

# *Радиационная физика и физика твердого тела*

---

УДК 669.15'24'26-194

*K. V. ЦАЙ*

## **АНАЛИЗ МИКРОМЕХАНИЗМОВ ЛОКАЛИЗАЦИИ ДЕФОРМАЦИИ В ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ СТАЛИ 12Х18Н10Т**

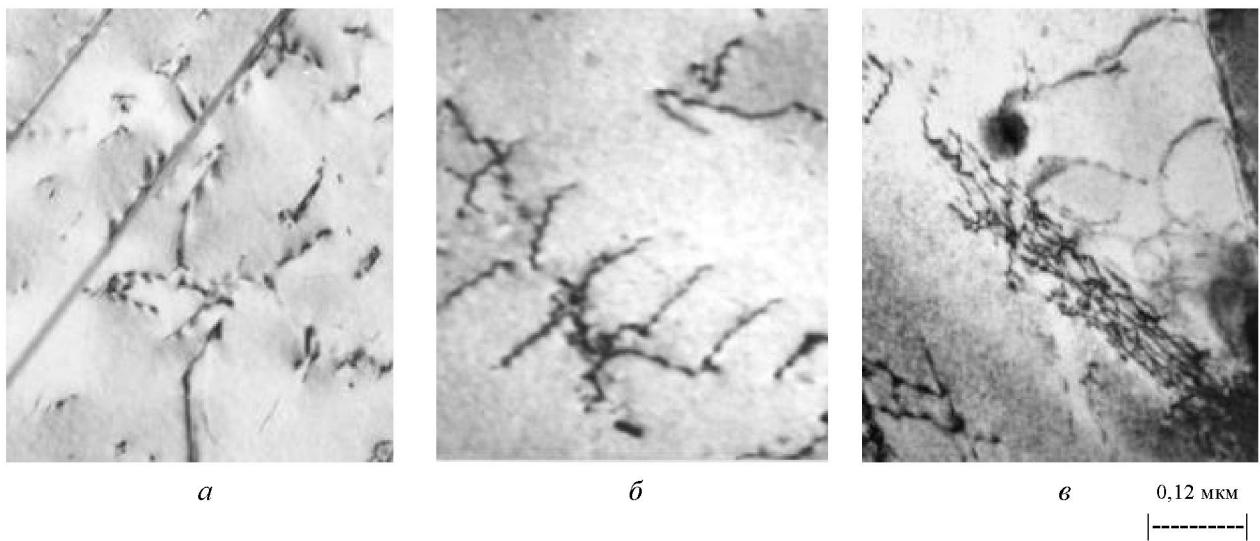
С помощью просвечивающей электронной микроскопии определены энергии дефектов упаковки в стали 12Х18Н10Т, облученной нейtronами до флюенсов  $1,4 \cdot 10^{19}$ ,  $1,3 \cdot 10^{20} \text{ н/см}^2$  и необлученной. Развита модель зарождения деформационных двойников по схеме «скользящего источника» в стали, содержащей радиационные дефекты. Для облученных стальных образцов определены величины критических напряжений образования бездефектных дислокационных каналов и двойников.

**Введение.** Известно, что на формирование деформационной микроструктуры в аустенитных сталях влияет целый ряд факторов, таких как величина энергии дефекта упаковки (ЭДУ), температура деформации, предварительное упрочнение твердого раствора, степень аустенизации и пр. Исследование структурных особенностей пластической деформации с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) включает определение типов дислокационных структур (ДС), плотности тонких механических двойников по одной или нескольким системам двойникования, характера развития полосовых субструктур и поворотных мод деформации [1]. Особый интерес представляет рассмотрение микроструктуры в области небольших деформаций ( $\varepsilon < 0,2$ ), где можно эффективно выделить действие различных механизмов пластического течения и определить их закономерности. Одной из таких закономерностей в аустенитных сталях является конкуренция основных типов ДС (ячеистого и планарного), обусловленная затруднением поперечного скольжения винтовых дислокаций. Факторами, ответственными за затрудненное поперечное скольжение и формирование планарной ДС (плоских скоплений дислокаций, однородной сетки и пр.), являются низкие ЭДУ и высокое решеточное трение [2, 3]. Эти же причины обуславливают раннее появление в стали деформационных двойников [4]. Необходимым условием образования планарных ДС и раннего двойникования является повышение уровня предварительной прочности аустенитной матрицы, что возможно в результате: твердорасторвного упрочнения посредством легирования; деформации при отрицательных температурах или пред-

варительного облучения высокоэнергетическими частицами (нейтрона-ми, альфа-частицами). Как показано в работах [5-8] в микроструктуре сталей AISI 316, 316LN с низкими ЭДУ ( $10-14 \text{ МДж/м}^2$ ), облученных нейтронами до повреждающей дозы  $> 0,1 \text{ сна}$ , наблюдалось образование планарных ДС, двойников деформации и бездефектных дислокационных каналов.

В работе [9] были представлены результаты микроструктурных исследований образцов стали 12Х18Н10Т, необлученной и облученной нейтронами в исследовательском реакторе ВВР-К (при температуре  $< 80^\circ\text{C}$ ) до флюенсов  $1,4 \cdot 10^{19}$ ,  $1,3 \cdot 10^{20} \text{ н/см}^2$ . Деформация стальных образцов проводилась по схеме одноосного растяжения до различных значений локальных деформаций  $\varepsilon$ . При малых деформациях ( $\varepsilon < 0,2$ ) наблюдалось образование плоских скоплений дислокаций и сетчатой ДС, а также раннее двойникование по 1-й, 2-м системам. При более высоких  $\varepsilon$  имели место стесненное – «аккомодационное» двойникование и мартенситное  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращение. Кроме того в стали, облученной флюенсом  $1,3 \cdot 10^{20} \text{ н/см}^2$ , при малых  $\varepsilon$  были обнаружены бездефектные дислокационные каналы, как правило, предваряющие появление механических двойников. Далее в работе для краткого обозначения исследуемых стальных образцов введены следующие обозначения: облученная сталь с предварительной аустенизацией при  $1050^\circ\text{C}/30$  минут и флюенсом  $1,4 \cdot 10^{19} \text{ н/см}^2$  – Ф1, с флюенсом  $1,3 \cdot 10^{20} \text{ н/см}^2$  – Ф2; необлученная сталь с аустенизацией при  $1050^\circ\text{C}/1$  час – Н.

