Микростуктура титанового сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии и после облучения ионами титана

С. В. Рогожкин, А. А. Никитин, Н. Н. Орлов, Т. В. Кулевой, П. А. Федин, О. А. Корчуганова, М. А. Козодаев, А. Л. Васильев, А. С. Орехов, Н. Н. Колобылина, В. П. Леонов, И. А. Счастливая

Исследована микроструктура и проведен анализ химического состава фаз и включений в образцах титановых сплавов Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии, после облучения ионами титана до дозы радиационного повреждения ~ 1 смещения на атом (сна) при температуре 260 °С. Микроструктурные исследования выполнены методами просвечивающей электронной микроскопии, энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии и атомно-зондовой томографии. Представлены результаты элементного анализа зерен матричной α-фазы и включений β-фазы. Показано, что в исходном состоянии в сплаве Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr α-фаза обогащена до 10 ат. % Al, а β-фаза до 20 ат. % V. Облучение тяжелыми ионами приводит к формированию дислокационных петель размерами от 3 до 12 нм и плотностью ~ 10^{22} $м^{-3}$. При облучении в α-фазе сплава образуется высокая плотность (до 10^{24} $м^{-3}$) наноразмерных ванадиевых предвыделений, средний размер которых составляет ~ 2 нм.

Ключевые слова: титановые сплавы, ионное облучение, радиационно-индуцированные дефекты, распад твердого раствора.

Введение

Высокая удельная прочность титановых сплавов, в том числе при повышенных температурах, определяет их широкое использование в авиационной и космической технике, а исключительная коррозионная стойкость и немагнитность — применение для конструкций морского назначения. Титановые сплавы имеют особые свойства для использования в ядерных энергетических установках: высокая кратковременная и длительная прочность, высокая коррозионная стойкость в воде и паре в условиях реакторного облучения; малая склонность к радиационному распуханию и высокий темп снижения наведенной радиоактивности.

Конструкционные титановые сплавы подразделяют исходя из содержания основных фаз на α и β. Сплавы типа (α + β) содержат как α-стабилизирующие, так и β-стабилизирующие элементы, которые обеспечивают комплекс механических характеристик за счет формирования в титановых сплавах структур, содержащих зерна α и β фазы [1]. Хорошим стабилизатором α-фазы титановых сплавов является алюминий, а β-стабилизатором в (α + β) титановых сплавах — ванадий и молибден. Считается, что оптимальное содержание алюминия находится в пределах от 4,5 до 5,5 масс. %, в то время как оптимальное суммарное содержание ванадия и молибдена — от 3,0 до 5,0 масс. %. При более низких значениях концентраций этих элементов не достигается достаточная прочность, а при более высоких значениях — ухудшается обрабатываемость материала и повышается чувствительность сплава к термическим циклам при сварке.

Широкое промышленное применение имеют (α + β) сплавы — Ti – 6 Al – 4 V [2]. Этот материал рассматривали в качестве конструкционного материала термоядерных реакторов, например для изготовления вакуумного корпуса токамаков [3]. В настоящее время он выбран для упругих соединителей модулей бланкета ИТЭР [4]. Недавно сплав Ti – 6 Al – 4 V был предложен как кандидатный

материал для конструкции системы сброса пучка в ускорителе редких изотопов (Facility for Rare Isotope Beams) [5] благодаря его привлекательным механическим свойствам и коррозионной стойкости.

Большие перспективы применения титановых сплавов, как высоконадежных конструкционных материалов, открываются при изготовлении корпусов ядерных реакторов атомных энергетических установок (АЭУ) водо-водяного типа малой мощности для автономных энергоисточников стационарного и транспортируемого типа [6]. Комплекс механических характеристик материалов, в том числе титановых сплавов, в значительной степени зависит от структуры, и ее перестройка под воздействием различных нагрузок и повреждающих факторов, в том числе нейтронного воздействия, является причиной деградации эксплуатационных свойств. Несмотря на значительные потенциальные возможности использования титановых сплавов, опубликованных данных об их радиационной стойкости не достаточно, и, в основном, они посвящены сплаву Ti – 6 Al – 4 V [7 – 12]. В ряде экспериментов, выполненных при облучении нейтронами и ионами до доз не более 10 сна, обнаруживается упрочнение и снижение вязкости разрушения [7, 8]. Этот эффект обусловлен формированием дислокационных петель и преципитатов ванадия [8]. При температурах выше 250 °С происходит преимущественное формирование преципитатов, а их структура соответствует β фазе [10].

В настоящее время активно ведется разработка новых конструкционных малоактивируемых материалов, в том числе титановых сплавов, обладающих радиационной и коррозионной стойкостью при длительной эксплуатации в условиях АЭУ с водо-водяным теплоносителем. На основании элементного активационного анализа в качестве базового состава радиационно-стойкого с быстрым спадом наведенной активности титанового сплава был выбран вариант Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr [13]. Состав данной композиции титанового сплава обеспечивает необходимый уровень прочностных свойств и высокую скорость спада наведенной радиоактивности после облучения.

Следует отметить, что α- и псевдо-α титановые сплавы композиций Ti – Al, Ti – Al – V, Ti – Al – V – Mo характеризуются инкубационным периодом при нейтронном облучении при температуре 260 °С до флюенса $(3 – 5)\cdot10^{18}$ см$^{-2}$ (~ $(3 – 5)\cdot10^{-3}$ сна), в течение которого происходит незначительное упрочнение, снижение ударной вязкости и относительного удлинения не более чем на 10 % [14]. После нейтронного облучения до флюенса $1{,}2\cdot10^{20}$ см$^{-2}$ (~ 0,12 сна) (максимальной дозы облучения в условиях эксплуатации) титановый сплав Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr упрочняется не менее чем на 25 %. При этом происходит значительное снижение относительного и равномерного удлинения, ударной вязкости и вязкости разрушения не менее чем на 50 %. В [13] при исследовании микроструктуры было установлено, что для титанового сплава на основе композиции Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr характерно перераспределение локального содержания ванадия в β-фазе с локальным элементным уменьшением с 25 до 10 масс. % при облучении до флюенса $1{,}2\cdot10^{20}$ см$^{-2}$ (~ 0,12 сна).

Для аттестации новых композиций титановых сплавов необходимо расширение базы данных по их поведению в радиационных полях. Для ускорения набора экспериментальных данных в настоящее время широкое применение получают имитационные эксперименты с использованием пучков тяжелых ионов [15]. Для материалов корпусов ядерных реакторов основным фактором деградации является образование дефектов, причем преимущественно в каскадах атом-атомных смещений. Именно поэтому возможно проведение имитационных экспериментов с применением пучков тяжелых ионов, которые воспроизводят каскадное образование дефектов, характерное для реакторного облучения. Для минимизации изменения химического состава материала рекомендуется использование ионов химических элементов, составляющих основную часть исследуемого материала.

