

ПРОЧНОСТЬ И ПЛАСТИЧНОСТЬ

УДК 669.1:539.12.043

ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В ПРОЦЕССЕ СРЕДНТЕМПЕРАТУРНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ ОБЛУЧЕННОГО НЕЙТРОНАМИ АРМКО-ЖЕЛЕЗА

© 2022 г. М. С. Мережко^а, *, Д. А. Мережко^а, К. В. Цай^а

^аИнститут ядерной физики, ул. Ибрагимова, 1, Алматы, 050032 Республика Казахстан

*e-mail: merezhko@inp.kz

Поступила в редакцию 05.06.2021 г.

После доработки 07.10.2021 г.

Принята к публикации 08.10.2021 г.

Исследовано влияние нейтронного облучения на формирование механических свойств в процессе среднетемпературной пластической деформации технически чистого железа. Обнаружен эффект подавления динамического деформационного старения вследствие взаимодействия примесных атомов с радиационно-индуцированными дефектами. В облученных нейтронами образцах значительного снижения пластичности, обусловленного “синеломкостью”, не наблюдалось. Кроме того, было выявлено, что воздействие высокоэнергетическими частицами повышает среднетемпературную пластичность облученного армко-железа, увеличивает количество реализуемых в процессе пластического течения микроструктурных деформационных механизмов.

Ключевые слова: динамическое деформационное старение, прочность, пластичность, нейтронное облучение, армко-железо

DOI: 10.31857/S0015323022020085

ВВЕДЕНИЕ

В некоторых материалах, таких как армко-железо, аустенитные стали AISI 304, 316, сплавы Al–Cu–Mn, Al–Cu–Mn–Mg и др., при низких скоростях деформации и повышенных температурах испытаний возникает эффект Портевена–Ле Шателье (ПЛШ) [1, 2]. Он проявляется в виде зубчатости или колебаний нагрузки на кривых “усилие – удлинение”. Одна из основных причин возникновения эффекта ПЛШ в металлах – динамическое деформационное старение (ДДС) материала в процессе деформации. Легкие примесные атомы (например, азот или углерод) при температурах ~0.3 от температуры плавления диффундируют на подвижные дислокации, временно блокируя их, вследствие чего происходит рост нагрузки с последующим ее падением [3]. В случае, когда скорость диффузии выше скорости дислокаций, процесс блокировки/разблокировки повторяется многократно, приводя к многочисленным срывам нагрузки, отчетливо различимым на инженерной кривой [4]. ДДС сильно зависит от скорости деформации и температуры испытания [5]. Выделяют различные типы зубчатости, которые изменяются в зависимости от температуры, скорости и степени деформации материала [4].

Деформационное старение значительно влияет на механические свойства металлов [6], фор-

мирующиеся в процессе среднетемпературной пластической деформации. Прочность увеличивается [7, 8], значительно повышается температура хладноломкости, снижается пластичность и вязкость стали (эффект “синеломкости”). В случае статического старения материал охрупчивается вплоть до почти полного исчезновения способности к пластической деформации из-за блокировки дислокаций мелкодисперсными выделениями [1]. Динамическое деформационное старение – кратковременный процесс, который к тому же сопровождается образованием высокой плотности дислокаций. В результате снижение пластичности материала происходит не до полной потери способности материала к пластической деформации, но, тем не менее, довольно значительно [9].

Исследование процесса ДДС является важной задачей реакторного материаловедения, результаты исследования должны учитываться при разработке новых материалов и/или выбора режима их эксплуатации. Так, например, предполагается, что дополнительное локальное упрочнение материала из-за ДДС может компенсировать недостаточное деформационное упрочнение, что, по-видимому, является основной причиной снижения пластичности металлов [10]. В работе [11] динамическое деформационное старение было названо одним из возможных процессов, с помощью

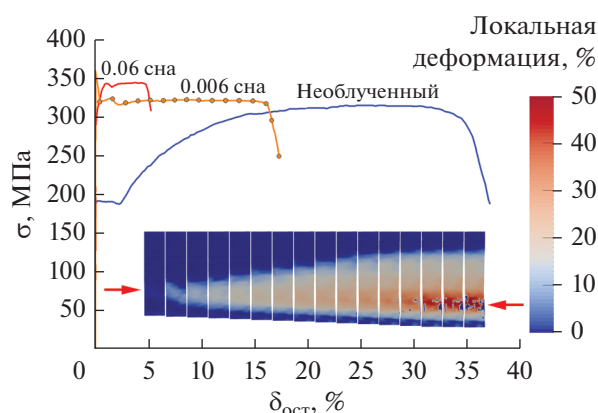


Рис. 1. Инженерные диаграммы растяжения образцов армко-железа, деформированных при комнатной температуре. Также приведены карты распределения локальных деформаций по поверхности образца, облученного до 0.006 сна, полученные методом DIC. Каждой карте соответствует точка на инженерной кривой. Красной стрелочкой обозначено место разрыва. Пятна в области шейки — зоны с высокой локальной деформацией и низкой контрастностью изображений.

