



热处理工艺对水电站用钢 SXQ500/550DZ35 奥氏体晶粒的影响

唐郑磊^{1,2}, 王福明¹, 于乔木¹, 郭 然¹, 许少普², 张 阳¹

(1 北京科技大学冶金与生态工程学院, 北京 100083; 2 南阳汉冶特钢有限公司, 南阳 474500)

摘 要:通过系列加热温度、保温时间试验、析出相的检测,对水电站用钢 SXQ500/550DZ35 奥氏体晶粒的长大进行研究,确定完全奥氏体化的推荐温度为 900~950 °C,推荐保温时间在 20~60 min,目的在于通过细化晶粒钢保证其低温冲击韧性,并为后期热处理工艺的完善提供相关依据。

关键词:SXQ500/550DZ35 钢; 奥氏体晶粒; 析出相; 水电站用钢

DOI:10. 20057/j. 1003-8620. 2022-00205

Effect of Heat Treatment Process on Austenitic Grains of Steel SXQ500/550DZ35 for Hydropower Stations

Tang Zhenglei^{1,2}, Wang Fuming¹, Yu Qiaomu¹, Guo Ran¹, Xu Shaopu², Zhang Yang¹

(1 Metallurgical and Ecological Engineering School, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083;
2 NanYang HanYe Special Iron and Steel Co., Ltd., NanYang 474500)

Abstract: Through a series of heating temperature, holding time tests and detection of precipitated phases, the austenite grain growth of SXQ500/550DZ35 steel for hydropower station is studied. It is determined that recommended temperature for complete austenitization is 900~950 °C, and the recommended holding time is 20~60 min. The purpose is to ensure its low temperature impact toughness by refining grain steel, and to provide relevant basis for the improvement of later heat treatment process.

Key Words: SXQ500/550DZ35 Steel; Austenite Grain; Precipitated Phase; Steel for Hydropower Station

奥氏体晶粒的大小会对冷却转变产物的组织与性能产生显著影响,经加热后获得细小奥氏体晶粒在淬火快冷时能减少淬裂倾向,同时还能提高钢的强度和韧性,因此,研究奥氏体晶粒的长大趋势,具有重要的实际意义^[1-2]。实际生产中水电站座环及导叶用钢 SXQ500/550DZ35 钢采用淬火(Quenching)+两相区淬火(Lamellarizing)+回火(Tempering)(QLT)的热处理工艺。而钢中加入的微量元素、奥氏体化的温度和保温时间均会对奥氏体晶粒尺寸产生显著影响^[3]。因此,为有效控制 SXQ500/550DZ35 的晶粒尺寸,本文通过系列加热温度、保温时间试验、析出相的检测,对试验钢奥氏体晶粒长大的规律进行研究,确定完全奥氏体化的适宜温度及保温时间,目的在于通过细化晶粒钢保证其低温冲击韧性,并为后期热处理工艺的完善提供相关依据。

1 实验材料及方法

实验原理:测定晶粒度是为了显示晶粒的某些特征,需要对材料试样进行相应的处理工作。本实验采用直接淬硬法,用侵蚀剂将试样在恒温水浴的条件下,侵蚀出试样的奥氏体晶界,并用光学显微镜拍摄奥氏体晶粒形貌的图像,辅以 Image J 图像分析软件测定奥氏体的晶粒尺寸,获得晶粒的平均尺寸。

实验方法:通过膨胀法计算得该钢的奥氏体化温度 $A_{c1}=744$ °C, $A_{c3}=847$ °C,为了研究奥氏体化温度对试验钢晶粒尺寸和分布的影响,将试验钢(化学成分见表 1)加工成 10 mm×10 mm×10 mm 的试样,在马弗炉中加热至不同的奥氏体化温度,其分别为 850、900、950、1 000、1 050、1 100 °C,保温 20 min 后水淬,然后将淬火后的试验钢在 250 °C 的条件下保温 120 min,并空冷至室温。同时,为研究奥氏体化

