

05 Магнитоупругий эффект при низкотемпературной деформации нержавеющей стали 316LN-IG

© А.В. Кривых, А.В. Иродова, В.Е. Кейлин

Национальный исследовательский центр „Курчатовский институт“,
123182 Москва, Россия
e-mail: Krivykh_AV@rckci.ru

(Поступило в Редакцию 30 апреля 2014 г.)

Проведены испытания на растяжение вырезанных вдоль оси сегментов труб из нержавеющей стали аустенитного класса 316LN-IG в среде жидкого и газообразного гелия ниже 7 К. Трубы предназначались для оболочек проводников тороидальной магнитной системы ИТЭР. В зависимости от приложенной нагрузки исследовано поведение во времени деформации, температуры и наведённой деформацией намагниченности образцов в виде нормальной составляющей магнитного поля на их поверхности. Установлено сложное поведение локальной деформации вблизи полос сдвига, выражающееся в разгрузке и сжатии соседних с плоскостями сдвига областей. Обнаружен магнитоупругий эффект с указанием на отрицательную продольную магнитострикцию для исходной β -фазы и индуцированной деформацией α -фазы. Объяснены случаи отсутствия локального разогрева при скачках деформации как следствие магнетокалорического эффекта в разгруженных при сдвигах областях.

Введение

Нержавеющая сталь 316 LN-IG относится к классу аустенитных сталей и широко используется при создании установок, работающих при температуре жидкого гелия. В частности, она применяется для изготовления оболочек проводников магнитной системы ИТЭР [1]. Немагнитная в обычных условиях она может приобретать магнитные свойства в области низких температур в результате деформации под действием нагрузки [2]. Сталь в состоянии поставки становится магнитной при низких температурах после пластической деформации в результате мартенситного превращения $\gamma \rightarrow \alpha$, приводящего к образованию магнитной α -фазы [3]. Если сталь предварительно прошла процедуру старения в виде деформации и последующего длительного отжига, то намагниченность в ней возникает без какого-либо механического воздействия уже при температуре жидкого азота [4]. Как известно, появление намагниченности является признаком повышения хрупкости нержавеющей сталей аустенитного класса, приводит к развитию трещин в конструкциях и крайне нежелательно при эксплуатации установок, работающих в критических условиях, например, ядерных реакторов [5]. Эта проблема актуальна также при эксплуатации конструкций, работающих при гелиевых температурах, тем более что деформация при таких температурах имеет скачкообразный характер и может привести к динамическим нагрузкам [6].

В настоящей работе изучена взаимосвязь магнитных, упругих и тепловых эффектов, возникающих при деформации стали 316LN-IG в области гелиевых температур.

1. Образцы и методика экспериментов

Исследования выполнены на нержавеющей стали 316LN-IG (0.013% C, 11.5% Ni, 16.5% Cr, 2.0% Mn), ближайший российский аналог 03X17H13AM3.

Для изготовления образцов использовались трубы из стали 316LN-IG как в состоянии поставки (диаметром 48 mm и толщиной около 2 mm), так и прошедшие старение, т.е. полную имитацию процессов производственного цикла при изготовлении ниобий-оловянных проводников ТФ-обмоток магнитной системы ИТЭР [1]. Процесс старения заключался в компактировании и вытяжке трубы на 2.5%, в результате чего ее наружный диаметр уменьшался с 48 до 43 mm, затем труба отжигалась в инертном газе при температуре 650°C в течение 200 h и остывала вместе с печью. Образцы были изготовлены в соответствии с требованиями стандартов ASTM E8M: вырезаны из труб вдоль их оси способом гидроабразивной резки, имели базовую длину 50 mm при общей длине 140 mm и ширину 12.5 mm. Типичный вид образца — сегмента трубы до испытания показан на рис. 1, слева.

Механические испытания на растяжение проводились в соответствии с требованиями стандартов ASME E1450 в среде жидкого и газообразного гелия ниже 7 К на универсальной испытательной машине „Инстрон-1195“. Для создания низких температур использовался несущий нагрузку криостат погружного типа с допустимым усилием до 40 kN [7]. Механическая жесткость установки с криостатом составляла $7.5 \cdot 10^{-2} \mu\text{m/N}$, стандартная скорость относительной деформации при растяжении $3 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1}$.

