



## 油服用 UNS N09925 合金锻材组织优化的工艺实践

王树财<sup>1</sup>, 张佳维<sup>1</sup>, 杨亮<sup>1</sup>, 于杰<sup>1</sup>, 吴银虎<sup>1</sup>, 朱玉亮<sup>2</sup>

(1 抚顺特殊钢股份有限公司, 抚顺 113001; 2 钢铁研究总院有限公司, 北京, 100080)

**摘要:**为实现油服行业 UNS N09925 合金的国产化, 本研究采用“VIM+VAR”工艺成功冶炼了该合金  $\phi 508$  mm 锭, 并开展了  $\phi 228.6$  mm (9Inch) 锻造棒材的锻造工艺优化试验。为优化锻造加热制度, 选用  $\phi 131$  mm 锻造棒材为原料研究了热锻态 UNS N09925 合金从 950~1 150 °C 的晶粒度长大规律, 试验表明, UNS N09925 合金锻材晶粒长大的拐点温度为 1 020 °C, 当加热温度达到 1 100 °C 以上时, 晶粒发生急剧长大。基于锻材晶粒度长大规律, 设计采用 1 120~1 160 °C 和 1 020~1 100 °C 两组不同的加热制度开展了锻造工艺试验, 结果证明, 采用 1 020~1 100 °C “低温加热”方案生产的两炉  $\phi 228.6$  mm 大圆锻材, 棒材锻态及固溶态组织最佳, 且通过低倍组织、高倍组织、拉伸性能、冲击性能及截面硬度各项试验验证, 产品满足 API 6A CRA 中的各项指标要求, 慢应变腐蚀试验 TTF 比率达到 0.88, RA 比率达到 0.69, 满足行业标准中 TTF 比率  $\geq 0.7$ 、RA 比率  $\geq 0.6$  的要求。

**关键词:** UNS N09925; 晶粒度; 再结晶; API; 径向锻造

**DOI:**10.20057/j.1003-8620.2025-00021 **中图分类号:** TG317

## Process Practice for Microstructure Optimization of UNS N09925 Alloy Forgings in Oilfield Service Industry

Wang Shucai<sup>1</sup>, Zhang Jiawei<sup>1</sup>, Yang Liang<sup>1</sup>, Yu Jie<sup>1</sup>, Wu Yinhu<sup>1</sup>, Zhu Yuliang<sup>2</sup>

(1 Fushun Special Steel Co., Ltd., Fushun 113001, China; 2 Central Iron & Steel Research Institute Co., Ltd., Beijing 100080, China)

**Abstract:** In order to realize the domestic production of UNS N09925 alloy in the oilfield service industry, the "VIM+VAR" process was successfully used to smelt  $\phi 508$  mm ingot of UNS N09925 alloy, and the forging process optimization test of  $\phi 228.6$  mm (9Inch) forged bar was carried out. In order to optimize the forging heating regime, the grain size growth of UNS N09925 alloy in hot forging state was studied from 950 °C to 1 150 °C using  $\phi 131$  mm forging bar as raw material. The experiment shows that the inflection point temperature of grain growth of UNS N09925 alloy is 1 020 °C. When the heating temperature is above 1 100 °C, the grain grows rapidly. Based on the rule of forging grain size growth, forging process experiments were carried out under two different heating regimes of 1 120 °C-1 160 °C and 1 020 °C-1 100 °C. The results showed that the two rods of  $\phi 228.6$  mm large round forging produced by "low temperature heating" at 1 020 °C-1 100 °C had the best microstructure in forged and solid solution state. Moreover, through the tests of low and high microstructure, tensile properties, impact properties and cross section hardness, the product met the requirements of various indicators in API 6A CRA, and the TTF ratio of slow strain corrosion test reached 0.88 and RA ratio reached 0.69, meeting the requirements of TTF ratio  $\geq 0.7$  and RA ratio  $\geq 0.6$  in the industry standard.

