

低活化钢双壁管的热等静压扩散连接

黄伶明^{1,2}, 王万景^{1,2}, 王纪超¹, 刘松林¹, 雷明淮¹, 罗广南¹

(1. 中国科学院合肥物质科学研究院, 等离子体物理研究所, 合肥, 230031; 2. 中国科学技术大学, 合肥, 230026)

摘要: 双壁管可控制裂纹扩展路径, 防止裂纹沿管径向扩展, 显著提高了管的使用安全性, 被认为是聚变堆包层增殖区冷却管的理想选择. 针对双壁管复合焊接难题, 从钢/铜/钢和钢/镍/钢平板复合结构开展了工艺优化试验. 结果表明, 热等静压温度高于 1 100 °C 时, 钢/铜/钢复合界面处发生晶界扩散, 焊接接头室温抗拉强度达 601 MPa, 界面纳米压痕硬度 1.37 GPa; 钢/镍/钢复合界面处产生了更宽的元素固溶扩散, 室温抗拉强度可达 630 MPa, 界面处纳米压痕硬度 2.05 GPa. 采用优化后的热等静压参数制备了连接质量良好的多折弯双壁冷却管原型件.

创新点: (1) 采用铜和镍作为中间层以及适当的热处理工艺, 实现了钢/中间层/钢平板结构良好焊接结合, 同时其综合力学性能较为优异.

(2) 国内首次制备出聚变堆水冷包层中双壁管部件.

关键词: 双壁管; 钢/中间层/钢结构; 热等静压连接; 晶界扩散; 结合强度

中图分类号: TG456 **文献标识码:** A **doi:** 10.12073/j.hjxb.20210810001

0 序言

中国聚变工程实验堆是由国内设计的新一代全超导托卡马克聚变堆装置,是实现未来聚变能商用的重要一步. 氦增殖包层是实验堆中最重要的部件之一,其功能是在聚变能源系统中实现氦增殖和能量转换. 为了实现 CFETR 的科学目标,近几年分别提出了水冷陶瓷包层以及氦冷陶瓷包层^[1]. 水冷陶瓷包层采用成熟的压水堆工况且直接面对聚变等离子体. 根据功能和结构特点主要分为第一壁、侧板、背板、隔板、双壁管等^[2]. 第一壁和双壁管是增殖包层部件的两个主要冷却组件,其中第一壁主要冷却来自边界等离子体的辐照热,双壁管主要冷却增殖区产生的核热.

采用双壁管主要有两个考虑:①双壁管较冷却板具有更高的冷却效率, 占空比低可以增加增殖剂的总量进而带来更高的氦增殖率^[3];②双壁管采用双层管结构,在管间加入低强度的中间层后可以有效的防止裂纹沿管径向扩展,提高了使用安全性^[4-5]. 目前,双壁管材料选择低活化铁素体/马氏体钢作为

结构材料,选择铜、镍、铬、钒等作为中间层材料.

在保证变形可控的条件下,一次性实现两个长度大于 2.5 m 钢管与中间层材料的密闭冶金结合是双壁管的制备难点和研究重点. 目前,国际上对 RAFM 钢与 RAFM 钢的焊接已经开展不少相关研究,主要采用的焊接方法包括钨极氩弧焊 (tungsten inert gas arc welding, TIG 焊)^[6-7]、电子束焊 (electron beam welding, EBW 焊)^[8-9]、热等静压扩散连接 (hot isotatic pressure welding, HIP 焊)^[10-13]、激光焊 (laser beam welding, LBW 焊)^[14]、搅拌摩擦焊等^[15], 主要研究内容集中在焊接工艺参数优化,如不同工艺参数对焊接接头的微观结构和室温断裂韧性、辐照前后焊接接头力学性能影响研究等^[16]. 高庆然等人^[13]已开展了低活化钢试样的固相扩散焊研究,发现在 950 °C 以上可以很好实现 RAFM 钢的扩散连接,为开展双壁管焊接工艺试验提供了基础. 文中从焊接结构设计出发,继续探索含中间层双壁管的一次性焊接工艺,得出双壁管部件的综合力学性能研究,为以后部件的生产制造提供参考.