В процессе испытаний измерялись приложенная к образцу нагрузка, его деформация и температура, а также наведенная деформацией намагниченность образца

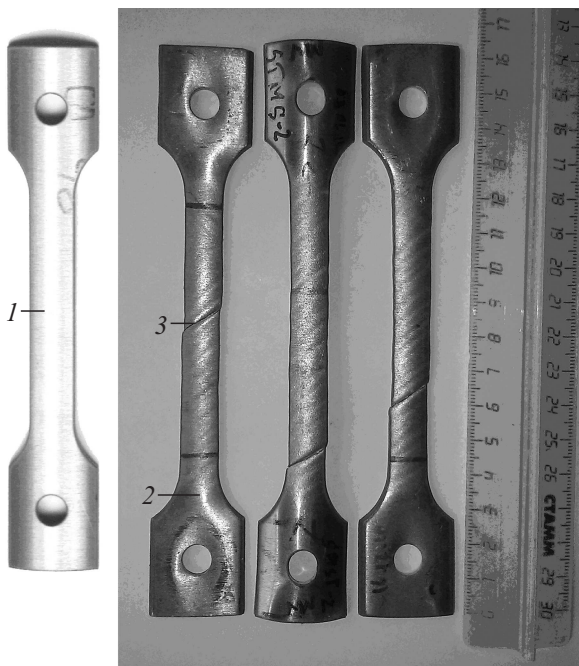


Рис. 1. Фото образцов сегментов трубы из нержавеющей стали 316LN-IG в состоянии поставки до (слева) и после испытаний. Цифрами обозначены участки, на которых проводился рентгеновский фазовый анализ (см. рис. 2).

в зависимости от времени. Нагрузка измерялась датчиком, расположенным на раме машины. Для измерения деформации использовался экстензометр с базой 10 mm и точностью измерения 0.2%, который крепился непосредственно на образце, что позволяло одновременно локализовать место скачкообразной деформации. Температура измерялась на поверхности образца угольным или германиевым термометром с точностью 0.4%. Малоинерционный германиевый термометр позволял фиксировать быстрые во времени изменения температуры, недоступные угольному термометру, но по сравнению с последним имел ограниченный рабочий диапазон, до 30 K. Намагниченность измерялась закрепленным на поверхности образца датчиком Холла 2.5×2.5 mm, который фиксировал нормальную составляющую возникающего магнитного поля.

Рентгеновский фазовый анализ образцов проводился до и после испытаний на рентгеновском дифрактометре Bruker ($\text{CuK}\alpha$ -излучение) с использованием программы FullProf [8].

2. Результаты и обсуждение

Внешний вид образцов, изготовленных из труб в состоянии поставки, после их испытания на растяжение вплоть до разрыва (рис. 1, справа) указывает на скачкообразный характер пластической деформации при гелиевой температуре, о чем свидетельствуют образова-

ние глубоких полос сдвига на поверхности и ступенька около 0.3 mm в месте разрыва. (В случае вязкой деформации при азотной и более высокой температуре образец остается однородным по длине, и в месте разрыва образуется шейка [9].) На наиболее деформированных участках обнаружено интенсивное превращение γ -фазы в магнитную α -фазу (рис. 2) в согласии с [6].

Типичные временные зависимости нагрузки, деформации и температуры, а также фрагмент диаграммы растяжения при испытании образцов в жидком гелии показаны на рис. 3. Верхняя граница области упругости соответствует относительной деформации $\varepsilon \approx 0.5\%$, предел упругости $\sigma \approx 1050$ МПа. В упругой области температура на поверхности образца практически не меняется. При относительной деформации от 0.5 до 1.2% на кривых нагрузки σ и деформации ε появляется множество мелких скачков. Одновременно возникают слабые всплески температуры, не превышающие 0.2 K, которые систематически усиливаются с нагрузкой (рис. 3, внизу). Нагрузка быстро падает с деформацией, так что при $\varepsilon = 1.2\%$ величина $d\sigma/d\varepsilon$ становится в 20 раз меньше модуля Юнга (фрагмент диаграммы растяжения

