

全国冶金系统
第二届物理检验会议

QUANGUO YEJIN XITONG DI-2 JIE WULI JIANYAN HUIYI ZILIAO XUANBIAN

资料选编

76.1083
223(2)

全国冶金系统第二届物理检验会议 资料选编

全国冶金系统第二届物理检验会议资料选编小组编

3072-5

冶金工业出版社

前 言

在毛主席革命路线指引下，一九七三年六月三十日至七月九日在武汉召开了全国冶金系统第二届物理检验经验交流会。

会议以批林整风为纲，采取多种形式，初步总结和交流了文化大革命以来物理检验方面的新经验，并结合我国的具体情况，着重就金相、物理和机械三方面的试验研究工作的方向和任务，进行了深入地讨论。

会议共提出九十三篇技术报告。这些报告，从各方面反映了各单位认真贯彻执行“鞍钢宪法”，广泛开展科学实验和群众运动所取得的丰硕成果，展现了冶金系统物理检验和研究工作的新面貌。本书选编了其中九篇专题报告和一篇综合资料，以期交流，供作参考。错误之处，请批评指正。

编 者

毛主席语录

一个正确的认识，往往需要经过由物质到精神，由精神到物质，即由实践到认识，由认识到实践这样多次的反复，才能够完成。

一切矛盾都是客观存在的，我们的任务在于尽可能正确地反映它和解决它。

人的正确思想，只能从社会实践中来，只能从社会的生产斗争、阶级斗争和科学实验这三项实践中来。

人类总得不断地总结经验，有所发现，有所发明，有所创造，有所前进。

目 录

电子显微镜和电子探针在断口和低倍组织研究中的应用

微量杂质在钢中的作用·····	冶金部金属研究所一室断口金相组 (1)
X-射线高温衍射技术 ·····	太原钢铁公司钢铁研究所 山西大学物理系金属物理教研室 (15)
用转矩磁强计法测量硅钢片的磁各向异性·····	北京钢铁学院金属物理教研组物性小组 (37)
工具钢断口缺陷的超声检验·····	北京钢厂试验室一室 (49)
可控硅脉冲磁场装置·····	包头冶金研究所 (56)
奥氏体本质晶粒度测定方法的综合报告·····	大冶钢厂中心试验室整理 (62)
沉淀硬化不锈钢的金相试样制备新方法·····	上海钢铁研究所范彩珍 (72)
轴承钢球化退火过程的组织转变·····	大冶钢厂中心试验室 (78)
冲击试验自动送样与示波照相装置及其应用·····	武钢钢铁研究所 (86)
拉力试样形状和尺寸对机械性能的影响·····	首钢钢铁研究所中心试验室 (100)

电子显微镜和电子探针在断口和低倍组织研究中的应用

微量杂质在钢中的作用

冶金部金属研究所一室断口金相组

钢的断口和低倍组织观察是钢厂和机械厂普遍使用的检验钢材或产品质量的重要方法，一则简单易行，二则能暴露整个或较大截面上存在的宏观缺陷。过去，观察的方式主要是用肉眼或在不大于二十倍的放大镜下进行，因此也称为钢的宏观检验。从大量的生产检验中已经积累了丰富的经验，并制定了各种宏观缺陷的评级标准。这是判断钢材及产品质量的重要依据。

这些宏观缺陷所代表的本质究竟是什么？这一直是人们非常关心的问题。因为如果我们对其本质有了进一步的了解，一则可以找到产生这些缺陷的原因，在生产上采取一些必要的措施，避免生成这些缺陷，以提高钢的质量；二则可以对这些缺陷的危害性得出比较全面的了解，从而制定较为合乎实际的评级标准。

不少科研工作者曾凭借金相显微镜对这些宏观缺陷进行研究，但是由于金相显微镜的景深不够大，放大倍率不高，又不能确定化学成分和晶体结构，因此进展比较缓慢。近二十年来，透射式电子显微镜、电子探针和扫描电子显微镜在金属研究中得到广泛的应用，其中一个很重要的领域就是钢的断口和低倍组织的本质的研究。在一般的透射式电子显微镜中，由于电子束不能穿透大块金属，因此有必要用胶膜或碳膜把断口形貌复制下来，再

将这种复型放在透射式电子显微镜中观察。由于电子显微镜的景深很大，放大倍率可达到几万倍甚至更高一些，因此可以分辨出断口的精细结构。此外，还可以把微小的第二相从断口表面萃取下来，在电子显微镜内进行电子衍射

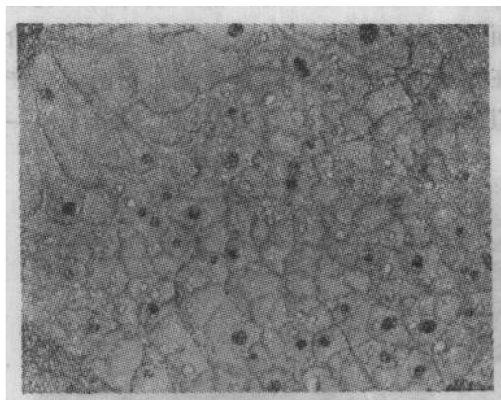


图 1 纤维状断口的电子显微象—微坑断裂。微坑中有第二相沉淀颗粒，黑的是实物，白的是复型 $\times 2500$

结构分析，确定第二相的晶体点阵，从而得出有关第二相是那一化合物数据。我们知道很多脆性断裂是由于碳化物、氮化物、硼化物、硫化物、氧化物等引起的，使用萃取复型技术显然会有助于找出第二相与脆性断裂的关系。电子断口金相技术把高倍形貌观



图 2 沿晶断裂的电子显微象，在几个晶粒交界的棱角处有第二相沉淀颗粒 $\times 4000$

察与相分析结合起来，这对于深入了解断裂的原因和过程是很有裨益的。

图1是纤维状塑性断口的高倍电子显微象，显示由微坑构成的鱼鳞坑状结构。微坑中的黑斑是萃取在复型上的第二相，电子束穿透不过去，所以是黑的。微坑中的白斑是未萃取下来的第二相的复型，这里的膜较薄，电子束容易透射，所以是白（亮）的。显然，绝大多数微坑中都有一个微小的第二相粒子作为显微断裂源，微裂纹发展长大过程中并伴随有范性变形，形成微孔。为数众多的微孔汇聚起来最后导致断裂，在断口上留下大量微坑。用电子衍射确定的常见的第二相粒子有TiN, AlN, MnS, VC等。一般说来，第二相粒子大而少，微坑的尺寸就大；第二相粒子小而多，微坑的尺寸就小。但是，第二相粒子不是生成微坑的必要条件。金属的塑性越好，微坑的深度越大。鱼鳞坑状微坑结构一般