Цель настоящей работы — исследование микро- и наноструктуры и локального элементного состава титанового сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии и после облучения ионами титана при температуре 260 °С.

Приборы, материалы и методы исследования

В работе представлены результаты исследований, полученные с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-зондовой томографии (АЗТ), титанового сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии и после облучения ионами Ti^{2+} с энергией 4,8 МэВ до флюенса $1\cdot10^{15}$ см$^{-2}$ при температуре мишени 260 °С. Испытательный образец титанового сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr массой 30 кг и сечением $200\times200\times300$ мм^3 был изготовлен во ФГУП “ЦНИИ КМ “Прометей”. Структура переходного типа титанового сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr формировалась методом горячего деформирования заготовки по схеме $\beta\rightarrow(\alpha+\beta)\rightarrow\beta\rightarrow(\alpha+\beta)$ для формирования окончательной структуры типа “корзиночного плетения”.

Облучение образцов проводили на ускорителе ТИПр-1 (ИТЭФ) [16]. Мишень для материаловедческих исследований облучали ионами титана с энергией 4,8 МэВ при температуре 260 °С до флюенса $1{\cdot}10^{15}$ см$^{-2}$. Результаты расчетов пробега и радиационных повреждений с использованием программного пакета SRIM представлены на рис. 1. Показаны профили повреждений и количество внедренных ионов при облучении титана ионами титана до флюенса $1{\cdot}10^{15}$ см$^{-2}$. Энергия смещения атомов из узлов кристаллической решетки для сплавов титана была выбрана равной 30 эВ. Расчет пробегов и профилей повреждений проводили в соответствии с рекомендациями, представленными в работе [17]. В рассматриваемом случае максимальные повреждения образуются на глубине ~ 1,7 мкм (рис. 1). Для флюенса $1{\cdot}10^{15}$ см$^{-2}$ доза повреждения в максимуме составляет ~ 1 сна.

Определение химического и фазового состава проводили методами ПЭМ, электронной дифракции, просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения, просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ). Исследования образцов осуществляли на микроскопе Titan 80-300 TEM/STEM (FEI) при ускоряющем напряжении 300 кВ и на микроскопе Tecnai Osiris TEM/STEM (FEI) при ускоряющем напряжении 200 кВ. Регистрацию изображений в просвечивающем растровом режиме выполняли с помощью высокоуглового кольцевого темнопольного детектора HAADF (Fischione). Качественный и количественный химический анализ образцов проводили методами рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии с помощью Si(Li) детектора, а так же с помощью спектрометра нового поколения Super-X SDD высокой чувствительности.

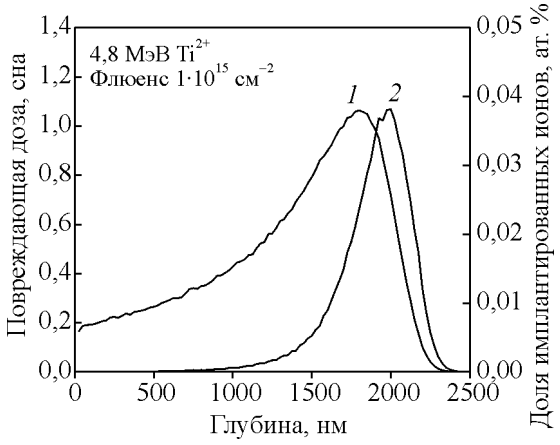

Рис. 1. Пробег ионов Ti^{2+} с энергией 4,8 МэВ в титане: *1* — профили повреждений, *2* — распределение внедренных ионов, по результатам моделирования программным пакетом SRIM.

Тонкие образцы в виде поперечных сечений для ПЭМ исследований были приготовлены методом фокусированного пучка ионов Ga^+ в растровом электронно-ионном микроскопе HELIOS NanoLab 600 (FEI) при ускоряющем напряжении 5 – 30 кВ. Для уменьшения толщины нарушенного аморфизированного слоя, вследствие взаимодействия с ионным пучком, проводили дополнительное утонение при ускоряющем напряжении 2 кВ.

Образцы для АЗТ также вырезали с помощью фокусированого ионного пучка из облученных образцов на глубине максимальных радиационных повреждений. АЗТ исследования проводили на атомно-зондовом томографе LEAP 4000X HR (CAMECA) в режиме лазерного испарения. Сбор данных осуществляли при температуре образца 50 К, частоте лазера 250 кГц и энергии в импульсе 70 пДж.

Результаты исследований

Микроструктура сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии

На рис. 2 представлены ПЭМ-изображения поперечного среза образца Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии. Сплав имеет дуплексную структуру, состоящую из зерен матричной фазы и полосчатых выделений. Ширина выделений меняется в диапазоне от 0,1 до 1,9 мкм.

Химический состав матричной фазы и полосчатых выделений был проанализирован методом энергодисперсионного микроанализа. Матричный кристалл представляет собой сплав на основе титана с присутствием α и β стабилизаторов: Al — ~ 9,7 ат. %, V — 1,5 ат. %, Zr — 0,5 ат. %. Полосчатые выделения также являются титановым сплавом, обогащенным ванадием до ~ 22 ат. % и цирконием до ~ 1 ат. %.

Фазовый анализ, проведенный методом дифракции электронов, с учетом данных химического состава, показал, что матричный кристалл имеет гексагональную структуру с параметрами элементарной ячейки $a = 0{,}295$ нм, $c = 0{,}468$ нм, что по данным [18] соответствует α-фазе Ti. Структура полосчатых выделений соответствует β-фазе Ti, имеющей ОЦК решетку с параметром элементарной ячейки $a = 0{,}331$ нм, что согласуется с данными [18, 19]. Примеры расшифровки типичных электронно-дифракционных картин от матричной фазы и выделений приведены на рис. 2*в*, 2*г*.

