

СОВРЕМЕННЫЕ ПОДХОДЫ К УСКОРЕННЫМ ИСПЫТАНИЯМ РЕАКТОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ПУЧКАХ ИОНОВ

С.В. Рогожкин^{1), 2)}

¹⁾Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»,
Каширское шоссе 31, Москва 115409, Россия

²⁾Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт»,
пл. Академика Курчатова 1, Москва 123182, Россия, Sergey.Rogozhkin@itep.ru

Настоящее сообщение посвящено методике ускоренных испытаний для анализа радиационной стойкости конструкционных материалов ядерных энергетических установок с применением облучения тяжелыми ионами и последующего анализа методами ультрамикроскопии и наноиндентирования. Продемонстрированы современные подходы к проведению ускоренных испытаний на пучках ионов и анализу радиационно-индцированных изменений структурно-фазового состояния облученных ионами образцов методами просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии. Рассмотрены подходы к оценке радиационного упрочнения на основе данных о микроскопических изменениях, а также возможности метода наноиндентирования для прямого измерения упрочнения облученного ионами слоя образца.

Ключевые слова: ионное облучение; реакторные материалы; ускоренные испытания; радиационные повреждения; просвечивающая электронная микроскопия; атомно-зондовая томография; нанотвердометрия.

MODERN APPROACHES TO ACCELERATED ION BEAM TESTING OF REACTOR MATERIALS

Sergey Rogozhkin^{1), 2)}

¹⁾National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute),
31 Kashirskoye shosse, Moscow 115409, Russia

²⁾National Research Centre Kurchatov Institute,
1 Academician Kurchatov Square, 123182 Moscow, Russia, Sergey.Rogozhkin@itep.ru

This report is devoted to the methodology of express testing for analysis of radiation resistance of structural materials for nuclear power plants using heavy ion irradiation and subsequent analysis by ultramicroscopy and nanoindentation methods. Modern approaches to accelerated ion beam testing and analysis of radiation-induced changes in the structural and phase state of ion-irradiated samples by transmission electron microscopy and atom probe tomography are demonstrated. Approaches to assessing radiation hardening based on data on microscopic changes are considered, as well as the capabilities of the nanoindentation method for directly measuring the hardening of the ion-irradiated sample layer.

Keywords: ion irradiation; reactor materials; express analysis; radiation damage; transmission electron microscopy; atom probe tomography; nanoindentation.

Введение

Для создания перспективных ядерных энергетических установок (ЯЭУ) требуется материалы, выдерживающие дозы до 200 смещений на атом (сна) и выше, причем в широком интервале температур не менее 350–700 °C. Сдерживающим фактором разработки новых радиационно-стойких материалов является необходимость проведения длительных сеансов облучения для достижения предельных нагрузок. Реальным выходом из этой ситуации явля-

ется проведение облучения при повышенных скоростях набора дозы радиационных повреждений и коррекция полученных результатов с учетом этого ускорения (эффекта флакса) для оценки радиационной стойкости в условиях эксплуатации.

Для проведения предварительного анализа радиационной стойкости новых материалов возможно использование пучков ионов, которые могут генерировать радиационные повреждения на 2–3 порядка быстрее, чем реакторное облучение. При

облучении материалов ионами образование радиационных дефектов происходит неоднородно вдоль направления пробега ионов, поэтому в имитационных экспериментах на пучках ионов микроскопическими методами анализируется область радиационного повреждения. Основным направлением в таких экспериментах является облучение образцов в виде пластин и последующее исследование микроструктуры поврежденных приповерхностных слоев материала методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-зондовой томографии. Этому способствовало развитие методов прецизионной пробоподготовки с использованием фокусированных ионных пучков (ФИП) для исследований методами ПЭМ и АЗТ из облученных ионами образцов.

В настоящее время наиболее приемлемым в имитационных экспериментах считается использование тяжелых ионов с энергией несколько МэВ. При облучении сталей используют ионы Fe с энергией ~ 5 МэВ [1]. Эти энергии обеспечивают в широком диапазоне доз радиационных повреждений наличие интервала глубин облученной области материала, где можно преодолеть влиянием поверхности и напряжениями, возникающими в области внедрения ионов [2]. В случае облучения образцов при повышенных температурах, и тем более при высоких дозах, важным является облучение собственными ионами для исключения дополнительного легирования материала.

Для исследований изменения механических свойств облученных ионами образцов применяются методы наноиндентирования для анализа влияния радиационных повреждений на упрочнение материала [3].

В настоящей работе представлено описание комплекса имитационных экспериментов на пучках тяжелых ионов, реализованного в НИЦ «Курчатовский институт».

Методика эксперимента и результаты

Для экспериментов по облучению используется пучок линейного ускорителя

ТИПр, который позволяет ускорять тяжелые ионы с отношением массы к заряду более 60 до энергий 101 кэВ/нуклон [4]. Возможно использование ионов различных металлов: Fe, V, Ni, Cr, Co, Mo, Ta, Al, Cu и др. Образцы сталей обычно облучаются пучком ионов железа Fe^{2+} с энергией 5.6 МэВ [5]. Облучение образцов на ускорителе ТИПр может проводиться в диапазоне температур от комнатной до 700 $^{\circ}C$, контроль температуры осуществляется с помощью термопар, расположенных в непосредственной близости от образцов, а также on-line диагностика тока пучка и его профиля. Для проведения расчетов профилей повреждений и количества внедренных ионов используется программа SRIM с выбором соответствующих параметров [6].

