

УДК 621.039.531:620.187.3

K.B.ЦАЙ

ОСОБЕННОСТИ РАДИАЦИОННОГО ПОВРЕЖДЕНИЯ СТАЛИ 12Х18Н10Т, ОБЛУЧЕННОЙ ДО ДОЗ 26-59СНА В РЕАКТОРЕ БН-350

(Представлена академиком НАН РК Б.Н. Мукашевым)

Методом просвечивающей электронной микроскопии исследована микроструктура стали 12Х18Н10Т – материала шестигранного чехла сборки ЦЦ-19, облученной в реакторе БН-350 до доз 26-59сна в интервале температур 330-423°C.

Развитие радиационно-индукционных дефектов в аустенитных сталях в результате долговременного нейтронного облучения приводит к изменению их структурно-фазового состояния и физико-механических свойств [1]. Такие явления как радиационное распухание и охрупчивание сильно сокращают срок безопасной эксплуатации стальных конструкций активных зон в реакторных установках. Это актуализирует проведение детальных материаловедческих исследований влияния облучения на деградацию микроструктуры сталей.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектом изучения в работе являлась аустенитная сталь 12Х18Н10Т-материал шестигранного чехла тепловыделяющей сборки (ТВС) ЦЦ-19, длительное время облучавшейся в реакторе БН-350 (г.Актау) вблизи центра активной зоны (ц.а.з.). Максимальная повреждающая доза, набранная за все время эксплуатации ТВС, составила 58.9 сна при скорости повреждения 1.2×10^{-6} сна/с. Химический состав стали в состоянии поставки следующий (в вес. %): С-0.12; Cr-17.00; Ni-10.66; Ti-0.50; Si-0.34; Mn-1.67; P-0.03; S-0.01; Fe-ост. Образцы для исследования вырезались из стенки (середины грани) шестигранного чехла с пятью отметками в зависимости от расстояния от ц.а.з., которым соответствовали различные дозовые и температурные характеристики облучения (рис. 1). Для характеристизации микроструктуры облученной стали 12Х18Н10Т применялась методика просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) (электронный микроскоп JEM-100CX). Утонение ПЭМ-объектов производилось с помощью струйной электрополировки в электролите состава: 20%HClO4 + 80%C2H5OH.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Известно [1,2], что состояние дефектной микроструктуры при нейтронном облучении, прежде всего, определяется дозой и температурой облучения ($T_{обл}$). По результатам ПЭМ-исследований сталь чехла сборки ЦЦ-19 (см, например, рис.2) содержит радиационные дефекты следующих типов: вакансационные поры, дефектные петли Франка, вторичные выделения, сетку дислокаций, а также мелкие комплексы дефектов (мк-дефекты). Средние размеры \bar{d} и плотность ρ дефектов, рассчитанные из ПЭМ-снимков, приведены на рис.3 в зависимости от условий облучения. Особый интерес представляют отметки «-160», «0» и «+160мм» от ц.а.з., которым отвечают близкие значения доз 55.7, 58.9 и 55.4сна, а $T_{обл}$ изменяется в интервале 330÷370°C. Здесь наблюдается снижение плотности петель Франка в 5 раз, плотности вторичных выделений в 4 раза, появляется и интенсивно развивается вакансационная пористость. Это свидетельствует о том, что определяющим фактором формирования дефектной структуры материала сборки на участке между отметками «-160» и «+160мм» является $T_{обл}$. Данный вывод относится к вакансационным порам, вторичным выделениям и петлям. Согласно исследованиям облученных аустенитных сталей (например, [3]) данные типы дефектов вносят основной вклад в радиационное упрочнение.