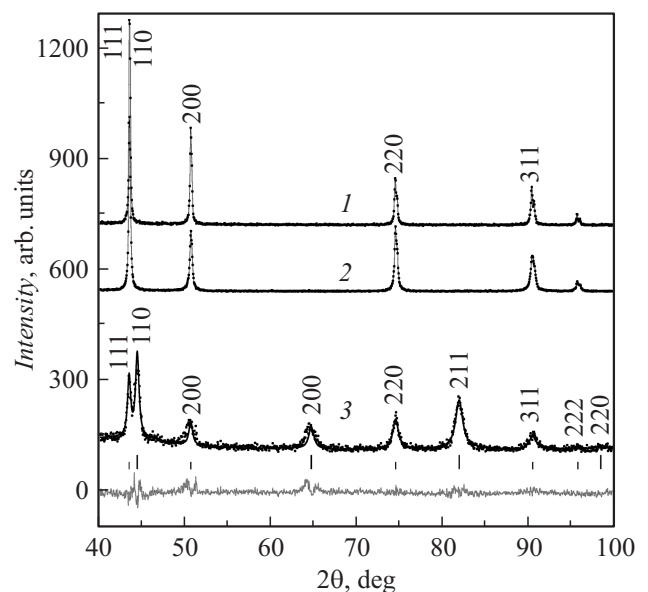


Рис. 2. Рентгеновские дифракционные картины $T = 300$ K, образцов до (1) и после (2, 3) механических испытаний при температуре ниже 7 K ($\text{CuK}\alpha$ -излучение). Расположение участков 1–3, на которых проводилась съемка, на рис. 1. На недеформированных (1) и слабо деформированных (2) участках присутствует только γ -фаза с ГЦК-структурой, $a = 3.602$ Å. Цифрами обозначены индексы дифракционных отражений, экспериментальные точки соединены линией для наглядности. На сильно деформированных участках, вблизи полос сдвига (3) содержание γ -фазы, $a = 3.60$ Å, сокращается до 20%, и 80% составляет α -фаза с ОЦК-структурой, $a = 2.88$ Å. Точки — экспериментальная кривая, сплошная черная линия — рассчитанный профиль, ниже — разностная кривая (серая линия), положения и индексы дифракционных отражений обозначены для α -фазы большими и для γ -фазы маленькими символами.

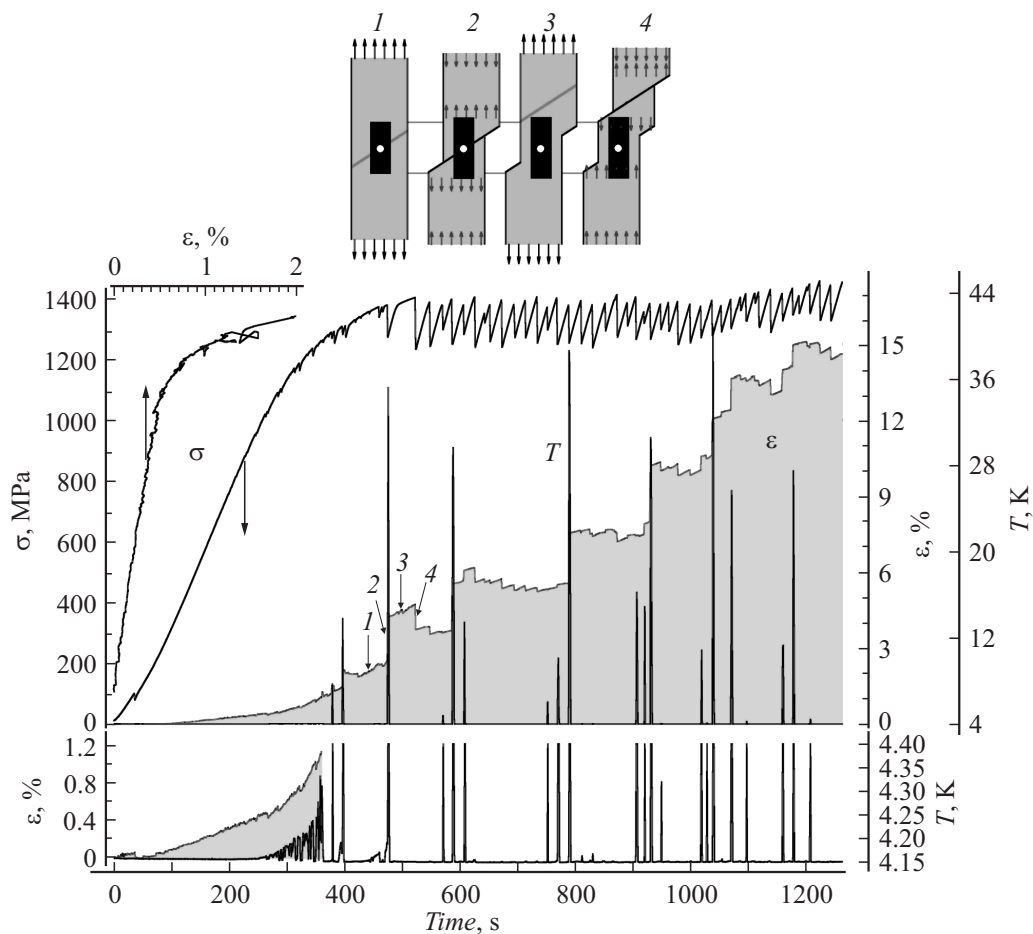


Рис. 3. Фрагмент диаграммы растяжения и временные зависимости нагрузки, деформации и температуры при испытании сегмента трубы в жидком гелии. σ — нагрузка (стрелки указывают на горизонтальные оси, к которым относятся кривые), ε — относительная деформация участка длиной 10 мм в середине образца (внизу — деформация в увеличенном масштабе в упругой и переходной к пластической областях), T — измеренная угольным термометром температура на поверхности в месте деформации (внизу — температура вблизи 4 К в увеличенном масштабе), по горизонтальной оси — время эксперимента, шаг 0.93 с. На вставке сверху — схематичное изображение деформации исследуемого участка, соответствующее точкам 1–4 на кривой ε . Черный прямоугольник — область измерения деформации, белый кружок с буквой T — область измерения температуры. Стрелками обозначена нагрузка (на схемах 1 и 3, серыми линиями отмечены места последующих сдвигов) и направления действия упругих сил при ее сбросе в результате сдвиговой деформации (на схемах 2 и 4).

