

· 形变与相变 ·

冷轧变形量对核电用 GH4169 合金组织性能的影响



于 昂, 李鑫旭, 苏 赫, 李 磊, 刘茜珂, 孟 宇
(北京航空材料研究院股份有限公司熔铸事业部, 北京 100095)

摘 要:研究了不同变形量对 GH4169 合金 5.3 mm 厚板材组织演变和性能的影响,采用光学显微镜分析,EBSD 分析等方法观察了晶粒尺寸、晶界特征,并对比了两种变形量处理下材料的拉伸强度、塑性等力学性能,确立加工-组织-性能之间的关系。结果显示,不同变形量对晶粒尺寸、显微组织都有显著影响,热轧板材经制度 A 冷变形(减厚 1.4 mm)后的晶粒尺寸为 6 μm ,小角度晶界($<10^\circ$)占比为 73.2%,大角度晶界($>10^\circ$)占比为 26.8%,过快的变形速率使变形不均匀,形成混晶,变形晶粒占比为 85.3%,亚结构所占比例为 5.6%,再结晶晶粒所占比例为 9.1%。经制度 B 冷变形(减厚 0.7 mm)后晶粒尺寸为 35 μm ,小角度晶界($<10^\circ$)占比为 51.6%,大角度晶界($>10^\circ$)为 48.4%,组织较均匀,孪晶比例较大,亚结构所占比例为 95.7%,变形晶粒所占比例为 3.4%,再结晶晶粒所占比例为 0.9%。冷变形制度 A 的室温抗拉强度与屈服强度明显高于冷变形制度 B,但断后伸长率低于制度 B,最终板材的性能归因于制度 A 的晶粒尺寸更小和亚结构密度更高。

关键词:变形量; GH4169; 显微组织; EBSD; 力学性能

DOI:10.20057/j.1003-8620.2024-00104 **中图分类号:** TG33

Effect of Cold-rolled Deformation on the Microstructure and Properties of GH4169 Alloy for Nuclear Power

Yu Ang, Li Xinxu, Su He, Li Lei, Liu Xike, Meng Yu
(Beijing Baimtec Material Co., Ltd., Beijing, 100095 China)

Abstract: The effect of different deformation on the microstructure evolution and properties of 5.3 mm thick GH4169 alloy plate was studied. The grain size and grain boundary characteristics were observed by optical microscope and EBSD analysis. The tensile strength, plasticity and other mechanical properties of the materials treated with two deformation amounts were compared, and the relationship between processing, microstructure and properties was established. The results show that the grain size and microstructure are significantly affected by different deformation amounts. Hot rolled plate after process A cold deformation (thickening 1.4 mm) of the grain size is 6 μm , the small angle grain boundary ($<10^\circ$) is 73.2%, the large angle grain boundary ($>10^\circ$) is 26.8%, too fast deformation rate makes uneven deformation, the formation of mixed crystal, the proportion of deformation grain is 85.3%, substructure is 5.6%, recrystallization grain rate is 9.1%. After cold deformation of process B (0.7 mm thickening), the grain size is 35 μm , the proportion of small angle grain boundary ($<10^\circ$) is 51.6%, and the proportion of the large angle grain boundary ($>10^\circ$) is 48.4%, the microstructure is uniform, the proportion of twins is large, the substructure is 95.7%, the deformed grain is 3.4%, and the recrystallization grain proportion is 0.9%. The room temperature tensile strength and yield strength of cold deformation process A are significantly higher than that of cold deformation process B, but the elongation rate is lower than process B, and the properties of the final plate is attributed to the smaller grain size and higher substructure density of process A.

Key Words: Deformation; GH4169; Microstructure; EBSD; Mechanical Properties

GH4169 合金是沉淀强化型镍基高温合金,具有良好的高温强度、抗蠕变性能和抗氧化性能,常被用于制造 870 $^\circ\text{C}$ 以下有较高强度要求和 980 $^\circ\text{C}$ 以下有较高抗氧化要求的核电部件^[1-5],如燃料棒中的压紧弹簧、板弹簧^[1]。该合金具有较好的冷成形性能,其板材、丝材主要用于制造燃料组件的板弹簧和压紧弹簧,是核电燃料组件的重要合金之一。核电站关键结构材料的可靠性和稳定性是影响核电

