



冷拉变形量和退火处理对 GH4169 丝材组织与性能的影响

李鑫旭, 于昂, 苏赫, 李磊, 刘茜珂, 孟宇

(北京航空材料研究院股份有限公司, 北京 100095)

摘要: 为了获得组织性能稳定的 GH4169 合金丝材, 研究了不同冷拉变形量和退火处理工艺对 GH4169 合金丝材组织和性能的影响。采用两种冷变形路径制备 $\phi 5.84$ mm 的丝材, 并对中间丝材进行 $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ 和 $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ 的热处理。对制备的丝材和热处理后的试样进行光学显微镜、EBSD 等观察晶粒尺寸、晶界特征, 对比两种工艺丝材的拉伸强度、塑性等力学性能, 确立参数-组织-性能之间的关系。结果表明: 变形量小+退火次数多的工艺获得的丝材晶粒较大, 不能满足要求, 增加变形量并减少退火次数获得的丝材晶粒尺寸小, 抗拉强度和塑性均得到提高。 $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ 热处理后, 丝材试样中亚结构仍然大量存在, 大部分晶粒为变形晶粒, 变形晶粒的比例达到 73%, 再结晶晶粒比例为 16.4%; $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ 热处理后, 丝材试样中亚结构几乎消失, 大部分晶粒为再结晶晶粒, 再结晶晶粒比例为 93%, 变形晶粒的比例仅为 1.13%。冷拉后的丝材对热处理十分敏感, 在短时间内就可以完成再结晶过程。GH4169 合金丝材的最佳制备工艺为 $\phi 8.5$ mm 冷轧至 $\phi 6.6$ mm 后进行 $1\ 020\ ^\circ\text{C}$ 、 $2.5\ \text{m/min}$ 、氢气气氛在线退火最后冷轧至 $\phi 5.84$ mm。

关键词: GH4169 合金; 冷拉过程; 退火处理; EBSD; 力学性能

DOI: 10.20057/j.1003-8620.2024-00125 **中图分类号:** TG35

Effect of Cold Drawing Deformation and Annealing Treatment on Microstructure and Properties of GH4169 Wire

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

Abstract: In order to obtain GH4169 alloy wire with stable microstructure and properties, the effects of different cold drawing deformation and annealing process on the microstructure and properties of GH4169 alloy wire were studied. Two cold deformation paths were used to prepare $\phi 5.84$ mm wires, and the intermediate wires were heat treated at $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ and $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$. Optical microscope analysis of the prepared wire and the sample after heat treatment, EBSD analysis and other methods to observe the grain size and grain boundary characteristics, and compare the mechanical properties of the two kinds of processes of wires, such as tensile strength and plasticity, to establish the relationship between parameters-microstructure-properties. The results showed that the wires' grains obtained by the process of small deformation + more annealing times were large, which cannot meet the requirements of the index. The grain size of the wire obtained by increasing the deformation and reducing the annealing times was small, and the tensile strength and plasticity were improved. After heat treatment at $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$, there were still many substructures in the wire sample, most of the grains were deformed grains, the proportion of deformed grains was 73%, and the proportion of recrystallized grains was 16.4%; After heat treatment at $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$, the substructure in wire sample almost disappeared, most of the grains were recrystallized grains, the proportion of recrystallized grains was 93%, and the proportion of deformed grains was only 1.13%. Cold-drawn wire was very sensitive to heat treatment, and the recrystallization process could be completed in a very short time. The optimum fabrication process for GH4169 alloy wire is to cold-roll $\phi 8.5$ mm wire to $\phi 6.6$ mm, then perform an in-line annealing at $1\ 020\ ^\circ\text{C}$, $2.5\ \text{m/min}$, and hydrogen atmosphere, and finally cold-roll to $\phi 5.84$ mm.

