

DOI: 10.13228/j.boyuan.issn0449-749x.20170585

SCr420H 钢奥氏体晶粒长大动力学

汪杨鑫^{1,2}, 赵秀明^{1,2}, 毛向阳^{1,2}, 卜凡^{1,2}, 汪湾^{1,2}, 安金敏³

(1. 南京工程学院材料工程学院, 江苏 南京 211167; 2. 江苏省先进结构材料与应用技术重点实验室, 江苏 南京 211167; 3. 宝山钢铁股份有限公司研究院特钢技术中心, 上海 200940)

摘 要: 试验研究了 SCr420H 钢的晶粒长大动力学行为, 并根据第二相的固溶积公式和晶粒长大驱动力的定理, 通过奥氏体晶粒尺寸进行分析。结果表明, SCr420H 钢随着保温温度的升高和保温时间的延长, 第二相颗粒逐渐减少, 钉扎效果较弱, 试验中的晶粒长大较为明显, 晶粒逐渐粗化。结合实际晶粒尺寸和第二相的熟化长大原理, SCr420H 在保温 4 h 条件下, 随着温度升高, 第二相溶解较少, 晶粒长大速率趋于由慢到快; 在 5、6 h 保温条件下, 随着温度升高, 晶粒尺寸稳定增长, 最后趋向停止; 当保温温度在 1 020 ℃ 以上时, 混晶现象较为明显。初始晶粒尺寸为 24 μm, 晶粒长大符合 Beck 方程和 Hillert 晶粒长大规律, 奥氏体晶粒长大的平均激活能为 564.6 kJ/mol。

关键词: 第二相; 晶粒长大; 激活能; 奥氏体

文献标志码: A **文章编号:** 0449-749X(2018)07-0080-05

Kinetics of austenite grain growth in SCr420H steel

WANG Yang-xin^{1,2}, ZHAO Xiu-ming^{1,2}, MAO Xiang-yang^{1,2},
BU Fan^{1,2}, WANG Wan^{1,2}, AN Jin-min³

(1. School of Material Engineering, Nanjing Institute of Technology, Nanjing 211167, Jiangsu, China; 2. Jiangsu Key Laboratory of Advanced Structural Materials and Application Technology, Nanjing 211167, Jiangsu, China; 3. Special Steel Research and Development Center of Research Institute, Baoshan Iron and Steel Co., Ltd., Shanghai 200940, China)

Abstract: The crystal growth behavior of SCr420H steel was studied. According to the solid solution formula of the second phase and the maximum the driving force of grain growth, the results were analyzed by the austenite grain size. Therefore, the result of SCr420H steel shows that the second phase particles are gradually reducing and the pinning effect weakly with the increase of holding temperature and the holding time. Grain growth is obvious, and grain size become coarsening gradually. Combined with the actual grain size and principle of Ostwald ripening growth in the second phase, the second phase dissolved less in the insulation 4 h conditions with the temperature rise, and the grain growth rate tends to slow to fast. Under the condition of temperature keeping in 5 and 6 h, the grain size grows steadily with the temperature increasing, and the speed of the growth tends to stop finally. When the holding temperature is above 1 020 ℃, the mixed crystal is more obvious. The initial grain size is 24 μm, and the grain growth of law accordance with Beck equation and Hillert grain growth law. The average activation energy of austenite grain growth is 564.6 kJ/mol.

Key words: second phase; grain grows up; activation energy; austenite

在较高的保温温度和较长的保温时间下, 普通钢晶粒容易长大, 使得在热处理过程中材料的强韧性降低^[1]。SCr420H 钢含有铌、铝等多种微合金元素, 在晶界处形成与碳、氮形成 AlN、Nb(C、N) 第二相粒子^[2], 产生较强的钉扎作用, 可以满足钢在高温条件下的晶粒不易长大的特性。钢中元素质量分数不同, 对其粗化温度有一定的影响, 第二相的析

出体积分数也是其中影响的一部分^[3-5]。单秀清^[6]对 SCr420H 的铝质量分数在高温下产生混晶进行了研究, 当铝质量分数大于 0.015%, 在 930 ℃ 下不发生混晶, 形成的高熔点 AlN 处于弥散分布状态, 对晶粒有强力的钉扎作用。丁志敏等^[7]研究了 V-Nb 微合金钢在不同加热温度下晶粒长大规律, 随着奥氏体化温度的升高, 晶粒尺寸呈现增加的趋势, 长大

