

УДК 621.039.531:669

ИЗМЕНЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ, ТВЕРДОСТИ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ПРИ ОТЖИГЕ СТАЛИ 12X18H9T, ОБЛУЧЕННОЙ В РЕАКТОРЕ ВВР-К ДО ПОВРЕЖДАЮЩЕЙ ДОЗЫ 5 СНА ПРИ НИЗКОЙ (~80°C) ТЕМПЕРАТУРЕ

Максимкин О.П., Цай К.В.

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

Методами просвечивающей электронной микроскопии, измерением намагниченности и микротвердости исследовали аустенитную нержавеющую сталь 12X18H9T (материал стержня автоматического регулирования активной зоны реактора ВВР-К), облученную до 5 сна при 80°C и подвергнутую пострadiационным изохронным отжигам (1 час) в интервале температур 450–950°C. Выявлены особенности эволюции тонкой структуры облученной стали (ансамбля петель Франка и мелких дефектов типа black dots) в результате термического воздействия, которые сопоставляли с изменениями величины намагниченности материала. Сделано предположение, что носителями индуцированного облучением и отжигом магнетизма аустенитной стали являются петли Франка определенного размера (15–20 нм), в которых при сравнительно низких температурах облучения ($\leq 300^\circ\text{C}$) и дозах (<20 сна) возможно образование ферромагнитной α -фазы в ходе фазового $\epsilon \rightarrow \alpha$ -превращения.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что при нейтронном облучении реакторных сталей и сплавов тип образующихся в микроструктуре радиационных дефектов и вторичных фаз, их конфигурация, размеры и плотность, а также эксплуатационные свойства облучаемых конструкционных материалов во многом определяются температурой облучения.

Анализ большого количества имеющихся в открытом доступе экспериментальных данных по аустенитным сталям, температуры облучения которых изменялись в широком интервале значений от 50 до 700°C [1, 2], позволяет выделить два температурных режима нейтронного облучения, приводящих к формированию принципиально различных дефектных микроструктур:

– низкотемпературный режим ($\leq 300^\circ\text{C}$), при котором в материале доминируют мелкие дефекты типа black dots и дислокационные петли Франка, но, в то же время, нет вакансионных пор и заметного количества вторичных выделений;

– высокотемпературный режим (300–700°C), при котором для материала характерны образование вакансионных пор, радиационно-стимулированных вторичных выделений, дислокационных петель и сетки дислокаций.

Вместе с тем существует сильная зависимость характера радиационного изменения микроструктуры от элементного состава облучаемого материала и условий облучения в активных зонах разных реакторов, что затрудняет построение общей теории влияния параметров облучения на структуру и свойства нержавеющих сталей и актуализирует необходимость получения новых экспериментальных данных по их радиационной деградации.

В настоящей работе приведены и обсуждаются результаты материаловедческих исследований изменений структуры и свойств реакторной стали 12X18H9T, облученной тепловыми нейтронами при

сравнительно низких значениях температуры облучения, скорости набора повреждающей дозы и длительном времени экспозиции.

ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследовали аустенитную нержавеющую сталь 12X18H9T – материал сердечника стержня тонкого автоматического регулирования (АР) реактивности активной зоны исследовательского реактора ВВР-К. Стержень АР в течение длительного времени (более 20 лет) облучался сравнительно слабыми потоками нейтронов ($E > 0.1$ МэВ) при 80°C, в результате чего, согласно расчетам, для материала из нижнего участка стержня была достигнута повреждающая доза 5 сна при суммарном флюенсе 1.3×10^{22} н/см².

Образцы для исследования вырезались с нижнего конца стержня АР и представляли собой плоскопараллельные пластины $18 \times 4 \times 0.3$ мм, из которых затем выбивали диски диаметром 3 мм для объектов просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Подготовленные образцы подвергали изохронным часовым отжигам в интервале температур 200–950°C. До и после отжигов контролировали намагниченность облученной стали (содержание ферромагнитной фазы) с помощью феррозонда Fisher MP-30 и измеряли микротвердость материала, используя микротвердомер ПМТ-3 с нагрузкой на индентор 50 г. Тонкую структуру стали исследовали с помощью стандартных методик на просвечивающем электронном микроскопе JEM-100CX при ускоряющем напряжении 100 кВ. Более подробно методические особенности исследования высококордиоактивных образцов описаны в [3, 4]. ПЭМ-исследования проводили на образцах после облучения и отжигов при температурах 450–950°C.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Изменение микроструктуры при отжиге

Непосредственно после облучения (до отжига) в микроструктуре стали 12Х18Н9Т преобладали дислокационные петли и мелкие кластеры black dots, дающие на изображении в темном поле контраст белых точек (рисунок 1). Дислокационные петли представляли собой междоузельные петли Франка с вектором Бюргерса $a/3\langle 111 \rangle$, средняя плотность которых составила $6.6 \times 10^{21} \text{ м}^{-3}$, а размеры изменялись в достаточно широком интервале значений, от 5 до 60 нм. Средний размер петель – 23 нм, а максимальная доля приходилась на петли размером 15 нм.