Key Words: GH4169; Cold Drawing Process; Annealing Treatment; EBSD; Mechanical Property

GH4169 合金是一种沉淀强化镍基高温合金, 由于具有良好的抗氧化、抗腐蚀性能, 以及较高的强度, 而被广泛应用于核电领域, 例如: 压水堆蒸汽发生器传热管、定位格架和压紧系统弹簧^[1-4]。GH4169 合金丝材的制备工艺路线长, 包括真空感

应熔炼、保护气氛电渣、均匀化处理、开坯、热轧、冷轧、热处理。影响丝材质量最关键的参数是冷拉变形量、热处理制度, 直接影响其晶粒度和力学性能。

研究学者对高温合金的冷变形已经做了很多研究工作^[5-10]。杨春雷等^[5]利用电子背散射衍射

(EBSD)技术研究了GH4169合金固溶和冷拉过程中的微观组织演变规律。王涛等^[6]采用电子背散射衍射技术研究了镍基高温合金冷变形和再结晶退火过程中的组织演变、晶界特征分布、应变分布及织构演变规律,冷变形合金中产生了大量具有高角晶界(HAGBs)和低能的退火孪晶。增加HAGB比例和改善HAGB分布可以改善高温合金的力学性能。这些研究多聚焦变形量和热处理对组织性能的影响方面,而在实际丝材的制备过程中,针对不同规格的丝材,要设计不同的变形路径和热处理,要涉及多次冷拉和热处理,不同规格丝材的组织演变规律不尽相同。目前GH4169合金丝材的制备仍存在诸多难点,最终成品出现质量问题,可追溯性较差。因此,丝材的制备参数设计值得研究,本项目在理论和实验室试验的基础上,开展工业试制,建立实际工况下过程参数与组织和性能的内在关系。

1 试验材料及方法

试验用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、热轧制备得到GH4169合金 $\phi 8.5$ mm热轧丝坯,其化学成分见表1。

表1 GH4169合金的化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of GH4169 alloy %										
C	Cr	Ni	Nb	Mo	Al	Ti	Si	P	S	
0.031	18.91	52.41	5.841	2.91	0.58	0.98	0.021	0.004	0.0004	

丝坯规格为 $\phi 8.5$ mm,所有丝坯均进行1 050 °C/1 h退火处理,冷却方式为水冷。丝坯组织为均匀的等轴晶粒组织,晶粒度达到9.5级。

GH4169合金硬度较大,冷拉过程存在一定难度,出于丝材制备顺利进行和获得性能较佳丝材的考虑,设计了两种工艺路线。工艺1: $\phi 8.5$ mm \rightarrow $\phi 7.62$ mm \rightarrow 在线退火(1 020 °C、2.5 m/min、氢气气氛) \rightarrow $\phi 6.6$ mm \rightarrow 在线退火(1 020 °C、2.5 m/min、氢气气氛) \rightarrow $\phi 5.84$ mm;工艺2: $\phi 8.5$ mm \rightarrow $\phi 6.6$ mm \rightarrow 在线退火(1 020 °C、2.5 m/min、氢气气氛) \rightarrow $\phi 5.84$ mm。

按照GB/T 228.1—2010采用线切割将丝材制备过程的样品加工成拉伸试样。拉伸性能测试使用Instron 5982电子万能试验机进行,拉伸测试中试验机的速度为1.0 mm/min,每次试验均保持速度恒定。对试样进行镶嵌、磨制、抛光、腐蚀。利用Axio observer A1金相显微镜(OM)观察显微组织,腐蚀液配比为:CuSO₄:HCl:CH₃CH₂OH=1.5 g:40 mL:20 mL,腐蚀时间为:8~10 s。EBSD试样进行电抛光CH₃OH+20 mL H₂SO₄,电压为20 V,持续6 s。利用Channel 5软件分析EBSD。

2 试验结果分析

2.1 两种工艺的丝材组织和性能

图1为两种工艺得到 $\phi 5.84$ mm晶粒组织, $\phi 5.84$ mm冷拉态丝材(工艺1)的晶粒尺寸为70 μ m; $\phi 5.84$ mm冷拉态丝材(工艺2)的晶粒尺寸为30 μ m。

表2为两种工艺得到丝材的力学性能。 $\phi 5.84$ mm冷拉态丝材(工艺1)的抗拉强度为1 020 MPa,屈服强度为825 MPa,伸长率为18%; $\phi 5.84$ mm冷拉态丝材(工艺2)的抗拉强度为1 100 MPa,屈服强度为987 MPa,伸长率为19%。

