DOI:10.16410/j.issn1000-8365.2021.03.005

大型 GH4169 合金锻造棒组织缺陷分析

董兆伟[1],徐奎奎[1],孙立辉[1],刘　猛[2],王　杨[3],董中奇[3]

(1.河北经贸大学 信息技术学院,河北 石家庄 050061;2.中航上大高温合金材料有限公司 技术中心,河北 清河 054800;3.河北工业职业技术大学 材料工程系,河北 石家庄 050000)

摘　要:采用真空感应-气氛保护-真空自耗"三联冶炼技术"制备了 GH4169 合金,经锻造和标准热处理后,采用扫描电镜和 X 射线衍射分析 GH4169 合金大棒材的组织缺陷,统计分析并模拟了组织缺陷的变化规律。结果表明,GH4169 合金锻件晶粒度细小,含有 δ 相、γ′相、γ″相、MC 碳化物相,从棒材的心部到边缘合金中 MC 碳化物相峰高有先减小后增加的趋势;棒材中心小缺陷分布密集,边缘缺陷稀疏且以大缺陷为主;靠近最外层,大缺陷分布也很密集。

关键词:GH4169 合金;晶粒细化;锻造;热处理

中图分类号:TG316; TG113　　**文献标识码**:A　　**文章编号**:1000-8365(2021)03-0180-05

Defect Analysis of Large GH4169 Alloy Forged Bar

DONG Zhaowei[1], XU Kuikui[1], SUN Lihui[1], LIU Meng[2], WANG Yang[3], DONG Zhongqi[3]

(1. School of Information Technology, Hebei University of Economics and Technology, Shijiazhuang 050061, China; 2. Avic Shangda Superalloys Co.,Ltd., Technology Center, Qinghe 054800, China; 3. Department of Material Engineering, Hebei Vocational and Technical University of Technology, Shijiazhuang 050000, China)

Abstract: GH4169 alloy was prepared by vacuum induction, atmosphere protection-vacuum self-consumption "triple smelting technology". After forging and standard heat treatment, the microstructure defects of GH4169 alloy bar were analyzed by scanning electron microscope (SEM) and X-ray diffraction (XRD), and the variation law of microstructure defects was statistically analyzed and simulated. The results show that the grain size of GH4169 alloy forgings is fine, including δ-phase, γ′-phase, γ″-phase and MC carbide phase. The peak height of MC carbide phase decreases first and then increases from the core to the edge of the alloy. The distribution of small defects in the center of bar is dense, while the defects in the edge are sparse and the major defects are dominant. Near the outermost layer, the distribution of large defects is also very dense.

Key words: GH4169alloy; grain refinement; forging; heat treatment

GH4169 合金在高温环境下具有抗蠕变、高强度、耐疲劳等良好的综合性能[1-4],在航空发动机的高温部件使用率超过 50%,其发展直接关乎着航空武器装备实力的提升[5]。目前,GH4169 合金虽已基本满足我国航空发动机的需要,但与国外的 Inconel718 合金相比,GH4169 合金在化学成分、冶炼工艺、开坯工艺和模锻工艺等方面还存在着差异,主要表现在冶炼工艺路线不合理或技术参数不精准造成的冶金缺陷黑斑以及合金组织均匀性较差造成的加工后的裂隙和浅坑[6]。为此,本文作者主要对 GH4169 合金锻件组织缺陷分布规律进行了系统的研究,并且根据缺陷分布的位置通过 SolidWorks 软件对 GH4169 合金表面的缺陷位置以及缺陷形貌进行了模拟仿真。

1　试验材料与方法

1.1　试验材料

试验采用的 GH4169 合金是中航上大高温合金材料有限公司,采用真空感应-气氛保护-真空自耗"三联冶炼技术"及锻造工艺生产的大棒材(合金主要成分如表 1,加工过程如表 2)。GH4169 合金大棒材锻后采用标准热处理:92 炉号 (950 ~980 ℃)±10 ℃,保温 1 h,水冷+720 ℃±5 ℃,保温 8 h,以 50 ℃/h 炉冷至 620 ℃±5 ℃,保温 8 h,空冷。"

