



冷加工对CN-1515奥氏体不锈钢包壳管亚结构的影响

薛润东¹, 赵志毅², 费爱庚²

(1 北京科技大学新材料技术研究院, 北京 100083; 2 北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100083)

摘要:通过透射电镜(TEM)和背散射电子衍射(EBSD)对冷加工后CN-1515奥氏体不锈钢包壳管亚结构的演变规律进行研究。结果表明,随着冷轧变形量的提高,退火孪晶减少,形变孪晶数量逐渐增大,孪晶宽度和孪晶间距不断变小,孪晶宽度由变形量为15%时的0.03~0.043 μm减小到25%时的<0.02 μm,而位错胞的尺寸则呈现先变大后变小的趋势。另外,冷轧工艺条件下,形变孪晶的形态也是一直保持平直,冷拔时出现孪晶界的弯折。在相同变形量下,冷拔比冷轧会产生更多的形变孪晶。

关键词:奥氏体不锈钢; 冷轧; 冷拔; 亚结构

DOI:10.20057/j.1003-8620.2023-00085 **中图分类号:**TG335; TG356

Effect of Cold Processing on the Substructure of CN-1515 Austenitic Stainless Steel Cladding Tube

Xue Rundong¹, Zhao Zhiyi², Fei Aigeng²

(1 Institute for Advanced Materials and Technology, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China; 2 School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China)

Abstract: The evolution law of substructure of CN-1515 austenitic stainless steel cladding tube after cold processing was studied by TEM (Transmission Electron Microscope) and EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction). It showed that with the increase of cold rolling deformation, the annealing twins were reduced, the number of deformation twins was gradually increased, the twinning width and the twin spacing were continuously smaller, and the twin width was reduced from 0.03-0.043 μm to <0.02 μm when the deformation was at 15% and 25%, while the size of dislocation cells tended to become larger first and then smaller. In addition, the morphology of deformed twins kept straight all the time under cold rolling conditions, and twin boundary bending occurred during cold drawing. Under the same amount of deformation, more deformation twins would be produced in cold drawing than in cold rolling.

Key Words: Austenitic Stainless Steel; Cold Rolling; Cold Drawing; Substructure

包壳管是反应堆安全的重要保障,为确保燃料元件几何尺寸的完整性与稳定性,要求包壳管材料必须具有良好的力学性能和辐照稳定性^[1-3]。奥氏体不锈钢不但具有较强的高温力学性能和耐腐蚀性能,同时也具备一定的抗辐照性能,因此成为了包壳管的主流材料之一^[4-10]。CN-1515奥氏体不锈钢是中国自主研发的用于快堆包壳管的材料,目前CN-1515不锈钢包壳管主要通过真空冶炼→锻造→热穿孔→冷变形→固溶处理→冷变形的工艺来生产^[11]。固溶处理后的最终冷变形,一方面是为了通过适当的加工硬化来提高包壳管的强度,另一方面是为了在显微组织中引入大量位错,吸收由辐照产生的点缺陷,并增加吸收裂变产物的陷阱。现有研究表明^[12-17]:包壳管的抗辐照肿胀性能与基体内的晶界,位错的密度、组态等相关。课题组前期研究

了不同的最终冷变形方式以及变形量对包壳管晶粒形貌以及力学性能的影响。本文通过透射电镜(TEM)和背散射电子衍射(EBSD)对最终冷变形后包壳管中位错、孪晶等亚结构的变化进行分析,以期为日后研究最终冷变形与包壳管抗辐照肿胀性能的关系建立实验基础。本文中所涉及的冷变形无特殊说明外,均指的是固溶处理后的最终冷变形。

1 实验材料及方法

本实验所用管材为CN-1515奥氏体不锈钢,该管材由国内某公司生产提供,具体成分(质量分数)见表1。

本实验一共采用5组试样,具体的冷变形加工参数见表2。1-5号钢管全部经过相同工艺后再进

表 1 CN-1515 钢的化学成分(质量分数)

Table 1 Chemical composition of CN-1515 steel %						
C	Si	P	S	Mn	Ni	Cr
0.056	0.44	0.007	0.001	1.51	15.2	16.03
Mo	Ti	Co	B	N	V	Cu
2.20	0.40	0.010	0.005	0.005 6	0.19	0.01
Al	O	As	Mg	Ca	Fe	-
0.03	≤0.01	≤0.003	≤0.005	≤0.005 0	余量	-