基金项目: 江苏产学研合作前瞻性联合研究资助项目(BY2015009-02); 江苏省先进结构材料与应用技术重点实验室开放基金资助项目(ASMA201504)

作者简介: 汪杨鑫(1994—), 男, 硕士生; **E-mail:** 15720808210@163.com; **收稿日期:** 2017-12-04

速率呈先增大后减小的趋势,在温度较低条件下晶粒长大较快,在 1 050 °C 以上时,晶粒粗大,形成混晶。潘晓刚等^[8]发现,当加热速率较快时,晶粒尺寸长大不明显,所以试验采取快速升温过程来获得实际保温下的晶粒尺寸。因普通钢在高温下奥氏体晶粒易发生长大,所以通过添加合金元素来获得阻碍晶粒长大的效果,试验研究了模拟 SCr420H 在高温下晶粒长大倾向,获得其晶粒长大动力学方程,对 SCr420H 在高温下和长保温时间下的晶粒长大倾向进行了研究,探讨并分析其长大倾向和长大动力学。

1 试验材料与方法

试验用钢 SCr420H 的化学成分为 $w(\text{C})=0.17\%\sim 0.23\%$, $w(\text{Mn})=0.55\%\sim 0.90\%$, $w(\text{Si})=0.15\%\sim 0.35\%$, $w(\text{Cr})=0.85\%\sim 1.25\%$, $w(\text{Al})=0.033\%$, $w(\text{Nb})=0.0015\%$ 。试验用钢处于热轧后状态,将试验钢用线切割取 $25\text{ mm}\times 25\text{ mm}\times 35\text{ mm}$ 大小作为金相试样,选取 950、970、980、1 000、1 020、1 050 °C 作为奥氏体化保温温度,选取 4、5、6 h 为保温时间,试样升温速度控制在 $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$,冷却采用室温水介质进行淬火。试样淬火后,经磨平、抛光后,选用饱和苦味酸水溶液加十二烷基苯磺酸钠溶液,在

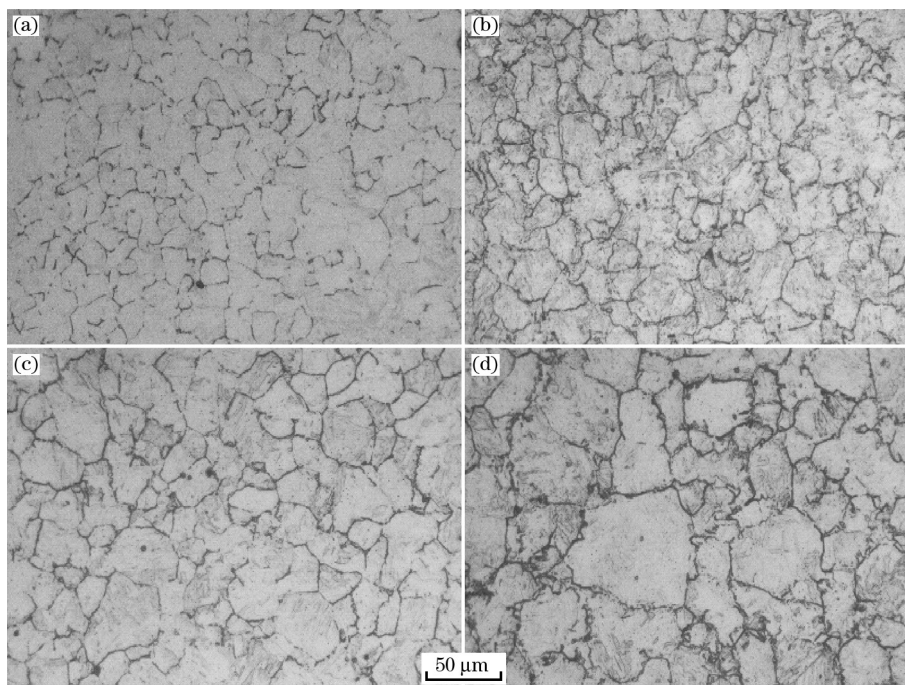
60 °C 保温条件下腐蚀晶界。采用 GX-51 采集晶界照片,选取试验中心未脱碳且组织分布均匀的区域,通过 Photoshop 软件将每个晶粒涂成纯色,保证相邻两个晶粒颜色不相同。然后将处理好的图片采用 Image-Proplus 进行晶粒大小、晶粒平均尺寸、晶粒等效直径和半径等统计^[9],根据《GB/T 6 394—2002 金属平均晶粒度测定方法》评级标准,对试样进行晶粒度评级,结合统计后的晶粒尺寸,做出在保温 4 h 下保温温度和晶粒大小的关系图获得 SCr420H 钢奥氏体晶粒长大的数据。

