



大型 N08120 镍基合金铸锭的凝固组织及偏析倾向分析

刘 煜, 张晓慢, 徐文亮

(核电关键材料全国重点实验室, 宝武特种冶金有限公司, 上海 200940)

摘 要: 高端装备的大型化需求对镍基耐蚀合金大型铸锭的组织及偏析控制提出更为严苛的要求。本研究针对 N08120 合金 20 t 扁锭, 利用金相显微镜、扫描电镜及电子探针等测试方法, 开展了铸锭凝固组织及成分偏析倾向的分析, 以期为工业生产评估大型镍基合金铸锭凝固质量, 制定均匀化热处理工艺等提供指导。结果表明, 铸锭细晶区和柱状晶区厚度分别约为 5、116 mm, 铸锭沿厚度方向无明显宏观成分偏析。从铸锭表层向铸锭中心过渡, 枝晶形貌和二次枝晶臂间距(SDAS)均有显著变化, 表层枝晶更为细小, 柱状晶区枝晶干长度增加且有一定方向性, 而中心等轴晶区枝晶粗大并失去方向性, SDAS 从 96 μm 单调增至 383 μm 。枝晶间 Cr、Nb、Mo 为正偏析元素, C 为负偏析元素, Ni 和 Fe 无明显偏析倾向, 偏析程度随位置从表层向铸锭心部逐渐增加, Nb 的偏析会导致含 Nb 第二相析出。

关键词: 镍基合金; 耐蚀合金; 凝固组织; 枝晶形貌; 枝晶偏析

DOI:10. 20057/j. 1003-8620. N250610 **中图分类号:** TG27

Analysis of Solidification Microstructure and Segregation Tendency of Large N08120 Nickel-Based Alloy Ingot

Liu Yu, Zhang Xiaoman, Xu Wenliang

(State Key Laboratory of Materials for Advanced Nuclear Energy, Baowu Special Metallurgy Co., Ltd., Shanghai 200940, China)

Abstract : The demand for large-scale high-end equipment has imposed more stringent requirements on the microstructure and segregation control of large ingots of nickel-based corrosion-resistant alloys. In this paper, for a 20-ton flat ingot of N08120 alloy, testing methods such as metallographic microscope, scanning electron microscope and electron probe micro-analysis were used to analyze the solidification structure and composition segregation tendency of the ingot, aiming to provide guidance for evaluating the solidification quality of large nickel-based alloy ingots in industrial production and formulating homogenization heat treatment processes. The results showed that the thicknesses of the fine-grained zone and the columnar grain zone of the ingot were approximately 5 mm and 116 mm, respectively, and there was no significant macroscopic compositional segregation along the thickness direction of the ingot. From the surface to the center of the ingot, there were significant changes in both the dendrite morphology and the secondary dendrite arm spacing (SDAS). The dendrites in the surface layer were finer, the dendrite trunk length in the columnar grain zone increased and exhibited a certain degree of orientation, while the dendrites in the central equiaxed grain zone were coarse and lost their orientation. And the SDAS increased monotonically from 96 μm to 383 μm . Among the elements, Cr, Nb, and Mo in the interdendritic regions were positive segregation elements, C was negative segregation element, and Ni and Fe showed no obvious segregation tendency. The degree of segregation gradually increased from the surface layer to the center of the ingot, and the segregation of Nb leads to the precipitation of Nb-containing second phases.

Key Words : Nickel-based Alloy; Corrosion-resistant Alloy; Solidification Microstructure; Dendrite Morphology; Dendrite Segregation

随着全球工业技术的持续升级,能源、化工及海洋工程等领域的特种设备正朝着大型化、高性能化和极端环境适应性的方向快速发展。超大型核电压力容器、万吨级乙烯裂解反应器、深水油气开采平台等关键装备的尺寸与服役参数持续突破,不

仅对核心结构材料的单体重量提出更大的需求,更是对材料组织均匀性、力学性能和稳定性提出了严苛要求。镍基耐蚀合金因其在高温高压、强腐蚀介质中的卓越稳定性,成为此类极端工况设备的首选材料^[1]。大型镍基合金铸锭的制备面临的核心挑战

基金项目: 上海市“启明星”扬帆专项(24YF2700200)

作者简介: 刘 煜(1993—),男,博士,高级工程师; **E-mail:** frodoliu@baosteel.com; **收稿日期:** 2025-12-23

Editorial Office of Special Steel. OA under CC BY-NC-ND 4.0

在于凝固过程的组织控制与偏析抑制,随着铸锭尺寸从吨级向十吨级跨越,这一挑战变得愈发严峻且复杂^[2-3]。从组织控制角度而言,铸锭尺寸越大,中心区域散热路径越长,热量导出困难,较低的冷却速率导致粗大柱状晶形成和等轴晶区扩大,且一次枝晶间距和二次枝晶臂间距增大。从成分均匀性角度而言,缓慢的凝固还会为溶质元素的扩散与再分配提供更长的时间窗口,在凝固前沿,溶质元素会因为选择性结晶而不断富集,形成微观偏析,偏析程度会随着凝固时间的延长而加剧,糊状区范围的增大与存在时间的延长,还将导致枝晶间骨架的液相在重力、收缩力等作用下形成宏观偏析^[4]。此外,大型铸锭在凝固和冷却过程中,由于截面温度分布极不均匀,会产生较大的热应力,过大的应力可能导致钢锭发生开裂^[5]。

