

正交设计在沉淀硬化不锈钢热处理研究中的应用

金建军, 古立新

(北京航空材料研究院, 北京 100095)

摘要: 用正交设计法研究固溶温度、固溶时间、调整处理温度和调整处理时间对 0Cr17Ni5Mo3 沉淀硬化不锈钢力学性能的影响。研究表明, 在沉淀硬化不锈钢热处理研究中采用正交设计法安排试验, 可以用很少的试验量获得主要热处理工艺参数对力学性能影响的规律。

关键词: 沉淀硬化不锈钢; 热处理; 正交设计; 0Cr17Ni5Mo3

中图分类号: TG161

文献标识码: A

文章编号: 1005-5053(2006)04-0029-06

沉淀硬化不锈钢的基本成分是 14% ~ 17% Cr < 7% Ni 少量钼、铝、钛、铜等, 固溶处理后为奥氏体, 适合于成形加工, 但其 Ms 点可以调整控制, 通过中间调整处理和 冷处理, 可使奥氏体转变成马氏体, 使钢得到强化, 并在时效时产生沉淀硬化, 使钢进一步强化。

沉淀硬化不锈钢的热处理一般需经过以下三个过程: 固溶处理、调整处理、时效处理。固溶处理的目的是使钢获得介稳定的奥氏体组织, 便于加工成形。固溶处理后进行调整处理的目的是升高 Ms 点, 获得必要数量的马氏体, 从而使钢强化。时效处理 (H 处理) 是使此类钢强化的另一途径, 当时效温度高于 400℃, 从马氏体基体中沉淀析出金属间化合物。

调整处理经常采用以下三种方法: 中间时效法 (简称 T 处理法)、高温调整及深冷处理法 (R 处理

法)、冷变形法 (C 处理法)。根据调整处理的方法不同, 沉淀硬化不锈钢的热处理制度可分为三种, 即 RH 制度、TH 制度和 CH 制度。

0Cr17Ni5Mo3 钢是国内新研制的沉淀硬化不锈钢, 主要用作飞机后机身的托板螺母, 采用的热处理制度为 RH 制度。本试验围绕 RH 制度开展 0Cr17Ni5Mo3 钢热处理工艺研究, 采用正交设计法研究固溶温度、固溶时间、调整处理温度和调整处理时间对 0Cr17Ni5Mo3 钢力学性能的影响。

1 试验方法及过程

1.1 原材料

试验所用的原材料为上海五钢集团有限公司生产的 $\phi 22\text{mm}$ 热轧棒材, 熔炼炉号为 932-512, 化学成分示于表 1。

表 1 化学成分 /w %
Table 1 Chemical composition

Element	C	Mn	Si	S	P	Cr	Ni	Mo
Content	0.082	0.47	0.31	0.0019	0.021	16.45	5.16	3.03
Standard requirements	0.06~0.10	≤0.70	≤0.70	≤0.020	≤0.035	16.0~17.5	4.5~5.5	3.0~3.5

1.2 试验方案

(1) 固溶温度的选择。选取 5 个试验温度: 100Q, 102Q, 105Q, 107Q, 110Q。

(2) 固溶时间的选择。选取 5 个时间: 1Q, 2Q, 3Q, 4Q, 60min。

(3) 调整处理温度的选择。选取 5 个调整处理温度: 90Q, 92Q, 95Q, 97Q, 100Q。

(4) 调整处理时间的选择。选取 5 个调整处理时间: 1Q, 2Q, 3Q, 4Q, 60min。

上述试验方案, 若采用全排列方法安排试验, 需进行 $5 \times 5 \times 5 \times 5 = 625$ 组试验, 试验量非常庞大。为此采用正交设计法安排试验, 选择 6 因素 5 水平的正交设计表 $L_{25}(5^6)$, 这样只需进行 25 组试验, $L_{25}(5^6)$ 正交设计表示于表 2。