1.2　试验方法

GH4169 合金大棒材直径 φ220 mm,采用线切割按照图 1(a),从棒材端面沿着直径,切割出一条长 220 mm 宽 10 mm 的长条,将所切割的长条等分成 28 份,同时按顺序编号,从棒材端面中心到边缘的样品编号为 16~28,所切的样品如图 1(b)。

收稿日期:2021-01-15

基金项目:河北省重点研发计划项目资助(20311007D)

作者简介:董兆伟(1967—),河北石家庄人,教授,博士,博士生导师.研究方向:机械学与材料力学.

电话:(0311)87655908,Email:dong-zw@163.com

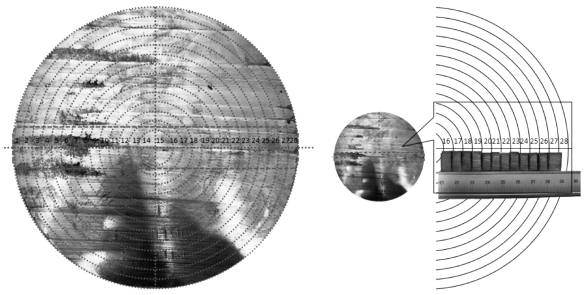
(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

表1 GH4169合金主要成分 *w*(%)
Tab.1 Chemical composition of GH4169 alloy

C	Mn	Si	Cr	P	Ni	Mo	Ti	Cu	Nb	Co	Ta	剩余
0.03	0.03	0.06	17.94	0.011	53.34	2.94	0.42	0.02	5.37	0.29	<0.03	Fe

表 2 GH4169 合金锻造过程
Tab.2 Forging process of GH4169 alloy

火次	操作说明	变形量	加热温度/℃	保温时间	开锻 / 终锻温度/℃
1	压钳把	27%	1 100		1 023/907
2	压钳把、中切	27%	1 100	1 h 31 min	1 027/918
3	墩拔	镦粗 1/3	1 100	2 h 1 min	1 021/
4	墩拔	镦粗 1/3	1 080	1 h 19 min	
5	拔长	33%	1 050	1 h 17 min	
6	拔长	26%	1 020	1 h 10 min	
7	拔长	26%	1 020	1 h 27 min	900
8	拔长	25%	1 020	1 h 27 min	900



(a)GH4169合金截面　　(b)Gh4169合金取样区

图 1 GH4169 合金取样区域
Fig.1 Schematic diagram of sampling area of GH4169 alloy

GH4169 合金样品经线切割、热镶、磨样、抛光后，先采用日本产尼康 LV100ND 金相显微镜进行金相分析，然后在采用用 VEGA3SBH 扫描电镜以及扫描电镜自带的能谱分析仪分析合金显微组织和相成分。同时在岛津 X 射线衍射仪 XRD-7000 上采用 Cu-Kα 靶测定粉末样品的 X 射线衍射谱,分析样品的晶体结构。使用配比为 20 mL 盐酸 +20 mL 无水乙醇 +1.5 g 五水合硫酸铜的腐蚀溶液进行化学腐蚀[7]后,再用金相显微镜和扫描电镜进行一次金相分析。分析时将 12 个样品按照由内径到外径的位置顺序进行编号依次进行分析，按照从上到下,从左到右的顺序,采用 Image-proplus 软件统计分析记录缺陷的形貌以及存在于合金表面的位置。

2　试验结果及讨论

2.1　GH4169 合金锻造组织结构分析

GH4169 合金锻件 X 射线衍射图谱，其结果如图 2 所示,其中,(a)为 16 号、(b)为 20 号、(c)为 24 号和(d)为 28 号。由图 2 可知,GH4169 合金锻件中皆含有 δ 相、γ′相、γ″相、MC 碳化物相,这表明锻造工艺并未改变 GH4169 合金中相的种类，但是从棒材

