

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

Нікітін Аркадій Валерійович



УДК 669.017:539.16

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

01.04.07 - фізика твердого тіла

АВТОРЕФЕРАТ

дисертації на здобуття наукового ступеня
кандидата фізико–математичних наук

Харків - 2017

Дисертацією є рукопис.

Робота виконана в Національному науковому центрі «Харківський фізико-технічний інститут» Національної академії наук України.

Науковий керівник: доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник
Толстолуцька Галина Дмитрівна,
Національний науковий центр «Харківський фізико-технічний інститут» НАН України, начальник лабораторії фізики взаємодії іонних пучків з матеріалами відділу фізики радіаційних явищ і радіаційного матеріалознавства

Офіційні опоненти: доктор фізико-математичних наук, старший науковий співробітник
Остапчук Павло Миколайович,
Інститут електрофізики і радіаційних технологій НАН України, провідний науковий співробітник;

кандидат фізико-математичних наук, професор
Бадіян Євген Юхимович,
Харківський національний університет імені В.Н. Каразіна МОН України, професор кафедри фізики твердого тіла

Захист дисертації відбудеться « 21 » листопада 2017 р. о 14 годині на засіданні спеціалізованої вченої ради Д 64.845.01 Національного наукового центру «Харківський фізико-технічний інститут» НАН України за адресою: 61108, м. Харків, вул. Академічна, 1, конференц-зал.

З дисертацією можна ознайомитись у науковій бібліотеці Національного наукового центру «Харківський фізико-технічний інститут» НАН України за адресою: 61108, м. Харків, вул. Академічна, 1.

Автореферат розісланий «06 » жовтня 2017 року.

Вчений секретар
спеціалізованої вченої ради Д 64.845.01



Мануйленко О.В.

ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА РОБОТИ

Актуальність теми дисертації. Відповідно до оцінки Міжнародного енергетичного агентства споживання енергії у світі за останні десятиріччя зростало 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 виготовленні, 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.

Під впливом потоку частинок з водневої низькоенергетичної плазми високої густини ерозія поверхні посилюється внаслідок розвитку ряду явищ фізичної деградації, включаючи блістерінг, розпилення, випаровування і розтріскування. Крім того, накопичення тритію і дейтерію в матеріалах реактора може істотно вплинути 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 пошкоджувальність феритно-мартенситних (ф/м) сталей, систематичних експериментальних досліджень щодо взаємодії потоків частинок, зокрема заряджених, з водневою 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», затвердженій 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 задачі 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.

Методи дослідження. Для виявлення фізичних закономірностей взаємодії феритно-мартенситної сталі ЕП-450 і заліза з воднем, що імплантований з плазми тліючого розряду при напрузі на електродах 1000 В і потоці - $10^{19} \text{ H}^+(\text{D}^+)/(\text{м}^2 \cdot \text{с})$, 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, 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 блістерів і тріщин, їх густини, глибини розташування, кінетики розвитку від мікроструктури сталі, дози і температури опромінення.

2. Встановлене посилення блістероутворення в деформованій холодною прокаткою ф/м сталі в порівнянні з попередньо відпаленою сталлю, а саме: 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 сфероїзація і зменшення розмірів карбідів M_{23}C_6 по межах зерен.

4. Встановлено збіг температурних інтервалів $((0,09-0,2) T_{\text{пл}})$ ($T_{\text{пл}}$ - температура плавлення)) виникнення в сталі ЕП-450 і залізі блістерів та тріщин і 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-мартенситної сталі, її морфології, зокрема, розміру зерна, сфероїзації 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 та налаштування експериментального обладнання; спільно зі 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 за 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 наукові результати дисертаційної роботи були представлені, обговорені та отримали позитивну оцінку на таких 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 PPMC, 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.

ОСНОВНИЙ ЗМІСТ РОБОТИ

У **Вступі** обґрунтовано актуальність вибраної теми, визначено об'єкт та предмет дослідження, мету й завдання дисертації, показано зв'язок дисертаційної роботи з науковими програмами та темами, визначено наукову новизну результатів і можливість їх практичного застосування, відображено особистий внесок здобувача в опублікованих, разом зі співавторами, наукових працях, представлено інформацію про апробацію результатів, описано структуру та обсяг дисертаційної роботи.

Розділ 1 «Огляд літератури» є оглядовим і складається з декількох підрозділів. В першому та другому підрозділах виконаний огляд літературних джерел щодо впливу водню на механічні властивості сталей, розглянуті чинники, що визначають процеси накопичення та перенесення водню в сталях (розчинність, дифузія), а також роль недосконалостей їх мікроструктури (точкові дефекти і їх комплекси, дислокації, домішкові атоми і таке інше) в захопленні водню. В третьому підрозділі розглянуті основні процеси ерозії в токамаці: фізичне розпилення (ізотопами Н, домішковими атомами) в результаті бомбардування поверхонь, обернених до плазми, як іонами, так і нейтральними атомами, що утворюються при перезарядці; ерозія при ELMs (Edge Localized Modes) зривах плазми - розвалі всього розряду, а також при уніполярних дугах, які запалюються на стінках камери; блістерінг з двома різними механізмами: (і) накопичення газових бульбашок з високим тиском всередині, що виникають у дуже близьких до поверхні шарах, і (ii) відшаровування меж зерен в глибшій частині насичених шарів внаслідок стискаючого напруження; хімічне розпорошення - ерозія матеріалу в результаті утворення легких з'єднань атомів матеріалу і ізотопів водню. У четвертому підрозділі розглянуті закономірності розвитку блістерингу під дією потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми в

конструкційних матеріалах. В п'ятому підрозділі обговорюються моделі, розроблені для водневого окрихчення (ВО) матеріалів [1]. В теорії водневої крихкості двома параметрами, від яких значною мірою залежить швидкість росту тріщини, є температура і активність (фугітивність) водню [2]. Для пояснення ВО заліза і сталі у різний час запропоновані різні теорії, які, в тій чи іншій мірі пояснюючи зростання тріщини, враховують дифузію, адсорбцію, агрегування водню на дефектах, декогезію ґратки, молізацію водню. 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 напруженість сколу. Адсорбційний і декогезійний механізми враховують дифузію водню під впливом градієнта напружень в область трьохосових розтягуючих напружень, де він накопичується до критичної концентрації. Критична комбінація концентрації водню і розтягуючих напружень призводить до зародження і розвитку тріщини. Водень знижує когезійну міцність ґратки. Розвиток блістерінгу може бути пов'язаним з декількома одночасно або послідовно діючими переліченими вище елементарними механізмами.

В огляді також представлено обґрунтування необхідності 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, і виявлення структурних факторів, що сприяють пригніченню блістеро- і тріщиноутворення.

У підсумку на підставі аналізу літературних джерел сформульовано основні задачі дисертаційної роботи та напрямки їх вирішення.

Другий розділ «Методи досліджень, експериментальне обладнання та матеріали» присвячений опису матеріалів, експериментального устаткування і методів вивчення блістерінга феритно-мартенситної сталі і заліза під впливом потоків часток з низькоенергетичної водневої плазми.

В роботі в якості вихідних матеріалів використовували сталь ЕП-450 (тип Х12) з хімічним складом (ваг.%): С-0,118; Cr-12; Ni-0,28; Mn-0,26; Mo-1,41; Nb-0,46; V-0,21; Si-0,21; P-0,034; S-0,004; Fe-залишок, і α -залізо з чистотою 99,9 ваг.%.

Опромінення зразків проводили плазмою «відбивного розряду» з енергією іонів ізотопів водню (0,8...0,85) eU_p , де U_p - напруга розряду, і «тліючого розряду» з енергією і густиною струму іонів 1 кеВ і 20 А/м², відповідно. Максимальний флюенс опромінення становив $1 \cdot 10^{25}$ H₂⁺ (D₂⁺)/м². Залежно від розв'язуваної задачі для опромінення використовували іони, як водню, так і дейтерію. Застосування дейтерію давало можливість досліджувати концентраційні залежності за допомогою методики ядерних реакцій, а також відокремити іонноімплантований водень і водень навколишнього середовища.

