

На правах рукописи

**Тан Све**

**ОСОБЕННОСТИ ПОВЕДЕНИЯ ГЕЛИЯ И ВОДОРОДА В ОЦК И  
ГЦК МАТЕРИАЛАХ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ УСЛОВИЙ ИОННОГО  
ОБЛУЧЕНИЯ**

01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

**АВТОРЕФЕРАТ**

диссертации на соискание ученой степени кандидата  
физико-математических наук

Автор

Москва – 2007

Работа выполнена в Московском инженерно-физическом институте  
(государственном университете)

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ: доктор физико-математических наук,  
профессор И.И. Чернов

ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОПОНЕНТЫ: доктор физико-математических наук,  
профессор  
А.А. Писарев  
  
доктор физико-математических наук,  
ведущий научный сотрудник  
В.М. Шарапов

ВЕДУЩАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ: ИРТМ РНЦ «Курчатовский институт»

Защита состоится « 30 » мая 2007 г. в 15 час. 00 мин.  
на заседании диссертационного совета Д 212.130.04 МИФИ  
по адресу: 115409, Москва, Каширское шоссе, 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке МИФИ.

Автореферат разослан « \_\_\_\_ », апреля, 2007 г.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в одном  
экземпляре, заверенном печатью организации, по адресу МИФИ.

Ученый секретарь диссертационного совета  
МИФИ, д.ф.-м.н., профессор

Е.М. Кудрявцев

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность проблемы.** В ближайшие годы большинство ядерных реакторов, построенных в 70-х годах прошлого столетия, могут быть выведены из эксплуатации в связи с выработкой их ресурса. В связи с этим энергетическая программа правительства Российской Федерации предусматривает возможность продления срока их службы, а также строительство реакторов нового поколения на быстрых нейтронах (типа БН-800, БН-К и др.) и, возможно, термоядерных реакторов (ТЯР) к середине века. Материалы таких реакторов рассчитываются на длительную эксплуатацию под воздействием интенсивных потоков облучения до высоких флюенсов. В конструкционных материалах активной зоны реакторов на быстрых нейтронах и, особенно, первой стенки и других узлов разрядной камеры реакторов синтеза наряду с высокой степенью радиационных повреждений структуры будет происходить накопление значительного количества гелия и изотопов водорода, которые образуются в результате различных ядерных реакций при бомбардировке нейтронами. Возможно также дополнительное внедрение гелия в конструкционные материалы из внешней среды. Например, гелием заполняют газовые зазоры в твэлах, а при реакторном облучении возникает направленный в приповерхностные слои оболочки поток атомов газа, обусловленный передачей им энергии нейтронами. Кроме того, в материалы первой стенки ТЯР гелий и изотопы водорода будут внедряться излучением из плазмы, а также за счет поглощения трития, который является  $\beta$ -радиоактивным изотопом и с периодом полураспада 12,26 лет превращается в изотоп гелия  $^3\text{He}$ .

Влияние гелия и водорода на свойства конструкционных материалов ядерных и термоядерных реакторов выделило его в особую проблему физики радиационных повреждений и радиационного материаловедения. Это привело к интенсивному изучению поведения гелия и водорода в различных металлах и сплавах. Много внимания уделяется проблеме гелия при рассмотрении чрезвычайно сложных задач фундаментального и прикладного характера, стоящих перед физикой твердого тела и физическим материаловедением при освоении термоядерных источников энергии. Исследование поведения водорода в материалах также в большой степени связано с проблемами термоядерного реактора. Существует проблема водородопроницаемости первой стенки в связи с использованием в будущих реакторах трития, диффузионные утечки которого могут оказаться значительными. Другая проблема связана с тем, что концентрация водорода, создаваемая в материале первой стенки при проникновении изотопов водорода, может оказаться близкой к значению, которое является критическим для металла с точки зрения его стойкости к водородному охрупчиванию.

Следует отметить, что в ядерных реакторах, в отличие от гелия, водород образуется не только в результате ядерных реакций, но и при коррозии в рабочей среде. Присутствие водорода в материале в достаточном количестве может приводить к существенному охрупчиванию материалов и без облучения. При этом облучение может играть различную роль: генерировать газовую примесь, изменять структуру материала, переводя его в состояние, чувствительное к газовому охрупчиванию; быть нейтральным фактором или даже способствующим пластифицированию. Гелий и водород могут быть причиной катастрофического ухудшения свойств и сокращения срока эксплуатации конструктивных элементов активной зоны ядерных реакторов и первой стенки ТЯР.

На радиационную стойкость конструкционных материалов существенное, часто решающее влияние оказывают кристаллическая структура и химический состав материала, условия облучения.

В этой связи выявление закономерностей поведения гелия, водорода, развития микроструктуры и газовой пористости в зависимости от условий их внедрения, вида и концентрации легирующих элементов в металлах и сплавах различных кристаллических систем и исходного состояния материалов является актуальным направлением исследований.

**Цель работы.** Целью данной работы явилось выявление особенностей поведения гелия и водорода и развития газового распухания в ОЦК и ГЦК реакторных конструкционных и модельных материалах в разных условиях внедрения газов.

Для достижения цели решены следующие задачи.

- Обоснован выбор модельных и конструкционных ОЦК и ГЦК материалов и образцов для исследования и режимов их термообработки.
- Обоснованы условия облучения образцов ионами гелия и водорода, включая энергию ионов, температуру мишеней, и проведен цикл ионного облучения в широком интервале температур.
- Методами просвечивающей электронной микроскопии и термодесорбционной спектроскопии изучены основные закономерности выделения гелия и развития газовой пористости в материалах в различных условиях ионного облучения.
- Выявлены особенности поведения гелия, развития микроструктуры и газовой пористости в сталях аустенитного и ферритно-мартенситного классов при разной температуре внедрения гелия.
- Изучены закономерности захвата и удержания водорода в ферритно-мартенситной стали ЭП-900 и аустенитной стали X18H10T в зависимости от температуры облучения ионами гелия (от разного типа создаваемой гелиевой

пористости).

- Выявлена роль легирующих элементов в механизмах захвата и выделения внедренного гелия, развития газовой пористости с использованием ОЦК и ГЦК модельных сплавов.

#### **Научная новизна и практическая значимость работы.**

- Впервые получены экспериментальные данные и установлены закономерности поведения гелия, развития микроструктуры и формирования газовой пористости в ОЦК и ГЦК конструкционных реакторных сталях в разном исходном состоянии в зависимости от температуры внедрения гелия.
- Впервые установлена предельная температура начала превышения газового набухания ферритно-мартенситной стали над набуханием сталей аустенитного класса.
- Впервые показано, что в ГЦК стали с предварительно созданной пористостью с разным давлением гелия в пузырьках удерживается значительно больше введенного впоследствии водорода, а в стали с ОЦК решеткой гелиевые пузырьки не являются эффективными ловушками для водорода; выявлено, что с уменьшением давления гелия в пузырьках количество захваченного водорода возрастает.
- Проведена классификация формирующихся при ионном облучении малых объектов в зависимости от отношения количества вводимого гелия к уровню повреждения: при дозах  $10^{18}$  и  $10^{19}$  м<sup>-2</sup> они могут являться комплексами, богатыми атомами гелия, а при дозе  $5 \cdot 10^{20}$  м<sup>-2</sup> – мелкими сверхравновесными пузырьками.
- Впервые с использованием модельных аустенитных сплавов на основе X16Ni5 и ферритных на основе X13 установлены особенности выделения гелия из ГЦК и ОЦК материалов при исследованиях методом ТДС и выявлены закономерности влияния разных легирующих элементов на механизмы миграции гелиевых пузырьков в аустенитной и ферритной матрицах.
- Показано, что сплавы типа X13 при легировании слабым ферритостабилизирующим элементом вольфрамом и сильным аустенитостабилизирующим элементом углеродом имеют дополнительные пики выделения гелия в области 900 °С за счет  $\alpha \rightarrow \gamma$  полиморфного превращения при нагреве, а остальные использованные легирующие элементы переводят сплавы в ферритный класс и дополнительный максимум отсутствует.
- Впервые на примере модельных сплавов на основе никеля и конструкционных материалов показано, что длительный послерадиационный отжиг приводит к смене механизмов миграции пузырьков в Ni от поверхностной на объ-

емную диффузию, а в сплавах и конструкционных материалах – от объемной к преимущественно поверхностной диффузии.

- С использованием модельных сплавов на основе никеля с разными легирующими элементами методом ТДС получено новое подтверждение, что простые комплексы типа  $He_mV_n$  в никеле при нагреве распадаются до температуры 650 °С, а в его сплавах и конструкционных материалах гелий сохраняется в сложных комплексах  $He_mMe_kV_n$  и  $He_mC_kV_n$  (Me и С – атомы элемента замещения и углерода, соответственно), температурная стабильность которых выше.

Практическая значимость работы заключается в том, что результаты исследования позволяют дать ряд обоснованных рекомендаций экспериментаторам и специалистам-разработчикам конструкционных материалов ядерных и термоядерных реакторов по выбору радиационно-стойких и структурно-стабильных сталей и сплавов, определению оптимальной основы, химического состава и структурно-фазового состояния материалов для условий накопления в них значительных концентраций гелия, а также представляют интерес для исследователей, работающих в области физики твердого тела и фундаментальных проблем взаимодействия излучения с твердым телом.

