



# НИЦ «Курчатовский институт»

ФГБУ «Государственный научный Центр Российской Федерации  
- Институт теоретической и экспериментальной физики»

## **АТОМНО-МАСШТАБНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ЯДЕРНОЙ ТЕХНИКИ**

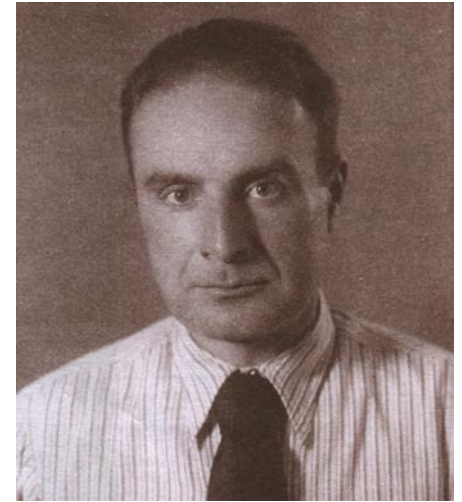
д.ф.-м.н. С.В. Рогожкин



# У истоков зарождения ультра-микроскопических исследований в ИТЭФ

## Начало 60-х

Г.М. Кукавадзе, руководитель масс-спектрометрической группы Лаборатории №1, принял решение о развитии автоионно-микроскопических исследований в ИТЭФ.



Воплощением этого «проекта» в жизнь занялись аспирант МФТИ В.А. Кузнецов, дипломник МИФИ А.Л. Суворов ...

Декабрь 1966 г. – первый автоионный микроскоп ИТЭФ собран и успешно запущен.



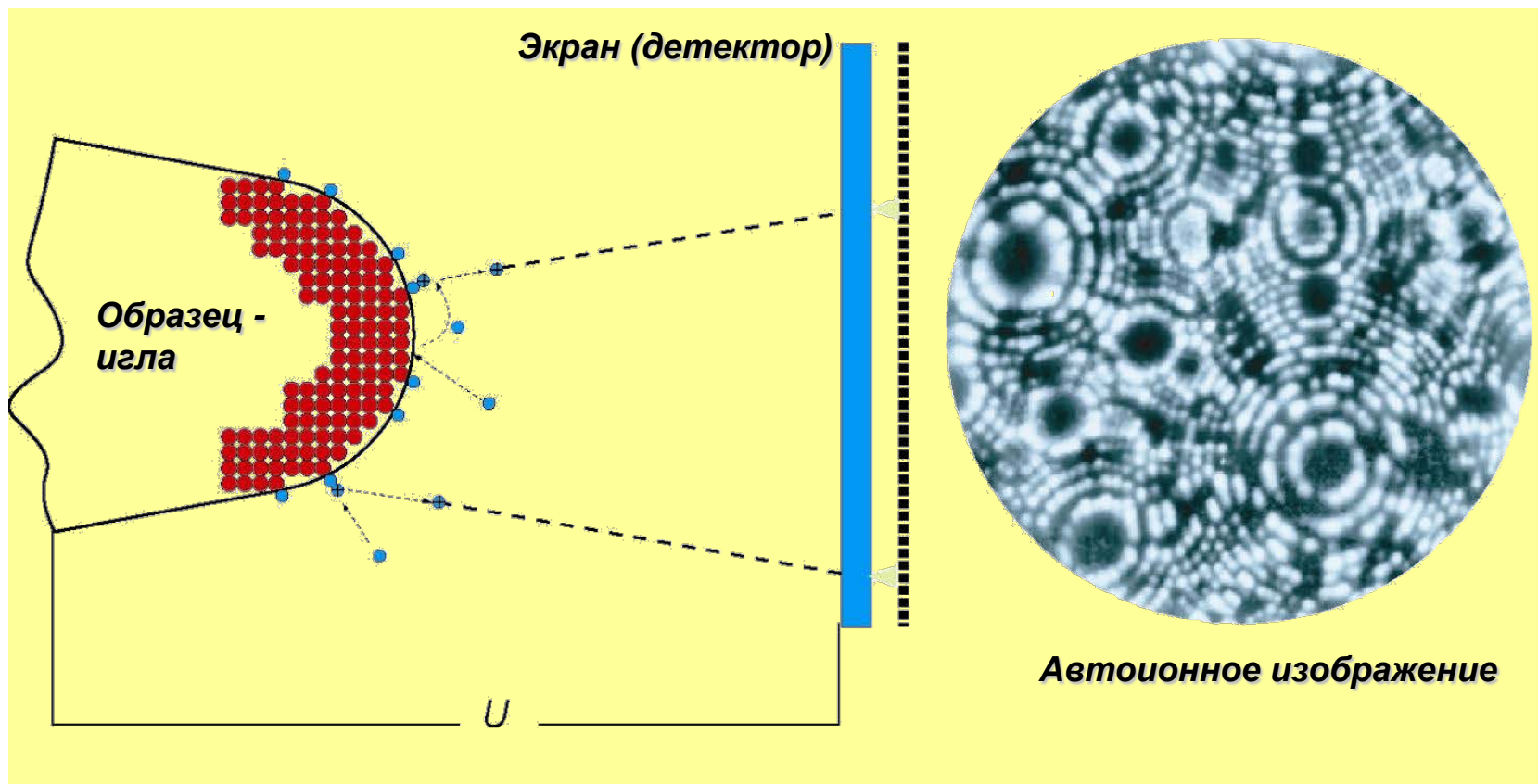
С января 1967 г. – стартовали систематические исследования образцов-игл, облученных дейтронами 5 – 10 МэВ,  $\alpha$  частицами 23 МэВ, протонами 24 МэВ.



1970 г. – Обзор работ в журнале Успехи Физических Наук (А.Л. Суворов).



# АВТОИОННАЯ МИКРОСКОПИЯ. Первая методика, позволившая «увидеть» отдельные атомы!



Muller E.W., Z. Physic, 1951

Ученый Совет к 70-летию института

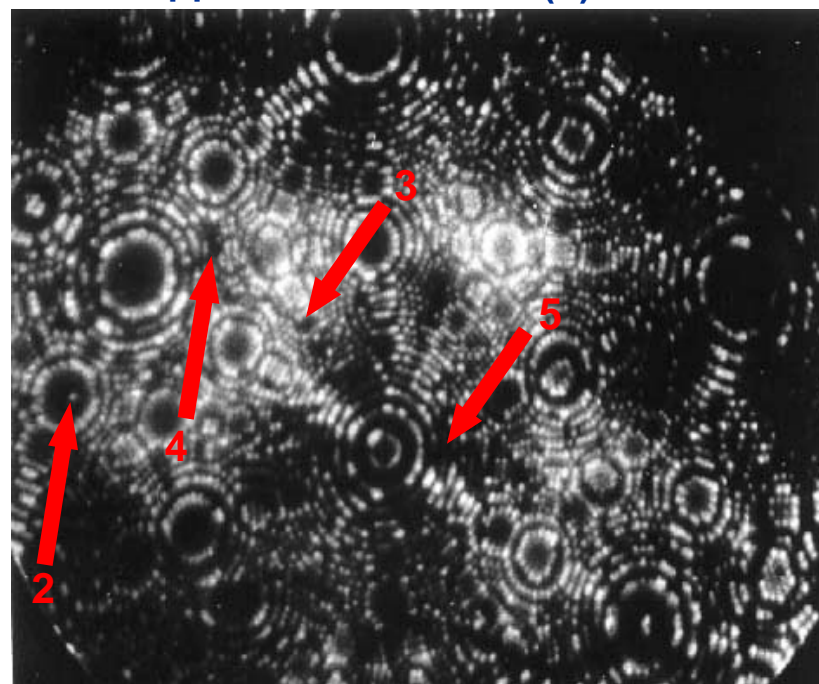
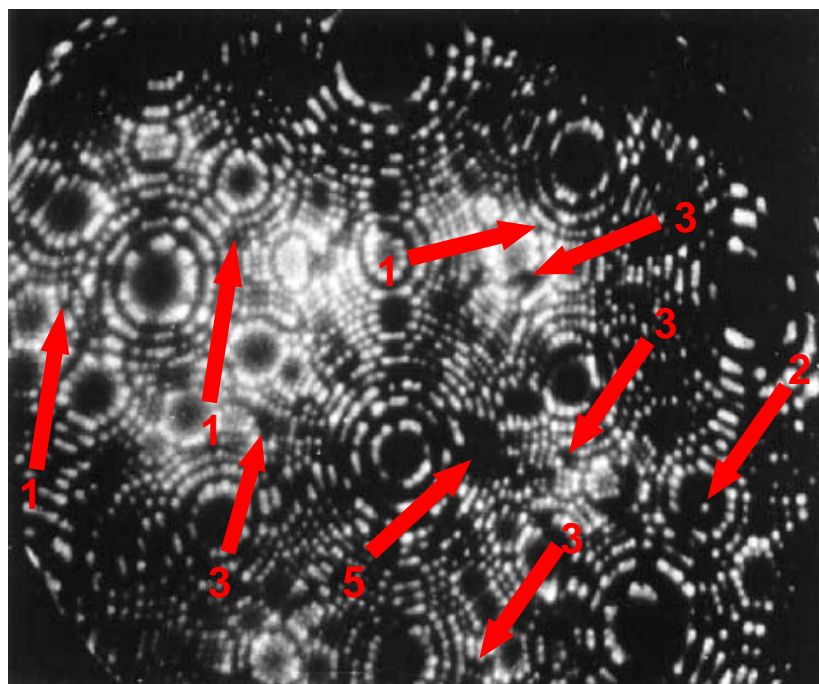




