

关于用氧化法检验钢的奥氏体晶粒度的问题

Problems about Examining Austenite Grain Size with Oxidizing Method

刘天佑, 田景利

(本溪冶金高等专科学校, 辽宁本溪 117022)

摘 要: 采用几种不同的碳钢和合金钢, 进行了氧化法和晶粒边界腐蚀法检验钢的奥氏体晶粒度的对比试验。结果表明, 对于抗氧化能力较弱的碳钢, 氧化法与晶粒边界腐蚀法所显示的奥氏体晶粒度基本相符, 而抗氧化能力较强的合金钢, 氧化法所显示的奥氏体晶粒度较晶粒边界腐蚀法要细。含碳量大于 0.35% 的碳钢, 氧化法所显示的晶粒度有时往往不是钢的奥氏体晶粒度, 而是奥氏体加铁素体晶粒度, 或铁素体晶粒度, 这将给奥氏体晶粒度的检验和评级带来一定困难, 甚至得出错误结论。

关键词: 奥氏体晶粒度; 氧化法; 晶粒边界腐蚀法

中图分类号: TG115.21+3

文献标识码: A

文章编号: 1001-3814(2000)02-0040-03

1 引言

钢的奥氏体晶粒度的试验方法很多, 氧化法是最常用的方法之一。自 1938 年美国冶金学家托宾(Tobin)和肯洋(Ken Yon)首先使用氧化法检验钢的奥氏体晶粒度^[1]以来, 已有 60 多年的历史。直到现在不少国家的工业标准中仍然把氧化法列为钢的奥氏体晶粒度的试验方法^[2~6], 氧化法适用于大部分钢种。

氧化法是利用氧原子在高温下向晶内扩散而晶界优先氧化的特点显示奥氏体晶粒大小的一种试验方法。氧化法又分气氛氧化法和熔盐氧化浸蚀法, 一般采用气氛氧化法。试样经抛光后, 将抛光面朝上置于空气加热炉中加热($C\% \leq 0.35$ 的钢加热温度为 $900 \pm 10^\circ\text{C}$, $C\% > 0.35\%$ 时, 加热温度为 $860 \pm 10^\circ\text{C}$), 保温 1 h, 然后在水或盐水中冷却。根据氧化情况, 可将试样适当倾斜 $10 \sim 15^\circ$ 进行研磨和抛光, 使试样检验面部分区域保留氧化层, 用 15% 盐酸酒精溶液浸蚀后, 在显微镜下利用原奥氏体晶界的氧化物网络来评定奥氏体晶粒度。

试样高温加热时, 钢的表层首先要产生脱碳现象, 同时钢表面不断地氧化, 形成氧化层, 碳的扩散速度较快, 以致使钢的脱碳速度总大于氧化速度。因此氧化法所显示的奥氏体晶粒度并非内层原始成分的奥氏体晶粒度, 而是钢试样的最表层经过脱碳后的改变了化学成分奥氏体晶粒度。人们曾做过许多对比试验, 对氧化法与其它一些显示方法作了认真对比^[7~9], 特别是对比了氧化法与晶粒边界腐蚀法所显示的奥氏体晶粒度的结果。有人^[8]认为, 氧化法所显示的奥氏体晶粒度是真实的, 但是由于钢试样表面奥氏体晶界所形成的氧化物网络使奥氏体晶粒的长大受阻, 将减缓或阻止奥氏体晶粒继续长大, 同时钢试样表层由于脱碳, 其含碳量不断降低, 碳含量的降低也会使奥氏体晶粒的长

大减慢, 因此, 用氧化法所显示的奥氏体晶粒度比试样内层原始成分的奥氏体晶粒度偏细。晶粒边界腐蚀法是将试样在指定温度下加热一定时间后快冷, 而后用浸蚀剂将原奥氏体晶界腐蚀出来而显示奥氏体晶粒的一种方法, 国内外一致认为这种方法准确可靠, 甚至可以作为仲裁方法, 它显示的奥氏体晶粒度是真实的, 是原始成分的奥氏体晶粒度。显然, 氧化法所显示的奥氏体晶粒度比晶粒边界腐蚀法要细。也有人^[7]认为氧化法与晶粒边界腐蚀法所显示的奥氏体晶粒度大致相近。还有一些人^[9]对氧化法持否定观点。

