

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2024-2-74-83>

УДК 53.538.97; 53.539.1.07

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА РЕЗЕРФОРДОВСКОГО ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ РАДИАЦИОННОЙ СЕГРЕГАЦИИ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

Б. С. Аманжулов^{1,2*}, И. А. Иванов^{1,2}, А. Е. Рыскулов¹, В. В. Углов³,
А. Е. Курахмедов^{1,2}, А. Д. Сапар^{1,2}, Е. О. Унгарбаев^{1,2}, М. В. Колобердин^{1,2}

¹ РГП «Институт ядерной физики» МЭ РК, Алматы, Казахстан

² НАО «Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева», Астана, Казахстан

³ Белорусский государственный университет, Минск, Республика Беларусь

*E-mail для контактов: amanzhulov_bs_1@enu.kz

В данном исследовании была изучена радиационная сегрегация в высокоэнтропийных сплавах (ВЭС) CoCrFeNi, CoCrFeMnNi, облученных ионами гелия He²⁺ с энергией 40 кэВ при комнатной температуре. Изменения концентраций элементов ВЭС и их распределений по глубине изучались методами Резерфордского обратного рассеяния (РОР) и энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (ЭДС). Измерения методами РОР и ЭДС показали, что необлученные ВЭС обладают близким к эквиаtomному составом, где средняя концентрация для CoCrFeNi равна 24,8 атомных процентов (ат.%), а для CoCrFeMnNi – 20 ат.%. Результаты ЭДС существенно отличались от РОР в концентрациях Ni/Co, и указали на отсутствие значительных изменений распределения элементов в обоих ВЭС после облучения. Согласно данным РОР, наибольшие изменения концентраций при облучении в обоих ВЭС относятся к обогащению атомами Ni. В CoCrFeNi при облучении наибольшей сегрегации подвергаются атомы Ni/Co, а в CoCrFeMnNi значительно меняются концентрации Ni/Co/Fe. В CoCrFeMnNi сильнее чем в CoCrFeNi проявилось изменение концентраций элементов с ростом флюенса облучения. В CoCrFeMnNi изменения концентраций всех элементов при обоих флюенсах достигали 0,5–17% (0,1–3,1 ат.%) и превысили изменения в CoCrFeNi, достигавшие 2–11% (0,5–1,9 ат.%). Было установлено, что устойчивость к сегрегации при облучении ионами гелия в данных условиях у CoCrFeMnNi была ниже, чем у CoCrFeNi. В обоих ВЭС изменения концентраций Co, Fe, Cr, Mn были значительно меньше, чем изменения около стоков и кластеров дефектов при облучении ионами никеля со схожими дозами в других исследованиях при температурах близких к температуре полуплавления никелевых ВЭС. Исследование методом РОР показало равномерное распределение атомов по глубине и устойчивость к сегрегации в CoCrFeNi, CoCrFeMnNi при облучении ионами гелия.

Ключевые слова: высокоэнтропийные сплавы, радиационная стойкость, сегрегация, Резерфордское обратное рассеяние, элементный анализ, ускоритель.

ВВЕДЕНИЕ

Конструкционные материалы для активной зоны и защиты ядерных реакторов IV-го поколения должны обладать повышенной устойчивостью к радиационным повреждениям при облучении ядрами продуктов деления, нейтронами и гелием с дозами до 100–200 смещений-на-атом (сна) и повышенными температурами до около 750–1000 °С [1, 2]. Радиационная сегрегация – значительное обогащение областей материала одними составляющими элементами и уменьшение концентрации других элементов этого же материала, при облучении, что может привести к распаду твердого раствора [1, 3]. Она может привести к коррозионному растрескиванию в аустенитных сталях [4], радиационному упрочнению и охрупчиванию [3] конструкционных материалов. Радиационная сегрегация протекает около скоплений дефектов и мест их поглощения (стоков), таких как границы зерен, дислокационные петли, когда поток дефектов и примесей твердого раствора к стокам и скоплениям дефектов неравномерен [1, 3]. Облучение при высоких температурах усиливает этот процесс за счет ускоренной диффузии атомов раствора и примесей и

усиленного образования дефектов [3]. Из-за различий в скорости обмена с вакансиями или передвижения атомов с междоузлиями, преобладает поток и накопление атомов определенного элемента [1]. При облучении сталей, может происходить сегрегация Ni и Mn, которые могут образовывать кластеры около дислокационных петель из межузловых атомов. Рост количества данных кластеров при высоких потоках облучающих частиц связывают с усиленным образованием дислокационных петель [4]. Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) являются альтернативой таким конструкционным материалам как аустенитные стали, так как имеют повышенную стойкость к радиационному упрочнению, образованию вторичных фаз, гелиевому распуханию и сегрегации [3].

ВЭС – сплавы, состоящие из пяти и более металлов, где атомные концентрации каждого элемента не менее 5–35 ат.% и энтропия смешения $\Delta S_{\text{mix}} \geq 1,5R$ для ВЭС, $1,0 \leq \Delta S_{\text{mix}} \leq 1,5R$ для среднеэнтропийных сплавов (СЭС), где R – универсальная газовая постоянная 8,31 Дж/(моль·К) [5]. В данной статье, как и в литературе, оба сплава CoCrFeNi, CoCrFeMnNi будут обозначены как ВЭС, так как обладают схожими

свойствами, несмотря на то что $\Delta S_{\text{mix}} \approx 1,37R$ для CoCrFeNi. Важно изучить изменение элементного распределения разных ВЭС при разных температурах, дозах и ионах для понимания развития как микро-, так и макроскопических свойств материалов для ядерной энергетики при облучении.

Наиболее распространенные в исследованиях радиационной сегрегации ВЭС методы: просвечивающая растровая электронная микроскопия – спектроскопия характеристических потерь энергии электронов (ПРЭМ-СХПЭЭ) [6], просвечивающая растровая электронная микроскопия – энергодисперсионная спектроскопия (ПРЭМ-ЭДС) [7], атомно-зондовая томография (АЗТ) [8], растровая электронная микроскопия – энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (РЭМ-ЭДС). Но в первых трех методах используется сфокусированный ионный пучок для модификации поверхности образцов [9]. Также применялась позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС), с помощью которой было обнаружено упорядочивание и сегрегация Ni около вакансий в 2–4 компонентных концентрированных твердых растворах на основе Ni, Co, Fe, Cr, но этот метод ограничен ближней парой десятков атомов [10]. Резерфордское обратное рассеяние с каналированием позволяет отслеживать дефекты кристаллов, так как в облученных сплавах растет выход обратно рассеянных ионов [3].

Обычный метод Резерфордского обратного рассеяния (РОР) без каналирования для анализа состава ВЭС используется редко, хотя он тоже позволяет достаточно точно определять распределение тяжелых элементов в образце из более легких элементов в объемных образцах [9, 11]. РОР имеет ряд преимуществ перед другими методами элементного анализа. РОР является неразрушающим методом анализа, особенно для конструкционных материалов [12, 13]. Для количественного анализа не обязательно наличие изученных эталонов. РОР на ионах азота N^{14+} имеет улучшенное разрешение по массе и по глубине для широкого диапазона тяжелых элементов, например, от Ti ($A=48$ атомных единиц массы (а.е.м.)), Fe ($A=56$ а.е.м.), и до W ($A=184$ а.е.м.) по сравнению с РОР с помощью протонов и гелия [12, 14]. Высокая кинетическая энергия ускоренных ионов равная 14 МэВ и большее сечение рассеяния в данном диапазоне элементов, позволяют получить более высокий выход обратно рассеянных частиц для тяжелых элементов.

