|  |  |
| --- | --- |
| **ICS** | 60.020 |
| **CCS** | **B**66 |

团体标准

**T/****CNS**XXXX—XXXX

核用碳化硅陶瓷材料的载能离子辐照

评价方法

**Technical Guideline for Evaluation of Silicon Carbide Ceramics for Nuclear Applications with Energetic Ion Irradiation**

2024 - 12 - 01发布

2025 - 01 - 01实施

中国核学会  发布

目次

[前言 II](#_Toc202281349)

[1 范围 1](#_Toc202281350)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc202281351)

[3 术语和定义 1](#_Toc202281352)

[4 离子辐照装置 2](#_Toc202281353)

[5 试样 2](#_Toc202281354)

[6 辐照参数选择 2](#_Toc202281355)

[7 试验步骤 3](#_Toc202281356)

[8 辐照后分析 4](#_Toc202281357)

[9 试验记录及报告 6](#_Toc202281358)

1. 前言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容有可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国核学会提出。

本文件由核工业标准化研究所归口。

本文件起草单位：中国科学院近代物理研究所、中国核动力研究设计院、中国科学院上海应用物理研究所、武汉大学、四川大学、兰州大学、西安交通大学。

本文件主要起草人：朱亚滨、王志光、申铁龙、崔明焕、王栋、黄鹤飞、郭立平、胡逊祥、张利民、臧航、吕俊男、牛丽娟。

核用碳化硅陶瓷材料的载能离子辐照评价方法

* 1. 范围

本文件规定了核用碳化硅陶瓷材料的载能离子辐照评价的辐照设备（装置）、试样要求、试验步骤、试验结果及分析、试验记录及报告等方面的要求。

本文件适用于核用碳化硅陶瓷材料的载能离子辐照评价试验研究，重点关注离子辐照引起的微观结构和显微力学演化。

* 1. 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

|  |  |
| --- | --- |
| GB/T 16534 | 精细陶瓷室温硬度试验方法 |
| GB/T 4340.1 | 金属材料 维氏硬度试验 第1部分：试验方法 |
| GB/T 4340.2 | 金属材料 维氏硬度试验 第2部分 硬度计的检验与校准 |
| GB/T 22458 | 仪器化纳米压入试验方法通则 |
| GB/T 25898 | 仪器化纳米压入试验方法 薄膜的压入硬度和弹性模量 |
| ASTM E521 | Standard Practice for Neuron Radiation Damage Simulation by Charged-Particle Irradiation |
| ASTM E821 | Standard Practice for Measurement of Mechanical Properties During Charged-Particle Irradiation |
| ASTM E942 | Standard Guide for Simulation of Helium Effects in Irradiated Metals |
| ASTM E384 | Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials |
| ASTM E2546 | Standard Practice for Instrumented Indentation Testing |

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

载能离子 energetic ions

在离子辐照实验中，由加速器产生并加速到特定能量（通常在 keV 至 MeV 量级）的带电离子或离子团。

离位阈能threshold displacement energy

材料中原子离开晶格位置所需要的最小能量。

损伤截面damage cross-section

入射离子致使靶材原子偏离正常晶格位置的概率。

离子注量 ion fluence

单位面积内注入的离子数。

原子离位次数displacement per atom

给定注量下靶材晶格上的每个原子受到入射离子轰击而离开原始位置的平均次数，用于衡量材料的辐照损伤程度。

掺杂浓度doping concentration

入射离子在靶材中的沉积浓度。

辐照肿胀 irradiation swelling

靶材在入射离子辐照下发生晶格或体积膨胀的现象。

* 1. 离子辐照装置

离子辐照装置的组成和要求如下：

1. 离子加速器，应具备确定离子种类、离子能量、束流强度/均匀性、真空度等参数的功能；
2. 真空辐照腔室，应能够提供辐照试验所需的真空环境及辐照样品温度测控功能；
3. 束流信息监测系统，应能对束流强度、束斑位置和束流均匀性进行监测。样品辐照区域内束斑均匀度应保持90%以上；
4. 温度监测及控制系统，应能对辐照试样的温度进行控制和测量。若使用热电偶，应贴紧试样，并避免束流照射热电偶。若使用红外/激光测温仪，应结合热电偶对不同环境场下的测温数据进行标定。
   1. 试样

规格尺寸

为便于辐照后测试，试样辐照面宜不低于20 mm2，且待辐照面宜与其对应底面呈平行状态。

表面状态

1. 应对试样的待辐照面进行研磨、抛光处理，使其达到光滑、平整状态。对于碳化硅等陶瓷样品，宜使用振动抛光或离子抛光。若试样因抛光引起的损伤深度小于辐照损伤分析区域，也可使用机械抛光。抛光后，依次用分析纯级丙酮、无水乙醇和去离子水对试样进行超声清洗。
2. 试样表面粗糙度应低于辐照损伤深度的20%。
3. 应详细记录试样表面的处理过程，包括研磨/抛光方式、所用介质、处理参数等。
   1. 辐照参数选择