站的安全性和经济性的重要因素。

管斌等^[6]研究了不同的固溶和时效工艺对 GH4169 合金组织及硬度的影响,石照夏等^[7]通过对比不同 C 元素含量的 GH4169 合金显微组织及力学性能。Boehlert C J 等^[8]对 GH4169 合金进行了 7 种冷变形量以及后续退火处理的实验。Cai H W 等^[9]提出了一种新型热处理方法可以在细化变形混晶的同时控制 δ 相的含量。冷轧变形量对于 GH4169 合金的

显微组织和力学性能影响很大,当冷轧变形量增大时会使合金的晶粒由等轴晶变为沿加工方向的拉长晶,形成剪切带和织构组织,合金的强度随着冷轧变形量的增加而增大。本文对GH4169合金进行两种不同的冷变形量处理,以研究变形量-显微组织-力学性能之间的关系,对核电用GH4169合金的显微组织调控和实际应用提供理论指导。

1 实验材料及方法

实验用GH4169合金采用2 t真空感应熔炼+4 t保护气氛电渣重熔双联冶炼制备 $\phi 480$ mm电渣锭,经标准均匀化处理、2 000 t快锻机开坯和热轧后的板材,厚度为5.3 mm,合金的化学成分见表1。在同支热轧板材上取试样并进行轧制变形处理,冷变形处理分别为A制度(5.3 mm轧至3.9 mm,减厚1.4 mm)和B制度(5.3 mm轧至4.6 mm,减厚0.7 mm),这两种制度简称为A制度和B制度。

表1 GH4169合金化学成分(质量分数)
Table 1 Chemical composition of GH4169 alloy %

| C | Cr | Ni | Nb | Mo | Al | Ti | Co | O | N |
|------|-------|-------|------|------|------|------|-------|--------|--------|
| 0.03 | 18.70 | 52.40 | 5.10 | 2.90 | 0.58 | 0.95 | <0.01 | 0.0006 | 0.0024 |

冷轧板材选取沿轧制方向剖面进行组织观察,扫描电镜观察用样品采用20% H_2SO_4 +80% CH_3OH 的混合溶液进行电解抛光,电压为5V,时间为30 s,然后用15 g CrO_3 +10 mL H_2SO_4 +170 mL H_3PO_4 的混合溶液在4 V的电压下进行电解侵蚀。侵蚀后的样品采用Zeiss光镜进行组织观察。两种不同冷轧变形量后的板材上沿轧制方向剖面取样并加工成标准拉伸试样,进行室温拉伸实验。

对样品使用 $\phi 30$ 热镶机镶嵌并用180~2 000目砂纸与抛光绒布依次进行磨抛,磨抛完毕后用型号为VIBROTECH 300磨抛机进行振动抛光4 h,抛光剂为二氧化硅抛光剂。样品制备完成后,采用ZEISS Sigma300场发射扫描电镜配Oxford EBSD探头进行EBSD检测,其中扫描参数为电压20 kV、工作距离WD=17 mm、倾斜角度70°、光栏尺寸直径为110 μm 。进行EBSD扫描,步长选择0.5。后续扫描结果采用Channel5软件进行分析。

2 结果与讨论

2.1 冷变形制度对晶粒组织的影响

观察热轧板材在两种变形量制度下的轧制方向显微组织,结果如图1所示。图1(a)、(b)为原始

组织,图1(c)、(d)为制度A的显微组织,图1(e)、(f)为制度B的显微组织。两种变形量制度均对热轧后板材的显微组织存在明显影响。从图1中可知,冷变形制度A中的合金显微组织出现分布极其不均匀的大晶粒以及细小晶粒,即使放大到200倍依旧可以看到大晶粒与小晶粒同时出现。而冷变形制度B会导致晶粒分布相对于制度A比较均匀,并伴随孪晶的出现。经过不同变形量的处理后,虽然合金组织中都出现了不同程度的细晶化,但制度A中出现了混晶现象,这可能是因为冷轧过程中,热轧之后组织内的大晶粒会先破碎成小晶粒,而制度A的变形量较大,变化太大,会导致部分大晶粒来不及破碎成小晶粒,变形过程就已经结束,就会出现混晶现象。这些大晶粒会导致应力分布不均匀,使材料塑性降低。变形制度B中虽然晶粒大小相较均匀,但出现较多孪晶现象,这可能是因为GH4169合金的晶胞结构使面心立方结构,这种晶胞结构的层错能很低,就会导致合金在冷轧过程中,在晶界处发生了位错堆积,导致位错密度增加,但是面心立方结构缺少滑移系,所以位错滑移无法作为晶胞唯一的变形机制,为了保证变形过程的顺利进行,所以孪晶变形就会作为辅助滑移变形的变形机制而出现,因而,在宏观上表现为晶粒被压碎之后发生以晶界位错滑移为主的变形过程^[10]。