РЭМ-ЭДС (далее ЭДС) обладает лучшим плоскостным разрешением по сравнению с РОР и может его дополнять. Диаметр пучка на мишени при РОР достигает 2 мм, а разрешение по глубине в РОР с использованием ионов кислорода с энергией 20 МэВ может достигать 400 ангстрем (Å) для глубины 1 мкм в мишени из Ni [12]. Диаметр электронного пучка ЭДС находится в диапазоне 0,1–1 мкм [15]. Для ЭДС при ускоряющем напряжении 30 кВ, в железе глубина ге-

нерации рентгеновского излучения достигает 2–5 мкм, а при напряжении 15 кВ эта глубина для меди равна около 0,6 мкм [16, 17]. Таким образом значения концентрации при ЭДС могут отличаться так как средняя концентрация определяется по большей глубине и в плоскости меньшего размера, чем ЭДС.

Как было упомянуто выше, устойчивость к радиационной сегрегации у ВЭС CoCrFeNi, CoCrFeMnNi выше, чем у традиционных конструкционных материалов, таких как сталь 304 и сплав Fe-Ni-Cr [3, 9]. Но, во-первых, исследования радиационной сегрегации ВЭС при облучении ионами гелия встречаются реже, чем при облучении тяжелыми ионами [9]. Во-вторых, метод РОР имеет преимущества перед другими приведенными методами элементного анализа: быстрый набор данных со сменой образцов без открытия камеры, возможность изучения поверхностного слоя объемных образцов без их разрушения и специальной подготовки, возможность применения на ускорителе, произведшем облучение материала. В данном исследовании были выбраны методы РОР и ЭДС благодаря их неразрушающему анализу, и возможности быстрого и точного определения распределения элементов по глубине и их концентрации в образцах ВЭС CoCrFeNi, CoCrFeMnNi. С целью определения степени сегрегации ВЭС были облучены ионами гелия, и были сравнены распределения и концентрации составляющих элементов до и после облучения, а также относительно литературных данных по ВЭС.

Методы

Образцы ВЭС CoCrFeNi, CoCrFeMnNi и чистого Ni были изготовлены в Пекинском Технологическом Институте следующим методом [18]. Слитки ВЭС были получены методом дуговой плавки порошков чистых металлов (до 99,9%) в высокочистой атмосфере аргона. Далее, для образования однородных зерен, слитки подверглись отжигу при температуре 1150 °С в течение 24 часов. Затем образцы прошли холодную прокатку до понижения толщины слитков на 85%, с последующим отжигом при 1150 °С в течение 72 часов для уменьшения напряжений, вызванных прокаткой. Размеры образцов составляли 5,0×5,0×1,5 мм.

Состав и распределение элементов по глубине в ВЭС CoCrFeNi, CoCrFeMnNi были изучены на циклотроне ДЦ-60 (Астанинский филиал Института Ядерной Физики, Астана, Казахстан) методом РОР на коллимированном пучке ионов азота $^{14}N^{2+}$ с энергией 14 МэВ. Обратно рассеянные ионы регистрировались полупроводниковым поверхностно-барьерным Au-Si детектором. Площадь детектора РОР – 50 мм², разрешение энергии РОР детектора ≈ 11 кэВ. Угол регистрации РОР составлял 20° от пучка ионов и нормали к мишени (угол рассеяния 160°). Относительная погрешность элементных концентраций ВЭС составляла менее 6% и была рассчитана из данных эксперимента. Также был произведен ЭДС ана-

лиз поверхности ВЭС на установке Röntec сопряженной с растровым электронным микроскопом LEO1455VP. Ускоряющее напряжение составляло 20 кВ, использовался полупроводниковый энергодисперсионный Si (Li) детектор. Относительная погрешность ЭДС составляла менее 5%.

ВЭС CoCrFeNi, CoCrFeMnNi и чистый Ni были облучены ионами He^{2+} с энергией 40 кэВ на циклотроне ДЦ-60, с флюенсами №1 ($5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$) и №2 ($2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$). Спектры обратно рассеянных частиц обрабатывались в программе Rutherford universal manipulation program (RUMP) [19] и был построен теоретический спектр POP (красная линия), соответствующий экспериментальному спектру (черная линия). Концентрационный профиль элементов в программе RUMP представляется в форме последовательного чередования слоев варьируемой толщины и состава.

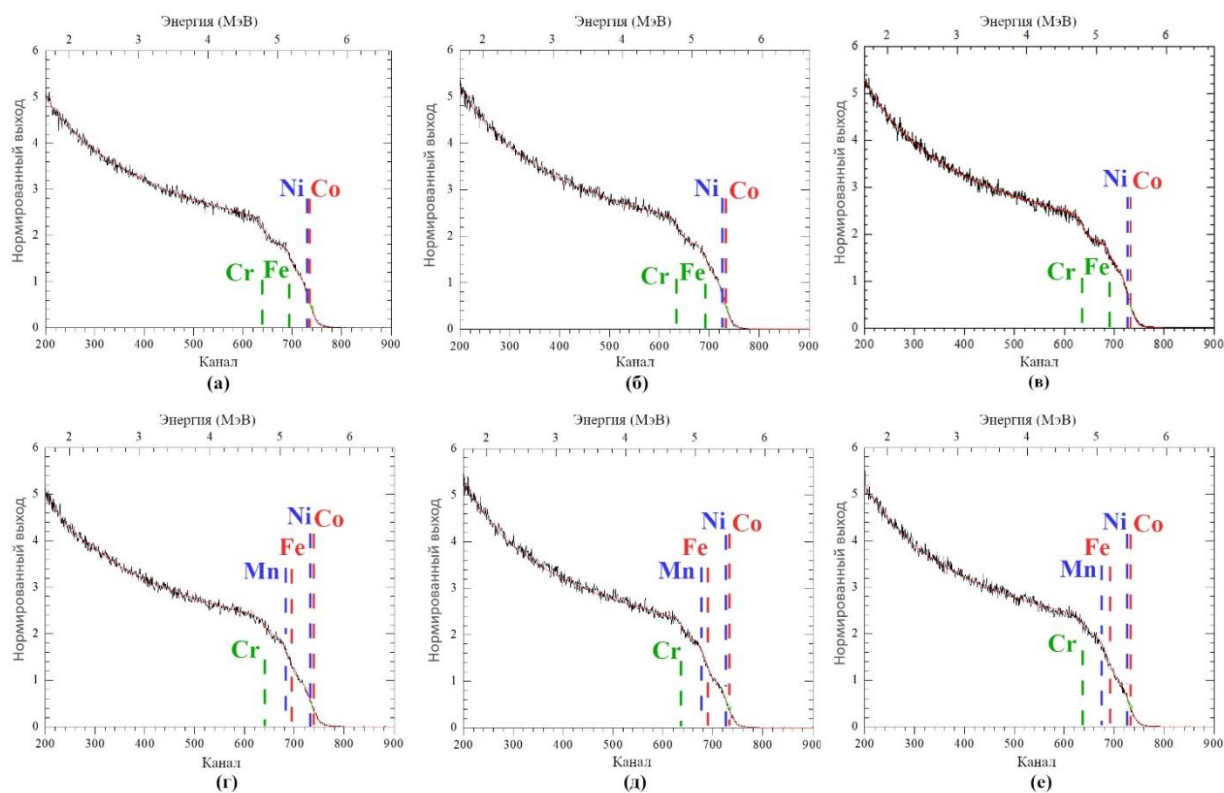
РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Согласно результатам POP, представленным на рисунке 1 и расчетам в RUMP, в исходных образцах сплавов CoCrFeNi, CoCrFeMnNi распределение элементов Ni, Co, Fe, Cr, Mn по глубине до 1 мкм в соответствующих образцах равномерное. На это указывает то, что экспериментальные спектры POP (черная линия) совпадают с рассчитанными в программе RUMP (красная линия). Небольшие отклонения от рассчитанных линий спектров связаны с ограничени-

