

УДК 621.039:620.168

МЕТОД ЗВАРЮВАННЯ У ТВЕРДІЙ ФАЗІ АУСТЕНІТНОЇ ТА ДИСПЕРСНО-ЗМІЦНЕНОЇ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ

*Б. В. БОРЦ, І. М. КОРОТКОВА, О. Т. ЛОПАТА, В. І. СИТІН,
В. І. ТКАЧЕНКО, І. О. ВОРОБІЙОВ*

Національний Науковий Центр "Харківський фізико-технічний інститут"

Методом зварювання у твердій фазі з'єднано пакет дисперсно зміцнена оксидами (ODS) сталь–нержавна сталь 08X18H10T. Досліджено межу з'єднання зразків за допомогою металографії, ультразвуку та механічних випробувань на розрив і якість з'єднання шарів. Методика дає можливість отримати якісну межу з'єднання без розривів і несучільностей, при цьому всі властивості ODS сталі, зокрема дрібнозернистість і щільність розподілу наночастинок, залишаються без змін.

Ключові слова: *вакуумне вальцювання, тверда фаза, ODS сталь, аустенітна сталь, межа з'єднання, металографія, мікроскопія.*

За останні кілька років значного прогресу досягнуто у виборі матеріалів для реакторів покоління Gen-IV. Як основні взято феритно-мартенситні, аустенітні та ODS сталі [1, 2]. Встановлено, що аустенітні нержавні сталі перспективні для внутрішньокорпусних приладів, оскільки корозійно тривкі порівняно з феритними, опірні до корозійного розтріскування під напругою, володіють високими механічними характеристиками при підвищених температурах і опором повзучості за температур до 700°C [3–5]. Але мають низькі радіаційну тривкість і жароміцність [5, 6]. Введення нанорозмірних частинок оксидів може виявитися ефективним способом підвищення їх міцності при високих температурах і зниження радіаційного окрихчування [4, 7]. Виявлено [8, 9], що межі поділу оксид–матриця діятимуть під час опромінення як пастки для точкових дефектів і атомів гелію. Таким чином, ODS аустенітні сталі, як і очікували, стануть перспективними матеріалами для нових типів ядерних реакторів [6, 10].

Через труднощі під час зварювання [1] використання цієї групи сплавів для багатьох реакторних конструкцій може стати обмеженим. Це стосується технологій їх виробництва і з'єднання. Основна мета під час з'єднання ODS сплавів – недопустити змін у розмірах та розподілі дисперсних оксидів та орієнтації мікроструктури. Саме тому не використовують електронно-променеве і зварювання вольфрамовим електродом в інертному газі [1]. Також зафіксовано, що за їх нагріву до температури, що перевищує 1200°C, нанометрові частинки укрупнюються і втрачається дисперсно-зміцнювальний ефект, а бульбашки газу під час аргонодугового зварювання виділяються межами. Крім того, за деяких видів зварювання втрачається оригінальна дрібнозерниста мікроструктура, а також можуть виникати несучільності і непровари, як наприклад, під час лазерного зварювання [3, 7]. Тому сьогодні вивчають нові методи зварювання, переважно твердотільні технології з'єднання [1, 3], які зберігають вихідний розподіл дисперсоїдів і дрібнозернисту структуру цих сталей.

Матеріали і методика. Досліджували мікроструктуру та властивості звареного з'єднання дисперсно зміцнена оксидами (ODS) сталь–нержавна сталь 08X18H10T, яке отримали зварюванням у твердій фазі.

Контактна особа: І. М. КОРОТКОВА, e-mail: irina@kipt.kharkov.ua

Для легування обрали аустенітну сталь 08X18H10T, а як зміцнювальні частинки – діоксид цирконію, стабілізований оксидом ітрію $ZrO_2 + Y_2O_3$. Зокрема, в праці [11] як зміцнювальний додаток використовували оксид титану, а в [12] – оксид гафнію. Слід зазначити, що оксиди металів IVB групи, як і оксид ітрію, не розчиняються в аустенітній матриці, на відміну від феритних ODS сплавів, де оксид ітрію утворює твердий розчин з феритною матрицею [11]. Детальніше метод вакуумно-дугового переплаву описано в працях [13–15].

