

ОБЪЕДИНЕННЫЙ  
ИНСТИТУТ  
ЯДЕРНЫХ  
ИССЛЕДОВАНИЙ  
ДУБНА

1253/2-81

9/III-81

18-80-646

Е.Д.Воробьев, С.Я.Лебедев, С.И.Руднев,  
Г.Н.Акапьев

ОБРАЗОВАНИЕ ВАКАНСИОННЫХ ПОР  
И ДИСЛОКАЦИОННЫХ ПЕТЕЛЬ  
В АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ ОХ16Н15М3Б  
ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ ЖЕЛЕЗА

Направлено в АЭ

1980

Как известно, бомбардировка металлов высокими интегральными потоками нейтронов в области повышенных температур приводит к возникновению и развитию в облученных образцах вакансионных пор и дислокационных петель междуузельного типа, в результате чего происходит изменение их физических и механических свойств /например, объемное распухание материалов/. В настоящее время для имитации воздействия нейтронного облучения все более широко применяют бомбардировку материалов ионами элементов, входящих в состав этих материалов<sup>/1-3/</sup>.

В настоящей работе исследовались температурные и дозовые зависимости распухания, а также поведения концентрации и среднего диаметра вакансионных пор и дислокационных петель в аустенитной стали ОХ16Н15М3Б. Исследуемые образцы, предварительно отожженные в течение 1 часа при температуре 1000°С в вакууме, облучались трехзарядными ионами железа с энергией 12÷18 МэВ на внутреннем пучке циклотрона У-300 Лаборатории ядерных реакций ОИЯИ при плотности тока ионов Fe<sup>+3</sup> 3 мкА. Облучение проводилось при температурах 400, 450, 500, 550, 600, 650 и 700°С, дозы облучения составляли 20, 40, 80, 120, 160 и 200 с/а.

Облучение образцов для исследования дозовой зависимости проводилось при температуре 600°С, а доза облучения при исследовании температурной зависимости составляла 80 с/а. Для расчета величины дозы облучения (k·t) в числах смещений на один атом металла /с/а/ использовалась модель, предложенная в работе<sup>/4/</sup> /доза облучения 120 с/а соответствует интегральному потоку частиц 10<sup>17</sup> ион/см<sup>2</sup>/. Скорость создания смещений (K) составляла, при указанных условиях облучения, 5·10<sup>-3</sup> с/а в области максимальных радиационных повреждений. Подробная методика проведения эксперимента, приготовление образцов для просмотра на электронном микроскопе, а также методика обработки результатов описаны в работе<sup>/1/</sup>.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Электронно-микроскопические исследования облученных образцов, проведенные на микроскопе ЭМВ-100 ЛМ, показали наличие вакансионных пор, дислокационных петель с дефектом и без дефекта упаковки, а также крупных и мелкодисперсных фазовых вы-



Рис.1. Микроструктура стали OX16H15M3B, облученной ионами железа /  $T_{\text{обл.}} = 600^{\circ}\text{C}$ ,  $k \cdot t = 80 \text{ с/а}$ ,  $\times 50\ 000$ .

делений, средние размеры и концентрации которых менялись в зависимости от условий облучения /рис.1/.

Рассчитанные на основе электронно-микроскопических фотографий дозовые зависимости средних диаметров и концентраций пор и дислокационных петель, а также величины объемных распуханий приведены на рис.2 и 3. Как видно, с ростом дозы облучения от 20 до 80 с/а средний диаметр петель  $\langle d_p \rangle$  увеличивается по степенному закону  $\langle d_p \rangle \sim (k \cdot t)^{0,1}$ , а плотность петель  $N_p$  монотонно уменьшается от  $10^{14} \text{ см}^{-3}$  при дозе 20 с/а до  $4 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-3}$  при дозе 80 с/а. Начиная с 80 с/а дислокационных петель не было обнаружено, а существует лишь сетка дислока-

ции, которая наблюдалась при дозе облучения от 20 с/а вплоть до максимальной дозы 200 с/а. Все наблюдаемые петли являлись совершенными /без дефекта упаковки/.