**Key Words:** UNS N09925; Grain Size; Recrystallization; API; Radial Forging

UNS N09925 是一种时效强化型的 Ni-Cr-Fe 合金, 添加了 Mo、Cu、Ti 和 Al, 显著提高了合金的强度, 并具备优良耐腐蚀性。 $w[\text{Ni}]$  的含量高达 42%~46% 足以防止合金氯离子应力腐蚀开裂; Ni 与 Mo、Cu 联合作用, 为合金带来了优异的抗还原性腐蚀的能力; Mo 的加入也有助于增加合金的抗点蚀和缝隙腐蚀的能力; 该合金的 Cr 含量显著提供了抗氧化的能力; Ti 和 Al 的添加使合金在时效热处理后可以获得较好的沉淀强化作用<sup>[1-4]</sup>。该合金在油 UNS N09925 合金作为一种新型的高强耐蚀

合金, 目前, 国内外对该合金的报道较少且仅限于合金的析出相, 以及在特定介质中的耐蚀性研究<sup>[5-8]</sup>。本研究调研了解到 UNS N09925 合金是 API (美国石油学会) 体系下推荐用于燃气钻探和生产设备的主要材料, 且材料的认证和采购主导权主要掌握在国际四大油服公司 (哈里伯顿、斯伦贝谢、贝克休斯、威德福) 手中, 在中国地区没有认证任何的原材料合格供应商。为实现该合金的国产化及认证资质, 基于抚顺特钢先进的特冶和加工平台, 开展了油服行业用 UNS N09925 合金锻材的组织优化

工艺研究。

## 1 试验材料及方法

### 1.1 试验材料

试验合金采用抚顺特钢 12 t 真空感应炉(VIM)→真空自耗炉(VAR)冶炼 $\phi 508$  mm 钢锭→钢锭经 $(1\ 190\pm 10)$  °C 高温均匀化扩散→3 150 t 快锻→1 800 t 精锻锻造为 $\phi 131$  mm 和 $\phi 228.6$  mm 棒材,其化学成分见表1。

### 1.2 晶粒度长大试验方案

结合 JMatPro 软件计算相图选择 UNS N09925 合金 $\phi 131$  mm 棒材进行 950、970、990、1 010、1 030、1 050、1 070、1 090、1 100、1 130、1 150 °C 保温 1 h 的晶粒度长大试验;

### 1.3 锻造及成品热处理工艺方案

用 $\phi 508$  mm 电渣锭锻造 $\phi 228.6$  mm 棒材,分别采用 1 120~1 160 °C 和 1 020~1 100 °C 两组变形加热工艺的锻造试验方案见表2。成品热处理工艺:固溶为 996~1 052 °C, 0.5~4 h, 水冷;时效为 720~760 °C, 4~9 h, 炉冷至 607~660 °C, 空冷。

### 1.4 检测方案

选择锻造加热最佳方案进行锻造生产两炉 $\phi 228.6$  mm 大圆锻材,在 $\phi 228.6$  mm 大圆锻材的中心、1/2 半径及边缘处取样,分别制备锻造态和“固溶+时效”热处理态金相试样,运用光学显微镜和扫描电镜对上述试样进行金相组织分析。对组织合格的 $\phi 228.6$  mm 大圆锻材取样按 API 6A CRA 检验了低倍组织、高倍组织、拉伸性能、冲击性能及截面硬度等进行检测,同时按照 NACE TM0 198—2020《用于筛选抗应力腐蚀开裂的耐腐蚀合金的慢应变速率测试方法》开展慢应变腐蚀(SSRT)试验。

## 2 试验研究与结果

### 2.1 平衡相图

基于 UNS N09925 合金典型成分采用 JMatPro 计算了其平衡相图,如图1所示,结合热力学计算、文献资料及试验摸索,可以看出,UNS N09925 合金的平衡相主要有基体 $\gamma$ 相、 $\gamma'$ 相、MC 和 $M_{23}C_6$ 碳化物以及 $\eta$ 相和 $\sigma$ 相等金属间化合物。合金对应的初熔和终熔温度分别为 1 270、1 370 °C。