#### **Основные положения, выносимые на защиту.**

1. Особенности влияния температуры облучения на поведение гелия и развитие газовой пористости в ОЦК и ГЦК конструкционных реакторных сталях в зависимости от исходной термообработки.
2. Закономерности захвата и удержания водорода в ОЦК и ГЦК конструкционных реакторных сталях в зависимости от температуры облучения ионами гелия (от давления гелия в предварительно созданных пузырьках).
3. Проведенная классификация мелких объектов «комплекс или пузырек» в зависимости от отношения количества вводимого гелия к уровню повреждения при ионном облучении.
4. Особенности выделения гелия из ГЦК и ОЦК материалов при ТДС исследованиях и выявленные закономерности влияния разных легирующих элементов на механизмы миграции пузырьков в аустенитной и ферритной матрицах.
5. Экспериментально установленное подтверждение меньшей термической стабильности простых комплексы типа  $He_mV_n$  в чистых металлах, чем сложных типа  $He_mMe_kV_n$  и  $He_mC_kV_n$ , содержащих атом замещения и/или углерода в сплавах и конструкционных материалах.

**Объем и структура работы.** Диссертация состоит из введения, пяти глав, выводов и библиографии. Работа изложена на 117 страницах, содержит 72 рисунка, 20 таблиц и список цитируемой литературы из 88 наименований.

**Апробация работы.** Основные положения работы докладывались и обсуждались на следующих научных семинарах, совещаниях и конференциях: Научная сессия МИФИ-2005 (Москва, 2005 г.), МИФИ-2006 (Москва, 2006 г.), МИФИ-2007 (Москва, 2007 г.); XIV (Севастополь, 2004 г.), XV (Севастополь, 2005 г.), XVI (Севастополь, 2006 г.) Международное совещание «Радиационная физика твердого тела»; XVI Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение» (Алушта, Крым, 2004 г.); V (Снежинск, Россия, 2005 г.), VII (Снежинск, Россия, 2007 г.) Международный Уральский семинар «Радиационная физика металлов и сплавов»; 12<sup>th</sup> International Conference on Fusion Reactor Materials (Santa Barbara, California, USA, 2005 г.); XXI Российская конференция по электронной микроскопии (Черноголовка, Россия, 2006 г.).

**Публикации.** По теме диссертации опубликовано 16 работ в научных журналах и сборниках трудов Международных и Российских конференций, совещаний и семинаров, в том числе 2 статьи в рецензируемых журналах.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность исследования поведения гелия, водорода и развития газовой пористости в материалах при ионном облучении; сформулированы цель работы и решаемые задачи, указаны новизна и практическая значимость, изложены основные положения, выносимые на защиту.

Анализ литературных данных показал важную роль в радиационной стойкости конструкционных материалов гелия и водорода. Однако данных по поведению гелия и развитию газовой пористости в зависимости от концентрации и температуры его внедрения, типа кристаллической решетки, химического состава и структурно-фазового состояния материалов недостаточно. Противоречивы и данные по взаимному влиянию на поведение в материалах гелия и водорода.

В связи с этим, и в соответствии с целью работы и поставленным задачам, изучены ГЦК (модельные сплавы на основе Fe-16%Cr-15%Ni с 1 мас.% Mo, W, Nb, Ta, V, Ti и 0,06 % C; сплавы Ni с Be, Si, Mo, W, Al, Ti, Ta, Sn, Zr; конструкционные аустенитные стали 06X16H15M2Г2ТФР – ЧС-68, 04X15H35M2БТЮР – ЭП-150, X18H10Т, сплав X43H56M – ХНМ и ОЦК (модельные сплавы на основе Fe-13%Cr с 1 мас.% Mo, W, Nb, Ta, V, Ti и 0,16 % C; ферритно-мартенситная сталь 16X12МВСФБАР – ЭП-900) материалы, облученные ионами He<sup>+</sup> с энергией 40 кэВ до доз 10<sup>18</sup>, 10<sup>19</sup> и 5·10<sup>20</sup> м<sup>-2</sup> при 20...650 °С. В стали X18H10Т и ЭП-900 после облучения ионами He<sup>+</sup> при 300...630 °С до 5·10<sup>20</sup> м<sup>-2</sup> внедрены ионы H<sup>+</sup> с энергией 25 кэВ при 20 °С до той же дозы. В сплавы на основе X13 и X16H15 ионы He<sup>+</sup> с энергией 40 кэВ внедрены до 5·10<sup>20</sup> м<sup>-2</sup> при 20 °С; сплавы Ni,

стали ЧС-68, 12Х18Н10Т и ХНМ, облученные при 20 °С, были отожжены в вакууме при 650 °С в течение 5 ч до исследований на газовыделение.

Аустенитные стали закалены от 1100 °С, 1 ч в воду, либо нормализованы при 1100 °С, 40 мин; модельные сплавы закалены от 1100 °С, 1 ч; сталь ЭП-900 была в трех состояниях: 1) нормализация 1100 °С, 40 мин + отпуск 720 °С, 3 ч (ТО-1); 2) прокатка + отжиг при 800-810 °С, 1 ч (ТО-2); 3) закалка от 1100 °С, 1 ч + отпуск 750 °С, 1 ч (ТО-3). Методы исследования – просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) и термодесорбционная спектрометрия (ТДС).

**Сталь Х18Н10Т.** При изучении температурной зависимости развития газовой пористости для дозы ионов  $\text{He}^+ 5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$  установлено, что при комнатной температуре пузырьки не формируются. При 300 °С обнаружены мельчайшие пузырьки очень высокой плотности; до 500 °С сферические пузырьки распределены равномерно в матрице. При высокой температуре облучения (630 °С) характер развития гелиевой пузырьковой структуры меняется: хотя пузырьки также распределены равномерно (рис. 1, а), но на границах «выделение-матрица» наблюдаются пузырьки, а в прилегающих объемах – свободные от них зоны (рис. 1, б), причем сформировались крупные ограниченные пузырьки (рис. 1, а).

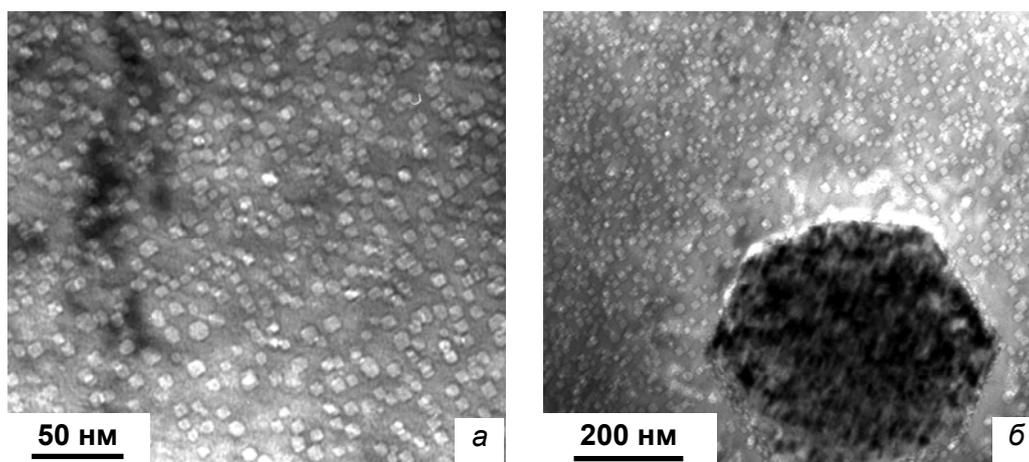


Рис. 1. Вид и характер распределения пузырьков в стали Х18Н10Т при 630 °С

**Сталь ЭП-900.** Как и в стали Х18Н10Т, после облучения при 20 °С пузырьки не обнаружены, а при 300 °С обнаружены объекты с размерами на пределе разрешения ПЭМ высокой плотности. С увеличением температуры формируются четко разрешимые в ПЭМ пузырьки и до 500 °С плавно растет их диаметра и снижается плотность. При 630 °С сформировались крупные ограниченные пузырьки (рис. 2, а). С учетом того, что при 630 °С захватывается лишь около 50% внедряемого гелия, расчет количества газа в пузырьках по формуле:

$$p = 0,492 \exp(5,15 \cdot 10^{-23} N/V) = 2\gamma/r, \quad (1)$$

где  $p$  – давление;  $N$  – количество газа в пузырьках;  $V$  – суммарный объем пузырьков;  $\gamma$  – поверхностное натяжение;  $r$  – радиус пузырька, показал, что ограниченные пузырьки в являются доравновесными.

