



热处理工艺对140 ksi等级In718合金组织与性能的影响

张宏^{1,2}, 李旭³, 陈华^{1,2}, 唐琴^{1,2}, 李林森^{1,2}, 王立^{1,2}, 高首磊^{1,2}

(1 大冶特殊钢有限公司特冶产品研究所, 黄石 435001; 2 高品质特殊钢湖北省重点实验室, 黄石 435001;

3 大冶特殊钢有限公司, 黄石 435001)

摘要:研究了热处理工艺对140 ksi等级In718合金组织与性能的影响。固溶温度采用1 023、1 030、1 050 °C三个温度,时效温度采用760、780、800 °C三个温度,交叉试验共9组试验数据。然后对经不同热处理工艺后的合金试样进行室温拉伸、-60 °C夏比V型冲击、硬度、晶粒组织等指标进行测试,并对断口组织和析出相进行分析。研究表明,随着固溶温度升高,In718合金强度降低、塑性提高,晶粒尺寸增大、 δ 相量减小;相同固溶温度下,随时效温度升高,In718合金强度降低、塑性提高,时效温度对晶粒尺寸无影响, γ'' 相的形貌由颗粒状、球状逐渐粗化为针状, γ'' 相数量也呈现减小趋势。其中,在1 023 °C固溶处理和760 °C时效处理后合金的综合性能最佳,抗拉强度、屈服强度、塑性、冲击韧性等指标匹配达到最好水平。

关键词:热处理工艺; In718合金; 组织; 性能; 析出相

DOI:10. 20057/j. 1003-8620. 2024-00070 **中图分类号:**TG146. 1+5

Effect of Heat Treatment Process on the Microstructure and Properties of 140 ksi Grade In718 Alloy

Zhang Hong^{1,2}, Li Xu³, Chen Hua^{1,2}, Tang Qing^{1,2}, Li Linsen^{1,2}, Wang Li^{1,2}, Gao Shoulei^{1,2}

(1 Special Metallurgical Products Research Institute, Daye Special Steel Co., Ltd., Huangshi 435001, China;

2 Hubei Provincial Key Laboratory of High-quality Special Steel, Huangshi 435001, China;

3 Daye Special Steel Co., Ltd., Huangshi 435001, China)

Abstract: The effect of heat treatment process on the microstructure and properties of 140 ksi grade In718 alloy was studied. The solid solution temperature adopted three temperatures: 1 023 °C, 1 030 °C and 1 050 °C, and the aging temperature adopted three temperatures: 760 °C, 780 °C and 800 °C, the total of 9 sets of experimental data were cross tested. Then the alloy samples after different heat treatment processes were tested for room temperature tensile, -60 °C Charpy V-notch impact, hardness, grain structure and other indicators, and analysis of the fracture structure and precipitates were analyzed. Research has shown that as the solid solution temperature increases, the strength of In718 alloy decreases, the plasticity and toughness increase, the grain size increases and δ phase decreases; At the same solid solution temperature, as the effective temperature increases at any time, the strength of In718 alloy decreases and the plasticity and toughness increase. The aging temperature has no effect on the grain size. γ'' phase gradually coarsens from granular and spherical to needle like, and the number of γ'' phases also shows a decreasing trend. Among them, the comprehensive performance of alloy is the best after solid solution treatment at 1 023 °C and aging treatment at 760 °C, and the matching of indicators such as tensile strength, yield strength, plasticity, and impact toughness reaches the best level.

Key Words: Heat Treatment Process; In718 Alloy; Organization; Properties; Precipitate Phase

随着世界工业化的大力发展,全球对油气资源的需求呈现增长趋势,伴随着传统油气可用资源的不断减少,勘探开采的焦点逐步转向到深海油气资源^[1]。此类油气田开采条件苛刻,温度高、压力高,且含H₂S、CO₂等腐蚀性介质气体,在勘探开采时面临多重挑战^[2]。

选用耐蚀材料和采用防腐涂层等是油田上为解决H₂S/CO₂腐蚀常用的防护措施,综合考虑成本

及可能引发的安全隐患,对于服役工况较苛刻的环境,采用耐腐蚀性的材料是最优的选择^[3]。大量含H₂S/CO₂酸性油气田用低合金钢及不锈钢的腐蚀研究均表明,在含H₂S-CO₂-Cl⁻-H₂O的环境中低合金钢或者不锈钢局部腐蚀特征明显,多表现为点蚀、晶间腐蚀等,对于承受一定应力的构件,严重时还会发生氢脆裂纹或硫化物的应力腐蚀开裂,导致失效。工业化实践表明,随着油井深度加深、井底工

