

УСТАЛОСТЬ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ, МОДИФИЦИРОВАННОЙ ОКСИДАМИ ЦИРКОНИЯ И ИТТРИЯ

С.И. Аксенова, Б.В. Борц, И.М. Короткова, А.В. Пахомов, В.И. Соколенко
Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина
E-mail: vsokol@kipt.kharkov.ua

Представлены результаты усталостных испытаний на консольный изгиб стали 08X18H10T в исходном и модифицированном состояниях (добавки наноразмерных частиц оксидов Zr и Y). Для модифицированной стали показано существенное увеличение усталостной прочности в области малоциклового усталости и незначительное изменение этой характеристики при большом числе циклов нагружения. Наблюдаемые изменения усталостных свойств связываются с различием характера зарождения и развития усталостных повреждений.

ВВЕДЕНИЕ

Дисперсионно-упрочненные оксидами (ДУО) стали являются перспективными материалами для использования в качестве ответственных элементов ядерных и термоядерных энергетических установок [1]. Как известно, высокая термическая и радиационная стойкости данного типа материалов при высокодозном облучении могут достигаться в результате формирования в матрице системы кластеров из устойчивых оксидов переходных металлов (Ti, Zr, Y и др.), обогащенных Cr, Mn, Si, с расстояниями, соизмеримыми с длиной свободного пробега радиационных точечных дефектов (~ 10...20 нм). Границы раздела таких включений с матрицей являются барьерами для дислокаций и ловушками для межузельных атомов и вакансий, способствующими их рекомбинации.

В настоящее время наиболее изученной является порошковая технология получения ДУО-сталей (см. например [2]). Однако данная технология ограничивает количество материала, является трудоемкой и затратной. В этой связи предпринимаются исследования возможности получения ДУО-сталей альтернативным методом плавки [3, 4].

При увеличении срока службы АЭС возрастает суммарная длительность переходных режимов и циклических нагрузок на оборудование, что приводит к усталости металла и может вызывать образование трещин в элементах оборудования, ВКУ, разгерметизацию твэлов. Разработка новых модификаций оборудования (ВКУ, твэлов и ТВС) требует решения данных задач [5]. Учитывая это, целесообразным является исследование усталости перспективных конструкционных материалов АЭС нового поколения, в том числе ДУО-сталей. В рамках настоящей работы проведены исследования усталости аустенитной стали, модифицированной оксидами циркония и иттрия методом вакуумной плавки.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

Модифицированная сталь 08X18H10T была получена методом вакуумно-дугового переплава с добавлением нанопорошков системы ZrO_2 - Y_2O_3 (ZrO_2 ,

стабилизированный Y_2O_3) и металлического Y по технологии, описанной в [4]. В качестве расплаваемого электрода использовался электрод из этой же стали.

Из выплавленного слитка был вырезан темплет размерами 93×55,1×9,4 мм (толщина $h = 9,4$ мм), который подвергался термомеханической обработке (ТМО) с использованием вакуумного прокатного стана ДУО-170 с печью в несколько этапов и последовательным уменьшением толщины:

- 1 – нагрев 1 ч при $T = 1100$ °С, прокатка до $h = 5$ мм, возврат в печь;
- 2 – нагрев 20 мин при $T = 1100$ °С, прокатка до $h = 3$ мм, возврат в печь;
- 3 – нагрев 20 мин при $T = 1100$ °С, прокатка до $h = 2$ мм, возврат в печь, остывание вместе с печью;
- 4 – холодная прокатка в несколько проходов до $h = 0,5$ мм.

Из полученной ленты вырезались плоскопараллельные образцы размером 0,5×3,540 мм для усталостных испытаний и образцы в форме лопаток с размером рабочей части 0,5×1,5×15 мм для испытаний на одноосное растяжение. Массовое содержание примесей в них составляло: Zr ~ 0,08...0,09%; Y ~ 0,8%.

Процедура изготовления образцов стали без модифицирующих добавок включала аналогичную ТМО заготовки идентичных размеров.

Все образцы отжигались при $T = 1050$ °С в течение 1 ч с охлаждением на воздухе.

Отожженную сталь, содержащую добавки оксидов циркония и иттрия, обозначим как модифицированную, а без добавок – как исходную.

Испытания на знакопеременный консольный изгиб с частотой нагружения $f = 50$ Гц и на одноосное растяжение со скоростью 10^{-4} с⁻¹ осуществлялись при комнатной температуре. Механические испытания на растяжения проводили со скоростью 10^{-4} см⁻². Для измерений микротвердости использовали прибор ПМТ-3. Структуру образцов определяли с помощью металлографии, электронной (JEM-100CX) и растровой (JEOL-840-JM) микроскопии.

