

сообщения
Объединенного
Института
Ядерных
Исследований
Дубна

14-88-887

М.Гаевский*, В.Малиновский*, А.Хофман,
В.А.Шеголев

ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЕ
ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИАЦИОННЫХ
ПОВРЕЖДЕНИЙ В АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ
12Х18Н9Т, ОБЛУЧЕННОЙ ЭНЕРГЕТИЧНЫМИ
ИОНАМИ АРГОНА И НЕОНА

* Институт атомной энергии, Свερк, ПНР

1988

Известно, что радиационные повреждения существенно изменяют структуру и физико-механические свойства материалов. При определенных условиях элементарные дефекты взаимодействуют между собой, создавая более устойчивые дефекты. Решающее влияние на механические свойства материала имеют устойчивые дефекты типа кластеров дефектов, дислокационных петель, газовых пузырьков и др.¹¹. При возрастании степени радиационного повреждения в сплавах могут возникнуть выделения новых фаз, что также влияет на механические свойства¹². В общем, можно сказать, что с возрастанием степени радиационного повреждения материал упрочняется, ухудшаются его пластические свойства и появляется радиационное охрупчивание. Изучение процесса возникновения дефектов и их влияния на свойства материала заключается в идентификации дефектов в конечной структуре при определенных условиях облучения. Особенно полезны результаты таких исследований в материаловедении конструкционных материалов, а именно в прогнозировании их поведения в условиях реакторного облучения при разработке новых радиационно устойчивых материалов.

Среди многих методов исследования структуры метод просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) является наиболее надежным и употребляемым. В настоящей работе представлены некоторые результаты микроскопических исследований образцов из аустенитной стали, облученных ионами Ag с энергией 225 МэВ и ионами Ne с энергией 120 МэВ. Исследования структуры образцов приводились на электронном микроскопе JEM-100B.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ОБРАЗЦОВ

Исходным материалом для образцов были бруски литой стали 12X18H9T с различными микродобавками, повышающими коррозионную стойкость. Образцы брались из 4 плавов: 1) без микродобавок, 2) с добавкой 0,003 вес.% В, 3) с добавкой 0,2 вес.% Се, 4) с добавкой 0,1 вес.% Y. Основные компоненты сплава определены по номинальному химическому составу согласно ГОСТ-2176-77.

Отлитые стальные бруски подвергались следующей термической обработке. Пересыщенное состояние: выдержка при $T = 1050^{\circ} \text{C}$ в течение 1 часа с последующей закалкой в воде. Отожженное состояние: после предыдущей процедуры металл отжигался при $T = 860^{\circ} \text{C}$ в течение 1 часа и остывал на воздухе.

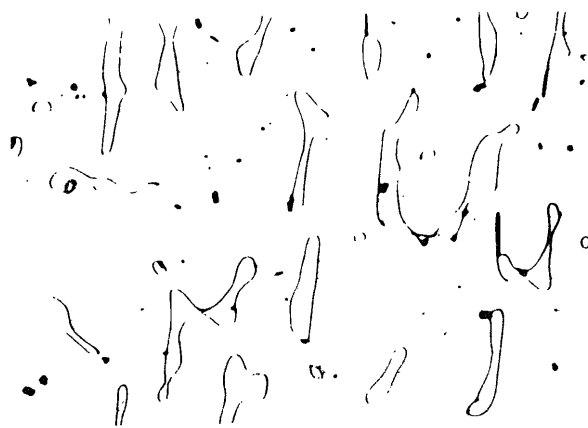


Рис.1. Микроструктура литой стали 12X18H9T после плавки в вакууме. Аустенит + δ -феррит. $\times 500$.

После закалки металл имел аустенитно-ферритную структуру (рис.1) с содержанием δ -феррита 10%, что подтверждено измерением магнитным методом. Отжиг стали при $T=860^\circ\text{C}$ вызывал

выделение карбидов типа $M_{23}C_6$ главным образом на межфазовых границах.

Бруски обтачивались на станке до диаметра 3 мм, а затем разрезались на диски толщиной 0,5 мм на электродуговой машине. Утонение дисков до толщины 0,1 мм осуществлялось шлифовкой влажными корундовыми шкурками согласно известной в металлографии процедуре. Остаточные следы шлифовки устранялись с поверхности дисков кратковременной электрополировкой. Примененная процедура утонения образцов позволяет удалять с поверхности образцов следы дефектов, вводимых механической обработкой.

