

ВЛИЯНИЕ 5 % ХОЛОДНОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ПОВЕДЕНИЕ СТАЛИ X18H10T ПРИ ИОННОМ ОБЛУЧЕНИИ

О.В. Бородин, В.В. Брык, А.С. Кальченко, В.В. Мельниченко

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», Харьков, Украина

Проведен анализ структурных изменений в аустенизированной и холоднодеформированной стали X18H10T после облучения ионами хрома. Обнаружена область температур, где стойкость к радиационному распуханию аустенитной стали выше, чем у холоднодеформированной.

1. ВВЕДЕНИЕ

Внутрикорпусные устройства (ВКУ) реакторов ВВЭР-440 и ВВЭР-1000 проектировались как несменные элементы конструкций со сроком эксплуатации, равным ресурсу реактора. В данное время решается вопрос о возможности продления их ресурса на 10...30 лет, в частности, обоснования за-проектного ресурса ВКУ. Для решения этой задачи требуются данные о поведении материалов ВКУ (в первую очередь выгородка и шахта реактора) при продолжительном облучении.

Согласно ТУ 11-335-78, 11-312-78 внутрикорпусные устройства водо-водяных реакторов изготавливаются в зависимости от их размеров и конфигурации с применением механической деформации (ковки, прокатки, волочения) с промежуточными отжигами. Исходное состояние микроструктуры стали является функцией применяемого технологического процесса. Поскольку одним из факторов, которые определяют сопротивляемость конструкционного материала радиационному повреждению (распуханию, охрупчиванию и др.), является количество и мощность преференциальных стоков (плотность дислокаций), можно предположить, что исходные неоднородности в микроструктуре деталей ВКУ приведут к различному поведению этих деталей под облучением. Цель данной работы – исследование распухания стали X18H10T в аустенизированном и холоднодеформированном состояниях с хорошо развитой дислокационной структурой.

2. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В работе использовались образцы аустенитной нержавеющей стали X18H10T. Химический состав стали: 0,08C; 0,3Si; 1,2Mn; 18,2Cr; 10,4Ni; 0,2Ti вес %.

Были изготовлены два типа образцов с разным количеством преференциальных стоков. Так как одним из основных преференциальных стоков являются дислокации, то минимальное количество дислокаций было получено путем аустенизирующего отжига.

С целью увеличения суммарной мощности стоков (дислокаций) использовался самый доступный способ – деформация материала путем прокатки при комнатной температуре. Степень холодной деформации определялась из особенностей формирования дислокационной структуры стали X18H10T. При

проведении электронно-микроскопических исследований холоднодеформированной на 3; 5,5; 10 и 20 % стали было установлено, что при степенях деформации больше чем 5,5 % идет интенсивное образование блочной структуры, при которой преференциальные стоки (дислокации) начинают экранировать друг друга, а при степени 3 % – дислокации, полученные путем деформации, еще не формируют дислокационную сетку [1]. На основании вышеизложенного для дальнейших исследований была выбрана деформация 5,5 %.

Образцы стали прокатывались в фольгу до толщины ~ 200 мкм, после чего при температуре 1050 °C в течение 30 мин проводился аустенизирующий отжиг. Часть фольг претерпевала деформацию в 5,5 % за счёт холодной прокатки.

Из отожженных и деформированных фольг при помощи пуансона вырубались диски диаметром 3 мм. Перед облучением все образцы электрополировались для снятия наклепанного слоя.

Облучение образцов проводилось на электростатическом ускорителе тяжёлых ионов с внешним инжектором (ЭСУВИ). Образцы облучались ионами Cr^{+3} с энергией 1,8 МэВ в интервале температур 550...650 °C до повреждающей дозы 50 смещений на атом (сна). Скорость создания смещений в исследуемой области составила $1 \cdot 10^{-2}$ сна/с.

Профиль повреждения и залегания ионов хрома вычисляли с помощью программы SRIM-2006 [2] (рис. 1).

