

高能重离子辐照的低活化钢硬化效应

丁兆楠 杨义涛 宋银 张丽卿 缙洁 张崇宏 罗广南

Hardening of reduced activation ferritic/martensitic steels under the irradiation of high-energy heavy-ion

Ding Zhao-Nan Yang Yi-Tao Song Yin Zhang Li-Qing Gou Jie Zhang Chong-Hong Luo Guang-Nan

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, **66**, 112501 (2017) DOI: 10.7498/aps.66.112501

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.66.112501>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2017/V66/I11>

---

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

钨中氢同位素热脱附实验的速率理论模拟研究

Simulation of the experiments on thermal desorption spectroscopy of hydrogen isotope in tungsten with the framework of rate theory

物理学报.2015, 64(7): 072801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.072801>

金属铁中空位团簇演化行为的相场研究

Phase-field modeling of vacancy cluster evolution in Fe

物理学报.2013, 62(18): 182801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.182801>

铝基碳化硼材料中子屏蔽性能的蒙特卡罗模拟

The Monte Carlo simulation of neutron shielding performance of boron carbide reinforced with aluminum composites

物理学报.2013, 62(15): 152801 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.152801>

## 高能重离子辐照的低活化钢硬化效应\*

丁兆楠<sup>1)</sup> 杨义涛<sup>1)</sup> 宋银<sup>1)</sup> 张丽卿<sup>1)</sup> 侯洁<sup>1)</sup> 张崇宏<sup>1)†</sup> 罗广南<sup>2)</sup>

1)(中国科学院近代物理研究所, 兰州 730000)

2)(中国科学院等离子体物理研究所, 合肥 230031)

(2016年11月28日收到; 2017年3月13日收到修改稿)

为了探讨聚变堆候选低活化钢的抗辐照性能, 在兰州重离子加速器国家实验室 HIRFL 的材料辐照终端, 利用 63 MeV 的  $^{14}\text{N}$  离子和 336 MeV 的  $^{56}\text{Fe}$  离子在  $-50\text{ }^\circ\text{C}$  下对一种国产低活化钢进行辐照实验. 借助离子梯度减能装置, 使入射离子能量在 0.22—6.17 MeV/u 之间变化, 从而在样品表面至 24  $\mu\text{m}$  深度范围内产生 0.05—0.20 dpa 的原子离位损伤坪区. 利用纳米压痕仪测试样品辐照前后的显微硬度, 通过连续刚度测量 (constant stiffness measurement) 得到低活化钢硬度的深度剖面信息. 使用 Nix-Gao 模型很好地描述了纳米压痕硬度随深度递减的现象 (压痕尺寸效应, indentation size effect), 从而有效避免了低能离子辐照的软基体效应 (softer substrate effect). 正电子湮灭寿命谱显示低活化钢在辐照之后长寿命成分增加, 说明样品中产生了大量缺陷形成空位团, 从而导致了材料力学性能的变化, 在离子辐照剂量增加至 0.2 dpa 时, 平均寿命  $\tau_m$  增加量逐渐变慢, 材料中辐照产生的缺陷趋于饱和.

关键词: 低活化钢, N/Fe 离子辐照, 硬化, 空位团

PACS: 25.75.-q, 28.41.Qb, 28.52.Fa, 29.20.dg

DOI: 10.7498/aps.66.112501

## 1 引言

核聚变能源作为未来重要的清洁能源, 拥有取之不尽、用之不竭的特点, 因而成为国际上研究的热点. 1985年, 美国、苏联倡议启动国际热核实验反应堆即 ITER (International Thermonuclear Experiment Reactor) 计划, 旨在用具有电站规模的实验堆验证氦等离子体的受控点火和持续燃烧, 证明聚变堆反应系统的工程可行性. 2006年, 中国加入 ITER 计划, 使国内核聚变研究进入新阶段. 由于聚变堆中的 D-T 反应会产生高能  $\alpha$  粒子 (氦原子核) 和高能中子, 高通量的这类粒子会在聚变堆的第一壁、包层等材料内部产生高浓度缺陷, 从而导致材料的脆化和肿胀, 严重制约材料的服役寿命. 因此, 研制可承受聚变堆内部严苛辐照条件的结构材料对未来聚变堆的搭建成功至关重要<sup>[1]</sup>. 低活化

的铁素体/马氏体钢由于具有良好的热物理性能和机械性能、抗辐照肿胀、低活化等特点, 是未来聚变堆首选的包层结构材料<sup>[2]</sup>.

与现役裂变反应堆和散裂中子源辐照实验相比, 重离子辐照实验具有损伤速率高、辐照参数易于精确控制、样品放射性低、成本低等优点, 长期用来模拟结构材料在聚变堆内部辐照环境的损伤情况<sup>[3-5]</sup>. 然而, 重离子辐照实验其反冲原子能谱与聚变中子辐照情形存在差异, 有额外的原子注入效应, 同时在材料内部造成的损伤层较浅且不均匀, 导致力学性能测试比较困难. 为此, 一方面需要采取较高能量的重离子, 以增大辐照损伤层的厚度, 另一方面需要借助小样品测试技术从小于常规尺寸的试样有效获得材料力学性能的数据<sup>[6,7]</sup>. 近年来, 纳米压痕技术作为纳米尺度的测试方法, 已广泛应用于离子辐照损伤层的硬度等力学性能的测试<sup>[8]</sup>. 进一步分析从辐照表面获得的硬度与深度

\* 国家自然科学基金大科学装置联合基金 (批准号: U1532262) 和国家磁约束核聚变能发展计划专项 (批准号: 2011GB108003) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: c.h.zhang@impcas.ac.cn

剖面信息, 从而确立纳米压痕硬度与材料宏观机械性能之间的关系. 正电子湮灭技术具有对原子尺度缺陷十分敏感的特点, 可以用来测试材料辐照损伤层的微观信息.

