

# JLF-1 钢高温循环变形后硬度与 微观结构的数值关系\*

李怀林<sup>†</sup> 杨 文 杨启法

(中国原子能科学研究院,北京 102413)

(2008 年 12 月 17 日收到,2009 年 2 月 13 日收到修改稿)

高温循环变形是结构材料性能降级的主要原因之一.用透射电子显微镜对低活化铁素体/马氏体钢——JLF-1 钢低周疲劳样品的微观结构进行了分析,并测试了循环变形前后此钢显微维氏硬度的变化.为了掌握 JLF-1 钢性能在高温循环变形中的变化机理,依据位错理论,用最小二乘法对高温循环变形后的显微维氏硬度与微观结构进行了回归计算,得到了此钢显微维氏硬度与板条尺寸、位错胞尺寸、位错密度的数值关系.

关键词:低活化铁素体/马氏体钢,循环变形,微观结构,显微维氏硬度

PACC:8170,8140,8140N,8120G

## 1. 引 言

为了满足日益增长的能源需求,各国对聚变反应堆<sup>[1,2]</sup>、第四代裂变堆(GIV 堆)<sup>[3-5]</sup>核电站进行了研发.反应堆的结构完整性和安全性依赖于结构材料的性能.聚变堆和 GIV 堆的工作环境苛刻,材料将经受高温、中子辐照、机械应力、热应力的联合作用,因此,聚变堆和 GIV 堆用结构材料的研发是早日实现这些堆型的关键因素之一<sup>[3-9]</sup>.

日本研制的低活化铁素体/马氏体钢 JLF-1,被认为是日本聚变堆和超临界水冷堆(属于 GIV 堆)的候选结构材料<sup>[10,11]</sup>.由于反应堆的温度波动以及运行瞬态、地震等,高温循环变形是 JLF-1 钢性能降级的主要原因之一,其中的疲劳性能是开展设计的关键数据之一.研究表明,JLF-1 钢在室温、673 及 873 K 的疲劳过程中,拉应力随循环次数的增加而降低,呈现循环软化现象<sup>[12-18]</sup>.

材料的微观结构决定其力学性能,掌握微观结构在材料循环变形中的变化规律对改善材料的使用性能具有重要意义.为掌握 JLF-1 钢循环软化机理,本文测试了 JLF-1 钢低周疲劳后样品的显微维氏硬度,并采用透射电子显微镜(TEM)进行了微观结构分析,依据位错理论,建立了显微维氏硬度与板条尺

寸、位错胞尺寸、位错密度的数值关系.

## 2. 实验方法

实验材料是日本文部省组织研发的 JLF-1 钢<sup>[9,19]</sup>,其化学成分见表 1,其热处理工艺先为正火(1323 K,1 h,空冷),然后是回火(1052 K,1 h,空冷)<sup>[17]</sup>.JLF-1 钢的低周疲劳实验的条件为真空(真空度高于  $5 \times 10^{-3}$  Pa),应变控制.采用全对称拉压三角波,应变速率为  $0.1\% \text{ s}^{-1}$ ,总应变幅  $\Delta\epsilon_1 = 0.6\% - 2.4\%$ ,实验温度为室温、673 和 873 K.

表 1 JLF-1 钢的化学成分<sup>[17]</sup>

元素	含量/wt%	元素	含量/wt%
C	0.1000	V	0.2000
Si	0.0500	Ta	0.0800
Mn	0.4500	N	0.0231
P	0.0030	B	0.0002
S	0.0020	Ni	<0.0100
Al	0.0030	Cu	<0.0500
Cr	8.8500	Mo	<0.0010
W	1.9900	Nb	<0.0020

为研究循环应变对微观组织的影响,对  $\Delta\epsilon_1 =$

\* 国家重点基础研究发展计划(批准号:2007CB209801)资助的课题.

<sup>†</sup> E-mail: Lihuilin2003@yahoo.com.cn

1.8% 的第 10 次、第 500 次(约为半寿命)以及疲劳失效后的试样进行了维氏硬度测量和 TEM 分析. 维氏硬度测试在室温进行, 载荷为 1 kg, 保持时间为 30 s, TEM 样品为  $\phi 3$  mm 的薄片, 均取自试样的中间位置. 这些薄片先用 1500 号砂纸研磨至厚度小于 0.1 mm, 再双喷减薄, 以便进行 TEM 观察.