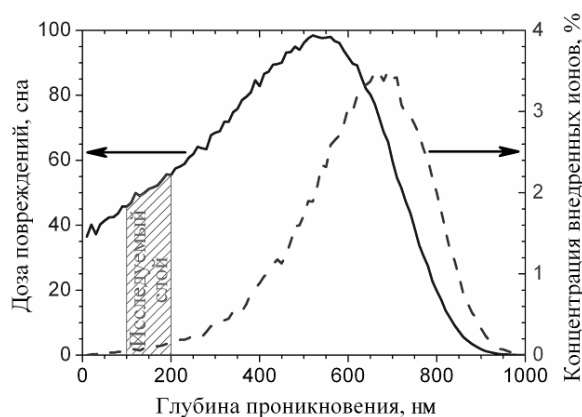


Рис. 1. Профили повреждения (—) и залегания (- -) 1,8 МэВ ионов Cr^{+3} в стали X18H10T. (Доза ионов – $6 \cdot 10^{16}$ ион/см²)

Образцы для электронно-микроскопических исследований утонялись с двух сторон. Для анализа

выбирался слой, расположенный на глубине 100...200 нм от облучаемой поверхности (см. рис. 1). Выбор исследуемого слоя обусловлен необходимостью устранения влияния с одной стороны поверхности, а с другой – влияния повышенной концентрации имплантированных атомов хрома. Для удаления слоя материала с облученной стороны образца была использована методика импульсной электрополировки, подробно описанная в работах [3, 4]. Окончательное утонение образцов до толщины, пригодной для исследований в ПЭМ, проводилось стандартной струйной электрополировкой [5, 6] в установке типа «Тепирол» со стороны необлученной поверхности. При этом на облученную сторону образца наносился защитный слой лака, предохраняющий ее от растравливания. Условия электрополировки: напряжение – 70 В, температура электролита – комнатная, состав электролита – 80 % C₂H₅OH, 10 % HClO₄, 10 % C₃H₈O₃. При появлении в образце отверстия полировка прекращалась. Образец извлекался из тefлонового держателя, промывался в спирте, а затем в ацетоне до растворения защитной лаковой пленки. Окончательная промывка осуществлялась в обезвоженном этиловом спирте.

Электронно-микроскопические исследования структуры образцов выполнялись на электронных микроскопах JEM-100CX и JEM-2100.

Величина распухания S определялась из электронно-микроскопических изображений по формуле:

$$S = \frac{\frac{\pi}{6 \cdot A \cdot h} \sum_{i=1}^N d_i^3}{1 - \frac{\pi}{6 \cdot A \cdot h} \sum_{i=1}^N d_i^3} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где d_i – диаметр i -й поры; N – количество пор; A – площадь снимка; h – толщина фольги исследуемого участка образца. Источниками ошибок при вычислении величины распухания являются неточности в определении увеличения (2 %), толщины образца (10 %) и диаметра пор (5 %). Вследствие этого суммарная погрешность в определении распухания составляла ~ 20 %.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

3.1. ИСХОДНАЯ СТРУКТУРА СТАЛИ

Структура стали X18H10T после аустенизирующего отжига при температуре 1050 °C в течение 30 мин – двухфазная. Наряду с аустенитными зёрнами (размером около 30 мкм) встречаются зёрна δ-феррита (рис. 2). Объёмная доля δ-феррита составляет 2...3 %. Элементами структуры аустенитных зёрен являются двойники отжига, выделения вторых фаз (карбонитриды титана) и дислокации. Большинство полных дислокаций расщеплены на частичные с образованием дефекта упаковки. Суммарная плотность дислокаций ~ 10⁸ см⁻².

Исходная структура стали X18H10T после холодной деформации на 5,5 % отличается от аустенизированной более высокой плотностью дислокаций ~ 5·10⁹ см⁻² (рис. 3). Дислокации распределены неоднородно в объёме образца. По плотноупакован-

ным направлениям образуются дислокационные каналы. По сравнению с аустенизированным состоянием в стали X18H10T после деформации несколько повысилась плотность δ-феррита.