2 结果与讨论

2.1 晶粒长大倾向

2.1.1 保温 4 h 的晶粒长大趋势

图 1 所示为 SCr420H 钢为原始晶粒尺寸和在 950、980、1 020 °C 3 种温度下保温的奥氏体晶粒形貌。其中以原始样品的晶粒大小作为初始晶粒大小,为 $24\text{ }\mu\text{m}$ 。在保温 4 h 时,随着温度的升高,晶粒尺寸逐渐增大。在 950 和 980 °C 条件下,大小晶粒分布均匀,奥氏体晶界处正常,无混晶现象,晶粒长大变化较小。温度在 1 020 °C 时,晶粒快速长大,出现混晶现象,部分大晶粒等效直径已经超过 $100\text{ }\mu\text{m}$ 。



(a) 原始晶粒尺寸; (b) 950 °C 保温 4 h; (c) 980 °C 保温 4 h; (d) 1 020 °C 保温 4 h。

图 1 保温时间 4 h 的晶粒形貌

Fig. 1 Holding time of 4 h grain morphology

混晶容易降低材料的塑韧性^[10],降低了加工后零件的耐疲劳性能,所以对 SCr420H 钢的晶粒度进

行评级。图 2 所示为保温 4 h 下晶粒尺寸与保温温度的关系图,在 950、970、980 °C 温度下,晶粒等效尺

寸分别为 24.39、24.76、26.02 μm ，随着温度升高，晶粒长大速率逐渐加快。在 980 $^{\circ}\text{C}$ 以上时，晶粒尺寸呈线性增长，晶粒增长速率稳定，晶粒尺寸最大值为 39.21 μm ，晶粒度最粗为 6.5 级。

