

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ЯДЕРНЫЙ
УНИВЕРСИТЕТ «МИФИ»

М.С. Стальцов, И.И. Чернов, Б.А. Калинин

ГЕЛИЙ В КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛАХ ЯДЕРНЫХ И ТЕРМОЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ

*Допущено Федеральным учебно-методическим объединением
в системе высшего образования по УГСН 14.00.00
Ядерная энергетика и технологии в качестве
учебно-методического пособия для студентов высших
учебных заведений, обучающихся по направлению подготовки
14.04.02 «Ядерные физика и технологии»*

Москва 2021

УДК 621.039.534.36(07)
ББК 31.46я73
С 76

Стальцов М.С., Чернов И.И., Калинин Б.А. **Гелий в конструкционных материалах ядерных и термоядерных реакторов: Учебно-методическое пособие** [Электронный ресурс]. – М.: НИЯУ МИФИ, 2021. – 84 с.

Пособие посвящено роли гелия в радиационных эффектах в твердых телах, методическим вопросам исследования поведения гелия в материалах. Подробно рассмотрена методика термодесорбционной спектрометрии гелия. Даны отдельные разделы читаемых в НИЯУ МИФИ дисциплин «Реакторное материаловедение», «Конструкционные материалы ЯЭУ», «Специальные вопросы материаловедения ТЯР», касающихся проблемы гелия в реакторных конструкционных материалах.

В основу данного пособия с учетом новых данных по проблеме гелия в реакторных конструкционных материалах легло переработанное и дополненное издание Чернова И.И., Калинина Б.А. Поведение гелия в конструкционных материалах ядерных и термоядерных реакторов: Учебно-методическое пособие. – М.: МИФИ, 2005. – 60 с.

Предназначено для студентов, изучающих реакторное и радиационное материаловедение и обучающихся по специальности «Материаловедение и технологии материалов», а также студентов других смежных специальностей.

*Рецензент: канд. физ.-мат. наук, начальник лаборатории
НИЦ «Курчатовский институт» С.Н. Кориунов*

ISBN 978-5-7262-2737-5

© Национальный исследовательский
ядерный университет «МИФИ», 2021

ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
1. РОЛЬ ГЕЛИЯ В РАДИАЦИОННЫХ ЭФФЕКТАХ В ТВЕРДЫХ ТЕЛАХ.....	6
1.1. Роль гелия в эволюции микроструктуры материалов	6
1.2. Роль гелия в радиационном упрочнении и охрупчивании материалов	21
2. НАКОПЛЕНИЕ ГЕЛИЯ В КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛАХ ЯДЕРНЫХ И ТЕРМОЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ	27
3. РОЛЬ ИМИТАЦИОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В РЕАКТОРНОМ И РАДИАЦИОННОМ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ.....	32
4. ПОВЕДЕНИЕ ГЕЛИЯ В МАТЕРИАЛАХ.....	34
5. ДОЗОВАЯ И ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТИ РАЗВИТИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ИОННОМ ВНЕДРЕНИИ ГЕЛИЯ	41
5.1. Послерadiационный отжиг образцов, облученных при низкой температуре	44
5.2. Высокотемпературное облучение	49
5.3. Эффекты радиационного повреждения	53
6. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ ИЗ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ, НАСЫЩЕННЫХ ГЕЛИЕМ	56
6.1. Цель исследования.....	56
6.2. Материалы для исследований.....	56
6.3. Облучение ионами гелия.....	56
6.4. Установка термодесорбционной масс-спектрометрии гелия	56
6.5. Механизмы газовой выделения при нагреве образцов, насыщенных гелием	59
6.6. Содержание работы	65
6.7. Расчет энергии активации газовой выделения.....	65
6.7.1. Высокие концентрации внедренного гелия.....	65
6.7.2. Низкие концентрации внедренного гелия	68
6.8. Форма отчетности	69
6.9. Контрольные вопросы	69

6.9.1. Вопросы входного контроля по проверке готовности к выполнению работы	69
6.9.2. Вопросы завершающего контроля по проверке анализа результатов и полученных знаний	70
6.10. Практические навыки студента по выполняемой работе	70
СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ЛИТЕРАТУРНЫХ ИСТОЧНИКОВ	71

ВВЕДЕНИЕ

Гелий играет существенную роль в радиационной повреждаемости материалов, и часто эта роль – негативная. Он может быть причиной ухудшения свойств и сокращения срока службы конструктивных элементов ядерных и термоядерных (ТЯР) реакторов. В связи с этим поведению гелия в различных материалах уделяется большое внимание. Изучение структуры и свойств материалов, содержащих гелий, выявило ряд особенностей и определенных закономерностей. К таким эффектам относятся: влияние гелия на радиационное распухание, причем в определенном соотношении с водородом, который всегда присутствует в реакторных конструкционных материалах, – приведя к катастрофическому распуханию материалов с ОЦК-структурой; высоко- и низкотемпературное радиационное упрочнение и охрупчивание; радиационно-ускоренная ползучесть; эрозия поверхности материалов первой стенки ТЯР из-за ионного распыления и блистеринг-эффекта; изменение энергетического баланса термоядерной плазмы при выделении «холодного» газа из первой стенки в разрядную камеру ТЯР и др.

Для прогнозирования работоспособности материалов в условиях накопления значительных концентраций трансмутационных или внедренных из внешней среды газов недостаточно знать только влияние их на радиационные эффекты, а также требуются сведения о поведении самих газов в зависимости от различных внутренних и внешних факторов. В связи этим выявление закономерностей поведения гелия в зависимости от содержания примесей и легирующих элементов в металлах и сплавах различных кристаллографических систем, исходного структурно-фазового состояния материалов, условий внедрения газа и послерадиационной обработки является актуальным.

1. РОЛЬ ГЕЛИЯ В РАДИАЦИОННЫХ ЭФФЕКТАХ В ТВЕРДЫХ ТЕЛАХ

Гелий оказывает сильное влияние на микроструктуру облучаемых материалов, изменяя кинетику формирования дефектной структуры и радиационного распухания, играет существенную роль в упрочнении и охрупчивании, изменении жаропрочных свойств реакторных сталей и сплавов, приводя к деградации их эксплуатационных характеристик. В ТЯР имплантация ионов гелия из плазмы приводит к радиационной эрозии, вызванной, наряду с распылением, такими явлениями, как блистеринг и/или флекинг. В связи с этим проблеме гелия в конструкционных материалах посвящено большое количество экспериментальных и теоретических работ, в которых рассматривались различные аспекты поведения газов в металлах, влияние их на структуру и свойства материалов. Проблема гелия и водорода применительно к конструкционным материалам ядерных и термоядерных реакторов рассматривалась на многочисленных конференциях и семинарах, ей посвящались специальные секции на конференциях по реакторному и радиационному материаловедению. Кроме того, обнаружены новые явления – радиационное распухание при относительно невысоких температурах (около 300 °С) внутрикорпусных устройств реакторов на тепловых нейтронах, выполненных из аустенитной стали, вызванных, предположительно, накоплением водорода в мельчайших порах, стабилизированных гелием [1]; синергетическое действие гелия и водорода в радиационном распухании конструкционных материалов [2–4].

1.1. Роль гелия в эволюции микроструктуры материалов

Изменение микроструктуры облучаемых материалов во многом определяется изменением доли рекомбинирующих точечных дефектов. Являясь газовой примесью, гелий образует комплексы с вакансиями, препятствуя их рекомбинации с междоузельными атомами [5–8]. С другой стороны, гелий влияет на мощность и относительную долю различных стоков точечных дефектов, образующихся при облучении, что, в свою очередь, отражается на степени

пресыщения точечными дефектами [9]. Так, при одновременном облучении ионами гелия и никеля стали *AISI* 316 до отношения количества газа к уровню повреждения, равному $5 \cdot 10^{-3}$ ат. % He/сна, показано, что увеличение концентрации гелия вызывает возрастание плотности дислокаций до $5 \cdot 10^{14}$ м⁻² при дозе повреждения 30 сна; облучение до более высокого отношения He/сна приводит к созданию сетки из первоначально образовавшихся при более низких дозах повреждения дислокационных петель [10]. Значительное увеличение доли дислокационных петель обнаружено и в коррозионно-стойкой стали *AISI* 304, предварительно имплантированной ионами гелия и облученной ионами кремния [11].

Насыщение никелевых сплавов гелием до $2,1 \cdot 10^{-2}$ ат. % значительно увеличивает термическую стабильность дислокационных петель и сдвигает температуру их отжига в высокотемпературную область [12]. Увеличение содержания гелия в ферритно-мартенситной стали 1X13M2БФР и послерадиационный отжиг при 800 °С показали возрастание размеров дислокационных петель и пузырьков с ростом концентрации газа [13].

Исследователи связывают усиление формирования дислокационных петель с существованием гелий-вакансионных комплексов типа $He_m V_n$ (He – атом гелия, V – вакансия), которые термически наиболее стабильны при соотношении количеств атомов гелия и вакансий $m \approx n$ [7, 14, 15]. Данное влияние гелия на усиление дислокационной структуры объясняется тем, что значительная доля междоузельных атомов избегает рекомбинации и образует дислокационные петли, поскольку вакансии связаны в комплексах с гелием. Предполагается, что небольшие гелий-вакансионные комплексы могут являться местами зарождения дислокационных петель междоузельных атомов по следующим механизмам: выдавливание петли при мутации комплекса [6]; зарождение на комплексе, содержащем междоузельный атом матрицы I (типа He- V - I) [14].

Дальнейший рост междоузельных петель при увеличении концентрации гелия связывают с высоким давлением в небольших гелий-вакансионных кластерах, что, с одной стороны, приводит к эмиссии атомов матрицы, а также снижает концентрацию вакансий; с другой стороны, эмиссия термических вакансий в матрицу из междоузельных петель усиливает рост последних [15, 16]. Такое влияние гелия на эволюцию дислокационно-петлевой структуры

характерно и для процесса зарождения и роста газовых пор, поскольку критический радиус пузырька является зависимым от многих компонентов микроструктуры, одними из которых являются дислокационная структура, химический и фазовый состав.

Анализ данных по нейтронному и ионному облучениям показывает, что высокое содержание гелия снижает сегрегацию элементов сплава, вызванную облучением. В ряде экспериментов, проведенных на аустенитных сталях, показано, что после облучения до уровня повреждения 70 сна увеличение концентрации предимплантированного гелия до 100 *appm* (атомных частей на миллион) влияет на изменение объемной доли и химического состава модифицированных облучением фаз [11, 17–19].

Предложен ряд механизмов, ответственных за ослабление сегрегации фаз под облучением [16]: высокая плотность стоков, вызванных присутствием гелия, снижающая *вызванную облучением сегрегацию* (ВОС) за счет ухода примесей на эти стоки; увеличение рекомбинации на стабилизированных гелием стоках, которая снижает поток точечных дефектов, поддерживающих процессы ВОС. Отмечают, что в условиях работы ТЯР ослабление ВОС, скорее всего, является временным эффектом, замедляющим, но не устраняющим вызванную облучением сегрегацию [20].

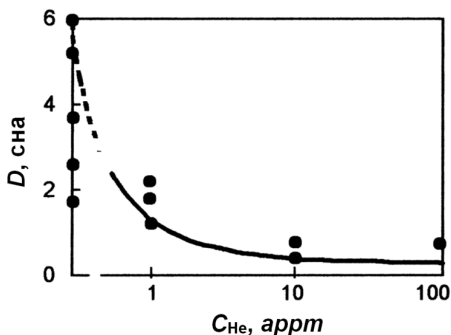
Большое количество экспериментальных данных показывает, что высокий уровень внедренного газа приводит и к высокой плотности формирующихся пор и пузырьков [21–23]. Так, плотность пузырьков ρ_b пропорциональна скорости генерации или количеству предимплантированного гелия G_{He} как [22]

$$\rho_b \sim G_{He}^n; \quad d\rho_b/dt \sim (G_{He}/dt)^n, \quad (1.1)$$

где $n = 0,25 \div 1,0$.

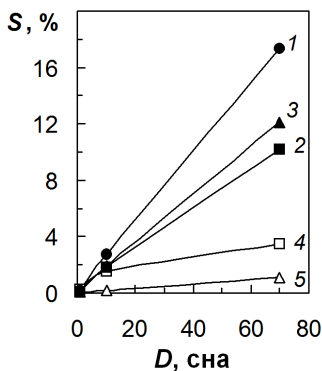
При большом отношении $He/сна$ плотность пузырьков может стать настолько высокой, что значительное число точечных дефектов будет рекомбинировать на них, как на эффективных стоках. Это приведет к снижению вакансионного пресыщения и может вызвать увеличение инкубационного периода набухания [23]. По другим данным [24], введение гелия ускоряет процесс зарождения пор, т.е. наоборот – снижает инкубационный период набухания (рис. 1.1), хотя и замедляет их рост, причем влияние гелия на набухание во многом определяется условиями его введения в материал.

Рис. 1.1. Зависимость длительности инкубационного периода распухания железа, облученного в ВВЭМ при $T_{\text{обл}} = 623 \text{ К}$, от концентрации предварительно введенного гелия [25]



Предварительное облучение ионами He^+ при комнатной температуре приводит к измельчению пор и возрастанию их концентрации [24], а распухание при этом существенно снижается по сравнению с другими способами введения газа (рис. 1.2).

Рис. 1.2. Зависимость распухания аустенитной стали Fe-17%Cr-16,7%Ni-2,5%Mo-0,005C от дозы облучения ионами Ni^{2+} с энергией 4 МэВ при 900 К (насыщение гелием до концентрации 0,14 ат. % осуществлялось облучением ионами He^+ с энергией 0,2–0,4 МэВ): 1 – без предварительного внедрения гелия; 2 – при одновременном облучении He^+ ; 3 – при одновременном облучении He^+ и H^+ ; 4 – после предварительного насыщения гелием при 900 К; 5 – после предварительного насыщения гелием при 300 К [24]



Экспериментально установлено, что при определенных условиях облучения развиваются две системы пор – мелких и крупных, обладающих различной термической стабильностью [26]. Это особенно характерно при концентрации газа 10–1000 атт. Мелкие поры являются либо гелиевыми пузырьками со средним размером до 10 нм, в которых газ находится в равновесии под давлением p , определяемом силой поверхностного натяжения γ , т.е. $p = 2\gamma/r$, где r – радиус пузырька, либо сверхравновесными, т.е. $p > 2\gamma/r$. Крупные поры имеют средний размер около 100 нм; и либо они являют-

ся вакансионными, либо давление газа в них значительно ниже равновесного, т.е. $p \ll 2\gamma/r$.

Радиационное распухание можно подразделять на *вакансионное*, когда концентрация трансмутационных газов (гелий, водород) невысока, и *газовое* (гелиевое), которое может осуществиться в материалах ТЯР в условиях наработки (за счет ядерных реакций, а также распада трития с образованием ^3He) и ионного внедрения высоких концентраций гелия. При этом уровень как вакансионного, так и газового распухания в сильнейшей степени зависит от вида кристаллической структуры, химического состава и структурно-фазового состояния материала [27–34].

Различными исследователями неоднократно проводился сравнительный анализ радиационной стойкости конструкционных материалов, обладающих разной кристаллической структурой. Исследование разнообразных промышленных материалов, облученных в реакторе *EBR-II* до флюенса $2,5 \cdot 10^{27}$ н/м² (125 сна) при температурах 673–923 К, показали, что наиболее устойчивыми к радиационному распуханию являются ферритные стали (ОЦК), а наименьшую стойкость проявили стали аустенитного класса (ГЦК) [28]. Распухание ферритно-мартенситной стали при облучении быстрыми нейтронами при температуре ~ 500 °С до дозы 40–45 сна оказалось на два порядка ниже, чем у аустенитных и аустенитно-ферритных сталей [29]. Подобные результаты получены и при имитационном облучении сталей тяжелыми ионами. Например, распухание стали 1X13M2БРФ, облученной ионами Cr^{3+} до уровня повреждения ~ 150 сна составило всего 0,5 %, в то время как у аустенитной стали 0X16N15M3Б при аналогичных условиях облучения составило около 20 % [27].

Степень вакансионного распухания зависит от суммы энергий активации миграции вакансий и междоузельных атомов. При одинаковых гомологических температурах в металлах с ОЦК-структурой энергия активации миграции вакансий E_V^m меньше, чем в металлах с ГЦК-структурой (например, в α -Fe $E_V^m \approx 0,5 \div 1,1$ эВ, а в γ -Fe $E_V^m \approx 1,3 \div 1,6$ эВ при примерно одинаковой энергии активации миграции междоузельных атомов $E_I^m \approx 0,2$ эВ), что определяет более интенсивную рекомбинацию точечных дефектов в металлах с ОЦК-структурой, и это является одной из причин низкого распухания ферритных сталей.

Однако приведенные данные относятся к вакансионному распуханию, когда наработка гелия в материалах невелика (в случае облучения в ядерном реакторе) или отсутствует (при имитационных облучениях тяжелыми ионами).

Полученные экспериментальные результаты по развитию гелиевой пористости в конструкционных сталях при облучении ионами He^+ показали, что ферритно-мартенситные стали, наоборот, менее стойки к газовому распуханию, чем стали аустенитного класса. При этом существует определенная температура облучения при фиксированной концентрации внедренного гелия, а также пороговая концентрация гелия при постоянной температуре облучения, когда газовое распухание ОЦК-сталей начинает превышать распухание ГЦК-сталей.

На рис. 1.3 приведены характерные микроструктуры, развивающиеся в ГЦК- и ОЦК-сталях при высокотемпературном облучении ионами гелия. В аустенитной стали ЧС-68 сформировалась мелкая пористость с пузырьками сферической формы, что свидетельствует о том, что давление газа в них выше равновесного, т.е. $p > 2\gamma/r$. В ферритно-мартенситной стали ЭП-900 образовались крупные оgranенные газонаполненные поры, в которых давление газа меньше равновесного – $p < 2\gamma/r$.

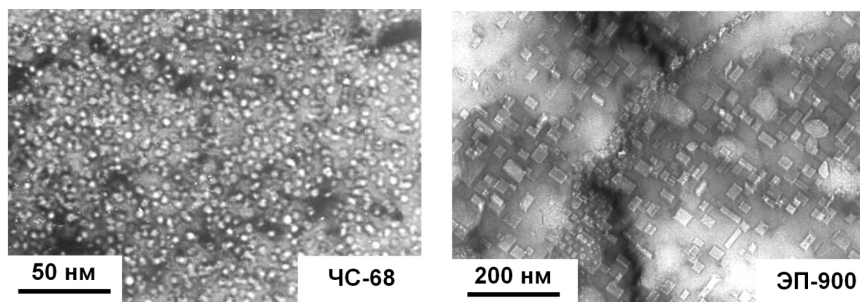


Рис. 1.3. Микроструктура аустенитной стали ЧС-68 (исходное состояние – закалка) и ферритно-мартенситной стали ЭП-900 (закалка от 1100 °С, 1 ч + отпуск в вакууме при 750 °С, 1 ч) после облучения ионами He^+ с энергией 40 кэВ до флюенса $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ при температуре 650 °С [35]

При исследовании *температурной зависимости* газового распухания аустенитных и ферритно-мартенситных сталей для фикси-

рованной концентрации внедренного гелия показано, что в отожженных аустенитной и ферритно-мартенситной сталях пористость в ПЭМ обнаруживается с 300 °С, а в штатно обработанной (нормализация при 1100 °С, 40 мин + отпуск при 720 °С, 3 ч, охлаждение на воздухе) ферритно-мартенситной стали – при 500 °С, однако в последней с увеличением температуры облучения до 650 °С размеры гелиевых пор и газовое распухание резко возрастают (рис. 1.4).

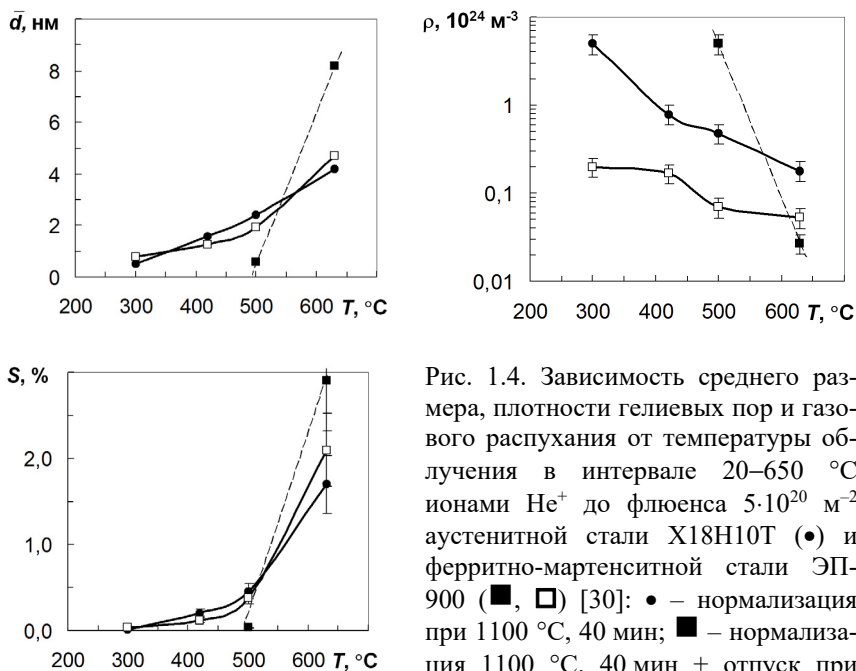


Рис. 1.4. Зависимость среднего размера, плотности гелиевых пор и газового распухания от температуры облучения в интервале 20–650 °С ионами He^+ до флюенса $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ аустенитной стали X18Н10Т (●) и ферритно-мартенситной стали ЭП-900 (■, □) [30]: ● – нормализация при 1100 °С, 40 мин; ■ – нормализация 1100 °С, 40 мин + отпуск при 720 °С, 3 ч, охлаждение на воздухе; □ – прокатка + отжиг при 800–810 °С, 1 ч, охлаждение на воздухе

На рис.1.4 видно, что газовое распухание ферритно-мартенситной стали начинает превышать распухание аустенитной стали с температуры облучения ~ 550 °С при флюенсе $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ ($\sim 10^{-3}$ ат. % He в пике распределения ионно-внедренного гелия).

Исследования дозовой зависимости газового распухания при температуре облучения 650 °С показали, что при относительно

низких концентрациях гелия первые пузырьки образуются на дислокациях и других несовершенствах кристаллической структуры, а при высокой концентрации гелия – и в матрице.

При флюенсе облучения 10^{18} м^{-2} в закаленной стали ЭП-900 уже развиваются гелиевые пузырьки (рис. 1.5), а в аустенитной стали ЧС-68 пористость еще не наблюдается.