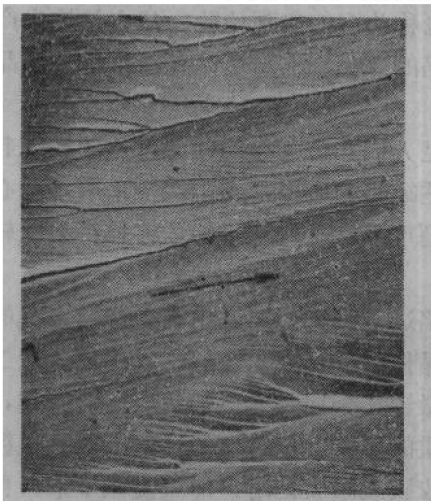


图3 穿晶劈裂或解理的电子显微象，显示河纹解理台阶（箭头表示裂纹传播方向） $\times 4000$

是穿晶断裂结果。但如晶粒较大，晶界上又有大量第二相粒子，沿晶断裂有时也有这种微坑状断口。

宏观的结晶状断口特征是断口上有许多平正而发亮的界面，在电子显微镜中观察，有的属于沿晶断裂类型（图2），有的属于穿晶劈裂（解理）类型（图3）。前者的断裂面是晶粒间的界面，后者的断裂面是金属晶体的一特定晶面（解理面），它们的共同特征是平正光滑，很少范性变形，反光性强，因此显得发亮，都是脆性断裂的表征。晶间脆断往往是由于晶粒过于粗大和在晶界上有片状析出物引起的，图2中就有碳化物颗粒在几个晶粒交界的棱角处析出。杂质原子在晶界富集也会导致晶间脆断，如氢脆以及磷、砷、锡、铅产生的回火脆性等。劈裂面上往往有许多河纹状的劈裂或解理台阶

（图3）。劈裂在不同高度的平行晶面上开始，在发展长大过程中两个劈裂面相遇就会产生一个显微台阶。这些台阶汇合起来构成一个类似河纹状的图案，有如小河汇聚成大河一样。从河纹的走向可以确定劈裂源及裂纹传播方向，如图3中的箭头所示。

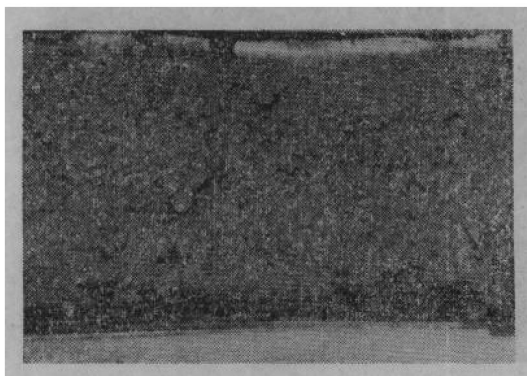


图4 PCrNiMo 钢调质断口中的小亮针及偏析析线 $\times 2$ (本溪钢厂)

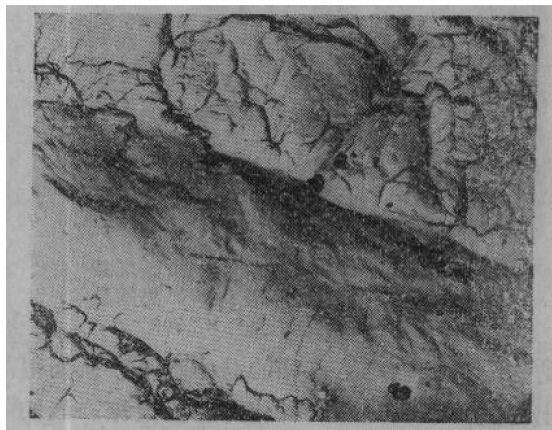


图5 30CrMnSiNi 钢淬火断口中小亮针的电子显微象 $\times 2500$

上述是几种常见的典型断口。实际材料中的断口往往是较为复杂的。图4是PCrNiMo

钢的调质断口，在纤维状断口上沿轧制方向有许多较短的小亮针或长一些的所谓偏析线。在30CrMnSiNi钢的淬火断口上也有类似现象，图5是一个小亮针的电子显微放大象。中间是一条范性变形较小，较为平整的带，相当于宏观断口上的小亮针；两侧是鱼鳞坑状的微坑结构，相当于宏观的纤维断口。由此可见，小亮针是一些沿轧制方向的脆性断裂的结果。在亮针的电子显微象中，也找到一些第二相颗粒沿轧制方向排列，这可能是产生脆性断裂的原因。我们可以用电子衍射确定这些第二相颗粒的点阵类型，也可以用电子探针微区分析确定其化学成分，从而判断这些第二相颗粒属于那一种化合物。

电子探针微区分析是将聚焦到很细的电子束（直径约1微米）打到试样上的待测点，使这里的元素激发，并给出它们的特征X射线谱。通过X射线光谱分析，对原子序数在11以上的元素可以得出相当精确的分析结果，对金属研究中非常重要的C、N、O等超轻元素也能得到半定量甚至定量的结果。但是如果试样不平，例如断口表面成分分析，仅能得到定性分析结果。用电子探针进行硼、碳、氮等超轻元素的定量分析有一定困难，不能分析氢，这是电子探针的局限性。我们还可以使聚焦电子束在试样上的一个较大范围内扫描，在阴极显象管上得到电子扫描区的显微组织，例如图6（1）。这实际上就是一个低放大倍率的扫描电子显微象。图6（1）是30CrMnSiNi钢的淬火断口电子扫描象，中间是

