

Е. А. Васильева, Б. З. Марголин, М. С. Михайлов, А. В. Пташник

ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург

npk3@crism.ru

Научный руководитель – канд. хим. наук *С. Н. Петров*

ЭЛЕКТРОННО-МИКРОСКОПИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ СТРУКТУРНО-ФАЗОВОГО СОСТОЯНИЯ И РАДИАЦИОННОГО РАСПУХАНИЯ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ИМИТАЦИОННЫХ ИСПЫТАНИЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УСКОРИТЕЛЕЙ

АННОТАЦИЯ

В настоящее время разработаны новые аустенитные материалы для ВКУ. Для оценки их радиационной стойкости, вместо традиционной технологии пробоподготовки образцов-свидетелей, была применена имитация радиационного повреждения при облучении ионами в ускорителях. Микроструктурные изменения были исследованы с помощью методики прецизионного препарирования сфокусированным ионным пучком на растровом двулучевом электронно-ионном микроскопе, с последующим изучением приготовленных образцов на просвечивающем микроскопе. Разработана и опробована методика определения объемной плотности вакансионных пор и их распределения по размерам. Проведен элементный и фазовый анализ вторичных фаз. Получены профили распределения инжестированных ионов.

Ключевые слова: аустенитные материалы, микроструктура, фазовый анализ.

ABSTRACT

Presently, the new austenitic materials for reactor internals worked out. To estimate their irradiation durability, instead of the traditional technology of preparation of irradiation coupon, it was applied imitation of irradiation damage by the irradiation in ion accelerators. Microstructural changes were examined using of method of precision preparation by focused ion beam in a scanning double-beam electron-ion microscope. Then the prepared samples was study in a transmission electron microscope. There has been developed and tested method of determining the bulk density of vacancy voids and their size distribution. Elemental and phase analysis of secondary phases has been performed . Obtained profiles of injected ions.

Key words: austenitic materials, microstructure, phase analysis.

В настоящее время срок эксплуатации ядерно-энергетических установок определяется ресурсом материалов внутрикопусных устройств (ВКУ), работающих в экстремальных условиях нейтронного облучения, агрессивной коррозионной среды и высоких температур. Проблема состоит в том, что макроскопические эффекты деградации структуры (распухание, охрупчивание, ползучесть и т. д.) в действительности возникают из-за микроструктурных изменений, таких, как рост вакансионных пор и дислокационных петель, формирование мелкодисперсных вторичных фаз и радиационно-индуцированной сегрегации. Вследствие малой размерности для исследования этих изменений требуются высокоразрешающие и высоколокальные методы, такие как просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) в сочетании с рентгеноспектральным микроанализом.

В ЦНИИ КМ «Прометей» разработаны новые аустенитные материалы для ВКУ, однако, для их внедрения необходима оценка радиационной стойкости. При использовании традиционной технологии образцов-свидетелей, облучаемых в реальных реакторах со скоростью набора дозы около 20 сна в год, данные по радиационной стойкости будут получены лишь через десятки лет. Альтернативным вариантом является имитация радиационного повреждения при облучении ионами в ускорителях. При этом скорость набора дозы на 4–5 порядков выше по сравнению с нейтронным облучением в условиях эксплуатации (эксплуатационный цикл имитируется за десятки часов), но процессы радиационного повреждения инициируются в приповерхностном слое толщиной около 2 мкм. Поскольку имитационное облучение различается по типу высокоэнергетических частиц и по скорости набора дозы, для переноса полученных данных на условия облучения, типичные для реактора, необходим тщательный подбор температуры и скорости облучения в ускорителе. Приготовить тонкую фольгу для ПЭМ-исследований традиционными методами из поверхностного слоя облученного ионами образца весьма сложно, к тому же вследствие больших градиентов дозы по толщине облученного слоя (свыше 10^9 сна/м) затруднено построение дозовых зависимостей наблюдаемых микроструктурных изменений. Использование методики прецизионного препарирования сфокусированным ионным пучком на растровом двулучевом электронно-ионном микроскопе позволяет приготовить из приповерхностного облученного слоя тонкую фольгу, плоскость которой параллельна траектории ускоренных ионов. Это позволяет провести исследование структурных изменений по всей глубине облученного слоя.

На образцах аустенитных сталей 08X18H10T-ВИ и новой разработанной марки, облученных ионами никеля с энергией 3 МэВ на ускорителе ЭПГ-20 (ФЭИ, г. Обнинск) разработана технология

изготовления микрообразцов для ПЭМ-исследований с использованием микроскопа FEI Quanta 200 3D FEG. Разработана и опробована методика определения объемной плотности вакансионных пор и их распределения по размерам. Проведен элементный и фазовый анализ вторичных фаз, сформировавшихся в облученном слое. Получены профили распределения инжескированных ионов, позволяющие проводить контроль дозовых режимов облучения.

Полученные результаты позволили скорректировать температурно-дозовые режимы имитационного облучения для оценки радиационной стойкости аустенитных материалов для ВКУ.