

## ВЛИЯНИЕ ДЕФОРМАЦИИ НА ВОЗНИКНОВЕНИЕ ТРЕЩИН В СТАЛИ X13M2БФР ПОД ДЕЙСТВИЕМ ПОТОКА ИОНОВ ВОДОРОДА

*А.В. Никитин, В.В. Ружицкий, И.М. Неклюдов, Г.Д. Толстолицкая, И.Е. Копанец*  
*Институт физики твердого тела, материаловедения и технологий ИИЦ ХФТИ,*  
*Харьков, Украина*

Исследовано влияние степени деформации ферритно-мартенситной стали X13M2БФР на возникновение и развитие трещин при воздействии водородной плазмы тлеющего разряда. Определены пороговая доза появления и кинетика роста трещин, изменение их диаметра и плотности в зависимости от степени деформации. Изучено влияние температуры облучения на морфологию поверхности и количественные характеристики трещин, развивающихся при облучении предварительно деформированных образцов.

### ВВЕДЕНИЕ

Стали ферритного класса, в связи с более высокой по сравнению с аустенитными сталями радиационной стойкостью, рассматриваются в качестве перспективных материалов для элементов конструкции ядерных и термоядерных реакторов. Однако, как было обнаружено [1, 2], облучение таких сталей (например, НТ-9 и 12Х12М1БФР) ионами водорода может приводить к значительной эрозии приповерхностных слоёв металла – образованию развитой системы трещин, параметры которой (размеры трещин, их плотность, глубина расположения, кинетика развития) сложным образом зависят от микроструктуры стали и дозы облучения. При этом размеры трещин и глубины их залегания могут достигать значений – нескольких миллиметров.

В [1, 2] было показано, что обнаружение трещин, возникающих в исследуемой стали при облучении ионами водорода из разряда, однозначно связано с появлением вздутий на поверхности. Было установлено, что линейный размер трещины приблизительно равен диаметру возникающего вздутия. Таким образом, появление вздутий является индикатором возникновения трещин, что позволяет исследовать зависимости процесса возникновения трещин от параметров облучения: температуры, дозы и др.

Основные узлы, агрегаты и элементы энергетических установок изготавливаются в зависимости от их размеров и конфигурации с применением механической деформации (ковки, прокатки, волочения) с промежуточными отжигами. Структурно-фазовое состояние конструкционных материалов, в частности сталей ферритного класса, является функцией применяемого технологического процесса [3].

В [4] было показано, что микроструктура, создаваемая в процессе холодной деформации, оказывает существенное влияние на проникновение водорода через материалы аустенитного типа (поликристаллический никель и сталь 00Х16Н15М3Б), повышая проницаемость. Несмотря на большой объем накопленных экспериментальных данных, полной картины по поведению водорода в ферритно-мартенситных сталях с различной

степенью деформации к настоящему моменту времени не получено.

Целью настоящей работы является исследование влияния степени деформации образцов из ферритной стали X13M2БФР на кинетику роста, размеры и плотность трещин, возникающих под действием водородной плазмы тлеющего разряда.

### МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для исследований использовали образцы из стали X13M2БФР в виде дисков диаметром 18 мм. Химический состав стали (вес.%): С – 0,118; Cr – 13; Ni – 0,28; Mn – 0,26; Mo – 1,41; Nb – 0,46; V – 0,21; Si – 0,21; P – 0,034; S – 0,004; Fe – остальное. Диски вырезали из материала, прошедшего отжиг при температуре 1323 К в течение 0,5 ч и отпуск при 993 К в течение 1 ч, а затем деформированного холодной прокаткой в интервале 5...95%. Механически полированные образцы облучали ионами водорода из плазмы тлеющего разряда при напряжении на электродах 1000 В и плотности тока ионов 20 А/м<sup>2</sup>. Максимальная доза облучения образцов составляла  $1 \cdot 10^{24}$  H<sub>2</sub><sup>+</sup>/м<sup>2</sup>. Кинетика роста трещин регистрировалась при помощи видеоматрицы. Для исследования морфологии поверхности использовали сканирующий (JEM-2100) и металлографический (ММР-4) микроскопы. Схема эксперимента показана на рис. 1.