对两种工艺制备的丝材的横向组织进行EBSD分析,分析结果如图2所示,工艺路线1丝材的变形组织比例较小,位错密度较小,小角度晶界比例较

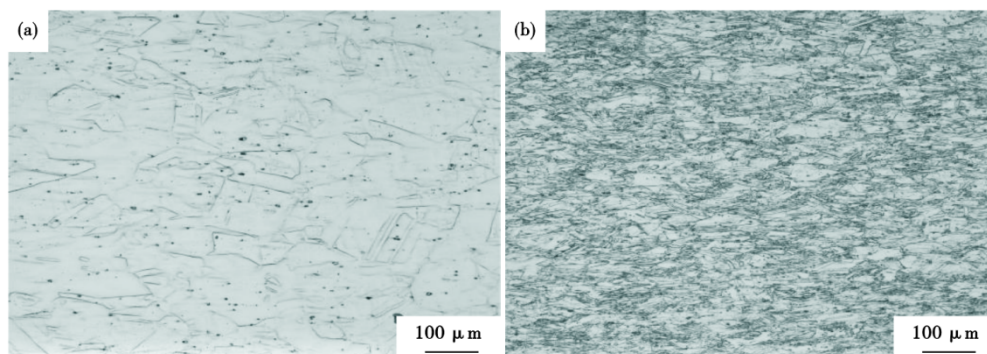


图1 两种工艺 $\phi 5.84$ mmGH4 169丝材的晶粒组织:(a)工艺1,(b)工艺2

Fig. 1 Grain structure of $\phi 5.84$ mm GH4 169 wire with two processes: (a) process 1, (b) process 2

表 2 两种工艺丝材的力学性能

Table 2 Mechanical properties of wire with two processes

工艺	抗拉强度/MPa	屈服强度/MPa	伸长率/%
1	1 020	825	18
2	1 100	987	19

小,合金组织发生了充分的再结晶过程;工艺路线2丝材的单道次变形量大,中间退火次数少,加工硬化更加明显,存在小角度晶界等亚结构和较高的位错密度,这些结构的存在和较小的晶粒使其强度增加,大幅度超过工艺路线1的强度,另外,较小的晶粒增加其塑性,组织内部积累的位错降低其塑性,

两者的综合作用使两种工艺的塑性相当。

2.2 热处理对微观组织的影响

为了明确中间热处理对冷拉丝材组织演变的影响,对工艺2中 $\phi 6.6$ mm的丝材进行 $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ 和 $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ 的热处理。

对热处理后的试样进行EBSD分析, $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ 丝材试样中亚结构仍然大量存在,如图3(a)所示,大部分的晶粒为变形晶粒,如图3(b)所示,变形晶粒的比例达到73%,再结晶晶粒比例为16.4%,如图3(c)所示; $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ 丝材试样中亚结构几乎消失,如图3(d)所示,大部分的晶粒

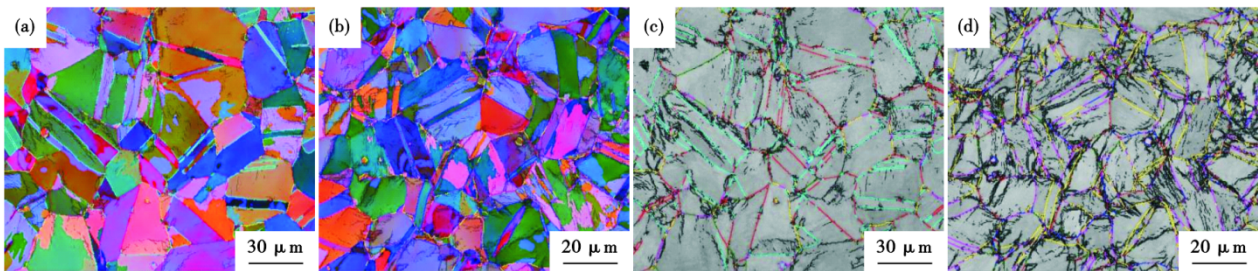


图2 两种工艺 $\phi 5.84$ mm GH4169丝材的EBSD:(a)工艺1的IPF,(b)工艺2的IPF,(c)工艺1的晶界分布,(d)工艺2的晶界分布