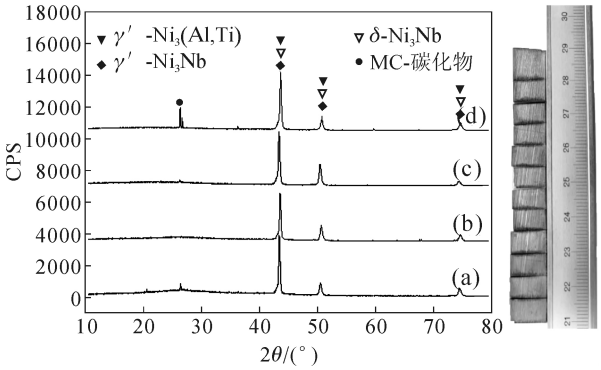


图 2 GH4169 合金锻件 XRD 分析
Fig.2 XRD analysis of GH4169 alloys forging

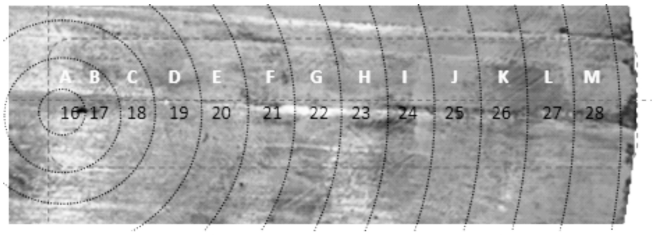
的心部到边缘合金中 MC 碳化物相峰高有先减小后增加的趋势。

图 3 为 GH4169 合金锻件的显微组织分析,3(O)为沿大棒截面的中心向边缘的宏观照片,将其分成 12 个区域,分别用 A~M 标注。GH4169 合金经锻造处理后不同位置的显微组织形貌如图 3(A)~(M),可以看出,GH4169 合金锻件,沿大棒截面的中心向边缘的晶粒尺寸相近,且较均匀,约为 1~5 μm,但组织缺陷、晶界形态及析出相分布有明显差别。其中,GH4169 合金中心部位的组织形貌,如图 3(A~H)所示,合金中晶粒尺寸细小,在晶界处无析出相,而在晶面有三角状的空隙(孔洞)缺陷,并且有方形的析出物,析出物的直径大约在 10 μm。从图 3(I~M)合金中晶粒有较多孪晶,如图中箭头标注所示,同时有粒状相在晶内弥散析出。