Целью данной работы явилось определение и анализ силовых параметров начала действия различных деформационных механизмов (сколь-



**Рис. 1.** Изображения близких к равновесию тройных узлов полной и расщепленных дислокаций в плоскости (111) для необлученной (*а*) и облученной нейтронами до флюенсов  $1,4 \cdot 10^{19} \text{ н}/\text{см}^2$  (*б*) и  $1,3 \cdot 10^{20} \text{ н}/\text{см}^2$  (*в*) стали 12Х18Н10Т при  $\epsilon \sim 0,05-0,07$

жения, двойникования, образования каналов и индуцированного деформацией  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения), а также выявление их взаимосвязи с такими характеристиками деформационной микроструктуры как плотность дислокаций и двойников.

**Оценка энергии дефекта упаковки исследуемой стали 12Х18Н10Т.** Энергию дефекта упаковки  $\gamma_0$  в стали 12Х18Н10Т, необлученной и после облучения до различных флюенсов, определяли с использованием ПЭМ-методики анализа тройных узлов дислокационной сетки [10].

Аналогично работам [11, 12] оценка ЭДУ осуществлялась по формуле

$$\gamma_0 = 0,3Gb_1^2 / W, \quad (1)$$

где  $W$  – ширина узла;  $b_1 = 0,146 \text{ нм}$  – длина вектора Бюргерса  $\bar{b}_1 = a/6\langle 211 \rangle$  частичной дислокации Шокли;  $G$  – модуль сдвига ( $G = 78,7 \text{ ГПа}$  при  $T = 300 \text{ К}$  [13]). Заметим, что оценка по тройным узлам не учитывает тип частичных дислокаций (краевой / винтовой), образующих данный узел.

Оценка ЭДУ равновесных тройных узлов, дает следующие средние величины для необлученной и облученной нейтронами стали:  $23,0 \pm 1,3 \text{ мДж}/\text{м}^2$  (Н),  $18,0 \pm 1,1 \text{ мДж}/\text{м}^2$  (Ф1, Ф2). Заметим, что ЭДУ для стальных образцов с различными флюенсами облучения отличаются слабо, «укладываясь» в пределы статистической погрешности измерений. Полученные значения

неплохо согласуются с данными по ЭДУ, полученными на однотипных сталях [14, 15].

Результаты микроскопического определения  $\gamma_0$  в стали 12Х18Н10Т следует критически рассматривать с позиций влияния облучения на структуру дефектов и элементный состав материала. Известно, что в облученных сплавах подвижные примеси внедрения (С, N, Si и пр.) могут перераспределяться на границах зерен, дислокациях, дефектах упаковки и радиационных дефектах. Поверхности раздела в силу сегрегационных процессов обедняются атомами Сг и обогащаются Ni [16, 17]. С ростом повреждающей дозы сегрегационные эффекты усиливаются, даже при относительно невысоких температурах облучения создаются благоприятные условия для формирования карбонитридных предвыделений (зон Гинье-Престона) и выделений [18, 19], а также может существенно измениться состав первичных карбидных частиц [20]. В результате перечисленных факторов локальный элементный состав облученного сплава может заметно отличаться от исходного, что, в свою очередь, влияет на ЭДУ. Такого рода зависимость часто выражается в виде полуэмпирических формул (например,  $\gamma_0 = 25,7 + 2 (\% \text{Ni}) + 410 (\% \text{C}) - 0,9 (\% \text{Cr}) - 77 (\% \text{N}) - 13 (\% \text{Si}) - 1,2 (\% \text{Mn}) \text{ мДж}/\text{м}^2$  [21]), из которых видно, что изменение содержания компонентов сплава по-разному влияют на величину ЭДУ. В частности, увеличение содержания атомов N, Si уменьшает ЭДУ, а увеличение Ni, C,

напротив, повышает. В нашем случае полученная средняя величина ЭДУ облученной стали несколько ниже ЭДУ необлученной стали. (Заметим, что увеличение флюенса нейтронного облучения на порядок не приводит к существенному изменению ЭДУ в стали 12Х18Н10Т. По-видимому, это обусловлено достаточно низкой температурой облучения.) Здесь, однако, следует принимать во внимание, что в случае необлученной стали был применен режим аустенизации при 1050°C в течении 1 часа (при 30 минутах отжига для облученной). Более длительное время высокотемпературного отжига помимо роста размеров зерна должно закономерно приводить к перепреключению значительной части крупных карбидов TiC в матрице, по границам зерен и к дополнительному обогащению твердого раствора атомами углерода, а следовательно к повышению ЭДУ. Облучение же, напротив, «связывает» атомы углерода в устойчивые комплексы, обедняя ими матрицу и способствуя понижению ЭДУ.

**Характеризация состояния стали 12Х18Н10Т после облучения.** Низкие значения температуры облучения (<80°C) и набранной повреждающей дозы (~ 0,01 сна (Ф1) и ~ 0,1 сна (Ф2)) в исследовательском реакторе ВВР-К предполагают наличие в микроструктуре стали после облучения только кластеров точечных дефектов типа black dots междуузельной или вакансационной природы. При наблюдении в ПЭМ кластеры определяются по черно-белому контрасту на границе поля упругого искажения микроструктуры вблизи дефектов. Мелкие кластеры, содержащие малое количество точечных дефектов, создают ничтожные по протяженности искажения, которые практически не выявляются с помощью электронного микроскопа. Согласно, например, [5] в стали 316LN после облучения альфа-частицами до дозы 0,015 сна кластеры в микроструктуре почти не заметны, тогда как при дозе 0,15 сна и выше, они уже хорошо различимы. В нашем случае дозы нейтронного облучения относительно невелики, потому радиационные дефекты при стандартном наблюдении большей частью не выявляются. Без привлечения более тонких методов регистрации мелких дефектов (например, метода электронно-позитронной аннигиляции [22]) об их наличии можно корректно судить только по радиационному упрочнению стали, т.е. по приросту микротвердости  $\Delta H_\mu$  или

предела текучести  $\Delta\sigma_{02}$ . Если пользоваться оценочной формулой теории барьерного упрочнения Орована [23]  $\Delta\sigma_{02} = M\alpha Gb\sqrt{N_i \cdot \bar{d}_i}$  (при  $M = 3,06$ ;  $b = 2,53 \cdot 10^{-10}$  м,  $\alpha = 0,2$ ) и пренебречь линейным дислокационным вкладом (который практически не меняется при достаточно малых флюенсах облучения), то при среднем размере кластеров  $\bar{d}_i \sim 2$  нм и  $\sigma_{02}$  (иск) = 210 МПа (для режима аустенизации стали 12Х18Н10Т при 1050°C/30 мин.) плотность кластерных дефектов  $N_i$  должна составлять примерно  $\sim 3 \cdot 10^{23}$  м<sup>-3</sup> (Ф1) и  $4 \cdot 10^{23}$  м<sup>-3</sup> (Ф2). (По порядку величины это хорошо согласуется с результатами [24] облучения нейтронами стали 316 до дозы 0,1 сна.) При этом радиационное упрочнение матрицы составляет, соответственно, 290 МПа (Ф1) и 330 МПа (Ф2) [9].

