

# ДИССИПАТИВНЫЕ ПРОЦЕССЫ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НИКЕЛЯ И ХРОМОНИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ (12Х18Н10Т И 03Х20Н45М4Б2), ОБЛУЧЕННЫХ НЕЙТРОНАМИ

О.П. Максимкин, М.Н. Гусев, Д.А. Токтогулова  
Институт Ядерной Физики, Алматы, Казахстан

Известно, что в процессе пластического течения металлических поликристаллов подводимая извне механическая энергия частично переходит в тепло или рассеивается путем акустической и электромагнитной эмиссии, а частично накапливается в материале за счет образования дефектов, искажающих кристаллическую решетку. Эту часть энергии, накопившейся в материале, называют латентной  $E_s$  [1,2]. В [4] было показано, что облучение металлов и сплавов высокоэнергетическими частицами, создающее дефекты кристаллической решетки, приводит к росту величины латентной энергии. С величиной  $E_s$  связывают изменение таких свойств материалов, как прочность, пластичность, теплопроводность и т.п.

При изучении особенностей деформации облученных металлических поликристаллов исследователи указывают на то, что в процессе пластического течения может протекать аннигиляция части радиационных дефектов, что приводит, в частности, к образованию бездефектных дислокационных каналов в структуре материала (см., например [3]). Бездефектные каналы выявляются, как правило, в облученных материалах, подвергнутых пластической деформации на 1-5%, и в дальнейшем, с ростом степени деформации, они маскируются развитой дислокационной структурой. В то же время нет оснований ожидать, что взаимодействие дислокаций с радиационными дефектами и аннигиляция последних ослабевают с ростом степени деформации. Деформационно-стимулированная аннигиляция радиационных дефектов может оказывать существенное влияние на диссипативные процессы, сопровождающие пластическую деформацию. Так, можно ожидать, что при аннигиляции дефектов будет иметь место некоторое дополнительное тепловыделение. Соответственно, кинетика процессов накопления и рассеяния энергии в материале, облученном нейтронами, будет существенно отличаться от необлученного.

Учитывая сказанное выше, изучение процессов накопления и рассеяния энергии представляет несомненный научный и практический интерес.

В настоящей работе экспериментально исследованы процессы накопления и рассеяния энергии для металлических поликристаллов, облученных нейтронами.

## 1 ИССЛЕДУЕМЫЕ МАТЕРИАЛЫ. МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследовали технически чистый никель (отжиг 1223К, 30мин) и хромоникелевые сплавы: 12Х18Н10Т и 03Х20Н45М4Б2 (отжиг 1323К, 30мин.). Плоские образцы (размеры рабочей части 10х3,5х0,3мм) облучали в реакторе ВВР-К при температуре облучения не выше 330К до флюенсов в диапазоне  $2 \cdot 10^{18} - 2 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup> ( $E > 0,1$  МэВ).

Механические испытания на одноосное растяжение проводили на установке, позволяющей деформировать миниатюрные образцы внутри микрокалориметра и предназначенной для исследования закономерностей рассеяния и запаса энергии в процессе деформации металлических материалов [3]. В качестве калориметрического блока использован стандартный дифференциальный микрокалориметр Calvet фирмы "Setaram" (Франция). Максимальная чувствительность калориметра не хуже  $10^{-7}$  Вт, в то время как типичные значения тепловой мощности рассеиваемой деформируемым образцом в нашем случае находятся в диапазоне от  $\sim 10^{-4}$  до  $\sim 10^{-2}$  Вт.

