

**РОЛЬ ОСТАТОЧНЫХ СВАРОЧНЫХ ДЕФОРМАЦИЙ
В СНИЖЕНИИ РАБОТОСПОСОБНОСТИ ТРУБОПРОВОДОВ,
ЭКСПЛУАТИРУЕМЫХ В УСЛОВИЯХ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУР**
**СООБЩЕНИЕ 5. ВЛИЯНИЕ МАГНИТНОЙ СТРУКТУРЫ
И СВОЙСТВ ХРОМОНИКЕЛЕВЫХ СТАЛЕЙ
НА РАБОТОСПОСОБНОСТЬ МАТЕРИАЛА
КРИОГЕННОГО ТРУБОПРОВОДА**

Б. С. Ермаков, С. О. Маликов, Ю. П. Солнцев

Санкт-Петербургский государственный университет низкотемпературных и пищевых технологий ■

Основным материалом трубопроводов жидкого гелия являются хромоникелевые аустенитные стали типа 12X18H12T. Ранее (см. «Вестник МАХ») были обсуждены вопросы влияния на работоспособность сварных соединений этих трубопроводов различных механических и технологических воздействий. Однако наряду с этими воздействиями, результаты которых могут диагностироваться существующими методами контроля — за мерами твердости металла, ультразвуковой дефектоскопией и т. п. — надежность и долговечность сварного соединения трубопровода жидкого гелия может определяться более тонкими процессами, протекающими в металле, в частности процессами, протекающими в его магнитной структуре.

В ходе монтажа и длительной эксплуатации трубопроводов жидкого гелия кристаллическая и магнитная структура материалов, из которых они изготовлены, может подвергаться двум группам различных по продолжительности воздействий. Первая группа — это кратковременные воздействия, связанные непосредственно с монтажом оборудования, а именно с монтажной сваркой объекта.

В ходе сварки и последующего охлаждения металла в сварном соединении хромоникелевых аустенитных сталей протекают сложные диффузионные процессы, обуславливающие нарушения в равномерном распределении легирующих и примесных элементов по объему шва и околошовной зоны (зональные и дендритные ликвации и зернограничные сегрегации); термомодеформационные процессы, вызывающие возникновение остаточных сварочных напряжений и деформаций. Эти явления приводят к искажениям и изменениям в кристаллической и магнитной структуре сварного соединения хромоникелевых сталей их необходимо определять и учитывать при установлении надежности и работоспособности сварного соединения, особенно при техническом диагностировании и экспертизе промышленной безопасности оборудования, отработавшего расчетный срок службы или приблизившегося к нему.

До недавнего времени было принято считать, что для определения роли этих воздействий доста-

точно только металлографических методов анализа, позволяющих зафиксировать изменения на уровне фазовой структуры материала, величины и направленности его зерен. Однако, как показывают исследования ряда отечественных и зарубежных авторов, в частности [1–10 и др.], этот подход не всегда правомерен. Так, в работах [1, 4, 7–10] приводятся данные об аномальных изменениях свойств хромоникелевых сталей в диапазоне температур ниже 50 К, которые не сопровождаются структурными превращениями, а значит, не могут быть объяснены какими-либо процессами, приводящими к изменениям в фазовом составе стали. Эти изменения, например понижение предела текучести — основной величины, закладываемой в расчеты при определении работоспособности конструкции, модуля нормальной упругости, пластичности и т. п. при понижении температуры в диапазоне 50–4,2 К, как показали исследования, связаны с низкотемпературным антиферромагнитным упорядочением и образованием супермагнитных кластеров в магнитной структуре стали. Интенсивность этих процессов, скорость протекания, тип и объем образующихся кластеров оказываются зависящими от состояния материала, в первую очередь от уровня остаточных напряжений и равномерности распределения в нем легирующих и примесных элементов, т. е. будут максимально интенсивно проявляться именно в зоне сварных соединений конструкции [1–3, 6, 9].

Следует отметить, что магнитные процессы, протекающие в материале конструкции, представляют собой «скрытую угрозу» ее работоспособности и надежности. Эти явления невозможно зафиксировать стандартными методами контроля, так как операции технического диагностирования и экспертизы промышленной безопасности оборудования проводятся только на неработающем оборудовании, т. е. при положительных температурах, а магнитные превращения и связанное с ними снижение механических свойств материала оказываются заметными при температурах эксплуатации, т. е. ниже 50 К.