况形成高硫、高压、高温的“三高”苛刻环境。根据国外知名高温合金企业,金属材料中只有镍基合金(In718、IN925、C-276和N08028等)适合H₂S/CO₂酸性气田的开发要求^[4]。其中,In718合金更是因其高温下具有强度高、抗氧化和耐腐蚀等优良性能,被广泛应用于航空、航天、燃机、油气田等重要领域^[5-8]。

近年来,国外油服公司把镍基合金In718合金作为核心关键材料在使用,主要在钻井和完井工具上得以大量应用,如压力计拖筒、封隔器、测试阀、安全阀、悬挂器等,而我国开发油气田用In718合金基础研究不足,核心关键部件大部分仍依赖于进口^[9-12],尤其是要求高强度、高韧性、耐腐蚀的140 ksi钢级In718在我国尚属空白,均为进口。为了突破此钢级In718技术难题,对140 ksi钢级In718合金微观组织和力学性能进行基础研究,为油田用140 ksi钢级In718材料实现国产化提供依据。

1 试验材料及方法

In718合金是采用VIM+VAR工艺冶炼 ϕ 508 mm自耗锭,然后经快锻开坯+径锻成材生产 ϕ 136 mm棒材,化学成分(质量分数%)为:0.015C, 2.91Mo, 53.68Ni, 5.17Nb, 17.58Fe, 0.495Al, 0.91Ti, 0.004P, 0.000 5S。在成品棒材半径处切取横向试样制作10 mm×10 mm×55 mm冲击试样和横截面为 ϕ 6.32 mm的标准棒状纵向拉伸试样。试样经不同的热处理工艺后,进行拉伸试验、冲击试验以及组织检验,试样的热处理工艺见表1。试样经研磨、机械抛光后,采用10 g CuCl₂+100 mL HCl+100 mL酒精溶液腐蚀,使用OLYMPUS BX41M金相显微镜和FEI Quanta 400F扫描电镜进行组织观察。采用FEI Quanta 400F场发射扫描电镜分析断口、组织形貌与析出相。冲击前将试样和夹具放入-60℃液氮中保温15 min以上,达到温度均匀化,在JBW-300C型落锤冲击试验机上进行冲击试验。在Z100型电子万能试验机上进行拉伸试验,拉伸速率屈服阶段设定为0.302 5 s⁻¹,过屈服后设定为0.006 7 s⁻¹,断后伸长率和断面收缩率采用游标卡尺测量并计算。

2 试验结果及分析

2.1 不同热处理工艺下的力学性能

2.1.1 固溶温度对力学性能的影响

不同固溶温度,相同时效热处理后试样的力学

表1 140 ksi In718试样热处理工艺

Table 1 Heat treatment process of 140 ksi In718 sample

试样号	固溶温度/℃	固溶时间/h	冷却方式	时效温度/℃	时效时间/h	冷却方式
1#	1 023	1.5	水冷	760	7	空冷
2#	1 023	1.5	水冷	780	7	空冷
3#	1 023	1.5	水冷	800	7	空冷
4#	1 030	1.5	水冷	760	7	空冷
5#	1 030	1.5	水冷	780	7	空冷
6#	1 030	1.5	水冷	800	7	空冷
7#	1 050	1.5	水冷	760	7	空冷
8#	1 050	1.5	水冷	780	7	空冷
9#	1 050	1.5	水冷	800	7	空冷

性能如图1所示。由图1可以看出,随固溶温度的升高,In718合金的屈服强度、抗拉强度和硬度有所下降,试样的伸长率对温度的敏感性较小,固溶温度从1 023℃上升到1 050℃,伸长率只从28%提升至32%。试样的-60℃低温冲击性能对固溶温度的敏感性较高,相比较1 023℃,在1 050℃的固溶温度下,冲击功提升了11 J,达到63 J。

2.1.2 时效温度对力学性能的影响

试样经不同时效温度后力学性能的变化如图2所示,由图2可以看出,在1 023℃相同固溶温度条件下,时效温度越高,抗拉强度、屈服强度与硬度越低,相较于固溶温度的变化,试样的力学性能对时效温度的敏感性更强,时效温度从760℃提升至800℃,抗拉强度降低93 MPa,屈服强度降低164 MPa,洛氏硬度从39HRC降低34HRC。-60℃冲击韧性对时效温度的敏感性也较强,时效温度从760℃上升至800℃,冲击功也从44 J提升至54 J。

2.2 热处理工艺对组织的影响

2.2.1 固溶温度对组织的影响

不同固溶温度下试样晶粒度的变化如图3所示。由图3可以看出,随固溶温度从1 023~1 050℃变化,试样的晶粒度随之增长,相较于1 023℃,固溶温度为1 050℃的晶粒度长大更加明显,不同热处理工艺后的晶粒度大小见表2,最大的晶粒尺寸为73 μm。经过腐蚀后的试样采用扫描电镜观察的结果,如图4所示,经1 023℃固溶后的晶界存在大量的析出相,随着固溶温度的升高,晶界上析出相的尺寸及数量都有所降低,当固溶温度为1 050℃时,只有存在于晶界上的析出相更为稀少。试样经不同固溶温度(1 023、1 030、1 050℃)处理和相同时效温度(780℃)的 γ''

