

· 组织和性能 ·

固溶温度对 NS3105 合金 $\Phi 63$ mm \times 10 mm 冷轧管晶粒长大倾向的影响

陆江帆 张立红 桑卫钧
(宝钢特钢有限公司, 上海 200940)

摘要 试验用 NS3105 合金 ($\% : 0.021\text{C}, 0.06\text{Si}, 0.02\text{Mn}, 0.0007\text{S}, 0.007\text{P}, 29.75\text{Cr}, 59.90\text{Ni}, 9.88\text{Fe}, 0.010\text{ON}$) 经 12 t 真空感应炉熔炼, 保护气氛电渣重熔成 3 t 锭, 锻造开坯 $\Phi 236$ mm 坯, 热挤压成 $\Phi 95$ mm \times 16 mm 蒸管, 再冷轧成 $\Phi 63$ mm \times 10 mm 管。研究了冷轧管 800 ~ 1 140 $^{\circ}\text{C}$ 5 ~ 15 min 固溶处理对其组织的影响。结果表明, NS3105 合金热加工管经 60% 变形量冷轧后, 合金原有的等轴晶粒发生较大变形, 冷轧管变形晶粒 800 $^{\circ}\text{C}$ 开始发生回复再结晶, 950 $^{\circ}\text{C}$ 基本完全再结晶; 随着温度提高和时间加长, 冷轧管再结晶晶粒不断长大, 950 ~ 1 080 $^{\circ}\text{C}$ 时, 晶粒长大不均匀, 出现混晶和粗细晶条带; 1 080 ~ 1 120 $^{\circ}\text{C}$ 时, 晶粒长大较均匀; 大于 1 120 $^{\circ}\text{C}$, 冷轧管晶粒长大明显, 组织较粗大, NS3105 合金冷轧管最佳固溶处理温度为 1 080 ~ 1 120 $^{\circ}\text{C}$ 。

关键词 NS3105 合金 冷轧管 固溶处理 晶粒长大

Effect of Solid-Solution-Treated Temperature on Grain Growth Tendency of $\Phi 63$ mm \times 10 mm Cold-Rolled Tube of Alloy NS3105

Lu Jiangfan, Zhang Lihong and Sang Weijun
(Baosteel Special Steel Co Ltd, Shanghai 200490)

Abstract The tested alloy NS3105 ($\% : 0.021\text{C}, 0.06\text{Si}, 0.02\text{Mn}, 0.0007\text{S}, 0.007\text{P}, 29.75\text{Cr}, 59.90\text{Ni}, 9.88\text{Fe}, 0.010\text{ON}$) is melted by 12 t vacuum induction furnace and electro-slag remelting to 3 t ingot with shielding atmosphere, forged breaking-down to $\Phi 236$ mm bloom, hot extrusion to $\Phi 95$ mm \times 16 mm pierced shell, then cold-rolled to $\Phi 63$ mm \times 10 mm tube. Effect of the solid-solution treatment of cold-rolled tube at 800 ~ 1 140 $^{\circ}\text{C}$ for 5 ~ 15 min on structure of steel has been studied. Results show that as the alloy NS3105 hot-worked tube cold-rolled with 60% deformation, the original equiaxed crystal structure of alloy occur large deformation, the deformed grains in cold-rolled tube start to recover-recrystallize at 800 $^{\circ}\text{C}$ and the recrystallization is completed basically at 950 $^{\circ}\text{C}$; with increasing temperature and heating time the recrystallized grains of cold-rolled tube grow continuously, and the grains grow inhomogeneously at 950 ~ 1 080 $^{\circ}\text{C}$ and the mix-grain and coarse-fine grain structure occur; at 1 080 ~ 1 120 $^{\circ}\text{C}$ the grains grow homogeneously; and at more than 1 120 $^{\circ}\text{C}$ the grains of cold-rolled tube grow obviously and the structure is coarser. The optimum solid-solution treated temperature for cold-rolled tube of alloy NS3105 is 1 080 ~ 1 120 $^{\circ}\text{C}$.