¹ 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.

² Колачев, Б.А. Водородная хрупкость металлов / М.: Металлургия, 1985. 216 с.

Зразки поміщали в тримач, що дозволяє змінювати температуру опромінення і підтримувати її з точністю $\pm 2,5$ К, як за рахунок резистивного нагріву, так і охолодження тримача рідким азотом.

Застосування відеокамери дозволяло безперервно контролювати кінетику зростання білістерів під час опромінення. Комплекс з трьох прискорювачів заряджених частинок, пучки яких суміщені на мішені, використовувався для одночасного опромінення матеріалів пучками важких іонів та гелію і водню, а також вимірювання профілів розподілу дейтерію по глибині з використанням ядерної реакції (ЯР) $D(^3\text{He}, p)^4\text{He}$ і аналізуючого пучка іонів ^3He ($E=0,3\dots 1,4$ MeV).

Деформацію зразків в діапазоні 5-95% здійснювали шляхом прокатки при кімнатній температурі. Металографічні дослідження структури матеріалу проводили на мікрошліфах, виготовлених з використанням металографічного комплексу в складі заливного преса PR4X для запресовування в бакеліт досліджуваних зразків, автоматичної шліфувально-полірувальної машини GPX300 з програмним керуванням, інверсійного оптичного мікроскопу CX-51 з аналізатором зображення IA-32 фірми «LECO». 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».

Скануючу і просвічуючу електронну мікроскопію використовували для дослідження морфології поверхні і мікроструктури зразків і шліфів. Застосування монопольного мас-спектрометра в динамічному режимі дозволило визначити особливості термодесорбції дейтерію в інтервалі температур 100...1500 К при швидкості нагріву ~ 6.5 К/с.

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

У третьому розділі «Особливості ерозії поверхні сталі типу ЕП-450 і α -заліза при експозиції в водневій плазмі» наведені результати з впливу опромінення потоками іонів водню з тліючого і відбивного розрядів на поверхню і приповерхневі шари феритно-мартенситної сталі ЕП-450 і α -заліза. Виміряні коефіцієнти розпилення S сталі іонами водню в діапазоні енергій 0,5...1,2 кеВ. Вивчені зміни морфології поверхні та мікроструктури сталі і заліза в результаті опромінення великими (до 10^{25} $\text{H}_2^+/\text{м}^2$) флюенсами іонів.

Коефіцієнти ерозії матеріалу вимірювали за втратою маси зразка в результаті опромінення. Зважування зразків проводили з точністю 10^{-5} г.

Залежність коефіцієнта розпилення при кімнатній енергії являє собою криву з близькою до похилої ділянки в області енергій ~ 1 кеВ (рис. 1).

За абсолютною величиною для дослідженого діапазону енергій значення коефіцієнтів розпилення сталі ЕП-450 іонами водню практично не відрізняються від коефіцієнтів розпилення для Єврофер і аустенітних нержавіючих сталей і складають $(0,3\dots 1,5) \cdot 10^{-1}$ ат. Fe/H.

Термообробка (відпал при 1073 К після прокатки) не впливає на величини S .

Вимірювання методом зворотного Резерфордівського розсіювання іонів гелію з енергією 1,4 MeV від поверхні сталі ЕП-450 після опромінення потоками водню до дози $1 \cdot 10^{25} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ не показали виборчого розпилення. Збагачення поверхні молибденом або ніобієм не спостерігалось при межі виявлення важкої домішки, яка становить 10^{-2} мас. %.

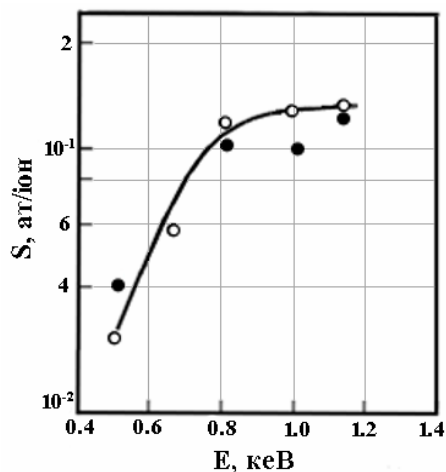


Рис. 1. Залежність коефіцієнта розпилення сталі типу ЕП-450 від енергії іонів водню для дози $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ при кімнатній температурі (о – гаряча прокатка в вакуумі; • – відпал при 800 °C після прокатки).

Вивчення рельєфу поверхні зразків показало, що при дозах опромінення іонів водню близько $1 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ на поверхні виникають невисокі випуклості (рис. 2).

За зовнішнім виглядом випуклості нагадують блістери, однак їх розміри на два порядки перевищують розміри блістерів, характерних для енергій іонів водню 1 кеВ. Проте, ustalена назва таких випуклостей на сьогодні – блістери.

Поверхнева густина блістерів і їх середній розмір виходять на насичення при критичній дозі $D_{\text{кр}}$, котра визначається конкуренцією температури зразка і концентрації водню.

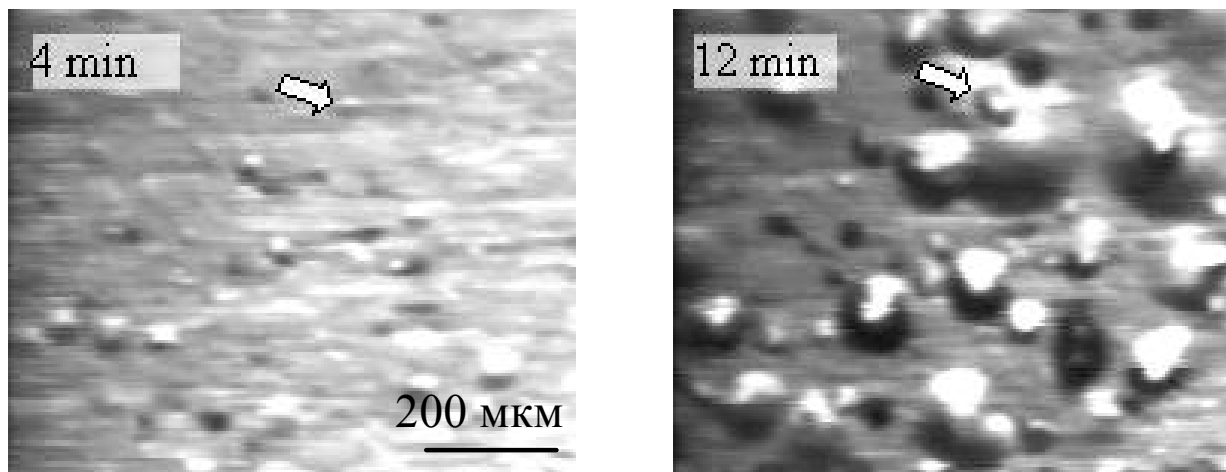
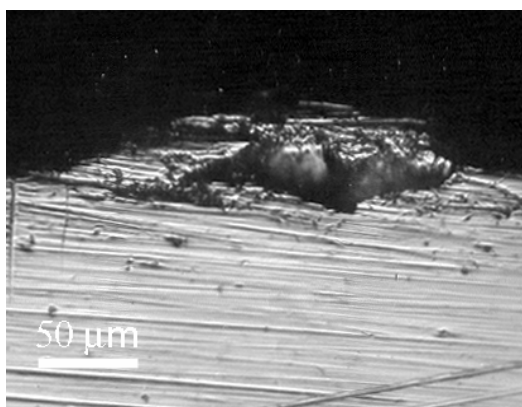
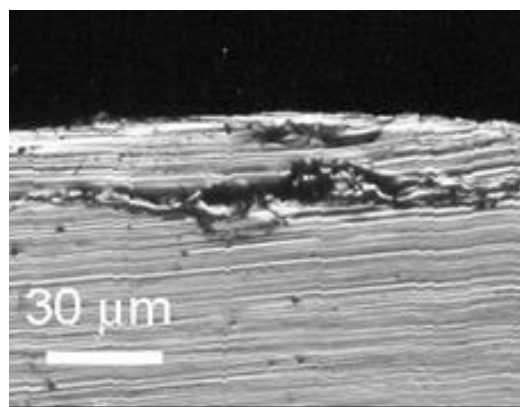


Рис. 2. Розвиток випуклостей на поверхні сталі ЕП-450 під дією потоків частинок низькоенергетичної плазми водню.