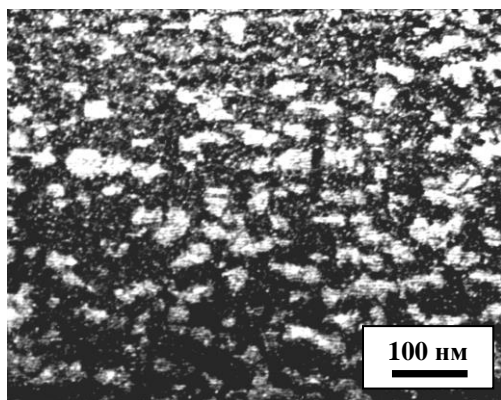


Рисунок 1. Микроструктура облученной стали 12Х18Н9Т с нижнего конца стержня-АР (темное поле в рефлексе 002)

Большинство крупных петель были ориентированы вдоль определенных направлений в ГЦК-решетке, формируя некоторое подобие лабиринтной сетчатой структуры. Линейные размеры сегментов «сетки» близки к 0.1 мкм, что примерно соответствует толщине просвечиваемого участка фольги. Внутри сегментов наблюдали однородно распределенные мелкие дефекты типа black dots (с размерами от 1 до 4 нм), плотность которых составляла не менее $1.4 \times 10^{23} \text{ м}^{-3}$, а средний размер 2.7 нм.

Характеристики радиационных дефектов до и после изохронных отжигов приведены в таблице 1. Эволюция дислокационной структуры в облученной

стали при повышении температуры отжига ($T_{\text{отж}}$) показана на рисунках 2, 3. На рисунке 4 представлены гистограммы распределения дислокационных петель по размерам после облучения и отжигов в интервале температур 450–650°С.

После часового отжига при 450°С в микроструктуре стали наблюдали возрастание плотности дислокационных петель Франка в 2 раза за счет дефектов с размерами 5–25 нм, сокращение доли крупных петель и исчезновение петель с размерами > 50 нм. При этом средний размер петель уменьшился в 1.4 раза по сравнению с материалом до термообработки. Концентрация кластеров black dots после отжига уменьшилась более чем в 4 раза.

После часового отжига при 550°С дефектная микроструктура состояла из конгломерата петель Франка с внутренним дефектом упаковки и полных петель с вектором Бюргерса $a/2\langle 110 \rangle$ (~ 30% от всего содержания петель), а также остаточного количества black dot – дефектов, гомогенно распределенных в пространстве между петлями. Суммарная плотность петель (независимо от их типа) незначительно уменьшилась по сравнению с отжигом при 450°С, а их средний размер несколько возрос. Преобразование петель Франка в полные петли имело место в результате пострадиационной термообработки. Заметим, что аналогичный эффект возможен и под облучением.

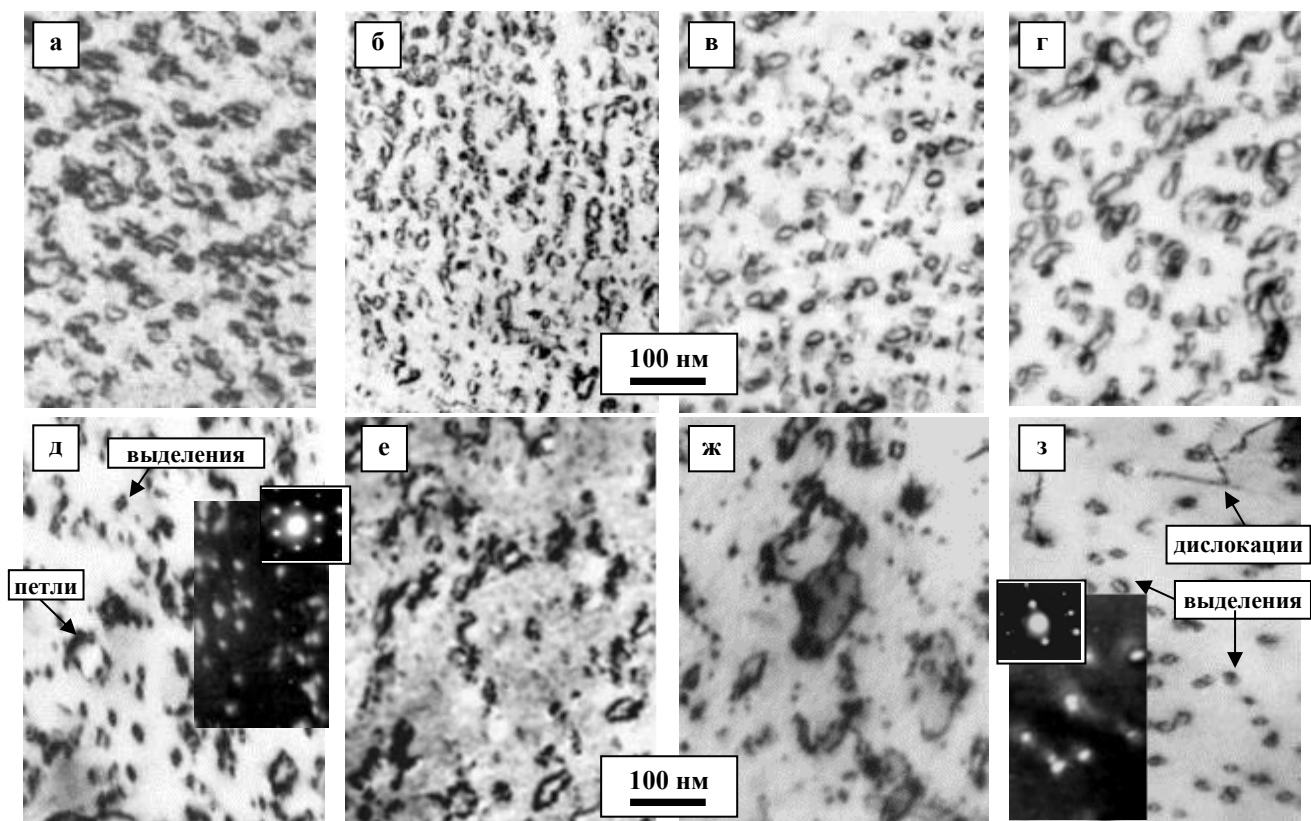
После часового отжига при 650°С в материале продолжали наблюдаться дислокационные петли, но уже не было black dot дефектов. Основную массу петель составляли полные петли, тогда как доля петель Франка была невелика (~8% от общего количества дефектов). При этом суммарная плотность петель уменьшилась в 2 раза по сравнению с отжигом при 550°С, а их средний размер возрос в 1.7 раза. Появились отдельные крупные дефекты размером до 90 нм.

