

9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝组织性能比较

张超^{1,2}, 崔雷², 张恒泉¹, 王晶¹, 张然¹, 侯蔼麟¹

(1. 中国核动力研究设计院第四研究所, 成都, 610213; 2. 天津大学, 天津市现代连接技术重点实验室, 天津, 300350)

摘要: 对 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢分别进行电子束焊和搅拌摩擦焊工艺试验, 研究了不同焊接方法对焊缝微观组织及接头冲击韧性的影响规律. 结果表明, 电子束焊缝由粗大的树枝状板条马氏体组成, 且原奥氏体晶界处和晶内的析出相发生完全溶解; 搅拌摩擦焊缝由细小且均匀的板条马氏体组成, 晶界处的 $M_{23}C_6$ 碳化物发生溶解, 晶内球状 MX 相无明显变化. 由于形成大量的板条马氏体, 电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝硬度均显著高于母材. 不同焊接方法对其焊缝的冲击吸收功有着显著影响, 电子束焊缝冲击吸收能量仅为母材的 12.2%, 而搅拌摩擦焊缝则表现出较好地冲击韧性, 其冲击吸收能量为母材的 90%.

关键词: 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢; 电子束焊; 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.20200401003

0 序言

核反应堆包层结构经受着极其恶劣的服役环境, 要求其在长期服役过程中保持结构和冶金完整性. 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢具有较低的辐照肿胀系数和热膨胀系数、较高的热导率等优异的热物理性能和良好的力学性能, 被认为是核聚变/裂变发堆包层结构的理想候选材料之一^[1-4].

为了减小热影响区宽度, 保持接头良好的组织性能, 多采用低热输入、高能量密度的特种焊接技术对 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢进行焊接^[5-7]. 搅拌摩擦焊 (Friction stir welding, FSW) 是一种新型固态塑性连接技术, 焊接热输入较低, 可以保持焊缝性能与母材相近, 焊接变形和残余应力较小等的特点^[8-9]. 与搅拌摩擦焊相比, 电子束焊 (electron beam welding, EBW) 是一种高效率、高能量密度的熔化焊接方法, 具有焊接冶金质量好、焊接熔深大和焊接热影响区窄的特点, 具有适用性强、操作简便等优势^[10-11]. 因此, 对比研究 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢搅拌摩擦焊缝和电子束焊缝组织和力学性能的差异具有重要意义.

文中对 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢电子束焊缝

和搅拌摩擦焊缝的微观组织、硬度和冲击性能进行比较, 分析微观组织与力学性能之间的关联性, 并论述接头的断裂机制.

1 试验方法

试验采用的母材为 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢, 其化学成分如表 1 所示. 母材热处理工艺如下: 1000 °C 下正火保温 60 min, 水淬之后在 700 °C 下回火 60 min. 搅拌摩擦焊机为北京赛福斯特技术有限公司生产的 FSW-3LM-020 型设备, 搅拌头的材料为 W-25%Re 合金. 焊接工艺参数为焊接速度 60 mm/min, 焊接转速 300 r/min 和焊接压力 10 kN. 电子束焊机选择 KL110 型真空电子束焊机设备. 焊接加速电压 60 kV, 焊接电流 30 mA, 焊接速度 600 mm/min, 在全聚焦状态下以束流垂直于板面的方式进行焊接.

沿垂直于焊接方向切取尺寸为 25 mm × 10 mm 的试样, 经过粗磨、细磨和抛光后, 在 5 g FeCl₃, 20 mL 盐酸和 100 mL 蒸馏水的腐蚀液中侵蚀 90 s 制备金相试样. 采用光学显微镜 (OLYMPUS GX51) 和电子扫描显微镜 (SEM, TDCLSU 1510) 对接头区域的微观组织进行观察. 采用型号为 Tecnai G2F30 透射电子显微镜在 300 kV 加速电压下观测析出相.

