

低活化铁素体-马氏体钢搅拌摩擦焊接头 组织和性能分析

张 超^{1,2}, 崔 雷¹, 刘永长¹, 王东坡¹, 周猛兵²

(1. 天津大学 天津市现代连接技术重点实验室, 天津 300350; 2. 中国核动力研究设计院, 成都 610200)

摘 要: 文中对 9%Cr 低活化铁素体-马氏体钢搅拌摩擦焊接头的组织和性能进行了分析. 结果表明, 搅拌摩擦焊接头不同区域微观组织存在明显的差异. 搅拌区内奥氏体的动态再结晶引起晶粒细化和马氏体转变, 并且晶界 $M_{23}C_6$ 相溶解, 晶内 M_3C 相析出; 热力影响区组织变化与搅拌区相似, 但晶粒尺寸明显大于母材; 热影响区和母材区均表现回火组织特征. 搅拌区硬度显著提高, 分布均匀; 热力影响区硬度值变化较大; 热影响区发生软化, 其硬度值在接头区域最低. 随着拉伸测试温度的增加, 搅拌区的屈服强度单调降低, 抗拉强度先增大后减小, 而断后伸长率先减小后增大.

关键词: 低活化铁素体-马氏体钢; 搅拌摩擦焊; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG 407 **文献标识码:** A **doi:** 10.12073/j.hjxb.2019400154

0 序 言

低活化铁素体-马氏体钢 (reduced activation ferritic/martensitic steel, RAFM) 作为重要的工程结构材料, 由于其具有优异的高温强度、蠕变性能、耐腐蚀性和抗辐照性能而被认为核电工业领域最佳的候选结构材料^[1-2]. 然而, 在连接过程中, 由于焊接热循环的引入, 导致焊接接头微观组织和性能恶化, 加速了其在高温、应力环境中蠕变断裂^[3-4]. 因此, 选择合适的焊接方法是亟待解决的问题.

搅拌摩擦焊技术 (friction stir welding, FSW) 是英国焊接研究所 (TWI) 在 1991 年提出的一种新的固相焊接方法^[5], 焊接过程中产生的摩擦热量由高速旋转的搅拌针和轴肩与材料摩擦产生^[6], 焊接热输入较低, 可以良好的保持焊缝性能与母材相近, 焊接变形和残余应力较小^[7]. 在 FSW 焊接过程中搅拌针周围的材料产生严重的塑性变形和大量的摩擦热导致动态再结晶的发生^[8], 其对 FSW 接头的微观组织和力学性能具有决定性影响, 显著的特点表现为晶粒细化和位错增殖.

目前, 国内外关于低活化铁素体-马氏体钢搅拌摩擦焊研究还比较少. 因此采用搅拌摩擦焊对厚

度为 5 mm 的低活化铁素体-马氏体钢进行焊接试验, 研究了 FSW 接头的微观组织和力学性能演变, 分析接头微观组织和力学性能之间的关系, 为优化焊接工艺和优化接头组织性能提供重要依据.

1 试验方法

试验材料为 9%Cr 低活化铁素体-马氏体钢, 其化学成分如表 1 所示. 焊接母材热处理工艺: 1 000 °C 下正火保温 60 min, 水淬, 然后在 700 °C 下回火 60 min. 采用型号为 FSW-3LM-020 的焊接设备完成 FSW 焊接试验, 搅拌工具材料为 W-25%Re 合金, 搅拌针形状为带螺纹的圆锥形, 最大直径为 8 mm, 最小直径为 4.85 mm, 长度 4.7 mm, 轴肩尺寸为 18 mm. 根据之前的大量的焊接工艺试验, 其焊接工艺参数: 焊接速度 60 mm/min, 焊接转速为 300 r/min, 焊接压力 10 kN.

