

# 超低温热疲劳对 Z2CND18.12 奥氏体 不锈钢显微组织与力学性能的影响

张昫浩<sup>1</sup>, 马雁<sup>1</sup>, 张涛<sup>2</sup>, 李世江<sup>1</sup>, 蒋兴宇<sup>1</sup>, 蓝宇宁<sup>1</sup>, 朱卉平<sup>1</sup>, 周犊<sup>2</sup>, 佟振峰<sup>1,\*</sup>

(1. 华北电力大学核科学与工程学院, 北京 102206; 2. 中广核核电运营有限公司, 广东 深圳 518000)

**摘要:** 核电厂低水位阀门维修中经常采用冰塞封堵实现一段管道的封闭隔离, 为研究冰堵作业中冷冻→解冻→加热过程对一回路管材 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢的显微组织与力学性能的影响, 采用实验模拟方法开展了 20 个循环周次的超低温热疲劳 (-196 °C→0 °C→350 °C→室温) 实验。通过金相、X 射线衍射、扫描电子显微镜和透射电子显微镜等方法设备表征材料经过不同循环周次的显微组织变化; 通过室温、高温拉伸、室温冲击等测试方法获得试样宏观力学性能变化。研究表明: Z2CND18.12 奥氏体不锈钢管材在 20 个循环周次的超低温热疲劳后, 仍然保持了 0 周次试样(原始样品)的强度、塑性和韧性; 显微组织中未发生相变和沉淀析出, 仅位错密度增加, 晶粒尺寸略微减小。综上可知超低温热疲劳后 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢管材显微结构稳定、力学性能良好, 能够抵抗深冷热循环的反复作用。

**关键词:** Z2CND18.12 奥氏体不锈钢; 显微组织; 力学性能; 深冷; 热疲劳

中图分类号: TL353; TG142 文献标志码: A 文章编号: 1000-6931(2024)10-2180-09

doi: 10.7538/yzk.2023.youxian.0824

## Influence of Ultra-low Temperature Thermal Fatigue on Microstructure and Mechanical Property of Z2CND18.12 Austenitic Stainless Steel

ZHANG Yunhao<sup>1</sup>, MA Yan<sup>1</sup>, ZHANG Tao<sup>2</sup>, LI Shijiang<sup>1</sup>, JIANG Xingyu<sup>1</sup>,

LAN Yuning<sup>1</sup>, ZHU Huiping<sup>1</sup>, ZHOU Du<sup>2</sup>, TONG Zhenfeng<sup>1,\*</sup>

(1. School of Nuclear Science and Engineering, North China Electric Power University, Beijing 102206, China;

2. China Nuclear Power Operations Co., Ltd., Shenzhen 518000, China)

**Abstract:** At present, ice plug technology is often used in the maintenance process of nuclear power plants to isolate part of the main pipeline and use refrigerant such as liquid nitrogen for ultra-low temperature treatment, so that the internal fluid is frozen to form ice plug to complete the maintenance of low water level valves. Generally, the design of pipeline materials for nuclear power plants is mainly aimed at the working conditions of high temperature nuclear power plants, and the design of ultra-low temperature environment of liquid nitrogen is less considered, which is easy to cause deterioration of pipeline performance and even lead to broken accidents. Therefore, it is necessary to study the ultra-low temperature thermal fatigue performance of pipelines. In order to investigate the influence of freeze-thaw-heating process on Z2CND18.12 austenitic stainless steel for primary circuit pipes during ice

blockage operations, 20 cycles of ultra-low temperature thermal fatigue ( $-196\text{ }^{\circ}\text{C}\rightarrow 0\text{ }^{\circ}\text{C}\rightarrow 350\text{ }^{\circ}\text{C}\rightarrow$  room temperature) simulation experiments were conducted. In this paper, Z2CND18.12 nitrogen-controlled austenitic stainless steel used in a nuclear power plant was selected. In the test, boric acid water was injected into the pipeline and frozen at liquid nitrogen ( $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) to make the internal fluid form an ice plug, and the ice plug was maintained for 96 h. Then it was naturally thawed to room temperature, heated after draining the boric acid water, kept at  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  for 12 h, and cooled to room temperature again with the furnace. So far, a weekly ultra-low temperature thermal fatigue experiment was completed. The ultra-low temperature thermal fatigue test samples with cycles of 1, 3, 5, 10 and 20 were obtained by repeated hot and cold cycles. After the test was completed, the changes in macroscopic mechanical properties of the materials were evaluated by means of room temperature stretching,  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$  stretching, room temperature impact and microhardness test. Microstructure observation techniques such as metallography, SEM, TEM and XRD were used to study the microstructure of the materials after ultra-low temperature thermal fatigue treatment. The result shows that after 20 cycles of ultra-low temperature thermal fatigue, the Z2CND18.12 austenitic stainless steel pipe still maintains the strength, plasticity, and toughness of the original sample. The microstructure dose not undergo phase transformation or precipitation, but the dislocation density increases and the grain size slightly decreases. It indicates that the microstructure of Z2CND18.12 austenitic stainless steel pipe is stable, with excellent mechanical properties, and can resist the repeated effects of deep cold and hot cycles.

