



高温形变参数对 4J32 超因瓦合金组织演变的影响

王 玉, 姚 瑶, 田玉新

(宝武特种冶金有限公司技术中心, 上海 200940)

摘 要: 使用热模拟压缩试验仪器, 设置 850 ~ 1 150 °C 不同应变温度和 0.1 ~ 10 s⁻¹ 应变速率等热变形参数进行试验, 通过金相显微镜、热模拟试验等设备对合金进行组织形貌表征, 结合热模拟压缩试验应力应变曲线及合金组织形貌进行分析, 系统性研究 4J32 超因瓦合金 (Fe-32Ni-4Co) 在 850 ~ 1 150 °C 高温热变形行为及组织形貌演变过程。研究发现, 4J32 超因瓦合金在 900 °C 以下热变形过程不发生动态再结晶, 且合金中存在大量的变形晶粒组织。当热变形温度大于 1 050 °C 时, 合金开始发生动态再结晶, 且应变速率越快其动态再结晶程度越高。研究结果表明, 超因瓦合金最优的热变形温度 > 1 100 °C, 应变速率为 10 s⁻¹。

关键词: 4J32 超因瓦合金; 热模拟; 动态再结晶; 组织

DOI: 10. 20057/j. 1003-8620. 2023-00136 **中图分类号:** TG141

Effect of High Temperature Deformation Parameters on Microstructure Evolution of 4J32 Super Invar Alloy

Wang Yu, Yao Yao, Tian Yuxin

(The Technology Center of BAOWU Special Metallurgy Co., Ltd., Shanghai 200940, China)

Abstract: The microstructure and morphology of the alloy were characterized by metallographic microscope and thermal simulation test and other equipment, and the thermal deformation parameters were set at different strain temperatures of 850-1 150 °C and strain rates of 0.1-10 s⁻¹. It was analyzed by combining the stress-strain curve of thermal simulation compression test and the microstructure morphology, the thermal deformation behavior and microstructure morphology evolution process of 4J32 super invar alloy (Fe-32Ni-4Co) at high temperature 850-1 150 °C were systematically studied. It is found that no dynamic recrystallization occurs during hot deformation of 4J32 super invar alloy below 900 °C, and there are a lot of deformed grain structures in the alloy. When the thermal deformation temperature is greater than 1 050 °C, the dynamic recrystallization of the alloy begins, and the faster the strain rate, the higher the dynamic recrystallization degree. The results show that the optimum thermal deformation temperature of super invar alloy is greater than 1 100 °C and the strain rate is 10 s⁻¹.

Key Words: 4J32 Super Invar Alloy; Thermal Simulation; Dynamic Recrystallization; Microstructure

近年来因瓦合金广泛应用在航空、航天、液化天然气 (LNG) 运输船以及大容量高压导线等重要工业领域。而超因瓦合金棒材近年来在航空航天领域得到广泛应用, 该领域对合金棒材探伤性能要求较高, 因此, 对超因瓦合金组织均匀性要求也较高^[1]。但在实际制备过程中, 由于该合金成分体系无有效析出相, 锻造过程中合金的晶粒组织易发生粗化, 从而发生混晶^[2], 导致合金棒材探伤性能不能满足技术标准要求。近年来, 因瓦合金及超因瓦合金主要研究方向是通过成分和工艺优化手段提高合金低膨胀性能和强度性能, 如中南大学袁均平等^[3]研究了变形及热处理工艺对因瓦合金组织和性能的影响, 认为合适的高温固溶+冷变形+低温时效有利于提高因瓦合金的力学性能。研究发现, 对

