

95-477



СООБЩЕНИЯ  
ОБЪЕДИНЕННОГО  
ИНСТИТУТА  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

R14-95-477

А.Хофман

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ИСПЫТАНИЙ  
НА МИКРОТВЕРДОСТЬ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ  
РАДИАЦИОННОГО УПРОЧНЕНИЯ  
АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 0Х18Н10Т

1995

## 1. ВВЕДЕНИЕ

Важным элементом программы развития материалов для ядерных и термоядерных реакторов является определение полных характеристик их механических свойств. Для облучения испытуемых материалов используются реакторы на быстрых нейтронах, источники высокоэнергетических нейтронов с энергией 14 МэВ и ускорители заряженных частиц. Ограниченный объем для облучения образцов в этих установках, а также потребность испытания большого количества образцов в тех же самых условиях создают необходимость миниатюризации облучаемых образцов.

Для решения этой проблемы развиваются разные методы испытания миниатюрных образцов, включая растяжение [1,2], выдавливание дисковых микрообразцов [3,4], микротвердость [5,6], испытания Charpy [7].

В исследованиях радиационного упрочнения метод микротвердости отличается преимуществом, основанным на малых размерах исследуемых образцов. Испытания на микротвердость деформируют только малую часть образца, и отдельные образцы можно снова подготовить для облучения, облучить и исследовать с использованием разнообразных послерадиационных методов. Небольшая глубина отпечатка позволяет использовать этот метод для измерения механических свойств в локальных зонах облученных ионами металлов, в том числе тонких фольг.

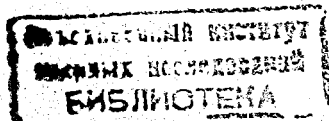
Измерения микротвердости целесообразно дополнить данными из других неразрушающих методов исследований, например, по просвечивающей электронной микроскопии, что позволяет более детально понять механизмы изменений механических свойств металлов и сплавов.

Целью настоящей работы является применение метода испытаний на микротвердость для определения радиационного упрочнения аустенитной стали 0X18N10T. Путем сравнения с данными, которые получены в испытаниях на растяжение, определяется эффективность метода как инструмента для исследования радиационного упрочнения реакторных материалов.

## 2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Данные химического состава аустенитной стали 0X18N10T представлены в таблице 1.

Образцы для измерения микротвердости имели вид полос шириной 4 мм и были вырезаны из фольги толщиной 50 мкм. Из той же самой фольги были



изготовлены образцы для испытаний на растяжение с размерами рабочей части 15×3 мм. Все образцы были отожжены в вакууме  $1,33 \cdot 10^{-3}$  Па при температуре 1050°C в течение 30 минут и охлаждены в холодной части печи. Средняя величина зерна составляла 15—17 мкм. Образцы были собраны в пакеты, расположенные в герметических ампулах, и загружены в вертикальный канал реактора ЕВА (Сверк), где поток быстрых нейтронов  $E > 0,1$  МэВ составлял  $1,38 \cdot 10^{17}$  нейт./(м<sup>2</sup>с). Температура образцов во время облучения не превышала 80°C. Образцы были облучены до флюенсов в пределах  $5 \cdot 10^{20}$ — $2 \cdot 10^{23}$  нейт./м<sup>2</sup>.

Таблица 1. Химический состав стали 0X18H10T (вес %)

C	Ni	Cr	P	S	Mn	Ti	Fe
0,034	9,75	18,9	0,019	0,015	1,61	0,53	остальное

Статистические испытания на растяжение были проведены на универсальной разрывной машине «INSTRON-1121» при скорости деформации  $0,55 \cdot 10^{-4}$  с<sup>-1</sup>.

При определении  $\sigma_{0,2}$  разброс результатов был меньше 5%. Подробно испытания на растяжение миниатюрных образцов были представлены в работе [2].

Испытания на микротвердость проводились на микротвердомере, работающем вместе с микроскопом «Neophot-2». Нагрузка была подобрана так, чтобы глубина отпечатка  $h$  (с углом при вершине 136°,  $h = d/7$ ,  $d$  — диагональ отпечатка) не превышала одной двадцатой толщины испытываемого образца. Нагрузка 10 гс выполняла это условие. Такая процедура минимизирует влияние основы на измеряемую величину микротвердости. Точность измерения микротвердости составляла 5%. На одном образце было сделано не менее 25 отпечатков при нагрузке 10 гс. Испытания на растяжение и микротвердость были проведены при температуре 20°C.

