

D406A 钢高温氧化行为及其微观组织演变规律

杨昊¹, 杨靖云², 宁永权¹

(1. 西北工业大学 材料学院, 西安 710072;

2. 中国第二重型机械集团公司 德阳万航模锻有限责任公司, 四川 德阳 618013)

摘要: **目的** 改善 D406A 超高强度钢在锻造过程中氧化行为和组织粗化的问题。**方法** 研究不同温度和保温时间下 D406A 钢的尺寸变化、质量损失率和氧化速率, 通过金相显微镜观察其组织的变化。**结果** D406A 钢在 1110 °C 及以下温度加热时, 试样的尺寸与质量损失率与保温时间基本呈线性关系; D406A 钢的氧化速率在 60 min 内不断降低, 60 min 后随保温时间趋于平稳; 加热温度在 1110 °C 以下, 保温时间 60 min 以内时, 试样可以获得较为细小的奥氏体晶粒。**结论** 根据实验结果, 确定了 D406A 钢加热时氧化速率和保温时间的关系, 同时总结了其组织演变规律, 为实际生产过程提供了理论依据。

关键词: D406A 钢; 氧化; 组织演变; 魏氏组织

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2019.04.015

中图分类号: TG11 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-6457(2019)04-0113-09

Microstructure Evolution and Oxidation Behavior of D406A Ultrahigh-strength Steel during High Temperature Processing

YANG Hao¹, YANG Jing-yun², NING Yong-quan¹

(1. School of Materials, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China;

2. Deyang Wanhang Die Forging Co., Ltd., China National Erzhong Group Co., Deyang 618013, China)

ABSTRACT: The paper aims to improve the problem of oxidation and coarse microstructure of D406A in forging process. The experiment analyzed the dimension change rate, weight change rate and oxidation rate of D406A ultrahigh-strength steel at different temperatures and different holding times. And the experiment also observed the microstructure evolution with a metallographic microscope. The result showed that: When D406A steel was heated at 1110 °C and below, the dimensional change and mass change rate of the specimen and the holding time were basically linear. The oxidation rate of D406A steel was continuously reduced within 60 min, and it tended to be stable when the holding time was more than 60 min. When the heating temperature was below 1110 °C and the holding time was less than 60 min, the specimen could obtain fine austenite grains. According to the experimental results, the relationship between oxidation rate and holding time of D406A steel is established, and its microstructure evolution law is summarized, providing a theoretical basis for the actual production process.

KEY WORDS: D406A steel; oxidation; microstructure evolution; widmanstatten structure

现代航空航天技术的飞速发展对飞机关键部位的零部件极端服役性能提出了新的挑战, 同时航空制

造业对主要承力构件的综合性能也提出了更高的要求。超高强度钢就是为满足此种背景下的需要从结构

收稿日期: 2019-05-11

基金项目: 国家自然科学基金(51775440); 中央高校基础科研业务费(3102018ZY005)

作者简介: 杨昊(1995—), 男, 硕士研究生, 主要研究方向为高温合金塑性成形及组织调控。

通讯作者: 宁永权(1982—), 男, 香江学者, 博士生导师, 主要研究方向为高温合金、钛合金塑性成形理论及组织调控。

钢发展起来的钢种。超高强度钢室温抗拉强度 $\sigma_b \geq 1400$ MPa, 屈服强度 $\sigma_s \geq 1200$ MPa, 同时具有塑韧性良好、抗疲劳性能及断裂韧性优良、抗应力腐蚀、工艺性能良好等优点^[1-3]。目前超高强度钢广泛应用于航空航天和兵器等尖端领域, 如防弹钢板、飞机起落架、火箭发动机壳体等。30Si2MnCrMoVE (简称 D406A) 是我国自主研发的低合金超高强度钢, 具有良好的塑性、优异的冲击性能等力学性能^[4-5]。

锻造过程中由于锻造工艺制定不当容易造成锻件的质量问题, 其中加热停留时间过长或加热温度过高会造成过热、过烧、脱碳、氧化等问题。加热还会导致工件表面出现氧化皮, 氧化皮清理不干净将会导

致后续锻造过程中工件表面的氧化皮卷入内部, 破坏金属的流线, 降低工件的使用性能, 严重者会导致锻造过程中工件出现裂纹从而破坏整个锻件^[6-7]。为了在实际生产过程中降低由于加热工艺不当所造成的缺陷, 文中对 D406A 钢的加热规范开展了进一步研究以探究其加热过程中的变化规律, 为实际生产提供理论支撑。

1 实验方法

选用材料为退火态 D406A, 其名义化学成分如表 1 所示。

表 1 D406A 钢的化学成分 (质量分数)
Tab.1 Chemical composition of D406A steel (mass fraction)

C	Mn	Si	S,P	Ni	Cr	Mo	V	Cu
0.28	0.81	1.50	≤ 0.01	0.25	1.20	0.45	0.09~0.15	≤ 0.25

D406A 钢机械加工为 $\Phi 10$ mm $\times$ 15mm 尺寸的试样。将试样分为 6 组, 每组 8 个, 加热温度分别为 1050, 1080, 1110, 1140, 1170, 1200 °C。马弗炉加热至 800 °C 后, 放入其中一组试样保温 20 min, 随后在 60 min 内升温到实验温度并保温 10 min 后开始计时, 依次保温 10, 30, 60, 100, 150, 210, 280, 360 min 后进行水淬。

