

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-4-88-99>

УДК 53.538.97

## РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ К СЕГРЕГАЦИИ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ТЯЖЁЛЫМИ ИОНАМИ КРИПТОНА

И. А. Иванов<sup>1,2</sup>, Б. С. Аманжолов<sup>1,2\*</sup>, В. В. Углов<sup>3</sup>, С. В. Злоцкий<sup>3</sup>, Э. М. Темір<sup>1,2</sup>,  
Э. Д. Сапар<sup>1,2</sup>, Е. О. Унгарбаев<sup>1,2</sup>, Ке Джин<sup>4</sup>, А. Е. Рыскулов<sup>1</sup>

<sup>1</sup> РГП «Институт ядерной физики» Агентства РК по атомной энергии, Алматы, Казахстан

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

<sup>3</sup> Белорусский государственный университет, Минск, Беларусь

<sup>4</sup> Пекинский технологический институт, Пекин, Китай

\* E-mail для контактов: b.amanzhulov@inp.kz, amanzholovb96@gmail.com

В работе исследовались изменения морфологии и элементного состава сплавов на основе системы V-Nb-Ta-Ti после облучения ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ и флюенсом ионов  $1 \cdot 10^{13} - 1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ . Обнаружено, что облучение ионами криптона не привело к значительным повреждениям поверхности образцов V, VNb, VNbTa, VNbTaTi кроме образования тёмных пятен и сколов, размер и количество которых уменьшались от V к VNbTaTi. Анализ методом энергодисперсионной спектроскопии на растровом электронном микроскопе (РЭМ-ЭДС) показал, что состав всех исходных образцов был близким к эквиаtomному. С усложнением состава от VNb к среднеэнтропийному сплаву (СЭС) VNbTa, радиационная сегрегация элементов в образцах увеличилась, но при этом уменьшилась в высокоэнтропийном сплаве (ВЭС) VNbTaTi. Наибольшее изменение концентраций было обнаружено в сплаве VNbTa, где концентрация Ta увеличилась на 18,5% (4,4 ат.% (атомных процентов)) по сравнению с необлученным образцом. Обнаружено, что в сплавах VNbTa и VNbTaTi сегрегация усиливалась с увеличением флюенса, а в VNb сегрегация достигла пика при  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ , а затем уменьшилась. С помощью анализа методом Резерфордского обратного рассеяния (РОР) показано, что в образцах VNbTa и VNbTaTi, облученных ионами криптона с флюенсом  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$  концентрация атомов Ta увеличивалась с глубиной на 33–34% (8,6–12 ат.%) относительно исходной концентрации. Результаты анализа методами ЭДС и РОР показали схожие тенденции. Изменения концентраций элементов в приповерхностном слое VNb, VNbTa и VNbTaTi для тяжёлых элементов Nb, Ta превосходили таковые у лёгких. Различие в сегрегации элементов вероятно связано с разницей в искажении решётки, локальным химическим составом, разной зависимостью миграции атомов V, Nb, Ta, Ti от вакансий и междоузлий. Облучение ионами криптона привело к радиационной сегрегации в СЭС VNbTa и ВЭС VNbTaTi, но распределение элементов по поверхности образцов не образовало выраженных областей сегрегации. ВЭС VNbTaTi проявил большую устойчивость к радиационной сегрегации.

**Ключевые слова:** высокоэнтропийные сплавы; облучение ионами; радиационные дефекты; радиационная сегрегация; элементный анализ.

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для увеличения надёжности и срока службы конструкционных материалов новых реакторов IV-го поколения необходима разработка новых материалов с повышенной радиационной стойкостью и прочностью. Они должны сохранять целостность структур и механических свойств при повреждающих дозах радиации до 100–200 смещений-на-атом (сна) и повышенных температурах до 300–1000 °C [1, 2].

Высокоэнтропийные сплавы (ВЭС) и среднеэнтропийные сплавы (СЭС), основанные на тугоплавких металлах с объёмно-центрированной кубической (ОЦК) решёткой, сохраняют высокую твёрдость и прочность при высоких температурах и дозах облучения, устойчивость к коррозии и высокую трещиностойкость [3]. По этим параметрам они могут конкурировать с традиционными сплавами, такими как нержавеющая сталь 316Н [4] и сплав V-4Cr-4Ti [5] и ВЭС на основе гранецентрированной кубической (ГЦК) решетки [3]. Также, элементы V, Cr, Ti, Ta, Hf,

содержащиеся в ОЦК ВЭС, имеют быстрый спад наведённой активности и малое сечение захвата нейтронов по сравнению с Co [3]. Поэтому в последнее время растёт количество исследований посвященных ОЦК ВЭС и СЭС.

ВЭС состоят из четырёх-пяти и более металлов, содержание которых в сплаве близко к эквиаtomному, и находится в диапазоне 5–35 ат.% (атомных процентов). Они образуют разупорядоченные твёрдые растворы замещения. Благодаря высокой конфигурационной энтропии  $\Delta S_{\text{конф}} \geq 1,5 R$ , в ВЭС минимизируются изменения энергии Гиббса и твёрдый раствор термодинамически устойчив к упорядочиванию при высоких температурах. Среднеэнтропийные сплавы обладают конфигурационной энтропией  $1,0 \leq \Delta S_{\text{конф}} \leq 1,5 R$  [3].

Изменения микроструктуры, распад фаз и образование вторичных фаз, радиационная сегрегация возникают при облучении и могут привести к охрупчиванию сплавов. Радиационная сегрегация происходит, когда при облучении распределение атомов оп-

ределённых элементов в мишени отклоняется от исходного вследствие неравномерности потоков атомов мишени и дефектов к стокам, таким как границы зёрен, кластеры дефектов [3].

Большую устойчивость ОЦК ВЭС к радиационной сегрегации по сравнению с обычными сплавами связывают с факторами, которые зависят от сложности состава сплава и типа его элементов.

Первый фактор – зависимость энергии образования дефектов от искажения решётки и локальной химической флуктуации. В ОЦК ВЭС искажение кристаллической решётки больше чем в ГЦК ВЭС, что влияет на энергию образования и стабильность точечных дефектов [3, 6]. В эквивалентных ВЭС, в отличие от неэквивалентных максимально увеличена конфигурационная энтропия и неупорядоченность, из-за чего энергии дефектов больше зависят от локального химического окружения и концентрации определённого элемента [7]. В таких ОЦК ВЭС, как VTaTi, VTaW [7] и VTaCrW [8] междоузлия и их кластеры склонны образовываться из атомов меньшего размера, что приводит к сегрегации атомов V, Cr, а энергии образования вакансий меньше зависят от размера атомов.

Второй фактор – зависимость энергии миграции дефектов от искажения решётки и локальной химической флуктуации. В ВЭС энергии миграции дефектов в связи с меняющимся химическим окружением предстают в виде распределения. Некоторые положения в решетке ВЭС более эффективно захватывают диффундирующие дефекты из-за различающегося локального химического состава и неравномерного распределения энергии миграции, тем самым замедляя перемещение дефектов и способствуя рекомбинации [5, 7]. В ОЦК ВЭС диффузия вакансий становится быстрее, а миграция междоузлий замедляется по сравнению с чистыми металлами [3]. При условии равной диффузии вакансий для элементов сплава, сегрегация зависит от связи междоузлий с атомами, что приводит к сегрегации определенных типов атомов около поверхности, границ зёрен и других стоков. Например, в NbZrTi энергии образования вакансий и междоузлий ниже, диффузия вакансий быстрее, а диффузия междоузлий медленнее, чем в Nb. Атомы Ti быстрее перемещаются за счёт диффузии вместе с междоузлиями чем Nb и Zr [6]. В ВЭС, содержащих V, Cr, поток междоузлий и соответственно их накопление в стоках связан с этими атомами [8], что было подтверждено их обогащением около границ зёрен при облучении WTaCrV [9]. Большее искажение решетки и присутствие локальных химических флуктуаций способствуют замедлению диффузии дефектов, уменьшению разницы в энергиях миграции вакансий и междоузлий, усиливая рекомбинацию дефектов и подавляя образование пустот [6, 7]. Таким образом, искажение решетки и изменения типа ближних атомов влияют на сегрегацию через изменение потока дефектов к стокам.

