

УДК 621.039.531: 621.78: 620.187.3

К.В.ЦАЙ

ЭВОЛЮЦИЯ ДЕФЕКТНОЙ СТРУКТУРЫ ОБЛУЧЕННОЙ СТАЛИ 12X18H10T В РЕЗУЛЬТАТЕ ПОСТ-РАДИАЦИОННЫХ ОТЖИГОВ

(Представлена академиком НАН РК Б.Н.Мукашевым)

С помощью просвечивающей электронной микроскопии исследованы изменения микроструктуры аустенитной стали 12X18H10T- материала чехла отработанной сборки реактора БН-350, в результате серии пост-радиационных часовых отжигов в интервале температур 450-1050°С.

Пост-радиационная термическая обработка является одним из перспективных способов восстановления микроструктуры и свойств конструкционных сталей после длительного облучения [1-2]. Для выбора режимов термообработки необходимо проведение широких предварительных исследований влияния пост-радиационных отжигов на изменения микроструктуры и свойств сталей, в течение длительного времени облучавшихся в реальных условиях атомных энергетических установок. Примером такого рода исследований являются результаты, представленные в настоящей статье.

Материалы и методы исследования.

Объектом изучения в работе являлась облученная аустенитная сталь 12X18H10T, вырезанная из стенки шестигранного чехла тепловыделяющей сборки (ТВС) ЦЦ-19 реактора БН-350 с отметки «+160мм» от центра активной зоны (ц.а.з.). Дозовые и температурные характеристики облучения: 55.4сна, 113×10^{-8} сна/с и 370°С. Образцы подвергались последовательным изохронным отжигам в течение 1 часа при нескольких температурах T_{an} в интервале от 450 до 1050°С. Отжиг проводился в вакуумной печи СШВЛ-0.62/16. Для характеристики тонкой структуры облученной стали после каждого отжига применялась методика просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (электронный микроскоп JEM-100CX). Для сравнения проводили отжиг образцов необлученной стали 12X18H10T в состоянии МТО и исследовали их методом ПЭМ.

Результаты эксперимента и их обсуждение. Согласно ПЭМ-исследованиям микроструктура стали после облучения на отметке «+160мм» (рис.1а) содержала вакансионные поры, вторичные выделения, дефектные петли

Франка, мелкие комплексы дефектов (мк-дефекты), имеющих вид темных точек на снимках в «светлом поле», и дислокации (сетка дислокаций и фрагменты бездефектных полных петель). В результате проведения пост-радиационных последовательных отжигов микроструктура облученной стали существенно изменяется (рис.1 б-е).

Максимальная плотность вакансионных пор соответствует отжигу при 550°С (рис.2а). Средний диаметр пор сначала уменьшается с ростом T_{an} , достигая минимума при 550°С, а затем монотонно возрастает вплоть до 850°С. Изменение плотности и размеров пор после изохронных отжигов влияет на величину распухания стали, которая достигает максимума после отжига при 450°С. В результате последующих отжигов распухание существенно уменьшается, даже несмотря на рост размеров пор (при 850°С). Можно отметить ступенчатый характер уменьшения распухания в интервале T_{an} : 550-650°С. Экстраполяция кривой, аппроксимирующей плотность пор в интервале T_{an} : 850-1050°С показывает, что полное исчезновение пор под действием термообработки может иметь место вблизи $T_{an} = 1000$ °С. Начальный уровень вакансионного распухания до отжига составлял 2.1%. Заметим, что в случае стали 12X18H10T, облученной при меньших значениях доз и температур облучения, полное исчезновение пор имело место при более низких T_{an} : например, в материале чехла бланкетной сборки Н-214(1) на отметке «+75мм» (12.6сна при 318°С) с начальным уровнем распухания 0.26% поры исчезали после отжига (1 час) при 650°С.

