

SAF 2205 雙相不銹鋼利用反覆式固溶處理細化晶粒之研究

李義剛* 陳維仁

大葉大學材料科學與工程學系

彰化縣大村鄉學府路 168 號

*iklee@mail.dyu.edu.tw

摘 要

2205 雙相不銹鋼經過熱滾軋加工而沿滾軋方向呈長條晶狀，可利用均質化處理的高溫作用使三軸向呈現一樣的等軸晶粒形狀。由於均質化熱處理會造成晶粒粗大且有 σ 相產生，若再採用以固溶熱處理可使 σ 相消除，並同時達到晶粒細化的效果。本研究即針對反覆固溶處理對 2205 的晶粒細化程度加以探討，反覆固溶處理的條件為 1050°C/持溫 30 分鐘後空冷。實驗結果顯示，均質化處理後的晶粒尺寸達到約 50 μm ，但三軸向晶粒形貌會呈現一致性的島狀晶，然卻因 σ 相的產生而造成硬度上升。經一次反覆固溶處理結果發現，可以消除 σ 相；經二次反覆固溶處理結果可獲得晶粒明顯細化，晶粒尺寸約縮小為 22 μm ，縮減率達到 56% 的效果，且硬度值也比一次固溶處理來的高；經三、四次反覆固溶處理觀察發現，晶粒尺寸不再持續細化，顯微組織與硬度值也與二次反覆固溶處理者無太大差異。由本研究證實將均質化熱處理後之 2205 雙相不銹鋼再進行反覆固溶處理確實可達到晶粒細化效果。

關鍵詞：雙相不銹鋼，均質化，固溶處理，晶粒細化

Grain Refinement of SAF 2205 Duplex Stainless Steel through Repeated Solution Treatments

I-KON LEE* and WEI-REN CHEN

Department of Materials Science and Engineering, Da-Yeh University

No.168 University Rd., Dacun, Changhua 51591, Taiwan, R.O.C.

*iklee@mail.dyu.edu.tw

ABSTRACT

When 2205 duplex stainless steel undergoes hot rolling processing and is rolled in a direction to produce crystalline strips, the high temperatures of homogenization can be applied with a three-axis vector to present a form of crystalline grain that is identically equiaxed. Thus, homogenization heat treatment causes the grains to grow and produces precipitation phases. Repeated solution treatments can eliminate these phases and achieve crystallization simultaneously. This study investigated the effects of repeated solution treatments on the grain refinement of 2205 duplex stainless steel. The condition for the solution treatment was a maintained temperature of 1050 °C for 30 minutes through



air cooling. The experimental results showed that the grains grew to approximately 50 μm after homogenization. However, the grains from the three-direction axis appeared to be unequiaxed. Moreover, the produced precipitation phases caused the hardness to increase. It was discovered that one round of solution treatment could remove the precipitation phases. Performing two rounds produced a noticeable thinning of the refinement grains of higher than 22 μm and a reduction rate of 56%. The hardness was also higher than that from one round of solution treatment. After three or four rounds of solution treatment, the refinement grains no longer continued to thin. In addition, the grain size and hardness exhibited little difference with those that underwent two rounds of solution treatment. The results of this study showed that repeated solution treatments on 2205 duplex stainless steel that has homogenization heat treatment substantially benefit grain refinement.

Key Words: duplex stainless steel, homogenization, solution treatment, grain refinement

一、前言

2205 雙相鋼屬於 Cr-Ni 系不銹鋼，2205 即是以化學成分 22 %Cr-5%Ni 含量來命名，雙相表示其為沃斯田鐵與肥粒鐵所組成。因此，它的特性具有強度比沃斯田鐵系不銹鋼高，韌性比肥粒鐵系不銹鋼佳。並擁有良好的可銲接性及抗腐蝕能力，逐漸地應用於化學、食品、造紙、製藥和船舶行業等眾多領域[2]。

2205 雙相不銹鋼之兩相比例直接影響材料的機械性質，而熱處理溫度的高低會影響兩相所形成的比例[1]。材料經過熱軋處理，三軸向的晶粒形態會有所不同，為讓三軸向的晶粒形態一致，可利用高溫的均質化熱處理使三軸向晶粒都為島狀晶粒[12]。但爐冷冷卻速度較慢，容易導致在晶界處有 σ 相析出。若將材料直接進行固溶處理則顯微組織內無 σ 相產生，但晶粒無明顯細化效果[3]。因此，可再藉由反覆固溶處理[6, 8]來消除析出相，同時達成晶粒細化的效果，以強化材料的機械性質[19]。

為瞭解熱處理對 2205 雙相不銹鋼之微結構變化，本研究將試圖找出最適合的熱處理參數，並在反覆熱處理後觀察晶粒大小和硬度之變化，進而提供未來探討晶粒細化對 2205 雙相不銹鋼的機械性質影響時參考。

