

固溶处理对 690 镍基合金组织和力学性能的影响

王子君^{1,2} 郑文杰² 宋志刚² 项金钟¹ 丰 涵²

(1 云南大学物理科学技术学院,昆明 650093; 2 钢铁研究总院,北京 100081)

摘要 研究了1 050 ~ 1 150 °C固溶处理对 20 kg 真空感应炉熔炼的 690 镍基合金(% : 0.020C, 29.93Cr, 9.82Fe, 0.19Al, 0.25Ti, 0.023Nb, 0.012Mo, 0.004 2N) 1.0 mm 冷轧板的组织和力学性能的影响。结果表明,当固溶温度从1 050 °C 提高至1 100 °C,平均晶粒尺寸呈线性增长,从12 μm 提高到29 μm,超过1 100 °C 时晶粒尺寸快速增长,1 150 °C 时平均晶粒尺寸达58 μm;1 090 °C 以上固溶处理时,合金中富铬碳化物完全溶解;690 镍基合金主要强化机制为细晶强化,随固溶温度升高,合金室温抗拉和屈服强度分别从780 MPa 和400 MPa 降至662.5 MPa 和250 MPa,伸长率由40% 提高至51.75%。

关键词 690 镍基合金 固溶处理 组织 力学性能

Effect of Solution Treatment on Structure and Mechanical Properties of Nickel Base Alloy 690

Wang Zijun^{1,2}, Zheng Wenjie², Song Zhigang², Xiang Jinzhong¹ and Feng Han²

(1 Institute of Physics Science and Technology, Yunnan University, Kunming 650093;
2 Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081)

Abstract The effect of solution treatment at 1 050 ~ 1 150 °C on structure and mechanical properties of 1.0 mm cold rolled plate of nickel base alloy 690 (% : 0.020C, 29.93Cr, 9.82Fe, 0.19Al, 0.25Ti, 0.023Nb, 0.012Mo, 0.004 2N) melted by a 20 kg vacuum induction furnace has been studied. Results show that with increasing temperature of solution treatment from 1 050 °C to 1 100 °C the average grain size of steel linearly increases from 12 μm to 29 μm, with the temperature being more than 1 100 °C, the grain size increases rapidly and the average grain size is up to 58 μm at 1 150 °C; as solution treatment temperature is more than 1 090 °C, the chromium-rich carbides in alloy dissolve completely; the fine grained strengthening is main strengthening mechanism of alloy 690, with increasing solution temperature, the ambient tensile and yield strength of alloy decrease respectively from 780 MPa and 400 MPa to 662.5 MPa and 250 MPa, while the elongation of alloy increases from 40% to 51.75%.

Material Index Nickel Base Alloy 690, Solution Treatment, Structure, Mechanical Properties

690 镍基合金是一种铬含量 30%、镍含量 60%、超低碳的奥氏体耐蚀合金,与 600 合金相比,它不仅具有优异的抗应力腐蚀开裂能力,而且具有较高的强度,良好的冶金稳定性和优良的加工性能等特性^[1],已成为理想的核电蒸汽发生器传热管管用材料。近些年来国内外进行了大量研究^[2-6],但多数集中于脱敏处理阶段耐蚀性能的研究,有关固溶处理阶段的研究很少。本文通过研究固溶处理对 690 镍基合金显微组织、力学性能的影响,进一步确定了 690 镍基合金的固溶处理范围。

1 试验材料和方法

1.1 试验材料

试验材料采用真空感应炉冶炼成 20 kg 的铸锭,在 950 ~ 1 150 °C 锻造成 Φ10 mm × 3 000 mm 的棒材和宽 110 mm、厚 30 mm、长 440 mm 的板坯,板坯先热轧为宽 120 mm、厚 3.5 mm 的带材,最终冷轧为宽 110 mm、厚 1.0 mm 的带材,冷轧变形量为 (65 ± 1)%,试样材料的化学成分见表 1。合金夹杂物分析结果见表 2。

表 1 试验用 690 镍基合金的化学成分 / %
Table 1 Chemical composition of test nickel base alloy 690 / %

C	Si	Mn	P	S	Cr	Fe	Al	Ti	Nb	Mo	N
0.020	0.27	0.22	0.001 8	0.001 9	29.93	9.82	0.19	0.25	0.023	0.012	0.004 2