利用金相显微镜观察 D406A 钢试样在热处理前后的金相组织变化, 分析实验结果。

2 结果及分析

2.1 试样尺寸和质量变化规律

对淬火处理前和处理后试样的直径和高度进行测量, 测量 3 次后取平均值计算。各个温度下试样处理后的尺寸、质量损失率与保温时间的关系如图 1 所示。

观察图 1 不同温度 and 不同保温时间下试样的尺寸及质量变化的趋势可以发现, 在加热温度相同时, 随着保温时间的增加, 氧化所造成的质量损失和尺寸损失也在增加, 且高度方向的尺寸损失要小于直径方向的尺寸损失, 这可能是由于在加热炉加热过程中, 直径方向与加热炉内的空气接触面积较大, 所以氧化造成的损失也较多, 从而导致直径方向的尺寸损失也较大。同时发现试样的质量损失率变化趋势与尺寸损失率的变化趋势基本一致, 但加热温度在 1110 °C 及以下时, 试样质量损失率和尺寸损失率与保温时间基本呈线性关系。在热温度高于 1110 °C 时两者都开始出现波动, 且加热温度越高波动也越明显, 但两者的波动随着保温时间的增加开始趋于稳定, 这可能是由于随着保温时间的增加, 加热炉内的空气开始逐渐稀

薄减缓了氧化, 从而导致两者的波动较为平缓。而波动出现的原因可能是随着加热温度的增大, 氧化量越大, 氧化皮越难去除, 导致数据出现误差。

实验过程中还发现加热温度高于 1110 °C 时氧化皮变得难以去除, 同时会出现双层氧化皮。试样氧化皮难以去除的原因可能是因为随着加热温度的提高, 试样奥氏体化充分且均匀, 水冷淬火产生粗大奥氏体导致试样塑性降低, 氧化皮粘连不容易去除, 而双层氧化皮的出现则进一步增加了氧化皮的去除难度, 在实际生产时应该避免出现此类问题。总体来看加热温度一定时, 试样的质量损失率和尺寸损失率随着保温时间的增加而增加。

2.2 氧化速率分析

为了在生产实际中更为有效和直观地研究氧化率与热处理时间的关系, 通过式 (1) 计算试样热处理前后的氧化率。式 (1) 考虑了保温时间的影响因素, 得到各温度和保温时间下的氧化速率曲线如图 2 所示。

由图 2 可以看出, 试样的氧化速率在各加热温度下的变化趋势基本一致, 随着保温时间的增加, 氧化速率在逐渐降低, 在保温时间大于 60 min 后氧化速率基本保持不变, 在 60 min 前降低速度较快, 且加热温度越高氧化速率下降速度越快。加热温度越高, 氧化速率越高, 但随着时间的推移, 降低的速度逐渐减慢, 这是由于随着马弗炉内空气逐渐变得稀薄, 试样氧化效果就会减缓, 最后趋于平缓。