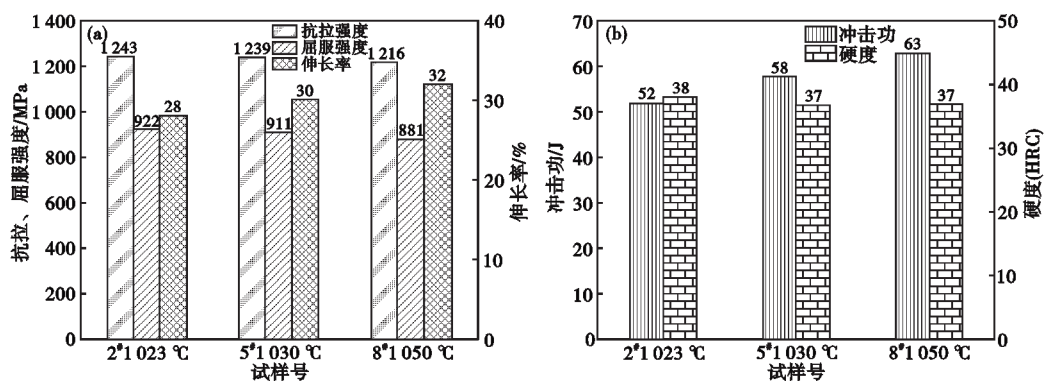


图 1 140 ksi In718 试样在不同固溶温度下的力学性能:(a)抗拉、屈服强度和伸长率,(b)冲击功和硬度

Fig. 1 Mechanical properties of 140 ksi In718 samples at different solid solution temperatures : (a) tensile strength and elongation, (b) impact energy and hardness

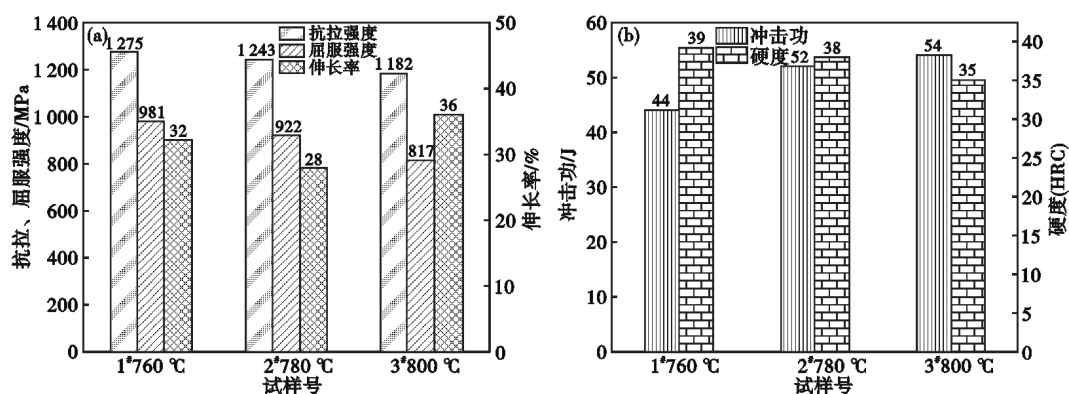


图 2 140 ksi In718 试样在不同时效温度下的力学性能:(a)抗拉、屈服强度和伸长率,(b)冲击功和硬度

Fig. 2 Mechanical properties of 140 ksi In718 specimens at different aging temperatures : (a) tensile strength and elongation, (b) impact energy and hardness

相形貌如图 5 所示,随着固溶温度升高,在相同时效温度处理后析出的 γ'' 相形状不同,逐渐由颗粒状和球状变为了针状。

2.2.1 时效温度对组织的影响

在 1 023 °C 固溶条件下,不同时效温度的晶粒组织如图 6 所示,时效温度的变化对晶粒的尺寸几乎没有影响,晶粒尺寸未随着时效温度的升高而长大,试样 1#、2#、3# 的晶粒尺寸都为 45 μm 。时

效温度对析出相的影响较为明显,如图 7 所示,随时效温度的升高,晶界上针状的 δ 相逐渐细化,形状逐渐由针状变为断续的颗粒状,尺寸及数量呈现减小趋势。在不同时效温度处理后的 γ'' 相形貌如图 8 所示,随着时效温度的升高, γ'' 相呈现长大粗化的趋势。