Material Index Alloy NS3105, Cold-Rolled Tube, Solid-Solution Treatment, Grain Growth

NS3105 (N06690) 合金是一种 Cr 含量高达 30% 的奥氏体型镍基耐蚀合金, 它具有抗氯化物及高温高压水应力腐蚀, 耐强氧化性介质及 HNO_3 -HF 混合腐蚀的特性^[1], 同时还具有高的强度, 良好的冶金稳定性和优良的加工特性^[2]。合金不仅是制造核动力蒸汽发生器传热管的理想材料, 还可用于硝酸生产中的废气再加热炉等需要高耐腐蚀性能材料的工业生产环境, 也可用于制作石化工业中的换热器管等。产品有管材、锻件、棒材、丝材等, 管材居多。实际应用中的 NS3105 管材大多是由热加工荒管经冷加工及热处理制成的无缝管。冷加工后的管材, 如何通过一定的热处理获得合适的晶粒组织, 对合金管的性能或继续加工都非常关键, 但对于热处理温度和保温时间却有不同报道^[3]。在冷轧变形量一定的情况下, 热处理工艺直接决定了合金管的组织状态和使用性能^[4]。本文着重研究 NS3105 合

金热挤压荒管经一定变形量冷轧后的无缝冷轧管, 在不同热处理温度和时间下的再结晶及晶粒长大倾向和规律, 便于对合金冷轧管选择较合适的热处理制度。

1 试验材料与方法

试验材料采用 NS3105 合金 $\Phi 63$ mm \times 10 mm 冷轧管, 由 12 t 真空感应炉熔炼 (VIM) 电极 ($\Phi 430$ mm), 经 5 t 保护气氛电渣重熔 (ESR) $\Phi 510$ mm 电渣锭 (3 t), 电渣锭经锻造开坯 ($\Phi 236$ mm)、热挤压荒管 ($\Phi 95$ mm \times 16 mm), 再冷轧至 $\Phi 63$ mm \times 10 mm 冷轧管, 冷轧变形量约 60%。试验用料电渣锭的化学成分见表 1。

对冷轧管试验料取样进行不同温度和保温时间的热处理, 热处理温度分别为 800、850、900、950、1 000、1 040、1 060、1 080、1 100、1 120、1 140 $^{\circ}\text{C}$ 共 11

表 1 试验用 NS3105 合金 3 t 电渣锭化学成份 / %
Table 1 Chemical composition of 3 t ESR ingot of tested alloy NS3105 / %

C	Mn	Si	S	P	Cr	Fe	Ni	N
0.021	0.02	0.06	0.000 7	0.007	29.75	9.88	59.90	0.010 0

个温度点,每个温度点下保温时间分别为 5、10、15 min,热处理后试样均采用入水快速冷却。观察冷轧管冷轧态和不同热处理后显微组织变化情况,同时对冷轧前的热挤压母管组织也进行观察对比。采用 10% 草酸溶液电解腐蚀,用 AXIOPLAN2 型光学显微镜、Zeiss Ultra55 型扫描电镜 (SEM)、JEM-2010F 型透射电镜 (TEM) 观察分析合金的显微组织;按照 ASTM E112《平均晶粒度检测方法》中比较法进行晶粒度评级,并绘制合金晶粒长大倾向曲线。

2 试验结果与讨论

2.1 冷轧前母管微观组织

冷轧用母管是经热挤压成型的荒管,其金相组织和显微组织见图 1。可以看出,冷轧前母管的晶粒组织图 1(a) 是较均匀的等轴晶粒,晶粒度级别在 4.0 ~ 6.5 级;扫描电镜下观察母管显微组织图 1(b) 显示,冷轧前的热挤压母管固溶情况较好,晶界和晶内都较干净,少有碳化物等析出物存在,晶粒内有一定量的孪晶。

2.2 冷轧管冷轧态微观组织

热挤压母管经过一定变形量冷轧至 $\Phi 63$ mm \times 10 mm 冷轧管,冷轧管冷轧态的显微组织见图 2。可以看出,热挤压管经过一定变形量冷轧后,合金管晶粒组织发生了较大变化,冷轧前母管的等轴晶粒经冷轧变形后,沿轧制方向晶粒被拉长,成为密集的变形拉长晶粒(图 2a)。从透射电镜下的显微组织看,经一定变形量冷轧后,合金组织中集聚了较多的位错和位错胞,位错间相互缠绕(图 2b)。这样的冷变形组织加工硬化明显,不利于后续的继续加工或使用,需

