Исследование внутренних напряжений в несущей ленте-подложке из нержавеющей стали AISI 310S для ВТСП проводов второго поколения методом нейтронной стресс-дифрактометрии

© И.Д. Карпов, А.В. Иродова,[¶] В.С. Круглов, С.В. Шавкин, В.Т. Эм

Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", 123182 Москва, Россия ¶ e-mail: Irodova_AV@nrcki.ru

Поступило в Редакцию 14 июня 2019 г. В окончательной редакции 14 января 2020 г. Принято к публикации 30 января 2020 г.

> Методом нейтронной стресс-дифрактометрии изучено распределение внутренних (остаточных) напряжений в ленте из нержавеющей стали AISI 310S толщиной 100 µm и шириной 4 mm в трех направлениях вдоль, поперек и перпендикулярно плоскости прокатки. Определены усредненные по длине ленты на участке 40 cm величины остаточных макронапряжений. Обнаруженное распределение макронапряжений, сжимающих ленту на одном краю и растягивающих на другом, свойственно так называемой серповидной деформации ленты — ее изгибу в плоскости прокатки вдоль направления прокатки. Наблюдена корреляция между величиной макронапряжений и наличием внутренних микронапряжений — чем сильнее макронапряжения, тем выше концентрация микронапряжений.

Ключевые слова: остаточные напряжения, тонкая лента AISI 310S, нейтронная стресс-дифрактометрия.

DOI: 10.21883/JTF.2020.07.49442.242-19

Введение

Поликристаллическая лента из нержавеющей стали AISI 310S шириной 4 mm и толщиной $100 \,\mu$ m в настоящее время используется в качестве несущей лентыподложки при изготовлении ВТСП провода второго поколения на экспериментальной технологической линии в НИЦ "Курчатовский институт" [1].

Архитектура производимого ВТСП провода подробно описана в [1]. Представить ее в общих чертах можно следующим образом. На несущую ленту-подложку из стали AISI 310S толщиной 100 µm методом ABAD наносится базовый буферный текстурированный слой из стабилизированного иттрием диоксида циркония (YSZ) толщиной около 2 µm. На него методом импульсного лазерного напыления (PLD) наносится дополнительный буферный текстурированный слой СеО2 толщиной 0.1-0.2 µm и затем основной слой сверхпроводящей керамики YBa₂Cu₃O_{7-δ} (YBCO) толщиной 1.5-2 µm. Керамика покрывается защитным слоем серебра $(1-2\mu m)$ и отжигается в атмосфере кислорода при температуре 750°С. На заключительном этапе ВТСП провод покрывается стабилизирующим слоем меди 10-20 µm со всех сторон, предохраняющим его от разрушения при переходе в нормальное состояние. В результате полная толщина полученного ВТСП провода составляет примерно $150 \,\mu\text{m}$, в том числе, около $104 \,\mu\text{m}$ без защитного и стабилизирующего покрытий, из которых 100 µm приходится на несущую ленту-подложку.

Очевидно, что единственным конструктивным элементом, обеспечивающим прочность ВТСП провода, явля-

ется стальная несущая лента-подложка, поэтому ее физическим характеристикам уделяется особое внимание. И если ее механические (прочностные) свойства определить достаточно просто, то для определения внутренних характеристик, из-за ее относительно большой толщины, необходимо использовать рассеяние нейтронов.

Целью настоящей работы является получение ответа на вопрос: можно ли с помощью дифракции тепловых нейтронов определить внутренние напряжения в ленте из нержавеющей стали AISI 310S толщиной $100\,\mu$ m в состоянии поставки металлургической компанией, и если да, то какова их величина и пространственное распределение. Подобные работы по изучению внутренних остаточных напряжений в тонких стальных лентах до сих пор не проводились.

В настоящей работе исследование выполнено в НИЦ "Курчатовский институт" на нейтронном дифрактометре СТРЕСС [2] (рис. 1), установленном на исследовательском реакторе ИР-8.