# ВОЗМОЖНОСТИ АВТОИОННОЙ МИКРОСКОПИИ



ЕДИНИЧНЫЕ ВАКАНСИИ (1), КОМПЛЕКСЫ СОБСТВЕННЫЙ МЕЖУЗЕЛЬНЫЙ АТОМ – АТОМ ПРИМЕСИ (2), КОМПАКТНЫЕ КОМПЛЕКСЫ ВАКАНСИЙ МАЛОЙ КРАТНОСТИ (3), СЕЧЕНИЕ НЕБОЛЬШОЙ ОБЕДНЕННОЙ ЗОНЫ (4), ДВА СЕЧЕНИЯ ИЗОЛИРОВАННОЙ ОБЕДНЕННОЙ ЗОНЫ (5)



ПОЛУЧЕННЫЕ В ПРОЦЕССЕ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОГО ИСПАРЕНИЯ ПОЛЕМ АВТОИОННЫЕ ИЗОБРАЖЕНИЯ ДВУХ ПОВЕРХНОСТЕЙ (С РАЗНИЦЕЙ В ПЯТЬ АТОМНЫХ СЛОЕВ)



# Физика наномасштабов – основа реакторного материаловедения

- ❑ Процессы радиационного повреждения материалов проходят на наномасштабах,
- ❑ Изменения на наномасштабах структурно-фазового состояния определяют деградацию конструкционных материалов,
- ❑ Целенаправленное формирование наномасштабной структуры позволяет получить уникальные свойства материалов.



# Развитие ультрамикроскопических исследований в ИТЭФ

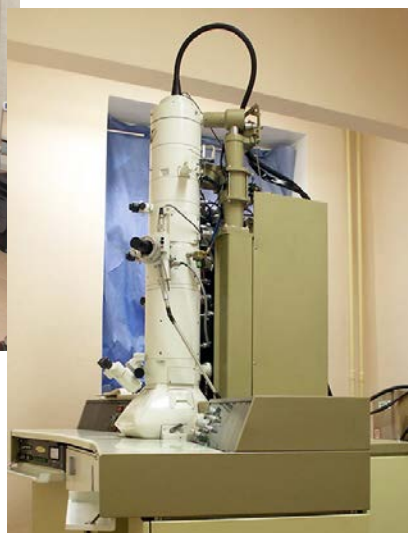
- Мюонная и позитронная спектроскопия;
- Начало 90-х – старт исследований методами туннельной и атомно-силовой микроскопии;
- 2001 - 2003 – запуск исследований на сканирующем зондовом микроскопе MultiMode NanoScope (Veeco);
- 2003 - 2005 – запуск и успешный старт исследований на Томографическом атомном зонде ECOTAP (CAMECA);
- 2007 – старт исследований материалов, облученных в реакторе (материалы корпусов ВВЭР, перспективные материалы активной зоны реакторов);
- 2009 – старт имитационных исследований реакторных повреждений на пучках тяжелых ионов;
- 2013 - 2016 – разработка и запуск исследований на Прототипе Атомного Зонда с Лазерным испарением для томографического анализа (3D) распределения химических элементов ПАЗЛ-3D (ИТЭФ).



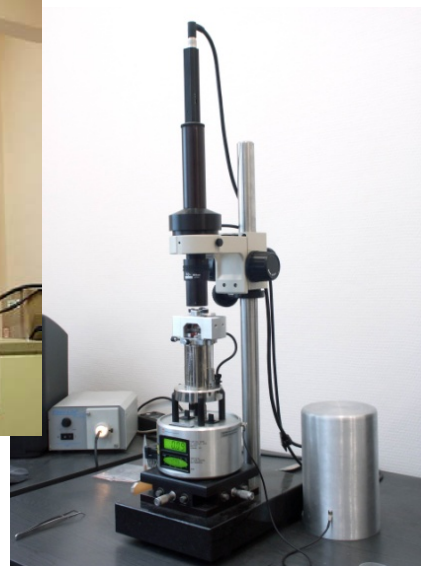
# Современная экспериментальная база ИТЭФ для получения информации на нано- и атомных масштабах



