https://doi.org/10.12442/j.issn.1002-185X.20250429

一种硅增强型9Cr铁素体/马氏体钢持久性能的研究

杨 宁[1,2]，胡小锋[1]，郑永峰[1,2]，杨志荣[1]，姜海昌[1]，戎利建[1]

（1. 中国科学院金属研究所 中国科学院核用材料与安全评价重点实验室，辽宁 沈阳 110016）

（2. 中国科学技术大学 材料科学与工程学院，辽宁 沈阳 110016）

摘 要：利用SEM、TEM、EBSD、维氏硬度计等表征手段对一种硅增强型9Cr铁素体/马氏体钢（记为H-Si钢）在550 ℃条件下的持久性能以及持久断后样品夹持段和平行段的组织和硬度差异进行研究，深入分析了H-Si钢在温度和应力耦合作用下的组织演变规律及其对持久性能的影响。结果表明：H-Si钢具有良好的持久性能，在550 ℃、167 MPa条件下，持久断裂时间为2252 h，且本实验应力条件下样品的断裂模式均为韧性断裂。不同应力下，H-Si钢断后夹持段的基体组织均相对稳定，板条宽度在380~440 nm之间，硬度基本不变，保持在230 HV左右。相比而言，H-Si钢断后平行段在应力作用下的微观组织发生明显退化，位错密度快速降低，板条发生显著宽化，位错强化和晶界强化作用均显著减弱，导致硬度明显下降，持久断裂时间最长的167 MPa@2252 h试样平行段硬度下降至193 HV，导致其高温持久性能低于9Cr-1Mo-V-Nb马氏体耐热钢（P91）。

关键词：Si；铁素体/马氏体钢；持久性能；微观组织；硬度

中图法分类号：TG142.1 **文献标识码**：A **文章编号**：1002-185X（2026）12-3168-12

1 引 言

铅（铅铋）冷快堆（lead-cooled fast reactors，LFRs）是第四代核能系统6种先进堆型之一，因具有小型化、模块化和安全性能高等优点，应用前景十分广阔[1]。铅冷快堆的设计服役温度可达550 ℃，并采用铅铋共晶合金（lead-bismuth eutectic，LBE）作为冷却剂，但LBE作为液态金属对结构材料具有强烈的腐蚀作用。铁素体/马氏体耐热钢（简称铁/马钢）因具有优异的抗辐照肿胀性能、良好的韧性和抗高温蠕变性能，且加工制备技术成熟，被广泛应用于核电领域[2]，如用于制造包壳、换热管、六角管等关键结构部件。然而，传统的铁/马钢（如9%Cr的P91和12%Cr的HT9，9%和12%为质量分数，下同）与LBE相容性方面存在明显不足[3–5]，限制了其在铅冷快堆上的应用，可能会对核电的安全运行造成巨大隐患。为确保构件能够安全服役，耐LBE腐蚀性能是铅冷快堆用铁/马钢在设计和制备过程中必须考虑的因素。有研究报道称[6–8]，增加Si元素对提升铁/马钢耐LBE腐蚀具有积极作用，可以有效降低腐蚀速率，氧化膜的厚度随着Si含量增加而减薄。这是因为Si与O有强的亲和力，当Si含量较高时（＞1.0wt%）可促进薄且致密的SiO_2氧化保护层的形成，能有效阻碍铁离子和氧离子扩散，阻碍氧化进程，进而提高耐LBE腐蚀性能。

P91钢作为经典且成熟的9%Cr铁/马钢，受到各国研究人员的广泛关注。在前期基于ASME标准P91钢的基础上，本课题组自主设计研发了一种综合性能良好的硅增强型9Cr铁/马钢（命名为H-Si钢）[9]，在增加Si含量的同时，为了降低δ铁素体析出倾向，对其它合金元素含量也进行了调整优化。回火态H-Si钢的基体组织为回火马氏体，Si含量的增加不仅能提升其抗拉强度，同时在饱和氧LBE环境中促进了致密SiO_2氧化保护层的形成，从而显著提高了H-Si钢的耐LBE腐蚀性能。但是，元素调整对合金钢微观组织和力学性能的影响仍需进一步研究。H-Si钢的服役环境不仅需要承受高温，还会承受应力作用，是一种高温应力的耦合工况。有研究人员[10–12]对蠕变持久实验的9%Cr铁/马钢样品的平行段（受力部分）和夹持段（不受应力作用，可视为时效态）进行了对比研究，发现平行段的硬度低于夹持段，且微观组织结构的退化程度更大，包括位错密度的下降速率、析出相的粗化程度等均高于夹持段，这表明应力会加速铁/马钢显微组织的退化过程。因此，对于新开发的H-Si钢，有必要研究在高温和应力耦合作用下其组织和力学性能的变化规律。

收稿日期：2025-12-19

基金项目：国家科技重大专项（2025ZD0610400）；中国科学院战略性先导科技专项（A类）（XDA28040403）；吉林省与中国科学院科技合作高技术产业化专项资金项目（2024SYHZ0004）；中核集团领创科研项目

作者简介：杨 宁，女，1999年生，博士生，中国科学院金属研究所，中国科学院核用材料与安全评价重点实验室，辽宁 沈阳 110016，E-mail：nyang22s@imr.ac.cn

本工作以H-Si钢为研究对象，开展了在550 ℃不同应力条件下的持久性能测试，对持久断后平行段和夹持段的组织和硬度进行对比观察和分析，研究了H-Si钢基体和第二相随应力的演变规律及其对持久性能的影响，在揭示H-Si钢高温持久性能影响因素的同时，为耐LBE腐蚀9%Cr铁/马钢的研制和开发提供理论指导和数据支持。

2　实 验

实验材料为自主研发的一种硅增强型9%Cr铁/马钢（H-Si钢），其Si含量名义成分为1.10wt%，化学成分见表1[13]。采用真空感应炉熔炼25 kg的铸锭，将铸锭进行高温均质化处理，保温12 h后去掉氧化皮、切除冒口。随后进行锻造和轧制，最终轧制成厚度为13 mm的板材。从轧板上切取合适尺寸的试样进行调质热处理，其中正火工艺为：1050 ℃保温0.5 h，空冷；回火工艺为：760 ℃保温1.5 h，空冷。

在热处理后的板材上沿着轧制方向切取棒状拉伸试样，其螺纹段直径为10 mm，平行段直径为5 mm。利用INSTRON 5982拉伸实验机进行室温拉伸实验，在AG-X 250 kN万能实验机上进行550 ℃高温拉伸实验。持久试验采用螺纹段直径为12 mm，平行段直径为5 mm试样（图1a），持久性能测试温度为550 ℃，持久应力选取255、215、185和167 MPa。采用RC-1130A型蠕变持久实验机进行实验，每个应力采用3个平行试样，断裂时间取其平均值。回火态试样未加载应力，所受应力为0 MPa。

表1 H-Si钢的化学成分

Table 1 Chemical composition of H-Si steel (wt%)

C	Si	Cr	Mo+Mn+Ni	V+Nb	S	P	Fe
0.10	1.06	9.30	2.17	0.36	0.006	0.006	Bal.

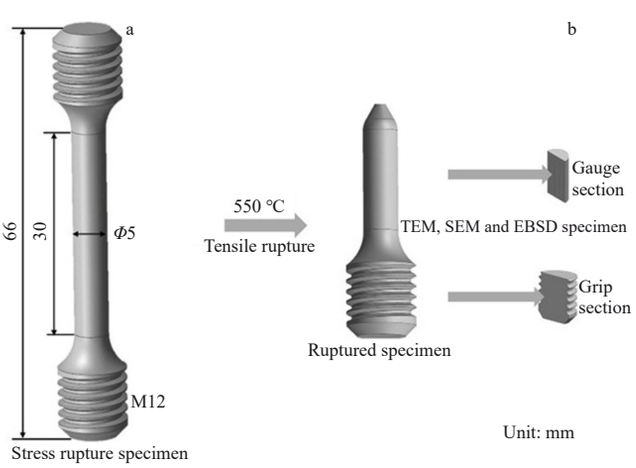


图1 持久试样和持久断后微观组织用样品的取样位置示意图

Fig.1 Schematic diagrams of specimen for stress rupture test (a) and sampling locations for microstructure observations of ruptured specimen (b)

持久断后的断口形貌采用Apreo型场发射扫描电子显微镜（SEM）进行观察。采用Micromet 5103型维氏硬度计测量样品硬度，载荷为1 kg，加载时间为15 s。