Таким образом, можно констатировать, что в температурном интервале отжигов 550–650°С имели место исчезновение дефекта упаковки внутри петель и трансформация петель Франка в полные (призматические) петли.

Таблица 1. Структурные характеристики дислокационных петель и кластеров black dots в облученной и термообработанной стали 12Х18Н9Т

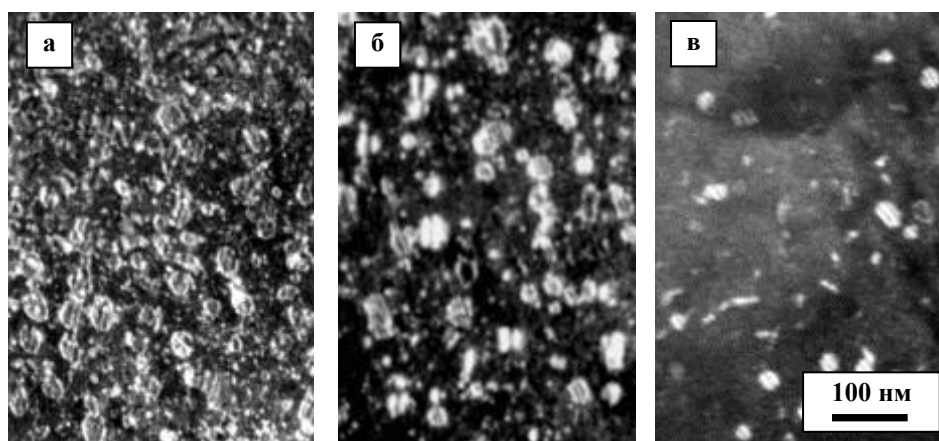
$T_{\text{отж}}, \text{ }^\circ\text{C}$	Дислокационные петли			Кластеры black dots	
	Плотность, м^{-3}	Средний размер, нм	Диапазон размеров, нм	Плотность, м^{-3}	Средний размер, нм
без отжига	6.6×10^{21}	23.0	5 – 60	1.4×10^{23}	2.7
450	1.3×10^{22}	16.7	5 – 50	3.1×10^{22}	2.7
550	1.2×10^{22}	17.2	5 – 50	1.2×10^{22}	2.8
650	5.7×10^{21}	29.0	10 – 90	–	–
750	6.3×10^{20}	42.8	15 – 100	–	–
800	3.9×10^{20}	55.6	25 – 100	–	–
850	Наблюдались эпизодически		30 – 120	–	–

ИЗМЕНЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ, ТВЕРДОСТИ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ПРИ ОТЖИГЕ СТАЛИ 12Х18Н9Т, ОБЛУЧЕННОЙ В РЕАКТОРЕ ВВР К ДО ПОВРЕЖДАЮЩЕЙ ДОЗЫ 5 СНА ПРИ НИЗКОЙ (~80°С) ТЕМПЕРАТУРЕ



а – без отжига, б – 450°С, в – 550°С, г – 650°С, д – 750°С, е – 800°С, ж – 850°С, з – 950°С. д – з – в микроструктуре помимо дислокаций наблюдаются вторичные выделения TiC (см. изображения в режиме темного поля).