Выявление зеренной структуры исходной и модифицированной сталей осуществлялось сочетанием электрополировки поверхности образцов в растворе $H_3PO_4+H_2SO_4+CrO_3+H_2O$ (1:1:1:1) и последующего электрохимического травления в растворе $HNO_3+HF+H_2SO_4+H_2O$ (1:1:1:1) и при плотности тока $j \approx 22 \text{ mA/cm}^2$ в течение $\tau = 3 \dots 5 \text{ с}$.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 1 показана микроструктура слитка, полученная методом трансмиссионной электронной микроскопии. Светлыми окружностями отмечены наночастицы оксидов. Среднее расстояние между ними составляет $\sim 65 \text{ нм}$. Оценки показали, что плотность наночастиц составляет $36,4 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$.

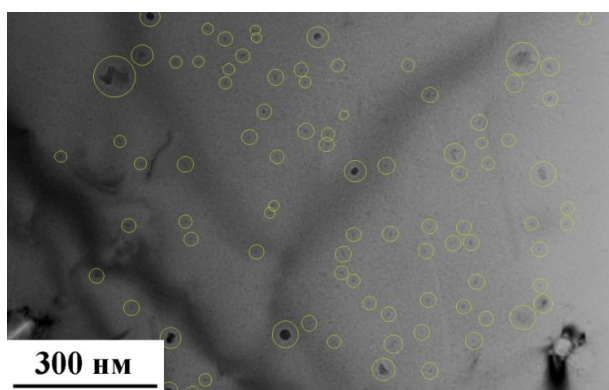


Рис. 1. Микроструктура модифицированной оксидами стали 08X18H10T в литом состоянии

Зеренные структуры исходной и модифицированной оксидами стали 08X18H10T в отожженном состоянии иллюстрирует рис. 2. По полученным металлографическим данным была построена гистограмма распределения зерен (рис. 3). Для модифицированной стали характерно более равномерное распределение по размеру зерна, существенное уменьшение количества зерен с размером $d \geq 80 \text{ мкм}$ и смещение максимума гистограммы с 30 до 20 мкм.

В таблице приведены средние значения размера зерна и механические характеристики образцов. Из таблицы и рис. 2 следует, что уменьшение среднего размера зерна на $\sim 25\%$ для модифицированной стали сопровождается увеличением микротвердости (3%), условного предела текучести (8%) и снижением пластичности (8%).

Средний размер зерна (d), микротвердость по Виккерсу (H_V), предел текучести ($\sigma_{0,2}$), предел прочности (σ_B), равномерное (δ_p) и общее (δ_o) удлинения, а также относительные изменения (Δ) этих характеристик для исходной и модифицированной оксидами сталей

Материал	d , мкм	Δd , %	H_V , МПа	ΔH_V , %	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\Delta \sigma_{0,2}$, %	σ_B , МПа	$\Delta \sigma_B$, %	δ_p , %	$\Delta \delta_p$, %	δ_o , %	$\Delta \delta_o$, %
X18H10T	46	–	1583	–	236	–	645	–	55	–	66	–
X18H10T модифицированная	35	-24	1628	3	255	8	659	2,3	54	-2	61	-8

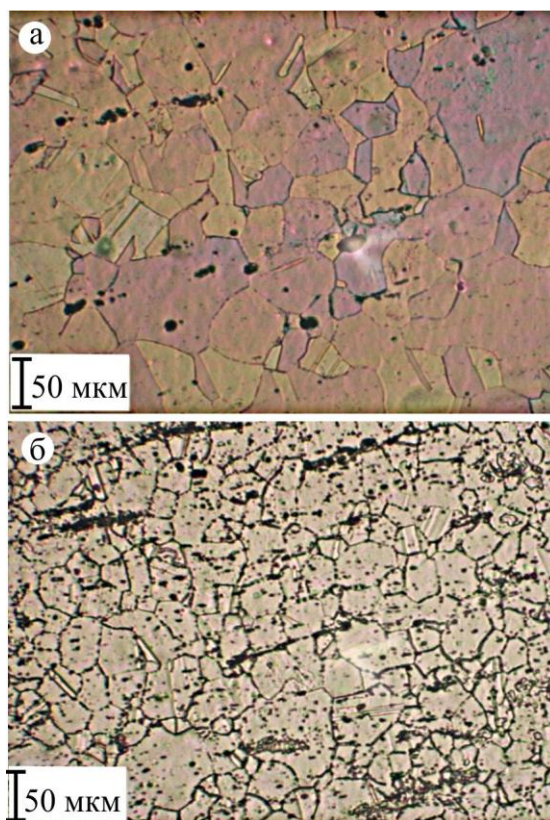


Рис. 2. Зеренные структуры исходной стали (а) и стали, модифицированной оксидами (б)

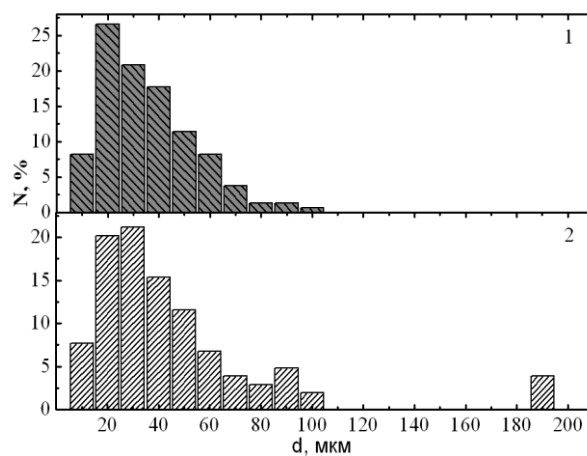


Рис. 3. Распределение зерен по размеру: 1 – модифицированная сталь; 2 – исходная сталь