ями по определению концентраций элементов со схожими массами для POP.

Результаты анализа методом POP представлены в таблицах 1 и 2. В исходных образцах сплавов CoCrFeNi, CoCrFeMnNi концентрация элементов близка к эквиатомной. Средняя концентрация для исходных CoCrFeNi составляет 24,8 ат.%, а для CoCrFeMnNi – 20 ат.%. Результаты POP для CoCrFeNi, CoCrFeMnNi показывают незначительное изменение концентрации элементов в облученных образцах, но распределение элементов остается однородным по всей анализируемой глубине.

На рисунке 2, ЭДС карта демонстрирует однородное распределение элементов Ni, Co, Fe, Cr, Mn в приповерхностном слое в CoCrFeMnNi. Как видно из таблиц 1 и 2, значения концентраций исходных образцов CoCrFeNi, CoCrFeMnNi, полученные методом POP, схожи со значениями из метода ЭДС. Анализ ЭДС подтверждает равномерное распределение элементов в поверхностном слое в данных ВЭС. Результаты ЭДС в таблицах 1 и 2 показали, что ВЭС являются эквиатомными с концентрациями каждого элемента равными приблизительно 25 ат.% для CoCrFeNi и 20 ат.% для CoCrFeMnNi соответственно. Однако для Ni, Co различия в концентрациях между POP и ЭДС достигают 26% (6,4 ат.%) для CoCrFeNi и до 14% (2,8 ат.%) для CoCrFeMnNi в исходных образцах.



красная линия – спектр RUMP, черная линия – экспериментальный POP спектр

Рисунок 1. Спектры POP (а–в) CoCrFeNi и (г–е) CoCrFeMnNi, (а, г) – исходные, (б, д) – облученные флюенсом $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, (в, е) – $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$

**ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА РЕЗЕРФОРДОВСКОГО ОБРАТНОГО РАССЕЯНИЯ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
РАДИАЦИОННОЙ СЕГРЕГАЦИИ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ**

Таблица 1. Концентрации элементов в исходных и облученных ионами He^{2+} при $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (флюенс 1) и $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (флюенс 2) ВЭС CoCrFeNi, полученные с помощью POP и ЭДС

Образцы	Концентрация элементов, ат.%			
	Ni	Co	Fe	Cr
CoCrFeNi (исходный) (POP)	17,9±1,1	28,9±1,7	26,2±1,6	26,0±1,6
CoCrFeNi ($5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$) (POP)	19,8±1,2	27,5±1,7	27,7±1,7	25,0±1,5
CoCrFeNi ($2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$) (POP)	18,5±1,1	31,0±1,9	25,0±1,5	25,5±1,5
CoCrFeNi (исходный) (ЭДС)	24,32±1,22	24,69±1,23	25,27±1,26	25,72±1,29
CoCrFeNi ($5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$) (ЭДС)	24,41±1,22	24,84±1,24	24,98±1,25	25,78±1,29
CoCrFeNi ($2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$) (ЭДС)	24,4±1,22	24,61±1,23	25,46±1,27	25,52±1,28

Таблица 2. Концентрации элементов в исходных и облученных ионами He^{2+} при $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (флюенс 1) и $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (флюенс 2) ВЭС CoCrFeMnNi, полученные с помощью POP и ЭДС

Образцы	Концентрация элементов, ат.%				
	Ni	Co	Fe	Cr	Mn
CoCrFeMnNi (исходный) (POP)	17,9±1,1	22,3±1,3	17,9±1,1	20,0±1,2	21,9±1,3
CoCrFeMnNi ($5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$) (POP)	19,6±1,2	18,8±1,1	18,3±1,1	21,3±1,3	22,0±1,3
CoCrFeMnNi ($2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$) (POP)	21,0±1,3	19,7±1,2	20,6±1,2	18,4±1,1	20,3±1,2
CoCrFeMnNi (исходный) (ЭДС)	19,78±0,99	19,52±0,98	19,80±0,99	20,34±1,02	20,56±1,03
CoCrFeMnNi ($5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$) (ЭДС)	19,45±0,97	19,73±0,99	20,04±1,00	20,36±1,02	20,42±1,02
CoCrFeMnNi ($2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$) (ЭДС)	19,46±0,97	19,63±0,98	19,79±0,99	20,49±1,02	20,63±1,03

