

Förändring av struktur och mekaniska egenskaper hos rostfritt stål genom bestrålning

1:1) Metallographic study of neutron irradiated and unirradiated 12R72HV after tensile testing

P Lindhagen
AB Atomenergi
Studsvik
Fack, 611 01 Nyköping

R Westin
AB Atomenergi
Studsvik
Fack, 611 01 Nyköping

E Hellstrand
AB Atomenergi
Studsvik
Fack, 611 01 Nyköping

18.5.1971

Utförd på anslag från
Styrelsen för teknisk utveckling
Fack, 100 72 Stockholm 43

Arbetsrapport

Författare

Metallografisk undersökning på bestrålat och obe-
strålat 12R72HV i samband med dragprovning

P Lindhagen, R Westin, E Hellstrand

Organisation

AE-MF-204

Arbetsnummer

126

18.05.1971

Undersökare

Gustaf Östberg

Sammanfattning

Metallografiska observationer har utförts på material som dels upplösningsglödgats vid 1150°C dels efter denna glödning kallbearbetats 15 % och glödgats vid 830°C . Bestrålningen sänker duktiliteten vid dragprovning i temperaturintervallet $500 - 800^{\circ}\text{C}$. Heliumblåsor bildas vid plastisk deformation och hindrar därvid dislokationsrörelse. Endast obetydlig korndeformation sker före brott.

Jämförelse har skett med tidigare iakttagelser efter värmebehandling vid 1100°C respektive 850°C . Duktilitetsminskningen p g a bestrålning är där lägre och kan sättas i samband med mindre kornstorlek, gynnsammare titankarbidstruktur samt större heliumblåsor.

1. Inledning

Detta är en lägesrapport för de metallografiska undersökningarna på bestrålat och obestrålat 12R72HV. Materialet förelåg därvid i två olika värmebehandlingstillstånd, nämligen upplösningsslödning vid 1150°C (6X1) respektive samma glödning följt av kallbearbetning 15 % och återhämtningsslödning vid 830°C (6X2). Dragprov skedde i temperaturintervallet 500 - 800°C med en deformationshastighet av 4,2 % h⁻¹. Resultaten jämföres med en tidigare metallografisk undersökning på 12R72HV [1], där temperaturerna för upplösning och återhämtning var respektive 1100°C (6N1) och 850°C (6N2).

En kommande rapport kommer att ge motsvarande undersökningar på krypprovat material. De enda metallografiska observationer på krypprovat material inom denna undersökning som hittills rapporterats är en jämförande studie av struktur i obestrålat stång- och bandmaterial [2].

2. Material

Materialet var i form av band med 1 mm tjocklek. Sammansättningen i leveranstillståndet, värmebehandlingar och neutronbestrålningar framgår av tabellerna 1 - 3.

Tabell 1. Sammansättning, viktsprocent

Beteckning	Cr	Ni	Mo	Ti	C	N	S	P	F	Mn	Si
6N	15.2	14.8	1.4	0.52	0.12 ^x 0.11	0.014 ^x 0.011	0.010	0.006	0.009 ^x 0.007	2.0	0.44
6X	14.9	15.5	1.4	0.44	0.11 0.10 ^x	- 0.010 ^x	0.008	0.012	0.005 0.003 ^x	1.9	0.39

^x Kontrollanalys direkt på provstav

Tabell 2. Leveranstillstånd för bandmaterial

Beteckning	Kod	Korn- storlek μm	Tillstånd
Släckt 1100	6N1	30	1100°C 15 min, bandet kylt i vatten
Kallbearbetat 850	6N2	10-15	1100°C 15 min + 15 % kallreduktion gm valsning + 850°C, 1 h, luftsvälning
Släckt 1150	6X1	60	1150°C 10 min, bandet kylt i strömmande argon
Kallbearbetat 830	6X2	60	1150°C 10 min + 15 % kallreduktion gm valsning + 850°C, 1 h, luftsvälning

Tabell 3. Värmebehandlings-, neutronbestrålningar

6N1 6N2	A	Utgångstillstånd (leveranstillstånd)
6N1 6N2	B	Parallellvärmebehandlat (åldrat) 700°C, 36 d (860 h)
6N1 6N2	C	Bestrålat 700 ± 40°C, 36 d (860 h) Dos. $2.9 \cdot 10^{20} \text{ m/cm}^2 > 1 \text{ MeV}$, $4 \cdot 10^{20}$ termiskt
6X1 6X2	A	Utgångstillstånd (leveranstillstånd)
6X1 6X2	B	Parallellvärmebehandlat (åldrat) 700°C, 84 d (2020 h)
6X1 6X2	C	Bestrålat 700 ± 50°C, 84 d (2020 h) Dos $7 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2 > 1 \text{ MeV}$, $9 \cdot 10^{20}$ termiskt

3. Resultat

3.1 Dragprovdata

En uppställning över erhållna mätvärden finns i tabellerna 4 - 6. Figurerna 13 - 14 visar dragprovkurvor från provningarna. Kurvorna är sammanställda så att effekten av parallellglödning (tillstånd B) och bestrålning (tillstånd C) skall kunna jämföras vid samma provningstemperatur.

För släckt material finner man en minskning av deformationshårdnandet *) vid åldring. Fenomenet uppträder vid temperaturerna 500 - 700°C. Kallbearbetat material visar ingen ändring vid samma jämförelse. Kurvorna har samma form och större delen av deformationen sker icke likformigt. Bestrålningens inverkan på såväl släckt som kallbearbetat material är en minskning av likformiga och totala förlängningen, vilket blir mest markant vid de högre provningstemperaturerna.

3.2 Metallografiska observationer

En schematisk uppställning av observationer finns i tabell 7. Den experimentella tekniken är densamma som använts tidigare [1, 2].

3.2.1 Utgångstillståndet, A

Autoradiografisk undersökning visar en jämn fördelning av bor i den deformerade delen av såväl släckt som kallbearbetat material. I de odeformerade delarna föreligger en viss korngränsanrikning i det kallbearbetade tillståndet men inte annars.

Brotten är alla transkristallina med dimpler. Mikrosprickor vid brotten saknas helt. Däremot förekommer ytsprickor i det kallbearbetade 800°C-provet. I släckt material, fig 3, bildas vid deformation en findispers utskiljning av TiC. Samma utskiljning finns redan före deformation i det kallbearbetade materialet, fig 4.

Skillnaden mellan släckt och kallbearbetat, deformerat material, ligger också däri att det kallbearbetade ofta företer en kraftig subkornbildning vid deformation, fig 5 a, b. Gemensamt för släckt och kallbearbetat material är förekomsten av stora oupplösta $M_{23}C_6$ -partiklar samt korngränser så gott som fria från utskiljningar.

3.2.2 Tillståndet efter parallellvärmebehandling, B

De deformerade proven har en märkbar anrikning av bor till korngränserna, speciellt i 700 och 800°C-proven, fig 6, 7. De odeformerade proven uppvisar en jämn borfördelning utom det kallbearbetade 800°C-provet, som företer viss korngränsanrikning. Dessutom förekommer borutarmade ytzoner i det deformerade materialet. Zoner-na förekommer endast i deformerat material och i tillstånd B (C är ej undersökt i detta avseende). Fenomenet är mest markant vid

*) koefficienten för deformationshårdnandet (n) har beräknats med hjälp av $\sigma_{0,2}$, σ_B och ϵ_{likf} , se tabell 6.

de höga provningstemperaturerna. Vid 800°C uppmättes en bredd av 0,4 mm i släckt material.

Alla prov har transkristallina dimpelbrott. Endast det släckta 800°C-provet har mikrosprickor invid brottet. Interkristallina ytsprickor finns på alla prov. De längsta finns i de släckta 700 och 800°C-proven, dvs de prov som hade de bredaste borutarmade zonerna. Sprickorna synes ha stoppats vid korngränser innehållande bor.

TiC föreligger i randig utskiljning på glidplan såväl i deformerat som odeformerat tillstånd för släckt material, fig 8. I det kallbearbetade materialet ser man liksom i tillstånd A en finfördelad utskiljning. Korngränserna är även i tillstånd B fria från utskiljningar medan man inne i kornen liksom tidigare påträffar stora $M_{23}C_6$ -partiklar.

3.2.3 Bestrålat tillstånd, C

I bestrålat dragprovat material sker övergång från transkristallint till interkristallint brott vid 500 och 600°C för släckt respektive kallbearbetat material, fig 9. Det framgår också att brotten i släckt material vid 700 och 800°C har mer utpräglad interkristallin karaktär än motsvarande prov från kallbearbetat material. Sprickor i 500°C-proven förekommer blott i ytan och saknas invid brottet, men i övrigt har de bestrålade, deformerade proven interkristallina sprickor invid såväl brott som övriga ytor, fig 10.

I det släckta materialet ligger TiC-utskiljningarna på dislokationer i vissa kristallografiska riktningar eller i kolonier, fig 11 a, b. Ett fåtal fall av $M_{23}C_6$ -partiklar har påträffats i korngränserna. I deformerat material är dislokationstätheten mycket hög med dislokationshärvor, fig 12. Heliumblåsor saknas. I det kallbearbetade materialet är strukturen identisk med obestrålat material. Heliumblåsor saknas.

En genomgående iakttagelse på bestrålat material är den låga eller helt obefintliga korndeformationen även i områden helt nära brottet, se tabell 4.

4. Diskussion

4.1 Material slutvärmebehandlat vid 1150° resp 830°C

Vid analys av bestrålningsförändringar vid hög temperatur på 12R72HV är det nödvändigt att separera effekter p g a bestrålning från termiska effekter. Stålets egenskaper är nämligen starkt beroende av utskiljningsstrukturen. Glödning av släckt 12R72HV leder till utskiljning av TiC, vilket minskar deformationshårdnandet. Brottgränsen för parallellglödgat material är också väsentligt lägre enligt resultaten från dragprovningen. I kallbearbetat 12R72HV finns en stabil utskiljning av finfördelad TiC som i sin tur stabiliserar dislokationsstrukturen. Parallellglödning har här ingen effekt på deformationshårdnandet.