在光伏多晶硅生产领域,大型冷氢化反应器是大单重镍基合金厚板通过卷筒、焊接而成,常用牌号为 N08810 和 N08120 合金^[6],锭型的放大尽管能够满足厚板的生产需求,但对凝固组织及偏析情况造成的影响鲜有关注。本研究以 20 t 大型 N08120 镍基合金扁铸锭为研究对象,对钢锭进行横向解剖,系统研究了铸锭从表层至中心的凝固组织、枝晶形貌、析出相及偏析倾向,为工业生产评估大型镍基合金铸锭凝固质量,制定均匀化热处理工艺以及预测和改善合金最终使用性能提供了理论依据和工程指导。

1 实验材料及方法

本研究所用实验材料来自宝武特种冶金有限公司, N08120 合金的熔炼成分见表 1。解剖的钢锭为 20 t 扁锭,形貌如图 1(a)所示,尺寸约为 2 150 mm×1 600 mm×800 mm,锭模材质为铸铁,冶炼工艺路径为 40 t EF+AOD+LF。解剖方式为横向解剖,在钢锭中部距离冒口线 1 150 mm 处锯切得到的两片铸锭板,首先对其进行低倍组织观测,用体积比为 1:1 的工业盐酸水溶液(工业盐酸浓度为 36%),在 60 ℃条件下浸蚀 5 min 后,观察低倍组织。随后沿铸锭的厚度方向进行取样分析,在不同厚度处取尺寸为 25 mm×20 mm×15 mm 的块状试样,经磨抛后使用 50 g CuSO₄+160 mL HCl+10 mL H₂SO₄+200 mL H₂O 腐蚀液腐蚀 5 s 左右,再置于无水乙醇中超声清洗 2 min,进行微观组织观测。显微分析设备包括金相显微镜 (AXIOImager. A2 m, ZEISS)、体式显微镜 (SteREO Discovery. V20, ZEISS)、扫描电子显微镜

(EVO MA15, ZEISS)和电子探针分析仪 (JXA-8230, JEOL),不同位置元素成分采用荧光光谱分析,二次枝晶臂间距采用 Image Pro Plus 6.0 分析软件进行统计。

表 1 N08120 合金化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of N08120 alloy %								
C	Ni	Cr	Mo	Si	Mn	Nb	N	Fe
0.044	37.43	24.62	0.65	0.21	0.69	0.71	0.25	Bal.

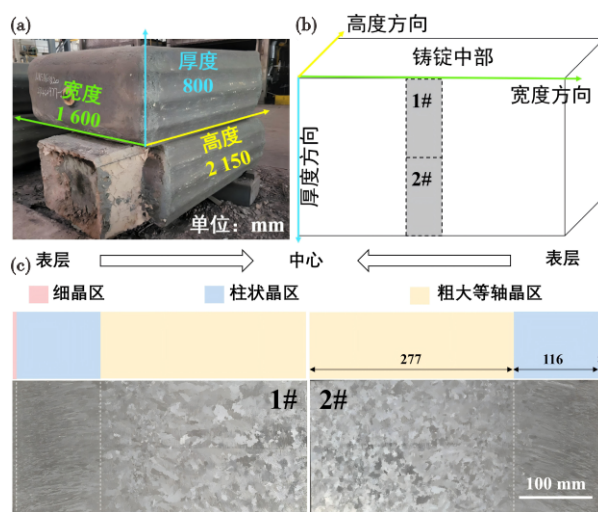


图 1 N08120 合金铸锭外形、取样及低倍图: (a) 20 t 铸锭, (b) 宏观组织取样示意图, (c) 铸锭厚度方向低倍组织图

Fig. 1 The morphology, sampling and macrostructure image of N08120 alloy ingot: (a) The 20 t ingot, (b) Schematic diagram of sampling positions for macrostructure analysis, (c) Macrostructure image of the ingot in the thickness direction.