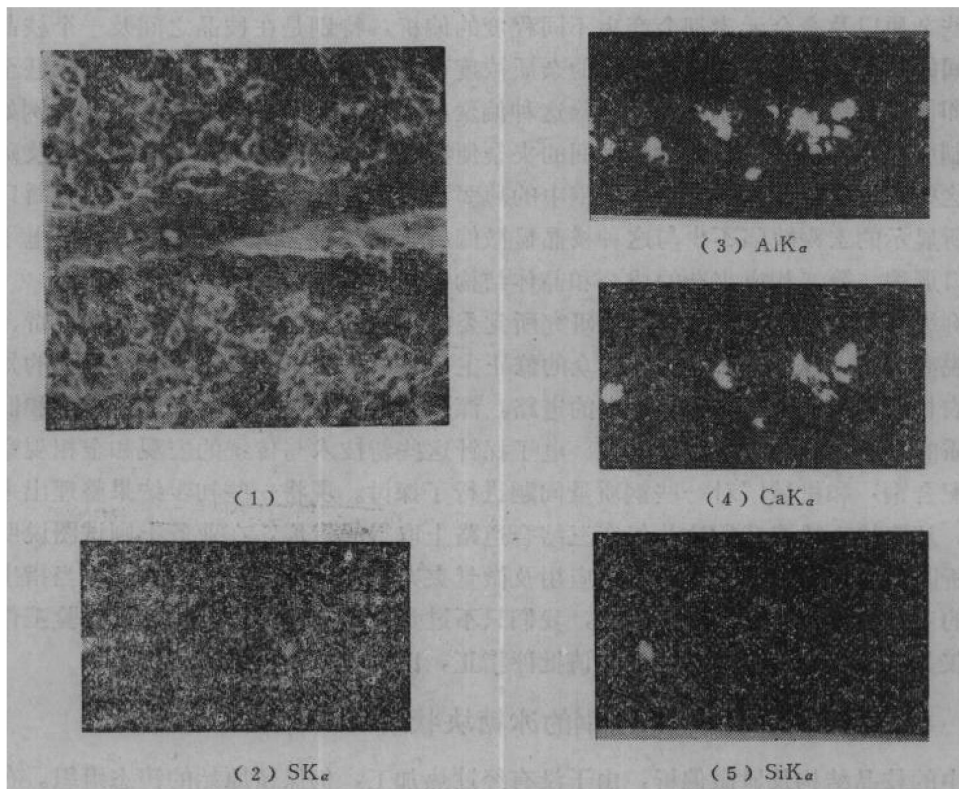


图6 30CrMnSiNi钢淬火断口中小亮针的电子扫描象及S，Al，Ca，Si的X射线图象，显示这些元素在小亮针上的分布 ×500

一条比较平坦的带，上面有一些夹杂物颗粒，两侧是有如图5那样的微坑构成的纤维状塑性断口。显然这条平坦的带是脆性断裂的结果，由于反光性强，所以发亮。电子束扫到那里，就会使那里的元素激发，发射出特征X射线谱。将不同元素的X射线经谱仪分光

后再在阴极显象管上显示出来，就可以得出不同元素在电子扫描区内的分布图。图6(2)，(3)，(4)，(5)分别是对应于图6(1)亮带内的S，Al，Ca，Si的分布图，元素的含量越高，X射线图象越亮。显然，在亮带上Al，Ca的化合物较多，并基本上相重，说明这里有不少铝酸钙夹杂，定点定量分析结果指出，它主要是 $\text{CaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ 。此外，亮带上S的分布与部份Ca相重，说明这里还有一些CaS或 $(\text{Ca}, \text{Mn})\text{S}$ 。图6(1)亮带上偏左侧的一个较大的白点含Si，Al较高，可能是一个硅铝酸盐夹杂。从上述分析我们不难得出小亮针是由于夹杂（主要是铝酸钙）的富集引起的脆性断裂的结论。电子探针可以把显微组织与微区成分分析联系起来，这使我们对断口和低倍组织的深入了解起了显著的推进作用。

扫描电子显微镜是六十年代后期发展出来的新型仪器，它兼有电子显微镜及电子探针的特点，并且可以直接观察大块金属材料的断口，无须借助复型。在这一个仪器内，我们就可以对断口进行高倍（十万倍）形貌观察，成分分析及结构研究。它是研究断口的一个非常有力的工具。

钢的质量与其中的气体和夹杂有密切的关系，微量的氢、氮、氧、硼、硫、磷往往产生有害作用，这不但与它们的含量有关，并与它们在钢中的偏析程度有关。在钢锭凝固过程中，这些杂质以及合金元素都会产生不同程度的偏析，特别是在枝晶之间及一个枝晶内的晶枝之间的显微偏析更为严重，这里的杂质浓度可以比钢中平均含量高几百倍或甚至更高一些。即使经过热加工也不能完全消除这种偏聚，只不过改变其分布形态而已。例如，把钢锭轧制成棒材，这些偏聚在枝晶之间的夹杂便拉长成线，例如图6中的铝酸钙及硫化钙夹杂。这些气体与夹杂偏聚的地方是钢中的薄弱环节，往往显示脆性断裂，因此断口和低倍组织所显示的宏观缺陷不少与这种枝晶显微偏析有关。联合使用电子显微镜与电子探针进行断口形貌，第二相或夹杂的成分和晶体结构分析是非常有利的。

无产阶级文化大革命以来，在金属研究所党委的正确领导下，我们批判了刘少奇、林彪推行的脱离政治、脱离生产、脱离群众的修正主义科研路线，坚决走毛主席指引的知识分子与工农相结合，理论与实际相结合的道路，深入现场，面向生产，开展了断口和低倍组织的本质的研究。我们把电子显微镜、电子探针这些新技术与传统的宏观和金相观察结合起来，配合钢厂和机械厂对一些钢质量问题进行了探讨。现将一些初步结果整理出来，进行汇报。从路线上检查我们这几年来在三结合道路上取得的进展，在业务上则试图说明新技术在分析断口及低倍组织的本质中的应用及微量夹杂对优质钢的有害作用。应当指出，这里汇报的工作主要是由生产厂进行的，我们只不过是做了一些配合性的分析检验工作，并且也仅仅是一个开端，还很不成熟，请批评指正，以利我们今后改进工作。

一、铸钢的冰糖块状断口

铸钢中的枝晶结构及显微偏析，由于没有经过热加工，仍保留原始的铸态组织。在凝固过程中，枝晶开始生成，先结晶的部份的杂质以及合金元素含量均比较低，结晶温度也比较高。因此，钢水中的杂质及合金元素含量逐渐增高，枝晶之间的最后残留的钢水杂质含量非常高，夹杂物多在此生成。这是铸钢往往沿粗大的原始枝晶间界断裂，产生冰糖块断口的主要原因（图7及图10）。众所熟知，AlN及MnS片状夹杂会产生这种断口，近来又发现在高强度铸钢中加入少量V，Nb，Ti，Zr等细化晶粒的元素也会由于在晶界生成片