ОБЛУЧЕНИЕ ОБРАЗЦОВ

Образцы облучались ионами Ne и Ar, ускоренными на циклотроне У-300. Пучок ионов вводился в вакуумную камеру, в которой образцы размещались на специальном держателе. Во время облучения обеспечивался регулируемый подогрев образцов и измерение их температуры.

Пучок проходил через диафрагму диаметром 22 мм, отверстие термического экрана и попадал на держатель с образцами, который вместе с термическим экраном выполнял роль цилиндра Фарадея, измерявшего интенсивность пучка (рис.2). Всего на держателе закреплялось 19 образцов, одновременно облучавшихся пучком.

Держатель прикреплялся к стальному бруску, на котором была смонтирована печка мощностью 400 Вт с источником питания, подключенным к автоматическому регулятору температуры. Температура образцов во время облучения измерялась термопарой NiCr-Ni, размещенной вблизи образцов. Отбор тепла от образцов осуществлялся при помощи замкнутого контура с охлаждающей водой. Условия облучения представлены в таблице.

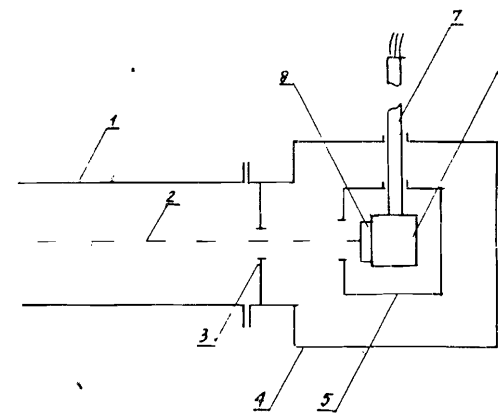


Рис.2. Схема устройства для облучения образцов: 1 - ионпровод, 2 - пучок ионов, 3 - диафрагма, 4 - камера для облучения образцов, 5 - термоэкран, 6 - подложка для образцов, 7 - подвод термопар, 8 - кассета с образцами.

Распределение плотности дефектов по пробегу ионов вычислялось по данным работы¹³¹. Для ионов Ar величина пробега составляла 25 мкм, для ионов Ne - 30 мкм.

Таблица

Частица	Температура облучения ($^\circ\text{C}$)	Энергия ионов (МэВ)	Доза (сна)
Ar^{+6}	200	225	$5 \cdot 10^{-1}$
Ne^{+3}	625	120	10^{-1}

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ТОНКИХ ФОЛЬГ ДЛЯ МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Изготовление тонких фольг из облученных дисков проводилось по известной методике — двусторонним электролитическим утонением до достижения перфорации. Очередность операций была следующая: 1) механическое утонение образца со стороны облученной поверхности до толщины около 4 мкм, меньшей, чем расчетная глубина максимального радиационного повреждения (контроль толщины осуществлялся микрометром, он проводился также по изменению отпечатка диагонали алмазного микротвердомера), 2) электролитическое утонение фольги со стороны облученной поверхности до расчетной глубины максимальных радиационных повреждений, 3) утонение фольги со стороны необлученной поверхности до получения перфорации, 4) устранение окислов кратковременным электролитическим полированием. Утонение проводилось при комнатной температуре электролитом состава $\text{H}_3\text{PO}_4 + \text{Cr}_2\text{O}_3$.

Такая процедура подготовки образцов для наблюдений на электронном микроскопе позволяет проводить просмотр в плоскости максимальных повреждений облученного материала.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Микроскопические исследования показывают, что необлученный материал в пересыщенном состоянии имеет структуру с умеренным уровнем дефектов. Имеют место немногочисленные выделения карбидов типа $M_{23}C_6$ на межфазовых границах и в аустените на дислокациях (рис.3). Отжиг при $T = 860^\circ C$, как и следовало ожидать, усиливает процесс выделения вторичных фаз (рис.4).

Облучение образцов ионами Ar при $T = 200^\circ C$ независимо от состава микроэлементов приводит к существенному развитию дислокационной структуры (рис.5а) и увеличению количества вторичных фаз (рис.5б). Методом селективной дифракции было определено, что это карбиды типа $M_{23}C_6$. Облучение в тех же условиях предварительно отожженного материала приводит к появлению ячеистой структуры дислокационной сети (рис.6 и 7).