*Томографическая атомно-зондовая и автономная микроскопия*

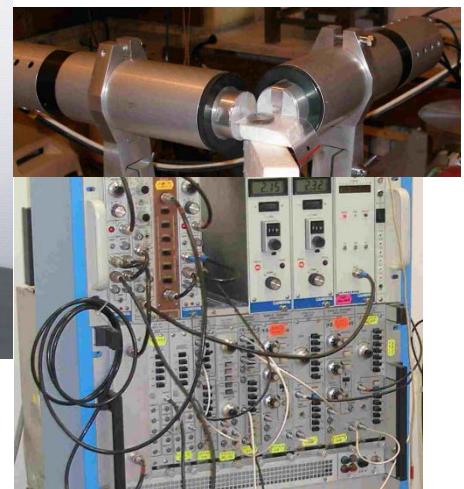


*Просвечивающая Электронная микроскопия*



*Сканирующая атомно-силовая и туннельная микроскопия*

**Ресурсные центры НИЦ  
«Курчатовский институт»**

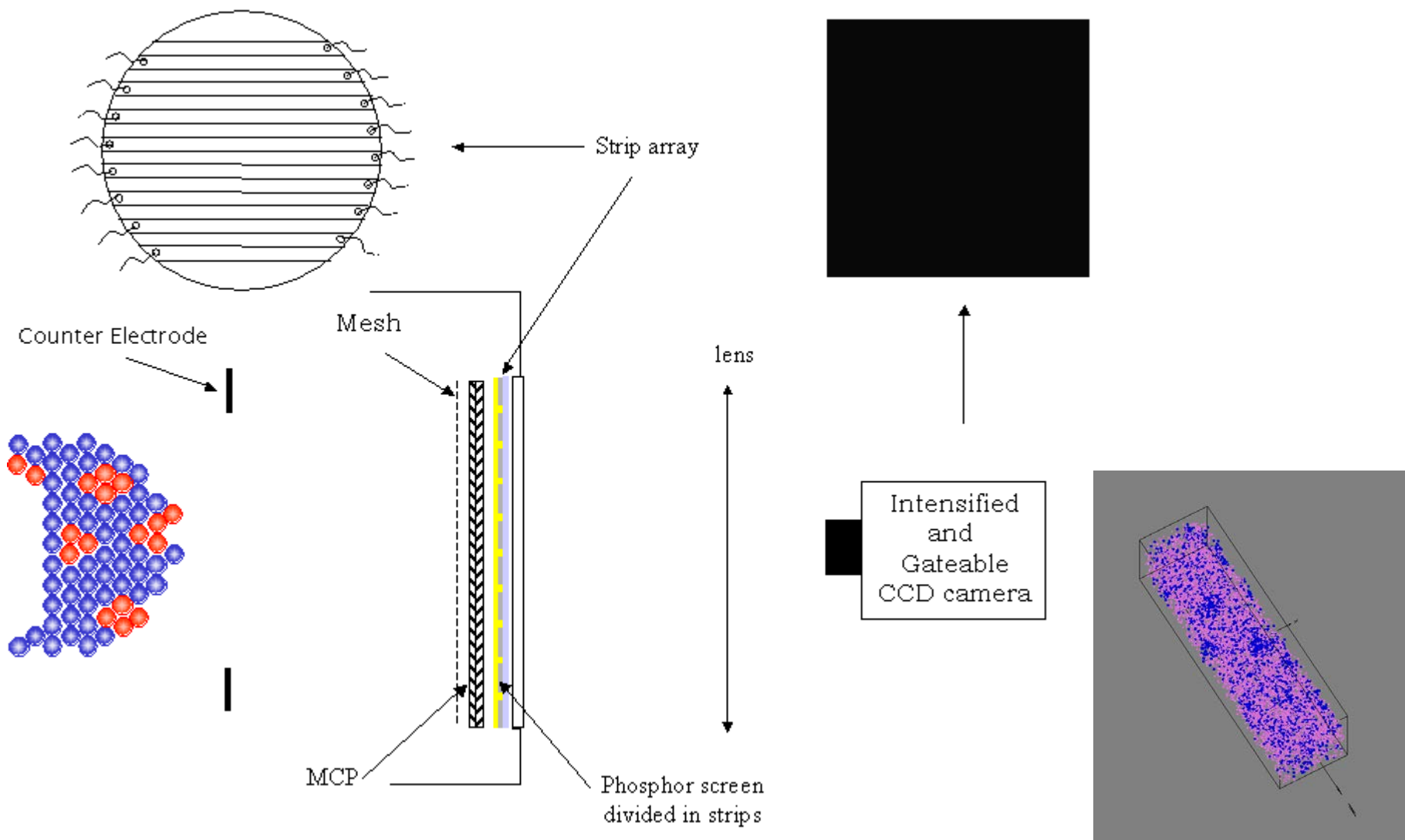


*Позитронная аннигиляционная спектроскопия*





# Томографический атомный зонд – уникальный метод исследования атомно- масштабных особенностей многокомпонентных материалов



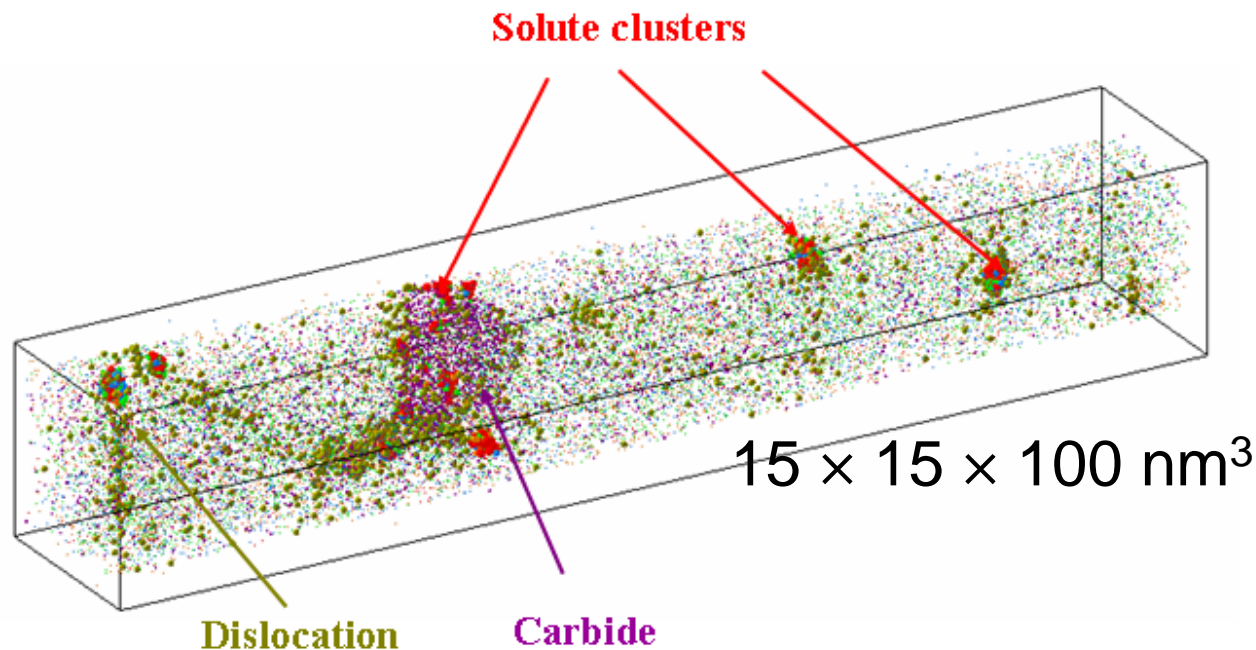




# Томографические атомно-зондовые исследования наноразмерных особенностей структуры материалов корпусов реакторов (совместно с «Курчатовским институтом» и ЦНИИ КМ ПРОМЕТЕЙ)

Причиной охрупчивания корпусов реакторов ВВЭР-440 являются Си-кластеры, формирующиеся под облучением

**Cu**  
**Si**  
**Mn**  
**Ni**  
**P**  
**C**  
**Fe**





# **Наноструктура перспективных конструкционных материалов ядерных и термоядерных реакторов**

совместно с  
ОАО ВНИИНМ им. А.А. Бочвара и  
Karlsruhe Institute of Technology, Germany

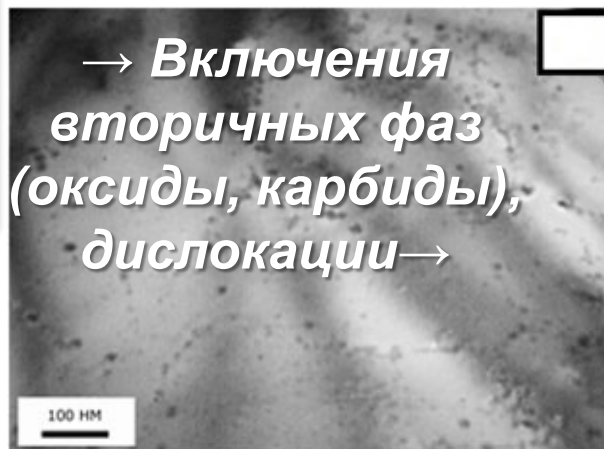
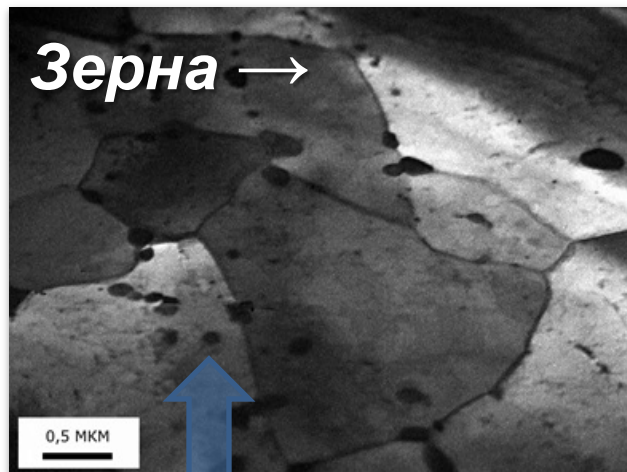
## **Дисперсионно твердеющие и дисперсно-упрочненные оксидами стали**

- ❑ ЭК-181, ЧС-139, Eurofer 97 ..., (дисперсионно твердеющие стали)
- ❑ ЭК-181 ДУО, ЭП-450 ДУО..., ODS Eurofer, ODS 13.5Cr-Ti ...  
(упрочненные оксидами стали)
- ❑ сплавы ванадия (V-4Ti-4Cr).

