冷变形及退火工艺对 617B 合金组织性能的影响

李阳,王岩,李莎

(先进不锈钢材料国家重点实验室 太原钢铁(集团)有限公司, 山西 太原 030003)

摘 要:研究了冷加工变形量、退火温度和退火时间对 617B 合金管材组织及力学性能的影响。结果表明:随着变形量 的增大,晶粒沿着最大主变形方向被拉长,形成了长条状的形变带,合金室温抗拉强度和屈服强度逐渐提高,延伸率 下降;当退火温度从 1080 ℃提高到 1160 ℃时,随着退火温度的提高,合金的晶粒逐渐长大,抗拉强度和屈服强度降 低,塑性提高,退火温度到 1160 ℃以上继续提高温度,晶粒长大速度明显增大,强度和塑性变化不大;不同变形量下 合金晶粒长大的激活能 *Q* 均远大于纯 Ni 的自扩散激活能,且 *Q* 值随着变形量的增加先升高后降低;合金晶粒长大指数 η 值随着退火温度的提高先增大后减小。

关键词:冷变形; 617B 合金; 力学性能; 晶粒长大 中图法分类号: TG146.1⁺5 **文献标识码:** A

提高火力发电机组热效率,降低 CO₂ 排放量,是 全世界解决能源和环境问题的重要方向。研究表明, 提高锅炉的蒸汽参数可以有效提高火力发电机组效率^[1]。 目前,许多国家和地区都在不断开发效率更高的 700 ℃先进超超临界(A-USC)火电站^[2],不断提高的 蒸汽参数对锅炉管道用高温材料提出了巨大的挑战。

617B 合金是在 Inconel 617 合金基础上改型得到的 一种以固溶强化为主的 Ni-Cr-Co-Mo 型高温合金,合 金中添加了 Al 和 Ti 形成少量的 γ'相(4%~5%)析出 强化,在时效态合金中还有少量 M₆C 相和 Ni₂(Cr、Mo) 相^[3],由于该合金具有优异的高温持久性能及抗高温氧 化性能,已经作为 700 ℃先进超超临界火电站中锅炉 过热器、再热器以及集箱和主蒸汽管道的候选材料。目 前对于该合金的研究主要集中在高温组织稳定性、蒸汽 氧化以及耐腐蚀性能等方面^[4-8],在冷加工及热处理方 面的研究较少。本工作通过实验和理论计算等方法,研 究冷轧及退火工艺对合金管材组织和力学性能的影响。

1 实 验

实验材料为真空感应炉熔炼加气氛保护电渣重熔 双联工艺冶炼的 617B 合金,其化学成分见表 1。铸锭 经过均匀化、锻造和机加工后制成挤压坯,在 6000 t 卧式挤压机上挤压出管坯,分别按照变形量为 9%~58%冷轧成管材,在冷轧后的管材上切取金相试 样和力学测试试样,分别在箱式热处理炉中进行不同 文章编号: 1002-185X(2015)02-0503-06

温度和时间的退火处理,退火温度为 1080~1200 ℃, 退火时间为 5~90 min,冷却方式为水冷。

将热处理后的试样打磨、抛光后,采用 10% 草酸 溶液电解,电压为 5 V,通过 LEICA-DMR 光学显微 镜观察分析合金显微组织,并根据 GB/T6394-2002《金 属平均晶粒度测定方法》,采用直线截点法统计平均晶 粒尺寸。在 Z150/SN5A 型电子式材料试验机上进行热 处理前后标准拉伸试样的拉伸试验。

2 结果与讨论

2.1 冷轧变形量对合金管材组织及力学性能的影响

多晶体金属经过冷加工变形后,从晶粒形状和取 向到微观结构都发生了强烈的变化,各晶粒出现大量 的滑移带,晶粒形状也逐步发生变化。随着变形量的 增加,原来未变形的等轴晶粒沿着主变形的方向被拉 长。变形量越大,拉长的效果越显著,晶粒越细^[9]。 图 1 为合金原始态和不同变形量冷轧后的显微组织, 观察部位为垂直于轧向的横截面。从图 1 可以看出,

表 1 实验用 617B 合金的化学成分

Fable 1	Chemical composition of 617B used in this work							
	(w/%))						
С	Al	Ti	Cr	Co	Мо	N	Ni	

9

0.0030

Bal.

