

УДК 53.082.1; 53.082.6

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ АККУМУЛЯЦИИ ГЕЛИЯ В СТАЛИ 12Х18Н10Т, ОБЛУЧЕННОЙ АЛЬФА-ЧАСТИЦАМИ И НЕЙТРОНАМИ В АТМОСФЕРЕ ГЕЛИЯ

Кислицин С.Б., Диков А.С., Ларионов А.С., Хромушин И.В.

РГП «Институт ядерной физики» Министерства энергетики РК, Алматы, Казахстан

skislitsin@mail.ru

Методом термодесорбционной спектроскопии исследовано накопление гелия в конструкционной стали 12Х18Н10Т, облученной альфа-частицами с энергией 45 кэВ и облученной нейтронами в атмосфере гелия. Показано, что имплантация низкоэнергетическими ионами гелия ведет к существенной деградации структуры поверхности – блистерингу и шелушению поверхности. Нейтронное облучение в атмосфере гелия не приводит к формированию гелиевой пористости и, соответственно блистерингу и шелушению поверхности. Установлено, что гелий накапливается в приповерхностных слоях при нейтронном облучении в среде гелия, в то время как имплантация ведет к накоплению гелия в области за проективным пробегом альфа-частиц.

*Ключевые слова:* термодесорбционная спектроскопия, сталь 12Х18Н10Т, нейтронное облучение, облучение альфа-частицами

### ВВЕДЕНИЕ

Водород и гелий в конструкционных материалах ядерных и термоядерных установок приводит к деградации их физико-механических свойств [1–4]. Накопление трансмутационного гелия за счет ядерных реакций нейтронов элементов с конструкционными материалами приводит к гелиевому набуханию, охрупчиванию и другим негативным последствиям. Еще более опасным является эффект гелия на конструкционные материалы в перспективных высокотемпературных реакторах с гелиевым теплоносителем (ВТГР), поскольку нейтронное облучение будет сопровождаться высокими температурами.

В настоящее время ускорители альфа-частиц используются для определения влияния гелия на конструкционные материалы, поскольку это позволяет достичь высоких концентраций гелия за относительно короткий период облучения [5–6]. Однако модельные эксперименты не могут полностью заменить реальные исследования [7]. В этой работе проводится исследование проникающей способности (сорбции) и накопления гелия в конструкционной стали при синергическом воздействии нейтронного облучения в атмосфере гелия при высокой температуре. В качестве основного метода исследования применялась термодесорбционная спектроскопия, позволяющая определять температурные пики десорбции газов [8–10], на основе которых можно делать выводы о формах накопления газовых примесей [11].

Полученные результаты по термодесорбции гелия из стали 12Х18Н10Т, облученной нейтронами в атмосфере гелия, сравниваются с полученными нами результатами термодесорбции гелия из этой же стали имплантированной низкоэнергетическими альфа-частицами.

### МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ОБЛУЧЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ

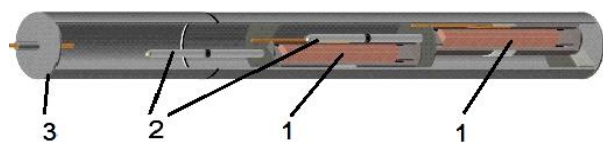
Исследования накопления и выхода гелия в экспериментах по термодесорбции проводились на образцах конструкционной аустенитной стали 12Х18Н10Т, широко используемой в реакторостроении. Элементный состав стали дан в таблице. Для облучения альфа-частицами на ускорителе вырезались образцы размерами 10 мм × 10 мм × 1 мм, далее они подвергались механической шлифовке и полировке поверхности.

*Таблица. Содержание элементов в стали 12Х18Н10Т по данным ЭДА анализа*

Элемент	Содержание, вес. %
C	5,7
Cr	16,34
Ni	9,14
Mn	1,26
Si	0,65
Ti	0,52
Mo	0,17
Fe	65,61

Облучение проводилось на низкоэнергетическом канале ускорителя ДЦ-60 (канал ЭЦР источника) Астанинского филиала ИЯФ двухзарядными ионами гелия с энергией 22,5 кэВ/заряд, т.е. полный заряд альфа-частицы равен 45 кэВ. Температура облучения не превышала 200 °С. Флюенс  $\alpha$ -частиц для стали составил  $1 \times 10^{18}$  ион/см<sup>2</sup> проективный пробег ~100 нм, разброс пробега, т.е. страгглинг ~80 нм.

Для нейтронного облучения в атмосфере гелия была спроектирована и изготовлена из стали 12Х18Н10Т ампула, наполненная гелием, см. рисунок 1.