Fe-36.2Ni-10.1Co-5.2Cr-2.4Ti 高强因瓦合金进行 1 150 °C 固溶处理、800 ~ 1 000 °C 高温变形以及随后的时效处理, 可使其强度提升至 1 400 MPa 左右, 且热膨胀系数并未发生明显变化, 大同特钢开发的高强度低膨胀合金加入 Al、Cr、Mo、W、V、Nb、Ta、Ti、Zr、Hf 中任一种或多种元素, 合金的室温抗拉强度 ≥ 1 000 MPa, 平均线膨胀系数最小可达 3.0 × 10⁻⁶/°C^[4]。津田正臣^[5]研究 C、Si、Mn、Cr、Mo、Cu、Nb、Ti、V、Al、B 等 12 种元素在单独少量添加的条件下, 对合金 30 ~ 100 °C 下线膨胀系数及居里温度的影响。发现各元素的单独加入都会使热膨胀系数增加, 而 B、C、Al 等元素对热膨胀系数的影响较大。Bong-Seo Kim 等^[6]研究 0-2.27wt%C 对铸态 Fe-30%Ni-12.5%Co-xC 高强因瓦合金热膨胀系数影

响,发现CTE在 $w[C]$ 为0.08%时达到最小,随后当 $w[C]$ 达到1.0%时,之后 $w[C]$ 在1.0%~2.0%条件下,热膨胀系数保持稳定。综上,关于因瓦合金及超因瓦合金热加工性能及组织均匀性控制方面的研究较少^[7]。

结合超因瓦合金锻件目前存在的技术问题,亟需研究超因瓦合金热加工性能及组织演变规律,拟通过热模拟压缩试验数据并结合显微组织分析,系统研究超因瓦合金在不同变形温度和应变速率条件下的流变应力及微观组织演变规律,以期优化超因瓦合金热加工工艺,改善合金热加工性能,为进一步调控合金组织性能提供参考数据。

1 试验材料及方法

试验采用超因瓦合金材料,合金采用10 t真空感应炉冶炼 $\phi 340$ mm电极棒+电渣重熔 $\phi 430$ mm电渣锭工艺进行冶炼,合金成分见表1。热压缩试验在Thermocaster-Z热模拟试验机上进行,试样从电渣锭中加工取出,尺寸为 $\phi 8$ mm $\times 12$ mm,热变形工艺参数如图1所示。将试样以10 °C/s的升温速率升至1 250 °C,并保温5 min,以使得试样晶粒组织尺寸相同,减少初始组织差异对热模拟试验结果的影响。将试样降至850~1 150 °C等目标温度后,以0.1~10 s⁻¹等不同应变速率进行压缩试验,实际压缩变形量为60%,待压缩完成后,水冷至常温以观察变形结束合金瞬时微观组织形貌。将压缩后的试样沿平行于压缩轴方向切开,经打磨抛光后,使用50 mL浓盐酸+50 mL酒精和少量双氧水的混合液进行腐蚀。采用金相显微镜对热变形试样进行组织分析,其中样品观察分析位置如图2所示,采用数据分析软件对流变应力应变曲线进行分析。

表1 4J32超因瓦合金化学成分(质量分数)