1. Методическая часть

Согласно общепринятой классификации [3], внутренние напряжения в ленте AISI 310S можно разделить на три типа. Тип I — напряжения, уравновешивающиеся в объеме всей ленты (возникают из-за ликвации в исходных слитках стали, при холодной прокатке ленты и механической обработке ее поверхности). Тип II напряжения, уравновешивающиеся в объеме отдельных кристаллитов или их частей (возникают при пластической деформации поликристаллического сплава из-



Рис. 1. а — общий вид нейтронного дифрактометра СТРЕСС; b — схема дифрактометра и его основные параметры.

за упругой и пластической анизотропии кристаллитов). Тип III — напряжения, уравновешивающиеся в пределах небольших групп атомов на границах зерен, плоскостей скольжения и др. (связаны с дислокациями и статическими смещениями атомов из узлов кристаллической решетки, в том числе, из-за различия размеров атомов, образующих сплав). Напряжения I, действующие на макроскопических расстояниях, называются макронапряжениями. Напряжения II и III, действующие на микроскопических и субмикроскопических расстояниях, относятся к микронапряжениям [3]. На дифракционных картинах макронапряжения влияют на положение дифракционных отражений, микронапряжения — на их ширину, форму (напряжения II) и интенсивность (напряжения III).

В стандартной методике стресс-дифрактометрии [4] для определения внутренних макронапряжений в образце используются данные о его деформации в напряженном состоянии в сравнении с ненапряженным состоянием. Деформация отслеживается по изменению положения дифракционных отражений, наименее подверженных влиянию микронапряжений. Для аустенитных сталей, к каковым относится сталь AISI 310S (структура ГЦК,



Рис. 2. *а* — схема эксперимента по измерению деформации в образце. *Slit* 1 и *Slit*2 — кадмиевые щели, формирующие падающий и рассеянный пучки от пробного объема (заштрихован). Брэгтовский угол 2θ обычно близок к 90°. PSD — позиционночувствительный детектор; *b* — измеряемые компоненты деформации (слева направо): поперечная (T), нормальная (N) и продольная (L). Направление, в котором измеряется компонента деформации, должно совпадать с вектором рассеяния нейтронов *Q*.

 $a \approx 3.60$ Å), такими отражениями являются отражения от плоскостей с индексами {311} [5]. Именно они использовались в настоящей работе. При длине волны нейтронов $\lambda = 1.548$ Å (рис. 1) брэгговский угол 2θ для этих плоскостей составляет около 91° (рис. 2).

Схема эксперимента по измерению деформации в образце [6] показана на рис. 2. Падающий пучок нейтронов формируется, и рассеянный пучок ограничивается щелями из кадмия, хорошо поглощающими тепловые нейтроны (рис. 2, a). Область, от которой наблюдается рассеяние нейтронов, является пробным объемом, по которому усредняется измеряемая деформация. Пробный объем должен полностью находиться внутри образца, иначе смещения дифракционных отражений, вызванные его неполным погружением в образец, внесут серьезные искажения в полученный результат [5].

В качестве относительной деформации принимается величина

$$\varepsilon = \frac{d - d_0}{d_0},\tag{1}$$

где d и d_0 — межплоскостные расстояния для отражающих плоскостей соответственно в деформированном и недеформированном состояниях образца (на дифракционной картине им отвечают брэгговские углы 2θ и $2\theta_0$). В каждой точке образца измеряют три компоненты деформации $\varepsilon_{\rm T}$, $\varepsilon_{\rm N}$ и $\varepsilon_{\rm L}$ в трех взаимно перпенди-

кулярных направлениях — поперечном (T), нормальном (N) и продольном (L) (рис. 2, *b*). По ним, используя обобщенный закон Гука, рассчитываются три основных компоненты тензора внутренних макронапряжений

$$\sigma_i = E \, \frac{(1-2\nu)\varepsilon_i + \nu(\varepsilon_{\rm T} + \varepsilon_{\rm N} + \varepsilon_{\rm L})}{(1+\nu)(1-2\nu)},\tag{2}$$

где E — модуль Юнга, v — коэффициент Пуассона, i = T, N, L.

