

МИКРОСТРУКТУРА ДЕФОРМИРОВАННОЙ ВОЛОЧЕНИЕМ ПРИ $T=77$ К СТАЛИ X16H15M3B ПРИ ИМПЛАНТАЦИИ ИОНОВ АРГОНА

*В.Н. Воеводин, О.И. Волчок, И.Е. Копанец, И.М. Неклюдов, А.В. Никитин,
В.С. Оковит, В.И. Соколенко, Г.Д. Толстолицкая, Н.А. Черняк, Л.А. Чиркина*
*Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Харьков, Украина*

Изучено влияние облучения ионами аргона ($E=1,4$ МэВ, 12 дпа) на микроструктурные параметры и физико-механические свойства аустенитной стали 06X16H15M3B, предварительно деформированной волочением при 77 К. Из анализа результатов измерения магнитного гистерезиса стали и внутреннего трения в области 300...750 К следует, что используемый режим облучения стимулирует структурно-фазовые перестройки, приводящие к очистке твёрдого раствора от атомов углерода и реализации обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения.

Специфика предварительного структурного состояния металлов и сплавов в значительной степени определяет их повреждаемость при ионном воздействии. Контроль и анализ параметров микроструктуры после механико-термической обработки и последующего радиационного воздействия может внести существенный вклад в установление общих закономерностей радиационной повреждаемости твердых тел. В настоящее время наиболее перспективными с точки зрения достижения комплекса высоких значений физико-механических характеристик являются материалы с субмелкодисперсной структурой. Эффективность влияния такой структуры на радиационную повреждаемость обусловлена наличием разветвленной системы границ раздела, которые могут служить мощными стоками радиационно-индуцированных дефектов. Одним из путей формирования такой структуры является применение интенсивных пластических деформаций (ИПД) при криогенных температурах [1-4].

В связи с этим задачи настоящей работы предусматривали изучение влияния предварительной деформации волочением в криогенных условиях ($T=77$ К) на физико-механические свойства и изменение структурных параметров при последующем облучении ионами аргона Ag^+ аустенитной стали 06X16H15M3B.

МЕТОДИКА

В качестве объекта исследования была сталь аустенитного класса 06X16H15M3B ($\leq 0,06\%$ С; 15...17% Cr; 14...16% Ni; 2,5...3,5% Mo; 0,25...0,5% Nb), полученная путем вакуумного переплава с дополнительным легированием скандием до 0,15%. Материал в виде проволоки отжигали при 1070 °С в течение 1 ч ($P \approx 10^{-5}$ Торр), что обеспечивало полную гомогенизацию и формирование аустенитной структуры, а затем подвергали электрополировке с целью очистки поверхности. Последующую деформацию волочением при 77 К осуществляли на специальном устройстве, подробно описанном в [4], до степени деформации $\varepsilon = 26\%$.

После волочения проводили испытания на растяжение при 293 К и измеряли электросопротивление при 293 К (R_{293}) и 77 К (R_{77}) потенциометрическим компенсационным методом, а также определяли полевые зависимости намагничивания $M(H)$ стали при 77 К на магнитометре [5], позволяющем регистрировать намагничивание в ходе непрерывного изменения магнитного поля. Ось образца располагалась перпендикулярно магнитному полю.

Облучение исходных (гомогенизированных) и деформированных волочением образцов стали 06X16H15M3B проводили на ускорителе тяжелых ионов ЭСУ-2 ННЦ ХФТИ [6] ионами аргона Ag^+ с энергией $E=1,4$ МэВ до доз $D=10^{16}$ ион/см² (уровень повреждаемости 12 дпа), температура облучения - не более 305 К.

Контроль изменений микроструктурных параметров стали после деформации и облучения осуществляли путем измерения амплитудной (при 293 К) и температурных зависимостей внутреннего трения и модуля сдвига (в интервале 293...750 К) на установке, описанной в [7].