Третий фактор – ограниченное в объёме рассеивание энергии каскада в ВЭС, так называемый «тепловой пик». Из-за искажения решётки в ВЭС во время каскада у пар Френкеля может быть больше времени и энергии, доступных для рекомбинации дефектов [3]. Кроме того, предполагается, что высокие напряжения в ВЭС между атомами из-за разницы в размерах способствуют аморфизации во время теплового пика и рекристаллизации ВЭС, препятствуя образованию расширенных дефектов, например, дислокаций [10]. Но в таких ОЦК ВЭС как NbZrTi [6] и VTaCrW [8] энергетические барьеры для образования точечных дефектов относительно низки, и последствия взаимодействия этих двух механизмов малоизученны.

Радиационная сегрегация может привести к изменению целостности и желаемых свойств ВЭС, но исследований зависимости сегрегации от типа и количества составляющих элементов было обнаружено мало. Для ГЦК материалов было показано увеличение радиационной стойкости при усложнении состава от Ni к CrFeCoNi за счёт замедления диффузии дефектов [3]. Однако для ОЦК ВЭС было обнаружено меньше подобных исследований, и они фокусировались на влиянии замены 1–2 элементов, например, сравнивая TiVZrTa и TiVNbTa, или сравнении ВЭС с чистыми металлами, такими как V, Nb [6, 11]. Большинство исследований ОЦК ВЭС фокусировалось на влиянии состава на механические свойства, такие как радиационное упрочнение [3].

Также многие исследования по сегрегации проводились при повышенной температуре, когда усиливаются связанные с диффузией процессы рекомбинации и сегрегации [3]. Например, авторы [9] показали, что осаждение в таких сплавах как WTaCrV связано с термодинамическими силами, и сегрегация Cr, V к границам зёрен происходила при начальном отжиге, а облучение усилило её и способствовало образованию выделений данных элементов. При облучении тяжёлыми ионами при низких температурах, развитие кластеров дефектов в ВЭС и обычных металлах/сплавах может быть схоже. Например, при облучении NbTaV и V при 50 K были обнаружены схожие размеры кластеров дефектов [12] а в CoCrMnFeNi и стали 316H при 573 K наблюдались схожие количественная плотность и размер дислокационных петель [4].

Исходя из этого важно исследовать связь между устойчивостью к сегрегации при облучении и составом ВЭС/СЭС. Облучение ОЦК ВЭС при низкой температуре и разных флюенсах позволит сконцентрироваться на влиянии радиационных процессов на сегрегацию. Таким образом, можно будет создавать сплавы с необходимыми свойствами устойчивые к ухудшению прочностных характеристик при облучении.

В данной статье сплавы на основе V, включая СЭС VNbTa и ВЭС VNbTaTi, были облучены высокоэнергетическими ионами криптона. Представлены

результаты исследования устойчивости данных сплавов к радиационной сегрегации в зависимости от состава и флюенса ионов.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Ванадий и его сплавы VNb, VNbTa, и VNbTaTi были получены в Пекинском институте технологий из высокочистых (>99,9%) порошков металлов с помощью электродуговой плавки с последующей гомогенизацией и отжигом при 1150 °C в течение 24 и 72 часов с промежуточной холодной прокаткой [13].

Образцы облучали на ускорителе тяжелых ионов DC-60 в Астанинском филиале Института ядерной физики (Казахстан) [14] ионами криптона  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом ионов  $1 \cdot 10^{13}$ – $1 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> при комнатной температуре (КТ). Выбор ионов облучения связан с тем, что ионы криптона возникают в ядерных реакторах деления в качестве продуктов распада ядер, и приводят к разрушению поверхностного слоя материалов реактора.

Для определения состава и распределения элементов по глубине в VNb, VNbTa, и VNbTaTi применялся метод Резерфордского обратного рассеяния (ROP) на коллимированном пучке ионов азота  $^{14}\text{N}^{2+}$  с энергией 14 МэВ на циклотроне DC-60. Для регистрации обратного рассеянных ионов применялся полупроводниковый поверхностно-барьерный Au-Si детектор с площадью 50 мм<sup>2</sup> и разрешением энергии равным  $\approx 11$  кэВ. Угол регистрации ROP 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. Для анализа спектров ROP и расчёта распределения элементов по слоям была использована программа Rutherford Universal Manipulation Program (RUMP) [15].

Морфология и элементный состав поверхности образцов исследовалась методами растровой электронной микроскопии (РЭМ) и энергодисперсионной спектроскопии (РЭМ-ЭДС) на электронном микроскопе Hitachi TM3030. Ускоряющее напряжение составляло 15 кВ, использовался полупроводниковый энергодисперсионный Si (Li) детектор.

Расчёт радиационных повреждений (смещений на-атом, сна) и концентраций имплантированных атомов (атомных процентов, ат.%) был проведён с использованием программы Stopping and Range of Ions in Matter (SRIM-2013) [16] в режиме полного каскада. Пороговые энергии смещения атомов из решётки были взяты равными  $E_d(\text{V}) = 40$  эВ,  $E_d(\text{Nb}) = 60$  эВ,  $E_d(\text{Ta}) = 90$  эВ,  $E_d(\text{Ti}) = 30$  эВ [17].

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты расчёта в программе SRIM радиационных повреждений в образцах V, VNb, VNbTa и ВЭС VNbTaTi, облученных ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом ионов  $1 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> представлены на рисунке 1. Согласно расчётам максимум радиационных повреждений пришёлся на сплавы VNb и

VNbTaTi, где пик повреждений был равен около 2,4 сна на глубине 10,4 мкм. В образце V пик повреждений был равен 2 сна и находился на наибольшей глубине – 11 мкм. В VNbTa пик повреждений был равен 2,1 сна и находится на глубине 9,7 мкм. Максимум концентраций имплантированного криптона приблизительно равнялся 0,02 ат.% во всех образцах. Положение пиков повреждений и имплантации смещено относительно V в связи с плотностью, которая наибольшая в VNbTa – около 10,63 г/см<sup>3</sup>, и наименьшая в ванадии – 5,96 г/см<sup>3</sup>.

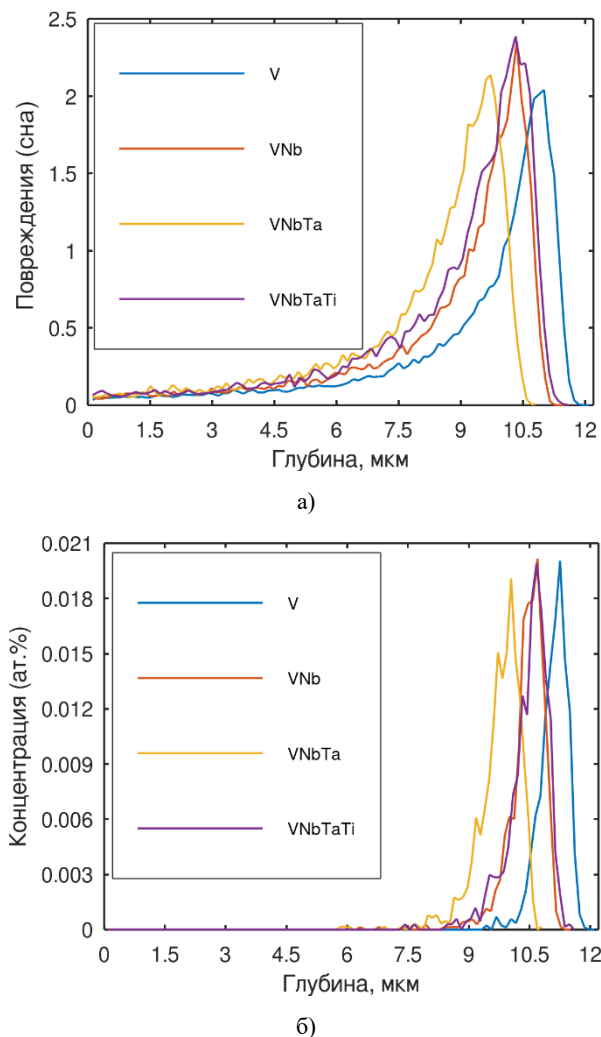


Рисунок 1. Распределение: повреждающей дозы (а) и имплантированного криптона (б) в образцах V, VNb, VNbTa и ВЭС VNbTaTi, облученных ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом ионов  $1 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup>