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Величина микротвердости мкмHV была вычислена с учетом нагрузки и диагонали отпечатка (без коррекции на эффект упругой релаксации) из следующего уравнения:

$$\text{мкмHV}(\text{кгс/мм}^2) = \beta p / d^2, \quad (1)$$

где  $p$  — нагрузка в гс,  $d$  — длина диагонали в мкм,  $\beta$  — геометрическая постоянная индентора.

Для алмазного индентора в виде четырехгранной пирамиды с квадратным основанием, с углом при вершине 136° можно написать, что

$$\text{мкмHV} = 1854,4 p / d^2 (\text{кгс/мм}^2). \quad (2)$$

В таблице 2 приведены средние величины условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$ , величины микротвердости мкмHV и разброс результатов для образцов стали 0X18H10T, облученных нейтронами ( $E > 0,1$  МэВ) до разных флюенсов.

Таблица 2. Результаты измерений микротвердости и условного предела текучести  $\sigma_{0,2}$  для облученной нейтронами ( $E > 0,1$  МэВ) стали 0X18H10T

Флюенс, н/м <sup>2</sup>	Условный предел текучести, $\sigma_{0,2}$ , МПа	Микротвердость, мкмHV, кгс/мм <sup>2</sup>
0	188±8	185±5
$5 \cdot 10^{20}$	230±10	197±7
$1 \cdot 10^{21}$	223±9	190±7
$5 \cdot 10^{21}$	225±11	207±9
$5 \cdot 10^{22}$	353±12	241±6
$2 \cdot 10^{23}$	447±12	269±9

Согласно работам [8,9] твердость по Виккерсу эквивалентна истинному напряжению в металле при деформации 8%  $\sigma_8$ . Это определяется из следующих уравнений:

$$\sigma_8 (\text{МПа}) = 3,27 \text{HV} (\text{кгс/мм}^2), \quad (3)$$

$$\sigma_8 (\text{кгс/мм}^2) = \text{HV}/3 (\text{кгс/мм}^2). \quad (4)$$

На рис.1 показано как это уравнение соответствует нашим экспериментальным данным. На нем представлены диаграммы растяжения трех разных образцов стали 0X18H10T. Для необлученной стали (диаграмма 1) напряжение при 8% деформации мкмHV/3 четко превышает условный предел текучести  $\sigma_{0,2}$ . Действительно, чтобы определить величину  $\sigma_{0,2}$  непосредственно с мкмHV/3, нужно знать функциональный вид диаграммы напряжение — деформация между 8% деформацией и пределом текучести. Но если сравнивать интересующий нас при исследовании радиационного упрочнения прирост предела текучести, то из поведения кривых 2 и 3 (рис.1) видно, что в исследуемом пределе флюенсов ( $1 \cdot 10^{20}$  —  $2 \cdot 10^{23}$  н/м<sup>2</sup>) прирост напряжения при 8% деформации  $\Delta \text{мкмHV}$  пропорционален приросту условного предела текучести  $\Delta \sigma_{0,2}$ .

При нейтронном облучении меди [10] поведение кривой напряжение — деформация другое: имеет место небольшое деформационное упрочнение при испытаниях на растяжение. Этот тип поведения кривой напряжение — деформация показан схематически на рис.2. Видно, что здесь напряжение при 8% деформации хорошо соответствует пределу текучести и величина мкмHV/3 в таком случае может быть непосредственной мерой  $\sigma_{0,2}$ . Чтобы узнать, име-