Såväl släckt som kallbearbetat material får försämrade duktilitet p g a bestrålningen, speciellt vid de högre provningstemperaturerna. Den relativa ändringen i duktilitet p g a bestrålning är störst för släckt material. Förlängningen som uppmätes med hjälp av dragprovkurvan är högre än den kornförlängning som kan iakttas vid ljusoptisk mikroskopering intill huvudbrottet på provstaven. Speciellt vid de högsta provningstemperaturerna kan man anta att de uppmätta förlängningarna ej härrör från glidning inuti kornen utan från sprickbildning. Dragprovkurvan för bestrålat material med låga förlängningsvärden återspeglar med säkerhet ej ett normalt deformationsförlopp i stil med vad som iakttas på obestrålat material. Utskiljning av helium i form av blåsor, alltför små för att kunna detekteras, har troligen ökat kornets hårdhet i en sådan utsträckning att deformationen koncentrerats till korngränserna. Tecken på högt deformationsmotstånd är den kraftiga dislokationssnärningen i släckt material, som ej iakttagits i något obestrålat tillstånd. Det kan inte uteslutas att helium i korngränser försämrar kohesionen och därmed ytterligare ökar tendensen till korngränsbrott. Heliumbubblor i korngränserna kan även försvåra deformation genom att förhindra korngränsrörelse.

Det bör påpekas att hårdhetsökningen inuti kornen troligen är den primära orsaken till minskad duktilitet efter bestrålning. Den kraftiga lokala kornförlängning i spänningsriktningen som normalt sker i samband med dragprovning av 12R72HV i slutet av deformations-

förloppet har nämligen uteblivit. Tendensen till propagering av korngränssprickor (t ex ytsprickor) vinkelrätt mot dragriktningen ökar jämfört med material där huvuddelen av korngränserna ligger i spänningsriktningen.

Anledningen till att sträckgränshöjning iakttas i 12R72HV innehållande helium är att detta från början är homogent fördelat som följd av homogent fördelat bor. Bubblor bildas först under plastisk deformation [3] varefter deformationsmotståndet successivt byggs upp. Detta borde leda till deformationshårdnande, men successiv avlastning sker samtidigt på sprickbildning. Teorin angående heliumbubblors effekt inuti kornen styrks indirekt av det faktum att duktiliteten för 12R72HV-liknande material med högre Cr- och Ni-halt hade hög duktilitet trots förekomst av heliumbubblor i korngränserna [1].

4.2 Jämförelse med material slutvärmebehandlat vid 1100 resp 850°C

Vid det första bestrålningsförsöket på 12R72HV användes rubricerade temperaturer för släckt respektive kallbearbetat material. Duktiliteten efter bestrålning (se tabell 5) var bättre, vilket kan sättas i samband med mindre kornstorlek, färre och större TiC-partiklar inuti kornen samt heliums uppträdande i form av synliga (> 50 Å) blåsor.

4.2.1 Kornstorleken

Kornstorleken i det första bestrålningsförsöket var mellan 0,2 och 0,5 av motsvarande värden i det andra försöket. I det första försöket iaktogs ej några interkristallina ytsprickor ej heller bortarmade ytzoner. Såväl kärnbildning som tillväxt av sprickor synes ha varit svårare.

4.2.2 TiC-utskiljningen

Observationerna tyder på mera finfördelad TiC i material som upplösningsglödats vid 1150°C, vilket kan ha bidragit till att skapa ökat deformationsmotstånd inuti kornen och därvid lokaliserad deformation vid korngränser, vilket är ogynnsamt med hänsyn till kärnbildning av sprickor.

Vid lägre upplösningstemperaturer kan det tänkas att TiC vid efterföljande värmebehandling bildas i det tidigare positionerna medan högre temperaturer innebär bättre upplösning och större sannolikhet för bildandet av finfördelad karbid.

4.2.3 Heliumblåsor

Heliumblåsor av storlek omkring 100 Å var synliga inne i kornen vid det första bestrålningsförsöket. Den högre borhalten har ökat heliumkoncentrationen till det dubbla och därmed ökat sannolikheten för bildandet av blåsor. Blåsorna har inte påverkat dislokationsrörelsen. I det andra försöket sågs däremot en kraftig effekt i form av dislokationssnärjning, trots att heliet var osynligt. Eftersom heliums löslighet i austenit är ytterst låg är det mycket sannolikt att det även i detta fall föreligger i form av blåsor med diameter mindre än 50 Å, dvs i allmänhet under gränsen för upplösning i elektronmikroskopet. Varför små blåsor nödvändigtvis skall ge större motstånd vid deformation är ej självklart men iakttagelserna tyder på att så är fallet.

Synliga heliumblåsor i korn och korngränser producerades av Kramer (4) genom cyklotronbestrålning med α -partiklar och dragprovning vid 800°C. 12R72HV med slutvärmebehandling vid 825°C (utan kallbehandling) studerades och bestrålningen hade endast obetydlig inverkan på duktiliteten vid dragprovning.

Kangilaski (5) har observerat att glödning av ett 347-stål vid 980°C efter bestrålning resulterar i synliga heliumblåsor även utan deformation och duktiliteten vid 600°C steg från 0,7 till 5,8 % vid dragprovning. Han drog därav slutsatsen att synliga heliumblåsor i korngränser ej bär hela ansvaret för försprödning utan att små heliumblåsor (< 50 Å) inne i kornen kan ha betydelse genom att förhindra korngränsförflyttning.

Woodford (6) har slutligen betonat betydelsen av små blåsor (< 50 Å) inuti kornen och anser att de påverkar dislokationsrörelsen och därmed styrkeförhållandet korn - korngränser. I Woodfords försök erhöles, liksom i våra försök med 12R72HV, en bättre duktilitet vid högre heliumhalt, då heliumblåsor var synliga.

Referenser

1. E Hellstrand, R Westin
Metallografisk undersökning av bestrålat och obestrålat 12R72HV
med avseende på struktur, heliumblåsor och brottbeteende
AE-MF-79, 26.02.1970.
2. P Lindhagen, R Westin
Elektronoptisk undersökning av utskiljningar i krypprovat stång-
och bandmaterial av 12R72HV
AE-MF-178, 28.01.1971.
3. P Lindhagen
Observations on helium bubbles in an irradiated 18Cr - 27Ni
austenitic stainless steel
IAEA Symposium on Radiation Damage in Reactor Materials, Vienna
2 - 6 June, 1969, pp 401 - 409.
4. D Kramer, K R Garr, C G Rhodes, A G Pard
The effects of helium on high-temperature ductility of Sandvik
12R72HV and Inco IN-744 X
AI-AEC-12960, 1970.
5. M Kangilaski
Relationship of microstructure to embrittlement in irradiated
stainless steel at elevated temperatures
J Nucl Mat 39 (1970):2, s 117 - 121.
6. D A Woodford, J P Smith, J Moteff
Observation of helium bubbles in an irradiated and annealed
austenitic steel
J of Iron Steel Inst 208 (1969): s 70 - 76.

Tabell 4. Dragprovdata för 12R72HV. Släckt 1150°C och kallbearbetat 830°C

Tillstånd	Temperatur °C	$\sigma_{0.2}$ kp/mm ²	σ_B kp/mm ²	$\epsilon_{likf.}$ %	ϵ_{tot} %	Lokal korndef. intill brottet %
A (1150)	500	16.3	48.3	32.5	33.4	270
	600	15.7	41.6	20.0	25.0	150
	700	13.1	22.9	6.3	18.4	29
	800	10.6	11.3	2.6	18.6	79
B (1150)	500	19.2	36.4	18.0	21.5	-
	600	17.4	28.1	14.1	25.7	-
	700	15.1	19.0	7.9	20.0	100
	800	11.1	11.7	2.1	17.2	50
C (1150)	500	20.7	37.3	14.8	16.2	15
	600	18.7	27.5	5.0	7.0	12
	700	15.1	16.9	2.9	5.4	10
	800	12.0	12.3	0.6	1.8	0
A (830)	500	41.0	49.2	7.5	9.8	19
	600	37.9	40.1	2.6	15.7	-
	700	29.3	29.5	0.4	10.5	16
	800	23.2	23.7	0.4	7.7	43
B (830)	500	37.0	44.7	6.8	8.8	-
	600	34.1	37.0	3.5	13.2	-
	700	22.7	27.8	0.7	10.1	90
	800	18.9	19.9	0.5	7.3	83
C (830)	500	32.5	42.5	6.7	8.1	35
	600	30.8	32.9	2.8	7.6	0
	700	24.7	25.0	0.5	4.0	0
	800	16.0	16.5	0.7	1.1	0

Tabell 5. Dragprovdata för 12R72HV. Släkt 1100°C och kallbearbetat 850°C

Tillstånd	Temperatur °C	$\sigma_{0.2}$ kp/mm ²	σ_B kp/mm ²	$\epsilon_{likf.}$ %	ϵ_{tot} %
A (1100)	600	16.7	44.0	18.6	21.0
	700	15.4	24.5	5.5	19.7
	800	10.8	11.9	7.3	32.9
B (1100)	600	17.4	30.9	14.1	28.4
	700	15.5	18.6	8.6	33.8
	800	9.5	10.6	7.1	32.4
C (1100)	600	19.8	29.5	10.8	17.3
	700	17.3	20.1	4.9	31.2
	800	11.9	13.2	2.5	6.0
A (850)	600	33.5	36.2	1.4	8.6
	700	27.8	28.5	0.4	13.1
	800	20.4	20.5	0.4	17.0
B (850)	600	36.8	39.0	3.2	14.4
	700	27.8	28.1	0.5	16.1
	800	15.8	16.3	0.3	14.8
C (850)	600	35.3	37.7	3.1	13.5
	700	27.6	28.1	0.5	2.7
	800	18.2	18.5	0.5	2.9

Tabell 6. Koefficienten för deformationshårdnandet för släckt material

Tillstånd	Provnings-temp °C	500	600	700	800
	A (1150)		0.27	0.26	0.19
B (1150)		0.18	0.14	0.09	0.02
C (1150)		0.17	0.14	0.06	0.02
A (1100)		-	0.26	0.16	0.05
B (1100)		-	0.17	0.07	0.05
C (1100)		-	0.13	0.07	0.05

Tabell 7. Metallografiska observationer på dragprovat 12R72HV (500 - 800°C)