Необлученные и облученные нейтронами образцы деформировали при комнатной температуре со скоростью деформации  $5,5 \cdot 10^{-4}$  с<sup>-1</sup> (0.33мм/мин). В результате каждого эксперимента получали диаграмму растяжения "нагрузка  $F$  – удлинение  $\Delta l$ " и термограмму "интенсивность тепловыделения  $dQ/dt$  – время  $t$ ". Кроме стандартных механических характеристик (пределы текучести  $\sigma_{0.2}$  и прочности  $\sigma_b$ , равномерное  $\varepsilon_p$  и полное  $\varepsilon_{полн}$  удлинение) определяли интегральные энергетические параметры – удельную работу  $A$ , затраченную на деформирование образца (в МДж/м<sup>3</sup>), тепло  $Q$ , выделившееся при растяжении, и величину латентной энергии  $E_s = A - Q$ , накопленную в материале. Используя методику, подробно описанную в [4] и включающую в себя процедуру "восстановления тер-

# ДИССИПАТИВНЫЕ ПРОЦЕССЫ ПРИ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НИКЕЛЯ И ХРОМОНИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ (12Х18Н10Т И 03Х20Н45М4Б2), ОБЛУЧЕННЫХ НЕЙТРОНАМИ

мограммы" [5, 6], рассчитывали зависимости  $A$ ,  $Q$ ,  $E_s$  от степени деформации, а также строили кривые  $E_s(\sigma)$ , где  $\sigma$  – "истинное" напряжение течения. Погрешность определения величины  $A$  составляла не более 3%,  $Q$  – 5%,  $E_s$  – 20–30%.

Изучение микроструктуры облученных и затем деформированных образцов выполняли на электронном просвечивающем микроскопе "JEM-100СХ" и металлографическом "Neophot-2".

## 2 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

### 2.1 СТАЛЬ 12Х18Н10Т

В таблице 1 приведены полученные в результате экспериментов величины механических характеристик необлученной и облученной нейтронами стали 12Х18Н10Т. Видно, что исследуемый материал до облучения имеет значительную склонность к упрочнению при деформировании (отношение  $\sigma_b/\sigma_{0.2}$  достаточно велико), что, скорее всего, свидетельствует о протекании мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha$  превращении и характеризуется сравнительно высокой пластичностью. В результате облучения нейтронами с ростом флюенса  $\Phi$  прочность материала возросла, а пластичность снизилась. При этом наиболее сильно возрастает предел текучести, увеличение предела прочности менее заметно.

Полученные при деформировании образцов нержавеющей стали значения энергетических характеристик представлены в таблице 2, из которой видно, что с ростом флюенса нейтронов снижается величина работы, необходимой для деформирования образца до разрушения. Также уменьшается значение латентной энергии  $E_s$ , в то время как величина рассеянного тепла  $Q$  возрастает.

Таблица 1 – Механические характеристики стали 12Х18Н10Т, необлученной и облученной нейтронами

| Флюенс,<br>н/см <sup>2</sup> | $\sigma_{0.2}$ ,<br>МПа | $\sigma_b$ ,<br>МПа | $\epsilon_p$ ,<br>% | $\epsilon$ ,<br>% |
|------------------------------|-------------------------|---------------------|---------------------|-------------------|
| 0                            | 180                     | 640                 | 63                  | 70                |
| $5 \cdot 10^{18}$            | 420                     | 700                 | 44                  | 60                |
| $1,4 \cdot 10^{19}$          | 450                     | 690                 | 49                  | 57                |
| $1,3 \cdot 10^{20}$          | 560                     | 710                 | 41                  | 51                |

Таблица 2 – Энергетические характеристики пластической деформации стали 12Х18Н10Т, необлученной и облученной нейтронами

| Флюенс,<br>н/см <sup>2</sup> | $A$ ,<br>МДж/м <sup>3</sup> | $Q$ ,<br>МДж/м <sup>3</sup> | $E_s$ ,<br>МДж/м <sup>3</sup> |
|------------------------------|-----------------------------|-----------------------------|-------------------------------|
| 0                            | 410                         | 310                         | 100                           |
| $5 \cdot 10^{18}$            | 400                         | 340                         | 75                            |
| $1,4 \cdot 10^{19}$          | 380                         | 337                         | 43                            |
| $1,3 \cdot 10^{20}$          | 347                         | 347                         | 0-4                           |

Обращает на себя внимание следующая особенность изменения величины латентной энергии – при максимальном достигнутом флюенсе ( $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>) величина  $E_s$  практически равна нулю, т.е. материал рассеивает при деформации столько же энергии, сколько получает извне. Это противоречит тому факту, что материал упрочняется, и, следовательно, должен поглощать энергию.