**Особенности деформации в облученной стали 12Х18Н10Т при малых ε.** *Образование бездефектных каналов.* Образование дислокационных бездефектных каналов, как и двойникование, является одним из механизмов микролокализации пластического течения деформируемого материала. Известно [5-8], что образование каналов наблюдается в сталях, подвергнутых облучению высокоэнергетическими частицами до сравнительно невысоких повреждающих доз (не более 10-15 сна) при низких температурах (<100°C), когда материал однородно упрочняется кластерами дефектов (black dots) нанометрового размера и меньше, которые по своей природе могут быть вакансационными или междуузельными. Согласно принятой классификации [25] такими дефектами часто считаются очень мелкие дислокационные петли с внутренним ДУ и тетраэдры дефектов упаковки. Для столь малых по размеру радиационных дефектов можно оправданно допустить возможность их эффективного выметания движущимися дислокациями в протяженных каналах. Как правило, сотни или тысячи дислокаций вовлекаются в процесс формирования чистого от дефектов канала за очень короткое время ~ 1 мс. В результате такого воздействия наблюдается существенное ослабление упрочнения материала в каналах, сопровождающееся множественным, свободным от напряжений радиационного упрочнения скольжением полных и частичных дислокаций в каналах. Заметим, что взаимодействие расщепленных

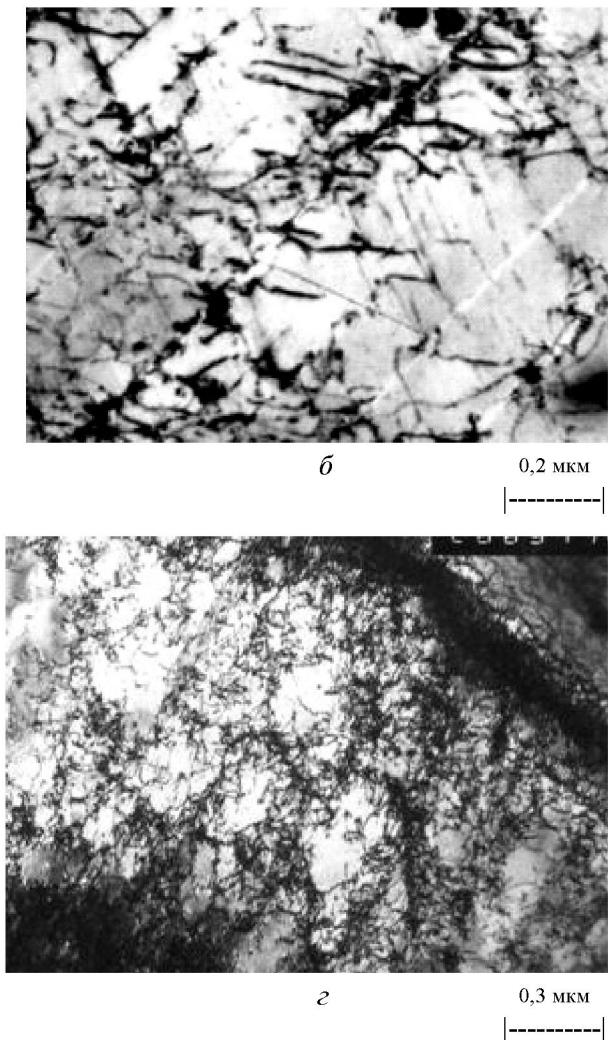
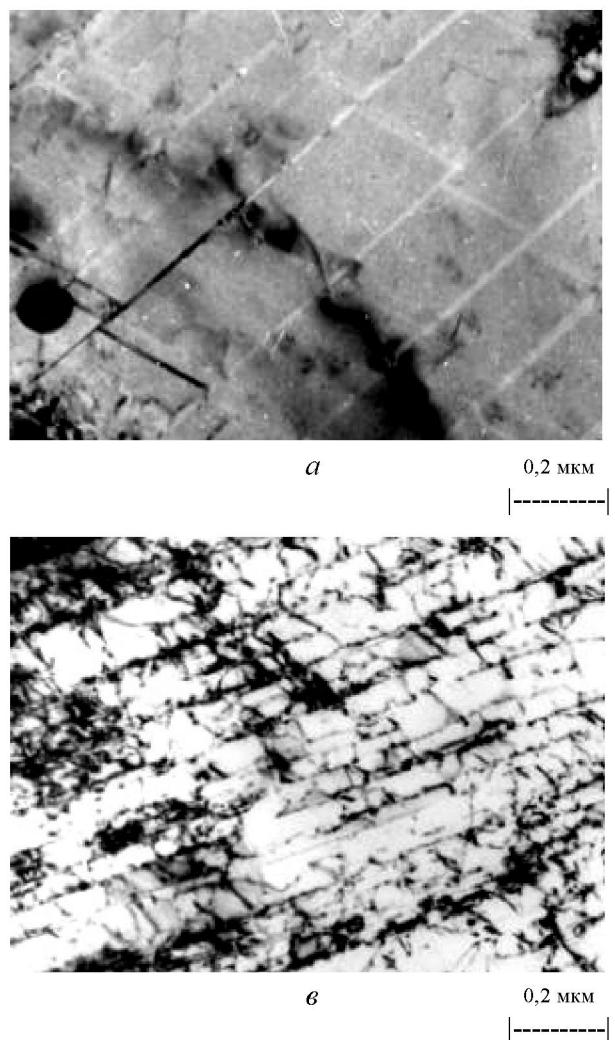
дислокаций в каналах может приводить к облегченному формированию «игл» микродвойников на ранних стадиях деформации облученного материала.

