

УДК 538.975

**Особенности влияния изохронного отжига на дефектную структуру
наноразмерных многослойных покрытий Zr/Nb после наводороживания**Ч. Ван, А.Д. Ломыгин, Р.С. Лаптев

Научный руководитель: доцент, к.т.н., Р.С. Лаптев

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,
Россия, г. Томск, пр. Ленина, 30, 634050E-mail: vc01@tpu.ru**Characteristics of the influence of isochronous annealing on the defect structure
of nanoscale multilayer coatings Zr/Nb after hydrogenation**Zh. Wang, A.D. Lomygin, R.S. Laptev

Scientific Supervisor: Ass. Prof., PhD., R.S. Laptev

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: vc01@tpu.ru

Abstract. The development of radiation-resistant materials is an important challenge to improve safety and extend the lifetime of structures. Researchers propose the use of nanoscale multilayer coatings (NMCs) that are resistant to radiation damage and have the ability to repair defects across interfaces. Multilayer barriers such as Cu/V, Al/Nb, Cu/Mo and Fe/W effectively retain defect clusters and reduce radiation damage. HCP/BCC Zr/Nb interfaces can prevent defect formation when exposed to proton radiation. However, hydrogen embrittlement of Zr alloys is a problem. To increase the lifetime of nuclear reactors, the problem of reducing hydrogen embrittlement of zirconium components of reactor cores must be addressed. However, most of the works on irradiation of multilayer structures have only considered the structure after interaction with helium ions and proton beams. The aim of this work is to investigate the effect of isochronous annealing on the defect structure of nanoscale Zr/Nb multilayer coatings after hydrogenation.

Key words: nanoscale multilayer coatings; hydrogenation; positron annihilation; isochronous annealing

Введение

Наноразмерные многослойные материалы улучшают физические и химические свойства материалов, такие как устойчивость к коррозии, царапинам, излучению и электропроводности. Кроме того, они улучшают прочность на разрыв, вязкость и другие важные характеристики, что делает их весьма универсальными в различных отраслях промышленности. После облучения легкими ионами в результате ядерных столкновений в металлах может увеличиться соотношение точечных дефектов, таких как вакансии и включения, и скоплений дефектов, таких как пузырьки He [1]. Для решения проблемы быстрого радиационного охрупчивания конструкционных материалов исследователи предложили использовать наноразмерные многослойные материалы толщиной от нескольких до десятков нм [2]. В исследовании Мисры и др. [3] было обнаружено, что межслойные контакты Cu/Nb препятствуют возникновению и распространению пузырьков He. В нашем предыдущем исследовании [4] было показано, что некогерентные интерфейсы, которые, естественно, являются нечеткими, имеют лучшие коэффициенты рекомбинации и более высокую эффективность поглощения. Как было показано ранее, интерфейсы HCP/BCC Zr/Nb могут предотвращать образование дефектов даже при воздействии протонного излучения. Однако протонное облучение может вызвать водородное охрупчивание сплавов Zr, что представляет собой серьезную проблему [5]. Однако в большинстве работ по облучению многослойных конструкций для защиты активной зоны ионами гелия и протонными пучками рассматривается структура после взаимодействия с ними. Наноразмерные многослойные покрытия (НМП), используемые в ядерной и космической технике, могут подвергаться индуцированным водородом процессам, которые

изменяют их микроструктуру и вызывают охрупчивание. Чтобы смягчить воздействие водорода на наноразмерные многослойные структуры, необходим внутренний структурный анализ после наводороживания. В ряде работ было показано положительное влияние отжига на структуру материала [6]. Целью данной работы является исследование влияния отжига на дефектную структуру наноразмерных многослойных покрытий Zr/Nb после наводороживания.

Экспериментальная часть

Образцы наноразмерных многослойных покрытий (НМП) с чередующимися слоями Zr и Nb были изготовлены методом магнетронного распыления на специализированной установке, разработанной в Исследовательском центре им Б.П. Вайнберга Национального исследовательского Томского политехнического университета (Томск, Россия). Подложки монокристаллического кремния с ориентацией (111) закреплялись в экспериментальной камере с помощью системы осевого вращения. Была подготовлена серия образцов НМП Zr/Nb с толщиной отдельных чередующихся слоев 50 нм (Zr50/Nb50). Общая толщина покрытия для всех образцов составила 1.1 ± 0.2 мкм. Термический отжиг образцов осуществлялся на автоматизированном комплексе Gas Reaction Controller. Образцы помещались в реакционную камеру, камера вакуумировалась до давления $1 \cdot 10^{-4}$ Па и нагревалась до заданной температуры со скоростью 6 °С/мин. Температуры отжига равнялась температуре наводороживания и составляла 350 °С. Послойный анализ структурных дефектов проводился методом доплеровского уширения аннигиляционной линии (ДУАЛ) с использованием позитронного пучка переменной энергии в ОИЯИ, г. Дубна, Россия. Использовался моноэнергетический позитронный пучок диаметром 5 мм и интенсивностью 10^6 с⁻¹. Диапазон энергий имплантируемых позитронов составлял от 0,1 кэВ до 22 кэВ.

Результаты

Результаты послойного анализа ДУАЛ в НМП Zr/Nb наводороженных при различном давлении и времени после изохронного отжига представлены на рисунке 1.

