

小冲杆试验技术测试国产 800HT 合金高温蠕变性能研究^{*}

STUDY ON HIGH TEMPERATURE CREEP PROPERTIES OF DOMESTIC 800HT ALLOY USING SMALL PUNCH TEST TECHNIQUE

江 涛** 关凯书*** 钟继如

(华东理工大学 机械与动力工程学院, 上海 200237)

JIANG Tao GUAN KaiShu ZHONG JiRu

(School of Mechanical and Power Engineering, East China University of Science and Technology, Shanghai 200237, China)

摘要 通过小冲杆蠕变测试技术,研究了国产高温镍铬铁合金 800HT 的高温蠕变性能。分别采用欧洲标准 CWA 15267 推荐方法(CWA 方法)以及全经验关联方法(EFS 方法)和改进 Chakrabarty 方法(MCH 方法)对小冲杆蠕变试验数据进行处理。并对比了单轴蠕变试验结果与小冲杆蠕变试验的结果。结果表明,采用 CWA 方法处理 800HT 合金的小冲杆蠕变数据要优于 EFS 和 MCH 转换方法。在拟合 800HT 合金单轴蠕变数据时,考虑了屈服状态蠕变激活能 Q_c^* 的 Wilshire 函数与 800HT 蠕变数据关联效果较好。利用小冲杆蠕变试验技术,能够满足确定国产 800HT 合金的高温蠕变性能的要求。

关键词 800HT 镍铬铁合金 小冲杆蠕变试验 持久试验 Larson-miller 方法 Wilshire 方法

中图分类号 TG144

Abstract The creep performance of a domestic high-temperature incoloy 800HT alloy was tested using the small punch creep test technique. The CWA small punch creep test conversion method, and the EFS and MCH conversion methods were used respectively. The results of the uniaxial creep tests were compared with the small punch creep test results. The results show that, for small punch creep test data of 800HT alloy, the CWA method outperforms the EFS and MCH conversion methods. When fitting the uniaxial creep data, the Wilshire function, which takes into account the creep activation energy in the yield state, correlates well with the 800HT creep data. With the small punch creep test technique, the requirements for determining the high temperature creep properties of the domestic 800HT alloy can be met.

Key words Incoloy 800HT; Small punch creep test; Stress-rupture test; Larson-miller method; Wilshire method

Corresponding author: GUAN KaiShu, E-mail: guankaishu@ecust.edu.cn

The project supported by the National MCF Energy R&D Program of China(No. 2022YFE03120000), the National Natural Science Foundation of China(No. 52105146, 52130511), and the Innovation Centre of Nuclear Materials Fund (No. ICNM-2022-ZH-02).

Manuscript received 20221116, in revised form 20221206.

0 引言

小冲杆蠕变技术作为微试样检测技术的一种,能够在取材有限的情况下,对在役设备材料的高温性能进行测试评估。小冲杆蠕变试验的试样采用了厚度 0.5 mm、直径 8~10 mm 的薄圆片,利用球形压头对试样加载。相比于其他微损取样测试技术,试样在高温

载荷作用下发生蠕变变形,直至最终断裂,其变形过程包含了蠕变三阶段完整信息,是应用前景广泛的一项技术^[1-2]。然而,如何有效地对小冲杆蠕变数据进行解释,是限制该技术发展的主要挑战。为此,以欧洲标准化委员会为代表^[3],在 2007 年提出了适用于小冲杆试验的操作规范,并提出了适用于小冲杆蠕变数据的处理标准。在 2019 年,欧洲钢铁标准化委员会、TC101

^{*} 20221116 收到初稿,20221206 收到修改稿。国家磁约束核聚变能发展研究专项(2022YFE03120000),国家自然科学基金项目(52105146, 52130511),核材料技术创新中心创新基金(ICNM-2022-ZH-02)资助。

