

## ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ АУСТЕНИЗАЦИИ НА ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НЕОБЛУЧЕННОЙ И ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ СТАЛИ 12X18H10T, ДЕФОРМИРОВАННОЙ В ИНТЕРВАЛЕ ТЕМПЕРАТУР 25...100 °С

*О.П. Максимкин\*, А. Налтаев\*\*, А.Н. Бахтибаев\*\*, Ш.Р. Курбанбеков\*\*\**

*\*Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, РК*

*E-mail: maksimkin@inp.kz;*

*\*\*Международный Казахско-Турецкий университет, Шымкент, РК;*

*\*\*\*ЮКТУ им. М. Ауэзова, Шымкент, РК*

Исследовано влияние температуры аустенизации на характеристики прочности и пластичности, а также магнитные свойства стали 12X18H10T, необлученной и облученной нейтронами. Показано, что уменьшение температуры аустенизации с 1150 до 1050 °С негативно влияет на развитие мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения при холодной деформации.

### ВВЕДЕНИЕ

Известно, что исходное, перед облучением, состояние метастабильной нержавеющей аустенитной стали во многом определяет такие эффекты, как радиационное упрочнение и охрупчивание, распухание, склонность к индуцированному деформацией  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -переходу аустенита ( $\gamma$ ) в мартенсит ( $\alpha'$ ) и др. Это связано с тем, что, например, увеличение температуры аустенизации стали выше штатного значения (1050 °С, 30 мин) может, во-первых, привести к более полному растворению частиц карбидных и нитридных фаз, что повышает концентрацию углерода и азота в твердом  $\gamma$ -растворе и стабилизирует аустенит. Во-вторых, в случае достаточно большого времени выдержки материала при высокой температуре увеличивается размер зерна и соответственно уменьшается возможность границ зерен быть стоками для легирующих и примесных атомов за счет уменьшения эффективной площади поверхности. Оба эти обстоятельства могут в значительной степени изменить энергию дефекта упаковки материала – параметр, определяющий стабильность стали по отношению к мартенситному  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращению [1]. В свою очередь, интенсивность процессов образования и развития  $\alpha'$ -фазы в ходе деформации может эффективно влиять на формирование прочностных и пластических свойств стали.

Несмотря на всю научную и практическую значимость этой проблемы, обзор литературы показал, что исследовательских работ, проведенных с использованием облученных материалов, ограниченное количество. Так, ранее в [2] нами было высказано предположение, что увеличение температуры и времени аустенизации с 1050 °С, 30 мин до 1150 °С, 4 ч влияет на процессы образования и развития мартенситной  $\alpha'$ -фазы в промышленной реакторной стали 12X18H10T при холодной деформации как за счет роста размера зерна, так и в результате изменения элементного состава твердого раствора аустенита. Поскольку эти

вопросы требуют более глубоких осмыслений, в настоящей работе мы вновь возвращаемся к этой теме.

### МАТЕРИАЛ, ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Исследовали нержавеющую сталь 12X18H10T, имеющую следующий химический состав (вес.%): С – 0,10; Мп – 1,67; Si – 0,34; Р – 0,032; S – 0,013; Cr – 17,0; Ni – 10,6; Ti – 0,57; Fe – 70,7. Образцы для механических испытаний гантелеподобной формы имели следующие размеры в рабочей части: L = 10 мм,  $\varnothing = 1,6 \dots 1,7$  мм. Аустенизацию образцов проводили по двум режимам: I – при 1050 °С в течение 1 ч; II – при 1150 °С – 1 ч. Стальные образцы, термообработанные по режиму II, облучали в активной зоне реактора ВВР-К нейтронами при  $T < 80$  °С до флюенса  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>. Кроме того, в отдельных экспериментах использовали изготовленные из этой же стали образцы, аустенизированные при 1050 °С в течение 30 мин и облученные нейтронами флюенсом  $1 \cdot 10^{19}$  нейтр./см<sup>2</sup>. Растяжение необлученных и облученных образцов со скоростью 0,5 мм/мин выполняли на установке Ф100/1 при температурах 25, 50, 75 и 100 °С. Непосредственно в процессе растяжения с помощью разработанных измерительных систем [3] определяли количество ферромагнитной  $\alpha'$ -фазы, образующейся и накапливающейся в деформируемом образце (в ферритных числах). Изменения структуры стальных образцов в результате облучения и деформации изучали методом просвечивающей электронной микроскопии (JEM 100CX).

### РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены экспериментальные кривые растяжения в координатах «напряжение – удлинение» и деформационные зависимости количества ферромагнитной  $\alpha'$ -фазы (в отвлеченных единицах) для трех состояний стали 12X18H10T: а) аустенизированной при 1050 °С в течение 1 ч;

б) аустенизированной при 1150 °С – 1 ч и в) аустенизированной при 1150 °С – 1 ч и облученной в реакторе ВВР-К флюенсом нейтронов  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>.

Согласно данным металлографических исследований по определению средней величины размера зерна материала методом секущих после термообработки по I и II режимам оно оказалось равным 30 и 70 мкм соответственно. Очевидно, что

это различие должно бы отразиться на механических характеристиках стали.

В то же время необходимо иметь в виду, что температура аустенизации в сильной степени влияет также на состав твердого раствора, величину энергии дефекта упаковки, что, в свою очередь, влияет на характер  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения при деформации метастабильной стали 12X18H10T.

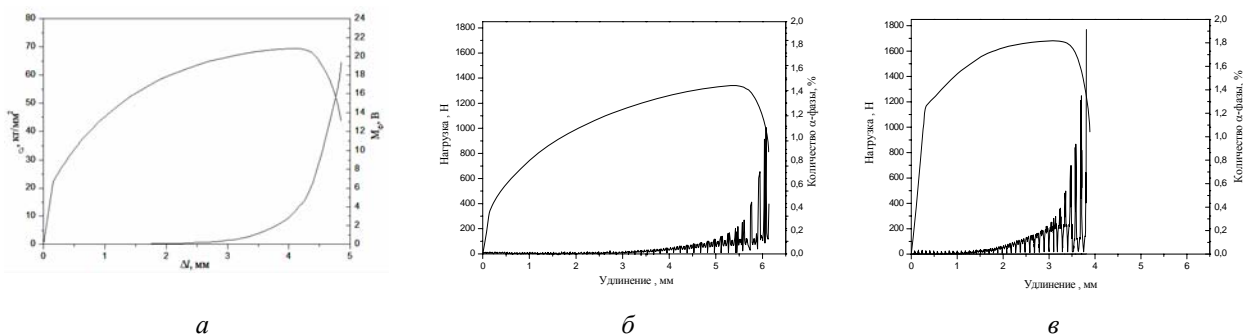


Рис. 1. Диаграммы растяжения и кривые образования  $\alpha'$ -мартенсита деформации в стали 12X18H10T: а – аустенизированной при 1050 °С в течение 1 ч; б – аустенизированной при 1150 °С – 1 ч, необлученной; в – аустенизированной при 1150 °С – 1 ч + облучение нейтронами  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>

В результате обработки первичных кривых растяжения и накопления ферромагнитной  $\alpha'$ -фазы определены значения пределов текучести ( $\sigma_{0,2}$ ) и прочности ( $\sigma_B$ ), равномерной и общей относительной деформации ( $\delta_p$ ,  $\delta$ ), а также критических параметров образования  $\alpha'$ -фазы:  $\delta_{кр}$  – критической деформации и  $\sigma_{кр}$  – критического напряжения, соответствующих различным параметрам термообработки и условиям испытаний. Все эти данные представлены в табл. 1, из которой, в частности, следует, что в необлученном состоянии предел текучести  $\sigma_{0,2}$  стали, аустенизированной при температуре 1050 °С, несколько выше (23 кг/мм<sup>2</sup>), чем при температуре 1150 °С (20 кг/мм<sup>2</sup>). Этот результат согласуется с данными металлографических исследований и положением Петча-Холла [4] об упрочняющем действии границ зерен.

