

· 成形与相变 ·



预热处理工艺对 SCr420H 齿轮钢高温 渗碳奥氏体晶粒长大行为的影响

苏 梁, 弓 硕, 王福明

(北京科技大学冶金与生态工程学院, 北京 100083)

摘 要: 实验研究了加热温度和保温时间对具有不同 AlN 析出状态的 SCr420H 齿轮钢的奥氏体晶粒长大行为的影响。用 Thermo-Calc 热力学计算软件计算了实验钢 AlN 析出相的平衡溶解规律, 并用场发射透射电子显微镜研究了实验钢中 AlN 的析出行为。结果表明, 热轧空冷态的试样在 950~1 050 °C 渗碳 0.5 h 均出现混晶, 奥氏体平均晶粒度级别低于 5 级。经过 1 210 °C 固溶水淬处理的试样在 950~1 000 °C 渗碳 0.5~6 h 和在 1 050 °C 渗碳 0.5~2 h 奥氏体晶粒均不发生长大, 晶粒度级别在 9.5~10 级; 在 1 050 °C 渗碳 2 h 以后开始出现异常晶粒长大。试样经 1 210 °C 固溶水淬后在 700 °C 等温 1 h 水冷处理, 可使其在 1 050 °C 渗碳 8 h 而不发生异常晶粒长大或混晶, 奥氏体晶粒平均尺寸为 14 μm, 晶粒度级别为 9.4 级。试样在渗碳过程中的奥氏体晶粒长大行为主要受钢中第二相 AlN 的溶解度和熟化速率控制。固溶后在 1 050 °C 渗碳 0.5 h 的试样中 AlN 析出相尺寸均小于 80 nm, 平均尺寸为 27.8 nm, 渗碳 2.5 h 的试样中出现了尺寸大于 100 nm 的 AlN 粒子, 数量占比为 14.3%, AlN 粒子的平均尺寸为 64.2 nm。

关键词: 齿轮钢; 渗碳; 晶粒长大; AlN

DOI: 10. 20057/j. 1003-8620. 2022-00187

Effect of Preheat Treatment Process on Austenite Grain Growth Behavior in Gear Steel SCr420H for High Temperature Carburization

Su Liang, Gong Shuo, Wang Fuming

(School of Metallurgical and Ecological Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083)

Abstract: The effects of heating temperature and holding time on the austenite grain growth behavior of SCr420H gear steel samples with different AlN precipitation states were experimentally investigated. The equilibrium precipitation and dissolution law of AlN precipitates in the experimental steel was calculated by Thermo-Calc thermodynamic calculation software, and the precipitation behavior of AlN in the experimental steel was studied by field emission transmission electron microscopy. The results show that the hot-rolled and air-cooled samples are mixed grain structure after being carburized for 0.5 h at 950-1 050 °C, and the average austenite grain size level is below grade 5. The austenite grains of the samples after 1 210 °C solution-water quenching treatment do not grow up after carburizing at 950-1 000 °C for 0.5-6 h or at 1 050 °C for 0.5-2 h, the austenite grain size level is grade 9.5-10. The abnormal grain growth phenomenon occurs after 2 hours carburizing at 1 050 °C. The sample after 1 210 °C solution-water quenching is isothermally treated at 700 °C for 1 h and then water-cooling so that it can be carburized at 1 050 °C for 8 h without abnormal grain growth or mixed grain structure, the average austenite grain size is 14 μm, the grain size level is grade 9.4. The growth behavior of austenite grains during carburization process is mainly controlled by the solubility and the ripening rate of the secondary phase AlN in the sample. The size of AlN precipitates in the solution-treated sample after carburization at 1 050 °C for 0.5 h is less than 80 nm, with an average size of 27.8 nm. 14.3% AlN particles larger than 100 nm appear in the sample after carburization at 1 050 °C for 2.5 h, with an average size of 64.2 nm.

Key Words: Gear Steel; Carburizing; Grain Growth; AlN

齿轮的加工工序一般为“齿轮钢坯料→锻造/轧制→预备热处理→粗加工→表面渗碳→淬火回火→精加工→检查入库”, 其中表面渗碳处理是为了使齿轮达到表硬内韧的性能要求^[1]。一般齿轮钢的

常规渗碳温度约为 930 °C, 近年来发展的高温渗碳工艺渗碳温度多在 980 °C 以上^[2]。研究表明, 将渗碳温度由 950 °C 提高到 1 050 °C, 在达到 1 mm 渗碳层深度时, 其渗碳时间可以缩短 60%^[3]。虽然提高

基金项目: 中国自然科学基金基于合金结构钢本质晶粒度与韧性控制的 AlN 溶解析出热动力学研究(51974017)

作者简介: 苏 梁(1997-), 男, 硕士研究生; **E-mail:** suliangustb@163.com;; **收稿日期:** 2022-11-11

通讯作者: 王福明(1963-), 男, 教授; **E-mail:** wangfuming@metall.ustb.edu.cn

渗碳温度能明显降本增效、节能减排^[3-4],但是在高温渗碳过程中,奥氏体晶粒极易发生非均匀生长,包括异常晶粒长大和双峰晶粒生长(混晶)^[5-6]。奥氏体晶粒粗大化会降低钢的强度和塑性,恶化齿轮钢的疲劳强度和冲击韧性,使齿轮的热处理畸变增加^[7-8],因此,研究齿轮钢在高温渗碳时的晶粒度控制问题尤为重要。

通常是向钢中添加Al、Nb、Ti、V中的一种或几种微合金元素,并通过合适的工艺使钢中析出它们的氮化物或碳氮化物沉淀来钉扎晶界,使得高温渗碳逐渐发展起来^[9-21]。但Ti对齿轮钢的疲劳性能有害,V的碳氮化物析出温度较低,在高温长时间保温时极易长大而失去钉扎作用,Ti和Nb的价格较昂贵,所以,一般是利用AlN析出相抑制奥氏体晶粒长大。目前对于AlN的析出热力学研究较多,析出动力学研究较少。本文研究的钢种为添加Al的SCr420H钢,常用于制造齿轮、齿轮轴、凸轮等渗碳件,JIS G4052-2008《保证淬透性结构钢》标准规定,SCr420H钢渗碳后奥氏体晶粒度级别需在6.0级以上,但本实验钢在930℃以上渗碳0.5h均发生混晶,且平均晶粒度级别均低于6.0级。因此本文主要研究具有不同AlN析出状态的SCr420H钢在高温下渗碳的奥氏体晶粒长大行为,并探讨奥氏体晶粒生长行为与AlN析出动力学之间的关系,以为钢厂实际预备热处理及渗碳热处理工艺参数的选择提供理论依据。

1 实验材料与方法

实验钢为钢厂生产的SCr420H齿轮钢,是由尺寸为390 mm×510 mm的连铸坯在1200℃轧制成200 mm×200 mm的方钢,其化学成分见表1。实验钢初始状态为热轧后空冷态,各部位组织均匀。从方钢边部取12 mm×12 mm×15 mm的金相试样,其室温组织如图1所示,为均匀的铁素体+珠光体组织。透射电子显微镜观察表明,实验钢在控轧控冷至室温过程中,已析出部分AlN粒子,如图2所示的黑色粒子,且粒子尺寸较大,平均尺寸为127.0 nm(当量直径)。利用Thermo-Calc热力学计算软件计算出平衡状态下实验钢中AlN析出相体积分随温度的变

化规律,如图3所示,AlN析出相在800℃开始溶解,并随着温度的升高溶解度显著增大,在1180℃时完全溶解。通过热膨胀实验测得实验钢的临界点 $A_{c1}=734\text{℃}$, $A_{c3}=840\text{℃}$ 。