на рис. 3). Материал переходит в область пластичности. Поскольку переход к пластической деформации означает начало превращения γ -фазы в магнитную α -фазу [10], естественно связать наблюдаемые эффекты с мартенситным превращением. Эту стадию деформации удалось проследить в деталях, проведя испытания в газообразном гелии. Интенсивность теплосъема в этом случае была примерно в 200 раз меньше, что привело к усилению температурных эффектов почти в 150 раз (рис. 4). При этом для наблюдения отдельных температурных всплесков был использован малоинерционный германиевый термометр, который показал, что их продолжительность не превышает одной секунды. Кроме того, следуя [11, 12] и увеличив скорость относительной деформации в 2 раза, удалось интенсифицировать процесс мартенситного превращения, что выразилось в более быстром переходе

к пластической деформации (фрагмент диаграммы растяжения на рис. 4), увеличению частоты и амплитуды скачков на кривых деформации и нагрузки в переходной области.

В области пластичности при $\varepsilon > 1.2\%$ деформация приобретает скачкообразный характер (рис. 3). Каждое скачкообразное удлинение образца сопровождается большим тепловыделением, регистрируемым датчиком температуры как температурный всплеск, тем более сильный, чем ближе к датчику прошла полоса сдвига. Длительность таких всплесков составляет примерно 2.5 с, а их амплитуда в отдельных случаях превышает 40 К. Кроме скачков деформации, приводящих к геометрическому удлинению образца за счет сдвигов, на кривой ε наблюдаются небольшие скачки на сжатие, указывающие на наличие областей, в которых образец

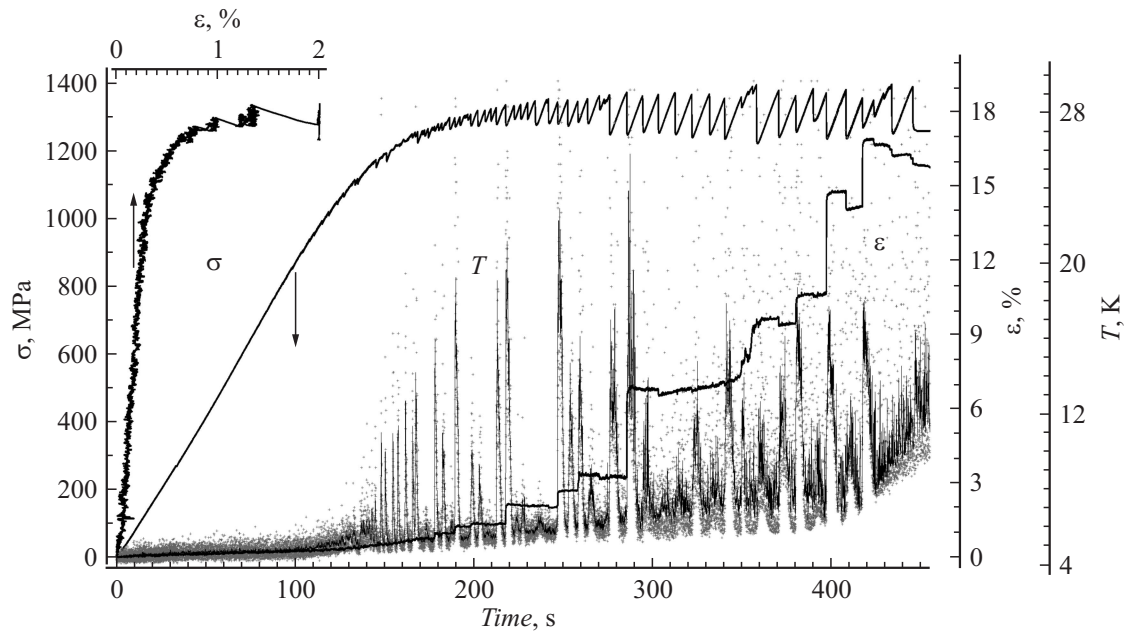


Рис. 4. Фрагмент диаграммы растяжения и временные зависимости нагрузки, деформации и температуры при испытании сегмента трубы в газообразном гелии. σ — нагрузка (стрелки указывают на горизонтальные оси, к которым относятся кривые), ε — относительная деформация участка длиной 10 мм в середине образца, T — измеренная малоинерционным германиевым термометром температура на поверхности в месте деформации (точки — измеренные величины, сплошная линия — сглаженная по трем точкам кривая, в области пластической деформации показания термометра недостоверны из-за большого тепловыделения), по горизонтальной оси — время эксперимента, шаг 0.02 s. Скорость относительной деформации $6 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

