

## КИНЕТИКА РАЗВИТИЯ МАРТЕНСИТА ДЕФОРМАЦИИ В НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т, ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ

<sup>1</sup>О.П. Максимкин, А.И. Емельянов, <sup>2</sup>А. Налтаев, <sup>3</sup>Д.Т. Бердалиев, Б.К. Рахашев

<sup>1</sup>Институт ядерной физики НЯЦ РК, г.Алматы, <sup>2</sup>ЮКГУ им. М.Ауэзов, г.Шымкент, РК

<sup>3</sup>Международный Казахско-Турецкий университет, г.Шымкент, РК

Приведены новые результаты по изучению влияния реакторного (ВВР-К) облучения на кинетические параметры процесса мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращения и «истинные» характеристики прочности и пластичности стали 12Х18Н10Т.

### Введение

Пластическое течение метастабильных аустенитных сталей в определенном температурно-скоростном интервале индуцирует протекание в них фазового перехода  $\gamma$ -аустенит  $\rightarrow$   $\alpha$ -мартенсит, что приводит к изменению магнитных и механических характеристик. Так сталь 12Х18Н10Т, широко распространенная в реакторостроении, в исходном аустенизированном состоянии парамагнитна (ГЦК-решетка). В ходе холодной деформации (не выше 100<sup>0</sup>С) в ней зарождается и накапливается мартенситная  $\alpha$ -фаза (ОЦК-решетка). Систематическое исследование возможности реализации высокой пластичности при мартенситном превращении привело к созданию особого класса конструкционных материалов – трип-сталей /1/. Несмотря на всю важность  $\gamma \rightarrow \alpha$  перехода, его изучение для облученных сталей крайне ограничено /2-4/.

Настоящая работа, в какой-то степени, восполняет этот пробел и посвящена получению новых данных по мартенситному превращению в нержавеющей аустенитной хромоникелевой стали облученной в реакторе ВВР-К.

### Исследуемый материал и образцы.

В качестве материала для исследования использовали нержавеющую сталь аустенитного класса 12Х18Н10Т (аналог американской стали AISI-321), химический состав которой приведен в таблице 1.

Таблица 1 Химический состав стали 12Х18Н10Т

Материал	Состав, масс. %							
	Fe	C	Cr	Ni	Ti	Si	Mn	S
12Х18Н10Т	Основа	0,12	17,0	10,66	0,5	0,34	1,67	0,032

Образцы для механических испытаний гантелеобразной формы (рис.1) изготавливали на токарном станке из стального прутка диаметром 6 мм. На головках образцов делали специальные закругления для центрирования в захватах разрывной машины. Выбранная форма образцов, совместно с захватами, обладающими конической внутренней поверхностью, обеспечивали соосность образца и простоту его установки в захваты, что особенно важно в экспериментах с материалами, обладающими вследствие нейтронного облучения высокой наведенной радиоактивностью. Размеры образцов подбирались, с одной стороны, с учетом минимизации радиационной опасности, а с другой - с целью уменьшения ошибки в определении механических характеристик, связанной с ростом размерного фактора при использовании микрообразцов.

Приготовленные таким образом образцы отжигали в вакууме не хуже  $6,7 \cdot 10^{-3}$  Па в печи электросопротивления СУОЛ-044 при температуре 1150<sup>0</sup>С в течение 1 часа.

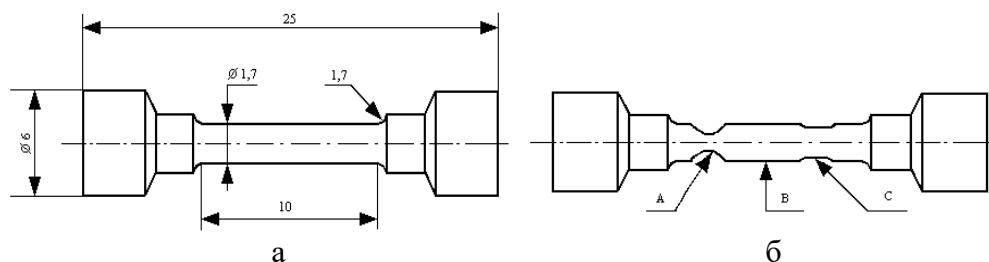


Рисунок 1 а) Размеры и форма исследуемых цилиндрических образцов из стали 12X18H10T до растяжения; б) Схема образца после растяжения. Указаны области (точки) А, В и С, в которых измерялся диаметр и ферромагнитная фаза.

Реакторное облучение цилиндрических образцов стали 12X18H10T проводили в активной зоне реактора ВВР-К при температуре не выше 350 К в водонаполненных экспериментальных каналах, максимальная плотность потока нейтронов в которых достигала  $5,5 \cdot 10^{17} \frac{H}{M^2 \cdot c}$ . Для получения указанной, относительно низкой, температуры во время облучения, образцы закладывали в специальные ампулы с отверстиями так, что каждый образец омывался водой.

Определение флюенса нейтронов проводили по стандартной методике с использованием активации пороговых детекторов сопровождения. Для этого вместе с образцами в ампулы закладывали фольги  $Fe^{54}$ , по которым затем определяли флюенсы нейтронов с определенной энергией. По этим измерениям находили интегральную дозу нейтронов, что дает возможность сравнивать результаты экспериментов с данными, полученными другими исследователями.