Обращают на себя внимание также следующие факты. Нейтронное облучение привело к повышению значений прочностных характеристик и уменьшению характеристик пластичности. Так, предел текучести стали со сравнительно мелким зерном в результате облучения флюенсом нейтронов  $1 \cdot 10^{19}$  нейтр./см<sup>2</sup> увеличился на 77 % (с 26 до 46 кг/мм<sup>2</sup>), тогда как у крупнозернистой стали прирост  $\sigma_{0,2}$  составил 165 % (с 20 до 53 кг/мм<sup>2</sup>) при дозе  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>.

Сопоставляя характеристики пластичности сталей I и II при  $T = 25$  °С, можно прийти к выводу, что крупнозернистая сталь более пластична, причем область локализованной деформации ( $\delta - \delta_p$ ) у нее в 1,6 раза больше, чем у мелкозернистой. В результате облучения пластичность стали значительно уменьшилась ( $\delta_p$  на 50 %), но в то же самое время изменение локализованной деформации оказалось незначительным. С ростом температуры испытания

$\sigma_{0,2}$  для мелкозернистой стали практически не изменяется, тогда как для крупнозернистой – монотонно уменьшается. Более заметно температурное уменьшение характеристик пластичности: для мелкозернистой стали падение  $\delta_p$  и  $\delta_{общ}$  составляет 35...40 %. В то же время нейтронное облучение несколько замедляет скорость температурного уменьшения пластичности для стали, аустенизированной при 1150 °С в течение 1 ч.

Более наглядное представление о характере температурных изменений прочностных и пластических свойств нержавеющей стали 12X18H10T дают графики рис. 2–4.

Анализ изменений магнитных свойств стали в процессе деформирования показал, прежде всего, что во всех стальных образцах, испытанных при температурах, меньших, чем 100 °С, имело место  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение с образованием мартенситной ферромагнитной  $\alpha'$ -фазы. При этом по окончании эксперимента, после разгрузки образца, наблюдали явление «упругого мартенситообразования» [5], которое заключалось в том, что значение мартенситной  $\alpha'$ -фазы ( $M_f$ ) в нагруженном образце было меньше, чем в разгруженном.

Для количественного сравнения процессов  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -перехода в различных деформированных образцах были введены характеристики интенсивности мартенситного превращения на стадии равномерной

( $I_p = \frac{M_p}{\delta_p - \delta_{кр}}$ ) и локализованной деформации

( $I_{ш} = \frac{M - M_p}{\delta - \delta_p}$ ). В этих уравнениях:  $M_p$  –

количество  $\alpha'$ -фазы, образовавшееся к пределу

прочности;  $\delta_{кр}$  – критическое значение деформации, соответствующее началу образования  $\alpha'$ -фазы; М – общее количество  $\alpha'$ -фазы перед разрывом образца.

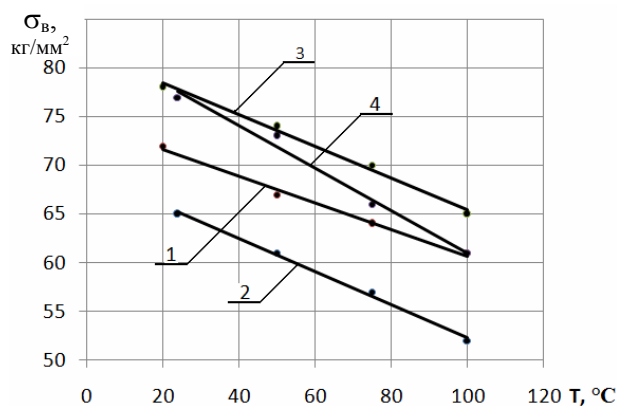
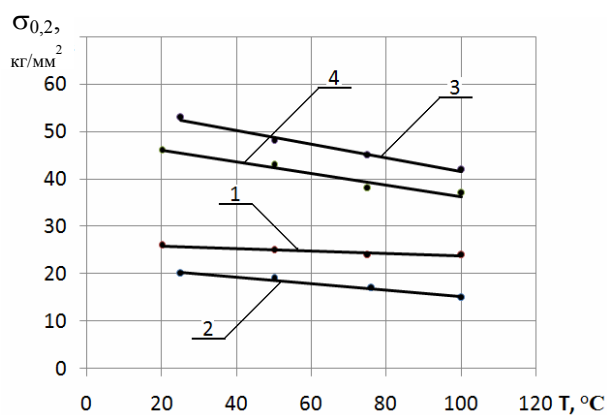
Экспериментальные значения всех параметров, характеризующих процесс образования и накопления при растяжении индуцированной

