

学校编码: 10384

分类号 \_\_\_\_\_ 密级 \_\_\_\_\_

学号: 32420101152094

UDC \_\_\_\_\_

厦门大学

硕士 学位 论文

# 先进堆用 18Cr-ODS 钢的辐照效应研究

Investigation of Irradiation Effect on 18Cr-ODS Steels for  
Advanced Reactors

强 瑞

指导教师姓名: 李 宁 教授

专业名称: 核科学与工程

论文提交日期: 2013 年 4 月

论文答辩日期: 2013 年 6 月

学位授予日期: 2013 年 月

答辩委员会主席: \_\_\_\_\_

评 阅 人: \_\_\_\_\_

2013 年 6 月

## 厦门大学学位论文原创性声明

本人呈交的学位论文是本人在导师指导下，独立完成的研究成果。本人在论文写作中参考其他个人或集体已经发表的研究成果，均在文中以适当方式明确标明，并符合法律规范和《厦门大学研究生学术活动规范（试行）》。

另外，该学位论文为（核应用材料）课题（组）的研究成果，获得（中央高校基本科研业务费(编号:2011J21022)）课题（组）经费或实验室的资助，在（厦门大学核应用材料）实验室完成。

（请在以上括号内填写课题或课题组负责人或实验室名称，未有此项声明内容的，可以不作特别声明。）

声明人（签名）： 张峰  
2013年6月1日

## 厦门大学学位论文著作权使用声明

本人同意厦门大学根据《中华人民共和国学位条例暂行实施办法》等规定保留和使用此学位论文，并向主管部门或其指定机构送交学位论文（包括纸质版和电子版），允许学位论文进入厦门大学图书馆及其数据库被查阅、借阅。本人同意厦门大学将学位论文加入全国博士、硕士学位论文共建单位数据库进行检索，将学位论文的标题和摘要汇编出版，采用影印、缩印或者其它方式合理复制学位论文。

本学位论文属于：

- ( ) 1. 经厦门大学保密委员会审查核定的保密学位论文，于 年 月 日解密，解密后适用上述授权。  
( ) 2. 不保密，适用上述授权。

(请在以上相应括号内打“√”或填上相应内容。保密学位论文应是已经厦门大学保密委员会审定过的学位论文，未经厦门大学保密委员会审定的学位论文均为公开学位论文。此声明栏不填写的，默认为公开学位论文，均适用上述授权。)

声明人(签名): 张海峰

2013年6月1日

## 摘要

包括第四代反应堆和聚变堆在内的先进反应堆系统以其极高的经济性和良好的安全性，成为未来核能发展的主要方向。但其严酷的堆芯环境极大地提高了堆芯用包壳材料和第一壁结构材料的性能要求，现有大部分材料均不能完全满足要求。因此，需要开发高性能先进堆用包壳材料和第一壁结构材料。ODS 钢以其优异的高温蠕变性能和良好的抗辐照肿胀性能成为第四代反应堆燃料包壳材料和聚变堆第一壁结构材料的主要候选材料之一。

本论文的工作以 18Cr-ODS 钢为研究对象，进行了 He、Fe 离子辐照、电子辐照和聚焦离子束表面溅射这三个实验，研究了在辐照条件下 18Cr-ODS 钢微观结构的演化行为。He、Fe 离子辐照实验表明，18Cr-ODS 钢受辐照后有大量位错环形成，并产生了大量尺寸很小的 He 气泡，并主要分布在晶界以及弥散颗粒与基体的界面处。550 °C 和 650 °C 的实时原位退火实验表明样品中的 He 气泡会随着退火时间逐渐长大，整个过程主要由迁移聚合机理决定。电子辐照实验表明 18Cr-ODS 钢基体的晶体结构会随着电子通量的增加而发生变化，样品受电子辐照后会有新氧化物颗粒( $\text{Fe}_3\text{O}_4$  纳米颗粒)形成。同时，辐照区域的形貌会随着电子通量的增加而变化，这是由于溅射效应和电子辐照产生的氧化物晶粒与空位团造成的。聚焦  $\text{Ga}^+$  离子束表面溅射实验表明，18Cr-ODS 钢样品表面粗糙度随着离子束通量的增加而变大，并会形成一种特殊的纳米针结构。离子束入射角是影响 18Cr-ODS 钢表面形貌的关键参数之一，纳米针结构会随着离子束入射角的增加而增长，并会更容易形成。聚焦  $\text{Ga}^+$  离子束的辐照影响了由溅射、空位聚集和基体表面原子扩散导致的表面原子得失的动态平衡。因此，纳米针结构的形成既与溅射理论有关，也与辐照过程中，新增加的缺陷的扩散作用有关。