Во многих случаях полезно иметь информацию не только о количестве образующейся ферромагнитной фазы, но и о её распределении по длине деформируемого образца. Для этой цели применялось устройство, измерительным элементом которого служит феррозонд Ferster 1053 (Германия), с помощью которого можно определять наличие магнитной фазы содержанием от 0,05 до 50 % (относительно эталона) в локальной области ( $1 \text{ мм}^3$ ) контакта щупа с поверхностью образца. Устройство помогает проводить эксперименты с облученными образцами, т. к. оно имеет дистанционное управление и легко монтируется на разрывных машинах любого типа. Конструктивно устройство выполнено следующим образом. Зонд устанавливается в струбине нормально по отношению к образцу, поджимается к нему в процессе растяжения и перемещается строго вдоль его оси. Передвижение зонда осуществляется с помощью реверсивного двигателя постоянного тока. Скорость перемещения плавно регулируется в пределах от  $10^{-4}$  до  $10^{-1} \text{ с}^{-1}$ .

С целью изучения локализации деформации использовали оптико-электронный экстензометр (ОЭЭ), позволяющий не только следить за изменениями диаметра (толщины) и длины миниатюрных образцов в ходе деформирования, но и автоматизировать процесс сбора, накопления и обработки данных. ОЭЭ состоит из преобразователя изображения в электрический сигнал и устройства сопряжения с объектом (УСО). В качестве преобразователя используется полупроводниковая телевизионная камера "Матрица", особенностью которой является практически полное отсутствие геометрических искажений изображения изучаемого объекта. УСО, выполненное на микросхемах серий K155 и K651, служит для преобразования аналогового телевизионного видеосигнала в параллельный двоичный цифровой код и подачи его на ПК.

В основу измерений положен принцип анализа телевизионного изображения исследуемого объекта с помощью считывающей строки. Сигнал, пропорциональный величине диаметра образца, подается с блока обработки на двухкоординатный самописец, в результате чего получают кривые распределения значений диаметра вдоль рабочей длины на любом за-

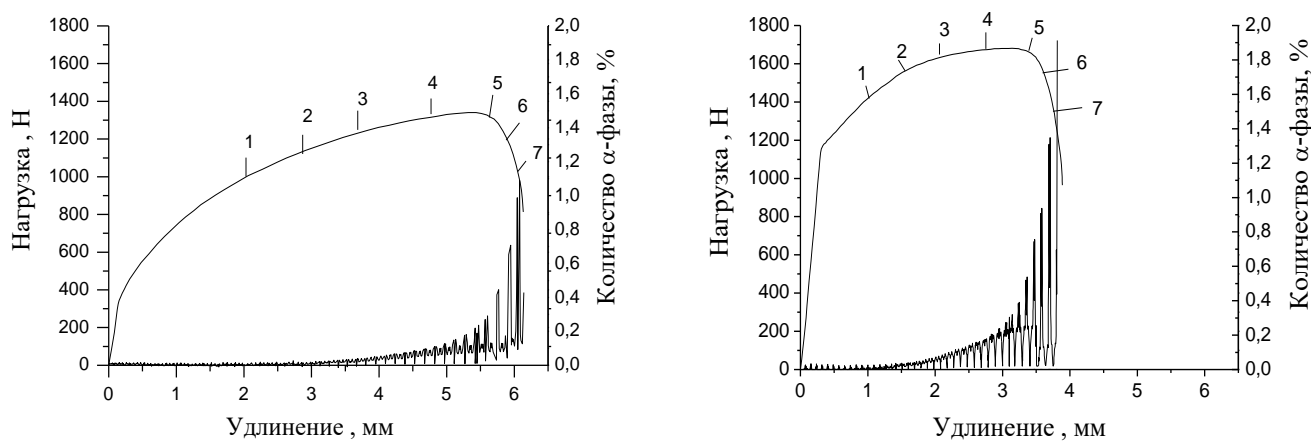
данном этапе растяжения. ОЭЭ целесообразно использовать для работы с тонкими, хрупкими и облученными материалами, соприкосновение с которыми во время эксперимента нежелательно. Точность определения размеров  $\pm 2\%$  от измеряемой величины; оптический фокус 100-200 мм; максимальная скорость деформирования в процессе измерения 5 мм/мин; потребляемая мощность 500 Вт.

### Экспериментальные результаты и их обсуждение

#### Влияние нейтронного облучения на механические свойства стали 12X18H10T.

Механические испытания проводили на разрывной машине INSTRON-1195 при комнатной температуре со скоростью растяжения 0,5 мм/мин. Были получены машинные диаграммы для необлученных и облученных нейтронами образцов стали 12X18H10T, представленные на рис.4

Кроме инженерных кривых на этом же рисунке зафиксированы кривые накопления мартенситной  $\alpha'$ -фазы в процессе растяжения, из которых можно видеть, как изменялось количество  $\alpha'$ -фазы не только по длине образца, но и только в шейке.



Рисунок

а

б

4. Диаграммы растяжения и кривые накопления мартенситной  $\alpha'$ -фазы для необлученного (а) и облученного (б) нейтронами ( $2 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>) образцов стали 12X18H10T ( $T_{исп}=20$  °С).