Из кривых испытания на знакопеременный кон-
 сольный изгиб (рис. 4) следует, что модифицирован-
 ная сталь обладает более высокими значениями
 усталостной прочности по сравнению с исходной,
 особенно в области малоциклового усталости. Так,
 для $N = 10^4$ циклов напряжение разрушения увели-
 чивается на $\sim 30\%$. В то же время в области нагру-
 жения с малыми амплитудами прирост усталостной
 прочности для модифицированной стали заметно
 уменьшается. На базе $N = 10^6$ циклов можно оце-
 нить значение предела выносливости $\sigma_{RM} \sim 420$ МПа
 и $\sigma_{RI} \sim 375$ МПа для модифицированной и исходной
 сталей соответственно.

Изменение долговечности стали вследствие мо-
 дифицирования показывает рис. 5. Видно, что вбли-
 зи предела выносливости прирост долговечности
 для модифицированной стали достигает 10^6 циклов
 и монотонно снижается на два порядка для напря-
 жений ~ 800 МПа.

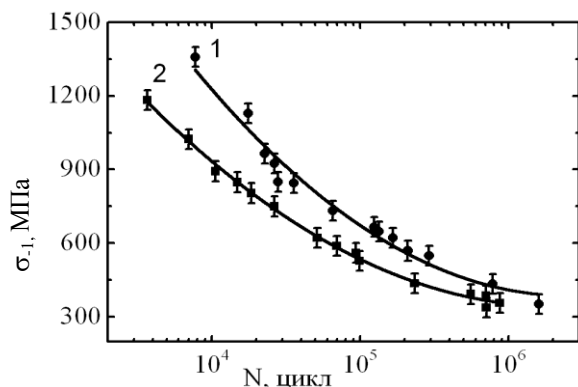


Рис. 4. Кривые Велера: 1 – модифицированная
 оксидами сталь; 2 – исходная сталь

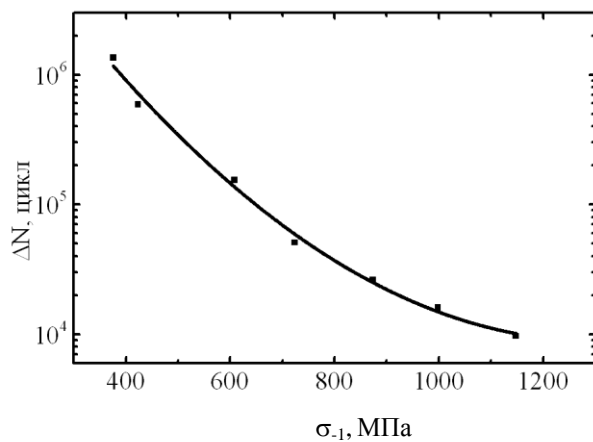


Рис. 5. Изменение долговечности стали вследствие
 модифицирования

На рис. 6 показаны микрофотографии типичных
 участков поверхности образцов вблизи места раз-
 рушения в зависимости от уровня нагрузки. При
 малых амплитудах знакопеременного нагружения
 общая протяженность макротрещин для модифици-
 рованной и исходной сталей примерно одинакова
 (см. рис. 6,а,в). В случае больших амплитуд протя-
 женность макротрещин для модифицированной ста-
 ли значительно меньше по сравнению с исходной
 (см. рис. 6,б,г).

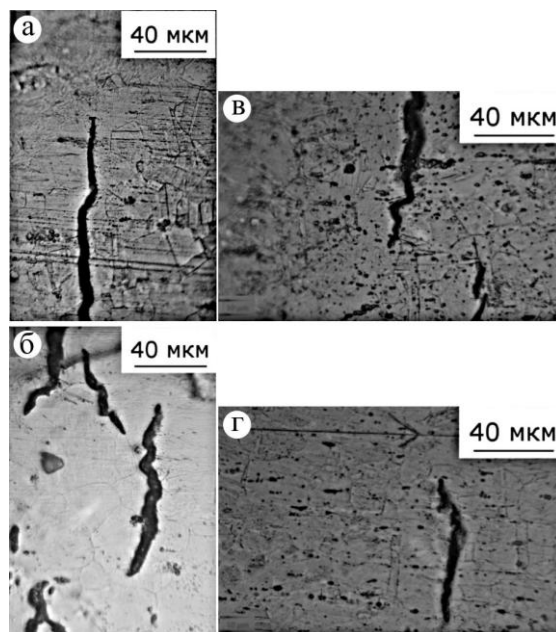


Рис. 6. Вид микротрещин после усталостного
 разрушения в зависимости от величины нагрузки
 исходной (а, б) и модифицированной (в, г) сталей:
 а – $N \approx 10^6$ циклов, $\sigma = 448$ МПа; б – $N \approx 10^4$ циклов,
 $\sigma = 842$ МПа; в – $N \approx 10^6$ циклов, $\sigma = 402$ МПа;
 г – $N \approx 10^4$ циклов, $\sigma = 910$ МПа