通讯作者:郑文杰,教授,钢铁研究总院结构材料研究所,北京 100081

表 2 690 镍基合金中非气体夹杂物级别/级

Table 2 Rating of non-metallic inclusions in nickel base alloy 690 /rating

A		B		C		D		D_s
粗系	细系	粗系	细系	粗系	细系	粗系	细系	
0	0	0	0.5	0	0	0	1.0	0

1.2 试验方法

试样首先在氢保护气氛下进行不同温度(1 050、1 080、1 090、1 100、1 120、1 150 °C)固溶处理,固溶时间均为 2 min,水淬。再将部分固溶处理后的试样在真空石英管中进行 715 °C、10 h 脱敏处理后水淬。观察固溶温度对组织和力学性能的影响。

采用 10% 草酸溶液电解,电压为 5 V,用 Leica MEF-4M 型光学显微镜和 S-4300 冷场发射扫描电镜(SEM)观察分析合金的显微组织;按照 GB/

T6394-2002《金属平均晶粒度测定法》直线截点法统计平均晶粒尺寸;在 MTS 万能试验机上测量合金室温拉伸性能。

2 试验结果和讨论

2.1 固溶温度对晶粒尺寸的影响

晶粒尺寸对高温合金材料的塑性、韧性、强度以及低周期疲劳性能有明显影响^[7],而晶粒尺寸主要与固溶处理参数有关。控制 690 镍基合金固溶处理温度对晶粒尺寸的影响十分重要。

690 镍基合金在不同温度下经 2 min 固溶处理后的金相组织见图 1。从图 1 中可看出,冷轧状态的 690 镍基合金经 1 050 ~ 1 150 °C 固溶处理后,所有试样的组织都为充分再结晶等轴晶。在 1 050 ~ 1 110 °C 固溶处理时,晶粒均匀长大,如图 1(a,b,c)

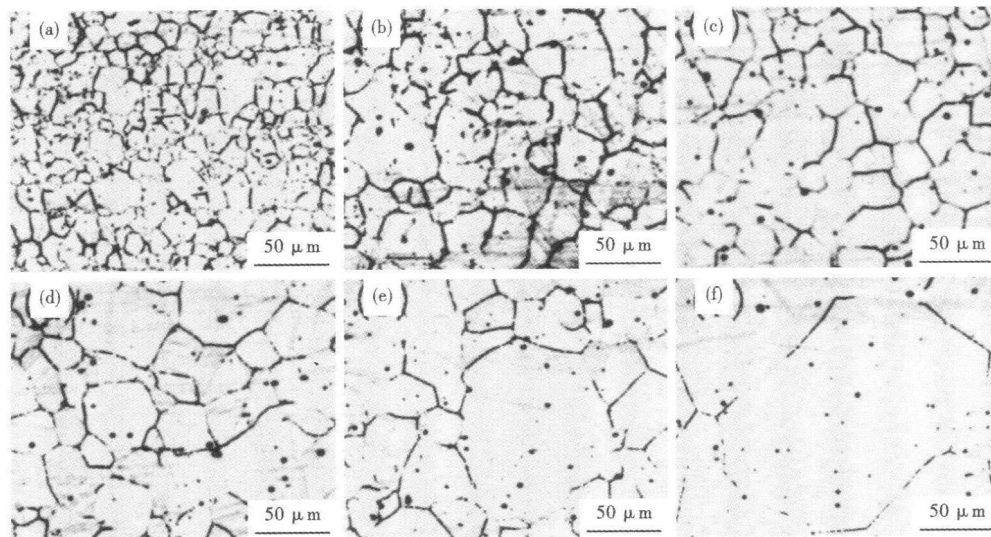


图 1 固溶处理后的 690 镍基合金组织形貌,固溶温度/°C:(a)1 050;(b)1 080;(c)1 090;(d)1 100;(e)1 120;(f)1 150
Fig. 1 Morphology of structure of nickel base alloy 690 solution treated at (/°C) 1 050 (a), 1 080 (b), 1 090 (c), 1 100 (d), 1 120 (e) and 1 150 (f)