通过一定的热处理,使冷变形组织得到回复和重新再结晶,消除加工硬化,获得较合适的合金组织后,合金管才能得到较好使用^[4]。

2.3 冷轧管不同热处理的晶粒组织变化

热处理温度对合金晶粒尺寸的影响十分重要^[5]。对合金冷轧管分别进行 800、850、900、950、1 000、1 040、1 060、1 080、1 100、1 120、1 140 °C 11 个温度及每个温度下分别保温 5、10、15 min 的热处理,不同热处理后冷轧管较明显变化晶粒组织见图 3。

试验结果显示,在 800 °C 热处理,保温 5 min(图 3a₁),冷轧管变形拉长晶粒个别晶界处开始出现很细小的再结晶晶粒,说明此时变形组织已开始发生再结晶,保温 10 min(图 3a₂),再结晶晶粒数量增多,变形拉长晶粒仍较多,保温 15 min(图 3a₃),再结晶晶粒数量明显增多,但仍有相当数量变形拉长晶粒存在。

850 ~ 900 °C,保温 5 ~ 15 min,冷轧管再结晶晶粒数量不断增多,拉长晶数量不断减少,但再结晶仍

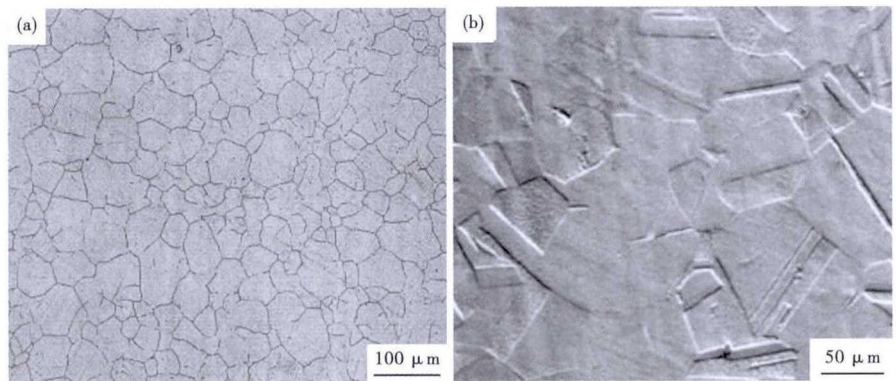


图 1 NS3105 合金 $\Phi 95$ mm \times 16 mm 热挤压管组织形貌:(a)光学;(b)扫描电镜
Fig. 1 Morphology of structure of $\Phi 95$ mm \times 16 mm hot-extruded tube of alloy NS3105: (a) optical; (b) SEM

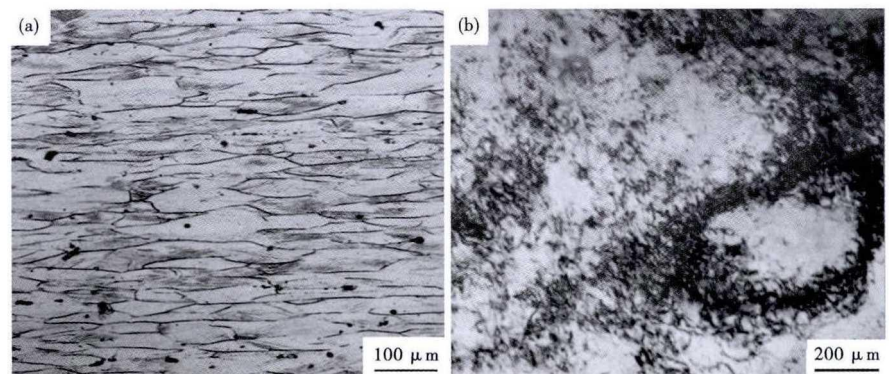


图 2 NS3105 合金 $\Phi 63$ mm \times 10 mm 冷轧管组织形貌:(a)光学;(b)透射电镜
Fig. 2 Morphology of structure of $\Phi 63$ mm \times 10 mm cold-rolled tube of alloy NS3105: (a) optical; (b) TEM