которого можно будет контролировать пластичность аустенитных сталей при повышенных температурах.

В настоящей работе приведены результаты экспериментов по изучению влияния нейтронного облучения и температуры растяжения на физико-механические свойства армко-железа, деформированного в диапазоне температур проявления эффекта “синеломкости” 20–325°C.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследовали технически чистое железо (Fe — осн., 0.04C, 0.06Si, 0.017Cr, 0.017Mn, 0.038P). Эксперименты проводили на плоских образцах в форме двойной лопатки с размерами рабочей части 10 × 3.5 × 0.35 мм, отожженных в вакууме при 950°C, 30 мин. Облучение нейтронами до трех различных повреждающих доз: 0.006, 0.02 и 0.06 смещений на атом (сна), проводили в активной зоне реактора ВВР-К (Алматы, Казахстан), тепловая мощность которого 6 МВт, а температура облучения <80°C [12, 13].

Механические испытания на одноосное растяжение со скоростью 0.5 мм/мин ($8.3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$) необлученных и облученных образцов проводили при температурах 20–325°C с использованием жесткой разрывной машины “Instron-1195”. Перед началом деформирования образцы выдерживали при температуре испытания 8 мин.

В результате растяжения определяли напряжение (σ), относительное удлинение ($\delta_{\text{отн}}$) и оста-

точное относительное удлинение ($\delta_{\text{ост}}$), которое вычисляли путем вычитания из $\delta_{\text{отн}}$ упругой составляющей.

Для исследования процессов локализации деформации в облученных образцах применяли методику корреляции цифровых изображений (DIC) [14, 15]. Данный метод не зависит от природы тестируемого материала и позволяет исследовать локальные деформационные характеристики твердых тел, строить “истинные” кривые. На образец промашленным распылителем наносили контрастный паттерн. В процессе деформации без остановки разрывной машины образец фотографировали 18-мегапиксельной цифровой фотокамерой CANON EOS 600D. Полученные снимки затем обрабатывали с использованием свободного программного обеспечения DICe (Digital image correlation engine) [16, 17]. Результатом расчета являются карты распределения локальных деформаций по поверхности образца.

Исследование структуры проводили на просвечивающем электронном микроскопе “Jeol JEM 100CX” и оптическом микроскопе “Neophot-2”. ПЭМ-объекты представляли собой диски Ø3 мм, выбитые из деформированных образцов и утоненные в электролите (20% HClO₄ + 80% C₂H₅OH при $U = 12\text{--}16 \text{ В}$, $I = 16\text{--}18 \text{ мА}$) до появления сквозного отверстия. Расчет плотности дислокаций проводили по электронно-микроскопическим фотографиям с помощью метода секущих [18], в котором в качестве набора секущих линий использовали прямоугольную сетку:

$$\rho_d = \frac{M_a}{h} \left(\frac{N_{L1}}{L_1} + \frac{N_{L2}}{L_2} \right), \quad (1)$$

где M_a — увеличение снимка; h — толщина образца; N_{L1} , N_{L2} — число пересечений дислокациями горизонтальных и вертикальных линий с длинами L_1 и L_2 соответственно.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 приведены типичные инженерные диаграммы необлученных и облученных нейтронами образцов армко-железа, деформированных при комнатной температуре.