本文使用了一种国产低活化钢, 是设计和制造我国氦冷固态实验包层模块 (CN HCCB TBM) 的候选材料之一. 目前的研究证明, 这种低活化钢在韧脆转变温度、高温拉伸性能尤其是在抗拉强度等方面已与国际同类型的钢水平接近, 但是对其辐照损伤的研究却鲜有报道. 鉴于辐照条件下硬化/脆化现象是聚变堆包层材料研发需要考虑的一个重要问题, 需要对低活化钢在辐照下的性能进行更多研究. 本工作利用兰州重离子加速器国家实验室的高能重离子束条件, 在低活化钢样品几十微米的深度范围产生原子位移损伤, 借助纳米压痕和正电子湮灭技术, 研究分析了微观硬度变化和缺陷的变化行为.

## 2 实验

### 2.1 材料

实验选用的材料为一种国产低活化钢, 其主要成分为 8.0 wt.% Cr, 1.5 wt.% W, 0.5 wt.% Mn, 0.3 wt.% V, 0.1 wt.% Ta, 0.11 wt.% C,  $\leq 0.0015$  wt.% O,  $\leq 0.0048$  wt.% N, 其余为 Fe. 首先使用圆锯切割机将块体样品切为  $1 \text{ cm} \times 1 \text{ cm} \times 0.1 \text{ cm}$  的尺寸, 然后采用 SiC 砂纸 (800-2400#) 和金刚石抛光剂 ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) 将其表面仔细抛磨至光洁, 样品厚度约为  $200 \mu\text{m}$ .

### 2.2 辐照实验

样品的离子辐照实验是在兰州重离子加速器国家实验室的扇聚焦回旋加速器 (SFC) 辐照终端上完成的, 辐照终端如图 1 所示, 包括减能器、制冷/加热样品台、真空系统、监测系统. 使用导电银胶将材料黏在铜样品台上, 从而保持样品与样品台之间良好的热导电率, 同时在样品台上安装热电偶来检测辐照过程中的温度变化. 在离子束入射路径上采用  $1 \mu\text{m}$  厚的 Au 箔来增强其散射截面, 从而使离子束可以均匀地辐照  $\phi 15 \text{ mm}$  圆形区域, 并加  $-300 \text{ V}$  偏压来抑制二次电子产生.

辐照实验分别使用  $63 \text{ MeV}$  的  $^{14}\text{N}$  离子和  $336 \text{ MeV}$  的  $^{56}\text{Fe}$  离子, 在低活化钢中产生  $0.05$ —

$0.20 \text{ dpa}$  的离位损伤. 采用前限束光栏/Al 箔/偏压环三明治系统实时测流, 后法拉第筒校准的方法测量束流强度.

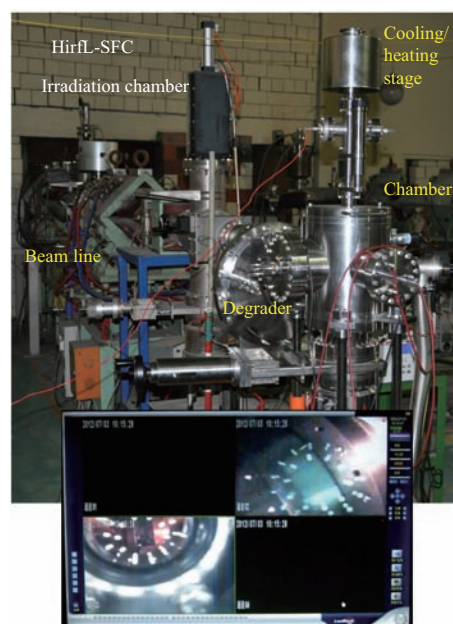


图 1 (网刊彩色) HIRFL-SFC 辐照终端实验装置及减能器示意图

Fig. 1. (color online) Schematic diagram of the irradiation chamber with an energy degrader at HIRFL-SFC.

在到达样品表面之前, 离子束穿透由 10 组不同厚度的铝箔组成的减能装置<sup>[9]</sup>(装在一个转盘上, 每个厚度使用 3 片铝箔, 一共 30 片), 每组铝箔的厚度如图 2 右列所示. 通过旋转转盘, 样品前面的铝箔厚度会发生变化 (N 离子穿过铝箔的厚度持续变化). 使用减能装置可以得到连续的不同能量的 N 离子与样品发生相互作用, 从而使样品中的辐照缺陷形成准均匀分布状态. 根据蒙特卡罗模拟程序 SRIM-2013 (Kinchin-Pease 模型, 快速计算, 原子离位阈能  $E_d = 40 \text{ eV}$ )<sup>[10]</sup> 估算,  $6.17 \text{ MeV/u}$  的 N/Fe 离子在低活化钢中的射程均为约  $24 \mu\text{m}$ , 图 2 给出了 SRIM 估算的 N 离子注入引起原子离位损伤 (单位 dpa, 即每个原子的平均离位次数) 随深度的分布图, 可以看出在  $24 \mu\text{m}$  的范围内材料中产生了约  $0.05 \text{ dpa}$  准均匀分布的离位损伤. 注入过程中样品室的压强约为  $2 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ , 在样品台加液氮冷却使样品表面温度在辐照过程保持在  $-50 \text{ }^\circ\text{C}$  左右, 以防止材料因为辐照产生的高温而导致空位和缺陷的复合.