Согласно расчёту в SRIM пробег ионов Kr с энергией 147 МэВ в VNbTaTi составляет около 10,43 мкм. Преобладают электронные потери энергии, которые составляют 20,39 МэВ/мкм, а ядерные потери равны 55,78 кэВ/мкм. На рисунке 2 показан график величин ионизационных потерь вдоль траектории движения ионов в сплавах в зависимости от глубины, рассчитанный с помощью программы

SRIM-2013. Видно, что при добавлении более тяжёлых элементов (от V к VNbTa) ионизационные потери увеличиваются: в VNbTa они на 16,7% выше, чем в чистом V, а соответствующие кривые смещаются влево – то есть ионы теряют больше энергии в начале пути и расход энергии на ионизацию достигает минимума на меньшей глубине. В сплаве VNbTaTi, напротив, потери на 8,2% ниже по сравнению с VNbTa. Изменение соотношений компонентов в составе данных сплавов оказывает лишь незначительное влияние на величину ионизационных потерь.

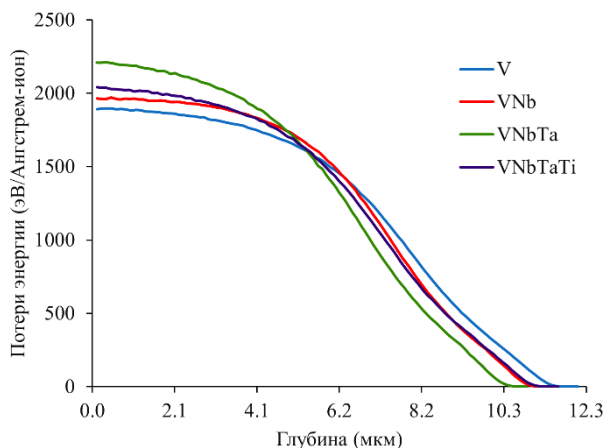


Рисунок 2. Ионизационные потери при облучении V, VNb, VNbTa и VNbTaTi ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ.

На рисунке 3 представлены результаты исследования поверхности образцов, полученные методом растровой электронной микроскопии. Видно, что облучение ионами криптона образцов привело к образ-

ованию на поверхности тёмных дефектов в виде сколов и впадин, которые достигли наибольших размеров (4 мкм) в V. При этом размер и плотность количества сколов уменьшались с увеличением сложности сплава от V к VNbTaTi. Часть дефектов на поверхности образцов была связана с повреждением и распылением поверхности из-за бомбардировки высокоэнергетическими ионами криптона, а другая часть повреждений поверхности, присутствующая на необлученных образцах, вероятно, являлась механической.

Полученные данные свидетельствуют о высокой радиационной стойкости поверхности ВЭС VNbTaTi к облучению высокоэнергетическими ионами криптона. В работе [18] в сплаве Ti-6Al-4V при облучении ионами  $^{131}\text{Xe}$  при КТ с флюенсом ионов  $2 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$  не было обнаружено изменение структуры поверхности. При облучении образца V нейтронами с флюенсом  $2 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  и отжиге [19] образовалось большое количество кластеров дефектов размером менее 100 нм, а их плотность увеличивалась с флюенсом нейтронов. В нашем случае флюенса ионов криптона было недостаточно для образования кластеров.

Рассмотрим влияние облучения ионами криптона на поверхностное распределение элементов в образцах V, VNb, VNbTa и ВЭС VNbTaTi. На рисунке 4 показаны элементные карты распределения в поверхностном слое в необлученных и облученных ионами криптона образцах. Исходные образцы имеют однородное распределение элементов по поверхности. После облучения высокоэнергетическими ионами криптона однородность распределения элементов по поверхности сохранилась.

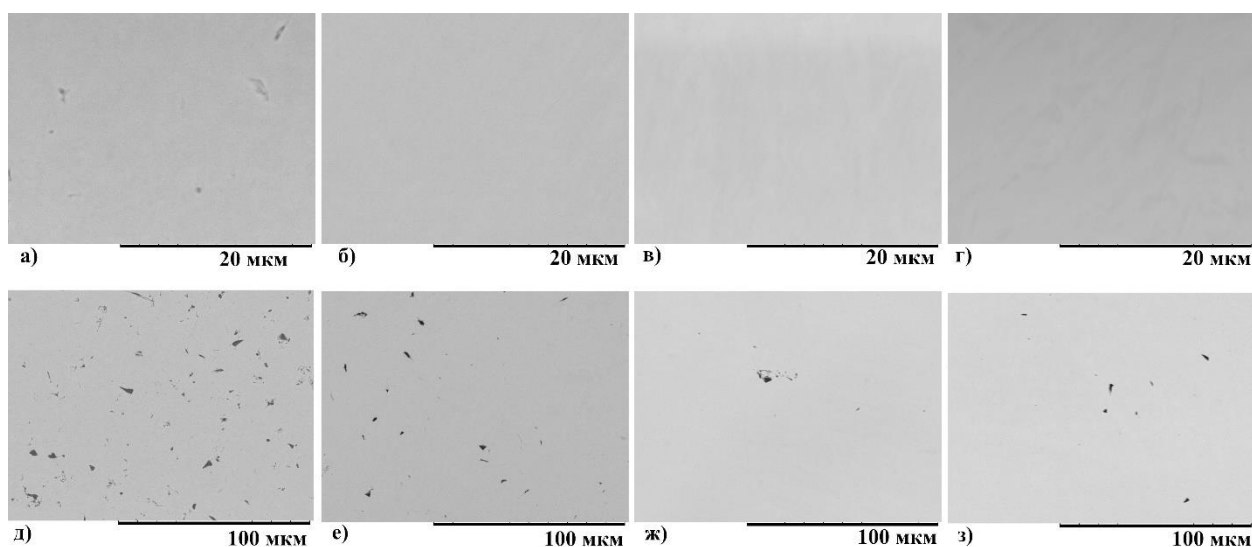


Рисунок 3. РЭМ микрофотографии поверхности образцов V, VNb, VNbTa и ВЭС VNbTaTi (колонки слева направо): необлученных (а–г) и облученных ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  (д–з)