Диаграммы необлученных образцов железа содержат небольшой “зуб” и площадку текучести, характерные для материалов с ОЦК-решеткой. Деформация на этой стадии не является однородной и развивается путем перемещения по образцу одной или нескольких полос Чернова–Людерса. После облучения до 0.006 сна зуб текучести сильно увеличился — верхний предел текучести стал равен 360 МПа, в то время как временное сопротивление разрушению осталось на уровне 315–320 МПа. Относительное удлинение снизилось

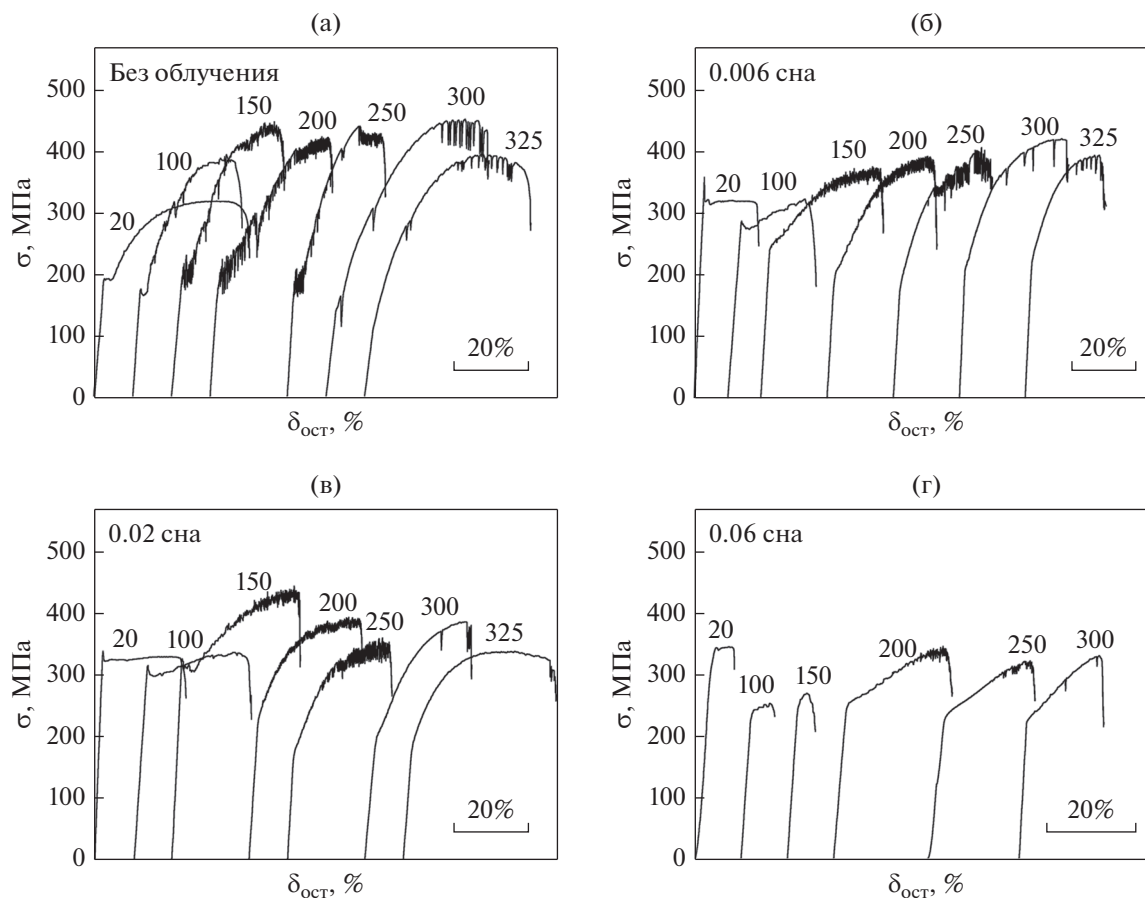


Рис. 2. Типичные инженерные диаграммы образцов армко-железа, необлученных (а) и облученных нейтронами до 0.006 (б), 0.02 (в), 0.06 с.н.а (г), деформированных при повышенных температурах. Цифры у кривых – температура испытания в градусах Цельсия. Для наглядности кривые сдвинуты по шкале деформаций.

почти вдвое с 37 до 17% соответственно. Увеличение дозы облучения в 10 раз, до 0.06 с.н.а, привело к исчезновению зуба текучести и некоторому росту величины предела прочности до 345 МПа. При этом относительное удлинение уменьшилось катастрофически – до 5.2%. Изменился и внешний вид диаграмм: появилась длинная площадка текучести, после которой начинается стадия образования шейки. Область равномерного деформационного упрочнения, которая характеризуется монотонно увеличивающейся нагрузкой, исчезла, на кривых “нагрузка–деформация” фиксируется плато. Для исследования особенностей протекания деформации на этой стадии методом DIC были получены карты распределения локальных деформаций по поверхности образца, облученного до 0.006 с.н.а (рис. 1). Видно, что пластическая деформация сразу после достижения предела текучести сосредотачивается в одном сечении образца. После прохождения по рабочей области деформационной волны в этом же сечении образует шейка и происходит разрушение.