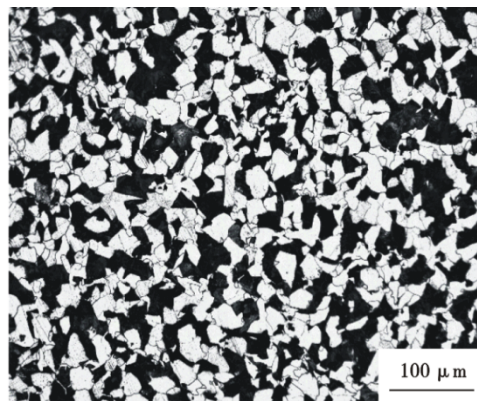


图1 SCr420H试样热轧态组织形貌

Fig. 1 Microstructure morphology of SCr420H sample hot rolled condition

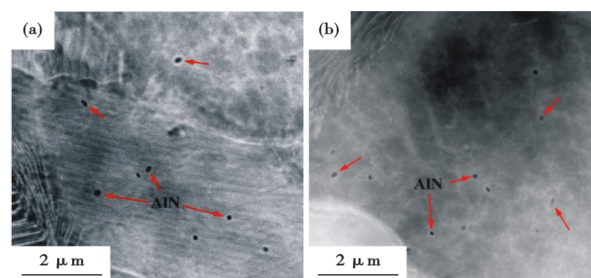


图2 热轧态试样中AlN析出相的TEM照片(薄膜样)

Fig. 2 TEM micrographs (thin foil) of AlN in the hot-rolled sample

为了研究渗碳前AlN的析出状态对渗碳过程中奥氏体晶粒长大的影响,将试样在马弗炉中进行图4所示的热处理,试样加热方式均为到温入炉。本文“渗碳”过程均采用“伪渗碳”工艺,即在渗碳温度下保温处理,但不使用渗碳气氛,保温结束后水淬以获得马氏体。图4(a)是将热轧态的试样直接进行渗碳,图4(b)是将轧态的试样经固溶处理后再进行渗碳,其中1210℃-2h水冷称为固溶水淬处理,目的是使试样中的AlN完全溶入奥氏体中,以研究渗碳前AlN完全固溶后在不同温度下的奥氏体晶粒

表1 SCr420H钢的化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of SCr420H steel

| C | Si | Mn | P | S | Ni | Cr | Mo | Cu | Ti | O | Al | N |
|------|------|------|-------|------|------|------|------|------|-------|-------|-------|-------|
| 0.22 | 0.28 | 0.88 | 0.015 | 0.01 | 0.02 | 1.16 | 0.01 | 0.01 | 0.002 | 0.001 | 0.041 | 0.018 |

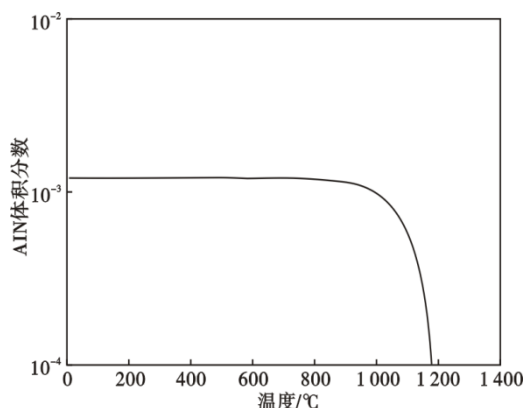


图3 AlN析出相的体积分数随温度的变化规律

Fig. 3 The variation of the volume fraction of AlN precipitates with temperature

生长行为;图4(c)是将轧态试样经固溶处理后再加热至500、550、600…1 050 °C等温1 h后水冷,使AlN发生析出,然后再进行1 050 °C-2 h(理论上达到1 mm渗碳层深度的温度-时间^[3])渗碳,以研究渗碳前AlN析出后奥氏体晶粒的生长行为。

为避免试样表面脱碳层的影响,将实验后的试样沿中部切开,观察该断面的晶粒,并用GB/T 6394-2017中的截点法测量奥氏体晶粒度及晶粒平均尺寸,每个试样统计的晶粒个数不少于500个。用JEM-2200FS型场发射透射电子显微镜(TEM, Transmission Electron Microscope)确定析出相的成分、形貌及分布。用Image J统计析出粒子的面积,并计算出当量直径,每个试验条件下至少从3个透射样品和30个随机选择的视场中,测量至少300个沉淀粒子。

2 实验结果与讨论

2.1 AlN部分析出时奥氏体晶粒的生长行为

图5为轧态试样在不同温度渗碳0.5 h后的奥

氏体晶粒形貌。由图5可看出,轧态试样在950、980、1 000、1 050 °C渗碳时均产生混晶现象。并且,当渗碳温度由950 °C提高到1 050 °C时,奥氏体晶粒不均匀度(最大晶粒尺寸/平均晶粒尺寸)显著减小。渗碳后的奥氏体晶粒尺寸统计结果表明,在950 °C时,平均尺寸最大,为71.7 μm,最大尺寸达到350 μm;在980 °C和1 000 °C平均尺寸分别为66.8 μm和69.5 μm;在1 050 °C平均尺寸最小,为64.0 μm,最大尺寸达到230 μm。即随着渗碳温度的提高,试样奥氏体晶粒平均尺寸变化并不明显,均在64~72 μm之间,晶粒度级别均在4.5~5级。

轧态试样处于AlN部分析出状态,AlN粒子平均尺寸较大,为127.0 nm,并且在渗碳加热过程中,试样中固溶的Al、N原子会以试样中已存在的AlN粒子为形核核心析出,这无疑既减小了AlN析出粒子的数量,又增大了AlN析出粒子的平均尺寸及尺寸不均匀性^[10, 19]。当一些AlN粒子的半径超过第二相粒子临界钉扎尺寸 r^* 时,AlN粒子对奥氏体晶界的钉扎力小于晶粒自身生长驱动力,即钉扎失效,奥氏体晶粒就会在自身生长驱动力的作用下快速长大。而对于AlN粒子半径小于 r^* 的区域,奥氏体晶界仍能被有效钉扎,晶粒不发生长大,因此就会产生异常大晶粒被正常小晶粒包围的情况,即混晶现象。由图3可知,当渗碳温度由950 °C提高到1 050 °C时,钢中AlN析出相的体积分数大幅下降,根据有效钉扎状态下晶粒能达到的最大尺寸 R_c 与第二相粒子之间的关系式 $R_c=4r/3f$ (f 为第二相粒子体积百分数, r 为第二相粒子半径)可知, R_c 随着 f 的减小而增大,因此1 050 °C渗碳时的正常小晶粒尺寸要比950 °C渗碳时的大。同时, R_c 的增大使得大晶粒吞并小晶粒的难度变大,大晶粒生长速度变慢,因此在共同保温0.5 h时,1 050 °C渗碳时的大晶

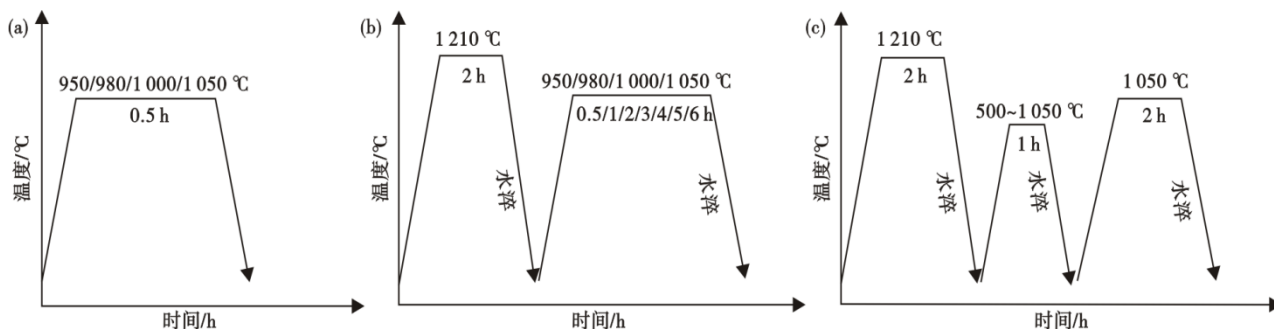


图4 试样热处理工艺:(a)渗碳工艺;(b)固溶+渗碳工艺;(c)固溶+再加热等温+渗碳工艺

Fig. 4 The heat treatment process of the samples: (a) carburizing process; (b) solution-treated + carburizing process; (c) solution-treated+ reheating isothermal treatment + carburizing process