表 2 CN-1515 钢冷变形加工参数

Table 2 Cold deformation processing parameters of CN-1515 steel

变形参数	1	2	3	4	5
变形方式	固溶态	冷轧	冷轧	冷轧	冷拔
应变速率/ s^{-1}	0	0.055	0.055	0.055	3.783
变形量/%	0	15	20	25	20

行最终的冷加工。其中,1号钢管是固溶态试样,将其作为变形量为0的对比试样。冷变形结束后用线切割沿横截面切一段圆管,管长 10 mm,然后沿纵向剖开切出 60° 圆弧管段用砂纸进行研磨。为避免因过度研磨引入大量位错影响实验结果,故没有将透射试样厚度研磨至常规 50 μm 以下,而是选择将透射试样厚度以相同制备方法统一研磨至 90 μm ,这样即使因制样引起的额外位错也可保证一个较低的同水平。随后在薄片上冲出 3 个 $\phi 3$ mm 的圆片,然后使用体积分数为 5% 的高氯酸酒精溶液进行电解双喷。背散射电子衍射(EBSD)样品通过电解抛光的方法制备。电解液为 10% 的草酸溶液,电压 6 V,电解时间 50 s。

2 实验结果与讨论

2.1 不同冷轧变形量下 CN-1515 包壳管的亚结构

图 1 为固溶处理后 CN-1515 奥氏体不锈钢不同视场内的亚结构。固溶态管材的晶粒内部位错密

度很低,有少量位错在析出物位置钉扎,位错长度均在 0.35 μm 左右,如图 1(a)所示;还可以看到少量退火孪晶,退火孪晶的宽度为 0.34 ~ 0.57 μm ,如图 1(a)(b)所示。在退火孪晶边上有堆垛层错,如图 1(b)所示。还有从晶界处向晶内伸出的堆垛层错。在晶粒中可以清晰地看到一些第二相粒子,这些第二相粒子的直径大约 0.2 μm ,如图 1(c)所示。从能谱分析中可以看出,第二相粒子为 Ti 的碳化物。第二相粒子的元素组成及元素含量分别如图 2 和表 3 所示。

图 3 为经过变形量 15% 冷轧后 CN-1515 奥氏体不锈钢不同视场内的亚结构。15% 冷轧变形量与固溶态的微观组织相比最大差异就是位错数量增多,而且位错之间聚集缠结会形成位错胞,胞壁上有大量位错,而胞内位错数量很少。位错胞直径有 0.2 ~ 0.28 μm ,如图 3(c)(d)所示。固溶态管材内看到的退火孪晶在这里很少看到,却出现了少量相互交叉的形变孪晶,这些形变孪晶的宽度为 0.03 ~ 0.043 μm ,相邻两条形变孪晶的间距为 0.8 ~ 1 μm ,如图 3(a)(b)所示,可以看出,在图 3(a)中共有 6 条形变孪晶。这些形变孪晶的形态很平直,有的从晶界处延伸到晶内,有的还可以看到横穿第二相粒子。

图 4 为经过变形量 20% 冷轧后 CN-1515 奥氏体不锈钢的亚结构。在 20% 冷轧变形量的工艺下,形变孪晶明显增多,并且比 15% 变形量时更细小。此时形变孪晶的宽度为 0.026 ~ 0.036 μm ,相邻两条形变孪晶的间距为 0.46 ~ 0.87 μm ,可以看出,在图 4 中共有 10 条形变孪晶。