Повышение температуры испытания ведет к отжигу радиационных дефектов. В результате при 100°C “зуб” текучести становится меньше, а при дальнейшем повышении температуры растяжения, исчезает. Изменяется и общий вид диаграмм (рис. 2). Предел текучести становится меньше, чем предел прочности, в результате между ними появляется область кривой, на которой регистрируется монотонный рост нагрузки.

На диаграммах растяжения необлученного армко-железа уже при 100°C проявляется эффект Портевена–Ле Шателье в виде многочисленных срывов нагрузки, зубчатости. В этот момент на полированной поверхности металла отчетливо видны деформационные полосы. Увеличение температуры растяжения до 200°C приводит к усилению эффекта ПЛШ – исчезают малоамплитудные срывы нагрузки, зубчатость становится сильной и регулярной. Сами зубчики проявляются на кривых только по достижении некоторой степени деформации, значение которой растёт с увеличением температуры испытания.

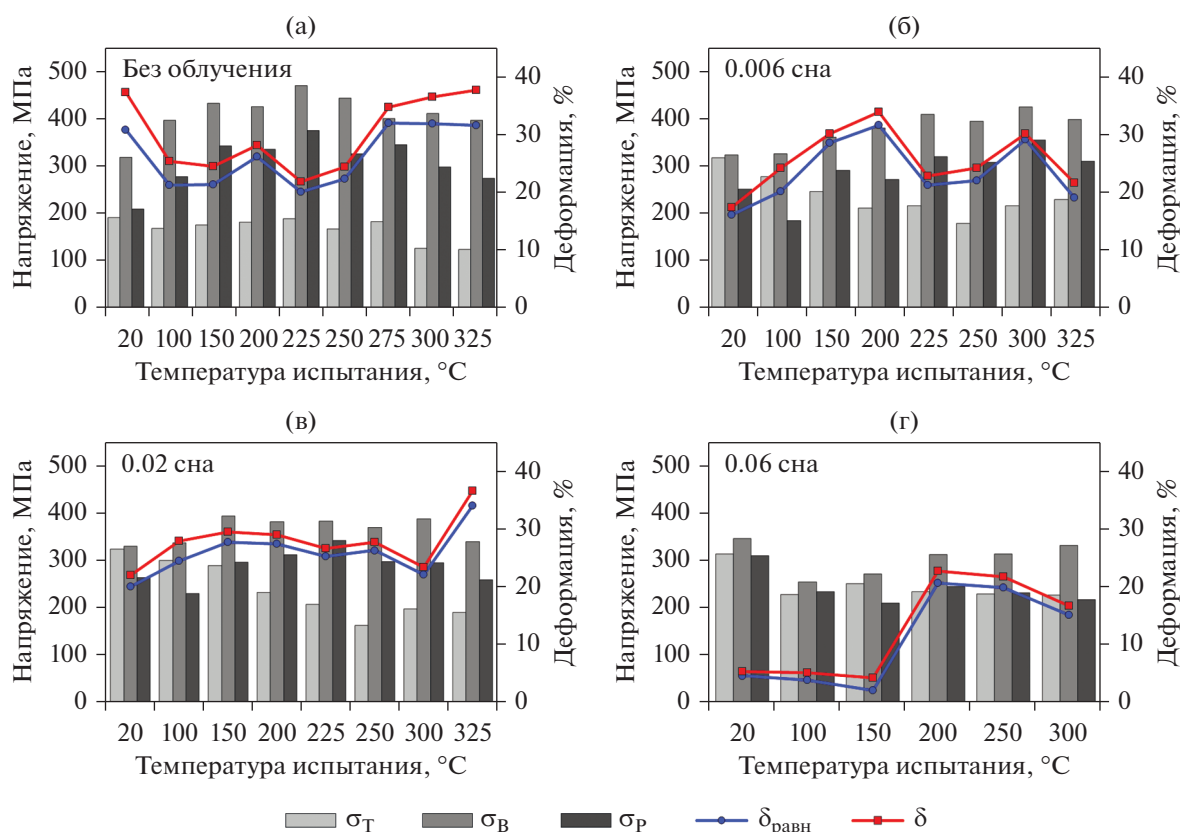


Рис. 3. Температурные зависимости характеристик прочности и пластичности армко-железа, необлученного (а) и облученного нейтронами в реакторе ВВР-К до 0.006 (б); 0.02 (в); 0.06 сна (г).