Существенные изменения структуры обнаружены в аустените, облученном при $T = 625^\circ C$. В стали с добавкой Y обнаружены характерные дислокационные формы, выделения вторичных фаз с большой дисперсией в объеме этих форм и большие выделения на межфазовых границах (рис.8). В местах с большим повреждением (в пике повреждения) в области больших первичных зерен аустенита видны образующиеся субзерна и многочисленные выделения вторичных фаз на границах первичных зерен аустенита (рис.9). На рис.10 для сравнения показана микроструктура необлученных образцов после той же самой термической обработки, дополнительно отожженных при $T = 625^\circ C$ в течение 1 часа.

В пересыщенном и отожженном материалах, содержащих В или Се, которые облучались ионами Ne при $T = 625^\circ C$, обнаружены полосатые объекты (рис.10), природу которых не удалось установить. Эти полосы по своей форме похожи на ϵ -мартенсит, обнаруженный в аустенитных сталях Cr-Ni¹⁴.

При постоянном потоке ионов на скорость образования дефектов, их окончательную структуру и концентрацию имеют существенное влияние два фактора: исходная структура материала и температура об-

Рис.3. Микроструктура стали 12X18H9T с микродобавкой иттрия после пересыщения. $\times 28000$.

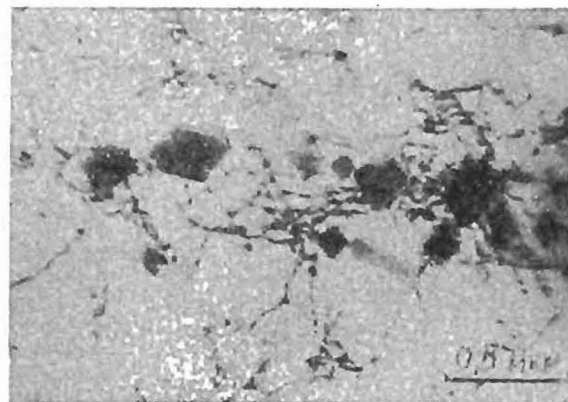
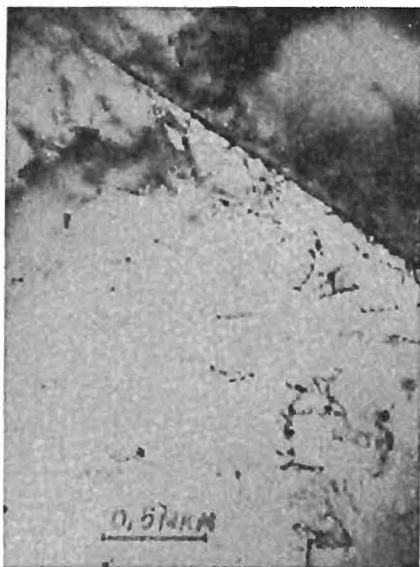
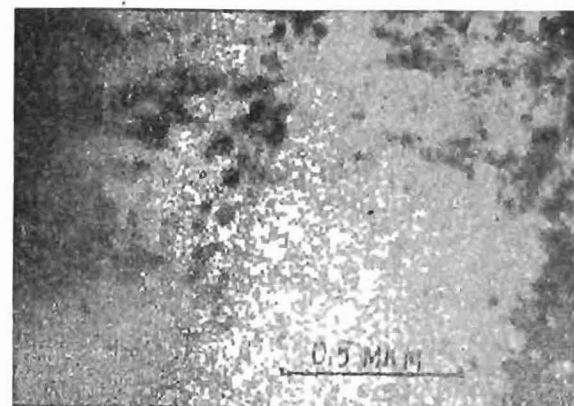


Рис.4. Микроструктура стали 12X18H9T с микродобавкой иттрия после пересыщения и отжига. $\times 33000$.



а



б

Рис.5. Микроструктура стали 12X18H9T с микродобавкой иттрия после пересыщения, облученной ионами Ar ($E = 225$ МэВ) при $T = 200^\circ C$: а) $\times 33000$, б) $\times 50000$.

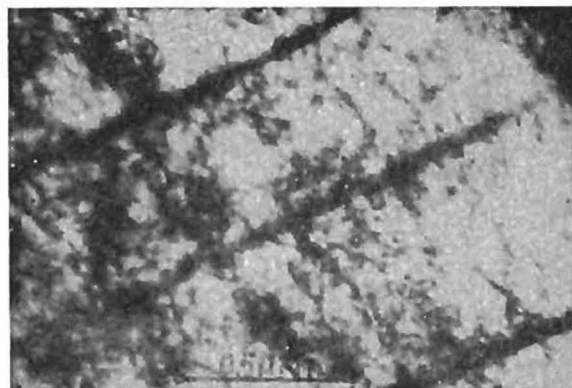


Рис.6. Микроструктура стали 12X18H9T с микродобавкой редкоземельных элементов после пересыщения и отжига, облученной ионами Ar ($E = 225$ МэВ) при температуре 200°C . $\times 50000$.