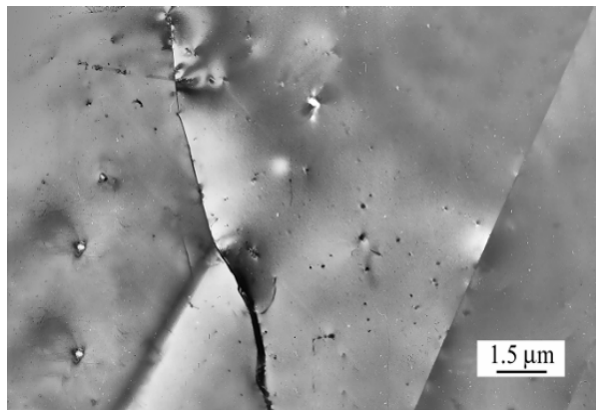


Рис. 2. Структура аустенизированной стали X18H10T (1050 °C, 30 мин)

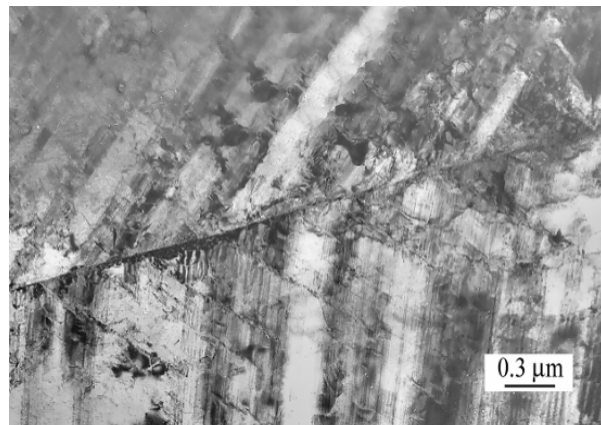


Рис. 3. Структура холоднокатаной до 5,5 % стали X18H10T

3.2. СТРУКТУРА СТАЛИ ПОСЛЕ ОБЛУЧЕНИЯ

Температурная зависимость эволюции структуры стали, облученной тяжёлыми ионами, изучалась при повреждающей дозе 50 сна.

При температуре облучения 590 °C в образцах наблюдается небольшое количество мелких пор. Их средний размер составляет ~ 18 нм, а концентрация – 1,5·10¹⁵ см⁻³ (рис. 4). Облучение стали при температуре 600 °C приводит к более интенсивному зарождению и росту пор. Средний размер пор ~ 34 нм, а концентрация ~ 2,0·10¹⁵ см⁻³. При этой температуре распределение пор внутри зёрен становится более равномерным. Исследование структуры стали, облучённой при 615 °C, показало, что концентрация пор увеличивается и составляет 2,2·10¹⁵ см⁻³, а средний размер пор становится равным ~ 39 нм. При температуре 635 °C средний размер пор составляет ~ 43 нм, а концентрация уменьшается до 1,2·10¹⁵ см⁻³. При 650 °C средний размер пор составляет ~ 43 нм, а концентрация – 8,0·10¹⁴ см⁻³.

Для облучённой при аналогичных температурах холоднокатаной до 5,5 % стали X18H10T наблюдается такая же тенденция роста пор с увеличением температуры облучения, как и для аустенизированной стали. Однако для холоднокатаной стали рас-

пределение пор имеет большую дисперсию. На представленных снимках (см. рис. 4) видно, что размер образовавшихся пор меняется в широком диапазоне. Наряду с мелкими порами наблюдаются крупные. Средний размер и концентрация пор со-

ставляли: для 550 °С – 16 нм, $1,0 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; для 590 °С – 33 нм, $1,1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; для 600 °С – 47 нм, $1,1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; для 615 °С – 47 нм, $1,0 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; для 635 °С – 44 нм, $9,0 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$ соответственно.

