

使用岛津电子探针测试 2507 超级双相不锈钢以及不同制样方式对结果产生影响的探讨

EPMA-011

摘要：2507 超级双相不锈钢结合了奥氏体和铁素体的优良特性，具有优异的物理、化学和力学等综合性能，应用领域十分广泛。热处理工艺以及服役环境可能导致固溶 2507 双相不锈钢出现金属间化合物相的析出，造成材料的性能下降。使用岛津电子探针 EPMA 可以确认元素的分布及结合情况，并探讨了磨制、抛光和腐蚀三种基本制样状况对结果的影响。

关键词：奥氏体 - 铁素体 双相不锈钢 2507 微区分析 电子探针

2507 超级双相不锈钢是在第二代双相不锈钢 2205 基础上发展起来的，在固溶状态下由奥氏体和铁素体两种组织构成。它结合了奥氏体不锈钢优良的韧性和可焊性以及铁素体不锈钢耐氯离子腐蚀和高强度的优点，具有屈服强度高、韧性良好、疲劳强度高以及耐腐蚀性好等优异的综合性能，广泛应用于石油化工、海上设施、造船造车等多种领域。

当双相钢中两相的比例接近 1:1 时，材料具有较好的力学性能和耐腐蚀性能。热处理工艺对不锈钢 α 和 γ 相的比例、组织结构和材料的物理、化学、力学等性能有重要的影响。固溶处理后，材料处于非平衡

状态，但在室温下大多数固溶合金元素的扩散能力较低，即在非平衡固溶体中合金元素会长期存在，然而随着环境温度的升高，合金元素的扩散能力增强，双相不锈钢会析出金属间化合物相，这些相富含 Cr 和 Mo 等，会造成基体出现富 Cr, Mo 区和贫 Cr, Mo 区，依据原电池原理，这会造成材料的耐腐蚀能力下降，同时这些金属间相较硬而脆，割裂了基体的连续性，对基体材料的力学性能也产生不利的影

响。本文使用岛津电子探针 EPMA-1720 测试了 2507 超级双相不锈钢，确认了元素分布特征，并探讨了不同的制样方式下，对电子探针测试结果的影响。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津电子探针 EPMA-1720

