УДК 621.039.531

ИЗМЕНЕНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА И ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т В РЕЗУЛЬТАТЕ ДЕФОРМАЦИИ И ПОСТДЕФОРМАЦИОННЫХ ОТЖИГОВ

[1,2] Цай К.В.,[1,3] Рофман О.В.,[1,2] Отставнов М.А.

[1] Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан
[2] Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан
[3] НИТУ «МИСИС», Москва, Россия

Обсуждаются результаты экспериментов по изучению изменений фазового состава и механических свойств аустенитной нержавеющей стали 12Х18Н10Т, необлученной и облученной нейтронами, подвергнутой низкотемпературной деформации и постдеформационному отжигу в интервале температур 300–800 °С. Исследованы особенности образования и накопления мартенситной α′-фазы при деформации и отжиге. Рассмотрена зависимость величины микротвердости стали от содержания α′-фазы.

Введение

Под действием внешних нагрузок в метастабильных аустенитных сталях в процессе формирования деформационной микроструктуры образуется новая α′-фаза (мартенсит деформации) более прочная по сравнению с γ-аустенитной матрицей, обладающая остаточным магнетизмом. Количество α′-фазы зависит от многих условий, наиболее значимые из которых - элементный состав стали, температура деформации, вид деформации (растяжение, сжатие), облучение высокоэнергетическими частицами [1–3]. Плотность мартенсита в легированных сталях (~7,6 – 7,7 *г/см*^{3}) меньше, чем плотность аустенита (7,9 *г/см*^{3}, 12Х18Н10Т). В связи с увеличением объема стали при мартенситном превращении в ней возникают внутренние напряжения вблизи мартенситных включений. Мартенситная α′-фаза метастабильна, ее содержание можно легко контролировать термообработкой. Отжиг (~1/2–1 час) при повышенных (800 °С) температурах инициирует обратный α′→γ фазовый переход в материале вплоть до полного исчезновения α′-фазы. При этом структура и механические свойства термически восстановленного аустенита отличается от первоначальных. Оба вышеуказанных процесса могут влиять на эксплуатационные характеристики стальных конструкций. Это обусловливает актуальность изучения закономерностей процессов образования и отжига мартенситной α′-фазы в аустенитных сталях.

Цель настоящей работы: Изучить влияние пластической деформации при низких температурах на фазово-структурное состояние образцов стали 12Х18Н10Т, необлученных и облученных нейтронами в реакторе ВВР-К, а также выявить коррелированные изменения прочностных и магнитных свойств деформированной стали в ходе термической обработки. Для этого в стальных образцах растяжением при низких температурах индуцировали значительное количество мартенсита деформации. Затем провели отжиг образцов в широком интервале температур, что дало возможность детально изучить поведение стали при термическом воздействии.

Материал и методы исследований

Материалом исследования в работе являлась хромоникелевая аустенитная нержавеющая сталь 12Х18Н10Т с химическим составом: Fe – основа; Ni – 10,66; Cr – 17,00; C – 0,12; Mn – 1,67; P – 0,032; S < 0,013; Si – 0,34. Для экспериментов изготавливали плоские образцы в форме двойной лопатки с размерами рабочей части 3 мм × 10 мм и толщиной 300 мкм. Для устранения возможных ферритных и карбидных включений проводилась предварительная аустенизация образцов при 1050 °С (30 мин) с закалкой в воду. Часть термообработанных образцов облучали нейтронами в активной зоне исследовательского реактора ВВР-К при температуре ~80 °С до флюенса 1,3×10^{20} н/см^2. Перед механическими испытаниями на поверхность каждого образца специальным маркером было нанесено 9–11 полосок-меток для экстензометрических измерений.

Необлученные и облученные стальные образцы деформировали пошаговым одноосным растяжением на установке Инстрон-1195 со скоростью 0,5 мм/мин при $T_{исп}$ = 20 °С и −100 °С [4]. В ходе деформирования периодически образец разгружали для измерений его линейных размеров - ширины и толщины, чтобы определить площадь поперечного сечения. Это позволило получить, помимо инженерных диаграмм растяжения «σ – ε», диаграммы «σ_i – ε_i» в «истинных» координатах. Содержание ферромагнитной α′-фазы M_f (в фер. %) и ее распределение по образцу определяли с помощью феррозонда Ферстера МР-30 в разных точках образца, в том числе на участке вблизи развивающейся «шейки», где M_f достигало максимальных значений. Микротвердость H_μ и ее распределение по образцу измеряли после деформации с помощью микротвердомера ПМТ-3 при нагрузке на индентор 50 г.