**关键词：** 18Cr-ODS 钢 离子辐照 氦气泡 电子辐照 聚焦离子束

## Abstract

Because of the potential for much improved economics and safety, developing advanced nuclear energy systems including the Generation IV reactors and fusion reactors has become the primary direction of effort. However, most of materials used in the current reactors cannot satisfy the requirement of the harsher reactor environment since the performance requirements of the cladding and first-wall structural materials will increase substantially. ODS steels appear to be one type of the most promising candidates for the Generation IV reactors and fusion reactors because of their excellent high temperature creep property and superior irradiation swelling resistance.

18Cr-ODS steel is the object of the experimental investigation in this paper. The evolution of its microstructure under irradiation was investigated by helium and iron ion irradiation, high energy electron irradiation as well as focused ion beam bombardment. The result from helium and iron ion irradiation shows that a lot of dislocation loops and small helium bubbles formed under ion irradiation. In-situ annealing experiments were then completed at 550 °C and 650 °C. It shows that the helium bubbles grow rapidly at first and then became saturated. The main possible mechanism of helium bubble growth was migration and coalescence. The electron irradiation experiment shows that the crystal lattice of the steels changed with the increasing electron fluence and additional Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> grains were formed by electron beam irradiation through a series of dynamic processes. The study of low energetic ion bombardment on the surface morphology of 18Cr-ODS steel demonstrates that the surface roughness increased with the increasing ion fluence, and nanoneedles formed. They became finer and more easily formed when the incident angle was increased. The mechanism of nanoneedles formation includes a curvature-dependent sputtering yield, the function of the induced defects in the crystal lattice during focused Ga<sup>+</sup> ion beam bombardment which affected the dynamic competition of the loss of surface atoms due to sputtering, the gathering vacancies, and the supply of atoms on the

substrate surface.

**Keywords:** 18Cr-ODS steel; ion irradiation; helium bubbles; electron irradiation; focused ion beam

厦门大学博硕士论文摘要库

## 目 录

<b>摘要.....</b>	<b>I</b>
<b>Abstract.....</b>	<b>II</b>
<b>第一章 绪论 .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 研究背景 .....</b>	<b>1</b>
1.1.1 核能发展.....	1
1.1.2 第四代先进反应堆.....	2
1.1.3 聚变堆.....	2
<b>1.2 先进反应堆用材料的性能要求 .....</b>	<b>3</b>
1.2.1 研发先进反应堆用材料的必要性.....	3
1.2.2 核燃料包壳材料的发展.....	4
<b>1.3 核反应堆堆芯用 ODS 钢 .....</b>	<b>6</b>
<b>1.4 ODS 钢的辐照行为研究现状 .....</b>	<b>7</b>
1.4.1 电子离子模拟中子研究辐照行为.....	7
1.4.2 ODS 钢辐照性能的研究现状.....	8
1.4.3 ODS 钢辐照性能研究中亟待解决的问题.....	10
<b>1.5 本论文的研究意义和研究内容 .....</b>	<b>12</b>
<b>1.6 本论文的研究思路 .....</b>	<b>12</b>
<b>第二章 实验方案和实验过程 .....</b>	<b>14</b>
<b>2.1 实验材料 .....</b>	<b>14</b>
<b>2.2 离子辐照实验 .....</b>	<b>15</b>
2.2.1 辐照样品制备.....	15
2.2.2 离子辐照实验方案.....	16
2.2.3 离子辐照实验设施.....	18
2.2.4 FIB 技术原位制备 TEM 试样.....	19
2.2.5 辐照样品退火实验.....	20
<b>2.3 电子辐照实验 .....</b>	<b>20</b>
<b>2.4 表面溅射实验 .....</b>	<b>21</b>