Характерной особенностью микроструктуры исходных образцов является присутствие выраженных приграничных областей около выделений β-фазы (переходных областей между α- и β-фазами),

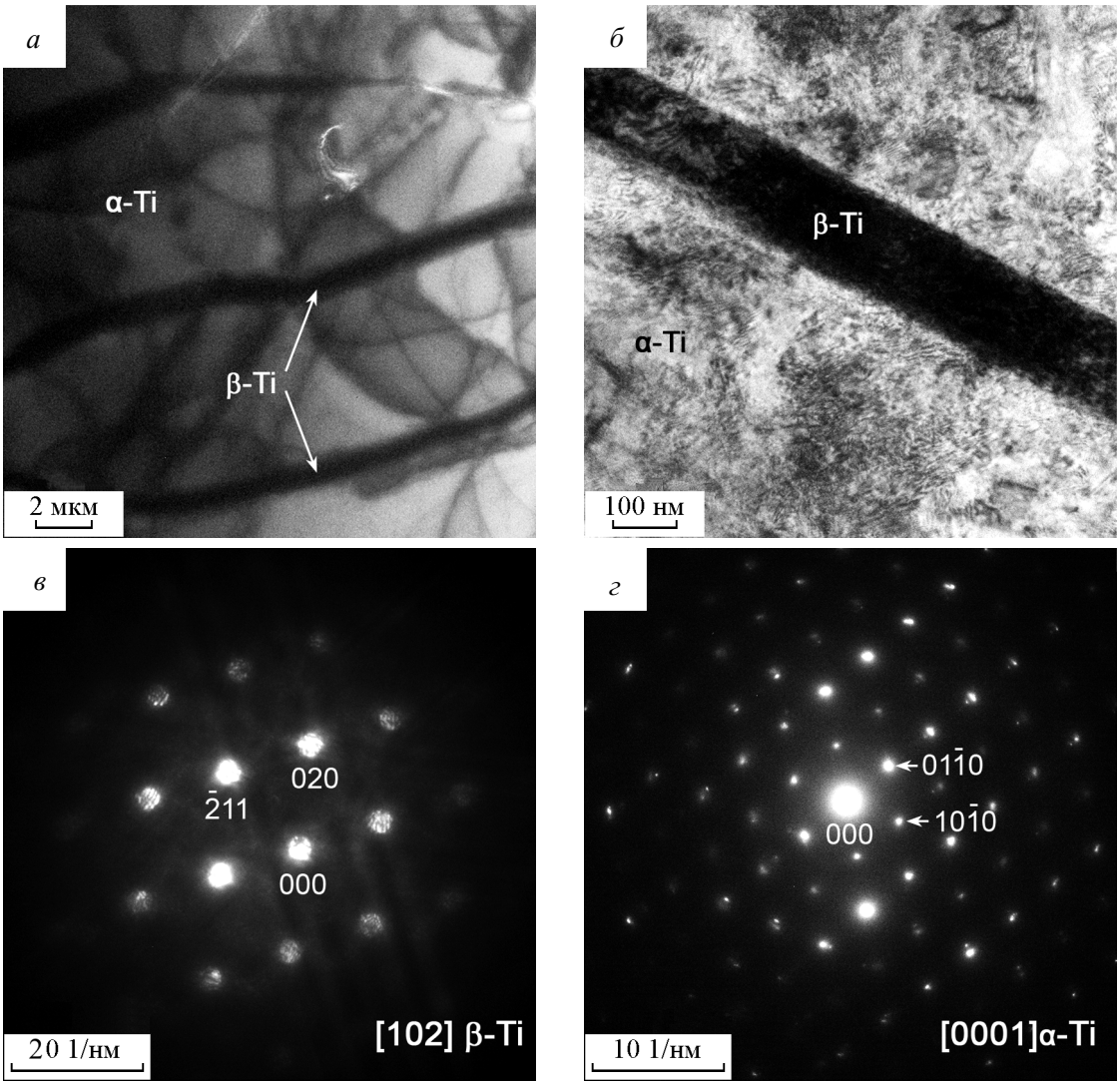

Рис. 2. ПЭМ-изображения микроструктуры образца Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr с разным увеличением, выявляющие двухфазную систему — матричные зерна α-фазы Ti и полосчатые выделения кубической β-фазы Ti (указаны стрелками) (*а*, *б*). Примеры расшифровки типичных электронно-дифракционных картин от матричной α-фазы, ориентированной направлением [0001] параллельно падающему пучку электронов (*в*) и выделения β-фазы, ориентированного направлением [102] (*г*), соответственно.

имеющих "дендритную" форму. На рис. 3 приведены ПЭМ-изображения полосчатых выделений с характерными приграничными областями, полученные в режимах светлопольной ПЭМ (рис. 3*а*) и темнопольной ПРЭМ (рис. 3*б*) с контрастом, пропорциональным атомному номеру элемента. Режим ПРЭМ был выбран для анализа и визуализации микроструктуры приграничной области. Минимизация вклада дифракционного контраста в ПРЭМ режиме позволяет лучше выявлять отдельные микроструктурные особенности образца. Приграничная область состоит из выделений игольчатой формы, формирующихся на границе β- и α-фаз Ti. Ее размеры составляют в среднем 0,3 – 0,5 мкм.

Были проанализированы распределения химических элементов образца вдоль линии сканирования в направлении, поперечном выделению β-фазы. Состав матричной фазы в рамках ошибки измерения концентрации элементов остается постоянным. В области β-фазы наблюдается резкое увеличение концентраций ванадия и циркония и уменьшение содержания алюминия (табл. 1). Профиль распределения концентрации элементов изменяется ступенчато на границе β- и α-фаз.

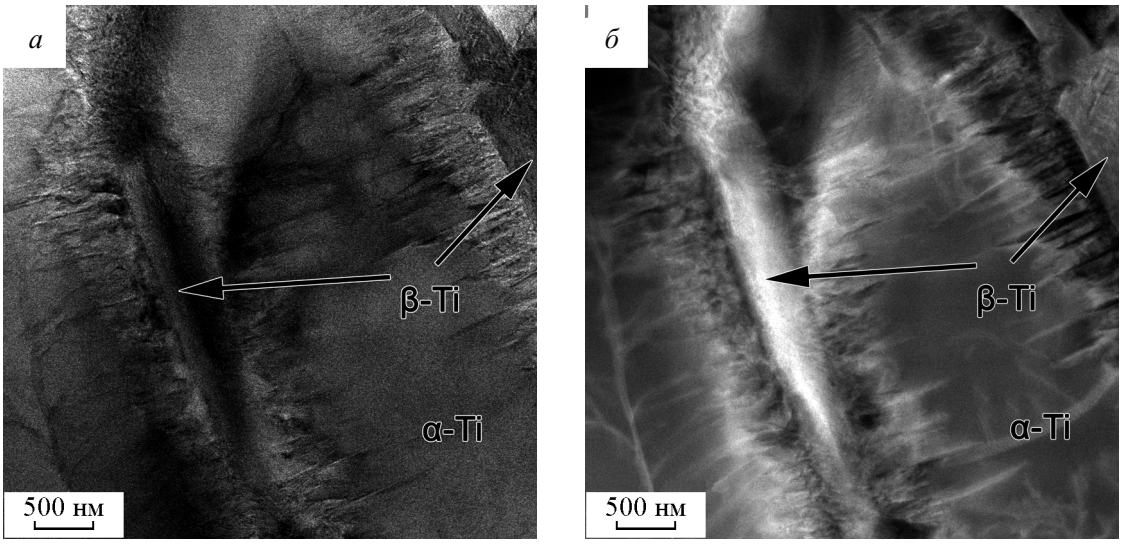

Рис. 3. ПЭМ (*а*) и ПРЭМ (*б*) изображения микроструктуры титанового сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии.