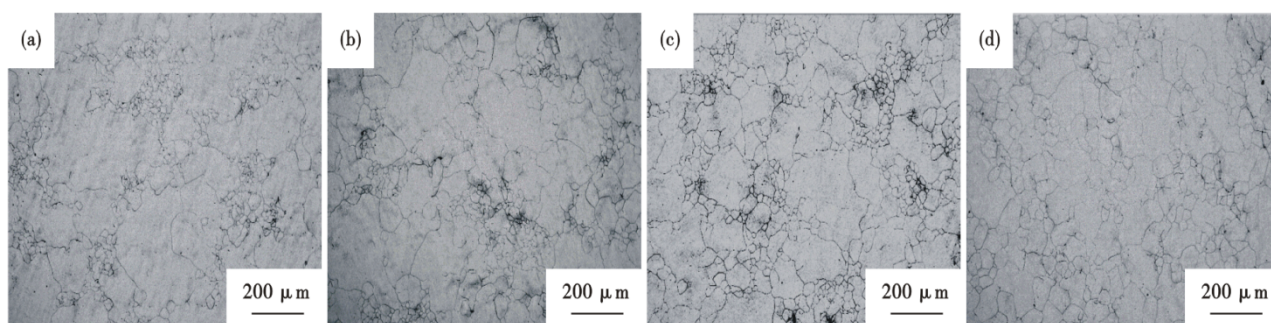


图5 轧态试样在不同温度下渗碳0.5 h的奥氏体晶粒形貌:(a)950 °C;(b)980 °C;(c)1000 °C;(d)1050 °C

Fig. 5 Austenite grain morphologies of the hot-rolled samples after carburization for 0.5 h at different temperatures: (a) 950 °C; (b) 980 °C; (c) 1000 °C; (d) 1050 °C

粒尺寸要比950 °C渗碳时的小,整体表现为1050 °C渗碳时的奥氏体晶粒不均匀度明显小于在950 °C渗碳时的奥氏体晶粒不均匀度,并且可以预测,如果继续提高渗碳温度,奥氏体晶粒形貌将由混晶向全面粗化转变,即晶粒不均匀度值逐渐向1趋近。

2.2 AlN完全固溶时奥氏体晶粒的生长行为

轧态及固溶态的试样在950、980、1000、1050 °C渗碳0.5 h的奥氏体晶粒平均尺寸对比如图6所示。可以看出,将试样在渗碳前进行固溶处理能明显抑制高温渗碳时奥氏体晶粒长大。固溶态的试样在不同温度下渗碳0.5 h无异常晶粒长大或混晶现象,奥氏体晶粒平均尺寸为11~13 μm,晶粒度级别在9.5~10级。这是因为经过固溶水淬的试样中铝、氮原子处于过饱和状态,同时钢中晶体缺陷增多,这有利于在再加热过程中铝、氮原子的扩散和AlN相的均匀形核,减少了AlN相在未溶AlN质点上继续长大的倾向,有效AlN质点数量增多,从而能有效钉扎奥氏体晶界,抑制晶粒长大^[22]。

图7为试样经过固溶处理后,在不同温度渗碳

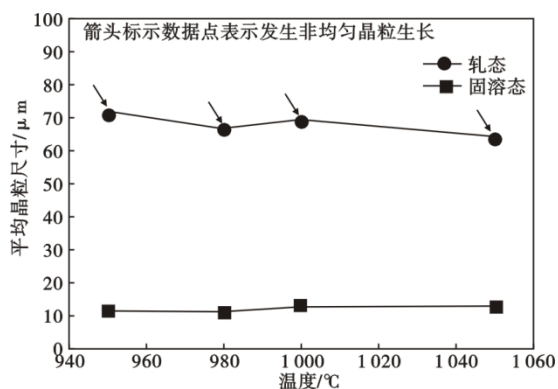


图6 渗碳温度对奥氏体晶粒平均尺寸的影响

Fig. 6 Effect of carburizing temperature on average austenite grain size

的奥氏体晶粒平均尺寸随渗碳时间的变化规律。由图7可知,在6 h渗碳时间内,试样在不同渗碳温度下表现出两种奥氏体晶粒生长行为:在950~1000 °C渗碳时,奥氏体晶粒不随渗碳时间的延长而长大;在1050 °C渗碳时,能满足渗碳0.5~2 h奥氏体晶粒不长大,此后在2 h和3 h之间的某一时刻一些晶粒开始发生剧烈生长,晶粒平均尺寸骤增,并且随保温时间的延长,晶粒长大速度趋缓。因此,对于AlN处于完全固溶态的试样而言,在6 h渗碳时间内,1050 °C是一个可用来区分奥氏体晶粒生长模式的临界温度。

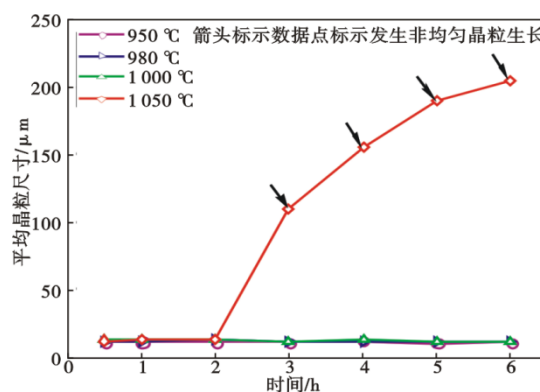


图7 渗碳时间对奥氏体晶粒平均尺寸的影响

Fig. 7 Effect of carburizing time on average austenite grain size

如图7所示,试样在950~1000 °C渗碳时,在渗碳加热及保温过程中能够析出足够的AlN粒子,其在数量和尺寸方面可以保证所有奥氏体晶粒的晶界均被有效钉扎,晶粒生长被有效抑制,晶粒平均尺寸随保温时间的延长基本不变,且晶粒细小均匀,尺寸为11~14 μm,晶粒度级别在9.5~10级。试样在1050 °C渗碳时,在保温0.5~2 h内,奥氏体晶界也能被AlN粒子有效钉扎,晶粒平均尺寸基本不变,

晶粒度级别在 9.5~10 级。当保温时间为 3 h 时,部分晶粒剧烈生长,产生混晶,异常大晶粒面积占比为 48%,奥氏体晶粒平均尺寸由保温 2 h 时的 12.5 μm 增长到 109.2 μm 。保温时间延长至 4 h 时,奥氏体晶粒已完全混晶,异常大晶粒面积占比达 90%,晶粒平均尺寸为 155.0 μm 。此后随着保温时间的继续延长,奥氏体晶粒继续长大,但增长速度趋缓,表明一旦异常大晶粒发生撞击(即相邻大晶粒之间的小晶粒被吞并完),晶粒生长的驱动力大大减小,大晶粒将以更小的速度生长^[23]。为了进一步确定开始发生混晶的时间,将固溶态的试样在 1 050 $^{\circ}\text{C}$ 渗碳 2.5 h,发现奥氏体晶粒依然发生局部混晶,异常大晶粒面积占比约 20%。