Utgångs- tillstånd	Behandling	Borfordelning	Korn- gräns karbider	Karbider inuti kornen	Brottkaraktär	Ytprickor	Övrigt
Släckt från 1150°C	A (utgångs- tillstånd)	Jämn	Enstaka	Stora $M_{23}C_6$ före deformation. Efter def. tillkommer fin TiC i dislokationsmätverk	Transkristallint med dimpler. Mikrosprickor saknas	Förekommer	
	B (parallell- glödgat)	Jämn. Efter deformation erhålles bor i korngränser och borfria ytzoner	Enstaka	Randig utskiljning av TiC såväl före som efter deformation. Stora $M_{23}C_6$	"	Förekommer. Mest markant vid 700 - 800°C	Borutarmade zonernas bredd stiger med provningstemperaturen
	C (bearbetat)	-	Enstaka	Före deformation finns TiC på disl. på bestämda kristallogr. rikn. Efter def. finfördelad TiC ej enbart på disl.	Interkristallint fr o m 600°C. Mikrosprickor invid brotten	Förekommer vid temp. över 500°C	Ovanligt hög dislokationstäthet med dislokationshärvor. Helium osynligt
Kall- bear- betat plus glödgat vid 830°C	A	Viss korngränsanrikning. Efter deformation mera jämn	Enstaka	Finfördelad TiC i dislokationsverk. Stora $M_{23}C_6$	Transkristallint med dimpler. Mikrosprickor saknas	Förekommer vid 800°C	Subkornbildning vid deformation
	B	Jämn. Efter deformation erhålles bor i korngränser och borfria ytzoner	Enstaka	"	"	Förekommer vid alla temp.	Subkornbildning vid deformation. Borutarmade zonernas bredd stiger med provningstemp.
	C	-	Enstaka	"	Interkristallint fr o m 700°C. Mikrosprickor invid brotten	"	Subkornbildning vid deformation. Helium osynligt

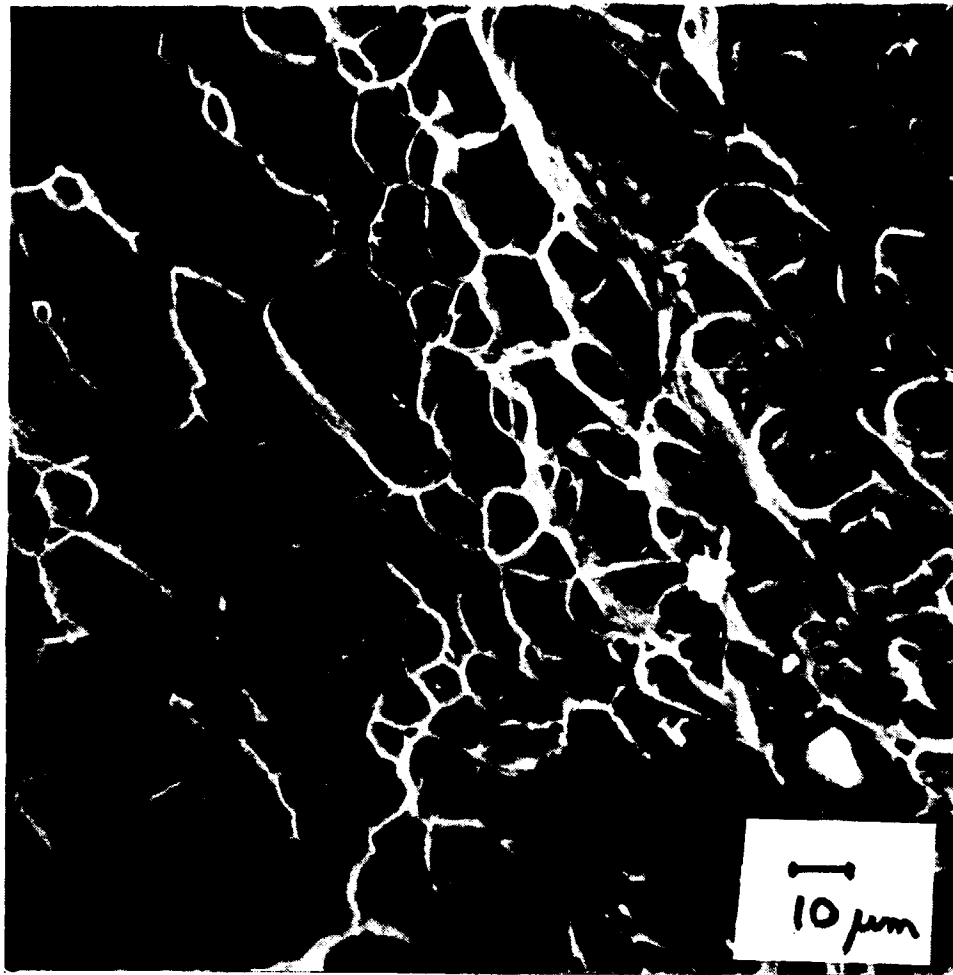


Fig 1. Släckt material, tillstånd A, dragprovat vid 700°C. Transkristallint brott med dimpler. Svepmikroskop 700x

