



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107741452 A

(43)申请公布日 2018.02.27

(21)申请号 201710829528.3

(22)申请日 2017.09.14

(71)申请人 浙江大学

地址 310058 浙江省杭州市西湖区余杭塘路866号

(72)发明人 花争立 郑津洋 屈文敏 顾超华
黄改 崔天成

(74)专利代理机构 杭州中成专利事务所有限公司 33212

代理人 周世骏

(51)Int.Cl.

G01N 27/64(2006.01)

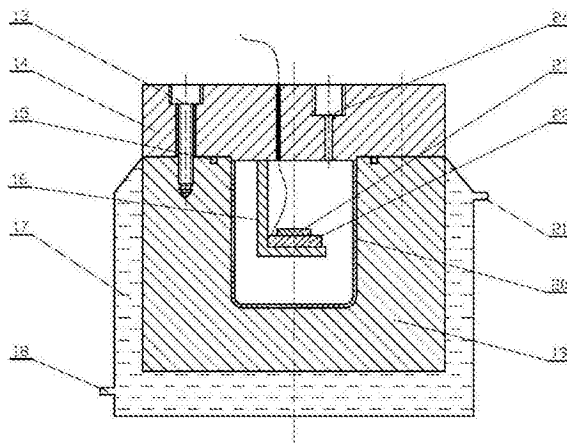
权利要求书2页 说明书5页 附图2页

(54)发明名称

一种奥氏体不锈钢中马氏体体积分数的测试方法

(57)摘要

本发明涉及金相检测技术领域,旨在提供一种奥氏体不锈钢中马氏体体积分数的测试方法。包括:将试样置于试验环境箱中进行热充氢后,在降温的同时泄放氢气并以氩气置换,抽真空后加热试样并保温,在上述过程中始终对气氛环境中的氢气实时含量进行监测。将质谱仪监测到的氢气实时含量数据对时间进行积分,计算得到待测试样中氢气的释放总量 Q_1 ;再以相同材料、尺寸的纯奥氏体标准试样重复操作,获得标准试样中的氢气释放总量 Q_2 ;计算待测试样中马氏体的体积分数为 $(Q_2-Q_1)/Q_2, %$ 。利用本发明所提出的测试装置可以准确测得奥氏体不锈钢中整体的马氏体体积分数,相较于现有测试方法本发明获得的测量数据更准确,更能反映试样的真实情况。



1. 一种奥氏体不锈钢中马氏体体积分数的测试方法,其特征在于,是利用下述装置进行测试的:

该装置包括提供试验用氢气的氢气瓶组和用于提供置换气体的氩气瓶组;氢气瓶组和氩气瓶组分别接至气动增压泵的入口端;气动增压泵还通过气路管线连接至试验环境箱,在气路管线上设有缓冲罐、流量调节阀、质谱仪、真空系统和放空阀;所述试验环境箱由上部的端盖和下部的箱体组成,两者以紧固螺栓实现固定连接;箱体具有中空的内腔,其外侧设有换热夹套;换热夹套具有热媒出口和热媒入口,分别通过管路连接至换热系统;端盖上设有贯通的端盖通孔,气路管线的末端与端盖通孔相接;在箱体的空腔中装有试样支架,试样支架的平台上设加热组件,加热组件的上表面用于放置试样;该装置还包括一个控制系统,通过信号线分别接至气动增压泵、换热系统和真空系统的动力端;在换热夹套中设有温度检测探头,通过信号线接至控制系统;

该测试方法具体包括以下步骤:

(1) 将待测试样放置在试样支架的加热组件上,拧紧紧固螺栓使端盖与箱体密闭接合;

(2) 使用真空系统抽出试验环境箱及相连气路管线内的空气,直到系统真空度达到设定值;使用气动增压泵对试验环境箱进行氢气充装,直到试验环境箱内氢气压力达到20~30MPa,并稳定在区间内的某个固定值P;

(3) 控制换热系统,使换热夹套中的热媒升温至250~350℃,并稳定在区间内的某个固定值 T_1 ;保持该温度不少于72小时,对待测试样进行热充氢;