为了更直观地表达奥氏体晶粒的生长状态,图 8 给出了固溶处理后的试样在 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 和 1 050 $^{\circ}\text{C}$ 典型温度(晶粒不长大和晶粒在某一时刻开始剧烈长大的温度)下渗碳的奥氏体晶粒形貌。由图 8 可看出,试样在 1 050 $^{\circ}\text{C}$ 渗碳时,随着渗碳时间的延长,奥氏体晶粒经历了均匀细晶粒 \rightarrow 局部混晶 \rightarrow 完全混晶三个阶段。

研究表明,在常规渗碳时间内,对于 AlN 处于完全固溶态的试样来说,1 050 $^{\circ}\text{C}$ 是一个区分奥氏体晶粒是否发生异常生长的临界温度,因此,本文还研

究了更高温下的奥氏体晶粒生长行为。图 9 为固溶后的试样在高温下($\geq 1\ 050\ ^{\circ}\text{C}$)渗碳 0.5 h 的奥氏体晶粒形貌。由图 9 可看出,随渗碳温度的提高,奥氏体晶粒尺寸分布状态依次经历了均匀细晶粒(1 050 $^{\circ}\text{C}$) \rightarrow 局部异常大晶粒(1 080 $^{\circ}\text{C}$) \rightarrow 混晶(1 100、1 130 $^{\circ}\text{C}$) \rightarrow 均匀粗晶粒(1 180、1 210 $^{\circ}\text{C}$)的过程,实验结果与图 3 中 AlN 析出相随温度的溶解规律对应良好。

将固溶后的试样在高温下($\geq 1\ 050\ ^{\circ}\text{C}$)渗碳 0.5 h 的奥氏体晶粒平均尺寸数据绘制在图 7 中得到图 10,对比晶粒平均尺寸随温度或时间的变化规律可知,温度对奥氏体晶粒长大的影响大于保温时间,在低温下($\leq 1\ 000\ ^{\circ}\text{C}$)渗碳时,奥氏体晶粒是否发生异常生长主要由渗碳时间决定,而在高温下($\geq 1\ 050\ ^{\circ}\text{C}$)则主要由温度决定,其本质原因是受钢中第二相 AlN 的溶解度和熟化速率控制。

2.3 AlN 充分析出时奥氏体晶粒的生长行为

由图 3 可看出,在热力学平衡状态下,试样中的 AlN 相在 850 $^{\circ}\text{C}$ 以下已基本完全析出,但实际上 AlN 相的析出行为还受动力学条件控制。热力学方面,随温度的降低,钢中铝、氮原子的溶解度降低,AlN 相析出量将增多;动力学方面,温度越低,钢中铝、氮原子扩散速度越小,扩散越不充分,AlN 相形核率

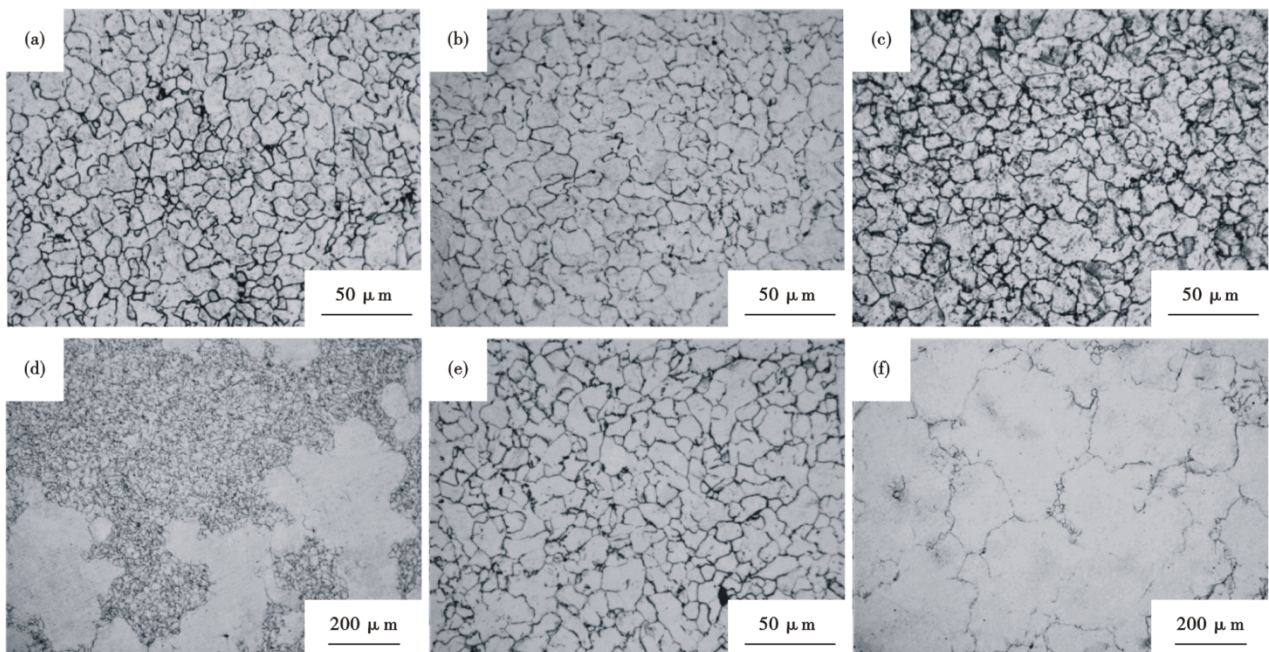


图 8 固溶态的试样渗碳后的奥氏体晶粒形貌:(a)1 000 $^{\circ}\text{C}$ -0.5 h;(b)1 050 $^{\circ}\text{C}$ -0.5 h;(c)1 000 $^{\circ}\text{C}$ -3 h;(d)1 050 $^{\circ}\text{C}$ -3 h;(e)1 000 $^{\circ}\text{C}$ -6 h;(f)1 050 $^{\circ}\text{C}$ -6 h

Fig. 8 Austenite grain morphologies of the solution-treated samples after carburization: (a) 1 000 $^{\circ}\text{C}$ -0.5 h; (b) 1 050 $^{\circ}\text{C}$ -0.5 h; (c) 1 000 $^{\circ}\text{C}$ -3 h; (d) 1 050 $^{\circ}\text{C}$ -3 h; (e) 1 000 $^{\circ}\text{C}$ -6 h; (f) 1 050 $^{\circ}\text{C}$ -6 h