На рисунке 5 приведены экспериментальные кривые изменения в процессе растяжения диаметров стальных образцов, которые в дальнейшем использовали для построения «истинных» диаграмм растяжения. За изменениями диаметра следили с помощью оптического экстензометра в трех различных областях (А, В и С) на образце, выбранных согласно рис. 1б.

Анализируя данные, представленные на рис. 5, можно заключить, что деформация протекает попеременно то в одной области, то в другой, то есть неравномерно по всей рабочей длине образца. Если, например, диаметр уменьшается в точке А, то в точках В и С он изменяется незначительно или не изменяется вовсе. Этот вывод также подтверждают данные экстензометрии, приведенные на рис. 6, на котором показано, как изменяется диаметр по всей длине образца.

Если сравнить изменение диаметров в нескольких, в данном случае трех, областях на облученном и необлученном нейтронами образцах стали 12X18H10T (рис. 6), можно заключить, что в облученном образце до определенного момента времени он изменяется равномернее, чем в необлученном, после чего происходит резкое уменьшение диаметра в одном из мест, то есть образуется шейка.

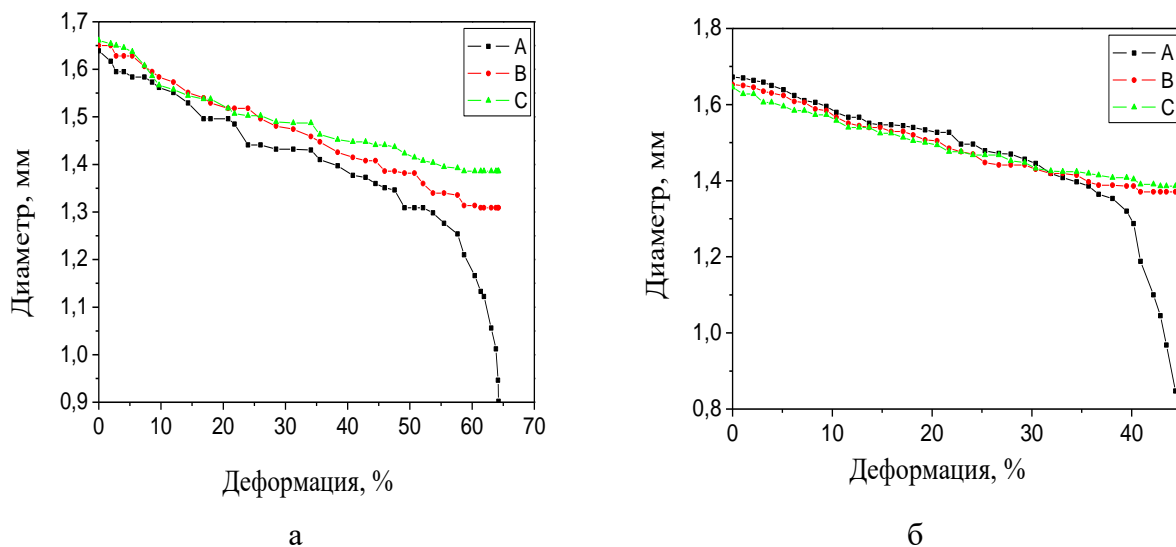


Рисунок 5. Изменение диаметра образца стали 12X18H10T в процессе пластической деформации в трех областях на образце (А – шейка, В и С – произвольные области). а – необлученный; б-облученный нейтронами флюенсом  $2 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>.

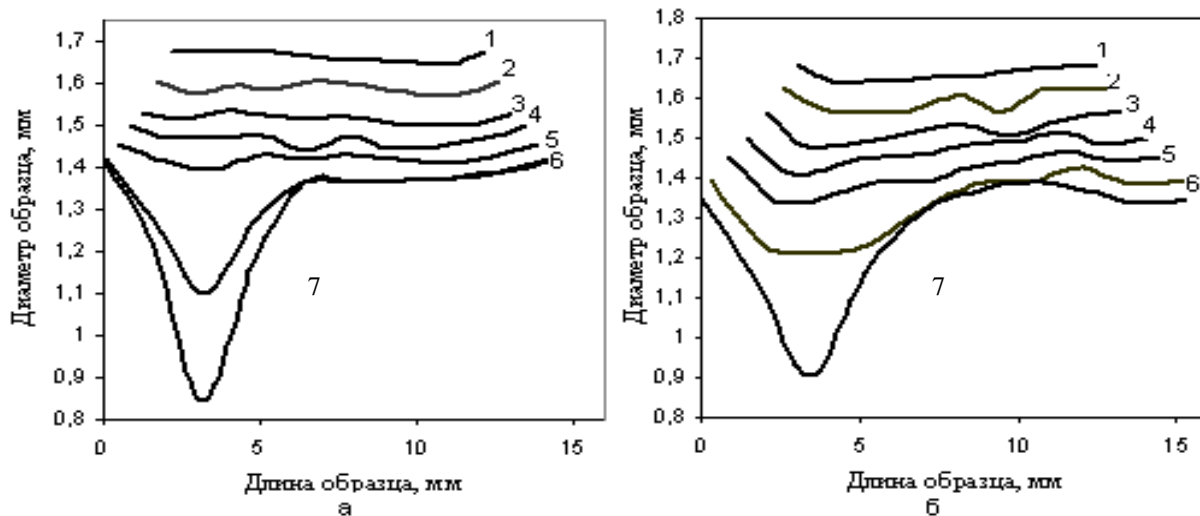


Рисунок 6. Изменение диаметра образца стали 12X18H10T в процессе пластической деформации (по данным оптического экстензометра) а – необлученный; б - облученный нейтронами флюенсом  $2 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>. Цифры у кривых означают моменты растяжения, и соответствуют точкам на кривых приведенных на рисунке 4.