在回火态板材和持久断裂后的样品上分别取样进行微观组织观察，其中持久断后样品包括平行段（Gauge）和夹持段（Grip）两部分，用于研究应力对微观组织和力学性能的影响，具体取样位置如图1b所示。样品经过机械研磨、抛光后使用Vilella试剂（1 g苦味酸+5 mL浓盐酸+95 mL无水乙醇）进行腐蚀。在GX51型金相显微镜（OM）上进行观察，利用SEM观察基体组织和第二相形貌及分布。使用Talos F200x型透射电子显微镜（TEM）对板条亚结构和第二相进行观察，并利用选区电子衍射（SAED）对第二相的物相结构进行分析。TEM样品采用电解双喷方法进行制备，用砂纸将样品研磨至厚度约50 μm，随后用冲孔器冲成直径为3 mm的圆形薄片，使用RL型电解双喷减薄仪进行减薄，双喷液为体积分数10%的高氯酸乙醇溶液，电压采用18 V，温度为–25 ℃。使用Image Pro Plus软件对TEM图中第二相的尺寸进行统计，统计图片均不少于5张。电子背散射（EBSD）样品经过机械研磨、抛光后使用10%的高氯酸乙醇溶液电解抛光12 s，电压为12 V，采用配有Symmetry S3探头的FEI Scios 2型场发射扫描电子显微镜对样品进行EBSD数据采集，电压为20 kV，电流为6.4 nA，步长为0.15 μm，通过HKL Channel 5软件和Aztec Crystal软件对EBSD数据进行分析。

3　结果与分析

3.1　H-Si钢的力学性能

表2为H-Si钢在室温和550 ℃高温下的瞬时拉伸性能。室温下合金钢的屈服强度（YS）和抗拉强度（UTS）分别为628 和759 MPa，延伸率（A）和断面收缩率（Z）分别为23.5%和73.0%。550 ℃下合金钢的屈服强度和抗拉强度分别为344 和418 MPa，延伸率和断面收缩率分别为23.8%和90.0%。可见，H-Si钢在室温和550 ℃高温下均具有良好的瞬时强度和塑性，与文献[14]报道的P91合金的相关性能相近，P91的室温YS和UTS分别为610和698 MPa，550 ℃下YS和UTS分别为336 和375 MPa，延伸率和断面收缩率分别为25.0%和91.0%[14]。

图2为H-Si钢在550 ℃不同应力下的应力-断裂时间图。由图可见，255 MPa应力条件下的持久断裂时间为43 h。随着应力水平的逐渐下降，合金钢的持久断裂

表2 H-Si钢的瞬时拉伸性能

Table 2 Instantaneous tensile properties of H-Si steel

Testing temperature	YS/MPa	UTS/MPa	A/%	Z/%
Room temperature	628	759	23.5	73.0
550 ℃	344	418	23.8	90.0

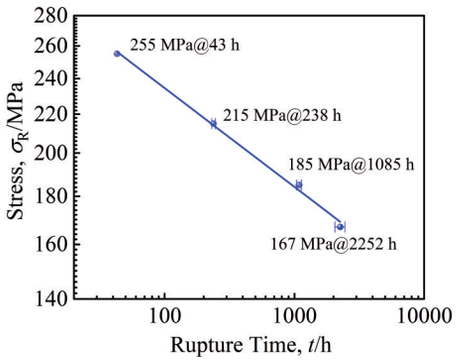


图2 H-Si钢在550 ℃下的应力-断裂时间图

Fig.2 Stress-rupture time diagram of H-Si steel tested at 550 ℃

时间逐渐增加，215、185和167 MPa应力下的持久断裂时间分别为238、1085和2252 h。在双对数坐标下进行拟合发现，各实验点符合线性规律，未出现明显的拐点，说明H-Si钢在实验条件下的蠕变失效机制未发生变化。为阐述方便，采用如255 MPa@43 h的形式描述各个持久断裂样品。图3为不同应力下合金钢持久断裂样品的断口形貌。由图可见，合金钢在不同应力条件下均发生了明显的颈缩现象（图3a~3d），断口呈现杯锥状，显然发生的都是韧性断裂。高倍下可以清楚地观察到断口由许多等轴状韧窝组成，随着应力的减小，韧窝尺寸有逐渐增加的趋势，且未见解理和沿晶等脆性断裂形貌（图3e~3h）。上述结果表明，在550 ℃的4种不同应力条件下，H-Si钢的持久断裂模式均为韧性断裂，合金钢具有较好的持久性能。

3.2 H-Si钢的微观组织

图4为回火态H-Si钢的微观组织图。从低倍OM照片（图4a）可见，H-Si钢组织均匀，晶界清晰可见，原始奥氏体晶界（prior austenite grain boundaries, PAGBs）尺寸约20 μm，在晶内有较多的亚结构界面，同时还有大量的碳化物分布在晶内和界面。高倍SEM照片更清晰地显示出晶界和晶内都析出了大量的析出相（图4b），形成典型的回火态板条马氏体组织。通过TEM观察可知，这些析出相的外观形貌可分为两类，一种外形近似球状，在基体内随机分布，数量少；另一种析出相形貌呈现短杆状或椭球状（图4c），主要分布在晶界、板条界等界面处，数量多。经选区电子衍射（selected area electron diffraction, SAED）分析可知（图4d），短杆状和椭球状的析出相为fcc结构的$M_{23}C_6$。基体内部的近球形析出相为NbC相，该相数量少且部分析出相尺寸大，这是由于本实验合金钢中Nb含量较高（0.15wt%），大尺寸的一次NbC相可在凝固过程中直接从液态金属中析出[15]，基体中同时也存在少量的小尺寸二次NbC相，尺寸约为30 nm。图4e为回火态组织的EBSD图，从图中可以看出，经正火和回火热处理后得到的组织为典型的回火马氏体多级组织，亚结构丰富、界面较多，图中黑线为位相差＞15°的大角度晶界（high angle grain boundaries, HAGBs），主要为原始奥氏体晶界、马氏体板条束和马氏体板条块界面；红线为2°~15°的小角度界面（low angle grain boundaries, LAGBs），通常为马氏体板条界面（lath boundaries, LBs）[16]。

图5为H-Si钢在不同应力下持久断后平行段的OM照片。由图可见，不同应力持久断后合金钢的PAGBs仍然清晰可见，统计各样品的PAGBs尺寸都为20 μm左右，与回火态样品的晶粒尺寸相当，说明持久实验过程中合金钢的晶粒尺寸保持稳定。各试样的微观组织均为板条马氏体组织，碳化物的分布与回火态样品相比基本无明显差异。持久断后夹持段试样同样保持着板条马氏体组织特征，低倍下观察到的晶粒尺寸和碳化物分布与平行段相差不大。

图6为不同持久应力条件下试样断裂后平行段和夹持段试样的SEM照片。平行段以255 MPa@43 h样品为

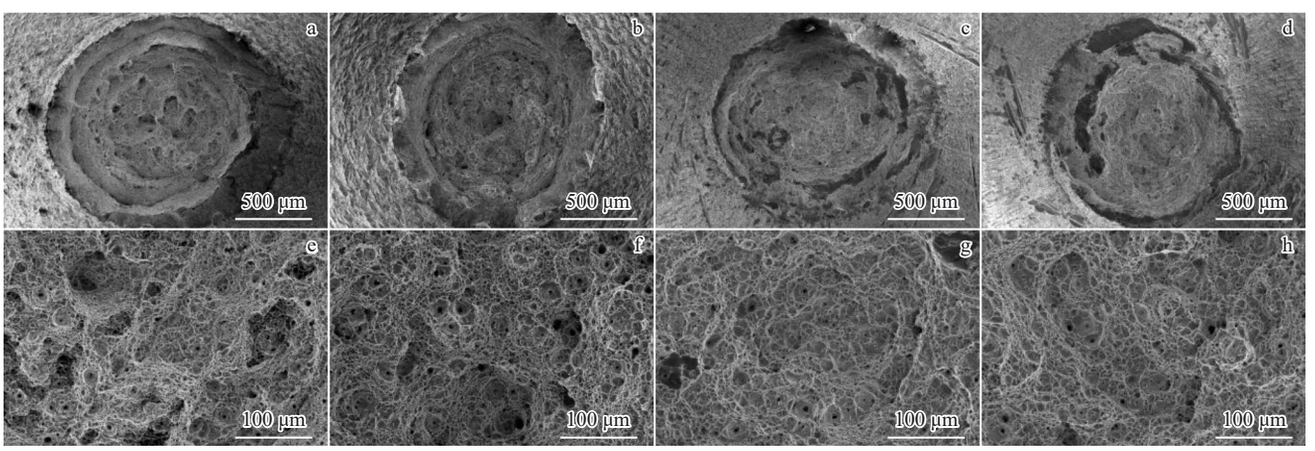


图3 不同持久应力下H-Si钢持久断裂样品的断口形貌

Fig.3 Fracture morphologies of H-Si steel rupture fracture specimens under different stresses: (a, e) 255 MPa@43 h, (b, f) 215 MPa@238 h, (c, g) 185 MPa@1085 h, and (d, h) 167 MPa@2252 h