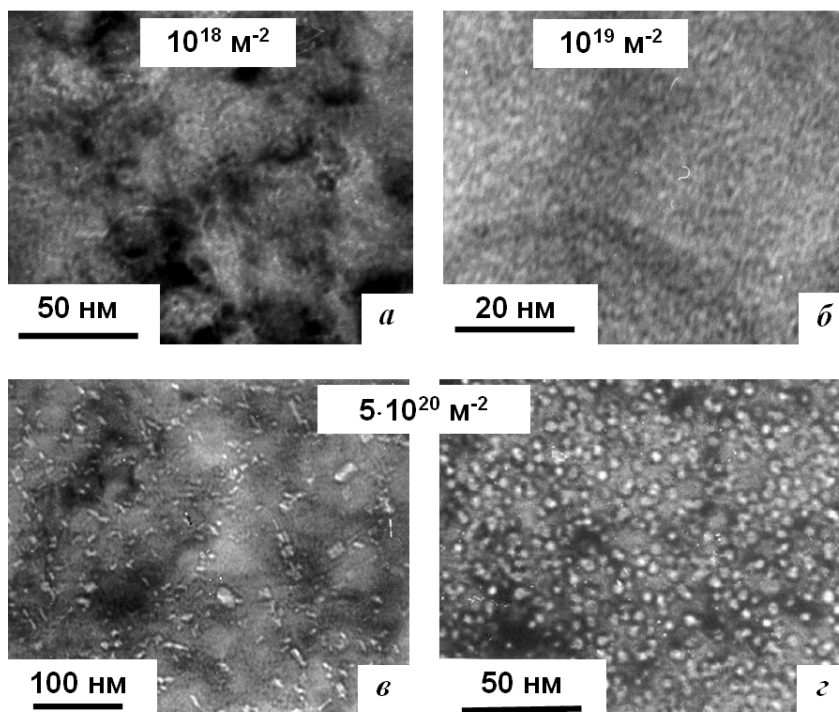


Рис. 1.5. Микроструктура сталей, облученных в закаленном состоянии ионами He^+ с энергией 40 кэВ до разных флюенсов при $T_{\text{обл}} = 650 \text{ }^\circ\text{C}$ [31]: а, в – ферритно-мартенситная сталь ЭП-900; б, г – аустенитная сталь ЧС-68

В отличие от закаленного состояния, при облучении образцов в состоянии отпуска/отжига первые видимые в ПЭМ пузырьки образуются и в аустенитной стали ЧС-68 (табл. 1.1).

Таблица 1.1

Параметры гелиевой пористости в сталях ЭП-900 и ЧС-68, облученных ионами He^+ с энергией 40 кэВ при 650 °С в двух исходных состояниях [31]

Флюенс, ион/м ²	Сталь	Т/о	d_{max} , нм	\bar{d} , нм	ρ , 10 ²² м ⁻³	S , %
10 ¹⁸	ЭП-900	З	~ 4	1,5	52 ± 13	0,16 ± 0,04
		З + О	–	–	–	–
	ЧС-68	З	–	–	–	–
		З + О	~ 2	0,6	~ 300	0,04 ± 0,01
10 ¹⁹	ЭП-900	З	~ 6	2,0	34 ± 6	0,20 ± 0,05
		З + О	~ 4	1,7	156 ± 39	0,28 ± 0,07
	ЧС-68	З	~ 2	1,0	~ 100	0,06 ± 0,02
		З + О	~ 5	1,5	40 ± 10	0,10 ± 0,03
5·10 ²⁰	ЭП-900	З	~ 16	3,9	3,1 ± 0,8	0,22 ± 0,06
		З + О	~ 40	15,1	12 ± 3	5,2 ± 1,3
	ЧС-68	З	~ 5	2,1	27 ± 7	0,14 ± 0,04
		З + О	~ 12	8,1	5,3 ± 1,3	1,6 ± 0,4

Примечание: **З** – закалка от 1100 °С, 1 ч в воду; **З + О** – закалка с последующим высоким отпуском (ферритно-мартенситная сталь ЭП-900) или отжигом (аустенитная сталь ЧС-68) при 750 °С, 1 ч, охлаждение на воздухе.

При облучении до флюенса 10¹⁹ м⁻² гелиевые пузырьки формируются как в ферритно-мартенситной ЭП-900, так и аустенитной стали ЧС-68. Несмотря на то, что плотность сформировавшихся пузырьков в закаленной стали ЧС-68 в три раза выше, чем в закаленной стали ЭП-900, их меньшие размеры определили гораздо меньшее газовое распухание аустенитной стали (см. табл. 1.1). При облучении в исходно отпущенном/отожженном состоянии как в стали ЭП-900, так и в стали ЧС-68 формируются гелиевые пузырьки примерно одинакового размера, однако в отличие от облучения в закаленном состоянии плотность пузырьков в стали ЭП-900 в четыре раза выше, чем в стали ЧС-68, что привело к более высокому (в три раза) газовому распуханию ферритно-мартенситной стали при данной дозе облучения (см. табл. 1.1).

Как видно из табл. 1.1, после ионного облучения до флюенса $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$, как и при флюенсе 10^{19} м^{-2} , в закаленной аустенитной стали ЧС-68 сформировались пузырьки меньшего диаметра и значительно большей плотности, чем в ферритно-мартенситной стали ЭП-900. В стали ЧС-68 мелкие сферические пузырьки равномерно распределены по всему образцу (см. рис. 1.5,з), а крупные ограненные пузырьки в стали ЭП-900 распределены крайне неравномерно как по зерну, так и по размерам, причем наиболее крупные из них расположены преимущественно на дислокациях. При этом наблюдаются сильно вытянутые пузырьки (газонаполненные поры), по видимому, сформировавшиеся в результате слияния цепочек пор-пузырьков (см. рис. 1.5,в).

С учетом того, что в процессе ионного облучения при $650 \text{ }^\circ\text{C}$ захватывается лишь около 50 % внедряемого гелия [32], расчет количества газа в пузырьках по формуле [6]

$$p = 0,492 \exp(5,15 \cdot 10^{-23} N/V) = 2\gamma/r, \quad (1.2)$$

где p – давление газа; N – количество газа в пузырьках (порах) с суммарным объемом V ; γ – поверхностное натяжение; r – радиус пузырька (поры), показал, что ограненные пузырьки в ферритно-мартенситной стали являются доравновесными, т.е. $p < 2\gamma/r$, следовательно их можно называть газонаполненными порами, в то время как мелкие сферические пузырьки в аустенитной стали – сверхравновесными.

Штатная термообработка, применяемая к ферритно-мартенситным сталям (нормализация + высокий отпуск при $720\text{--}750 \text{ }^\circ\text{C}$), при облучении ионами He^+ до флюенса $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ привела к формированию в ферритно-мартенситной стали крупных газовых пор (рис. 1.6,в). Наиболее крупные поры и большее газовое распухание наблюдается в ферритной составляющей стали.

Предварительный отжиг закаленной аустенитной стали ЧС-68 также вызвал формирование крупной пористости (см. рис. 1.6,з) и на порядок большее распухание по сравнению с облучением в закаленном состоянии (см. табл. 1.1). Однако по сравнению с распуханием ферритно-мартенситной стали ЭП-900, газовое распухание аустенитной стали ЧС-68 значительно ниже. При этом не только в отпущенной ферритно-мартенситной стали, но и предварительно

отожженной аустенитной стали сформировались ограниченные пузырьки (см. рис. 1.6,з).

Флюенсы 10^{18} м^{-2} (в пике повреждения доза $\sim 0,2 \text{ сна}$) и 10^{19} м^{-2} ($\sim 2 \text{ сна}$) не вызывают высоких уровней повреждения структуры. Однако при дозе $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ уровень повреждения в пике распределения радиационных дефектов достигает до 20 сна , т.е. при высокой концентрации внедренного гелия и достаточно высоком уровне повреждения структуры газовое распухание стали ЭП-900 значительно (в несколько раз) превышает распухание стали ЧС-68, причем в состоянии отпуска, несмотря на больший инкубационный период формирования пористости (см. табл. 1.1), скорость газового распухания ферритно-мартенситной стали значительно превышает скорость распухания стали ЧС-68 (рис. 1.7).

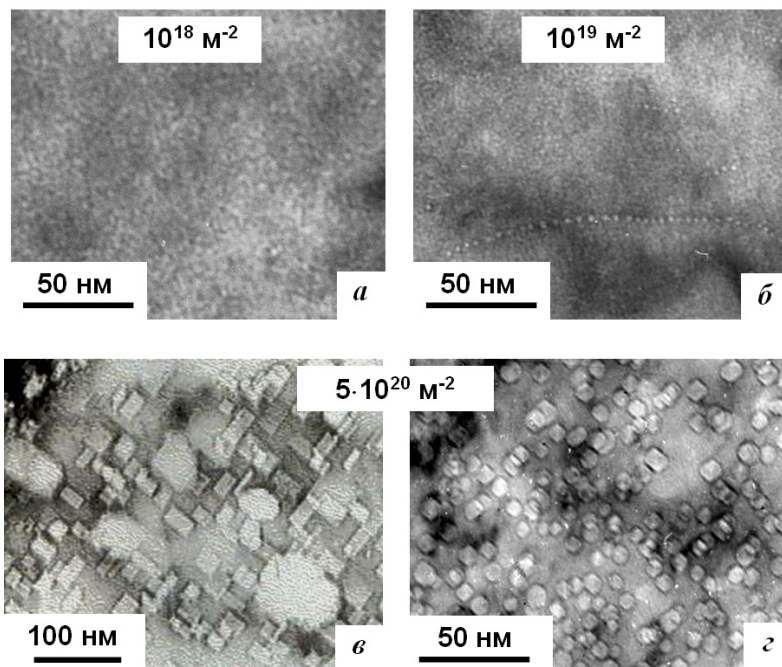
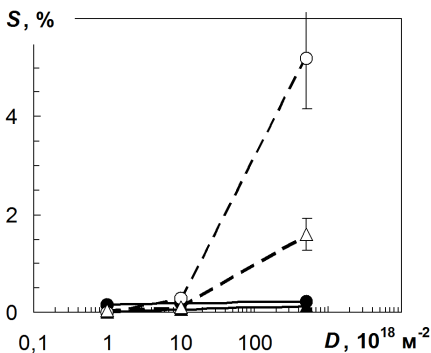


Рис. 1.6. Микроструктура образцов сталей ЭП-900 (а, в) и ЧС-68 (б, г), облученных в отпущенном/отожженном состоянии ионами He^+ с энергией 40 кэВ до разных флюенсов при $T_{\text{обл}} = 650 \text{ }^\circ\text{C}$ [31]: а, в – ферритно-мартенситная сталь ЭП-900; б, г – аустенитная сталь ЧС-68

Таким образом, при $T_{\text{обл}} = 650 \text{ }^\circ\text{C}$ превышение газового распухания ферритно-мартенситной стали над распуханием аустенитной стали начинается примерно с флюенса 10^{19} м^{-2} , что соответствует $\sim 10^{-3} \text{ ат. \% He}$ в пике распределения ионно-внедренного гелия.

Рис. 1.7. Зависимость газового распухания сталей ЭП-900 (●, ○) и ЧС-68 (▲, △) от дозы облучения ионами He^+ в двух исходных состояниях [31]. ●, ▲ – закалка; ○, △ – закалка + отпуск/отжиг



Данные, полученные при облучении ионами He^+ согласуются с тем, что в работе [33] также наблюдали увеличение распухания ферритно-мартенситных сталей при наработке значительного количества гелия по сравнению с теми же материалами, облученными в условиях накопления меньших концентраций газа, т.е. газовое распухание ферритно-мартенситных сталей может быть высоким и превосходить распухание ряда аустенитных сталей. Как видно из рис. 1.8, несмотря на разный инкубационный период, в присутствии гелия зависимость распухания от флюенса как аустенитных, так и ферритно-мартенситных сталей носит одинаковый характер.

В условиях образования больших концентраций гелия при одновременном повреждении структуры интенсивность рекомбинации вакансий и междоузельных атомов снижается, так как уже на начальном этапе облучения будет происходить захват атомов гелия вакансиями. Более высокая энергия связи гелий-вакансионных комплексов и подвижность атомов гелия и вакансий в ОЦК-металлах, чем в ГЦК кристаллической структуре (рис. 1.9) способствует быстрому росту пузырьков в ферритных сталях.

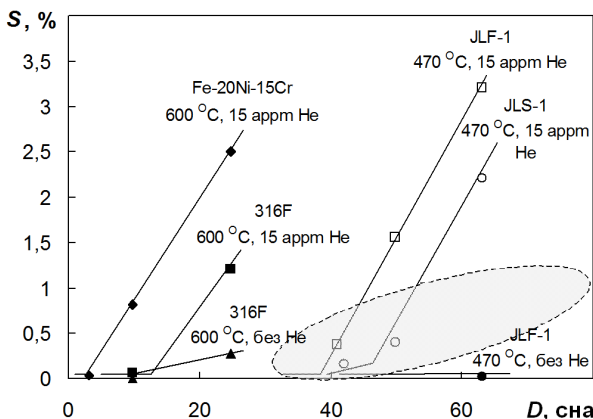


Рис. 1.8. Распухание аустенитных (316F и Fe-20%Ni-15%Cr) и ферритно-мартенситных (японские JLF-1 и JLS-1) сталей около температуры пика распухания при облучении тяжелыми ионами без He и одновременном его введении; заштрихованное – данные по нейтронному облучению при 390–430 °C ряда американских ферритно-мартенситных сталей с содержанием (7–10) % Cr [33]

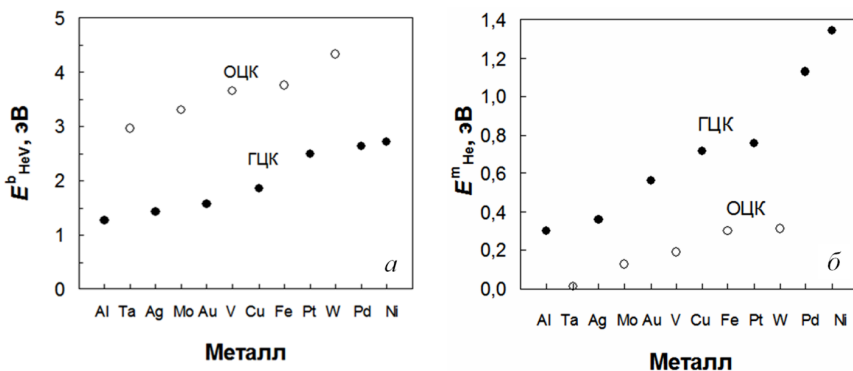


Рис. 1.9. Энергии связи атома гелия с вакансией и активации миграции его в междуузельном положении в ОЦК- и ГЦК-металлах (усредненные величины по многочисленным данным публикаций разных авторов) [35]: *a* – энергия связи атома гелия с вакансией; *б* – энергия активации миграции атома гелия в междуузельном положении

Ускоренный рост пузырьков в феррите возможен и вследствие их коалесценции, поскольку меньшая, чем в аустените, энергия активации самодиффузии способствует большей скорости миграции

и коалесценции пузырьков. Например, при 650 °С коэффициент самодиффузии в железе $D_v \approx 4 \cdot 10^{-19} \text{ м}^2/\text{с}$, а в никеле $D_v \approx 2 \cdot 10^{-20} \text{ м}^2/\text{с}$ [36], т.е. коэффициент самодиффузии в альфа-фазе железа более чем на порядок больше, чем в никеле.

Миграцию и коалесценцию пузырьков в металлах и сплавах при повышенной температуре неоднократно наблюдали экспериментально [37–40], причем расстояние миграции их независимо от температуры линейно возрастает со временем (рис. 1.10), а с увеличением диаметра d_b подвижность пузырьков снижается (рис. 1.11). Диффузионная подвижность крупных ($d_b > 10 \text{ нм}$) ограниченных пузырьков незначительна – даже при 1185 °С составляет менее $10^{-21} \text{ м}^2/\text{с}$ [40], т.е. в ОЦК-решетке быстрый рост пузырьков за счет коалесценции наиболее вероятен на начальных этапах зарождения и роста пузырьков, когда скорость миграции мелких пузырьков высока.

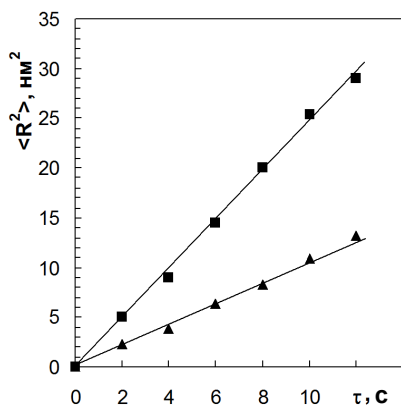


Рис. 1.10. Средний квадрат расстояния миграции пузырьков с $r = 1,8 \text{ нм}$ при разных температурах [40]: ▲ – 1185 °С; ■ – 1215 °С

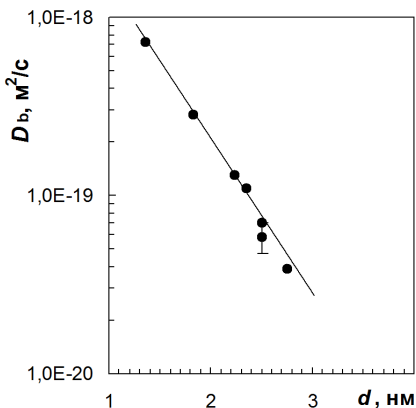


Рис. 1.11. Диффузионная подвижность пузырьков при 1185 °С в зависимости от их диаметра [40]

Эксплуатационная особенность реакторов на быстрых нейтронах и ТЯР состоит в том, что при облучении наряду с радиационными дефектами в конструкционных материалах накапливаются значительные концентрации гелия и водорода. Водород и гелий проявляют *синергетический эффект* (взаимное усиление положительного или отрицательного влияния друг друга) в радиационном

распухании. Если гелий и водород по отдельности незначительно влияют на распухание, то их совместное введение приводит к существенному возрастанию радиационного распухания хромистых сталей и ванадия (рис. 1.12 и 1.13).

Из рис. 1.13,*а* видно, что без гелия водород не влияет на распухание ванадия, без водорода распухание возрастает с увеличением скорости введения гелия до 10 *appm*/сна, а при определенном соотношении скоростей введения гелия и водорода (по 10 *appm*/сна) распухание катастрофически возрастает, достигая почти 20 %, что свидетельствует об усилении захвата водорода в порах в присутствии гелия.

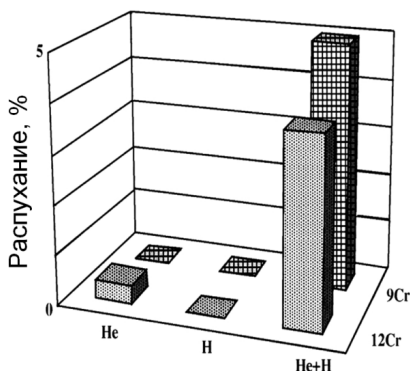


Рис. 1.12. Влияние водорода и гелия на радиационное распухание 9 и 12 %-ных хромистых сталей, облученных ионами Fe^{3+} -10,5 МэВ, He^+ -1,05 МэВ, H^+ -0,38 МэВ до 50 сна при 510 °С [2]

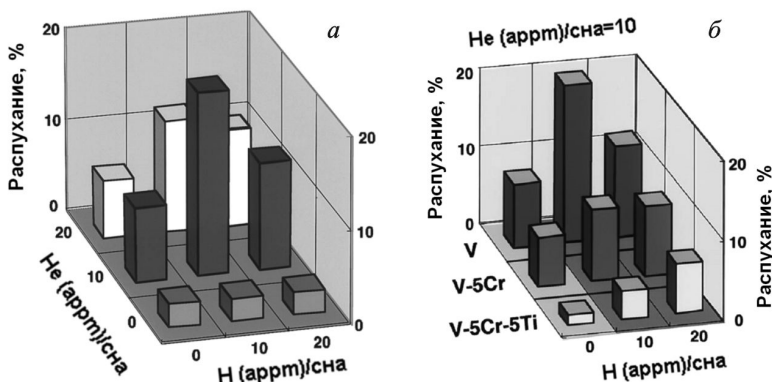
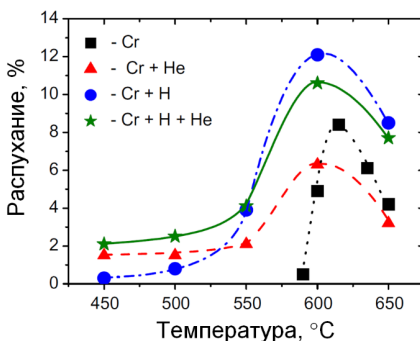


Рис. 1.13. Синергетическое влияние гелия и водорода на радиационное распухание ванадия и его сплавов, облученных ионами Ni^{3+} -12 МэВ, He^+ -1 МэВ, H^+ -0,35 МэВ до 30 сна при 600 °С [3]: *а* – ванадий; *б* – ванадий и его сплавы

Отмечено [41, 42], что предварительное облучение ионами гелия и создание гелиевой пористости приводят к увеличению количества захваченного водорода при последующем его внедрении. При легировании ванадия хромом, а особенно совместно хромом и титаном, распухание снижается, но эффект синергизма все же сохраняется (см. рис. 1.13,б).

В аустенитной стали X18H10T отдельное влияние гелия и водорода и совместное влияние гелия и водорода на радиационное распухание не столь катастрофично, однако гелий и водород как отдельно, так и совместно существенно расширяют температурный интервал распухания аустенитной стали в область меньших температур облучения (рис. 1.14).

Рис. 1.14. Температурная зависимость распухания аустенитной стали X18H10T, облученной ионами Cr^{3+} -1,8 МэВ, He^+ -40 кэВ, H^+ -20 кэВ до 50 сна [4]



Таким образом, экспериментально установлено, что повреждающее облучение с одновременным введением гелия и водорода вызывает высокое распухание хромистых сталей и ванадиевых сплавов с ОЦК-структурой, а для аустенитных сталей с ГЦК-структурой эффект менее заметен, но температурный интервал проявления распухания расширяется в низкотемпературную область от $\sim 580\text{--}680$ °C без введения газов до ≤ 450 °C при введении гелия и водорода.

1.2. Роль гелия в радиационном упрочнении и охрупчивании материалов

Другой аспект влияния гелия на радиационную стойкость материалов – его роль в высокотемпературном (ВТРО) и низкотемпера-

турном (НТРО) радиационном охрупчивании конструкционных материалов.