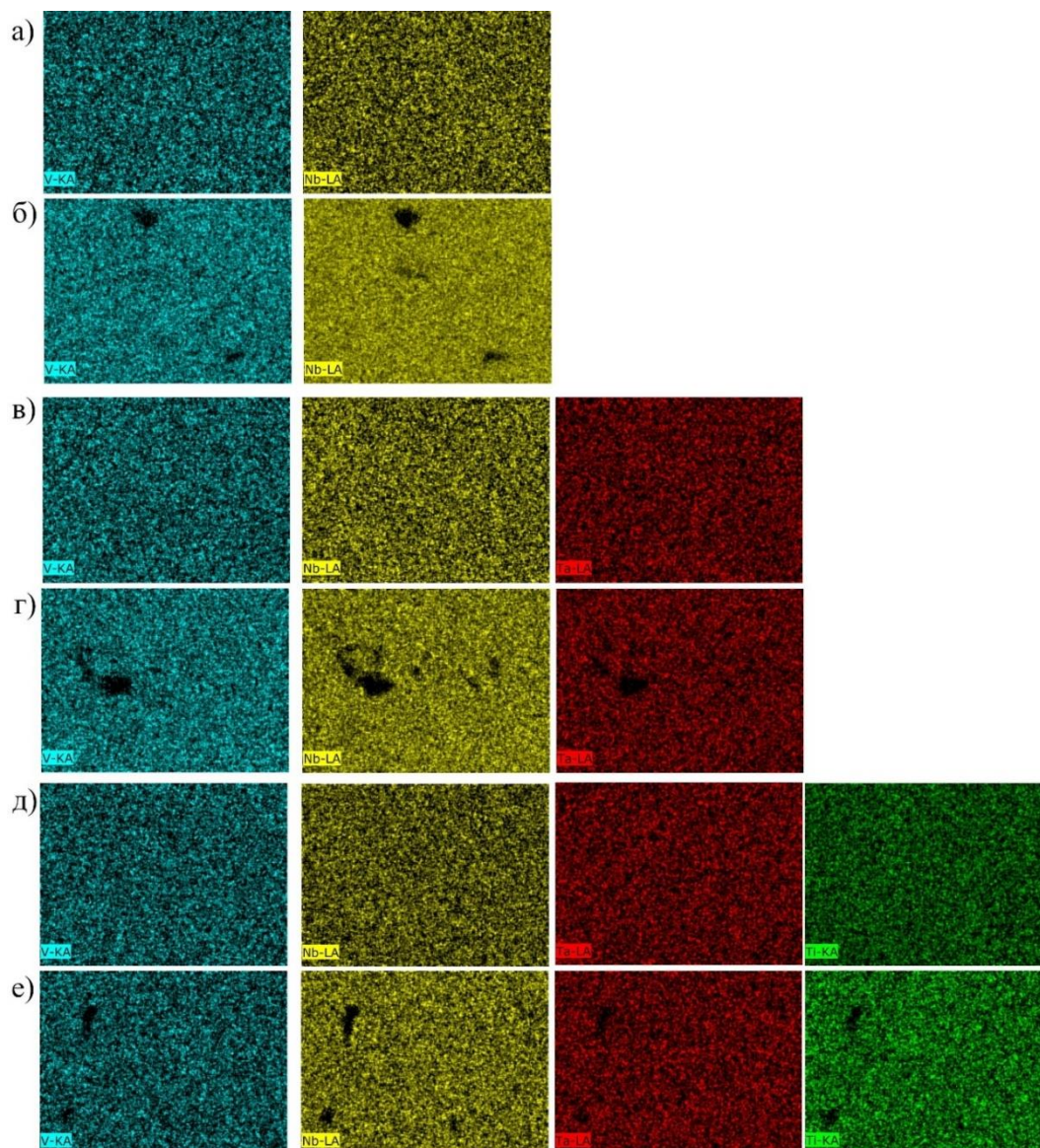


Рисунок 4. РЭМ-ЭДС элементные карты поверхности в необлученных образцах (а, в, д) и облученных ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  (б, г, е): VNb (а, б), VNbTa (в, г) и VNbTaTi (д, е)

Согласно результатам анализа методом РЭМ-ЭДС, представленным в таблице 1, состав образцов после облучения ионами криптона остался близким к эквиатомному. Таким образом, исследование элементного состава поверхности образцов после облучения ионами криптона методом РЭМ-ЭДС не выявило значительной радиационной сегрегации элементов.

На рисунке 5 представлены относительные изменения концентраций элементов, рассчитанные по данным таблицы 1. Анализ рисунка 5 показал, что в сплаве VNb концентрация V падала, а Nb увеличивалась с ростом флюенса ионов криптона, а наибольшее изменение концентрации элементов в VNb произошло при флюенсе  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ , достигнув 7,6% (3,8 ат.%). Увеличение флюенса до  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  привело к уменьшению поверхностной сегрегации в VNb и

изменению концентраций ближе к значениям исходных образцов в пределах погрешности.

Наибольшая сегрегация в VNbTa была выявлена при флюенсе  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ , когда содержание Ta увеличилось на 18,5% (4,4 ат.%). Концентрация Ta не менялась в пределах погрешности до флюенса  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ , при этом значения концентрации V и Nb колебались около исходных. В VNbTaTi наибольшая сегрегация была обнаружена при флюенсе  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ , когда содержание Ta увеличилось на 9,7% (1,8 ат.%). Но в VNbTaTi сегрегация уменьшилась при увеличении флюенса с  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$  до  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ , а затем увеличилась при флюенсе  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ . В целом, в тройных и четверных сплавах сегрегация усиливалась с флюенсом, а в VNb сегрегация достигла пика при  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ .

# РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ ВАНАДИЯ К СЕГРЕГАЦИИ ПРИ ОБЛУЧЕНИИ ТЯЖЁЛЫМИ ИОНАМИ КРИПТОНА

Таблица 1. Концентрации элементов в исходных и облученных ионами криптона  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ образцах, полученные с помощью РЭМ-ЭДС

Образцы	Концентрация элементов, ат.%			
	V	Nb	Ta	Ti
VNb (исходный)	49,9±0,5	50,1±1,1	–	–
VNb ( $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ )	48,8±0,4	51,2±1,0	–	–
VNb ( $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ )	46,1±0,3	53,9±1,0	–	–
VNb ( $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ )	49,6±0,7	50,4±1,1	–	–
VNbTa (исходный)	36,8±0,1	39,7±0,3	23,5±0,2	–
VNbTa ( $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ )	34,9±0,1	42,1±0,3	23,0±0,2	–
VNbTa ( $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ )	40,4±0,4	37,1±0,8	22,5±0,8	–
VNbTa ( $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ )	37,4±0,2	34,7±0,3	27,9±0,3	–
VNbTaTi (исходный)	26,0±0,1	27,6±0,2	18,4±0,2	28,0±0,1
VNbTaTi ( $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ )	24,8±0,1	27,1±0,2	20,2±0,2	28,0±0,1
VNbTaTi ( $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ )	27,6±0,3	26,9±0,7	16,9±0,8	28,7±0,3
VNbTaTi ( $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ )	25,0±0,1	26,1±0,2	20,2±0,2	28,7±0,1

В тройном и четверном сплаве при флюенсе  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$  также уменьшались концентрации V, а при более высоких флюенсах наоборот концентрации V увеличивались, а Nb уменьшались. В VNbTaTi наиболее заметной была сегрегация V и Ta, а концентрации Nb и Ti менялись в пределах погрешности. Стоит отметить, что сегрегация более тяжёлого Ta превосходила сегрегацию Ti и V при флюенсе ионов криптона, равном  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ .

Таким образом, анализ РЭМ-ЭДС показал, что концентрации более лёгких элементов уменьшались или менялись незначительно при высоком флюенсе, а концентрация Ta росла. При этом, распределение элементов по поверхности образцов осталось однородным.

Отдельные области сегрегации не были выявлены, а изменения концентраций элементов в поверхностном слое были в рамках значений из других похожих исследований. Например, при облучении ионами Kr с энергией 145 МэВ с флюенсом ионов  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$  в VTaTi была обнаружена локальная сег-

регация, достигающая 12,7%, а в HfNbZrTi она достигала 14,2%. В обоих ВЭС образовались кластеры с повышенным содержанием Ti [5]. При облучении W-Ta-Cr-V ионами  $\text{Kr}^{+2}$  и  $\text{Cu}^{+}$  с энергией 1–3 МэВ сегрегация Cr и V в выделениях достигала около 75% (30 ат.%) [9].

Согласно расчётам SRIM, основные радиационные повреждения пришлось на глубину около 9,7–11 мкм. Но здесь при 15 кВ напряжения микроскопа РЭМ анализ V, VNb, VNbTa и VNbTaTi методом РЭМ-ЭДС предоставил данные по средней концентрации элементов в образцах на глубине до 1 мкм, где на сегрегацию в меньшей степени влияли радиационные повреждения и имплантация криптона.

