

3J1合金带材超细晶粒工艺分析

■ 王灵宝, 郝奕凯, 辛丁强, 刘连生

1. 超细晶粒问题的提出

超细晶粒在薄带材生产中具有非常实际的意义。一方面通过细化晶粒杜绝显微漏气, 另一方面利用细晶的强度较高, 来改善膜片成形拉深厚度的均匀性。

本试验是针对厚度小于0.06mm带材制造的真空膜盒存在显微漏气问题提出的。材料为3J1, 典型的膜片外形见附图, 在图中可以看到外侧第二波纹(红线区)最易成形破裂的位置。

分析认为造成显微漏气以及成形破裂的主要原因有两个: 一是带料厚度较薄, 晶粒大, 易引起显微漏气; 二是膜片各波形大小不一, 成形中材料受拉应力变形不一致, 拉深多的位置不仅易漏气, 且易开裂, 特别是采用阴阳模成形与模具的摩擦力较大, 更增加了变形受力不一致。尤其外侧第二波纹处受中心和边部拉应力最大, 导致不均匀变形, 致使局部过分变薄, 甚至导致波峰处破裂。为此, 提出通过热处理将晶粒尺寸细化到 $10\mu\text{m}$ 以下的要求, 以改善上述状况。且为保持原有的成形塑性, 杯突值仍要求大于8.0mm。

2. 原制造工艺

某3J1合金膜片制造工艺过程: 准备厚度为0.15mm的带料→轧制到 $0.09\text{mm}\pm 0.003\text{mm}$ 厚→固溶处理→再轧制到 $0.056\text{mm}\pm 0.002\text{mm}$ 厚→固溶处理→表面处理→冲圆片→成形膜片→时效硬化, 然后焊接成真空膜盒。其中, 固溶处理采用真空油淬炉, $950^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$, 保温20~30min, 油冷。固溶处理后, 晶粒尺寸一般在 $25\mu\text{m}$ 左右, 杯突值 $\geq 8.0\text{mm}$ 。时效采用真空退火炉, $700^{\circ}\text{C}\pm 10^{\circ}\text{C}$, 保温240min, 随炉冷。时效后硬度应达到400HV0.2以上。

3. 超细晶粒热处理试验方案

超细晶粒试验仍采用3J1合金, 经轧制到厚度为0.056mm的条料。

为使晶粒尺寸细化到 $10\mu\text{m}$ 以下, 固溶处理选择快速加热方式。限于设备条件, 本试验采用了盐浴加热与水冷方式。为使温度更宽, 盐的配比为: 85%氯化钡+15%氯化钠。由于条料浸入或挑出盐浴的前后时间差达到秒级, 所以条料不宜长, 本试验试片长80mm, 宽65mm, 下端吊一颗重物(如螺钉), 方便快速浸

入盐液中。该工艺仅适用于单片的加热和冷却。

固溶处理温度选择 1000°C 、 980°C 、 960°C 、 950°C 。每个温度与3s、6s、8s的加热时间组合。10s是试验后期与 950°C 增加的组合。

由于加热过程短, 盐浴固溶处理后, 3J1试片表面均无腐蚀。试验过程发现, 盐浴加热的温度越高, 条料表面挂的残盐淬入水中就越易脱落。降低加热温度, 残盐附着的越牢固。为了防止氯离子的腐蚀, 960°C 、 950°C 固溶后, 应立即用刷子轻轻将残盐在水中刷洗干净。按固溶处理方案试验后的晶粒尺寸、杯突值、膜片成形是否破裂的结果见表1。

由于快速加热固溶, 推测材料中应存在大量的有序化组织, 有利于强化相的弥散析出。因此



膜片的外形图

本试验选择了660℃、680℃、700℃、720℃四个时效温度，均保温4h。从试验结果看，680~720℃时效硬度均达到了400HV0.2以上，可以满足产品设计要求。但峰值时效温度似仍在正常的700℃左右，并未有明显的降低倾向。

4. 分析

从表1固溶处理试验结果可以看出：固溶温度980℃或更高，晶粒尺寸不易达到≤10 μm，即使加热时间很短也很难保证都能达到。当固溶处理温度降低到960℃或950℃，晶粒尺寸达到≤10 μm相对容易了许多，在950℃甚至加热了10s，晶粒尺寸也依然可以控制在10 μm以下。说明温度是实现晶粒尺寸细化的主要因素。

另外，从杯突值的检查结果可看出：晶粒大，不一定杯突值就高，恰恰加热时间越长，杯突值越高。约8s属于一个临界时间，说明杯突值与晶粒大小并不完全有关，而与加热后组织的无序化程度有关。被加热时间越长，无序化程度越高，塑性提高的也就越多。因此，固溶处理温度选择950℃（注意盐浴的熔点）较为合适，再低一点也可。

这不仅可控制晶粒尺寸在10 μm以下，且通过增加加热时间，保证获得足够的塑性，使膜片成形的型面一致性更高，也降低了易破裂的倾向。因此固溶处理宜采用950℃，加热10s，水冷。

从表2的时效硬度数据看，3J1快速固溶后的峰值硬度时效温度与常规固溶的峰值时效温度基本一致，仍在680~720℃。说明快速固溶比较充分，这与3J1镍含量很高，即使冷变形，奥氏体仍很稳定有关。

5. 漏气检查

膜片与底座焊接成组合件后进行泄漏检查。真空膜盒的漏气检查分三个阶段：将膜盒装在专

用夹具上，浸在-50℃酒精中对零，随后在沸腾水中加热，通过温度变化测量膜盒位移变化量，这一方法称为温度弯曲；然后存放30天；最后重复一次温度弯曲，并与第一次温度弯曲值比较，判断腔内是否漏气。

按950℃，10s，水冷+700℃，4h热处理，试生产了30只真空膜盒，通过上述检查，均未发现泄漏。

利用盐浴快速加热获得超细晶粒，只能按片断续进行，生产效率太低，且计时、操作易出现误差。建议参考已知的固溶处理温度、时间，采用连续感应加热和冷却方式更稳定、可靠。

表1 固溶处理后的晶粒尺寸、杯突值、膜片成形结果

固溶温度/℃	加热时间/s	晶粒尺寸/μm	杯突值/mm	膜片成形结果
1000	3	10~20	—	—
	6	10~20	—	—
	8	15~25	—	—
980	3	10~15	6.7~7.1	—
	6	10~20	7.6~8.5	—
	8	15~20	8.0~8.5	—
960	3	5~8	5.8~6.3	破裂
	6	5~8	6.4~7.8	大部分破裂
	8	8~10	7.8~8.4	个别破裂
950	3	5~8	5.4~6.0	破裂
	6	5~8	6.0~6.6	大部分破裂
	8	5~8	7.8~8.4	个别破裂
	10	6~10	8.0~8.3	未破裂

表2 不同固溶温度、保温时间和不同时效温度的硬度

固溶温度/℃	1000			980			960			950			
固溶时间/s	3	6	8	3	6	8	3	6	8	3	6	8	10
660℃时效HV0.2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	≥374	≥388
680℃时效HV0.2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	≥404	≥412
700℃时效HV0.2	—	≥412	≥420	—	≥423	≥404	—	≥412	≥412	—	≥412	≥420	≥420
720℃时效HV0.2	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	≥404	≥420

作者简介：王灵宝、郝奕凯、辛丁强、刘连生太原航空仪表有限公司7分厂。

MW 20160315