

СООБЩЕНИЯ
ОБЪЕДИНЕННОГО
ИНСТИТУТА
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ

Дубна

P14-2000-125

А.Хофман, А.Ю.Дидык, В.К.Семина

ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ
В АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 0X18N10T,
ОБЛУЧЕННОЙ ВЫСОКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИМИ
ТЯЖЕЛЫМИ ИОНАМИ

2000

1. Введение

Аустенитные стали главным образом используются как конструкционные элементы в ядерных реакторах из-за хорошего сопротивления коррозии при одновременно высоких пластичности и прочности в области повышенных температур. Коррозионно-стойкие стали обычно применяют после отжига на твердый раствор, когда они находятся в пересыщенном, термодинамически нестабильном состоянии. Вследствие этого их микроструктура, сопротивление деформации или разрушению могут изменяться при высокотемпературных выдержках при облучении в условиях эксплуатации ядерно-физических установок. Во время нейтронного облучения в температурной области 350-750⁰С кроме выделения карбидов $M_{23}C_6$, NbC и TiC, фаз Лавеса, которые образуются при термическом отжиге, происходит дополнительное выпадение таких фаз, как γ' (Ni_3Si), η (M_6C) и G (на основе $Ni_6Nb_6Si_7$ или $Ni_6Ti_6Si_7$) [1].

Результатом облучения может быть ускорение (или торможение) образования фазовых выделений, модификация их состава или создание фаз, которые вообще не образуются после термического отжига. Вызванная облучением нестабильность фаз может быть одной из причин ухудшения свойств: частицы выделений упрочняют в конструкционных сплавах как тело, так и границы зерен, а радиационная сегрегация на границах зерен может изменять сопротивление коррозии и, следовательно, быть причиной возникновения коррозии под напряжением (коррозионного разрушения).

Облучение образцов хромоникелевой стали 0X18H10T нейтронами до высоких доз повреждений (~1 сна) требует длительных времен, а также приводит к их значительной активации. Последнее обстоятельство требует специализированного оборудования для проведения послерадиационных исследований облученных образцов. В связи с вышеизложенным применение ускоренных тяжелых ионов для моделирования нейтронного облучения при изменении структурных и фазовых изменений в сложных сплавах представляется перспективным из-за высокой скорости дефектообразования (в 10^4 - 10^5 раз более высокой в сравнении с нейтронами), низкого уровня активации и значительного проективного пробега, что позволяет считать изучаемые образцы макроскопическими.

Целью этой работы является исследование фазовых превращений и сегрегации в аустенитной нержавеющей стали 0X18H10T, созданных облучением тяжелыми ионами.

2. Методика эксперимента

Химический состав (масс.%) стали 0X18N10T приведен в таблице 1.

Таблица 1

C	Ni	Cr	Mn	Si	Ti	P	S	Fe
0,034	9,75	18,9	1,61	0,37	0,53	0,019	0,015	остальное

После холодной прокатки была получена фольга толщиной 100 мкм. Образцы в виде дисков диаметром 3 мм отжигали в вакууме ($P=1,33 \cdot 10^{-3}$ Па) при температуре 1373 К в течение 60 мин, а затем охлаждали потоком холодного аргона. Образцы облучали ионами Ar^{+6} (энергия ионов 225 МэВ), ускоренными на циклотроне У-300. Пучок выводился в вакуумную камеру, в которой образцы размещались на специальном держателе. Во время облучения обеспечивался регулируемый подогрев образцов с термостабилизацией и корректное измерение их температуры. Температура облучения составляла $625^{\circ}C (\pm 5^{\circ}C)$. Изготовление тонких фольг из облученных дисков проводилось двухсторонним электролитическим утонением до достижения перфорации в растворе $90\%CH_3COOH+10\%HClO_4$ при температуре $15^{\circ}C$ и напряжении 20 В. Исследование микроструктуры проводилось в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) JEM 120CX. Состав выделений был определен в аналитическом электронном микроскопе на частицах, экстрагированных на угольных пленках.

3. Результаты и обсуждение

Микроструктура необлученных образцов (рис.1,*а*) состояла из зерен аустенита. Не наблюдалось никаких выделений на границах зерен. На рис.1, *б-г* показана микроструктура образцов, облученных ионами Ar^{+6} ($E=225$ МэВ) при температуре $625^{\circ}C$ в интервале доз повреждений 0,01-1 сна.