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Рассмотрим результаты влияния предварительной обработки путем деформации волочением при 77 К на физико-механические свойства стали 06X16M15H3B в исходном состоянии. В таблице приведены сравнительные данные физико-механических характеристик стали 06X16M15H3B в аустенитном состоянии и после деформации волочением при 77 и 293 К. Видно, что после волочения в криогенных условиях эффект деформационного упрочнения выше, чем после волочения при 293 К (180 против 140% по $\sigma_{0,2}$ и 84 против 32% по σ_B), что сопровождается значительным ростом (11%) электросопротивления.

Полученные данные свидетельствуют о формировании при низкотемпературной деформации эффективных барьеров для движения дислокаций в виде увеличения концентрации деформационных дефектов и возникновения новых

границ раздела дислокационной и фазовой природы при реализации $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения. Образование мартенситной фазы подтверждается данными магнитных измерений, согласно которым петля магнитного гистерезиса отсутствует в аустенитном и деформированном при 293 К состояниях и возникает только после деформации волочением при 77 К (рис.1).

Физико-механические свойства стали
06X16H15M3Б

Режим обработки	$\sigma_{0,2}$, МПа	σ_B , МПа	R_{77}/R_{293}
1. Исходное состояние (гомогенизированное)	250	650	0,75
2. Волочение при 77 К на $\epsilon = 26\%$	700	1200	0,83
3. Волочение при 293 К на $\epsilon = 26\%$	600	860	0,76

Из сопоставления петель магнитного гистерезиса (см. рис. 1) следует, что облучение ионами Ar^+ приводит к снижению намагниченности и одновременно к увеличению коэрцитивной силы H_c (на $\sim 40\%$). Снятая петля гистерезиса с учетом размагничивающего фактора достаточно близка к предельной, поэтому уменьшение M коррелирует со снижением намагниченности насыщения M_s . В рамках существующих представлений величина M_s обусловлена значениями атомных магнитных моментов и обменным взаимодействием электронов.

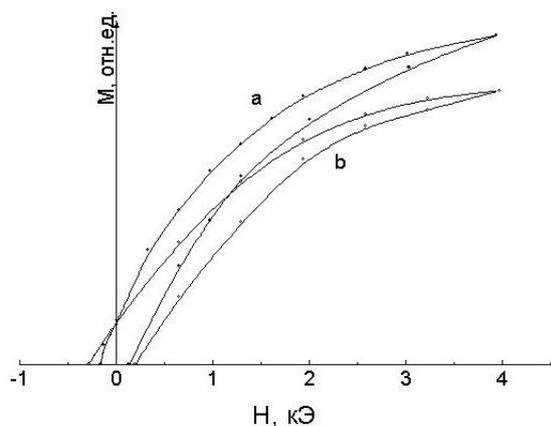


Рис. 1. Петля магнитного гистерезиса стали 06X16H15M3Б (a - после деформации волочением при 77 К на 26 %; b - этот же образец после облучения ионами Ar^+)

Поэтому уменьшение величины M после облучения свидетельствует об ослаблении обменного взаимодействия. Кроме того, процесс внедрения ионов аргона должен сопровождаться рассеянием энергии, при котором происходит локальное выделение тепла, т. е. действие облучения адекватно отжигу, снижающему в локальных местах объёмную долю мартенситной фазы.

Рассмотрим различия в эволюции структурного состояния стали в исходном, деформированном и облученном состояниях при нагревах в области 293...750 К. Из анализа температурных

зависимостей декремента затухания (рис. 2) видно, что для аустенитного состояния стали (кривая 1) характерен низкий уровень фона в области 293...700 К и наличие одного пика с максимумом при ~ 450 К, обусловленного переориентацией атомов углерода в ГЦК-решетке аустенита в поле внешних знакопеременных напряжений [8]. После деформации волочением при 77 К (кривая 2) фон внутреннего трения растёт, что обычно наблюдается при наличии мартенсита, появляются углеродный пик Кестера при 340 К, деформационный пик Кестера при 430 К и низкотемпературная ветвь пика, обусловленного новыми границами раздела [8].