1 – образцы; 2 – хромель-алюмелевые термопары,  
3 – корпус (сталь 12Х18Н10Т)

Рисунок 1. Схема реакторной ампулы

Облучение ампулы, наполненной гелием, проводилось в канале 10-2 исследовательского реактора ВВР-К (ИЯФ, Алматы). Общее время облучения 3254 часа 52 минуты. Плотность потока нейтронов в процессе облучения составляла:  $7,3 \cdot 10^{-13}$  н/(см<sup>2</sup>·сек) для нейтронов с  $E \leq 0,1$  МэВ, т.е. тепловые нейтроны и  $6,8 \cdot 10^{-12}$  н/(см<sup>2</sup>·сек) для нейтронов с  $E \geq 0,11$  МэВ, т.е. для «быстрых» нейтронов. За время облучения образцы для исследований набрали флюенс  $8,5 \cdot 10^{20}$  н/см<sup>2</sup> для тепловых и  $8,9 \cdot 10^{19}$  н/см<sup>2</sup> для быстрых нейтронов. Образцы для исследований вырезались в «горячих» камерах из стенок капсулы. Температура в период облучения составляла 720 °С.

Исследования структуры поверхности облученных  $\alpha$ -частицами образцов стали проводили методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) на микроскопе JSM-7500F (JEOL).

Исследования накопления гелия в облученных  $\alpha$ -частицами и нейтронами в атмосфере гелия образцов стали выполнено методом термодесорбционной спектроскопии [11].

Кривые термодесорбции автоматически снимали в процессе нагрева в вакууме  $\sim 1,3 \cdot 10^{-6}$  Па со скоростью 42 °С/мин в интервале 20–1100 °С. До измерений проводилась калибровка на содержание гелия в вакуумной камере. Для исследований десорбции гелия методом термодесорбционной спектроскопии готовились образцы размерами 3 мм × 2 мм × 1 мм.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты исследования выхода гелия из облученной нейтронами в атмосфере гелия стали приведены на рисунке 2. Как видно из рисунка, в спектре термодесорбции гелия в интервале температур от комнатной до 1100 °С наблюдается 3 пика при 180 °С (I), 230 °С (II), 320 °С (III). Из рисунка 2 видно, что, несмотря на малую растворимость гелия, при высоких температурах и нейтронном облучении гелий мигрирует вглубь стали.

Интерес представляет сравнение выхода гелия с данными, полученными в экспериментах по термодесорбции имплантированного в сталь облучением низкоэнергетических альфа-частиц с энергией 45 кэВ. Спектр термодесорбции гелия, имплантированного на ускорителе ДЦ-60, показан на рисунке 3. Из приведенных на рисунке 3 зависимостей выхода гелия из имплантированной альфа-частицами стали видно, что наблюдается 4 пика выхода гелия, при этом основной пик выхода наблюдается при температуре 550 °С. В тоже время для облученного нейтронами в

атмосфере гелия пик расположен при значительно меньшей температуре (230 °С). Это свидетельствует о том, что гелий при облучении нейтронами в атмосфере гелия залегает на значительно меньшей глубине по сравнению с имплантированным (~100 нм, согласно расчету по программе SRIM пробега альфа-частиц с энергией 45 кэВ в стали). Также, по-видимому, различаются формы нахождения гелия в стали, облученной нейтронами в среде гелия и имплантированного в сталь. При имплантации альфа-частиц в области торможения генерируются точечные дефекты – вакансии и междоузельные атомы. Атомы гелия образуют малоподвижные гелий-вакансионные комплексы с высокой энергией связи гелия в комплексе (порядка 4–5 эВ) и стабильные до высоких температур.

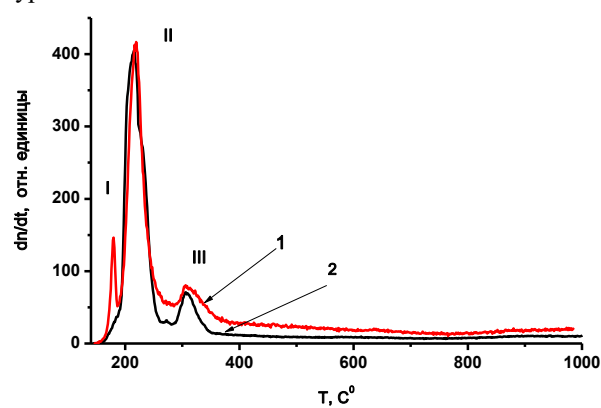


Рисунок 2. Спектр термодесорбции гелия из двух образцов (1, 2) стали 12Х18Н10Т, облученных нейтронами в атмосфере гелия в одинаковых условиях при 720 °С