(4) 控制换热系统,使换热夹套中的热媒温度以不低于50℃/min的速度下降至-50~-100℃,并稳定在区间内的某个固定值 T_2 ;在降温的同时,打开放空阀泄放试验环境箱以及缓冲罐内的氢气,泄放完成后使用氩气对系统进行至少3次置换;然后关闭放空阀,对系统抽真空;在真空度达到 1.0×10^{-6} Pa以下且热媒温度稳定在 T_2 后,启动质谱仪对试验环境箱内气氛环境中的氢气实时含量进行监测;

(5) 运行加热组件并以恒定的升温速率升温到500℃,并保持温度超过30分钟;在该过程中始终对试验环境箱内气氛环境中的氢气实时含量进行监测,且使换热夹套中的热媒温度保持在 T_2 ,30分钟以后停止质谱仪监测工作,通过将质谱仪监测到的氢气实时含量数据对时间进行积分,计算得到待测试样中氢气的释放总量 Q_1 ;

(6) 依次关闭加热组件、质谱仪和真空系统,设定换热系统,使换热夹套中的热媒温度最终达到室温;

(7) 分离端盖和箱体,取出待测试样;装入与待测试样同一材料牌号、同一形状尺寸的纯奥氏体标准试样,再重复步骤(1)至(6)的操作,获得标准试样在步骤(5)中的氢气释放总量 Q_2 ;

在本步骤操作过程中,应使两次试验中的试验环境箱压力值P、热充氢时温度 T_1 和释放氢气时温度 T_2 的数值保持一致;

(9) 根据两次试验测得的数据,计算待测试样中马氏体的体积分数为:

$$(Q_2 - Q_1) / Q_2, \%$$

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,加热组件的加热温度不低于500℃,加热速率不低于30℃/min;换热系统的换热温度范围-100℃~350℃。

3. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,在端盖和箱体之间的连接部位处设有用于

密封的合金材质的O形圈。

4. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述试样支架为石英材质,试样支架悬挂于端盖下方或者固定支撑在箱体底部或其内壁上。

5. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,所述箱体内壁表面具有厚度不小于10mm的搪玻璃层。

一种奥氏体不锈钢中马氏体体积分数的测试方法

技术领域

[0001] 本发明属于金相检测技术领域,特别涉及一种奥氏体不锈钢中马氏体体积分数的测试方法。

背景技术

[0002] 奥氏体不锈钢因其良好的抗腐蚀性能和力学特性而广泛应用于现代工业。奥氏体不锈钢在加工制造过程中通常会因为塑性变形而发生马氏体相变。由于马氏体和奥氏体相力学特性、抗腐蚀性能的差异导致马氏体相变发生后,奥氏体不锈钢的性能也发生变化。为了控制奥氏体不锈钢的性能,掌握其内部马氏体的体积分数尤为重要。目前常用来测定奥氏体不锈钢中马氏体体积分数的方法分为三类,一类是采用腐蚀的方法使马氏体和奥氏体呈现出不同的颜色,再通过对相应颜色区域的面积统计近似估算马氏体的体积分数,这类方法易引入人为误差,测试区域选择随意性大,测试准确度低;另一类是基于X射线衍射或电子背散射衍射等技术的测试手段,这类技术虽然能对所测试区域表面或近表面的马氏体体积分数进行相对准确地测定,但是其测试结果并不能准确表征试样内部的马氏体体积分数情况,测试结果具有很大的片面性;此外,利用铁素体测量仪等设备可对试样中的马氏体含量进行估计,但该类方法属于间接测试手段,不仅需要其他直接测试手段进行数据标定,而且测试的精度较低。

发明内容

[0003] 本发明要解决的技术问题是,克服当前现有技术中的不足,提出一种奥氏体不锈钢中马氏体体积分数的测试方法。

[0004] 为解决技术问题,本发明的解决方案是:

[0005] 提供一种奥氏体不锈钢中马氏体体积分数的测试方法,是利用下述装置进行测试的:

[0006] 该装置包括提供试验用氢气的氢气瓶组和用于提供置换气体的氩气瓶组;氢气瓶组和氩气瓶组分别接至气动增压泵的入口端;气动增压泵还通过气路管线连接至试验环境箱,在气路管线上设有缓冲罐、流量调节阀、质谱仪、真空系统和放空阀;所述试验环境箱由上部的端盖和下部的箱体组成,两者以紧固螺栓实现固定连接;箱体具有中空的内腔,其外侧设有换热夹套;换热夹套具有热媒出口和热媒入口,分别通过管路连接至换热系统;端盖上设有贯通的端盖通孔,气路管线的末端与端盖通孔相接;在箱体的空腔中装有试样支架,试样支架的平台上设加热组件,加热组件的上表面用于放置试样;该装置还包括一个控制系统,通过信号线分别接至气动增压泵、换热系统和真空系统的动力端;在换热夹套中设有温度检测探头,通过信号线接至控制系统;

[0007] 该测试方法具体包括以下步骤:

[0008] (1) 将待测试样放置在试样支架的加热组件上,拧紧紧固螺栓使端盖与箱体密闭接合;

[0009] (2) 使用真空系统抽出试验环境箱及相连气路管线内的空气,直到系统真空度达到设定值;使用气动增压泵对试验环境箱进行氢气充装,直到试验环境箱内氢气压力达到20~30MPa,并稳定在区间内的某个固定值P;

[0010] (3) 控制换热系统,使换热夹套中的热媒升温至250~350℃,并稳定在区间内的某个固定值 T_1 ;保持该温度不少于72小时,对待测试样进行热充氢;

[0011] (4) 控制换热系统,使换热夹套中的热媒温度以不低于50℃/min的速度下降至-50~-100℃,并稳定在区间内的某个固定值 T_2 ;在降温的同时,打开放空阀泄放试验环境箱以及缓冲罐内的氢气,泄放完成后使用氩气对系统进行至少3次置换;然后关闭放空阀,对系统抽真空;在真空度达到 1.0×10^{-6} Pa以下且热媒温度稳定在 T_2 后,启动质谱仪对试验环境箱内气氛环境中的氢气实时含量进行监测;

[0012] (5) 运行加热组件并以恒定的升温速率升温到500℃,并保持温度超过30分钟;在该过程中始终对试验环境箱内气氛环境中的氢气实时含量进行监测,且使换热夹套中的热媒温度保持在 T_2 ,30分钟以后停止质谱仪监测工作,通过将质谱仪监测到的氢气实时含量数据对时间进行积分,计算得到待测试样中氢气的释放总量 Q_1 ;

[0013] (6) 依次关闭加热组件、质谱仪和真空系统,设定换热系统,使换热夹套中的热媒温度最终达到室温;

[0014] (7) 分离端盖和箱体,取出待测试样;装入与待测试样同一材料牌号、同一形状尺寸的纯奥氏体标准试样,再重复步骤(1)至(6)的操作,获得标准试样在步骤(5)中的氢气释放总量 Q_2 ;

[0015] 在本步骤操作过程中,应使两次试验中的试验环境箱压力值P、热充氢时温度 T_1 和释放氢气时温度 T_2 的数值保持一致;

[0016] (9) 根据两次试验测得的数据,计算待测试样中马氏体的体积分数为:

[0017] $(Q_2 - Q_1) / Q_2, \%$ 。

[0018] 本发明中,加热组件的加热温度不低于500℃,加热速率不低于30℃/min;换热系统的换热温度范围-100℃~350℃。

[0019] 本发明中,在端盖和箱体之间的连接部位处设有用于密封的合金材质的O形圈。

[0020] 本发明中,所述试样支架为石英材质,试样支架悬挂于端盖下方或者固定支撑在箱体底部或其内壁上。

[0021] 本发明中,所述箱体内壁表面具有厚度不小于10mm的搪玻璃层。

[0022] 作为优选的方案,本发明中所述端盖和箱体为抗氢脆性能良好的A286合金材料制成。质谱仪为三重四极杆质谱,其质量数范围0~50amu。真空系统由机械真空泵和分子泵构成,真空系统的流量应可以使得试验环境箱中的真空度达到 1.0×10^{-6} Pa及以下。缓冲罐由抗氢脆性能良好的奥氏体不锈钢S31603制造,其设计压力不低于70MPa。试样的形状为正方形薄片,厚度为0.5~1mm,试样长不小于10mm。