Основные черты явления ВТРО видны из рис. 1.15:

1) ВТРО проявляется в резком падении пластичности при кратковременных испытаниях при температуре $T \geq 0,45T_{пл}$;

2) у охрупченного материала исходные свойства не восстанавливаются даже после высокотемпературного длительного отжига, т.е. эффект является необратимым;

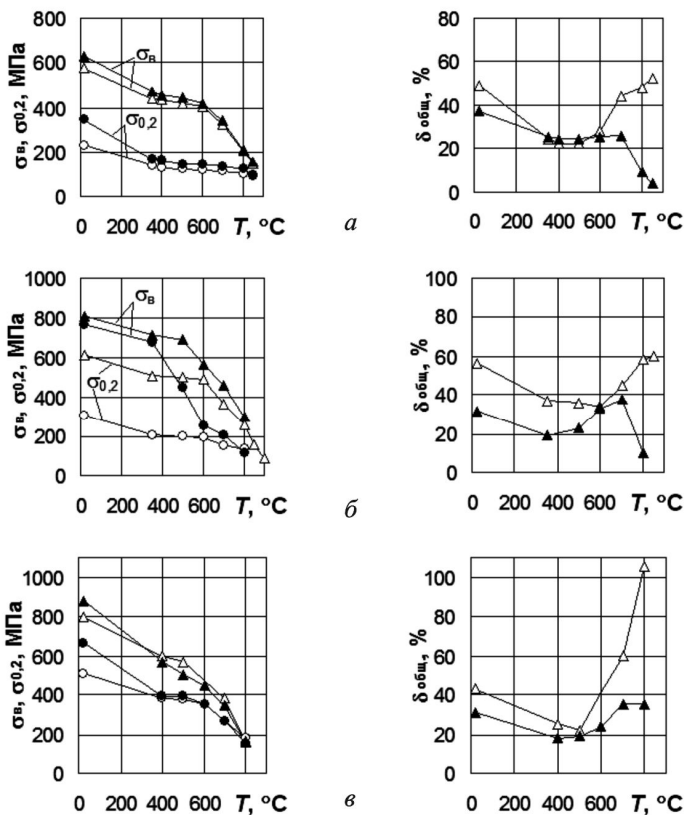


Рис. 1.15. Зависимость механических свойств стали 0X16N15M3B от температуры испытания [43]: *а* – до (Δ , O) и после (\blacktriangle , \bullet) насыщения гелием на циклотроне до 10^{-2} ат. %; *б* – до (Δ , O) и после (\blacktriangle , \bullet) облучения в реакторе до 10^{26} нейтр./ m^2 ($E > 0,1$ МэВ); *в* – сталь с мелким зерном (3–5 мкм) до (Δ , O) и после (\blacktriangle , \bullet) насыщения гелием на циклотроне до концентрации 10^{-2} ат. %

3) падение удлинения при высокотемпературных испытаниях сопровождается преимущественным разрушением по границам зерен;

4) ВТРО в температурном интервале его проявления не вызывает существенного изменения прочностных свойств.

При рассмотрении причины ВТРО распространенной является модель «гелиевых пузырьков», согласно которой гелий при повышенных температурах мигрирует к стокам (границам зерен, дислокациям и др.) и концентрируется на них в виде пузырьков. Приложенные растягивающие напряжения увеличивают равновесный радиус пузырьков и, по достижении некоторого критического напряжения, пузырьки становятся нестабильными и начинают расти с некоторой скоростью. Рост и слияние пузырьков на границах, ориентированных перпендикулярно к приложенному напряжению, уменьшает прочность и способствует хрупкому разрушению материала по границам зерен [8, 44].

Другой взгляд на роль гелия в ВТРО заключается в том, что не только пузырьки являются причиной хрупкого разрушения, но и упрочнение материала внутри самих зерен в результате образования в них газовых пузырьков, вакансионных кластеров, частиц вторых фаз, а также, возможно, торможением процессов полигонизации и рекристаллизации. В результате усиливается дисбаланс прочности тела зерна и его границ, приводящий к зернограничному разрушению облученного материала [43, 45].

Следует отметить, что имеется и иная точка зрения на природу ВТРО, отрицающая роль гелия в высокотемпературном снижении пластичности металла, которая основывается на том, что ВТРО наиболее ярко проявляется в материалах, склонных к потере высокотемпературной пластичности в результате различной обработки даже без облучения [46, 47]. Например [46], в экспериментах по введению гелия бездефектным путем методом «третиевого трюка» роль гелия не была установлена, и авторы считают, что ВТРО связано с изменением состояния примесей в металле и образованием выделений под облучением. Однако при аналогичной же методике введения гелия в стали 304L и 309S, ванадиевый сплав, ниобий и его сплавы, сплавы титана был выявлен факт влияния гелия на высокотемпературное охрупчивание материалов [8].

В целом, все же большинство исследователей связывают ВТРО именно с влиянием атомов гелия, образующихся в реакторе при

облучении [43, 48–50]. В этих опытах было установлено, что влияние гелия на ВТРО является значительным, а в ряде случаев и определяющим, причем основной механизм такого влияния – накопление гелия при повышенной температуре на границах в виде цепочки пузырьков.

Явление ВТРО изучалось в различных экспериментальных условиях [9]: в зависимости от концентрации гелия; температуры облучения; размера и структуры зерен; скорости деформирования при механических испытаниях; состава и структурно-фазового состояния облучаемых материалов и т.п.

На рис. 1.16 представлены зависимости общего удлинения и степени охрупчивания различных материалов, насыщенных гелием, от содержания никеля. Видно, что все материалы склонны к ВТРО, за исключением ферритно-мартенситной стали 1Х13М2. Наибольшую склонность к ВТРО проявили сплавы с высоким содержанием никеля, особенно дисперсионно-твердеющий высоконикелевый сплав ХН77ТЮ.

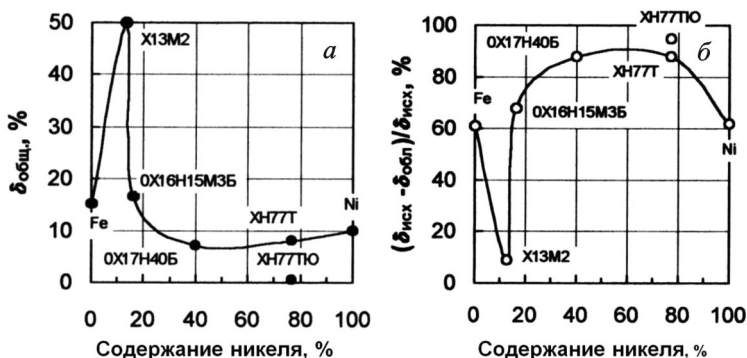


Рис. 1.16. Зависимость от содержания никеля общего удлинения и относительной степени охрупчивания различных сталей и никелевых сплавов, насыщенных гелием до концентрации 10^{-3} ат. % и испытанных при 800°C [51]: а – общее удлинение; б – относительная степень охрупчивания

Гелий сильно влияет на охрупчивание ферритно-мартенситных сталей [52, 53]. С увеличением концентрации нарабатываемого при реакторном облучении ферритно-мартенситной Т9 (Х13МФВ) и мартенситной Т91 (Х9МФБ) сталей или внедрении облучением α -частицами с энергией 36 МэВ (сталь Х9В2) гелия существенно воз-

растает температура хрупко-вязкого перехода $T_{хр}$ (рис. 1.17 и 1.18). Добавление в стали никеля приводит к еще большему сдвигу $T_{хр}$ в высокотемпературную область (см. рис. 1.17).

Конструкционные материалы ядерных реакторов и реакторов синтеза будущего рассчитываются на длительную эксплуатацию в жестких условиях облучения при повышенной температуре и высоких уровнях нагрузок. Поэтому кратковременные испытания не могут обеспечить полные представления о радиационной стойкости материала в условиях длительного облучения и накопления значительной концентрации гелия. В связи с этим было исследовано влияние гелия на длительную прочность и ползучесть материалов.

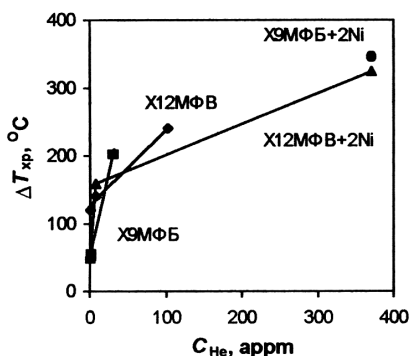


Рис. 1.17. Сдвиг температуры хрупко-вязкого перехода сталей HT9 и T91 в реакторах HFIR и EBR-II при 390–400 °C в зависимости от концентрации гелия [52]: ▲ – без гелия; ■ – 120 appm He, доза 0,048 сна; ● – 580 appm He, 0,226 сна

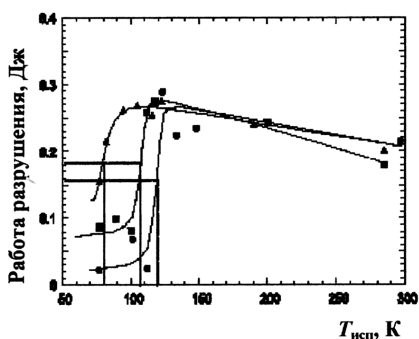


Рис. 1.18. Влияние внедренного при температуре 80–150 °C облучением α -частицами с энергией 36 МэВ гелия на температуру хрупко-вязкого перехода стали X9B2 [53]

При изучении длительной прочности аустенитной стали 316 при облучении ионами гелия до концентрации $7,5 \cdot 10^{-4}$ ат. % при 650 °C показано, что гелий уменьшает время до разрушения и величину остаточного удлинения как у холодnodeформированных, так и отожженных образцов. Степень охрупчивания при испытании на длительную прочность оказалась выше, чем при кратковременных испытаниях [54].

Аналогичные данные были получены на той же стали, облученной ионами гелия до концентрации $1,6 \cdot 10^{-4}$ – $4 \cdot 10^{-3}$ ат. % при 700°C – время до разрушения уменьшалось в несколько раз при одновременном снижении величины полного удлинения при разрушении [55]. При этом снижение пластичности при испытании на длительную прочность при внедрении гелия наблюдается уже при малых концентрациях газа ($\sim 10^{-3}$ – 10^{-2} ат. %), а с увеличением концентрации гелия до 0,1 ат. % происходит резкое падение пластичности практически до нуля [56].

Первая стенка ТЯР работает в циклическом режиме в условиях интенсивного нейтронного облучения и накопления в материале стенки значительной концентрации гелия. Поэтому важным является выявление роли гелия в усталостном разрушении материалов ТЯР. Исследования сопротивления циклическому нагружению образцов стали после облучения в реакторе *HFIR* (флюенс, соответствующий 15 сна, накопление гелия до 0,09 ат. %) [56], внедрении гелия циклотронным облучением до концентрации 0,1 ат. % [57] показали, что после реакторного облучения при 550°C и испытания при той же температуре изменение предела усталости не наступало. Однако после облучения и испытания при 480°C число циклов до разрушения сильно снизилось – в 3–10 раз. После ионного внедрения гелия при температурах ниже 500°C усталостная прочность изменилась незначительно при транскристаллитном разрушении образцов, а при более высоких температурах наступило резкое снижение усталостной прочности при интеркристаллитном разрушении, причем на границах зерен наблюдали развитую гелиевую пористость [57].

2. НАКОПЛЕНИЕ ГЕЛИЯ В КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛАХ ЯДЕРНЫХ И ТЕРМОЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ

В процессе работы ядерных и термоядерных реакторов (ТЯР) в конструкционных материалах активной зоны реакторов деления и первой стенки ТЯР будет накапливаться значительное количество таких газообразных элементов, как гелий, водород и др., за счет различных ядерных реакций типа (n, α) , (n, p) и т.п. [8, 26, 27, 58]. Кроме того, в материалы первой стенки ТЯР гелий будет внедряться излучением из плазмы, а также за счет поглощения трития, который является β -радиоактивным изотопом и с периодом полураспада 12,26 лет превращается в изотоп гелия ^3He .

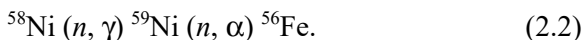
Реакции, приводящие к образованию гелия при нейтронном облучении, можно разделить на реакции, идущие на тепловых нейтронах, и пороговые реакции, имеющие место при облучении материалов быстрыми нейтронами.

Так, в материалах, содержащих примеси бора или специально легированных бором, количество образующегося при облучении тепловыми нейтронами гелия за счет (n, α) -реакции на изотопе ^{10}B можно рассчитывать по формуле [8]:

$$N_{\text{He}} = N_{\text{B}}[1 - \exp(-\bar{\sigma}_{\text{T}}\Phi_{\text{T}})], \quad (2.1)$$

где N_{B} – концентрация нуклида ^{10}B в материале; $\bar{\sigma}_{\text{T}}$ – усредненное по спектру тепловых нейтронов сечение (n, α) -реакции на нуклиде ^{10}B ; Φ_{T} – флюенс тепловых нейтронов.

Поскольку аустенитные материалы, используемые в настоящее время в реакторах на быстрых нейтронах и, вероятно, будут применены как конструкционные материалы термоядерных реакторов, содержат никель, еще одной важной реакцией, приводящей к образованию гелия на составляющей нейтронного спектра – тепловых нейтронах, является двухступенчатая реакция на нуклиде ^{58}Ni [8, 59]:



Пороговые реакции на быстрых нейтронах идут практически на всех изотопах элементов, входящих в состав конструкционных материалов, используемых в настоящее время в реакторах на быстрых нейтронах и предполагаемых для использования в реакторах

синтеза. Кроме прямых пороговых (n, α)-реакций, например $^{54}\text{Fe}(n, \alpha)^{51}\text{Cr}$, к образованию гелия могут приводить также реакции типа ($n, n\alpha$), ($n, 2\alpha$) и др., например, $^{14}\text{N}(n, 2\alpha)^7\text{Li}$ [8].

Несмотря на значительное количество работ, посвященных определению количества гелия, накапливаемого в реакторных конструкционных материалах в процессе облучения, экспериментально определенное количество газа, образовавшегося в процессе нейтронного облучения, оказалось значительно выше, чем количество гелия, рассчитанное по выходу пороговых (n, α)-реакций на основных компонентах сталей. Специальные эксперименты позволили выяснить, что такое несоответствие вызвано присутствием в исследованных материалах бора в качестве специально добавленной или технологической примеси [60].

На рис. 2.1 приведена зависимость количества гелия, накапливаемого в различных сплавах при облучении в реакторах СМ-2 и БОР-60, в зависимости от концентрации никеля.

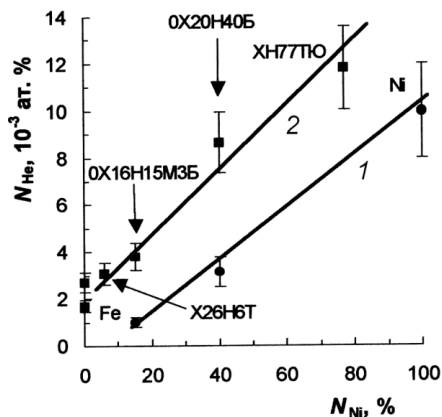


Рис. 2.1. Накопление гелия в различных материалах при облучении в разных реакторах [60]: 1 – СМ-2 ($T \leq 400$ °С, $\Phi_{\text{б.н}} = 2,4 \cdot 10^{25} \text{ м}^{-2}$, $\Phi_{\text{т.н}} = 2,0 \times 10^{25} \text{ м}^{-2}$); 2 – БОР-60 ($T \leq 530$ °С, $\Phi_{\text{б.н}} = 7,8 \cdot 10^{26} \text{ м}^{-2}$)

Как видно из рисунка, накопление гелия в материалах при облучении в реакторе БОР-60, так же как в реакторе СМ-2, в основном определяется наработкой газа на никеле. Однако в реакторе БОР-60 накопление гелия происходит только за счет пороговых (n, α)-реакций, поскольку нейтроны тепловых энергий в спектре реактора на быстрых нейтронах практически отсутствуют [48].

Кроме того, возможно дополнительное внедрение гелия в конструкционные материалы из внешней среды. Например, гелием заполняют газовые зазоры в твэлах, а при реакторном облучении возникает направленный в приповерхностные слои оболочки поток

атомов газа, обусловленный передачей им энергии нейтронами [61, 62].

Еще большее внедрение гелия (и водорода) из внешней среды будет происходить в конструкционные материалы первой стенки ТЯР – непосредственно излучением из плазмы. В табл. 2.1 приведены возможные виды излучения, энергии и потоки частиц на первую стенку ТЯР.

Таблица 2.1

Возможные виды излучения, энергии и потоки частиц на первую стенку реактора-токамака [27]

Вид излучения	Энергия, МэВ	Плотность потока, част./($\text{м}^2\cdot\text{с}$)
Нейтроны	14,08	$10^{17}-10^{19}$
Нейтроны	< 14,08	$10^{18}-10^{20}$
D^0, D^+, T^0, T^+	$\leq (0,1-0,5)$	$10^{18}-10^{21}$
α -Частицы	$\leq (1-3,5)$	$10^{16}-10^{18}$
Ионы примесей	$10^{-6}-10^{-2}$	$10^{15}-10^{17}$
Электроны	$10^{-6}-10^{-1}$	$10^{17}-10^{19}$
γ -Излучение	$10^{-9}-10^{-2}$	$q_s^* = 1 \text{ МВт/м}^2$

* Удельное энерговыделение на единицу площади.

Спектр нейтронов в районе первой стенки ТЯР имеет широкое распределение с пиком при энергии ~ 14 МэВ [63]. Для ионов He^+ в ТЯР характерно наличие трех особых точек: максимумов в районе энергий 1 кэВ, 10–80 кэВ и острого пика при энергии 3,5 МэВ [64].

Существенное влияние на скорость создания смещенных атомов в конструкционных материалах оказывает интенсивность нейтронного потока, а характер радиационного повреждения в значительной степени определяется соотношением скоростей накопления гелия C и образования смещенных атомов d , определяемого коэффициентом K [48]:

$$K = C/d. \quad (2.3)$$

Сравнение скоростей смещения атомов в реакторе на быстрых нейтронах *EBR-II*, высокопоточном реакторе *HFIR* и гипотетическом ТЯР, представленное в табл. 2.2 и 2.3, показывает, что скорость создания смещений и количество накапливаемого гелия

наряду со спектром нейтронов существенно зависит и от вида материала, т.е. от величины поперечных сечений (n, α)-реакций и поперечных сечений упругого рассеяния.

Таблица 2.2

Число смещенных атомов [d , смещ./($\text{ат.}\cdot\text{год}$)], скорость накопления гелия (C , 10^{-4} ат. %/год) и значение коэффициента ($K = C/d$, ат. %/сна) в некоторых материалах [48]

Материал	EBR-II			HFIR			ТЯР*		
	C	d	K	C	d	K	C	d	K
Сталь 316	4,7	44	0,107	4200	140	30,00	147–350	10–11	13–35
Nb	1,0	28	0,036	1,8	41	0,04	24–29	7	3,4–4,1
Mo	1,8	30	0,060	3,1	44	0,07	47	8	5,9
V	0,5	54	0,009	–	–	–	57	12	4,8
(5–10)%Al ₂ O ₃ в Al-матрице	7,9	76	0,104	–	–	–	410	17	24,1
Al	–	–	–	–	–	–	310	14	22,1
Нимоник PE-16	–	–	–	–	–	–	240	12	20,0

* Разброс значений – по данным разных авторов.

В отличие от процесса образования гелия за счет (n, α)-реакций, при его внедрении из внешней среды, включая излучение из термоядерной плазмы, происходит значительное обогащение гелием приповерхностного слоя материалов, которое способствует образованию газонаполненных пор (пузырьков) в поверхностном слое. Такое распределение гелия может заметно изменить физико-механические свойства приповерхностного слоя материалов, а при больших концентрациях газа – приводить к радиационной эрозии поверхности за счет блистеринга или флекинга.

В табл. 2.4 приведены результаты расчетов по наработке гелия в ванадии и сплаве V–4%Cr–4%Ti в нейтронных спектрах различных реакторов. Из таблицы видно, что в реакторах на быстрых нейтронах нарабатывается примерно *на порядок* больше, а в термоядер-

ных реакторах (особенно ДЕМО) – на два порядка больше гелия, чем в реакторе на тепловых нейтронах.

Таблица 2.3

Скорости образования гелия и водорода, 10^{-7} *атом/с*, в ТЯР и реакторе на быстрых нейтронах *EBR-II* для разных материалов [63]

Реактор	Материал				
	Сталь 316	Nb	Mo	V	Al
ТЯР <i>EBR-II</i>	Гелий				
	6,4 1,5	7,6 0,31	15 0,57	18 0,097	130 (САП)** 2,5 (САП)
ТЯР <i>EBR-II</i>	Водород				
	170 85	25 2,1	30 1,1	33 4,6	250 (САП) 16 (САП)
ТЯР <i>EBR-II</i>	<i>атом</i> He/сна				
	2,1 0,11	3,3 0,034	5,8 0,06	4,9 0,0058	24,1 0,10
ТЯР <i>EBR-II</i>	<i>атом</i> H/сна				
	54,8 6,1	10,9 0,23	11,5 0,11	8,9 0,27	46,3 0,67

* *атом* – число атомов газа на миллион атомов металла.

** САП – спеченный алюминиевый порошок.

Таблица 2.4

Наработка гелия в чистом (натуральный изотопный состав – *nat*) ванадии, сплаве V–4%Ti–4%Cr (*VV1*) и сплаве *VV1* без бора для различных нейтронных спектров за 560 сут. «облучения» [65]

Нейтронный источник	He, <i>атом</i>		
	V- <i>nat</i>	<i>VV1</i>	<i>VV1</i> (B = 0 %)
<i>ITER</i>	39,14	56,30	45,96
ДЕМО РФ	97,43	131,9	114,09
<i>GDT-NS</i>	12,90	19,95	15,13
<i>IFMIF-IEA</i>	133,8	154,7	154,46
БН-600	1,094	12,79	3,52
БОР-60	1,349	6,743	4,32
ИБВ-2М	0,117	18,93	0,37
ВВЭР-1000*	0,07–0,1921	18,64–19,13	0,21–0,59

* Разброс по высоте активной зоны.

3. РОЛЬ ИМИТАЦИОННЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ В РЕАКТОРНОМ И РАДИАЦИОННОМ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИИ

Непосредственное облучение в ядерных реакторах для исследования влияния нарабатываемых газов на физико-механические свойства и радиационную стойкость материалов требует длительного времени для достижения необходимых флюенсов нейтронов, больших материальных затрат, а проведение экспериментов усложняется из-за активированности облучаемых материалов. В связи с этим на практике часто используют имитационные эксперименты с использованием ускоренных ионов, к которым предъявляются ряд требований для максимально возможного воспроизведения тех или иных явлений, происходящих в конструкционных материалах реакторов. Применительно к гелию основное требование соответствия имитационного эксперимента нейтронному облучению включает равенство концентраций газа и примерное равенство отношения атомной концентрации гелия к дозе повреждений, выражаемое коэффициентом K (см. уравнение (2.3)).

Основные преимущества имитационных экспериментов [26]:

- увеличение скорости радиационного повреждения до 10^{-4} – 10^{-2} сна/с по сравнению с 10^{-7} – 10^{-6} сна/с в условиях реакторного облучения, т.е. экспрессность эксперимента;
- возможность дифференциального исследования многочисленных факторов, отвечающих за формирование пор при реакторном облучении;
- возможность избирательного введения примесей, в том числе газов, в исследуемые объекты;
- возможность непосредственного исследования эволюции дефектной структуры при облучении;
- отсутствие наведенной активности облученных материалов;
- относительно низкая стоимость эксперимента.

Естественно, наряду с очевидными преимуществами, имитационные эксперименты имеют и существенные недостатки и сложности:

- воспроизводимость структуры первичных радиационных повреждений, соответствующих имитируемой при реакторном воздействии;

- выполнение условий равенства отношения скорости генерации точечных дефектов и скорости их исчезновения на стоках;
- необходимость учета того, что уровень повреждения при ионном и электронном облучениях изменяется вдоль траектории частиц;
- сложность воспроизведения накопления в материале продуктов ядерных реакций и т.п.

В настоящее время для проведения имитационных исследований по влиянию гелия на радиационную стойкость конструкционных материалов широко применяются различные методики и облучательные устройства. К основным из них относятся следующие.