В модели дисперсных барьеров [3] вклад радиационных дефектов в упрочнение стали пропорционален $\sqrt{\rho \cdot d}$. На отметках «-160мм» и «0мм» в микроструктуре наблюдается высокое содержание вторичных выделений и петель рис.4, ρ_{tot} в материале сборки изменяется в диапазоне

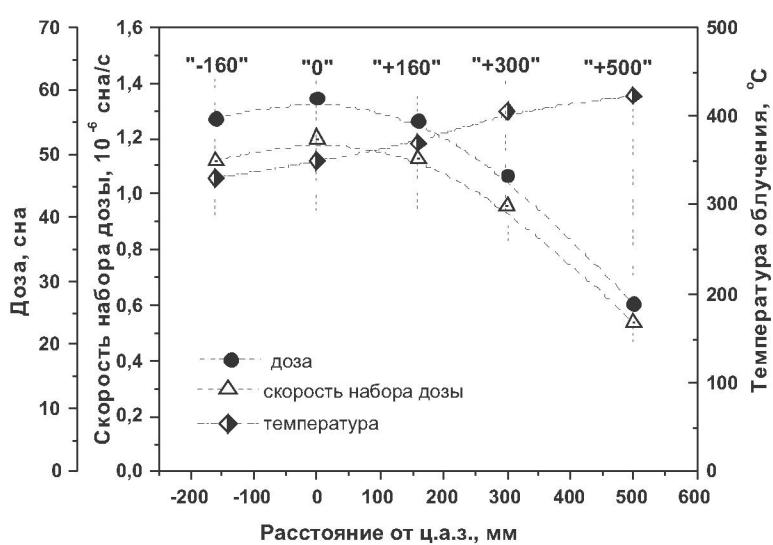
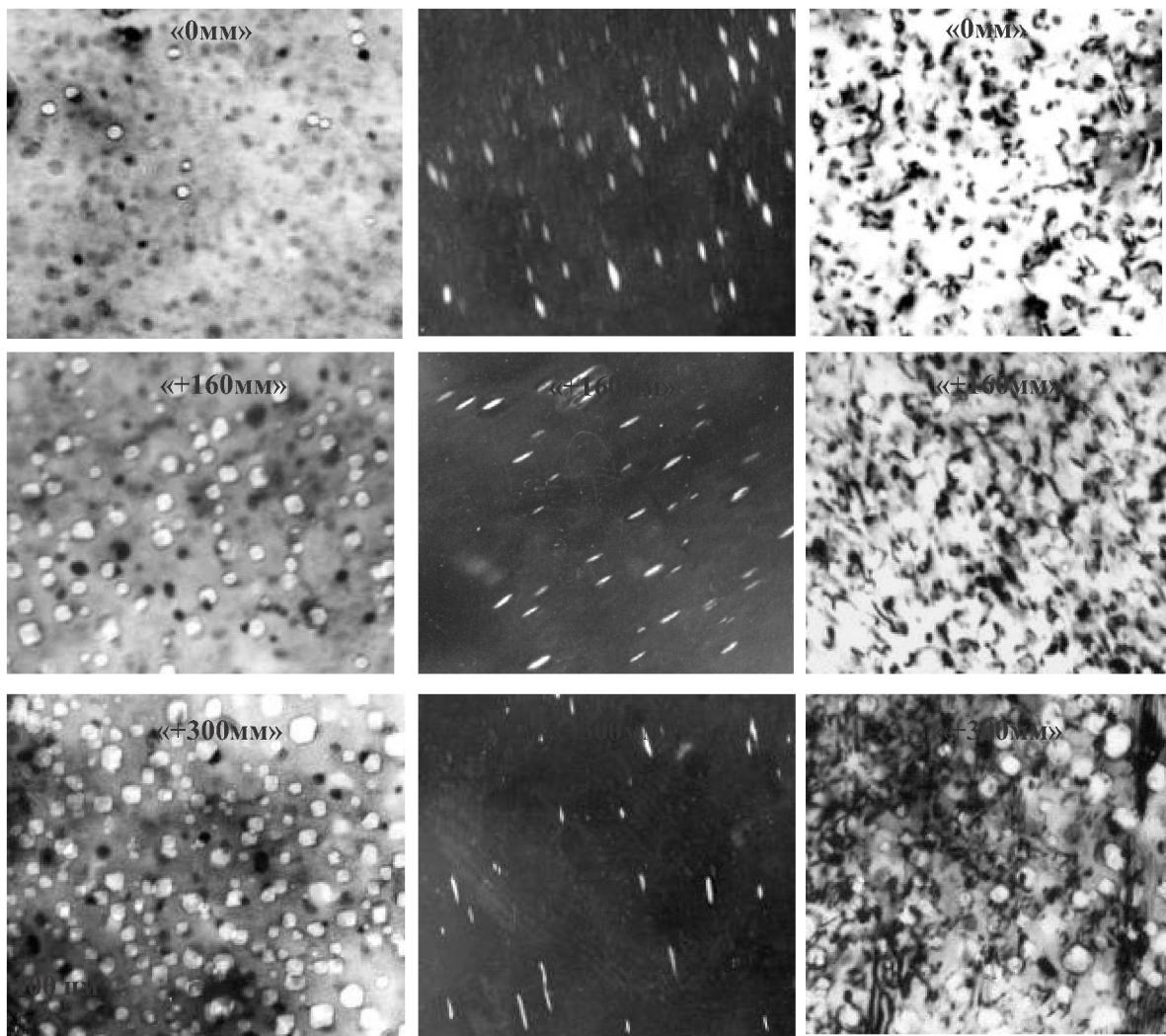