低温冲击试验试样尺寸如图 1 所示, 冲击试验后, 采用电子扫描显微镜观测冲击试样断口形貌。硬度试验是在金相试样上焊缝区域测试, 载荷为 9.8 N, 加载时间为 15 s。

表 1 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢化学成分 (质量分数, %)
Table 1 Chemical composition of the 9Cr-1.5W-0.15Ta heat resistant 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

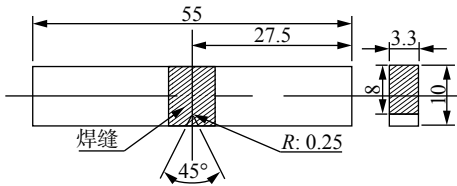


图 1 焊缝低温冲击试样取样位置和几何尺寸 (mm)
Fig. 1 Dimension and position of impact toughness testing sample in the weld

2 试验结果与分析

2.1 微观组织

9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢母材、电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝的微观组织如图 2 所示。图 2a, b 是 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢母材的微观组织, 由于经过正火、淬火和回火等热处理后, 具有完全的回火的组织特征, 晶粒尺寸大约为 20 μm , 并在原奥氏体晶界和晶内形成均匀分布的析出相 (M_{23}C_6 和 MX)。电子束焊缝的微观组织如图 2c, d 所示, 其特点为晶粒粗大, 组织不均匀, 且晶界处的 M_{23}C_6 析出相和晶内 MX 析出相均发生完全溶解。虽然电子束焊能量密度较大, 熔池中心温度高, 但其高温停留时间短, 焊后冷却速度较大, 因此在熔合线形成较大的温度梯度, 促进粗大的树枝状组织的形成。从焊缝两边生长的晶粒在焊缝中心处相遇, 形成了垂直于母材原始晶粒取向的组织结构。

图 2e, f 为搅拌摩擦焊缝的微观组织。在焊接过程中, 焊缝由于受到搅拌针剧烈的搅拌而引起严重的塑性变形和摩擦, 产生的局部高温作用使得组织发生动态再结晶, 加之焊后冷却速率较大, 发生马氏体转变^[12]。因此, 搅拌摩擦焊缝的组织由回火组织转变为板条马氏体。焊缝区域晶粒发生明显细化, 这是由于该区域受到搅拌针的机械作用, 动态再结晶的晶粒发生破碎而细化。此外, 在搅拌摩擦焊缝中晶界上的 M_{23}C_6 析出相发生完全溶解, 而晶

内依然存在球状 MX 析出相, 这表明焊缝区域经历的焊接热循环峰值温度高于 M_{23}C_6 相的熔点 (860 $^{\circ}\text{C}$)、但低于 MX 相熔点 (1310 $^{\circ}\text{C}$)^[13-14]。

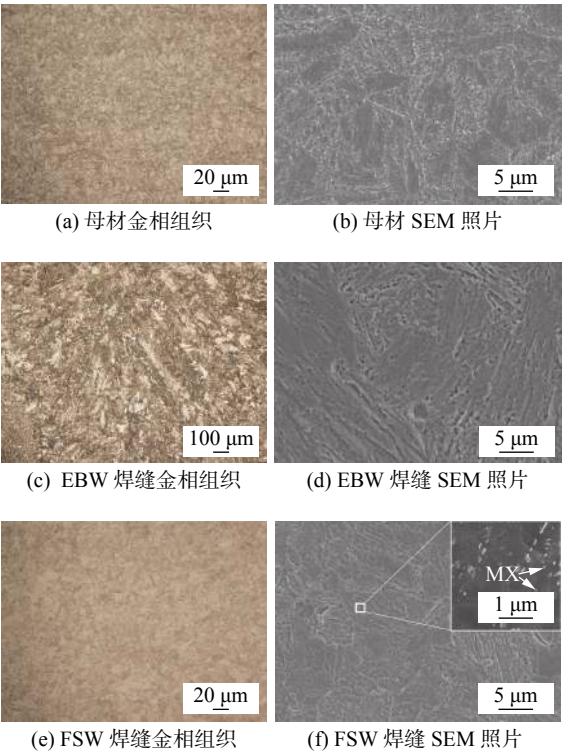


图 2 母材、电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝的微观组织特征
Fig. 2 Microstructure of base metal, EBW weld and FSW weld. (a) metallographic of base metal; (b) SEM microstructure of base metal; (c) metallographic of EBW weld; (d) SEM microstructure of EBW weld; (e) metallographic of FSW weld; (f) SEM microstructure of FSW weld