2.2.3 断口形貌分析

经不同固溶温度(1 023、1 030、1 050 °C)的冲击

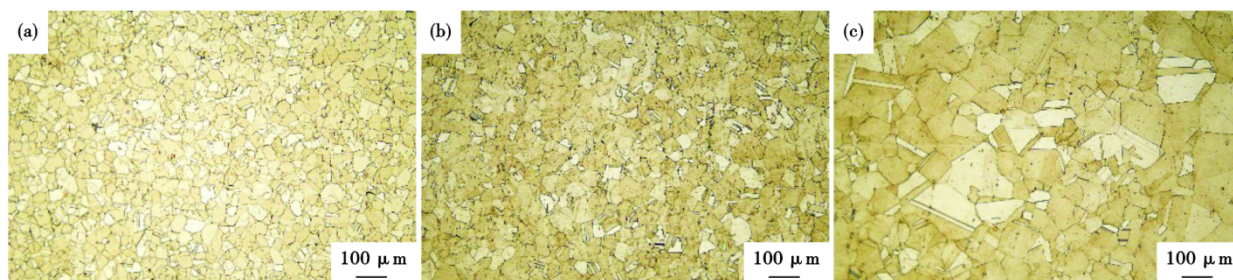


图 3 140 ksi In718 试样经不同固溶温度的晶粒组织:(a)2#-1 023 °C,(b)5#-1 030 °C,(c)8#-1 050 °C

Fig. 3 Grain Structure of 140 ksi In718 sample at different solid solution temperatures : (a) 2# - 1 023 °C , (b) 5# - 1 030 °C , (c) 8# - 1 050 °C

表 2 140 ksi In718 不同工艺下晶粒尺寸
 Table 2 140 ksi In718 grain size under different processes

试样号	晶粒尺寸/ μm
1 [#]	45.7
2 [#]	45.3
3 [#]	45.4
4 [#]	58.0
5 [#]	58.0
6 [#]	54.0
7 [#]	70.8
8 [#]	73.0
9 [#]	64.7

断口形貌如图 9 所示,由图 9 可以发现,所有试样的断口都存在明显的韧窝,在相同 780 °C 时效温度下,

固溶温度越高,试样 8[#]的韧窝及二次裂纹也越深,这表明该样品具有更高的冲击韧性,而固溶温度较低的 2[#]展示韧窝的缺口较小,试样呈现沿晶断裂的形貌更为明显,冲击功也相对偏低。

3 分析讨论

In718 合金的力学性能与热处理后的晶粒组织和析出相息息相关。随着固溶温度升高(由 1 023 °C 升高至 1 050 °C),钉扎在晶界的 δ 相^[13] 回溶,阻碍晶粒长大的相消失,晶粒开始长大,由图 10 可知, δ 相完全溶解温度在 1 020 ~ 1 030 °C,所以,随着 8[#] 试样固溶温度 1 050 °C,晶粒度尺寸最大。同时,由图 5 可知,随着固溶温度升高,在相同时效温度(780 °C)处理下, γ'' 相逐渐由颗粒状和球状变为