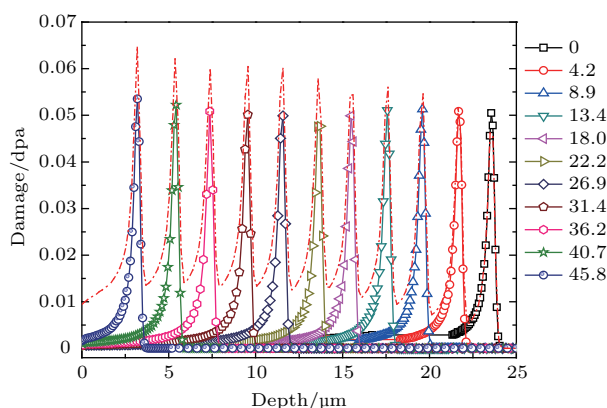


图2 (网刊彩色) 利用 SRIM-2013 模拟得到的 N 离子辐照引起离位损伤随深度的分布

Fig. 2. (color online) The distribution of displacement damage with depth for N ions irradiation obtained from SRIM-2013 simulation.

## 2.3 纳米压痕测试

有文献报道<sup>[11,12]</sup>, 金属材料的辐照硬化和辐照脆化是关联的, 而辐照脆化是关系到材料服役寿命的重要因素, 因此通过研究辐照硬化可以探讨辐照脆化现象. 利用中国科学院苏州纳米所的 G200 纳米压痕仪测试 N 离子辐照前后样品的微观硬度, 分析材料的辐照硬化行为. 测试中采用金刚石材质的 Berkovich 压头和 CSM (continuous stiffness measurement) 连续硬度测试模式(应变速率约为  $0.05 \text{ s}^{-1}$ , 频率约为 45 Hz, 谐波位移约为 2.0 nm), 最大压痕深度选为 2000 nm. 在样品表面随机选取 6 个压入点, 取其平均值, 得到样品的纳米硬度-深度曲线.

## 2.4 正电子湮灭寿命谱 (PALS)

辐照样品的正电子湮灭寿命谱是在中国科学技术大学近代物理系的快-快符合寿命谱仪上测量的. PALS<sup>[13,14]</sup> 测试了正电子注入和在样品中湮灭之间的时间, 正电子寿命  $\tau$  是湮灭点电子密度的函数. 由于在空位区域电子密度的减少, 样品中存在缺陷(位错、空位和空位聚集群)会表现出更长的正电子寿命, 这个部分的强度与样品中空位型缺陷的浓度直接相关.

正电子由  $^{22}\text{Na}$ (半衰期为 2.6 a, 最大能量 0.545 MeV) 放射源产生, 由于在每个剂量点下只有一个辐照样品, 故不能用常规的三明治方式进行寿命谱的测量, 这里采用了“未辐照样品-正电子源-辐照样品”的形式. 正电子在材料中的入射深度

$R^+$  可由公式计算<sup>[15,16]</sup>:

$$R_+[\text{cm}] = E^{1.19}[\text{MeV}]/2.8\rho \left[ \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right] \cdot Z^{0.15}, \quad (1)$$

式中  $\rho$  为材料密度 ( $\text{g}/\text{cm}^3$ ),  $Z$  为原子序数,  $E(\text{MeV})$  为注入正电子的能量. 通过计算得到低活化钢中正电子最大入射深度  $R_+$  可达到  $136.4 \mu\text{m}$ , 而在本实验中 N 离子在试样中的入射深度为  $24 \mu\text{m}$ , 并沿样品厚度方向形成准均匀的损伤层. 所以, 通过正电子湮灭寿命测试可以得到材料内部缺陷的信息. 由于  $^{22}\text{Na}$  正电子在材料中的分布是指数衰减型, 正电子寿命谱的测量中采用了将正电子源放在样品的辐照面一侧.

## 3 实验结果与分析

### 3.1 纳米压痕分析

图 3 给出了离子辐照前后低活化钢的纳米硬度随压入深度的变化曲线, 其中每条曲线对应一个单独的压痕点所测得的数据. 对于未辐照的样品, 在压痕深度  $h > 50 \text{ nm}$  时可以看出纳米硬度随压头压入深度的增大而减小, 这种现象被称为纳米压痕尺寸效应 (ISE)<sup>[17]</sup>. 与此相反, 当压痕深度  $h < 50 \text{ nm}$  时, 纳米硬度随深度增加, 这被称为反纳米压痕尺寸效应 (reverse ISE). 由于这种反纳米压痕尺寸效应大多是因为样品表面的不确定性以及 Berkovich 压头的几何形状带来的影响, 故在进一步的实验分析中不采用深度  $h < 100 \text{ nm}$  的硬度信息.

与未辐照的样品相比, 离子辐照后的低活化钢有较为明显的硬化现象, 这与材料中的损伤缺陷有关, 如空位簇和位错环. 为了进一步分析材料纳米硬度与深度的依赖关系, 图 4 给出了所有压痕点的平均数据, 并加上了误差棒. 可以看出, 在整个压痕深度范围内 (100—2000 nm), 材料辐照至 0.05—0.20 dpa 均有不同程度的硬化现象. 图 5 采用离子辐照前后纳米硬度比值  $H_{\text{av}}^{\text{irr}}/H_{\text{av}}^{\text{unirr}}$  随压入深度的变化曲线来描述不同剂量下低活化钢的辐照硬化情况, 其中 N 离子辐照至 0.05 dpa 材料硬化率约为 15%, 当离位损伤达到 0.1 dpa 时硬化率上升至约 24%, 而 Fe 离子辐照至 0.2 dpa 低活化钢的硬化率最大 (约 31%). 纳米压痕的原理见图 6, 对于辐照后的样品, 离子注入深度 ( $I_d$ ) 是一个重要的参数. 假设纳米压痕的影响范围是压头之下的一个半圆区域, 当半圆半径超过  $I_d$  时, 软基体效应



(SSE)<sup>[18]</sup> 会起作用, 导致硬化率下降. 反之, 损伤效应会起作用, 硬化率增加.