收稿日期: 2006-03-15; 修订日期: 2006-05-23

作者简介: 金建军 (1963-), 男, 硕士, 高级工程师, 从事高强度结构钢和不锈钢材料研究。

表 2 正交设计表 $L_{25}(5^6)$
Table 2 Orthogonal design table $L_{25}(5^6)$

Test No	Column No					
	A ₁	B ₂	C ₃	D ₄	Blank 5	Blank 6
1	1	1	1	1	1	1
2	1	2	2	2	2	2
3	1	3	3	3	3	3
4	1	4	4	4	4	4
5	1	5	5	5	5	5
6	2	1	2	3	4	5
7	2	2	3	4	5	1
8	2	3	4	5	1	2
9	2	4	5	1	2	3
10	2	5	1	2	3	4
11	3	1	3	5	2	4
12	3	2	4	1	3	5
13	3	3	5	2	4	1
14	3	4	1	3	5	2
15	3	5	2	4	1	3
16	4	1	4	2	5	3
17	4	2	5	3	1	4
18	4	3	1	4	2	5
19	4	4	2	5	3	1
20	4	5	3	1	4	2
21	5	1	5	4	3	2
22	5	2	1	5	4	3
23	5	3	2	1	5	4
24	5	4	3	2	1	5
25	5	5	4	3	2	1

将固溶温度安排在第 1 列, 固溶时间安排在第 2 列, 调整处理温度安排在第 3 列, 调整处理时间安排在第 4 列。

冷处理和时效的参数如下:

冷处理: -70°C , 2h

时效(回火): 450°C , 1h, 空冷。

这样 25 组试验即由正交设计表完全确定。例如, 第 6 组试验为 $A_2B_1C_2D_3$, 具体试验参数如下:

固溶温度: 1020°C , 水冷。

固溶时间: 10m in

调整处理温度: 920°C , 空冷。

调整处理时间: 30m in

冷处理: -70°C , 2h

时效: 450°C , 1h, 空冷。

余者依此类推。

每组试验使用 3 个拉伸试样和 3 个冲击试样。

1.3 验证试验

根据正交设计试验结果, 在固溶温度、固溶时间、调整处理温度、调整处理时间 4 个参数中, 调整处理温度的影响最显著, 为此进行如下验证试验:

固溶处理: 1050°C , 30m in 水冷。

调整处理温度: 950, 970, 1000°C 。

调整处理时间: 10m in

冷处理: -70°C , 2h

时效: 450°C , 1h, 空冷。

2 试验结果及分析

2.1 正交设计试验结果

正交设计试验结果示于表 3。

表 3 正交设计试验结果

Table 3 Experiment results of orthogonal design

Test No	Heat treatment	$\sigma_{\text{H0.2}} / \text{MPa}$	$\sigma_{\text{b}} / \text{MPa}$	$\delta_5 / \%$	$\phi / \%$	$a_{\text{KL}} / \text{J} \cdot \text{cm}^{-2}$
1	1000°C, 10m in water quench	976	1112	17.2	61.0	81.2
	900°C, 10m in air cool	967	1113	16.8	62.3	94.7
		975	1110	17.7	61.2	81.5
2	1000°C, 20m in water quench	990	1114	17.3	62.5	93.7
	920°C, 20m in air cool	987	1114	16.6	61.3	95.1
		983	1112	16.4	61.4	97.6
3	1000°C, 30m in water quench	1000	1135	17.9	63.0	96.4
	950°C, 30m in air cool	989	1137	16.5	61.9	107.4
		990	1125	17.1	61.7	87.9
4	1000°C, 40m in water quench	1021	1158	17.9	61.1	78.9
	970°C, 40m in air cool	1021	1157	18.0	60.6	72.7
		1024	1160	17.8	61.8	78.4
5	1000°C, 60m in water quench	1023	1249	20.3	68.9	> 135.7
	1000°C, 60m in air cool	1018	1238	19.9	66.6	183.6
		1041	1252	20.4	68.0	173.4
6	1020°C, 10m in water quench	984	1121	17.0	62.6	89.1
	920°C, 30m in air cool	971	1121	17.3	61.1	90.0
		974	1116	16.6	61.8	94.9
7	1020°C, 20m in water quench	976	1121	17.7	63.0	106.2
	950°C, 40m in air cool	987	1124	17.6	61.8	97.2
		978	1123	17.6	63.6	93.5
8	1020°C, 30m in water quench	999	1162	15.7	61.3	87.6
	970°C, 60m in air cool	995	1163	15.1	61.3	99.4
		1011	1162	16.7	60.8	74.3
9	1020°C, 40m in water quench	1040	1188	15.2	60.3	79.9
	1000°C, 10m in air cool	1040	1173	16.8	60.5	78.9
		1058	1187	17.0	61.1	78.9
10	1020°C, 60m in water quench	951	1121	17.4	59.8	69.6
	900°C, 20m in air cool	962	1128	16.2	57.6	79.0
		964	1128	17.3	59.8	76.9
11	1050°C, 10m in water quench	986	1139	16.0	61.3	86.6
	950°C, 60m in air cool	983	1137	17.3	60.4	100.1
		981	1127	16.6	64.3	99.7
12	1050°C, 20m in water quench	1008	1153	16.8	63.0	92.2
	970°C, 10m in air cool	985	1139	16.0	63.0	95.6
		984	1153	18.3	62.3	79.4
13	1050°C, 30m in water quench	1046	1190	17.0	60.1	74.5
	1000°C, 20m in air cool	1039	1193	18.4	60.5	76.3
		1038	1196	15.8	60.3	64.8
14	1050°C, 40m in water quench	959	1115	16.7	58.9	54.9
	900°C, 30m in air cool	961	1124	17.4	59.1	68.9
		960	1125	17.0	58.8	61.6
15	1050°C, 60m in water quench	957	1131	17.8	60.0	99.6
	920°C, 40m in air cool	962	1129	16.8	61.2	69.1
		960	1133	15.8	59.8	69.1
16	1070°C, 10m in water quench	994	1142	15.1	62.6	82.5
	970°C, 20m in air cool	1001	1147	16.8	61.8	93.8
		1011	1153	18.8	62.8	89.3
17	1070°C, 10m in water quench	1021	1190	16.5	61.3	81.4
	970°C, 20m in air cool	1023	1187	15.1	60.4	74.1
		1032	1200	18.0	61.9	74.2
18	1070°C, 30m in water quench	983	1143	15.5	58.1	62.9
	900°C, 40m in air cool	971	1136	16.0	59.9	66.6
		984	1142	17.2	58.6	54.4
19	1070°C, 40m in water quench	975	1136	16.8	61.1	74.0
	920°C, 60m in air cool	963	1133	16.4	61.6	77.2
		962	1127	17.1	61.6	87.4
20	1070°C, 60m in water quench	952	1129	15.8	61.0	88.8
	950°C, 10m in air cool	966	1149	16.7	61.1	84.0
		954	1136	14.8	61.0	86.4
21	1100°C, 10m in water quench	1051	1194	16.6	60.1	81.1
	1000°C, 40m in air cool	1037	1214	15.7	61.6	68.1
		1053	1216	15.7	59.9	95.3
22	1100°C, 20m in water quench	953	1126	15.6	57.6	66.6
	900°C, 60m in air cool	946	1129	16.3	58.6	63.0
		953	1132	16.3	56.5	64.2
23	1100°C, 30m in water quench	976	1138	16.2	60.1	74.1
	920°C, 10m in air cool	986	1143	18.5	59.6	82.9
		980	1143	15.9	61.4	88.3
24	1100°C, 40m in water quench	970	1148	17.3	60.7	83.3
	950°C, 20m in air cool	962	1144	16.0	60.2	83.8
		961	1141	15.6	59.7	83.9
25	1100°C, 60m in water quench	972	1173	15.7	61.0	75.5
	970°C, 30m in air cool	1001	1170	16.5	59.2	72.2
		995	1177	17.9	61.4	78.3

* Refrigeration - 70°C, 2h Age 450°C, 1h air cool

正交设计试验结果的分析方法有极差分析和方差分析两种。极差分析法简便易行, 计算量小, 是一种常用的方法。用极差分析方法对表 3 的数据进行处理, 处理结果示于表 4, , , 和 分别表示各因子 1 水平、2 水平、3 水平、4 水平和 5 水平对应的数据。例如, 将 A 因子 (固溶温度) 1 水平 (1000℃) 对应的 5 组试验结果 (σ_b) 相加, 其和记作 (σ_b)。则:

$$(\sigma_b) = 1112 + 1113 + 1110 + 1114 + 1114 + 1112 + 1135 + 1137 + 1125 + 1158 + 1157 + 1160 + 1249 + 1238 + 1252 = 17286$$