1 试验方法

采用的试验材料为 CLF-1 低活化铁素体马氏体

钢, 具体成分如表 1 所示. 钢板整体尺寸为 $\phi 46\text{ mm} \times 20\text{ mm}$. 钢板制备后, CLF-1 钢表面电镀中间层 Cr, Cu 和 Ni, 镀层厚度 $7\text{ }\mu\text{m}$ 左右. Cr 元素耐腐蚀且低中子活化, 延展性较好, 能有效防止裂纹扩展. 但是电镀 Cr 镀层质量较差, 致使热等静压复合接头的结合结果差. 之后选用了易扩散韧性好的 Ni 以及导热系数好的 Cu. 焊接步骤如下: ①采用酮清洗待焊接面去除油污; ②将钢块装入包套内; ③采用电子束焊除气密封; ④热等静压焊; ⑤热压完成后, 对样品进行 $760\text{ }^{\circ}\text{C}/90\text{ min}$ 的回火处理. 其中, 热等静

压焊接时母材和中间层材料的冶金物理性能、焊件表面状态、热等静压扩散焊接温度、压力、扩散时间等是影响接头质量的主要因素^[16]. 一般压力越大, 温度越高, 则界面处紧密接触的面积也越大; 压力过小易产生界面孔洞, 温度低会阻碍原子穿越界面的扩散迁移. 文献 [17] 显示, 为了实现 RAFM 钢之间的良好扩散结合, 又要保证晶粒尺寸正态化, 热等静压 RAFM 钢的温度一般要高于 $1\text{ }100\text{ }^{\circ}\text{C}$. 经多次试验优化, 最终确定热等静压的工艺参数为温度 $1\text{ }100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、压力 120 MPa 、保压时间 2 h . 图 1 为样品结构示意图.

表 1 CLF-1 钢的化学成分 (质量分数, %)
Table 1 Chemical compositions of CLF-1 steel

Cr	W	Mn	V	Ta	C	Fe
8.32	1.5	0.365	0.24	0.1	0.098	余量

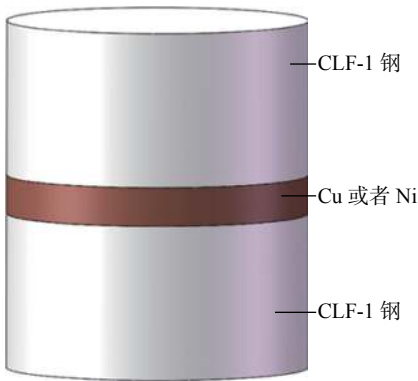


图 1 样品结构
Fig. 1 Sample structure

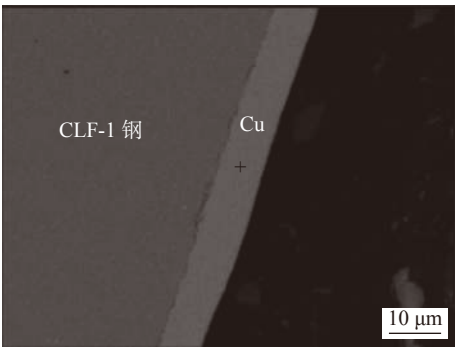
焊后利用 OLYMPUS-BX51M 型金相显微镜和 Phenom XL 型扫描电子显微镜观察界面组织特征、能谱分析仪测定扩散过渡区元素分布. 采用 Agilent Nano indenter G200 型纳米压痕仪器对扩散界面两侧区域显微硬度进行测定. 利用 MTS-880/25T 型万能材料试验机测量焊接接头的抗拉强度, 拉伸样品为 M6 螺纹圆柱样品, 标距 20 mm , 试样总长度为 40 mm , 拉伸试验程序依据国家标准 GB/T 228.1—2010《金属材料拉伸试验第 1 部分: 室温试验方法》进行, 拉伸速率 5 mm/min .