离子束参数

入射离子种类

对于模拟碳化硅辐照损伤效应的研究，原则上应采用试样本身存在的元素（如Si、C等）作为入射离子以避免入射离子掺杂对试样成分、微观结构及性能的影响。此外，为了避免C在SiC中较高的迁移性可能引起的元素偏析，推荐采用迁移性较低的Si作为优选入射离子。

对于嬗变元素（如H、He、Xe等）的辐照效应研究，应采用对应元素作为入射离子进行辐照，并根据中子能谱计算嬗变元素的注量率（单位appm/dpa）。

对于聚变中子辐照效应的模拟，宜选择Si+He+H三束同时辐照。

入射离子能量

该能量下入射离子在靶材料中引起的级联碰撞与材料实际工况下的级联碰撞过程较为接近。

离子射程应足够深，以降低试样表面状态对辐照区域微观结构及显微力学性能表征结果的影响。

可以通过Stopping and Range of Ions in Matter (SRIM)或Geant4 (GEometry ANd Tracking)等粒子物理碰撞模拟软件计算不同能量离子在试样中的入射深度和损伤分布情况，进而确定需要的入射离子能量。

入射离子损伤率

入射离子损伤率的选择可根据实验需求选择，推荐损伤率范围为10-5~10-3 dpa/s。试样表面不同区域的损伤率应尽量保持一致，并在辐照过程中连续记录离子束的流强/注量率。

辐照损伤参数

掺杂浓度

入射离子在靶材料中的原子掺杂浓度（Cappm）为入射离子核数密度与靶材原子核数密度的比值乘以106，计算公式如下：

式中，

*Cappm ——* 掺杂浓度单位为百万分之一，单位为百万分之一原子（appm）；

*MI ——* 入射离子核数密度，可通过 SRIM 软件计算出的入射离子分布概率乘以离子注量获得，单位为原子数每立方厘米（atoms/cm3）；

*MT ——*  靶材原子核数密度，单位为原子数每立方厘米（atoms/cm3）；

*NA ——* 阿伏伽德罗常数；

*AT ——* 靶材的克分子量，单位为克每摩尔（g/mol）；

*ρT ——*  靶材的密度，单位为克每立方厘米（g/cm3）。

损伤水平

入射离子在靶材料中引起的辐照损伤程度通常用原子离位次数（*dpa*）来衡量。离子辐照试验设计时可根据候选材料在反应堆内的实际工况或材料的结构/性能发生标志性变化的参数点来确定试验所需的损伤水平。

离子的辐照损伤常用以下公式进行计算：

其中，*Ed*为离位阈能，与被辐照材料原子相关，通过下表确定；*φ*是离子注量，单位为ion/cm2；*N*是原子数量密度，单位为原子/cm3；*(dE/dx)n*是核能损，推荐使用基于蒙特卡洛方法的模拟计算程序SRIM计算确定。

在SRIM计算时，推荐Si和C的离位阈能分别选择35和21 eV。

* 1. 试验步骤

束流调试

在辐照前，应对加速器运行参数进行调控，以保证离子束流具有低的流强波动及高的空间分布均匀性。建议束流强度波动应控制在束流平均强度的20%以内，辐照区内束流均匀性应保持在95%以上。

试样安装

试样辐照区应安装于离子束束斑均匀区内。

样品固定方式需避免束流溅射污染、高温气体释放和高温脱落风险。

高温试验时，建议靶室内放置同类样品，但放置于非束斑区域或对试样进行部分遮挡（用耐高温材料对试样表面进行部分覆盖或利用辐照装置进行束流遮挡），以便后续明确辐照和高温的影响。

试样与束流角度根据研究需求确定。需要较深的损伤层，一般试样表面的法向与束流方向平行。需要较高的损伤率，试样表面的法向可与束流方向呈一定夹角。对于单晶样品，建议倾斜7°放置以避免沟道效应。

试样安装完毕后，将样品支架装入真空辐照腔室。

抽真空

开启真空机组对辐照腔体进行抽真空，直至真空度优于5×10-4 Pa。

预设温度

若进行室温辐照试验，则直接进入下一步骤，开始辐照试验。

若进行高温辐照试验，则需要通过温度控制系统设置所需的辐照温度，直到试样达到目标温度且波动不超过 ± 5 °C。在辐照过程中，试样温度波动应低于 ± 5 °C。

辐照试验

打开真空腔室与加速器束流管道间的插板阀，接入束流，开始辐照试样。

辐照试验过程中应对束流强度、累积注量、试样温度和真空度等信息进行连续记录，达到目标注量时，及时关闭束流。

试样提取

对于常温辐照试验，试验结束后即可关闭靶室和束线之间的插板阀、辐照腔室的真空机组；待真空机组停止工作后开启腔室放气阀门，取出样品。

对于高温辐照试验，应在关闭束流后关闭加热功能以避免损伤退火效应。为避免样品暴露大气时氧化污染，试样温度应降至80℃以下再执行上述常温辐照试验的取样流程。

* 1. 辐照后分析

辐照试验结束后，应根据试验目的或研究需要，对辐照试样进行分析，包括但不限于辐照试样的表面状况（颜色变化、起泡、剥落等）、微观结构（缺陷类型、尺寸及数量等）、肿胀情况（晶格肿胀和体积肿胀）和力学性能（纳米压入硬度等）进行观测。同时，辐照后试样分析结果需与试样辐照前的表征结果进行对比以分析辐照诱发的结构/性能变化，也可以利用相同条件处理（制备、加工、磨抛、退火等）下的样品作为空白样进行对比。