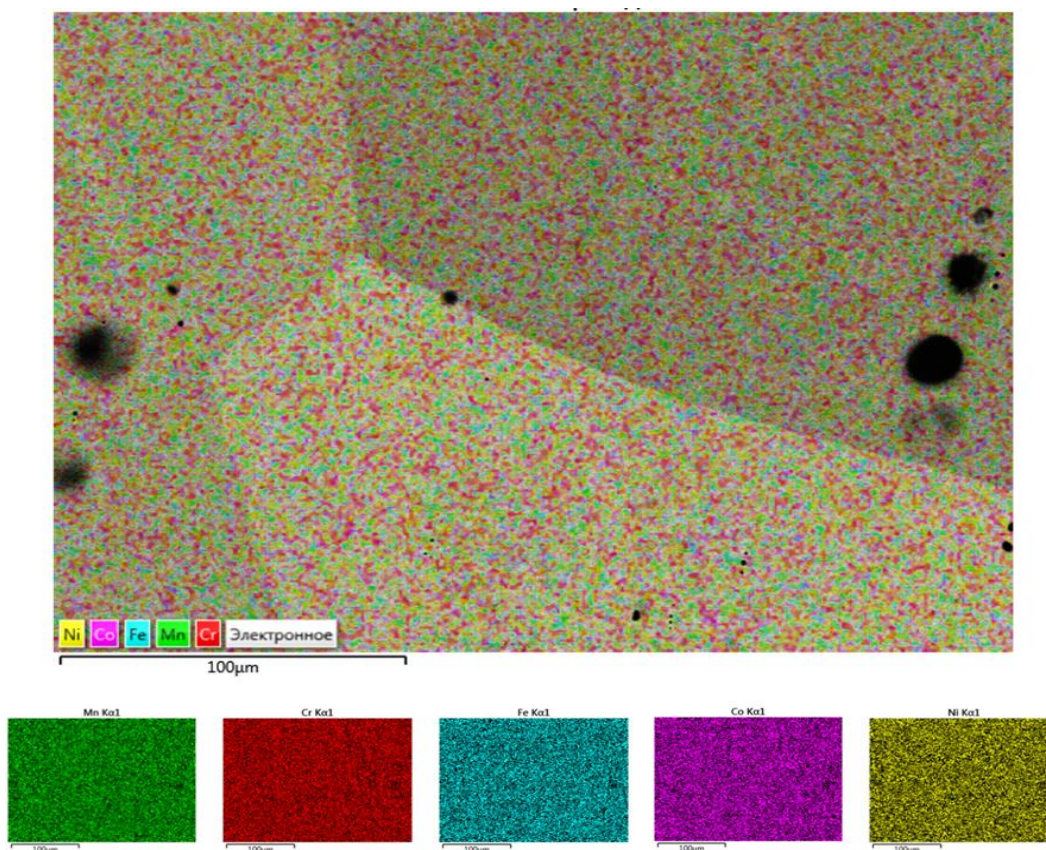


Рисунок 2. Карты распределения элементов в исходном ВЭС CoCrFeMnNi, полученные с помощью ЭДС

Одна из возможных причин разных концентраций Ni, Co в двух методах – это обнаружение углерода на первоначальных спектрах ЭДС, что может быть связано с частичным загрязнением поверхности, поэто-

му был проведен новый расчет без углерода. Темные пятна на ЭДС карте наиболее вероятно содержат углерод или оксиды [20] или являются геометрическими дефектами. Другая причина – это большая локаль-

ность и лучшее разрешение по плоскости, так как измерения ЭДС проводятся в разных точках образцов и в меньшем масштабе, а неровности в поверхности образцов могут внести ошибки в POR [12]. Третья причина – близкие массы элементов ВЭС. Энергетическое разрешение детектора POR в 11 кэВ позволяет обнаружить и различить Ni, Co, хотя они находятся близко на спектре и разница в энергиях обратно рассеянных частиц около поверхности равна около 20 кэВ. Для сигналов Fe и Mn разница в энергиях равна 89 кэВ, а между другими элементами эта разница значительно выше, что позволяет различать эти элементы с достаточной точностью. Также, в энергетическое разрешение POR вносит вклад разброс потерь энергии ионами, однако этот вклад около поверхности считается минимальным.

Согласно таблицам 1 и 2, в CoCrFeNi при облучении наибольшим изменениям подверглись концентрации Ni/Co, а в CoCrFeMnNi наибольшими были изменения концентраций Ni/Co/Fe. Концентрации атомов оставшихся элементов соответствующих ВЭС менялись в пределах погрешностей измерений. Для вычисления изменения концентрации использовалась формула:

$$\Delta c = \frac{(c_{\text{облуч}} - c_{\text{исх}})}{c_{\text{исх}}}, \quad (1)$$

где $c_{\text{облуч}}$ – концентрация элемента в сплаве после облучения (ат. %); $c_{\text{исх}}$ – концентрация элемента в необлученном исходном сплаве (ат. %). Наибольшее изменение концентрации элементов составляющих ВЭС при облучении He^{2+} приходится на CoCrFeMnNi и равно $\Delta c_{\text{Ni}} \approx 17\%$ (3,1 ат. %) для Ni относительно необлученного образца при флюенсе $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. При облучении ионами гелия с малым флюенсом $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ в CoCrFeNi максимальное изменение концентрации относительно необлученного образца обнаружено для Ni и равно $\Delta c_{\text{Ni}} \approx 11\%$ (1,9 ат. %).

Из таблиц 1 и 2, видно, что при обоих флюенсах в CoCrFeMnNi изменения концентраций Ni, Co, Fe, Cr, Mn превысили изменения в CoCrFeNi и менялись в диапазоне 0,5–17% (0,1–3,1 ат. %) против 2–11% (0,5–1,9 ат. %) в CoCrFeNi. При облучении с малым флюенсом, в CoCrFeNi концентрации Ni, Fe увеличились от исходных необлученных на $\Delta c_{\text{Ni}} \approx 11\%$ и $\Delta c_{\text{Fe}} \approx 6\%$, которые превысили изменения в CoCrFeMnNi. С ростом флюенса до $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$, изменения концентраций Ni, Fe в CoCrFeNi значительно уменьшились: содержание никеля увеличилось на $\Delta c_{\text{Ni}} \approx 3\%$, а содержание железа упало на $\Delta c_{\text{Fe}} \approx 5\%$. В CoCrFeNi при низком флюенсе происходило обогащение Ni/Fe и уменьшение Co/Cr, которое с увеличением флюенса сменялось на обогащение Ni/Co и уменьшение Fe/Cr.

В CoCrFeMnNi при облучении с флюенсом $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$, произошло обогащение Ni, Fe на $\Delta c_{\text{Ni}} \approx 9\%$ и $\Delta c_{\text{Fe}} \approx 2\%$ соответственно. В CoCrFeMnNi при повышении флюенса изменения концентраций Ni, Fe уве-

личились в несколько раз, произошло обогащение на $\Delta c_{\text{Ni}} \approx 17\%$ и $\Delta c_{\text{Fe}} \approx 15\%$ соответственно. Наибольшее изменение концентрации Co среди двух ВЭС относилось к его уменьшению равному $\Delta c_{\text{Co}} \approx 16\%$ при облучении CoCrFeMnNi при флюенсе $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. Изменение концентрации Cr в CoCrFeMnNi при максимальном флюенсе составляет всего $\Delta c \approx 8\%$ (1,6 ат. %). В CoCrFeMnNi при низком флюенсе происходило обогащение Ni/Fe/Cr и уменьшение Co. С увеличением флюенса обогащение Ni/Fe усилилось, а концентрации Co/Cr/Mn уменьшились.

В пятикомпонентном ВЭС CoCrFeMnNi сильнее, чем в CoCrFeNi, проявилось изменение концентраций элементов с ростом флюенса до $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ – изменения концентраций Ni, Co, Fe, Cr, Mn выросли в амплитуде до 7–17% (1,6–3,1 ат. %) по сравнению с необлученным состоянием. В CoCrFeNi изменения концентраций уменьшились в амплитуде до 2–7% (0,5–2,1 ат. %) с увеличением флюенса. Таким образом, CoCrFeNi проявил большую устойчивость к сегрегации, чем CoCrFeMnNi.

Изменения концентраций в CoCrFeNi, CoCrFeMnNi могут быть объяснены двумя основными факторами. Во-первых, диффузию атомов твердого раствора ВЭС связывают с обратным эффектом Киркендалла. Атомы Ni движутся вместе с межузловыми дефектами, а атомы Fe перемещаются за счет обмена с вакансионными дефектами и скорость диффузии этих дефектов зависит от локального состава около атомов [9]. Энергии миграции для элементов с помощью междоузлий в NiCoFeCr схожи, но энергетический барьер миграции через вакансии ниже для Fe/Cr, чем для Ni/Co [21]. Искажения решетки и различающаяся конфигурация электронов *d*-оболочек влияют на перемещение атомов твердого раствора и дефектов при облучении ионами никеля и гелия [22]. Как и в системах Fe-Cr-Ni, из-за больших коэффициентов диффузии Cr/Mn, их концентрация около стоков, например границ зерен, уменьшаются, а более медленные Ni и Co накапливаются [3, 4, 7]. Значительный рост Ni, флуктуации Co/Fe, малое изменение Mn/Cr также вероятно связаны с улучшенной комбинацией вакансий/междоузлий в ВЭС [6].