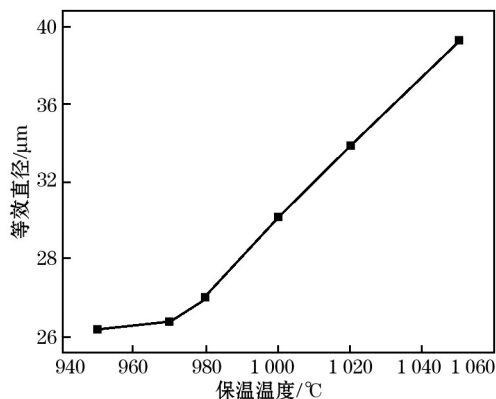


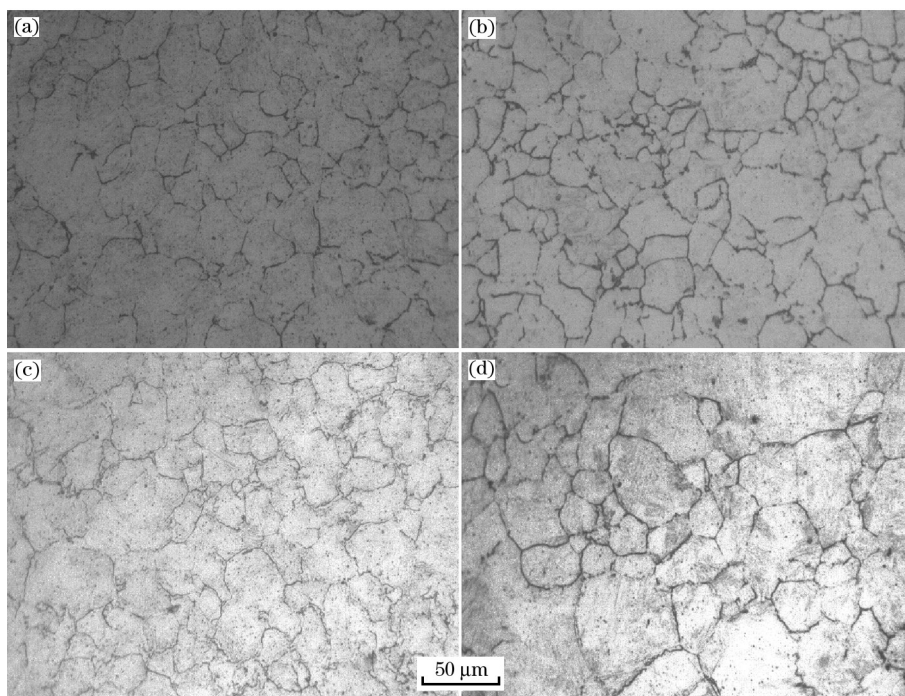
图2 保温 4 h 下晶粒尺寸与保温温度的关系
Fig. 2 Relationship of grain size and holding temperature at heat preservation 4 h

2.1.2 保温 5 和 6 h 的晶粒长大倾向

图 3 所示为材料在 980 和 1 020 $^{\circ}\text{C}$ 下分别保温 5

和 6 h 的晶粒形貌。可以看出，在 980 $^{\circ}\text{C}$ 下保温 5 和 6 h 条件下，大晶粒逐渐开始形成。在 1 020 $^{\circ}\text{C}$ 下，此时温度较高，奥氏体晶粒粗化明显。特别是在 1 020 $^{\circ}\text{C}$ 保温 6 h 后，粗大的晶粒明显增多，奥氏体晶粒粗化严重。

图 4 所示为在各保温温度下保温 5 和 6 h 的晶粒尺寸统计结果。在保温 5 和 6 h 的状态下，温度升高，晶粒开始逐渐长大，在较低温度下，晶粒平稳长大，晶界分布均匀。在保温 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 时，晶界开始平直，出现大晶粒和非常细小的晶粒混杂在一起，说明随着第二相钉扎效果的降低，晶粒开始长大，大晶粒吞并小晶粒^[10]，在 1 050 $^{\circ}\text{C}$ 下，出现混晶现象，粗化晶粒最大尺寸为 150 μm 。在 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 以下时，晶粒长大速率较为稳定，在 1 050 $^{\circ}\text{C}$ 出现混晶时，长大速率逐渐趋向停止。根据以上数据，SCr420H 钢在试验中的保温温度和保温时间晶粒度均满足 6 级，其晶粒粗化温度为 1 020 $^{\circ}\text{C}$ 、粗化保温时间为 5~6 h。



(a) 980 $^{\circ}\text{C}$ 保温 5 h; (b) 980 $^{\circ}\text{C}$ 保温 6 h; (c) 1 020 $^{\circ}\text{C}$ 保温 5 h; (d) 1 020 $^{\circ}\text{C}$ 保温 6 h。

图3 保温时间 5 和 6 h 的晶粒形貌

Fig. 3 Holding time of 5 and 6 h grain morphology

2.1.3 第二相对晶粒长大的影响

钢的第二相粒子能阻止晶粒长大的原理是通过 Zener 定量分析的，晶粒长大的驱动力和第二相对晶粒的阻力来研究第二相对晶粒长大的公式^[11]

$$D_c = A \cdot d / f \quad (1)$$

式中： D_c 为晶粒尺寸， μm ； A 为常数； d 为第二相直径， μm ； f 为第二相所占比例。

由式(1)中看出，第二相所占比例越大，所得晶

粒尺寸越小,对晶界的钉扎效果越强。

根据相分析法得出固溶积公式^[12]

$$\lg(\text{AlN})=1.79-7\,194/T$$

$$\lg(\text{NbN})=2.80-8\,500/T \quad (2)$$

式中: $\lg(\text{AlN})$ 和 $\lg(\text{NbN})$ 分别为 AlN 和 NbN 形成第二相的固溶度; T 为奥氏体化的保温温度, K。

