

大规格铜镍合金无缝管材成品退火工艺研究

詹尧,张毅,王志华,郜贞轩

(中国船舶重工集团公司第七二五研究所,河南 洛阳 471023)

摘 要:选用6个典型规格的铜镍合金无缝管材经拉拔生产后,按拟定的退火试验方案进行退火试验,退火后取样进行性能测试。通过检测拉伸强度、屈服强度和伸长率,以及布氏硬度和洛氏硬度,并进行金相试验,观察合金是否由加工态组织变为单相再结晶 α 组织。结果表明:小于等于700℃的退火温度无法保证获得完全再结晶的单相 α 组织。退火温度大于730℃只会让晶粒持续长大;退火保温时间小于等于30 min无法实现全部再结晶,大于40 min,只会让晶粒持续长大。(720±10)℃保温40 min是比较适宜的铜镍合金无缝管材退火工艺制度。

关键词:铜镍合金;无缝管材;退火;工艺

中图分类号:TG146.11 **文献标识码:**A

Study on Annealing Process of Large Size Copper Nickel Alloy Tube

ZHAN Yao, ZHANG Yi, WANG Zhihua, GAO Zhenxuan

(Luoyang Ship Material Research Institute, Luoyang 471023, China)

Abstract: The annealing process of copper nickel alloy seamless pipe was studied. Six typical copper nickel alloy seamless tubes were selected and produced by drawing. The annealing test was carried out according to the proposed annealing test scheme. After annealing, samples were taken for performance test. By testing tensile strength, yield strength and elongation, as well as Bush hardness and Rockwell hardness, and carrying out metallographic test, that whether the microstructure change from processed state to single-phase recrystallized α structure was observed. When the annealing temperature was less than or equal to 700℃, it was impossible to obtain single-phase α structure with complete recrystallization. When the annealing temperature was higher than 730℃, the grains would grow continuously. Annealing holding time less than or equal to 30 minutes could not achieve all recrystallization, and more than 40 minutes could make the grain continue to grow. The optimal annealing process for seamless copper nickel alloy pipe was holding at (720±10)℃ for 40 minutes.

Keywords: copper nickel alloy; seamless pipe; annealing; process

成品退火指产品的最终退火,即加工到成品尺寸后,通过控制退火温度和保温时间来得到不同状态和性能的最后一次退火。成品退火有控制状态和性能的要求。铜镍合金管的成品退火,直接决定了管子最终的力学性能和耐腐蚀性能,由于铜镍合金再结晶退火温度范围比较宽,一般在600~825℃之间,退火温度随白铜材料的机械性能指标变化很大,在满足力学拉伸性能指标的基础上,提高产品的加工适用性能。退火过程

直接决定管材最终的力学性能和耐腐蚀性能,是管材生产的特殊过程^[1-11]。

成品退火随着退火温度的升高,内部形变组织逐渐消失;退火温度愈高,形变组织消失得愈快,而晶粒有所长大;同时,白铜管强度降低,塑性增加。适宜的退火工艺在连续光亮退火炉内连续大规模生产中非常重要,直接影响产品合金的抗拉强度、屈服强度、伸长率和硬度等力学性能,从而影响产品的质量和使用寿命。

收稿日期:2020-12-22

作者简介:詹尧,男,1983年生,高级工程师。E-mail:srdtt5@163.com

本研究将选用 6 个典型规格的铜镍合金无缝管材经拉拔生产后,按拟定的退火试验方案进行退火试验,退火后取样进行性能测试。通过检测抗拉强度、屈服强度和伸长率,以及布氏硬度和洛氏硬度,并进行金相试验,观察合金是否由加工态组织变为单相再结晶 α 组织。

1 试验过程

1.1 设备

退火炉选用北京科技大学参照德国 LOI 先进炉型研发的往复式光亮退火炉。该设备自动化程度高,退火炉密封性较好,保护性气体采用氮氢混合气,产品退火后快速喷冷提高产品内部组织性能。

1.2 试验材料

选择 $\phi 57 \sim \phi 267$ mm 壁厚 2~6 mm 共 6 个典型规格的无缝铜镍合金管进行成品退火试验,通过试验得到性能指标满足要求的成品。6 个典型规格试样的直径和壁厚分别为 $\phi 57$ mm \times 2 mm、 $\phi 76$ mm \times 2 mm、 $\phi 133$ mm \times 3 mm、 $\phi 159$ mm \times 3 mm、 $\phi 219$ mm \times 4.5 mm、 $\phi 267$ mm \times 5 mm,编号依次为 1 #~6 #。