垂直于焊接方向切取尺寸为 25 mm × 10 mm 的试样. 采用型号为 OLYMPUS GX51 光学显微镜和型号为 TDCLSU 1510 电子扫描显微镜对接头区域微观组织进行观察分析. 为了进一步分析和研究接头析出相特点, 采用型号为 Tecnai G2F30 透射电子显微镜在 300 kV 加速电压下进行观察. 硬度试验是在金相试样上沿垂直于焊缝方向进行

表 1 9%Cr 低活化铁素体-马氏体钢化学成分 (质量分数, %)
Table 1 Chemical composition of the experimental 9% Cr RAFM steel

C	Cr	Mn	V	W	Ta	Si	Zr	N	S	P	Fe
0.1	9	0.5	0.2	1.5	0.15	0.05	0.005	0.007	0.002	0.002	余量

测试, 载荷为 9.8 N, 加载时间为 15 s, 测试间距为 0.5 mm.

高温拉伸试验试样位置和尺寸如图 1 所示, 沿着焊缝方向切取厚度为 1.5 mm 的拉伸试样, 在拉伸试验之前保温时间为 60 min. 图 1 展示了 FSW

接头的宏观形貌, 根据焊缝区域的塑性变形程度不同, 接头主要可以划分为搅拌区 (stir zone, SZ), 热力影响区 (thermo-mechanically affected zone, TMAZ), 热影响区 (heat affected zone, HAZ) 和母材区 (base materials, BM).

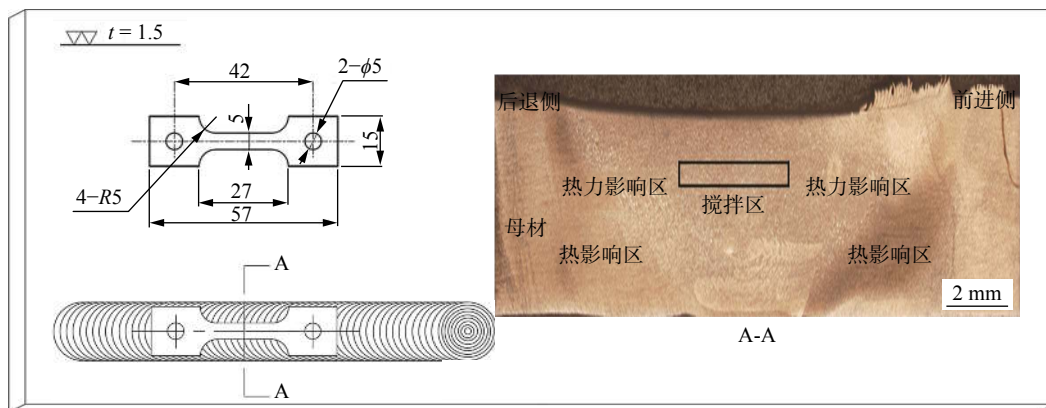


图 1 拉伸试样取样位置和尺寸 (mm)

Fig. 1 Machining sites and dimensions of tensile samples

2 试验结果及分析

2.1 微观组织演变

图 2 为 FSW 接头不同区域的微观组织. 由图 2 可以看出, 经过一系列热处理后, 9%Cr 低活化铁素体-马氏体钢母材表现为完全的回火组织特征, 晶粒尺寸大约为 20 μm (图 2a). 搅拌区是搅拌针剧烈搅拌的区域, 在焊接过程中搅拌针周围的材料发生了严重的塑性变形和较高温度的焊接热循环, 进而导致动态再结晶的产生, 并且焊后经历较大的冷却速率, 从原始的回火组织转变为板条马氏体组织特征, 晶粒发生明显地细化约为 5 μm , 即为母材区晶粒尺寸的 1/4 (图 2b). 热力影响区是在轴肩下且靠近搅拌针的区域, 在焊接过程中经历了热塑性变形和材料流动. 与搅拌区相似, 主要由板条马氏体组成, 但其晶粒尺寸明显大于母材. 这表明在搅拌区和热力影响区中动态再结晶在完全奥氏体状态下发生, 马氏体转变将在焊后较大冷却速率的条件下发生^[9]. 热影响区位于热力影响区和母材区之间, 只经历了焊接热循环, 微观组

织与母材相似, 由回火组织转变为细小的等轴晶组织. 这主要是由于热影响区的峰值温度低于 A_{c1} , 而无相变发生. 在随后的冷却过程中, 细化了晶粒尺寸.

