

Раздел третий

КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ РЕАКТОРОВ НОВЫХ ПОКОЛЕНИЙ, РЕАКТОРОВ НА БЫСТРЫХ НЕЙТРОНАХ И ТЕРМОЯДЕРНЫХ УСТАНОВОК

УДК 539.2:536.42

ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ НА МАРТЕНСИТНОЕ ПРЕВРАЩЕНИЕ ПРИ ДЕФОРМАЦИИ СТАЛИ 12Х18Н10Т, ОБЛУЧЕННОЙ АЛЬФА-ЧАСТИЦАМИ

О.П. Максимкин, К.В. Цай, О.В. Тиванова, Н.С. Сильнягина

Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Республика Казахстан

E-mail: maksimkin@inp.kz, факс +7(7272)386-52-60

Исследованы изменения микроструктуры и физико-механических свойств нержавеющей стали 12Х18Н10Т, имплантированной гелием до концентрации 10^{-3} ат.%, в результате длительного старения при 20 °С и кратковременных отжигов при температурах 550 и 900 °С. Выявлены особенности и определены критические параметры мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения при деформации стальных образцов, содержащих гелий.

1. ВВЕДЕНИЕ

Проблемы безопасного длительного хранения отработанного ядерного топлива реакторов на быстрых нейтронах выдвигает целый ряд материаловедческих задач, одной из которых является обеспечение сохранности целостности конструкций тепловыделяющих сборок. По некоторым прогнозным оценкам максимальные температуры нержавеющей сталей – конструкционных материалов оболочек твэлов - во время сухого хранения могут достигать 400 °С. Естественно ожидать, что в этих условиях в облученных нейтронами нержавеющей сталях будут протекать процессы старения, сопровождающиеся изменением микроструктуры, физико-механических и коррозионных свойств реакторных материалов.

Одним из основных факторов, влияющих на физико-механические свойства аустенитных сталей, является гелий, который накапливается в результате ядерных реакций. Нарботанный гелий сохраняется в конструкционных материалах отработанных тепловыделяющих сборок во время всего срока их хранения и соответственно влияет на прочностные свойства и пластичность облученного материала. Исследованиям изменений микроструктуры имплантированных гелием нержавеющей сталей посвящен ряд работ [1-3]. Было показано, что наличие гелия в сталях значительно изменяет характер эволюции их дефектной структуры как в процессе облучения, так и во время пострадиационного отжига. В частности, для стали 0Х16Н15МЗБ, облученной альфа-частицами с энергией 29 МэВ через проволочные поглощающие фильтры, гелийсодержащая область материала характеризовалась высокой плотностью ($3.4 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-3}$) мелких радиационных скоплений - кластеров дефектов размером ~4 нм [3]. Наличие гелия замедлило эффективность отжига радиационных дефектов во время пострадиационной

термообработки по сравнению с областью материала, облученной «на прострел». Известно также, что в результате длительного вылеживания облученных образцов нержавеющей стали при комнатной температуре степень их радиационного упрочнения может заметно уменьшиться [4]. Другим немаловажным фактором является более высокая склонность облученных аустенитных сталей к образованию мартенситной фазы при низкотемпературной деформации по сравнению с необлученными [4-8]. Наличие мартенсита может существенно повысить прочностные свойства стали, что немаловажно в вопросах повышения безопасности выгрузки, транспортировки и хранения отработанных тепловыделяющих сборок.

В настоящей работе исследовали сталь 12Х18Н10Т, облученную альфа-частицами и состаренную в естественных условиях в течение длительного (~16 лет) времени. С целью установления влияния исходного состояния облученного материала на характер пластической деформации и сопровождающих ее $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращений проведены механические испытания стальных образцов на одноосное растяжение и последующие ПЭМ-исследования изменений микроструктуры деформированной стали.

2. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Объектом исследования являлась аустенитная нержавеющая сталь 12Х18Н10Т. Плоские образцы для механических испытаний в форме двойной лопатки с размерами рабочей части $10 \times 2.9 \times 0.3$ мм, предварительно аустенизированные при 1050 °С (30 мин), облучались на изохронном ускорителе U-150 ИЯФ НЯЦ РК альфа-частицами с энергией 50 МэВ. В результате применения методики вращения образцов под пучком [9] был достигнут равномерный по объему уровень легирования гелием 10^{-3} ат.%. После облучения образцы вылеживались в течение 16 лет при комнатной

температуре. Для создания различных типов микроструктур перед деформацией образцы подвергли термическим пострадиационным отжигам при температурах 550 °С и 900 °С в течение 30 мин в вакууме (10^{-3} мм рт. ст.) с последующим охлаждением в воду. Для сравнения были выбраны плоские образцы необлученной стали 12Х18Н10Т, аустенизированные при 1050 °С (1 ч) с охлаждением в воду.

Испытание на одноосное растяжение проводилось на универсальной разрывной машине Instron-1195 при комнатной температуре (20 °С) и различных скоростях деформирования: 0.5 мм/мин – сталь с гелием после отжига при 900 °С и необлученная сталь; 5 мм/мин – сталь с гелием, отожженная при 550 °С. С целью изучения особенностей локализованной деформации в материале была применена экстензометрия «делительных сеток», различные варианты которой ранее использовались в работах [6,7]. Для контроля распределения деформаций по длине образца на полированную поверхность его рабочей части были нанесены риски с помощью микротвердомера ПМТ-3. Расстояние между ближайшими рисками, ограничивающими измерительную ячейку, составляло ~1000 мкм. В ходе деформирования образцы несколько раз разгружали, получали снимки поверхности на сканере HP Scanjet 4890 и измеряли количество индуцированной α' -мартенситной фазы в средней точке между рисками. Для точного воспроизведения масштаба при измерении размеров ячеек исследуемый образец до растяжения и на разных этапах деформирования фотографировали вместе с объект-микрометром. Аналогично работам [6,7] рассчитывали значения локальных деформаций $\{\varepsilon_{ij}\}$ на рабочей части образца (где $\varepsilon_{ij} = \Delta\lambda_{ij}/\lambda_{0j}$, а $\Delta\lambda_{ij}$ - локальное удлинение j-й ячейки, отвечающее значению нагрузки F_i в момент i-го разгрузки). При этом среднее напряжение, действующее на ячейку, находилось из условия постоянства объема фрагмента плоского образца $\sigma_{ij} = F_i (1 + \varepsilon_{ij}) / S_0$ (где S_0 - площадь поперечного сечения образца до деформации).