Во-вторых, образование пузырьков гелия может влиять на распределение дефектов и атомов ВЭС. При облучении ионами гелия при 700 °C, на картах ЭДС было обнаружено, что V скапливался, а Ti, Ta, Nb уменьшались в концентрации около гелиевых пузырьков в TiVNbTa, где сегрегация была сильнее чем в TiVTa и V-4Cr-4Ti сплавах [23]. В NiCoFeCrMn размер гелиевых пузырьков меньше, а плотность выше, чем в чистом Ni, так как атомы гелия и вакансии менее подвижны из-за деформированной решетки [24]. Плотность гелиевых пузырьков в CoCrFeMnNi и Fe-CoNiCr растет с флюенсом ионов гелия при облучении [24, 25]. Из-за связи атомов He с вакансиями и образования кластеров, диффузия атомов Co через вакансионный механизм затрудняется [9], и концен-

трация Co понижена при низком флюенсе, а при более высоком флюенсе количество вакансий растет, и доля Co увеличивается. Меньшие изменения концентраций в CoCrFeNi при более высоком флюенсе $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ вероятно связаны с большим количеством имплантированного гелия, который ослабляет сегрегацию по вакансионному пути, за счет диффузии через вакансии и образования кластеров.

CoCrFeNi и CoCrFeMnNi имеют схожие механизмы образования дефектов, но сегрегация зависит от совокупности факторов. Несмотря на схожие расчетные радиационные повреждения, более высокую энтропию смешения и искажение решетки в CoCrFeMnNi по сравнению с CoCrFeNi, сегрегация в пятикомпонентном ВЭС более выражена. Из расчетов SRIM-2013 (Stopping and Range of Ions in Matter) [26] для NiCoFeCr, NiCoFeCrMn для условий облучения в данном исследовании, наибольшие дозы повреждения и дозы имплантации атомов гелия приблизительно равны для обоих ВЭС и приходятся на глубину около 140 нм. На данной глубине POR позволяет оценить влияние радиационных повреждений и имплантации гелия на распределение элементов ВЭС по глубине. В обоих ВЭС дозы повреждения увеличиваются с 6 сна до 23 сна, а концентрация имплантированного гелия увеличивается с 4,3 ат.% до 16 ат.% при росте флюенса с $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ до $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ [25]. Обе величины растут с флюенсом, что вероятно усиливает поток дефектов к данным стокам дефектов и сегрегацию в ВЭС. Но в CoCrFeMnNi плотность дислокаций стремительно увеличивается с ростом флюенса по сравнению с CoCrFeNi [25] и вносит дополнительный вклад в сегрегацию. Таким образом, подтверждается, что устойчивость к сегрегации зависит не только от сложности, но и от состава ВЭС.

Согласно результатам ЭДС в таблицах 1 и 2, концентрации элементов ВЭС не менялись или менялись в пределах погрешностей по сравнению с необлученными образцами при облучении ионами гелия. Наибольшее изменение концентрации согласно ЭДС обнаружено в CoCrFeMnNi, облученном гелием при флюенсе $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и относится к уменьшению концентрации никеля на 0,33 ат.% (1,67%) от необлученного образца.

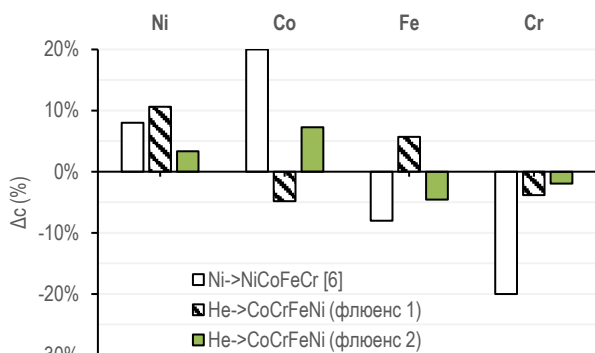
Минимальные изменения концентраций в ЭДС вероятно связаны с распределением кластеров дефектов и стоков дефектов в области сканирования, или ограничениями ЭДС. В ВЭС WTaCrV, до и после облучения ионами криптона при температуре 1073 К, ЭДС не обнаружил сегрегации элементов на поверхности, а с помощью метода АЗТ в разрезе около 25 нм была обнаружена сегрегация Cr, V на границах зерен [8]. В другой работе, согласно ПЭМ-ЭДС, при облучении NiCoFeCr ионами Ni при температурах 500–580 °С, сегрегация уменьшалась с 5–7 ат.% около поверхности, до 1–2 ат.% на глубине с большими расчетными повреждениями, и практически отсутствовала на наибольшей глубине, где радиационные

повреждения достигли минимума. Увеличение концентраций Fe/Cr в верхнем слое происходило за счет значительной миграции через вакансии из более глубокой области. В верхнем слое, концентрации Ni/Co уменьшались из-за рекомбинации и отсутствия больших кластеров межузловых дефектов, а в более глубоком слое содержание Ni/Co увеличивалось из-за скопления около дислокаций и пустот. С увеличением дозы повреждений облучения, пустоты успевали формироваться ближе к поверхности, и сегрегация уменьшалась [21]. Дополнение POR и ЭДС другим методом, например ПЭМ могло бы прояснить такие причины сегрегации, как например кластеры дефектов.

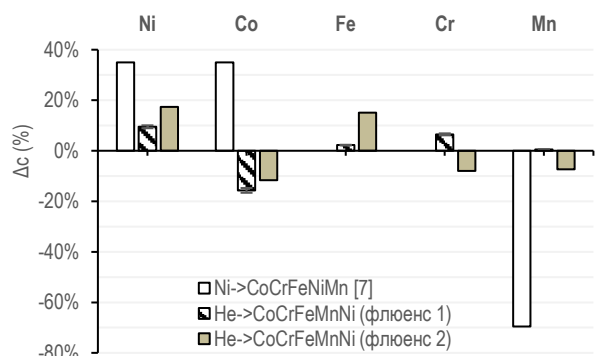
Рисунки 3а, б показывают, что изменения концентраций Δc при облучении меньше, чем в других исследованиях для радиационной сегрегации около областей дефектов и границ зерен при сравнимой дозе радиационных повреждений. В другой работе при облучении NiCoFeCr ионами Ni^{2+} с дозой повреждений 38 сна при температуре 773 К, анализ ПРЭМ-СХПЭЭ показал значительный рост концентраций Ni/Co и падение концентраций Fe/Cr на значения до 20% от исходных около дислокационных петель [6]. Как видно из результатов POR в таблице 1 и рисунке 3а, в образцах CoCrFeNi данного исследования изменения концентраций Δc для двух флюенсов в 2–10 раза меньше, чем Δc облученного ионами никеля схожего сплава. Но для Ni в CoCrFeNi изменение при облучении гелием Δc в 1,3 раза выше, чем в сплаве, облученном ионами никеля. Наблюдалась схожая тенденция с обогащением Ni/Co и уменьшением Fe/Cr в CoCrFeNi, облученном высоким флюенсом ионов гелия в данной работе. Для ВЭС NiCoFeCrMn облученного ионами Ni^{2+} с максимальной дозой 2 сна при температуре 773 К, на глубине 0,5 мкм также были обнаружены значительные увеличение концентраций Ni/Co на 35% и уменьшение Mn на 70% около большеугольных границ зерен с помощью ПРЭМ-ЭДС [7]. Рисунок 3б демонстрирует, что в образцах CoCrFeMnNi данного исследования изменения концентраций Δc для двух флюенсов до 2–10 раз меньше, чем в облученном никелем NiCoFeCrMn. В данном исследовании также наблюдался рост концентрации Ni, и падение концентрации Mn, но оно было значительно меньше для Mn.