余者依此类推, 具体计算方法可参考有关正交

设计技术资料, 在此不赘述。

R 为极差 (每一列中最大值与最小值之差), 极差的大小反映了该列所排因子选取的“水平”变动对指标影响的大小 (即是否显著)。

根据极差的大小, 从表 4 中可以看出, C 因子 (调整处理温度) 对 σ_b 和 $\sigma_{p0.2}$ 的影响显著, 因子 A (固溶温度) 对 a_{KU} 的影响显著。

把每个因子各个水平的实际取值按大小顺序在横坐标上标出, 再结合相应的数据值的值在坐标平面上描出点并连成线, 就可用图形直观地描述因子水平与指标间的关系。

固溶温度、固溶时间、调整处理温度、调整处理时间对 σ_b , $\sigma_{p0.2}$, δ_5 , ϕ , a_{KU} 的影响, 示于图 1~ 5。

表 4 极差分析结果
Table 4 Results of range analysis

Sum of data	Column No					
	A ₁	B ₂	C ₃	D ₄	Blank 5	Blank 6
σ_b	17286	17162	16884	17166	17225	17198
	17138	17117	16911	17171	17232	17229
	17184	17308	17015	17216	17239	17167
	17250	17216	17369	17281	17213	17256
	17388	17443	18067	17412	17337	17396
	R	250	326	1183	246	124
$\sigma_{p0.2}$	15005	14944	14465	14847	14771	14850
	14890	14806	14610	14859	14954	14858
	14809	14987	14635	14832	14874	14825
	14792	14877	15022	14965	14842	14911
	14796	14678	15560	14789	14851	14819
	R	213	309	1095	176	183
δ_5	267.8	251.2	250.6	249.7	248.1	256.2
	251.2	252.1	252.5	252.0	248.0	244.2
	253.7	249.5	250.5	253.2	251.8	249.8
	246.6	253.0	253.1	253.7	251.3	254.7
	246.4	259.3	258.4	256.5	265.9	260.2
	R	21.4	9.8	7.9	6.8	17.9
ϕ	943.3	924.8	887.8	918.9	913.1	919.7
	916.4	918.2	917.1	911.1	911.3	910.1
	913.0	908.6	924.7	914.1	918.0	909.4
	914.8	907.1	924.0	911.1	905.7	911.4
	897.6	926.4	931.5	929.9	937.0	934.5
	R	45.7	19.3	43.7	18.8	31.3
a_{KU}	1558.2	1327.9	1046.0	1266.8	1237.2	1255.1
	1295.4	1274.0	1282.1	1244.1	1220.4	1236.8
	1192.4	1197.8	1385.2	1206.8	1267.5	1226.6
	1177.0	1142.7	1250.1	1193.1	1172.6	1216.9
	1160.6	1441.2	1420.2	1472.8	1485.9	1238.8
	R	397.6	298.5	374.2	279.7	313.3

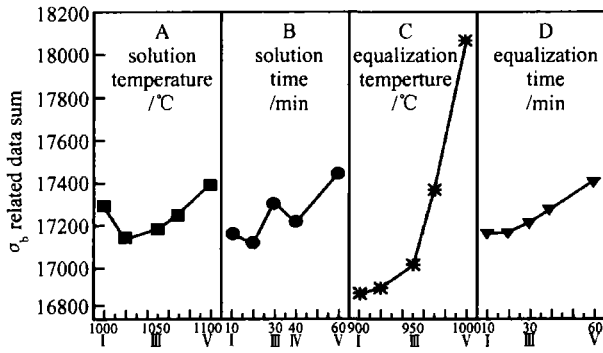


图 1 固溶温度、固溶时间、调整处理温度、调整处理时间对 σ_b 的影响

Fig 1 Effects of solution temperature, solution time, equalization temperature and equalization time on σ_b