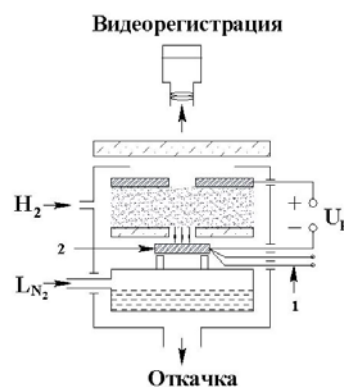


Рис. 1. Схема эксперимента:  
1 – терморара, 2 – образец

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

При облучении образцов с разной степенью деформации в интервале температур, близких к комнатной, было установлено, что при достижении пороговой дозы  $D_n$  на поверхности стали X13M2БФР появляются вздутия. Вздутия по виду напоминают блистеры, однако их размеры на два порядка величины превышают характерные размеры блистеров при энергии ионов  $\sim 1$  кэВ. Как отмечалось во Введении, появление вздутий однозначно связано с возникновением трещин [1, 5].

Исследование влияния степени деформации на пороговую дозу  $D_n$  появления трещин (рис. 2, кривая 1) показало, что зависимость « $D_n$  – деформация» характеризуется резким максимумом при степени деформации 5% и составляет в максимуме  $\sim 1,6 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$ , что примерно в два раза больше в сравнении с недеформированными образцами. При степени деформации  $\sim 10\%$  пороговая доза уменьшается до  $\sim 2 \cdot 10^{22} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$ , а при степени деформации 95% трещины регистрируются при облучении стали до дозы  $\sim 5 \cdot 10^{21} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$ .

Несмотря на снижение пороговой дозы при увеличении степени деформации с 10 до 95%, средний диаметр трещин, измеренный сразу после их появления, имеет максимальное значение  $\sim 70$  мкм при деформации на  $\sim 30\%$  (см. рис. 2, кривая 2).

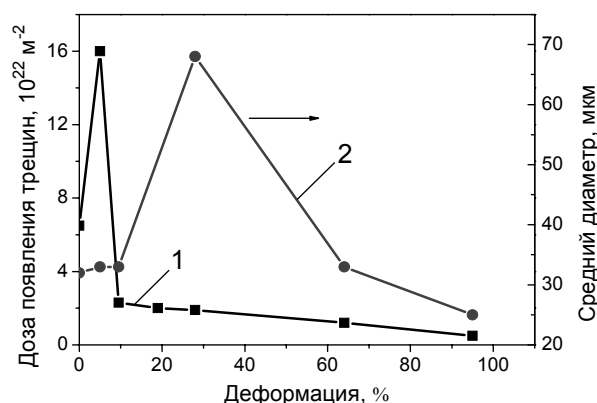


Рис. 2. Зависимости дозы появления трещин и их среднего диаметра от степени деформации образца

Кинетика роста трещин от дозы облучения при комнатной температуре приведена на рис. 3.

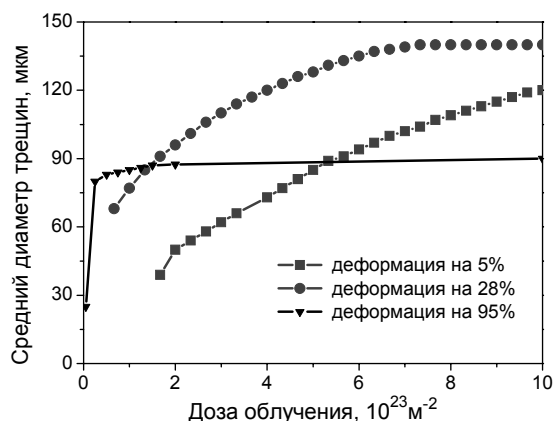


Рис. 3. Кинетика роста трещин от дозы облучения для разных степеней деформации

Видно, что с ростом дозы средний диаметр образующихся в стали трещин монотонно возрастает. Однако при достижении некоторого критического значения дозы  $D_c$  рост трещины прекращается. Величина  $D_c$  тем меньше, чем больше степень деформации образцов. Так для образцов, деформированных на 5%,  $D_c$  составляет  $\sim 1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$ , а на 28% –  $6 \cdot 10^{23} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$ .

Для максимальной дозы облучения  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$  была построена зависимость поверхностной плотности трещин и их диаметров от степени деформации образцов при температуре облучения, близкой к комнатной (рис. 4). Зависимость среднего диаметра вздутий характеризуется широким максимумом при степенях деформации  $\sim 10 \dots 40\%$  (см. рис. 4, кривая 1).

