

**ОБЪЕДИНЕННЫЙ
ИНСТИТУТ
ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ
ДУБНА**

14-86-409

Л.И.Гомозов*, С.Н.Вотинов*, А.Ю.Дидык,
Т.Н.Зверева,* В.Малиновский, В.Н.Назаров,
И.Л.Сашин, В.А.Скуратов, А.Хофман,
В.Д.Шестаков, В.А.Щеголев

**ВЛИЯНИЕ ОБЛУЧЕНИЯ
ТЯЖЕЛЫМИ ИОНАМИ И НЕЙТРОНАМИ
НА ПОВЕДЕНИЕ СПЛАВОВ ВАНАДИЯ
ПРИ ПОСЛЕРАДИАЦИОННОМ ОТЖИГЕ**

Направлено в Оргкомитет
IV Всесоюзного совещания
"Радиационные дефекты в металлах"
/Алма-Ата, июнь 1986 г./

* Институт металлургии АН СССР им.А.А.Байкова

1986

1. ВВЕДЕНИЕ

По своим ядерно-физическим^{1/} и механическим свойствам сплавы ванадия являются одними из наиболее перспективных материалов для первой стенки термоядерных реакторов^{1,2/}. Одной из важных особенностей ванадия, как и других металлов VA группы, обладающих значительной способностью растворять примеси внедрения,^{2,3} служит радиационно-отжиговое упрочнение /РОУ/ /см., напр.,^{4/}, т.е. повышение предела текучести при послерадиационном отжиге вплоть до температур порядка 500°С. Это явление представляет особый интерес как с теоретической, так и практической точки зрения, поскольку радиационное упрочнение, а следовательно и низкотемпературное радиационное охрупчивание /НТРО/, является одним из факторов, лимитирующих длительную работу конструкций ТЯР^{2/}.

Легиrowание ванадия часто оказывается необходимым как для улучшения его механических свойств, так и для повышения коррозионной стойкости в различных теплоносителях^{3/}. Процессы взаимодействия радиационных дефектов с примесями внедрения и дислокации значительно усложняются, если в сплаве присутствуют и легирующие элементы. Поэтому целью настоящей работы является определение характерных особенностей РОУ легиrowанных сплавов на основе ванадия. Проведение таких исследований было обусловлено тем, что влияние различного легиrowания на РОУ не изучено^{4/}, но такие результаты необходимы для отбора наиболее интересных сплавов /с уменьшенной величиной РОУ/ в реакторных испытаниях.

2. МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Образцы сплавов были приготовлены дуговой плавкой в гелиевой атмосфере. Содержание примесей в исходном ванадии марки ВМ-1 приведено в табл.1. Содержание примесей внедрения после плавки в пределах точности определений не изменялось. Состав изученных сплавов показан в табл.2. Далее полученные сплавы гомогенизировались и прокатывались с обжатием до 70%.

Рентгеновским методом были определены температуры начала / T_p^H / и завершения рекристаллизации / T_p / при длительности отжига 1 ч /см. табл.2/. Исходя из этих данных были выбраны две характерные температуры отжигов образцов перед облучением: 900°С - температура неполного отжига, соответствующая высокой плотности

Таблица 1

Содержание примесей в ванадии марки ВМ-1 /масс. %/

Cr	C	N ₂	O ₂	Al	Si	Fe
0,001	0,02	0,01	0,03	0,16	0,2	0,06

Таблица 2

Составы исследованных сплавов и их температуры рекристаллизации

	1	2	3	4	5	6	7	8
Состав, ат.%	V	0,2Ti	2Al	5Al	2Fe	2Nb	0,2Zr	0,3Y
T _p ^H , °C	775	825	825	850	825	850	825	825
T _p ^K , °C	925	950	950	975	950	990	950	1000

дислокаций, и температура 1100°C - полный отжиг и рекристаллизация /длительность отжигов также 1 ч/.

Перед облучением образцы электрически полировали в растворе 80% C₂H₅/OH/ и 20% H₂SO₄.