испытывает локальное сжатие. В отличие от сдвиговых скачков они не сопровождаются тепловыделением, но также совпадают со спадами нагрузки σ (рис. 3), т.е. также возникают при разгрузке образца. Скачкам на сжатие всегда предшествует небольшой временной промежуток, где образец испытывает упругое растяжение. Иногда они следуют непосредственно за сдвиговыми скачками. Все это дает основание предположить, что скачки на сжатие вызваны упругой релаксацией участков, пограничных со сдвигами, которые произошли за пределами области измерений (см. поясняющую вставку вверху на рис. 3). Другими словами, скачки на сжатие свидетельствуют о том, что при пластическом сдвиге соседние с плоскостями сдвига области разгружаются и сжимаются. При этом разгрузка происходит полностью за время около 10^{-4} s [7].

Синхронные измерения деформации и намагниченности, выполненные в жидком гелии, показали (рис. 5), что в области упругой деформации, когда в образце присутствует только γ -фаза, на поверхности образца возникает нормальная составляющая магнитного поля, которая усиливается при растяжении образца и уменьшается при его разгрузке. На границе области упругости при $\varepsilon \approx 0.6\%$ ее величина составляет 0.3 мТ. Такое поведение намагниченности свидетельствует об отрицательной продольной магнитострикции γ -фазы. При переходе от упругой к пластической деформации, когда начинается образование α -фазы, наведенная деформацией нормальная составляющая магнитного поля уменьшается,

что естественно объяснить экранировкой магнитного поля магнитной α -фазой. В области пластической деформации, когда содержание α -фазы прогрессивно увеличивается (см. подпись к рис. 2), рост нормальной составляющей магнитного поля с деформацией возобновляется. В отличие от упругой области он имеет нерегулярный характер, главным образом, из-за скачков деформации (рис. 5). С целью прояснить магнитоупругие свойства α -фазы были проведены измерения на образце со сварным швом (рис. 6), который, согласно данным рентгеновского фазового анализа, помимо γ -фазы исходно содержал около 10% α -фазы. (Мартенситное превращение в подобных швах идет более интенсивно, чем в однородном материале [13].) Верхняя граница области упругости такого шва снижена до $\varepsilon \approx 0.25\%$ и граница переходной области до $\varepsilon \approx 0.55\%$ (рис. 6, внизу). В упругой области нормальная составляющая магнитного поля на поверхности шва изменяется пропорционально деформации и достигает 0.3 мТ при деформации $\varepsilon \approx 0.25\%$ в 2.5 раза меньше, чем в случае однородного образца. В переходной области она не уменьшается, как в случае однородного образца, и продолжает расти с деформацией, достигая 0.65 мТ при $\varepsilon \approx 0.55\%$ (рис. 6, внизу). Это указывает на то, что исходно присутствующая в образце α -фаза имеет магнитоупругие свойства такие же, как γ -фаза. В этих условиях экранировка поля возникающей в результате мартенситного превращения α -фазой остается незаметной до тех пор, пока ее количество мало по сравнению с исходной α -фазой, и проявится