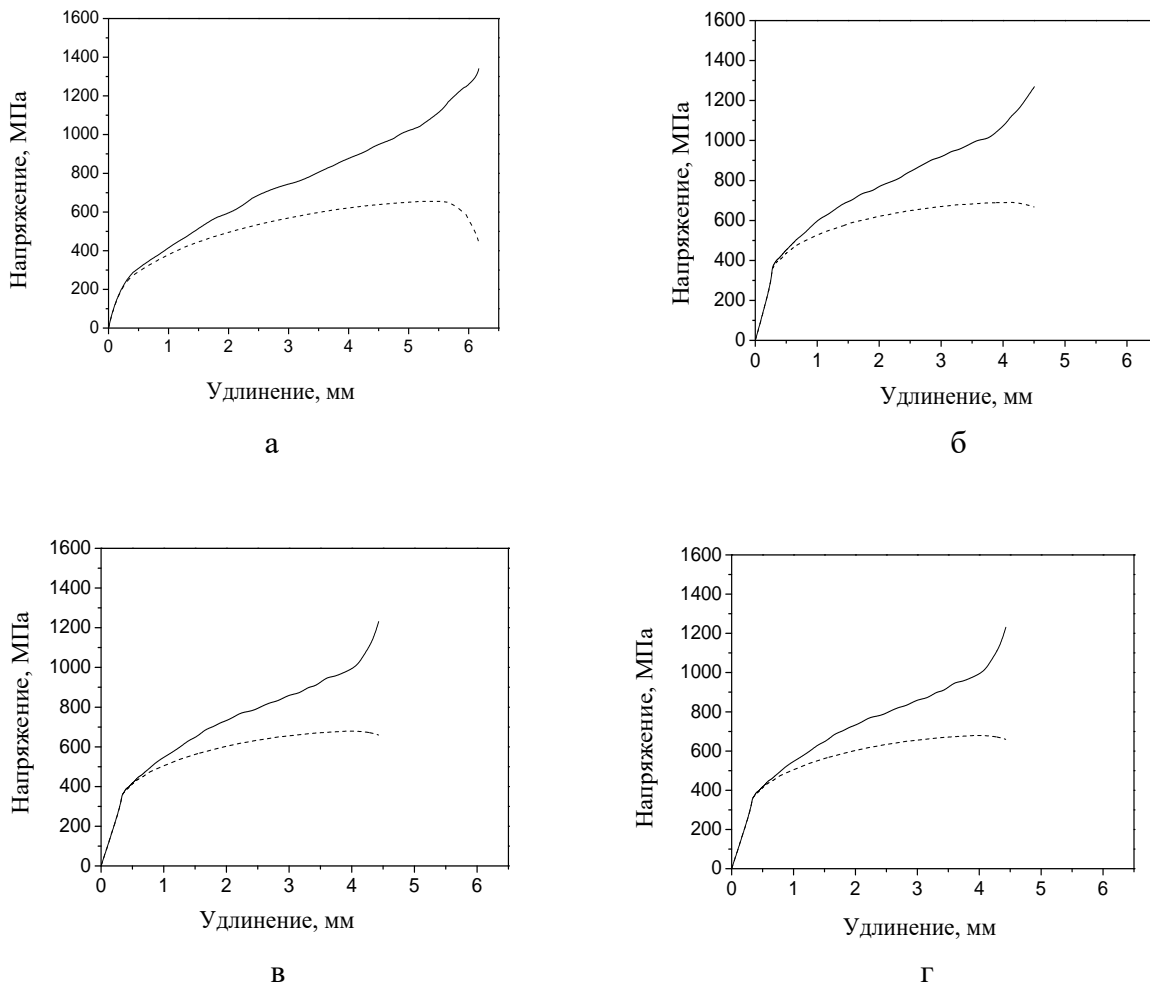


Рисунок 7. «Истинные» и инженерные диаграммы растяжения образцов стали 12X18H10T (---- - инженерные, ——— - истинные) а – необлученный образец стали 12X18H10T; б – сталь 12X18H10T, облученная нейтронами флюенсом  $2 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>; в - сталь 12X18H10T, облученная нейтронами флюенсом  $5 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>; г - сталь 12X18H10T, облученная нейтронами флюенсом  $2 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>.

«Истинные» кривые растяжения стали 12X18H10T. На рисунке 7 представлены «истинные» диаграммы растяжения облученных и необлученных образцов, построенные в координатах «напряжение-удлинение», полученные с учетом изменения геометрических размеров образца во время растяжения. Здесь же для сравнения приведены условные диаграммы растяжения.

Данные, полученные при анализе инженерных и «истинных» диаграмм растяжения необлученных и облученных нейтронами стальных образцов сведены в таблицу 2.

Таблица 2. Механические характеристики необлученной и облученной нейтронами стали 12X18H10T.

