

РАДИАЦИОННО-СТИМУЛИРОВАННАЯ ЭВОЛЮЦИЯ ЭЛЕМЕНТНОГО СОСТАВА СТАЛИ Х18Н10Т ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ ЖЕЛЕЗА ДО 120 СНА ПРИ 600 °С

И.И. Чернов¹⁾, М.С. Стальцов¹⁾, О.В. Емельянова²⁾,
А.С. Диков³⁾, И.А. Иванов³⁾, Д.Н. Хмеленин⁴⁾

¹⁾Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Каширское шоссе 31, Москва 115409, Россия, i_chernov@mail.ru, m.staltsov@gmail.com,

²⁾Московский физико-технический институт (национальный исследовательский
университет), ул. Керченская 1А/1, Москва 117303, Россия, eolga@bk.ru

³⁾Институт ядерной физики, ул. Ибрагимова 1, Алматы 050032, Казахстан,
dikov@inp.kz, igor.ivanov.inp@gmail.com,

⁴⁾Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова, Курчатовский комплекс
кристаллографии и фотоники, НИЦ «Курчатовский институт»,
Ленинский пр. 59, Москва 119333, Россия, xorruim@gmail.com

С помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) изучено влияние облучения высокогенетическими ионами Fe^{10+} на изменение структуры и химического и структурно-фазового состава стали 08Х18Н10Т. Продемонстрировано, что при облучении высокогенетичными тяжелыми ионами происходят локальные радиационно-стимулированные перераспределения основных элементов стали в объеме материала. Также были обнаружены признаки процессов динамической полигонизации (формирование субзеренной структуры), особенно в объеме основного повреждения структуры.

Ключевые слова: аустенитная сталь; ионное облучение; радиационное распухание; сегрегационные явления; изменение структурно-фазового состава.

RADIATION-STIMULATED EVOLUTION OF ELEMENTAL COMPOSITION OF STEEL 18Cr10Ni – Ti WITH IRON IONS IRRADIATION UP TO 120 DPA AT 600 °C

I.I. Chernov¹⁾, M.S. Staltsov¹⁾, O.V. Emelianova²⁾, A.S. Dikov³⁾, I.A. Ivanov³⁾, D.N. Kmelenin⁴⁾

¹⁾National Research Nuclear University MEPhI, 31 Kashirskoe Sh., 115409 Moscow, Russia

²⁾Moscow Institute of Physics and Technology, 1A/1 Kerchenskaya Str., 117303 Moscow, Russia

³⁾Institute of Nuclear Physics, 1 Ibragimov Str., 050032 Almaty, Kazakhstan

⁴⁾Shubnikov Institute of Crystallography, Kurchatov Complex of Crystallography and Photonics,
NRCC «Kurchatov Institute», 59 Leninskiy Ave., 119333 Moscow, Russia

The effect of irradiation with high-energy Fe^{10+} ions on the structure and chemical and structural-phase composition changes of 18Cr10Ni – Ti steel was studied using transmission electron microscopy (TEM). It was demonstrated that irradiation with high-energy heavy ions causes local radiation-stimulated redistributions of the main elements of steel in the volume. Signs of dynamic polygonization processes (formation of a subgrain structure) were also detected, especially in the volume of the main structure damage.

Keywords: austenitic steel; ion irradiation; radiation swelling; segregation phenomena; structural-phase composition changes.

Введение

Радиационное повреждение структуры конструкционных материалов реакторов на быстрых нейтронах имеет ключевое влияние на размерную стабильность изделий во внутриреакторных условиях (обо-

лочек твэлов, чехлов ТВС и т.д.), а также на деградацию свойств материалов.

Исследование эволюции структуры и свойств материалов реакторов возможны не только при облучении непосредственно нейtronами, но и в имитационных экспе-

риментах при облучении заряженными частицами (протонами, электронами, легкими и тяжелыми ионами). Каждый из таких экспериментов имеет свои достоинства и недостатки, но самое главное, они позволяют исследовать воздействие облучения на материалы за относительно короткое время и без необходимости работы с активными материалами.