0.047 1.21 0.44 22 12.14

收稿日期: 2014-02-10

基金项目:国家重点基础研究发展计划(2012CB723905);山西省自然科学基金(2012011021-5)

作者简介: 李 阳, 男, 1985 年生, 硕士, 先进不锈钢材料国家重点实验室, 山西 太原 030003, 电话: 0351-5270561, E-mail: Bury_heart@163.com

原始态为典型的奥氏体组织,发生冷变形后,垂直于 轧向的横截面内原始晶粒逐渐被压扁。当变形量为 9%时,由于变形量较小,仅仅发生了晶粒变形,未 出现亚结构;而当变形量达到18%时,形成了明显的 胞状亚结构,这是由于随着变形量的增加,位错密度 急剧增加;而变形量达到32%及以上时,亚结构的数 量增多,尺寸减小,而且亚结构胞的外形也沿着最大 主变形方向被拉长,形成了大量排列很密的长条状的 形变带。

冷变形程度对管材力学性能的影响见图 2,可以 看出,随着冷变形量的增加,导致合金室温抗拉强度 和屈服强度提高,延伸率下降。当变形量为 9%时, 抗拉强度和屈服强度分别比变形前提高了 30%和 127%,延伸率从 65%迅速下降到 27.5%;之后变形量 继续增大,强度提高和塑性下降的速度变慢,变形量 到 32%时、抗拉强度到 1239 MPa时,延伸率下降到 9%;变形量大于 32%时,强度和塑性的变化趋势更加 缓慢,当变形量到 58%、抗拉强度达到 1428 MPa时, 管材的延伸率为 5.5%。

金属冷变形过程中,由于位错密度提高,产生晶 格畸变、晶粒拉长、亚结构出现等现象,合金发生了 加工硬化,强度增高,塑性下降。对于 617B 合金,



图 1 617B 合金在不同冷变形量下的组织

Fig.1 Alloy organization with different cold deformation degree (rolling along the horizontal direction): (a) 0%, (b) 9%, (c) 18%, (d) 32%, (e) 44%, and (f) 58%





Fig.2 Effects of deformation on mechanical properties of 617B alloy tube

变形量到 9%时,管材塑性对形变硬化极其敏感,这 是由于在变形的初始阶段时,合金位错密度提高较快, 且晶粒不均匀度迅速增加。而随着变形量的继续提高, 管材内部晶粒各向异性减少,晶粒取向逐渐趋向一致, 使塑性和强度形变硬化敏感度逐渐降低^[10]。

2.2 退火温度对合金管材组织的影响

将不同行变形量的管材在 1080~1200 ℃的退火 温度下进行退火。图 3 是 44%变形量下退火 30 min 之 后的金相组织。由图 3 可以看出,合金在以上温度范 围退火时均完成了回复和再结晶,随着退火温度的提 高,合金的晶粒逐渐长大,并且在退火温度到 1160 ℃ 以上时,晶粒长大速度明显增大。

合金在冷变形退火的过程中,晶粒长大主要的驱



图 3 不同退火温度下冷变形 617B 合金管材的微观组织

Fig.3 Microstructure of cold-deformed 617B alloy tube annealed at 1080 $^{\circ}$ C (a), 1120 $^{\circ}$ C (b), 1160 $^{\circ}$ C (c), and 1200 $^{\circ}$ C (d) for 30 min

动力为晶界的界面能,在晶界能的驱动下,晶界迁移, 界面自由能下降,发生晶粒长大,因此,晶粒长大速 度与晶界迁移机制有关。由于晶界迁移速度对于温度 有明显的依赖关系,晶粒长大过程可以看作是一种热 激活过程,能够用 Arrhenius 公式^[11,12]描述:

 M=M₀exp(-Q/RT)
 (1)

 其中, M₀为常数; Q 为晶界迁移的表现激活能; R 为

气体常数;T为热力学温度。

由于晶界移动速度 dD/dt 与其净驱动力与晶界迁 移速率 M 的乘积,因此,在恒温条件下对 dD/dt 进行 积分,并假定长大后晶粒尺寸远大于起始尺寸,可以 得到:

$D^2 = A_1 M T$	(2)
-----------------	-----

将式(1)代入式(2),当时间参数为常数时,得到
 D²=Aexp(-Q/RT) (3)

或

$$\ln D = 1/2 \ln A - Q/2RT \tag{4}$$

式中, A 为包括晶界扩散和等温时间因子在内的常数,可以看出 lnD 和 1/T 呈线性关系。

根据将不同变形量的 617B 合金在 1080~1200 ℃ 退火 30 min 的晶粒尺寸进行统计,将统计的数据进行 回归分析,图 4 是不同变形量回归分析的结果。

根据线性拟合的结果,得出了不同变形量下,退 火温度与晶粒尺寸之间的关系式如下:

9%变形量:

$$\ln D = \frac{1}{2} \ln A - \frac{3.69 \times 10^4}{T}$$
(5)

18%变形量:

$$\ln D = \frac{1}{2} \ln A - \frac{5.21 \times 10^4}{T} \tag{6}$$

32%变形量:

$$\ln D = \frac{1}{2} \ln A - \frac{5.73 \times 10^4}{T} \tag{7}$$

44%变形量:

$$\ln D = \frac{1}{2} \ln A - \frac{6.23 \times 10^4}{T}$$
(8)

58%变形量:

$$\ln D = \frac{1}{2} \ln A - \frac{5.13 \times 10^4}{T} \tag{9}$$

由以上各式,可以计算出在选取的退火温度范围 内,不同变形量的冷变形 617B 合金的晶粒长大的表 现激活能 Q 见图 5。可以看出,不同变形量下 617B 冷变形合金晶粒长大的激活能均远大于纯 Ni 的自扩 散激活能(约为 285.1 kJ/mol)^[13],表明 617B 合金中, 各种合金化元素的加入增加了晶粒长大激活能,起到 了抑制奥氏体晶粒长大的作用,碳化物的弥散分布增 大了晶界及位错的阻力,阻碍了晶界的迁移,提高了 晶界扩散激活能,阻碍晶粒长大^[14]。同时从图 5 还可 以看到,随着变形量的增大,表现激活能 Q 先升高后 降低。一方面,随着变形量的增大,驱动形核和长大



图 4 不同冷变形量 617B 合金晶粒尺寸与退火温度的热力学关系

Fig 4 Arrhenius relation between the grain size of cold-deformed 617B alloy and the annealing temperature: (a) 9%, (b) 18%, (c) 32%, (d) 44%, and (e) 58%

的储存能不断增大,再结晶速度明显加快,完成再结 晶的时间缩短,使得晶粒长大的开始时间提前,当合 金保温至 30 min 时,不同加热温度下合金的晶粒尺寸 较大且趋向接近,使得晶粒尺寸随温度提高而长大的 趋势放缓,提高了晶粒长大激活能^[15];另一方面,变 形量增大时,合金中的变形微观缺陷如位错、空位等 数量明显增加,有利于原子扩散,促进了晶界迁移, 降低了晶粒长大激活能^[16]。两个因素同时影响 *Q* 值的 变化规律,当变形量较小时,再结晶速度的因素占主 导,因此 *Q* 值升高,而变形量较大时,位错、空位数 量及晶界面积增大的影响因素占主导,因此 *Q* 值又开 始下降。

2.3 退火温度对合金管材力学性能的影响

图 6 是变形量为44%的管材在 1080~1200 ℃退火 30 min 后的力学性能。可以看出,当退火温度从 1080 ℃逐渐提高到 1160 ℃时,随着温度的提高, 617B 合金管材的抗拉强度和屈服强度降低,塑性提 高;继续提高温度,合金强度和塑性变化不大。一方 面,在 1080~1160 ℃随着退火温度的提高,晶粒发生 了明显长大,根据细晶强化原理,细晶粒金属比粗晶 粒金属有更高的强度和较差的塑性^[17],而 1160 ℃以 上再提高温度,合金晶粒长大趋势放缓,强度和塑性 变化不大;另一方面,在 1080~1160 ℃随着退火温度 的提高,合金中碳化物逐渐溶解,碳化物的钉扎作用 减弱,也是导致合金的强度下降的原因。

