

СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В СТАЛИ X18H10T, ИНДУЦИРОВАННЫЕ ИМПЛАНТАЦИЕЙ ДЕЙТЕРИЯ. ЧАСТЬ 1. ОБЛУЧЕНИЕ ПРИ 295 К

*В. Г. Кулиш, А. Н. Морозов, В. И. Журба, А. В. Мац,
И. М. Неклюдов, В. А. Прогилаева*

Национальный научный центр «Харьковский физико-технический институт»,
Украина

Изучены спектры термодесорбции дейтерия из образцов аустенитной коррозионно-стойкой стали X18H10T, предварительно имплантированных ионами дейтерия в интервале доз 1×10^{15} – $2,5 \times 10^{18}$ D/cm² при температуре 295 К. На основании этих спектров построены зависимости изменения количества десорбируемого дейтерия и коэффициента удержания дейтерия от дозы облучения. Дискретный характер изменения скорости захвата дейтерия с ростом имплантационной дозы свидетельствует о качественном изменении в структуре материала и вызван структурными перестройками в профиле залегания дейтерия, вызванными радиационным влиянием облучения и возрастающей концентрацией внедренного дейтерия. В процессе имплантации ионов дейтерия в стали сформировалась структура, устойчивая по отношению к воздействию имплантации ионов дейтерия (*радиационно стойкая структура*), вследствие чего практически весь вновь имплантируемый дейтерий десорбируется из стали.

Введение

Изучение закономерностей взаимодействия водорода с металлами и сплавами в широком диапазоне температур и давлений, по-прежнему, является актуальной задачей физического материаловедения как с научной, так и прикладной точек зрения [1–9]. Накопление водорода в конструкционных и функциональных материалах является чрезвычайно опасным явлением, которое ведет к водородной деградации материалов и возможным непредвиденным разрушениям оборудования [10–14]. Дегградация материалов усиливается вследствие взаимодействия водорода со всем спектром дефектов кристаллической структуры твердого тела: примесями внедрения и замещения, вакансиями и их комплексами, дислокациями и их скоплениями, границами субзерен и зерен, фазовыми составляющими и т. д. [11, 15, 16].

Температурные, механические, радиационные и имплантационные влияния вызывают в металлах, сплавах и сталях дополнительные перманентные структурные изменения: индуцированные фазовые превращения, увеличение плотности дислокаций и вакансий, образование пор. Все это усиливает накопление водорода и ведет к потере пластичности, а в дальнейшем к разрушению [11, 12, 17–22].

Аустенитная коррозионно-стойкая сталь рассматривается как перспективный материал для первой стенки термоядерного реактора, используется для изготовления внутрикорпусных устройств ядерных реакторов деления. Широкое использование аустенитных коррозионно-стойких сталей как конструкционных материалов элементов реакторов деления и синтеза требует детальных знаний об их поведении в условиях радиационного влияния, накопления газовых примесей и, прежде всего, изотопов водорода [12–14, 23, 24].

Систематическим исследованиям поведения изотопов водорода в сталях уделено недостаточное внимание, что свидетельствует о необходимости и важности таких исследований.

Одним из наиболее информативных методов исследования поведения водорода в материалах является метод термодесорбционной спектрометрии (ТДС). Наряду с определением температурных диапазонов захвата и выделения внедренного водорода, определения термоактивационных параметров, установления количественных характеристик эмиссии-реэмиссии водорода, метод ТДС показал хорошую корреляцию спектров термоактивированного выделения водорода с фазовыми диаграммами состояния систем металл-водород, что и было успешно реализовано в изучении кинетики образования и распада гидридных фаз в системах Pd-D [25], Ti-D [26], Zr-D [27].

В данной работе представлены результаты систематических исследований характера насыщения образцов коррозионно-стойкой стали X18H10T при комнатной температуре в зависимости от имплантационной дозы дейтерия. В последующих статьях будут представлены результаты исследования структурных изменений в стали X18H10T, имплантированной ионами дейтерия при температурах ~ 100 К (II), в диапазоне температур 380–900 К (III).

Экспериментальная процедура

Методом термодесорбционной масс-спектрометрии исследовалась кинетика развития спектра десорбции дейтерия из образцов аустенитной коррозионно-стойкой стали X18H10T в зависимости от дозы имплантированного дейтерия. С целью уменьшения влияния фонового водорода, имеющегося в образцах и в камере мишеней, в экспериментах использовался изотоп водорода – дейтерий. Облучение образцов и получение спектров термодесорбции были выполнены на экспериментальной установке «СКИФ», детально описанной в работе [28].

Предварительная имплантация образцов производилась ионами дейтерия с энергией 12 кэВ в интервале доз 1×10^{15} – $2,5 \times 10^{18}$ D/cm² при температуре $T_{\text{обл.}} \sim 295$ К.

Образцы аустенитной коррозионно-стойкой стали X18H10T размером $10 \times 5 \times 0,3$ мм³ крепились на нагревателях из этой же стали размером $40 \times 5 \times 0,3$ мм³. Площадь облучения $S \sim 0,3$ см².

Перед облучением образцы подвергались кратковременному отжигу (в течение 1 мин) при температуре ~ 1350 К с целью обезгаживания объектов и очистки их поверхности от загрязнений. После облучения в той же измерительной камере имплантированные до заранее заданной дозы образцы нагре-

вались со скоростью $\sim 3,5$ К/с до температуры ~ 1700 К с одновременной регистрацией спектра десорбции ионов D_2^+ (4 а.е.м.). Нагрев образцов включался непосредственно после выключения ионного пучка. Измерение температуры осуществлялось вольфрам-рениевой термопарой ВР5/20, прикрепленной к образцу. Суммарное количество дейтерия, выделившегося из образца, определяли по площади, лежащей под кривой газовой выделенности.

