

О.П. МАКСИМКИН, Б.К. РАХАШЕВ

ТЕПЛОВЫЕ И МАГНИТНЫЕ ЭФФЕКТЫ ПРИ ОТЖИГЕ ПЛАСТИЧЕСКИ ДЕФОРМИРОВАННОЙ ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т

Приводятся результаты по магнитометрическому и дериватографическому исследованию эффектов, регистрируемых при отжиге необлученных и облученных нейtronами деформированных образцов нержавеющей хромоникелевой стали.

Известно, что холодная пластическая деформация метастабильных аустенитных сталей индуцирует образование в парамагнитной γ -матрице (ГЦК) мартенситной ферромагнитной α' -фазы (ОЦК). Установлено /1/, что в результате облучения сталей нейтронами уменьшается критическая степень деформации (σ_{kp}), соответствующая началу образования α' -фазы при растяжении и повышается интенсивность фазового $\gamma \rightarrow \alpha'$ -перехода. Последнее приводит к тому, что количество α' -фазы, накапливаемое в материале к одинаковой степени деформации, в облученной стали может оказаться значительно больше, чем в необлученной.

Отжигая деформированную сталь при температурах больших, чем 700-800°C, можно добиться полного исчезновения α' -фазы и перевода кристаллической решетки в фазонаклепанное γ -состояние /2/. Показано, что в процессе отжига деформированных стальных образцов, содержащих α' -фазу, наблюдаются такие эффекты, как изменения микроструктуры /3, 4/, микротвердости /5/, линейных размеров /6/, параметра решетки /7/, тепловые эффекты /8/ и др. При этом большинство исследований выполнено на необлученных материалах, в то время как определенный научный и практический интерес представляют собой работы по изучению процесса обратного мартенситного $\alpha' \rightarrow \gamma$ -превращения в сталях, облученных высокогенергетическими частицами.

В настоящей работе представлены предварительные результаты по магнитометрическому и дериватографическому исследованию эффектов, регистрируемых при отжиге необлученных

и облученных нейтронами деформированных образцов стали 12Х18Н10Т.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТОВ

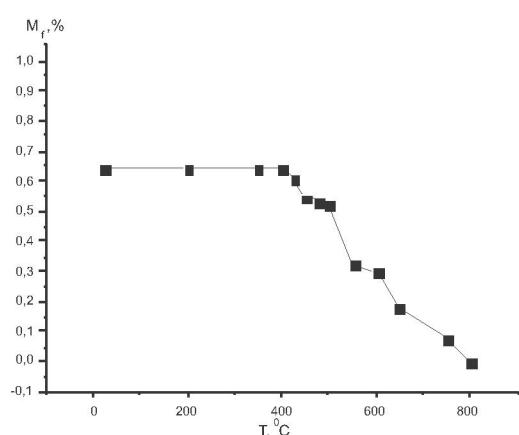
Исследовали реакторную хромоникелевую аустенитную нержавеющую сталь, химический состав которой приведен в таблице 1.

Гантелеобразные образцы, выточенные из холоднокатанного стального прутка, имели следующие размеры рабочей части: длина – 10 мм, диаметр – 1,7 мм. В торцевой части одной из головок образца высверливали нишу (1x2 мм) под термопару. Часть термообработанных (1150°C, 1 час) образцов облучали в активной зоне реактора ВВР-К до флюенса $5 \cdot 10^{18}$ н/см² при температуре ~80°C.