Ранее мы показали [7], что для необлученной, а также для облученной нейтронами до  $5 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup> стали 12Х18Н10Т, взаимосвязь величины накопленной в материале энергии и действующим напряжением пластического течения описывается выражением вида:

$$E_s = E_0 + k \cdot \sigma^2,$$

где  $E_0$  – коэффициент, характеризующий внутреннюю энергию поликристалла, обусловленную структурным состоянием материала до деформации;  $k$  – коэффициент, зависящий от параметра решетки, температуры, энергии дефекта упаковки и т.д.

В результате облучения флюенсом  $5 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup> наблюдался сдвиг кривой " $E_s - \sigma$ " в область меньших значений  $E_s$  на  $\sim 20$  МДж/м<sup>3</sup>, но при этом общий вид зависимости сохраняется (см. рис.1).

Как можно было ожидать, для стали, облученной до более высоких, чем  $5 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>, флюенсов, квадратичная зависимость должна была сохраниться, смещаясь при этом в область меньших значений  $E_s$ . Однако в результате экспериментов было установлено, что дальнейшее увеличение флюенса до  $1,4 \cdot 10^{19}$  н/см<sup>2</sup> при незначительном приросте предела текучести существенно изменяет вид кривой  $E_s(\sigma)$  (рис.1, кривая 3). Она утрачивает параболический характер, вырождается в прямую линию, деформационное упрочнение и рост  $\sigma$  сопровождается существенно меньшим приростом  $E_s$ . Для флюенса  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup> на кривой  $E_s(\sigma)$ , начиная с

$\sigma \sim 620$  МПа, прирост напряжения сопровождается не увеличением, а уменьшением энергии, накопленной в материале (рис.1, кривая 4).

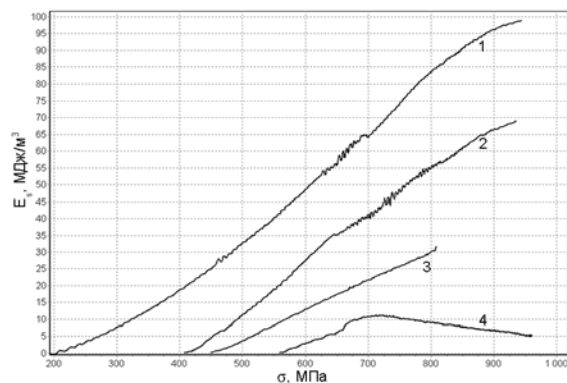


Рисунок 1 – Зависимость величины латентной энергии от действующего напряжения при деформации стали 12X18H10T: 1) исх., 2)  $5 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>, 3)  $1,4 \cdot 10^{19}$  н/см<sup>2</sup>, 4)  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>.

Подобное поведение величины  $E_s$  – уменьшение при росте  $\sigma$  – является нетипичным и не наблюдается для исследованных материалов в отожженном необлученном состоянии.

Известен ряд работ, где аналогичный эффект – уменьшение  $E_s$  при росте  $\varepsilon$  – отмечали на стадии предразрушения и связывали с образованием микротрещин [8]. В нашем случае измерения плотности не выявили сколько-нибудь существенных различий между исходными и деформированными образцами. Соответственно “аномальное” поведение  $E_s$ , как можно полагать, не связано с трещинообразованием.

Авторами [3] показано, что в структуре нержавеющей стали, близкой по химическому составу к исследуемой нами, облученной до флюенса  $\sim 10^{20}$  н/см<sup>2</sup> и затем деформированной на 5-10%, формируются “бездефектные каналы” – протяженные линейные области, свободные от радиационных дефектов. Принято считать, что радиационные дефекты исчезают вследствие взаимодействия с дислокациями. Это подтверждается теоретическими работами и экспериментальными исследованиями структуры облученного и деформированного материала.