Рисунок 2. Эволюция дислокационной структуры в стали 12Х18Н9Т, облученной нейтронами до 5 сна, в результате пострadiaционных отжигов (длительностью 1 час) при различных температурах



а – 450°С (снимок в темном поле, в рефлексе 002), б – 550°С (снимок в рефлексе 002), в – 650°С (снимок в рефлексе 111).

Рисунок 3. Уменьшение содержания дефектов black dots и петель Франка в облученной нейтронами стали 12Х18Н9Т с ростом температуры изохронного отжига

ИЗМЕНЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ, ТВЕРДОСТИ И МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ ПРИ ОТЖИГЕ СТАЛИ 12Х18Н9Т, ОБЛУЧЕННОЙ В РЕАКТОРЕ ВВР К ДО ПОВРЕЖДАЮЩЕЙ ДОЗЫ 5 СНА ПРИ НИЗКОЙ (~80°С) ТЕМПЕРАТУРЕ

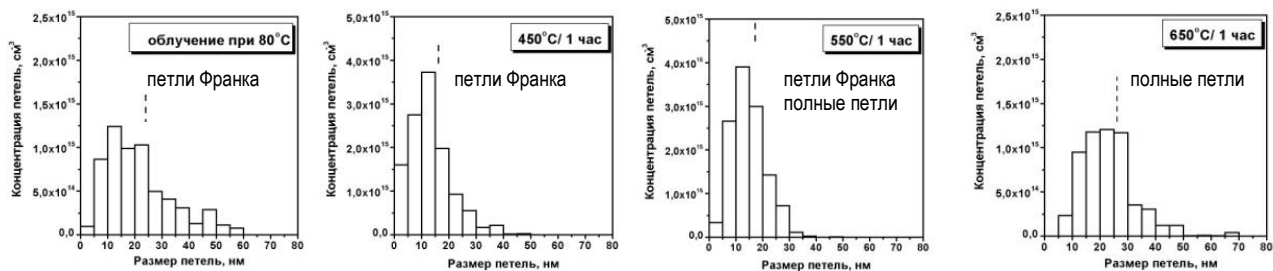
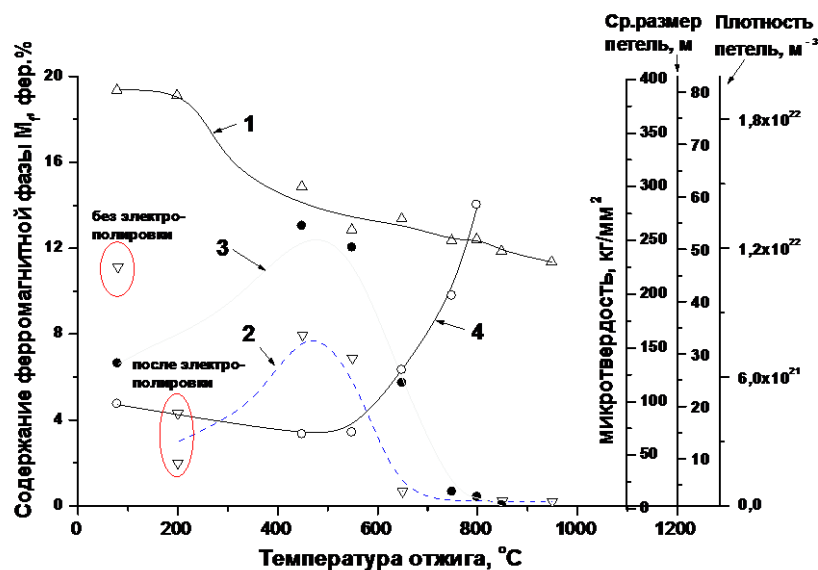


Рисунок 4. Диаграммы распределения дислокационных петель по размерам после облучения при 80°С и изохронных отжигов в температурном интервале 450–650°С



кривая 1 (Δ) – изменение микротвердости стали с ростом $T_{отж}$; кривая 2 (∇) – изменение намагниченности стали; кривая 3 (●) – изменение плотности дислокационных петель, кривая 4 (○) – изменение среднего размера дислокационных петель.

Рисунок 5. Влияние температуры изохронного отжига на микротвердость, содержание ферромагнитной α' -фазы и параметры дислокационных петель в микроструктуре для стали 12Х18Н9Т, облученной нейтронами до 5 сна

ПЭМ-исследования стали, проведенные после отжига при 750°С, показали, что средний размер дислокационных петель увеличился в 1.5 раза, а их плотность уменьшилась более чем на порядок по сравнению с облученной сталью до отжига. Одновременно в микроструктуре отмечено формирование сетки дислокаций и образование множественных мелкодисперсных выделений вторичной фазы TiC [5], когерентных с решеткой аустенитной матрицы. Плотность выделений 10^{22} м^{-3} , средний размер ~16.3 нм. Частицы TiC, идентифицируемые по дополнительным рефлексам на электронограммах, на фотографиях в режиме светлого поля (рисунок 2д) имеют вид мелких петлевых образований. Выделения размещаются на линиях дислокаций и дислокационных петель. Петли на снимках имеют гораздо больший размер по сравнению с частицами вторичной фазы.