状VC, NbC, TiC, ZrC等碳化物而出现这种断口。我们配合松陵机械厂对一些铸钢的冰糖块状断口进行了显微分析, 结果如下。

松陵机械厂在生产27CrMnSiNi 钢铸件中, 在机械性能试样上发现有 异常的冰糖块状断口, 有粗大、较平整的断裂面, 颜色较正常的纤维断口白, 但不发亮(图7)。遇有这种断口的机械性能试样, 塑性指标急剧下降。我们用电子显微镜对这种断口进行分析的结果如图8所示。断裂是沿初生奥氏体枝晶间界裂开的, 但有轻微程度的范性形变, 表面不很光滑, 所以宏观断口只发白, 而不发亮。断口上有大量的条状或片状沉淀, 经电子衍射证明这种沉淀具有六角点阵, 点阵常数是 $a=3.1$ 埃, $c=4.9$ 埃, 它很可能是AlN($a=3.114$ 埃, $c=4.986$ 埃)。但单从电子衍射数据还不能完全肯定这种晶界沉淀是 AlN, 因为 Mo_2C 也有六角点阵, 点阵常数是 $a=2.994$ 埃, $c=4.722$ 埃, 与AlN的点阵常数颇为接近。我们在一些其它断口分析工作中也发现有类似情况, 为了证明晶间沉淀是 AlN而不是 Mo_2C , 我们从断口表面上把沉淀相萃取在复型上, 放在电子探针中进行成分分析, 结果证明这种片状沉淀含铝而不含钼, 从而否定了 Mo_2C 的可能性。图9就是断口的萃取复型的Al的X射线图象, 每一个小亮块代表一个含铝的化合物。

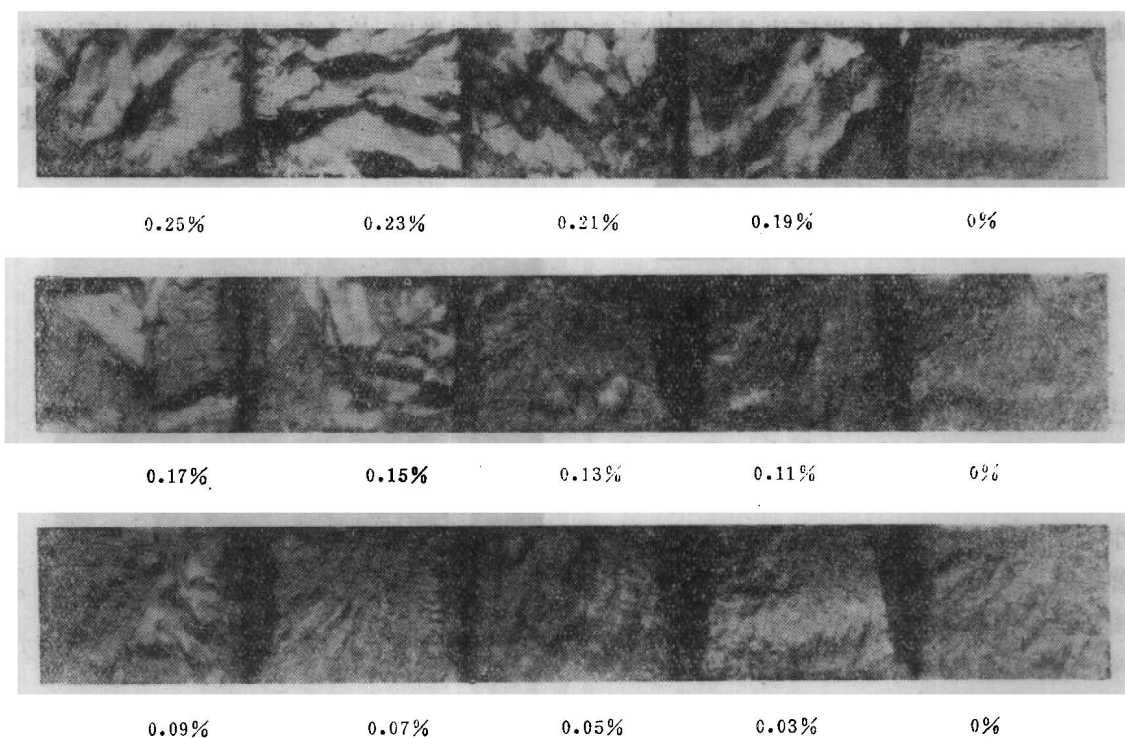


图7 27CrMnSiNi 钢铸件的冲击试样断口随熔炼时加 铝量的变化
(松陵机械厂)

为了进一步证实AlN是导致冰糖块状断口的直接原因, 松陵机械厂在生产条件下进行了不同加铝量的试验, 图7中给出的数据是加铝量而不是钢中的铝含量。铸钢件经900°C退火2小时后炉冷至680°C, 出炉空冷。再经900°C奥氏体化, 在300°C等温转变2小时后空冷, 进行冲击断口试验。当加铝量限制在0.05%以内, 不出现冰糖块状断口; 加铝量超

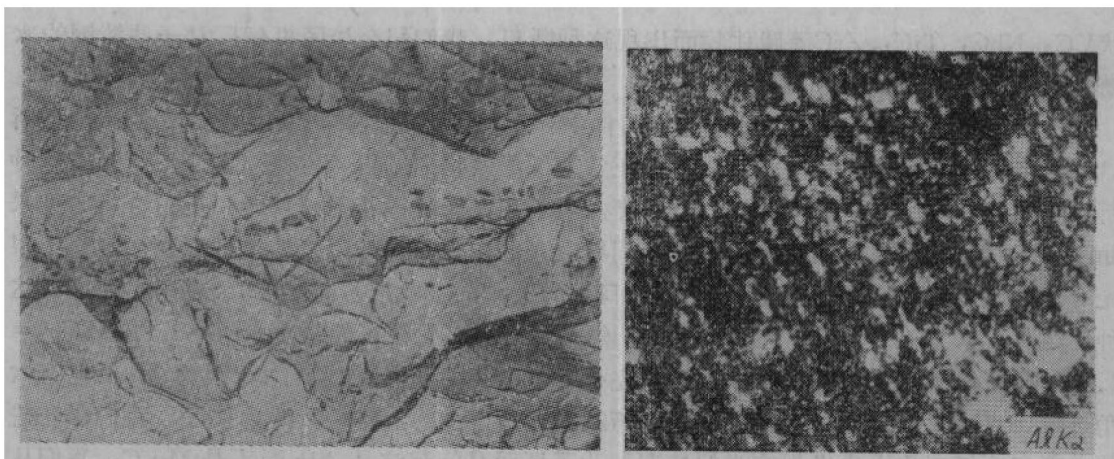


图 8 冰糖块状断口上的AlN片状沉淀 ×5000

图 9 萃取复型上AlN颗粒的AlK α X射线图像,显示铝的分布 ×700

过0.07%,冲击试样的断口上开始出现局部的冰糖块状断口,其程度随加铝量增加而增加;当加铝量增至0.2%时,整个断口都由冰糖块状断口组成。这充分证明铸钢中的冰糖块状断口是AlN沿初生奥氏体晶界析出而产生的。应当指出,前人的工作已肯定,出现冰糖块状断口不但与加铝量有关,并与钢中的氮含量有关。氮含量越高,出现冰糖块状断口的加铝量越低。