1. Имплантация ионов гелия бомбардировкой образцов α -частицами на различных ускорителях. Для получения однородного распределения внедренных ионов по толщине образца применяют специальные методики облучения, например использование набора сменных фильтров, помещаемых перед мишенью (РНЦ «Курчатовский институт»); торможение ионов слоем воздуха при обратнопоступательном движении образца [66].

2. Образование гелия при облучении быстрыми частицами на ускорителе, например высокоэнергетическими протонами [67], электронами [68].

3. Объемное насыщение материалов гелием по методу «третиего трюка» и ряд других способов [8, 46].

Что касается исследования и разработки конструкционных материалов для термоядерных реакторов будущего, то они в настоящее время носят почти исключительно имитационный характер и в ближайшее время, по-видимому, таковыми и останутся до создания действующих реакторов синтеза [69] или мощных источников термоядерных нейтронов типа *IFMIF*. Важность имитационных работ в области физики радиационных повреждений и радиационного материаловедения применительно к проблемам ТЯР неоднократно подчеркивалась ведущими специалистами мира и России в данной области.

4. ПОВЕДЕНИЕ ГЕЛИЯ В МАТЕРИАЛАХ

Установление механизмов захвата, удержания и выделения гелия дает возможность определить накопление газа и прогнозировать его влияние на радиационные эффекты и структурную стабильность материалов при разных условиях облучения, под действием различных внешних и внутренних факторов. Основными параметрами, определяющими поведение гелия в материалах, являются энергии (образования, миграции, связи, диссоциации) атомов газа в различных положениях кристаллической решетки (в междоузлиях, на дефектах структуры). Экспериментальное определение этих параметров затруднено в связи с чрезвычайно низкой растворимостью гелия в металлах. Поэтому в числе методов, используемых для оценки энергий, важное место занимают методы компьютерного моделирования [5, 70–80].

Для экспериментального исследования поведения гелия в металлах используют методы электронной и атомно-зондовой микроскопии, аннигиляции позитронов, возмущенной $\gamma\gamma$ -угловой корреляции, термодесорбционной спектрометрии, рентгеноструктурного анализа, обратного резерфордского рассеяния, каналирования ионов, измерения внутреннего трения и др.

Наибольшие экспериментальные данные получены с использованием *метода термодесорбционной спектрометрии* (ТДС) [5–8, 48, 81–90].

Внедренные в металлы атомы гелия мигрируют путем диффузии по междоузлиям – окта-окта пустота в ОЦК-структурах, тетра-окта пустота в ГЦК-структурах [72] до тех пор, пока не захватываются в ловушках, которыми могут являться:

➤ структурные дефекты – вакансии, краевые дислокации и ступеньки на них [91];

➤ собственные междоузельные атомы и петли внедрения [92];

➤ атомы легирующих элементов и скопления примесных атомов [5, 48, 93–98];

➤ пустоты кристаллической решетки, однако количество междоузельного газа должно быть незначительным, поскольку, имея невысокую энергию активации миграции (табл. 4.1), атомы гелия легко диффундируют по междоузлиям до ближайших более эффективных ловушек даже при комнатной температуре.

Таблица 4.1

Энергии образования гелия E_{He}^f , активации миграции в междоузельном положении E_{He}^m и связи с вакансией E_{HeV}^b в некоторых металлах, эВ

Металл	Кристаллическая структура	$T_{\text{пл}}$, К	E_{He}^f	E_{He}^m	E_{HeV}^b
Al	ГЦК	933	1,32 [99]	0,19–0,35 [99–101]	1,22–1,32 [99, 102]
Ag	ГЦК	1235	1,32–1,53 [71, 99]	0,65–0,86 [71, 99]	1,32–1,53 [71, 99, 103]
Au	ГЦК	1337	1,6 [99]	0,72 [99]	1,58 [99]
Cu	ГЦК	1357	1,93–2,5 [7, 99, 104, 105]	0,45–0,71 [70, 71, 99, 104, 106, 107]	1,84–1,88 [71, 99, 103]
Ni	ГЦК	1728	4,02–4,6 [71, 99, 105]	0,08–0,67 [5, 71, 102, 108–113]	2,34 [114]*; 2,63–3,16 [5, 103, 115]
Pd	ГЦК	1825	2,18–3,68 [71, 99]	0,94–1,74 [71, 99]	2,1–3,16 [71, 99, 103]
Pt	ГЦК	2043	2,6 [99]	1,13 [116]	2,48 [99]
Fe	ОЦК	1812	5,36 [71]	0,1–0,3 [71, 95, 117, 118]	3,75 [71, 95, 117]
V	ОЦК	2190	4,61 [71, 105]	0,13 [71]	2,96 [71, 103]
Mo	ОЦК	2890	3,08–4,97 [71, 81, 105, 119, 120]	0,3 [120, 121]*; 0,23–0,4 [71, 103]	3,0 [121]*; 3,91 [81]*; 2,7–4,2 [71, 119–121, 122–124]
Ta	ОЦК	3270	4,23 [71]	0,01 [71]	3,3 [71, 103]
W	ОЦК	3695	5,46–5,91 [71, 103, 123]	0,28 [101]*; 0,24–0,4 [5, 71, 103, 123, 124]	4,4 [122]*; 4,42–4,48 [71, 93, 103]

Примечание: разброс значений – по данным разных авторов; * – экспериментальные данные.

Согласно расчетам [72], комплексы HeV_2 также достаточно подвижны, а комплекс HeV малоподвижен; вклад комплексов типа HeV_n при $n > 2$ в перемещение гелия незначителен.

Анализ данных табл. 4.1 и рис. 4.1 показывает, что:

1) энергия образования гелия в ОЦК-металлах существенно выше, а энергия миграции ниже, чем в ГЦК-металлах;

2) энергия связи комплекса HeV в ОЦК-металлах выше, чем в ГЦК-металлах;

3) существует определенная корреляция между энергиями образования E_{He}^f и энергиями связи E_{HeV}^b (см. рис. 4.1), что позволяет оценивать энергию образования экспериментально методом термодесорбционной спектроскопии;

4) в целом, металлы, имеющие низкую температуру плавления, имеют и более низкие энергии образования и связи гелия.

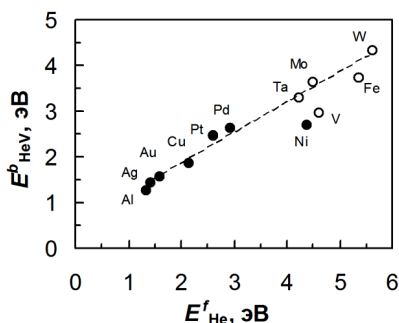


Рис. 4.1. Корреляция между энергией образования E_{He}^f и энергией связи атома гелия в комплексе E_{HeV}^b в ГЦК- и ОЦК-металлах (усредненные значения по данным табл. 4.1): ● – ГЦК-металлы; ○ – ОЦК-металлы

При малых концентрациях гелия выгодно образование элементарных комплексов He-V , а с увеличением его концентрации – комплексов типа He_mV , где m – число атомов He , связанных с вакансией [7, 125].

В экспериментах по термодесорбционной спектроскопии гелия из монокристаллов W и Mo показано, что вакансии могут являться ненасыщаемыми ловушками для атомов гелия [117, 122], причем энергия связи гелия в этих ловушках сначала уменьшается с увеличением количества атомов газа в кластере (от 4,4 эВ в W и 3,5 эВ в Mo до $\sim 1,8$ эВ в обоих металлах), но после захвата ~ 10 атомов газа снова возрастает.

Одна вакансия может присоединять ограниченное количество атомов He и удерживать их с достаточно большой энергией связи ($E^b \geq 2$ эВ). Связь нового атома He с комплексом слабее предыдущего атома (табл. 4.2). Поэтому при некотором числе атомов газа $m_{кр}$ появляются новые комплексы, которые связывают гелий сильнее (рис. 4.2).

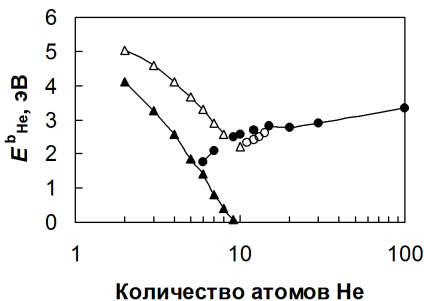
Таблица 4.2

Энергия связи E^b и энергия активации диссоциации E^d комплексов He_mV при нагреве в W, Mo и Ni, эВ [48, 81, 93, 102, 122, 126–129]

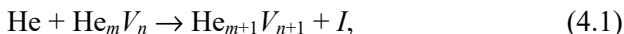
Реакция диссоциации	W			Mo		Ni	
	$E^b_{расч}$	$E^d_{расч}$	$E^d_{эксп}$	$E^d_{расч}$	$E^d_{эксп}$	$E^d_{расч}$	$E^d_{эксп}$
$HeV \rightarrow He+V$	4,39	4,75–5,07	4,05–4,64	4,19	3,05–3,80	2,7–2,8	2,1–2,34
$He_2V \rightarrow He+HeV$	2,89	3,43	3,14	2,82	2,50	1,55–1,92	1,7–1,82
$He_3V \rightarrow He+He_2V$	2,52	3,02	2,88	2,50	2,30	1,46–1,81	1,82
$He_4V \rightarrow He+He_3V$	2,50	2,94	2,41	} 2,37	} 2,05	1,62–2,06	1,82
$He_5V \rightarrow He+He_4V$	2,31	2,54	–			1,46–1,82	>1,8
$He_6V \rightarrow He+He_5V$	1,52	1,74	–			–	–
$He_7V \rightarrow He+He_6V$	1,03	1,27	–	–	–	–	–

Примечание: разброс значений – по данным разных авторов.

Рис. 4.2. Энергия связи гелия в кластерах He_mV и He_mV_2 в Mo, вычисленная по теории упругости, при $m = 6$ и $m = 9$ для моновакансий, дивакансий и сложных комплексов [128]: \blacktriangle – моновакансия; Δ – дивакансия; \bullet , \circ – сложные комплексы



Полагают, что увеличение энергии связи атомов He с ловушкой при $m > m_{кр}$ происходит вследствие изменения размера ловушки по одной из следующих реакций [7, 93, 130]:



где He – междоузельный атом гелия; I – собственный междоузельный атом металла; He_mV_n – m атомов He, захваченных в кластере из n вакансий. Например, реакция (4.1) для $n = 1$ в Mo протекает при $5 \leq m \leq 8$, в W – при $m \geq 4$, в Ni – при $m \geq 6$ [5].

Если концентрации вакансий и гелия достаточно высоки (практически, при дозе $D \geq 10^{20}$ м⁻² при ионном внедрении), то может произойти захват с образованием крупных комплексов He_mV_n , где m и $n > 2$. Так, в Mo и W комплексы могут содержать до 100 атомов He [101] и показана возможность образования двухмерных комплексов, содержащих до 600–2000 атомов гелия [106].

На основе экспериментального изучения структуры и физических свойств систем «ГЦК-металл – гелий» (Cu, Ag, Au) и «ОЦК-металл – гелий» (Mo) выявлена следующая последовательность смены элементов структуры твердых растворов с возрастанием флюенса облучения [7, 131]:



На рис. 4.3 приведены основные этапы развития кластеров гелия и дефектов, установленные методами просвечивающей электронной микроскопии и термодесорбционной спектроскопии гелия [7, 132, 133]. При высоких флюенсах ионов и невысоких температурах ($T < 0,3T_{пл}$) облучения процесс развития микроструктуры завершается формированием мельчайших гелиевых пузырьков ($\bar{d} \approx 2$ нм), которые образуют собственную пространственную решетку (сверхрешетку) того же типа, что и облученный металл [134].

Экспериментальные и теоретические исследования показали, что комплексы типа He_mV_n могут быть устойчивы до температур $(0,4-0,6)T_{пл}$ и являться центрами зарождения пузырьков в металлах, например по одной из схем динамических перестроек пластинчатых или дискообразных выделений (в данном случае – гелий-вакансионных кластеров) в более компактные сферические с выигрышем энергии [5, 7, 15].

Однако на образование зародышей пузырьков в металлах существенно влияет энергетика дефектов в кристалле. Согласно расчетам, в Mo собственный междоузельный атом легко может вытеснить гелий из комплекса He_mV по реакции [81]:



Такие реакции дают положительный тепловой эффект и могут протекать в Мо до $m \leq 5$. Например, рассчитанный энергетический выигрыш Q реакции $I + \text{HeV} \rightarrow \text{He}_i$ при энергиях $E_I^f = 9,74$ эВ, $E_{\text{HeV}}^b = 4,30$ эВ и $E_{\text{He}}^f = 4,94$ эВ, характеризующих энергии образования собственных междоузельных атомов, комплекса HeV и междоузельного атома He_i, составляет $Q = 9,1$ эВ.

Вакансия (V) или междоузельный атом (I)	
↓	
He-V (или He-I)	
↓	
Кластеры He-V	
↓	
He_mV → He_mV₂I	т.е. HeV, He ₂ V, He ₃ V . . .
↓	Превращение ловушки с приобретением V и выталкиванием I в междоузлие по реакции (1.5), $m > 9$.
He_mV_n + I_k	Зародыши устойчивых пластин комплексов в плоскостях {011} в Мо.
↓	
He_mV_n + петли I	Пластины приобретают V выдавливанием петель.
↓	
He_mV_nI_k + петли I + He	Пластины растут дальше; петли I захватывают гелий.
↓	
Группы мелких пузырьков Пузырьки на дислокационных петлях	Превращение пластины → группа пузырьков.

Рис. 4.3. Схема развития кластерно-дефектной структуры по мере возрастания количества атомов гелия и вакансий в комплексе, где стрелка ↓ означает добавление атомов He к кластеру [7, 132, 133]

Для Ni же, исходя из энергетики дефектов и гелия в кристалле, реакция вытеснения (4.3) возможна только для комплексов HeV с энергетическим выигрышем 2,25 эВ [103, 135]. Реакция вытеснения гелия из комплекса He₂V уже энергетически невыгодна и даже наоборот – два междоузельных атома He_i могут вытеснить собственный атом металла в междоузлие [103]:



Хотя энергетический эффект невысок ($Q = 0,6$ эВ), реакция вполне осуществима. Поэтому в Ni могут сначала возникать комплексы He₂V, а с увеличением флюенса облучения – и комплексы He₄V и

He₆V; в связи с этим процесс образования газонаполненных полостей в результате облучения ионами гелия в нем должен происходить более интенсивно, чем в молибдене [103, 126].

На самом деле процессы, протекающие в металлах при ионном облучении, значительно сложнее, поскольку в рассматриваемых в настоящее время моделях и расчетах трудно учитывать дефектную структуру реального кристалла и уровень возникающих вследствие внедрения газа и накопления радиационных дефектов внутренних напряжений, наличие примесей и взаимодействие их с радиационными дефектами и гелием. Эти факторы способны существенно изменить как энергетику дефектов и гелия в кристалле, так и кинетику образования комплексов и газовых пузырьков.

Энергия связи атома гелия в вакансионном кластере уменьшается с возрастанием числа атомов газа, но повышается при росте количества вакансий. *Наиболее стабильны кластеры с примерно одинаковым содержанием атомов гелия и вакансий* [5].

Момент образования зародыша кластеров и их концентрация исключительно чувствительны к энергии миграции гелия E^m_{He} . При малом значении E^m_{He} образуются преимущественно смешанные кластеры ($m \approx n$), при большом – доминируют кластеры, обогащенные гелием. При этом даже небольшие добавки примесей внедрения, таких как С, О, N, могут серьезно влиять на образование зародышей и характер роста скоплений дефектов в металлах.

Например, расчеты взаимодействия He с атомами С показали [95], что кластеры атомов углерода в α -Fe и, возможно, в других металлах, могут быть центрами зарождения кластеров атомов гелия, и энергия связи атомов газа с кластером C_n возрастает монотонно с увеличением числа атомов углерода. Так, энергия связи комплекса He-CV ($E^b = 3,12$ эВ) лишь ненамного меньше энергии связи He-V ($E^b = 3,75$ эВ), т.е. в материалах наряду с кластерами типа He_mV_n вполне могут существовать сложные комплексы, включающие также и атомы легирующих элементов и примесей. Однако эти вопросы изучены недостаточно полно.

5. ДОЗОВАЯ И ТЕМПЕРАТУРНАЯ ЗАВИСИМОСТИ РАЗВИТИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ ПРИ ИОННОМ ВНЕДРЕНИИ ГЕЛИЯ

Моделирование накопления гелия в реакторных условиях с использованием облучения α -частицами позволяет изучать закономерности формирования микроструктуры и влияния газа на служебные свойства материалов в зависимости от концентрации гелия и температуры, хотя, как было отмечено выше (см. разд. 3), не может полностью воспроизводить реальные процессы, протекающие в реакторных материалах при длительной эксплуатации.

Исследования показали, что при облучении при относительно невысоких температурах и низких флюенсах ионов гелия ($D \leq 5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$) в структуре материалов развивается кластерно-петлевая структура. С увеличением флюенса размер дислокационных петель изменяется незначительно, а их объемная плотность возрастает до нового установившегося значения (рис. 5.1).

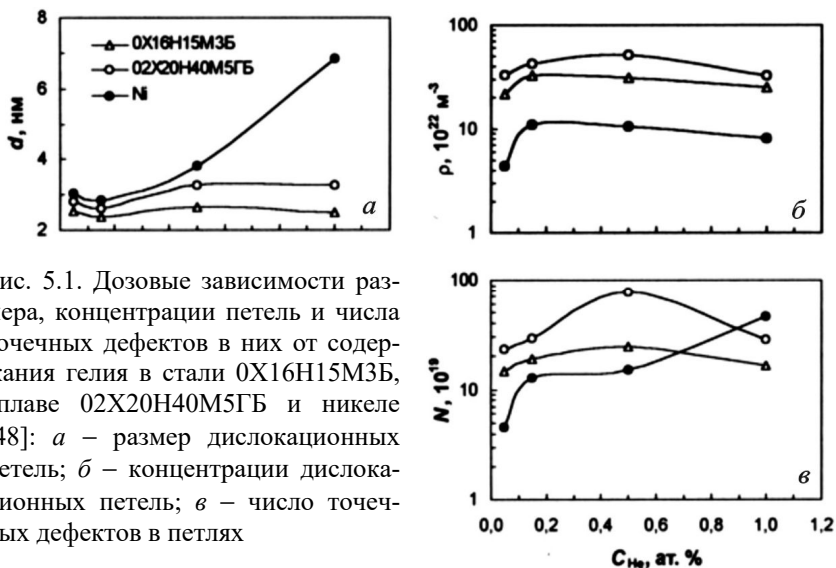


Рис. 5.1. Дозовые зависимости размера, концентрации петель и числа точечных дефектов в них от содержания гелия в стали 0X16H15M3Б, сплаве 02X20H40M5ГБ и никеле [48]: *a* – размер дислокационных петель; *б* – концентрации дислокационных петель; *в* – число точечных дефектов в петлях

Следует заметить, что в легированных сплавах при всех концентрациях внедренного газа плотность образующихся петель значительно выше, а размеры их меньше, чем в чистом никеле. При этом внедренные атомы гелия существенно влияют на рост петель из междоузельных атомов, образуя комплексы с вакансиями, снижая

вероятность рекомбинации пар Френкеля и повышая скорость роста дислокационных петель [48, 136].

При малых концентрациях внедренного гелия ($\leq 0,1$ ат. %) наблюдается резкое увеличение периода кристаллической решетки облучаемого материала, свидетельствуя об образовании твердых растворов [48]. Выход изменения периода решетки на насыщение и уширение интегральной дифракционной линии с возрастанием концентрации газа авторы связывают с образованием комплексов.

При низкотемпературном облучении ($T_{\text{обл}}/T_{\text{пл}} < 0,3$) и энергии ионов He^+ ниже 100 кэВ при $D > (7-10) \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ комплексы из вакансий и атомов гелия становятся неустойчивыми и превращаются в разрешимые в ПЭМ газовые пузырьки. В этих условиях облучения и высоких скоростях образования гелия диффузионная подвижность вакансий низка, чтобы заметно влиять на процесс формирования пузырьков. Поэтому зарождение их происходит атермически спонтанно и гомогенно по всей матрице [6–8, 15, 48, 58, 99, 116, 120, 122, 134, 137–139].

При непрерывном облучении равновесные концентрации радиационных вакансий и междоузельных атомов устанавливаются в течение короткого времени (сотни секунд), а концентрация гелия продолжает расти (рис. 5.2). Во время инкубационного периода образуются и растут гелий-вакансионные комплексы.

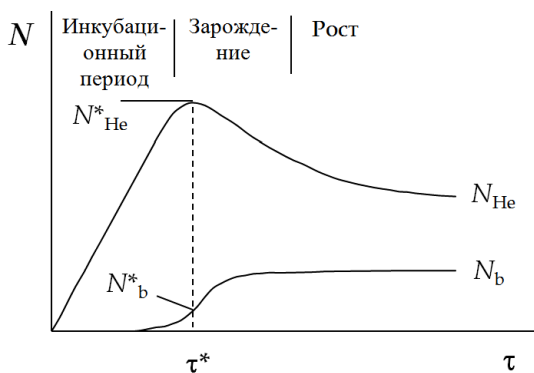


Рис. 5.2. Изменение концентрации гелия в решетке N_{He} и объемной концентрации пузырьков N_b от времени облучения [116]

С увеличением времени облучения концентрация гелия N_{He} в решетке растет и при некотором времени τ^* достигает максимального значения N_{He}^* . При этих концентрациях скорость зарождения пузырьков также максимальна, однако изменение концентрации их

N_b отстает во времени по сравнению с изменением N_{He} , поскольку на образование зародышей пузырьков требуется некоторое время. В точке максимальной концентрации гелия вновь внедряемый гелий поступает в пузырьки и концентрация его в решетке снижается.

При этом уравнение баланса гелия может быть представлено в виде [116]:

$$V_{\text{He}} \approx 4\pi r_b D^{\text{эф}}_{\text{He}} N^*_{\text{He}} N^*_b, \quad (5.1)$$

где V_{He} – скорость образования атомов гелия; r_b – средний радиус пузырьков; $D^{\text{эф}}_{\text{He}}$ – эффективный коэффициент диффузии гелия; N^*_{He} – максимальная концентрация атомов гелия в решетке; N^*_b – концентрация пузырьков при $\tau = \tau^*$.

Первые пузырьки, разрешимые в ПЭМ, распределены в матрице хаотически и их плотность невысока. С увеличением времени облучения (флюенса) их концентрация возрастает и выходит на насыщение при некоторой величине N_b^{max} [134]. При относительно невысокой температуре и высоких флюенсах облучения ионами гелия (практически с $D > 10^{21} \text{ м}^{-2}$) формирующиеся пузырьки образуют упорядоченную структуру (сверхрешетку), а вид сверхрешетки пузырьков, как правило, совпадает с типом кристаллической структуры облучаемого металла. В сверхрешетке плотность пузырьков максимальна ($N_b = N_b^{\text{max}} \approx 10^{24} - 10^{25} \text{ м}^{-3}$) при их среднем размере несколько нанометров.