由于试样的材料不同, 试验的条件各异, 因此用氧化法(主要指气氛氧化法)检验钢的奥氏体晶粒度的试验还存在着不少疑问和不同的看法。为了弄清这些问题, 本试验选用了几种不同的钢材(包括不同含碳量的碳钢和不同种类的合金钢), 采用同一个试样, 分别用氧化法显示试样表面(脱碳层)的奥氏体晶界, 而用晶粒边界腐蚀法显示试样内层和心部(原始成分)的奥氏体晶界的方法, 对两种显示方法测得的奥氏体晶粒度作了对比, 并研究了试样表面的氧化速度、奥氏体晶界的氧化物网络和脱碳层对奥氏体晶粒度的影响。

2 试验方法

试验用材料选用 20、20CrMo、20Cr2Ni4、40Cr 和 45 钢。试样尺寸均为 $\phi 15 \times 15$ (mm), 其原始组织均为退火态。

试样的热处理, 按 GB6394-86 标准规定, $C\% \leq 0.35\%$ 的钢(20、20Cr2Ni4、20CrMo 等钢)加热温度为 $900 \pm 10^\circ\text{C}$, $C\% > 0.35\%$ 的钢(40Cr、45 等钢)为 $860 \pm 10^\circ\text{C}$, 保温时间均为 1 h。试样检验面经抛光后, 将抛光

收稿日期: 1999-11-25

作者简介: 刘天佑(1944-), 男, 湖南宜章人, 副教授。

面朝上,置于空气加热炉中加热。采用 10%NaCl 水溶液冷却。

氧化法采用 15%盐酸酒精溶液浸蚀,而晶粒边界腐蚀法采用饱和苦味酸水溶液加适量海鸥牌洗发膏浸蚀,以显示奥氏体晶界。

采用截距法和比较法对所有试样的奥氏体晶粒大小进行测量和评级。

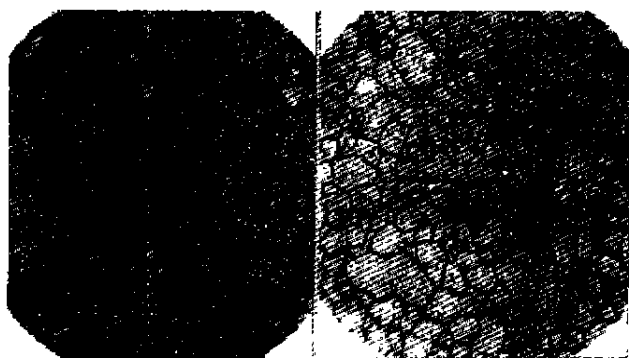
3 试验结果与分析

氧化法所显示的奥氏体晶粒度的测量结果示于表 1 中,为了比较,表 1 中还列出了晶粒边界腐蚀法所得结果。奥氏体晶粒度级别是在显微镜下放大 100 倍,选取具有代表性的典型视场用比较法进行评定。表中还列出了用截距法测得的平均弦长。

表 1 氧化法和晶粒边界腐蚀法所得奥氏体晶粒度

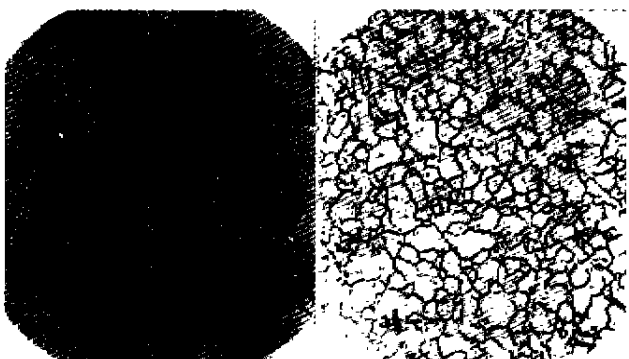
钢号	氧化法奥氏体晶粒度		晶粒边界腐蚀法奥氏体晶粒度	
	级别	平均弦长 (mm)	级别	平均弦长 (mm)
20	6(85%)+7(20%)	0.0322	6(85%)+7(15%)	0.0334
20CrMo	7(80%)+8(20%)	0.0248	7(80%)+6(20%)	0.0285
20Cr2Ni4	8~9	0.0174	7(80%)+8(20%)	0.0243
40Cr	9~10	0.0115	8~9	0.0182
45	6(50%)+8(50%)	0.0284	6(50%)+8(50%)	0.0287

由表 1 可知,20、45 钢等碳钢氧化法和晶粒边界腐蚀法所得奥氏体晶粒度级别或平均弦长差别不大,即对于碳钢来说,氧化法与晶粒边界腐蚀法所显示的奥氏体晶粒度基本相符。金相组织如图 1、2 所示。而