对 JLF-1 钢变形前后的 TEM 照片进行分析, 对马氏体板条宽度、位错密度、位错胞尺寸进行了测量.

在 TEM 照片上沿马氏体板条边界的方向划出一组平行线, 再做这组平行线的垂线, 垂线与平行线的截距即为板条宽度  $d_i$  (见图 1). 马氏体板条的平均宽度

$$w = \sum d_i / n.$$

位错密度为晶体单位体积内的位错线的总长度, 即

$$\rho = S / V.$$

因具体测量位错线长度  $S$  非常困难, 因此假定每条位错线的长度都等于  $l$ , 而晶体的体积等于测量面积  $A$  与长度  $l$  的乘积, 则位错密度

$$\begin{aligned} \rho &= S / V \\ &= nl / Al \\ &= n / A, \end{aligned}$$

即位错密度可用晶体表面上单位面积内的位错数来表示.

将位错胞形状等效于椭圆, 则椭圆长、短轴的平均值即为位错胞尺寸.

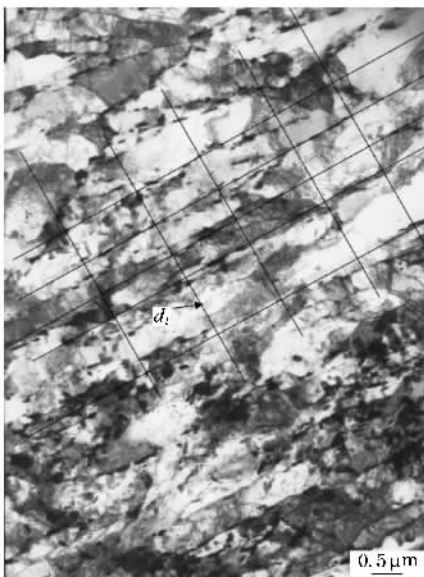


图 1 板条宽度的测量

### 3. 结果及讨论

由微观分析<sup>[20]</sup>可知, 循环变形对 JLF-1 钢微观结构的影响主要表现为位错间的相互作用. 室温时, 位错重新排列成位错胞, 并且有很高的密度; 673 K 时, 位错密度中等, 位错胞先出现后消失; 873 K 时, 位错密度极低, 无位错胞出现. 同时, 板条宽度会随温度、循环次数的增加而增加.

与微观结构的变化相对应, JLF-1 钢呈现循环软化行为. 在材料研发工作中, 一般采用显微维氏硬度来衡量. 这是因为显微维氏硬度与材料的机械性能有直接的关系; 另一方面, 依据位错理论, 显微维氏硬度与材料的微观结构存在很好的定量关系. 因此, 本文采用显微维氏硬度作为联系宏观性能与微观结构的指标参数.

分别在室温、673 和 873 K 时对 JLF-1 钢进行循环变形后, 得到的显微维氏硬度值与板条宽度、位错密度的关系如图 2 和图 3 所示. 从图 2 可以看出, 随着循环次数的增加, 硬度降低; 随着板条宽度增加, 硬度降低. 从图 3 可以看出, 随位错密度(未计入组成位错胞边界的位错)降低, 硬度降低; 并且位错胞的形成与消失对硬度也有影响. 因此, 可以预计显微维氏硬度  $H_V$  的变化与板条宽度  $w$ 、位错密度  $\rho$ 、位错胞尺寸  $d$  的变化存在一定的数值关系.

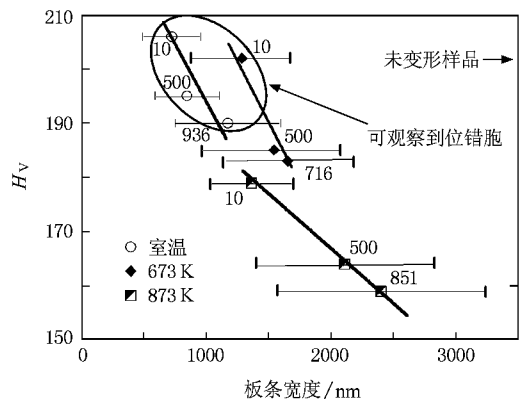


图 2 在室温、673 和 873 K 时疲劳样品的硬度与板条宽度的关系  $\Delta \epsilon_f = 1.8\%$ , 图中数字为疲劳循环次数

依据文献 [21], 显微维氏硬度  $H_V$  与材料屈服强度  $\sigma_y$  之间的关系为

$$H_V = C \sigma_y \propto \sigma_y. \quad (1)$$

如果  $H_V$  也采用国际单位制时, 则常数  $C \approx 3$ .