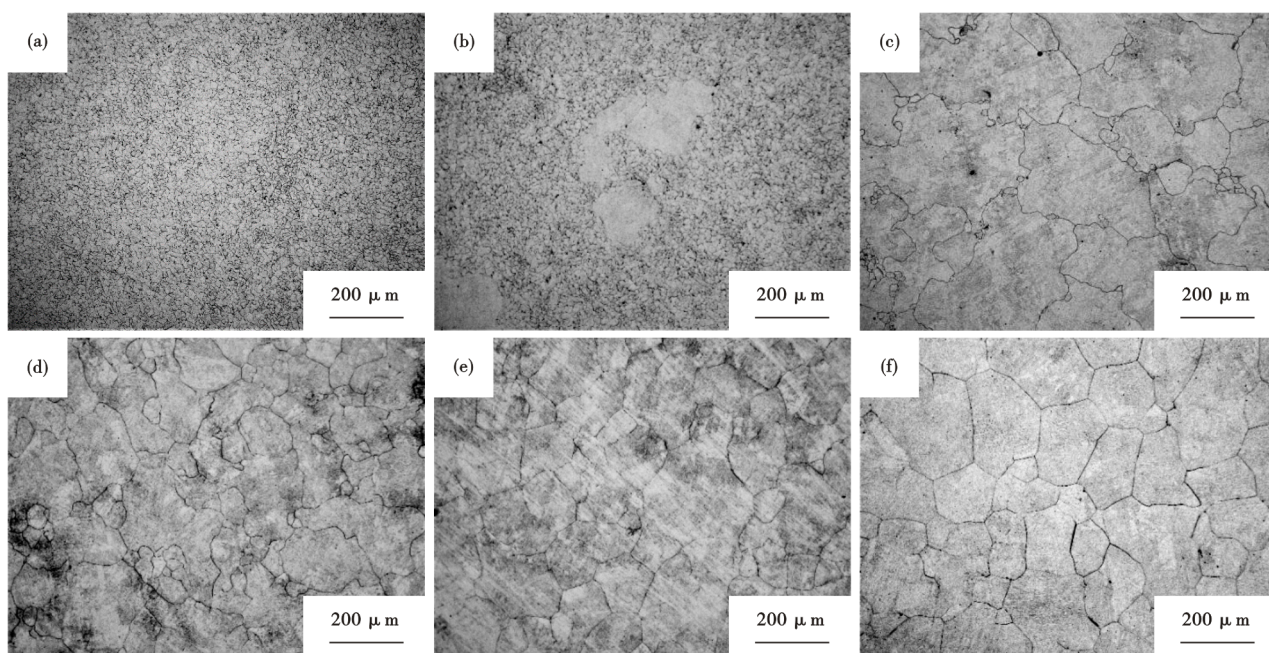


图9 固溶态的试样在高温下($\geq 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$)渗碳0.5 h的奥氏体晶粒形貌:(a)1050 $^{\circ}\text{C}$;(b)1080 $^{\circ}\text{C}$;(c)1100 $^{\circ}\text{C}$;(d)1130 $^{\circ}\text{C}$;(e)1180 $^{\circ}\text{C}$;(f)1210 $^{\circ}\text{C}$

Fig. 9 Austenite grain morphologies of the solution-treated samples after carburization at high temperatures ($\geq 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$) for 0.5 h: (a) 1050 $^{\circ}\text{C}$; (b) 1080 $^{\circ}\text{C}$; (c) 1100 $^{\circ}\text{C}$; (d) 1130 $^{\circ}\text{C}$; (e) 1180 $^{\circ}\text{C}$; (f) 1210 $^{\circ}\text{C}$

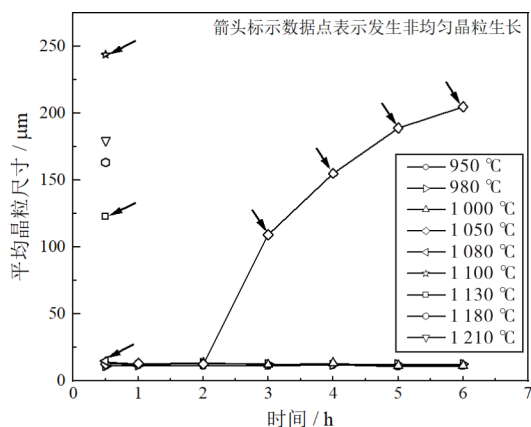


图10 渗碳温度及时间对固溶态的试样奥氏体晶粒平均尺寸的影响

Fig. 10 Effect of carburizing temperature and time on average austenite grain size of the solution-treated samples

下降,其析出量将小于热力学上的平衡析出量。综合考虑热力学与动力学因素,A1N相的析出数量与等温温度之间必然存在峰值变化关系^[24]。为了找出A1N相的峰值析出温度,将固溶后的试样再加热至500、550、600...1050 $^{\circ}\text{C}$ 保温1 h后水冷,然后将试样在1050 $^{\circ}\text{C}$ 渗碳2 h以检验奥氏体晶粒尺寸,其奥氏体晶粒形貌如图11所示。由图11可知,只有在650 $^{\circ}\text{C}$ 和700 $^{\circ}\text{C}$ 等温处理的试样经过渗碳后奥氏体晶粒未发生异常生长,晶粒细小均匀,平均尺寸

分别为13.2 μm 和14.7 μm ,表明在650~700 $^{\circ}\text{C}$ 附近A1N相有一个析出峰。

为进一步确定A1N的最佳析出温度,将固溶处理后在650 $^{\circ}\text{C}$ 和700 $^{\circ}\text{C}$ 等温处理的试样在1050 $^{\circ}\text{C}$ 渗碳更长的时间,其奥氏体晶粒平均尺寸随渗碳时间的变化如图12所示。发现经过700 $^{\circ}\text{C}$ 等温处理的试样在1050 $^{\circ}\text{C}$ 渗碳8 h以内时,其奥氏体晶粒平均尺寸不随渗碳时间的延长而改变,为14~15 μm ,晶粒度级别在9.3~9.4级。经过650 $^{\circ}\text{C}$ 等温处理的试样在1050 $^{\circ}\text{C}$ 渗碳4 h以内,奥氏体晶粒不发生长大,晶粒平均尺寸为13~14 μm ;在6 h时产生尺寸大于100 μm 的局部异常大晶粒,其面积占比为1.5%,晶粒平均尺寸为22.6 μm ;在8 h时奥氏体晶粒完全混晶,大晶粒面积占比超过90%,晶粒平均尺寸达282.0 μm 。综上所述,令本实验钢中的第二相A1N在700 $^{\circ}\text{C}$ 充分析出,在渗碳时具有最强的抑制奥氏体晶粒生长的作用。

2.4 A1N对奥氏体晶粒尺寸的影响

将前文所述的三种不同A1N析出状态的试样在950~1050 $^{\circ}\text{C}$ 渗碳时发生非均匀晶粒生长的开始时间列于表2,可以看出,试样在渗碳前A1N部分析出、完全固溶以及在700 $^{\circ}\text{C}$ 等温充分析出三种状态下,A1N抑制奥氏体晶粒长大的能力依次增强。