Вторая группа воздействий на материал трубопровода продолжительна по времени и связана

с его последующей эксплуатацией. К этой группе относятся технологические особенности эксплуатации, например межэксплуатационные разогревы, ремонтные работы, особенно с применением высокотемпературных ремонтных технологий. Не менее важна роль коррозионных воздействий окружающей и рабочей сред, механических повреждений — рисков, забоин и т. п.; нарушений трассировок трубопроводов, изменяющих уровень напряжений в конструкции или приводящих к возникновению зон локальных пластических деформаций. Эти так называемые эксплуатационные факторы риска могут оказывать дополнительное воздействие на стабильность магнитной структуры и уровень изменений его магнитных свойств, а следовательно, приводить к еще более резким изменениям его физико-механических свойств в области температур ниже 50 К. Современная трактовка магнитных состояний аустенитных хромоникелевых сталей может быть описана следующим образом. Структура стали представляет собой неупорядоченную магнитную систему, обладающую конкурирующими магнитными взаимодействиями. Основное магнитное состояние может быть описано одновременно антиферромагнитным и спиностекольным параметрами порядка и может представлять собой медленно релаксирующую систему спинов, упорядоченных в скошенную магнитную структуру, которая характеризуется дальним антиферромагнитным упорядочением Z -композиций X - и Y -компонент. Это состояние проявляет свойства неэргодической фазы по магнитным измерениям, характеризующейся пиком магнитного когерентного рассеяния нейтронов вблизи узлов (100) и (010). Кроме основного магнитного порядка, в системе существуют кластерные образования размерами порядка 1 нм, представляющие собой зоны ближнего антиферро- и ферромагнитного упорядочения [11–15 и др.].

Таким образом, при решении вопроса о работоспособности криогенной конструкции за пределами расчетного срока службы и определении ее остаточного ресурса, наряду с общепринятыми требованиями по структурной (кристаллической) стабильности и неизменности механических свойств, должны учитываться данные о стабильности магнитной структуры и магнитных свойств стали. Следовательно, необходима разработка новых методов контроля состояния металла криогенных конструкций на предмет определения их работоспособности за пределами расчетного срока службы. Встала задача найти наиболее простой и легко определяемый параметр, с помощью которого можно было бы оценить объем магнитных превращений в стали, прогнозировать, как скажутся эти превращения на работоспособности криогенной конструкции. В качестве такого параметра, позволяющего описать магнитные превращения в стали, была выбрана магнитная проницаемость

материала. Многочисленные исследования, проведенные в этой области, позволили подтвердить достоверность и обоснованность такого подхода [12, 16, 17, 18 и др.].

Для наглядности результатов анализа магнитной структуры и магнитных свойств хромоникелевых сталей был предложен метод построения магнитных диаграмм, описывающих изменения магнитной проницаемости сплава при одновременном или последовательном изменении напряженности внешнего магнитного поля, температуры, деформирования и других эксплуатационных параметров [16, 19 и др.].

В работе были построены магнитные и деформационно-магнитные диаграммы стали 12X18H12T, которые позволяют проанализировать изменения, протекающие в ходе охлаждения стали до температур, близких к абсолютному нулю как в аустенитизированном состоянии (состоянии поставки), так и в условиях деформационного воздействия сварочного цикла. Для исследований была выбрана сталь следующего химического состава (мас. %): углерод — 0,12; кремний — 0,51; марганец — 1,23; хром — 17,4; никель — 12,1; титан — 0,23; сера — 0,022; фосфор — 0,012. Химический состав стали был подобран таким образом, чтобы охлаждение и деформация не приводили к сколь-нибудь заметным структурным превращениям и образованию сильномагнитных мартенситных фаз охлаждения и деформации. По данным [20], в стали этого химического состава при охлаждении до температуры жидкого гелия и деформировании при 20 °С на $\epsilon \leq 10$ % мартенситное превращение отсутствует полностью, что позволяет применить для исследований метод магнитных весов Фарадея и точно оценить уровень магнитных превращений, протекающих в основном металле и зоне термического воздействия сварного соединения криогенного трубопровода в диапазоне температур его эксплуатации.