деформацией (напряжением) мартенситной  $\alpha'$ -фазы, показаны в табл. 2. Наряду с тем на рис. 3, 4, 6 и 7 приведены кривые температурных изменений интенсивности  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения, критических значений деформаций и количества мартенситной  $\alpha'$ -фазы в шейках деформированных образцов.

Таблица 1

Температурные и радиационные изменения механических характеристик необлученной и облученной нейтронами нержавеющей стали 12Х18Н10Т (термообработка при 1150 °С в течение 1 ч)

Характеристика	Доза облучения, нейтр./см <sup>2</sup>	Температура испытания, °С			
		(Номер образца)			
		25	50	75	100
$\sigma_{0,2}$ , кг/мм <sup>2</sup>	-	19,9 (№466), 20,3 (№444)	18,4 (№465)	16,3 (№385)	14,6 (№446)
	$2 \cdot 10^{20}$	50,7 54,7	47,8 (№114)	45,3 (№94)	42,5 (№93)
$\sigma_{в}$ , кг/мм <sup>2</sup>	-	64,5 65,2	62,3 59,1	57,5	52,0
	$2 \cdot 10^{20}$	75,4 77,7	72,8	66,4	62,1
$\delta_p$ , %	-	52,1 54,7	45,0 42,1	42,5	32,1
	$2 \cdot 10^{20}$	34,9 37,2	34,3	31,9	31,0
$\delta_{общ}$ , %	-	61,6	51,4 46,8	47,2	37,5
	$2 \cdot 10^{20}$	44,4; 41,8	40,0	39,2	40,0
$\delta_{кр}$ , %	-	22,8 27,3	45,0 42,1	37,0	33,4
	$2 \cdot 10^{20}$	4,6	20,1	33,2	37,0
$\sigma_{кр}$ , %	-	53,0 56,8	62,3 59,1	56,8	52,0
	$2 \cdot 10^{20}$	56,3 60,7	69,6	66,4	60,3
$\delta_{общ} - \delta_{равн} = \delta_{ш}$ , %	-	8,0	5,6	4,7	5,4
	$2 \cdot 10^{20}$	7,1	5,7	7,3	9,0



а

б

Рис. 2. Температурные изменения предела текучести (а) и предела прочности (б) необлученной (1, 2) и облученной нейтронами (3 –  $10^{19}$ , 4 –  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>) стали 12Х18Н10Т, подвергнутой различной аустенизации по I и II режимам