$$v = \frac{\Delta m}{t} \quad (1)$$

式中: v 为质量氧化速率; Δm 为质量损失; t 为保温时间。

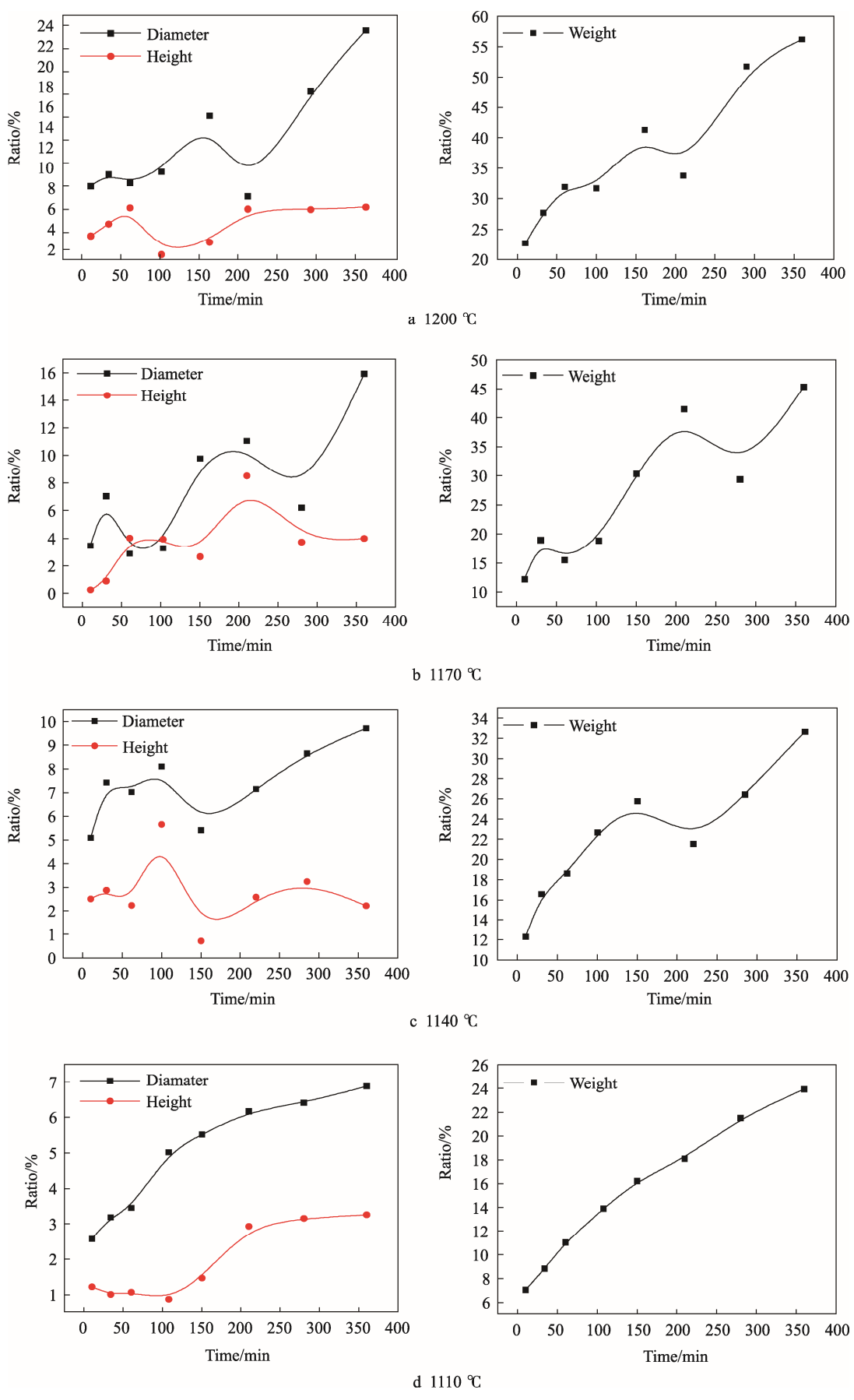
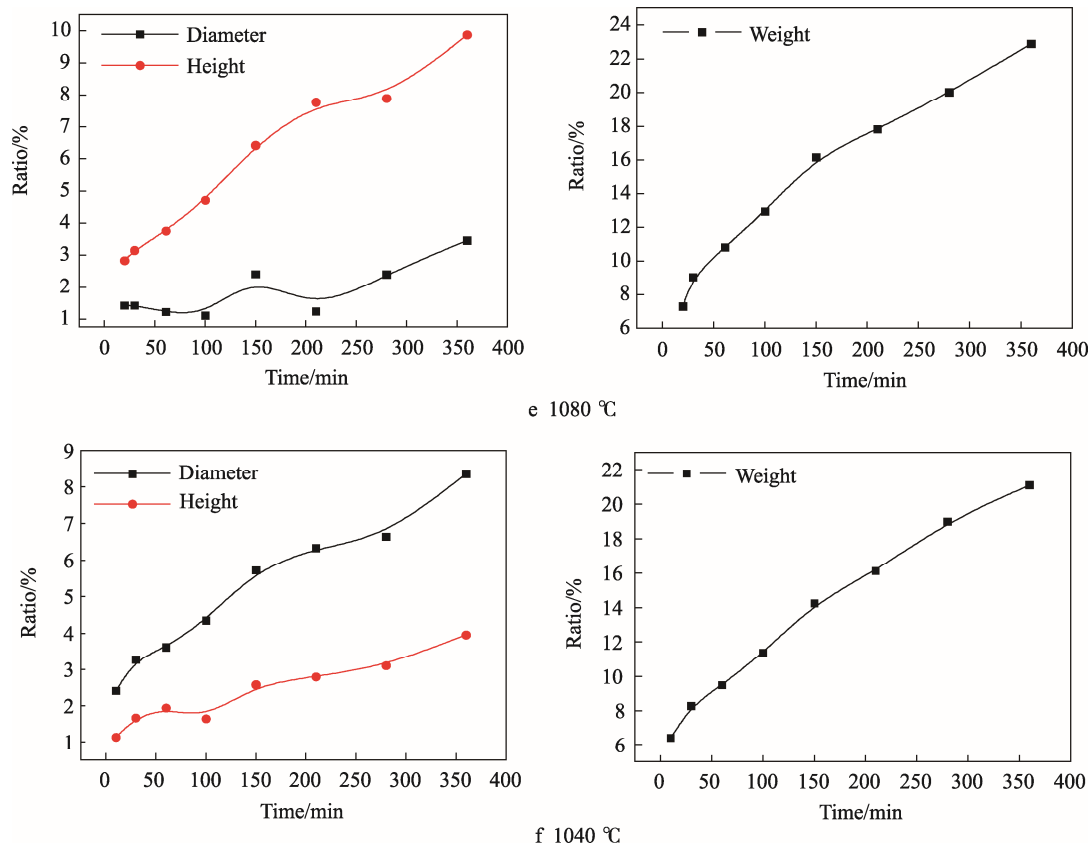


图 1 不同加热温度下试样尺寸及质量损失率与保温时间的关系
Fig.1 Relationship between specimen size and weight change rate and holding time at different temperatures



续图 1 不同加热温度下试样尺寸及质量损失率与保温时间的关系

Fig.1 Relationship between specimen size and weight change rate and holding time at different temperatures

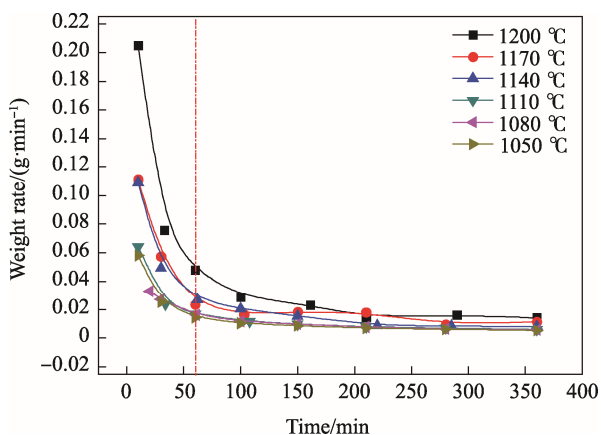


图 2 不同加热温度和保温时间下的氧化速率曲线

Fig.2 Oxidation rate curves at different temperatures and holding times

2.3 金相组织分析

合适的热处理工艺能够发挥材料的最大应用潜能,如图3所示为热处理前试样的组织。图4—图9是不同加热温度和保温时间下热处理后的金相组织。观察图4—图9组织可以发现,试样在淬火后都形成了板条状马氏体,但加热温度低于1110 °C的时候获得的晶粒更为细小。同时马氏体板条束的方向各不相