图 3 是 FSW 接头不同区域的扫描电镜组织形貌. 从图 3 可以明显看出, 接头不同区域内析出相表现为不同分布特征. 在母材中的原奥氏体晶界上存在大量的析出相 (图 3a). 然而, 搅拌区和热力影响区内晶界上没有发现析出相 (图 3b, c), 这是由于在焊接过程中搅拌区和热力影响区的峰值温度高于 A_{c3} 温度 (880 $^{\circ}\text{C}$), 导致晶界析出相 ($M_{23}C_6$) 溶解^[10-11]. 在扫描电镜下观察发现, 热影响区的析出相分布与母材相似, 在原奥氏体晶界上存在大量的 $M_{23}C_6$ 析出相 (图 3d).

为了进一步区别 FSW 接头不同区域析出相种类和分布特点, 文中进行了透射电镜试验. 图 4 为 FSW 接头不同区域的透射电镜析出相特征, 其分布特征和种类存在较多的差异 (表 2). 母材中除了原奥氏体晶界上均匀的球状 $M_{23}C_6$ 析出相外, 在晶粒内还发现了 MX 相. 焊接后, 由于焊接热循环和搅

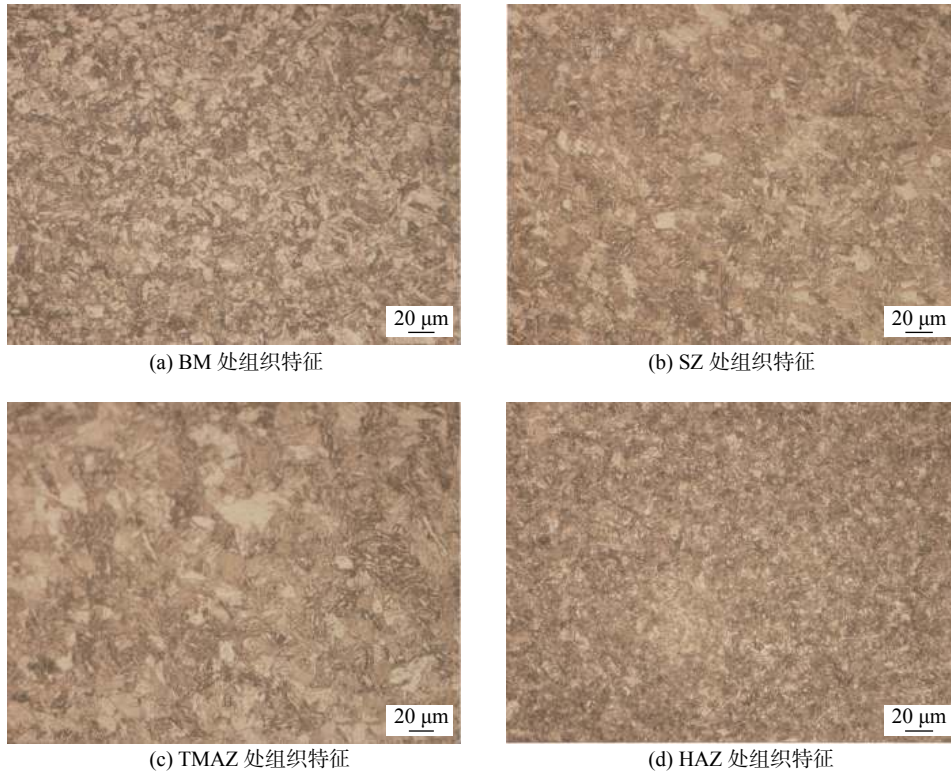