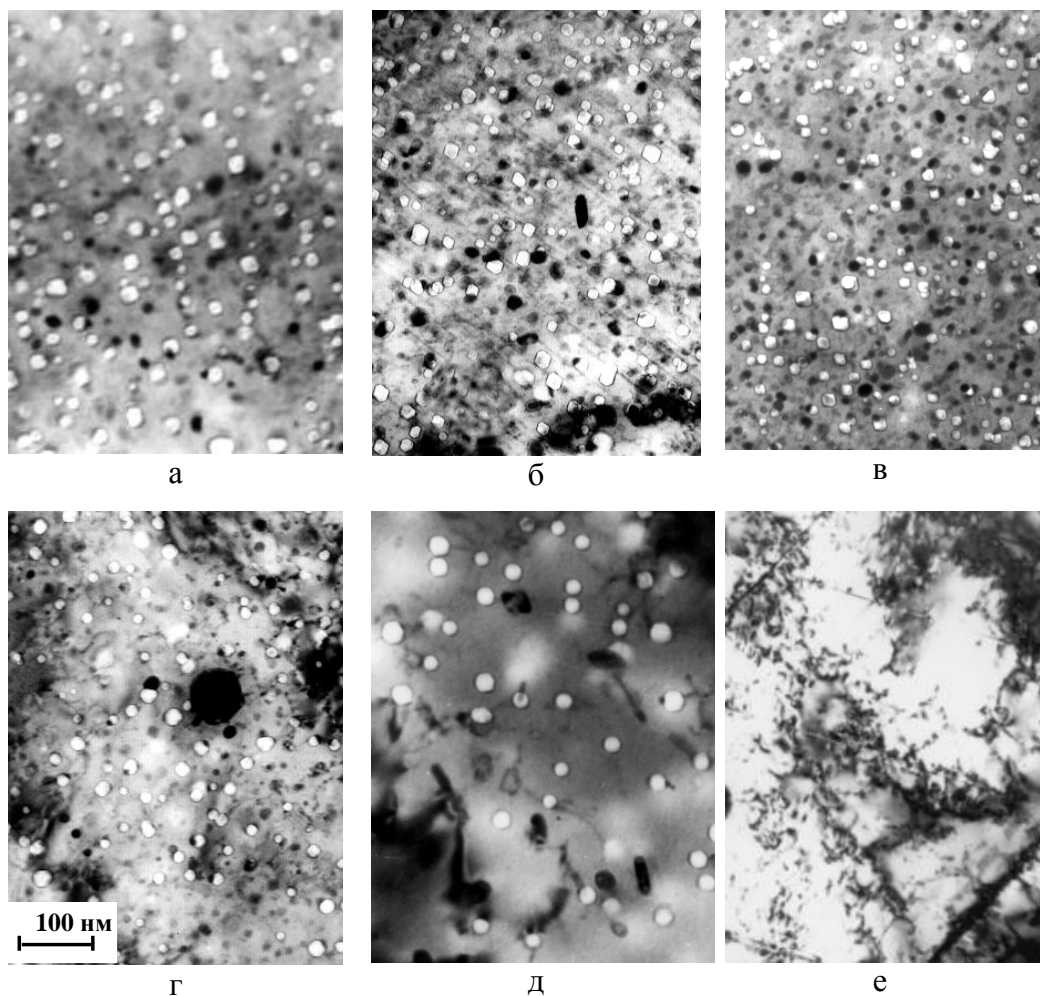


Рис.1. Дефектная микроструктура в стали 12X18H10Т, облученной до 55.4сна, до (а) и после часовых изохронных отжига при 450°C(б), 550°C(в), 650°C(г), 850°C(д) и 1050°C(е). $\times 100000$.