**Key words:** Z2CND18.12 austenitic stainless steel; microstructure; mechanical property; deep cold; thermal fatigue

当核电厂中的回路、管道或阀门出现缺陷(或泄漏)时,需要在不清空回路的情况下进行维修操作,当没有隔离管道的分段时,通常可以采用冰塞封堵技术。冰塞类似人工阀门,核电厂维修中的冰堵冷冻介质一般采用液氮,最低温度达到 $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ [1]。

由于核电厂一、二回路系统中所使用的材料大多针对高温设计,因此在选用冰塞封堵技术之前,必须针对冷冻造成的低温环境对材料的影响进行评估。一方面在管道内的水受冷凝结形成冰塞的过程中,冰塞位置处及封闭管道位置将产生复杂的附加应力[2-4],水受冷凝结过程中会产生体积膨胀,结冰引起的体积增大产生高压,可能引起管道破裂;另一方面停堆检修阶段管道从室温(通常环境温度 $<43\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,流体温度 $<54\text{ }^{\circ}\text{C}$ )到超低温环境中(液氮冷冻下温度低至 $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ )的温度变化极易引起材料的相变(如马氏体转变)。马氏体转变温度与钢的成分、热处理状态、冷变形程度和是否涉及焊缝等有关[5-6]。一旦材料发生马氏体转变,马氏体相并不会随温度回升重新回复成奥氏体相。另外,随着多次作业过程中冷冻( $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ )→

解冻→加热的冷热循环,冷热应力和相变应力的累积作用又会提高马氏体转变温度,马氏体相含量累积增多,最终导致合金性能衰减[7-8],影响反应堆安全运行。

压水堆一回路主管道主要采用整体锻造的超低碳控氮奥氏体不锈钢(如316LN、Z2CND18.12等)制造。杨宝磊等[9]研究发现316LN不锈钢在 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 热老化后的显微组织、晶粒尺寸、晶界形貌都没有明显变化,但热老化使316LN不锈钢的硬度、强度和晶间腐蚀敏感性提高、塑性降低。李会鹏等[10]在超低温下以不同应变速率对316LN奥氏体不锈钢进行了拉伸实验,研究深冷过程中力学性能与组织的变化。徐桂芳等[11]开展了高氮低镍的低温性能与组织稳定性的研究。陈红宇等[12]对X2CrNiMo18.12(控氮)与316LN奥氏体不锈钢进行了显微组织的对比研究。以上的研究聚焦在低碳控氮奥氏体不锈钢的显微组织和力学性能,并且关注到深冷条件对材料的影响。然而,目前还鲜有关于Z2CND18.12奥氏体不锈钢管道超低温热疲劳性能的研究报道,尤其是针对经历冷冻→解冻→加热的冷热循环反复作用的超低温

热疲劳性能和显微组织变化的研究。

因此, 本文通过实验研究获得超低温热疲劳周次对 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢力学性能的影响以及相应的显微组织变化的实验数据, 明确冷冻→解冻→加热多周次循环过程中材料微观结构演化对材料力学性能的影响规律, 可为核电厂实现低水位设备检修工期的优化提供技术参考数据。

## 1 实验材料及方法

### 1.1 实验材料及辐照预处理

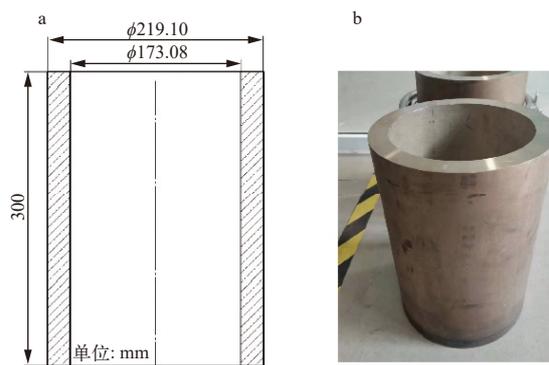
实验材料为 Z2CND18.12 控氮奥氏体不锈钢挤压锻造直管<sup>[13]</sup>。管材化学成分经过国家钢铁材料测试中心检测, 如表 1 所列, 管道尺寸与实物照片如图 1 所示, 管材外径为 219.10 mm, 壁厚为 23.01 mm, 高度为 300 mm。为模拟冰塞封堵过程开展超低温热疲劳实验, 在管道一端使用相同材料焊接厚度约为 15 mm 的圆形底盖。

表 1 管材化学成分

Table 1 Chemical composition of pipe

元素	含量/%
C	0.027
N	0.068
Ni	12.34
Cr	17.86
Mo	2.56
Mn	1.47
Co	0.032
P	0.021
S	0.000 9
Cu	0.097
B	0.000 5
Si	0.46
Fe	余量

在开始超低温热疲劳实验之前, 先对待实验管道进行辐照( $\gamma$ 射线)预处理, 模拟管道在核电厂实际使用中经受辐照的工况。 $\gamma$ 辐照实验在中国原子能科学研究所的辐照中心进行, 辐照源由 2 根长度为 451.5 mm 的钴源棒束组成, 两根钴源棒束之间间隔为 25 cm, 辐照空间为  $\phi$ 6.5 m 的圆柱体, 可提供 120~9 600 Gy/h 的  $\gamma$  剂量率。按照一回路管道老化的辐照剂量要求, 本文中辐照剂