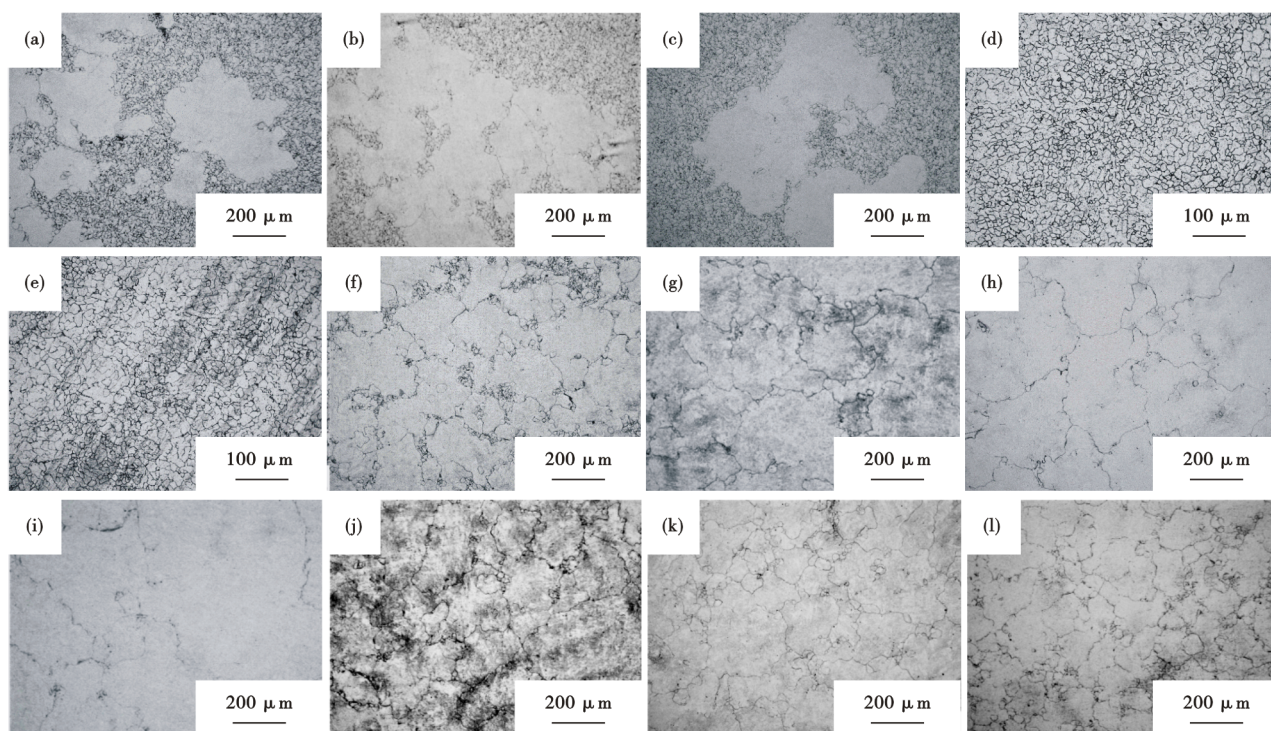


图 11 试样固溶处理后再加热至不同温度等温 1 h 水冷, 然后在 1 050 °C 渗碳 2 h 的奥氏体晶粒形貌: (a) 500 °C; (b) 550 °C; (c) 600 °C; (d) 650 °C; (e) 700 °C; (f) 750 °C; (g) 800 °C; (h) 850 °C; (i) 900 °C; (j) 950 °C; (k) 1 000 °C; (l) 1 050 °C

Fig. 11 Austenite grain morphologies of the samples after solution-treated and heated at different temperatures for 1 h and then carburized at 1 050 °C for 2 h: (a) 500 °C; (b) 550 °C; (c) 600 °C; (d) 650 °C; (e) 700 °C; (f) 750 °C; (g) 800 °C; (h) 850 °C; (i) 900 °C; (j) 950 °C; (k) 1 000 °C; (l) 1 050 °C

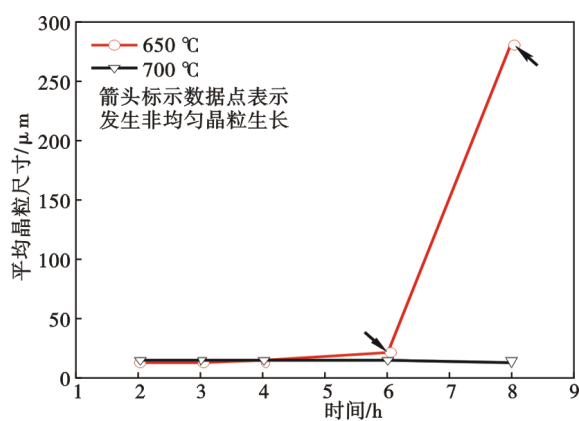


图 12 试样固溶后再加热至 650 °C 或 700 °C 等温 1 h 水冷, 然后在 1 050 °C 渗碳不同时间的奥氏体晶粒平均尺寸

Fig. 12 The average austenite grain size of the samples after solution-treated and heated at 650 °C or 700 °C for 1 h water cooling, and then carburized at 1 050 °C for different times

选择固溶处理后高温渗碳的典型试样来研究第二相 AlN 析出动力学对奥氏体晶粒尺寸的影响。图 13-图 14 分别为经过固溶+1 050 °C-0.5 h 渗碳(渗碳后晶粒细小均匀)和固溶+1 050 °C-2.5 h 渗碳(渗碳后产生异常大晶粒, 其面积占比为 20%)的试样

在透射电子显微镜下观察到的析出相。析出粒子的衍射斑标定、EDS 点扫描及面扫描分析均表明图 13(a)、(b)及图 14(a)、(b)、(c)、(d)中的黑色粒子为 AlN 粒子, 晶体结构均为六方结构。对比图 13-14 可看出, 经过固溶+1 050 °C-0.5 h 渗碳的试样中析出了大量细小 AlN 粒子, 其形貌呈近球型或多边形, 尺寸多小于 30 nm 且分布较均匀。大量尺寸细小的 AlN 粒子能牢牢钉扎住奥氏体晶界, 从而阻止晶粒长大, 因此实验后得到均匀细小的奥氏体晶粒。而经过固溶+1 050 °C-2.5 h 渗碳的试样中析出的 AlN 粒子数量相对较少, 其形貌有近球型、多边形、矩形, 在其他视场中还发现有呈长棒状和正方形的 AlN 粒子; 部分 AlN 粒子尺寸较大, 达到 200 nm, 且在大尺寸 AlN 粒子周围或分布有少量小尺寸 AlN 粒子, 或无 AlN 粒子存在。大尺寸 AlN 粒子所在晶界处发生解钉扎, 奥氏体晶粒快速长大, 而存在小尺寸 AlN 粒子的区域, 其奥氏体晶界仍能被有效钉扎, 晶粒不发生长大, 因此在渗碳 2.5 h 时出现了局部异常大晶粒。

不同渗碳条件下试样中 AlN 析出相的尺寸分布图如图 15 所示, 可以看出, 固溶+1 050 °C-0.5 h 渗碳

表 2 不同状态的试样渗碳时发生非均匀晶粒生长的开始时间

Table 2 Start time of non-uniform grain growth during carburization of the samples in different states

| 渗碳温度/ $^{\circ}\text{C}$ | 950 | 980 | 1 000 | 1 050 |
|-------------------------------|----------|----------|----------|---------------|
| 热轧空冷态 | 0.5 h-混晶 | 0.5 h-混晶 | 0.5 h-混晶 | 0.5 h-混晶 |
| 固溶态 | >6h | >6h | >6h | 2.5 h-局部异常大晶粒 |
| 固溶+700 $^{\circ}\text{C}$ 退火态 | - | - | - | >8h |

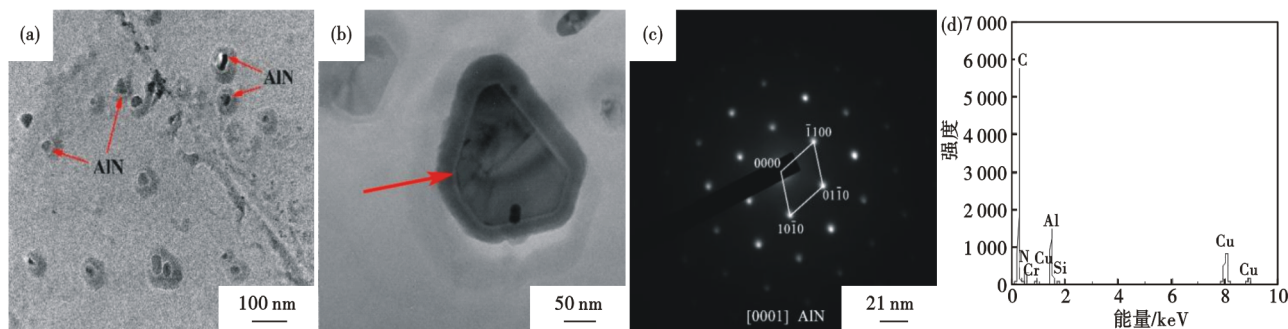


图 13 固溶+1 050 $^{\circ}\text{C}$ -0.5 h 渗碳试样的 TEM 照片(碳复型): (a)、(b) AlN 粒子的形貌; (c)、(d) 为 (b) 中 AlN 粒子的衍射斑及 EDS 点扫描能谱