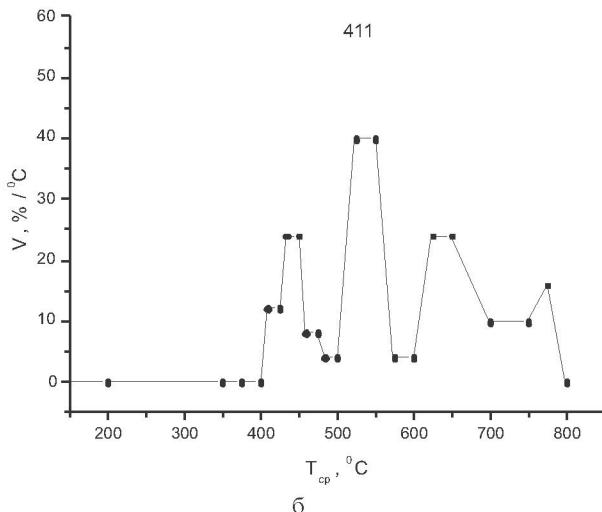
С целью образования мартенситной α' -фазы в структуре аустенитной стали необлученные и облученные нейтронами образцы были деформированы при комнатной температуре со скоростью 0,5 мм/мин до образования в них стабильной шейки. Этот момент соответствовал ~60% общей деформации для необлученной и ~40% для облученной стали. После растяжения измеряли содержание магнитной α' -фазы (M_1) и ее распределение по длине в каждом деформированном образце. Часть деформированных таким образом проб была подвергнута изохронным (40 мин) отжигам в интервале температур 20-900°C в электрической печи СУОЛ-0442М2 (Эксперимент I. Изохронные отжиги). Во время этого эксперимента печь разогревали до необходимой температуры, после чего в нее помещалась вакуумированная колба с образцом. Скорость нагрева

Таблица 1. Химический состав стали 12Х18Н10Т

Материал	Fe	C	Cr	Ni	Ti	Si	Mn
12Х18Н10Т	Основа	0,12	17,0	10,66	0,5	0,34	1,6



а

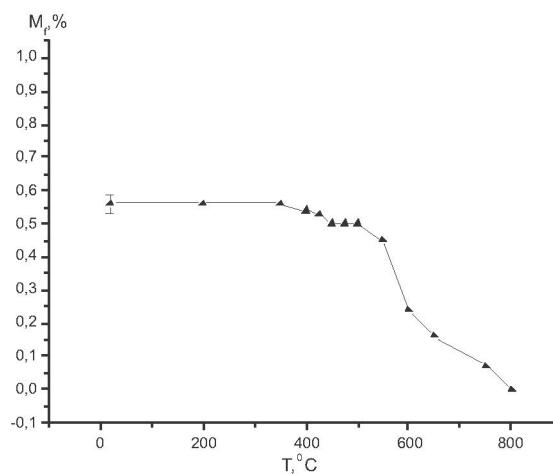


б

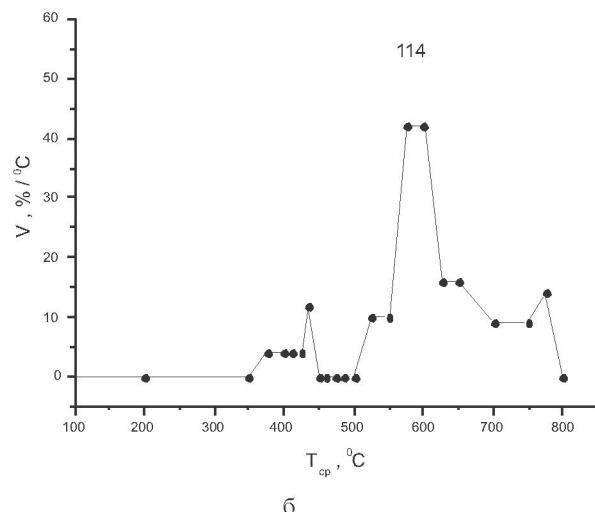
Рис. 1. Температурные изменения магнитной α' -фазы в шейке (а) и интенсивности отжига α' -фазы в необлученном деформированном на 60% образце (№ 411) стали 12Х18Н10Т (б)

образца до заданной температуры была различной и составляла в районе температуры 400°C – 15,8, 600°C – 30,5, 800°C – 65 град/мин.