Измерения микротвердости поверхности стальных образцов выполнялись по методике Виккерса на микротвердомере ПМТ-3 с алмазным наконечником индентера в форме пирамидки при нагрузке 50 г. Содержание ферромагнитной фазы в исследуемых образцах внутри ячеек контролировалось до и после деформации с помощью ферритоскопа Ферстера F.1.053. Проверка показала, что перед механическими испытаниями термообработанные образцы были немагнитны.

После проведения экспериментов по растяжению из рабочей части стальных образцов были выбиты диски для ПЭМ-исследований диаметром $\varnothing 3$ мм и толщиной менее 300 мкм. Диски подвергались механической шлифовке с целью устранения поверхностного рельефа и возможных микротрещин

(в области шейки) и электрополировке в электролите следующего состава: 20% HClO_4 + 80% $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Микроструктура стали 12Х18Н10Т, имплантированной гелием, до деформации (после старения и термообработки) и после исследовалась с помощью электронного микроскопа JEM 100-СХ при ускоряющем напряжении 100 кВ.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Микроструктура стали 12Х18Н10Т, имплантированной гелием до 10^{-3} ат.% и состаренной в естественных условиях до деформации, показана на рис. 1, а-а'. Характерной особенностью микроструктуры облученной стали является наличие на отдельных участках скоплений гелиевых пузырьков с кристаллографической огранкой и размерами от 15 до 300 нм. В матрице наблюдаются однородно распределенные карбидные частицы TiC с размерами 15...350 нм (средний размер 50 нм) и плотностью $\sim 8 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$. В большинстве зерен выявлена невысокая плотность дислокаций ($\sim 1,5 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$), близкая к необлученному аустенизированному состоянию. Дефектов типа дислокационных петель и мелких кластеров не обнаружено. Наряду с зернами с низкой плотностью дислокаций в материале присутствуют зерна с высокой плотностью дислокаций ($\sim 3 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$) и незначительным содержанием карбидных частиц и гелиевых пузырьков (см. рис.1, а').

Дополнительная термообработка при двух разных температурах привела к заметным изменениям тонкой структуры стали. После отжига при 550 °С (30 мин) в стали 12Х18Н10Т, имплантированной гелием, выявлены два типа микроструктуры: зерна с преимущественно сетчатой дислокационной структурой, плотность дислокаций $4 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ (см. рис. 1, б), и субзеренные области, характеризующиеся наличием деформационных двойников и формированием фрагментов ячеистой дислокационной сетки, плотность дислокаций $4,5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ (см. рис.1, б'). На характеристики вторичных выделений и гелиевых пузырьков данный отжиг практически не повлиял.

В результате отжига при 900 °С (30 мин) в стали наблюдались множественные глобулярные частицы TiC с размерами 25...200 нм и обособленные гелиевые пузырьки с размерами 30...190 нм (см. рис.1, в). Плотность карбидных частиц после отжига уменьшилась ($5 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$), но средний размер их вырос до 70 нм. Увеличилось число гелиевых пузырьков, а доля крупных пузырьков, напротив, уменьшилась. Дислокации локализованы в основном на частицах вторичных фаз (плотность $\sim 10^8 \text{ см}^{-2}$). Наблюдаются также зерна с дислокационной структурой сетчато-клубкового типа, плотность дислокаций $1,5 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ (см. рис.1, в').

Таким образом, длительное естественное старение стали с гелием привело к образованию двух типов микроструктуры: (1) с низкой плотностью дислокаций, но повышенным содержанием гелиевых пузырьков и глобулярных

частиц вторичных фаз и (2) с более развитой дислокационной структурой. Дополнительное старение стали с гелием при температуре 550 °С привело к бурному развитию дислокационной структуры, а старение при 900 °С – к росту выделений вторичных карбидов и гелиевых

пузырьков. Это дало возможность получить облученный материал с достаточно сильно различающейся исходной микроструктурой, что должно проявиться в различиях физико-механических характеристик.

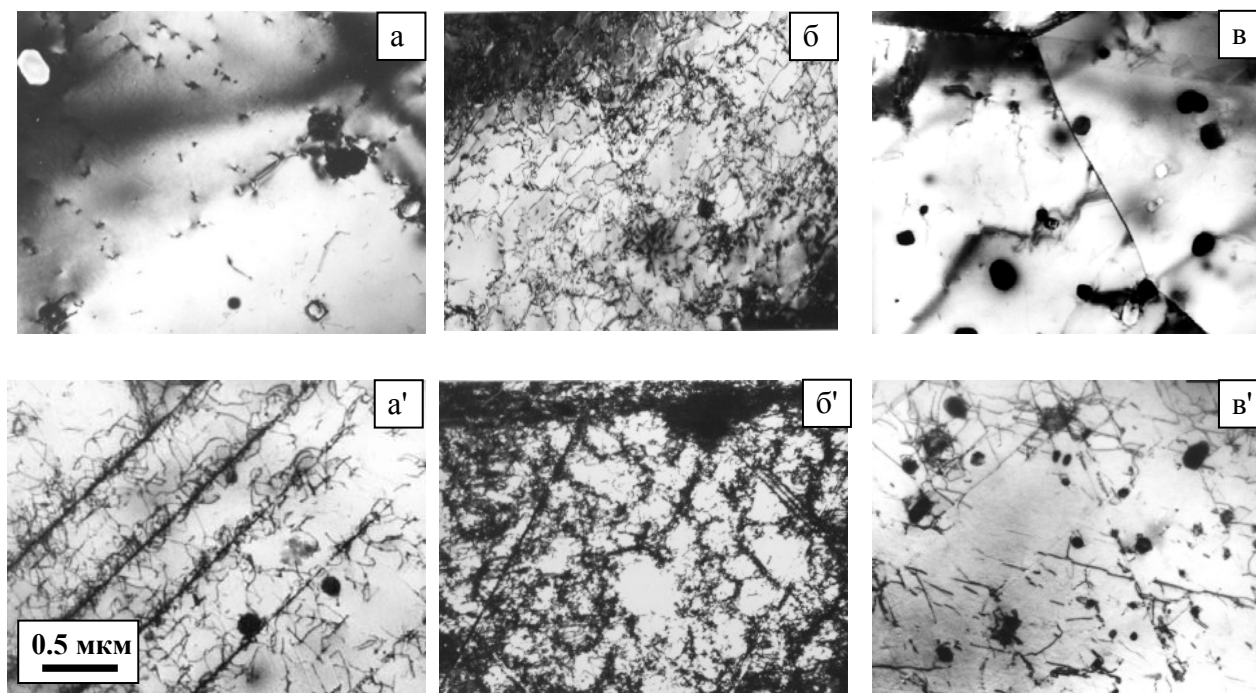


Рис. 1. Микроструктура недеформированной стали 12X18H10T, имплантированной гелием до 10^{-3} ат.% и состаренной в течение длительного времени: а, а' - без термообработки; б, б' - после отжига при 550 °С (30 мин); в, в' - после отжига при 900 °С (30 мин)