a——设计图; b——管道实物图

图 1 实验管材

Fig. 1 Experimental pipe

量定为 250 kGy。

### 1.2 超低温热疲劳实验

图 2 所示为自行研制的液氮冷冻装置和实验管材中形成的冰塞实物图, 液氮冷冻装置由冷冻实验罐和液氮补充罐组成, 二者之间由隔热管道连接, 用于液氮液位下降时向冷冻实验罐中补充液氮。为了模拟核电厂冰塞封堵环境的冷热循环反复作业过程, 本文设计的超低温热疲劳实验中每个热循环包括以下 4 个步骤( $-196\text{ }^{\circ}\text{C}\rightarrow 0\text{ }^{\circ}\text{C}\rightarrow 350\text{ }^{\circ}\text{C}\rightarrow$ 室温): 1) 向封好底板的实验管材中灌入浓度为 2 000~3 000 ppm 的硼酸水后放入液氮冷冻装置中, 通入液氮至浸没管道高度的 3/4 后实施冷冻, 待管材中形成冰塞后将温度保持在液氮温度( $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ )96 h; 2) 将实验管材取出静置, 使冰塞在室温下自然解冻; 3) 排空硼酸水后将实验管材放入低真空电阻炉, 以  $49\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$  升温速率缓慢加热至  $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 并保温 12 h; 4) 将实验管材随炉冷却, 缓慢降温至室温, 降温速率约为  $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$ 。



图 2 液氮冷冻装置和实验管材中形成的冰塞实物图

Fig. 2 Image of liquid nitrogen refrigeration device and ice plug formed in pipe

重复上述 4 个步骤进行多周次超低温热循环实验, 获得 1、3、5、10 和 20 个疲劳周次的 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢实验管材试样。

### 1.3 显微组织分析方法

采用 SmartLab SE 型 X 射线衍射仪, 对经过 0、1、3、5、10 和 20 个超低温热疲劳周次的 Z2CND18.12 试样进行材料的物相分析, 采用 Cu 靶辐射, 设定扫描范围为  $40^{\circ}\sim 100^{\circ}$ , 速度为  $5^{\circ}/\text{min}$ 。利用光学显微镜(OM)和扫描电子显微镜(SEM, 型号 TM4000)观测不同超低温热疲劳循环周次后试样的横断截面的组织相貌。金相试样制备方法为: 首先进行机械抛光, 随后使用 10% 高氯酸乙醇(10% 高氯酸+90% 无水乙醇)溶液电解抛光, 最后采用 10% 草酸溶液侵蚀<sup>[14]</sup>。采用 FEI F20 透射电子显微镜(TEM)进一步观测试样局域是否发生相变及产生析出相。TEM 试样制备方法为: 将厚度  $50\ \mu\text{m}$  以下的  $\phi 3\ \text{mm}$  小圆片用双喷设备 MTP-1A 进行双喷减薄至穿孔, 双喷电解液为 5% 高氯酸乙醇(5% 高氯酸+95% 无水乙醇)溶液。

### 1.4 力学性能测试方法

力学性能测试包括室温拉伸性能、高温拉伸性能与室温冲击性能。对不同超低温热疲劳循环周次后的 Z2CND18.12 试样进行机加工取样, 取样实物图如图 3 所示。管材中取室温拉伸试样 3 个、高温拉伸试样 3 个、冲击试样 3 个。按照力学性能测试取样规定, 每个取样位置中心距离圆管内壁的最短距离至少为  $1/4$  壁厚。



图 3 力学试样取样实物图  
Fig. 3 Sampling image of mechanical sample

取样后拉伸试样参照国家拉伸实验标准加工为  $\phi 10\ \text{mm}$ 、平行长度为  $60\ \text{mm}$ 、总长度为  $115\ \text{mm}$  的双头棒状样品<sup>[15]</sup>。拉伸实验在 Zwick Z100 TEW+HT 电子万能实验机上进行, 高温环境设定为  $350\ ^{\circ}\text{C}$ , 拉伸速率为  $0.5\ \text{mm}/\text{min}$ 。室温冲击试

样加工为  $10\ \text{mm}\times 10\ \text{mm}\times 55\ \text{mm}$  的标准试样, 冲击性能使用德国 Zwick 公司生产的 RKP450 型全自动示波冲击实验机测试。

## 2 研究结果与讨论

### 2.1 显微组织演变

对 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢 0 周次试样(原始样品)以及经过了 1、3、5、10 和 20 个超低温热疲劳周次的试样, 分别开展了 XRD、OM、SEM 和 TEM 显微组织观测, 分析热疲劳所引起的组织演变。

**2.1.1 XRD 分析** 图 4 所示为试样在不同热疲劳循环周次后的 XRD 谱图。图 4 中原始试样的 XRD 衍射峰来自  $\gamma$  相的 (111)、(200)、(311) 和 (222) 晶面, 表明原始试样呈现单一奥氏体相。图 4 中经过热疲劳实验的试样的衍射峰经过分析均来自于  $\gamma$  相, 与原始试样不同点为出现了明显的 (220) 晶面衍射峰, 推测试样在热疲劳过程中可能发生了再结晶<sup>[16]</sup> 或晶粒扭转。

