

引用格式:李睿,葛森,牛犇,等.加工工艺对中Si 12%Cr低活化铁素体/马氏体钢包壳管材微观组织与力学性能的影响[J].材料工程,2026,54(9):216-225.

LI Rui, GE Sen, NIU Ben, et al. Effects of process technologies on microstructures and mechanical properties of medium Si 12%Cr reduced activation ferrite/martensite steel cladding tubes[J]. Journal of Materials Engineering, 2026, 54(9): 216-225.

加工工艺对中Si 12%Cr低活化铁素体/马氏体钢包壳管材微观组织与力学性能的影响

李睿¹, 葛森¹, 牛犇¹, 潘钱付², 刘超红², 王清^{1*}

(1 大连理工大学材料科学与工程学院 高熵合金材料(辽宁省)工程研究中心, 辽宁 大连 116024;

2 中国核动力研究设计院 反应堆燃料及材料重点实验室, 成都 610213)

摘要:采用两种不同变形量的成型工艺(工艺1和工艺2)对低活化铁素体/马氏体(RAFM)钢(Fe-0.21C-11.76Cr-1.41W-0.20V-0.17Ta-0.63Si-0.51Mn-0.015N, 质量分数/%)管材微观组织及力学性能的影响进行研究。结果表明:轧制变形量由44%逐渐增加至66%(工艺1)时,管材的马氏体基体转变为细小的铁素体基体,屈服强度 σ_y 由302 MPa提高至407 MPa,伸长率El由28.6%减小到25.8%,抗拉强度 σ_U 基本不变。而工艺2(变形量53%~57%)中管材的基体组织同样发生马氏体向铁素体的转变,但是由于变形量相对较小,完全再结晶发生延后, σ_y 由初始的487 MPa减小到364 MPa,El由23.9%增加到36.3%。两种工艺的管材分别进行44%和66%变形量终轧后进行相同的正、回火处理,成品管材组织均表现为碳化物粒子均匀分布在板条马氏体基体上,室温力学性能相当($\sigma_y=590\sim 597$ MPa, $\sigma_U=810\sim 817$ MPa, El=20.7%~22.8%),但工艺2成品管材的高温力学性能($\sigma_y=357$ MPa, $\sigma_U=380$ MPa, El=16.3%)略低于工艺1($\sigma_y=383$ MPa, $\sigma_U=446$ MPa, El=21.6%)。

关键词:低活化铁素体马氏体钢;挤压-冷轧-退火;变形量;力学性能;强化机制

doi: 10.11868/j.issn.1001-4381.2024.000438 **CSTR:** 32421.14.j.issn.1001-4381.2024.000438

中图分类号: TG376; TG335.12 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2026)09-0216-10

Effects of process technologies on microstructures and mechanical properties of medium Si 12%Cr reduced activation ferrite/martensite steel cladding tubes

LI Rui¹, GE Sen¹, NIU Ben¹, PAN Qianfu², LIU Chaohong², WANG Qing^{1*}

(1 Engineering Research Center for High Entropy Alloy Materials (Liaoning Province), School of Materials Science and Engineering, Dalian University of Technology, Dalian 116024, Liaoning, China;

2 Key Laboratory for Reactor Fuel and Materials, Nuclear Power Institute of China, Chengdu 610213, China)

Abstract: The effects of two different deformation processes (process 1 and process 2) on the microstructure and mechanical properties of reduced activation ferrite/martensite (RAFM) steel (Fe-0.21C-11.76Cr-1.41W-0.20V-0.17Ta-0.63Si-0.51Mn-0.015N, mass fraction/%) tubes are studied. The results show that when the rolling deformation of process 1 gradually increases from 44% to 66%, the tubes' martensitic matrix transforms into fine ferritic matrix, the yield strength(σ_y) increases from 302 MPa to 407 MPa, the elongation (El) decreases from 28.6% to 25.8%, and the tensile strength(σ_U) remains basically unchanged. The matrix microstructure of process 2 (deformation amount 53%-57%) tubes also undergoes the transformation from martensite to ferrite, but due to the relatively small deformation amount, complete recrystallization is delayed, and σ_y decreases from 487 MPa to 364 MPa, and El increases from 23.9% to 36.3%. The tubes of two processes are subjected to the same forward and tempering treatments after final rolling with 44% and 66% deformation respectively. The microstructure of

the finished tubes shows that carbide particles are evenly distributed on the matrix of lath martensite, and their mechanical properties at room temperature are equivalent ($\sigma_y=590\text{--}597\text{ MPa}$, $\sigma_U=810\text{--}817\text{ MPa}$, $El=20.7\%\text{--}22.8\%$). However, the high-temperature mechanical properties of the finished tubes of process 2 ($\sigma_y=357\text{ MPa}$, $\sigma_U=380\text{ MPa}$, $El=16.3\%$) are slightly lower than that of process 1 ($\sigma_y=383\text{ MPa}$, $\sigma_U=446\text{ MPa}$, $El=21.6\%$).

Key words: reduced activation ferritic/martensite steel; extrusion-cold rolling-annealing; deformation; mechanical property; strengthening mechanism

全球对无碳能源需求的增长加速了核电行业的发展。其中,铅冷快中子反应堆(lead-cooled fast reactor, LFR)因其良好的导热性和中子经济性成为第四代核反应堆的主力堆型^[1-4]。由于反应堆结构材料服役环境恶劣,包括高辐照剂量(50~150 dpa)、液态铅/铅铋共晶合金(lead-bismuth eutectic, LBE)腐蚀以及高服役温度(300~800 °C)等,使得Cr含量为9%~12%(质量分数,下同)的铁素体马氏体(ferrite/martensite, F/M)钢候选结构材料的开发成为研究的一个热点^[5-9]。为了兼顾核反应后堆内材料的处理问题,以低活化元素W/V/Ta代替活化元素Mo/Nb/Ti/Cu等降低其感生放射性^[10],学者们研发出一系列低活化铁素体/马氏体(reduced activation ferrite/martensite, RAFM)钢,如F82H(Fe-0.09C-8Cr-1.96W-0.15V-0.023Ta-0.1Si)^[11-12]、Eurofer97(Fe-0.11C-8.7Cr-1W-0.19V-0.1Ta-0.44Mn-0.004Si)^[13-14]、9Cr2WVTa(Fe-0.1C-8.71Cr-2.17W-0.23V-0.19Si-0.06Ta-0.39Mn)^[15]。由于LBE会对包壳材料产生严重腐蚀,因此,需要提升RAFM钢耐腐蚀性元素含量,尤其是Cr和Si元素。对于Cr元素来说,高Cr含量必然导致材料结构失稳(即高温铁素体形成),需要匹配高C稳定马氏体组织,例如HT9(Fe-0.2C-12Cr-1Mo-0.5W-0.25V-0.5Ni)钢^[16-18]。但是,Cr和C含量的提升,会促进 Cr_{23}C_6 粒子的析出以及快速粗化^[19],导致力学性能恶化。对于Si元素来说,虽然Si会在基体表面形成一层致密的 SiO_2 氧化膜,并且弥散的 SiO_2 颗粒可作为 Cr_2O_3 的形核位点,加快致密的 Cr_2O_3 氧化膜形成^[20],提升耐腐蚀性,例如随着T91(Fe-0.1C-9.05Cr-0.88Mo-0.19V-0.08Nb-0.35Ni-0.49Mn-xSi-0.059N)钢中Si元素含量增加,合金在静态LBE环境中腐蚀1000 h后的氧化膜厚度由0.48%Si合金的41 μm 减小至1.3%Si的22 μm ,并进一步减小至1.95%Si合金的15 μm ^[21],但是,Si含量的增加会促进高温铁素体的形成,降低合金性能。由于RAFM钢的标准热处理工艺为正火以及回火,其目标组织为全马氏体^[22-24],因此,必须合理选择低活化元素含量及Cr、Si及C元素之间的匹配,才能保证合金形成单一的马氏体基体,并达