图 10 35CrMnSiMo铸钢的冰糖块状断口
(松陵机械厂)

铸钢中由于AlN而产生冰糖块状断口已是众所熟知的现象,但关于碳化物产生冰糖块状断口在文献中还很少记载。松陵机械厂最近在生产35CrMnSiMo精密铸钢件中又出现有冰糖块状断口,钢的塑性显著降低。其他机械厂也出现过类似现象。图10是铸钢经退火和调质外理后(900°C油淬,590°C回火)的冰糖块状断口,显示粗大晶粒。图11是铸钢的金相组织,沿初生奥氏体晶界有类似碳化物的析出相,可以用苦味酸钠着色,说明它与Fe₃C的化学行为相似。



图 11 35CrMnSiMo钢的金相组织,初生奥氏体晶界有类似碳化物的沉淀 ×300

对这种晶间析出相进行的电子探针微区分析结果是:Fe-85~93%,Cr-3% Mn-1.5%,Mo-0.7%,C-1~2%,无P。这就排除了它是磷化物、渗碳体或其他合金碳化物(如Mo₂C)的可能性。铁的氮化物多呈针状或片状,从图11上这种析出相的形态看来它不象是氮化物。从断口制备的萃取复型上的电子衍射结果可以看出这种相具有面心立方点阵,a=10.5埃,属于M₂₃X₆类型,但又不可能是已知的Cr₂₃C₆,Mn₂₃C₆或Fe₂₁Mo₂C₆型碳化物,因为不但这种析出相的合金元素含量很低,碳含量也不高(M₂₃C₆的碳含量是5.2%)。

文献中有 $\text{Fe}_{23}(\text{C}, \text{B})_6$ 的记载, 生成 M_{23}C_6 的元素如Cr, Mn及Mo都可以置换一部分Fe从而增加这种碳、硼化物的高温稳定性。根据电子探针及电子衍射的综合分析, 我们认为这种晶间析出相可能是一种碳硼化物, 是由于钢中混入了微量硼的结果。进一步进行电子探针分析也证明这种化合物中含有硼。

松陵机械厂根据上述分析, 总结生产经验, 这种晶间脆断多在用硼酸等补炉材料补炉后出现。为此又在正常熔炼条件下进行熔炼, 或是在补炉材料中多加一些硼酸, 或是在钢水包中加入少量硼酸, 结果都重复得到晶间脆断的冰糖块状断口。化学分析亦表明, 凡出现此种缺陷的零件, 其硼含量均较高 (在0.007% B以上)。

AlN 及硼化物在 1200°C 均能固溶于基体中, 快冷可以避免这些化合物沿原始奥氏体晶界析出, 不致再产生晶间脆断。但在缓冷过程中, 这些化合物还会在 $700\sim 1000^\circ\text{C}$ 温度范围内沿晶界析出, 使铸钢件重新变脆。

应当指出, 锻钢及轧材中也往往由于有氮化铝, 硫化锰和硼化物沿晶界析出而变脆, 显示冰糖块状断口。

二、轴心晶间裂纹型缺陷

近年来, 国内一些钢厂生产的合金钢, 在钢材低倍试片的中心部位常出现放射状的弯曲断续“裂纹”(图12)。根据部颁标准YB 49—64规定, 这种宏观缺陷属于晶间裂纹型缺陷, 严重的应予报废。我们配合本溪钢厂和齐齐哈尔钢厂对Cr5Mo钢中的晶间裂纹型缺陷进行了金相及电子探针微区分析, 发现在这种钢中这种缺陷是硫化物的酸蚀效应, 而不是真正的裂纹。图13是横向试片经轻度酸蚀后硫化物溶解于酸中, 留下的蚀坑扩大连续成线。图14是纵向试片经轻度酸蚀后硫化物溶解留下的长条形蚀坑, 硫化物沿轧制方向拉长成条, 酸蚀时间加长, 蚀沟加长加宽。从图14的金相组织可以看出硫化物处于



图 12 Cr5Mo钢轧材横向上出现的轴心晶间裂纹型缺陷

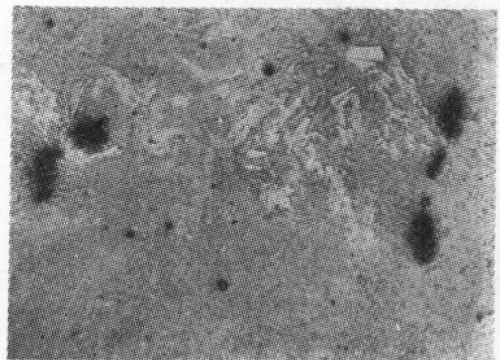


图 13 Cr5Mo钢横向试片经轻度酸蚀后的硫化物夹杂, 酸蚀时间加长, 左图中的硫化物溶解产生的蚀坑 $\times 320$

偏析带内，也是属于枝晶之间最后凝固的偏析区，经热轧拉长成偏析带。上述试验说明，在酸蚀过程中，硫化物优先溶解，并逐渐扩大，相邻的基体也被酸蚀掉，变成连续的蚀沟，用肉眼观察很象裂纹。