图 3 为母材和搅拌摩擦焊缝中析出相特征。母材中 M_{23}C_6 碳化物和球状 MX 相分别均匀地分布在原奥氏体晶界和晶内 (图 3a, b)。焊后晶界处 M_{23}C_6 碳化物发生完全溶解, 球状 MX 碳氮化物无明显变化, 但对位错产生强烈的钉扎作用, 同时在板条马氏体内生成大量的针状 M_3C 相, 主要由 W, Cr, Fe 和 C 组成 (图 3c ~ 3f)。这主要是由于 M_{23}C_6 碳化物的溶解在晶界和晶内之间产生 C 和 Cr 原子的浓度梯度, 同时焊接过程中的奥氏体化再结晶和马氏

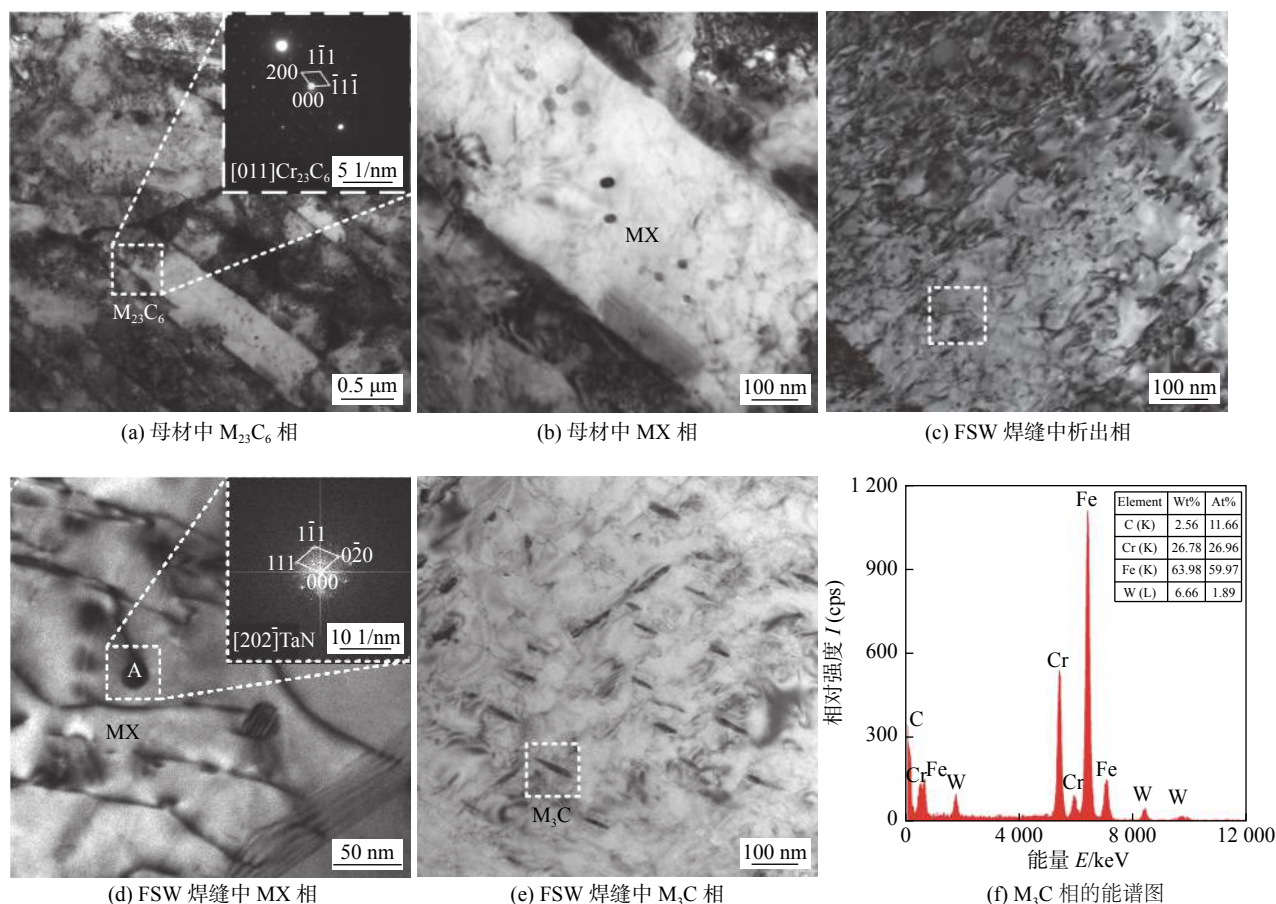


图 3 母材和搅拌摩擦焊缝析出相的特征

Fig. 3 Characteristics of precipitates for base metal and FSW weld. (a) $M_{23}C_6$ phase in base metal; (b) MX phase in base metal; (c) $M_{23}C_6$ phase in FSW weld; (d) MX phase in FSW weld; (e) M_3C phase in FSW weld; (f) energy spectrum of M_3C phase

体转变诱导位错和空位等晶格缺陷增殖,为针状 M_3C 碳化物析出提供了形核质点和原子扩散通道,促进了 M_3C 碳化物的析出^[15]。

2.2 力学性能

2.2.1 显微硬度

表 2 为母材、电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝硬度结果。相比于 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢的硬度 (272 HV), 两种焊缝的硬度明显增大, 电子束焊缝硬度值为 475 HV, 搅拌摩擦焊缝硬度值为 425 HV。焊缝区明显硬化, 这是由于在焊接过程中焊接热循环峰值温度高于母材的相变温度, 在焊后快速冷却导致焊缝中形成大量的板条状马氏体组织, 使得焊缝的硬度增大^[16-17]。

