

DOE(试验设计)在提升 30CrNiMo 钢调质棒材冲击功的应用

蒋 乔¹, 曾 云^{2,3}, 胡瑞海^{2,3}, 彭 峰^{2,3}, 李博鹏^{2,3}, 程志伟^{2,3}, 余 东^{2,3}

(1 大冶特殊钢有限公司, 黄石 435001; 2 大冶特殊钢有限公司技术中心,
黄石 435001; 3 高品质特殊钢湖北省重点实验室, 黄石 435001)

摘 要: 针对 30CrNiMo(/% :0.30C, 0.85Mn, 0.25Si, 0.015P, 0.008S, 0.96Cr, 0.43Mo, 0.78Ni, 0.025Al) 高强度钢调质棒材冲击功不稳定的问题, 根据 DOE 试验设计方法, 对运用该钢正火温度(870~910℃)、奥氏体化温度(830~870℃) 两项因子、三水平的试验方案快速寻找到提升冲击功的最佳工艺组合。对比检测结果发现 30CrNiMo 钢正火温度越高, 淬火后组织晶粒度级别越小, 对应冲击功越小。运用 Minitab 工具制作出冲击功响应晶粒度的拟合公式即: 21℃ 纵向冲击功(J) = 27.11 + 7.751 × 晶粒度(级)。30CrNiMo 钢最佳工艺组合为 870℃ 正火 + 850℃ 奥氏体化, 其冲击功为 106 J。

关键词: DOE; 两因子; 三水平; 调质棒材; 冲击功; 晶粒度

Application of DOE (Design of Experiment) in Enhancing Impact Energy of 30CrNiMo Steel Quenched and Tempered Bar

Jiang Qiao¹, Zeng Yun^{2,3}, Hu Ruihai^{2,3}, Peng Feng^{2,3}, Li Bopeng^{2,3}, Cheng Zhiwei^{2,3}, Yu Dong^{2,3}

(1 Daye Special Steel Co., Ltd., Huangshi 435001; 2 Technology Center, Daye Special Steel Co., Ltd.,
Huangshi 435001; 3 Hubei Key Laboratory of High Quality Special Steel, Huangshi 435001)

Abstract In view of the unstable impact energy of 30CrNiMo (/% :0.30C, 0.85Mn, 0.25Si, 0.015P, 0.008S, 0.96Cr, 0.43Mo, 0.78Ni, 0.025Al) high strength quenched and tempered steel bar, normalizing (870~910℃) and austenitizing (830~870℃) temperature two-factor and three-level DOE test design scheme are used to quickly find the best process combination for improving impact energy. The results show that the higher the normalizing temperature, the bigger the grain size after being normalized and quenched, and the smaller the impact energy in steel 30CrNiMo. The Minitab tool is used to make the fitting formula of impact energy response to grain size: 21℃ longitudinal impact energy (J) = 27.11 + 7.751 × grain size (grade). The optimum process combination for 30CrNiMo steel is normalizing at 870℃ + austenitizing at 850℃. Its impact energy is 106 J.

Material Index: DOE; Two-Factor; Three-Level; Quenching and Tempering Bar; Impact Energy; Grain Size

30CrNiMo 调质棒材主要用于石油钻井工具, 需要同时满足较高的强度及冲击韧性(抗拉强度 ≥ 1 000 MPa, 21℃ 纵向冲击功 ≥ 75 J), 由于不同正火温度、奥氏体化温度均会对性能产生不同影响^[1], 如何快速找到最佳工艺组合成为一个难题。本试验运用 DOE 试验设计方法, 在保证强度的情况下, 采用较少的试验次数, 在热轧棒材本体取 Φ25 mm 的毛坯试样在实验室快速寻找到提升冲击功的最佳热处理工艺组合。

1 试验材料及方法

1.1 化学成分设计

标准要求及试验钢成品化学成分如表 1。

1.2 试验材料冶炼、轧制工艺流程

工艺流程: 20 t 电弧炉 → LF 精炼 → VD 真空脱气 → 模铸 3 t 锭 → 850 初轧机开坯 → 750 连轧机成 Φ200 mm 圆钢 → 正火 + 奥氏体化 + 水淬 + 回火 → 检验。