Другую часть деформированных образцов нагревали с постоянной скоростью в дериватографе Q-1000 (Венгрия) (Эксперимент II. Линейный нагрев). С этой целью 3 образца (эталон, необлученный+деформированный, облученный+деформированный) по отдельности помещали в печь дериватографа так, чтобы измерительная хромель-алюмелевая термопара плотно входила в нишу в головке деформированного образца. Далее проводили линейный нагрев со скоростью 5 град/мин до температуры 900°C, одновремен-



а



б

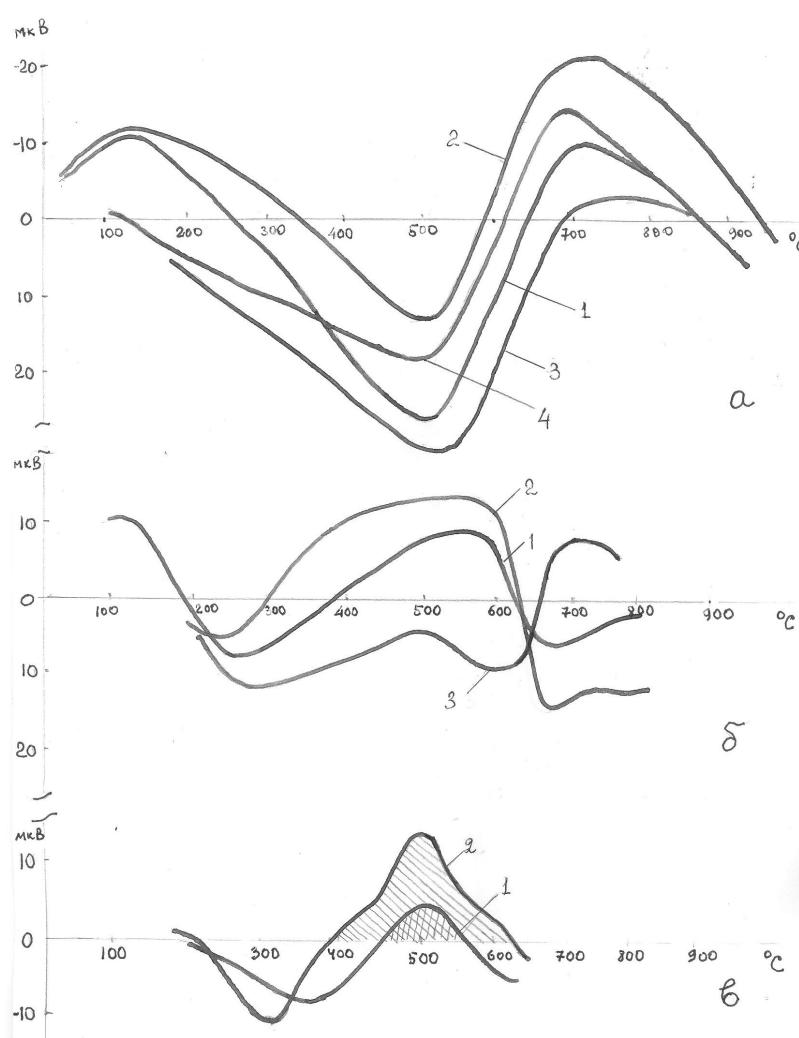
Рис. 2. Температурные изменения магнитной α' -фазы в шейке (а) и интенсивности отжига α' -фазы в облученном нейтронами ($5 \cdot 10^{18}$ н/см²), деформированном на 40% образце (№ 114) стали 12Х18Н10Т (б)

но регистрируя показания термопары и изменение массы образца (вследствие окисления и др.). Полученные дериватограммы последовательно графически вычитали друг из друга с тем, чтобы исключить влияние побочных факторов и зафиксировать только влияние внешнего воздействия (деформации, облучения) на материал.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Эксперимент I. Изохронные отжиги.