到基本力学性能以及高耐腐蚀性能的平衡。

除成分设计外,加工工艺对F/M钢的性能也至关重要。研究表明^[25],热机械处理(thermo-mechanical treatment, TMT)可以显著提高F/M钢的强度。例如,600~1000 °C下对钢材进行轧制和退火,通过引入高密度位错为纳米级MX碳氮化物析出提供形核位点,使得Fe-0.12C-10.5Cr-1.89W-0.35Mo-0.20V-0.05Nb-0.8Cu-0.06N钢的 σ_y 由600 MPa显著提升至950 MPa^[25-26]。同样地,将1000 °C等径角挤压(equal channel angular extrusion, ECAE)样品,进行500 °C/10 h回火后再进行300 °C ECAE处理,形成具有高位错密度的变形马氏体组织,使得T91钢的 σ_y 显著提高至约1600 MPa,但是均匀伸长率仅为1.5%^[27]。而在生产加工过程中,提高合金强度的同时保证其塑性也同样重要。T91钢经过1000 °C/15 min正火、空冷至500 °C后进行3 min回火,使得其 σ_y 提升至约1400 MPa,同时均匀伸长率保持在约5.5%^[28]。此外,通过轧制变形量来控制钢材退火后的微观组织可以得到优异的强塑性匹配^[29]。例如,对于轧制态的Fe-0.3C-17.7Mn-1.5Al钢,随着变形量由20%增加至95%,经过600 °C/1 h退火后,其再结晶分数由40%增加至100%,同时 σ_y 首先由610 MPa降低至450 MPa,随后又提高至620 MPa,而伸长率则由40%逐渐提高至60%^[30]。因此,对于生产综合性能优异的RAFM钢包壳管材,必须探究其在实际加工过程中不同工艺对管材微观组织与力学性能的影响,以解决加工过程中可能存在的一些问题。

在前期工作中,为使合金获得良好的耐铅铋腐蚀性能的同时而不恶化其力学性能,通过成分设计,研发了一种中Si 12%Cr RAFM钢(Fe-0.21C-11.76Cr-1.41W-0.20V-0.17Ta-0.63Si-0.51Mn-0.015N),在12Cr钢的基础上增加Si含量,同时匹配高C含量获得了单一马氏体基体。研究发现,合金经过1100 °C/1 h正火以及700 °C/1 h回火处理后,基体仅析出 Cr_{23}C_6 和TaC碳化物,并在550 °C长期时效过程中保持组织稳定^[31]。本工作以设计合金锻棒为研究对象,通过设计不同的挤压比、冷轧变形量以及退火温度、时间等加工工艺参数,对合金包壳管材加工行为进行研究,阐明其在

加工过程中组织与性能的演变规律,分析最终成品管材组织区别与强度差异,以期为包壳管材加工工艺的优化提供理论支撑,进一步加快该种合金在包壳管材方面的应用。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

实验合金(Fe-0.21C-11.76Cr-1.41W-0.20V-0.17Ta-0.63Si-0.51Mn-0.015N)初始铸锭直径为490 mm,在1150℃热锻成Φ179 mm圆棒。随后,对锻棒样品进行

热挤压、冷轧以及退火,并在第5道冷轧后进行正、回火处理,最终制成Φ9 mm×0.6 mm的成品管材。每次热处理后均进行水淬处理。设计两种工艺进行对比研究,其中,工艺1(P1)的均匀化处理条件为1150℃/6 h,而工艺2(P2)为1150℃/20 h,之后样品均在1150℃进行锻造处理。锻造后,工艺1未进行中间退火,而工艺2采用800℃/2 h退火并配合砂冷处理。在热挤压阶段,工艺1的挤压比为17.9,工艺2的为15。随后两者均进行退火处理,工艺1退火处理条件为850℃/1.5 h,工艺2为850℃/2 h。RAFM钢管材工艺参数如表1所示,表中ε为变形量,A为退火参数。

表1 RAFM钢管材工艺参数
Table 1 Process parameters of RAFM steel tubes

Process	1st rolling		2nd rolling		3rd rolling		4th rolling		5th rolling	
	ε/%	A	ε/%	A	ε/%	A	ε/%	A	ε/%	A
P1	44	800℃/1 h	49	800℃/1 h	64	760℃/1 h	66	760℃/1 h	44	1100℃/0.5 h+760℃/1 h
P2	53	800℃/1 h	49	800℃/1 h	52	800℃/1 h	57	800℃/1 h	66	1100℃/0.5 h+760℃/1 h

1.2 实验方法

使用Pandat软件进行热力学平衡相图计算。通过双真空熔炼(真空感应+真空电弧)法制备铸锭。在35MN卧式挤压机上进行挤压工艺实验,在LG60、LG40、LG15、LD10等两辊和多辊轧制机上进行轧制工艺实验,使用立式高真空退火炉进行热处理工艺实验。采用IT800-SHL型高分辨扫描电子显微镜(SEM)观察其微观结构并进行电子背散射衍射(EBSD)分析,腐蚀液为1 g C₆H₃N₃O₇+5% HCl+95% C₂H₅OH(体积分数)。在Helios G4 UX型电解双喷仪中制备透射样品,选取的电解液为10% HClO₄+90% C₂H₅OH(体积分数)。采用JEM-2100F FEG透射电子显微镜(TEM)进一步表征微观组织和析出相,同时使用其X射线能谱(EDS)分析功能确定析出相的成分。在配有马弗炉的UTM5504型电子万能试验机上进行室温和高温(550℃)拉伸实验。使用Image-J软件统计晶粒尺寸、粒子尺寸和体积分数。

出较强的稳定性,在300~1400℃范围内,其摩尔分数维持在0.10%~0.30%之间(见图1中插图)。同时,400℃时Laves相的摩尔分数约为1%,随温度的升高逐渐发生回溶,600℃后基本为零。此外,没有其他粗化速率更高的碳化物析出,如M₇C₆和M₆C等。