表 1 试验 30CrNiMo 钢的成品化学成分 / %

Table 1 Product chemical composition of test 30CrNiMo steel / %

项目	C	Mn	P	S	Si	Cr	Mo	Ni	Al
GB/T 3077-2015 标准	0.28~0.33	0.70~0.90	≤0.020	≤0.010	0.17~0.37	0.70~1.00	0.25~0.45	0.60~0.80	-
试验钢成品成分	0.30	0.85	0.015	0.008	0.25	0.96	0.43	0.78	0.025

1.3 热处理试验方法

截取 6 个 250 mm 长 Φ200 mm 热轧棒材,每个试样采用钻床在半径 1/2 处钻取 3 个 Φ25 mm × 250 mm 热处理毛坯试样,合计 18 个毛坯试样。将其分成 9 组,每组 2 个按表 3 中正火、奥氏体化、回火工艺进行分组实验。水淬完、回火前,每组随机选 1 根毛坯试样切 Φ25 mm × 20 mm 长试样检测晶粒度,余料全部按 560 °C 进行回火后检测拉伸、冲击性能^[6]。

正火热处理炉名称:JY1040 箱式电阻炉 SX2-10-13,工艺温度 720 ~ 1 200 °C。奥氏体化热处理炉名称:JY1035 箱式电阻炉 SX2-10-12,工艺温度 720 ~ 980 °C。淬火设备:升降淬火自冷却小车,型号:CH-198/1,冷却介质:水。回火热处理炉名称:JY1002 箱式电阻炉 SX2-4-10,工艺温度 200 ~ 780 °C。

2 DOE 工艺试验设计和创建因子设计

(1) 由于冶炼及轧制过程工艺控制已非常成熟且稳定,因此,单独选定正火温度、奥氏体化温度作为本试验的 2 个关键因子(见表 2),做 3^k 全因子试验。其中“3”代表三水平,“k”为因子数。3^k 全因子试验需进行 3² 即 9 次试验,具体工艺组合见表 3,由于该材料强度要求已固定,故回火温度统一按 560 °C 进行回火^[24,7]。

(2) 采用安德鲁斯(K. W. Andrews)公式 $Ac_3 =$

$910 - 203(C\%)^{\frac{1}{2}} - 15.2Ni\% + 44.7Si\% + 104V\% + 31.5Mo\% + 13.1W\%$ (°C) 计算出 30CrNiMo 的 Ac_3 为 787 °C。为保证试验钢充分奥氏体化,正火温度选取 870 °C 作为低水平因子,选取 890 °C 作为中等水平因子,选取 910 °C 作为高水平因子;奥氏体化温度选取 830 °C 作为低水平因子,选取 850 °C 作为中等水平因子,选取 870 °C 作为高水平因子。因子水平设计如表 2^[3-6]。

3 试验结果及分析

3.1 检验方法

按 ASTM E112-13《平均晶粒度测定的标准试验方法》进行制样,并在 Scope. A1 金相显微镜下观察晶粒度。按 ASTM E8 / E8M-21《金属材料拉伸试验方法》在 INSTRON 5500R1186 型万能电子拉伸试验机上进行拉伸试验。按 ASTM E23-21《金属材料切口试棒冲击试验的试验方法》在 NCSI-500 型智能仪器化冲击试验机进行 21 °C 的纵向冲击试验。试验结果如表 3。

3.2 分析因子设计

表 2 因子水平设计
Table 2 Factor level design

关键因子	正火温度/°C	奥氏体化温度/°C
1(低)	870	830
2(中)	890	850
3(高)	910	870

表 3 创建因子设计及试验结果
Table 3 Creation factor design and test results

标准序	运行序	区组	正火/°C	奥氏体化/°C	回火/°C	21 °C 纵向(Rp0.2)/MPa	21 °C 纵向(Rm)/MPa	21 °C 纵向 KV8/J	晶粒度/级
标准要求	-	-	-	-	-	≥931	≥1 000	≥75	5.0
6	1	1	890	870	560	1 109	1 167	87	6.5
2	2	1	870	850	560	1 111	1 168	106	9.0
5	3	1	890	850	560	1 103	1 161	94	7.0
9	4	1	910	870	560	1 106	1 174	65	5.0
3	5	1	870	870	560	1 120	1 178	98	8.0
4	6	1	890	830	560	1 098	1 156	80	7.0
8	7	1	910	850	560	1 095	1 152	76	6.0
7	8	1	910	830	560	1 091	1 143	51	6.0
1	9	1	870	830	560	1 107	1 163	83	9.5

