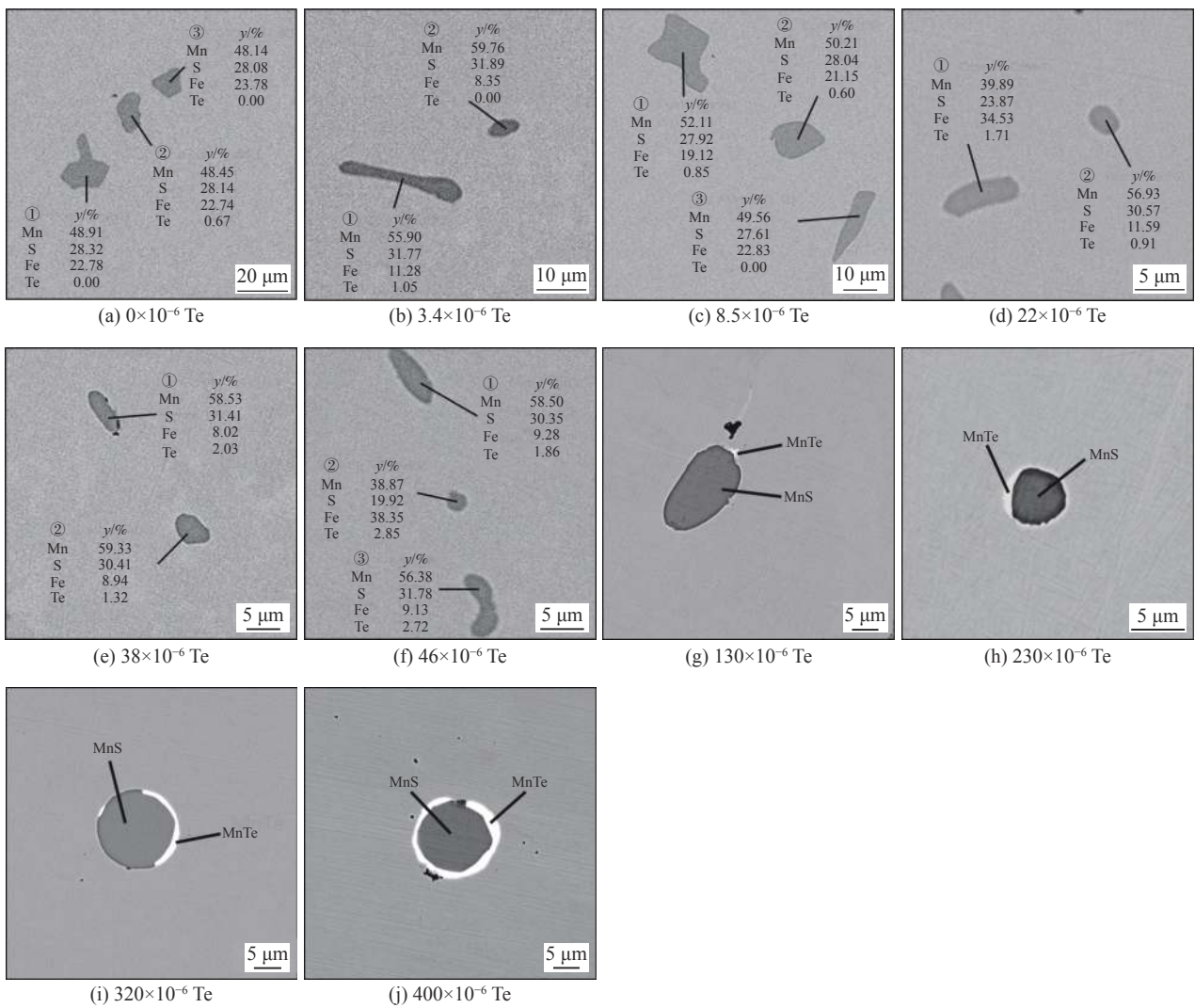


图1 钢中夹杂物的组成及成分
Fig. 1 Structure and compositions of inclusions in steels

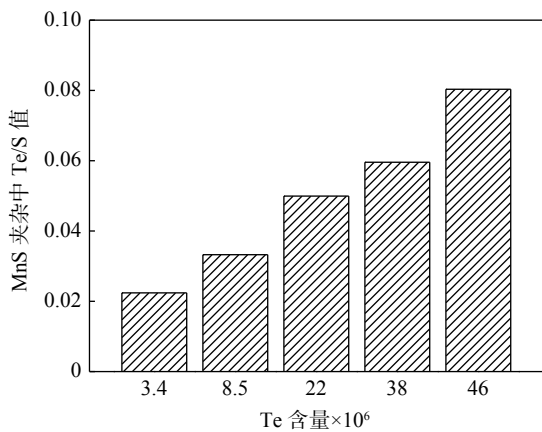


图2 不同Te含量的钢中MnS夹杂中平均Te/S值
Fig. 2 Te/S value in MnS inclusions in steels with different Te contents

2 钢中夹杂物的热变形行为研究

采用线切割从钢锭中切出 $\Phi 5.0 \text{ mm} \times 10.0 \text{ mm}$ 的样品, 钢样上下表面采用金相砂纸磨平后, 用于高温模拟轧制试验。采用 Gleeble-3500 设备对样品进行高温压缩试验以模拟热轧过程, 以 $5 \text{ }^\circ\text{C/s}$ 的升温速率将样品加热到 $1200 \text{ }^\circ\text{C}$, 保温 5 min 使样品组织成分均匀, 然后以 $10 \text{ }^\circ\text{C/s}$ 速率降到 $1150 \text{ }^\circ\text{C}$, 保温 30 s , 然后以 0.1 s^{-1} 的应变速率对样品进行压缩, 压缩量为 60% , 压缩变形后水淬或最大冷速冷却。试验升温曲线如图3所示。

高温热压缩试验前后样品形貌如图4(a)、(b)所示, 压缩后样品成扁平状, 沿轴向将样品切割成两部分, 其切割面即为之后观察分析的面, 如图4(c)所

示。将样品用冷镶料镶嵌, 待观察面经磨抛处理后用光学显微镜进行观察。

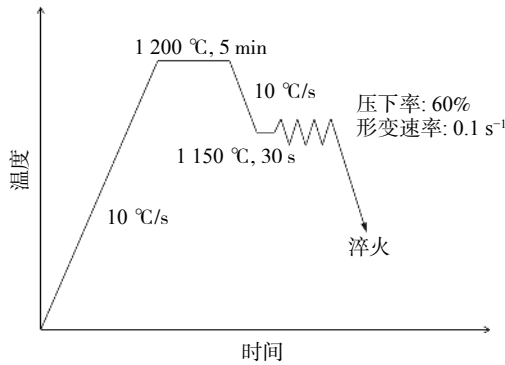


图 3 Gleeble 高温模拟轧制试验温度控制曲线
Fig. 3 Temperature control of thermal simulation test

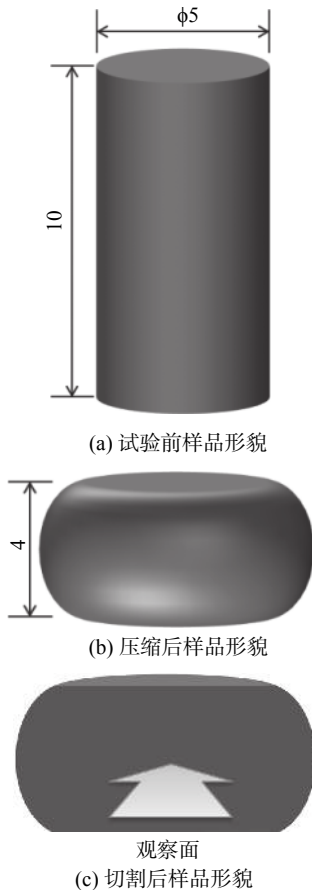


图 4 试验样品形貌示意

Fig. 4 Schematic morphology of experimental sample

图 5 为光镜下观察得到的各样品中夹杂物的形貌及分布情况。经过压缩以后, 钢中夹杂物略呈椭球形, 但整体变形不大, 随钢中 Te 含量的增加, 钢中椭球形夹杂物比例有所提高。