Вакансионные поры были обнаружены при всех дозах облучения. На многих микрофотографиях можно видеть, что поры связаны с фазовыми выделениями и с дислокациями. С ростом дозы облучения размер фазовых выделений увеличивается и происходит их частичное упорядочение. При больших дозах /160 и 600 с/а/ наблюдается коагуляция пор за счет их слияния. Из рис.2 можно видеть, что дозовая зависимость среднего диаметра пор  $\langle d_v \rangle$  имеет степенной характер  $\langle d_v \rangle \sim (k \cdot t)^{\alpha}$ , причем показатель степени  $\alpha$  равен 0,15 в интервале доз 20-80 с/а и  $\alpha = 0,7$  в интервале 100-200 с/а. Поведение концентрации пор в зависимости от дозы облучения меняется следующим образом: в интервале доз 20-80 с/а концентрация полостей  $N_v$  растет по степенному закону  $N_v \sim (k \cdot t)^{1,8}$ , затем ее рост замедляется и начиная с дозы 120 с/а концентрация пор уменьшается по закону  $N_v \sim (k \cdot t)^{-1,5}$ . Величина распухания  $\Delta V/V$  увеличивается с дозой облучения по степенному

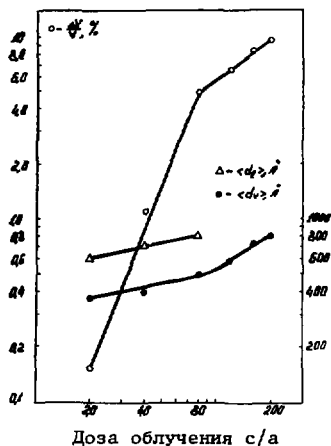


Рис.2. Средние диаметры пор ( $\langle d_p \rangle$ ), дислокационных петель ( $\langle d_p^3 \rangle$ ) и объемные распухания ( $\Delta V/V$ ) в стали 0X15H15M36 в зависимости от дозы облучения при температуре 600°C.

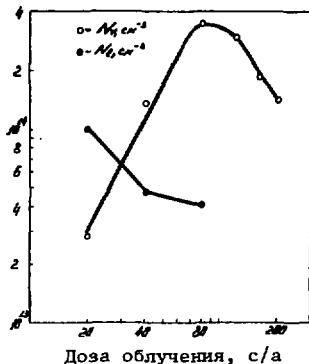


Рис.3. Дозовые зависимости концентраций пор  $N_V$  и дислокационных петель  $N_L$  в стали 0X16H15M36 при температуре 600°C.

закону  $\Delta V/V \sim (k \cdot t)^\beta$ . В интервале доз 20-800 с/а показатель степени  $\beta = 2,3$ , а начиная с дозы 80 с/а рост распухания происходит более медленно ( $\Delta V/V \sim (k \cdot t)^{0,7}$ ), и при 200 с/а распухание достигает  $\approx 9,5\%$ .

На рис.4 и 5 представлены температурные зависимости средних диаметров и концентраций пор и дислокационных петель, а также распухания, полученные при электронно-микроскопическом анализе образцов. При температурах 400 и 450°C наблюдались преимущественно дислокационные петли Франка, с ростом температуры облучения свыше 450°C на электронно-микроскопических снимках можно видеть лишь совершенные призматические петли, которые наблюдались вплоть до температуры 600°C. При температурах свыше 600°C дислокационных петель не наблюдалось. Средний диаметр дислокационных петель  $\langle d_p \rangle$  с ростом температуры облучения увеличивался, а концентрация петель  $N_L$  падала. Во всем интервале температур облучения 400-700°C наблюдались фазовые выделения, их концентрация с ростом температуры уменьшалась,

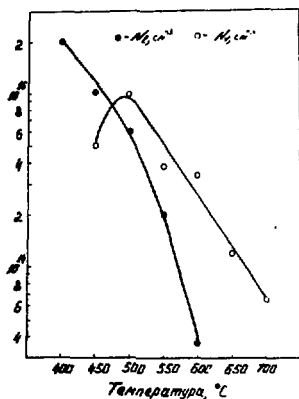


Рис. 4. Температурные зависимости концентраций пор  $N_v$  и дислокационных петель  $N_l$  в стали OX16H15M3B при дозе 80 с/а.

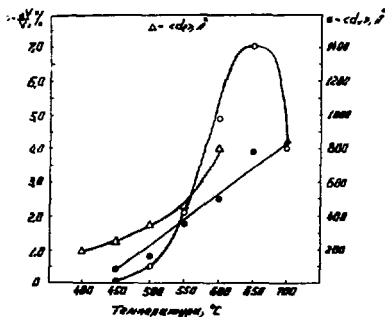


Рис. 5. Распухание  $\Delta V/V$  среднего диаметра пор  $\langle d_v \rangle$  и дислокационных петель  $\langle d_l \rangle$  в стали OX16H15M3B в зависимости от температуры облучения при дозе 80 с/а.