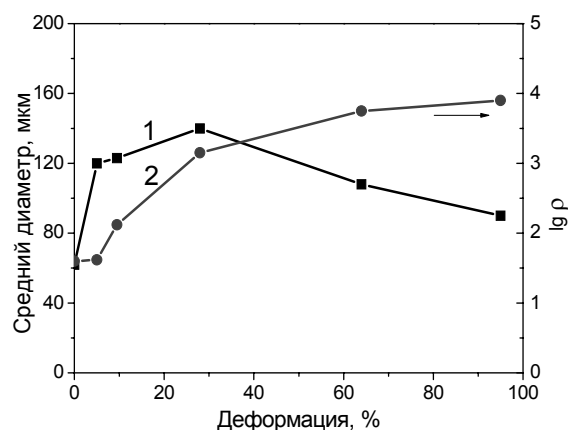


Рис. 4. Зависимости от степени деформации среднего диаметра блистеров (1) и их плотности (2) при облучении до дозы  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$  при комнатной температуре

Наиболее сильно степень деформации ферритной стали сказывается на величине поверхностной плотности трещин. Плотность образующихся на поверхности трещин с ростом деформации возрастает и при 95% почти на три порядка больше, чем на поверхности недеформированной стали X13M2БФР (см. рис. 4, кривая 2).

Согласно теоретическим оценкам [5] и экспериментально полученным результатам [2], на развитие трещин при внедрении водорода в недеформированную ферритную сталь сильное влияние оказывает температура образца. В этом случае при облучении ионами водорода из разряда до дозы  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$  возникновение трещин наблюдали в интервале температур 228...343 К. Нижний предел этого диапазона был обусловлен быстрым нарастанием углеродной пленки на образце, верхний – отсутствием вздутий выше 343 К. В теоретической работе [5] эта температура указана как предельная для развития трещин в результате накопления водорода в сталях 13Cr-2Mo.

На рис. 5 показано изменение морфологии поверхности деформированных на 95% образцов после их облучения в тлеющем разряде ионами водорода до дозы  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{M}^2$  в интервале

температур 273...323 К. Видно, что в случае предварительной деформации размеры и плотность вздутий существенно меняются в зависимости от температуры облучения. Особенностью морфологии поверхности во всем исследованном интервале температур облучения является наличие большого количества вздутий размером ~ 20 мкм. Эти вздутия

часто расположены на вздутиях большего диаметра (см. вставку на рис. 5,б), что свидетельствует о зарождении трещин на разной глубине, различающейся почти на порядок [2]. Меньшие вздутия возникают первыми, при увеличении дозы облучения появляются трещины большего размера и соответственно на большей глубине.

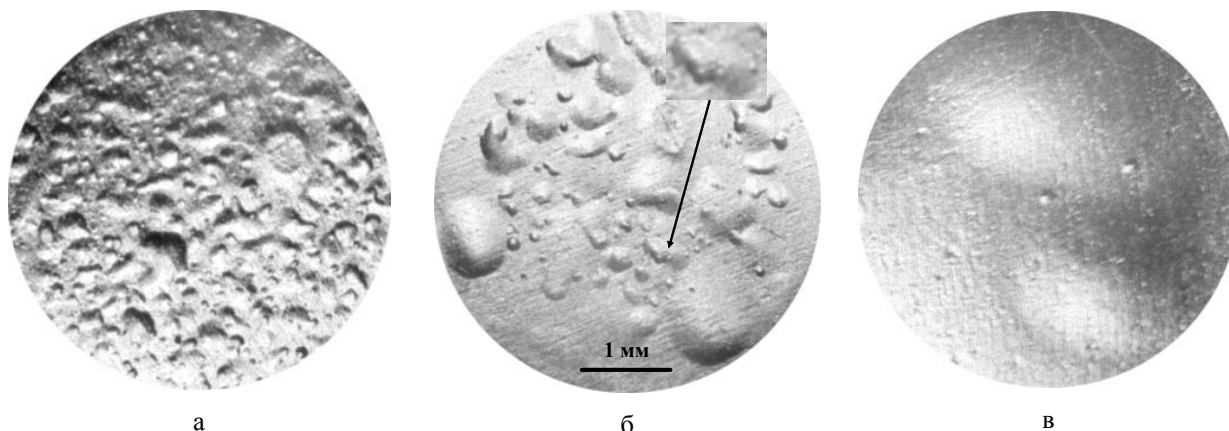


Рис. 5. Вздутия на поверхности деформированных на 95% образцов стали X13M2БФР после облучения ионами водорода до дозы  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  при температурах 275 (а), 305 (б) и 343 К (в). Масштаб одинаков для рисунков а, б, в

На рис. 6, 7 приведены температурные зависимости диаметров и поверхностной плотности трещин, возникающих при максимальной дозе облучения  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$  для двух партий образцов, в одной из которых были образцы после отжига при температуре 1323 К в течение 0,5 ч и отпуска при 993 К в течение 1 ч, а в другой – деформированные холодной прокаткой на 95%.