1.3 化学成分

试验用铜镍合金无缝管材的材料化学成分满足表 1 标准要求。

表 1 铜镍合金无缝管材材料化学成分

Table 1 Chemical compositions of copper-nickel alloy seamless tube %		
元素	上限质量分数	下限质量分数
Ni	11.00	10.0
Fe	1.80	1.50
Mn	0.60	1.00
Cu	余量	—
Zn	0.05	—
Pb	0.01	—
S	0.00 5	—
C	0.05	—
P	0.01	—
其它总和	0.10	—

1.4 性能指标

试验用铜镍合金无缝管材的材料性能指标需满足表 2 标准要求。

表 2 铜镍合金无缝管材材料性能指标

Table 2 Performance index of copper-nickel alloy seamless tube						
项目	抗拉强度 /MPa	屈服强度 /MPa	伸长率/%	洛氏硬度	布氏硬度	晶粒平均直径 /mm
上限	290	—	—	45	105	0.01
下限	380	105	30	—	70	0.05

另外,铜镍合金无缝管材的金相组织应为单相再结晶 α 组织。

1.5 试验过程

将 6 个典型规格的铜镍合金无缝管材经拉拔生产后,进行退火试验,退火后取样进行性能测试。通过退火试验和性能测试,并进行弯管试验验证质量,选择最优的退火工艺制度。

退火试验的温度范围为 680~760 $^{\circ}\text{C}$,退火保温时间为 30~50 min。出炉前氮气喷冷至 50 $^{\circ}\text{C}$ 以下后出炉。为防止退火时铜镍合金无缝管材发生氧化,提高管材表面质量,退火在保护气氛中进行,同时输入少量的 5% 氢气。

性能试验包括拉力试验检测抗拉强度、屈服强度、伸长率以及布氏硬度和洛氏硬度,并进行金相试验,观察是否由加工态组织变为单相再结晶 α 组织,且晶粒平均直径需大于 0.01 mm、小于 0.05 mm。

2 试验结果与分析

2.1 退火试验前材料力学性能测试

对开展退火试验的铜镍合金无缝管材进行力学性能测试,通过表 3 可看出,屈强比均大于 0.9,基本呈现硬态或半硬态。

2.2 拉力试验

6 个规格的铜镍合金无缝管材在 725~755 $^{\circ}\text{C}$ 退火保温时间 40~50 min,氮气喷冷。退火试验后取样进行拉力试验,检测的抗拉强度、屈服强度和伸长率与退火温度的关系如图 1、图 2 和图 3 所示。

表3 铜镍合金无缝管材退火前的力学性能

Table 3 Mechanical properties of copper-nickel alloy seamless tube

编号	抗拉强度 /MPa	屈服强度 /MPa	伸长率 /%	屈强比
1#	472	450	9.5	0.95
2#	427	411	14.5	0.96
3#	467	447	10.5	0.96
4#	492	471	11.0	0.96
5#	473	450	15.5	0.95
6#	435	409	12.0	0.94

