



## 热成型及热处理对小型压力储罐用 9Ni 钢板 力学性能的影响

张 军, 沈 燕, 于 雄

(江阴兴澄特种钢铁有限公司研究院, 江阴 214400)

**摘 要:**以 9Ni 钢板为分析对象,在实验室模拟 9Ni 钢板在封头制造过程中的不同热处理工艺,分别对热成型态、热成型态+QT 态、热成型态+NNT 态及与之对应的焊后消应力态试板性能进行了研究。结果表明,20 mm 厚 9Ni 钢试板经过了 930 °C 高温热成型后,母材组织被完全破坏,其逆变奥氏体基本消失,屈服强度下降 100 MPa, -196 °C 冲击吸收能量最高仅 10 J, 必须重新热处理以恢复力学性能。热成型后的试板利用 NNT 工艺进行力学性能恢复,与 QT 工艺恢复性能相比, -196 °C 冲击吸收能量、室温屈服强度、室温抗拉强度均明显偏低,其原因在于 NNT 工艺试板所含逆变奥氏体含量明显低于 QT 工艺试板。因此,经 QT 工艺恢复的力学性能良好、稳定。试板经过 2.5%~7.5% 的伸长冷变形后,当时效处理温度达 250 °C 时, 20、-196 °C 冲击吸收能量平均时效敏感系数为 0.62%~10%, 母材的时效敏感性低;当时效处理温度达 540 °C 时,平均时效敏感系数为 13.93%~30.63%, 母材的时效敏感性虽略有升高,冲击吸收能量出现了小幅度降低,但均大于 180 J, 母材冲击吸收能量富余量仍较大。

**关键词:**9Ni 钢板; 热成型; 焊后; 消应力; 逆变奥氏体; 冲击吸收能量

**DOI:**10.20057/j.1003-8620.2024-00167 **中图分类号:**TG142.1+4

## The Influence of Hot Forming and Heat Treatment on the Mechanical Properties of 9Ni Steel Plate for Small Pressure Storage Tanks

Zhang Jun, Shen Yan, Yu Xiong

(The Research Institute of Jiangyin Xingcheng Special Steel Works Co., Ltd., Jiangyin 214400, China)

**Abstract:** Taking 9Ni steel plate as the object of analysis, the different heat treatment processes of 9Ni steel plate in the head manufacturing process were simulated in the laboratory, and the properties of the test plate in hot-formed state, hot-formed state+QT state, hot-formed state+NNT state and the corresponding post-welded stress relieving state were investigated respectively. The results show that: 20 mm thick 9Ni steel test plate after 930 °C high-temperature hot forming, the base material structure was completely destroyed, its reverse austenite basically disappeared, the yield strength decreased by 100 MPa, and the maximum impact energy absorbed at -196 °C was only 10 J, it must be re-heat treated to restore the mechanical properties. After hot forming, the mechanical properties of the test plate were restored using the NNT process. Compared with the QT recovery process, the -196 °C impact absorption energy, room temperature yield strength, and room temperature tensile strength were significantly lower. The reason for this was that the NNT process test plate contained significantly lower content of inverted austenite than the QT process test plate. Therefore, the mechanical properties restored by QT process were good and stable. After the elongation cold deformation of 2.5%~7.5%, when the aging treatment temperature reached 250 °C, the average aging sensitivity coefficient of 20 °C and -196 °C shock absorption energy was 0.62% to 10%, and the aging sensitivity of the base material was low; When the aging treatment temperature reached 540 °C, the average aging sensitivity coefficient was 13.93% to 30.63%. Although the aging sensitivity of the base material slightly increased, the impact absorption energy showed a small decrease, but all were greater than 180 J. The surplus of impact absorption energy of the base material was still relatively large.