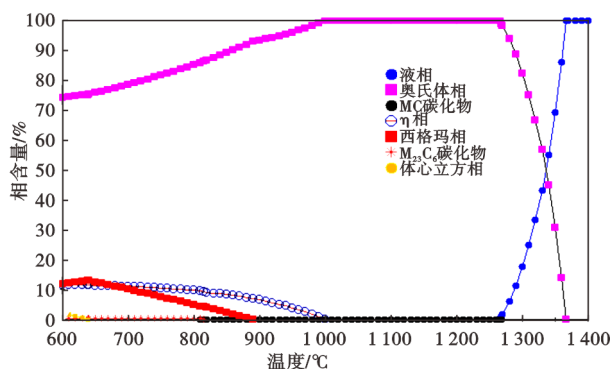


图1 UNS N09925 合金平衡相图

Fig. 1 Equilibrium phase diagram of UNS N09925 alloy

### 2.2 锻材晶粒长大规律

通过对 $\phi 131$  mm 锻材棒材晶粒度长大规律研究可以了解到,热锻态的 UNS N9925 合金在 1 010 °C 以下长时间保温 1 h 晶粒度几乎不变;保温温度升高至 1 020 °C 以后晶粒度长大较为明显,保温温度达到 1 100 °C 以上晶粒发生急剧长大,不同温度晶粒组织图与晶粒度级别分别如图2、图3所示。

### 2.3 锻态高倍组织

根据表2中方案 I 和方案 II 锻造两组工艺锻造

表1 UNS N09 925 合金标准化学成分(质量分数)

Table 1 Standard chemical composition of UNS N09925 alloy

项目	C	Mn	Si	S	P	Ni	Cr	Mo	Al	Ti	Cu	Fe	Nb
标准	≤0.025	≤1.00	≤0.35	≤0.003	≤0.020	42.00~46.00	19.50~22.50	2.50~3.50	0.10~0.5	1.90~2.40	1.50~3.00	≥22	0.08~0.50
试验合金	0.012	0.68	0.08	0.001	≤0.020	44.20	20.82	2.95	0.20	2.32	1.93		0.30

表2 UNS N09 925 合金 $\phi 508$  mm 钢锭锻造 $\phi 228.6$  mm 棒材工艺方案

Table 2 UNS N09 925 alloy $\phi 508$  mm ingot forging $\phi 228.6$  mm bar process plan

锻造方案	加热温度/°C	31.5MN 快锻机变形量/%	18MN 精锻机变形量/%	18MN 精锻机变形道次/次
I	1 120~1 160	≥70	≥30	3
II	1 020~1 100	≥70	≥30	3