Заготовки стали были термически обработаны с целью получения однофазной аустенитной структуры по режиму — нагрев до 1050 °С, выдержка при этой температуре в течение 30 мин с последующим охлаждением в воде. Исследования магнитной проницаемости были проведены в сильных внешних магнитных полях напряженностью от 9 до 900 кА/м и диапазоне температур от 300 до 1,3 К на установке MGD312FG фирмы "Setaram". Уровень остаточных деформаций, которые могут возникнуть в зоне сварного соединения стали, задавались методом одноосного статического растяжения и были выбраны (согласно данным [2]) равными 3–5 %. Результаты исследований магнитного состояния стали показаны на рис. 1 и 2, а на рис. 3 показана взаимосвязь между изменениями магнитной проницаемости стали в процессе охлаждения и ее физико-механическими свойствами.

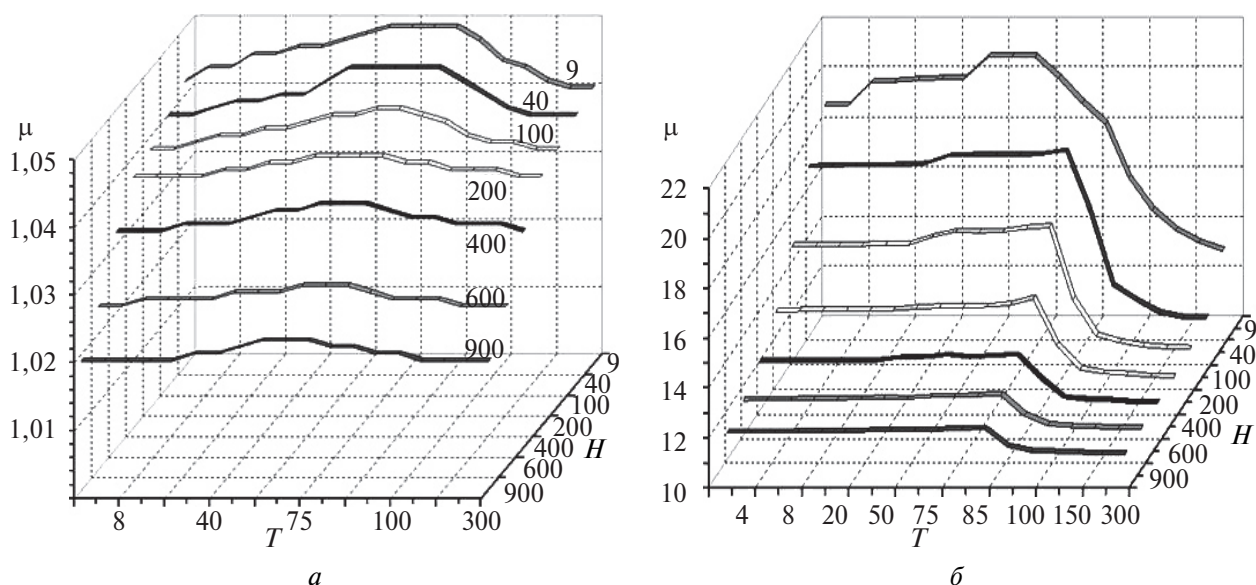


Рис. 1. Магнитная диаграмма стали 12X18H12T (а) и стали 12X17H20 (б)

Таблица. Распределение никеля, хрома, фосфора и серы (мас. %) от границы в глубь тела зерна стали 12X18H12T в аустенитизированном состоянии

Элемент	Содержание в слое на расстоянии от границы зерна, Å						
	Граница	10	20	30	40	50	60
Никель	15,2	11,9	9,8	8,2	9,8	16,0	17,2
Хром	19,7	19,4	18,8	18,0	17,0	14,1	18,9
Фосфор	0,501	0,352	0,213	0,106	0,087	0,041	0,027
Сера	0,125	0,115	0,094	0,078	0,065	0,053	0,046

Представленная на рис. 1 магнитная диаграмма стали 12X18H12T в аустенитизированном состоянии является типичной диаграммой сплава, не претерпевающего фазовых превращений в процессе охлаждения. По оси температур диаграмма может быть разбита на три участка. Первый — от 300 до 120 К, характеризующийся незначительным ростом магнитной проницаемости; второй — от 120 до 85–90 К — участок ее интенсивного роста и третий — ниже 85 К — участок стабилизации и снижения величины магнитной проницаемости (при температурах ниже 50 К).