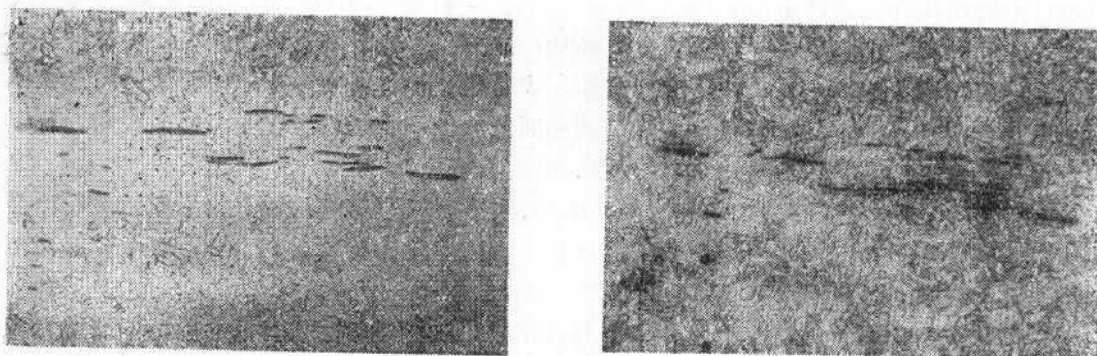
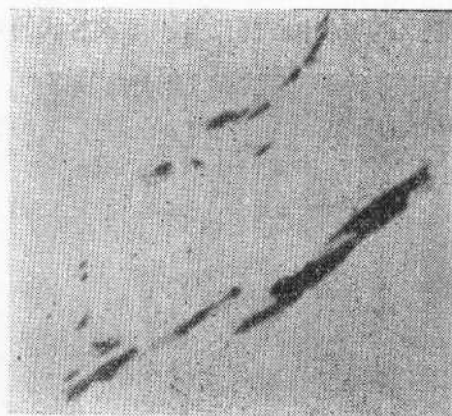
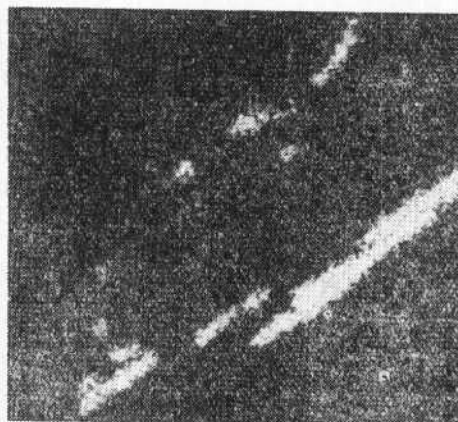


图 14 Cr5Mo钢纵向试片经轻度酸蚀后的硫化物夹杂，
酸蚀时间加长，左图中的硫氢化物溶解产生的蚀沟 $\times 100$



电子扫描象



S 的分布图象



Mn 的分布图象



Cr 的分布图象

图 15 Cr5Mo钢纵向金相试样上 (MnCrFe) S 的电子扫描象及Mn, Cr, S 的分布图 $\times 500$

图15是纵向金相试片上硫化物的电子扫描象及X射线图象，说明这种硫化物主要是硫化锰，其中固溶有一些铬。定点分析结果是：Mn39%，Cr13%，Fe2%，S38%，相当于(Mn, Cr, Fe)S。有的还固溶有少量的钙，齐钢的Cr5Mo钢中的硫化物中还固溶有一些钛。

本溪钢厂对1972年冶炼的88炉Cr5Mo钢进行了统计分析，找出钢中硫含量越高，钢材中出现晶间裂纹型缺陷的几率越大这一规律。具体情况是：

硫含量	冶炼炉数	钢材中出 现晶间裂 纹型缺陷 炉数	有缺陷 炉数的 百分数
>0.012%	28	13	46%
<0.012%	60	5	8%

其次，钢中的铝、碳、硅等元素有减少硫化物以共晶方式成群成片析出的倾向。因此，适当增加钢中铝含量会有利于消除“晶间裂纹”，这在冶炼上也是比较简单易行的方法。

根据上述结果和考虑，本溪钢厂在冶炼工艺上采取降低硫含量的措施，同时提高终插铝量（由原工艺0.5公斤/吨增至1公斤/吨），共冶炼了25炉，除一炉含硫量是0.013%外，其余24炉硫含量均小于0.012%。锭型为980公斤和600公斤，经锻造或轧制成直径为90~150毫米棒材。经低倍检验，没有发现这种“晶间裂纹”型缺陷。

上述检验分析和生产实践结果证明，在Cr5Mo钢中晶间裂纹型缺陷是微量杂质硫在凝固过程中偏聚在枝晶之间引起的。这不但与硫含量有关，并与硫的偏析程度和硫化物的分布状态有关。钢锭越大，硫的偏析越严重，越容易产生晶间裂纹型缺陷。除了降低钢中硫含量外，添加铝、钨、稀土元素可以改变钢锭及轧材中的硫化物分布状态，也可能会有助于消除这种缺陷。

应当指出，晶间裂纹型缺陷是合金钢生产中的一种带有普遍性的质量问题，不少钢种中有此宏观缺陷。我们仅对两家钢厂的Cr5Mo钢中的这种缺陷进行了初步探讨，这并不意味着其它钢种中的晶间裂纹型缺陷也是由硫的偏析引起的。只有对有这种缺陷的钢种进行广泛的研究，才能对此得出比较全面的认识。

三、沿轧制方向的线、条、带状断口

在合金钢的生产中，特别是中碳高强度结构钢中，淬火与调质断口上沿轧制方向出现线、条、带状组织是常有的事。钢厂与机械厂对这种断口的名称不统一，对这种断口对钢材质量的影响的评价也不尽相同。为了弄清这些线、条、带状断口的本质，我们曾对30CrMnSiA，30CrMnSiNi，PCrNiMo及Cr5Mo钢的纵向断口进行了电子显微镜观察和电子探针微区分析。初步结果说明，这种线、条、带状断口多多少少与偏析及夹杂沿轧制方向的排列有关，简述如下：

如前所述，PCrNiMo及30CrMnSiNi钢中的偏析线是由沿轧制方向排列的铝酸钙夹杂引起的脆性断裂的结果（图4、图5及图6），为了确定氧化物夹杂的类型，我们制备了纵向金相试片，对一些条状氧化物夹杂进行了电子探针微区分析，结果如下表：

夹 杂	CaO, %	Al ₂ O ₃ , %	其 它, %
1	6	85	Fe, 11; Mn, 1
2	5.3	76	
3	6.7	70	
4	5.3	64	
5	6.3	29	未 测 Fe, 25; Mn, 3
6	9.7	38	
CaO · 6Al ₂ O ₃	7.7	92.3	
CaO · 2Al ₂ O ₃	21.5	78.5	