表 2 母材、电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝显微硬度 (HV)
Table 2 Microhardness of the base metal, EB and FSW welds

母材	EBW焊缝	FSW焊缝
272	475	425

2.2.2 冲击韧性

图 4 是 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢母材、电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下的冲击吸收能量。由图可知, 母材的冲击吸收能量为 34.35 J, 搅拌摩擦焊缝冲击吸收能量为 31.1 J, 而电子束焊缝的冲击吸收能量为 4.2 J, 仅为母材的 12.2% 和搅拌摩擦焊缝的 13.5%。

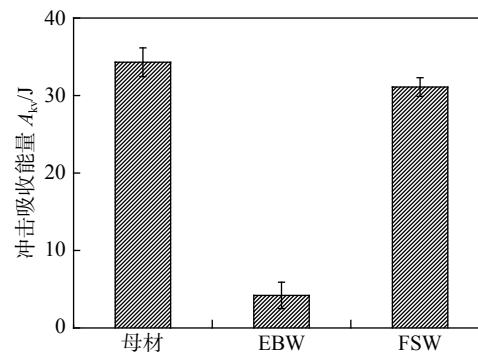


图 4 母材、电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝在 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下的冲击韧性

Fig. 4 Impact toughness of base materials, EBW and FSW welds at $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$

接头的力学性能主要取决于其微观组织特征. 与母材相比, 搅拌摩擦焊接头韧性稍有降低, 这是焊缝区晶粒细化、高角度晶界增加阻碍裂纹扩展而改善接头韧性和位错密度增加而恶化冲击性能的共同结果^[18-20]. 除此之外, 残余奥氏体的存在也对改善接头韧性具有重要影响^[21]. 相比于搅拌摩擦焊接头, 电子束焊接头韧性显著降低, 这主要是由于在焊缝中树枝状组织的形成, 使焊缝韧性明显降低. 另外, 电子束焊接过程中热输入较大, 引起晶粒粗化和析出相溶解等组织变化, 对接头的冲击韧性产生重要影响.