Вид диаграммы на первом участке — 300–120 К — соответствует температурной зависимости разупорядоченной парамагнитной системы, т. е. наблюдается повышение уровня проницаемости тем более интенсивный, чем ниже температуры измерения. Постепенно, с понижением температуры, на втором участке (120–85 К) отдельные микрообъемы стали претерпевают параантиферромагнитное упорядочение ($P \rightarrow AF$ превращение, максимальная интенсивность которого приходится на температурный интервал 85–50 К). Хотя, по данным [12, 17], точка антиферромагнитного упорядочения T_N (температуры Нееля) в сплаве с 12 % никеля должна находиться на уровне 25 К, но даже в химически чистых монокристаллах γ -Fe-Cr-Ni сплавов уже при температурах порядка 75 К [11] отмечается наличие зон, претерпевших параантиферромагнитное превращение. Такое яв-

ление следует связывать с существованием в структуре γ -Fe-Cr-Ni сплавов антиферромагнитных и ферромагнитных флуктуаций спиновой плотности, имеющих конечный радиус корреляции и связанных с флуктуацией распределения основных легирующих и примесных элементов в каждом из микрообъемов кристалла. То есть антиферромагнитное упорядочение в γ -Fe-Cr-Ni сплавах протекает плавно, в широком температурном интервале, когда поэтапно при понижении температуры в этот процесс включаются все новые микрообъемы вещества, содержащие различные комбинации атомов легирующих и примесных элементов. Такой растянутый по температуре процесс иногда называют «температурной ползучестью превращения».

Уровень концентрационных флуктуаций в промышленных сталях значительно превышает тот, что был получен авторами [11], и, по нашим данным, может составлять: по никелю — примерно полтора раза от его среднего содержания в стали, по хрому — на двадцать процентов от среднего содержания, по сере и фосфору — десятки раз. Максимальный уровень концентрационных флуктуаций примесных элементов был отмечен в границах зерен стали, распределение концентрационных флуктуаций основных легирующих элементов более хаотично (см. табл.). Данные были получены методом Оже-эмиссионной спектроскопии на установке РНЖ-548. Таким образом, следует ожи-

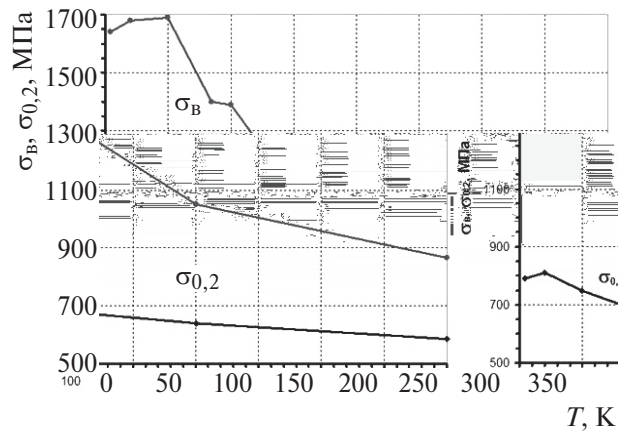
дать, что в промышленных хромоникелевых сталях процесс упорядочения будет еще более растянут по шкале температур, что подтверждается данными, приведенными на рис. 1.

При дальнейшем понижении температуры до 85–50 К рост магнитной проницаемости микрочастиц стали, находящихся в парамагнитном состоянии, компенсируется нарастанием микрочастиц, претерпевших $P \rightarrow AF$ превращение, и величина магнитной проницаемости стабилизируется, а при понижении температуры ниже 50 К, когда объем упорядоченной магнитной фазы начинает преобладать в стали, — понижается. Это связано с рядом особенностей магнитной структуры и магнитных превращений, протекающих в стали. Так, из данных [11, 13, 15 и др.] известно, что при температурах выше 50 К магнитные кластеры находятся в супермагнитном состоянии, не взаимодействуя друг с другом, а при дальнейшем понижении температуры магнитные моменты кластеров оказываются «замороженными», что приводит к возникновению между кластерами магнитного взаимодействия и квазидальному упорядочению их магнитной структуры. Завершение процессов упорядочения структуры отражается на диаграмме перегибом кривых при 50 К и понижением величины магнитной проницаемости при дальнейшем понижении температуры.