所示。在 1 100 ~ 1 150 °C 固溶处理时,晶粒迅速长大,如图 1(d,e,f)所示。随着温度的逐渐升高,晶粒逐渐变大。

当固溶温度从 1 050 °C 增加到 1 100 °C 时,晶粒尺寸呈现线性增长,其平均晶粒尺寸随固溶温度的变化趋势见图 2。当固溶温度超过 1 100 °C 时,晶粒尺寸发生异常长大,晶粒尺寸从 33 μm 增长到 58 μm。晶粒异常长大对合金强度和晶间腐蚀性能有不利的影响,为了使合金具有高强度和强耐腐蚀性,固溶温度应低于 1 100 °C。

晶粒长大的主要驱动力是界面自由能的降低,在界面自由能驱动下,晶界发生迁移,晶界迁移引起

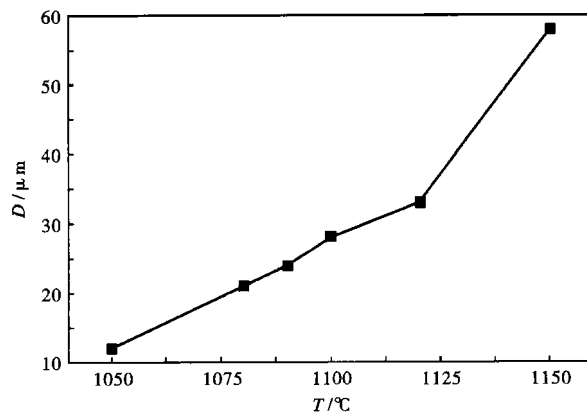


图 2 固溶温度对 690 镍基合金平均晶粒尺寸的影响
Fig. 2 Effect of solution temperature on average grain size of nickel base alloy 690

晶粒之间的相互消失与合并,从而使晶粒长大。由于界面迁移是通过原子克服一定位垒跳迁来完成,可视为热激活过程,所以温度对晶界迁移速度影响显著^[8]。在一定的保温时间内,晶粒长大过程符合 Arrhenius 公式,即:

$$D^2 - D_0^2 = A \exp[Q/RT] \quad (1)$$

式中: D - 固溶温度下的平均晶粒尺寸/ μm ; D_0 - 奥氏体原始晶粒尺寸/ μm ; A - 指前因子; Q - 晶粒长大激活能/ $(\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1})$; R - 气体常数; T - 固溶温度/ K 。

考虑到 $D^2 \gg D_0^2$, 将固溶温度转换为 T^{-1} 形式, 在(1)式两端取 \ln 值后作图, 并对所得结果进行线性拟合处理, 结果如图3所示。由此可见固溶温度与平均晶粒尺寸之间的关系近似呈现反比例函数。

2.2 固溶温度对显微组织的影响

固溶处理是为了溶解基体内碳化物以得到均匀的单相奥氏体组织, 便于脱敏时重新析出颗粒细小、分布适宜的碳化物, 同时消除由于冷、热加工产生的应力, 使合金发生再结晶。其次, 固溶处理是为了获得适宜的晶粒度, 满足力学性能的要求。因此确定碳化物的完全溶解温度对690镍基合金固溶处理制度很重要。

图4是不同固溶温度下690镍基合金的显微组织, 从图4中可以看到: 经1050℃固溶处理后, 晶界

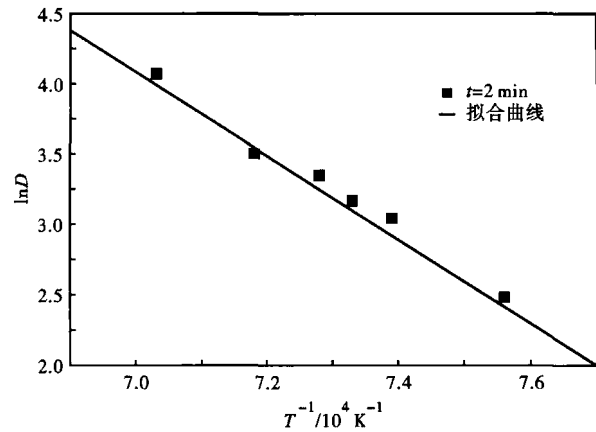


图3 固溶温度与690镍基合金晶粒尺寸的函数关系
Fig. 3 Function relation between solution temperature and grain size of nickel base alloy 690

