

Krystyna KOBYLAŃSKA-SZKARADEK,
Andrzej ZASTAWNY

BADANIA WPŁYWU RADIACJI NEUTRONOWEJ I OBRÓBKI TERMICZNEJ
NA STAL MANGANOWO-ALUMINIOWĄ

STRESZCZENIE:

Artykuł jest przeglądem prac prowadzonych w Instytucie Fizyki Politechniki Śląskiej w latach 1979 - 1987. Przedmiotem badań była stal manganowo-aluminiowa poddana radiacji neutronowej i obróbce termicznej. Analiza wyników badań przeprowadzonych metodą pomiarów oporu elektrycznego napromieniowanej stali dała informacje o koncentracji defektów radiacyjnych, energii aktywacji, stałej czasowej zaniku oraz szybkości ich produkcji i rekombinacji. Zmiany fazowe, a mianowicie wzrost fazy magnetycznej kosztem paramagnetycznej był określony z widm móssbauerowskich. Powyższe prace łącznie z obserwacjami metalograficznymi i badaniami mechanicznymi pozwoliły ocenić trwałość radiacyjną materiału.

Zmiany elektrycznego oporu właściwego zachodzące w różnych temperaturach ξ obróbka termiczna/ kojarzy się z określonymi procesami fazowymi: przemianą martenzytyczną, naprężeniami związanymi z różną rozszerzalnością ferrytu i austenitu, segregacją atomów węgla na dyslokacjach, procesami wydzielenia faz wtórnych oraz zdrowieniem i rekrytalizacją.

W latach 1979 - 1987 w Instytucie Fizyki prowadzono badania zmian fazowych w stali fermanal pod działaniem promieniowania jądrowego i obróbki cieplnej /1,2,3,4/. Prace prowadzono we współpracy z Instytutem Inżynierii Materiałowej Politechniki Śląskiej, który badania nad tą stalą zainicjował i prowadził w szerokim zakresie /5,6,7/. Stal fermanal o symbolu 60G30J9 jest zaliczana do

stali żaroodpornych i badano ją z myślą o zastosowaniu w energetyce do pracy w temperaturach podwyższonych. Stal ta charakteryzuje się składem w przybliżeniu 0,64C; 27,5Mn; 0,27Si; 0,017P; 0,006S; 0,16Cr; 0,11Mo; 0,05Cu; 8,75Al; 0,01Ti oraz strukturą austenityczną z ferrytem wysokotemperaturowym w ilości około 4%.

Wyniki badań nad wpływem promieniowania jądrowego na własności fizyczne, mechaniczne i strukturalne tej stali są przedstawione w pracach /2,4/. Próbki w formie pasków o wymiarach w przybliżeniu $0,2 \times 5 \times 50 \text{ mm}^3$ poddano różnym cyklom naświetlań dawkami rzędu 10^{23} n m^{-2} w reaktorze jądrowym o energii strumienia powyżej 1MeV; badano następnie kinetykę defektów sieci, własności sprężyste, plastyczne, wytrzymałościowe i zmiany fazowe. Bezpośrednio mierzono metodą potencjometryczną z zastosowaniem sondy czteropunktowej opór elektryczny, przy zastosowaniu spektrometru mössbauerowskiego - widma mössbauerowskie, udział fazy magnetycznej, wielkości mechaniczne oraz na mikroskopie metalograficznym przeprowadzono obserwacje metalograficzne.

We wzroście oporu elektrycznego wywołanego napromieniowaniem wyróżnia się przyrost trwały $\Delta \xi_T$ i przyrost nietrwały zanikający w czasie $\Delta \xi_d$. Tablica 1 przedstawia owe wartości w zależności od dawki napromieniowania. Trwała zmiana $\Delta \xi_T$ elektrycznego oporu właściwego rosnąca wraz z dawką napromieniowania związana jest ze zmianami fazowymi i korozją. Natomiast przyrost $\Delta \xi_d(t_1)$ i $\Delta \xi_d(t_2)$ ustępujący w czasie nawet w temperaturze pokojowej kojarzy się z punktowymi bardziej trwałymi defektami sieci, które z upływem czasu rekombinują i zanikają. Oszacowana stała czasowa ich zaniku jest rzędu $1,6 \cdot 10^7 \text{ s}$, a energia dezaktywacji około 1,1 eV /8/.