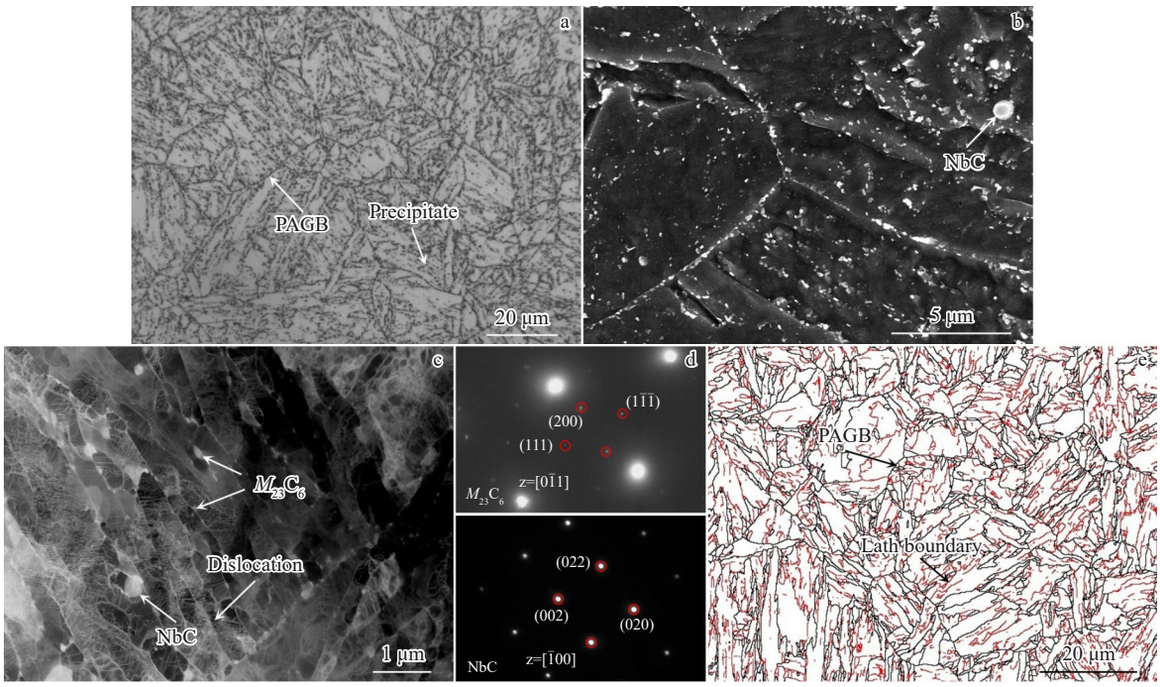


图4　回火态H-Si钢的微观组织

Fig.4　Microstructures of tempered H-Si steel: (a) OM image, (b) SEM image, (c) TEM image, (d) SAED patterns, and (e) misorientation distributions of grain boundaries

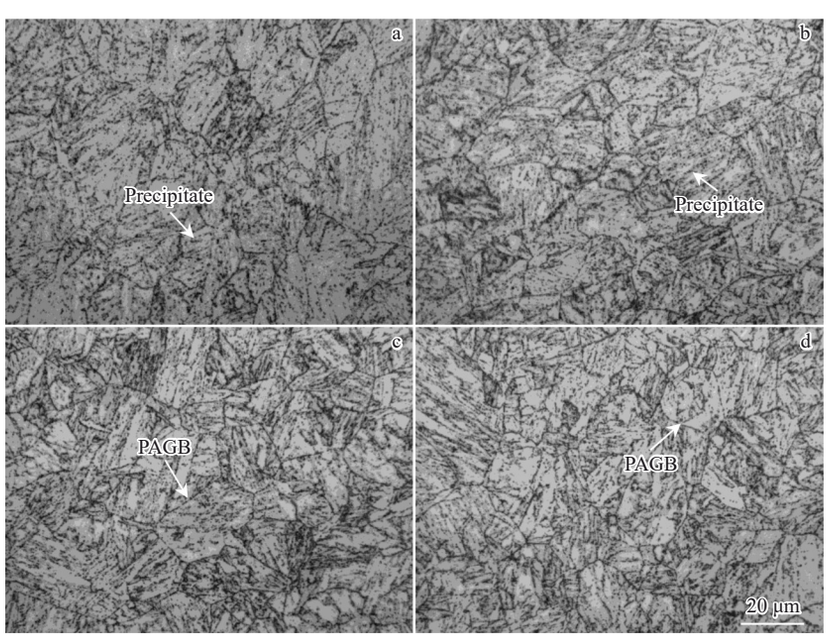


图5　不同持久应力下H-Si钢样品断后平行段OM照片

Fig.5　OM images of fractured gauge specimens of H-Si steel under different stresses: (a) 255 MPa@43 h, (b) 215 MPa@238 h, (c) 185 MPa@1085 h, and (d) 167 MPa@2252 h

例（图6a），可清晰观察到基体内和界面上都分布着大量的碳化物，与回火态样品相比，晶界碳化物的数量明显更多、尺寸更大，且出现部分较大尺寸的碳化物，同时碳化物之间的间距减小。随着持久应力的降低和时间的延长，基体组织仍保持板条马氏体特征，但亚结构有逐渐变宽的趋势（图6b~6d）；而碳化物的尺寸不断增大，如167 MPa@2252 h样品中大尺寸的碳化物数量明显增多。与平行段相比，相同应力下夹持段试样的组织未发生明显变化（图6e~6h），亚结构的宽化程度较小，且夹持段碳化物尺寸粗化不明显。

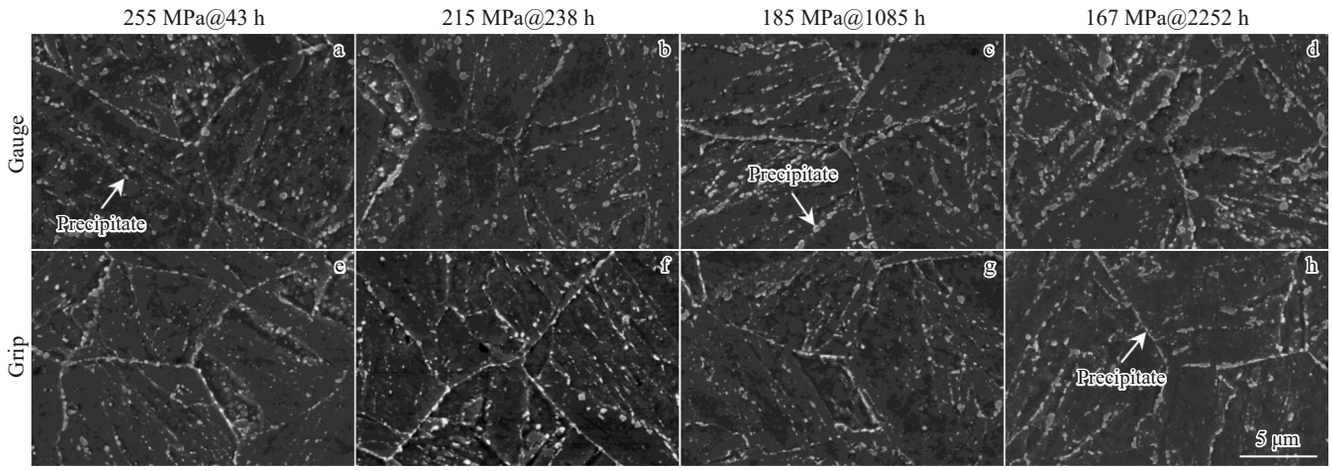


图6 不同持久应力下H-Si钢样品断后SEM照片

Fig.6 SEM images of gauge and grip sections of fractured specimens of H-Si steel under different stresses

为进一步观察基体和板条结构变化，对不同应力下断裂试样的平行段进行了TEM观察和EDS分析，选取215 MPa@238 h和167 MPa@2252 h两个应力的持久试样为典型代表进行分析。图7所示为215 MPa@238 h持久试样平行段和夹持段的TEM照片和EDS面扫描成分分布图，通过TEM照片可以更清晰地观察到在基体内和界面处分布着大量析出相，且析出相明显以沿界面分布为主（图7a、7d），这与SEM结果相一致。EDS的元素面分布扫描结果显示，这些析出相的元素分布并不完全相同。样品中Cr元素明显沿界面分布，且形状不规则，在个别富Cr区域附近存在Mo、Si富集的现象（图7c），说明与回火态相比有富Mo、Si的新相析出。Nb在个别位置有富集，而V在基体呈均匀分布，说明V没有形成第二相，而是固溶在基体。由SAED可知（图7b），富Cr、富Nb析出相分别为$M_{23}C_6$和NbC相，这两种碳化物在回火态时已析出。而富Mo、Si相为hcp结构的金属间化合物Laves相，显然这是持久实验过程中新析出的第二相，该相为主要含Fe和Mo的Fe_2Mo，同时还含有少量Si元素，