二、實驗方法及步驟

(一) 熱處理

表 1 為 2205 雙相不銹鋼之化學成分表，Used in this work 為本研究經分光儀分析之結果。表 2 為熱處理參數。圖 1 為反覆固溶熱處理的溫度時序圖，加熱至 1050 $^{\circ}\text{C}$ ，持溫時間為 30min，冷卻方法為空冷；然後再重覆此熱處理程序 [10]。由圖 2 之 2205 雙相不銹鋼二元相圖可得知，當 T_1 溫度以下時會有 σ 相產生， σ 相會造成材料機械性質降低。本研究先分別進行均質化處理與一次固溶處理，觀察兩者間之顯微組織差異，並比較兩種熱處理之優缺點。然後，依照圖 3 實驗流程進行均質化輔以反覆固溶之複合式熱處理。完成熱處理的試件經金相前處理後，以光學顯微鏡 (OM) 進行顯微組織觀察，以及洛氏硬度計的硬度量測。

表 2. 熱處理參數

	Temperature ($^{\circ}\text{C}$)	Time (hrs)	Cooling
Homogenization	1100	24	FC
Solution Treatment	1050	1	AC

(FC : Furnace cooling ; AC : Air cooling)

表 1. 2205 雙相鋼不銹鋼之化學成分表 (wt.%)

Element	C	Cr	Mo	Mn	Ni	N
SAF2205	<0.03	21.0~23.0	2.5~3.5	<2.0	4.5~6.5	0.1~0.2
Used in this work	<0.03	21.5~23.5	2.5~3.5	0.5~2.0	4.5~5.5	0.08~0.2



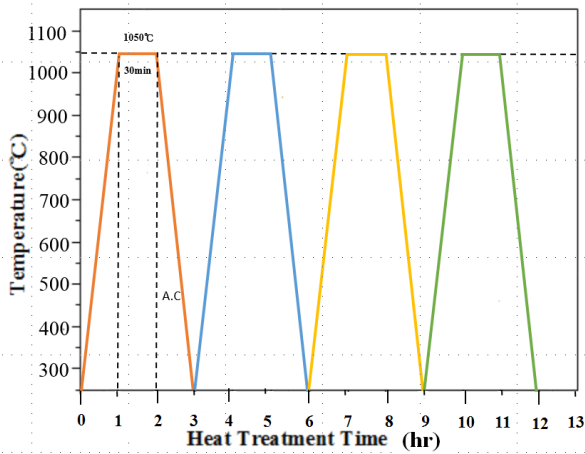


圖 1. 反覆式固溶處理之溫度時序圖

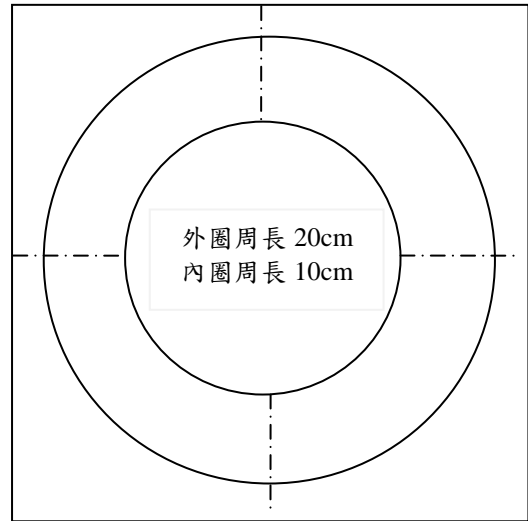


圖 4. 晶粒尺寸測量示意圖

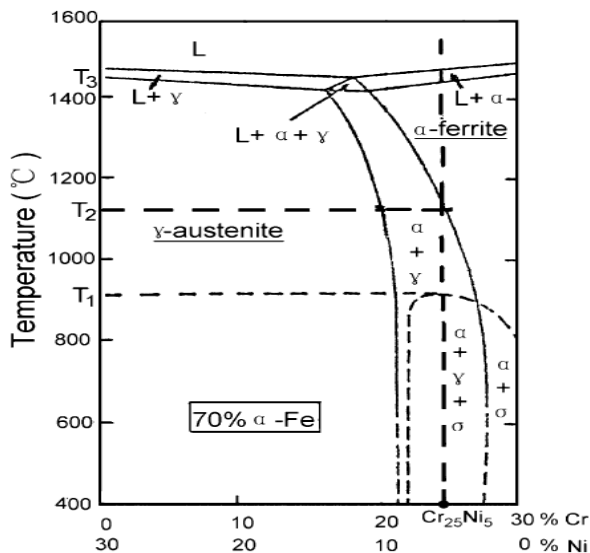


圖 2. 2205 雙相不銹鋼二元相圖

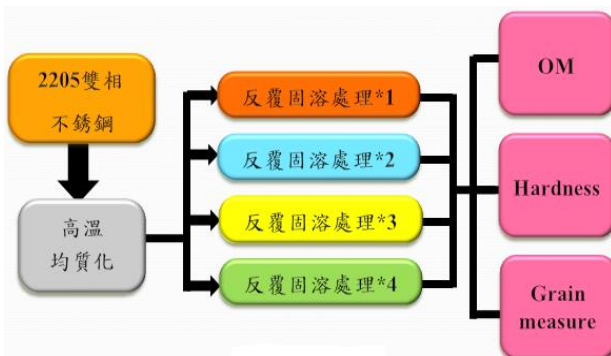


圖 3. 實驗流程圖

(二) 晶粒尺寸計算

晶粒尺寸計算係依據 Metal Handbook 所規範的方法：繪製圓周長分別為 10 公分及 20 公分的兩同心圓，如圖 4 所示。將此同心圓隨機放置於適當倍率之金相圖上，計算圓周與晶粒邊界相交的次數。並在不同位置測量五次以上，再依照公式計算出晶粒尺寸。最後平均各測量值，即可得到量測的結果[6]。

