

УДК: 531.49.17.19

Воздействие импульсных потоков ионов дейтерия и дейтериевой плазмы на ферритную сталь, упрочненную оксидными наночастицами

В.А. Грибков¹, Е.В. Демина¹, А.С. Демин¹, С.А. Масляев¹, В.Н. Пименов¹,
М.Д. Прусакова¹, В.П. Сиротинкин¹, С.В. Рогожкин^{2,3}, П.В. Лямкин², М. Падух⁴

¹ Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН, 119334 Москва, Ленинский пр-т, 49
E-mail: gribkovv@rambler.ru; elenadyom@mail.ru; casha@bk.ru; maslyayev@mail.ru;
pimval@mail.ru; prusakova@mail.ru; sir@imet.ac.ru

² Институт теоретической и экспериментальной физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра
“Курчатовский институт”, 117218 Москва, ул. Большая Черемушнская, 25
E-mail: sergey.rogozhkin@itep.ru; gnefos@gmail.com

³ Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, 105409 Москва, Каширское шоссе, 31

⁴ Институт физики плазмы и лазерного микросинтеза, Польша, Варшава 01-497, ул. Геры, 23
E-mail: marian.paduch@ifpilm.pl

Поступила в редакцию 23 сентября 2019 г., окончательный вариант — 23 сентября 2019 г., принята к публикации 13 января 2020 г.

Экспериментально исследовано влияние мощных импульсных потоков ионов дейтерия и дейтериевой плазмы, генерируемых в установке Плазменный фокус PF-1000U, на дисперсно-упрочненную оксидами (ДУО) ферритную сталь KP4-ODS (Fe-15Cr-4Al-2W-0,35Y₂O₃). При облучении образцов двумя импульсами ($N = 2$) плотность мощности плазменного потока составляла $q_{pl} \approx 10^8$ Вт/см², ионного пучка — $q_i \approx 10^9$ Вт/см². При $N = 9$ величина $q_{pl} \approx 2 \cdot 10^8$ Вт/см², $q_i \approx 5 \cdot 10^9$ Вт/см². Длительность импульсов плазменных пучков составляла $\tau_{pl} \approx 100$ нс, ионных пучков $\tau_i \approx 50$ нс. Показано, что облучение материала в более мягком режиме ($N = 2$) приводит к эрозии поверхности за счет испарения материала и сопровождается эффектом полировки поверхности. При этом существенного изменения исходного структурно-фазового состояния стали не происходит, наблюдается лишь небольшое изменение параметров кристаллической решетки твердых растворов на основе железа и хрома. При жестком режиме облучения ($N = 9$) вследствие более сильного разогрева поверхностного слоя помимо эрозии материала происходит его расплавление. В структуре поверхностного слоя ДУО стали исчезает твердый раствор на основе хрома и остается только твердый раствор на основе железа, а также возрастает количество наночастиц второй фазы. Наличие жидкой фазы, образующейся при воздействии потоков ионов дейтерия и дейтериевой плазмы, стимулирует возможность полного растворения мелких (менее ~20 нм) наночастиц оксида Y₂O₃ и частичного растворения более крупных (десятки нанометров) наночастиц. Усиленное по сравнению с твердой фазой диффузионное перераспределение элементов в расплавленном поверхностном слое способствует тому, что при охлаждении расплава образуются наночастицы Y₂O₃ и оксидов других элементов, входящих в состав ДУО стали (Al₂O₃, Y-Al-O).

Ключевые слова: установка плазменный фокус, дисперсно-упрочненная оксидами сталь, мощные импульсные потоки ионов дейтерия и дейтериевой плазмы.

DOI: 10.30791/0015-3214-2020-2-16-27

Введение

Одной из важных задач на современном этапе разработки материалов для перспективных уста-

новок ядерной и термоядерной энергетики является создание материалов для конструкционных узлов активной зоны реакторов нового поколения. Эксплуатационные характеристики таких материа-

лов должны удовлетворять более жестким требованиям, чем в существующих реакторах. В частности, они должны обладать высокой жаропрочностью, сохранять свои механические свойства при рабочих температурах до $\sim 1000^\circ\text{C}$, а также иметь необходимую радиационную стойкость при высоких дозах облучения нейтронами (до $\sim 2 \cdot 10^{23} \text{ см}^{-2}$) [1-4]. В случае применения этих материалов в элементах термоядерных установок, контактирующих с агрессивными жидкими теплоносителями (например, в литиевых капиллярно-пористых системах [5,6]), они должны обладать высокой коррозионной стойкостью.