图 2 FSW 接头不同区域处的组织特征

Fig. 2 Microstructural characteristics for different zones of FSW joint

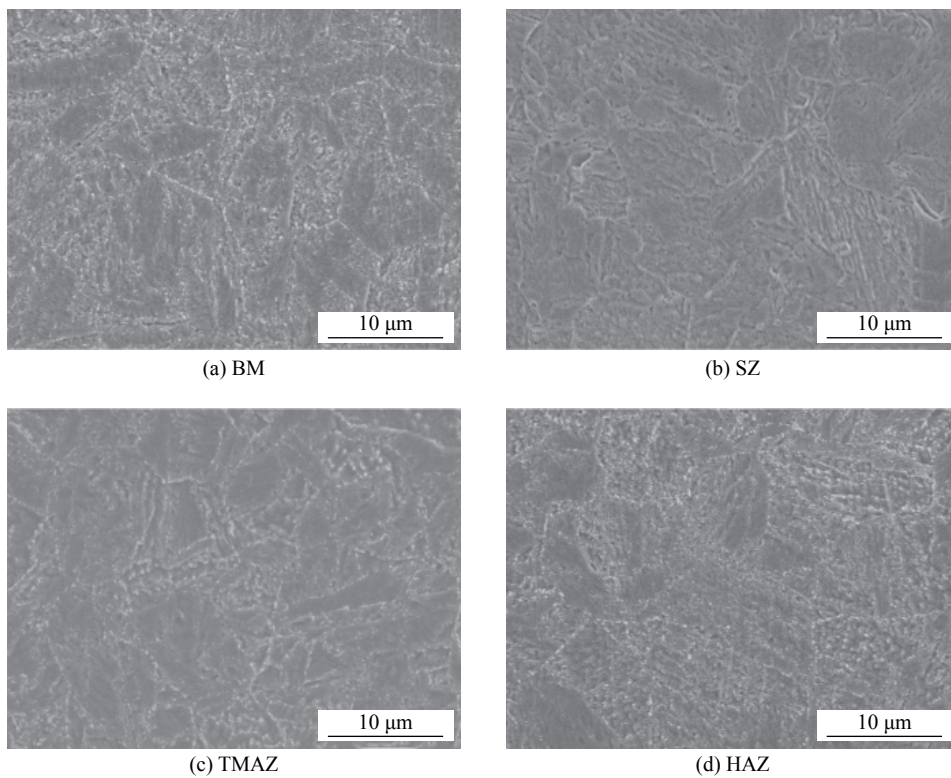


图 3 FSW 接头中不同区域的析出相分布特征

Fig. 3 Precipitates distribution for different zones of FSW joint

拌针剧烈的塑性变形作用, 搅拌区和热力影响区中晶界上的 $M_{23}C_6$ 相发生溶解, 同时在马氏体板条内

生成大量的针状 M_3C 相. 由于其峰值温度较低, 在热影响区中的析出相种类和分布没有发生明显变

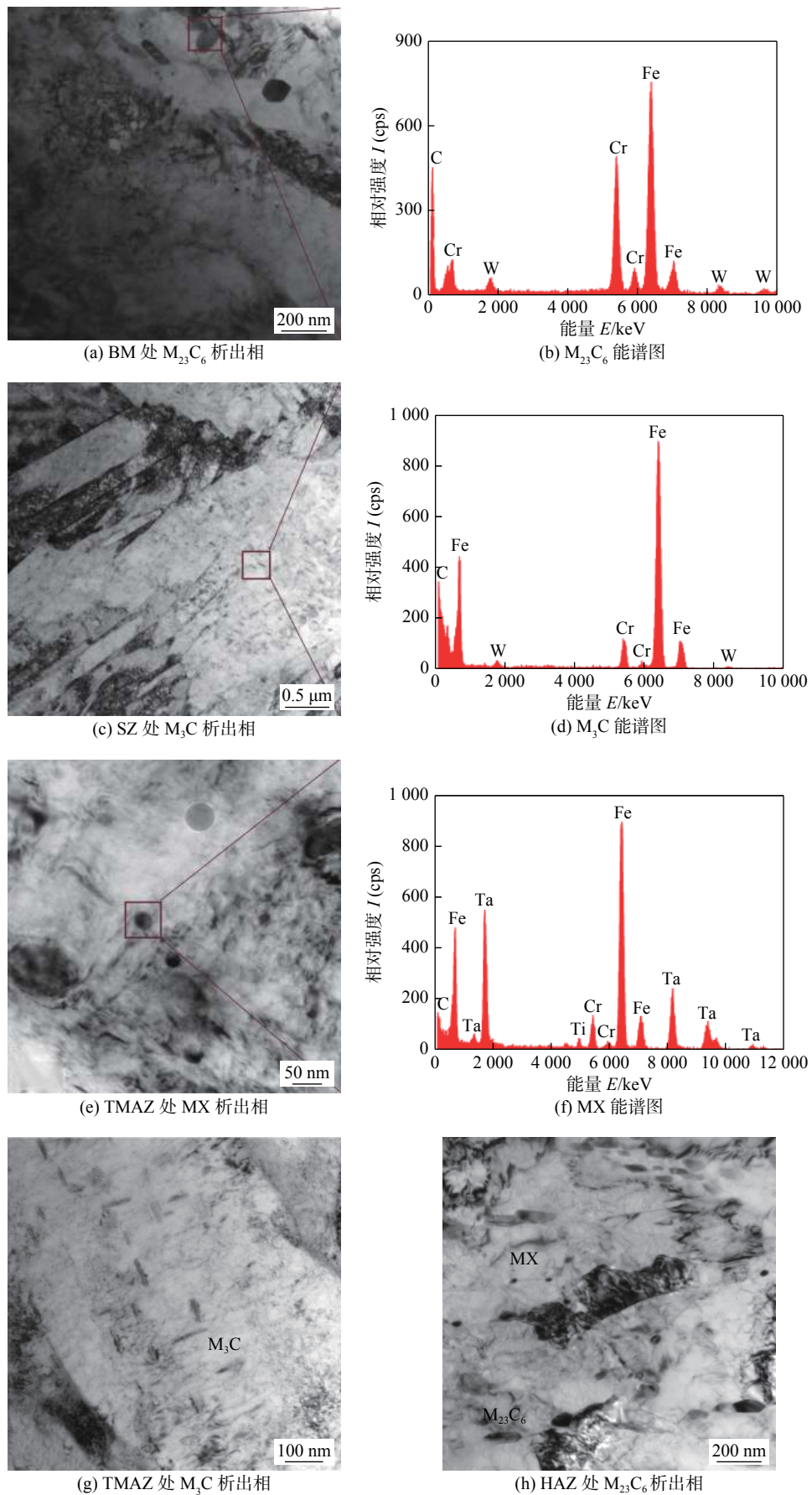


图4 FSW接头不同区域析出相的特征

Fig. 4 Characteristics of precipitates for different zones of FSW joint

化. 对于 MX 相, 其在接头各个区域内均能在晶内或马氏体板条内被发现, 焊接前后析出相尺寸和分布没有发现显著的变化. 综上所述, 随着逐渐靠近搅拌区, 由于焊接峰值温度的不同和材料塑性变形程度的差异, FSW 接头不同区域内微观组织特征展示了显著的差异.

表 2 FSW 接头不同区域的析出相种类

Table 2 Types of precipitates for different zones in FSW joint

BM	SZ	TMAZ	HAZ
$M_{23}C_6$, MX	MX, M_3C	MX, M_3C	$M_{23}C_6$, MX

2.2 力学性能

2.2.1 硬度分布

图 5 是 FSW 接头横截面中心线上的硬度分布特征. 由图 5 可以看出, 搅拌区和母材区硬度分布比较均匀, 母材区平均硬度值为 270 HV, 搅拌区平均硬度值为 420 HV, 其显著高于母材硬度. 焊后由于组织转变和晶粒粗化导致热力影响区硬度变化较大, 硬度值在 280 ~ 380 HV 范围内变化; 而热影响区的硬度最低.