Рис.1. Параметры облучения образцов стали с 5-ти отметок ТВС ИЦ-19

Рис.2. Примеры дефектной микроструктуры на отметках «0», «+160», «+300»
(а - поры и выделения; б – петли Франка; в – дислокации и поры) г100000.

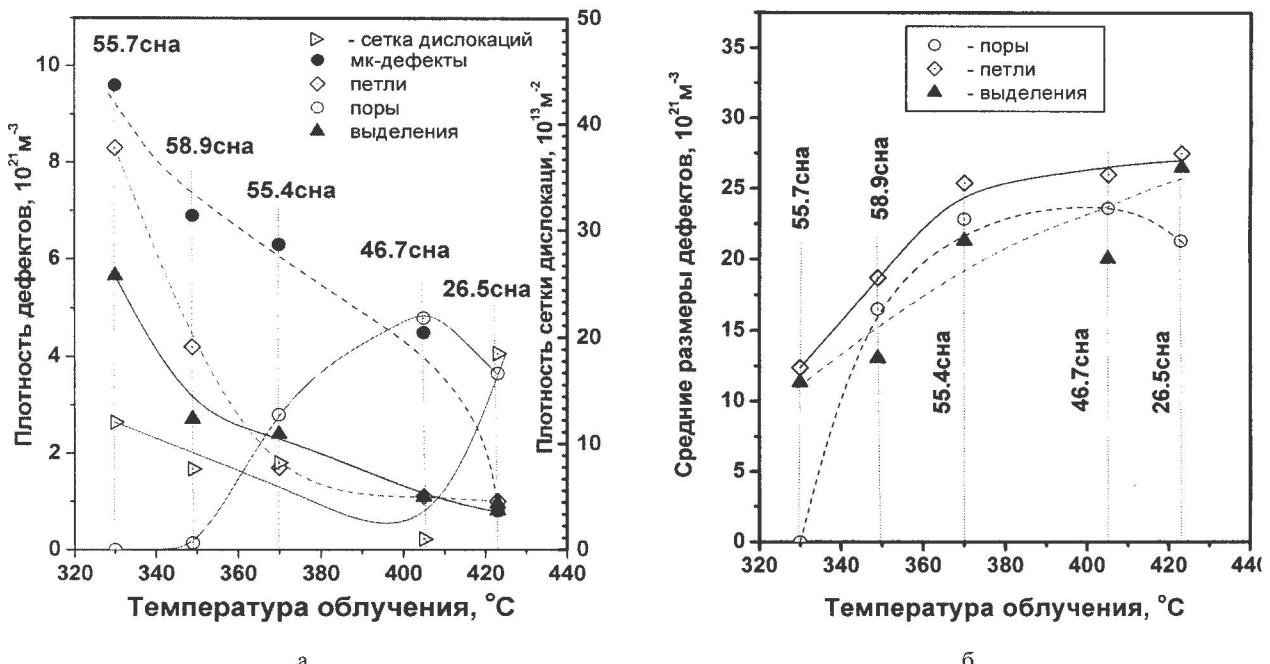


Рис.3 Изменение плотности (а) и средних размеров (б) радиационных дефектов в зависимости от температуры и дозы облучения