2 实验结果及讨论

2.1 铸锭宏观组织与成分偏析

由于铸锭尺寸较大,对凝固组织的分析选取铸锭中部厚度方向进行解剖,图 1(b)是取样示意图。低倍组织如图 1(c)所示,凝固过程三个不同晶区的凝固组织分界明显,其中,表层激冷区由细小等轴晶组成,厚度大约 5 mm,柱状晶区的厚度为 116 mm,此区域晶粒沿特定方向生长,中心粗大等轴晶区的厚度约为 550 mm。通常来说,要根据钢种特性和实际需求来调控铸锭凝固组织,对于需要承受高温的部件,可通过提高浇注温度或锭模冷却强度来提高柱状晶的比例;对于需要提高韧性的部件,可通过降低浇注温度或添加形核剂^[7],以及利用电磁等外场调控凝固过程等方式

提高中心等轴晶的比例^[8]。

在非平衡凝固过程,除了会有凝固组织的差异,还可能会产生宏观成分偏析,本研究在低倍片不同部位取样,进行成分分析,具体取样示意图如图2所示,取样涵盖三个晶区。Ni、Cr、Mo和Nb元素的成分趋势如图3所示,结果表明,N08120合金几种主要合金元素在凝固组织的不同位置不存在成分宏观偏析。

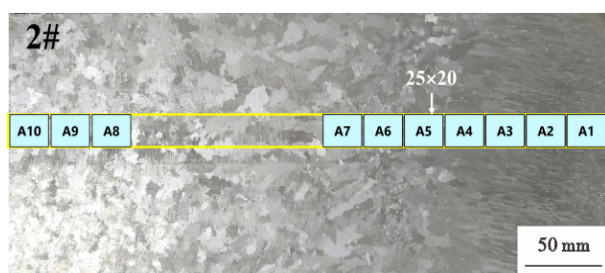


图2 N08120合金铸锭成分取样位置图

Fig. 2 Schematic diagram of sampling positions for N08120 alloy ingot composition

2.2 铸锭微观组织与枝晶偏析

2.2.1 铸锭微观组织形貌

进一步分析铸锭的微观组织,利用体式和金相显微镜观测腐蚀后的枝晶形貌,分别选取细晶区(A1)、细晶区向柱状晶过渡区(A2)、柱状晶区(A3)、柱状晶向等轴晶过渡区(A5)以及等轴晶区(A6, A8和A10)的试样进行对比分析,结果如图4所示。枝晶的形成是晶核在长大过程中首先沿特定晶向的快速生长,形成枝晶干,在此过程中溶质元素在固液界面前富集,产生成分过冷效应,当温度波动或局部过冷度形成差异时,促使主干侧面凸起发展为二次枝晶臂。因此,枝晶的形貌受溶质浓度和冷却速率影响显著,由于N08120合金在铸锭不同位置并未产生宏观偏析,因此,枝晶形貌主要

受冷却速率影响^[9],铸锭表面冷却速率高,则枝晶组织较细;而柱状晶区域,由于温度梯度大,枝晶干的尺寸更大且生长更具方向性;对于等轴晶区,随着试样位置向铸锭心部移动,枝晶形貌逐渐变得粗大且失去方向性。

二次枝晶臂间距(Secondary dendrite arm spacing, SDAS)直接反映了枝晶的粗细和分布情况,是金属凝固研究中的核心量化指标。较小的二次枝晶臂间距意味着枝晶更加细小和密集,溶质元素的扩散距离短,偏析程度小。根据枝晶形貌表征结果,采用截线法^[10]在每个试样的6个不同位置统计SDAS,如图5所示,并取平均,计算方式如式(1)。

$$SDAS = \frac{L}{N - 1} \quad (1)$$

式中, L为截线长度, μm ; N为通过的二次枝晶臂总数。

计算结果见表2。从铸锭表层到铸锭中心,随着冷却速率降低,SDAS呈单调显著增加,铸锭表层冷速快促进枝晶形核,相邻枝晶生长相互制约明显,凝固时间短,因此,凝固枝晶细小、SDAS较小。反之,铸锭中心冷却速率低,凝固时间长,给了枝晶更长的时间生长,SDAS较大,中心区域的SDAS约为铸锭表层的4倍。

2.2.2 枝晶偏析

微观偏析(枝晶偏析)是溶质原子在枝晶尺度上的不均匀分布,在高合金材料的凝固过程中几乎难以避免。枝晶偏析会影响第二相的析出和分布,容易诱发铸造缺陷,并对铸件后续加工和使用性能产生显著影响^[11]。利用EPMA分别对铸锭表层(A1)、柱状晶区(A4)、1/4厚度处等轴晶区(A7)和中心等轴晶区(A10)的微观偏析情况进行表征,结果如图6-9所示。在铸锭表层细晶区,Nb和C元