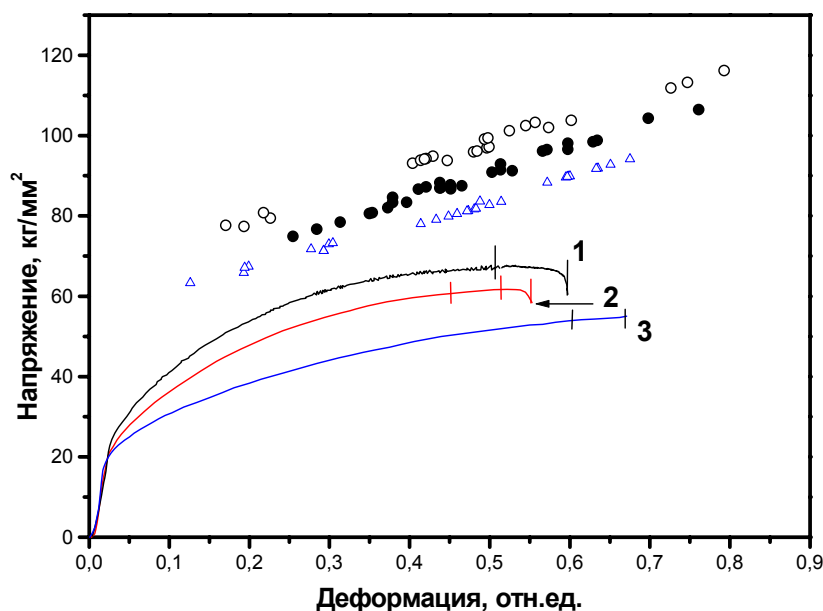


Рис. 2. Инженерные диаграммы растяжения (кривые 1-3) в координатах « σ - δ » и наборы локальных характеристик $\sigma_i(\varepsilon_i)$ (o, •, Δ) для аустенитной стали 12X18H10T, необлученной, а также имплантированной гелием до 10^{-3} ат.%, состаренной и отожженной при разных температурах.

Кривая 1 и o - сталь 12X18H10T, 10^{-3} ат.% He + старение + отжиг при 550 °С (30 мин);
 кривая 2 и • - сталь 12X18H10T, 10^{-3} ат.% He + старение + отжиг при 900 °С (30 мин);
 кривая 3 и Δ - сталь 12X18H10T, необлученная + ауст. при 1050 °С (1 ч).

Рисками на кривых 1-3 указаны моменты разгрузки образцов с целью определения локальных значений $\{\sigma_i(\varepsilon_i)\}$ в ячейках делительной сетки

На рис. 2 приведены инженерные диаграммы растяжения в координатах «напряжение σ - относительная деформация δ », а также наборы значений локальных напряжений σ_i и деформаций ε_i для образцов стали 12X18H10T, необлученной и имплантированной гелием с различной пострадиационной термообработкой. Здесь локальные «истинные» характеристики $\sigma_i(\varepsilon_i)$ определялись вдоль осевой линии рабочей части

образца для каждой ячейки, образованной делительной сеткой. Рассчитанные из диаграмм значения прочности и пластичности исследованных образцов стали 12X18H10T показаны в таблице. Далее по тексту сталь, имплантированная гелием, после длительного старения и термообработки при температурах 550 и 900 °С (30 мин) с охлаждением в воду будет обозначаться как сталь с режимами обработки 1 и 2 соответственно.

Характеристики прочности и пластичности стали 12X18H10T в различных состояниях

Режим обработки	Материал	ν , мм/мин	$\sigma_{0.2}$, кг/мм ²	σ_B , кг/мм ²	$\delta_{\text{полн}}$, %	H_{μ}^* , кг/мм ² (без деформ.)
1	Сталь 12X18H10T, импл. Не до 10 ⁻³ ат.%, длит. старение+отжиг при 550 °С (30 мин)	5.0	25.3	67.6	55	240
2	Сталь 12X18H10T, импл. Не до 10 ⁻³ ат.%, длит. старение+отжиг при 900 °С (30 мин)	0.5	21.4	61.7	50	180
3	Сталь 12X18H10T, необлученная, аустинизация при 1050°С (1 ч)	0.5	18.2	> 55	> 67	135

* H_{μ} стали с гелием, состаренной в естественных условиях, составляет 150 кг/мм².

Как следует из рис.2, имплантированные гелием стальные образцы (кривые 1 и 2) показали более высокие прочностные характеристики по сравнению с необлученным материалом (кривая 3). При этом кривая растяжения для стали с обработкой 1 проходит выше, чем соответствующая кривая для стали с обработкой 2. Отсюда следует, что кратковременное высокотемпературное старение привело к частичной потере эффекта радиационного упрочнения стали, однако полного восстановления механических свойств материала (до состояния необлученного) не произошло.

Пластичность плоских образцов необлученной стали 12X18H10T при определенных параметрах растяжения может достигать 95% [8]. (В данной работе растяжение образца необлученной стали прервали по достижению $\delta = 67\%$ для проведения последующего ПЭМ-анализа). Пластичность образцов с гелием и режимами обработки 1, 2 составила соответственно 55 и 50%. Отсюда следует, что пластичность стали 12X18H10T в результате имплантации гелия и старения уменьшилась на 40...45% по сравнению с необлученной сталью. При этом разница величин пластичности, полученных для облученных стальных образцов с обработкой 1 и 2, составляет ~5 %. Такое различие нельзя назвать существенным, что приводит к выводу о том, что температура отжига и изменение скорости деформирования в 10 раз слабее влияют на пластичность стали 12X18H10T, имплантированной гелием и состаренной при 20 °С в течение длительного времени.

Кривые течения, полученные с помощью набора локальных характеристик $\{\sigma_i(\varepsilon_i)\}$ (см. рис.2), для облученных стальных образцов продолжают в область более высоких значений деформаций (на

20%) по сравнению с инженерными диаграммами. В пределах рабочей части образца локальные деформации могут различаться существенно от 60...70% в области шейки до 20...40% вдали от нее. Заметим, что для необлученного образца, где устойчивая шейка еще не сформировалась, максимальная локальная деформация близка по величине к общей относительной деформации, получаемой из инженерной диаграммы. Что касается рассчитанных «истинных» напряжений, то согласно данным, приведенным на рис.3 для стали, имплантированной гелием, их значения с ростом деформации остаются достаточно высокими, в диапазоне значений 83...115 кг/мм². Заметим, что они коррелируют с измеренными значениями микротвердости H_{μ} , обнаруживая при этом выполнение соотношения $\sigma \sim 0.27 H_{\mu}$, что согласуется с данными многих авторов (см., например, [10]).