Tablica 1

Zmiany elektrycznego oporu właściwego napromieniowanych próbek stali fermanalu

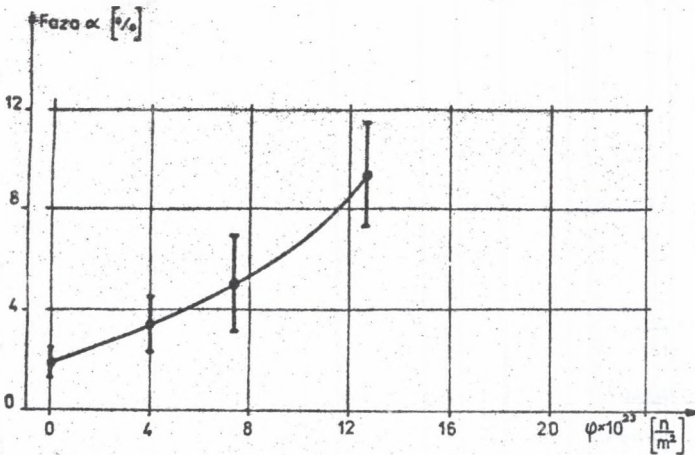
Oznaczenia próbki	$10^{23} \frac{n}{m^2}$	$\Delta \rho_{\varphi}(t_1)$	$\Delta \rho_{\varphi}(t_2)$	$\Delta \rho_r$	$\Delta \rho_d^{t_1}$	$\Delta \rho_d^{t_2}$
	φ	n, R m				
4	4.1	105	70	39	66	31
7	7.6	108	70	45	63	25
11	13	139	97	85	54	29

Oznaczenia:

- φ - dawka neutronów prędkich;
- $\Delta \rho_{\varphi}(t_1)$ - przyrost elektrycznego oporu właściwego spowodowany napromieniowaniem mierzony po czasie $t_1 = 10^7$ s od chwili zakończenia napromieniowania;
- $\Delta \rho_{\varphi}(t_2)$ - przyrost elektrycznego oporu właściwego spowodowany napromieniowaniem mierzony po czasie $2.2 \cdot 10^7$ s od chwili zakończenia napromieniowania;
- $\Delta \rho_r$ - trwały przyrost elektrycznego oporu właściwego pozostający po wygrzewaniu izochronicznym;
- $\Delta \rho_d(t_1)$ - przyrost elektrycznego oporu właściwego powodowany defektami punktowymi lub ich kompleksami mierzony w czasie $t_1 = 10^7$ s
i $\Delta \rho_d(t) = \Delta \rho_r(t) - \Delta \rho_r$;
- $\Delta \rho_d(t_2)$ - przyrost elektrycznego oporu właściwego powodowany defektami punktowymi lub ich kompleksami mierzony po czasie $t_2 = 2.2 \cdot 10^7$ s.

Analiza danych ilościowych pozwoliła wnioskować, że w procesie naświetlania szybkość produkcji defektów wynosiła $0.56 \cdot 10^{23} \text{ m}^{-3} \text{ s}^{-1}$, stała czasowa rekombinacji w temperaturze pracy reaktora była równa $6 \cdot 10^4$ s oraz wynikająca stąd gęstość równowagowa defektów była rzędu $6 \cdot 10^{27} \text{ m}^{-3}$.

Z analizy pomiarów Mossbauerowskich (położenie i wysokości odpowiednich pików) wynika, że w napromieniowanym materiale występuje proporcjonalny do dawki przyrost fazy magnetycznej kosztem fazy paramagnetycznej rys. 1. Z analizy szerokości połówkowej pików i jego struktury subtelnej widać, że ze wzrostem dawki napromieniowania następuje wzrastające uporządkowanie fazy paramagnetycznej. Obie fazy oczyszczają się z atomów obcych (9).