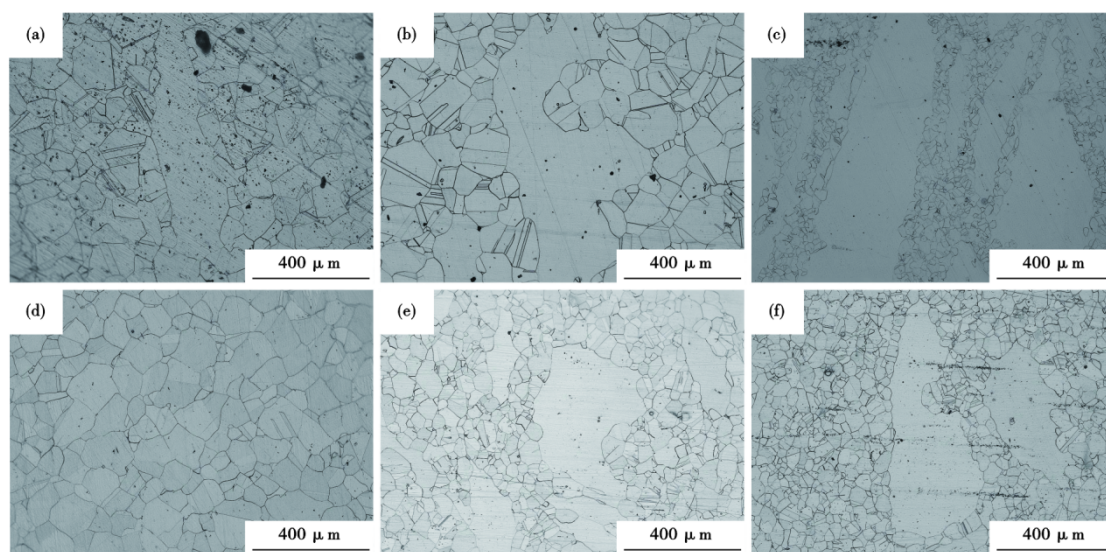


图4 UNS N09 925合金锻造方案 I (1 120~1 160 °C)高倍组织:(a)锻态中心,(b)锻态二分之一半径,(c)锻态边缘,(d)热处理态中心,(e)热处理态二分之一半径,(f)热处理态边缘

Fig. 4 UNS N09 925 alloy forging scheme I (1 120 °C-1 160 °C) high microstructure: (a) as-forged center, (b) as-forged half-radius, (c) as-forged edge, (d) heat-treated center, (e) heat-treated half-radius, (f) heat-treated edge

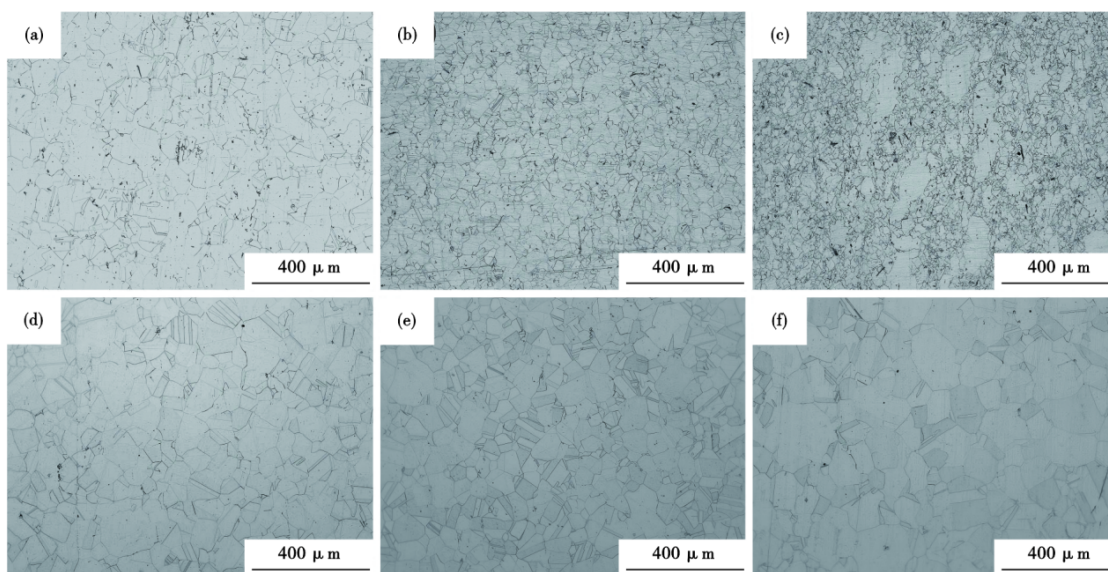


图5 UNS N09 925合金锻造方案 II (1 020~1 100 °C)高倍组织:(a)锻态中心,(b)锻态二分之一半径,(c)锻态边缘,(d)热处理态中心,(e)热处理态二分之一半径,(f)热处理态边缘

Fig. 5 UNS N09 925 alloy forging scheme II (1 020 °C-1 100 °C) high microstructure: (a) as-forged center, (b) as-forged half-radius, (c) as-forged edge, (d) heat-treated center, (e) heat-treated half-radius, (f) heat-treated edge