Эксперименты по облучению образцов проводились на циклотроне У-300 ЛЯР ОИЯИ ионами ксенона с энергиями 130 МэВ и интенсивностью 1,1·10⁹ частиц/см² при температуре 20-40°C. Для сопоставления радиационных эффектов упрочнения сплавов на пучках тяжелых ионов и на нейтронах образцы из указанных в табл.2 сплавов были также облучены в реакторе ИБР-2 ЛНФ ОИЯИ нейтронами спектра деления. Нейтронное облучение характеризовалось следующими параметрами:

Частота следования импульсов - 5 Гц
 Длительность импульса быстрых нейтронов - 220 мкс
 Плотность потока тепловых нейтронов - $1,1 \pm 0,14 \cdot 10^{16} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1}$
 Плотность потока резонансных нейтронов - $0,23 \pm 0,03 \cdot 10^{16} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1}$
 Плотность потока быстрых нейтронов - $1,4 \pm 0,16 \cdot 10^{16} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1}$
 Плотность потока быстрых нейтронов в импульсе - порядка $2,5 \cdot 10^{18} \text{ м}^{-2} \text{ с}^{-1}$.

Температура образцов при облучении нейтронами не превышала 100°C. Скорость генерации радиационных повреждений нейтронами с энергиями E_n > 0,1 МэВ при указанной плотности потока быстрых нейтронов - 1,1·10⁻⁹ смещ./ат.с.

Дозы повреждений на образцах, облученных ионами ксенона и нейтронами, составляли 6,5·10⁻³ и 8,6·10⁻⁴ смещ./ат. соответственно. Послерadiационный отжиг образцов сплавов проводился в течение часа для каждой температуры в области температур 100-550°C через 50-100°C.

Радиационное упрочнение сплавов определялось методом микротвердости, эффективность которого показана в ряде работ /см., например, /4//.

Одно из основных отличий дефектообразования в процессе ионного облучения от нейтронного заключается в том, что степень повреждений неоднородна вдоль пробега иона, поэтому нагрузка при измерениях выбиралась таким образом, чтобы глубина проникновения индентора не превышала 4 мкм. При этом величины сечений дефектообразования на поверхности мишени и на глубинах порядка 4 мкм различаются не более, чем в два раза /5//см. рис.1/.

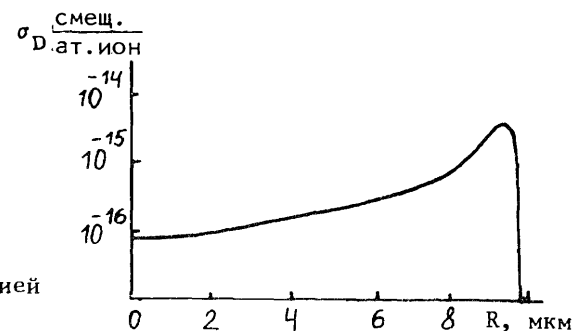


Рис.1. Профиль повреждений, создаваемых ионами ксенона с энергией 130 МэВ в ванадии.

3. РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В табл.3 сопоставляются величины микротвердости сплавов в исходном состоянии /H_и/, после облучения ионами ксенона /H_о/ и по достижении максимального прироста прочностных свойств после отжига /H_м/.

Приведена также величина H_p - растворное упрочнение, т.е. твердость, обусловленная легированием твердого раствора без эффектов старения, которая определяется из концентрационных зависимостей микротвердости для серий отожженных легированных сплавов.

Эффект старения сплавов в необлученном состоянии, в соответствии с термодинамическими оценками /3/, больше для сплавов с более химически активными элементами по отношению к примесям, чем ванадий. Однако при слишком высоком сродстве к примесям относительно грубые частицы соединений легирующей элемент - примесь выделяются уже на высокотемпературной стадии охлаждения, и эффект старения вновь уменьшается. По этим причинам эффект старения возрастает в ряду присадок Nb - Al - Zr - Ti.

Таблица 3

Состав, ат.%	H_p	$H_{и}$	H_o	H_M
V (1100°C)	80	93	119	129
V (900°C)	80	123	138	160
0,2Ti	85	177	214	251
2Al	95	150	178	203
5Al	120	187	230	250
2Fe	130	161	181	202
2Nb	150	202	234	254
0,2Zr	90	133	165	193

Примечание: Величины микротвердости сплавов ванадия, отожженных при температурах 1100°C, H_M и H_o получены на образцах, облученных ионами ксенона.

