

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ  
НАЦІОНАЛЬНИЙ НАУКОВИЙ ЦЕНТР  
«ХАРКІВСЬКИЙ ФІЗИКО–ТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»

НАЦІОНАЛЬНА АКАДЕМІЯ НАУК УКРАЇНИ  
НАЦІОНАЛЬНИЙ НАУКОВИЙ ЦЕНТР  
«ХАРКІВСЬКИЙ ФІЗИКО–ТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ»

Кваліфікаційна наукова праця  
на правах рукопису

**Нікітін Аркадій Валерійович**

УДК 669.017:539.16

**ДИСЕРТАЦІЯ**  
**БЛІСТЕРІНГ ФЕРИТНО-МАРТЕНСИТНОЇ СТАЛІ ТА ЗАЛІЗА ПІД**  
**ДІЄЮ ПОТОКУ ЧАСТИНОК НИЗЬКОЕНЕРГЕТИЧНОЇ ВОДНЕВОЇ**  
**ПЛАЗМИ**

01.04.07 - фізика твердого тіла

Подається на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук

Дисертація містить результати власних досліджень. Використання ідей, результатів і текстів інших авторів мають посилання на відповідне джерело

---

Науковий керівник: Толстолуцька Галина Дмитрівна, доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник

Харків - 2017

## АНОТАЦІЯ

Нікітін А.В. Блістерінг феритно-мартенситної сталі та заліза під дією потоку частинок низькоенергетичної водневої плазми. – Кваліфікаційна наукова праця на правах рукопису.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико-математичних наук із спеціальності 01.04.07 – фізика твердого тіла. –

Національний науковий центр «Харківський фізико–технічний інститут». –

Національний науковий центр «Харківський фізико–технічний інститут». –

Харків, 2017.

У дисертаційній роботі подані результати встановлення закономірностей розвитку таких явищ деградації матеріалів як розпилення, блістеринг та тріщиноутворення, що виникають під дією потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми в феритно-мартенситній сталі ЕП-450 і модельному матеріалі – залізі, і виявлення структурних факторів, що сприяють пригніченню тріщиноутворення.

Наведені результати з впливу опромінення потоками іонів водню з тліючого і відбивного розрядів на поверхню і приповерхневі шари феритно-мартенситної сталі ЕП-450 і  $\alpha$ -заліза. Виміряні коефіцієнти розпилення  $S$  сталі іонами водню в діапазоні енергій 0,5...1,2 кеВ. Показано, що за абсолютною величиною для дослідженого діапазону енергій значення коефіцієнтів розпилення сталі ЕП-450 іонами водню практично не відрізняються від коефіцієнтів розпилення для сталей типу Єврофер і аустенітних нержавіючих сталей і складають  $(0,3...1,5) \cdot 10^{-1}$  ат. Fe/H. Термообробка (відпал при 1073 К після прокатки) не впливає на величини  $S$ .

Вперше виявлено утворення блістерів і розвиненої системи тріщин в феритно-мартенситних сталях при опроміненні воднем з енергіями і флюенсами, найбільш ймовірними для плазми безпосередньо біля першої

стілки ТЯР. Вивчення рельєфу поверхні зразків показало, що за доз опромінення близько  $1 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  на поверхні виникають блістери. Їх розміри на 2 порядки перевищують розміри блістерів, характерні для енергій іонів водню 1 кеВ. Поверхнева густина блістерів і їх середній розмір виходять на насичення при критичній дозі  $D_{\text{кр}}$ , котра визначається конкуренцією температури зразка і концентрації водню.

Вперше при металографічних дослідженнях торцевих шліфів зразків, на поверхні яких спостерігалися блістери, показано, що в поверхневому шарі металу під блістером розташовується тріщина. Лінійний розмір тріщини приблизно дорівнює діаметру блістера.

Дослідження температурної залежності розвитку блістерів в діапазоні температур 220 - 400 К при опроміненні іонами водню з низькоенергетичної водневої плазми до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  дозволило встановити, що залежності середнього діаметру блістерів від температури мають гострий чітко виражений максимум при 283 К для сталі і 250 К для  $\alpha$ -заліза.

Дослідження термоактивованого виходу дейтерію із сталі ЕП-450 і заліза, виконані після опромінення зразків до доз  $(0,001-1) \cdot 10^{24} \text{ D}^+/\text{m}^2$  при температурах 90 К та кімнатній, дозволили встановити, що саме в області температур  $\leq 300 \text{ K}$ , в якій спостерігається найбільший рівень блістерінгу, утримується на порядок більше дейтерію в порівнянні з опроміненням при  $T_{\text{кімн}}$ .

Дослідження впливу ступеня деформації холодною прокаткою на порогову дозу  $D_{\text{п}}$  появи блістерів вперше показало, що залежність « $D_{\text{п}}$ -деформація» характеризується різким максимумом за ступеня деформації 5% і становить в максимумі  $\sim 1,6 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ , що приблизно в два рази більше в порівнянні з недеформованими зразками. За ступеня деформації  $\sim 10\%$  порогова доза зменшується до  $\sim 2 \cdot 10^{22} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ , а за ступеня деформації 95% блістери рееструються при опроміненні сталі до дози  $\sim 5 \cdot 10^{21} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ .

Зростання дози появи блістерів при холодній прокатці корелює зі зростанням міцності на початкових стадіях деформації (до 5%), коли

відбувається перехід від однорідного деформаційного зміцнення (приросту дислокацій) до розвитку дислокаційної комірчастої структури.

Електронно-мікроскопічні дослідження мікроструктури сталі ЕП-450 в вихідному стані і після деформації прокаткою на 95% при кімнатній температурі показали кардинальне зростання густини дислокацій. По мірі накопичення водню в деформованій сталі починається трансформація скупчень дислокацій в субмікротріщини і, як наслідок, зародження блістерів при менших дозах опромінення.

Дослідження залежності кінетики зростання блістерів від дози опромінення для різних ступенів деформації виявило монотонне зростання середнього діаметра блістерів з ростом дози. Для фіксованої дози опромінення  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  залежність середнього діаметра блістерів від ступеня деформації характеризується широким максимумом за ступенів деформації  $\sim 10\text{-}40\%$ . При цьому спостерігається зростання середнього діаметра блістерів в 3-5 рази. Зниження середнього розміру блістерів при збільшенні ступеня деформації обумовлено розвитком великої кількості блістерів малого діаметра.

У деформованих матеріалах перед зникненням блістерінга розмір блістерів різко зростає у вузькій області температур  $\sim 330\text{-}340 \text{ K}$  для сталі та  $\sim 300\text{-}315 \text{ K}$  для заліза. Зростання розмірів блістерів обумовлено спільним впливом збільшення рухливості водню і зростанням пластичності. Зростання пластичності може бути пов'язано зі зміщенням температури крихко-в'язкого переходу ( $T_{\text{dbtt}}$ ) з  $190\text{...}210$  до  $320\text{...}370 \text{ K}$  для феритно-мартенситних сталей в умовах опромінення або деформації.

Результати дослідження температурної залежності свідчать, що в деформованому стані блістерінг не ініціюється за температур опромінення вище  $350 \text{ K}$  для сталі та  $330 \text{ K}$  для  $\alpha$ -заліза. Порівняння залежностей густини блістерів від температури для різних станів сталі ЕП-450 і  $\alpha$ -Fe показало, що температури припинення блістероутворення зміщуються в область більш високих температур при збільшенні границі плинності.

Порівняння температурних інтервалів розвитку блістерінга, температури його різкого зниження, наявності максимуму на температурній залежності та якісного ходу залежності параметрів блістерів від міцностних характеристик показало збіг з теоретичними розрахунками параметрів водневого окрихчення. Якщо врахувати, що діаметр блістера визначає лінійний розмір тріщини, яка виникає під ним, а останній прийняти в якості характеристики швидкості росту тріщини, то якісний збіг з теоретичними передбаченнями закономірний.

Вперше показано, що блістерінг і утворення тріщин вноситимуть найбільший внесок в деградацію структури феритно-мартенситної сталі коли температура поверхні буде знижуватись до значень  $\sim 373$  К, що може мати місце під час аварійної зупинки термоядерного реактора.

Досліджено вплив вихідної структури на розвиток і пригнічення блістерінга в феритно-мартенситній сталі. Визначені особливості ерозії поверхні заліза і сталі ЕП-450 під впливом потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми. Дослідження розподілу блістерів за розмірами, як характеристики розвитку блістерінга, в залежності від різних вихідних станів сталі ЕП-450, показало зміщення розподілу в бік менших розмірів для зразків з умовною межею плинності  $\sigma_{0,2} \sim 70$  кГ/мм<sup>2</sup> і збільшення кількості блістерів з великим діаметром для зразків з межею плинності  $\sim 120$  кГ/мм<sup>2</sup>. На поверхні зразків після традиційної термообробки (ТТО) блістери не спостерігались. Опромінення показало, що зразки піддаються тільки процесу розпилення, який призводить до появи на поверхні досить великих виділень, що слабо розпилюються, і склад яких, визначений методом мікрорентгеноспектрального аналізу, відповідає карбідам ніобію і молібдену.

Показано, що найбільший блістерінг спостерігається на матеріалах з великим ступенем деформації. Параметри блістерів залежать від фазової складової феритно-мартенситних сталей, їх морфології і розміру зерна. Наявність фериту, крупного зерна, післядеформаційних зародків тріщин, а також присутність інертних газів – головні фактори, які підсилюють

блістерінг. Попередня імплантація іонів  $\text{He}^+$  або  $\text{Ar}^+$  призвела до п'ятикратного посилення захоплення водню біля поверхні і окрихченню куполів блістерів.

Зниження тріщиноутворення і розвитку блістерів після ТТО обумовлено модифікацією мікроструктури феритно-мартенситних сталей при їх традиційній термічній обробці (гарт + відпуск) і забезпечується спільною дією субструктурного (межі зерен і субзерен, висока густина дислокацій), твердорозчинного і дисперсійного зміцнення (карбіди  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  і карбонітриди  $\text{MX}$ ), сфероїзацією і зменшенням розмірів карбідів  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  по межах зерен.

Сукупність одержаних результатів про фізичну природу і закономірності розвитку блістерів і тріщин, що відбуваються в поверхневих шарах твердих тіл під дією потоку частинок з низькоенергетичної водневої плазми, дозволяє прогнозувати поведінку матеріалів в термоядерних реакторах і енергетичних установках 4-го покоління, а також розвиває фундаментальні уявлення щодо фізики радіаційної пошкоджуваності твердих тіл.

Ключові слова: феритно-мартенситна сталь ЕП-450, залізо, потоки частинок, низькоенергетична воднева плазма, блістерінг, тріщиноутворення, температурні і дозові залежності, деформація, вихідна структура.

Список публікацій, у яких опубліковано основні результати дисертації:

1. Волков Е.Д., Грибанов Ю.А., Неклюдов И.М., Никитин А.В., Опалев О.А., Рыбалко В.Ф., Тернопол А.М., Черный Б.П., Хазан С.М. Особенности эрозии поверхности стали типа X13 при экспозиции в водородной плазме // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 1988. № 5(47). С. 58-61.

2. Бендиков В.И., Рыбалко В.Ф., Хазан С.М., Никитин А.В., Опалев О.А., Ружицкий В.В. Температурная зависимость возникновения трещин в приповерхностных слоях ферритной стали 12X12M1БФР под действием потока ионов водорода // Атомная энергия 1990. Том 68, № 6. С. 406-408.

3. Толстолицкая Г.Д., Никитин А.В., Ружицкий В.В., Рыбальченко Н.Д., Василенко Р.Л., Короткова И.М. Развитие трещин в ферритной стали при облучении водородной плазмой // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2016. № 2(102). С. 25-32.

4. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskyi V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Garner F.A. Blister formation on 13Cr2MoNbVB ferritic-martensitic steel exposed to hydrogen plasma // Journal of Nuclear Materials 2016. Vol. 478. P. 26-31.

5. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Rostova G.Y., Rybalchenko N.D. Temperature dependence of surface topography and deuterium interaction with a pure  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy high-flux D plasma // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика плазмы 2016. № 6(106). С. 117-120.

6. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Rostova G.Y., Rybalchenko N.D., Sungurov B.S. Application of hydrogen embrittlement models to the blister growth behavior in 12Cr2MoNbVB steel and  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy D plasma // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2017. № 2(108). С. 22-28.

Список публікацій, які засвідчують апробацію матеріалів дисертації:

7. Неклюдов И.М., Никитин А.В., Ружицкий В.В. Влияние деформации на возникновение трещин в стали 12Х12М2БФР под действием потока ионов водорода // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 271-272, (доповідач).

8. Воеводин В.Н., Толстолицкая Г.Д., Ружицкий В.В., Копанец И.Е., Карпов С.А., Никитин А.В. Влияние облучения гелием и водородом на

диффузионные процессы в феррито-мартенситных сталях // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 281-282, (доповідач).

9. Воеводін В.М., Толстолуцька Г.Д., Ружицький В.В., Копанець І.Є., Нікітін А.В., Карпов С.О., Слюсаренко Т.М. Комплекс на базі трьох суміщених прискорювачів заряджених часток для вивчення процесів радіаційних пошкоджень, ускладнених наявністю газових трансмутантів // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 101-102, (доповідач).

10. Толстолуцкая Г.Д., Ружицкий В.В., Карпов С.А., Копанец И.Е., Никитин А.В., Слюсаренко Т.М. Влияние радиационных дефектов на захват и удержание водорода и гелия в аустенитных и ферритно-мартенситных сталях // 7-я Международная конференция «Ядерная и радиационная физика», 08-11 сентября 2009 г., г. Алматы, Республика Казахстан: тезисы докладов / ИЯФ НЯЦ РК. г. Алматы, 2010. С. 89. (доповідач).

11. Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S. A., Nikitin A.V. The Role of Radiation Damage on Retention and Temperature Intervals of Helium and Hydrogen Detrapping in Structural Materials // 15th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-15), 16-22 October 2011: Proceeding of conference. Charleston, South Carolina, 2011. Abstract 15-003, (участь в обговоренні).

12. Толстолуцька Г.Д., Копанець І.Є., Ружицький В.В., Карпов С.О., Нікітін А.В. Вплив радіаційних пошкоджень на накопичення та розподіл дейтерію в ферито-мартенситних сталях // XIX Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 6-11 сентября 2010 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2010. С.95-96, (доповідач).



13. Толстолуцкая Г.Д., Воеводин В.Н., Копанец И.Е., Ружицкий В.В., Карпов С.А., Никитин А.В. Механизмы удержания дейтерия в конструкционных сталях в условиях радиационного воздействия // XX Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 10-15 сентября 2012 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2012. С.85-86, (доповідач).

14. Tolstolutskaaya G.D., Karpov S.A., Ruzhytskyi V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Nikitin A.V., Sungurov B.S. Effect of displacement damage and inert gas impurities on deuterium retention and detrapping in ferritic-martensitic steels // 16th International Conference on Fusion Reactor Materials (16 ICFRM) 20-26 October 2013: Proceeding of conference. Beijing, China, 2013. Abstract 16-010, (заочно).

15. Nikitin A.V., Tolstolutskaaya G.D., Ruzhytskyi V.V., Neklyudov I.M., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S.A. Blister formation on 13Cr2MoNbVB steel exposed to hydrogen plasma // 17th International Conference on Fusion Reactor Materials (17 ICFRM) 12-26 October 2015: Proceeding of conference. Aachen, Germany, 2015. Abstract P027, (участь в обговоренні).

16. Nikitin A.V., Tolstolutskaaya G.D., Ruzhytskyi V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L. Temperature dependence of surface topography and deuterium retention in steels of ferritic class and a pure  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy, high-flux D plasma // International Conference and School on Plasma Physics and Controlled Fusion 12-15 September 2016. Proceeding of conference. NSC KIPT Kharkov, Ukraine, 2016. P.95, (доповідач).

17. Tolstolutskaaya G.D., Nikitin A.V., Ruzhytskyi V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Sungurov B.S. Surface Topography and Development of Cracks in Ferritic-Martensitic Steel Exposed to Low-Energy Deuterium Plasma // 16th International Conference on Plasma-Facing Materials and Components for Fusion Applications 16 - 19 May 2017. Proceeding of conference. Neuss/Düsseldorf, Germany, 2017. Abstract P.2-82, (участь в обговоренні).

Список публікацій, які додатково відображають наукові результати дисертації:

18. Никитин А.В., Ружицкий В.В., Неклюдов И.М., Толстолицкая Г.Д., Копанец И.Е. Влияние деформации на возникновение трещин в стали X13M2БФР под действием потока ионов водорода // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2014. № 2(90). С. 34-38.

## ABSTRACT

Nikitin A.V. «Blistering of ferritic-martensitic steel and iron under the action of particles of low-energy hydrogen plasma». – Research Project, Manuscript copyright.

Thesis for the scientific degree of candidate of physical and mathematical sciences by specialty 01.04.07 - solid state physics. –National Science Center "Kharkov Institute of Physics and Technology". –National Science Center "Kharkov Institute of Physics and Technology". Kharkov 2017.

The thesis presents the results of determination of the regularities in the development of such phenomena of material degradation as sputtering, blistering and cracking that arise under the influence of particle fluxes from low-energy hydrogen plasma in ferritic-martensitic steel EP-450 and model material – iron, and identification of structural factors contributing to the suppression of cracking.

The results of the impact of irradiation with hydrogen ions from glow and reflective discharge on the surface and near-surface layers of EP-450 ferritic-martensitic steel and  $\alpha$ -Fe have been presented. The sputtering coefficients  $S$  of 0.5-1.2 keV hydrogen ions for steel were measured and were found to be  $(0.3-1.5) \cdot 10^{-1}$  at.Fe/H. It is shown that the absolute values of sputtering coefficients for EP-450 are not substantially differ from sputtering coefficients for Eurofer and austenitic stainless steels in the investigated range of the hydrogen ion energies. The heat treatment (annealing at 1073 K after rolling) does not affect the value of  $S$ .

For the first time, the formation of blisters and extended system of cracks in ferritic-martensitic steels irradiated by hydrogen ions with energies and fluencies most probable for the first wall plasma of fusion reactor was revealed. Study of surface relief showed the appearance of blisters at hydrogen fluence of about  $1 \cdot 10^{23}$  H<sub>2</sub><sup>+</sup>/m<sup>2</sup>. Their dimensions are 2 orders of magnitude larger than the blister sizes, typical for 1 keV hydrogen ions. The surface density of blisters and their

average size reach saturation at a critical dose of  $D_{cr}$ , which is determined by competition of sample temperature and of hydrogen concentration.

For the first time, in metallographic studies of cross-sections of specimens with blisters it was shown that a crack lies in the sub-surface layer of the metal under the blister. The linear size of the crack is approximately equal to the diameter of the blister.

The investigation of the temperature dependence of blistering in the temperature range of 220-400 K at hydrogen ions irradiation from the discharge to a dose of  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  revealed that the plots of average blister diameters versus the temperature have a pronounced sharp maximum at 283 K for EP-450 and 250 K for  $\alpha$ -Fe.

Study of thermal activated deuterium release from EP-450 steel and iron, performed after irradiation of samples to a doses of  $(0,001-1) \cdot 10^{24} \text{ D}^+/\text{m}^2$  at 90 K and room temperature, allowed to establish that exactly in the low temperature region ( $\leq 300 \text{ K}$ ), where the highest level of blistering is observed, the deuterium retention ten times higher compared to  $T_{room}$  irradiation.

Investigation of the influence of cold rolling deformation degree on a threshold dose  $D_n$  of blisters appearance first shown that the dependence “ $D_n$ -deformation” is characterized by a sharp maximum at deformation degree of 5% and is reached of  $\sim 1,6 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  that is approximately two times more than in undeformed samples. At 10% deformation degree the threshold dose is reduced to  $\sim 2 \cdot 10^{22} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ , and at 95% deformation blisters are registered at irradiation dose of  $\sim 5 \cdot 10^{21} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ .

The increasing of the dose of blisters appearance after cold rolling correlates with the increasing of strength at the initial stages of deformation (up to 5%), when the transition from homogeneous deformation hardening (increase of dislocations) to the development of the dislocation cellular structure occurs.

Electron microscopic studies of EP-450 microstructure in the initial state and after rolling deformation by 95% at room temperature showed an increase of the dislocation density. At the hydrogen accumulation in deformed steel the

transformation of dislocations clusters into submicrocracks begins and, as a consequence, the blisters form at lower radiation doses.

Investigation of the dependence of the growth kinetics of blisters on the irradiation dose for various deformation degrees revealed a monotonous increase of the average blister diameter with increasing of a dose. The dependence of the average blister diameter on the deformation degree for a fixed irradiation dose of  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  is characterized by a broad maximum at the deformation degrees of  $\sim 10\text{-}40\%$ . In this case, the average diameter of the blisters is increased 3-5 times. The decrease of the average blisters size with an increase of the deformation degree is due to the formation of a large number of blisters with small diameter.

In deformed materials, before the disappearance of blistering, the size of the blisters sharply increases in a narrow temperature range of 330-340 K for EP-450 steel and of 300-315 K for iron. The growth of the blister size is caused by joint effect of increasing hydrogen mobility and increasing ductility. The plasticity growth may be due to the temperature shift of the brittle-ductile transition ( $T_{\text{dbtt}}$ ) from 190-210 to 320-370 K for ferritic-martensitic steels under irradiation or deformation conditions. At the same time, the mobility of hydrogen can be a critical parameter, which drastically reduces its accumulation in cracks and micro-discontinuities and stops blister formation. The results of investigation of the temperature dependence of blister parameters show that blistering is absent in EP-450 steel in the deformed state at irradiation temperatures of  $\sim 350$  K, and in iron at  $\sim 320$  K. Comparison of the blisters density dependences on temperature for EP-450 and  $\alpha\text{-Fe}$  in different initial states has shown that the temperatures of the termination of blisters formation are shifted to higher temperatures with increasing yield stress.

Comparing the temperature ranges of blistering, its abrupt temperature decrease, presence of a maximum in the temperature dependence and qualitative parameters blisters stroke depending on the strength characteristics showed coincidence with the theoretical curves of hydrogen embrittlement. If it takes into account that the diameter of the blister determines the linear dimension of the crack

that arises beneath it, and the latter is taken as a characteristic of the crack growth rate, then the qualitative coincidence with the theoretical predictions is natural.

For the first time, it is shown that blistering and cracking will make the greatest contribution to the degradation of structure of ferritic-martensitic steel when the surface temperature drops to  $\sim 373$  K, that may occur during the emergency shutdown of a fusion reactor.

The influence of the initial structure on the development and inhibition of blistering in ferritic-martensitic steel is investigated. Specific features of erosion of the surface of iron and steel EP-450 under the influence of particle flows from low-energy hydrogen plasma are determined. Study distribution blisters in size, as the characteristics of blistering, depending on different initial states of steel EP-450 showed blisters distribution shift towards smaller sizes for samples with yield  $\sim 70$  kG/mm<sup>2</sup> and an increase in the number of blisters with a large diameter for samples with yield strength of about 120 kG/mm<sup>2</sup>. The surface of the samples after the traditional heat treatment (THT) blister was observed. An increase in the irradiation dose showed that the samples were subjected only to the sputtering process, which resulted in the appearance of sufficiently large precipitates on the surface, saturating slightly, and whose composition was determined by the micro-X-ray spectral analysis, corresponds to niobium and molybdenum carbide.

It is shown that the greatest blistering is observed on materials with a high degree of deformation. The parameters of blisters depend on the phase components of ferritic-martensitic steels, their morphology and grain size: ferrite, coarse grains and cracks nuclei under deformation - enhance blistering. Reduction of cracking and the development of blisters after the THT due to modification of the microstructure of a ferritic-martensitic steels at their conventional heat treatment (quenching (normalizing) + subsequent tempering) and are provided by the joint action substructural (grain boundaries, subgrains, high dislocation density) solid solution and precipitation hardening (carbides  $M_{23}C_6$  and carbonitrides of MX) spheroidization and reduction in size of carbides  $M_{23}C_6$ , on grain boundaries.

Previous implantation of He or Ar ions resulted in a fivefold increase in hydrogen capture near the surface and embrittlement of blister domes.

The obtained results on the physical nature of development of blisters and cracks occurring in the surface layers of solids under the influence of low-energy hydrogen plasma allows to predict the behavior of materials in fusion reactors and IV-th generation power facilities, and evolves a fundamental ideas on the physics of radiation damage in solids.

Key words: ferritic-martensitic steel EP-450, iron, particle flows, low-energy hydrogen plasma, blistering, crack, temperature and dose dependencies, deformation, initial structure.

## ЗМІСТ

|   | Стор. |
|---|-------|
| <b>ВСТУП</b> .....  | 20    |
| <b>РОЗДІЛ 1. ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ</b> .....   | 27    |
| 1.1. Термодинамічні особливості поведінки системи залізо-водень.....                          | 29    |
| 1.1.1 Розчинність водню в залізі і сталях з ОЦК-граткою.....                                  | 30    |
| 1.1.2 Дифузія водню в залізі і феритно-мартенситних сталях.....                               | 33    |
| 1.1.3 Захоплення водню дефектами кристалічної будови.....                                     | 38    |
| 1.2. Вплив водню на структуру та властивості конструкційних матеріалів.....                   | 41    |
| 1.2.1 Феноменологія водневої крихкості металів і сплавів.....                                 | 41    |
| 1.2.2 Розвиток блістерів в конструкційних матеріалах при опроміненні плазмовими потоками..... | 44    |
| 1.2.3 Залежності параметрів блістерів від умов опромінення.....                               | 46    |
| 1.2.4 Механізми утворення блістерів.....  | 49    |
| 1.3. Обґрунтування досліджень.....  | 53    |
| 1.4. Висновки.....  | 53    |
| <b>РОЗДІЛ 2. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНЕ ОБЛАДНАННЯ І МЕТОДИКИ ДОСЛІДЖЕННЯ</b> .....                     | 55    |
| 2.1. Досліджувані матеріали і режими їх попередньої підготовки.....                           | 55    |
| 2.2. Опромінювальні пристрої.....   | 57    |
| 2.2.1 Плазмові установки.....   | 57    |
| 2.2.2 Експериментальний комплекс «ЕСП-2».....   | 59    |



|        |  |    |
|--------|--|----|
|        |  | 17 |
| 2.2.3. | Прискорювальна установка «Ант».....  | 67 |
| 2.3.   | Методики дослідження.....  | 68 |
| 2.3.1. | Методики визначення глибини залягання дейтерію при<br>вимірюванні ядерних реакцій в геометрії зворотного<br>розсіювання..... | 68 |
| 2.3.2. | Термодесорбційна спектроскопія.....  | 70 |
| 2.3.3. | Просвічуюча та скануюча електронна мікроскопія.....  | 72 |
| 2.3.4. | Металографічні дослідження.....  | 72 |
| 2.4.   | Висновки до розділу 2.....   | 73 |

**РОЗДІЛ 3. ОСОБЛИВОСТІ ЕРОЗІЇ ПОВЕРХНІ СТАЛІ ТИПУ  
ЕП-450 І  $\alpha$ -ЗАЛІЗА ПРИ ЕКСПОЗИЦІЇ В ВОДНЕВІЙ  
ПЛАЗМІ .....**

|      |   |     |
|------|---|-----|
|      |   | 74  |
| 3.1. | Коефіцієнти розпилення.....   | 74  |
| 3.2. | Змінення морфології поверхні та приповерхневого шару з<br>дозою.....  | 78  |
| 3.3. | Розвиток тріщин у сталі ЕП-450.....   | 83  |
| 3.4. | Профілі розподілу ізотопу водню - дейтерію в сталі<br>опроміненій дейтерієвою плазмою .....                                   | 89  |
| 3.5. | Температурна залежність процесу виникнення тріщин у<br>сталі ЕП-450.....  | 90  |
| 3.6. | Морфологія поверхневого шару $\alpha$ -заліза при бомбарду-<br>ванні потоками іонів дейтерію з тліючого розряду.....          | 92  |
| 3.7. | Порівняння температурних залежностей параметрів<br>водневої крихкості і блістерінга для феритно-<br>мартенситних сталей ..... | 98  |
| 3.8. | Утворення порожнин в приповерхневому шарі зразків $\alpha$ -<br>заліза.....   | 105 |
| 3.9. | Висновки до розділу 3.....  | 107 |

|                  |  |            |
|------------------|--|------------|
| <b>РОЗДІЛ 4.</b> | <b>ВПЛИВ ДЕФОРМАЦІЇ НА ВИНИКНЕННЯ ТРІЩИН<br/>В СТАЛІ ЕП-450 І <math>\alpha</math>-ЗАЛІЗІ ПІД ДІЄЮ ПОТОКУ<br/>ІОНІВ ВОДНЮ.....</b>        | <b>109</b> |
| 4.1.             | Вплив ступеня деформації на порогову дозу появи<br>блістерів і кінетику зростання блістерів.....   | 109        |
| 4.2.             | Температурні залежності діаметрів і поверхневої густини<br>блістерів в деформованій сталі ЕП-450 .....                                   | 115        |
| 4.3.             | Температурні залежності діаметрів і поверхневої густини<br>блістерів для деформованого $\alpha$ -заліза .....                            | 117        |
| 4.4.             | Морфологія поверхні рекристалізованного і<br>деформованого $\alpha$ -Fe після опромінення потоками<br>частинок з дейтерієвої плазми..... | 125        |
| 4.5.             | Блістерінг на поверхні деформованої сталі при<br>опроміненні моноенергетичними іонами дейтерію .....                                     | 128        |
| 4.6.             | Висновки до розділу 4.....   | 130        |
| <b>РОЗДІЛ 5.</b> | <b>ВПЛИВ ВИХІДНОГО СТАНУ НА РОЗВИТОК<br/>БЛІСТЕРІВ І ТРІЩИН В ФЕРИТНО-<br/>МАРТЕНСИТНІЙ СТАЛІ.....</b>                                   | <b>131</b> |
| 5.1.             | Вихідна структура сталі ЕП-450 при попередній<br>деформаційній і термо- обробках.....  | 131        |
| 5.2.             | Вплив опромінення в водневій плазмі тліючого розряду на<br>структуру сталі ЕП-450.....   | 134        |
| 5.3.             | Пригнічення блістерінга при традиційній термічній<br>обробці.....  | 136        |
| 5.4.             | Особливості розвитку блістерінга при плазмовому впливі..   | 139        |

|      |  |            |
|------|--|------------|
| 5.5. | Вплив інертних газів на блістерінг феритно-мартенситних сталей при взаємодії з водневими плазмовими потоками.... | 142        |
| 5.6. | Висновки до розділу 5.....   | 146        |
|      | <b>ВИСНОВКИ.....</b>   | <b>148</b> |
|      | <b>ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ.....</b>  | <b>151</b> |
|      | <b>ДОДАТОК А. СПИСОК ПУБЛІКАЦІЙ ЗА ТЕМОЮ<br/>ДИСЕРТАЦІЇ.....</b>   | <b>168</b> |

## ВСТУП

**Актуальність теми.** Відповідно до оцінки Міжнародного енергетичного агентства споживання енергії у світі за останні десятиріччя зросло зі швидкістю 3% за рік. Приблизно таке саме зростання очікується і в 21 сторіччі. Ядерна енергетика майбутнього, яка буде включати реактори нового покоління на швидких нейтронах, термоядерні реактори, системи, керовані прискорювачами, та ін., є гарантом енергетичної незалежності, стійкого економічного і соціального розвитку в світі та Україні.

Під час роботи експериментальних установок термоядерного синтезу і майбутніх термоядерних реакторів (ТЯР) перша стінка, обмежувачі пучка і дивертор будуть піддаватися комплексному впливу потоків плазмового корпускулярного, зокрема, іонів гелію та ізотопів водню, і електромагнітного випромінювань.

Сталі феритного класу, в зв'язку з більш високою в порівнянні з аустенітними сталями радіаційною стійкістю, передбачаються до використання в якості перспективних матеріалів для елементів конструкції ядерних і термоядерних реакторів. Незважаючи на те, що сталь рідко розглядається як матеріал першої стінки ТЯР через високий коефіцієнт розпилення, низьку теплопровідність і високий атомний номер її складових, що негативно впливають на плазму, в останні роки обговорюється питання використання контактуючих з плазмою елементів зі сталі без додаткового захисту.

Вплив водню на властивості конструкційних матеріалів ядерних і термоядерних реакторів виокремив його в особливу проблему фізики радіаційних пошкоджень твердих тіл і радіаційного матеріалознавства. Малий розмір атома водню і, відповідно, його висока рухливість в металах призводить до того, що він може легко проникати в сплави при їх приготуванні, обробці та експлуатації. Розчинність водню зменшується зі зниженням температури, але збільшується ймовірність його захоплення на недосконалоостях мікроструктури матеріалу, що може призводити до окрихчення і появи тріщин.

Ерозія поверхні посилюється під впливом водневої низькоенергетичної плазми високої щільності внаслідок розвитку ряду явищ фізичної деградації, включаючи блістерінг, розпилення, випаровування і розтріскування. Крім того, накопичення тритію і дейтерію в матеріалах реактора може зробити істотний вплив на баланс палива термоядерного реактора. Дифузія та вихід водню (тритію) в навколишнє середовище може привести до небажаних екологічних наслідків.

Незважаючи на наявність численних публікацій, присвячених вивченню впливу водню на пошкоджуваність феритно-мартенситних сталей, систематичних експериментальних даних щодо взаємодії потоків водневої плазми із цими сталями не існує не тільки в нашій країні, але і в світі.

Таким чином, встановлення закономірностей розвитку блістерів і тріщин, що виникають під дією потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми, в феритно-мартенситній сталі ЕП-450 і модельному матеріалі – залізі являє собою важливу і актуальну задачу сучасної фізики твердого тіла.

**Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами.** Наукові результати, які представлені в дисертації, сприяють вирішенню завдань, сформульованих у державних документах і галузевих програмах, наприклад, в «Енергетичній стратегії України на період до 2030 року», затвердженої Розпорядженням Кабінету Міністрів України від 15.03.2006 р. № 145.

Дисертаційна робота виконувалася в ННЦ ХФТІ відповідно до планів науково-дослідних робіт і програм в рамках тем:

«Теоретичні та експериментальні дослідження ефектів взаємодії речовин з потоками нейтронів і заряджених частинок та розробка принципів створення нових матеріалів для реакторобудування» 2006-2010 р., № держреєстрації 80906UP0010 від 16.06.2006 р.;

«Дослідження фундаментальних матеріалознавчих проблем створення радіаційно-стійких функціональних матеріалів для атомно-енергетичного комплексу» 2011-2015 р., № держреєстрації 0111U009715;

«Вивчення фізичних механізмів радіаційно-індукованої деградації функціональних властивостей матеріалів діючих та перспективних атомно-генеруючих комплексів нового покоління для забезпечення енергетичної безпеки України» 2016-2020 р., № держреєстрації 0116U005094;

«Визначення критичних рівнів накопичення водню та впливу індукованих воднем мікроструктурних змін на деградацію фізико-механічних властивостей конструкційних матеріалів діючих і майбутніх ядерних енергетичних установок» 2016-2018 р., № держреєстрації 0116U006893.

Дисертант у даних роботах виступав виконавцем.

**Мета й завдання дослідження.** - Метою роботи є встановлення фізичних закономірностей розвитку таких явищ деградації матеріалів як блістеринг та тріщиноутворення, що виникають під дією потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми в феритно-мартенситній сталі ЕП-450 і модельному матеріалі – залізі, і виявлення структурних факторів, що сприяють пригніченню тріщиноутворення.

Для досягнення цієї мети необхідно було вирішити **наступні задачі:**

1. Визначити особливості ерозії поверхні заліза і сталі ЕП-450 при експозиції в водневій плазмі.
2. Встановити температурну і дозову залежності виникнення блістерів і тріщин в приповерхневих шарах феритно-мартенситної сталі ЕП-450 під дією потоку іонів водню.
3. Вивчити вплив деформації на виникнення тріщин і формування блістерів в сталі ЕП-450 і залізі під впливом водневої плазми.
4. Виконати порівняння температурних інтервалів розвитку явищ блістероутворення і водневої крихкості.
5. Встановити вплив вихідної структури, фазової складової феритно-мартенситних сталей, їх морфології і розміру зерна на розвиток і пригнічення блістерінга в сталі під впливом потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми.

**Об'єкт дослідження** - фізичні процеси в феритно-мартенситній сталі ЕП-450 і залізі при опроміненні іонами ізотопів водню з плазми тліючого розряду та їх зв'язок з фізико-механічними властивостями цих матеріалів.

**Предмет дослідження** – параметри блістерів, мікроструктурні механізми розвитку блістерінга і тріщиноутворення в сталі і залізі під дією потоків водню.

**Методики дослідження.** Для виявлення фізичних закономірностей взаємодії феритно-мартенситної сталі ЕП-450 і заліза з воднем, що іонно-імплантований з плазми тліючого чи відбивного розряду при напрузі на електродах 1000 В і потоці -  $10^{19}$  Н(Д)/(м<sup>2</sup>·с), використані комплексні вимірювання, що поєднують добре відомі та широко апробовані методи досліджень твердого тіла та ядерно-фізичні методи, а саме: ядерні реакції, термодесорбційна мас-спектрометрія (ТДС), просвічувальна та скануюча електронна мікроскопія, металографічні дослідження, рентгенівський енергодисперсійний мікроаналіз, вимірювання мікротвердості, а також реєстрація кінетики зростання блістерів за допомогою відеокамери.

**Наукова новизна отриманих результатів** полягає в тому, що вперше:

1. Виявлено утворення блістерів і розвиненої системи тріщин в феритно-мартенситних сталях при опроміненні воднем з енергіями і флюенсами, найбільш ймовірними для шару плазми, що перебуває безпосередньо біля першої стінки ТЯР. Встановлена залежність розмірів тріщин, їх густини, глибини розташування, кінетики розвитку від мікроструктури сталі, дози і температури опромінення.

2. Встановлене посилення блістероутворення в деформованій холодною прокаткою феритно-мартенситній сталі в порівнянні з попередньо відпаленою сталлю: зниження майже на порядок критичних доз; двократне збільшення розмірів блістерів і тріщин; поширення тріщин на глибини, що в сотні тисяч разів перевищують пробіг іонів водню з енергією 1 кеВ.

3. Показана залежність морфології поверхні і розвитку тріщин під дією потоку частинок низькоенергетичної водневої плазми від попередньої обробки феритно-мартенситної сталі. Факторами, що призводять до

зниження ймовірності утворення тріщин і розвитку блістерів, є сфероїдизація і зменшення розмірів карбідів  $M_{23}C_6$  по межах зерен.

4. Встановлено збіг температурних інтервалів  $((0,09-0,2) T_{пл})$ , де  $T_{пл}$  - температура плавлення) виникнення в сталі ЕП-450 і залізі блістерів і тріщин та збільшення рухливості водню зі зменшенням його сегрегації на дефектах ґратки. Показано, що тренди температурних залежностей водневого блістерінга і водневої крихкості та температурні інтервали розвитку цих явищ фактично співпадають для феритно-мартенситних сталей і визначаються тиском водню, температурою і міцністю матеріалу.

**Практичне значення отриманих результатів.** Результати, отримані в дисертаційній роботі, можуть використовуватися для оцінки можливості розвитку блістерінга і утворення тріщин в сталях феритно-мартенситного класу під дією пристінкової низькоенергетичної водневої плазми термоядерного реактора.

Дані про залежність параметрів блістероутворення від структури і фазового складу феритно-мартенситних сталей, їх морфології, зокрема, розміру зерна, сфероїдизації і зменшення розмірів карбідів  $M_{23}C_6$  по межах зерен можуть бути використані для визначення факторів, що призводять до пригнічення утворення тріщин і блістерів.

Дані щодо посилення блістероутворення при деформації сталі, які проявляються в збільшенні розмірів і густини блістерів і тріщин, а також глибини їх поширення, зниженні критичної дози, можуть представляти інтерес для розробників технологій термічної обробки сталей феритно-мартенситного класу.

Встановлені в дисертаційній роботі температурні інтервали  $\Delta T = (0,09-0,2) T_{пл}$  виникнення в сталі ЕП-450 і залізі блістерів і тріщин можуть бути використані при розробці регламенту робіт під час аварійної зупинки термоядерного реактора.

**Особистий внесок здобувача** представлено в усіх опублікованих роботах [1-18] згідно з поставленими науковим керівником задачами, а саме: аналіз літературних даних; підготовка та проведення експериментів;



розробка, виготовлення, налаштування систем та вузлів і їх випробовування; спільно з співавторами проведення аналізу отриманих результатів; підготовка результатів до друку, написання статей та тез доповідей на конференції за темою дисертації.

В роботах [1, 2, 6, 17, 18] здобувач приймав безпосередню участь у дослідженні особливостей ерозії поверхні заліза і сталі ЕП-450, температурної і дозової залежності виникнення блістерів і тріщин і визначення факторів, що впливають на розвиток і пригнічення блістерінга феритно-мартенситної сталі під впливом потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми.

В роботах [3-5, 8] здобувач приймав безпосередню участь у дослідженні впливу ступеня деформації феритно-мартенситної сталі ЕП-450 та заліза на виникнення і розвиток блістерів та тріщин при дії водневої плазми тліючого розряду, визначенні порогової дози появи і кінетики зростання тріщин, зміни їх діаметра і густини, залежно від ступеня деформації, а також впливу температури опромінення на морфологію поверхні і кількісні характеристики тріщин, що розвиваються при опроміненні заздалегідь деформованих зразків.

В роботах [7, 9, 11-16] здобувач приймав участь у плануванні, підготовці та проведенні експериментів, обробці отриманих результатів з визначення спільного впливу радіаційних пошкоджень і домішок інертних газів на утримання дейтерію в феритно-мартенситних сталях, та кореляції розвитку блістерінга з явищем водневого окрихчення матеріалів.

В роботі [10] здобувач приймав участь у розробці, налагодженні та випробуванні комплексу з трьох прискорювачів заряджених частинок, пучки яких суміщались на мішені. Приймав участь у розробці та налагодженні необхідних вузлів систем транспортування пучків.

**Апробація результатів дисертації.** Основні положення і результати роботи представлялися на наукових конференціях:

- Міжнародні конференції з фізики радіаційних явищ і радіаційного матеріалознавства, м. Алушта, Крим, 2008-2012 рр.;
- 7-ма Міжнародна конференція «Ядерна та радіаційна фізика» 08-11 вересня 2009 р. Алмати, Республіка Казахстан;

- 15th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-15). (October 16-22, 2011, Charleston, South Carolina);
- 16th International Conference on Fusion Reactor Materials” (ICFRM-16) (Beijing, 2013);
- 17th International Conference on Fusion Reactor Materials” (ICFRM-17) (Aachen, 2015);
- International Conference and School on Plasma Physics and Controlled Fusion Kharkov, Ukraine, September 12-15, 2016;
- 16th International Conference on Plasma-Facing Materials and Components (16th PFMC, Neuss/Düsseldorf, May 16th - 19th, 2017).

**Публікації.** Матеріали дисертаційної роботи були представлені, обговорені та отримали позитивну оцінку на багатьох міжнародних наукових конференціях. Результати роботи повністю відображено у 18 наукових працях, у тому числі у 7 статтях та 11 матеріалах і тезах доповідей на наукових конференціях. Основні результати дисертаційної роботи опубліковано в 18 наукових роботах, а саме в 6 статтях [1, 2, 4-7], які задовольняють вимогам Департаменту атестації кадрів МОН України, однієї статті [3], яка додатково характеризує дисертацію та 11 матеріалах і тезах доповідей на наукових конференціях [8-18]. Всі зазначені статті опубліковано у спеціалізованих фахових наукових виданнях, 2 статті опубліковано у спеціалізованих наукових виданнях іноземних держав [2, 5]. Статті [1-7] опубліковано в наукових виданнях, які включені до міжнародних наукометричних баз даних (Scopus та Web of Science), та задовольняють вимогам Департаменту атестації кадрів МОН України до публікацій, на яких ґрунтується дисертація. Серед статей [1, 2, 4-7], опублікованих за темою дисертації, немає тотожних за змістом.

**Структура й об'єм дисертації.** Дисертація складається із вступу, п'яти розділів основного тексту з 79 рисунками і 5 таблицями, висновків і списку використаних літературних джерел зі 167 найменувань та додатку. Об'єм дисертації становить 171 сторінку, з яких 17 сторінок займає список використаних джерел, 4 сторінки займає додаток.

## РОЗДІЛ 1. ОГЛЯД ЛІТЕРАТУРИ

Воднева тематика викликає в даний час величезний інтерес. Дослідження взаємодії водню з металами дозволяють вирішувати фундаментальні проблеми фізики твердого тіла, фізичної хімії та матеріалознавства. Системи метал-водень мають чимале прикладне значення, оскільки використовуються в багатьох областях техніки. Це, перш за все, конструкційні матеріали (95% - це сплави на основі заліза), які схильні до наводнення при різних технологічних процесах: при металургійному виробництві, зварюванні, під впливом зовнішнього середовища в процесі експлуатації обладнання, впливу технологічних середовищ і т.ін.

Явище водневої деградації експлуатаційних властивостей сталей, виявлене понад сто років тому, в останні десятиліття привертає особливу увагу [19-23]. Пояснюється це тим, що домішка водню, що потрапляє в сталь, створює серйозні технологічні проблеми. Найбільш гострі з них - утворення флоконов і розшарувань у відливках, поковках і профільному прокаті; індуквані воднем холодні тріщини при зварці; стрес-корозія оболонок підземних трубопроводів; водневе руйнування обладнання в хімічній, нафтохімічній промисловості, в енергетиці, аерокосмічній техніці, в інших галузях сучасної і перспективної техніки [21].

Феритно-мартенситні 12% -ні хромисті сталі є перспективними конструкційними матеріалами для активних зон і внутрішньокорпусних пристроїв енергетичних реакторів ділення на швидких нейтронах і реакторів термоядерного синтезу (ДЕМО) [24- 41].

В атомних реакторах матеріали та вироби з них працюють в надзвичайно складних напружених умовах, обумовлених дією механічних, термічних і радіаційних навантажень. Практично всі радіаційні явища, що мають місце в конструкційних матеріалах при опроміненні, призводять до деградації їх вихідних фізико-механічних властивостей, оскільки супроводжуються втратою пластичності, прискоренням корозії, розмірними

змінами та т.ін. Внаслідок ядерних реакцій при опроміненні нейтронами в матеріалах утворюються газоподібні домішки – гелій та водень, які сприяють розвитку гелієвого окрихчення, водневої крихкості, газового розпухання (таблиця 1.1).

Таблиця 1.1.

Напрацювання дефектів в сталі в різних опромінювальних пристроях.

| Опромінювальні пристрої                    | Швидкість набору дози (зна/рік) | Генерація гелію (аррп/зна) | Генерація водню (аррп/зна) | Тривалість експлуатації або зміни (років) | Накопичення водню (ат. %) |
|--|---------------------------------|----------------------------|----------------------------|---|---------------------------|
| Реактори синтезу (3.5 МВт/м <sup>2</sup> ) | 20-30<br>40                     | 10-15<br>504               | 40-50<br>1865              | 50  | 7.5                       |
| Реактор на швидких нейтронах (Бор 60)      | ~20                             | ≤1                         | ≤10                        | 12  | 0.24                      |
| Реактор на швидких нейтронах (БН 600)      | 20-30                           | ~0.4                       | ~6                         | 10  | 0.2                       |
| Реактор, керований прискорювачем (ADS)     | ~10                             | ~130                       | ~800                       | 5   | 4                         |
| Реактори на теплових нейтронах (LWR)       | 5                               | 25                         | 250                        | 50  | 5                         |

В зв'язку з відносно малою рухливістю гелій практично повністю зберігається в металі, що дозволяє за відомих характеристиках нейтронного спектру, історії опромінення та складу сталі з достатнім ступенем точності прогнозувати вміст гелію в матеріалі. Вміст водню, однак, подібним чином передбачити не вдається, оскільки, по-перше, водень надходить в сталь як в результаті реакцій трансмутації, так і з навколишнього середовища, по-друге, на відміну від гелію накопичення високорухливого водню дуже чутливо до температури опромінення, швидкості створення пошкоджень, особливостей радіаційно-індукованої мікроструктури.

Концентрації водню, здатні викликати окрихчення металів, досить малі ( $\sim 1$  wppm), тому для визначення та оцінки його кількості в металі необхідні високочутливі методи вимірювань. Найбільш придатним з них є метод термоактивованої десорбції в поєднанні з мас-спектрометричним аналізом складу газів, що десорбуються. Успішно використовуються для оцінки вмісту водню в реакторних матеріалах, а також для отримання інформації щодо концентрації та міграції дефектів структури ядерно-фізичні методи аналізу. В комплексі вказані методи мають значні можливості для дослідження динаміки нерівноважних процесів міграції атомів водню при опроміненні.

Більшість опублікованих на нинішній час праць, в яких розглядається вплив імплантованого водню на окрихчення, зміцнення, втомленість, повзучість конструкційних матеріалів, вказують на негативний вплив водню на ці процеси [42-47]. Ситуація ускладнюється через виявлене значне накопичення водню в об'ємі матеріалів, незважаючи на те, що за слабого зв'язку [48] та значенні коефіцієнти дифузії при кімнатній температурі  $D \sim 1 \cdot 10^{-10} \dots 10^{-8} \text{ м}^2 \text{ с}^{-1}$  (ОЦК-залізо), водень за час опромінення повинен практично покинути зону проникнення.

У цьому огляді розглянуті питання розчинності і дифузійної рухливості водню в залізі і сталях, його взаємодії з недосконаlostями ґратки металу, а також деякі особливості розвитку блістерів і тріщин, що виникають під впливом потоків частинок низькоенергетичної водневої плазми.

### **1.1. Термодинамічні особливості поведінки системи залізо-водень**

Великий обсяг даних був отриманий при дослідженнях термодинамічних і кінетичних особливостей поведінки системи залізо-водень [49-58]. У той же час дані різних дослідників часто показують неспівпадіння в розчинності, і особливо в дифузійній здатності водню [20]. Велика робота була зосереджена на аналізі аномалій, пов'язаних із взаємодією водню і дефектів, що виникають під час попередньої обробки або

існуючих на поверхні металу, а також пов'язаних з властивостями ґратки заліза [51-56].

### 1.1.1. Розчинність водню в залізі і сталях з ОЦК-ґраткою

Близько 100 років тому Сівертс [57] показав, що розчинність водню в залізі пропорційна квадратному кореню зовнішнього тиску водню. У наступні десятиліття було виконано багато експериментальних досліджень, присвячених дослідженню розчинності водню в цьому металі. На рис.1.1 наведені дані з розчинності водню в залежності від зворотної температури при тиску 1 атм., отримані за результатами [50].

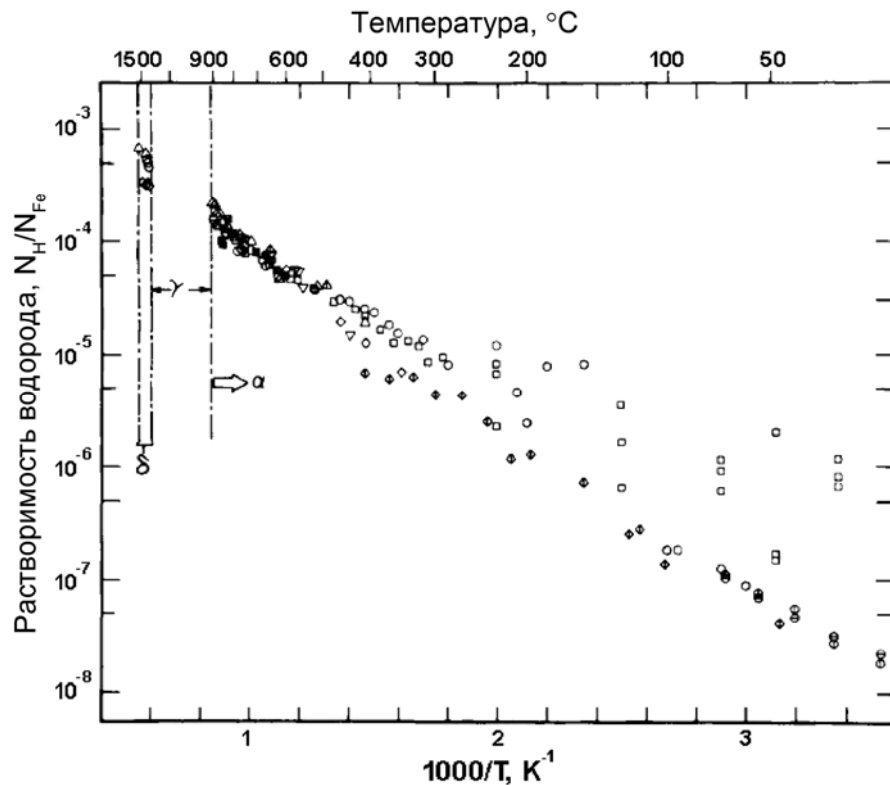


Рис.1.1. Температурна залежність розчинності водню в залізі за даними [50].

З рис. 1.1 видно, що ступінь розбіжності даних швидко зростає в міру зниження температури. Крім того, дані в цілому мають деяке відхилення від лінійності, властивій класичній кривій Арреніуса. Автори [50], аналізуючи поведінку кривої розчинності від зворотної температури, припускають, що нелінійність, яка спостерігається, може бути пояснена в термінах моделі, в

якій Н-атоми займають тетраедричні міжвузля в ОЦК гратці за низьких температур [58], але одночасно можуть займати як тетраедричні, так і октаедричні положення за високих.

