

# 30Si2MnCrMoVE 钢氮基气氛热处理氢脆问题

张曦宁 张焱 孙晓峰 龚远峦 杨艳艳

(西安航天动力机械厂, 西安 710025)

**文 摘** 研究了超高强度钢 30Si2MnCrMoVE 在密封箱式多用炉热处理生产线中采用普氮+甲醇( $N_2 + CH_3OH$ )氮基气氛热处理的氢脆问题。结果表明:30Si2MnCrMoVE 在  $H_2 \leq 3\%$  氮基气氛中热处理,其力学性能、断裂韧性、金相组织及断口形貌与普通热处理一样,无氢脆倾向。此外还发现热处理时采用氮基气氛保护,尽管表面不产生氧化皮,改善了表面质量,但仍有脱碳现象。

**关键词** 30Si2MnCrMoVE,氮基气氛,氢脆

中图分类号: TG156.99

DOI:10.3969/j.issn.1007-2330.2014.03.025

## Hydrogen Embrittlement in Nitrogen-Based Atmosphere Heat Treatment for 30Si2MnCrMoVE

ZHANG Xining ZHANG Yan SUN Xiaofeng GONG Yuanluan YANG Yanyan

(Xi'an Aerospace Power Machinery Factory, Xi'an 710025)

**Abstract** This paper studies the hydrogen embrittlement of ultra-high-strength steel 30Si2MnCrMoVE in nitrogen and methanol nitrogen-based atmosphere heat treated with the sealing box multi-purpose furnace in heat treatment production line. The results show that the mechanical properties, fracture toughness, microstructure and fracture morphology in nitrogen-based atmosphere heat treated with  $H_2 \leq 3\%$  nitrogen are the same as the ordinary heat treatment. No hydrogen embrittlement tendency has been found. Although the nitrogen-based atmosphere heat treatment improved the apparent quality, the 30Si2MnCrMoVE still exist decarburization phenomenon.

**Key words** 30Si2MnCrMoVE, Nitrogen-based atmosphere, Hydrogen embrittlement

### 0 引言

通常,含氮在 95vol% 以上的制备气氛被称做氮基气氛,主要指空气液化分馏、分子筛空气分离和空气薄膜分离法制备的纯氮<sup>[1]</sup>。氮基气氛热处理是一种最有发展前途的可控气氛热处理,氮基气氛是以中性氮气为基本成分,再添加具有一定碳势或氮势介质而形成一种特殊气氛,氮基气氛用于保护热处理,可以达到少无氧化脱碳和光亮热处理;此外,氮基气氛热处理还具有节约能源、气源丰富、成本低廉、安全性好、适应性强、污染少等优点,成为热处理的重要分支,具有广泛应用的发展前景<sup>[2]</sup>。

超高强度钢对氢脆很敏感,所以在生产和使用中应避免吸氢和防止氢脆。过去发现甲醇裂解气氛对超高强度钢进行保护热处理有氢脆现象<sup>[3]</sup>,因其氢

气含量高达 60% ~ 70%。文献[4]研究表明超高强度钢在氮基气氛保护下淬火加热时,由于保护气氛中氢组分含量较小(约为 6% 左右),不会产生渗氢现象,但钢中残存的氢仍有氢脆危险,及时回火可以消除氢脆,而无需增加除氢处理。

本文利用爱协林密封箱式多用炉生产线,针对航空航天常用的超高强度钢 30Si2MnCrMoVE,采用  $N_2 + CH_3OH$ ,进行了氮基气氛热处理氢脆问题的研究。为便于比较,同样的一组试样采用相同的热处理参数在普通空气炉中进行。

### 1 试验

#### 1.1 试验用料

试验用钢为 30Si2MnCrMoVE 钢锻件,其化学成分见表 1。

收稿日期: 2014-03-16

作者简介: 张曦宁,1968 年出生,研究员,主要从事超高强度钢热处理工艺研究。E-mail: xnzhang26@sina.com

表1 30Si2MnCrMoVE 钢锻件化学成分

Tab.1 Chemical composition of 30Si2MnCrMoVE forgings

wt%							
C	Si	Mn	Cr	Mo	V	S	P
0.31	0.87	1.58	1.24	0.51	0.13	0.002	0.009

试验用热处理保护气氛为氮基气氛,淬火保温阶段炉内流量及气体含量见表2,回火保温阶段采用99.5%的N<sub>2</sub>,流量3 m<sup>3</sup>/h。炉内N<sub>2</sub>、CO、H<sub>2</sub>气体含量分别用氧分析仪、一氧化碳分析仪和氢分析仪进行检测显示,N<sub>2</sub>和CH<sub>3</sub>OH流量分别用流量计进行调节和指示。