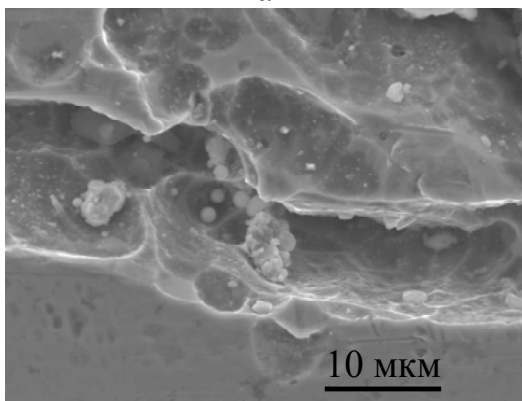
Металографічні дослідження торцевих шліфів зразків, на поверхні яких спостерігалися блістери, показали, що в поверхневому шарі металу під блістером розташовується тріщина (рис.3). Лінійний розмір тріщини приблизно дорівнює діаметру блістера.



а



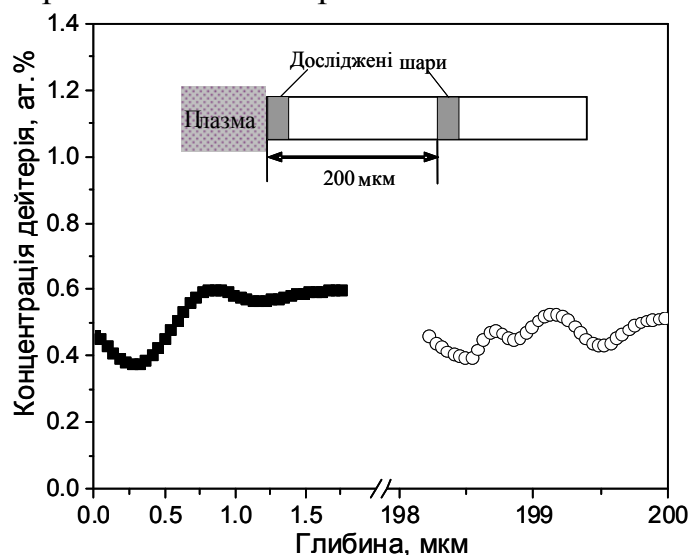
б



в

Рис. 3. Торцеві шліфи феритно-мартенситної сталі, опроміненої до дози $10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ при 283 К: приповерхневий блістер (а), розташування тріщин відносно поверхні (б) і мікрорельєф тріщини (в).

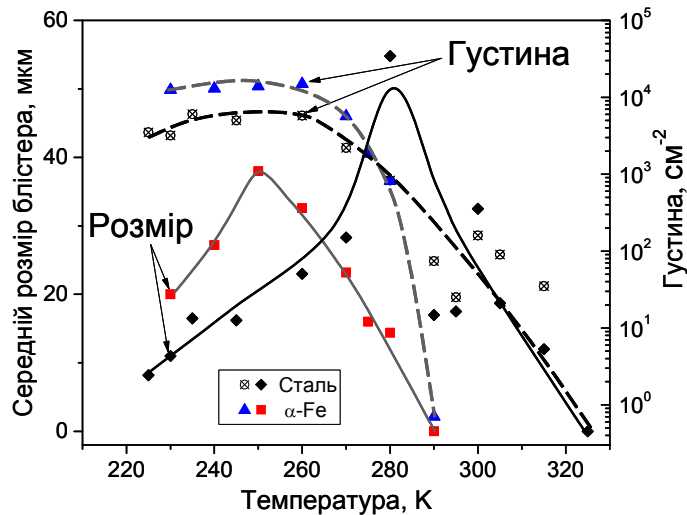
Згідно з сучасними уявленнями, водень, що вводиться триваючим опроміненням, створює локальну пересиченість, яка буде стимулювати переміщення дальнього від поверхні фронту раніше створеного розподілу захоплених атомів глибше в зразок. В сталі ЕП-450 та α -Fe тріщини спостерігаються на глибинах, що перевищують розрахунковий пробіг дейтерію з енергією 1 кеВ в 10^6 разів.



Застосування методу ядерних реакцій при послідовному контрольованому видаленні тонких приповерхневих шарів сталі дозволило зафіксувати дейтерій на глибинах $\sim 200 \text{ мкм}$ і більше (рис. 4).

Рис. 4. Експериментально виміряні ядерно-фізичними методами (ЯР) профілі дейтерію після опромінення потоками плазми дейтерію з $E \sim 1 \text{ кеВ}$ до дози $1 \cdot 10^{24} \text{ D}_2^+/\text{м}^2$.

Дослідження температурної залежності розвитку блістерів в діапазоні температур 220 - 400 К при опроміненні іонами водню з розряду до дози $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ дозволило встановити, що залежності середнього діаметру блістерів від температури мають гострий чітко виражений максимум при 283 К для сталі і 250 К для α -заліза (рис. 5).



Температурний інтервал блістерінга становить $(0,09-0,2)T_{пл}$ – 220 – 330 К для сталі ЕП-450 і 220-290 К – для α -Fe.

Рис. 5. Температурна залежність середнього розміру і густини блістерів в сталі ЕП-450 і α -залізі для дози опромінення $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$.

Густина блістерів в діапазоні від 220 до 260 К становить приблизно $6 \cdot 10^7 \text{ м}^{-2}$ для сталі та $1,3 \cdot 10^8 \text{ м}^{-2}$ для α -Fe і практично не залежить від температури. При подальшому підйомі температури до 330 К вона швидко падає до нульових значень. Порівняння ходу кривих середнього розміру і густини блістерів показало, що для сталі в діапазоні температур від 260 до 290 К зниження частоти зародження тріщин (падіння густини) супроводжується прискоренням їх зростання. Для α -заліза цей ефект не так чітко виражений.

Дослідження термоактивованого виходу дейтерію із сталі ЕП-450 і заліза, виконані після опромінення зразків до доз $(0,001-1) \cdot 10^{24} \text{ D}^+/\text{м}^2$ при температурах 90 К та кімнатній, дозволили встановити, що саме в області низьких температур $\leq 300 \text{ К}$, в якій спостерігається найбільший рівень блістерінгу, утримується на порядок більше дейтерію в порівнянні з опроміненням при $T_{кімн}$ (рис. 6). При цьому при температурі опромінення 300 К методом ядерних реакцій зафіксована на порядок менша відносно дози концентрація дейтерію і перерозподіл його на всю товщину ($\sim 200 \text{ мкм}$) зразка (рис. 7). Захоплений на пастках дейтерій виділяється до 600 К.