依据位错理论, 位错密度的变化  $\Delta \rho$  对屈服强

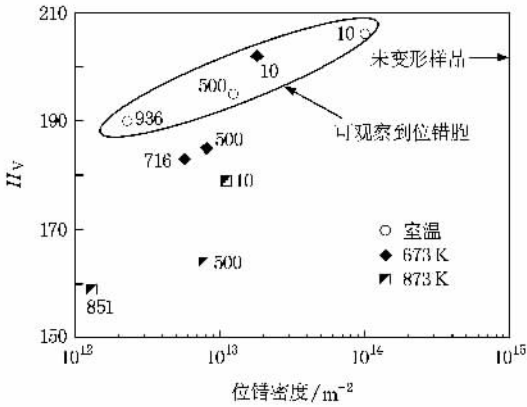


图3 在室温、673 和 873 K 时疲劳样品的硬度与位错密度的关系  $\Delta\epsilon_1 = 1.8\%$  图中数字为疲劳循环次数

度的影响可以表示为 Orowan 关系<sup>[22, 23]</sup>

$$\Delta\sigma_y \beta \alpha \mu b \Delta\sqrt{\rho} \propto \Delta\sqrt{\rho}, \quad (2)$$

式中  $\beta$  为 Talor 因子,  $\beta \approx 3$ ,  $\alpha$  为晶格对位错运动的阻挡因子,  $\mu$  为剪切模量,  $b$  为位错伯格矢量。

晶粒尺寸  $D$  的变化对屈服强度的影响可以用 Hall-Petch 公式表示<sup>[22, 23]</sup>

$$\Delta\sigma_y = k \Delta \frac{1}{\sqrt{D}} \propto \Delta \frac{1}{\sqrt{D}}, \quad (3)$$

式中  $k$  为材料常数。

对于位错胞的处理有两种方法. 第一种方法是将位错胞边界的位错进行数量统计, 然后折算为位错密度; 第二种方法是将位错胞当作亚结构处理. 在本文中, 对位错胞的处理采用第二种方法,  $D$  可用板条宽度  $w$  或位错胞尺寸  $d$  来代替. 因此, 板条宽度、位错胞尺寸的变化对屈服强度的影响可表示为

$$\Delta\sigma_y \propto \Delta \frac{1}{\sqrt{w}},$$

$$\Delta\sigma_y \propto \Delta \frac{1}{\sqrt{d}}.$$

由(1)–(3)式可得, 显微维氏硬度的变化  $\Delta H_V$  可表示为

$$\Delta H_V = \alpha_1 (\Delta\sqrt{\rho}) + \alpha_2 \left( \Delta \frac{1}{\sqrt{w}} \right) + \alpha_3 \left( \Delta \frac{1}{\sqrt{d}} \right), \quad (4)$$

式中  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$  和  $\alpha_3$  均为常数。

在本文中, JLF-1 钢的  $\Delta H_V$ ,  $\Delta\sqrt{\rho}$ ,  $\Delta \frac{1}{\sqrt{w}}$ ,  $\Delta \frac{1}{\sqrt{d}}$  可分别表示为

$$\Delta H_{Vi} = H_{Vi} - H_{V0}, \quad (5a)$$

$$\Delta(\sqrt{\rho})_i = \sqrt{\rho_i} - \sqrt{\rho_0}, \quad (5b)$$

$$\left( \Delta \frac{1}{\sqrt{w}} \right)_i = \frac{1}{\sqrt{w_i}} - \frac{1}{\sqrt{w_0}}, \quad (5c)$$

$$\left( \Delta \frac{1}{\sqrt{d}} \right)_i = \frac{1}{\sqrt{d_i}} - \frac{1}{\sqrt{d_0}}, \quad (5d)$$

式中, 下标  $i$  表示样品的循环变形次数, 下标 0 则表示变形前的 JLF-1 钢. 对于没观察到位错胞的情况, 记  $\left( \Delta \frac{1}{\sqrt{d}} \right)_i = 0$ .