表1 试验用钢化学成分(质量分数)
Table 2 Chemical composition of tested steel

C	Si	Mn	P	S	V	Ti	Als
0.11	0.12	1.18	0.009	0.001	0.042	0.004	0.019
Cr	Mo	Nb	Ni	Cu	B	N	As
0.506	0.386	0.035	1.380	0.020	0.000 3	0.005 8	0.017

保温时间对试验钢晶粒尺寸和分布的影响,将试验钢在1 000 °C分别保温30、60、90、120、150 min后水淬。然后,将淬火后的试验钢在250 °C保温15 min,并空冷至室温。将冷却后的试验钢用XQ-1金相试样镶嵌机制成金相试样,经打磨、抛光后,将试样放于80 °C恒温水浴的侵蚀剂中进行侵蚀。其中,侵蚀液由过饱和苦味酸、适量海鸥牌洗头膏和两滴盐酸配置而成。另外,为了能清楚的辨别晶界且不发生侵蚀过度的现象,侵蚀过程中,每隔5 s需将试样取出,加水抛光,去除在试样表面残留的侵蚀剂^[4]。

按中国长江三峡集团公司企业标准QJ/CTG 25-2015《大型水轮发电机组特厚钢板技术条件》,具体化学成分要求见表2。

实验根据GB/T 6394-2017标准对每个试样,随机选取五个视场的图片,利用直线截点法,在每张晶粒图片上画出五条直线组成测量网格,选择适当的放大倍数,以保证至少能获得约50个截点,从而根据测量网格所截得的截点数确定晶粒的尺寸。实验所用的测量网格示意图如图1所示。

通过统计得到试样晶粒尺寸的平均值,并利用公式^[5]得到相应的ASTM晶粒度级别。

$$G = -3.2877 - 6.6439 \lg \bar{d} \quad (1)$$

式中: \bar{d} - 晶粒平均尺寸,mm。

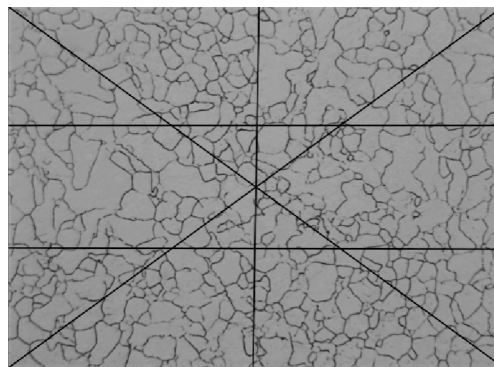


图1 实验用测量网格示意图

Fig. 1 Schematic diagram of measurement grid for experiment

2 实验结果与讨论

2.1 加热温度对奥氏体晶粒尺寸的影响

加热温度对奥氏体晶粒尺寸影响的热处理工艺曲线如图2所示。用直线截点法统计850、900、950、1 000、1 050、1 100 °C六种不同奥氏体化温度试样的晶粒尺寸,并均用200倍的视场统计。利用Image J图像分析软件测得200倍图像网格总长度为3 380 μm,视场下各试样截点统计情况见表3。

为保证利用直线截点法测量结果的可靠性,需要进行相应置信区间和相对误差计算,本文中采用t分布统计方法处理测量数据,利用95%置信区间表

表2 SXQ500/550D系列化学成分要求(质量分数,Max)
Table 1 Chemical composition requirements of SXQ500/550D series(Max)

牌号	厚度/mm	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	Cu	V	B	Nb	Ti	CEV ①
SXQ500D	101~170														0.58
	>170~240	0.17	0.60	1.80	0.020	0.008	1.50	2.0	0.70	0.50	0.12	0.004	0.060	0.050	0.60
	>240~300														0.62
SXQ500D-Z35	101~170														0.58
	>170~240	0.17	0.60	1.80	0.015	0.004	2.0	1.50	0.70	0.50	0.12	0.004	0.060	0.050	0.60
	>240~300														0.62
SXQ550D	101~170														0.60
	>170~240	0.17	0.60	1.80	0.020	0.008	2.0	1.50	0.70	0.50	0.12	0.004	0.060	0.050	0.62
	>240~300														0.64
SXQ550D-Z35	101~170														0.60
	>170~240	0.17	0.60	1.80	0.015	0.004	2.0	1.50	0.70	0.50	0.12	0.004	0.060	0.050	0.62
	>240~300														0.64