$$\text{Grain Size} = L_t / P \times M \tag{1}$$

註：L_t 為同心圓總周長（公分）

P 為同心圓與晶界相交次數

M 為金相照片實際放大倍率（倍率為×500）

(三) 金相觀察

試片由砂輪片裁切後，經鑲埋和導角作業，再進行研磨拋光。在此研磨砂紙使用號數依序為#100、#240、#320、#400、#600、#800、#1200、#1500 及#2000 後洗淨試片後，以 0.3μm 的氧化鋁粉進行拋光。再以硝酸+鹽酸以 1：3 的比例調配成腐蝕液進行試片的腐蝕工作。隨即將試片以蒸餾水清洗乾淨且烘乾，並利用光學顯微鏡 (Optical Microscope) 觀察試片顯微組織變化的情況。本次試驗所使用之設備為 OLYMPUS BX51M 型之金相顯微鏡

(四) 硬度試驗

本實驗採用洛氏硬度機進行硬度測試，不同熱處理條件是以金剛石圓錐頭壓痕器，荷重 150KG 進行測試，單位



HRC；均質化後進行反覆固溶以直徑為 1.6~12.7mm 的硬鋼球壓痕器，荷重 100 KG 進行測試，單位 HRB，由於均質化後固溶之試片進行金剛石壓痕器測量會低於 20HRC，會失去準確性，因此改以荷重較輕試片。每個試片會進行三次之硬度測試，所得三個數據最後在進行加總平均計算，所得值為該試片所測得硬度值。

三、結果與討論

(一) 原材之顯微組織觀察

圖 5 為 XYZ 三軸相示意圖，圖 6 為本研究獲得 2205 雙相不銹鋼原材的顯微組織，因原材經熱軋處理，故可以觀察到 Y 軸呈長條晶，X 軸與 Z 軸呈島狀晶。三軸向的晶粒形貌均不一致，此會導致材料機械性質具有嚴重的異向性傾向。因此，本研究的目的即為重整經熱軋 2205 雙相鋼之三軸向均為島狀晶粒，並使晶粒達到細化之效果，以擬定塑性加工後重塑顯微組織的熱處理製程。

(二) 均質化處理之顯微組織觀察

為使 2205 雙相不銹鋼內的合金元素均勻分佈，將先進行均質化熱處理 (1100°C/24hr/FC)，其結果可由顯微組織觀察到三軸晶粒都變成島狀晶，且均無長條狀晶的存在，如圖 7 所示。但在晶界處卻發現有黑色 σ 相析出[5]， σ 相之存在會破壞雙相不銹鋼的兩相結構。因此，研判雙相不銹鋼經高溫均質化處理後，沃斯田鐵與肥粒鐵比例會產生大幅度的改變。而且， σ 相為硬脆相，雖會使材料的硬度值提高，但亦會造成材料韌性大幅降低，其為對機械性質有害的相[9, 12]。同時，晶粒亦有粗大化現象。綜合觀察結果得知，只做均質化熱處理可使 2205 雙相不銹鋼成為島狀晶粒的目的，但會在晶界處析出有害的 σ 相。

(三) 固溶處理之顯微組織觀察

由於均質化處理會造成 σ 相產生，且均質化熱處理所需時間甚長 (24hr)。有文獻[18]指出，2205 雙相不銹鋼進行固溶處理能使組織維持雙相結構。因此，嘗試進行一次固溶處理 (1050°C/1hr/AC) 發現，Y 軸方向沒有析出相出現，如圖 8 之 Y 所示。經由均質化處理與固溶處理比較，均質化處理為爐中冷卻，降溫較緩慢；當溫度經過 σ 相區 (T_1 溫度以下) 時，2205 雙相不銹鋼會有析出相產生。固溶處理是空冷，冷卻速率較快，降溫時快速通過析出相區域，而無析出相產生，故固溶處理能避開 σ 相產生[16]。