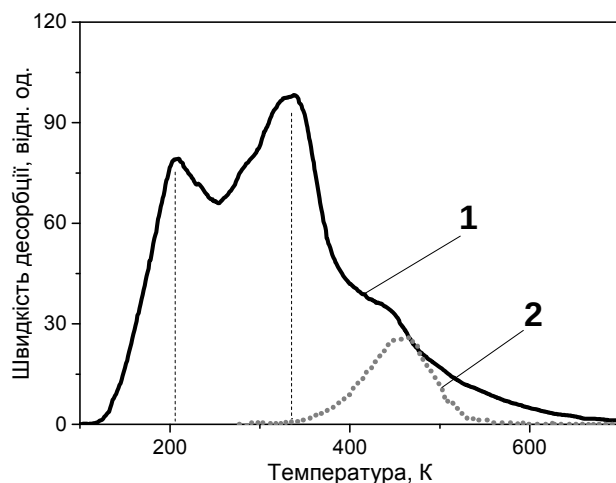


Рис. 6. Спектри термодесорбції дейтерію, іонно-імплантованого в сталь при 90 К до дози $1 \cdot 10^{21} \text{ D}^+/\text{м}^2$ (1) і після опромінення дейтерієвою плазмою при 300 К до $1 \cdot 10^{24} \text{ D}^+/\text{м}^2$ (2).

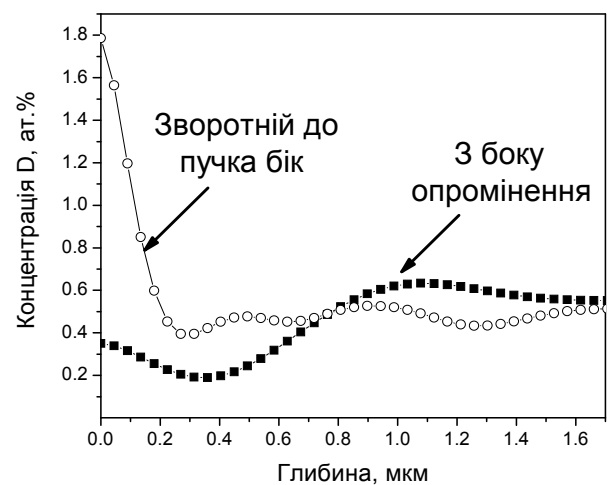


Рис. 7. Профілі розподілу дейтерію в сталі після опромінення дейтерієвою плазмою при 300 К до дози $1 \cdot 10^{24} \text{ D}^+/\text{м}^2$ з боку опромінення і зворотного по відношенню до пучка.

Таким чином, схильність сталі і α -заліза до блістероутворення під дією потоку водневих частинок визначається двома конкуруючими чинниками: рухливість водню збільшується з підвищенням температури, а його сегрегація на дефектах ґратки та мікронесуцільностях структури зменшується в міру підвищення температури, в результаті критична доза для блістерінга не досягається. Блістерінг припиняється за температур опромінення 330 К для сталі і 290 К для заліза.

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

Розділ 4 «Вплив деформації на виникнення блістерів у сталі ЕП-450 і α -залізі під дією потоку іонів водню» містить результати експериментів з вивчення впливу ступеня деформації зразків феритно-мартенситної сталі ЕП-450 і α -заліза на кінетику росту, розміри і густину блістерів, що виникають під дією водневої плазми тліючого розряду.

Дослідження впливу ступеня деформації холодною прокаткою на порогову дозу D_n появи блістерів (рис. 8) показало, що залежність « D_n -деформація» характеризується наявністю різкого екстремуму за ступеня 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. За ступеня деформації $\sim 10\%$ порогова доза зменшується до $\sim 2 \cdot 10^{22} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$, а при деформації 95% блістери реєструються при опроміненні сталі до дози $\sim 5 \cdot 10^{21} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$.

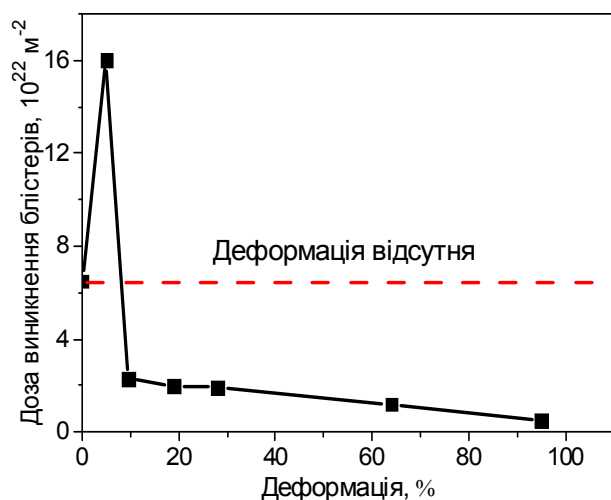


Рис. 8. Залежність дози виникнення блістерів (D_n) від ступеня деформації зразка холодною прокаткою при $T_{\text{кiмн}}$.

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 [3].

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 [1].

Наші електронно-мікроскопічні дослідження мікроструктури сталі ЕП-450 в вихідному стані (рис. 9,а) і після деформації прокаткою на 95% при кімнатній температурі показали кардинальне зростання густини дислокацій (рис. 9,б). По мірі накопичення водню в деформованій сталі починається трансформація скупчень дислокацій в субмікротріщини і, як наслідок, зародження блістерів при менших дозах опромінення.

³ Трефилов В.П., Мильман Ю.В., Фирстов С.А. Физические основы прочности тугоплавких металлов. Киев: Наукова думка. 1975. 315 С.

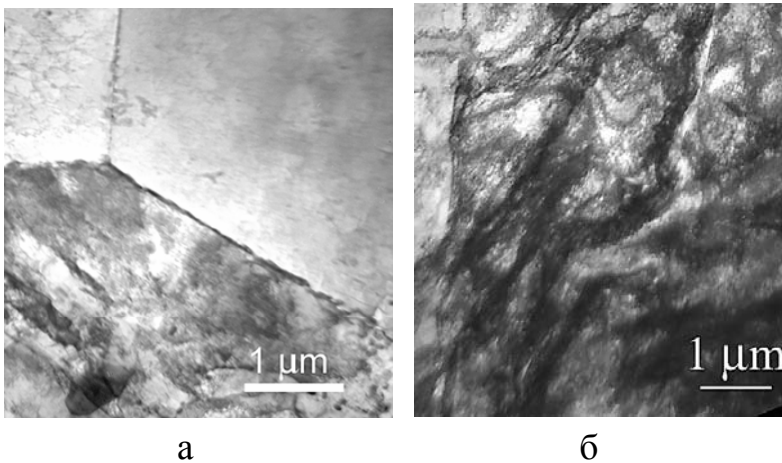


Рис. 9. Мікроструктура сталі ЕП-450 в початковому стані (а) і після деформації прокаткою при $T_{\text{кїмн}}$ на 95% (б).

Дослідження залежності зростання розмірів блістерів від дози опромінення для різних ступенів деформації виявило монотонне зростання середнього діаметра блістерів з дозою (рис. 10). При досягненні певного критичного значення дози D_c зростання розмірів припиняється. Величина D_c тим менша, чим більша ступінь деформації зразків, і, наприклад, при деформації 5% D_c становить $\sim 1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$, а при деформації 28% – $6 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$.

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 $\sim 10\text{--}40\%$ (рис. 11, крива 1). При цьому спостерігається зростання середнього діаметра блістерів в 3-5 разів. Найбільш сильно ступінь деформації феритно-мартенситної сталі позначається на величині поверхневої густини блістерів, яка з ростом деформації збільшується, і при 95% майже на три порядки більша, ніж на поверхні недеформованої сталі (рис. 11, крива 2). Цей факт свідчить про зростання на порядки кількості місць, що є зародками блістерів. Зниження середнього розміру блістерів при збільшенні ступеня деформації обумовлено розвитком великої кількості блістерів малого діаметра, зародками яких є приповерхневі тріщини. Число тріщин зростає зі збільшенням ступеня деформації (рис. 11, вставка).