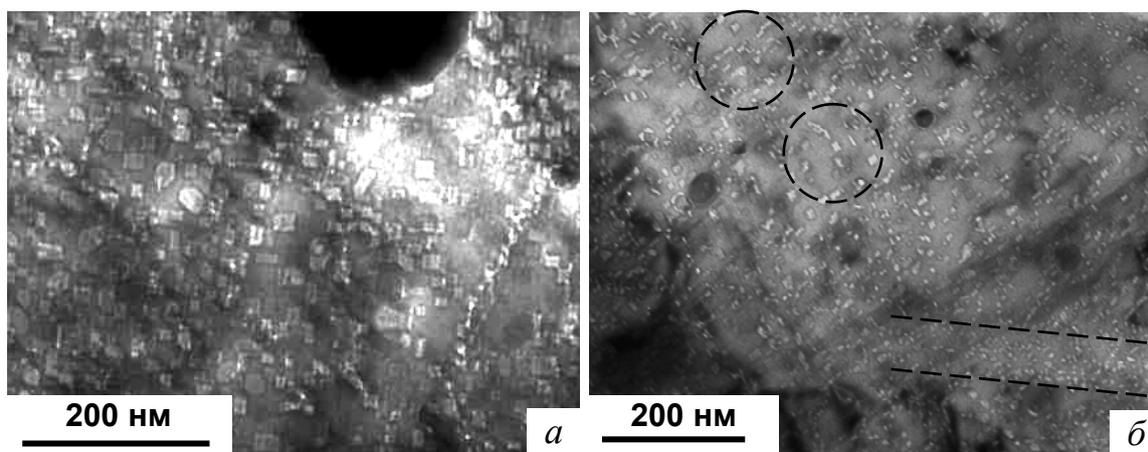


Рис. 2. Микроструктура стали ЭП-900, облученной ионами  $\text{He}^+$  при 630 °С в состоянии ТО-1 (а) и ТО-2 (б)

Таблица 1

Параметры пузырьков в сталях Х18Н10Т и ЭП-900, облученных  $\text{He}^+$ -40 кэВ до  $D = 5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$  ( $d_{\text{max}}$  и  $\bar{d}$  – максимальный и средний размеры,  $\rho$  – плотность,  $S$  – распухание облученного слоя)

СТАЛЬ	$T_{\text{обл}}, \text{ }^\circ\text{C}$	$d_{\text{max}}, \text{ нм}$	$\bar{d}, \text{ нм}$	$\rho, \text{ м}^{-3}$	$S, \%$
Х18Н10Т (нормализация)	20	-	-	-	-
	300	~2	~0,8	$\sim 10^{25}$	~0,1
	420	~4	1,6	$(7,9 \pm 2,0) \cdot 10^{23}$	$0,25 \pm 0,06$
	500	~5	2,4	$(3,2 \pm 1,2) \cdot 10^{23}$	$0,43 \pm 1,1$
	630	~12	4,2	$(1,8 \pm 0,5) \cdot 10^{23}$	$1,7 \pm 0,4$
ЭП-900 (ТО-1)	20	-	-	-	-
	300	~1	~0,6	$\sim 10^{25}$	~0,03
	420	~4	1,5	$(0,5 \pm 0,2) \cdot 10^{24}$	$0,14 \pm 0,04$
	500	~9	2,8	$(1,3 \pm 1,1) \cdot 10^{23}$	$0,25 \pm 0,06$
	630	~24	8,2	$(2,7 \pm 0,7) \cdot 10^{22}$	$2,9 \pm 0,7$
ЭП-900 (ТО-2)	20	-	-	-	-
	300	~2	0,8	$(2,0 \pm 0,5) \cdot 10^{24}$	$0,07 \pm 0,03$
	420	~4	1,3	$(1,7 \pm 0,4) \cdot 10^{24}$	$0,18 \pm 0,05$
	500	~6	1,9	$(7,0 \pm 1,8) \cdot 10^{23}$	$0,36 \pm 0,09$
	630	~18	4,7	$(5,3 \pm 0,9) \cdot 10^{22}$	$2,1 \pm 0,5$

В отличие от образцов в режиме ТО-1, при использовании ТО-2 хорошо разрешимые пузырьки формируются уже при 300 °С (табл. 1); на дислокациях располагаются цепочки более крупных, чем в матрице, пузырьков. При 630 °С сформировались пузырьки, распределенные крайне неравномерно как по образцу, так и по размерам: наряду с крупными (области, ограниченные кругами) наблюдаются зоны с мелкими пузырьками высокой плотности (область, ограни-

ченая линиями) (рис. 2, б). В стали ЭП-900 при ТО-1 в интервале температур 300-500°C зарождение и рост пузырьков заторможены по сравнению с использованием ТО-2, когда пузырьки развиваются уже при 300 °С. Однако при 630 °С картина обратная – при ТО-1 образовались крупные пузырьки (рис. 2, а) и наблюдается значительно большее газовое распухание, чем в режиме ТО-2, причем граничная температура, при которой гелиевое распухание ОЦК стали начинает превышать распухание ГЦК стали, составляет около 530 °С (рис. 3).

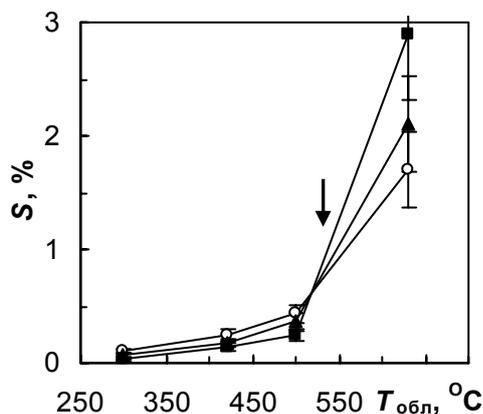


Рис. 3. Зависимость параметров гелиевой пористости от температуры облучения ионами He<sup>+</sup> сталей X18H10T (о) и ЭП-900 (■, ▲): о - нормализация; ■ - ТО-1; ▲ - ТО-2

При еще более высокой температуре внедрения гелия (650 °С) высокотемпературное газовое распухание ферритно-мартенситной стали на порядок превышает распухание сталей аустенитного класса.

В радиационном распухании материалов большое значение имеет диффузионная подвижность атомов матрицы и вакансий. При облучении в реакторах или ускорителях ионов, где наработка гелия невысока или отсутствует, более устойчивыми к радиационному распуханию являются ферритные стали по сравнению с аустенитными. При одинаковых гемологических температурах в металлах с ОЦК решеткой энергия активации миграции вакансий  $E_v^m$  (и междоузельных атомов) меньше, чем в ГЦК металлах (например, в  $\alpha$ -Fe  $E_v^m \approx 0,5 \div 1,3$  эВ, в  $\gamma$ -Fe  $E_v^m \approx 1,0 \div 1,6$  эВ), что определяет более интенсивную спонтанную рекомбинацию точечных дефектов в ОЦК металлах и это является одной из причин низкого вакансионного распухания ферритных сталей. Однако полученные в настоящей работе данные показали, что ферритно-мартенситная сталь ЭП-900, наоборот, менее стойка к высокотемпературному газовому распуханию, чем аустенитные стали, поскольку в условиях образования больших концентраций гелия при одновременном радиационном повреждении структуры интенсивность рекомбинации вакансий и междоузельных атомов снижается, т.к. уже на начальном этапе облучения будет происходить захват атомов гелия вакансиями. Более высокая энергия связи гелий-вакансионных комплексов и подвижность точечных дефектов в ОЦК металлах, чем в ГЦК решетке, способствует быстрому росту пузырьков в ферритных сталях. Кроме того, ускоренный рост пузырьков в феррите воз-

можен и вследствие их коалесценции, поскольку меньшая, чем в аустените, энергия активации самодиффузии способствует большей скорости их миграции.

Полагают, что гелиевые пузырьки могут являться ловушками для водорода. В связи с этим представляет интерес, как влияет давление гелия в пузырьках на захват водорода. Количество захваченного водорода в сталях ЭП-900 и Х18Н10Т с созданным различным типом гелиевой пористости (облучением ионами  $\text{He}^+$  в интервале 300–600 °С до дозы  $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ ) приведено в табл. 2. Видно, что в исходных сталях удерживается значительно больше водорода, чем в предварительно имплантированных гелием образцах. С увеличением температуры предварительного облучения ионами  $\text{He}^+$  (со снижением давления гелия в пузырьках) количество удерживаемого водорода незначительно возрастает, причем эффект более заметен для стали Х18Н10Т и в ней удерживается больше водорода, чем в ферритно-мартенситной стали ЭП-900 (рис. 4).

Таблица 2

Содержание водорода в сталях ЭП-900 и Х18Н10Т, без имплантации гелия и облученных последовательно ионами  $\text{He}^+$  и  $\text{H}^+$

Сталь	$T_{\text{обл}}$ ионами $\text{He}^+$ , °С	Характер гелиевых пузырьков*	$N/N_0$	Массовая доля водорода, %
ЭП-900	Без облучения	Пузырьков нет	–	0,00890
	300	Гелий-вакансионные комплексы разного типа или мельчайшие пузырьки	–	0,00140
	420	Мельчайшие сверхравновесные пузырьки	0,1	0,00077
	500	Сверхравновесные пузырьки	0,2	0,00082
	630	Доравновесные пузырьки	1,7	0,00098
Х18Н10Т	Без облучения	Пузырьков нет	–	0,00830
	300	Гелий-вакансионные комплексы разного типа или мельчайшие пузырьки	–	0,00189
	420	Мельчайшие сверхравновесные пузырьки	0,2	0,00205
	500	Сверхравновесные пузырьки	0,5	0,00234
	630	Доравновесные пузырьки	$\geq 1$	0,00388

\*Давление в пузырьках оценено по формуле (1).

Особенность развития гелиевой пористости в стали ЭП-900 – преимущественное формирование и рост пузырьков на дислокациях, образование ими взаимосвязанных цепочек в отличие от аустенитной стали Х18Н10Т, в которой пузырьки образуются гомогенно в матрице. Такое отличие может являться основной причиной того, что в стали с ОЦК решеткой гелиевые пузырьки являются менее эффективными ловушками для водорода, поскольку даже захваченные

пузырьками атомы водорода могут легко выходить из образца по дислокациям и цепочкам взаимосвязанных пузырьков.