При дозе 1 сна дефекты представляют собой петли Франка междоузельного типа с диаметром 140 нм и объемной плотностью $4,0 \cdot 10^{19} \text{ м}^{-3}$ (рис.1,*г*). На границах зерен обнаружены карбиды $M_{23}C_6$ (ГЦК-структура, $a_0=1,06$ нм), которые увеличиваются в размерах с ростом дозы (рис.1,*б-г*). Вокруг дислокационных петель находились в небольшом количестве очень маленькие частицы, которые в темном поле электронного микроскопа идентифицировали как выделения типа МС. Химический анализ, выполненный с помощью энергодисперсионного микрорентгеноспектрального анализа, показал, что в области вблизи границ зерен имеет место изменение концентрации хрома и никеля. На рис. 2 представлены результаты исследования методом микрорентгеноспектрального анализа образцов стали 0X18N10T, облученных до дозы повреждений 1 сна, которые показывают, что в зоне вблизи границ зерен происходит обеднение хромом и обогащение никелем. Количество кремния и железа в этой области не изменилось.

Сегрегация растворенного элемента вблизи границ зерен - это результат направленной миграции возникающих в результате облучения точечных дефектов, причем в этом процессе участвуют как вакансии, так и междоузельные атомы. Влияние вакансий вызвано механизмом диффузии по обратному эффекту Киркендалла, а влияние собственных междоузельных атомов - захватом растворенных элементов на границах зерен.

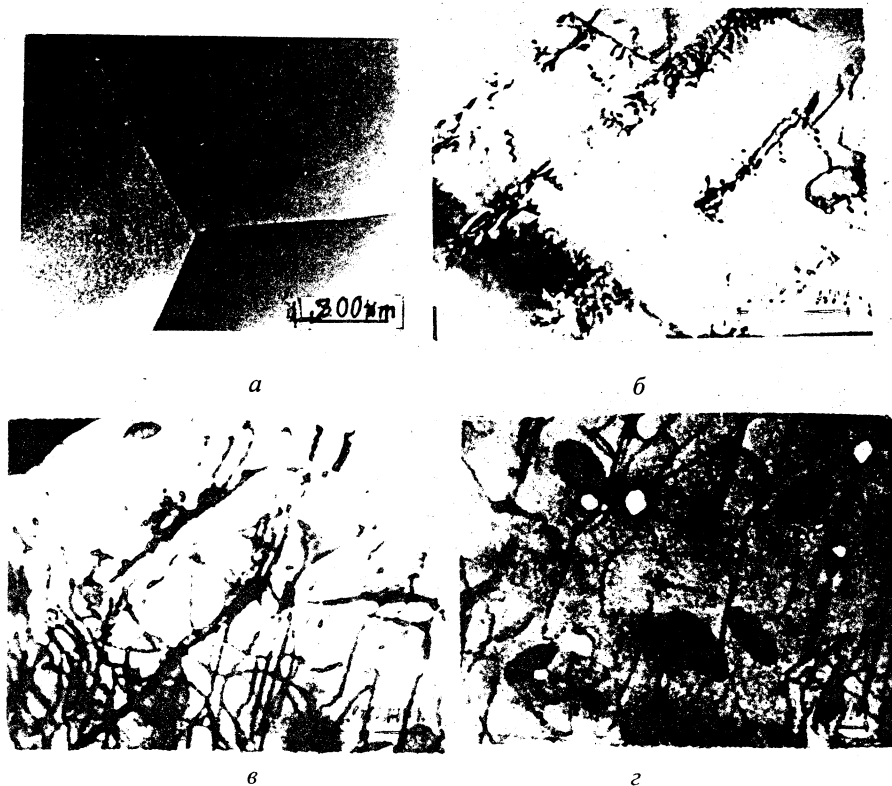


Рис.1. Микроструктура стали 0X18H10T: *а* - после отжига при 1373⁰С, 60 мин, без облучения; *б - г* - после облучения ионами аргона (E=225 МэВ) при 625⁰С для флюенсов 0,01 сна (*б*), 0,1 сна (*в*) и 1 сна (*г*)

В нашем случае облучение при 625⁰С увеличивает диффузию атомов хрома до карбидов. Карбиды выделяются вдоль границ зерен и растут в размерах при облучении до ситуации, когда концентрация углерода достигает предела растворимости. Величина изменений концентрации Ni и Сг на границах зерен была в нашем случае больше, чем в образцах стали 304, облученной

протонами (5 МэВ Н^+) до дозы 1 сна [2, 3]. Главной причиной этого может быть температура облучения, которая в работе [2] составляла 550°C .