[0023] 发明原理描述:

[0024] 本发明利用奥氏体和马氏体两相中氢溶解度的差异来测定马氏体体积分数。奥氏体中氢的溶解度约为马氏体中氢溶解度的一千倍左右,因此,对于一块含马氏体的奥氏体不锈钢而言,对其进行充氢处理后,决定试样中氢总含量的是试样中奥氏体的体积分数,而马氏体中溶解的氢含量可以忽略,依据试样的氢含量得到奥氏体的体积分数后便可计算出

马氏体的体积分数。

[0025] 基于上述原理,先对待测试样进行高温高压充氢处理(由于常温下奥氏体中氢的扩散系数特别低,唯一可行的充氢方法为高温高压充氢),直至氢在试样中达到饱和,而后立刻测定试样中的氢含量,氢含量测定采用真空中升温氢脱附的方法;再对一块与待测试样同一材料牌号、同一形状尺寸的纯奥氏体标准试样进行充氢处理,同样测试标准试样中的氢含量,通过对待测试样和标准试样中氢含量的对比可以计算得到待测试样中马氏体的体积分数。

[0026] 与现有技术相比,本发明的有益效果在于:

[0027] 利用本发明所提出的测试方法,可以准确地获得奥氏体不锈钢中整体的马氏体体积分数。相较于现有测试方法中仅能实现对试样表面或近表面马氏体体积分数的测定技术,本发明获得的测量数据更准确,更能反映试样的真实情况。

附图说明

[0028] 图1为本发明的总体装置示意图;

[0029] 图2为本发明的试验环境箱及其内部结构图。

[0030] 图中:氢气瓶组1、气动增压泵2、缓冲罐3、流量调节阀4、放空阀5、真空系统6、质谱仪阀门7、质谱仪8、试验环境箱9、换热系统10、控制系统11、氩气瓶组12、紧固螺栓13、端盖14、O形圈15、试样支架16、换热夹套17、热媒进口18、箱体19、搪玻璃层20、热媒出口21、加热组件22、试样23、端盖通孔24。

具体实施方式

[0031] 本实施例中的一种奥氏体不锈钢中马氏体体积分数测试装置如图1所示,包括提供试验用氢气的氢气瓶组1,以及用于系统内氢气置换的氩气瓶组12。氢气瓶组1和氩气瓶组12的出口均连接至气动增压泵2,而气动增压泵2的出口连接至缓冲罐3。缓冲罐3由抗氢脆性能良好的奥氏体不锈钢S31603制造,其设计压力不低于70MPa。为了对气体流量进行控制,缓冲罐3出口管路中设置有流量调节阀4。流经流量调节阀4的气体一路被送至试验环境箱9,另一路连接着放空阀5。在流量调节阀4和试验环境箱9之间的管路中还设置有真空系统6、质谱仪阀门7和质谱仪8。其中真空系统6由机械真空泵和分子泵构成,真空系统6的流量可以使得试验环境箱9中的真空度达到 1.0×10^{-6} Pa及以下。质谱仪8为三重四极杆质谱,其质量数范围0~50amu,质谱仪8主要在真空的环境中监测试验环境箱9中的氢气含量。换热系统10连接试验环境箱9外侧的换热夹套17,以实现试验环境箱9温度的调控,换热系统10的换热温度范围为 $-100^{\circ}\text{C} \sim 350^{\circ}\text{C}$,整个系统由控制系统11监测和控制。