采用金相显微镜对每个样品均拍摄约 15 张金相照片, 采用 Image Pro Plus 软件对钢中夹杂物长宽比进行统计, 统计结果如图 6 所示。当 Te/S 在 0.25 (即 Te 含量在 130×10^{-6}) 以下时, 随着钢中 Te 含量的增加, 压缩后钢中夹杂物的长宽比逐渐减小, 从不加 Te 的 2.3 降至 1.8 左右, 进一步增加 Te 含量对夹杂物的长宽比影响不明显, 但会导致一定的波动。Kato 等人采用了实际铸坯轧制研究 Te/S 值对夹杂物变形效果的影响, 其研究的钢中硫含量与本研究的相近。为对比本试验的模拟轧制结果与 Kato 等人的结果, 该研究者的试验数据也作于图 6 中。

Kato^[9] 等人研究的钢中硫含量与本研究的相近。经过轧制, 压缩比较大, 夹杂物的变形量也较大。在未加 Te 的条件下, 夹杂物的抗变形能力较差, 长宽比达 16.5 左右。钢中含少量的 Te 即可有效地提高夹杂物在轧制过程中的抗变形能力, 当 Te/S 在约 0.22 以后, Te 对夹杂物的抗变形能力已达最大效果, 不再产生明显变化。本研究的模拟轧制结果与 Kato 的研究结果变化规律一致, 但由于本试验采用的压缩量远比实际轧制过程中的压缩量小, 因此压缩后夹杂物长宽比均比 Kato 的结果小。对比铸态下钢中夹杂物长宽比的规律, 本试验结果表明铸态下 Te 对硫化物夹杂的球化效果同样可对轧制后夹杂物起到球化效果。

3 钢中夹杂物抗变形行为研究

1) 硬度分析

为研究夹杂物变形行为, 选用原位纳米力学测试系统对夹杂物和钢基体的硬度进行检测。试验时, 设置以 2 mN/s 载荷压入速度施加于样品表面, 当达到 10 mN 时保压 15 s, 然后再以 2 mN/s 的卸载速度撤销施加的载荷。该设备可测得压头压入深度与载荷之间的关系, 如图 7 所示。

材料的硬度可根据载荷-位移 (即本文中的压入深度) 曲线, 通过 Oliver-Pharr (O&P) 方法进行计算^[14], 材料硬度 (H) 与施加的载荷 (P) 和接触面积函数 (A_c) 相关, 硬度可由式 (1) 进行计算。采用截头圆锥压头对样品进行硬度测试时, 接触面积函数如式 (2) 所示。