同,晶粒取向也不同,造成在一个平面内成像的方向不同。原始奥氏体晶粒内形成了位向不同的板条束,板条束内的板条马氏体晶界属于小角度晶界,同时马氏体内存在大量能够阻碍位错滑移的亚结构,可以有效阻止裂纹的扩展,形成应力集中,增大试样的断裂韧性^[8—13]。

奥氏体晶粒内马氏体的生成数量基本保持不变,但马氏体中的板条群会随着奥氏体晶粒的增大而增大。细小的晶粒有更多的晶界阻碍位错的运动,减轻裂纹的扩展,能够提高材料的强度和塑性^[7],粗大的晶粒则容易产生裂纹甚至造成断裂,因此加热温度的选择一般应以得到均匀细小的奥氏体晶粒为原则,以期得到最细小的马氏体组织。

对比观察不同保温时间、相同倍数下的光学电镜照片发现,奥氏体晶粒在100 min内在不断长大,之后奥氏体晶粒大小基本无变化。继续观察发现在保温时间达到360 min后,得到马氏体组织相比较于保温时间较短的试样组织更为均匀,是因为随着保温时间的增加,渗碳体得到充分的溶解,碳原子在马氏体内分布更为均匀。但为了获得更优异的力学性能,同时考虑到锻造过程中晶粒组织的遗传现象,应该控制加热规范,获得较为细小的晶粒。

亚共析钢在锻造加热时由于加热温度过高和保温时间过长容易在淬火速度较快时形成魏氏组织,导致工件的韧性降低,严重的魏氏组织无法在后续的工序中通过热处理消除,从而导致严重的质量问题,因此需要制定合理的加热规范,预防和减少魏氏组织出现的问题^[14—15]。对比图 4—图 9 发现,加热温度达到 1080 °C 时,组织中开始出现针片状的马氏体,随着加热温度的增加,针片状马氏体也在增加。当温度高于 1110 °C 时,10 min 左右就已经出现了针片状的马氏体,且出现的范围也更加明显,对后续的

工艺造成了一定影响,因此需要控制加热温度和保温时间。

加热温度过高会使奥氏体晶粒逐渐变得粗化,淬火后容易得到含有显微裂纹的粗片状马氏体,此外加热温度过高会产生淬火应力大、氧化脱碳严重等问题,增大了钢件变形和开裂的倾向。加热时间过长时工件表面会出现双层氧化皮,同时会造成晶粒粗大,对工件的性能造成一定的损失。实际生产中,应该合理制定热处理制度,从而提高工件的性能,延长工件的使用寿命。