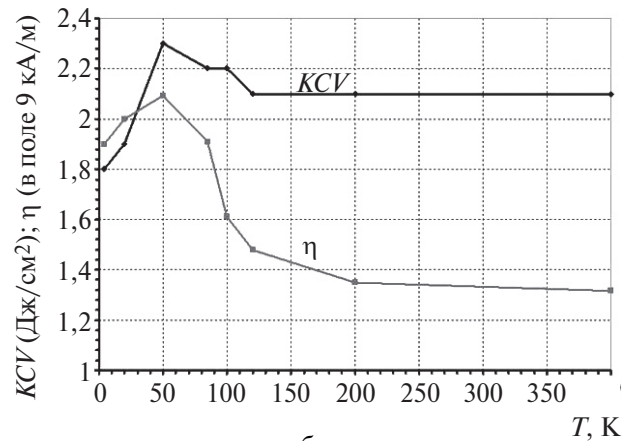
Механические свойства стали 12Х18Н12Т и влияние пластической (сварочной) деформации на магнитную проницаемость стали показаны на рис. 2 и рис. 3. Известно, что с повышением степени пластической деформации магнитная проницаемость стали должна возрастать. Это связано с тем, что под действием пластической деформации происходит изменение дислокационного и напряженного состояний кристаллической решетки стали, что и было отмечено при анализе представленных на рис. 2 данных. Однако, как оказалось, пластическая деформация приводит также к повышению температуры точки стабилизации (перегиба) на кривых температурных зависимостей магнитной проницаемости, тем более заметному, чем выше величина пластической деформации. Так, для деформации в 1 % температура перегиба кривых достигается при температуре порядка 88–90 К, при 3 % — 90–92 К, при 5 % — 91–94 К.

Данные о магнитных состояниях стали и превращениях, происходящих в ней при охлаждении и деформации, необходимы для объяснения вида кривых температурных зависимостей механических свойств стали, приведенных на рис. 4 и рис. 5.

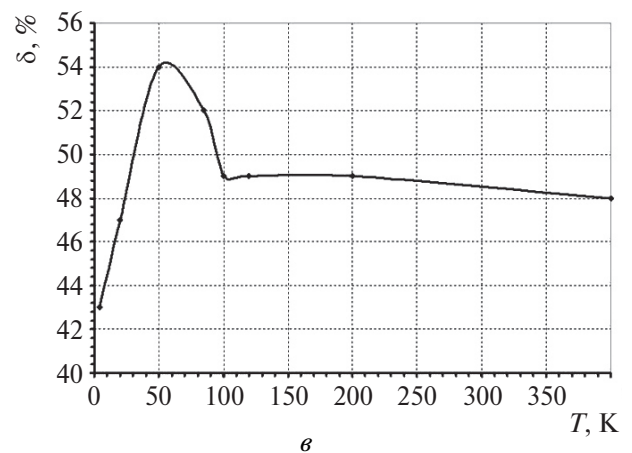
Как видно из приведенных на рис. 3 характеристик, изменение зависимости магнитной проницаемости по оси температур происходит эквидистантно с зависимостями прочностных и пластических и вязких свойств стали в области температур 300–4,2 К. Прочностные свойства стали в аустенитизированном состоянии при понижении



а



б



в

Рис. 2. Механические свойства стали 12Х18Н12Т

температуры испытания от 300 до 50 К (температуры, при которой основной фазой в стали становится упорядоченное антиферромагнитное состояние) монотонно возрастают, при дальнейшем охлаждении — испытания при 20 и 4,2 К — предел прочности стабилизируется, а предел текучести даже несколько понижается (при 4,2 К). Также были отмечены перегибы на кривой температурной зависимости относительного удлинения стали.

Пластическая деформация (рис. 3), почти не изменяя прочностные свойства материала, незначительно понижает ее пластические характеристики. Однако вопрос о работоспособности сварного

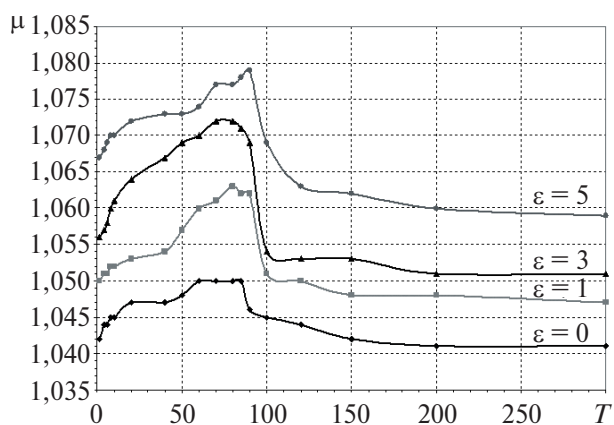


Рис. 3. Влияние пластической деформации на магнитную проницаемость стали 12X18H12T во внешнем магнитном поле