З рис.1.1 також випливає, що розчинність водню в ОЦК-залізі вкрай невелика ( $0,01-1 \text{ атом}$  при температурах 300-400 К) і, отже, є недостатньою для того, щоб викликати окрихчення за температур, близьких до кімнатної.

Основним завданням при аналізі результатів експерименту є з'ясування «істинної» розчинності водню в залізі. Зазвичай помилка експерименту виражається через статистичний розподіл (наприклад, розподіл Гауса), проте, коли виникають об'ємні або поверхневі дефекти, які мають високі енергії зв'язку з Н, експериментальні дані можуть демонструвати деяку тенденцію в поведінці розчинності, і ця тенденція буде більш вираженою при низьких температурах внаслідок екзотермічного характеру взаємодії водню з дефектами.

Аналізуючи взаємну невідповідність даних на рис.1.1, яка найвиразніше проявляється в області низьких температур, видається доцільним розглянути кілька можливих факторів, що призводять до розбіжностей, що спостерігаються. Найбільш важливими можна вважати наступні ефекти, що призводять до «спотворення» при вимірах розчинності: 1) взаємодія атомів водню з точковими дефектами (міжвузля і вакансії) в гратці заліза; 2) вплив металургійних факторів, таких як межі зерен і домішки; 3) дефекти, пов'язані з деформацією, наприклад, дислокації; 4) пастки на поверхні матеріалу.

Вплив точкових дефектів і домішок на розчинність водню в залізі і сплавах на його основі детально розглянуто в [59, 60].

Вкрай важливим, на думку багатьох авторів, є стан поверхні зразків для досліджень, який в значній мірі визначається заключним етапом обробки поверхні. Після ретельного порівняння ряду даних виявилось, що мінімальні розчинності були виявлені в тих випадках, коли остаточна обробка поверхні проводилася електрохімічним поліруванням. Ця процедура виконувалася в обмеженому числі робіт, тоді як найбільш звичайна процедура включала

вакуумний відпал після холодної деформації або механічної поліровки. Дослідження [61], в яких використовувалися різні метали, чітко показали, що при механічній поліровці обов'язково утворюються шари, що містять великі концентрації порожнин і дислокацій. Багато досліджень показали існування поверхневих ділянок, що діють як пастки для водню, і які зберігаються навіть після відпалу [53, 54].

Вплив деформації на розчинність водню в залізі має велике технологічне значення. Найбільш важливим результатом деформації є висока густина дислокацій. Велика кількість робіт була зосереджена на вивченні взаємодії водню з дислокаціями в деформованому залізі [51, 57]. Зміна розчинності водню в залізі зі ступенем холодної деформації залежить від концентрації введених таким чином дефектів ґратки і сили їх взаємодії з воднем. За умови, що концентрація пасток більша, ніж концентрація захоплених атомів Н, збільшення розчинності водню в деформованому залізі пояснюється в [50] простим розподілом Максвелла-Больцмана для атомів водню між «нормальними» вузлами решітки і «дефектами», що згенеровані деформацією. Глибина таких «дефектних» пасток становить 34 кДж/моль. Однак, щоб врахувати підвищену розчинність через деформацію, в аналізі повинні використовуватися тільки такі дані, які не спотворені небажаними поверхневими ефектами.

Дані щодо розчинності водню в сталі типу ЕП-450 не представлені в літературі. З огляду на те, що цей сплав є композицією феритної і мартенситної фази в співвідношенні 50/50, можна в першому наближенні вважати, що розчинність водню в феритній компоненті буде приблизно вдвічі більша в порівнянні з чистим залізом [62]. Оцінку розчинності водню в мартенситній компоненті можна виконати за даними про розчинність в мартенситних сталях типу MANET і F82H, для яких, згідно [62, 63], розчинність водню на 2-3 порядки більша, ніж в чистому  $\alpha$ -Fe.



### 1.1.2. Дифузія водню в залізі і феритно-мартенситних сталях

Дані, опубліковані до теперішнього часу з дифузії водню в залізі, показують значні відмінності в значеннях коефіцієнта дифузії і енергії активації. При цьому простежується сильна залежність результатів дослідження від експериментальної методики та способу підготовки зразків [49, 51, 56, 57, 64]. Крім того, велика розбіжність результатів, а також аномальна поведінка водню при температурах нижче 500 К, ймовірно, обумовлена поверхневими ефектами і/або впливом захоплення/утримання. Було запропоновано ряд гіпотез для опису особливостей процесів дифузії водню в залізі, які коротко можна перерахувати наступним чином:

- наявність внутрішніх місць захоплення в структурі добре відпаленого заліза. Такі моделі припускають заповнення Н-атомами тетраедричних міжвузлів [64] в рівноважних умовах;

- поверхневі ефекти. Попередня обробка зразка може призводити до різних станів поверхневого окислення. Крім цього, поверхневі шари, можуть містити великі концентрації мікроскопічних порожнин і мікротріщин, які були сформовані попередньою деформацією, і які не можуть бути вилучені шляхом відпалу [55, 64];

- наявність дефектних зон в об'ємі матеріалу. До таких дефектів відносяться місця, пов'язані з атомами домішки, межами зерен і дислокаціями.

Обговорення великої кількості даних було дано Фьольклом і Алефельдом [49]. Пізніше був представлений більш повний огляд [50], автори якого систематично проаналізували більше 60 експериментальних спроб вимірювання коефіцієнта дифузії водню в залізі з використанням різних методик. На рис. 1.2 наведені залежності дифузії від зворотної температури, які розглядалися в [50].

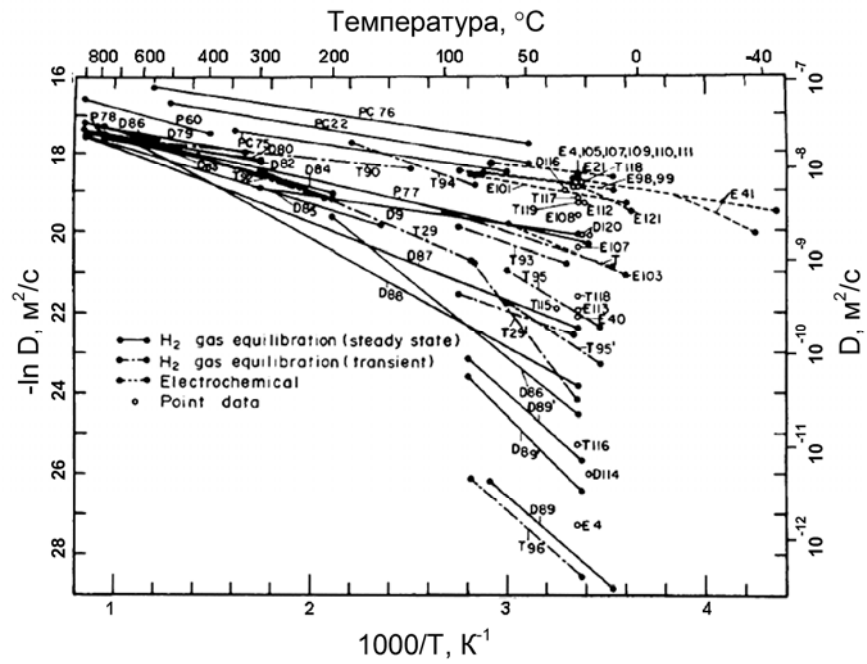


Рис. 1.2. Криві Арреніуса для вимірних коефіцієнтів дифузії водню в ОЦК-залізі. Дані взяті з роботи [50].

Аналіз даних, наведених на рис. 1.2, дозволив авторам [50] запропонувати наявний обсяг кінетичних кривих системи Н-Fe у вигляді схеми, представленої на рис. 1.3.

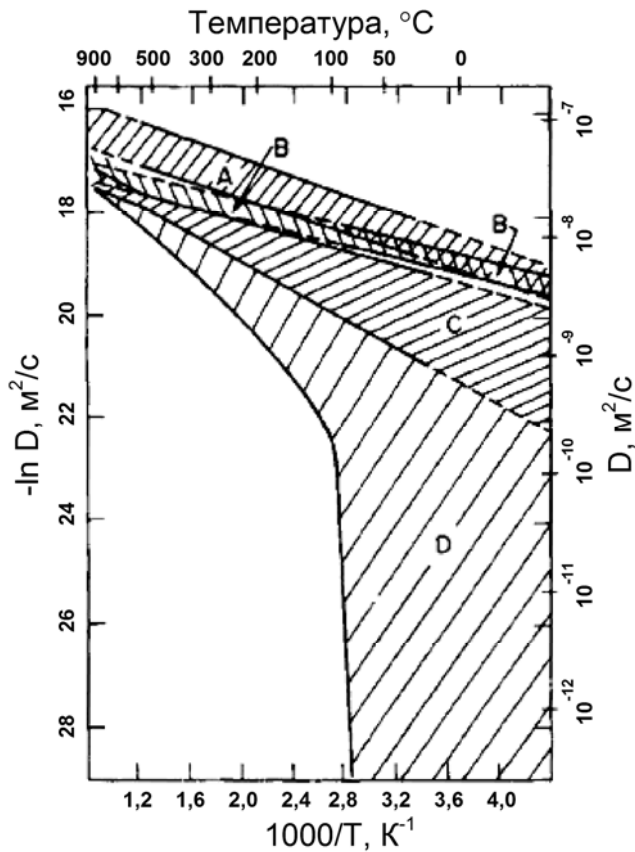


Рис. 1.3. Результати статистичного аналізу даних.

Області А, В, С і D відповідають різним експериментальним умовам, в яких було виміряне коефіцієнт дифузії [50].

Області А і В відповідають дифузії водню через ОЦК ґратку Fe у випадках, коли дані не спотворюються наявністю побічних ефектів, пов'язаних зі станом поверхні зразка. Дані області С були отримані в основному за допомогою нестационарного газового методу без захисного поверхневого покриття на зразку. Виміряні коефіцієнти дифузії, хоча і мають менші значення, ніж в області А і В, але як і раніше сумісні з поданням Арреніуса для більш високих значень енергії активації. Відмінність даних в області С від областей А і В обумовлена, перш за все, наявністю поверхневих ефектів. Аналіз даних, що потрапляють в область D, вказує на те, що велика розбіжність результатів вимірювань виникає не через звичайну експериментальну помилку. Набагато більш низькі значення коефіцієнтів дифузії, характерні для області D, свідчать про те, що спостережуване зниження рухливості обумовлено не просто ефектом поверхневого забруднення, як в області С, а скоріше ефектами захоплення, пов'язаними з наявністю дефектів, які сформувалися в ході попередньої обробки зразка.

Залізо є хімічно активним елементом, тому запобігти забрудненню його поверхні відносно важко, і ця проблема вимагає пильної уваги. Найбільш ефективними способами обробки поверхні є електрохімічна поліровка і покриття поверхні благородним металом з високою розчинністю і дифузійною рухливістю водню. На жаль, зразки з покриттям можуть бути використані тільки в досить обмеженому діапазоні температур через посилення взаємної об'ємної дифузії атомів матриці та покриття при високих температурах.

Ситуація щодо поверхневих і об'ємних дефектів, не пов'язаних з окисненням, досить складна. Порожнини і мікротріщини часто не можуть бути повністю вилучені шляхом відпалу, і їх присутність буде призводити до розбіжностей у вимірах. Недостатня обробка поверхні після відпалу або занадто висока швидкість насичення воднем при використанні електрохімічних методів, можуть сприяти створенню поверхневих шарів,

насичених дефектами, які впливатимуть на дифузійні вимірювання, навіть якщо об'ємний матеріал завідомо містить низькі концентрації дефектів.

У таблиці 1.2 наведені результати статистичного аналізу експериментальних груп, які були класифіковані вище як А (стаціонарний газовий метод з Pd-покриттям зразків), В (електрохімічний метод), С (стаціонарний газовий метод, зразки без покриття) і D (зразки, що містять дефектні зони з пастками водню через невідповідну попередню обробку зразків або експериментальну процедуру).

Таблиця 1.2.

Термодинамічні параметри дифузії водню, отримані з використанням різних експериментальних методик.

| Область | Метод виміру   | Температурний діапазон, °С | Середнє значення            |   | Процес, що лімітує швидкість дифузії | Кількість публікацій |
|---------|--|----------------------------|-----------------------------|---|--------------------------------------|----------------------|
|         |  |                            | Енергія активації, кДж/моль | Предекспоненціальний множник, м <sup>2</sup> /с |                                      |                      |
| А       | UHV, Pd-покриття, газовий метод  | 50-550                     | 6,70-7,12                   | $1-2,5 \dots 10^{-7}$                           | об'ємна дифузія                      | 3                    |
| В       | Електрохімічний метод  | -40-80                     | 5,69                        | $7,23 \dots 10^{-8}$                            | об'ємна дифузія                      | 20                   |
| С       | чистий метал, газовий метод  | 25-900                     | 8,37                        | $6,7 \dots 10^{-8}$                             | поверхнева реакція                   | 24                   |
| D       | Дані отримані від зразків, що містять дефекти або мають поганий стан поверхні, які дають незадовільні результати |                            |                             |   |                                      | 15                   |

З таблиці випливає, що при низьких температурах дифузійні дані, отримані з використанням електрохімічних методів добре узгоджуються зі співвідношенням Арреніуса і мають низьку енергію активації 5,4 кДж / моль. Ця енергія являє собою енергетичний бар'єр для перескоку дифундуючих атомів водню між сусідніми тетраедричними міжвузлями.

Вимірювання дифузійної рухливості водню на зразках, вільних від побічних поверхневих ефектів, але виконані за більш високих температур, мають більш високе значення енергії активації 6,7-7,1 кДж/моль і також відповідають лінійним ділянкам залежності Арреніуса. Спостережуване збільшення енергії активації для останнього випадку корелює зі зростанням заповнюваності октаедричних міжвузлів при збільшенні температури.

Коефіцієнти дифузії, в яких величина енергії активації перевищує значення  $\sim 8.5$  кДж/моль, мабуть, повинні бути інтерпретовані з урахуванням швидкості процесів рекомбінації атомів водню на окислених і брудних поверхнях зразків, використовуваних в експериментах.

Експериментально виміряні коефіцієнти дифузії водню, отримані для деформованого заліза, схильні до тих же небажаних ефектів, пов'язаних з підготовкою зразків, або пов'язані з використаною методикою, як і в випадку добре відпаленого заліза. Зменшення швидкості дифузії водню в деформованому залізі можна пояснити в рамках моделі, в якій дислокації є не тільки місцями захоплення атомів водню, а й змінюють енергетичний рельєф поблизу міжвузлів, прилеглих до дислокацій [50].

Слід зазначити також ту обставину, що класичне співвідношення [65] для коефіцієнтів дифузії водню і дейтерію в ОЦК-залізі, тобто  $[M(D)/M(H)]^{1/2} = 1,41$  не спостерігається. Його величина становить приблизно 2 при високих температурах і  $\sim 1,2$  при низьких температурах. Таким чином, проблема реального механізму дифузії водню в гратці ОЦК-Fe ускладнюється некласичними ефектами, і остаточні рішення повинні включати квантовомеханічну модифікацію класичної моделі [66] і розгляд ефекту тунелювання з однієї міжвузельної конфігурації в іншу [65].

Аналіз літературних джерел виявив відсутність даних щодо дифузійної рухливості водню в сталі типу ЕП-450. Як орієнтир для величини коефіцієнта дифузії можуть бути використані літературні дані для сталей типу F82H, EUROFER, MANET [67-73] (таблиця 1.3), які ретельно були вивчені кількома групами дослідників і які є сплавами з мартенситною або феритно-мартенситною структурою.

Таблиця 1.3.

Коефіцієнти дифузії для сталей з феритно-мартенситною структурою.

| Матеріал                      | $D_0$                 | $E_m$ | T(K)    | Посил. |
|-------------------------------|-----------------------|-------|---------|--------|
| EUROFER '97 (H <sub>D</sub> ) | $1,50 \times 10^{-7}$ | 14,5  | 423–723 | [67]   |
| F82H (H <sub>D</sub> )        | $1,0 \times 10^{-7}$  | 13,9  | 373–723 | [68]   |
| MANET (H <sub>p</sub> )       | $1,01 \times 10^{-7}$ | 13,2  | 373–743 | [69]   |
| MANET (H <sub>p</sub> )       | $7,17 \times 10^{-8}$ | 13,5  | 523–873 | [70]   |
| F82H-модифікована             | $1,8 \times 10^{-7}$  | 14,1  |         | [71]   |
| EUROFER '97                   | $6,6 \times 10^{-8}$  | 12,8  |         | [72]   |
| MANET-II                      | $4,5 \times 10^{-8}$  | 10,0  |         | [73]   |

Як можна бачити з таблиці, коефіцієнти дифузії для цих сталей слабо відрізняються один від одного. Усереднену температурну залежність коефіцієнта дифузії можна виразити як  $D \sim 1,0 \cdot 10^{-7} \cdot \exp(-0,13 \text{ кДж/моль}/RT)$ .

### 1.1.3. Захоплення водню дефектами кристалічної будови

У розподілі водню, поглиненого сталлю, важливу роль відіграють дефекти її структури, до яких відносяться дефекти полікристалічного тіла – мікроскопічні порожнини, щілини, тріщини, неметалеві включення, міжзеренна речовина, а також ультрамікроскопічні дефекти кристалічної ґратки сталі – точкові дефекти, їх комплекси, дислокації, поверхні розділу і об'ємні дефекти. Всі зазначені дефекти, якщо вони замкнуті, грають роль колекторів, в яких може збиратися поглинений сталлю водень [74].

В експериментальному відношенні для визначення характеристик захоплення водню в металах найбільшого поширення набули метод термодесорбційної спектрометрії і метод ядерних реакцій.

Метод термодесорбційної мас-спектрометрії має високу чутливість і тому застосовується для вивчення різних поверхневих і об'ємних явищ, при цьому визначається спектральний склад, кількість атомів (молекул) газу, що виділяються і енергії зв'язку водню з пастками в зразку. Вихідним експериментальним матеріалом для отримання таких даних є криві газовиділення або спектри термодесорбції газів.

У загальному випадку спектри можуть мати різну структуру, яка залежить від числа пасток різних типів, а також твердофазних перетворень, що накладаються на процеси дегазації і супроводжуються відпалом і виникненням дефектів. Для опису термодесорбційних спектрів часто користуються двома найпростішими моделями, заснованими на розгляді дифузії і однострибкового звільнення з дефектів (наприклад, [75, 76]).

Один з методів такої обробки, що набув широкого поширення і тривалий час використовується для визначення енергії активації термодесорбції, був запропонований Редхедом [75] для випадку термодесорбції адсорбованих частинок. Проте, багатьма авторами він використовувався головним чином для обробки спектрів десорбції частинок, імплантованих в приповерхневі шари твердого тіла.

При більш строгому підході для аналізу спектрів термодесорбції частинок, імплантованих на глибину до сотень нанометрів, потрібен розв'язок задачі про дифузію частинок в полі дефектів. Така модель була запропонована в роботі [77] Мак-Наббом і Фостером. Дана модель, що враховує можливість пере захоплення дифундуючих атомів водню, є найбільш адекватною і дозволяє визначати термодинамічні (і інші) характеристики на різних стадіях процесу взаємодії водню з матеріалом. Стосовно до системи Н-Fe широке поширення також отримала модель, запропонована Оріані [51].

Використання авторами різних моделей для опису експериментально вимірених кривих послужило формуванню широкого спектра значень енергії зв'язку для тих чи інших типів дефектів. У багатьох дослідженнях тип дефектів, відповідальних за захоплення водню, взагалі не був встановлений. Тому нижче будуть коротко представлені відомості про найбільш достовірні дані.

**Точкові дефекти і їх комплекси.** Згідно з теоретичними розрахунками, найменшою енергією зв'язку характеризується комплекс Н - міжвузловий атом (МА). Значення енергії зв'язку Н-МА, згідно з експериментальними даними, становлять близько 0,1 еВ. Вакансії і їх комплекси - більш ефективні пастки для ізоотопів водню. Енергія зв'язку атомів дейтерію з вакансіями і температура відповідної стадії відпалу, отримана в експериментах з використанням ядерних реакцій, складають для  $\alpha$ -Fe - 0,48 еВ (260 К) [78].

**Дислокації.** З точки зору взаємодії з атомами Н походження дислокації не має значення: важливий лише її тип і ступінь «отруєння» домішками. Зв'язок розчинених в металі атомів домішки (в тому числі атомів водню) з дислокацією обумовлений суперпозицією сил пружної, електростатичної та хімічної взаємодій. Істотну роль при цьому має електронна структура металу. Експериментальному вивченню енергетики взаємодії водню з дислокаціями присвячено чимало робіт, проте дані часто суперечать одні одним. Найбільш часто використовувані значення енергії зв'язку атома Н з дислокаціями в залізі і сталях з ОЦК- гратками - від 0,2 еВ до  $\sim$  0,6 еВ [79, 80].

**Домішкові атоми.** Взаємодія атомів водню з найбільш характерними домішками впровадження обговорюється в роботах Гельда і Рябова [59]. Автори роботи вважають, що в дефектному металі, що містить домішки, можливе захоплення водню не тільки вакансіями або їх скупченнями, а й комплексами типу «домішка-вакансія». Ще одним механізмом утримання водню домішками вважається хімічна взаємодія.

**Мікропорожнини.** Питання про захоплення ізоотопів водню в мікропорожнинах практично важливе в зв'язку з проблемою водневої



крихкості матеріалів 1-ї стінки термоядерного реактора в умовах їх розпухання. Виходячи із закону Сівертса, можна сказати, що при певному рівні насичення поверхневого шару ізотопами водню кількість газу в порожнинах буде більше у металів, які мають меншу рівноважну розчинність водню.

Таким чином, як впливає з наведених вище даних, внаслідок низької розчинності і високої дифузійної рухливості, накопичення водню в залізі і ОЦК-сталях на його основі буде незначним у відсутності мікроструктурних дефектів. Саме завдяки наявності дефектів, їх комплексній взаємодії за участю водню, як, наприклад, нещодавно запропоновано в моделі [81], можливий розвиток процесів, що призводять до воднево-індукованої деградації металів. Чітке розуміння механізмів, що сприяють накопиченню водню в сталях, може мати важливе значення при прогнозуванні змін фізико-механічних властивостей металевих конструкцій.

## **1.2. Вплив водню на структуру та властивості конструкційних матеріалів**

Більшість опублікованих на нинішній час праць, в яких розглядається вплив імплантованого водню на окрихчення, зміцнення, втомленість, стрес-корозію, повзучість конструкційних матеріалів, вказують на негативний вплив водню на ці процеси [74, 82-84].

### **1.2.1. Феноменологія водневої крихкості металів і сплавів**

Насичення воднем конструкційних матеріалів, в тому числі заліза і сталі, при різних технологічних процесах практично завжди призводить до водневого окрихчення (ВО). Концентрації водню, здатні викликати окрихчення металів, досить малі ( $\sim 1$  wrpm), тому для визначення та оцінки його кількості в металі необхідні високочутливі методи вимірювань. Найбільш придатним з них є метод термоактивованої десорбції в поєднанні з мас-спектрометричним аналізом складу газів, що десорбуються. Успішно

використовуються для оцінки вмісту водню в реакторних матеріалах, а також для отримання інформації щодо концентрації та міграції дефектів структури ядерно-фізичні методи аналізу. В комплексі вказані методи мають значні можливості для дослідження динаміки нерівноважних процесів міграції атомів водню при опроміненні.

Розвиток нової техніки і технології зварювання висунуло проблему ВК конструкційних матеріалів в розряд найважливіших. Ситуація загострилася у зв'язку з освоєнням нафтогазових конденсатних родовищ, що містять вологий сірководень - активний каталізатор наводнення сталі. З явищами ВО і блістерингу пов'язані передчасні руйнування конструкцій і трубопроводів, аварійні ситуації та причини екологічних і виробничих збитків (рис. 1.4). На нафто- і газопровідному транспорті щорічно відбувається понад сто аварій з виходом продукту перевезення. За даними світової статистики, лише за останні тридцять років кількість аварій в нафтовій і газовій промисловості зросла в 3 рази, а збитки від них зросли в 9 разів.

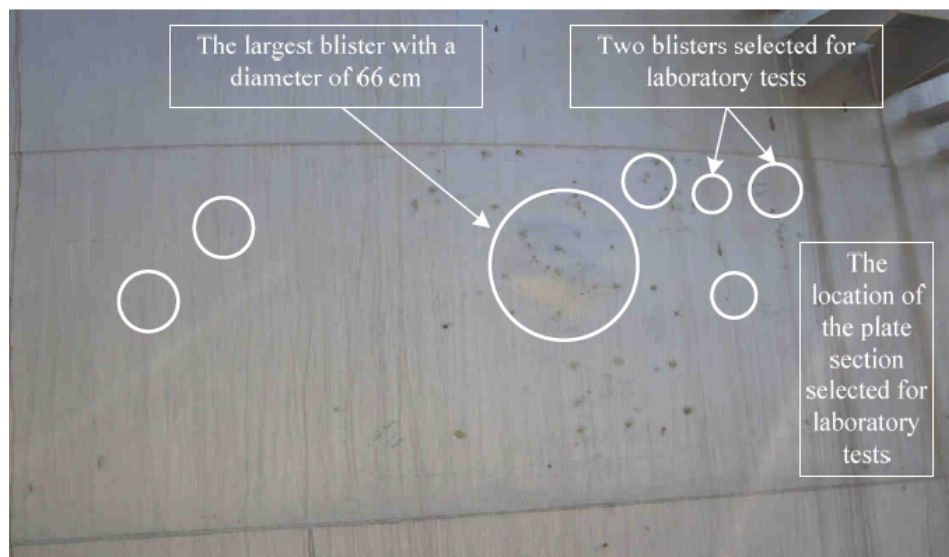


Рис. 1.4. Частина оболонки резервуара-сховища з блістерами на поверхні [85].

В останні десятиліття увага до водню і систем метал-водень різко зросла у зв'язку з потребами водневої та атомної енергетики. Добре відомі проблеми

захисту від водневої крихкості (ВК) охолоджуючих елементів і тепловидільних збірок ядерних реакторів, ємностей для зберігання ядерного палива і т. д.

Аналіз усього розмаїття експериментальних даних і існуючих уявлень про явище ВК сталі дозволяє звернути увагу на такі особливості і труднощі вирішення проблеми [86].

1) Унікальність поведінки водню в залізі і сталі, яка полягає у поєднанні високої дифузійної рухливості, незначної розчинності з величезним руйнівним впливом [19, 82, 87].

2) Структурна обумовленість явища ВК, залежність від температурно-швидкісних умов випробування [19, 48, 88-89].

3) Висока чутливість характеристик міцності до впливу дифузійно-рухливого водню; ця залежність встановлена тільки якісно, оскільки активність водню не виміряна [19, 88, 90-91].

4) Відсутність експериментальних даних про залежність опору руйнуванню від концентрації і активності водню в локальних осередках руйнування [19, 92].

5) Різноманіття гіпотез і моделей ВК сталі, які розробляються для опису конкретних експериментальних результатів при введенні підгінних емпіричних коефіцієнтів [93-97].

Згідно [19] розрізняють два роди і сім видів ВК. Поряд з фізичною існує інженерна класифікація видів водневої деградації матеріалів і деталей [19]. Крихкість металів і сплавів, обумовлена воднем, проявляється як зменшення пластичності і міцності, як затримане руйнування, що відбувається при напрузі нижче межі текучості (статична воднева втома [98]), як внутрішнє (під впливом абсорбованого водню) і зовнішнє (під впливом газоподібного або електрохімічного водню) водневе розтріскування і стрес-корозія, відповідно [86, 99].

### **1.2.2. Розвиток блістерів в конструкційних матеріалах при опроміненні плазмовими потоками**

Сьогодні основні надії фахівців з керованого термоядерного синтезу пов'язані з реакторами типу ТОКАМАК. ТОКАМАК (скорочено від «тороїдальна камера з магнітними котушками») - тип тороїдальної магнітної пастки. В даний час будується реактор ITER (International Thermonuclear Experimental Reactor - Міжнародний Термоядерний Експериментальний Реактор) на базі токамака. Споживаючи 50 МВт потужності, він повинен за рахунок реакції тритію з дейтерієм видавати потужність 500 МВт. Паливо: газоподібна суміш дейтерію з тритієм [100]. Очікують, що на установці будуть досягнуті значення параметрів плазми, що перевищують критичні значення [100-102].

Під час роботи експериментальних установок термоядерного синтезу і майбутніх термоядерних реакторів стінка вакуумного контейнера, в якому утримується плазма (перша стінка ТЯР), обмежувачі пучка і пластини дивертора будуть піддаватися комплексній взаємодії потоків корпускулярного та електромагнітного плазмового випромінювань. В результаті цього впливу може відбуватися ерозія матеріалів, що призводить до руйнування деталей реактора, в першу чергу першої стінки, і до забруднення плазми домішками.

Найважливіша вимога, котру, перш за все, повинні задовольняти матеріали першої стінки експериментальних термоядерних установок і термоядерних реакторів - стійкість поверхні цих матеріалів щодо ерозії під впливом випромінювань термоядерної плазми.

Останнім часом процеси, що протікають при бомбардуванні матеріалів іонами водню, інтенсивно вивчалися через важливість розуміння взаємодії «плазма-перша стінка» в установках ядерного синтезу [103, 104]. У багатьох дослідженнях спостерігалось утворення бульбашок під поверхнею і блістерів на поверхні для різних матеріалів з обмеженою розчинністю ізотопів водню в них. Розглянуто умови утворення блістерів [105, 106] і утримання

імплантованого водню [107-111]. В останні два десятиліття обговорюються два можливих механізми формування блістерів: (i) напруги, створювані імплантованими газовими частинками і (ii) заповнення газом порожнин і створення в них надзвичайно високого тиску газу [105].

Пильна увага прикута до вивчення блістерінга в вольфрамі - основному матеріалі дивертора ІТЕР - при опроміненні іонами ізотопів водню [111-123]. Саме для вольфраму отримано найбільш широкий спектр залежностей параметрів блістерів від умов опромінення (енергія іонів, флюенс, потік, температура імплантації, концентраційний розподіл імплантованого водню), і якості матеріалу (структура зерна, мікроструктура, вміст домішок, попередня обробка зразка). Характеристики видів поверхневих структур варіюються від сферичних «класичних» блістерів [105, 121] до східчастих, високих куполоподібних структур [113, 119, 120]. Крім того, під поверхнею спостерігається утворення спектру різних тріщин і порожнин (рис. 1.5) [114, 119, 120].

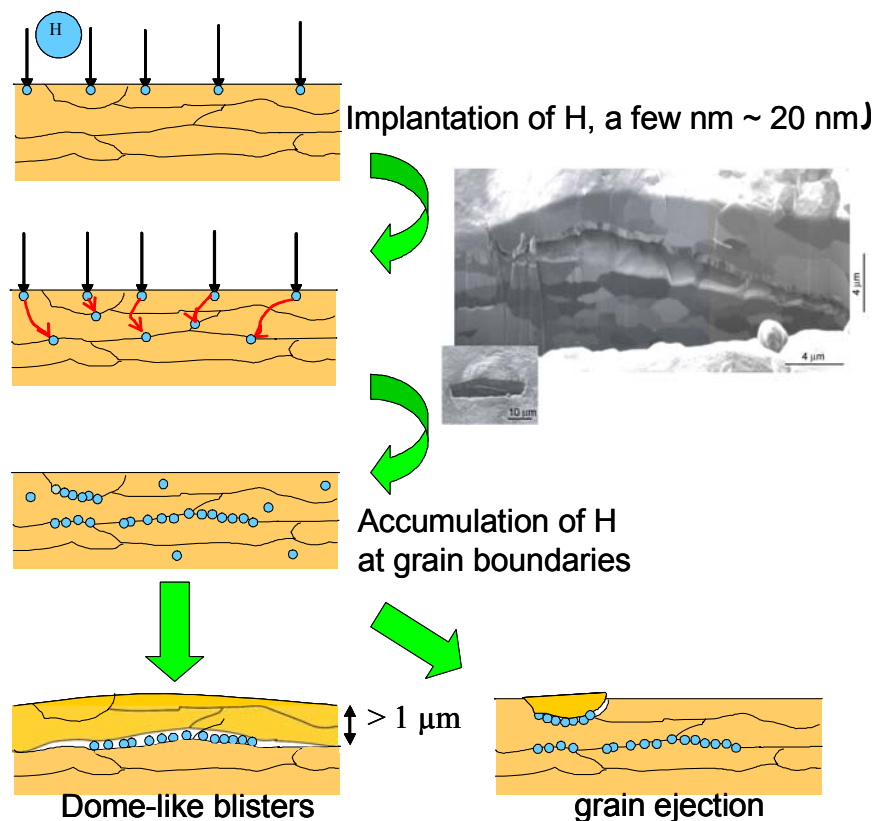


Рис. 1.5. Схема механізмів утворення блістерів. Мікрофотографія – перетин блістера [122].

### 1.2.3. Залежності параметрів блістерів від умов опромінення

В роботі [123] визначені залежності параметрів блістерів від умов опромінення. Показано, що з ростом дози опромінення розміри блістерів збільшуються в 50 - 300 разів, а густина блістерів росте на порядки (рис. 1.6). Так, густина блістерів за дози опромінення  $1 \cdot 10^{23} \text{ D}^+/\text{M}^2$  на чотири порядки вища, ніж при опроміненні до доз  $1 \cdot 10^{24}$  і  $1 \cdot 10^{25} \text{ D}^+/\text{M}^2$ . Розміри блістерів за дози  $1 \cdot 10^{23} \text{ D}^+/\text{M}^2$  становлять близько 0,2 мкм, а при збільшенні дози виростають до 10 мкм, при цьому значна їх кількість мають розміри 55-75 мкм.

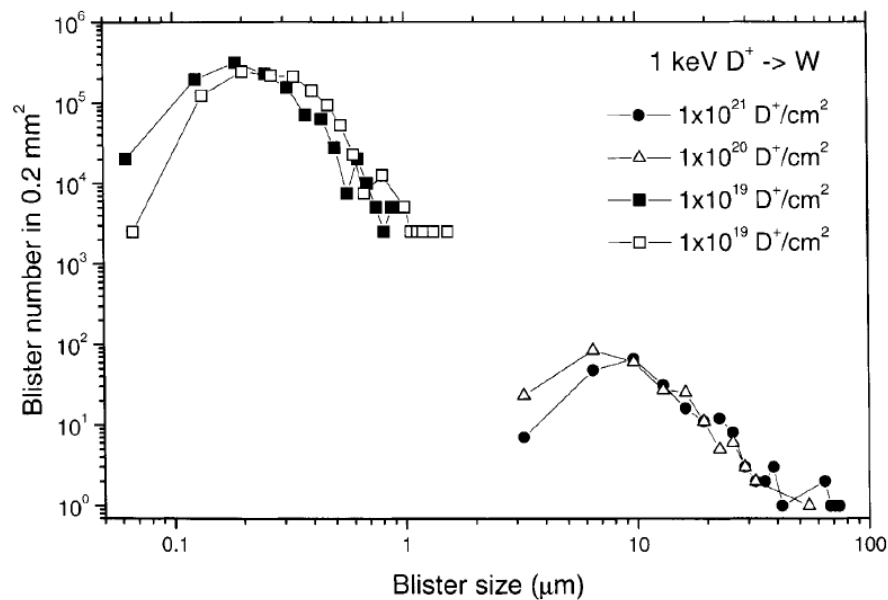


Рис. 1.6. Розподіл блістерів за розмірами (діаметрами) при опроміненні вольфраму дейтерієм з енергією 1 кеВ /  $\text{D}^+$  при кімнатній температурі до різних доз [123].

Близька за формою залежність була отримана при опроміненні вольфраму іонами дейтерію з різною енергією від 0,1 до 1 кеВ (рис. 1.7) [123]. Експозиція при низькій енергії  $\sim 0,1$  кеВ призводить до утворення блістерів великої густини  $2 \cdot 10^3$  бл./ $\text{cm}^2$ , але малого середнього розміру  $\sim 0.4$  мкм. При збільшенні енергії дейтерію густина блістерів падає на 2-3 порядки, а розмір збільшується до 10-30 мкм.

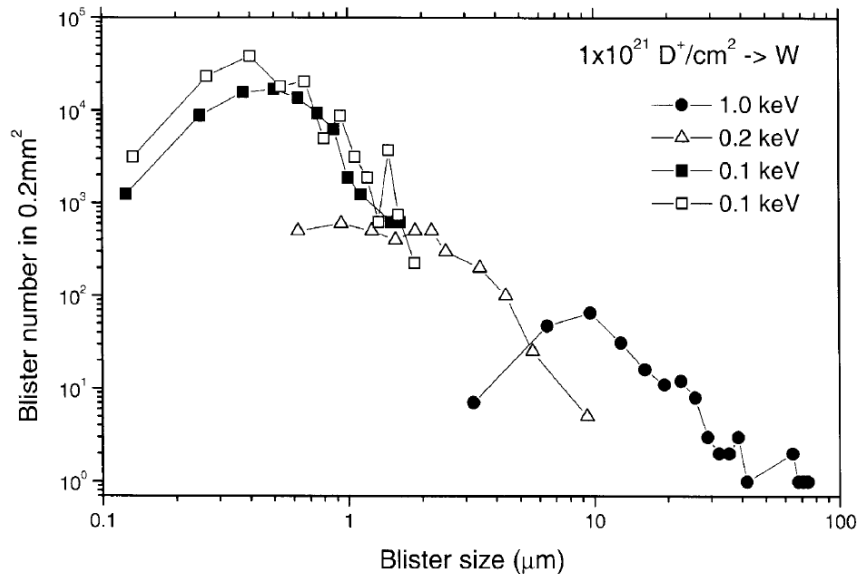


Рис. 1.7. Розподіл блістерів за розмірами (діаметрами) при опроміненні вольфраму дейтерієм з енергіями від 0,1 до 1 кеВ / D до дози  $1 \cdot 10^{25} \text{ D}^+/\text{m}^2$  при кімнатній температурі [123].

При дослідженні блістерінга після створення додаткової пошкоджуваності в результаті попереднього опромінення високоенергетичними частинками був зроблений висновок, що в таких умовах водневий блістерінг може бути пригнічений (рис. 1.8) [124].

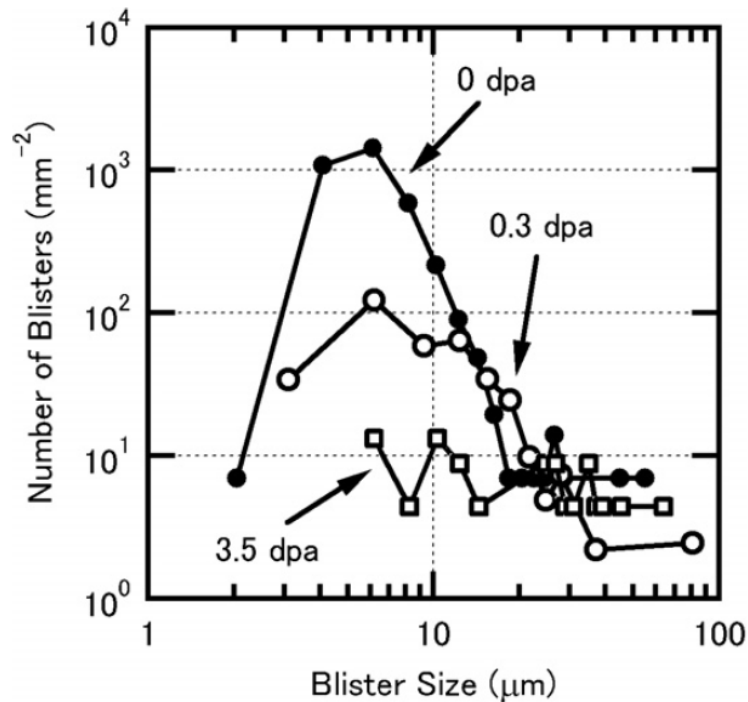


Рис. 1.8. Розподіл блістерів за розмірами в залежності від радіаційної пошкоджуваності [124].

Вплив вихідного стану вольфраму на розвиток білістерінга досліджено в [125]. Зразки чистого W виготовлені методами порошкової металургії і подальшої гарячої прокатки відпалювали при 1170 К протягом 0,5 год., щоб зменшити внутрішні напруження. Для рекристалізації застосовували відпал при 1570 К протягом 1 год.

Для зразків зі знятими напруженнями форми більшості білістерів були майже сферичними і мали розміри від 5 до 210 мкм (рис. 1.9, а). Густина білістерів становила 450 бл./мм<sup>2</sup>. Кількість білістерів з розмірами близько 10 мкм була найбільшою. Деякі з великих білістерів демонстрували тріщини на поверхні, однак лущення не спостерігалось.

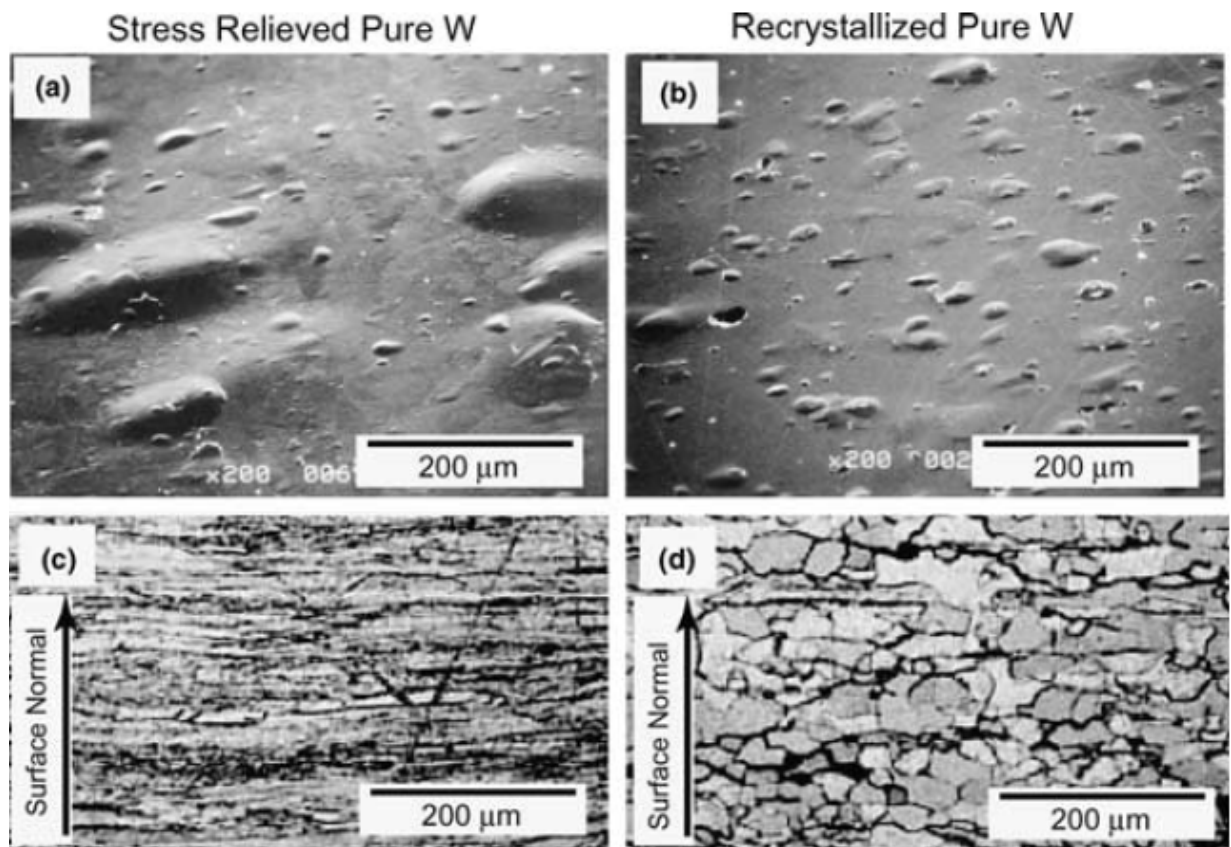


Рис. 1.9. Морфологія поверхні (а, б) і мікроструктура (с, д) чистого W в стані зі знятою напругою (а, с) і після рекристалізації (б, д), опроміненого іонним пучком  $H_3^+$  з енергією 1 кеВ при 653 К до дози  $1 \cdot 10^{25} H^+/m^2$  [125].



Для рекристалізованих зразків (рис. 1.9, б) більшість блістерів мали складну платоподібну форму з розмірами приблизно від 5 до 100 мкм. Було виявлено лише кілька маленьких блістерів з розмірами менше 10 мкм. Густина блістерів становила 140 бл./мм<sup>2</sup>, що набагато менше, ніж у вольфрамі зі знятою напругою. Багато блістерів мали тріщини на поверхні і деякі з них мали відлущені куполи. Розподіли блістерів за розмірами показані на рис. 1.10.

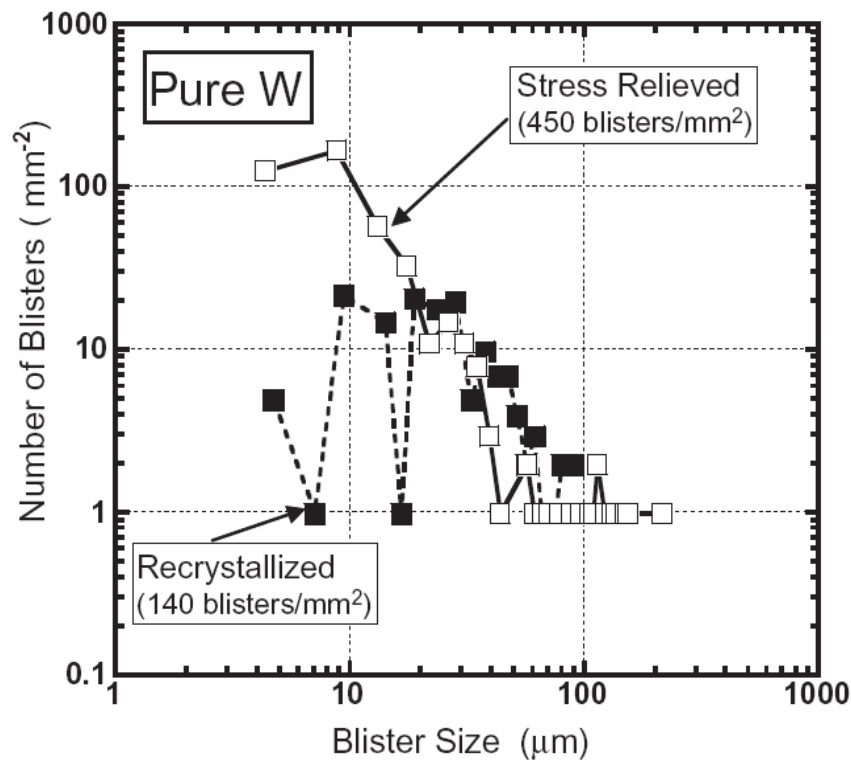


Рис. 1.10. Розподіл блістерів за розмірами при опроміненні вольфраму в різному початковому стані іонами  $H_3^+$  з енергією 1кеВ до дози  $1 \cdot 10^{25}$  Н/м<sup>2</sup> [125].

#### 1.2.4. Механізми утворення блістерів

Рекристалізований полікристалічний вольфрам піддавали дії пучка дейтерієвої плазми з високою густиною потоку ( $10^{22}$  D<sup>+</sup>/м<sup>2</sup>·с) і низькою енергією (38 еВ/D) до дози  $10^{27}$  D<sup>+</sup>/м<sup>2</sup>. Температура зразка варіювалась від 320 до 800 К [47]. При 320 К біля поверхні зразка під блістерами спостерігались дрібні тріщини.

З підвищенням температури опромінення, тріщини збільшувалися по довжині, кількості і ширині. При 360 К спостерігали дрібні тріщиноподібні дефекти всередині зерен з розмірами в довжину 5 мкм і шириною 0,1 мкм на глибині 10 мкм. Навколо тріщин часто спостерігаються великі спотворені області матеріалу. При більш високих температурах (500-650 К) великі порожнини на межах зерен разом з поверхневими блістерами є домінуючими структурами (рис. 1.11). При температурах опромінення  $> 700$  К блістерні структури не виявлені. Таким чином, температурний інтервал виникнення в полікристалічному вольфрамі блістерів та тріщин становить  $(0,08-0,2) T_{пл}$ .

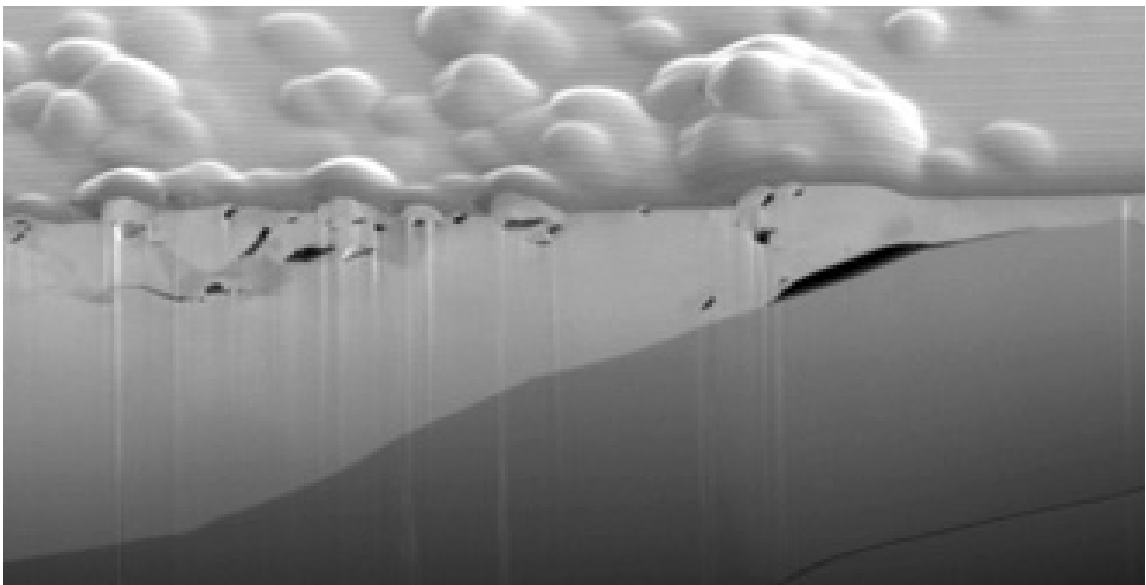


Рис. 1.11. Области з сильно спотвореною структурою і тріщинами під блістерами; праворуч порожнина на межі зерна під великою блістерною структурою [47].

У більшості випадків форма і локалізація тріщини під поверхнею однозначно пов'язані з орієнтацією зерна. Особливо для великих порожнин на межах зерен при температурах між 500 і 650 К. Ймовірно, за більш низьких температур ( $< 500$  К), локалізація тріщини також залежить від орієнтації зерна, але на даний момент, цей факт недостатньо добре встановлений. За більш високих температур (до 650 К) крихко-в'язкий перехід, який залежить від напружень, котрі утворюються, а також

властивостей матеріалу і концентрації водню, ініціює зростання тріщини, в основному, по межах зерен і вкрай рідко всередині зерен.

Блістери вивчали також на аморфному покритті з Ni-P на сталі за допомогою скануючої електронної мікроскопії (СЕМ) і просвічуючої електронної мікроскопії (ПЕМ) [46]. Була проаналізована термодинаміка і кінетика накопичення водню і вакансій в металах.

Механізм зародження водневого блістерінга в металах може бути описаний таким чином: атомарний водень, знижуючи енергію утворення вакансій може сприяти їх надмірному накопиченню в металах. Вакансії і водень об'єднуються в водень-вакансійні кластери (малі порожнини). Атоми водню в воднево-вакансійних кластерах утворюють молекули, які будуть стабілізувати кластер. З кластера зароджується ядро блістера. Тиск в невеликій порожнині збільшується, тому що атоми водню продовжують проникати в порожнину. Порожнина зростає за рахунок вакансій і водню, які дифундують в неї. Коли ядро блістера виростає до критичного розміру, через внутрішній тиск водню від стінки порожнини починають розвиватися тріщини (рис. 1.12) [46].

Таким чином, аналіз літератури показав, що водень чинить деградуючий вплив на властивості матеріалів. В огляді розглянуті найбільш небезпечні явища, пов'язані з воднем: водневе окрихчення і блістерінг. Показано, що розвиток блістерінга під дією потоку плазмових частинок досить докладно вивчено для вольфраму - основного кандидату як матеріалу дивертора ІТЕР. Даних для інших матеріалів вкрай мало. Опубліковані одиничні результати з досліджень блістерінга в кремнії, молібдені, корунді [126-128 ].

У той же час, феритно-мартенситні сталі є одними з пріоритетних кандидатних структурних матеріалів реакторів наступних поколінь. Особливо перспективним вважається застосування хромистих сталей для першої стінки термоядерного реактора.