После отжига при 850°С наблюдался дополнительный рост размеров дислокационных петель, до 120 нм. Обнаружены мелкие пузырьки (с размерами

< 20 нм и плотностью $3.7 \times 10^{20} \text{ м}^{-3}$), наполненные гелием. После нагрева до 950°С дислокационные петли выявлены не были, а наблюдались лишь отдельные дислокационные скопления и увеличившиеся в размерах частицы карбида титана (рисунок 2з) и гелиевые пузырьки.

Температурные изменения микротвердости

Измерения микротвердости (см. рисунок 5, кривая 1) показали, что отжиг облученной стали при 450°С, когда регистрируемая плотность black dot-дефектов существенно уменьшилась по сравнению с их содержанием до отжига, привел к 50% падению прироста микротвердости ΔH_c от первоначального значения после облучения, несмотря на общее увеличение плотности петель Франка почти в 2 раза.

Отжиг при 650°С, характеризующийся исчезновением из микроструктуры мелких дефектов и завершением превращения петель Франка в полные, в свою очередь, привел к уменьшению прироста микротвердости на ~70%.

Образование многочисленных вторичных выделений в интервале отжига 750–950°С не повлекло за собой дополнительного упрочнения материала, хотя формирующиеся выделения когерентны или частично когерентны с матрицей. Наличие когерентности обычно связывают с повышением упрочняющего фактора выделений – как препятствий на пути движущихся дислокаций [6]. Отсутствие же заметного упрочнения при образовании частиц TiC в нашем случае можно объяснить одновременным «размягчением» матрицы, обусловленным обеднением по углероду и титану [7, 8].

Температурные изменения магнитных свойств

Измерения с помощью феррозонда показали, что после облучения намагниченность приповерхностного слоя аустенитной стали толщиной ~30 мкм эквивалентна содержанию в матрице 11% ферромагнитной фазы. Заметим, что после вырезки образца из стального сердечника не проводили его дополнительной «глубокой» электрополировки, вследствие чего в приповерхностном наклепанном слое сохранилось повышенное содержание ферромагнитного α' -мартенсита деформации. Этим объясняется повышенная намагниченность стального образца до отжига.

В результате отжига стального образца при 200°С с последующей электрополировкой показания феррозонда значительно уменьшились (см. рисунок 5, кривая 2). Полученную намагниченность условно можно принять за исходную, т.е. после облучения.

После отжига при температурах 450°С и 550°С обнаружено повторное увеличение намагниченности почти в 2 раза. Аналогичное, но количественно более слабое, возрастание намагниченности наблюдалось после отжига при температурах 400–500°С в образцах деформированной аустенитной стали, содержащих мартенситную α' -фазу [9]. Данный эффект связывали с возможностью количественного роста включений α' -мартенсита в результате снятия внутренних напряжений во время термообработки. Отжиг при 650°С привел к существенному уменьшению показаний намагниченности материала, что аналогично осуществлению обратного мартенситного $\alpha' \rightarrow \gamma$ -превращения в деформированной и термообработанной стали [10]. После отжига при 850°С намагниченность облученной стали стала близка к нулю.

ОБСУЖДЕНИЕ

Принято считать, что радиационное упрочнение стали по сравнению с необлученным состоянием, определяемое как ΔH_{μ} или $\Delta \sigma_{02}$ ($3.03 \Delta H_{\mu}$ [кг/мм²] = $\Delta \sigma_{02}$ [МПа], [11]), достаточно корректно описывается в рамках полуэмпирической модели дисперсных барьеров Орована [6], где суммируются вклады в упрочнение от различных радиационных дефектов. При этом вклад от каждого типа дефектов определя-

ется выражением $\alpha \sqrt{Nd}$, где α – коэффициент упрочнения или «силы» дефекта-барьера, N – плотность дефектов, d – их средний размер. В нашем случае после облучения и отжига при температурах 450–550°С основной упрочняющий вклад вносят петли Франка и кластеры black dots. При более высоких температурах отжига микроструктуру упрочняет наличие полных петель, выделений TiC и гелиевых пузырьков.

При коэффициентах упрочнения 0.2 для black dots, 0.33 для петель Франка и 0.2 для полных петель получено хорошее согласие с экспериментом по величине ΔH_{μ} для стали, отожженной в интервале температур 450–650°С. Заметим, что при расчете $\Delta H_{\mu}(T_{отж}) = H_{\mu обл}(T_{отж}) - H_{\mu 0}(T_{отж})$ для облученной и термически обработанной стали корректно брать значение $H_{\mu 0}$ необлученного материала в состоянии МТО после отжига при той же температуре.