Согласно [8] изменение относительного содержания магнитной фазы на участках с различными значениями локальной деформации можно с достаточной точностью описать зависимостью экспоненциального вида. В данной работе по имеющимся данным остаточных локальных деформаций в нескольких точках на рабочей части деформированного образца и соответствующих значений локальной намагниченности строили аппроксимационные кривые изменения содержания ферромагнитной фазы (рис.4). Из этого рисунка видно, что наиболее интенсивно магнитная фаза образуется в образце стали с обработкой 1 и наименее интенсивно – в образце с обработкой 2. При этом критическая остаточная деформация начала образования мартенсита для необлученной стали составляет ~27% (30 % по данным [8]), а для образцов с гелием

после обработок 1 и 2 соответственно ~16 и ~30%. Из известной зависимости $\sigma_i(\varepsilon_i)$ и данных по $\sigma_{0.2}$ можно оценить «истинную» величину критического напряжения появления ненулевой намагниченности для каждого деформируемого образца: ~72 кг/мм² для необлученной стали 12X18H10T; ~77 и ~80 кг/мм² для стали с гелием с обработками 1 и 2 соответственно. По достижению данных значений локальных напряжений и последующего разгрузки в стали начинается фиксироваться остаточная намагниченность, которую обычно связывают с появлением ферромагнитного α' -мартенсита деформации.

Тот факт, что кривая накопления магнитной фазы с ростом локальных деформаций в облученной стали с обработкой 2 лежит ниже соответствующей кривой остаточной намагниченности для необлученной стали показывает, что условия для

возникновения и роста мартенсита деформации в ней менее благоприятны. При этом кривая растяжения данной стали (см. кривая 2, рис.2) расположена выше соответствующей кривой необлученного образца, а полная пластичность заметно уменьшается. Это свидетельствует о том, что на прочностные и пластические характеристики стали, имплантированной гелием и состаренной, в первую очередь влияет присутствие скоплений гелиевых пузырьков (и сопутствующих множественных карбидных частиц) в матрице, тогда как начало $\gamma \rightarrow \alpha'$ -перехода (и количество α' -мартенсита, накопленное на участках с максимальной локальной деформацией к моменту разрушения образцов), связанное с наличием в материале участков критических перенапряжений [11], определяется прежде всего структурными особенностями материала до деформации.

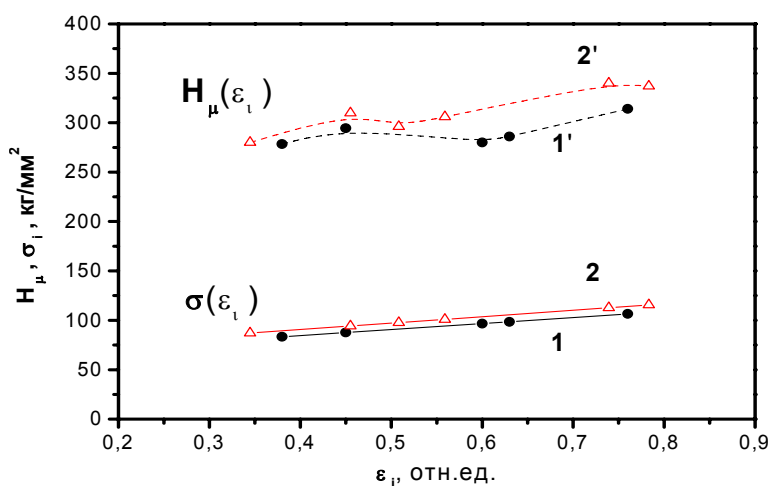


Рис.3. Изменение локальных напряжений и микротвердости с ростом локальной деформации в образцах с гелием перед разрушением: кривые 1 и 1' — сталь 12X18H10T, режим обработки 2; 2 и 2' — сталь 12X18H10T, режим обработки 1

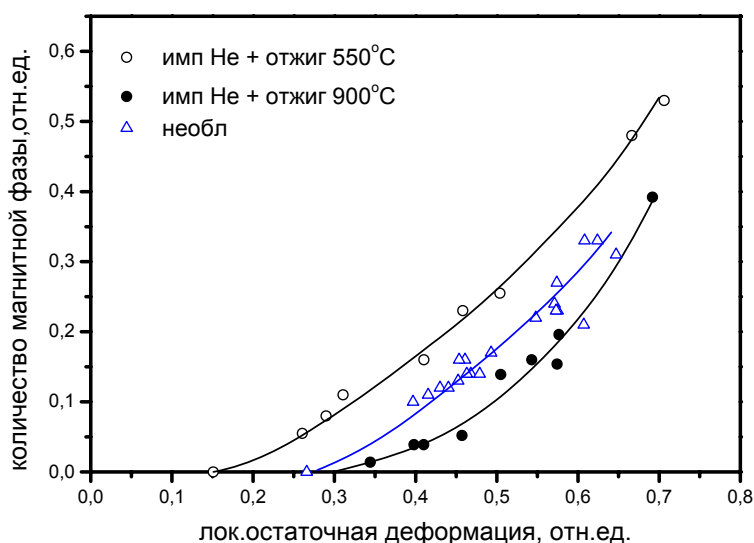


Рис.4. Изменение содержания магнитной фазы в зависимости от остаточной локальной деформации образцов стали 12X18H10T: необлученной и имплантированной гелием с режимами обработки 1 и 2

Наличие одинаковой концентрации гелия в стали с режимами обработки 1 и 2 приводит к незначительным различиям в величине пластичности и близкой кинетике накопления α' -мартенсита при растяжении, выражающейся в

практически параллельном ходе зависимостей содержания магнитной фазы от роста локальной деформации (см. рис.4). С точки зрения образования α' -мартенсита, в образцах с гелием после термических отжигов при температурах 550 и 900 °C

созданы разные условия, обусловленные типом доминирующей дефектной микроструктуры. Эксперимент показывает, что в облученной стали с более развитой дислокационной структурой (обработка 1) образование мартенсита деформации начинается при более низких значениях локальных деформаций и внешних деформирующих напряжений по сравнению с облученной сталью, где предварительная плотность линейных дефектов мала (обработка 2). В частности, наличие фрагментов сетчато-ячеистой дислокационной

структуры и тонких двойников в стали с обработкой 1 до деформации создает необходимые условия возникновения зародышей α' -мартенсита, местами появления которых могут служить, например, узлы ячеистой дислокационной сетки. Кроме того, важным фактором является увеличение скорости деформирования в случае стали с обработкой 1, что могло обусловить более эффективный «выход» по образованию α' -мартенсита.