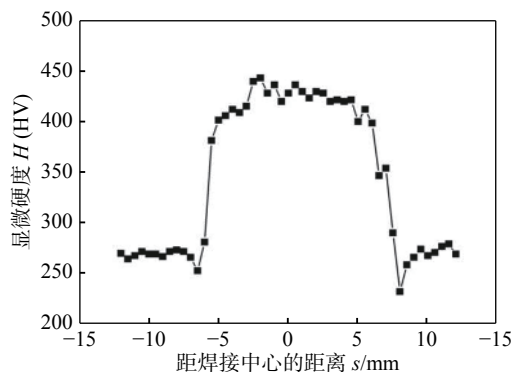


图 5 FSW 接头显微硬度分布

Fig. 5 Hardness profiles for FSW joint

搅拌区的硬度明显升高, 这是由于搅拌区晶粒细化、马氏体形成、位错密度增加和加工硬化等原因, 所以搅拌区硬度最大. 此外, 搅拌区内析出相溶解, 冷却过程中经历了失效过程, 新的析出相 M_3C 相均匀析出, 对搅拌区硬度的提高具有一定作用. 热力影响区硬度变化较大, 靠近热影响区的硬度最小, 原因是该区域受热循环作用, 引起晶粒发生明显粗化. 热影响区硬度值低于母材区硬度, 这是由于在热循环作用下, 热影响区发生动态回复和位错湮灭, 所以热影响区硬度最小. 由此可见, 组织类型、晶粒尺寸、析出相特点的差异, 是导致 FSW

接头不同区域硬度差异的根本原因.

2.2.2 高温拉伸性能

图 6 是 FSW 接头搅拌区高温拉伸结果. 由图 6 可知, 搅拌区的屈服强度和断后伸长率在室温下最大, 分别为 1 074 MPa, 20.5%, 而其抗拉强度在 300 °C 下最大为 1 408 MPa. 搅拌区的屈服强度随拉伸试验温度的增加而降低, 而其抗拉强度随着拉伸试验温度的增加先增大后降低. 然而, 搅拌区的断后伸长率随拉伸试验温度的变化趋势与抗拉强度相反, 即随着拉伸测试温度升高, 其先降低后升高. 有趣的是, 当拉伸测试温度高于 400 °C 时, 搅拌区的抗拉强度显著下降, 但其断后伸长率变化较小, 从 13% 升高至 15.5%.

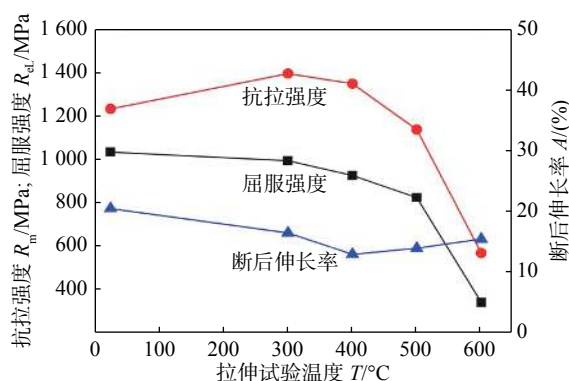


图 6 FSW 接头搅拌区的高温拉伸性能

Fig. 6 High temperature properties for SZ of FSW joint

搅拌区高温拉伸性能随测试温度变化而产生明显的变化, 这主要与温度对析出相种类和分布的影响、微观组织变化有关. 在较低测试温度下 (< 400 °C) 的拉伸试验, 相当于经历了低温失效过程, 有利于沉淀相析出, 增强了析出相钉扎位错效应, 所以抗拉强度升高、屈服强度和断后伸长率稍稍降低. 当拉伸试验温度较高时 (> 400 °C), 相当于对其进行回火处理, 搅拌区内微观组织发生动态回复并获得回火组织, 所以搅拌区的屈服强度和抗拉强度显著降低, 断后伸长率增加. 此外, 在较高的测试温度下, 搅拌区内针状 M_3C 析出相发生溶解和位错湮灭, 引起析出相和位错密度减少, 导致搅拌区抗拉强度降低. 由此可见, 拉伸试验温度对搅拌区内的微观组织具有重要影响, 进而导致搅拌区在不同测试温度下的拉伸性能存在明显的差异.