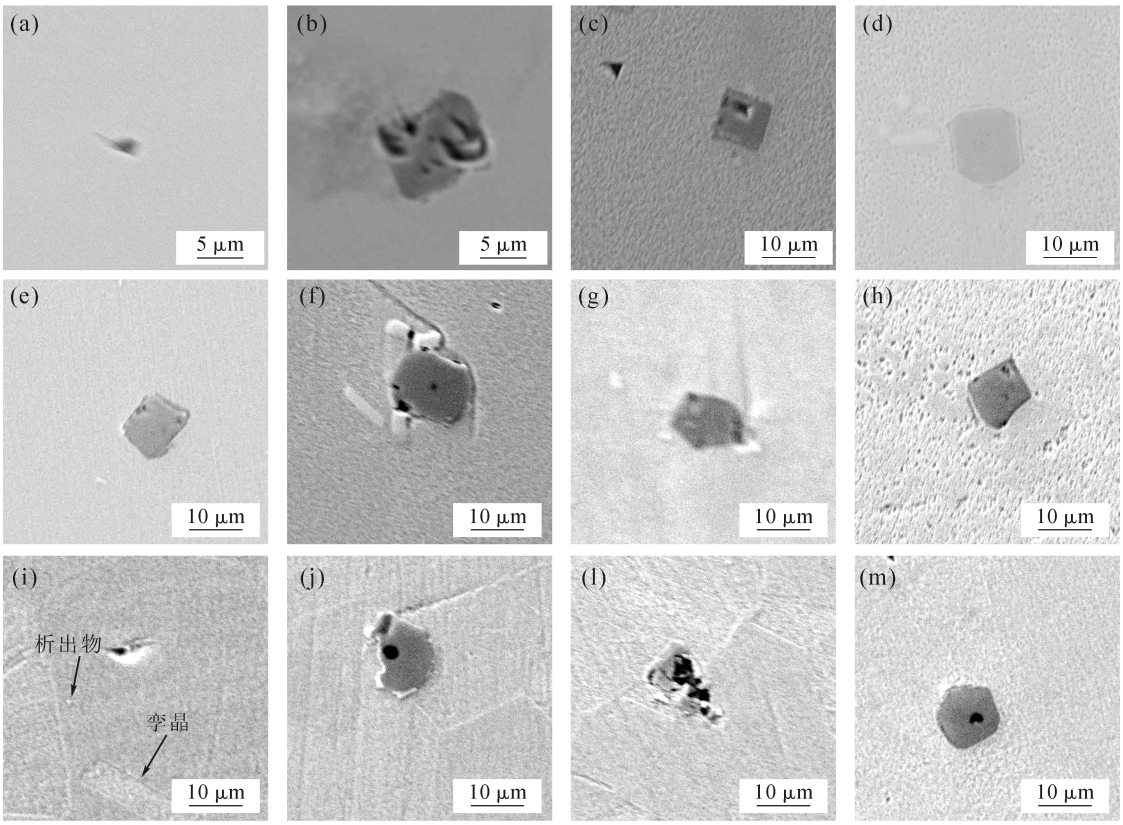
GH4169 合金能获得细小晶粒，这是由锻造生产工艺决定的[7-9]。从 GH4169 合金大棒材的锻造生产工艺表 2 中，可知 GH4169 合金大棒材的锻造墩拔火次 1~5 的加热温度分别为:1 100、1 100、1 100、1 080 和 1 050 ℃；保温时间分别为:1 h 31 min、2 h 1 min、1 h 19 min 和 1 h 17 min；且变形量分别为:27%、27%、镦粗 1/3、镦粗 1/3 和 33%。开锻 / 终锻温度:1 023/907 ℃、1 027/918 ℃和 1 021/900 ℃。在锻造过程中,GH4169 合金的锻造时变形温度低于 1 020 ℃,且一次变形量在 27%以上。

1 050~1 100 ℃的固溶温度超过 1 020 ℃的静态再结晶温度,在固溶–热锻阶段,合金中各种元素能充分均匀地溶解于基体相中，达到降低内应力的作用;同时,低温锻造能够有效的抑制晶粒长大;另外,1~5 次锻造变形，原有大晶粒沿变形方向被拉长或

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net



(o)GH4169合金锻件截面中心到边缘的宏观形貌



(a)~(m)为GH4169合金锻件12个取样区域

图 3 GH4169 合金锻件的显微组织分析

Fig.3 SEM analysis of GH4169 alloy forged bar

挤压,储存畸变能,为后续晶粒细化提供能量基础,随着 GH4169 合金的锻件内部能量大量的积累,即合金再结晶的形核能,在这个过程中同号位错相互叠加排列形成位错墙,从而形成小角度晶界(形成孪晶)。此外,大部分位错缠结形成胞状结构,随着保温时间的增长进一步形成亚晶,亚晶作为再结晶形核的核心将会发展为无畸变晶粒。随着保温时间增长,新生成的无畸变晶粒越来越密集,从而无畸变晶粒代替畸变组织,达到晶粒细化的目的。亚晶的晶界扩展时,其会遇到基体中的 δ 相和 MC 碳化物相,由于 δ 相和 MC 碳化物相与基体之间是非共格界面,晶界要越过 δ 相和 MC 碳化物相,并进一步扩张需要较高的激活能。并且当再结晶晶粒的晶界移动到 δ 相和 MC 碳化物相的另一侧时,会消耗能量,晶界移动的驱动力将大大减小,晶界的迁移受到 δ 相和 MC 碳化物相的阻碍而难以继续,新生晶粒保持现有的大小,最终得到细化的晶粒。

