

МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТАЛЕЙ, ОБЛУЧЕННЫХ БЫСТРЫМИ ТЯЖЕЛЫМИ ИОНАМИ: IN SITU ИСПЫТАНИЯ МИКРОКОЛОН

Е.А. Корнеева¹⁾, В.А. Скуратов^{1), 2), 3)}, А.С. Сохацкий¹⁾, А.М. Корсунский⁴⁾, А.И. Салимон⁴⁾,
Е.С. Статник⁴⁾, П.А. Сомов⁴⁾, Т.Н. Вершинина¹⁾

¹⁾Объединенный институт ядерных исследований, Дубна, Московская область, Россия,
ekorneeva@jinr.ru, skuratov@jinr.ru, sohatsky@jinr.ru, vershinina@jinr.ru

²⁾Национальный исследовательский институт «МИФИ», Москва, Россия

³⁾Университет Дубна, Московская область, Россия

⁴⁾Сколковский институт науки и технологий, Москва, Россия,

A.Korsunsky@skoltech.ru, A.Salimon@skoltech.ru, Eugene.Statnik@skoltech.ru, ps@tescan.ru

В работе представлены результаты исследования влияния облучения быстрыми тяжелыми ионами (БТИ) с энергиями ~1 МэВ/нуклон реакторных дисперсно-упрочненных оксидами (ДУО) сталей на механические свойства. Разработана методика проведения испытаний микроколон, облученных быстрыми тяжелыми ионами, *in situ* в камере сканирующего электронного микроскопа. Определены основные механические характеристики, выявлены особенности протекания пластической деформации, установлена зависимость механических характеристик от параметров облучения. Показано, что облучение ионами ведет к упрочнению на 15%.

Ключевые слова: радиационные дефекты; быстрые тяжелые ионы; ДУО-стали; наноиндентирование; сжатие микроколон.

MECHANICAL PROPERTIES OF THE SWIFT HEAVY ION IRRADIATED STEELS: IN SITU MICROPILLAR COMPRESSION

Е.А. Korneeva¹⁾, V.A. Skuratov^{1), 2), 3)}, A.S. Sohatsky¹⁾, A.M. Korsunsky⁴⁾, A.I. Salimon⁴⁾,
E.S. Statnik⁴⁾, P.A. Somov⁴⁾, T.N. Vershinina¹⁾

¹⁾Joint Institute for Nuclear Research, Dubna, Moscow region, Russia,
ekorneeva@jinr.ru, skuratov@jinr.ru, sohatsky@jinr.ru, vershinina@jinr.ru

²⁾National Research Nuclear University MEPhI, Moscow, Russia

³⁾Dubna State University, Dubna, Moscow region

⁴⁾Skolkovo Institute of Science and Technology, Moscow, Russia

A.Korsunsky@skoltech.ru, A.Salimon@skoltech.ru, Eugene.Statnik@skoltech.ru, ps@tescan.ru

The influence of the irradiation by swift heavy ions (SHI) with energies ~1 MeV/amu on the mechanical properties of the oxide dispersive strengthened (ODS) steels is studied. The method of the *in situ* micropillar compression of the SHI irradiated materials is developed. The main mechanical characteristics are determined, the features of the plastic deformation process are revealed and the dependency of mechanical properties from the irradiation parameters is determined. It is shown that ion irradiation leads to strengthening of about 15%.

Keywords: radiation defects; swift heavy ions; ODS steels; nanoindentation; micropillar compression.

Введение

В настоящее время в радиационном материаловедении для определения механических характеристик облученных материалов широко применяются методы наноиндентирования, позволяющие оценить прочностные свойства всего материала на основании испытаний

поверхностного слоя [1]. Существенным недостатком стандартных методов наноиндентирования является неоднородное распределение пластической деформации в объеме испытываемого материала. Решение данной проблемы возможно с помощью сравнительно нового метода

наноиндентирования, заключающегося в проведении *in situ* испытаний микрообразцов в камере электронного микроскопа [2]. Данный метод позволяет непосредственно получать деформационные кривые и наблюдать в режиме реального времени за развитием пластического течения в материале. Особую актуальность данный метод представляет для материалов, облученных быстрыми тяжелыми ионами (БТИ). Пробег БТИ позволяет испытывать образцы микронных размеров, что снижает влияние возможной неоднородности микроstructures на получаемые характеристики.

В настоящей работе исследования проводились на дисперсно-упрочненных оксидами (ДУО) сталях – перспективных материалах для оболочек тепловыделяющих элементов (ТВЭЛ) реакторов нового поколения. При эксплуатации предполагается, что данные материалы будут находиться в непосредственном контакте с ядерным топливом. В случае ДУО-сталей на сегодняшний день воздействие осколков деления остается малоизученным. Ранее было показано, что содержащиеся в составе ДУО-сталей упрочняющие диэлектрические частицы при облучении осколками деления могут претерпевать значительные структурные изменения, как, например, переход из кристаллического в аморфное состояние, что, в свою очередь, может повлиять на рабочие характеристики сплавов [3,4].