Материалы и методы исследования

Исследовалась гомогенная сталь 08Х18Н10Т в austenitized состоянии (1050°C , 1 ч, вода). Как известно, структура такой стали после закалки представляет собой однородный твердый раствор с первичными карбонитридами Ti(C, N). Облучение проведено в импульсном ускорителе ДЦ-60 в филиале Института ядерной физики РК (г. Нур-Султан) ионами $^{56}\text{Fe}^{10+}$ с энергией 98 МэВ до дозы ~ 120 сна при 600°C . Образцы для ПЭМ были приготовлены методом фокусированного ионного пучка Scios (ThermoFisher Scientific, США). Исследование микроструктуры по глубине мишени проводено в сканирующем-просвечивающем электронном микроскопе Osiris (ThermoFisher Scientific, USA), оборудованном высокоугловым темнопольным детектором (Fischione, США) и энергодисперсионным детектором (ChemiSTEM, Bruker, США).

С помощью программного пакета SRIM было вычислено, что максимум повреждающей дозы при использованном типе и энергии ионов находится на расстоянии от поверхности $\sim 7.5\text{--}7.8$ мкм, а максимум распределения имплантированных ионов на глубине $\sim 7.9\text{--}8.0$ мкм. Исследования проводились на глубине $\sim 6.5\text{--}8.0$ мкм.

Результаты и их обсуждение

На рис. 1 показана микроструктура образца стали в области, расположенной на глубине $\sim 6.5\text{--}8.0$ мкм.

Как видно на рис. 1 *a*, в области максимального повреждения структуры обнаружены объекты, которые предварительно можно идентифицировать как вакансии-

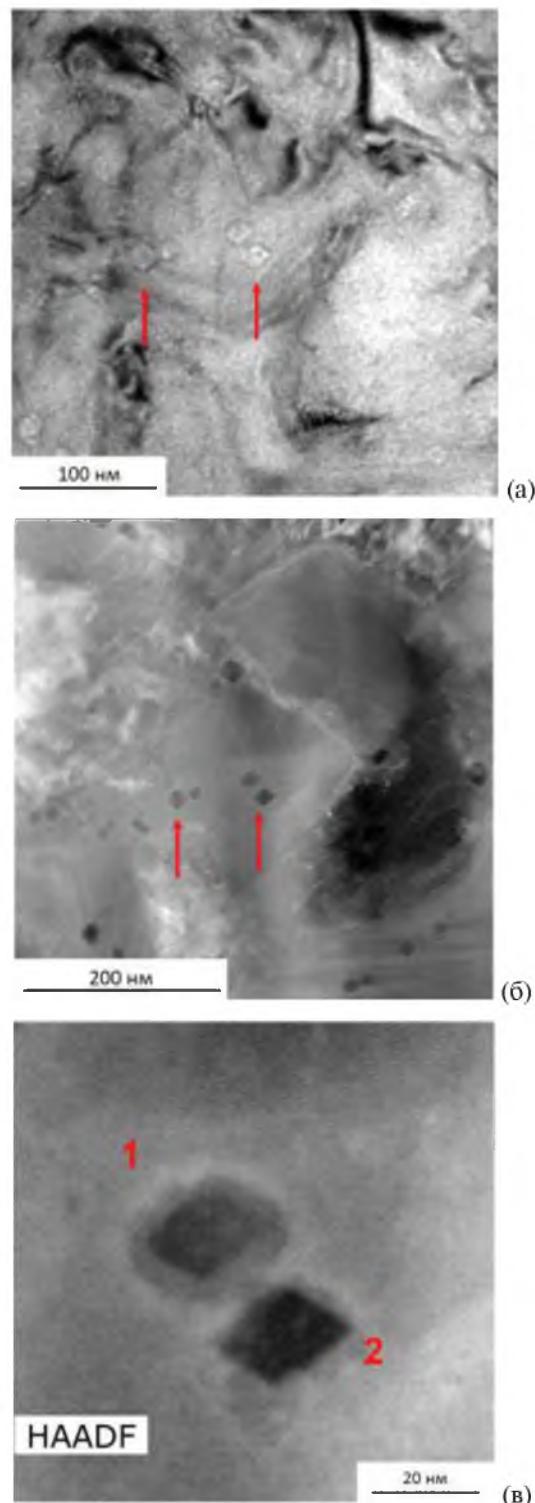


Рис. 1. Микроструктура стали X18H10T после облучения ионами Fe в области максимального повреждения структуры на глубине 6.5 – 8 мкм: *a* – в режиме на «просвет», *b*, *c* – HAADF STEM изображение

ные поры (показаны стрелками). Вопрос идентификации этих объектов, однако, усложняется некоторыми результатами,

которые будут представлены ниже. Данные объекты меняют контраст при изменении фокусировки, что характерно для пор или пузырьков, наблюдавшихся в просвечивающем микроскопе.