1.2 仪器配置

X 射线检出角：52.5°

罗兰圆尺寸：统一 4 吋

晶体类型：约翰逊型全聚焦晶体

通道数：5 通道共 10 种晶体

1.3 分析条件

测试参数

加速电压 (AccV)：面分析 20 kV，定量分析 15 kV

束流 (Beam Current)：面分析 200 nA，定量分析 20 nA

测试时间 (Sampling time)：面分析 120 ms/point，定量分析峰积分 10 s

强度单位 (Unit)：counts

1.4 样品处理

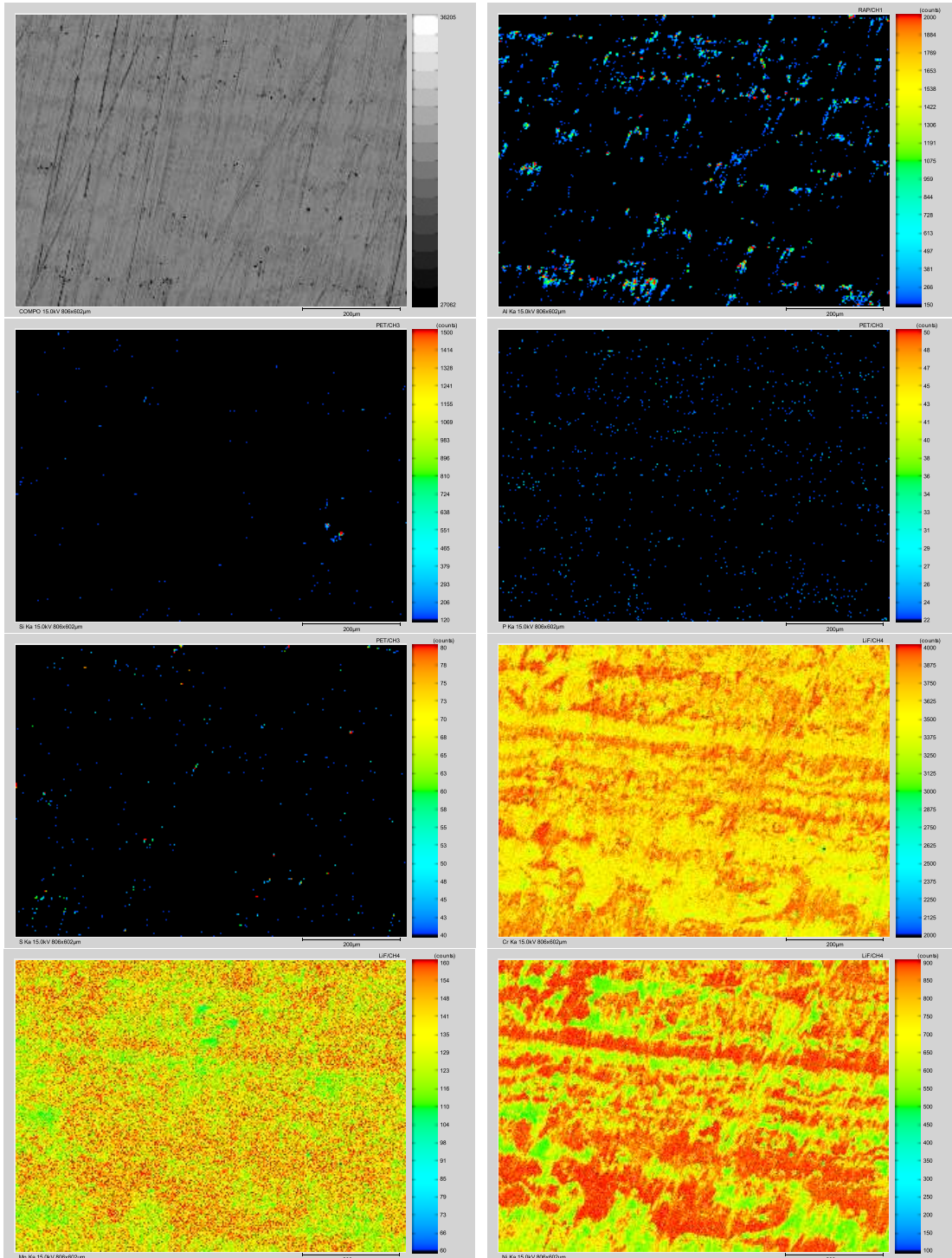
磨制、抛光、腐蚀。



■ 结果与讨论

采取金相砂纸机械磨制、抛光和腐蚀等一系列制样手段对 2507 双相钢分析表面进行处理，分别选择最终制样方式为磨制、抛光和腐蚀状态的三类试样进行表面的微区分析，元素面分布结果分别见图 1、图 4 和图 6。金相组织的电子图像观察见图 3。针对背散射电子 (BSE) 图像下不同的特征位置进行定量测试，选择的特征位置见图 2、图 5 和图 7 中标识，定量测试结果分别见表 1、表 2 和表 3。