Высокоамплитудная зубчатость, которая отчетливо видна на кривых необлученного армко-железа, деформированного при 150–200°C, непосредственно после начала пластического течения, отсутствует на образцах, облученных нейтронами. На диаграммах образцов, облученных до 0.006 и 0.02 сна, отмечается интенсивная зубчатость на участках в районе предела прочности. ДДС в этих образцах приводит к значительному дополнительному упрочнению материала, которое более заметно в образцах, облученных до 0.02 сна и деформированных при температуре 150°C. Увеличение температуры до 300°C приводит почти к полному исчезновению зубчатости в этих образцах. Высокодозное облучение также подавляет эффект Портевена–Ле Шателье: небольшие области с малоамплитудной зубчатостью регистрируются только при температурах 200–250°C.

Были определены типы зубчатости согласно классификации Родригеса [4], которые присутствовали на деформационных кривых армко-железа. С ростом температуры испытания и деформации зубчатость типа А переходит в зубчатость типа В, а затем – типа С. Эта зависимость сохраняется, как для необлученного, так и для облу-

ченного армко-железа. Зубчатость типа D и E на диаграммах исследуемых материалов не наблюдалась.

Температурные зависимости характеристик прочности и пластичности необлученного и облученного армко-железа приведены на рис. 3. Отжиг слабых барьеров Орована, таких как скопления точечных дефектов и кластеров, в процессе нагрева образцов до начала испытания, а также увеличение подвижности атомов, привели к плавному снижению предела текучести облученных материалов в диапазоне $T_{\text{исп}} = 20\text{--}250^\circ\text{C}$. Этот эффект в необлученных образцах армко-железа не наблюдается (рис. 3а). Увеличение подвижности дислокаций с ростом температуры, по-видимому, эффективно компенсируется дополнительным упрочнением, проявляющимся в виде высокоамплитудных срывов нагрузки в районе предела текучести. Эта гипотеза подтверждается тем, что значительное падение σ_T необлученного армко-железа наблюдается при температуре 300°C, когда зубчатость в районе предела текучести исчезает.

Динамическое деформационное старение привело к увеличению предела прочности необлученного армко-железа. С ростом повреждающей дозы

величина этого эффекта снижается из-за подавления ДДС. Предел прочности материала, облученного до 0.06 сна, в диапазоне проявления эффекта ПЛШ 200–300°C сопоставим с величиной σ_B при комнатной температуре. Напряжение разрушения исследуемых материалов меньше предела прочности на 20–30% и находится от него в прямой зависимости.

На диаграммах температурной зависимости остаточного равномерного и полного удлинения необлученного армко-железа (рис. 3а) присутствует заметный прогиб в области активного протекания ДДС.

Наименьшая пластичность необлученного армко-железа была зарегистрирована при 225°C. На деформационных кривых при этой температуре наблюдался переход от интенсивной зубчатости типа В к зубчатости типа С. Примечательно, что при относительно высоких температурах >250°C наблюдался значительный рост характеристик пластичности до уровня, соответствующего деформации при комнатной температуре, который сопровождался редкими и высокоамплитудными срывами нагрузки ниже уровня кривой нагружения (тип С).

Равномерное и полное удлинение облученного нейтронами до 0.02 и 0.06 сна армко-железа непрерывно увеличиваются с ростом температуры. Таким образом, нейтронное облучение подавляет не только ДДС, но также и негативные эффекты с ним связанные, такие как “синеломкость”. Это, по-видимому, является одним из очень немногих положительных эффектов, которое оказывает нейтронное облучение на конструкционные материалы [19]. Радиационное охрупчивание наблюдалось в железе, облученном до 0.06 сна. Резкий рост пластичности с увеличением температуры, видимо, связан с преодолением критической температуры хрупко-вязкого перехода, которая в материалах с ОЦК-решеткой может значительно увеличиться после облучения.