通过对比图 3 中深色析出物看出,合金锻件中心处的析出物为方形大颗粒,沿着中心向边缘逐渐转变为椭圆形,并且在晶界处析出了短棒状和点状 δ 相。分别对图 3 中深色析出物颗粒析出相进行能谱分析(EDS),其结果如表 3,从元素成分表中可以看出大颗粒析出相的主要成分为 C 和 Nb,二者原子百分比 约为 1:1,因此可以推断图 3 中大颗粒析出相属于 MC 型碳化物 NbC,大颗粒析出相经锻造及热处理后形态由中心的方形变成了边缘部的椭

表3 GH4169合金中析出物主要成分

Tab.3 Energy spectrum analysis result of particle precipitation phase of GH4169 alloy

元素	C	Cr	Ni	Mo	Ti	Nb	Fe	剩余
w(%)	9.84	2.56	4.91	4.42	4.56	68.57	2.69	2.45
at(%)	42.07	2.53	4.29	2.37	4.89	37.92	2.48	3.44

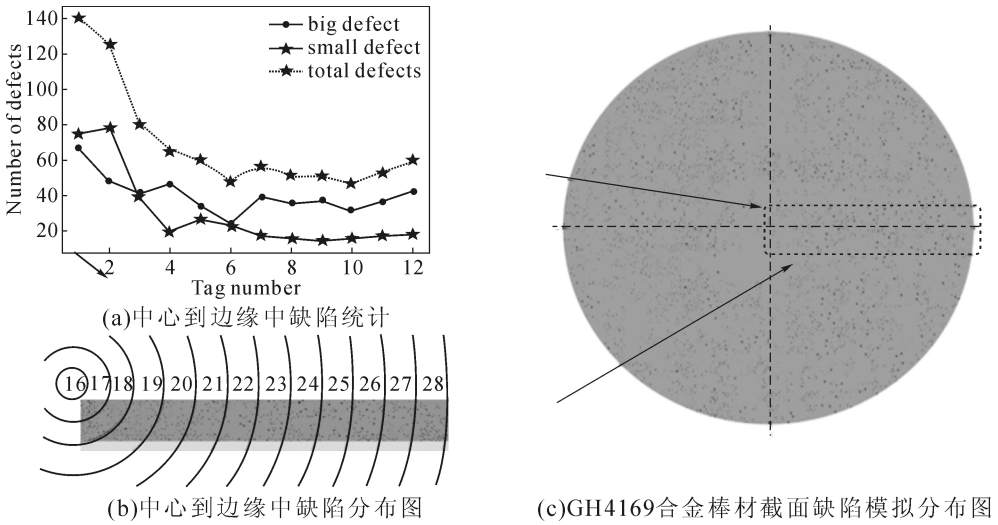
(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

圆形。

2.2　GH4169 合金锻造组织缺陷分布模拟仿真分析

采用 Image-proplus 软件统计分析记录缺陷的形貌以及存在于合金表面的位置。在仿真缺陷分布过程中,首先将在扫描电镜中拍下的照片按照顺序在 word 中排放整齐，然后在 PhotoShop 中导入在 SolidWorks 中已经创建的金属长条，按照 word 中图片上缺陷存在的具体位置,大小以及形貌在金属长条上进行像素级刻画。

图 4 是 GH4169 合金锻件截面上缺陷分布图。在 SolidWorks 中创建一个长宽比为 10:7 的金属长条,复制相同的 12 份以长边对接在一起。缺陷大小以像素点为单位，按照 1:2:3:4 的大小比例在 SolidWorks 中创建的金属条上进行仿真，最小的缺陷仅为 1 个像素点大小。缺陷形貌根据 3 000 倍显微镜下缺陷实际形状进行刻画。



