



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 114134367 B

(45) 授权公告日 2023.02.21

(21) 申请号 202111223294.0

G22B 9/18 (2006.01)

(22) 申请日 2021.10.20

G22F 1/10 (2006.01)

(65) 同一申请的已公布的文献号

G22F 1/02 (2006.01)

申请公布号 CN 114134367 A

F04B 45/04 (2006.01)

(43) 申请公布日 2022.03.04

(56) 对比文件

(73) 专利权人 中国科学院金属研究所

CN 105063507 A, 2015.11.18

地址 110016 辽宁省沈阳市沈河区文化路
72号

US 4765956 A, 1988.08.23

CN 109563560 A, 2019.04.02

(72) 发明人 赵明久 刘家兴 姜海昌 戎利建

JP 平4-103746 A, 1992.04.06

JP 特开平6-235047 A, 1994.08.23

US 4765956 A, 1988.08.23

(74) 专利代理机构 沈阳优普达知识产权代理事
务所(特殊普通合伙) 21234

审查员 潘晓萌

专利代理师 张志伟

(51) Int. Cl.

G22C 19/05 (2006.01)

G22C 1/02 (2006.01)

权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片及制备方法

(57) 摘要

本发明涉及氢能装备关键材料部件领域,具体地说是一种牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片及制备方法。本发明基于镍铬钼合金体系,利用铌元素固溶强化和晶界调控来保证膜片的强度和耐氢脆能力,通过真空或非真空感应熔炼→钢模铸造→电渣重熔→锻造→热轧制→冷轧制→固溶处理→小变形冷轧→切割加工定尺→成品热处理→膜片表面处理的方法制备膜片,膜片厚度0.4~0.6mm,直径不小于200mm,表面粗糙度Ra不超过0.4 μm、平面度不大于0.06mm,其室温及250℃屈服强度可分别达400MPa和350MPa以上,同时兼有良好的塑性、耐氢脆能力和耐疲劳性能,可在45MPa以上级、特别是90MPa或更高压力级别的氢气隔膜压缩机中作为临氢气侧膜片使用。

1. 一种牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,其特征在于,膜片的厚度0.4~0.6mm,直径不小于200mm、表面粗糙度 $Ra \leq 0.4\mu\text{m}$ 、平面度不大于0.06mm;按重量百分比计,膜片的成分范围如下:

Cr:22.00~25.00,Mo:5.00~8.00,Nb:2.50~3.00,Ni及不可避免的残余元素:余量;不可避免的残余元素包括:铝、钛、铜、铁、锰、碳、硫、磷,硅,铝含量控制在 ≤ 0.050 ,钛含量控制在 ≤ 0.030 ,铜含量控制在 ≤ 0.030 ,铁含量控制在 ≤ 0.100 ,锰含量控制在 ≤ 0.030 ,碳含量控制在 ≤ 0.030 ,硫含量控制在 ≤ 0.001 ,磷含量控制在 ≤ 0.005 ,硅含量控制在 ≤ 0.030 ;

膜片合金中的 $\Sigma 3^n$ 晶界比例不低于55%, $n=1,2$ 或 3 , $\Sigma \leq 29$ 晶界比例度不低于60%;

所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片的制备方法,该膜片的制备具体过程如下:

(1)以电解镍、金属铬、金属钼、金属铌为原料进行真空感应熔炼;

(2)电渣重熔;

(3)合金锻造;开坯锻造温度1050~1150℃,终锻温度930~1030℃,获得锻坯;在锻至最终规格前允许回炉再加热,在1050~1150℃下保温1~4h;

(4)合金热轧制;锻坯在1050~1150℃保温2~4h后进行热轧制,开坯轧制温度1050~1150℃,终轧温度880~930℃,获得4~6mm厚的热轧板材;在轧至最终规格前允许回炉再加热,在1050~1150℃下保温0.5~3h;

(5)合金冷轧制或精轧制;室温冷轧制每次退火间变形量30~70%、中间采用1020~1060℃保温15~60min去应力退火,获得0.4~0.6mm厚的冷轧板材,其晶粒度不低于6级;

(6)板材固溶处理;板材固溶处理温度控制在1020~1120℃、保温时间20~60min,空冷;

(7)板材小变形冷轧制;板材冷轧制变形量为8~12%;

(8)膜片切割加工;

(9)膜片最终热处理;

(10)膜片的表面处理;

步骤(6)中,板材固溶处理在气体保护热处理炉中进行,气体介质为氩气或还原性气体;