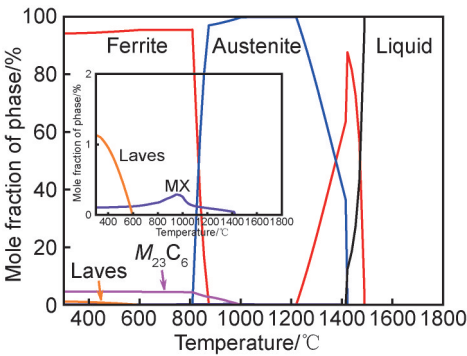


图1 中Si RAFM钢的热力学平衡相图
Fig.1 Thermodynamic equilibrium phase diagram of medium Si RAFM steel

2 结果与分析

2.1 加工工艺对RAFM钢退火管材的影响

图1为Pandat软件计算得到的中Si RAFM钢的热力学平衡相图。可以看出,合金在880~1220℃之间可以得到单一的奥氏体组织,水淬后转变为全马氏体组织。M₂₃C₆型碳化物的摩尔分数在810℃以下相对较高(4.3%~4.6%),之后随温度的升高迅速回溶,在1000℃左右基本完全回溶。而MC型碳化物表现

2.1.1 微观组织的影响

图2为两种工艺不同阶段退火态管材的微观组织,其再结晶体积分数、晶粒尺寸、析出相的尺寸和体积分数如表2所示。可以看出,经过挤压、退火后,不同挤压比管坯的基体均表现为板条马氏体结构,同时观察到大量的灰色短棒状粒子和白亮球形粒子均匀分布于马氏体基体上。为了确定析出相的种类,对工艺1的挤压态管坯进行EDS面分布分析,如图3所示。结果表明,合金基体中的两种析出相分别为富Cr、W

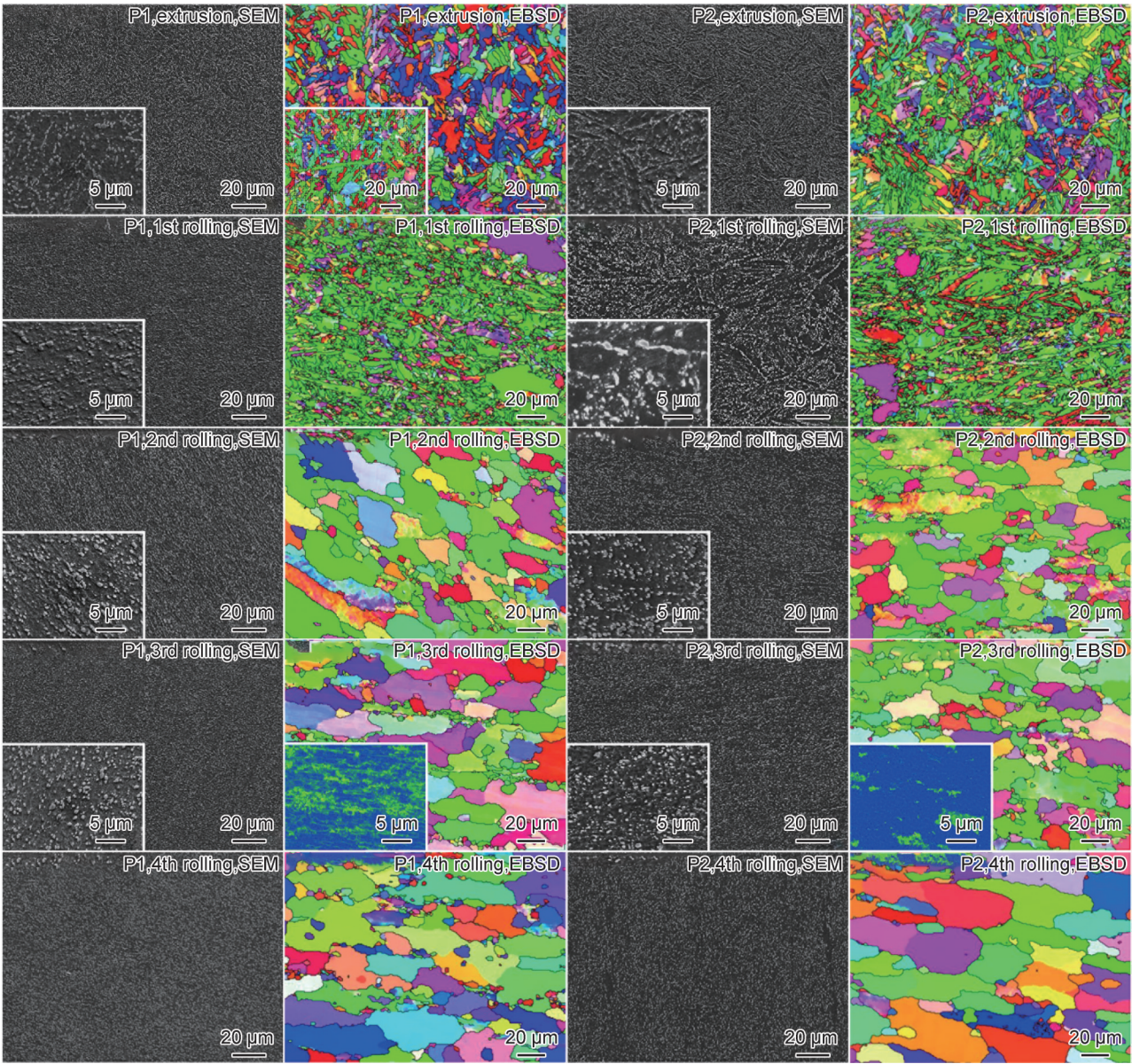


图2 两种工艺不同阶段管材的微观组织
Fig.2 Microstructures of tubes at different states under two processes

表 2 不同工艺管材的微观组织数据

Table 2 Microstructure data of tubes at different processes

Process	Process state	Volume fraction of recrystallization/%	Grain size/ μm	Size of precipitated phase/nm		Volume fraction of precipitated phase/%	
				Short rod-shaped carbide	Spherical carbide	Short rod-shaped carbide	Spherical carbide
P1	Extrusion	26	7.8±3.7	166±88	94±38	6.5±0.2	0.4±0.1
	1st rolling	11	5.8±1.8	155±74	100±38	6.1±0.7	0.2±0.1
	2nd rolling	73	8.4±6.6	183±83	113±47	4.8±0.2	0.4±0.2
	3rd rolling	90	9.9±8.5	179±71	106±36	5.8±0.3	0.2±0.1
	4th rolling	95	11.9±0.5	180±67	97±32	5.6±0.3	0.3±0.1
P2	Extrusion	15	9.1±1.9	206±65	114±47	7.8±1.0	1.1±0.2
	1st rolling	34	4.7±2.5	234±58	122±38	6.6±0.4	1.0±0.6
	2nd rolling	72	12.9±4.3	238±59	152±57	7.5±1.1	1.2±0.5
	3rd rolling	73	16.3±7.9	215±59	140±53	8.9±2.0	1.5±0.7
	4th rolling	92	19.1±6.9	229±66	154±44	8.6±1.8	1.3±0.3