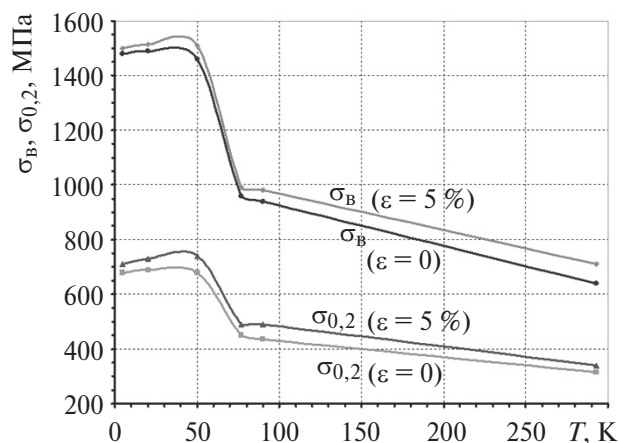


Рис. 4. Механические свойства стали 12X18H12T после аустенизации и пластической деформации

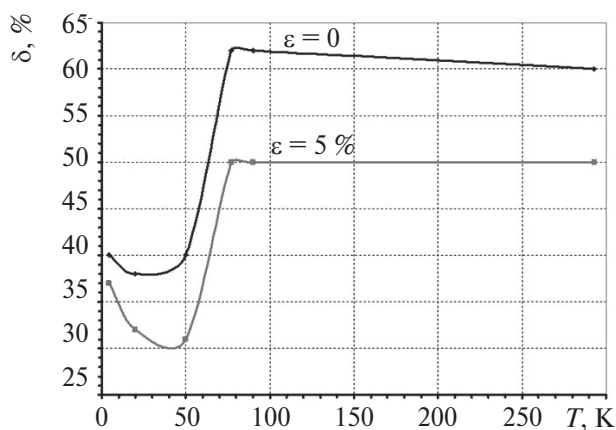


Рис. 5. Механические свойства стали 12X18H12T после аустенизации и пластической деформации

соединения и ее взаимосвязи с магнитной структурой стали можно решить, только применяя комплексные исследования, которые должны будут учесть не только деформационное, но и температурное воздействие сварочного цикла, что планируется исследовать на следующих стадиях работы.

Таким образом, проведенными в работе исследованиями было показано, что магнитную структуру промышленных хромоникелевых сталей при температурах порядка 300 К можно представить в виде парамагнетика, который при температуре Нееля (значение температуры для каждого микрообъема стали в зависимости от концентрационной флуктуации основных легирующих и примесных элементов изменяется от ≈ 20 до 90 К [12–15, 17, 18 и др.]) постепенно путем замедления процессов спиновой релаксации и образования областей ближнего ферро- и антиферромагнитного упорядочения превращается в магнетик, где через область разориентированных спинов возникают кластерные ферро- и антиферромагнитные взаимодействия. При дальнейшем понижении темпе-

ратуры в сталях формируется дальнейшее антиферромагнитное упорядочение. Совместный анализ механических и магнитных свойств хромоникелевых сталей показывает, что все изменения механических свойств при низких и криогенных температурах необходимо связывать с процессами «ползучего» магнитного превращения, состоящего в постепенном замещении парамагнитного состояния стали на антиферромагнитное упорядоченное.

Совместный анализ механических и магнитных свойств стали 12X18H12T позволил выявить ряд закономерностей, а именно: кривая магнитной проницаемости стали качественно описывает вид температурной зависимости ее механических свойств, позволяет определить тот температурный диапазон, в котором могут произойти аномальные изменения свойств. Это позволит сократить объем прямых механических испытаний металла при его диагностировании и экспертизе промышленной безопасности, проводимых с целью определения остаточного ресурса низкотемпературного оборудования, сосредоточить внимание на той температурной зоне, в которой возможно нетипичное поведение материала.

Список литературы

1. *Takemoto Toshihiko, Murata Vasushi, Tanaka Teruo.* Effect of alloying elements and thermomechanical treatments on mechanical and magnetic properties of Cr-Ni austenitic stainless steel. *IsiJ. International*, 1990, 30, № 8. — P. 608–614.
2. *Петров Ю. Н.* Об энергии дефектов упаковки в аустенитных сталях. — В сб.: Стали и сплавы криогенной техники. — Киев: Наукова думка, 1977. — С. 73–78.
3. *Коллинз Э. И.* Супермагнетизм, микромагнетизм и антиферромагнетизм аустенитных нержавеющей сталей // Криогенные материалы и их

сварка: Междунар. конф. — Киев: Наукова думка, 1984. — С. 9.