不完全。

温度升到 $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 $5 \sim 15 \text{ min}$ (图 $3b_1 \sim b_3$), 冷变形拉长晶粒已全部变成再结晶等轴晶粒, 冷变形组织已基本完全再结晶, 部分再结晶晶粒已开始长大。 $950 \sim 1000 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 $5 \sim 15 \text{ min}$, 较晚再结晶的细小晶粒与开始长大的晶粒并存, 许多较晚再结晶晶粒还没有开始长大, 晶粒总体较细。

温度升到 $1040 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 $5 \sim 15 \text{ min}$ (图 $3c_1 \sim c_3$), 较晚再结晶的细小晶粒与已开始长大的晶粒差异明显增大, 混晶现象开始明显, 且沿轧制方向呈现较明显的粗细晶条带, 随着保温时间的加长, 细小晶粒的数量不断减少, 开始长大的晶粒不断增多。 $1040 \sim 1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 $5 \sim 15 \text{ min}$, 细小晶粒逐渐长大, 原来稍大的晶粒也不断长大, 晶粒组织依然是较明显的混晶状态, 大小晶粒仍呈现明显粗细晶条带。

温度升到 $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 $5 \sim 15 \text{ min}$ 时 (图 $3d_1 \sim d_3$), 原来细小晶粒有明显长大, 小晶粒与大晶粒间的级差明显缩小, 混晶现象和大小晶粒的条带状况得到明显改善, 晶粒均匀性有所提高, 仅在保温时间较短时, 还有少量细小晶粒存在。

温度升到 $1120 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 $5 \sim 15 \text{ min}$ (图 $3e_1 \sim e_3$), 晶粒随温度提高和保温时间加长有所长大, 但长大不明显, 晶粒级差也较小, 晶粒较均匀。