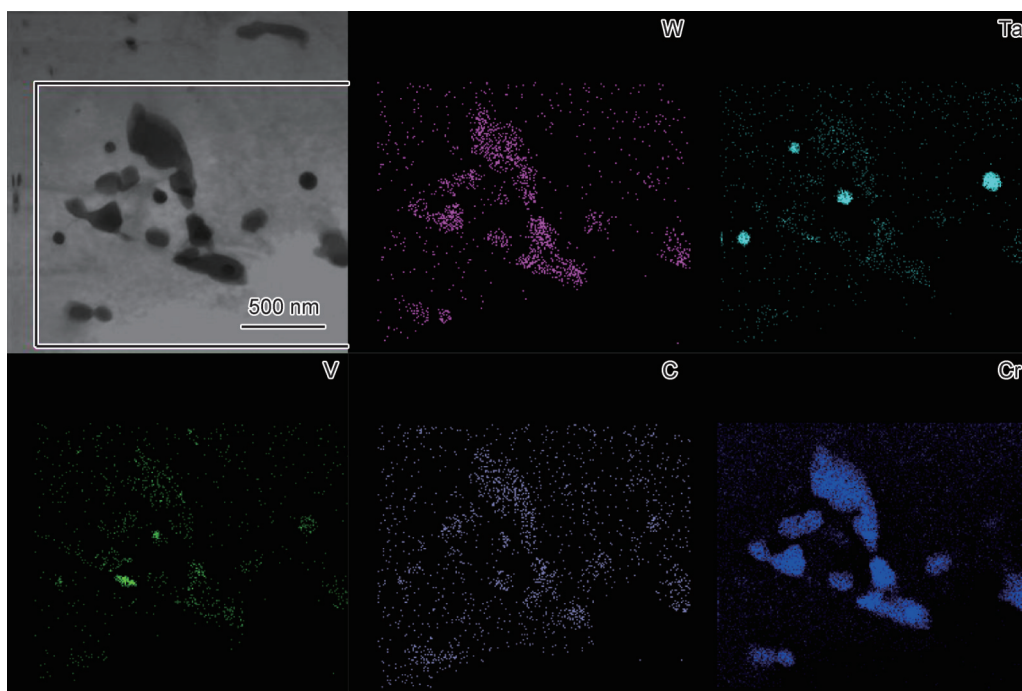


图3 工艺1挤压态管坯的EDS面分布

Fig.3 EDS mappings of extruded tube under process 1

的短棒状碳化物和富 Ta 的球形碳化物。经统计,加工过程中两种工艺的短棒状碳化物的尺寸与体积分数分别维持在 155~183 nm、4.8%~6.5%(P1)和 206~238 nm、6.6%~8.9%(P2),球形碳化物尺寸与体积分数分别维持在 94~113 nm、0.2%~0.4%(P1)和 114~154 nm、1.0%~1.5%(P2)。对比两种工艺发现,工艺 2 的析出相体积分数明显高于工艺 1。这是因为,工艺 2 中锻棒砂冷后进行 800 °C/2 h 退火,管坯挤压后又进行 850 °C/2 h 退火,促使碳化物快速析出,导致工艺 2 中挤压态管坯的两种析出相体积分数(短棒状为 7.8%,球形为 1.1%)均高于工艺 1(短棒状为 6.5%,球形为 0.4%),这与热力学平衡相图(图 1)结果基本吻合,而同一工艺下各道次轧制变形量对析出相的影响并不显著。

研究发现,挤压、退火后工艺 1 合金基体中存在少量残余铁素体。这是因为,较大尺寸铸锭的边缘细晶区不利于奥氏体和马氏体的形成,而是以铁素体的形式存在,并且,铸锭均匀化时间较短(1150 °C/6 h)会导致铁素体残留,挤压后形成长条形铁素体。不同挤压比制备管坯原奥氏体晶粒尺寸相当,为(35±12) μm,马氏体块尺寸分别约为 7.8 μm 和 9.1 μm,850 °C 退火后组织没有明显差异。经过第 1 道轧制、退火后,两者基体均发生部分再结晶,表现为铁素体和马氏体组成的双相组织。但是,工艺 1 管材的再结晶体积分数(11%)低于工艺 2(34%),这是因为后者较大的变形

量(53%)提供了更高的再结晶驱动力^[32]。第 2 道轧制、退火后,相同工艺(49% 变形量,800 °C/1 h 退火)制备的管材再结晶体积分数基本相同(P1: 73%,P2: 72%),此时板条马氏体组织消失,基体均表现为铁素体组织,晶粒尺寸分别为 8.4 μm 和 12.9 μm。而经过第 3 道轧制、退火后,大变形量(64%)轧制的工艺 1 管材,在相对较低温度(760 °C)下退火后,其再结晶体积分数(90%)仍高于工艺 2(73%),同时,其铁素体晶粒尺寸(9.9 μm)也明显小于工艺 2(16.3 μm),由此进一步说明大变形量轧制可以获得畸变程度更大的变形组织,提供更大的变形储存能^[32],即便结合较低的退火温度仍可以获得更高的再结晶体积分数和更小的再结晶晶粒尺寸。第 4 道轧制、退火后,工艺 1 和工艺 2 管材的再结晶体积分数分别为 95% 和 92%,均发生完全再结晶,铁素体晶粒尺寸分别增加至 11.9 μm 和 19.1 μm。

2.1.2 力学性能的影响

图 4 为两种工艺不同阶段的退火态管材的应力-应变曲线和力学性能对比,具体力学性能数据见表 3。工艺 1 挤压态管坯的室温 σ_y 为 437 MPa, σ_U 为 688 MPa, El 为 27.1%。第 1 道轧制后,马氏体组织被破坏,基体转变为再结晶铁素体和破碎的马氏体,大尺寸铁素体相(26.2 μm)的析出以及板条马氏体被破坏,导致管材 σ_y 降低至 302 MPa, El 保持在 28.6%。第 3 道轧制后, σ_y 提高至 407 MPa, El 为 25.8%。这是由于大变形量(64%)轧制结合较低温度(760 °C)退火,使

基体中仍存在的很多再结晶晶粒未完全长大,其晶界处存在更高的位错密度(图 2),提供较高的基体强度。第 4 道轧制后,管材 σ_y 维持在 379 MPa,而 El 保持在 28.3%。工艺 2 挤压态管坯的室温 σ_y 为 534 MPa, σ_U 为 727 MPa, El 为 20.4%,第 2 道轧制后 σ_y 降低至 372 MPa, El 保持在 25.1%。在之后的轧制过程中 σ_y 保持在 365 MPa 左右, El 则由挤压态的 20.4% 逐渐增加至第 4 道轧制的 36.3%。对比两种工艺发现,经第 4 道轧制后的管材室温强度基本相当,而工艺 2 的管材塑性更好。工艺 2 挤压态管坯的室温 σ_y 为 534 MPa,明显高于工艺 1(437 MPa),这是由于工艺 2 中锻棒和挤压态管坯进行了更长时间的高温退火,促进碳化物析