双壁管制备材料也是 CLF-1 钢, 焊接步骤与平板复合件类似. 首先, 内管外壁电镀 Cu 和 Ni 中间层 (电镀前打磨外管壁至粗糙度 $Ra < 1.6\text{ }\mu\text{m}$, 并酸洗去油); 其次, 将内管外壁和外管内壁清洗去油, 密封双壁管; 密封后弯制成多折弯结构件, 利用优化后的参数下进行热等静压处理; 最后进行回火处理. 对制备的原型件双壁管取样进行了焊后测试.

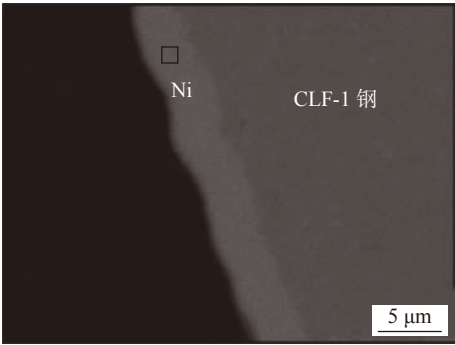
2 平板试验结果及分析

2.1 界面微观结构和元素分析

图 2 为两种中间层电镀后的成分分析. 从图 2 可以看出, Cu 和 Ni 中间层的厚度分别为 $8\text{ }\mu\text{m}$ 和 $6\text{ }\mu\text{m}$,



(a) 铜中间电镀后



(b) 镍中间层电镀后

图 2 两种中间层镀层的成分分析
Fig. 2 Compositions analysis of coatings of two inter-layers. (a) copper after electroplating; (b) Ni after electroplating

镀层中没有任何杂质峰, 镀层比较致密, 且与基体结合较好.

样品界面的能谱线扫描结果如图 3 所示. 从线扫描结果可知, Ni 的反应层厚度达到 50 μm , 而 Cu 的反应层厚度仅有 8 μm , 对于 Ni 中间层来说, Fe 和 Ni 在界面中间的原子分数分别为 68% 和 22%, Cr 扩散平缓过渡, 其原子分数约为 10%. 这也说明了镍中间层基体中心位置含量已经很低, 向两端扩散得充分, 单边扩散距离约为 20 ~ 30 μm .

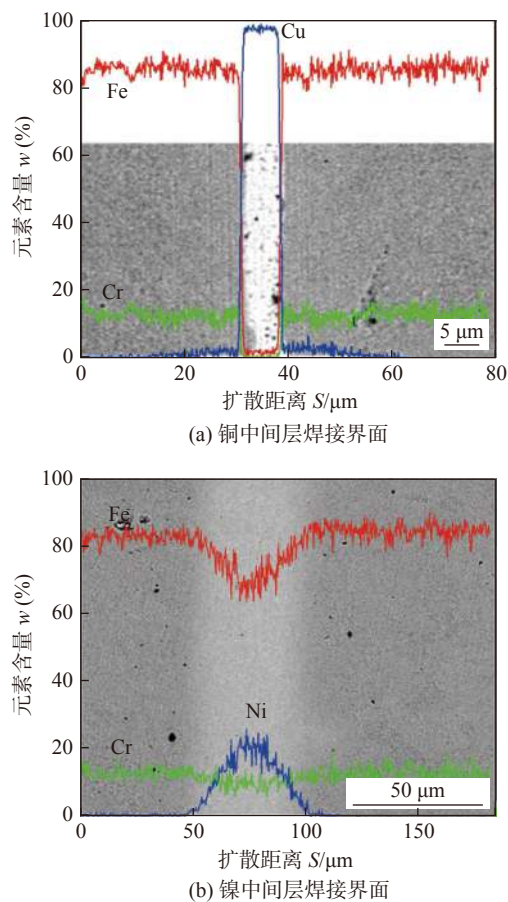


图 3 两种焊接界面的线扫描分析

Fig. 3 Line scan analysis of two welding interface.(a) Cu interlayer welding interface;(b) Ni interlayer welding interface