Nix 和 Gao<sup>[19]</sup> 提出了一个基于几何必要位错理论 (geometrically necessary dislocation) 的模型

来更好地解释 ISE, 在这种理论下, 假设纳米压痕仪的压头为完美刚性及材料硬度为屈服强度的 3 倍关系, 纳米硬度随深度剖面的变化可由以下公式计算:

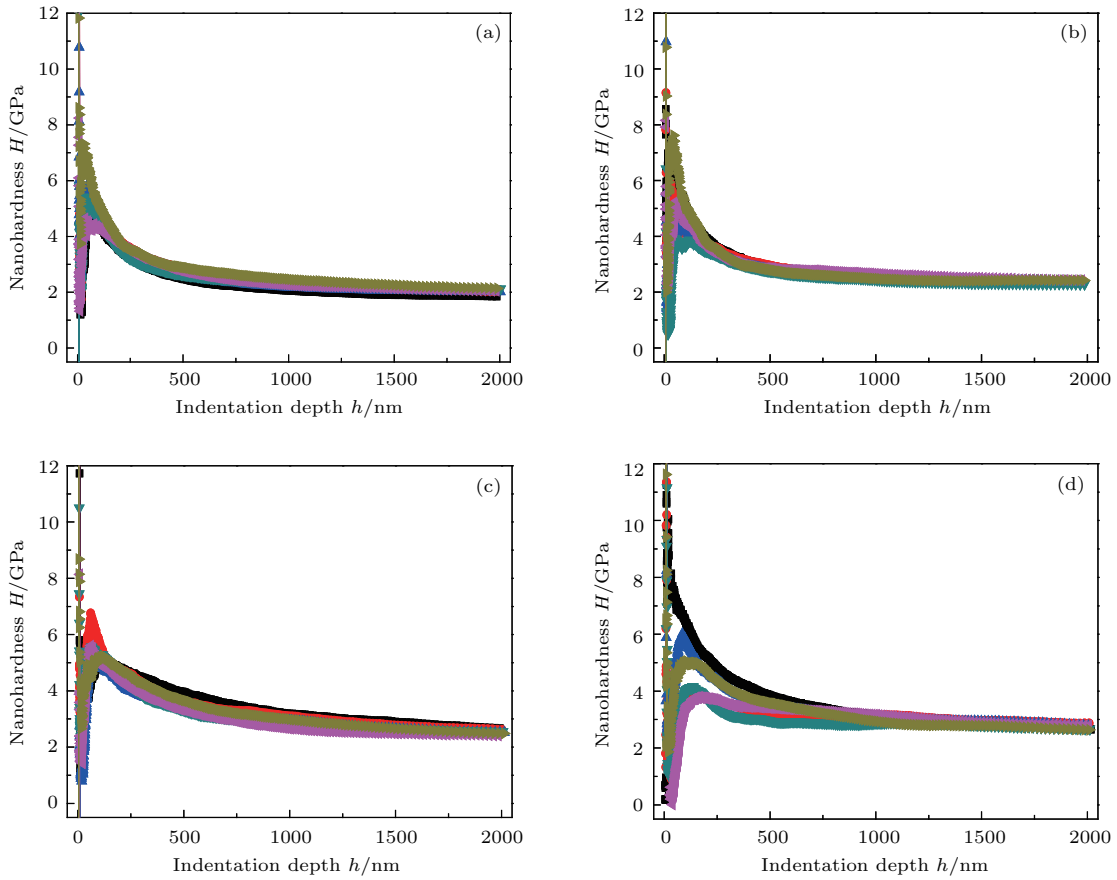


图3 (网刊彩色) 低活化钢的纳米压痕硬度随深度的变化 (a) 未辐照样品以及辐照至 (b) 0.05 dpa, (c) 0.1 dpa, (d) 0.2 dpa 的样品

Fig. 3. (color online) Indentation-depth dependence of the nanoindentation hardness of (a) unirradiated reduced activation steel, and samples with displacement damage of (b) 0.05 dpa; (c) 0.1 dpa; (d) 0.2 dpa.

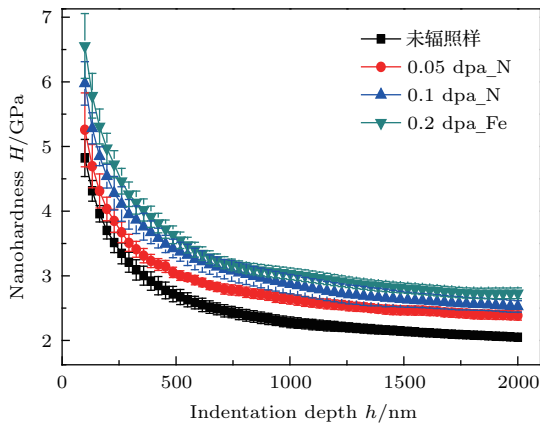


图4 (网刊彩色) 离子辐照前后低活化钢的平均纳米硬度-压入深度曲线

Fig. 4. (color online) Average nanoindentation hardness versus the indentation depth of reduced activation steels before and after irradiation.

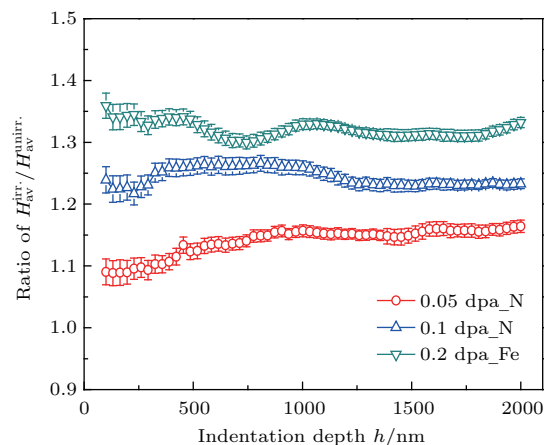


图5 辐照前后低活化钢纳米压痕硬度比值  $H_{av}^{irr}/H_{av}^{unirr}$  随压入深度的变化

Fig. 5. Dependence of the ratio of  $H_{av}^{irr}/H_{av}^{unirr}$  on indentation depth in reduced activation steels.