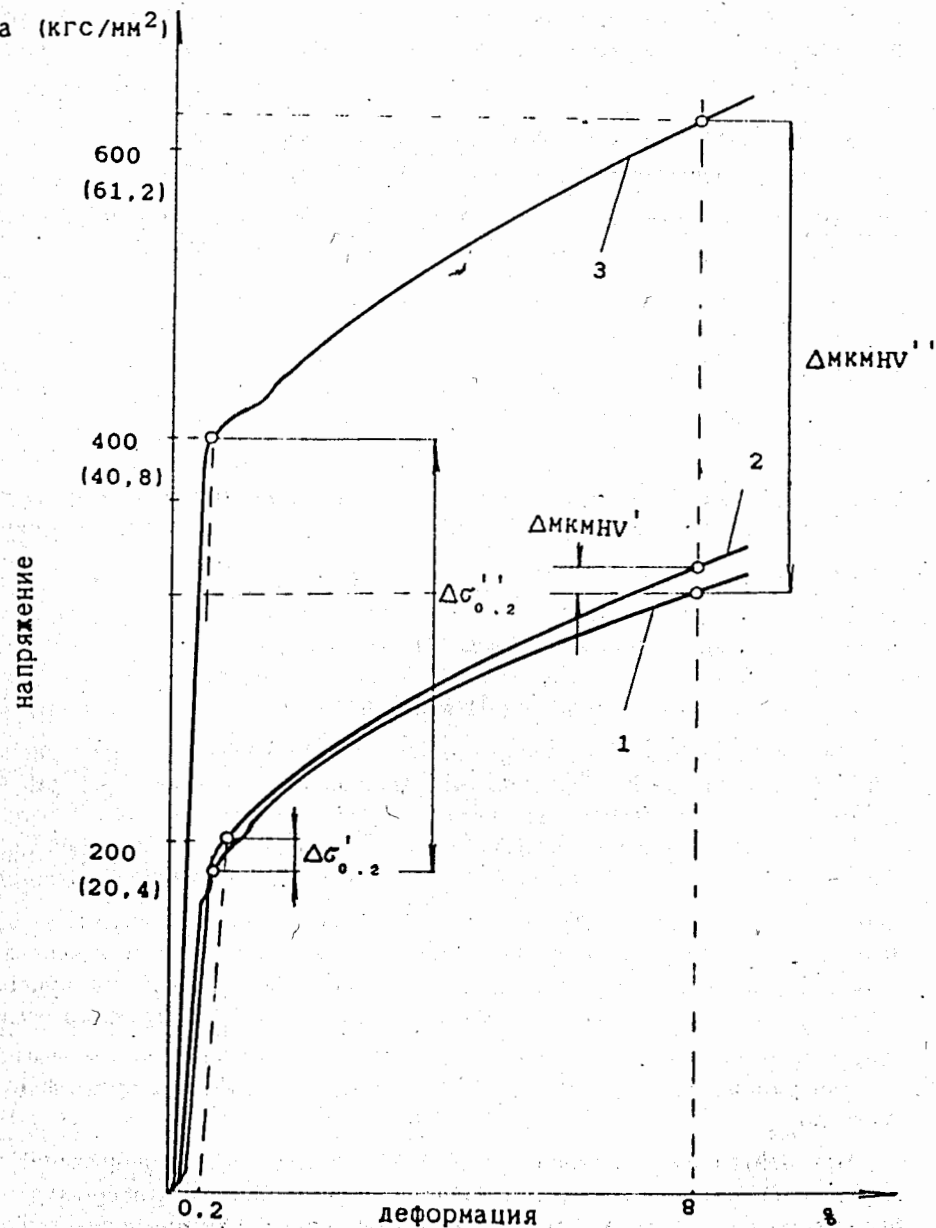
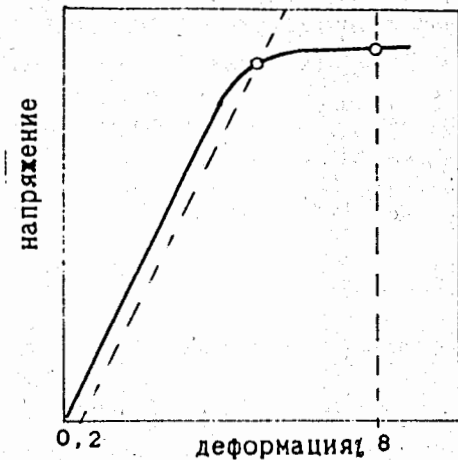


Рис.1. Диаграммы растяжения образцов стали 0X18H10T. 1 — необлученный образец, 2,3 — облученные образцы стали

Рис.2. Кривая напряжение — деформация образцов меди, облученных нейтронами [10]



ет ли место такая корреляция для определенного металла или нет, следует доказать.