4. Фокина Е. А., Олесов В. Н., Смирнов Л. В. О влиянии сильных магнитных полей на аустенитные стали при низких температурах // Криогенные материалы и их сварка: Междунар. конф. — Киев: Наукова думка, 1984. — С. 7.

5. Ромашев Л. Н., Леонтьев А. А., Счастливец В. М. Изменение магнитного состояния хромоникелевых сталей в области гелиевых температур под действием магнитного поля // Криогенные материалы и их сварка: Междунар. конф. — Киев: Наукова думка, 1984. — С. 8–9.

6. Tanaka Hideki, Kondo Nobuhiro, Fujita Kouzou и др. Supercession of cryogenic intergranular fracture through heat treatments and roles of born in high manganese non-magnetic steels. ISIS International, 1990, 30, № 8. — P. 646–655.

7. Клименко И. Н., Дергун С. С., Ильичев В. Я. Температурная зависимость предела прочности и относительного удлинения сплавов X18H(9-40) в интервале температур 300–4,2 К // Стали и сплавы для криогенной техники: IV Всесоюзн. Семинар, Батуми, 8–22 ноября 1990 г. — Киев, 1990. — С. 47–49.

8. Klimenko I. N. Anomaly of the yield stress and magnetic state in γ -Fe-18Cr-Ni alloys. Acta met. et mater, 1990, 38, № 3. — P. 709–803.

9. Ильичев В. Я., Клименко И. Н. Влияние структуры и магнитного состояния на температурную зависимость напряжений течения в железохромоникелевых сплавах // Стали и сплавы для криогенной техники: IV Всесоюзн. семинар, Батуми, 18–22 ноября 1990 г. — Киев, 1990. — С. 4–5.

10. Косицына И. И., Сагарадзе В. В. Низкотемпературное упрочнение аустенитных сталей при антиферромагнитном упорядочении // Стали и сплавы для криогенной техники: IV Всесоюзн. се-

минар, Батуми, 18–22 ноября 1990 г. Киев, 1990. — С. 42–43.

11. Михайлов Ю. Н., Меньшиков А. З. О природе основного магнитного состояния аустенитных сталей на примере γ -Fe₇₂Ni₁₁Cr₁₁ сплава // ФММ. — 1995. — 80, 5. — С. 72–88.

12. Литвинов В. С., Каракишев С. Д., Овчинников В. В. Ядерная гамма-резонансная спектроскопия сплавов. — М.: Металлургия, 1982. — 144 с.

13. Меньшиков А. З., Теплых А. Е. Диаграмма магнитного состояния γ -FeNiCr сплавов // ФММ. — 1977, 44, 6. — С. 1215–1221.

14. Коренблит И. Я., Федоров Я. В., Шендер Е. Ф. Антиферромагнитное спиновое стекло в модели Изинга // ЖЭТФ. — 1987. — 92, 2. — С. 710–721.

15. Ishikawa Y. m Kohgi M., Noda Y. Neutron seottering from antoferromagnetic γ -Fe_{0,7}Ni_{0,15}Cr_{0,15} alloy (Non magnetic stainless steel) J. Phys. Soc. Japan, 1979, 39, № 3. — P. 675–683.

16. Ермаков Б. С. Теоретический и экспериментальный анализ магнитных, фазовых превращений и свойств аустенитно-стабильных криогенных сталей. Дис. . . д-ра техн. наук. — СПб, СПбГУНиПТ, 2000. — 352 с.

17. Меньшиков А. З., Теплых А. Е. Антиферромагнетизм аустенитной нержавеющей стали // ФММ. — 1984. — 57, 2. — С. 391–393.

18. Majumdar A. K., Blanckenhagen P. V. Antiferromagnetic order in γ -FeNiCr stainless steel. JMMM, 1983, 40. — P. 227–231.

19. Хорошайлов В. Г., Ермаков Б. С. Немагнитные стали криогенного назначения. — Л.: ЛДНТП, 1985. — 19 с.

20. Эксплуатация хромоникелевых сталей в условиях межкристаллитной коррозии при температурах от 4,2 до 900 К // Известия вузов. Черная металлургия. — № 1. — 2001. — С. 40–43.