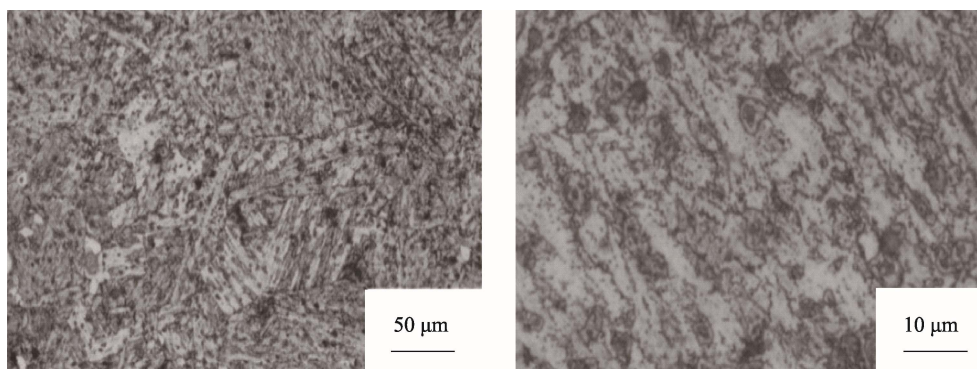


图 3 原始组织形貌
Fig.3 Original microstructure

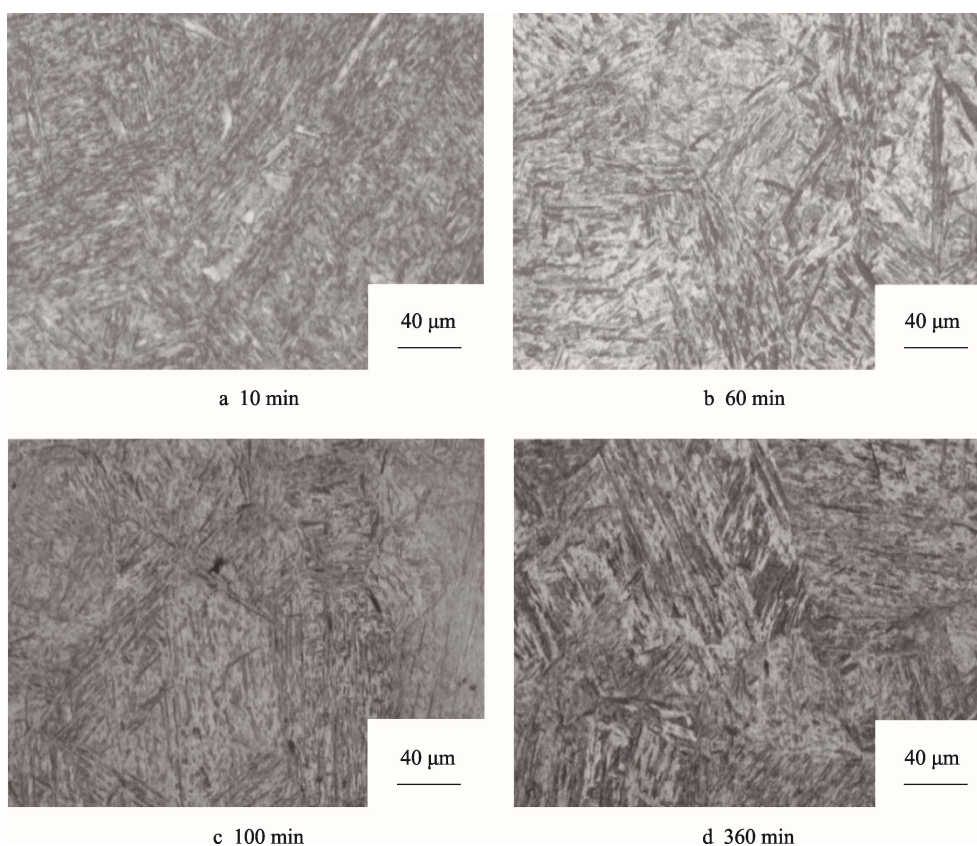


图 4 1050 °C 下不同保温时间组织形貌
Fig.4 Microstructure of different holding time at 1050 °C

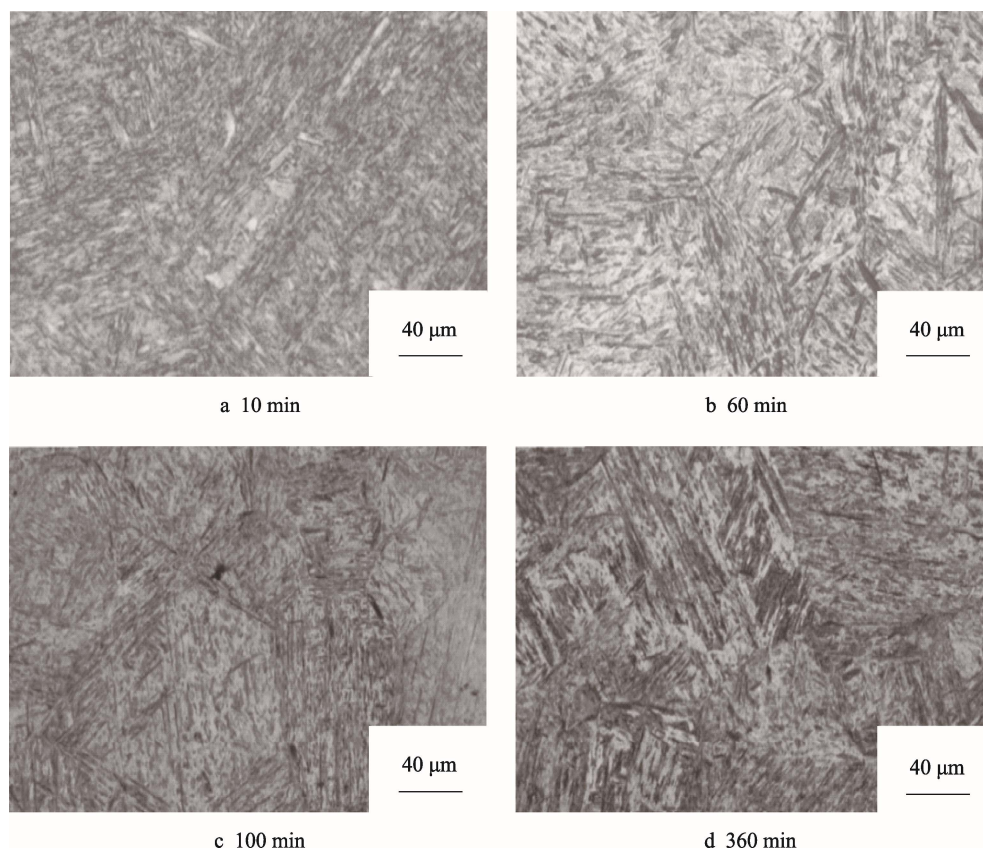


图 5 1080 °C加热温度下不同保温时间组织形貌
Fig.5 Microstructure of different holding time at 1080 °C