Для изучения закономерностей формирования и механизмов роста пузырьков обычно используют эксперименты двух видов: *послерадационный изохронный отжиг* образцов, облученных при низкой температуре, или *облучение непосредственно при высокой температуре* [138].

В первом случае информация о первоначальном состоянии гелий-вакансионных кластеров незначительна, и нельзя делать определенных выводов о процессе зарождения пузырьков. Однако по кинетике роста пузырьков можно получить информацию о механизмах их роста, миграции или диссоциации газа из пузырьков.

В случае непрерывного внедрения газа при высокой температуре можно получить информацию о процессе зарождения пузырьков, но точно определить флюенс, при котором они зарождаются, сложно, так как пузырьки достигают размеров и плотности, необ-

ходимых для экспериментального обнаружения, уже при более высоких флюенсах.

5.1. Послерадационный отжиг образцов, облученных при низкой температуре

Как показано ранее (см. разд. 4), в металлах и сплавах, обычно используемых в качестве конструкционных материалов в реакторостроении, гелий практически нерастворим. Поэтому он накапливается в несовершенствах кристаллической решетки в виде различных комплексов (при относительно невысоких концентрациях и/или низких температурах), или в пузырьках (при высоких концентрациях и/или повышенных температурах). Однако, несмотря на огромное количество имеющихся в литературе данных по исследованию механизмов роста пузырьков и выделения гелия при нагревах, нет однозначного ответа на вопрос о том, является ли этим механизмом их роста миграция и коалесценция (МК) или растворение и перезахват атомов газа (и вакансий), т.е. механизм созревания по Оствальду (ОС) [8, 82–84, 138, 140–146]. Какой из этих механизмов будет доминировать – зависит от таких параметров, как концентрация имплантированного гелия N_{He} , температура T и время отжига τ_a . При экспериментальном определении этого механизма проводят исследование или распределения пузырьков по размерам (характеристикой являются средний размер пузырьков \bar{r} и стандартное отклонение W) и их эволюции со временем отжига, или плотности пузырьков в материале ρ_b .

При использовании среднего размера пузырьков часто действующий механизм определяют из сравнения производной $\partial \ln(\bar{r})/\partial \ln(\tau_a)$ с предсказаниями теории применительно к разным механизмам роста [142, 145].

Если рост контролируется МК, то изменение среднего количества атомов гелия $\bar{N}(\bar{r}, \bar{p})$ в пузырьке размером \bar{r} и средним давлением газа \bar{p} со временем дает:

$$d\bar{N}(\bar{r}, \bar{p})/d\tau_a \sim rD_b(\bar{r}, \bar{p})N_{\text{He}}, \quad (5.2)$$

где $D_b(\bar{r}, \bar{p})$ – коэффициент диффузии пузырька как полости, зависящий от основного механизма диффузии, таких как поверх-

ностная диффузия (ПД), объемная диффузия (ОД) или испарение-осаждение (ИО) через пузырек; N_{He} – атомная концентрация общего внедренного гелия (предполагается, что весь гелий находится в пузырьках). Давление $\bar{p} = \bar{p}(\bar{r}, N_{\text{He}}, \tau_a, T)$ может, несомненно, являться функцией различных параметров: среднего радиуса пузырьков, концентрации внедренного газа, времени и температуры послерадиационного отжига. Если эксперимент по отжигу проводится при постоянной температуре, то зависимостью \bar{p} от температуры отжига можно пренебречь. Если \bar{p} не зависит от τ_a определенно, то можно разделить зависимости его от \bar{r} и τ_a . Простое интегрирование по τ_a дает:

$$\int_0^{\tau_a} \left\{ dr' [d\bar{N}(r, \bar{p})] / dr' \right\} [1 / r' D_b(r', \bar{p})] \sim N_{\text{He}} \tau_a. \quad (5.3)$$

Если \bar{p} не зависит от N_{He} определенно, то интеграл в выражении (5.3) и, следовательно, \bar{r} зависят только от произведения $N_{\text{He}} \tau_a$, а не от N_{He} и τ_a отдельно, т.е. \bar{r} инвариантен к изменениям N_{He} и τ_a до тех пор, пока $N_{\text{He}} \tau_a$ остается постоянным. Интеграл (5.3) можно вычислить для крайне небольших случаев, например в случае идеального газа в равновесных пузырьках (правда, это очень плохое приближение для интервала размеров пузырьков, который встречается во многих экспериментах, а именно для $1 \text{ нм} \leq \bar{r} \leq 8 \text{ нм}$) или при постоянном давлении в них. Для этих случаев интегрирование дает степенную зависимость:

$$\bar{r}^n \sim D_x N_{\text{He}} \tau_a, \quad (5.4)$$

где D_x – коэффициент диффузии для соответствующего механизма диффузии ($x = \text{ПД, ОД или ИО}$).

Аналогичное выражение можно получить и для случая ОС:

$$d\bar{N}(\bar{r}, \bar{p}) / d\tau_a \sim \bar{r} D_{\text{He}}(\bar{r}, \bar{p}) N_{\text{He}}^*(\bar{r}, \bar{p}), \quad (5.5)$$

где $\bar{N}(\bar{r}, \bar{p})$ и \bar{r} имеют тот же смысл, что и выше; D_{He} – коэффициент диффузии растворенного в матрице гелия; $N_{\text{He}}^*(\bar{r}, \bar{p})$ – средняя концентрация растворенных в матрице атомов гелия при наличии распределения пузырьков с \bar{r} . Если пренебречь опреде-

ленной зависимостью \bar{p} от τ_a и T по тем же причинам, которые упоминались выше, разделение и интегрирование по времени дает:

$$\int_0^{\tau_a} \{dr' [d \bar{N}(r', \bar{p}) / dr']\} [1/r' D_{\text{He}}(r', \bar{p}) N_{\text{He}}^*(\bar{r}, \bar{p})] \sim \tau_a. \quad (5.6)$$

Если \bar{p} не зависит от концентрации имплантированного гелия N_{He} определено, то интеграл в выражении (5.6) и, следовательно, \bar{r} зависят только от τ_a . Следовательно, при постоянном τ_a величина \bar{r} инвариантна по отношению к N_{He} . Также интегрирование возможно только для очень немногих случаев. Предполагая идеальный газ и равновесные пузырьки ($p = 2\gamma/r$, где γ – удельная поверхностная энергия), интегрирование дает:

$$\bar{r} \sim D_{\text{He}} \exp(-H^s/k\tau) \tau_a \sim \exp(-H^{dis}/k\tau) \tau_a, \quad (5.7)$$

где H^s – энтальпия растворения гелия; $H^{dis} = H^s + H^m$ – энтальпия диссоциации; H^m – энтальпия миграции атомов гелия в матрице.

В табл. 5.1 приведен показатель степени n для некоторых простых случаев для обоих механизмов. Очевидно, что однозначное определение механизма не может быть получено из часто используемого показателя, определяемого как $n = [\partial \ln(\bar{r}) / \partial \ln(\tau_a)]^{-1}$.

Таблица 5.1

Механизмы роста пузырьков и показатели степени (наклон = $1/n$)

Механизм роста	Атомные процессы или состояние газа	Показатель степени n	
		Равновесные пузырьки	Постоянный объем
Миграция и коалесценция (МК) $\bar{r} = (D_b N_{\text{He}} \tau_a)^{1/n}$	Поверхностная диффузия	5	6
	Объемная диффузия	4	5
	Испарение-осаждение	3	5
Оствальдово созревание (ОС) $\bar{r} = (D_{\text{He}} N_{\text{He}}^* \tau_a)^{1/n}$	Идеальный газ	2	3
	Реальный газ	2–6	3

При использовании плотности пузырьков ρ_b для роста их по механизму МК предполагают, что миграция пузырьков контролируется поверхностной диффузией, а общий объем популяции пузырьков постоянен [21]. В этом случае изменение плотности пузырьков в зависимости от τ_a происходит как [21, 138]:

$$\rho_b \approx 0,1\Omega^{-7/6}(v_{\text{He}}N_{\text{He}}/D_s\tau_a)^{1/2}, \quad (5.8)$$

где Ω и v_{He} – атомные объемы металла и гелия, соответственно; D_s – коэффициент поверхностной самодиффузии. Видно, что ρ_b зависит как корень квадратный из $N_{\text{He}}/D_s\tau_a$, что характерно и для равновесных пузырьков, содержащих идеальный газ. Согласно выражению (5.8), энергия активации для N_b меньше половины энергии поверхностной диффузии E_s . Последняя может значительно возрастать с увеличением давления газа в пузырьках.

Для механизма роста пузырьков по ОС, контролируемому диссоциацией гелия из комплексов (но не диффузией гелия), требуется перенос атомов гелия и вакансий. Тогда изменение плотности пузырьков в зависимости от τ_a происходит как [146]:

$$\rho_b \approx kTN_{\text{He}}/[4\gamma v_{\text{He}}D_{\text{He}}(N_{\text{He}})'\tau_a \exp(\mu_{\text{He}}/kT)], \quad (5.9)$$

где γ – свободная поверхностная энергия; D_{He} – диффузионная подвижность гелия в матрице; $(N_{\text{He}})'$ – концентрация гелия в растворе для плотности атомов газа, при котором химический потенциал μ_{He} исчезает и $(N_{\text{He}})'\tau_a \exp(\mu_{\text{He}}/kT)$ является настоящей концентрацией гелия в матрице. Аналогичное выражение найдено и для роста пузырьков, контролируемого диссоциацией вакансий [146], тогда как механизм роста по ОС равновесных пузырьков, содержащих реальный газ, более сложен [142, 145].

Важное следствие из выражения (5.9) – линейная зависимость ρ_b от $N_{\text{He}}/D_{\text{He}}(N_{\text{He}})'\tau_a$. Соответственно, энергия активации для ρ_b ниже, чем для $D_{\text{He}}(N_{\text{He}})'$, которая равна сумме энергий активации диффузии гелия и растворения, представляющей собой энергию диссоциации гелия. При этом предполагается, что $E_{\text{He}}^{\text{dis}} > E_s$.

Граничные величины параметров N_{He} , T и τ_a находят, приравнявая значения ρ_b из уравнений (5.8) и (5.9), т.е. «температура перехода» T_{tr} равна [138]:

$$kT_{tr} \approx [2(E_{\text{He}}^{dis} - \mu_{\text{He}}) - E_s] / \ln[(v_{\text{He}}^3 / (\gamma / kT_m)^2 (D_{\text{He}0}^2 / D_{s0}) \tau_a / N_{\text{He}})], \quad (5.10)$$

где $D_{\text{He}0}$ и D_{s0} – предэкспоненциальные множители для D_{He} и D_s , соответственно; T_m – температура плавления.

Из уравнения (5.10) следует, что T_{tr} возрастает с увеличением N_{He}/τ_a , но очень слабо. Значения ρ_b при температуре перехода находят, исключая N_{He}/τ_a из уравнений (5.8) и (5.9):

$$\rho_b^{tr} \Omega \approx (1/25)(v_{\text{He}}^2 \gamma / \Omega^{4/3} kT) D_s^{-1} D_{\text{He}} (N_{\text{He}})' \exp(\mu_{\text{He}} / kT). \quad (5.11)$$

Соответственно, энергия активации для этой плотности пузырьков ρ_b^{tr} равна $E_{\text{He}}^{dis} - E_s$. В интервалах обычно встречающихся размеров пузырьков и температур множитель перед D_s^{-1} составляет порядка единицы. Интервалы параметров в разных типах экспериментов приведены в табл. 5.2.

Таблица 5.2

Интервалы параметров в разных типах экспериментов, соответствующие разным механизмам роста пузырьков [138]

Механизм	Тип эксперимента								
	НО + отжиг			ВО			(НО, ВО) + + повреждающее облучение		
Диффузия газа	–			$G_{\text{He}} \uparrow$	$N_{\text{He}} \downarrow$	$T \downarrow$	–		
Миграция пузырьков	$N_{\text{He}} \uparrow$	$\tau_a \downarrow$	$T \downarrow$	$G_{\text{He}} \uparrow$	$N_{\text{He}} \uparrow$	$T \downarrow$	$G_d \uparrow$	$T \downarrow$	
Термическое растворение	$N_{\text{He}} \downarrow$	$\tau_a \uparrow$	$T \uparrow$	$G_{\text{He}} \downarrow$	$N_{\text{He}} \downarrow$	$T \uparrow$	–		
Радиационное растворение	–			$G_{\text{He}} \uparrow$	$N_{\text{He}} \uparrow$	$T \downarrow$	$G_d \uparrow$	$D \uparrow$	$T \downarrow$

Примечание: НО – низкотемпературное облучение; ВО – высокотемпературное облучение; \uparrow – высокое значение; \downarrow – низкое значение; G_d – скорость создания смещений.

В ряде экспериментов показано [141, 147, 148], что в Ni и Cu, имплантированных гелием, вплоть до температуры послерадиационного отжига $0,7T_{\text{пл}}$ ($T_{\text{пл}}$ – температура плавления металла) в объеме материала образуются пузырьки со сверхвысоким давлением и медленно растут с миграцией и коалесценцией, а вблизи источни-

ков вакансий (границы зерен, близлежащая облученная поверхность и др.) сверхвысокое давление релаксирует, и рост пузырьков происходит быстро по механизму ОС. Это приводит к формированию двух систем газовой пористости: мелкой, так называемой «первичной», и крупной, названной «вторичной». При температурах послерадиационного отжига, выше $0,72T_{пл}$, образуется только одна популяция пузырьков с давлением, близким к равновесному, что связано с восстановлением способности дислокаций эмитировать вакансии в окружающее пространство при высоких температурах.

Найденная эффективная энергия активации увеличения среднего радиуса пузырьков составила $0,60 \pm 0,02$ эВ, что ниже, чем для ОС при меньших температурах (1,1 эВ). Кроме того, обнаружено, что движущиеся дислокации «выметают» мелкие газовые пузырьки до ближайших границ зерен, где формируются крупные пузырьки, а в теле зерна образуются зоны, свободные от пузырьков [148].

5.2. Высокотемпературное облучение

Облучение при повышенной температуре приводит к более сильным структурным изменениям, чем при послерадиационных отжигах [8]. Так, исследовалось развитие гелиевой пористости в молибдене, облученном на циклотроне α -частицами до концентрации 0,05 ат. % He, в двух типах экспериментов: облучение при комнатной температуре с последующим отжигом при 700 °С; облучение при 700 °С [149]. Эксперименты показали, что в отношении дефектообразования эти условия развития микроструктуры неэквивалентны – в первом случае развитие гелиевых пузырьков было более интенсивным (вообще-то, это характерно только для чистых металлов, а при легировании в температурном интервале стабильности сложных комплексов, содержащих легирующий элемент, картина может быть и обратной).

При высокотемпературном облучении непрерывное поступление атомов газа стабилизирует зародыши пузырьков, сформировавшихся на ранних стадиях, и делает их неподвижными. Скорость образования зародышей сначала возрастает с увеличением концентрации гелия (N_{He})' в матрице. Обе величины достигают максимума, например, при $\tau = \tau^*$ (см. рис. 5.2), когда скорость выделения

гелия компенсирует скорость его накопления G_{He} . Для случая незначительной подвижности зародышей пузырьков это мгновенное устойчивое состояние можно описать выражением [125, 150, 151]:

$$G_{\text{He}} = 4\pi r^* D_{\text{He}} (N^*_{\text{He}})' \rho^*_b, \quad (5.12)$$

где r^* – радиус захвата гелия зародышем пузырька (≈ 1 нм). По этой формуле для оценки ρ^*_b требуется информация о концентрации гелия $(N^*_{\text{He}})'$ в матрице.

Далее делается простейшее предположение о том, что уже два атома гелия образуют стабильный зародыш (так называемое двухатомное зарождение) [125, 150–152]. В этом случае максимальная скорость зарождения достигается, когда вновь образуемый атом гелия может как достигать существующих зародышей, так и встретить другой атом газа, т.е. когда плотности атомов гелия и зародышей сравнимы, $(N^*_{\text{He}})'/\Omega \approx \rho^*_b$. Это дает оценку:

$$\rho^*_b \approx G^{1/2}_{\text{He}} / (4\pi r^* \Omega D_{\text{He}})^{1/2} \text{ при } N^*_{\text{He}} \approx 3(N^*_{\text{He}})' \approx 3 \rho^*_b \Omega. \quad (5.13)$$

Концентрацию гелия N^*_{He} , при которой достигается пик зарождения, можно оценить на основе измерения плотности пузырьков в ПЭМ-исследованиях. Так [138], плотность пузырьков в интервале 10^{19} – 10^{23} м⁻³ означает, что концентрация зарождения составляет от 10^{-10} до 10^{-6} атомов гелия на один атом матрицы.

Уравнение (5.13) аналогично выражению (5.8) – характеризуется зависимостью ρ_b как корень квадратный из $G_{\text{He}}/D_{\text{He}}$. Следовательно, двухатомное зарождение может быть названо *диффузионно контролируемым*.

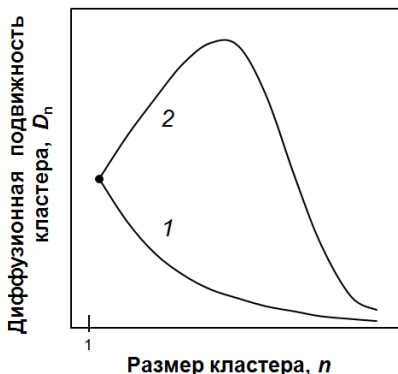
Перед пиком зарождения пузырьков скорость зарождения их монотонно снижается с уменьшением атомной концентрации гелия. В асимптотическом режиме допущение квазистационарного состояния концентрации гелия в матрице, т.е. $(N^*_{\text{He}})' \cong 0$, дает (в случае незначительной подвижности пузырьков) слабое увеличение плотности пузырьков как $\tau^{1/3}$ и $\ln^{1/2} \tau$ при допущении возрастания интенсивности стока пузырьков при их росте. Хотя скорость зарождения пузырьков снижается после пика зарождения, это может привести к образованию пузырьков с плотностью на 1–2 порядка выше, чем ρ^*_b , до того пока пузырьки не дорастут до наблю-

даемых размеров, но это достигается только при концентрациях гелия по порядку величины выше, чем концентрация зарождения.

Таким образом, наблюдаемые плотности пузырьков ρ^*_b в соответствии с выражением (5.13) контролируются диффузией гелия только в том случае, когда диффузионная подвижность атомов газа сопоставима с диффузионной подвижностью зародышей или пузырьков. Последнее допущение достаточно обоснованно, если гелий диффундирует по междоузлиям и, возможно, корректно при радиационном повреждении структуры, если гелий диффундирует по механизму замещения [138, 151, 152]. Однако миграция пузырьков по механизму поверхностной диффузии может быть быстрее, чем диффузия гелия по вакансионному механизму. В этом случае наблюдаемая плотность пузырьков могла бы определяться миграцией пузырьков.

Фактически рассмотренное выше приводит к двум качественно разным ситуациям (рис. 5.3). В первом случае диффузионная подвижность кластеров монотонно снижается с ростом в них количества атомов гелия. В этом случае плотность пузырьков может контролироваться диффузией атомов газа. Напротив, если диффузионная подвижность кластеров имеет максимум при некотором определенном их размере, то плотность формирующихся пузырьков может определяться миграцией наиболее подвижных кластеров и может выйти на насыщение при величине, определяемой выражением, аналогичном уравнению (5.13), где D_{He} заменяется на диффузионную подвижность высокоподвижных гелий-вакансионных кластеров.

Рис. 5.3. Схематическое представление двух качественно разных зависимостей диффузионной подвижности кластеров D_n от их размера n [138]: 1 – монотонное снижение D_n с ростом n (зарождение контролируется диффузией отдельных атомов газа); 2 – D_n имеет максимум (зарождение контролируется максимальной диффузионной подвижностью кластеров)



При высокой температуре и/или низкой скорости генерации гелия мелкие гелий-вакансионные кластеры распадаются до захвата мигрирующих атомов газа (см. табл. 5.2), т.е. только кластеры с размерами выше критического размера, зависящего от концентрации гелия в растворе, стабилизируются подходящими атомами газа (так называемое многоатомное зарождение).

В этом случае скорость зарождения очень сильно зависит от концентрации гелия в растворе и значительна только около (или выше) критической величины $(N_{\text{He}}^*)'$, которую можно принять за термически равновесную концентрацию газа в присутствии зародышей критического размера. Видоизменяя уравнение (5.12) для этого случая, можно записать [125, 150, 151]:

$$\rho^*_{*b} = G_{\text{He}}/[4\pi r^* D_{\text{He}}(N_{\text{He}}^*)'], \quad \rho_b(\tau \rightarrow \infty) \rightarrow 2\rho^*_{*b}. \quad (5.14)$$

В конце стадии зарождения ρ_b достигает до примерно двойной величины ρ^*_{*b} . На этапе роста пузырьков скорость их зарождения резко снижается при увеличении атомной концентрации гелия. Плотность пузырьков остается на уровне, достигнутом сразу после пика зарождения, т.е. около $\rho_b = 2\rho^*_{*b}$.

Уравнение (5.14) аналогично выражению (5.9). Это приводит к линейной зависимости ρ_b от $G_{\text{He}}/[D_{\text{He}}(N_{\text{He}}^*)']$ и равенству энергии активации для ρ_b с энергией диссоциации гелия $E_{\text{He}}^{\text{dis}}$.

Условия двух- и многоатомного зарождения пузырьков определяются динамической стабильностью газовых кластеров в условиях непрерывного поступления гелия. Двухатомное зарождение имеет место, когда кластер из двух газовых атомов захватывает дополнительный атом за время своего существования, т.е. при высокой G_{He} и низкой температуре; в обратном случае имеет место многоатомное зарождение. Переход из одного режима зарождения к другому происходит, когда скорость диссоциации кластера из двух атомов становится сравнимой со скоростью поглощения им атомов газа. Это означает, что «температура перехода» T_{tr} увеличивается с ростом скорости генерации газа G_{He} . Количественную оценку T_{tr} получают, исключая ρ^*_{*b} из уравнений (5.13) и (5.14):

$$kT_{tr} \approx [2(E_{\text{He}}^{\text{dis}} - \mu^*_{\text{He}}) - E_{\text{He}}^{\text{dis}}]/\ln[(4\pi r^* D_{\text{He}0})/(\Omega G_{\text{He}})], \quad (5.15)$$

где μ_{He}^* – химический потенциал гелия в критическом зародыше пузырька; $D_{\text{He}0}$ – предэкспоненциальный множитель коэффициента диффузии гелия D_{He} . В соответствии с уравнением (5.15), T_{ir} возрастает лишь незначительно с увеличением G_{He} .

Величина ρ_b при «переходной температуре», определяемая исключением G_{He} из уравнений (5.13) и (5.14), дается простым выражением [138]:

$$\rho_b^{*ir} \Omega = (N_{\text{He}}^*)' = N_{\text{He}}' \exp(\mu^*/kT). \quad (5.16)$$

Из уравнения (5.16) видно, что ρ_b^{*ir} напрямую зависит от концентрации гелия в растворе в пике зарождения.

Аналогия между уравнениями (5.8) и (5.9) для роста пузырьков при послерадиационном нагреве, (5.13) и (5.14) – для зарождения пузырьков при высокотемпературном облучении становится полной, когда отношение N_{He}/τ , входящее в уравнения (5.8) и (5.9), принимается как эффективная средняя скорость генерации гелия.