После каждого отжига необлученного и облученного нейтронами деформированных образцов проводились замеры содержания α' -фазы в

Рис. 3. Термовые эффекты, сопровождающие $\alpha \rightarrow \gamma$ превращение в стали 12Х18Н10Т:

а) первичные дериватограммы, полученные при отжиге деформированных образцов; б) то же, что и на рисунке а, только после вычитания из всех кривых рисунка 3а, график 4; в) то же, что и на рисунке б, только после вычитания из всех кривых рисунка 3б, график 3.

1 – необлученный; 2 – облученный нейтронами ($5 \cdot 10^{18}$ н/см²);

3 – необлученный, деформированный на 20%; 4 – необлученный, деформированный на 10%.

шейке. Результаты измерений представлены на рисунках 1а и 2а. Видно, что при одних температурах α' -фаза отжигается быстро, при других – вообще не отжигается. В этой связи с целью изучения закономерностей отжига M_f целесообразно ввести величину $I = \Delta M_f / \Delta T$ – интенсивность отжига, характеризующую скорость уменьшения M_f при различных температурах.

Графики изменения интенсивности отжига α' -фазы в зависимости от средней температуры в исследуемом интервале приведены на рисунках 1б и 2б. На этих графиках можно наблюдать характерные максимумы, т.е. имеются температурные участки, на которых интенсивность за-

метно увеличивается. Проследив за первым пиком, мы видим, что у необлученного образца и облученного до флюенса $5 \cdot 10^{18}$ н/см² он находится в интервале 400–475°C, с максимумом при средней температуре 435 и 410°C соответственно.

Второй характерный пик интенсивности также имеет свои особенности. У всех образцов (облученного и необлученного) он имеет значения больше, чем первый пик и при этом видно значительную разницу размещения второго пика по оси температур. Для необлученной стали и облученной нейтронами до $5 \cdot 10^{18}$ н/см² этот пик находится в интервале от 500 до 570°C с максимальным значением интенсивности при температуре 525°C.

Можно сделать вывод, что в результате нейтронного воздействия интенсивность отжига магнитной α' -фазы смещается в область более высоких температур и процесс отжига в облученной стали происходит дольше, чем в необлученной.

Анализируя полученные графики, можно видеть, что имеется еще третий пик интенсивности отжига. Этот пик явно выражен на графике для необлученного образца, тогда как для образца, облученного флюенсом $5 \cdot 10^{18}$ н/см², он практически сливаются со вторым пиком.

Независимо от того была сталь облучена нейтронами или нет, полный отжиг магнитной α' -фазы наблюдается при температуре 800°C.

Эксперимент II. Линейный нагрев

На рисунке За приведены первичные кривые изменения показаний термопары во время нагрева образца в дериватографе с постоянной скоростью. Видно, что знак теплового эффекта изменяется в различных температурных областях: он положителен при температурах от 400 до 700°C и отрицателен при T<400°C и при T>700°C. Полагая, что при деформации 10% в данной стали α -мартенсит еще не образуется, можно отнести все процессы к процессам, протекающим при отжиге пластически деформированной аустенитной структуры. Таким образом, вычитая графически дериватограмму для 10% из кривых, соответствующих большим величинам деформации, получаем рис. 3б. С полученными кривыми поступим также: вычитаем из дериватограмм для облученной стали (28%) и для образца, деформированного на 30%, кривую, соответствующую деформации на 20%. Тем самым мы избавляемся от возможных тепловых эффектов, связанных с отжигом ϵ -мартенсита (ϵ -фаза в настоящих экспериментах специально не отслеживалась и не исключено ее наличие в облученном деформированном образце). Окончательно, на рис. 3в, приведены лишь две кривые, одна из них относится к необлученному стальному образцу, деформированному на 30%, другая – к облученному нейтронами, деформированному на 28%. Из рисунка 3в видно, что, начиная с 200°C, регистрируются положительные тепловые эффекты, соответствующие, по-видимому, образованию новой порции мартенситной α -фазы. О возможности такого процесса сообщается, например, в работе /6/, и он связывается с термической релаксацией напряжений сжатия, препятствующих

образованию α' -мартенсита при растяжении. С учетом того, что в обоих деформированных образцах наблюдали стабильную шейку, то не исключено, что в нашем случае при сложно-напряженном состоянии в области шейки мы фиксируем те же процессы релаксации напряжений сжатия.