Критическое напряжение сдвига  $\tau_c$ , необходимое для начала образования каналов в облученных материалах, оценивалось из формулы [7]

$$\tau_c = \tau_0 + \frac{G \cdot N_c b}{H_c}, \quad (2)$$

где  $\tau_0$  – предел текучести «на сдвиг» в необлученном материале;  $N_c$  – число полных дислокаций с вектором Бюргерса  $\vec{b}$  ( $b = 0,253$  нм), формирующих канал;  $H_c$  – «эффективная высота» или область релаксации напряжений в канале до полного снятия упрочняющего эффекта. Заметим, что в (2) критическое напряжение образования

каналов не зависит от  $\gamma_0$ . В случае низкотемпературного облучения и малых повреждающих доз каналы могут распространяться от одной субзеренной границы к другой, что может составлять десятки микрон. Как показали исследования дефектной микроструктуры стали 12Х18Н10Т, облученной до флюенса  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>, [9] и результаты работ [7, 8] на стали 316, наибольший сдвиг каналов  $\Delta_{\max}$  (или микродвойников, которые формируются в каналах) при пересечении встречным каналом, развивающимся в другой системе скольжения, составляет  $\sim 50$  нм (см. рис. 2, а). Здесь необходимо рассматривать именно максимальный сдвиг, поскольку микроструктурная картина может быть повернута под разным углом к оси наблюдения, в результате чего величина сдвига может казаться меньше, чем она есть на самом



**Рис. 2.** Типы деформационных субструктур в стали 12Х18Н10Т, облученной нейтронами до флюенсов  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup> (Ф2),  $\varepsilon \sim 0,1-0,14$  (а, б);  $1,4 \cdot 10^{19}$  н/см<sup>2</sup> (Ф1),  $\varepsilon \sim 0,08-0,12$  (в) и необлученной стали (Г),  $\varepsilon \sim 0,18-0,25$  (г)

деле. Тогда число полных дислокаций, необходимых для полного выметания дефектов из канала,  $H_C \approx 200$ . Величина  $H_C \approx 30$  мкм была взята из [7]. При значении критического скальвающего напряжения  $\tau_0 = 69$  МПа в необлученной поликристаллической стали 12Х18Н10Т из формулы (2) получаем напряжение образования каналов  $\sigma_C = 3,06 \cdot \tau_0 = 616$  МПа.

Согласно [9] для образцов Ф2 напряжение  $\sigma_C$  отвечает локальной деформации  $\varepsilon \approx 0,04$ ; для образцов Ф1 –  $\varepsilon \approx 0,07$ , при котором, согласно ПЭМ-данным активно развивается двойникование и отсутствуют каналы. Для стали 316 уровень критических напряжений образования каналов составляет  $\sim 640$  МПа в случае облучения дозой выше 0,1 сна при низких температурах [7]. Заметим, что существенное увеличение степени радиационного повреждения стали, сопровождающейся ростом размеров и плотности дефектов, качественным изменением их состава должно, по-видимому, привести к многократному увеличению числа дислокаций  $H_C$ , необходимых для локального восстановления микроструктуры. Можно также достаточно надежно прогнозировать, что при более высоких дозах облучения каналы не смогут уже распространяться на всю субзеренную длину, а будут ограничиваться случайными факторами формирования скоплений крупных дефектов и наличию относительно свободных полос между ними. Это может существенно сократить длину пробега дислокаций  $H_C$ . Будет ли при этом  $\tau_C$  увеличиваться или уменьшаться зависит от отношения экспериментально измеряемых величин  $H/H_C \sim \Delta_{\max}/H_C$ .

**Двойникование.** Согласно исследованиям [3, 4, 6], то, как будет развиваться деформационная микроструктура, во многом, зависит от характера деформационного упрочнения  $\sigma(\varepsilon)$  при малых  $\varepsilon$ , а также от соотношения величин критических напряжений образования каналов, двойникования и сил трения. В [7, 8] критическое напряжение двойникования, отвечающее началу образования микродвойников, рассчитывалось по формуле

$$\sigma_{dB} = \tau_{dB}^{KP} / \langle SF \rangle = \frac{\gamma_0}{b_1 \langle SF \rangle} = 6,14 \frac{\gamma_0}{b_1}, \quad (3)$$

где  $\tau_{dB}^{KP}$  – критическое напряжение начала двойникования;  $M = 1/\langle SF \rangle = 1/0,326 = 3,06$  – фактор Тейлора для поликристалла. Здесь частичная

дислокация Шокли с вектором Бюргерса является двойникующей дислокацией и развертывается в плоскости скольжения ДУ. Выражение в правой части формулы (3) определяет напряжение, необходимое для зарождения первого дефекта упаковки вычитания. В случае низких величин  $\gamma_0$ , например, в [7] при  $\gamma_0 = 14$  мДж/м<sup>2</sup> данная формула работает неплохо, давая оценочное значение напряжения двойникования  $\sigma_{dB} \sim 600$  МПа. В формуле (3)  $\sigma_{dB}$  зависит только от  $\gamma_0$  и для стали 12Х18Н10Т дает следующие величины напряжений: 970 МПа (Н), 760 МПа (Ф1, Ф2), которым отвечают  $\varepsilon \sim 0,67$  (Н), 0,18 (Ф1), 0,16 (Ф2). Для момента начала двойникования это сильно завышено, поскольку известно [9], что двойники появляются в данных материалах при гораздо более низких величинах локальных  $\sigma$  и  $\varepsilon$ . Более приемлемый вариант  $\sigma_T$  дает оценочный вариант [26], где используется формула (3), но с реально определенным с помощью методики дифракции обратного рассеяния электронов и усредненным по образцу фактором Шмида  $\langle SF \rangle^* = 0,465$  в отличие от обычно используемого для поликристалла фактора Тейлора. В этом случае оценочные величины напряжений начала двойникования следующие: 680 МПа (Н), 530 МПа (Ф1, Ф2). Это означает, что локальные деформации начала двойникования следующие  $\varepsilon \sim 0,29$  (Н), 0,02 (Ф1) и <0,002 (Ф2). Данный вариант ближе к результатам ПЭМ-исследований, согласно которым первые двойники наблюдались при напряжениях  $\sim 660$ –690 МПа (Н),  $\sim 580$ –660 МПа (Ф1, Ф2).

Необходимо отметить, что в стали Ф2 формирование первичных двойников происходит исключительно в каналах, где силы трения за счет торможения на радиационных дефектах, атомах примеси или дислокациях деформационного упрочнения близки к нулю. (Источником двойников в каналах могут служить участки торможения дислокаций при пересечении каналов «внешними» дислокациями сетки, другими каналами, субзеренными границами). Кроме того, как было показано в [9], двойникование начинается в образцах необлученной стали и Ф2-стали почти сразу по двум системам, что, в свою очередь, согласно [27] сдвигает средний полюс реализуемых двойниковых проекций поликристалла в стереографическом треугольнике по отношению к полюсу первичного двойникования, что, в свою очередь, может способствовать увеличению сред-

него фактора Шмита. В этом случае использование формулы (3) с более высоким значением  $\langle SF \rangle$  для определения  $\sigma_{\text{дв}}$  в стали Ф2 в какой-то мере оправдано, однако вызывает сомнение способность облученной стали двойниковаться уже при упругих нагрузках, тогда как каналы образуются намного позже. Для образцов Ф1 картина деформации микроструктуры отличается от случая Ф2, поскольку каналов здесь нет, а сразу начинается двойникование по одной системе. Все вышесказанное заставляет при оценке  $\sigma_{\text{дв}}$  кроме  $\gamma_0/b$ , принимать во внимание дополнительные вклады.