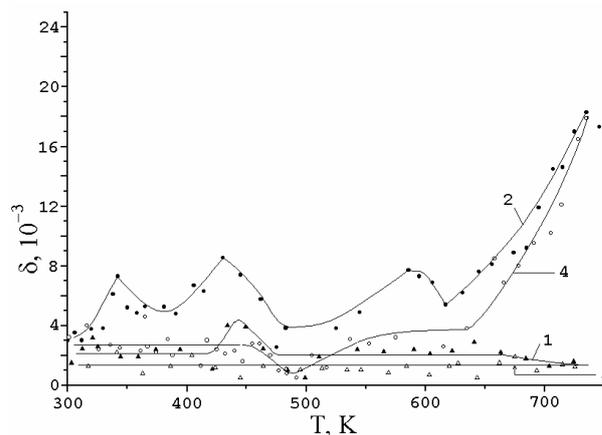


Рис. 2. Температурные зависимости декремента затухания стали 06X16H15M3Б в аустенитном (1,3) и двухфазном (2,4) состояниях, полученных деформацией волочением при 77 К, до (1, 2) и после (3, 4) облучения ионами аргона

Облучение ионами Ar^+ снижает фон внутреннего трения и приводит к подавлению пиков, обусловленных переориентацией атомов углерода для стали в обоих состояниях, а также взаимодействием атомов углерода с дислокациями в мартенситной ОЦК-решетке (кривые 3 и 4). Важно отметить, что уровень фона для материала, облученного после деформации, приближается к уровню фона материала в аустенитном состоянии до облучения. После облучения резкий подъем внутреннего трения для двухфазных образцов стали при $T > 600$ К смещен в сторону высоких температур (кривая 4), что свидетельствует о повышении термоустойчивости границ раздела в мартенситной фазе вследствие стока на них радиационно-индуцированных дефектов.

Анализ температурной зависимости модуля сдвига образцов стали до и после облучения показал (рис. 3), что максимальный уровень модуля сдвига в области 293...750 К характерен для аустенитного состояния. Минимальная величина модуля сдвига наблюдается после волочения при 77 К, что должно наблюдаться как при появлении мартенсита [9], так и с увеличением концентрации деформационных дефектов. На зависимостях $G(T)$ наблюдаются точки перегиба (кривая 1) и дефекты модуля (кривая 2) при температурах, соответствующих пикам внутреннего трения на рис. 2.

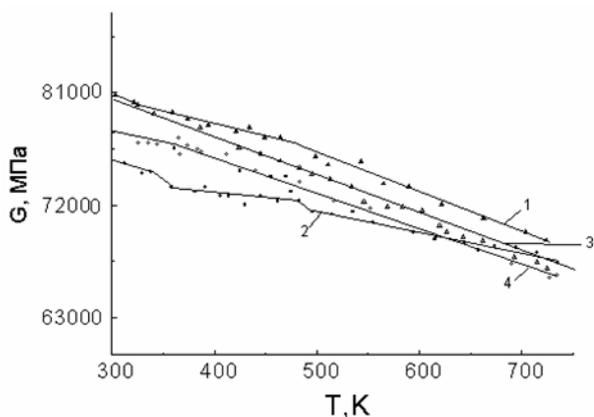


Рис. 3. Температурная зависимость модуля сдвига стали 06X16H15M3B в аустенитном (1,3) и двухфазном (2,4) состояниях, полученных деформацией волочением при 77 К, до (1, 2) и после (3, 4) облучения ионами аргона

После облучения стали в аустенитном состоянии наблюдается снижение модуля сдвига (кривая 3), что может быть результатом накопления радиационных дефектов. Обращает на себя внимание то, что после облучения стали в деформированном двухфазном состоянии повышается модуль сдвига. Такое нетривиальное его повышение может быть обусловлено снятием внутренних напряжений из-за повышения концентрации вакансий при облучении, т.е. возникновения термодинамических условий, эквивалентных повышению температуры; очисткой твёрдого раствора вследствие стока на точечные и линейные дефекты радиационного происхождения атомов углерода из решетки мартенсита [10], а также стимуляцией в результате облучения стали обратного $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения, что ранее наблюдалось [9].