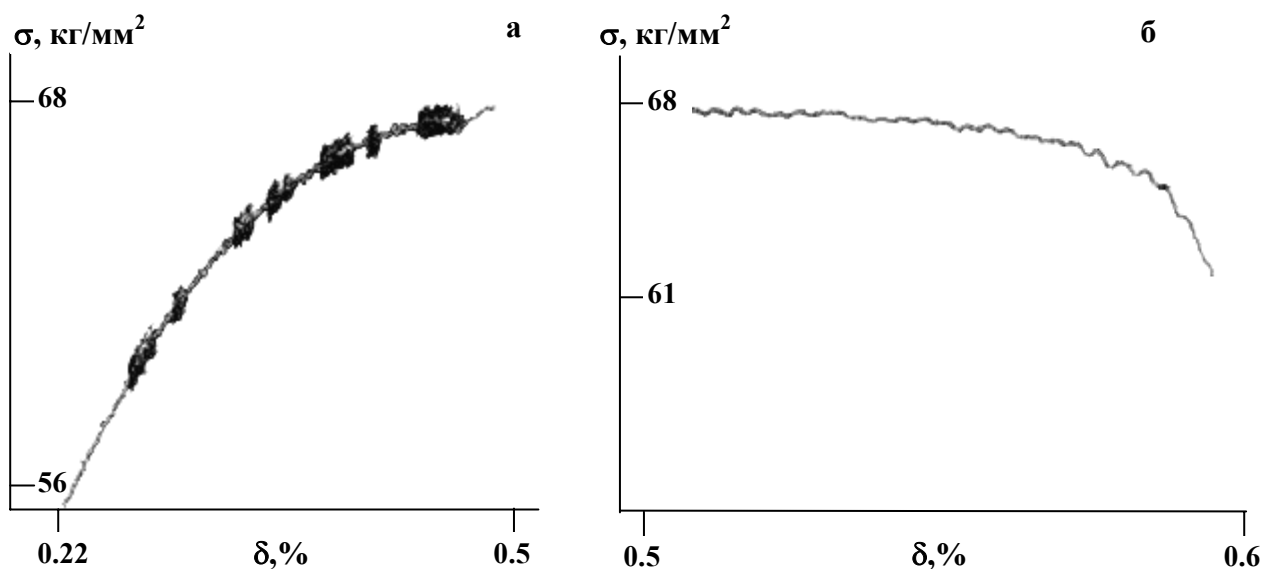


Рис.5. Фрагменты инженерной диаграммы в координатах « σ - δ », полученной при растяжении образца стали 12X18H10T с режимом обработки 1 на участке равномерной деформации (а) и на участке локализованного течения до разрушения (б). Видны осцилляции нагрузки различной степени интенсивности

При деформации образца с режимом обработки 1 на кривой растяжения наблюдали небольшие осцилляции нагрузки (рис. 5). При деформации образца с режимом обработки 2 осцилляции нагрузки также наблюдались, но с гораздо меньшей амплитудой и отсутствием регулярности. Поскольку температура эксперимента недостаточно высока для интенсивных процессов взаимодействия точечных дефектов с движущимися дислокациями (эффект ДДС), то причину небольших периодических всплесков нагрузки при пластической деформации, по-видимому, следует искать в особенностях кинетики формирования в аустенитной матрице α' -мартенсита деформации. Известно [12], что эффект ДДС обычно связывают с прекращением равномерной деформации и локализацией ее в полосах деформации. В стали 12X18H10T, имплантированной гелием, в процессе деформации и по ее окончанию, особенно вблизи макрошейки, хорошо просматриваются множественные следы макрополос локализованного сдвига типа полос Портевена-Ле Шателье. Появление картины зубчатого микрорельефа, накладывающегося на гладкую кривую растяжения, по-видимому, обусловлено торможением полосы на некоторых

участках пластической деформации. Известно, что при деформации неоднородного (двухфазного) материала, один компонент которого имеет прочность выше, чем другой, а количественное содержание, наоборот, намного меньше (~2...3%), результирующее упрочнение до момента образования устойчивой шейки будет определяться прочностными свойствами более «мягкого» компонента. За счет разницы удельных объемов ГЦК- и ОЦК- решеток $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение приводит к возникновению в окрестности мартенситной пластины упругих напряжений в аустенитной матрице, которые при небольших скоростях деформирования релаксируют по механизму пластического течения. Можно предположить, что плотность распределения центров зарождения мартенсита (центров критических сдвиговых перенапряжений) в нагруженном образце и скорость деформирования в случае образца с гелием с обработкой 1 таковы, что окружающая мартенситные пластины аустенитная матрица не успевает полностью релаксировать по дислокационному механизму во все более фрагментированном объеме, что приводит к появлению микроскачков упрочнения.