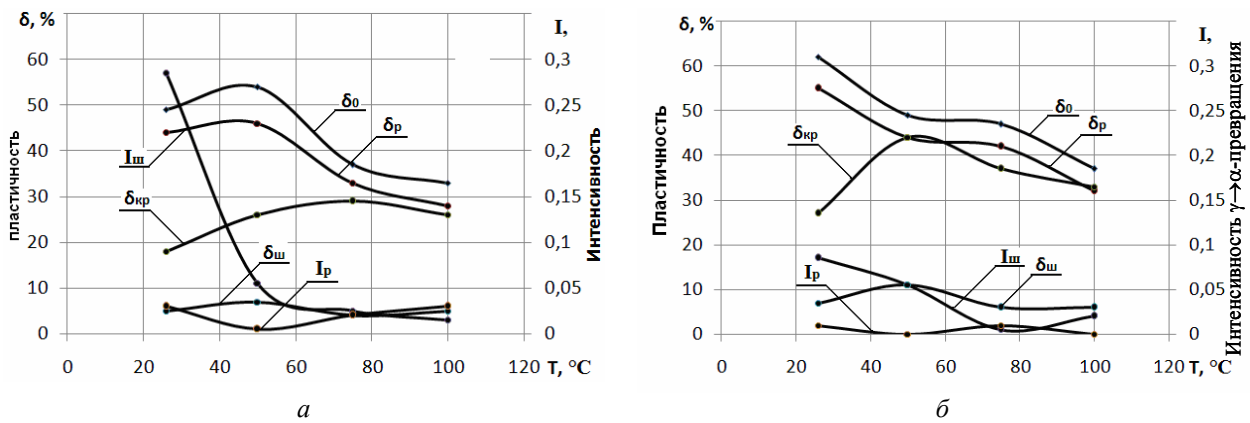


Рис. 3. Температурные изменения относительного удлинения – равномерного, общего и критического, а также интенсивности (I)  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения в деформируемой стали 12X18H10T: а – аустенизированной при 1050 °С в течение 1 ч; б – аустенизированной при 1150 °С

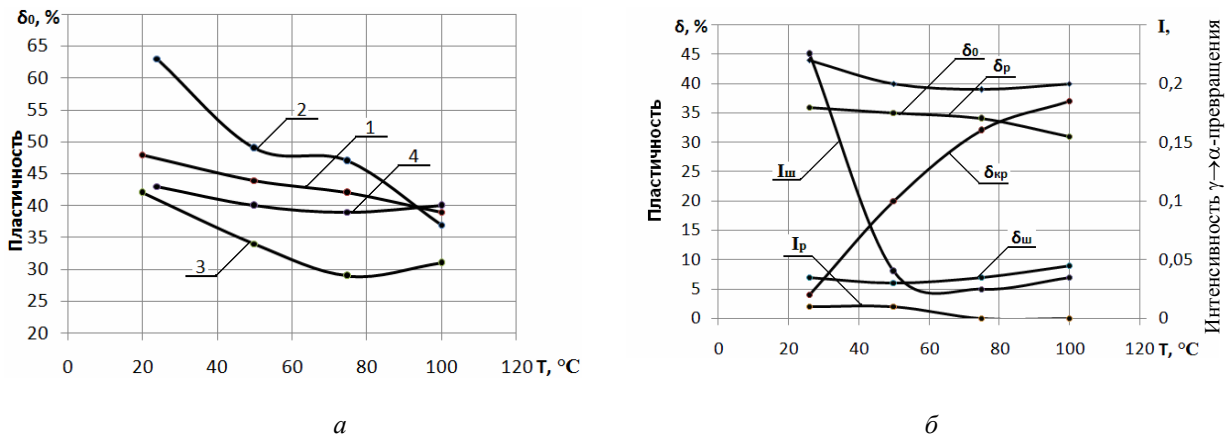


Рис. 4. Температурные изменения общего относительного удлинения стали 12X18H10T: 1 – необлученной, аустенизированной при 1050 °С, 30 мин; 2 – необлученной, аустенизированной при 1150 °С, 60 мин; 3 – аустенизированной при 1050 °С, 30 мин и облученной  $1 \cdot 10^{19}$  нейтр./см<sup>2</sup>; 4 – аустенизированной при 1150 °С, 60 мин и облученной  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup> (а). Температурные изменения относительного удлинения – равномерного, общего и критического, а также интенсивности (I)  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения в деформируемой стали 12X18H10T, облученной нейтронами ( $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>) (б)