出,其析出相体积分数(8.9%)高于工艺 1(6.9%),而工艺 1 管材基体中存在残余铁素体(图 2)。经过第 1 道轧制后,基体组织均为再结晶铁素体和破碎的马氏体,但工艺 2 的管材室温 σ_y (487 MPa)仍明显高于工艺 1(302 MPa)。一方面,工艺 2 管材在锻造和热挤压阶段进行了更长时间的高温退火,促进了析出相在马氏体基体上的析出,提供了更高的析出强化效果,并且较大的轧制变形量(53%)也使得马氏体组织细化($4.7\text{ }\mu\text{m}$),小于工艺 1($5.8\text{ }\mu\text{m}$),具有更高的晶界强化效果;另一方面,工艺 2 管材的大变形量轧制使得再结晶铁素体晶粒尺寸细化($8.9\text{ }\mu\text{m}$),避免基体中存在大尺寸铁素体相。

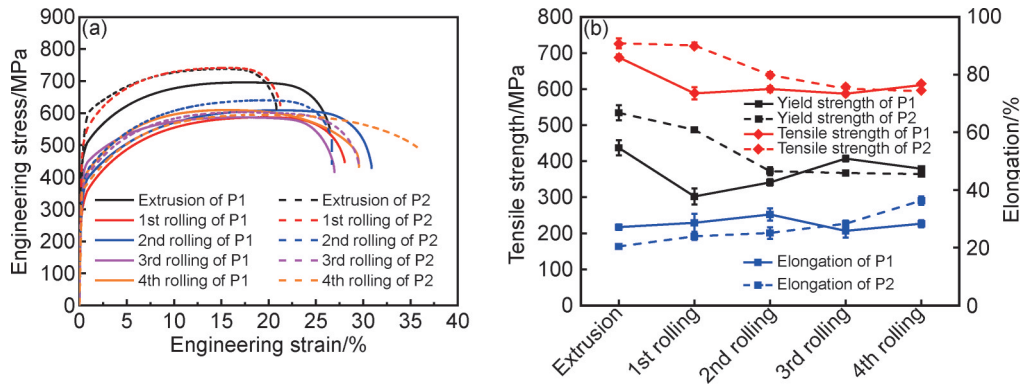


图 4 两种工艺不同阶段管材的力学性能
(a)应力-应变曲线;(b)力学性能对比

Fig.4 Mechanical properties of tubes at different states under two processes
(a)stress-strain curves;(b)comparison of mechanical property

表 3 两种工艺不同阶段管材的屈服强度、抗拉强度及伸长率

Table 3 Yield strength, tensile strength, and elongation of tubes at different states under two processes

Process state	Process 1			Process 2		
	σ_y /MPa	σ_U /MPa	El/%	σ_y /MPa	σ_U /MPa	El/%
Extrusion	437±21	688±8	27.1±7.9	534±41	727±74	20.4±0.6
1st rolling	302±22	588±17	28.6±8.1	487±8	721±1	23.9±1.2
2nd rolling	341±9	600±8	31.5±1.1	372±21	639±9	25.1±2.0
3rd rolling	407±8	587±6	25.8±5.3	367±7	601±11	28.3±1.1
4th rolling	379±5	611±1	28.3±8.2	364±6	594±4	36.3±1.5

2.2 加工工艺对 RAFM 钢成品管材的影响

2.2.1 微观组织的影响

图 5 为两种工艺制备的成品管材微观组织。图 5(a), (b) 为两种工艺制备的管材经过 1100 °C/0.5 h 正火、760 °C/1 h 回火后的微观组织。可以看出,两者基体均为板条马氏体组织,细小碳化物粒子弥散分布在马氏体基体中。为了进一步确定析出相的种类,对两种工艺的成品管材进行 TEM 表征,如图 5(c) 所示。TEM-EDS 点成分和选区电子衍射结果表明,除在原

奥氏体晶界上和马氏体板条界面上分布有面心立方(FCC)结构的短棒状 $M_{23}C_6$ 型碳化物外,在板条内部析出了同样具有 FCC 结构的球状 MC 型碳化物,这与图 1 中热力学平衡相图的计算结果一致。其中, $M_{23}C_6$ 型碳化物为富集 Cr、W 和 C 的 $(Cr, W)_{23}C_6$, MC 型碳化物为富集 Ta、C 的 TaC。经统计,两种工艺制备的成品管材马氏体板条宽度分别为 $(410\pm145)\text{ nm}$ (P1) 和 $(336\pm113)\text{ nm}$ (P2), 短棒状 $Cr_{23}C_6$ 粒子尺寸分别为 $(168\pm56)\text{ nm}$ (P1) 和 $(228\pm43)\text{ nm}$ (P2), 球形 TaC