В рассмотренных выше двух видах экспериментов важнейшее различие заключается в том, что исследуются сильно отличающиеся стадии развития пузырьков: при росте пузырьков при послерадиационном отжиге – последняя стадия; при высокотемпературном облучении – стадия зарождения. С этой точки зрения сильное снижение химического потенциала гелия с уменьшением давления в пузырьках при их росте является решающим фактором.

5.3. Эффекты радиационного повреждения

Известно [125, 150, 151, 152], что при ионном внедрении гелия радиационное повреждение структуры существенно влияет на диффузию гелия и через это на зарождение пузырьков. Радиационно-ускоренная диффузия (РУД) может влиять также и на миграцию пузырьков. Для оценки этих эффектов сравнивают вклад поверхностной диффузии и РУД в миграцию пузырьков [138]. При поверхностной диффузии коэффициент диффузии пузырька определяется выражением:

$$D_b = 3\Omega^{4/3} D_s / (2\pi r_b^4), \quad (5.17)$$

а при объемной диффузии как

$$D_b = 3\Omega(D_v N_v + D_i N_i) / (4\pi r_b^3), \quad (5.18)$$

где D_v и D_i – коэффициенты диффузии; N_v и N_i – концентрации вакансий и междоузельных атомов, соответственно.

Используя для поверхностной диффузии выражение $D_s \approx 3 \cdot 10^{-6} \exp(-7T_m/T) \text{ м}^2\text{с}^{-1}$ для пузырьков с $r_b = 10\Omega^{1/3}$, получена зависимость требуемой скорости повреждения G_d от T_m/T , показанная на рис. 5.4.

Для свободной поверхностной диффузии требовалась бы нерельяно высокая G_d для РУД, чтобы ускорить миграцию пузырьков. К тому же высокое давление газа в пузырьках может значительно снизить величину D_s .

Для равновесных давлений в пузырьках РУД может внести значительный вклад в миграцию пузырьков при высокой G_d и/или низких температурах (см. табл. 5.2).

Другое влияние облучения – пресыщение вакансиями, что может привести к релаксации сверхвысокого давления в пузырьках, но еще важнее то, что оно может привести к преобразованию пузырьков в поры (газонаполненные), когда размер их достигает некоторой критической величины.

Таким образом, приведенный анализ данных свидетельствует о существенной роли гелия в радиационных эффектах в металлах и сплавах.

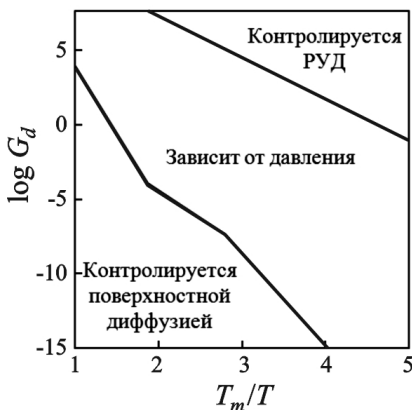


Рис. 5.4. Изображение механизма миграции пузырьков: зависимость скорости смещения G_d от T_m/T , для которой РУД $D_v N_v$ становится равной поверхностной диффузии D_s . Верхняя линия – свободная поверхностная диффузия в предположении:

$$D_s = 3 \cdot 10^{-6} \exp(-7T_m/T) \text{ м}^2\text{с}^{-1}$$

$$\text{и } D_v = 3 \cdot 10^{-6} \exp(-7,5T_m/T) \text{ м}^2\text{с}^{-1}.$$

Нижняя линия – поверхностная диффузия, уменьшенная в $\exp(-7T_m/T)$ раз, полученная для сверхвысокого газового давления

$p = 0,2\mu$, где μ – модуль упругости. Для достижимых значений G_d РУД важна только для пузырьков со сверхвысоким давлением

Можно считать установленным, что при относительно невысоких температурах внедрения или наработки гелий удерживается в различных гелий-вакансионных комплексах типа He_mV_n , причем при одинаковых условиях в ОЦК-металлах энергия связи комплексов значительно выше, чем в ГКЦ-металлах. С увеличением концентрации газа комплексы превращаются в разрешимые в ПЭМ мелкие пузырьки, которые при дозах облучения ионами He^+ выше 10^{21} м^{-2} и температурах $T \leq 0,3T_{\text{пл}}$, как правило, имеют упорядоченное распределение при среднем диаметре пузырьков около 2 нм. Механизмы зарождения и роста газовых пузырьков при послерадиационных отжигах облученных при низкой температуре образцов и высокотемпературном внедрении гелия имеют разную природу. Вместе с тем, механизмы поведения гелия и формирования газовой пористости в материалах изучены недостаточно: большинство экспериментальных данных получено с использованием чистых модельных металлов или высоколегированных конструкционных сталей и сплавов. Практически отсутствуют данные по влиянию воздействия внутренних и внешних напряжений, термоциклирования, химического и структурно-фазового состояния материалов на поведение гелия и развитие газовой пористости.

6. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ ЗАКОНОМЕРНОСТЕЙ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ ИЗ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ, НАСЫЩЕННЫХ ГЕЛИЕМ

6.1. Цель исследования

Выявление закономерностей поведения гелия в металлах и сплавах и определение механизма выделения ионно-внедренного гелия на основе сопоставления рассчитанной эффективной энергии активации газовой выделению с энергиями активации поверхностной и объемной самодиффузии исследуемого материала.

6.2. Материалы для исследований

Модельные сплавы систем Fe-C и Ni-C с разным содержанием углерода.

Модельные сплавы систем Ni-X ($X = \text{Be, Si, Mo, W, Al, Ti, Ta, Zr}$) с разным содержанием легирующего элемента.

Модельные сплавы систем V-Y ($Y = \text{Ti, Cr, W, Ta, Zr}$) с разным содержанием легирующего элемента.

Реакторные конструкционные стали и сплавы аустенитного и ферритно-мартенситного класса, многокомпонентные сплавы на основе ванадия.

6.3. Облучение ионами гелия

Ионы He^+ с энергией 40 кэВ; флюенс $D = 5 \cdot 10^{20}$ ион/м²; температура мишеней $T_{\text{обл}} = 20\text{--}650$ °С.

Распределения вакансий и внедренного гелия по глубине мишени приведены на рис. 6.1. Для Fe при использованной энергии проективный пробег ионов составляет $R_p \approx 0,15$ мкм, максимальный пробег – $R_{\text{max}} \approx 0,15$ мкм.

6.4. Установка термодесорбционной масс-спектрометрии гелия

При выполнении исследований используется масс-спектрометрическая установка для термодесорбционной спектрометрии (ТДС) гелия модели *Leybold PhoeniXL*³⁰⁰ (Германия) (рис. 6.2), мо-

дифицированная путем изготовления специальной вакуумной испытательной камеры (ИК) для нагрева образцов, использования стандартного прибора «Минитерм-3» для контроля и регулирования скорости равномерного нагрева образца.

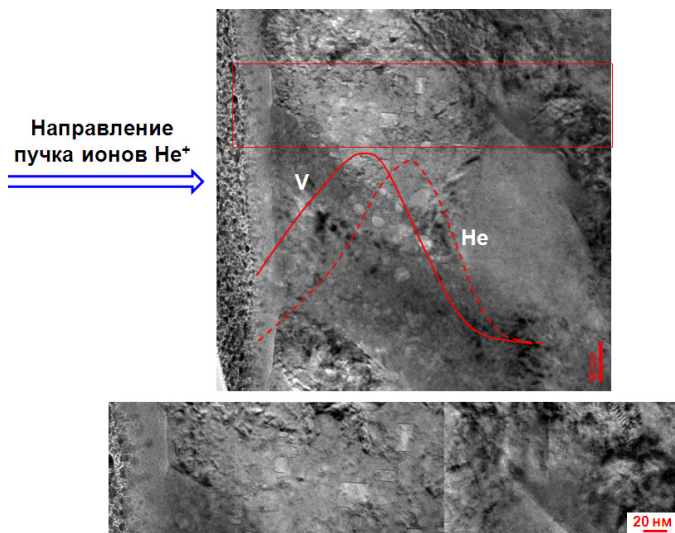


Рис. 6.1. Распределения вакансий и внедренных ионов He^+ с энергией 40 кэВ по глубине облученной мишени (расчет по программе *SRIM*). Мишень – сталь ЭП-450. Облучение He^+ , $E = 40$ кэВ, $T_{\text{обл}} = 650$ °С, $D = 5 \cdot 10^{20}$ м⁻². Объект для ПЭМ изготовлен вырезанием фольги перпендикулярно облученной поверхности с использованием технологии *FIB*

Рис. 6.2. Гелиевый течеискатель *Leybold PhoeniXL³⁰⁰* (Германия)



Принципиальная схема установки ТДС, сконструированной на базе гелиевого течеискателя *Leybold PhoeniXL³⁰⁰*, приведена на рис. 6.3.

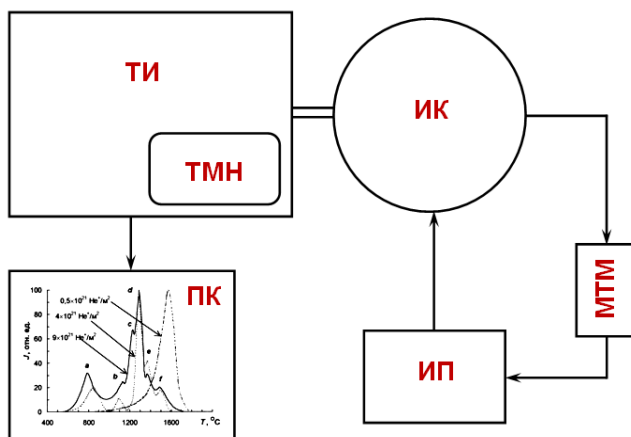


Рис. 6.3. Схема установки термодесорбционной спектроскопии

Испытательная камера (ИК) подсоединена непосредственно к течеискателю (ТИ) через вакуумный трубопровод и фланец *DN KF 25* и откачивается турбомолекулярным насосом (ТМН), смонтированным в одном корпусе с ТИ. Вакуум в рабочем объеме ИК регистрируется одновременно с вакуумом в системе ТИ с помощью конвекционного вакуумметра *InstruTech CVM201 SuperBee*.

Клапан напуска атмосферы в ИК после окончания измерения также входит в систему ТИ. Управление откачкой и измерением осуществляется через меню ТИ.

Образец размером не более $3 \times 3 \text{ мм}^2$, насыщенный гелием, помещается в специальный нагреватель в испытательной камере. Сигнал от платина–платина–родиевой термопары, расположенной в непосредственной близости от образца, подается на «Минитерм-3» (МТМ), который регулирует мощность источника питания (ИП) нагревателя и обеспечивает заданную скорость нагрева образца. Гелий, выделяющийся из образца при нагреве, попадает в ТИ, ионизируется и интенсивность ионного тока, пропорциональная скорости выделения газа, в виде сигнала подается на персональный компьютер (ПК). На экране ПК отображается интенсивность выде-

ления гелия в зависимости от времени линейного нагрева, что равнозначно изменению температуры образца во времени.

Положение пиков ТДС гелия зависит от скорости нагрева: с увеличением скорости равномерного нагрева температура пиков газовыделения возрастает, что позволяет рассчитывать энергию активацию газовыделения по формуле (6.1), приведенной в п. 6.7.

Программное равномерное изменение температуры осуществляется прибором «Минитерм», предназначенным для компенсации сигналов постоянного тока (термопары). Электропитание нагревателя в ИК осуществляется с помощью ИП *EL-SS2000-12-AI* (ЭЛИМ).

Минимальный поток гелия из образца, регистрируемый ТИ, составляет не более $1 \cdot 10^{-5}$ Па · л/с.

Минимальная погрешность измерения температуры при использовании образцов толщиной не более 0,3 мм составляет ± 5 К (наименьшая погрешность самой термопары) в диапазоне температуры 300–1300 °С.

Исследование кинетики выделения гелия из облученных образцов проводится при равномерных нагревах образцов. Скорость нагрева α задается в пределах от 0,83 до 10 К/с.

Основными источниками погрешности измерения скорости газовыделения j являются:

- изменение в течение эксперимента чувствительности масс-спектрометра S_j ; установлено, что $\delta S_j = \Delta S_j / S_j = 5\%$;
- погрешность регистрирующего прибора (при классе точности 0,5 регистрирующие приборы практически не увеличивают погрешность измерения j);
- колебание фона Δj_Φ (измеряется перед каждым экспериментом).

Таким образом, суммарная относительная погрешность составляет $\delta j = \Delta S_j / S_j + \Delta j_\Phi / j$.

6.5. Механизмы газовыделения при нагреве образцов, насыщенных гелием

Гелий может попасть в конструкционные материалы ядерных и термоядерных реакторов разными путями, основными из которых являются трансмутационные ядерные реакции (см. разд. 2) и, кроме

трансмутационных реакций, в ТЯР – прямое внедрение ионов гелия излучением из плазмы с максимальной энергией ионов 3,5 МэВ.

При ныне достигнутых выгораниях ядерного топлива в реакторах на быстрых нейтронах (около 12 % т.а. в БН-600) накопление гелия за счет ядерных реакций в твэльных трубках невысокое – не более 10^{-5} ат. % за кампанию топлива в реакторе (в БН-800 465 сут.). Концентрация гелия в конструкционных материалах первой стенки ТЯР только за счет ядерных реакций будет на два порядка выше, чем в реакторе на быстрых нейтронах.

В зависимости от концентрации гелия в материалах будут отличаться и механизмы его выделения при нагревах. При малых концентрациях наиболее вероятным механизмом будет термоактивированная десорбция атомов гелия из ловушек и их диффузионное выделение из материала. В случае высоких концентраций гелия газовыделение осуществляется через этап формирования гелиевых пузырьков при нагреве, их миграции, коалесценции в процессе миграции и пересечения поверхности при своем росте с образованием на поверхности *pin-hole* (булавочный укол) структуры (рис. 6.4).

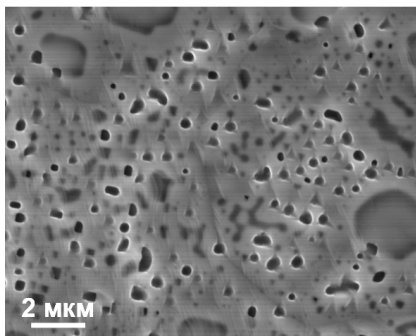
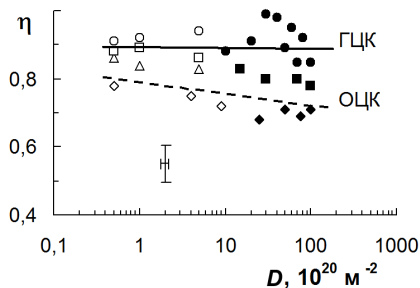


Рис. 6.4. Типичная структура поверхности образцов, облученных ионами He^+ , после проведения ТДС исследований

Измерение абсолютного количества гелия в образцах, облученных ионами He^+ при комнатной температуре, показало, что независимо от химического состава материала захватывается примерно одинаковое количество внедряемого газа, коэффициент захвата η близок к единице (рис. 6.5). Коэффициент захвата гелия в ОЦК-материалах ниже, чем в ГЦК-материалах. С увеличением температуры облучения η снижается. Так, в аустенитных сплавах η составляет около 0,5 и 0,4 при температурах внедрения гелия 650 и 750 °С, соответственно; для ванадия $\eta \approx 0,35$ уже при 500 °С.

Рис. 6.5. Зависимость коэффициента захвата гелия от флюенса ионов He^+ при облучении при комнатной температуре [35]: ● – Ni, He^+ -20 кэВ; ■ – сталь 10X12Г20В; ◆ – сплав V-25%Cr, He^+ -30 кэВ; ○ – Ni; □ – Fe и сплавы Fe-C; △ – сталь 09X16Н15М3Б; ◇ – ванадий, He^+ -40 кэВ



Вид спектров термодесорбции зависит от концентрации внедренного гелия (рис. 6.6 и 6.7). Например, в стали X16Н15М3Б с увеличением флюенса ионов He^+ от $1 \cdot 10^{20}$ до $1 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-2}$ возрастают число (от 1 до 7) пиков на спектрах ТДС и их высота (интенсивность). Новые пики с ростом флюенса ионов появляются при все меньшей температуре, причем характерные максимумы смещаются в область более низких температур.

При флюенсе ионов $\leq 5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ выделение гелия происходит только при высоких температурах (см. рис. 2.6 и 2.7).

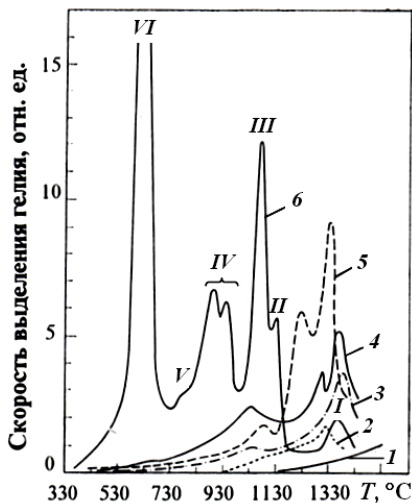


Рис. 6.6. Спектры газовой выделения из образцов стали X16Н15М3Б, облученных He^+ ($E = 40 \text{ кэВ}$, $T_{\text{обл}} \leq 100 \text{ }^\circ\text{C}$) [35]: 1 – фон; 2 – необлученный образец; 3–6 – образцы, облученные до $D = 3 \cdot 10^{20}$, $7 \cdot 10^{20}$, $1 \cdot 10^{21}$ и $4 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$, соответственно

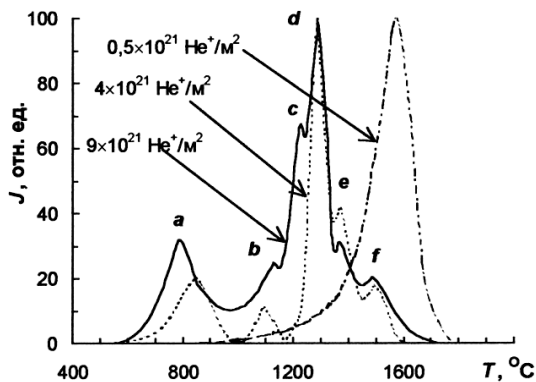


Рис. 6.7. Спектры газо-выделения из ванадия, облученного ионами He^+ при 20°C до $(0,5-9)\cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$, снятые при равномерном нагреве со скоростью 4 К/с [35]. Расшифровка механизмов появления пиков приведена в табл. 6.1

Таблица 6.1
Основные пики в спектре ТДС ванадия (см. рис. 6.7)
и механизмы их появления

D , $10^{21} \text{ He}^+/\text{м}^2$	Пик	T_m , $^\circ\text{C}$	Механизм газовыделения
0,5	<i>a</i>	—	—
	<i>b</i>	—	—
	<i>c</i>	—	—
	<i>d</i>	—	—
	<i>e</i>	—	—
	<i>f</i>	1573	Миграция пузырьков
4	<i>a</i>	849	Диффузионный выход приповерхностного гелия
	<i>b</i>	—	—
	<i>c</i>	1097	—
	<i>d</i>	—	—
	<i>e</i>	1286	Выход гелия из блистеров
	<i>f</i>	1373	Выход пузырьков на дно блистерных кратеров
9	<i>a</i>	789	Диффузионный выход приповерхностного гелия
	<i>b</i>	—	—
	<i>c</i>	1128	—
	<i>d</i>	1229	—
	<i>e</i>	1288	Выход гелия из блистеров
	<i>f</i>	1373	Выход пузырьков на дно блистерных кратеров
		1485	Миграция пузырьков по телу зерна

При более высоких флюенсах, когда в структуре материалов возникают гелиевые пузырьки ($D \geq 7 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$), в спектре ТДС появляются более низкотемпературные пики, что свидетельствует о появлении новых механизмов выделения гелия. Наиболее сложный спектр ТДС соответствует предблистерной и блистерной стадиям развития структуры материалов ($D \geq 4 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$ при энергии ионов гелия 40 кэВ).

Исследования структуры образцов с помощью ПЭМ и топографии поверхности в растровом электронном микроскопе после равномерных нагревов до температуры соответствующих пиков газовой выделению позволили расшифровать появление некоторых из этих пиков.

Мощный пик VI (см. рис. 6.6) связан с разрушением блистеров и выходом газа из них в процессе нагрева (рис. 6.8, б).

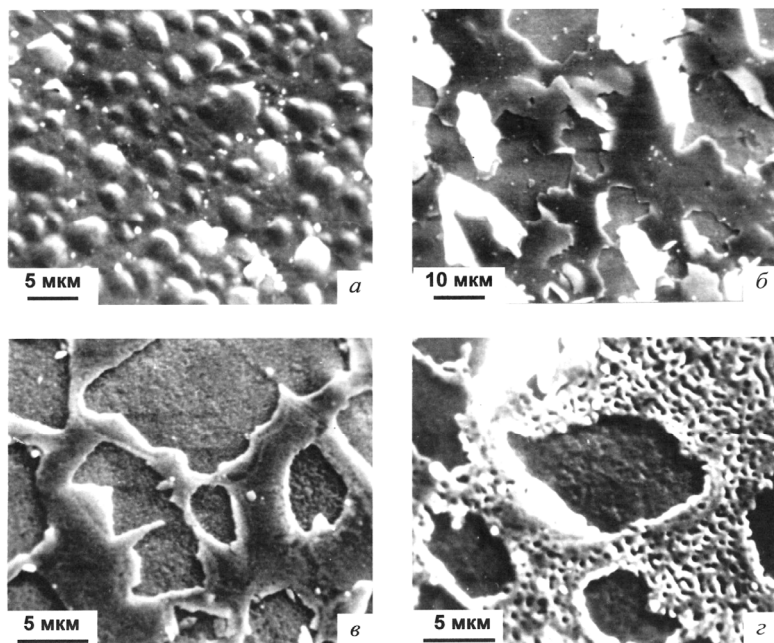
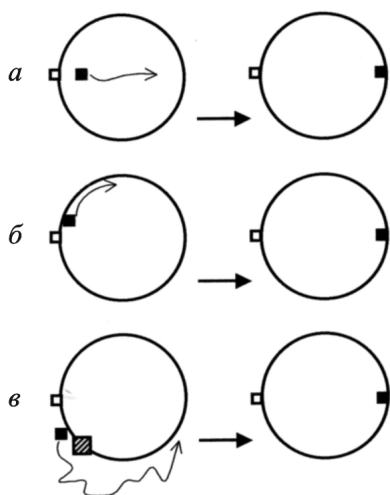


Рис. 6.8. Топография поверхности образцов стали X16H15M3B, облученных ионами He^+ с энергией 40 кэВ до $D = 8 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$ при $T \leq 100 \text{ °C}$, после равномерных нагревов со скоростью 0,5 К/с до разных температур [35], где *a* – после облучения; после нагревов до: *б* – 680, *в* – 1010, *г* – 1230 °C

Интенсивный пик III обусловлен ростом, миграцией пузырьков по телу зерна, коалесценцией в процессе миграции и выходом на поверхность образца, свободной от блистеров (см. рис. 6.8,з), с образованием вышеупомянутой *pin-hole* структуры, которая аналогична структуре, показанной на рис. 6.4 для образца, облученного He^+ при комнатной температуре до флюенса $5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$ и нагретого до высокой температуры.