图 5 为经过变形量 25% 冷轧后 CN-1515 奥氏体不锈钢不同视场内的亚结构。25% 冷轧变形量的晶粒内部出现了大量的形变孪晶。形变孪晶变得

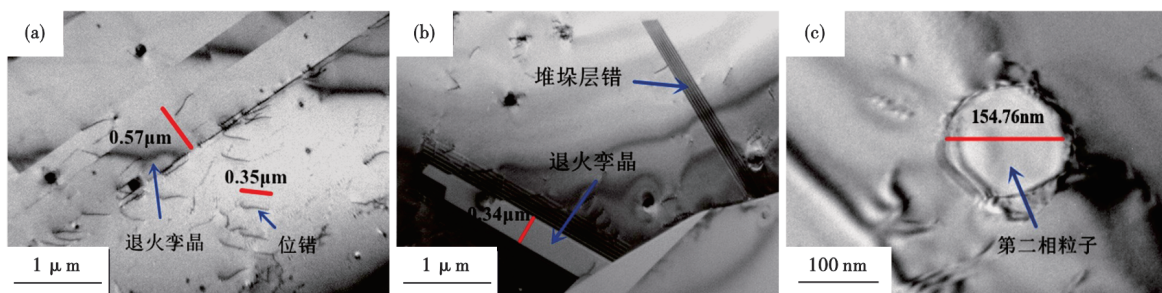


图 1 CN-1515 钢固溶态的亚结构:(a)(b)位错、退火孪晶及堆垛层错,(c)第二相粒子

Fig. 1 Substructure of the solid solution of CN-1515 steel: (a) (b) dislocation, annealing twin and stacking fault; (c) second phase particles

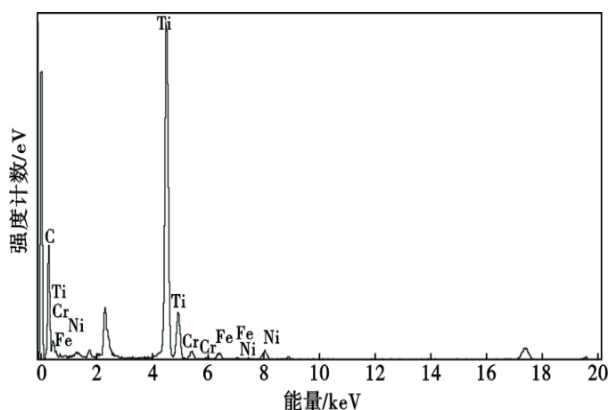


图 2 CN-1515 钢固溶态第二相粒子的能谱

Fig. 2 Second phase particles EDS of the solid solution of CN-1515 steel

表 3 CN-1515 钢固溶态第二相粒子中各元素含量

Table 3 Content of elements in the second phase particles of the solid solution of CN-1515 steel

分类	C	Ti	Cr	Fe	Ni
质量分数/%	23.22	73.32	1.82	1.45	0.18
原子分数/%	54.80	43.39	0.99	0.73	0.09

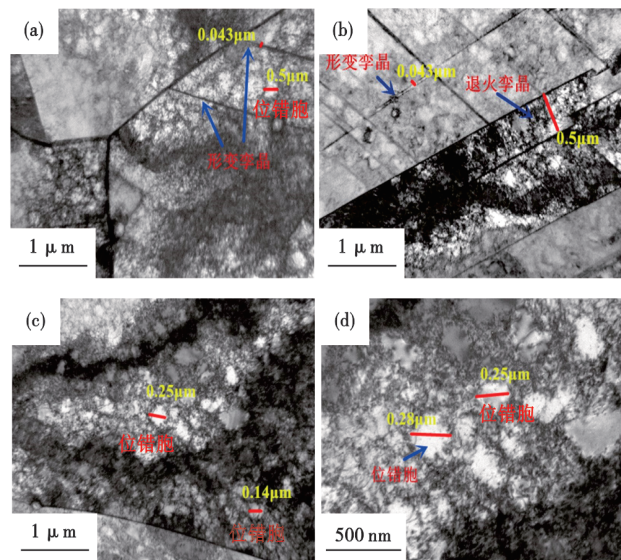


图 3 变形量 15% 冷轧后 CN-1515 钢的亚结构: (a)(b) 形变孪晶、退火孪晶与位错胞, (c)(d) 位错胞

Fig. 3 Substructure of CN-1515 steel with 15% deformation after cold rolling: (a) (b) deformed twin, annealing twin and dislocation cell; (c) (d) dislocation cell

更细,其宽度小于 $0.2 \mu\text{m}$, 相邻两条形变孪晶的间距为 $0.12 \sim 0.6 \mu\text{m}$, 可以看出。在图 5(a) 中一共有 15 条形变孪晶。