^{**} 江 涛,男,1994 年生,福建漳州人,汉族,华东理工大学机械与动力工程学院博士研究生,主要研究方向为微试样表征材料高温性能技术。

^{***} 关凯书(通信作者),男,1962 年生,黑龙江五常人,汉族,华东理工大学机械与动力工程学院教授,主要研究方向为承压设备结构完整性、微试样测试技术、过程设备失效分析与预防。

技术委员会、WG1 工作组共同制定了小冲杆蠕变转换为单轴蠕变数据的新方法及小冲杆蠕变测试方法^{[4]161-172}。在此背景下,本次研究对比不同的小冲杆蠕变数据处理方法,对小冲杆蠕变试验技术确定国产高温镍铬铁合金 800HT 的高温蠕变性能开展研究。此外,针对适用于国产合金 800HT 高温蠕变寿命的关联方法也进行了研究。本文通过上述方法,讨论了适用于合金 800HT 的小冲杆蠕变数据处理方法。

1 试样制备与试验方法

本次试验分析取材为自国产合金 800HT 板材^{[5]1-6},该板材主要用于卷制成过热蒸汽高温管道。材料化学成分分析结果如表 1 所示。成分符合 ASTM-B409 中关于 N08811(800HT)的化学成分的要求。材料显微组织如图 1 所示^{[5]1-6},合金微观组织为奥氏体组织,低倍镜下观察晶粒尺寸粗大,晶粒尺寸在 192 ~ 210 μm 。粗大晶粒可以避免高温下晶界的滑移,从而提升抗蠕变性能,因此合金 800HT 推荐的晶粒度粗于

ASTM 5^[6],即晶粒尺寸在 56.6 μm 以上。晶粒上分布有 Ti(C,N)颗粒,Ti(C,N)相在 800 系列合金中可见。基体中的细小 Ti(C,N)沉淀,在制造材料过程中形成,在高温下十分稳定,起到钉扎作用,阻碍奥氏体晶界滑动,由此提高钢的蠕变抗力^[7]。

小冲杆蠕变试样为 $\phi 10$ mm、厚度 0.5 mm 的圆片,试样由电火花切割,两面用砂纸打磨至 1 000 目以去除加工痕迹。小冲杆试验装置如图 2 所示。装置下压模孔径 d 为 4 mm,孔边缘开有 0.2 mm 倒角,压头陶瓷球半径 r 为 1.25 mm。上下压模由螺纹预紧,预紧力为 10 N·m。试样底部与陶瓷连杆接触,试验过程中试样变形挠度通过连杆传递至直线位移传感器。挠度采集软件记录传感器位移,位移精度为 0.2 μm 。

除小冲杆蠕变试验外,还对国产合金 800HT 开展了短时高温拉伸试验和高温持久强度试验,试验温度为 700、850、950 $^{\circ}\text{C}$ 。试棒加工应满足标准 GB/T 228.2—2015 和 GB/T 2039—2012 的要求。

表 1 进口与国产 800HT 化学成分分析

Tab. 1 Analysis result of chemical composition for domestic and imported 800HT											wt%
	C	S	Si	Mn	P	Cr	Ni	Cu	Ti	Al	Al+Ti
ASTM 标准 ASTM standard	<0.10	<0.015	<1.0	<1.5	<0.040	19.0~23.0	30.0~35.0	<0.75	0.15~0.60	0.15~0.60	0.85~1.20
国产 800HT Domestic 800HT	0.073	<0.005	0.48	0.58	0.012	19.97	30.88	<0.005	0.44	0.42	0.86