注:CEV=C+Mn/6+(Cr+Mo+V)/5+(Ni+Cu)/15

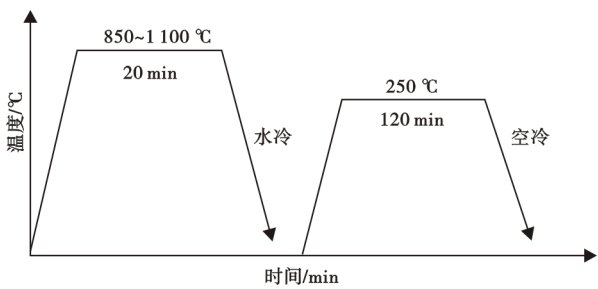


图2 加热温度对奥氏体晶粒尺寸影响的热处理工艺曲线
Fig. 2 Heat treatment process curve of effect of heating temperature on austenite grain size

表3 各试样的截点统计情况 /个

Table 3 Statistics of cut-off points of each sample

温度/°C	视场1	视场2	视场3	视场4	视场5	\bar{P}	晶粒直径 d/μm
850	248.5	251.0	270.5	266.5	266.5	260.6	13.0
900	253.0	252.0	262.5	269.0	241.5	255.6	13.2
950	241.0	219.5	234.0	227.0	218.5	228.0	14.8
1 000	213.0	186.0	209.0	205.0	200.0	202.6	16.7
1 050	129.0	159.5	140.0	174.0	124.0	145.3	47.4
1 100	107.0	151.0	118.0	100.0	111.0	117.4	58.7

示测量结果有 95% 的几率落在指定的置信区间内, 相对误差 %RA ≤ 10, 测量结果有效^[5-6]。

截点计数的标准差 S 按 GB/T6394-2017 标准中, 平均晶粒度级别 G 的计算, 其相应的 95% 置信区间(95%CI), 测量结果的相对误差 %RA, 得到表 4 所示的结果, 其中 %RA 均 < 10, 计算结果有效。

表4 不同温度下奥氏体晶粒尺寸与级别

Table 4 Austenite grain size and grade at different temperatures

温度/°C	d/μm	S	G	95%CI	%RA	G±95%CI
850	13.0	10.08	9.2	0.31	3.37	9.24±0.31
900	13.2	9.44	9.2	0.21	2.28	9.20±0.21
950	14.8	8.58	8.8	0.17	1.91	8.87±0.17
1 000	16.7	9.35	8.5	0.19	2.23	8.52±0.19
1 050	47.4	18.83	5.5	0.47	8.53	5.51±0.47
1 100	58.7	17.78	4.8	0.50	10.22	4.89±0.50

由表 4 可知, 在保温时间一定的条件下, 当加热温度由 850 °C 升高至 1 100 °C 时, 试验钢的原奥氏体晶粒平均尺寸逐渐增大, 晶粒度级别由 9.2 降至 4.8。

按照热处理工艺曲线得到试验钢的奥氏体晶粒图片如图 3 所示。奥氏体晶粒的尺寸随加热温度的变化曲线如图 4 所示。结合图 3 与图 4 分析, 试验钢奥氏体晶粒的长大大体可分为三个阶段: 在 850 ~ 1 000 °C 的温度范围内, 随着温度升高, 晶粒尺寸变化较小, 平均尺寸在 10~20 μm 之间, 此为奥氏体晶粒的缓慢长大阶段; 当加热温度升至 1 050 °C 左右时, 奥氏体晶粒出现异常长大, 晶粒的平均尺寸剧烈增加, 晶粒大小极不均匀, 细小的晶粒尺寸在 10 μm 左右, 而粗大的晶粒尺寸可达 50 μm 以上, 因此, 将此阶段称为奥氏体晶粒的异常长大阶段; 当温度由 1 050 °C 上升至 1 100 °C 时, 奥氏体晶粒继续长大, 平均尺寸达到 58.7 μm, 但晶粒的大小趋于均匀, 称之