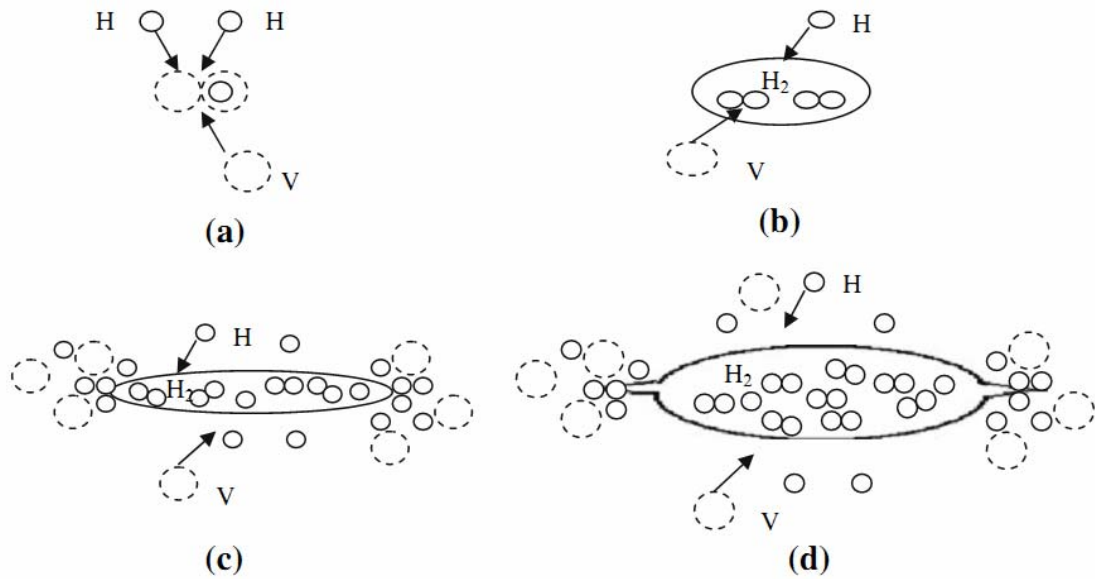


Рис. 1.12. Ілюстрація утворення водневого ядра блістера. (А) Надлишкові вакансії і атоми водню об'єднуються в воднево-вакансійні кластери. (В) Атоми водню в воднево-вакансійних кластерах стають водневими молекулами. (С) Кластер зростає внаслідок приєднання до нього вакансій. (D) Коли ядро блістера досягає критичного розміру  $C_{cr}$ , внаслідок високого внутрішнього тиску водню, від внутрішньої поверхні порожнини починають розвиватися тріщини [46].

Сталі з ОЦК структурою, що містять в своєму складі елементи з негативною теплою розчинення водню, здатні накопичувати його значну кількість і тим самим стимулювати утворення блістерів. Однак систематизовані дані про розвиток блістерінга на поверхні феритно-мартенситних сталей при впливі водневої низькоенергетичної плазми в літературі відсутні. Оскільки поверхнева і приповерхнева структурно-фазова складова сплаву в значній мірі визначає характер ерозії, представляється доцільним в якості модельного для досліджень процесів ерозії ф/м сталей, використати матеріал з одноатомним складом і приблизно однорідною структурою, наприклад,  $\alpha$ -Fe.

### 1.3. Обґрунтування досліджень

Для отримання систематизованих даних з ерозії поверхні феритно-мартенситних сталей і її залежності від мікроструктури сталі і дози опромінення при взаємодії водневої низькоенергетичної плазми необхідно розв'язати ряд наукових і комплексних експериментальних завдань, а саме:

1. визначити особливості ерозії поверхні заліза і сталі ЕП-450 при експозиції в водневій плазмі;
2. встановити температурну і дозову залежності виникнення блістерів і тріщин в приповерхневих шарах феритно-мартенситної сталі ЕП-450 під дією потоку іонів водню;
3. вивчити вплив деформації на виникнення тріщин і формування блістерів в сталі ЕП-450 і залізі під впливом водневої плазми;
4. виконати порівняння температурних інтервалів розвитку явищ блістероутворення і водневої крихкості;
5. встановити вплив вихідної структури, фазової складової феритно-мартенситних сталей, їх морфології і розміру зерна на розвиток і пригнічення блістерінга в сталі під впливом потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми.

### 1.4. Висновки

При впливі ізотопів водню на феритно-мартенситні сталі можна очікувати значної ерозії приповерхневих шарів матеріалу і зниження енергетичних параметрів термоядерної плазми. Систематизовані дані по ерозії поверхні феритно-мартенситних сталей і її залежності від мікроструктури сталі і дози опромінення при впливі водневої низькоенергетичної плазми відсутні.

У той же час, сукупність результатів про фізичну природу і закономірності розвитку блістерів і тріщин, що відбуваються в поверхневих шарах твердих тіл під дією потоку частинок з низькоенергетичної водневої плазми, може бути використана для прогнозування поведінки матеріалів в

термоядерних реакторах і енергетичних установках 4-го покоління, а також для розвитку фундаментальних уявлень про фізику радіаційної пошкоджуваності твердих тіл.

Таким чином виникає завдання – встановлення фізичних закономірностей розвитку таких явищ деградації матеріалів як блістерінг та тріщиноутворення, що виникають під дією потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми, в феритно-мартенситній сталі ЕП-450 і модельному матеріалі – залізі, і виявлення структурних факторів, що сприяють пригніченню тріщиноутворення.

## РОЗДІЛ 2. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНЕ ОБЛАДНАННЯ І МЕТОДИКИ ДОСЛІДЖЕННЯ

У даному розділі представлені досліджені матеріали, експериментальне обладнання, ядерно-фізичні, термодесорбційно-масспектрометричні та електронно-мікроскопічні методики дослідження дефектної структури, що виникає за опромінення феритно-мартенситних сталей і заліза іонами інертних газів, водню і його ізотопів.

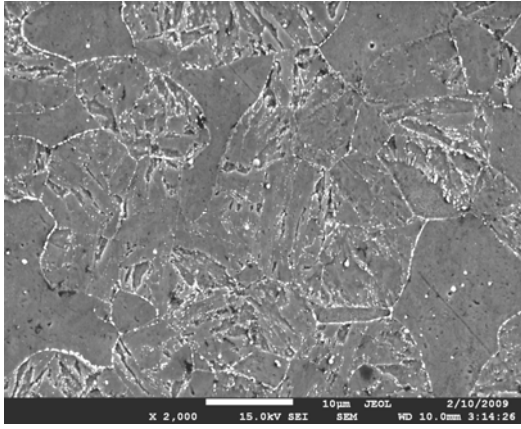
### 2.1. Досліджувані матеріали і режими їх попередньої підготовки

Як матеріал використовували ферритно-мартенситну сталь 12Cr2MoNbVB (ЕП-450). Хімічний склад сталі становив 0,118С-13-12Cr-0,28Ni-0,26Mn-1,41Mo-0,46Nb-0,21V-0,21Si-0,034P-0,004S з балансом заліза, все у масових відсотках. Остаточна термообробка ЕР-450 полягала в загартуванні з 1323 К з наступним відпуском при 993 К протягом 1 години. Зразки зі сталі ЕП-450 для досліджень використовували у вигляді дисків з діаметром 18 мм, вирізаних з листа товщиною 2,4 мм або пластин розміром 10 мм×10 мм і товщиною 1 мм.

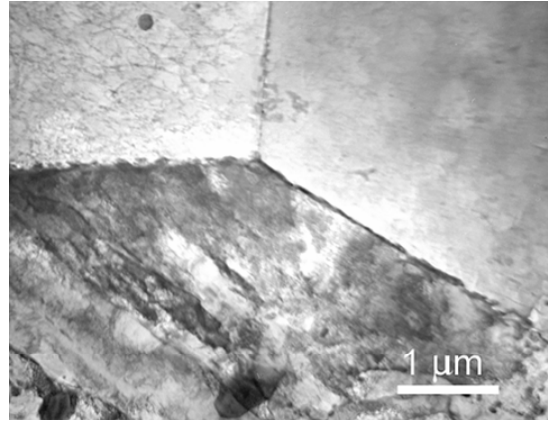
Зразки спочатку полірували механічно, а потім електрополірували в розчині складу HCl (10%) + C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub> (10%) + C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH (80%) для видалення механічно пошкодженого приповерхневого шару.

Вихідна структура сталі ЕП-450 наведена на рис. 2.1. Зразки для електронно-мікроскопічних досліджень були виготовлені в вигляді дисків діаметром 3 мм та товщиною 0,1 мм.

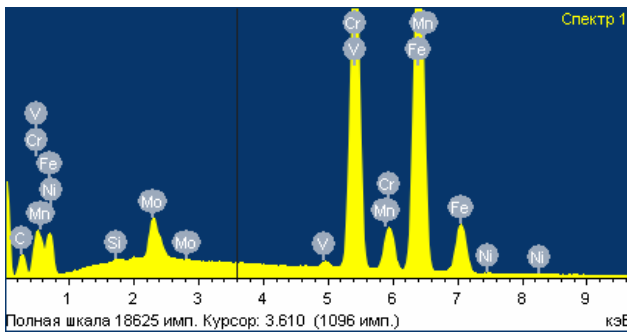
Мікроструктура сплаву ЕР-450 мала дуплексну структуру фериту і відпущеного мартенситу при об'ємному відношенні приблизно 1: 1. У матеріалі спостерігаються віділення M<sub>2</sub>(C,N), M<sub>23</sub>C<sub>6</sub>, M<sub>2</sub>X. Великі глобулярні карбіди M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> спостерігалися як уздовж меж зерен фериту-фериту, так і по межах фериту-мартенситу.



а



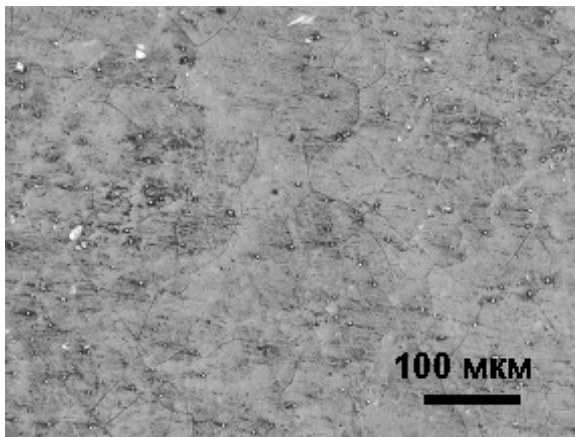
б



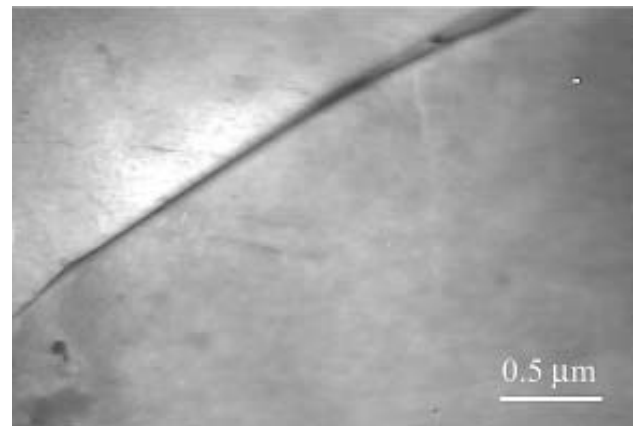
в

Рис.2.1. Металлографія (а) і електронна мікроскопія (б) вихідної структури сталі ЕП-450 після термічної обробки при 1323 К / 0,5 год. + 993 К / 1 год. Спектр виділення  $M_{23}C_6$  (в).

Залізо використовували складу (ваг.%): Si-0,05; Cu-0,05; Mn ~ 0,035; P ~ 0,015; S ~ 0,025; C ~ 0,025; Fe-бал. Структура вихідних зразків заліза наведена на рис. 2.2.



а



б

Рис.2.2. Металлографія (а) та електронна мікроскопія (б) вихідної структури заліза.

Зразки з підготовленою поверхнею опромінювали іонами ізотопів водню з плазми тліючого або відбивного розряду, а також моноенергетичними пучками іонів дейтерію, гелію і аргону.



При дослідженні впливу деформації на розвиток блістерінга диски піддавали дії холодної прокатки до різних значень деформації з діапазону 5-95%. Деформацію проводили при кімнатній температурі.

## 2.2. Опромінювальні пристрої

### 2.2.1. Плазмові установки

Опромінення зразків виконували в плазмовій установці типу «відбивний розряд», описаній в роботі [129], і «тліючий розряд» [5]. В установці з відбивним розрядом енергетичний розподіл іонів, що бомбардують катод, лежав у досить широкому інтервалі  $0,2eU_p \leq E \leq eU_p$ , де  $U_p$  - напруга розряду, і вимірювався електростатичним аналізатором [129]. Енергія іонів водню в максимумі спектрів становила  $(0,8 \dots 0,85) eU_p$  (рис. 2.3).

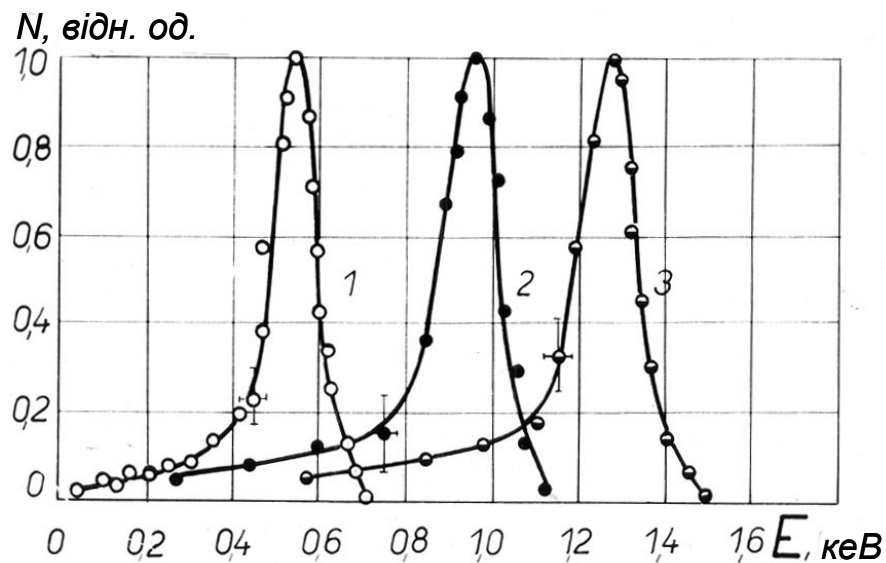


Рис. 2.3. Енергетичний розподіл іонів водню в плазмовій установці.

Зразки закріплювалися на охолоджуваних водою катодах і експонувалися в стаціонарному розряді до набору дози від  $6 \cdot 10^{23}$  до  $1 \cdot 10^{25}$  іон/м<sup>2</sup>. Густина струму на зразки у всіх експериментах складала - 15 А/м<sup>2</sup>. Температура зразка під час експериментів вимірювалася термопарою, закріпленою з тильного боку, і не піднімалася вище 373 К.

В установці «НІКА» з водневою плазмою тліючого розряду зразки опромінювали при напрузі на електродах 1000 В і густині струму іонів -  $20\text{A}/\text{m}^2$ . На рис. 2.4 і 2.5 наведені схема і зовнішній вигляд розрядної камери плазмової установки «НІКА».

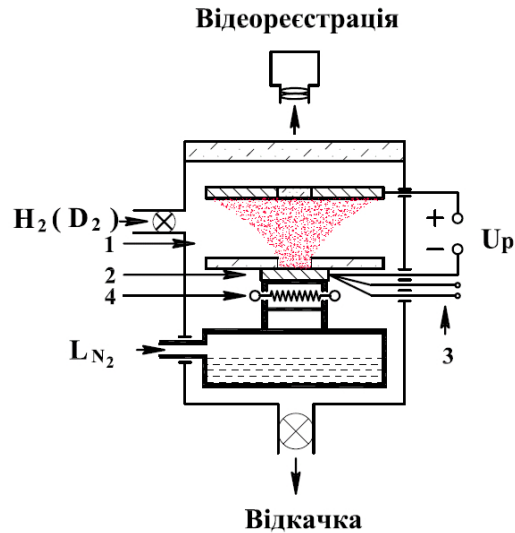


Рис. 2.4. Схема експерименту на плазмовій установці «НІКА»: 1- плазма тліючого розряду; 2-мішень; 3-термопара; 4-резистивний нагрівач. Під час опромінення безперервно ведеться відеозапис еволюції поверхні зразка.

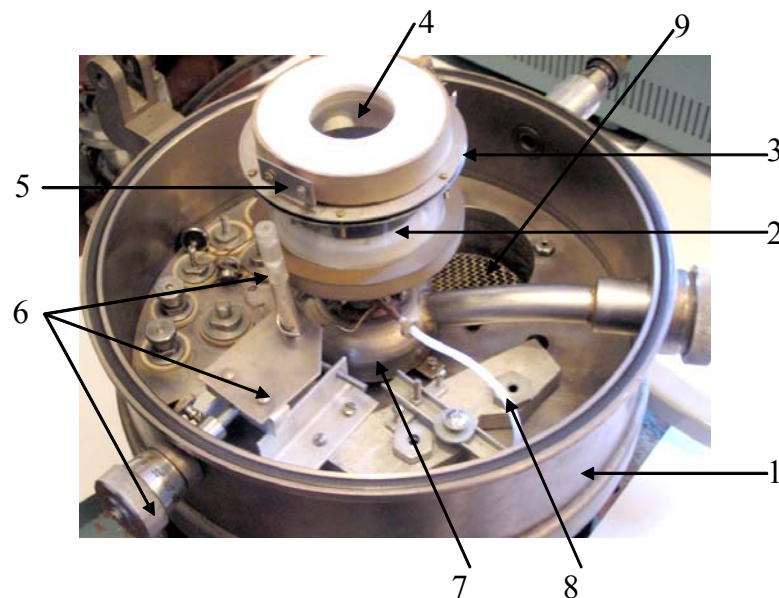


Рис. 2.5. Розрядна камера установки «НІКА»: 1 – вакуумна камера зі знятою кришкою; 2 – розрядна камера; 3 – кільцевий анод; 4 - вікно для спостереження; 5 - клапан відкачування розрядної камери (положення «закрито»); 6 - механізми приводу клапана відкачування; 7 - ємність з рідким азотом для охолодження катодного (мішенного) вузла; 8 - трубка напуску газу в розрядну камеру; 9 - вхідний отвір вакуумпровода із захисною сіткою.

Зразок закривався діелектричною діафрагмою (маскою) з отвором в центрі діаметром 8 мм для обмеження опромінюваної площі зразка. Над діафрагмою і зразком закріплювався анод в вигляді металеві пластини з отвором посередині, вся система розміщувалася в вакуумній камері, над нею встановлене вікно з плоско-паралельної скляної пластини. Через пластину і отвір у анодній пластині велося відеоспостереження.

Залежно від розв'язуваної задачі для опромінення використовували іони, як водню, так і дейтерію. Застосування дейтерію дає можливість досліджувати концентраційні залежності за допомогою методики ядерних реакцій, а також відокремити іонноімплантований водень і водень навколишнього середовища.

Максимальний флюенс опромінення становив  $2 \cdot 10^{25} \text{ H}^+(\text{D}^+)/\text{m}^2$ .

Зразки закріплювали в тримачі, що дозволяє змінювати температуру опромінення зразків або за рахунок резистивного нагріву, або при охолодженні рідким азотом. Температуру зразка безперервно контролювали за допомогою хромель-алюмелевої термопари в основі тримача зразка, притиснутої до нижньої поверхні зразка. Температуру підтримували з точністю  $\pm 2,5 \text{ K}$ . Різниця температур на поверхні зразка і його зворотній стороні становила 10 K.

### **2.2.2. Експериментальний комплекс «ЕСП-2»**

Вимірювальний комплекс «ЕСП-2» складається з малогабаритного високовольтного електростатичного прискорювача типу Ван де Грааф вертикального типу для прискорення газових іонів від водню до ксенону до енергій 200...1400 кеВ і прискорювальних установок-імплантаторів для впровадження в матеріали прискорених до енергій 3...50 кеВ іонів водню та гелію [10].

Малогабаритний високовольтний електростатичний прискорювач «ЕСП-2» складається з: посудини (котла) високого тиску, призначеного для створення газової ізоляції прискорювача з метою зменшення ймовірності

пробоїв; прискорювальної трубки, призначеної для безпосереднього прискорення заряджених частинок в постійному електричному полі; градієнтної колони з подільником, що служить для екранування елементів трубки і зниження ймовірності пробоїв; стрічкового транспортеру зарядів, призначеного для перенесення зарядів; іонного джерела з холодним катодом і розрядом в магнітному полі, що забезпечує отримання іонів різних газів з інтенсивністю 10-20 мкА; базової камери прискорювача і магнітного мас-аналізатора, використовуваного для виділення пучка частинок даної маси із загального іонного пучка; системи вакуумної відкачки, призначеної для забезпечення в прискорювачі вакууму  $\sim 10^{-7}$  мм рт. ст. ; джерела високої напруги (система зарядки стрічкового транспортера зарядів), що представляє собою стандартний підвищувальний трансформатор «УРС-70».

Одночасне введення гелію і водню здійснено за допомогою двох опромінювальних пристроїв, що забезпечують можливість варіювання енергії частинок в діапазоні 3...50 кеВ. Основними функціональними вузлами для обох опромінювальних пристроїв є:

- джерело іонів з системою напуску газу;
- прискорювальна система;
- вакуумна камера;
- поворотний мас-аналізатор;
- система вакуумної відкачки;
- джерело високої напруги - 0 ... 50 кВ;
- комплекс джерел електроживлення джерела іонів.

Різниця полягає лише в газі, що напускають у джерело, в одному пристрої це гелій, в іншому - дейтерій або водень. Пучки іонів з імплантаторів і прискорювача потрапляють на мішень під кутом 85°. Схема опромінювального пристрою показана на рис. 2.6.

**Джерело іонів.** Джерело іонів служить для отримання іонів гелію або водню, їх попереднього прискорення, фокусування і подальшої інжекції в прискорювальну трубку, де відбувається їх прискорення до високих енергій.

Вимоги, що пред'являються до іонного джерела, визначаються його конкретним призначенням і специфічними умовами роботи. Серед вимог можна відзначити наступні: емітування пучка іонів з необхідною силою струму; певний склад іонів; певні енергетичні характеристики і стабільність; мінімальне споживання газу; мінімальна витрата потужності і, в першу чергу, потужності, що розсіюється в іонному джерелі; надійна і проста конструкція; достатній термін служби.

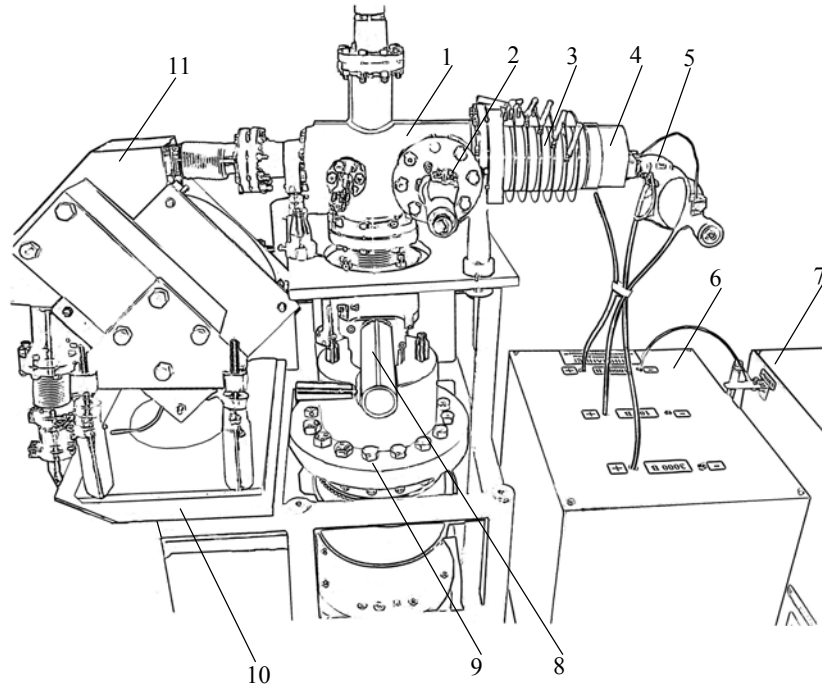


Рис. 2.6. Схема опромінювального пристрою:

- 1 - вакуумна камера; 2 - циліндр Фарадея; 3 – прискорювальна трубка; 4 - джерело іонів; 5 - система напуску робочого газу; 6 - блок живлення джерела; 7 - блок високої напруги; 8 - азотна пастка з високовакуумним клапаном; 9 - насос ТМН; 10 - станина; 11 - магнітний мас-аналізатор.

Принцип дії іонних джерел ґрунтується на різних методах отримання позитивних іонів: іонізації атомів на поверхні твердого тіла, іонізації газу електронним пучком, на газовому розряді і т. п. Найбільшого поширення в даний час отримали плазмові джерела, зокрема, джерела з розрядом з холодним катодом. Сюди відносяться джерела, в яких ініціюється стаціонарний або імпульсний тліючий розряд в магнітному полі (розряд

Пеннінга), або дуговий розряд з холодним катодом (при малому падінні потенціалу), якому може передувати розряд Пеннінга [130].

У даній роботі за основу взято джерело з розрядом Пеннінга і поздовжнім витяганням іонів. Розрядна система Пеннінга являє собою два протилежних холодних електрода, що служать катодами, і анод, виконаний у вигляді кільця (рис. 2.7).

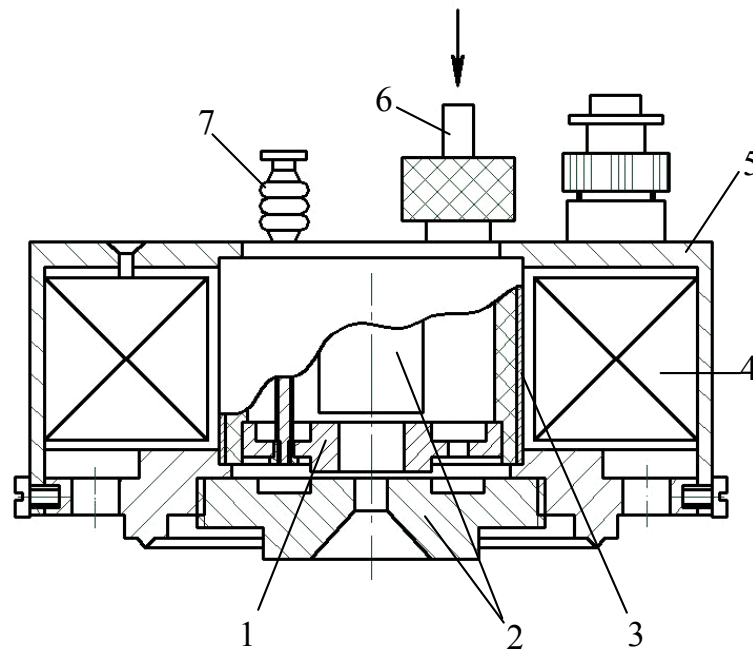


Рис. 2.7. Схема джерела іонів:

1 – анод; 2 – катода; 3 – циліндр з нержавіючої сталі; 4 – магніт; 5 – корпус магнітопровода; 6 – трубка напуску робочого газу; 7 – керамічний гермоввід подачі анодної напруги.

Витяг іонів з плазми газового розряду здійснюється електричним полем, прикладеним між фланцем-катодом іонного джерела і першим електродом трубки прискорювача. Таке джерело дозволяє отримувати в експериментальній камері іони різних газів з інтенсивністю 1 ... 20 мкА.

Трубка прискорювача використовується для безпосереднього прискорення заряджених частинок в постійному електричному полі і складається з серії тонких плоскопаралельних металевих електродів (нержавіюча сталь Х18Н10Т), розділених плоскопаралельними ізоляторами з електрофарфору марки ІКУ. Електроди з ізоляторами з'єднані в єдине ціле за

допомогою клейових (клей БФ-4) вакуумно-щільних з'єднань. При подачі напруги між двома електродами, розділеними ізолятором, в просторі між ними виникає практично однорідне електричне поле. Кожен із проміжків трубки, в якому створюється таке поле, називається секцією, а прискорювальна трубка такої конструкції - секційною. У металевих електродах уздовж осі трубки зроблені отвори діаметром 30 мм для проходження іонного пучка та вакуумної відкачки. На вхідному та вихідному кінцях прискорювальної трубки є фланці для приєднання трубки до вакуумної камери прискорювача і приєднання до неї іонного джерела. Рівномірний розподіл напруги між секціями прискорювальної трубки здійснюється за допомогою подільника напруги, резистори якого розміщені між градієнтними пластинами.

Вакуумна камера виконана з труби з нержавіючої сталі X18H10T довжиною 350 мм і зовнішнім діаметром 100 мм. Крім фланця для приєднання системи, що прискорює, вакуумна камера має також 4 патрубків з фланцями.

Вихідний патрубок камери служить для її приєднання до електромагніту. Верхній патрубок камери служить для з'єднання з іонізаційним манометричним датчиком, який використовується для вимірювання тиску залишкових газів. До короткого бокового патрубка приєднується манометрична лампа для вимірювання розрідження, створюваного форвакуумною системою. Ще один патрубок призначений для з'єднання з фланцем циліндра Фарадея для вимірювання струму пучка. Циліндр Фарадея має плунжерну електромагнітну систему, що керує розташуванням циліндра Фарадея по відношенню до іонного пучка. Нижній патрубок базової камери через сильфонний перехід стикується з високовакуумним прохідним клапаном з ручним керуванням фірми GERTNER (Німеччина), що з'єднує камеру з системою вакуумної відкачки.

Вакуумна камера закріплюється на станині прискорювального комплексу за допомогою трьох шарнірних регульованих опор. На дві з них

спирається вхідний патрубок вакуумної камери, до якого приєднана прискорювальна трубка. Третя опора приєднана до вихідної (у напрямі пучка) частини камери. Ця система опор використовується при налагодженні опромінювального пристрою для суміщення осей прискорювальної трубки та інших елементів транспортування іонного пучка. Регулювання опор дозволяє переміщувати камеру з прискорювальним пристроєм в горизонтальній площині на  $\pm 20$  мм від вихідного положення, зміщувати вісь камери на  $\pm 10$  мм у вертикальній площині, а також повертати вісь камери на кут  $\sim 2^\circ$  в будь-якому з напрямів.

85-градусний магнітний мас-аналізатор. Для виділення пучка іонів водню і гелію із загального іонного пучка і розвороту пучків використовували статичний магнітний мас-аналізатор. Принцип дії аналізатора заснований на тому, що при русі зарядженої частинки заданої енергії в поперечному магнітному полі заданої величини радіус кривизни її траєкторії однозначно визначається масою частинки. Тому після проходження магнітного поля іони з різними масами поділяються в просторі.

Використовуваний у цьому прискорювачі мас-аналізатор складається з електромагніту і розміщеної між його полюсними накінецьниками вакуумної камери-іонопровода, всередині якої і відбувається рух іонного пучка. Радіус середньої траєкторії пучка іонів в магнітному мас-аналізаторі  $R = 0,2$  м; кут, на який повертається пучок при проходженні між полюсами магніту,  $\varphi = 85^\circ$ .

Камера-іонопровід виконана з нержавіючої сталі X18H10T. Вона має форму вигнутого прямокутного коробу з сільфонним переходом і сполучними фланцями на кінцях. Поперечний перетин камери становить  $10 \times 40$  мм. Як відомо [131], робоча траєкторія іонів повинна відстояти від краю полюсного накінецьника не менше ніж на 1,5 величини межполюсного зазору, щоб виключити вплив на неї неоднорідностей магнітного поля, обумовлених крайовими ефектами. Виходячи з таких міркувань, були обрані форма і розміри полюсних накінецьників. При виготовленні електромагніту особлива увага приділялася чистоті обробки поверхонь полюсних накінецьників,



паралельності площин, що утворюють магнітний зазор, а також співвідношенню встановлення полюсних накінецьників.

Електромагніт був розрахований, сконструйований і виготовлений, виходячи з вимоги отримання максимально можливої однорідності магнітного поля на круговій робочій траєкторії діаметром  $\sim 400$  мм з діапазоном зміни індукції магнітного поля  $0,05 \dots 0,45$  Тл [131].

Юстирування магніту разом з камерою здійснюється за допомогою юстирувального столу, на якому закріплений електромагніт. Юстирувальний пристрій мас-аналізатора дозволяє виконувати поступальне переміщення, повороти і нахили магніту з високою точністю, а також фіксувати його в потрібному положенні.

На рис. 2.8 показана спектрограма іонів, що потрапляють в камеру мішені, в залежності від величини магнітного поля мас-аналізатора. Спостерігається хороша роздільна здатність магніту - чітко виділяються атомарний і молекулярний водень та гелій.

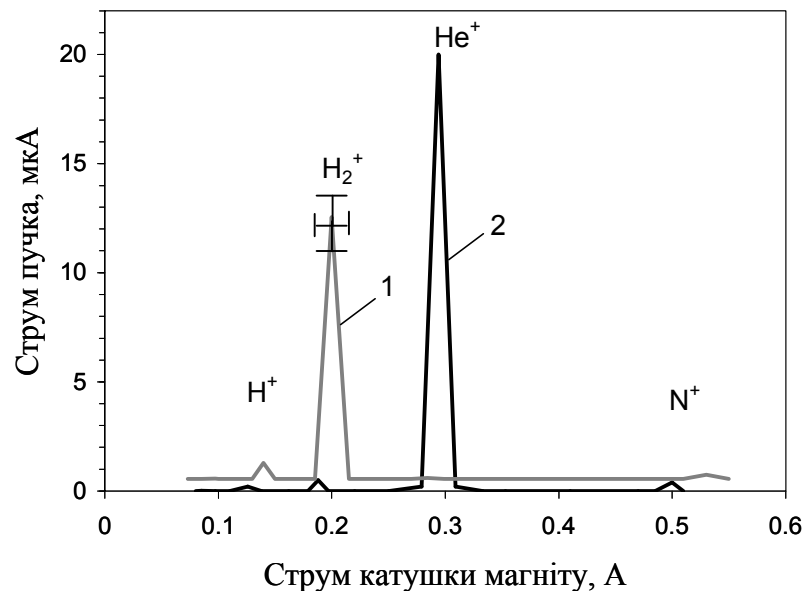


Рис. 2.8. Спектрограма прискорених до енергії 30 кеВ іонів пучка в пристроях для опромінення іонами водню (1) та гелію (2).

Іонопроводи опромінювальних пристроїв виконані повністю з нержавіючої сталі з використанням аргонно-дугового зварювання для

зварних з'єднань. Фланцеві з'єднання ущільнюються за допомогою металевих прокладок, за винятком фланцевих з'єднань прискорювальних трубок і вакуумних клапанів, де в якості прокладок використовується вітон.

Вакуумна система відкачування складається з турбомолекулярного насосу та форвакуумної лінії, пасток з рідким азотом, високовакуумних прохідних клапанів з ручним керуванням і датчиків вакууму. У комплект форлінії входять: форнасос типу 2НВР-5ДМ продуктивністю 5 л/с по повітрю; пастка, охолоджувана рідким азотом; вакуумний суцільнометалевий з металевим ущільненням тарілки затвор; перехідники; вентиль-натікач для впуску повітря в форнасос, що запобігає потраплянню масла до форлінії. Система вакуумної відкачки забезпечує тиск залишкових газів у вакуумній камері опромінювальних пристроїв не вище  $5 \cdot 10^{-5}$  Па.

Станина для кріплення вакуумної камери і магніту забезпечена регулювальними пристроями.

Кожна з опромінювальних установок має комплект роздільних трансформаторів для живлення інжекторів іонів гелію або водню, а також джерело високої напруги на 50 кВ. Елементи управління генераторами високої напруги, блоків живлення джерел іонів, джерел живлення електромагнітів розміщені в стійці управління установками.

Пучки іонів гелію, водню (дейтерію) і аргону (криптону) в камері мішені суміщені на зразку. У камері мішені розміщені: мішенний вузол, циліндри Фарадея для вимірювання струмів пучків, діафрагми, детектори ядерних випромінювань, «прапорець» для екранування детекторів від теплового випромінювання при опроміненні мішеней при підвищених температурах, або під час постімплантаційних відпалів.

До камери мішені через суцільнометалевий вакуумний клапан приєднана байпасна форлінія, що дозволяє вести відкачування камери на форвакуум після напуску атмосфери при зміні зразків, не вимикаючи при цьому високовакуумних насосів.

Опромінення при підвищеній температурі виконували за допомогою пристрою прямого нагріву зразків. Контроль температури вели хромель-алюмелевою термопарою.

Введення додаткових опромінювальних пристроїв дозволяє в одній експериментальній камері виконувати одночасне опромінення і вимір розподілу по глибині імплантованого дейтерію за допомогою ядерної реакції  $D(^3\text{He},p)^4\text{He}$ .

### 2.2.3. Прискорювальна установка «Ант»

Прискорювальна установка «Ант» використана для вивчення закономірностей імплантації, накопичення і виділення імплантованих іонів з матеріалів методом термоактивованої десорбції. ТД досліджували за допомогою двох приєднаних до експериментальної камери установки датчиків монопольних радіочастотних мас-спектрометрів.

Зразки досліджуваних матеріалів кріпили на спеціально розробленому мішенному вузлі, що дозволяє здійснювати експерименти зі зразками в діапазоні температур від 78 К до температури плавлення.

Вакуумні камери установки «Ант» виконані повністю з нержавіючої сталі з використанням аргонно-дугового зварювання для зварних з'єднань, металевих ущільнювачів для розбірних фланцевих з'єднань і тарілок вакуумних клапанів, із застосуванням металокерамічних ізоляторів для електровводів і спаїв.

Відкачування вакуумної камери установки до  $P_{\text{камери}} = 3 \cdot 10^{-5}$  Па здійснюється за допомогою безмасляних відкачних пристроїв. Використання дифузійних масел з низькою пружністю парів, а також азотних пасток в форвакуумній частині установки запобігають проникненню парів масел в високовакуумну систему. Завдяки цьому в складі атмосфери залишкового газу практично відсутні вуглеводи, що запобігає забрудненню мішеней і є виключно важливим фактором при дослідженні фізичних процесів, що протікають на поверхні і в приповерхневих шарах твердих тіл.

### 2.3. Методики дослідження

У даній роботі використовувалися наступні експериментальні методики: ядерно-фізична - ядерні реакції, термодесорбційна мас-спектрометрія, просвічуюча та скануюча електронна мікроскопія, металографія.

#### 2.3.1. Методики визначення глибини залягання дейтерію при вимірюванні ядерної реакції в геометрії зворотного розсіювання

Розподіл по глибині зразків імпантованого дейтерію було виміряне за допомогою ядерної реакції  $D(^3\text{He},p)^4\text{He}$ . В геометрії зворотного розсіювання в разі реєстрації протонів ( $E = 13\text{-}14\text{ MeV}$ ) отримуємо інформацію про розподіл імпантованої домішки з глибини до декількох мкм з роздільною здатністю  $\sim 300\text{ nm}$ . Схема вимірювань у геометрії розсіювання «назад» представлена на рис.2.9.

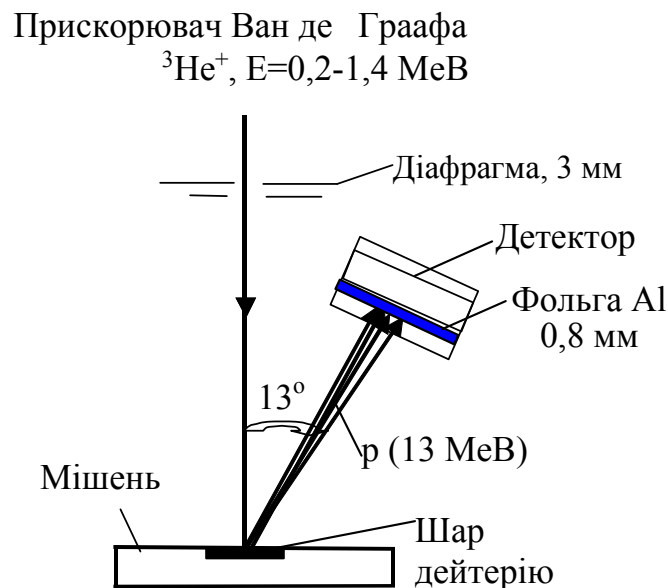


Рис.2.9. Схема експерименту у геометрії розсіювання «назад».

Для виключення реєстрації зворотнорозсіяних частинок, а також для уповільнення протонів задля їх повної зупинки в детекторі, перед детектором була розміщена алюмінієва фольга товщиною 0,8 мм. При реєстрації протонів і обробці спектрів враховувалися особливості кінематики реакції  $D(^3\text{He},p)^4\text{He}$ , зокрема, що енергія протонів, що емітуються внаслідок реакції, збільшується в міру зменшення в мішені енергії  $^3\text{He}$ .

Метод заснований на тому, що іон  ${}^3\text{He}$  в залежності від  $E_0$  досягає резонансної енергії на різній глибині, при цьому інтенсивність виходу протонів з реакції змінюється.

Для вилучення профілю розподілу дейтерію з експериментальних спектрів, методом регуляризації Тихонова вирішено інтегральне рівняння, що пов'язує вихід протонів з реакції  $D({}^3\text{He}, p){}^4\text{He}$  з профілем концентрації дейтерію в матеріалах. Вихід протонів  $Y(E)$  в тілесний кут  $\Omega$  в залежності від енергії  $E$  налітаючих іонів  $\text{He}$  пов'язаний з концентрацією  $C(x)$  інтегральним рівнянням типу Вольтера першого роду:

$$N_{\text{He}}\Omega \cdot \int_0^{r(E)} \sigma[Er(r(E)-x)] \cdot C(x)dx = Y(E),$$

де  $N_{\text{He}}$  - загальне число іонів  ${}^3\text{He}^+$  з енергією  $E$ , які упали на зразок;  $\sigma(E)$  - перетин реакції;  $r(E)$  - проєктивний пробіг іонів  $\text{He}$  в матеріалі;  $E_r(r)$  - зворотна функція. Права частина цього рівняння відома з певною похибкою. Крім того, перетин реакції  $\sigma(E)$ , що також є експериментально вимірюваною функцією, не має резонансного характеру. Все це відносить розглянуте рівняння до класу некоректних задач.

Типові спектри, одержувані при реєстрації протонів в геометрії ЗР для різних енергій падаючого пучка, а також концентрація дейтерію у зразку, розрахована за сумарним виходом протонів програмою HELEN, наведені на рис. 2.10 [132].

Енергетичні спектри протонів  $Y(E)$  знімалися в інтервалі енергій 0,3 ... 1,4 МеВ. Перетин реакції для зазначеного інтервалу енергій було взято з роботи [133]. Виміри проводилися за допомогою кремнієвого напівпровідникового детектора з збідненою зоною 100 мкм і тілесним кутом збору  $\Omega=6,8 \cdot 10^{-4}$  ст.

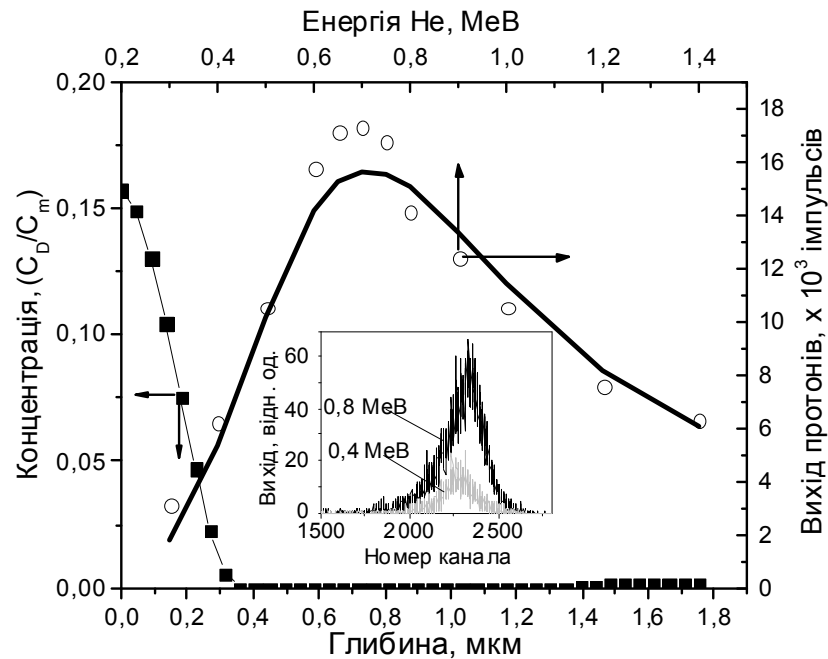


Рис.2.10. Енергетична залежність інтегральних виходів протонів (o) і розподіл дейтерію в зразку сталі X18H10T (■). У вставці характерні спектри протонів для різних енергій пучка, що аналізує [132].

Для обробки спектрів використана програма HELEN, що реалізує алгоритм А.Н. Тихонова регуляризації некоректних задач [134] стосовно до даного рівняння, і працює з немодифікованим перетином реакції  $D(^3\text{He},p)^4\text{He}$ . У програмі передбачена можливість автоматичного і візуального вибору параметрів регуляризації.

### 2.3.2. Термодесорбційна спектроскопія

На установці «Ант» досліджували термодесорбцію дейтерію або водню, впроваджених в матеріал, як при моноенергетичному опроміненні, так і з плазми тліючого розряду. У першому випадку, опромінення сталей велося безпосередньо в камері мішені установки «Ант» пучком іонів  $D_2^+$  з енергією 12 кеВ, сепарованого за допомогою 15-градусного магнітного мас-аналізатора, падаючим на мішень приблизно по нормалі, з густиною струму 10...15 мкА/см<sup>2</sup> при температурі  $T_{\text{впр}} \approx 78...290$  К. Опроміненню піддавалася центральна ділянка поверхні зразка діаметром  $d \approx 7$  мм. Для калібрування струму пучка використовувався циліндр Фарадея, який вводили на шляху

пучка перед зразком. Однорідність опромінення в межах сліду пучка на мішені забезпечувалася за допомогою дефокусування.

По досягненні заданої дози пучок вимикався, і через 10...15 хв., необхідних для встановлення нижньої межі фонового тиску у вакуумній камері, мішень нагрівалася за приблизно лінійним законом за допомогою омичного нагріву в діапазоні температур 78 ... 1500 К, а в окремих випадках (для контролю) - аж до плавлення зразка. В іншому випадку, після опромінення в плазмовій установці зразок швидко переміщувався в вакуумну камеру установки «Ант». Об'єм камери відкачувався, і після встановлення нижньої межі фонового тиску мішень нагрівалася за приблизно лінійним законом за допомогою омичного нагріву в діапазоні температур 290...1000 К. Швидкість підйому температури у всіх випадках становила  $\sim 6,5 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$ .

Парціальний тиск дейтерію в аналітичній камері вимірювали монопольним мас-спектрометром у динамічному режимі, що забезпечувалося конструкцією камери установки, спроектованої з урахуванням умови  $\tau \ll 1$  ( $\tau$  - постійна часу відкачування). Мас-спектрометр попередньо був проградуирований по дейтерію в абсолютних одиницях методом каліброваної течі.

Спектр термодесорбції записувався одночасно на двох самописних потенціометрах: на одному в координатах Р-Т (Р - парціальний тиск дейтерію, Т - температура мішені), на іншому - в координатах Р-t, де t - час з початку нагріву зразка. Сумарна кількість газу, що виділилася із зразка, опроміненого заданою дозою, визначалося по площі, що лежить під кривою залежності швидкості його десорбції від часу.

При дослідженні методами ядерних реакцій і термодесорбційної мас-спектрометрії зразки закріплювалися в мішенних пристроях прискорювальних установок, що дозволяють нагрівати їх за допомогою омичного нагріву аж до температури плавлення і контролювати температуру хромель-алюмелевою термопарою, прикріпленою до тильної сторони мішені

на відстані 3 мм від її геометричного центру. Похибка у вимірюванні температури в цьому випадку становила  $\pm 5$  К.

Відомо, що різниця мас ізотопів водню - дейтерію і тритію можуть впливати на термодинамічні та дифузійні параметри через відомий ізотопічний ефект, проте істотних відмінностей в поведінці ізотопів водню не спостерігали.

### **2.3.3. Просвічуюча та скануюча електронна мікроскопія**

Вивчення мікроструктури імплантованого шару сталей виконувалося методом просвічуючої електронної мікроскопії (ПЕМ) з використанням електронного мікроскопа EM-125 з робочою напругою 125 кВ.

Приготування електронномікроскопічних об'єктів здійснювалося методом струменевого електролітичного травлення. Для цього з опроміненої ділянки зразка вирізувався диск діаметром 3 мм, центральна частина якого піддавалася стоншуванню. Для стоншення зразків використовувався травник складу 54% $\text{H}_3\text{PO}_4$ , 11% $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 21% $\text{H}_2\text{O}$ , 14% $\text{CrO}_3$ . Напруга між електродами дорівнювала 16 В, температура електроліту  $\sim 60$  °С. В якості позитивного електрода використовувалася пластина з нержавіючої сталі.

Для вивчення морфології поверхні використовувався скануючий електронний мікроскоп JEOL JSM-7001F 00.

### **2.3.4. Металографічні дослідження**

Металографічні дослідження структури матеріалу виконували на мікрошліфах, виготовлених з використанням металографічного комплексу в складі заливного пресу PR4X для запресовування в бакеліт досліджуваних зразків, автоматичної шліфувально-полірувальної машини GPX300 з програмним управлінням, інверсійного оптичного мікроскопа CX-51 з аналізатором зображення IA-32 фірми «LECO».

Дослідження мікроструктури поверхні проводилися з використанням металографічного мікроскопу ММО-1600-АТ.



Мікротвердість структурних складових досліджуваного матеріалу визначали за методом Віккерса при навантаженнях 25 і 50 г на цифровому мікротвердомірі моделі LM-700AT, типу А фірми «LECO».

Основна частина матеріалів цього розділу була опублікована в роботах [4, 5] та представлена на конференції [10].

#### **2.4. ВИСНОВКИ ДО РОЗДІЛУ 2.**

У другому розділі описані експериментальне обладнання та методики, використані при проведенні досліджень. Проаналізовано методичні питання підготовки та виконання експериментів. Застосування прецизійних методик термоактивованої десорбції і визначення профілю залягання дейтерію в матеріалах, що включають в себе вимірювальну техніку і обробку енергетичних спектрів одного з продуктів ядерної реакції  $D(^3\text{He},p)^4\text{He}$  – протонів, дозволили з хорошою точністю вирішити завдання щодо поведінки дейтерію в сталі та залізі.

Застосування методів дослідження структури і властивостей досліджених матеріалів: металографія із застосуванням оптичної та скануючої електронної мікроскопії; рентгенівський енергодисперсійний мікроаналіз; виміри мікротвердості методом Віккерса; рентгеноструктурний аналіз дозволили на високому рівні дослідити процеси, що протікають під дією на матеріал потоків частинок з водневої (дейтерієвої) плазми і вирішити завдання дисертаційного дослідження.

### РОЗДІЛ 3. ОСОБЛИВОСТІ ЕРОЗІЇ ПОВЕРХНІ СТАЛІ ТИПУ ЕП-450 І $\alpha$ -ЗАЛІЗА ПРИ ЕКСПОЗИЦІЇ В ВОДНЕВІЙ ПЛАЗМІ

Результати досліджень, виконаних в останні роки, показали, що феритно-мартенситні сталі мають ряд властивостей, що дозволяють їм змагатись з аустенітними нержавіючими сталями, як матеріалами активної зони термоядерних реакторів. У зв'язку з цим помітно зріс інтерес до вивчення поведінки феритно-мартенситних сталей в умовах впливу на них різних випромінювань, очікуваних в ТЯР, зокрема, потоків водневих іонів або нейтралів з енергіями, характерними для пристінкової термоядерної плазми  $\leq 1$  кеВ.

У цьому розділі наведені результати з впливу опромінення потоками іонів водню з плазмового розряду на поверхню та приповерхневі шари феритно-мартенситної сталі типу ЕП-450. Виміряні коефіцієнти ерозії сталі іонами водню в діапазоні енергій 0,6 ... 1,2 кеВ, вивчені зміни морфології поверхні і наноструктурні зміни в приповерхневому шарі в результаті опромінення великими (до  $10^{25}$   $\text{H}_2^+(\text{D}_2^+)/\text{m}^2$ ) флюенсами іонів.

#### 3.1. Коефіцієнти розпилення

Для дослідження використовувалися зразки сталі, вирізані у вигляді дисків діаметром 25 мм зі стрічки товщиною 1 мм, отриманої із злитка методом гарячої вакуумної прокатки. Були виготовлені дві партії зразків. Перша партія зразків відпалювалася при температурі 1073 К протягом 1 ч, друга партія зразків після гарячої прокатки не проходила термічної обробки. Зразки попередньо механічно полірувалися. Коефіцієнти ерозії матеріалу вимірювали за втратою маси зразка у результаті опромінення. Зважування зразків проводили на аналітичних вагах типу ВРЛ-20 з чутливістю  $10^{-5}$  г.

На рис. 3.1 наведена залежність коефіцієнта розпилення сталі типу ЕП-450 від енергії  $E$  іонів водню, що бомбардують, в діапазоні 0,6 ... 1,2 кеВ. Як значення енергії іонів при визначенні коефіцієнтів розпилення

використовувалися значення, відповідні максимуму енергетичного розподілу часток в потоці (див. рис. 2.3).