Известно, что при нейтронном облучении сталей при температурах < 100°С упрочняющий эффект от петель Франка оказывается выше, чем в случае $T_{обл} > 300$ °С, где α петель полагают равным 0.33 [12,13]. Например, для стали 316SS при $T_{обл} = 60$ –100°С [14] для петель Франка α изменялось в интервале значений 0.4–0.6, а для стали 316LN при $T_{обл} = 90$ °С [15] $\alpha = 0.5$. При этом нет данных о влиянии низкой $T_{обл}$ на упрочняющий эффект от кластеров black dots, для которых α , обычно, не превышает 0.2. В нашем случае после облучения в реакторе ВВР-К при 80°С хорошее согласие с экспериментом получено при $\alpha = 0.5$ для петель Франка и 0.2 – для дефектов black dots.

Хорошее согласование экспериментальных и расчетных данных по радиационному упрочнению стали показывает, что имеет место коррелированное изменение микроструктуры радиационно-термических дефектов и величины микротвердости материала как после облучения при 80°С, так и после отжига на температурном интервале 450–650°С.

Особый интерес представляет сравнительное рассмотрение свойств стали 12Х18Н9Т после облучения и отжига при температурах 450 и 550°С, когда в микроструктуре доминировали петли Франка и дефекты black dots. Анализ микрофотографий показал, что в результате термообработки основная доля дефектов black dots диссоциировала под действием температуры, а составляющие их точечные дефекты рекомбинировали или были поглощены более крупными дислокационными петлями. Другая часть black dots, гораздо меньшая по размеру, напротив, развилась в полноценные дислокационные дефекты – петли Франка. В результате плотность петель выросла в 2 раза, а их средний размер сместился в область более мелких дефектов. В то же время, после отжига более чем в 2 раза увеличилась намагниченность стали (см. рисунок 5, кривая 2), т.е., условно говоря, в материале выросло содержание ферро-

магнитной составляющей (фазы).

Из рисунка 5 видно, что поведение намагниченности с ростом $T_{отж}$ по виду подобно температурному изменению плотности дислокационных петель. Можно предположить, что величина намагниченности коррелирует с концентрацией данных дефектов в микроструктуре, т.е. в ответ на рост плотности петель намагниченность образца будет увеличиваться, и, наоборот, с уменьшением плотности петель – уменьшаться. Чтобы определить с каким типом дислокационных петель может быть связана возникающая после облучения намагниченность, проведем анализ результатов исследования образцов, отожженных при разных температурах.

По плану эксперимента не проводилось изучение микроструктуры стали после отжига при 200°C. Однако, опираясь на результаты измерения микротвердости при $T_{отж}=200^\circ\text{C}$, которые близки по величине к H_u до отжига, и на известные рассуждения о хорошей корреляции микроструктурных данных и упрочнения (ΔH_u) можно утверждать, что плотность петель Франка после 200°C-отжига также мало отличается от исходной (после облучения). Отличие может заключаться в незначительном уменьшении содержания кластеров black dots в стали после отжига.

После облучения и отжига при 450°C в микроструктуре наблюдались только петли Франка, тогда как полные петли были обнаружены после отжигов при более высоких температурах (550, 650°C). Это позволяет предположить, что намагниченность стали связана именно с дефектами Франка, расположенными в плоскостях типа $\{111\}$ ГЦК решетки.

Плотность петель после отжига при 650°C близка по величине и гистограмме распределения по размерам к исходной, однако постотжиговая намагниченность значительно меньше исходной. Кажущееся рассогласование в поведении структуры и намагниченности после отжига при 650°C можно объяснить тем, что плотность дислокационных петель после отжига рассчитывалась с учетом петель всех типов (петель Франка и полных петель). При этом доля дефектов Франка в материале была крайне незначительна, также незначителен должен быть возможный вклад от них в намагниченность.

В намагниченность стали до и после отжигов вносит вклад остаточный α' -мартенсит в следах наклепа на поверхности стального образца. Поведение данной магнитной фазы при отжиге аналогично поведению мартенсита деформации при отжиге деформированных стальных образцов. Следовательно, можно ожидать частности известен эффект возрастания намагниченности после отжига стали в интервале 400–500°C. Однако величина данного прироста обычно не превышает 20–30% от исходной намагниченности до отжига. Данный деформационный вклад в намагниченность присутствует, конечно, и в других точках отжиговой диаграммы, однако, коли-

чественно он много меньше магнитного вклада от радиационных дефектов.

Зависимость среднего размера петель от температуры отжига (рисунок 5, кривая 4) показывает, что при температурах 80, 450 и 550°C основная доля дефектов приходится на размерный интервал 16–23 нм. Согласно предложенной гипотезе, это означает, что ферромагнитные свойства стали могут быть обусловлены наличием в микроструктуре дефектов Франка (или комплексов из этих дефектов) с небольшими средними размерами 16–23 нм, плотность которых прямо пропорциональна намагниченности материала.