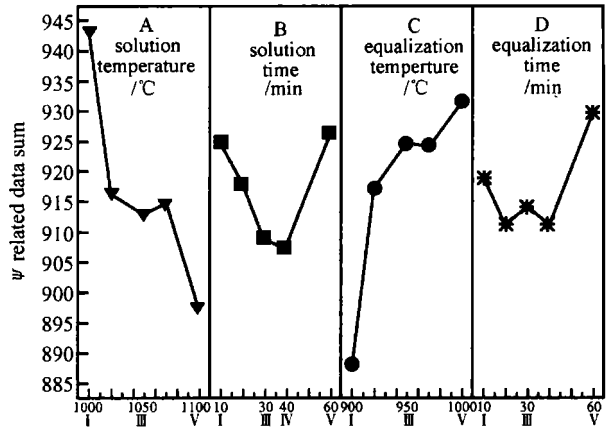


图 4 固溶温度、固溶时间、调整处理温度、调整处理时间对 ϕ 的影响

Fig 4 Effects of solution temperature, solution time, equalization temperature and equalization time on ϕ

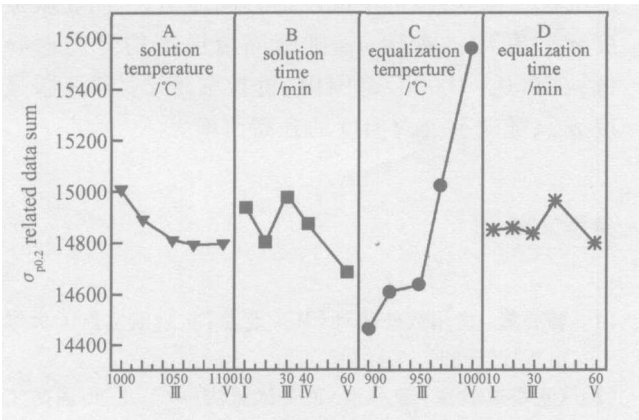


图 2 固溶温度、固溶时间、调整处理温度、调整处理时间对 $\sigma_{p0.2}$ 的影响

Fig 2 Effects of solution temperature, solution time, equalization temperature and equalization time on $\sigma_{p0.2}$

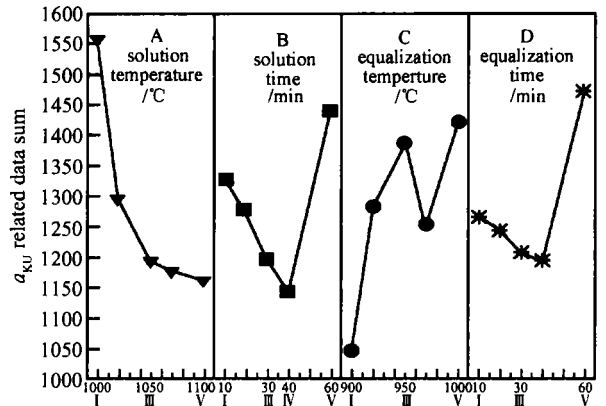


图 5 固溶温度、固溶时间、调整处理温度、调整处理时间对 a_{KU} 的影响

Fig 5 Effects of solution temperature, solution time, equalization temperature and equalization time on a_{KU}

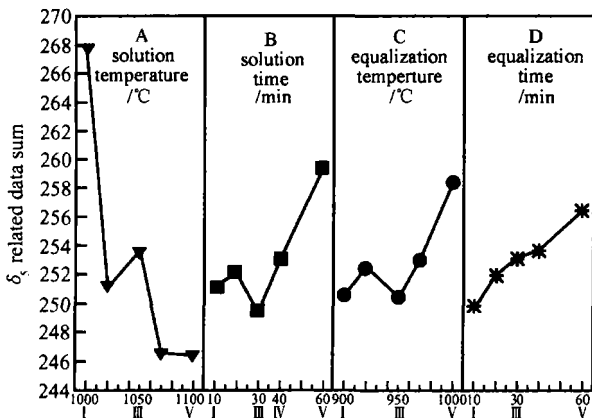


图 3 固溶温度、固溶时间、调整处理温度、调整处理时间对 δ_5 的影响

Fig 3 Effects of solution temperature, solution time, equalization temperature and equalization time on δ_5

从图 1 中可以看到, σ_b 随调整处理温度升高和调整处理时间延长单调增加。在 1020~1100°C 范围内, σ_b 随固溶温度的升高而增大。从图 2 中可以看到, $\sigma_{p0.2}$ 随固溶温度的升高而降低, 随调整处理温度升高而增大。从图 3 中可以看到, δ_5 基本上随固溶温度的升高而降低, 调整处理温度对 δ_5 影响不大。从图 4 中可以看到, ϕ 基本上随固溶温度升高而降低, 随调整处理温度升高而增大。图 5 表明, a_{KU} 随固溶温度升高而降低。