Ионы  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ могут считаться быстрыми тяжёлыми ионами, так как имеют энергию более 1 МэВ/а.е.м. (МэВ/атомную единицу массы). Такие ионы теряют большую часть энергии на электронах атомов мишени по сравнению с ядрами, и поэтому в мишени могут возникать треки, происходит локальное плавление, аморфизация [20]. При облучении ионами распределение атомов разных элементов в мишени может меняться посредством имплантации, распыления, каскадного (баллистического) смешивания, миграции дефектов [3, 17]. В ОЦК ВЭС баллистическое изотропное смешивание и рекомбинация дефектов могут конкурировать с меньшей энергией образования дефектов, их большим числом и миграцией к стокам [3]. В данном исследовании предполагалось, что основную роль в изменении концентраций сыграли баллистическое смешивание и миграция дефектов.

В работе [9] при облучении ВЭС W-Ta-Cr-V ионами  $\text{Kr}^{+2}$  с энергией 1 МэВ с дозой 1,6 сна при температуре 1073 К, и ионами  $\text{Cu}^{+}$  с энергией 3 МэВ с дозой 8 сна при 1050 К происходит сегрегация V и Cr на границах зёрен с образованием выделений. В наших экспериментах наоборот было обнаружено, что сильнее сегрегируют тяжёлые элементы Nb, Ta.

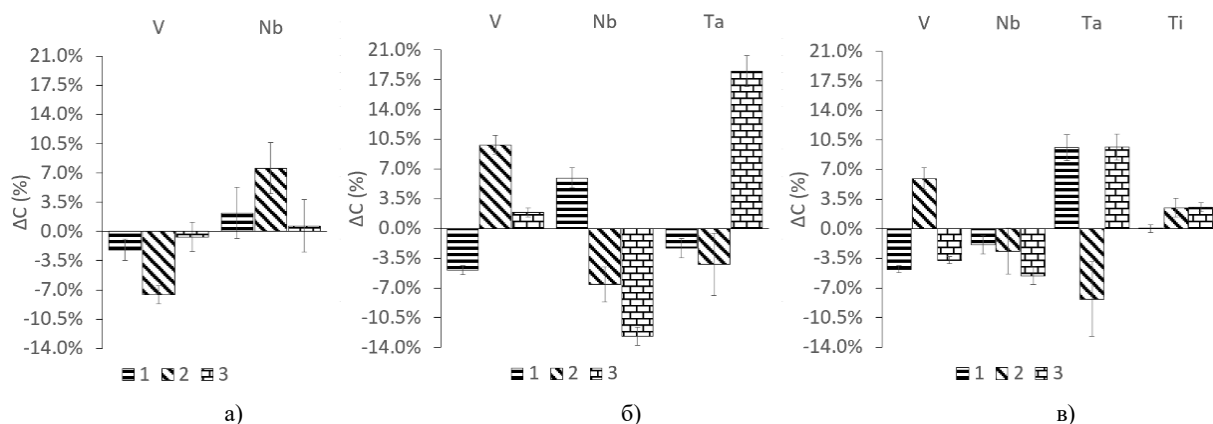


Рисунок 5. Относительные изменения концентраций в образцах VNb, VNbTa и ВЭС VNbTaTi, облученных  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом:  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$  (1),  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$  (2),  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  (3), согласно РЭМ-ЭДС

В работе [9] из-за более низкой энергии ионов основные повреждения были представлены точечными дефектами, образовавшимися в приповерхностной области (~400 нм), а крупные кластеры, такие как дислокационные петли, не образовались. В таких условиях легкие элементы V, Cr с большей подвижностью могут легче диффундировать к дефектам и сегрегировать. Вдобавок, в работе [9] облучение происходило при высокой температуре, когда в металлах усиливается диффузия вакансий [3].

Согласно исследованиям ВЭС VTaTi, VTaW [7], VTaCrW [8], NbZrTi [6] энергии образования вакансий и междоузлий в ОЦК ВЭС часто схожи и роль энергии миграции дефектов более важна. Диффузия междоузлий может быть ограничена в окрестностях ближних к ним атомов, и они могут рекомбинировать с ближайшими вакансиями, что приводит к образованию кластеров дефектов меньшего размера, чем в обычных сплавах [6, 7]. Согласно моделированию [8], атомам Ta энергетически более выгодно мигрировать за счёт обмена с дефектами типа вакансий, а атомам V и Cr более выгодно образовать межузловые дефекты. Атомы Ti также сильнее связаны с междоузлиями. В целом, предполагается, что развитие дефектов, их миграция, и связанная с ними сегрегация в VNb, VNbTa, VNbTaTi в значительной степени зависели от искажения решётки и локального химического состава.

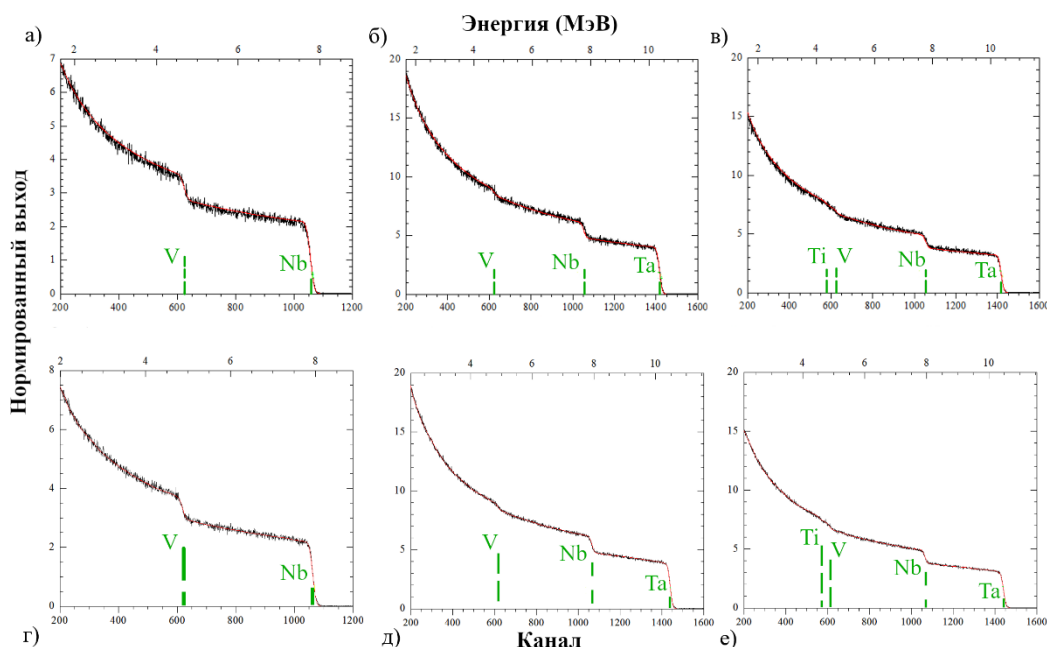
На рисунке 6 показаны спектры, полученные для образцов с помощью метода POP и описанные с помощью теоретических спектров, полученных в

RUMP. Анализ спектров POP показал, что в исходных образцах элементы были распределены равномерно по всей глубине, равной 1500–1800 нм с концентрациями, представленными в таблице 2.