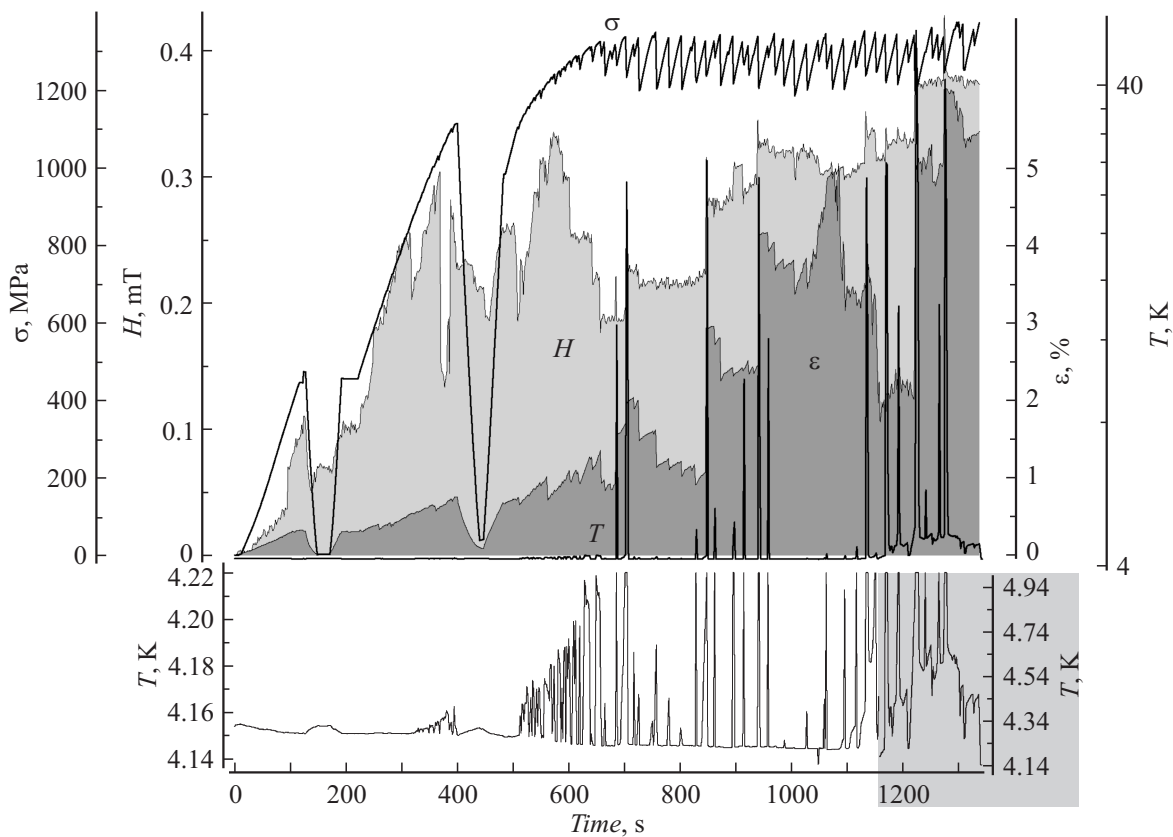


Рис. 5. Временные зависимости нагрузки, деформации, температуры и наведенного деформацией магнитного поля при испытании сегмента трубы в жидком гелии. σ — нагрузка, ε — относительная деформация участка длиной 10 мм в середине образца, T — температура на поверхности в месте деформации (логарифмическая шкала), внизу — температура вблизи 4 К в увеличенном масштабе (шкала слева — до 1150 с начала эксперимента, справа — после 1150 с, отмечено серым цветом), H — перпендикулярная к поверхности компонента магнитного поля в месте деформации, по горизонтальной оси — время эксперимента, шаг 1.74 с.

только тогда, когда мартенситное превращение станет интенсивным. Действительно, с началом скачкообразной пластической деформации наблюдается быстрое падение нормальной составляющей магнитного поля на поверхности шва (рис. 6). Однако, как показали разгрузка и последующая нагрузка образца, и в этих условиях магнитное поле продолжает отслеживать упругую часть деформации, верхняя граница которой сместилась до 0.5% (рис. 6, внизу). Следующие разгрузки образца, проведенные после его длительной пластической деформации с целью максимизировать содержание α -фазы, показали, что нормальная составляющая магнитного поля полностью отслеживает деформацию, в том числе, ее упругую часть, граница которой выросла почти в 7 раз, до 1.5–2% (временной диапазон $t > 900$ с на рис. 6). Другими словами, в α -фазе имеет место магнитоупругий эффект, и его характер указывает на отрицательную продольную магнитострикцию, как в γ -фазе.

Интересным следствием магнитоупругого эффекта в α -фазе может быть магнетокалорический эффект, указание на который находим на температурной кривой незадолго до разрыва образца при его испытании в жидком

гелии (временной диапазон $t > 1000$ с на рис. 5). Наряду с интенсивными скачками температуры на повышение, сопровождающими сдвиговую деформацию, здесь видны существенно более слабые, но вполне отчетливые скачки температуры на понижение. Пример наблюдения таких скачков с хорошим временным разрешением приведен на рис. 7. Так же как скачки на повышение, они совпадают со сбросами нагрузки, т.е. возникают в момент разгрузки образца. Они всегда обнаруживаются в области сильной пластической деформации, как правило, незадолго до разрыва образца. Для их надежного наблюдения необходима температура выше температуры жидкого гелия, но не слишком высокая, не выше 10 К. Эти факты в совокупности с магнитоупругим эффектом позволяют предположить, что скачки на понижение температуры возникают вследствие магнетокалорического эффекта. Локальное понижение температуры в областях, разгруженных в момент сдвига (скачка деформации), естественно объясняется адиабатической переориентацией магнитных моментов, в том числе, смещением доменных стенок в α -фазе. Эффект будет наблюдаться, если на адиабатическую переориентацию