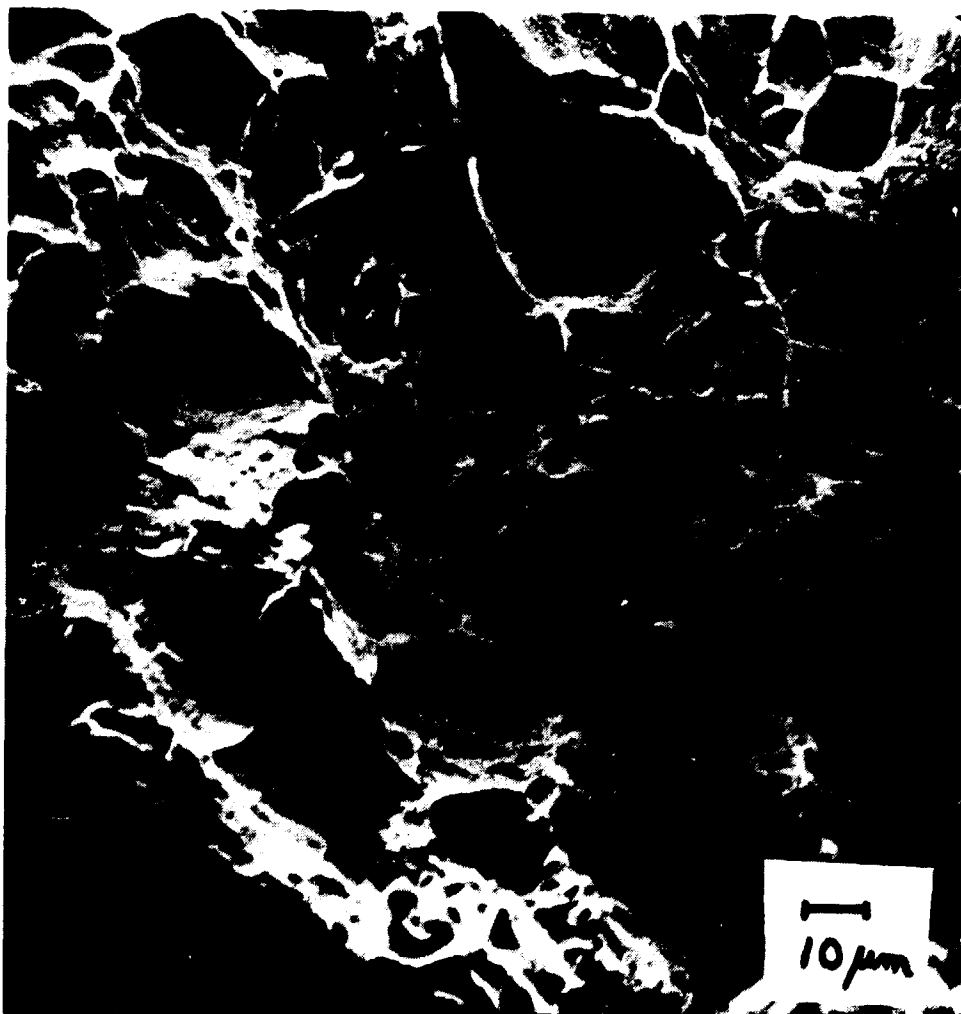


Fig 2. Brottyta från kallbearbetat material. I övrigt, se fig 1



Fig 3. Släckt material, tillstånd A, odeformerat. Transmission
100 000x

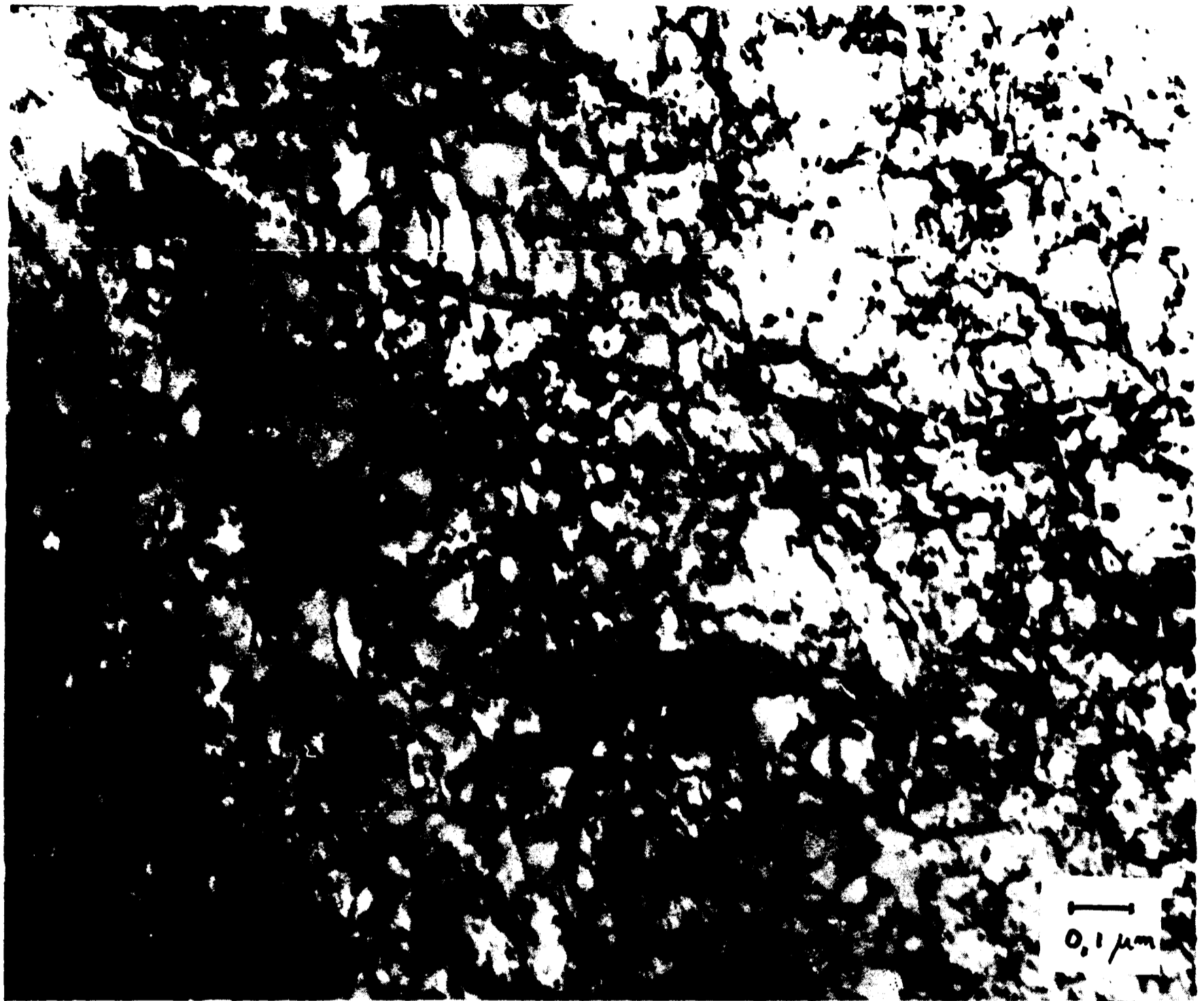


Fig 4. Kallbearbetat material, tillstånd A, odeformerat. Transmission 100 000x

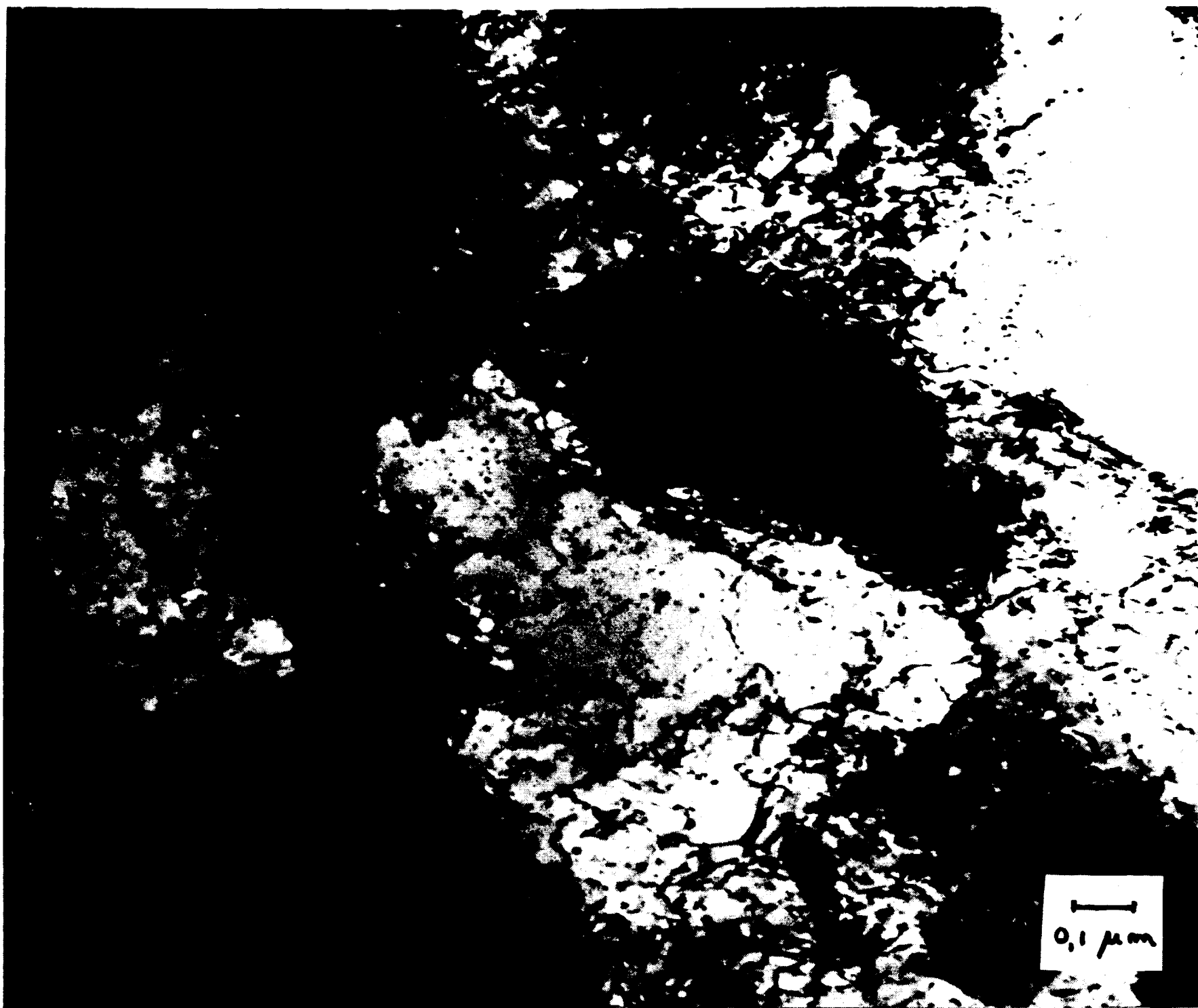


Fig 5a Kallbearbetat material, tillstånd A, deformerat. Transmission 100 000x

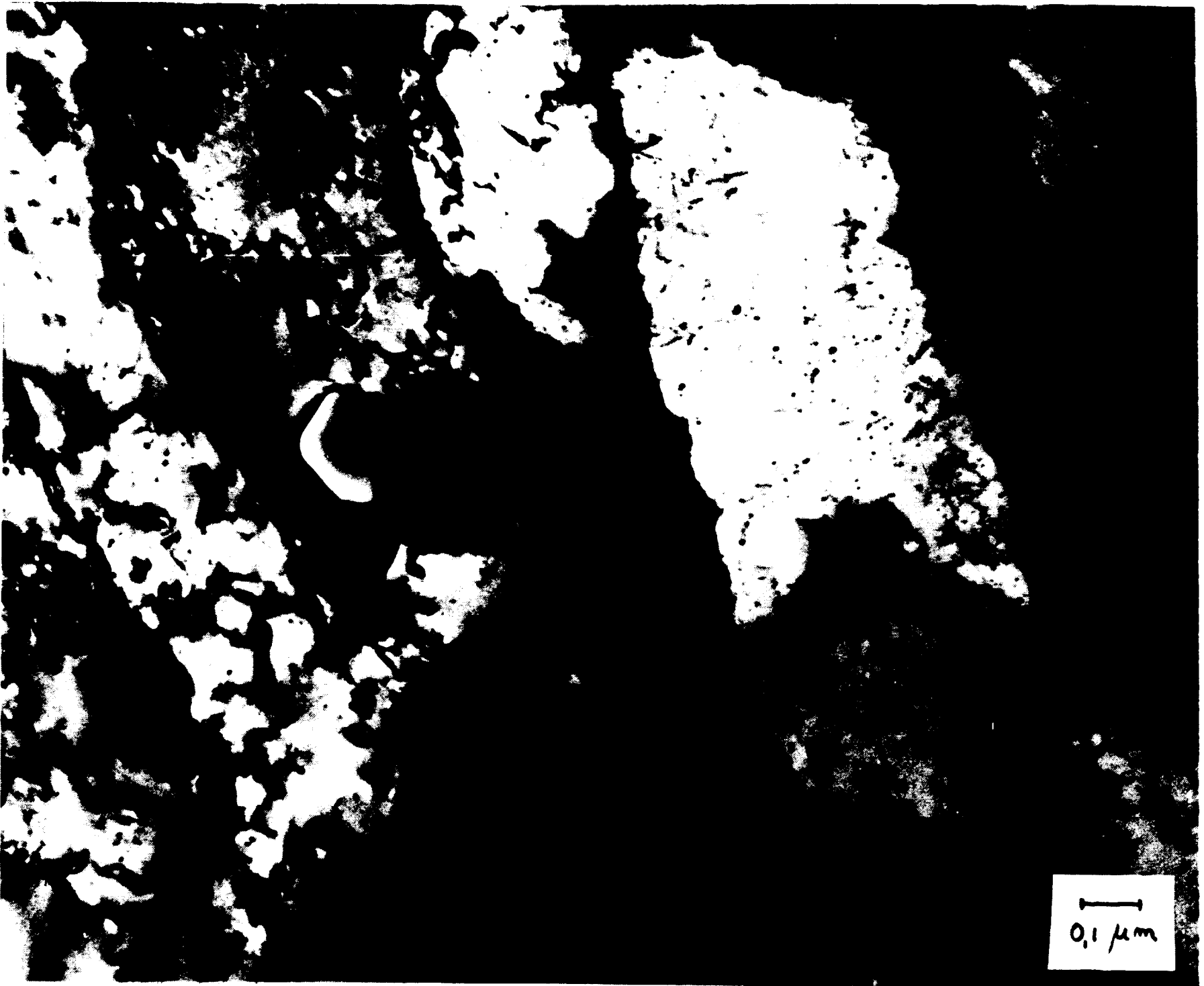
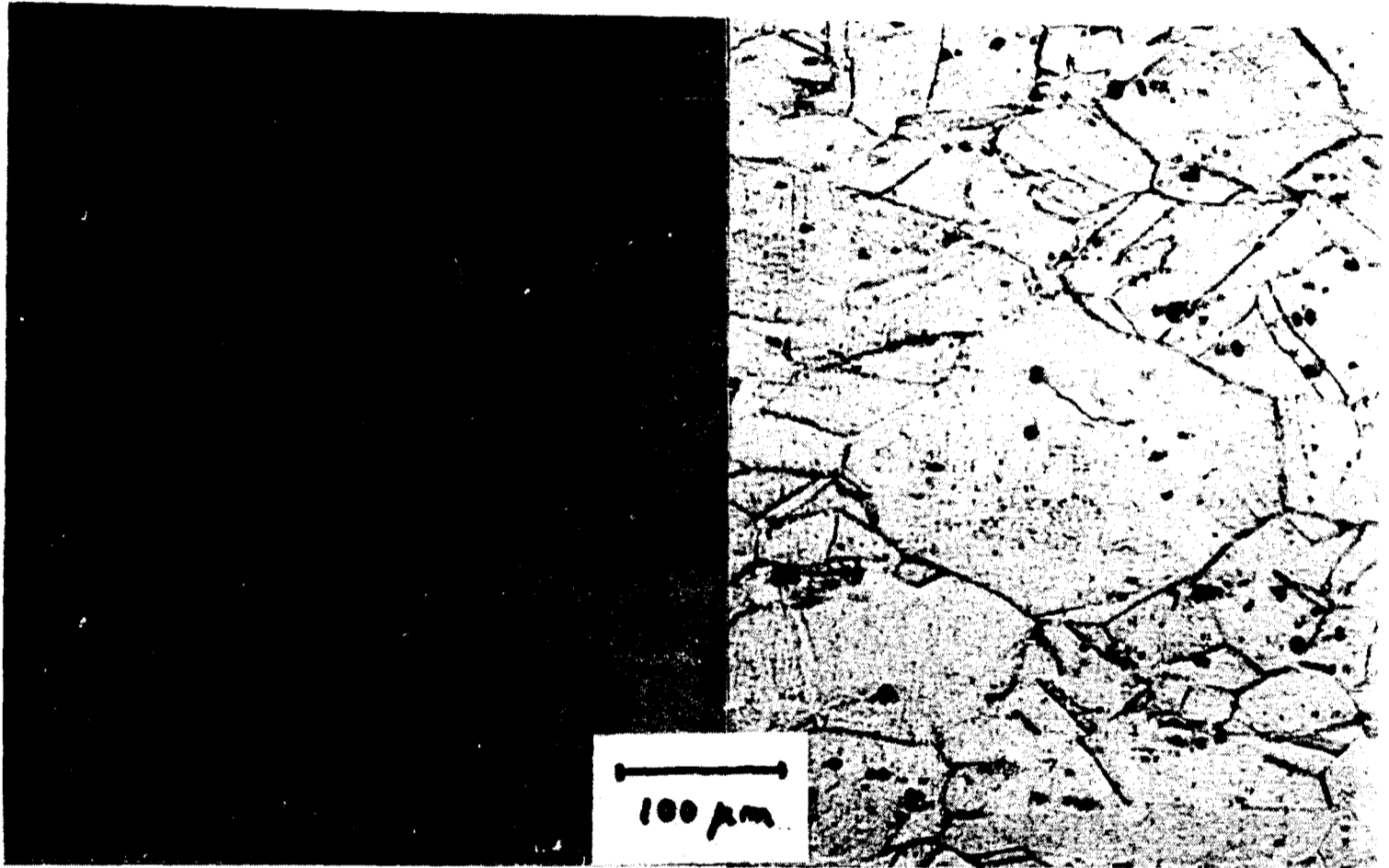