Исследование структуры проводилось в ПЭМ ЭМВ–100БР на просвет при ускоряющем напряжении 100 кВ. Образцы стали утонялись до толщины 50–60 мкм химической полировкой, затем производилась имплантация ионов дейтерия до заданной дозы. После этого из полученной фольги вырезались диски диаметром $\varnothing 3$ мм (диаметр определялся держателем образца для микроскопа) и производилось окончательное утонение в этом же растворе.

Зависимость количества десорбируемого дейтерия от дозы облучения

Исследования в диапазоне доз внедрения $1 \times 10^{15} - 2,5 \times 10^{18}$ D/cm² с энергией имплантированных ионов дейтерия 12 кэВ выявили нелинейный характер роста количества выделившегося дейтерия $Q(F)$ с ростом дозы облучения (F) (рис. 1).

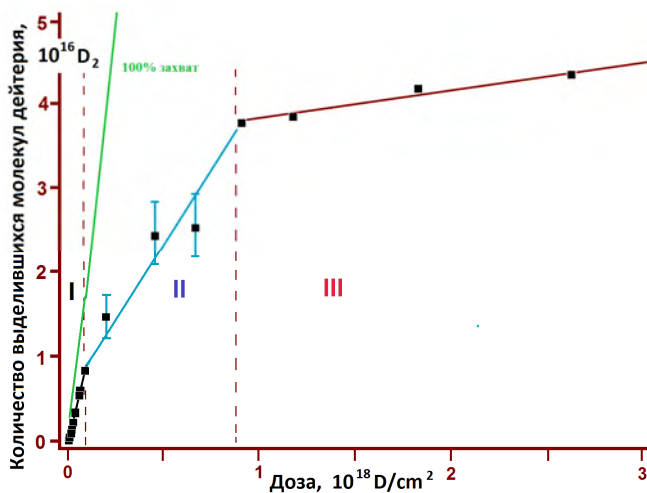


Рис. 1. Зависимость количества десорбируемого дейтерия от дозы облучения для стали X18H10T, имплантируемой при температуре 295 К

Из рисунка видно, что зависимость $Q(F)$ не выходит на плато, что свидетельствует о том, что в исследованном диапазоне имплантационных доз при комнатной температуре полное насыщение образца дейтерием не достигается.

На графике можно выделить три характерные области с различными зависимостями $Q(F)$, где:

I – линейная область низких имплантационных доз (до 1×10^{17} D/cm²);

II – область средних имплантационных доз ($1 \times 10^{17} - 8 \times 10^{17}$ D/cm²);

III – линейная область высоких имплантационных доз ($8 \times 10^{17} - 2,5 \times 10^{18}$ D/cm²).

Для дальнейшего конструктивного обсуждения следует отметить важную особенность полученных экспериментальных результатов. На участках I и III зависимость $Q(F)$ носит линейный характер с незначительным разбросом экспериментальных точек, что свидетельствует о достаточно высоком уровне термодесорбционных исследований. Это, в свою очередь, позволяет утверждать, что значительный разброс экспериментальных точек на участке II, обусловлен методическими погрешностями проведения эксперимента.

Различные углы наклона отрезков прямых на графике зависимости $Q(F)$ отражают дискретный характер изменения скорости захвата дейтерия с ростом имплантационной дозы. Неизменность характеристик облучения (температура мишени, энергия имплантируемых ионов и плотность тока) в процессе экспериментов подвигает к интересным умозаключениям по поводу дискретного изменения свойств самого имплантируемого вещества. Вполне логичным считать, что на участке I, отражающем неизменную скорость накопления дейтерия вплоть до дозы $1 \times 10^{17} \text{ D/cm}^2$, вещество находится в исходном состоянии, с точки зрения кинетики захвата дейтерия, о чем свидетельствует неизменный закон линейности роста количества внедренного дейтерия с ростом имплантационной дозы. Тогда, соответственно, линейный участок III может характеризовать подобное устойчивое состояние имплантируемого вещества с более низкой скоростью захвата дейтерия. Большой разброс экспериментальных точек на участке II, в данном контексте, может быть объяснен интенсивными структурными перестройками, происходящими в стали при радиационном воздействии в диапазоне имплантируемых доз $1 \times 10^{17} - 8 \times 10^{17} \text{ D/cm}^2$, что позволяет определить состояние имплантируемого вещества как переходное между устойчивыми состояниями I и III. Другими словами, в процессе имплантации в зависимости от состояния системы металл–дейтерий с ростом дозы внедренного дейтерия ступенчато меняется коэффициент захвата дейтерия.

Для каждой экспериментальной точки независимо были вычислены значения коэффициента удержания дейтерия и на основании этого построен график зависимости его значений от величины имплантационной дозы (рис. 2). Оценка количества удерживаемого дейтерия выполнена с учетом количества имплантированных атомов дейтерия и количества десорбированных молекул дейтерия.