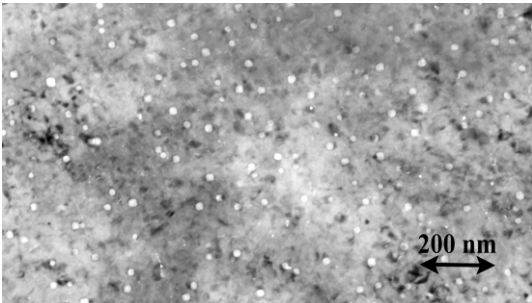
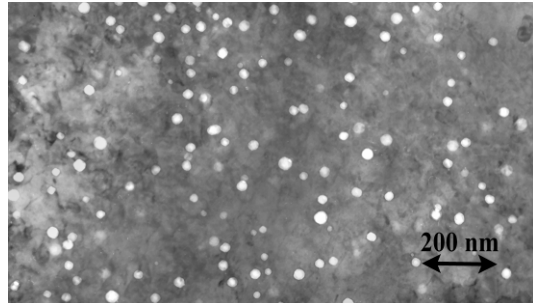
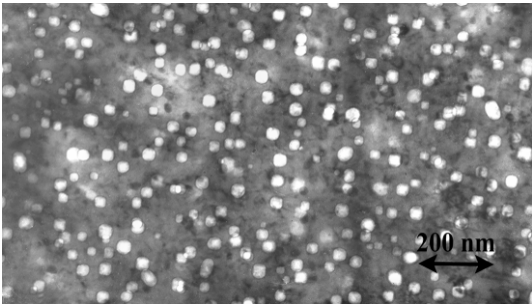
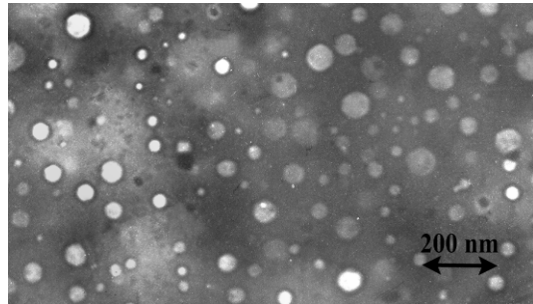
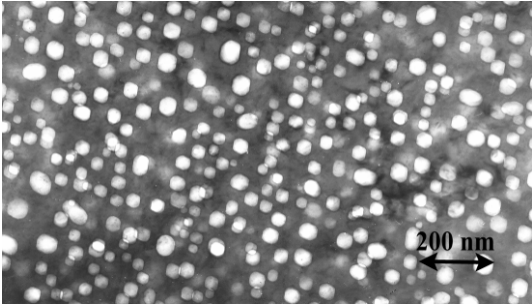
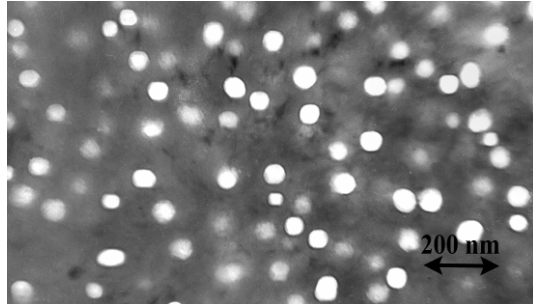
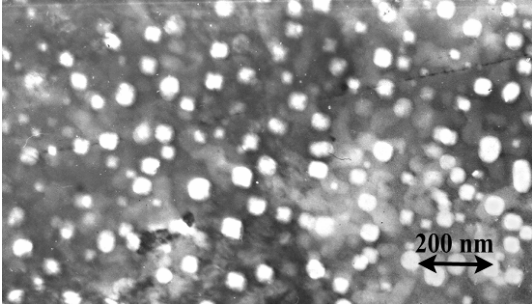
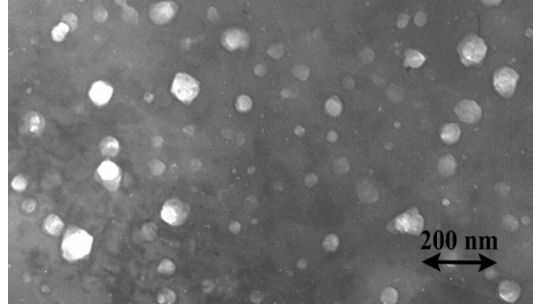
	Аустенизированная сталь	Холоднодеформированная сталь
590 °С		
600 °С		
615 °С		
635 °С		