Соответственно, отмеченное нами нетипичное поведение кривой  $E_s(\sigma)$  может быть обусловлено “выметанием” части радиационных дефектов.

Другой возможный источник избыточного или “аномального” тепла – мартенситное

превращение [9]. Так, для деформируемых кристаллов ZnS именно оно ведет к соотношению  $Q \gg A$  [10], однако для облученной стали 12X18H10T сведения о количественной величине теплового эффекта, индуцированного деформацией,  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращения отсутствуют.

## 2.2 СПЛАВ ЧС-42 (03X20H45M4Б2)

На рис.2 показаны кривые “условное напряжение – деформация”, для высоконикелевого сплава ЧС-42, в таблице 3 приведены энергетические и механические характеристики для указанного материала в зависимости от флюенса нейтронов, а на рисунке 3 показаны кривые “ $E_s - \sigma$ ”.

Таблица 3 – Энергетические и механические характеристики сплава 03X20H45M4Б2, необлученного и облученного нейтронами

| Флюенс,<br>н/см <sup>2</sup> | $\sigma_{0,2}$ , МПа | $\sigma_B$ , МПа | $\varepsilon_p$ , % | $\varepsilon$ , % | A, МДж/м <sup>3</sup> | Q, МДж/м <sup>3</sup> | $E_s$ , МДж/м <sup>3</sup> |
|------------------------------|----------------------|------------------|---------------------|-------------------|-----------------------|-----------------------|----------------------------|
| 0                            | 238                  | 649              | 49                  | 51                | 282                   | 169                   | 113                        |
| $1,4 \cdot 10^{19}$          | 465                  | 689              | 32                  | 34                | 209                   | 149                   | 60                         |
| $1,3 \cdot 10^{20}$          | 482                  | 650              | 25                  | 26                | 155                   | 131                   | 24                         |

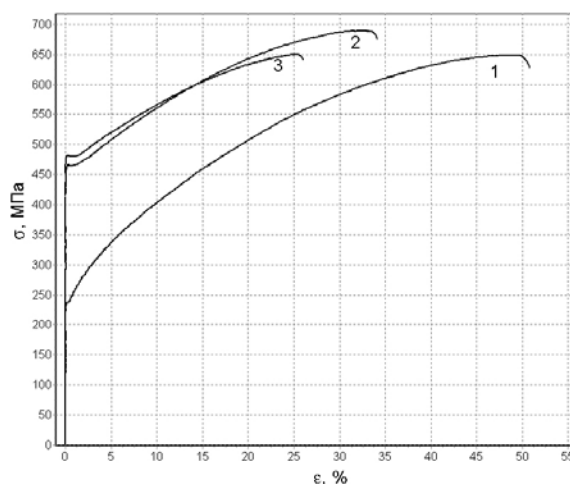


Рисунок 2 – Диаграммы деформации сплава 03X20H45M4Б2: 1) необл., 2)  $1,4 \cdot 10^{19}$  н/см<sup>2</sup>, 3)  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>.

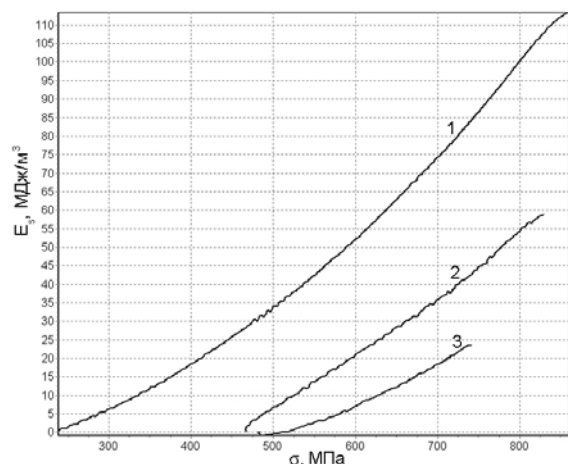


Рисунок 3 – Кривые " $E_s - \sigma$ " для сплава 03Х20Н45М4Б2: 1) необл, 2)  $1,4 \cdot 10^{19}$  н/см<sup>2</sup>, 3)  $1,3 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup>.