3 结 论

(1) 由于焊接热循环和材料塑性变形作用, 低

活化铁素体-马氏体钢 FSW 接头不同区域的微观组织存在明显的差异,主要表现在晶粒结构和析出相特征的不同:搅拌区晶粒细化、马氏体转变、 $M_{23}C_6$ 相溶解和 M_3C 相的析出;与母材相比,热力影响区发生了晶粒粗化;热影响区和母材区表现出相似的微观组织特征。

(2) 由于 FSW 接头不同区域微观组织的差异,导致 FSW 接头横截面不均匀的硬度分布。由于晶粒细化和沉淀强化,在搅拌区内硬度较高,分布均匀;在热力影响区中硬度变化较大,这主要与晶粒尺寸的变化有关;由于组织动态再结晶和位错湮灭,热影响区发生明显软化,其硬度值最低。FSW 接头前进侧和后退侧硬度值具有相似的变化趋势。

(3) 由于拉伸试验温度对搅拌区内的晶粒结构、析出相的影响,FSW 接头搅拌区的高温拉伸性能存在明显的差异。随着拉伸试验温度的增加,搅拌区的屈服强度单调降低,抗拉强度先增大后减小,而断后伸长率先减小后增大。当测试温度高于 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,搅拌区的高温拉伸性能均匀低于室温性能;然而,当测试温度低于 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,搅拌区的高温抗拉强度优于室温强度。

参考文献:

- [1] Zhou X, Liu C, Yu L, *et al.* Phase transformation behavior and microstructural control of high-Cr martensitic/ferritic heat-resistant steels for power and nuclear plants: a review[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2015, 31: 235 – 242.
- [2] Wang S, Peng D, Chang L, *et al.* Enhanced mechanical properties induced by refined heat treatment for 9Cr-0.5 Mo-1.8 W martensitic heat resistant steel[J]. *Materials & Design*, 2013, 50: 174 – 180.
- [3] Kumar S, Awasthi R, Viswanadham C. S, *et al.* Thermo-metallurgical and thermo-mechanical computations for laser welded joint in 9Cr-1Mo (V, Nb) ferritic/martensitic steel[J]. *Materials & Design*, 2014, 59: 211 – 220.
- [4] Arivazhagan B, Srinivasan G, Albert S K, *et al.* A study on influence of heat input variation on microstructure of reduced activation ferritic martensitic steel weld metal produced by GTAW process[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2011, 86: 192 – 197.
- [5] Zhang Kun, Luan Guohong, Fu Ruidong. Effect of natural aging on microstructure and mechanical properties of friction stir welded 7050-T7451 joints[J]. *China Welding*, 2016, 25(3): 16 – 22.
- [6] 刘会杰, 李金全, 段卫军. 静止轴肩搅拌摩擦焊的研究进展 [J]. *焊接学报*, 2012, 33(5): 108 – 112.
Liu Huijie, Li Jinquan, Duan Weijun. Progress in the stationary shoulder friction stir welding[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2012, 33(5): 108 – 112.
- [7] 秦国梁, 张 坤, 张文斌, 等. 6013-T4 铝合金薄板搅拌摩擦焊热输入对焊缝成形及组织性能的影响 [J]. *焊接学报*, 2010, 31(11): 5 – 8.
Qin Guoliang, Zhang Kun, Zhang Wenbin, *et al.* Effect of heat input on weld formation and microstructure and properties of friction stir welding of 6013-T4 aluminum alloy sheets[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2010, 31(11): 5 – 8.
- [8] 张成聪, 常保华, 陶 军, 等. 2024 铝合金搅拌摩擦焊过程组织演化分析 [J]. *焊接学报*, 2013, 34(3): 57 – 60.
Zhang Chengcong, Chang Baohua, Tao Jun, *et al.* Microstructural evolution analysis in friction stir welding process of aluminum alloy[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2013, 34(3): 57 – 60.
- [9] Chatterjee A, Chakrabarti D, Moitra A, *et al.* Effect of deformation temperature on the ductile-brittle transition behavior of a modified 9Cr-1Mo steel[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2015, 630: 58 – 70.
- [10] Noh S, Ando M, Tanigawa H, *et al.* Friction stir welding of F82H steel for fusion applications[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2016, 478: 1 – 6.
- [11] Zhang C, Cui L, Liu Y, *et al.* Microstructures and mechanical properties of friction stir welds on 9% Cr reduced activation ferritic/martensitic steel[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2018, 34: 756 – 766.

第一作者简介:张超,男,1993年出生,硕士。主要从事低活化钢搅拌摩擦焊连接机理方面的研究工作。Email: zt93@tju.edu.cn

通信作者简介:崔雷,男,讲师。Email: leicui@tju.edu.cn