Рис. 4. Микроструктуры стали X18H10T в аустенизированном (1050 °С, 30 мин) и холоднодеформированном на 5,5 % состояниях при облучении до дозы 50 сна

Концентрация пор для аустенизированной стали зависит от температуры облучения. Приведенная на рис. 5 кривая имеет колоколообразный вид с макси-

мумом при температуре ~ 615 °С. В довольно узком интервале температур 590...615 °С наблюдается двукратное увеличение концентрации пор.

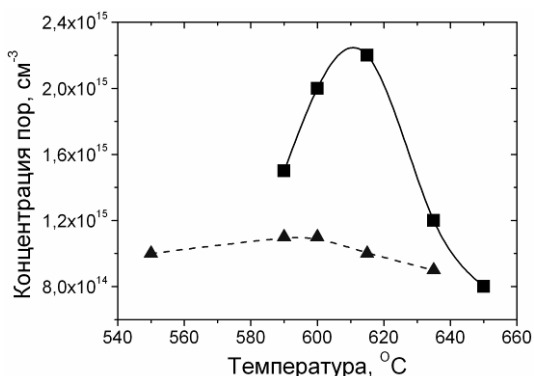


Рис. 5. Температурная зависимость концентрации пор в стали X18H10T (■ – отжиг при 1050 °C 30 мин; ▲ – 5,5 % ХД), D=50 сна. Здесь и далее линии проведены для удобства восприятия

Зависимость размера пор от температуры облучения для аустенизированной стали X18H10T (рис. 6) имеет восходящий характер. Причём, наблюдается быстрый рост пор в узком температурном интервале 590...610 °C, а при 610...650 °C – рост кривой более пологий.

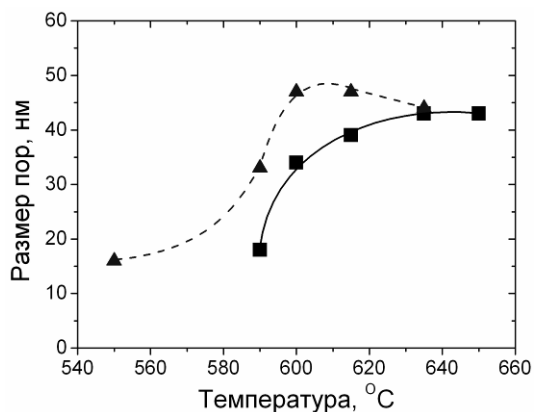


Рис. 6. Температурная зависимость размера пор стали X18H10T (■ – отжиг при 1050 °C 30 мин; ▲ – 5,5 % ХД), D=50 сна

Температурная зависимость распухания аустенизированной стали X18H10T (рис. 7) имеет характерный колоколообразный вид. Максимум кривой приходится на температуру 615 °C. Ниже максимума наблюдается резкий спад распухания в узком интервале температур 590...615 °C, тогда как выше – падение кривой распухания более пологое.

Концентрация пор холоднодеформированной стали X18H10T (см. рис. 5), практически, мало меняется с температурой облучения.

Температурную зависимость размера пор холоднодеформированной стали условно можно разделить на два участка. Первый участок – это рост размера пор в температурном интервале 550...615 °C; второй участок (615...635 °C) характеризуется слабым уменьшением размера пор с увеличением температуры (см. рис. 6).