(a)中心到边缘中缺陷统计

(b)中心到边缘中缺陷分布图

(c)GH4169合金棒材截面缺陷模拟分布图

图 4 GH4169 合金锻件截面上的缺陷分布

Fig.4 Defect distribution of GH4169 alloy forged bar

4(a)是沿大棒截面的中心向边缘中缺陷的分布统计,4(b)是沿大棒截面的中心向边缘中缺陷分布图,图 4(c)是 GH4169 合金棒材截面中缺陷的模拟分布图,从图中可以看出,内部缺陷分布密集且小的缺陷较多,外部缺陷稀疏且以大缺陷为主,但在靠近最外层大缺陷分布也很密集。

这些(孔洞)缺陷可能是由于锻造形变过程中晶界的滑动引起的[10-14],在不同晶粒内的滑移迹线保持直线特征,不同取向的滑移迹线相互交割,致使晶内沿单取向滑移迹线的边界处产生孔洞;同时,因为 δ 相和 MC 碳化物相析出,MC 碳化物相主要是 Nb(C,N)和 Ti(C,N),硬而脆,由图 3 可以看出 MC 碳化物相越靠近边缘部位变形越大，在晶界滑动时,由于 MC 碳化物相的存在晶界的一些曲折部位会形成孔洞。并且,由于晶界析出的 δ 相可以起到钉扎位错的作用，在滑移过程中由于 δ 相的阻碍作用造成位错塞积，再由于塑性变形的不均匀而形成孔洞,这也是造成靠近最外层大缺陷分布密集的原因。

3　结论

(1)GH4169 合金锻件晶粒度细小,含有 δ 相、γ' 相、γ'' 相、MC 碳化物相,从棒材的心部到边缘合金中 MC 碳化物相峰高有先减小后增加的趋势。

(2)GH4169 合金锻件组织靠近中心部小缺陷分布密集,靠近边缘部缺陷稀疏且以大缺陷为主,但在靠近最外层大缺陷分布也很密集。

参考文献:

[1] 蒋世川. GH4169 高温合金热变形行为及组织演变 [J]. 钢铁钒钛, 2018, 39(2):146-152.

[2] 王泗瑞. GH4169 高温合金多向锻造工艺微观组织演变模拟研究[D]. 秦皇岛:燕山大学, 2019.

[3] 夏天. 纳米颗粒弥散强化超细晶高温合金的显微组织和力学性能[D]. 上海:上海交通大学, 2018.

[4] 陈佳语. 高温合金铸锭均匀化开坯工艺制定依据及优化控制原则[D]. 北京:北京科技大学, 2018.

[5] 黄海，兰箭，顾青. GH4169 高温合金晶粒长大动力学模型[J/OL]. 热加工工艺:1-4 [2021-01-15]. https://doi.org/10.14158/j.cnki.1001-3814.20200446.

[6] 薛朝华,阙利果. 不同热处理工艺对 GH4169合金显微组织和硬度的影响[J]. 云南化工, 2020, 47(12):110-112.

[7] QU Xiangming, ZHANG Yongkang, LIU Jun, de Oliveira Correia José António Fonseca. Numerical Simulation on Residual Stress Field of Flat-Topped Laser Oblique Shocking of Ni-Based Alloy GH4169[J]. Advances in Materials Science and Engineering, 2020, 2020.

(下转第 187 页)

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

合考虑生产条件和成本因素，选择合适的压制压力进行制造。

参考文献：

[1] 费多尔钦科著. 北京钢铁学院粉末冶金教研室译. 粉末冶金原理[M]. 北京：冶金工业出版社，1974.

[2] 王盘鑫. 粉末冶金学[M]. 北京：冶金工业出版社，1997.

[3] 宋玉强，李世春. 压制压力对 Cu-Ni 系粉末烧结行为的影响[J]. 材料开发与应用，2003，5(18)：10-13.

[4] 赖康华，杜明章，雷新华，等. 正交试验在粉末药型罩制造工艺参数研究的应用[J]. 爆破器材，2010，6(39)：34-40.

[5] 付代轩，李云，谢湛. 粘结制粒复合粉末应用于射孔弹药型罩压制的研究[J]. 测井技术，2008，5(32)：479-482.