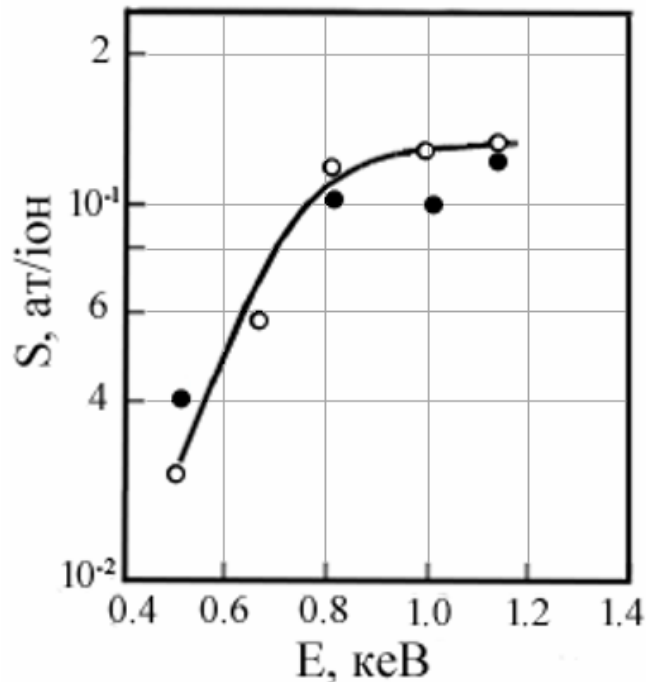


Рис. 3.1. Залежність коефіцієнтів розпилення сталі типу ЕП-450 від енергії іонів водню для дози  $1 \cdot 10^{24} \text{H}_2^+/\text{м}^2$  для зразків, що відпалювалися при температурі 1073 К (о), та зразків, які після гарячої прокатки не проходили термічної обробки (•).

Як видно з малюнка 3.1, залежність коефіцієнта розпилення від  $E$  являє собою криву з похилою ділянкою в області енергій 1 кеВ. За абсолютною величиною значення коефіцієнтів розпилення феритної сталі іонами водню для дослідженого діапазону енергій практично не відрізняються від коефіцієнтів розпилення для аустенітних нержавіючих сталей, отриманих в [129] у тих же експериментальних умовах. Крім того, з малюнка видно, що характер термообробки, якій піддавалися зразки перед опроміненням, не впливає на величини коефіцієнтів розпилення.

У 80-роки минулого сторіччя для опису розпилення аморфних мішеней використовували теорію Зігмунда [135], згідно з якою поверхневі атоми, які отримали у результаті розвитку каскаду зіткнень імпульс, спрямований від поверхні, і енергію, достатню для розриву поверхневих зв'язків, вибиваються з мішені. Видалення цих атомів і обумовлює розпилення опромінюваного

матеріалу [136]. Ця теорія добре описує розпилення матеріалів важкими іонами. В цьому випадку теорія дає значення коефіцієнтів розпилення, що узгоджується з експериментом в межах 20-30%.

Значно складніше було з коефіцієнтами розпилення легкими іонами  $H^+$ ,  $D^+$ ,  $T^+$ ,  $He^+$ , що представляють найбільший інтерес в зв'язку з проблемою керованого термоядерного синтезу. Для легких іонів теоретичні значення коефіцієнта розпилення були в 4-10 разів вищі, ніж експериментально виміряні. Тому достовірні значення коефіцієнтів розпилення матеріалів, перспективних для термоядерних реакторів, могли бути отримані, в основному, експериментальним шляхом.

Експериментальні вимірювання досить докладно виконані в діапазоні енергій від декількох до кількох сотень кілоелектронвольт. Максимальні значення коефіцієнтів розпилення матеріалів іонами різних ізотопів водню лежать в межах  $10^{-2} - 10^{-1}$  атомів / іон. Однак, в області енергій 1 - 10 кеВ дані, отримані різними авторами, розходилися в 2-4 рази. Така розбіжність даних робила їх мало придатними для практичних розрахунків.

Складнішою є картина розпилення, якщо матеріал мішені складається більш ніж з одного елемента. У цьому випадку енергія в каскаді зіткнень може неоднаково розподілятися між різними компонентами матеріалу мішені. Крім того, енергія зв'язку з поверхнею для різних атомів теж може бути різною. Тому буде відбуватися більш швидке розпилення однієї з компонент матеріалу, яке призведе до збіднення приповерхневого шару цією компонентою.

Коефіцієнти розпилення заліза, хрому і вольфраму - матеріалів, що входять до складу сталей, вимірювали, використовуючи в якості мішені тонкі плівки [140]. Бомбардування іонами дейтерію проводили в діапазоні енергій від 60 до 2000 еВ/D, що відповідає умовам у термоядерних пристроях. Порівняння з опублікованими даними для Fe і W показує хороший збіг у межах експериментальних помилок. Виміряні дані порівнювали з розрахунковими значеннями, отриманими за допомогою напівемпіричної

формули, запропонованої Bohdansky et al. [137]. Отримано добре узгодження експериментальних даних з розрахунком. Крім того, було підтверджено, що аналітичні формули, запропоновані [138, 139] з заданими параметрами підгонки також узгоджуються з експериментальними даними. Порівняння з кодами розрахунку на основі наближення бінарних зіткнень (binary collision approximation - BCA) показує, що SDTrimSP [140] забезпечує розумний опис виходів розпилення в залежності від енергії іонів, тоді як результати розрахунку SRIM показують значну недооцінку поблизу порогової енергії [138].

Застосування сучасних методів досліджень - спектроскопії зворотного Резерфордівського розсіювання (ЗР) та рентгенівської фотоелектронної спектроскопії (XPS) - показало, що при опроміненні іонами дейтерію низької енергії 90-190 еВ коефіцієнти розпилення сталі EUROFER становлять  $10^{-2}$  –  $10^{-1}$  ат. Fe / іон D в інтервалі доз  $10^{21}$  –  $10^{23}$  D<sup>+</sup>/м<sup>2</sup>, а потім сильно зменшуються зі збільшенням іонного флюенса (доз) до  $6 \cdot 10^{25}$  D<sup>+</sup>/м<sup>2</sup> і виходять на насичення при значеннях між  $5 \cdot 10^{-4}$  и  $10 \cdot 10^{-4}$  [141] (рис 3.2.).

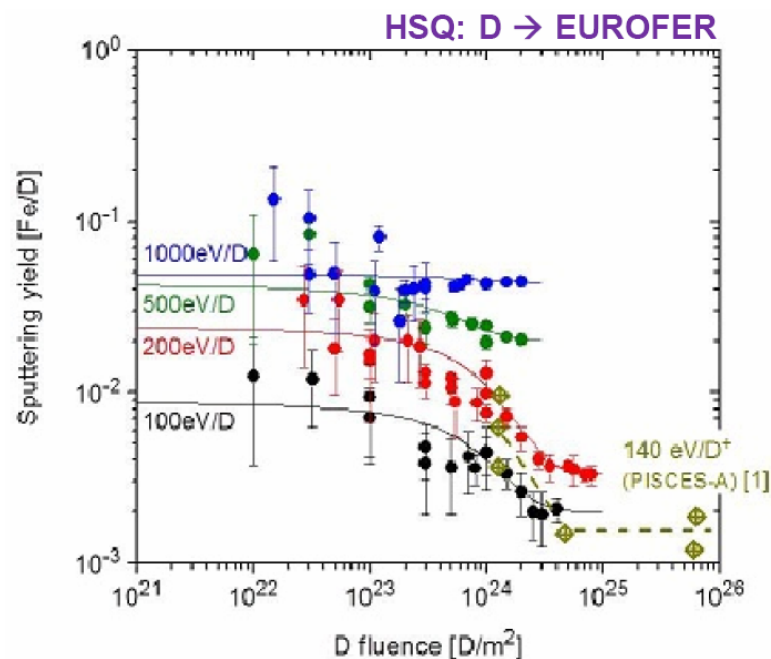


Рис. 3.2. Залежність коефіцієнта розпилення сталі Єврофер від дози опромінення при 320 К іонами дейтерію з різною енергією [141].

За температур вище 473 К ефект зниження коефіцієнта розпилення зменшується, і при 773 К значення ерозії близькі до значень чистого заліза. Простий емпіричний опис, що використовується для поділу ефектів дози і температури, показує експоненціальне зниження коефіцієнта розпилення з дозою, починаючи з  $2 \cdot 10^{24} \text{ D}^+/\text{м}^2$ , і повернення розпилення до початкового значення при характеристичній температурі 553 К [141]. Ці результати можуть бути пояснені, якщо припустити переважне розпилення атомів Fe і Cr з подальшим збагаченням поверхні атомами вольфраму [142].

Такий же ефект міг би реалізуватися в сталі ЕП-450. На рис. 3.3 наведено спектр зворотного Резерфордівського розсіювання іонів гелію з енергією 1,4 МеВ від поверхні сталі ЕП-450 після опромінення потоками водню до дози  $1 \cdot 10^{25} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ .

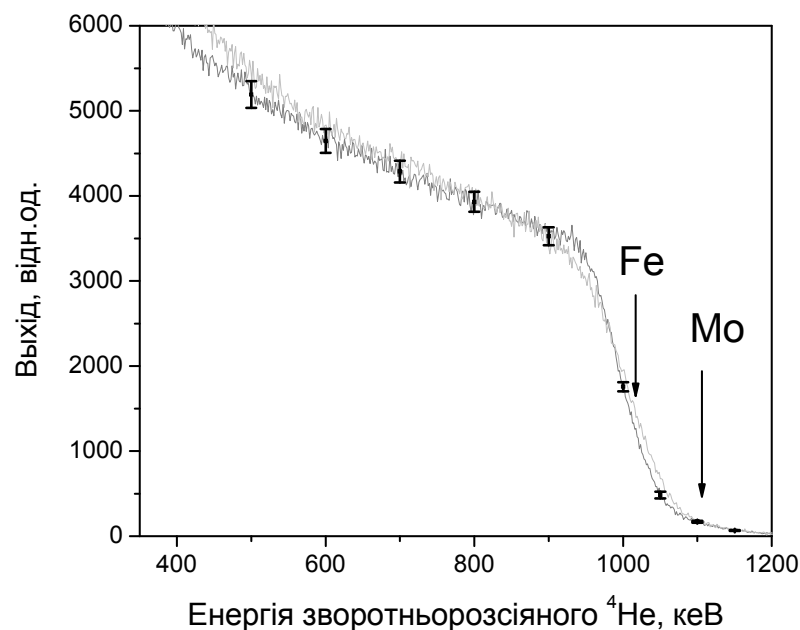


Рис. 3.3. Спектр ЗР від поверхні сталі ЕП-450 вихідної (темна крива) та після опромінення потоками водню до дози  $1 \cdot 10^{25} \text{ H}_2^+ / \text{м}^2$  (сіра крива).

Як видно з рис. 3.3, збагачення поверхні молібденом або ніобієм не спостерігається при межі виявлення важкої домішки, яка становить  $10^{-2}$  мас.%.

### 3.2. Зміння морфології поверхні та приповерхневого шару з дозою

Для досліджень використовували зразки сталі ЕП-450 у вигляді дисків діаметром 18 мм і товщиною 1,7 мм. Диски вирізали з матеріалу, що пройшов стандартну термообробку: відпал при температурі 1320 К протягом

0,5 г. і відпуск при 993 К – 1 год. Поверхню зразків механічно полірували. Опромінення зразків іонами водню проводили в водневому тліючому розряді при напрузі на електродах 1 кВ. В розрядній камері досліджуваній зразок грав роль катода. Опроміненню піддавалася ділянка поверхні зразка діаметром 8 мм. Для обмеження опромінюваної поверхні використовували кварцову діафрагму.

Експерименти з опромінювання зразків за температури, близькій до кімнатної, показали, що на поверхні сталі ЕП-450 при певних умовах з'являються здуття. Здуття за зовнішнім виглядом нагадують блістери, однак їх розміри на 2 порядки величини перевищують характерні розміри блістерів при енергіях іонів 1 кеВ. Проте, стала назва таких об'єктів - блістери.

Кінетику росту блістерів на поверхні сталі ЕП-450 при впливі водневої плазми добре видно з серії послідовних фотографій, наведених на рис. 3.4.

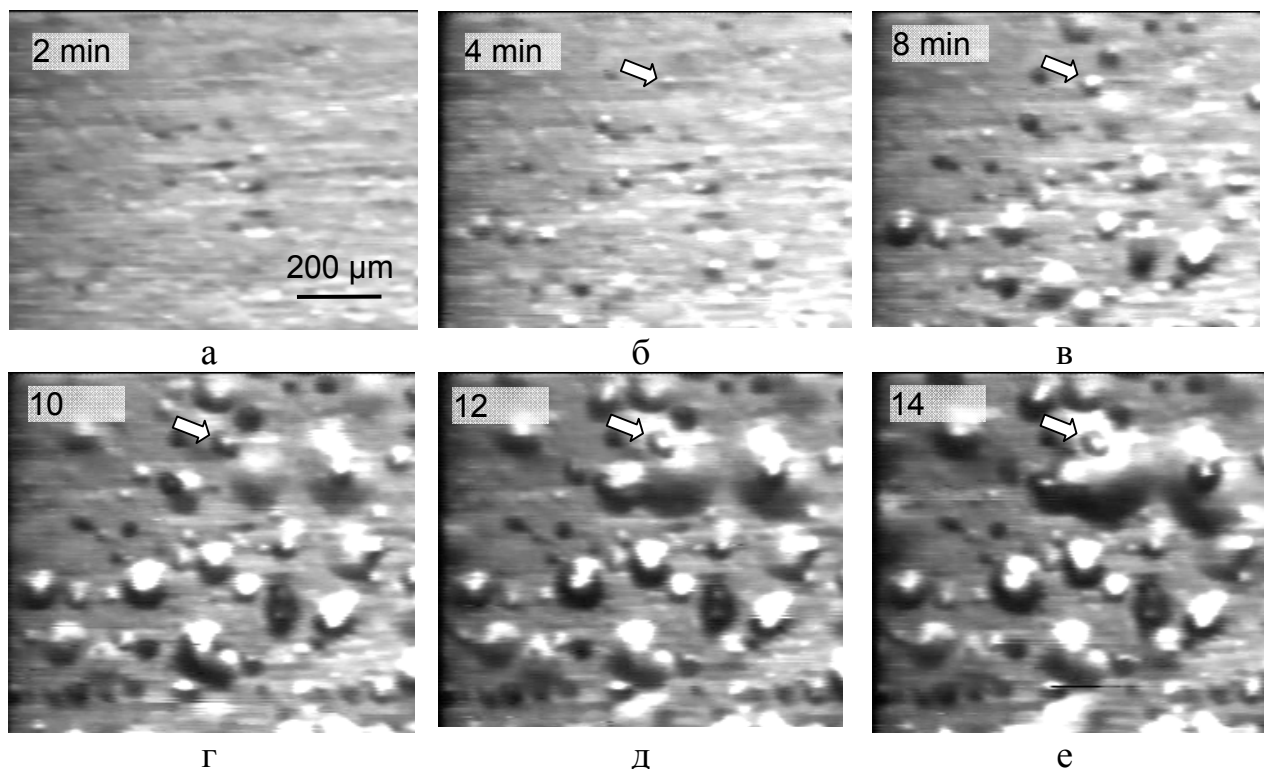


Рис. 3.4. Оптична мікрофотографія, що демонструє кінетику зростання блістерів на поверхні сталі ЕП-450 під впливом водневої плазми. Шкала однакова для мікрофотографій а-е.

Блістери з'являються після досягнення певної дози  $D_p$ . Спочатку фіксуються блістери діаметром до 10 мкм. Зі збільшенням дози опромінення з'являються блістери з більшим середнім діаметром. Зазвичай з'являються

блістери відразу певного розміру і далі з ростом дози опромінення вони практично не змінюють його. При тривалому опроміненні спостерігається зародження і розвиток блістерів великого розміру під блістером, що утворився спочатку і має маленький діаметр. Як приклад на рис. 3.4 намальована стрілка, яка ідентифікує розвиток великого блістера під раніше сформованим невеликим за розміром блістером.

За температури опромінення близькій до кімнатної блістери з'являються при дозах близько  $1 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$ . Зі збільшенням дози опромінення середній розмір блістерів і їх густина зростає, а потім виходить на насичення. На рис. 3.5 наведені гістограми розподілу блістерів за розмірами при опроміненні при температурі 273 К в інтервалі доз  $(1 - 10) \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$ .

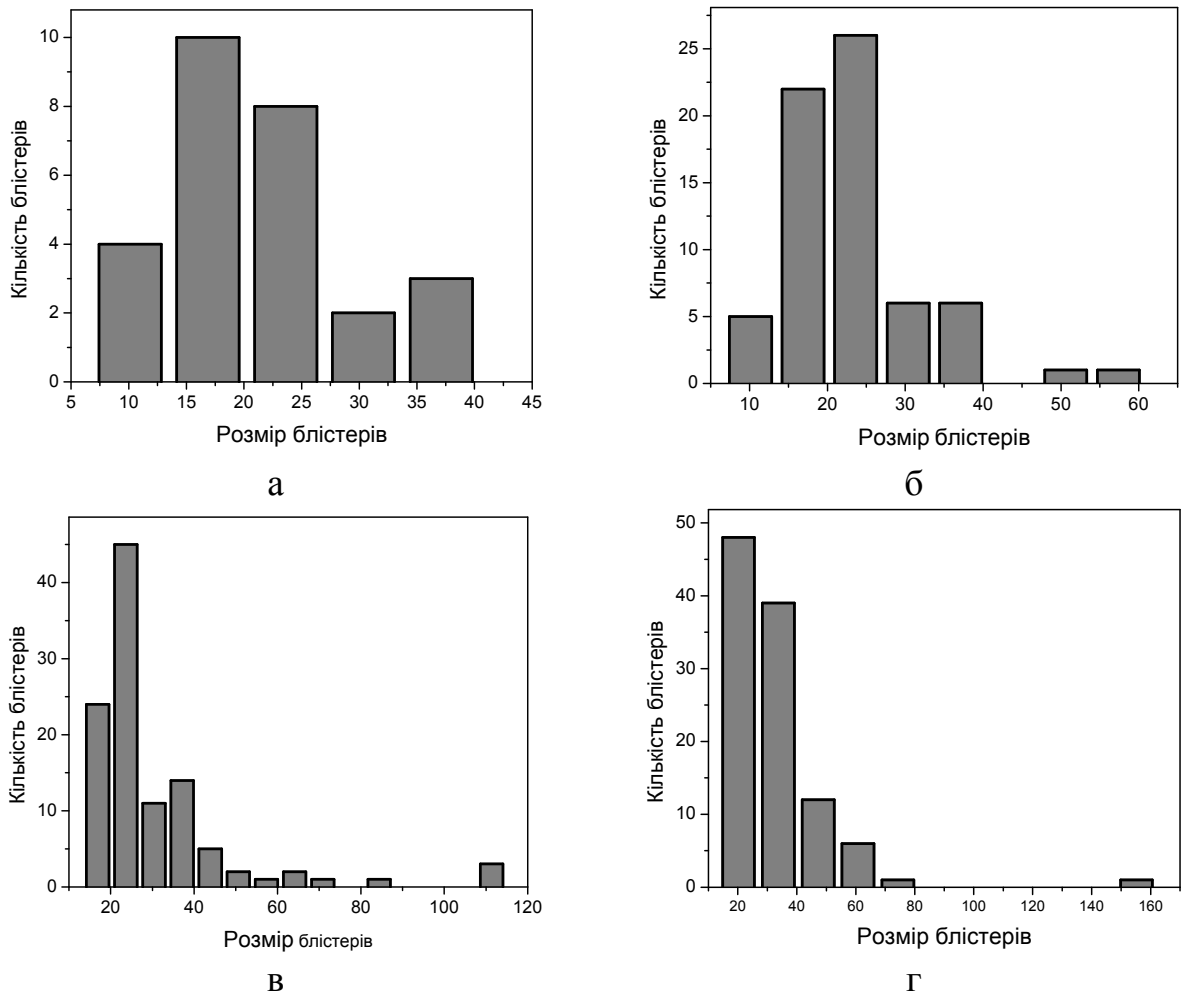


Рис. 3.5. Гістограми розподілу блістерів за розмірами при опроміненні плазмовими потоками іонів водню при температурі 273 К до доз  $1 \cdot 10^{23}$  (а),  $3 \cdot 10^{23}$  (б),  $5 \cdot 10^{23}$  (в) і  $10 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$  (г).



Як видно з гістограм середні значення розмірів блістерів і їх густина в міру збільшення дози зростають. При цьому зростає число блістерів з розмірами близько 20-40 мкм, і збільшується кількість блістерів з діаметрами  $\sim 80$  мкм і більше.

На рис. 3.6 наведені залежності розмірів і густини блістерів від дози опромінення. Густина блістерів і їх середній розмір виходять на насичення при дозі  $D_{кр}$ . Слід зазначити, що доза появи блістерів і доза виходу параметрів блістерів на насичення залежать від температури опромінення. У свою чергу температура опромінення (як показано у Розд. 1) визначає термодинамічні параметри дифузії водню. Таким чином, розміри і густина блістерів визначаються конкуренцією температури зразка і концентрації водню.

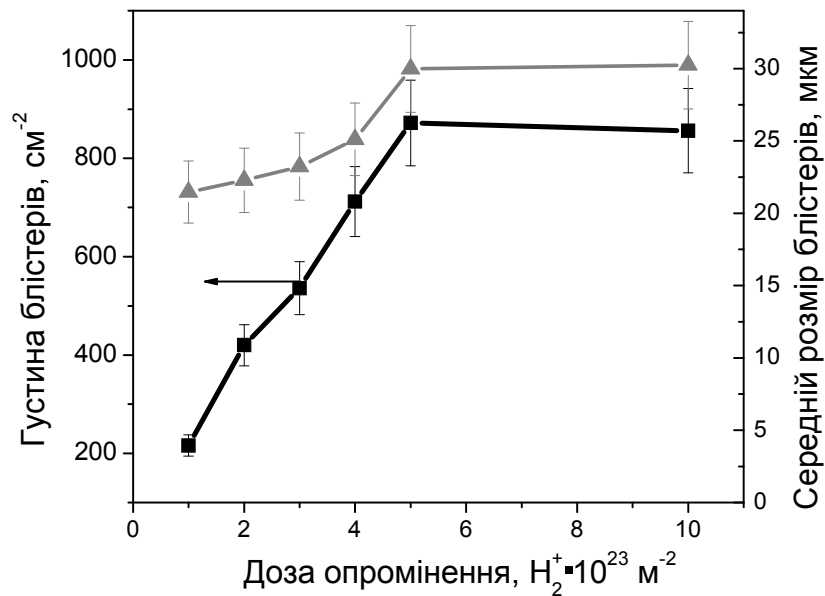


Рис. 3.6. Дозова залежність середніх розмірів і густини блістерів при опроміненні плазмовими потоками іонів водню при температурі 273 К.

Істотно параметри блістерінгу визначаються фазовою складовою сталі. На відміну від сталей з ГЦК-структурою зі стійкою фазовою складовою у вигляді аустеніту, в феритних сталях, що мають ОЦК-структуру, еволюція всіх компонентів дефектної структури може відбуватися по-різному, так як в залежності від хімічного складу і термообробки можливе отримання різних

складових: фериту і відпущеного мартенситу з різною вихідною структурою і хімічним складом (сорбіт).

Так структура загартованої сталі ЕП-450 при 1323 К (30 хв) і відпущеної протягом 1 год. при 993 К характеризується ферито-сорбітною структурою зі співвідношенням фериту до сорбіту 1:1. У той ж час структура сплавів з іншою обробкою характеризується переважно феритними зернами з розміром 15-20 мкм і наявністю дислокаційних сегментів з трохи більш високою густиною  $10^9 \text{ см}^{-2}$ . Дислокації в фериті, що представлені головним чином дислокаційними сегментами, розташовані по зерну однорідно і пов'язані просторово з пластинчастими когерентними виділеннями, що мають структуру типу  $M_2X$  і розташованими по площинах (110) і (100) [143]. Їх густина складає  $\sim 5 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ . Дослідження вихідних структур сплавів Fe-13% Cr з різним вмістом елементів впровадження показало, що з ростом вмісту азоту збільшується кількість виділень другої фази, яка за допомогою електронографічного аналізу була ідентифікована як карбонітрид хрому.

Для порівняння дослідженна структура поверхні цієї сталі після опромінення потоком частинок з водневої плазми (рис. 3.7).



Рис. 3.7. Характерний вид поверхні сталі з переважно феритною структурою після опромінення дозою  $1 \cdot 10^{25} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ .

На рис. 3.8 наведені гістограми розподілу білістерів по діаметру для трьох доз опромінення. В цьому випадку при дозі  $8 \cdot 10^{22} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$  середній розмір білістерів становить 145 мкм, а їх густина  $810 \text{ см}^{-2}$ , при дозі  $7 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$  середній діаметр дорівнює 200 мкм, а густина –  $460 \text{ см}^{-2}$ . Причому, максимальний діаметр білістерів в останньому випадку досягає 2 мм.

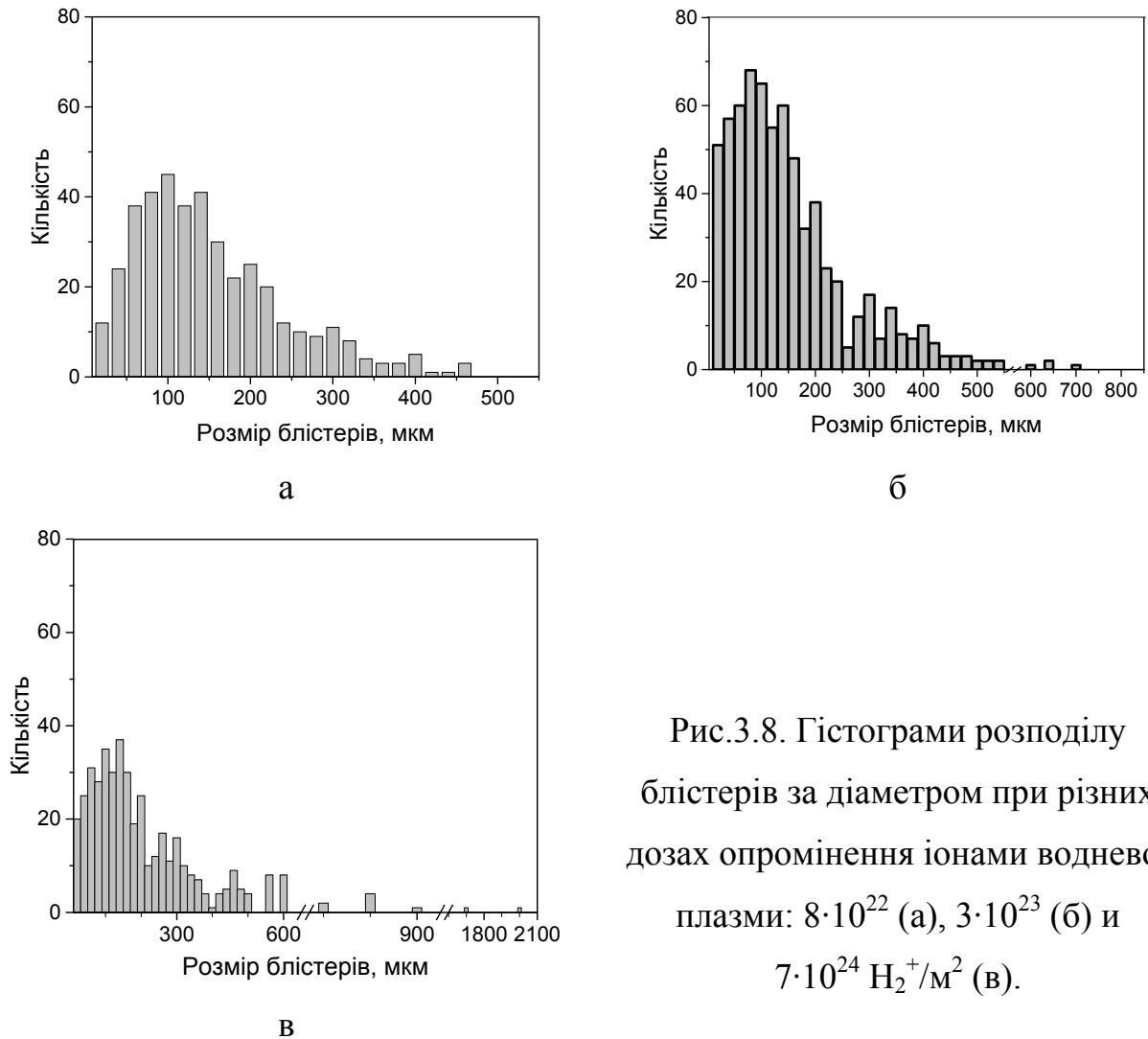


Рис.3.8. Гістограми розподілу білістерів за діаметром при різних дозах опромінення іонами водневої плазми:  $8 \cdot 10^{22}$  (а),  $3 \cdot 10^{23}$  (б) и  $7 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$  (в).

Слід зазначити, що найменша доза опромінення, при якій з'являються білістери на поверхні феритно-мартенситній сталі, в 10 разів перевищує порогову дозу для сталі з переважно феритними зернами. При цьому для феритно-мартенситній сталі поверхнева густина білістерів виявляється у 2-3 рази нижчою, а середній діаметр приблизно в 10 разів меншим.

### 3.3. Розвиток тріщин у сталі ЕП-450

Металографічні дослідження торцевого шліфу зразків, на поверхні яких спостерігалися білістери, показали, що в поверхневому шарі металу під

блістером розташовується тріщина. Для виявлення тріщин торцевий шліф після механічної поліровки піддавали електротравленню в розчині:  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  – 18 г;  $\text{H}_2\text{SO}_4$  – 25 мл;  $\text{H}_3\text{PO}_4$  – 114 мл;  $\text{H}_2\text{O}$  – 42 мл. Типовий вид поперечного перетину зразка з блістером на поверхні та тріщиною в об'ємі показаний на рис. 3.9.

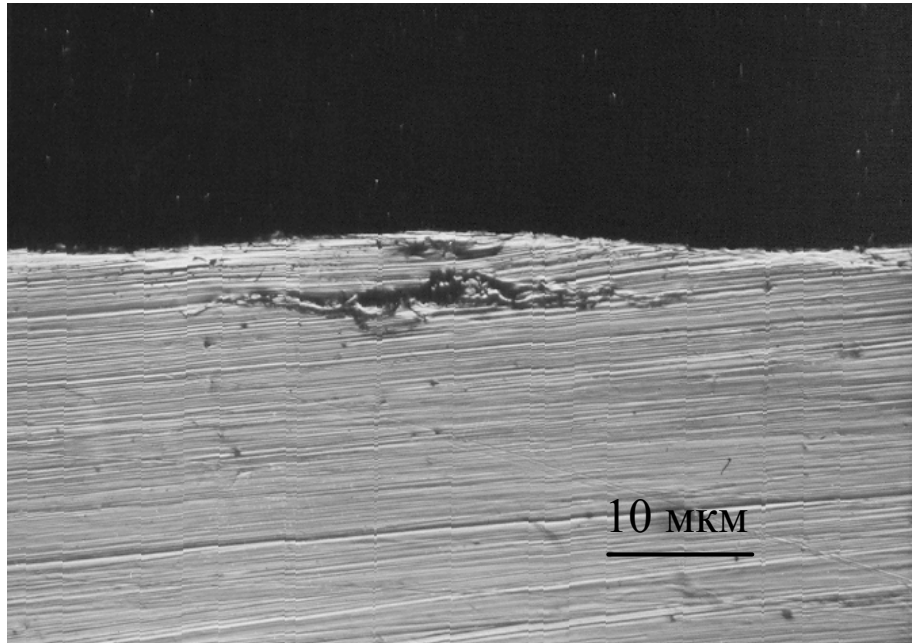


Рис. 3.9. Вид торцевого шліфу зразка сталі типу ЕП-450. В приповерхневому слої металу під блістером розташовуються порожнини.

Зі збільшенням дози опромінення виникають нові тріщини на значно більших глибинах, ніж початкові, з лінійними розмірами, що в кілька разів перевищують початкові і розташовані, приблизно, у площині, паралельній поверхні зразка. Так, на рис. 3.10 показано поперечний перетин зразка з тріщинами, розташованими в три шари на різних глибинах.

Таким чином, опромінення сталі типу ЕП-450 великими флюенсами іонів водню малих енергій призводить до зародження тріщин в приповерхневих шарах матеріалу. Причому зі збільшенням дози цей процес поширюється вглиб на макроскопічні глибини.

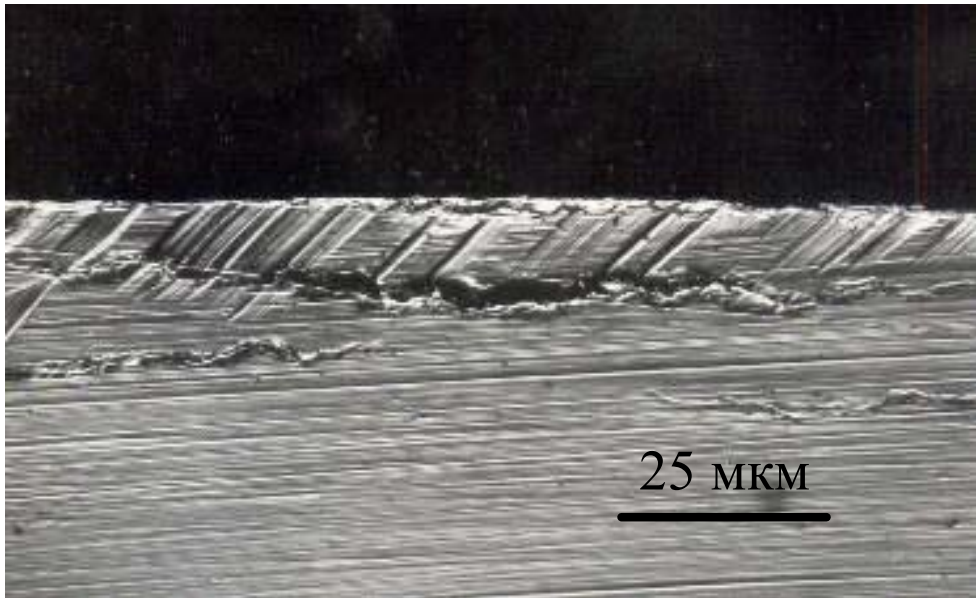


Рис.3.10. Поперечний переріз зразка сталі після експозиції у водневій плазмі дозою  $1 \cdot 10^{25} \text{H}_2^+/\text{м}^2$ .

Для виявлення характеру поширення тріщин використовували короткочасну експозицію шліфа в травнику, завдяки чому встановили, що тріщина розвивається по межі зерна (рис. 3.11) і має міжкристалітний характер (рис. 3.12).

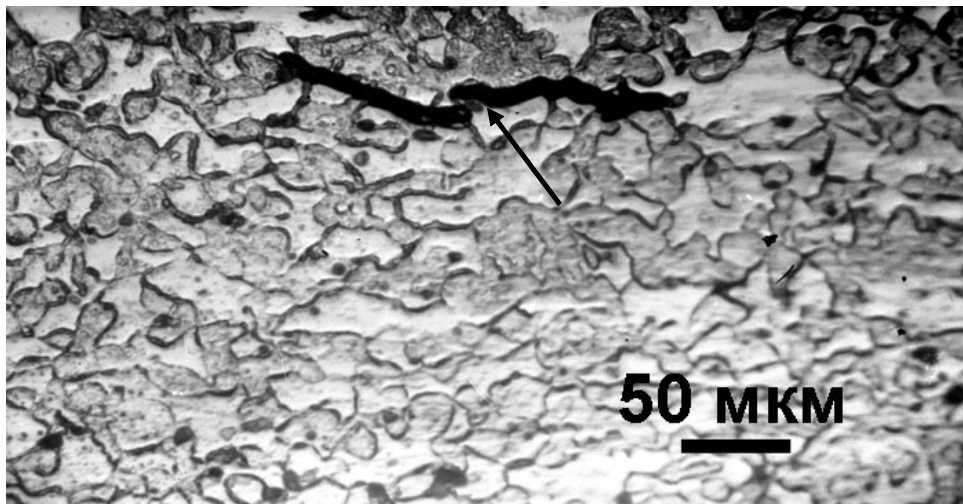


Рис. 3.11. Торцевий шліф феритно-мартенситної сталі ЭП-450, опроміненої до дози  $10^{24} \text{H}_2^+/\text{м}^2$  при 283 К. Стрілкою вказана тріщина.

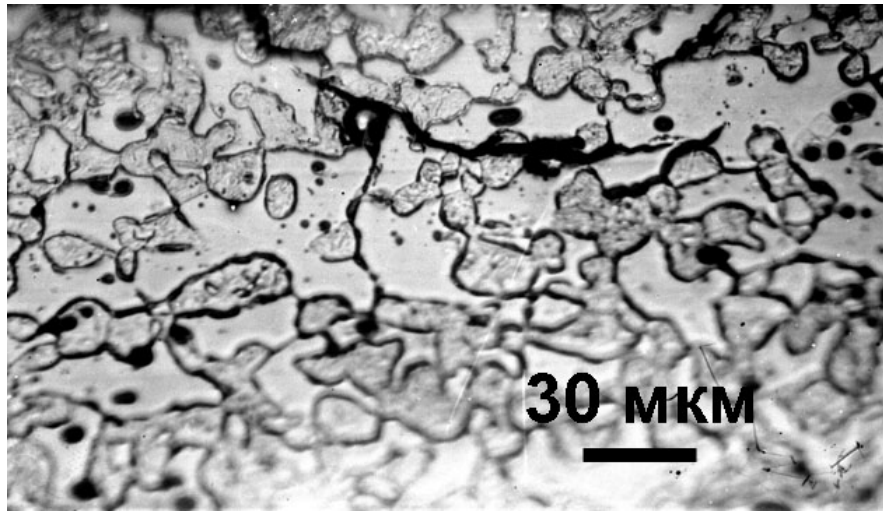


Рис. 3.12. Розташування тріщин відносно зеренної структури зразка, опроміненого до дози  $10^{24} \text{ м}^{-2}$  при 283 К.

Як показано в огляді, водень впливає на поведінку матеріалів по-різному. Так автори [144-146] запропонували механізм впливу водню на пластичну поведінку металу. Вони зробили два основних припущення. По-перше, хімічна рушійна сила в ході водневого насичення або дегазації може бути перетворена в механічний ефект переміщення дислокацій. Необхідною умовою для цього є більш швидка дифузія водню уздовж дислокації в порівнянні з гратковою дифузією, отже розчинення або евакуація водню можуть полегшуватися рухом дислокацій. По-друге, якщо фугативність (летючість) водню висока, то це саме по собі є достатнім для подолання бар'єрів зародження дислокацій і багато поверхневих джерел дислокацій можуть бути активовані. При цьому виникають нові дислокації і вони, можливо, сприяють проникненню водню в зразок.

Навпаки, при водневому впливі у полі напруг або без, багато матеріалів демонструють зниження пластичності - водневу крихкість з різним ступенем зворотності. Результати, отримані в цих роботах, дозволяють стверджувати, що ступінь окрихчення в системах Me-H в області існування однорідних твердих розчинів виражена в тим меншій мірі, чим ширша концентраційна область існування однорідного твердого розчину. Тому природно, що

воднева крихкість в металах з ОЦК граткою найбільш виражена в залізі та зменшується в ряду Fe, Mo, Ta.

В [146] було розглянуто механізм дифузії термалізованого водню на відстань, що значно перевищує пробіг. Передбачалося, що водень захоплюється на пастках, якими є домішки, дислокації, вакансії, межі зерен і інші дефекти кристалічної структури, розташовані в межах зони імплантації. При заповненні пасток і подовженні опромінення потоком частинок водню більшим, ніж швидкість його дифузії з зони імплантації, буде створюватися локальна пересиченість воднем. Водень, що вводиться триваючим опроміненням, буде «проштовхувати» дальній від поверхні фронт раніше створеного розподілу захоплених атомів глибше в зразок (рис. 3.13).

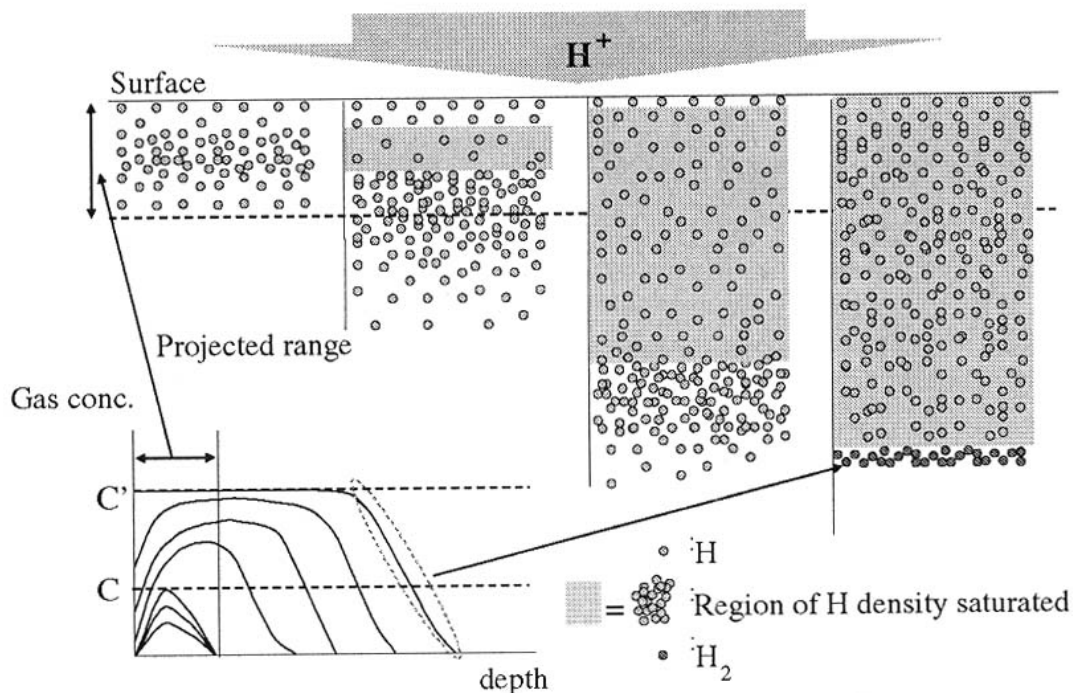


Рис. 3.13. Схема моделі проникнення водню на глибину, що перевищує пробіг при опроміненні зразків великим потоком частинок [146].

Експериментально спостерігається утворення тріщин на глибинах, що істотно перевищують розміри зерен, це пов'язують з дифузією водню по межах зерен, на яких може відбуватися накопичення водню, в результаті цього тріщини матимуть міжкристалітний характер [42].

Дані, отримані при аналізі динаміки накопичення дефектів на глибині від 0 до 150 мкм методом анігіляції позитронів, дозволили зробити висновок, що об'ємного насичення водню всередині зерен металу не спостерігається. У той же час, водень активно зв'язується з карбідами по межах зерен, в результаті чого відбувається проявлення меж зерен на поверхні опромінених зразків [147]. Залежно від того, чи поширюється тріщина по тілу зерна або по межах зерен, розрізняють, відповідно, транскристалітне (внутрішньозеренне) і інтеркристалітне (міжзеренне) руйнування. В'язке руйнування буває зазвичай внутрізеренним, тоді як міжзеренне руйнування - крихким. До крихкого інтеркристалітного руйнування особливо схильні метали і сплави технічної чистоти, в яких розвинена зерногранична сегрегація домішок, в результаті чого поверхнева енергія меж знижується, полегшуючи тим самим розвиток тріщини по межах. Коли по межах зерен розташовуються прошарки другої фази, тріщина, яка поширюється по міжфазній поверхні, може піти також уздовж поверхні відколу всередині включень (рис. 3.14). Руйнування по межах зерен може бути викликано реакцією водню з висадженими по межах включеннями, наприклад, з вуглецем [148].

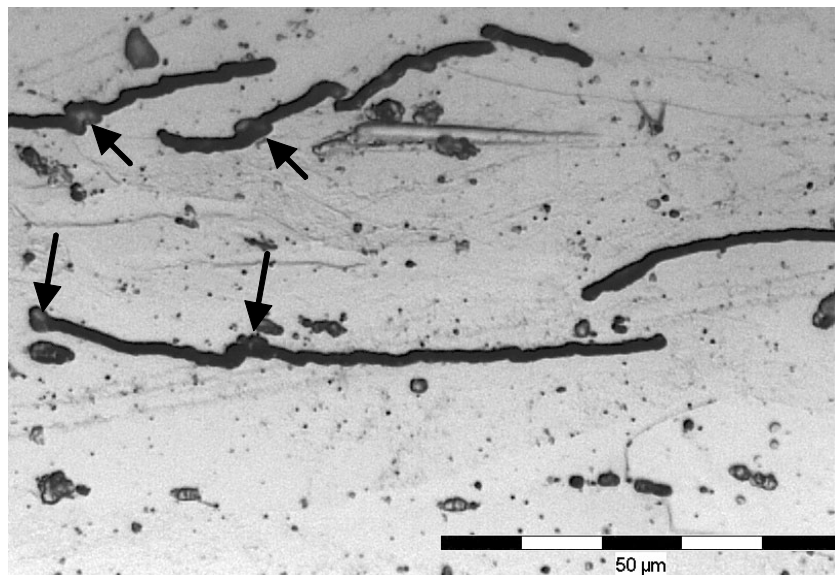


Рис. 3.14. Поширення тріщин по межах кількох зерен в сталі ЕП-450, опромінений іонами водню до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  при кімнатній температурі.

Стрілками вказані виділення.



### 3.4. Профілі розподілу ізотопу водню - дейтерію в сталі опроміненій дейтерієвою плазмою

Сучасний рівень знань передбачає, що водень здатний розчинитися в сталі і дифундувати в її ґратці тільки у вигляді протонів. Гідридів заліза до цього часу не виявлено і, вочевидь, можна вважати, що вони не виникають при наводненні сталі. Поглинутий сталлю водень може знаходитися в двох станах: іонізованому (протони) - розчинений в ґратці і в молекулярному - захоплений в пастках. У розподілі водню, поглиненого сталлю, важливу роль відіграють дефекти її структури, до яких відносяться - мікроскопічні порожнини, щілини; тріщини, неметалеві включення, міжзеренна речовина, - а також ультрамікроскопічні дефекти кристалічної решітки сталі - вакансії, їх скупчення і дислокації [149]. Всі зазначені дефекти, якщо вони замкнуті, грають роль пасток, в яких може збиратися поглинений сталлю водень [74].

З метою розуміння поведінки водню і його перенесення в сталі та  $\alpha$ -Fe, були виміряні просторово-концентраційні профілі дейтерію в сталі ЕП-450 після опромінення потоками частинок з дейтерієвої плазми з енергією 1 кеВ до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при кімнатній температурі.

Використання в даній роботі при опроміненні ізотопу водню - дейтерію дозволило дослідити поведінку саме іонноімплантованої домішки, а застосування ядерно-фізичних методів, зокрема, ядерної реакції  $\text{D}({}^3\text{He}, \text{p}){}^4\text{He}$ , надало можливість виміряти абсолютну кількість і просторовий розподіл дейтерію по глибині матеріалу. Профілі розподілу дейтерію були виміряні як з боку опромінення, так і з зворотньої по відношенню до пучка сторони (рис. 3.15). При цьому глибина аналізу склала 1,7 мкм. Як видно, концентрація дейтерію розподілена досить однорідно в дослідженому шарі, з деяким зниженням біля опромінюваної поверхні та різким зростанням на тильній стороні. Зниження концентрації з боку опромінення може бути пов'язано з процесами розпилення. Збільшення концентрації дейтерію зі зворотного боку може бути обумовлено зниженням імовірності процесів рекомбінації через недостатньо ретельне очищення від домішок цієї сторони зразка.

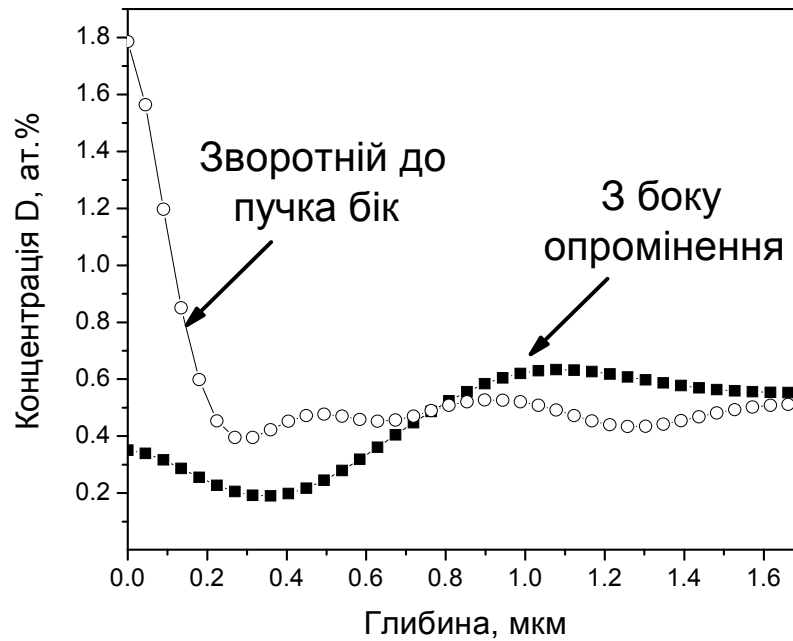


Рис. 3.15. Профілі розподілу дейтерію в сталі ЕП-450 після опромінення потоками частинок з дейтерієвої плазми з енергією 1 кеВ до дози  $1 \cdot 10^{24}$   $D_2^+ / м^2$  при кімнатній температурі з боку опромінення (■) та зворотньої по відношенню до пучка (о) сторони.

Припускаючи, що концентрація дейтерію по всьому зразку товщиною близько 200 мкм становить 0,5 ат.%, була оцінена кількість утриманого дейтерію, яка склала 15% по відношенню до дози опромінення.

### 3.5. Температурна залежність процесу виникнення тріщин у сталі ЕП-450

Згідно з теоретичними оцінками [150] сильний вплив на розвиток тріщин в феритно-мартенситній сталі при впровадженні водню повинна здійснювати температура зразка. Тому крім питання про схильність даної сталі до утворення блістерів, була детально вивчена залежність виникнення блістерів від температури опромінення. Температурну залежність отримали в діапазоні температур від 220 до 370 К при опроміненні іонами водню з плазмового розряду до дози  $1 \cdot 10^{24}$   $H_2^+ / м^2$ . За вимірними значеннями

поверхневої густини білістерів і їх розмірів були побудовані гістограми (рис. 3.16) і залежності зазначених параметрів від температури опромінення (рис. 3.17).

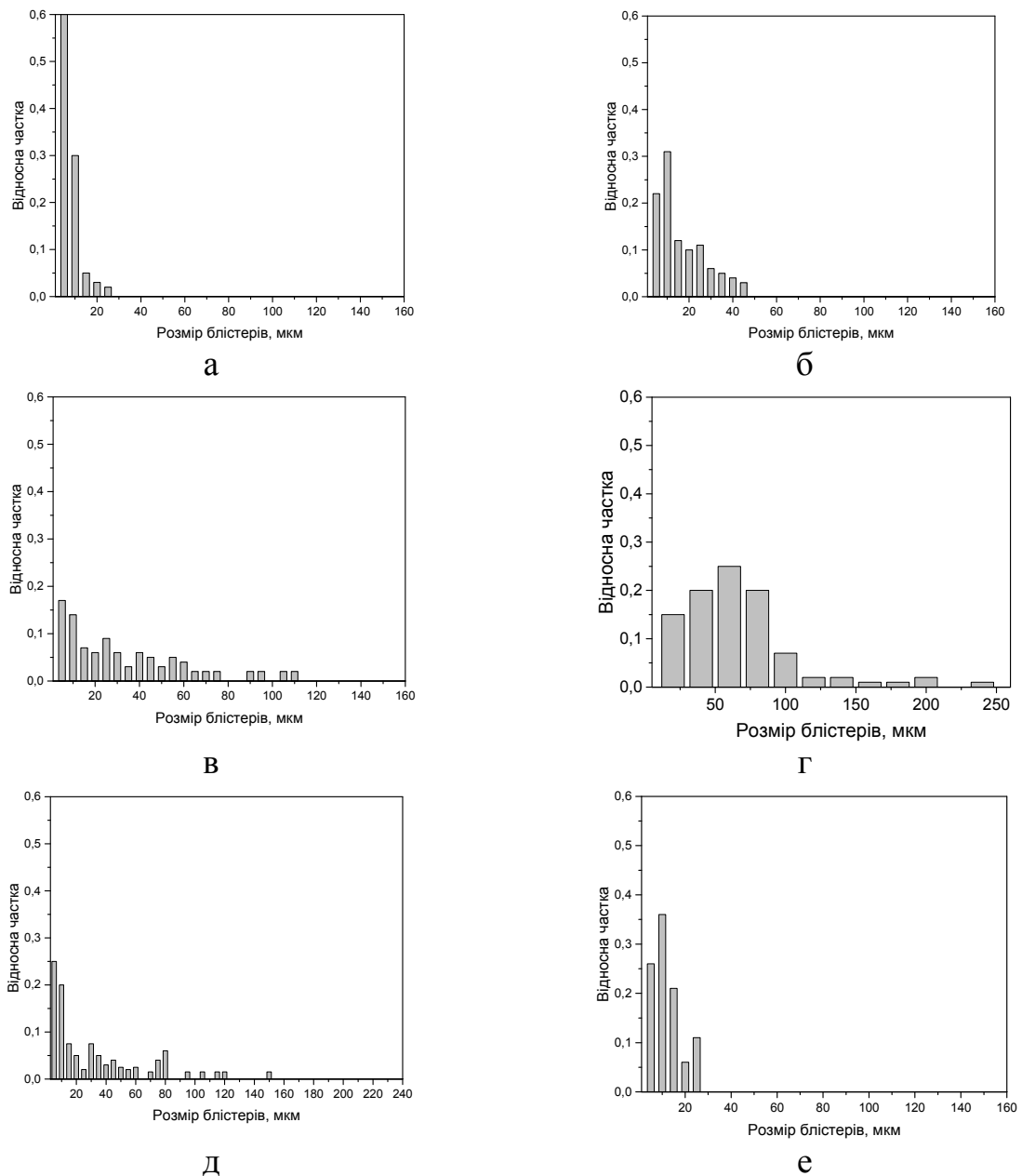


Рис.3.16. Гістограми розподілу білістерів за діаметрами при опроміненні потоком частинок з водневої плазми до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  при різних температурах: 230 (а), 245 (б), 270 (в) 280 (г), 300 (д), 315 К (е).