和晶内有少量未溶解的析出物, 如图4(a)所示, 这说明合金组织在该固溶温度下固溶不够充分。当固溶温度升高到1080℃时, 合金晶界处析出物几乎完全溶解, 晶内仅存在少量析出物, 如图4(b)所示。图中箭头所指的1和2析出物通过EDAX能谱分析图判定为富铬碳化物和钛的碳氮化合物。当固溶温度升高到1090℃时, 通过扫描电镜几乎观察不到晶界处的碳化物, 如图4(c)所示, 表明碳化物已经完全溶解。这是因为碳的固溶度随固溶温度升高而增大, 当固溶温度升高时, 碳的固溶度增大, 同时合金

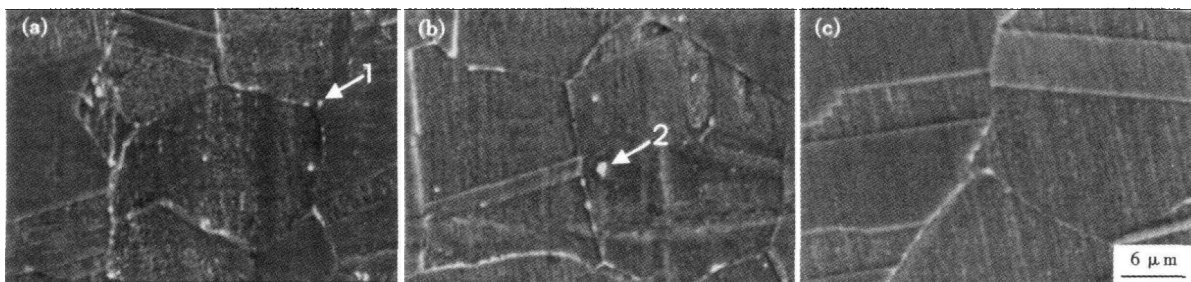


图4 (a)1050℃;(b)1080℃;(c)1090℃固溶后690镍基合金的组织 and 析出物-(a)-(1)富铬碳化物;(b)-(2)钛的碳氮化合物

Fig. 4 Structure of nickel base alloy 690 solution treated at 1050℃ (a), 1080℃ (b) and 1090℃, and precipitates- chromium-rich carbide (a)-(1) and titanium carbo-nitride (b)-(2)

元素扩散速度加快, 从而使碳化物更快地溶入基体。

2.3 固溶温度对力学性能的影响

固溶温度对690镍基合金室温力学性能的影响见图5。由图5可见, 随着温度的升高, 固溶态合金的室温抗拉强度和屈服强度逐渐降低, 而断后伸长率逐渐升高。在1050~1150℃固溶处理时, 合金的室温抗拉强度从780 MPa下降到662.5 MPa, 屈服强度从400 MPa下降到250 MPa, 断后伸长率从

40%上升到51.75%, 如图5(a)所示。主要原因为: 晶粒细化对强度的影响符合位错塞积模型的 Hall-Petch^[9]关系式: $S = S^0 + k \cdot d^{-1/2}$ 。随着固溶温度的升高, 晶粒平均尺寸逐渐增大, 导致合金的强度降低。另外, 在较低的固溶温度处理时, 晶界上有一些未溶解的富铬碳化物, 如图4(a)所示, 这些第二相与位错相互作用, 在一定程度上促使强度提高, 而在较高的固溶温度处理, 晶界上富铬碳化物已经溶解,