*Таблица 2. Концентрации элементов (ат.%) в исходных образцах, полученные с помощью метода POP*

	Глубина (нм)	V	Nb	Ta	Ti
V	1500	100,0	–	–	–
VNb	1500	50,0±3,0	50,0±3,0	–	–
VNbTa	1700	32,0±1,9	33,0±2,0	35,0±2,1	–
VNbTaTi	1800	24,5±1,5	25,5±1,5	26,0±1,6	24,0±1,4

Анализ спектров POP на рисунке 6 для образцов, облученных ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом ионов  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$ , выявил сегрегацию элементов по глубине. Концентрации, полученные методом POP для V, VNb были схожи со значениями, полученными через РЭМ-ЭДС. Но в VNbTa и VNbTaTi концентрации V, Nb, Ti отличались от значений, полученных методом РЭМ-ЭДС на 6–17% (1,5–6,7 ат.%), а концентрации Ta отличались от значений, полученных методом РЭМ-ЭДС, на 41–49% (7,6–11,5 ат.%). Это вероятно связано с особенностями методов, такими как разные разрешения по плоскости/глубине, зависимость энергии обратно рассеянных ионов от масс элементов, глубина и колебания энергии анализирующих ионов для POP.



*Рисунок 6. Спектры POP: VNb (а, г), VNbTa (б, д), VNbTaTi (в, е), где (а-в) – исходные, (г-е) – облученные ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом  $1 \times 10^{13} \text{ см}^{-2}$ . Красная линия – спектр RUMP, черная линия – экспериментальный POP спектр*

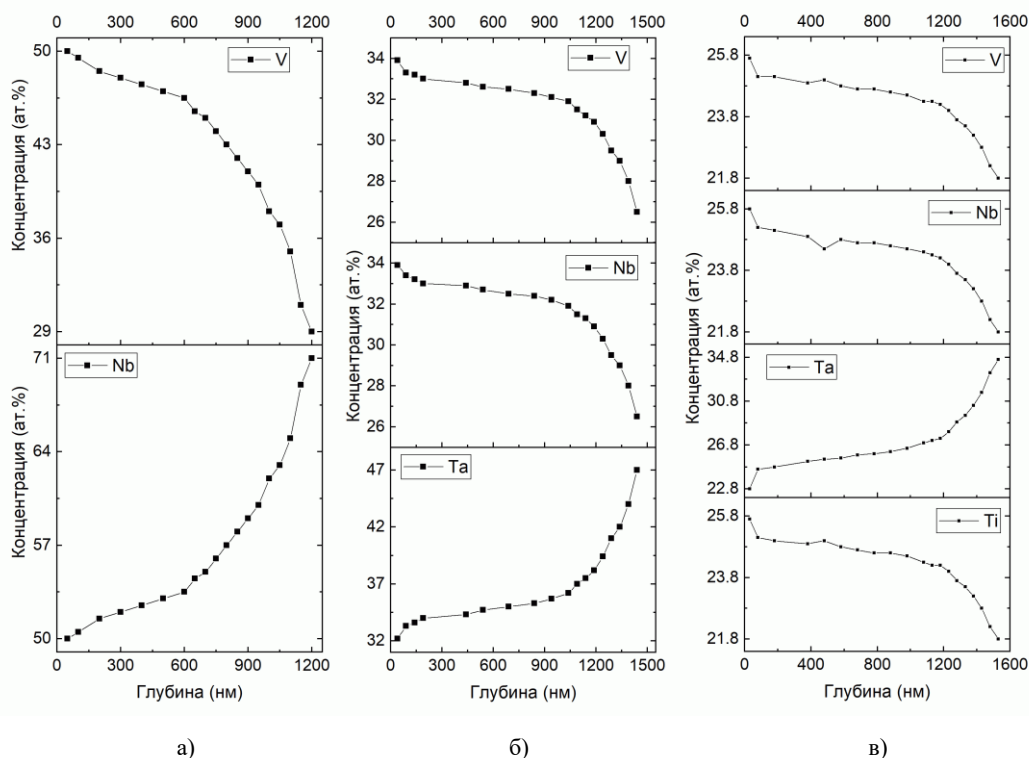


Рисунок 7. Распределение элементов по глубине, согласно анализу результатов POP, в: VNb (а), VNbTa (б) и VNbTaTi (в), облученных ионами  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ с флюенсом  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$

Согласно анализу результатов POP, показанных на рисунке 7, концентрации элементов в приповерхностном слое толщиной 30–50 нм в облученных с флюенсом ионов  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$  образцах незначительно отличались от исходных образцов. Но с увеличением глубины концентрации элементов менялись. В VNb концентрация V уменьшилась на 42% (21 ат.%), а концентрация Nb увеличилась на 42% (21 ат.%) на глубине 1,2 мкм по сравнению с необлученным образцом. В VNbTa концентрации V, Nb уменьшились, а содержание Ta увеличилось на 34% (12 ат.%) на глубине 1,44 мкм. В VNbTaTi концентрации V, Nb, Ti уменьшались, а содержание Ta увеличилось на 33% (8,6 ат.%) на глубине 1,53 мкм. Результаты анализа образцов методами ЭДС и POP показали схожие тенденции: концентрации более лёгких элементов уменьшались, а концентрации тяжёлых элементов увеличивались.

Были найдены и другие исследования, показавшие сегрегацию лёгких элементов в поверхностном слое с помощью анализа методом POP. При POP-анализе сплава Cu-40% Ni облученного ионами He с энергией 2 МэВ содержание более тяжёлых атомов Cu в приповерхностном слое уменьшалось, а Ni увеличилось на 60% [21]. Также с помощью POP-анализа сплава Ni-12,7 ат.% Si, облученного ионами Kr с энергией 3,25 МэВ при 580 °C и ионами He с энергией 2 МэВ при 556 °C было показано, что около поверхности происходил рост концентраций атомов Si, но облучение ионами гелия привело к большей сег-

регации, чем облучение криптоном. Авторы предположили, что атомы Si были связаны с межузловыми дефектами, замедляя их передвижение по сравнению с вакансиями. При облучении ионами криптона, в области каскада смещений могли происходить как комбинация дефектов, так и образование отдельных стоков и кластеров в глубине мишени, которые повлияли на поток атомов Si к поверхности. Считалось, что распыление и ионное смешивание не внесли значительный вклад в сегрегацию [22].

Таким образом, предлагается два возможных объяснения увеличения концентраций тантала Ta на глубинах 1000–1500 нм. Первое предположение – при облучении происходил отток атомов Ta в более глубокие слои мишени так как в приповерхностном слое образовалось достаточное количество вакансий. Но согласно расчётам, радиационные повреждения при энергии криптона 147 МэВ росли с глубиной мишени. Второе предположение – обогащение связано с оттоком атомов Ta ближе к поверхности образцов вследствие образования большого количества дефектов вакансионного типа глубже 1,5 мкм. Как было отмечено ранее, концентрации атомов V, Nb, Ti на глубине в большей степени зависят от межузловых дефектов, и вероятно, поэтому менялось незначительно, приводя к уменьшению их концентраций относительно Ta.

Принимая во внимание то, что метод POP в данном случае был ограничен глубиной около 1,5 мкм, где радиационные повреждения были минимальны



согласно расчётам, здесь перечислены несколько причин применения метода. Во-первых, у метода РОР с более тяжёлыми ионами азота разрешение по массе и глубине для тяжёлых элементов выше по сравнению с ионами гелия. Во-вторых, этот метод дополняет метод РЭМ-ЭДС и предоставляет информацию о послойном распределении элементов. Методы РОР и РЭМ-ЭДС уже использовались для таких ВЭС как CoCrFeMnNi [23], что позволит провести сравнение сегрегации при различных условиях облучения и с другими ВЭС. В-третьих, в других работах было показано, что повреждения на большей глубине могут влиять на распределение дефектов за счёт диффузии атомов и дефектов к поверхности и соответственно влияют на сегрегацию на меньшей глубине. Например, в работе [24] при облучении NiCoFeCr ионами Ni с энергией 3 МэВ до 120 сна при 580 °С изменения концентраций с переходом от глубины 100 нм до 900 нм достигали около 8–10 ат.% (30% от концентраций матрицы). Авторы объясняли это избирательной диффузией и тем, что вакансии мигрировали глубже за счёт обмена с атомами Fe, Cr, которые смещались ближе к поверхности, а атомы Ni, Co диффундировали через междоузлия и собирались около дислокаций [24]. В дальнейшем рекомендуется применение таких методов, как например, просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), РЭМ анализ продольного сечения образцов, позитронная аннигиляционная спектроскопия (ПАС) для детального изучения распределения и типа дефектов в исходных и облученных образцах. С целью изучения образования дефектов, возможно, следует провести расчёт плотности дислокаций. Также планируется измерение твёрдости для изучения влияния дефектов и сегрегации на радиационное упрочнение.