---

<b>第三章 18Cr-ODS 钢的 He、Fe 离子辐照研究.....</b>	<b>23</b>
<b>3.1 引言.....</b>	<b>23</b>
<b>3.2 实验结果 .....</b>	<b>24</b>
3.2.1 样品在离子辐照前的微观结构.....	24
3.2.2 样品受 He、Fe 离子辐照后微观结构和 He 气泡的变化行为 .....	26
3.2.3 受辐照样品在退火时 He 气泡的演化行为.....	27
<b>3.3 实验结果分析 .....</b>	<b>29</b>
<b>3.4 本章小结 .....</b>	<b>32</b>
<b>第四章 18Cr-ODS 钢的电子辐照研究 .....</b>	<b>34</b>
<b>4.1 引言.....</b>	<b>34</b>
<b>4.2 实验结果分析 .....</b>	<b>35</b>
<b>4.3 本章小结 .....</b>	<b>40</b>
<b>第五章 18Cr-ODS 钢的表面溅射研究 .....</b>	<b>41</b>
<b>5.1 引言.....</b>	<b>41</b>
<b>5.2 离子束通量和入射角对样品表面形貌的影响 .....</b>	<b>41</b>
<b>5.3 样品表面形成纳米针结构的机理研究 .....</b>	<b>46</b>
<b>5.4 本章小结 .....</b>	<b>51</b>
<b>第六章 结论与展望 .....</b>	<b>52</b>
<b>6.1 实验结论 .....</b>	<b>52</b>
<b>6.2 研究展望 .....</b>	<b>52</b>
<b>参 考 文 献 .....</b>	<b>54</b>
<b>致 谢 .....</b>	<b>62</b>
<b>攻读硕士学位期间论文发表目录 .....</b>	<b>63</b>

## Table of Contents

<b>Abstract in Chinese.....</b>	<b>I</b>
<b>Abstract in English .....</b>	<b>II</b>
<b>Chapter 1 Preface.....</b>	<b>1</b>
<b>1.1 Backgroud.....</b>	<b>1</b>
1.1.1 Development of Nuclear Energy.....	1
1.1.2 The Generation IV Reactors .....	2
1.1.3 Fusion Reactor .....	2
<b>1.2 The Performance Requirements of Advanced Reactors Materials .....</b>	<b>3</b>
1.2.1 Importance of Developing Advanced Reactors Materials .....	3
1.2.2 Development of Nuclear Fuel Cladding Materials .....	4
<b>1.3 ODS Steels for In-core of Nuclear Reactors .....</b>	<b>6</b>
<b>1.4 Research Status of Radiation Behavior in ODS Steels .....</b>	<b>7</b>
1.4.1 Neutron Radiation Behavior Simulation by Charged-Particle Irradiation....	7
1.4.2 Research Status for Radiation Properties of ODS Steels.....	8
1.4.3 Problems in Research on Radiation Properties of ODS Steels .....	10
<b>1.5 Significance and Content of this Dissertation .....</b>	<b>12</b>
<b>1.6 Research Route.....</b>	<b>12</b>
<b>Chapter 2 Experimental Tasks and Processes.....</b>	<b>14</b>
<b>2.1 Experimental Materials.....</b>	<b>14</b>
<b>2.2 Ion Irradiation Experiment .....</b>	<b>15</b>
2.2.1 Experimental Samples Preparation .....	15
2.2.2 Experimental Tasks .....	16
2.2.3 Experimental Equipment .....	18
2.2.4 In-situ FIB Technique for Praparing TEM Samples .....	19
2.2.5 In-situ Annealing Experiment .....	20
<b>2.3 Electron Irradiation Experiment.....</b>	<b>20</b>
<b>2.4 Surface Sputtering Experiment .....</b>	<b>21</b>
<b>Chapter 3 He and Fe Ion Irradiation Investigation of 18Cr-ODS Steel .....</b>	<b>23</b>
<b>3.1 Introduction.....</b>	<b>23</b>