Малые величины изменений концентраций в ВЭС CoCrFeNi, CoCrFeMnNi относительно других исследований связаны с рядом причин. Одна из причин – накопление и диффузия атомов гелия вместе с вакансиями, приводящие к образованию кластеров дефектов и пузырьков [25], и ослабление сегрегации по вакансионному пути. Вторая причина – это то, что температура в другой работе была близка к температуре полуплавления ВЭС равной 773 К в CoCrFeMnNi, которая способствует образованию вторичных фаз и сегрегации элементов [3]. Третья причина – рост плотности дислокаций с увеличением флюенса [18], кото-

рый приводит к увеличению потока атомов Ni с междоузлиями и Fe с вакансиями к местам поглощения, таким как скопления дислокаций. Но из-за замедленной диффузии элементов твердого раствора ВЭС и дефектов при комнатной температуре [3], этот эффект имеет меньшее влияние на сегрегацию. Четвертая причина – использование ионов гелия вместо никеля. Доля имплантированных атомов Ni в других исследованиях была менее 0,1 ат. % [6, 7], однако атомы никеля могли увеличить долю межузловых дефектов, что могло повлиять на диффузию и скопление атомов определенных элементов. Пятая причина – это ограничения по определению концентраций элементов со схожими массами для РОР, а именно для концентраций Ni и Co. Более того, в методе РОР не было возможности изучить локальное распределение элементов около таких мест, как границы зерен или дислокационные петли, хотя радиационная сегрегация около таких малых областей может значительно ухудшить механические свойства материала при длительном облучении за счет изменения развития дефектов [6]. Образование вторичных фаз не повлияло на сегрегацию, так как рентгеноструктурный анализ [18] показал присутствие только основной ГЦК фазы твердого раствора в обоих ВЭС до и после облучения.



а) облучение NiCoFeCr (около дислокационных петель) ионами никеля [6] и CoCrFeNi ионами He^{2+}



б) облучение CoCrFeNiMn (около границ зерен) ионами никеля [7] и CoCrFeMnNi ионами He^{2+}

Рисунок 3. Изменение концентраций Δc при облучении до $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ (флюенс 1) и $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ (флюенс 2)

Таким образом, результаты РОР согласуются с ЭДС по однородному распределению элементов по поверхности ВЭС, и анализ РОР показывает равномерное распределение по глубине до 1 мкм. При облучении низкоэнергетическими ионами гелия в сплавах CoCrFeNi, CoCrFeMnNi имеются схожие тенденции изменения распределения элементов как при облучении никелем сравнимых доз повреждения, но сегрегация элементов минимальна.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе был рассмотрен метод РОР для изучения стойкости ВЭС CoCrFeNi, CoCrFeMnNi к радиационной сегрегации при облучении ионами He^{2+} с энергией 40 кэВ и флюенсами $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. Анализ результатов РОР показал, что состав необлученных ВЭС близок к эквивалентному, где средняя концентрация для CoCrFeNi равна 24,8 ат. %, а для CoCrFeMnNi – 20 ат. %. Метод ЭДС обнаружил схожие с результатами РОР концентрации элементов в исходных образцах, значительно отличаясь лишь для Ni и Co. Разница в концентрациях между РОР/ЭДС вероятно связана с плоскостным разрешением и большей глубиной анализа ЭДС. Анализ с помощью ЭДС указал на отсутствие сегрегации при облучении.

При облучении CoCrFeNi наибольшее увеличение концентраций атомов происходит для атомов Ni и равно $\Delta c \approx 11\%$ (1,9 ат. %) относительно необлученного образца при $5 \cdot 10^{16} \text{ см}^{-2}$. В CoCrFeMnNi изменения концентрации Ni достигают $\Delta c \approx 17\%$ (3,1 ат. %) при $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$. При облучении ионами гелия наибольшие изменения в CoCrFeNi относятся к Ni/Co, а в CoCrFeMnNi сильнее изменяются концентрации Ni/Co/Fe. Значительное обогащение Ni/Co/Fe и малое изменение Mn/Cr вероятно связаны с меньшей подвижностью атомов Ni/Co/Fe вместе с вакансиями и междоузлиями, что вызвано искажением решетки, улучшенной рекомбинацией вакансий/междоузлий, конфигурацией атомов решетки в ВЭС.

В CoCrFeMnNi сильнее, чем в CoCrFeNi, проявилось изменение концентраций элементов с ростом флюенса. В CoCrFeMnNi изменения концентраций при обоих флюенсах превысила изменения в CoCrFeNi и концентрации Ni, Co, Fe, Cr, Mn менялись в диапазоне 0,5–17% (0,1–3,1 ат. %) против 2–11% (0,5–1,9 ат. %) в CoCrFeNi. CoCrFeNi проявил большую устойчивость к сегрегации, чем CoCrFeMnNi, что объясняется большей плотностью дислокаций и гелиевых пузырьков в CoCrFeMnNi.

В целом, исследование РОР показало равномерное распределение атомов по глубине до 1 мкм и устойчивость к сегрегации при комнатной температуре в ВЭС CoCrFeNi, CoCrFeMnNi при облучении ионами гелия. Изменения концентраций Co, Fe, Cr, Mn были значительно меньше, чем при облучении тех же ВЭС ионами никеля со схожими дозами в других исследованиях. Это вероятно связано с более низкой температурой облучения, измерениями элементного

состава не около стоков и использованием ионов гелия. В дальнейшем следует исследовать сегрегацию при повышенных температурах облучения, а также изменение концентраций около границ зерен ВЭС и кластеров дефектов.

Метод РОР может использоваться для определения состава и распределения элементов ВЭС по глубине, применяться на том же ускорителе в короткий срок после облучения, не требуют модификации образца и может дополняться ЭДС и другими техниками анализа состава и микроструктуры.

Финансирование

Данное исследование финансировалось Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № AP14872199) и Министерством энергетики Республики Казахстан (Программа BR23891530 «Развитие комплексных научных исследований в области ядерной и радиационной физики на базе казахстанских ускорительных комплексов»).