[6] 郝伟，刘天，王凤英. 粉末药型罩铸造过程中粉粒大小和形状对射流性能影响[J]. 铸造技术，2012，3(33)：342-344.

[7] 宋志伟，王凤英，刘天生. 钨铜粉末药型罩制备工艺的灰色度分析[J]. 铸造技术，2011，32(12)：1724-1726.

[8] GB/T 20489-2006，油气井聚能射孔器材通用技术条件[S].

[9] 胡建华，尚会森，程呈，等. 金属粉压制成形理论与工艺进展[J]. 材料热处理技术，2012，20(41)：45-48.

[10] 汪明波. 粉末压制成形的研究[D]. 长春：吉林大学，2007.

[11] 韩欢庆，陈飞雄，甘乐，等. 钨在药型罩中的应用[J]. 中国钨业，2004，19(1)：26-28.

[12] 中国石油天然气总公司. 油气井聚能射孔器通用技术条件：SY/T 5128-1997[S].

（上接第 183 页）

[8] 王迪，杨树峰，曲敬龙，等. GH4169 电渣重熔铸锭表层夹杂物分布规律 [J]. 钢铁:2021，1-8. https://doi.org/10.13228/j.boyuan.issn0449-749x.20200270.

[9] XUE Hao, ZHAO Jing-qi, LIU Yong-kang, 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).

[10] 陈金仝，蒋海清，潘绘伊，等. 热处理工艺对 GH4169 合金组织和性能影响[J]. 钢铁钒钛, 2018, 39(6):168-172.

[11] 王春光，王东哲，万红，等. 锻造及热处理工艺对 GH4169 合金组织与性能的影响[J]. 锻压技术, 2014, 39(12):14-18.

[12] 李振荣. 制备工艺及热处理对 GH4169 合金组织与性能的影响[D]. 沈阳：沈阳工业大学，2012.

[13] 马军，申佳林，李茂明，等. 化学成分对 GH4169 合金组织与力学性能的影响[J]. 金属热处理，2020，45(12):197-204.

[14] XUE Hao, ZHAO Jing-qi, LIU Yong-kang, et al. δ-phase precipitation regularity of cold-rolled fine-grained GH4169 alloy plate and its effect on mechanical properties[J]. Trans. Nonferrous Met. Soc. China 30(2020) 3287-3295.

2021年《铸造技术》杂志征订启事

《铸造技术》杂志，中文核心期刊，月刊，1979年创刊，中国铸造协会会刊，被20余家数据库收录。中国标准连续出版物号：ISSN1000-8365/CN 61-1134/TG，国内外公开发行，国内邮发代号：52-64，国外发行号：M855。

报道范围：报道国内外铸造领域的先进科技成果、实用工艺技术、生产管理经验以及铸造行业发展动态。内容涵盖铸造成型工艺和铸造材料研究，并兼顾其他金属材料成型方法。

主要栏目：试验研究、工艺技术、生产技术、装备技术、特种铸造、实用成型技术、材料改性、应力控制与理化测试技术、今日铸造、企业精英人物专访等。

发行对象：国内外铸造企业，科研院所，高等学校，铸造原辅材料厂商，设备、仪器厂商，铸件采购商等。

广告范围：刊登铸造设备、熔炼设备、环保设备、铸造原辅材料、检测仪器以及铸件生产、热处理设备、科研成果转让等相关信息。

订阅方式及价格：

请从当地邮局订阅，也可以直接从铸造技术杂志社订阅。全年12期，每期定价25元，平寄全年300元（含邮费），挂号全年336元，快递全年420元。

海外：每期定价25美元，全年300美元。

银行汇款：

户　名：陕西铸造技术杂志社有限责任公司

账　号：3700 0235 0920 0091 309

开户行：中国工商银行西安市互助路支行

邮购地址：西安市金花南路5号西安理工大学608信箱（710048）

联系人：李巧凤　　电话/传真：13991824906

网址：www.zhuzaojishu.net　　Email：zzjs@263.net.cn

微信扫一扫 信息快知道

(C)1994-2021 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net