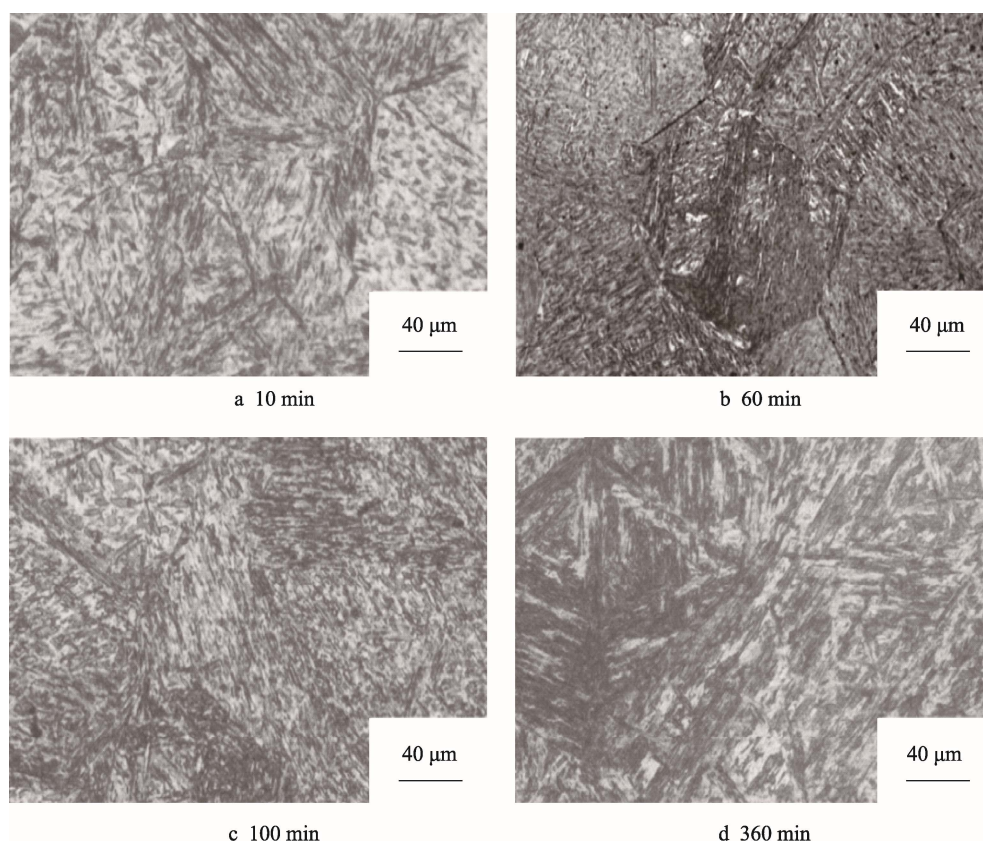


图 6 1110 °C加热温度下不同保温时间组织形貌
Fig.6 Microstructure of different holding time at 1110 °C

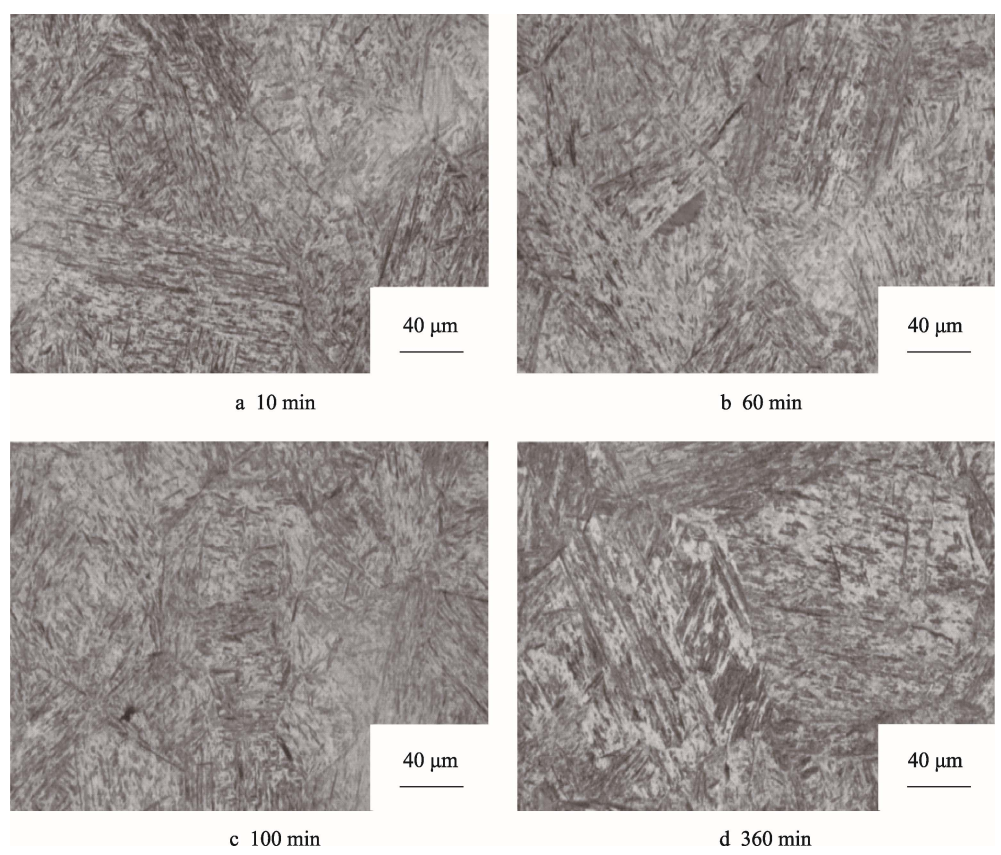


图 7 1140 °C加热温度下不同保温时间组织形貌
Fig.7 Microstructure of different holding time at 1140 °C