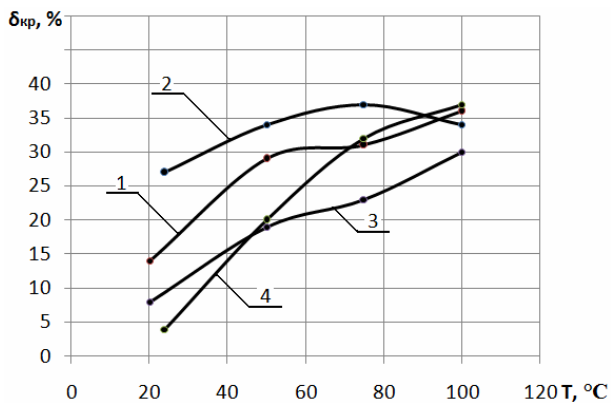


Рис. 5. Температурная зависимость критической деформации начала образования мартенситной  $\alpha'$ -фазы в стали 12X18H10T: 1 – необлученной, аустенизированной при 1050 °С, 30 мин; 2 – необлученной, аустенизированной при 1150 °С, 60 мин; 3 – облученной  $1 \cdot 10^{19}$  нейтр./см<sup>2</sup>, аустенизированной при 1050 °С, 30 мин; 4 – облученной  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>, аустенизированной при 1150 °С, 60 мин

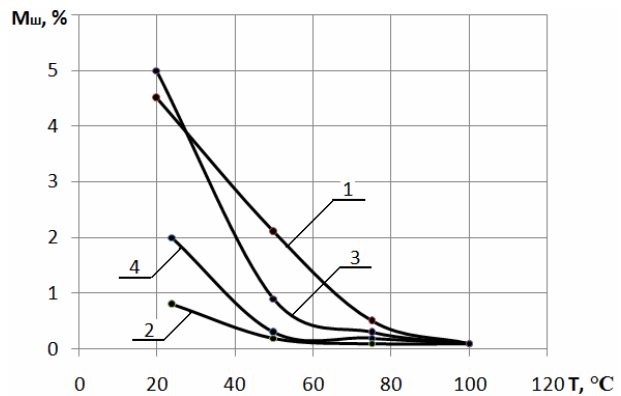


Рис. 6. Влияние температуры испытания на количество мартенситной  $\alpha'$ -фазы (ферритные числа), накапливающейся в шейке образца стали 12X18H10T к моменту разрыва: 1 – необлученной, аустенизированной при 1050 °С, 30 мин; 2 – необлученной, аустенизированной при 1150 °С, 60 мин; 3 – облученной  $1 \cdot 10^{19}$  нейтр./см<sup>2</sup>, аустенизированной при 1050 °С, 30 мин; 4 – облученной  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>, аустенизированной при 1150 °С, 60 мин

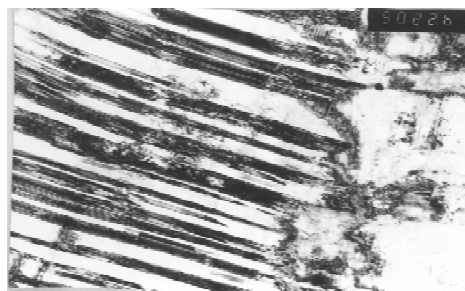


Рис. 7. Два морфологических типа мартенситной  $\alpha'$ -фазы в зоне шейки деформированного необлученного образца из нержавеющей стали 12X18H10T ( $\times 50000$ )

На рис. 7 приведены электронно-микроскопические снимки, иллюстрирующие два морфологически различных типа мартенситной  $\alpha'$ -фазы, наблюдаемой в зоне шейки деформированного необлученного образца из нержавеющей стали.

Анализируя полученные данные, прежде всего, необходимо отметить, что к концу растяжения магнитной  $\alpha'$ -фазы больше образуется в стали, обработанной по режиму I. Вероятно, это связано не только с величиной зерна, но и уровнем внутренних

напряжений, а также с различием химического состава твердого раствора аустенита. Аустенизация при высоких температурах (сталь II) приводит к растворению карбидов и нитридов, что увеличивает содержание углерода и азота в твердом растворе и уменьшает склонность стали к  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращению, другими словами, приводит к увеличению энергии дефекта упаковки материала. Из табл. 2 видно также, что количество  $\alpha'$ -фазы для стали I больше, чем для стали II не только к моменту разрушения образца, но и к концу равномерной деформации.