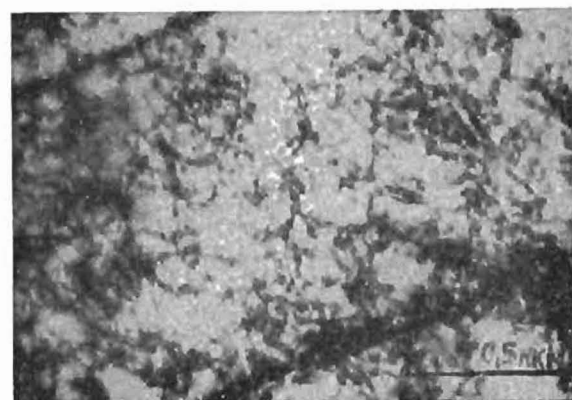


Рис.7. Микроструктура стали 12X18H9T с микродобавкой иттрия после пересыщения и отжига, облученной ионами Ar ($E = 225$ МэВ) при температуре 200°C . $\times 50000$.

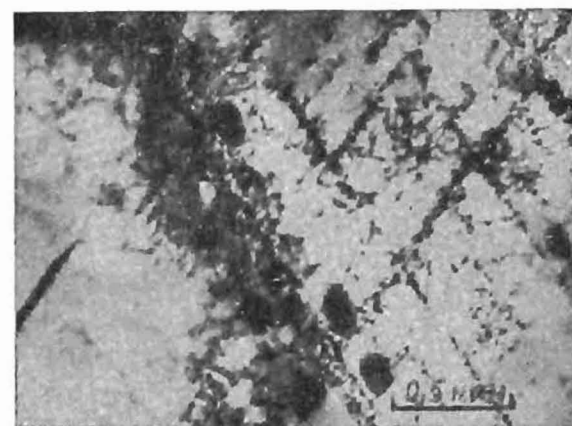


Рис.8. Микроструктура стали 12X18H9T после пересыщения и отжига, облученной ионами Ne ($E = 120$ МэВ) при температуре 625°C (на глубине 15 мкм от облученной поверхности). $\times 33000$.

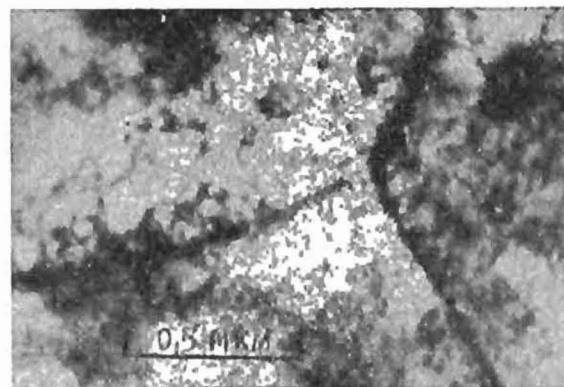


Рис.9. Микроструктура стали 12X18H9T с микродобавками иттрия после пересыщения и отжига, облученной ионами Ne ($E = 120$ МэВ) при температуре 625°C (на глубине 30 мкм от облученной поверхности). $\times 33000$.

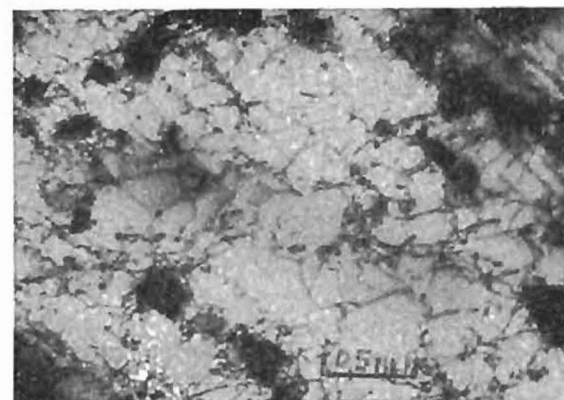


Рис.10. Микроструктура необлученной стали 12X18H9T с микродобавками иттрия после пересыщения и отжига при температуре 625°C . $\times 27000$.