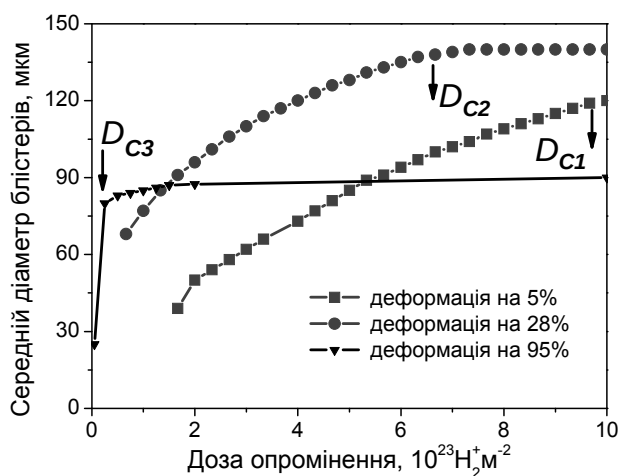


Рис. 10. Кінетика росту блістерів від дози опромінення для різних ступенів деформації.

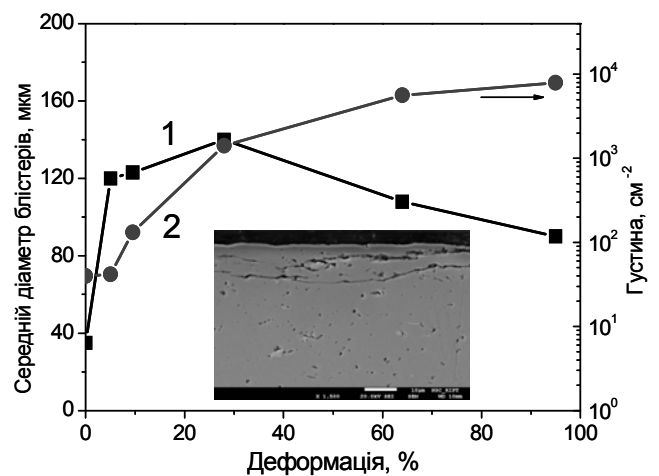


Рис. 11. Середній діаметр блістерів (1) і їх густина (2) в сталі при опроміненні до дози $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$.

Аналіз залежностей параметрів блістерів від температури опромінення (рис. 12) показав, що при попередній деформації середній діаметр блістерів на порядок більший, в порівнянні з недеформованими зразками. Густина блістерів при цьому змінюється незначно (див. рис.5). Перед зникненням блістерінга в деформованих матеріалах розмір блістерів різко зростає у вузькій області температур $\sim 330-340$ К для сталі та $\sim 300-315$ К для заліза. Вочевидь, зростання розмірів блістерів обумовлено спільним впливом збільшення рухливості водню і зростання пластичності. Останнє, вірогідно, пов'язано зі зміщенням температури крихко-в'язкого переходу (T_{dbtt}) з $190...210$ до $320...370$ К для феритно-мартенситних сталей за умов опромінення або деформації [4].

Температури припинення блістероутворення залежать від структурного стану матеріалу і зміщуються в область більш високих температур при збільшенні умовної межі плинності $\sigma_{0,2}$ для різних режимів обробки сталі ЕП-450 і α -Fe (рис. 13 і таблиця 1).

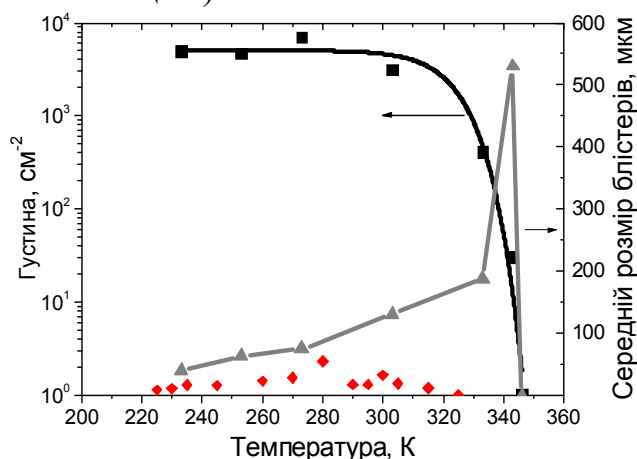


Рис. 12. Залежність від температури опромінення середнього діаметра ($\blacktriangle$) і густини блістерів ($\blacksquare$), виникаючих при дозі $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ на сталі після її деформації на 95%. ($\blacklozenge$) – розмір блістерів для недеформованої сталі.

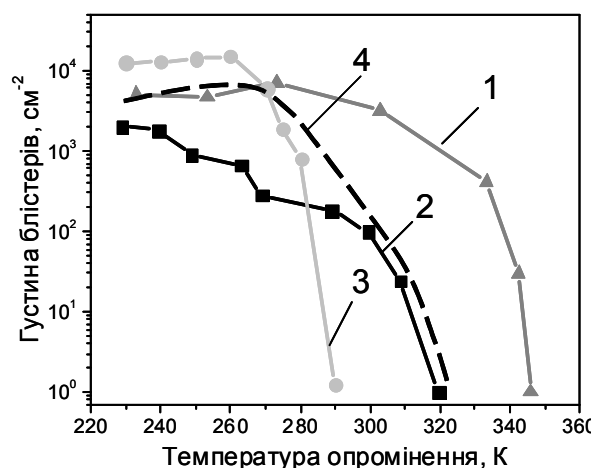


Рис. 13. Залежність густини блістерів від температури для сталі ЕП-450 (1,4) і α -Fe (2,3) при опроміненні дейтерієвою плазмою до $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ після прокатки при $T_{\text{кімн}}$ (1,2) і зняття напружень (3,4) при відпалі.

Таблиця 1

Межа плинності після різних режимів обробки

Режим обробки	Холодна прокатка 95% ЕР-450	80 % деформація α -Fe	α -Fe після відпалу	ЕР-450 після відпалу
$\sigma_{0,2}$, кГ/мм ²	110-120	74-85	40-46	77-85

⁴ 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. том 80. вып. 7. С. 5-12.

Результати дослідження температурних залежностей свідчать, що в деформованому стані блістерінг не ініціюється при температурах опромінення вище 350 К для сталі та 330 К для α -заліза.

Дані, отримані в рамках моделі водневого окрихчення [1], показали, що при ВО феритно-мартенситних і високоміцних сталей, залежності швидкості росту тріщин від температури, не зважаючи на різний вигляд, лежать в одній температурній області 200-380 К (рис. 14).

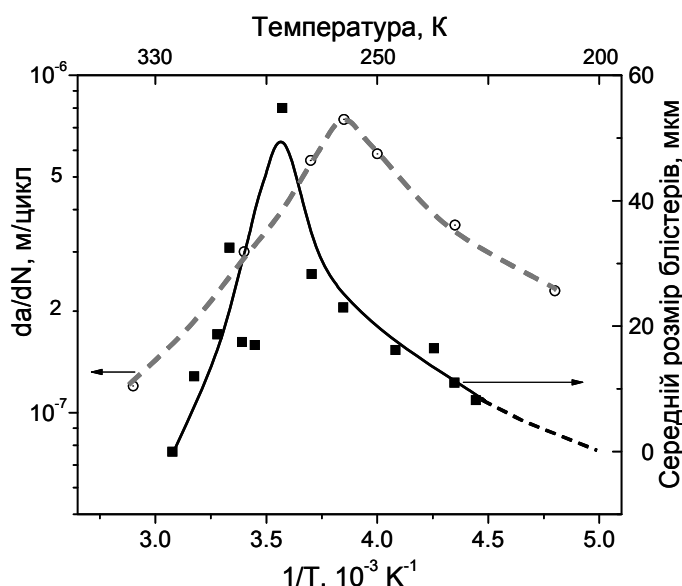


Рис. 14. Розрахункова залежність росту тріщини для сталі НТ-9 при водневому окрихченні [5] (○) і температурна залежність середнього діаметру блістерів для сталі ЕП-450 (■).