Важную роль, конечно, играет и концентрация легирующего элемента. При легировании химически менее активным, чем ванадий, элементом (Fe) старение несколько усиливается вследствие уменьшения растворимости примесей внедрения. Количественно вклад старения характеризуется величиной $H_{и} - H_p$. Важно отметить, что при непрерывном охлаждении от температуры отжига старение реализуется в виде выделений, т.е. комплексов примесь - активный легирующий элемент или сегрегаций примесей.

Анализ полученных экспериментальных данных позволяет сделать следующие выводы:

1. Нелегированный ванадий с низкой плотностью дислокаций /температура отжига 1100°C/ более интенсивно упрочняется при облучении, но слабее - при послерадиационном отжиге, чем образец с повышенной плотностью дислокаций /отжиг при температуре 900°C/. В результате величины H_M совпадают /см. рис.2/.

2. Сплав с 0,3 ат.% иттрия ведет себя аналогично образцам из нелегированного ванадия: примерно 2/3 величины $H_M - H_o$ достигается при облучении и 1/3 - при отжиге, однако общий эффект упрочнения от облучения и отжига на 30% ниже, чем для ванадия. Этот сплав, по существу, представляет собой ванадий, максимально очищенный от примеси кислорода /а также кремния/ процессом геттерирования. Термодинамические расчеты /3/ показывают, что при геттерировании содержание кислорода в твердом растворе понижается до 10^{-4} ат.%. .

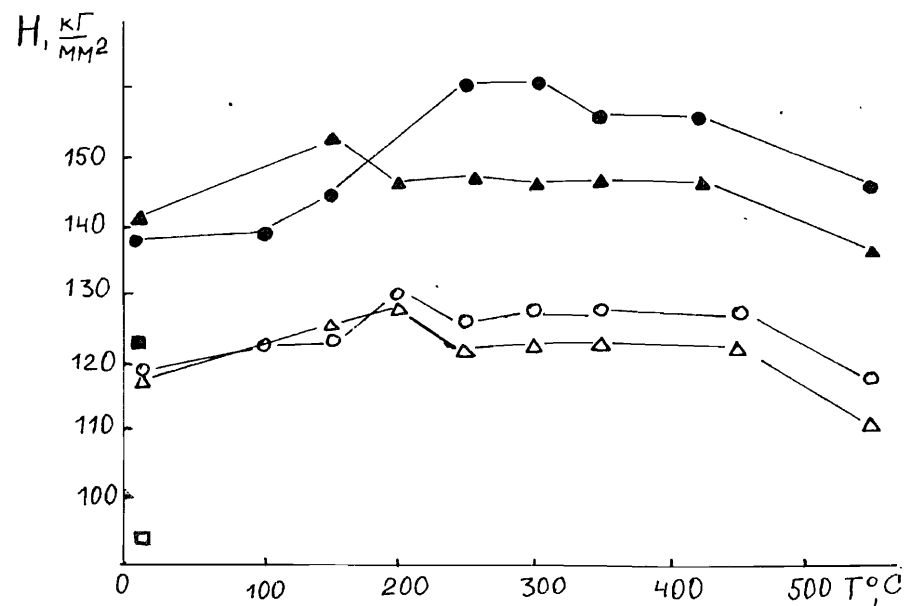


Рис.2. Зависимость микротвердости от температуры послерадиационного отжига. ● - облучение ионами ксенона /900°C/, ▲ - облучение нейтронами /900°C/, ○ - облучение ионами ксенона /1100°C/, △ - облучение нейтронами /1100°C/, ■ - необлученный образец /900°C/, □ - необлученный образец ванадия /1100°C/. В скобках указана температура предварительного отжига.