2.4 退火时间对合金管材晶粒长大的影响

为了研究退火时间对合金管材晶粒长大的影响, 对不同变形量合金在不同退火温度和时间下的晶粒尺 寸进行了统计。图 7 是变形量为 44%的合金管材在 1080~1200 ℃分别退火 5~90 min 后合金晶粒尺寸的 变化规律。由图 7 可以看出,当退火温度为 1080 ℃



图 5 不同冷变形量 617B 合金晶粒长大表现激活能 *Q* Fig.5 Apparent activation energy (*Q*) of cold-deformed

617B alloy for grain growth



图 6 退火温度对 617B 合金管材力学性能的影响

Fig 6 Effect of annealing temperature on the mechanical properties of 617B alloy tube



图 7 不同退火温度下 617B 合金晶粒尺寸与保温时间的关系

Fig.7 Relationship between grain size of 617B alloy and the heat preservation time at different annealing temperatures

时, 晶粒随退火时间的长大趋势不明显; 当退火温度 为 1120~1200 ℃时, 晶粒随退火时间的增加明显长 大, 但是当退火时间到 60 min 以上时, 晶粒几乎不再 随退火时间延长而继续长大。

退火过程中,保温时间对晶粒尺寸的影响规律可 以用 Beck 公式^[18]来描述:

$$D=Ct^{\eta} \tag{10}$$

式中, C 为常数, η 为晶粒长大动力学时间指数, C 和 η 都是与材料和温度相关的常数,将不同变形量合 金保温时间 t 和实际晶粒尺寸 D 的代入式(10)进行 回归分析,得到了不同变形量下 617B 合金管材晶粒 长大动力学时间指数 η 随温度变化趋势见图 8,可以 看出,随着退火温度的提高, η 值先增大后减小,在 1080 °C时, η 值在 0.1~0.2 之间,当温度升高到 1120~1160°C后, η 值骤增到 0.5~0.6 之间,到 1200 °C 时, η 值又降低到 0.3~0.4 左右。这表明,在温度较低 时,在晶界和晶内存在大量弥散分布的碳化物,这些 碳化物起到了钉扎作用,成为抑制原子扩散、阻碍晶 界移动的主要因素,因此晶粒长大较缓慢;随着温度 的提高,晶界和晶内的碳化物逐渐回溶进基体,钉扎 作用减弱,因此原子扩散和晶界移动速度增加,晶粒 长大速度增大,计算得到的η值超过了0.5,这是由于 晶界迁移几乎不受控制,且出现少量晶粒的异常长大 造成的统计误差所致,实际η值应接近0.5;进一步提 高温度时,由于温度过高,原子克服一定位垒跳迁的 热激活过程加速,界面迁移过程显著加快,在极短时 间内晶粒迅速长大,再延长保温时间,由于晶界面积 骤减,晶粒长大速率迅速放缓。



- 图 8 不同变形量下晶粒长大动力学时间指数 η 随退火温度的 变化
- Fig.8 Changes of the growth time exponents (η) of different deformation with annealing temperature

3 结 论

1)随着冷变形量的增加,晶粒沿着最大主变形方向被拉长,形成了长条状的形变带;合金室温抗拉强度和屈服强度提高,延伸率下降;变形量到9%时,管材塑性对形变硬化非常敏感。

2)随着退火温度的提高,合金的晶粒逐渐长大, 并且在退火温度到 1160 ℃以上时,晶粒长大速度明 显增大;不同变形量下冷变形合金晶粒长大的激活能 Q均远大于纯 Ni 的自扩散激活能。Q值随着变形量的 增大先升高后降低。

3) 当退火温度从 1080 ℃提高到 1160 ℃时,随着温度的提高,617B 合金管材的抗拉强度和屈服强度降低,塑性提高;继续提高温度,合金强度和塑性变化不大。

4)随着退火温度的提高,合金晶粒长大指数η值
先增大后减小,在1080 ℃时,η值在0.1~0.2之间,
当温度升高到 1120~1160 ℃后,η值骤增到 0.5~0.6
之间,到1200 ℃时,η值又降低到 0.3~0.4。