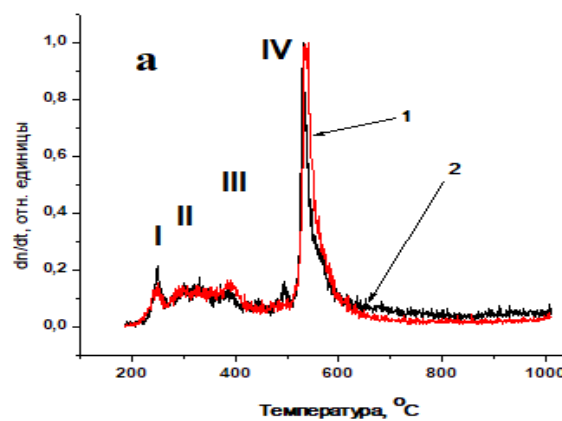


Рисунок 3. Спектр термодесорбции гелия из стали 12Х18Н10Т, облученной альфа-частицами до флюенса  $1 \cdot 10^{18}$  см<sup>-2</sup>

При нейтронном облучении область с высокой концентрацией точечных дефектов не формируется, поэтому атомы гелия образуются в комплексы, состоящие преимущественно из атомов гелия и имеющие высокую подвижность. Соответственно, десорбция гелия из таких комплексов будет идти при меньших температурах. Еще одним подтверждением раз-

личия форм нахождения гелия в стали, облученной нейтронами в среде гелия и имплантированной альфа-частицами, является формирование блистеров на поверхности имплантированной гелием стали (рисунок 4).

На поверхности стали, облученной нейтронами в среде гелия, наличия блистеров на поверхности не обнаружено.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

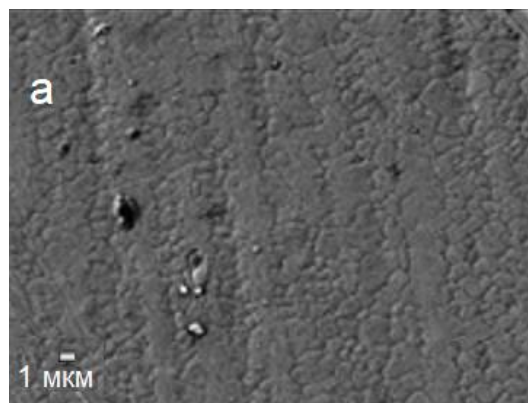
1. По выполненным исследованиям накопления гелия в стали при нейтронном облучении в атмосфере гелия можно сделать следующие выводы: наблюдаются три максимума выхода гелия при 150 °С, 230 °С и 320 °С. Обнаруженные пики выхода гелия связаны с его десорбцией из приповерхностных дефектов структуры, таких как границы зерен, дислокации. Не наблюдается образования гелиевой пористости и выхода пор на поверхность.

2. По выполненным исследованиям накопления имплантированного в сталь гелия можно заключить, что наблюдается 4 пика выхода гелия, при этом основной пик выхода наблюдается при значительно более высокой температуре 550 °С. Облучение альфа-частицами приводит к высокой концентрации гелия в области торможения альфа-частиц, что в свою очередь ведет к зарождению гелиевой пористости и блистерингу – вспучиванию поверхности, вызванному выходом пор на поверхность.

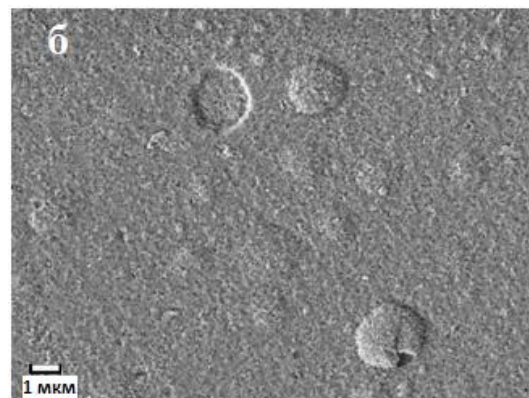
*Работа выполнена в рамках программы целевого финансирования Комитета науки Министерства образования и науки Республики Казахстан № BR05236400.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Зеленский В.Ф., Неклюдов И.М., Черняева Т.П. Радиационные дефекты и набухание металлов. Киев: «Наукова думка», 1988, 296 с.
2. Beggiani M., Benamati G., et al. Effect of hydrogen on the ductility reduction of F82H martensitic steel after different heat treatments // J. of Nucl. Mater. – 2001. – V.288. – P. 1– 6.
3. Неклюдов И.М., Толстолюцкая Г.Д. Гелий и водород в конструкционных материалах // ВАНТ: Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2003. – № 3(83). – С. 3–14.
4. Калинин Б.А., Чернов И.И., Калашников А.Н., Бинюкова С.Ю. Поведение гелия и особенности развития микроструктуры в модельных сплавах никеля и ванадия // ВАНТ: Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2000. – № 4(78). – С. 20–24.
5. Карасев В.С., Ковыршин В.Г. Термодесорбция имплантированного гелия из аустенитных сталей типа 16-15 // Атомная энергия. – 1983. – Т.55. – В.6. – С. 362–366.
6. Рыбалко В.Ф., Ружицкий В.В., Хазан С.М., Ковтун Г.П. Термодесорбция ионно-имплантированного гелия из Fe и Cr // ВАНТ: Серия Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 1990. – № 1(52). – С. 54–58.
7. Кальченко А.С., Брык В.В., Воеводин В.Н., Лазарев Н.П. Моделирование набухания стали X18H10T в имитационных и реакторных условиях // ВАНТ: Сер. Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение. – 2003. – № 3(83). – P. 3–14.
8. Ono K., Arakawa K., Shibasaki H., et al. Release of helium from irradiation damage in Fe-9Cr ferritic alloy // J.Nucl. Mater. – 2004, V. 329–333. – P. 933–937.
9. Чжи Зин У, Чернов И.И., Стальцов М.С., Калинин Б.А., Калашников А.Н., Бинюкова С.Ю., Аунг Чжо Зо. Термодесорбция гелия из реакторных сталей. // Атомная энергия. – 2001. – Т.10. – В.1. – С. 130–137.
10. Николаева И.П., Стальцов М.С., Чернов И.И., Калинин Б.А., Богачев И.А., Гесува Л.Ю., Дрожжина М.В., Беляев А.А., Тищенко А.Г. Влияние концентрации оксида иттрия на формирование гелиевой пористости в феррито-мартенситной дисперсионно-упрочненной оксидами стали // Атомная энергия. – 2018. – Т.124. – В.3. – С. 144–149.
11. Алдабергенова Т.М. Кислицин С.Б., Ганеев Г.З., Виелеба В. Влияние термических отжигов на структуру и свойства поверхности вольфрама, облученного низкоэнергетическими альфа-частицами до высоких флюенсов // Известия ВУЗов. Сер. Физика. – 2018. – Т. 61. – № 8. – С. 117–123.