氧化法 晶粒边界腐蚀法

图 1 20 钢奥氏体晶粒大小 100×



氧化法 晶粒边界腐蚀法

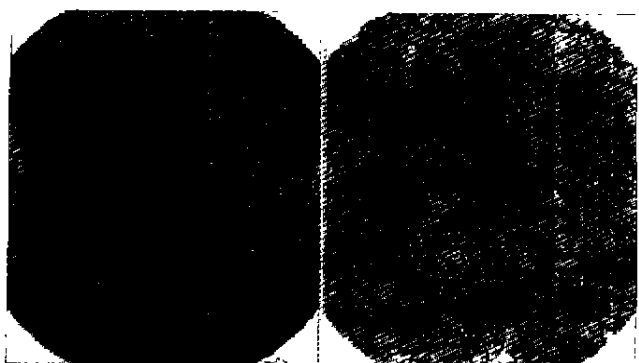
图 2 45 钢奥氏体晶粒大小 100×

20CrMo、20Cr2Ni4、40Cr 等合金钢氧化法所得的奥氏体晶粒度级别或平均弦长较晶粒边界腐蚀法要小,即氧化法显示的奥氏体晶粒较晶粒边界腐蚀法要细。其金相组织如图 3、4、5 所示。



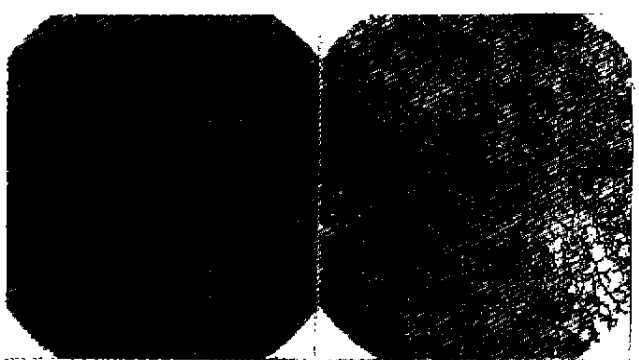
氧化法 晶粒边界腐蚀法

图 3 20CrMo 钢奥氏体晶粒大小 100×



氧化法 晶粒边界腐蚀法

图 4 20Cr2Ni4 钢奥氏体晶粒大小 100×



氧化法 晶粒边界腐蚀法

图 5 40Cr 钢奥氏体晶粒大小 100×

众所周知,在多晶体中,晶界与晶内的物理和化学性能是不同的,仅就抗氧化性能来说,与晶粒内部相比,晶界是较差的,因而在高温下优先氧化,形成氧化物网络。之所以能用氧化法显示奥氏体晶粒度,就是基于这一事实。用氧化法显示奥氏体晶粒时,试样在高温加热相变完成后的瞬间,或保温时间较短时,奥氏体晶粒是细小的,晶粒边界也被优先氧化,形成了氧化物网络,此时试样表面氧化物网络所显示的奥氏体晶粒(氧化法)与试样内部的奥氏体晶粒大小(可用晶粒边界腐蚀法显示)是一样的。图 6 为 20Cr2Ni4 钢 900℃加热

短时(10 min)保温的金相组织。同时,试样表面也被氧化,由于保温时间短,氧化层并不厚,如图7中的 t_1 。随

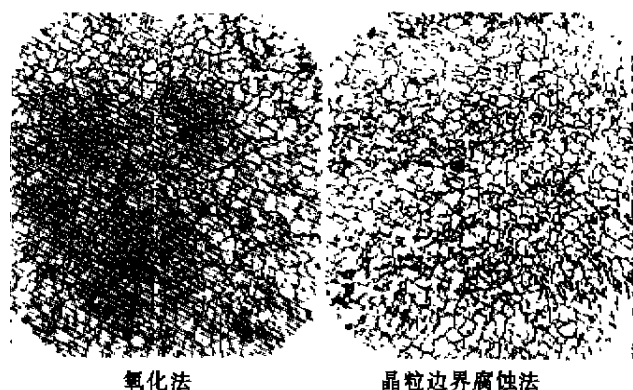


图6 20Cr2Ni4钢900℃加热短时保温奥氏体晶粒大小100×着保温时间的延长,奥氏体晶粒依某种方式聚集长大,与此同时,试样表面的氧化层也不断加厚。因而,反映前一时刻(t_1)奥氏体晶粒的氧化晶界(氧化物网络)早已消失在氧化层中。自然地, t_2 时刻的氧化晶界已经是一个新的与长大了的奥氏体晶粒尺寸相当的氧化晶界。同理,当保温时间延长到 t_3 时,反映这一时刻奥氏体晶粒度的氧化晶界便是一个更新的,并与该时刻晶粒尺寸相当的氧化晶界,余类推。但各钢种抗氧化的能力是不一样的,图8为20钢和20Cr2Ni4钢900℃加