Одним из перспективных альтернативных материалов для использования в установках управляемого термоядерного синтеза являются дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО или Oxide Dispersion Strengthened — ODS) ферритные и ферритно-мартенситные стали [7-11]. ДУО стали обладают высокими механическими свойствами при повышенных ($>700^\circ\text{C}$) температурах из-за большого числа присутствующих в структуре сталей дисперсных включений оксидных наночастиц Y_2O_3 , Al_2O_3 , TiO_2 и др., препятствующих перемещению дислокаций, что повышает стабильность зернограничной структуры и ее сопротивление ползучести [12,13]. Радиационная стойкость ДУО сталей определяется поведением дисперсной структуры и, главным образом, стабильностью оксидных наночастиц в условиях длительного облучения потоками высокоэнергичных частиц и излучений различного вида. Считается, что высокая плотность оксидных частиц, которые являются центрами захвата и аннигиляции точечных дефектов, должна обеспечить низкий уровень вакансионного распухания ДУО сталей, если, конечно, эти частицы сохраняют стабильность в условиях радиационного воздействия. Данные стали рассматриваются как перспективные материалы для оболочек тепловыделяющих элементов в реакторах на быстрых нейтронах, а также для первой стенки термоядерных реакторов [14].

Однако в работах [15,16] было показано, что облучение ДУО сталей может приводить к деградации их механических и радиационных свойств. Например, в стали ODS Eurofer при низких дозах нейтронного облучения (<10 смещ./ат. $\approx 10^{22} \text{ см}^{-2}$) наблюдается интенсивное низкотемпературное охрупчивание. В работах [17-19] методами атомно-зондовой томографии изучено влияние длительного облучения потоком тяжелых ионов (Fe, Ti и др.) на наноструктурное состояние стали ODS Eurofer и показано, что после облучения в струк-

туре стали содержится значительное число наноразмерных (2-6 нм) кластеров, состав которых отличается от состава исходных оксидов, а объемная плотность при облучении возрастает и может многократно превышать плотность оксидных наночастиц.

Все это свидетельствует о потере стабильности оксидных частиц под облучением вследствие их частичной растворимости. Аналогичный вывод был сделан в работе [20] при исследовании влияния облучения быстрыми нейтронами до дозы 81 смещ./ат. на ферритную сталь Fe-13 Cr-1,5 Mo+1 TiO_2 +0,5 Y_2O_3 , упрочненную оксидами иттрия и титана, в которой после облучения наблюдалось растворение оксидных наночастиц: мелкие частицы (до ~ 20 нм) растворялись полностью, а более крупные (~ 50 нм) уменьшались в размерах с образованием вокруг них облака из продуктов растворения. Эффект усиливался с увеличением дозы облучения. Фазовая стабильность оксидных наночастиц в ДУО ферритно-мартенситных сталях и возможные механизмы радиационного растворения и изменения элементного состава частиц в процессе облучения рассмотрены в [21].

Особый интерес представляют исследования по влиянию мощного короткоимпульсного радиационного воздействия на структуру и свойства ДУО сталей, так как в подобном режиме облучения на материал, помимо радиационного потока частиц и излучений, действует мощная термическая составляющая.

Данная работа посвящена исследованию влияния импульсных радиационно-термических потоков, генерируемых в установке Плазменный Фокус (ПФ) в режиме, имитирующем условия взаимодействия плазмы с материалом в термоядерных установках с инерциальным удержанием плазмы, на ДУО стали.

Методика эксперимента

Установки типа Плазменный Фокус являются эффективными устройствами, моделирующими условия работы термоядерных реакторов. Они широко используются для тестирования кандидатных материалов элементов первой стенки реакторов с магнитным и инерциальным удержанием плазмы [22-25]. В данной работе облучение образцов ДУО стали с высоким содержанием хрома проводилось в рабочей камере установки плазменный фокус PF-1000U (Институт физики плазмы и лазерного микросинтеза, Варшава, Польша), работавшей с энергетическим запасом ~ 170 кДж (напряжение

Таблица 1

Условия облучения образцов ДУО стали в установке PF-1000U

Table 1

Irradiation conditions for ODS steel samples in the PF-1000U device

Номер образца	Плотность мощности плазмы q_p , Вт/см ²	Плотность мощности ионов q_i , Вт/см ²	Число импульсных разрядов, N	Суммарный нейтронный выход*	Расстояние от мишени до анода L , см	Длительность воздействия τ , нс	
						Ионы	Плазма
3	10^8	10^9	2	10 827	50	50	100
2	$2 \cdot 10^8$	$5 \cdot 10^9$	9	85 567	50		

* Суммарный нейтронный выход — число, пропорциональное количеству образующихся при импульсном разряде в ПФ нейтронов, а также потоку воздействующих на мишень быстрых дейтронов и массе испаренного им вещества.

зарядки 16 кВ) в атмосфере чистого дейтерия при начальном давлении газа в камере $p_0 = 470$ Па [22].