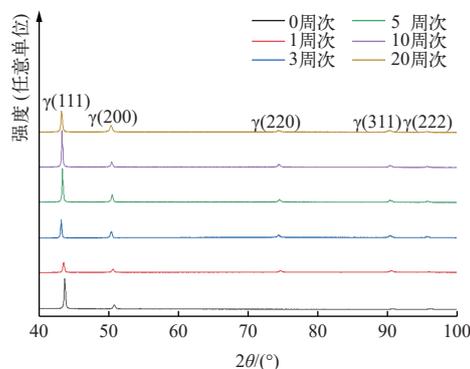


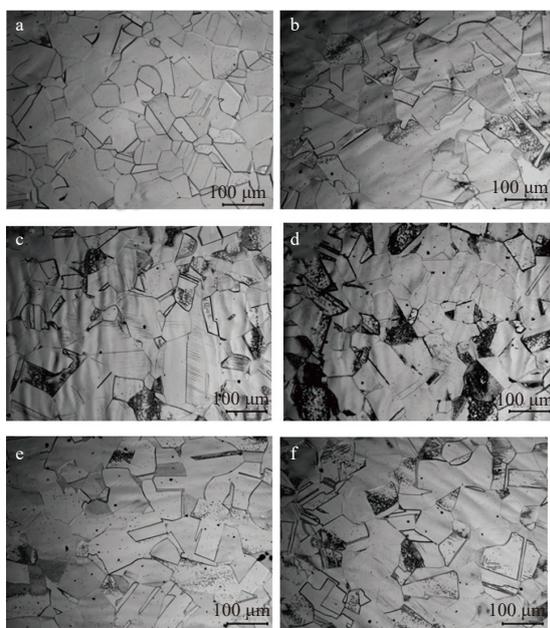
图 4 试样在不同热疲劳循环周次后的 XRD 结果  
Fig. 4 XRD pattern of sample after different thermal fatigue cycles

奥氏体不锈钢管材出厂时一般是固溶处理状态, 呈现单一奥氏体。材料中的 C、Mn、Ni、N 是奥氏体稳定化元素(表 1), C、N 通过固溶强化可提高材料的屈服强度, 特别是 N 易在位错等晶体缺陷处聚集, 形成柯氏气团, 阻碍位错运动, 因此能够降低马氏体转变临界温度  $M_s$ ; Mn、Ni 几乎可以完全消除不锈钢中的残余铁素体并且降低  $M_s$ , 增加奥氏体组织的稳定性<sup>[17]</sup>。而本文超低温热疲劳实验的 XRD 结果表明, Z2CND18.12 奥氏体不锈钢在经历多次的  $-196\ ^{\circ}\text{C}\rightarrow 0\ ^{\circ}\text{C}\rightarrow 350\ ^{\circ}\text{C}\rightarrow$  室温

冷热循环后未发生相变,保持了良好的相结构稳定性。

**2.1.2 金相分析** 图5所示为Z2CND18.12奥氏体不锈钢在不同热疲劳循环周次后的金相组织。如图5a所示,Z2CND18.12的0周次试样呈现典型的奥氏体晶粒的等轴多边形,存在退火孪晶,经过热疲劳后的组织形貌与原始组织差异不大。以往在研究不锈钢的深冷处理技术时发现,对金属进行深冷处理会细化晶粒从而提高力学性能<sup>[18-19]</sup>。因此,使用Nano Measure软件对各试样的晶粒尺寸进行统计<sup>[20]</sup>,晶粒尺寸随热疲劳循环周次的变化曲线如图6所示。由图6可知,原始晶粒平均尺寸约为79  $\mu\text{m}$ ,晶粒尺寸随循环周次的增加有微小幅度波动。总体上与0周次试样相比,晶粒尺寸呈现减小的趋势。经过20个循环周次后,试样平均晶粒尺寸为74  $\mu\text{m}$ ,比原始晶粒平均减小了6.3%。

**2.1.3 SEM和TEM分析** 图7所示为试样在不同热疲劳循环周次后的SEM形貌。如图7a所示,Z2CN18.12的0周次试样奥氏体结构清晰,亚结构较少,存在部分退火孪晶,视场内未见马氏体组织。对晶界做了元素能谱分析,没有发现元素偏析现象。经过热疲劳后的组织形貌与原始组织



a—0周次; b—1周次; c—3周次; d—5周次;  
e—10周次; f—20周次

图5 试样在不同热疲劳循环周次后的金相组织

Fig. 5 Metallographic structure of sample after different thermal fatigue cycles

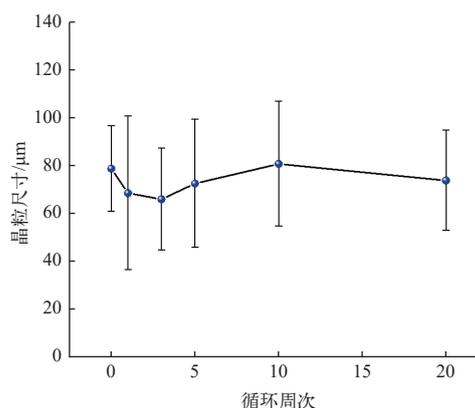
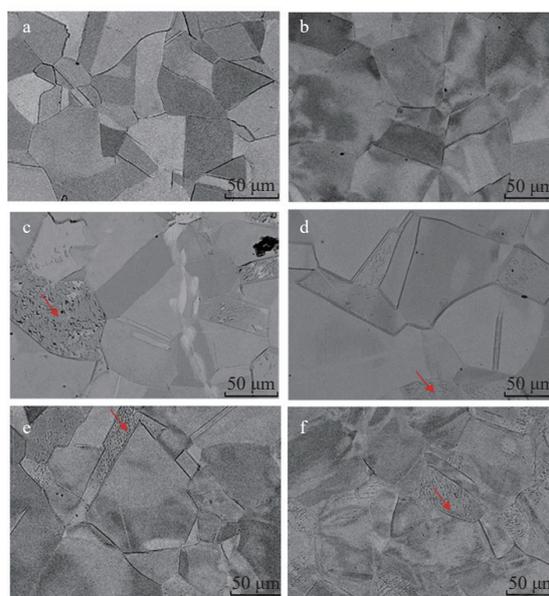