采用最小二乘法对上述数据进行回归计算, 可以得到 JLF-1 钢循环变形后显微维氏硬度变化与微观结构演变的关系. 当计入位错胞尺寸变化的影响时, 有

$$\Delta H_V = 1.0 \times 10^{-6} (\Delta\sqrt{\rho}) + 9.1 \times 10^{-3} \left( \Delta \frac{1}{\sqrt{w}} \right) + 1.9 \times 10^{-2} \left( \Delta \frac{1}{\sqrt{d}} \right). \quad (6a)$$

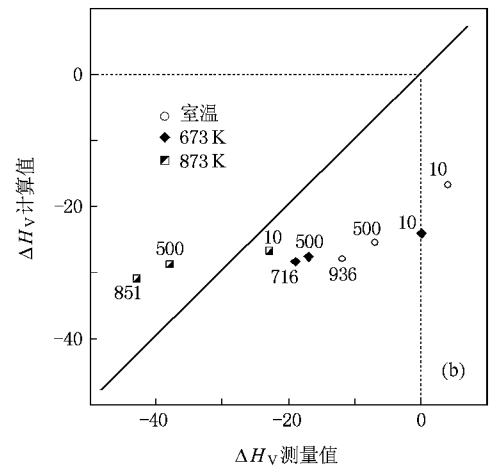
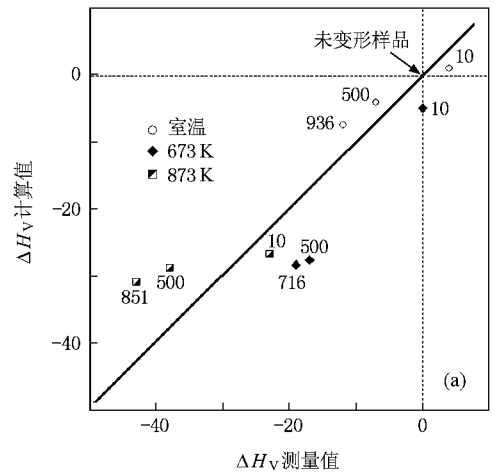


图4 显微维氏硬度计算值与测量值的比较 图中数字为疲劳循环次数.(a)计入位错胞的影响,(b)不计入位错胞的影响

当不计入位错胞尺寸变化的影响时,有

$$\Delta H_v = 1.0 \times 10^{-6} (\Delta \sqrt{\rho}) + 9.1 \times 10^{-3} \left( \Delta \frac{1}{\sqrt{w}} \right). \quad (6b)$$

图 4 为显微维氏硬度的测量值与(6a)和(6b)式计算值的比较.由图 4 可见,位错胞结构对硬度有很大影响,如果不计入位错胞尺寸的变化,测量值与计算值的差别很大(图 4(b)).这说明把位错胞当作亚结构来处理是合理的,从而避免了对位错胞边界位错数进行统计的繁琐工作,计算过程比较简单,数值计算结果可靠.

由以上分析可知(6a)式初步建立了 JLF-1 钢显微维氏硬度与板条尺寸、位错胞尺寸、位错密度的

数值关系.这可为材料的性能预测及研发提供一定的技术支持.

## 4. 结 论

本文研究了 JLF-1 钢循环变形后,显微维氏硬度与微观结构的数值关系.研究表明:显微维氏硬度可以作为联系宏观性能与微观结构的指标参数.随着循环次数的增加,显微维氏硬度降低.随着板条宽度的增加,硬度降低.随位错密度的降低,硬度降低.位错胞的形成与消失也对硬度有影响.将位错胞当作亚结构来处理计算过程比较简单,结果可靠.依据位错理论,建立了显微维氏硬度与板条尺寸、位错胞尺寸和位错密度的关系.