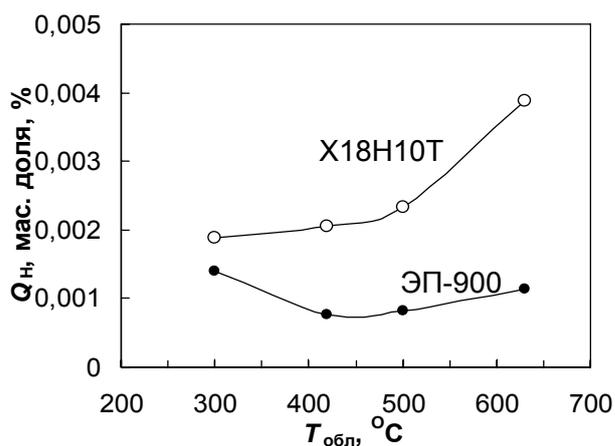


Рис. 4. Количество удерживаемого водорода в зависимости от температуры внедрения гелия для сталей X18H10T и ЭП-900

Термодесорбционные исследования выделения гелия из стали ЭП-900, облученной ионами  $He^+$  до дозы  $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ , показывают (рис. 5), что спектры ТДС имеют четыре хорошо разрешимых пика, обусловленные диффузионным выделением гелия из последовательно распадающихся комплексов (пик *I*), полиморфным превращением при нагреве (*II*), выходом пузырьков на поверхность (*III*) и выделением остаточного глубинного газа при высокой температуре (*IV*). В спектрах ТДС аустенитной стали пик *II* отсутствует (рис. 6).

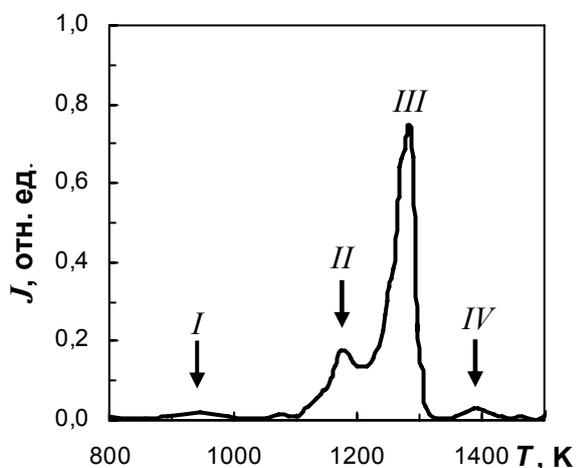


Рис. 5. Термодесорбционная кривая выделения гелия из образцов стали ЭП-900 после облучения при 500 °C,  $\alpha = 1,2 \text{ К/с}$

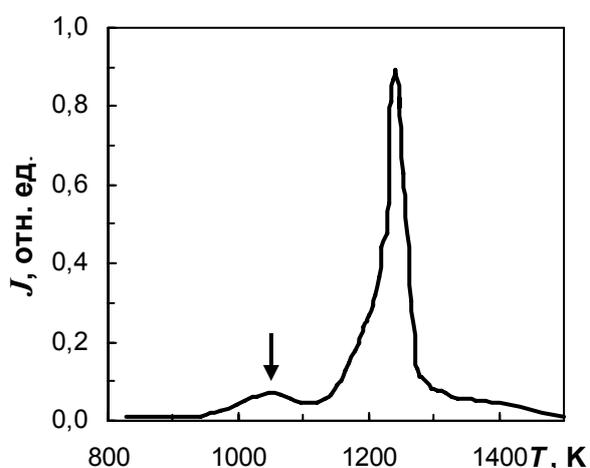
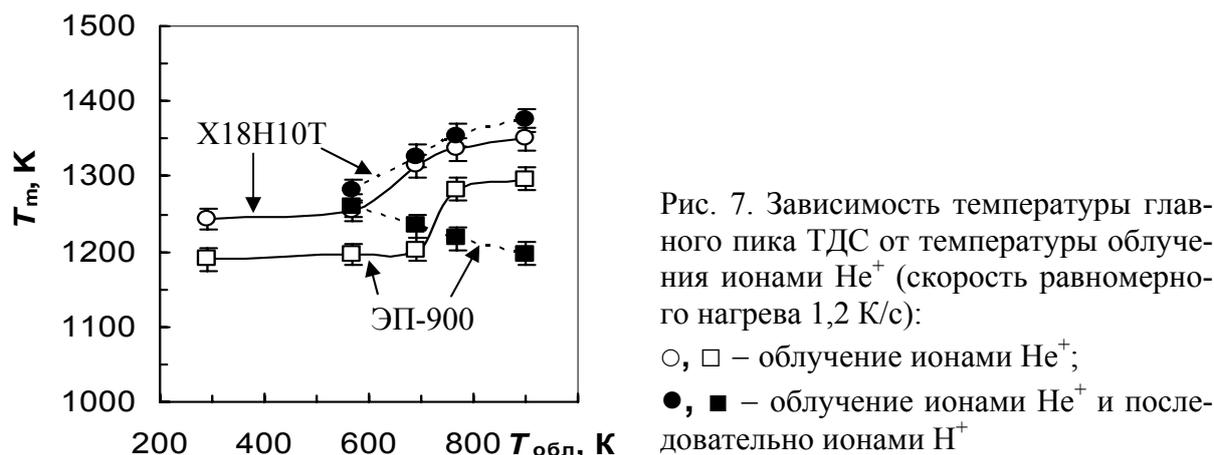


Рис. 6. Термодесорбционная кривая выделения гелия из образцов стали X18H10T после облучения при 300 °C,  $\alpha = 1,2 \text{ К/с}$

Температурный диапазон выделения гелия из обеих сталей зависит от температуры облучения (рис. 7): при увеличении  $T_{\text{обл}}$  пики сдвигаются в область более высоких температур, что связано с начальным размером пузырьков в образцах и снижением коэффициента захвата гелия.

После дополнительного облучения ионами водорода температуры пиков выделения гелия из аустенитной стали X18H10T смещаются в область более вы-

соких температур, чем при облучении только ионами  $\text{He}^+$ , причем  $T_m$  возрастает непрерывно с ростом температуры облучения (рис. 7).



При последовательном внедрении гелия и водорода в ферритно-мартенситной стали ЭП-900 по сравнению с облучением только ионами  $\text{He}^+$  температуры пиков ТДС выше до формирования достаточно крупных пузырьков (рис. 7). С температуры облучения  $\geq 500$  °С, когда формируются крупные близко расположенные пузырьки (рис. 1), при последовательном облучении ионами  $\text{He}^+$  и  $\text{H}^+$  с ростом температуры облучения  $T_m$  снижается (рис. 7).

В табл. 3 приведены параметры наблюдаемых в ПЭМ объектов и пузырьков при меньших концентрациях внедренного гелия в различные стали. После облучения ионами  $\text{He}^+$  до  $10^{18} \text{ м}^{-2}$  при 300 °С газовые пузырьки не обнаружены, наблюдается лишь кластерно-петлевая структура. При 420 °С и дозе  $10^{18} \text{ He}^+/\text{м}^2$  в сталях ЭП-900 и ЧС-68 наблюдаются мельчайшие объекты и пузырьки.

Таблица 3

Параметры объектов и гелиевых пузырьков в сталях

Сталь	$D, \text{He}^+/\text{м}^2$	$T_{\text{obl}}, \text{°C}$	$d_{\text{max}}, \text{нм}$	$\bar{d}, \text{нм}$	$\rho, 10^{24} \text{ м}^{-3}$	$S, \%$
ЭП-900 (ГО-1)	$10^{18}$	300	-	-	-	-
		420	~1,4	0,7	$4,5 \pm 1,5$	$0,09 \pm 0,03$
	$10^{19}$	300	-	-	-	-
		420	~3,6	1,2	$1,7 \pm 0,5$	$0,12 \pm 0,03$
ЧС-68 (ХД 20%)	$10^{18}$	300	-	-	-	-
		420	~1,7	0,6	$6,7 \pm 2,2$	$0,09 \pm 0,03$
	$10^{19}$	300	~1,9	1,0	$3,2 \pm 1,1$	$0,15 \pm 0,05$
		420	~2,1	1,2	$2,5 \pm 0,5$	$0,19 \pm 0,05$
X18H10T (нормализация)	$10^{18}$	300	-	-	-	-
		420	<i>Характерный контраст</i>			
	$10^{19}$	300	~1,3	0,5	$9,5 \pm 3,2$	$0,10 \pm 0,03$
		420	~2,6	1,1	$5,1 \pm 1,2$	$0,17 \pm 0,04$

Имеются некоторые характерные особенности развития пористости в этих условиях облучения:

- в стали ЭП-900 наличие цепочек более крупных пузырьков на границах зерен и дислокациях (показаны стрелкой на рис. 8, *a*);
- в холодно-деформированной стали ЧС-68 – расположение мелких сферических пузырьков в направлении прокатки (рис. 8, *б*).