Для выявления особенностей характера усталост-
 ного разрушения были проведены фратографиче-
 ские исследования. Изучались образцы стали
 08X18H10T в исходном и модифицированном со-
 стояниях, разрушенные в результате усталостных
 испытаний в многоциклового ($N \sim 10^6$, $\sigma = 338$ МПа)
 и малоциклового ($N \sim 10^4$, $\sigma = 1105$ МПа) областях.
 Изломы располагались в плоскости, перпендику-
 лярной оси образца в месте защемления, что свиде-
 тельствует о разрушении от нормальных напряже-
 ний максимальной величины.

Макростроение многоциклового изломов исход-
 ной и модифицированной сталей имеет одноподоб-
 ный характер. Трещины в обоих случаях развиваются от
 немногочисленных слабо выраженных очагов на
 одной из поверхностей образца. Практически вся
 площадь этих изломов занята зонами собственно
 усталостного развития трещины с малоразвитым
 строением; зоны медленного и ускоренного разви-
 тия не различаются; долом не выражен. В макро-
 строении многоциклового изломов выявляется
 «блочность» – наличие фасеток с селективным блес-
 ком; при этом в изломах модифицированной стали
 такие фасетки существенно мельче и их намного
 меньше. Можно полагать, что такое различие в макро-
 строении изломов связано с различием в струк-
 турном строении сталей.

Малоциклового изломов как исходной, так и мо-
 дифицированной стали, в отличие от многоцикло-
 вых изломов, имеют множественные четко выра-
 женные очаги разрушения в виде рубцов на обеих
 поверхностях образцов (рис. 7). Трещины, разви-
 вавшиеся от этих очагов, двигались навстречу друг
 другу. Здесь также не разделяются зоны медленного
 и ускоренного развития, однако в изломах модифи-

цированной стали наблюдается несколько более развитый макрорельеф. Долом в этих изломах располагается в центральной части сечения образцов и имеет вид места встречи двух усталостных трещин, развивающихся от противоположных сторон образца. В малоцикловом изломе исходной стали он занимает менее 0,1 мм по ширине и имеет вид ступеньки, образовавшейся от касательных напряжений. В изломе модифицированной стали долом практически имеет вид линии встречи (см. рис. 7,б).

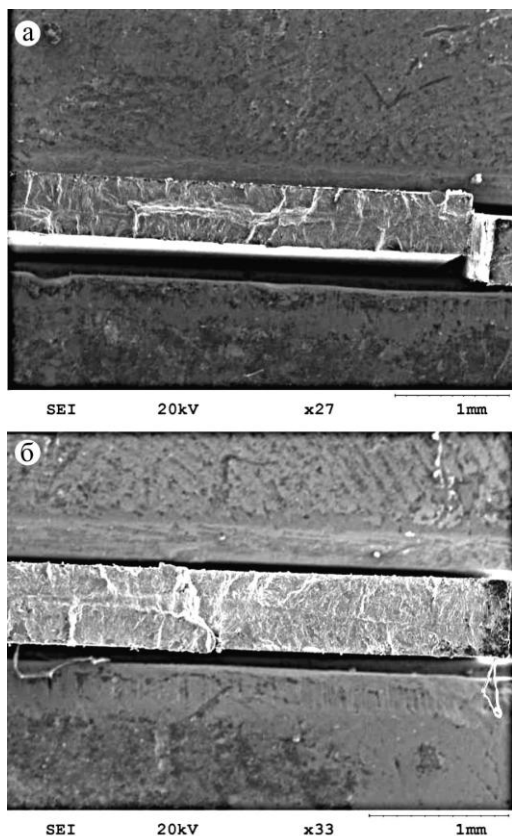


Рис. 7. Макростроение изломов малоциклового усталости: а – сталь в исходном состоянии; б – модифицированная сталь

Исследование микрорельефа изломов позволило установить следующее. Для многоцикловых изломов стали как исходной (рис. 8), так и модифицированной (рис. 9), микрорельеф имеет преимущественно бороздчатое строение, но характер бороздок несколько различается. В исходной стали наблюдаются бороздки сплошные, фестончатого строения, типичные для усталостного разрушения пластичных сталей невысокой прочности [6].

В модифицированной стали бороздки более короткие и извилистые, располагаются на менее заглаженном фоне квазискольных фасеток, что свидетельствует о несколько большей энергоёмкости разрушения модифицированной стали. Вместе с тем, степень повышения энергоёмкости разрушения при многоциклового усталости для модифицированной стали в сравнении с исходной невелика, что соответствует довольно близким значениям предела усталости.