参考文献 References

- [1] Rae C. Materials Science and Technology[J], 2009, 25(4): 479
- [2] Cowen C J, Danielson P E, Jablonski P D. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2011, 20(6): 1078
- [3] Wu Quanyan, Song Hyojin, Robert W et al. Metallurgical and Materials Transaction A[J], 2008, 39: 2569
- [4] Wu Q, Vasudevan V K, Shingledecker J P et al. Proceedings to the Fourth International Conference on Advances in Materials Technology for Fossil Power Plants[C]. Ohio: ASM International, 2005: 748
- [5] Vecchio K S, Fitzpatrik M D, Klarstrom D. Metallurgical and Materials Transactions[J], 1995, A26(3): 673
- [6] Gagliano M S, Hack H, Stanko G. 33th International Technical Conference on Coal Utilization & Fuel Systems, Clearwater: Coal Technologies Associates[C]. Clearwater, Florida, USA: Coal Technologies Associates, 2008: 1
- [7] Husemann R U, Bader M, Klöwer J. 9th International NIMS-MPA-IfW-Workshop on Advances in High Temperature Materials for High Efficiency Power Plants[C]. Tsukuba, Japan: NIMS-MPA-IfW Workshop CD-ROM, 2010: 24
- [8] Darius T, Pyuck P C, Jutta K et al. Acta Materialia[J], 2012, 60(4): 1731
- [9] Zhao Zhiye (赵志业). Metal Plastic Deformation and Rolling Theory(金属塑性变形与轧制理论)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1994: 40
- [10] Luo Lijuan(罗丽娟), Zhou Lian(周廉), Yu Zhentao(于振涛). *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2006, 35(5): 787
- [11] Zhong Yulong(钟玉龙), Liu Guoquan(刘国权), Liu Shengxin(刘胜新) et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学 报)[J], 2003, 39(7): 699
- [12] Bian Hang(边航), Su Guoyue(苏国跃), Kong Fanya(孔凡亚) et al. Rare Metal Materials and Engineering (稀有金属材料 与工程) [J], 2005, 34(8): 1338
- [13] Kaveh Edalati, Zenji Horita. Scripta Materialia[J], 2011, 64(2): 161
- [14] Zhao Xiaofan(苏晓帆), Li Jinshan(李金山), Hu Rui(胡锐) et al. Foundry Technology(铸造技术)[J], 2011, 32(2): 193
- [15] Lu Guangxi(卢光熙), Hou Zengshou(侯增寿). Tutorial of Metals(金属学教程)[M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Press, 1985: 294
- [16] Gottstein G. Rekristallisation Metallischer Werkstoffe [M].
 Leipzig: VEB Deutscher Verlag Fur Grundstof-firdust, 1966:
 79
- [17] Yong Qilong(雍岐龙). Second Phases in Steels(钢铁材料中

的第二相)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006: 254

and Grain Growth of Metallic(金属的再结晶与晶粒长大)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1994: 221

[18] Mao Weimin(毛卫民), Zhao Xinbing(赵新兵). Recrystallization

Effect of Cold Rolling and Annealing Process on Microstructure and Properties of 617B Alloy

Li Yang, Wang Yan, Li Sha

(State Key Laboratory of Advanced Stainless Steel Materials, Taiyuan Iron & Steel (Group) Co., LTD, Taiyuan 030003, China)

Abstract: The effect of cold processing deformation, annealing temperature and annealing time on the microstructure and mechanical properties of 617B alloy was studied. The results show that with the increase of deformation, grains are elongated along the direction of maximum principal strain to form a deformed strip belt, the tensile strength and yield strength of the alloy at room temperature gradually increase, while the elongation decreases. When the annealing temperature increases from 1080 °C to 1160 °C, the grains of the alloy gradually grow up, the tensile strength and yield strength are reduced, and the ductility is improved. When the annealing temperature of 1160 °C continues to increase, the grain growth velocity increases obviously, while the strength and plasticity changes little; grain growth activation energy (Q) of the alloy with different deformation amounts is much higher than that of pure Ni, and the Q value increases first s and then decreases with the amount of deformation increasing; the grain growth exponent η of the alloy increases first and then decreases with the increase of annealing temperature.

Key words: cold deformation; 617B alloy; mechanical properties; grain growth

Corresponding author: Li Yang, Master, State Key Laboratory of Advanced Stainless Steel Materials, Taiyuan 030003, P. R. China, Tel: 0086-351-5270561, E-mail: Bury_heart@163.com