注:①“标准序”为试验运行顺序,“运行序”存储顺序。② 21 °C 纵向冲击功缺口深度为 2 mm,摆锤刀刃半径为 8 mm。

3.2.1 因子显著性分析

运用标准化效应的 Pareto 图将因子作为纵坐标,对冲击功影响的显著水平作为横坐标,由图 1 可见,A(正火温度)的显著水平超出临界值,影响较显著。

3.2.2 残差诊断

通过残差图(图 2)判断是否遗漏重要因子,模

型是否可接受。左上角正态概率图显示 P 值为 0.240,P 值 > 0.05 表示数据正态。右上角拟合值的散点图不呈现“漏斗形”、“喇叭形”、“倾斜”,说明残差保持等方差性。右下角顺序图随机地在水平轴上下无规格地波动,说明试验不存在大的变异。通过以上残差诊断,表明模型可以接受。

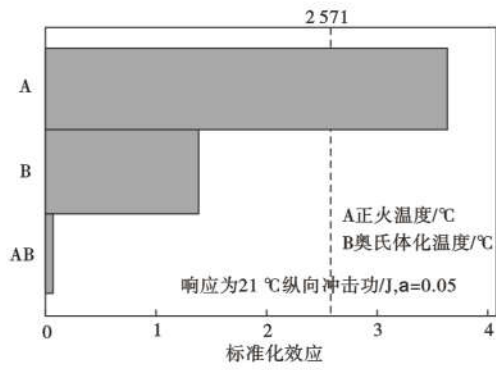


图 1 标准化效应的 Pareto 图
Fig. 1 Pareto diagram of standardization effect

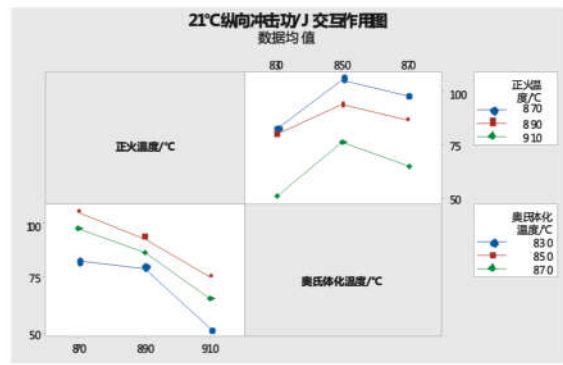


图 4 交互作用图
Fig. 4 Interaction graph

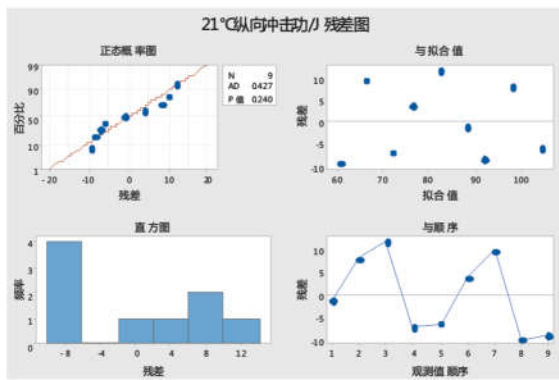


图 2 分析因子残差图
Fig. 2 Residual error graph of analysis factor

3.2.3 主效应分析

运用主效应图比较不同变量设置的拟合均值,图 3 可以明显看出冲击功随着正火温度的升高明显降低,奥氏体化温度处在中等水平冲击值较大,明显高于低水平和高水平^[8]。