Облучению подвергались плоские полированные образцы ДУО ферритной стали KP4-ODS (Fe-15 Cr-4 Al-2 W-0,35 Y₂O₃, Kyoto University) размером 12×12 мм. Было исследовано два образца: образец №3, облученный двумя импульсами ПФ ($N = 2$), и образец №2, облученный девятью “выстрелами” ПФ ($N = 9$). Образцы в процессе облучения располагались в катодной области рабочей камеры ПФ. В центре анода установки ПФ имелось большое отверстие, сквозь которое мощный электронный пучок, образующийся при каждом импульсном разряде, свободно проникал во внутренний объем анода. Это обстоятельство предотвращало сильное распыление/испарение материала анода (медь) под действием электронного пучка, происходящее обычно при сплошной поверхности анода, обращенной в сторону плазмы, или наличии специальной вставки, закрывающей отверстие.

В процессе экспериментов расстояние от анода до образца-мишени составляло $L = 50$ см. Как показано в [26,27], на этом расстоянии облучаемые образцы испытывали воздействие потоков ионов дейтерия и дейтериевой плазмы, причем объемное энерговыделение от обоих видов радиации оказывается сравнимым по величине.

В табл.1 приведены условия облучения образцов. Как видно, при облучении образца №2 плотность мощности излучения, воздействовавшего при импульсном разряде на мишень, и полный флюенс быстрых дейтронов были выше, чем при облучении образца №3.

Облученные и исходный образцы исследовались методами сканирующей электронной микроскопии (СЭМ LEO 1420, CarlZeiss) с системой энергодисперсионного микроанализа INCA 300 (Oxford Instruments) и рентгеновского дифракционного анализа с использованием дифрактометра Rigaku Ultima-IV (Япония) в Cu K_α -излучении.

Кроме того, образцы исследовались с помощью полуконтактной (tapping-mode) атомно-силовой микроскопии (АСМ). При таком режиме анализ проводился в нескольких (5-6) различных областях образца. Размеры снимаемых изображений составляли 20×20 и 5×5 мкм. Для одной и той же области на каждом образце снимались участки размером 1×1, 10×10 и 50×50 мкм.

Оценка температуры облученного поверхностного слоя и ее изменение во времени проводились методом численного моделирования [28].

Результаты и обсуждение

Микроструктура поверхностного слоя

На рис.1-3 приведены СЭМ фотографии микроструктуры исходного и облученных образцов ДУО стали, а также рентгеновские дифрактограммы этих образцов.

Анализ показал, что в микроструктуре образца, облученного двумя импульсными разрядами, не наблюдается существенных отличий от необлученного образца, но риски и микронеоднородности на исходной полированной поверхности (рис.1) после облучения становятся менее заметными (рис.2). Этот факт указывает на то, что в реализованном режиме облучения ($N = 2$) произошла частичная полировка поверхности. После 9 импульсных воздействий потоков энергии наблюдается небольшое, но вполне заметное оплавление поверхностного слоя (рис.3). Наличие расплава на поверхности ДУО стали после девятикратного облучения подтверждается также заметным увеличением количества выделений второй фазы. Эти выделения на рис.3 наблюдаются в виде частиц белого цвета (белые точки) размером в ~10-100 нм, которые, вероятнее всего, формировались из жидкой фазы на стадии ее затвердевания.

На рис.4 и в табл.2 приведены результаты АСМ исследования топографической структуры поверх-

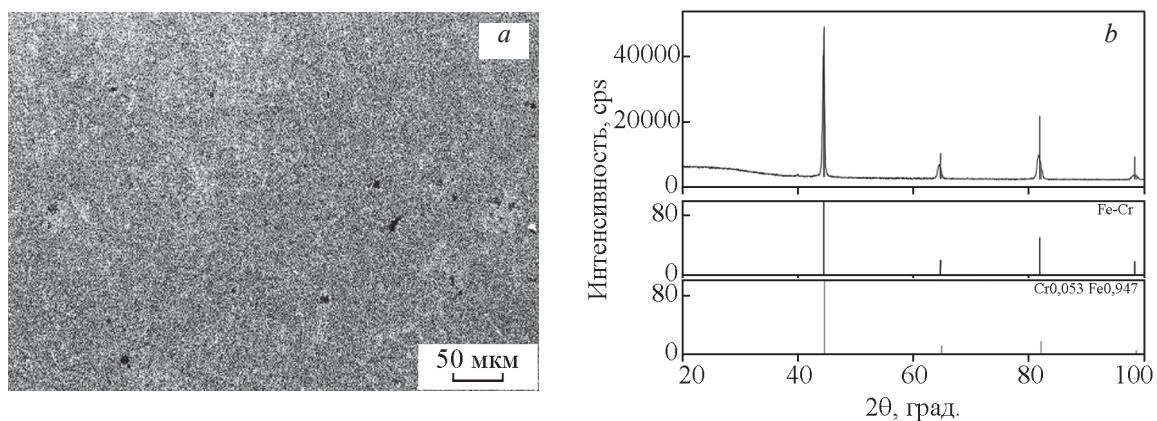


Рис.1. СЭМ микрофотография структуры (a) и рентгеновская дифрактограмма (b) необлученного полированного образца стали KP4-ODS.