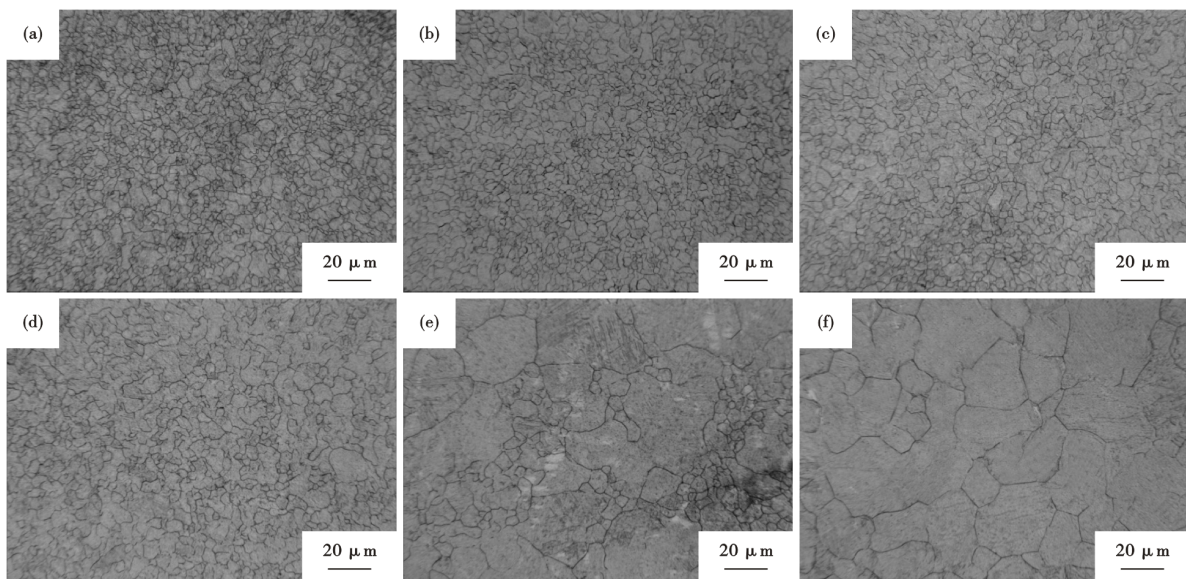


图3 不同加热温度奥氏体晶粒: (a)850 °C, (b)900 °C, (c)950 °C, (d)1 000 °C, (e)1 050 °C, (f)1 100 °C
Fig. 3 Austenite grains at different heating temperatures: (a)850 °C, (b)900 °C, (c)950 °C, (d)1 000 °C, (e)1 050 °C, (f)1 100 °C

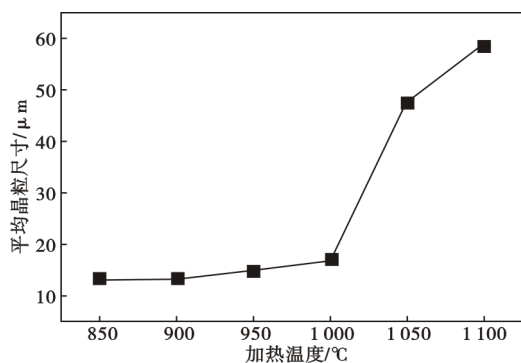


图4 不同加热温度试验钢原奥氏体晶粒长大曲线

Fig. 4 Grain growth curve of original austenite of test steel at different heating temperatures

为奥氏体晶粒的快速长大阶段。通过分析可知,试验钢的奥氏体晶粒粗化温度为1000℃。

在加热温度低于1000℃时,Nb微合金元素形成的碳氮化物小颗粒作为第二相粒子,弥散的分布在晶界和晶内,对于奥氏体晶界具有钉扎作用,阻碍奥氏体晶界的迁移,能有效阻止奥氏体晶粒的长大,使得奥氏体晶粒增长缓慢。而1050℃时出现的混晶现象是由于随着加热温度的升高,Nb微合金元素的固溶量增加(如图5所示,Thermo-Calc析出相计算所得),使得细小的碳氮化物逐渐减少,进而对奥氏体晶界的钉扎作用减弱,部分晶粒通过互相吞并的方式长大,即发生了晶粒的异常长大,而未溶的第二相粒子则继续钉扎奥氏体晶界,从而出现混晶现象。当加热温度高于1050℃时,Nb的碳氮化物进一步减少,其对奥氏体晶界的钉扎作用大幅减弱,钢中晶界处原子更易跨越界面迁移扩散,晶粒开始快速长大。