а размер увеличивался. При температурах 600–700°C можно видеть связь пор с фазовыми выделениями. При низких температурах облучения, 400 и 450°C, наблюдались цепочки мелкодисперсных выделений /200–300 Å/ и рядом с ними – цепочки дислокационных петель Франка.

Вакансионные поры образуются в интервале температур 450–700°C. Их средний диаметр  $\langle d_v \rangle$  монотонно увеличивается с ростом температуры по линейному закону  $\langle d_v \rangle = \beta T - d_0$ , где  $d_0 = 1300 \text{ Å}$ , а концентрация полостей вначале растет до величины  $10^{15} \text{ см}^{-3}$  при 500°C, а затем уменьшается по закону  $N_v = \exp(-T/\Delta T)$ , где  $\Delta T = 90^\circ \text{C}$ . Зависимость объемного распухания  $\Delta V/V$  от температуры облучения имеет явно выраженный максимум при температуре 650°C, а в максимуме распухание достигает величины 7%.

#### ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Остановимся более подробно на поведении температурных и дозовых зависимостей среднего диаметра и концентрации дислокационных петель. Согласно существующим представлениям облуче-

ние частицами, способными создавать смещения, приводит к возникновению в материале плотно упакованных дисков межузельных атомов /дислокационных петель Франка с вектором Бюргера  $\frac{a}{3}[111]$ , причем внутри таких петель имеется дефект упаковки. Если энергия петли Франка вместе со связанным с ней дефектом упаковки превышает энергию совершенной петли, то в результате дислокационной реакции  $\frac{a}{6}[11\bar{2}] + \frac{a}{3}[111] \rightarrow \frac{a}{2}[110]$  происходит уничтожение дефекта и образуется полная петля, причем нижний предел энергии дефекта упаковки  $\gamma$ , при котором этот дефект исчезает, зависит от размера петли следующим образом:  $\gamma \sim \ln R/R$ , где  $R$  - радиус петли<sup>5/</sup>. Таким образом, наблюдаемое с ростом температуры облучения увеличение среднего диаметра петель вызывает уменьшение  $\gamma$  и дефект упаковки существует лишь в петлях со средним диаметром, меньшим 250 Å, когда значения  $\gamma$  достаточно велики, а все более крупные петли, которые наблюдались при температурах облучения  $>450^\circ\text{C}$ , являются совершенными. Отсутствие дислокационных петель при температурах облучения  $650^\circ\text{C}$  и  $700^\circ\text{C}$  объясняется тем, что размеры петель достигают величины 1200-1500 Å /т.е. становятся соизмеримыми с толщиной просматриваемых утоненных фольг/ и после утонения образцов края петель оказываются за пределами фольги, а также оканчиваются на поверхности пор. Падение концентрации дислокационных петель, наблюдаемое с ростом температуры облучения, вызвано также уменьшением пересыщения матрицы металла межузельными атомами, которое происходит с ростом температуры.

Процесс роста и взаимодействия совершенных призматических петель, который происходит с ростом дозы облучения, приводит к образованию ими дислокационной сетки, что в конечном счете вызывает уменьшение концентрации дислокационных петель. Суммарная же концентрация дислокаций  $N_d$  /дислокаций петель и линейных дислокаций/ незначительно меняется во всем интервале доз облучения и составляет  $\sim 8-9 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$ , а исходная плотность дислокаций в исследуемой отожженной стали 0X16N15M35 составляла  $\sim 6 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ . Таким образом, суммарная плотность дислокаций в процессе облучения возросла в 13-15 раз. Во всем диапазоне доз и температур совместного существования пор и дислокационных петель число вакансий в порах  $\nu_v$  превышало количество межузельных атомов в петлях  $\nu_l$ , что находится в согласии с теоретическими моделями процесса зарождения и роста пор и дислокационных петель межузельного типа в облученных металлах и сплавах. Соотношение  $\nu_v/\nu_l$  составляло 2 при  $450^\circ\text{C}$ , с ростом температуры и дозы это соотношение увеличивалось и достигало 60 при  $600^\circ\text{C}$ .