Тот факт, что намагниченность стали после отжига при 550°C уменьшилась незначительно по сравнению с отжигом при 450°C также заслуживает пояснения, поскольку в микроструктуре появились полные петли. Известно, что доля петель Франка при $T_{отж}=550^\circ\text{C}$ составляет ~ 70% от общего содержания петель. При этом полные петли относятся к дефектам с размерами свыше 30 нм (т.е. за пределами выше описанного размерного интервала), тогда как доля петель Франка в меньшем размерном диапазоне уменьшается незначительно, чем, по-видимому, и обусловлено слабое изменение намагниченности.

Анализ полученных данных подтверждает правоту гипотезы о наличии взаимосвязи между содержанием ферромагнитной фазы (намагниченности) и наличием петель Франка в облученной нейтронами аустенитной стали 12X18H9T. Одним из возможных объяснений данного эффекта, как и ранее в работе [16], является предположение о том, что под действием нейтронного облучения на петлях, содержащих дефект упаковки (ε -фаза, ГПУ), возможно образование зародышей ферромагнитной α' -фазы (ОЦК) в результате $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ перехода, подобно тому, как это происходит при деформации. Из рисунка 5 видно, что максимальному содержанию ферромагнитной фазы соответствует средний размер петель ~16 нм и их плотность $\sim 1.3 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-3}$, тогда как уже при размере петель 30 нм намагниченность стали практически не регистрируется.

Таким образом, на основании полученных в работе данных сделано предположение, о возможности зарождения ферромагнитной α' -фазы под облучением непосредственно на петлях Франка, причем только в тех дефектах, которые характеризуются определенным (16–23 нм) средним размером (или, другими словами, энергией дефекта упаковки). При этом с ростом размера петель вероятность образования в них ферромагнитной фазы уменьшается и становится невозможным с превращение петель Франка в совершенные полные петли.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведен анализ экспериментальных данных, полученных при исследовании радиационного изменения микроструктуры, магнитных свойств и микротвердости образцов стали 12Х18Н9Т, облученных в исследовательском реакторе ВВР-К до 5 сна и затем отожженных в интервале температур 450–950°С.

Выявлена корреляционная связь между изменениями микроструктуры радиационно-термических дефектов и величиной упрочнения облученной и термически обработанной (при температурах 450–650°С) стали.

Обнаружен прирост намагниченности облученного материала, после отжигов 450 и 550°С на фоне двукратного увеличения плотности петель Франка в микроструктуре. Сделано предположение, что носителями намагниченности, индуцированной облучением и отжигом в аустенитной стали, являются петли Франка определенного среднего размера (16–23 нм). С наличием данных дефектов может быть связано образование на них зародышей ферромагнитной α' -фазы, которые и служат причиной увеличения намагниченности при отжиге.

Работа выполнена при поддержке гранта МОН РК 0786 / ГФ2.

ЛИТЕРАТУРА

1. Maziasz, P. J. Microstructural evolution in annealed austenitic steels during neutron irradiation / P.J. Maziasz, Mc.Hague // International Materials Reviews. – 1987. – V. 32. – P. 190-219.
2. Воеводин, В.Н. Эволюция структурно-фазового состояния и радиационная стойкость конструкционных материалов / В. Н. Воеводин, И. М. Неклюдов. – «Наукова Думка». Киев. – 2006. – 375 С.
3. Цай, К. В. Эволюция выделений вторичных фаз при отжиге аустенитной стали 12Х18Н9Т, облученной нейтронами до 5 сна / К. В. Цай, О. П. Максимкин, Л. Г. Турубарова // Физика металлов и металловедение. – 2007. – Т. 103. – № 3. – С. 294-302.
4. Цай, К. В. Влияние облучения и пострадиационной термообработки на микроструктуру и свойства стали 12Х18Н9Т, облученной в исследовательском реакторе ВВР-К до 5 сна / К. В. Цай, О. П. Максимкин, Л. Г. Турубарова // ВАНТ. Серия «ФРП и РМ». – 2008. – №2. – С. 100-107.
5. Sourmail, T. Literature Review: Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels / T. Sourmail // Materials Science and Technology. – 2001. – V.17. – P. 1-14.
6. Lucas, G. E. The evolution of mechanical property change in irradiated austenitic steels / G. E. Lucas // Journal of Nuclear Materials. – 1993. – V. 206. – P. 287-305.
7. Gessel, G.R. Effects of minor alloying additions on the strength and swelling behavior of an austenitic stainless steel / G. R. Gessel // Oak Ridge National Laboratory Report ORNL/TM 6359. – 1978. – P. 205.
8. Nembach, E. Superposition of solid solution and particle strengthening in (Cu-Au)-Co single crystals / E. Nembach, M. Martin // Acta Metallurgica. – 1980. – V.28. – P. 1069-1075.
9. Максимкин, О.П. Аномальный эффект изменения магнитных и механических свойств облученной нейтронами нержавеющей стали 12Х18Н10Т при отжиге 400°С / О. П. Максимкин, С. В. Рубан, С. В. Рыбин // Вестник НЯЦ. – 2011. – № 3. – С.98-101.
10. Максимкин, О.П. Обратное мартенситное $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращение в стали 12Х18Н10Т, облученной до 56 сна в реакторе БН-350 / О. П. Максимкин, Б. К. Рахашев // Вестник НЯЦ. – 2009. – №3, С. 161-165.
11. Busby, J.T. The relationship between hardness and yield stress in irradiated austenitic and ferritic steels / J.T. Busby, M.C.Hash, G.S.Was // Journal of Nuclear Materials. – 2005. – V. 336. – P. 267-278.
12. Cole, J.I. Microstructural changes induced by post-irradiation annealing of neutron-irradiated austenitic stainless steels / J.I. Cole, T.R. Allen // Journal of Nuclear Materials. – 2000. – V. 283-287. – P. 329- 333.
13. Неустроев В.С., Островский З.Е., Белозеров С.В. Эволюция микроструктуры стали типа Х18Н10Т при низкотемпературном облучении нейтронами как основной фактор упрочнения // ВАНТ. Сер. ФРП и РМ.- 2007.- Т.91, №6.- С. 78-81.
14. Hashimoto, N. Microstructural analysis of deformation in neutron-irradiated fcc materials / N. Hashimoto, T.S. Byun, K. Farrell // Journal of Nuclear Materials. – 2006. – V. 351. – P. 295-392.
15. Hashimoto, N. Relationship between hardening and damage structure in austenitic stainless steel 316LN irradiated at low temperature in the HFIR / N. Hashimoto, E. Wakai, J.P. Robertson // Journal of Nuclear Materials. – 1999. – V. 273. – P. 95-101.
16. Максимкин, О. П. Изменение магнитных свойств нержавеющей сталей, облученных в реакторе БН-350 / О. П. Максимкин // Вестник НЯЦ РК. – 2011. – № 4. – С. 101-119.