Таблица 2

Температурные и радиационные изменения магнитных характеристик нержавеющей стали

Характеристика	Состояние стали	Температура испытания, °C			
		25	50	75	100
Количество $\alpha'$ -фазы, образовавшейся до предела прочности, $M_p$ (ферритные числа)	ауст. при 1050 °C, 60 мин	0,78	0,12	0,07	0,05
	ауст. при 1150 °C, 60 мин	0,27	0	0,06	0
	ауст. при 1150 °C, 60 мин + облуч. ( $2 \cdot 10^{20}$ нейтр./см <sup>2</sup> )	0,36	0,12	0	0
Количество $\alpha'$ -фазы перед разрушением образца, (под нагрузкой) $M_n$ (ферритные числа)	ауст. при 1050 °C, 60 мин	2,34	0,56	0,21	0,13
	ауст. при 1150 °C, 60 мин	0,82	0,12	0,08	0,09
	ауст. при 1150 °C, 60 мин + облуч. ( $2 \cdot 10^{20}$ нейтр./см <sup>2</sup> )	1,96	0,28	0,18	0,10
$\frac{M_p}{\delta_p - \delta_{кр}} = I_p$ (ферритные числа)	ауст. при 1050 °C, 60 мин	0,031	0,006	0,022	0,033
	ауст. при 1150 °C, 60 мин	0,010	0	0,011	0
	ауст. при 1150 °C, 60 мин + облуч. ( $2 \cdot 10^{20}$ нейтр./см <sup>2</sup> )	0,011	0,008	0	0
$\frac{M_n - M_p}{\delta_{общ} - \delta} = I_{нерав}$ $\delta = \delta_p$ , если $\delta_p > \delta_{кр}$ $\delta = \delta_{кр}$ , если $\delta_p < \delta_{кр}$ (ферритные числа)	ауст. при 1050 °C, 60 мин	0,284	0,053	0,027	0,016
	ауст. 1150 °C, 60 мин	0,086	0,028	0,004	0,022
	ауст. при 1150 °C, 60 мин + облуч. ( $2 \cdot 10^{20}$ нейтр./см <sup>2</sup> )	0,225	0,028	0,028	0,033

Наряду с тем для стали, с термообработкой при 1050 °C, 1 ч, наблюдаются высокие значения интенсивности  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -перехода. О том, что аустенизация с более высокой температурой не способствует образованию  $\alpha'$ -фазы свидетельствует также тот факт, что величина критической степени деформации зарождения  $\alpha'$ -фазы больше у стали II. В то же время условные значения критических напряжений зарождения  $\alpha'$ -фазы для сталей, характеризующихся различными параметрами аустенизации, практически одинаковы. Если

сопоставить значения общей деформации для этих двух сталей с различной термообработкой, то можно прийти к выводу, что образование и накопление  $\alpha'$ -фазы в стали II происходит по некоторой оптимальной кинетике, обеспечивающей живучесть материала на стадии локализации деформации.

Еще один установленный экспериментально факт, заслуживающий внимания, заключается в том, что нейтронное облучение даже таким, сравнительно высоким, флюенсом, как  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup>, практически не повлияло на

температуру испытания, при которой еще регистрируется  $\alpha'$ -фаза. Величина этой температуры ( $M_d$ ) как для необлученной, так и для облученной нейтронами стали 12X18H10T составляет  $\sim 100^\circ\text{C}$ .

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Из полученных экспериментальных данных следует, что уменьшение температуры аустенизации

с 1150 до  $1050^\circ\text{C}$  (60 мин) негативно влияет на развитие мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения при холодной пластической деформации реакторной стали 12X18H10T. При увеличении температуры испытания от 20 до  $100^\circ\text{C}$  значения характеристик прочности и пластичности стали изменяются следующим образом (табл. 3).