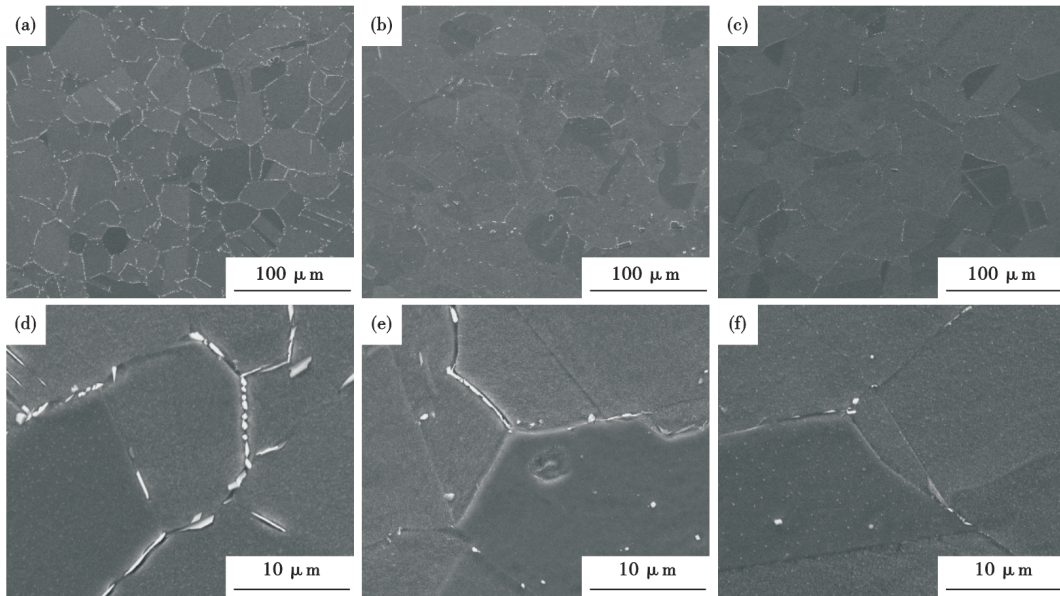


图 4 140 ksi In718 试样经不同固溶温度后的扫描电镜图:(a,d)2[#]-1 023 °C;(b,e)5[#]-1 030 °C;(c,f)8[#]-1 050 °C
 Fig. 4 Scanning electron microscopy images of 140 ksi In718 sample after different solid solution temperatures : (a, d) 2[#]-1 023 °C; (b, e) 5[#]-1 030 °C; (c, f) 8[#]-1 050 °C

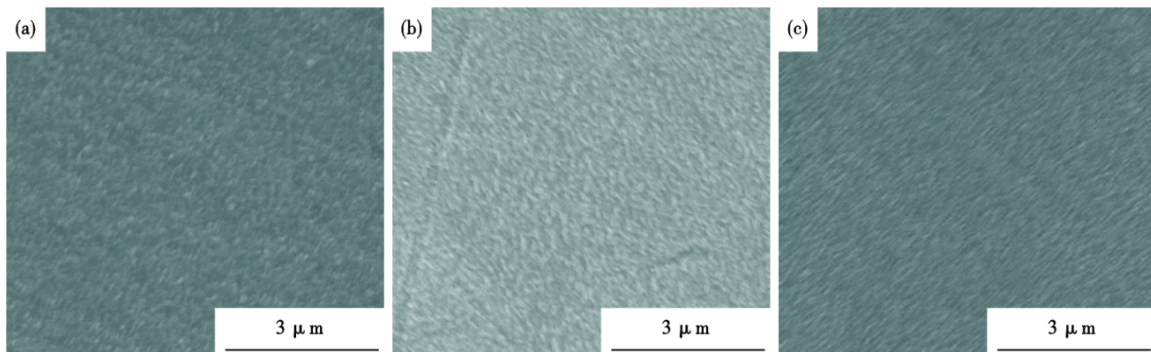


图 5 140 ksi In718 试样经不同固溶温度的 γ'' 相:(a)2[#]-1 023 °C,(b)5[#]-1 030 °C,(c)8[#]-1 050 °C
 Fig. 5 140 ksi In718 Samples undergoes different different solid solution temperatures γ'' Phase : (a) 2[#]-1 023 °C, (b) 5[#]-1 030 °C, (c) 8[#]-1 050 °C

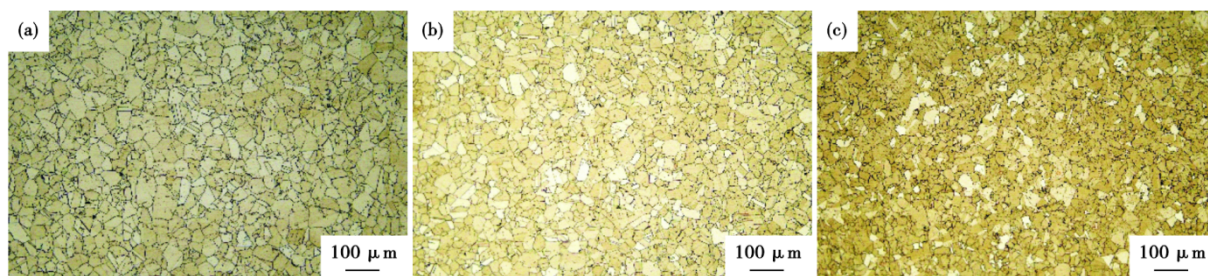


图 6 140 ksi In718 试样经不同时效温度的晶粒组织:(a)1[#]-760 °C,(b)2[#]-780 °C,(c)3[#]-800 °C

Fig. 6 Grain Structure of 140 ksi In718 sample after different aging temperatures : (a) 1[#]-760 °C, (b) 2[#]-780 °C, (c) 3[#]-800 °C