Таблица 1

Данные энергодисперсионного рентгеновского микроанализа образов сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии и после облучения ионами Ti^{2+}

Место анализа	Содержание элементов, ат. %		
	Al	V	Zr
Исходный материал			
α-фаза	9,7 ± 0,9	1,5 ± 0,2	0,5 ± 0,2
Переходной слой	7,7 ± 0,8	11 ± 1	1,2 ± 0,4
β-фаза	4,5 ± 0,5	22 ± 2	1,1 ± 0,4
Образец облученный ионами Ti^{2+} до дозы $1{\cdot}10^{15}$ см$^{-2}$ (~ 1 сна) при 260 °С			
α-фаза	7,5 ± 0,8	1,1 ± 0,3	1,3 ± 0,4
Переходной слой	2,3 ± 0,2	12 ± 1	1,3 ± 0,4
β-фаза	1,2 ± 0,1	22 ± 2	1,8 ± 0,6

Микроструктура сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr, облученного ионами Ti^{2+} при температуре 260 °С флюенсом $1{\cdot}10^{15}$ см$^{-2}$

На рис. 4 представлена микроструктура образца после облучения ионами титана. Существенных изменений микроструктуры не наблюдается. Образец состоит из матричных зерен α-фазы с полосчатыми выделениями β-фазы. Ширина переходной области между β- и α-фазой составляет ~ 500 нм, что близко к соответствующей величине в исходном состоянии сплава. Исследование структуры образца в специальных дифракционных условиях показало наличие дифракционного контраста, обусловленного высокой концентрацией наноразмерных дефектов: дислокационных петель и кластеров точечных дефектов, представляющих собой темные точки на изображениях. Анализ светлопольных и темнопольных ПЭМ-изображений, полученных в двухлучевом дифракционном приближении, показывает, что глубина области структурных повреждений составляет ~ 2,2 мкм, что хорошо согласуется с проведенными расчетами в программном пакете SRIM. По снимкам, сделанным с высоким разрешением, была проведена количественная оценка объемной плотности наблюдаемых дислокационных петель (рис. 5), в максимуме радиационных повреждений которая составляет ~ $4{\cdot}10^{22}$ м$^{-3}$. Для сопоставления на рис. 5 приведены так же данные расчетов, выполненные в программе SRIM. Распределение

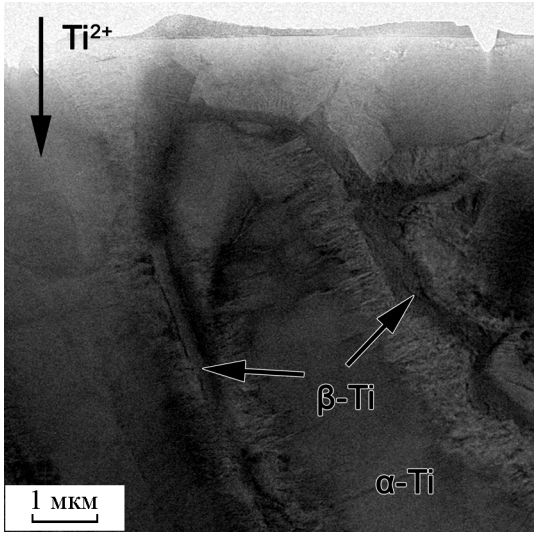

Рис. 4. ПЭМ-изображение микроструктуры сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr после облучения ионами Ti^{2+}. Стрелкой указано направление облучения.

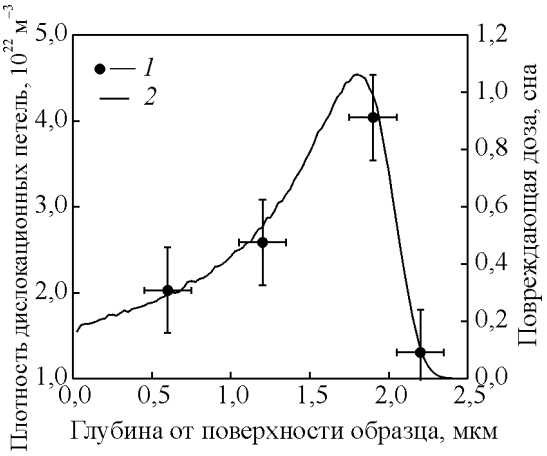

Рис. 5. Концентрация дислокационных петель в зависимости от расстояния до поверхности облученного образца (*1*) и профиль радиационных повреждений по расчетным данным (*2*).

объемной плотности петель по глубине хорошо коррелирует с профилем структурных повреждений.

В области максимума структурных повреждений материала, облученного ионами Ti^{2+}, был проведен анализ химического состава вдоль линии сканирования пересекающей β-фазу. Обнаружено уменьшение концентрации алюминия и ванадия и увеличение содержания циркония по отношению к составу исходного образца. Данные по химическому составу исследованных состояний образца титанового сплава полученные с использование энергодисперсионной спектроскопии представлены в табл. 1.

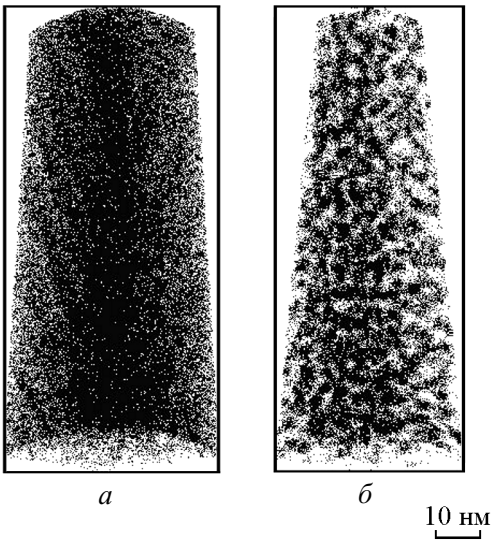

Рис. 6. Атомная карта ванадия в исследованных объемах сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr: *а* — в исходном состоянии, *б* — после облучения ионами Ti^{2+} до дозы 1 сна при температуре 260 °С.

Результаты АЗТ анализа структурно-фазового состояния исследуемых состояний сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr

Для локального химического анализа были проведены исследования образцов с помощью АЗТ микроскопии (табл. 2). Исследование матричной α-фазы в исходном состоянии показало, что концентрации элементов лежат в районе средних значений без значительных отклонений, а сами атомы распределены равномерно по всему объему. Полученные методами АЗТ значения концентраций близки к значениям, полученным методами рентгеновского энергодисперсионного анализа.