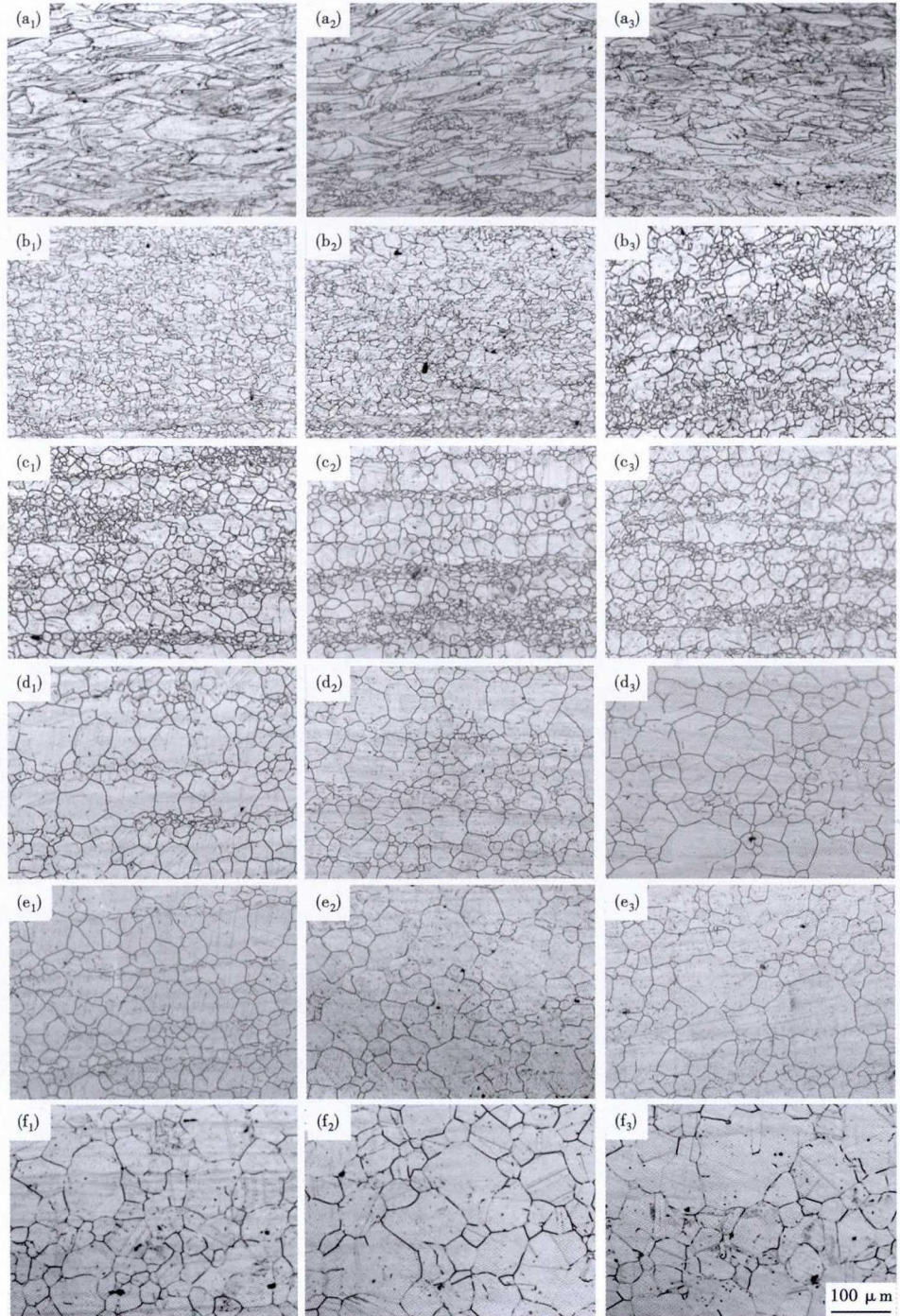


图 3 固溶处理温度和时间对 NS3105 合金 $\Phi 63 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ 冷轧管晶粒组织的影响: $800 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (a_1) 5 min , (a_2) 10 min and (a_3) 15 min ; $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (b_1) 5 min , (b_2) 10 min and (b_3) 15 min ; $1040 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (c_1) 5 min , (c_2) 10 min , (c_3) 15 min ; $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (d_1) 5 min , (d_2) 10 min , (d_3) 15 min ; $1120 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (e_1) 5 min , (e_2) 10 min , (e_3) 15 min ; $1140 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (f_1) 5 min , (f_2) 10 min , (f_3) 15 min

Fig. 3 Effect of solid-solution treated temperature and time on grain structure of $\Phi 63 \text{ mm} \times 10 \text{ mm}$ cold-rolled tube of alloy NS3105: at $800 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (a_1) 5 min , (a_2) 10 min and (a_3) 15 min ; at $950 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (b_1) 5 min , (b_2) 10 min and (b_3) 15 min ; at $1040 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (c_1) 5 min , (c_2) 10 min and (c_3) 15 min ; at $1080 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (d_1) 5 min , (d_2) 10 min and (d_3) 15 min ; at $1120 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (e_1) 5 min , (e_2) 10 min and (e_3) 15 min ; at $1140 \text{ }^{\circ}\text{C}$ - (f_1) 5 min , (f_2) 10 min and (f_3) 15 min

温度再升到 $1140 \text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 $5 \sim 15 \text{ min}$ (图 $3f_1 \sim f_3$), 晶粒开始明显长大, 整体晶粒组织开始粗大。

综上所述,合金冷轧管冷加工变形组织在热处理温度达到 800 ℃ 左右开始再结晶,随着热处理温度的升高和保温时间的加长,再结晶晶粒不断增多,950 ℃ 左右已基本完全再结晶;完全再结晶后,随着热处理温度的升高和保温时间的加长,再结晶晶粒不断长大,在 950 ~ 1 080 ℃,合金组织易出现混晶现象,晶粒度级差较大,同时沿轧制方向会出现较明显的粗细晶条带现象;热处理温度超过 1 080 ℃,混晶和粗细晶条带现象明显改善;热处理温度在 1 080 ~ 1 120 ℃,保温大于 10 min,晶粒较均匀,晶粒度级差较小;热处理温度超过 1 120 ℃,晶粒长大明显,晶粒组织开始整体粗大。