<b>3.2 Results .....</b>	<b>24</b>
3.2.1 Microstrucute of the Steels before Ion Irradiation .....	24
3.2.2 Evoluion of Microstructure and Helium Bubbles after Ion Irradiation .....	26
3.2.3 Evoluion of Helium Bubbles during Annealing.....	27
<b>3.3 Disscusion.....</b>	<b>29</b>
<b>3.4 Summary.....</b>	<b>32</b>
<b>Chapter 4 Electron Irradiation of 18Cr-ODS Steel.....</b>	<b>34</b>
<b>4.1 Introduction.....</b>	<b>34</b>
<b>4.2 Results and Disscusion.....</b>	<b>35</b>
<b>4.3 Summary.....</b>	<b>40</b>
<b>Chapter 5 Surface Sputtering of 18Cr-ODS Steel .....</b>	<b>41</b>
<b>5.1 Introduction.....</b>	<b>41</b>
<b>5.2 Effect of Ion Beam fluence and Incident Angle on the Morphology of Sample Surface.....</b>	<b>41</b>
<b>5.3 Mechanism of Nanoneedles Formation on the Sample Surface .....</b>	<b>46</b>
<b>5.4 Summary.....</b>	<b>51</b>
<b>Chapter 6 Conclusions and Prospects.....</b>	<b>52</b>
<b>6.1 Conclusions .....</b>	<b>52</b>
<b>6.2 Prospects .....</b>	<b>52</b>
<b>Reference.....</b>	<b>54</b>
<b>Acknowledge.....</b>	<b>62</b>
<b>Publication .....</b>	<b>63</b>

# 第一章 绪论

## 1.1 研究背景

### 1.1.1 核能发展

因世界人口急剧膨胀而迅速增长的世界能源需求，给化石燃料为主导的国际能源供应体系造成巨大的压力。2000 年，世界能源委员会(WEC)在其声明中指出：在 2020 年之前，世界能源仍将主要依赖于化石燃料与大型水电资源，但它们终将无法持续地满足世界电力供应的长期需求。由此，WEC 得出结论：必须稳定发展核电<sup>[1]</sup>。

核能已成为人类使用的重要能源，据《世界能源统计回顾 2011》报告显示，2010 年全世界正在运行的 440 多座核电站提供了全球约 16% 的电力。由于安全运行的核电不造成大气和环境的污染，在人们越来越重视地球温室效应、气候变化的形势下，清洁、低排放、并可大规模建运的核电开始全面进入全球“核复兴”时期。

目前世界上的核电技术水平仍以轻水堆(压水堆和沸水堆)为主的二代及二代改进型技术，虽然能产生巨大能量，但是仍存在核资源利用率低、核废料处理困难、核扩散难以避免等不足之处。1979 年美国三哩岛核电事故、1986 年前苏联切尔诺贝利核电事故以及 2011 年日本福岛核电事故等三大核电事故的发生，给公众造成了极坏的影响，排斥核电的潮流一度十分盛行，核电发展在世界范围内严重受挫。但这些事故也促使人们不断研发新的核电技术，提高核能系统的安全性。纵深防御策略、非能动安全性、后备安全性等概念的提出与实施都将极大地降低核电事故发生的风险。我们将经济性好，安全性高，具有可持续性的先进核能系统作为我们发展核电的奋斗目标，这促进了核电的安全高效发展。