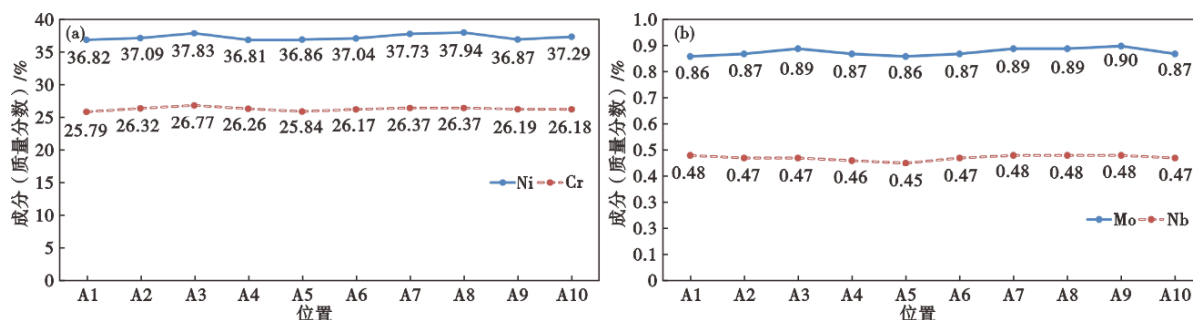


图3 N08120合金铸锭不同位置试样成分:(a)Ni、Cr; (b)Mo、Nb

Fig. 3 The contents of Ni, Cr, Mo and Nb in samples from specific positions of N08120 alloy ingot : (a)Ni, Cr; (b)Mo, Nb

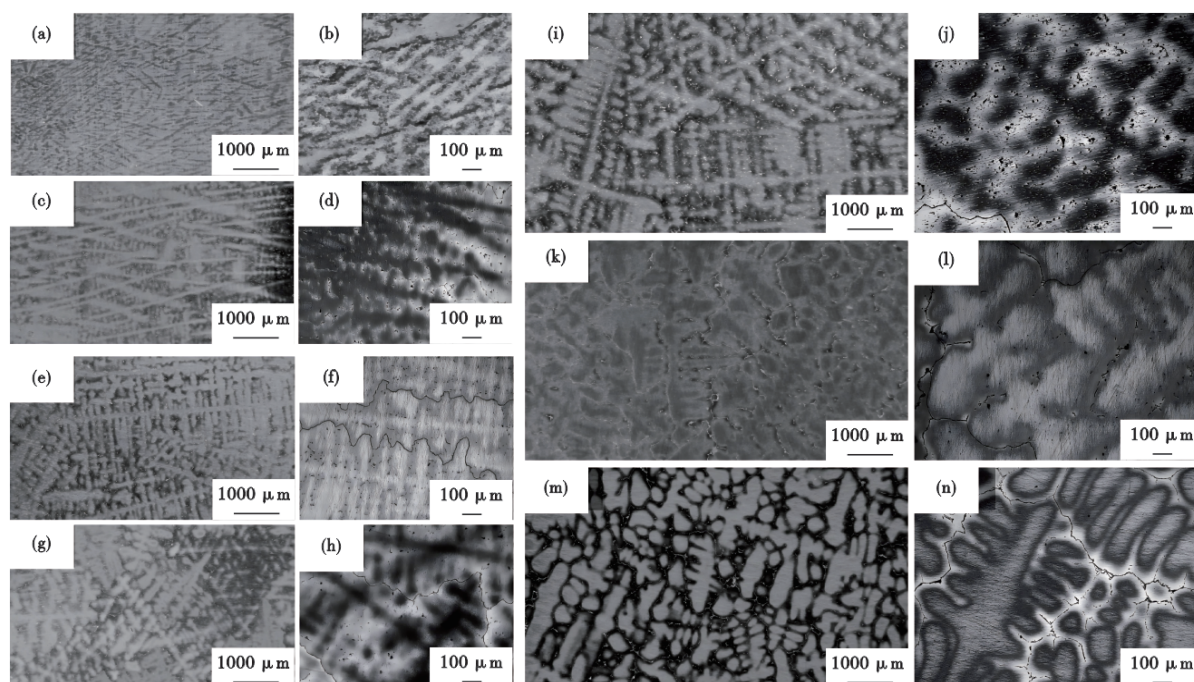


图4 N08120合金铸锭不同位置的枝晶形貌:(a)(b)细晶区(试样A1);(c)(d)细晶-柱状晶过渡区(试样A2);(e)(f)柱状晶区(试样A3);(g)(h)柱状晶-等轴晶过渡区(A5);(i)~(n)铸锭等轴晶区(试样A6、A8和A10)

Fig. 4 Dendritic morphology of the N08120 ingot at different positions: (a)(b) fine-grained zone (specimen A1); (c)(d) transition zone between fine grains and columnar grains (specimen A2); (e)(f) columnar grain zone (specimen A3); (g)(h) transition zone between columnar grains and equiaxed grains (specimen A5); (i)~(n) equiaxed grain zone of the ingot (specimens A6, A8 and A10)

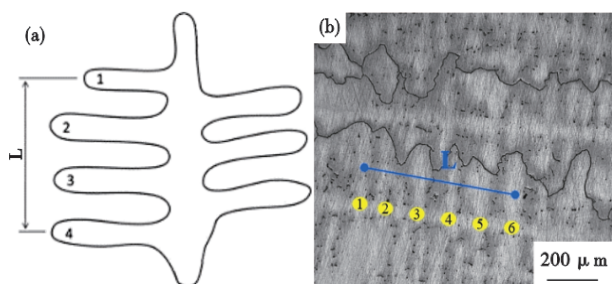


图5 截线法计算SDAS示意图:(a)测量依据,(b)测量案例
Fig. 5 Schematic diagram of the intercept method for calculating SDAS: (a) Measurement reference standard, (b) Measurement case