Целью работы была разработка методики проведения испытаний сжатием микроколон из облученных быстрыми тяжелыми ионами, моделирующих воздействие осколков деления, сталей и установление зависимости механических характеристик от параметров ионного облучения.

Материалы и методы исследования

В работе были исследованы ДУО-стали Cr16 (ВНИИНМ, г. Москва), Eurofer ODS,

а также сталь AISI 410s в качестве модельного сплава без упрочняющих частиц. Оксидные частицы в Cr16 представлены пироксидом $Y_2Ti_2O_7$ и Y_2TiO_5 с размерами от 5 до 200 нм, в Eurofer ODS – оксидами иттрия Y_2O_3 с размерами до 10 нм. В обоих ДУО-сталях также присутствует большое количество карбидов $Me_{23}C_6$.

Облучение 48 МэВ Ar, 150 МэВ Xe и 670 МэВ Bi проводилось на циклотронах ИЦ-100 и У-400 в ЛЯР ОИЯИ.

Исследования микроstructures проводилось с помощью просвечивающего электронного микроскопа Talos F200i S/TEM при напряжении 200 кВ, а также на рентгеновском дифрактометре PANalytical EMPYREAN с излучением Cu K α .

Микроколонны для сжатия *in situ* были вытравлены сфокусированными ионными пучками галлия/ксенона с помощью двухлучевых сканирующих микроскопов Tescan Solaris S9000 Ga FIB-SEM и FEI Gelios G4 UXe PFIB-SEM. Размеры микроколон были подобраны таким образом, чтобы соотношение диаметра к высоте составило 1:3 и во всем объеме микроколон уровень радиационного повреждения был однороден. Сжатие микроколон проводилось в камере Tescan Solaris S9000 Ga FIB-SEM с использованием универсального устройства Alemnis Standard Assembly с одновременной записью процесса деформации с помощью СЭМ.

Результаты и их обсуждение

Как было показано ранее [5], облучение ДУО-сталей ионами Xe и Bi приводят к образованию аморфных латентных треков в частицах пироксидов, и при флюенсе 2×10^{12} см⁻² частицы являются полностью аморфными. Такой же эффект проявляется на карбидных частицах при облучении Bi. В облученной стали Eurofer ODS латентные треки были определены только в частицах карбида, в частицах Y_2O_3 латентные треки не фиксировались.

Косвенно о неустойчивости оксида иттрия к высоким уровням ионизации свидетельствуют данные рентгеновской дифракции от наноразмерного порошка Y_2O_3 , согласно которым с увеличением дозы облучения наблюдается уширение основных пиков, что, вероятно, связано с увеличением аморфной составляющей. В то же время, металлическая матрица может препятствовать образованию треков [6]. При используемых параметрах облучения структурные изменения в диэлектрических частицах могут наблюдаться вдоль пробега ионов до ~6 микрон от поверхности.

Таким образом, испытания на сжатие микроколон высотой 4-5 мкм проводились на ДУО-сталях, в которых во всем объеме оксидные частицы находились в одном структурном состоянии: кристаллическом (необлученные стали/облученные 48 МэВ Ar), частично кристаллическом (с аморфными треками, после облучения Хе и Вi до флюенса $2 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$) и в полностью аморфном состоянии (облучение Хе и Вi флюенсом свыше $2 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$). Типичные деформационные кривые представлены на рис. 1.

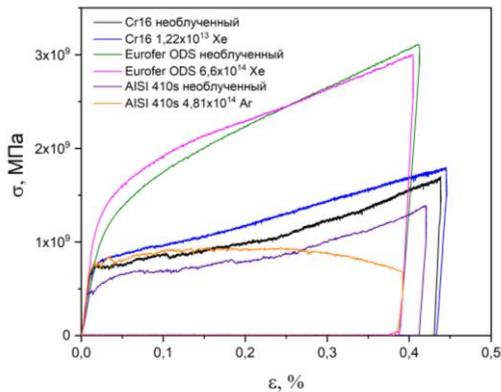


Рис. 1. Кривые сжатия для необлученных и облученных сталей

На рис. 2 представлены микроколоны на различных этапах сжатия. Для крупнозернистых сталей Cr16 и AISI 410S в процессе деформации в зависимости от кристаллографической ориентации зерен в пределах микроколонны формируются полосы сдвига, расположенные как под углом 45°, так и под другими углами. Для