Начиная с «+160мм» ($T_{обл} = 370^{\circ}\text{C}$) и выше, содержание пор растет с ростом $T_{обл}$, а ρ выделений и петель, напротив, сильно снижается. Кроме того \bar{d} пор, петель Франка и выделений на отметках «+160мм»...«+500мм» близки к насыщению и сравнимы по величине (см. рис.3). Отсюда следует, что радиационное упрочнение стали на разных отметках по высоте сборки ЦЦ-19 обусловлено разными типами микроструктурных дефектов. На отметках «-160»...«0» (при $T_{обл} : 330 \div 349^{\circ}\text{C}$) за упрочнение ответственны вторичные выделения и петли Франка, тогда как на отметках «+160»...«+500» (при $T_{обл} : 370 \div 423^{\circ}\text{C}$) основной вклад в упрочнение вносят вакансационные поры.

Уровень вакансационного распухания оценивается по формуле $S = \sum_i \Delta V_i / V_0$ (где $\sum_i \Delta V_i$ – суммарный объем пор диаметром d_i на выбранном участке ПЭМ-изображения, а V_0 – объем необлученного материала на таком же участке). На отметке «-160мм» наблюдаются единичные поры небольшого размера, распухание близко к нулю. Распухание 0.04% зафиксировано на отметке «0мм» и возрастает по высоте сборки. Для рассмотренных образцов максимум вакансационного

распухания (4.8%) достигается на отметке «+300мм» ($T_{обл} = 405^{\circ}\text{C}$). При этом величины \bar{d} и ρ вакансационных пор принимают максимальные значения среди всех проб.

Разброс значений \bar{d} для вторичных выделений с ростом $T_{обл}$ (см. рис.3,б), по-видимому, связан с неоднородным фазовым составом частиц вторичных фаз на разных отметках. Расшифровка электронограмм, полученных для образцов со всех отметок показала, что в стали присутствуют, по крайней мере, два вида частиц: выделения типа МС (по составу близкие к вторичным карбидам TiC) и G-фаза [4]. В зависимости от температурно-дозовых параметров облучения соотношение количества частиц обеих фаз сильно меняется. Если на отметке «-160мм» наблюдаются только МС-карбиды, то, начиная с отметки «+160мм» и выше, обнаружена G-фаза.

Мк-дефекты с размерами 2-5 нм имеют вид черных точек на снимках в «светлом поле» и по морфологии похожи на «black dots»-дефекты. Согласно исследованиям облученных сталей [2], при температурах облучения $300 \div 400^{\circ}\text{C}$ содержание black dots должно существенно уменьшаться до их полного исчезновения из микроструктуры. Поэтому, по-видимому, основная часть мк-дефектов, наблюдавшихся в стальных образцах на всех отмет-

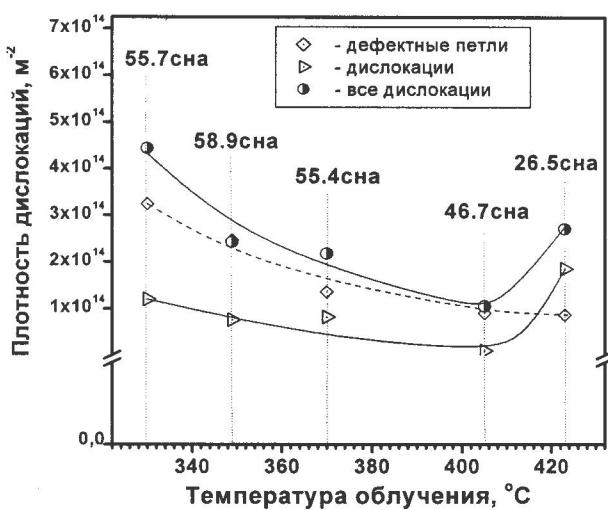


Рис.4. Температурная зависимость ρ_{tot} в облученной стали 12X18H10T

ках, представляют собой предвыделения вторичных фаз, например, карбидов TiC [5]. В пользу этого свидетельствует преимущественное образование мк-дефектов на дислокациях и полных петлях. С ростом $T_{обл}$ по высоте сборки ρ мк-дефектов монотонно уменьшается. Из-за малых размеров их роль в упрочнении стали незначительна.

