# ИЗУЧЕНИЕ СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫХ ИЗМЕНЕНИЙ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ИОНАМИ КРИПТОНА С ЭНЕРГИЕЙ 147 МЭВ

И.А. Иванов<sup>1), 2)</sup>, Б.С. Аманжулов<sup>1), 2)</sup>, В.В. Углов<sup>3)</sup>, С.В. Злоцкий<sup>3)</sup>, Ә. М. Темір<sup>1)</sup>, Ә.Д. Сапар<sup>1), 2)</sup>, Е.О. Унгарбаев<sup>1)</sup>, Ке Джин<sup>4)</sup>

<sup>1)</sup>Институт ядерной физики, ул. Ибрагимова 1, Алматы 050032, Казахстан, i.ivanov@inp.kz, b.amanzhulov@inp.kz, a.temir@inp.kz, a.sapar@inp.kz, e.ungarbayev@inp.kz

<sup>2)</sup>Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, ул. Сатпаева 2, Астана 010008, Казахстан

<sup>3)</sup>Белорусский государственный университет, пр. Независимости 4, Минск 220030, Беларусь, uglov@bsu.by, zlotski@bsu.by

<sup>4)</sup>Пекинский технологический институт, Южная улица 5, Чжунгуаньцунь, район Хайдянь, Пекин 100081, Китай, jinke@bit.edu.cn

В данной работе исследована радиационная стойкость структуры и основной фазы чистого ванадия и эквиатомных сплавов VNb, VNbTa, VNbTaTi при облучении ионами криптона  $^{84}$ Kr $^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом ионов  $1\times10^{13}$ ,  $1\times10^{14}$  см $^{-2}$ . Установлено, что все образцы сохранили структуру твердого раствора с объемно-центрированной кубической (ОЦК) решеткой и не образовали вторичных фаз при облучении. Параметры решетки сплавов VNb и VNbTa не изменялись в пределах погрешности измерений. В V параметр решетки уменьшался при флюенсе  $1\times10^{13}$  см $^{-2}$ , а при большем флюенсе оставался в пределах погрешности. В сплаве VNbTaTi параметр решетки уменьшался при увеличении флюенса до  $1\times10^{14}$  см $^{-2}$ . Значения микронапряжений во всех образцах при облучении выросли при флюенсе  $1\times10^{13}$  см $^{-2}$  и уменьшились при флюенсе  $1\times10^{14}$  см $^{-2}$ . С усложнением состава от V к VNbTaTi изменения микронапряжений уменьшались при облучении. Таким образом, ВЭС VNbTaTi демонстрирует высокую радиационную устойчивость и может рассматриваться в качестве перспективного конструкционного материала.

*Ключевые слова:* ионное облучение; высокоэнтропийные сплавы; радиационные дефекты; рентгеноструктурный анализ; микронапряжения.

## STUDYING THE STRUCTURAL AND PHASE CHANGES OF ALLOYS BASED ON VANADIUM DUIRNG THE IRRADIATION WITH 147 MEV KRYPTON IONS

I.A. Ivanov<sup>1),2)</sup>, B.S. Amanzhulov<sup>1),2)</sup>, V.V. Uglov<sup>3)</sup>, S.V. Zlotsky<sup>3)</sup>, A.M. Temir<sup>1)</sup>, A.D. Sapar<sup>1),2)</sup>, Y.O. Ungarbayev<sup>1)</sup>, K. Jin<sup>4)</sup>

<sup>1)</sup>Institute of Nuclear Physics, 1 Ibragimov Str., 050032 Almaty, Kazakhstan, i.ivanov@inp.kz, b.amanzhulov@inp.kz, a.temir@inp.kz, a.sapar@inp.kz, e.ungarbayev@inp.kz

<sup>2)</sup>L.N. Gumilyov Eurasian National University, 2 Satpayev Str., 010008 Astana, Kazakhstan