З рис. 3.17 видно, що крива залежності середнього діаметру білістерів від температури (Т) має гострий чітко визначений максимум при 280 К. Поверхнева густина білістерів в діапазоні температур від 230 до 260 К

практично не залежить від температури, а потім швидко падає у міру збільшення температури опромінення до 330 К.

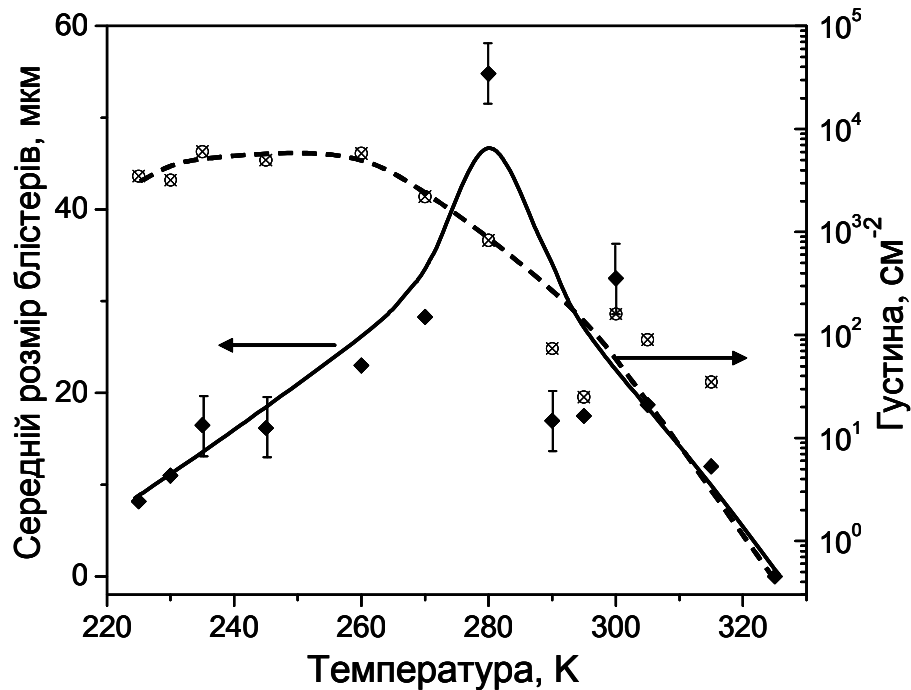


Рис. 3.17. Залежність середнього діаметру блістерів і їх поверхньої густини від температури сталі ЕП-450, опроміненої до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ .

З порівняння ходу кривих видно, що швидке зростання середнього діаметру блістерів і, відповідно, лінійних розмірів тріщин починається приблизно при тій же температурі (260 К), при якій різко знижується поверхнева густина блістерів. Таким чином, в діапазоні температур від 260 до 280 К зниження частоти зародження тріщин супроводжується прискоренням їх зростання. Характерно, що зростання середнього діаметру блістера в інтервалі температури від 260 до 280 К викликане, в основному, появою блістерів великого діаметру, що у 5-6 разів перевищує ті, що спостерігаємо при низькій температурі (рис. 3.16, в-д).

### 3.6. Морфологія поверхневого шару $\alpha$ -заліза при бомбардуванні потоками іонів дейтерію з тліючого розряду

Передбачається, що поверхнева і приповерхнева фазова мікроструктура конкретного сплаву може впливати на розвиток процесів ерозії. Відповідно,

становить інтерес досліджувати матеріал з приблизно однорідною структурою і одноатомним складом, наприклад,  $\alpha$ -залізо, як основу сталі.

У цьому підрозділі наведені результати дослідження еволюції топографії поверхні і особливостей взаємодії дейтерію з  $\alpha$ -Fe при бомбардуванні потоками іонів дейтерію з енергією  $\sim 1$  кеВ з тліючого розряду в інтервалі доз  $(0,02-1) \cdot 10^{24} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при різних температурах.

Рис. 3.18 наведені металографічне та СЕМ-зображення морфології поверхні вихідного  $\alpha$ -Fe після травлення в 5% азотній кислоті.

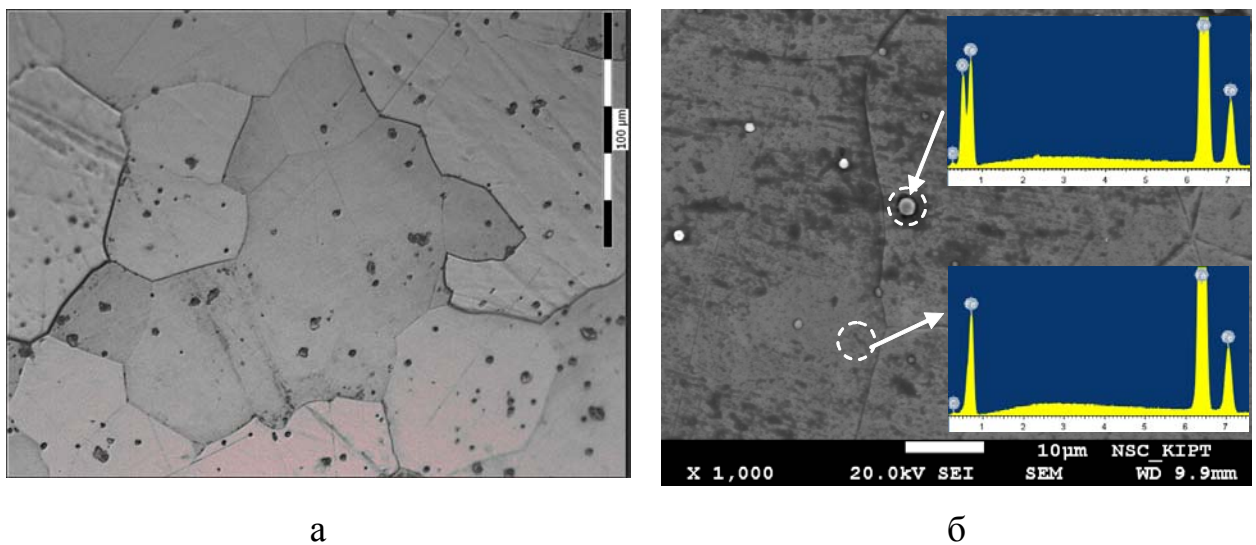


Рис. 3.18. Металографічне (а) та СЕМ-зображення (б) вихідної поверхні  $\alpha$ -Fe після травлення; рентгенівські спектри ЕДС різних частин поверхні (вставки рис. 3.18, б).

Як видно з рис. 3.18 на поверхні  $\alpha$ -заліза спостерігаються ямки травлення дислокацій (рис. 3.18, а) і включення (рис. 3.18, б). При впливі спеціально підібраного електроліту на поліровану поверхню шліфа на цій поверхні в місцях виходу дислокацій з'являються ямки травлення. Їх поява в місцях виходу дислокацій обумовлена тим, що в ядрі дислокації вільна енергія підвищена і розчинення йде швидше, ніж далеко від дислокації.

Вивчена температурна залежність середнього діаметру блістерів, профілю розподілу дейтерію і температурних інтервалів утримання дейтерію в  $\alpha$ -залізі, опромінену потоками дейтерію з дейтерієвої плазми.

СЕМ-зображення зразків  $\alpha$ -заліза, опромінених дейтерієвою плазмою до дози  $5 \cdot 10^{23} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при температурах в діапазоні 240 – 270 К, показані на рис. 3.19.

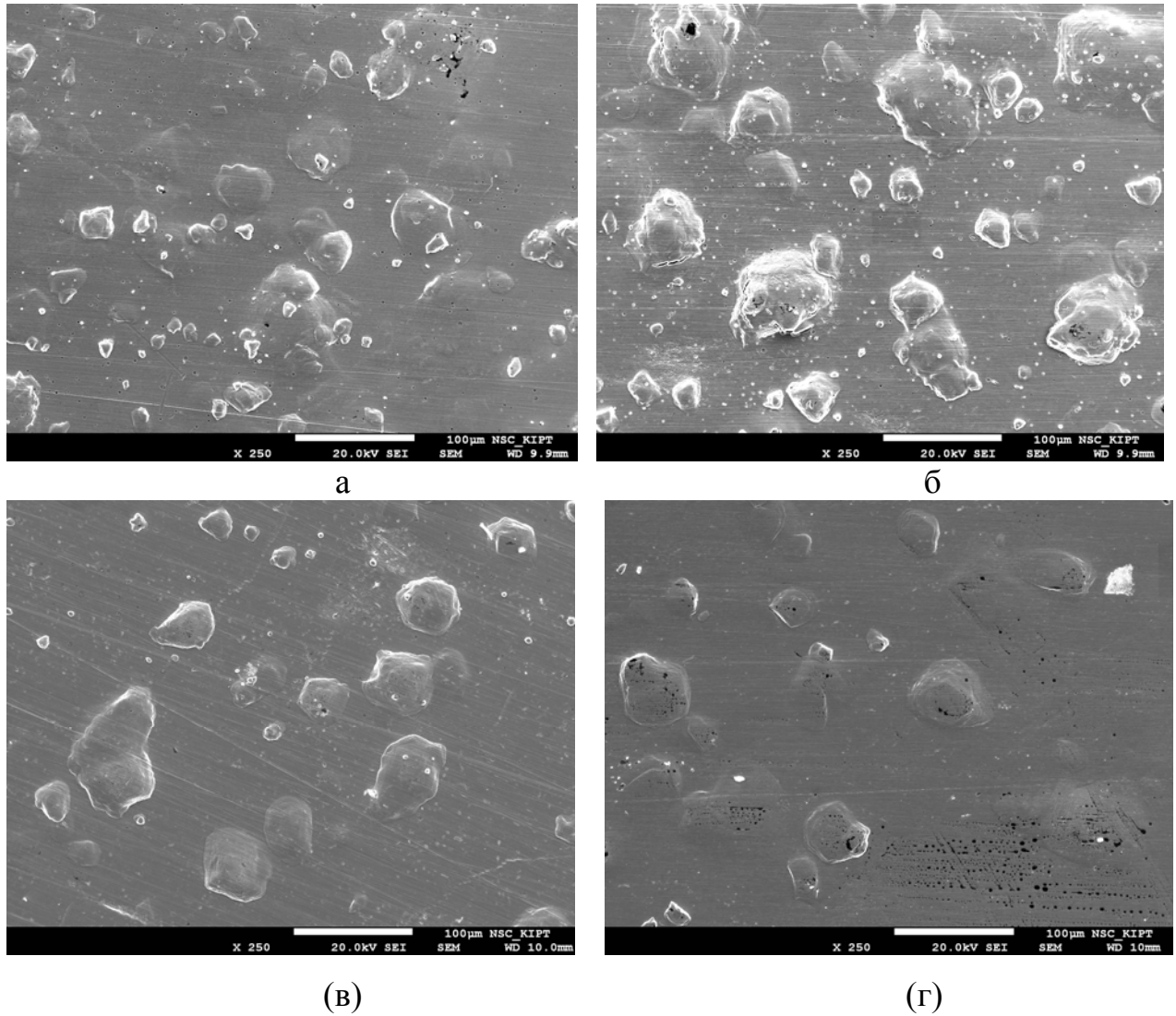


Рис. 3.19. СЕМ-зображення блістерів на поверхні  $\alpha$ -заліза, після опромінення дейтерієвою плазмою до дози  $5 \cdot 10^{23} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при 240 (а), 250 (б), 260 (в) и 270 К (г). Шкала однакова для мікрофотографій а – г.

Поверхня вкрита великою кількістю блістерів, що мають неправильну форму. Відеореєстрація показує, що на початковій стадії ростуть блістери з діаметром 2-5 мкм, а потім починають розвиватися блістери діаметром близько 60 мікрон. Всі блістери обмежені межами зерен.

На рис.3.20 наведені гістограми розподілу блістерів за розмірами при опроміненні  $\alpha$ -заліза потоком частинок з дейтерієвої плазми до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при різних температурах.

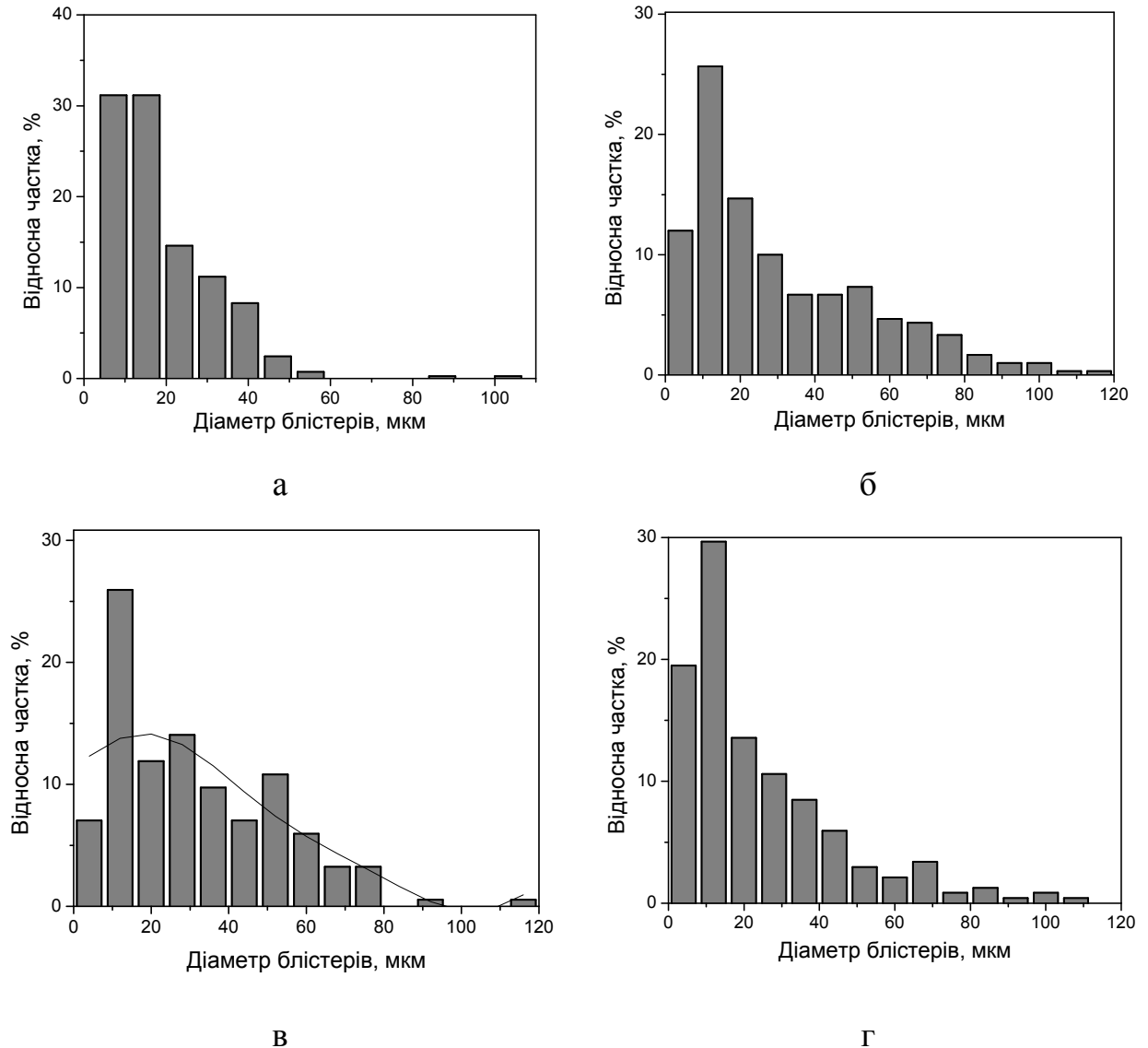


Рис.3.20. Гістограми розподілу блістерів за діаметрами при опроміненні  $\alpha$ -заліза потоком частинок з дейтерієвої плазми до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при різних температурах: 220 (а), 240 (б), 250 (в) и 270 К (г).

Температурна залежність середніх діаметрів і густини блістерів, утворених за впливу дейтерієвої плазми наведена на рис. 3.21. Кожна точка на кривих отримана при обробці мінімум двох зразків. Середній діаметр блістерів монотонно зростає зі збільшенням температури опромінення до 250 К, а потім зменшується. Густина блістерів в області температур 220–260 К практично не змінюється, а потім досить різко знижується до нуля.

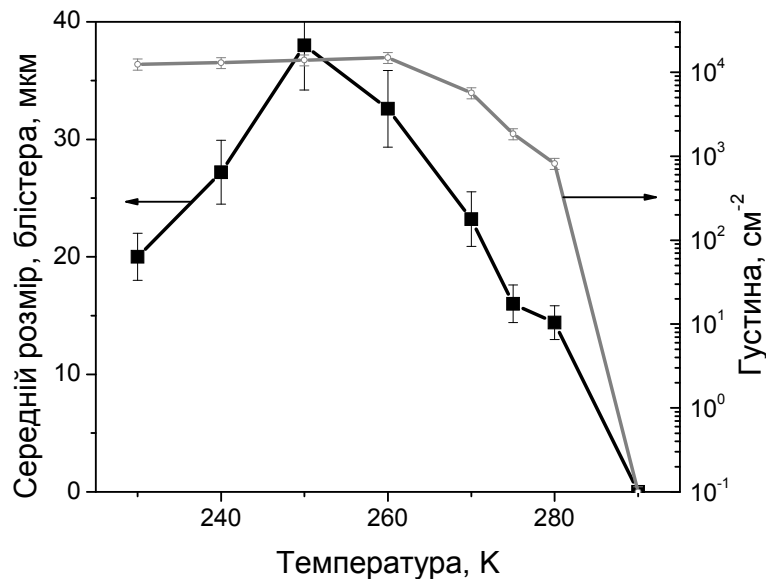


Рис. 3.21. Температурні залежності середнього діаметра і густини блістерів, сформованих при опроміненні  $\alpha$ -Fe дейтерієвою плазмою до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2/\text{м}^2$ .

Температурні залежності середнього діаметра і густини блістерів, отримана для  $\alpha$ -заліза, якісно збігається з температурною залежністю для сталі ЕП-450 (порівняйте рис. 3.17 і 3.21). Різниця проявляється в температурних інтервалах - вони більші у сталі, і в температурі максимуму кривої залежності середніх розмірів від температури. Для сталі  $T_{\text{макс}}$  зміщена на 30 К у бік високих температур.

Той факт, що при певній температурі блістери не утворюються дозволяє зробити один з головних висновків цієї роботи: розвиток тріщин і блістерів, індукований воднем, не буде значним для феритно-мартенситних сталей під час роботи реактора, але може викликати деградацію структури феритно-мартенситної сталі коли температура її поверхні буде знижуватись до значень  $\sim 373 \text{ K}$ , що може мати місце під час аварійної зупинки термоядерного реактора.

Ще одна особливість, яка спостерігалася на  $\alpha$ -залізі та не спостерігалася на поверхні сталі – це багатошарова структура кришок блістерів, схожа на сходинки (рис.3.22). Цей ефект найбільш вражаючий при температурі опромінення 270 К.



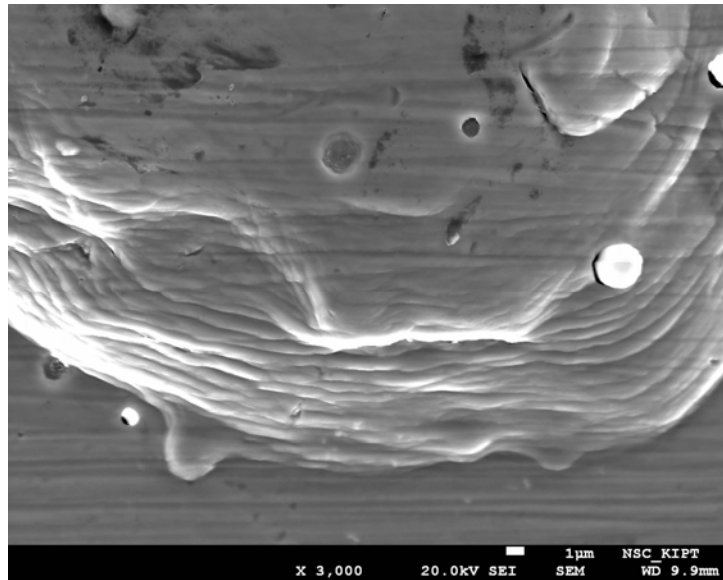


Рис. 3.22. СЕМ- зображення багатошарової структури, що з'являється на  $\alpha$ -Fe, після опромінення плазмовим потоком до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2/\text{м}^2$  при 270 К.

Такі структури спостерігалися на вольфрамі, опроміненому пучками частинок з водневої плазми. На сьогоднішній день встановилося таке трактування спостережуваного явища. Вважається, що блістери з високим куполом і багатошаровою структурою утворюються внаслідок локальної надпластичності, індукованої дейтерієм [151]. За цією теорією, енергетичний поріг утворення вакансій знижується в присутності дейтерію (водню), або, в іншому варіанті, при захопленні дейтерію вакансіями [152]. Вакансії взаємодіють з воднем, утворюють кластери, які дифундують глибоко в об'єм матеріалу. Водень-вакансійні кластери накопичуються поблизу поверхні розділу (межі зерен, межі фаз, включень) і утворюють водневі бульбашки. Накопичення водню в бульбашках призводить до зростання тиску газу в них і куполоподібної деформації над ними поверхні. Кожне послідовне накопичення водню і подальша деформація призводить до утворення сходинок на куполах блістерів [153].

Також як і в сталі, в  $\alpha$ -залізі було встановлено проникнення дейтерію на глибину, яка в  $\sim 10^6$  разів перевищує розрахункову для іонів водню з енергією 0,5 кеВ/D. На рис. 3.23 наведені профілі розподілу за глибинією дейтерію в

$\alpha$ -Fe, після імплантації іонів дейтерію з енергією 0,5 кеВ/D з плазми тліючого розряду.

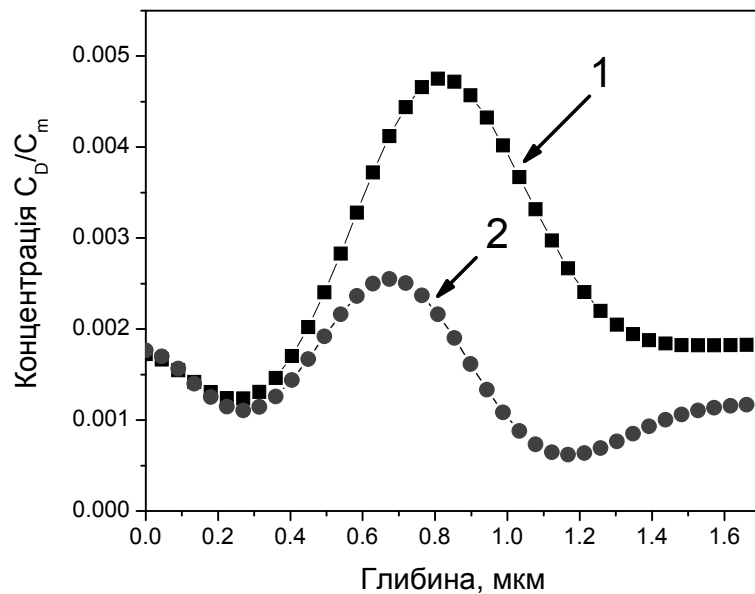


Рис. 3.23. Профілі дейтерію в  $\alpha$ -Fe після опромінення дейтерієвою плазмою при 270 К до доз  $5 \cdot 10^{23}$  (1) і  $4 \cdot 10^{22}$   $D_2^+ / m^2$  (2).

Розрахунковий пробіг дейтерію з енергією 0,5 кеВ при нормальному падінні на поверхню заліза становить близько 7 нм. Виявлення дейтерію на глибині 1,7 мкм підтверджує, що імплантований D мігрує в об'єм далеко за межі пробігу і тим самим сприяє зародженню блістерів на цій глибині.

### 3.7. Порівняння температурних залежностей параметрів водневої крихкості і блістерінга для феритно-мартенситних сталей

Різні аспекти поведінки водню, що викликає утворення тріщин, розглянуті декількома авторами для широкого класу матеріалів [99]. Проведено спостереження за ростом тріщини високоміцної сталі при водневій крихкості [154, 155]. Розрахунковим шляхом, використовуючи різні моделі, визначені залежності швидкості росту тріщини від температури для феритно-мартенситної сталі НТ-9.

В теорії водневої крихкості (ВК) двома параметрами, від яких значною мірою залежить швидкість росту тріщини є температура і активність (фугітивність) водню. Остання розуміється як міра рушійної сили, з якою розчинений водень може вступати в фізичні та хімічні взаємодії, і яка

входить в граничні умови дифузії водню в об'ємі металу [150]. Важливі також такі параметри як межа плинності, дифузія водню, густина і енергії зв'язку водневих пасток, хімія меж зерен. Залежність швидкості росту тріщини (крива 1, рис. 3.24) може бути описана рівнянням (1) (низькотемпературна гілка кривої 1), або рівнянням (2) (високотемпературна гілка крива 1):

$$\frac{da}{dt} = C_3 P^{1/2} \exp(-E_m/RT), \quad (3.1)$$

$$\frac{da}{dt} = C_4 P^{3/2} T^{-1/2} \exp[-(\Delta H + E_m)/RT], \quad (3.2)$$

де  $P$  - парціальний тиск водню,  $E_m$  - енергія міграції атома з вихідного положення фізичної сорбції в кінцевий стан хемосорбції,  $R$  - газова постійна,  $T$  - температура,  $C_3$  і  $C_4$  - постійні, а  $\Delta H$  - теплота адсорбції водню [150,156].

Аналіз великої кількості розрахунків дозволив встановити, що при ВК феритно-мартенситних і високоміцних сталей залежності швидкості росту тріщин від температури мають різний вигляд, але всі ці залежності лежать в одній температурній області 200-380 К (рис. 3.24).

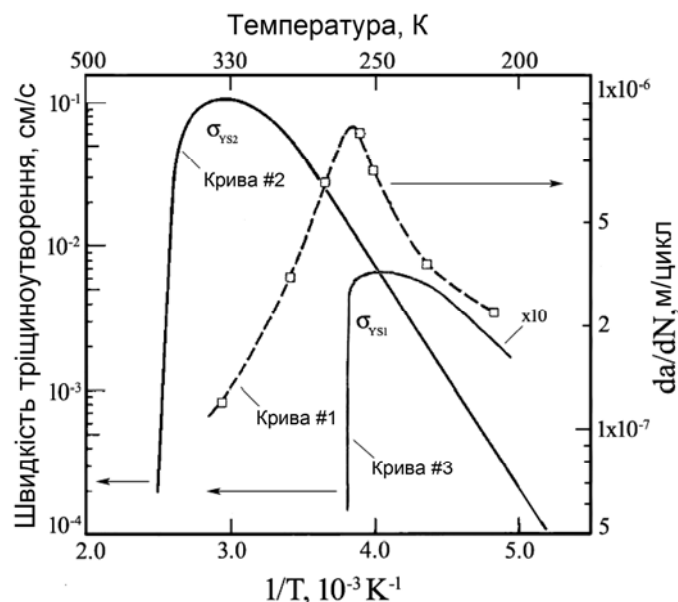


Рис. 3.24. Розрахункова залежність росту тріщини від зворотної температури для сталей у водні низького тиску: криві № 1 [157], № 2 [150] і № 3 [158].

Порівняння температурних інтервалів розвитку блістерінга, температури його різкого зниження, наявності максимумів на температурній залежності та

якісного ходу залежностей показало хороший збіг с залежностями ВК (рис. 3.25).

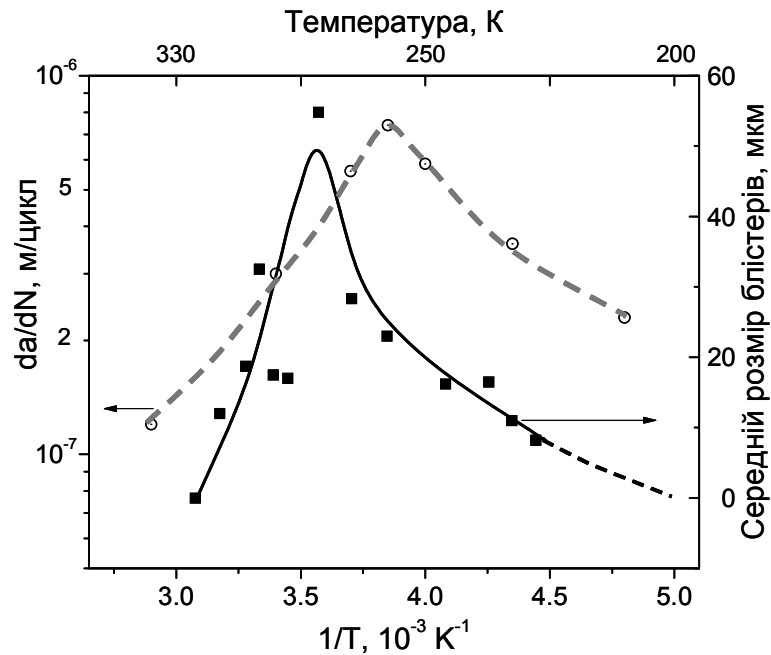


Рис. 3.25. Розрахункова залежність росту тріщини для сталі НТ-9 при водневому окрихченні [5] (○) і температурна залежність середнього діаметру блістерів для сталі ЕП-450 (■).

Якщо врахувати, що діаметр блістера визначає лінійний розмір тріщини, яка виникає під ним, а останній прийняти в якості характеристики швидкості росту тріщини, то якісний збіг з теоретичними передбаченнями закономірний.

Відповідно до [150] швидкість росту тріщини при впливі водню з пристіночної плазми термоядерного реактора залежить від декількох параметрів і має вигляд:

$$\frac{da}{dt} = \frac{4D_0 \exp(-Q^{eff}/RT)}{X^{CR}} \times \left[ 1 - \exp \left\{ \frac{\left( \frac{1+\pi}{2} \right) \sigma_y \bar{V}_H (T - T_0)}{RTT_0} \right\} \right]^2 \quad (3.3)$$

де  $Q^{eff}$  - енергія активації для дифузії водню;  $\sigma_y$  - межа плинності;  $D_0$  - коефіцієнт дифузії водню;  $R$  - газова константа;  $T$  - температура;  $X^{CR}$  - відстань ділянки водневої крихкості від поверхні тріщини;  $V^H$  - частковий

молярний об'єм водню в металі;  $T_0$  – температура при якій швидкість росту тріщини різко падає.

Одним з критичних параметрів в рівнянні (3.3) є температура  $T_0$ . Розрахунок показав [159], що найбільше значення  $T_0$ , яке може бути отримано для феритно-мартенситної сталі становить  $\sim 350$  К, максимальна швидкість росту тріщини очікується при температурах 250 - 330 К, у даній роботі для блістерінга отримано  $\sim 345$  і 280 К, відповідно.

Для оцінки впливу водневої плазми на швидкість росту тріщин у першій стінці термоядерного реактора, виготовленій з феритно-мартенситної сталі, необхідно перевести потік водню, що падає на першу стінку, в еквівалентний тиск газоподібного водню, який дасть таку ж швидкість зіткнення з поверхнею. Таке порівняння було зроблено [160], де потік водню  $10^{17}$  Н/см<sup>2</sup>·с був прирівняний тиску  $10^{-2}$  Па. Цей тиск використовувався для імітації впливу водневої плазми на швидкість росту тріщини в сталі НТ-9. Оцінки показали, що воднева активність плазми досить мала, і вона не впливає на швидкість росту тріщин в сталі НТ-9. Максимальне зростання тріщини за тиску  $10^{-2}$  Па, розраховане за допомогою рівнянь (1) і (2), складає  $1,6 \cdot 10^{-9}$  см/с і відбувається при температурі 148 К. При 298 К швидкість росту тріщини складає  $10^{-13}$  см/с, а при 573 К -  $10^{-15}$  см/с. Однак, якщо врахувати, що концентрація водню в матеріалі першої стінки, наприклад, в сталі НТ-9, може накопичуватися при протіканні різних поверхневих реакцій, при генерації водню в (n, p) реакціях, і напряду впорскуватися з плазми, то швидкість зростання тріщини складе  $10^{-1}$  см/с при температурі 348 К [150]. Таким чином, в першій стінці термоядерного реактора передбачали рост тріщин аж до температур біля 370 К.

В теорії водневого окрихчування кінетика росту тріщин в високоміцних сталях визначається спільними діями хімічних і механічних сил і протіканням процесів, що забезпечують транспортування водню з газової фази до точки руйнування або окрихчування. Передбачається, що процес

окрихчування залежить як від концентрації водню, так і від рівня напружень, що розтягують, в зоні розриву. Розумно припустити, що місце розташування зони розриву визначається сегрегацією водню на певних мікроструктурних дефектах. Теоретичні та експериментальні результати показують, що сегрегація водню, на кілька порядків перевищуюча його розчинність в решітці, може виникати в таких пастках, як межі зерен, порожнини, межі іншої фази та дислокації.

Для пояснення ВО заліза і сталі у різний час запропоновані наступні теорії: молекулярного тиску водню, адсорбційна та хемосорбційна, декогезійна, пасткова, а також різні об'єднані теорії [99].

Усі теорії, в тій чи іншій мірі, пояснюючи зростання тріщини, враховують дифузію, адсорбцію, агрегування водню на дефектах, декогезію ґратки, молізацію водню. Так у теоріях молекулярного тиску передбачається, що дифундуючий в металі у вигляді протонів або атомів водень виділяється в молекулярній формі всередині кристала по некогерентних поверхнях розділу матриці з неметалевими включеннями або всередині дислокаційних мікротріщин. Молекулярний водень створює розклинюючий тиск, який знижує напругу відколу. Адсорбційний і декогезійний механізми враховують дифузію водню під впливом градієнта напружень в область тривісних напружень, що розтягують, де він накопичується до критичної концентрації. Критична комбінація концентрації водню і напружень, що розтягують, призводить до зародження і розвитку тріщини. Водень знижує когезійну міцність решітки. Всі ці механізми можуть працювати і під час блістерінгу.

Фізична модель зародження водневого блістера в металах, в свою чергу, передбачає, що розчинені атоми водню можуть сегрегувати в кластери вакансії - водень. Атоми водню в цьому кластері утворюють молекули, які стабілізують кластер, тим самим, утворюючи маленьку порожнину [19]. Кластер буде рости переважно в місцях концентрації напружень і скупчення

водню. Коли ядро блістера виростає до критичного розміру, а напруги виявляються рівні силі зв'язку атомів, зменшеною через наявність водню, тоді тріщини почнуть розповсюджуватися від стінки порожнини через внутрішній тиск водню. Більшість бульбашок водню ініціюються на межах зерен або межах матриця – частинки виділень або іншої фази.

Як було показано вище, температурний інтервал блістерінга становить  $(0,09-0,2)T_{пл} - 220 - 330$  К для сталі ЕП-450 і 220-290 К - для  $\alpha$ -Fe (рис. 3.26).

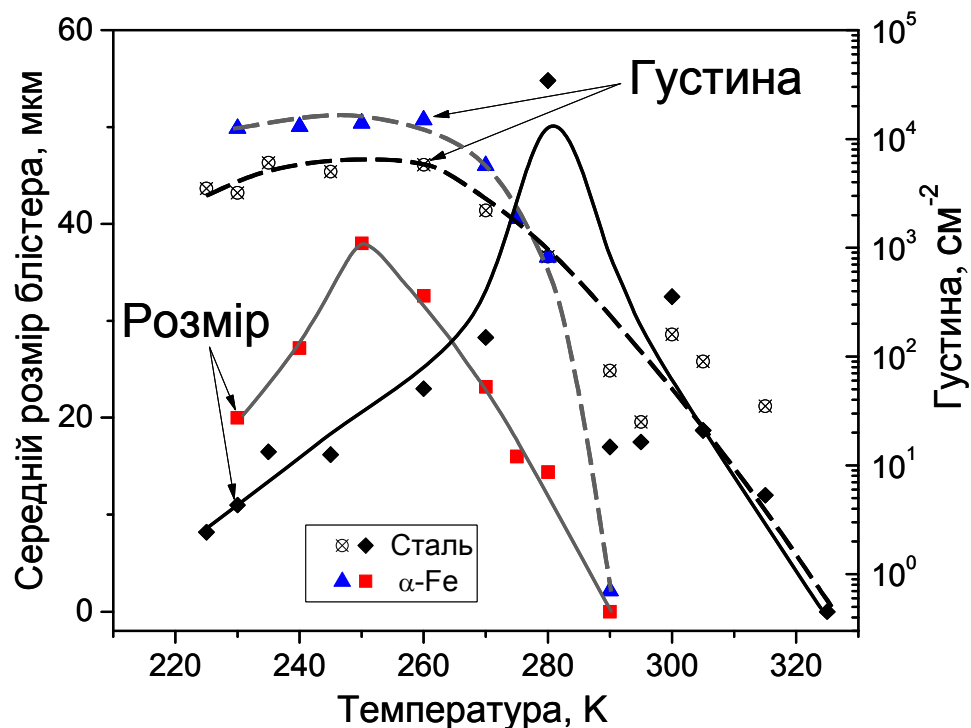


Рис. 3.26. Температурна залежність середнього розміру і густини блістерів в сталі ЕП-450 і  $\alpha$ -залізі для дози опромінення  $1 \cdot 10^{24} D_2^+ / m^2$ .

Таким чином, оскільки активність водню є одним з ключових параметрів, що визначають швидкість росту тріщини, необхідно визначити особливості накопичення, утримання і перенесення водню в досліджуваній сталі та  $\alpha$ -Fe.

Захоплення дейтерію на дефектах представляють дані, отримані методом термодесорбційної мас-спектрометрії. На рис. 3.27 показані спектри десорбції дейтерію зі сталі після опромінення при 90 та 283 К пучками іонів дейтерію з плазми.

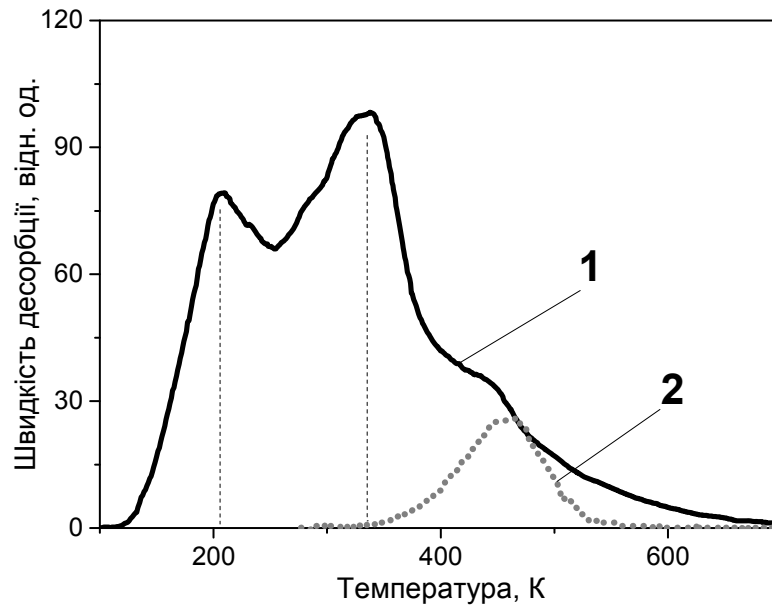


Рис. 3.27. Спектри термодесорбції зі сталі дейтерію після опромінення дейтерієвою плазмою до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{D/m}^2$  при 90 (1) та 283 К (2).

У разі опромінення плазмою вивільнення дейтерію зі зразка починається при  $\sim 330$  К. Максимум піку десорбції спостерігається при 470 К. Зниження температури опромінення при іонній імплантації призводить до ускладнення спектрів ТД. Крім того, було виявлено збільшення утримання дейтерію в порівнянні з опроміненням при 283 К. Таким чином, температурний інтервал утворення зародків і зростання блістерів корелює з температурами, відповідними сильному захопленню водню в сталі. Методами ядерних реакції і термодесорбційної мас-спектрометрії показано, що при температурі опромінення  $T_{LN}$  утримується на порядок більше дейтерію в порівнянні з опроміненням за  $T \sim T_{кімн}$ . Концентрація дейтерію при  $T_{опр} = 300$  К на порядок менша по відношенню до дози опромінення. Дейтерій перерозподіляється по всьому зразку. Захоплений на пастках дейтерій повністю виділяється до 600 К. Чутливість матеріалу до впливу водню визначається двома конкуруючими чинниками:

- рухливість водню збільшується з підвищенням температури;
- сегрегація водню на дефектах решітки зменшується з ростом температури.



### 3.8. Утворення порожнин на поверхні зразків $\alpha$ -заліза

Як зазначалося в підрозділі 3.5, на поверхні вихідних зразків  $\alpha$ -заліза були виявлені включення. Включення могли бути введені при підготовці зразків до експерименту (різка, прокатка, відпал і механічне та електролітичне полірування) або бути скупченням домішок.

Після опромінення потоком частинок дейтерію з плазми тліючого розряду на поверхні  $\alpha$ -Fe спостерігали одночасно з розвитком блістерів утворення круглих порожнин, що містять на дні дрібні частинки (рис. 3.28). Діаметр порожнин ( $\sim 1$  мкм) корелює з розміром включень.

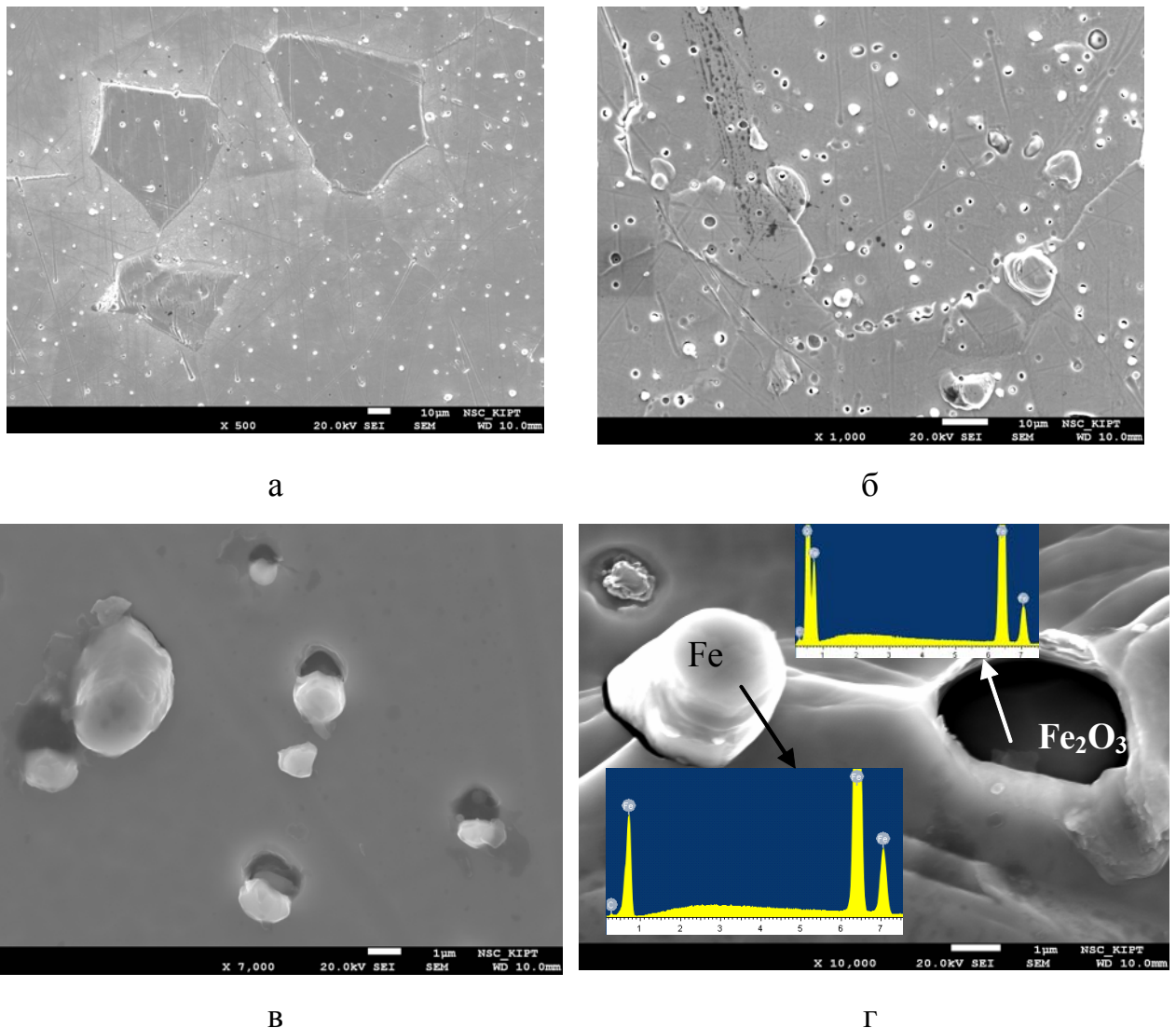


Рис. 3.28. СЕМ- зображення круглих порожнин на поверхні  $\alpha$ -Fe після опромінення дейтерієвою плазмою до  $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при 270 К з різним збільшенням для мікрофотографій а - в. Рентгенівські спектри включення і видаленого на поверхню матеріалу показані у вставці до рис. 3.28, г.

Енергодисперсійний спектрометричний аналіз (EDS) показав, що включення мають склад  $Fe_xO_y$ , де  $x = 1-2$ ,  $y = 1-4$ . Видалений матеріал - «пробка» - складається з чистого Fe.

Можна припустити, що дейтерій захоплюється включеннями і накопичується біля них. У міру накопичення дейтерію відбувається об'єднання атомів з утворенням молекул, які будуть чинити тиск на навколишній  $\alpha$ -Fe, що призводить до витискування матеріалу і утворення круглих порожнин.

Спостережуване явище є виключно поверхневим. Цей факт підтверджує рис. 3.29, що свідчить про підняття порожнин куполом блістера, що утворився.

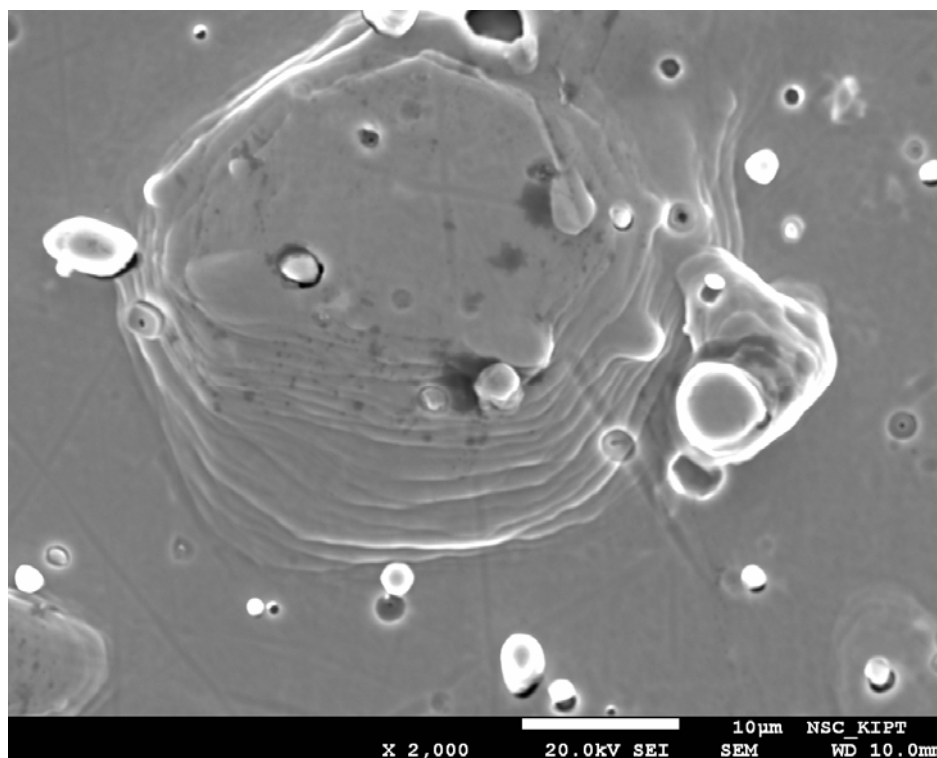


Рис. 3.29. СЕМ-зображення круглих порожнин і «пробок» на поверхні купола блістера.

Видавлені «пробки» порожнин можуть давати додаткову ерозію, призводити до деградації матеріалу і змінювати енергетичні параметри плазми.

Результати, викладені в розділі 3, опубліковані в спеціалізованих наукових журналах [1, 2, 6] і працях [15, 18] наукових конференцій.

### 3.9. ВИСНОВКИ ДО РОЗДІЛУ 3.

Вивчено розпилення, зміна поверхневої топографії та взаємодія дейтерію з ферритно-мартенситною сталлю та  $\alpha$ -залізом при бомбардуванні іонами дейтерію з тліючого розряду. Моніторинг поверхні мішені в реальному часі за допомогою оптичної поверхневої діагностики in-situ дозволив виявити момент появи блістерів і закономірності їх подальшого зростання. Результати виконаних досліджень показали наступне:

– Коефіцієнти розпилення поверхні феритно-мартенситної сталі типу X13 іонами водневої плазми з енергіями в діапазоні 0,6 ... 1,2 кеВ складають  $10^{-2}$  -  $10^{-1}$  ат./іон і практично не відрізняються від коефіцієнтів ерозії аустенітних сталей і сталі Еврофер.

– Сталі типу ЕП-450 і  $\alpha$ -залізо за енергій іонів ізотопів водню найбільш ймовірних для пристінкової плазми в ТЯР ( $E \leq 0,8$  кеВ) схильні до блістероутворення.

– Поява блістерів на поверхні пов'язана з утворенням тріщин на різних глибинах. Лінійний розмір тріщини приблизно дорівнює діаметру блістера. Поява блістерів є індикатором виникнення тріщин.

– Розміри тріщин залежать від дози опромінення і можуть досягати декількох міліметрів в довжину при глибині залягання теж кілька міліметрів.

– Температурний інтервал утворення блістерів складає 220 – 330 К для сталі ЕП-450 та 220-290 К – для  $\alpha$ -Fe. Залежності середнього діаметру блістерів від температури мають гострий чітко виражений максимум при 280 К для сталі і 250 К для  $\alpha$ -заліза.

– Розвиток тріщин і блістерів, що індукується воднем, припиняється при температурах  $\sim 340$  К.

– Температурні інтервали розвитку водневого блістерінга і водневої крихкості (ВО) практично збігаються для феритно-мартенситних сталей. Кореляція трендів температурних залежностей явищ ВО і блістерінгу

свідчить, що механізми їх розвитку визначаються дифузійною рухливістю та активністю водню, температурою і міцністю матеріалу (границями міцності і плинності).

– На поверхні  $\alpha$ -Fe після опромінення дейтерієвою плазмою виявлені круглі порожнини, які містять дрібні неметалеві частинки  $Fe_xO_y$  ( $x = 1-2$ ,  $y = 1-4$ ), і видавлені циліндричні «пробки» з чистого заліза.

## РОЗДІЛ 4. ВПЛИВ ДЕФОРМАЦІЇ НА ВИНИКНЕННЯ ТРІЩИН В СТАЛІ ЕП-450 І $\alpha$ -ЗАЛІЗІ ПІД ДІЄЮ ПОТОКУ ІОНІВ ВОДНЮ

Основні вузли, агрегати та елементи енергетичних установок виготовляються в залежності від їх розмірів і конфігурації із застосуванням механічної деформації (кування, прокатка, волочіння) з проміжними відпалами. Структурно-фазовий стан конструкційних матеріалів, зокрема сталей феритного класу, є функцією застосованого технологічного процесу [42].

В [43] було показано, що мікроструктура, створена в процесі холодної деформації, має суттєвий вплив на проникнення водню через матеріали аустенітного типу (полікристалічний нікель і сталь Х16Н15М3Б), підвищуючи проникність. Експериментальних даних з поведінки водню в феритно-мартенситних сталях, особливо щодо впливу водню на розвиток блістерінга в деформованих сталях, до цього часу ніхто не отримав.

У цьому розділі наведені результати з впливу ступеня деформації зразків з феритно-мартенситної сталі ЕП-450 та  $\alpha$ -заліза на кінетику росту, розміри і густину блістерів і тріщин, що виникають під дією потоку частинок з водневої плазми тліючого розряду.

### 4.1. Вплив ступеня деформації на порогову дозу появи блістерів і кінетику зростання блістерів

При опроміненні зразків з різним ступенем деформації в інтервалі температур, близьких до кімнатної, було встановлено, що при досягненні порогової дози  $D_n$  на поверхні починають з'являються блістери. Як зазначалося в розділі 3, поява блістерів однозначно пов'язана з виникненням тріщин.

На рис. 4.1 наведено СЕМ-зображення поверхні сталі, опроміненої при кімнатній температурі потоками частинок з енергією 1 кеВ з водневої плазми тліючого розряду до дози  $2 \cdot 10^{23} \text{ Н}_2^+/\text{м}^2$ . Добре видно блістери, що утворилися

на опроміненій плазмою поверхні, в той час як на сусідній неопроміненій області не спостерігається змін.