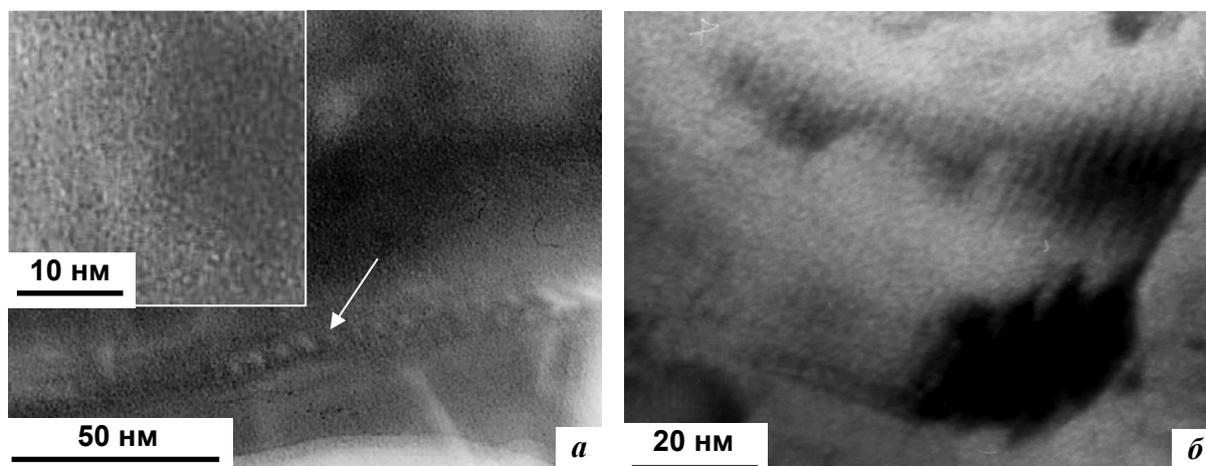


Рис. 8. Микроструктура образцов сталей ЭП-900 (*a*) и ЧС-68 (*б*), облученных ионами гелия до дозы  $10^{18} \text{ м}^{-2}$  при  $420 \text{ }^\circ\text{C}$

Согласно приведенной в табл. 4 классификации, объекты размерами до 1 нм могут быть комплексами типа  $\text{He}_m\text{V}_n$ , в которых сохраняется взаимодействие He-Me для всех атомов гелия в комплексе, а при больших размерах эти кластеры можно считать пузырьками, в которых взаимодействие He-Me ограничено только атомами на их поверхности. Однако представленная классификация достаточно условна, поскольку многое определяется отношением количества вводимого гелия к уровню повреждения структуры ускоренными ионами.

Таблица 4

Классификация гелиевых пузырьков (А.Г. Залужный и др.)

Интервал размеров	1 нм	10 нм	100 нм
Тип пузырьков	Комплексы $\text{He}_m\text{V}_n$	«Неидеальные» гелиевые пузырьки	«Идеальные» гелиевые пузырьки
Энергетика	He-Me взаимодействие для всех атомов гелия	He-Me взаимодействие ограничено только атомами на поверхности пузырька	
Кинетика	Зарождение	Рост пузырьков	

Дозы  $10^{18} \text{ м}^{-2}$  ( $\sim 0,004 \text{ сна}$ ) и  $10^{19} \text{ м}^{-2}$  ( $\sim 0,04 \text{ сна}$ ) не вызывают высоких уровней повреждения структуры. В этих условиях должны формироваться комплексы  $\text{He}_m\text{V}_n$ , богатые гелием ( $m \gg n$ ), т.к. из-за недостатка вакансий взаимодействие He-Me сохраняется для достаточно большого числа атомов гелия в комплексе. Однако при дозе  $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$  уровень повреждения достигает до  $2 \text{ сна}$ , т.е. при высокой концентрации гелия и высоком уровне повреждения в комплек-

сах  $\text{He}_m\text{V}_n$  примерно одинаковое соотношение количества вакансий и атомов гелия, т.е.  $m \approx n$ . Поэтому обнаруженные в ПЭМ исследованиях объекты размерами около 1 нм (табл. 1) следует отнести к мельчайшим пузырькам, так как в условиях большого количества вакансий в кластере взаимодействие He-Me теряется. Вместе с тем следует заметить, что в табл. 3 приведены средний и максимальный размеры наблюдаемых в ПЭМ объектов. Поскольку разрешение ПЭМ позволяет исследовать объекты от 0,5 нм, то при низких дозах облучения даже при среднем размере «пузырька» выше 1 нм следует учитывать, что в расчетах присутствует определенная часть гелиевых комплексов. Исходя из этого следует, что с увеличением дозы и температуры облучения доля пузырьков возрастет. Таким образом, при дозе  $10^{19} \text{ м}^{-2}$  и  $420 \text{ }^\circ\text{C}$  доля пузырьков становится значительной, особенно в стали ЭП-900, в которой формирующиеся объекты имеют максимальный размер 3,6 нм, что свидетельствует об ускоренном росте пузырьков в ОЦК матрице за счет высокой подвижности дефектов.

Типичные ТДС спектры аустенитных сталей, облученных ионами  $\text{He}^+$  до дозы  $10^{19} \text{ м}^{-2}$ , приведены на рис. 9; температуры максимумов газовыделения  $T_{m1}$  и  $T_{m2}$  при двух скоростях равномерного нагрева  $\alpha_1 = 1,2 \text{ К/с}$  и  $\alpha_2 = 3 \text{ К/с}$ , а также средние значения эффективной энергии активации газовыделения гелия  $E_{\text{эфф}}^a$  (усреднены из данных нескольких экспериментов), рассчитанные по формуле:

$$E_{\text{эфф}}^a (\text{эВ}) = k(T_{m1} \times T_{m2}) / (T_{m2} - T_{m1}) \ln[\alpha_2 / \alpha_1 (T_{m1} / T_{m2})^2], \quad (2)$$

где  $k$  - постоянная Больцмана;  $T_{m1}$  и  $T_{m2}$  - температуры пиков для скоростей нагрева  $\alpha_1$  и  $\alpha_2$  соответственно, представлены в табл. 5.

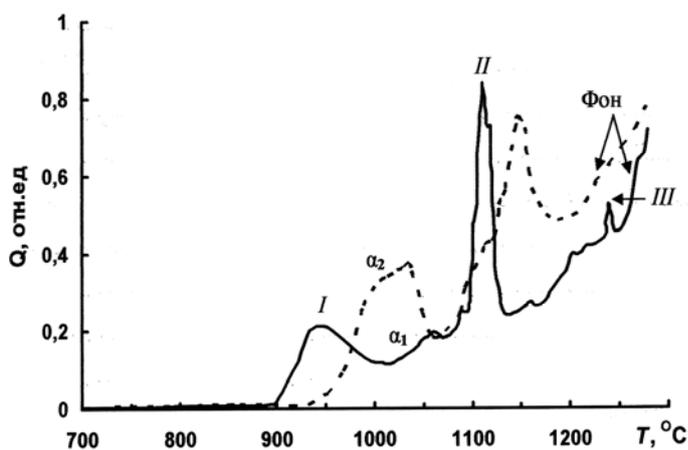


Рис. 9. Типичные спектры ТДС гелия из стали X18H10T, облученной при температуре  $420 \text{ }^\circ\text{C}$  до дозы  $10^{19} \text{ м}^{-2}$ , при двух скоростях нагрева  $\alpha_1 = 1,2 \text{ К/с}$  и  $\alpha_2 = 3 \text{ К/с}$  (снято в режиме накопления газа)

Известно, что в отличие от чистых металлов, в сталях и сплавах наряду с комплексами  $\text{He}_m\text{V}_n$  возможно образование и более сложных типа  $\text{He}_m\text{Me}_k\text{V}_n$ ,  $\text{He}_m\text{C}_k\text{V}_n$  и т.д. (Me, C и V – атомы элемента замещения, углерода и вакансия, соответственно). В этом случае наблюдаемый на спектрах ТДС аустенитных сталей (рис. 9) низкотемпературный максимум I, как и при дозе  $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ , вызван

диффузионным выделением газа; главный максимум *II* – выходом пузырьков на поверхность; небольшой пик *III* в высокотемпературной области является следствием выделения остаточного газа.

Таблица 5

Температуры главных максимумов и эффективные энергии активации выделения гелия из аустенитных сталей, облученных ионами  $\text{He}^+$  до дозы  $10^{19} \text{ м}^{-2}$

Сталь	$T_{\text{обл}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{m1}}, ^\circ\text{C}$	$T_{\text{m2}}, ^\circ\text{C}$	$E_{\text{эфф}}^{\text{a}}, \text{эВ}$
<b>X18H10T</b>	20	1205±5	1249±5	3,8±0,1
	300	1203±5	1246±5	3,9±0,1
	420	1110±5	1146±5	4,1±0,2
<b>ЧС-68</b>	20	1200±5	1242±5	3,8±0,1
	300	1197±5	1238±5	4,0±0,1
	420	1096±5	1129±5	4,3±0,2

Возможными механизмами миграции пузырьков в пике *II* являются либо поверхностная, либо объемная диффузия атомов. Критерием определения механизма миграции может служить величина  $E_{\text{эфф}}^{\text{a}}$ . Энергия активации поверхностной самодиффузии (в  $\gamma\text{-Fe}$  и  $\text{Ni}$  – 0,68 эВ) значительно ниже энергии активации объемной самодиффузии (2,6-2,9 эВ). Все полученные значения  $E_{\text{эфф}}^{\text{a}}$  превышают величину 2,9 эВ (табл. 5), что свидетельствует о превалировании механизма объемной диффузии в миграции пузырьков.