#### **ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

В рамках данного исследования для чистого V и сплавов VNb, VNbTa, VNbTaTi, облученных ионами криптона  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  с энергией 147 МэВ, были получены следующие результаты:

1) Согласно результатам анализа методом РЭМ облучение ионами криптона не приводит к значительным повреждениям поверхности образцов. Но было обнаружено образование тёмных пятен и сколов. Размер и плотность количества сколов уменьшаются от V к VNbTaTi.

2) РЭМ-ЭДС анализ поверхности образцов показал, что при облучении ионами криптона происходила сегрегация, но состав сплавов оставался близким к эквивалентному. В VNbTa и VNbTaTi сегрегация усиливалась с увеличением флюенса, а в VNb сегрегация достигла пика при  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ . При облучении VNb концентрации V падали, а Nb увеличивались на 7,6% (3,8 ат.%) при флюенсе  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$ . Наибольшая сегрегация среди образцов была обнаружена в VNbTa при флюенсе  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ , когда содержание Ta увеличилось на 18,5% (4,4 ат.%). В VNbTaTi наибольшая сегрегация была достигнута при флюенсе  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ ,

когда концентрация Ta увеличилась на 9,7% (1,8 ат.%). С усложнением состава от VNb к VNbTa, радиационная сегрегация элементов образцов увеличивалась, но уменьшилась в VNbTaTi. В тройных и четверных сплавах изменения концентрации Ta превосходили изменения для более лёгких элементов.

3) Анализ результатов, полученных методом РОР, показал, что концентрации для VNb были схожи со значениями, полученными методом РЭМ-ЭДС, но концентрации для образцов VNbTa и VNbTaTi отличались. Концентрации на поверхности образцов, облученных с флюенсом  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$  были близки к исходным, но менялись монотонно с глубиной. В VNbTa и VNbTaTi концентрация Ta увеличилась на 33–34% (8,6–12 ат.%) на наибольшей глубине относительно необлученных образцов, что было меньше чем в VNb, где концентрация Nb увеличилась на 42% (21 ат.%). Результаты анализа ЭДС и РОР показали схожие тенденции: концентрации более лёгких элементов уменьшились, а концентрации тяжёлых элементов увеличивались.

4) Предполагается, что развитие дефектов и их миграция в VNb, VNbTa, VNbTaTi в значительной степени зависят от искажения решётки и локального химического состава. Различие в сегрегации элементов в VNb, VNbTa, VNbTaTi вероятно связано с тем, что изменение концентраций атомов V, Nb, Ti в большей степени зависит от поведения межузловых дефектов, а Ta от вакансий.

5) Было показано, что ВЭС VNbTaTi менее подвержен радиационной сегрегации, чем СЭС VNbTa.

#### **Благодарности**

*Данное исследование финансировалось Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № AP19579188) 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. Zinkle S. J., Tanigawa H., Wirth B. D. Radiation and Thermomechanical Degradation Effects in Reactor Structural Alloys // Structural Alloys for Nuclear Energy Applications: Elsevier, 2019. P. 163–210.
2. English C. A., Hyde J. M., Odette G. R., Lucas G. E., Tan L. Research Tools: Microstructure, Mechanical Properties, and Computational Thermodynamics // Structural Alloys for Nuclear Energy Applications: Elsevier, 2019. P. 103–161.
3. Pickering E. J., Carruthers A. W., Barron P. J., Middleburgh S. C., Armstrong D. E. J., Gandy A. S. High-Entropy Alloys for Advanced Nuclear Applications // Entropy. – 2021. – Vol. 23, No. 1. – P. 98.
4. Chen W.-Y., Liu X., Chen Y., Yeh J.-W., Tseng K.-K., Natesan K. Irradiation effects in high entropy alloys and 316H stainless steel at 300 °C // Journal of Nuclear Materials. – 2018. – Vol. 510. – P. 421–430.

5. Zhu Z., Chen S., Zhang Q., Li L., Zhao Y., Guo X., Uglov V. V., Jin K., Xue Y. 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. – Vol. 235. – P. 1–11.
6. Shi T., Su Z., Li J., Liu C., Yang J., He X., Yun D., Peng Q., Lu C. Distinct point defect behaviours in body-centered cubic medium-entropy alloy NbZrTi induced by severe lattice distortion // *Acta Materialia*. – 2022. – Vol. 229. – P. 117806.
7. Zhao S., Xiong Y., Ma S., Zhang J., Xu B., Kai J.-J. Defect accumulation and evolution in refractory multi-principal element alloys // *Acta Materialia*. – 2021. – Vol. 219. – P. 117233.
8. Zhao S. Defect properties in a VTaCrW equiatomic high entropy alloy (HEA) with the body centered cubic (bcc) structure // *Journal of Materials Science & Technology*. – 2020. – Vol. 44. – P. 133–139.
9. 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 // *Sci. Adv.* – 2019. – Vol. 5, No. 3. – P. eaav2002.
10. Egami T., Guo W., Rack P. D., Nagase T. Irradiation Resistance of Multicomponent Alloys // *Metall Mater Trans A*. – 2014. – Vol. 45, No. 1. – P. 180–183.
11. Kareer A., Waite J. C., Li B., Couet A., Armstrong D. E. J., Wilkinson A. J. Short communication: ‘Low activation, refractory, high entropy alloys for nuclear applications’ // *Journal of Nuclear Materials*. – 2019. – Vol. 526. – P. 151744.
12. Parkin C., Moorehead M., Elbakhshwan M., Hu J., Chen W.-Y., Li M., He L., Sridharan K., Couet A. In situ microstructural evolution in face-centered and body-centered cubic complex concentrated solid-solution alloys under heavy ion irradiation // *Acta Materialia*. – 2020. – Vol. 198. – P. 85–99.
13. Uglov V. V., Zlotski S. V., Belov M. M., Ryskulov A. E., Jin K., Ivanov I. A., Kurakhmedov A. E., Mustafin D. A., Sapar A. D., Bikhert Y. V. Structural and Phase Changes in Concentrated V–Nb–Ta–Ti Solid Solutions Irradiated by Helium Ions // *J. Surf. Investig.* – 2023. – Vol. 17, No. 1. – P. 208–215.
14. Zdorovets M., Ivanov I., Koloberdin M., Kozin S., Alexandrenko V., Sambaev E., Kurakhmedov A., Ryskulov A. Accelerator complex based on DC-60 cyclotron. Obninsk: Joint Accelerator Conferences Website (JACoW), 2014. P. 287–289.
15. 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.
16. 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.
17. Was G. S. Fundamentals of radiation materials science: metals and alloys. New York: Springer, 2007. – 827 p.
18. Amroussia A., Avilov M., Boehlert C. J., Durantel F., Grygiel C., Mittag W., Monnet I., Pellemoine F. Swift heavy ion irradiation damage in Ti–6Al–4V and Ti–6Al–4V–1B: Study of the microstructure and mechanical properties // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*. – 2015. – Vol. 365. – P. 515–521.
19. Shiraishi K., Fukaya K., Katano Y. Radiation and anneal hardening in neutron-irradiated vanadium // *Journal of Nuclear Materials*. – 1974. – Vol. 54, No. 2. – P. 275–285.
20. Komarov F. F. Nano- and microstructuring of solids by swift heavy ions // *Phys.-Usp.* – 2017. – Vol. 60, No. 5. – P. 435–471.
21. Averbach R. S., Rehn L. E., Wagner W., Okamoto P. R., Wiedersich H. In situ Rutherford backscattering analysis of radiation-induced segregation // *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*. – 1982. – Vol. 194, No. 1–3. – P. 457–460.
22. Averbach R. S., Rehn L. E., Wagner W., Ehrhart P. The effect of primary recoil spectrum on radiation induced segregation in nickel-silicon alloys // *Journal of Nuclear Materials*. – 1983. – Vol. 118, No. 1. – P. 83–90.
23. 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, № 10. – P. 3695.
24. 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, № 1. – P. 298–310.