В исследованном нами пределе флюенсов мы можем сказать, что для стали 0X18H10T прирост напряжения при 8% деформации  $\gamma = \Delta \text{мкМНВ}'$  пропорционален приросту предела текучести  $\Delta \sigma_y$ .

Отсюда можно написать, что

$$\Delta \sigma_y (\text{МПа}) \approx 3,27 \Delta \text{мкМНВ}' (\text{кгс} / \text{мм}^2). \quad (5)$$

В таблице 3 представлены данные прироста предела текучести, полученные при испытании на растяжение и рассчитанные с учетом измерений на микротвердость (см.(5)).

Таблица 3. Радиационное упрочнение стали 0X18H10T при испытаниях на растяжение и микротвердость

Флюенс, н/м <sup>2</sup>	Испытания на растяжение, $\Delta \sigma_{0,2}$ , МПа	Испытания на микротвердость	
		$\Delta \text{мкМНВ}' (\text{кгс} / \text{мм}^2)$	$\Delta \sigma_{0,2}$ , МПа
$5 \cdot 10^{20}$	$22 \pm 10$	$12 \pm 7$	$39 \pm 23$
$1 \cdot 10^{21}$	$35 \pm 9$	$5 \pm 7$	$16 \pm 23$
$5 \cdot 10^{21}$	$37 \pm 11$	$22 \pm 9$	$72 \pm 29$
$5 \cdot 10^{22}$	$165 \pm 12$	$56 \pm 6$	$183 \pm 26$
$2 \cdot 10^{23}$	$259 \pm 12$	$84 \pm 9$	$275 \pm 29$

Сравнение прироста предела текучести  $\sigma_{0,2}$  в зависимости от флюенса, определенное из испытаний на растяжение и микротвердость, представлено на рис.3. Как видно из рис.3, в пределе флюенсов  $1 \cdot 10^{20} + 2 \cdot 10^{23}$  н/м<sup>2</sup> радиационное упрочнение стали 0X18H10T, определенное из испытаний на микротвердость, хорошо совпадает с упрочнением, измеренным в испытаниях на растяжение. Соответствие улучшается с увеличением флюенса.

В последнее время делается множество попыток, чтобы определить для сталей с решеткой ГЦК характеристики напряжения — деформации, такие

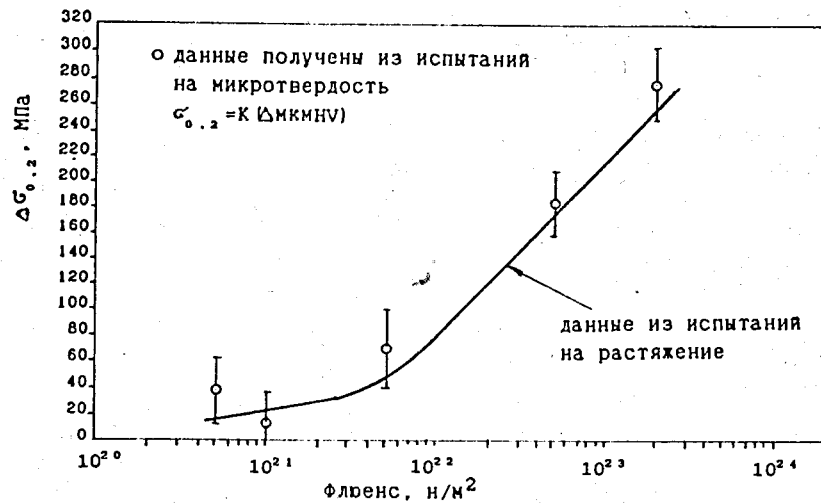


Рис.3. Сравнение прироста текучести  $\sigma_{0,2}$  в зависимости от флюенса, определенного из испытаний на растяжение и микротвердость

как условный предел текучести ( $\sigma_{0,2}$ ) и показатель деформационного упрочнения ( $n$ ), непосредственно из испытаний на микротвердость или ультрамикротвердость [11].