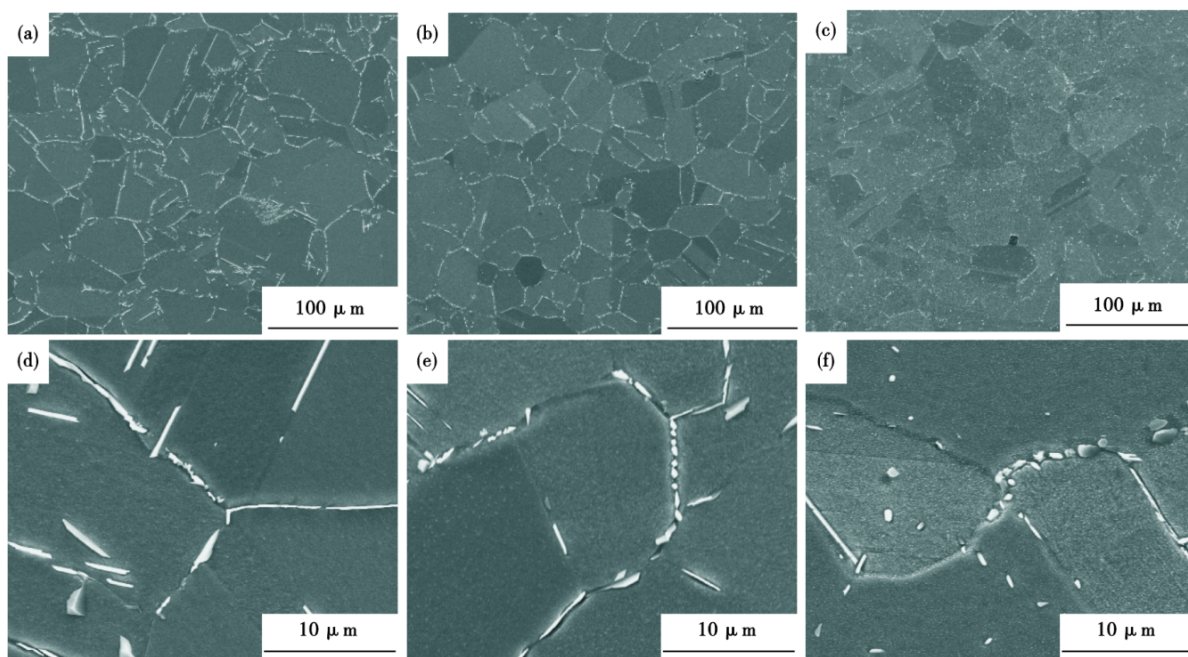


图 7 140 ksi In718 试样经不同时效温度的组织:(a、d)1[#]-760 °C;(b、e)2[#]-780 °C;(c、f)3[#]-800 °C

Fig. 7 Structure of 140 ksi In718 sample after different aging temperatures : (a, d) 1[#]-760 °C; (b, e) 2[#]-780 °C; (c, f) 3[#]-800 °C

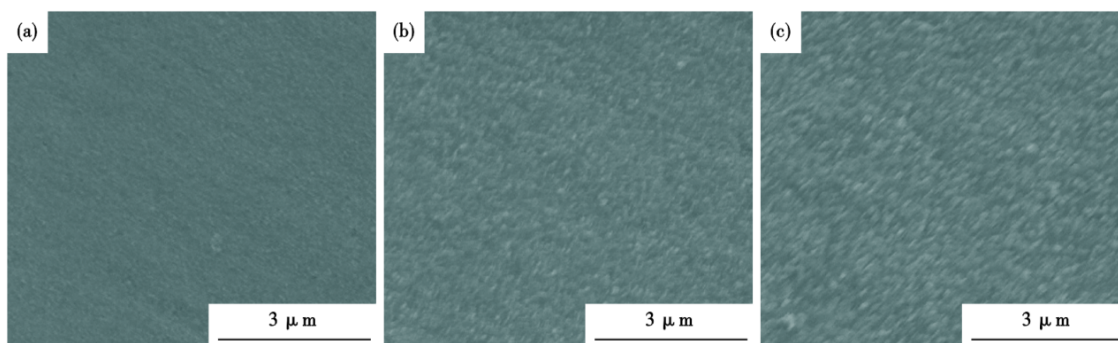


图 8 140 ksi In718 试样经不同时效温度的 γ'' 相:(a)1[#]-760 °C,(b)2[#]-780 °C,(c)3[#]-800 °C

Fig. 8 140 ksi In718 Sample undergoes different aging temperatures γ'' Phase : (a) 1[#]-760 °C, (b) 2[#]-780 °C, (c) 3[#]-800 °C

了针状,强化效果减弱,导致抗拉和屈服强度降低,冲击提高。进一步也说明固溶温度的不同,除了影响晶粒尺寸外,还将影响 γ'' 相形貌和数量,影响最终的产品性能。

由图 8 可知,在相同固溶温度(1 023 °C)下,随着时效温度从 760 °C 升高至 800 °C, γ'' 相的形貌由颗粒状,球状逐渐粗化为针状,并根据图 11 透射电镜衍射的 γ'' 相可知, γ'' 相数量也在逐渐减少,这也