随着冷轧变形量的提高,退火孪晶逐渐在视野中消失,形变孪晶数量逐渐增多,如图 6 所示,孪晶

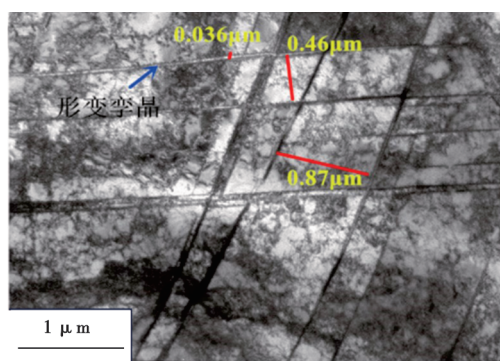


图 4 变形量 20% 冷轧后 CN-1515 钢的亚结构

Fig. 4 Substructure of CN-1515 steel with 20% deformation after cold rolling

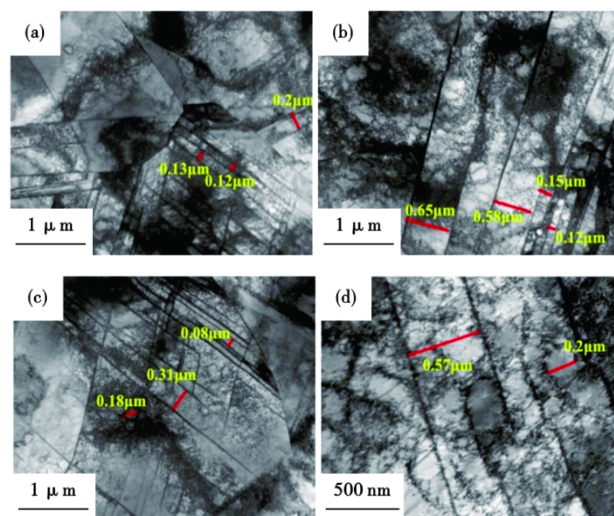


图 5 变形量 25% 冷轧后 CN-1515 钢的亚结构: (a)(b)(c) 5 000 倍, (d) 10 000 倍

Fig. 5 Substructure of CN-1515 steel with 25% deformation after cold rolling: (a) (b) (c) $5\ 000\times$, (d) $10\ 000\times$

宽度和孪晶间距不断变小,这种趋势与 Chowdhury、严玲等^[18-19]研究结果一致。冷轧条件下,即使变形量增大到 25%,形变孪晶的形态也是一直保持平直。

2.2 冷拔时 CN-1515 包壳管的亚结构

图 7 为经过变形量 20% 冷拔后 CN-1515 奥氏体不锈钢的亚结构。20% 变形量的冷拔管的晶粒内部都是细长的孪晶,与 20% 冷轧后的形变孪晶相比,这里的孪晶量更大。形变孪晶的宽度为 $0.03 \sim 0.04 \mu\text{m}$, 相邻两条形变孪晶的间距约为 $0.11 \mu\text{m}$, 如图 7(a)(b) 所示。可以看出,在图 7(a) 中一共有 22 条形变孪晶。部分区域的位错聚集形态和冷轧相比有较大差异,呈现 # 字形的分布状态,如图 7(c) 所示。

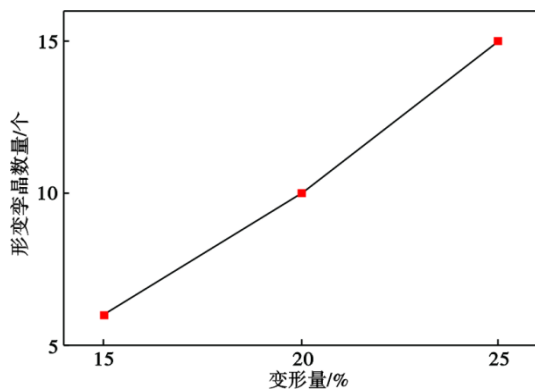


图 6 不同冷轧变形量下 CN-1515 钢的形变孪晶数量
Fig. 6 Numbers of deformation twins with different cold rolling deformation of CN-1515 steel

2.3 冷加工对孪晶的作用机制分析

统计不同试样中退火孪晶宽度,形变孪晶的宽度、间距及数量,还有位错尺寸信息,见表4。通过比较可以得出,对比20%变形量时的冷轧和冷拔,形成的形变孪晶宽度近似,但冷拔的形变孪晶的间距更小,只有冷轧的四分之一,数量却更多,多出两倍以上。从孪晶形态上看,冷拔的形变孪晶多发生弯曲或弯折,孪晶界已经产生了显著的弯曲变化,而冷轧保持平直。

2.3.1 形变孪晶的产生机理

金属塑性变形的的主要方式是滑移和孪生。滑

移对塑性变形的贡献量更大,而孪生对变形的贡献量虽小,但是孪生可以改变晶体取向,使滑移更容易进行。

形变孪晶产生的内在条件是材料本身有较低的层错能,具有较低层错能的金属不易发生交滑移,位错容易分解为不全位错;外在条件是具有较高的应变速率或在较低的温度下变形,而直接原因就是高应力应变区,滑移难以进行。内在条件和外在条件的本质都是因为位错不易滑移。