Спектры газовой выделения из аустенитных сплавов типа X16H15 приведены на рис. 10. Спектр основы (рис. 10, *а*) простой с единственным интенсивным пиком и широкой низкотемпературной областью выделения гелия, имеет более узкую область газовой выделения в основном пике по сравнению со спектрами легированных сплавов (рис. 10, *б*). Выделение гелия из основы X16H15 начинается при более низких температурах, чем из легированных образцов, причем наиболее значительное увеличение температуры выхода гелия наблюдается у сплавов, легированных молибденом и углеродом (табл. 6).

По сравнению с основой X16H15, легирование любым использованным элементом приводит к уменьшению  $E_{\text{эфф}}^{\text{a}}$ , включая добавление небольшого количества углерода (табл. 6), т.к. за счет упрочнения сил межатомной связи и подавления объемной диффузии легирующими элементами возрастает вклад поверхностной диффузии в миграцию пузырьков.

Спектры термодесорбции гелия из образцов ферритных сплавов на основе X13 приведены на рис. 11, температуры пиков и значения  $E_{\text{эфф}}^{\text{a}}$  – в табл. 6. Для ферритных сплавов, также как и для аустенитных, свойственно наличие одного выраженного максимума и нескольких пиков-сателлитов. В отличие от аустенитных сплавов, газовой выделением из основы X13, сплавов X13+1W и X13+0,16C

характеризуется появлением дополнительного пика при температуре  $\sim 900$  °С, вызванного  $\alpha \rightarrow \gamma$  превращением при нагреве, поскольку W – слабый феррито-стабилизирующий элемент и сплав X13+1W остается в двухфазной ферритно-мартенсиной области, как и основа и сплав X13+0,16C, в то время как легирование сильными ферритостабилизирующими элементами V, Mo, Ti, Ta и Nb переводит сплавы в ферритный класс и дополнительный пик отсутствует.

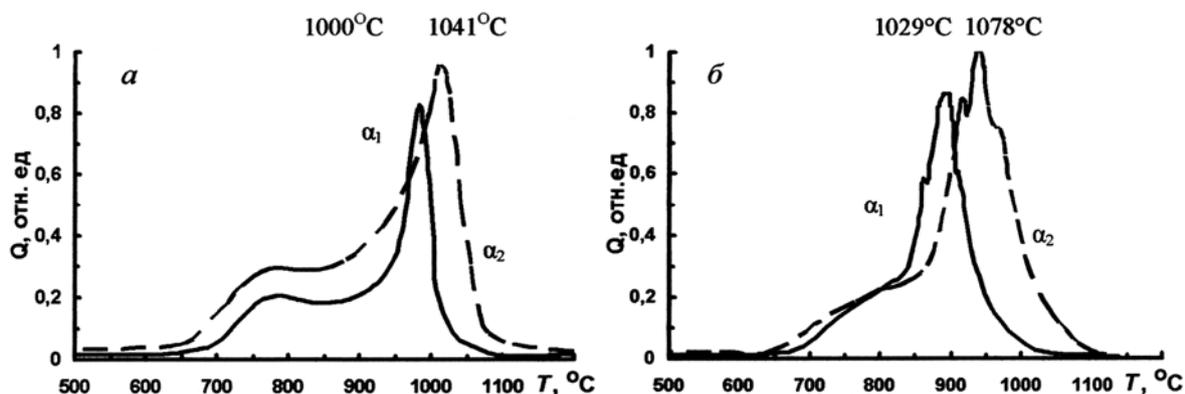


Рис. 10. Типичные спектры ТДС аустенитных сплавов, облученных ионами  $\text{He}^+$  до  $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$  при 20 °С: а - Fe-16Cr-15Ni; б - Fe-16Cr-15Ni-1Mo

Таблица 6

Температуры максимумов и эффективные энергии активации выделения гелия из аустенитных и ферритных сплавов

Состав	$T_{m1}, \text{°C}$	$T_{m2}, \text{°C}$	$E_{\text{эфф}}^a, \text{эВ}$
Fe-16Cr-15Ni	1000	1041	$3,00 \pm 0,12$
Fe-16Cr-15Ni-1V	969	1015	$2,53 \pm 0,08$
Fe-16Cr-15Ni-1Mo	1029	1078	$2,61 \pm 0,08$
Fe-16Cr-15Ni-1W	1003	1049	$2,67 \pm 0,09$
Fe-16Cr-15Ni-1Ti	1035	1089	$2,38 \pm 0,07$
Fe-16Cr-15Ni-1Ta	1002	1048	$2,67 \pm 0,09$
Fe-16Cr-15Ni-1Nb	1004	1056	$2,35 \pm 0,07$
Fe-16Cr-15Ni-0,06C	1017	1070	$2,36 \pm 0,08$
Fe-13Cr	935	981	$2,39 \pm 0,08$
Fe-13Cr-1V	897	947	$2,05 \pm 0,06$
Fe-13Cr-1Mo	915	954	$2,75 \pm 0,07$
Fe-13Cr-1W	903	939	$2,92 \pm 0,09$
Fe-13Cr-1Ti	940	983	$2,59 \pm 0,08$
Fe-13Cr-1Ta	933	976	$2,56 \pm 0,08$
Fe-13Cr-1Nb	942	981	$2,87 \pm 0,09$
Fe-13Cr-0,16C	970	1010	$2,93 \pm 0,11$

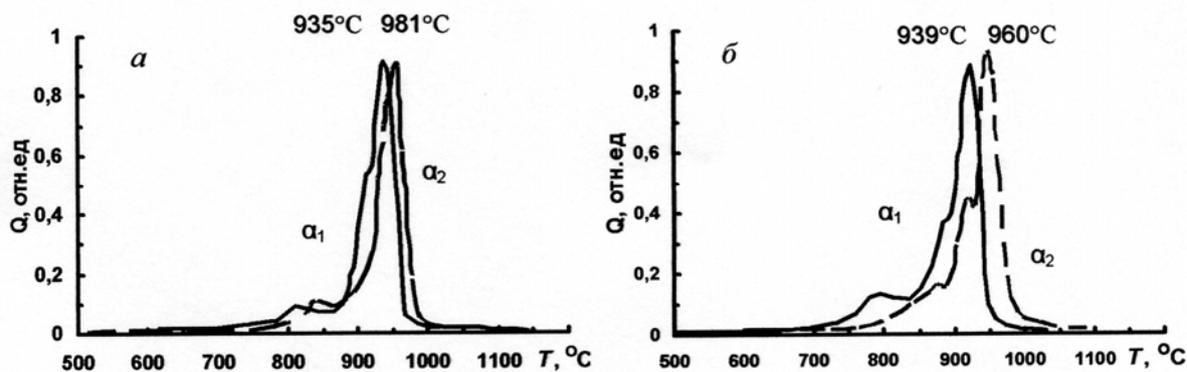


Рис. 11. Типичные спектры ТДС ферритных сплавов, облученных ионами  $\text{He}^+$  до  $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$  при  $20^\circ\text{C}$ : Fe-13Cr (а), Fe-13Cr-1W (б)

При легировании основы X13 имеется тенденция к снижению температуры пиков ТДС и возрастанию  $E_{\text{эфф}}^a$ . В сплаве с V, так же как и в ГЦК сплавах, снижаются оба параметра. Известно, что V в стали добавляют только в количестве, чтобы он входил в благоприятные фазы для повышения жаропрочности. Избытки ванадия в твердом растворе ослабляют межатомную связь. В закаленном сплаве V находится в твердом растворе, снижая коэффициенты самодиффузии и вызывая легкую миграцию пузырьков, что приводит к появлению пиков ТДС при низкой температуре, причем малое значение  $E_{\text{эфф}}^a$  свидетельствует о вкладе поверхностной диффузии в миграцию пузырьков.

В феррите углерод в количестве 0,16 мас.% увеличивает температуру главного пика ТДС на  $30\text{--}35^\circ\text{C}$ , а  $E_{\text{эфф}}^a$  – до 2,93 эВ. Таким образом, задержка газовыделения из сплавов X16N15+0,06C и X13+0,16C по сравнению с основами X16N15 и X13 (табл. 6), может быть вызвана двумя причинами: 1) формированием сложных комплексов, содержащих атомы углерода, гелия и вакансии (типа  $\text{He}_m\text{V}_n\text{C}_x$ ) с высокой энергией связи, которые распадаются при более высоких температурах, чем комплексы  $\text{He}_m\text{V}_n$ ; 2) при высоких температурах углерод, освобождающийся из комплексов, сегрегируется на поверхности и в прилегающем объеме пузырьков. В сплаве X13+0,16C с достаточно высоким содержанием углерода это приводит к увеличению вклада объемной диффузии в миграцию пузырьков из-за подавления поверхностной диффузии углеродом, о чем свидетельствует возрастание  $E_{\text{эфф}}^a$  (табл. 6). В сплаве X16N15+0,06C с более низким содержанием углерода его сегрегация на поверхности пузырьков невелика, поскольку с увеличением температуры растворимость углерода в аустените возрастает. В твердом растворе углерод подавляет миграцию пузырьков по механизму объемной диффузии, о чем свидетельствует рост температуры пика ТДС, и они двигаются с вкладом поверхностной диффузии:  $E_{\text{эфф}}^a \approx 3,0$  и  $2,4$  эВ для основы X16N15 и сплава X16N15+0,06C соответственно (табл. 6).