**Key Words:** 9Ni Steel Plate; Hot Forming; Post-welded; Stress Relief; Reverse Austenite; Impact Energy Absorption

9Ni 钢板作为液化天然气(Liquified natural gas, LNG)储罐用结构材料已经被广泛接受,其主要原因是极佳的可焊性、良好的低温韧性与较高的强度匹配<sup>[1-2]</sup>。随着能源及化工工业的发展,9Ni 钢板已经从大型 LNG 储罐专用钢板扩展到低温化工设备,如

小型超低温埋地罐等。

9Ni 钢板用作小型压力储罐时,其封头的使用状态与大型 LNG 储罐不完全一致。封头通常需要进行热成型或冷成型,热成型后进行恢复性能热处理,然后进行焊后消应力热处理,母材经不同成型、

焊后、消应力处理后,力学性能的稳定恢复是行业的最大难点;而大型LNG储罐则无需进行热成型等处理。目前,绝大多数学者集中于研究钢板生产过程中的热处理工艺对9Ni钢板力学性能影响<sup>[3-5]</sup>;但基于9Ni钢板后续使用过程中热处理工艺对9Ni钢板力学性能的影响研究还少见于文献报道。基于以上实际需求,本课题通过研究9Ni钢板经模拟封头热成型、NNT(正火+正火+回火,以下简称NNT)/QT(淬火+回火,以下简称QT)热处理、消应力不同工艺处理后力学性能的变化,探索热处理工艺对9Ni钢力学性能的影响,为生产制造提供指导依据。

## 1 试验材料及方法

试验用20 mm厚钢板,采用热膨胀法测定试验材料的Ac<sub>1</sub>温度和Ac<sub>3</sub>温度,试验所用9Ni钢板Ac<sub>1</sub>温度为604℃,Ac<sub>3</sub>为766℃。熔炼成分见表1;母材QT热处理交货,回火温度不低于560℃;母材性能见表

2;钢板取样及性能检验要求见表3。

试板尺寸为500 mm×300 mm,试板模拟热处理工艺见表4,其中,A工艺为模拟封头热成型;B工艺和D工艺分别采用NNT和QT热处理恢复力学性能;C工艺和E工艺则是在B、D工艺基础上对试板进行消应力处理。试板消应力热处理的升温、保温和冷却过程按照GB12337—2014《钢制球形储罐》的规定,400℃以上升温、降温速度为GB150—2011《压力容器》的规定,均控制在50℃/h以内。热处理示意曲线如图1所示。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 9Ni钢中逆变奥氏体的形成机理

9Ni钢中Mn、Ni等元素都是强烈扩大Fe-C相图中奥氏体区域的元素,通过高温淬火热处理,得到板条状的马氏体组织,板条状马氏体组织中碳含量分布不均匀,在富碳区域形成过饱和马氏体;在550~600℃回火过程中,部分碳浓度高的、不稳定的

表1 9Ni钢熔炼成分(质量分数)

Table 1 Chemical melting composition of the 9Ni steel

%

C	Si	Mn	P	S	Ni	Al	Nb
≤0.05	≤0.25	0.60~0.80	0.003~0.005	0.0005~0.005	8.60~9.40	≤0.025	0.010~0.030

表2 20 mm厚9Ni钢板性能

Table 2 Mechanical property of 20 mm thick 9Ni steel plate

项目	屈服强度 ReL/MPa	抗拉强度 Rm/MPa	断后伸长率/%	-196℃冲击吸收能量/J	弯曲试验	逆变奥氏体含量/%	晶粒度/级
标准	≥585	690~820	≥18	三个值平均值≥100,只允许其中一个最低值75	D=3a,180°,无裂纹	无要求	无要求
试验钢	685	726	23	222,234,230	D=3a,180°,无裂纹	8.3	8.5

表3 20 mm厚9Ni钢板取样及性能检验要求

Table 3 Requirements for sampling and performance testing of 20 mm thick 9Ni steel plate