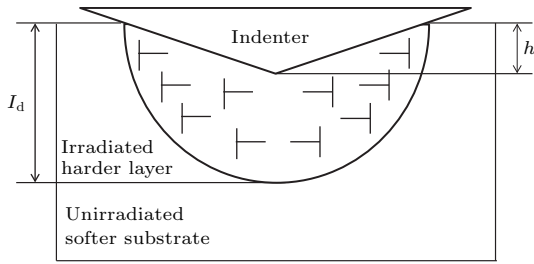


图6 纳米压痕原理图

Fig. 6. The schematic diagram of the nanoindentation.

$$H = H_0 \left( 1 + \frac{h^*}{h} \right)^{1/2}, \quad (2)$$

式中  $H$  为材料的纳米硬度;  $H_0$  为无限深度处基体的硬度(即宏观硬度);  $h^*$  为特征长度, 取决于材料和压头尖端的形状;  $h$  为压头的压入深度. 从(2)式中可以发现, 在其他参数不变的情况下, 纳米硬度与压入深度成反比.

为方便讨论, 通过 Nix-Gao 模型计算得到  $H^2-1/h$  的关系曲线来获得材料对应深度范围的硬度与硬化情况, 如图 7 所示. 可以发现, 对于未辐射的样品, 在  $h > 100 \text{ nm}$  的区域,  $H^2-1/h$  曲线显示出良好的线性关系, 这说明未辐照样品的硬度在这一深度范围保持一致. 而经过 N/Fe 离子辐照后的样品在同样的区域内, 也保持一个准线性关系, 其中有几个点略微偏离线性直线, 这是由于在整个辐照深度内, 离位损伤值并不是严格意义上均匀的, 故会产生这种现象. 根据 Huang 等<sup>[20]</sup> 最近在离子辐照硬化的研究中发现, Berkovich 压头的压入深度与硬度反映的实际深度存在 4—7 倍的关系<sup>[21]</sup>(与材料相关), 因此可以得到对应压入深度向下延伸约 4—7 倍区域内的整体硬度. 在本研究中, 纳米压痕的压入深度为  $2.0 \text{ }\mu\text{m}$ , 可以反映出约 8—14  $\mu\text{m}$  深度范围内的硬度信息, 而在实验中注入离子在低活化钢中约 24  $\mu\text{m}$  深度范围内可以形成准均匀分布的辐照损伤层, 故对于辐照后样品的纳米压痕测

试, 得到的均为辐照区域内的硬度信息, 从而避免了低能离子辐照实验中样品的 SSE<sup>[18]</sup>, 图 7 中所得的结果也验证了这一结论, 表现为离子辐照后低活化钢的  $H^2-1/h$  曲线并没有出现拐点.

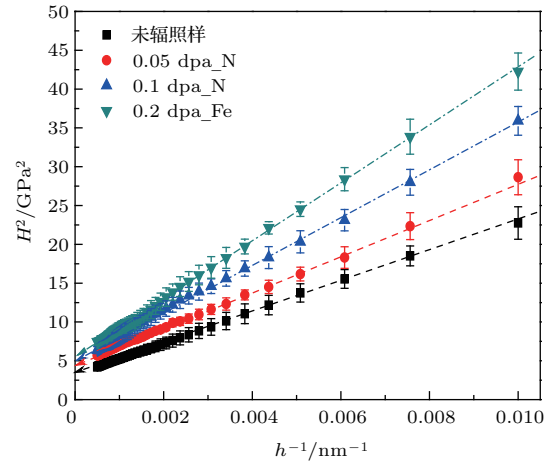


图7 离子辐照前后低活化钢的  $H^2-1/h$  关系曲线

Fig. 7. Curves of  $H^2-1/h$  for the average nanohardness of reduced activation steels before and after irradiation.

采用最小二乘法计算出  $100 \text{ nm} < h < 2000 \text{ nm}$  深度范围内的  $H^2-1/h$  线性关系式, 从而计算出辐照前后样品的  $H_0$  和  $h^*$  硬度数据, 如表 1 所列. 可以发现, 辐照后样品的  $H_0$  较之辐照前有所增大, 且随着离位损伤的增加, 硬化现象越明显.  $h^*$  特征长度描述了硬度的深度依赖性, 对于一个给定的材料和压头形状, 它由统计储存位错密度决定 ( $H_0 h^* \propto (1/H_0)^2$ )<sup>[19]</sup>, 辐照后位错密度的增加会减小材料中的尺寸效应. 图 8 给出了低活化钢硬度随辐照损伤的变化曲线, 通过拟合发现硬度与损伤量之间呈现一种幂函数的关系, 在离子注入剂量较小 ( $< 0.05 \text{ dpa}$ ) 时辐照硬度增加明显, 而在继续增大辐照剂量时硬度增量逐渐降低, 直到离位损伤达到 0.2 dpa 左右, 低活化钢的辐照硬度增量明显降低, 有一种硬化饱和的趋势.

表 1 通过 Nix-Gao 模型计算得到的  $H$  和  $h^*$  数据

Table 1. Calculated  $H_0$  and  $h^*$  based on the Nix-Gao model.

Materials	Irradiation conditions	$H_0/\text{GPa}$	$h^*/\text{nm}$	$\Delta H_0/\text{GPa}$
低活化钢	Unirr.	1.80	624.74	—
低活化钢	N 0.05 dpa irradiation	2.14	613.14	0.34
低活化钢	N 0.1 dpa irradiation	2.24	610.86	0.44
低活化钢	Fe 0.2 dpa irradiation	2.33	691.67	0.53

注:  $\Delta H_0 = H_0^{\text{irr.}} - H_0^{\text{unirr.}}$ .