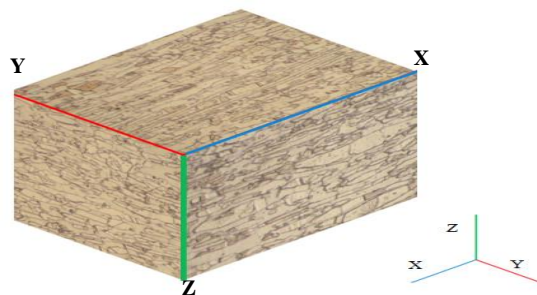


圖 5. XYZ 三軸相示意圖

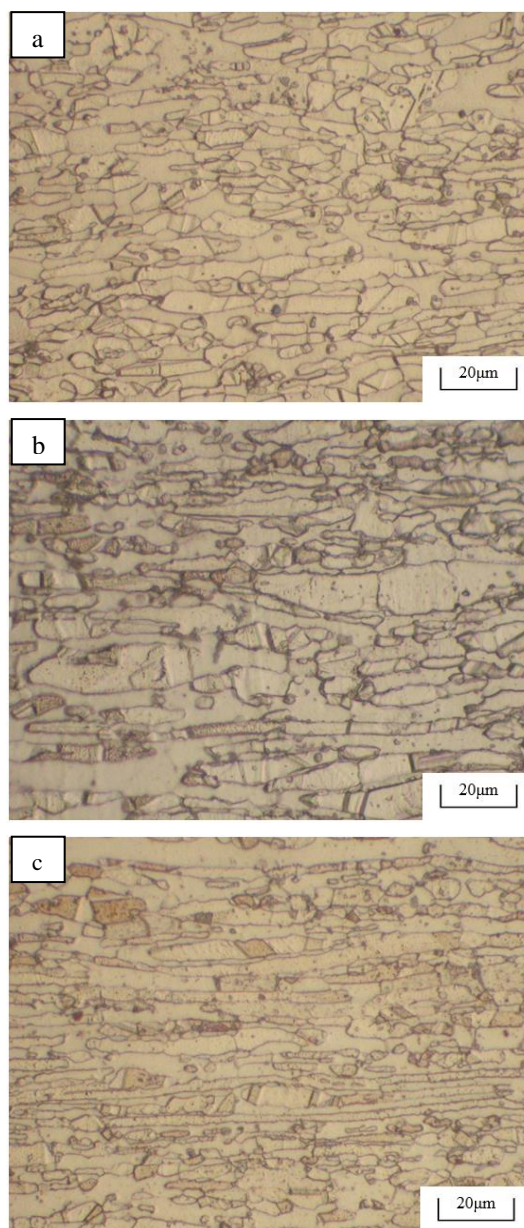


圖 6. 經軋延之 2205 原材的三軸向顯微組織
(a)X 方向;(b)Y 方向;(c)Z 方向



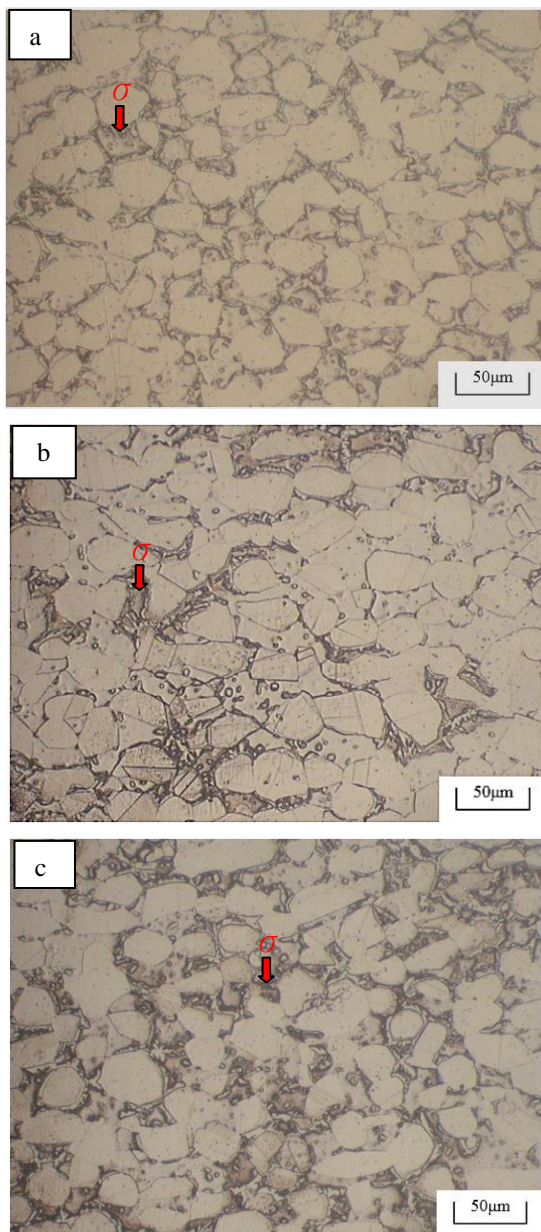


圖 7. 2205 雙相不銹鋼經均質化處理後之顯微組織
(a)X 軸向;(b)Y 軸向;(c)Z 軸向

經由觀察反覆多次固溶處理的顯微組織發現(圖 8), 隨著固溶處理的次數越多, 新成核沃斯田鐵晶粒會在原沃斯田鐵的晶界上成核和成長。而且新成核沃斯田鐵晶粒的成長會因持溫時間較短而停止成長, 反覆固溶處理會使新成核沃斯田鐵達到晶粒細化的效果[11]。但是不論固溶處理的次數多寡, Y 軸方向依然有長條晶的存在, 且該長條晶在計算晶粒大小時會造成計算上的誤差。