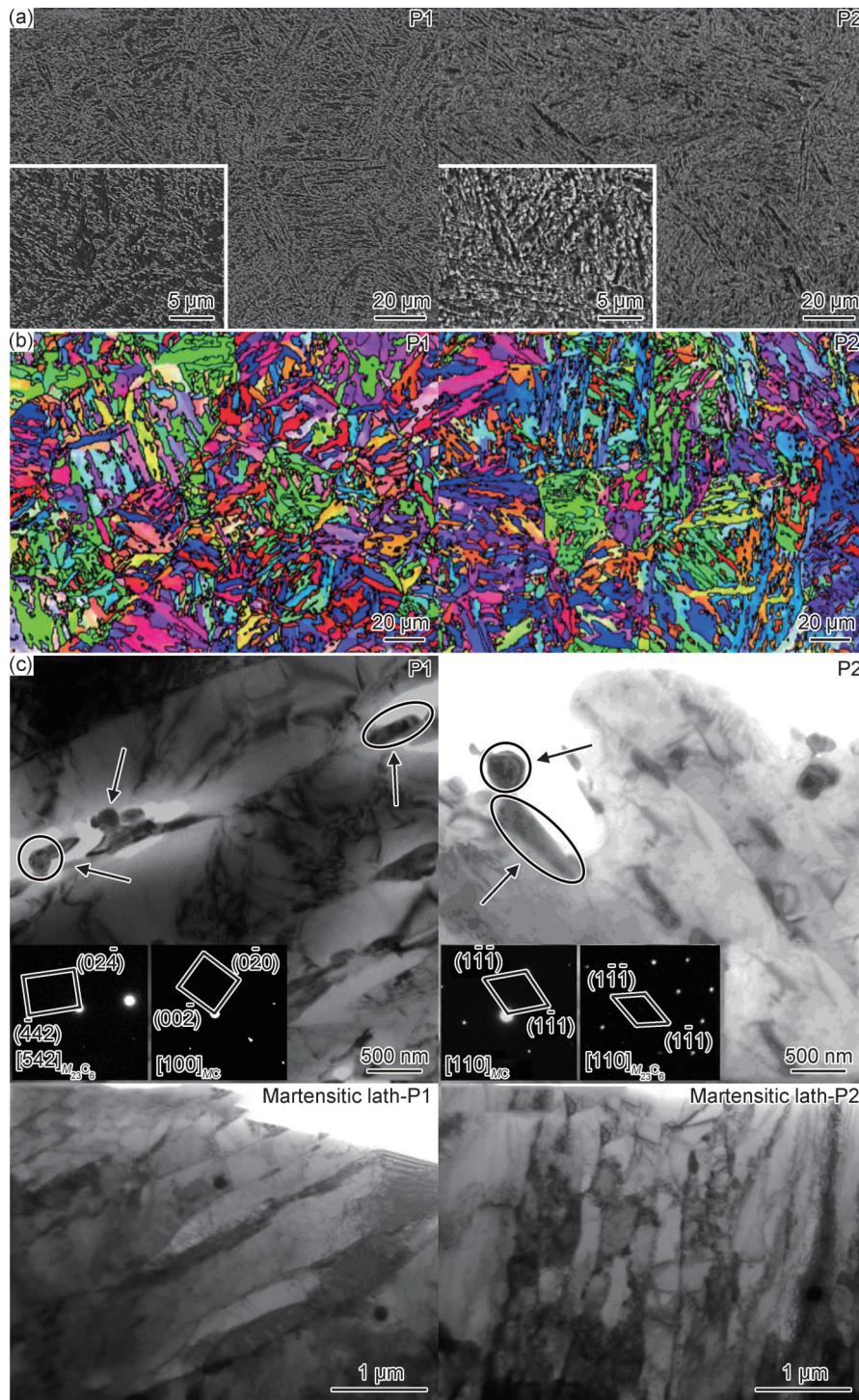


图5 两种工艺制备的成品管材微观组织表征

(a)SEM图;(b)EBSD图;(c)TEM图

Fig.5 Microstructure characterization of finished product tubes under two processes

(a)SEM images;(b)EBSD maps;(c)TEM images

粒子尺寸分别为 (92 ± 11) nm (P1)和 (162 ± 58) nm (P2)。此外,虽然工艺1管材经过第4道轧制、退火后的晶粒尺寸(约 $11.9 \mu\text{m}$)明显小于工艺2(约 $19.1 \mu\text{m}$) (图2),但是工艺2管材进行了大变形量(66%)终轧,相比于工艺1(44%)其能够进一步细化晶粒。经过正、回火处理后,两者的原奥氏体晶粒尺寸分别为

$(32 \pm 7) \mu\text{m}$ (P1)和 $(24 \pm 9) \mu\text{m}$ (P2)。

2.2.2 力学性能的影响

对两种工艺制备的成品管材进行室温和高温(550°C)拉伸实验,如图6所示。两种工艺制备的成品管材室温力学性能相当($\sigma_y=590\sim 597 \text{ MPa}$, $\sigma_0=810\sim 817 \text{ MPa}$, $\text{El}=20.7\%\sim 22.8\%$),而工艺1的高温力学

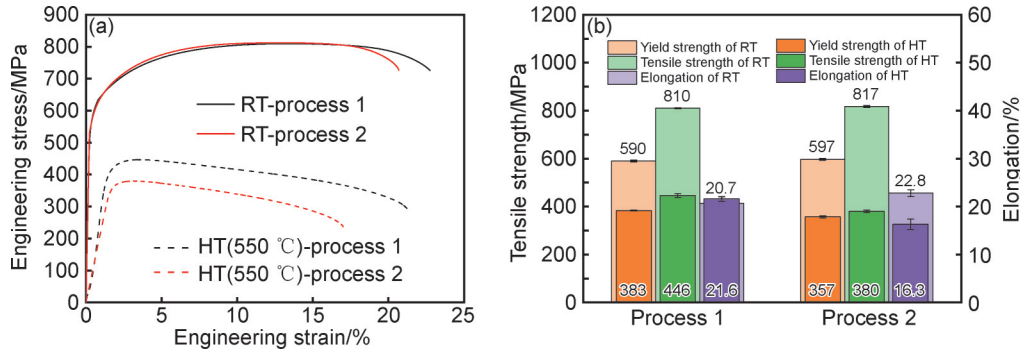


图6 两种工艺制备的成品管材应力-应变曲线(a)和力学性能(b)

Fig.6 Stress-strain curves(a) and mechanical property(b) of finished product tubes under two processes

性能略优于工艺 2 (P1: $\sigma_y=383$ MPa, $\sigma_U=446$ MPa, $El=21.6\%$; P2: $\sigma_y=357$ MPa, $\sigma_U=380$ MPa, $El=16.3\%$)。通常,合金的强度差异主要源于其微观组织的不同。在室温下,F/M 钢的强度由晶界强化和位错强化主导。而在高温下,晶界弱化和位错回复,工艺 1 的成品管材由于具有较小的析出相尺寸表现出更高的高温屈服强度。

2.3 成品管材的强化机制

F/M 钢的屈服强度可由以下几个微观组织因素决定,如溶质、位错、晶粒/界面边界和第二相颗粒等。因此,合金计算后屈服强度 σ_s 可以看作不同组织对强度贡献的总和,如式(1)所示。

$$\sigma_s = \sigma_0 + \sigma_{ss} + \sigma_m + \sigma_p \quad (1)$$

式中: σ_0 为晶格摩擦力; σ_{ss} 为固溶强化强度; σ_m 为马氏体基体强度; σ_p 为析出强化强度。在 F/M 钢中, α -Fe 的晶格摩擦力 σ_0 通常取 50 MPa^[33]。

马氏体基体强度 σ_m 主要由马氏体的有效晶粒尺寸和位错密度共同决定^[34-35],马氏体块尺寸可被视为有效晶粒尺寸,通过 Hall-Petch 关系^[36]计算晶界强化强度增量,而位错密度可通过 Taylor 方程^[37]计算位错强化增量。RAFM 钢的 σ_m 如式(2)所示^[34, 36-37]。

$$\sigma_m = \sigma_g + \sigma_{dis} = \frac{300}{\sqrt{d_{bl}}} + 0.25MGb\sqrt{\rho} \quad (2)$$

$$d_{bl} = \frac{1}{6}d_{packet} = \frac{1}{6}\sqrt{\frac{3\sqrt{3}}{32}}D_g = 0.067D_g \quad (3)$$

$$\rho = \frac{2\pi KAM_{ave}/180}{\mu b} \quad (4)$$

式中: σ_g 为晶界强度; σ_{dis} 为位错强度; d_{bl} 为马氏体块尺寸,与马氏体束尺寸(d_{packet})和原奥氏体晶粒尺寸 D_g ($D_{g1}=32$ μ m、 $D_{g2}=24$ μ m)成正比^[34-35]; $M=2.73$,为泰勒因子^[38]; G 为基体的剪切模量,根据实测的弹性模量 ($E=194$ GPa) 和泊松比 ($\nu=0.3$),计算得 $G=E/2(1+\nu)=75$ GPa^[38]; $b=\sqrt{3}/2 \times a_{BCC}=0.248$ nm,