Как видно из представленных данных (см. рис.2 и 3), облучение, приводя к росту прочности и снижению пластичности, смещает кривые " $E_s - \sigma$ " в область меньших значений  $E_s$ , при этом кривые " $E_s - \sigma$ " сохраняют параболический характер. Для высоконикелевого сплава, в отличие от стали 12Х18Н10Т, аномального тепловыделения и изменения величины  $E_s$  не отмечено.

### 2.3 НИКЕЛЬ

Деформируемый никель в исходном состоянии характеризуется сравнительно низкой прочностью, высокой пластичностью и значительным деформационным упрочнением. На рис.4 представлены диаграммы деформации и кривые  $A, Q, E_s(\epsilon)$  для необлученного и облученного нейтронами никеля, а в таблице 4 приведены соответствующие энергетические и механические характеристики.

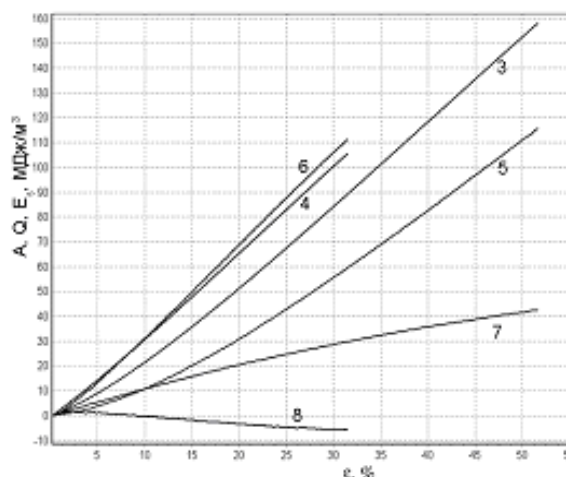
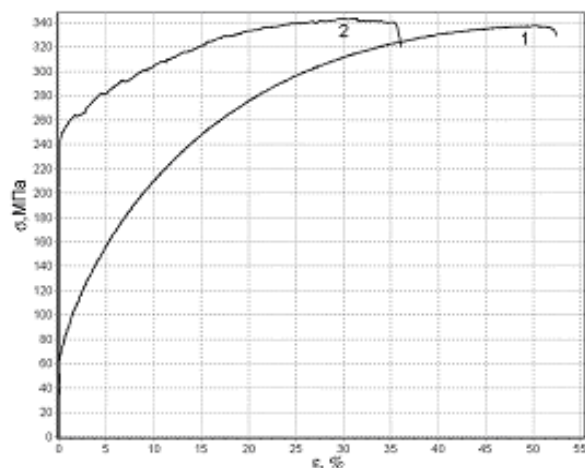


Рисунок 4 – Диаграммы растяжения (1, 2) и деформационные зависимости энергетических характеристик для никеля: 3, 4 –  $A(\epsilon)$ ; 5, 6 –  $Q(\epsilon)$ ; 7, 8 –  $E_s(\epsilon)$ . 1,3,5,7 – в необлученном состоянии; 2,4,6,8 – облученный нейтронами,  $1,4 \cdot 10^{19}$  н/см<sup>2</sup>.

Из табл.4 видно, что в результате нейтронного облучения никель стал значительно прочнее, тогда как его пластичность уменьшилась в ~1,5 раза по сравнению с необлученным материалом. Также значительно снизились значения  $A$  и  $Q$ , а величина  $E_s$  стала отрицательной – облученный материал рассеивает значительно больше энергии, чем подведено извне. Ранее аналогичный эффект отмечен нами также для армко-железа [11].