面位置的硬度。近表面检测硬度的位置应距离表面0.100~0.150英寸(2.54~3.81 mm)。每个位置检验3次硬度,具体各位置的数据如图8所示。

6) 慢应变腐蚀试验(SSRT)。在UNS N09925合金 $\phi$ 228.6 mm锻材二分之一半径处取样,按照NACE TM0198—2020开展了慢应力腐蚀试验(SSRT),试验参数见表5。SSRT试验TTF比率达到0.88,RA比率达到0.69,满足行业标准中TTF比率 $\geq$

0.7、RA比率 $\geq$ 0.6的要求。

### 3 分析讨论

#### 3.1 锻造变形量优化

UNS N09925合金锻造变形过程中会发生合金的动态再结晶,但再结晶需要有一个最小的临界变形,镍基合金通常在1%~3%。镍基合金热变形过程中存在晶粒不规则长大的临界变形量,一般为5%~

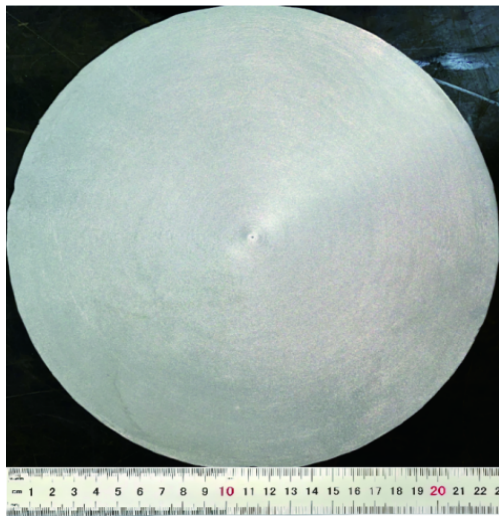


图6 UNS N09 925 合金锻造方案 II 生产的  $\phi 228.6$  mm 棒材热处理态低倍组织

Fig. 6 UNS N09 925 alloy forging scheme II production of  $\phi 228.6$  mm bar material heat-treated condition macrostructure

15%。再结晶晶粒尺寸主要取决于变形量,变形量越大形核率越高,晶粒越小<sup>[9-11]</sup>。然而在采用快锻和径向锻造联合工艺生产 UNS N09925 合金棒材时

除了要充分考虑总变形量,同时各设备的变形分配也要同步进行优化。考虑到快锻机变形虽然速度慢,但锻透性好,能够破碎铸态组织,使棒材心部组织充分变形并完成动态再结晶;而径向锻造虽然锻透性差,但变形速度快,能够通过高频锻造保持表面温度,实现近等温锻造,且表面区域变形比较充分<sup>[12-14]</sup>。因此,在设计“快锻+径向锻造”联合工艺时应保障快锻阶段的变形量分配的足够大,有利于心部组织的控制。

### 3.2 变形温度的优化

由于合金变形过程中变形量和变形温度同时影响动态再结晶的效果,一般而言,再结晶温度会随变形量增加而降低;然而在给定变形量下,较高的锻造变形温度会导致合金变形过程中发生更多的回复,进而导致存储的变形能降低,再结晶温度反而提高。考虑到合金组织遗传因素,晶界作为再结晶形核的有利位置<sup>[15]</sup>,因此,初始晶粒尺寸越大,形核位置越少,形核速率越低,再结晶速度越慢,再结晶温度越高。同时,随着变形温度降低镍基合金