Для зварювання дисперсно зміцненої сталі з нержавною 08X18H10T застосували метод твердофазного з'єднання, щоб зберегти розподіл дисперсоїдів і дрібнозернисту структуру ODS сталі. Зразок ODS сталі після виплавлення деформували гарячим вальцюванням у вакуумі зі ступенем обтиснення 30%. Підготовлений пакет ODS сталь–нержавна сталь 08X18H10T з'єднували у твердій фазі на вакуумному вальцювальному стані ДУО-170. Якість межі з'єднання перевіряли методами ультразвукової дефектоскопії (УЗД) і металографічними випробуваннями.

Для УЗД використовували дефектоскоп марки УД4-76 (згідно з ГОСТ 14782-86). Контролювали пустоти і несучільності за розробленою методикою для твердофазних з'єднань. Для металографічних досліджень застосовували травлені зразки відразу після вальцювання і відпалу при 1050°C упродовж 1 h.

Твердофазне з'єднання на розрив випробовували на сервогідролінійній системі NANO при 20°C зі швидкістю деформування 2 mm/min (ГОСТ 1497-84). Мікроструктуру з'єднань досліджували на сканівному електронному мікроскопі FEI Nova NanoSEM 450, застосовуючи круговий детектор зворотного розсіювання (CBS). Вплив нанооксидів на структуру ODS сталі після виплавлення, деформації та з'єднання вивчали на електронному мікроскопі JEM-100CX.

Результати та їх обговорення. УЗД пошкод на межі не виявили, ультразвуковий сигнал пронизує пакет і відбивається від дна зразка (рис. 1a). Піків на межі з'єднання не було через подібність властивостей складників пакета.

Металографічні дослідження межі з'єднання (рис. 1b) свідчать про відсутність дефектів у вигляді несучільностей, непроварів, пор тощо. На травленому шліфі за збільшення у 500 разів зафіксували тонку межу з'єднання, а на полірованому зразку її не виявляють ні оптичним, ні електронним мікроскопами.

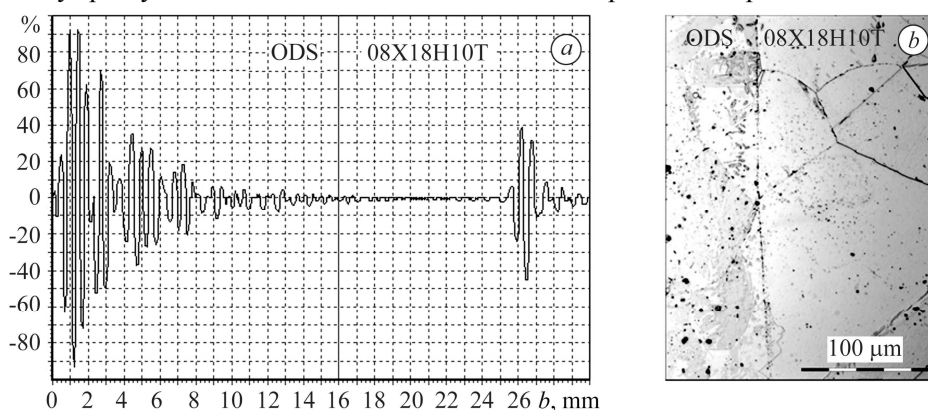


Рис. 1. Дослідження межі з'єднання: *a* – ультразвуковий контроль з боку ODS сталі; *b* – металографія: відпал 1050°C, 1 h; $\times 500$.

Fig. 1. Research of the interface: *a* – ultrasonic control from the side of oxide dispersion strengthened (ODS) steel; *b* – metallography: annealing 1050°C, 1 h; $\times 500$.

Отримане твердофазне з'єднання має високу міцність (540 МПа) і зразок розривається по менш міцній сталі 08X18H10T (рис. 2). При цьому криві, побудовані за результатами механічних випробувань на статичний розтяг, для всіх зразків практично ідентичні.

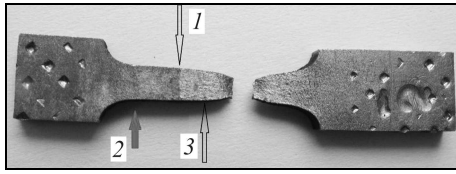


Рис. 2. Зразок ODS сталь–сталь 08X18H10T після механічних випробувань: 1 – межа з’єднання; 2, 3 – дисперсно зміцнена частками $ZrO_2 + Y_2O_3$ і незміцнена нержавна сталь 08X18H10T, відповідно.

Fig. 2. An ODS steel–08X18H10T steel sample after mechanical testing: 1 – interface; 2, 3 – dispersively strengthened with $ZrO_2 + Y_2O_3$ particles and unstrengthened stainless 08X18H10T steel, respectively.