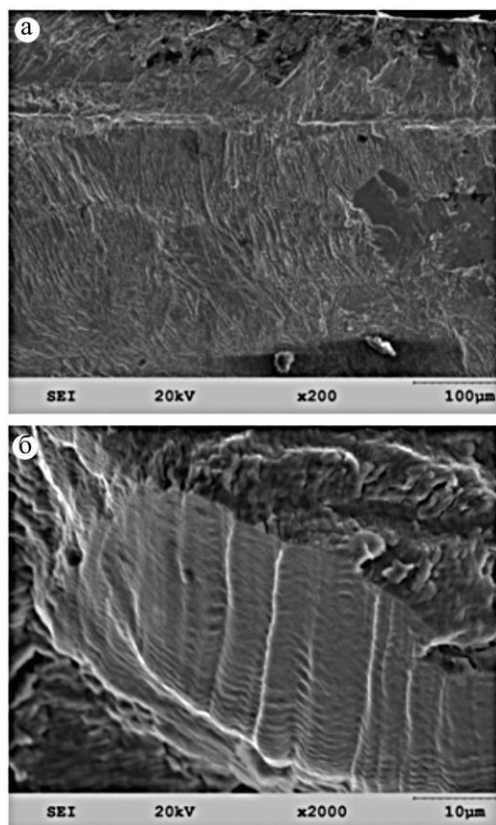


Рис. 8. Микростроение излома многоциклового усталости исходной стали

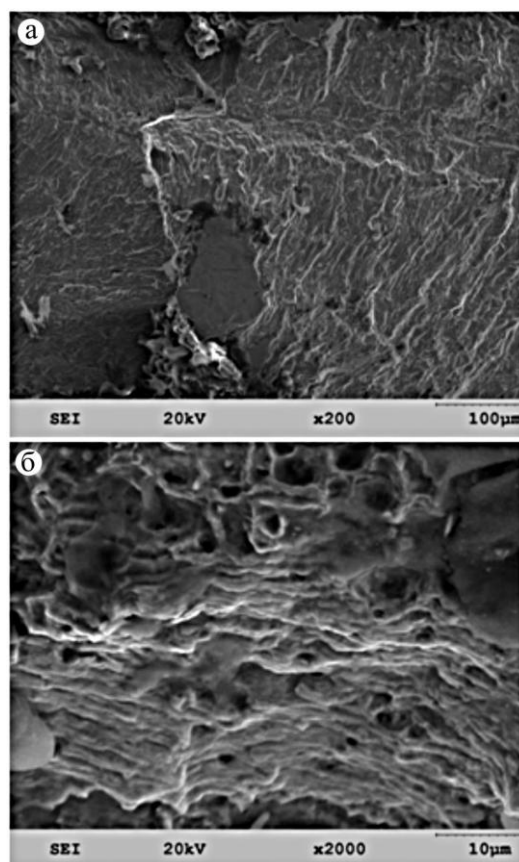


Рис. 9. Микростроение излома многоциклового усталости модифицированной стали

Микростроение изломов малоциклового усталости и исходной, и модифицированной сталей имеет смешанный характер. Наряду с усталостным бороздчатым рельефом наблюдаются участки, характерные для разрушения от статических нагрузок, что типично для малоциклового усталости [7]. При этом выявляются различия между изломами стали в

исходном (рис. 10) и модифицированном (рис. 11) состояниях. В первом случае наблюдаются бороздки сплошные, фестончатого строения (см. рис. 10,в,г); участки с рельефом, характерным для статического разрушения, представлены преимущественно фасетками хрупкого межзеренного скола (см. рис. 10,а,б).