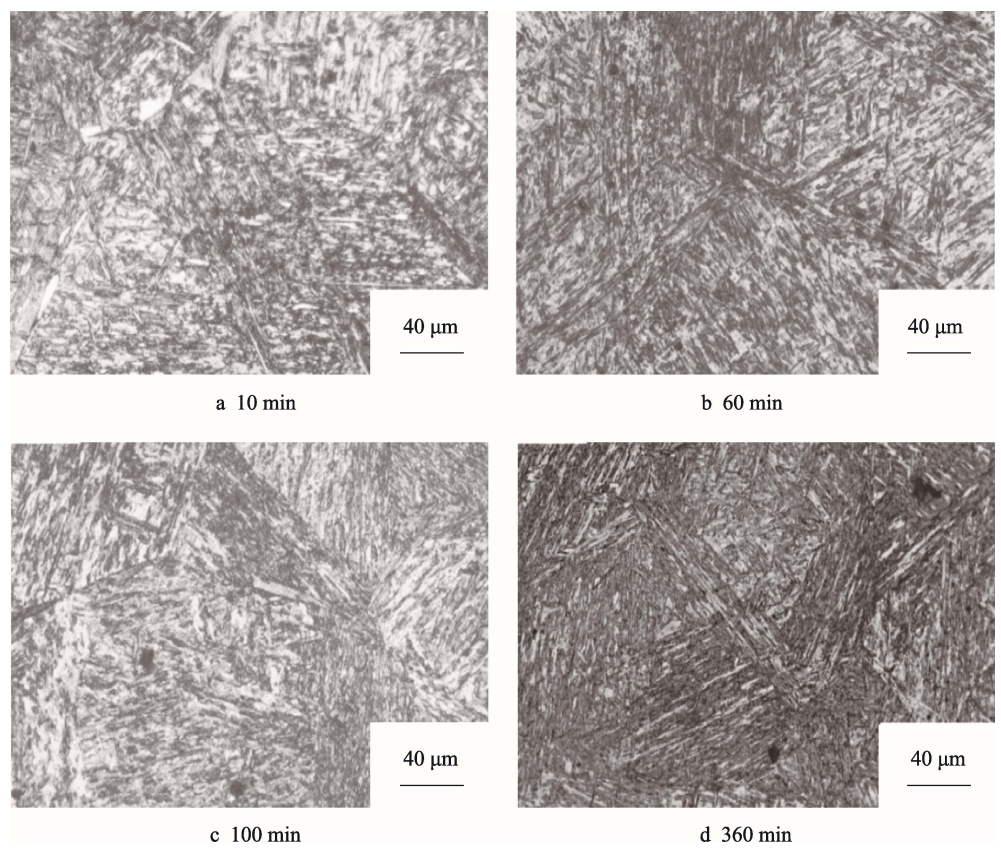


图 8 1170 °C加热温度下不同保温时间组织形貌
Fig.8 Microstructure of different holding time at 1170 °C

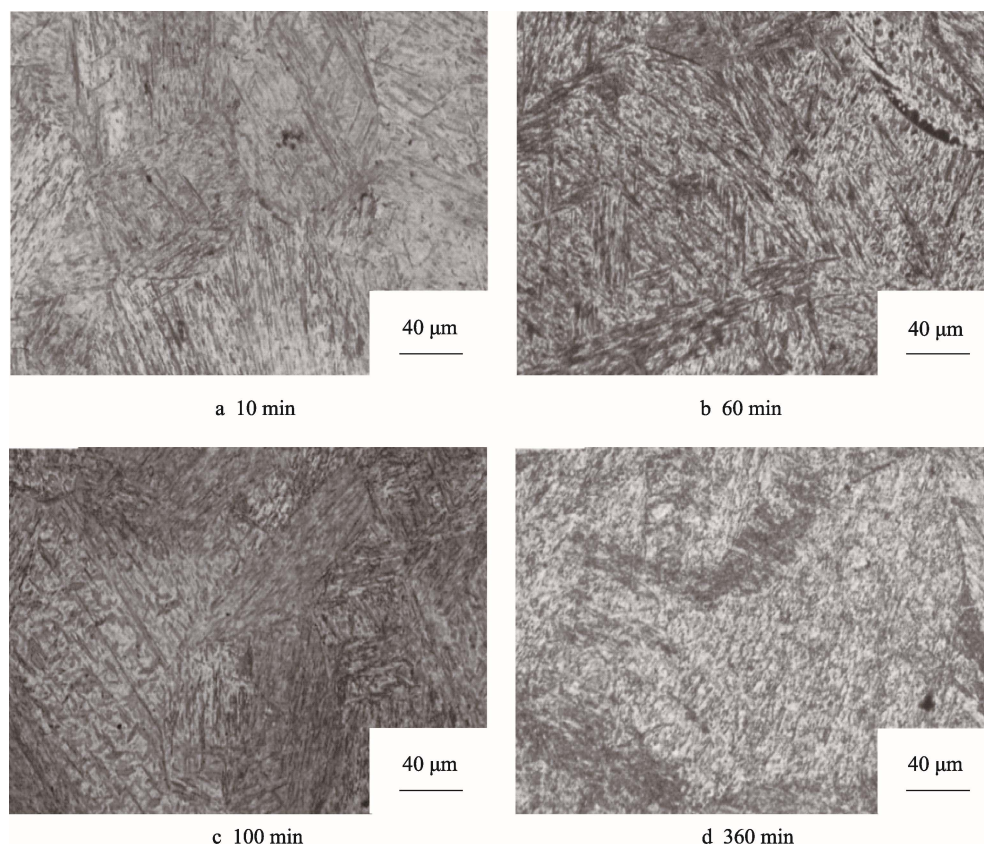


图9 1200 °C加热温度下不同保温时间组织形貌
Fig.9 Microstructure of different holding time at 1200 °C