通过电镜实验,在加热温度为1000℃试样的晶界处观察到Nb的碳化物,证实1000℃的奥氏体

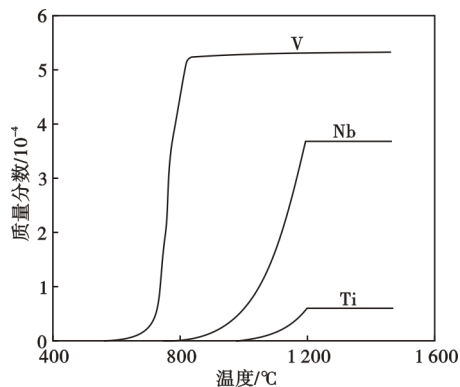


图5 Nb、V、Ti在奥氏体中的固溶规律

Fig. 5 Solid solution rule of Nb, V and Ti in austenite

化温度条件下,存在稳定的第二相粒子钉扎在奥氏体晶界。

2.2 保温时间对奥氏体晶粒尺寸的影响

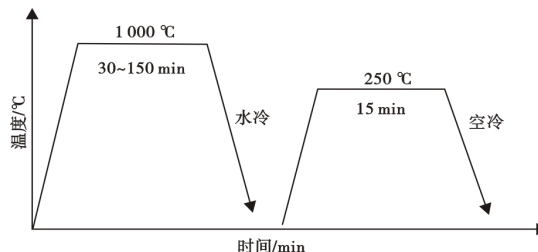


图6 保温时间对奥氏体晶粒尺寸影响的热处理工艺曲线

Fig. 6 Heat treatment process curve of effect of holding time on austenite grain size

保温时间对奥氏体晶粒尺寸影响的热处理工艺曲线如图6所示。用直线截点法统计试样加热到1000℃,30、60、90、120、150 min五种不同奥氏体保温时间的晶粒尺寸,均用200倍的视场统计。利用Image J图像分析软件测得200倍图像网格总长度为3380μm,统计所得不同奥氏体保温时间下晶粒的尺寸见表5。奥氏体晶粒的尺寸随保温时间变化的曲线如图7所示。

表5 不同保温时间下奥氏体晶粒的尺寸

Table 5 Austenite grain size under different holding time

保温时间/min	30	60	90	120	150
晶粒尺寸 d/μm	24.2	25.3	28.9	43.5	46.4
晶粒度级别 G	7.5	7.3	6.9	5.8	5.6

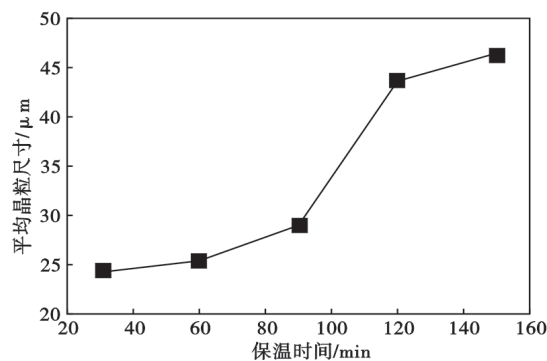


图7 不同保温时间试验钢原奥氏体晶粒长大曲线

Fig. 7 Grain growth curve of original austenite in test steel with different holding time