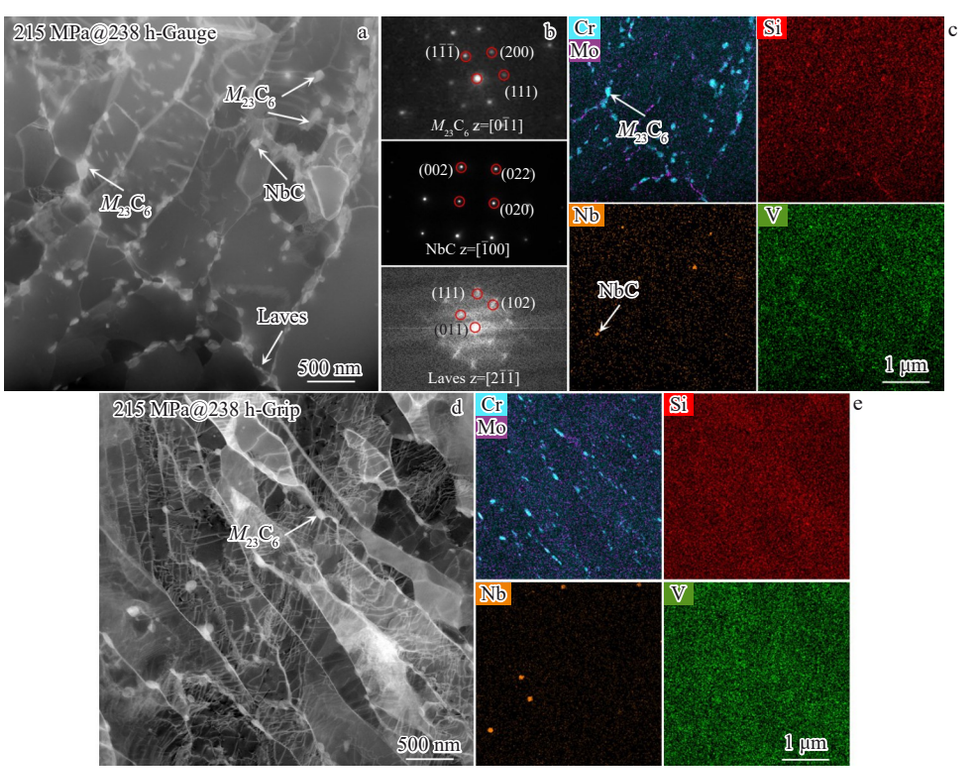


图7 215 MPa@238 h持久样品平行段与夹持段的TEM照片和EDS面扫描图

Fig.7 TEM images (a, d) and corresponding EDS element mappings (c, e) of gauge (a–c) and grip (d–e) sections of 215 MPa@238 h specimen; (b) SAED patterns

主要在界面上毗邻$M_{23}C_6$析出。与之相比，夹持段同样观察到大量碳化物沿界面分布的特征（图7d），EDS元素分布结果显示存在明显的Cr、Nb富集（图7e），分别对应着$M_{23}C_6$和NbC。但未观察到明显的Mo、Si元素富集，说明夹持段仍未析出Laves相，这说明应力促进了Laves相在平行段的快速析出。图8为167 MPa@2252 h持久试样平行段和夹持段的TEM照片和EDS面扫描成分分布图。由TEM照片可见，较低应力较长时间持久样品同样存在大量析出相（图8a、8c），这些析出相大多数为富Cr的$M_{23}C_6$碳化物（图8b、8d），部分区域也观察到了少数富Nb的NbC（图8d）。与215 MPa@238 h（图7c）相比，该条件下平行段样品中富Cr的碳化物尺寸明显较大（图8b）。值得注意的是，在167 MPa@2252 h持久试样的平行段和夹持段都存在较明显的Mo、Si元素富集（图8b、8d），说明都析出了Laves相。其中平行段部分的Laves相尺寸较大，其形状不规则（图8a）。结合EDS点扫描分析，此时的Laves相除了主成分Fe和Mo之外，同时还含有约13.1at%的Cr和7.9at%的Si，说明Laves相还含有较高的Cr和Si，该现象在文献[17]中也有类似报道。V在基体内仍呈均匀分布，说明V一直处于固溶状态。与夹持段相比，167 MPa@2252 h持久试样平行段的$M_{23}C_6$碳化物尺寸明显较大，Laves相的尺寸也略大，说明应力不仅促进了Laves相的快速析出和长大[18]，同时也促进了$M_{23}C_6$相的粗化。

板条马氏体结构的铁/马钢具有丰富的亚结构，这些亚结构在持久实验过程存在回复再结晶和多边形化的趋势，这在板条形貌及其宽度的变化中会有所体现，图9所示为不同持久应力下断后试样平行段的板条形貌。和回火态一样，较低应力较短持久时间断后样品（255 MPa@43 h）的板条清晰可见，但其宽度有所宽化，由回火态的380 nm增加到了495 nm（图9a）。随着施加应力的减小、持久时间的延长，板条宽化趋势更加明显，如215和185 MPa下，平行段样品的板条宽度分别为528和692 nm（图9b~9c）。当应力继续下降到167 MPa时，马氏体板条的宽化程度进一步加剧，约为882 nm（图9d）。需要注意的是，此时部分板条逐渐演变成了等轴亚晶（图9e蓝色箭头所指区域），说明长时间高温持久条件下板条亚结构逐渐多边形化。对不同应力条件下夹持段样品的板条宽度也进行了观察和统计。与平行段相比，随着应力水平下降、持久时间的延长，夹持段的板条宽度随时间仅略有增加（图9f），整体变化幅度较小，宽度始终保持在380~440 nm的小范围内。该结果表明，夹持段的亚结构在持久实验过程中具有较高的稳定性。

4　讨 论

4.1　应力对微观组织演变规律的影响

4.1.1　应力对析出相的影响

为了保证核反应堆的安全运行，作为结构材料的合

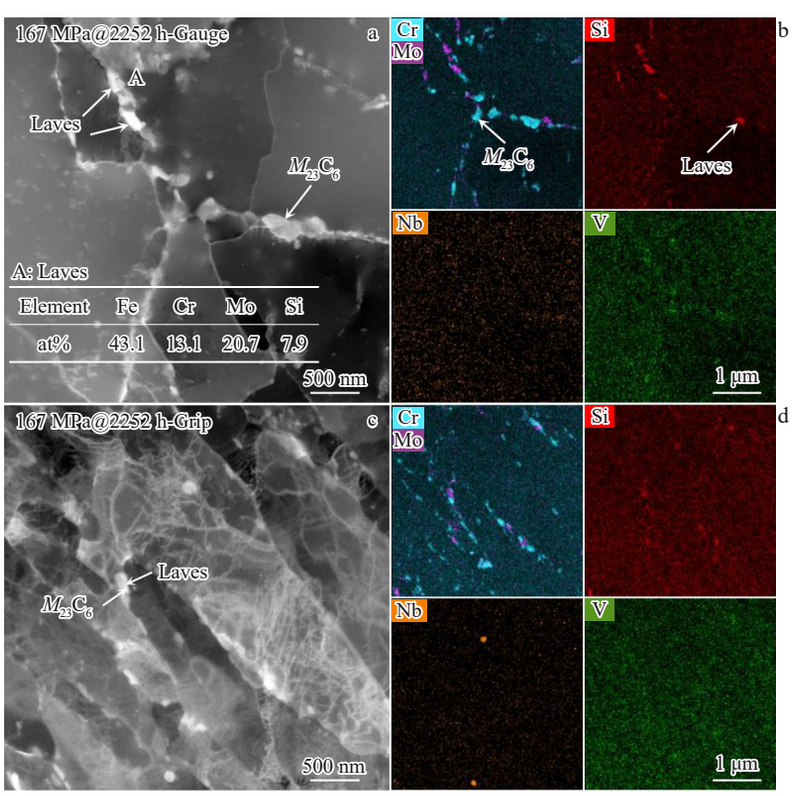


图8　167 MPa@2252 h持久试样平行段和夹持段的TEM照片和EDS面扫描成分分析图

Fig.8　TEM images (a, c) and corresponding EDS element mappings (b, d) of gauge (a–b) and grip (c–d) sections of 167 MPa@2252 h specimen