我国核电工业起步较晚，起点较低。1973 年才决定开始筹建第一座 300MW 压水堆原型核电站，直到 1991 年我国第一座核电站(秦山一期核电站)才正式并网发电。到目前为止，我国共有 8 座核电站 16 台核电机组投入商业运行，但核电装机容量仅占全国总装机容量的 1.2 % 左右。长期以来，我国的能源都是以煤炭为主导，这直接导致了我国的二氧化碳、二氧化硫等温室气体排放量高居世界

前列，环境污染严重，环境保护压力极大。所以，需要选择核能为战略新能源支柱，大力推进核电发展，并为此制定了“热堆-快堆-聚变堆”的核电发展三步走战略，目前已到了全面发展快堆技术的时候。在当前积极发展核电的形势下，关键核材料的国产化、自主化就显得至关重要。投入大量精力研发能够用于快堆和聚变堆的先进核材料也是核电技术发展的关键。

### 1.1.2 第四代先进反应堆

由于二代以及二代加核电技术固有的缺陷，上世纪九十年代后期美国能源部组织研发机构和高校，联合其他核能使用国，开始探索发展第 IV 代先进核能系统，并成功召开了第 IV 代反应堆国际论坛(Generation IV International Forum, GIF)。最终确定了 6 种先进反应堆为第 IV 代核反应堆，包括：钠冷快堆(Sodium-cooled Faster Reactor, SFR)、铅冷快堆(Lead-cooled Fast Reactor, LFR)、超高温堆(Very High Temperature Reactor, VHTR)、气冷快堆(Gas-cooled Fast Reactor, GFR)、超临界水堆(Super-Critical Water Rector, SCWR)和熔盐堆(Molten Salt Reactor, MSR)。着手研发第 IV 代先进反应堆的目的主要在于以下几点：实现核能的可持续发展，提高核资源的利用率；增强核能系统的安全性、可靠性，尽可能地延长反应堆寿命周期；增加系统的经济性，提高其竞争力；防止核扩散。然而，要想实现第 IV 代先进反应堆商业运行的目标，用于堆内的核材料无疑是其主要制约因素。因此，开发高性能先进核材料是发展第 IV 代先进反应堆的重中之重。保障先进反应堆的安全性、经济性、可靠性和效率性的关键在于核材料！这对核用堆芯材料的自主研发提出了严峻挑战，先进反应堆的示范与建运最终取决于在极端环境下的高性能堆芯材料是否能够长期保持稳定性。

### 1.1.3 聚变堆

目前，裂变能发电在经济和技术上已发展到完全成熟的阶段，并会对社会的可持续发展产生深远影响。但是地球上用于裂变的元素储量并不丰富，在可以预见的时间期间内，不足以完全解决人类的能源问题<sup>[2]</sup>。

在人类发展先进核能的同时，也在开始聚变核反应堆的研究。可控释放的聚变能被视为最终可以满足人类能源需求的新能源。它的核燃料是轻核元素，如氘(D)、氚(T)、氦(He)和锂(Li)，其中，氘可取自海水，来源十分丰富，足够人类使

用几百年。同时，核废料的辐射寿命只有核裂变的十分之一左右。除此之外，聚变能还有诸多其它优点，如核燃料的提取简单，成本较低；保存、运输和使用也比裂变燃料要安全、方便；较之裂变堆，聚变堆的运行安全性也大幅提高。因此，从长远来看，聚变能要比裂变能优越得多，是人类最理想的能源，聚变能的开发对人类社会将会产生极其深远的影响。

然而，要想实现聚变能安全有效地服务于人类社会的目标，就必须要使它能够可控释放。经过人们半个世纪坚持不懈的努力，已经取得令人瞩目的重要进展。其中，托克马克(Tokamak)装置是目前最受重视、最有希望首先实现的受控热核反应实验装置。国际热核试验堆计划(International Thermonuclear Experiment Reactor, ITER)设计概要的确立，标志着热核聚变技术从基础研究阶段进入了工程可行性阶段<sup>[3]</sup>。但要想实现核聚变的可控释放，将在很大程度上依赖于高性能核关键材料的成功开发<sup>[4]</sup>，例如面向等离子体的第一壁材料。