Характеристики	№ образцов			
	510	356	332	92
Флюенс, н/см <sup>2</sup>	0	2·10 <sup>18</sup>	5·10 <sup>18</sup>	2·10 <sup>20</sup>
Истинная деформация $\ln(S_0^2/S^2)$	1,19	1,25	1,27	1,36
Относительная деформация $\delta$ , %	64	44	43	40
Логарифмическая деформация $\varepsilon$ , относительная единица	0,50	0,37	0,36	0,34
Предел текучести $\sigma_{0,2}$ , МПа	195	281	301	554
Условный предел прочности $\sigma_B$ , МПа	656	680	692	778
Истинный предел прочности $\sigma_{B,ист.}$ , МПа	1083	1094	1100	1114
Напряжение разрушения условное $\sigma_{разр.}$ , МПа	404	447	459	464
Напряжение разрушения истинное $\sigma_{разр.ист.}$ , МПа	1347	1570	1631	1810
Работа разрушения А, Дж	6,4	5,9	5,7	5,3

Анализируя данные, приведенные в таблице 2 следует отметить, что в результате нейтронного облучения несколько возрастает предел текучести и напряжение разрушения, тогда как предел прочности практически не изменяется. Относительная деформация облученных нейтронами образцов в значительной степени уменьшается по сравнению с необлученными. При этом работа А, затраченная на разрушение стальных образцов, уменьшается с увеличением дозы облучения (рис.8). (Работу А определяли как площадь под кривой «нагрузка-удлинение» до момента начала образования  $\alpha$ -фазы. Рисунок 4).

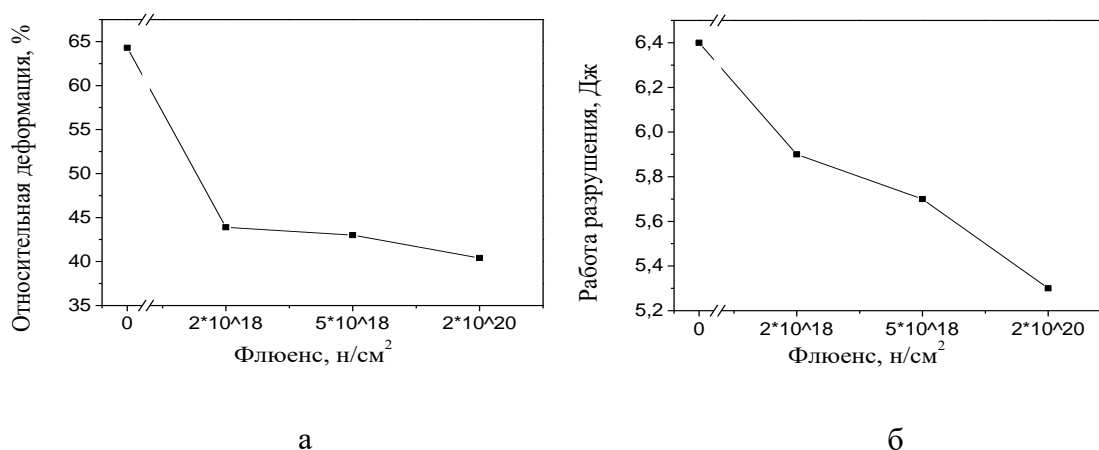


Рисунок 8. Графики изменения механических характеристик стали 12X18H10T в зависимости от флюенса нейтронного облучения. а–пластичность; б–работа, затраченная на разрушение образца.

В таблице 3 приведены данные, характеризующее начальную стадию образования и накопления мартенсита деформации в необлученных и облученных стальных образцах.

Таблица 3. Механические характеристики стали 12Х18Н10Т необлученной и облученной нейтронами в момент появления мартенситной  $\alpha$ -фазы

Характеристики	№ образцов			
	510	356	332	92
Флюенс, н/см <sup>2</sup>	0	2·10 <sup>18</sup>	5·10 <sup>18</sup>	2·10 <sup>20</sup>
Относительная деформация $\delta_{\text{м.ф.}}$ , %	20,8	10,2	9,2	3,9
Логарифмическая деформация $\varepsilon_{\text{мф.}}$ , отн. един.	0,189	0,097	0,088	0,038
Истинное напряжение $\sigma_{\text{ист. мф.}}$ , МПа	604,1	644	584	624,1
Условное напряжение $\sigma_{\text{мф.}}$ , МПа	503,3	555	589	607,8
Истинная деформация $\varepsilon_{\text{мф.}}$ , отн. един.	0,183	0,149	0,1	0,037
Работа, затраченная до образования мартенситной фазы $A_{\text{мф.}}$ , Дж	1,1	1,03	0,8	0,69

На основании результатов, представленных в таблице 2 и на рис. 9, можно заключить, что после облучения нейтронами образцов стали 12Х18Н10Т, требуется меньшая деформация  $\delta_{\text{кр}}$  для того, чтобы инициировать в них процесс образования мартенситной  $\alpha$ -фазы при растяжении. При этом, чем больше флюенс облучения, тем меньше  $\delta_{\text{кр}}$ . Установлено также, что напряжение, при котором образуется  $\alpha'$ -фаза, практически не зависит от степени облучения, и равняется  $\sim 600$  МПа. Наряду с тем установлено, чем выше доза нейтронного облучения, тем меньшая работа затрачивается до начала образования мартенситной  $\alpha$ -фазы.