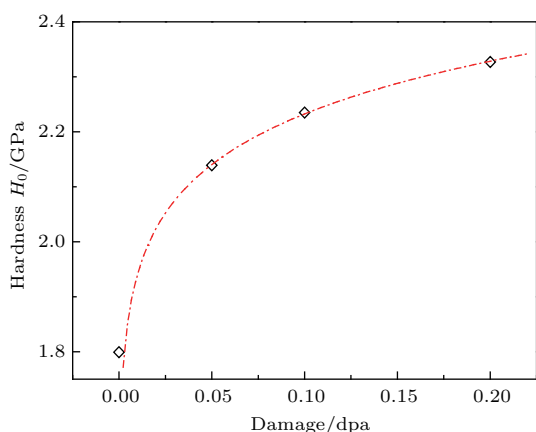


图8 离子辐照后低活化钢硬度  $H_0$  随离位损伤量的变化  
Fig. 8. The evolution of hardness  $H_0$  with damage for reduced activation steels after irradiation.

### 3.2 正电子湮灭寿命分析

正电子从发射到湮灭之间的时间为正电子的寿命。当 $^{22}\text{Na}$ 正电子源发生 $\beta^+$ 衰变时,放出一个正电子的同时还发射能量为1.28 MeV的 $\gamma$ 光子,正电子进入材料后经过一段时间和电子发生湮灭产

生一对光子,每一个光子的能量均为0.511 MeV,测量出现1.28 MeV  $\gamma$ 光子和0.511 MeV  $\gamma$ 光子的时间间隔,即得到正电子寿命。正电子寿命反映了湮灭处电子密度的不同,正电子湮灭的概率与电子密度相关,电子密度越大,正电子湮灭速度越快。在不同结构的材料中,物质各处的电子密度不同,正电子在材料各处的湮灭寿命也不同。因此,通过分析正电子寿命的结果,可以得到材料的物相结构、电子密度以及晶体中缺陷的大小和种类等相关信息 [22–24]。

实验测试得到的数据采用lifetime程序进行寿命分解拟合,扣除掉源成分和本底后,得到正电子湮灭寿命成分和相对强度的特征参数,如表2所列。其中, $\tau_1$ 和 $\tau_2$ 分别表示正电子湮灭的短寿命成分和长寿命成分, $I_1$ 和 $I_2$ 分别为其相对强度。根据二态俘获模型,短寿命成分 $\tau_1$ 是自由态正电子在多晶体中的湮灭寿命,反映了材料中晶体本征结构的湮灭特性;长寿命成分 $\tau_2$ 是正电子在晶体材料中缺陷态的湮灭寿命,它反映了材料中各种缺陷比如晶界、空位、空位团的大小和种类。

表2 低活化钢辐照前后正电子湮灭寿命谱的特征参数

Table 2. Characteristic parameter of positron annihilation lifetime spectrum for reduced activation steel before and after irradiation.

Sample	dpa	$\tau_1$ /ps	$I_1$ /%	$\tau_2$ /ps	$I_2$ /%	$\tau_m$ /ps
低活化钢	0	123.53(0.70)	90.87(0.44)	323.10(7.90)	9.13(0.43)	141.75
低活化钢	0.05	134.92(0.55)	81.63(0.55)	349.20(3.70)	18.37(0.53)	174.28
低活化钢	0.1	137.50(0.78)	74.17(0.56)	360.50(4.80)	25.83(0.56)	195.10
低活化钢	0.2	138.12(0.89)	70.74(0.59)	367.60(3.70)	29.26(0.69)	205.27

有文献报道正电子在无缺陷金属材料中的湮灭寿命约为105 ps,在单空位金属中的寿命约为190 ps [25,26]。正电子被位错俘获的寿命与被单空位俘获的寿命比较相差不大,而空位簇和空洞由于有更多的空位型缺陷,其俘获正电子的寿命更大。在本研究中,假设短寿命成分 $\tau_1$ 为自由正电子湮灭寿命和正电子被单空位和位错俘获寿命的加权平均,而长寿命成分 $\tau_2$ 对应正电子被空位簇和空洞俘获的湮灭寿命,同时还计算了平均寿命值 $\tau_m(= \tau_1 I_1 + \tau_2 I_2)$ ,它可以反映出缺陷尺寸和浓度的信息,缺陷尺寸变大和浓度增加都会导致 $\tau_m$ 的增大。图9给出了不同离位损伤下低活化钢中正电子寿命 $\tau_1, \tau_2, \tau_m$ 和其对应强度 $I_1, I_2$ 的变化。如图9(a)所示,随着辐照剂量变大,短寿命成分 $\tau_1$ 有

所增加,但并不明显。通过分析认为,样品经过辐照后产生了更多的位错或单空位,大量的点缺陷发生缔合反应形成多空位的复合缺陷,由正电子湮灭理论可知,正电子在复合缺陷与空位团处的湮灭寿命大于单空位缺陷处,正电子寿命 $\tau_2$ 与金属样品中的空位集团的规模相关,规模越大,正电子寿命 $\tau_2$ 也越长,因而随着辐照剂量增加,低活化钢中产生的空位缺陷团聚并长大,导致正电子寿命 $\tau_2$ 明显增大。与其对应的强度 $I_2$ 如图9(b)所示,同样随着辐照过程明显增大,进一步证明了空位团逐渐产生,总缺陷浓度不断增加。通过计算正电子平均寿命 $\tau_m$ 可以反映损伤样品内部缺陷的变化,在辐照剂量较低时(<0.05 dpa),正电子平均寿命 $\tau_m$ 快速增加,表明材料中产生大量缺陷;随着辐照剂量增

加 ( $<0.1$  dpa),  $\tau_m$  的快速增加变慢; 继续增加辐照剂量 ( $<0.2$  dpa), 正电子平均寿命  $\tau_m$  增加量进一步降低, 材料中有大量的空位团, 导致缺陷产生速率下降, 趋于饱和.