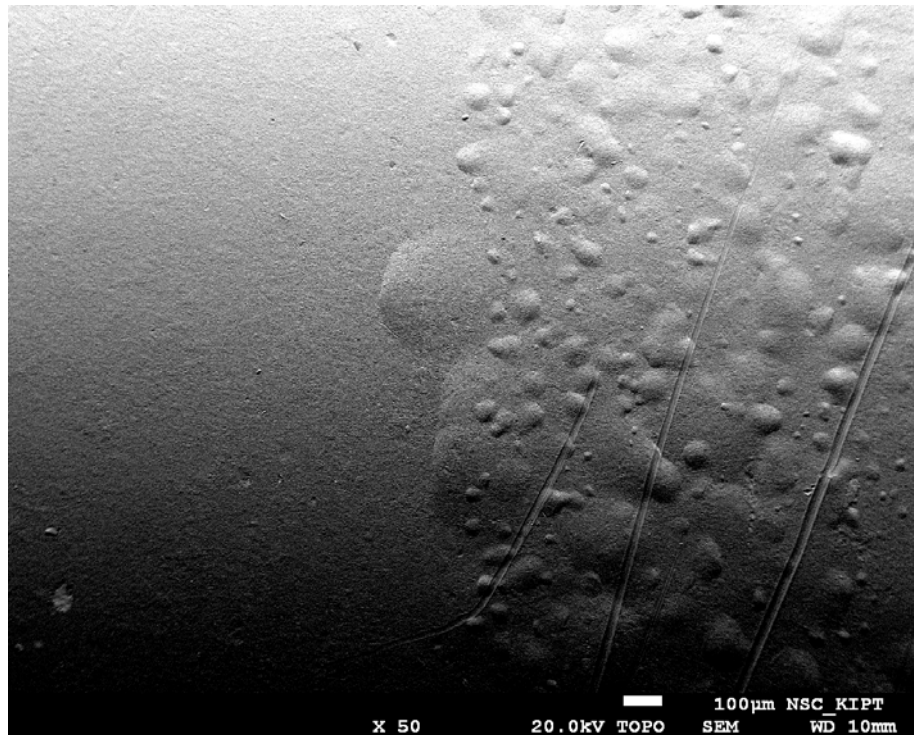


Рис. 4.1. SEM-зображення поверхні сталі ЕП-450, після опромінення при кімнатній температурі водневою плазмою з енергією 1 кеВ до дози  $2 \cdot 10^{23} \text{H}_2^+/\text{м}^2$ . Три подряпини введені під час обробки після опромінення.

Дослідження впливу ступеня деформації на порогову дозу  $D_n$  появи блістерів показало, що залежність « $D_n$  – деформація» характеризується різким максимумом при ступені деформації 5% і становить в максимумі  $\sim 1,6 \cdot 10^{23} \text{H}_2^+/\text{м}^2$ , що приблизно в два рази більше в порівнянні з недеформованими зразками. При ступені деформації  $\sim 10\%$  порогова доза зменшується до  $\sim 2 \cdot 10^{22} \text{H}_2^+/\text{м}^2$ , а при ступені деформації 95% тріщини реєструються при опроміненні сталі до дози  $\sim 5 \cdot 10^{21} \text{H}_2^+/\text{м}^2$  (рис. 4.2).

Не зважаючи на зниження порогової дози при збільшенні ступеня деформації з 10 до 95%, середній діаметр блістерів, виміряний відразу після їх появи, має максимальне значення  $\sim 70$  мкм при деформації на  $\sim 30\%$ .

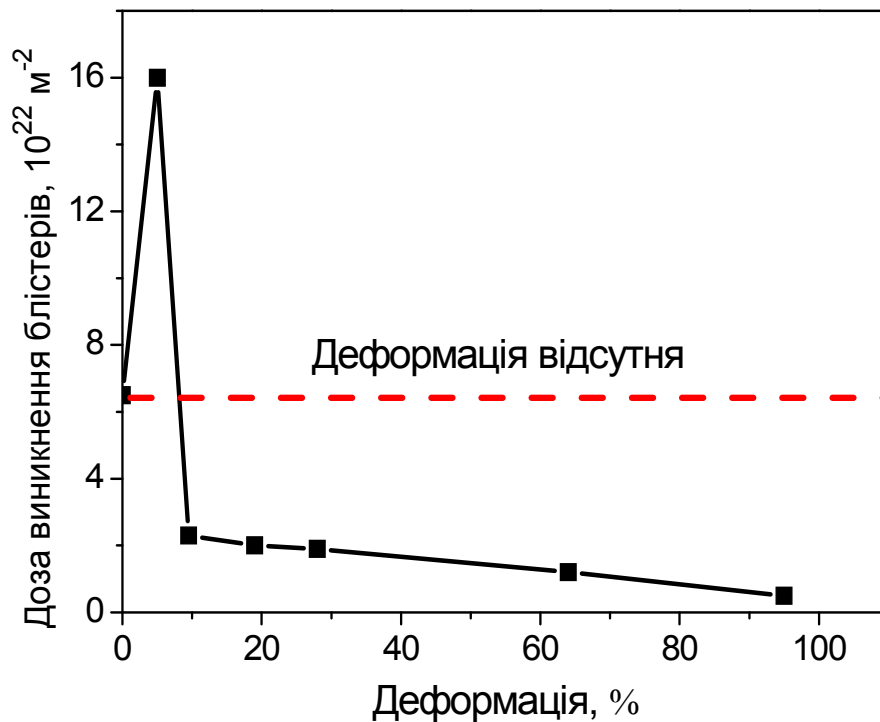


Рис. 4.2. Залежність дози появи блістерів від ступеня деформації зразка.

Зростання дози появи блістерів при холодній прокатці корелює зі зростанням міцності на початкових стадіях деформації (до 5%), коли відбувається перехід від однорідного деформаційного зміцнення (приросту дислокацій) до розвитку дислокаційної комірчастої структури [95].

Відомо, що з ростом ступеня деформації відбуваються міжзеренні і внутрішньозеренні руйнування, з'являються мікроскопічні тріщини, що призводить до зниження пластичності металу, скупчення водню в мікротріщинах, його молізації і зародженню блістерів при менших дозах опромінення [99].

Електронно-мікроскопічні дослідження мікроструктури сталі ЕП-450 в вихідному стані (рис. 4.3,а) і після деформації прокаткою на 95% при кімнатній температурі показали зростання густини дислокацій (рис. 4.3,б). По мірі накопичення водню в деформованій сталі починається трансформація скупчень дислокацій в субмікротріщини і, як наслідок, зародження блістерів при менших дозах опромінення.

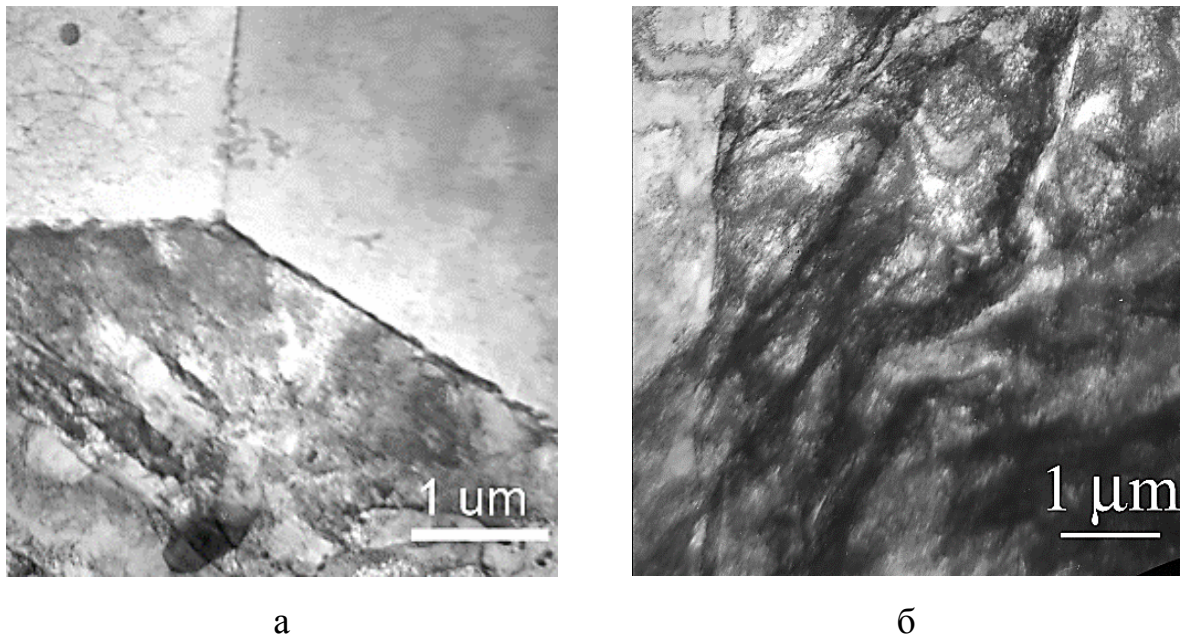


Рис. 4.3. Мікроструктура сталі ЕП-450 в початковому стані (а) і після деформації при кімнатній температурі на 95% прокаткою (б).

Відомо, що дислокації та дислокаційні субмікротріщини грають значну роль в руйнуванні матеріалів [161]. Водневі хмари сприяють руху дислокацій, а дислокації транспортують водень в області їх скупчення, де він прискорює зародження тріщин [19]. Дислокаційні тріщини можуть дисоціювати, переходити в пори або підростати до критичних гріффітсовських розмірів. Потім настає об'єднання тріщин критичного розміру, яке супроводжується лавиноподібним руйнуванням, тобто утворенням тріщин макроскопічних розмірів.

Дослідження залежності кінетики зростання блістерів від дози опромінення для різних ступенів деформації виявило монотонне зростання середнього діаметра блістерів з ростом дози (рис. 4.4).

Видно, що з ростом дози середній діаметр тріщин, що утворюються в сталі монотонно зростає. Однак при досягненні деякого критичного значення дози  $D_c$  зростання тріщини припиняється. Величина  $D_c$  тим менше, чим більше ступінь деформації зразків. Так для зразків, деформованих на 5%  $D_c$  становить  $\sim 1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ , а на 28% –  $6 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ .



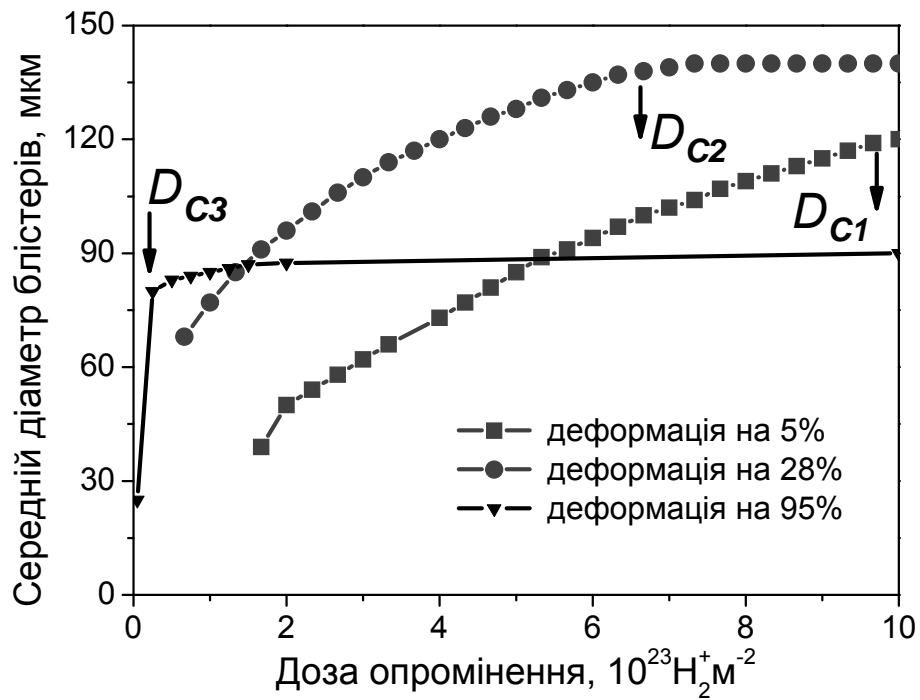


Рис. 4.4. Залежності кінетики росту блістерів від дози опромінення для різних ступенів деформації.

Результати дослідження торцевих шліфів зразків, опромінені потоками водню низькоенергетичної плазми в вихідному (рис. 4.5, а) і деформованому стані (рис. 4.5, б), показали зародження тріщин на різних глибинах, при цьому для деформованих зразків глибина зародження блістерів в кілька разів більше, в порівнянні з недеформованими зразками.

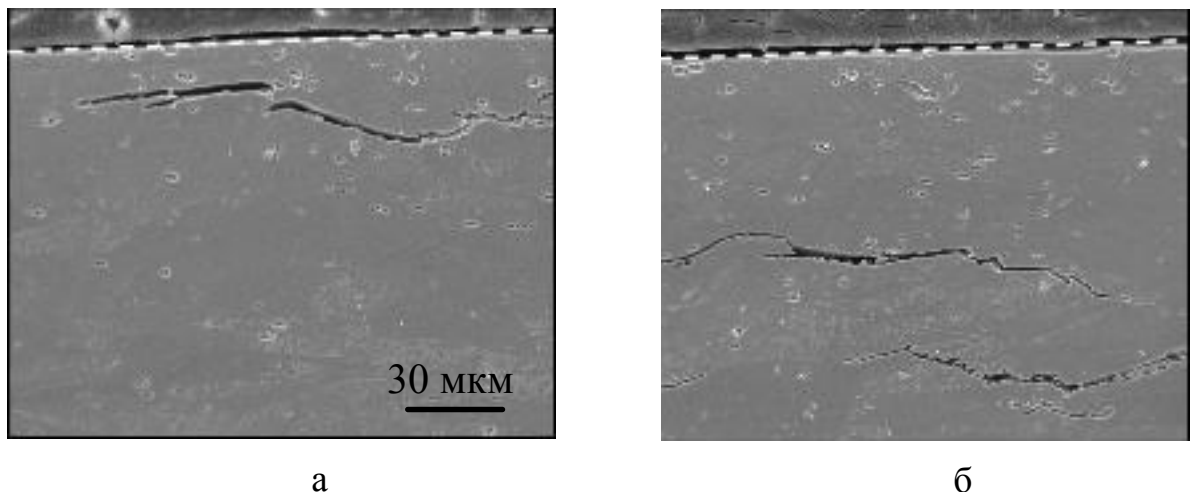


Рис.4.5. Розподіл тріщин по глибині зразка. Поперечний перетин вихідних (а) і з 40% деформацією (б) зразків сталі ЕП-450 після опромінення до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{H}_2^+ / \text{m}^2$  при  $T_{\text{кімн}}$ . Пунктир – поверхня. Шкала однакова для мікрофотографій а, б.

Утворення високоградієнтних силових і концентраційних полів в результаті розвитку мікроруйнувань при деформації і опромінення потоками  $\sim 10^{19} \text{ H}_2^+/\text{m}^2\cdot\text{с}$  забезпечують таку високу дифузійну рухливість водню, яка можлива лише при досить високих температурах. Енергія активації дифузії водню в цьому випадку близька до високотемпературної дифузії та майже в 3 рази нижча енергії активації стаціонарної дифузії [19]. В результаті такий водень, взаємодіючи з матрицею і структурними недосконаlostями, ініціює в локальних об'ємах процеси мікроруйнування на великих глибинах.

Для дози опромінення  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  була отримана залежність поверхневої густини тріщин і їх діаметрів від ступеня деформації при кімнатній температурі опромінення (рис. 4.6).

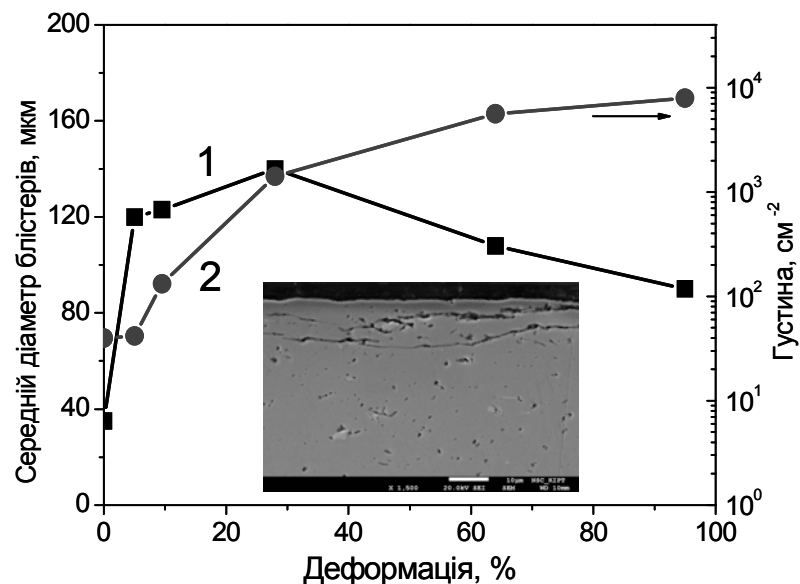


Рис. 4.6. Залежності від ступеня деформації середнього діаметра блістерів (1) та їх густини (2) при опроміненні до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  при кімнатній температурі.

Залежність середнього діаметра блістерів характеризується широким максимумом при ступенях деформації  $\sim 10\text{-}40\%$  (рис. 4.6, крива 1). При цьому спостерігається зростання середнього діаметра блістерів в 3-5 рази. Зниження середнього розміру блістерів при збільшенні ступеня деформації обумовлено розвитком великої кількості блістерів малого діаметра, зародками яких є приповерхневі тріщини. Число приповерхневих тріщин зростає зі збільшенням ступеня деформації (рис. 4.6, вставка).

Найбільш сильно ступінь деформації феритно-мартенситної сталі позначається на величині поверхневої густини тріщин. Густина тріщин, що утворюються на поверхні, з ростом деформації зростає та при 95% майже на три порядки більше, ніж на поверхні недеформованої сталі ЕП-450 (рис. 4.6, крива 2). Цей факт свідчить про зростання на порядки кількості місць, що є зародками блістерів, а саме, приповерхневих тріщин.

#### 4.2. Температурні залежності діаметрів і поверхневої густини блістерів в деформованій сталі ЕП-450

На рис. 4.7 показано зміна морфології поверхні деформованих на 95% зразків після їх опромінення в тліючому розряді іонами водню до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  в інтервалі температур 273-323 К.

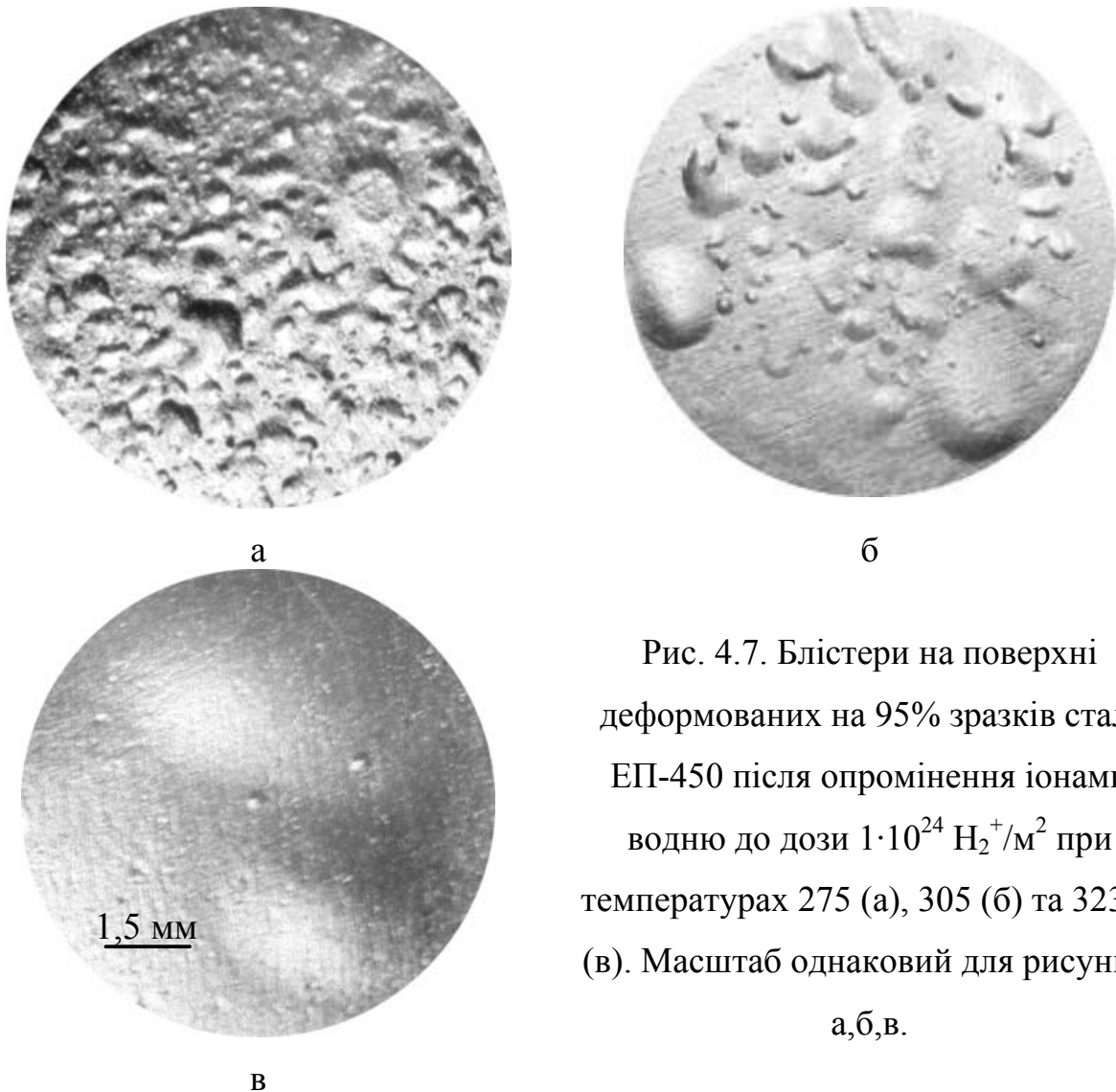


Рис. 4.7. Блістери на поверхні деформованих на 95% зразків сталі ЕП-450 після опромінення іонами водню до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  при температурах 275 (а), 305 (б) та 323 К (в). Масштаб однаковий для рисунків а,б,в.

Видно, що в разі попередньої деформації розміри і густина блістерів істотно змінюються в залежності від температури опромінення. Залежність від температури опромінення середнього діаметра ( $\blacktriangle$ ) і густини блістерів ( $\blacksquare$ ), що виникають при дозі  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  на сталі після її деформації на 95% приведена на рис. 4.8. Аналіз залежностей параметрів блістерів від температури опромінення показав, що при попередній деформації середній діаметр блістерів майже на порядок більший, в порівнянні з недеформованими зразками.

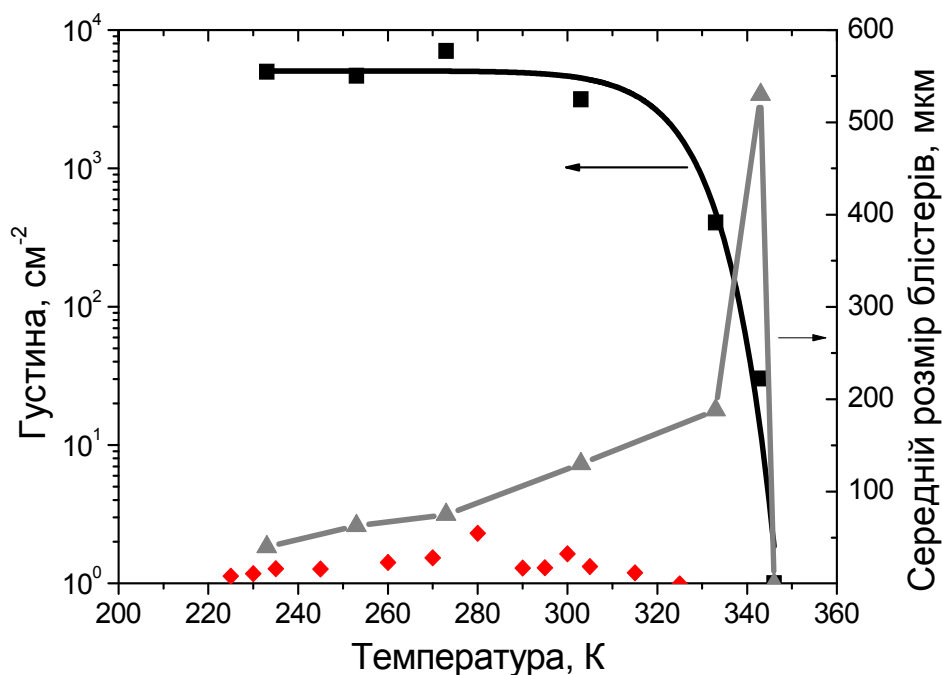


Рис. 4.8. Залежність від температури опромінення середнього діаметра ( $\blacktriangle$ ) і густини блістерів ( $\blacksquare$ ), виникаючих при дозі  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  на сталі після її деформації на 95%. ( $\blacklozenge$ ) – розмір блістерів для недеформованої сталі.

Для зразків сталі, деформованих на 95% температурна залежність діаметрів блістерів, що виникають при максимальній дозі опромінення  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  має вид піка з максимумом при  $T=345 \text{ K}$  із затягнутим переднім і різким обривистим заднім фронтом.

На рис. 4.9 наведені температурні залежності поверхневої густини тріщин, що виникають при дозі опромінення  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  для двох партій

зразків, в одній з яких були зразки після відпалу при температурі 1323 К протягом 0,5 год і відпуском при 993 К протягом 1 год, а в іншій - деформовані холодної прокаткою на 95%.

З рис. 4.9 видно, що для попередньо відпаленої сталі поверхнева густина блістерів в діапазоні температур від 220 до 260 К практично не змінюється з температурою, а потім падає в міру підйому температури до 330 К.

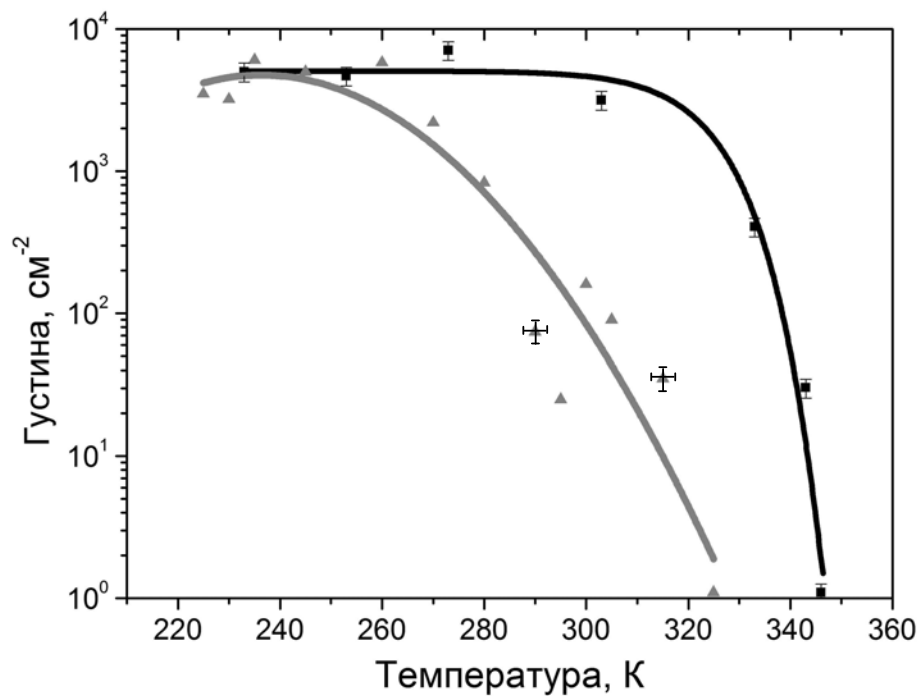


Рис. 4.9. Залежність від температури опромінення поверхневої густини ( $\rho$ ) блістерів, що виникають при дозі  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+ \text{ м}^{-2}$  для сталі після відпалу ( $\blacktriangle$ ) та після деформації на 95% ( $\blacksquare$ ).

Для сталі деформованої на 95% хід залежності густини від температури практично не змінюється в діапазоні температур від 230 до 300 К. Спад після 300 К більш різкий і зміщений по температурі на 50 К по відношенню до такої залежності для попередньо відпаленої сталі. Після 370 К блістерінг не спостерігається.

#### 4.3. Температурні залежності діаметрів і поверхневої густини блістерів для деформованого $\alpha$ -заліза

Досліджена температурна залежність росту блістерів при під дією водневої плазми на поверхню  $\alpha$ -заліза, деформованого на 82% холодною

прокаткою при кімнатній температурі. Морфологію блістерів за різних температур опромінення показано на рис. 4.10.

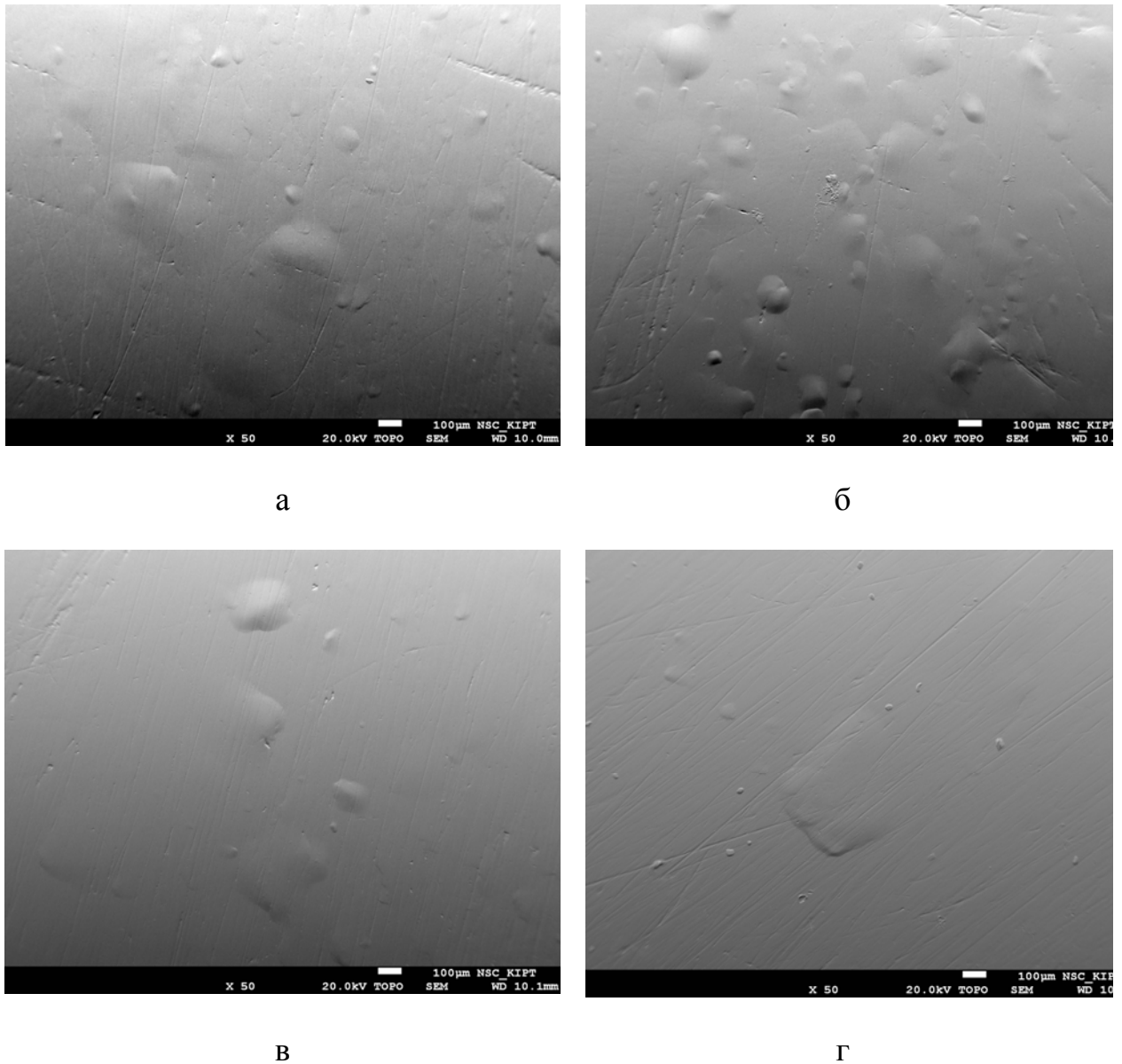
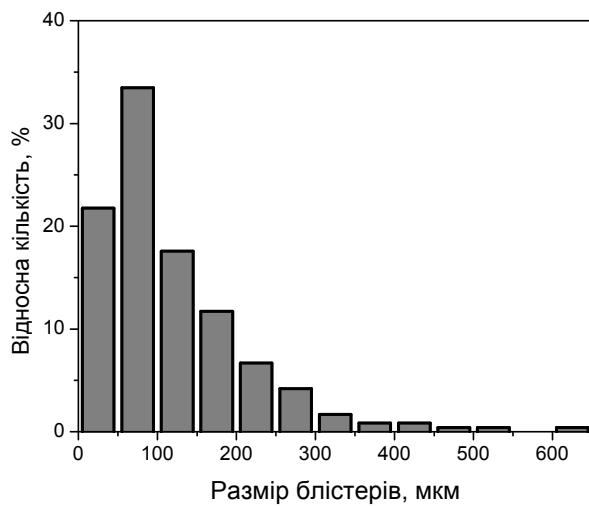
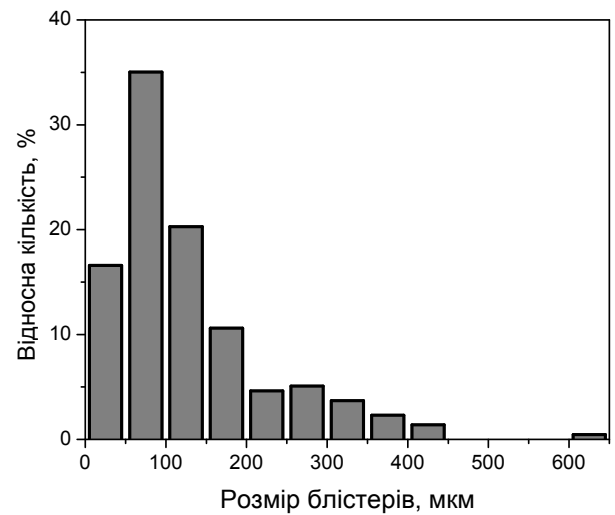


Рис. 4.10. СЕМ-зображення блістерів на поверхні деформованого  $\alpha$ -Fe після опромінення водневої плазмою до  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  при 230 (а), 240 (б), 250 (в) та 270 К (г). Шкала однакова для мікрофотографій а – г.

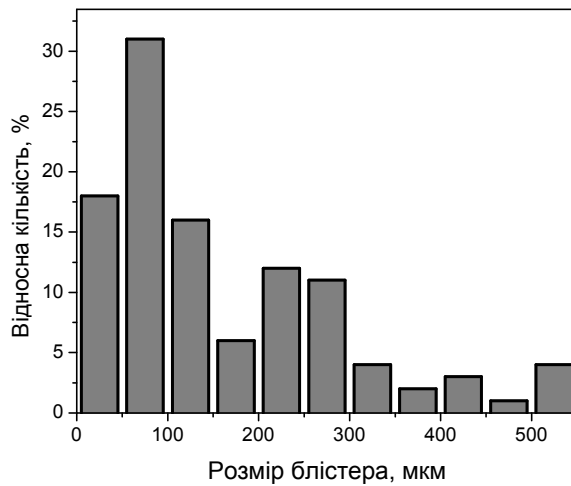
На рис. 4.11 наведені гістограми розподілу блістерів за діаметром при опроміненні деформованого на 82% холодною прокаткою  $\alpha$ -заліза потоком частинок з водневої плазми до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  при різних температурах.



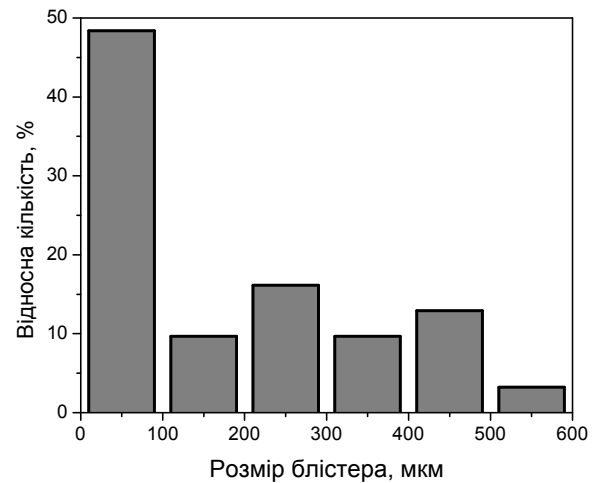
а



б



в



г

Рис.4.11. Гістограми розподілу блістерів за діаметром при опроміненні деформованого  $\alpha$ -заліза потоком частинок з водневої плазми до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  при різних температурах: 230 (а), 240 (б), 250 (в) и 270 К (г).

Як видно з рис. 4.11, збільшення температури опромінення призводить до зростання кількості блістерів, розмір яких перевищує 200 мкм.

На рис. 4.12 наведена залежність середнього діаметру блістерів від температури опромінення до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  для деформованого  $\alpha$ -заліза.

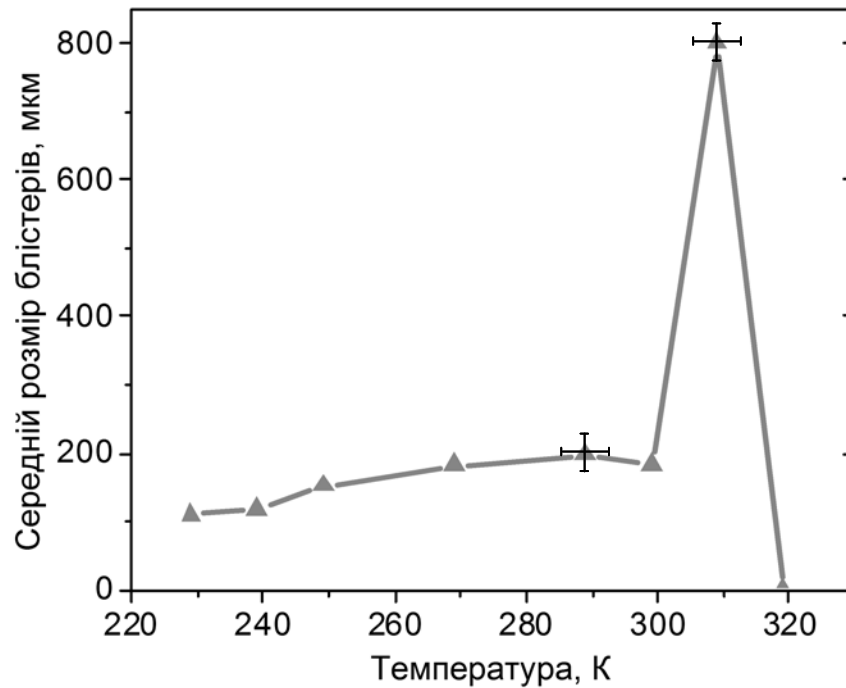


Рис. 4.12. Залежність середнього діаметру блістерів від температури опромінення до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ Н}_2^+/\text{м}^2$  для деформованого  $\alpha$ -заліза.

В залежності розміру блістерів від температури спостерігається різко виражений максимум при 340 К для сталі та 310 К для  $\alpha$ -заліза. Спостережувана різка зміна однієї з характеристик блістерінга передбачає його зв'язок з різкою зміною температурної залежності якогось іншого явища, що призводить до руйнування матеріалу і протікає в сталі та залізі. Аналіз літератури показав, що спостерігається гарна кореляція температурних залежностей середнього діаметру блістерів і, відповідно, тріщин і крихко-в'язкого переходу для деформованих зразків феритно-мартенситних сталей і  $\alpha$ -заліза.

У [144] досліджено низькотемпературне руйнування російської жароміцної, феритно-мартенситної та такої, що малоактивується, 12% -ної хромистої сталі ЕК-181 (RUSFER-ЕК-181-Fe-12Cr-2W-V-Ta-B) при випробуванні на ударний і статичний зосереджений вигин в залежності від розмірів зразків. Ударна в'язкість (поглинена енергія) зазвичай визначається



роботою на деформування і руйнування зразків типу Шарпі, що включає роботу на зародження тріщини і роботу на руйнування і відповідне пластичне деформування [162, 163]. Для досліджень ударної в'язкості (тріщиностійкості) матеріалів використовуються різні типи зразків і умов їх випробувань на зосереджений динамічний і статичний вигин при різних температурах з метою наблизити умови випробувань зразків до реальних умов експлуатації матеріалів і отримати з випробувань зразків найбільш обґрунтовані характеристики руйнування (тріщиностійкості) матеріалів для використання в розрахунках на міцність конструкцій, що працюють в широких температурних інтервалах і при різному ступені жорсткості напружених і деформаційних станів.

Найбільш жорстким видом випробувань на ударну в'язкість є випробування V-зразків, послідовно доповненими втомною тріщиною і двома бічними V-надрізами (тристоронній V-надріз з центральною втомною тріщиною). Робота руйнування, залежить від типу концентраторів напружень і розмірів зразків, визначається запасом пружної енергії та умовами пластичної деформації в приповерхневих шарах зразка, регульованими бічними надрізами. Між ударною в'язкістю і в'язкістю руйнування за однакової температури випробувань спостерігається кореляційний зв'язок. В [162] показано, що незалежно від типів зразків (включаючи надрізи і втомну тріщину) реалізується однотипний механізм руйнування феритно-мартенситної сталі.

Отримані результати показують, що на величину температури крихко-в'язкого переходу ( $T_{dbtt}$ ) більш сильний вплив має "жорсткість" концентраторів напружень. Це свідчить про сильний вплив запасу пружної енергії і пластичної деформації приповерхневих шарів зразків на величину  $T_{dbtt}$  (рис. 4.13).

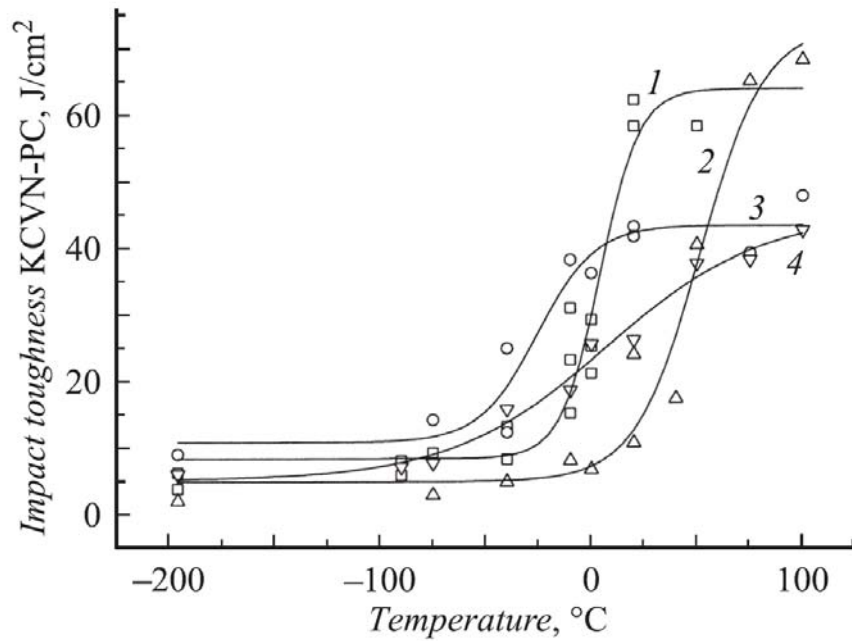


Рис. 4.13. Температурні залежності ударної в'язкості для стандартних (ST) і малих зразків (SM) для сталі ЕК-181 з різними концентраторами напружень: KCVN-PC-ST (1), KCVN-PC-2S-ST (2), KCVN-PC-SM (3), KCVN-PC-2S-SM (4) [162].

Захоплення дейтерію на дефектах надають дані, отримані ТДС. На рис. 4.14 показаний спектр десорбції дейтерію зі сталі ЕП-450 після опромінення при 90 К пучком іонів дейтерію до дози  $1 \cdot 10^{21} \text{D}_2^+/\text{м}^2$ .

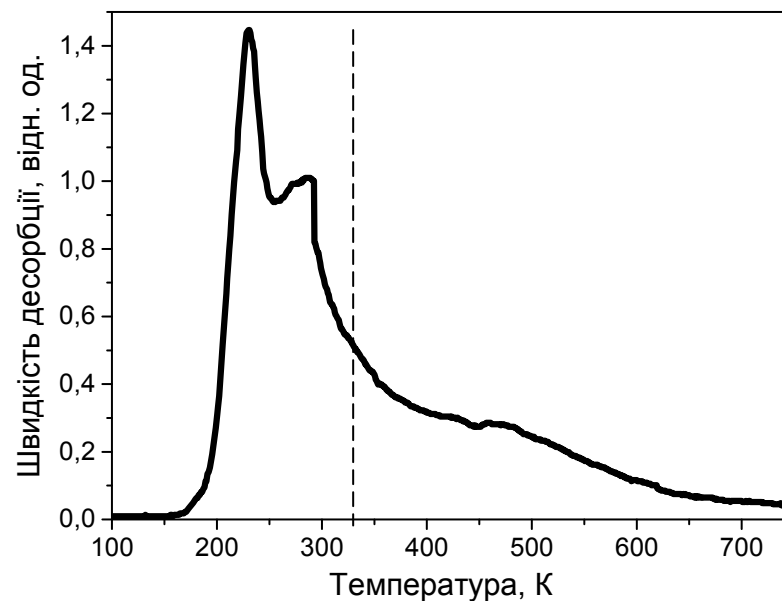


Рис. 4.14. Спектри термодесорбції зі сталі ЕП-450 дейтерію, імплантованого при 90 К до дози  $1 \cdot 10^{21} \text{D}_2^+/\text{м}^2$ .

Як видно з рис. 4.14, в області температур різкого зниження блістерінга спостерігається зменшення інтенсивності термодесорбції. Вихід імплантованого дейтерію повністю закінчується в області температур близько 700 К.

Спираючись на результати роботи [162, 163], і дані з термодесорбції можна вважати, що зростання розмірів блістерів і різке припинення блістерінгу обумовлені спільним впливом зростання пластичності і збільшенням рухливості водню, що супроводжується його прискореною дифузією як вглиб зразка, так і назовні в об'єм вакуумної камери.

Розвиток блістерів пов'язаний не тільки з умовами опромінення, такими як енергія іонів, потік, доза і температура, але також визначається мікроструктурою поверхневого шару і межею плинності матеріалу. Добре відомо, що межа плинності пропорційна твердості матеріалу. У таблиці наведена експериментально виміряна твердість по Віккерсу (навантаження 50 г) для зразків з різною попередньою підготовкою, і розраховане значення умовної межі плинності  $\sigma_{0,2}$  з використанням співвідношення твердість / межа плинності  $\sim 3,5$ .

Таблиця 4.1.

Твердість і межа плинності сталі ЕП-450 та  $\alpha$ -заліза при різних режимах попередньої обробки

| № | Режими обробки                          | Твердість,<br>H <sub>v</sub> 50, кГ/мм <sup>2</sup> | $\sigma_{0,2}$ ,<br>кГ/мм <sup>2</sup> |
|---|---|---|--|
| 1 | Сталь ЕП-450 с 95% ХД                   | 385-425   | 110-120                                |
| 2 | $\alpha$ -залізо с 80 % ХД              | 260-300   | 74-85                                  |
| 3 | Рекристалізоване<br>$\alpha$ -залізо    | 140-160   | 40-46                                  |
| 4 | Сталь ЕП-450 зі знятими<br>напруженнями | 270-300   | 77-85                                  |

Рис. 4.15. представляє залежність густини блістерів від температури опромінення для сталі ЕП-450 після 95% холодної прокатки і після зняття напружень при відпалі, а також для 80% деформованого і рекристалізованого  $\alpha$ -Fe при опроміненні дейтерієвою плазмою до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при 273-350 К.

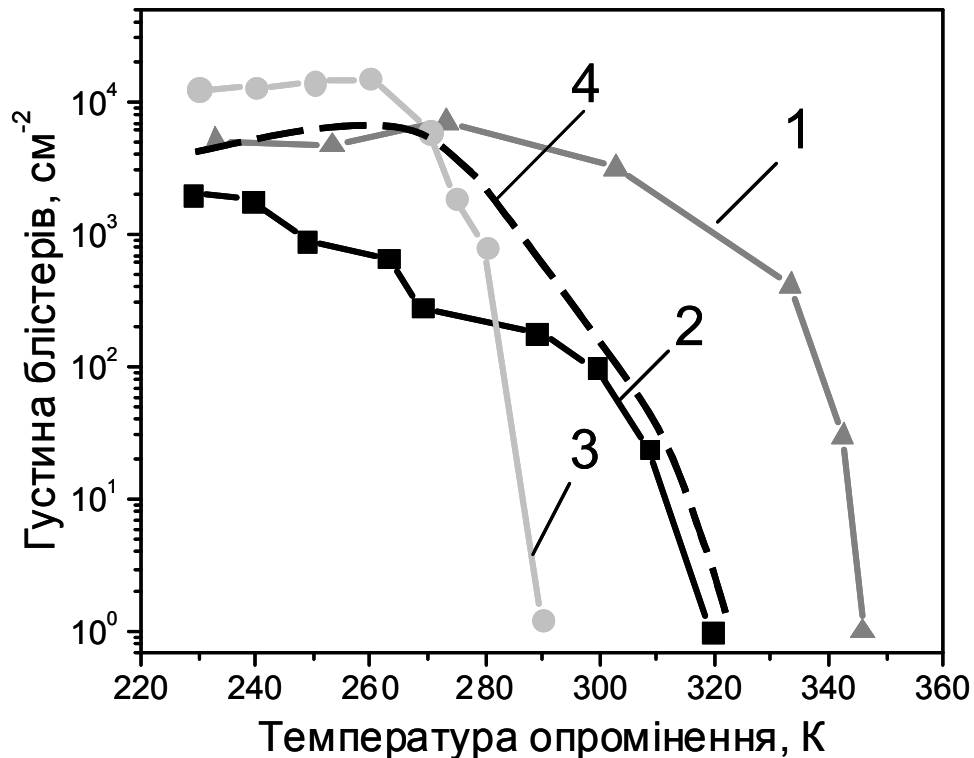


Рис. 4.15. Залежність густини блістерів від температури опромінення для сталі ЕП-450 (1,4) і  $\alpha$ -Fe (2,3) при опроміненні дейтерієвою плазмою до  $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  в різних станах: деформованих холодною прокаткою (1,2) та зі знятими напруженнями при відпалі (3,4).

Порівняння даних, наведених на рис. 4.15 і в таблиці, показує, що збільшення межі плинності зміщує криві густини блістерів в область більш високих температур. Найбільша температура, при якій в даній роботі спостерігалось утворення блістерів, становить  $\sim 350 \text{ К}$ .

З використанням моделей для водневої крихкості було виконано оцінку швидкості розвитку тріщини при надходженні водню з плазми, ядерних реакцій і катодної корозії [150]. Було показано, що тільки «внутрішній водень», що утворюється в результаті ядерних реакцій, може потенційно викликати розтріскування за робочих температур реактора. Розрахована швидкість росту тріщини склала 60 см / рік для сталої концентрації водню 0,0005 - 0,5 артм при температурі, що перевищує 473 К.

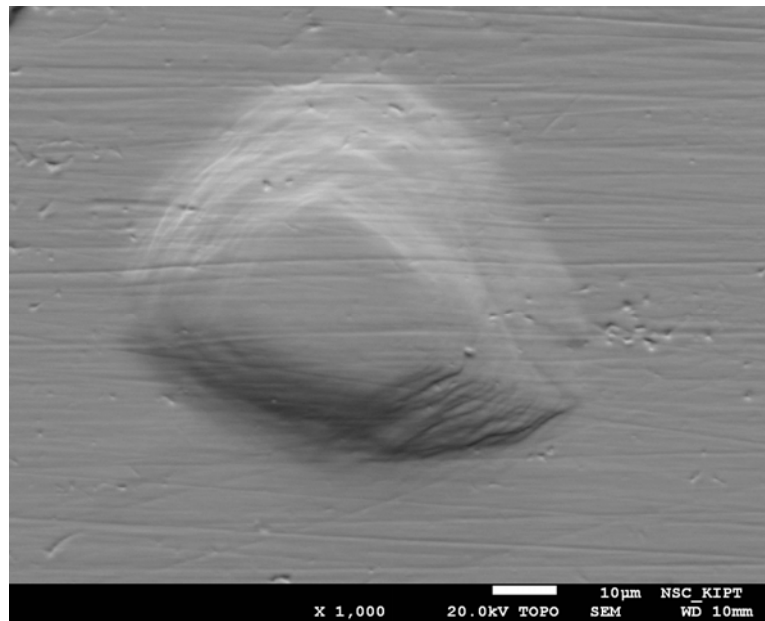
З іншого боку [99, 150], при аналізі температурної залежності зростання тріщини для внутрішнього водню показали, що в феритно-мартенситній сталі НТ-9 при температурах, що перевищують приблизно 323 К, швидкість росту тріщини дуже швидко зменшується до значень, які стають незначними.

Результати цієї роботи показують, що в залежності від вихідного стану структури матеріалу після різних попередніх обробок, найвища температура, при якій спостерігався блістерінг становить  $\sim 350$  К.