Після випробувань з’єднання на розрив виконали металографічні дослідження (рис. 3). Виявили, що розрив відбувається по вихідній сталі, що має більші зерна. Вузька шийка зразка (рис. 3a) вказує на його пластичність, а зріз, отриманий під час руйнування, свідчить про в’язкий характер зламу. Межа з’єднання після механічних випробувань чиста, без пор, тріщин і розривів (рис. 3b), що підтверджує високу якість з’єднання ODS сталі з вихідною методом зварювання у твердій фазі.

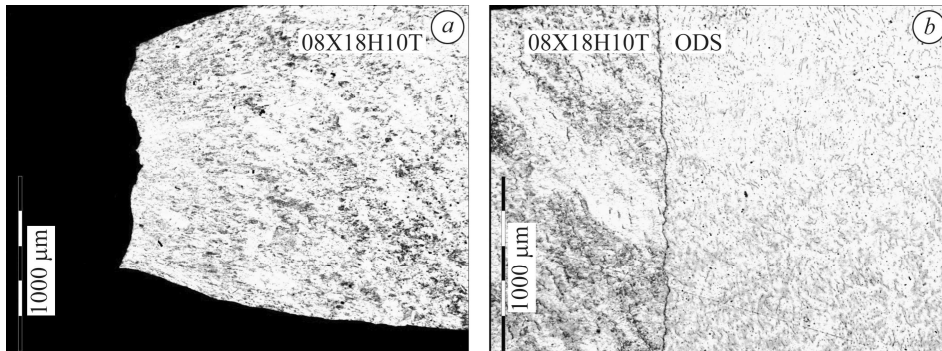


Рис. 3. Металографічні дослідження зразків після механічних випробувань: a – межа з’єднання; b – місце розриву; $\times 50$.

Fig. 3. Metallographic research of the samples after mechanical tests: a – interface; b – place of shattering; $\times 50$.

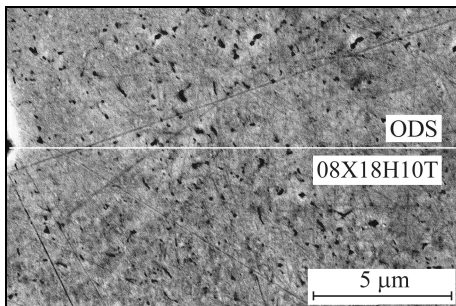


Рис. 4. Результати дослідження межі з’єднання на сканівному електронному мікроскопі (SEM) з використанням кругового детектора зворотного розсіювання (CBS); $\times 25000$.

Fig. 4. Results of the interface research by scanning electron microscope (SEM) with use of circular backscatter detector (CBS); $\times 25000$.

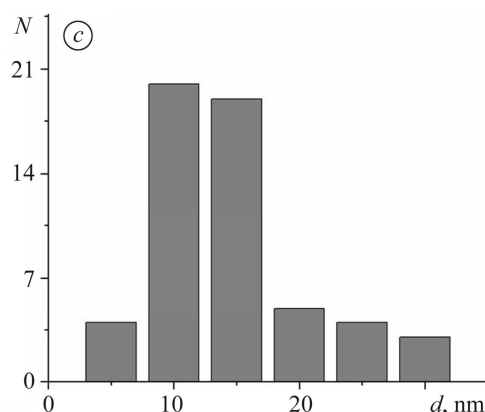
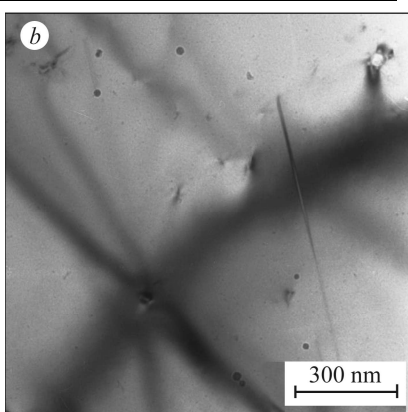
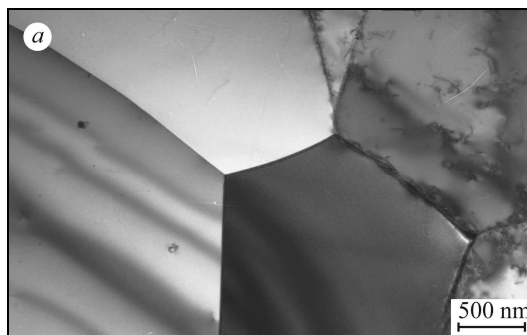
Щоб вивчити поведінку наночастинок у місці з’єднання, фотографували поліровані зразки, використовуючи фазовий контраст. Місце стику ODS сталі зі сталлю 08X18H10T позначали білою лінією (рис. 4). На фотографії чітко видно дисперсні частинки, які порівняно з матеріалом сплаву темніші і правильної форми. Їх розмір коливається в межах 10...50 nm. Отже, з’єднанням у твердій фазі вдається зберегти розподіл дисперсоїдів аж до межі з’єднання з частковим проникненням дрібніших частинок у нержавну сталь. Більшість частинок наноксидів у сталі ODS має розмір 10...15 nm (рис. 5).