根据式 (1) 可以求得 Ni 在钢中的扩散系数 D .

$$S = (Dt)^{1/2} \quad (1)$$

式中: S 为扩散距离; t 为扩散时间, 代入求得扩散系数为 $1.25 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$, 这与文献 [18] 中报道的 Ni 原子在 $\gamma\text{-Fe}$ 中的扩散系数 $3.5 \times 10^{-9} \text{ cm}^2/\text{s}$ 相差约 3 倍, 其理论模型未考虑实际材料中的缺陷导致扩散系数偏大. 此外, 金属间化合物的形成不利于连接接头的力学性能, 由于 Fe 和 Ni 元素的固溶度有限, Ni/钢的扩散连接界面处不会形成金属间化合

物, 因此采用电镀镍做中间层的扩散连接可以避免金属间化合物的形成. 对于铜中间层来说, Fe 和 Cu 在界面处原子分数分别为 2.89% 和 96.98%, 扩散界面 Cu 原子的富集宽度为 8 μm , 两侧有少量扩散, Cr 原子并未穿过 Cu 中间层发生扩散. 界面处的元素含量说明了 Cu 和 Fe 原子仅产生少量固溶, 这与 Cu 和 Fe 元素的二元相图一致, 这两种元素在固态时互溶度很小, 直接连接时接头中反应生成物数量也较少.

图 4 为两种中间层的微观形貌, 由图 4 可见, 两种中间层都实现了 CLF-1 钢和 CLF-1 钢的冶金结合, 结合界面没有任何空洞和缝隙, 表明焊接结合很好.

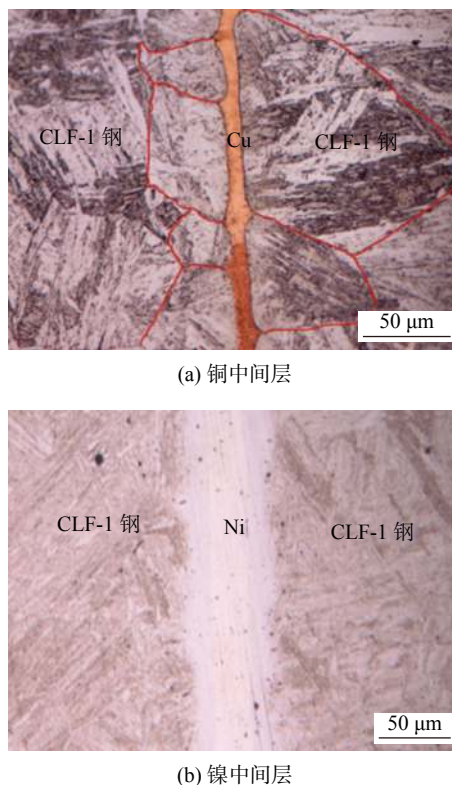


图 4 两种中间层的微观形貌

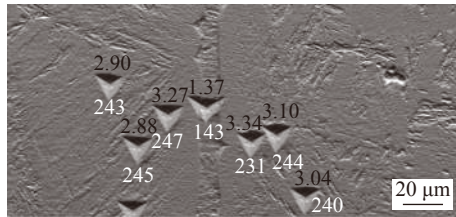
Fig. 4 Microscopic morphology of two interlayers. (a) Cu interlayer; (b) Ni interlayer

相对于 Ni 原子在界面处的均匀扩散, 铜中间层主要表现为晶间扩散. 这种晶界扩散的现象与文献 [19] 中 CuMn 合金中间层与 1Cr18Ni9Ti 不锈钢界面组织相似, 晶界处存在点阵畸变, 原子处于较高的能量状态, 易于跳动和迁移. Cu 在晶界的扩散系数远大于晶粒内部, 所以 Cu 原子易于沿晶界进行扩散且这一现象有利于焊接接头强度的提高.