На рис. 1 (б) представлены снимки микроструктуры в этой же области, но снятые в режиме сканирующей просвечивающей микроскопии (HAADF STEM). Типичные объекты, предварительно идентифицированные как поры, также выделены стрелками. Форма объектов близка к кубической или многогранной. На рис. 1(в) показано в режиме HAADF с большим увеличением пара объектов, выделенных стрелкой на рис. 1 (а) и (б), а на рис. 2 представлена элементная (ЭДС) карта этой области. Размер обнаруженных объектов варьируется от нескольких до 25-30 нм.

Как видно из рис. 2, в области отмеченного цифрой 1 объекта повышенное содержание титана, однако обогащения или обеднения другими элементами не отмечается. В то же время объект 2 обогащен титаном и немного углеродом, но обеднен железом. Также в области вокруг объекта 2 зафиксировано повышенное содержание никеля. Кроме того, в табл. 1 представлены усредненные результаты элементного анализа в области объектов 1 и 2, а также в матрице.

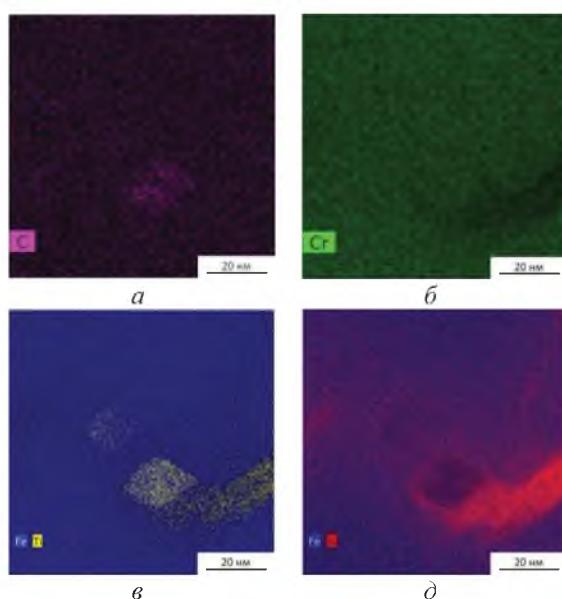


Рис. 2. Карта распределения основных элементов стали X18H10T в области образца, представленной на рис. 1

Табл. 1. Результаты ЭДС анализа в различных областях в стали X18H10T после облучения ионами Fe

Элемент	Матрица, масс. %	Объект 2, масс. %	Объект 1, масс. %
Fe	71.4	61.4	71.2
Cr	17.6	16.7	17.2
Ni	9.8	14.0	10.2
Ti	0.2	6.7	0.3
Mn	1.0	0.7	0.7
C	0.04	0.06	0.07

Объект 1 скорее всего является карбидом титана, несмотря на то, что размеры таких карбидов в большинстве случаев составляют 10-20 нм. Малый размер (~15 нм) частицы в данном случае может свидетельствовать об их радиационной природе, поскольку первичные карбиды титана обычно имеют больший размер.

Объект 2 сложно идентифицировать однозначно. Это могут быть бывшие карбиды титана, из которых за счет радиационных процессов (радиационно-стимулированной диффузии или баллистического эффекта) удалился углерод. Также это могут быть предвыделения, которые в дальнейшем превращаются в выделения за счет притока других атомов, например, атомов никеля.

Также было замечено, что в образце стали X18H10T, облученном железом, обнаруживаются признаки формирования субзеренной структуры в области воздействия ускоренных ионов. Связно это, может быть, с процессами динамической полигонизации, поскольку скорость набора повреждающей дозы при использовавшемся облучении очень высока.

Заключение

По результатам исследований микроструктуры стали X18H10T после облучения ионами Fe^{10+} с энергиями 98 МэВ до повреждающей дозы ~120 сна при 600 °C было выявлено, что после облучения в области максимального радиационного повреждения формируются радиационно-стимулированные объекты, по контрасту в ПЭМ похожие на вакансационные поры, однако при дальнейшем анализе становится

очевидным, что большинство из таких объектов являются выделениями или предвыделениями вторых фаз, обогащенными титаном. Обнаруженные объекты двух типов были идентифицированы как радиационно-стимулированные карбиды титана и

предвыделения, обогащенные титаном и никелем.

Также было отмечено, что в зоне максимального повреждения структуры развивается субзеренная структура, которая скорее всего является результатом динамической полигонизации.