Fig. 2 EBSD of $\phi 5.84$ mm GH4169 wire with two processes: (a) IPF of process 1, (b) IPF of process 2, (c) grain boundary distribution of process 1, (d) grain boundary distribution of process 2

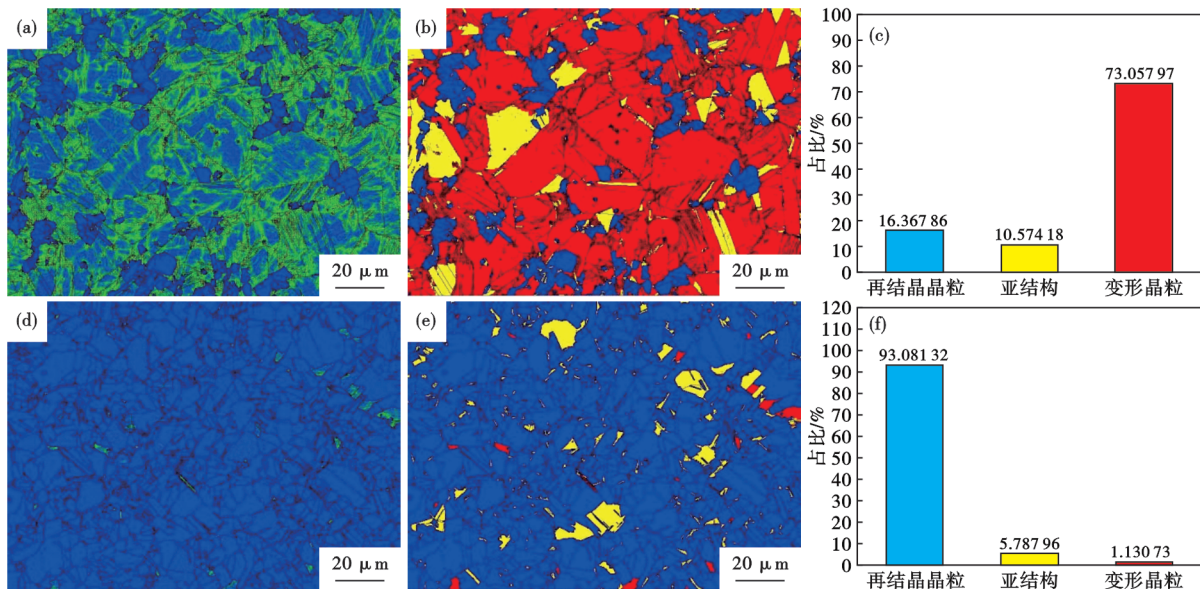


图3 $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ (a)(b)(c)和 $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ (d)(e)(f) GH4169 $\phi 6.6$ mm丝材的EBSD分析:(a) $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm丝材的KAM,(b) $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm丝材的再结晶组织结构,(c) $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm丝材的组织再结晶占比,(d) $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm丝材的KAM,(e) $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm丝材的组织再结晶组织,(f) $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm丝材的组织再结晶占比

Fig. 3 EBSD of $\phi 6.6$ mm GH4 169 wire with $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ (a)(b)(c)和 $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ (d)(e)(f) processes : (a)KAM of $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm wire, (b)recrystallization microstructure of $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm wire, (c) ratio of tissue recrystallization of $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm wire, (d) KAM of $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm wire, (e) recrystallization microstructure of $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm wire, (f) ratio of tissue recrystallization of $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ $\phi 6.6$ mm wire

为再结晶晶粒,如图3(e)所示,再结晶晶粒比例为93%,变形晶粒的比例仅为1.13%,如图3(f)所示,由此可见,冷拉后的丝材对热处理十分敏感,在很短的时间内就可以完成再结晶过程。

对两种工艺的过程样品进行分析。工艺路线1中, $\phi 7.62$ mm丝材的晶粒组织如图4(a)所示,退火后 $\phi 7.62$ mm丝材的晶粒组织如下图4(b)所示, $\phi 6.6$ mm晶粒组织如下图4(c)所示,退火后 $\phi 6.6$ mm丝材的晶粒组织如下图4(d)所示。工艺路线2中, $\phi 6.6$ mm晶粒组织如下图4(e)所示,退火后 $\phi 6.6$ mm丝材的晶粒组织如下图4(f)所示。