2.2 验证试验结果

验证试验结果示于表 5 和图 6

从图 6 中可以看出, σ_b 和 $\sigma_{p0.2}$ 随着调整处理温度的升高而增大, δ_5 , ϕ 和 a_{KU} 变化不大。调整处理

表 5 调整处理温度的影响

Table 5 Effect of equalization temperature on mechanical properties

Test No	Heat treatment	$\sigma_{p0.2}$ / MPa	σ_b / MPa	δ_5 / %	ψ / %	a_{KU} / J·cm ⁻²
26	1050°C, 30m in water quench 950°C, 10m in air cool- 70°C, 2h subzero cool 450°C, 1h air cool	1019	1158	18.7	61.9	86.0
		1016	1156	18.8	61.8	69.5
		1015	1158	19.3	62.3	84.8
27	1050°C, 30m in water quench 970°C, 10m in air cool- 70°C, 2h subzero cool 450°C, 1h air cool	1028	1158	18.3	61.8	75.7
		1034	1168	19.2	62.6	86.5
		1026	1163	17.7	61.8	106.3
28	1050°C, 30m in water quench 1000°C, 10m in air cool- 70°C, 2h subzero cool 450°C, 1h air cool	1064	1214	18.0	59.8	77.9
		1052	1199	16.9	60.8	77.3
		1062	1201	16.3	60.0	78.1

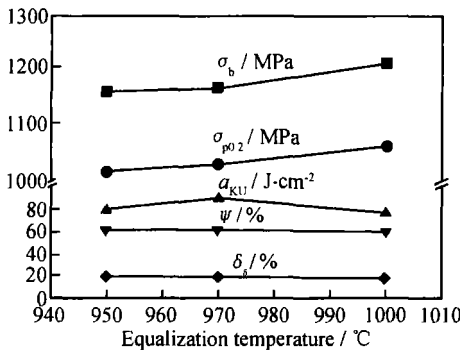


图 6 调整处理温度对拉伸和冲击性能的影响
Fig 6 Effect of equalization temperature on mechanical properties

设计试验法,用很少的试验即可获得主要热处理工艺参数对力学性能影响的规律。

(2) 在 1000~ 1100°C 范围内, 0Cr17Ni5Mo3 钢的抗拉强度 σ_b 随固溶温度的升高而增大, 而屈服强度 $\sigma_{p0.2}$ 和冲击韧性 a_{KU} 则随固溶温度的升高而降低; 在 900~ 1000°C 范围内, 抗拉强度 σ_b 和屈服强度 $\sigma_{p0.2}$ 随调整处理温度的升高而增大。

参考文献:

[1] 韩於羹. 应用数理统计 [M]. 北京: 北京航空航天大学出版社, 1989.
 [2] 《正交试验法》编写组. 正交试验法 [M]. 北京: 国防工业出版社, 1976.
 [3] 宋维锡. 金属学. 北京: 冶金工业出版社, 1980.
 [4] 田长生. 金属材料及热处理 [M]. 北京: 国防工业出版社, 1980.

温度对强度的影响规律与图 1 和图 2 是一致的。

用正交试验法获得的热处理制度已用于飞机零件的生产, 并通过了装机评审、试飞和材料鉴定。

3 结 论

(1) 在沉淀硬化不锈钢热处理研究中采用正交

Application of the Orthogonal Design of Experiment on the Study of Heat Treatment for Precipitation Hardening Stainless Steel

JN Jian-jun GU Li-xin

(Beijing Institute of Aeronautical Materials Beijing 100095, China)

Abstract The effects of prime heat treatment parameters on mechanical properties of the precipitation hardening stainless steel 0Cr17Ni5Mo3 were studied by the orthogonal design of experiment. Those parameters are solution temperature, solution time, equalization temperature, equalization time. The results show that a lot of experiments in finding out the relationship between heat treatment parameter and mechanical property by using the orthogonal design of experiment for the precipitation hardening stainless steel could be saved.

Key words precipitation hardening stainless steel; heat treatment; orthogonal design of experiment; steel 0Cr17Ni5Mo3