3. Для всех составов сплавов прослеживается общая закономерность /см. рис.3/: эффект упрочнения оказывается тем выше, чем больше вклад процессов дисперсного упрочнения в необлученном образце, т.е. величина $H_{и} - H_p$. Важно отметить, что повышенная плотность дислокаций в нелегированном ванадии /отжиг при 900°C/ и, соответственно, более высокая величина $H_{и}$ не привела к возрастанию значения $H_M - H_{и}$: произошло лишь перераспределение степени упрочнения после облучения и отжига.

4. Облучение нейтронами, несмотря на значительно меньший уровень повреждений, приводит к такому же приросту микротвердости, что и облучение ионами, но, однако, эффект РОУ оказывается на 15-20% меньшим.

Полученные результаты согласуются со следующими представлениями. Во время охлаждения сплавов после отжига скорость понижения температуры составляла 5-10 град./мин в области 600°C и ниже. При этом происходят отмеченные выше процессы старения, характеризуемые величиной $H_{и} - H_p$. Низкотемпературное облучение,

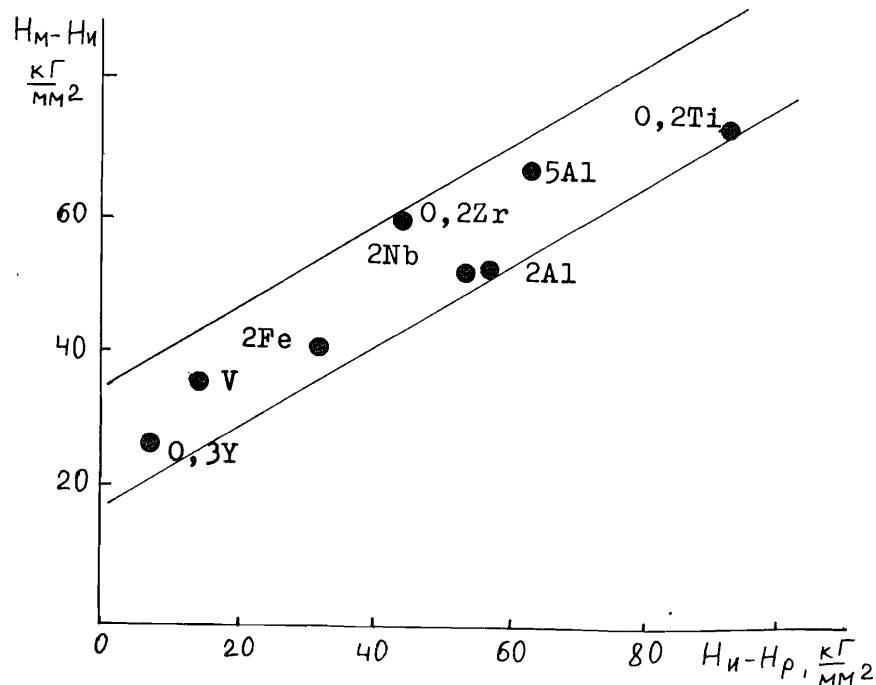


Рис.3. Зависимость прироста микротвердости сплавов ванадия после старения и послерадиационного отжига от вклада дорадиационного старения в микротвердость исходных образцов.

приводящее к радиационно-ускоренной диффузии, по-видимому, способствует подрастанию комплексов, возникающих при охлаждении. Можно отметить /см. табл.3/, что в тех случаях, когда эффекты старения обусловлены только примесью внедрения /нелегированный ванадий, ванадий с примесью иттрия, который связан примесями/, основная часть упрочнения вызывается облучением. Если же в процессах старения участвуют и легирующие элементы замещения, то примерно такой же прирост твердости дает и послерадиационный отжиг.

Несмотря на различные количества дефектов, создаваемых ионами ксенона и нейтронами ($6,5 \cdot 10^{-3}$ и $8,6 \cdot 10^{-4}$ смещ./ат. соответственно), сопоставимые значения величин микротвердости сплавов могут быть объяснены ускорением диффузионных процессов за счет импульсного характера нейтронного облучения.