- [ 1 ] Bloom E E 1998 *J. Nucl. Mater.* **258—263** 7
- [ 2 ] Baker C C, Conn R W, Najmabadi F, Tillack M S 1998 *Energy* **23** 649
- [ 3 ] Nuclear Energy Research Advisory Committee and the Generation IV International Forum Technical Working Group 2002 *Reserch and Development Scope Report for Water Cold Reactor System* GIF-003-00
- [ 4 ] Nuclear Energy Research Advisory Committee and the Generation IV International Forum Fuels and Materials Crosscutting Group 2002 *Crosscutting Fuels and Materials Research and Development Scope Report* GIF-010-00
- [ 5 ] Mansur L K, Rowcliffe A F, Nanstad R K, Zinkle S J, Crowin W R, Stoller R E 2004 *J. Nucl. Mater.* **329—333** 166
- [ 6 ] Xu M 2000 *Nucl. Power Eng.* **21** 34 ( in Chinese ) [ 徐 2000 核动力工程 **21** 34 ]
- [ 7 ] Ouyang Y 2006 *Nucl. Indus. Sin.* **3** 16 ( in Chinese ) [ 欧阳予 2006 中国核工业 **3** 16 ]
- [ 8 ] Zhang W G 2006 *Corr. Prot.* **27** 541 ( in Chinese ) [ 张伟国 2006 腐蚀与防护 **27** 541 ]
- [ 9 ] Kohyama A, Hishinuma A, Gelles D S, Klueh R L, Dietz W, Ehrlich K 1996 *J. Nucl. Mater.* **233—237** 138
- [ 10 ] Kohyama A, Kohno Y, Asakura K, Kayano H 1994 *J. Nucl. Mater.* **212—215** 684
- [ 11 ] Li H L, Yang W, Yang Q F 2007 3rd *International Symposium on Supercritical Water-Cooled Reactor* ( Shanghai : Shanghai Jiaotong University ) p327
- [ 12 ] Li H L, Nishimura A, Li Z X, Nagasaka T, Muroga T 2006 *Fusion Eng. Des.* **81** 241
- [ 13 ] Li H L, Nishimura A, Nagasaka T, Muroga T 2006 *Fusion Eng. Des.* **81** 2907
- [ 14 ] Li H L, Nishimura A, Muroga T, Nagasaka T 2007 *J. Nucl. Mater.* **367—370** 147
- [ 15 ] Li H L, Nishimura A, Muroga T, Nagasaka T 2007 *Fusion Eng. Des.* **82** 2595
- [ 16 ] Li H L, Nishimura A, Muroga T, Nagasaka T 2009 *J. Nucl. Mater.* **386—388** 433
- [ 17 ] Nishimura A, Nagasaka T, Inoue N, Muroga T, Namba C 2000 *J. Nucl. Mater.* **283—287** 677
- [ 18 ] Hirose T, Sakasegawa H, Kohyama A, Katoh Y, Tanigawa H 2000 *J. Nucl. Mater.* **283—287** 1018
- [ 19 ] Armas A, Peterson C, Schmitts R, Avalos M, Alvarez I 2004 *J. Nucl. Mater.* **329—333** 252
- [ 20 ] Li H L, Nishimura A, Muroga T, Nagasaka T, Yang W, Yang Q F 2009 *J. Nanjing Univ.* **45** 252 ( in Chinese ) [ 李怀林、西村新、室贺健夫、长坂琢也、杨 文、杨启法 2009 南京大学学报 **45** 252 ]
- [ 21 ] Jeremy T B, Harsh M C, Was G S 2005 *J. Nucl. Mater.* **336** 267
- [ 22 ] Li Q 2003 *Mater. Sci. Eng. A* **361** 385
- [ 23 ] Nagasaka T, Yoshida H, Fukumoto K, Yamamoto T, Matsui H 2000 *Mater. Trans. JIM* **41** 170

# Numerical relationship between hardness and microstructure of JLF-1 steel after cyclic deformation<sup>\*</sup>

Li Huai-Lin<sup>†</sup> Yang Wen Yang Qi-Fa

( *China Institute of Atomic Energy, Beijing 102413, China* )

( Received 17 December 2008 ; revised manuscript received 13 February 2009 )

## Abstract

The cyclic softening of a reduced-activation ferritic/martensitic steel, JLF-1, is one of main problems for application. The microstructure of JLF-1 steel after cyclic deformation is analysed by transmission electron microscope and the Vickers hardness is tested. Based on the dislocation theory, the numerical relationship between change in hardness and microstructure of JLF-1 ( dislocation density, lath width and dislocation cell size ) is given.

**Keywords** : reduced-activation ferritic/martensitic steel, cyclic deformation, microstructure, Vicker hardness

**PACC** : 8170, 8140, 8140N, 8120G

<sup>\*</sup> Project supported by the State Key Development Program for Basic Research of China ( Grant No. 2007CB209801 ).

<sup>†</sup> E-mail : Lihuilin2003@yahoo.com.cn