Толщина ленты AISI 310S составляет 0.1 mm, что в 5 раз меньше минимально допустимой ширины пучка нейтронов, 0.5 mm, с точки зрения его интенсивности и связанной с ней длительности эксперимента. Таким образом, использование в качестве образца одинарной ленты невозможно ввиду того, что пробный объем неизбежно и большей своей частью будет выходить за пределы образца. Для увеличения эффективной толщины образца было решено сложить ленту в пакет. Отрезок ленты длиной 40 cm был разрезан на десять одинаковых сегментов по 4 cm, которые были последовательно уложены друг на друга с сохранением ориентации относительно направления прокатки ленты. Полученная сборка была зафиксирована в алюминиевом корпусе (рис. 3, *a*). Измерения проводили непосредственно через слой алюминия, поскольку дифракционные отражения от алюминия не попадают в рабочую область вблизи отражений {311} от стали AISI 310S, и тонкий слой алюминия практически не снижает интенсивность пучка нейтронов. Из соображений минимальной приемлемой интенсивности пучка нейтронов и максимально возможного пространственного разрешения на падающем и отраженном пучках были использованы кадмиевые щели шириной 0.5 mm. В результате пробный объем полностью поместился внутри пакета лент (рис. 3, b справа). По ширине ленты для измерений были выбраны 5 точек с шагом 0.75 mm и расстоянием от граничных точек до краев ленты 0.5 mm, которые располагались посередине длины и толщины образца (рис. 3, *b*).

Как оказалось впоследствии, сложение ленты в пакет имеет важное преимущество перед использованием образца из одинарной ленты, даже если бы такое было возможно. В случае пакета измерение в одной точке дает усредненную информацию сразу по десяти точкам, равномерно распределенным на протяженном участке ленты, т.е. фактически характеризует ленту в целом на этом участке, тогда как при использовании одинарной ленты доступна информация только о ее локальных свойствах. Разумеется, такой способ аттестации ленты имеет смысл, только если ее характеристики более или менее однородны по длине. Однородность ленты по длине была подтверждена (см. ниже) измерениями поперечной деформации в пяти точках, смещенных вдоль длины ленты относительно точек, показанных на рис. 3.

Поскольку деформация ленты по длине оказалась однородной, при измерениях Т- и N-компонент деформации пробный объем был увеличен по высоте с целью



Рис. 3. *а* — исследованный образец — пакет из десяти 4-х сантиметровых сегментов ленты AISI 310S в алюминиевом корпусе. Сегменты нарезаны из единого 40-ка сантиметрового отрезка ленты и сложены последовательно, с сохранением ориентации относительно направления прокатки (показано стрелкой). *b* слева — расположение точек на образце (обозначены пронумерованными крестиками), в которых проводились измерения, расстояния между точками указаны в миллиметрах; справа — вид на торец образца толщиной 1 mm (10 сегментов ленты). Пробные объемы во всех точках (заштрихованы) находятся полностью внутри образца.

увеличения интенсивности пучка нейтронов, и имел размеры 0.5×2 mm. При измерениях компоненты L размеры пробного объема были 0.5×0.5 mm (рис. 2, *b*). Время измерений поперечной и нормальной компонент составило 1.5 h на точке, продольной компоненты — 3 h на точке.

2. Результаты и обсуждение

Обработка экспериментальных данных проводилась с использованием пакета программ FullProf Suite [7], предназначенного для полнопрофильного анализа дифракционных кривых. Полученные в эксперименте для отражений {311} стандартные зависимости интенсивности от угла рассеяния $I(2\theta)$ представлялись в соответствии с условием Вульфа-Брэгга в виде I(d) с $d = \frac{\lambda}{2\sin\theta}$, и уже потом анализировались. Для подгонки профилей I(d) дифракционных максимумов {311} использовалась функция псевдо-Войт (pseudo-Voigt):

$$pV(d) = \eta L(d) + (1 - \eta)G(d),$$
(3)

где L(d) и G(d) — функции Лоренца и Гаусса соответственно, $0 \le \eta \le 1$. В результате в каждой измеренной точке (рис. 3) в каждом из направлений (рис. 2) для дифракционного максимума получили его положение — межплоскостное расстояние $d_{\{311\}}$ для отражающих