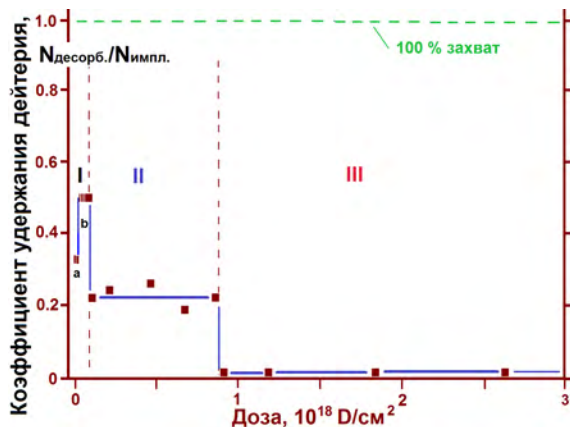


Рис. 2. Зависимость коэффициента удержания дейтерия от имплантационной дозы

На первом участке коэффициент захвата дейтерия является наибольшим. При этом для низких доз имплантированного дейтерия (участок Ia) он равен ~35 % и при превышении дозы $\sim 1 \times 10^{16}$ D/cm² увеличивается до величины ~50 % (участок Ib). Второй участок (II) характеризуется уменьшением коэффициента захвата дейтерия до величины ~23 %. На третьем участке (III) происходит резкое и значительное уменьшение захвата имплантируемого дейтерия (коэффициент захвата составляет ~2 %). Медленное накопление имплантируемого дейтерия на фоне высокого уровня реэмиссии на третьем участке прослеживается вплоть до предельной в наших экспериментах дозы $2,7 \times 10^{18}$ D/cm².

Несомненно, полученная многоступенчатая картина дискретности значений коэффициента захвата качественно отражает *ступенчатый характер* протекания процессов внедрения ионов дейтерия в образцы нержавеющей стали X18H10T с ростом имплантационной дозы. Наличие крайних линейных участков с незначительной и среднего участка с высокой степенью разброса значений коэффициентов внедрения, вычисленных для всех значений приводимых экспериментальных доз, позволяет выделить основные этапы кинетики внедрения дейтерия в зависимости от коэффициента внедрения и соответствующей имплантационной дозы (см. рис. 1):

I – линейная область очень низких (Ia – до 1×10^{16} D/cm²) и низких имплантационных доз (Ib – до 1×10^{17} D/cm²);

II – область средних имплантационных доз ($1 \times 10^{17} - 8 \times 10^{17}$ D/cm²);

III – линейная область высоких имплантационных доз ($8 \times 10^{17} - 2,7 \times 10^{18}$ D/cm²).

Линейные участки I и III характеризуют стабильно протекающий процесс внедрения дейтерия с постоянным коэффициентом удержания в соответствующем диапазоне доз. Участок I соответствует состоянию металла с низкой степенью облучения и, соответственно, низким уровнем радиационного воздействия, близким по-своему структурному состоянию к исходному. Так как условия облучения (род и энергия имплантируемых ионов, температура облучения и плотность тока) в процессе имплантации не изменяются, изменение значений коэффициента захвата при превышении дозы внедренного дейтерия 1×10^{17} D/cm² может свидетельствовать о возрастании реэмиссионных и отражающих характеристик самих исследуемых образцов стали. Это, в свою очередь, может быть вызвано изменением природы имплантируемого материала, точнее, структурными перестройками в профиле залегания дейтерия, вызванными радиационным влиянием облучения и возрастающей концентрацией внедренного дейтерия.

Отличие от участка I, участок III отражает процесс имплантации дейтерия в материал с высокой степенью облучения, т.е. с высокой степенью дефектности структуры. В свете вышеизложенного, следует вывод, что в результате радиационного воздействия металл переходит из одного радиационно-устойчивого структурного состояния с постоянным коэффициентом захвата в другое устойчивое структурное состояние, также характеризующееся постоянным коэффициентом захвата. Значительный разброс значений коэффициента захвата на участке II может свидетельствовать об интенсивных структурных перестройках, происходящих в стали в результате радиационного воздействия и, вызванного этим, вероятностного характера захвата имплантируемого дейтерия.

Несомненно, при установлении природы и кинетики захвата и удержания имплантируемого водорода в аустенитных сталях необходимо рассматривать комплексное влияние двух аспектов процесса имплантации: рост концентрации внедренных атомов водорода и усиленное дефектообразование в результате радиационного воздействия. Рост концентрации водорода может приводить к образованию упорядоченных водородосодержащих структур, в то время как образовавшиеся в процессе облучения радиационные точечные дефекты и их комплексы создают дополнительные ловушки захвата и удержания водорода. Синергетичность подобных многоуровневых воздействий может приводить к различным модифицированным состояниям исходного материала. Поэтому несомненный интерес представляет изучение эволюции спектра термодесорбции с ростом имплантационной дозы водорода, в нашем случае дейтерия, на предмет установления активационных характеристик термовыделения.

Эволюция спектра термодесорбции дейтерия с ростом имплантационной дозы

В свете вышеизложенной ступенчатой картины захвата и удержания дейтерия в стали X18H10T рассмотрим эволюцию структуры спектра термодесорбции дейтерия с ростом имплантационной дозы и выявим закономерности для каждого из трех участков стадийной картины внедрения и удержания дейтерия.

В процессе имплантации ионов дейтерия происходит, прежде всего, внедрение атомов (в нашем случае атомов дейтерия). Следует отметить, что процесс внедрения протекает на фоне сопутствующих процессов, к числу которых необходимо отнести отражение падающих ионов и реэмисионные выделения атомов в ходе насыщения мишени (рис. 3). В зависимости от энергии налетающих частиц происходит образование различного количества повреждений структуры матрицы и, прежде всего, дефектов Френкеля: межузельных атомов и вакансий. Из расчетов, выполненных по программе SRIM [29], получены данные, что каждый имплантируемый ион массой 2 энергии 12 кэВ стимулирует образование 27 – 28 вакансий. Согласно литературным данным, при комнатной температуре практически все образующиеся в процессе облучения пары Френкеля (вакансии и межузельные атомы) рекомбинируют [30].