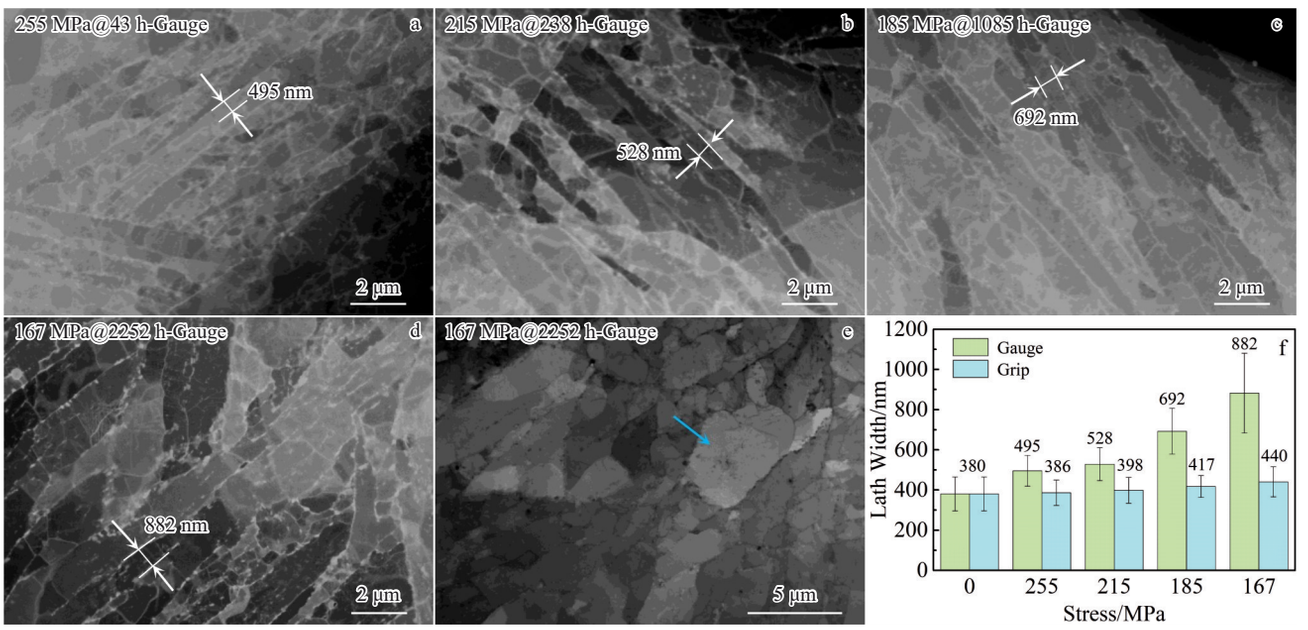


图9 不同持久应力下H-Si钢断后试样平行段的板条形貌和平行段、夹持段的板条宽度变化图

Fig.9 Lath microstructures of gauge section of fractured specimens (a–e) and evolution of lath width of gauge and grip sections (f) of H-Si steel under different stresses: (a) 255 MPa@43 h, (b) 215 MPa@238 h, (c) 185 MPa@1085 h, and (d–e) 167 MPa@2252 h

金钢必须在长期高温应力的服役条件下保持良好力学性能，而这主要取决于高温服役过程中微观组织的稳定性。本工作H-Si钢的特点是提高了Si含量以提升耐LBE腐蚀性能，调质处理后H-Si钢的晶粒尺寸约为20 μm，显微组织未见δ铁素体，为全板条马氏体组织。除了丰富的亚结构外，还存在大量的$M_{23}C_6$和少量NbC。其中$M_{23}C_6$是铁/马钢中的重要强化相，在回火过程中析出，以在晶界、板条等界面处分布为主，对界面起到有效钉扎作用，使得合金钢在长期蠕变或时效过程中能够保持组织的相对稳定[19]。本实验中，某些条件下持久试样的夹持段和平行段析出了新的Laves相，其多在晶界、板条界等界面处的$M_{23}C_6$旁分布[20]，一方面这是因为原子在界面处扩散所需的能量较低，析出Laves相所需元素Mo在界面处的扩散速率相对更快[21]，并且紧邻$M_{23}C_6$处可通过异质形核降低临界形核功；另一方面，本工作中H-Si钢含有较高含量的Si元素，回火态H-Si合金钢中的$M_{23}C_6$四周存在Si富集的现象[22]。有研究发现，随着Si浓度的增加，Laves相形核所需的Mo含量下降[21]，因此，本合金钢中Laves相的析出相对容易。

上述实验结果显示，不同持久断裂样品平行段和夹持段的$M_{23}C_6$粗化程度和Laves相析出过程均存在差异，对其尺寸分别进行统计，如图10所示，图中横坐标为施加应力，其中0 MPa处代表回火态试样（未加载应力）。可以看出，夹持段$M_{23}C_6$随着持久时间的推移发生一定程度粗化，从回火态的64 nm经2252 h持久后为83 nm，粗化了约29%。在较短时间的215 MPa@238 h试样夹持段几乎未观察到Laves相析出（图7e），而随着时间的延长，在更长时间的185 MPa@1085 h和167 MPa @2252 h试样夹持段中可观察到有Laves相存在，在最长时间的167 MPa@2252 h试样中尺寸达到79 nm。

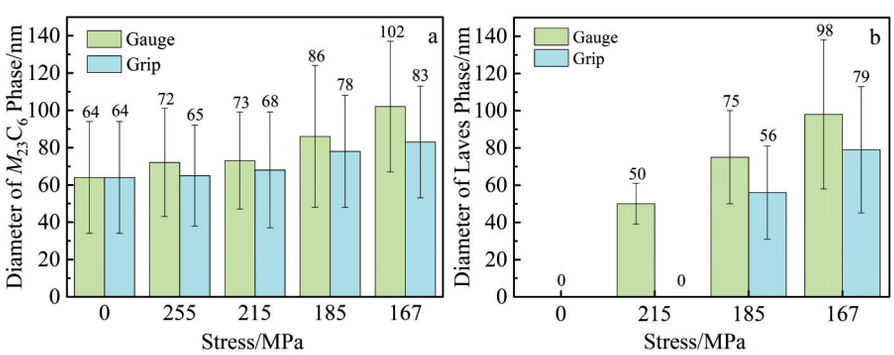


图10 不同持久应力下试样平行段与夹持段$M_{23}C_6$和Laves相尺寸

Fig.10 Diameter of $M_{23}C_6$ phase (a) and Laves phase (b) of gauge and grip sections of specimens under different stresses

与之相比，平行段析出相的粗化程度较大，在持久时间最长的 167 MPa@2252 h 试样平行段 $M_{23}C_6$ 尺寸达到了 102 nm，与回火态相比粗化了 59%，粗化程度明显大于夹持段，这表明应力对碳化物的粗化起到了关键作用。第二相的粗化本质上取决于元素的扩散，因 C 元素的扩散速率远高于 Cr 元素，所以 $M_{23}C_6$ 的长大速率主要受到 Cr 元素控制，应力可以降低合金元素在蠕变过程中扩散活化能，从而促进了析出相的粗化。同时，应力也促进了 Laves 相的析出和粗化，在较短时间的 215 MPa@238 h 样品平行段便已析出一定数量的 Laves 相（图 7a），且随着持久应力的下降、持久时间的延长，平行段的 Laves 粗化更加明显。167 MPa@2252 h 试样中 Laves 相尺寸为 98 nm，比同期夹持段尺寸大了 24%。Laves 相的生长速率受到 Mo 元素扩散的控制，蠕变条件下 Laves 相的尺寸相较于夹持段更大的原因，可能与界面管道扩散机制加速了基体中的 Mo 元素的原子扩散有关。由于塑性变形的影响，在应力作用下，借助晶界等快速通道[23]，可加速 Mo 的扩散，从而使得 Laves 相快速析出，导致平行段的粗化速率高于夹持段。实验过程中平行段和夹持段的 NbC 析出相尺寸均相对稳定，基本未发生变化，这主要是因为 Nb 元素扩散相对更慢、NbC 热稳定性高，同时基体中 Nb 含量较低所致。

4.1.2　应力对亚结构和位错密度的影响

应力对亚结构同样有显著的影响。夹持段的板条结构较为稳定，从图 9 可以看出夹持段的板条宽度未发生明显变化，最长时间的板条宽度仅由回火态的 380 nm 增至 440 nm。夹持段试样整体微观组织维持在相对稳定状态，该组织演变结果与先前报道的长时时效工作结果基本一致[22]，这也说明夹持段组织演变的确与时效态相近。值得注意的是，不同条件下平行段的马氏体板条发生了显著宽化和回复，167 MPa@2252 h 试样平行段板条宽度达到 882 nm，Aghajani 等人[24]也报道过类似现象。在蠕变过程中，应力的存在加速了原子扩散，促进亚晶旋转，进而导致相邻亚晶随着位错不断运动而发生合并与长大。经实验结果分析可知，应力明显加快了亚结构的回复以及位错的运动。