Таблица 2

Химический состав исследованного методами АЗТ сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исследованных состояниях

Место анализа	Содержание элементов, ат. %		
	Al	V	Zr
Исходный материал			
α-фаза	9,68 ± 0,03	2,18 ± 0,01	0,96 ± 0,03
Образец облученный ионами Ti^{2+} до дозы $1{\cdot}10^{15}$ см$^{-2}$ (~1 сна) при 260 °С			
α-фаза	9,79 ± 0,03	2,45 ± 0,01	1,31 ± 0,01
α-фаза, матрица без учета кластеров	9,80 ± 0,03	2,11 ± 0,01	1,32 ± 0,01
Средняя концентрация в кластерах	8 ± 2	26 ± 4	0,9 ± 0,8

Атомно-зондовый анализ химического состава образца сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr после облучения ионами титана до флюенса 10^{15}см$^{-2}$ при температуре 260 °С выполнен для образцов, вырезанных с глубины максимального радиационного повреждения, отвечающего дозе ~ 1 сна. В исследованном объеме наблюдалось неоднородное распределение атомов ванадия. На рис. 6 представлены атомные карты распределения ванадия в исходном и облученном состояниях.

Рассчитанная объемная плотность обнаруженных кластеров составила ~ $1{,}6{\cdot}10^{24}$ м$^{-3}$. Средний размер образований составляет ~ 2 нм, при этом присутствуют кластеры размерами вплоть до 6 нм. Характерное содержание ванадия и алюминия в отдельных кластерах представлено на рис. 7. Кластеры выстроены по возрастанию числа атомов в их составе. Концентрация алюминия в этих выделениях близка к концентрации Al в α-фазе, тоже самое можно сказать о концентрации циркония. Следует отметить, что среди кластеров, состоящих менее чем из 40 атомов, присутствуют кластеры, содержащие менее 15 ат. %

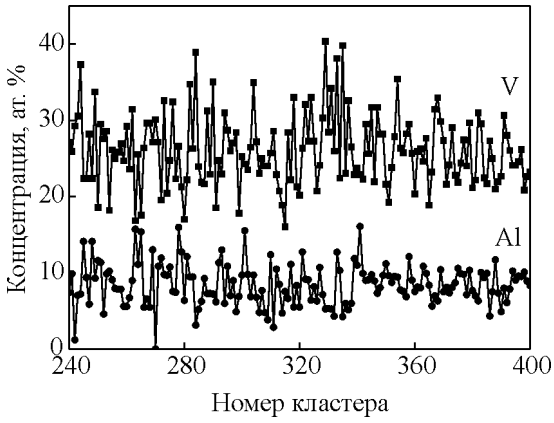

Рис. 7. Содержание V и Al, в кластерах в сплаве Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr после облучения ионами Ti^{2+} до дозы 1 сна при температуре 260 °С. Кластеры выстроены в порядке возрастания числа содержащихся в них атомов.

ванадия, а также кластеры, в которых отсутствует цирконий. В кластерах, содержащих более 40 атомов, средняя концентрация ванадия составляет 26 ат. %. Поскольку ванадий является стабилизатором β-фазы титана, можно предположить, что обнаруженные кластеры, обогащенные ванадием, являются предвыделениями β-фазы. Однако, каких-либо структурных изменений в α-фазе не было обнаружено. Концентрация алюминия в обнаруженных предвыделениях соответствует концентрации Al в α-фазе, что указывает на то, что выход алюминия из обнаруженных предвыделений происходит на более поздних стадиях (возможно из-за более низкой подвижности алюминия, чем ванадия).

Обсуждение результатов

Известно, что титановые сплавы, созданные на основе систем Ti – Al – V, отличаются высокой термической стабильностью, поскольку ванадий является изоморфным β-стабилизатором, не образует с титаном химических соединений и не приводит к эвтектоидным реакциям.

Согласно диаграмме состояния сплавов Ti – V [20] твердый раствор (β-Ti, V) претерпевает монотектоидный распад. Растворимость V в α-Ti носит ограниченный характер, достигая при 500 – 600 °С значений 3,7 – 3,8 ат. % V и снижаясь до 2,5 ат. % V при 400 °С. Максимальная растворимость V в α-фазе Ti составляет 2,7 ат. %, монотектоидная точка расположена при 18 ат. % V, а монотектоидная горизонталь простирается до 80 ат. % V.

Проведенный в настоящей работе анализ состава α-фазы сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr показал содержание ванадия 1,5 ат. % (согласно данным энергодисперсионного анализа) и 2,2 ат. % (согласно данным АЗТ), что близко, либо, соответственно, превышает оценку для значения предела растворимости ванадия в α-фазе Ti при температуре 260 °С.

В результате облучения ионами титана Ti^{+2} титанового сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr при 260 °С в α-фазе формируются наноразмерные (1 – 6 нм) ванадиевые предвыделения, в которых средняя концентрация ванадия составляет 26 ат. %, что превышает максимальную концентрацию ванадия в монотектоидной точке 18 ат. %. Отметим, что образование значительного числа “черных точек” размерами 2 – 3 нм и объемной плотностью $5 \cdot 10^{25}$ $м^{-3}$, равномерно распределенных во внутренних объемах пластин α-фазы облученных нейтронами титановых сплавов при 200 – 250 °С, ранее было обнаружено в [21]. Однако авторам не удалось проанализировать состав обнаруженных кластеров.

Выводы

Представлены результаты микроструктурных исследований, а также нано-химического элементного анализа титанового сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr в исходном состоянии и после облучения ионами титана при температуре 260 °С до доз ~ 1 сна.

Методами просвечивающей электронной микроскопии показано, что в исходном состоянии сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr присутствуют две фазы: α-фаза, имеющая гексагональную упаковку, и β-фаза — ОЦК-структуру. Элементный анализ показал значительное (до 20 масс. %) обогащение β-фазы ванадием.

Исследования микроструктуры сплава Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr после облучения ионами титана при температуре мишени 260 °С обнаружили в облученной области образца высокую концентрацию дислокационных петель, пропорциональную дозе радиационных повреждений. Детальный химический анализ выявил еще более высокую плотность наноразмерных ванадиевых предвыделений в α-фазе сплава.

Работа выполнена в рамках федеральной целевой программы Российской Федерации “Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы” субсидии №14.625.21.007 от 20.10.2014 г.