磨制状态试样测试结果：



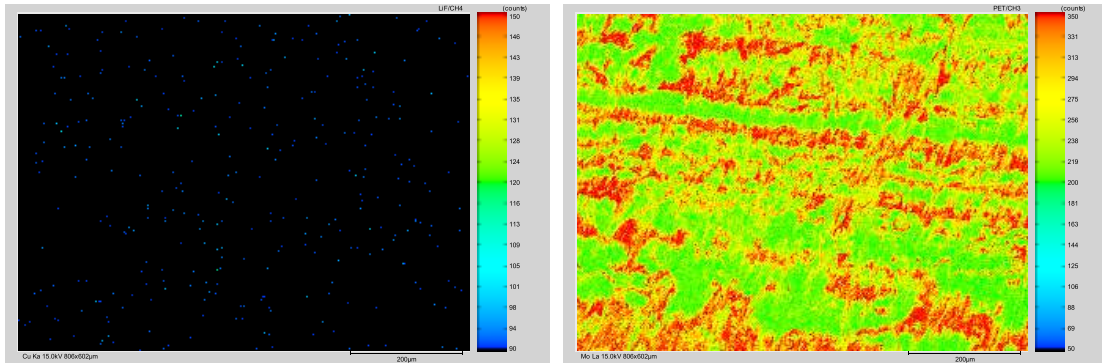


图 1 2507 试样磨制状态下，面分析结果

图片依次为 BSE，Al,Si,P,S,Cr,Mn,Ni,Cu,Mo 元素分布图，下同

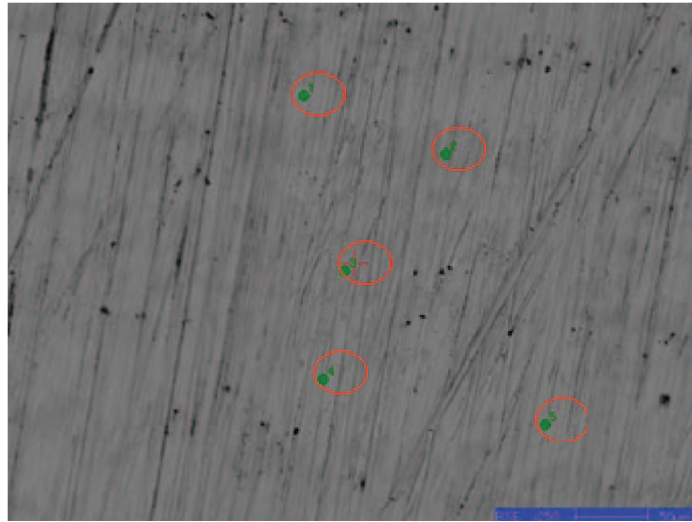


图 2 2507 试样磨制状态下定量测试点位置

表 1 2507 磨制状态下定量测试结果 (Wt%)

Data	Al Ka	N Ka	S Ka	Cr Ka	P Ka	Ni Ka	Mo La	Mn Ka	Si Ka	Cu Ka	Fe Ka	Total
1	0.037	0.492	0.031	23.951	0.017	7.510	3.054	0.814	0.457	0.146	63.159	99.668
2	0.040	0.171	0.023	26.121	0.032	5.773	4.466	0.759	0.528	0.145	62.306	100.364
3	0.024	0.313	0.034	24.812	0.031	7.579	3.361	0.880	0.464	0.108	63.691	101.296
4	0.117	0.682	0.030	24.743	0.025	7.628	2.978	0.892	0.478	0.160	63.429	101.161
5	0.039	0.641	0.032	24.867	0.029	7.422	3.095	0.875	0.470	0.126	63.111	100.706

腐蚀状态下更容易显现试样的组织，其表面组织特征观察结果见图 3:

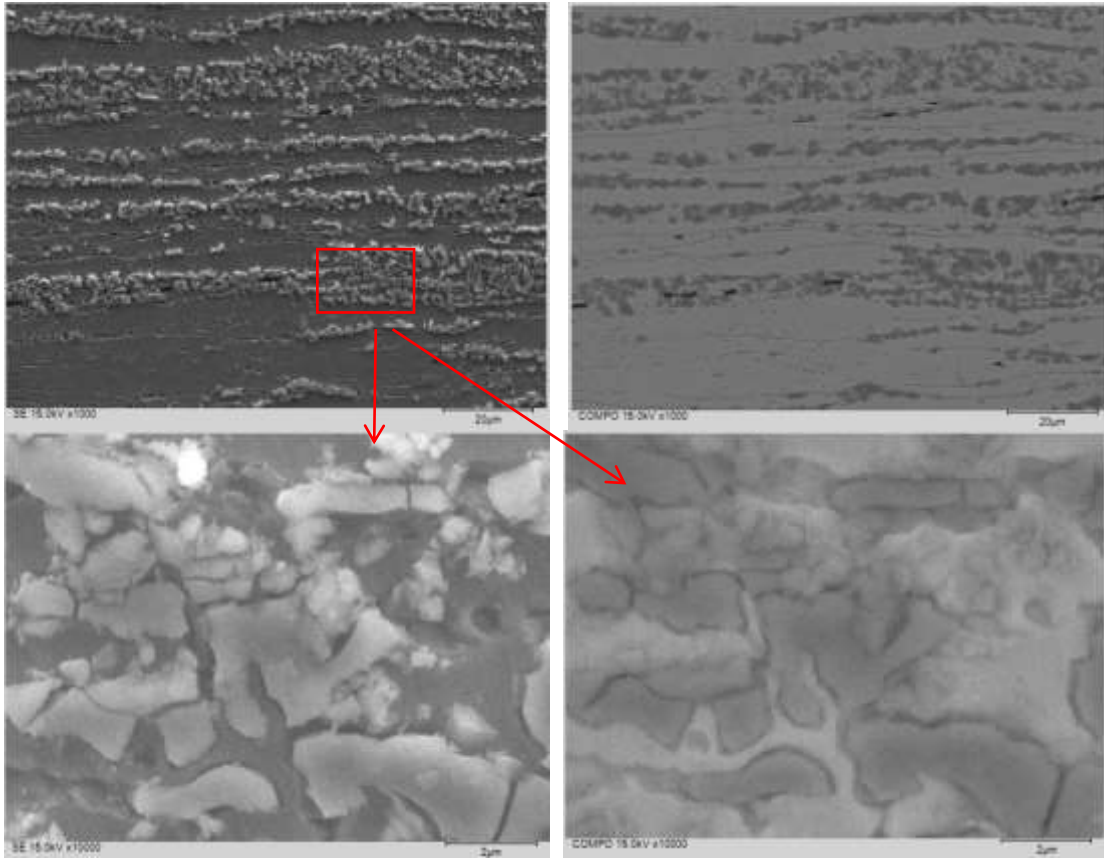
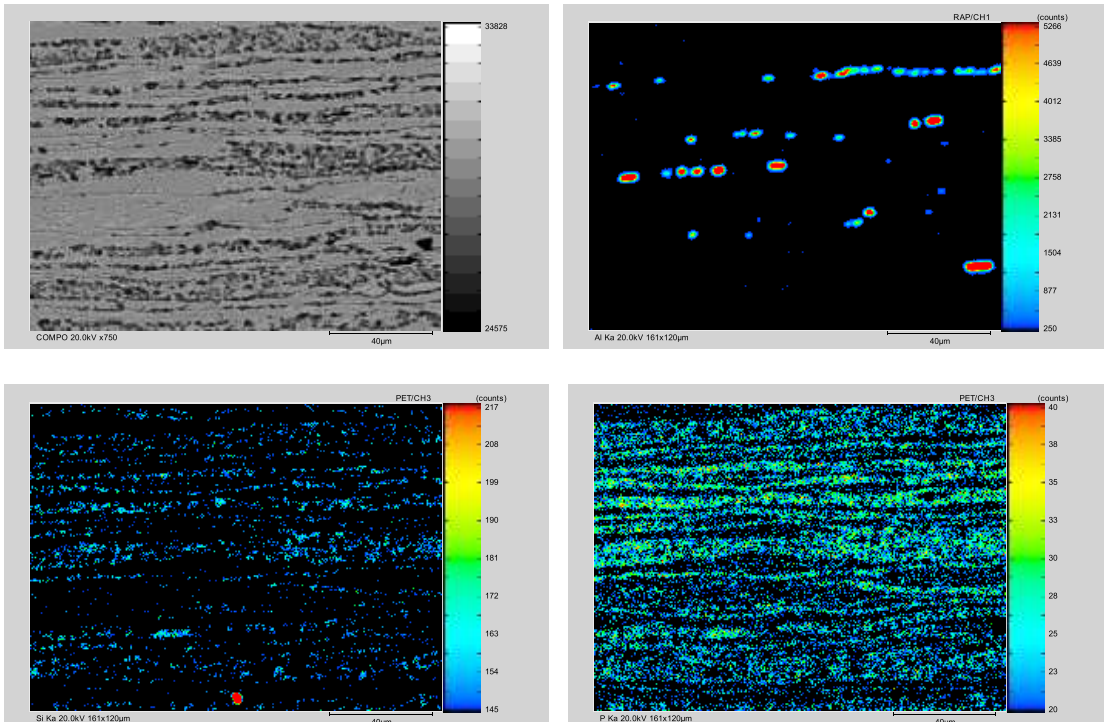


图 3 2507 试样的组织特征的电子图像观察

腐蚀试样测试结果:



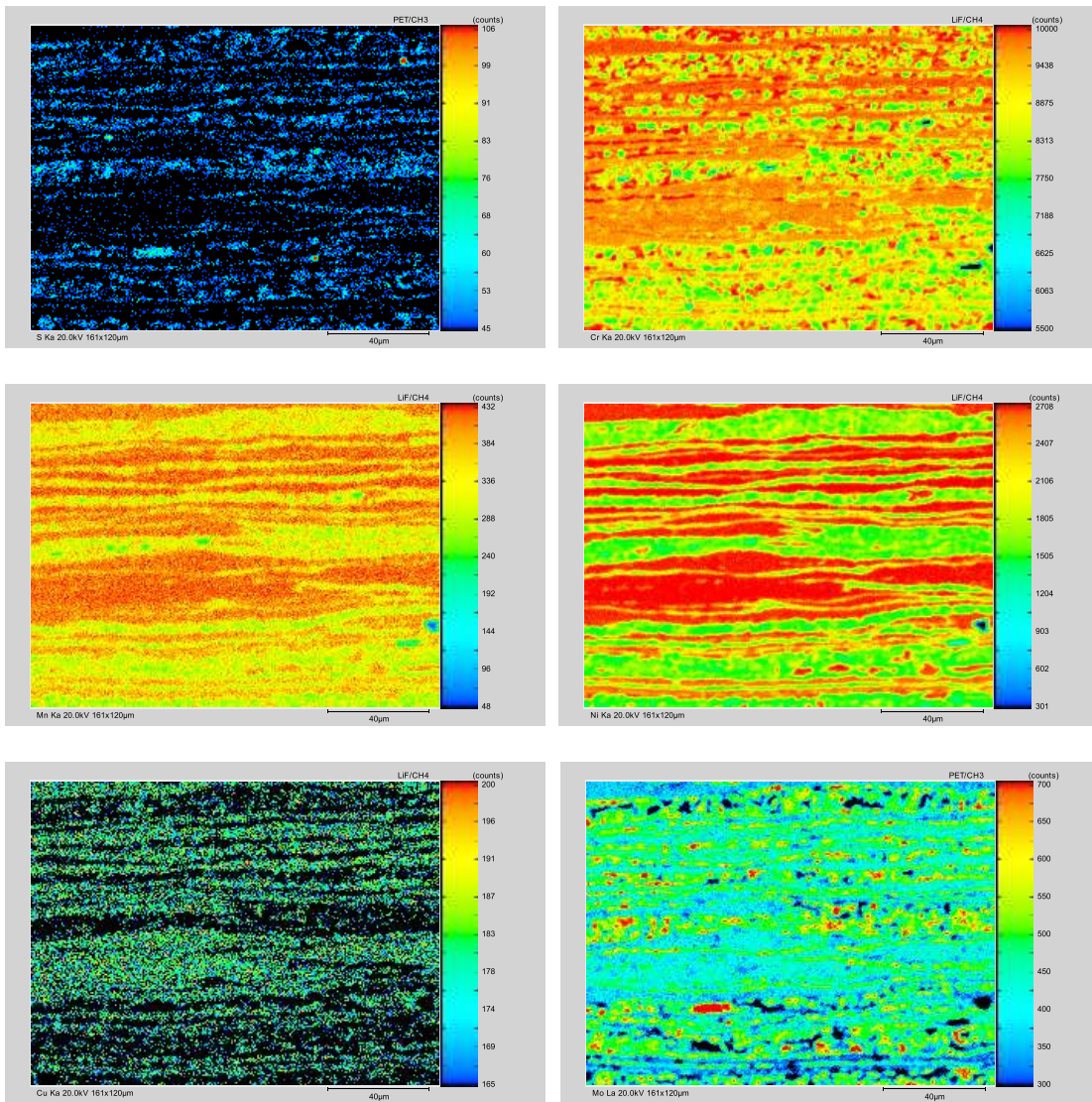


图 4 2507 试样腐蚀情况下元素的面分布特征

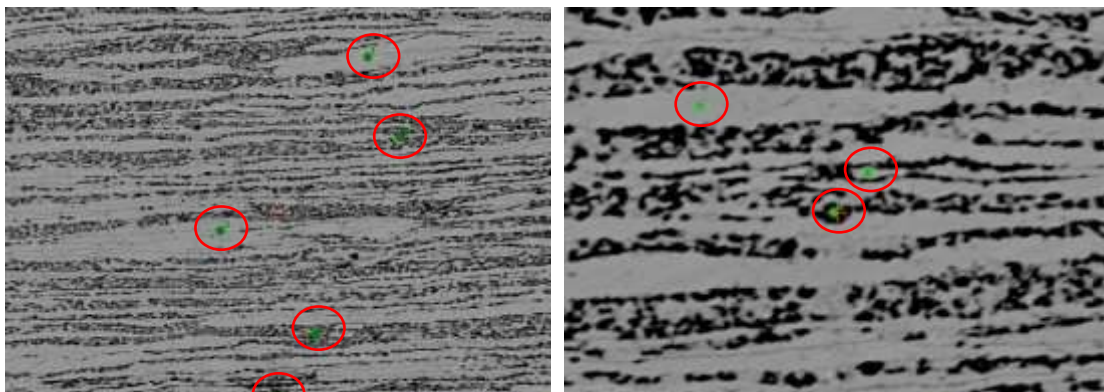
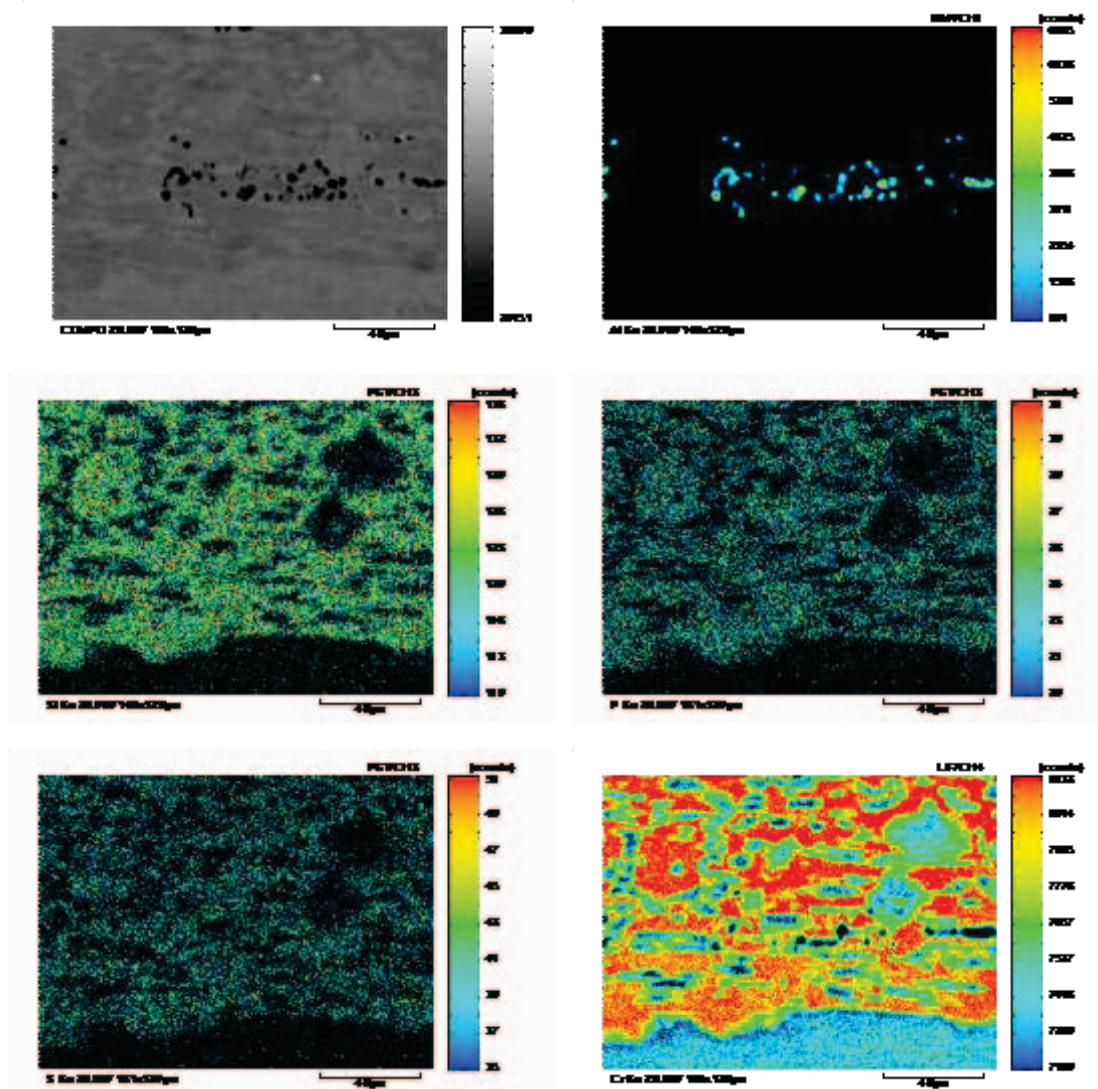


图 5 2507 试样腐蚀状态下定量测试点位置

表 2 腐蚀状态下 2507 试样的定量分析结果, (wt%)

Data	Al Ka	N Ka	S Ka	Cr Ka	P Ka	Ni Ka	Mo La	Mn Ka	Si Ka	Cu Ka	Fe Ka	Total
1-1	0.049	0.497	0.021	24.467	0.014	7.946	2.661	0.892	0.511	0.181	64.22	101.458
1-2	0.035	0.423	0.054	20.376	0.026	4.807	3.047	0.718	0.573	0.048	61.321	91.427
1-3	0.028	0.359	0.043	23.874	0.024	7.834	3.03	0.868	0.508	0.151	63.358	100.077
1-4	0.053	0.285	0.038	22.208	0.015	4.460	2.719	0.729	0.571	0.107	63.565	94.75
1-5	0.025	0.714	0.032	18.665	0.026	6.074	2.494	0.733	0.542	0.150	56.970	86.424
2-1	0.030	0.444	0.022	24.975	0.021	7.577	2.558	0.919	0.487	0.173	65.944	103.15
2-2	0.049	0.412	0.026	24.091	0.009	7.907	2.628	0.924	0.504	0.219	66.101	102.87
2-3	0.016	1.062	0.07	16.085	0.018	3.710	4.017	0.674	0.611	0.014	53.818	80.097