<sup>3)</sup>Belarusian State University,

4 Nezavisimosti Ave, 220030 Minsk, Belarus, uglov@bsu.by, zlotski@bsu.by <sup>4)</sup>Beijing Institute of Technology,

5 South Str., Zhongguancun, Haidian District, 100081 Beijing, China, jinke@bit.edu.cn

In this work, the radiation stability of the structure and the primary phase of pure vanadium and equiatomic alloys VNb, VNbTa, VNbTaTi was investigated under irradiation with krypton  $^{84}$ Kr $^{15+}$  ions with an energy of 147 MeV with a fluence of ions equal to  $1\times10^{13}$ ,  $1\times10^{14}$  cm $^{-2}$ . It was established that all samples retained the structure with the primary bcc phase of the solid solution and did not form secondary phases during irradiation. After irradiation, the lattice parameters in VNb, VNbTa remian unchanged within the uncertainty. In V, the lattice parameter decreased at a fluence of  $1\times10^{13}$  cm $^{-2}$ , and at a higher fluence it changed within the uncertainty. In VNbTaTi, the lattice parameter decreased with fluence increasing to  $1\times10^{14}$  cm $^{-2}$ . Microstress levels in all samples increased at a fluence of  $1\times10^{13}$  ions/cm $^2$  and decreased at  $1\times10^{14}$  ions/cm $^2$ . As the compositional complexity increased from V to VNbTaTi, the changes in microstresses under irradiation diminished. Thus, VNbTaTi HEA

demonstrates high radiation resistance and can be considered as a promising structural material.

Keywords: ion irradiation; high-entropy alloys; radiation defects; XRD analysis; microstresses.

#### Введение

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) на основе тугоплавких металлов V, Cr, Ti, Ta, Hf структурой co объемноцентрированного кубического (ОЦК) твердого раствора активно исследуется для применения в ядерной энергетике, имеют более высокий порог для ухудшения прочностных характеристик при облучении и высокой температуре по сравнению с обычными сталями, такими как SS304, имеют малое сечение захвата тепловых нейтронов [1, 2]. ВЭС - это сплавы из четырех, пяти и более металлов, с околоэквиатомными концентрациями основных элементов более 5-35 ат. % и конфигурационной энтропией  $\Delta S_{\text{конф}} \ge 1.5 R$ , а для среднеэнтропийных сплавов (СЭС) 1.0≤  $\Delta$ Sконф≤1.5R [3].

При облучении интерметаллидов и керамик тяжелыми ионами происходит образование дефектов в кристаллической структуре, разупорядочение и аморфизация, которые приводят к распуханию и охрупчиванию [4]. Микроструктура ВЭС, таких как Ti<sub>2</sub>ZrHfV<sub>0.5</sub>Mo<sub>0.2</sub>, более устойчива к радиационной деградации благодаря замедлению миграции дефектов [3]. Радиационная стойкость ВЭС значительно зависит не только от сложности состава, но и от составляющих элементов [5], и эта взаимосвязь остается малоизученной.

Цель данной работы – исследовать устойчивость структуры и фазового состава ванадия и сплавов VNb, VNbTa, VNbTaTi к облучению высокоэнергетическими ионами криптона в зависимости от состава образца и дозы радиационных повреждений.

#### Материалы и методы

Для получения образцов в Пекинском технологическом институте был применен метод дуговой плавки порошков чистых металлов V, Nb, Ta, Ti в высокочистой атмосфере аргона. Полученные слитки про-

шли отжиг при температуре 1150°C в течение 24 ч, подверглись холодной прокатке для уменьшения толщины слитков на 85%, и прошли отжиг при 1150°C в течение 72 ч.

Облучение V, VNb, VNbTa, VNbTaTi производилось на циклотроне DC-60 (Астана, Казахстан) ионами криптона  $^{84}\mathrm{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом ионов  $1\times10^{13}$ ,  $1\times10^{14}$  см<sup>-2</sup> при комнатной температуре (КТ).