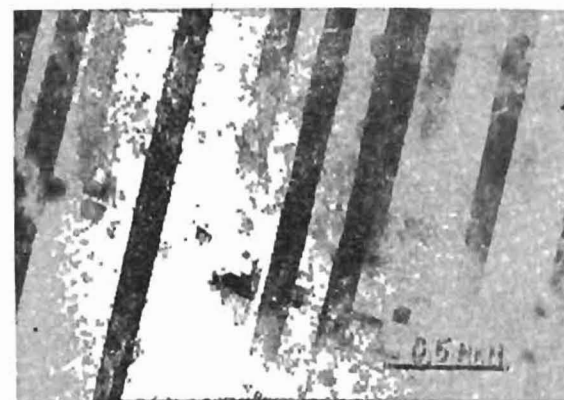


Рис.11. Микроструктура стали 12X18H9T с микродобавками бора после пересыщения и отжига, облученной ионами Ne ($E = 120$ МэВ) при температуре 625°C . $\times 33000$.

разцов во время облучения. То, что в наших опытах в качестве исходного материала использовались литые заготовки, позволяет не учитывать структурные дефекты, связанные с прокаткой материала. Это обстоятельство облегчает интерпретацию результатов, но не исключено, что образование дефектов может идти по-разному в литом и прокатном материале.

Можно было ожидать, что характер дефектов, возникающих при облучении, существенно зависит (при прочих равных условиях) от состава примесей и легирующих добавок. Но на основе наших экспериментов нельзя определенно сказать, есть ли заметное влияние микродобавок на кинетику образования дефектов.

Температура материала во время облучения является основным фактором в процессе образования и роста дефектов. Наблюдаемые нами радиационные дефекты, такие как дислокационные петли, ячеистая структура дислокационной сети, границы новых зерен, связаны с радиационными повреждениями материала при определенных температурах во время облучения. Известно¹⁵, что образование новых фаз, в том числе карбидов типа $M_{23}C_6$, сильно зависит от температуры. Но при температурах, при которых в нашем случае проводилось облучение образцов, процесс выделения фаз в необлученных образцах идет очень медленно. Например, выделения фазы $M_{23}C_6$ в стали 316 наблюдались после отжига при температуре $600^\circ C$ в течение 10000 часов¹⁶.

Облучение ускоряет процесс распада аустенита вследствие радиационно стимулированной диффузии. Сравнение микроструктуры образцов после отжига при $T = 625^\circ C$ в течение 1 часа (рис.10) и образцов, облученных при $T = 625^\circ C$ (рис.8,9), ясно показывает увеличение количества и величины выделений фазы $M_{23}C_6$ в облученных образцах. В том же направлении действует увеличение температуры облучения (рис.5,8).

Обнаруженные дефекты типа полосатых объектов (рис.11) не удалось идентифицировать как известную структуру. Известно^{16,7,8}, что под влиянием облучения в аустенитной стали могут образовываться выделения типа фаз Лавеса, $Ti(CN)$ и др., но в соответствии с диаграммой состояния они либо не должны появляться вообще, либо должны появляться при более высоких температурах и значительно больших дозах облучения (10-50 сна).

ЛИТЕРАТУРА

1. Ибрагимов Ш.Ш., Кирсанов В.В., Пятилетов Ю.С. — Радиационные повреждения металлов и сплавов. М.: Энергоатомиздат, 1985.
2. Mansur L.K., Bloom E.E. — Radiation Effects in Reactor Structure Alloys, Journal of Metals, Oktober 1982, p.23.
3. Bardos G. — Phys. Lett., 1987, A119, p. 415.
4. White C.H. — J. Iron Steel Institute, 1962, 200.

5. Агапова Н.П. и др. — Вопросы атомной науки и техники, серия "Топливные и конструкционные материалы", 1979, вып. 1, с.49.
6. Brun G., Le Naour J., Vouillon M. — J. Nucl. Mat., 1981, v. 101, p. 109.
7. Зеленский В.Ф., Неклюдов И.М. — Вопросы атомной науки и техники, серия "Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение", 1984, вып. 1(29), 2(30).
8. Сокурский Ю.Н. — Вопросы атомной науки и техники, серия "Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение", 1984, вып. 1(29), 2(30).

Рукопись поступила в издательский отдел
30 декабря 1988 года.