Литература

1. Raghunathan S.L., Stapleton A.M., Dashwood R.J., Jackson M., Dye D. Micromechanics of Ti – 10 V – 2 Fe

– 3 Al: In situ synchrotron characterisation and modeling. Acta Materialia, 2007, v. 55, iss. 20, p. 6861 – 6872.
2. Gurrappa I. Characterization of titanium alloy Ti – 6 Al – 4 V for chemical, marine and industrial applications. Materials Characterization 2003, v. 51, p. 131 – 139.
3. Davis J.W., Ulrickson M.A., Causey R.A. Use of titanium in fusion components. Journal of Nuclear Materials, 1994, v. 212 – 215, p. 813 – 817.
4. Rodchenkov B.S., Evseev M.V., Strebkov Yu.S., Sinelnikov L.P., Shushlebin V.V. Properties of unirradiated and irradiated Ti – 6 Al – 4 V alloy for ITER flexible connectors. Journal of Nuclear Materials, 2011, v. 417, p. 928 – 931.
5. Morrissey D.J. Status of the FRIB project with a new fragment separator. J. Phys. Conf. Ser., 2011, v. 267, 012001.
6. Паршин А.М., Муратов О.Э. О применении титановых сплавов для корпусов водо-водяных реакторов. Вопросы атомной науки и техники, серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение, 2005, № 3 (86), с. 179 – 181.
7. Rodchenkov B.S., Kozlov A.V., Kuznetsov Yu.G., Kalinin G.M., Strebkov Yu.S. Irradiation behavior of Ti – 4 Al – 2 V (PT-3B) alloy for ITER blanket modules flexible attachment. Journal of Nuclear Materials, 2007, v. 367 – 370, p. 1312 – 1315.
8. Tähtinen S., Moilanen P., Singh B.N., Edwards D.J. Tensile and fracture toughness properties of unirradiated and neutron irradiated titanium alloys. Journal of Nuclear Materials, 2002, v. 307 – 311, p. 416 – 420.
9. Tähtinen S., Moilanen P., Singh B.N. Effect of displacement dose and irradiation temperature on tensile and fracture toughness properties of titanium alloys. Journal of Nuclear Materials, 2007, v. 367 – 370, p. 627 – 632.
10. Wilkes P., Kulcinski G.L. Heavy ion irradiation of a Ti – 6 Al – 4 V alloy. Journal of Nuclear Materials, 1978, v. 78, pp. 427 – 430.
11. Amroussia A., Avilov M., Boehlert C. J., Durantel F., Grygiel C., Mittig W., Monnet I., Pellemoine F. Swift heavy ion irradiation damage in Ti – 6 Al – 4 V and Ti – 6 Al – 4 V – 1 B: Study of the microstructure and mechanical properties. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2015, v. 365, p. 515 – 521.
12. Dayal P., Bhattacharyya D., Mook W.M., Fu E.G., Wang Y.-Q., Carr D.G., Anderoglu O., Mara N.A., Misra A., Harrison R.P., Edwards L. Effect of double ion implantation and irradiation by Ar and He ions on nano-indentation hardness of metallic alloys. Journal of Nuclear Materials, 2013, v. 438, p. 108 – 115.
13. Орыщенко А.С., Леонов В.П., Счастливая И.А. Малоактивируемые радиационно-стойкие титановые сплавы для корпусов атомных реакторов малой мощности. Титан, 2015, т. 2 (47), с. 25 – 30.
14. Орыщенко А.С., Горынин И. В., Леонов В. П., Счастливая И. А. Титановые сплавы для корпусов атомных реакторов малой и средней мощности. Вопросы материаловедения, 2014, № 2 (78), с. 199 – 210.
15. Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Kuibida R.P., Kulevoi T.V., Nikitin A.A., Orlov N.N., Chalykh B.B., Shishmarev V.B. Effect of irradiation by heavy ions on the nanostructure of perspective materials for nuclear power plants. The Physics of Metals and Metallography, 2012, v. 113, no. 2, p. 200 – 211.
16. Kulevoy T., Kuibeda R., Kropachev G., Kozlov A., Chalyh B., Aleev A., Fertman A., Nikitin A., Rogozhkin S. ITEP MEVVA ion beam for reactor material investigation. Rev Sci Instrum., 2010, v. 81(2), 02B906.
17. Stoller R.E., Toloczko M.B., Was G.S., Certain A.G., Dwaraknath S.D., Garner F.A., On the use of SRIM for computing radiation damage exposure. Nucl. Instr. Methods Phys. Res. B, 2013, v. 310, p. 75 – 80.
18. Golden Book of Phase Transitions. Phase transitions database PTDB-2002. Wroclaw, 2002. v. 1, p. 1 – 123.
19. Hagi T., Sato Y., Yasuda M., Tanaka K. Structure and phase diagram of Ti – V – H system at room temperature. Transactions of the Japan Institute of Metals, 1987, v. 28, no. 3, p. 198 – 204.
20. Корнилов И.И., Титан. М.: Издательство Наука, 1975, с. 64 – 65.
21. Kozhevnikov O.A., Nesterova E.V., Rybin V.V., Yarmolovich I.I. Mechanical properties, fine structure, and micromechanisms of fracture in titanium α-alloys irradiated with neutrons. Metal Science and Heat Treatment, 1999, v. 41, no. 9, p. 412 – 416.

References

1. Raghunathan S.L., Stapleton A.M., Dashwood R.J., Jackson M., Dye D. Micromechanics of Ti – 10 V – 2 Fe – 3 Al: In situ synchrotron characterisation and modeling. Acta Materialia, 2007, vol. 55, iss. 20, pp. 6861 – 6872.
2. Gurrappa I. Characterization of titanium alloy Ti – 6 Al – 4 V for chemical, marine and industrial applications. Materials Characterization, 2003, vol. 51, pp. 131 – 139
3. Davis J.W., Ulrickson M.A., Causey R.A. Use of titanium in fusion components. Journal of Nuclear Materials, 1994, vol. 212 – 215, pp. 813 – 817.
4. Rodchenkov B.S., Evseev M.V., Strebkov Yu.S., Sinelnikov L.P., Shushlebin V.V. Properties of unirradiated and irradiated Ti – 6 Al – 4 V alloy for ITER flexible connectors. Journal of Nuclear Materials, 2011, vol. 417, pp. 928 – 931.
5. Morrissey D.J. Status of the FRIB project with a new fragment separator. J. Phys. Conf. Ser., 2011, vol. 267, 012001.
6. Parshin A.M., Muratov O.E. O primenenii titanovikh splavov dlya korpusov vodo-vodianyh reaktorov [Titanium alloys for reactor pressure vessels]. *Voprosy atomnoy nauki I tekhniki (VANT) seriya: Fizika radiacionnykh povrejdeniy i radiacionnoe materialovedenie — Problems of atomic science and technology (PAST) series: Physics of radiation Effect and Radiation Materials Science*, 2005, no. 3 (86), pp. 179 – 181.
7. Rodchenkov B.S., Kozlov A.V., Kuznetsov Yu.G., Kalinin G.M., Strebkov Yu.S. Irradiation behavior of Ti – 4 Al – 2 V (PT-3B) alloy for ITER blanket modules flexible attachment. Journal of Nuclear Materials, 2007, vol. 367 – 370, pp. 1312 – 1315.