步骤(9)中,热处理制度为:采用真空或气体保护气淬热处理炉,进行1020~1060℃保温0.5~1h的退火处理。

2.按照权利要求1所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,其特征在于,膜片的室温力学性能满足:屈服强度不低于425MPa,抗拉强度不低于825MPa,延伸率不低于40%。

3.按照权利要求1所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,其特征在于,膜片的200℃高温力学性能满足:屈服强度不低于350MPa,抗拉强度不低于700MPa,延伸率不低于35%。

4.按照权利要求1所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,其特征在于,300℃、10MPa、体积纯度 $\geq 99.999\%$ 的高纯氢、72h的充氢处理后,膜片的室温力学性能满足:屈服强度不低于400MPa,抗拉强度不低于750MPa,延伸率不低于35%。

5.按照权利要求1所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,其特征在于,膜片在50%置信度下的疲劳极限不低于250MPa。

6.按照权利要求1所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,其特征在于,步骤(10)表面

处理后膜片中的非金属夹杂物满足如下要求：细系， $A \leq 0.5$ 级， $B \leq 1.0$ 级， $D \leq 2.0$ 级，三类之和 ≤ 2.5 级；粗系， $A \leq 0.5$ 级， $B \leq 1.0$ 级， $D \leq 1.0$ 级，三类之和 ≤ 1.5 级；其中，A为硫化物类、B为氧化铝类、D为球状氧化物类，三类之和为 $A+B+D$ 。

一种牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片及制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及氢能装备关键部件材料领域,具体地说是一种牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片及制备方法。

背景技术

[0002] 氢能是人类摆脱“三大能源”依赖的最经济、最有效的替代能源之一,被誉为21世纪最具潜力的清洁能源。我国未来建设的加氢站多为70MPa级或更高级别的加氢站,这对加氢站关键装备和部件提出了更高的要求。高压氢气隔膜压缩机(以下称氢压机)是加氢站中不可或缺的关键装备,其稳定性、可靠性和使用效率对整个加氢站至关重要。膜片是氢压机中的关键部件,不但起到隔离润滑油和压缩氢气的作用,而且在液压油传递的压力作用下做往复运动,从而达到增压的目的。氢压机膜片通常使用的是三层结构,需要指出的是在氢压机服役过程中临氢侧膜片为易损耗部件,开发出耐疲劳、耐氢脆的膜片材料是研发高性能氢压机的主要难点。目前在30MPa示范加氢站的氢压机(设计压力为35MPa)临氢侧的膜片较多使用的是316L奥氏体不锈钢。而工程实践发现,随着加氢站的压力提升到45MPa(氢压机设计压力52MPa),临氢侧316L膜片的服役寿命显著降低(甚至不足35MPa加氢机膜片寿命的1/5~1/10)当服役氢压进一步升高至90MPa(70MPa加氢站用氢压机设计压力为90MPa)后,316L膜片的服役寿命会更低。究其原因在于,高氢压环境下316L合金的高温强度和耐疲劳性能限制了其使用寿命。

发明内容

[0003] 针对氢能装备关键部件材料需求,本发明的目的在于提供一种牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片及制备方法,以满足45MPa以上级、特别是90MPa或更高压力级别的氢压机对高性能临氢膜片设计和使用的迫切要求。

[0004] 本发明的技术方案是:

[0005] 一种牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,膜片的厚度0.4~0.6mm,直径不小于200mm、表面粗糙度 $Ra \leq 0.4\mu m$ 、平面度不大于0.06mm;按重量百分比计,膜片的主要成分范围如下:

[0006] Cr:22.00~25.00,Mo:5.00~8.00,Nb:2.50~3.00,Ni及不可避免的残余元素:余量;不可避免的残余元素包括:铝、钛、铜、铁、锰、碳、硫、磷,硅,铝含量控制在 ≤ 0.050 ,钛含量控制在 ≤ 0.030 ,铜含量控制在 ≤ 0.030 ,铁含量控制在 ≤ 0.100 ,锰含量控制在 ≤ 0.030 ,碳含量控制在 ≤ 0.030 ,硫含量控制在 ≤ 0.001 ,磷含量控制在 ≤ 0.005 ,硅含量控制在 ≤ 0.030 。

[0007] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,膜片合金中的 $\Sigma 3^n$ 晶界比例不低于55%, $n=1,2$ 或3, $\Sigma \leq 29$ 晶界比例度不低于60%。

[0008] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,膜片的室温力学性能满足:屈服强度($R_{p0.2}$)不低于425MPa,抗拉强度(R_m)不低于825MPa,延伸率(A)不低于40%。