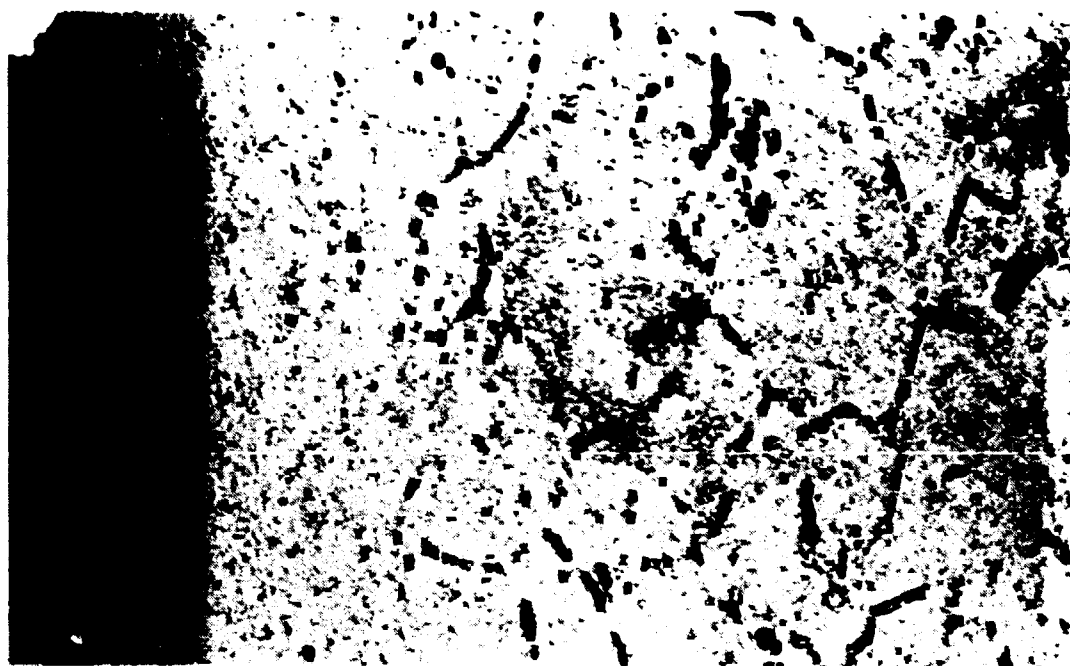
Fig 5b. Kallbearbetat material, tillstånd A, deformerat. Subkornbildning. Transmission 100 000x



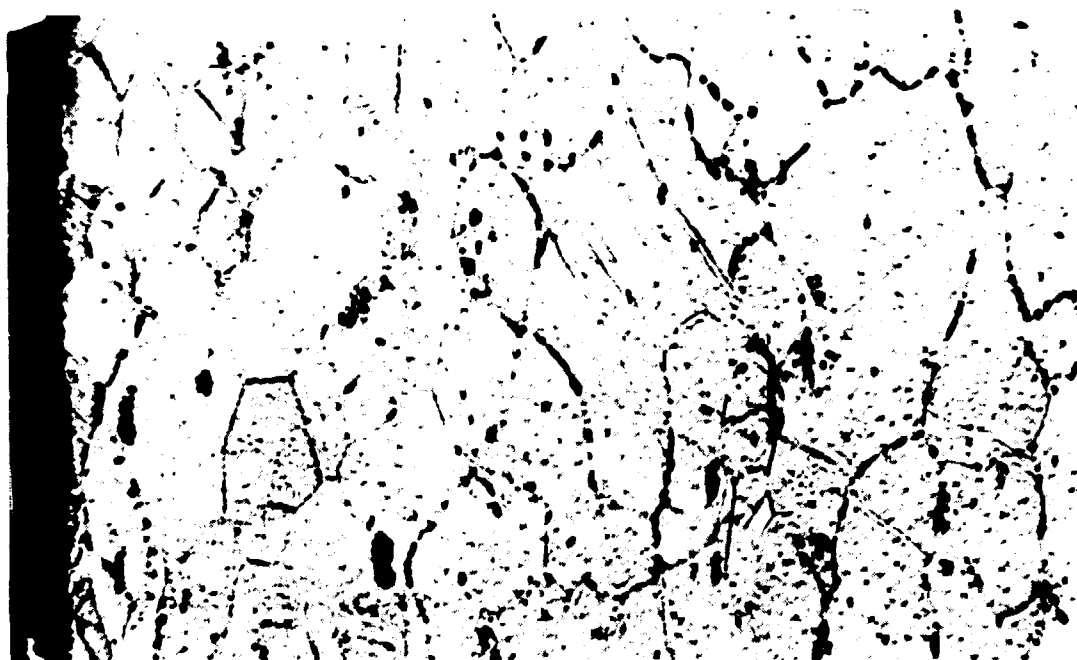
Autoradiogram

Mikrobild

Fig 6. Släckt material, tillstånd B, deformerat 700°C. Borfördelning. 200x



Autoradiogram



Mikrobild

Fig 7. Kallbearbetat material, tillstånd B, deformerat 700°C.
Borfordelning, observera borutarmad ytzon. 200x