8. Tähtinen S., Moilanen P., Singh B.N., Edwards D.J. Tensile and fracture toughness properties of unirradiated and neutron irradiated titanium alloys. Journal of Nuclear Materials, 2002, vol. 307 – 311, pp. 416 – 420.
9. Tähtinen S., Moilanen P., Singh B.N. Effect of displacement dose and irradiation temperature on tensile and fracture toughness properties of titanium alloys. Journal of Nuclear Materials, 2007, vol. 367 – 370, pp. 627 – 632.
10. Wilkes P., Kulcinski G.L. Heavy ion irradiation of a Ti – 6 Al – 4 V alloy. Journal of Nuclear Materials, 1978, vol. 78, pp. 427 – 430.
11. Amroussia A., Avilov M., Boehlert C. J., Durantel F., Grygiel C., Mittig W., Monnet I., Pellemoine F. Swift heavy ion irradiation damage in Ti – 6 Al – 4 V and Ti – 6 Al – 4 V – 1 B: Study of the microstructure and mechanical properties. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 2015, vol. 365, pp. 515 – 521.
12. Dayal P., Bhattacharyya D., Mook W.M., Fu E.G., Wang Y.-Q., Carr D.G., Anderoglu O., Mara N.A., Misra A., Harrison R.P., Edwards L. Effect of double ion implantation and irradiation by Ar and He ions on nano-indentation hardness of metallic alloys. Journal of Nuclear Materials, 2013, vol. 438, pp. 108 – 115.
13. Oryschenko A.S., Leonov V.P., Schastlivaya I.A. Maloaktiviruemie radiacionno-stoikie titanovie splavy dlya korpusov reaktorov maloy moschnosty [Low activation titanium alloys for low-power reactor vessels]. *Titan — Titanium*, 2015, vol. 2(47), pp. 25 – 30.
14. Oryschenko A.S., Gorinyn I.V., Leonov V.P., Schastlivaya I.A. Titanovie splavy dlya korpusov atomnikh reaktorov maloy I sredney moschnosty [Titanium alloys for low and medium power reactor vessels]. *Voprosy materialovedeniya — Material science problems*, 2014, no. 2(78), pp. 199 – 210.
15. Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Kuibida R.P., Kulevoi T.V., Nikitin A.A., Orlov N.N., Chalykh B.B., Shishmarev V.B. Effect of irradiation by heavy ions on the nanostructure of perspective materials for nuclear power plants. The Physics of Metals and Metallography, 2012, vol. 113, no. 2, pp. 200 – 211.
16. Kulevoy T., Kuibeda R., Kropachev G., Kozlov A., Chalyh B., Aleev A., Fertman A., Nikitin A., Rogozhkin S. ITEP MEVVA ion beam for reactor material investigation. Rev Sci Instrum., 2010, 81(2), 02B906.
17. Stoller R.E., Toloczko M.B., Was G.S., Certain A.G., Dwaraknath S.D., Garner F.A. On the use of SRIM for computing radiation damage exposure. Nucl. Instr. Methods Phys. Res., 2013, vol. B 310, pp. 75 – 80.
18. Golden Book of Phase Transitions. Wroclaw. 2002, vol. 1, pp. 1 – 123.
19. Hagi T., Sato Y., Yasuda M., Tanaka K. Structure and phase diagram of Ti–V–H system at room temperature. Transactions of the Japan Institute of Metals, 1987, vol. 28, no. 3, pp. 198 – 204.
20. Kornilov I.I. *Titan* [Titanium]. Moscow, Nauka Publ., 1975, pp. 64 – 65.
21. Kozhevnikov O.A., Nesterova E.V., Rybin V.V., Yarmolovich I.I. Mechanical properties, fine structure, and micromechanisms of fracture in titanium α-alloys irradiated with neutrons. Metal Science and Heat Treatment, 1999, vol. 41, no. 9, pp. 412 – 416.

Статья поступила в редакцию 20.06.2016 г.

Рогожкин Сергей Васильевич *— ФГБУ "Государственный научный центр Российской Федерации – Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ "Курчатовский институт" (117218 Россия, Москва, ул. Черемушкинская, 25), доктор физико-математических наук, начальник отдела; Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ" (115409, г. Москва, Каширское ш., 31), профессор, специалист в области радиационной физики конденсированных сред. E-mail: sergey.rogozhkin@itep.ru.*

Никитин Александр Александрович *— ФГБУ "Государственный научный центр Российской Федерации – Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ "Курчатовский институт" (117218 Россия, Москва, ул. Черемушкинская, 25), старший научный сотрудник; Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ" (115409, г. Москва, Каширское ш., 31), ассистент, специалист в области радиационной физики конденсированных сред. E-mail: aleksandr.nikitin@gmail.com.*

Орлов Николай Николаевич *— ФГБУ "Государственный научный центр Российской Федерации – Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ "Курчатовский институт" (117218 Россия, Москва, ул. Черемушкинская, 25), научный сотрудник, специалист в области атомно-зондовой томографии. E-mail: Nikolay.Orlov@itep.ru.*

Кулевой Тимур Вячеславович *— ФГБУ "Государственный научный центр Российской Федерации – Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ "Курчатовский институт" (117218 Россия, Москва, ул. Черемушкинская, 25), кандидат физико-математических наук, заместитель директора по научной работе; Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ" (115409, г. Москва, Каширское ш., 31), доцент, специалист в области физики ускорителей заряженных частиц. E-mail: kulevoy@itep.ru.*

Федин Петр Алексеевич *— ФГБУ "Государственный научный центр Российской Федерации – Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ "Курчатовский институт" (117218 Россия, Москва, ул. Черемушкинская, 25), инженер, специалист в области физики ускорителей заряженных частиц. E-mail: Fedin-Petr1991@yandex.ru.*

Корчуганова Олеся Александровна *— ФГБУ "Государственный научный центр Российской Федерации – Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ "Курчатовский институт" (117218 Россия, Москва, ул. Черемушкинская, 25), научный сотрудник; Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ" (115409, г. Москва, Каширское ш., 31), аспирант, специалист в области атомно-зондовой томографии. E-mail: wyshira@gmail.com.*

Козодаев Михаил Александрович *— ФГБУ "Государственный научный центр Российской Федерации – Институт Теоретической и Экспериментальной Физики" НИЦ "Курчатовский институт" (117218 Россия, Москва, ул. Черемушкинская, 25), кандидат физико-математических наук, старший научный сотрудник; Национальный исследовательский ядерный университет "МИФИ" (115409, г. Москва, Каширское ш., 31), доцент, специалист в области радиационной физики конденсированных сред. E-mail: mkozodaev@pmpractice.ru.*