Fig. 13 TEM micrographs (carbon replica) of the sample treated by solution-treated+1 050 $^{\circ}\text{C}$ -0.5 h carburization: (a), (b) morphology micrographs of AlN; (b), (d) SAED pattern and EDS point scanning energy spectrum of AlN particles in (b)

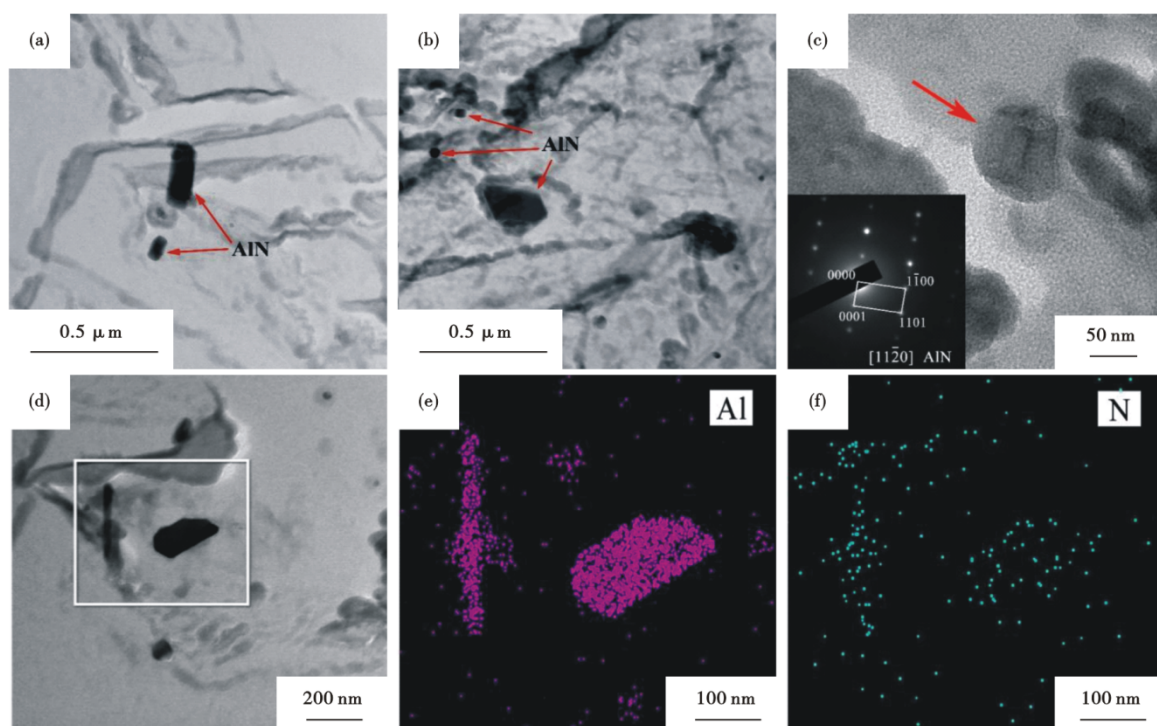


图 14 固溶+1 050 $^{\circ}\text{C}$ -2.5 h 渗碳试样的 TEM 照片(碳复型): (a)、(b) AlN 粒子的形貌; (c) AlN 粒子放大形貌及衍射斑; (d)、(e)、(f) EDS 面扫描图像

Fig. 14 TEM micrographs (carbon replica) of the sample treated by solution-treated+1 050 $^{\circ}\text{C}$ -2.5 h carburization: (a), (b) morphology micrographs of AlN; (c) The magnified morphology and SAED pattern of AlN; (d), (e), (f) EDS surface scanning images

的试样中 AlN 析出相尺寸均小于 80 nm, 平均尺寸为 27.8 nm, 尺寸在 30 nm 以下的 AlN 粒子占比 66.4%。当渗碳时间延长至 2.5 h 时, 出现了 14.3%

的尺寸大于 100 nm 的大尺寸 AlN 粒子, AlN 粒子平均尺寸明显增大, 为 64.2 nm, 尺寸在 30 nm 以下的 AlN 粒子占比减小到 32.8%。图 15 表明随着渗碳时

间的延长,AIN 粒子发生了 Ostwald 熟化^[25],即小尺寸 AIN 粒子发生溶解,并向未溶解的大尺寸 AIN 粒子上扩散使其长大。小尺寸 AIN 粒子的溶解使部分奥氏体晶粒解钉扎,同时当部分 AIN 粒子尺寸长大到超过临界钉扎尺寸 r^* 时,也将失去晶界钉扎作用,失去钉扎的这部分晶粒就会优先生长,最终产生混晶。并且部分晶粒的优先生长会使晶粒不均匀性因子 Z ($Z=R/R_0$), R_0 为平均晶粒尺寸, R 为最大晶粒尺寸)增大,进而使 r^* 减小 ($r^* = \frac{6R_c f}{\pi} \left(\frac{3}{2} - \frac{2}{Z} \right)^{-1}$, f 为第二相的体积百分数),进一步加剧混晶。由临界晶粒尺寸 R_c 与第二相粒子之间的关系式 $R_c = 4r/3f$ 可知, R_c 与第二相粒子半径 r 成正比,与第二相粒子体积分数 f 成反比,因此渗碳 2.5 h 的试样奥氏体平均晶粒尺寸远大于渗碳 0.5 h 的试样。

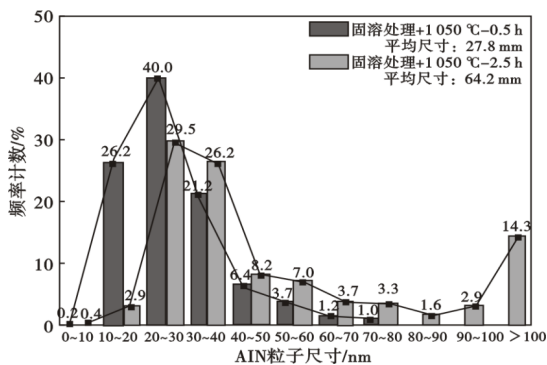


图 15 固溶后在 1050 °C 渗碳不同时间的试样中 AIN 析出相的尺寸分布

Fig. 15 The size distribution of AlN precipitates in the samples after solution-treated and carburized at 1050 °C for different times

固溶态和固溶+700 °C 退火态的试样经 1050 °C 渗碳 0.5 h 后的 AIN 析出相尺寸分布图如图 16 所示,可以看出,渗碳后二者 AIN 析出相的平均尺寸近似相等,分别为 27.8 nm 和 27.2 nm,但在尺寸分布方面,在粒子尺寸小于 20 nm 的区间组中,后者的 AIN 粒子占比均远高于前者,在粒子尺寸大于 20 nm 的区间组中,后者的 AIN 粒子占比均低于前者。因此在进行相同渗碳处理时,固溶+700 °C 退火态的试样中 AIN 粒子的熟化程度要小于固溶态的试样,即解释了在渗碳前处于 AIN 充分析出状态的试样要比 AIN 完全固溶的试样具有更强的抑制奥氏体晶粒非均匀生长的能力。

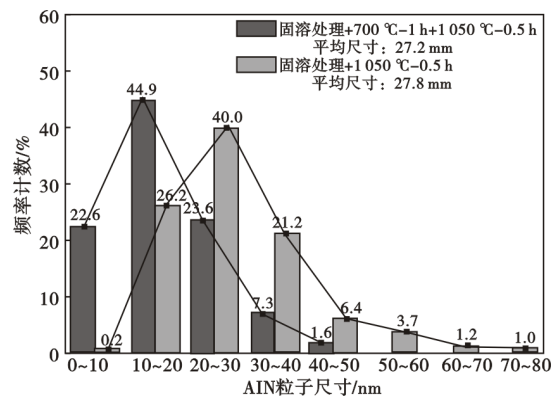


图 16 不同前处理状态的试样在 1050 °C 渗碳 0.5 h 后的 AIN 析出相的尺寸分布

Fig. 16 The size distribution of AlN precipitates in the samples with different pretreatment states after carburizing at 1050 °C for 0.5 h