表2 淬火用保护气氛

Tab.2 Protective atmosphere in quenching

流量		炉内气体含量/%		
N <sub>2</sub> /m <sup>3</sup> ·h <sup>-1</sup>	CH <sub>3</sub> OH/L·h <sup>-1</sup>	N <sub>2</sub>	CO	H <sub>2</sub>
10	0.3~0.35	99.5	1.3~1.5	2.1~2.8

## 1.2 热处理设备与工艺

试验所用的氮基气氛保护热处理设备为爱协林密封箱式多用炉生产线,炉温均匀性±5℃,普通空气炉为井式淬火炉和井式回火炉,炉温均匀性±10℃。热处理制度:淬火为910~930℃/60 min,油冷;淬火

表3 30Si2MnCrMoVE 淬火+回火后的力学性能

Tab.3 Mechanical properties of 30Si2MnCrMoVE after quenching + tempering

炉内气氛	$\sigma_b$ /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	$\delta_5$ /%	$\psi$ /%	$A_k$ /J	HRC
空气	1770	1450	11.0	48.0	60	51.3
	1760	1470	10.5	48.0	62	
	1760	1450	12.0	49.5	60	
N <sub>2</sub> +CH <sub>3</sub> OH	1750	1430	11.0	48.5	60	50.6
	1760	1410	10.5	48.5	58	
	1740	1420	12.0	50.0	60	

从表3可以看出,同一炉批号的30Si2MnCrMoVE用相同热处理参数进行热处理,不论是普通空气炉,还是氮基气氛保护密封箱式多用炉生产线,力学性能值相差不大,在N<sub>2</sub>+CH<sub>3</sub>OH中热处理强度略有下降,下降值不到3%,这可能与30Si2MnCrMoVE在氢含量小于3%的氮基气氛中的脱碳层稍深有关。

## 2.2 金相组织

30Si2MnCrMoVE在普通空气炉和氮基气氛保护的密封箱式多用炉生产线中淬火+回火,金相组织均

后至回火入炉时间间隔为1 h,回火为280~300℃/180 min,空冷;时效为220~230℃/300 min,空冷。

## 1.3 测试

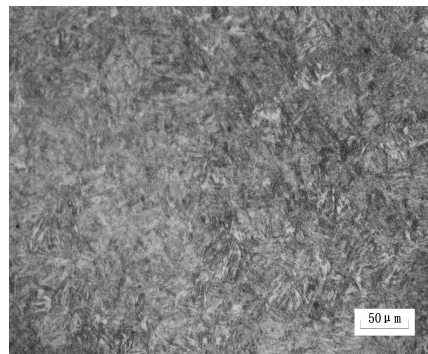
拉伸试验采用材料试验机CMT 5305,精度等级0.5级,试样为圆形短比例拉伸试样R4型;冲击试验采用冲击试验机JB30,试样为夏比标准U2型缺口冲击试样;硬度检测采用洛氏硬度计HRA-150,冲击试验前在冲击试样端部非支撑面上进行;光学金相组织及脱碳层检测采用SEiss光学显微镜Axioskop 40,热处理后截取氢含量测试试样一段;断裂韧性试验采用断口分析采用电子拉伸试验机Instron1195,试样规格32 mm×16 mm×150 mm;氢含量测试采用氢分析仪RH404,在φ5 mm×50 mm试样上截取1 g,用脉冲加热热导法测定;延迟破坏试验采用高温蠕变持久试验机RC1130和RC1230,试样为延迟破坏试样R0.12 kt=4;断口分析采用扫描电镜JSM-6460LV,在拉伸试样断口上进行。

## 2 结果与分析

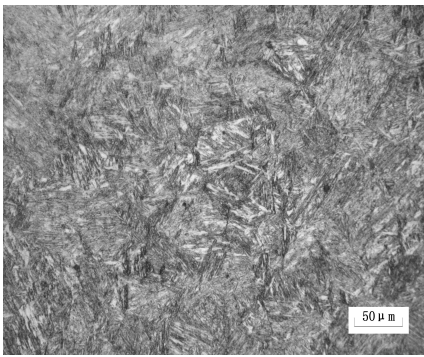
### 2.1 力学性能

在30Si2MnCrMoVE锻件上切取6件拉伸试样和6件冲击试样,方向均为切向,平均分为两组,采用相同的热处理制度,分别在普通空气炉和氮基气氛保护的密封箱式多用炉生产线中进行热处理,结果见表3。