Відповідно до [5], швидкість росту тріщини під впливом водню з пристінкової плазми термоядерного реактора залежить від декількох параметрів і має вигляд:

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

де Q^{eff} - енергія активації для дифузії водню; D_0 - передекспоненційний множник коефіцієнта дифузії водню; σ_y - межа плинності; R - газова константа; T - температура; X^{CR} - відстань ділянки водневої крихкості від поверхні тріщини; $\bar{V}^H$ - частковий молярний об'єм водню в металі; T_0 - температура, при якій швидкість росту тріщини різко падає.

⁵ Jones R.H. Application of hydrogen embrittlement models to the crack growth behavior of fusion reactor materials // J. Nuclear Materials, 1986, V. 141-143, p. 468-475.

Порівняння температурного інтервалу розвитку блістерінга, температури його різкого зниження, наявності максимуму на температурній залежності та якісного ходу залежності параметрів блістерів від міцностних характеристик (рис. 13) показало хороший збіг з температурними залежностями швидкості росту тріщин при ВО 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.

Одним з критичних параметрів в рівнянні (1) є температура T_0 . Розрахунок показав [5], що найбільше значення T_0 , яке може бути отримано для феритно-мартенситної сталі, становить 350 К, максимальна швидкість росту тріщини очікується при температурах 250-330 К. У поданій роботі для блістерінга отримано ~345 і 283 К, відповідно. 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.

Грунтуючись на експериментальних результатах, наведених в розділі 3 і аналізі, виконаному в цьому розділі, можна стверджувати, що розвиток тріщин і блістерів, індукованих воднем, не буде значним для феритно-мартенситних сталей під час роботи реактора, але може підсилюватись під час аварійної зупинки термоядерного реактора, коли температура буде знижуватися до значень менших 370 К.

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

У Розділі 5 « Вплив вихідного стану на розвиток тріщин в феритно-мартенситній сталі» розглядається вплив вихідного стану феритно-мартенситної сталі ЕП-450 на розвиток тріщин при опроміненні водневою плазмою тліючого розряду з енергією частинок ≤ 1 кеВ. Виконано порівняльне дослідження зразків чотирьох серій, які піддавались холодній прокатці 95%-го ступеню і подальшого відпалу за різних температур. Мікроструктура поверхні чотирьох серій зразків сталі ЕП-450 показана на рис. 15.

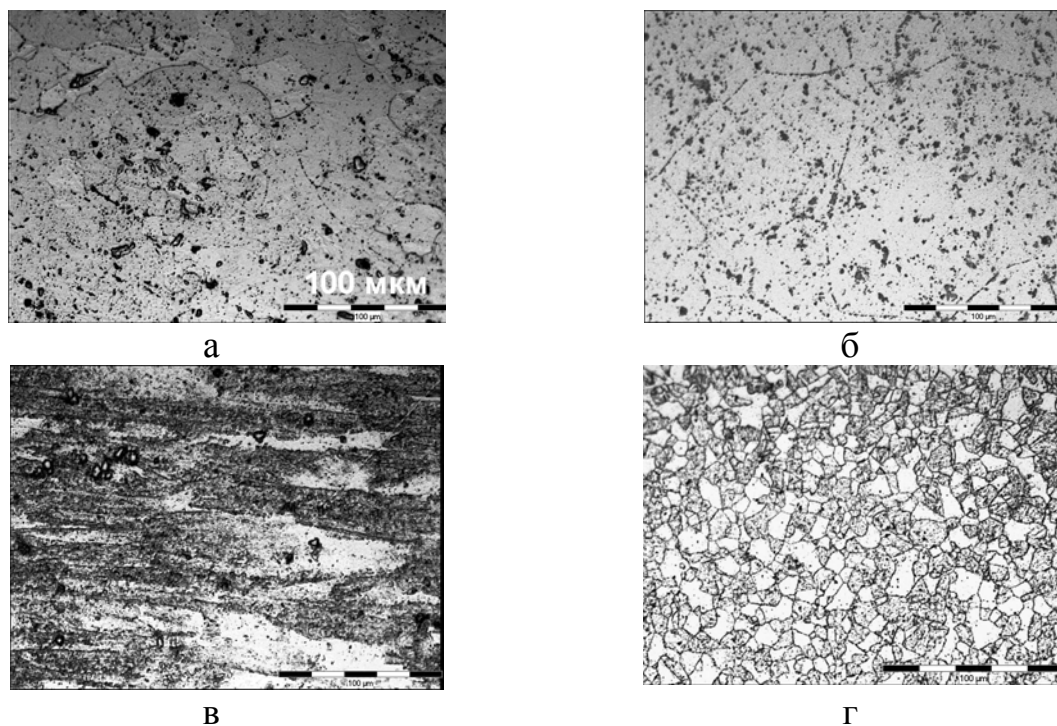


Рис. 15 . Мікроструктура поверхні чотирьох серій зразків сталі ЕП-450: серія 1 (а), серія 2 (б), серія 3 (в) і серія 4 (г).

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. 15, 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. 15, б).

У структурі зразків серії 3, які не підлягали відпалу після деформації, спостерігаються феритні зерна і зерна з продуктами розпаду аустеніту. Зерна металу витягнуті в напрямку прокатки, їх розміри зменшуються в напрямку поперек прокатки (стискаються). Метал має волокнисту будову (рис. 15, в).

Мікроструктура зразків серії 4 після традиційної термообробки (ТТО) [6] являє собою дуплексну структуру відпущеного мартенситу (сорбіт) і фериту у співвідношенні приблизно 1:1. Відносно невеликі (сотні нанометрів) сферичні карбіди $M_{23}C_6$, розташовані як на межах зерен, так і всередині мартенситних пластин і рейок, найчастіше з рядковим розподілом всередині кристалів мартенситу (рис. 15, г). Мартенситна структура містить нанорозмірні частинки типу MX (карбонітриди ванадію V, Nb та Mo) розмірами ≤ 10 нм. Висока густина цих частинок є однією з найбільш важливих особливостей гетерофазної структури сталі після ТТО. Їх внесок в зміцнення може бути порівняним з максимальними величинами субструктурного зміцнення, що забезпечує високі значення короткочасної міцності при кімнатній температурі зі збереженням задовільного запасу пластичності.

Методом Віккерса з навантаженням 50 г визначена твердість і межа плинності для зразків з різною вихідною структурою (таблиця 2).

Таблиця 2

Твердість і межа плинності вихідних зразків сталі ЕП-450

№ серії	Режим обробки	Твердість, H_v^{50} , кг/мм ²	$\sigma_{0,2}$, кг/мм ²
1	х.д.+ 700°C/1год	270-300	77-86
2	х.д.+1050°C/30хв	240-250	69-71
3	х.д.	385-425	110-121
4	х.д. + ТТО	250-350	71-100

⁶ А.М. Dvoriashin, S.I. Porollo 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 367–370 (2007) 92–96.

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 серії 2 з межею плинності ~ 70 кГ/мм² і збільшення кількості блістерів з великим діаметром для зразків 3 серії з межею плинності ~ 120 кГ/мм² (рис.16).