Изохронные отжиги деформированных образцов осуществляли в трубчатой печи, в вакууме 10^{-3} торр,

в интервале температур 300–500 °С с шагом 25 °С, а также в интервале 500–800 °С с шагом 50 и 100 °С. Длительность каждого отжига составляла 30 минут. Измерение M_f и H_μ по длине образцов проводилось после каждого отжига. С помощью просвечивающей электронной микроскопии (микроскоп JEM-2100, U = 200 кВ) характеризовали изменения в микроструктуре в результате деформации и постдеформационного отжига. С этой целью из образцов выбивали диски диаметром 3 мм, которые подвергали шлифовке, полировке и струйной электрополировке при комнатной температуре в электролите следующего состава: 20 % $HClO_4$ + 80 % C_2H_5OH.

Полученные результаты и их обсуждение

Результаты механических испытаний и магнитометрических измерений

На рисунках 1 и 2 представлены полученные диаграммы растяжения и кривые накопления мартенситной фазы $M_f(\varepsilon)$ для образцов стали 12Х18Н10Т, необлученных и облученных нейтронами до $1{,}3\times10^{20}$ н/см^2. Из диаграмм определены характеристики прочности, пластичности, критические параметры начала образования α′-фазы, а также максимальное количество мартенсита в стальных образцах на момент их разрушения (см. таблицу).

В случае растяжения при 20 °С (рисунок 1-а) облучение нейтронами вызывает упрочнение материала (рост $\sigma_{0.2}$), уменьшение пластичности и запускает локализационные процессы в объеме материала при более низких ε по сравнению с необлученной сталью. С понижением температуры испытаний до −100 °С (рисунок 1-б) в значительной степени возрастают прочностные характеристики деформируемой стали, практически без потери пластичности. Наиболее сильно нейтронное облучение влияет на предел текучести, который повышается почти в 3 раза по сравнению с σ_{02} исходного материала.

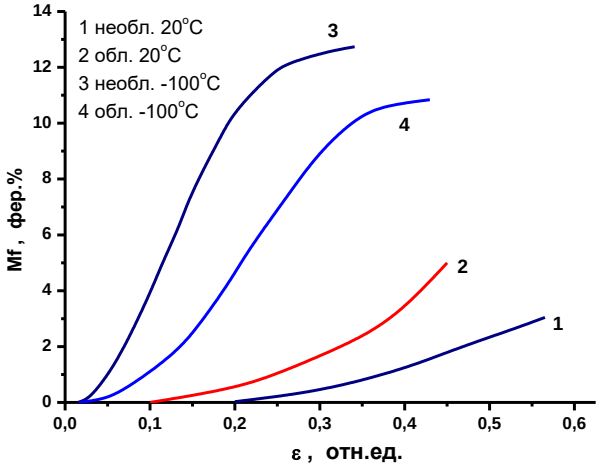
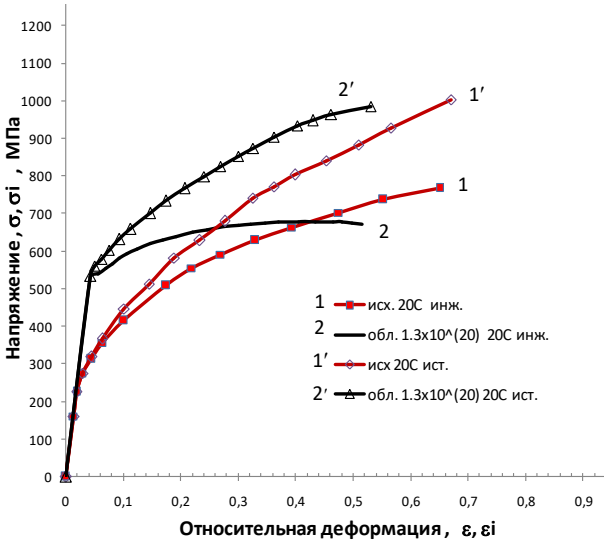
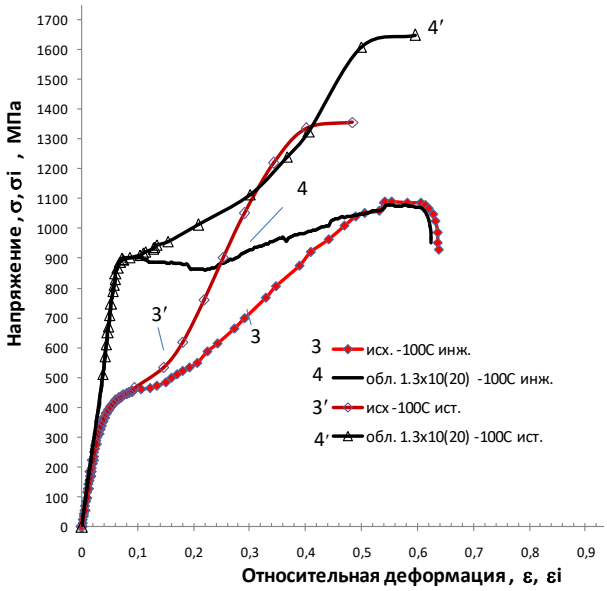