2.4 冷轧管晶粒长大倾向

对合金冷轧管在 800 ~ 1 140 ℃ 的 11 个温度下分别保温 5、10、15 min 热处理后的试样进行晶粒度综合评级并绘制成曲线,可以较直观反映出,随着热处理温度升高和保温时间的加长,冷轧管晶粒的长大倾向和趋势,见图 4。可以看出,随着热处理温度的升高,冷轧管晶粒呈持续长大趋势,同一温度下,随着保温时间的延长,晶粒长大幅度有所增加。不同保温时间下,晶粒的长大趋势和倾向基本一致。

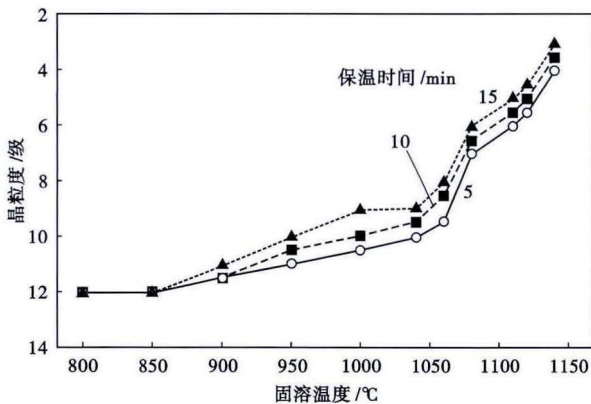


图 4 固溶温度和时间对 NS3105 合金 Φ63 mm × 10 mm 冷轧管晶粒度的影响

Fig. 4 Effect of solid-solution treated temperature and time on grain rating of Φ63 mm × 10 mm cold-rolled tube of alloy NS3105

热处理温度从 800 ℃ 升到 1 140 ℃,保温时间由 5 min 到 15 min,晶粒度可由 12 级长大到 2 ~ 4 级。温度从 1 060 ℃ 到 1 080 ℃,晶粒长大倾向和幅度有所增加,温度在 1 080 ℃ 到 1 120 ℃,晶粒的长大倾向和幅度有所平缓,温度超过 1 120 ℃,晶粒的长大倾向和幅度又有所增大。

3 结论

(1) 合金冷轧管冷加工变形组织在热处理温度达到 800 ℃ 左右开始再结晶,随着热处理温度的升高和保温时间的加长,再结晶晶粒不断增多,950 ℃ 左右可基本完全再结晶。

(2) 随着热处理温度的升高和保温时间的延长,合金冷轧管再结晶晶粒不断长大。不同保温时间下,晶粒的长大趋势和倾向基本一致。

(3) 热处理温度在 950 ~ 1 080 ℃,合金冷轧管组织易出现混晶现象,晶粒度级差较大,同时沿轧制方向易出现较明显的粗细晶条带现象。热处理温度在 1 080 ~ 1 120 ℃,并保温一定时间,晶粒较均匀,晶粒度级差较小。热处理温度超过 1 120 ℃,晶粒长大倾向较明显,晶粒组织较粗大。合金冷轧管最佳热处理温度推荐为 1 080 ~ 1 120 ℃。

参考文献

- [1] 冶金工业部信息标准研究院冶金标准研究部. 特殊合金标准汇编[S]. 北京: 中国标准出版社, 1997: 459-460.
- [2] 董毅, 高志远. 我国核电事业的发展与 Inconel690 合金的研制[J]. 特钢技术, 2004(3): 45-46.
- [3] 朱红, 董建新, 张麦仓, 等. 固溶处理对 Inconel690 合金组织影响[J]. 北京科技大学学报, 2002, 24(5): 511-513.
- [4] 董建新. 镍基合金管材挤压及组织控制[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2014: 382-386.
- [5] 王子君, 郑文杰, 宋志刚, 等. 固溶处理对 690 镍基合金组织和力学性能影响[J]. 特殊钢, 2011, 32(4): 67-70.

陆江帆(1964-), 男, 工程师, 1986 年上海大学(本科)毕业, 特种材料研究与开发. E-mail: lujiangfan@baosteel.com

收稿日期: 2017-10-05