[0032] 如图2所示,试验环境箱9主体由端盖14和箱体19构成,端盖14和箱体19由抗氢脆性能良好的A286合金钢制造,上述两部分通过紧固螺栓13进行连接,且连接部位设有用于密封的O形圈15,O形圈15采用耐高温合金制造。端盖14上设有端盖通孔24,端盖通孔24用于试验环境箱9内气体的进出和气体浓度的监测。端盖14下端连接试样支架16,试样支架16采用不吸收氢的石英制造,试样支架16上依次放置加热组件22和试样23。加热组件22的加热温度不低于 500°C ,加热速率不低于 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$,试样23的形状为正方形薄片,厚度为 $0.5 \sim 1\text{mm}$,试样长不小于 10mm 。箱体19内表面设置搪玻璃层20以避免对氢的吸收,搪玻璃层20的

厚度不小于10mm,箱体19外部设置换热夹套17,换热夹套17上分设有热媒进口18和热媒出口21。

[0033] 所述奥氏体不锈钢中马氏体体积分数测试装置的测试方法说明如下:

[0034] (1) 首先分离端盖14和箱体19,装设好待测试样23后,用紧固螺栓13密闭接合端盖14和箱体19;

[0035] (2) 使用真空系统6的机械真空泵抽掉试验环境箱9及附属管道内的残余空气,直到系统内真空度达到设定值以后关闭真空系统6。使用气动增压泵2对试验环境箱9进行高压氢气充装,直到试验环境箱9内氢气压力达到20~30MPa区间内的某个固定值P;

[0036] (3) 调节换热系统10的设定温度为250~350℃区间内的某个固定值 T_1 ,而后保持该温度不小于72小时进而实现对待测试样23的热充氢,且能够满足试样23中氢含量达到饱和;

[0037] (4) 设定换热系统10以不低于50℃/min的速度降温至-50~-100℃区间内的某个固定值 T_2 ,而后温度保持不变。在降温的同时,打开放空阀5泄放试验环境箱9以及缓冲罐3内的高压氢气,泄放完成后使用氩气瓶组12对系统中的氢气进行至少3次置换。关闭放空阀5,而后打开真空系统6,当试验环境箱9内的真空度达到 1.0×10^{-6} Pa以下且换热系统10的温度稳定在 T_2 后,打开质谱仪阀门7,并启动质谱仪8对试验环境箱9内气氛环境中的氢气实时含量进行监测;

[0038] (5) 运行加热组件22并使其以恒定的升温速率升温到500℃,保持500℃超过30分钟;在该过程中始终对试验环境箱9内气氛环境中的氢气实时含量进行监测,且使换热夹套17中的热媒温度保持在 T_2 ,30分钟以后停止质谱仪8的监测工作,通过将质谱仪8监测到的氢气实时含量数据对时间进行积分可以计算得到待测试样23中氢气的释放总量 Q_1 。

[0039] (6) 依次关闭加热组件22、质谱仪8、质谱仪阀门7、真空系统6,设定换热系统10温度为室温,直至试验环境箱9内温度达到室温。

[0040] (7) 分离端盖14和箱体19,装设好与待测试样23同一材料牌号、同一形状尺寸的纯奥氏体标准试样,而后用紧固螺栓13密闭接合端盖14和箱体19。重复上述高温高压充氢和加热放氢的过程,获得标准试样中氢气的放出总量 Q_2 ,在此过程中应保持两次试验中P、 T_1 和 T_2 的恒定;待测试样23中马氏体的体积分数为 $(Q_2-Q_1)/Q_2\%$ 。