## 1.2 先进反应堆用材料的性能要求

### 1.2.1 研发先进反应堆用材料的必要性

核反应堆的核心是一个能量密度极高的热源，反应堆堆芯内各个部件将处在高温、高温度梯度、高热流、高速流场所承载的环境中，同时遭受中子的辐照作用。因此，对这些材料的综合性能要求都极高。早在 1946 年，“反应堆之父”Enrico Fermi 就指出“核技术的成败取决于材料在反应堆中强辐射场下的行为”。近几十年里，核动力堆、轻水堆、快堆和聚变堆的发展都证实了 Fermi 的断言。为了保证反应堆能安全经济平稳的运行，核材料(这里主要指反应堆堆芯用燃料包壳材料)需要满足以下要求：

- (1) 核性能：良好的中子经济性，杂质含量满足核级纯度要求，并且活性较低、感生放射性较小；
- (2) 运行性能：良好的物理、化学以及机械性能，较强的抗辐照性能，良好的兼容性(与核燃料和冷却剂)；
- (3) 工业支持性：工业上能大规模生产，具有工业生产能力、经济性好以及良好的加工焊接性能。

第 IV 代先进反应堆对核关键材料的经济安全性要求已是前所未有的严苛，然而聚变堆的要求却更甚。例如，聚变堆的运行温度大约在  $550 \sim 1300^{\circ}\text{C}$  范围内，面向等离子体用材料的中子通量达  $10^{15} \text{ cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ ，表面热负荷为  $1000 \text{ W/cm}^2$ ，遭受的辐照剂量可能需要达到数百 dpa(displacement per atom, 即晶体中每个原子平均被打离晶格结点的次数)甚至更高，超过现有第二代轻水反应堆约 50 倍。

高剂量的辐照会产生远超平衡态的大量原子空位和间隙原子缺陷，这些缺陷的长期迁移和积累会导致复杂的微观结构和微观化学变化，包括空位团形成、自间隙原子集聚、沉淀相析出、成分偏析等，从而引起材料的形状、尺寸、力学性能的改变，包括硬化或软化(依赖于辐照温度)，断裂韧性降低(脆化)，辐照蠕变，空位肿胀等。此外，核嬗变产物(氦、氢等)的存在进一步降低了堆芯材料的性能。因此，新型核用堆芯材料的研发成为发展先进核电技术的关键和保障，这其中，堆芯候选材料的辐照损伤行为将是所有性能测试的第一要素，也是评价其实用性和效应性的关键因素。

### 1.2.2 核燃料包壳材料的发展

最早的核反应堆燃料包壳及其它核岛内材料主要采用奥氏体不锈钢(通常含  $16 \sim 25\%$ Cr)，典型钢种如 PNC316、AISI 304、D9(14Cr-16Ni)钢等。虽然奥氏体不锈钢具有较高的强度和耐腐蚀性能，并且加工焊接性能优良，但其抗辐照肿胀能力明显低于铁素体钢和马氏体(F/M)钢，并且在水冷反应堆中对应力腐蚀开裂(Stress Corrosion Crack, SCC)比较敏感<sup>[5]</sup>。随后，就开发出反应堆用镍基合金(Fe-Cr-Ni 系)，典型钢种如 Inconel 690、Inconel 718、Inconel 800 等。镍基合金具有优异的高温强度和抗腐蚀性，用作蒸汽发生器传热管材料以及定位格架材料。但由于镍基合金在堆芯中容易发生辐照脆性转变，并且会吸收中子发生嬗变反应，因此它们不适合在堆芯中应用。同时，在水冷反应堆中，镍基合金也对 SCC 比较敏感。含铬量为  $2.25 \sim 12 \text{ wt\%}$  的 BCC 结构铁素体-马氏体钢(F/M 钢)也是反应堆用材料的主要研究对象，典型钢种如 HT9, T91, NF616, HCM12A 钢等。F/M 钢具有低的热膨胀系数、高的热传导率、高的抗辐照肿胀能力，但其高温强度低和抗蠕变能力低<sup>[6]</sup>。用普通冶金方法获得的正火回火 F/M 钢被考虑作为第四代核反应堆燃料包壳用候选材料，虽然，具有高热导率和低热膨胀系数、优于奥