ЛИТЕРАТУРА/REFERENCES

1. Воеводин В. Н. Конструкционные материалы ядерной энергетики – вызов 21 века // Вопросы атомной науки и техники. – 2007. – № 2. – С. 10–22. [Voevodin V. N. Konstruktsionnye materialy yadernoy energetiki – vyzov 21 veka // Voprosy atomnoy nauki i tekhniki. – 2007. – No. 2. – P. 10–22. (In Russ.)]
2. Zinkle S. J., Was G. S. Materials challenges in nuclear energy // Acta Materialia. – 2013. – Vol. 61, No. 3. – P. 735–758.
3. Zhang Z., Armstrong D. E. J., Grant P. S. The effects of irradiation on CrMnFeCoNi high-entropy alloy and its derivatives // Progress in Materials Science. – 2022. – Vol. 123. – P. 100807.
4. Fukuya K. Current understanding of radiation-induced degradation in light water reactor structural materials // Journal of Nuclear Science and Technology. – 2013. – Vol. 50, No. 3. – P. 213–254.
5. High-Entropy Alloys / ed. by M. C. Gao, J.-W. Yeh, P. K. Liaw, Y. Zhang. Cham: Springer International Publishing, 2016. – 515 p.
6. Lu C., Yang T., Jin K., Gao N., Xiu P., Zhang Y., Gao F., Bei H., Weber W. J., Sun K., Dong Y., Wang L. Radiation-induced segregation on defect clusters in single-phase concentrated solid-solution alloys // Acta Materialia. – 2017. – Vol. 127. – P. 98–107.
7. Barr C. M., Nathaniel J. E., Unocic K. A., Liu J., Zhang Y., Wang Y., Taheri M. L. Exploring radiation induced segregation mechanisms at grain boundaries in equiatomic CoCrFeNiMn high entropy alloy under heavy ion irradiation // Scripta Materialia. – 2018. – Vol. 156. – P. 80–84.
8. El-Atwani O., Li N., Li M., Devaraj A., Baldwin J. K. S., Schneider M. M., Sobieraj D., Wróbel J. S., Nguyen-Manh D., Maloy S. A., Martinez E. Outstanding radiation resistance of tungsten-based high-entropy alloys // Science Advances. – 2019. – Vol. 5, No. 3. – P. eaav2002.
9. Zhang Y., Wang L., Weber W. J. Charged particles: Unique tools to study irradiation resistance of concentrated solid solution alloys // Journal of Materials Science & Technology. – 2023. – Vol. 140. – P. 260–276.
10. Tuomisto F., Makkonen I., Heikinheimo J., Granberg F., Djurabekova F., Nordlund K., Velisa G., Bei H., Xue H., Weber W. J., Zhang Y. Segregation of Ni at early stages of radiation damage in NiCoFeCr solid solution alloys // Acta Materialia. – 2020. – Vol. 196. – P. 44–51.
11. Pogrebnjak A. D., Yakushchenko I. V., Bondar O. V., Beresnev V. M., Oyoshi K., Ivasishin O. M., Amekura H., Takeda Y., Opielak M., Kozak C. Irradiation resistance, microstructure and mechanical properties of nanostructured (TiZrHfVNbTa)N coatings // Journal of Alloys and Compounds. – 2016. – Vol. 679. – P. 155–163.
12. Chu W.-K. Backscattering spectrometry / W.-K. Chu, J. W. Mayer, M.-A. Nicolet. – New York: Academic Press, 1978. – 384 p.
13. Ташлыккова-Бушкевич И. И. Метод Резерфордского обратного рассеяния при анализе состава твердых тел / И. И. Ташлыккова-Бушкевич. – Минск: БГУИР, 2003. – 52 с. [Tashlykova-Bushkevich I. I. Metod Rezerfordovskogo obratnogo rasseyaniya pri analize sostava tverdykh tel / I. I. Tashlykova-Bushkevich. – Minsk: BGUIR, 2003. – 52 p. (In Russ.)]
14. Instrumentation for PIXE and RBS [Электронный ресурс]. – IAEA, 2000. – Режим доступа: https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/te_1190_pn.pdf. – Дата обращения: 24.05.2023.
15. Физическое материаловедение: Учебник для вузов: в 6 т. / Под общей ред. Б.А. Калина. – М.: МИФИ, 2008. – Т. 3: Методы исследования структурно-фазового состояния материалов / Н. В. Волков, В. И. Скритный, В. П. Филиппов, В. Н. Яльцев – 808 с. [Fizicheskoe materialovedenie: Uchebnik dlya vuzov: V 6 t. / Pod obshchey red. B.A. Kalina. – M.: MIFI, 2008. – T. 3: Metody issledovaniya strukturno-fazovogo sostoyaniya materialov / N. V. Volkov, V. I. Skrytnyy, V. P. Filippov, V. N. Yal'tsev – 808 p. (In Russ.)]
16. Wassilkowska A., Czaplicka-Kotas A., Bielski A., Zielina M. An analysis of the elemental composition of micro-samples using EDS technique // Technical Transactions. Chemistry. – 2014. – No. 18. – P. 138–144.
17. Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis / Goldstein J. I., Newbury D. E., Echlin P., Joy D. C., Lyman C. E., Lifshin E., Sawyer L., Michael J. R. – 3rd ed. – Boston, MA: Springer US, 2003. – 689 p.
18. Amanzhulov B., Ivanov I., Uglov V., Zlotski S., Ryskulov A., Kurakhmedov A., Koloberdin M., Zdorovets M. Composition and Structure of NiCoFeCr and NiCoFeCrMn High-Entropy Alloys Irradiated by Helium Ions // Materials. – 2023. – Vol. 16, No. 10. – P. 3695.
19. Doolittle L. R. Algorithms for the rapid simulation of Rutherford backscattering spectra // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms. – 1985. – Vol. 9, No. 3. – P. 344–351.
20. Otto F., Dlouhý A., Pradeep K. G., Kuběnová M., Raabe D., Eggeler G., George E. P. Decomposition of the single-phase high-entropy alloy CrMnFeCoNi after prolonged anneals at intermediate temperatures // Acta Materialia. – 2016. – Vol. 112. – P. 40–52.
21. Fan Z., Zhong W., Jin K., Bei H., Osetsky Y. N., Zhang Y. Diffusion-mediated chemical concentration variation and void evolution in ion-irradiated NiCoFeCr high-entropy alloy // Journal of Materials Research. – 2021. – Vol. 36, No. 1. – P. 298–310.

22. Zhang Y., Wang X., Osetsy Y. N., Tong Y., Harrison R., Donnelly S. E., Chen D., Wang Y., Bei H., Sales B. C., More K. L., Xiu P., Wang L., Weber W. J. Effects of 3d electron configurations on helium bubble formation and void swelling in concentrated solid-solution alloys // *Acta Materialia*. – 2019. – Vol. 181. – P. 519–529.
23. Jia N., Li Y., Huang H., Chen S., Li D., Dou Y., He X., Yang W., Xue Y., Jin K. Helium bubble formation in refractory single-phase concentrated solid solution alloys under MeV He ion irradiation // *Journal of Nuclear Materials*. – 2021. – Vol. 550. – P. 152937.
24. Chen D., Tong Y., Li H., Wang J., Zhao Y. L., Hu A., Kai J. J. Helium accumulation and bubble formation in FeCoNiCr alloy under high fluence He⁺ implantation // *Journal of Nuclear Materials*. – 2018. – Vol. 501. – P. 208–216.
25. Huang S. S., Guan H. Q., Zhong Z. H., Miyamoto M., Xu Q. Effect of He on the irradiation resistance of equiatomic CoCrFeMnNi high-entropy alloy // *Journal of Nuclear Materials*. – 2022. – Vol. 561. – P. 153525.
26. Ziegler J. F., Ziegler M. D., Biersack J. P. SRIM – The stopping and range of ions in matter (2010) // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. – 2010. – Vol. 268, No. 11–12. – P. 1818–1823.