图6 晶粒尺寸随热疲劳循环周次的变化曲线

Fig. 6 Grain size variation curve with thermal fatigue cycle

没有明显的差异,但是在个别晶粒内部出现了亚结构细化现象,如图7c~f中箭头所指晶粒。

多位学者对电厂冷却管道冰堵过程开展过应力分析的实验和理论研究<sup>[2-4]</sup>,认为在液氮深冷的急速降温过程中会产生较大的温度应力和体积变化,且管道的不同部位应力不同。在应力作用下,材料显微组织中微小的成分偏析或晶粒亚结构有可能会在深冷过程中诱发形变马氏体,但是随着热循环后续过程的进行,即回复到室温后再加热至350  $^{\circ}\text{C}$ 保温12 h,马氏体组织会分解并发生再结晶,从而呈现出上述SEM中观察到的局部碎化



a—0周次; b—1周次; c—3周次; d—5周次;  
e—10周次; f—20周次

图7 试样在不同热疲劳循环周次后的SEM形貌

Fig. 7 SEM morphology of simple after different thermal fatigue cycles

的组织形貌(图7c~f中箭头所指)。这与XRD结果一致,即经热疲劳的试样中检测出再结晶形成的(220)晶面。

选取了热疲劳循环1周次和20周次后的试样进一步深入分析观察,图8所示为相应的TEM形貌及选区衍射结果。对图8分析表明,选区衍射结果全部为奥氏体相,说明试样经过冷冻-解冻-加热的多次热循环后没有发生相变,相组织结

构稳定,仔细观察在晶界处均未发现析出相,这与XRD结果一致。

与图8a热疲劳循环1周次后的TEM形貌对比发现,热疲劳循环20周次后试样中晶界处明显存在大量位错塞积,同时晶粒内也形成了大量缠绕聚集的位错,说明在反复热循环过程中位错发生增殖并运动,证实了伴随着温度的变化材料有热应力产生和不断的变化<sup>[2-4]</sup>。

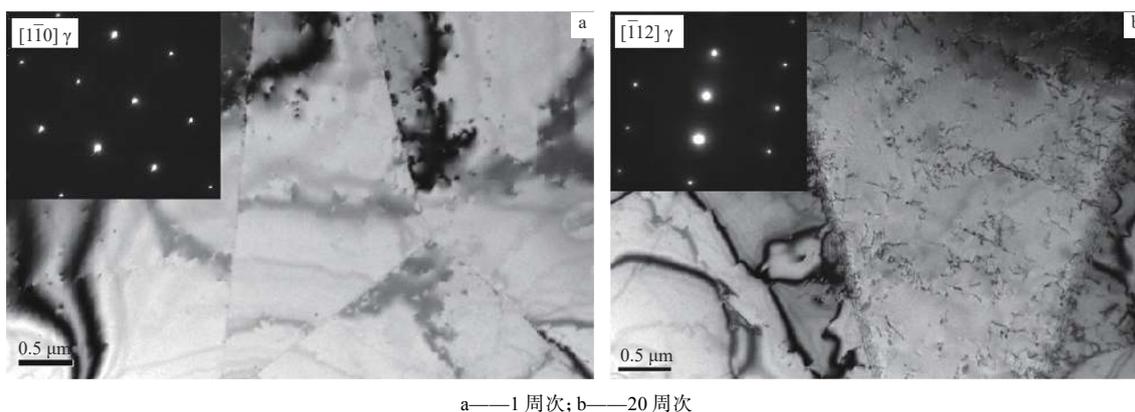


图8 试样的TEM组织形貌及选区衍射斑点

Fig. 8 TEM morphology and corresponding selected area diffraction pattern of simple

奥氏体不锈钢出厂时通常是固溶处理状态,钢板内部位错密度很低,晶格畸变程度非常小。Choi等<sup>[18]</sup>对深冷处理的研究发现晶体中产生了位错的聚集与攀移,破坏打碎了原有的晶粒结构,促进了再结晶,导致了亚细晶粒甚至纳米级晶粒的形成,晶粒细化可同时提高材料的强度和韧性。但是,在本文的热疲劳循环过程中,深冷处理后又对试样进行了350℃加热保温12h,由于加热和保温过程能消除热应力并促使晶粒长大,因此虽然从TEM中看到晶体内存在大量聚集的位错,但没有发现纳米级亚细晶粒。

## 2.2 力学性能

**2.2.1 拉伸性能与冲击性能** 图9所示为试样的拉伸强度随热疲劳循环周次的变化曲线。从图9中曲线趋势可以得出,在20个热疲劳循环周次内,室温下的强度指标均高于高温下的;室温和高温下的抗拉强度与屈服强度的变化均非常微小,说明热疲劳对材料的拉伸强度影响很小。原始试样室温下抗拉强度为562.3 MPa,20周次后略微增加0.65%;原始试样室温下屈服强度为243.0 MPa,20周次后约增加5.5%。原始试样高温下抗拉强

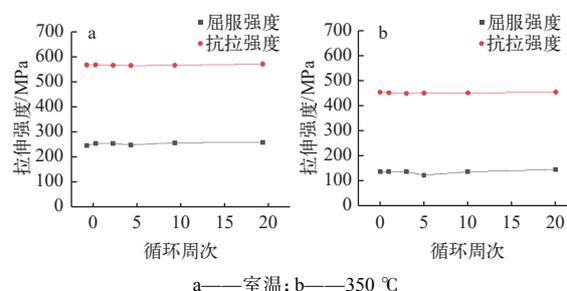


图9 试样的拉伸强度随热疲劳循环周次的变化曲线

Fig. 9 Variation curve of tensile strength of simple with thermal fatigue cycle

度为454.0 MPa,20周次后略微增加0.07%;原始试样高温下屈服强度为139.7 MPa,20周次后约增加6.2%。

图10所示为试样拉伸变形量随热疲劳循环周次的变化曲线。图10结果显示在20个热疲劳循环周次内,室温和高温下的拉伸变形量仅发生微小的波动变化,说明热疲劳对材料的塑性影响很小。