Сумарну концентрацію частинок визначали за формулою $\rho = N/(A \cdot h)$, де N – кількість виділень на електронно-мікроскопічних фотографіях; A – площа ді-

лянки фольги, на якій вимірювали, cm^{-2} ; h – товщина фольги в досліджуваному місці, яка зазвичай коливається від 80 до 120 nm, а у цьому випадку становить 100 nm. Визначена так концентрація $\sim 9 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Важливим є те, що середній розмір часток у сталі не перевищує вихідного оксидів, які використовували під час легування. Тобто наночастинки під час виплавлення і з'єднання не агрегують і не агломерують.

Рис. 5. Мікроструктура сталі ODS ($a - \times 20000$; $b - \times 33000$) і гістограма розподілу оксидних зміцнювальних частинок за розмірами (c).

Fig. 5. Microstructure of ODS steel ($a - \times 20000$; $b - \times 33000$) and bar graph of the oxide strengthening particles distribution by sizes (c).



Таким чином, обраний метод відповідає первинному завданню. Гарячим вальцюванням у вакуумі вдалось отримати з'єднання ODS матеріалу з іншими металами без втрати його властивостей, тому його можна рекомендувати як перехідник між ODS сталлю та іншими металами.

ВИСНОВКИ

Методом зварювання у твердій фазі з'єднано пакет сталь ODS–нержавна сталь 08X18H10T. За результатами механічних випробувань на розрив і якість з'єднання шарів, ультразвукової дефектоскопії і металографічних досліджень підтверджено якість з'єднання і відсутність дефектів на межі. Щільність розподілу дисперсоїдів залишається незмінною аж до межі з'єднання. З'єднанням різно-рідних матеріалів у твердій фазі методом гарячого вальцювання у вакуумі можна отримати якісну межу без розривів і несутільностей, при цьому всі властивості ODS сталі (дрібнозернистість і щільність розподілу наночастинок) залишаються без змін. Цей метод зварювання можна рекомендувати для з'єднання ODS сталі з іншими металами.

РЕЗЮМЕ. Методом сварки в твердой фазе соединен пакет дисперсно-упрочненная оксидами (ODS) сталь–нержавеющая сталь 08X18H10T. На полученных образцах граница соединения исследована с помощью металлографии, ультразвука и механических испытаний на разрыв и качество соединения слоев. Выявлено, что с помощью этого метода можно получить качественную границу соединения без разрывов и несплошностей, при этом все свойства ODS стали (мелкозернистость и плотность распределения наночастиц) остаются без изменений.

SUMMARY. The package of oxide dispersion strengthened (ODS) steel–stainless 08X18H10T steel was joint by the method of solid phase welding. Interface of the obtained samples was investigated by means of metallography, ultrasound, mechanical tensile tests and tests on quality of the layers joining. It was shown that this method allows obtaining qualitative interface without breaks and discontinuities, in this case properties of the ODS steel, such as grain structure and density of nano-particles distribution, remain unchanged.

Автори висловлюють подяку Віктору Іванисенку та Віктору Васильовичу Брику за допомогу у виконанні СЕМ і ПЕМ.