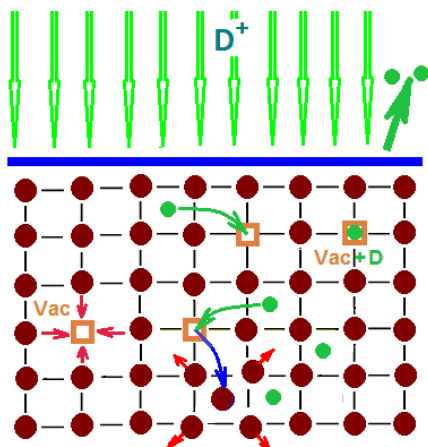


Рис. 3. Процессы, происходящие в результате имплантации ионов: ● – атомы матрицы; ● – атомы внедрения; □ – вакансия; $\dot{\gamma}$ – отраженные атомы; □● – комплекс вакансия-дейтерий

В наших экспериментах важной отличительной особенностью облучения образцов при комнатной температуре является одновременное воздействие радиационного и внедрение атомов дейтерия. Атомы дейтерия, обладая высокой диффузионной подвижностью оказывают существенное влияние на сдерживание от рекомбинации дефектов Френкеля путем образования комплексов вакансия-водород и, соответственно, межузельный атом металла-водород.

Низкие концентрации дейтерия – I участок

Детальное рассмотрение участка I интегральной кривой насыщения образцов стали X18H10T (см. рис. 1), отражающем скорость накопления дейтерия вплоть до дозы $\sim 1 \times 10^{17} \text{ D/cm}^2$, выявило излом графика в области имплантационной дозы $\sim 1,0 \times 10^{16} \text{ D/cm}^2$ (рис. 4).

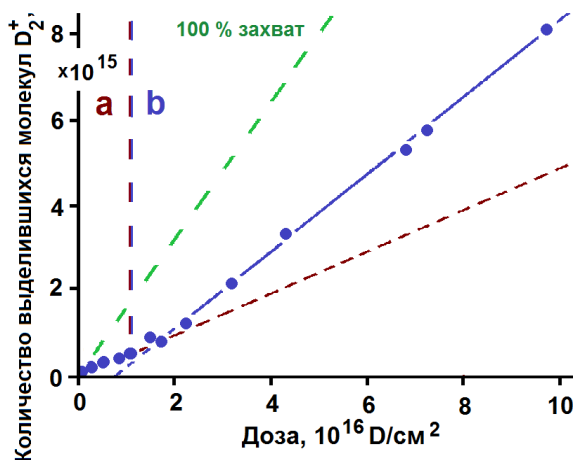


Рис. 4. Зависимость количества десорбируемого дейтерия $Q(F)$ от дозы облучения для низких доз имплантированного дейтерия с энергией 12 кэВ

Достаточное количество экспериментальных точек и порядок их положения на графике позволяют представить участок I в виде двух последовательных линейных участков **a** и **b**, которые характеризуются различным углом наклона относительно оси абсцисс (оси доз). Это, в свою очередь, свидетельствует об изменениях в кинетике захвата водорода в процессе облучения.

Анализ спектров термодесорбции в диапазоне доз участка I выявил характерные особенности вида спектров, в зависимости от дозовой принадлежности к участкам **a** или **b**. Спектры выделения дейтерия из образцов, облученных ионами дейтерия дозами ниже $1 \times 10^{16} \text{ D/cm}^2$ (соответствующих участку **a** рис. 4), представляют собой размытый по температурной шкале область десорбции дейтерия с невыявляемым максимумом в диапазоне температур 330–390 К (рис. 5).

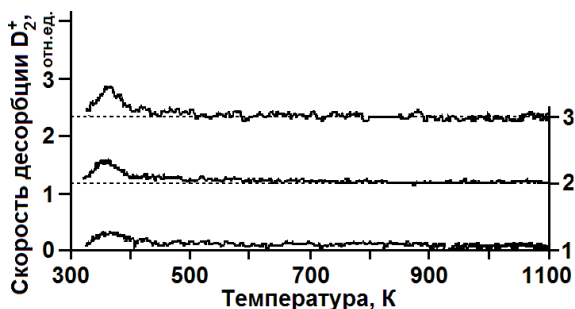


Рис. 5. Спектры термодесорбции дейтерия, имплантированного в сталь X18H10T, полученные для доз облучения:
 (1) -8×10^{14} D/cm²; (2) $-1,6 \times 10^{15}$ D/cm²; (3) $-2,5 \times 10^{15}$ D/cm²

Увеличение дозы имплантированного дейтерия свыше величины $\sim 1 \times 10^{16}$ D/cm² (соответствующих участку **b** рис. 4) приводит к существенному увеличению коэффициента удержания дейтерия (рис. 1 и 4) от ~ 35 % до ~ 50 % и, соответственно, уменьшению реэмиссии, проявлению четкого выраженной области десорбции дейтерия с центром тяжести при температуре ~ 380 K (рис. 6). Этот результат свидетельствует о качественном изменении в структуре материала и может быть вызван структурными перестройками в профиле залегания дейтерия, вызванными радиационным влиянием облучения и возрастающей концентрацией внедренного дейтерия. Вполне логичным выглядит предположение, что образующиеся в процессе облучения комплексы дейтерий-вакансия при низких дозах облучения и, соответственно, низкой концентрации комплексов, распределены в имплантационном слое случайным образом – беспорядочно (участок 1а).