Результаты измерения амплитудной зависимости внутреннего трения для всех исследуемых типов образцов подтверждают предположения о структурно-фазовых перестройках после облучения стали в двухфазном состоянии (рис. 4). Видно, что деформация волочением при 77 К приводит к повышению фона внутреннего трения, уменьшению критической амплитуды и увеличению тангенса наклона кривой $\delta(\gamma)$ при $\gamma_{кр1} > \gamma_{кр1}$. Таким образом, двухфазное состояние характеризуется большим количеством длиннопетлевых дислокаций и повышением «коэффициента вязкости».

Облучение как аустенитных, так и двухфазных образцов приводит к снижению фона внутреннего трения, уменьшению тангенса наклона кривых $\delta(\gamma)$ при $\gamma > \gamma_{кр1}$ и увеличению критических амплитуд отрыва дислокаций от точек закрепления. Эти факты свидетельствуют о том, что примененный режим облучения ионами аргона обеспечивает развитие термоактивационных процессов, которые очищают матрицу от атомов углерода и закрепляют дислокации. Кроме того, совпадение значений $\gamma_{кр1}$ для аустенитного состояния (кривая 1) и облученного двухфазного состояния стали

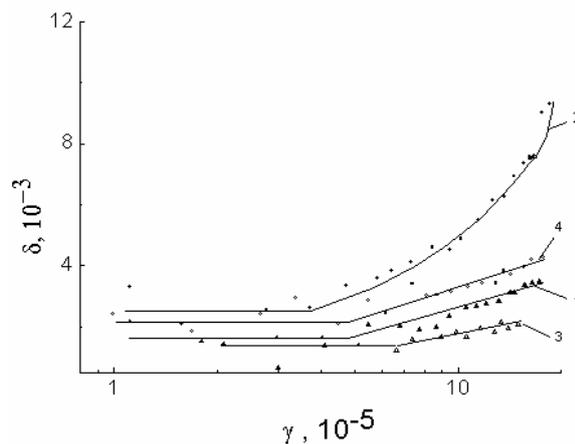


Рис. 4. Амплитудная зависимость декремента затухания при 293 К стали 06X16H15M3B в аустенитном (1, 3) и двухфазном состоянии, полученных деформацией волочением при 77 К, до (1, 2) и после (3, 4) облучения ионами аргона

(кривая 4), а также равенство угла наклона кривых 1 и 4 на зависимостях $\delta(\gamma)$ при $\gamma > \gamma_{кр1}$ для этих двух структурных состояний подтверждает сделанное в настоящей работе заключение о том, что облучение атомами аргона стимулирует обратное $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение в стали, находящейся в двухфазном состоянии. Полученный результат находится в соответствии с данными измерения магнитного гистерезиса $M(H)$.

ВЫВОДЫ

1. Изучено влияние облучения ионами Ag^+ ($E=1,4$ МэВ, 12 дра, $T_{обл}=303$ К) на механические, электрофизические, диссипативные и магнитные свойства проволочных образцов аустенитной стали 06X16H15M3B в двух структурных состояниях: аустенитном (после гомогенизирующего отжига) и двухфазном (α -мартенсит и остаточный аустенит) после деформации волочением в криогенных условиях.

2. Установлено, что двухфазная структура, полученная в результате деформации волочением при 77 К, характеризуется наличием петли магнитного гистерезиса $M(H)$, существенно более высокими значениями электросопротивления (R_{77}/R_{293}) и прочностных характеристик ($\sigma_{0,2}$ и σ_B) по сравнению с однофазным состоянием ($R_{77}/R_{293}=0,83$ против 0,75; $\sigma_{0,2}=700$ МПа против 250 МПа; $\sigma_B=1200$ МПа против 650 МПа).

3. Из анализа результатов измерения амплитудной (при 293 К) и температурных зависимостей внутреннего трения и модуля сдвига в области 293...750 К, а также магнитных характеристик следует, что после используемого режима облучения ионами Ag^+ наблюдается стимуляция структурно-фазовых перестроек в стали в двухфазном состоянии, что приводит к очистке твердого раствора от атомов углерода и способствует обратным $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращениям.