图 5 所示为 AlN 与 NbN 的固溶积与温度的关系。

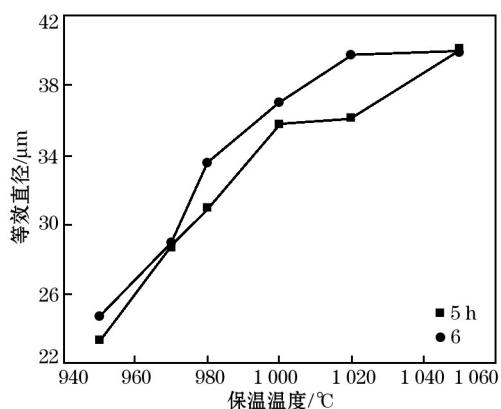


图 4 保温 5 和 6 h 下晶粒尺寸和保温温度的关系

Fig. 4 Relationship of grain size and heat preservation temperature at 5 and 6 h

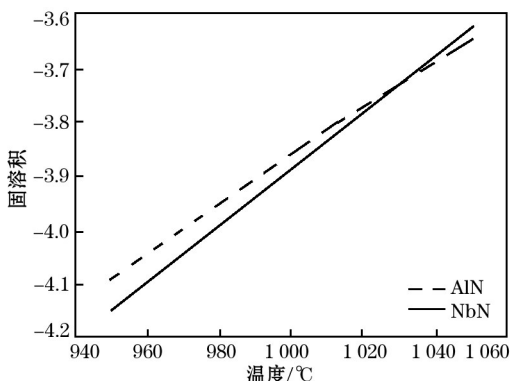


图 5 AlN 与 NbN 固溶积与温度关系

Fig. 5 Relationship of solid solution and temperature

根据图 5 看出,第二相粒子的固溶度和温度呈正比。随着温度的升高,第二相粒子的固溶度提升,AlN 和 NbN 等第二相粒子逐渐溶入奥氏体中,从而失去了在晶界的钉扎作用,使得晶粒长大明显。且部分晶粒因第二相粒子已经完全失去钉扎作用,因此形成较大的晶粒。在 950 °C 的保温温度下,第二相粒子固溶度较低,第二相未大量溶入奥氏体中,此时的晶粒未发生长大,晶粒较细小;在保温温度达到 1 050 °C 时,晶粒由于失去第二相钉扎作用,并出现混晶状态,且在不同的保温时间下,晶粒尺寸变化较小。

在过饱和固溶体析出沉淀相的后期,沉淀相颗粒大小并不相同,根据 Ostwald 成熟长大原理^[13],第

二相的溶解与实际保温时间有关联。在保温 4 h 下,晶粒长大速度一开始缓慢生长,这是由于在较短的时间内,起钉扎晶界作用的第二相并未完全溶解。随着温度升高,第二相粒子溶入基体,晶粒开始时就迅速长大,长大速率稳定,最后第二相基本全部溶入基体,晶粒停止长大。当保温时间较长,在 5、6 h 时,温度升高,AlN、Nb(C, N)溶入较多,开始时晶粒长大迅速,长大速率稳定,高温下由于晶粒长大驱动力减小,出现混晶现象,晶粒长大速率趋于平缓。

2.2 晶粒长大动力学

2.2.1 等温下晶粒尺寸和保温时间的关系

为获得晶粒长大动力学方程,试验选取原始试样进行测量,获得初始晶粒尺寸为 24 μm。

对于在同一保温温度下,晶粒随着保温时间增加而长大,在等温条件下研究奥氏体晶粒尺寸和保温时间的关系采用 Beck^[14]方程。

$$D^2 - D_0^2 = Kt \quad (3)$$

式中: D 为实际温度下的等效直径, μm; D_0 为初始晶粒尺寸, μm; t 为保温时间, h。

将式(3)两端取对数,即 $\ln(D^2 - D_0^2)$ 与 $\ln t$ 理论上呈正比关系,对等温下晶粒尺寸和保温时间的关系进行研究,换算结果如图 6 所示。可以发现在 1 000 °C 以下,随着保温时间的增加,析出的第二相逐渐溶于基体,晶粒长大速率加快,曲线稳定上升。在 1 000 °C 以上,第二相大量溶于基体,钉扎能力已经大幅度下降,大片晶粒异常粗大,晶粒长大驱动力减小,形成混晶状态,曲线较为平缓。