Уменьшение плотности петель Франка с возрастанием $T_{обл}$ сопровождается увеличением среднего размера петель за счет преимущественного роста отдельных крупных дефектов и исчезновения мелких петель. Наиболее интенсивно этот процесс идет в интервале 330–370°C. При $T_{обл} > 370^{\circ}\text{C}$ скорость изменения ρ и \bar{d} дефектных петель невелика. Согласно [4, 5] с ростом $T_{обл}$ возможно преобразование петель Франка в полные петли по дислокационной реакции $a/2\langle 111 \rangle + a/6\langle 112 \rangle = a/2\langle 110 \rangle$. В подтверждение этого в стали на всех отметках наблюдаются крупные призматические (полные) петли без дефекта упаковки или фрагменты полных петель. Плотность петель Франка можно перевести в единицы измерения плотности сетки дислокаций через преобразование $\pi \cdot \rho \cdot \bar{d}$. Тогда полная плотность дислокаций ρ_{tot} находится как сумма плотности сетки дислокаций и петель Франка. Выросшие полные петли учитываются при расчете плотности сетки дислокаций. Как видно из рис.4, ρ_{tot} в материале сборки изменяется в диапазоне значений $(1.5 \div 5.3) \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$. В интервале

$330 \div 405^{\circ}\text{C}$ наблюдается монотонное уменьшение ρ_{tot} , а на отметке «+500мм» при $T_{обл} = 423^{\circ}\text{C}$ отмечается рост ρ_{tot} , обусловленный увеличением плотности сетки дислокаций за счет превращения петель Франка в полные, роста размеров полных петель, их пересечения и слияния.

Таким образом, проведенное ПЭМ-исследование образцов стали 12X18H10T – материала облученного нейтронами чехла ТВС ЦЦ-19, показало наличие в микроструктуре пор, петель Франка, вторичных выделений, мелких комплексов дефектов и сетки дислокаций. Получены зависимости плотности и средних размеров дефектов от температуры облучения и определены величины вакансационного распухания стали на разных отметках по высоте сборки. Показано, что основной вклад в радиационное упрочнение стали чехла на отметках «-160»... «0мм» (при $T_{обл} : 330 \div 349^{\circ}\text{C}$) вносят выделения вторичных фаз и петель Франка, а на отметках «+160»...«+500мм» (при $T_{обл} : 370 \div 423^{\circ}\text{C}$) – вакансационные поры.

ЛИТЕРАТУРА

1. Зеленский В.Ф., Неклюдов И.М., Черняева Т.П. Радиационные дефекты и распухание металлов. Киев: Наукова думка. 1988. 296с.
2. Zinkle S.J., Masiasz P.J., Stoller R.E. Dose dependence of the microstructural evolution in neutron irradiated austenitic stainless steel // J.Nucl. Mater. 1993. V.206. P.266-286.
3. Garner F.A., Hamilton M.L., Panayotov N.F., Johnson G.D. The microstructural origins of yield strength changes in AISI 316 during fission or fusion irradiation //? J.Nucl. Mater.- 1981. V. 103-104. P.803-808.
4. Воеводин В.Н., Неклюдов И.М. Эволюция структурно-фазового состояния и радиационная стойкость конструкционных материалов. Киев: Наукова Думка. 2006. 376с.
5. Цай К.В., Максимкин О.П., Турбарова Л.Г. Эволюция выделений вторичных фаз при отжиге аустенитной стали 12X18H9T, облученной нейтронами до 5 сна // ФММ. 2007. Т.103. №3. С.294-302.

Резюме

Температуранның 330–423°C аралығында 26-59 ақж дозаға дейін BN-350 реакторында сөүлелендірлген ЦЦ-19 жинамасының алты қырлы қабының материалы – 12X18H10T болаттың микрокұрылымы жарық түсіруші электрондық микроскопия әдісімен зерттелген.

Summary

The microstructure of 12Cr19Ni10Ti steel – the material of CC-19 fuel assembly shroud irradiated in the BN-350 reactor to doses of 26-59dpa in the temperature range 330-423°C – was investigated using the transmission electron microscopy.

Институт ядерной физики,
Национальный ядерный центр Республики Казахстан,
г. Алматы
Поступила 14.03.2009 г.