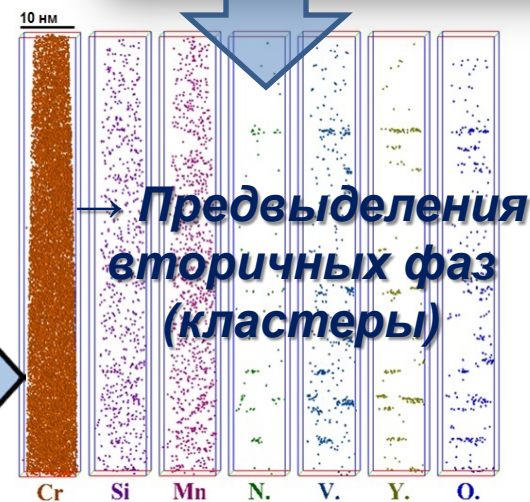
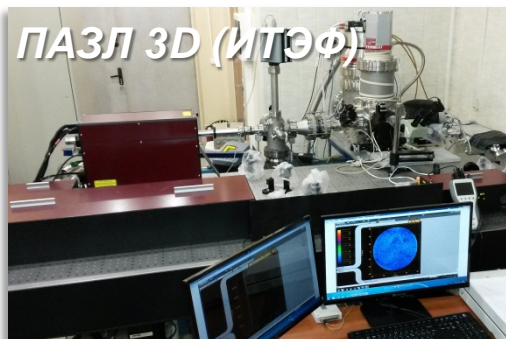
***Важнейшая задача – изучение исходной  
наноструктуры перспективных материалов и ее  
поведения в условиях облучения!***



# Стабильность структурно-фазового состояния конструкционных материалов – критерий радиационной стойкости



При проведении исследований контролируется структурно-фазовое состояние на нескольких пространственных масштабах





# Имитационные эксперименты на пучках тяжелых ионов

*Моделирование реакторных повреждений*



*Облучение образцов для просвечивающей электронной микроскопии*



*Облучение образцов для атомно-зондовой томографии*





# Облучение сталей ионами металлов на Стенде СОРМАТ (Стенд Облучения Реакторных МАТериалов)



Инжектор ионов  
ВДИИМ

Вакуум: менее  $2 \times 10^{-6}$  мбар

Температура: 300 - 800 К

«Низкоэнергетичные» ионы:

Fe, Ti, V, Al, ...

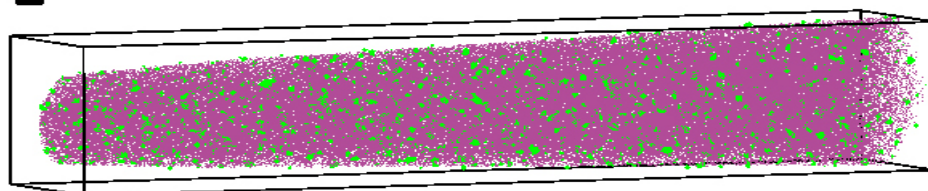
Энергия: 40-100 кэВ/З



«Низкоэнергетичный»  
выход (40-100 кэВ/З)