1. *European cross-cutting research on structural materials for Generation IV and transmutation systems* / C. Fazio, A. Alamo, A. Almazouzi, S. De Grandis, D. Gomez-Briceno, J. Henry, L. Malerba, and M. Rieth // *J. of Nuclear Mater.* – 2009. – **392**. – P. 316–323.
2. *Murty K. L. and Charit I. Structural materials for Gen-IV nuclear reactors: Challenges and opportunities* // *J. of Nuclear Mater.* – 2008. – **383**. – P. 189–195.
3. *Microstructure stability of candidate stainless steels for Gen-IV SCWR fuel cladding application* / Jian Li, W. Zheng, S. Penttilä et al. // *J. of Nuclear Mater.* – 2014. – **454**. – P. 7–11.
4. *Morphology of oxide particles in ODS austenitic stainless steel* / Hiroshi Oka, Masashi Watanabe, Naoyuki Hashimoto, Somei Ohnuki, Shinichiro Yamashita, and Satoshi Ohtsuka // *J. of Nuclear Mater.* – 2013. – **442**. – P. S164–S168.
5. *Processing and characterization of a hiped oxide dispersion strengthened austenitic steel* / Zhangjian Zhou, Shuo Yang, Wanhua Chen, Lu Liao, and Yingli Xu // *J. of Nuclear Mater.* – 2012. – **428**. – P. 31–34.
6. *Microstructural observation and tensile properties of ODS-304 austenitic steel* / Man Wang, Zhangjian Zhou, Hongying Sun, and Shaofu Li // *Mater. Sci. and Engng A.* – 2013. – **559**. – P. 287–292.
7. *Shigeharu Ukai and Masayuki Fujiwara. Perspective of ODS alloys application in nuclear environments* // *J. of Nuclear Mater.* – 2002. – **307–311**. – P. 749–757.
8. *In situ observation of damage structure in ODS austenitic steel during electron irradiation* / H. Oka, M. Watanabe, H. Kinoshita, T. Shibayama, N. Hashimoto, S. Ohnuki, S. Yamashita, and S. Ohtsuka // *J. of Nuclear Mater.* – 2011. – **417**. – P. 279–282.
9. *Structure and properties of austenitic ODS steel 08Cr18Ni10Ti* / A. N. Velikodnyi, V. N. Vovodin, M. A. Tikhonovsky, G. Y. Storogilov // *Problems of Atomic Science and Technology. Ser.: Physics of Radiation Effect and Radiation Materials Science.* – 2014. – № 4. – P. 94–102.
10. *Microstructure development in mechanically alloyed yttria dispersed austenitic steels* / M. P. Phaniraj, Dong-Ik Kim, Jae-Hyeok Shim, and Young Whan Cho // *Acta Materialia.* – 2009. – **57**. – P. 1856–1864.
11. *Microstructural observation and tensile isotropy of an austenitic ODS steel* / Tae Kyu Kim, Chang Soo Bae, Do Hyang Kim, Jinsung Jang, Sung Ho Kim, Chan Bock Lee, and Dohee Hahn // *Nuclear Engng. and Technol.* – 2008. – **40**, № 4. – P. 305–310.
12. *The negative effect of Zr addition on the high temperature strength in alumina-forming austenitic stainless steels* / Joonoh Moon, Min-Ho Jang, Jun-Yun Kang, and Tae-Ho Lee // *Mater. Characterization.* – 2015. – **101**. – P. 136–143.
13. *Исследование распределения элементов в экспериментальных слитках ДУО-стали методом индуцированной протонами рентгеновской спектроскопии* / И. М. Неклюдов, В. Н. Воеводин, Б. В. Борц, В. В. Левенец, А. Ф. Ванжа, А. П. Омельник, А. А. Щур // *Физика и химия обработки материалов.* – 2011. – № 4. – С. 92–98.
14. *Investigation of the effect of alloying by nanostructured oxides ZrO₂ on properties of steel 18Cr10NiTi* / V. M. Arjavitin, B. V. Borts, A. F. Vanzha, I. M. Korotkova, and V. I. Sitin // *Problems of Atomic Science and Technology. Ser.: Physics of Radiation Effect and Radiation Materials Science.* – 2013. – № 5. – P. 58–62.
15. *Research of possibility of obtaining the oxide dispersion strengthened alloys (ODS) by method of vacuum-arc re-melting* / B. V. Borts, A. F. Vanzha, S. M. Korotkova, V. I. Sytin, and V. I. Tkachenko // *Problems of Atomic Science and Technology. Ser.: Physics of Radiation Effect and Radiation Materials Science.* – 2014. – № 4. – P. 117–124.
16. *Development of oxides dispersion strengthened steels for high temperature nuclear reactor applications* / K. Verhies, A. Almazouzi, N. De Wispelaere, R. Petrov, and S. Claessens // *J. of Nuclear Mater.* – 2009. – **385**. – P. 308–311.

Одержано 05.02.2016