Table 1 The chemical composition of 4J32 super invar alloy

C	P	S	Si	Cu	Mn	Ni	Co	Fe
0.05	0.02	0.02	0.20	0.52	0.6	32.7	3.6	余量

在热压缩后的剖面半径 R 的1/2处取样,分析金相显微组织,具体取样位置如图2所示。

2 试验结果

2.1 变形温度对合金应力-应变曲线的影响

将合金试样在不同变形温度下以10 s⁻¹应变速率进行压缩试验,流动应力应变曲线如图3所示。

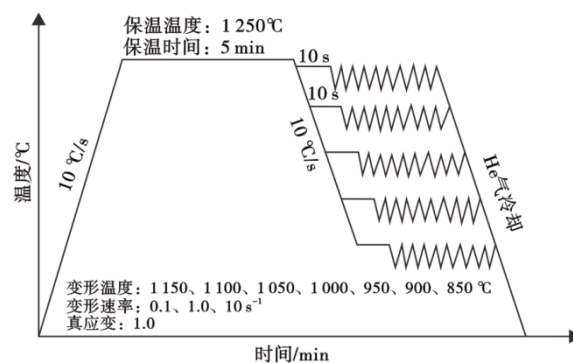


图1 热变形工艺参数

Fig. 1 Thermal deformation process parameters

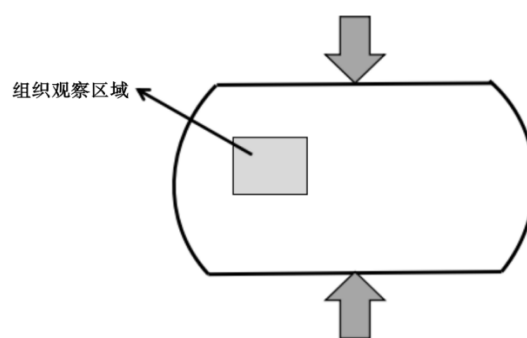


图2 金相试样取样位置示意图

Fig. 2 Schematic sampling position of metallographic specimen

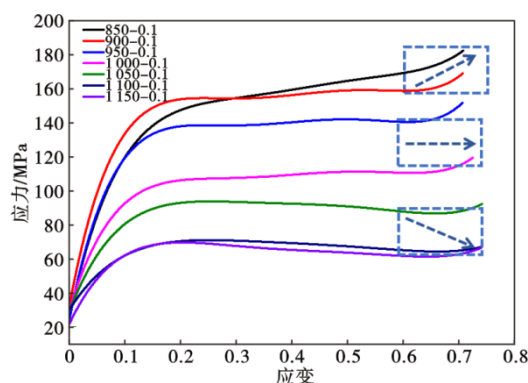


图3 不同变形温度下的应力应变曲线

Fig. 3 Stress-strain curves at different deformation temperatures

从图3中可以看出,当变形温度为850、900 °C时,材料的流变应力较大,最大可以达到190 MPa,且随着变形量增大,因瓦合金的应力值也会逐渐增加。当变形温度为950、1 000 °C时,合金在变形过程中变形抗力增加至一定程度后不再增加,流变曲线成水平状态。当变形温度为1 050、1 100、1 150 °C时,随着变形量逐渐增加,合金在变形过程中变形抗力增

加至某一值后,随着变形量继续增加,合金的变形抗力不再增加甚至有所减少,最低变形抗力降低至 60 MPa^[8]。

为进一步研究合金在热变形过程中组织演变规律,对上述热变形工艺试样进行金相组织形貌表征,表征结果如图 4 所示。从图 4(a)、(b)可以看出,试样中存在大量的变形晶粒组织,且存在大量的形变位错堆积形成的应力集中区。当变形温度为 950、1 000 °C 时,试样金相组织如图 4(c)(d)所示,部分区域组织相对于 850、900 °C 发生不同程度回复,这和图 3 中 850、900 °C 应力应变曲线的变化趋势相符合。当热变形温度为 1 050 °C 时,变形晶粒的晶界周围发生动态再结晶,形成新的细小再结晶晶粒。该温度下发生动态再结晶,不仅可以有效细化晶粒组织,还可以有效消除变形导致的增殖位错^[9]。

当变形温度为 1 100 °C 和 1 150 °C 时,试样组织发生完全动态再结晶,较原始晶粒组织,再结晶晶粒充分细化,有利于进一步提高合金的组织均匀性^[10]。

2.2 应变速率对合金应力-应变曲线的影响

该合金在变形过程中,除了变形温度会对合金动态再结晶和组织演变产生影响外,应变速率也会对因瓦合金的组织演变产生较大的影响^[11]。如图 5 所示,该合金变形温度为 900 °C 时,合金的流变曲线未出现下滑趋势,说明合金未发生动态回复及再结晶过程^[12]。随着应变速率由 0.1 s⁻¹ 增加至 10 s⁻¹,合金的变形抗力逐渐增加至 200 MPa。当变形温度增加至 1 050 °C 时,合金变形抗力从 900 °C 的 200 MPa 降低至 140 MPa,且随着合金应变速率增加,合金的变形抗力逐渐增加,说明应变速率对合金再结晶程度影响较大^[13]。