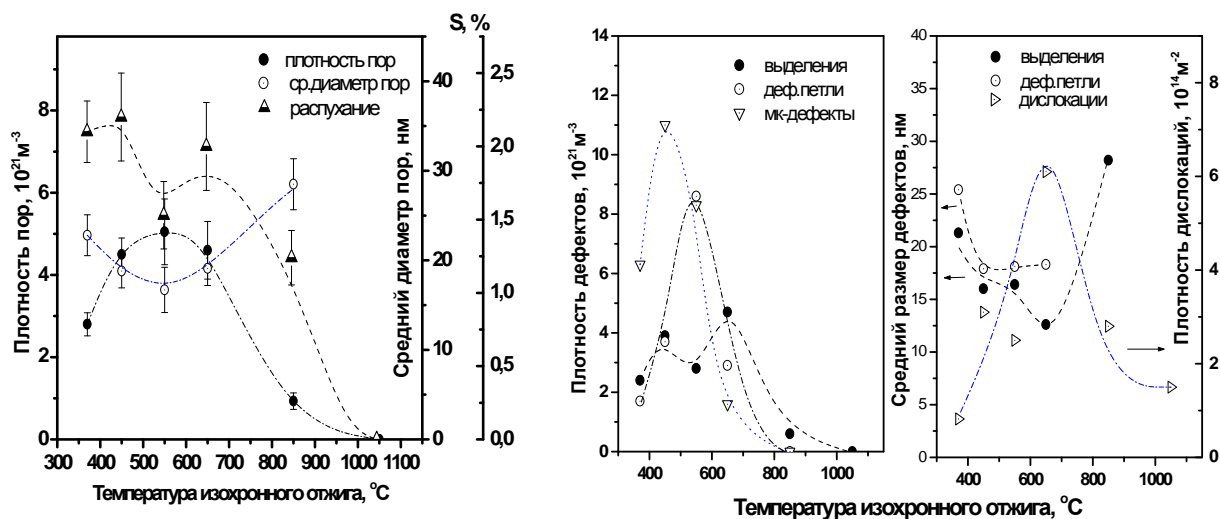


Рис.2 Изменение распухания (а), плотностей и средних размеров радиационных дефектов (а-в) с ростом температуры отжига

Плотность вторичных выделений, дефектных петель, мк-дефектов и сетки дислокаций в стали 12X18H10T также имеют, по крайней мере, один экстремум (рис.4б) на интервале рассмотренных T_{an} . Причем для мк-дефектов максимальное значение плотности зафиксировано после отжига при 450°C, для дефектных петель – при 550°C, для дислокаций – при 650°C. Наличие двух «горбов» в данных изменения плотности выделений может быть связано с изменением состава вторичных частиц или степени их когерентности с матрицей при повышении T_{an} . Из рис.2 следует, что возрастание плотности радиационных дефектов чаще всего сочетается с некоторым уменьшением их средних размеров, и, наоборот, увеличение средних размеров ведет к быстрому уменьшению плотности дефектов. В подсистеме вакансионных пор после отжигов при 450-550°C особенно интенсивно возрастает плотность дефектов, не связанных с частицами вторичных фаз. При этом доля мелких дефектов увеличивается и, соответственно, сокращается доля крупных. После отжигов при 550°C и 650°C в микроструктуре начинают наблюдаться поры размером менее 5 нм. Одновременно имеет место достаточно сильное увеличение плотности междоузельных петель Франка. Все вышесказанное свидетельствует о том, что при данных T_{an} имеет место интенсивный рост мелких пор (ранее невидимых в ПЭМ) и петель Франка за счет усиления миграции вакансий и междоузельных атомов. Одновременно, в результате отжига могут происходить сложные процессы взаимодействия вакансий и междоузельных атомов с крупными дефектами: испускание точечных дефектов в матрицу - вакансий порами и междоузельных атомов петлями Франка, аннигиляция вакансий на петлях и поглощение междоузельных атомов порами. Этим можно объяснить тот факт, что средние размеры наблюдаемых дефектов уменьшаются с ростом T_{an} в интервале 450-650°C. Максимальные значения плотности и размеров пор, связанных с вторичными частицами, наблюдается после отжига при 650°C, одновременно с максимумом содержания вторичных выделений. После отжига при 850°C пор с выделениями уже не наблюдается, а количество вто-

ричных частиц существенно уменьшается, что свидетельствует о перерастворении части выделений в матрице. Согласно [3] в стали 12X18H10T выделения, связанные с порами и образующиеся под облучением в интервале температур 360-600°C, идентифицируются как G-фаза – силицид стехиометрического состава $A_6M_{16}X_7$, где А-Тi, Cr, Mn; М- Ni, Fe; X- Si, В, С. Температура отжига 850°C, по-видимому, лежит за пределами верхней границы области термодинамической стабильности G-фазы. Согласно исследованиям, проведенными на близкой по составу стали 12X18H9T [4], возможными типами вторичных выделений после часовых отжигов при T_{an} : 850-1050°C являются карбонитриды типа М(С, N) и карбид $M_{23}C_6$, образующиеся в матрице и по границам зерен. С ростом T_{an} выделения увеличиваются в размерах, теряют когерентность с матрицей, в результате чего их вклад в упрочнение стали существенно уменьшается.