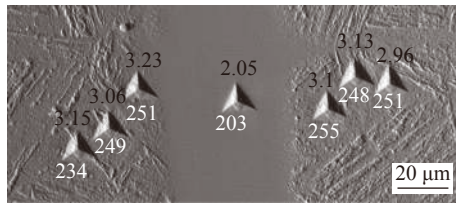
2.2 界面显微硬度

前述分析表明, 界面存在固溶体相, 因其会影

响界面的力学性能,对两种中间层的界面显微硬度进行了测量.采用了纳米压痕测试.试验中压头压入深度 $2\text{ }\mu\text{m}$,以焊接界面为中心,沿焊接界面共取 7 个点;在压头刚压入样品时,由于尺寸效应,硬度随位移波动较大,但是随着压入深度的增加曲线逐渐平稳,在 $1\ 800\sim 2\ 000\text{ nm}$ 压痕深度取平均值,得到的测量区域的纳米硬度如图 5 所示.压痕上方和下方数值分别为硬度和弹性模量.



(a) 铜中间层焊接界面



(b) 镍中间层焊接界面

图 5 不同中间层的硬度及弹性模量

Fig. 5 Nano hardness and modulus of elasticity of different interlayer. (a) welding interface of Cu interlayer; (b) welding interface of Ni interlayer

根据图 5 显示,铜界面处和镍界面处的平均纳米硬度分别是 1.37 和 2.05 GPa ,界面两侧硬度值偏差不大,靠近界面处的硬度值较高,约为 $3.2\sim 3.3\text{ GPa}$,主要原因是界面处存在微量元素扩散,在铁基中形成固溶体进而达到固溶强化作用,钢基体硬度值约为 3.01 GPa .同样对比两种中间层的弹性模量差距,铜中间层在界面中心的弹性模量为 143 GPa ,与铜基体的 125 GPa 有所差距,原因是:①镀层较薄导致压头边缘接触到钢基体,导致模量变大;②可能是产生少量固溶体,固溶体间的原子间键合强度要高于铜基体,固溶体连续地分布在界面上,将铜钢基体原子很好地连接起来,在一定程度上增强了界面的结合强度,这也一定程度解释了之后拉伸试验断裂发生在钢侧.镍中间层在界面中心处的弹性模量为 203 GPa ,与镍基体 207 GPa 相差不大,同样也是界面边缘处模量最高,然后向钢侧逐渐降低.

2.3 接头拉伸性能

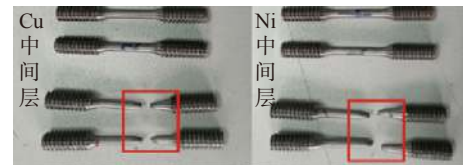
对平板样品进行了常温和高温条件下拉伸试验,结果如表 2 所示.断裂位置都发生在母材处,且均

为韧性断裂,常温抗拉强度分别达到 601 和 630 MPa ;高温抗拉强度则分别为 480 和 474 MPa ,与 CLF-1 钢母材的拉伸性能比较吻合.

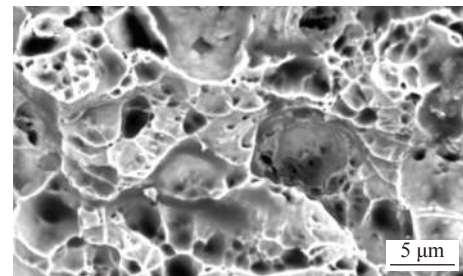
表 2 拉伸结果
Table 2 Tensile results

中间层材料	测试温度 $T/^{\circ}\text{C}$	抗拉强度 R_m/MPa	断裂位置
Cu	25	601	钢侧
	400	480	钢侧
Ni	25	630	钢侧
	400	474	钢侧

拉伸样品及断口形貌如图 6 所示.图 6a 为铜中间层和镍中间层拉伸前后的样品图,在断口附近有明显的颈缩现象,表明拉伸试样在拉伸断裂之前经历了较大的塑性变形,孔隙在塑性变形过程中一直聚集和长大,就会形成韧窝.两种中间层断口形貌如图 6b 所示.