Рисунок 2. Кривые накопления α′-фазы в образцах стали 12Х18Н10Т при растяжении



а) $T_{исп}$ = 20 °С



б) $T_{исп}$ = −100 °С

Инженерные и «истинные» диаграммы растяжения для необлученной стали при $T_{исп}$ = 20 °С (кривые 1, 1′) и −100 °С (кривые 3, 3′) и для стали, облученной нейтронами до $1{,}3\times10^{20}$ н/см^2 при $T_{исп}$ = 20 °С (2, 2′) и −100 °С (4, 4′).

Рисунок 1. Диаграммы растяжения образцов стали 12Х18Н10Т

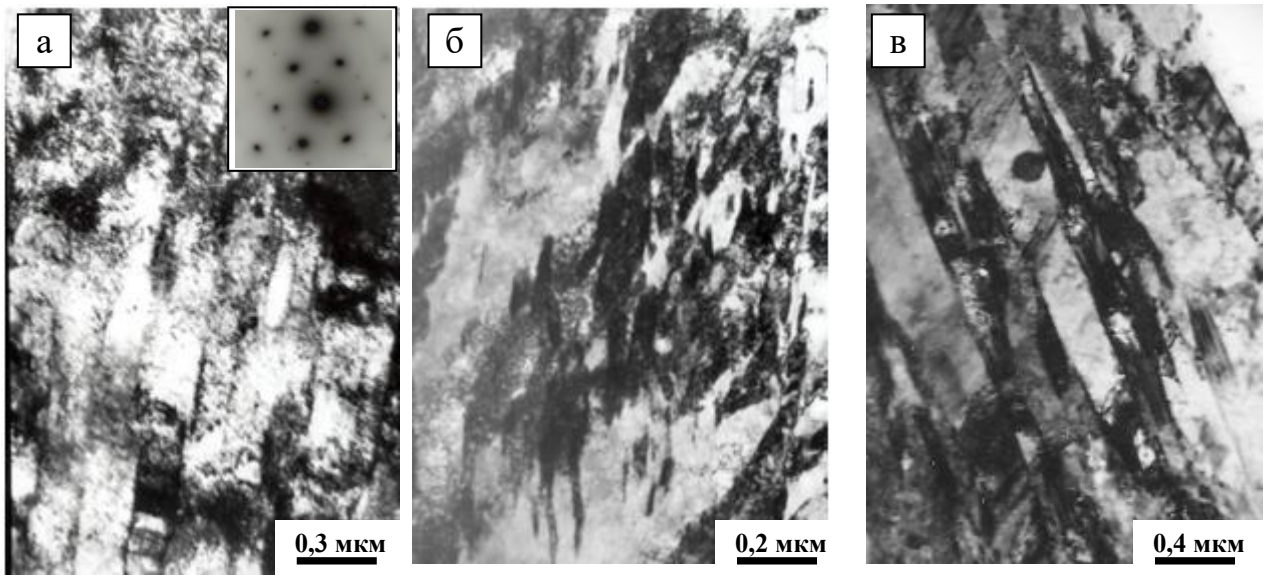
Понижение температуры испытаний до −100 °С приводит к уменьшению $\varepsilon^{кр}$ – критической деформации начала образования α′-фазы, на порядок. При этом критические напряжения лишь ненамного превышают σ_{02} для всех рассмотренных образцов, т.е. условия для образования мартенсита в стали достигаются практически без дополнительного деформационного упрочнения.

Таблица. Механические и магнитные характеристики образцов стали 12Х18Н10Т, деформированных при низких температурах