试验项目	试验标准	试样数量	试样位置	试样状态
室温性能	GB/T228.1—2010	5组	全厚度,横向	A、B、C、D、E工艺状态各1组
夏比(V形缺口)冲击(-196℃)	GB/T229—2007	11套,每套3件	厚度1/2处,横向	A、B、C、D、E工艺状态各1套 250℃时效+2.5%/5.0%/7.5%应变各1套 540℃时效+2.5%/5.0%/7.5%应变各1套

表4 20 mm厚9Ni试板模拟热处理工艺

Table 4 Heat treatment process of 20 mm thick 9Ni test plate

工艺	模拟热处理参数
A	(930±20)℃×(40±5) min,空冷
B	(930±20)℃×(40±5) min,空冷+(900±20)℃×(40±5) min,空冷+(800±20)℃×(40±5) min,空冷+(580±20)℃×(60±10) min,空冷
C	(930±20)℃×(40±5) min,空冷+(900±20)℃×(40±5) min,空冷+(800±20)℃×(40±5) min,空冷+(580±20)℃×(60±10) min,空冷+(540±20)℃×2 h,空冷
D	(930±20)℃×(40±5) min,空冷+(800±20)℃×40±5 min,水冷+(580±20)℃×(60±10) min,空冷
E	(930±20)℃×(40±5) min,空冷+(800±20)℃×(40±5) min,水冷+(580±20)℃×(60±10) min,空冷+(540±20)℃×2 h,空冷

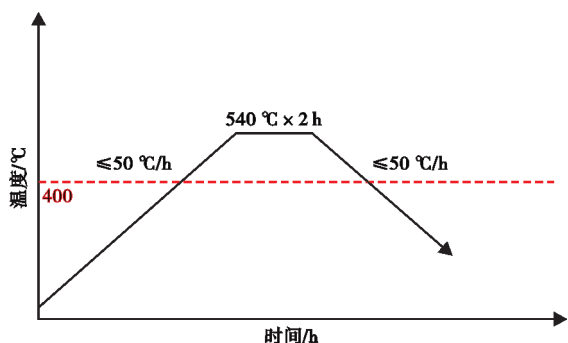


图 1 20 mm 厚 9Ni 钢板消应力处理工艺

Fig. 1 Stress relief process of 20 mm thick 9Ni steel plate

原生马氏体相在碳元素以及镍元素的作用下突破势能壁垒,逆变成奥氏体;逆变奥氏体因吸收了基体中的间隙原子和合金元素 Ni,在冷却到极低的温度下还保持稳定,显著的提高了材料的低温韧性<sup>[6-9]</sup>。

有学者<sup>[10]</sup>通过 TEM 对 9Ni 钢逆变奥氏体在钢中的作用进行了研究,结果表明,①裂纹扩展中遇到逆变奥氏体后受到阻碍,不能沿原来的路径扩展,而裂纹尖端附近的基体受到强烈变形而强化,当继续加载负荷时,较为薄弱的马氏体与奥氏体交界处首先断裂,使得裂纹偏离原来的扩展方向,而沿两相界面向前扩展;②亚稳态的逆变奥氏体在受到冲击或拉伸的变形过程中,通过吸收大量的能量而很快发生相变。可见,逆变奥氏体能有效改善 9Ni 钢板的韧性。

### 2.2 不同热处理对钢板逆变奥氏体含量的影响

利用日本理学 X 射线衍射仪(型号 SmartLab)测量 9Ni 钢中逆变奥氏体含量,取样位置位于钢板厚度 1/4 T 处,观测试样面与钢板轧制面平行;样品经过研磨、机械抛光后,在 3%HF+28% $H_2O_2$ +69% $H_2O$  的溶液中抛光 2 min, X 射线衍射在 D/MAX-RB 型旋转阳极 X 射线衍射仪上进行。