ПЭМ-исследования [28] показывают, что в материалах с низкой ЭДУ зародышами двойников являются ДУ-вычитания, образующиеся при расщеплении полных дислокаций с вектором Бюргерса  $b = a/2\langle 1\bar{1}0 \rangle$ , лежащих в плоскости (111), на частичные дислокации Шокли  $b_1 = a/6\langle 2\bar{1}\bar{1} \rangle$ ,  $b_2 = a/6\langle \bar{1}\bar{2}1 \rangle$ , а рост двойников идет по механизму наслойения ДУ. По аналогии с моделью «скользящего источника» [28], эффективно применяемого также и в случае твердорасторвного упрочнения [4], запишем

$$n\tau_{\text{дв}} = \gamma_0/b_1 + \tau_{\text{рад.упр.}}(b_1) + \tau_{\text{деф.упр.}}(b_1). \quad (4)$$

Здесь  $n = 2+4$  – концентратор напряжений для зарождения двойников [26];  $\tau_{\text{рад.упр.}}(b_1)$  – радиационное упрочнение, обусловленное взаимодействием скользящих дислокаций со встречными радиационными дефектами;  $\tau_{\text{деф.упр.}}(b_1)$  – деформационное упрочнение, определяемое в [29] как  $Gb_1\sqrt{\rho_d}$ , где  $\rho_d$  – плотность дислокаций скольжения до начала двойникования.

Критическое напряжение скольжения запишем аналогично [4] для полных дислокаций с вектором Бюргерса  $\vec{b}$

$$\tau_{\text{CK}}^{\text{KP}} = \tau_{\text{рад.упр.}}(b) + \tau_{\text{деф.упр.}}(b). \quad (5)$$

Плотность радиационных дефектов (кластеров) выражаем через плотность радиационных дислокаций:  $\rho_i = \pi \cdot \bar{d}_i N_i$  [30]. В стали без радиационных дефектов напряжение трения  $\tau_{\text{рад.упр.}}$  в формулах (4), (5) не учитывается.

Напряжение деформационного упрочнения определяется как

$$\tau_{\text{деф.упр.}} = \alpha_0 b G \sqrt{\rho_d}, \quad (6)$$

где  $\alpha_0 = 0,5$  [29] – параметр междуислокационного взаимодействия, зависящий от типа дефектов. Вклад  $\tau_{\text{рад.упр.}}$  выразим аналогично  $\tau_{\text{деф.упр.}}$  как

$$\begin{aligned} \tau_{\text{рад.упр.}}(b_1) &= b_1 G \sqrt{\rho_i}, \\ \tau_{\text{рад.упр.}}(b) &= \alpha_i b G \sqrt{\rho_i}. \end{aligned} \quad (7)$$

Коэффициент  $\alpha_i$  начала пластического течения для полной дислокации можно оценить из формулы  $\Delta\sigma_{02} = MGb\alpha_0\sqrt{\pi N_i d_i}$  [23]: для флюенса  $1,4 \cdot 10^{19} \text{ н/см}^2$  (Ф1),  $\Delta\sigma_{02} = 290 \text{ МПа}$ ,  $d_i = 2 \text{ нм}$ ,  $N_i = 3 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-3}$  (Ф1), тогда  $\alpha_i \approx 0,11$ . (Для стали Ф2, соответственно, имеем  $\Delta\sigma_{02} = 330 \text{ МПа}$ ,  $d_i = 2 \text{ нм}$ ,  $N_i = 4 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-3}$ ).

Совместное решение уравнений (4), (5) с учетом (6) и (7) при условии  $\tau_{\text{дв}} \approx \tau_{\text{CK}}^{\text{KP}}$  дает плотность дислокаций скольжения до двойникования для облученного поликристалла (при  $n = 3$ )

$$\sqrt{\rho_d} = \frac{\gamma_0/b_1 + G\sqrt{\rho_i}(b_1 - n\alpha_i b)}{G(\alpha_0 nb - b_1)} \quad (8)$$

и необлученного поликристалла (при  $n = 2$ )

$$\sqrt{\rho_d} = \frac{\gamma_0/b_1}{G(\alpha_0 nb - b_1)}. \quad (9)$$

Из формул (8) и (9) получаем следующие плотности дислокаций скольжения до двойникования:  $3,6 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  (Ф1),  $4,3 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  (Ф2),  $3,7 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$  (Н). Тогда согласно экспериментально полученным в ПЭМ зависимостям плотности дислокаций от деформации  $\rho_i/\epsilon$  (см. рис. 3) начало двойникования для образца Ф1 отвечает  $\epsilon \approx 0,05$ , для образца Ф2 –  $\epsilon \approx 0,18$ , для необлученной стали (Н) –  $\epsilon \approx 0,23$ .

В случае образцов Ф1 и Н, полученные значения критических деформаций, предшествующих двойниканию, хорошо согласуются с экспериментом. Для образца Ф2 реальная деформация начала двойникования много ниже оценочного значения, что объясняется более ранней реализацией механизма образования бездефектных каналов и облегченного двойникования в каналах. Поясним это из анализа зависимостей  $\rho_i/\sigma$ , приведенных на рис. 3, б. Из графиков при соответствующих критических  $\rho_i$  для рассмотренных