Характеристики	Необл.	$1{,}3\times10^{20}$ н/см²	Необл.	$1{,}3\times10^{20}$ н/см²
$T_{исп}$, °С	20	20	−100	−100
Полная деформация δ, отн.ед.	0,6	0,46	0,54	0,55
Равномерная деформация, $\varepsilon_р$, отн.ед.	0,6	0,4	0,48	0,5
Предел текучести $\sigma_{0.2}$, МПа	240	530	300	870
Условный предел прочности σ_B, МПа	770	680	1090	1080
Напряжение разрушения, σ_R , МПа	770	673	950	990
Истинный предел прочности σ_{Bi} , МПа	1005	960	1340	1610
Истинное напряжение разрушения, σ_{Ri} МПа	1005	985	*	1650
Критическая деформация образования α′-фазы $\varepsilon^{кр}$ $\varepsilon^{кр}_{Mf}$	0,17	0,08	0,02	0,01
Условное критическое напряжение $\sigma^{кр}$, МПа	560	610	440	890
Истинное критическое напряжение $\sigma_i^{кр}$, МПа	615	692	450	900
Максимальное количество α′-фазы, фер. %	3,1	4,9	13,4	10,8
$H_μ$ до деформации, кг/мм²	160**	230**		
Макс.микротвердость после деформации, кг/мм²	308	-	360	369
$<H_μ>$ по образцу после деформации, кг/мм²	303	-	346	348

** – Отсутствие данных по σ_{Ri} означает, что разрушения образца нет на участке, для которого была построена диаграмма растяжения в истинных координатах.*

*** – Микротвердость измерена до деформации при 20 °С.*



а – необлученная сталь, ε = 0,3, двойникованный α′-мартенсит; б, в – сталь, облученная до $1{,}3\times10^{20}$н/см², ε = 0,35, темные кристаллиты – α′-мартенсит.

Рисунок 3. Мартенсит деформации в образцах стали 12Х18Н10Т при $T_{исп}$ = −100 °С

В исходной стали при −100 °С критическое напряжение начала мартенситного превращения понижается по сравнению с испытаниями при 20 °С, тогда как в облученных образцах, напротив, возрастает. В результате интенсивность выделения мартенсита в облученной стали существенно ниже по сравнению с необлученной. Данный вывод хорошо согласуется с результатами работ [5, 6].

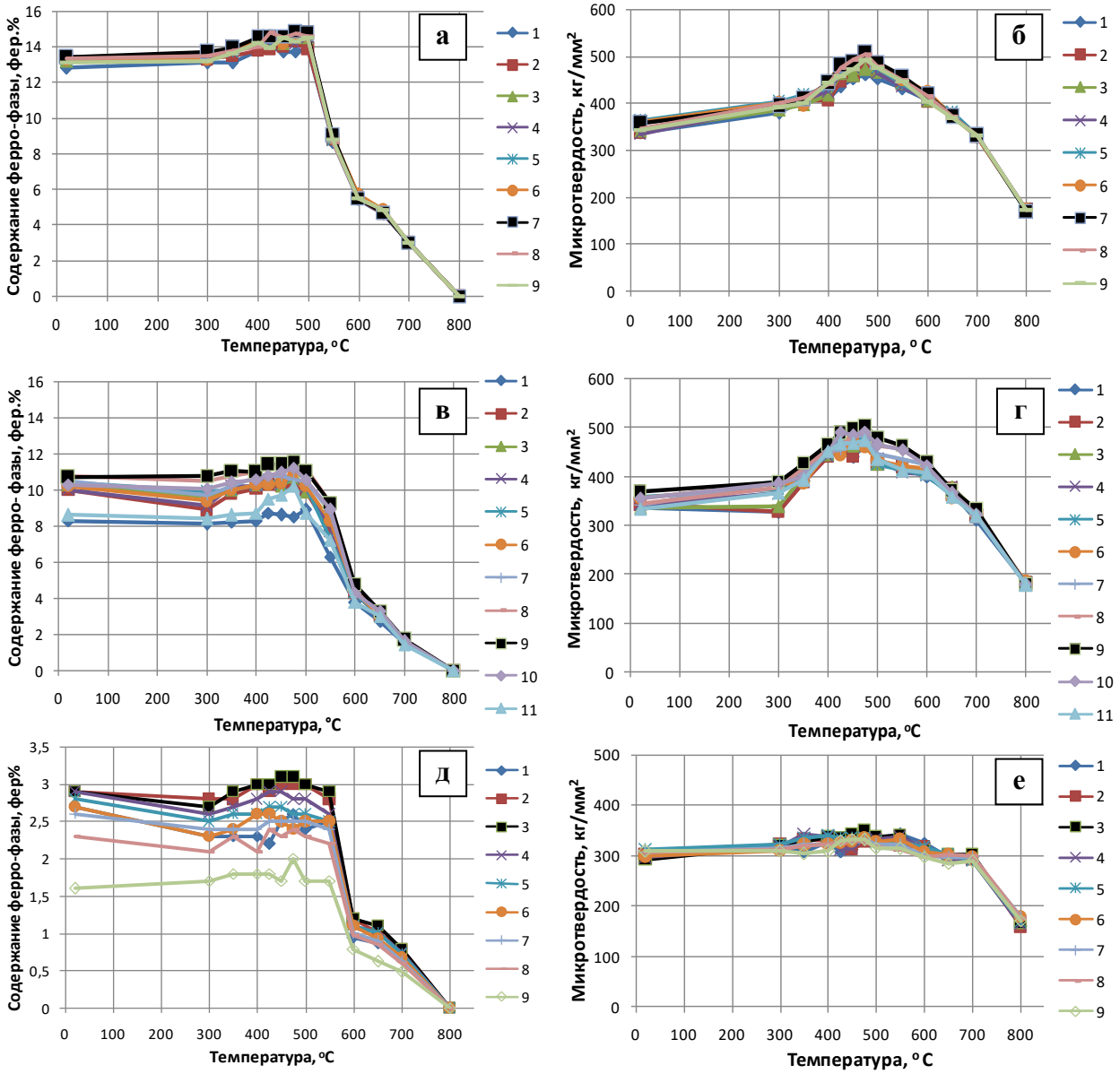
Как следует из рисунка 2, при понижении $T_{исп}$ интенсивность мартенситных $\gamma\rightarrow\alpha'$ превращений возрастает. Нейтронное облучение также существенно влияет на вид кривых $M_f(\varepsilon)$. Если при 20 °С в облученной стали мартенсит деформации выделяется интенсивнее, чем в необлученной, то при −100 °С ситуация изменяется и наибольшее количество α′-фазы образуется в необлученной образце, по сравнению с облученным. Последнее свидетельствует о затруднении процесса фазового превращения в облученной стали при отрицательной температуре испытаний.