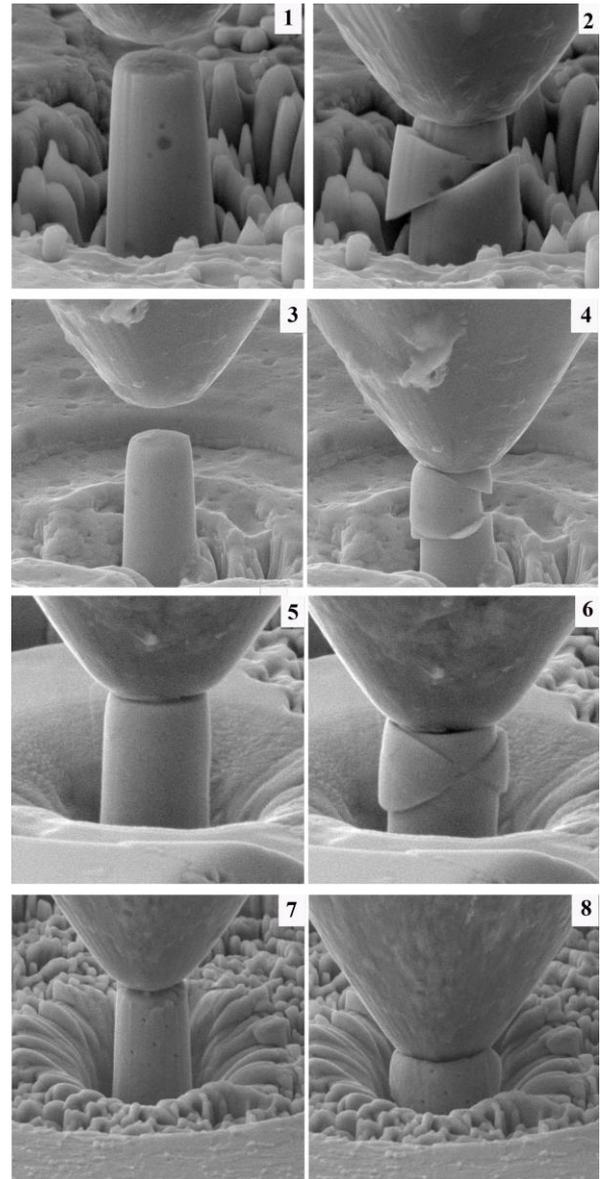


Рис. 2. Микроколоны до и во время сжатия: необлученная Cr16 сталь (1, 2); Cr16, облученная 150 МэВ Хе флюенсом $1.22 \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$ (3, 4); AISI 410S, облученная 150 МэВ Хе флюенсом $2 \times 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (5, 6); Eurofer ODS, облученная 150 МэВ Хе флюенсом $2 \times 10^{14} \text{ см}^{-2}$ (7, 8)

Eurofer ODS, отличающейся мелкозернистой зеренной структурой, характерно равномерное сжатие микроколоны в процессе испытаний.

Показано, что облучение БТИ вне зависимости от типа и энергии иона приводит к радиационному упрочнению на ~15% для всех сталей. Данные результаты согласуются с полученными ранее данными с помощью стандартного метода наноиндентирования [7].

Исследования микроструктуры сталей после облучения методом рентгеновской дифракции свидетельствуют о перестройке дислокационной структуры феррита. Вероятно, радиационно-стимулированные изменения микроструктуры диэлектрических частиц в сталях не оказывает существенного влияния на механические свойства.

Заключение

Разработана методика проведения испытаний сжатием микроколон *in situ* из облученных БТИ сталей. Показано, что облучение ионами приводит к радиационному упрочнению вне зависимости от типа стали.

Работа была частично выполнена на базе оборудования Центра коллективного пользования «Визуализация высокого разрешения» Сколковского института науки и технологий.

Библиографические ссылки

1. Mukhopadhyay N.K., Paufler P. Micro- and nanoindentation techniques for mechanical characterisation of materials. *International materials reviews* 2006; 51(4): 209-245.
2. Hosemann P., Shin C., Kiener D. Small scale mechanical testing of irradiated materials. *Journal of Materials Research* 2015; 30(9): 1231-1245.
3. Monnet I., Grygiel C., Lescoat M.L., Ribis J. Amorphization of oxides in ODS steels/materials by electronic stopping power. *Journal of nuclear materials* 2012; 424(1-3): 12-16.
4. Skuratov V.A., Sohatsky A.S., O'Connell J.H., Kornieieva, K., Nikitina A.A., Neethling J.H., Ageev V.S. Swift heavy ion tracks in $Y_2Ti_2O_7$ nanoparticles in EP450 ODS steel. *Journal of Nuclear Materials* 2015; 456: 111-114.
5. Skuratov V.A., Uglov V.V., O'Connell J., Sohatsky A.S., Neethling J.H., Rogozhkin S.V. Radiation stability of the ODS alloys against swift heavy ion impact. *Journal of nuclear materials* 2013; 442(1-3): 449-457.
6. Mutali A.K., Ibrayeva A., Janse Van Vuuren A., O'Connell J., Korneeva E., Sohatsky A., et al. Swift heavy ions track in nanocrystalline $Y_4Al_2O_9$ and $Y_2Ti_2O_7$. EFRE 2022: 20th International Conference on Radiation Physics and Chemistry of Condensed Matter. Radiation defects: structure, formation, properties (October 2-8, 2022) Tomsk, Russia, Tomsk: Publishing House of IAO SB RA, p.425
7. Kornieieva K., Skuratov V., Sohatsky A., O'Connell J.H., Golovin Y., Korenkov V., Neethling J.H. Nanomechanical testing of ODS steels irradiated with 1 MeV/amu heavy ions. *Philosophical Magazine* 2016; 96(32-34): 3430-3441.