В холоднодеформированной стали X18H10T характерной особенностью температурной кривой распухания является перегиб в интервале 580...590 °C, когда после низкой скорости нарастания распухания в интервале температур 550...580 °C

происходит его резкий рост при 590...600 °C и достигается максимум при 605 °C (см. рис. 7). Таким образом, максимум распухания для холоднодеформированной стали на ~10 °C ниже, чем для аустенизированной.

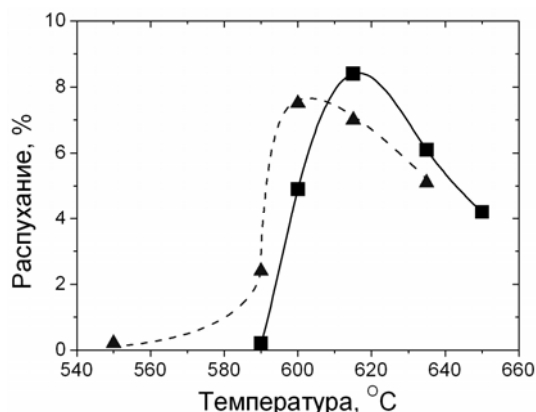


Рис. 7. Температурная зависимость распухания стали X18H10T (■ – отжиг при 1050 °C 30 мин; ▲ – 5,5 % ХД), D=50 сна

В аустенизированной стали увеличение распухания в области температур 590...615 °C (см. рис. 7) происходит как за счёт увеличения концентрации пор (см. рис. 5), так и за счёт роста их размера (см. рис. 6). Уменьшение распухания при T = 615...650 °C происходит в результате уменьшения концентрации пор. Спад концентрации при высоких температурах облучения, по всей видимости, вызван эффектом коалесценции [7, 8]. Как правило, рост пор контролируется механизмом диффузии радиационно-индуцированных вакансий в неподвижные поры, а их концентрация зависит в основном от плотности преференциальных стоков [9].

Распухание холоднодеформированной стали в исследуемом температурном интервале определяется, главным образом, изменениями в размере пор. Используя известные представления [10, 11], можно полагать, что распухание при температурах облучения ниже температуры максимума как в холоднодеформированной, так и в отожжённой сталях, контролируется диффузией термических вакансий в поры. Это приводит к росту пор с ростом температуры. При температурах выше максимума распухания интенсивная эмиссия вакансий из пор и повышенная подвижность вакансионных комплексов приводят к уменьшению размера пор [12].

4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе экспериментально показано, что холодная деформация на 5,5 % заметным образом влияет на стойкость стали X18H10T по отношению к радиационному распуханию. Холодная деформация приводит к уменьшению температурного максимума распухания и его сдвигу на 10 °C в сторону низких температур по сравнению с аустенитным состоянием. Меняется ход кривой распухания в низкотемпературном интервале. Если для аустенитной стали характерно резкое нарастание распухания практически с нуля в узком интервале температур (590...600 °C), то в деформированной стали распу-

хание начинается на 40 °С раньше. Нарастание распухания идет вначале медленно ($T = 550...590$ °С), а затем быстро ($T = 590...600$ °С). При температурах выше максимумов распухания для обеих сталей наблюдается медленный спад распухания.

Сравнение результатов, полученных для двух состояний стали, показало, что стойкость к радиационному распуханию аустенитной стали выше при температурах ниже максимума распухания при равных условиях облучения (дозе, скорости создания смещений). При температурах выше максимума распухания наблюдается обратная тенденция – стойкость к распуханию холоднореформированной стали больше по сравнению с аустенитной сталью.