Морфология мартенсита в стали 12Х18Н10Т после деформации при −100 °С представлена на рисунке 3. В необлученной стали α′-фаза имеет вид протяженных пластин двойников толщиной до 0,2 мкм (рисунок 3-а). В облученной стали, мартенсит выделяется в аустенитном зерне в виде мелких линзовидных образований толщиной ~20–40 нм высокой плотности (рисунок 3-б), которые «собираются» в протяженные ламели (рисунок 3-в). Росту мартен-

ситной фракции, по-видимому, препятствует повышенный уровень внутренних напряжений в аустените, обусловленный как первичным радиационным упрочнением, так и деформационной микроструктурой, формируемой в облученной стали при растяжении. Несмотря на то, что в облученной стали мартенсита образуется в 1,5 раза меньше, чем в исходной, их прочностные характеристики ($\sigma_В$, $H_μ$) сравнимы.

Результаты отжигов деформированных стальных образцов

Диаграммы изменения содержания α′-фазы M_f и микротвердости $H_μ$ в деформированных образцах в зависимости от температуры отжига ($T_{отж}$) приведены на рисунке 4. Кривые $M_{f\,i}$ ($T_{отж}$) и $H_{μ\,i}$ ($T_{отж}$) (где i = 1…9/11) показывают эволюцию содержания мартенсита и упрочнение (разупрочнение) стали в разных точках на образцах с температурой отжига.



а, б – исходная сталь, $T_{исп}$ = −100 °С; в, г – сталь, облученная до $1{,}3\times10^{20}$ н/см^2, $T_{исп}$ = −100 °С;
д, е – исходная сталь, $T_{исп}$ = 20 °С; а, в, д – содержание α′-фазы в деформированных образцах после отжигов;
б, г, е – микротвердость этих образцов.

Рисунок 4. Изменение фазового состава и микротвердости деформированной стали 12Х18Н10Т с ростом температуры изохронных отжигов

Отжиг «снимает» часть внутренних напряжений в микроструктуре, тормозящих $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение, вследствие чего возможен дальнейший рост мартенситных кристаллов. На всех отметках по длине образцов после отжигов при 350–500 °С имел место прирост количества α'-фазы (~5–10 %), по сравнению с исходным до отжига. Максимальные значения M_f отмечены после отжигов при 450–475 °С. Эффект постдеформационного отжигового упрочнения (прирост H_μ) фиксировался после отжигов в интервале температур 300–600 °С. Максимальный прирост H_μ (460–505 кг/мм^2) для образцов, деформированных при −100 °С, наблюдался при 475 °С. При этом микротвердость возрастала в ~1,4 раза по сравнению с деформированными образцами до отжига. Несмотря на количественные различия в содержании α'-фазы в облученном и необлученном образцах на 30–40 %, их микротвердости близки по величине и имеют похожие зависимости $H_\mu(T_{отж})$.