抛光状态下试样测试结果:



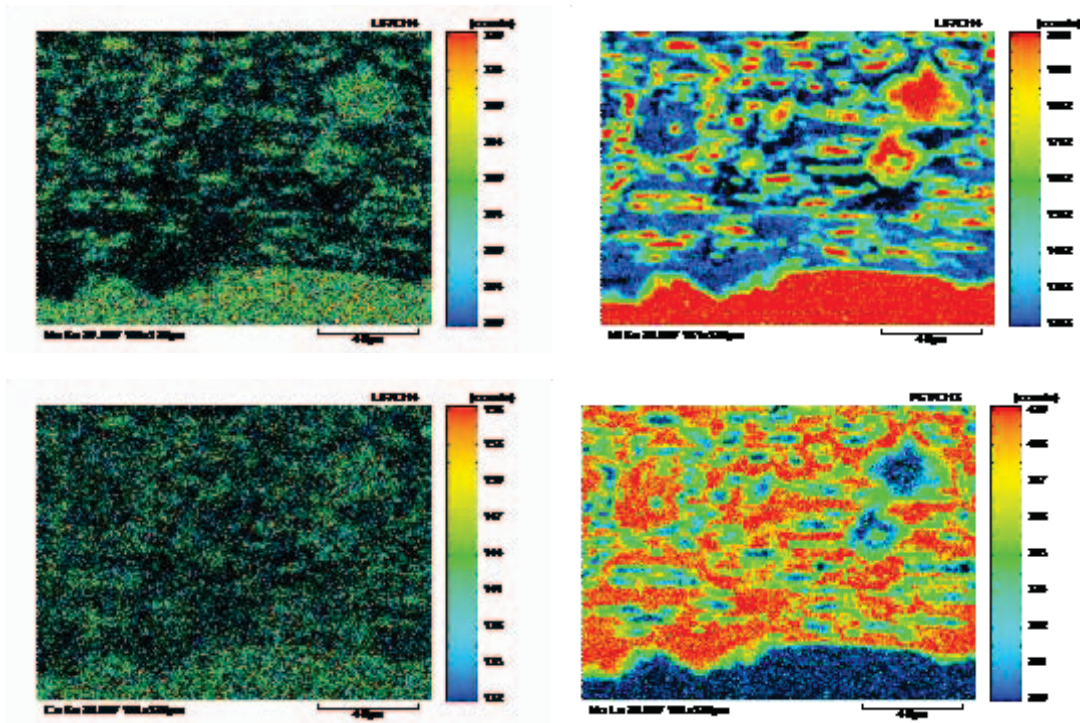


图 6 2507 试样抛光状态下元素分布特征

对抛光试样 2507 进行微区定量分析，结果见表 3:

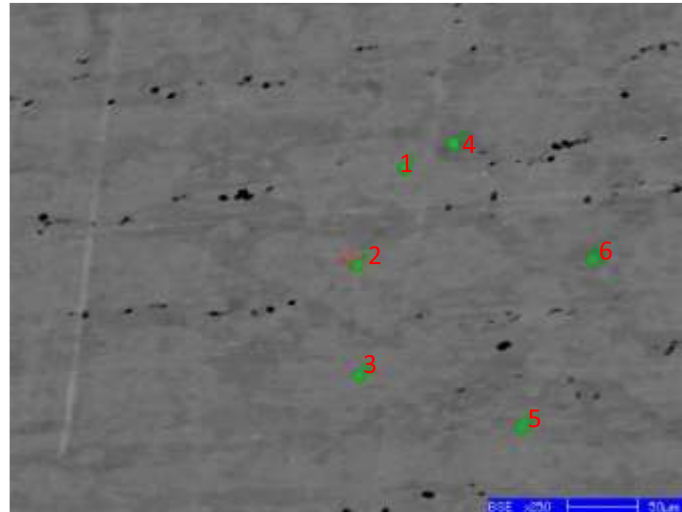


图 7 抛光状态下 2507 试样定量测试位置

表 3 试样 2507# 的定量测试结果 (Wt%)