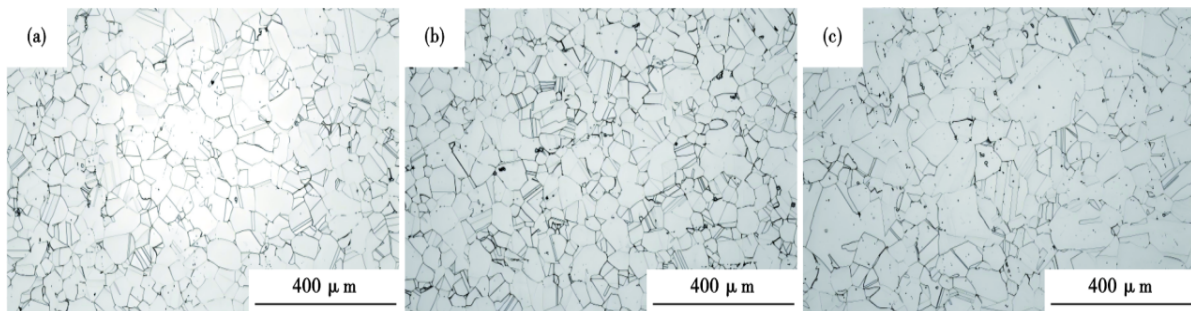


图7 UNS N09 925 合金锻造方案 II 锻造棒材晶粒度及组织:(a)棒材中心,(b)棒材 1/2 半径,(c)棒材表面

Fig. 7 UNS N09 925 alloy forging scheme II forging bar grain size and structure:(a) bar center, (b) bar 1/2 radius, (c) bar surface

表3 UNS N09 925 合金方案 II 锻造棒材实物力学性能结果

Table 3 Results of physical tensile properties of UNS N09 925 alloy scheme II forged bar

项目	屈服强度/MPa	抗拉强度/MPa	伸长率/%	断面收缩率/%
标准	758~965	≥965	≥18	≥25
实测	870	1 170	27	39
实测	830	1 170	28	39

表4 UNS N09 925 合金方案 II 锻造棒材实物冲击性能结果

Table 4 Physical impact performance results of UNS N09 925 alloy scheme II forged bar

项目	冲击功/J	冲击功平均值/J	侧向膨胀量/mm
标准	43	≥47	0.38
	77.90		0.60
实测	72.10	76.23	0.50
	78.70		0.60

表5 UNS N09925合金慢应力腐蚀试验参数  
Table 5 UNS N09925 alloy SSRT parameters

腐蚀环境				温度/ $^{\circ}\text{C}$	试样数量/个	应变速率/ $\text{s}^{-1}$
$\text{H}_2\text{S}$ 压力/MPa	$\text{CO}_2$ 压力/MPa	$w[\text{NaCl}]/\%$	$w[\text{S}]/\%$			
2.758	5.516	25	0	149	2(非腐蚀环境) 3(腐蚀环境)	$4 \times 10^{-6}$