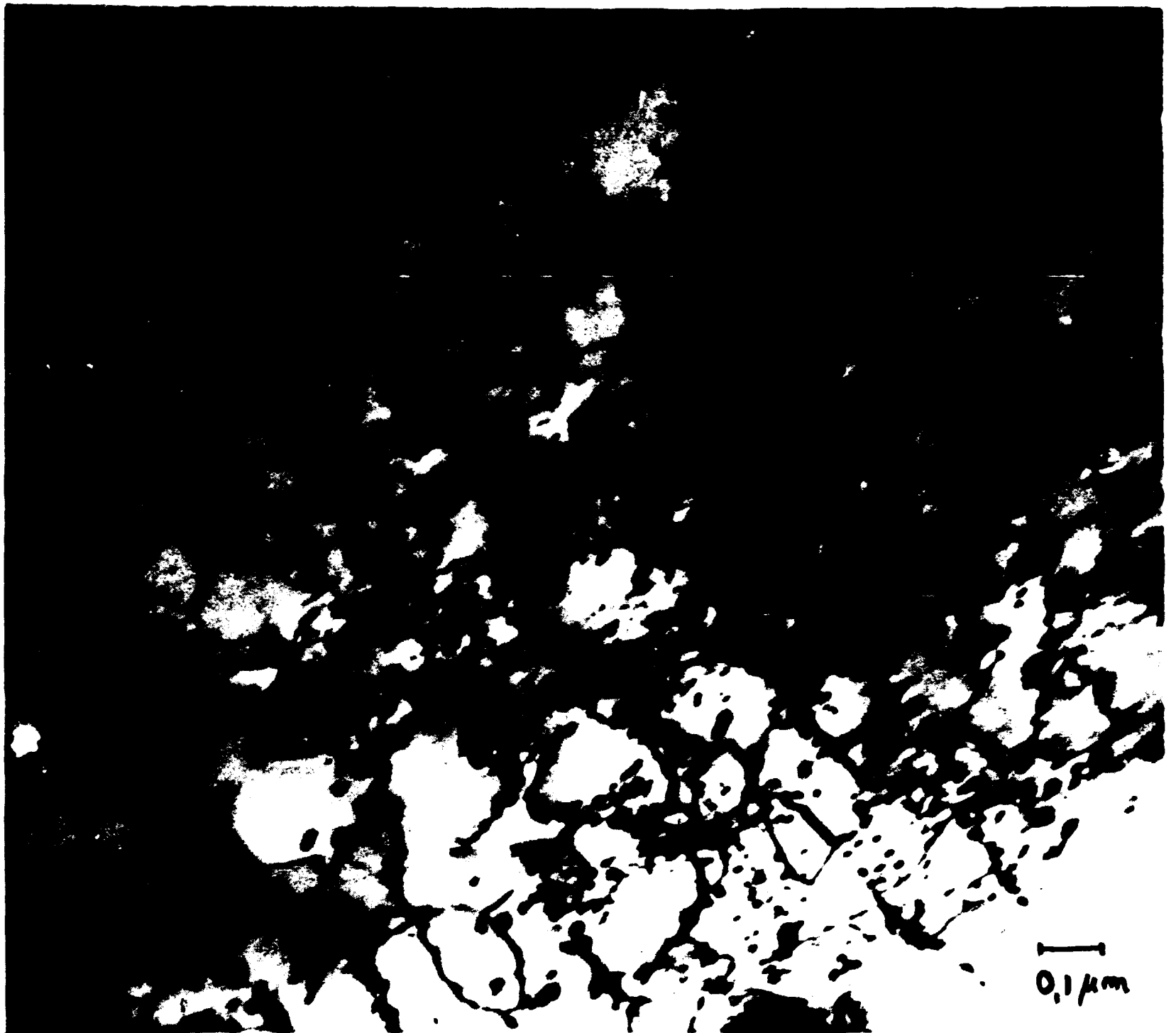


Fig 3. Släckt material, tillstånd B, odeformerat. Randig utskiljning av TiC. Transmission 100 000x



Fig 9. Släckt material, tillstånd C, dragprovat vid 700°C. Interkristallint brott. Svepmikroskop 700x

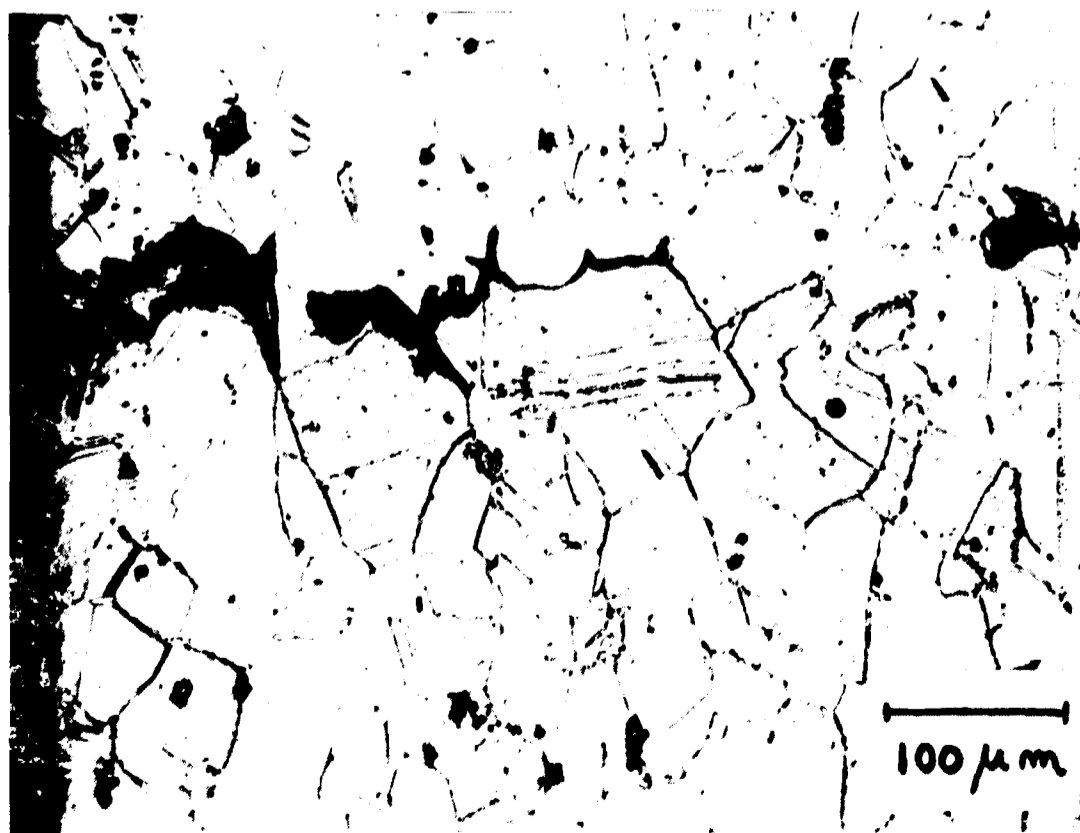


Fig 10. Samma prov som i fig 9. Interkristallina ytsprickor. Mikrobild 200x

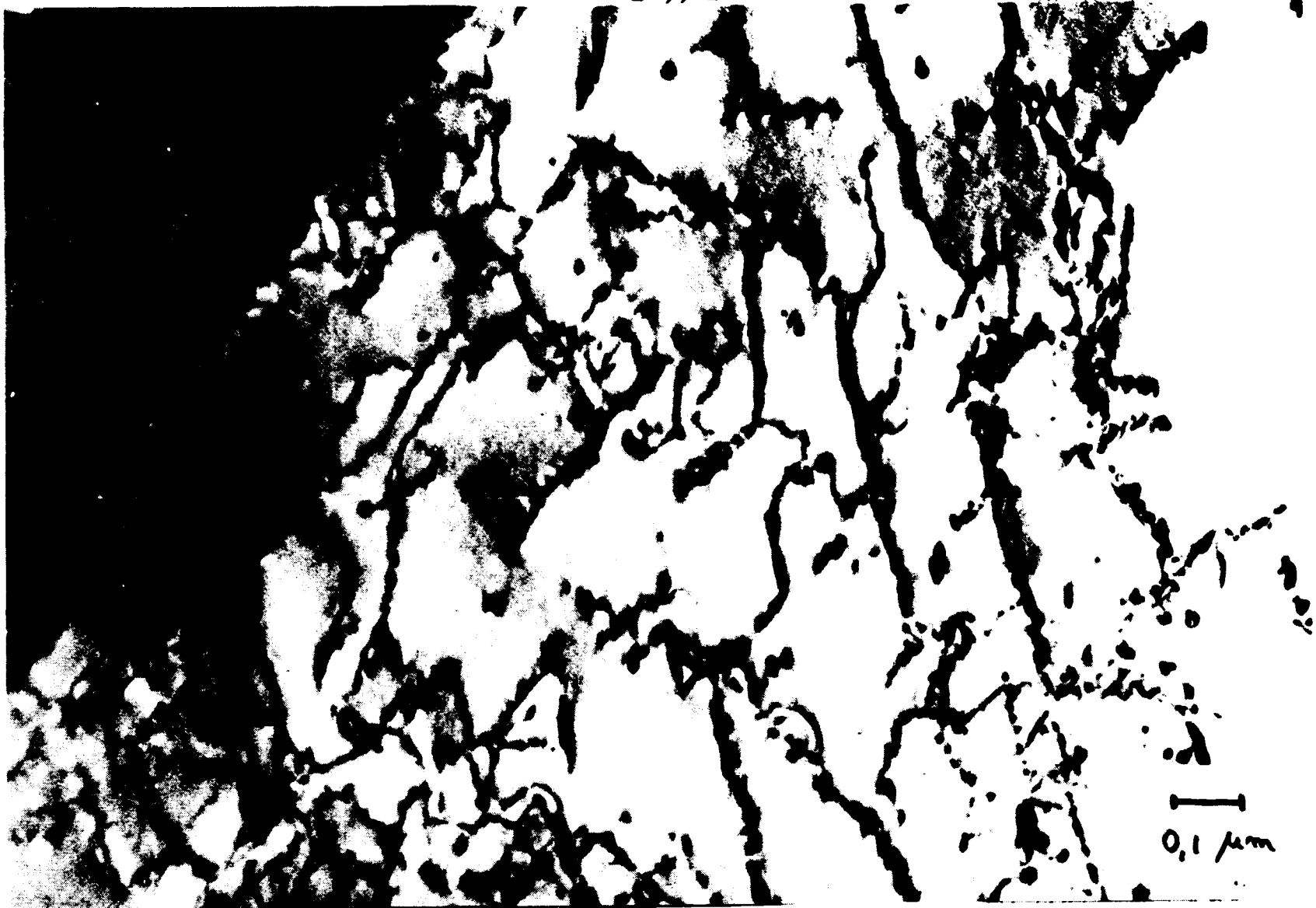


Fig 11. Släckt material, tillstånd C, odeformerat. Utskiljning av TiC. Transmission 100 000x