由表5和图7可知,在加热温度一定的条件下,当保温时间由30 min延长至150 min时,试验钢的原奥氏体晶粒平均尺寸逐渐增大:在加热时间小于

90 min时,随着加热时间的延长,奥氏体晶粒长大速度相对较缓,晶粒尺寸由 24.2 μm 增加至 28.9 μm,晶粒度级别由 7.5 降至 6.9;当加热时间大于 90 min 后,奥氏体晶粒的尺寸迅速增大,晶粒尺寸由 28.9 μm 增加至 46.4 μm,晶粒度级别由 6.9 降至 5.6。当保温时间小于 90 min 时,晶粒尺寸相对来说比较均匀,当保温时间大于 90 min 时,出现了粗大的晶粒,但许多细小的晶粒依然存在,即产生了混晶的现象^[7-8]。这是由于,虽然奥氏体中的第二相粒子对晶界有一定的钉扎作用,但其并非完全均匀地分布在奥氏体基体上,当保温时间逐渐延长时,晶粒以互相吞并的方式长大,部分晶粒的晶界上由于没有第二相粒子或者第二相粒子分布较少,晶界会优先于其他晶界移动,从而发生了晶粒的异常长大,即晶粒粗化现象。所以,由实验可知,保温时间对于奥氏体晶粒的尺寸也有较大影响,在 SXQ500/550DZ35 钢的加热过程中,保温时间不宜过长,应低于 90 min,从

而保证晶粒尺寸的相对均匀^[9-11]。

3 结论

研究了奥氏体化温度(850、900、950、1 000、1 050、1 100 °C)和保温时间(30、60、90、120、150 min)对 SXQ500/550DZ35 钢的晶粒尺寸的影响,可以得到的结论有:

(1)奥氏体化加热温度及保温时间均对奥氏体晶粒的长大有着较大的影响,随着奥氏体化温度的升高及保温时间的延长,试验钢的晶粒尺寸逐渐变大。奥氏体晶粒粗化的温度为 1 000 °C;加热温度 1 000~1 050 °C 时,出现混晶现象;当温度在 1 050~1 100 °C 时,晶粒迅速长大并趋于均匀化。

(2)为了保证合金元素的充分固溶同时奥氏体晶粒又不至于过分粗大,热处理完全奥氏体化加热温度不宜超过 1 000 °C,在 900~950 °C 区域为宜,保温时间不宜超过 60 min。

参考文献

[1] 宋维锡. 金属学[M]. 北京:冶金工业出版社,2008.
 [2] 彭建,杨春楣. 加热工艺对微合金钢 Ti、Nb 固溶及奥氏体晶粒长大的影响[J]. 金属成形工艺,2003,21(6):51-53.
 [3] 苏德达. 奥氏体晶粒长大与晶界迁移[J]. 金属制品,2004,30(5):51-54.
 [4] 刘永长. 材料成形物理基础[M]. 北京:机械工业出版社,2011:160.
 [5] 余永宁,刘国权. 体视学—组织定量分析的原理和应用[M]. 北京:冶金工业出版社,1989.
 [6] 徐元东. 形变过程中 0Cr18Ni9 不锈钢的宏观力学特性与损伤研究[D]. 杭州:浙江大学,2010.
 [7] 江浩,金永红,江玉萍. S550Q/S500Q 高强钢焊接性浅析[J]. 东方电机,2011,5:60-62.
 [8] 李文斌,原思宇,王勇,等. 淬火工艺对 S500Q 特厚钢板低温韧性的影响[C]. 第九届中国钢铁年会论文集,2013:1-4.
 [9] 赵海东,刘佳兴,张朝磊,等. 矿用高强度链环钢 23MnNiMoCr54 奥氏体晶粒长大行为的研究[J]. 特殊钢,2021,42(2):10-13.
 [10] 唐郑磊,许少普,陆岳璋,等. 水电站座环用 S500Q-Z35 钢 245 mm 特厚板的热处理工艺[J]. 特殊钢,2015,36(3):34-37.
 [11] 赵燕青,孙力,梁爱国,等. 淬火温度对 780 MPa 级 Ti-Nb-B 微合金化水电用钢组织和力学性能的影响[J]. 特殊钢,2019,40(3):46-48.

欢迎订阅 2023 年《特殊钢》期刊

全国各地邮局均可订阅(可破订)

邮发代号:38-183

定价:25.00 元/期、150.00 元/年

邮编:435001

地址:湖北省黄石市黄石大道 316 号、大冶特殊钢有限公司《特殊钢》杂志社

电话:0714-6297386 0510-80673212