为回火马氏体+少量残余的奥氏体,见图1。



(a) 空气



(b)  $N_2 + CH_3OH$

图1 30Si2MnCrMoVE 淬火+回火后的金相组织

Fig.1 Microstructure of 30Si2MnCrMoVE after quenching + tempering

### 2.3 脱碳层

30Si2MnCrMoVE 钢淬火+回火后在空气炉中单面全脱碳层为 0.02 mm, 单面总脱碳层为 0.06 mm, 在密封箱式多用炉生产线中单面全脱碳层为 0.02 mm, 单面总脱碳层为 0.08 mm。30Si2MnCrMoVE 在氢含量小于 3% 的氮气气氛中热处理有脱碳, 主要是因为炉气碳势低于钢的含碳量水平。

### 2.4 断裂韧性

断裂韧性对于超高强度钢来说至关重要, 30Si2MnCrMoVE 钢淬火+回火后的断裂韧性  $K_{Ic}$  见表 4。

表 4 30Si2MnCrMoVE 钢淬火+回火后的断裂韧性

Tab.4 Fracture toughness of 30Si2MnCrMoVE after quenching + tempering

气氛	$K_{Ic}/MPa \cdot m^{1/2}$	
	测试值	平均值
空气	91, 85, 91	89
$N_2 + CH_3OH$	97.4, 97.4, 96.7, 96.4, 96.4	96.9

从表 4 可以看出, 30Si2MnCrMoVE 钢在氢含量小于 3% 的氮气气氛中热处理断裂韧性值均大于标准下限  $80 MPa \cdot m^{1/2}$ , 其值略高于在空气炉中热处理的  $K_{Ic}$  值, 这可能与断裂韧性试样表面脱碳层未完全磨去有关。

### 2.5 试样氢含量测试

为了验证试样在含氢气氛中 ( $N_2 + CH_3OH$ ) 氢含量的变化, 对 30Si2MnCrMoVE 钢在热处理过程中的氢含量进行了测试, 并与普通空气炉热处理进行了比较, 试验结果见表 5。

从表 5 可以看出, 尽管 30Si2MnCrMoVE 钢在热处理过程中氢含量有所变化, 但其含量均为同一数量级水平, 没有太大的差别。另外, 钢铁里面应含有多少氢, 目前没有相应的国家标准或行业标准。一般的, 钢铁材料在淬火后经过回火, 氢含量理应降低, 再经过时效处理 (其温度与去氢温度一致) 氢含量更应降低, 但从表 5 看不出这种变化, 这也说明该方法只起到参考作用。

表 5 30Si2MnCrMoVE 钢热处理过程中的氢含量变化

Tab.5 Change of the hydrogen content for 30Si2MnCrMoVE in the process of heat treatment

气氛	试样状态	氢含量/ $10^{-4}\%$
空气	供货状态	1
空气	淬火+回火	3
$N_2 + CH_3OH$	淬火	2
$N_2 + CH_3OH$	淬火+回火	2
$N_2 + CH_3OH$	淬火+回火+时效	3

### 2.6 延迟破坏试验

为了科学的评价超高强度钢 30Si2MnCrMoVE 在含氢气氛中热处理时的氢脆敏感性, 进行了延迟破坏试验, 分别制作 6 件缺口拉伸试样, 在  $N_2 + CH_3OH$  气氛中进行热处理, 任选其中三件测试缺口抗拉强度, 在剩余的三件中任选两件, 在高温蠕变持久试验机上用缺口试样的横截面积乘以缺口试样抗拉强度平均值的 75% 载荷进行加载, 加载后记录时间。试验结果见表 6。