В использованном при выполнении лабораторной работы флюенсе ионов He^+ ($D = 5 \cdot 10^{20} \text{ м}^{-2}$) выделение гелия в единственном интенсивном пике ТДС происходит только за счет миграции пузырьков, их роста (например, за счет коалесценции в процессе миграции, а также притока вакансий с поверхности) и пересечением ими поверхности образца.



Миграция пузырьков может осуществляться по трем механизмам (рис. 6.9).

Миграция пузырьков может осуществляться по трем механизмам (рис. 6.9).

Рис. 6.9. Схема миграции пузырьков по трем механизмам: а – испарение-осаждение; б – поверхностная диффузия атомов; в – объемная диффузия атомов

Миграция пузырьков (пор) по механизму испарения-осаждения (см. рис. 6.9,а) возможна только тогда, когда по сечению пузырька имеется градиент температуры, т.е. ее левая стенка должна быть «горячей», а правая – «холодной». Поскольку в использованных экспериментальных условиях градиент температуры отсутствует, то этот механизм миграции пузырьков не осуществляется.

Энергия активации поверхностной самодиффузии значительно ниже энергии активации объемной самодиффузии. Поэтому в чистых металлах преобладающим механизмом миграции пузырьков является поверхностная диффузия (см. рис. 6.9,б). При осаждении на поверхность пузырька атомов легирующих элементов, имеющих

большое положительное размерное несоответствие с атомом матрицы (см. рис. 6.9, в), или примесных элементов (например, углерод), вклад объемной диффузии в миграцию пузырьков возрастает и может стать превалирующим в высоколегированных сплавах.

6.6. Содержание работы

1. Снятие спектров газовыделения из облученных образцов на модернизированной установке *Leybold PhoeniXL*³⁰⁰ при разных скоростях равномерного нагрева.

2. Определение температуры главных максимумов по спектрам ТДС, снятым при разных скоростях нагрева.

3. Представление результатов, их анализ, обработка.

- Рассчитать эффективную энергию активации газовыделения.
- Оценить ошибку изменений.
- Сопоставить энергию активации газовыделения с энергиями активации поверхностной и объемной самодиффузии металла-основы сплава.

- Установить механизм газовыделения в пиках ТДС.

Определить влияние химического состава на механизм выделения гелия из облученных образцов.

6.7. Расчет энергии активации газовыделения

6.7.1. Высокие концентрации внедренного гелия

При равномерных нагревах с разными скоростями подъема температуры снимается несколько спектров газовыделения и, если нет большого расхождения в температурах пиков ТДС для каждой скорости нагрева, для расчета эффективной энергии активации газовыделения используется формула:

$$E = [k(T_{m1} \cdot T_{m2}) / (T_{m2} - T_{m1})] \cdot \ln[(\alpha_2 / \alpha_1) (T_{m1} / T_{m2})^2], \quad (6.1)$$

где E – эффективная энергия активации газовыделения, эВ; k – постоянная Больцмана; T_{m1} и T_{m2} – температуры пиков газовыделения для скоростей нагрева α_1 и α_2 , соответственно.

Анализ и пределы применимости формулы. В связи с использованием данной формулы возникает вопрос: отражают ли находимые значения энергии активации газовой выделенной реальные процессы, протекающие в материалах, насыщенных гелием до высоких концентраций, при послерадиационных нагревах?

Если кинетика отжига определяется одной постоянной энергией активации, то изменение концентрации дефектов (в нашем случае – атомов гелия) описывается простым уравнением:

$$dc_{\text{He}}/dt = -F(c_{\text{He}})K = -F(c_{\text{He}})K_0 \exp(-E/kT), \quad (6.2)$$

где c_{He} – относительная концентрация внедренного гелия; $F(c_{\text{He}})$ – некоторая непрерывная функция c_{He} ; K – характеристический кинетический коэффициент, который можно разделить на предэкспоненциальный множитель K_0 и экспоненту, содержащую в показателе энергию активации процесса E . Уравнение (6.2) основано на двух допущениях:

- 1) фактор Больцмана $\exp(-E/kT)$ входит в K как множитель;
- 2) энергия активации E не зависит от c_{He} .

При этих не слишком жестких ограничениях E можно определить при нагреве образца с постоянной скоростью, и в процессе отжига изменяется какая-либо физическая характеристика p , зависящая от c_{He} ; в нашем случае это давление газа в отжиговой ячейке. Так как K в выражении (6.2) экспоненциально зависит от температуры, производная dp/dt очень мала на низкотемпературной стадии процесса, после чего в узком интервале температур, близких к характеристической температуре отжига T_m , исчезают все дефекты (выделяется весь гелий), определяющие течение данной стадии отжига, и dp/dt падает до нуля.

Допустим, что температура поднимается от температуры внедрения гелия с постоянной скоростью $T = \alpha t$, где α – скорость нагревания; t – время, прошедшее от начала эксперимента. Тогда в уравнении (6.2) в качестве независимой переменной можно использовать не время, а температуру:

$$dc_{\text{He}}/F(c_{\text{He}}) = -K_0 \alpha \exp(-E/kT) dT. \quad (6.3)$$

Решение этого уравнения может быть выражено интегральной показательной функцией:

$$E_i(-x) = \int_{-\infty}^{-x} (e^x/x) dx. \quad (6.4)$$

Если c_0 – значение c_{He} – при $t = 0$, то

$$\int_{c_0}^{c_{\text{He}}} dc_{\text{He}}/F(c_{\text{He}}) = -K_0 E/k\alpha [(kT/E) \exp(-E/kT) + E_i(-E/kT)]. \quad (6.5)$$

Эффективная частота K_0 много больше единицы. Это означает, что если отжиг длится не слишком долго (в нашем случае это условие выполняется, поскольку скорость нагрева $\alpha = 0,83-10$ К/с), то основная его часть завершается при температурах, много меньших, чем E/k . Следовательно, в выражении (6.5) следует положить $E/kT \gg 1$ и использовать такое приближение для интегральной показательной функции

$$E_i(-x) \approx e^{-x} (1/x^2 - 1/x), \quad (6.6)$$

которое справедливо при условии $x \gg 1$. Тогда выражение (6.6) принимает вид

$$\int_{c_0}^{c_{\text{He}}} dc_{\text{He}}/F(c_{\text{He}}) = -K_0 E/k\alpha [(kT/E)^2 \exp(-E/kT)]. \quad (6.7)$$

Обозначим интеграл в левой части через $H(c_{\text{He}})$:

$$\int_{c_0}^{c_{\text{He}}} dc_{\text{He}}/F(c_{\text{He}}) = H(c_{\text{He}}) = -K_0 E/k\alpha [(kT/E)^2 \exp(-E/kT)]. \quad (6.8)$$

Пусть α_1 и α_2 – скорости нагрева в двух экспериментах. При равных значениях c_{He} величина $H(c_{\text{He}})$ также будет одинаковой в обоих случаях. Следовательно, правые части равенства (6.8) будут равны в обоих опытах одной и той же постоянной. Отсюда:

$$\ln[\alpha_2(T_{m1})^2/\alpha_1(T_{m2})^2] = E/k[(1/T_{m1}) - (1/T_{m2})], \quad (6.9)$$

где T_{m1} и T_{m2} – температуры, которым соответствует одна и та же концентрация c_{He} при двух разных скоростях нагрева α_1 и α_2 , соответственно. При небольших преобразованиях получается выраже-

ние (6.1), используемое для определения энергии активации газо-выделения в данной работе.

Таким образом, при тех допущениях, которые использовались при выводе конечной формулы, применение данной методики расчета энергии активации газо-выделения оправдано. Однако следует иметь в виду, что при высоких флюенсах ионного облучения выделение гелия происходит в виде миграции газонаполненных пузырьков (см. п. 6.5), а не диффузией атомарного гелия, причем изучение облученных материалов в просвечивающем и растровом электронном микроскопах свидетельствует, что первые пузырьки пересекают поверхность при миграции по границам зерен, а затем выходят из тела зерна [35]. На спектре ТДС эти пики практически не разрешаются, т.е. очень малый температурный интервал между ними. Видимо, энергии активации этих процессов тоже могут отличаться. Кроме того, возможно выделение небольшой части гелия и из растворяющихся при нагреве мельчайших пузырьков (гелий-вакансионных комплексов). Поэтому вернее будет говорить не об энергии активации газо-выделения, а об *эффективной энергии активации газо-выделения* в данном пике спектра ТДС, что и используется в работе при высокой концентрации внедренного гелия.

6.7.2. Низкие концентрации внедренного гелия

Приведенные выше методика и формула расчета энергии активации газо-выделения при нагревах имплантированных гелием материалов пригодна для достаточно высоких концентраций внедренного гелия. При малых концентрациях гелия обычно используют формулу Редхеда для расчета энергии активации газо-выделения в остальных пиках ТДС [83]:

$$E = RT_p \left(\ln \frac{T_p v_1}{\beta} + \ln \frac{1}{\ln \frac{T_p v_1}{2\beta}} \right), \quad (6.10)$$

где R – универсальная газовая постоянная; T_p – температура пика ТДС; v_1 – частота, принятая равной 10^{13} с^{-1} ; β – скорость нагрева.

6.8. Форма отчетности

Отчет по выполнению лабораторной работы включает следующие обязательные пункты.

- Титульный лист.
- Цель исследования, материалы и использованные в работе приборы и оборудование.
- Экспериментальные результаты, анализ ошибок измерения.
- Обсуждение результатов, объяснение полученных закономерностей.
- Выводы.

6.9. Контрольные вопросы

6.9.1. Вопросы входного контроля по проверке готовности к выполнению работы

1. Какова роль гелия в радиационных эффектах в твердых телах?
2. Какие основные механизмы накопления гелия в конструкционных материалах ядерных и термоядерных реакторов?
3. Какие механизмы захвата и удержания гелия при низкотемпературном внедрении его в материалы?
4. Какие особенности захвата гелия в ОЦК- и ГЦК-материалах?
5. Как развивается микроструктура материалов при увеличении дозы ионного внедрения гелия?
6. Как развивается микроструктура материалов в зависимости от температуры ионного внедрения гелия?
7. Как развивается микроструктура при послерадиационном отжиге образцов, насыщенных гелием при низкой температуре?
8. Какие существуют механизмы роста пузырьков при послерадиационном отжиге?
9. Как развивается газовая пористость при высокотемпературном внедрении гелия?
10. Какие механизмы миграции пузырьков возможны?

6.9.2. Вопросы завершающего контроля по проверке анализа результатов и полученных знаний

1. Почему при ионном внедрении гелия при комнатной температуре формируются различные гелий-вакансионные комплексы?

2. Как зарождаются и растут гелиевые пузырьки при послерадиационном равномерном нагреве?

3. Чем вызван сдвиг температуры пиков ТДС в область более высоких температур при увеличении скорости равномерного нагрева?

4. Что определяет превалирующий механизм миграции пузырьков?

5. Как влияют легирующие элементы на захват и закономерности выделения гелия?

6. Какие легирующие элементы подавляют, а какие ускоряют миграцию пузырьков?

6.10. Практические навыки студента по выполняемой работе

Лаборантские приемы:

- порядок включения и откачки до высокого вакуума установки термодесорбционной масс-спектрометрии гелия;
- настройка прибора на «пик гелия»;
- настройка прибора «Минитерм» на скорость заданного равномерного нагрева;
- снятие спектров ТДС.

Исследовательские элементы:

- анализ и сопоставление энергии активации газовыделения с энергиями активации самодиффузии исследованных материалов;
- определение механизмов газовыделения.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ЛИТЕРАТУРНЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. Garner F.A., Greenwood L.R., Harrod D.L. Potential high fluence of pressure vessel internals constructed from austenitic stainless steels // In: Proc. VI Int. Symp. on Environmental Degradation of Mater. in Nucl. Power Systems – Water Reactors. The Minerals, Metals & Materials Society. – 1993. – P. 783–790.
2. Synergistic effect of helium and hydrogen for defect evolution under multi-ion irradiation of Fe–Cr ferritic alloys / T. Tanaka, K. Oka, S. Ohnuki et al. // J. Nucl. Mater. – 2004. – V. 329–333. – P. 294–298.
3. Synergistic effects of hydrogen and helium on microstructural evolution in vanadium alloys by triple ion beam irradiation / N. Sekimura, Y. Iwai, Y. Arai et al. // J. Nucl. Mater. – 2000. – V. 283–287. – P. 224–228.
4. Synergistic effects of helium and hydrogen on self-ion-induced swelling of austenitic 18Cr10NiTi stainless steel / O.V. Borodin, V.V. Bryk, A.S. Kalchenko et al. // J. Nucl. Mater. – 2013. – V. 442. – P. S817–S820.
5. Reed D.J. A review of recent theoretical developments in the understanding of migration of helium in metals and its interaction with lattice defects // Radiat. Effects. – 1977. – V. 31. – № 3. – P. 129–147.
6. Donnelly S.E. The density and pressure of helium in bubbles in implanted metals: a critical review // Radiat. Effects. – 1985. – V. 90. – № 1/2. – P. 1–47.
7. Чернов И.И., Калинин Б.А. Радиационные повреждения в металлах, облученных ионами гелия // Атомн. техн. за рубежом. – 1986. – № 9. – С. 9–19.
8. Залужный А.Г., Сокурский Ю.Н., Тебус В.Н. Гелий в реакторных материалах. – М.: Энергоатомиздат, 1988. – 224 с.
9. Stoller R.E., Odette G.R. The effects of helium on microstructural evolution in an ion-irradiated low-swelling stainless steel // J. Nucl. Mater. – 1988. – V. 154. – P. 286–304.
10. Influence of helium injection rate on microstructure of dual-ion irradiated type 316 stainless steel / G. Ayrault, H.A. Hoff, F.A. Nolfi, A.P.L. Turner // J. Nucl. Mater. – 1981. – V. 103&104. – P. 1035–1041.
11. Helium effects in ion-bombarded 304 stainless steel / W.J. Choyke, J.N. Graner, J.R. Townsend et al. // J. Nucl. Mater. – 1979. – V. 85&86. – P. 647–651.
12. Kalin B.A., Reutov I.V. The influence of carbon concentration on the loop growth in helium doped nickel // J. Nucl. Mater. – 1994. – V. 212–215. – P. 212–215.
13. Арутюнова Г.А., Сокурский Ю.Н., Чуев В.И. Влияние облучения ионами гелия на структуру ферритной стали 1X13M2БФР и железа // В кн.: Конструкционные материалы для реакторов термоядерного синтеза. – М.: Наука, 1988. – С. 120–130.

14. Dislocation loops and their depth profiles in He⁺ and D⁺ ion irradiated nickel / K. Niwaze, T. Ezawa, T. Tanabe et al. // J. Nucl. Mater. – 1993. – V. 203. – P. 56–66.

15. Evans J. The application of TEM to the study of helium cluster nucleation and growth in molybdenum at 300 K // Radiat. Effects. – 1983. – V. 78. – No. 1/4. – P. 105–120.

16. Stoller R.E. The influence of helium on microstructural evolution. Implication for DT fusion reactors // J. Nucl. Mater. – 1990. – V. 174. – P. 289–310.

17. Kenik E.A. The influence of helium on microstructural evolution in an ion-irradiated low-swelling stainless steel // J. Nucl. Mater. – 1979. – V. 85–87. – P. 659–663.

18. Rowcliffe A.F., Lee E.H. High temperature radiation damage phenomena in complex alloys // J. Nucl. Mater. – 1982. – V. 108&109. – P. 306–318.

19. Modification of radiation damage microstructure by helium / K. Farrell, P.J. Maziasz, E.H. Lee, L.K. Mansur // Radiat. Effects. – 1983. – V. 78. – No. 1/4. – P. 277–295.

20. Mansur L.K. Effect of point defect trapping and solute segregation on irradiation-induced swelling and creep // J. Nucl. Mater. – 1979. – V. 83. – P. 109–127.

21. Mansur L.K., Coghlan W.A. Mechanisms of helium interaction with radiation defects in metals and alloys: a review // J. Nucl. Mater. – 1983. – V. 119. – P. 1–25.

22. Odette G.R., Maziasz P.J., Spitznagel J.A. Fission-fusion correlations for swelling and microstructure in stainless steels: effect of the helium to displacement per atom ratio // J. Nucl. Mater. – 1981. – V. 103&104. – P. 1289–1304.

23. Lee E.H., Mansur L.K. A mechanism of swelling suppression in phosphorous-modified Fe-Ni-Cr alloys // J. Nucl. Mater. – 1986. – V. 141–143. – P. 695–699.

24. Packan N.H., Farrell K. Simulation of first wall damage. Effects of the method of gas implantation // J. Nucl. Mater. – 1979. – V. 85&86. – P. 677–682.

25. Kitajima K., Futagami K., Kuramoto E. Nucleation of voids in BCC metals // J. Nucl. Mater. – 1979. – V. 85&86. – P. 725–729.

26. Зеленский В.Ф., Неклюдов И.М., Черняева Т.П. Радиационные дефекты и набухание металлов. Киев: Наукова думка, 1988. – 294 с.

27. Физическое материаловедение: Учебник для вузов: В 7 т. / Под общ. ред. Б.А. Калина. – М.: НИЯУ МИФИ, 2012. Т. 6. Конструкционные материалы ядерной техники / Б.А. Калинин, П.А. Платонов, Ю.В. Тузов и др. – М.: НИЯУ МИФИ, 2012. – 712 с.

28. Gelles D.S. Swelling in several commercial alloys irradiated to very high neutron fluence. – J. Nucl. Mater., 1984, v. 122/123, № 1–3. – P. 207–213.

29. Вотинов С.Н., Прохоров В.И., Островский З.Е. Облученные нержавеющие стали. М.: Наука, 1987. – 128 с.

30. Температурная зависимость гелиевого набухания реакторных ферритно-мартенситной и аустенитных сталей / И.И. Чернов, С.Ю. Бинюкова, Тан Све, Б.А. Калинин // Перспективные материалы. – 2005. – № 4. – С. 41–49.

31. Особенности развития микроструктуры в ОЦК- и ГЦК-сталях при внедрении различных концентраций гелия / С.Ю. Бинюкова, И.И. Чернов, Б.А. Калинин, Мьо Хтет Вин // Перспективные материалы. – 2005. – № 5. – С. 79–84.

32. Особенности взаимодействия имплантированного гелия с элементами внедрения и замещения в никеле и железе / Б.А. Калинин, И.И. Чернов А.Н. Калашников, М.Н. Есаулов // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 1997. – Вып. 1(65)/2(66). – С. 53–79.

33. Garner F.A., Toloczko M. B., Sencer B.H. Comparison of swelling and irradiation creep behavior of fcc–austenitic and bcc–ferritic-martensitic alloys at high neutron exposure. – J. Nucl. Mater. – 2000. – V. 276. – P. 123–142.

34. Радиационное набухание ферритно-мартенситных сталей ЭП-450 и НТ-9 при облучении металлическими ионами до сверхвысоких доз / О.В. Бородин, В.В. Брык, В.Н. Воеводин и др. // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2011. – Вып. 2(97). – С. 10–15.

35. Чернов И.И. Влияние легирования на поведение гелия и развитие газовой пористости в ОЦК и ГЦК материалах / Дис. на соиск. уч. ст. д.ф.-м.н. М., МИФИ, 2003. – 271 с.

36. Ларионов Л.Н., Исачев В.И. Структура и свойства металлов и сплавов. Справочник: Диффузия в металлах и сплавах. – Киев: Наукова думка, 1987. – 512 с.

37. Bullough R., Perrin R.C. The theory of void-formation and growth in irradiated materials // In: Proc. BNES Europ. Conf. on Voids Formed by Irrad. of Reactor Materials, Reading Univ., 24 and 25 March 1971. AERE, Harwell, 1971. – P. 79–107.

38. Tyler S.K., Goodhew P.J. Direct evidence for the Brownian motion of helium bubbles // J. Nucl. Mater. – 1980. – V. 92. – № 2/3. – P. 201–206.

39. Dynamic behavior of bubbles and blisters in aluminum during helium ion irradiation in an electron microscope / S. Furuno, K. Hojou, K. Izui et al. // J. Nucl. Mater. – 1988. – V. 155–157. – P. 1149–1153.

40. Formation and migration of helium bubbles in Fe-16Cr-17Ni austenitic alloy at high temperature / K. Ono, K. Arakawa, M. Oohashi et al. // *J. Nucl. Mater.*, 2000. – V. 283–287. – P. 210–214.

41. Pickraux S.T., Bottiger J., Rud N. Enhanced hydrogen trapping due to the ion damage // *J. Nucl. Mater.* – 1976. – V. 63. – P. 110–114.

42. Некоторые проблемы водорода в реакторных конструкционных материалах. Обзор / И.И. Чернов, М.С. Стальцов, Б.А. Калинин, Л.Ю. Гусева // *Перспективные материалы.* – 2017. – № 4. – С. 5–15.

43. Исследование структуры и механических свойств стали 0X16N15M3Б, облученной ионами гелия / Н.П. Агапова, И.Н. Африканов, Ф.П. Бутра и др. // *Атомная энергия.* – 1976. – Т. 41. – Вып. 5. – С. 314–321.

44. Структура, прочность и высокотемпературное охрупчивание / И.В. Горынин, А.М. Паршин, Н.В. Камышанченко, И.Е. Колосов // В кн.: *Структура и радиационная повреждаемость конструкционных материалов.* – М.: Металлургия, 1996. – С. 23–44.

45. Зеленский В.Ф., Неклюдов И.М., Ожигов Л.С. Высокотемпературное радиационное охрупчивание материалов // В кн.: *Структура и радиационная повреждаемость конструкционных материалов.* – М.: Металлургия, 1996. – С. 44–70.

46. Роль облучения в высокотемпературной хрупкости стали / С.Н. Вотинов, В.И. Прохоров, В.Д. Балашов, В.К. Шамардин // В кн.: *Радиационная физика твердого тела и реакторное материаловедение.* – М.: Атомиздат, 1970. – С. 82–94.

47. Арбузов В.Л., Вотинов С.Н., Григорьян А.А. Высокотемпературное радиационное охрупчивание никеля // *Атомная энергия.* – 1983. – Т. 55. – Вып. 4. – С. 214–218.

48. Проблема гелия в конструкционных материалах термоядерных реакторов / А.С. Никифоров, А.П. Захаров, В.И. Чуев и др. // В кн.: *Конструкционные материалы для реакторов термоядерного синтеза.* – М.: Наука, 1983. – С. 177–197.

49. Schroeder H., Kesternich W., Ullmaier H. Helium effects on the creep and fatigue resistance of austenitic stainless steels at high temperatures // *Nucl. Eng. and Design/Fusion.* – 1985. – V. 2, No. 1/2. – P. 65–95.

50. Trinkaus H., Ulmaier H. High temperature embrittlement of metals due to helium: is the lifetime dominated by cavity growth or crack growth // *J. Nucl. Mater.* – 1994. – V. 212–215. – P. 303–309.