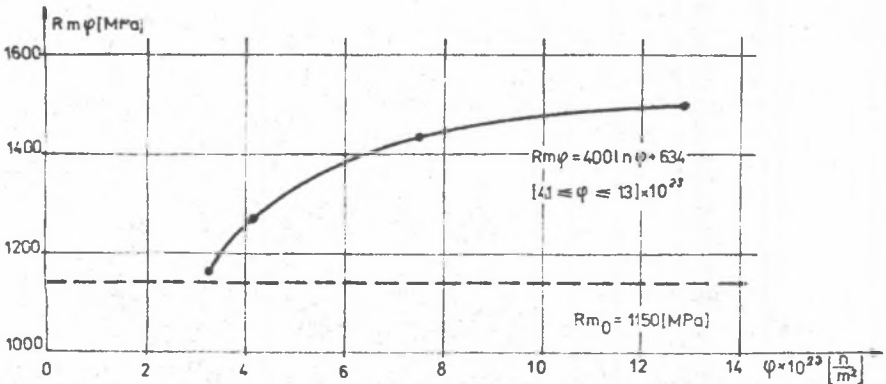


Rys. 1. Zmiana procentowej zawartości fazy magnetycznej w funkcji dawki neutronów.

Fig.1. Dependence of the ferromagnetic phase fraction on the neutron dose.

Z badań metalograficznych określa się tylko zmiany zachodzące na powierzchni materiału, które wiążą się z niektórymi zmianami strukturalnymi. Sugerują one, że w wyniku napromieniowania nie zmienia się wielkość ziarna, natomiast występujące pogrubienie granic kojarzy się z procesami wydzieleniowymi na granicach ziarn.

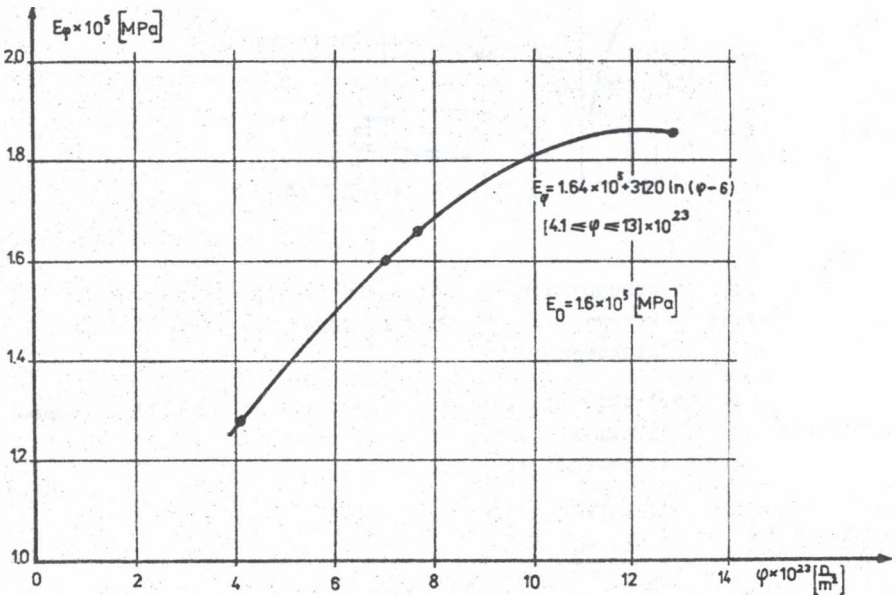
Z analizy wyników badań mechanicznych napromieniowanych różnymi dawkami stali 60G30 JG wynika, że wytrzymałość na rozciąganie $R_{m\phi}$ jest większa o 31% dla największej dawki. Obrazuje to rys.2.



Rys.2. Zmiany wytrzymałości na zerwanie $R_{m\phi}$ w zależności od dawki napromieniowania neutronowego.

Fig.2. Changes of tenacity resistance $R_{m\phi}$ depending on the dose of neutron radiation.

Pozioma linia oznacza stan materiału przed napromieniowaniem. Zmiany modułu Younga o charakterze wzrastającym wraz z dawką napromieniowania przedstawione na rys.3 świadczą o zmieniającym się układzie atomów w sieci krystalicznej.