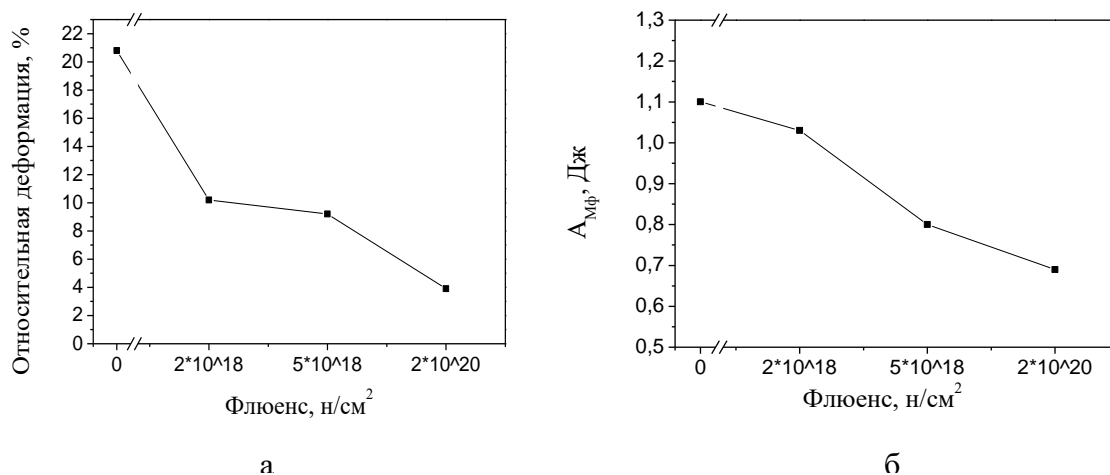


Рисунок 9. Влияние флюенса нейтронов на критические значения деформации образования  $\alpha$ -фазы (а) и работу, затраченную на растяжения до момента образования  $\alpha$ -фазы (б) .

Из рис. 10, на котором представлено распределение мартенситной  $\alpha'$ -фазы по длине рабочей части образца, видно, что и накопление, и ее распределение происходит неравномерно. Мартенситной  $\alpha'$ -фазы образуется больше там, где больше изменяется диаметр образца, то есть в его шейке. Это можно представить, сопоставив данные рис. 8 и рис. 10.

Из приведенных данных следует, что в облученном материале накопление магнитной  $\alpha'$ -фазы в процессе растяжения происходит более интенсивно и более равномерно по длине образца, чем в необлученном.

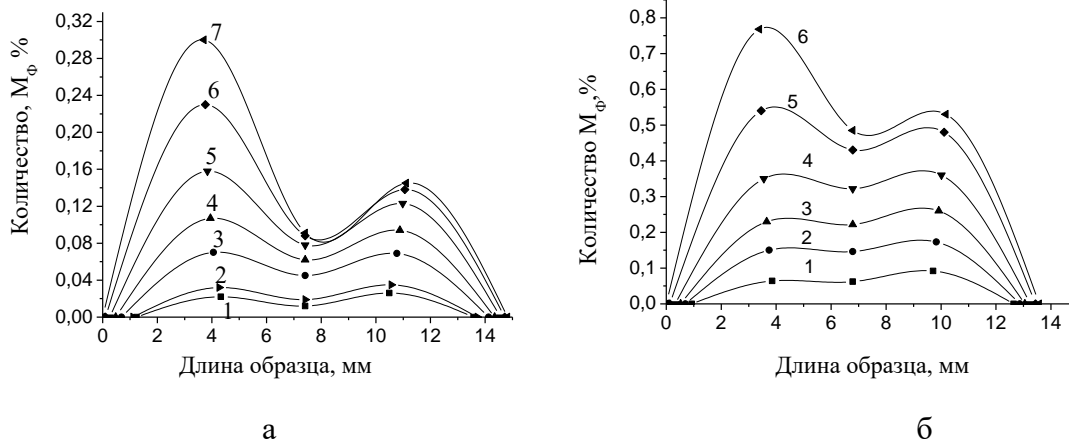


Рисунок 10 Кривые распределения мартенситной  $\alpha'$ -фазы в процессе деформации образца стали 12X18Н10Т по длине его рабочей части. а – необлученный; б-облученный нейтронами флюенсом  $2 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>.

Кривые накопления мартенситной  $\alpha'$ -фазы в шейке образца, построенные в координатах  $M_{\alpha}/(1-M_{\alpha}) - \ln(F_0/F)$ , изображенные на рис. 11, аппроксимировали уравнением  $M_{\alpha}/A_{\alpha} = B\varepsilon^C$ . Оказалось, что при описании экспериментальных кривых с помощью данного уравнения выявляется три характерных участка с разными значениями В и С (рис12).