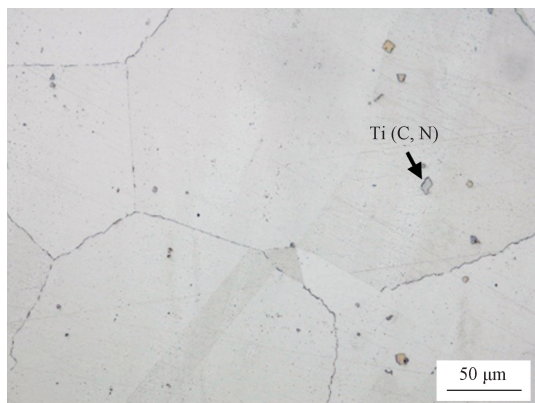


图 1 国产 800HT 金相照片

Fig. 1 Metallographic photograph of domestic 800HT

2 试验结果

2.1 小冲杆蠕变试验结果

小冲杆蠕变试验获得的挠度-时间曲线及挠度速率-时间曲线如图 3 所示。根据图 3 中挠度速率变化,小冲杆蠕变曲线可以分为 4 个阶段:①在试验初期试样受载荷作用产生弹塑性变形,该段变形记为初始挠度 d_0 ;②初始变形后挠度速率逐渐下降,与单轴蠕变拉伸第 1 阶段类似;③当下降至最小挠度速率 $d_{\min}$ 附

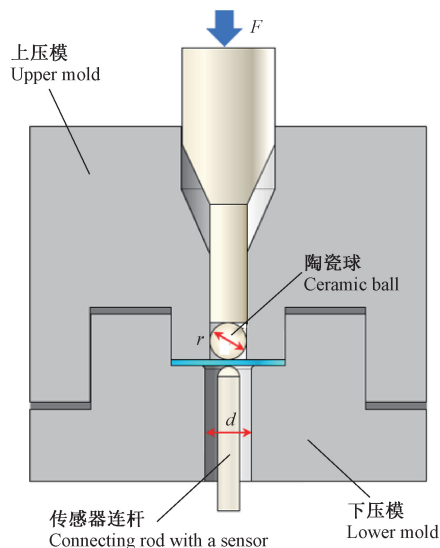


图 2 小冲杆蠕变试验装置示意图

Fig. 2 Diagram of small punch creep test

近,挠度速率在一段时间内保持稳定,即图 3 中 $t_1 \sim t_2$ 时间段,这与单轴拉伸蠕变曲线中稳态蠕变阶段类似;④随后进入终断阶段,挠度速率逐渐增大直至穿透试样。