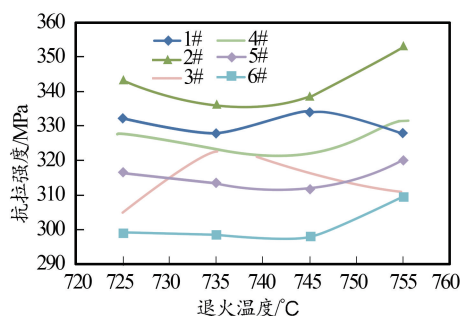


图1 退火温度与抗拉强度曲线图

Fig. 1 Relationship between annealing temperature and tensile strength

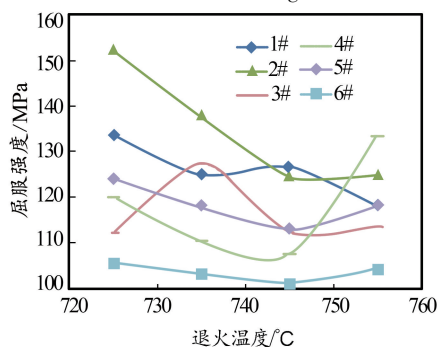


图2 退火温度与屈服强度曲线图

Fig. 2 Relationship between annealing temperature and yield strength

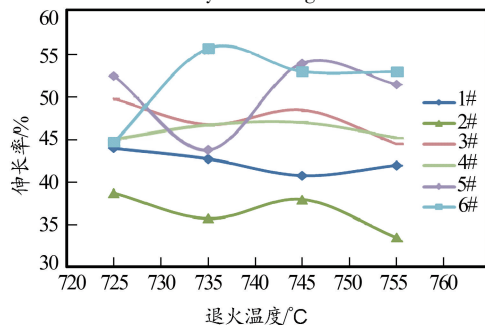


图3 退火温度与伸长率曲线图

Fig. 3 Relationship between annealing temperature and elongation

从图1、图2和图3可知,6个规格的铜镍合金无缝管材在725~755℃退火保温时间40~50 min,拉伸检测的力学性能指标平稳且没有明

显的规律,数据均满足表3的相关指标要求。

2.3 布氏硬度试验

3个规格的铜镍合金无缝管材在700~760℃保温40~50 min进行退火试验。退火后取样进行布氏硬度试验,试验数据如图4所示。

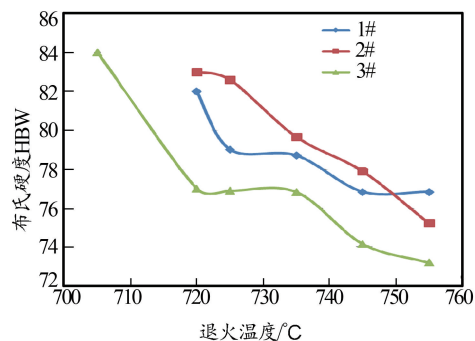


图4 退火温度对材料布氏硬度的影响

Fig. 4 Influence of annealing temperature on Brinell hardness

从图4可以看出,随着退火温度的增加,铜镍合金无缝管材的材料硬度相应降低。

2.4 弯管试验

在拉力试验和布氏硬度试验的性能试验数据满足标准条件下,为了验证产品质量是否合格,试验进行了弯管试验。弯管试验显示,在硬度较低且接近下限的情况下,存在管材在弯管应用试验中发生起皱的质量缺陷(图5)。因此,根据应用情况,布氏硬度以不能低于75下限为宜,壁厚小于等于2 mm的铜镍合金无缝管材,布氏硬度需大于80。



图5 铜镍合金管从弯管试验起皱图

Fig. 5 Corrugation of the copper-nickel alloy seamless tube caused by pipe bending test

结合图4的布氏硬度规律,得到弯管质量合格的铜镍合金无缝管材,退火温度应控制在730℃以下为宜。在拉力试验中,680℃退火温度得到的试样拉力试验伸长率小于30%,仅有27%。

因此,可选择 700 ~730 ℃ 为优选退火温度范围。

2.5 洛氏硬度试验

选用在 700 ℃ 保温 40~50 min 的退火工艺对铜镍合金无缝管材进行洛氏硬度试验,得到数据见表 4,存在不满足表 3 相关指标的情况。

选用在 720 ℃ 保温 40~50 min 的退火温度对铜镍合金无缝管材进行洛氏硬度试验,得到数据见表 5,结果满足表 3 相关指标的情况。且拉力试验、布氏硬度试验和金相试验得到的数据也符合相关标准的指标要求,质量满足要求。

表 4 铜镍合金无缝管材 700 ℃ 退火的洛氏硬度

Table 4 Rockwell hardness of copper-nickel seamless tube annealed at 700 ℃

编号	洛氏硬度		
4#	49.0	49.0	46.0
5#	47.0	45.0	48.0
6#	52.0	52.0	53.0

2.6 金相试验

选取典型规格,在 (720±10) ℃ 退火工艺对铜镍合金无缝管材取试样进行金相试验验证。试验按 YS/T 449—2002《铜及铜合金铸造和加工制品 显微组织检验方法》和 GB/T 6394—2002《金属平均晶粒度测定方法》进行金相检测分析、

组织观察和晶粒度评级,并进一步验证退火保温时间的关系。

通过金相试验分析,720 ℃/30 min 退火存在的问题是,试样横截面金相组织为孪晶 α,部分区域可观察到形变特征,未完全再结晶。其他金相试验均合格。平均晶粒直径数据见表 6,金相图详见图 6、图 7。因此,30 min 的保温退火时间是完全再结晶的临界点,退火保温时间需大于 30 min。

表 5 铜镍合金无缝管材 720 ℃ 退火的洛氏硬度

Table 5 Rockwell hardness of copper-nickel seamless tube annealed at 720 ℃

编号	洛氏硬度		
4#	32.5	32.5	31.5
5#	34.0	33.0	34.0
6#	39.5	38.0	38.5

表 6 铜镍合金无缝管材退火的洛氏硬度

Table 6 Rockwell hardness of copper-nickel seamless tube annealed

编号	工艺参数 /(℃/min)	平均晶粒直径 /mm	备注
6#	720/30	0.031 8	有加工痕迹, 未完全再结晶
6#	720/40	0.031 8	—