Berecz 等人[25]提出可利用 EBSD 观察和计算马氏体板条小角度界面处的几何必需位错（geometrically necessary dislocation，GND）密度。GND 是基体为协调晶格畸变而产生的必需位错，是马氏体组织中位错的重要组成部分，其密度变化可在一定程度上反映位错的分布与演化规律[25–26]。本实验采用 EBSD 对不同应力下持久断裂试样的夹持段和平行段的 GND 密度进行了分析统计，如图 11 所示。由图可知，与回火态（图 11a）相比，夹持段的 GND 密度随着时间的推移并未发生明显降低，平行段由于有应力存在，应力使得位错快速运动，造成平行段的 GND 密度出现较明显的降低（图 11d、11e）。统计结果显示，167 MPa@2252 h 平行段的 GND 密度由回火态的 3.97×10^{14} m^{-2} 降低为 2.12×10^{14} m^{-2}（图 11f），GND 密度下降显著。而夹持段的 GND 密度为 3.56×10^{14} m^{-2}，与回火态相比仅略有下降。

同样采用 EBSD 的再结晶分布（recrystallized fraction，RF）图对不同应力下持久断裂试样的再结晶程度进行了统计[27–28]，如图 12 所示，图中蓝色表示再结晶晶粒，红色为变形晶粒，黄色为亚晶粒，其中蓝色再结晶晶粒的占比可以用来表征基体组织的退化程度。回火态

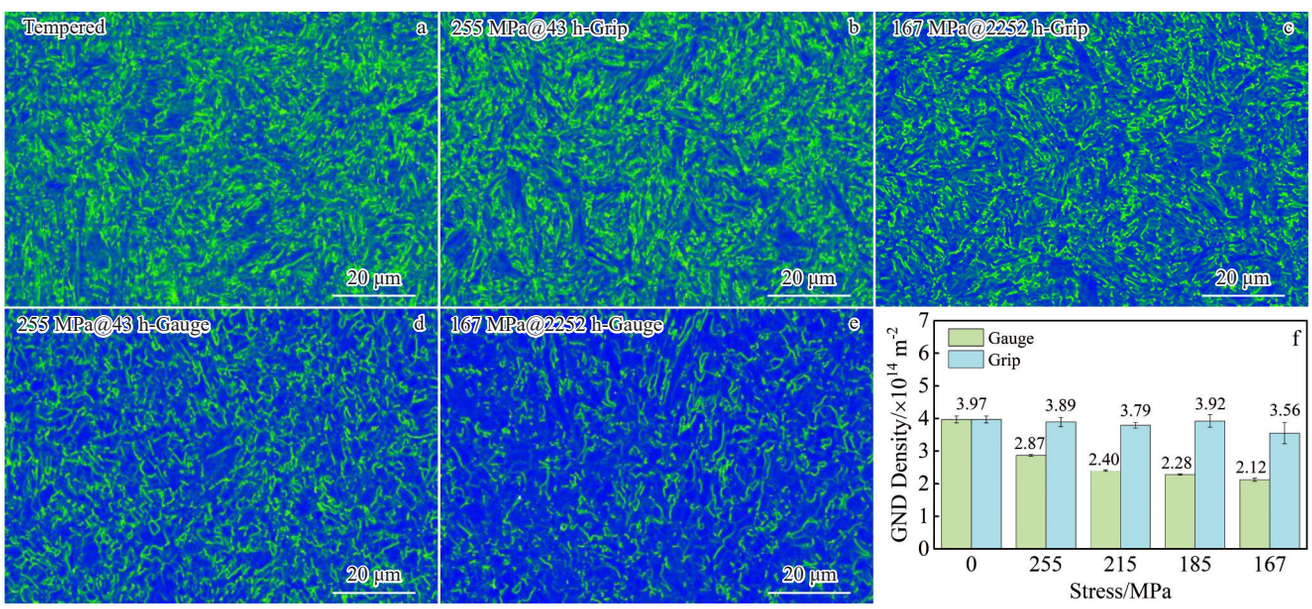


图 11　不同持久试样断后的 GND 密度分布图和 GND 密度统计

Fig.11　GND density distributions (a–e) and GND density statistics (f) of different fractured specimens

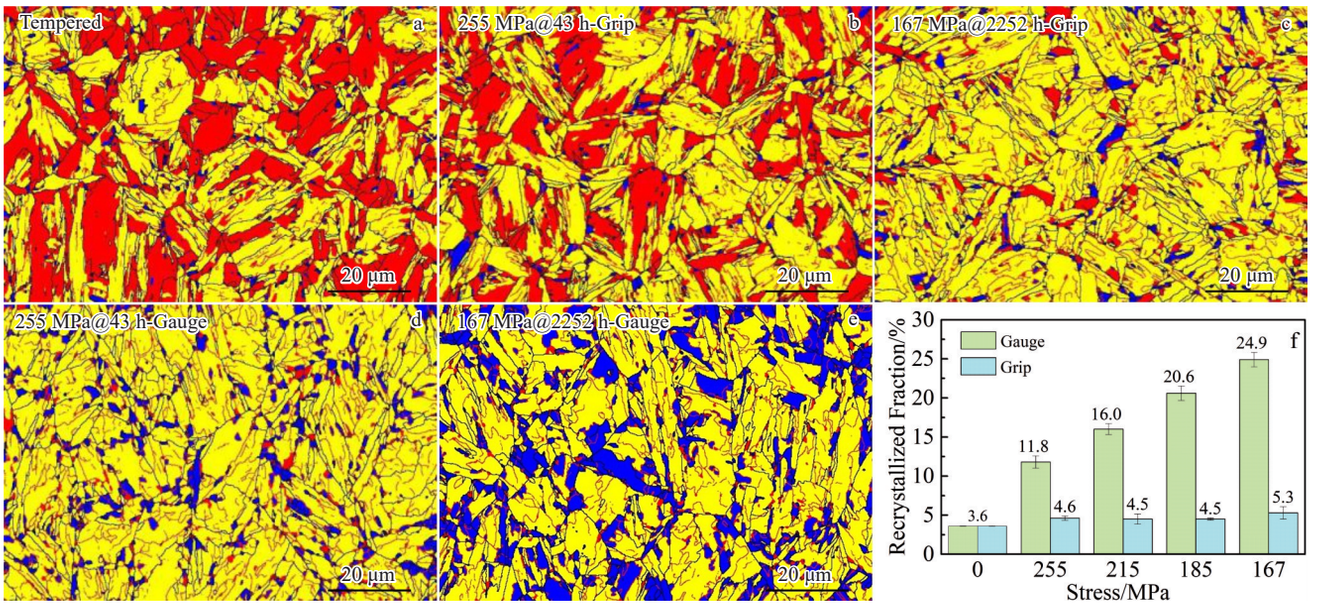


图 12　不同试样断裂态再结晶分布图和再结晶占比统计

Fig.12　Recrystallization distributions (a–e) and recrystallization fraction statistics (f) of different fractured specimens

下再结晶区域较小，占比为 3.6%（图 12a），不同应力状态下夹持段的再结晶区域相对稳定（图 12b、12c），维持在 4.6%~5.3% 的较小波动范围内（图 12f）。而短时间 255 MPa@43 h 持久样品平行段中再结晶分布区域数量已经较多（12d），说明其退化程度显著高于夹持段，此时的再结晶分数为 11.8%，而持久时间最长的 167 MPa@2252 h 试样平行段再结晶程度更严重，局部出现大尺寸的再结晶晶粒（图 12e），其占比已经增加到 24.9%（图 12f）。GND 密度分布图和 RF 分布图表明，与夹持段相比，持久实验过程中平行段的组织发生了更为明显的回复与再结晶，其内部位错密度大幅下降。然而，夹持段的基体组织显示出更高的微观组织稳定性，这表明，施加的应力加速了基体组织的回复。

4.2　微观组织演变对力学性能的影响

持久实验过程中，在高温、应力的耦合作用下微观组织会逐渐发生退化，从而引起力学性能的下降，最终导致持久断裂失效。从上述持久样品断口形貌分析可知，本实验 H-Si 钢持久实验均为韧性断裂，未出现解理和沿晶开裂现象，说明持久过程中合金钢的失效主要源于强度的下降。H-Si 钢在回火态下硬度值约为 233 HV，图 13 所示为 H-Si 钢持久试样断后夹持段和平行段的显微硬度，由图可见，夹持段的显微硬度随时间未发生明显变化，基本保持稳定在 230 HV 左右，与回火态相比无明显差别。此前长时时效研究结果表明，H-Si 钢时效过程中的屈服强度基本稳定，10000 h 后的室温拉伸屈服强度为 610 MPa，仅略低于回火态的 628 MPa[22]，说明夹持段与时效态强度变化趋势相一致。相比而言，平行段的硬度随着应力的降低和断裂时间的延长呈明显下降趋势，在