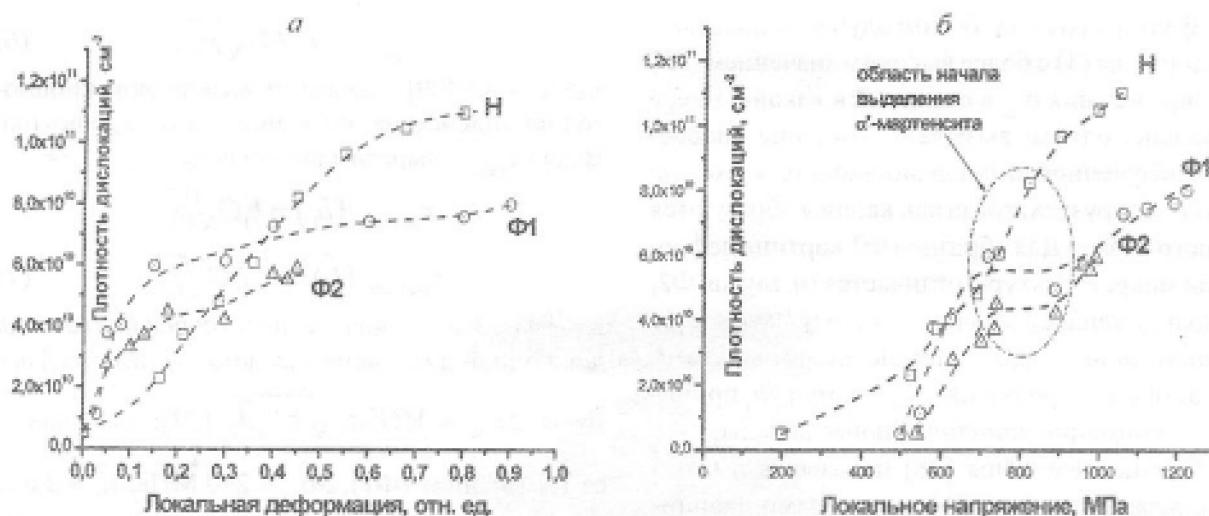


Рис. 3. Изменение плотности дислокаций в облученной и необлученной стали 12Х18Н10Т с ростом локальных деформаций (а) и напряжений (б)

образцов получим напряжение начала двойникования  $\sigma_{\text{дв}}$ : 593 МПа (Ф1), 750 МПа (Ф2) и 600 МПа (Н). Таким образом, имеем  $\sigma_{\text{дв}}(\Phi 1) < \sigma_c$  и  $\sigma_{\text{дв}}(\Phi 2) \gg \sigma_c$  (где оценочное напряжение образования каналов для стали 12Х18Н10Т  $\sigma_c \approx 616$  МПа). Это хорошо объясняет, почему в слабо облученной стали Ф1 первым реализуется механизм локализации путем двойникования, а в сильно облученной стали Ф2 – механизм образования каналов и скольжения дислокаций в каналах. Причем для стали Ф2 при  $\sigma > \sigma_{\text{дв}}$  возможно образование двойников в любом месте образца, независимо от первичного расположения дислокационных каналов.

В случае образования двойников в разупрочненных дислокационных каналах в стали Ф2 для оценки величины предварительного скольжения воспользуемся формулой (9) для необлученного материала с  $\gamma_0 = 18$  мДж/м<sup>2</sup>. Получим

$$\rho_d^K = 2,3 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2} (\Phi 2),$$

которому соответствуют  $\varepsilon_{\text{дв}}^K \approx 0,05$  и  $\sigma_{\text{дв}}^K \approx 630$  МПа. Это означает, что первичное двойникование в каналах возможно вследствие локального разупрочнения матрицы и намного опережает безканальное двойникование. Здесь величина  $\rho_d^K$  отражает тот факт, что одновременно с образованием бездефектных каналов при  $\sigma > \sigma_c$  в материале идет перемещение дислокаций вне каналов по другим плоскостям скольжения, и формируется однородная сетчатая ДС (см. рис. 2, б).

Согласно известной формуле [31]

$$L = \varepsilon_{\text{ск}} / (b\rho_d \langle SF \rangle), \quad (10)$$

где  $\varepsilon_{\text{ск}}$  – деформация скольжением до начала двойникования, определяемая экспериментально, получаем значения средней длины  $L$  пробега дислокаций в поликристалле: 1,7 мкм (Ф1), 5 мкм (Ф2) и 7,5 мкм (Н). Здесь высокое значение  $L$  для образцов Ф2 объясняется первичным скольжением дислокаций в каналах.

*Мартенситное  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращение.* Согласно [9] деформации начала образования  $\alpha'$ -фазы соответственно равны:  $\varepsilon = 0,28$  (Н) и  $\varepsilon \sim 0,18-0,22$  (Ф1, Ф2). Перестройка графиков объемного содержания  $\alpha'$ -фазы  $Mo(\varepsilon)$  в  $Mo(\sigma)$  (см. рис. 4, а) дает следующие интервалы критических напряжений начала образования мартенсита деформации: 630-670 МПа (Н), 750-820 (Ф1, Ф2). В указанных областях изменения напряжений течения на кривых плотности дислокаций  $\rho_d(\sigma)$  для сталей Ф1, Ф2 (см. рис. 3, б) наблюдается временное «насыщение» ( $d\rho_d/d\sigma = 0$ ). На кривых плотности двойников  $\rho_{\text{дв}}(\sigma)$  для тех же образцов (см. рис. 4, б) можно выделить три области постоянного наклона, характеризующего различную скорость двойникования. При этом начальный этап зарождения и развития  $\alpha'$ -фазы приходится на область с наименьшей скоростью двойникования, тогда как развитие сверхплотного аккомодационного двойникования совпадает с высокой скоростью выделения мартенсита при напряжениях, соответствующих формированию шейки. Кривые  $\rho_d(\sigma)$ ,

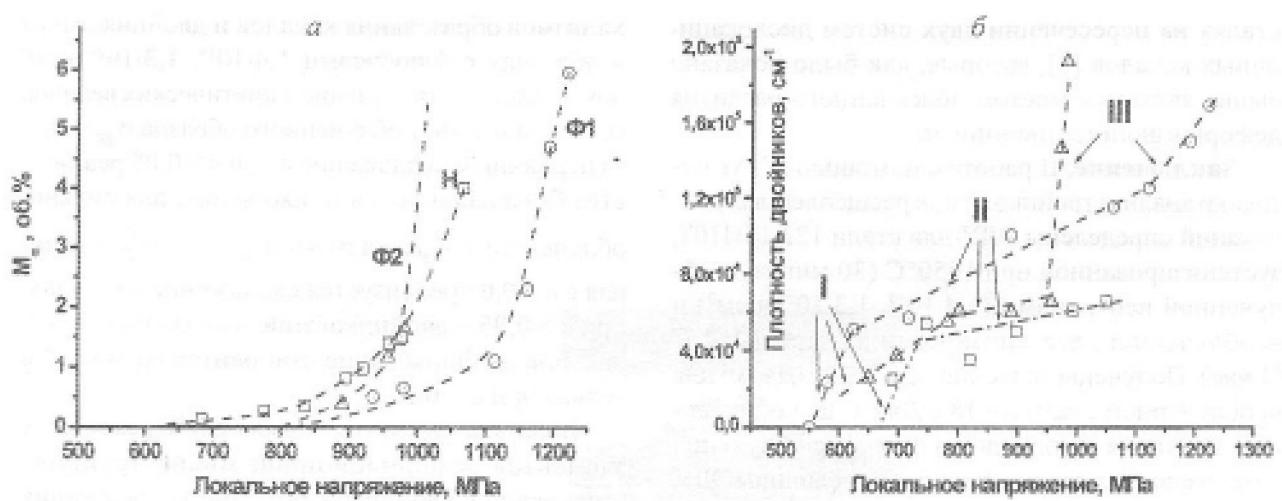


Рис. 4. а – изменение объемной доли мартенситной  $\alpha'$ -фазы в зависимости от локальных напряжений в леформируемых стальных образцах; б – изменение плотности двойников с ростом локальных напряжений