2.2.3 冲击断口形貌

图 5 为母材、电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝试样

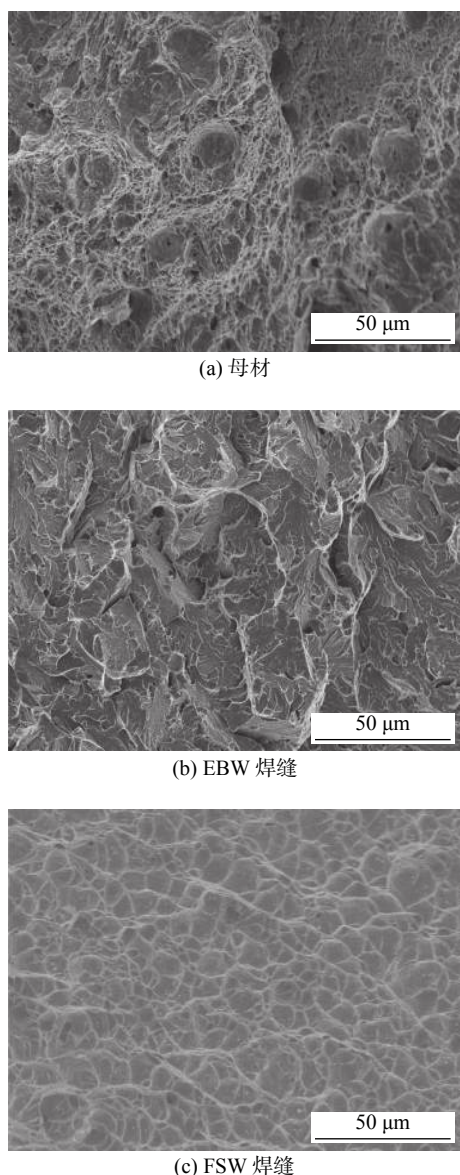


图 5 冲击试样的断口形貌

Fig. 5 Fracture morphology of impact specimens. (a) base metal; (b) EBW weld; (c) FSW weld

冲击后的断口形貌. 由于微观组织特征差异, 导致焊接接头力学性能的不同, 同时也在冲击断口形貌上表现明显的不同. 母材的冲击断口形貌表现为典型的韧窝特征, 并且韧窝大小和形状存在明显差别, 发现小尺寸韧窝密度远多于大尺寸韧窝 (图 5a). 电子束焊缝冲击断口则表现为典型的解理断裂, 同时局部还可以发现较深的裂纹 (图 5b). 搅拌摩擦焊缝冲击断口形貌均表现为大小和形状均匀的韧窝特征, 在部分韧窝底部存在第二相粒子脱落的现象, 并且由于冲击变形而形成少量的撕裂痕, 断裂方式属于微孔聚集型断裂 (图 5c). 综上, 母材和搅拌摩擦焊缝的冲击断裂方式属于典型的延性断裂, 而电子束焊缝的冲击断裂方式属于脆性断裂.

电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝的冲击断口形貌与母材有不同程度的差异. 在搅拌摩擦焊缝中, 由于发生动态再结晶, 晶粒尺寸明显细化, 同时仅部分低熔点析出相溶解, 冲击断口表现尺寸较大的韧窝特征, 导致冲击韧性发生稍稍降低. 然而, 对于电子束焊缝, 微观组织为粗大的树枝状晶, 并且析出相均发生溶解, 导致在冲击过程中协调变形能力变弱, 断口表现为典型的解理断裂特征. 因此, 电子束焊缝的冲击韧性显著降低.

3 结论

(1) 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢电子束焊缝呈树枝状晶微观组织, 晶粒粗大, 组织不均匀, 且析出相均发生溶解; 搅拌摩擦焊缝则由细小、均匀的板条马氏体微观组织组成, 部分晶界析出相发生溶解.

(2) 由于在焊缝中有大量板条马氏体生成, 9Cr-1.5W-0.15Ta 耐热钢电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝的硬度值均发生了显著增大, 电子束焊缝的硬度值最高可达到 475 HV.

(3) 两种焊缝的冲击韧性均低于母材, 但由于电子束焊缝和搅拌摩擦焊缝中晶粒尺寸、析出相的差异, 不同焊缝表现不同的力学性能. 电子束焊缝的冲击吸收能量仅为母材的 12.2%; 搅拌摩擦焊缝的力学性能较好, 其冲击吸收能量为母材的 90%.