Авторы благодарят В.В. Калиновского за помощь в работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. В.К. Аксенов, О.И. Волчок, А.В. Мац, Я.Д. Стародубов // *Физика низких температур*. 1995, т.21, №12, с.1246-1253.
2. О.И. Волчок, В.С. Оковит, Л.А. Чиркина, М.А. Тихоновский, В.В. Калиновский, А.А. Куприянов, И.В. Колодий // *Вестник Харьковского национального университета. Сер. «Физика»*. 2008, №821, в.11, с. 97-106.
3. И.М. Неклюдов, О.И. Волчок, В.В. Калиновский, В.С. Оковит, В.И. Соколенко, П.А. Хаймович, Н.А. Черняк, Л.А. Чиркина // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2008, №1, с.108-114.
4. А.С. Кальченко, А.В. Мац, И.М. Неклюдов, В.И. Соколенко, Я.Д. Стародубов, П.А. Хаймович // *Металлофизика и новейшие технологии*. 2005, т.27, в.5, с.585-593.
5. О.И. Волчок, Л.И. Дмитренко, В.А. Емлянинов, Н.А. Яес // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2003, №5, с.159-161.
6. Б.Г. Лазарев, Л.С. Лазарева, В.А. Полтавец, С.И. Горидов // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Фундаментальная и прикладная сверхпроводимость»*. 1989, в.7(7), с.11.
7. Л.И. Пивовар, К.М. Хургин, Г.Д. Толстолуцкая // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Техника физического эксперимента»*. 1985, в. 1(22), с.12.
8. Р.И. Гарбер, И.А. Гиндин, В.М. Столяров, Г.Г. Чечельницкий, Л.А. Чиркина // *ПТЭ*. 1963, №3, с.172.
9. М.А. Криштал, С.А. Головин. *Внутреннее трение и структура металлов*. М.: «Металлургия», 1976, с.135-151; 312-313.
10. П.Л. Грузин, Е.С. Мачурин, А.А. Васильев, В.Ю. Фомичев. *Механизмы релаксационных явлений в твердых телах*. Каунас, 1974, с.149-152.
11. А.И. Диденко, А.Е. Лигачев, И.Б. Куракин // *Воздействие пучков заряженных частиц на поверхность металлов и сплавов*. М.: «Энергоиздат», 1987, 182 с.

Статья поступила в редакцию 27.01.2010 г.

МІКРОСТРУКТУРА ДЕФОРМОВАНОЇ ВОЛОЧІННЯМ ПРИ T=77 К СТАЛІ Х16Н15М3Б ПРИ ІМПЛАНТАЦІЇ ІОНІВ АРГОНА

*В.М. Воєводін, О.И. Волчок, І.Є. Копанець, І.М. Неклюдов, А.В. Нікітін,
В.С. Оковит, В.І. Соколенко, Г.Д. Толстолуцька, М.А. Черняк, Л.О. Чіркина*

Досліджено вплив опромінювання іонами аргона ($E=1,4$ МеВ, 12 дпа) на мікроструктурні параметри та фізико-механічні властивості аустенітної сталі 06X16N15M3B, попередньо деформованої волочінням при 77 К. З аналізу результатів вимірювання внутрішнього тертя в області 300...750 К, а також магнітних характеристик випливає, що використаний режим опромінення стимулює структурно-фазові перебудови, які призводять до очищення твердого розчину від атомів вуглецю та реалізації зворотного $\alpha \rightarrow \gamma$ -перетворення.

MICROSTRUCTURE OF STEEL KH16N15M3B DEFORMED BY DRAWING AT T=77 K AT AN IMPLANTATION OF ARGON IONS

*V.N. Voyevodin, O.I. Volchok, I.E. Kopanec, I.M. Neklyudov, A.V. Nikitin,
V.S. Okovit, V.I. Sokolenko, G.D. Tolstolutskaaya, N.A. Chernyak, L.A. Chirkina*

The influence of an irradiation by argon ions ($E = 1,4$ MeV, 12 dpa) on microstructural parameters and physical and mechanical properties of austenitic steel KH16N15M3B, previously deformed by drawing at 77 K is investigated. From the analysis of measurement results of internal friction in temperature range 300...750 K, and also magnetic properties follows, that the used regime of irradiation stimulates the structural-phase transformations which lead to cleaning a solid solution from atoms of carbon and realization of inverse $\alpha \rightarrow \gamma$ -transmutation.