由 CN-1515 奥氏体不锈钢的透射电镜观察结果可以看出,基体内主要是位错胞和形变孪晶的出现,这是因为奥氏体不锈钢具有较低的堆垛层错能。根据已有研究^[20],小角度晶界比例可以用来定性判断塑性变形引起的位错密度的变化。本文通过EBSD对不同工艺下小角度晶界比例进行统计,结果如图8所示。在未经过冷轧变形时(固溶态),试样的小角度晶界比例只有8%;经过15%的冷轧变形后,试样的小角度晶界比例增加到了69%;当冷轧变形量继续增加至20%和25%时,试样的小角度晶界比例分别为75%和81%,较15%的冷轧变形量分别增加了9%和17%。冷轧变形量为15%时,主要的变形方式是滑移,与固溶态相比,晶粒内产生大量位错,位错缠结形成位错胞。而随着冷轧变形量的增加,位错密度在15%冷轧变形量的基础上

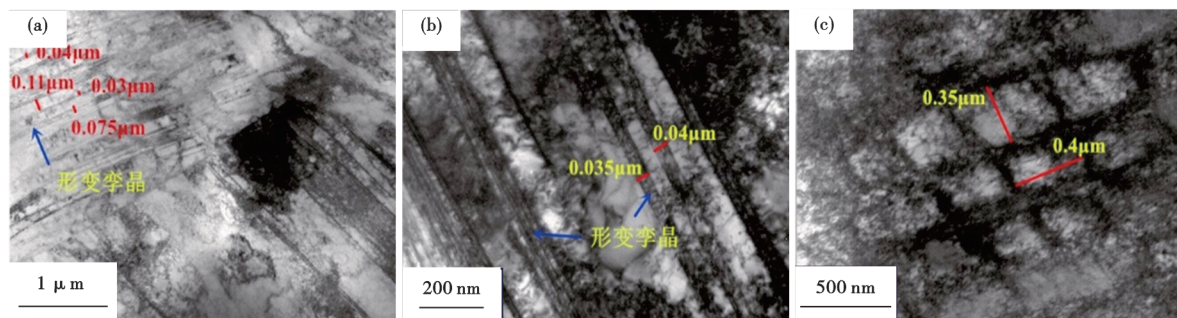


图 7 变形量 20% 冷拔后 CN-1515 钢的亚结构:(a)(b)形变孪晶,(c)位错胞
Fig. 7 Substructure of CN-1515 steel with 20% deformation after cold drawing: (a) (b) deformed twin, (c) dislocation cell

表 4 不同冷加工工艺的 CN-1515 钢孪晶及位错的统计
Table 4 Statistics of twins and dislocations in different cold processes of CN-1515 steel

加工工艺	退火孪晶宽度/ μm	形变孪晶			位错胞尺寸/ μm
		宽度/ μm	间距/ μm	数量/条	
固溶态	0.34, 0.57	-	-	0	0.35(位错长度)
15% 冷轧	0.50	0.030 ~ 0.043	0.80 ~ 1.00	6	0.20 ~ 0.28
20% 冷轧	-	0.026 ~ 0.036	0.46 ~ 0.87	10	0.27 ~ 0.35
25% 冷轧	-	<0.02	0.12 ~ 0.60	15	0.18 ~ 0.20
20% 冷拔	-	0.03 ~ 0.04	0.11	22	0.20

略有增加,变化并不显著。此外,根据表4可知,冷轧变形量为20%和25%时,试样的形变孪晶数量较15%的冷轧变形量分别增加了67%和150%。可见随着冷轧变形量的增加,形变孪晶的增量远大于位错密度,说明此时主要的变形机制是孪生变形。当变形量到达15%时,位错密度几乎达到饱和,位错的交互作用增强,限制了位错滑移,CN-1515奥氏体不锈钢为了协调变形,产生大量形变孪晶来改变晶体位向,以使滑移继续开动。