3 结论

1) D406A 钢在加热时随着保热时间的增加,由于试样刚开始加热时加热炉内氧气充足,试样的质量氧化速率在 60 min 内以较快速度降低,加热一段时间后炉内空气逐渐稀薄造成氧化效果减弱,60 min 以后质量氧化速率逐渐趋于平缓。温度越高,氧化速率越高。

2) D406A 钢在 1110 °C 以下加热时,试样的尺寸及质量损失率与时间基本呈线性关系,高于 1110 °C 时,波动较为剧烈,这可能是温度较低时,氧化皮与基体结合较差,易于去除。温度高于 1110 °C 时基体表面由于温度过高造成脱碳,逃逸的碳原子与氧化皮发生反应导致出现双层氧化皮,同时由于脱碳的原因造成基体表面软化,使得氧化皮与基体结合更为紧密,增加了氧化皮的去除难度,导致了数据的剧烈波动。

3) D406A 钢在进行热处理时,加热温度应尽量控制在 1110 °C 以下,同时尽量降低保温时间,在控制氧化率的同时能够得到较为细小的晶粒和均匀的马氏体板条束,从而获得良好的综合性能。

参考文献:

[1] 张慧萍,王崇勋,杜煦.飞机起落架用 300M 超高强

钢发展及研究现状[J]. 哈尔滨理工大学学报, 2011, 16(6): 73—76.

ZHANG Hui-ping, WANG Chong-xun, DU Xu. Aircraft Landing Gear with the Development of 300M Ultra High Strength Steel and Research[J]. Journal of Harbin University of Science and Technology, 2011, 16(6): 73—76.

[2] 应俊龙,巢昂轩,蒋克全,等.超高强度钢的发展及展望[J]. 新技术新工艺, 2018(12): 1—4.

YING Jun-long, CHAO Bing-xuan, JIANG Ke-quan, et al. Development and Prospect of Ultra High Strength Steel[J]. New Technology & New Process, 2018(12): 1—4.

[3] 黄始全.超高强度钢整体模锻全过程微观组织演化及数字化表征[D]. 长沙:中南大学, 2013.

HUANG Shi-quan. Microstructure Evolution of Ultra-High Strength Steel during the Overall Die Forging Process and Its Digital Representation[D]. Changsha: Central South University, 2013.

[4] 祁成雷.热处理对 D406A 钢焊接接头微观组织和力学性能的影响[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2012.

QI Cheng-lei. Effects of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Property of D406A Steel Welded Joint[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2012.

[5] 王大群. D406A 钢焊接构件梯度热处理工艺及力学性能预报[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2014.

WANG Da-qun. Gradient Heat Treatment on D406A Steel Weld Specimen and Prediction of Mechanical

- Property[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2014.
- [6] 赵俊伟, 陈学文, 史宇麟, 等. 大型锻件锻造工艺及缺陷控制技术的研究现状及发展趋势[J]. 锻压装备与制造技术, 2009, 44(4): 23—28.
- ZHAO Jun-wei, CHEN Xue-wen, SHI Yu-lin, et al. The Current Stage and Development Trend of Forging Technology and Defect Control for Heavy Forging[J]. China Metal Forming Equipment & Manufacturing Technology, 2009, 44(4): 23—28.
- [7] 姚泽坤. 锻造工艺学与模具设计[M]. 西安: 西北工业大学出版社, 2007.
- YAO Ze-kun. Forging Technology and Die Design[M]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University Publishing Press, 2007.
- [8] 崔忠圻, 覃耀春. 金属学与热处理[M]. 北京: 机械工业出版社, 2007.
- CUI Zhong-qi, QIN Yao-chun. Physical Metallurgy and Heat Treatment[M]. Beijing: China Machine Publishing Press, 2007.
- [9] RAHMAN R R A, NAZARI K A, BARR C, et al. Effect of Laser Reheat Post-Treatment on the Microstructural Characteristics of Laser-Cladded Ultra-High Strength Steel[J]. Surface and Coatings Technology, 2019, 372: 93—102.
- [10] JAEGU C, SEOK C S, SOO P, et al. Effect of High-Temperature Degradation on Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Austenitic Heat-Resistant Steel[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2019.
- [11] WANG Yao-li, SONG Ke-xing, ZHANG Yan-min, et al. Microstructure Evolution and Fracture Mechanism of H13 Steel During High Temperature Tensile Deformation[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 746: 127—133.
- [12] 周涛. 马氏体基高强钢强韧化机理研究与物理建模[D]. 北京: 北京科技大学, 2018.
- ZHOU Tao. Study of Strengthening and Toughening, and Physically Based Modelling of Martensite-based High-Strength Steels[D]. Beijing: University of Science and Technology, 2018.
- [13] 徐祖耀. 条状马氏体形态对钢力学性质的影响[J]. 热处理, 2009, 24(3): 1—6.
- XU Zu-yao. Effect of Lath Martensite Morphology on the Mechanical Properties of Steel[J]. Heat Treatment, 2009, 24(3): 1—6.
- [14] THOMAS D, KATHLEEN W, ADAM T, et al. Effect of Coiling Treatment on Microstructural Development and Precipitate Strengthening of a Strip Cast Steel[J]. Acta Materialia, 2016, 115: 167—177.
- [15] 李安民. 30CrNi2MoV 钢的魏氏组织研究[J]. 热加工工艺, 2013, 42(6): 161—163.
- LI An-ming. Investigation on Widmanstatten Structure in 30CrNi2MoV Steel[J]. Hot Working Technology, 2013, 42(6): 161—163.