素分别表现出一定程度的偏析,其中Nb主要以析出相形式存在,根据前期研究结果^[12],析出相种类为MX或Z相,因此,N元素与Nb元素分布存在重合,由于枝晶尺寸细小,形成的析出相分布密集,而Cr和Mo元素在表层细晶区未表现出偏析。在柱状晶区,同样是Nb和C存在明显偏析,随着枝晶尺寸增大,Nb在枝晶间偏析,C在枝晶干偏析,此外还有部分NbC和Z相在晶界处析出。对于等轴晶区,在铸锭1/4厚度处,Cr和Mo依然未表现出明显偏析,但在铸锭中心处,Cr、Nb、Mo在枝晶间发生明显的

偏析,相反地,C偏析于枝晶干^[13]。通常以元素偏析系数(k)来描述枝晶干和枝晶间的元素偏析情况^[14]。

表2 N08120合金铸锭不同位置的二次枝晶臂间距(SDAS)
Table 2 SDAS at various positions of the N08120 alloy ingot

试样号	SDAS/μm	样本数/个	试样号	SDAS/μm	样本数/个
A1	95.670±14.799	6	A2	142.475±8.550	6
A3	177.481±20.319	6	A4	227.140±25.929	6
A5	300.001±32.731	6	A6	334.262±22.151	6
A7	333.423±26.169	6	A8	378.750±25.624	6
A9	382.472±28.169	6	A10	382.576±22.494	6

$$k = \frac{C_s}{C_i} \quad (2)$$

式中, C_s 为枝晶干元素质量分数,%; C_i 为枝晶间元素质量分数,%。如果元素的偏析系数 $k < 1$,那么该元素将在枝晶间偏聚而在枝晶干贫化,称为正偏析元素;若元素的偏析系数 $k > 1$,元素将在枝晶干偏聚而在枝晶间贫化,称为负偏析元素^[15]。

N08120合金的枝晶偏析系数采用扫描电镜

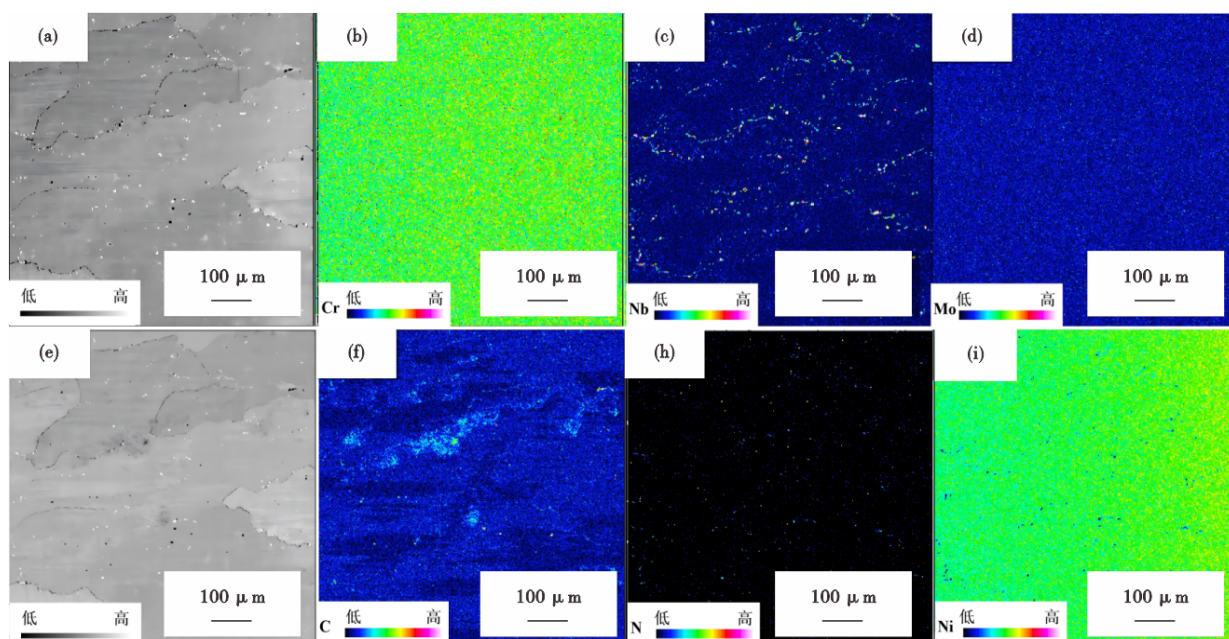


图6 N08120合金铸锭表层细晶区(试样A1)的EPMA表征结果:(a)二次电子像;(b)Cr元素分布;(c)Nb元素分布;(d)Mo元素分布;(e)背散射电子像;(f)C元素分布;(g)N元素分布;(h)Ni元素分布

Fig. 6 EPMA results of the fine-grain area from the N08120 ingot surface (Sample A1): (a) Secondary electron image; (b) Cr element mapping; (c) Nb element mapping; (d) Mo element mapping; (e) Back-scattered electron image; (f) C element mapping; (g) N element mapping; (h) Ni element mapping.