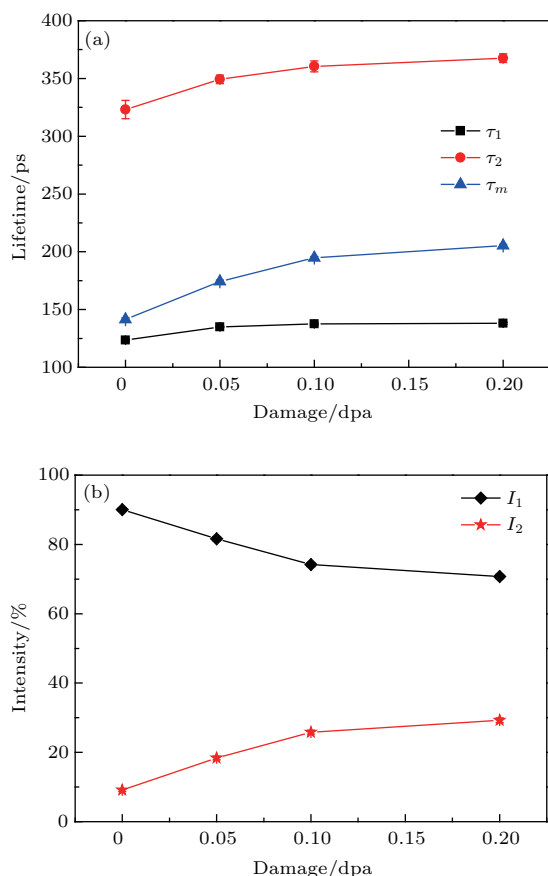


图9 (网刊彩色) 不同辐照剂量下样品的寿命参数的变化 (a)  $\tau_1$ ,  $\tau_2$ ,  $\tau_m$ ; (b)  $I_1$ ,  $I_2$

Fig. 9. (color online) The variation of life parameters of samples under different irradiation doses: (a)  $\tau_1$ ,  $\tau_2$ ,  $\tau_m$ ; (b)  $I_1$ ,  $I_2$ .

通常情况下, 材料的辐照硬化是由缺陷 (主要为位错环, dislocation loop) 所引起的, 当位错在滑移过程中遇到缺陷团簇时, 受到钉扎 (pinning) 作用阻碍位错运动导致材料发生辐照硬化<sup>[27]</sup>. 高能离子辐照过程可以引进大量离位损伤 (即产生 Frenkel 对), 在注入剂量较小时, 就会有数密度较大的小尺寸缺陷产生, 大量点缺陷通过缔合形成空位团簇阻碍位错的滑移, 从而导致材料产生硬化现象. 当辐照剂量增大时, 材料中缺陷浓度逐渐上升, 辐照硬化现象越明显, 同时由于大量空位和位错的存在, 总缺陷产生率持续降低, 最终接近饱和趋势, 故而材料的辐照硬化增量也随之降低, 趋于硬化饱和的状态.

## 4 结 论

对一种国产低活化钢开展了高能 N/Fe 离子辐照实验, 使用由不同厚度的铝箔组成的离子减能装置形成多能量 (0.22—6.17 MeV/u) 的离子辐照条件, 从而在样品表面之下 24  $\mu\text{m}$  范围内形成准均匀的辐照损伤层. 后续的纳米压痕和正电子湮灭试验表明:

1) 高能离子辐照后的低活化钢样品发生了较为明显的硬化现象, 基于 Nix-Gao 模型对 100 nm  $< h < 2000$  nm 范围内的深度剖面进行拟合发现, 高能离子辐照在材料中产生的损伤坪区分布较深 (0—24  $\mu\text{m}$ ),  $H^2-1/h$  只有一种线性关系, 有效避免了低能离子辐照实验中会出现的软基体效应, 从而得到了辐照损伤区域的理论硬度信息;

2) 在离位损伤很小的情况下, 低活化钢辐照硬化率较大, 辐照硬度随着离子注入剂量的增加而明显增大, 在离位损伤继续增加接近 0.2 dpa 后辐照硬度增加速率逐渐降低, 趋于一种硬度饱和状态;

3) 高能离子辐照后的低活化钢样品中点缺陷 (单空位) 浓度升高, 并有空位团产生, 缺陷的形成导致了材料的辐照硬化; 在辐照剂量较低时, 低活化钢中的缺陷快速形成并发生团簇, 随着辐照剂量增加, 材料中存在大量的空位团, 导致缺陷产生速率持续下降, 缺陷浓度接近饱和, 辐照硬化速率随之降低.

## 参考文献

- [1] Zinkle S J, Busby J T 2009 *Mater. Today* **12** 12
- [2] Ehrlich K 2001 *Fusion Eng. Des.* **56** 71
- [3] Abromeit C 1994 *J. Nucl. Mater.* **216** 78
- [4] Kohyama A, Katoh Y, Ando M, Jimbo K 2000 *Fusion Eng. Des.* **51** 789
- [5] Serruys Y, Ruault M O, Trocellier P, Miro S, Barbu A, Boulanger L, Pellegrino S 2008 *C. R. Phys.* **9** 437
- [6] Kiener D, Minor A M, Anderoglu O, Wang Y, Maloy S A, Hosemann P 2012 *J. Mater. Res.* **27** 2724
- [7] Hosemann P, Kiener D, Wang Y, Maloy S A 2012 *J. Nucl. Mater.* **425** 136
- [8] Nagy P M, Aranyi D, Horvath P, Petö G, Kálmán E 2008 *Surf. Interface Anal.* **40** 875
- [9] Zhang C H, Yang Y T, Song Y, Chen J, Zhang L Q, Jang J, Kimura A 2014 *J. Nucl. Mater.* **455** 61
- [10] Ziegler J F, Ziegler M D, Biersack J P 2010 *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. Sect. B* **268** 1818