本次试验获得的 325、275 N 载荷下小冲杆蠕变试验曲线如图 4 所示,相同载荷下包含 3 次重复试验结

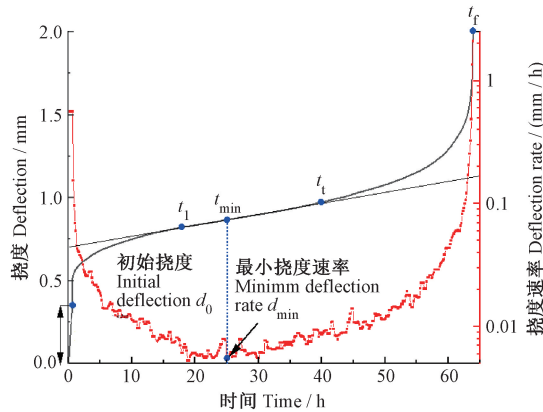


图 3 典型小冲杆蠕变试验曲线

Fig. 3 Typical curves of small punch creep test

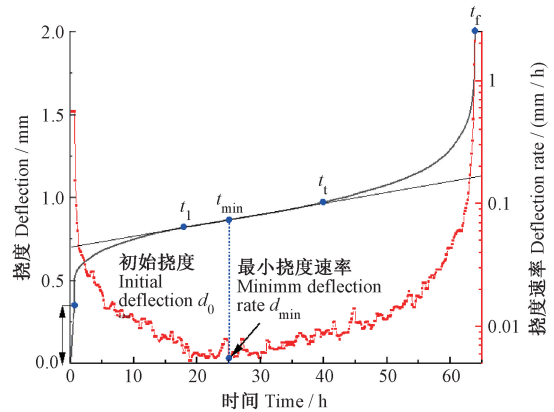


图 4 不同载荷下小冲杆蠕变试验曲线

Fig. 4 Curves of small punch creep test under different loads

果。获得的曲线与图 3 中典型曲线各阶段特征相符。其中,根据挠度速率-时间曲线,在同一载荷下最低挠度速率相近,与单轴蠕变规律相符。

2.2 单轴高温短时拉伸与高温持久强度测试

除小冲杆蠕变试验外,对合金 800HT 开展了常规

单轴持久强度测试用于对比研究。单轴高温短时拉伸试验的结果如表 2 所示。高温持久强度结果如表 3 所示。试验包含了 800HT 常用操作温度附近的 700、850、950 ℃ 下的数据。可用于数据与时间-温度-参数函数关系拟合。

表 2 高温拉伸测试结果

Tab. 2 Results of high temperature tensile test

试验温度 Test temperature/℃	屈服强度 Yield strength $R_{p0.2}$ /MPa	抗拉强度 Tensile strength R_m /MPa
700	132	359.5
850	102.5	165
950	76	109

表 3 持久试验结果

Tab. 3 Results of stress-rupture test

加载应力 Loading stress/MPa	177	137	90	80	70	65	60	51	48	43	34	22	17
断裂时间 Rupture time (700 ℃) /h	32	152	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
断裂时间 Rupture time (850 ℃) /h	—	—	4	20	22	156	68	293	1 054	3 246	—	—	—
断裂时间 Rupture time (950 ℃) /h	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	241	2 864	3 021

这里分别采用 Wilshire 和 Larson-Miller 函数关联蠕变断裂数据。其中 Wilshire 方程是由 WILSHIRE B 等^[8]于 2007 开发的蠕变寿命与应力和温度的函数,即

$$\frac{\sigma}{R_m} = \exp \left\{ -k \left[t_r \exp \left(-\frac{Q_c^*}{RT} \right) \right]^u \right\} \quad (1)$$

式中, k 、 u 为函数参数; R_m 为抗拉强度; t_r 为断裂时间; Q_c^* 为蠕变激活能; R 为通用气体常数; T 为绝对温度。不同温度下 800HT 材料的抗拉强度已由高温拉伸试验获得,如表 2 所示。CEDRO V 等^[9]⁵¹¹⁻⁵³⁰ 研究评估了欧洲蠕变协作委员会和日本国家材料科学研究所提供的 Incoloy 800 合金数据,确定材料统一的蠕变激活能 Q_c^* 在 183 kJ/mol。此外研究还指出,考虑到屈服前后激活能 Q_c^* 的变化,低于屈服应力和高于屈服应力时的 Q_c^* 分别为 122、293 kJ/mol。本次研究分别对比了不同激活能 Q_c^* 下的关联效果。

Larson-Miller 方法是目前广泛使用的一种寿命关联方法,其表达函数为

$$L_{LMP} = T[\lg 10(t_r) + C'] \quad (2)$$

式中, C' 为材料常数,一般可取定值 20,有研究^[9]⁵¹¹⁻⁵³⁰ 表明对于 Incoloy 800 合金, C 值可取为 12.8。LMP 表示 Larson-Miller 参数,可以表示为应力的函数,通常通过三次项拟合 LMP 与应力 σ 的关系:

$$L_{LMP}(\sigma) = A\sigma^3 + B\sigma^2 + C\sigma + D \quad (3)$$

利用以上 Wilshire 和 Larson-Miller 方法,将单轴蠕变数据点进行关联拟合,拟合得到的应力-时间曲线如图 5 所示。其中采用了统一蠕变激活能 Q_c^* 的 Wilshire 方程拟合的曲线与试验数据偏差较大,而考虑了屈服状态激活能 Q_c^* 的 Wilshire 方程拟合曲线与试验数据拟合较好。对比 Wilshire 方程,Larson-Miller 方程在不需要抗拉强度的情况下即能拟合三组温度下蠕变数据。对比两种方法的拟合效果还需开展更多温度、应力下的蠕变数据。依据目前已有试验数据显示,在 700 ℃ 下 Wilshire 和 Larson-Miller 方程短时蠕变 (100 h) 下应力差别较小。在 850 ℃ 和 950 ℃ 温度下,