С увеличением дозы облучения $\geq 1 \times 10^{16}$ D/cm² происходит рост концентрации комплексов дейтерий-вакансия и, сопровождаемое этим, их упорядочение. Происходит образование **упорядоченной водородосодержащей структуры** – упорядоченное расположение дейтерий-вакансионных комплексов в решетке металла. С ростом концентрации дейтерия в стали происходит формирование этого состояния во всем имплантационном слое. Свидетельством завершения образования этого состояния является излом на кривой зависимости количества десорбируемого дейтерия от дозы облучения для стали (см. рис. 1) и завершение роста интенсивности пика с температурой максимума ~ 380 K в спектре термодесорбции дейтерия. Отметим, что произошло появление и рост интенсивности дополнительной слабо разрешенной высокотемпературной области десорбции дейтерия с центром тяжести при температуре ~ 420 K, наблюдаемой в спектре термодесорбции дейтерия как расширение высокотемпературной области спектра (см. рис. 6, кривая 3).

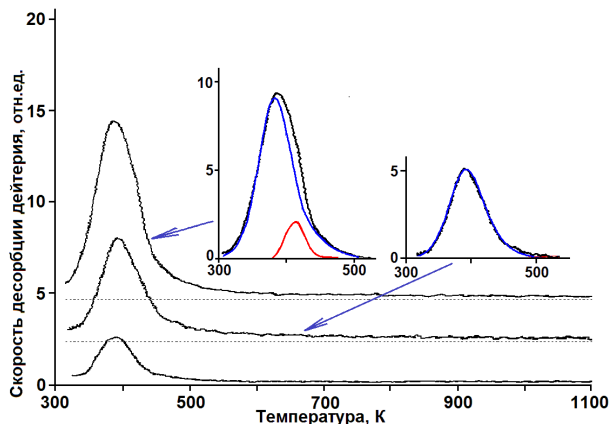


Рис. 6. Спектры термодесорбции дейтерия, имплантированного в сталь X18Ni10T, полученные для доз облучения: (1) – 1×10^{16} D/cm²; (2) – 2.4×10^{16} D/cm²; (3) – 5×10^{16} D/cm²

Упорядочение дейтерий-вакансионных комплексов в решетке металла, как показали оценки, начинается при достижении их интегральной концентрации в имплантационном слое ~ 1 ат.%, а завершение при достижении концентрации комплексов ≈ 3 ат.%. Упорядоченное состояние комплексов в решетке металла образуется в виде отдельных выделений с концентраций ≈ 3 ат.% и по мере роста дозы имплантированного дейтерия количество и размеры этих выделений увеличиваются до достижения концентрации ≈ 3 ат.% во всем имплантационном слое. Таким образом, на начальной стадии имплантации ионов дейтерия (I участок) происходит образование дейтерий-вакансионных комплексов и их упорядочение.

Область средних имплантационных доз – II участок

Второй участок характеризуется уменьшением коэффициента захвата дейтерия (см. рис. 2) и наибольшим приростом количества выделенного дейтерия (рис. 7). В спектре термодесорбции дейтерия выявлены две области десорбции дейтерия с центрами тяжести при температурах ~ 380 K и 430 – 450 K (рис. 8). Количество удерживаемого дейтерия возрастает по мере увеличения имплантационной дозы за счет увеличения интенсивности высокотемпературной области спектра. При этом низкотемпературная часть спектра (пик с температурой максимума ~ 380 K) практически остается неизменной. Этот процесс продолжается вплоть до дозы $\sim 8 \times 10^{17}$ D/cm². При этом, как видно из рис.1, наблюдается наибольший разброс экспериментальных точек, который обусловлен структурными перестройками в имплантационном слое и, связанным с этим, вероятностным характером захвата дейтерия в диапазоне имплантируемых доз 1×10^{17} – 8×10^{17} D/cm² и позволяет определить состояние имплантируемого вещества II участка как переходное между устойчивыми состояниями I и III.

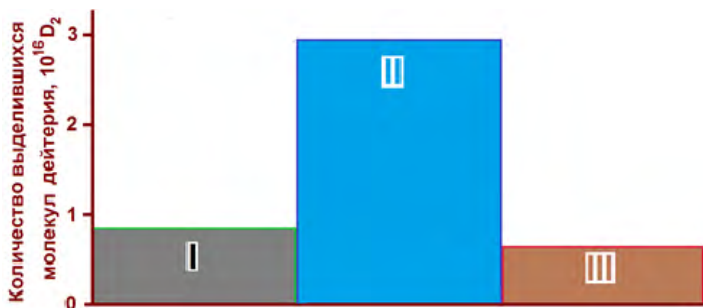


Рис. 7. Количество выделившихся молекул дейтерия в каждой из трех областей удержания дейтерия

Полученные данные свидетельствуют, что имплантируемые атомы дейтерия после завершения образования фазового состояния – упорядоченного расположения дейтерий–вакансионных комплексов в решетке металла – стимулируют дальнейшие радиационно-индуцированные структурные преобразования в стали.

Природа этих преобразований будет обсуждаться ниже.