Микроструктура мартенситного включения в стали после отжига при 450 °С приведена на рисунке 5. Видна тонкая структура аустенита, в котором продолжается формирование мартенситных включений. На электронограмме присутствуют рефлексы и тяжи, принадлежащие ГПУ ε-фазы, на снимке микроструктуры видны тонкие полосы дефектов упаковки, на пересечении которых формируются новые мелкие выделения α'-фазы. Заметим, что в массивном мартенсите, сформированном в стали после деформации, такой фазы не наблюдалось.

Отжиговое упрочнение в деформированных образцах исчезает после термообработки при 700 °С, но при этом микротвердость материала все еще намного превышает H_μ стали до деформации (см. таблицу). При 650 °С доля α'-фазы в образцах уменьшается более чем в 9 раз, поэтому можно говорить о переходе большей части мартенсита в аустенит в ходе обратного $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения, как и в работах [6–8]. Остаточное упрочнение стали 12Х18Н10Т может быть связано с внутренней структурой новых мелких аустенитных зерен.

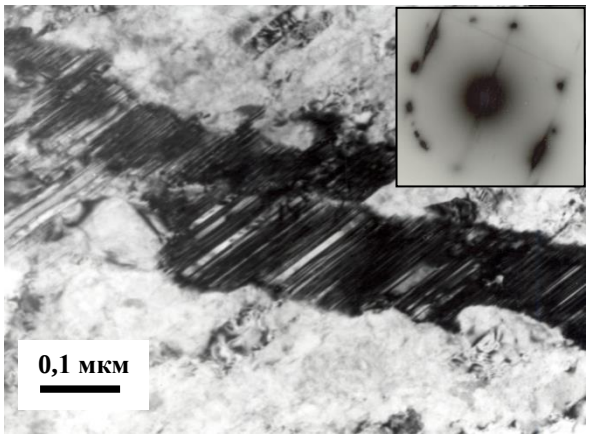


Рисунок 5. Мартенсит деформации в стали 12Х18Н10Т, после растяжения при −100 °С и отжига при 450 °С (30 мин)

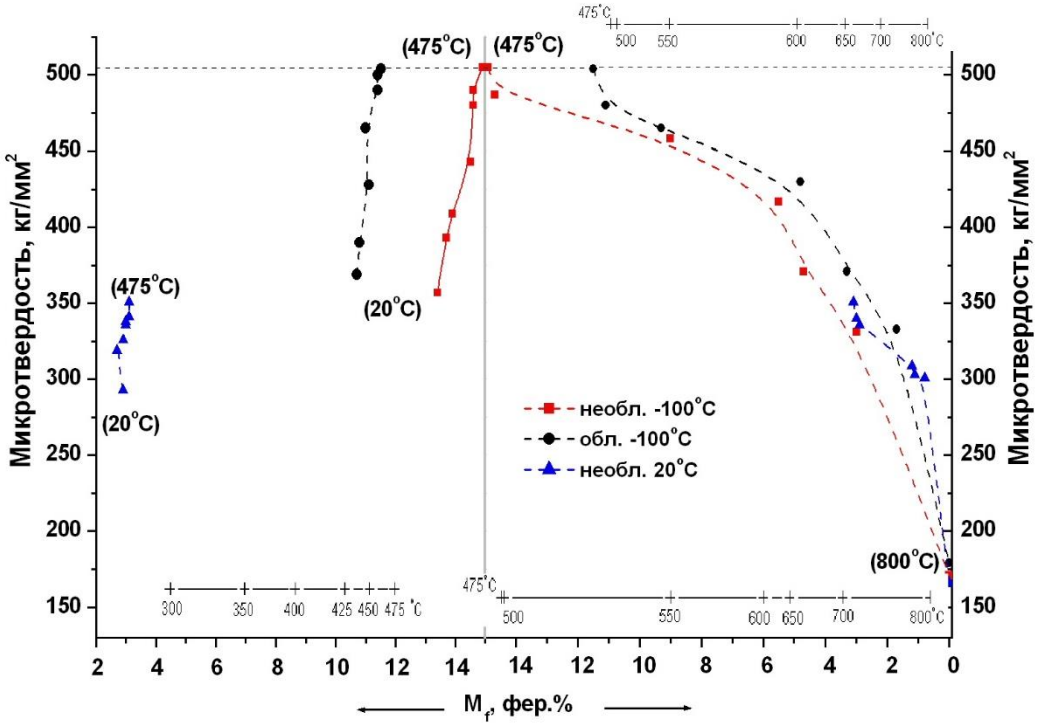


Рисунок 6. Микротвердость стали 12Х18Н10Т в зависимости от содержания мартенситной α'-фазы в деформированных образцах после термического воздействия