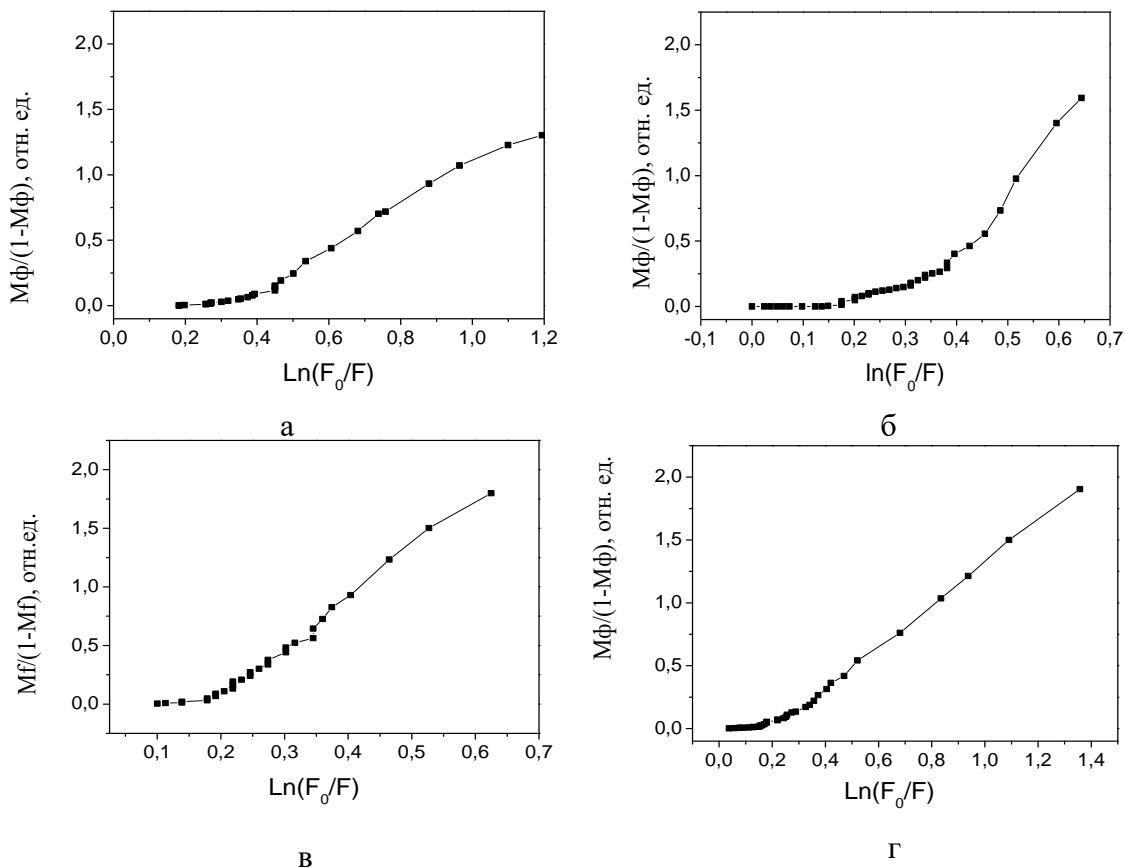
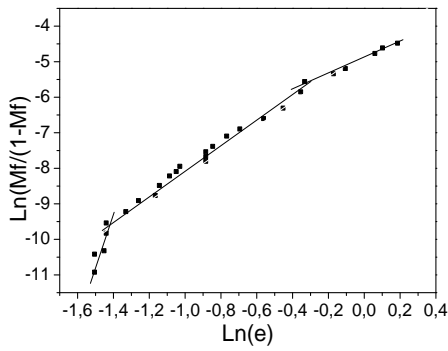
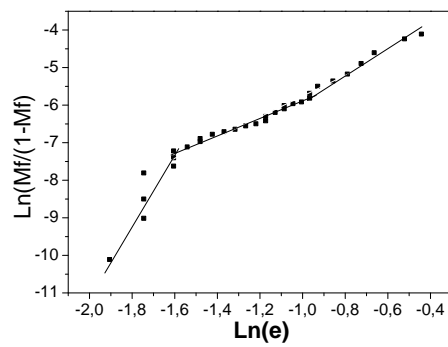


Рисунок 11 Изменение относительного содержания мартенситной  $\alpha'$ -фазы в зависимости от истинной деформации ( $\varepsilon = \ln F_0/F$ , где F – площадь сечения рабочей части образца) в области шейки образца стали 12X18Н10Т. а–необлученный; б–облученный нейтронами ( $2 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>); в-облученный нейтронами ( $5 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>); г-облученный нейтронами ( $2 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>).

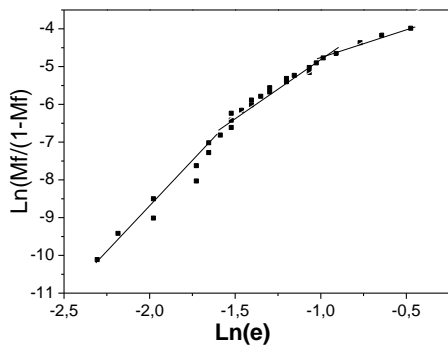




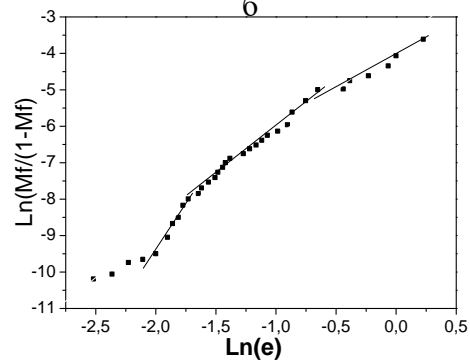
а



б



в



г

Рисунок 12. Линеаризованные кривые образования и накопления  $\alpha'$ -фазы в процессе растяжения стальных образцов стали 12X18Н10Т: а–необлученный; б–облученный нейтронами ( $2 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>); в–облученный нейтронами ( $5 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>); г–облученный нейтронами ( $2 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>).