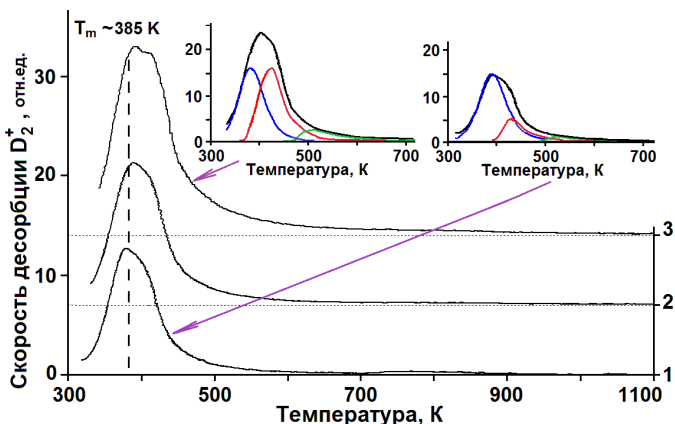


Рис. 8. Спектры термодесорбции дейтерия, имплантированного в сталь X18Ni10T, полученные для доз облучения: (1) – $1 \times 10^{17} D/cm^2$; (2) – $2.5 \times 10^{17} D/cm^2$; (3) – $5 \times 10^{17} D/cm^2$

Область высоких имплантационных доз – III участок

При дозах выше $\sim 8 \times 10^{17} D/cm^2$ наблюдается смена механизма удержания имплантированного дейтерия, проявляющаяся в резком уменьшении коэффициента удержания дейтерия ($\sim 2\%$) и соответствующего этому процессу излому на кривой зависимости коэффициента удержания дейтерия от дозы облучения (см. рис. 1 и 2). Полученные данные свидетельствуют, что в результате длительной имплантации ионами дейтерия в образцах стали произошли структурные превращения, в результате которых практически весь вновь имплантируемый дейтерий десорбируется из стали. Эти данные позволяют сделать вывод, что в результате имплантации ионов дейтерия в стали сформиро-

валась структура, устойчивая по отношению к воздействию имплантации ионов дейтерия (**радиационно стойкая структура**).

Характерной особенностью, наблюдаемой в спектрах термодесорбции дейтерия, соответствующих III участку имплантационных доз, является наличие трех температурных областей десорбции дейтерия. Основной вклад в рост интенсивности удерживаемого дейтерия обеспечивается протяженной по температурной шкале высокотемпературной частью спектра в интервале температур 450–1000 К и центром тяжести при температуре ~ 500 К (рис. 9). При этом количество десорбированного дейтерия в областях десорбции дейтерия с центрами тяжести при температурах ~ 380 К и 430–450 К практически не изменяется.

Выполненное для доз $\sim 1 \times 10^{17}$ D/cm² и $\sim 2,7 \times 10^{18}$ D/cm² разложение на составляющие спектра десорбции дейтерия также представлено на рис. 8 из которых видно, что основной вклад в увеличение интенсивности удержания дейтерия в этом диапазоне доз вносит протяженная по температурной шкале высокотемпературная часть спектра в интервале температур 450–1000 К. Отметим, что появление и рост интенсивности высокотемпературного участка спектра регистрируется при дозах выше 1×10^{17} D/cm² и происходит со скоростью ~ 2 % от имплантированной дозы.

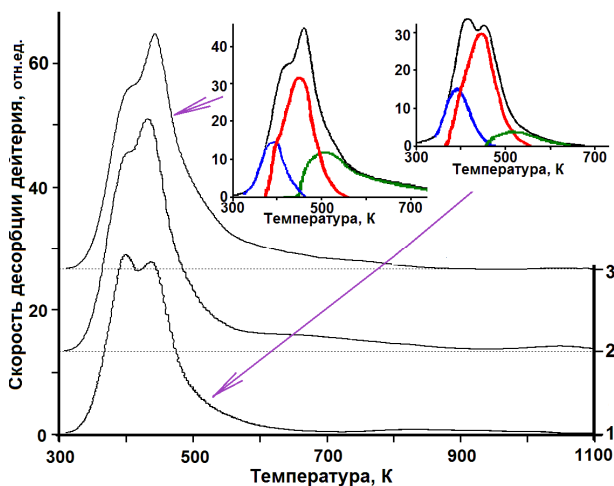


Рис. 9. Спектры термодесорбции дейтерия, имплантированного в сталь при $T_{\text{обл.}} \sim 295$ К, полученные для доз: (1) – $1,2 \times 10^{18}$ D/cm²; (2) – $1,4 \times 10^{18}$ D/cm²; (3) – $2,7 \times 10^{18}$ D/cm²

Наблюдаемый медленный рост количества удерживаемого дейтерия в стали (см. рис. 1) вызван, по-видимому, диффузией дейтерия за пределы имплантационного объема и образованием переходного (приграничного) слоя между имплантируемым и исходным участками образца. В спектре термодесорбции дейтерия это состояние отражается в виде протяженной области десорбции дейтерия в интервале температур 450–1000 К с центром тяжести при температуре ~ 500 К (см. рис. 9).

Изменение микроструктуры

Микроструктурные исследования, приведенные на рис. 10 показали, что исходные образцы имеют характерный для аустенитной коррозионно-стойкой стали вид с крупными кристаллитами, чистыми зернами и разбросанными по образцу случайно распределенными включениями (рис. 10,а).

Имплантация ионов дейтерия дозой $\sim 4 \times 10^{17} \text{ D/cm}^2$ (рис. 10,б) стимулирует образование большого числа дислокационных петель, собственных межузельных атомов (участок II).