为柏氏矢量, a 为 BCC 基体的晶格常数; ρ 为板条马氏体中的位错密度; KAM_{ave} 为 EBSD 区域的平均局部取向差,分别为 1.6° (P1) 和 1.66° (P2); $\mu=500$ nm, 为 EBSD 数据步长。计算得到工艺 1 和工艺 2 的位错密度 ρ 分别为 4.5×10^{-4} nm⁻² 和 4.7×10^{-4} nm⁻², 强度增量分别为 $\sigma_{m1} = \sigma_{g1} + \sigma_{dis1} = 205 + 216 = 421$ MPa, $\sigma_{m2} = \sigma_{g2} + \sigma_{dis2} = 237 + 220 = 457$ MPa。

对于析出强化,由于两种析出相 (TaC 与 Cr₂₃C₆) 均为硬质相,与位错的交互作用主要以绕过机制为主,因此其强度增量可以用 Ashby-Orowan 方程(式(5))表示^[39]:

$$\sigma_p = \left(0.26Gb \frac{f^{1/2}}{r_p} \right) \ln \left(\frac{r_p}{b} \right) \quad (5)$$

式中: r_p 和 f 分别为析出相粒子的平均半径和体积分数。工艺 1 制备的成品管材中, $r_{Cr_{23}C_6}=84$ nm, $f_{Cr_{23}C_6}=8.9\%$, $r_{TaC}=46$ nm, $f_{TaC}=0.3\%$, $\sigma_{p1}=130$ MPa; 工艺 2 制备的成品管材中, $r_{Cr_{23}C_6}=114$ nm, $f_{Cr_{23}C_6}=5.9\%$, $r_{TaC}=81$ nm, $f_{TaC}=1.3\%$, $\sigma_{p2}=102$ MPa。

在该合金中,虽然 C 元素含量为 0.21%,但是基体上有大量的 Cr₂₃C₆ 和 TaC 粒子的析出,而其他合金化元素的固溶强化效果较小,因此其强度增量几乎可以忽略不计。图 7 为两种工艺制备的成品管材不同强化

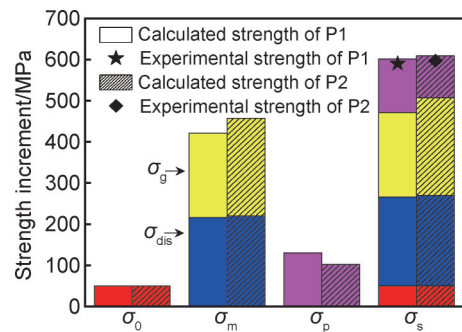


图7 两种工艺制备成品管材不同强化机制计算的强度增量

Fig.7 Calculated strength increments from different strengthening mechanisms in finished product tubes under two processes

机制的强度增量,计算获得的屈服强度 $\sigma_{s1}=\sigma_0+\sigma_{m1}+\sigma_{p1}=50+421+130=601$ MPa、 $\sigma_{s2}=\sigma_0+\sigma_{m2}+\sigma_{p2}=50+457+102=609$ MPa,与实验值基本吻合。需要注意的是,虽然两者的室温屈服强度相当,但是工艺2的晶界强化强度增量 σ_g 高于工艺1,析出强化强度增量 σ_p 低于工艺1,表明大变形量终轧更有易于得到细小的基体组织。而在加工初期进行更长时间的高温退火,会促进碳化物粗化,导致最终成品管材析出强化效果降低。

3 结论

(1)轧制变形量由44%逐渐增加至66%(工艺1)时,管材的基体组织由马氏体转变为细小的铁素体,屈服强度 σ_y 由302 MPa提高至407 MPa,伸长率由28.6%减小到25.8%,抗拉强度基本不变。这是由于大变形量轧制提供了更大的再结晶驱动力,使管材提前发生完全再结晶,形成细小的铁素体晶粒。而工艺2(变形量53%~57%)中管材的基体组织同样发生马氏体向铁素体的转变,但是由于变形量相对较小,完全再结晶发生延后,屈服强度由初始的487 MPa减小到364 MPa,伸长率由23.9%增加到36.3%。

(2)两种工艺的管材分别进行44%和66%变形量终轧后进行相同的正、回火处理,成品管材组织均表现为碳化物粒子均匀分布在板条马氏体基体上,室温力学性能相当($\sigma_y=590\sim 597$ MPa, $\sigma_u=810\sim 817$ MPa, $El=20.7\sim 22.8\%$),但工艺2成品管材的高温力学性能($\sigma_y=357$ MPa, $\sigma_u=380$ MPa, $El=16.3\%$)略低于工艺1($\sigma_y=383$ MPa, $\sigma_u=446$ MPa, $El=21.6\%$)。

(3)经过相同正、回火处理后,工艺2成品管材晶界强化效果高于工艺1,表明大变形量终轧可以细化原奥氏体晶粒和马氏体组织。而工艺1制备的成品管材具有更高的析出强化效果,表明加工初期进行更长时间的高温退火会使成品管材中析出相的尺寸增加。