参考文献

- [1] Matsukawa Y, Zinkle S. J One-dimensional fast migration of vacancy clusters in metals[J]. Science, 2007, 318: 959 - 962.
- [2] Wu Y, Zheng S, Zhu X, et al. Conceptual design of the fusion-

- driven subcritical system FDS-I[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2006, 81: 1305 – 1311.
- [3] Wu Y. Design status and development strategy of China liquid lithium–lead blankets and related material technology[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2007, 367–370: 1410 – 1415.
- [4] Huang Q, Wu Q, Li C, *et al.* Progress in development of fabrication of small TBMs for EAST and ITER[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2010, 85: 2192 – 2195.
- [5] 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.
- [6] 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.
- [7] Poitevin Y, Aubert P, Diegele E, *et al.* Development of welding technologies for the manufacturing of European Tritium Breeder blanket modules[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2011, 417: 36 – 42.
- [8] 李胜利, 杨新歧, 唐文坤, 等. 新型 9Cr-1Mo 钢搅拌摩擦焊接头组织及性能 [J]. *焊接学报*, 2019, 40(4): 28 – 35.
Li Shengli, Yang Xinqi, Tang Wenshen, *et al.* Microstructure and mechanical properties of friction stir welded novel 9Cr-1Mo steel[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2019, 40(4): 28 – 35.
- [9] Liu Jialun, Zhu Hao, Jiang Yue, *et al.* Evolution of residual stress field in 6No1 aluminum alloy friction stir welding joint[J]. *China Welding*, 2018, 27(4): 18 – 26.
- [10] 王廷, 张峰, 李宁, 等. Ti60 钛合金/GH3128 高温合金电子束焊接头脆裂原因分析 [J]. *焊接学报*, 2017, 38(12): 19 – 22.
Wang Ting, Zhang Feng, Li Ning, *et al.* Analysis of embrittlement of Ti60 and GH3128 electron beam welded joint[J]. *Transactions of the China Welding Institution*, 2017, 38(12): 19 – 22.
- [11] Chen Guoqing, Zhang Banggang, Yang Yong, *et al.* Electron beam welding of sicp/2024 and 2219 aluminum alloy[J]. *China Welding*, 2019, 28(4): 51 – 55.
- [12] 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.
- [13] Sawada K, Hara T, Tabuchi M, *et al.* Microstructure characterization of heat affected zone after welding in Mod. 9Cr–1Mo steel[J]. *Materials Characterization*, 2015, 101: 106 – 113.
- [14] Pandey C, Giri A, Mahapatra M. Evolution of phases in P91 steel in various heat treatment conditions and their effect on microstructure stability and mechanical properties[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 664: 58 – 74.
- [15] Zurob H, Hutchinson C, Brechet Y, *et al.* Modeling recrystallization of microalloyed austenite: effect of coupling recovery, precipitation and recrystallization[J]. *Acta Materialia*, 2002, 50: 3077 – 3094.
- [16] Paul V, Saroja S, Albert S, *et al.* Microstructural characterization of weld joints of 9Cr reduced activation ferritic martensitic steel fabricated by different joining methods[J]. *Materials Characterization*, 2014, 96: 213 – 224.
- [17] Das C, Albert S, Sam S, *et al.* Mechanical properties of 9Cr–1W reduced activation ferritic martensitic steel weldment prepared by electron beam welding process[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2014, 89: 2672 – 2678.
- [18] Zhou T, Yu H, Wang S. Effect of microstructural types on toughness and microstructural optimization of ultra-heavy steel plate: EBSD analysis and microscopic fracture mechanism[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 658: 150 – 158.
- [19] Furuhashi T. Key factors in grain refinement of martensite and bainite[J]. *Materials Science Forum*, 2010, 638: 3044 – 3049.
- [20] Morris JW Jr, Kinney C, Pytlewski K, *et al.* Microstructure and cleavage in lath martensitic steels[J]. *Science and Technology of Advanced Materials*, 2013, 14(1): 014208.
- [21] Arlazarov A, Ollat M, Masse J P, *et al.* Influence of partitioning on mechanical behavior of Q & P steels[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 661: 79 – 86.
-
- 第一作者简介:** 张超, 1993 年出生, 硕士, 研究实习员; 主要从事电子束焊接和搅拌摩擦焊连接机理方面的研究工作; Email: zt93@tju.edu.cn.

(编辑: 张宏强)