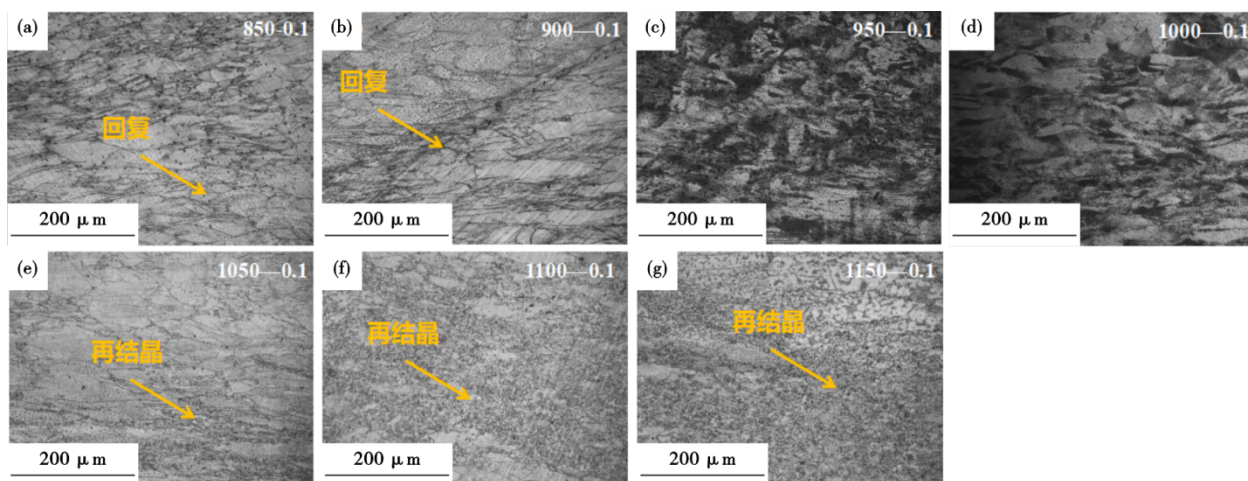


图 4 0.1 s⁻¹ 应变速率条件下,不同变形温度下的组织形貌:(a)850 °C,(b)900 °C,(c)950 °C,(d)1 000 °C,(e)1 050 °C,(f)1 100 °C,(g)1 150 °C

Fig 4 Microstructure morphology at different deformation temperatures at strain rate 0.1 s⁻¹:(a)850 °C,(b)900 °C,(c)950 °C,(d)1 000 °C,(e)1 050 °C,(f)1 100 °C,(g)1 150 °C