Как следует из рис.4, никель характеризуется значительным коэффициентом деформационного упрочнения даже после облучения флюенсом  $1,4 \cdot 10^{19}$  н/см<sup>2</sup>. Возможный эффект "выметания дефектов", регистрируемый в виде избыточного тепловыделения, не привел к заметному снижению интенсивности деформационного упрочнения. Можно предположить, что избыточное тепловыделение обусловлено аннигиляцией дефектов, в основном, такого типа, которые оказывают незначительное влияние на напряжение течения. Например, в нашем случае, при низкотемпературном облучении в реакторе ВВР-К, это могут быть точечные дефекты и их комплексы.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Выполнены деформационно-калориметрические эксперименты с необлученными и облученными нейтронами до различных флюенсов образцами никеля и хромоникелевых сплавов: стали 12Х18Н10Т и сплава 03Х20Н45М4Б2.

Исследовано влияние флюенса нейтронов на процессы накопления и рассеяния энергии при пластической деформации модельного и конструкционных материалов, имеющих ГЦК-решетку.

Таблица 4 – Энергетические и механические характеристики никеля, необлученного и облученного нейтронами

| Состояние                                             | $\sigma_{0.2}$ , МПа | $\sigma_B$ , МПа | $\varepsilon_p$ , % | $\varepsilon$ , % | $A$ , МДж/м <sup>3</sup> | $Q$ , МДж/м <sup>3</sup> | $E_s$ , МДж/м <sup>3</sup> |
|-------------------------------------------------------|----------------------|------------------|---------------------|-------------------|--------------------------|--------------------------|----------------------------|
| Исходный                                              | 50                   | 315              | 50                  | 52                | 147                      | 139                      | 8                          |
| Облученный,<br>1,4·10 <sup>19</sup> н/см <sup>2</sup> | 225                  | 350              | 27                  | 33                | 105                      | 111                      | -6                         |

Показано, что для облученных нейтронами стали 12Х18Н10Т и никеля кривые " $E_s - \sigma$ " с ростом флюенса смещаются в область меньших значений  $E_s$ , а характер взаимосвязи между  $E_s$  и  $\sigma$  утрачивает параболический характер, отмечаемый для необлученных металлов и сплавов.

Экспериментально показано, что вследствие избыточного тепловыделения возможна ситуация, когда запасаемая энергия  $E_s \leq 0$ , т.е. деформируемый облученный материал рассеивает больше энергии, чем затрачено извне.

Сделано предположение, что при деформации облученных материалов существует источник дополнительного, "избыточно-

го" тепловыделения – взаимодействие дислокаций с радиационными дефектами и аннигиляция последних.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ:

1. Большанина М.А., Панин В.А. Скрытая энергия деформации // в кн. "Исследования по физике твердого тела". – М., 1957. – С.193-233.
2. Wolfenden A., Applrton A.S. // Acta Metallurgica. 1968. v.16. July. PP.915–925.
3. Karlsen W., Onchi T. // ICG-EAC – Annual Meeting, May 14-19, 2006 in Charlestone, South Carolina, USA.
4. Максимкин О.П., Гусев М.Н. Методика и установка для изучения тепловыделения и накопления энергии в процессе деформации облученных металлических материалов. // Вестник НЯЦ. – 2000. – Вып.4. С.69-75.
5. Астафьев И.В., Максимкин О.П. // Заводская лаборатория. – 1994. – №1. – С.44-46
6. Shenogin S.V., Höhne G.W.H., Oleinik E.F. Thermodynamic of the pre-yield deformation behavior of glassy polymers: measurements with new deformation calorimeter. // Thermochimica Acta. 391. (2002). PP.13–23
7. Максимкин О.П., Гусев М.Н. Изменения напряжений течения и латентной энергии при деформации нержавеющей стали 12Х18Н10Т, облученной нейтронами. // Письма в ЖТФ. – 2003. – Т.29. Вып.3. – С.1-7.
8. Самсоник А.Л., Сиренко Г.А. Поглощение энергии при деформировании иттрия и циркония // Металлофизика. – 1982. – №10. – С.112–114.
9. Астафьев И.В., Максимкин О.П. Калориметрическое изучение мартенситного  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения при деформировании облученной нержавеющей Fe–Cr–Ni стали // ФММ. – 1994. – Т.177. №3. – С.166-168.