возникающих при максимальной дозе облучения  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ , имеет вид пика с максимумом при  $T = 345 \text{ К}$  с затянутым передним и резким обрывистым задним фронтами (см. рис. 6, кривая 2). Следует отметить, что по сравнению с предварительно отожженной сталью размеры трещин в несколько раз больше в деформированной стали.

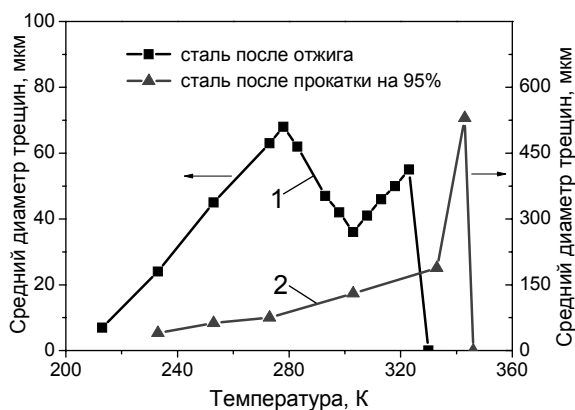


Рис. 6. Зависимость от температуры облучения среднего диаметра трещин, возникающих при максимальной дозе  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ , для стали после отжига (■) и после деформации на 95% (▲)

Для предварительно отожженной стали кривая зависимости среднего диаметра трещин от температуры имеет острый, отчетливо выраженный максимум при 278 К (рис. 6, кривая 1), что хорошо согласуется с теоретическими предсказаниями [5], за исключением второго максимума при 325 К, выяснение природы которого требует дополнительных исследований.

Для образцов стали, деформированных на 95%, температурная зависимость диаметров трещин,

Из рис. 7 видно, что для предварительно отожженной стали поверхностная плотность вздутий в диапазоне температур 210...280 К практически не меняется с температурой, а затем падает двумя стадиями по мере подъема температуры до 330 К.

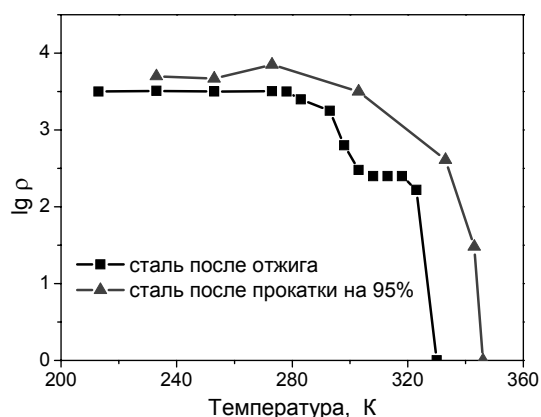


Рис. 7. Зависимость от температуры облучения поверхностной плотности ( $\rho$ ) трещин, возникающих при максимальной дозе  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+/\text{м}^2$ , для стали после отжига (■) и после деформации на 95% (▲)

Для стали, деформированной на 95%, ход кривой  $\lg \rho(T)$  практически не меняется, однако она более плавная и несколько сдвинута по значениям по

отношению к кривой  $\lg p(T)$  для предварительно отожженной стали.

При облучении плазмой тлеющего разряда с  $E_{\text{макс}} \sim 1$  кэВ в материале наблюдается образование дислокаций, вероятнее всего, не радиационного происхождения. Представляло интерес установление возможности образования вздутий и соответственно трещин в условиях радиационной повреждаемости, например, при облучении стали X13M2БФР моноэнергетическими ионами, в частности, ионами изотопа водорода-дейтерия с энергией 15 кэВ.

При облучении моноэнергетическими ионами дейтерия ( $E = 15$  кэВ) на поверхности стали, деформированной на 95%, также наблюдались вздутия при температуре 310 К и дозе  $1,3 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-2}$  (рис. 8).