(a) 两种中间层的拉伸样品



(b) 两种中间层的拉伸断口形貌

图 6 拉伸样品及其断口形貌

Fig. 6 Tensile sample and fracture morphology. (a) two interlayer tensile specimens; (b) tensile fracture morphology of two interlayer

通过相关文献 [20] 发现对镍中间层而言,断裂发生在母材的原因可能由于回火后位错密度得到回复,回火马氏体的强度低于强度高但较脆的原马氏体组织,而且回火处理能缓解一定程度的残余应力集中.因此,回火处理有利于改善接头的力学性能,尤其是获得良好的抗拉强度;对于铜中间层来说,断裂未发生在焊接接头的主要原因是镀层较薄再加上良好的冶金结合.因此良好的冶金结合和适当的回火处理可以有效改善扩散焊接头的综合力学性能.

3 双壁管试验结果及分析

根据平板试验优化工艺参数,制备出了双壁管原型件如图 7 所示. 双壁管截面尺寸为: 内管直径 8 mm, 壁厚 1.25 mm; 外管直径 11 mm, 壁厚 1.25 mm, 中间层厚度 100 μm 左右, 截取了小段管件进行金相观察如图 7b 和图 7c 所示, 金相结果显示两种中间层材料的双壁管结合都较好, 无明显裂纹及孔洞.

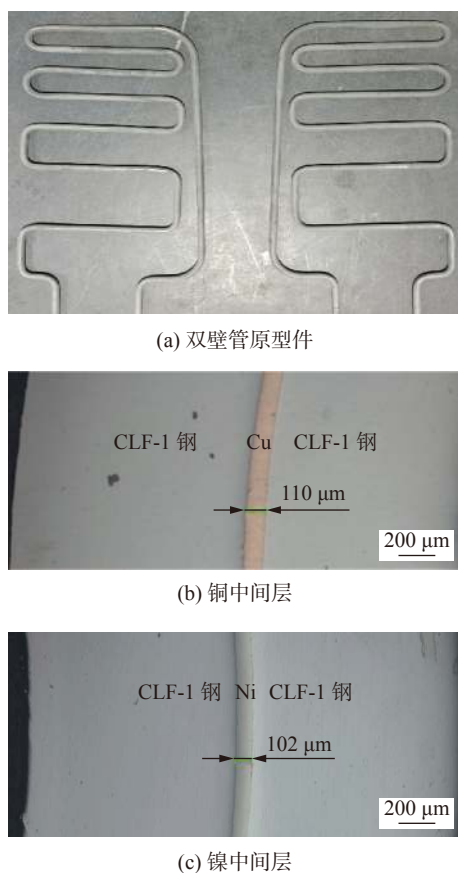


图 7 双壁管原型件及其金相图

Fig. 7 Prototype parts of DWTS and the metallographic diagram. (a) prototype parts of DWTS; (b) Cu interlayer; (c) Ni interlayer

4 结论

(1) 在温度 1 100 $^{\circ}\text{C}$ 、压力 120 MPa、时间 2 h 热压参数下, 铜和镍中间层与钢实现了良好的扩散焊接, 镍中间层发生了明显的界面扩散, 铜中间层出现了晶界扩散的现象; 在此参数下, 双壁管之间也实现了良好的扩散连接, 焊接界面无明显孔洞和裂纹.

(2) 两种中间层材料, 拉伸断裂位置均在钢侧, 说明合适的扩散焊焊接工艺参数和适当的回火处理会明显改善扩散焊接头的力学性能, 且硬度均沿着界面呈现对称分布.