Высокая концентрация образований радиационного происхождения характерна для стали, имплантированной ионами дейтерия дозой $\sim 1,33 \times 10^{18} \text{ D/cm}^2$ представлена на рис. 10,с. Микрофотография представляет вид материала, состояние которого образовалось в результате облучения ионами дейтерия большой дозой и соответствует участку III.

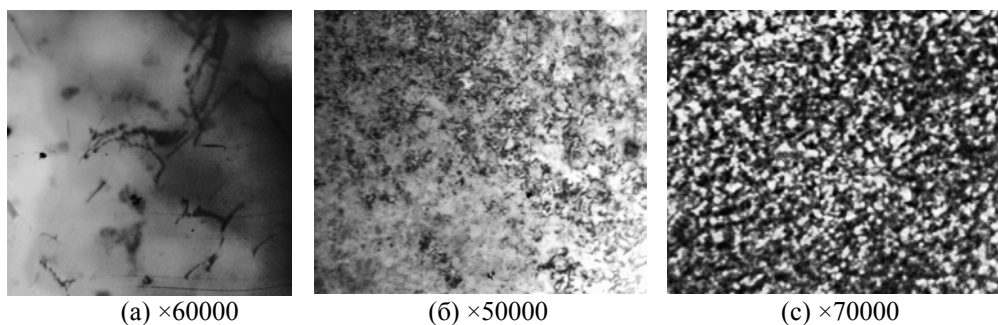


Рис. 10. Микроструктура образцов стали X18H10T: исходная (а) и облученная ионами дейтерия дозами (б) $4 \times 10^{17} \text{ D/cm}^2$ и (с) $1,33 \times 10^{18} \text{ D/cm}^2$

Заключительные комментарии и выводы

Важным свойством исследуемой коррозионно-стойкой стали X18H10T по отношению к водороду является то, что она не образует гидриды. В связи с этим, при внедрении водорода методом ионной имплантации основным фактором, который может влиять на структурные изменения в стали, являются радиационные повреждения, сопровождающие процесс имплантации. В то же время, на поведение образующихся при ионной имплантации радиационных повреждений могут оказывать существенное влияние внедренные атомы водорода, например, путем сдерживания от рекомбинации дефектов Френкеля и образования комплексов вакансия-водород и, соответственно, межузельный атом металла-водород.

Отметим, что вклад радиационной составляющей, сопутствующей процессу имплантации дейтерия, был незначительным для металлов, образующих гидриды, например титана [26], палладия [25].

При низких дозах имплантированного дейтерия образуются устойчивые структурные образования дейтерий-вакансия, которые распределены в имплантационном слое случайным образом – беспорядочно. По мере увеличения

дозы происходит увеличение концентрации этих комплексов и их упорядочение. При достижении их концентрации ~ 3 ат.% происходит завершение формирования этого состояния во всем имплантационном слое, о чем свидетельствуют завершение роста интенсивности соответствующего пика в спектре термодесорбции дейтерия и излом на кривой зависимости количества внедренного дейтерия от дозы облучения.

Дальнейшее увеличение дозы имплантированного дейтерия сопровождается появлением и ростом интенсивности высокотемпературного участка в спектре термодесорбции дейтерия с центром тяжести в диапазоне температур 430–450 К. Вполне логично предположить, что этот участок спектра отражает процесс образования кластеров точечных дефектов. При этом наличие имплантируемых атомов дейтерия стимулирует их образование. Потоки свободно-мигрирующих дефектов распределяются между фиксированными стоками и создаваемыми в процессе облучения радиационно-индуцированными стоками, такими как кластеры вакансий и дислокационные петли. При этом, как видно из рис. 1, в диапазоне имплантируемых доз 1×10^{17} – 8×10^{17} D/cm² наблюдается наибольший разброс экспериментальных точек, который, по-видимому, обусловлен интенсивными структурными перестройками, происходящими в стали при радиационном воздействии. Отметим, что в аустенитных сталях из-за низкой энергии упаковки кластеры могут образовать долгоживущие пакеты дефектов в форме тетраэдров [32]. Присутствие каскадных кластеров эффективно понижает концентрацию точечных дефектов и, как следствие, понижает практически полностью накопление вновь имплантированного дейтерия.

При дозах выше 8×10^{17} D/cm² наблюдается смена механизма удержания имплантированного дейтерия, проявляющаяся в резком уменьшении коэффициента удержания дейтерия (~ 2 %) и соответствующего этому процессу излому на кривой зависимости коэффициента удержания дейтерия от дозы облучения (см. рис. 1 и 2). Полученные данные свидетельствуют, что в результате длительной имплантации ионами дейтерия в образцах стали образовались центры, наличие которых привело к почти полному уменьшению накопления вновь имплантируемого дейтерия. Фактически в образцах стали сформировалась структура, устойчивая по отношению к воздействию имплантации ионов дейтерия (*радиационно стойкая структура*).

Отметим, что в процессе внедрения ионов дейтерия в сталь при температуре 295 К происходит реэмиссия дейтерия и поэтому важное значение в проводимых экспериментах имеют как температура образца, так и интервал времени, который выдержан перед проведением термодесорбции.

Список литературы

1. Hydrogen in Metals I / Ed. by G. Alefeld, J. Völkl. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York. 1978.
2. Hydrogen in Metals II / Ed. by G. Alefeld, J. Völkl. Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York. 1978.