$$H = \frac{P}{A_c} \tag{1}$$

$$A_c = C(h_c + \xi)^2 \tag{2}$$

式中, H 为硬度, 单位为 GPa; P 为载荷, 单位为 μN ; A_c 为接触面积函数, 单位为 nm^2 ; h_c 为接触深度, 单

位为 nm ; C 和 ξ 是与压头形状相关的常数, 本研究中 $C=29.8, \xi=45.0$ 。

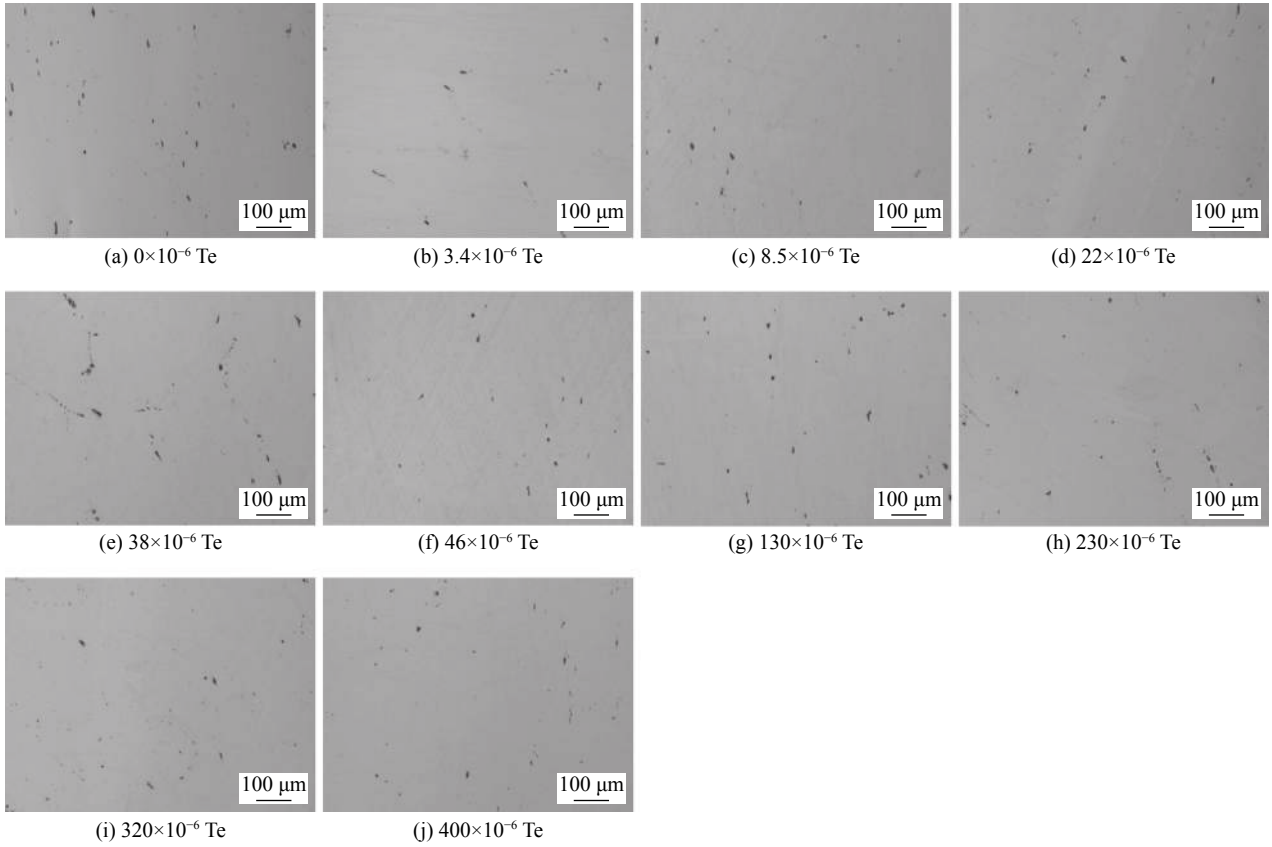


图 5 各样品中夹杂物的金相图
Fig. 5 Metallography of inclusions in different samples

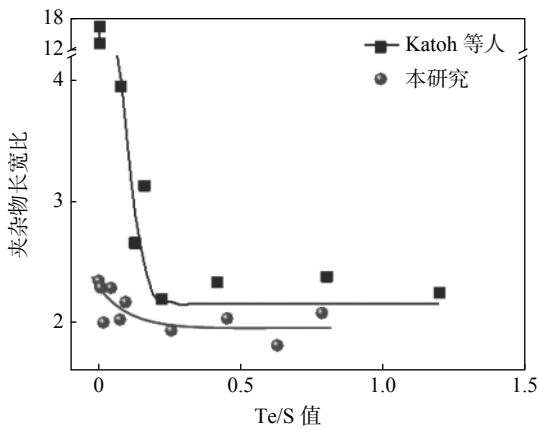


图 6 模拟轧制后钢中夹杂物平均长宽比
Fig. 6 Average aspect ratio of inclusions in steels after the simulation of rolling process

接触深度 h_c 是通过卸载曲线用式(3)计算所得。

$$h_c = h - \varepsilon \frac{P}{S} \quad (3)$$

式中, h 为最大压入深度, 单位为 nm ; ε 为修正常数, 本研究中 $\varepsilon=0.784$; S 为卸载曲线的斜率($S=dP/dt$)。