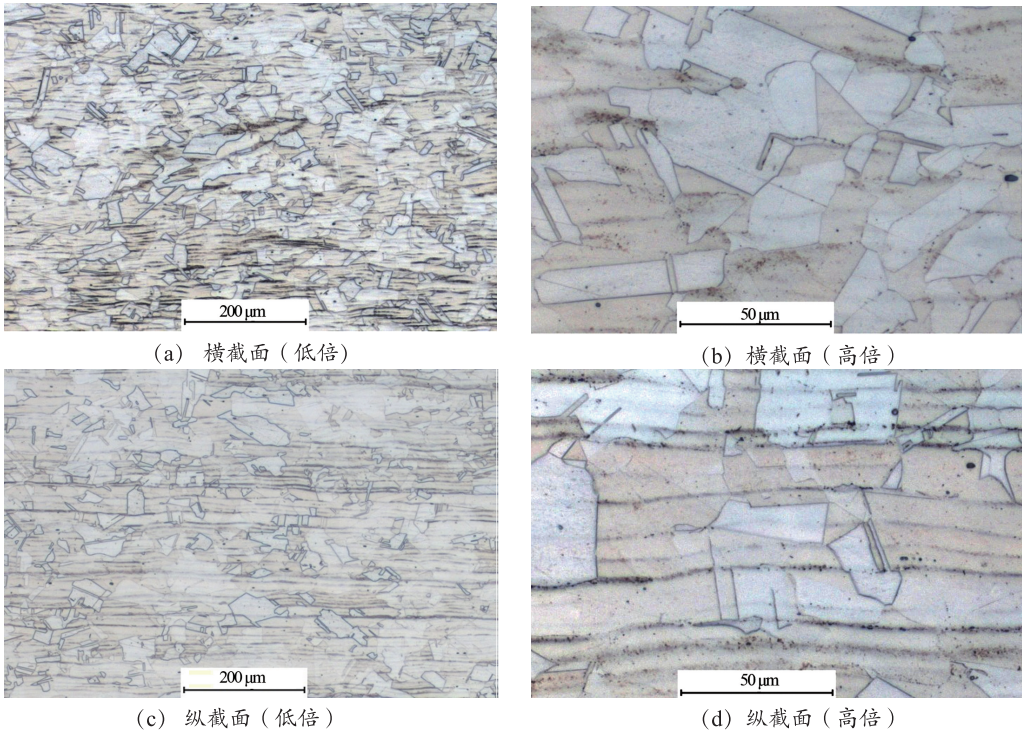
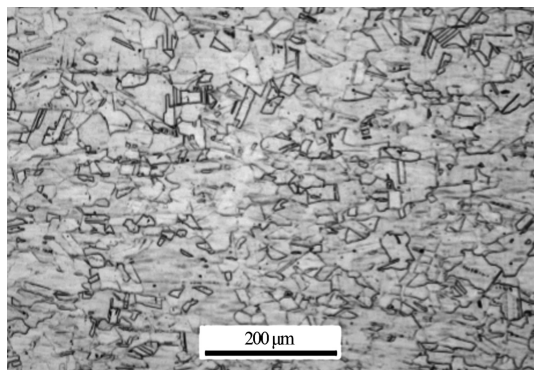


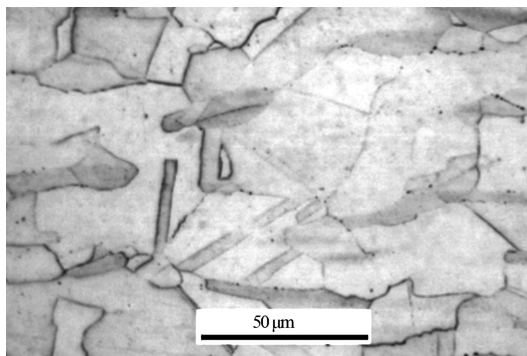
图 6 720 ℃/30 min 退火后材料金相组织

Fig. 6 Microstructure of the material annealed at 720 ℃ for 30 min

720℃/40 min 退火金相图如下:



(a) 横截面 (低倍)