ЛИТЕРАТУРА

1. О.В. Бородин, В.В. Брык, В.Н. Воеводин, А.С. Кальченко, Н.П. Лазарев, В.В. Мельниченко. Влияние малых степеней деформации на структурные аспекты радиационной повреждаемости стали X18H10T // *Труды XVI Международной конференции по физике радиационных явлений и радиационному материаловедению. 6-11 сентября 2004 г., Алушта*, с. 23.
2. <http://www.srim.org>.
3. В.Ф. Зеленский, И.М. Неклюдов, Б.В. Матвиенко и др. Некоторые вопросы методики изучения радиационного распухания металлов // *Труды Конференции по реакторному материаловедению. Алушта, 1978*. М., 1978, т. 2, с. 3–19.
4. О.В. Бородин, В.Н. Воеводин, И.М. Неклюдов, П.В. Платонов. Влияние элементов внедрения на зарождение и эволюцию дефектной структуры при облучении тяжелыми ионами сплавов Fe-12Cr // *ВАНТ. Серия ФРП и РМ*. 1989, в. 3(50), с. 39-43.
5. П. Хирш, А. Хови, Р. Николсон, Д. Пешли, М. Уэлан. *Электронная микроскопия тонких кристаллов*. М.: «Мир», 1968, 576 с.
6. Л.В. Барханова, Э.Л. Дёмина. *Металлографическое травление металлов и сплавов*. М.: «Металлургия», 1986, 35с.
7. И.М. Лифшиц, В.В. Слезов. О кинетике диффузионного распада пересыщенных твердых растворов // *Журнал экспериментальной и теоретической физики*. 1958, в. 2(8) т. 35 с.479–492.
8. В.В. Брык, В.Ф. Зеленский, Н.М. Кирюхин, Б.В. Матвиенко. Кинетика эволюции η -фазы в аустенитной нержавеющей стали при облучении тяжелыми ионами // *ДАН УССР. Серия А. Физико-математические и технические науки*. 1987, № 101, 3 с.
9. В.В. Брык, В.Н. Воеводин, Б.В. Матвиенко, И.М. Неклюдов, П.В. Платонов. Структурно-фазовые изменения в стали X16H15M3B при облучении заряженными частицами // *ВАНТ. Серия ФРП и РМ*. 1983, в. 5(28), с. 12–21.
10. М.Ю. Бредихин, В.В. Брык, В.Н. Воеводин, И.М. Неклюдов, П.В. Платонов. Влияние холодной деформации на радиационное распухание стали X16H15M3B при облучении тяжелыми ионами // *ВАНТ. Серия ФРП и РМ*. 1981, в. 3(17), с. 56-60.
11. И.М. Неклюдов, В.Ф. Зеленский, О.В. Бородин, В.Н. Воеводин, В.К. Шамардин. Исследование микроструктуры стали типа X18H10T, облученной в реакторе БОР-60 // *Атомная энергия*. 1991, т.70, с. 57-61.
12. I.M. Neklyudov, O.V. Borodin, V.V. Bryk, V.K. Shamardin, V.C. Neustroev, V.N. Voyevodin. Microstructural evolution of austenitic stainless steels irradiated in a fast reactor // *Effects of radiation on materials. 17-th Intern. Symp. ASTM STP 1270*. 1996, p. 817-830.

Статья поступила в редакцию 07.07.2011 г.

ВПЛИВ 5 % ХОЛОДНОЇ ДЕФОРМАЦІЇ НА ПОВЕДІНКУ СТАЛІ X18H10T ПРИ ІОННОМУ ОПРОМІНЕННІ

О.В. Бородин, В.В. Брык, О.С. Кальченко, В.В. Мельниченко

Проведено аналіз структурних змін в аустенізованій та холоднореформованій сталі X18H10T після опромінення іонами хрому. Виявлена температурна зона, де стійкість радіаційному розпухання аустенізованій сталі вище, ніж у холоднореформованій.

INFLUENCE OF 5 % COLD-WORKED DEFORMATION ON BEHAVIOUR OF 18CR-10NI-TI STEEL UNDER ION IRRADIATION

O.V. Borodin, V.V. Bryk, A.S. Kalchenko, V.V. Melnichenko

The analysis of structure transformations in steel 18Cr10NiTi after Cr-ions irradiation in annealed and cold-worked steel was carried out. The range of temperatures was found out, where radiating swelling resistance of solution annealed steel is higher than cold worked steel.