母材, A 工艺, B 工艺, C 工艺, D 工艺, E 工艺的

试板逆变奥氏体含量分别为 8.9%、0.6%、1.5%、1.3%、7.8%、7.5%。由此可见,经过 930 °C 高温热成型后,母材组织被完全破坏,其逆变奥氏体几乎完全消失,必须重新热处理以恢复性能。采用 NNT 或 QT 工艺恢复性能后,钢板都含有一定量的逆变奥氏体,但由于试验钢板较厚,达到了 20 mm,空冷的冷却速率远低于水冷的冷却速率, B 工艺的逆变奥氏体含量远低于 D 工艺的逆变奥氏体含量。

### 2.3 不同热处理对钢板力学性能的影响

9Ni 钢板试板经过 A、B、C、D、E 等五种不同的热处理工艺处理,其性能见表 5,母材及经过 A、B、D 三种热处理工艺处理的金相组织如图 2 所示。

表 5 20 mm 厚 9Ni 钢板不同的热处理工艺下的性能  
Table 5 Properties of 20 mm thick 9Ni steel plates under different heat treatment processes

工艺	屈服强度 ReL/MPa	抗拉强度 Rm/MPa	-196 °C 冲击吸收 能量/J	弯曲试验 (D=3a)
母材	685	726	220, 234, 240	合格
A	585	754	9, 9, 10	合格
B	532	670	52, 74, 39	合格
C	521	651	84, 62, 81	合格
D	665	700	209, 196, 212	合格
E	647	685	194, 195, 194	合格

从表 5 可以看出, A 工艺钢板试板经过 930 °C 高温热成型,且热成型温度显著高于钢板母材的淬火温度,试板的性能较母材发生了明显的变化。由于热成型温度远高于  $A_{c3}$  温度,晶粒长大趋势明显,如图 2 所示, A 工艺的晶粒明显粗大;与之对应的屈服强度降低、抗拉强度升高、低温韧性下降,其中低温韧性下降尤为明显。

B 工艺和 C 工艺采用 NNT 工艺恢复性能, 9Ni 钢的第一次正火为 900 °C 且空冷,保温时间 40 min,第二次正火在 800 °C 且空冷,保温时间 40 min。正火处理的目的是细化奥氏体晶粒,奥氏体晶粒越细

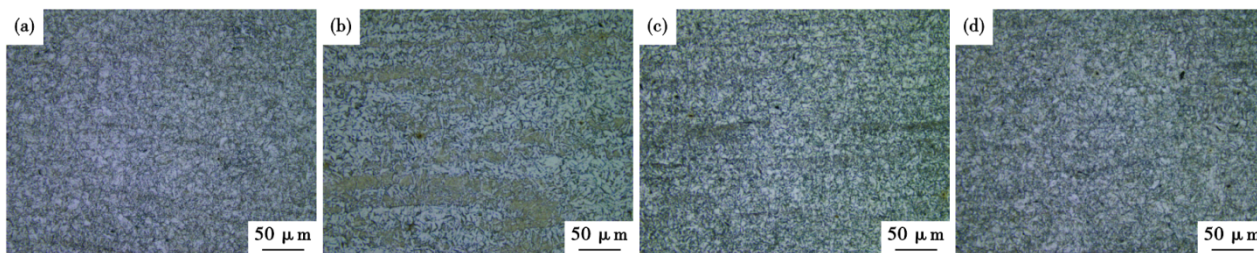


图 2 20 mm 厚 9Ni 钢板不同热处理工艺的金相组织: (a) 母材, (b) A 工艺, (c) B 工艺, (d) D 工艺

(a) Fig. 2 Metallographic structure with different heat treatment processes of 20 mm thick 9Ni: (a) base material, (b) process A, (c) process B, (d) process D

小,9Ni钢热处理后的强度越高,低温韧性也越高。但如果正火温度过高,或在高温下保持时间过长,会使钢的奥氏体晶粒长大,将显著降低钢的冲击韧度和提高脆性转变温度。因而,第一次正火温度要高于 $A_{c3}$ ,其目的是减轻钢板中心偏析,保证钢板组织均匀。第二次正火温度稍低,是为了在第一次正火的基础上促使其尽可能发生奥氏体相转变,且保证奥氏体细小均匀,但由于冷却速率不够,正火后的钢板基体还是存在一定量的铁素体,如图2所示;回火过程中,上述铁素体进一步长大粗化,导致-196℃冲击韧性大幅度降低。