随着载荷值的增加, 压入深度也逐渐增加。当载荷值达到最大的 10 mN 时, 随着保压过程的进行, 载荷压入深度略有增加。

由该设备测得的夹杂物与钢基体的硬度值, 以及两者的比值如图 8 所示。随着钢中 Te 含量的增加, 夹杂物硬度、钢基体硬度均略有增加, 但规律性并不明显, 两者的比值为较为稳定的一个值, 可见 Te 对 38MnVS6 中夹杂物及钢基体硬度的影响并不能导致夹杂物抗变形能力的增加。

2) 夹杂物尺寸效应分析

对不同 Te 含量的钢中夹杂物平均等效直径进行统计, 随着 Te 含量的增加, 夹杂物尺寸总体呈减小趋势, 当碲含量达到 130×10^{-6} 以后, 钢中夹杂物尺寸保持相对较小的值。在一定程度上 Te 具有细化夹杂物的作用^[11]。对比图 9 中 Te 含量对夹杂物模拟轧制后长宽比的影响可见, 夹杂物长宽比变化趋势与夹杂物大小变化趋势一致, 表明 Te 对夹杂物尺寸的作用是影响其轧制变形能力的主要因素。

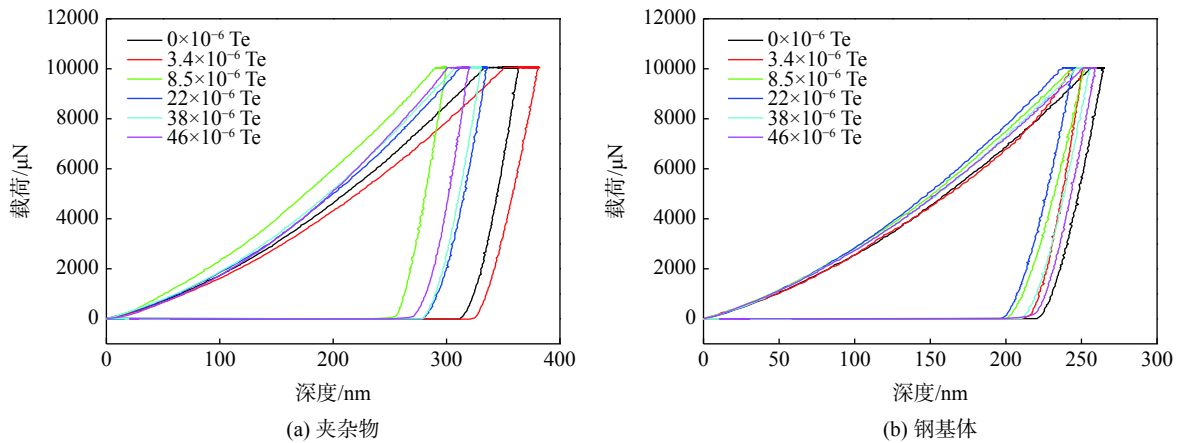


图 7 不同 Te 含量的钢中夹杂物及钢基体载荷-深度曲线

Fig. 7 Load versus indenter displacement curve for inclusion and matrix in steels with different Te contents