НИКЕЛЬ НЕГІЗІНДЕГІ ЖОҒАРЫ ЭНТРОПИЯЛЫҚ ҚОРЫТПАЛАРДЫҢ РАДИАЦИЯЛЫҚ СЕГРЕГАЦИЯСЫН ЗЕРТТЕУ ҮШІН РЕЗЕРФОРДТЫҢ КЕРІ ШАШЫРАУЫ ӘДІСІН ҚОЛДАНУ

**Б. С. Аманжұлов^{1,2*}, И. А. Иванов^{1,2}, А. Е. Рыскулов¹, В. В. Углов³,
А. Е. Курахмедов^{1,2}, Ә. Д. Сапар^{1,2}, Е. О. Онғарбаев^{1,2}, М. В. Колобердин^{1,2}**

¹ РМК «Ядролық физика институты», ҚР ЭМ, Алматы, Қазақстан

² КЕАҚ «Л.Н.Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті», Астана, Қазақстан

³ Беларусь мемлекеттік университеті, Минск, Беларусь Республикасы

*Байланыс үшін E-mail: amanzhulov_bs_1@enu.kz

Бұл зерттеуде бөлме температурасында энергиясы 40 кэВ He²⁺ гелий иондарымен сәулелендірілген CoCrFeNi, CoCrFeMnNi жоғары энтропиялық қорытпалардың (ЖЭҚ) радиациялық сегрегациясы зерттелді. ЖЭҚ-дың элементтерінің концентрацияларының өзгеруі және олардың тереңдікте таралуы Резерфордтың Кері Шашырауы (РКШ) және энергодисперсиялық рентгендік спектроскопия (ЭДС) әдістерімен зерттелді. РКШ және ЭДС әдістерімен жасалған өлшеулер сәулелендірілмеген ЖЭҚ-дың эквиатомдық құрамға жақын екенін көрсетті, мұнда CoCrFeNi-дің орташа концентрациясы 24,8 атомдық пайыз (ат.%), ал CoCrFeMnNi үшін – 20 ат.%. ЭДС нәтижелері Ni/Co концентрацияларының РКШ-нан айтарлықтай ерекшеленді және сәулелендіруден кейін екі ЖЭҚ-да элементтердің таралуында елеулі өзгерістер болмағанын көрсетті. РКШ деректеріне сәйкес, екі ЖЭҚ-дың сәулелендіру кезінде концентрацияларының ең үлкен өзгерістері Ni атомдарымен байытылуына қатысты болғаны анықталды. CoCrFeNi-де сәулелендіру кезінде Ni/Co атомдары ең үлкен сегрегацияға ұшырайды, ал CoCrFeMnNi-де Ni/Co/Fe концентрациялары айтарлықтай өзгереді. CoCrFeMnNi-де сәулелендіру флюенсінің жоғарылауымен элементтерінің концентрациясының өзгеруі CoCrFeNi-ге қарағанда айқынырақ болды. CoCrFeMnNi-де екі флюенсте барлық элементтерінің концентрацияларының өзгерулері 0,5–17%-ға (0,1–3,1 ат.%) жетіп, CoCrFeNi-дегі 2–11%-дан (0,5–1,9 ат.%) асып түсті. Осы жағдайларда гелий иондарымен сәулелендіру кезінде сегрегацияға төзімділіктің CoCrFeMnNi үшін CoCrFeNi-ге қарағанда төмен екендігі анықталды. CoCrFeNi және CoCrFeMnNi-де Co, Fe, Cr және Mn концентрацияларының өзгерістері басқа зерттеулердегі ұқсас дозалы никель иондарымен сәулелендірген кезде және никельдің жартылай балку температурасына жақын температурада, ақау кластерлерінің және құймаларының жанындағы өзгерістерге қарағанда айтарлықтай аз болды. РКШ зерттеуі гелий иондарымен сәулелендіру кезінде CoCrFeNi, CoCrFeMnNi-де тереңдікте атомдардың біркелкі таралуын және сегрегацияға төзімділігін көрсетті.

Түйін сөздер: жоғары энтропиялық қорытпалар, радиацияға төзімділік, сегрегация, Резерфордтың кері шашырауы, элементтік талдау, үдеткіш.

APPLICATION OF RUTHERFORD BACKSCATTERING METHOD FOR STUDYING
RADIATION-INDUCED SEGREGATION OF HIGH-ENTROPY NICKEL-BASED ALLOYS

B. S. Amanzhulov^{1,2*}, I. A. Ivanov^{1,2}, A. E. Ryskulov¹, V. V. Uglov³,
A. E. Kurakhmedov^{1,2}, A. D. Sapar^{1,2}, Y. O. Ungarbayev^{1,2}, M. V. Koloberdin^{1,2}

¹ RSE «Institute of nuclear physics» ME RK, Almaty, Kazakhstan

² NJSC “L.N. Gumilyov Eurasian National University”, Astana, Kazakhstan

³ Belarusian State University, Minsk, the Republic of Belarus

*E-mail for contacts: amanzhulov_bs_1@enu.kz

In this study, radiation-induced segregation was studied in high-entropy alloys (HEA) CoCrFeNi, CoCrFeMnNi, irradiated with helium ions He²⁺ with an energy of 40 keV at room temperature. Changes in the concentrations of HEAs and their depth distributions were studied by Rutherford Backscattering (RBS) and energy dispersive x-ray spectroscopy (EDS) methods. Measurements using the RBS and EDS methods showed that non-irradiated HEAs have a composition close to equiatomic, where the average concentration for CoCrFeNi is 24.8 atomic percents (at.%), and for CoCrFeMnNi – 20 at.%. The EDS results were significantly different from the RBS in Ni/Co concentrations, and indicated no significant changes in element distribution in both HEAs after irradiation. According to the RBS data, the largest changes in concentrations during irradiation in both HEAs relate to the enrichment of Ni atoms. In CoCrFeNi, upon irradiation, Ni/Co atoms undergo the greatest segregation, and in CoCrFeMnNi, the Ni/Co/Fe concentrations change significantly. In CoCrFeMnNi, the change in element concentrations with increasing irradiation fluence was more pronounced than in CoCrFeNi. In CoCrFeMnNi, changes in concentrations of all elements at both fluences reached 0.5–17% (0.1–3.1 at.%) and exceeded changes in CoCrFeNi, which reached 2–11% (0.5–1.9 at.%). It was found that the resistance to segregation when irradiated with helium ions under these conditions was lower for CoCrFeMnNi than for CoCrFeNi. In CoCrFeNi and CoCrFeMnNi, changes in the concentrations of Co, Fe, Cr, and Mn were significantly less than changes near sinks and defect clusters when irradiated with nickel ions with similar doses in other studies at temperatures close to the half-melting temperature of nickel HEAs. The RBS study showed a uniform distribution of atoms in depth and resistance to segregation in CoCrFeNi, CoCrFeMnNi when irradiated with helium ions.

Keywords: high-entropy alloys, radiation resistance, segregation, Rutherford Back Scattering, elemental analysis, accelerator.