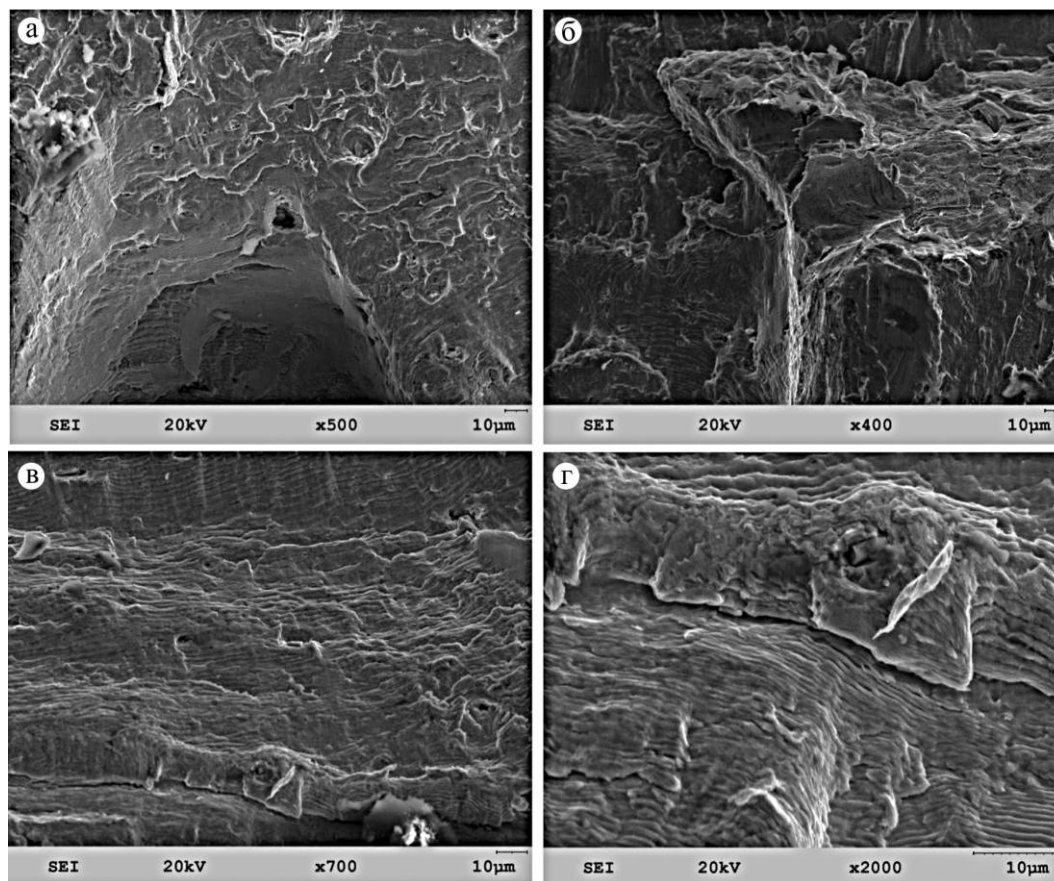


Рис. 10. Микростроение излома малоциклового усталости исходной стали

В изломе модифицированной стали бороздчатый рельеф выражен менее явно, бороздки имеют прерывистый характер, что свидетельствует о более высоком сопротивлении развитию усталостной трещины в сравнении с исходным состоянием. Наблюдаемые участки с рельефом статического разрушения имеют квазискольное (см. рис. 11,а) или малоэнергоемкое ямочное (см. рис. 11,б) строение; отдельные элементы разрушения по граням зерен также имеют ямочное строение (см. рис. 11,в). Все это говорит о большей энергоемкости разрушения модифицированной стали в сравнении с исходной при высоких амплитудах напряжения.

Позитивное влияние модифицирования наноксидными на сопротивление усталостному разрушению аустенитной стали 08X18H10T следует связать со следующими экспериментальными результатами:

- 1 – корреляцией увеличения прочностных свойств и предела выносливости;
- 2 – уменьшением среднего размера зерна и более равномерным распределением зерен по размеру;
- 3 – нерегулярным характером бороздок на микрорельефе поверхности разрушения.

Учитывая эти результаты, коротко рассмотрим возможные причины наблюдаемого изменения характеристик усталости аустенитной стали вследствие модификации наноксидными.

Из анализа данных рис. 4 следует, что увеличение предела выносливости составляет $(\sigma_{RM} - \sigma_{RI}) / \sigma_{RM} \sim 10\%$, что хорошо соответствует изменению предела текучести (8%) и в меньшей мере – предела прочности (2,3%) (см. таблицу). Данный вывод соответствует представлению о взаимосвязи физического предела текучести и физического предела выносливости, что отражается в торможении развития процессов сдвигообразования и повреждаемости вследствие формирования на стадии микропластической деформации более прочного приповерхностного слоя, который является барьером для выхода дислокаций на поверхность [8, 9].

Авторы [10] считают, что связь между пределом выносливости и размером зерна на основе полученных ими данных хорошо отвечает соотношению Холла-Петча. Эта закономерность в нашем случае проявляется в корреляции увеличения предела выносливости (на $\sim 10\%$) и снижения среднего размера зерна (на $\sim 25\%$).