Ферритная основа по сравнению с аустенитной имеет более низкие значения температуры пика ТДС и  $E_{эфф}^a$  (табл. 6). В целом, легирование в феррите незначительно влияет на температуру пиков ТДС, за исключением углерода. Однако значения  $E_{эфф}^a$  ферритных сплавов, легированных W, Mo, Nb, Ti и C, выше, чем аустенитных, а при легировании V и Ta – ниже. В аустенитных сплавах  $E_{эфф}^a$  имеет тенденцию к снижению, а в ферритных к росту с увеличением несоответствия размера атомов матрицы и легирующего элемента.

Для сплавов систем Ni-X (X = Be, Si, Mo, W, Al, Ti, Ta, Sn, Zr), облученных ионами He<sup>+</sup> до дозы  $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$  при 20 °С, типичные спектры ТДС приведены на рис. 12, а температуры главных пиков ТДС и значения  $E_{эфф}^a$  – в табл. 7. Как и у сплавов систем X13 и X16H15, в спектрах ТДС сплавов Ni-X присутствуют два основных пика. Выделение гелия из Ni начинается при меньших температурах (примерно с 600 °С), в то время как из сплавов – около 700 °С (рис. 12).

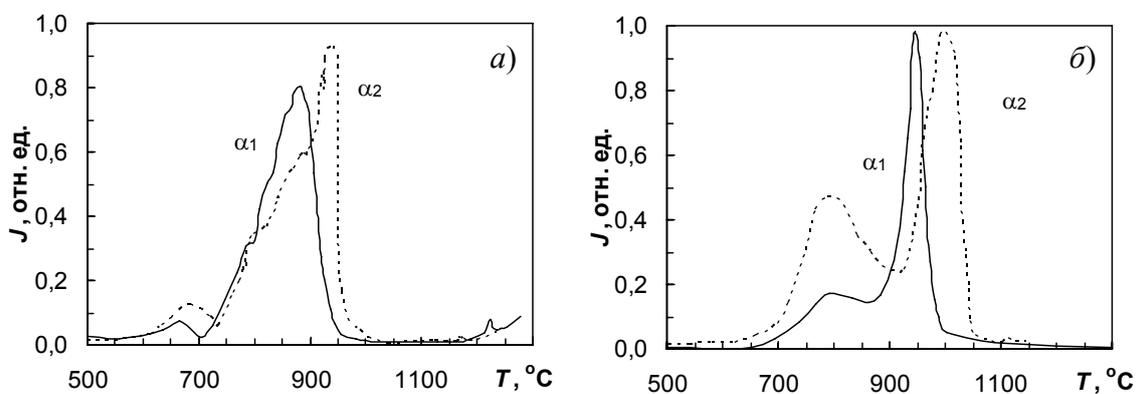


Рис. 12. Типичные спектры ТДС Ni (а) и сплава Ni-2,8Ti (б), облученных при 20 °С, снятые при скоростях нагрева  $\alpha_1 = 1,2 \text{ К/с}$  и  $\alpha_2 = 3 \text{ К/с}$

Легирование как «подразмерными» (Be и Si), так и «надразмерными» (остальные) элементами увеличивает температуру пиков ТДС и  $E_{эфф}^a$  относительно чистого никеля. С увеличением концентрации легирующего элемента в каждой системе сплавов  $E_{эфф}^a$  возрастает, при этом температуры пиков ТДС в сплавах с Be, Si, Mo, W уменьшаются, а в сплавах с Al, Ti, Ta и Zr – возрастают (табл. 7).

Типичные спектры ТДС никеля и модельных сплавов, облученных ионами He<sup>+</sup> до  $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$  при  $T_{обл} = 20 \text{ °С}$  и *отожженных* при 650 °С в течение 5 ч, приведены на рис. 13, а температуры главных пиков газовой выделению и значения  $E_{эфф}^a$  представлены в табл. 8.

На спектрах ТДС чистого Ni, подвергнутого отжигу при 650 °С, 5 ч, наблюдается один основной пик в отличие от образцов, облученных при 20 °С, и выделение гелия начинается при более высокой температуре (~700 и 600 °С, соответственно) (рис. 13, а и 12, а). В остальных сплавах, как и в не отожженных образцах, наблюдаются два основных пика (рис. 13, б). В соответствии с пред-

ставлениями о формировании разных комплексов, в чистом Ni в процессе послерадиационного отжига при 650 °C все комплексы  $He_mV_n$  распались, поскольку термическая стабильность их не превышает 620–650 °C, и низкотемпературный пологий максимум отсутствует. Во всех сплавах значительная доля гелия и вакансий сохраняется в виде сложных комплексов типа  $He_mMe_kV_n$ .

Таблица 7

Температуры максимумов и эффективные энергии активации выделения гелия из модельных сплавов Ni-X, облученных при 20 °

Материал	$T_{m1}, ^\circ\text{C}$	$T_{m2}, ^\circ\text{C}$	$E^a_{\text{эфф}}, \text{эВ}$
Ni-0,2Be	990±5	1039±5	2,45±0,08
Ni-0,6Be	964±5	1006±5	2,76±0,09
Ni-2,6Si	969±5	1021±5	2,22±0,07
Ni-6,7Si	965±5	1007±5	2,76±0,09
<b>Ni</b>	<b>881±5</b>	<b>940±5</b>	<b>1,70±0,06</b>
Ni-2,6Mo	988±5	1047±5	2,00±0,06
Ni-9,8Mo	975±5	1015±5	2,10±0,06
Ni-2,3W	1000±5	1034±5	3,63±0,12
Ni-9,8W	990±5	1023±5	3,70±0,13
Ni-29,6W	978±5	1009±5	3,87±0,13
Ni-2,1Al	936±5	989±5	2,06±0,06
Ni-6,6Al	1017±5	1064±5	2,67±0,09
Ni-2,8Ti	946±5	1001±5	2,02±0,06
Ni-1,7Ta	964±5	1015±5	2,25±0,07
Ni-10,4Ta	991±5	1043±5	2,31±0,08
Ni-0,5Sn	1058±5	1065±5	5,00±0,17
Ni-0,2Zr	936±5	982±5	2,39±0,08
Ni-0,9Zr	1031±5	1079±5	2,67±0,09

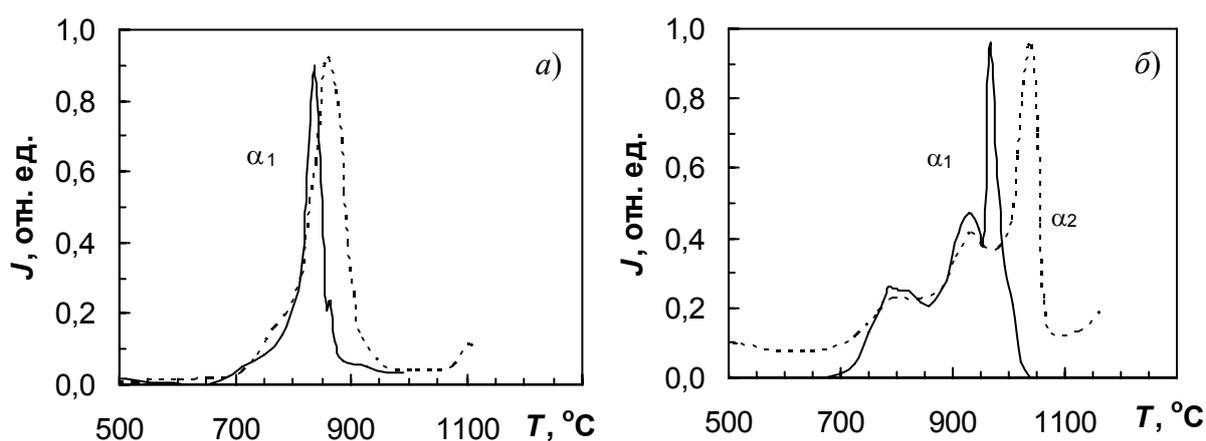


Рис. 13. Спектры газовой выделения из Ni (а) и сплава Ni-29,6 W (б), облученных ионами  $He^+$  при 20 °C и отожженных при 650 °C, 5 ч до ТДС-исследований

На спектрах ТДС конструкционных материалов, как облученных при 20 °C, температуре, так и подвергнутых послерадиационному отжигу при 650 °C, 5 ч, также как и в сплавах Ni-X, наблюдаются два основных пика.

Температуры главных пиков ТДС и эффективные энергии активации газовой выделению из модельных сплавов Ni-X, отожженных при 650 °С, 5 ч

Материал	$T_{m1}, ^\circ\text{C}$	$T_{m2}, ^\circ\text{C}$	$E^a_{\text{эфф}}, \text{эВ}$
Ni-0,2Be	979±5	1022±5	2,76±0,09
Ni-0,6Be	1044±5	1050±5	1,89±0,06
Ni-2,6Si	999±5	1053±5	2,24±0,07
Ni-6,7Si	974±5	1056±5	1,38±0,04
<b>Ni</b>	<b>837±5</b>	<b>860±5</b>	<b>4,13±0,11</b>
Ni-9,8W	950±5	984±5	3,36±0,10
Ni-29,6W	967±5	1038±5	1,59±0,05
Ni-2,8Ti	1018±5	1058±5	3,17±0,09
Ni-0,2Zr	995±5	1053±5	2,07±0,07

Выделение гелия из конструкционных ГЦК материалов происходит при более высоких температурах, чем из никеля и его сплавов. Температуры пиков ТДС стали ЧС-68 также выше, чем из сплавов на базе X16N15. По сравнению со сплавами типа X13 ферритно-мартенситная сталь ЭП-900, облученная при 20 °С, имеет более высокую, а отожженная при 650 °С, 5 ч – более низкую температуру пиков ТДС. Такое снижение температуры пика ТДС и энергии активации газовой выделению стали ЭП-900 после отжига при 650 °С, 5 ч по сравнению с облучением при комнатной температуре можно объяснить тем, что при отжиге происходит глубокий распад пересыщенного твердого раствора, легирующие элементы и углерод из твердого раствора переходят во вторичные фазы. В этих условиях уменьшаются факторы, препятствующие миграции пузырьков по зерну, причем они мигрируют по механизму более легкой поверхностной диффузии.

## ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

По результатам полученных экспериментальных данных по развитию пузырьковой микроструктуры и поведению ионно-внедренных гелия и водорода в ОЦК и ГЦК конструкционных реакторных сталях и модельных сплавах можно сделать следующие выводы.

1. Показано, что при дозе облучения ионами  $\text{He}^+$   $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$  формирование пузырьков в сталях X18N10T и ЭП-900 начинается с  $T_{\text{обл}} = 300 \text{ }^\circ\text{C}$ . Для этих условий облучения установлена предельная температура (около 530 °С) начала превышения газового распухания ферритно-мартенситной стали ЭП-900 над распуханием сталей аустенитного класса.
2. Показано, что спектры термодесорбции гелия как из аустенитных сталей, сплавов на основе X16N15 и никеля, так и ферритно-мартенситных сталей и сплавов на ос-

нове X13 имеют низкотемпературный пологий максимум, обусловленный диффузионным выделением гелия, и основной пик, вызванный выходом газовых пузырьков из образцов. В стали ЭП-900, сплавах X13, X13+W и X13+C вследствие  $\alpha \rightarrow \gamma$  полиморфного превращения наблюдаются дополнительные максимумы при температуре около 900 °С. Температуры пиков газовой выделенной аустенитных материалов выше, чем ферритных.

3. Показано, что преимущественное распределение пузырьков на дислокациях и образование ими взаимосвязанных цепочек могут являться причиной того, что гелиевые пузырьки в ОЦК стали являются менее эффективными ловушками для водорода, чем гомогенно распределенные пузырьки в ГЦК решетке. При этом со снижением давления в гелиевых пузырьках количество захваченного водорода возрастает.
4. Показано, что при низких дозах ( $10^{18}$  и  $10^{19}$  м<sup>-2</sup>) и температурах (300 и 420 °С) облучения ионами He<sup>+</sup> обнаруженные в ПЭМ объекты до размера 1 нм могут быть классифицированы как комплексы He<sub>m</sub>V<sub>n</sub>, обогащенные гелием ( $m > n$ ), а при больших размерах – пузырьки. При высокой концентрации гелия ( $5 \cdot 10^{19}$  м<sup>-2</sup>,  $m \approx n$ ) объекты размерами около 1 нм могут быть гелиевыми пузырьками.
5. Показано, что с увеличением атомного размера легирующие элементы в аустените снижают, а в феррите увеличивают эффективную энергию активации газовой выделенной. В аустените 0,06%С в твердом растворе затрудняет миграцию пузырьков по механизму объемной диффузии, а в феррите 0,16%С – миграцию по механизму поверхностной диффузии за счет сегрегации углерода на поверхности и в прилегающем объеме пузырьков.
6. Установлено, что после облучения ионами He<sup>+</sup> при 20 °С в процессе ТДС исследований газовой выделенной из никеля осуществляется миграцией пузырьков по механизму поверхностной диффузии. В сплавах никеля увеличивается вклад объемной диффузии, причем легирующие элементы, снижающие коэффициент самодиффузии никеля, повышают, а увеличивающие его, снижают температуру пиков газовой выделенной. При послерадиационном отжиге при 650 °С, 5 ч в никеле исчезает первый низкотемпературный пик выделенной гелия из-за распада гелий-вакансионных комплексов, а в его сплавах и конструкционных материалах этот пик остается за счет сохранения гелия в сложных термически более устойчивых комплексах, содержащих атомы легирующего элемента и/или углерода.

## ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Бинюкова С.Ю., Калинин Б.А., Мью Хтет Вин, Тан Све, Чернов И.И. Закономерности развития гелиевой пористости в ОЦК и ГЦК материалах при послерадиационных отжигах. – В сб.: Труды XIV Междунар. совещ. «Радиационная физика твердого тела», г. Севастополь, 2004 г., с. 296–301.
2. Бинюкова С.Ю., Калинин Б.А., Мью Хтет Вин, Тан Све, Чернов И.И. Развитие газовой пористости в ГЦК и ОЦК сталях при разной температуре внедрения гелия. – В кн.: Труды XVI Междунар. конф. по физике радиац. явлений и радиац. материаловед., Алушта, Крым, 2004 г., с. 37-38.
3. Бинюкова С.Ю., Калинин Б.А., Тан Све, Чернов И.И. Захват и выделение гелия и водорода в ОЦК и ГЦК материалах. – В кн.: Труды научной сессии МИФИ-2005, т. 9, с. 68-70.
4. Чернов И.И., Бинюкова С.Ю., Калинин Б.А., Тан Све. Особенности термодесорбции гелия и водорода из ОЦК и ГЦК материалов. – В кн.: Тез. докл. V Междунар. Уральского семинара «Радиационная физика металлов и сплавов», г. Снежинск, Россия, 2005 г., с. 55-56.
5. Бинюкова С.Ю., Чернов И.И., Калинин Б.А., Тан Све. О возможности удержания водорода в гелиевых пузырьках с разным давлением. – Атомная энергия, 2005, т. 99, вып. 4, с. 314-317.
6. Чернов И.И., Бинюкова С.Ю., Тан Све, Калинин Б.А. Температурная зависимость гелиевого набухания реакторных ферритно-мартенситной и аустенитных сталей. – Перспективные материалы, 2005, № 4, с. 41–49.
7. Бинюкова С.Ю., Чернов И.И., Мью Хтет Вин, Тан Све и др. Удержание водорода малоактивируемой сталью 16X12B2ФТaP, предварительно облученной ионами гелия. – В сб.: Труды XV Междунар. совещ. «Радиационная физика твердого тела», г. Севастополь, 2005 г., с. 203-207.
8. Binyukova S.Yu., Chernov I.I., Kalin B.A., Than Swe. Effectiveness of Helium Bubbles as Traps for Hydrogen. – In: Abstracts of 12<sup>th</sup> Int. Conf. on Fusion Reactor Mater., 2005, Santa Barbara, Kalifornia, USA, p. 206.
9. Chernov I.I., Binyukova S.Yu., Kalin B.A., Myo Htet Win, Than Swe et al. Behavior of helium in steel Cr12W2VTaB under various implantation temperatures. – In: Abstracts of 12<sup>th</sup> Int. Conf. on Fusion Reactor Mater., 2005, Santa Barbara, Kalifornia, USA, p. 136.
10. Бинюкова С.Ю., Чернов И.И., Калинин Б.А., Тан Све, Мью Хтет Вин. Особенности выделения гелия из модельных сталей типа X13 и X16H15. – В кн.: Труды научной сессии МИФИ-2006, т. 9, с. 48-49.

11. Бинюкова С.Ю., Чернов И.И., Калинин Б.А., Тан Све. Термодесорбция гелия из ОЦК и ГЦК сталей при последовательном внедрении ионов  $He^+$  и  $H^+$ . – В кн.: Труды научной сессии МИФИ-2006, т. 9, с. 50-51.
12. Тимофеев А.А., Бинюкова С.Ю., Калинин Б.А., Тан Све, Чернов И.И. Применение высокоразрешающей электронной микроскопии в исследованиях газовой пористости в реакторных конструкционных сталях. – В сб.: Тез. Докл. XXI Российск. конф. по электронной микроскопии, г. Черноголовка, 2006 г., с. 21.
13. Бинюкова С.Ю., Чернов И.И., Мьохтет Вин, Тан Све, Калинин Б.А. Влияние легирования на поведение гелия в модельных сплавах типа X13 и X16N15. – В сб.: Труды XVI Междунар. совещ. «Радиационная физика твердого тела», г. Севастополь, 2006 г., с.253-260.
14. Чернов И.И., Бинюкова С.Ю., Калинин Б.А., Мьохтет Вин, Тан Све. Влияние дозы облучения на поведение гелия в сталях ЧС-68 и ЭП-900. – В сб.: Труды XVI Междунар. совещ. «Радиационная физика твердого тела», г. Севастополь, 2006 г., с.261-268.
15. Бинюкова С.Ю., Чернов И.И., Калинин Б.А., Тан Све, Стальцов М.С. Особенности поведения гелия в сплавах никеля и аустенитной стали. – В кн.: Труды научной сессии МИФИ-2007, т. 9, с. 48-49.
16. Чернов И.И., Бинюкова С.Ю., Калинин Б.А., Тан Све, Стальцов М.С. Термодесорбционное исследование поведения гелия в сплавах никеля и аустенитной стали. В кн.: Тез. докл. VII Междунар. Уральского семинара «Радиационная физика металлов и сплавов», г. Снежинск, Россия, 2007, с. 30–32.