短时蠕变下 Wilshire 拟合曲线应力低于 Larson-Miller 曲线,这与试验数据更为吻合。因此,下文中主要采用能随屈服状态变化的 Wilshire 方程进行数据拟合。

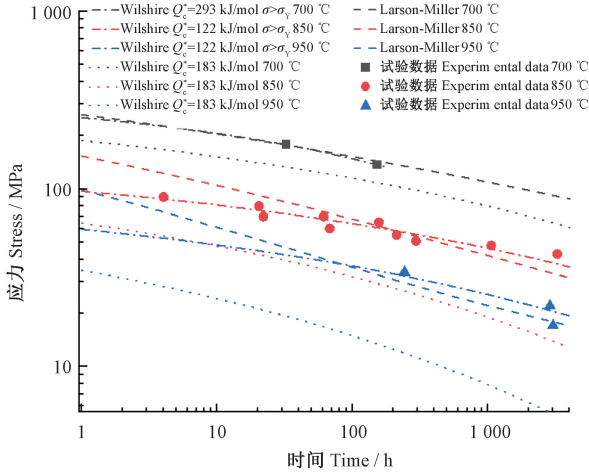


图 5 单轴蠕变试验时间-应力关联曲线

Fig. 5 Time-stress correlation curve of uniaxial creep test

3 分析与讨论

由于小冲杆蠕变试验应力状态较为复杂,如何将试验中载荷转换为单轴拉伸应力的方法,对于评价材料高温性能至关重要。多年以来,国内外已开展了大量有关研究,其中以欧洲标准化委员会于 2007 年提出的 CWA 15627 协议提及的方法(以下简称 CWA 方法)为代表^[3]。CWA 方法是基于 Chakrabarty 薄膜伸张模型提出的,该模型认为小冲杆试样结构在加载过程中,变形由薄膜应力主导,Chakrabarty 薄膜伸张模型如图 6 所示。因此,载荷和压头接触边界的应力关系可以表示为

$$\frac{F}{\sigma} = 2\pi R' h \sin^2 \theta_0 \quad (4)$$

式中, F 为加载载荷; σ 为压头接触边界的应力; R' 为压头半径; h 为接触边界的厚度; θ_0 为接触边界处的弧度角。其中, θ_0 可由挠度通过式(5)得到。

$$\delta = R' \left[(1 - \cos \theta_0) + \sin^2 \theta_0 \ln \frac{\tan(\theta_0/2)}{\tan(\theta/2)} \right] \quad (5)$$

式中, δ 为试样底部挠度; θ 为加持边界处弧度角,可由 $\sin \theta = R' \sin \theta_0 / a$ 的关系获得。由此可获得挠度 δ 与 F/σ 的关系。在以往的研究中^[10] 已被证实, Chakrabarty 理论与有限元模拟结果相符合,对于 $a = 2 \text{ mm}$, $R' = 1.25 \text{ mm}$ 试验参数的情况下,挠度在 1.57 mm 时 F/σ 值最大。CWA 方法通过对 Chakrabarty 解中 F/σ 值最大点回归分析提出了以下关系:

$$\frac{F}{\sigma} = 3.33 k_{sp} a^{-0.2} R'^{1.2} h_0 \quad (6)$$

式中, k_{sp} 为关联系数,根据不同材料进行调整,该值默

认为 1。需要多次小冲杆蠕变试验与单轴拉伸蠕变试验进行标定。

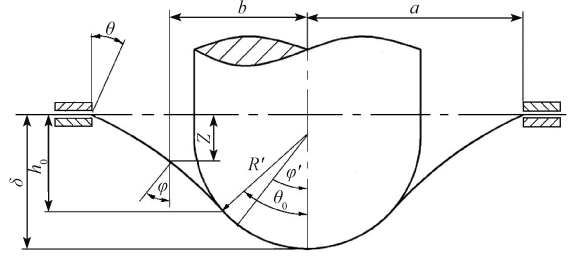


图 6 Chakrabarty 薄膜伸张模型示意图

Fig. 6 Diagram of Chakrabarty's membrane stretching model

由于 CWA 仅考虑了最大载荷-应力比的情况,且 k_{sp} 的标定需要多次试验以及单轴蠕变试验,因此对于 P91 钢以外材料关联效果并不理想^{[4]161-172}。为此,新发布的欧洲标准提供了两种新的转换方法^{[4]161-172},包括全经验关联的 EFS 方法,以及改进 Chakrabarty 模型的 MCH 方法。这两种方法都认为载荷应力比 F/σ 随挠度变化而变化,其中 EFS 方法认为最低速率处挠度 u_{min} 与 F/σ 在对数坐标上呈线性关系,表达式为

$$\frac{F}{\sigma} = 1.9162 u_{min}^{0.6579} \quad (7)$$

而 MCH 方法则认为最低速率处挠度 u_{min} 与 F/σ 满足线性相关,表达式为

$$\frac{F}{\sigma} = 0.6143 + 1.2954 u_{min} \quad (8)$$

为对比上述三种方法,将处理后的小冲杆蠕变试验数据与单轴蠕变数据绘制在同一曲线上,并对小冲杆蠕变数据点采用 Wilshire 方程拟合,由于转换后的应力高于 700 °C 下合金 800HT 的屈服应力,所以激活能 Q^* 设为 293 kJ/mol,拟合曲线如图 7 所示。结果显示, EFS 与 MCH 两种方法转换的应力插值差较小,尽管考虑了载荷应力比 F/σ 随最低速率处挠度 u_{min} 变化,两种方法转换的应力都与单轴数据偏差较大,最大应力差达 33 MPa。

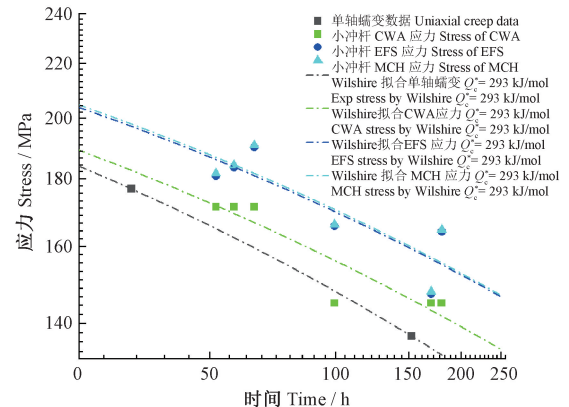


图 7 小冲杆蠕变与单轴蠕变试验时间-应力曲线

Fig. 7 Curve of small punch creep and uniaxial creep tests

CWA方法的转换结果与单轴蠕变数据更接近。基于CWA方法转换的应力值,对比单轴蠕变数据Wilshire拟合曲线,应力偏差在14 MPa以内。由单轴蠕变数据获取的蠕变激活能 Q_c^* 用于拟合CWA方法计算应力时,拟合曲线与数据关联较好。这说明小冲杆蠕变试验蠕变激活能 Q_c^* 与单轴蠕变获得的蠕变激活能 Q_c^* 相符,基于CWA方法的小冲杆蠕变技术可有效地用于确定合金800HT材料的高温蠕变性能。

4 结论

通过试验研究分析,得出以下结论:

1) 国产合金800HT的晶粒平均尺寸在192~210 μm 之间,晶体上分布有Ti(C,N)颗粒,较大尺寸晶粒与Ti(C,N)沉淀相的分布能够提高合金800HT在高温下的蠕变抗力。

2) 在700 $^{\circ}\text{C}$ 下Larson-Miller方法和蠕变激活能 Q_c^* 随屈服前后改变的Wilshire方法拟合曲线相近,在850、950 $^{\circ}\text{C}$ 的短时蠕变下,Wilshire方法拟合曲线应力与试验应力值更接近。综合各温度下拟合效果,考虑了屈服状态的Wilshire方法适用于合金800HT数据拟合。

3) 对比EFS方法和MCH方法,CWA方法处理国产合金800HT小冲杆蠕变试验数据,与单轴蠕变试验结果相近。且小冲杆蠕变试验数据符合单轴蠕变激活能 Q_c^* 下的Wilshire关系。采用CWA方法的小冲杆蠕变试验能够满足确定国产合金800HT的高温蠕变性能的要求。

参考文献(References)

- [1] 耿进锋,马东方,徐亮,等. 基于小冲杆试验技术的在役火电机组高压导汽管蠕变特性研究[J]. 机械强度, 2019,41(1): 169-172.
GENG JinFeng, MA DongFang, XU Liang, et al. Study on creep property of high pressure pipe of thermal power plant in service from small punch test[J]. Journal of Mechanical Strength, 2019,41(1): 169-172(In Chinese).
- [2] 王武琳,徐彤,钟继如,等. 尺寸效应对小冲杆试验方法评价拉伸性能的影响[J]. 机械强度, 2023,45(2):305-312.
WANG WuLin, XU Tong, ZHONG JiRu, et al. Influence of size effect on evaluation of tensile properties using small punch test[J]. Journal of Mechanical Strength, 2023, 45(2): 305-312(In Chinese).
- [3] AGREEMEN C W. European code of practise: small punch test method for metallic materials; CWA 15267; 2007[S]. European, 2007.
- [4] HOLMSTROM S, LI Y, DYMACEK P, et al. Creep strength and minimum strain rate estimation from small punch creep tests[J]. Materials Science & Engineering A, 2018, 731:161-172.
- [5] 陈刚,江涛,钟继如,等. 国产与进口Incoloy 800HT镍铬铁合金的高温性能对比[J]. 压力容器, 2021,38(12):1-6.
CHEN Gang, JIANG Tao, ZHONG JiRu, et al. Comparison of high-temperature performance of domestic and foreign Incoloy 800HT[J]. Pressure Vessel Technology, 2021,38(12):1-6(In Chinese).
- [6] GARDINER B R. High temperature creep performance of alloy 800H[D]. Christchurch: University of Canterbury Mechanical, 2014: 1-262.
- [7] ERNEMAN J, NILSSON J O, ANDRÉN H O, et al. Microstructural evolution during creep of alloy 800HT in the temperature range 600 $^{\circ}\text{C}$ to 1000 $^{\circ}\text{C}$ [J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2009, 40(3):539-550.
- [8] WILSHIRE B, BATTENBOUGH A J. Creep and creep fracture of polycrystalline copper [J]. Materials Science & Engineering A, 2006, 443(1):156-166.
- [9] CEDRO V, GARCIA C, RENDER M. Use of the Wilshire equation to correlate and extrapolate creep rupture data of Incoloy 800 and 304H stainless steel[J]. Materials at High Temperatures, 2019,36(6):511-530.
- [10] 杨镇,王志文. 小冲杆蠕变试样中心挠度-蠕变应变关系的有限元分析[J]. 化工机械, 2004, 31(1):24-27.
YANG Zhen, WANG ZhiWen. Finite element analysis of the relation between the center deflection and the creep strain of a small punch specimen [J]. Chemical Engineering & Machinery, 2004,31(1): 24-27(In Chinese).