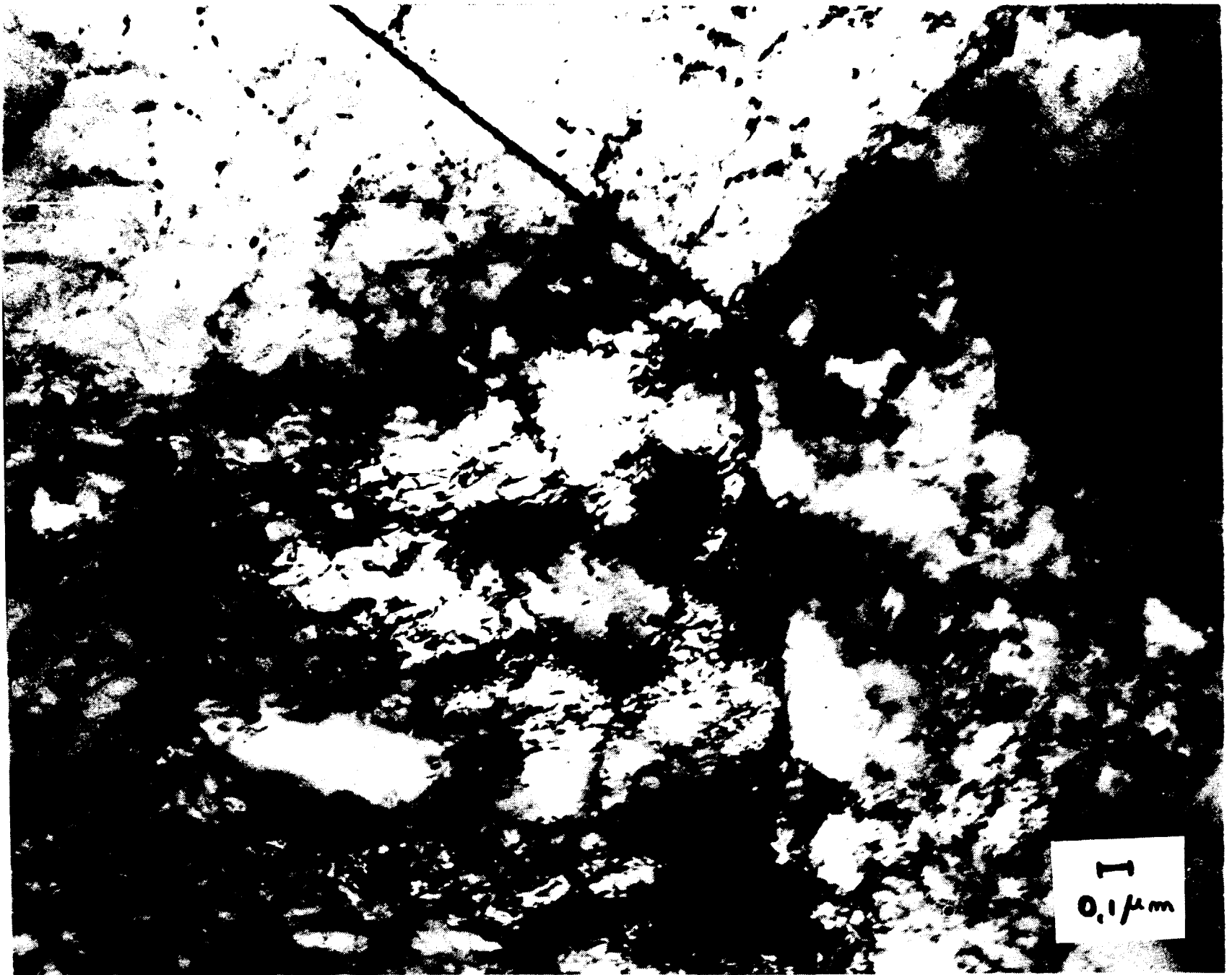


Fig 12. Släckt material, tillstånd C, deformerat 700°C. Dislokationshärvor. Transmission 50 000x

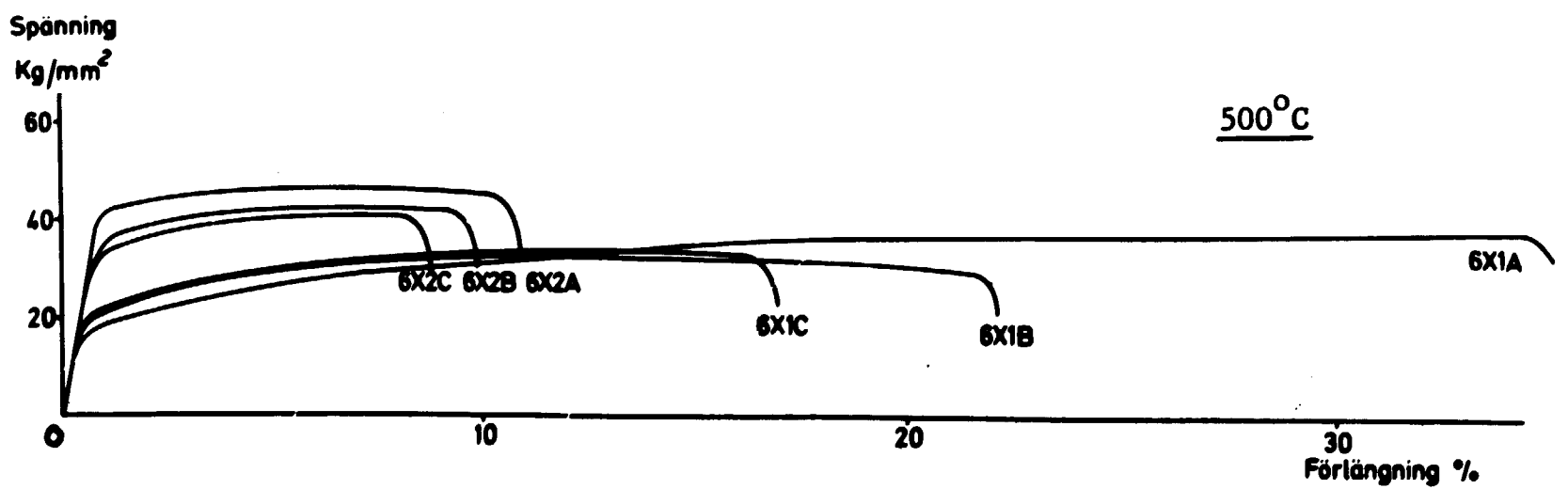
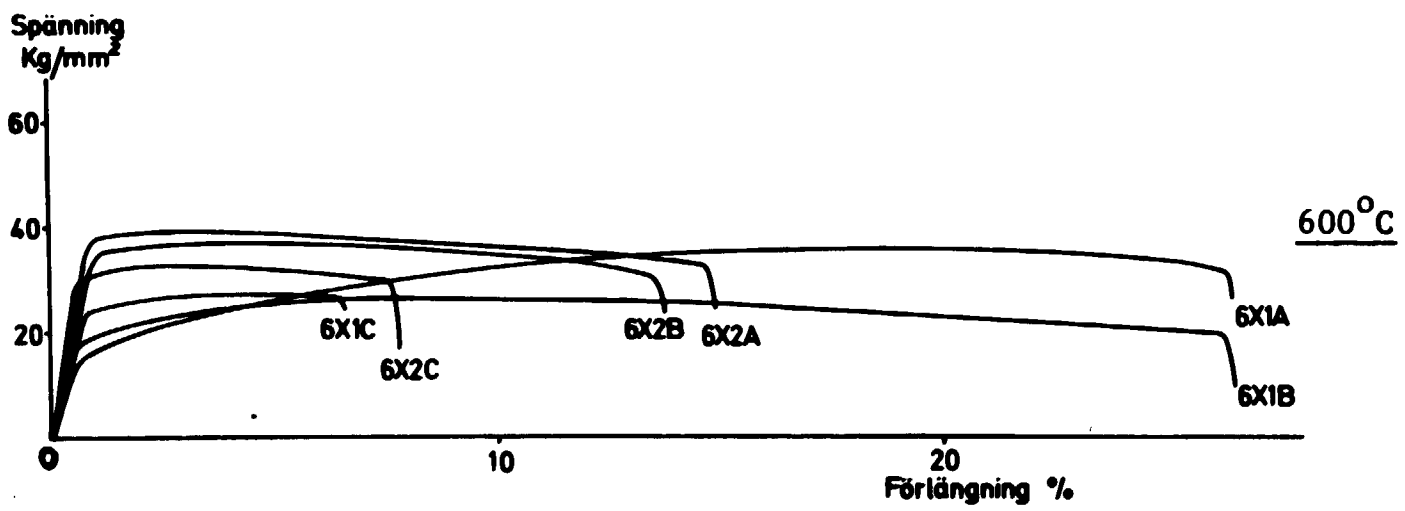
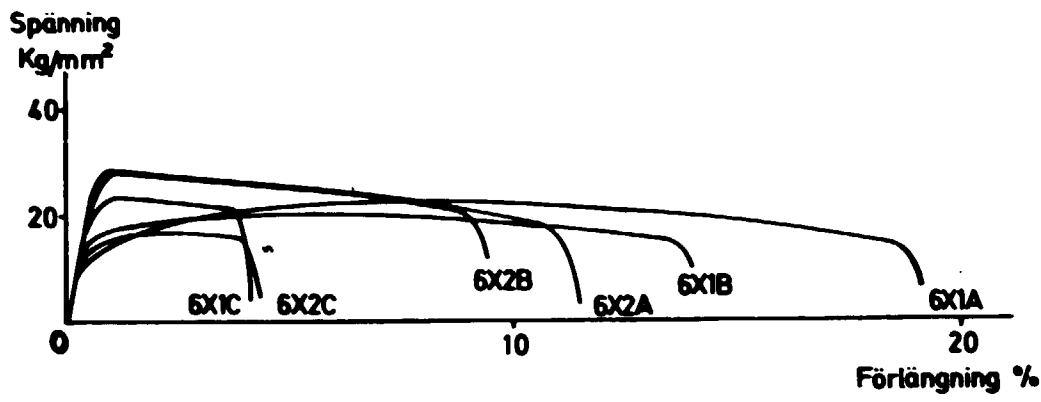
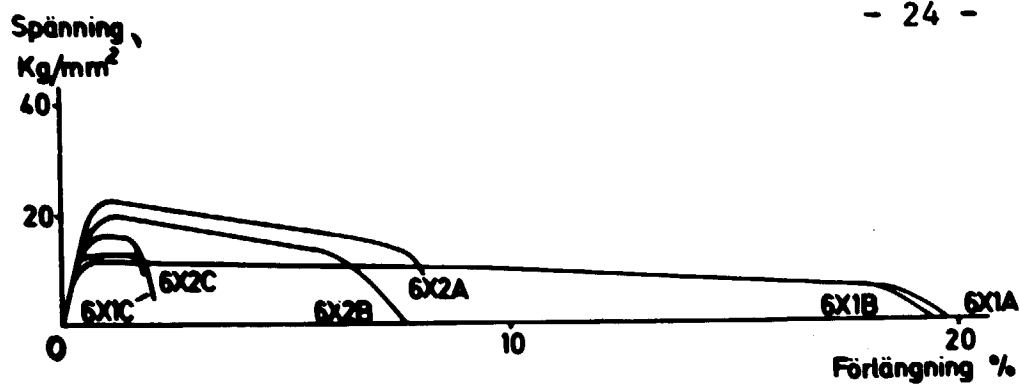


Fig 13. Dragprovkurvor för 12R72HV med slutglödning vid 1150°C (6x1) och 830°C (6x2). A betecknar utgångstillståndet, B parallellglödning, C bestrålning