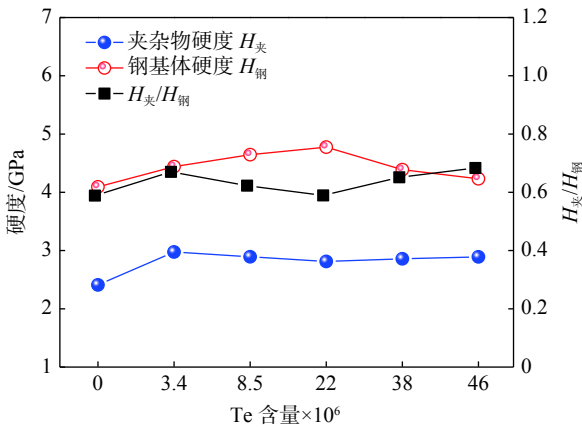


图 8 不同 Te 含量的钢中夹杂物及钢基体硬度

Fig. 8 Hardness of inclusion and matrix in steels with different Te contents

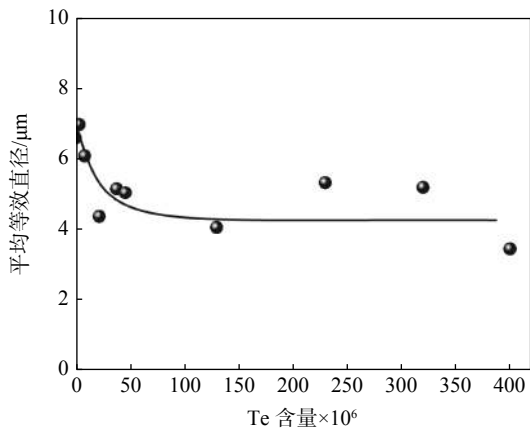


图 9 Te 含量对夹杂物平均等效直径的影响

Fig. 9 Effect of Te content on the average equivalent diameter of inclusions

对模拟轧制压缩后的所有钢中夹杂物进行综合统计, 为避免统计误差, 尺寸小于 1 μm 的夹杂物并未统计在内。不同尺寸范围的夹杂物长宽比统计结果如图 10 所示, 较小尺寸范围内的夹杂物其长宽比

也较小, 更趋近于球形, 而较大尺寸的夹杂物更易变形成宽比较大的形态。续飞飞^[15]等人的研究表明, 夹杂物直径越小, 轧制过程中夹杂物的变形程度也越小。本研究的 38MnVS6 钢中添加 Te 含量从 0 到 400×10⁻⁶, 夹杂物尺寸逐渐变小, 在模拟轧制过程中, 其抗变形能力也提高, 能更好地保持球形或纺锤形。

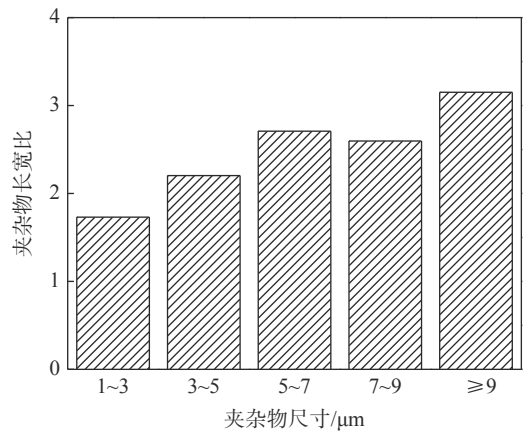


图 10 不同尺寸范围内夹杂物的长宽比

Fig. 10 Average aspect ratio of inclusions in different diameter ranges

4 结论

1) 在 38MnVS6 钢中加入一定量碲后, 碲首先固溶在 MnS 中, 随着碲添加量的增加, MnS 中的固溶碲含量也逐渐增加。当碲添加量达 130×10⁻⁶ 及以上时, 在部分 MnS 外围形成 MnTe。碲含量进一步提高, MnS-MnTe 复合夹杂数量增加, 且 MnS 外围包裹的 MnTe 也在增加。

2) 在对不同碲含量的钢样进行模拟轧制后, 钢中夹杂物产生一定量塑性变形。随着钢中碲含量的

增加,夹杂物长宽比逐渐减小并趋于稳定,长宽比从不含碲样品的 2.3 逐渐减少并在含碲 130×10^{-6} 样品后趋于 1.8 左右。碲可有效抑制夹杂物在轧制过程中的变形。

3) 硬度检测结果表明碲添加量的增加,夹杂物相对于钢基体的硬度 $H_{\text{夹}}/H_{\text{钢}}$ 并未产生明显变化,碲在 38MnVS 钢 MnS 中的固溶并未使夹杂物硬度显著提升。碲可使 MnS 夹杂的尺寸减小,细化夹杂物,而较小尺寸的夹杂物在轧制过程中不易变形,轧后

可仍保持较小的长宽比。因此,在 38MnVS 钢中,碲含量从 0 增加至 400×10^{-6} ,主要使夹杂物产生细化,从而因夹杂物的尺寸减小而抑制夹杂物的轧制变形。