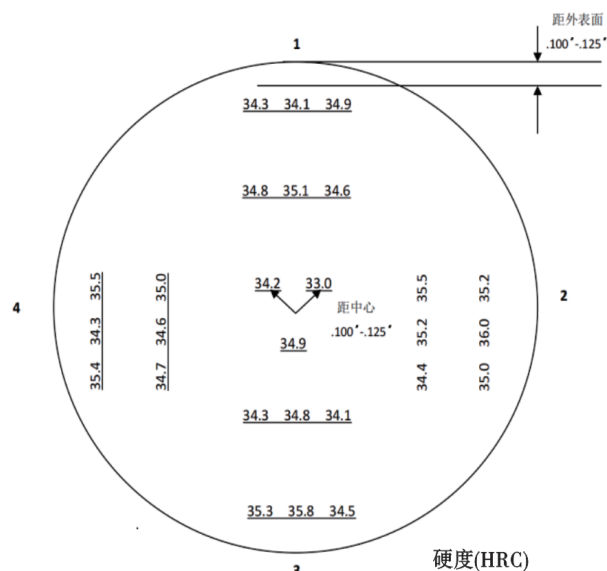


图8 UNS N09925合金锻造方案II锻造棒材截面硬度

Fig. 8 UNS N09925 alloy forging scheme II forging bar cross section hardness

#### 参考文献

- [1] Ganesan P, Clatworthy E F, Harris J A. Development of a time-temperature transformation diagram for alloy 925 [J]. Corrosion, 1988, 44(11): 827-835.
- [2] 赵国仙, 胡晓彤. 925镍基合金和110SS钢在高温高酸性环境中的电偶腐蚀行为[J]. 装备环境工程, 2020, 17(10): 32-39.
- [3] 卢道胜, 刘慧枫, 孙永涛, 等. 3.5%NaCl环境中S32205双相不锈钢与N09925镍基合金的钝化膜特征及耐蚀性[J]. 腐蚀与防护, 2024, 45(6): 15-20.
- [4] 赵展, 李景阳, 董建新, 等. 925镍铁基耐蚀合金均匀化及高温氧化行为[J]. 中国腐蚀与防护学报, 2017, 37(1): 1-8.
- [5] 石照夏, 颜晓峰, 段春华, 等. 一次时效温度对新型高强耐蚀GH925合金显微组织和力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(7): 1822-1831.
- [6] 朱禹龙. Incoloy 925合金热变形行为与晶界特征分布演变规律研究[D]. 重庆: 重庆大学, 2021.
- [7] 刘存建. Incoloy 925镍基耐蚀合金热加工和热处理过程中的组织性能演变[D]. 重庆: 重庆大学, 2021.
- [8] Zhu Y L, Cao Y, Luo R, et al. Orientation-dependent characteristics for residual grains during hot deformation of nickel-based alloy 925 [J]. Acta Metallurgica Sinica (English Letters), 2021, 34(9): 1296-1306.
- [9] 赵斌. GH2909合金径向锻造工艺优化研究[J]. 特钢技术, 2016, 22(4): 49-53.
- [10] 苏化兵, 刘新权, 门若男, 等. 热处理和锻造工艺对Ni-monic91高温合金晶粒度和力学性能的影响[J]. 热处理, 2023, 38(3): 35-39.
- [11] 葛鹏, 马晓伟, 张杰勉. 难变形金属径向锻造生产线设计与应用[J]. 锻压装备与制造技术, 2024, 59(6): 43-46.
- [12] 王树财, 李宁, 王艾竹, 等. 径向锻造变形工艺对GH3625锻材组织的影响: 第十四届中国高温合金年会论文集[C]. 北京: 冶金工业出版社, 2019: 32.
- [13] 韩魁, 张鹏, 王艾竹, 等. 径锻工艺对GH1139合金锻造棒材组织的影响: 第十五届中国高温合金年会论文集[C]. 北京: 冶金工业出版社, 2023: 62.
- [14] 陈伟, 周江波, 岑凯强, 等. GH738细晶棒材快锻工艺及其组织与性能: 第十五届中国高温合金年会论文集[C]. 北京: 冶金工业出版社, 2023: 99.
- [15] 约翰汉弗莱斯, 格雷戈里S罗勒. 再结晶与退火[M]. 上海: 上海交通大学出版社, 2023: 218-219.

发生晶粒不规则长大的临界变形量范围会缩减。因此,适当降低锻造过程再烧加热温度将有利于晶粒度的细化。

## 4 结论

1) UNS N09 925合金锻材晶粒长大的拐点温度为1 020 $^{\circ}\text{C}$ ,当加热温度达到1 100 $^{\circ}\text{C}$ 以上时晶粒发生急剧长大。因此,锻造末火加热温度应考虑降低至1 020~1 100 $^{\circ}\text{C}$ 。

2) 通过对比试验验证,采用1 020~1 100 $^{\circ}\text{C}$ “低温加热”的锻造工艺生产的棒材锻态及固溶态组织最佳。

3) 抚顺特钢优化锻造工艺后所生产的UNS N09925合金大圆锻材各项性能满足API 6A CRA标准中的相关要求,其SSRT数据显示TTF比率达到0.88,RA比率达到0.69,满足行业标准中TTF比率 $\geq 0.7$ 、RA比率 $\geq 0.6$ 的要求。