比較兩種熱處理對 2205 雙相鋼的顯微組織影響, 均質化處理是在高溫狀態下長時間進行, 晶粒有重整為島狀晶的

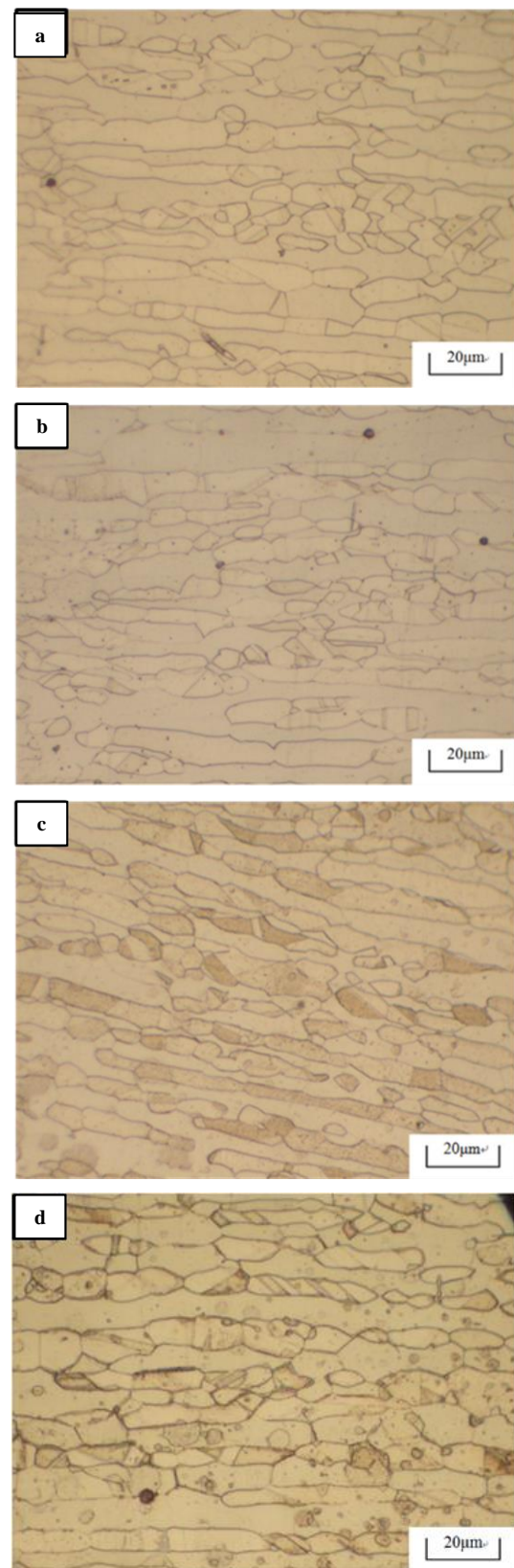


圖 8. 2205 雙相鋼經多次固溶處理後之 Y 軸顯微組織
(a)1 次;(b)2 次;(c)3 次;(d)4 次



效果，但有粗大化和在晶界有 σ 相析出的現象；固溶處理的持溫溫度較低且持溫時間較短，晶粒無明顯粗大化，但卻可使 σ 相不被析出[15,20]。因此，後續熱處理製程即評估採以均質化-固溶複合式熱處理的方式來設計如何解決雙相鋼經塑性加工後嚴重異向性的問題處理。

(四) 均質化後固溶處理之顯微組織觀察

由於原材經過高溫均質化處理會有 σ 相產生，對機械性質會產生不良的影響。因此，進行均質化處理後的固溶處理目的，即希望藉由固溶處理使 σ 相消除。實驗結果證明，原均質化處理產生的 σ 相，在進行固溶處理後即消失不見。而且，可以得到均質化處理後的固溶處理確實能消除析出相，並且三軸向晶粒呈現一致形貌，如圖 9 所示。

由圖的多次反覆固溶處理的固溶處理發現，每一次新的沃斯田鐵都會在原有的沃斯田鐵晶界成核和成長。由參考圖 10 之共析鋼沃斯田鐵化曲線，可推論該共析鋼在相同加熱溫度下，縮短持溫時間將產生不完全沃斯田鐵化情況，進而殘留有未溶解之碳化物。而所殘留的碳化物會成為共析反應時，取代再結晶變態的孕核，而成為析出新相的成核位置。因而，可以達到控制成核數量，甚至達到控制晶粒大小的手段。雖然 2205 雙相不銹鋼的含碳量低，但在沃斯田鐵重新固溶再析出的現象，可以試想讓原有的沃斯田鐵不完全被固溶，殘留沃斯田鐵微粒亦可成為新沃斯田鐵的成核位置。然後，再成長的沃斯田鐵數量即被控制，而達到晶粒細化的目的。因此本研究即以此為依據，利用縮減固溶熱處理的持溫時間，讓組織內部殘留許多可供新沃斯田鐵成核的位置。經反覆固溶處理後，可以控制晶粒成核和成長，則可以驗證晶粒細化之效果。