致谢

本项研究工作得到了国家自然科学基金、先进凝固技术中心和省部共建高品质特殊钢冶金与制备国家重点实验室的资助。

参考文献

- [1] Shao X, Wang X, Jiang M, *et al.* Effect of heat treatment conditions on shape control of large-sized elongated MnS inclusions in resulfurized free-cutting steels[J]. *ISIJ International*, 2011, 51(12): 1995–2001.
- [2] Kishi K, Eda H, Kitsunai Y. Fatigue strength of tellurium free cutting steel—the effect of machined surface layer and inclusion on fatigue strength (1st Report)[J]. *Journal of the Japan Society of Precision Engineering*, 1972, 38(445): 174–181.
- [3] Li Xuebao, Zhou Xiaobin, Pan Zhelin. Application of rolling technology for low-carbon high-sulphur free cutting steel[J]. *Southern Metals*, 2020, (2): 17–20.
(李学保, 周小兵, 潘泽林. 低碳高含硫钢易切削钢轧制技术应用[J]. *南方金属*, 2020, (2): 17–20.)
- [4] Ai Kenan, Zhang Panpan, Zhao Menghao, *et al.* Analysis of formation mechanism of surface crack of 1215 free-cutting steel during drawing[J]. *Iron and Steel*, 2020, 55(2): 88–94.
(艾克南, 张盼盼, 赵梦豪, 等. 1215易切削钢拉拔表面裂纹形成机制分析[J]. *钢铁*, 2020, 55(2): 88–94.)
- [5] Dong Zhengqiang, Jiang Bo, Zhang Chaolei, *et al.* Evolution of MnS in non-quenched and tempered crankshaft steel C38N2 during rolling[J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2015, 36(8): 144–149.
(董正强, 蒋波, 张朝磊, 等. 曲轴用非调质钢C38N2轧制过程中MnS夹杂演变规律[J]. *材料热处理学报*, 2015, 36(8): 144–149.)
- [6] Shen P, Fu J. Morphology study on inclusion modifications using Mg-Ca treatment in resulfurized special steel[J]. *Materials*, 2019, 12(2): 197.
- [7] Zhou Ping, Dong Jie, Zhu Rong, *et al.* Development of low carbon free cutting steel through calcium-rare earth treatment[C]//*Metallurgical Engineering Science Forum*, 2005: 363–366.
(周平, 董杰, 朱荣, 等. 用钙和稀土联合处理研制低碳易切削钢[C]//*冶金工程科学论坛*, 2005: 363–366.)
- [8] Shen P, Yang Q K, Zhang D, *et al.* Application of tellurium in free-cutting steels[J]. *Journal of Iron & Steel Research International*, 2018, 25(8): 787–795.
- [9] Katoh T, Abeyama S, Kimura A, *et al.* A study on resulfurized free-machining steel containing a small amount of tellurium[J]. *Denki Seiko(Electr. Furn. Steel)*, 1982, 53(3): 195–202.
- [10] Yaguchi H, Onodera N. The effect of tellurium on the machinability of AISI 12L14+Te steel[J]. *Transactions of the Iron & Steel Institute of Japan*, 1988, 28(12): 1051–1059.
- [11] Zheng L, Malfliet A, Wollants P, *et al.* Effect of surfactant Te on the formation of MnS inclusions in steel[J]. *Metallurgical & Materials Transactions B*, 2017, 48(5): 1–12.
- [12] Okamoto H, Tanner L E. The Fe-Te (iron-tellurium) system[J]. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*, 1990, 11(4): 371–376.
- [13] Tien T Y, Van Vlack L H, Martin R J. The system MnTe-MnS: progress report[J]. *Umr*, 1967: 1–6.
- [14] Tan Mengxi. Extracting hardnetss-displacement relations and elastic modulus using nanoindentation loading curves[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2005, 41(10): 1020–1024.
(谭孟曦. 利用纳米压痕加载曲线计算硬度-压入深度关系及弹性模量[J]. *金属学报*, 2005, 41(10): 1020–1024.)
- [15] Xu Feifei, Cheng Shuseng. Deformation of spherical inclusions in steel sheet during cold rolling process[J]. *China Metallurgy*, 2014, 24(7): 36–41.
(续飞飞, 程树森. 冷轧过程轧板内圆形夹杂物变形[J]. *中国冶金*, 2014, 24(7): 36–41.)