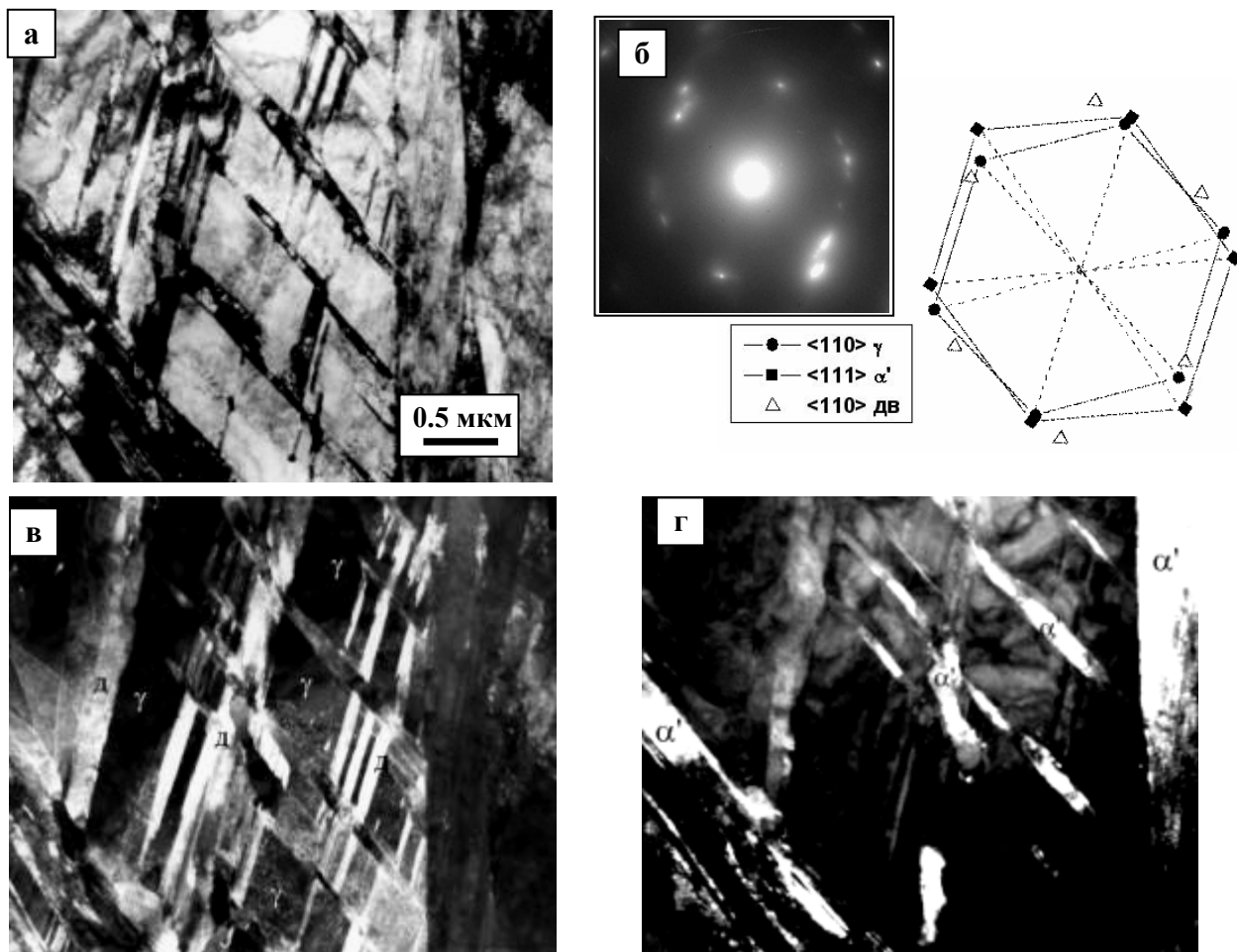


Рис.6. Типичная микроструктура имплантированной гелием стали 12X18H10T, режим обработки 2 при $\varepsilon_i = 69\%$: а - светлое поле; б - электронограмма; в - двойники и γ -аустенит; г - α' -мартенсит в рефлексе $(\bar{1}0\bar{1})_\alpha$

Локализация деформации в образце с обработкой 1 идет с формированием одной макрошейки, длиной ~ 2 мм, протеканием последующей деформации внутри некоторой области и подсоединением к ней соседних объемов. Наиболее интенсивно процесс формирования макрошейки идет после достижения предела прочности, когда зубчатость на кривой растяжения приобретает регулярный сглаженный квазигармонический характер (см. рис.5,б). Амплитуда колебаний нагрузки при этом немного снижается. Последнее позволяет предположить, что участки торможения макрополосы в области интенсивного образования α' -фазы однородно распределены в объеме материала, а мощность таких «барьеров» невелика. Это хорошо согласуется с картиной сильной фрагментации аустенитной матрицы и измельчения мартенситных пластин, образующихся при высоких степенях деформации после достижения предела прочности.

Как показали ПЭМ-исследования, вероятность образования мартенсита деформации в образцах с гелием выше в участках аустенитной матрицы, где одновременно наблюдается механическое двойникование по одной или двум системам. Микроструктура стали 12X18H10T, имплантированной гелием, с обработкой 2 на

участке с максимальной локальной деформацией $\varepsilon_i = 69\%$ (перед разрушением) показана на рис.6. Видно, что здесь имела место сильная фрагментация микроструктуры. Наблюдаются сегменты γ -аустенита с сохраняющейся ячеистой дислокационной структурой, двойники γ -фазы с плоскостью двойникования типа $(\bar{1}\bar{1}1)$, а также пластины α' -мартенсита. Угол между аустенитными двойниками и пластинами α' -мартенсита составляет $\sim 60^\circ$. Аналогично аустенитным сталям и сплавам на основе системы Fe-Cr-Ni [13,14] для α' -мартенсита в исследуемой стали выполняется ориентационное соотношение Курдюмова-Закса $[110] \parallel [\bar{1}\bar{1}1]$. Согласно рис.6,г можно выделить микрокристаллы α' -фазы разной морфологии, по-разному ориентированные в аустенитной матрице, угол между которыми составляет $45 \dots 50^\circ$. В остаточных фрагментах первоначального зерна с ГЦК-решеткой сохраняется ячеистая дислокационная структура с диаметром ячеек до $1.5 \dots 3$ мкм. При этом происходит разориентировка групп ячеек дислокационной сетки относительно соседей на несколько градусов.