[0009] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,膜片的200℃高温力学性能满足:屈服强度(Rp0.2)不低于350MPa,抗拉强度(Rm)不低于700MPa,延伸率(A)不低于35%。

[0010] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,300℃、10MPa、高纯氢(体积纯度 $\geq 99.999\%$)、72h的充氢处理后,膜片的室温力学性能满足:屈服强度(Rp0.2)不低于400MPa,抗拉强度(Rm)不低于750MPa,延伸率(A)不低于35%。

[0011] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,膜片在50%置信度下的疲劳极限不低于250MPa。

[0012] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片的制备方法,该膜片的制备具体过程如下:

[0013] (1)以电解镍、金属铬、金属钼、金属铌为原料进行真空感应熔炼;

[0014] (2)电渣重熔;

[0015] (3)合金锻造;开坯锻造温度1050~1150℃,终锻温度930~1030℃,获得锻坯;在锻至最终规格前允许回炉再加热,在1050~1150℃下保温1~4h;

[0016] (4)合金热轧制;锻坯在1050~1150℃保温2~4h后进行热轧制,开坯轧制温度1050~1150℃,终轧温度880~930℃,获得4~6mm厚的热轧板材;在轧至最终规格前允许回炉再加热,在1050~1150℃下保温0.5~3h;

[0017] (5)合金冷轧制或精轧制;室温冷轧制每次退火间变形量30~70%、中间采用1020~1060℃保温15~60min去应力退火,获得0.4~0.6mm厚的冷轧板材,其晶粒度不低于6级;

[0018] (6)板材固溶处理;板材固溶处理温度控制在1020~1120℃、保温时间20~60min,空冷;

[0019] (7)板材小变形冷轧制;板材冷轧制变形量为8~12%;

[0020] (8)膜片切割加工;

[0021] (9)膜片最终热处理;

[0022] (10)膜片的表面处理。

[0023] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片的制备方法,步骤(6)中,板材固溶处理在气体保护热处理炉中进行,气体介质为氩气或还原性气体。

[0024] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片的制备方法,步骤(9)中,热处理制度为:采用真空或气体保护气淬热处理炉,进行1020~1060℃保温0.5~1h的退火处理。

[0025] 所述的牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片的制备方法,步骤(10)表面处理膜片中的非金属夹杂物满足如下要求:细系(m),A ≤ 0.5 级,B ≤ 1.0 级,D ≤ 2.0 级,三类之和 ≤ 2.5 级;粗系(m),A ≤ 0.5 级,B ≤ 1.0 级,D ≤ 1.0 级,三类之和 ≤ 1.5 级;其中,A为硫化物类、B为氧化铝类、D为球状氧化物类,三类之和为A+B+D。

[0026] 本发明的设计思想为:

[0027] 首先,基于单相奥氏体合金组织的设计,通过在Ni-Cr-Mo合金体系基础上添加适量的Nb元素来提升合金强度,以获得较高的室温和250℃高温强度,其中,MP-5合金的室温屈服强度(Rp0.2)可达425MPa以上,200℃屈服强度(Rp0.2)可达350MPa,同时兼有良好的塑性(室温和250℃延伸率分别高于40%和30%)。其次,通过形变+热处理的晶界调控方法,降低合金中自由晶界数量、提升特殊晶界(低 $\Sigma 3^n$ (n=1,2,3)重合位置点阵晶界)比例,显著提升膜片合金耐氢致沿晶界裂纹萌生与扩展阻力,从而获得膜片优异的耐氢脆能力。此外,

通过真空感应加电渣重熔冶炼制备降低非金属夹杂物水平和晶界调控方法,减少膜片合金中的强氢陷阱数量(也是疲劳裂纹源),可协同提升膜片的疲劳极限和耐氢脆能力。

[0028] 本发明的优点及有益效果是:

[0029] 1、本发明牌号为MP-5的高强度耐氢脆膜片,碳、硫和磷杂质元素和非金属夹杂物含量低、低 Σ 重合位置点阵晶界比例高,具有优异的室温(较316L提高近一倍)和250℃高温强度(较316L提高近3倍以上),抗氢脆性能优异,可在45MPa以上级、特别是90MPa或更高压力级别的氢压机复杂苛刻工况下使用。

[0030] 2、本发明膜片的直径不小于200mm、表面粗糙度 $Ra \leq 0.4\mu m$ 、平面度不大于0.06mm。

[0031] 3、本发明膜片的 $\Sigma 3^n$ 特殊晶界比例不低于55%, $\Sigma \leq 29$ 晶界比例度不低于60%。

[0032] 4、本发明膜片的室温力学性能满足:屈服强度($R_{p0.2}$)不低于350MPa,抗拉强度(R_m)不低于650MPa,延伸率(A)不低于50%。