显然, 夹杂 1 至 4 是 $\text{CaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$, 夹杂 5 及 6 中的 CaO 与 Al_2O_3 的重量比与 $\text{CaO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$ 相当, 其中还含有较多的铁, 可能是由于夹杂太薄, 钢的基体的 X 射线也激发出来了。文献中有关硅钙脱氧在钢中产生的铝酸钙夹杂物的报道也指出, $\text{CaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ 及 $\text{CaO} \cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$ 最多, $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ 其次, $12\text{CaO} \cdot 7\text{Al}_2\text{O}_3$ 较少。对萃取下来的夹杂物进行的电子衍射试验也发现有 $\text{CaO} \cdot 6\text{Al}_2\text{O}_3$ 。

在 30CrMnSiA 及 Cr5Mo 钢的横向断口上既观察到有偏析线, 也观察到条、带状组织,

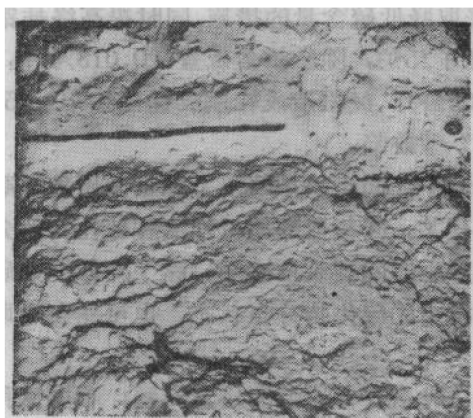


图 16 30CrMnSiA 钢调质断口上偏析线的电子显微象, 沿轧制方向排列的硫化物产生平坦的脆性断裂条, 两侧是微坑塑性断口 $\times 5000$

两者都是由 MnS 型夹杂引起的。图 16 是 30CrMnSiA 中的一条偏析线的电子显微象, 与 30CrMnSiNi 钢中氧化物产生的偏析线断口 (图 5) 很相似, 中间是一条由沿轧制方向排列的硫化物产生的脆断平坦带, 两侧是微坑塑性断裂。图 17 是 Cr5Mo 钢的条、带状断口的宏观照相, 图 18 是条、带的电子显微高倍象, 每一个硫化物长条产生一个平整的脆性断裂面。图 19 是条、带的电子扫描象及 Mn、S 的分布图, 图 19(1) 中的一些白颗粒与图 19(2), (3) 中的 Mn 及 S 亮点一一对应, 说明它们是 MnS 型夹杂物。在图 19(1) 中每一个 MnS 白颗粒周围有一个拉长了的较平整的断裂区, 显示条、带状组织, 这与图 18 中的电子显微