Изучение параметра решетки и фазового состава образцов проводилось методом рентгеноструктурного анализа (PCA) на рентгеновском дифрактометре Bruker D8 в геометрии Брэгг-Брентано с применением характеристического рентгеновского излучения  $CuK_{\alpha}$  с длиной волны  $\lambda$ =0.154179 нм. Микронапряжения были рассчитаны методом Вильямсона-Холла [6].

#### Результаты и их обсуждение

Рисунок 1 показывает, что V, VNb, VNbTa, VNbTaTi имеют одну основную фазу ОЦК твердого раствора, которая сохраняется при облучении ионами криптона.

На рис. 2 видно, что параметры решетки после облучения в VNb, VNbTa не менялись в пределах погрешности. В V параметр решетки уменьшается при флюенсе  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup> на 0.19% от исходного значения, а при большем флюенсе меняется в пределах погрешности. В VNbTaTi параметр решетки уменьшается с увеличением флюенса. При флюенсе  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup> в VNbTaTi параметр решетки падает на 0.20%, а при  $1\times10^{14}$  см<sup>-2</sup> на 0.28% от значений для необлученного образца.

Сжатие решетки в V, вероятно связано с образованием вакансий, а сжатие решетки в ВЭС вдобавок может быть связано с уменьшением искажения решетки при облучении [3]. Но так как глубина сканирования дифрактометра достигает около 1мкм, что меньше глубины повреждений,

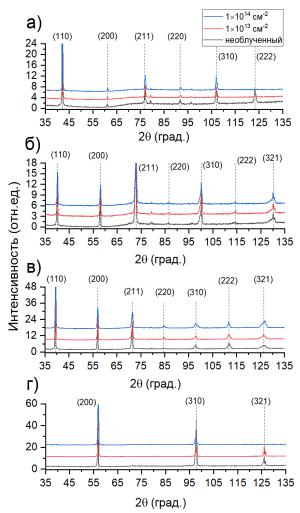


Рис. 1. Рентгенограммы: а) V, б) VNb, в) VNbТа и г) VNbТаТі, необлученных и облученных ионами криптона с флюенсом:  $1 \times 10^{13}$  см<sup>-2</sup>,  $1 \times 10^{14}$  см<sup>-2</sup>

равной 10-12 мкм, согласно расчетам SRIM для криптона с энергией 147 МэВ, изменения параметров решетки были незначительными.

Микронапряжения во всех образцах были определены как сжимающие. Из рис. З видно, что исходные микронапряжения увеличивались с усложнением состава. При облучении значения микронапряжений росли при флюенсе  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup> и затем падали при флюенсе  $1\times10^{14}$  см<sup>-2</sup>. Наибольшие изменения микронапряжений были обнаружены в чистом ванадии и равнялись 78% от исходных при флюенсе  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup>. При сравнении от V к VNbTa-Ті изменения микронапряжений относительно исходных значений уменьшались при облучении.

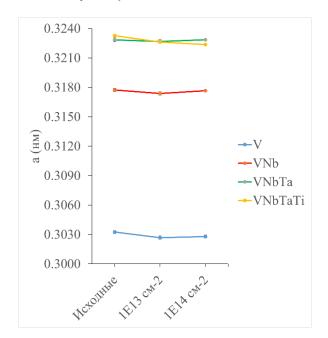


Рис. 2. Параметры решетки a для V, VNb, VNbTa и VNbTaTi, необлученных, облученных ионами криптона с флюенсом:  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup>,  $1\times10^{14}$  см<sup>-2</sup>