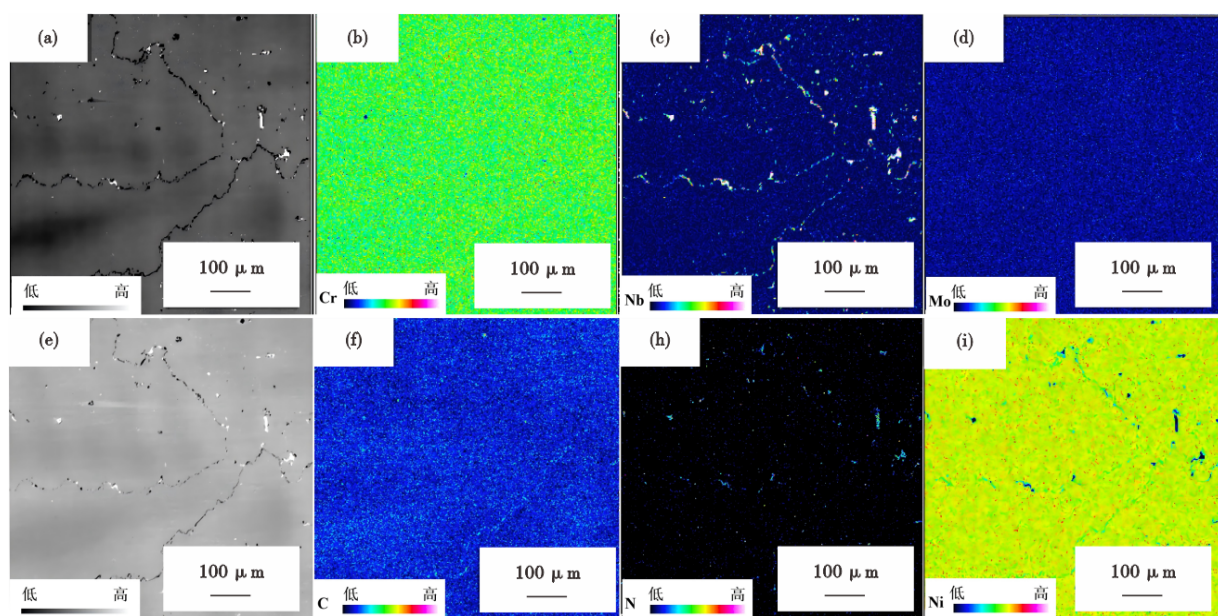


图7 N08120合金铸锭柱状晶区(试样A4)的EPMA表征结果:(a)二次电子像;(b)Cr元素分布;(c)Nb元素分布;(d)Mo元素分布;(e)背散射电子像;(f)C元素分布;(g)N元素分布;(h)Ni元素分布

Fig. 7 EPMA results of the columnar grain area of the N08120 alloy ingot (Sample A4): (a) Secondary electron image; (b) Cr element mapping; (c) Nb element mapping; (d) Mo element mapping; (e) Back-scattered electron image; (f) C element mapping; (g) N element mapping; (h) Ni element mapping.