图11所示为试样室温冲击吸收能量和侧膨胀值随热疲劳循环周次的变化曲线。室温冲击测

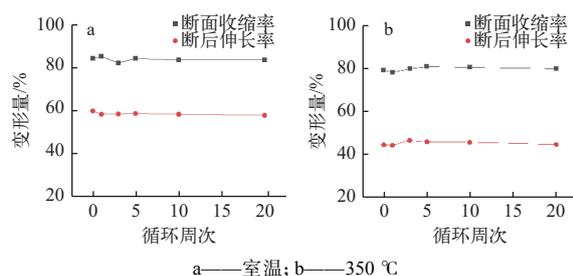


图 10 试样拉伸变形量随热疲劳循环周次的变化曲线  
Fig. 10 Variation curve of tensile deformation of simple with thermal fatigue cycle

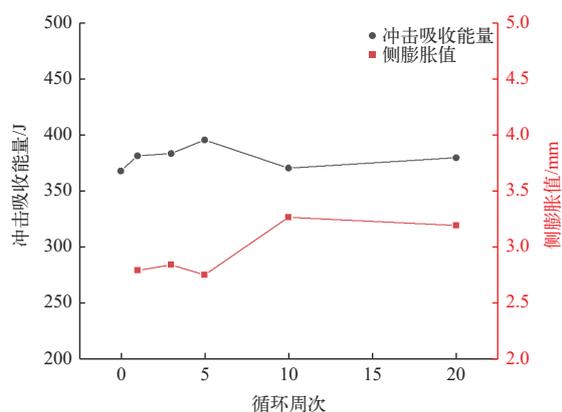


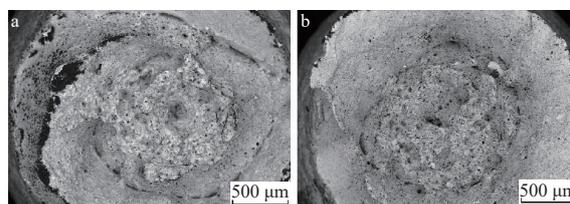
图 11 试样室温冲击吸收能量与侧膨胀值随热疲劳循环周次的变化曲线  
Fig. 11 Variation curve of room temperature impact absorption energy and lateral expansion value of simple with thermal fatigue cycle

得的吸收能量随循环周次小幅波动,原始试样吸收能量为 368.25 J, 20 周次试样吸收能量为 380.07 J, 增量约为 3.2%;侧膨胀量亦呈现小幅增加的趋势, 20 周次后约增加 4.8%。

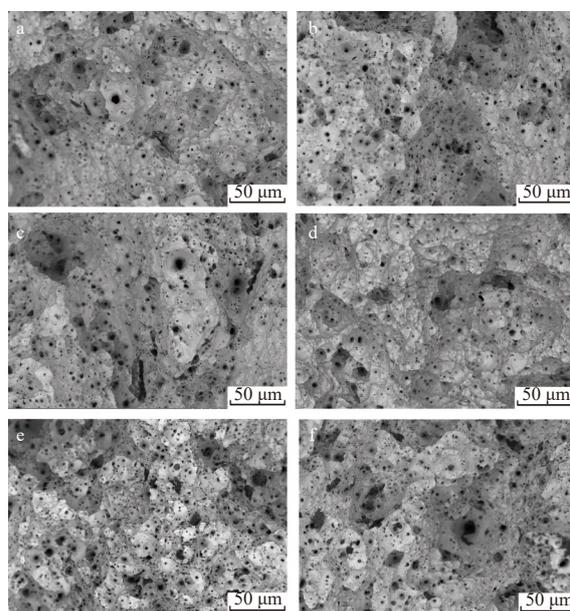
从以上结果可以看到, 经过了 20 个循环周次的超低温热疲劳的作用, Z2CND18.12 奥氏体不锈钢的力学性能(强度、塑性、韧性)基本保持或略优于 0 周次试样。与不锈钢深冷技术处理后能够产生显著的强化和增韧效果<sup>[18]</sup>相比, 本文的力学性能结果是源自深冷处理+缓慢加热至 350 °C 保温 12 h 的综合作用, 加热保温过程使材料在深冷后晶粒尺寸回复并且热应力得到消除。

**2.2.2 拉伸与冲击断口** 经过不同周次热疲劳循环的试样的室温和高温拉伸断口, 均能够观察到明显的颈缩现象, 且断口表面呈灰暗的杯锥状。以循环 3 周次试样为例, 如图 12 所示, 表明试样在拉伸过程中产生了较大的塑性变形。为进一步分析拉伸试样断口的微观特征, 对断口表面进行

较大倍数的 SEM 观测, 室温和高温拉伸实验断口 SEM 形貌分别如图 13、14 所示。



a—室温; b—350 °C  
图 12 试样拉伸断口 SEM 形貌  
Fig. 12 SEM morphology of tensile fracture of sample