Поведение температурных и дозовых зависимостей среднего диаметра пор, их концентрации и распухания соответствует существующим в настоящее время представлениям образования и раз-

вития вакансионной пористости. Согласно этим представлениям рост вакансионных пор происходит в результате того, что дислокации обладают большей способностью захватывать диффундирующие межузельные атомы, чем вакансии, и в материале накапливается избыток вакансий, который является движущей силой при зарождении пор. Центрами зарождения пор могут служить как мелкие скопления вакансий /гомогенное зарождение/, так и примесные атомы или частицы фазовых выделений /гетерогенное зарождение/. Быстрый рост концентрации пор, наблюдаемый при дозах 20-80 с/а, вызван тем, что в начале облучения пересыщение матрицы вакансиями максимально и определяется лишь захватом точечных дефектов различными стоками, существующими в материале до облучения, или их рекомбинацией. Кроме того, наблюдаемая связь пор с выделениями указывает на существование дополнительного потока вакансий к поверхности раздела матрица-выделение. Однако по мере роста внутренних стоков /пор и дислокационных петель/ пересыщение матрицы вакансиями уменьшается и концентрация пор растет медленнее. Дальнейшее уменьшение концентрации пор связано с тем, что при высоких дозах облучения продолжают расти только ранее образовавшиеся поры, а новые не зарождаются из-за падения пересыщения матрицы вакансиями. Свой вклад в уменьшение концентрации пор вносит и коагуляция пор за счет их слияния. Уменьшение концентрации полостей с ростом дозы подчиняется зависимости  $N_v \sim \exp^{-\alpha \frac{\Delta v}{V} t}$ , где  $\alpha = 23$ . Согласно работе [6] значения  $\alpha$  находятся в пределах  $1 < \alpha < 8$ . Значение  $\alpha = 23$  указывает на то, что зарождение полостей происходит не гомогенно и нельзя исключать возможность протекания нескольких процессов зарождения пор.

Коагуляцией пор объясняется, по-видимому, и возрастание показателя степени дозовой зависимости среднего диаметра пор  $a$  от 0,15 до 0,7. Таким образом, сильный рост величины набухания в интервале 20-80 с/а вызван как ростом среднего диаметра пор, так и концентрации, а замедление скорости набухания, которое наблюдается при дозах  $> 80$  с/а объясняется падением концентрации пор. Если считать, что уменьшение концентрации полостей и рост их среднего диаметра в дальнейшем будут происходить подобным образом, то при дозе 700 с/а /что соответствует потоку нейтронов  $\sim 10^{24}$  н/см<sup>2</sup>/ набухание составит  $\approx 25\%$ .

Падение концентрации пор с ростом температуры можно представить в виде  $N_v \sim \exp^{-\Delta G/k \cdot T}$ , где  $\Delta G = 1$  эв. Это падение вызвано уменьшением степени пересыщения матрицы вакансиями, происходящим с ростом температуры. Меньшее значение концентрации пор при 450°С, чем при 500°С, объясняется, по-видимому, существованием при 450°С большего количества довольно мелких пор,

которые не видны при просмотре на электронном микроскопе и, естественно, не учитывались при определении величины концентрации пор.

В заключение можно сказать, что при вышеуказанных условиях облучения температурный интервал существования вакансионных пор в стали 0X16H15M3B составляет  $450-700^{\circ}\text{C}$  / $0,43-0,58 T_{\text{пл.}}^{\circ}\text{K}$  /, а дислокационных петель -  $400-600^{\circ}\text{C}$ . Дозовый интервал существования пор и петель составляет соответственно 20-200 с/а и 20-80 с/а. Рост распухания  $\Delta V/V$  с увеличением дозы облучения происходит по степенному закону, причем показатель степени уменьшается от 2,3 до 0,7, но никакого насыщения распухания не происходит. Температурная зависимость объемного распухания имеет явно выраженный максимум при температуре  $650^{\circ}\text{C}$ . Образование фазовых выделений указывает на то, что облучение в той или иной мере оказывает влияние и на образование центров новой фазы и на рост новой фазы из этих центров.

Авторы выражают глубокую благодарность академику Г.Н.Флерову за постоянный интерес к работе, за ценные критические замечания и полезные советы.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Флеров Г.Н. и др. АЭ, 1976, т.40, вып.3, с.211.
2. Лебедев С.Я., Панин С.Д., Руднев С.И. АЭ, 1975, т.39, вып.5, с.362.
3. Norris D.J. Radiation Effects, 1972, v.14, No.1, p.1.
4. Torrens J.M., Robinson M.T. In: Radiation-Induced Voids in Metals, ed. J.W. Corbett and L.C. Janniello. USA, EC Symposium Series, 1972, v.26, p.739.
5. Халл Д. Введение в дислокации. Атомиздат, М., 1968.
6. Bondarenko A.J., Konobeev Yu.V. Radiation Effects, 1976, v.29, No.1, p.47.

Рукопись поступила в издательский отдел  
26 ноября 1980 года.