D工艺和E工艺采用QT工艺恢复性能,因为在恢复性能前经过了930℃高温热成型,基体重新奥氏体化,且C、Mn、Ni原子扩散更加充分,分布更加均匀,导致后续淬火中形成的马氏体更加稳定,推测晶界化学成分浓度起伏较小,从而导致随后的回火过程中形成的逆变奥氏体含量减少,所以,相较于母材,D工艺和E工艺的钢板-196℃低温韧性有所降低。

从表5中B工艺和D工艺分析,NNT工艺恢复性能的试板,低温韧性明显差于QT工艺恢复性能的试板;C工艺和E工艺比较分析,经过了消应力热处理,钢板强度有所降低,其中,C工艺的降幅与E工艺的降幅相当,均在20 MPa以内。

对B工艺和C工艺的试板做系列温度冲击,如图3所示,随着温度的降低,冲击吸收能量明显的降低,但C工艺在温度-100℃以上,B工艺和C工艺两者冲击吸收能量差异不大;在LNG工作温度-163℃时,两者冲击吸收能量均在80 J以上;当温度低至-196℃,冲击吸收能量明显恶化,仅50 J左右;另外,C工艺试板冲击吸收能量优于B工艺试板,可能和C工艺试板经过消应力热处理后,组织中的马奥岛分解更彻底有关。

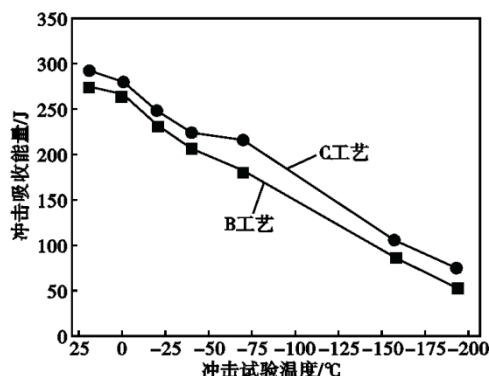


图3 20 mm厚9Ni钢板系列温度冲击吸收能量

Fig. 3 Impact absorption energy at different temperatures of 20 mm thick 9Ni steel plate

#### 2.4 应变时效敏感性的影响

部分压力容器设备需要对钢板进行冷加工成型,通常变形率不超过5%,钢板应变对低温韧性的影响亦是本课题研究内容。试验按照GB/T 4160—2004《钢的应变时效敏感性试验方法》进行,将母材钢板单面加工成12 mm厚的横向板状拉伸试样(试样尺寸为12 mm×30 mm×300 mm,试样轴线位于板厚1/4T处)后进行常温下拉伸变形,残余应变量为2.5%、5.0%和7.5%的伸长冷变形,分别进行250℃×1 h、540℃×2 h的时效处理,最后进行冲击试验。

试验结果表明,(1)试板经2.5%~7.5%冷变形后,当时效处理温度达250℃时,20、-196℃冲击吸收能量均大于220 J,冲击吸收能量平均时效敏感系数为0.62%~10%,说明母材在此工艺下的时效敏感性低;(2)试板经2.5%~7.5%冷变形后,当时效处理温度达540℃时,20、-196℃冲击吸收能量平均时效敏感系数为13.93%~30.63%,冲击吸收能量出现小幅度降低,但均大于180 J,说明母材在此工艺下的时效敏感性虽略有升高,但冲击吸收能量的富余量仍较大。