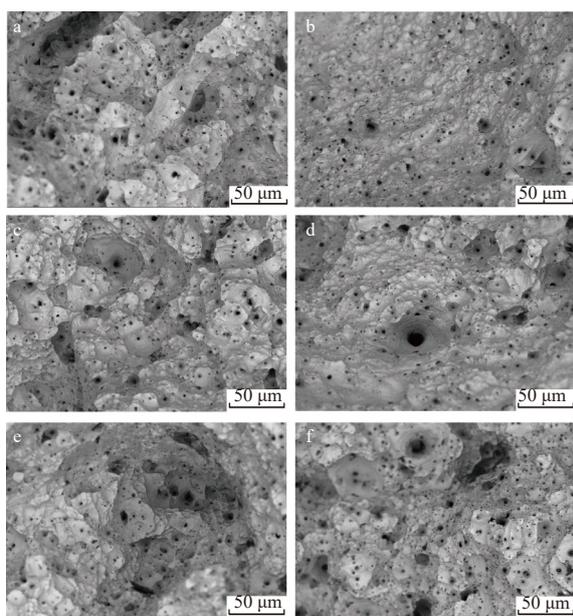
a—0 周次; b—1 周次; c—3 周次; d—5 周次;  
e—10 周次; f—20 周次

图 13 不同热疲劳循环周次后的室温试样拉伸断口 SEM 形貌

Fig. 13 SEM morphology of sample tensile fracture at room temperature after different thermal fatigue cycles

经过不同热疲劳实验周次试样的拉伸断口形貌相似, 所有试样断口中均存在明显韧窝与撕裂棱特征, 因此, 室温拉伸与高温拉伸均为韧性断裂。室温下拉伸断口相较高温下拉伸断口, 其韧窝数量略多且深, 显示出试样在室温下的塑性更优, 与图 10 的结果一致。

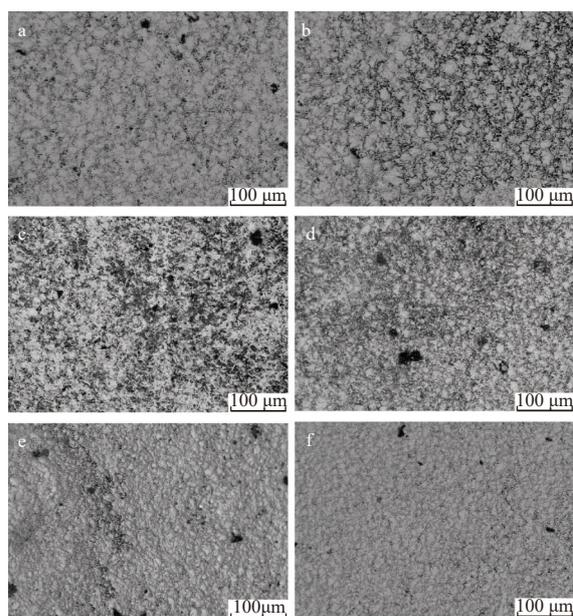
对经过不同热疲劳周次的试样开展的室温冲击实验中, 发现所有试样冲击后均未完全断裂, 如图 15 所示, 说明 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢的室温冲击韧性出色, 且不受超低温热疲劳的影响, 不显示韧性-脆性转变。图 16 所示为在不同热疲劳循环周次后的室温试样冲击断口 SEM 形貌。所



a—0 周次; b—1 周次; c—3 周次; d—5 周次;  
e—10 周次; f—20 周次

图 14 不同热疲劳循环周次后的高温(350 °C)试样拉伸断口 SEM 形貌

Fig. 14 SEM morphology of sample tensile fracture at 350 °C after different thermal fatigue cycles



a—0 周次; b—1 周次; c—3 周次; d—5 周次;  
e—10 周次; f—20 周次

图 16 不同热疲劳循环周次后的室温试样冲击断口 SEM 形貌

Fig. 16 SEM morphology of sample impact fracture at room temperature after different thermal fatigue cycles



图 15 试样冲击断口图

Fig. 15 Image of sample impact fracture

有试样断口的放射区与纤维区界限不明显,在整个断口区域形貌类似,均可观察到较浅的韧窝,说明经过多次热疲劳后的试样仍保持较好的韧性。

### 3 结论

对 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢开展了 20 周次的超低温热疲劳,即-196 °C→0 °C→350 °C→室温的冷热循环实验,依据显微组织分析并结合室温、高温拉伸和冲击实验的测试结果,得到结论如下。

1) 经过超低温热疲劳后, Z2CND18.12 奥氏体不锈钢显微组织未发生相变和沉淀相析出,存在

位错增殖和聚集现象;依据金相分析结果,晶粒尺寸随循环周次的增加略微减小。说明 Z2CND18.12 的显微结构稳定性好,能够抵抗深冷热循环的反复作用。

2) 超低温热疲劳对 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢的拉伸性能几乎没有影响,随着循环周次的增加,室温与高温抗拉强度、屈服强度、拉伸变形量等指标的波动幅度最大为 6.2%;拉伸断口呈现韧性断裂特征。

3) Z2CND18.12 奥氏体不锈钢的室温冲击吸收能量随循环周次小幅度波动,整体上呈现缓慢上升的趋势,20 周次比 0 周次试样增加约 3.2%;侧膨胀量亦呈现增加的趋势。材料能够保持良好的强度、塑性和韧性的原因可能与冷热循环综合作用下造成晶粒尺寸的减小有关。

研究结果证明多次冷热循环对 Z2CND18.12 奥氏体不锈钢管材的力学性能不会造成不良影响,因此,预期液氮冰塞封堵技术能够更加广泛地应用于核电厂管道、阀门的维修作业中。