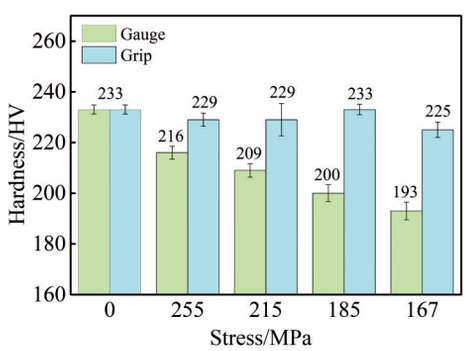


图 13　H-Si 钢夹持段和平行段在不同持久应力下的硬度

Fig.13　Hardness of grip and gauge sections of H-Si steel under different stresses

持久时间最长的 167 MPa@2252 h 试样中，硬度降至 193 HV，表明在高温和应力耦合作用下，合金钢的强度发生了显著下降，应力明显加速了微观组织的退化过程，这与其他研究者的报道相一致[24,29]。

调质态 9%Cr 铁/马钢表现出优异的综合力学性能，这归因于其微观组织中存在较高的位错密度、丰富的亚结构以及大量的第二相粒子，这些特征为基体提供了显著的位错强化、界面强化和析出强化。此外，合金钢本身较高的合金含量通过固溶在基体起到一定的固溶强化作用，进一步增强了材料的强度。有研究表明，9%~12%Cr 钢具有优异的高温稳定性能归因于回火马氏体亚结构，能否维持回火马氏体亚结构的稳定是材料是否具有良好抗蠕变性能的关键[24,30]。H-Si 钢持久断裂样品平行段硬度下降主要归因于亚晶尺寸的大幅增加以及内部位错密度的降低。

对于铁/马钢这类高温服役的结构材料而言，亚晶界的强化是保持强度的重要因素[31–32]。析出相和溶质原子对边界有钉扎作用，板条生长的驱动力为界面宽化后能量的降低和板条生长过程中位错能的释放[30]。当施加应力时，外加应力促进位错开动，驱动力大于钉扎力，小角度板条边界与自由位错发生相互作用而泯灭，板条内的位错被板条界/亚晶界吸收，板条逐渐转变成块状亚晶。不同条件下的H-Si钢中平行段的马氏体板条均发生了不同程度宽化，产生了多边形化，从而致使界面强化受到大幅度削弱。采用Hall-Petch关系描述界面强化σ_g[33]，如公式（1）所示：

$$\sigma_g = kd^{-1/2} \tag{1}$$

式中，强化系数k=120 MPa·μm$^{1/2}$[33–34]，由于马氏体钢中板条界为最小单位界面，本工作中d为马氏体板条宽度（μm）。由公式可知σ_g（MPa）与马氏体板条宽度d的平方根呈反比，当板条宽度增大时，其数值降低，界面强化作用下降。H-Si钢回火态下板条宽度值约为0.380 μm，将d值代入公式中可得界面强化增量约为195 MPa，而167 MPa@2252 h试样平行段的板条宽度宽化到约为0.882 μm，为初始回火态的2.3倍，界面强化增量约为128 MPa，与回火态相比界面强化效果退化约34%，并且部分区域出现明显的大块状等轴亚晶（图9中蓝色箭头所指区域）。相比之下，夹持段由于位错运动缓慢，界面迁移率低，167 MPa@2252 h试样夹持段的板条宽度变化较小，仅为0.440 μm，界面强化增量约为181 MPa，界面强化仅退化7%。由实验结果可知，平行段界面强化下降显著。

板条和亚晶的长大伴随着内部位错的释放。回火态9%Cr马氏体钢中存在着大量位错，对合金钢的强度有着重要贡献。在蠕变变形过程中，运动位错受到已经存在的位错网络的阻碍，并且运动位错的应力场与位错网络之间相互作用，为对比分析不同状态下GND密度变化对强度的相对贡献，采用Taylor定律来描述GND的强化效果[33]，如公式（2）所示：

$$\sigma_d = M\alpha Gb\sqrt{\rho} \tag{2}$$

式中，σ_d为位错强化的贡献值（MPa），泰勒因子M=3，α为材料常数[26]，取α=0.25[33,35]，G是剪切模量（76 GPa）[33]，b为伯氏矢量（数值为0.25 nm），ρ为GND密度（m^{-2}）。由公式可以推断，位错强化贡献与位错密度的1/2次方呈线性关系，材料中位错密度越高，位错运动阻力越大，其强度和硬度也就越高。图11f中可明显看出平行段的GND密度降低更为显著，时间最长的167 MPa@2252 h试样平行段GND密度由回火态的3.97×10^{14} m^{-2}降低为2.12×10^{14} m^{-2}。将GND密度代入公式中可得，回火态、167 MPa@2252 h试样平行段和夹持段所获得的强度增量分别约为284、207和269 MPa。与回火态相比，167 MPa@2252 h试样夹持段GND密度降低较小，位错强化仅退化约5%。Sun等人[12]研究了P91钢在650 ℃、70 MPa下夹持段和平行段的微观组织演变。结果表明，在经过近3000 h蠕变后，平行段位错密度下降约79%，而相同时间的夹持段的试样位错密度与回火态相比仅下降约7%。实验与文献研究均表明，在相同的温度与时效时间条件下，与夹持段相比，平行段中的位错密度下降更为明显，导致位错强化快速减弱。

析出相不仅对基体起到析出强化的作用，而且对位错运动和界面的运动有明显的阻碍作用，对提高微观组织的稳定性至关重要。$M_{23}C_6$碳化物被普遍认为是阻碍组织退化的重要析出相，该碳化物的数量密度比其它析出相更高，可以阻碍界面的运动，起到显著的析出强化作用。可使用简化Orowan公式描述碳化物沉淀强化的贡献[36]，公式见式（3）：

$$\sigma_p = 3.32Gb\sqrt{V_f}\,d_p^{-1} \tag{3}$$

式中，σ_p为沉淀强化的贡献值（MPa），V_f为析出相的体积分数，d_p是析出相的平均尺寸（nm），G是剪切模量（此处为76 GPa），b为伯氏矢量（此处为0.25 nm）。

平行段碳化物粗化程度更大并且数量呈现减少的趋势会导致亚晶界上的钉扎效应减弱。然而，夹持段和平行段的硬度差异与析出强化下降关系并不大，这是因为平行段和夹持段析出相虽然均有所粗化，但是两者的析出相尺寸相差不大，时间最长的167 MPa@2252 h试样平行段和夹持段的$M_{23}C_6$尺寸分别为102和83 nm，体积分数分别为2.93%和2.14%，将析出相尺寸和体积分数代入公式中可得出，167 MPa@2252 h试样平行段和夹持段的析出强化增量分别约为106和111 MPa，二者强度无明显差别。此时$M_{23}C_6$尺寸在9Cr钢中仍处在数密度较高、尺寸较小的阶段，其强度退化程度小，仍旧可为基体提供有效的钉扎作用[19,24]。

在9Cr铁素体/马氏体钢中，Mo原子为置换原子，比溶剂原子Fe的原子尺寸大，固溶的Mo会阻碍晶格位错的重排，从而抑制晶格位错与板条边界的结合反应，阻碍板条边界转变为块状亚晶[19]，是合金钢高热强性的有力贡献者。随着断裂时间的延长，Laves相的析出和长大使得Mo元素会不断地向Laves相富集，进一步消耗基体中固溶的Mo原子，使基体发生软化[19]，导致材料硬度降低。平行段中析出相粗化程度更大，并且Laves相更迅速地析出致使基体中Mo元素的损耗相比夹持段更大，使得固溶Mo原子对位错运动的阻碍作用进一步减弱，加速了H-Si钢的组织退化过程，致使硬度进一步下降。但整体而言，Mo固溶强化所起到的强化作用比较有限。

综上所述，持久实验中H-Si钢夹持段硬度变化较小，这是由于位错运动缓慢和界面迁移率低，基体组织更为稳定所致。长时间持久实验（167 MPa@2252 h）后，亚结构粗化、位错密度降低及析出相粗化共同导致了硬度