[0041] 如上所述,本发明通过对比待测试样和标准试样在相同的充氢条件下所能溶解的氢的量来计算待测试样中马氏体的体积分数,利用本发明提出的测试装置和测试方法可以更准确地获得一块奥氏体不锈钢中整体的马氏体体积分数,而非现有测试方法中仅能实现对试样表面或近表面马氏体体积分数的测定;本发明中试样23的充氢和氢含量测定在同一试验环境箱9中完成,最大限度地减少了充氢和放氢间隔过程中试样23内氢气的释放,提高了测试的可靠性;试验环境箱9内表面及试样支架16采用不吸氢的搪玻璃层20或石英制造,上述材料在充氢过程中不吸氢、在放氢过程中不放氢,由此避免了对氢含量测试结果的影响,且氢含量测试过程中,使用加热组件22局部加热试样23,并同时使用换热系统10冷却试验环境箱9,最大限度地减少了非试样的其他构件中氢的释放,提高了测试的可靠性。

[0042] 以上所述,仅是本发明的一个实施例而已,并非对本发明做任何形式上的限制,虽然本发明已以较佳实施例揭示如上,然而并非用以限定本发明,任何熟悉本专业的技术人员,在不脱离本发明技术方案范围内,当可利用上述揭示的结构及技术内容做出某些