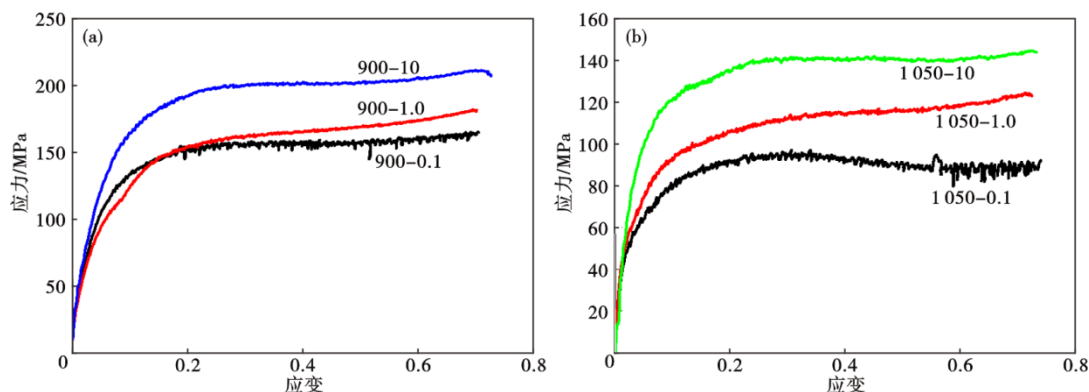


图 5 不同应变速率下的应力应变曲线:(a)900 °C,(b)1 050 °C

Fig. 5 Stress-strain curves at different strain rates:(a) 900 °C,(b) 1 050 °C

图6所示为900、1 050 °C变形温度,不同应变速率下的金相组织形貌。从图6中可以看出900 °C变形温度下合金在0.1 s⁻¹应变速率不发生动态再结晶,几乎为变态组织形貌。当合金应变速率增加至1.0 s⁻¹时,合金晶界处发生明显的动态再结晶,且晶粒发生一定程度的回复。当应变速率增加至10 s⁻¹时,如图6(c)所示合金中再结晶晶粒所占体积分数增加,动态再结晶程度进一步增加。当变形温度为1 050 °C时,试样组织形貌如图6(d)~(f)所示,由图可看出合金组织发生不同程度的动态再结晶行为。观察发现在应变速率较慢情况下,组织较难发生动态再结晶,随着应变速率提高,动态再结晶程度不断增加。

3 分析讨论

流变应力变化受应变速率和变形温度两个因素共同影响^[14]。一方面变形温度升高促进了动态回复,甚至发生动态再结晶,减少合金中变形组织和位错等强化变形抗力的组织结构。变形抗力降低且流变应力有所下降^[15]。当热变形温度逐渐增加时,合金中热形变储能不断增加,当达到一定临界值时,合金动态再结晶行为迅速启动,导致合金在变形过程中不断发生动态再结晶,且再结晶体积分数增加。从该试验因瓦合金组织形貌可以看出,合金变形温度低于900 °C时,合金内部不发生动态

再结晶行为;当变形温度为950~1 000 °C时,合金内部组织发生回复,但未发生动态再结晶;当变形温度大于等于1 050 °C时,合金中奥氏体晶界发生动态再结晶,随着变形温度的增加,再结晶程度不断增加。需注意的是随着变形温度的增加,再结晶晶粒尺寸不断粗化。

传统动态再结晶理论^[16]认为,较大的应变速率使位错重排及对消等,使得动态回复和再结晶过程来不及充分进行,增大了加工硬化效应,流变应力增值大^[17]。且由于析出相等原因导致合金中位错和变形组织无法有效回复。但因瓦合金因内部无有效钉扎位错的析出相,导致该材料在10 s⁻¹应变速率下仍然能够发生动态再结晶,从而细化晶粒组织。相同热变形温度下,在一定范围内应变速率越高,合金组织发生动态再结晶的程度越高。结合本热模拟试验数据,本合金在应变速率为10 s⁻¹时的动态再结晶程度最高。

在实际生产过程中,因钢锭坯料尺寸较大,坯料在热变形过程中边部温度和心部温度不相同,且锻造速率也不相同,导致合金动态再结晶发生程度不相同,易出现合金心部组织和边部组织混晶等现象。如图7所示,在棒材边部分布尺寸较小的细晶区,在棒材心部存在变形后长大的奥氏体晶粒,该合金棒材组织不均匀,存在混晶现象。结合热模拟