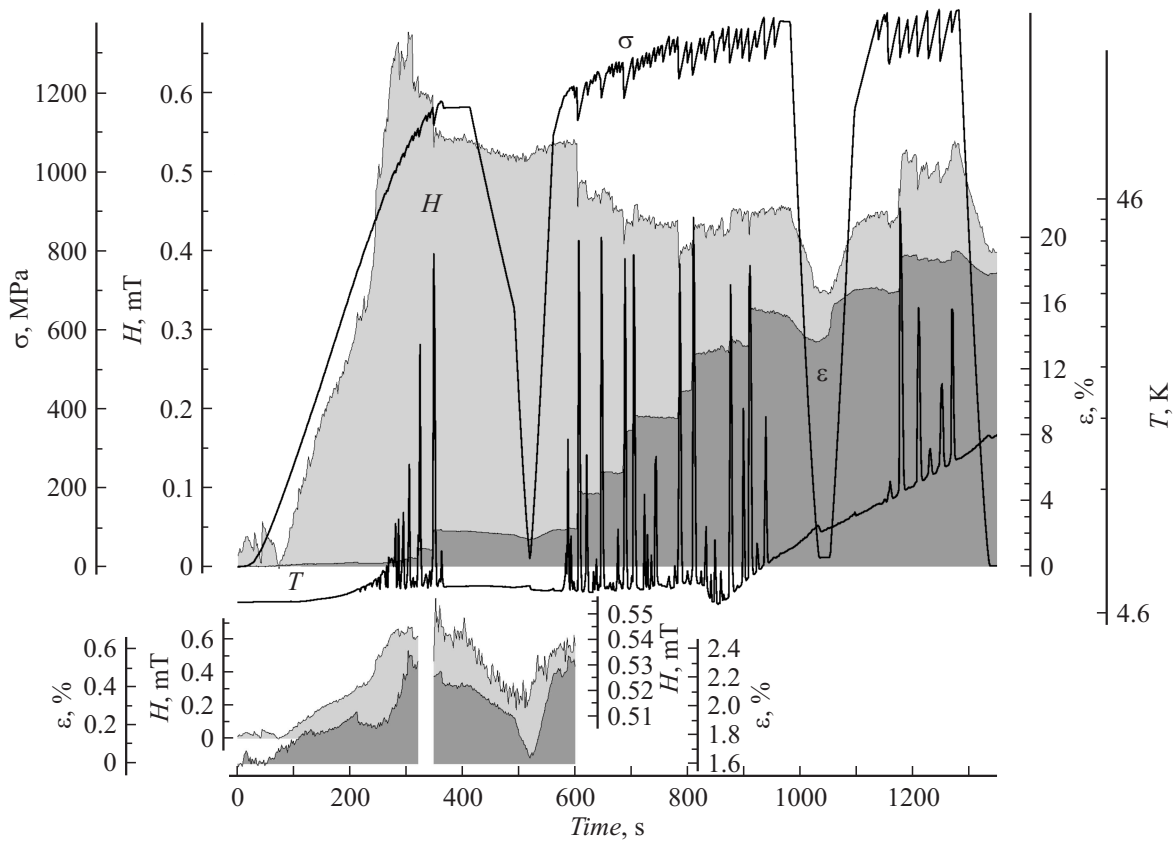


Рис. 6. Временные зависимости нагрузки, деформации, температуры и наведенного деформацией магнитного поля при испытании сегмента трубы со сварным швом в газообразном гелии. σ — нагрузка, ε — относительная деформация участка длиной 10 mm вблизи шва, T — температура на поверхности в месте деформации (логарифмическая шкала), H — перпендикулярная к поверхности компонента магнитного поля в месте деформации, внизу — деформация и магнитное поле в увеличенном масштабе (шкалы слева — для упругой области, шкалы справа — для области разгрузки), по горизонтальной оси — время эксперимента, шаг 1.74 s.

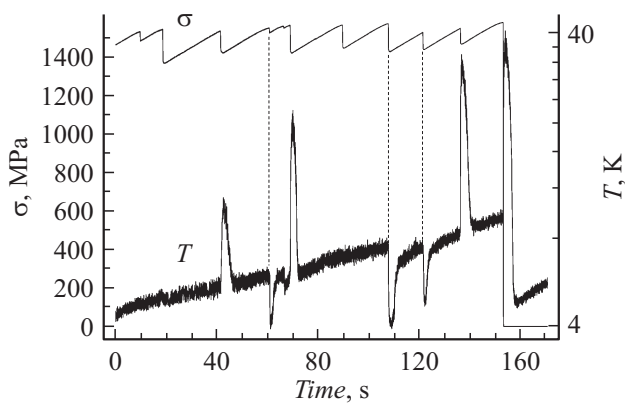


Рис. 7. Временные зависимости нагрузки и температуры непосредственно перед разрывом сегмента трубы со сварным швом в газообразном гелии при температуре около 7 К. σ — нагрузка, T — изменение температуры на поверхности вблизи шва (логарифмическая шкала), по горизонтальной оси — время эксперимента, шаг 0.02 s. Штриховые линии проведены для наглядности.