51. Исследование влияния гелия на механические свойства и структуру нержавеющей сталей и сплавов / Н.П. Агапова, Ф.П. Бутра, Е.Г. Миронова и др. // В кн.: *Труды конф. по реакторному материаловед.* – М.: ЦНИИатоминформ. – 1978. – Т. 2. – С. 215–230.

52. Gelles D.S. On quantification of helium embrittlement in ferritic/martensitic steels // *J. Nucl. Mater.* – 2000. – V. 283–287. – P. 828–840.

53. Effect of helium implantation on mechanical properties and microstructure evolution of reduced-activation 9Cr-2W martensitic steel / R. Kasada, T. Morimura, A. Hasegawa, A. Kimura // *J. Nucl. Mater.* – 2001. – V. 299. – P. 83–89.

54. Furuta T., Kawasaki S., Nagasaki R. Effect of cold working on creep-rupture properties for helium-injected austenitic stainless-steel // *J. Nucl. Mater.* – 1973. – V. 47. – P. 65–71.

55. Garr K.R., Kramer D., Rhodes C.G. The effect of helium on the stress-rupture behavior of type 316 stainless steel // *Met. Trans.* – 1971. – V. 2. – P. 269–275.

56. Ullmaier H. Helium in fusion materials: high temperature embrittlement // *J. Nucl. Mater.* – 1985. – V. 133&134. – P. 100–104.

57. Sonnenberg K., Ullmaier H. Fatigue properties of type 316 stainless steel under helium and hydrogen bombardment // *J. Nucl. Mater.* – 1981. – V. 103&104. – Part B. – P. 859–864.

58. Калин Б.А., Скоров Д.М., Якушин В.Л. Вопросы выбора материалов для термоядерных реакторов: Радиационная эрозия. – М.: Энергоатомиздат, 1985. – 184 с.

59. Birss I.R., Ellis W.E. A new source of helium in cladding materials // In: *Proc. BNES Europ. Conf. on Voids Formed by Irrad. of Reactor Materials*, Reading Univ., 24 and 25 March 1971. AERE, Harwell, 1971. – P. 339–345.

60. О накоплении гелия в железе и сплавах на его основе при облучении в тепловых реакторах / А.Г. Залужный, О.М. Сторожук, М.В. Чердиченко-Алчевский, И.Д. Лаптев // *Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение.* – 1983. – Вып. 4(27). – С. 84–87.

61. Gaus H., Migge H., Mirus K.-D. Implantation of environmental atoms into solids by neutron collisions in reactors // *Radiat. Effects.* – 1973. – V. 18. – No. 1/2. – P. 79–86.

62. Внедрение гелия из внешней среды и накопление его в аустенитных сталях при нейтронном облучении / В.С. Карасев, В.Г. Ковыршин, П.К. Савьян, Г.А. Воронцова // *Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение.* – 1979. – Вып. 2(10). – С. 48–51.

63. Kulcinski G.L. Radiation damage: the second most serious obstacle to commercialization of fusion power // In: *Proc. Int. Conf. Radiat. Eff. and Tritium Technol. for Fusion Reactors. Conf. 750989, Gatlinburg, Tenn.* – 1975. – V. 1. – P. 17–72.

64. Изучение блистеринга в Nb при внедрении гелия энергией, ожидаемой в термоядерном реакторе / С. Дас, М. Каминский, В.М. Гусев и др. // *Атомная энергия.* – 1979. – Т. 46. – Вып. 3. – С. 161–165.

65. Блохин Д.А., Чернов В.М. Ядерное образование водорода и гелия в конструкционных материалах энергетических реакторов деления и термо-

ядерного синтеза // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Материаловедение и новые материалы. – 2008. – Вып. 2(71). – С. 112–122.

66. Реутов В.Ф., Ждан Г.Д. Способ равномерного ионного легирования материалов. А.С. (СССР) № 591087 // Бюлл. изобретений. – 1980. – № 8. – С. 227.

67. Кузменко В.А., Шиляев Б.А., Ямницкий В.А. О возможности имитации накопления гелия с помощью (p, α) реакций // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 1980. – Вып. 1(12). – С. 54–56.

68. Накопление газообразных продуктов ядерных реакций в хrome и никеле при облучении высокоэнергетическими электронами / А.Г. Залужный, О.М. Сторожук, М.В. Чередниченко-Алчевский и др. // Атомная энергия. – 1984. – Т. 57. – Вып. 1. – С. 21–25.

69. Nihoul J. The European programme on fusion materials // J. Nucl. Mater. – 1981. – V. 103/104. – P. 57–66.

70. Wilson W. D., Bisson C.L. Inert gases in solids: interatomic potentials and their influence on rare-gas mobility // Phys. Rev. – 1971. – V. B3. – № 12. – P. 3984–3992.

71. Wilson W.D., Johnson R.A. Rare gases in metals // In: Interatom. Potent. and Simul. Lattice Defects. N.Y.-London, Plenum Press, 1972. – P. 375–386.

72. Кирсанов В.В. Исследование примесных дефектов методами машинного моделирования // В кн.: Дефекты в кристаллах и их моделирование на ЭВМ. – Л.: Наука, 1980. – С. 47–51.

73. Caturla M.J., Diaz de la Rubia T., Fluss M. Modeling microstructure evolution of f.c.c. metals under irradiation in the presence of He // J. Nucl. Mater. – 2003. – V. 323. – P. 163–168.

74. Ventelon Lisa, Wirth Brian, Domain Christophe. Helium–self-interstitial atom interaction in α -iron // J. Nucl. Mater. – 2006. – V. 351. – P. 119–132.

75. Interaction of helium atoms with edge dislocations in α -Fe / H.L. Heinisch, F. Gao, R.J. Kurtz, E.A. Le // J. Nucl. Mater. – 2006. – V. 351. – P. 141–148.

76. Borodin V.A., Vladimirov P.V. Diffusion coefficients and thermal stability of small helium–vacancy clusters in iron // J. Nucl. Mater. – 2007. – V. 362. – P. 161–166.

77. Roger E. Stoller, David M. Stewart. An atomistic study of helium resolution in bcc iron // J. Nucl. Mater. – 2011. – V. 417. – P. 1106–1109.

78. Stoller R.E., Osetsky Yuri. An atomistic assessment of helium behavior in iron // J. Nucl. Mater. – 2014. – V. 455. – P. 258–262.

79. Modeling of the self trapping of helium and the trap mutation in tungsten using DFT and empirical potentials based on DFT / J. Boisse, A. De Back-

er, C. Domain, C.S. Becquart // J. of Materials Research. – 2014. – V. 29. – Issue 20. – P. 2374–2386.

80. Zhou Hong-Bo, Li Yu-Hao, Lu Guang-Hong. Modeling and simulation of helium behavior in tungsten: A first-principles investigation // Computational Materials. – 2016. – V. 112. – Part B. – P. 487–491.

81. Helium desorption from a (110) Mo crystal / L.M., Caspers A. Van Veen, A.A. Van Gorcum et al. // Phys. Stat. Sol. (a). – 1976. – V. 37. – P. 371–383.

82. Caspers L.M., Van Veen A. Thermal helium desorption spectrometry // Phys. Stat. Sol. (a). – 1981. – V. 68. – No. 2. – P. 339–350.

83. Карасев В.С., Ковыршин В.Г. Термодесорбция имплантированного гелия из аустенитных сталей типа 16-15 // Атомная энергия. – 1983. – Т. 55. – Вып. 6. – С. 362–370.

84. Thermal desorption of helium from polycrystalline Ni irradiated to fluences ranging from 1×10^{17} to 1×10^{18} He⁺/cm² / V.F. Zelenskij, I.M. Nekludov, V.V. Ruzhitskij et al. // J. Nucl. Mater. – 1987. – V. 151. – P. 22–26.

85. Retention and desorption behavior of helium in oxidized V–4Cr–4Ti alloy / D. Oku, T. Yamada, Y. Hirohata et al. // J. Nucl. Mater. – 2007. – V. 367–370. – P. 864–868.

86. Helium retention and surface morphology of oxidized vanadium alloy / Y. Yamauchi, D. Oku, T. Hino et al. // J. Nucl. Mater. – 2011. – V. 417. – P. 327–329.

87. Термодесорбция гелия из реакторной стали / Чжи Зин У, И.И. Чернов, М.С. Стальцов и др. // Атомная энергия. – 2011. – Т. 110. – Вып. 3. – С. 130–137.

88. Термодесорбционное исследование поведения гелия в сплавах ванадий–титан, облученных ионами He⁺ при комнатной температуре / И.И. Чернов, М.С. Стальцов, Б.А. Калинин и др. // Физика и химия обработки материалов. – 2012. – № 3. – С. 22–29.

89. Gas porosity evolution and ion-implanted helium behavior in reactor ferritic/martensitic and austenitic steels / I.I. Chernov, B.A. Kalin, M.S. Staltsov et al. // J. Nucl. Mater. – 2015. – V. 459. – P. 259–264.

90. Peculiarities of helium bubble formation and helium behavior in vanadium alloys of different chemical composition / M.S. Staltsov, I.I. Chernov, B.A. Kalin et al. // J. Nucl. Mater. – 2015. – V. 461. – P. 56–60.

91. Van Der Berg F., Heugten W.V. Clustering of helium atoms at a $1/2\langle 111 \rangle\{110\}$ edge dislocation in α -iron // State Solid Communications. – 1977. – V. 24. – No. 2. – P. 193–196.

92. Caspers L.M., Van Veen A. Interaction of helium with small self-interstitial platelets in α -Fe // Phys. Stat. Solidi (a). – 1979. – V. 52. – P. K61–K64.

93. Kornelsen E.V. The interaction of injected helium with lattice defects in a tungsten crystals // *Radiat. Effects.* – 1972. – V. 13. – P. 227-236.

94. Helium desorption from a (110) Mo crystal / L.M. Caspers, A. Van Veen, A.A. Van Gorcum et al. // *Phys. Stat. Solidi (a).* – 1976. – V. 37. – P. 371–383.

95. Van der Kolk G.J., Van Veen A., Caspers L.M. The interaction of He with C in α -Fe // *Delft. Progr. Rept. Ser.: Phys. and Phys. Eng.* – 1979. – V. 4. – № 1. – P. 19–28.

96. Amarendra G., Viswanathan B., Gopinathan K.P. Positron lifetime study of helium clustering in Ni and Ni-1 at. % Ti // *Cryst. Res. Technol.* – 1987. – V. 22. – № 12. – P. 1563–1567.

97. Annealing study of He-irradiated Ni samples / I. Lemahieu, D. Segers, L. Deschepper et al. // *Cryst. Res. Technol.* – 1987. – V. 22. – № 11. – P. K210–K213.

98. Behavior of ion-implanted helium and structural changes in nickel-base alloys under long-time exposure at elevated temperatures / I.I. Chernov, B.A. Kalin, A.N. Kalashnikov, V.M. Ananin // *J. Nucl. Mater.* – 1999. – V. 271/272. – P. 333–339.

99. Ранюк А.И., Рыбалко В.Ф. Гелий в решетке металлов. Обзор. – М.: ЦНИИАтоминформ, 1986. – 64 с.

100. Kaminskiy M., Das S.K., Fenske G. Correlation between blister skin thickness, the maximum in the damage energy distribution and projected ranges of He⁺ ions in metals // *J. Nucl. Mater.* – 1976. – V. 59. – № 1. – P. 86–89.

101. Thomas G.J. Experimental studies of helium in metals // *Radiat. Effects.* – 1983. – V. 78. – № 1–4. – P. 37–51.

102. Wilson W.D. Theory of small clusters of helium in metals // *Radiat. Effects.* – 1983. – V. 78. – № 1–4. – P. 11–24.

103. Захаров А.П. Взаимодействие водорода с радиационными дефектами в металлах / Дис. на соиск. уч. ст. д.ф.-м.н. – М.: ИФХ АН СССР, 1980. – 372 с.

104. Кирсанов В.В. Исследования примесных дефектов методами машинного моделирования // В сб.: Дефекты в кристаллах и их моделирование на ЭВМ / Отв. ред. Ю.А. Осипьян. – Л.: Наука, 1980. – С. 115–133.

105. Yadava R.D.S. The bubble coalescence model of radiation blistering // *J. Nucl. Mater.* – 1981. – V. 98. – № 1/2. – P. 47–62.

106. Van Veen A., Caspers L.M., Evans J.H. Room temperature precipitation of helium in molybdenum observed by TEM and THDS; helium platelet formation. // *J. Nucl. Mater.* – 1981. – V. 103/104. – Part 2. – P. 1181–1186.

107. Featherston F.H., Neighbours J.R. Elastic constants of tantalum, tungsten and molybdenum // *Phys. Rev.* – 1963. – V. 130. – № 4. – P. 1324–1333.

108. Poker D.B., Williams J.M. Low-temperature release of ion-implanted helium from nickel // *Appl. Phys. Lett.* – 1982. – V. 40. – № 9. – P. 851–853.

109. Philipps V., Sonnenberg K. Interstitial diffusion of He in nickel // *J. Nucl. Mater.* – 1983. – V. 114. – № 1. – P. 95–97.
110. Goodhew P.J. On the migration of helium bubbles // *Radiat. Effects.* – 1983. – V. 78. – № 1–4. – P. 381–383.
111. Thomas J.G., Swansiger W.A., Baskes M.I. Low-temperature helium release in nickel // *J. Appl. Phys.* – 1979. – V. 50. – No. 11. – Part 1. – P. 6942–6947.
112. Melius C., Bisson C.L., Wilson W.D. Quantum chemical and lattice-defect hybrid approach to the calculation of defects in metals // *Phys. Rev.* – 1978. – V. B18. – № 4. – P. 1647–1657.
113. Melius C.D., Wilson W.D., Bisson C.L. // In: *Proc. Harwell Consult. Symp. on Inert Gases and Ionic Solids*, AERE Rep. 9733, Harwell, 1980. – P. 15–21.
114. Nucleation of helium precipitates in nickel observed by HDS / A. Van Veen, J.H. Evans, L.M. Caspers, J.Th.M. De Hosson // *J. Nucl. Mater.* – 1984. – V. 122/123. – Part A. – P. 560–564.
115. Wilson W.D., Bisson C.L., Baskes M.I. Self-trapping of helium in metals // *Phys. Rev.* – 1981. – V. B24. – P. 5616–5624.
116. Ullmaier H. The influence of helium on the bulk properties of fusion reactor structural materials // *Nucl. Fusion.* – 1984. – V. 24. – № 8. – P. 1039–1083.
117. Relaxation of lattice atoms around defects in V, α -Fe and Mo / W.F.W.M. Van Heugten, F.V.D. Berg, L.M. Caspers, A. Van Veen // *Delft. Progr. Rept. Ser.: Phys. and Phys. Eng.* – 1978. – V. 3. – P. 97–106.
118. Кирсанов В.В., Суворов А.Л., Трушин Ю.В. Процессы радиационного дефектообразования в металлах. – М.: Энергоатомиздат. – 1985. – С. 103–106.
119. Born-Mayer type molybdenum-helium and helium-helium interaction potentials, fitted to the results of the helium desorption experiments / W. Van Heugten, W.F.W.M. Van Heugten, A. Van Veen, L.M. Caspers // *Delft. Progr. Rept. Ser.: Phys. and Phys. Eng.* – 1979. – V. 4. – № 1. – P. 29–39.
120. Caspers L.M., Van Heugten W.F.W.M. Helium clustering in molybdenum // *Delft. Progr. Rept.* – 1974. – Ser. A. – V. 4. – № 1. – P. 19–28.
121. Helium desorption from a molybdenum single crystal / A. Van Veen, A.A. Van Gorkum, L.M. Caspers et al. // *Phys. Stat. Solidi (a)*. – 1975. – V. 32. – № 2. – P. K123–K126.
122. Kornelsen E.V., Van Gorkum A.A. A study of bubble nucleation in tungsten using thermal desorption spectrometry: clusters of 2 to 100 helium atoms // *J. Nucl. Mater.* – 1980. – V. 92. – № 1. – P. 79–88.

123. Caspers L.M., Van Dam H., Van Veen A. Helium interaction with vacancy clusters in tungsten // Delft. Progr. Rept. – 1974. – Ser. A. – V. 1. – № 2. – P. 39–44.

124. Scherzer B.M.U. Development of surface topography due gas ion implantation // In: Sputtering by particle bombardment / Ed. by R. Behrisch Berlin, Springer-Verlag, 1983. – V. 52. – Part 2. – P. 271–355.

125. Trinkaus H. Modeling of helium effects in metals: high temperature embrittlement // J. Nucl. Mater. – 1985. – V. 133/134. – P. 105–112.

126. Kornelsen E., Edwards D. Observation of ion bombardment damage in a Ni (100) crystal by helium ion injection // In: Proc. Intern. Conf. on Appl. Ion Beams to Metals. Albuquerque, 1973. – N.-Y.-London: Plenum Press, 1974. – P. 521–529.

127. Reed D.J., Armour D.G., Carter G. Low energy ion trapping and gas release from nickel single crystals // Vacuum. – 1974. – V. 24. – № 10. – P. 455–461.

128. Precipitation of low energy helium irradiated molybdenum / A. Van Veen, J.H. Evans, W.Th.M. Buters, L.M. Caspers // Radiat. Effects. – 1983. – V. 78. – № 1–4. – P. 53–66.

129. Binding of helium to metallic impurities in tungsten; experiments and computer simulations / G.J. Van der Kolk, A. Van Veen, L.M. Caspers, J.Th.M. De Hosson // J. Nucl. Mater. – 1985. – V. 127. – № 1. – P. 56–66.

130. Kornelsen E.V. The interaction of injected helium with lattice defects in a tungsten crystals // Radiat. Eff. – 1972. – V. 13. – P. 227–236.

131. Evans J. The application of TEM to the study of helium cluster nucleation and growth in molybdenum at 300 K. // Radiat. Eff. – 1983. – V. 78. – № 1/4. – P. 105–120.

132. Исследование растворов гелия, имплантированного в эпитаксиальные пленки г.ц.к.-металлов / Л.С. Палатник, А.А. Козьма, М.Я. Фукс и др. // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1982. – № 4. – С. 116–121.

133. Investigation of the state of helium implanted into molybdenum lattice by alpha-particle bombardment / V.F. Reutov, I.Yu. Abdrashitov, A.A. Loktionov, S.F. Kramar // Radiat. Eff. – 1983. – V. 71. – № 1/2. – P. 43–51.

134. Калин Б.А., Чернов И.И. Упорядоченные структуры пор и пузырьков в облученных металлах и сплавах // Атомн. техн. за рубежом. – 1986. – № 10. – С. 3–9.

135. Алимов В.Х., Городецкий А.Е., Захаров А.П. Изотопный обмен при последовательном облучении никеля ионами $^4\text{He}^+$ и $^3\text{He}^+$ // Поверхность. Физика, химия, механика. – 1984. – № 12. – С. 118–124.

136. Влияние облучения ионами гелия на кристаллическую структуру никеля / Г.А. Арутюнова, В.В. Иноземцев, Л.Д. Пантелеев и др. // Вопро-

сы атомной науки и техники. Сер.: Атомное материаловедение. – 1979. – Вып. 2(5). – С. 26–31.

137. Калин Б.А., Коршунов С.Н., Чернов И.И. Газовая пористость в металлах и сплавах, облученных ионами гелия (обзор) // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физ. радиац. поврежд. и радиац. материаловед. – 1987. – Вып. 4(42). – С. 3–13.

138. Singh B.N., Trinkaus H. An analysis of the bubble formation behaviour under different experimental conditions // J. Nucl. Mater. – 1992. – V. 186. – P. 153–165.

139. A transmission electron microscopy study of molybdenum irradiated with helium ions / D.J. Mazey, B.L. Eyre, J.H. Evans et al. // J. Nucl. Mater. – 1977. – V. 64. – № 1/2. – P. 145–156.

140. Vassen R., Trinkaus H., Jung P. Diffusion of helium in magnesium and titanium before and after clustering // J. Nucl. Mater. – 1991. – V. 183. – P. 1–8.

141. The formation of helium bubbles near the surface and the bulk in nickel during postimplantation annealing / V.N. Chernikov, H. Trinkaus, P. Jung, H. Ullmaier // J. Nucl. Mater. – 1990. – V. 170. – P. 31–38.

142. Fichtner P.F.P., Schroeder H., Trinkaus H. Influence of real gas behavior on the Ostwald ripening of inert gas bubbles in bulk materials // In: Proc. NATO Advanced Research Workshop on Fundamental Aspects of Inert Gases in Solids, Bonas, France, Sept. 1990, Plenum, N.-Y. – 1991. – P. 299–306.

143. Thermal evolution spectrometry of low energy helium ions injected into stainless steel and nickel targets / D.J. Reed, F.T. Harris, D.G. Armour et al. // Vacuum. – 1974. – V. 24. – № 4. – P. 179–186.

144. Ehrenberg J., Scherzer B.M.U., Behrish R. Thermal desorption spectroscopy of He in Ni at and below saturation // Radiat. Eff. – 1983. – V. 78. – № 1/4. – P. 405–416.

145. Schroeder H., Fichtner P.F.P., Trinkaus H. Inert gas bubble coarsening mechanisms // Mater. Sci. Forum. – 1992. – V. 97–99. – P. 1–10.

146. Trinkaus H. The effect of internal pressure on the coarsening of inert gas bubbles in metals // Scripta Metall. – 1989. – № 23. – P. 1773–1778.

147. Газовое распухание и накопление гелия у границ зерен в насыщенном гелием никеле при отжиге / В.Н. Черников, П.Р. Казанский, А.П. Захаров, А.В. Маркин // Докл. АН СССР. Сер.: Техническая физика. – 1989. – Т. 304. – № 4. – С. 108–112.

148. Chernikov V.N., Trinkaus H., Ullmaier H. Helium bubbles in nickel annealed at $T > 0.7T_m$ // J. Nucl. Mater. – 1997. – V. 250. – P. 103–110.

149. Особенности образования гелиевой пористости в облученном металле / Ш.Ш. Ибрагимов, В.В. Кирсанов, В.Ф. Реутов и др. // Вопросы атомной науки и техники. Сер.: Физ. радиац. поврежд. и радиац. материаловед. – 1977. – Вып. 1(4). – С. 65–70.

150. Trinkaus H. Mechanisms controlling high temperature embrittlement due to helium // Radiat. Eff. – 1986. – V. 101. – P. 91–107.

151. Trinkaus H. On the modeling of high-temperature embrittlement of metals containing helium // J. Nucl. Mater. – 1983. – V. 118. – № 1. – P. 39–49.

152. Singh B.N., Foreman A.J.E. Relative role of gas generation and displacement rates in cavity nucleation and growth // J. Nucl. Mater. – 1984. – V. 122/123. – Part A. – P. 537–541.

Максим Сергеевич Стальцов
Иван Ильич Чернов
Борис Александрович Калинин

ГЕЛИЙ В КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛАХ ЯДЕРНЫХ И ТЕРМОЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ

Учебно-методическое пособие

Редактор *М.В. Макарова*
Оригинал-макет подготовлен *С.В. Тялиной*

Подписано в печать 05.10.2021. Формат 60x84 1/16.
Печ.л. 5,25. Уч.-изд. л. 5,25. Изд. № 003-1.

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
115409, Москва, Каширское ш., д. 31.