参考文献

- [1] Vanaja J, Laha K, Nandagopal M, et al. Effect of tungsten on tensile properties and flow behaviour of RAFM steel [J]. Journal of Nuclear Materials, 2013, 433(1/2/3): 412-418.
- [2] Allen T, Busby J, Meyer M, et al. Materials challenges for nuclear systems [J]. Materials Today, 2010, 13(12): 14-23.
- [3] 田震, 李聪聪, 吴渊, 等. 核结构材料用多主元合金辐照损伤的研究进展 [J]. 材料工程, 2024, 52(1): 1-15.
Tian Z, Li C C, Wu Y, et al. Research progress in multiprincipal element alloys for nuclear structure materials on irradiation damage [J]. Journal of Materials Engineering, 2024, 52(1): 1-15.
- [4] 罗爱博, 梁延祥, 姚勇, 等. 高能氦离子辐照对CLAM钢微观结构和力学行为的影响 [J]. 材料工程, 2024, 52(5): 138-147.
Luo A B, Liang Y X, Yao Y, et al. Effect of high energy helium ion irradiation on microstructure and mechanical response of CLAM steel [J]. Journal of Materials Engineering, 2024, 52(5): 138-147.
- [5] Murty K L, Charit I. Structural materials for Gen-IV nuclear reactors: challenges and opportunities [J]. Journal of Nuclear Materials, 2008, 383(1/2): 189-195.
- [6] Klueh R L. Elevated temperature ferritic and martensitic steels and their application to future nuclear reactors [J]. International Materials Reviews, 2005, 50(5): 287-310.
- [7] Klueh R L, Nelson A T. Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors [J]. Journal of Nuclear Materials, 2007, 371(1/2/3): 37-52.
- [8] Anderoglu O, Byun T S, Toloczko M, et al. Mechanical performance of ferritic martensitic steels for high dose applications in advanced nuclear reactors [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2013, 44(Suppl 1): 70-83.
- [9] Ma Z W, Shen T L, Zhou T, et al. Performance of the new ferritic/martensitic steel SIMP against liquid lead-bismuth eutectic corrosion: comparison with T91 and 316L steels [J]. Materials and Corrosion, 2023, 74(2): 221-232.
- [10] Gelles D S. Development of martensitic steels for high neutron damage applications [J]. Journal of Nuclear Materials, 1996, 239: 99-106.
- [11] Kano S, Yang H L, Suzue R, et al. Precipitation of carbides in F82H steels and its impact on mechanical strength [J]. Nuclear Materials and Energy, 2016, 9: 331-337.
- [12] Gaganidze E, Gillemot F, Szenthe I, et al. Development of EUROFER97 database and material property handbook [J]. Fusion Engineering and Design, 2018, 135: 9-14.
- [13] Klimenkov M, Jäntschi U, Rieth M, et al. Correlation of microstructural and mechanical properties of neutron irradiated EUROFER97 steel [J]. Journal of Nuclear Materials, 2020, 538: 152231.
- [14] Yao Z, Liu C, Jung P. Diffusion and permeation of deuterium in EUROFER97: effect of irradiation and of implanted helium [J]. Fusion Science and Technology, 2005, 48(3): 1285-1291.
- [15] Liu C, Shi Q Q, Yan W, et al. Designing a high Si reduced activation ferritic/martensitic steel for nuclear power generation by using Calphad method [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2019, 35(3): 266-274.
- [16] Yan H, Liu X, He L F, et al. Phase stability and microstructural evolution in neutron-irradiated ferritic-martensitic steel HT9 [J]. Journal of Nuclear Materials, 2021, 557: 153252.
- [17] Zheng C, Ke J H, Maloy S A, et al. Correlation of *in-situ* transmission electron microscopy and microchemistry analysis of radiation-induced precipitation and segregation in ion irradiated advanced ferritic/martensitic steels [J]. Scripta Materialia, 2019, 162: 460-464.
- [18] Zheng C, Maloy S, Kaoumi D. Effect of dose on irradiation-induced loop density and Burgers vector in ion-irradiated ferritic/martensitic steel HT9 [J]. Philosophical Magazine, 2018, 98(26):

- 2440-2456.
- [19] Puype A, Malerba L, De wispelaere N, et al. Effect of W and N on mechanical properties of reduced activation ferritic/martensitic EUROFER-based steel grades [J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2018, 502: 282-288.
- [20] Huntz A M, Bague V, Beauplé G, et al. Effect of silicon on the oxidation resistance of 9% Cr steels [J]. *Applied Surface Science*, 2003, 207(1/2/3/4): 255-275.
- [21] Li J, He X K, Xu B, et al. Effect of silicon on dynamic/static corrosion resistance of T91 in lead - bismuth eutectic at 550 °C [J]. *Materials*, 2022, 15(8): 2862.
- [22] Xu Y T, Li W, Wang M J, et al. Nano-sized MX carbonitrides contribute to the stability of mechanical properties of martensite ferritic steel in the later stages of long-term aging [J]. *Acta Materialia*, 2019, 175: 148-159.
- [23] Tan L, Byun T S, Katoh Y, et al. Stability of MX-type strengthening nanoprecipitates in ferritic steels under thermal aging, stress and ion irradiation [J]. *Acta Materialia*, 2014, 71: 11-19.
- [24] Xu Y T, Nie Y H, Wang M J, et al. The effect of microstructure evolution on the mechanical properties of martensite ferritic steel during long-term aging [J]. *Acta Materialia*, 2017, 131: 110-122.
- [25] Klueh R L, Hashimoto N, Maziasz P J. Development of new nano-particle-strengthened martensitic steels [J]. *Scripta Materialia*, 2005, 53(3): 275-280.
- [26] Klueh R L, Hashimoto N, Maziasz P J. New nano-particle-strengthened ferritic/martensitic steels by conventional thermo-mechanical treatment [J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2007, 367/368/369/370: 48-53.
- [27] Song M, Sun C, Fan Z, et al. A roadmap for tailoring the strength and ductility of ferritic/martensitic T91 steel via thermo-mechanical treatment [J]. *Acta Materialia*, 2016, 112: 361-377.
- [28] Shang Z, Ding J, Fan C, et al. Tailoring the strength and ductility of T91 steel by partial tempering treatment [J]. *Acta Materialia*, 2019, 169: 209-224.
- [29] Ding C, Shi Q, Liu X, et al. Microstructure and mechanical properties of PM Ti600 alloy after hot extrusion and subsequent annealing treatment [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2019, 748: 434-440.
- [30] Yanushkevich Z, Belyakov A, Kaibyshev R, et al. Effect of cold rolling on recrystallization and tensile behavior of a high-Mn steel [J]. *Materials Characterization*, 2016, 112: 180-187.
- [31] Ge S, Niu B, Wang Z H, et al. Microstructural stability and mechanical property of a medium-Si 12%Cr reduced activation ferritic/martensitic steel at high temperatures [J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2022, 31(7): 5697-5705.
- [32] 潘钱付, 赵勇, 牛犇, 等. 加工工艺对F/M钢包壳管组织与力学性能的影响 [J]. *热加工工艺*, 2021, 50(11): 45-50.
- Pan Q F, Zhao Y, Niu B, et al. Effects of processing technologies on microstructures and mechanical properties of F/M steel cladding tubes [J]. *Hot Working Technology*, 2021, 50(11): 45-50.
- [33] Rivera-diaz-del-castillo P E J, Hayashi K, Galindo-nava E I. Computational design of nanostructured steels employing irreversible thermodynamics [J]. *Materials Science and Technology*, 2013, 29(10): 1206-1211.
- [34] Galindo-nava E I, Rivera-díaz-del-castillo P E J. A model for the microstructure behaviour and strength evolution in lath martensite [J]. *Acta Materialia*, 2015, 98: 81-93.
- [35] Galindo-nava E I, Rainforth W M, Rivera-díaz-del-castillo P E J. Predicting microstructure and strength of maraging steels: elemental optimisation [J]. *Acta Materialia*, 2016, 117: 270-285.
- [36] Morito S, Yoshida H, Maki T, et al. Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2006, 438/439/440: 237-240.
- [37] Kocks U F, Mecking H. Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case [J]. *Progress in Materials Science*, 2003, 48(3): 171-273.
- [38] Hosford W F. Mechanical behavior of materials [M]. Cambridge: Cambridge University Press, 2005.
- [39] Gladman T. Precipitation hardening in metals [J]. *Materials Science and Technology*, 1999, 15(1): 30-36.
- 基金项目:**国家自然科学基金面上项目(52171152)
- 收稿日期:**2024-06-18; **录用日期:**2024-09-05
- 通讯作者:**王清(1977—),女,教授,博士,研究方向为工程合金材料设计与新材料研发,联系地址:辽宁省大连市大连理工大学材料科学与工程学院(116024),E-mail:wangq@dlut.edu.cn
- (本文责编:王 晶)