Рис. 4. a — межплоскостные расстояния $d_{\{311\}}$ для отражений от плоскостей $\{311\}$, измеренные в пяти точках по ширине ленты AISI 310S (см. рис. 3) в T-, N- и L-направлениях (шкала слева), и значения, усредненные по этим направлениям для каждой точки (Average, шкала справа). Дополнительно для направления T показаны (открытыми кружками и тонкой линией) величины межплоскостных расстояний в пяти точках, смещенных вдоль длины ленты на 5 mm. Символы соответствуют экспериментальным значениям, ошибки — стандартным отклонениям, линии — полиномиальной аппроксимации. Горизонтальной линией (с нанесенной ошибкой) показано среднее по образцу значение межплоскостного расстояния $\langle d_{\{311\}} \rangle = 1.083502 \pm 0.000021$ Å, принятое за d_0 (см. текст). b — профили дифракционных максимумов $\{311\}$ для трех направлений (T,N и L) в точках с межплоскостными расстояниями $d_{\{311\}}$, максимально отличающимися от значения d_0 (сплошные кружки, толстые линии), в сравнении с профилями максимумов в точках, где отклонения от d_0 минимальны (крестики, тонкие линии). Символы соответствуют экспериментальным значениям, линии — подогнанным кривым (см. текст). Вертикальными эничими) отмечено положение d_0 . Интенсивности максимумов для разных направлений приведены к одной величине пробного объема и одному времени съемки. Справа, для сравнения, показаны подогнанные профили для точек с близкими к d_0 межплоскостными расстояниях. Цифры рядом с обозначениями направлений соответствуют номерам точек.

плоскостей {311} (рис. 4, *a*), ширину на полувысоте FWHM (рис. 5, *c*), форму η , интегральную и пиковую интенсивности и ряд других параметров, а также их стандартные отклонения. Общее представление о качестве подгонки профилей дифракционных максимумов {311} можно получить из рис. 4, *b*. Во всех случаях значение χ^2 укладывалось в интервал 1.4–2.2 в зависимости от величины разброса точек на экспериментальном профиле, при ожидаемом $R_{\rm exp}$ -факторе 17.3–18.5% и фактическом профильном R_p -факторе 12.9–14.1%.

Для оценки однородности распределения деформаций по длине ленты были проведены дополнительные эксперименты по определению межплоскостных расстояний $d_{\{311\}}$ в поперечном направлении в пяти точках, смещенных на 5 mm вдоль длины ленты относительно точек, показанных на рис. 3. Полученные значения совпали со значениями в основных точках в пределах стандартных отклонений (см. компоненту T на рис. 4).

Вопрос о величине d_0 в формуле (1) был решен следующим образом. Поскольку суммарный пробный объем во всех измеренных точках составляет почти половину от объема образца (рис. 3, *b* слева), среднее по нему значение $\langle d_{\{311\}} \rangle = 1.083502 \pm 0.000021$ Å было принято в качестве d₀. Правомерность такого действия была подтверждена после расчета с этим значением d₀ относительных деформаций (1) и внутренних макронапряжений (2) во всех точках по всем направлениям (рис. 5). Величина суммарного (среднего) по объему образца (точнее, полному пробному объему) внутреннего напряжения в каждом из измеренных направлений совпала нулевым значением в пределах ошибки (рис. 5). Другими словами, как и следовало ожидать, образец в целом находится в ненапряженном состоянии. Дополнительная верификация величины $d_0 = \langle d_{\{311\}} \rangle$ была проведена с использованием допущения, которое обычно принимается в случае тонких пластин,



Рис. 5. a — относительные деформации ε ; b — макронапряжения σ в пяти точках по ширине ленты AISI 310S (см. рис. 3) в T-, N- и L-направлениях. Символы соответствуют рассчитанным значениям, линии — полиномиальной аппроксимации. Сплошными горизонтальными линиями (с нанесенными ошибками) показаны средние по объему образца (полному пробному объему) значения макронапряжений σ в каждом из направлений, совпадающие в пределах ошибки с нулевым значением (пунктирные линии); c ширины (FWHM) дифракционных максимумов {311} (см. рис. 4, b) в тех же точках и направлениях. Символы соответствуют экспериментальным значениям, ошибки — стандартным отклонениям, сплошные линии — полиномиальной аппроксимации.