ПЭМ-исследование необлученной стали 12X18H10T (МТО) после аналогичной термообработки показало, что отжиг при 450-650°C слабо влияет на сетчатую дислокационную структуру зерен, а поднятие T_{an} выше 650°C приводит к быстрому уменьшению плотности дислокаций и образованию множественных вторичных выделений, большая часть которых после отжига при 1050°C перерастворяется в матрице.

Заключение

ПЭМ-исследование облученной нейтронами стали 12X18H10T после серии часовых пост-радиационных отжигов в интервале температур 450-1050°C показало сложный характер изменения тонкой структуры радиационных дефектов. После облучения до дозы 55.4сна при температуре 370°C микроструктура стали содержала вакансионные поры, петли, вторичные выделения, мк-дефекты и дислокации. В отличие от необлученной стали, которая демонстрирует сначала незначительное, а при $T_{an} > 650°C$ - существенное уменьшение плотности сетки дислокаций, количественные характеристики всех типов наблюдаемых дефектов в облученной стали имеют зависимость от температуры отжига с одним выраженным экстремумом. Так, плотности дефектов имеют максимум, а средние размеры,

соответственно – минимум в интервале температур отжига 450-650°C. С дальнейшим повышением T_{an} плотность дефектов существенно уменьшается, а их размеры (в случае пор и выделений) растут. Распухание стали, составляющее после облучения 2.1%, также демонстрирует максимум величины после отжига при 450°C, а при более высоких T_{an} - постепенное уменьшение. Полное исчезновение вакансионных пор имеет место при температурах отжига ~1000°C. Таким образом, поры не только играют ведущую роль в радиационном повреждении и упрочнении стали под облучением по сравнению с другими типами дефектов, но и являются «долгоживущими» дефектами (вместе с вторичными выделениями) по температуре отжига.

ЛИТЕРАТУРА

1. Nikolaeva A.V., Nikolaev Yu.A. and Kevorkyan Yu.R. Restoration of Mechanical Properties of Irradiated Steel by Thermal Annealing // Atomic Energy. 2001. V.90. N 6. P. 475-479.

2. Cole, J.I., Allen T.R. Microstructural changes induced by post-irradiation annealing of neutron-irradiated austenitic stainless steels // J. Nucl. Mater. 2000. V. 283-287. P.329-333.

3. Воеводин В.Н., Неклюдов И.М. Эволюция структурно-фазового состояния и радиационная стойкость конструкционных материалов. Киев: Наукова Думка, 2006. 375с.

4. Цай К.В., Максимкин О.П., Турубарова Л.Г. Эволюция выделений вторичных фаз при отжиге аустенитной стали 12Х18Н9Т, облученной нейтронами до 5 сна // ФММ. 2007. Т.103. №3. С.294-302.

Резюме

Температураның 450-1050°C аралығында бір сағаттық радиациядан кейінгі күйдірулер легінің нәтижесінде БН-350 реакторының пайдаланып шығарылған жинамасы кабының материалы – 12Х18Н10Т аустенитті болаттың микрқұрылымының өзгерістері жарық түсіруші электрондық микроскопия көмегімен зерттелген.

Summary

The microstructure changes in 12Cr18Ni10Ti austenitic steel – the material of a spent fuel assembly shroud of the BN-350 reactor – after a series of post-irradiation annealings in the range of 450-1050°C were studied using the transmission electron microscopy.

Институт ядерной физики,
Национальный ядерный центр

Республики Казахстан, г. Алматы Поступила 08.04.09