从表 6 可以看出, 在规定的静载荷下 200 h 不断裂, 说明超高强度钢 30Si2MnCrMoVE 在含氢气氛中热处理时无氢脆倾向。

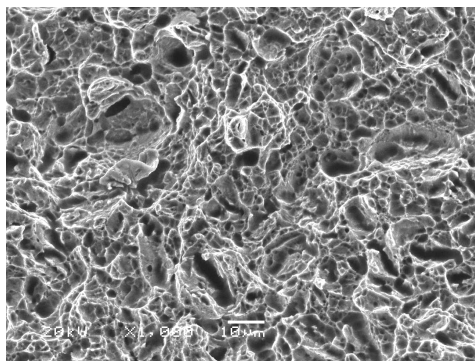
表 6 30Si2MnCrMoVE 钢的延迟破坏试验

Tab.6 Delayed fracture test for 30Si2MnCrMoVE

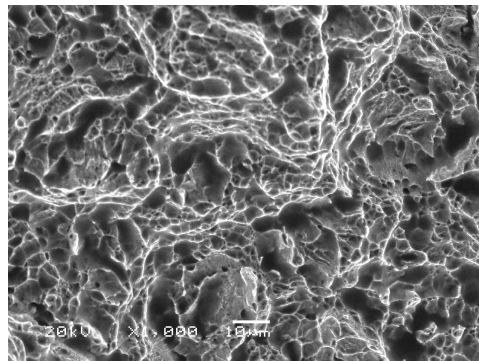
缺口强度 $\sigma_{bH}/MPa$	延迟破坏试验		
	$0.75\sigma_{bH}/MPa$	持续时间/h	结果
2657	1993	>200	合格
(2686, 2656, 2628)		>200	合格

### 2.7 断口分析

对空气和  $N_2 + CH_3OH$  保护气氛下热处理的 30Si2MnCrMoVE 拉伸试样断口进行分析, 断口形貌见图 2。30Si2MnCrMoVE 拉伸试样断口形貌均为韧窝状, 无氢脆特征。



(a) 空气



(b)  $N_2 + CH_3OH$

图2 30Si2MnCrMoVE 钢不同气氛热处理拉伸试样断口形貌

Fig.2 Tensile samples fracture morphology of 30Si2MnCrMoVE in different heat treatment atmosphere

### 3 结论

(1) 30Si2MnCrMoVE 钢在  $N_2 + CH_3OH$  氨基气氛 ( $H_2 \leq 3\%$ ) 中进行热处理, 其力学性能、断裂韧性、金相组织及断口形貌与普通热处理一样, 无氢脆倾向。

(2) 热处理时采用氨基气氛保护, 尽管表面不产生氧化皮, 改善了表观质量, 但仍有脱碳, 这与炉气碳势低于钢的含碳量水平有关。

#### 参考文献

[1] 中国机械工程学会热处理学会编. 热处理手册[M].

第1卷, 第4版. 北京: 机械工业出版社, 2008: 71

[2] 王广生. 氨基气氛热处理现状及发展[J]. 材料工程, 1997(2): 3

[3] 王广生, 刘屏. 超高强度钢氨基气氛热处理氢脆问题研究[J]. 航空精密制造技术, 1996, 32(1): 29

[4] 王广生. 氨基气氛热处理应用研究[J]. 航空制造工程, 1997(3): 11

(编辑 任涛)

(上接第 68 页)

可看出: 采用 1.0 mm 涂层时, 试样背温为 44.5℃; 无涂层的试样背温为 78.2℃。可见 1.0 mm 隔热涂层有明显的隔热效果。试验过程中涂层表面完整, 未见缺损和脱落。因此, 隔热涂层具有良好的隔热效果和抗冲刷能力, 能够满足发动机防热需求。

### 3 结论

(1) 研制的隔热涂层为一种低密度、耐高温弹性体材料, 其密度为 0.62 g/cm<sup>3</sup>, 伸长率为 25%, 热导率为 0.18 W/(m·K), 在 401℃ 时失重率为 6.6%, 在 470℃ 时失重率为 9.9%。

(2) 通过加速热老化试验证明, 隔热涂层具有良好的老化性能, 其力学性能和界面粘接性能无明显降

低。

(3) 在风洞试验中, 采用 1.0 mm 隔热涂层时, 壳体与涂层界面温度最高 77.3℃, 壳体背温最高 44.5℃, 表明隔热涂层具有优异的防热性能, 能够满足本文热环境条件下发动机外防热要求。

#### 参考文献

[1] 韩民, 薛耀辉, 李建生. 导弹气动热防护材料设计[J]. 火箭与制导学报, 2006, 26(3): 59-60

[2] 赵英民, 刘瑾. 高效防热隔热涂层应用研究[J]. 宇航材料工艺, 2001, 31(3): 42-44

(编辑 吴坚)