Механические свойства облученных металлов во многом определяются сформировавшейся в результате радиационного воздействия дефектной структурой. В матрице армко-железа, облученного нейтронами до 0.02 сна (рис. 4), наблюдаются мелкие комплексы радиационных дефектов размером не более 3–5 нм, которые создают на изображении в светлом поле “black-dot” контраст. На краевых дислокациях происходит локализация атмосфер Коттрелла (С, N и пр.), которые образуют в процессе нейтронного облучения предвыделения в виде круглых темных пластинок. Примесные атомы оседают также на скоплениях радиационных дефектов, что делает последние заметными в темном поле и позволяет оценить их плотность — 10^{15} – 10^{16} см⁻³. Сегрегация атмосфер Коттрелла на дефекты радиационной

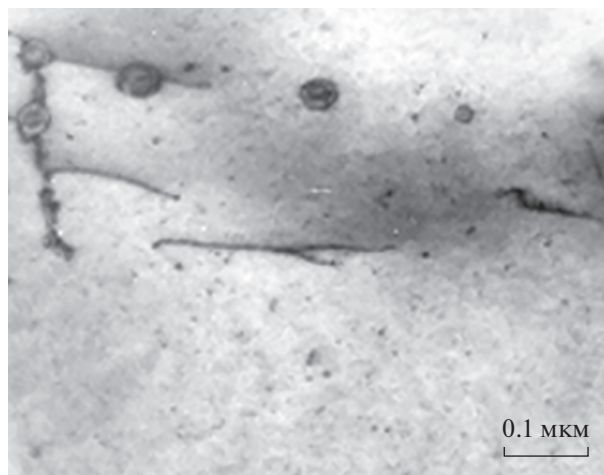


Рис. 4. Структура армко-железа, облученного нейтронами до 0.02 сна, до деформации.

природы может вызвать дополнительное упрочнение в процессе пластической деформации, а также подавить динамическое деформационное старение при повышенных температурах испытания.

Подавление динамического деформационного старения в результате облучения малыми дозами нейтронов наблюдали ранее, например в работе [20]. Радиационно-индуцированные дефекты, такие как вакансии и междоузельные атомы, взаимодействуют с легкими примесными атомами и образуют с ними комплексы. В результате чего концентрация примесных атомов в растворе падает и вероятность проявления ДДС в облученном состоянии становится ниже, чем в необлученном. При достижении определенного уровня дефектов радиационной природы возможно получение такого состояния материала, при котором он не будет испытывать ДДС. Следует отметить, что в настоящей работе не удалось достигнуть подобного состояния для технически чистого железа.

На рис. 5 представлены ПЭМ-изображения структуры армко-железа после механических испытаний. Эволюция дислокационной структуры в процессе деформации пластичных металлов обычно развивается в несколько стадий: от отдельных дислокаций до их скоплений, образований сетчатой, клубковой и ячеистой дислокационной структуры (ДС) [18]. При деформации армко-железа за пределами интенсивного локализованного течения наблюдаются все вышеперечисленные стадии структурных изменений. Однако увеличение температуры испытания необлученного материала приводит к сокращению числа реализуемых стадий в процессе растяжения в результате преждевременной локализации, обусловленной “синеломкостью”.

Вблизи шейки образцов, деформированных при $T_{исп} = 100^\circ\text{C}$, преобладает ячеистая ДС с ли-