магнитных моментов требуется энергии больше, чем ее выделилось при сдвиге. Очевидно также, что ему будет способствовать затрудненный теплообмен с внешней средой, например, за счет уменьшения интенсивности теплосъема при замене жидкого гелия газообразным. Не исключено, что именно с этим эффектом связаны скачки температуры на понижение при испытании никеля в газообразном гелии при 5.5 К [14]. Кроме скачков температуры на понижение, магнетокалорический эффект также объясняет ранее наблюдавшиеся случаи отсутствия локального разогрева при скачках деформации. В работе [15] незадолго до разрыва образца в жидком гелии мы наблюдали сдвиговые скачки, которые не сопровождалась скачками температуры вблизи мест сдвига. В работе [16] при испытании аустенитной стали 310S в жидком гелии I и II и измерении температуры внутри образца сопровождавшие скачки нагрузки скачки температуры перестали фиксироваться незадолго до разрыва образца. Можно предположить, что в обоих случаях имела место адиабатическая переориентация магнитных моментов в разгруженных при сдвигах областях, идущая при нулевом энергетическом балансе.

Заключение

Исследованы упругие, магнитные и тепловые эффекты, возникающие при растяжении стали 316LN-IG в области гелиевых температур. Получены следующие основные результаты.

1. В области скачкообразной пластической деформации установлено сложное поведение локальной деформации вблизи полос сдвига, выражающееся в разгрузке и сжатии соседних с плоскостями сдвига областей.

2. В области упругой и пластической деформации обнаружен магнитоупругий эффект с указанием на отрицательную продольную магнитострикцию для исходной γ -фазы и индуцированной деформацией α -фазы.

3. В области пластической деформации перед разрывом образца получены указания на магнетокалорический эффект вследствие адиабатической переориентации магнитных моментов в разгруженных при сдвигах областях.

4. Предложено объяснение случаям отсутствия локального разогрева и локального понижения температуры при скачках деформации. Из-за низкой теплоемкости и теплопроводности стали 316LN-IG в области гелиевых температур эти эффекты могут наблюдаться, когда энергетические затраты на адиабатическую переориентацию магнитных моментов в разгруженных при сдвигах областях сравнимы или превосходят поступление тепла от сдвигов.

Работа выполнена в рамках международного проекта ИТЭР.

Список литературы

- [1] *Mitchell N., Bessette D. et al.* // IEEE Trans. Appl. Supercond., 2008. Vol. 18. P. 435–440.
- [2] *Obst B.* in Handbook of Applied Superconductivity, B. Seeber (ed.). IOP Publishing Ltd., 1998. P. 969–993.
- [3] *Obst B., Nyilas A.* // Mater. Sci. Engin. A. 1991. Vol. 137. P. 141–150.
- [4] *Кривых А.В., Анашкин О.П., Кейлин В.Е., Диев Д.Н., Динислов А.С., Щербаков В.И., Тронза В.И.* Препринт ИАЭ-6674/10. М.: НИЦ „Курчатовский институт“, 2011. 10 с.
- [5] *Ажажа В.М., Денисенко В.А., Ожигов Л.С., Ажажа Ж.С., Свечкарев И.В., Федорченко А.В.* // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение, 2009. Т. 94. Вып. 4–2. С.241–246.
- [6] *Anashkin O.P., Keilin V.E., Krivykh A.V., Diev D.N., Dinisilov A.S., Shcherbakov V.I., Tronza V.I.* // Adv. in Cryogenics Engineering. 2012. Vol. 58. P. 117–124.
- [7] *Кривых А.В., Анашкин О.П., Кейлин В.Е., Диев Д.Н., Динислов А.С., Щербаков В.И., Тронза В.И.* // ЖТФ. 2012. Т. 82. Вып. 11. С. 99–105.
- [8] *Roisnel T., Rodriguez-Carvajal J.* // Mater. Sci. Forum. 2001. Vol. 378–381. P. 118.
- [9] *Wigley D.A.* Mechanical Properties of Materials at Low Temperatures. NY-London, Plenum Press, 1971. 376 p.
- [10] *Skoczen B.* // J. of Theoretical and Applied Mechanics. 2008. Vol. 46. P. 949–971.
- [11] *Hecker S.S., Stout M.G., Staudhammer K.P., Smith L.J.* // Metallurgical Transactions A. 1982. Vol. 13. P. 619–626.
- [12] *Murr L.E., Staudhammer K.P., Hecker S.S.* // Metallurgical Transactions A. 1982. Vol. 13. P. 627–635.
- [13] *Porter D.A., Easterling K.E.* // Phase Transformations in Metal and Alloys. London: Pub. by Chapman & Hall, 1992. P. 243–256.
- [14] *Obst B., Nyilas A.* // Adv. in Cryogenics Engin. A. 1998. Vol. 44. P. 331–338.
- [15] *Кривых А.В., Анашкин О.П., Диев Д.Н., Кейлин В.Е., Поляков А.В., Щербаков В.И.* Тр. Международной научнотехнической конф. „Нанотехнологии функциональных материалов“, Санкт-Петербург, 2012. С. 235–240.
- [16] *Ogata T., Ishikawa K., Hirada K., Nagai K., Yuri T.* // Cryogenics. 1987. Vol. 25. P. 444–446.