На рисунке 6 приведены зависимости H_μ от количества упрочняющей α'-фазы в стальных образцах, необлученном и облученном нейтронами, на отметках с максимальными значениями M_f и H_μ. Левая часть диаграммы построена на интервале M_f = 2–15 фер. %. Здесь значения H_f увеличиваются с ростом содержания фазы M_f, т.е. имеет место отжиговое упрочнение. При этом участки образца, расположенные вблизи «шейки», демонстрируют близкую к линейной зависимость H_μ от M_f. Для образцов с $T_{исп}$ = −100 °С тангенс угла наклона $H_\mu(M_f)$ больше в случае облученной стали, по сравнению с необлученной. Таким образом, в силу особенностей микроструктуры, облученная деформированная сталь упрочняется интенсивнее при меньшем приросте фазы по сравнению с исходной сталью. То же самое наблюдается и для исходной стали, деформированной при 20 °С. Кроме того, наличие на графиках эффекта приращения H_μ без изменения M_f свидетельствует о том, что упрочнение стали при отжиге может быть обусловлено также и другими структурными механизмами – двойникованием, формированием дислокационных стенок и ячеек, фрагментацией и разориентацией субструктурных элементов. В микроструктурах, где образование α'-фазы затруднено, такие механизмы упрочнения могут вносить равнозначный вклад с мартенситным упрочнением.

В правой части диаграммы (рисунок 6) по оси абсцисс отложены значения M_f в порядке убывания, от 15 фер. % до 0. Значения H_μ уменьшаются одновременно с убыванием M_f в ходе обратного $\alpha'\rightarrow\gamma$ мартенситного превращения. Здесь стоит отметить разную интенсивность разупрочнения стали на интервале отжигов 500–550 °С для облученного и необлученного образцов ($T_{исп}$ = −100 °С). Интенсивность снятия упрочнения, $И = \Delta H_\mu/(\Delta M_f \Delta T)$, для необлученной стали составляет 5,1 кг/мм^2/(фер. % °С), тогда как для облученной – выше, И = 8,3 кг/мм^2/(фер. % °С). Анализ показал, что максимум отжигового разупрочнения стали лежит в интервале температур 600–650 °С. При температурах 650–800 °С разупрочнение стали происходит не только из-за сокращения количества остаточной α'-фазы в объеме образцов, но, главным образом, за счет рекристаллизационных процессов и формирования новой, более совершенной зеренной структуры.

Заключение

В результате проведения экспериментов по одноосному растяжению образцов необлученной и облученной нейтронами нержавеющей стали 12Х18Н10Т при низких температурах и последующим изохронным отжигам деформированных образцов установлено следующее:

– Понижение температуры деформации до −100 °С приводит к росту прочностных характеристик стали практически без потери пластичности. При этом наиболее значимый вклад в деформационное упрочнение вносит образование и рост α'-мартенситной фазы.

– Критические напряжения начала $\gamma\rightarrow\alpha'$ превращения при −100 °С ненамного превышают предел текучести стали. При этом интенсивность выделения мартенсита в облученной стали существенно ниже, чем в необлученной. При 20 °С, напротив, облученная сталь более склонна к $\gamma\rightarrow\alpha'$ переходу под внешней нагрузкой.

– В образцах с высоким содержанием α'-фазы, после деформации при −100 °С и отжига, наблюдалось значительное отжиговое упрочнение при относительно слабом приросте содержания α'- фазы. Температурный интервал эффекта отжигового упрочнения для стали 12Х18Н10Т составляет 300–600 °С, а его интенсивность практически не зависит от предварительного облучения. Прирост α'-фазы наблюдался при температурах отжига 300–500 °С. Максимум отжигового упрочнения соответствовал максимальному содержанию α'-фазы в образцах после отжига при 475 °С.

– Повышенные температуры отжига (650–800 °С) инициировали процессы обратного $\alpha'\rightarrow\gamma$ превращения, сопровождающиеся резким уменьшением содержания α'-фазы и прочностных свойств стали. Максимальная скорость отжигового разупрочнения стали, независимо от предыстории, отвечает интервалу температур 600–650 °С. Интенсивность разупрочнения выше в облученной стали, по сравнению с необлученной.

Полученные результаты углубляют понимание природы физических процессов в облученных нейтронами аустенитных сталях в условиях низкотемпературной деформации и последующего термического воздействия. Авторы выражают признательность сотрудникам лаборатории радиационного материаловедения РГП ИЯФ Рубану С.В. и Щербининой Н.В. за помощь в проведении радиационных экспериментов. Работа выполнена при финансовой поддержке гранта №АР05130527 Программы грантового финансирования МОН РК.