3 结论

(1) 热轧空冷态的 SCr420H 钢在 950~1050 °C 渗碳 0.5 h 均出现混晶,奥氏体平均晶粒度级别低于 5 级。

(2) 对于经过 1210 °C-2 h 固溶水淬处理的 SCr420H 钢而言,在 6 h 渗碳时间内,1050 °C 是一个可用来区分奥氏体晶粒生长模式的临界温度。在 950~1000 °C 渗碳 0.5~6 h 时,试样奥氏体晶粒不随渗碳时间的延长而长大,晶粒细小均匀,晶粒度级别在 9.5~10 级;在 1050 °C 渗碳时,能满足渗碳 0.5~2 h 奥氏体晶粒不长大,晶粒度级别在 9.5~10 级,此后在 2 h 和 3 h 之间的某一时刻一些奥氏体晶粒开始发生剧烈生长,产生混晶。

(3) 对于渗碳前 AIN 处于完全固溶态的试样而言,在低温 (≤ 1000 °C) 下渗碳时,奥氏体晶粒是否发生异常生长主要由渗碳时间决定,而在高温 (≥ 1050 °C) 下则主要由温度决定,其本质原因都是受钢中第二相 AIN 的溶解度和熟化速率控制。固溶后在 1050 °C 渗碳 0.5 h 的试样中 AIN 析出相尺寸均小于 80 nm,平均尺寸为 27.8 nm,渗碳 2.5 h 的试样中出现了 14.3% 的尺寸大于 100 nm 的 AIN 粒子,AIN 粒子平均尺寸为 64.2 nm。

(4) SCr420H 钢在渗碳前 AIN 部分析出、完全固溶以及在 700 °C 等温充分析出三种状态下,AIN 抑制奥氏体晶粒长大的能力依次增强。对 SCr420H 钢采用固溶水淬后在 700 °C 等温 1 h 水冷处理,可使其在 1050 °C 渗碳 8 h 而不发生非均匀晶粒生长,奥氏体晶粒平均尺寸为 14.0 μm ,晶粒度级别为 9.4 级。

实验结果可为抑制奥氏体晶粒发生非均匀生长而

进行必要的热处理及工艺参数的选择提供指导。

参考文献

- [1] 殷天颖, 王福明. SCr420H 齿轮钢中 AlN 的析出行为[J]. 金属热处理, 2019, 44(7): 78-83.
- [2] 刘华松, 董延楠, 郑宏光, 等. Nb 微合金化对齿轮钢高温渗碳奥氏体晶粒度的影响[J]. 钢铁研究学报, 2021, 33(8): 828-838.
- [3] McKimpon M G, Liu T, Maniruzzaman M. Novel steels for high temperature carburizing [R]. Technical Report, Caterpillar Inc, 2012: 20-24.
- [4] Schüler V, Huchtemann B, Wulfmeier E. Hochtemperaturaufkohlung von Einsatzstählen[J]. HTM Journal of Heat Treatment and Materials, 1990, 45(1): 57-65.
- [5] Wang F, Davis C, Strangwood M. Grain growth behaviour on reheating Al-Nb-containing steel in the homogenised condition [J]. Materials Science and Technology, 2018, 34(5): 587-595.
- [6] Liu Z Y, Bao Y P, Wang M, et al. Austenite grain growth of medium-carbon alloy steel with aluminum additions during heating process[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2019, 26(3): 282-290.
- [7] Matlock D K, Alogab K A, Richards M D, et al. Surface processing to improve the fatigue resistance of advanced bar steels for automotive applications [J]. Materials Research, 2007, 8(4): 453-459.
- [8] 杨延辉, 王毛球, 陈敬超, 等. 高温渗碳齿轮钢的研究进展[J]. 特殊钢, 2013, 34(1): 22-24.
- [9] 紅林豊, 中村貞行. 冷間鍛造用ボロン肌焼鋼(スーパーALFA鋼)[J]. 電気製鋼, 2000, 71(1): 65-72.
- [10] 今浪祐太, 岩本隆, 西村公宏. 部品製造工程を革新する冷間鍛造用肌焼鋼 JECF® の開発[J]. まてりあ, 2019, 58(2): 108-110.
- [11] Kubota M, Ochi T. Development of anti-coarsening extra-fine steel for carburizing[J]. Shinnittetsu Giho, 2003: 72-76.
- [12] 神谷尚秀, 田中優樹, 石倉亮平. 浸炭時の異常粒成長におよばず AlN 粒子径の影響[J]. 電気製鋼, 2018, 89(1): 3-11.
- [13] Alogab K A, Matlock D K, Speer J G, et al. The influence of niobium microalloying on austenite grain coarsening behavior of Ti-modified SAE 8620 steel[J]. ISIJ International, 2007, 47(2): 307-316.
- [14] Seo E J, Speer J G, Matlock D K, et al. Effect of Mo in combination with Nb on austenite grain size control in vacuum carburizing steels [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2020, 29(6): 3575-3584.
- [15] 陈 强, 陈林芳, 杨明华. 18CrNiMo7-6 钢的可控气氛高温渗碳工艺[J]. 金属热处理, 2022, 47(4): 231-239.
- [16] 汪杨鑫, 赵秀明, 毛向阳, 等. SCr420H 钢奥氏体晶粒长大动力学[J]. 钢铁, 2018, 53(7): 80-84.
- [17] 张国强, 何肖飞, 尉文超, 等. 高温渗碳齿轮钢的晶粒粗化行为[J]. 钢铁, 2019, 54(5): 68-77.
- [18] An X X, Tian Y, Wang H, et al. Effect of preheat treatment on microstructure and properties of a gear steel for high-temperature carburizing [J]. Steel research international, 2020, 91(10): 1-10.
- [19] Enloe C M, Findley K O, Speer J G. Austenite grain growth and precipitate evolution in a carburizing steel with combined niobium and molybdenum additions[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2015, 46(11): 5308-5328.
- [20] 赵海东, 刘佳兴, 张朝磊, 等. 矿用高强度链环钢 23Mn-NiMoCr54 奥氏体晶粒长大行为的研究[J]. 特殊钢, 2021, 42(2): 10-13.
- [21] 王 飞, 王 瑞, 李建新, 等. Nb 对 Cr-Co-Ni-Mo 系超高强度齿轮钢组织和力学性能的影响[J]. 特殊钢, 2018, 39(3): 59-61.
- [22] 胡德林, 刘智恩, 华文君, 等. 合金结构钢中 AlN 相的存在状态与奥氏体本质晶粒度的关系[J]. 特殊钢, 1982, 3(6): 24-32.
- [23] Zhou T H, Zurob H S. Abnormal and post-abnormal austenite grain growth kinetics in Nb-Ti microalloyed steels [J]. Canadian Metallurgical Quarterly, 2011, 50(4): 389-395.
- [24] 柳洋波, 崔京玉, 佟 倩, 等. 钕对 20CrMnTi 钢渗碳过程中晶粒粗化行为的影响[J]. 材料热处理学报, 2015, 36(1): 124-131.
- [25] 孙曼丽, 江 波, 陈 刚, 等. AlN 改善车轮钢韧性的可行性分析[J]. 钢铁研究学报, 2014, 26(8): 53-56.