Метод определения  $\sigma_{0,2}$  и  $n$  с твердостью по Виккерсу изложен в работе [12]. Как было уже сказано выше, в соответствии с работой [8] твердость по Виккерсу эквивалентна истинному напряжению при деформации 8% и определяется из уравнения (3):  $\sigma_8(\text{МПа}) = 3,27 \text{ HV}$ . В работе [12], связывая это уравнение с зависимостью напряжение — деформация при растяжении

$$\sigma = k \varepsilon^n, \quad (6)$$

где  $\sigma$  — истинное напряжение,  $\varepsilon$  — истинная деформация,  $k$  — коэффициент прочности, и принимая, что текучесть имеет место при  $\varepsilon_y$ , получено выражение

$$\sigma_{0,2}(\text{МПа}) = 3,27 \text{ HV} (\varepsilon_y / 0,08)^n = 3,27 \text{ HV}(B)^n, \quad (7)$$

где  $B$  — постоянная.

При исследовании зависимости между  $\sigma_{0,2}$ , HV и  $n$  в отожженном состоянии и после холодной деформации в железе и алюминии была определена величина  $B$  и предложена следующая полуэмпирическая зависимость:

$$\sigma_{0,2}(\text{МПа}) = 3,27 \text{ HV}(0,1)^n. \quad (8)$$

Чтобы определить  $\sigma_{0,2}$  только из испытаний на микротвердость, используя уравнение (8), надо узнать зависимость между HV и мкмHV, а также величину  $n$ .

В работе [6] экспериментально определена зависимость между HV при нагрузке 200 гс и мкмHV при нагрузке от 0,05 до 50 гс для меди, а в работе [13] при аналогичных условиях — для Ni и Al и получено следующее уравнение:

$$\text{HV} = \alpha(p) \text{ мкмHV}(p), \quad (9)$$

где  $\alpha(p)$  — постоянная, зависящая от  $p$ .

Из уравнений (7) и (8) получаем следующую зависимость между  $\sigma_{0,2}$  и мкмHV:

$$\sigma_{0,2}(\text{МПа}) = 3,27 \alpha(p) \text{ мкмHV}(p)(0,1)^n. \quad (10)$$

Авторы работ [6,13] предлагают также метод для оценки величины  $n$  для Cu [6], а также для Ni и Al [13].

Используя уравнение (10) и наши измерения микротвердости, принимая величину  $\alpha(p)$  такую, как для Ni из работы [13], и величину  $n$  из наших испытаний на растяжение [14], мы получили для необлученной стали 0X18H10T значение  $\sigma_{0,2} = 235 \text{ МПа}$ . Этот составляет  $\pm 20\%$  от средней величины, полученной из испытаний на растяжение.

Для того чтобы оценить насколько предлагаемый выше метод может быть эффективен для определения характеристик напряжения — деформации в стали 0X18H10T только из измерений на микротвердость, требуется экспериментально определить зависимость HV от мкмHV, а также соответствующую величину  $n$  из измерений на микротвердость.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Panayotou N.F. et al. — The use of Small-Scale Specimens for Testing Irradiated Material, ASTM-STP888, 1986, p.201.
2. Hofman A., Kochanski, Malczyk A. — Raport IAE-4/A. Otwock-Swierk 1994.
3. Быстров Л.Н. и др. — Вop. ат. науки и техники, Серия физ. рад. повр. и рад. мат., вып. 3/54, 1990, с.89.
4. Misawa T. et al. — J. of Nucl. Mat., 1987, vol.150, p.194.
5. Panayotou N.F. — J. of Nucl. Mat., 1982, vol.108,109, p.456.
6. Yasuda K. et al. — J. of Nucl. Mat., 1992, vol.187, p.109.
7. Loudon B.S. — J. of Nucl. Mat., 1988, vol.155—157, p.662.

8. Tabor D. — The Hardness of Metals. Clarendon Press, Oxford, 1951.
9. Mott B.W. — Micro-Identification Hardness Testing. Butterworths Publications, London, 1956, p.157.
10. Makin M.J. — Proc. Conference on Irradiation Embrittlement and Creep in Fuel Cladding and Components, British Nuclear Energy Society, London, 1973, p.35.
11. Yasuda K. et al. — J. of Nucl. Mat., 1994, vol.212-215, p.1703.
12. Cahoon J.R., Broughton W.H., Kutzak A.R. — Metall. Trans., 1971, vol.2, p.1979.
13. Yasuda K. et al. — J. of Nucl. Mat., 1994, vol.212-215, p.1698.
14. Hofman A. et al. — Raport IAE-2137/VI, Otwock-Swierk, 1992.

Рукопись поступила в издательский отдел  
23 ноября 1995 года.