辐照肿胀分析

体积肿胀

（a）可利用原子力显微镜（AFM）或轮廓仪扫描试样辐照区域和未辐照区域的边界，获得辐照区域相较于未辐照区的垂直高度增量。应进行不少于3次的测试得到试样辐照区平均高度增量（ΔH），其与入射离子在试样中的射程（R）之比即为辐照诱发的体积肿胀，如式（6）所示。

（b）特定深度或损伤水平下的体积肿胀还可通过TEM观测到的辐照诱发空腔的体积由式（7）进行计算。计算时，应取至少100个空腔进行统计。

其中，是百分数表示的辐照肿胀率。*Vf*为用于计算辐照肿胀率而选择的某一特定区域。*ΔV*为该选定区域内所有辐照空腔的体积之和。*V₀*为该区域去掉空腔后的体积，即*V₀=Vf-ΔV*。

晶格肿胀

（a）可利用高分辨TEM图像（HRTEM）对特定微观区域的试样晶格肿胀情况进行分析。

采集辐照区域和未辐照区域的高分辨TEM图像，并进行傅里叶变换（FFT）分析，获得晶格间距、晶面指数等信息，计算得到特定区域的晶格常数。

每个深度或损伤水平区域内，应至少采集3个位置的图像。

（b）可利用X射线衍射（XRD）对宏观区域的试样晶格肿胀情况进行分析。为了确保X射线的主要分析区域位于辐照损伤层内，通常应采用掠入射模式进行测试。

应根据辐照损伤层深度和X射线穿透深度选择合适的入射角，如损伤层深度≤1 μm时，建议X射线入射角选择1-2°。可以选择若干个入射角度进行测试，以获得试样不同深度下的结构信息。

为了保证数据分析处理的效果，建议2θ扫描范围为10-120°，步长≤0.02°。

推荐对XRD谱图进行Rietveld结构精修或峰型拟合处理以获得试样的晶格常数，精修计算谱和实测谱之间的残余误差（Rwp）应不高于10%。

（c）晶格肿胀可以根据辐照前后的晶格常数ai或auni（保留4位有效数字，单位埃米）由下式进行计算：

式中：auni为未辐照试样的晶格常数，ai为辐照试样的晶格常数。立方晶系3C-SiC仅需计算a，六方晶系4H/6H-SiC需分别计算a和c的肿胀率。

辐照试样的显微力学性能表征

显微硬度

可采用显微硬度计对碳化硅辐照试样的显微硬度变化情况进行表征。

显微硬度的测试过程和数据处理应符合GB/T 16534、GB/T 4340.1、GB/T 4340.2和ASTM E384的有关规定。

推荐选用标准的维氏（Vickers）压头进行测试，压头校验应参照GB/T 4340.2。

为了尽量避免未辐照区对辐照区显微硬度测试结果的影响，在保证获得清晰的压痕影像的前提下，推荐选择较低的测试载荷（如25-100 gf）进行测试。

纳米压入硬度

也可采用仪器化纳米压痕仪对碳化硅辐照试样的纳米压入硬度和弹性模量进行表征。

纳米压痕仪的测试过程和数据处理应符合GB/T 25898、GB/T 22458和ASTM E2546的有关规定。

推荐选用标准的玻式（Berkovich）压头在连续刚度模式下对试样进行测试，以得到试样的纳米压入硬度和模量随压入深度的变化。压头在试样中的压入深度应不低于离子射程的50%。

压入位置点应尽量位于辐照区域中心位置，且应避开微裂纹、凸起等表面缺陷。压入位置点与样品边缘的距离应至少是压痕半径的50倍，相邻压入位置点的间距应至少是压痕半径的20倍。

每个试样应选取不少于10个压入位置点进行测试，并剔除因接触不良而导致的异常数据点。

通过对比辐照前后试样硬度和弹性模量的变化，分析载能离子辐照对碳化硅力学性能的影响。

* 1. 试验记录及报告

离子辐照试验记录至少应给出以下几个方面的内容：

（a）试验基本信息：试验目的、试验内容等。

（b）材料与试样信息：材料编号、材料制备方法、加工和磨抛处理信息、表面平整度等。

（c）试验参数：离子种类、离子能量、束流强度、束斑面积、损伤率、掺杂浓度、损伤水平、试验温度、辐照时间、离子注量等，以及SRIM软件计算的辐照损伤分布图及数据、试样数量、试样位置等。

（d）试验过程：试验装置及试验过程简述。

（e）辐照后分析：未辐照试样和辐照试样的肿胀信息：XRD图谱、晶面间距和晶格肿胀；空腔尺寸、密度和体积肿胀。未辐照试样和辐照试样的力学性能数据：测试条件（力、位移范围、压头类型），纳米硬度和模量的深度分布曲线。

（f）其他信息：试验人员、试验日期、文件编号、异常问题等。