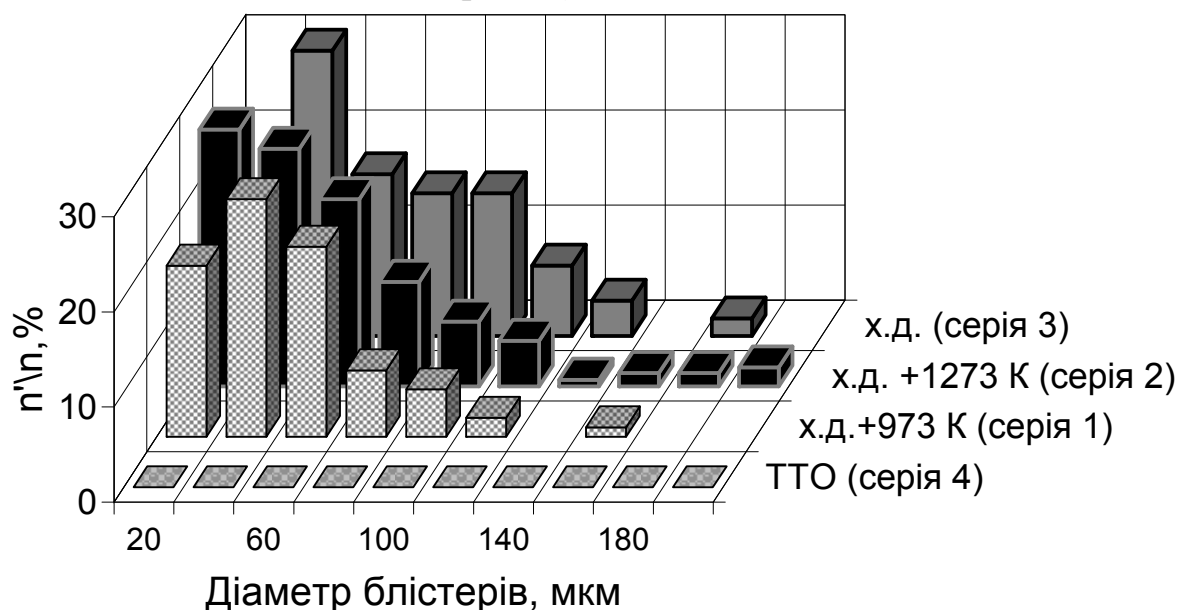
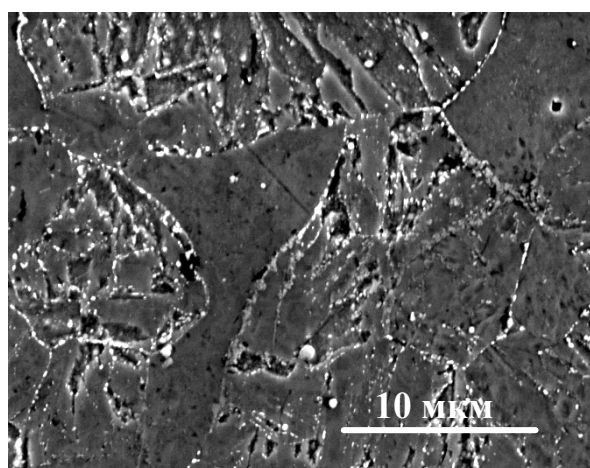
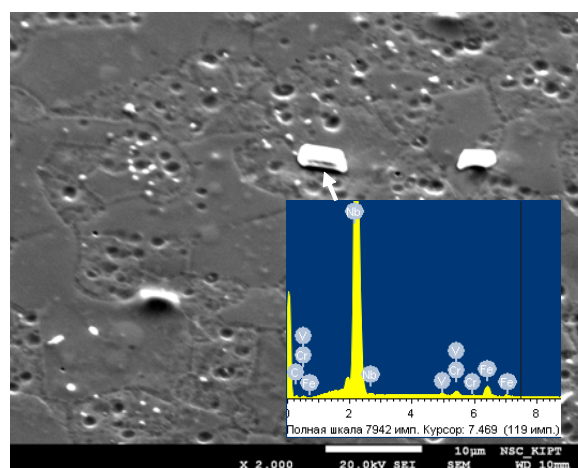


Рис. 16 . Гістограми розподілу блістерів за діаметром: n' - число блістерів даного діаметра; n - загальне число блістерів на зразках серії 1- 4 (нормовано на 1 см²). Доза $1 \cdot 10^{24}$ Н₂⁺/м², температура 283 К.

На поверхні зразків серії 4 після ТТО блістери не спостерігались. Опромінення показало, що зразки піддаються тільки процесу розпилення, який призводить до прояви на поверхні великих виділень, що слабо розпилюються, і склад яких, визначений методом мікрорентгеноспектрального аналізу, відповідає карбідам ніобію і молібдену (рис. 17, б, вставка).



а



б

Рис. 17. Морфологія поверхні сталі ЕП-450 з ТТО вихідної (а) і після опромінення при температурі 283 К іонами водню до дози $1 \cdot 10^{25}$ D/м² (б), (вставка - склад великих виділень).

Відсутність тріщиноутворення і розвитку блістерів після ТТО обумовлено модифікацією мікроструктури феритно-мартенситних сталей при їх традиційній термічній обробці і забезпечується спільною дією субструктурного (межі зерен і субзерен, висока густина 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 [6].

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 аррм, в залежності від спектру нейтронів, флюенса і складу матеріала. В зв'язку з цим 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. Вимір профілів дейтерію після опромінення дейтерієвою плазмою попередньо опромінених іонами Ar (1400 кеВ) $1 \cdot 10^{21}$ іон/м² та He (30 кеВ) $5 \cdot 10^{20}$ іон/м² показав п'ятикратне посилення захоплення водню біля поверхні (рис. 20). Блістери, які при цьому спостерігалися на поверхні, мали окрихчені кришки (рис. 21).

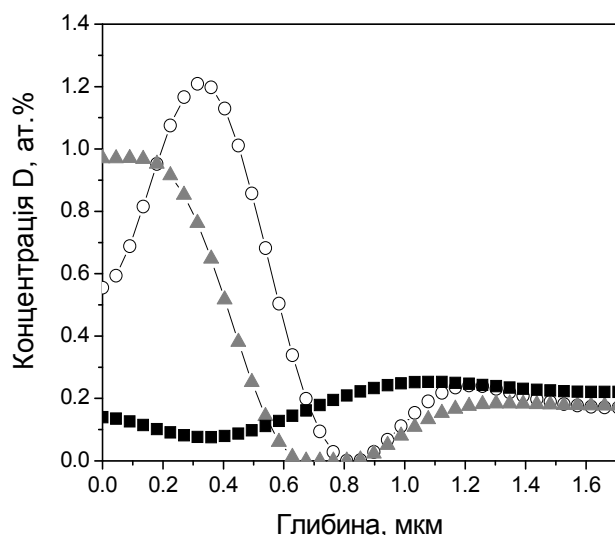


Рис. 20. Профілі дейтерію в сталі після опромінення тільки дейтерієвою плазмою до дози $5 \cdot 10^{23} D_2/m^2$ (■) та після попереднього опромінення Ar (1400 кеВ) $1 \cdot 10^{21} m^{-2}$ (○) і He (30 кеВ) $5 \cdot 10^{20} m^{-2}$ (▲), а потім плазмою.

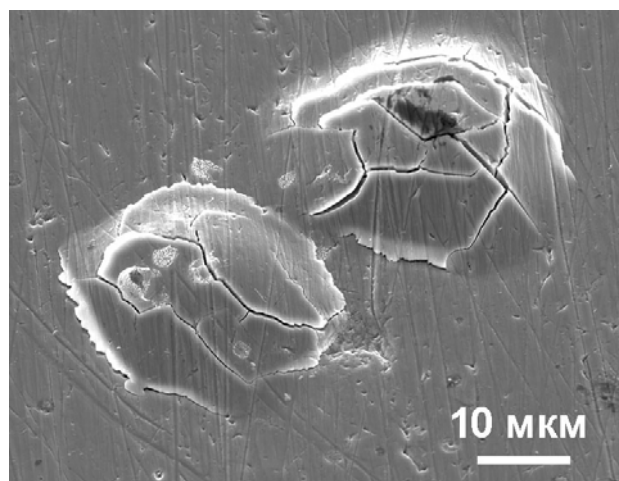


Рис. 21. Структура кришок блістерів після опромінення при $T_{кімн}$ іонами Ar (1400 кеВ) до дози $1 \cdot 10^{21} m^{-2}$ і послідовно 1 кеВ дейтерієвою плазмою до дози $5 \cdot 10^{23} D_2^+/m^2$.

Таким чином, найбільший блістерінг спостерігається на матеріалах з великим ступенем деформації без подальшого відпалу. Параметри блістерів залежать від фазової складової феритно-мартенситних сталей, їх морфології і розміру зерна. Наявність фериту, крупного зерна, зародків тріщин після деформації і присутність інертних газів – головні фактори, які підсилюють блістерінг.