$\rho_{\text{дв}}(\sigma)$  для стали - Н не имеют указанных особенностей в области напряжений зарождения  $\alpha'$ -фазы и макролокализации деформации. Несмотря на существенно различную пластичность образцов  $\Phi_1, \Phi_2$  максимальные плотности двойников  $\rho_{\text{дв}}^{\text{max}}$  (перед разрушением) в них одного порядка  $\sim 2 \cdot 10^3$  см<sup>-1</sup>, что в 4 раза больше  $\rho_{\text{дв}}^{\text{max}}$  в образцах необлученной стали. Кроме того, известно, что при растяжении облученной стали 12Х18Н10Т ( $\Phi_1, \Phi_2$ ) развитие дислокационной структуры «останавливается» на стадии сетчатой, сетчато-яченстой, тогда как основную роль в пластической деформации при больших  $\epsilon$  играет двойникование. В необлученной стали при больших  $\epsilon$

наблюдается формирование полосовых субструктур с разориентированной яченстой ДС, а вклад двойников незначителен.

Все выше сказанное можно рассматривать как косвенное свидетельство возможности смены механизма образования мартенсита деформации в облученной стали. Если для необлученного материала выше вероятность образования мартенситных зародышей в сверхплотных узлах яченстой дислокационной сетки (рис. 2,2), то для облученного, по-видимому, характерно формирование зародышей в местах пересечения многослойных ДУ, которыми являются деформационные двойники (см. рис. 5 [32, 33]). В пользу этого предположения может свидетельствовать факт обнаружения  $\alpha'$ -мартенсита в облученных аустенитных

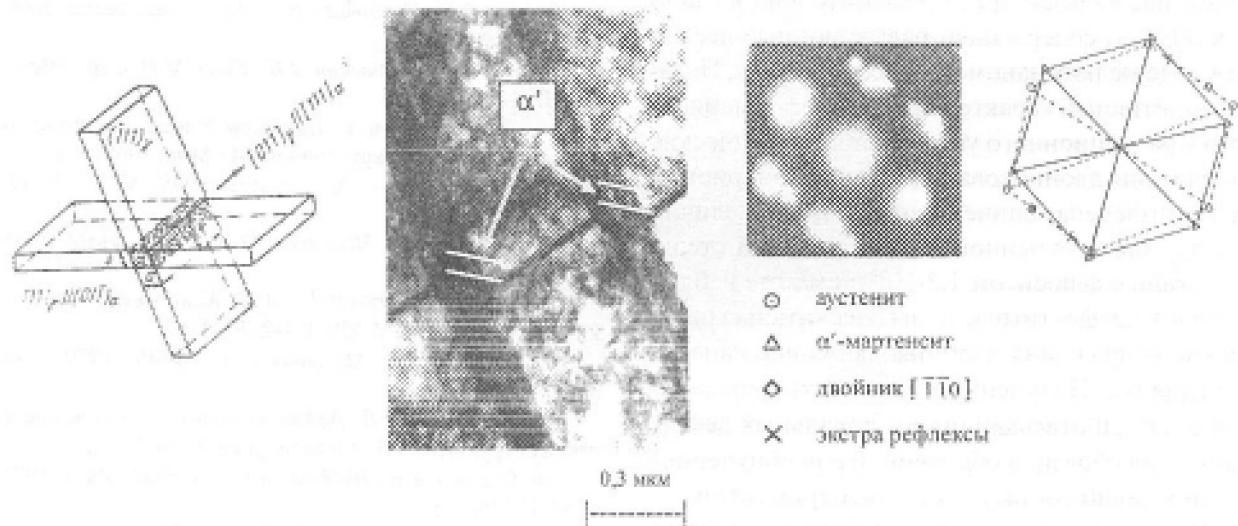


Рис. 5. Возникновение  $\alpha'$ -кристаллов на пересечении плоскостей сдвига  $\{111\}$ .

сталих на пересечении двух систем дислокационных каналов [8], которые, как было показано выше, являются местом облегченного развития деформационных двойников.

**Заключение.** В работе с помощью ПЭМ-методики анализа тройных узлов расщепленных дислокаций определены ЭДУ для стали 12Х18Н10Т, аустенизированной при 1050°C (30 минут) и облученной нейтронами ( $1,4 \cdot 10^{19}$ ,  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>) и необлученной, аустенизированной при 1050°C (1 час). Получены значения ЭДУ  $\sim 23$  мДж/м<sup>2</sup> для необлученной стали и  $\sim 18$  мДж/м<sup>2</sup> для облученной. Различия на порядок в флюенсе облучения не привели к заметному изменению величины ЭДУ.

Рассмотрены количественные характеристики критических напряжений начала реализации различных механизмов микролокализации (образования каналов, двойникования и мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращения) в стали 12Х18Н10Т, облученной до различных флюенсов и необлученной. Проанализирован ряд известных из литературы модельных подходов к расчету величин  $\sigma_c$ ,  $\sigma_{db}$ . Показано, что подход к расчету критического напряжения двойникования  $\sigma_{db} \sim \gamma/b_1$  в работах [7, 8] неплохо отвечает случаю необлученной стали, но не дает адекватной эксперименту картины деформации для облученных стальных образцов.

Развита модель зарождения двойников по схеме «скользящего источника» (за счет расщепления в поле средних внешних напряжений полных дислокаций скольжения на частичные Шокли с появлением дефекта вычитания и последующим наслоением ДУ) применительно к стали 12Х18Н01Т, содержащей радиационные дефекты в виде мелких нанометровых кластеров. Показан аддитивный характер вкладов деформационного и радиационного упрочнения в критические напряжения двойникования  $\tau_{db}$  для поликристалла. Произведена количественная оценка величин  $\sigma_c$ ,  $\sigma_{db}$  для облученной и необлученной стали. Для стали с флюенсом  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>, где наблюдались бездефектные каналы рассчитаны критические напряжения двойникования вне каналов и в каналах. Полученные результаты определения  $\sigma_c$ ,  $\sigma_{db}$  и отвечающих им локальных деформаций для образцов облученной и необлученной стали хорошо согласуются с экспериментом.