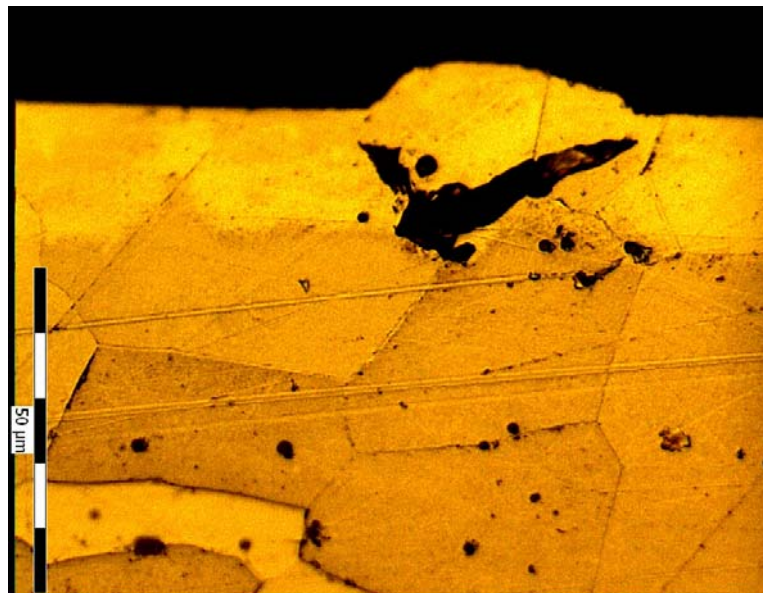
#### **4.4. Морфологія поверхні рекристалізованого і деформованого $\alpha$ -Fe після опромінення потоками частинок з дейтерієвої плазми**

На рис. 4.16 і 4.17 приведені морфології поверхні та мікроструктури рекристалізованих і деформованих на 80% зразків  $\alpha$ -Fe після опромінення до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  при 273 К.

За температури опромінення 273 К на поверхні рекристалізованих зразків  $\alpha$ -Fe спостерігалися блістери з розмірами близько декількох десятків мікрометрів і високими куполами. Ці блістери демонстрували багат шарову структуру, подібну сходинок (рис.4.16, а). На поперечному шліфі видно, що блістери розвиваються в межах одного зерна. Порожнина блістера має сферичну форму (рис. 4.16, б).



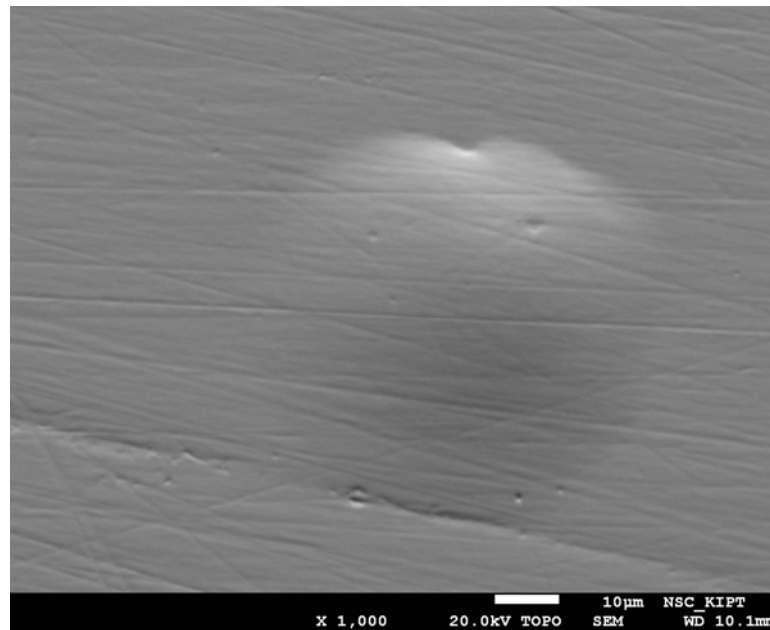
а



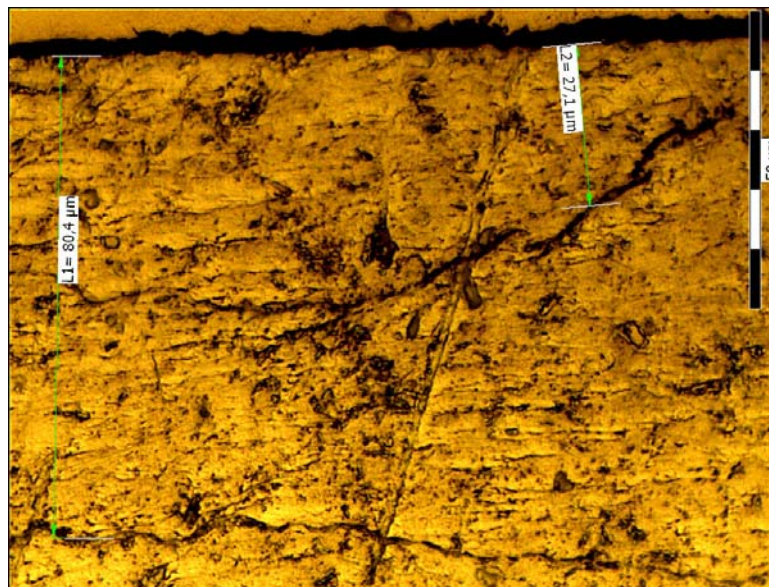
б

Рис. 4.16. Морфологія поверхні (а) і мікроструктура торцевого шліфа (б) рекристалізованих зразків  $\alpha$ -Fe після опромінення дейтерієвою плазмою до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ .

У разі попередньої деформації більшість блістерів мали сферичні форми (рис. 4.17). Висота блістера і його діаметр мають практично постійне співвідношення: висота більш ніж на один порядок менша за розмір блістера (рис. 4.17, а).



а



б

Рис. 4.17. Морфологія поверхні (а) та мікроструктура торцевого шліфа (б) 80% деформованих зразків  $\alpha$ -Fe після опромінення дейтерієвою плазмою до  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  при 273 К.

Мікроструктура деформованого  $\alpha$ -Fe має подовжені зерна, розташовані паралельно поверхні. На межах зерен спостерігали тріщини (рис. 4.17, б). Ці результати показують, що структурний стан значно впливає на розвиток блістерів і їх параметри.

#### 4.5. Блістерінг на поверхні деформованої сталі при опроміненні моноенергетичними іонами дейтерію

При опроміненні плазмою тліючого розряду з  $E_{\text{макс}} \sim 1$  кеВ в матеріалі практично не виробляються радіаційні дефекти. Мало інтерес встановлення можливості утворення блістерів і, відповідно, тріщин в умовах радіаційної пошкоджуваності, наприклад, при опроміненні сталі ЕП-450 моноенергетичними іонами, зокрема, іонами ізотопу водню-дейтерію з енергією 15 кеВ.

При опроміненні моноенергетичними іонами дейтерію ( $E = 15$  кеВ) на поверхні сталі деформованої на 95% також спостерігалися блістери при температурі 310 К і дозі  $1,3 \cdot 10^{23} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  (рис. 4.18). Густина потоку при цьому становила  $2,5 \text{ мА}/\text{см}^2$ .

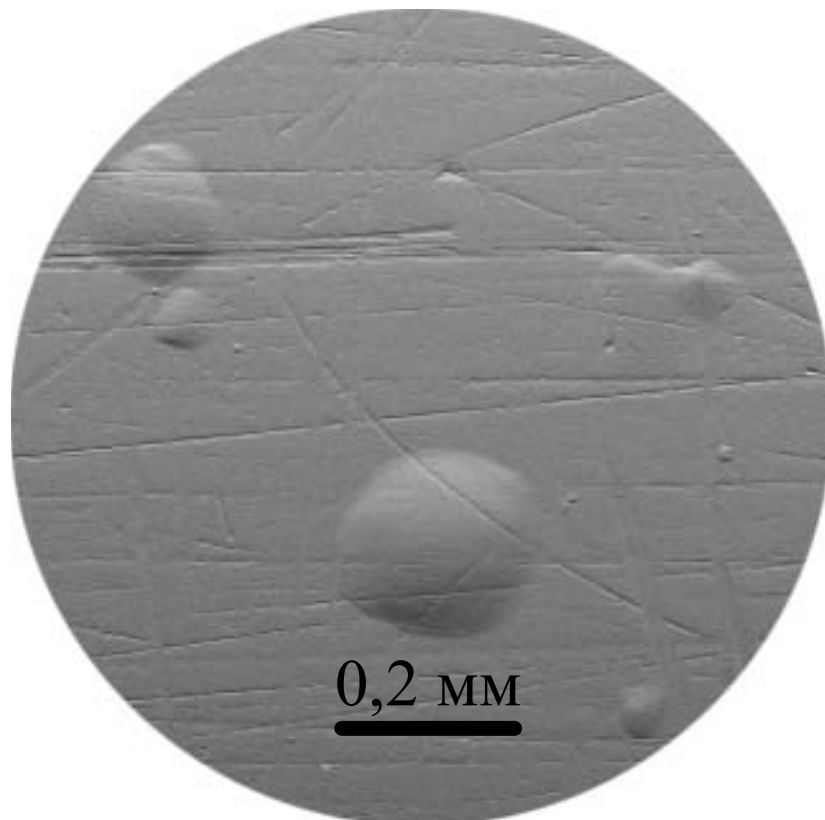


Рис. 4.18. Блістери на поверхні сталі ЕП-450, деформованої на 95%, після опромінення іонами дейтерію до дози  $1,3 \cdot 10^{23} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при температурі 310 К.



В цьому випадку діаметри блістерів становили 50-250 мкм. Густина їх розподілу по поверхні нерівномірна, що пов'язано, ймовірно, з нерівномірним накопиченням водню на місцях захоплення. Низька їх густина, можливо, обумовлена недостатньою кількістю утримуваного в матеріалі водню через невисоку густину частинок в порівнянні з опроміненням у плазмовому розряді, і наявності каналів, які виходять на поверхню, що утворилися при деформації зразків на 95%.

Використання в даній роботі при опроміненні ізотопу водню - дейтерію дозволило дослідити поведінку саме домішки, яка іонно імплантована, а застосування ядерно-фізичних методів, зокрема, ядерної реакції  $D(^3\text{He},p)^4\text{He}$ , дало можливість виміряти абсолютну кількість і просторовий розподіл дейтерію по глибині матеріалу (рис. 4.19).

Визначена концентрація майже в 30 разів менше розрахункової. Дейтерій розподілений в приповерхневій області на глибині, що усього в 1,5-2 рази перевищує пробіг, розрахований за допомогою програми SRIM.

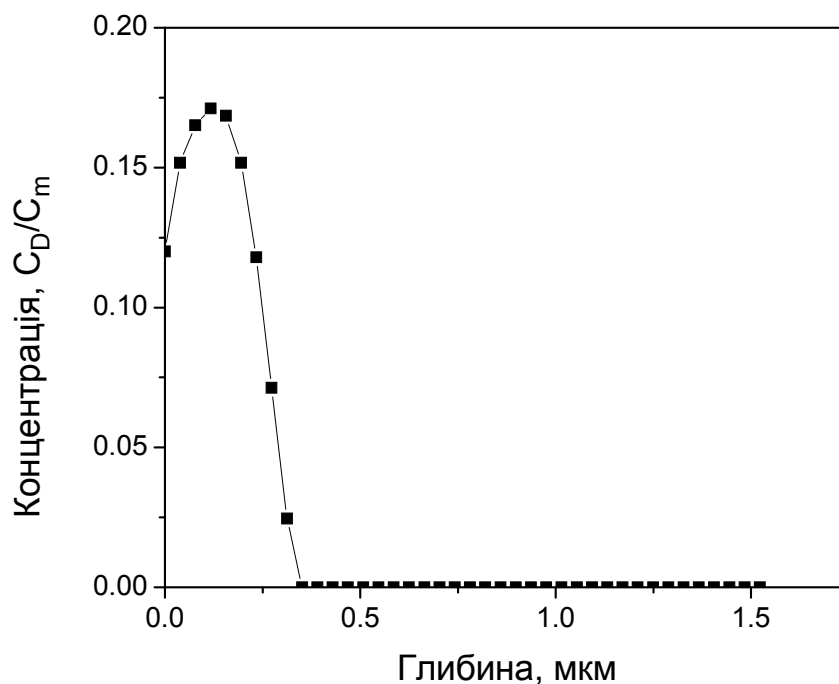


Рис. 4.19. Профіль розподілу дейтерію, впровадженого з енергією 15 кеВ до дози  $1,3 \cdot 10^{23} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$  при температурі 310 К в сталь ЕП-450, деформовану на 95%.

Матеріали розділу опубліковано в роботах [3, 5, 7] та представлені на конференціях [8, 12-13, 17].

#### 4.6. ВИСНОВКИ ДО РОЗДІЛУ 4

Досліджено вплив ступеню деформації зразків з феритно-мартенситної сталі ЕП-450 і  $\alpha$ -заліза на кінетику росту, розміри і густину блістерів і тріщин, що виникають під дією потоку частинок з водневої плазми тліючого розряду. Результати проведених досліджень показали наступне:

Залежність «доза появи блістерів - деформація» при ступені деформації 5% характеризується максимумом ( $\sim 1,6 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ ), що приблизно в два рази більше значення критичної дози для недеформованих зразків і майже на порядок - для ступеня деформації більшого ніж 5%.

Густина блістерів, що утворюються на поверхні, з ростом деформації зростає і при 95% майже на три порядки більша в порівнянні з недеформованою сталлю.

Для деформованих зразків середній діаметр блістерів на порядок більший в порівнянні з недеформованими зразками.

В залежності розміру блістерів від температури для попередньо деформованих зразків спостерігається різко виражений максимум при 340 К для сталі та 310 К для заліза. Блістерінг припиняється при  $T > 350 \text{ K}$ .

Зростання розмірів блістерів і різке припинення блістерінга обумовлені спільним впливом збільшення рухливості водню і зростанням пластичності.

Збільшення межі плинності зміщує криві густини блістерів в область більш високих температур, що знаходиться в якісній згоді з теоретичними розрахунками.

## **РОЗДІЛ 5. ВПЛИВ ВИХІДНОГО СТАНУ НА РОЗВИТОК БЛІСТЕРІВ І ТРІЩИН В ФЕРИТНО-МАРТЕНСИТНІЙ СТАЛІ**

Експериментальні дані показують, що деградація початкових фізико-механічних властивостей матеріалів визначається змінами в структурі і складі матеріалів в процесі опромінення. Ці зміни при фіксованих умовах опромінення (спектр, флюенс, температура) в значній мірі визначаються вихідною структурою і складом сталі, причому сталі з дрібнозернистою структурою менш чутливі до опромінення, ніж середньо- і крупнозернисті [95].

У цьому розділі розглядається вплив вихідного стану феритно-мартенситної сталі ЕП-450 на розвиток тріщин при опроміненні водневою плазмою тліючого розряду з енергією частинок  $\leq 1$  кеВ. Виконано порівняльне дослідження зразків чотирьох серій, які піддавались холодній прокатки до 95% і подальшого відпалу за різних температур.

### **5.1. Вихідна структура сталі ЕП-450 при попередній деформаційній і термо-обробках**

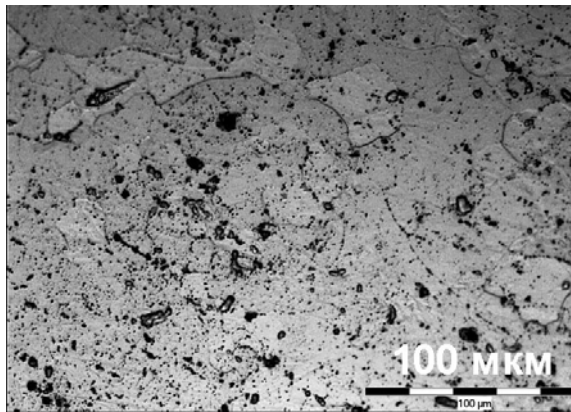
На рис. 5.1 наведені мікроструктури сталі ЕП-450 з чотирма попередніми деформаційними і термо - обробками. Як видно, вихідна структура досліджених зразків істотно відрізняється.

Зразки серії 1 після холодної прокатки і стабілізуючого відпалу містять у своїй структурі феритні зерна і зерна з продуктами розпаду високотемпературної аустенітної складової – сорбітом. Розмір зерна становить близько 20-30 мкм. Практично рівномірно по зерну розподілені виділення дрібнодисперсних карбідів (рис. 5.1,а).

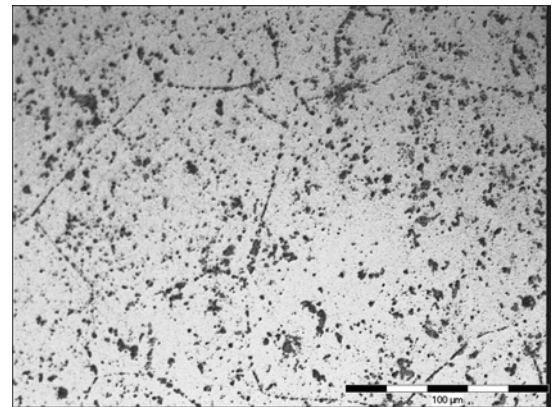
Зразки серії 2 після процесу прокатки при кімнатній температурі і наступного відпалу при температурі 1323 К протягом 0,5 год мають структуру, що складається з феритних зерен з розмірами 90-200 мкм. Крім того, спостерігаються множинні виділення карбідів, як по межах зерен, так і по тілу зерна (субзерна від первинної структури) (рис. 5.1,б).

У структурі зразків серії 3, деформованих методом холодної прокатки до 95% без подальшого відпалу, спостерігаються феритні зерна і зерна з продуктами розпаду аустеніту. Зерна металу витягнуті в напрямку прокатки, їх розміри зменшуються по висоті (стискаються). Метал має волокнисту будову (рис. 5.1, в).

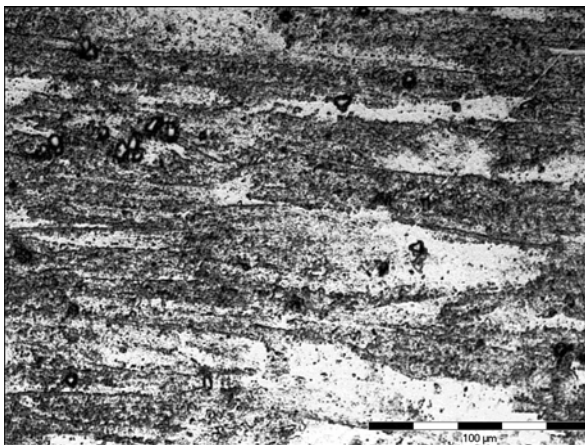
Мікроструктура зразків серії 4 після традиційної термообробки (ТТО) [164] являє собою дуплексну структуру відпущеного мартенситу (сорбіт) і фериту у співвідношенні приблизно 1:1. По межах зерен ферит-ферит і ферит-сорбіт спостерігаються великі глобулярні карбіди  $M_{23}C_6$  і більш дрібні карбіди на межах і в тілі мартенситних зерен (рис. 5.1, г).



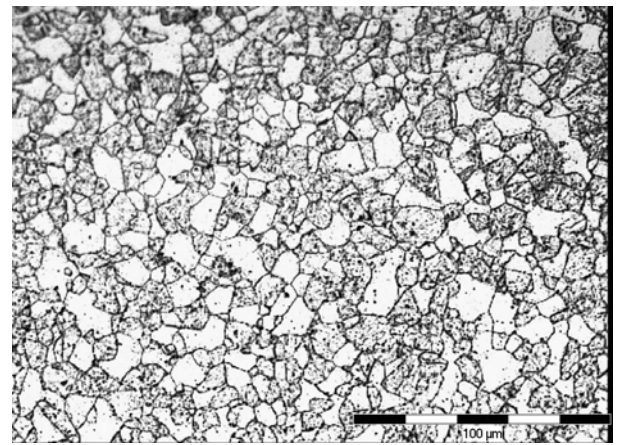
а



б



в



г

Рис. 5.1. Мікроструктура сталі ЕП-450 після холодної прокатки і стабілізуючого відпалу (а), після холодної прокатки і подальшого рекристалізаційного відпалу (б) і після деформації холодною прокаткою до 95% (в), в стані поставки після традиційної термообробки (г).

При відпустці загартованої легованої сталі протікають два протилежних за впливом на міцність процеси: знеміцнення внаслідок розпаду мартенситу і зміцнення в результаті виділення дисперсних частинок спеціальних карбідів. Дисперсні карбідні частки підвищують межу плинності сталі, так як є ефективними перешкодами на шляху руху дислокацій. Ефективність зміцнення обумовлюється кількісним співвідношенням процесів знеміцнення і зміцнення [165]. Зазвичай після традиційної термообробки (ТТО) в структурі ферритно-мартенситних сталей спостерігаються дрібно-дисперсні карбіди ( $VC$ ,  $MoC$ ,  $NbC$ ) і карбіди хрому ( $Me_{23}C_6$ ,  $Me_7C_3$ ,  $MeC$ ).

Частинки другої фази, що спостерігаються при цьому, ділять на два основних типи: відносно великі (сотні нанометрів) нерівноважні карбіди  $M_{23}C_6$ , розташовані як на межах зерен, так і всередині мартенситних пластин і рейок. Другий тип - нанорозмірні частинки типу  $MX$  (карбонітриди ніобію та ванадію) з розмірами  $\leq 10$  нм.

У таблиці 5.1 наведені середні значення розмірів зерен, і фазові складові сталі ЕП-450 в чотирьох серіях після попередньої обробки.

Таблиця 5.1

Розміри зерен і фазові складові сталі ЕП-450

| № серії           | 1                | 2      | 3                         | 4                  |
|-------------------|------------------|--------|---------------------------|--------------------|
| Розмір зерна, мкм | 20–30            | 20–200 | Витягнуте уздовж прокатки | 10–20              |
| Фаза              | Ферит + 30% сорб | ферит  | Ферит + сорбіт            | 50% фер.+50% сорб. |

При ТТО може утворюватися феритна структура з малою густиною дислокацій і карбідами по межах зерен через протікання  $\gamma \rightarrow \alpha$ -перетворення при малих швидкостях охолодження у верхній температурній області. Феритні зерна за рахунок легування  $V$ ,  $Mo$ ,  $Nb$  і  $Cr$ , мають значно підвищену твердість у порівнянні зі звичайною  $\alpha$ -фазою в низьковуглецевій сталі (150-180  $кГ/мм^2$ ).

В умовах пластичної деформації модифікація дефектної субструктури може бути пов'язана зі значним збільшенням густини дефектів, що призводить до активізації процесів дифузії і виділення грубодисперсних частинок цементитної фази ( $M_3C$ ), збіднення твердого розчину вуглецем і, як результат, виключення утворення дрібнодисперсних частинок  $V$  ( $C, N$ ), що перешкоджають зростанню зерен фериту при  $T = 973$  К. В зонах максимальної густини дефектів, які формуються при пластичній деформації, і збереженої енергії деформації можливо також утворення зародків нових зерен фериту.

У таблиці 5.2 подана твердість, визначена за методом Віккерса з навантаженням 50 г для зразків з різною попередньою обробкою.

Таблиця 5.2

#### Твердість вихідних зразків сталі ЕП-450

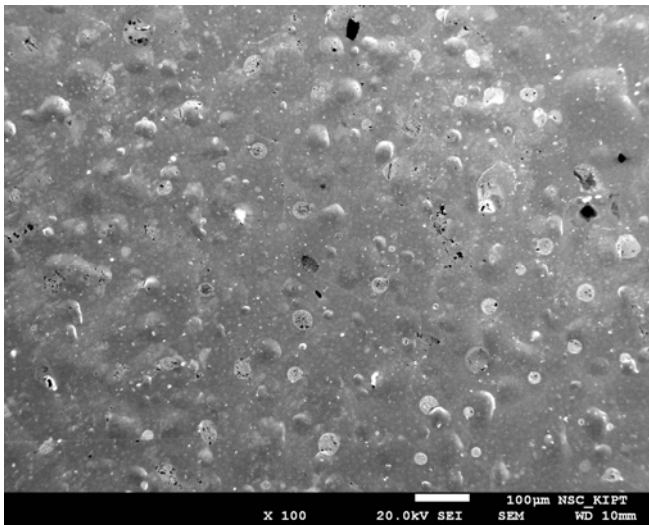
| № серії | Режим обробки        | Твердість,<br>$H_v^{50}$ , кг/мм <sup>2</sup> |
|---------|----------------------|---|
| 1       | х.д. +700°C / 1год   | 270-300                                       |
| 2       | х.д. + 1050°C / 30хв | 240-250                                       |
| 3       | х.д.                 | 385-425                                       |
| 4       | ТТО                  | 250-350                                       |

Порівняння показує, що найменшу твердість має сталь ЕП-450 після рекристалізації (серія 2), а найбільшу - після деформації на 95% (серія 3).

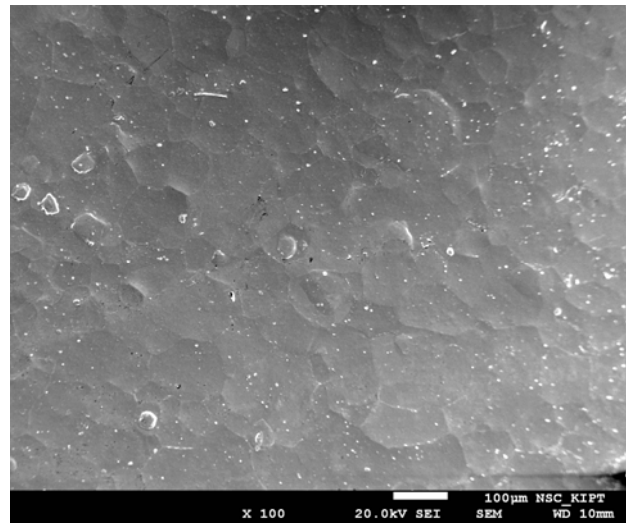
#### **5.2. Вплив опромінення в водневій плазмі тліючого розряду на структуру сталі ЕП-450**

На рис. 5.2 показана зміна морфології поверхні зразків серії 1-3 після їх опромінення при кімнатній температурі в плазмі тліючого розряду іонами

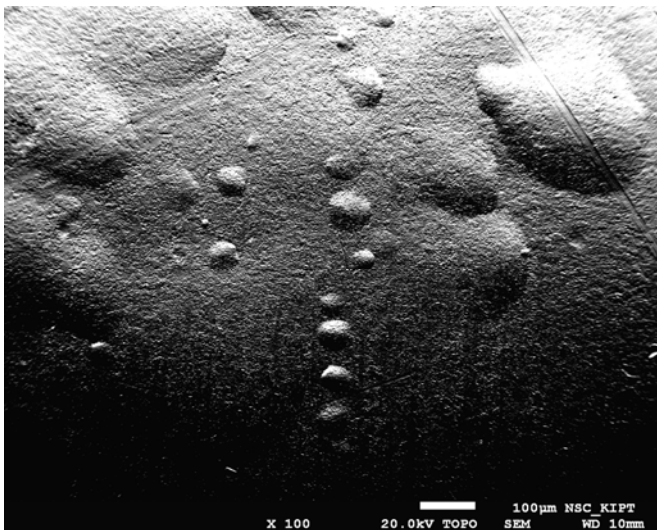
водню до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$ . На поверхні зразків перших трьох серій спостерігалось утворення блістерів.



а



б



в

Рис. 5.2. Морфологія поверхні зразків сталі ЕП-450 серії 1 (а), серії 2 (б) і серії 3 (в), опромінених іонами водню з плазми тліючого розряду до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  при температурі 283 К.

На рис. 5.3 наведені розподіли блістерів за діаметрами для зразків серій 1 – 4, опромінених іонами водню з плазми тліючого розряду до дози  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{m}^2$  при температурі 283 К. Особливості, які слід зазначити, це зміщення розподілу в бік менших розмірів для зразків після рекристалізаційного відпалу і збільшення кількості блістерів з великим діаметром після деформації на 95%. Зростання середнього діаметру блістерів обумовлене, в основному, розвитком блістерів більшого діаметру.

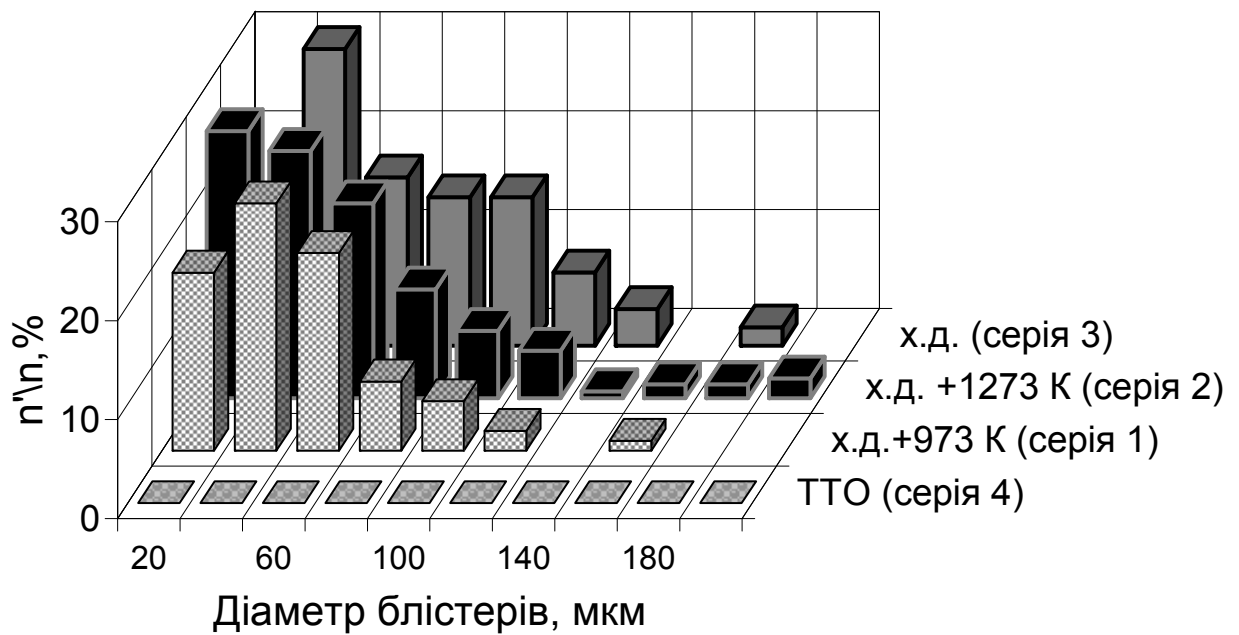


Рис. 5.3. Гістограми розподілу блістерів за діаметрами:

$n'$  – число блістерів даного діаметру;  $n$  – загальне число блістерів на зразках серій 1 – 4.

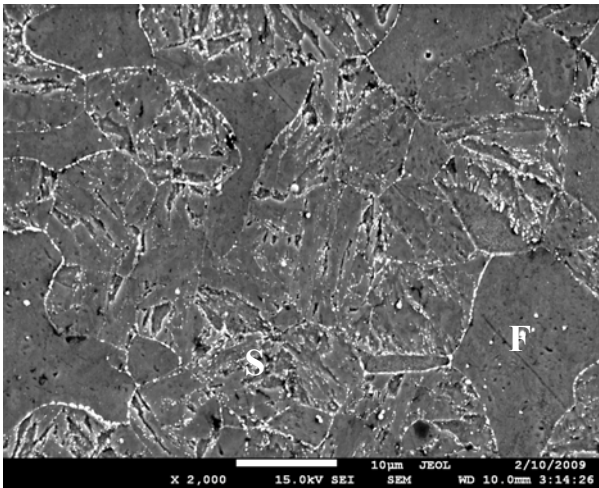
Таким чином, параметри блістерів залежать від фазового складу феритно-мартенситних сталей, морфології та розміру зерна. Ферит, крупне зерно і зародки тріщин при деформації - підсилюють блістерінг.

### 5.3. Пригнічення блістерінга при традиційній термічній обробці

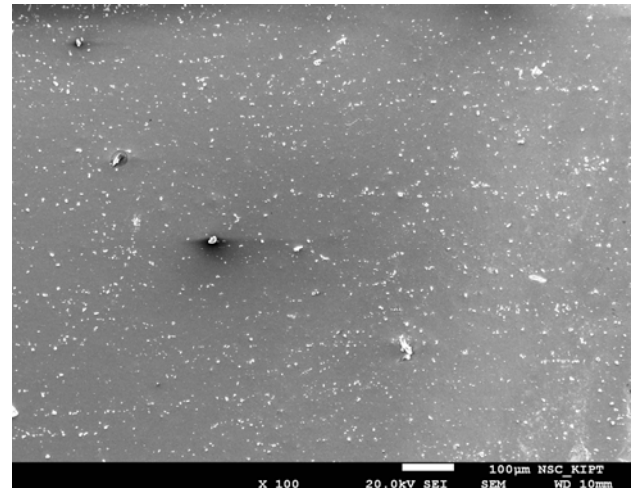
На поверхні зразків серії 4 блістери не спостерігаються, як при дозі  $1 \cdot 10^{24} \text{ Н}_2^+/\text{м}^2$ , так і при дозі більшій в 5 разів (рис.5.4). У цьому випадку поверхня піддається тільки процесу розпилення, який призводить до прояву на поверхні досить великих виділень, що слабо розпилюються, склад яких, визначений методом мікрорентгеноспектрального аналізу відповідає карбідам ніобію і молібдену (рис. 5.4, б, вставка).

Порівняння з вихідною структурою (рис. 5,а) показує, що в більшій мірі розпилюються зерна, збагачені карбідами типу  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ .

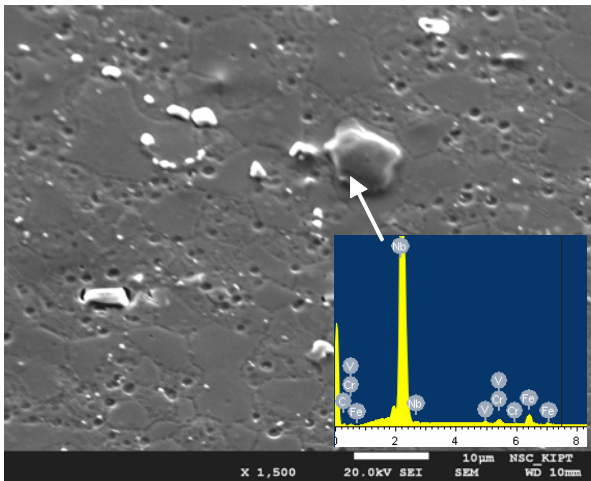




а



б



в

Рис. 5.4. Морфологія поверхні сталі ЕП-450 з ТТО вихідної (а) і після опромінення при температурі 283 К іонами водню до дози  $5 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  (б), та ж поверхня при більшому збільшенні і склад великих виділень (вставка) (в).

Змішана мікроструктура мартенситу і фериту і супутні їй великі карбіди  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  на межах феритних зерен, мають більш низькі розтягуючі та ударні властивості за Шарпі в умовах як нормалізації, так і відпуску. Ферит і великі карбіди  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  на межах зерен сприяють зародженню порожнин під час випробування на розтягнення, а також ініціюванню та зростанню тріщин під час ударних випробувань за Шарпі, що призводило до погіршення механічних властивостей. Однак, сфероїдизація великих і безперервних карбідів  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  на межах зерен під час старіння призводить до поліпшеної енергії удару Шарпі [166]. Вважається, що поліпшена енергія удару за Шарпі виходить за рахунок сфероїдизованих карбідів, які менш вразливі для ініціювання тріщини.

В [166] показано, що в сталі, що постаріла протягом 100 год., містить мартенсит і ферит і зруйнована при 333 К в випробуваннях типу Шарпі, тріщини зароджувалися на великих і безперервних карбідах  $M_{23}C_6$  уздовж меж зерен і поширювалися в ферит навіть після старіння (рис. 5.5). Грунтуючись на результатах механічних випробувань і аналізі фазових мікроструктур, був зроблений висновок, що поліпшення ударних властивостей за Шарпі після старіння для зразків з мартенситом і феритом обумовлено сфероїдизацією і вдосконаленням структури карбідів  $M_{23}C_6$  на межах феритних зерен, що ускладнює початок розвитку тріщини.

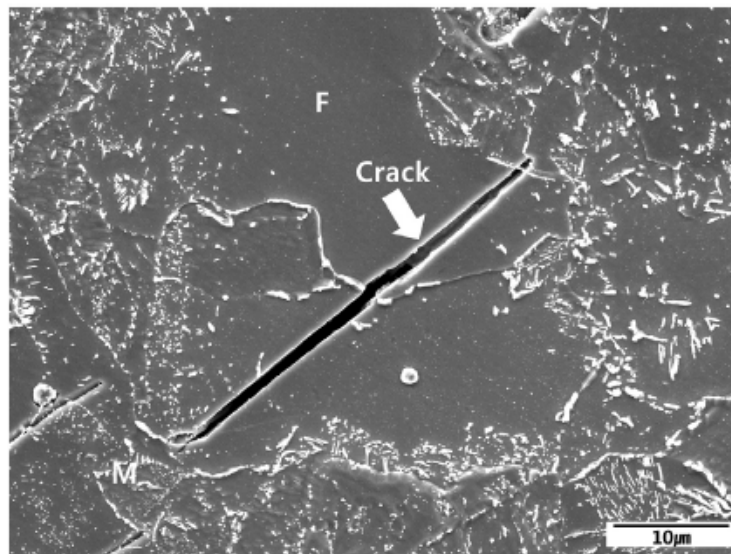


Рис. 5.5. СЕМ-микрофотография, що показує тріщину, яка пов'язана з ферритом і супутніми карбідами на межах зерен фериту (поперечний переріз загартованого зразка після випробування на удар за Шарпі при 333 К [166]).

Як показано в підрозділі 5.1, використання ТТО для зразків серії 4 дозволило зменшити розміри структурних елементів (зерен і субзерен), створити високу щільність дислокацій, змінити умови виділення дисперсних частинок при відпустці, і тим самим підвищити міцність сталі. Дисперсне зміцнення нанорозмірними частинками карбідів  $M_{23}C_6$  та карбонітридів ніобію і ванадію є одним з найбільш перспективних способів підвищення міцності ферритно-мартенситних сталей. Незважаючи на відносно невисокий

об'ємний вміст цих частинок, їх внесок в зміцнення може бути порівняним з максимальними величинами субструктурного зміцнення [165].

Таким чином, зниження тріщиноутворення і розвитку блістерів обумовлено модифікацією мікроструктури феритно-мартенситних сталей при їх традиційній термічній обробці (гартування + відпуск) і забезпечується спільною дією субструктурного (межі зерен і субзерен, висока густина дислокацій), твердорозчинного і дисперсійного зміцнення (карбіди  $M_{23}C_6$  і карбонітриди  $MX$ ), сфероїдизацією і зменшенням розмірів карбідів  $M_{23}C_6$  по межах зерен.

#### **5.4. Особливості розвитку блістерінга при плазмовому впливі**

У 90-ті роки минулого століття оцінки радіаційної стійкості матеріалів і висновки про ступінь їх придатності для експлуатації в умовах контакту з високотемпературною плазмою термоядерного реактора базувалися в основному на даних, отриманих при дослідженні поведінки матеріалів під опроміненням моноенергетичними пучками іонів ізотопів водню або гелію. Було показано, що основний внесок в радіаційну ерозію вносить гелієвий блістерінг (або флекінг), для якого при великих флюенсах спостерігається інтенсивне відшарування приповерхневих мікроучастків. За опромінення іонами ізотопів водню блістери також утворюються, але при температурах опромінення, що перевищують кімнатну ( $T > T_k$ ) вони практично не руйнуються і, отже, ерозія відсутня. Внаслідок розчинності і високої дифузійної рухливості водню в металах і сплавах критичні дози блістероутворення, що залежать від природи матеріалу і енергії іонів, як правило, вищі, ніж при гелієвому блістерінгу. В інтервалі енергій 10-500 кеВ для металів з високою розчинністю водню  $D_{кр} = (1-3) \cdot 10^{19}$  Н/см<sup>2</sup>, а з низькою -  $D_{кр} = (6-40) \cdot 10^{17}$  Н/см<sup>2</sup>. Був зроблений висновок, що, в цілому, явище водневого блістерінгу менш небезпечно в порівнянні з гелієвим блістерінгом і іншими механізмами ерозії, зокрема, розпиленням [136].

У той же час були опубліковані результати, які свідчать про те, що в реальних термоядерних реакторах через одночасну дію цілого комплексу плазмового опромінення зі складним енергетичним спектром і дії температурно-силових полів картина пошкодження поверхні матеріалів може істотно відрізнятись від спостережуваної при опроміненні моноенергетичними пучками. У зв'язку з цим виникла необхідність розробки методів більш повного моделювання комплексного впливу термоядерної плазми та дослідження з їх допомогою радіаційної пошкоджуваності матеріалів, перспективних для використання в термоядерних реакторах. Одним з таких методів є опромінення матеріалів водневою плазмою з енергіями водневих іонів або нейтралів характерними для пристінкової термоядерної плазми  $\leq 1$  кеВ [44].

В літературному огляді показано, що механізм розвитку блістерінга при опроміненні частинками водневої плазми полягає в об'єднанні надлишкових вакансій і атомів водню в воднево-вакансійні кластери. Атоми водню в воднево-вакансійних кластерах стають водневими молекулами. Кластер зростає внаслідок приєднання до нього вакансій. Коли ядро блістера досягає критичного розміру  $S_{cr}$ , внаслідок високого внутрішнього тиску водню, від внутрішньої поверхні порожнини починають розвиватися тріщини [46].

Дослідження в цій роботі морфології тріщин показало, що руйнування матеріалу при утворенні тріщин має, в основному, в'язкий характер, хоча і з елементами крихкого зламу (рис. 5.6).

В'язкий злам утворений системою лунок. На відміну від в'язкого зламу, крихкий злам являє собою сукупність плоских граней, які збігаються з межами зерен або площинами ковзання.

Деформація решітки металу і пов'язане з нею підвищення енергетичного рівня, а також розвиток дислокації і вакансій впливають на процес насичення воднем сталі. Крім спотворення гратки, яке завжди підвищує здатність абсорбувати водень, холодна деформація сталі викликає також зміну стану внутрішніх мікропорожнин сталі. Експерименти показали, що

холоднодеформована сталь може поглинути в 100 разів більше водню, ніж відпалена [161].

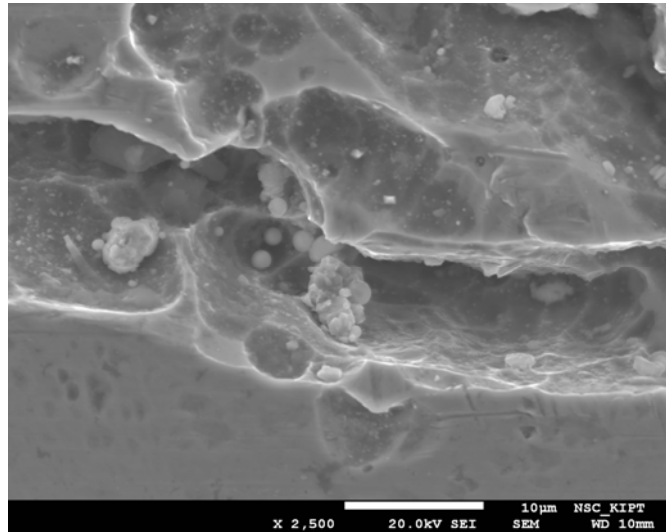


Рис. 5.6. Морфологія тріщини, що утворилася після опромінення водневою плазмою (початковий стан - холодна прокатка і подальший стабілізуючий відпал).

На структуру і властивості сталі впливає як атомарний, розчинений в ґратці водень, так і молекулярний водень, закріплений в пастках. Молекулярний водень, при досить високому тиску в пастках призводить до зародження тріщин поблизу поверхні зерна. Розчинений водень дифундує до тріщини і адсорбується на її поверхні, що призводить до зменшення поверхневої енергії, а, отже, і до зменшення опору крихкому руйнуванню.

Густина металу за холодної прокатки зазвичай зменшується. Це пояснюється тим, що при деформації утворюються міжзеренні порожнини і тріщини, що зменшують густина і збільшують об'єм металу. Однак ці зміни дуже малі (максимум 0,1-0,2%) [95]. Проте, цих пустот може виявитися досить, щоб утворити ядро тріщини. У міру збільшення дози опромінення за рахунок припливу водню тріщина буде збільшуватися спочатку в межах одного зерна, а потім почне поширюватися інтеркристалітно уздовж волокнистих зерен. Розвиток блістерінга для дослідженого інтервалу доз опромінення на зразках, котрі попередньо пройшли в тій чи іншій мірі стадію деформації, і його відсутність на недеформованих зразках з традиційною термообробкою, підтверджує це припущення.

### **5.5. Вплив інертних газів на блістерінг феритно-мартенситних сталей при взаємодії з водневими плазмовими потоками**

У конструкційних матеріалах ядерних реакторів ділення і синтезу в реакціях трансмутації крім водню і його ізотопів напрацьовується також гелій в кількостях від одного до тисячі артм, в залежності від спектру нейтронів, флюенса і складу матеріалу. Основна особливість гелію, через яку його внесок в перебіг багатьох явищ радіаційної пошкоджуваності є дуже великим, полягає в тому, що він по суті не розчиняється в твердих тілах. Отже, в інтервалі температур, при яких він рухливий, гелій дифундує в матриці і утворює бульбашки, зазвичай локалізовані на різних недосконалостях мікроструктури.

Бульбашки можуть служити зародками пор в матриці і утворювати порожнини при повзучості на межах зерен, в результаті впливу зміщувальних пошкоджень і напружень, відповідно. Незважаючи на те, що вплив гелію проявляється, в основному, як варіації в параметрах порожнин, взаємозв'язок всіх мікроструктурних процесів, що відбуваються при опроміненні, призводить до того, що відмінність у швидкості генерації гелію може також впливати на утворення виділень, дислокаційних петель і еволюцію сітки дислокацій.

У даний час добре відомий ефект опромінення іонами гелію на матеріали, передбачувані до використання в якості матеріалів першої стінки ТЯР. У цьому випадку також, іони гелію, як правило, захоплюються на вакансіях, межах зерен, дислокаціях і т.ін. [108, 110]. При збільшенні дози опромінення, атоми He утворюють гелій-вакансійні комплекси і формують гелієві бульбашки. Вплив цих бульбашок на утримання ізотопів водню досліджено для попередньо опромінених гелієм зразків [114,117] і одночасного опромінення гелієм і дейтерієм [112]. У цих дослідженнях було показано, що опромінення гелієм підсилює захоплення ізотопів водню в вольфрамі, або на бульбашках, або в полях напружень поблизу бульбашок.

У даній роботі досліджено розвиток блістерінга в сталі ЕП-450 після послідовного опромінення зразків спочатку іонами інертних газів - гелію або аргону, а потім потоками частинок дейтерію з плазми тліючого розряду. Енергія і доза опромінення іонами аргону становили 1,4 МеВ та  $1 \cdot 10^{21} \text{ Ar}^+/\text{м}^2$ , відповідно. Для іонів гелію ці величини були 30 кэВ та  $5 \cdot 10^{20} \text{ He}^+/\text{м}^2$ .

На рис. 5.8 наведена морфологія поверхні сталі ЕП-450 після опромінення при  $T_{\text{кімн}}$  іонами Ar (1400 кеВ) до дози  $1 \cdot 10^{21} \text{ Ar}^+/\text{м}^2$  і послідовно 1 кеВ дейтерієвою плазмою до дози  $5 \cdot 10^{23} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$ . На поверхні спостерігається утворення куполоподібних блістерів з середнім розміром близько 40 мкм, що приблизно в два рази більше розмірів блістерів, що утворюються в сталі при опроміненні тільки дейтерієвою плазмою. Блістери, які при цьому спостерігалися на поверхні, мали окрихченні куполи.

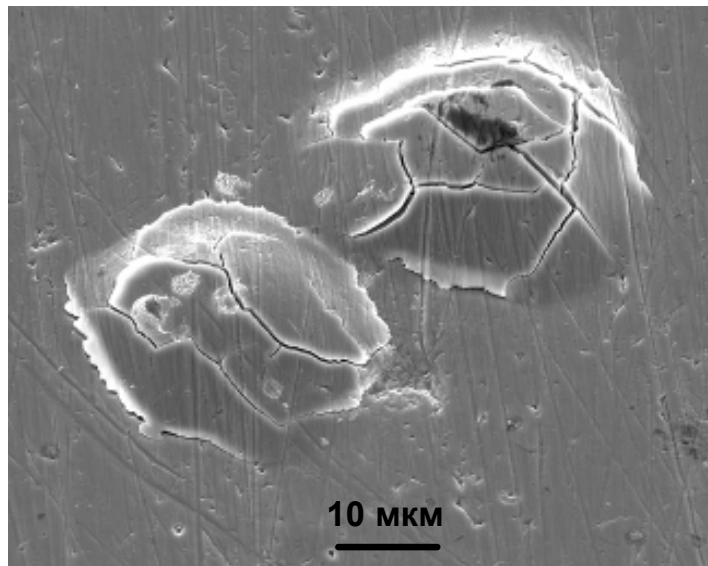


Рис. 5.7. Морфологія куполів блістерів після опромінення при  $T_{\text{кімн}}$  іонами Ar (1400 кеВ) до дози  $1 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$  і послідовно 1 кеВ дейтерієвою плазмою до дози  $5 \cdot 10^{23} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$ .

На рис. 5.8 наведено просторовий розподіл дейтерію за глибиною матеріалу, отриманий із застосуванням ядерно-фізичних методів, зокрема, ядерної реакції  $\text{D}({}^3\text{He},\text{p}){}^4\text{He}$ .

Вимір профілів дейтерію після опромінення дейтерієвою плазмою зразків, попередньо опромінених іонами Ar (1400 кеВ) до дози  $1 \cdot 10^{21} \text{ Ar}^+/\text{м}^2$

та He (30 кеВ) до дози  $5 \cdot 10^{20} \text{ He}^+/\text{м}^2$ , показав п'ятикратне посилення захоплення водню біля поверхні.

З вищенаведених результатів робиться висновок, що бульбашки гелію, що утворилися поблизу поверхні, значно зменшують потік водню з поверхні в об'єм матеріалу. Оскільки атоми водню можуть бути захоплені на периферії гелієвої бульбашки, бульбашки стають бар'єром для дифузії атомів водню. Гелій також може збільшувати поле напружень навколо бульбашок, що призводить до зменшення дифузії атомів водню через цю область.

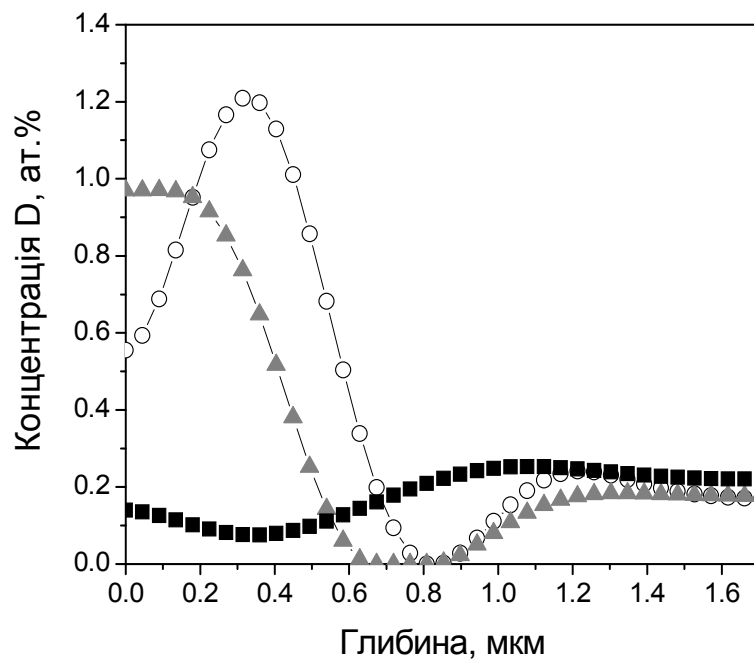


Рис. 5.8. Профілі дейтерію після опромінення тільки дейтерієвою плазмою до дози  $5 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  (■) та після попереднього опромінення Ar (1400 кеВ)  $1 \cdot 10^{21} \text{ Ar}^+/\text{м}^2$  (○) і He (30 кеВ)  $5 \cdot 10^{20} \text{ He}^+/\text{м}^2$  (▲).

Накопичення більшої кількості водню у випадку попередньої імплантації гелію підтверджують дані по термодесорбції. Рис. 5.9 показує спектри термодесорбції водню з феритно-мартенситної сталі ЕП-450 при послідовному їх опроміненні спочатку іонами гелію, а потім іонами водню.

Як видно з порівняння кривих 1 і 2 на рис. 5.9, попередня імплантація гелію зміщує інтервал температур виходу дейтерію зі сталей цього класу в бік більш високих температур. При цьому до температур  $\sim 500 \text{ К}$



газовиділення дуже мале і тільки вище цієї температури починається вихід водню. Кількість водню, що виділяється в випадку попередньої імплантації гелію, майже на порядок більше.