的轻微下降，从整体来看时效过程中硬度保持相对稳定。而平行段硬度下降较明显，随着应力的降低和时间的延长，硬度持续下降，由回火态的 233 HV 下降到 193 HV（167 MPa@2252 h）。平行段硬度的明显下降主要归因于外加应力作用下发生的动态回复过程。应力加速了位错的运动与重组，导致位错密度迅速降低，与此同时，还诱导界面（如亚晶界或板条界）发生显著迁移与合并，从而使得位错强化与界面强化效应大幅减弱，最终导致宏观硬度的明显下降。

本工作中 H-Si 钢除了具有优良的耐铅铋腐蚀性能，还具有良好的室温强韧性，同时其持久蠕变过程中并未发生脆性断裂，说明也具有较好的持久性能，是一种综合性能良好的 9%Cr 铁/马钢。然而，H-Si 钢的持久性能与 P91 钢相比还存在一定的差距，P91 在 250 MPa 下断裂时间超过 450 h[14]，而 H-Si 钢在 215 MPa 下断裂时间约为 238 h。P91 钢在回火态下除了存在 $M_{23}C_6$ 和 NbC 外还存在细小弥散分布的 V(C,N)相。由于该相具有较好的尺寸稳定性和较高的数密度，能够起到有力的析出强化作用，可有效钉扎位错和界面，从而阻碍板条界和位错的运动并保证较高的内应力。因此，该析出相经常被引入到耐热钢中以延长材料的服役寿命[37]。前期结果显示，在 H-Si 钢中，微合金化元素 V 主要固溶于基体中，未能以 V(C,N)第二相的形式析出，推测正因缺少此类细小弥散分布的钉扎相，致使 H-Si 钢中位错和界面的稳定性较差，位错运动和界面宽化变得更容易，从而导致位错强化和界面强化效果显著下降，限制了 H-Si 钢的高温持久性能。

5　结 论

1）H-Si 钢的基体组织为全马氏体组织，具有良好强韧性和高温持久性能，550 ℃下在 255、215、185 和 167 MPa 的持久断裂时间分别为 43、238、1085 和 2252 h，断裂方式均为韧性断裂。

2）不同应力条件下 H-Si 钢持久样品夹持段的组织未发生明显变化，马氏体板条宽度在 380~440 nm 之间，位错密度下降幅度较小，$M_{23}C_6$ 略微粗化，时间最长的 167 MPa@2252 h 试样断裂条件下 $M_{23}C_6$ 和 Laves 相尺寸分别为 83 和 79 nm。夹持段的硬度变化幅度小，维持在 230 HV 左右。

3）不同应力条件下 H-Si 钢持久样品平行段的微观组织发生明显退化。板条发生了明显宽化和多边形化，时间最长的 167 MPa@2252 h 试样断裂条件下平行段板条宽度达 882 nm，同时伴随着内部位错密度显著降低，界面强化和位错强化作用大幅衰减。同时，$M_{23}C_6$ 和 Laves 相尺寸分别为 102 和 98 nm，析出相的粗化程度相较夹持段更大。微观组织的显著退化使其硬度明显下降，167 MPa@2252 h 试样平行段硬度下降至 193 HV。

参考文献　　References

[1] Kelly J E. *Progress in Nuclear Energy*[J], 2014, 77: 240

[2] Cabet C, Dalle F, Gaganidze E *et al*. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2019, 523: 510

[3] Ma Z W, Zhou T, Jin P *et al*. *Corrosion Science*[J], 2023, 222: 111411

[4] Feng S W, Dai H L, Sun X Y *et al*. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2025, 204: 29

[5] Priya R, Ningshen S. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2023, 574: 154181

[6] Shi H, Wang H, Fetzer R *et al. Corrosion Science*[J], 2021, 193: 109871

[7] Wang J, Lu S P, Rong L J *et al. Corrosion Science*[J], 2016, 111: 13

[8] Liu H, Chen Q S, Li Q Y *et al. Materials Research Express*[J], 2025, 12(3): 036503

[9] Zhang Qiankun(张乾坤), Hu Xiaofeng(胡小锋), Jiang Haichang(姜海昌) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2024, 60(9): 1200

[10] Yamamoto Y, Ortolani M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 826: 141993

[11] Fedorova I, Belyakov A, Kozlov P *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 615: 153

[12] Sun X X, Wang X. *Materials & Design*[J], 2024, 244: 113208

[13] Zhang Qiankun(张乾坤). *Microstructure and Mechanical Properties of a Si Enhanced 9Cr Martensitic Heat Resistant Steel*(Si 增强型 9Cr 马氏体耐热钢的组织和力学性能)[D]. Hefei: University of Science and Technology of China, 2023

[14] Guguloth K, Roy N. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 680: 388

[15] Ye Z F, Wang P, Li D Z *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 616: 12

[16] Zheng Yongfeng(郑永峰), Hu Xiaofeng(胡小锋), Yang Zhirong(杨志荣) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2025, 54(5): 1217

[17] Isik M I, Kostka A, Yardley V A *et al. Acta Materialia*[J], 2015, 90: 94

[18] Yin H F, Ge W Q, Yin F S *et al*. *Materials Characterization*[J], 2023, 196: 112565

[19] Mishnev R, Dudova N, Kaibyshev R. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 713: 161

[20] Tkachev E, Tkacheva Yu, Belyakov A *et al. Materials Characterization*[J], 2025, 223: 114907

[21] Isik M I, Kostka A, Eggeler G. *Acta Materialia*[J], 2014, 81: 230

[22] Zhang Q K, Hu X F, Jiang H C *et al*. *Materials Characterization*[J], 2023, 203: 113045

[23] Kipelova A, Belyakov A, Kaibyshev R. *Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 532: 71

[24] Aghajani A, Somsen Ch, Eggeler G. *Acta Materialia*[J], 2009,

57(17): 5093
[25] Berecz T, Jenei P, Csóré A *et al*. *Materials Characterization*[J], 2016, 113: 117
[26] Zhang K, Liu X B, Fan P *et al. Materials Characterization*[J], 2023, 195: 112501
[27] He H S, Zhang J W, Yu L M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 855: 143937
[28] Wang Y Q, Kong W W, Yuan C *et al*. *Materials Characterization*[J], 2021, 180: 111409
[29] Tian G Q, Mao B, Xu Y T *et al*. *Journal of Materials Science*[J], 2023, 58: 4637
[30] Kipelova A, Kaibyshev R, Belyakov A *et al*. *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(3): 1280
[31] Maruyama K, Sawada K, Koike J. *Isij International*[J], 2001, 41(6): 641
[32] Li J, Xu C, Zheng G *et al*. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2021, 87: 269
[33] Kim B, Boucard E, Sourmail T *et al*. *Acta Materialia*[J], 2014, 68: 169
[34] Zeng T Y, Zhang S Z, Shi X B *et al*. *Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 824: 141845
[35] Wang Y Q, Zhao Y H, Huang Y *et al*. *Materials Today Communications*[J], 2025, 44: 111986
[36] Hald J. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*[J], 2008, 85(1–2): 30
[37] Yamada K, Igarashi M, Muneki S *et al. Isij International*[J], 2001, 41: S116

Stress Rupture Properties of a Silicon-Enhanced 9Cr Ferritic/Martensitic Steel

Yang Ning[1,2], Hu Xiaofeng[1], Zheng Yongfeng[1,2], Yang Zhirong[1], Jiang Haichang[1], Rong Lijian[1]
(1. CAS Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)
(2. School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, China)

Abstract: The stress rupture properties at 550 ℃ and the microstructure and hardness of the grip and gauge sections from ruptured specimens of a silicon-enhanced 9Cr ferritic/martensitic steel (denoted as H-Si steel) were investigated by SEM, TEM, EBSD and Vickers hardness tester. A comprehensive investigation was conducted, which included the microstructure evolution of H-Si steel under the coupling effect of temperature and stress and its influence on the creep behavior. The results show that H-Si steel exhibits good stress rupture properties and the stress rupture life is 2252 h under the conditions of 550 ℃ and 167 MPa. The fracture modes under experimental stress conditions are all ductile fracture. The grip section of H-Si steel exhibits relatively stable microstructure under different stresses, with a lath width ranging from 380 nm to 440 nm and the hardness being approximately 230 HV. However, the microstructure of the gauge section undergoes obvious degradation due to the stress, with the rapid decrease in dislocation density and the significant widening of laths. Correspondingly, the hardness drops obviously due to significantly decreasing dislocation strengthening and interface strengthening. The hardness of the 167 MPa@2252 h specimen decreases to 193 HV, which induces a lower high-temperature stress rupture property compared to 9Cr-1Mo-V-Nb martensitic steel (P91).
Key words: Si; ferritic/martensitic steel; stress rupture property; microstructure; hardness

Corresponding author: Hu Xiaofeng, Ph. D., Professor, CAS Key Laboratory of Nuclear Materials and Safety Assessment, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971981, E-mail: xfhu@imr.ac.cn