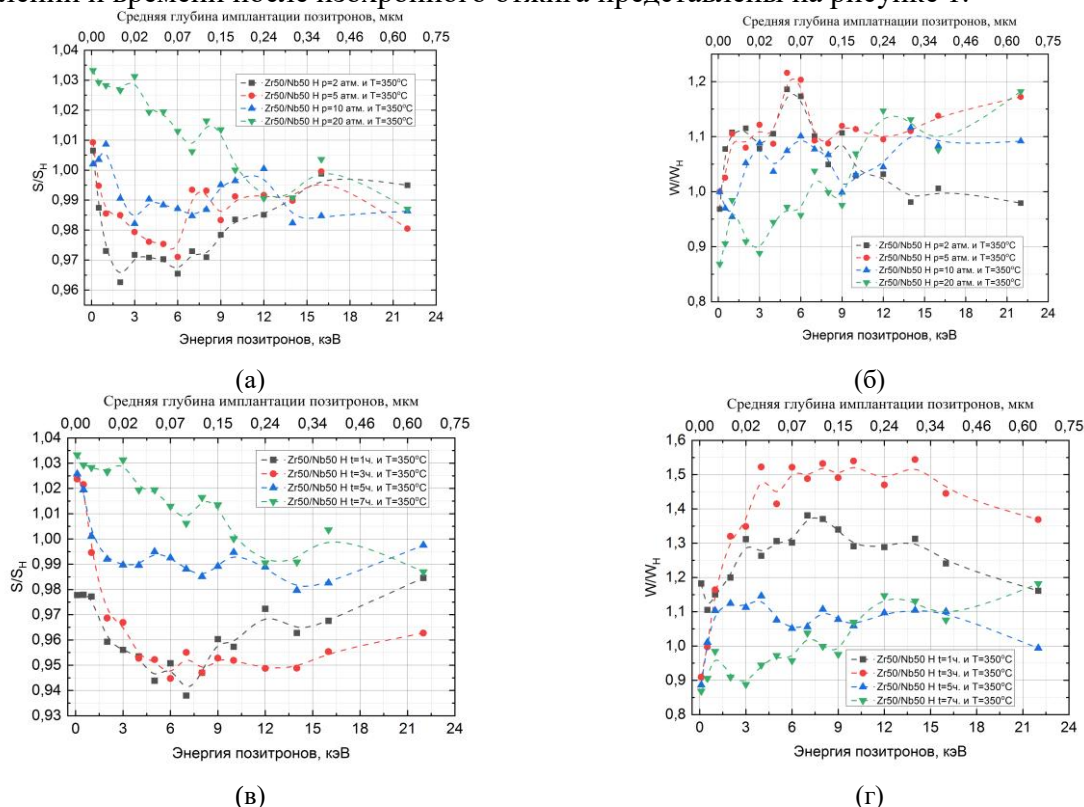


Рис. 1. Зависимости S/S_H и W/W_H позитронов переменной энергии в наводороженных НМП Zr50/Nb50 с различным давлением (а, б) и временем (в, г) наводороживания после изохронного отжига

Отжиг НМП Zr/Nb после насыщения водородом при давлении 20 атм. приводит к росту значений S/S_H выше начального (наводороженного) уровня, но при этом относительные изменения меньше исходного (до наводороживания). Схожие зависимости наблюдаются после отжига в наводороженных НМС Zr/Nb с различной концентрацией водорода. Для НМП Zr/Nb наводороженных до концентрации 180 ± 10 и 370 ± 15 ppm характерно повышение значений S/S_H , что свидетельствует об увеличении свободного объема, вероятно за счет формирования и накопления дефектов, связанных с водородом.

Заключение

Наводороживание до концентрации 370 ± 15 ppm и последующий отжиг сопровождается повышением значений S/S_0 выше начального уровня, что свидетельствует о накоплении водород-индуцированных изменений. Отжиг при температуре 350 °С НМП Zr/Nb 50 нм наводороженных при различном давлении не приводит к восстановлению исходных профилей S и W , наблюдается дальнейшее снижение S/S_H ($W/W_H \uparrow$), однако с ростом давления от 2 до 10 атм. данные изменения становятся менее выраженными.

Работа выполнена при финансовой поддержке Российского научного фонда № 20-79-10343.

Список литературы

1. Zinkle S.J., Was G.S. Materials challenges in nuclear energy // Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61, № 3. – P. 735–758.
2. Wang M. et al. Defect-interface interactions in irradiated Cu/Ag nanocomposites // Acta Materialia. – 2018. – Vol. 160. – P. 211–223.
3. Misra A. et al. The radiation damage tolerance of ultra-high strength nanolayered composites // Jom. – 2007. – Vol. 59. – P. 62–65.
4. Laptev R. et al. The Microstructure of Zr/Nb Nanoscale Multilayer Coatings Irradiated with Helium Ions // Coatings. – 2023. – Vol. 13, № 1. – P. 193.
5. Ivanova S.V. Effect of hydrogen on serviceability of zirconium items in VVER and RBMK-type reactors fuel assemblies // International Journal of Hydrogen Energy. – 2002. – Vol. 27, № 7–8. – P. 819–824.
6. Luo Y. et al. In-situ TEM investigation of defect evolution in FeCrAl during post-irradiation annealing // Journal of Materials Research and Technology. – 2023. – Vol. 27. – P. 2953–2963.