3.2.4 交互效应分析

通过使用交互作用图评估正火温度对奥氏体化温度的交互效应,图 4 可以看出三条线无交叉,说明正火温度对奥氏体化温度的交互作用不显著。

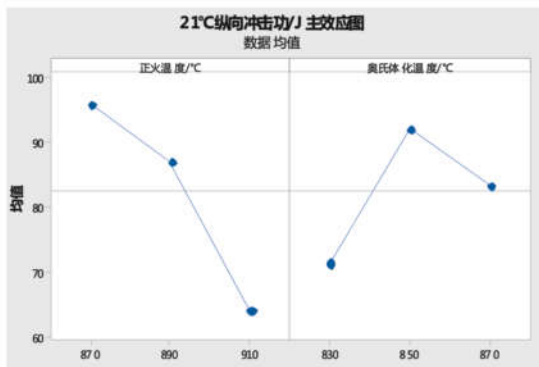


图 3 主效应图
Fig. 3 Main effect graph

3.2.5 等值线图

使用因子设计模型为正火温度、奥氏体化温度生成等值线图(图 5),显示拟合的响应与 2 个连续变量的相关程度。可以看出随着正火温度的逐渐升高,冲击功不断减小;奥氏体化温度在靠近 850 ~ 860 °C 冲击功最大,温度太低和太高都会导致冲击功减小。

3.2.6 拟合线图

冲击功响应晶粒度的拟合线图如图 6,并得出拟合公式为:21 °C 纵向冲击功(J) = 27.11 + 7.751 × 晶粒度(级)。

3.2.7 响应优化器

响应优化器可以直观地提供最优解,图 7 显示 30CrNiMo 钢最优工艺组合为:正火温度 870 °C、奥氏体化温度 850 °C。

3.3 金相组织对比分析

奥氏体晶粒长大过程大致可分为三个阶段:孕育期、快速长大期、缓慢长大期。在高于奥氏体形成温度下加热足够时间,钢的奥氏体晶粒长大速度在整个温度范围内是不均匀的,在较低的温度下,奥氏

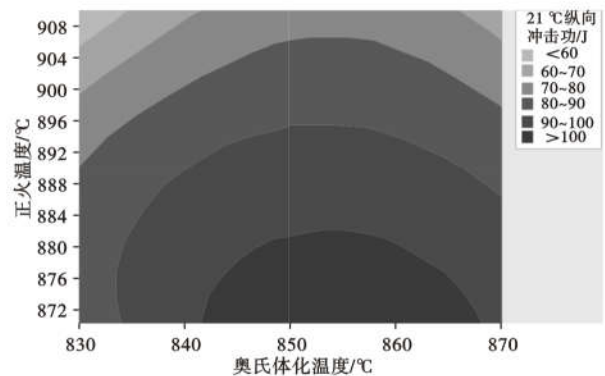


图 5 正火温度-奥氏体化温度等值线图
Fig. 5 Contour plot for normalizing temperature-austenitizing temperature