表6 20 mm厚9Ni钢板应变时效试验结果

Table 6 Strain aging test results of 20 mm thick 9Ni steel plate

热处理状态	应变率/%	冲击吸收能量(20℃)/J	时效敏感系数 C1/%	冲击吸收能量(-196℃)/J	时效敏感系数 C2/%
母材	0	324, 333, 310(平均323)	-	280, 279, 254(平均271)	-
变形+250℃时效	2.5	303, 315, 307(平均309)	4.33	271, 264, 280(平均272)	0.37
	5.0	315, 317, 330(平均321)	0.62	255, 270, 246(平均257)	5.17
	7.5	309, 312, 304(平均309)	4.33	223, 239, 271(平均245)	9.96
变形+540℃时效	2.5	256, 251, 247(平均252)	21.98	197, 197, 171(平均189)	30.63
	5.0	271, 284, 277(平均278)	13.93	195, 181, 194(平均190)	29.89
	7.5	250, 249, 263(平均254)	21.36	181, 195, 190(平均189)	30.26

### 3 结论

(1) 20 mm 厚 9Ni 钢试板经过 930 °C 高温热成型后, 母材组织被完全破坏, 其逆变奥氏体基本消失, 屈服强度下降 100 MPa, -196 °C 冲击吸收能量最高仅 10 J, 必须重新热处理以恢复其力学性能。

(2) 热成型后的试板利用 NNT 工艺进行力学性能恢复, 与 QT 工艺恢复性能相比, -196 °C 冲击吸收能量、屈服强度、抗拉强度均明显偏低, 其原因在于 NNT 工艺试板所含逆变奥氏体含量明显低于 QT 工

艺试板。因此, 经 QT 工艺恢复的力学性能良好、稳定。

(3) 母材的应变时效敏感性研究表明, 试板经过 2.5%~7.5% 的伸长冷变形后, 当时效处理温度达 250 °C 时, 20、-196 °C 冲击吸收能量平均时效敏感系数为 0.62%~10%, 母材的时效敏感性低; 当时效处理温度达 540 °C 时, 平均时效敏感系数为 13.93%~30.63%, 母材的时效敏感性虽略有升高, 冲击吸收能量出现了小幅度降低, 但均大于 180 J, 母材冲击吸收能量富余量仍较大。

#### 参考文献

- [1] 张 敏, 褚巧玲, 李继红. 9Ni 钢焊接接头低温性能研究[J]. 兵器材料科学与工程, 2013, 36(4): 10-13+14.
- [2] 孟根巴根, 马成勇, 彭 云, 等. 热输入对 9Ni 钢焊接接头组织及低温冲击性的影响[J]. 焊接学报, 2010, 31(6): 69-72.
- [3] 刘朝霞, 孙宪进, 刘 俊, 等. 热处理工艺及 Nb 微合金化对 9Ni 钢组织性能的影响[J]. 特殊钢, 2024, 45(3): 70-74.
- [4] 于 雄, 徐 伟, 刘 洋. 热处理工艺对 5 mm 9Ni 钢板性能的影响[J]. 特殊钢, 2021, 42(2): 72-74.
- [5] 张天舒, 黄治成, 迟云广, 等. 超低温压力容器用 9Ni 钢的冶炼生产实践[J]. 特殊钢, 2024, 45(1): 27-32.
- [6] 刘彦明, 石 凯, 周 勇, 等. 9Ni 钢的热处理及低温韧性[J]. 热加工工艺, 2007, 36(16): 77-79+83.
- [7] Yang Y H, Cai Q W, Tang D, et al. Precipitation and stability of reversed austenite in 9Ni steel[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials, 2010, 17(5): 587-595.
- [8] 何应玲, 何宜柱, 杨 磊. 热处理工艺对 9Ni 钢组织和低温韧性的影响[J]. 金属热处理, 2017, 42(2): 119-123.
- [9] 谢章龙, 刘振宇. 9Ni 钢组织演变、合金元素配分及增韧机理的研究[J]. 材料科学与工艺, 2013, 21(2): 6-13.
- [10] 杨跃辉. 9Ni 钢断裂过程中的裂纹扩展行为[J]. 金属热处理, 2015, 40(12): 177-180.