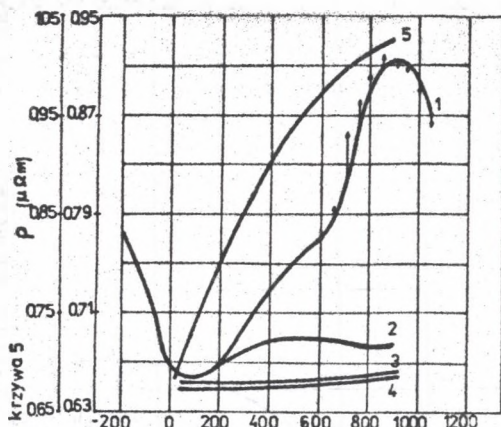
Rys.3. Zmiana modułu Younga E_φ w funkcji dawki napromieniowania.

Fig.3. Change of Young's modulus in the function of the dose of radiation.

Powyższe zmiany własności mechanicznych, a w szczególności brak wyraźnej granicy plastyczności świadczą o tym, że pod wpływem napromieniowania materiał staje się kruchy i tym samym jego trwałość radiacyjna jest dość niska (10, 11, 12).

Drugą grupą prac poświęconych stali Mn-Al były badania zmian fazowych pod wpływem obróbki cieplnej. Mierzono zmiany elektrycznego oporu właściwego stali Mn-Al poddanej różnym sposobom i cyklom obróbki cieplnej.

Wyniki pomiarów dotyczących zmian oporu elektrycznego wraz z temperaturą dla stali Mn-Al, na podstawie których można określić zachodzące w tym materiale przemiany fazowe, przedstawione są sumarycznie na rys.4.



Rys.4. Zmiany elektrycznego oporu właściwego w funkcji temperatury wygrzewania: krzywa 1,2 stal Mn-Al; krzywa 3,5 stal OH18N9; krzywa 4 stal niskowęglowa.

Fig.4. Changes of electric resistivity as a function of annealing temperature: curve 1,2 Mn-Al steel; curve 3,5 steel OH18N9; curve 4 low-carbon steel.

Krzywa 1 opisuje trwałe zmiany elektrycznego oporu właściwego w funkcji temperatury wygrzewania od 80°C - 950°C. Strzałki skierowane w górę lub w dół obrazują przyrosty lub ubytki elektrycznego oporu właściwego w funkcji czasu grzania, a w pozostałych obszarach temperatur wartości oporów ustalały się prawie równocześnie z ustabilizowaniem się temperatury próbek. Krzywa 2 na rys.4 obrazuje zmiany elektrycznego oporu właściwego stali Mn-Al w funkcji temperatury wygrzewania od 200°C do 900°C ustępujące po powrocie do temperatury pokojowej. Dla porównania są pokazane na tym rysunku analogiczne krzywe dla stali OH18N9 - krzywa 3 zmiany składowej ustępującej oporu elektrycznego i dla tej samej stali - zmiany trwałe - krzywa 5 oraz dla stali niskowęglowej - krzywa 4 - zmiany trwałe. Dla stali OH18N9 zmiany zachodzące w całym zakresie temperatur wygrzewania świadczą o tym, że procesy zachodzące wtedy mają charakter odwracalny, a dla stali niskowęglowej od 700°C występuje trwałe przyrost oporu elektrycznego, co związane jest z nieodwracalnym charakterem przemian.

Na podstawie danych literaturowych dotyczących procesów zachodzących w stali Mn-Al w trakcie obróbki cieplnej otrzymane wyniki interpretuje się następująco: procesy odpowiedzialne za wzrost oporu elektrycznego w temperaturach ujemnych są odwracalne i wiąże się je z przemianą

martenzytyczną oraz naprężeniami strukturalnymi wynikającymi z różnej rozszerzalności cieplnej faz składowych. Trwały wzrost oporu elektrycznego podczas nagrzewania od temperatury pokojowej do 650°C opisywany jest przez nakładające się procesy : segregacji atomów międzywęzłowych na dyslokacjach, procesy wydzieleniowe oraz anihilacyjne. W temperaturach 650 do 850°C za dominujące uważa się procesy wydzieleniowe, które powodują destabilizację austenitu i częściową przemianę $\gamma - \delta$. Zmniejszenie się oporu elektrycznego w temperaturach jeszcze wyższych jest wynikiem przeważającego oddziaływania zdrowienia i rekrytalizacji osnowy, a także wzrostu i koagulacji faz wtórnych nad efektami wydzieleniowymi. Wnosić stąd można, że zakres stosowalności stali Mn - Al w reżimie temperaturowym jest najoptymalniejszy od temperatury pokojowej do temperatur podwyższonych około 600°C.