氏体的抗肿胀性能和小而稳定的肿胀速率( $\sim 0.2\% / \text{dpa}$ )，特别是在低 He 和低 He/dpa 比值时。但由于此类 F/M 钢在  $550^\circ\text{C}$  以上蠕变强度很低，所以难以用于先进反应堆堆芯的高温、高辐照剂量和强腐蚀性的极端服役环境。

锆的热中子吸收截面较小，锆合金是重要的反应堆堆芯材料，具有良好的可加工性和适中的力学性能，在  $300 \sim 400^\circ\text{C}$  的高压水和蒸汽中有很好的抗腐蚀和抗中子辐照性能，被普遍用作水冷反应堆的核燃料包壳材料和结构材料(如压力管、容器管、定位格架等)。新开发的锆合金如 ZIRLO、M5、E635 等用作压水堆(PWR)和沸水堆(BWR)的高燃耗燃料组件的包壳材料和结构部件<sup>[7]</sup>。但是，锆合金在先进核反应堆的服役温度范围内不具备所需的力学性能，不适合做先进反应堆堆芯的候选材料。

美国橡树岭国家实验室(ORNL)的研究者在 9Cr 马氏体钢的基础上<sup>[8~9]</sup>，通过添加微量合金元素(N、C、B、Ti、Ta、V、Nb)和热机械制备工艺，开发出新型纳米碳化物(MX)弥散分布的 9Cr-TMS 钢(回火马氏体钢)，具有高的蠕变强度，使用温度达  $700^\circ\text{C}$ 。基体中碳化物析出物(MX)的尺度大约为  $7\sim 8\text{ nm}$ ，弥散相的密度达到  $9 \times 10^{21} / \text{m}^3$ 。此类特种钢的微观结构符合高抗辐照损伤性能的特征，但是相关研究资料十分有限(特别是辐照损伤行为的研究结果)，并且，高辐照剂量会导致此类钢内部的抗辐照特征微观结构受到破坏，以至于在低温下马氏体转变为铁素体并造成材料脆化，在高温下氢脆现象导致材料的机械性能显著恶化。

因此，一个新的概念应运而生！日本、美国等核电发达国家提出在 F/M 钢中加入纳米氧化物进行弥散强化，提高 F/M 钢的高温稳定性及抗辐照性能，其工作温度可达到  $700^\circ\text{C}$  以上，并称之为 ODS (Oxide-Dispersion-Strengthened) 钢<sup>[10]</sup>。ODS 钢晶粒细小，弥散相的密度高达  $10^{24} / \text{m}^3$ ，纳米级弥散点可以固定 He，避免 He 聚集、长大形成氦泡，以减轻氦脆，从而提高材料抗辐照性能。虽然 ODS 钢被寄予为先进核裂变堆包壳和聚变堆面向等离子体的最佳候选材料之一，但，仍然处于早期研发阶段，特别是对辐照损伤的研究等许多关键的科学问题仍需要探索、研究与证实。ODS 钢的相关研究已成为世界研究的热点，其辐照效应成为世界前沿学术研究领域！