а именно нормальная компонента напряжения равна нулю. Рассчитанное в этом предположении значение $d_0 = 1.083522 \pm 0.000030$ совпало с $\langle d_{\{311\}} \rangle$ в пределах ошибки. При расчете внутренних макронапряжений использовали модуль Юнга E = 200 GPa и коэффициент Пуассона v = 0.27 [8].

Величина внутренних макронапряжений коррелирует с шириной и интегральной интенсивностью дифракционного максимума {311}. В областях с более сильными макронапряжениями максимум шире (рис. 5) и слабее по интенсивности (см. профили максимумов на рис. 4). Поскольку ширина и интенсивность дифракционного максимума определяется внутренними микронапряжениями, можно сделать вывод о том, что в более напряженных областях концентрация микронапряжений выше. Заметим, что, кроме ширины и интенсивности, в сильнонапряженных областях меняется форма максимума — параметр η формуле (3), что также связано с микронапряжениями. Более детальный анализ эффектов, связанных с микронапряжениями, выходит за рамки настоящей работы.

Любопытный результат, с точки зрения процесса изготовления ленты, дает анализ компонент деформации ε (рис. 5). Если компоненты, лежащие в плоскости ленты, $\varepsilon_{\rm T}$ и $\varepsilon_{\rm L}$, связаны с деформированием стального листа при его прокатке, то нормальная компонента $\varepsilon_{\rm N}$ — с резкой листа на ленты. В частности, наблюдаемая положительная деформация $\varepsilon_{\rm N}$ на краях ленты (рис. 5, *a*), очевидно, связана с заусенцами, образующимися в процессе резки, которые иногда видны в обычный микроскоп (как в нашем случае). Этот пример наглядно демонстрирует возможности нейтронной стресс-дифрактометрии для анализа тонких однородных по длине стальных лент.

В целом распределение внутренних макронапряжений по ширине ленты выглядит следующим образом (кривые σ на рис. 5; макронапряжения отсчитываются от среднего значения в соответствующем направлении). Поперечные напряжения $\sigma_{\rm T}$ от умеренно сжимающих на одном краю ленты, -31 ± 16 MPa, через нейтральные в



Рис. 6. Деформация ленты AISI 310S, вызываемая остаточными макронапряжениями, в T-, N- и L-направлениях (см. кривые σ на рис. 5), пропорции не соблюдены. Серым цветом обозначена наименее деформированная (ненапряженная) область. Цифры соответствуют номерам точек на рис. 3.

середине плавно переходят в сильно растягивающие на другом краю, $+64 \pm 16$ MPa. Продольные напряжения $\sigma_{\rm L}$ от сильно сжимающих на уже поджатом поперечными напряжениями краю ленты, -71 ± 21 MPa, через нейтральные в середине, переходят в умеренно растягивающие на другом краю, сильно растянутом поперечными напряжениями, $+30 \pm 19$ MPa. Нормальные напряжения $\sigma_{\rm N}$ от края, сжатого поперечными и продольными напряжениями, до середины ленты остаются слабо сжимающими, -11 ± 16 MPa (практически нейтральными в пределах ошибки), и затем плавно переходят в умеренно растягивающие на краю, растянутом поперечными и продольными напряжениями, на за середины ленты остаются слабо сжимающими.

Такое распределение макронапряжений в ленте AISI 310S, главным образом, продольных σ_L и поперечных σ_T , создает изгиб ленты в плоскости прокатки в направлении прокатки (рис. 6). Этот эффект является следствием деформации стальной полосы, из которой нарезается лента, известной как серповидность [9]. Допустимая величина такой деформации регулируется государственными и международными стандартами, действующими на металлургических предприятиях (см., например, [10]). Остаточные макронапряжения в тонкой стальной ленте (100 μ m), вызванные серповидностью стального проката, определены впервые.

Заключение

1. Показана возможность применения нейтронной стресс-дифрактометрии для определения внутренних напряжений в тонких, не более $100\,\mu$ m, однородных стальных лентах.