Data	Al Ka	N Ka	S Ka	Cr Ka	P Ka	Ni Ka	Mo La	Mn Ka	Si Ka	Cu Ka	Fe Ka	Total
1	0.035	0.448	0.035	25.342	0.022	7.864	2.925	0.853	0.54	0.211	62.169	100.444
2	0.043	0.573	0.028	25.218	0.022	7.938	2.813	0.851	0.545	0.161	62.943	101.135
3	0.038	0.488	0.026	24.827	0.020	7.970	2.805	0.860	0.523	0.153	63.057	100.766
4	0.038	0	0.059	27.758	0.048	4.863	4.684	0.801	0.686	0.089	61.613	100.639
5	0.047	0.096	0.048	27.417	0.054	4.888	4.722	0.784	0.66	0.094	62.45	101.261
6	0.039	0	0.056	27.52	0.035	4.888	4.67	0.753	0.634	0.135	60.884	99.614

腐蚀试样的电子图片可以直接清晰地看出奥氏体和铁素体的两相组织，这是由于腐蚀形成的高度差更有利于二次电子 SE 图像的观察。图 3 的 SEI 中亮灰色为铁素体组织，而图 3 中 BSE 和图 4、图 5 的 BSE 图中颜色稍深的为铁素体区，而白灰色则对应奥氏体组织区。腐蚀之后，组织更清晰更容易辨认。而磨制试样图 1 的 BSE 和抛光试样的图 6 的 BSE 则是根据平均原子序数的差异显示不同的衬度来对应不同的相组织，增强信号（如增大束流及延长采集时间）及调大对比度后也能够显示两相区。

Cr, Ni, Mo, Mn 等元素对双相钢的组织有直接影响。Cr 是使不锈钢具有耐腐蚀能力的基本元素，这是由于 Cr 可以形成稳定而致密的 Cr_2O_3 保护膜，可以防止腐蚀介质的渗入，对金属基体进行保护。Cr 是促铁素体形成元素，随 Cr 的增高，铁素体区扩大。Ni 能够扩大奥氏体区，可以调节双相钢中奥氏体和铁素体两相的比例，随 Ni 含量的增加，双相钢在还原性稀酸中的耐腐蚀能力增强。Mo 元素可以提高双相钢抗 Cl 介质的点腐蚀能力。Mn 是奥氏体形成元素，其作用相当于 Ni 的二分之一。这三种制样情况下，各元素在同样的相区中分布基本均匀一致。这些元素的理论分布位置与面分析的结果吻合。腐蚀状态下，可能会带来一定的腐蚀产物残留及迁移，使测试的元素面分布出现假象，但在此处的面分析结果中不能够区分出来。

定量点测试的结果可以看出，磨制状态基本符合电子探针对试样表面的处理要求，而腐蚀情况下测试的结果偏离很大，这可能是由于腐蚀条件下试样表面出现凹凸起伏、金相组织密度不均匀导致在测试后的修正中出现偏离理想模型的现象，而组织腐蚀产物残留将会加剧这种偏差（选择性腐蚀也会造成成分的差异）。电子探针属于微区测试仪器，要求测试的试样应为光滑平整结构均匀，至少电子束与试样的交互作用范围内应该满足这一要求。测试区域在微米级别，具体尺寸与测试条件，如加速电压、束流大小和束斑尺寸，以及试样本身，如平均原子序数、密度等有关。所以测试金属试样时最好是抛光处理，如果是磨制状态，需要磨制到目数较高即砂粒较细的砂纸为止，测试时应避开表面细微的划痕。避免直接测试腐蚀状态的试样。

■ 结论

2507 超级双相不锈钢在同一相中分布较为均匀，未发现明显的金属间相存在，各元素的理论分布特征与实际测得的结果吻合一致。不管是面分析或定量分析，应避免直接在组织腐蚀后的试样上进行，这也符合电子探针测定对试样的处理要求。可判断性地选择磨制后的试样进行微区测试。

观察金相组织特征，腐蚀后的细节才能够更好的体现，使用电镜（包括扫描电镜和电子探针以及透射电镜）观察可以弥补金相组织光镜分析在 $1000\times$ 以后的功能不足。在抛光状态下，由于电子探针能够使用更大的束流，从而使得信号强度明显改善，具有更好的灵敏度特征，也可以进行相组织的辨认和观察。

岛津应用云