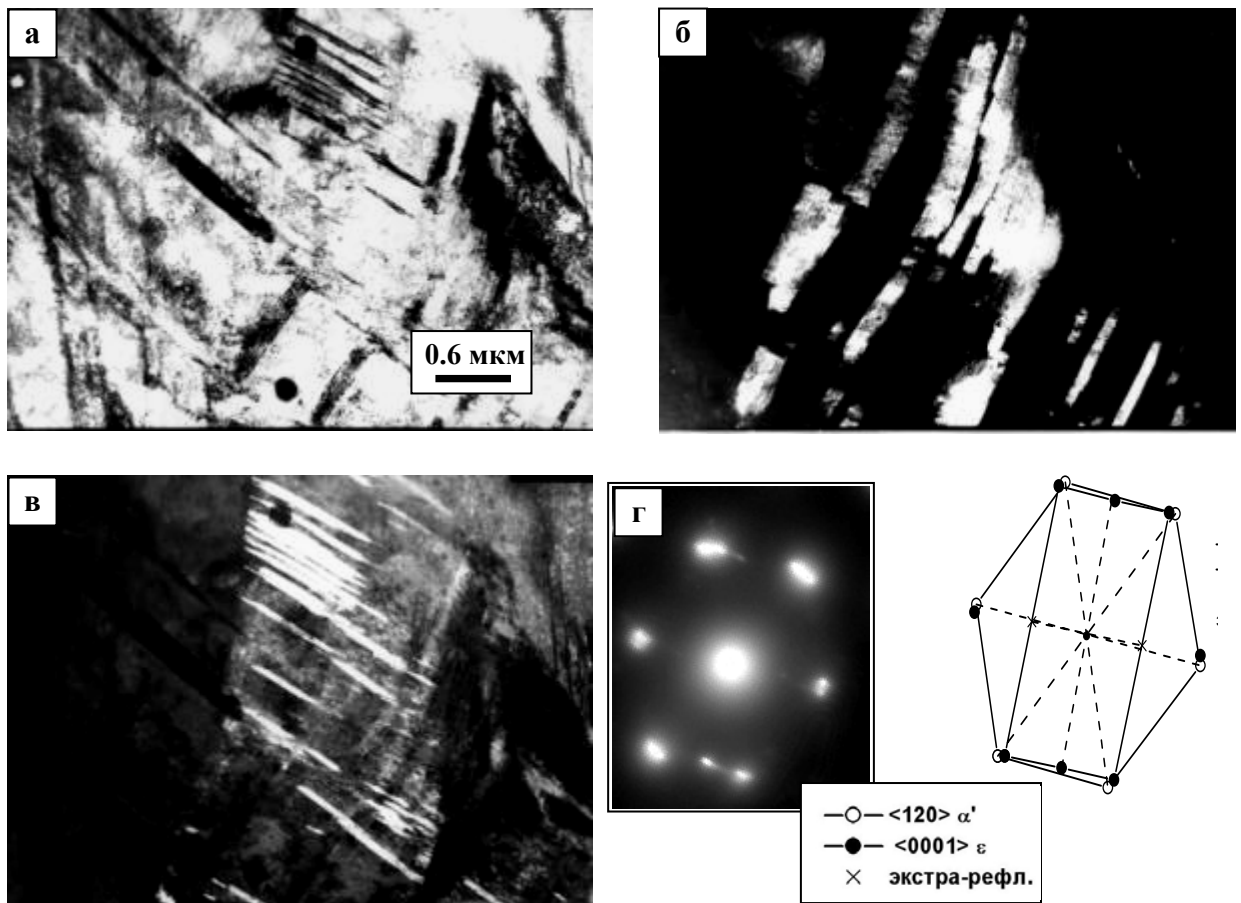


Рис.7. Микроструктура стали 12X18H10T, имплантированной гелием после отжига при 550 °С (30 мин), $\varepsilon_i = 68...70\%$: а - светлое поле; б - α' -мартенсит в рефлексе $(\bar{2}11)$; в - ε -фаза в рефлексе $(010)_\varepsilon$; г - электронограмма, ось зоны $[120]_\alpha$

В стали, имплантированной гелием, с режимом обработки 1 при локальных деформациях 68...70% были обнаружены скопления микрокристаллов линзовидного мартенсита (рис. 7), разориентированные на угол до 3°. Обращает на себя внимание тот факт, что в отдельных полосах

локализации деформации наблюдаются мелкодисперсные пластины ε -фазы (ГПУ-решетка). Угол между направлениями $(002)_\alpha$ и $(002)_\varepsilon$ на электронограмме составляет $\sim 1.5...2^\circ$.

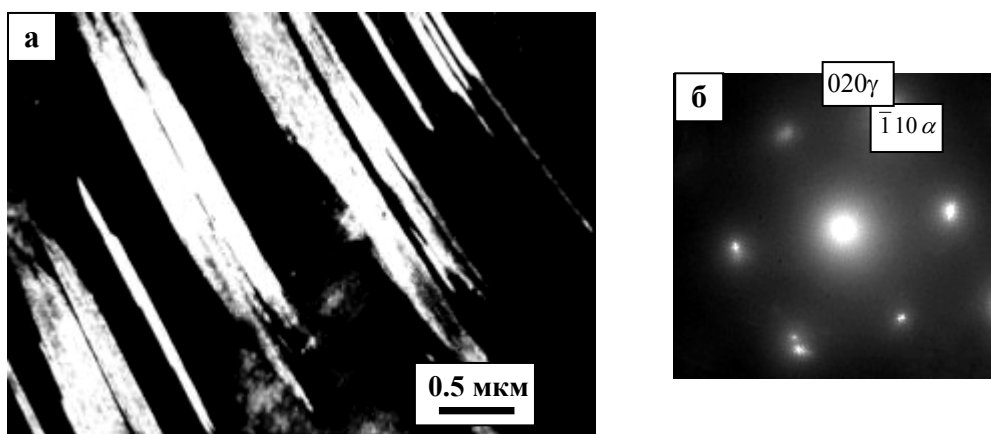


Рис.8. Микроструктура необлученной стали 12X18H10T, аустенизированной при 1050 °С (1 ч), $\varepsilon_i = 62\%$: а - темное поле в рефлексе α' -мартенсита; б - электронограмма

В необлученной стали с близкой по величине степенью деформации $\varepsilon_i = 62\%$ (рис. 8) видно, как

отдельные тонкие пластины α' -мартенсита практически «сливаются» с соседними, образуя в результате более крупные линзовидные пластины

шириной до 0.5 мкм. Если рассматривать данную картину в качестве одного из возможных механизмов роста мартенситного кристалла в ширину, то можно предположить, что наблюдаемые «массивные» выделения α' -мартенсита есть не что иное, как первичный мартенсит, начавший образовываться раньше по времени деформирования, чем более тонкие кристаллы мартенсита.

ПЭМ-исследования показывают, что возможности роста мартенситного кристалла ограничиваются размерами фрагмента аустенитной матрицы, внутри которой он зародился. При этом естественными пределами роста в поликристаллическом материале могут служить границы зерен, субзерен, механических двойников и пр. В случае облученной стали радиационно-индуцированные гелиевые пузырьки и скопления частиц вторичных фаз не являются существенным препятствием для развития мартенситных пластин, но могут играть значимую роль в создании критических напряжений, необходимых для возникновения зародышей α' -мартенсита. В стали 12X18H10T, имплантированной гелием и состаренной, даже при высоких локальных деформациях α' -мартенсит чаще всего наблюдается в виде тонких протяженных пластин, иногда даже нитевидной формы. При этом доля мартенсита более массивной конфигурации (пластинчатого, линзовидного) относительно невелика. Области аустенитной матрицы с α' -мартенситом часто соседствуют с областями, не содержащими его. Необходимо отметить, что в имплантированной гелием стали зародыши микропластин α' -мартенсита и сформировавшиеся мартенситные включения в аустенитной матрице распределены более однородно, по сравнению с необлученной сталью. При этом с увеличением степени деформации доля мартенсита в виде тонких непротяженных пластин существенно возрастает.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведены результаты комплексного исследования влияния радиационно-термических воздействий на изменение характеристик прочности, пластичности, микротвердости, содержание мартенситной α' -фазы и структуру нержавеющей стали 12X18H10T при деформации. Показано, что предварительное состояние материала существенно влияет на характер процессов пластического течения и структурно-фазовых превращений.