Начиная с 400°C в облученном, и несколько позже в необлученном образце, регистрируются отрицательные тепловые эффекты, связанные, вероятнее всего, с отжигом мартенситной α' -фазы, образовавшейся при растяжении. Подтверждением тому являются результаты экспериментов по изучению изменения ферромагнитной фазы при отжиге (рис. 1 и 2), описанные выше.

Заключение

Процессы отжига в холоднодеформированной необлученной и облученной нейтронами ($5 \cdot 10^{18}$ н/см²) нержавеющей стали 12Х18Н10Т сопровождаются магнитными и тепловыми эффектами.

Отжиг ферромагнитной α' -фазы, индуцированной деформацией, начинается при температуре около 400°C, протекает в 3 стадии и заканчивается при 800°C как в необлученной, так и в облученной стали. Наиболее интенсивно обратное $\alpha' \rightarrow \gamma$ -превращение протекает на второй стадии в районе температур 500-600°C.

Дериватографическими исследованиями зарегистрированы процессы выделения тепла в интервале температур 200-400°C и поглощения тепла при температурах 400-650°C, что обусловлено образованием дополнительного количества α -фазы и обратным мартенситным $\alpha \rightarrow \gamma$ превращением, соответственно.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ибрагимов Ш.Ш., Максимкин О.П., Садвакасов Д.Х. Мартенситное превращение и механические свойства стали 12Х18Н10Т, облученной нейтронами. // ФММ, 1990, № 7, стр. 199-201.
2. Максимкин О.П., Садвакасов Д.Х. Влияние температуры деформации и отжига на мартенситное превращение. // ФММ, 1992, № 5, стр. 136-139.
3. Земцова Н.Д., Ануфриева Е.И. Кинетика и механизм реализации обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения в метастабильных сплавах Fe-Ni-Ti. I – Дилатометрическое, рентгеноструктурное, магнитометрическое и металлографическое исследование процесса обратного превращения. // Физика металлов и металловедение, 2007, т.104, № 6, стр. 594-604.
4. Земцова Н.Д., Кабанова И.Г., Ануфриева Е.И. Кинетика и механизм реализации обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ превращения в

метастабильных сплавах Fe-Ni-Ti. II – Электронно-микроскопическое исследование структуры сплава. // Физика металлов и металловедение, 2008, т.105, № 1, стр. 23-40.

5. Smith H., West D.R. The reversion of martensite to austenite in certain stainless steels. // J. Mater. Sci., 1973, v.8, N 10, pp. 1413-1320.

6. Лурье С.А., Потапов Н.Н., Демин Е.Л. Структура и фазовые превращения в холоднодеформированной стали Fe-18Cr-9Ni. // Металловедение и термическая обработка металлов, 1978, № 6, стр. 8-12.

7. Висков А.С., Крылов В.Д. Рентгенографическое исследование кинетики обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ перехода в стали X18H10T. // Известия АН СССР, Металлы, 1974, № 3, стр. 173-177.

8. Stout R.K. and Brooks C.R. Heat effects upon annealing plastically deformed 304L stainless steel// Scripta Metallurgica, v.10, 1976, pp. 741-746.

Резюме

Сәулеленбекен және нейтрондармен сәулеленген деформацияланған тотбаспайтын хромникельді болатты күйдіргендеге тіркелетін эффектілерді магнитометрлік және дериваторграфиялық зерттеулердің нәтижелері келтірілген.

Summary

The results of magnetometric and termogravimetric investigation of effects, registered during annealing non-irradiated and irradiated by neutron deformed samples of chrom-nicel stainless steels are represented.

Институт ядерной физики,
г. Алматы
Международный Казахско-
Турецкий университет,
г. Шымкент

Поступила 19.04.09 г.