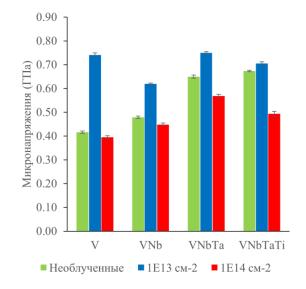


Рис. 3. Микронапряжения в образцах V, VNb, VNbTa и VNbTaTi, необлученных и облученных ионами криптона с флюенсом:  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup>,  $1\times10^{14}$  см<sup>-2</sup>

Рост сжимающих микронапряжений в образцах при флюенсе  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup> можно объяснить появлением точечных дефектов и небольших кластеров дефектов при облучении ионами [2]. Уменьшение микронапряжений при более высоком флюенсе возможно связано с перераспределением атомов мишени в связи с каскадом смещений [4], рекомбинацией дефектов, оттоком дефектов к стокам, например, к крупным

кластерам дефектов, таким как дислокационные петли [2]. Меньшие изменения микронапряжений в ВЭС VNbTaTi вероятно связаны с замедлением миграции и улучшенной рекомбинацией дефектов [3].

#### Заключение

В работе было установлено, что СЭС VNbTa и ВЭС VNbTaTi имеют устойчивую структуру с основной ОЦК фазой твердого раствора и не образуют вторичных фаз при облучении ионами криптона с энергией 147 МэВ.

При облучении параметры решетки в VNb, VNbTa оставались в пределах погрешности. В V параметр решетки уменьшался при флюенсе  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup>, а при большем флюенсе оставался в пределах погрешности. В VNbTaTi параметр решетки уменьшался с увеличением флюенса до  $1\times10^{14}$  см<sup>-2</sup>.

Значения микронапряжений во всех образцах увеличились при флюенсе ионов  $1\times10^{13}$  см<sup>-2</sup> и уменьшились при флюенсе  $1\times10^{14}$  см<sup>-2</sup>. С усложнением состава от V к VNbTaTi изменения микронапряжений уменьшались при облучении.

Таким образом, ВЭС VNbTaTi может рассматриваться как перспективный сплав для конструкционного материала, устойчивого к облучению высокоэнергетическими ионами.

Данное исследование финансировалось Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № АР19579188) и Министерством Энергетики Республики Казахстан (грант № BR23891530).

### Библиографические ссылки

- 1. Sadeghilaridjani M., Ayyagari A., Muskeri S., Hasannaeimi V., Salloom R., Chen W.Y., et al. Ion irradiation response and mechanical behavior of reduced activity high entropy alloy. *Journal of Nuclear Materials* 2020; 529: 151955.
- 2. Zhang H., Li C., Zhu Z., Huang H., Lu Y., Wang T., et al. Effects of He-ion irradiation on the microstructures and mechanical properties of the novel Co-free V CrFeMnNi high-entropy alloys. *Journal of Nuclear Materials* 2022; 572: 154074.
- 3. Lu Y., Huang H., Gao X., Ren C., Gao J., Zhang H., et al. A promising new class of irradiation tolerant materials: Ti2ZrHfV0.5Mo0.2 high-entropy alloy. *Journal of Materials Science & Technology* 2019; 35(3): 369-373.
- 4. Zinkle S.J., Tanigawa H., Wirth B.D. Radiation and Thermomechanical Degradation Effects in Reactor Structural Alloys. B: Structural Alloys for Nuclear Energy Applications [Интернет]. Elsevier; 2019. 163–210. Доступно на: https://linkinghub.elsevier.com/retrieve/pii/B978012 3970466000058.
- 5. Zhu Z., Chen S., Zhang Q., Li L., Zhao Y., Guo X., et al. Suppressed defect production and hardening in refractory high entropy alloys under ion irradiation at early stage: A comparative study between VTaTi, HfNbZrTi, and conventional V-4Cr-4Ti. *Journal of Materials Science & Technology* 2025; 235: 1-11.
- Mote V., Purushotham Y., Dole B. Williamson-Hall analysis in estimation of lattice strain in nanometersized ZnO particles. *Journal of Theoretical and Applied Physics* 2012; 6(1): 6.