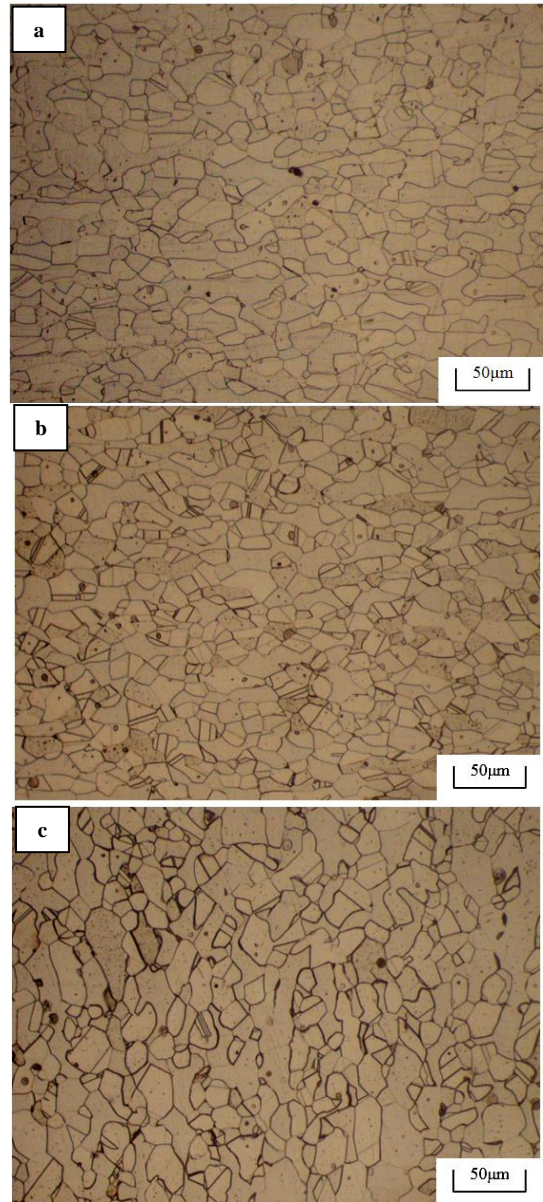


圖 9. 2205 雙相不銹鋼 經均質化輔以一次固溶處理後之顯微組織

(a)X 軸向;(b)Y 軸向;(c)Z 軸向

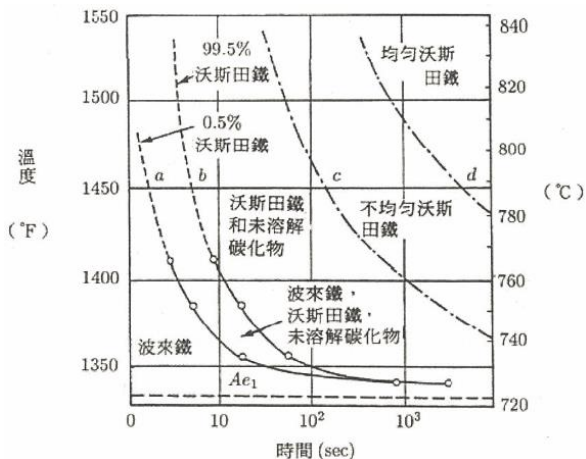


圖 10. 共析鋼的沃斯田鐵化曲線[4]

進行反覆二次固溶處理發現，三軸向晶粒比一次尺寸有明顯細化現象，且三軸向晶粒形貌仍呈現一致性的島狀晶。而且，不僅無長條狀晶粒與 σ 相產生，兩相的顯微組織更是分佈均勻。因此，可以得證原材經均質化處理再以反覆固溶處理，確實可達到細化晶粒之效果。然而，繼續進行更多次發現，反覆三、四次固溶處理與反覆二次固溶處理的顯微組織無太大差異，如圖 11 所示。