- [11] Murakami S, Miyazaki A, Mizuno M 2000 *J. Eng. Mater. Tech.* **122** 60
- [12] Yamamoto T, Odette G R, Kishimoto H, Rensman J 2006 *J. Nucl. Mater.* **356** 27
- [13] Kim S H, Kwak S Y, Suzuki T 2005 *Environ. Sci. Technol.* **39** 1764
- [14] Dupasquier A, Mills Jr A P 1995 *Positron Spectroscopy of Solids* (Amsterdam: IOS)
- [15] Mourino M, Löbl H, Paulin R 1979 *Phys. Lett. A* **71** 106
- [16] Taylor C N, Shimada M, Merrill B J, Drigert M W, Akers D W, Hatano Y 2014 *Phys. Scr.* **2014** 014055
- [17] Pharr G M, Herbert E G, Gao Y 2010 *Annu. Rev. Mater. Res.* **40** 271
- [18] Kasada R, Takayama Y, Yabuuchi K, Kimura A 2011 *Fusion Eng. Des.* **86** 2658
- [19] Nix W D, Gao H 1998 *J. Mech. Phys. Solids* **46** 411
- [20] Huang H F, Li D H, Li J J, Liu R D, Lei G H, He S X, Huang Q, Yan L 2014 *Mater. Trans.* **55** 1243
- [21] Heintze C, Bergner F, Hernández-Mayoral M 2011 *J. Nucl. Mater.* **417** 980
- [22] Aruga T, Takamura S, Nakata K, Ito Y 1995 *Appl. Surf. Sci.* **85** 229
- [23] Hirata K, Kobayashi Y, Hishita S, Zhao X, Itoh Y, Ohdaira T, Suzuki R, Ujihira Y 1997 *Nucl. Instr. and Meth. B* **121** 267
- [24] Tsuchida H, Iwai T, Awano M, Oshima N, Suzuki R, Yasuda K, Batchuluun C, Itoh A 2013 *J. Nucl. Mater.* **442** S856
- [25] Schäfer H E 1987 *Phys. Status Solidi A* **102** 47
- [26] Liu F, Xu Y, Zhou H, Li X C, Song Y, Zhang C H, Li Q C, He C Q, Luo G N 2015 *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. B* **351** 23
- [27] Chen C L, Richter A, Kogler R, Talut G 2011 *J. Nucl. Mater.* **412** 350

# Hardening of reduced activation ferritic/martensitic steels under the irradiation of high-energy heavy-ion\*

Ding Zhao-Nan<sup>1)</sup> Yang Yi-Tao<sup>1)</sup> Song Yin<sup>1)</sup> Zhang Li-Qing<sup>1)</sup> Gou Jie<sup>1)</sup>  
Zhang Chong-Hong<sup>1)†</sup> Luo Guang-Nan<sup>2)</sup>

1) (Institution of Modern Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000, China)

2) (Institute of Plasma Physics, Chinese Academy of Sciences, Hefei 230031, China)

( Received 28 November 2016; revised manuscript received 13 March 2017 )

## Abstract

In order to study the irradiation responses of reduced activation ferritic/martensitic (RAFM) steels which are candidates for fusion reactors, a reduced activation steel is irradiated at a terminal of HIRFL (heavy ion research facility in Lanzhou) with 63 MeV  $^{14}\text{N}$  ions and 336 MeV  $^{56}\text{Fe}$  ions at  $-50\text{ }^\circ\text{C}$ . The energies of the incident N/Fe ions are varied from 0.22 MeV/u to 6.17 MeV/u by using an energy degrader at the terminal, so that a plateau region of an atomic displacement damage (0.05–0.2 dpa) is obtained from the near surface to a depth of 24  $\mu\text{m}$  in the specimens. Nanoindentation technique is used to investigate the nano-hardness changes of the samples before and after irradiation. The constant stiffness measurement is used to obtain the depth profile of hardness. The Nix-Gao model taking account of the indentation size effect (ISE) is used to fit the measured hardness and thus a hardness value excluding ISE is obtained. Consequently, the soft substrate effect for lower energy ion irradiation is effectively avoided. It is observed that there seems to be a power function relationship between the hardness and damage for the RAFM steel. The hardness initially increases significantly with the increase of irradiation damage, then increases slowly when the damage reaches to about 0.2 dpa. Positron annihilation is performed to investigate the defect evolution in the material. The positron annihilation lifetime spectra show that the long-lifetime proportion of the RAFM steel increases significantly after being irradiated. This means vacancy clusters are produced by the irradiation, resulting in the change of mechanics property. Even at low irradiation dose, point defects with high density are generated in the steel specimens, and subsequently aggregate into defect clusters, thereby suppressing the dislocation slip.

The defect concentration in the material increases continuously with the increase of irradiation damage, which leads to the obvious irradiation hardening phenomenon. When the damage is higher than 0.1 dpa, the increment of mean lifetime gradually decreases due to the existence of a large number of vacancies and dislocations, and it eventually tends to be saturated, which explains why the irradiation hardening increment rate decreases with the increase of irradiation damage in the material.

**Keywords:** reduced activation ferritic/martensitic steel, N/Fe-ions irradiation, hardening, vacancy clusters

**PACS:** 25.75.-q, 28.41.Qb, 28.52.Fa, 29.20.dg

**DOI:** 10.7498/aps.66.112501

\* Project supported by the Joint Funds of the National Natural Science Foundation of China (Grant No. U1532262) and the National Magnetic Confinement Fusion Program, China (Grant No. 2011GB108003).

† Corresponding author. E-mail: [c.h.zhang@impcas.ac.cn](mailto:c.h.zhang@impcas.ac.cn)