Матеріали розділу опубліковано в роботі [5] та представлені на конференціях [9, 11, 14, 16].

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(Д)) і високої густини потоку ($\sim 10^{19}$ Н⁺(D⁺)/(м²·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 $(0,09-0,2)T_{пл}$. 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 ~ 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 ~ 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 поведінки матеріалів в термоядерних реакторах і енергетичних установках 4-го покоління, а також розвиває фундаментальні уявлення про фізику радіаційної пошкоджуваності твердих тіл.

СПИСОК ОПУБЛІКОВАНИХ ПРАЦЬ ЗА ТЕМОЮ 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. 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., Tolstolutskaia 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., Tolstolutskaia 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 α -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., Tolstolutskaia 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 α -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., 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.
10. 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.

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. 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.

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. Толстолицкая 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.

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., 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 α -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. 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.

АНОТАЦІЯ

Нікітін А.В. «Блістерінг феритно-мартенситної сталі та заліза під дією потоку частинок низькоенергетичної водневої плазми». – Рукопис.

Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата фізико–математичних наук зі спеціальності 01.04.07 - фізика твердого тіла. – Національний науковий центр «Харківський фізико–технічний інститут». – Харків, 2017.

В дисертації подані результати дослідження явищ блістерингу та трещіноутворення та встановлення закономірностей їх розвитку під дією потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми в феритно-мартенситній сталі ЕП-450 і модельному матеріалі – залізі, а також виявлення структурних факторів, що сприяють пригніченню тріщиноутворення.

Встановлені температурні і дозові залежності виникнення блістерів і тріщин в сталі ЕП-450, вивчено вплив деформації на виникнення та перебіг цих процесів, а також вплив вихідної структури на розвиток і пригнічення блістерінга в феритно-мартенситній сталі. Визначені особливості ерозії поверхні α -заліза і сталі ЕП-450 під впливом потоків частинок з низькоенергетичної водневої плазми. Показано, що 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). Встановлено, що сфероїзація і зменшення розмірів карбідів $M_{23}C_6$ і карбонітридів по межах зерен за традиційної термічної обробки призводить до зниження, а наявність інертного газу (гелій або аргон) до посилення захоплення водню та окрихчення кришок блістерів. Вперше показано, що блістерінг і утворення тріщин вноситимуть найбільший внесок в деградацію структури феритно-мартенситної сталі коли температура поверхні буде знижуватись до значень ~ 373 К, що може мати місце під час аварійної зупинки термоядерного реактора.

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

АННОТАЦИЯ

Никитин А.В. «Блистеринг ферритно-мартенситной стали и железа при воздействии потоками частиц низкоэнергетичной водородной плазмы». – Рукопись.

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико–математических наук по специальности 01.04.07 - физика твердого тела. – Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт», Харьков, 2017.

В диссертационном исследовании решена важная научная задача – установление закономерностей развития явлений деградации свойств материалов –блистеринга и трещинообразования, возникающих под действием потоков частиц из низкоэнергетичной водородной плазмы в ферритно-мартенситной стали ЭП-

450 и модельном материале – железе, и выявление структурных факторов, способствующих подавлению трещинообразования.

Комплексное исследование влияния облучения и предварительной деформации на эволюцию морфологии и микроструктуры стали и железа, изучение пространственного распределения имплантированного дейтерия ($E=1$ кэВ), его термоактивированного выделения при отжиге, а также влияния исходного состояния стали на развитие блистеринга позволило впервые установить особенности эрозии поверхности железа и стали ЭП-450 под воздействием потоков частиц из низкоэнергетичной водородной плазмы.

Определены температурные интервалы $(0,09-0,2)T_{пл}$ возникновения в стали ЭП-450 и железе блистеров и трещин. Показано, что температурные интервалы развития водородного блистеринга и водородного охрупчивания (ВО) практически совпадают для ферритно-мартенситных сталей. Корреляция трендов температурных зависимостей явлений ВО и блистеринга свидетельствует, что механизмы их развития определяются диффузной подвижностью и активностью водорода, температурой и прочностью материала (границами прочности и текучести).

Впервые показано влияние предварительной деформации на развитие блистеринга. Обнаружено пятикратное снижение критической дозы блистерообразования ферритно-мартенситной стали ЭП-450 при увеличении степени холодной деформации с 10 до 95%. Наиболее сильно степень деформации ферритно-мартенситной стали сказывается на величине поверхностной плотности блистеров, которая с ростом деформации возрастает и при 95% почти на три порядка больше, чем на поверхности недеформированной стали. Этот факт свидетельствует о росте на порядки количества мест, являющихся зародышами блистеров.

Представлены результаты по влиянию исходного состояния ферритно-мартенситной стали ЭП-450 на развитие трещин при облучении водородной плазмой тлеющего разряда с энергией частиц ≤ 1 кэВ. Выполнено сравнительное исследование образцов четырех серий с различной исходной структурой, содержащей в разном соотношении ферритные зерна и зерна с продуктами распада высокотемпературной аустенитной составляющей – сорбитом. Образцы имеют разный размер зерна от 10 до 200 мкм, и особенности в выделении по границам и в теле зерен феррит-феррит и феррит-сорбит больших глобулярных и более мелких карбидов $M_{23}C_6$ и карбонитридов. Показано усиление интенсивности процесса блистерообразования для образцов с преимущественно ферритной структурой и после предварительной деформации. После традиционной термической обработки образование блистеров не обнаружено, наблюдается только процесс распыления.

Впервые показано, что параметры блистеров зависят от фазовой составляющей ферритно-мартенситных сталей, их морфологии и размера зерна. Феррит, крупное зерно и зародыши трещин при деформации – усиливают блистеринг. Снижение трещинообразования и развития блистеров после ТТО обусловлено модификацией микроструктуры ферритно-мартенситных сталей при их традиционной термической обработке и обеспечивается совместным

действием субструктурного (границы зерен и субзерен, высокая плотность дислокаций), твердорастворного и дисперсионного упрочнения (карбиды $M_{23}C_6$ и карбонитриды MX), сфероизацией и уменьшением размеров карбидов $M_{23}C_6$ по границам зерен.

Впервые показано, что блистеринг и образование трещин будут вносить наибольший вклад в деградацию структуры ферритно-мартенситной стали при снижении температуры поверхности до ~ 373 K, что может иметь место во время аварийной остановки термоядерного реактора.

Ключевые слова: ферритно-мартенситная сталь ЭП-450, железо, потоки частиц, низкоэнергетичная водородная плазма, блистеринг, трещинообразование, температурные и дозовые зависимости, деформация, исходная структура.

SUMMARY

Nikitin A.V. "Blistering of ferritic-martensitic steel and iron under the influence of particles of low-energy hydrogen plasma". - Manuscript.

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

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

The temperature and dose dependencies of blisters and cracks formation in EP-450 steel are established. The effect of deformation on the occurrence and passing of these processes is studied, as well as the influence of the initial structure on the development and suppression of blistering in ferritic-martensitic steel. The features of the surface erosion of α -iron and EP-450 steel under the action of particle fluxes from low-energy hydrogen plasma are determined. It is shown that the temperature ranges of the development of hydrogen-induced blistering and hydrogen embrittlement (HE) practically coincide for ferritic-martensitic steels. Correlation of the trends of temperature dependencies of HE and blistering phenomena indicates that the mechanisms of their development are determined by the diffusivity and activity of hydrogen, the temperature and the material strength (tensile strength and yield strength). It has been established that spheroidization and size reduction of the carbide $M_{23}C_6$ and nitrides along the grain boundaries after conventional heat treatment leads to a decrease, while the presence of an inert gas (helium or argon) to enhancement of hydrogen trapping and embrittlement of blister lids. 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 ~ 373 K, that may occur during the emergency shutdown of a fusion reactor.

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