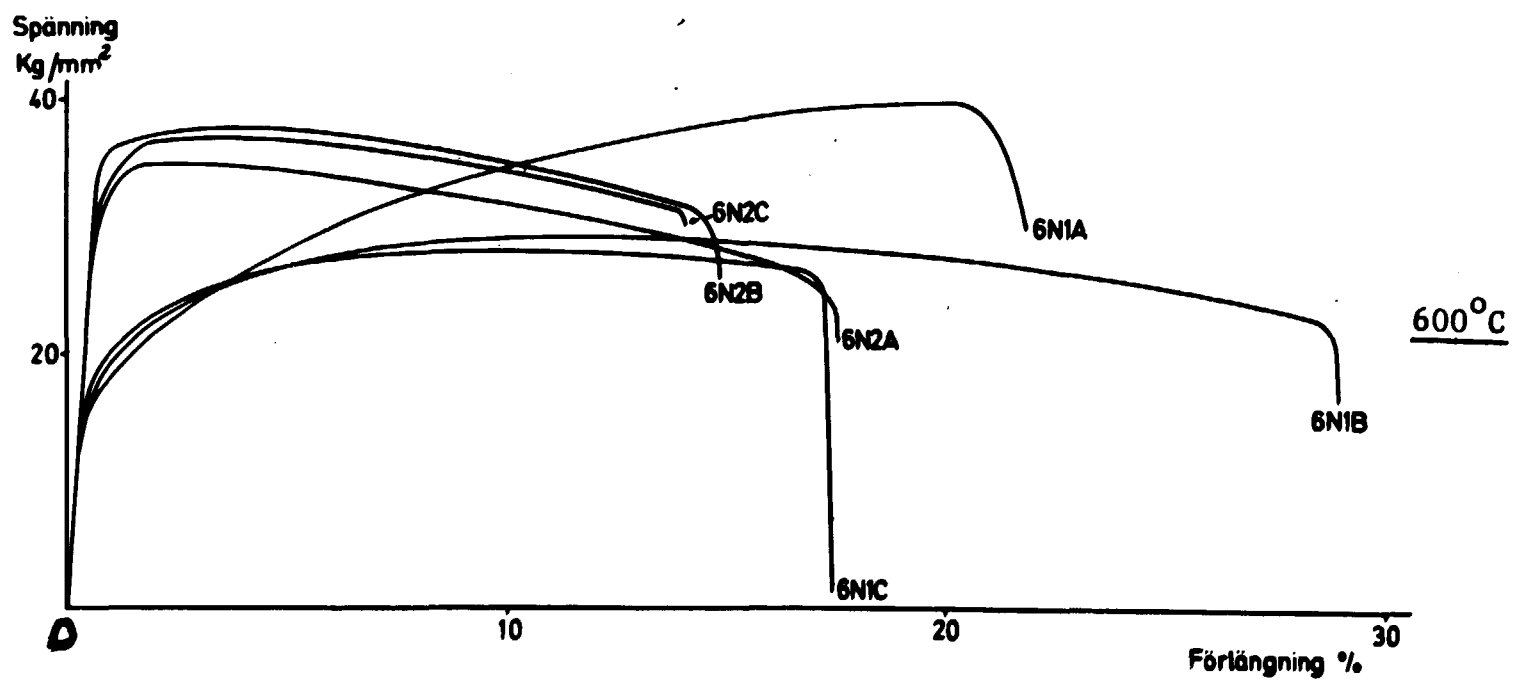
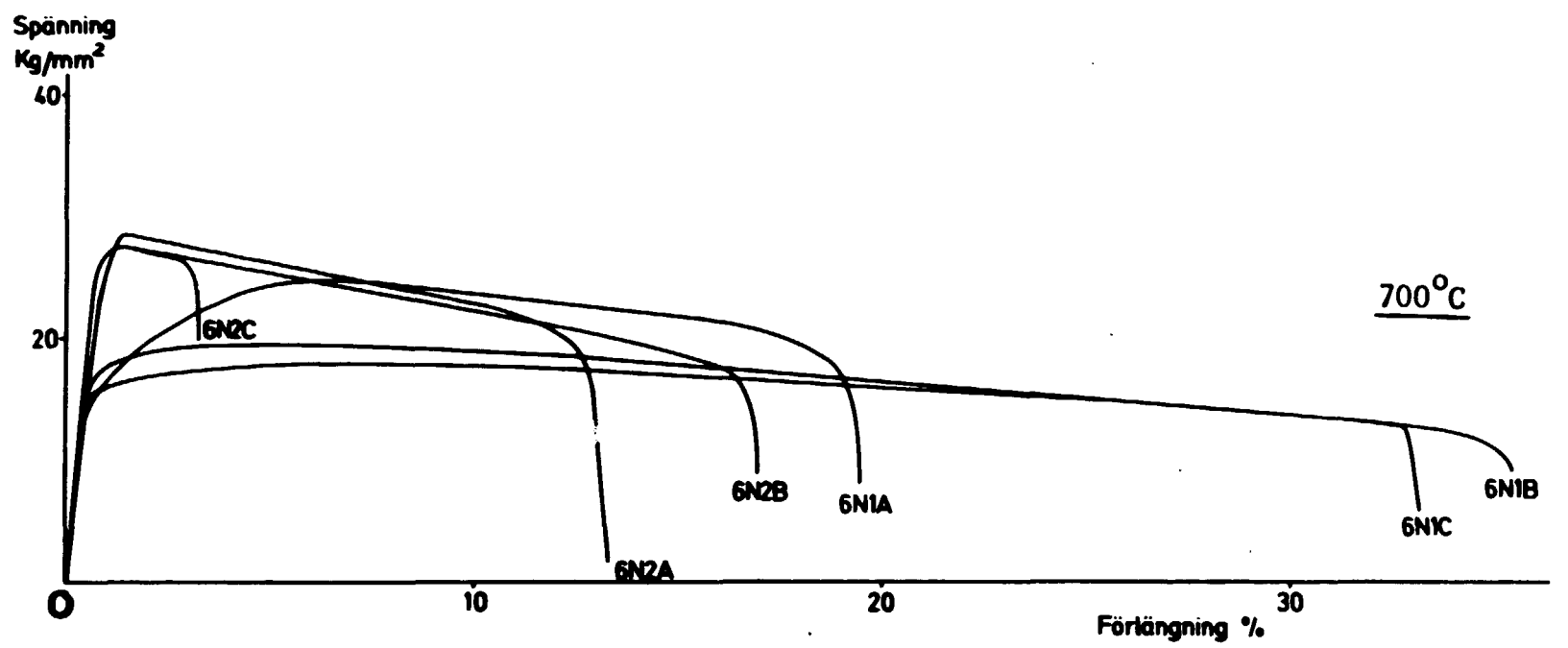
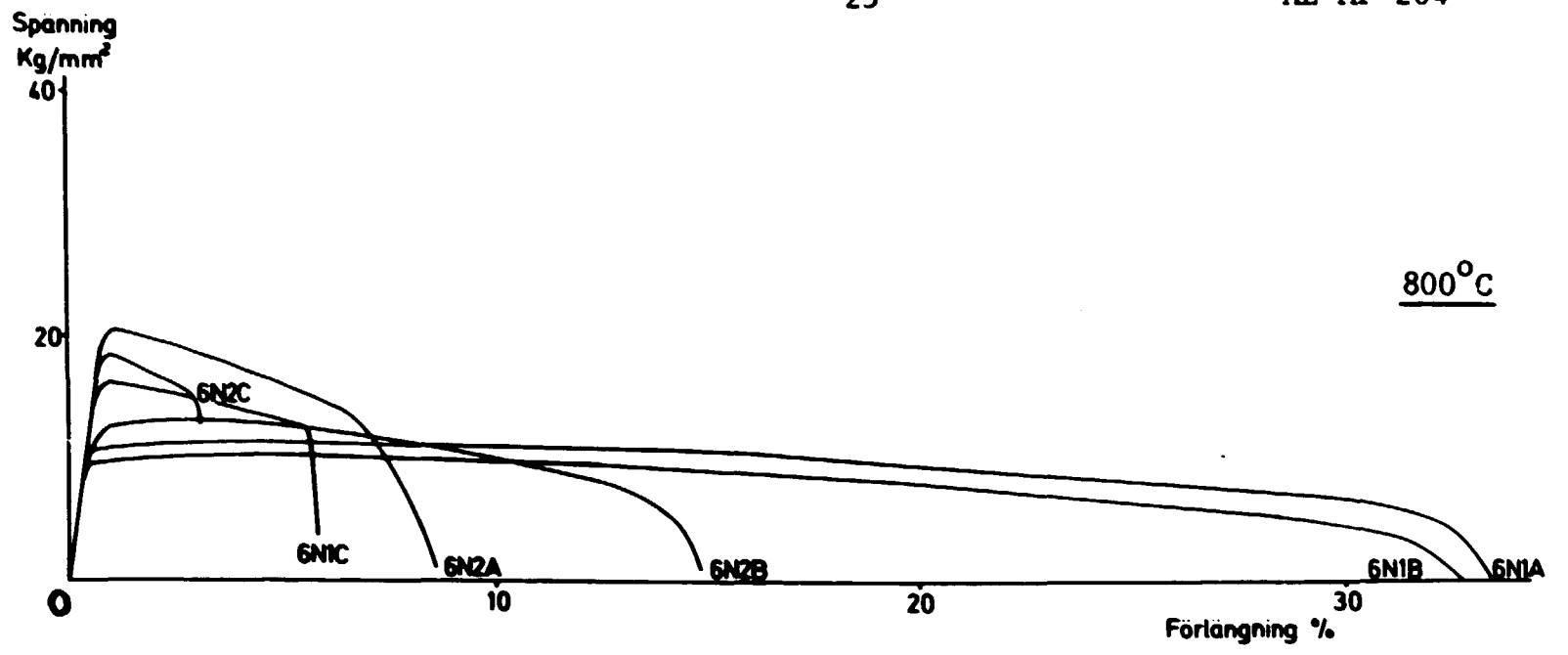


Fig 14. Dragprovkurvor för 12R72HV med slutglödning vid 1100°C (6N1) och 850°C (6N2). A betecknar utgångstillståndet, B parallellglödning, C bestrålning.