С помощью просвечивающей электронной микроскопии детально исследована исходная микроструктура материала. Показано, что в результате длительного естественного старения стали, имплантированной гелием до 10^{-3} ат.%, и дополнительных отжигов при температурах 550 и 900 °С (30 мин) в микроструктуре образуются обособленные скопления гелиевых пузырьков и глобулярных карбидных частиц, которые при пластической деформации могут являться местами, где достигаются критические напряжения и

зарождается α' -мартенсит. Дополнительное наличие высокой плотности дислокаций и деформационных двойников (что наблюдается после отжига при 550 °С по сравнению с отжигом при 900 °С) может существенно ускорить (по степени деформации в образце) начало образования α' -мартенсита, а также привести к более высокому содержанию α' -мартенсита к моменту разрушения образца и увеличению значений $\sigma_{0.2}$, σ_B , δ .

Наибольшая плотность микрокристаллов α' -мартенсита деформации наблюдается в областях фрагментированной аустенитной матрицы, содержащей механические двойники. Доля «массивного» α' -мартенсита в деформированных образцах стали 12X18H10T с гелием невелика по сравнению с тонкопластинным α' -мартенситом. В то же время при высоких значениях локальных деформаций после достижения предела прочности доля тонкопластинного мартенсита существенно возрастает. Кроме того, в стали с гелием при высоких степенях деформаций возможно образование микропластин ε -мартенсита в отличие от необлученного материала.

Предполагается, что зубчатость, фиксируемая на диаграмме растяжения стали 12X18H10T с гелием после отжига при 550 °С, обусловлена неоднородностью пластической деформации стали, вызванной особенностями протекания $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения при «пробегании» по образцу полос деформации.

ЛИТЕРАТУРА

1. А.Г. Залужный, Ю.Н. Сокурский, В.Н. Тебус. *Гелий в реакторных материалах*. М.: "Энергоатомиздат", 1988, 224с.
2. В.Ф. Реутов, Б.Д. Уткелбаев, С.П. Вагин, Г.Т. Ждан. Термическая стабильность дислокационных потерь и формирование мелкодисперсных фаз в стали 0X16H15M3B, легированной гелием // *Атомная энергия*. 1990, т.69, в.3, с. 140-142.
3. Ш.Ш. Ибрагимов, В.Ф. Реутов. Проблемы поведения гелия в металлах // *Радиационные дефекты в металлах*: Материалы 4 Всесоюзного совещания, Алма-Ата, 4-6 июня 1986 г. Алма-Ата: «Наука», 1988, 192с.
4. О.П. Максимкин, М.Н. Гусев. Влияние нейтронного облучения и длительного старения на механические и энергетические характеристики нержавеющей стали // *Физика металлов и металловедение*. 2001, т.92, №5, с.77-80.
5. Ш.Ш. Ибрагимов, О.П. Максимкин, Д.Х. Садвакасов. Мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение и механические свойства стали 12X18H10T, облученной нейтронами // *Физика металлов и металловедение*. 1990, в.7, с.199-201.
6. И.С. Осипов, О.П. Максимкин, М.Н. Гусев. Метод изучения локализации деформации в металлических материалах, облученных до высоких повреждающих доз // *Заводская лаборатория*. 2006, т.72, №11, с.52-55.

7. О.В. Тиванова. Закономерности процессов структурно-фазовых превращений и формоизменения на стадии предразрушения металлических поликристаллов с ГЦК-решеткой, облученных нейтронами // *Вестник НЯЦ РК*. 2005, в.4, с.59-64.
8. О.П. Максимкин, А. Налтаев, Д.Т. Бердалиев, Б.К. Рахашев. Мартенситные $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения в стали 12X18H10T, облученной в реакторе ВВР-К // *Вестник НЯЦ РК*. 2007, в.3, с.52-57.
9. А. с. №531433 от 23 мая 1975. *Способ легирования материалов* / В.Ф. Реутов, Ш.Ш. Ибрагимов.
10. M.N. Gusev, O.P. Maksimkin, O.V. Tivanova, N.S. Silnyagina, F.A. Garner. Correlation of yield stress and microhardness in 08Cr16Ni11Mo3 stainless steel irradiated to high dose in the BN-350 fast reactor // *Journal of Nuclear Materials*. 2006, v. 359, p.258-262.
11. В.А. Степанов, Н.Н. Песчаная, В.В. Шпейзман. *Прочность и релаксационные явления в твердых телах*. Л.: «Наука», 1984, 248 с.
12. E. Pink, A. Grinberg. Praktische Asoekte des Portevin-Le Chatelier-Effektes // *Aluminium*. 1984, v.50, p.687-691.
13. K.V. Guy, E.P. Butler, D.R.F. West. Reversion of bcc α' martensite in Fe-Cr-Ni austenitic stainless steels // *Metal Science*. 1983, v.17, N4, p.167-176.
14. T. Suzuki, H. Kojima, K. Suzuki, et al. Plastic deformation and martensitic transformation in an iron-base alloy // *Scripta Metallurgica*. 1976, v.10, p. 353-358.

Статья поступила в редакцию 01.10.2008 г.

ВПЛИВ СТАРІННЯ НА МАРТЕНСИТНЕ ПЕРЕТВОРЕННЯ ПРИ ДЕФОРМАЦІЇ СТАЛІ 12X18H10T, ОПРОМІНЕНОЇ АЛЬФА-ЧАСТИНКАМИ

О.П. Максимкін, К.В. Цай, О.В. Тіванова, Н.С. Сильнягіна

Досліджено зміни мікроструктури та фізико-механічних властивостей неіржавіючої сталі 12X18H10T, імплантованої гелієм до концентрації 10^{-3} ат.%, внаслідок тривалого старіння при 20 °С і короточасних відпалів при температурах 550 та 900 °С. Виявлено особливості та визначені критичні параметри мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha'$ -перетворення при деформації стальних зразків, що містять гелій.

AGEING INFLUENCE ON MARTENSITIC TRANSFORMATION IN DEFORMED 12Cr18-Ni10-Ti STEEL IRRADIATED WITH ALPHA-PARTICLES

O.P. Maksimkin, K.V. Tsai, O.V. Tivanova, N.S. Silnyagina

Changes in both microstructure and physical-mechanical properties of 12Cr18-Ni10-Ti stainless steel implanted with helium to the concentration 10^{-3} at.% after long-time ageing at 20 °C and short-time annealing at temperatures 550 and 900 °C were investigated. Peculiarities and critical parameters of the martensitic $\gamma \rightarrow \alpha'$ -transformation at deformation of helium implanted stainless specimens were defined.