### 1.3 反应堆堆芯用 ODS 钢

20世纪60年代末机械合金化(Mechanical Alloying, MA)方法<sup>[11]</sup>发明后，弥散强化合金研究和开发得到快速发展。20世纪80年代中期，开始采用机械合金化工艺制备铁基ODS钢，其制备流程如图1.1<sup>[12]</sup>所示。美国INCO公司最早研制出核用ODS钢——MA957。此后，日本原子能机构在材料学家S.Ukai教授的带领下，不断改进和发展MA法制备ODS钢的工艺，并成功制备出多种实验室级的高性能ODS钢，并已在抗腐蚀和抗辐照肿胀方面得到令人鼓舞的测试数据。欧盟各主要核能国也在Eurofer 97合金的基础上开始研制用于聚变堆的ODS钢，并取得了不错的进展。

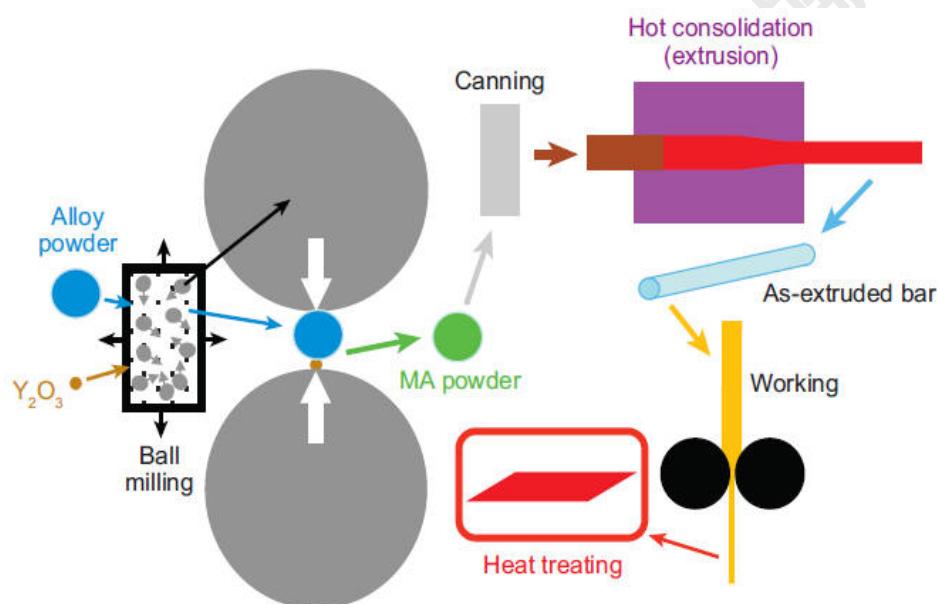


图 1.1 ODS 钢的制造流程图<sup>[13]</sup>  
(包括球磨合金化、压罐、热挤压和热机械处理工艺)

**Fig. 1.1** Schematic of the processing sequence for ODS steels, including ball milling to mechanically alloy (MA) Y and O into metal powders, canning, hot consolidation, and post-consolidation thermal mechanical treatment

ODS 钢有极高密度的富 Y-Ti-O 纳米氧化物颗粒和位错，可以钉扎辐照产生的缺陷，并能使 He 原子以纳米尺寸的微小 He 气泡形式弥散于材料中，避免了在晶界上形成粗大的 He 气泡，极大提高了材料的抗辐照性能。在不断的研究过程中，人们发现纳米氧化物颗粒  $\text{Y}_2\text{O}_3$  不单是在球磨过程中破碎细化、分散于金属基体中，其自身也会发生分解<sup>[13]</sup>。从热力学角度看，氧化物尺寸减小引起界面能

Degree papers are in the "[Xiamen University Electronic Theses and Dissertations Database](#)". Full texts are available in the following ways:

1. If your library is a CALIS member libraries, please log on <http://etd.calis.edu.cn/> and submit requests online, or consult the interlibrary loan department in your library.
2. For users of non-CALIS member libraries, please mail to [etd@xmu.edu.cn](mailto:etd@xmu.edu.cn) for delivery details.

厦门大学博硕士论文数据库