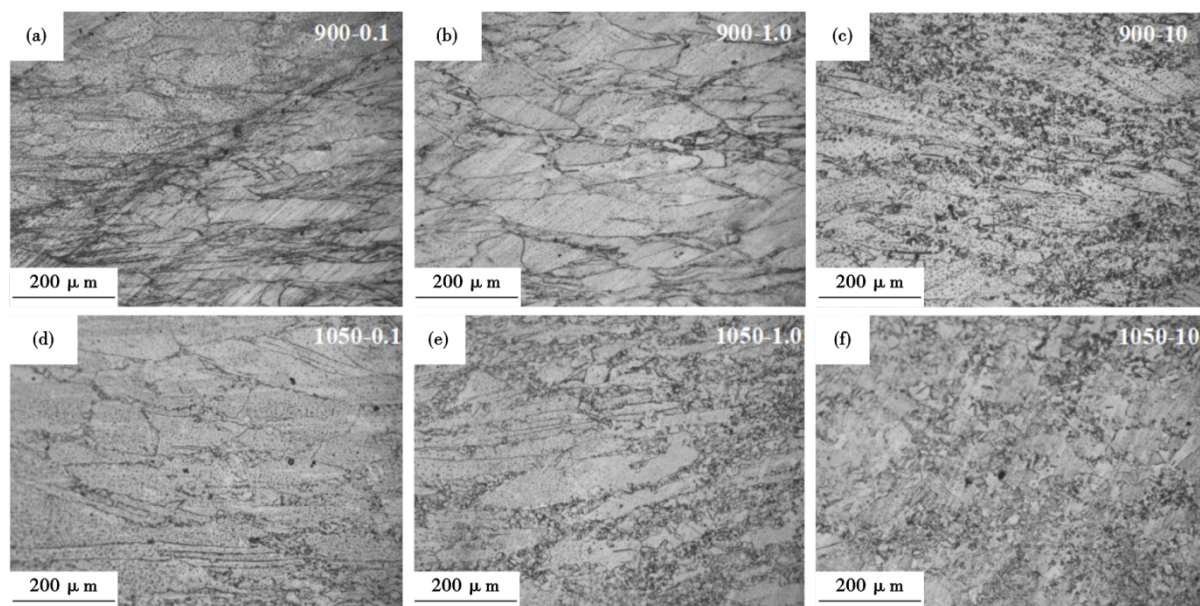


图6 在不同变形温度(°C)/应变速率(s⁻¹)下的试样金相组织:(a)900/0.1,(b)900/1.0,(c)900/10,(d)1 050/0.1,(e)1 050/1.0,(f)1 050/10

Fig. 6 Sample metallographic structure under different deformation temperature (°C)/strain rate (s⁻¹): (a)900/0.1, (b)900/1.0, (c)900/10, (d)1 050/0.1, (e)1 050/1.0, (f)1 050/10

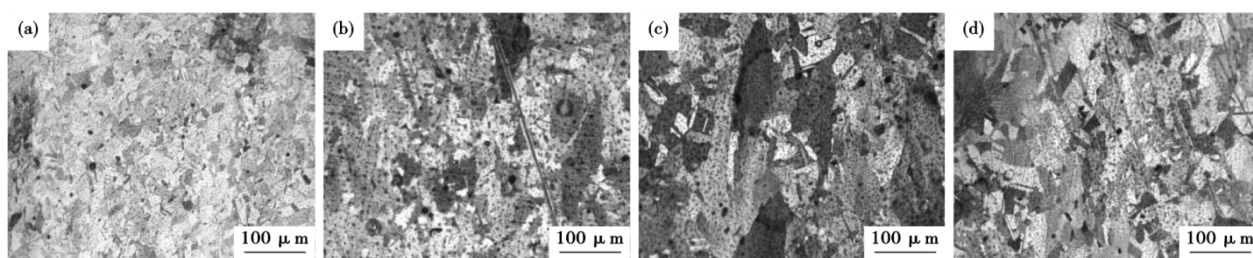


图 7 $\phi 365$ mm 因瓦合金棒材外表面到心部金相组织形貌: (a) 表面, (b) 半径 1/4 处, (c) 半径 1/2 处, (d) 棒材中心处

Fig 7 Metallographic microstructure morphology of $\phi 365$ mm invar alloy bar from outer surface to core: (a) surface of forging bar, (b) a quarter of the radius, (c) Half the radius, (d) the center of forging bar

压缩试验结果, 实际生产过程中热变形温度要求大于 $1\ 100\ ^\circ\text{C}$, 且应变速率控制为 $10\ \text{s}^{-1}$ 。从而在热变形过程中可以充分发生动态再结晶, 从而细化组织晶粒, 提高组织均匀性。

4 结论

(1) 4J32 超因瓦合金在变形量为 60% 的热变形过程中, 热变形温度 $> 1\ 100\ ^\circ\text{C}$ 时, 应变速率为 $10\ \text{s}^{-1}$ 时, 4J32 超因瓦合金发生完全再结晶行为;