2.2 冷变形制度对组织演变的影响

对制度A和制度B之后的板材进行取样,晶界分析结果如图2(a)(b)所示,再结晶分析结果如图3(a)(b)所示。

对制度A和制度B的样品进行EBSD分析,通过截线法,获得两种工艺的晶粒尺寸分别为5 μm 和35 μm 。GH4169合金经过冷变形处理后,组织内存在众多小角度晶界和小部分大角度晶界,其中,制度A中小角度晶界($<10^\circ$)占比为73.2%,大角度晶界($>10^\circ$)占比为26.8%,如图2(a)(c)所示;制度B中小角度晶界($<10^\circ$)占比为51.6%,大角度晶界($>10^\circ$)为48.4%,如图2(b)(d)所示。其中,制度A处理之后小角度晶界占比更多,因为制度A中的变形量更大,会造成更多的位错堆积,导致位错密度增大,所以,制度A中就有更大占比的小角度晶界。同时位错密度越大,在滑移时,单位面积里需要同时滑移的位错就越多,也就需要更大的作用力,宏观表现为强度变大^[11]。而制度B因为变形量较小,所以位错密度较小,进而在合金发生冷变

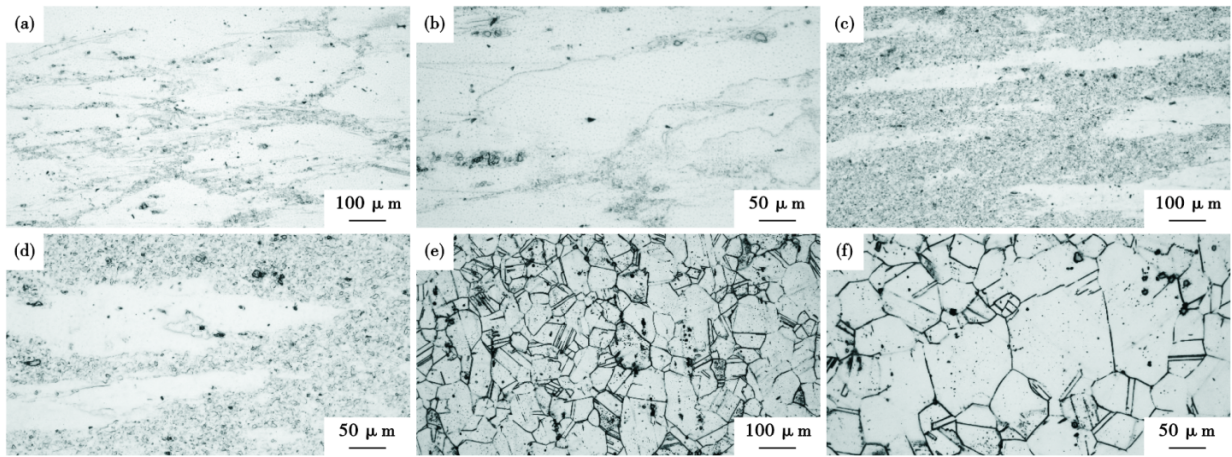


图1 冷变形制度对GH4169合金热轧板材显微组织的影响:(a) (b) 原始组织;(c) (d) 制度A (减厚1.4 mm);(e) (f) 制度B (减厚0.7 mm)

Fig. 1 Effect of cold deformation process on microstructure of hot rolled sheet of GH4169 alloy : (a) and (b) are original microstructure; (c) and (d) are regime A (1.4 mm reduction); (e) and (f) are regime B (0.7 mm reduction)

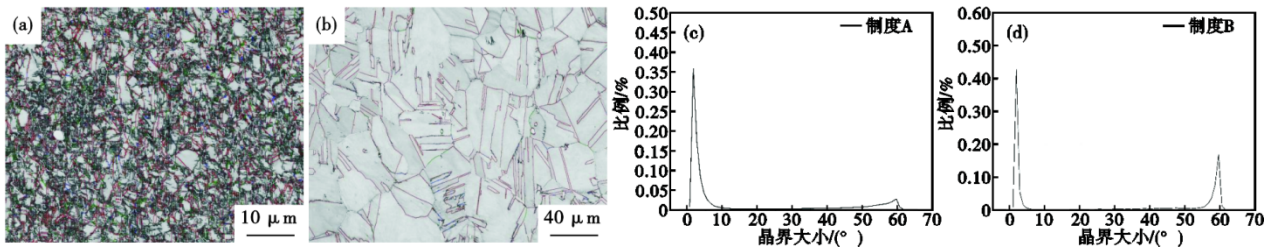


图2 冷变形制度对晶界大小的影响:(a) (c) 制度A (减厚1.4 mm); (b) (d) 制度B (减厚0.7 mm)