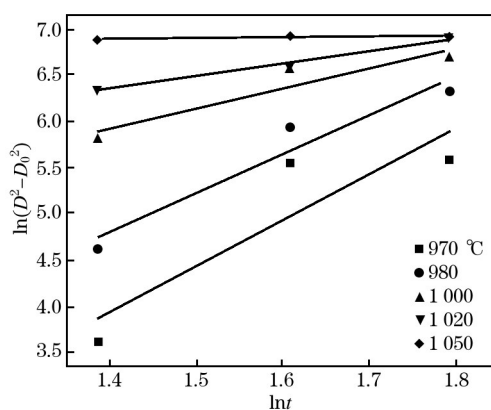


图 6 $\ln(D^2 - D_0^2)$ 与 $\ln t$ 比例关系

Fig. 6 $\ln(D^2 - D_0^2)$ and $\ln t$ proportional relationship

2.2.2 升温过程中晶粒长大规律

选取 Hillert 模型研究加热过程中的奥氏体晶粒长大模型^[15],在保温时间相同的条件下,晶粒尺寸和加热温度符合式(4)^[16]。

$$D^2 - D_0^2 = tC \exp[-Q/(RT)] \quad (4)$$

式中: C 为常数; Q 为晶粒长大激活能, kJ/mol ; R 为气体常数, $R = 8.314 \text{ J/(mol} \cdot \text{K)}$ 。

将 Hillert 公式两端同时取对数, 即

$$\ln(D^2 - D_0^2) = \ln tC - Q/(RT) \quad (5)$$

此时 $\ln(D^2 - D_0^2)$ 与 $-1/T$ 理论上成正比关系, 将初始晶粒尺寸带入式(5), 将 $1\ 050$ 和 $1\ 020\ ^\circ\text{C}$ 保温 $6\ \text{h}$ 混晶明显的偏差数据忽略, 采用 Origin 对数据进行拟合, 如图 7 所示, 拟合出的直线符合晶粒长大动力学的比例关系, 其中直线斜率代表 Q/R , R 为定值, 则对于不同的保温温度和保温时间, 直线斜率相似, 即晶粒长大激活能不变, 进一步证明了 SCr420H 在高温下奥氏体晶粒长大规律符合 Hillert 模型。

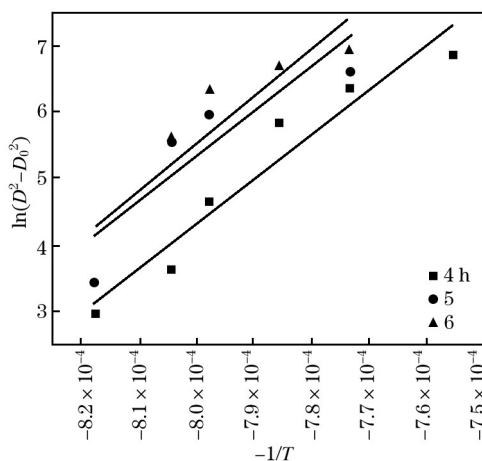


图 7 $\ln(D^2 - D_0^2)$ 与 $-1/T$ 比例关系

Fig. 7 $\ln(D^2 - D_0^2)$ and $-1/T$ proportional relationship

将晶粒长大数值带入 Hillert 公式进行线性回归分析后得出 SCr420H 晶粒长大激活能为 564.6 kJ/mol , 求得常数 C 为 7.2×10^{24} , 所求得晶粒长大动力学公式见式(6)。

$$D^2 - 24^2 = 7.2 \times 10^{24} t \exp(-564.6 \times 103/8.314T) \quad (6)$$

3 结论

(1) 对微合金 SCr420H 钢的奥氏体晶粒长大动力学进行了分析, 选取 950 、 970 、 980 、 $1\ 000$ 、 $1\ 020$ 、 $1\ 050\ ^\circ\text{C}$ 作为奥氏体化保温温度, 分别保温 4 、 5 、 $6\ \text{h}$ 来研究 SCr420H 在高温下奥氏体晶粒长大的规律。其中 SCr420H 在不超过 $980\ ^\circ\text{C}$ 下, 晶粒基本不长大, 高于 $1\ 020\ ^\circ\text{C}$ 时部分晶粒异常粗大, 且开始出现混晶现象, 所以这种微合金钢的粗化温度为 $1\ 020\ ^\circ\text{C}$, 粗化时间在 $5 \sim 6\ \text{h}$, 对比普通 20 钢, 这种