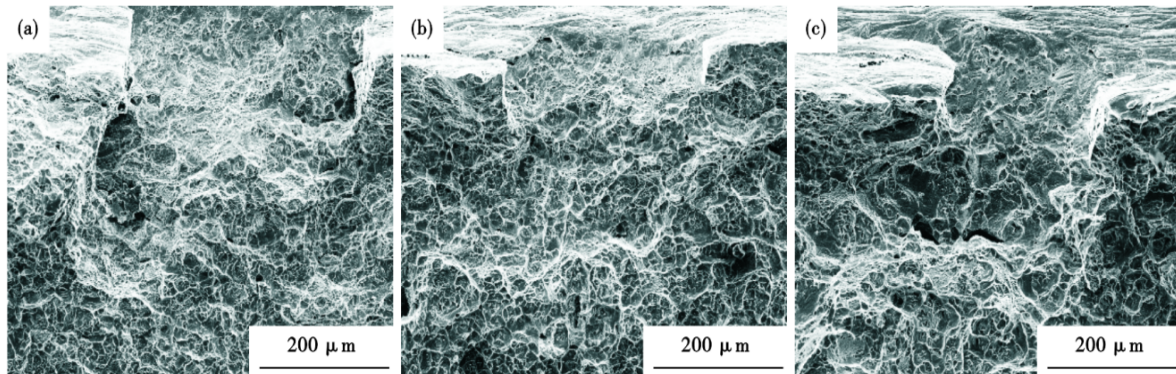


图9 140 ksi In718 经不同固溶工艺处理后的试样的断口形貌: (a) 2[#]-1 023 °C, (b) 5[#]-1 030 °C, (c) 8[#]-1 050 °C

Fig. 9 The fracture morphology of 140 ksi In718 samples treated with different solid solution processes : (a) 2[#]-1 023 °C, (b) 5[#]-1 030 °C, (c) 8[#]-1 050 °C

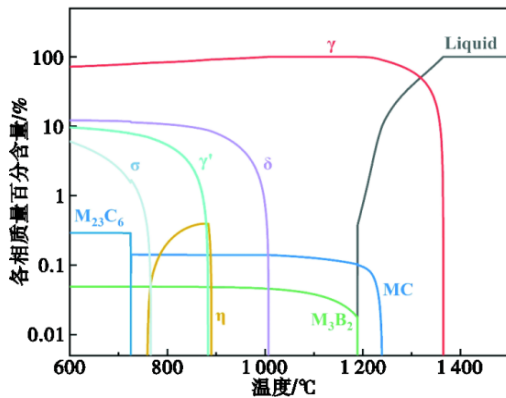


图10 In718平衡析出相图

Fig. 10 Diagram of In718 equilibrium precipitate phase

是导致抗拉和屈服强度降低明显的本质原因。随着时效温度升高,对晶粒尺寸无影响,但对γ'相形貌、大小和数量影响较大,时效温度对最终产品性能影响较大。

由图9可知,随着固溶温度提高,对比相同时

效条件下的试样,在固溶温度为1 023 °C时,晶界存在大量的析出相,这时试样的冲击功较低,同时断口的韧窝较浅,沿晶断裂更加明显;而固溶1 050 °C时的冲击功明显升高,断口的韧窝较深,呈现明显的韧窝撕裂的形貌。从图3中可知,相同的1 h固溶时间下,固溶温度越高,晶粒尺寸越大,推测这是由于δ相逐步溶解引起的“钉扎”作用消失引起的,虽然在1 023 °C时热力学上δ相可以达到完全溶解,但是动力学并不满足充分溶解条件,该推测也是在图4中得到了证实,图4(a)中固溶温度为1 023 °C的金相显示,晶界仍然存在未溶解的δ相,随着固溶温度升高至1 050 °C,晶界处δ相完全溶解,晶粒充分长大。冲击试样的断裂一般始于δ相等第二相粒子处,δ相减少有利于合金冲击性能的提高^[14],在1 023~1 050 °C固溶处理,随着固溶温度的升高,合金组织中δ相含量逐步减少,故其冲击性能提高。随着固溶温度进一步升高至1 050 °C,晶粒显著增