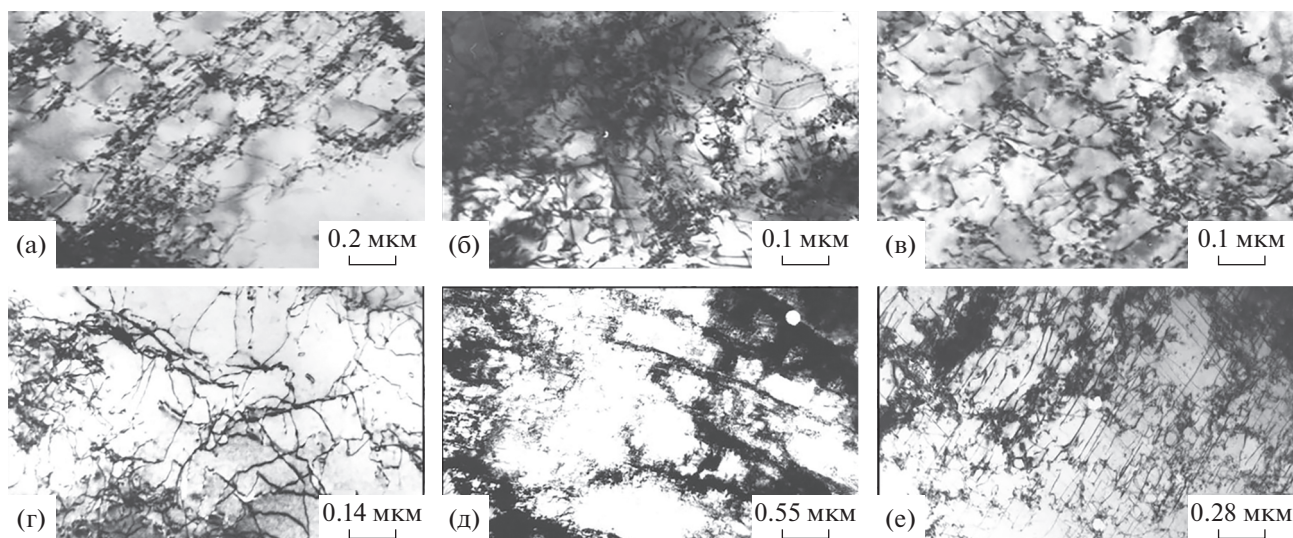


Рис. 5. Микроструктура необлученного (а–в) и облученного до 0.02 сна (г–е) железа, деформированного при температурах 100 (а, г), 200 (б, д) и 300°C (в, е).

нейным размером ячеек 0.2–0.4 мкм (рис. 5а). При $T_{исп} = 200^\circ\text{C}$ доминирующий тип дислокационной структуры – сетчато-ячеистый, а в отдельных зернах наблюдаются немногочисленные области ячеистой структуры (рис. 5б). При $T_{исп} = 300^\circ\text{C}$ и выше отмечаются области локализованной деформации с выраженной “симметричной” ячеистой ДС (рис. 5в), наблюдается небольшое количество небольших дислокационных петель, диаметром 3–20 нм, которые вызывают дополнительное упрочнение материала при высокотемпературной деформации и образуются, вероятнее всего, из-за схлопывания дислокационных диполей в плоскостях скольжения. Плотность дислокаций, определенная по формуле (1), меняется в интервале $5 \times 10^{10} - 1.2 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ (рис. 6). Увеличение температуры испытаний до 200°C приводит

к некоторому росту плотности дислокаций в необлученном железе. Минимальное значение средней плотности дислокаций наблюдалось в образцах, деформированных при температуре 150°C.

С ростом температуры испытания для облученного нейтронами армко-железа число реализуемых стадий эволюции дислокационной микроструктуры может, напротив, вырасти: от однородной сетчатой при $T_{исп} = 20^\circ\text{C}$ до сетчато-ячеистой при $T_{исп} > 100^\circ\text{C}$. Таким образом, увеличение температуры способствует облегчению преодоления дислокациями барьеров радиационно-деформационной природы.

Во всех исследованных образцах, вне зависимости от дозы облучения и степени деформации, существуют области, где возможности дислокационного скольжения не исчерпаны. Плотность дислокаций в них может быть в несколько раз ниже плотности дислокаций в областях с более высокой степенью локализации деформации.

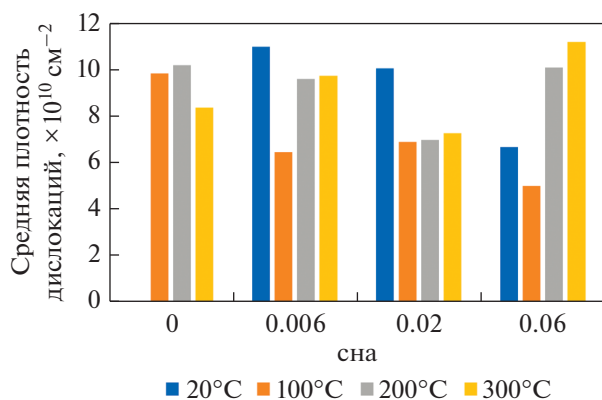


Рис. 6. Средняя плотность дислокаций необлученного и облученного нейтронами армко-железа после деформации при разных температурах.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Исследовали влияние нейтронного облучения на процесс динамического деформационного старения в технически чистом железе. Необлученные и облученные образцы деформировали растяжением в диапазоне температур 20–325°C со скоростью $8.3 \times 10^{-4} \text{ с}^{-1}$. Обнаружен эффект повышения пластичности и подавления процесса ДДС в армко-железе, облученном нейтронами. Данный факт объясняется формированием сложных комплексов, содержащих примесные атомы и радиационные дефекты, которые способствуют очистке матрицы материала от атомов внедрения, в результате чего снижается плотность атмосфер

Коттрелла и облегчается движение дислокаций. ПЭМ исследование микроструктуры необлученного армко-железа показало, что увеличение температуры испытания приводит к сокращению числа реализуемых структурных стадий в процессе растяжения, в то время как после нейтронного облучения наблюдается обратная ситуация. Это свидетельствует о том, что увеличение температуры способствует облегчению преодоления дислокациями барьеров радиационно-деформационной природы.