В целом можно сделать заключение, что степень радиационного и радиационно-отжигового упрочнения после облучения при низких температурах сплавов ванадия в первую очередь зависит от влия-

ния легирующих примесей замещения на степень старения, обусловленного примесями внедрения. В данной работе наблюдалось трехкратное превышение упрочнения интенсивно стареющих сплавов по сравнению с упрочнением чистого ванадия. Этот эффект необходимо учитывать при разработке сплавов ванадия или других металлов УА группы. При облучении нейтронами /температура 1200С/, по-видимому, идут процессы как радиационного упрочнения, так и ПОУ, что вызывает повышение степени упрочнения непосредственно после облучения.

В заключение авторы выражают признательность академику Г.Н.Флерову и профессору Ю.Ц.Оганесяну за внимание к работе.

ЛИТЕРАТУРА

1. Bloom E.E. et al. J.Nucl.Mat., 1984, vol.122-123, p.17-26.
2. Альтовский И.В. и др. В кн.: Проблемы первой стенки термоядерного реактора и нейтронно-физические исследования. ЦНИИАтоминформ, М., 1984, с.67-85.
3. Дедюрин А.И., Гомозов Л.И., Вотинцов С.Н. Физика и химия обработки материалов, 1983, № 5, с.22-28.
4. Gold R.E., Harrod D.L. Int.Met.Rev., 1980, No.5,6, p.232-254.
5. Bardos E., Fedyanin V.K., Gavrilenko G.M. JINR, E17-83-303, Dubna, 1983.
6. Войтов А.И. и др. ОИЯИ, РЗ-86-155, Дубна, 1986.
7. Назаров В.М. и др. В сб.: Краткие сообщения ОИЯИ, №6-85, Дубна, 1985, с.42.

Рукопись поступила в издательский отдел
24 июня 1986 года.

**ТЕМАТИЧЕСКИЕ КАТЕГОРИИ ПУБЛИКАЦИЙ
ОБЪЕДИНЕННОГО ИНСТИТУТА ЯДЕРНЫХ
ИССЛЕДОВАНИЙ**

Индекс	Тематика
1.	Экспериментальная физика высоких энергий
2.	Теоретическая физика высоких энергий
3.	Экспериментальная нейтронная физика
4.	Теоретическая физика низких энергий
5.	Математика
6.	Ядерная спектроскопия и радиохимия
7.	Физика тяжелых ионов
8.	Криогеника
9.	Ускорители
10.	Автоматизация обработки экспериментальных данных
11.	Вычислительная математика и техника
12.	Химия
13.	Техника физического эксперимента
14.	Исследования твердых тел и жидкостей ядерными методами
15.	Экспериментальная физика ядерных реакций при низких энергиях
16.	Дозиметрия и физика защиты
17.	Теория конденсированного состояния
18.	Использование результатов и методов фундаментальных физических исследований в смежных областях науки и техники
19.	Биофизика

Гомозов Л.И. и др.

14-86-409

Влияние облучения тяжелыми ионами и нейтронами на поведение сплавов ванадия при послерадиационном отжиге

Методом измерения микротвердости исследованы механические свойства модельных сплавов ванадия, облученных нейтронами и тяжелыми ионами, в зависимости от температуры послерадиационного отжига. Показано, что облучение нейтронами приводит примерно к такому же изменению микротвердости, что и облучение ионами, но эффект радиационно-отжигового упрочнения на 15-20% меньше. Степень радиационного и радиационно-отжигового упрочнения сплавов ванадия, облученных при температурах меньше $0,3 T_{пл}$, определяется влиянием легирующих примесей замещения на степень старения, обусловленного примесями внедрения.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна 1986

Перевод О.С.Виноградовой

Gomozov L.I. et al.

14-86-409

Heavy Ion and Neutron Irradiation Effect on Alloy Behaviour

The mechanical properties of model vanadium alloys irradiated by neutrons and heavy ions are investigated as a function of the post-irradiation annealing temperature by using the microhardness technique. It is shown that neutron irradiation leads to nearly the same change in microhardness as ion dose, but in the former case the radiation-annealing hardening effect is weaker by about 15-20%. The radiation and radiation-annealing hardening degree of vanadium alloys irradiated at a temperature of less than $0.3 T_m$ are determined by the influence of alloying substitutional impurity on the aging degree due to interstitial impurity.

The investigation has been performed at the Laboratory of Nuclear Reactions, JINR.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna 1986