冷拉态 $\phi 7.62$ mm丝材的晶粒尺寸为 $9\ \mu\text{m}$,热处理态 $\phi 7.62$ mm丝材的晶粒尺寸为 $33\ \mu\text{m}$,冷拉态 $\phi 6.6$ mm丝材(工艺1)的晶粒尺寸为 $23\ \mu\text{m}$,热处理态 $\phi 6.6$ mm丝材(工艺1)的晶粒尺寸为 $62\ \mu\text{m}$;冷拉态 $\phi 6.6$ mm丝材(工艺2)的晶粒尺寸为 $7\ \mu\text{m}$,热处理态 $\phi 6.6$ mm丝材(工艺2)的晶粒尺寸为 $26\ \mu\text{m}$ 。

在冷拉过程中,由于温度低于合金的再结晶温度,冷拉过程没有发生再结晶和晶粒长大过程,这个过程发生的主要为位错的累积,织物的形成和晶粒的破碎,冷拉态 $\phi 6.6$ mm丝材(工艺2)晶粒尺寸小于冷拉态 $\phi 7.62$ mm丝材(工艺1)的晶粒尺寸,工艺路线1制备的丝材晶粒尺寸略大,主要是由于大的变形量增大了晶粒的破碎程度。经过热处理之后,合

金发生软化过程,晶粒长大。由图3分析可知,冷拉丝材对温度非常敏感,在很短的时间内就可以完成再结晶过程,时间延长,就会发生晶粒长大过程。两种工艺之间的差别主要在于冷拉态 $\phi 6.6$ mm丝材的晶粒尺寸上,从而影响了后续的晶粒尺寸的差别。冷拉态 $\phi 6.6$ mm丝材(工艺1)的晶粒尺寸小于冷拉态 $\phi 6.6$ mm丝材(工艺2)的晶粒尺寸,主要是因为冷拉态 $\phi 6.6$ mm丝材(工艺1)的道次变形量小,破碎程度小;此外,经历了两次热处理工序,合金经历了长时间的软化和晶粒长大过程,内部积累的储存能释放,形成新的再结晶晶粒,经过两次退火晶粒长大过程时间更长,最终的晶粒较大。

3 结论

1)变形量小+退火次数多的工艺获得的丝材的晶粒较大,不能满足指标的要求,增加变形量并减少退火次数获得的丝材晶粒尺寸小,抗拉强度得到提高。

2)两种工艺的横向试样进行EBSD分析,结果表明,增加变形量并减少退火次数获得的丝材位错密度大,变形晶粒比例大。

3) $1\ 020\ ^\circ\text{C}/1\ \text{min}$ 热处理后,丝材试样中亚结构仍然大量存在,大部分的晶粒为变形晶粒,变形晶粒的比例达到73%,再结晶晶粒比例为16.4%; $1\ 020\ ^\circ\text{C}/10\ \text{min}$ 热处理后,丝材试样中亚结构消失,