(2) 4J32 超因瓦合金在变形量为 60% 的热变形过程中, 相同变形温度下应变速率越快, 再结晶程度越高, 当应变速率为 $10\ \text{s}^{-1}$ 时, 4J32 超因瓦合金再结晶程度最高;

(3) 4J32 超因瓦合金在变形量为 60% 的热变形过程中, 变形温度 $> 1\ 100\ ^\circ\text{C}$, 应变速率为 $10\ \text{s}^{-1}$ 时, 棒材在热变形过程中内部充分发生动态再结晶, 可获得组织均匀的超因瓦合金棒材。

参考文献

- [1] 鲁宏, 戴魏魏, 蒋立鹤, 等. 镍基耐热合金热变形行为的研究现状[J]. 世界有色金属, 2019, 10(9): 171-173.
- [2] 李莎, 赵振铎, 王贵平. N08800 铁镍基合金热变形行为及组织演变[J]. 特殊钢, 2021, 42(5): 16-20.
- [3] 袁均平. 变形及热处理对因瓦合金组织与性能的影响[D]. 长沙: 中南大学, 2005.
- [4] 沈婕, 王晓军, 夏天东. 因瓦效应及因瓦合金的研究现状[J]. 功能材料, 2007, 38(A08): 3198-3201.
- [5] 津田正臣. Fe-36% Ni インバー合金の熱膨張係数に及ぼす微量合金元素の影響[J]. 鐵と鋼: 日本鐵鋼協會々誌, 1994, 80(12): 944-949.
- [6] Kim B S, Yoo K J, Kim B G, et al. Effect of carbon on the coefficient of thermal expansion of as-cast Fe-30wt.% Ni-12.5 wt.% Co-x C Invar alloys[J]. Metals and Materials International, 2002, 8(3): 247-252.
- [7] 杨康, 祝志超, 张雪姣, 等. 镍基 617 合金的热变形和动态再结晶行为[J]. 材料热处理学报, 2019, 40(10): 151-157.
- [8] 杨金龙, 马向东, 李远, 等. 一种新型镍基粉末高温合金不同状态热变形行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2022, 51(2): 651-660.
- [9] 李烁, 闫森, 金奎文, 等. 碳含量及热加工变形量对镍基合金 GH3625 组织和性能的影响[J]. 特殊钢, 2022, 43(2): 75-78.
- [10] 霍万晨, 刘建涛, 张明, 等. 一种新型镍基粉末高温合金热变形行为研究[J]. 粉末冶金工业, 2021, 31(6): 104-109.
- [11] Lu Hai tao, Li Da zhao, Li Siyuan, et al. Hot deformation behavior of Fe-27.34Mn-8.63Al-1.03C lightweight steel[J]. International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials, 2023, 30(4): 734-743.
- [12] Wang Guan, Zhang Pei Kou, et al. Research on constitutive model of aluminum alloy 7075 thermal deformation based on deep neural network[J]. Journal of Mechanical Science and Technology, 2023, 37(2).
- [13] 张彩东, 丁培道, 周守则, 等. 热处理和热变形对 M2 高速钢铸带中碳化物的影响[J]. 特殊钢, 2006, (6): 18-20.
- [14] 敖影, 周灿栋. P550 奥氏体不锈钢的热变形行为研究[J]. 上海金属, 2016, 38(5): 22-26.
- [15] 刘志凌, 任帅, 刘伟, 等. GH141 镍基高温合金的热变形行为和组织演变[J]. 中国有色金属学报, 2023, 33(8): 2577-2592.
- [16] 林田子, 杨颖, 翟晓亮, 等. Nb 含量和热变形参数对纵向变截面耐候桥梁钢变形抗力及组织的影响[J]. 特殊钢, 2023, 44(4): 108-113.
- [17] 胡伟华, 康永林, 唐兴昌. 321 奥氏体不锈钢动态再结晶的研究[J]. 特殊钢, 2012, 33(6): 59-62.