Литература

1. Максимкин, О.П. Прямые и обратные мартенситные превращения в реакторных сталях, облученных нейтронами и заряженными частицами / О.П. Максимкин // Вестник НЯЦ. – 2015. – вып. 3. – С. 113–123.
2. Максимкин, О.П. Влияние реакторного облучения на закономерности мартенситного $\gamma\rightarrow\alpha'$ - превращения в стали 12Х18Н10Т при деформации / О.П. Максимкин, Д.Т. Бердалиев // Вестник НЯЦ. – 2009. – вып. 3. – С.167–172.
3. Цай, К.В. Влияние облучения и деформации на фазовые превращения в реакторных хромоникелевых сталях / К.В. Цай, О.В. Рофман, С.В. Рубан, О.П. Максимкин, Ф.А. Гарнер // Вестник НЯЦ. – 2016. – вып. 1. – С. 66–72.

4. Рыбин, С.В. Создание испытательных низко– и высокотемпературной камер и их применение для изучения деформационно-пластического поведения облученных материалов / С.В. Рыбин, О.П. Максимкин, М.Н. Гусев // Вестник НЯЦ РК. – вып. 2. – 2010. – С. 75–80.
5. Максимкин, О.П. Влияние нейтронного облучения и отрицательных температур растяжения на механические и магнитные характеристики аустенитной реакторной стали Х18Н9, аустенизированной при температурах 900 °С и 1050 °С / О.П. Максимкин, С.В. Рубан // Вестник НЯЦ РК. – 2017. – вып. 1. – С. 5–8.
6. Максимкин, О.П. Изменения электросопротивления и намагниченности необлученной и облученной нейтронами стали Х18Н9 в процессах деформации и отжигов / О.П. Максимкин, Е.Е. Нұрғали // Вестник НЯЦ. – 2018. – вып. 1. – С. 61–68.
7. Рахашев, Б.К. Исследование обратного мартенситного $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения в облученных высокоэнергетическими частицами, деформированных нержавеющих сталях 12Х18Н10Т и 08Х16Н11М3 / Б.К. Рахашев // Диссертация на соискание ученой степени кандидата физ.-мат. наук. – г. Алматы. – 2010.
8. Максимкин, О.П. Некоторые особенности обратного мартенситного $\alpha' \rightarrow \gamma$ превращения в стали 12Х18Н10Т, облученной до высоких повреждающих доз в быстром реакторе БН-350/ О.П. Максимкин, М.С. Мережко, С.В. Рубан // Вестник НЯЦ РК. – 2011. – вып. 2. – С. 109–114.

ДЕФОРМАЦИЯ ЖӘНЕ ДЕФОРМАЦИЯДАН КЕЙІНГІ КҮЙДІРУЛЕР НӘТИЖЕСІНДЕ 12Х18Н10Т АУСТЕНИТТІК БОЛАТТЫҢ ФАЗАЛЫҚ ҚҰРАМЫ МЕН БЕРІКТІК ҚАСИЕТТЕРІНІҢ ӨЗГЕРІСТЕРІ

[1,2] К.В. Цай,[1,3] О.В. Рофман,[1,2] М.А. Отставнов

[1] Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан
[2] Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті , Алматы, Қазақстан
[3] «МБжҚИ» ҰЗТУ, Мәскеу, Ресей

Сәулелендірілмеген және нейтрондармен сәулелендірілген, 300–800 °С температуралар ауқымында төмен температуралы деформация және деформациядан кейінгі күйдіруге ұшыраған 12Х18Н10Т аустениттік тоттанбайтын болаттың фазалық құрамы мен механикалық қасиеттерінің өзгеруі бойынша эксперименттік нәтижелер талқылануда. Деформация және күйдіру арқылы мартенситті α'-фазаның пайда болуы мен өсу ерекшеліктері зерттелді. Болаттың микроқаттылық шамасының α'-фазаның мөлшерінен тәуелділігі қарастырылды.

CHANGES IN PHASE COMPOSITION AND STRENGTH PROPERTIES OF 12Cr18Ni10Ti AUSTENITIC STEEL AS A RESULT OF DEFORMATION AND POST-DEFORMATION ANNEALING

[1,2] K.V. Tsai, [1,3] O.V. Rofman, [1,2] M.A. Otstavnov

[1] Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan
[2] Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan
[3] "MISIS" NUST, Moscow, Russia

The results of experiments studying the peculiarities of changes in both phase composition and mechanical properties of austenitic 12X18H10T stainless steel, unirradiated and irradiated with neutrons, subjected to low-temperature deformation and post-deformation annealings in the temperature range 300–800 °C are discussed. The features of the formation and growth of the martensitic-phase during deformation and annealing are investigated. The dependence of the α'-phase content on microhardness of austenitic steel is considered.