Fig. 2 Effect of cold deformation process on grain boundary size: (a) and (c) are regime A (1.4 mm reduction); (b) and (d) are regime B (0.7 mm reduction)

形过程中发生不全位错滑动,出现孪晶现象。

EBSD再结晶分析中,红色代表变形晶粒,黄色代表亚结构,蓝色代表再结晶晶粒,从图3中可以看出,制度A过后晶粒大部分为变形晶粒,其所占比例为85.3%,亚结构所占比例为5.6%,再结晶晶粒所占比例为9.1%,如图3(a)(c)所示。制度B过后晶粒大部分为亚结构,其所占比例为95.7%,变形晶粒所占比例为3.4%,再结晶晶粒所占比例为0.9%,如图3(b)(d)所示。制度B因为变形量较小,就会出现原本晶粒取向一致的晶粒会细化成更小,取向

略有偏差的小晶块,这种结构被称为亚结构,在亚结构中晶界位错密度较高,晶粒内部位错密度低,会导致晶界滑移向晶粒内部,出现孪晶现象。

2.3 冷变形制度对力学性能的影响

对两种变形量后的板材上分别沿轧制方向和垂直轧制方向上取样进行室温拉伸试验,两处位置分别做三次实验,最终结果取平均值,得到室温拉伸数据。

对于多晶合金材料,晶界可以作为位错滑移的阻碍,可以起到强化作用。因为制度B(减厚

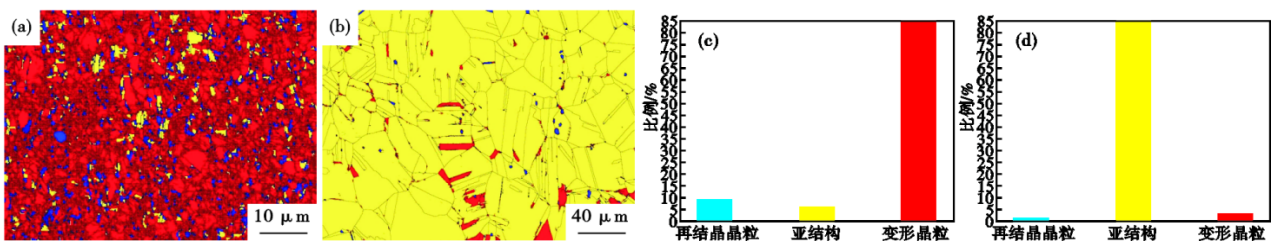


图3 不同冷变形制度的组织再结晶比例:(a) (c) 制度A (减厚1.4 mm); (b) (d) 制度B (减厚0.7 mm)

Fig. 3 Ratio of microstructure recrystallization in different cold deformation processes : (a) and (c) are process A (1.4 mm reduction), (b) and (d) are process B (0.7 mm reduction)

0.7 mm)中出现晶粒尺寸大,导致其抗拉强度和屈服强度小于制度A(减厚1.4 mm)。这也符合Hall-Petch关系,即晶粒越大,合金屈服强度越低。Hall-Petch公式如下。

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (1)$$

式中, σ 为合金屈服强度,MPa, d 为晶粒平均直径, μm , σ_0 为作用在位错上的摩擦力,MPa。从Hall-Petch公式中可以看出,屈服强度与晶粒平均直径的平方根成反比,当晶粒越大时,合金屈服强度越小。

冷变形制度对GH4169合金板材拉伸性能如图4所示。冷变形制度A的室温抗拉强度与屈服强度明显高于冷变形制度B的强度,但是冷变形制度A的断后伸长率低于制度B,最终板材的性能归因于制度A的晶粒尺寸小和亚结构密度高。

3 结论

(1)GH4169合金热轧板材经制度A(减厚1.4 mm)冷变形后的小角度晶界($<10^\circ$)占比为73.2%,大角度晶界($>10^\circ$)占比为26.8%,过快的变形速率使变形不均匀,形成混晶,经制度B(减厚0.7 mm)冷变形后小角度晶界($<10^\circ$)占比为51.6%,大角度晶界($>10^\circ$)为48.4%,组织较均匀,孪晶比例较大。