### 参考文献:

[1] CORBESCU B, PUIU D, GYONGYOSI T, et al. Forming an ice plug inside a high diameter pipeline in station-

- ary water using a nitrogen vapour exhaust restriction[J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2018, 1122: 012002.
- [2] XIE L, WANG C, ZHANG W, et al. Stress distribution and safety evaluation of pipeline in ice plug of nuclear power[J]. *Nuclear Science and Engineering*, 2022, 196(2): 221-233.
- [3] LANNOY A, FLAIX B. Experimental analysis of the obturation of pipes by ice plugs[J]. *Nuclear Engineering and Design*, 1985, 86(3): 305-313.
- [4] KEARY A C, SYNGELLAKIS S, BOWEN R J. Experimental and analytical study of thermal stresses during pipe freezing[J]. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering*, 2001, 215(1): 63-77.
- [5] LIU Y, LIN J, MIN J, et al. Effect of deep cryogenic treatment on mechanical properties and microstructure of the tool steel CR7V for hot stamping[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2018, 27(9): 4382-4391.
- [6] VILLA M, PANTLEON K, SOMERS M A J. Evolution of compressive strains in retained austenite during sub-zero celsius martensite formation and tempering[J]. *Acta Materialia*, 2014, 65: 383-392.
- [7] 谭粤, 李蔚, 夏莉, 等. 奥氏体不锈钢低温力学性能研究综述[J]. *广州化工*, 2022, 50(18): 13-16.  
TAN Yue, LI Wei, XIA Li, et al. Review on research of mechanical properties of austenitic stainless steel at low temperature[J]. *Guangzhou Chemical Industry*, 2022, 50(18): 13-16(in Chinese).
- [8] 任培东, 许璞. 深冷处理对 304L 奥氏体不锈钢低温冲击性能的影响[J]. *锻压技术*, 2020, 45(11): 67-72.  
REN Peidong, XU Ying. Influence of cryogenic treatment on low-temperature impact performance for 304L austenitic stainless steel[J]. *Forging & Stamping Technology*, 2020, 45(11): 67-72(in Chinese).
- [9] 杨宝磊, 刘廷光, 苏香林, 等. 热老化对 316LN 力学性能和晶间腐蚀敏感性的影响[J]. *材料研究学报*, 2023, 37(5): 381-390.  
YANG Baolei, LIU Tingguang, SU Xianglin, et al. Effect of thermal aging on mechanical properties and intergranular corrosion resistance of 316LN[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2023, 37(5): 381-390(in Chinese).
- [10] 李会鹏, 熊毅, 路妍, 等. 应变速率对低温拉伸 316LN 奥氏体不锈钢微观组织和力学性能的影响[J]. *材料研究学报*, 2018, 32(2): 105-111.  
LI Huipeng, XIONG Yi, LU Yan, et al. Effect of strain rate on microstructure evolution and mechanical property of 316LN austenitic stainless steel at cryogenic temperature[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2018, 32(2): 105-111(in Chinese).
- [11] 徐桂芳, 徐文慧, 罗锐, 等. 高氮低镍奥氏体不锈钢的低温性能与组织稳定性[J]. *金属热处理*, 2017, 42(2): 1-6.  
XU Guifang, XU Wenhui, LUO Rui, et al. Low-temperature mechanical properties and microstructural stability of high-nitrogen and low-nickel austenitic stainless steel[J]. *Heat Treatment of Metals*, 2017, 42(2): 1-6(in Chinese).
- [12] 陈红宇, 刘鑫刚, 周夏. X2CrNiMo18.12 (控氮) 奥氏体不锈钢的组织演变[J]. *大型铸锻件*, 2023(5): 37-40.  
CHEN Hongyu, LIU Xingang, ZHOU Xia. Microstructure evolution of X2CrNiMo18.12 (nitrogen-controlled) austenitic stainless steel[J]. *Heavy Casting and Forging*, 2023(5): 37-40(in Chinese).
- [13] 法国核岛设备设计、建造及在役检查规则协会. 法国核电厂设计和建造规则压水堆核岛机械设备设计和建造规则: RCC-M: 2000 版+2002 补遗[S]. 上海: 上海科学技术文献出版社, 2010.
- [14] GB/T4334—2020 金属和合金的腐蚀 奥氏体及铁素体-奥氏体(双相)不锈钢晶间腐蚀试验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2020.
- [15] GB/T 228.1—2010 金属材料 拉伸试验 第 1 部分: 室温试验方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2011.
- [16] HU X, CHEN C, LI Y, et al. Microstructural evolution of cast super austenitic stainless steel during hot compression[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, 26: 2770-2781.
- [17] KLOTZ U E, SOLENTHALER C, ERNST P, et al. Alloy compositions and mechanical properties of 9-12% chromium steels with martensitic-austenitic microstructure[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 1999, 272(2): 292-299.
- [18] CHOI S W, JEONG J S, WON J W, et al. Grade-4 commercially pure titanium with ultrahigh strength achieved by twinning-induced grain refinement through cryogenic deformation[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, 66(7): 193-201.
- [19] 詹衡, 李坤翌, 靳海, 等. 冷处理技术的研究现状及进展[J/OL]. *热加工工艺*. <https://doi.org/10.14158/j.cnki.1001-3814.20223603>.  
ZHAN Heng, LI Kunzhao, JIN Hai, et al. Research status and progress of cold treatment technology[J/OL]. *Hot Working Technology*. <https://doi.org/10.14158/j.cnki.1001-3814.20223603>(in Chinese).
- [20] GB/T 6394—2002 金属平均晶粒度测定法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.