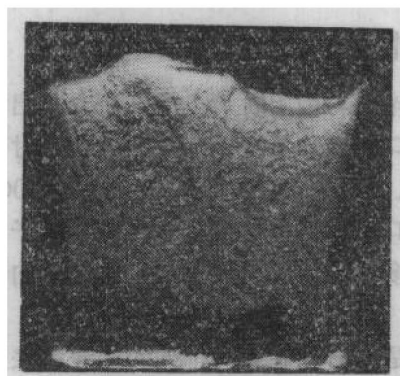


图 17 Cr5Mo 钢横向断口的宏观照相, 显示条带状组织

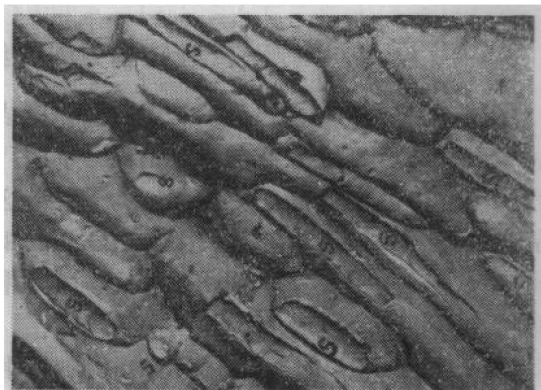


图 18 Cr5Mo 钢横向断口中条、带状组织的电子显微象, 密集的硫化物 (S) 产生的脆性断裂带 $\times 2500$

象是完全一致的。电子衍射试验指出，硫化物主要是 α -MnS型结构。

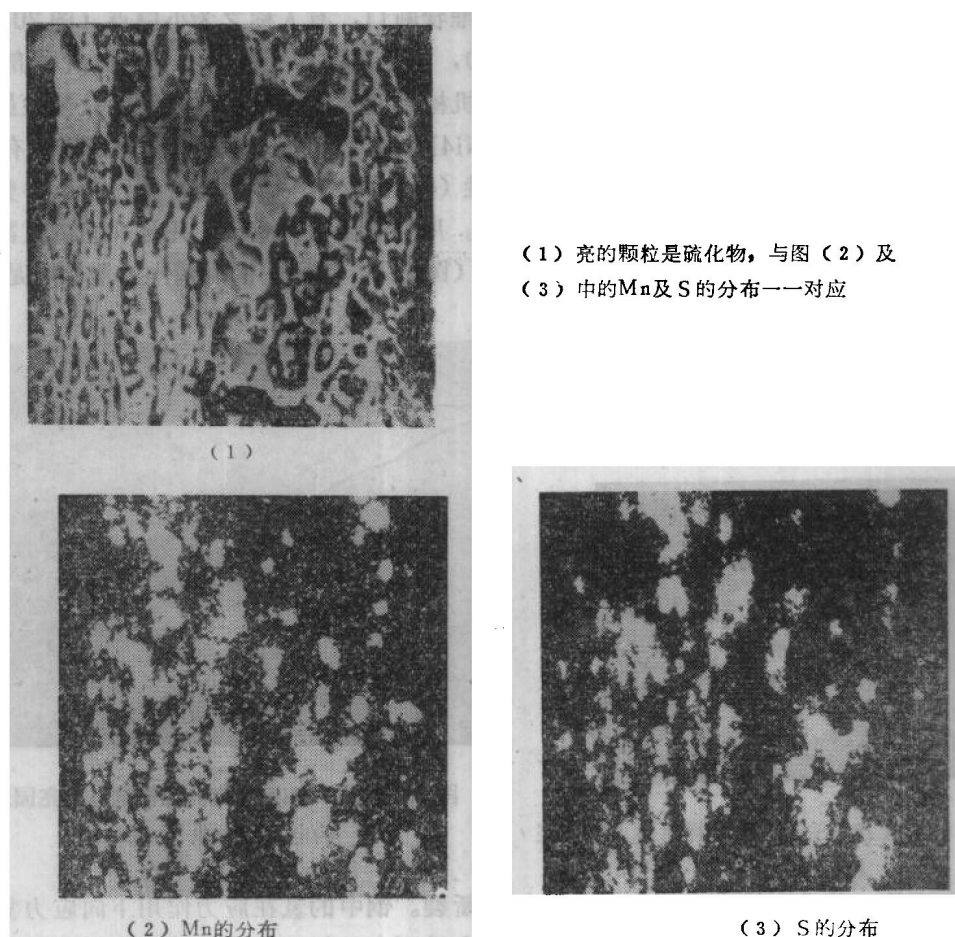


图 19 Cr5Mo钢横向断口上条带状组织的电子扫描象(1)及Mn和S的X射线图象(2及3) $\times 560$

我们还在30CrMnSiNi钢轧材中发现有由AlN沿初生奥氏体晶界析出产生的条、带状断口。

上述试验说明，这几种钢中的纵向线、条、带状断口是氧化物、硫化物、氮化物夹杂引起的脆性断裂，它与周围的纤维状断口相比，一则显示方向性，二则断裂面比较平整，有时甚至发亮。沿轧制方向排列的氧化物及硫化物都能给出偏析线状的断口。在同一炉钢中，拉长了的硫化物既能给出细而平行的线状断口，也能给出粗的条、带状断口，主要决定于硫化物排列的密集程度。这是不是一个普遍现象，尚待今后继续研究。

四、氢脆产生的劈裂和晶间断裂

在中碳合金钢的生产中，如钢中的氢含量过高，钢材就有可能因出现白点而必须报废或改轧。如改轧后仍有内裂，则只有报废，别无他法。钢的氢脆是指钢中含有一些氢但还没有内裂，在加工或使用的过程中由于塑性降低而断裂。氢脆的断裂方式也不完全一样，有的是劈裂，有的是晶间断裂。

钢厂在钢材的生产检验中，有时在拉力试棒的断口上发现有隆起的或凹下的直径约为1毫米的发亮的粗晶状圆斑，周围是典型的纤维状断口，有人称之为小白点（图20）。应当指出，它不是白点型缺陷（即不是小的白点），它是在拉伸过程中由于钢材内局部变脆而产生的脆性断裂，不是原来就存在的内裂。机械性能也有反常现象，强度及韧性虽然合格，但塑性很差。例如，红旗造船厂在18Cr2Ni4Mo钢投料检验时发现拉力试棒上有这种缺陷，强度（ $\sigma_b = 114$ 公斤/毫米²）及冲击韧性（ $\alpha_K = 10$ 公斤·米）均符合技术条件要求，唯 $\delta < 5\%$ （要求是10%）， $\psi = 0$ （要求是45%）。用电子显微镜观察，凡是非亮斑区都是塑性较好的微坑状断裂，亮斑区则显示劈裂特征（图21）。这说明钢的基体的塑性还是良好的，只不过是其中有一些薄弱环节，受力后优先在此劈裂开来，导致整件的断裂。在生产过程中原来认为这可能是回火不充分的缘故，在440°C再次回火就消除了这种缺陷。

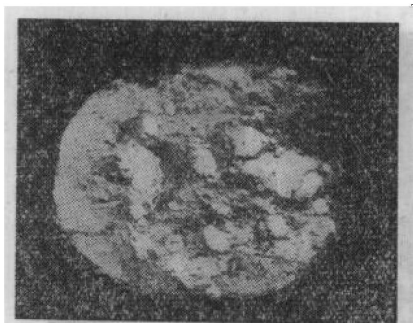


图 20 30CrMnSi钢拉伸试样断口上的亮斑

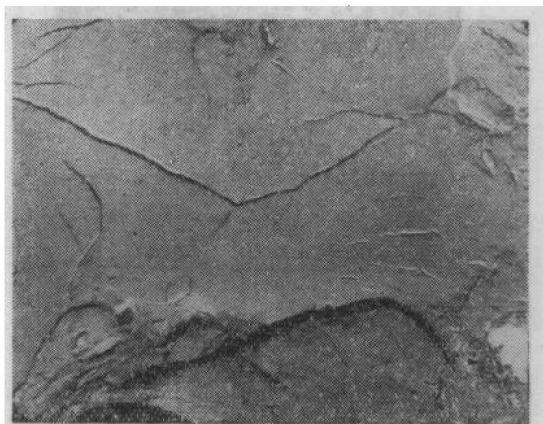


图 21 18Cr2Ni2Mo钢的拉伸试样上亮圆斑的电子显微象 ×2500

其实这是一种典型的在应力作用下的氢脆断裂。钢中的氢在应力作用下向应力集中的区域扩散并在此富集，因此尽管钢中的平均氢含量不高，但这些局部地区的氢含量却可以富集到相当高的程度，因此在这里产生劈裂。氢的扩散需要一定时间，因此在冲击载荷下显示不出这种氢脆，只有在静载荷或加载一定时间后才会使氢富集，产生脆断，因此在拉伸试验（特别是慢速拉伸试验）中才会显示出这种脆性，使塑性指标显著下降。产生这种氢脆的必要条件有三个：一是钢中要有一些氢，在高强度钢的情况下，氢含量并不一定高；二是有应力作用；三是持续一段时间后会才会发生脆断。这三个条件缺一不可。上述的在440°C再次回火就可以消除这种脆性的原因是去氢而不是比较充分的回火，其实只要加热到二、三百度就可以满足去氢的要求。

我们在其它钢种中也多次发现过这种圆亮斑型的氢脆产生的劈裂，特别是用30CrMnSiA或30CrMnSiNi高强度钢制造的紧固件。某机械厂用30CrMnSiA制造的螺栓在安装（加载）几天后沿螺纹开裂。从螺栓上取样的机械性能除塑性指标下降外无其它反常现象。经我们检查在断口的边缘上有劈裂，这可能是表面充氢的结果。定氢结果证实了这种设想，螺栓的平均氢含量虽然只有3毫升/100克，表面的氢含量竟高达20毫升/100克。将螺栓表面车去一层后，机械性能就完全恢复正常，也说明这是一种表面氢脆。生产厂检查了生产工艺，发现螺栓在酸洗过程中用的盐酸浓度较规定的高，时间较规定的长，又未做去氢处理。这些情况足以说明裂纹是由氢在应力作用持续一定时间后产生的，只要对这批螺栓进