[0033] 5、本发明膜片的200℃高温力学性能满足:屈服强度($R_{p0.2}$)不低于240MPa,抗拉强度(R_m)不低于560MPa,延伸率(A)不低于40%。

[0034] 6、本发明膜片在300℃、10MPa、高纯氢(体积纯度 $\geq 99.999\%$)、72h的充氢处理后的室温力学性能满足:屈服强度($R_{p0.2}$)不低于350MPa,抗拉强度(R_m)不低于650MPa,延伸率(A)不低于50%,兼有良好的塑性、耐氢脆能力和耐疲劳性能,可在90MPa的氢压机中作为临氢膜片使用。

[0035] 7、本发明膜片在50%置信度下的疲劳极限不低于250MPa。

附图说明

[0036] 图1是 $\Phi 500mm \times 0.5mm$ 规格的MP-5膜片。

[0037] 图2是 $\Phi 410mm \times 0.5mm$ 规格的MP-5膜片。

[0038] 图3是专用板材晶界结构EBSD图。

[0039] 图4是专用板材特殊晶界统计结果图;图中,横坐标Sigma-Value代表晶界类型,纵坐标Fraction代表特殊晶界比例(%)。

具体实施方式

[0040] 在具体实施过程中,本发明基于Cr、Mo、Nb元素固溶强化和晶界调控来保证膜片的强度和耐氢脆能力,通过真空或非真空感应熔炼→钢模铸造→电渣重熔→锻造→热轧制→冷轧制→固溶处理→小变形冷轧→切割加工定尺→成品热处理→膜片表面处理的方法制备膜片,获得直径不小于200mm、表面粗糙度 Ra 不超过 $0.4\mu m$ 、平面度不大于0.06mm的高强度耐氢脆膜片(MP-5)。

[0041] 下面,通过实施例对本发明进一步详细阐述。

[0042] 实施例1:规格为 $\Phi 500mm \times 0.5mm$ 的MP-5膜片

[0043] 采用铝镁尖晶石坩埚,在1.0吨真空感应炉上熔炼合金,熔炼过程中进行一次精炼和一次精炼脱硫处理,随后浇铸铸锭;铸锭经表面打磨处理后进行电渣重熔,重熔铸锭进行打磨处理后经锻造→热轧制→冷轧制→板材固溶→晶界调控处理→定尺加工→热处理→表面处理制备成 $\Phi 500mm \times 0.5mm$ 膜片,膜片实物见图1、其化学成分见表1,制备过程为:

[0044] 1、以电解镍、金属铬、金属钼、金属铌为原料,熔炼前将Ni、Cr、Mo、Nb装入坩埚中,

将钙质脱硫剂装入料斗。

[0045] 2、采用铝镁尖晶石坩埚进行真空感应熔炼,在1530~1570℃精炼处理10~15分钟(本实施例为1540℃精炼10分钟),随后加入钙质脱硫剂再进行5~15分钟精炼(本实施例为10分钟),利用坩埚的较好热稳定性和脱硫剂进行脱硫处理,在1480~1520℃浇铸铸锭(本实施例为1520℃)。

[0046] 3、所述铸锭进行电渣重熔,重熔铸锭规格为 $\Phi 220\sim 360\text{mm}$ (本实施例为 $\Phi 350\text{mm}$)。

[0047] 4、所述电渣铸锭,在1050~1150℃保温4~12h后进行合金锻造(本实施例为1130℃保温时间为6h),开坯锻造温度1050~1150℃(本实施例为1130℃),终锻温度850~950℃(本实施例终锻温度为930℃),获得锻坯;在锻至最终规格前允许回炉再加热,在加热温度1050~1150℃下保温1~4h(本实施例回炉加热四次,在1130℃保温时间为1.5h),锻造板坯截面规格为850×60mm。

[0048] 5、所述锻造板坯在1050~1150℃保温2~4h(本实施例为1130℃保温时间为2h)后进行轧制,开坯轧制温度1050~1150℃(本实施例为1130℃),终轧温度850~950℃(本实施例终轧温度为930℃),在轧至最终规格前允许回炉再加热,在1050~1150℃下保温0.5~3h(本实施例回炉加热三次,在1130℃保温时间为0.5h),最终热轧板截面规格为850×4.0mm。