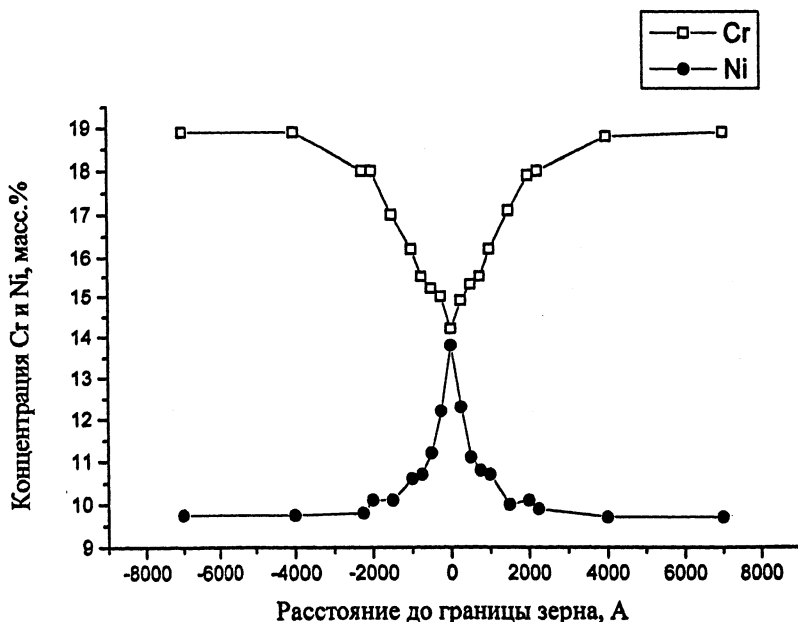


Рис.2. Содержание Cr и Ni в зависимости от расстояния от границы зерна в стали 0X18N10T, облученной ионами Ar (225 МэВ) до дозы 1 сна

4. Выводы

Проведенные исследования показали, что облучение аустенитной стали 0X18N10T тяжелыми ионами усиливает процесс выделения карбидов $M_{23}C_6$ вдоль границ зерен. Аналогичные результаты были получены для стали 00X17N14M2 [4]. Кроме того, область, находящаяся вблизи границ зерен, обедняется хромом и обогащается никелем. Поэтому радиационно-созданная сегрегация легирующих элементов на границах зерен может быть причиной коррозионного растрескивания облученных аустенитных сталей в воде [3].

Литература

1. Grun G., Naour J.Le., Vovillon M. Etude de la microstructure d'un acier 316 titane apres veillssement et apres irradiation aux neutrons. J.Nucl.Mater. 101 (1981) 109-123.
2. Wen-Jen Lin, Ji-Jung Kai, Chuen-Hong Tsai. Proton irradiation induced segregation and phase transformation in AISI 316 and AISI 304L stainless steels. J.Nucl.Mater. 212-215 (1994) 476-481.
3. Nakahigashi S., Kodama M., Fukuya M., Nishimura S., Yamamoto S., Saito K. Effect of neutron irradiation on corrosion and segregation behaviour in austenitic stainless steels. J.Nucl.Mater. 179-181 (1991) 1061-1064.
4. Хофман А., Гаевски М., Семина В.К., Коханьски Т. Выделения карбидов $M_{23}C_6$ под влиянием облучения высокоэнергетическими ионами. Сообщение ОИЯИ Р14-2000-119, Дубна, 2000.

Рукопись поступила в издательский отдел
30 мая 2000 года.

Хофман А., Дидык А.Ю., Семина В.К.
Фазовые превращения в аустенитной стали 0X18H10T,
облученной высокоэнергетическими тяжелыми ионами

P14-2000-125

Исследован процесс радиационной сегрегации и фазовых превращений стали 0X18H10T, облученной высокоэнергетическими тяжелыми ионами Ar^{+6} при температуре $625^{\circ}C$ до максимальной дозы 1 сна (диапазон изменения доз от 0,01 до 1 сна). Обнаружено, что облучение ускоряет процесс выделения карбидов, а энергодисперсионный микрорентгеноспектральный анализ показал, что вблизи границ зерен возникает вызванная облучением радиационная сегрегация.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций им. Г.Н.Флерова ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2000

Перевод авторов

Hofman A., Didyk A.Yu., Semina V.K.
Phase Transformations in Austenitic 0Cr18Ni10Ti Steel Irradiated
with High-Energy Heavy Ions

P14-2000-125

Radiation-induced segregation and phase transformations in 0Cr18Ni10Ti steel irradiated with high-energy heavy Ar^{+6} ions at $625^{\circ}C$ up to 1 dpa (from 0.01 to 1 dpa) have been studied. It was found that ion irradiation accelerates carbide precipitation and EDX-analysis showed irradiation-induced segregation near grain boundaries.

The investigation has been performed at the Flerov Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2000

Редактор Е.Ю.Шаталова. Макет Н.А.Киселевой

Подписано в печать 06.06.2000
Формат 60 × 90/16. Офсетная печать. Уч.-изд. листов 0,29
Тираж 290. Заказ 52065. Цена 35 к.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований
Дубна Московской области