## Контроль наноструктуры

10 нм



Ti, V

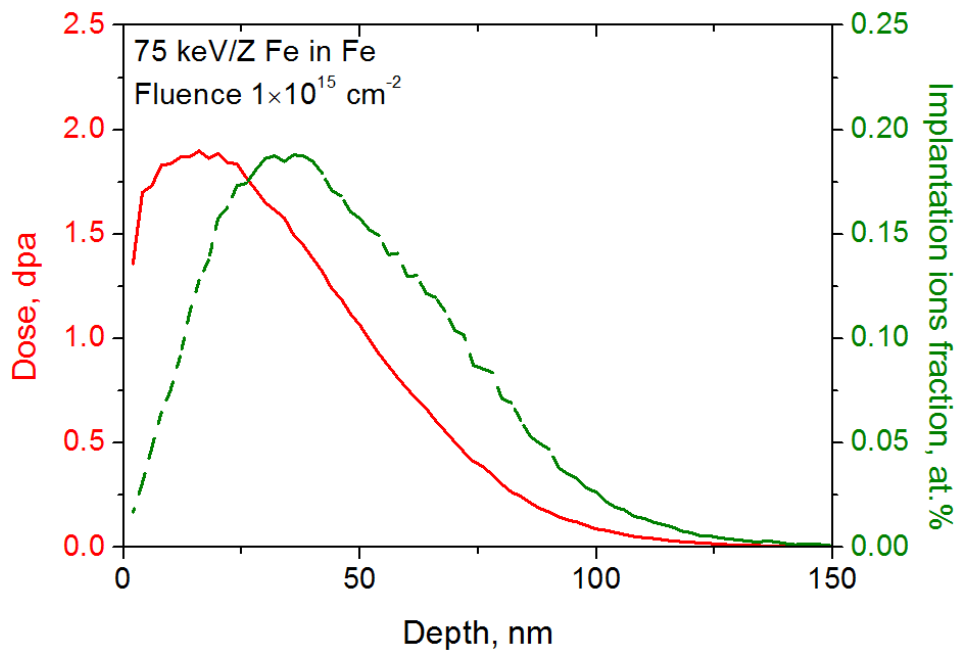


# «Низкоэнергетичный» эксперимент

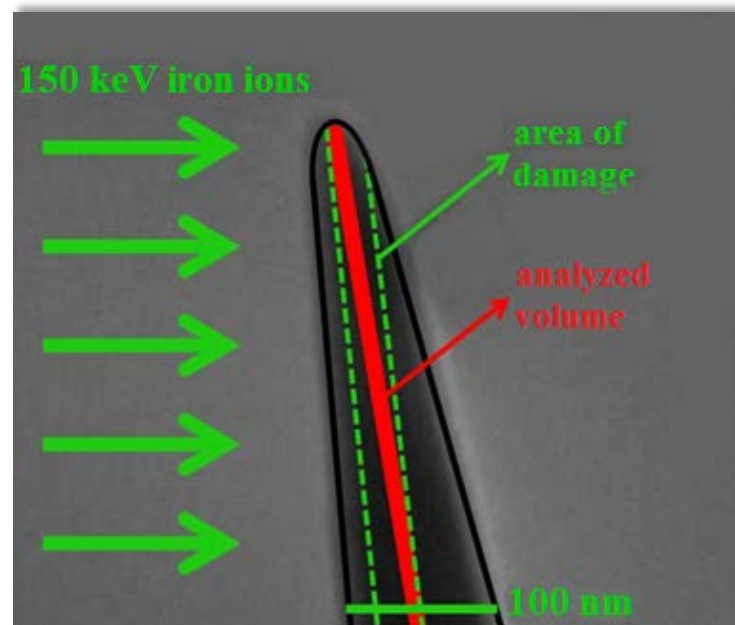


**75 КэВ/З:** Fe<sup>+</sup> (25%), Fe<sup>+2</sup> (68%), Fe<sup>+3</sup> (7%)

**SRIM**



**Схема эксперимента с образцами для томографических атомно-зондовых исследований**





# Облучение сталей ионами металлов на тяжелоионном ускорителе ТИПр-1



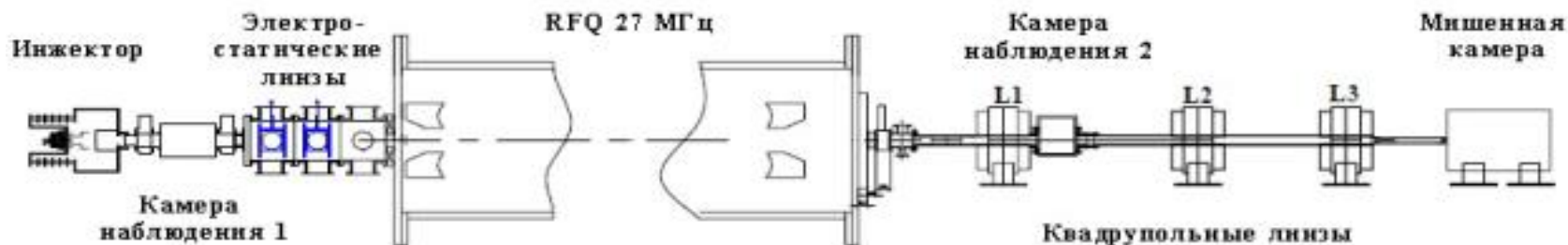
**Вакуум: менее  $2 \times 10^{-6}$  мбар**

**Температура: 300 - 800 К**

**«Высокоэнергетичные» ионы:**

**Fe, Ti, V, Al, ...**

**Энергия: 100 кэВ/нуклон**



**Контроль микроструктуры и механических  
свойств (нанотвердости)**



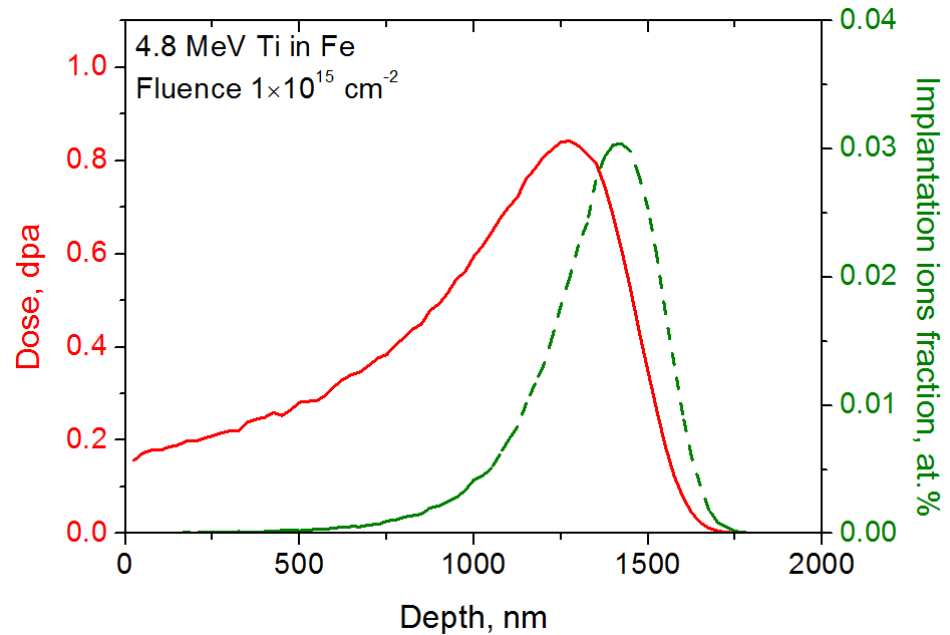
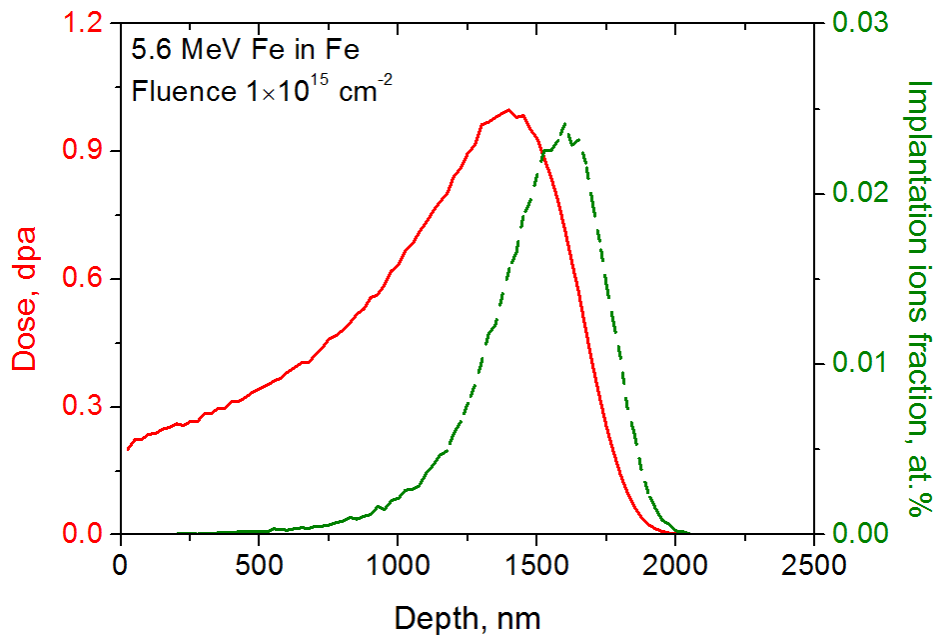