更动或修改而成为等同变化的等效实施案例。

[0043] 凡是未脱离本发明技术方案的内容,依据本发明的技术实质对以上实施案例所作的任何简单修改、等同变化与修饰,均仍属于本发明技术方案范围内。

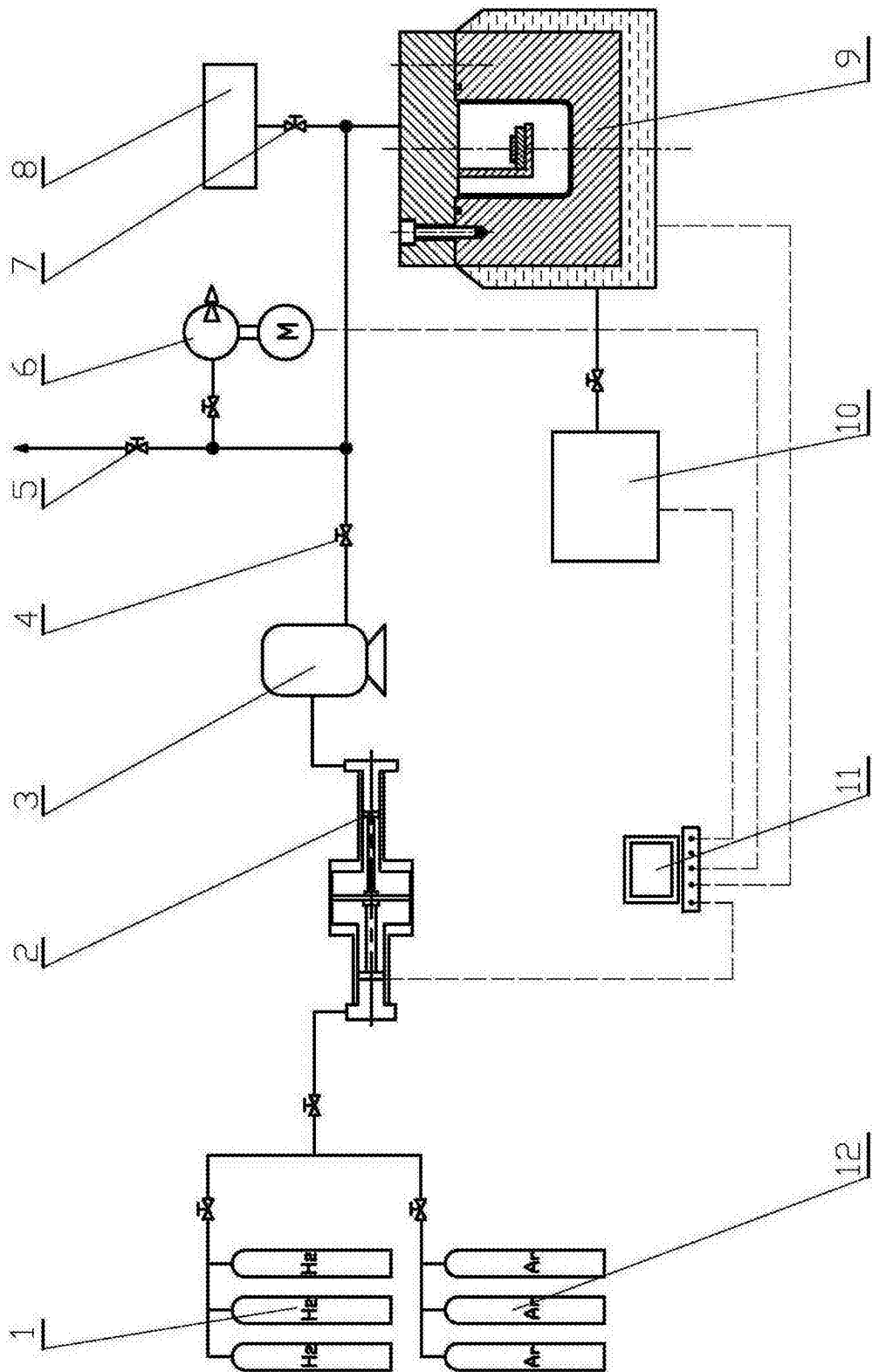


图1

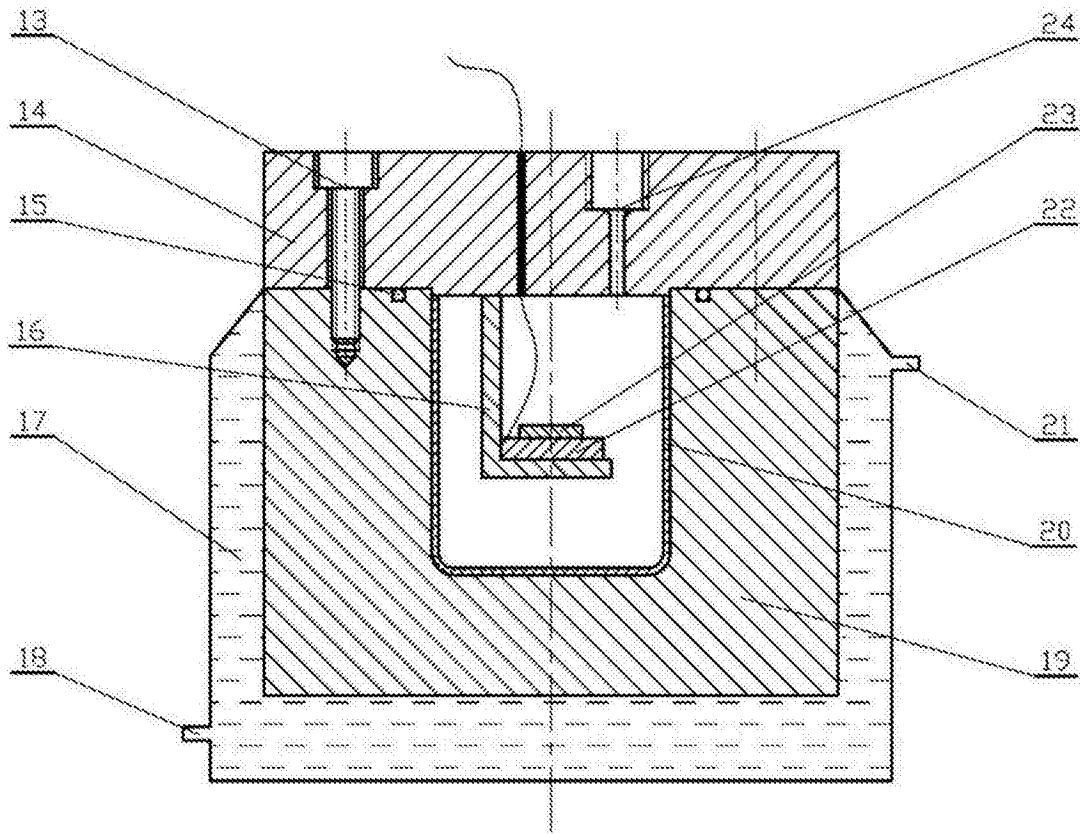


图2