能谱分析(EDS)进行半定量的表征,图10是A1-A10对应的枝晶偏析系数,成分测量时避开明显析出相。通过结果可知,Fe、Ni元素从凝固初期到末期,

几乎不存在成分偏析,偏析系数基本在 1 ± 0.02 之间,而Cr、Nb、Mo从凝固初期到末期,正偏析程度逐渐增大,Cr最大偏析系数达到0.82,Nb最大偏析系

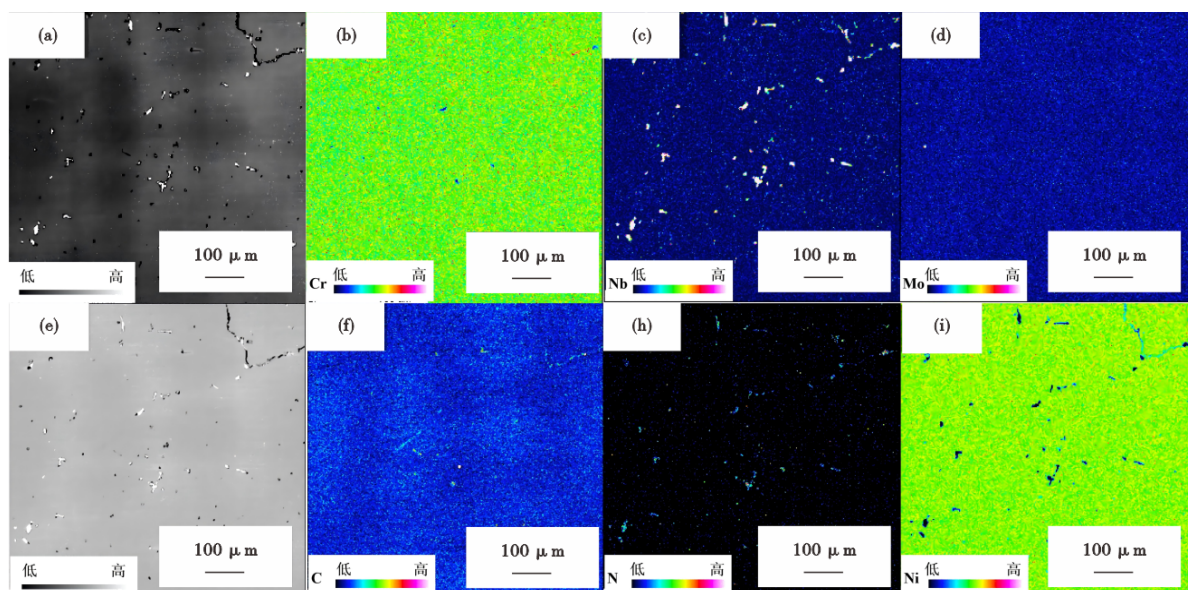


图8 N08120合金铸锭等轴晶区-1/4厚度处(试样A7)的EPMA表征结果:(a)二次电子像;(b)Cr元素分布;(c)Nb元素分布;(d)Mo元素分布;(e)背散射电子像;(f)C元素分布;(g)N元素分布;(h)Ni元素分布

Fig. 8 EPMA results of the equiaxed grain area at a quarter of the thickness of the N08120 alloy ingot (Sample A7): (a) Secondary electron image; (b) Cr element mapping; (c) Nb element mapping; (d) Mo element mapping; (e) Back-scattered electron image; (f) C element mapping; (g) N element mapping; (h) Ni element mapping.

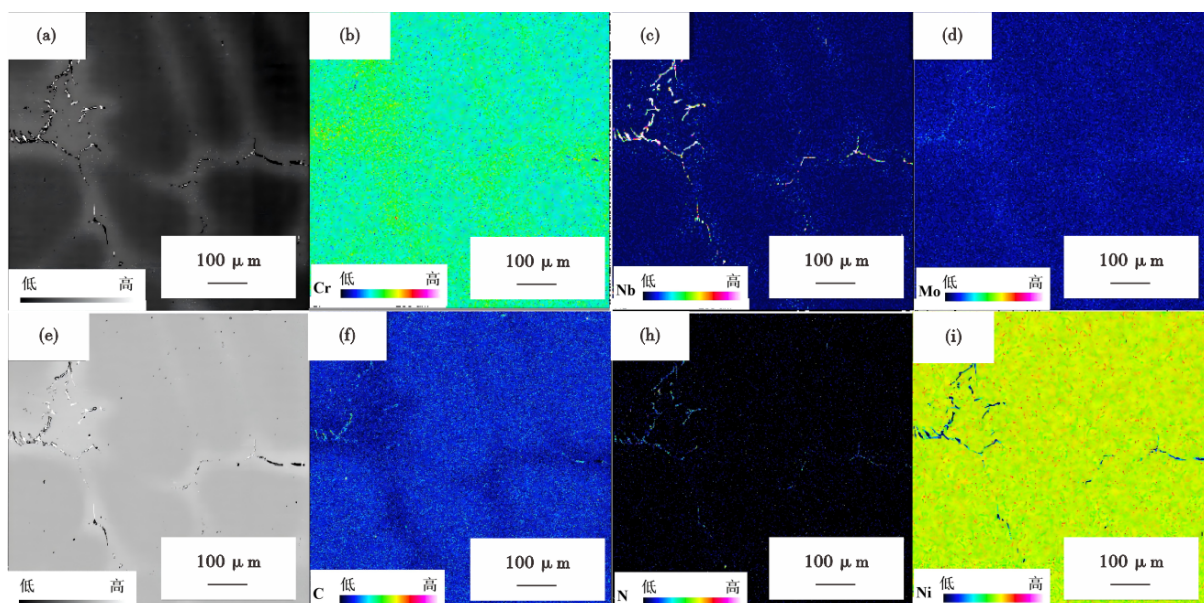


图9 N08120合金铸锭中心等轴晶区(试样A10)的EPMA表征结果:(a)二次电子像;(b)Cr元素分布;(c)Nb元素分布;(d)Mo元素分布;(e)背散射电子像;(f)C元素分布;(g)N元素分布;(h)Ni元素分布

Fig. 9 EPMA results of the equiaxed crystal zone in the center of the N08120 alloy ingot (Sample A10): (a) Secondary electron image; (b) Cr element mapping; (c) Nb element mapping; (d) Mo element mapping; (e) Back-scattered electron image; (f) C element mapping; (g) N element mapping; (h) Ni element mapping.