参考文献

- [1] Lei Mingzhun, Wu Qigang, Xu Shuling, *et al.* Design and analysis of the equatorial inboard WCCB blanket module for CFETR[J]. Fusion Engineering and Design, 2020, 161: 111889.
- [2] Wang Wanjing, Wang Jichao, Xie Chunyi, *et al.* Progress of manufacture technology of CFETR WCCB blanket at ASIPP[J]. Fusion Engineering and Design, 2020, 159: 11758.
- [3] Liu S, Peng C, Lu P, *et al.* Progress on design and related R&D activities for the water-cooled breeder blanket for CFETR[J]. Theoretical and Applied Mechanics Letters, 2019, 9(3): 161 – 172.
- [4] Magielsen A J, Bakker K, Chabrol C, *et al.* In-pile performance of a double-walled tube and a tritium permeation barrier[J]. Journal of Nuclear Materials, 2002, 307(1): 832 – 836.
- [5] Forest Laurent, Aktaa J, Boccaccini L V, *et al.* Status of the EU DEMO breeding blanket manufacturing R&D activities[J]. Fusion Engineering and Design, 2020, 152: 11420.
- [6] 顾康家. CLAM 钢 TIG 焊组织与性能的研究 [D]. 镇江: 江苏大学, 2009.
Gu Kangjia. Microstructure and mechanical properties of CLAM steel in TIG welding[D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2009.
- [7] 邵奇栋. 中国低活化马氏体钢 TIG 焊微观组织与力学性能的研究 [D]. 镇江: 江苏大学, 2010.
Shao Qidong. Microstructure and mechanical properties of TIG welded joint of CLAM steel[D]. Zhenjiang: Jiangsu University, 2010.
- [8] Commin L, Rieth M, Widak, V, *et al.* Characterization of ODS Eurofer/Eurofer dissimilar electron beam welds[J]. Journal of Nuclear Materials, 2013, 442(1-3): 552 – 556.
- [9] 陈路, 王泽明, 陶海燕, 等. CLF-1 低活化铁素体/马氏体钢真空电子束焊接研究 [J]. 焊接技术, 2014, 43(5): 26 – 29.
Chen Lu, Wang Zeming, Tao Haiyan, *et al.* Reserach on electron beam welding for CLF-1 reduced activation ferritic/martensitic steel[J]. Welding Technology, 2014, 43(5): 26 – 29.
- [10] 王纪超. 热等静压法制备 CFETR 包层第一壁钨/钢模块研究 [D]. 合肥: 中国科学技术大学, 2017.
Wang Jichao. Manufacturing of CFETR blanket first wall W/steel mockup using hot isostatic pressing[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2017.
- [11] Wang Jichao, Wang Wanjing, Wei Ran, *et al.* Effect of Ti interlayer on the bonding quality of W and steel HIP joint[J]. Journal of Nuclear Materials, 2016, 485: 8 – 14.
- [12] Widodo Widjaja, Basuki, Jarir Aktaa, *et al.* Process optimization

- for diffusion bonding of tungsten with EUROFER97 using a vanadium interlayer[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2015, 459: 217 – 224.
- [13] 高庆然, 王纪超, 王万景, 等. 中国聚变工程实验堆水冷包层钢构件流道成形控制研究 [J]. *核聚变与等离子体物理*, 2020, 40(2): 155 – 161.
- Gao Qinran, Wang Jichao, Wang Wanjing, *et al.* Study on the cooling channel dimension control in the manufacture of CFETR WCCB blanket[J]. *Nuclear Fusion and Plasma Physics*, 2020, 40(2): 155 – 161.
- [14] Chen S, Huang J, Lu Q, *et al.* Microstructures and mechanical properties of laser welding joint of a CLAM steel with revised chemical compositions[J]. *Journal of Materials Engineering & Performance*, 2016, 25(5): 1848 – 1855.
- [15] 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.
- [16] 吴世凯, 张建超, 廖洪彬, 等. 聚变堆低活化铁素体/马氏体 (RAFM) 钢焊接研究进展 [J]. *机械工程学报*, 2019, 55(2): 209 – 217.
- Wu Shikai, Zhang Jianchao, Liao Hongbin, *et al.* Review on welding technology of RAFM steel[J]. *Journal of Mechanical Engineering*, 2019, 55(2): 209 – 217.
- [17] Hirose T, Shiba K, Sawai T, *et al.* Effects of heat treatment process for blanket fabrication on mechanical properties of F82H[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2004, 329: 324 – 327.
- [18] Gamsjager E, Svoboda J, Fischer F D, *et al.* Austenite-to-ferrite phase transformation in low-alloyed steels[J]. *Computational Materials Science*, 2005, 32(3-4): 360 – 369.
- [19] 解庆, 李京龙, 张赋升, 等. 铜-钢扩散焊接头钢侧晶间渗透现象的探讨 [J]. *焊接*, 2011(2): 28 – 31.
- Xie Qing, Li Jinglong, Zhang Fusheng, *et al.* Discussion on the intergranular infiltration phenomenon of copper-steel diffusion welding joint[J]. *Welding & Joining*, 2011(2): 28 – 31.
- [20] 高岩. 高 Cr 铁素体/马氏体钢的固相连接接头组织形成规律研究 [D]. 天津: 天津大学, 2018.
- Gao Yan. Study on microstructure formation rules of solid-state welding joint of 9Cr ferritic/martensitic steel[D]. Tianjin: Tianjin University, 2018.
- 第一作者:** 黄伶明, 硕士; 主要从事聚变堆包层材料制备工艺研究; Email: lingming.huang@ipp.ac.cn.
- 通信作者:** 王万景, 博士, 副研究员; Email: wjwang@ipp.ac.cn.