Przedstawione wyniki badań pokazują, że metodą pomiaru trwałych zmian oporu elektrycznego można śledzić procesy przemian fazowych w materiałach.

LITERATURA

- [1] D. Dudek; K. Szkaradek; A. Zastawny, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, s. Hutnictwo, 227 /1988/.
- [2] K. Kobyłańska-Szkaradek; Praca doktorska Katowice /1980/.
- [3] K. Kobyłańska-Szkaradek; J. Białoń; A. Zastawny, J. of Materials Science Letters, 7, /1988/ 341-344.
- [4] J. Białoń; K. Kobyłańska-Szkaradek; A. Zastawny, Materials Science and Engineering, 59, /1983/ 217-222.
- [5] H. Woźnica, Zeszyty Naukowe Politechniki Śląskiej, s. Hutnictwo 17 /1978/.
- [6] Patent 182979 /1975/ Austenitic Steel and Austenitic Ferritic Manganese and Aluminium Steel.
- [7] H. Woźnica and al. Phase transformation in Fe-Mn-Al steel and interpretation of solidifying mechanisms. Report of the research program I - 22.
- [8] H. Wagenblast and S. Araja, J. Appl. Phys. 39, /1968/ 13.

- [9] W. L. Gattys and J. G. Stevens, Isomer Shift Reference scales from Moessbauer Effect, Data Center 10 /1979/
[10] S. Shimomura, J. Appl. Phys. 41, 2, /1970/ 749
[11] H. Winterberger, M. Scient. Rev. Metall. 56, 1 /1969/ 47.
[12] I. Zacherowa, P. I. I., 16, 10, /1974/ 3048

Recenzent: Doc. dr hab. Jerzy Warczewski

ИССЛЕДОВАНИЯ ВЛИЯНИЯ НЕЙТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ И ТЕРМООБРАБОТКИ НА МАРГАНЦОВО-АЛЮМИНИЕВУЮ СТАЛЬ

Резюме

Эта статья рассматривает опыты проводимые на кафедре физики Силезского политехнического института в годы 1979 - 1987.

Предметом исследования была марганцово-алюминиевая сталь подвергнутая влиянию нейтронного излучения а также термообработке. Анализ результатов исследований полученных методом измерения электросопротивления излученной стали, дал информации о концентрации радиационных дефектов, энергии активации, скорости производства и рекомбинации. Фазовые изменения а именно увеличение ферромагнитной фазы за счёт парамагнитной фазы было определено из спектров Моссбаулера. Выше указанные исследования вместе с металлографическими наблюдениями и механическими исследованиями позволили оценить радиационную прочность стали.

Изменения электросопротивления возникающие в различных пределах температур связано с определёнными фазовыми изменениями: мартенситным преобразованием, напряжением связанным с различными тепловыми расширениями феррита и аустенита, процессами выделения вторичных фаз, а также термическим возвратом и рекристаллизацией.

INVESTIGATIONS OF THE INFLUENCE OF NEUTRON RADIATION AND HEAT TREATMENT ON MANGANESE - ALUMINIUM STEEL

Summary

This paper is the review of experiments which were carried out at Instytut of Physics, Silesian Technical University in 1979 - 1987.

The subject of experiments was manganese-aluminum steel which had been exposed to the action of neutron radiation and heat treatment. The analyses of the results of the investigations of radiated steel which were carried out using the method of electric resistance measurement gave the information about the concentration of radiation defects, activation energy, constant of time, decline the rate of formation of defects and their recombination. Phase transformations, namely: the increase in ferromagnetic phase at the cost of paramagnetic phase were estimated from the Moessbauer spectra. The above mentioned experiments together with metallographic observations and mechanical investigations allowed to evaluate radiation stability of the material.

The changes in electric resistance occurring in different temperature ranges /under the influence heat treatment/, are linked with the following phase processes: martensite transformation or stresses connected with a difference in thermal expansion coefficients of austenite and ferrite, segregation of carbon atoms on dislocations, process of secondary phase precipitation, recovery and recrystallization.