数达0.61, Mo最大偏析系数达0.67。

3 结论

对N08120镍基合金20 t扁铸锭的凝固组织和偏析实验结果如下:

1) 20 t扁锭的铸态组织由三种典型的表面细晶区、柱状晶区和等轴晶区组成, 厚度分别约为5、116、550 mm, 沿厚度方向不同位置进行取样, 对其成分进行分析, 未发现明显的宏观成分偏析。

2) 从铸锭表层至心部, 枝晶形貌有明显差异,

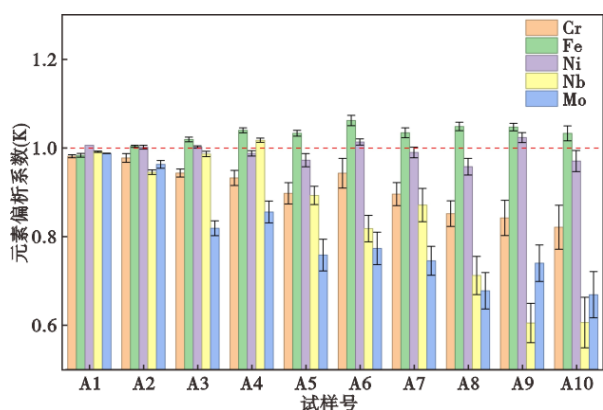


图10 N08120合金铸锭不同位置枝晶偏析系数

Fig. 10 Dendritic segregation coefficients at different positions of N08120 alloy ingot.

参考文献

- [1] 刘海定,王东哲,魏捍东,等. 高性能镍基耐腐蚀合金的开发进展[J]. 材料导报, 2013, 27(5): 99-105.
- [2] 张亨年,赵展,李澍,等. 大锭型GH4169合金铸锭真空感应熔炼凝固过程及缩孔控制[J]. 中国有色金属学报, 2025, 35(7): 2287-2297.
- [3] 寇金凤,白亚冠,聂义宏,等. C650R镍基合金大型铸锭铸态组织特征及均匀化工艺[J]. 特殊钢, 2025, 46(4): 100-106.
- [4] 葛洪硕,任一峰,张广军. 8620系齿轮钢300 mm×340 mm铸坯宏观偏析改善[J]. 特殊钢, 2023, 44(3): 69-73.
- [5] Kou S. A criterion for cracking during solidification[J]. Acta Materialia, 2015, 88: 366-374.
- [6] 张嘉惠,王治刚,李艳,等. 冷氢化反应器的选材对比[J]. 中国化工装备, 2023, 25(5): 22-25.
- [7] 于艳,翟启杰,胡汉起. 形核剂成分对高碳钢凝固过程的影响[J]. 铸造, 2004, 53(8): 606-608.
- [8] 安号,任兵芝,张益齐,等. 电磁搅拌下连铸凝固与宏观偏析的研究进展[J]. 热加工工艺, 2025, 54(1): 12-16+23.
- [9] Wang B T X, Wu Y X, Liu W Q, et al. Roles of Al/Ni ratio and solidification cooling rate in grain boundary engineering of $\text{Al}_x\text{CrFeMnNi}_{(2-x)}$ high entropy alloy [J]. Materials Characterization, 2024, 218: 114507.
- [10] Vandersluis E, Ravindran C. Comparison of measurement methods for secondary dendrite arm spacing[J]. Metallography, Microstructure, and Analysis, 2017, 6(1): 89-94.
- [11] 欧阳伟豪,周健,高鹏,等. 铌含量对H13钢枝晶偏析及碳化物组成和形貌的影响[J]. 机械工程材料, 2022, 46(12): 43-49.
- [12] 刘煜,徐文亮. N08120镍基合金厚板生产全流程Z相析出规律研究[J]. 特殊钢, 2023, 44(5): 83-89.
- [13] Zhao L, Song Y, Zhai G C, et al. Effect of cooling rate on solidification microstructure, microsegregation, and nanoprecipitates in medium carbon CrMo cast steel[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 31: 635-648.
- [14] 匡泓旭,董艳伍,姜周华,等. 铸态GH4975合金中偏析元素扩散及析出相回溶动力学特性[J]. 大型铸锻件, 2024(5): 14-19.
- [15] Zhang Z Y, Pan Y W, Chen Z F, et al. Effect of cooling rate on the solidification behavior and elemental segregation in a cast NiCoCr-based superalloy[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2025, 39: 189-201.

表层冷却速率高,枝晶组织细小,柱状晶区由于温度梯度大,枝晶干尺寸大且生长具有方向性,铸锭中心的等轴晶区枝晶粗大且失去方向性。对应的二次枝晶臂间距SDAS尺寸从96 μm 单调增至383 μm 。

3) 尽管成分在宏观上无明显偏析,但存在枝晶间的微观偏析,具体表现为Cr、Nb、Mo为正偏析,即在枝晶间富集,而C为负偏析元素,在枝晶干富集,Fe、Ni无明显偏析。且电子探针结果表明,Cr和Mo的偏析在中心等轴晶区更为凸显。Nb的偏析通常造成含Nb第二相的析出,析出相种类包括MX型和Z相,因此,N分布与Nb元素分布存在重合。