# «Высокоэнергетичный» эксперимент



SRIM

100 кэВ/н





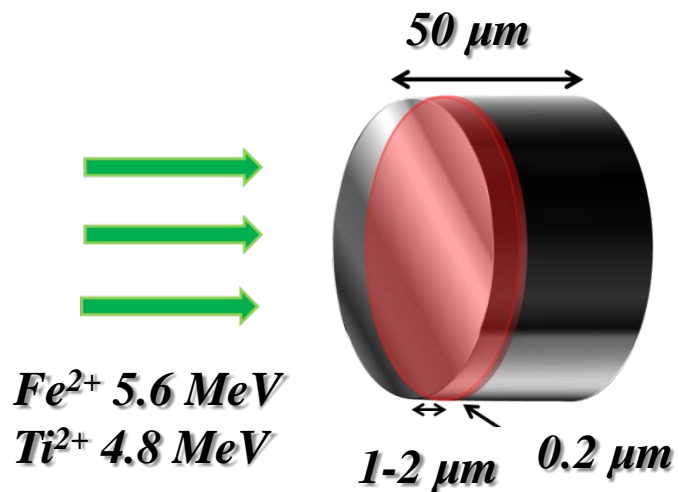
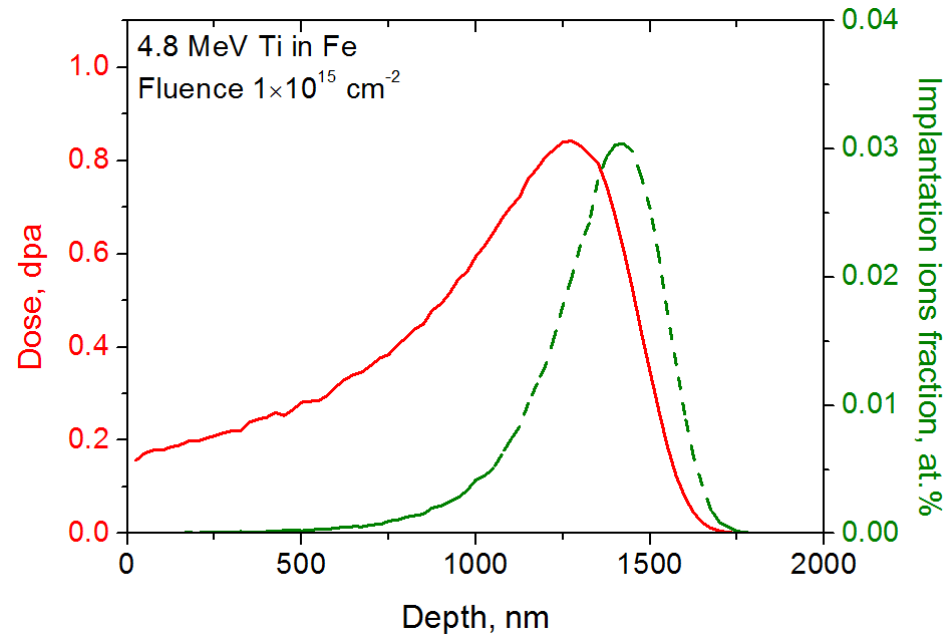
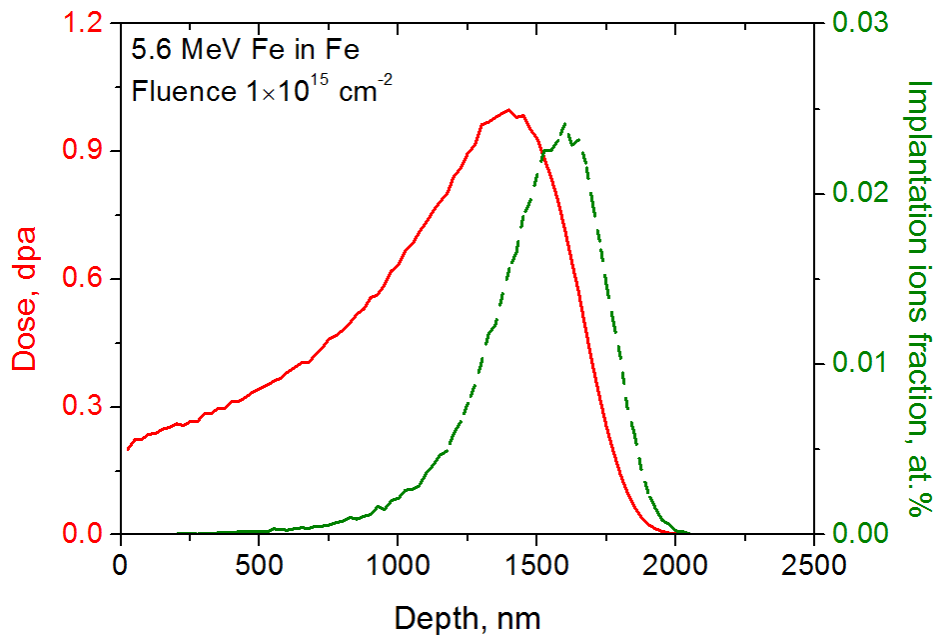


# «Высокоэнергетичный» эксперимент



100 кэВ/н

SRIM



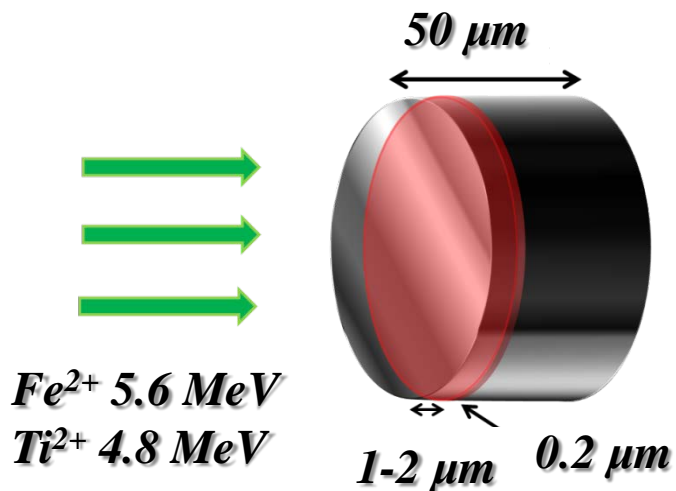
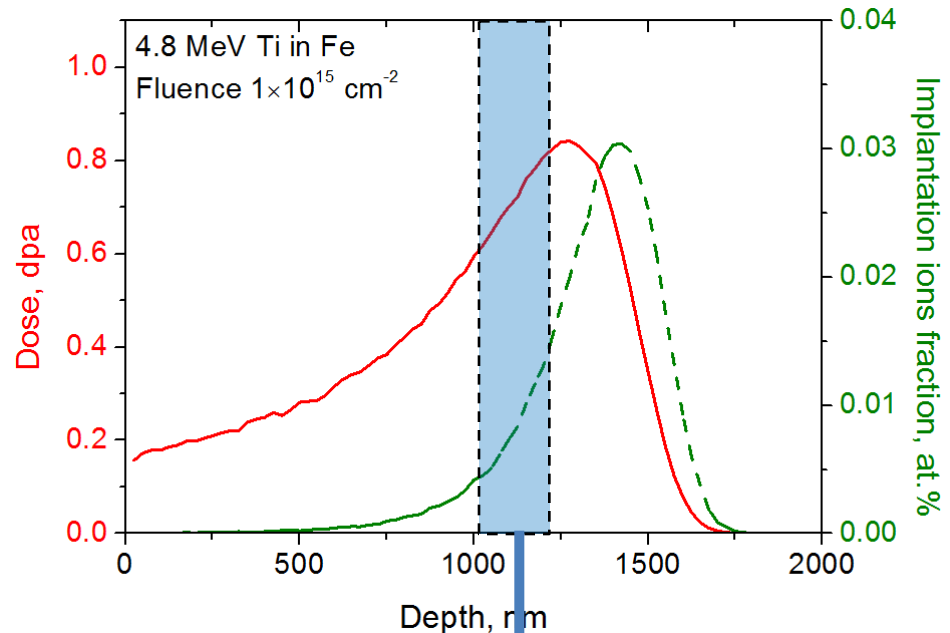
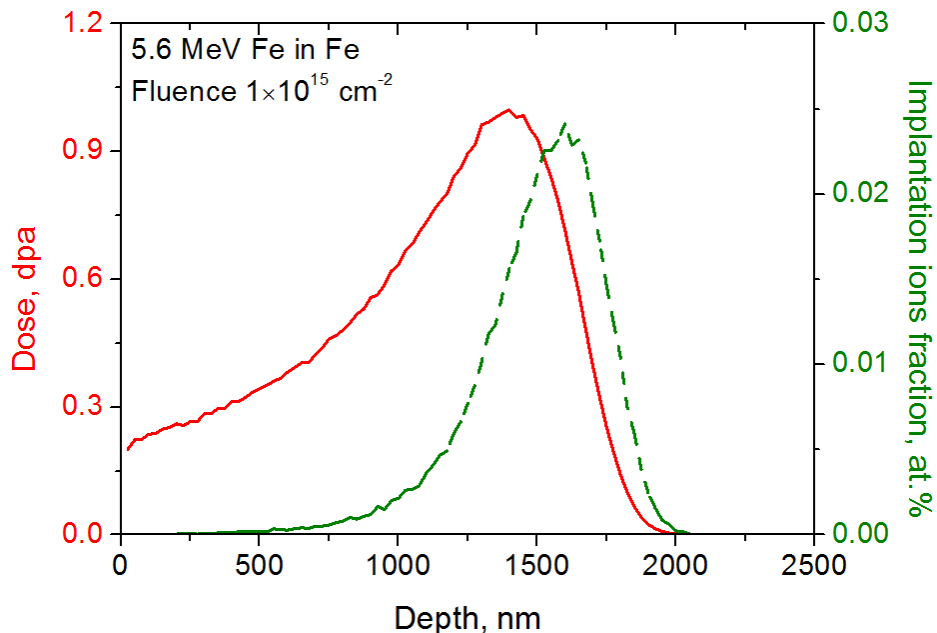