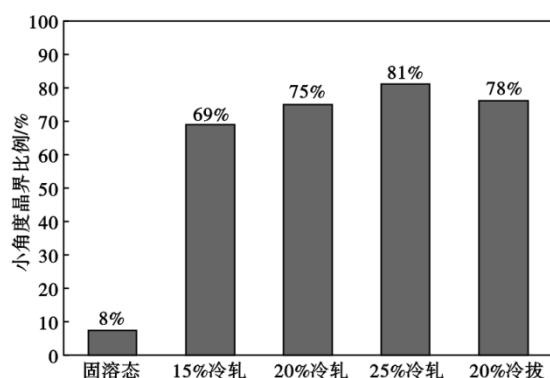


图8 不同冷变形工艺下CN-1515钢的小角度晶界比例

Fig. 8 Small Angle grain boundary ratio of CN-1515 steel under different cold deformation processes

2.3.2 不同冷加工方式下微观组织演变的差异性

由表4可知,形变孪晶的数量随着冷轧变形量的增大而增多,这证实了形变孪晶产生的位置是位错难以滑移的高应力、高应变区。对比20%变形量的冷轧和冷拔试样,发现二者形变孪晶的宽度相似,但是冷拔工艺下形变孪晶的间距小于冷轧工艺,形变孪晶的数量大于冷轧工艺。这说明在相同变形量条件下,冷拔试样中形变孪晶的密度大于冷轧工艺,即在相同变形量条件下,冷拔工艺更有利于形变孪晶的产生。由于冷拔的应变速率远大于冷轧,因此,在变形过程中冷拔试样更容易出现应力集中区域,位错弯曲、缠结的现象也更加显著,

此时,位错滑移的难度更大,从而更有利于孪晶的生成。

对比20%变形量时不同冷加工方式下形变孪晶的形态发现,冷轧工艺下形变孪晶的边界较平直,而冷拔工艺下形变孪晶的边界出现了弯折现象,并且形成了阶梯状结构。分析认为,在较大的应变速率下,形变孪晶与位错产生了巨大的交互作用,为绕过位错,部分形变孪晶出现了弯折现象,穿越相邻的晶界,将基体组织分割成了多个细小的格纹状亚晶结构,如图7(a)。此外,根据冷拔变形时钢管的受力特点,钢管变形区除受到沿轴向的拉拔力之外,还会受到模具模壁的压力以及与拉拔方向相反的摩擦力,在摩擦力和模壁压力的共同作用下,变形区内的钢管在这二者的合力方向会产生剪切变形,分析认为,这也可能是造成冷拔形变孪晶出现弯折的原因。

3 结论

(1)随着冷轧变形量的提高,退火孪晶数量减少,形变孪晶数量逐渐增多,孪晶宽度和孪晶间距不断变小,孪晶宽度由变形量为15%时的 $0.03 \sim 0.043 \mu\text{m}$ 减小到25%时的 $<0.02 \mu\text{m}$,而位错胞的尺寸呈现先变大后变小的趋势,位错胞尺寸由变形量为15%时的 $0.2 \sim 0.28 \mu\text{m}$,到20%时的 $0.27 \sim 0.35 \mu\text{m}$,再到25%时的 $0.18 \sim 0.2 \mu\text{m}$ 。冷轧工艺条件下,形变孪晶的形态也是一直保持平直。冷拔时出现孪晶界的弯折。

(2)当冷轧变形量小于15%时,主要的变形方式是滑移,晶粒内产生大量位错,位错缠结形成位错胞;当冷轧变形量从15%增加到25%时,位错密度没有明显增大,形变孪晶不断增加,主要的变形机制是孪生变形。

(3)当变形量均为20%时,由于冷拔的应变速率远比冷轧高,导致冷拔时的孪晶数量远大于冷轧,超过了冷轧孪晶数量的2倍以上。

参考文献

- [1] 刘满星, 诸葛兰剑, 吴雪梅, 等. 包壳管内壁表面螺旋波等离子体渗氮处理研究[J]. 节能技术, 2022, 40(2): 130-135.
- [2] 高佩. 热处理对15-15Ti不锈钢包壳管组织及拉伸性能的影响[J]. 钢管, 2022, 51(1): 13-17.
- [3] 高佩, 王锋, 罗煦. 快堆燃料组件包壳管用15-15Ti不锈钢的热塑性[J]. 金属功能材料, 2020, 27(5): 33-37.
- [4] 柳木桐, 王彧, 钟平, 等. 00Cr18Ni10N奥氏体不锈钢200~600℃高温疲劳性能的研究[J]. 特殊钢, 2022, 43(4): 100-103.
- [5] 陈平, 张瑞谦, 段振刚, 等. 面向不同先进反应堆应用的新型不锈钢包壳研发进展[J]. 中国基础科学, 2021, 23(4): 1-8.
- [6] 李青, 崔利民, 史咏鑫, 等. 核用电超纯316H奥氏体不锈钢锻件的质量控制[J]. 特殊钢, 2022, 43(3): 30-34.
- [7] 曾莉, 王斌, 徐梅, 等. 硼对奥氏体不锈钢高温氧化性能的作用机理[J]. 特殊钢, 2023, 44(2): 61-64.
- [8] 乔羽飞, 陈思含, 任媛媛, 等. Nb对钠冷快堆包壳用15-15Ti奥