2. Для ленты из нержавеющей стали AISI 310S толщиной $100\,\mu$ m в состоянии поставки определена величина и распределение остаточных макронапряжений, указывающие на серповидную деформацию стального листа, из которого нарезалась лента. Наблюдена корреляция между величиной макронапряжений и наличием микронапряжений.

3. Представленная в работе методика измерений внутренних напряжений в тонких стальных лентах открывает хорошие перспективы для исследований макронапряжений в несущей ленте-подложке AISI 310S на критически важных этапах изготовления ВТСП провода — после нанесения на нее базового буферного слоя YSZ и после нанесения основного сверхпроводящего слоя ҮВСО и последующего отжига. Такие исследования возможны по причине пренебрежимо малой толщины наносимых слоев по сравнению с толщиной несущей ленты-подложки, и, как следствие, их "невидимости" для тепловых нейтронов. Также подобные исследования можно проводить на несущих лентах-подложках из других материалов хастеллоя, никелевых сплавов, различных нержавеющих сталей и др., в настоящее время используемых при изготовлении ВТСП проводов.

Финансирование работы

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Российской Федерации в рамках соглашения № 14.604.21.0197 о предоставлении субсидии (уникальный идентификатор прикладных научных исследований RFMEFI60417X0197). В работе использовалось оборудование уникальной научной установки "Нейтронный исследовательский комплекс на базе реактора ИР-8".

Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

Список литературы

- Krasnoperov E.P., Guryev V.V., Shavkin S.V., Krylov V.E., Sychugov V.V., Korotkov V.S., Ovcharov A.V., Volkov P.V. // J. Eng. Sci. Technol. Rev. 2019. Vol. 12. N 1. P. 104–109. DOI: 10.25103/jestr.121.12
- [2] Em V.T., Karpov I.D., Somenkov V.A., Glazkov V.P., Balagurov A.M., Sumin V.V., Mikula P., Saroun J. // Physica B: Condense. Matter. 2018. Vol. 551. P. 413–416. DOI: 10.1016/j.physb.2018.02.042
- [3] Withers P.J., Bhadeshia H.K.D.H. // Mater. Sci. Technol. 2001.
 Vol. 17. P. 355–375.
- [4] Non-destructive testing Standard test method for determining residual stress by neutron diffraction. Technical Specification. 1st ed. ISO/TS 21432:2005. 2005. 40 p.
- [5] Hutchings M.T., Withers P.J., Holden T.M., Lorentzen T. Introduction to the characterization of residual stress by neutron diffraction. 1st ed. Boca Raton London, NY: Singapore: CRC Press Taylor&Francis Group, 2005. 420 p.
- [6] Эм В.Т., Балагуров А.М., Глазков В.П., Карпов И.Д., Мікиla Р., Мирон Н.Ф., Соменков В.А., Сумин В.В., Saroun J., Шушунов М.Н. // ПТЭ. 2017. № 4. С. 75– 81. [Em V.T., Balagurov А.М., Glazkov V.P., Karpov I.D., Mikula P., Miron N.F., Somenkov V.A., Sumin V.V., Saroun J., Shushunov M.N. // Instrum. Experiment. Techniq. 2017. Vol. 60. N 4. P. 526–532. DOI: 10.1134/S0020441217040042]

- [7] FullProf Suite. Crystallographic tools for Rietveld, profile matching & integrated intensity refinements of X-Ray and/or neutron data. [Электронный ресурс] URL: https://www.ill.eu/sites/fullprof/index.html (дата обращения: 31.05.2019).
- [8] AISI 310S (S31008) Stainless Steel. [Электронный ресурс] URL: https://www.makeitfrom.com/material-properties/AISI-310S-S31008-Stainless-Steel (дата обращения: 31.05.2019).
- [9] Металлопродукция. Методы измерений отклонений формы. ГОСТ 26877-2008. М.: Стандартинформ, 2013. 24 с.
- [10] Классы серповидности стальных полос. [Электронный pecypc] URL: http://tk-msi.bussola.ru/cms/ Klassy_serpovid-nosti_stalnyh_polos (дата обращения: 15.01.2020).