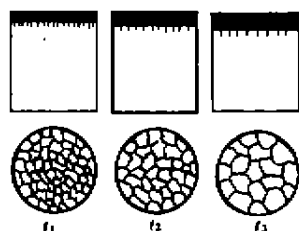


图7 氧化法示意图
($t_1 < t_2 < t_3$)

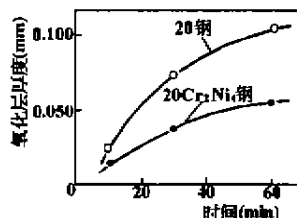


图8 900℃加热氧化层厚度与保温时间的关系

热所测得的试样表面氧化层厚度与保温时间的关系曲线,显然,20Cr2Ni4钢的抗氧化能力要高,即试样表面氧化层的增厚速度比20钢要小得多。因此,对于那些抗氧化能力较弱的钢(如20、45钢等碳钢),试样表面氧化层的增厚速度与奥氏体晶粒的长大速度基本趋于一致,此种情况下,氧化法所显示的奥氏体晶粒度是真实的,它与晶粒边界腐蚀法基本相符(见图1、2及表1)。当遇到抗氧化能力较强的钢种(如20CrMo、20Cr2Ni4、40Cr等钢)时,试样表面氧化层的增厚速度将滞后于奥氏体晶粒的长大速度,前一时刻在试样表面形成的奥氏体晶粒的氧化物网络将阻止继续保温时奥氏体晶粒的长大。在这种情况下氧化法所显示的奥氏体晶粒将比真实结果偏细,即氧化法显示的奥氏体晶粒较晶粒边界腐蚀法要细小(见图3、4、5和表1)。

氧化法所显示的奥氏体晶粒都是处于试样的最表面,试样表面在氧化之前,首先发生的是脱碳。钢的含碳量降低,将使奥氏体晶粒长大速度减慢,但是对于碳

含量不高的亚共析钢来说,由于碳含量变化很小,因而其影响是不大的^[7]。

对于含碳量较高的亚共析钢,加热时试样表层的碳含量变化较大,且试验加热温度较低(860℃),情况却变得很复杂。试验中发现,某些钢试样的氧化表面有时所显示的不是奥氏体晶粒,而是奥氏体加铁素体晶粒,或铁素体晶粒。这可用Fe-C相图左下部分(图9)来加以说明。氧化法规定含碳量大于0.35%的钢试验加热温度为860℃,如图9所示。钢试样加热时,表面不断氧化并脱碳,表层奥氏体的含碳量不断降低,当含碳量降至 C_1 以下时,将发生 γ 向 α 的转变,若试样表面的含碳量是在 $C_1 \sim C_2$ 之间,则试样氧化表面所显示的晶粒是奥氏体加铁素体晶粒。若表面含碳量降至 C_2 以下时,这时试样表面所显示的晶粒则全部是铁素体晶粒,如图10所示。图2左图为正常氧化法得到的奥氏体晶粒,比较它们的形貌可知,两者的形态、晶粒度级别都有着相当大的差异,这会给氧化法评定奥氏体的晶粒度带来一定困难,甚至得出错误的结论。至于含碳量小于0.35%的钢,由于其含碳量低,且试验加热温度高(900℃),发生上述情况的可能性较少,大量试样的金相观察也证实了这一点。

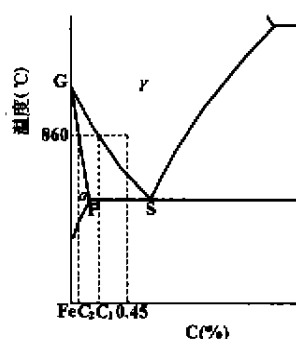


图9 Fe-C相图左下部分



图10 45钢氧化法所得铁素体晶粒形貌 100×

4 结论

(1)碳钢抗高温氧化能力较弱,试样表面氧化层的增厚速度与奥氏体晶粒的长大速度基本趋于一致,因此氧化法与晶粒边界腐蚀法所显示的奥氏体晶粒度基本相符。

(2)合金钢抗高温氧化能力较强,试样表面氧化层的增厚速度滞后于奥氏体晶粒的长大速度,表层奥氏体晶界的氧化物网络将阻止奥氏体晶粒的长大,因而用氧化法所显示的奥氏体晶粒度较晶粒边界腐蚀法要细。

(3)含碳量大于0.35%的碳钢,加热温度较低(860℃),试样表层的含碳量因脱碳降至某一值时,将发生 $\gamma \rightarrow \alpha$ 的转变,而致使氧化法所显示的晶粒度不是奥氏体晶粒度,而是奥氏体加铁素体(下转第33页)