# «Высокоэнергетичный» эксперимент

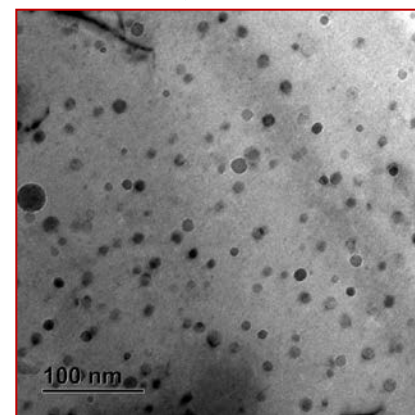


SRIM

100 кэВ/н



Просвечивающая  
Электронная  
Микроскопия



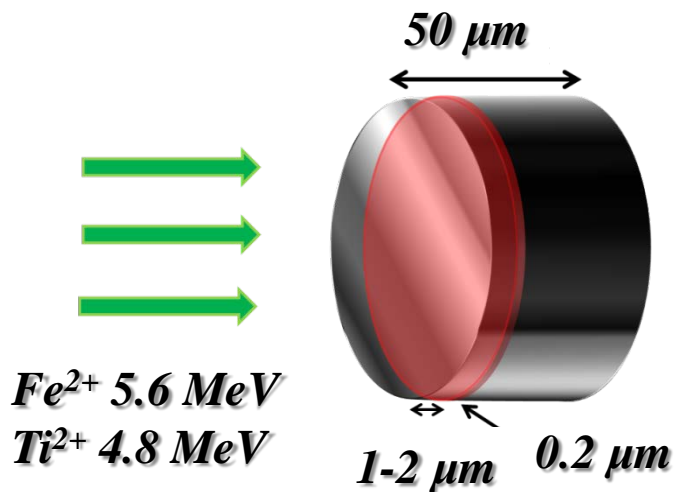
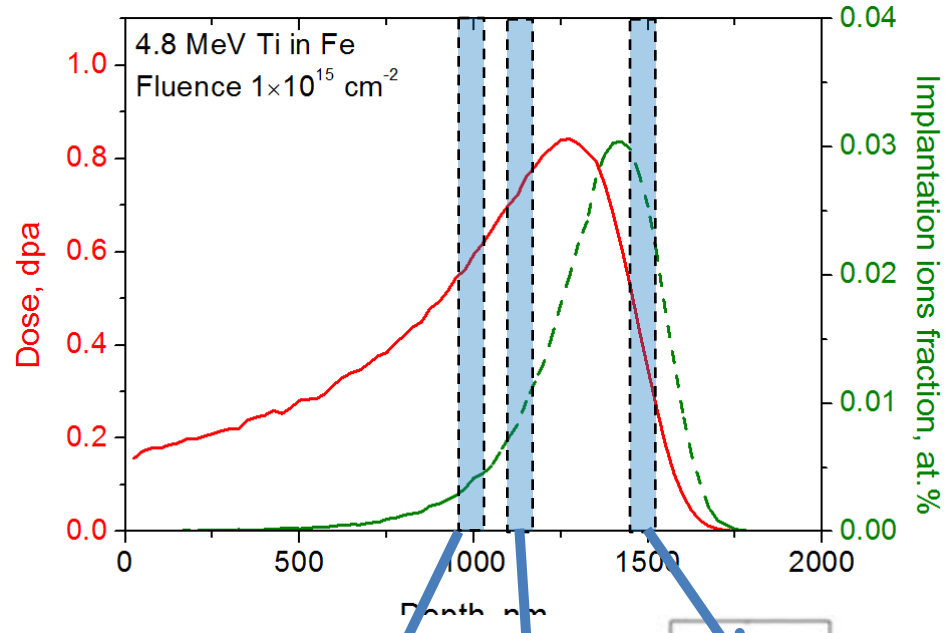
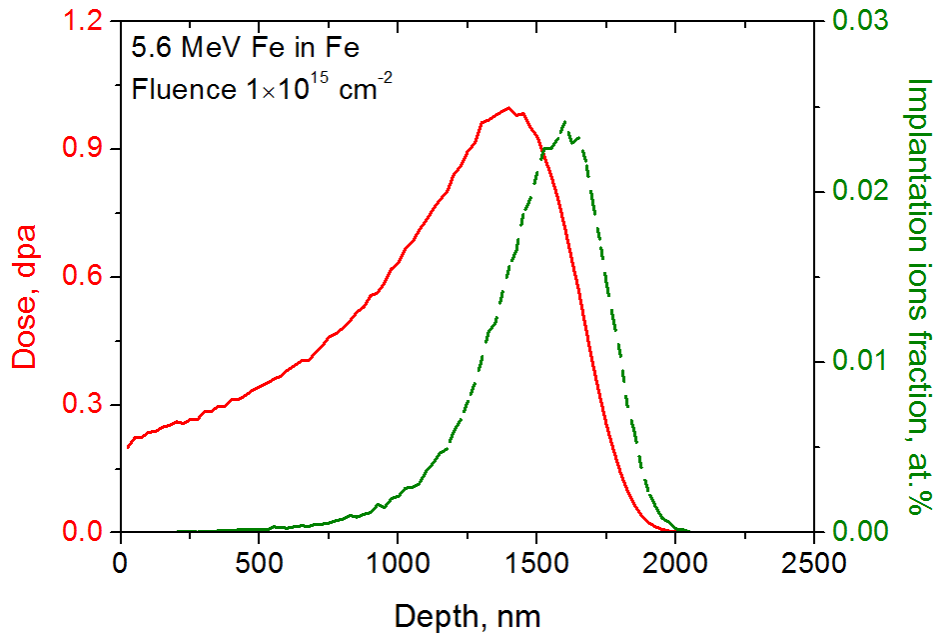


# «Высокоэнергетичный» эксперимент

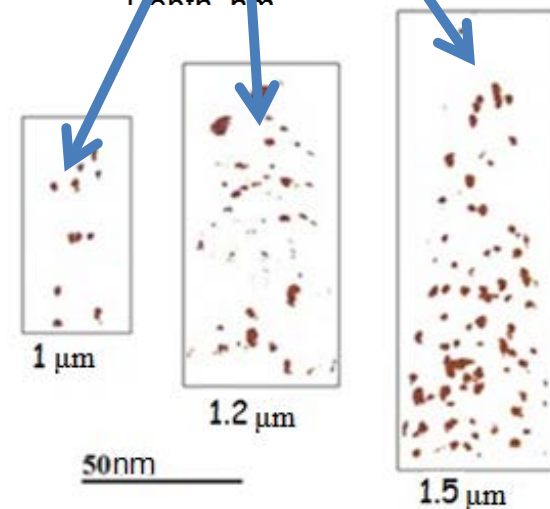


SRIM

100 кэВ/н



Атомно  
Зондовая  
Томография





**Имитационный эксперимент позволяет варьировать различные параметры облучения (дозу, температуру облучения, скорость набора дозы, ....), и тем самым изучать роль этих характеристик на изменения наноструктуры материалов.**

**Имитационный эксперимент может служить методикой экспресс анализа радиационной стойкости материалов**

**Имитационные эксперименты выполнены на:**

- ферритно-мартенситных сталях ЭК-181 и ЧС-139 (разработки АО ВНИИНМ),**
- дисперсно-упрочненных оксидами сталях: ЭП-450 ДУО (разработки АО ВНИИНМ), ODS Eurofer и ODS 13.5Cr-Ti (разработки Института технологий Карлсруэ).**
- титановых сплавах Ti-Al-V (разработки ГНЦ ФГУП «ЦНИИ КМ «Прометей»).**