(2)冷变形制度A(减厚1.4 mm)变形晶粒占比为85.3%,亚结构所占比例为5.6%,再结晶晶粒所占比例为9.1%,提高GH4169合金的室温拉伸强度,但合金的塑性略有降低;冷变形制度B(减厚

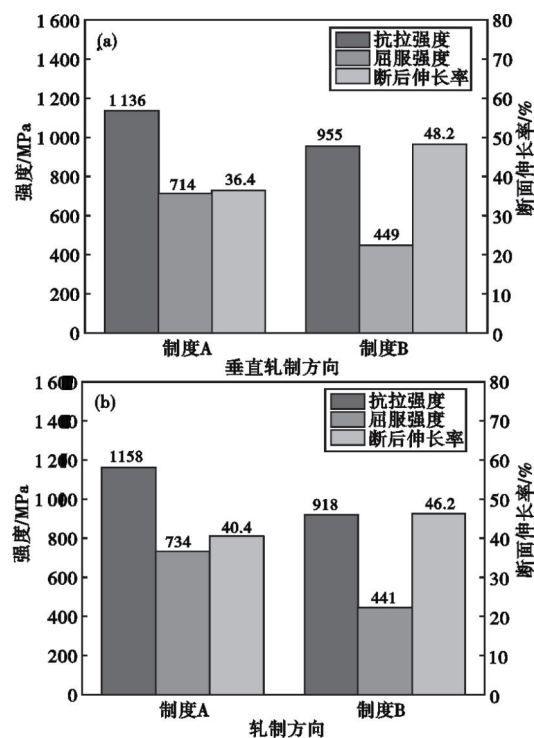


图4 两种制度的拉伸性能:(a)垂直轧制方向,(b)轧制方向
Fig. 4 Tensile properties of two processes: (a) vertical rolling direction, (b) rolling direction

0.7 mm)亚结构大部分为亚结构,其所占比例为95.7%,变形晶粒所占比例为3.4%,再结晶晶粒所占比例为0.9%,冷作硬化效果低,合金的塑性较好。

(3)冷变形制度A的室温抗拉强度与屈服强度明显高于冷变形制度B的强度,但是冷变形制度A的断后伸长率低于制度B,最终板材的性能归因于制度A的晶粒尺寸小和亚结构密度高。

参考文献

- [1] 王哨兵, 孙文强, 王 曼, 等. Nb对GH4169合金管材组织性能的影响[J]. 特殊钢, 2024, 45(5): 34-39.
- [2] 白亚冠, 李红梅, 韩秀栋, 等. GH4169合金 δ 相析出与溶解行为研究[J]. 特殊钢, 2021, 42(5): 21-25.
- [3] 吕 达, 张云飞, 张福利, 等. 电磁搅拌对GH4169合金1 t电渣锭凝固组织的影响[J]. 特殊钢, 2018, 39(5): 44-47.
- [4] 李荣斌. GH4169合金在冷变形和时效处理条件下组织变化的研究[D]. 秦皇岛: 燕山大学, 2001.
- [5] Li R B, He X C, Yao M, et al. Effects of cold rolling on precipitates in inconel 718 alloy[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2002, 11(5): 504-508.
- [6] 咎 斌, 王 奇, 徐 宁, 等. 热处理对GH4169合金组织及硬度的影响[J]. 金属热处理, 2023, 48(7): 193-197.
- [7] 石照夏, 胥国华, 刘 宁, 等. C含量对GH4169合金显微组织及力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2023, 52(8): 2926-2934.
- [8] Boehlert C J, Dickmann D S, Eisinger N N C. The effect of sheet processing on the microstructure, tensile, and creep behavior of INCONEL alloy 718[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2006, 37(1): 27-40.
- [9] Cai H W, Chen Q, Chen M S, et al. A novel recrystallization annealing method to cooperatively control the grain size and δ phase content for initial aged GH4169 superalloy forging[J]. Materials Characterization, 2023, 205: 113246.
- [10] 马 迪. 冷拉GH4169合金组织演变及力学性能[D]. 兰州: 兰州理工大学, 2020.
- [11] 屈鹏飞, 杨文超, 岳全召, 等. 镍基高温合金微孪晶形成机制的研究进展[J]. 材料导报, 2019, 33(23): 3971-3978.