Показано, что реализация (или отсутствие) при малых деформациях локализационных ме-

ханизмов образования каналов и двойникования в образцах с флюенсами  $1,4 \cdot 10^{19}$ ,  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup> обусловлены соотношением критических величин  $\sigma_c$ ,  $\sigma_{db}$ : для слабо-облученного образца  $\sigma_{db} < \sigma_c$  – за первичным скольжением при  $\epsilon > 0,05$  реализуется безканальное двойникование; для сильно-облученного образца  $\sigma_c \ll \sigma_{db}$ ,  $\sigma_c \leq \sigma_{db}^K$  – начиная с  $\epsilon \sim 0,04$  реализуется скольжение в каналах, при  $\epsilon > 0,05$  – двойникование в каналах, а безканальное двойникование становится возможным только при  $\epsilon \sim 0,2$ .

Показана взаимозависимая связь различных элементов деформационной микроструктуры (дислокаций, двойников, объемного содержания  $\alpha'$ -фазы) и влияние облучения на механизмы образования зародышей мартенситной фазы. Поскольку в облученной стали 12Х18Н10Т не образуется ячеистая ДС, то наиболее вероятным местом зарождения  $\alpha'$ -мартенсита служат пересечения многослойных ДУ (микродвойников).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Конева Н.А., Козлов Э.В. // Изв. вузов. Физика. 1982. № 8. С. 3-13.
2. Hong S.I., Laird C. // Acta Metall. Mater. 1990. V. 38, N 8. P. 1581-1594.
3. Киреева И.В., Чумляков Ю.И. и др. // ФММ. 2002. Т. 94, № 5. С. 92-104.
4. Киреева И.В., Чумляков Ю.И. // ФММ. 2009. Т. 108, № 3. С. 313-324.
5. Виун T.S., Lee E.H., Hinn J.D. // J. Nucl. Mater. 2003. V. 321. P. 29-39.
6. Виун T.S. // Acta Mater. 2003. V. 51. P. 3063-3071.
7. Виун T.S., Hashimoto N., Farrell K. // J. Nucl. Mater. 2006. V. 351. P. 303-315.
8. Виун T.S., Hashimoto N. // Nucl. Eng. Techn. 2006. V. 38, N 7. P. 619.
9. Цай К.В., Максимкин О.П., Гусев М.Н. и др. // Вестник НЯЦ. 2009. № 4.
10. Хириш П., Хови А., Николсон Р. и др. Электронная микроскопия тонких кристаллов. М.: Мир, 1968. 574 с.
11. Feaugas X. // Acta mater. 1999. V. 47, N 13. P. 3617-3632.
12. Киреева И.В., Чумляков Ю.И. и др. // ФММ. 2002. Т. 93, № 4. С. 88-98.
13. Porollo S.I., Dvorashin A.M., Konobeev Yu.V. et.al. // J. Nucl. Mater. 2006. V. 359. I. 1-2. P. 41-49.
14. Носкова Н.И., Малышев К.А. // ФММ. 1979. Т. 48, вып. 4. С. 872-876.
15. Вишняков Я.Д. Дефекты упаковки в кристаллических структурах. М.: Металлургия, 1970. 216 с.
16. Okamoto P.R., Wiedersich H. // J. Nucl. Mater. 1974. V. 53. P. 336-345.
17. Shepherd C.M., Murphy S.M. // J. Nucl. Mater. 1990. N 172. P. 143-150.

18. Воеводин В.Н., Неклюдов И.М. Эволюция структурно-фазового состояния и радиационная стойкость конструкционных материалов. Киев: Наукова думка, 2006. 375 с.
19. Цай К.В., Максимкин О.П., Турубарова Л.Г. // ФММ. 2007. Т. 103, № 3. С. 294-302.
20. Неустроев В.С. Низкотемпературная радиационная повреждаемость аустенитных сталей, облученных в исследовательских и энергетических реакторах: Дис. .... докт. техн. наук: 01.04.07. М., 2006. 231 с.
21. Platti G., Schiller P. // J. Nucl. Mater. 1986. V. 141-143(A). P. 417-426.
22. Лидер А.М., Степанова О.М. и др. // Поверхность. 2006. Т. 3. С. 64-69.
23. Lucas G.E. // J. Nucl. Mater. 1993. V. 206. P. 287-305.
24. Hashimoto N., Byun T.S., Farrel K. // J. Nucl. Mater. 2006. V. 351. P. 295-302.
25. Edwards D., Simonen E., Bruemer S. // J. Nucl. Mater. 2003. V. 317. P. 13-31.
26. Wu X., Pan X., Mabon J.C. et.al. // J. Nucl. Mater. 2006. V. 356. P. 70-77.
27. Вишняков Я.Д., Бабарэко А.А., Владимиров С.В., Эгиз И.В. Теория образования текстур в металлах и сплавах. М.: Наука, 1979. 343 с.
28. Venables J.A. // Phil. Mag. 1960. V. 6. P. 379-396.
29. Huang C.X., Wang K., Wu S.D. et.al. // Acta Met. 2006. V. 54. P. 655-665.
30. Малыгин Г.А. // ФТТ. 2005. Т. 47, вып. 7. С. 1247-1252.
31. Штремель М. Прочность сплавов. Ч. II. Деформация. МИСИС. 1997. 527 с.
32. Филиппов М.А., Литвинов В.С., Немировский Ю.Р. Стали с метастабильным аустенитом. М.: Металлургия, 1988. 256 с.
33. Максимкин О.П., Кадыров Х.Г., Цай К.В. // ФММ. 2004. Т. 97, № 4. С. 42-48.

### Резюме

Жарықтандырыш электрондық микроскоптың көмегімен  $1,4 \cdot 10^{19}$ ,  $1,3 \cdot 10^{20} \text{ н/см}^2$  флюенске дейінгі нейтрондармен сәүлеленген және сәулеленбеген болаттың жинақтағы ақаулар энергиясы анықталды. Радиациялық ақаулардан тұратын болаттагы «жылжымалы көз» сұлбасы бойынша деформациялық үқсастардың пайда болу моделі жетілдірілді. Сәулеленген болаттың үлгілері үшін ақаулық емес дислокациялық арналар мен үқсастардың пайда болуының сындық көрнекілік шамасы анықталды.

### Summary

Using the transmission electron microscopy the stacking fault energy were determined for 12CR18-Ni10-Ti steel irradiated with neutrons up to fluences  $1,4 \cdot 10^{19}$ ,  $1,3 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$  and non-irradiated. The model of deformation twin nucleation on the scheme of “gliding source” was developed for steel with radiation defects. For irradiated steel the values of the critical stresses of formation of both defect-free dislocation channels and twins were obtained.