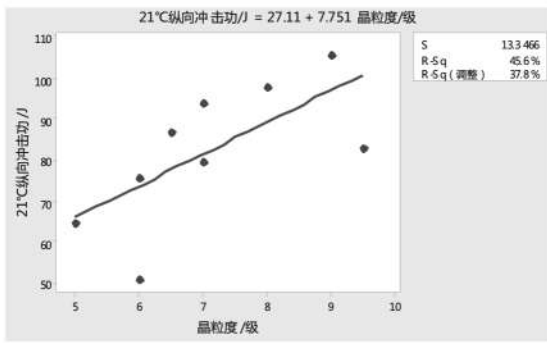


图 6 冲击功响应晶粒度的拟合线图

Fig. 6 Fitting graph of impact energy corresponding with grain size

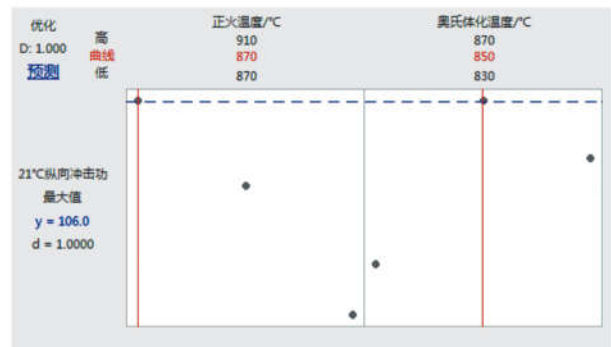


图 7 响应优化器

Fig. 7 Response optimizer

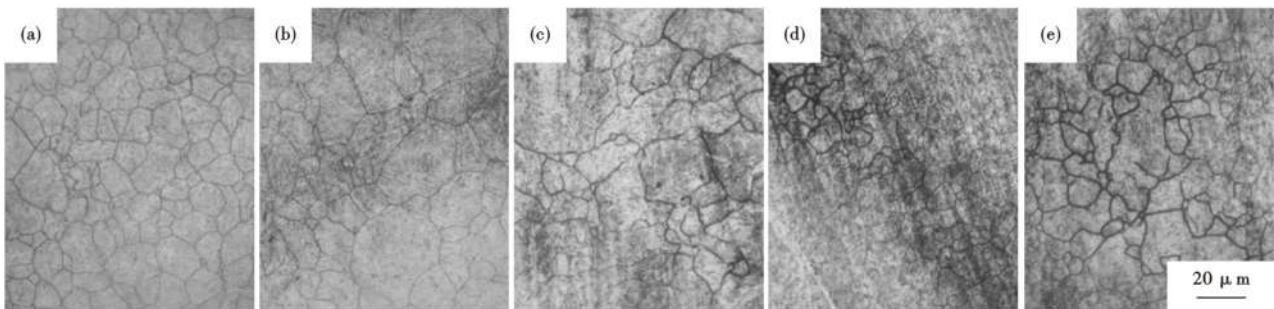


图 8 30CrNiMo 钢正火 + 淬火后晶粒度:(a) 870 °C + 850 °C, 9 级,(b) 890 °C + 850 °C, 7 级,(c) 910 °C + 850 °C, 6 级,(d) 870 °C + 830 °C, 9.5 级和(e) 870 °C + 870 °C, 8 级

图 8 Grain size of 30CrNiMo steel by normalizing + austenitizing at (a) 870 °C + 850 °C ,rating 9, (b) 890 °C + 850 °C ,rating 7, (c) 910 °C + 850 °C ,rating 6, (d) 870 °C + 830 °C ,rating 9.5 and (e) 870 °C + 870 °C ,rating 8

体起始晶粒比较细小,在一个较宽的温度范围内,奥氏体晶粒尺寸变化甚微,但是,超过这一温度范围后,晶粒骤然长大,出现一个快速长大的过程,随后,晶粒长大速度变小,长大趋势变得平缓。

对比图 8(a),(b)和(c)可以发现,在相同奥氏体化温度 850 °C 加热、淬火后,材料的晶粒度随正火温度的升高明显变大。

对比图 8(d),(a)和(e)可以发现,在相同正火温度 870 °C 加热、淬火后,材料的晶粒度随奥氏体化温度的升高略微变大。

4 结论

(1)运用 DOE 试验设计方法,能够在试验次数较少的情况下快速找到最优的工艺组合,30CrNiMo 钢最优工艺组合为:正火温度 870 °C、奥氏体化温度 850 °C。

(2)正火温度为冲击功的显著影响因子,在 870 ~ 910 °C 正火温度越高,淬火后组织晶粒度级别

越小,对应冲击功越小。冲击功响应晶粒度的拟合公式为:21 °C 纵向冲击功(J) = 27. 11 + 7. 751 × 晶粒度(级)。

参考文献

- [1]张 越,郑锦峰,陈 君. 热处理工艺对 40CrMnMo 钢低温冲击韧性的影响[J]. 特殊钢,2020,41(5):68-70.
- [2]许寒飞. 正交试验设计(DOE)对熔融混炼工艺参数的优化研究[J]. 信息记录材料,2021,22(11):10-12.
- [3]孙贵平. DOE 设计在降低轴承钢 GCr15 铸坯低倍缺陷中的应用[J]. 河北冶金,2019,281(5):23-27.
- [4]陈 浩. 基于 DOE 数据分析的车门辊压窗框外观工艺研究[J]. 制造研究,2021,22(11):22-28.
- [5]杨新武,宛 农,周 许. 正火和淬火温度对 30CrMoA 钢除砂器大型锻件 -40 °C 冲击韧性的影响[J]. 特殊钢,2013,34(4):56-58.
- [6]张淑平,邵 玉,张景海. 双重正火热处理工艺对 30CrMoA 钢力学性能的影响[J]. 钢铁,1998,33(12):44-47.
- [7]马 林,何 楨. 六西格玛管理(第二版)[M]. 北京:中国人民大学出版社,2007.
- [8]束德林,陈九磅,凤 仪. 工程材料力学性能(第 2 版)[M]. 北京:机械工业出版社,2007:63-64.