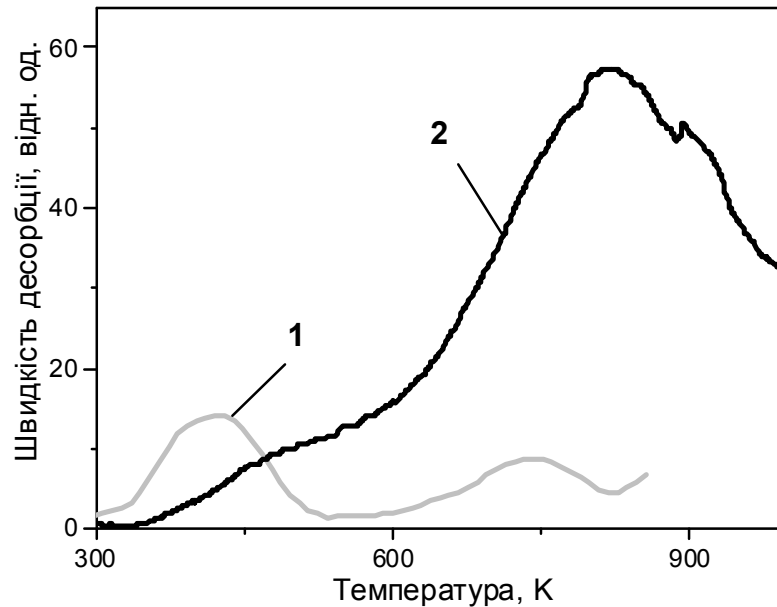


Рис. 5.10. Спектри ТД водню зі зразків сталі ЕП-450, опромінених при  $T_{\text{кімн}}$  тільки воднем до дози  $2 \cdot 10^{20} \text{ H}^+/\text{м}^2$  (крива 1), та зразків попередньо опромінених іонами гелію до дози  $5 \cdot 10^{20} \text{ He}^+/\text{м}^2$ , а потім іонами водню до дози  $2 \cdot 10^{20} \text{ H}^+/\text{м}^2$  (крива 2)

На рис. 5.10 наведено схему впливу бульбашок гелію на геометрію накопичення водню в вольфрамі з бульбашками гелію та без них [167].

У цій роботі експериментально змодельований випадок, коли водень (дейтерій) впроваджувався в шар з пошкоджуваністю  $\sim 3$  зна і концентрацією атомів інертного газу  $\sim 10$  ат.%. Експеримент полягав у імплантації іонів водню в зразки з феритно-мартенситних сталей, попередньо опромінених іонами гелію з енергією 12 кеВ. Вплив гелію на захоплення і утримання водню в сталях вивчали за допомогою методу термодесорбції.

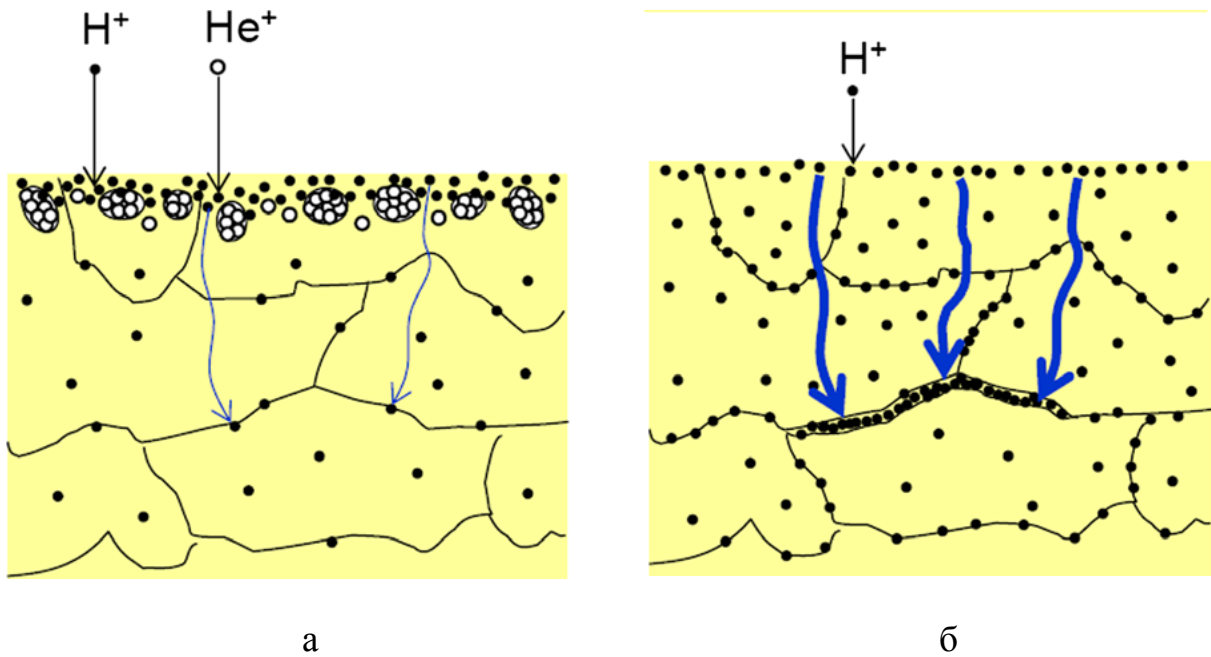


Рис. 5.10. Схема впливу бульбашок гелію на геометрію накопичення водню в вольфрамі: з бульбашками (а) та без He (б) [167].

Результати, викладені в розділі 5, опубліковано в роботі [5] та представлені на конференціях [9, 11, 14, 16].

## 5.6. ВИСНОВКИ ДО РОЗДІЛУ 5.

Досліджено вплив вихідного стану феритно-мартенситної сталі ЕП-450 та наявності інертного газу на виникнення і розвиток тріщин при дії водневої плазми тліючого розряду. Проаналізовано особливості розвитку тріщин в сталі ЕП-450.

Показано, що найбільша зміна морфології поверхні і розвиток тріщин відбувається в деформованих на 95% зразках без відпалу, найменше - в зразках з ТТО. Параметри блістерів залежать від фазового складу феритно-мартенситних сталей, морфології і розміру зерна. Наявність фериту, крупного зерна, зародків тріщин після деформації і присутність інертних газів – головні фактори, які підсилюють блістерінг.

Тріщини, що виникають в сталі ЕП-450 під дією водневої плазми тліючого розряду, мають крихко-в'язкий характер розвитку і поширюються переважно по межах зерен, тобто відбувається інтеркристалітне руйнування.

Зниження тріщиноутворення і розвитку блістерів обумовлено модифікацією мікроструктури феритно-мартенситних сталей при їх традиційній термічній обробці (гартування + відпуск) і забезпечується спільною дією субструктурного (межі зерен і субзерен, висока щільність дислокацій), твердорозчинного і дисперсійного зміцнення (карбіди  $M_{23}C_6$  і карбонітриди  $MX$ ), сфероїзацією і зменшенням розмірів карбідів  $M_{23}C_6$  по межах зерен.

Встановлено посилення захоплення водню при попередньому впровадженні іонів  $He$  або  $Ar$ . Наявність інертного газу збільшує в 5 разів утримання дейтерію біля поверхні та призводить до окрихчення куполів блістерів.

## ВИСНОВКИ

В дисертації вирішена важлива наукова задача встановлення фізичних закономірностей розвитку блістерів і тріщин, що виникають під дією потоку частинок з низько-енергетичної водневої плазми в феритно-мартенситній сталі ЕП-450 і модельному матеріалі – залізі, і виявлення структурних факторів, що сприяють пригніченню тріщиноутворення.

Комплексне дослідження впливу опромінення і попередньої деформації на еволюцію морфології та мікроструктури сталі і заліза, вивчення просторового розподілу імплантованого дейтерію ( $E = 1$  кеВ), його термоактивованого виділення при відпалі, а також впливу вихідного стану сталі на розвиток блістерінга дозволило встановити наступне:

1. Вперше для феритно-мартенситної сталі ЕП-450 і заліза при досягненні критичної дози опромінення виявлено розвиток блістерів і макроскопічних тріщин при енергії іонів водню найбільш ймовірних для плазми біля стінки в ТЯР ( $\leq 0,5$  кеВ/іон Н(D)) і високої густини потоку ( $\sim 10^{19}$  Н<sup>+</sup>(D<sup>+</sup>)/(м<sup>2</sup>·с). Вперше показано, що лінійний розмір тріщин приблизно дорівнює діаметру блістерів.

2. Температурний інтервал виникнення блістерів і тріщин в сталі ЕП-450 і залізі становить  $(0,09-0,2) \cdot T_{пл}$ . Вперше показано, що температурні інтервали розвитку водневого блістерінга і водневої крихкості практично збігаються для феритно-мартенситних сталей і обумовлені дифузійною рухливістю водню, температурою і міцністю матеріалу.

3. Вперше показано, що при збільшенні ступеня холодної деформації з 10 до 95% відбувається п'ятикратне зниження критичної дози блістероутворення феритно-мартенситної сталі ЕП-450 під дією потоків частинок водневої плазми. Розміри блістерів і тріщин в  $\sim 5$  разів, а густина майже на 3 порядки більші в деформованій сталі в порівнянні з попередньо відпаленою сталлю. Найбільший розмір тріщин близько 500 мкм спостерігався при деформації на 95%.

4. Найбільша інтенсивність процесів, що призводять до зміни морфології поверхні та розвитку тріщин спостерігається в деформованій без подальшого відпалу феритно-мартенситній сталі ЕП-450, що містить в своєму об'ємі зародки тріщин – підвищену густину дислокацій. Сфероїзація і зменшення розмірів карбідів  $M_{23}C_6$  і карбонітридів по межах зерен при традиційній термічній обробці призводить до зниження, а наявність інертного газу (гелій або аргон) – до зростання тріщиноутворення і розвитку блістерів.

5. Під дією низько-енергетичної водневої плазми тріщини розвиваються за крихко-в'язким механізмом і поширюються переважно межами зерен (інтеркристалітне (міжзерене) руйнування). Вперше показано, що блістерінг і утворення тріщин вноситимуть найбільший внесок в деградацію структури феритно-мартенситної сталі коли температура поверхні буде знижуватись до значень  $\sim 373$  К, що може мати місце під час аварійної зупинки термоядерного реактора.

Сукупність одержаних результатів про фізичну природу і закономірності розвитку блістерів і тріщин, що відбуваються в поверхневих шарах твердих тіл під дією потоку частинок з низькоенергетичної водневої плазми, дозволяє прогнозувати певні аспекти поведінку матеріалів в термоядерних реакторах і енергетичних установках 4-го покоління, а також розвиває фундаментальні уявлення про фізику радіаційної пошкоджуваності твердих тіл.

Автор вважає своїм приємним обов'язком висловити вдячність науковому керівнику доктору фізико-математичних наук Толстолуцькій Галині Дмитрівні за сприяння, велику увагу, цінні поради та рекомендації при підготовці дисертації.

Автор вдячний директору ІФТТМТ професору Воєводіну В.М. за корисну дискусію і критичні зауваження за матеріалами наданої дисертації.

Висловлюю вдячність колективу рідного відділу за участь в обробці результатів експериментів.

Автор висловлює щире подяку колективу лабораторії 14-50 за моральну підтримку при виконанні дисертаційної роботи, допомогу в проведенні експериментів, терпіння і розуміння.

Автор вважає своїм обов'язком згадати добрим словом своїх перших вчителів у науці: Грибанова Юрія Олександровича і, тих, що на превеликий жаль вже пішли з життя, Рибалко Віктора Федосійовича і Бендікова Валерія Ісаковича.

**ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ**

1. Волков Е.Д., Грибанов Ю.А., Неклюдов И.М., Никитин А.В., Опалев О.А., Рыбалко В.Ф., Тернопол А.М., Черный Б.П., Хазан С.М. Особенности эрозии поверхности стали типа Х13 при экспозиции в водородной плазме // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 1988. № 5(47). С. 58-61.
2. Бендиков В.И., Рыбалко В.Ф., Хазан С.М., Никитин А.В., Опалев О.А., Ружицкий В.В. Температурная зависимость возникновения трещин в приповерхностных слоях ферритной стали 12Х12М1БФР под действием потока ионов водорода // Атомная энергия 1990. Том 68, № 6. С. 406-408.
3. Никитин А.В., Ружицкий В.В., Неклюдов И.М., Толстолуцкая Г.Д., Копанец И.Е. Влияние деформации на возникновение трещин в стали Х13М2БФР под действием потока ионов водорода // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2014. № 2(90). С. 34-38.
4. Толстолуцкая Г.Д., Никитин А.В., Ружицкий В.В., Рыбальченко Н.Д., Василенко Р.Л., Короткова И.М. Развитие трещин в ферритной стали при облучении водородной плазмой // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2016. № 2(102). С. 25-32.
5. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskyi V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Garner F.A. Blister formation on 13Cr2MoNbVB ferritic-martensitic steel exposed to hydrogen plasma // Journal of Nuclear Materials 2016. Vol. 478. P. 26-31.
6. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Rostova G.Y., Rybalchenko N.D. Temperature dependence of surface topography and deuterium interaction with a pure  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy high-flux D plasma // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика плазмы 2016. № 6(106). С. 117-120.
7. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Rostova G.Y., Rybalchenko N.D., Sungurov B.S. Application

of hydrogen embrittlement models to the blister growth behavior in 12Cr2MoNbVB steel and  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy D plasma // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2017. № 2(108). С. 22-28.

8. Неклюдов И.М., Никитин А.В., Ружицкий В.В. Влияние деформации на возникновение трещин в стали 12Х12М2БФР под действием потока ионов водорода // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 271-272.

9. Воеводин В.Н., Толстолицкая Г.Д., Ружицкий В.В., Копанец И.Е., Карпов С.А., Никитин А.В. Влияние облучения гелием и водородом на диффузионные процессы в феррито-мартенситных сталях // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 281-282.

10. Воеводин В.М., Толстолицка Г.Д., Ружицкий В.В., Копанец І.Є., Нікітін А.В., Карпов С.О., Слюсаренко Т.М. Комплекс на базі трьох суміщених прискорювачів заряджених часток для вивчення процесів радіаційних пошкоджень, ускладнених наявністю газових трансмутантів // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 101-102.

11. Толстолицкая Г.Д., Ружицкий В.В., Карпов С.А., Копанец И.Е., Никитин А.В., Слюсаренко Т.М. Влияние радиационных дефектов на захват и удержание водорода и гелия в аустенитных и ферритно-мартенситных сталях // 7-я Международная конференция «Ядерная и радиационная физика», 08-11 сентября 2009 г., г. Алматы, Республика Казахстан: тезисы докладов / ИЯФ НЯЦ РК. г. Алматы, 2010. С. 89.

12. Tolstolutskaaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S. A., Nikitin A.V. The Role of Radiation Damage on Retention and Temperature Intervals of Helium and Hydrogen Detrapping in Structural Materials



// 15th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-15), 16-22 October 2011: Proceeding of conference. Charleston, South Carolina, 2011. Abstract 15-003.

13. Толстолицька Г.Д., Копанець І.Є., Ружицький В.В., Карпов С.О., Нікітін А.В. Вплив радіаційних пошкоджень на накопичення та розподіл дейтерію в ферито-мартенситних сталях // XIX Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 6-11 сентября 2010 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2010. С.95-96.

14. Толстолицька Г.Д., Воеводин В.Н., Копанець І.Є., Ружицький В.В., Карпов С.А., Нікітін А.В. Механізми удержання дейтерія в конструкційних сталях в умовах радіаційного впливу // XX Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 10-15 сентября 2012 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2012. С.85-86.

15. Tolstolutskaya G.D., Karpov S.A., Ruzhytskyi V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Nikitin A.V., Sungurov B.S. Effect of displacement damage and inert gas impurities on deuterium retention and detrapping in ferritic-martensitic steels // 16th International Conference on Fusion Reactor Materials (16 ICFRM) 20-26 October 2013: Proceeding of conference. Beijing, China, 2013. Abstract 16-010.

16. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskyi V.V., Neklyudov I.M., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S.A. Blister formation on 13Cr2MoNbVB steel exposed to hydrogen plasma // 17th International Conference on Fusion Reactor Materials (17 ICFRM) 12-26 October 2015: Proceeding of conference. Aachen, Germany, 2015. Abstract P027.

17. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskyi V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L. Temperature dependence of surface topography and deuterium retention in steels of ferritic class and a pure  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy, high-flux D plasma // International Conference and School on Plasma Physics and Controlled Fusion 12-15 September 2016. Proceeding of conference. NSC KIPT Kharkov, Ukraine, 2016. P.95.

18. Tolstolutsкая G.D., Nikitin A.V., Ruzhyskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Sungurov B.S. Surface Topography and Development of Cracks in Ferritic-Martensitic Steel Exposed to Low-Energy Deuterium Plasma // 16th International Conference on Plasma-Facing Materials and Components for Fusion Applications 16 - 19 May 2017. Proceeding of conference. Neuss/Düsseldorf, Germany, 2017. Abstract P.2-82.

19. Колачев Б.А. Водородная хрупкость металлов. М.: Металлургия, 1985. 216 с.

20. Нельсон Г.Г. Водородное охрупчивание. Охрупчивание конструкционных сталей и сплавов. М.: Металлургия. 1988, С. 256–333.

21. Гольцов В.А. Материаловедение — значение и место в водородной экономике // Водородная обработка материалов: Сб. информ. материалов II Международ. конф.: “ВОМ–98”, Донецк, 2–4 июня 1998 г., С. 10–12.

22. Барьяхтар В.Г., Буравлев Ю.М., Кушнир М.П., Милославский А.Г. Водород в диффузионных процессах химико—термической обработки металлов и сплавов. Киев: Наукова думка, 1999. 254 с.

23. Ткачов В.І. Проблеми водневої деградації металів // Фіз.–хіміч. механіка матеріалів. 2000. № 4. С. 7–14.

24. Klueh R.L., Nelson A.T. Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors // Journal of Nuclear Materials. 2007. Vol. 371. P. 37-52.

25. Воеводин В.Н., Неклюдов И.М. Проблемы радиационной стойкости конструкционных материалов ядерной энергетики // Вестник Харьковского университета. 2006. № 746. С. 3-22.

26. Компаниец Т.Н. К проблеме выбора сталей для реактора ДЕМО // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. 2009. № 3. С. 16-24.

27. Шкабура И. Время быстрых // Росэнергоатом. 2009. № 12. С. 6-11.

28. Леонтьева-Смирнова М.В. и др. Микроструктура и механические свойства малоактивируемой ферритно-мартенситной стали ЭК-181(RUSFER-ЕК-181) // Перспективные материалы. 2006. № 6. С. 40-52.

29. Леонтьева-Смирнова М.В. и др. Структурные особенности жаропрочных 12 %-ных хромистых сталей с быстрым спадом активности // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Материаловедение и новые материалы. 2004. Вып. 2(63). С. 142-155.

30. Chernov V.M. et al. Structural materials for fusion power reactors – the RF R&D activities // Nuclear Fusion. 2007. Vol. 47. P. 1-10.

31. Leonteva-Smirnova M.V. et al. Investigation of heat treatment conditions on the structure of 12% chromium reduced activation steels // Journal of Nuclear Materials. 2002. Vol. 307-311. P. 466-470.

32. Solonin M.I. et al. Present status and future prospect of the Russian program for fusion low-activation materials // Journal of Nuclear Materials. 2000. Vol. 283-287. P. 1468–1472.

33. Шевяко Н.А., Астафурова Е.Г., Тюменцев А.Н., Леонтьева-Смирнова М.В., Чернов В.М. Влияние термической обработки на структуру и фазовый состав жаропрочной стали ЭК-181 // Известия Высших учебных заведений. Физика. 2009. Т. 52, №12/2. С. 137-141.

34. Тюменцев А.Н., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В., Астафурова Е.Г., Шевяко Н.А., Литовченко И.Ю. Особенности микроструктуры ферритно-мартенситной (12 %Cr) стали ЭК-181 после термообработок по разным режимам // Журнал технической физики. 2012. Т. 82, Вып. 1. С. 52-58.

35. Шевяко Н.А., Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Астафурова Е.Г., Леонтьева-Смирнова М.В., Чернов В.М., Андреев А.В. Влияние режимов термообработки на микроструктуру малоактивируемой ферритно-мартенситной стали ЭК-181 // Известия высших учебных заведений. Физика. 2013. Т. 56, № 5. С. 51-54.

36. Полехина Н.А., Литовченко И.Ю., Тюменцев А.Н., Астафурова Е.Г., Чернов В.М., Леонтьева-Смирнова М.В., Андреев А.В. Влияние температуры отпуска на закономерности фазовых превращений в ферритно-мартенситной стали ЭК-181 // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Термоядерный синтез. 2014. Том 37, Вып.1. С. 34-40.

37. Polekhina N.A., Litovchenko Yu., Tyumentsev A.N., Astafurova E.G., Chernov V.M., Leontieva-Smirnova M.V. The effect of annealing temperature on the features of structural phase transformations of the hardened ferritic-martensitic steel EK-181 // *Journal of Nuclear Materials*. 2014. Vol. 455. P. 496-499.
38. Huang Q. et al. Recent progress of R&D activities on reduced activation ferritic/martensitic steels // *Journal of Nuclear Materials*. 2013. Vol. 442. P. S2-S8.
39. Klueh R.L. Harries D.R. High-chromium ferritic and martensitic steels for nuclear applications / ASTM Stock Number MONO3, 2001. 221 p.
40. Raju S. et al. Measurement of transformation temperatures and specific heat capacity of tungsten added reduced activation ferritic–martensitic steel // *Journal of Nuclear Materials*. 2009. Vol. 389. P. 385-393.
41. Tan L. et al. Microstructure control for high strength 9 % Cr ferritic-martensitic steels // *Journal of Nuclear Materials*. 2012. Vol. 422. P. 45-50.
42. Beghini M., Benamati G., Bertini L., Ricapito I. and Valentini R. Effect of hydrogen on the ductility reduction of F82H martensitic steel after different heat treatments // *J. Nuclear Materials*. 2001. Vol. 288. P. 1-6.
43. Залужный А.Г., Копытин В.П., Маркин А.В. и др. Влияние некоторых структурных факторов на проникновение водорода через конструкционные материалы в процессе бомбардировки ионами водорода // *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение*. 1990. №. 1(52). С. 51-53.
44. Scherzer B.M.U. in: *Sputtering by Particle Bombardment II*, Springer, Berlin, R. Behrisch (Ed.), 1983. P. 271–355.
45. Shu W.M., Kawasuso A., Yamanishi T. Deuterium retention, blistering and local melting at tungsten exposed to high-fluence deuterium plasma // *Journal of Nuclear Materials*. 2009. Vol.390 – 391. P. 1017-1021.
46. Ren X.C., Zhou Q.J., Shan G.B., Cyu W.Y., Li J.X., SU Y.J. and Qiao L.J.. A Nucleation Mechanism of Hydrogen Blister in Metals and Alloys // *Metallurgical and materials transactions*. 2008. Vol. 39A. P. 87-97.

47. Lindig S, Balden M., Alimov V. Kh., Yamanishi T., Shu W.M. and Roth J. Subsurface morphology changes due to deuterium bombardment of tungsten // *Phys. Scr.* 2009. T138. 014040 (5pp).
48. Hirth J. P. Effect of hydrogen on the properties of iron and steel // *Metallurgical Transactions A.* 1980. Vol. 11. P. 861-890.
49. Völkl J. and Alefeld G. Diffusion in Solids (edited by A. S. Nowick and J. J. Burton), 1975. Chap. 5. Academic Press, New York. 231 p.
50. Kiuchi K. and McLellan R.B. The solubility and diffusivity of hydrogen in well-annealed and deformed iron // *Acta Metallurgica.* 1983. Vol.31, Issue 7. P. 961-984.
51. Oriani R. A. The diffusion and trapping of hydrogen in steel // *Acta Metallurgica.* 1970. Vol. 18. P. 147-157.
52. Gibala R. Internal friction in hydrogen—charged iron // *Trans. Metall. Soc. A.I.M.E.* 1967. 239. P. 1574-1585.
53. De Sante D. F. and Tetelman A. S. The annealing of hydrogen-induced microcracks in iron-3 pct silicon // *Trans. Metall. Soc. A.I.M.E.* 1968. 242. P. 1473-1478.
54. Harhai J. G. Viswanathan T. S. and Davis H. M. Mechanism of storage of occluded hydrogen by cold worked iron-carbon alloys // *Trans. Am. Soc. Metals.* 1965. Vol. 58. P.210-216.
55. Koenig H. J. and Lange K. W. Diffusions koeffizienten des wasserstorffs in binaren eisenlegierungen zwischen 25 und 300°C // *Archs Eisenhütt.* 1975. Vol.46. P.237-241.
56. Chene J., Galland J. and Azou P. Hydrogen in metals // 2nd Hydrogen Met. Proc. Int. Congr. 1977, Paris, France, 1A3.
57. Sieverts, A.: Z. The solubility of gases in metals // *Metallk.* 1929. Vol. 21. P. 37-46.
58. Wallace J. P. Ordering of hydrogen in  $\alpha$ -iron // *Scripta metall.* 1978. Vol.12, Issue 9. P. 791-794.
59. Гельд П.В., Рябов Р.А., Кодес Е.С. Водород и несовершенства структуры металлов. М.: Metallurgia, 1979. 221 с.

60. Мирзоев А.А., Мирзаев Д.А., Ракитин М.С. Влияние примесей на растворение водорода в оцк-железе // Вестник ЮУрГУ. 2011. № 10. Сер. Математика. Механика. Физика. Вып. 4. С. 77-83.
61. Samuels L. E. and Wallwork G. R. Thermal oxidation properties of metallic coatings // *Inst. Metals*. 1956. Vol.85. P. 177-183.
62. Turnbull A. Hydrogen diffusion and trapping in metals. In: *Gaseous hydrogen embrittlement of materials in energy technologies*. Edited by Richard P. Gangloff and Brian P. Somerday. Woodhead Publishing Limited, 2012. 364 p.
63. Serra E., Benamati G., Ogorodnikova O.V. Hydrogen isotopes transport parameters in fusion reactor materials // *Journal of Nuclear Materials*. 1998. Vol.255. P.105–115.
64. Völkl J. The Gorsky effect // *Ber. Bunseng. Phys. Chem*. 1972. Vol.76. P.797-805.
65. Katz L., Guinan M. and Borg R. J. Diffusion of H<sub>2</sub>, D<sub>2</sub>, and T<sub>2</sub> in Single-Crystal Ni and Cu // *Phys. Rev*. 1971. B4. Vol.330. P. 31-38.
66. Vineyard G. H. Frequency factors and isotope effects in solid state rate processes // *J. Phys. Chem. Solids*. 1957. Vol.3. P.121-127.
67. Aiello A., Ricapito I., Benamati G. Hydrogen Isotopes Permeability in Eurofer 97 Martensitic Steel// *Fusion Sci. Technol*. 2002. Vol. 41. P. 872-876.
68. Serra E., Perujo A., Benamati G. Influence of traps on the deuterium behaviour in the low activation martensitic steels F82H and Batman // *Journal of Nuclear Materials*. 1997. V. 245, P. 108-114.
69. Serra E., Perujo A., Forcey K.S. Influence of traps on deuterium diffusion in the martensitic steel DIN 1.4914 MANET // *Vuoto*. 1997. Vol. 3. P. 18-27.
70. Forcey K.S., Ross D.K., Simpson J.C.B. Hydrogen transport and solubility in 316L and 1.4914 steels for fusion reactor applications // *Journal of Nuclear Materials*. 1988. Vol. 160. P. 117-124.
71. Schliefer F., Liu C. and Jung P. Diffusion and permeation of hydrogen in low-activation martensitic stainless steel – effect of irradiation // *Journal of Nuclear Materials*. 2000. Vol. 283-287. P. 540-544.

72. Yao Z., Liu C. and Jung P. Diffusion and Permeation of Deuterium in EUROFER97: Effect of Irradiation and of Implanted Helium // *Fusion Sci. Technol.* 2005. Vol. 48. P. 1285-1291.
73. Wedig F. and Jung P. Effects of irradiation and implantation on permeation and diffusion of hydrogen isotopes in iron and martensitic stainless steel // *Journal of Nuclear Materials.* 1997. Vol. 245, Is. 2-3. P. 138-146.
74. Черданцев Ю.П., Чернов И.П., Тюрин Ю.И. Методы исследования систем металл-водород: учебное пособие. Томск. Изд-во ТПУ, 2008. 286 с.
75. Redhead P.A. Thermal desorption of gases // *Vacuum.* 1962. Vol.12. №4. P.203-244.
76. Жолнин А.Г., Залужный А.Г. Диффузионно-контролируемая термодесорбция газа из твердого тела // *Поверхность.* 1986. №10. С.33-40.
77. McNabb A. A, Foster P.K. New analysis of the diffusion of hydrogen in iron and ferritic steels // *Trans. Met. Soc. AIME.* 1963. Vol.227. P. 618-627.
78. Myers S.M. Defect trapping of ion-implanted deuterium in Fe / S.M. Myers, S.T. Picraux et al. // *J. Appl. Phys.* 1979. Vol. 50, №9. P. 5710-5719.
79. Choo W. Y. and Lee J.Y. Thermal analysis of trapped hydrogen in pure iron // *Metallurgical Transactions A.* 1982. Vol.13. P. 135–140.
80. Kumnick, A. J. and Johnson, H. H. Deep trapping states for hydrogen in deformed iron // *Acta Metallurgica.* 1980. Vol. 28. P. 33-39
81. Terentyev D., Dubinko V., Bakaev A., Zayachuk Y, Van Renterghem W., Grigorev P. Dislocations mediate hydrogen retention in tungsten // *Nucl. Fusion.* 2014. Vol.54. 042004 pp.1-5.
82. Гельд П.В., Рябов Р.А., Мохрачева Л.П. Водород и физические свойства металлов и сплавов: гидриды переходных металлов / М.: Наука, 1985. 232 с.
83. Максимов Е.Г. , Панкратов О.А. Водород в металлах // *УФН.* 1975. Т. 118, вып. 3. С. 385-412.
84. Спивак, Л.В. Синергетические эффекты деформационного отклика в термодинамически открытых системах металл – водород // *Успехи физических наук.* 2008. Т. 178, № 9. С. 897-922.

85. Shekari E., M. R. Shishesaz, Rashed Gh., Farzam M. and Khayer E. Failure Investigation of Hydrogen Blistering on Low-strength Carbon Steel // Iranian Journal of Oil & Gas Science and Technology. 2013. Vol. 2. No. 2. P. 65-76.

86. Шашкова Л.В. Фрактально-синергетические аспекты локальной микроповреждаемости и разрушения диффузионно-активированной водородом стали. Диссертация на соискание ученой степени доктора физико-математических наук. 2014. Москва. 336 с.

87. Полухин В.А., Белякова Р.М., Ватолин Н.А., Пастухов В.А. Влияние диффузионного движения водорода на структуру железа в кристаллическом, жидком и аморфном состояниях // ДАН СССР. Физика. 1987. Т. 296, № 3. С. 591-595.

88. Гельд П.В., Волынцев А.Б., Спивак Л.В., Халдеев Г.В. Синергизм в эффектах обратного механического последствия при наводороживании железа // ДАН СССР. 1981. Т. 261, № 3. С. 659-662.

89. Карпенко Г.В., Крипякевич Р.И. Влияние водорода на структуру и свойства сталей. М.: Металлургиздат, 1962. 198 с.

90. Шрейдер А.В., Шпарбер И.С., Арчаков Ю.И. Влияние водорода на нефтяное и химическое оборудование. М.: Машиностроение, 1976. 144 с.

91. Продив И. М. и др. Влияние напряжений на распределение водорода в железе // Физико-химическая механика материалов. 1982. № 6. С. 102-103.

92. Oriani R.A. Hydrogen embrittlement of steel // Mat. Sci. 1978. Vol.8. P. 327-357.

93. Маричев В.А. Современные представления о водородном охрупчивании при замедленном разрушении // Защита металлов. 1980. Т. 26, № 5. С. 531-543.

94. Солнцев Ю.П., Замятин М.М., Ежов А.А. Оценка склонности к хрупкому разрушению конструкционных сталей, предназначенных для работы в изделиях больших сечений // Физико-химическая механика материалов. 1980. Т.16, № 4. С. 46-48.

95. Трефилов В.П., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. Киев: Наукова думка, 1975. 315 с.



96. Cornet M., Talbot S. Present ideals about mechanisms of hydrogen embrittlement of iron and ferrous alloys // *Met. Sci.* 1978. № 6. P. 335-339.
97. Troiano A.R. The role of hydrogen and other interstitials in the mechanical behavior of metals // *Trans. Amer. Soc. for Metals.* 1960. Vol. L-II. P. 54-80.
98. Мороз Л.С., Чечулин Б.Б. Водородная хрупкость металлов. М.: Металлургия, 1967. 256 с.
99. Gaseous hydrogen embrittlement of materials in energy technologies. Volume 2: Mechanisms, modelling and future developments / Edited by Richard P. Gangloff and Brian P. Somerday. Woodhead Publishing Limited, 2012. 500 p.
100. Shimada M., Pitts R., Loarte A et.al. ITER research plan of plasma-wall interaction // *Journal of Nuclear Materials.* 2009. Vol. 390—391. P. 282-285.
101. Loarte A. et al. Progress on the application of ELM control schemes to ITER scenarios from the non-active phase to DT operation // *Nucl. Fusion.* 2014. Vol. 54. P. 033007.
102. Loarte A. et al. Transient heat loads in current fusion experiments, extrapolation to ITER and consequences for its operation // *Phys. Scr.* 2007. Vol. 128. P. 222-228.
103. Martin Balden, Lindig Stefan, Manhard Armin, Jeong-Ha You. D2 gas-filled blisters on deuterium-bombarded tungsten // *Journal of Nuclear Materials.* 2011. Vol.414. P.69–72.
104. Hofer W.O., Roth J. (Eds.). *Physical Processes of the Interaction of Fusion Plasmas with Solids*, Academic Press, San Diego. 1996. 342 p.
105. Roth J., Tsitrone E., Loarte A. et.al. Recent analysis of key plasma wall interactions issues for ITER // *Journal of Nuclear Materials.* 2009. Vol.390–391. P. 1-9.
106. Scherzer B.M.U. in: R. Behrisch (Ed.), *Sputtering by Particle Bombardment II*, Springer, Berlin. 1983. P. 271–355.
107. Condon J.B., Schober T. Hydrogen bubbles in metals // *Journal of Nuclear Materials.* 1993. Vol. 207. P.1-24.

108. Myers S.M., Richards P.M., Wampler W.R., Besenbacher F. Ion-beam studies of hydrogen-metal interactions // *Journal of Nuclear Materials*. 1989. Vol.165. P.9-64.
109. Causey R.A. Hydrogen isotope retention and recycling in fusion reactor plasma-facing components // *Journal of Nuclear Materials*. 2002. Vol.300. P. 91-117.
110. Roth J., Tsitrone E., Loarer T. et.al. *Plasma Phys. Control. Fusion*. 2008. V.50. 103001.
111. Skinner C.H., Haasz A.A., Alimov V.Kh. et.al. Recent Advances on Hydrogen Retention in ITER's Plasma-Facing Materials: Beryllium, Carbon, and Tungsten // *Fusion Sci. Technol*. 2008. Vol.54. P.891-945.
112. Alimov V.Kh., Roth J. Hydrogen isotope retention in plasma-facing materials: review of recent experimental results // *Phys. Scr*. 2007. T128. P. 6-13.
113. Causey R.A., Doerner R., Fraser H., Kolasinski R.D., Smugeresky J., Umstadter K., Williams R. Defects in tungsten responsible for molecular hydrogen isotope retention after exposure to low energy plasmas // *Journal of Nuclear Materials*. 2009. Vol.390–391. P. 717-720.
114. Enomoto N., Muto S., Tanabe T., Davis J.W., Haasz A.A. Grazing-incidence electron microscopy of surface blisters in single- and polycrystalline tungsten formed by  $H^+$ ,  $D^+$  and  $He^+$  irradiation // *Journal of Nuclear Materials*. 2009. Vol.385. P. 606-614.
115. Lindig S., Balden M., Alimov V.Kh., Yamanishi T., Shu W.M., Roth J. Subsurface morphology changes due to deuterium bombardment of tungsten // *Phys. Scr*. 2009. T138. 014040 (5pp).
116. Liu Yue-Lin, Zhang Ying, Zhou Hong-Bo, Lu Guang-Hong, Liu Feng, Luo G.-N., Vacancy trapping mechanism for hydrogen bubble formation in metal // *Phys. Rev*. 2009. B 79. P. 172103.
117. Miyamoto M., Nishijima D., Ueda Y., Doerner R.P., Kurishita H., Baldwin M.J., Morito S., Ono K., Hanna J. Observations of suppressed retention and blistering for tungsten exposed to deuterium–helium mixture plasmas // *Nucl. Fusion* 2009. V.49. P. 065035.

118. Ueda Y., Kashiwagi H., Fukumoto M., Ohtsuka Y., Yoshida H. Effects of helium ions on hydrogen isotope behavior in tungsten // *Fusion Sci. Technol.* 2009. Vol.56. P. 85-90.

119. Fukumoto M., Ohtsuka Y., Ueda Y., Taniguchi M., Kashiwagi M., Inoue T., Sakamoto K. Blister formation on tungsten damaged by high energy particle irradiation // *Journal of Nuclear Materials.* 2008. Vol. 375. P. 224-228.

120. Shu W.M. High-dome blisters formed by deuterium-induced local superplasticity // *Appl. Phys. Lett.* 2008. Vol.92. P. 211904.

121. Shu W.M., Wakai E., Yamanishi T. Blister bursting and deuterium bursting release from tungsten exposed to high fluences of high flux and low energy deuterium plasma // *Nucl. Fusion* 2007. Vol.47. P. 201-209.

122. Ueda Y., Shimada T. and Nishikawa M. Impacts of carbon impurities in hydrogen plasmas on tungsten blistering // *Nucl. Fusion* 2004. Vol. 44. P. 62–67.

123. Wang W., Roth J., Lindig S., Wu C.H. Blister formation of tungsten due to ion bombardment // *Journal of Nuclear Materials.* 2001. Vol.299. P.124-131.

124. Fukumoto M., Ohtsuka Y., Ueda Y., Taniguchi M., Kashiwagi M., Inoue T., Sakamoto K. Blister formation on tungsten damaged by high energy particle irradiation // *Journal of Nuclear Materials* 2008. Vol.375. P. 224–228.

125. Ueda Y., Funabiki, Shimada T. et al. Hydrogen blister formation and cracking behavior for various tungsten materials // *Journal of Nuclear Materials.* 2005. Vol.337–339. P.1010-1014.

126. Takigawa A., Matsumoto T., Miyake A. et. al. Surface structure formation of presolar alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ): hydrogen and Helium ion irradiation experiments // 44th Lunar and Planetary Science Conference (2013).

127. Muto S. and Enomoto N. Substructures of Gas-Ion-Irradiation-Induced Surface Blisters in Silicon Studied by Cross-Sectional Transmission Electron Microscopy // *Materials Transactions.* 2005. Vol. 46. No. 10. P. 2117-2124.

128. Kuznetsov A.S., Gleeson M.A., Bijkerk F. Ion effects in hydrogen-induced blistering of Mo/Si multilayers // *Journal of Applied Physics.* 2013. Vol.114(11). P. 113507-113512.

129. Бурченко П.Я., Волков Е.Д., Грибавов Ю.А., и др. Исследование эрозии материалов в разряде с осциллирующими электронами // ЖТФ. 1985. Т. 55, вып. 11. С. 2134-2138.

130. Габович М.Д. Физика и техника плазменных источников ионов. М.: Атомиздат, 1972. 304 с.

131. Котов В.И., Миллер В.В. Фокусировка и разделение по массам частиц высоких энергий / М., Атомиздат, 1969. 280 с.

132. Толстолицкая Г.Д., Воеводин В.Н., Неклюдов И.М., Копанец И.Е. Метрологические характеристики методов неразрушающего контроля поверхностей твердых тел ионными пучками // Труды XIX Национального научного симпозиума с международным участием «Метрология и метрологическое обеспечение 2009». - С 10 сентября 2009г. по 14 сентября 2009г. Болгария, г. Созополь. С.173-179.

133. Scherzer V.M.U., Bay H.L., Berisch R., Borgesen P., Roth J. Depth profiling of helium in Ni and Nb; comparison of different methods // Nuclear Instruments and Methods. 1978. Vol. 157. P. 75-81.

134. Жуков А.И., Рыбалко В.Ф., Толстолицкая Г.Д., Копанец И.Е., Верхоробин Л.С. Определение профиля залегания дейтерия в материалах по выходу продуктов ядерных реакций // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. 1992. №1(58),2(59). С. 133-135.

135. Sigmund P. Theory of sputtering. I. Sputtering yields of amorphous and polycrystalline targets // Phys. Rev. 1969. Vol. 184. P. 383-345.

136. Гусев В.М. Гусева М.И., Красулин Ю.Л. Распыление и блистеринг некоторых материалов при бомбардировке ионами водорода и гелия // Физика и химия обработки материалов. 1976. № I. С. 15-21.

137. Bohdansky J. A universal relation for the sputtering yield of monatomic solids at normal ion incidence // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. 1984. Vol. 2, Issues 1-3. P. 587-591.

138. Behrisch R., Eckstein W. Sputtering by particle bombardment, experiments and computer calculations from threshold to MeV energies. Topics in Applied Physics, 110, Springer, 2007.

139. Yamamura Y., Tawara H. Atom Data Nucl. Data Tables. 1996. 62. 149 p.

140. Eckstein W., Dohmen R., Mutzke A., Schneider R. SDTrimSP: A Monte-Carlo code for calculating collision phenomena in randomized targets, // IPP Report 12/3 (2007), Max-Planck-Institut für Plasmaphysik, Garching.

141. Roth J., Sugiyama K., Alimov V., Hörschen T., Baldwin M., Doerner R. EUROFER as wall material: Reduced sputtering yields due to W surface enrichment // Journal of Nuclear Materials. 2014. Vol.454. P. 1–6.

142. Jacob W. et al. RAFM Steels as an Option for a Plasma-facing Material at the first Wall of DEMO // ICFRM-17. Invited\_22\_Jacob\_pdf. (Aachen. Germany) October 2015.

143. Воеводин В.Н., Неклюдов И.М. Эволюция структурно-фазового состояния и радиационная стойкость конструкционных материалов – К.: Наукова думка, 2006. –374 с.

144. Beavan L.A., Scanlan R.M., Seidman D.N. The Defect Structure of Depleted Zones in Irradiated Tungsten // Acta Met. 1971. Vol. 19. P. 1339-1342.

145. Dudarev S.L. Thermal mobility of interstitial defects in irradiated materials // Physical Review B. 2002. Vol. 65, #224105. P. 1–8.

146. Enomoto N., Muto S., Tanabe T. et al. Glazing-incidence electron microscopy of surface blisters in single- and polycrystalline tungsten formed by  $H^+$ ,  $D^+$  and  $He^+$  irradiation // Journal of Nuclear Materials. 2009. Vol. 385, P. 606-614.

147. Herms E., Olive J.M., Puiggali M. Hydrogen embrittlement of 316L type stainless steel // Materials Science and Engineering. 1999. Vol. 272, №2. P. 279-283.

148. Гольштейн М.И., Грачев С.В., Векслер Ю.Г. Специальные стали. М. Металлургия, 1985. 408 с.

149. Birnbaum H. K. Mechanisms of hydrogen related fracture of metals / in Environment-Induced Cracking of Metals, R. P. Gangloff and M. B. Ives, eds. NACE Houston, 1988, P. 21-30.

150. Jones R.H. Application of hydrogen embrittlement models to the crack growth behavior of fusion reactor materials // Journal of Nuclear Materials. 1986. Vol. 141-143. P. 468-475.

151. Shu W.M., Wakai E. and Yamanishi T. Blister bursting and deuterium bursting release from tungsten exposed to high fluences of high flux and low energy deuterium plasma // Nucl. Fusion. 2007. Vol.47. P. 201–209.

152. Fukai Y. and Okuma N. Formation of Superabundant Vacancies in Pd Hydride under High Hydrogen Pressures // Phys. Rev. Letters. 1994. Vol.73. No.12. P. 1640-1643.

153. Shu W.M., Kawasuso A., Yamanishi T. Recent findings on blistering and deuterium retention in tungsten exposed to high-fluence deuterium plasma // Journal of Nuclear Materials. 2009. Vol. 386–388. P. 356–359.

154. Gerberich W.W., Livne T. and Chen X. in: Proc. Symp.on Modeling Environmental Effects on Crack Initiation and Propagation, Toronto, Canada, 1985, Eds. R.H. Jones and W.W. Gerberich (TMS-AIME, Warrendale, PA).

155. Williams D.P. and Nelson H.G. Embrittlement of 4130 steel by low-pressure gaseous hydrogen // Metall. Trans. 1970. Vol.1. P. 63-69.

156. Pasco R.W., Sieradzki K. and Ficalora P.J. A surface chemistry kinetic model of gaseous hydrogen embrittlement // Scripta Metall. 1982. Vol.16. P. 881-890.

157. Frandsen J.D and Marcus H.L. Environmentally assisted fatigue crack propagation in steel // Metallurgical transactions A. 1977. Vol. 8a. P. 265-272.

158. Gangloff R.P. and Wei R.P. Gaseous hydrogen embrittlement of high strength steels // Metallurgical transactions A. 1977. Vol. 8a. P. 1043-1053.

159. Herms E., Olive J.M., Puiggali M. Hydrogen embrittlement of 316L type stainless steel // Materials Science and Engineering. 1999. Vol. 272, №2 p. P.279-283.

160. Ashby C. Proc. Third Topical Meeting on Fusion Reactor Materials, Albuquerque, NM 1983, Eds. J.B. Whitley, K.L. Wilson and F.W. Clinard, Jr. (North-Holland, Amsterdam, 1984) 1406 p.

161. Владимиров В.И. Физическая природа разрушения металлов / М.: Металлургия, 1984. 280 с.

162. Чернов В.М., Ермолаев Г.Н., Леонтьева-Смирнова М.В. Вязкость разрушения хромистой (12%) ферритно-мартенситной стали ЭК-181 при нагружении на сосредоточенный изгиб // Журнал технической физики. 2010. Т 80, вып. 7. С. 5-12.

163. Chernov V.M., Kardashev B.K., Moroz K.A. Low-temperature embrittlement and fracture of metals with different crystal lattices. –Dislocation mechanisms // Nuclear Materials and Energy. 2016. Vol.22. P.1-6.

164. Dvoriashin A.M., Porollo S.I. et al. Mechanical properties and microstructure of three Russian ferritic/martensitic steels irradiated in BN-350 reactor to 50 dpa at 490 °C // Journal of Nuclear Materials. 2007. Vol.367–370. P. 92-96.

165. Litovchenko I.Yu., Polekhina N.A., Tyumentsev A.N., Astafurova E.G., Chernov V.M., Leontyeva-Smirnova M.V. The effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of heat-resistant ferritic–martensitic steel EK-181 // Journal of Nuclear Materials. 2014. Vol.455. P. 665–668.

166. Park Min-Gu, Lee Chang-Hoon, Moon Joonoh, Park Jun Young, Lee Tae-Ho, Kang Namhyun, Kim Hyung Chan. Effect of microstructural evolution by isothermal aging on the mechanical properties of 9Cr-1WVTa reduced activation ferritic/martensitic steels // Journal of Nuclear Materials. 2017. Vol.485. P. 15-22.

167. Ueda Y., Fukumoto M., Yoshida J. et al. Simultaneous irradiation effects of hydrogen and helium ions on tungsten // Journal of Nuclear Materials. 2009. Vol. 386–388. P. 725–728.

**ДОДАТОК А. СПИСОК ПУБЛІКАЦІЙ ЗА ТЕМОЮ ДИСЕРТАЦІЇ**

Список публікацій, у яких опубліковано основні результати дисертації:

1. Волков Е.Д., Грибанов Ю.А., Неклюдов И.М., Никитин А.В., Опалев О.А., Рыбалко В.Ф., Тернопол А.М., Черный Б.П., Хазан С.М. Особенности эрозии поверхности стали типа Х13 при экспозиции в водородной плазме // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 1988. № 5(47). С. 58-61.
2. Бендиков В.И., Рыбалко В.Ф., Хазан С.М., Никитин А.В., Опалев О.А., Ружицкий В.В. Температурная зависимость возникновения трещин в приповерхностных слоях ферритной стали 12Х12М1БФР под действием потока ионов водорода // Атомная энергия 1990. Том 68, № 6. С. 406-408.
3. Толстолуцкая Г.Д., Никитин А.В., Ружицкий В.В., Рыбальченко Н.Д., Василенко Р.Л., Короткова И.М. Развитие трещин в ферритной стали при облучении водородной плазмой // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2016. № 2(102). С. 25-32.
4. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskyi V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Garner F.A. Blister formation on 13Cr2MoNbVB ferritic-martensitic steel exposed to hydrogen plasma // Journal of Nuclear Materials 2016. Vol. 478. P. 26-31.
5. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Rostova G.Y., Rybalchenko N.D. Temperature dependence of surface topography and deuterium interaction with a pure  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy high-flux D plasma // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика плазмы 2016. № 6(106). С. 117-120.
6. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L., Rostova G.Y., Rybalchenko N.D., Sungurov B.S. Application of hydrogen embrittlement models to the blister growth behavior in 12Cr2MoNbVB



steel and  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy D plasma // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2017. № 2(108). С. 22-28.

Список публікацій, які засвідчують апробацію матеріалів дисертації:

7. Неклюдов И.М., Никитин А.В., Ружицкий В.В. Влияние деформации на возникновение трещин в стали 12Х12М2БФР под действием потока ионов водорода // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 271-272, (доповідач).

8. Воеводин В.Н., Толстолуцкая Г.Д., Ружицкий В.В., Копанец И.Е., Карпов С.А., Никитин А.В. Влияние облучения гелием и водородом на диффузионные процессы в феррито-мартенситных сталях // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 281-282, (доповідач).

9. Воеводін В.М., Толстолуцька Г.Д., Ружицький В.В., Копанець І.Є., Нікітін А.В., Карпов С.О., Слюсаренко Т.М. Комплекс на базі трьох суміщених прискорювачів заряджених часток для вивчення процесів радіаційних пошкоджень, ускладнених наявністю газових трансмутантів // XVIII Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 8-13 сентября 2008 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2008. С. 101-102, (доповідач).

10. Толстолуцкая Г.Д., Ружицкий В.В., Карпов С.А., Копанец И.Е., Никитин А.В., Слюсаренко Т.М. Влияние радиационных дефектов на захват и удержание водорода и гелия в аустенитных и ферритно-мартенситных сталях // 7-я Международная конференция «Ядерная и радиационная физика», 08-11 сентября 2009 г., г. Алматы, Республика Казахстан: тезисы докладов / ИЯФ НЯЦ РК. г. Алматы, 2010. С. 89. (доповідач).

11. Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S. A., Nikitin A.V. The Role of Radiation Damage on Retention and Temperature Intervals of Helium and Hydrogen Detrapping in Structural Materials // 15th International Conference on Fusion Reactor Materials (ICFRM-15), 16-22 October 2011: Proceeding of conference. Charleston, South Carolina, 2011. Abstract 15-003, (участь в обговоренні).

12. Толстолуцька Г.Д., Копанець І.Є., Ружицький В.В., Карпов С.О., Нікітін А.В. Вплив радіаційних пошкоджень на накопичення та розподіл дейтерію в ферито-мартенситних сталях // XIX Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 6-11 сентября 2010 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2010. С.95-96, (доповідач).

13. Толстолуцкая Г.Д., Воеводин В.Н., Копанец И.Е., Ружицкий В.В., Карпов С.А., Никитин А.В. Механизмы удержания дейтерия в конструкционных сталях в условиях радиационного воздействия // XX Международная конференция «Физика радиационных явлений и радиационное материаловедение», 10-15 сентября 2012 г., г. Алушта: труды / ННЦ ХФТИ. Харьков, 2012. С.85-86, (доповідач).

14. Tolstolutskaya G.D., Karpov S.A., Ruzhytskyi V.V., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Nikitin A.V., Sungurov B.S. Effect of displacement damage and inert gas impurities on deuterium retention and detrapping in ferritic-martensitic steels // 16th International Conference on Fusion Reactor Materials (16 ICFRM) 20-26 October 2013: Proceeding of conference. Beijing, China, 2013. Abstract 16-010, (заочно).

15. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskyi V.V., Neklyudov I.M., Voyevodin V.N., Kopanets I.E., Karpov S.A. Blister formation on 13Cr2MoNbVB steel exposed to hydrogen plasma // 17th International Conference on Fusion Reactor Materials (17 ICFRM) 12-26 October 2015: Proceeding of conference. Aachen, Germany, 2015. Abstract P027, (участь в обговоренні).

16. Nikitin A.V., Tolstolutskaya G.D., Ruzhytskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Vasilenko R.L. Temperature dependence of surface topography and deuterium retention in steels of ferritic class and a pure  $\alpha$ -Fe exposed to low-energy, high-flux D plasma // International Conference and School on Plasma Physics and Controlled Fusion 12-15 September 2016. Proceeding of conference. NSC KIPT Kharkov, Ukraine, 2016. P.95, (доповідач).

17. Tolstolutskaya G.D., Nikitin A.V., Ruzhytskiy V.V., Kopanets I.E., Karpov S.A., Sungurov B.S. Surface Topography and Development of Cracks in Ferritic-Martensitic Steel Exposed to Low-Energy Deuterium Plasma // 16th International Conference on Plasma-Facing Materials and Components for Fusion Applications 16 - 19 May 2017. Proceeding of conference. Neuss/Düsseldorf, Germany, 2017. Abstract P.2-82, (участь в обговоренні).

Список публікацій, які додатково відображають наукові результати дисертації:

18. Никитин А.В., Ружицкий В.В., Неклюдов И.М., Толстолицкая Г.Д., Копанец И.Е. Влияние деформации на возникновение трещин в стали X13M2БФР под действием потока ионов водорода // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение 2014. № 2(90). С. 34-38.