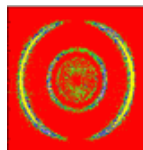




# Развитие приборной базы

## Создание Прототипа Атомного Зонда с Лазерным испарением

HIGH AND  
ULTRA HIGH  
VACUUM  
PRODUCTS



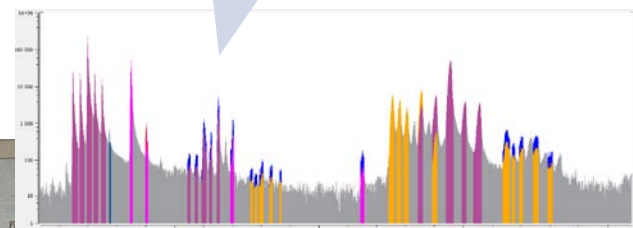
**RoentDek**

Handels GmbH

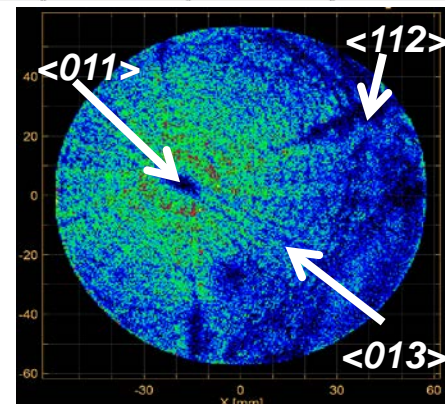
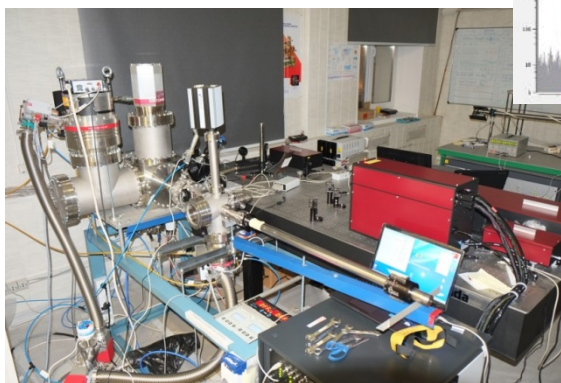
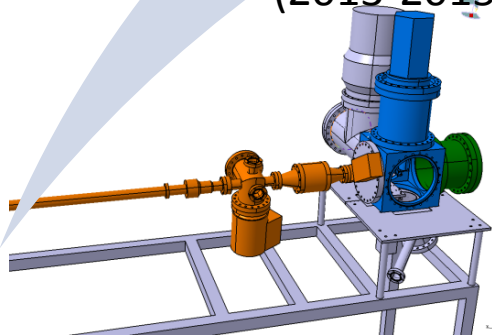
Supersonic Gas Jets  
Detection Techniques  
Data Acquisition Systems  
Multifragment Imaging Systems

Отработка методики  
эксперимента (2016)

Сборка и запуск  
(2014-2015)



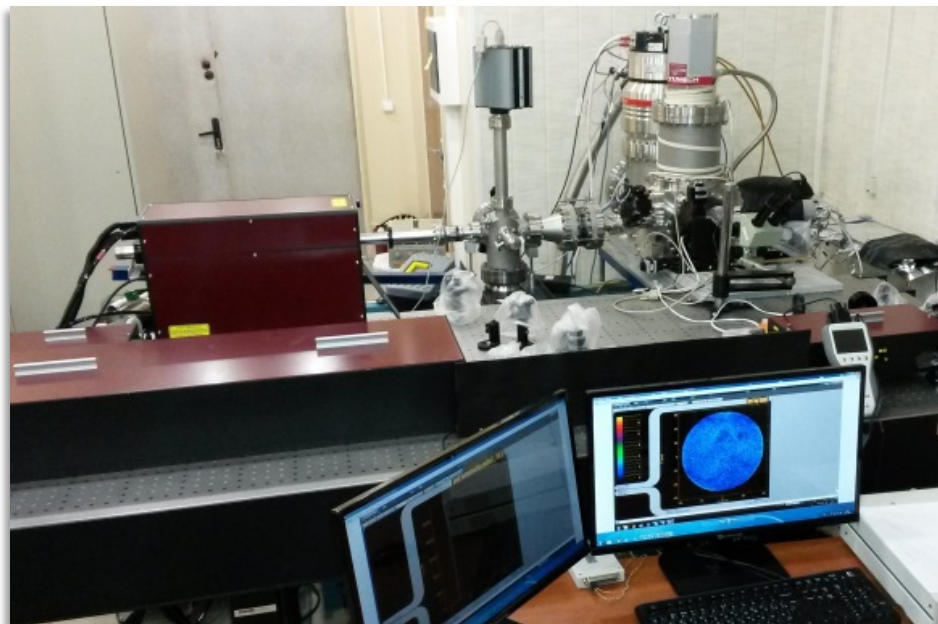
Разработка  
(2013-2015)



Ученый Совет к 70-летию института



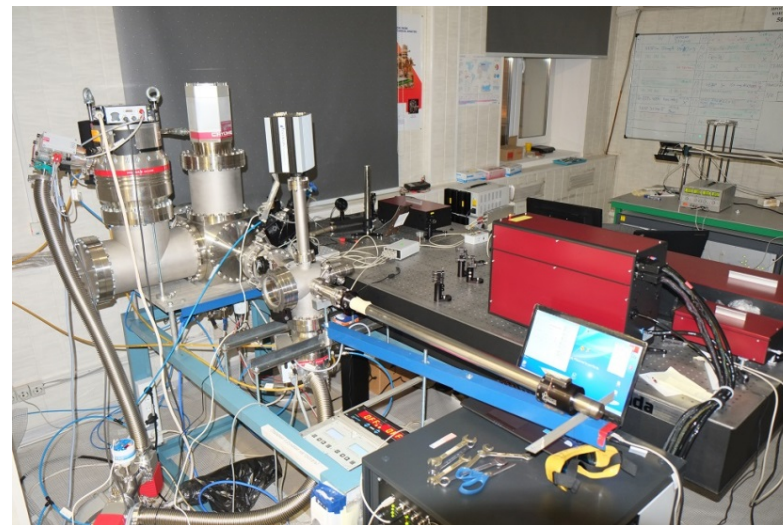
# Прототип Атомного Зонда с Лазерным испарением для 3D анализа распределения химических элементов «ПАЗЛ-3D»



- Разрешение по массе 300-800
- Чувствительность 10-200 ppm
- Объем данных  $\sim 60 \times 60 \times 1000$  нм
- Латеральное разрешение  $< 4 \text{ \AA}$
- Разрешение в глубину  $< 1,5 \text{ \AA}$
- Чувствительность ко всем элементам H...Fe...W...U

## Лазерная система:

- Длительность импульса: 30-60 фс
- Частота: 1 Гц – 50 кГц
- Длина волны:  $1029 \pm 1$  нм
- Гармоники: 515 нм (металлы, п/п); 343 нм (металлы, п/п, диэлектрики); 247 нм (п/п, диэлектрики)
- Энергия в импульсе: 60 мкДж (для испарения Al необходимо  $\sim 3$  мкДж)
- Средняя мощность: 2,7 Вт (50 кГц)







«Мыслей рой, желаний куча  
И немало сил...», А.Л. Суворов 1988 г.



# Отдел атомно-масштабных и ядерно-физических методов исследования материалов ядерной техники



**А.А. Никитин**



**С.В. Степанов**



**С.В. Рогожкин**



**А.Г. Залужный**



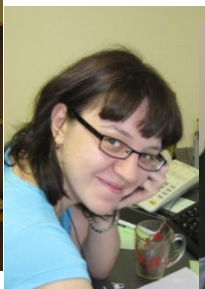
**А.А. Алеев**



**Д.С. Звезжинский**



**А. Богачев**



**О. Корчуганова**



**Н. Орлов**



**Н. Искандаров**



**А. Лукьянчук**



**В.В. Хорошилов**



**С.В. Краевский**



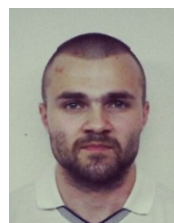
**М.А. Козодаев**



**Д. Апарин**



**О. Разницын**



**А. Хомич**



**П. Лямкин**



**А. Миронов**



**А. Шутюв**



# Спасибо за внимание