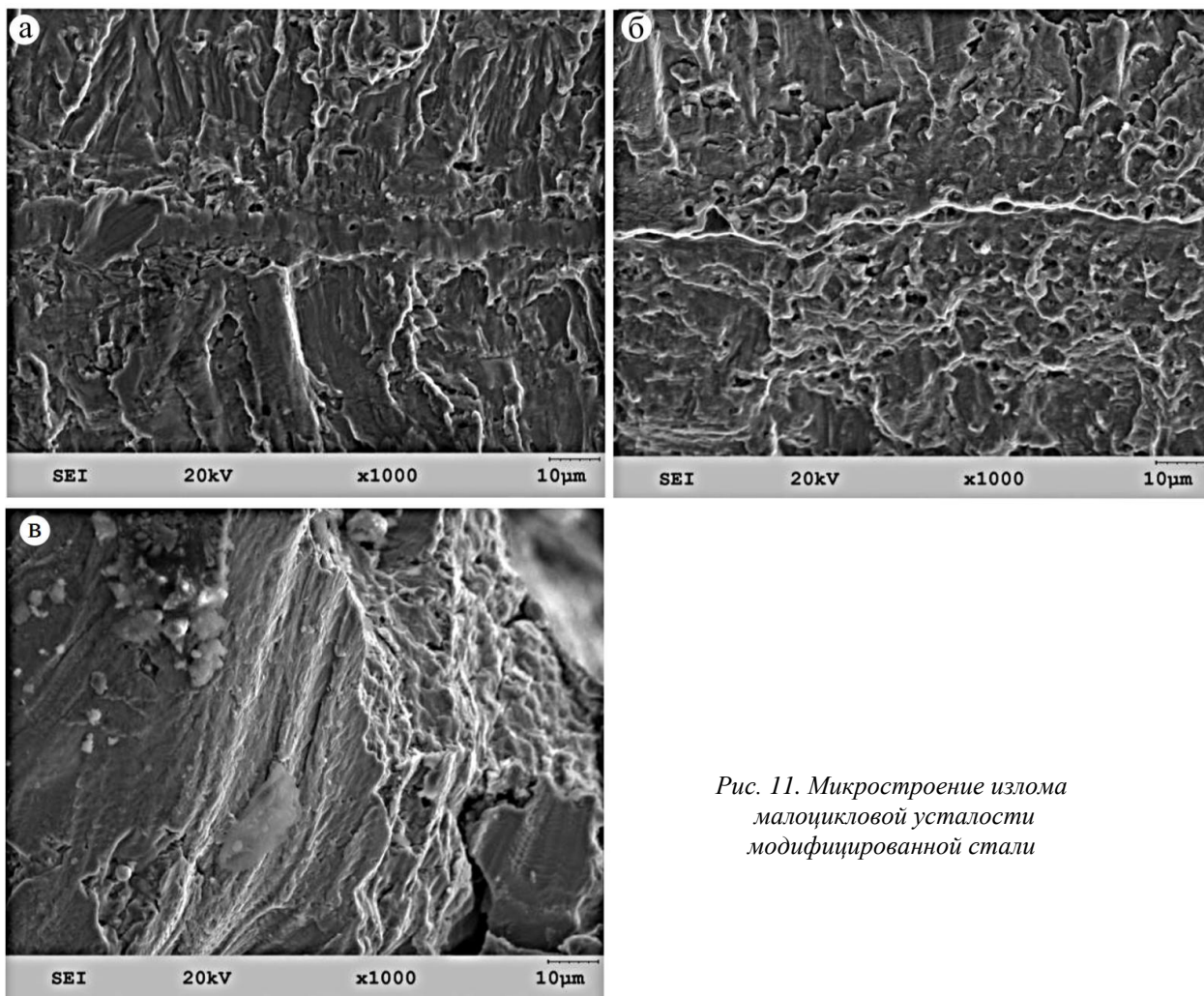


Рис. 11. Микростроение излома малоциклового усталости модифицированной стали

Непосредственное влияние наночастиц оксидов на характеристики усталости проявляется в следующем.

Наблюдаемые на фрактограммах более короткие и извилистые бороздки в области многоциклового усталости, а также прерывистые – в области малоциклового усталости являются, как отмечено выше, следствием большей энергоёмкости разрушения модифицированной стали в сравнении с исходной, особенно при высоких амплитудах напряжения. Согласно [11–13] наночастицы, расположенные в теле и на границах зёрен, препятствуют распространению трещин и способствуют увеличению трещиностойкости в результате сцепки расходящейся трещины, проходящей через наночастицу.

Как известно, в процессе знакопеременного деформирования интенсивно генерируются вакансии, перераспределяющиеся на стоки. Оксидные частицы в ДУО-сталях являются эффективными ловушками вакансий [14]. При усталостных испытаниях стали, модифицированной наноксидами, естественно ожидать снижения вакансионных потоков в вершину развивающейся микротрещины, что будет способствовать снижению скорости ее роста. Согласно [3] включения ZrO_2 в стали X1810T препятствуют скоплению фосфора на границах зёрен, что

также способствует замедлению развития усталостных повреждений.

ВЫВОДЫ

Исследована усталость на знакопеременный консольный изгиб стали 08X18N10T в исходном и модифицированном состояниях (добавки наноразмерных частиц оксидов Zr и Y). Для модифицированной стали показано существенное (> 30%) увеличение усталостной прочности в области малоциклового усталости и незначительное (~ 10%) изменение этой характеристики при большом числе циклов нагружения.

Показана корреляции увеличения предела выносливости и снижения среднего размера зерна, что соответствует известному соотношению Холла-Петча для усталостных испытаний.

Позитивная роль добавок наноразмерных частиц оксидов Zr и Y в снижении интенсивности развития усталостных повреждений заключается в торможении развития микротрещин, в том числе вследствие захвата деформационных вакансий и препятствования скоплению фосфора на границах зёрен.