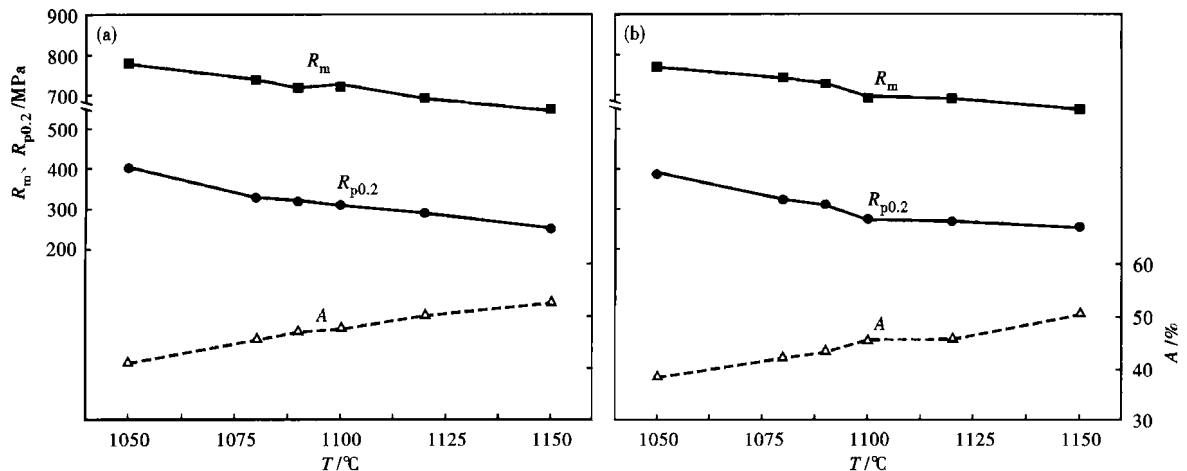


图 5 固溶温度对 690 镍基合金室温力学性能的影响: (a) 固溶态; (b) 敏化态

Fig. 5 Effect of solution temperature on ambient mechanical properties of nickel base alloy 690: (a) solid solution state; (b) sensitized condition

不存在第二相,从而强度降低。

对于固溶处理后再经 715 °C、10 h 处理的敏化态 690 镍基合金,随着固溶温度的升高,合金的室温抗拉强度从 767.5 MPa 下降到 667.5 MPa,屈服强度从 387.5 MPa 下降到 255 MPa,断后伸长率从 38.5% 上升到 50.25%,如图 5(b) 的所示。与固溶态相比,敏化态 690 镍基合金的强度和断后伸长率变化都较小。虽然 690 镍基合金经过不同温度的固溶处理,但再经过 10 h 脱敏处理后,晶界富铬碳化物析出都较为充分,析出物较为粗大,析出数量大致相同,析出相强化的影响较小。

综上所述,固溶温度对 690 镍基合金室温力学性能影响十分明显。晶粒尺寸是影响 690 镍基合金室温强度的主要因素,合金的强化机制主要为细晶强化。

3 结论

(1) 固溶处理对 690 镍基合金晶粒尺寸影响很大。温度从 1050 °C 升高到 1150 °C,晶粒平均尺寸从 12 μm 增长到 58 μm。在 1050 ~ 1100 °C 温度内固溶处理时,晶粒尺寸均匀长大。

(2) 690 镍基合金经过 1050 °C 固溶处理时,晶界和晶内有少量未溶解的富铬碳化物和钛的碳氮化合物。固溶温度超过 1090 °C 后,富铬碳化物可充分

溶解。

(3) 固溶处理工艺明显影响 690 镍基合金力学性能。随着固溶温度的升高,合金的室温抗拉强度和屈服强度逐渐降低,而伸长率逐渐升高。细晶强化是 690 镍基合金强化的主要强化机制。

参考文献

- 1 朱红,董建新,张麦仓,等. 固溶处理对 Inconel690 合金组织影响. 北京科技大学学报,2002,24(5):511
- 2 Yonezawa T, Onimura K, Sasaguri, et al. Effect of Heatment on Corrosion Resistance of Alloy 690. Proceedings of 2ed, International Symposium Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems, Monterey, California, 1985, 9
- 3 Kai J J, Yu G P, Tsai C H, et al. The Effects of Heat Treatment on the Chromium Depletion, Precipitate Evolution and Corrosion Resistance of Inconel Alloy 690. Metallurgical Transactions A, 1989, 20A:2057
- 4 长野博夫. 压水堆蒸汽发生器管用 690 合金的研究开发和制造体制. 住友金属, 1988, 40(4):110
- 5 邱绍宇, 苏兴万, 文燕, 等. 热处理对 690 合金腐蚀性能影响的实验研究. 核动力工程, 1995, 16(4):336
- 6 李强, 周邦新. 690 合金的显微组织研究. 金属学报, 2001, 37(1):8
- 7 黄乾尧. 高温合金. 北京:冶金工业出版社, 2000
- 8 丰涵. 固溶处理对 Inconel 690 合金组织和力学性能的影响. 钢铁研究学报, 2009, 21(3):46
- 9 雍歧龙. 钢铁材料中的第二相. 北京:冶金工业出版社, 2006

王子君(1984-),女,硕士研究生,2008年安阳师范学院毕业,热处理对合金第二相析出及性能的影响。

收稿日期:2011-02-28

欢迎订阅 2012 年《特殊钢》杂志

邮发代号:38-183

定价:16.00 元/期 96.00 元/年

全国各地邮局订阅