[0049] 6、所述热轧板进行室温冷轧制,每次退火间变形量30~70%(本实施例为40~50%)、中间采用1020~1060℃(本实施例为1030℃)保温15~60min(本实施例为30min)去应力退火,获得0.4~0.6mm(本实施例为0.55mm)厚的冷轧板材。

[0050] 7、取步骤6中所述冷轧板材,垂直于板材轧制方向截取金相试样,按标准的金相试验方法制备试样,按GB/T 9394《金属平均晶粒度测定方法》规定进行晶粒度评定,评定结果显示合金板材平均晶粒度为8.5级。

[0051] 8、取步骤7中所述冷轧板材,进行固溶处理,固溶处理温度控制在1020~1120℃(本实施例为1030℃)、保温时间20~60min(本实施例为40min),空冷。

[0052] 9、取步骤8所述经过固溶处理的板材,进行变形量为8~12%(本实施例为10%)的冷轧制,最终板材厚度为0.50mm。

[0053] 10、取步骤9中所述板材,采用激光切割等方法加工成直径不小于200mm的圆片(本实施例为 $\Phi 500\text{mm}$)。

[0054] 11、取步骤10中所述膜片,进行1000~1040℃(本实施例为1020℃)保温0.5~1h(本实施例为1h)的退火处理;经检测,膜片的平面度不大于0.06mm(本实施例为0.05mm)。

[0055] 12、取步骤5中的热轧板材,沿轧制方向纵截面截取金相试样,按标准的金相试验方法制备试样,按GB/T 10561《钢中非金属夹杂物显微评定方法》进行夹杂物评定,结果见表2。

[0056] 13、取步骤11中经退火处理后的膜片,加工相应规格试样,进行膜片合金晶界的EBSD分析,结果显示膜片合金中 $\Sigma 3^n$ 特殊晶界比例为58.5%, $\Sigma \leq 29$ 晶界比例度为66.8%,膜片合金晶界结构EBSD图示于图3,特殊晶界比例统计结果见图4。

[0057] 14、取步骤11中经退火处理后的膜片,加工板状拉伸试样,按GB/T 228.1《金属材料拉伸试验第1部分室温试验方法》进行室温力学性能检测,结果见表3。

[0058] 15、取步骤11中经退火处理后的膜片,加工拉伸试样,按GB/T 4338《金属材料高温拉伸试验方法》进行250℃力学性能检测,结果见表4。

[0059] 16、取步骤11中经退火处理后的膜片加工拉伸试样,随后进行300℃、10MPa、高纯氢(体积纯度 $\geq 99.999\%$)、72h的充氢处理,按GB/T 228.1进行力学性能检测,结果见表5。

[0060] 17、取步骤11中经时效处理后的膜片加工疲劳试样,参考GB/T 3075-2008《金属材料疲劳试验轴向力控制方法》和GB/T 24176-2009《金属材料疲劳试验数据统计方案与分析方法》进行疲劳性能测试,结果表明其50%置信度下的疲劳极限为266MPa。

[0061] 18、取步骤11中经时效处理后的膜片进行表面研磨处理,经检测,膜片表面粗糙度 $Ra \leq 0.4\mu m$ (本实施例为 $Ra = 0.3\mu m$)。

[0062] 表1膜片合金的化学成分,质量分数,%

[0063]	元素	C	S	Cr	Mo	Nb	Fe	Al	Ti	Ni
	含量	0.025	0.001	24.3	6.7	2.3	0.05	0.04	0.03	余量

[0064] 表2膜片合金的非金属夹杂物

细系				粗系			
A	B	D	三类之和	A	B	D	三类之和
0级	0级	0.5级	0.5级	0级	0级	0级	0级
注: A 为硫化物类、B 为氧化铝类、D 为球状氧化物类; 三类之和为 A+B+D							

[0066] 表3膜片的室温力学性能

[0067]	编号	$R_{p_{0.2}}$ /MPa	R_m /MPa	A/%
	1	465	928	55.5
	2	461	926	56.0
	3	463	921	56.0

[0068] 表4膜片250℃高温力学性能

[0069]	编号	$R_{p_{0.2}}$ /MPa	R_m /MPa	A/%
	1	429	871	51.0
	2	431	873	52.0
	3	433	878	51.5

[0070] 表5饱和充氢后膜片的室温力学性能

[0071]	编号	$R_{p_{0.2}}$ /MPa	R_m /MPa	A/%
	1	460	924	52.0
	2	455	918	51.0
	3	458	925	52.0