ТӨМЕН ТЕМПЕРАТУРАДА (80°С) БҮЛДІРЕТІН 5 СНА ДОЗАҒА ДЕЙІН ВВР-К РЕАКТОРЫНДА СӘУЛЕЛЕНДІРІЛГЕН, 12Х18Н10Т БОЛАТЫНЫҢ БОСАТУ КЕЗІНДЕГІ МИКРОҚҰРЫЛЫМЫНЫҢ, ҚАТТЫЛЫҒЫНЫҢ ЖӘНЕ МАГНИТТІК ҚАСИЕТТЕРІНІҢ ӨЗГЕРУІ

Максимкин О.П., Цай К.В.

Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

450–950°С температуралар аралығында пост-радиациялық изохронды босатуға (1 сағат) ұшыратылған және 80°С кезінде 5 снаға дейін сәулелендірілген (ВВР-К реакторының белсенді зонасының автоматты реттеу өзегінің жадығаты) аустенитті тотықпайтын 12Х18Н10Т болатының микроқаттылығы мен магниттелгендігін өлшеу арқылы жарықтүсіруші электронды микроскопия әдістерімен зерттеді. Термиялық әсердің негізінде пайда болған сәулелендірілген болаттың (black dots негізіндегі ұсақ ақаулардың және Франк ілмектерінің ансамблі) жіңішке құрылым эволюциясының ерекшеліктері айқындалды, оларды өз кезегінде жадығаттың магниттелгендігінің шамасының өзгеруімен салыстырды. Салыстырмалы төмен температуралар ($\leq 300^\circ\text{C}$) мен дозаларда (< 20 сна) сәулелендіру кезіндегі $\varepsilon \rightarrow \alpha$ -фазалық түрлену жүрісі үрдісінде ферромагнитті α -фазаның туындауы мүмкін, белгілі бір мөлшердегі Франк ілмектері (15–20 нм) аустенитті болаттың сәулелендіру және босатудан туындаған магнетизм индукциясының таратушысы болып табылады деген болжам жасалды.

CHANGES IN MICROSTRUCTURE, HARDNESS AND MAGNETIC PROPERTIES DURING ANNEALING OF 12CR18NI9TI STEEL IRRADIATED IN WWR-K REACTOR TO DAMAGE DOZE OF 5 DPA AT LOW (80°С) TEMPERATURE

Maksimkin O.P., Tsay K.V.

Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan

12Cr18Ni9Ti austenitic stainless steel (a material of the automatic control rod for WWR-K reactor active zone) irradiated to 5 dpa at 80°С and annealed at 450–950°С for 1 hr has been studied using TEM, magnetic properties and microhardness measurements. Evolution in fine structure of the irradiated steel resulting from heat treatment was identified (Frank loops and black dots) and it was compared to changes in magnetic properties. It was assumed that magnetism of austenitic steel is associated with Frank loops of certain size (15–20 nm) in which at a relatively low temperatures ($\leq 300^\circ\text{C}$) and irradiation doses (< 20 dpa) the formation of ferromagnetic α -phase during $\varepsilon \rightarrow \alpha$ -transformation may occur.