Авторы выражают благодарность к.ф.-м.н., с.н.с. О.И. Волчку, д.т.н., проф. В.П. Пойде и м.н.с. С.В. Петрушенко за полезные дискуссии и помощь в проведении экспериментов.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Н.А. Азаренков, В.Н. Воеводин, В.Г. Кириченко, Г.П. Ковтун. Наноструктурные материалы в атомной энергетике // *Вісник Харківського університету*. 2010, №887, в. 1(45), с.4-24.
2. A.N. Velikodnyi, V.N. Voyevodin, M.A. Tikhonovsky, et al. Structure and properties of austenitic ods steel 08Cr18Ni10Ti // *ВАНТ. Серія «Фізика радіаційних пошкоджень і радіаційне матеріалознавство» (104)*. 2014, №4(92), с. 94-102.
3. В.М. Аржавитин, Б.В. Борц, А.Ф. Ванжа, И.М. Короткова, В.И. Сыгин. Исследование влияния легирования наноструктурными оксидами ZrO_2 на свойства стали X18H10T // *ВАНТ. Серія «Фізика радіаційних пошкоджень і радіаційне матеріалознавство» (102)*. 2013, №5(87), с. 58-62.
4. Б.В. Борц, А.Ф. Ванжа, И.М. Короткова, В.И. Сыгин, В.И. Ткаченко. Исследование возможности получения дисперсно-упрочненных оксидами (ДУО) сталей методом вакуумно-дугового переплава // *ВАНТ. Серія «Фізика радіаційних пошкоджень і радіаційне матеріалознавство» (104)*. 2014, №4(92), с.117-124.
5. К.Н. Проскураков, К.С. Новиков, С.О. Беликов. Прогнозирование условий возникновения виброакустических резонансов в оборудовании первого контура РУ с ВВЭТ-1000 // *Глобальная ядерная безопасность*. 2012, №1(2), с. 91-97.
6. Т.А. Гордеева, И.П. Жегина. *Анализ изломов при оценке надежности материалов*. М.: «Машиностроение», 1978, 201 с.
7. Г.П. Уманский, С.И. Аксенова, Е.А. Любченко. *Методические указания к лабораторным работам по курсу «Методы структурного анализа»*. Харьков, 1990, 55 с.
8. В.Ф. Терентьев. Модель физического предела усталости металлов и сплавов // *Доклады АН СССР. Серія «Техническая физика»*. 1969, т. 185, №2, с. 324-326.
9. В.Ф. Терентьев, А.А. Оксогоев. *Циклическая прочность металлических материалов: Учебное пособие*. Новосибирск: Изд-во НГТУ, 2001, 61 с.
10. T. Sawai, S. Matsuoka, K. Tsuzaki. Low-and High-cycle Fatigue Properties of Ultrafine-grained Low Carbon Steels // *J. Iron and Steel Inst. Jap.* 2003, v. 89, N 6, p. 726-733.
11. T. Ohji, Y.-K. Jeong, Y.-H. Choa, K. Niihara. Strengthening and toughening mechanisms of ceramic nanocomposites // *Journal of American Ceramic Society*. 1998, N 81, p. 1453-1460.
12. В.Н. Чувильдеев. *Неравновесные границы зёрен в металлах. Теория и приложения*. М.: «Физматлит», 2004, 304 с.
13. L.E. Agureev, V.I. Kostikov, Zh.V. Eremeeva, A.A. Barmin, R.N. Rizakhanov, B.S. Ivanov. Metal Matrix Composites Reinforced With Nanoparticles for the Needs of Space Exploration // *Mechanics, Materials Sciences & Engineering Journal*. 2015, v. 1, p. 6-10.
14. K. Yutani, H. Kishimoto, R. Kasada, A. Kimura. Evaluation of Helium effects on swelling behavior of oxide dispersion strengthened ferritic steels under ion irradiation // *J. Nucl. Mater.* 2007, v. 367-370, p. 423-427.

Статья поступила в редакцию 25.11.2015 г.

ВТОМА АУСТЕНИТНОЇ СТАЛІ, ЩО МОДИФІКОВАНА ОКСИДАМИ ЦИРКОНІЯ І ЙТРИЯ

С.І. Аксенова, Б.В. Борц, І.М. Короткова, А.В. Пахомов, В.І. Соколенко

Представлені результати втомних випробувань на консольний вигин сталі 08X18H10T у вихідному і модифікованому стані (добавки нанорозмірних часток оксидів Zr і Y). Для модифікованої сталі показано істотне збільшення втомної міцності в області малоциклової втоми і незначна зміна цієї характеристики при великому числі циклів вантаження. Спостережувані зміни втомних властивостей зв'язуються з відмінністю характеру зародження і розвитку втомних ушкоджень.

FATIGUE OF AUSTENITIC STEEL MODIFIED BY OXIDES OF ZIRCONIUM AND YTTRIUM

S.I. Aksenova, B.V. Borts, I.M. Korotkova, A.V. Pakhomov, V.I. Sokolenko

The results of fatigue tests on a cantilever bending steel 08Cr18Ni10Ti in the initial and in the modified state (additions of nanosized oxides of Zr and Y) are presented. Significant increase in fatigue strength in the area of low-cycle fatigue and a slight change of the characteristic when a large number of load cycles for the modified steel were shown. The observed changes in fatigue properties are related with the difference in the character of origin and development fatigue damages.