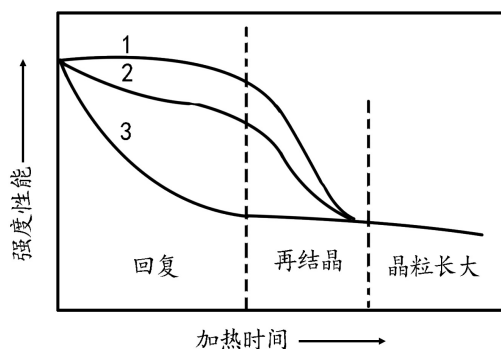
(b) 横截面 (高倍)

图7 720℃/40 min 退火后材料的横截面形貌

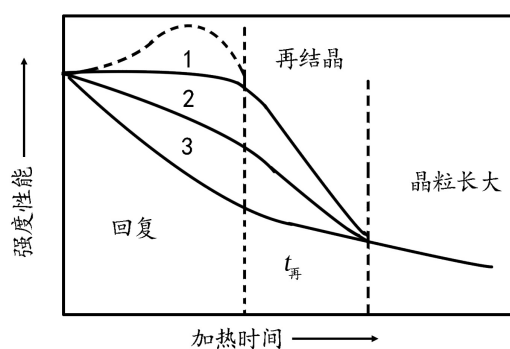
Fig. 7 Morphology of the cross section of material annealed at 720℃ for 30 min

在回复阶段,冷变形产生的硬化可相当完全保留(曲线1)、部分保留(曲线2)以及几乎完全消失(曲线3)^[2],见图8。在完成再结晶后,退火时间的延长只会使晶粒持续长大,加热温度的增加也是使晶粒持续长大。因此,在达到退火的加热温度(720±10)℃后,持续加温只会使晶粒长

大。在(720±10)℃保温40 min后,增加持续保温时间只会使晶粒长大。壁厚较厚的管材保温时间可以适当延长10 min。因此,(720±10)℃保温40 min是比较适宜的铜镍合金无缝管材退火工艺制度。



(a) 加热时间



(b) 加热温度

图8 强度性能与加热时间和加热温度关系

Fig. 8 Relationship between strength performance and heating duration and heating temperature

3 结论

(1)(720±10)℃保温40 min是比较适宜的铜镍合金无缝管材退火工艺制度,适宜于铜镍合金无缝管材φ57~φ267 mm壁厚2~6 mm的相关规格薄壁管材。

(2)退火温度小于等于700℃时,铜镍合金无缝管材冷拉加工的痕迹不能完成消除,无法保证获得完全再结晶的单相α组织。洛氏硬度大

于表3所示相关指标要求。

(3)退火温度大于730℃时,退火温度只会让铜镍合金无缝管材的晶粒持续长大。经测试,布氏硬度会降低,在弯管应用试验中会起皱。

(4)退火保温时间小于等于30 min时无法实现全部再结晶,大于40 min时,只会让铜镍合金无缝管材的晶粒持续长大,布氏硬度会降低。壁厚较厚的管材保温时间可以适当延长10 min。

参考文献:

[1] 邓楚平,黄伯云,潘志勇,等.退火工艺对冷凝器用白铜管组织和性能的影响[J].金属热处理,2006,

- 31(11):57-60.
- [2] 田荣璋,王祝堂,主编.铜合金及其加工手册[M].长沙:中南大学出版社,2002:60-69.
- [3] 陈琴,刘广龙,张娟,等.大口径 $\phi 219\text{ mm} \times 4.5\text{ mm}$ BFe10-1-1 白铜管生产工艺研究[J].锻压技术,2013,38(2):69-73.
- [4] 茹祥坤,刘廷光,夏爽,等.形变及热处理对白铜 B10 合金晶界特征分布的影响[J].中国有色金属学报,2013,23(8):24-27.
- [5] 钟卫佳,等编.铜加工实用技术手册[M].北京:冶金工业出版社,2007:234.
- [6] 狄大江.舰船用铜及铜合金管[J].有色金属加工,2011,40(1):33.
- [7] 陈琴,刘龙光,李娟,等.大口径自铜管产品开发及工艺研究[J].上海有色金属,2013,34(2):55-58.
- [8] 张迎晖.形变及热处理对白铜 B10 合金晶界特征分布的影响[C].第三届中国铜工业科学技术发展大会会刊,2017:24-27.
- [9] 姜庆伟,刘印,王尧,等.超细晶铜在退火与高温变形条件下微观结构的不稳定性研究[J].金属学报,2009,45(7):873-879.
- [10] 周蕾,史庆南,蔡晓兰,等.大变形退火超细晶铜中的晶界特征分布[J].材料热处理学报,38,2017(6):25-30.
- [11] 胡江桥.金属材料退火孪晶控制及应用[J].科技资讯,2013(3):4-6.