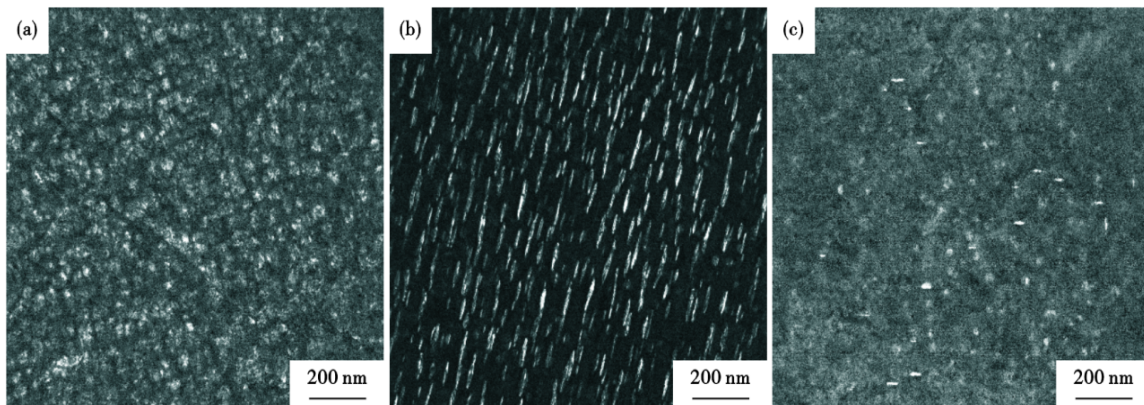


图11 140 ksi In718 试样经不同时效温度的γ'相数量: (a) 1[#]-760 °C, (b) 2[#]-780 °C, (c) 3[#]-800 °C

Fig. 11 140 ksi In718 sample undergoes different aging temperatures γ' phase quantity : (a) 1[#]-760 °C, (b) 2[#]-780 °C, (c) 3[#]-800 °C

大,晶界面积减小,合金的强度降低,塑性提高,这与Hall-petch关系和晶界位错塞积模型相吻合^[15]。

4 结论

(1)随固溶温度升高, δ 相逐渐溶解,晶粒逐渐长大,导致In718合金强度降低、塑性提高;相同固溶温度下,随时效温度升高,In718合金强化相析

出减少,最终导致强度降低、塑性提高。

(2)随时效温度升高,时效温度对晶粒尺寸无影响, γ'' 相的形貌由颗粒状、球状逐渐粗化为针状, γ'' 相数量也呈现减少趋势。

(3)在1 023 °C固溶处理和760 °C时效处理后综合性能最佳,抗拉强度、屈服强度、塑性、冲击韧性等指标匹配达到最好水平。

参考文献

- [1] 郭 瑞. 中国油气田开发工程技术面临的挑战与未来的发展[J]. 化工管理,2023, 11: 59-62.
- [2] 李 涛,徐卫强,苏 强,等. 四川盆地高温高压含硫气井五级分支井钻完井技术[J]. 石油钻采工艺,2022,44(3): 269-275.
- [3] 高明帅,王春蕾,臧臣坤,等. 油气井套管下放方法与工具的研究进展及展望[J]. 地质装备,2023,5: 1-7.
- [4] 刘明坤,李艳明,刘 宇,等. 不同温度下DSM11镍基高温合金热腐蚀试验[J]. 航空发动机,2023,49(2): 168-173.
- [5] 刘 洋,孙朝远,肖 石. 燃气轮机用IN718高温合金改锻工艺[J]. 锻压技术,2023, 3: 11-19.
- [6] 张 慧,江 河,董建新. 重型燃气轮机燃烧室用高温合金研究进展[J]. 兵器材料科学与工程,2021, 6: 148-156.
- [7] 陈松玲,周建忠,黄 舒,等. 激光喷丸强化IN718高温合金抗热腐蚀机理[J]. 排灌机械工程学报,2021,39(10): 1068-1074.
- [8] 李 夯,张 瑞,马兰荣,等. Inconel 718合金在高酸性石油井下工具服役环境中的应力腐蚀开裂行为[J]. 腐蚀与防护,2017,38(11): 847-866.
- [9] 孙 敏,代朋超. 油气田用Inconel 718合金腐蚀性能研究综述[J]. 宝钢技术,2017(2): 10-14.
- [10] 王春光,王东哲,万 红,等. Inconel718合金在高含H₂S/CO₂环境下的应力腐蚀行为[J]. 热加工工艺,2015, 44(10): 107-109.
- [11] 谢 彬,曾恒一. 我国海洋深水油气田开发工程技术研究进展[J]. 中国海上油气,2021,33(1): 166-176.
- [12] 胡立鹏. 我国海上低渗油气田开发钻完井技术研究[J]. 中国化工贸易,2020,27: 89-91.
- [13] 白亚冠,李红梅,韩秀栋,等. GH4169合金 δ 相析出与溶解行为研究[J]. 特殊钢,2021, 42(5): 21-25.
- [14] 杜金辉,庄景云,邓 群,等. GH4169合金的低温冲击性能[J]. 钢铁研究学报,1998,10(1): 31-33.
- [15] 于慧臣,谢世殊,赵光普,等. GH141合金的高温拉伸及持久性能[J]. 材料工程,2003, 31(9): 3-6.

欢迎订阅 2024 年《特殊钢》期刊

全国各地邮局均可订阅(可破订)

邮发代号:38-183 定价:40.00元/期、240.00元/年 邮编:435001

地址:湖北省黄石市黄石大道316号、大冶特殊钢有限公司《特殊钢》杂志社

电话:0714-6297386 0510-80673212