3. Hydrogen in Metals III. Properties and Applications / Ed. by H. Wipf. Springer-Berlin, Heidelberg, New York. 1997.
4. Гельд П. В., Рябов Р. А., Кодес Е. С. Водород и несовершенства структуры металла. М.: Metallurgy, 1979.
5. Агеев В. Н., Бекман И. Н., Гольцов В. А. и др. Взаимодействие водорода с металлами. М.: Наука, 1987.
6. Hydrogen in Metal Systems. II / Ed. by F. A. Lewis, A. Aladjem. Trans Tech Publications. 2000.
7. Varin R. A., Czujko T., Wronski Z. S. Nanomaterials for Solid State Hydrogen Storage. Springer. 2009.
8. Hydrogen as a Future Energy Carrier / Ed. by A. Zuttel, A. Borgschulte, L. Schlapbach. WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2008.
9. Broom D. P. Hydrogen Storage Materials. The Characterisation of Their Storage. Properties. Springer-Verlag London Limited. 2011.
10. Колачев Б. А. Водородная хрупкость металлов. М.: Metallurgy, 1985.
11. Progress in Hydrogen Treatment of Materials / Ed. by V. A. Goltsov, Donetsk, 2001.
12. Borchers C., Michler T., Pundt A. Effect of Hydrogen on the Mechanical Properties of Stainless Steels // Advanced Engineering Materials. 2008. 10. N 1–2. P. 11–23.
13. Touge M., Miki T., Ikeya M. Effects of X-Ray Irradiation on Hydrogen-Induced Phase Transformations in Stainless Steel // Metallurgical Transactions A. 1983. 14A. P. 151–152.
14. Неклюдов И. М., Ожигов Л. С., Шиляев Б. А. и др. Водород в нержавеющих сталях элементов внутрикорпусных конструкций реактора ВВЭР-1000 // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиац. повр. и радиац. материаловед. 2003. Вып. 1.83. С. 47–50.
15. Myers S. M., Baskes M. I., Birnbaum H. K. et al. Hydrogen interactions with defects in crystalline solids // Reviews of Modern Physics. 1992. 64. P. 559–617.
16. Gavriljuk V. G. Austenite and martensite in nitrogen-, carbon- and hydrogen-containing iron alloys: Similarities and difference // Mater. Sci. Eng. A. 2006. 438–440. P. 75–79.
17. Брык В. В., Неклюдов И. М. Закономерности эволюции дислокационной структуры в самоорганизующихся материалах // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиац. повр. и радиац. материаловед. 2001. 80. С. 9–13.
18. Руденко А. Г., Шиляев Б. А., Воеводин В. Н., Ожигов Л. С. Эволюция радиационного повреждения материалов конструкций реактора ВВЭР-1000 // Там же. 2008. 92. С.78–82.
19. Неклюдов И. М., Морозов А. Н., Журба В. И. и др. Удержание изотопов водорода в стали X18H10T, имплантированной ионами гелия // Там же. Сер. Термоядерный синтез. 2008. Вып. 2. С. 41–46.
20. Чернов И. П., Мартыненко Ю. В., Черданцев Ю. П. Взаимное влияние водорода и гелия в конструкционных материалах. // Там же. С. 46–50.
21. Neklyudov I., Morozov O., Kulish V. et al. The Effects of Helium on Temperature Ranges of Hydrogen Isotopes Retention in Hastelloy-N Alloy // J. Nuclear Materials. 2011. 417. P. 1158–1161.

22. Neklyudov I. M., Morozov A. N., Kulish V. G. et al. The Influence of Interstitial Impurities on Temperature Ranges of Deuterium Retention in Austenitic Stainless Steel // *J. Nuclear Materials*. 2009. 386–388. P. 658–660.
23. Wilson K. L., Baskes M. I. Thermal desorption of deuterium implanted stainless steel // *Ibid.* 1978. 76, 77. P. 291–284.
24. Pontau A. E., Baskes M. I., Wilson K. L. et al. Deuterium retention in helium-damaged stainless steel: Detrapping energy // *Ibid.* 1982. 111–112. P. 651–653.
25. Rybalko V. F., Morozov A. N., Neklyudov I. M., Kulish V. G. Observation of new phases in Pd-D systems // *Phys. Lett.* 2001. 287 A. P. 175–182.
26. Неклюдов И. М., Морозов А. Н., Кулиш В. Г. Температурные диапазоны стабильности гидридных фаз системы TiD // *Материаловедение*. 2005, № 11. С. 45–56.
27. Неклюдов И. М., Рыбалко В. Ф., Морозов А. Н. и др. Накопление и выделение ионно-имплантированного дейтерия из циркония // *Там же*. 2002, № 10. С. 51–55.
28. Ружицкий В. В., Грибанов Ю. А., Рыбалко В. Ф. и др. Многоцелевая экспериментальная установка СКИФ // *Вопросы атомной науки и техники. Сер. Физика радиац. повр. и радиац. материаловед.* 1989. Вып. 4.51. С. 84–89.
29. www.srim.org.
30. Зеленский В. Ф., Неклюдов И. М., Черняева Т. П. Радиационные дефекты и набухание металлов. Киев: Наукова думка, 1988.
31. Myers S. M., Richards P. M., Wampler W. R., Besenbacher F. Ion-beam studies of hydrogen-metal interactions // *J. Nuclear Materials*. 1989. 165. 9–64.
32. Zinkle S. J., Seitzman L. E., Wolfer W. G. Energy calculations for pure metals // *Phil. Mag.* 1987. 55 A. P. 111–125.