Линеаризованные графики зависимости количества  $\alpha'$ -фазы в шейке образца от степени его деформации использовали для определения значений В и С, характеризующих наиболее протяженный участок. Полученные данные представлены в таблице 4.

Таблица 4. Значения коэффициентов В и С в уравнении  $\frac{M\phi}{1 - M\phi} = B \cdot e^C$  для образцов стали 12X18Н10Т в области шейки с разными флюенсами облучения нейтронами для наиболее протяженного участка деформации

№ образца	510	356	332	92
Флюенс, н/см <sup>2</sup>	0	$2 \cdot 10^{18}$	$5 \cdot 10^{18}$	$2 \cdot 10^{20}$
В	-4,3	-3,0	-2,36	-3,7
С	3,49	2,76	2,65	2,56

Из таблицы 4 видно, что коэффициент С для облученных нейтронами образцов меньше, чем для необлученных, и к тому же он несколько уменьшается с увеличением флюенса. Коэффициент В в этом уравнении немного больше для облученных образцов, но корреляции коэффициента В с флюенсом облучения не обнаружено.

## Заклучение

Получены новые экспериментальные данные по влиянию нейтронного облучения на механические характеристики и параметры мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращения, протекающего в нержавеющей стали 12X18H10T при растяжении.

Установлено, что в облученном материале процесс накопления индуцированной деформацией мартенситной  $\alpha'$ -фазы происходит более интенсивно и равномернее по длине рабочей части образца, чем в необлученном.

Найдены кинетические параметры образования и накопления мартенситной фазы путем аппроксимации экспериментальных кривых уравнением  $F_m/F_{\text{ауст}} = B\varepsilon^C$ . Коэффициент  $C$  данного уравнения для облученных нейтронами образцов меньше, чем для необлученных, к тому же он уменьшается с увеличением флюенса нейтронного облучения. Коэффициент  $B$  уравнения несколько больше у облученных образцов, но корреляции коэффициента  $B$  у облученных нейтронами образцов с флюенсом облучения обнаружено не было. Коэффициенты  $B$  и  $C$  данного уравнения несколько больше для шейки образца, чем за ее пределами, причем для облученного материала коэффициент  $B$  выше, а коэффициент  $C$  меньше, чем для необлученного.

Выявлено, что после облучения нейтронами стали 12X18H10T, требуется меньшая деформация для того, чтобы инициировать процесс образования мартенситной фазы. Причем, чем больше флюенс облучения, тем меньшая деформация образца для этого требуется. Установлено, что «истинное» напряжение, при котором образуется  $\alpha'$ -фаза, практически не зависит от облучения. Кроме того, чем выше доза нейтронного облучения, тем меньшая работа затрачивается до начала образования мартенситной фазы.

## Литература

1. Кайбышев О. А.. Пластичность и сверхпластичность металлов. – М.: Металлургия, 1975 – 280 с.
2. Ибрагимов Ш. Ш., Максимкин О. П., Садвакасов Д. Х. Мартенситное  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращение и механические свойства стали 12X18H10T, облученной нейтронами. // ФММ. №5, 1992 – с. 43-48.
3. Максимкин О.П., Осипов И.С., Айтхожин Э.С., Бердалиев Д.Т, Рахашев Б.К., Налтаев А. Мартенситные превращения в нержавеющей аустенитной стали 12X18H9, облученной альфа частицами. // Вестник НЯЦ РК, 2006, вып. 4 (28), с.23-26.
4. Максимкин О.П., Налтаев А., Бердалиев Д.Т, Рахашев Б.К. Мартенситные  $\gamma \leftrightarrow \alpha'$  превращения в стали 12X18H10T, облученной в реакторе ВВР-К. // Вестник НЯЦ РК, 2007, вып. 3 (31), с.53-58.

## НЕЙТРОНДАРМЕН СӘУЛЕЛЕНГЕН ТОТ БАСПАЙТЫН 12X18H10T БОЛАТТА ДЕФОРМАЦИЯ МАРТЕНСИТІНІҢ ДАМУ КИНЕТИКАСЫ

О.П. Максимкин, А.И. Емельянов, А. Налтаев, Д.Т. Бердалиев, Б.К. Рахашев

12X18H10T тот баспайтын болаттағы мартенситтік  $\gamma \rightarrow \alpha'$  түрленудің кинетикалық параметрлеріне, беріктілік пен илгіштіктің «ақиқат» сипаттамаларына реакторлық (ВВР-К) сәулелеудің әсерлерін зерттеудің жаңа нәтижелері ұсынылған.

## THE KINETICS DEVELOPMENT OF MARTENSITE DEFORMATION IN STAINLESS STEEL 12Cr18Ni10Ti IRRADIATED BY NEUTRON

O.P. Maksimkin, A.I. Emelyanov, A. Naltaev, D.T. Berdalyev, B.K. Rakhashev

The new results on reactor (WWR-K) irradiation on kinetic parameters of  $\gamma \rightarrow \alpha'$  martensitic transformation and true characteristic of strength and plasticity of 12Cr18Ni10Ti stainless steel were reported.