ВАНАДИЙ НЕГІЗІНДЕГІ ҚОРЫТПАЛАРДЫҢ АУЫР КРИПТОН ИОНДАРЫМЕН  
СӘУЛЕЛЕНДІРУ КЕЗІНДЕГІ СЕГРЕГАЦИЯҒА РАДИАЦИЯЛЫҚ ТӨЗІМДІЛІГІ

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>1,2</sup>,  
Ә. Д. Сапар<sup>1,2</sup>, Е. О. Оңғарбаев<sup>1,2</sup>, Ке Джин<sup>4</sup>, А. Е. Рысқұлов<sup>1</sup>

<sup>1</sup> ҚР Атом энергиясы жөніндегі агенттігі «Ядролық физика институты» РМК, Алматы, Қазақстан

<sup>2</sup> Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан

<sup>3</sup> Беларусь мемлекеттік университеті, Минск, Беларусь

<sup>4</sup> Пекин технологиялық институты, Пекин, Қытай

\* Байланыс үшін E-mail: b.amanzhulov@inp.kz, amanzholovb96@gmail.com

Осы зерттеуде энергиясы 147 МэВ-ке тең  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  иондарымен және  $1 \cdot 10^{13} - 1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$ -ге тең иондық флюенспен сәулелендіруден кейін V-Nb-Ta-Ti жүйесі негізіндегі қорытпалардың морфологиясы мен элементтік құрамының өзгеруі зерттелді. Криптон иондарымен сәулелендіру V, VNb, VNbTa, VNbTaTi үлгілерінің беткі қабатының айтарлықтай зақымдануына әкелмегені анықталды. Тек V-ден VNbTaTi-ге қарай мөлшері мен саны төмендеген қара дақтар мен жарықшақтар түзілді. Сканерлейтін электрондық микроскоптың энергодисперсиялық спектроскопиясы (СЭМ-ЭДС) талдауы барлық бастапқы үлгілердің құрамы эквиваленттік құрамға ұқсас екенін көрсетті. Құрам күрделілігінің VNb қорытпасынан VNbTa орташа энтропиялық қорытпасына (ОЭҚ) дейін жоғарылауымен үлгілердегі элементтердің радиациялық сегрегациясы өсті, бірақ VNbTaTi жоғары энтропиялық қорытпасында (ЖЭҚ) төмендеді. Концентрациялардың ең үлкен өзгерісі VNbTa қорытпасында табылды, онда Ta концентрациясы сәулеленбеген үлгімен салыстырғанда 18,5%-ға (4,4 ат.% (атомдық пайыз)) өсті. VNbTa және VNbTaTi қорытпаларында сегрегацияның флюенстің жоғарылауымен бірге күшейетіні, ал VNb-де сегрегация  $1 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-2}$  флюенсте шыңына жетіп, кейін төмендегені анықталды. Резерфордтың Кері Шашырауы (РКШ) талдауын қолдана отырып, флюенсі  $1 \cdot 10^{13} \text{ см}^{-2}$  криптон иондарымен сәулелендірілген үлгілерде Ta атомдарының концентрациясы тереңдікте бастапқы концентрациямен салыстырғанда 33–34%-ға (8,6–12 ат.%) артқанын көрсетті. СЭМ-ЭДС және РКШ талдауларының нәтижелері ұқсас үрдістерді көрсетті. VNb, VNbTa және VNbTaTi үлгілерінің беткі қабатта ауыр Nb, Ta элементтері үшін концентрацияларының өзгеруі жеңіл элементтерден асып түсті. Элементтердің сегрегациясындағы айырмашылық тордың бұрмалануының айырмашылығына, жергілікті химиялық құрамға, V, Nb, Ta, Ti атомдарының миграциясының вакансиялар мен түйінаралықтарға әртүрлі тәуелділігіне байланысты болуы ықтимал. Криптон иондарымен сәулелену VNbTa ОЭҚ және VNbTaTi ЖЭҚ-да радиациялық сегрегацияға әкелді, бірақ элементтердің үлгілер бетінде таралуы айқын сегрегация аймақтарын құрмады. VNbTaTi ЖЭҚ радиациялық сегрегацияға үлкенірек төзімділік көрсетті.

**Түйін сөздер:** жоғары энтропиялық қорытпалар; иондармен сәулелендіру; радиациялық ақаулар; радиациялық сегрегация; элементтік талдау.

RESISTANCE OF VANADIUM-BASED ALLOYS TO RADIATION-INDUCED SEGREGATION  
UNDER IRRADIATION WITH HEAVY KRYPTON IONS

I. A. Ivanov<sup>1,2</sup>, B. S. Amanzhulov<sup>1,2\*</sup>, V. V. Uglov<sup>3</sup>, S. V. Zlotski<sup>3</sup>, A. M. Temir<sup>1,2</sup>,  
A. D. Sapar<sup>1,2</sup>, Y. O. Ungarbayev<sup>1,2</sup>, Ke Jin<sup>4</sup>, A. E Ryskulov<sup>1</sup>

<sup>1</sup> RSE «Institute of nuclear physics» of the Agency of the RK for Atomic Energy, Almaty, Kazakhstan

<sup>2</sup> L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

<sup>3</sup> Belarusian State University, Minsk, Belarus

<sup>4</sup> Beijing Institute of Technology, Beijing, China

\* E-mail for contacts: b.amanzhulov@inp.kz, amanzholovb96@gmail.com

This work investigated changes in the morphology and elemental composition of alloys based on the V-Nb-Ta-Ti system after irradiation with  $^{84}\text{Kr}^{15+}$  ions with an energy of 147 MeV and an ion fluence of  $1 \cdot 10^{13} - 1 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ . It was found that irradiation with krypton ions did not lead to significant damage to the surface of V, VNb, VNbTa, VNbTaTi samples, except for the formation of dark spots and chips, the size and number of which decreased from V to VNbTaTi. Scanning electron microscopy energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) analysis showed that the composition of all the samples was close to equiatomic. With increasing composition complexity from VNb to the medium entropy alloy (MEA) VNbTa, the radiation-induced segregation of elements in the samples increased, but decreased in the high-entropy alloy (HEA) VNbTaTi. The largest change in concentrations was found in VNbTa, where the Ta concentration increased by 18.5% (4.4 at.% (atomic percents)) compared to the unirradiated sample. It was found that in VNbTa and VNbTaTi, the segregation increased with increasing fluence, and in VNb, the segregation peaked at  $1 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  and then decreased. Using the Rutherford backscattering (RBS) analysis, it was shown that in samples irradiated with krypton ions with a fluence of  $1 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-2}$ , the concentration of Ta atoms increased with depth by 33–34% (8.6–12 at.%) relative to the initial concentration. The results of the EDS and RBS analysis showed similar trends. Changes in the concentrations of elements in the near-surface layer of VNb, VNbTa and VNbTaTi for heavy elements Nb, Ta exceeded those for the light ones. The difference in the segregation of elements is probably due to the difference in lattice distortion, local chemical composition, different dependence of the migration of V, Nb, Ta, Ti atoms on vacancies and interstitials. Irradiation with krypton ions resulted in segregation in VNbTa MEA and VNbTaTi HEA, but the distribution of elements over the surface of the samples did not form distinct segregation regions. VNbTaTi HEA showed greater resistance to radiation-induced segregation.

**Keywords:** high-entropy alloys; ion irradiation; radiation defects; radiation-induced segregation; elemental analysis.