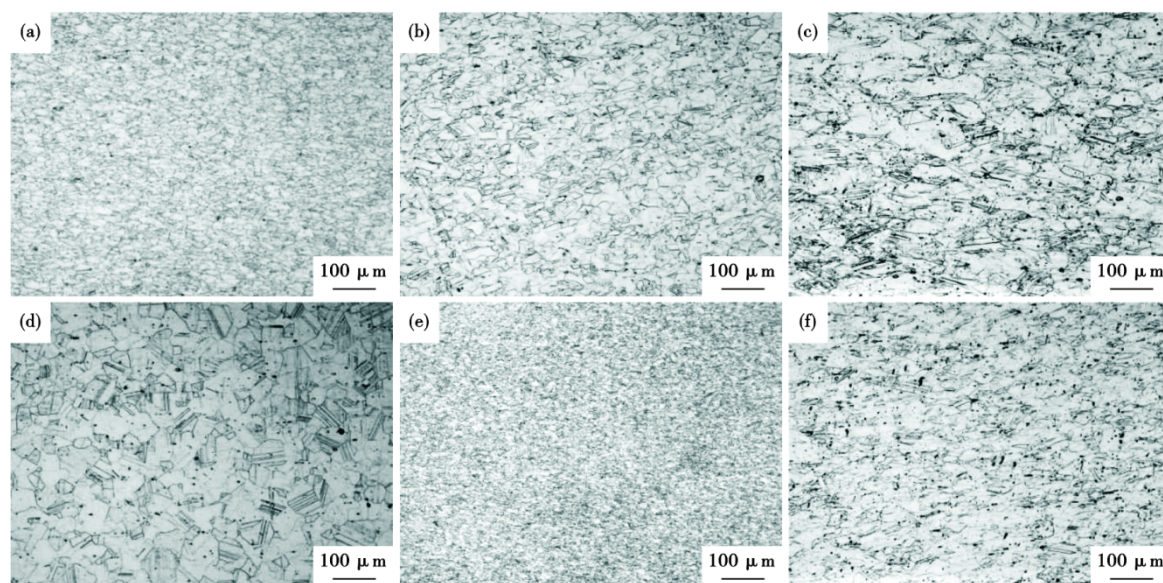


图4 GH4169丝材制备中间样品的晶粒组织:(a) $\phi 7.62$ mm冷拉丝材,(b) $\phi 7.62$ mm热处理丝材,(c) $\phi 6.6$ mm冷拉丝材(工艺一),(d) $\phi 6.6$ mm热处理丝材(工艺一),(e) $\phi 6.6$ mm冷拉丝材(工艺二),(f) $\phi 6.6$ mm热处理丝材(工艺二)

Fig. 4 Grain structure of intermediate sample prepared by wire : (a) $\phi 7.62$ mm cold drawn wire, (b) $\phi 7.62$ mm heat-treated wire, (c) $\phi 6.6$ mm cold drawn wire(process 1), (d) $\phi 6.6$ mm heat-treated wire(process 1), (e) $\phi 6.6$ mm cold drawn wire(process 2), (f) $\phi 6.6$ mm heat-treated wire(process 2)

再结晶晶粒比例为 93%，变形晶粒的比例仅为 1.13%。冷拉后的丝材对热处理十分敏感，在很短的时间内就可以完成再结晶过程。

参考文献

- [1] Ye N Y, Cheng M, Zhang S H, et al. Effect of δ phase on mechanical properties of GH4169 alloy at room temperature[J]. Journal of Iron and Steel Research International, 2015, 22 (8) : 752-756.
- [2] Xue H, Zhao J Q, Liu Y K, et al. δ -phase precipitation regularity of cold-rolled fine-grained GH4169 alloy plate and its effect on mechanical properties [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2020, 30(12): 3287-3295.
- [3] 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.
- [4] 吕 达, 韩彦光, 崔 毅, 等. GH4169 高温合金的热加工工艺 [J]. 金属热处理, 2023, 48(8): 132-137.
- [5] 杨春雷, 沈海军, 王国栋, 等. GH4169 合金固溶及冷拉过程的微观组织演变行为[J]. 金属热处理, 2023, 48(10): 231-238.
- [6] 王 涛, 丁雨田, 王兴茂, 等. 镍基高温合金在变形热处理过程中的组织和织构演变[J]. 稀有金属材料与工程, 2023, 52 (5): 1555-1564.
- [7] 牛永吉, 张志伟, 安 宁, 等. 一种镍基高温合金冷加工工艺特性研究[J]. 金属材料研究, 2022, 1: 28-31.
- [8] 刘瑞毅. GH4169 高温合金组织与性能的研究[D]. 上海: 东华大学, 2013.
- [9] 周 靖. GH80A 棒材冷拉和热处理过程中的组织性能研究 [D]. 上海: 上海大学, 2006.
- [10] 王明波, 贺文海, 刘海定, 等. 核电工程用高温合金丝材的研制[J]. 功能材料, 2017, 48(5): 5190-5192.

4)合金丝材最佳的制备工艺为 $\phi 8.5$ mm冷拉至 $\phi 6.6$ mm后进行 $1\ 020\ ^\circ\text{C}$ 、 $2.5\ \text{m/min}$ 、氢气气氛在线退火最后冷拉至 $\phi 5.84$ mm。