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Республики Казахстан (Грант № AP08052488).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Бабич В.К., Гуль Ю.П., Долженков И.Е.* Деформационное старение стали. М.: Металлургия, 1972. 320 p.
2. *Alomari A.S.* Serrated yielding in austenitic stainless steels // *Mater. High Temperat.* 2021. V. 38. № 4. P. 222–236.
3. *McCormick P.G.* Theory of flow localisation due to dynamic strain ageing // *Acta Metal.* 1988. V. 36. № 12. P. 3061–3067.
4. *Rodriguez P.* Serrated plastic flow // *Bull. Mater. Sci.* 1984. V. 6. № 4. P. 653–663.
5. *Cai M.C., Niu L.S., Yu T., Shi H.J., Ma X.F.* Strain rate and temperature effects on the critical strain for Portevin–Le Chatelier effect // *Mat. Sci. Eng: A.* 2010. V. 527. № 20. P. 5175–5180.
6. *Jacobs T.R., Matlock D.K., Findley K.O.* Characterization of localized plastic deformation behaviors associated with dynamic strain aging in pipeline steels using digital image correlation // *Int. J. Plasticity.* 2019. V. 123. P. 70–85.
7. *Hong S.-G., Lee S.-B.* The tensile and low-cycle fatigue behavior of cold worked 316L stainless steel: influence of dynamic strain aging // *Int. J. Fatigue.* 2004. V. 26. № 8. P. 899–910.
8. *Li C.-C., Leslie W.C.* Effects of dynamic strain aging on the subsequent mechanical properties of carbon steels // *Metall Mater Trans A.* 1978. V. 9. № 12. P. 1765–1775.
9. *Singh S.K., Mahesh K., Gupta A.K.* Prediction of mechanical properties of extra deep drawn steel in blue brittle region using Artificial Neural Network // *Mater. & Design (1980–2015).* 2010. V. 31. № 5. P. 2288–2295.
10. *Was G.S.* Fundamentals of Radiation Materials Science: Metals and Alloys. Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 2007.
11. *Meric de Bellefon G., van Duysen J.C.* Tailoring plasticity of austenitic stainless steels for nuclear applications: Review of mechanisms controlling plasticity of austenitic steels below 400°C // *J. Nucl. Mat.* 2016. V. 475. P. 168–191.
12. *Sairanbayev D.S., Koltchnik S.N., Shaimerdenov A.A., Tulegenov M.Sh., Kenzhin Y.A., Tsuchiya K.* Time History of Performance Parameters of WWR-K Reactor during Gradual Replacement of the Water Reflector by a Beryllium One // *Russian Physics J.* 2021. V. 63. № 12. P. 2165–2177.
13. *Nazarov K.M., Muhametuly B., Kenzhin E.A., Kichanov S.E., Kozlenko D.P., Lukin E.V., Shaimerdenov A.A.* New neutron radiography and tomography facility TITAN at the WWR-K reactor // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment.* 2020. V. 982. P. 164572.
14. *Pan B.* Digital image correlation for surface deformation measurement: historical developments, recent advances and future goals // *Meas. Sci. Technol.* 2018. V. 29. № 8. P. 082001.
15. *Pan B., Qian K., Xie H., Asundi A.* Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review // *Meas. Sci. Technol.* 2009. V. 20. № 6. P. 062001.
16. *Turner D.Z.* Digital Image Correlation Engine (DICE) Reference Manual, Sandia Report: SAND2015-10606 O. 2015.
17. *Turner D.Z.* An Overview of the Virtual Strain Gauge Formulation in DICE, Sandia Report: SAND2018-5463R. 2018.
18. *Цай К.В.* Микроструктурные особенности радиационного повреждения и связанных с ним макрохарактеристик распухания и упрочнения аустенитных сталей, облучавшихся в реакторах БН-350 и ВВР-К // Дис. ... д-ра физ.-мат. наук: 01.04.07. Институт ядерной физики. Алматы. 2010. 242с.
19. *Murty K.L.* Is neutron radiation exposure always detrimental to metals (steels)? 5954 // *Nature.* 1984. V. 308. № 5954. P. 51–52.
20. *Charit I., Murty K.L.* Effect of Radiation Exposure on the Hall–Petch Relation and Its Significance on Radiation Embrittlement in Iron and Ferritic Steels // *Trans. SMiRT 19.* Toronto, 2007. P. D03/3.