(五) 硬度與晶粒大小比較

圖 12 為不同熱處理之硬度與晶粒大小比較圖，結果顯



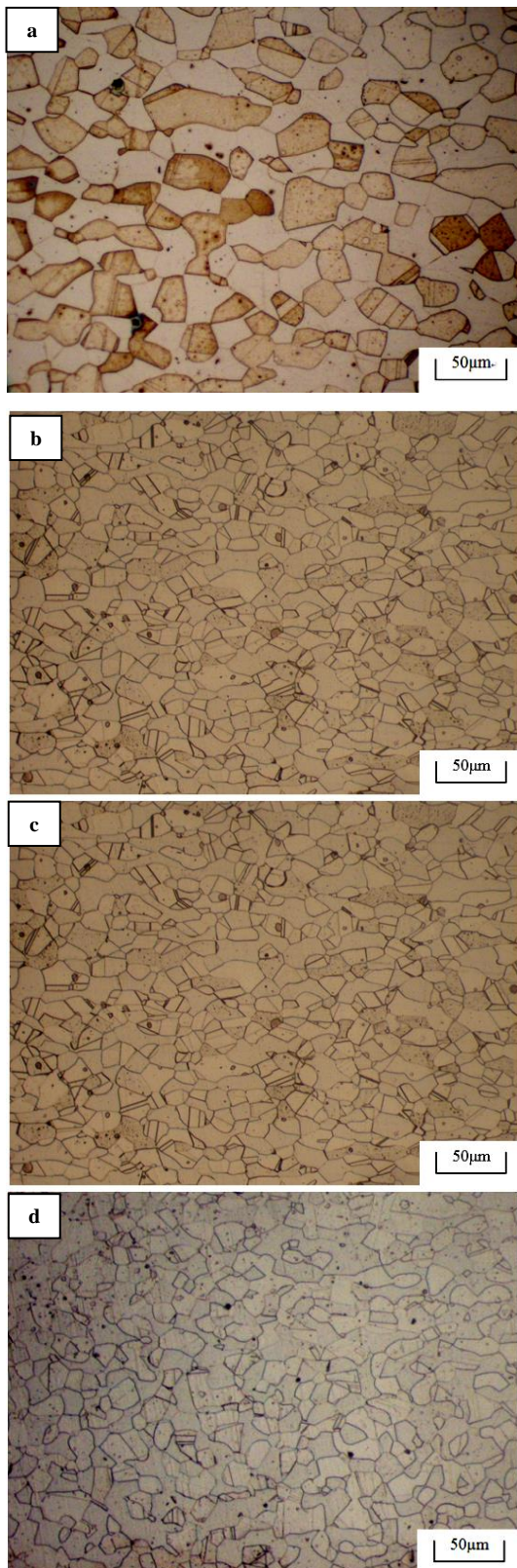


圖 11. 2205 雙相不銹鋼經均質化輔以多次固溶處理後之顯微組織

(a)1 次;(b)2 次;(c)3 次;(d)4 次

示，原材與固溶處理的硬度值均約在 HRC 22；均質化處理的硬度值則會大幅上升，原因為組織中有硬脆 σ 相產生所造成。均質化處理的晶粒大小約為 $50\mu\text{m}$ ，比原材的晶粒尺寸大約五倍，原因係均質化處理需要長時間的高溫持溫，會讓晶粒過度成長；然因固溶處理的加熱溫度較低與持溫時間較短，且採空冷方式，故其晶粒尺寸和原材相較無顯著差異。

圖 13 為均質化處理後進行反覆固溶處理之硬度與晶粒大小比較。綜合分析結果顯示，高溫均質化處理後進行固溶處理之晶粒尺寸較大 ($36\mu\text{m}$)；第二次固溶處理之晶粒尺寸明顯細化 ($22\mu\text{m}$)，與一次固溶相比達到接近 39% 的縮減率。隨後反覆第三、四次固溶處理，則無明顯細化的情形。由硬度分析顯示，一次固溶處理的硬度值較低，反覆二次的硬度值有上升趨勢。

由 Hell-Petch 方程式[7,13-14,17]：

$$H_v = H_0 + k/\sqrt{d} \quad (2)$$

其中， H_v 為硬度， d 為晶粒尺寸。可得知，機械性質與晶粒尺寸之關係為晶粒尺寸較小者，硬度值較高；反之，晶粒尺寸較大者，硬度值較低。上述推論和圖 13 結果相符。