氏体不锈钢组织和拉伸性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2021,50(11):4079-4088.

[9] 王鑫潮, 庄 迎, 王贵平. 冷变形及热处理工艺对奥氏体不锈钢 0Cr18Ni12 和 0Cr16Ni14 组织及磁性能的影响[J]. 特殊钢, 2020,41(4):48-52.

[10] 阮章顺, 秦 博, 付晓刚, 等. 燃料元件包壳材料 CN-1515 不锈钢在可控氧铅铋环境下的腐蚀行为[J]. 原子能科学技术, 2021,55(5):901-908.

[11] 高 佩. 铝合金液态金属冷却快堆用 15-15Ti 包壳管的试制 [J]. 轧钢, 2021,38(5):90-93.

[12] 邱国兴, 韦旭立, 缪德军, 等. 核级 FeCrAl 包壳材料研究进展 [J]. 钢铁研究学报, 2022,34(9):884-894.

[13] 严 斌, 赵冠楠. Fe 元素对重水堆 Zr-2.5Nb 合金压力管辐照变形的作用[J]. 有色金属材料与工程, 2021,42(6):40-47.

[14] 庞 华, 李奕鹏, 吕亮亮, 等. 铝合金原位离子辐照条件下的位错环演化研究[J]. 核动力工程, 2021,42(6):248-253.

[15] 雷 阳, 张海生, 毛建军, 等. 中子辐照对耐事故燃料 FeCrAl 合金力学性能的影响研究[J]. 核动力工程, 2022,43(1): 97-101.

[16] Aydogan E, Weaver J S, Carvajal-Nunez U, et al. Response of 14YWT alloys under neutron irradiation; A complementary study on microstructure and mechanical properties[J]. Acta Materialia, 2019,167:181-196.

[17] Zhang L L, Zhang L J, Long J, et al. Effects of titanium on grain boundary strength in molybdenum laser weld bead and formation and strengthening mechanisms of brazing layer [J]. Materials & Design, 2019,169:107681.

[18] Chowdhury S G, Das S, De P K. Cold rolling behaviour and textural evolution in AISI 316L austenitic stainless steel [J]. Acta Materialia, 2005,53(14):3951-3959.

[19] 严 玲, 唐 荻, 米振莉, 等. 不同加工工艺对高强高塑性 TWIP 钢组织与性能的影响[J]. 热加工工艺, 2005(8):15-17.

[20] Zhao J, Liu Z, Chen L, et al. Ultrasonic-induced phase redistribution and acoustic hardening for rotary ultrasonic roller burnished Ti-6Al-4V [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2020,51:1320-1333.



下 期 要 目

Inconel783 合金自耗锭组织分析	曹 政等
Nb 在变形高温合金中的作用	王志刚等
MT 级钢帘线用盘条均匀性关键技术及应用	高永彬等
氢对中碳轴承钢 C56E2 微观缺陷影响	陈 德等
9Cr3W3Co 叶片钢的锻造工艺优化	杜丽萍等
34CrNi3MoV 钢奥氏体晶粒长大模型验证与应用	郑 冰等
100 t 电弧炉熔池搅拌工艺优化模拟及应用	曾召鹏等
冷处理对 S46500 超高强度不锈钢组织和性能的影响	徐 锋等
120 t 复吹转炉高拉碳低磷出钢的冶炼工艺改进	张福东等
铸造镍基合金 CW12MW 与 CW6MC 平衡凝固及析出热力学模拟	苏学虎等
锻钢冷轧工作辊冶金质量剖析与电渣工艺改进	霍振全等
09CuPCrNi 耐候钢生产工艺研究	蒋栋初等
步进式加热炉内管材温度场试验与模拟研究	徐乐天等