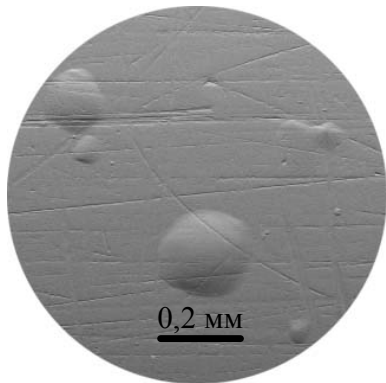


Рис. 8. Вздутия на поверхности стали X13M2БФР, деформированной на 95%, после облучения 15 кэВ ионами  $D^+$  до дозы  $1,3 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-2}$  при температуре 310 К

В этом случае диаметры вздутий составляли 50...250 мкм. Плотность их распределения по поверхности неравномерна, что связано, вероятно, с неравномерным накоплением водорода на местах захвата. Низкая их плотность, возможно, обусловлена недостаточным количеством удерживаемого в материале водорода из-за невысокой плотности частиц по сравнению с облучением в плазменном разряде и наличия выходящих на поверхность каналов, образовавшихся при деформации образцов на 95% (рис. 9).

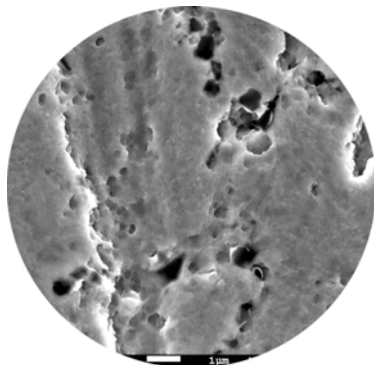


Рис. 9. Морфология поверхности стали X13M2БФР, деформированной на 95%

Использование в настоящей работе при облучении изотопа водорода-дейтерия позволило исследовать поведение именно ионно-имплантированной примеси, а применение ядерно-физических методов, в частности ядерной реакции  $D(^3\text{He}, p)^4\text{He}$ , дало возможность измерить абсолютное количество и пространственное распределение дейтерия по глубине материала (рис. 10).

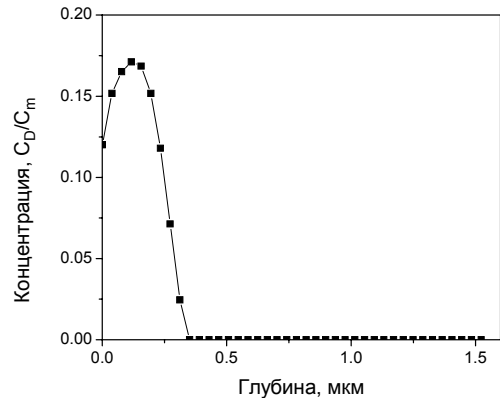


Рис. 10. Профиль распределения дейтерия, внедренного с энергией 15 кэВ до дозы  $1,3 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-2}$  при температуре 310 К в сталь X13M2БФР, деформированную на 95%

Измеренная концентрация почти в 30 раз меньше расчетной. Дейтерий распределен в приповерхностной области на глубине, в 1,5–2 раза превышающей пробег, рассчитанный с помощью программы SRIM [6].

В [7] был рассмотрен механизм диффузии термализованного водорода на расстояние, значительно превышающее пробег. Предполагалось, что водород захватывается на ловушках, которыми являются примеси, дислокации, вакансии, границы зерен и другие дефекты кристаллической структуры, расположенные в пределах зоны имплантации. При заполнении ловушек и продолжении облучения потоком частиц водорода, большим, чем скорость его диффузии из зоны имплантации, будет создаваться локальная пересыщенность водорода.

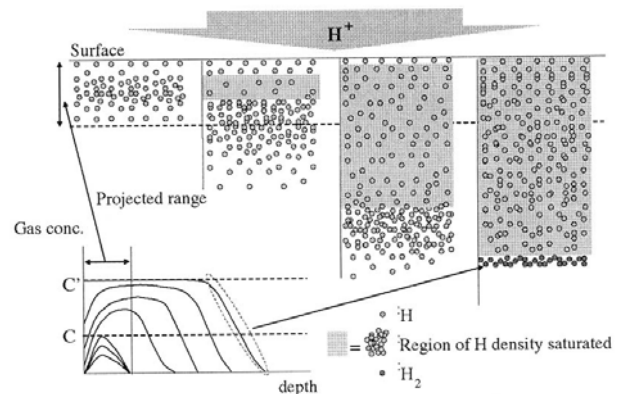


Рис. 11. Схема модели проникновения водорода на превышающую пробег глубину при облучении образцов большим потоком частиц [7]

Водород, вводимый продолжающимся облучением, будет «проталкивать» ранее созданное распределение захваченных атомов глубже в образец, но в пределах конкретного зерна (рис. 11). Экспериментально наблюдаемое образование трещин на глубинах, существенно превышающих размеры зерен, связывают с диффузией водорода по границам зерен. На зеренных границах может происходить накопление водорода, в результате этого трещины будут иметь межкристаллитный характер [2].