[0072] 实验结果表明,所制备的规格为 $\Phi 500mm \times 0.5mm$ 的MP-5膜片,其表面粗糙度 $Ra \leq 0.4\mu m$ 、平面度不超过0.06mm;膜片中仅有0.5级的D类非金属夹杂物存在;膜片合金中 $\Sigma 3^n$ 特殊晶界比例高于58.0%, $\Sigma \leq 29$ 晶界比例度高于66.0%;膜片室温力学性能为:屈服强度($R_{p_{0.2}}$)高于460MPa、抗拉强度(R_m)高于920MPa,延伸率高于55%;膜片250℃力学性能为:屈服强度($R_{p_{0.2}}$)高于430MPa、抗拉强度(R_m)高于870MPa,延伸率高于50%;在300℃、10MPa的高纯氢环境中放置72h后,屈服强度($R_{p_{0.2}}$)高于454MPa、抗拉强度(R_m)高于915MPa,延伸率

高于50%；膜片50%置信度下的疲劳极限高于265MPa。

[0073] 实施例2：规格为 $\Phi 410\text{mm} \times 0.5\text{mm}$ 的MP-5膜片

[0074] 与实施例1不同之处在于，所制备的膜片规格为 $\Phi 410\text{mm} \times 0.5\text{mm}$ ，膜片实物图见图2。

[0075] 采用CaO坩埚，在500Kg真空感应炉上熔炼合金，以电解镍、金属铬、金属钼、金属铌为原料熔炼合金。熔炼过程中，首先在1550℃精炼处理10分钟，随后加入钙质脱硫剂进行10分钟精炼，利用CaO坩埚的热稳定性和脱硫剂进行脱碳、脱硫处理，在1510℃浇铸铸锭。将铸锭进行电渣重熔，重熔锭规格为 $\Phi 230\text{mm}$ ，化学成分见表6。在1130℃保温4h后进行合金锻造，开坯锻造温度为1130℃，终锻温度为930℃，在锻至最终规格前回炉再加热二次，再热温度1130℃、保温时间为1.5h，锻造板坯截面规格为820×60mm。在1130℃保温时间为2h后进行轧制，开坯轧制温度为1120℃，终轧温度为930℃，在轧至最终规格前回炉再加热三次，再热温度1130℃、保温时间为0.5h，最终热轧板截面规格为820×4.0mm。经过变形量为40~50%+1030℃保温30min的去应力退火热处理的多道次冷轧退火加工，制备出厚度为0.57mm的冷轧板材，将冷轧板材进行1020℃保温40min空冷的固溶处理，随后进行10%的冷轧制，获得厚度为0.53mm的板材。将板材采用激光切割加工成直径为 $\Phi 410\text{mm}$ 的圆片后，随后将板材进行980℃保温1h的退火热处理；将经退火处理的膜片进行表面研磨处理，膜片表面粗糙度 $R_a=0.3\mu\text{m}$ 、平面度为0.04mm。膜片合金中 $\Sigma 3^\text{n}$ 特殊晶界比例为60.4%， $\Sigma \leq 29$ 晶界比例为68.8%，其非金属夹杂物评定结果见表7，室温力学性能见表8，250℃高温力学性能见表9，300℃、10MPa、高纯氢（体积纯度 $\geq 99.999\%$ ）、72h的充氢处理后的力学性能见表10。参考GB/T 3075-2008《金属材料疲劳试验轴向力控制方法》和GB/T 24176-2009《金属材料疲劳试验数据统计方案与分析方法》进行疲劳性能测试，结果显示膜片50%置信度下的疲劳极限为262MPa。

[0076] 表6膜片合金的化学成分，质量分数，%

[0077]	元素	C	S	Cr	Mo	Nb	Fe	Al	Ti	Ni
	含量	0.026	0.001	24.2	6.9	2.4	0.05	0.04	0.03	余量

[0078] 表7膜片合金的非金属夹杂物

细系				粗系			
A	B	D	三类之和	A	B	D	三类之和
0级	0级	0.5级	0.5级	0级	0级	0级	0级
注：A为硫化物类、B为氧化铝类、D为球状氧化物类；三类之和为A+B+D							

[0080] 表8膜片的室温力学性能

[0081]	编号	$R_{p_{0.2}}/\text{MPa}$	R_m/MPa	A/%
	1	459	916	57.0
	2	463	923	56.0
	3	460	920	56.5

[0082] 表9膜片200℃高温力学性能

[0083]

编号	$R_{p_{0.2}}$ /MPa	R_m /MPa	A/%
1	439	890	49.5
2	437	886	51.5
3	433	884	51.0

[0084] 表10饱和充氢后膜片的室温力学性能

[0085]