Васильев Александр Леонидович *— НИЦ "Курчатовский институт" (123098 Россия, Москва пл. Академика Курчатова, 1, Москва), кандидат физико-математических наук, заведующий лабораторией электронной микроскопии, специалист в области электронной микроскопии. E-mail: a.vasiliev56@gmail.com.*

Орехов Андрей Сергеевич *— НИЦ "Курчатовский институт" (123098 Россия, Москва пл. Академика Курчатова, 1, Москва), инженер-исследователь, специалист в области электронной микроскопии. E-mail: andrey.orekhov@gmail.com.*

Колобылина Наталия Николаевна *— НИЦ "Курчатовский институт" (123098 Россия, Москва пл. Академика Курчатова, 1, Москва), инженер-исследователь, специалист в области электронной микроскопии. E-mail: a.vasiliev56@gmail.com.*

Леонов Валерий Петрович *— ГНЦ ФГУП "ЦНИИ констукционных материалов "Прометей" (191015, Россия, Санкт-Петербург, Шпалерная ул., д. 49), заместитель генерального директора по научной работе, Начальник научно-производственного комплекса "Титановые сплавы", доктор технических наук, старший научный сотрудник, специалист в области титановых сплавов. E-mail: mail@crism.ru.*

Счастливая Ирина Алексеевна *— ГНЦ ФГУП "ЦНИИ констукционных материалов "Прометей" (191015, Россия, Санкт-Петербург, Шпалерная ул., д. 49), начальник лаборатории, кандидат технических наук, специалист в области титановых сплавов. E-mail: happy–irina_prom@mail.ru.*

Microstructure of Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr alloy after irradiation with titanium ions

S. V. Rogozhkin, A. A. Nikitin, N. N. Orlov, T. V. Kulevoy, P. A. Fedin, O. A. Korchuganova, M. A. Kozodaev, A. L. Vasiliev, A. S. Orekhov, N. N. Kolobylina, V. P. Leonov, I. A. Schastlivaya

Microstructure and chemical composition of Ti – 5 Al – 4 V – 2 Zr titanium alloy specimens were investigated in the as-received state and after irradiation with Ti^+ ions up to 1 dpa damage dose at 260 °C. Microstructure was analyzed by means of transmission electron microscopy. Atom probe tomography and energy dispersion x-ray spectroscopy were used for chemical elements distribution analysis. Investigations of as-received alloy microstructure showed that it consists of a (enriched in aluminium up to 10 % at.) and b (enriched in vanadium up to 20 % at.) phases. Heavy ion irradiation induced the formation of high number density (up to 10^{22} m^{-3}) of dislocation loops and defect clusters (black dots) in the irradiation region. Size of the observed structure defects varied from 3 to 12 nm. Additionally irradiation has induced the formation of high number density (up to 10^{24} m^{-3}) fine scale vanadium precipitates in the α-phase. Estimated average size of these clusters was equal to 2 nm.

Keywords: titanium alloys, ion irradiation, radiation-induced defects, solid state decomposition

Rogozhkin Sergey *— Institute for theoretical and Experimental Physics of National Research Centre "Kurchatov Institute" (117218 Russia, Moscow, Bolshaya Cheremushkinskaya st. 25), DrSci, head of department, specialist in condensed matter physics; National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute, 115409, Russia, Moscow, Kashirskoe highway 31), professor. E-mail: sergey.rogozhkin@itep.ru.*

Nikitin Alexander *— Institute for theoretical and Experimental Physics of National Research Centre "Kurchatov Institute" (117218 Russia, Moscow, Bolshaya Cheremushkinskaya st. 25), senior researcher, specialist in condensed matter physics; National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute, 115409, Russia, Moscow, Kashirskoe highway 31), professor assistant. E-mail: aleksandr.nikitin@gmail.com.*

Orlov Nikolay *— Institute for theoretical and Experimental Physics of National Research Centre "Kurchatov Institute" (117218 Russia, Moscow, Bolshaya Cheremushkinskaya st. 25), researcher, specialist in atom probe tomography.*

Kulevoy Timur *— Institute for theoretical and Experimental Physics of National Research Centre "Kurchatov Institute" (117218 Russia, Moscow, Bolshaya Cheremushkinskaya st. 25), PhD, deputy director for science, specialist in the field of accelerator physics; National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute, 115409, Russia, Moscow, Kashirskoe highway 31), associate professor. E-mail: kulevoy@itep.ru.*

Fedin Peter *— Institute for theoretical and Experimental Physics of National Research Centre "Kurchatov Institute" (117218 Russia, Moscow, Bolshaya Cheremushkinskaya st. 25), engineer, specialist in the field of accelerator physics. E-mail:Fedin-Petr1991@yandex.ru.*

Korchuganova Olesya *— Institute for theoretical and Experimental Physics of National Research Centre "Kurchatov Institute" (117218 Russia, Moscow, Bolshaya Cheremushkinskaya st. 25), researcher, specialist in atom probe tomography National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute, 115409, Russia, Moscow, Kashirskoe highway 31), PhD student. E-mail: wyshira@gmail.com.*

Kozodaev Michael *— Institute for theoretical and Experimental Physics of National Research Centre "Kurchatov Institute" (117218 Russia, Moscow, Bolshaya Cheremushkinskaya st. 25), PhD, senior researcher; National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute) (115409, Russia, Moscow, Kashirskoe highway 31),associate professor, specialist in condensed matter physics. E-mail:mkozodaev@pmpractice.ru.*

Vasiliev Alexander *— National Research Centre "Kurchatov Institute" (123098 Russia, Moscow, Akademik Kurchatov square 1), PhD, head of transmission electron microscopy laboratory, specialist in transmission electron microscopy. E-mail: a.vasiliev56@gmail.com.*

Orekhov Andrey *— National Research Centre "Kurchatov Institute" (123098 Russia, Moscow, Akademik Kurchatov square 1), research engineer, specialist in transmission electron microscopy. E-mail: andrey.orekhov@gmail.com.*

Kolobylina Natalia *— National Research Centre "Kurchatov Institute" (123098 Russia, Moscow, Akademik Kurchatov square 1), research engineer, specialist in transmission electron microscopy. E-mail: a.vasiliev56@gmail.com.*

Leonov Valeriy *— FRC CRISM "Prometey" (191015, Russian Federation, Saint-Petersburg, Shpalernayast. 49), Deputy director for science, Head of the complex "Titanium alloys", e-mail: mail@crism.ru.*

Schastlivaya Irina *— FRC CRISM "Prometey" (191015, Russian Federation, Saint-Petersburg, Shpalernayast. 49), Head of the laboratory, e-mail: happy_irina_prom@mail.ru.*