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Сталь типа X13 в отличие от аустенитных сталей склонна к зарождению макроскопических трещин при энергии ионов водорода из тлеющего разряда ~ 1 кэВ, т. е. в области энергий наиболее вероятных для пристеночной плазмы в ТЯР.

Возникновение в стали X13 трещин, индуцированных внедрением водорода, наблюдается при температурах не выше 343 К.

Установлено влияние степени деформации ферритно-мартенситной стали X13M2БФР на возникновение и развитие трещин при воздействии водородной плазмы тлеющего разряда.

Наибольшая пороговая доза появления трещин наблюдается для образцов, деформированных холодной прокаткой на 5%.

При дозе облучения  $1 \cdot 10^{24} \text{ H}_2^+ \text{ м}^{-2}$  наибольший размер трещин около 500 мкм наблюдается при деформации на 95%. По сравнению с предварительно отожженной сталью размеры трещин в несколько раз больше в деформированной стали.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Е.Д. Волков, Ю.А. Грибанов, И.М. Неклюдов и др. Особенности эрозии поверхности стали X13 при экспозиции в водородной плазме // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 1988, в. 5(47), с. 58-61.
2. В.И. Бендиков, А.В. Никитин, О.А. Опалев и др. Возникновение трещин в ферритной стали 12X12M1БФР под действием потока ионов водорода // *Атомная энергия*. 1990, т. 68, в. 6, с. 406-408.
3. M. Beghini, G. Benamati, L. Bertini, I. Ricapito and R. Valentini. Effect of hydrogen on the ductility reduction of F82H martensitic steel after different heat treatments // *J. Nuclear Materials*. 2001, v. 288, p. 1-6.
4. А.Г. Залужный, В.П. Копытин, А.В. Маркин и др. Влияние некоторых структурных факторов на проникновение водорода через конструкционные материалы в процессе бомбардировки ионами водорода // *Вопросы атомной науки и техники. Серия «Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение»*. 1990, в. 1(52), с. 51-53.
5. H. Russel. Application of hydrogen embrittlement models to the crack growth behavior of fusion reactor materials // *J. Nuclear Materials*. 1986, v. 141-143, p. 468-475.
6. www.SRIM.org. Version SRIM2008.
7. N. Enomoto, S. Muto, T. Tanabe, et al. Glazing-incidence electron microscopy of surface blisters in single- and polycrystalline tungsten formed by  $\text{H}^+$ ,  $\text{D}^+$  and  $\text{He}^+$  irradiation // *J. Nuclear Materials*. 2009, v. 385, p. 606-614.

Статья поступила в редакцию 05.03.2014 г.

### ВПЛИВ ДЕФОРМАЦІЇ НА ВИНИКНЕННЯ ТРІЩИН У СТАЛІ X13M2БФР ПІД ДІЄЮ ПОТОКУ ІОНІВ ВОДНЮ

*А.В. Нікітін, В.В. Ружницький, І.М. Неклюдов, Г.Д. Толстолуцька, І.Є. Копанець*

Досліджено вплив ступеня деформації феритно-мартенситної сталі X13M2БФР на виникнення і розвиток тріщин при дії водневої плазми тліючого розряду. Визначені порогова доза появи і кінетика зростання тріщин, зміна їх діаметра і щільності залежно від ступеня деформації. Вивчено вплив температури опромінювання на морфологію поверхні і кількісні характеристики тріщин, що розвиваються при опроміненні заздалегідь деформованих зразків.

### INFLUENCE OF DEFORMATION ON THE APPEARANCE OF CRACKS IN 13Cr2MoNbVB STEEL UNDER HYDROGEN IONS FLOW

*A.V. Nikitin, V.V. Ruzhitskiy, I.M. Neklyudov, G.D. Tolstolutskaaya, I.E. Kopanets*

The influence of deformation degree of ferritic-martensitic 13Cr2MoNbVB steel on an appearing and development of cracks under the influence of hydrogen plasma of glow discharge is investigated. The threshold dose of an appearing and kinetics of cracks growth is determined also as variation of their diameter and density in dependence on the degree of steel deformation. Influence of irradiation temperature on the surface morphology and quantitative characteristics of cracks developing under irradiation of preliminary deformed specimens is studied.