编号	$R_{p_{0.2}}$ /MPa	R_m /MPa	A/%
1	466	925	53.0
2	463	926	52.0
3	464	922	51.5

[0086] 实验结果表明,所制备的规格为 $\Phi 410\text{mm} \times 0.5\text{mm}$ 的MP-5膜片,其表面粗糙度 $R_a \leq 0.4\mu\text{m}$ 、平面度不超过 0.06mm ;膜片中仅有0.5级的D类非金属夹杂物存在;膜片合金中 $\Sigma 3^n$ 特殊晶界比例高于60%, $\Sigma \leq 29$ 晶界比例度高于68%;膜片室温力学性能为:屈服强度($R_{p_{0.2}}$)高于458MPa、抗拉强度(R_m)高于915MPa,延伸率高于55%;膜片250℃力学性能为:屈服强度($R_{p_{0.2}}$)高于430MPa、抗拉强度(R_m)高于883MPa,延伸率高于49%;在300℃、10MPa的高纯氢环境中放置72h后,屈服强度($R_{p_{0.2}}$)高于462MPa、抗拉强度(R_m)高于920MPa,延伸率高于51%;膜片50%置信度下的疲劳极限高于260MPa。

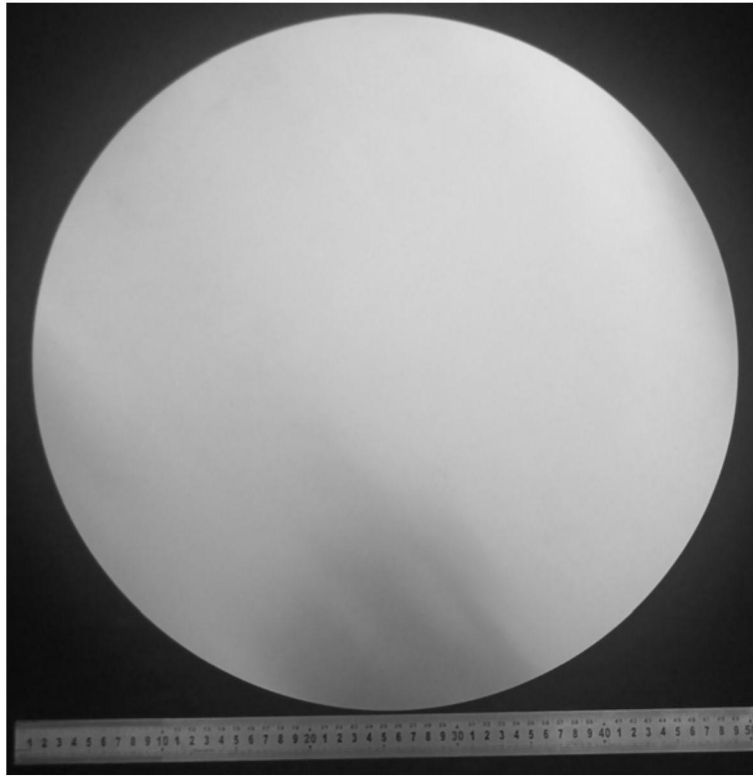


图1

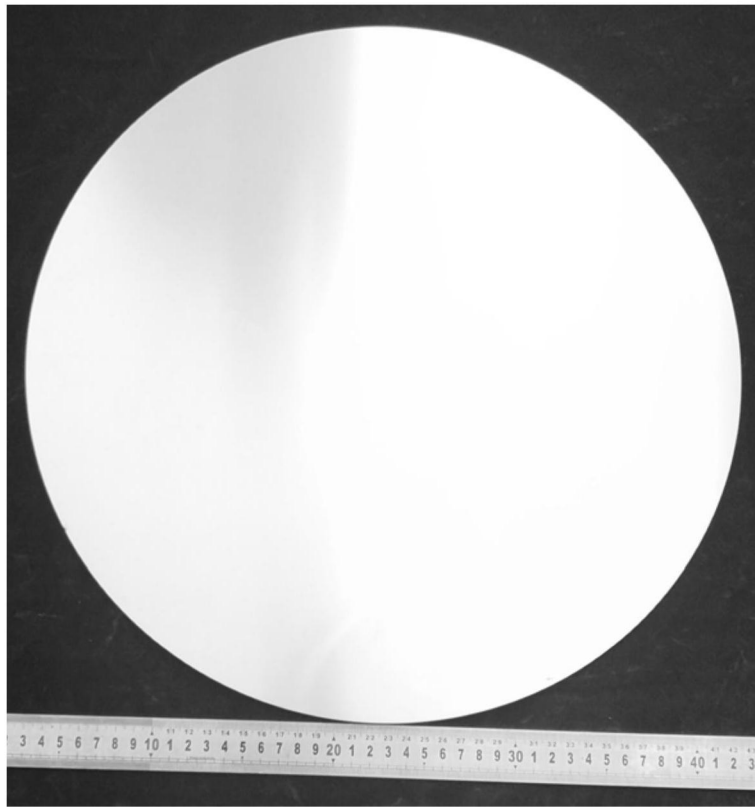


图2

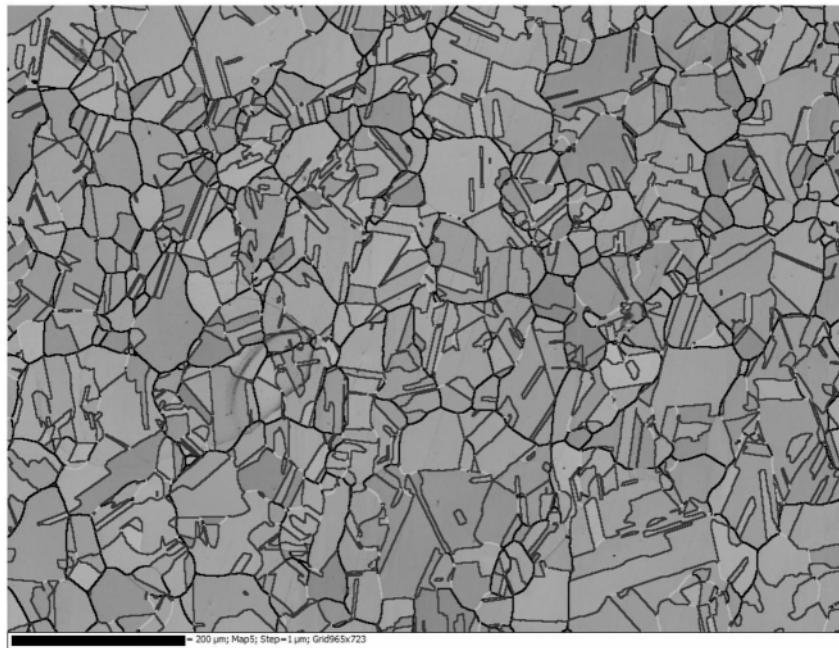


图3

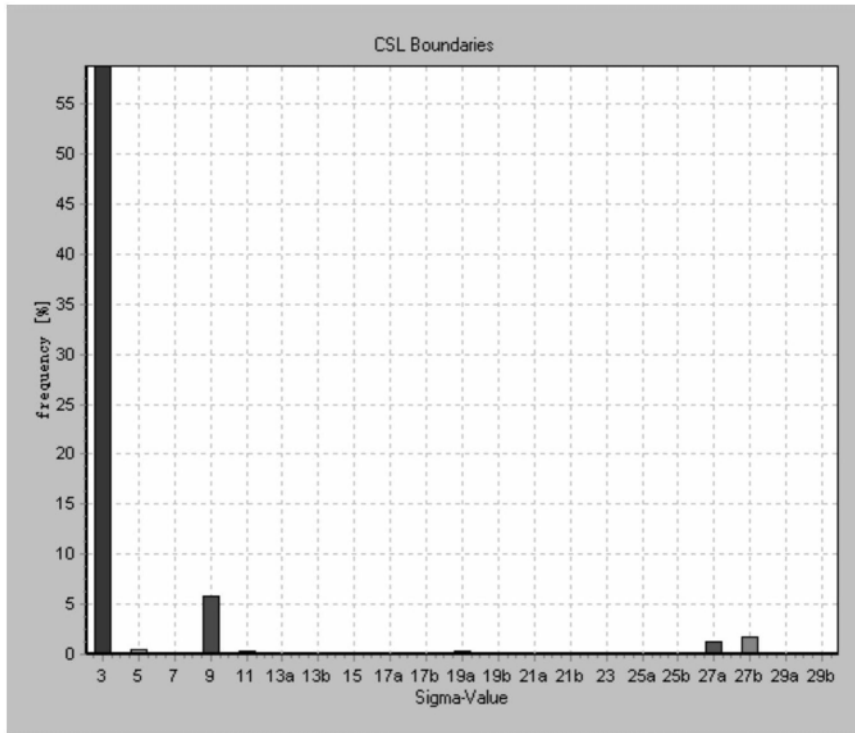


图4