а) до облучения



б) после облучения

*Рисунок 4. Блистеринг и флекинг в стали, облученной альфа-частицами с энергией 45 кэВ до флюенса  $1 \cdot 10^{18} \text{ см}^{-2}$*

**ГЕЛИЙ АТМОСФЕРАСЫНДА АЛЬФА-БӨЛШЕКТЕРМЕН ЖӘНЕ НЕЙТРОНДАРМЕН  
СӘУЛЕЛЕНГЕН 12Х18Н10Т БОЛАТТАҒЫ ГЕЛИЙДІҢ ШОҒЫРЛАНУЫНА ЖҮРГІЗІЛГЕН  
ЭКСПЕРИМЕНТТІК ЗЕРТТЕУЛЕР**

**С.Б. Кислицин , А.С. Диков , А.С. Ларионов , И.В. Хромушин**

*ҚР Энергетика министрлігінің «Ядролық физика институты» РМК, Алматы, Қазақстан*

Термодесорбциялық спектроскопия әдісімен 45 кэВ энергиялы альфа-бөлшектермен сәулелендірілген және гелий атмосферасында нейтрондармен сәулелендірілген 12Х18Н10Т конструкциялық болатта гелийдің жинақталуы зерттелді. Гелийдің төмен энергиялы иондарын ендіру бет құрылымының айтарлықтай деградациясына – беттің блистерингіне және қабыршақтануына алып келетіні көрсетілді. Гелий атмосферасында нейтрондармен сәулелендіру гелийлік кеуектіліктің қалыптасуына, және сәйкесінше беттің блистерингіне және қабыршақтануына алып келмейді. Гелий ортасында нейтрондармен сәулелендіру кезінде бет үстіне жақын қабаттарда гелий жинақталатыны, сонымен бірге, ендіру процесі альфа-бөлшектердің проективтік жүгіру жолынан тыс аймақта гелийдің жинақталуына алып келетіні анықталды.

**EXPERIMENTAL STUDIES OF THE HELIUM ACCUMULATION IN C12Cr18Ni10Ti STEEL  
IRRADIATED WITH ALPHA-PARTICLES AND NEUTRONS IN HELIUM ATMOSPHERE**

**S.B. Kislitsin, A.S. Dikov, A.S. Larionov, I.V. Khromushin**

*RSE “Institute of Nuclear Physics” under the Ministry of Energy of the RK, Almaty, Kazakhstan*

Thermal desorption spectroscopy was used to study the accumulation of helium in structural steel 12X18H10T irradiated by alpha particles with energy of 45 keV and irradiated with neutrons in a helium environment. It is shown that implantation of helium with low-energy ions leads to significant degradation of the surface structure – blistering and flaking of the surface. Neutron irradiation in a helium atmosphere does not lead to the formation of helium bubbles and, accordingly, blistering and flaking of the surface. It has been established that helium accumulates in the surface layers during neutron irradiation in helium environment, while implantation leads to the accumulation of helium in the region beyond of projective range of alpha particles.