Таблица 3

Температурные изменения характеристик прочности и пластичности стали

Наименование	$\sigma_{0,2}$	$\sigma_B$	$\delta_p$	$\delta_{\text{общ}}$	$\delta_{\text{кр}}$	$\sigma_{\text{кр}}$
Сталь I, необлучен.	практически постоянно	уменьшается при $50^\circ\text{C}$ , далее постоянно	уменьшается (на 30...35 %)	уменьшается (на 35 %)	увеличивается	не изменяется
Сталь II, необлучен.	монотонно уменьшается	монотонно уменьшается (на 20 %)	уменьшается (на 45 %)	уменьшается (на 40 %)	увеличивается	уменьшается
Сталь II, облучен.	монотонно уменьшается	монотонно уменьшается	уменьшается (на 14 %)	уменьшается (на 7 %)	увеличивается	уменьшается

Повышение температуры деформации метастабильной стали 12X18H10T приводит к существенному уменьшению количества мартенситной  $\alpha'$ -фазы, накапливаемой к моменту разрушения необлученных и облученных нейтронами образцов. При температурах испытания выше  $100^\circ\text{C}$   $\alpha'$ -фазы в процессе растяжения не образуется, и эта температура ( $M_d$ ) в результате облучения до флюенса  $2 \cdot 10^{20}$  нейтр./см<sup>2</sup> не изменяется.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. О.П. Максимкин. *Дефекты упаковки, их энергия и влияние на свойства облученных металлов и сплавов*. Алматы, 2010, с. 72
2. О.П. Максимкин, А. Налтаев, Б.К. Рахашев, Д.Г. Бердалиев. Влияние температуры аустенизации и старения на мартенситное  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение при

деформации нержавеющей хромоникелевых сталей, облученных электронами и ионами // *КазНТУ. Серия Физическая*. 2008, № 4, с. 113-117.

3. О.П. Максимкин. *Автоматизированный комплекс установок и экспериментальные методики для исследования физико-механических свойств облученных материалов*: Препринт 2-94 ФТИ НАН РК, Алматы, 1994, с. 31.

4. N.J. Petch, E.O. Hall // *Philos. Mag.* 1962, v. 7, p. 45; *Атомная структура межзеренных границ*. М.: «Мир», 1978, с. 350.

5. О.П. Максимкин, К.В. Цай. Магнитометрическое исследование особенностей мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения в облученной нейтронами стали 12X18H10T // *Металлы*. 2008, №5, с. 39-47.

Статья поступила в редакцию 04.05.2012 г.

### ВПЛИВ ПАРАМЕТРІВ АУСТЕНІЗАЦІЇ НА ФІЗИКО-МЕХАНІЧНІ ВЛАСТИВОСТІ НЕОПРОМІНЕНОЇ І ОПРОМІНЕНОЇ НЕЙТРОНАМИ СТАЛІ 12X18H10T, ДЕФОРМОВАНОЇ В ІНТЕРВАЛІ ТЕМПЕРАТУР 25...100 °C

*О.П. Максимкін, А. Налтаєв, А.Н. Бахтибаєв, Ш.Р. Курбанбеков*

Досліджено вплив температури аустенизації на характеристики міцності й пластичності, а також магнітні властивості сталі 12X18H10T, неопроміненої й опроміненої нейтронами. Показано, що зменшення температури аустенизації з 1150 до  $1050^\circ\text{C}$  негативно впливає на розвиток мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -перетворення при холодній деформації.

### INFLUENCE OF AUSTENIZATION PARAMETERS ON PHYSICAL-MECHANICAL PROPERTIES OF NONIRRADIATED AND NEUTRON-IRRADIATED 12Cr18Ni10Ti STEEL DEFORMED IN TEMPERATURE INTERVAL 25...100 °C

*O.P. Maksimkin, A. Naltayev, A.N. Bahtibayev, Sh.R. Kurbanbekov*

The influence of austenization temperature on characteristics of hardness, ductility and magnetic properties of non-irradiated and irradiated with neutrons 12Cr18Ni10Ti steel was investigated. It was shown that a decrease in austenization temperature from 1150 to  $1050^\circ\text{C}$  results in a negative impact on martensitic  $\gamma \rightarrow \alpha'$  transformation at cold deformation.