Исследования микроструктуры облученных ионами образцов обычно проводятся методами ПЭМ, в ряде случаев методами ПЭМ высокого разрешения или просвечивающей растровой электронной микроскопии на микроскопе Titan 80-300 TEM/STEM (Thermo Fisher Scientific) с ускоряющим напряжением 300 кВ [7, 8]. Качественный и количественный химический анализ образцов проводится методами рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии с помощью Si(Li) детектора (EDAX).

При анализе эффектов радиационного распухания ПЭМ исследование позволяет идентифицировать радиационно-индуцированные поры. Базовым также является анализ структурно-фазового состояния материала, в основном, его стабильности. Для количественного анализа кластеров структурных дефектов, таких как дислокационные петли, используются изображения, полученные в светлопольном режиме с зернами, ориентированными по выбранному направлению.

Для исследования локальных перестроек химического состава облученных материалов используются атомно-зондовые томографы с лазерным испарением (ПАЗЛ-3Д) [9] и АТЛАЗ [10]. В имитаци-

онных экспериментах АЗТ позволяет анализировать перераспределение химических элементов в облученном материале, выявлять образование наноразмерных скоплений химических элементов, декорирование дефектов структуры, обогащение, либо обеднение межфазных границ, границ зерен.

При исследовании облученных ионами образцов, ПЭМ ламели и АЗТ образцы-иглы изготавливаются из облученных образцов методом ФИП на растровом электронно-ионном микроскопе HELIOS NanoLab 600, FEI [11, 12].

Заключение

Применение представленного в настоящей работе тяжелоионного облучения апробировалось при анализе радиационной стойкости ряда материалов, таких как Eurofer 97 [13-15], ЭК-181 [16-18] и ЧС-139 [18, 19], титановых сплавов [7, 20], сплавов вольфрама [21, 22]. Обширные исследования проведены по анализу радиационной стойкости дисперсно-упрочненных оксидами сталей [13, 23-28].

Библиографические ссылки

- Was G.S., Jiao Z., Getto E., et al. *Scr. Mater.* 2014; 88: 33.
- Zinkle S.J., Snead L.L. *Scr. Mater.* 2018; 143: 154.
- Fischer-Cripps A.C. *Nanoindentation*, New York: Springer, 2011.
- Kulevoy T., Kuibeda R., Kropachev G., et al. *Rev. Sci. Instrum.* 2010; 81: 02B906.
- Куйбида Р.П., Кулевои Т.В. и др. *ВАНТ, сер. Ядерно-физические исследования* 2012; 80(4): 68.
- Stoller R.E., Toloczko M.B., Was G.S., et al. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. B* 2013; 310: 75.
- Rogozhkin S.V., Nikitin A.A., Orlov N.N., et al. *Inorg. Mater. Appl. Res.* 2017; 8: 279.
- Rogozhkin S.V., Iskandarov N.A., Lukyanchuk A.A., et al. *Inorg. Mater. Appl. Res.* 2018; (9): 231.
- Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Lukyanchuk A.A., et al. *Instrum. Exp. Tech.* 2017; 60: 428.
- Lukyanchuk A.A., Raznitsyn O.A., Shutov A.S., et al. *Physics of Atomic Nuclei* 2021; 84: 2004.
- Miller M.K., Russell K.F. *Ultramicroscopy* 2007; 107: 761.
- Khoroshilov V.V., et. al. *J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech.* 2018; (12): 87.
- Rogozhkin S., Bogachev A., Korchuganova O., et al. *Nucl. Mater. Energy* 2016; (9): 66.
- Rogozhkin S., Nikitin A., Orlov N., et al., *MRS Adv.* 2017; (2): 1143.
- Rogozhkin S.V., Nikitin A.A., et. al. *Inorg. Mater. Appl. Res.* 2019; (10): 333.
- Gladkikh E.V., Kravchuk K.S., et. al. *J. Surf. Invest.: X-Ray, Synchrotron Neutron Tech.* 2019; (13): 48.
- Rogozhkin S.V., Iskandarov N.A., et. al. *Inorg. Mater. Appl. Res.* 2013; (4): 426.
- Rogozhkin S.V., Iskandarov N.A., et. al. *Inorg. Mater. Appl. Res.* 2020; (11): 359.
- Rogozhkin S.V., Iskandarov N.A., Lukyanchuk A.A., et. al. *Inorg. Mater. Appl. Res.* 2018; (9): 231.
- Rogozhkin S.V., Schastlivaya I.A., Leonov V.P., et al. *Inorg. Mater. Appl. Res.* 2017; (8): 848.
- Nikitin A.A., Rogozhkin S.V., Ogorodnikova O.V., et. al. *Physics of Atomic Nuclei* 2013; 86: 2618.
- Ogorodnikova O.V., Nikitin A.A., Rogozhkin S.V., et. al. *J. Nucl. Mater.* 2024; 595: 155070.
- Orlov N.N., Rogozhkin S.V., Bogachev A.A., et al., *Russ. Metall.* 2017; (9): 741.
- Rogozhkin S.V., Bogachev A.A., Orlov N.N., et al. *Russ. Metall.* 2017; (7): 554.
- Rogozhkin S.V., Khomich A.A., Bogachev A.A., et. al. *Physics of Atomic Nuclei* 2020; 83: 1519.
- Rogozhkin S.V., Klauz A.V., Bogachev A.A., et. al. *Physics of Atomic Nuclei* 2023; 86: 1975.
- Rogozhkin S.V., Khomich A.A., Nikitin A.A., et. al. *Physics of Atomic Nuclei* 2024; 87: 1257.
- Рогожкин С.В., Хомич А.А., Никитин А.А. и др., *Перспективные материалы* 2025; (11): 5.