微合金钢在高温下能较好地控制晶粒长大。在 $1\ 050\ ^\circ\text{C}$ 下, 晶粒严重粗化, 晶粒长大趋向于停止, 但具体的晶粒停止长大的时间和温度有待研究。

(2) 通过统计各保温时间和保温温度的晶粒尺寸, 并结合动力学公式和第二相对晶粒长大的影响进行分析。结果表明, 在保温 $4\ \text{h}$ 条件下, 随着温度升高, 第二相溶解较多使得晶粒长大速率加快, $980 \sim 1\ 050\ ^\circ\text{C}$ 长大速率比较稳定; 在 5 、 $6\ \text{h}$ 保温条件下, 随着温度升高, 晶粒长大速率稳定增长, 最后在 $1\ 050\ ^\circ\text{C}$ 趋向于停止。SCr420H 钢在 $950 \sim 1\ 050\ ^\circ\text{C}$ 符合 Beck 方程, 原始晶粒尺寸为 $24\ \mu\text{m}$, 晶粒变化符合 Hillert 晶粒长大规律, 奥氏体晶粒长大平均激活能为 564.6 kJ/mol 。

参考文献:

- [1] YAN Y M, LIU Y Z, ZHOU L Y, et al. Carburizing law and microstructure of 23CrNi3Mo drill steel[J]. Cailiao Kexue Yu Gongyi/Material Science and Technology, 2013, 21(5): 102.
- [2] Kundu A, Davis C L, Strangwood M. Pinning of austenite grain boundaries by mixed AlN and Nb(C, N) precipitates[J]. Solid State Phenomena, 2011, 172/173/174: 458.
- [3] FANG X. Effects of grain sizes and second phase sizes of 16MnR steel on its low temperature impact toughness[J]. Journal of Mechanical Engineering, 2011, 47(16): 40.
- [4] 刘志远, 王重君, 蔡兆镇, 等. 含铌微合金钢连铸坯角部裂纹控制二冷新工艺[J]. 中国冶金, 2018, 28(3): 22. (LIU Zhi-yuan, WANG Chong-jun, CAI Zhao-zhen, et al. New secondary cooling process for transverse corner crack control of Nb microalloyed steel slab[J]. China Metallurgy, 2018, 28(3): 22.)
- [5] 阳开生. 热处理及 NbV-N 微合金化对船板钢组织性能的影响[J]. 中国冶金, 2017, 27(10): 34. (YANG Kai-sheng. Effect of heat treatment process and NbV N microalloying on mechanical property and microstructure of grade ship plate steel[J]. China Metallurgy, 2017, 27(10): 34.)
- [6] 单秀清. SCr420H 钢奥氏体混晶问题研究[J]. 理化检验: 物理分册, 1997(6): 29. (SHAN Xiu-qing. Study on austenite mixed grain in SCr420H steel[J]. Physical and Chemical Examination: Physical Science, 1997(6): 29.)
- [7] 丁志敏, 方建飞, 梁博, 等. V-Nb-(Ti) 微合金化钢奥氏体晶粒长大的动力学[J]. 材料热处理学报, 2013, 34(s1): 88. (DING Zhi-min, FANG Jian-fei, LIANG Bo, et al. Kinetics of austenite grain growth in V-Nb-(Ti) microalloyed steel[J]. Journal of Materials and Heat Treatment, 2013, 34(s1): 88.)
- [8] 潘晓刚, 唐荻, 宋勇, 等. DP590 级双相钢奥氏体晶粒长大模型[J]. 北京科技大学学报, 2013, 35(2): 189. (PAN Xiao-gang, TANG Di, SONG Yong, et al. DP590 dual phase steel austenite grain growth model[J]. Journal of University of Science and Technology Beijing, 2013, 35(2): 189.)

(下转第 104 页)