(编辑: 张芷晴)

[上接第 78 页]

- [6] Wane S, Tesson O. Compact equivalent circuit derivation of bond wire arrays for power and signal integrity analysis [C]// *European Microwave Conference*, Munich, Germany, 2007: 524-527.
- [7] Hillebrand J, Kieß S, Wróblewski M *et al.* S-parameter extraction of bond wires based on EM field simulations of computed tomography-generated 3D CAD models [C]// *IEEE 16th Workshop on Signal and Power Integrity*. Sorrento, Italy, 2012: 39-42.
- [8] Zhang H, Hong W. A wire bonding structure directly based on substrate integrated waveguide technology[J]. *IEEE Microwave and Wireless Components Letters*, 2014, 24(11): 757 – 759.
- [9] Wang Z, Gao J, Flowers G T, *et al.* The impact of connection failure of bonding wire on signal transmission in radio frequency circuits[J]. *IEEE Transactions on Components, Packaging and Manufacturing Technology*, 2020, 10(10): 1729 – 1737.
- [10] Doerr I, Sommer G, Reichl H. A novel modeling approach for multiple coupled wire bond interconnects [C] // *Proceedings of 8th IEEE Workshop on Signal Propagation on Interconnects*, Heidelberg, Germany, 2004: 155-158.
- [11] Ndiip I, Huhn M, Le T H, *et al.* Double-wired bond wire antennas [C]// *2018 22nd International Microwave and Radar Conference (MIKON)*. Poznan, Poland, 2018: 216-217.
- [12] Paul C R. 多导体传输线分析 (第二版) [M]. 杨晓宪, 郑涛, 译. 北京: 中国电力出版社, 2013.
- Paul C R. Analysis of multiconductor transmission lines 2nd edition [M]. Yang Xiaoxian, Zheng Tao, trans. Beijing: China Electric Power Press, 2013.
- [13] Bogatin E. 信号完整性与电源完整性分析: 第二版 [M]. 李玉山, 刘洋, 译. 北京: 电子工业出版社, 2015.
- Bogatin E. Signal and power integrity: simplified, 2nd edition [M]. Li Yushan, Liu Yang, trans. Beijing: China Electric Power Press, 2015.
- [14] 邹澎, 周晓萍. 电磁兼容原理、技术和应用 [M]. 北京: 清华大学出版社, 2017.
- Zou Pong, Zhou Xiaoping. Principle, technology and application of electromagnetic compatibility[M]. Beijing: Tsinghua University Publishing House, 2017.
- 第一作者:** 王紫任, 博士研究生; 主要从事电子连接可靠性、电磁兼容方向研究; Email: zrwang@bupt.edu.cn.
- 通信作者:** 高锦春, 博士, 教授, 博士研究生导师; Email: gjc@bupt.edu.cn.

(编辑: 杨婉春)