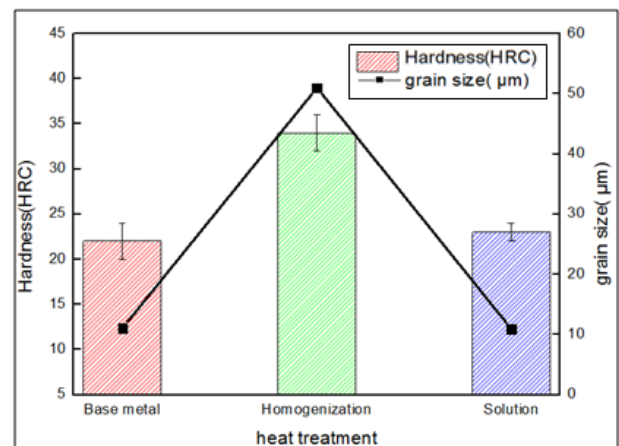


圖 12. 施以不同熱處理後之 2205 雙相不銹鋼硬度與晶粒尺寸比較



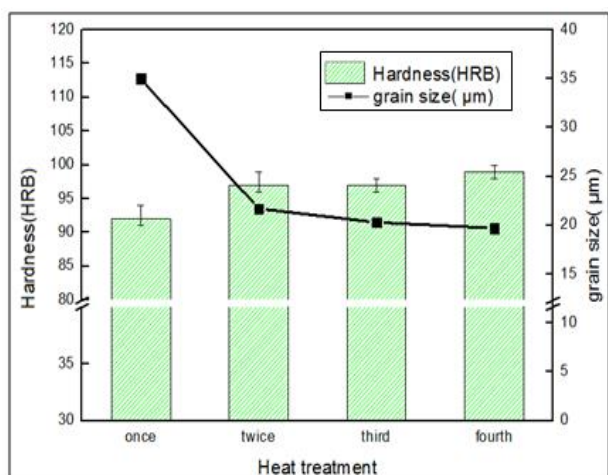


圖13. 經均質化輔以多次不完全固溶處理後之
2205 雙相不銹鋼硬度與晶粒尺寸

四、結論

- (一) 2205 雙相不銹鋼原材因熱軋延加工而呈現長條晶粒且三軸向形貌不一致，經高溫均質化處理可使三軸向晶粒形貌一致。但於晶界處會有 σ 相產生，導致硬度值偏高。
- (二) 2205 雙相不銹鋼經均質化 輔以兩次不完全固溶處理後即可有效消除 σ 相。
- (三) 原材經高溫均質化處理而有晶粒粗大化現象 ($50\mu\text{m}$)；若均質化處理後進行一次固溶處理處理，晶粒可減縮到 $36\mu\text{m}$ ，縮小率約 28%；反覆兩次，晶粒的細化效果更明顯 ($22\mu\text{m}$)，與只進行均質化相比縮小率達約 56%，且硬度值有上升的趨勢。但次數再增加，則硬度值與晶粒尺寸不再有明顯差異。

致謝

在此特別感謝柏夫企業有限公司於材料上的提供，對本研究做最大的支持和支援。

參考文獻

1. 邱敬欣 (民 95)，熱軋板退火溫度對 2205 雙相不銹鋼之優選方位與機械性質效應之研究，雲林科技大學機械工程學系碩士論文。
2. 柳彥志 (民 93)，雙相鋼熱處理顯微組織之研究，國立台灣大學材料科學與工程學研究所碩士論文。

3. 張雅齡 (民 99)，高強度鋼的相變化及機械性質研究，國防大學材料科學研究所碩士論文。
4. 黃振賢 (民 89)，金屬熱處理，頁 81，新文京開發出版股份有限公司，台北。
5. 謝之駿，吳威德 (民 101)，鋼結構用不銹鋼材料之 σ 相析出與性質劣化的影響，鋼結構工程，(45)，50-61。
6. 蘇聖皓 (民 102)，脈衝電流及時效處理對稀土鎂合金鉗道結構及機械性質影響之研究，大葉大學機械與自動化工程學系碩士論文。
7. Blum, W., Y. J. Li, J. Chen, X. H. Zeng and K. Lu (2006), On the hall-petch relation between flow stress and grain size. *International Journal of Materials Research*, 97(12), 1661-1666.
8. Bregliozzi, G., A. D. Schino, S. I. U. Ahmed, J. M. Kenny and H. Haefke (2004), Cavitation wear behaviour of austenitic stainless steels with different grain sizes. *Materials Engineering Center*, 258(4), 503-510.
9. Chen, T. H. and J. R. Yang (2001), Effects of solution treatment and continuous cooling on σ -phase precipitation in a 2205 duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 1(331), 28-41.
10. Jiang, Z. L., X. Y. Chen, H. Huang and X. Y. Liu (2003), Grain refinement of Cr25Ni5Mo1.5 duplex stainless steel by heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 1(363), 263-267.
11. Kimmins, S. T. and D. J. Gooch (1983), Austenite memory effect in 1Cr-1Mo-0.75V steel. *Metal Science*, 1(17), 519-532.
12. Lee, K. M., H. S. Cho and D.C. Choi (1999), Effect of isothermal treatment of SAF 2205 duplex stainless steel on migration of δ/γ interface boundary and growth of austenite. *Journal of Alloys and Compounds*, 156(61), 285.
13. Lu, K. and M. L. Sui (1993), An explanation the abnormal hall-petch relation in nanocrystalline materials. *Scripta metallurgica et materialia*, 28(12), 1465-1470.
14. Morris, J. W. Jr (2001), The influence of grain size on the mechanical properties of steel. Department of Materials Science and Engineering, CA94720.
15. Sato, Y. S. and H. Kokawa (1999), Preferential precipitation of sigma phase in duplex stainless steel weld metal. *Scripta Materialia*, 59(4), 447-453.
16. Schino, A. D. and J. M. Kenny (2002), Effects of the grain size on the corrosion behaviour of refined AISI 304



-
- stainless steel. *Journal of Materials Science*, 21(20), 1631-1634.
17. Song, H. W., S. R. Guo and Z. Q. Hu (1999), A coherent polycrystal model for the inverse hall-petch relation in nanocrystalline materials. *Nano Structured Mater*, 11(2), 203.
18. Steiner, R. (1990), Effects of alloying elements. *ASM International*, 1(1), 245.
19. Wang, Q. F., C. Y. Zhang, W. W. Xu and S. J. Zhao (2007) , Refinement of steel austenite grain under an extremely high degree of superheating. *Journal of Iron And steel Research*, 1(14), 161-166.
20. Zhang, W., T. Debroy T. A. Palmer and J. W. Elmer (2005), Modelling of ferrite formation in a duplex stainless steel weld considering non-uniform starting microstructure. *Acta Materialia*, 53(16), 4441-4453.

收件：105.03.25 修正：105.05.05 接受：105.07.25