Fig.1. SEM photomicrography of the structure (a) and X-ray diffraction pattern (b) of an unirradiated polished sample of KP4-ODS steel.

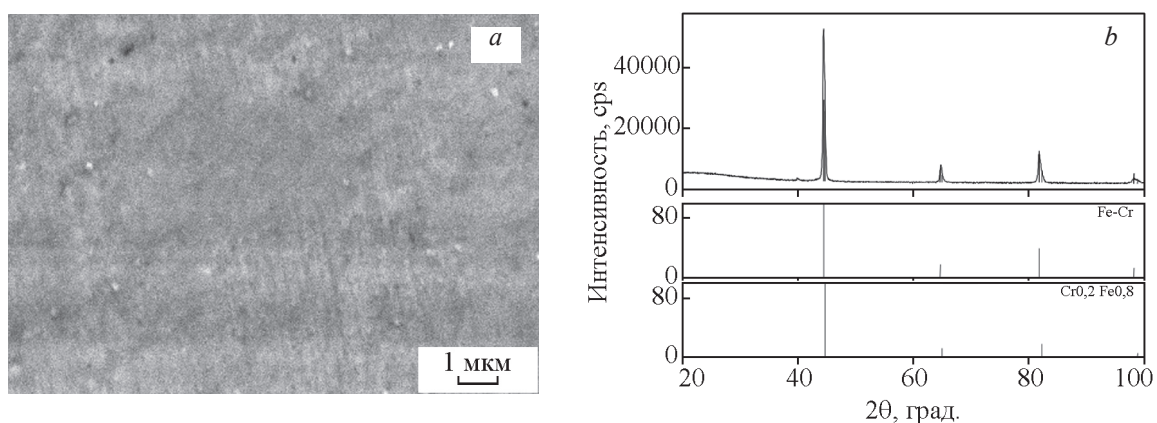


Рис.2. СЭМ микрофотография структуры (a) и рентгеновская дифрактограмма (b) образца стали KP4-ODS, облученного в установке ПФ двумя импульсами ионов дейтерия и дейтериевой плазмы ($N = 2$).

Fig.2. SEM photomicrography of the structure (a) and X-ray diffraction pattern (b) of a sample of KP4-ODS steel irradiated with 2 pulses of deuterium ions and deuterium plasma in Plasma Focus facility ($N = 2$).

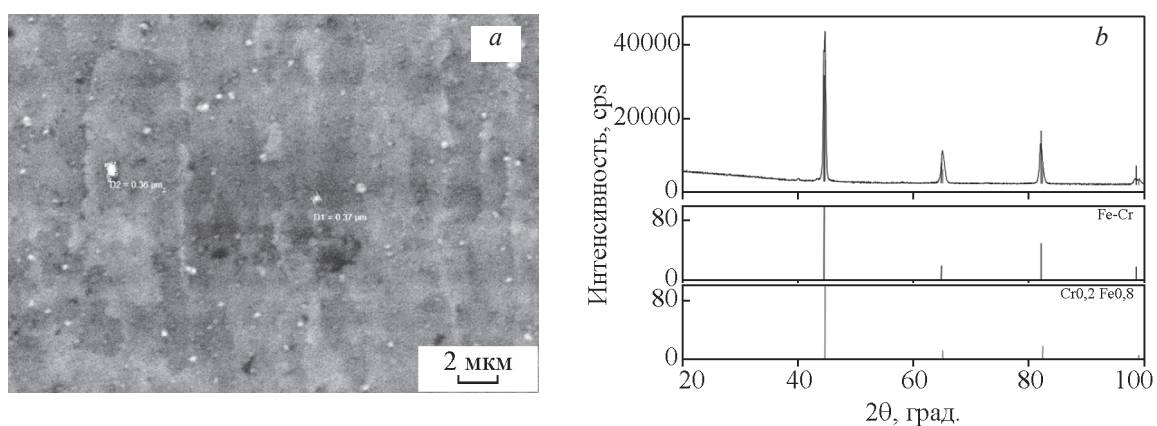


Рис.3. СЭМ микрофотография структуры (a) и рентгеновская дифрактограмма (b) образца стали KP4-ODS, облученного в установке ПФ девятью импульсами ионов дейтерия и дейтериевой плазмы ($N = 9$).

Fig.3. SEM photomicrography of the structure (a) and X-ray diffraction pattern (b) of a sample of KP4-ODS steel irradiated with 9 pulses of deuterium ions and deuterium plasma in Plasma Focus facility ($N = 9$).

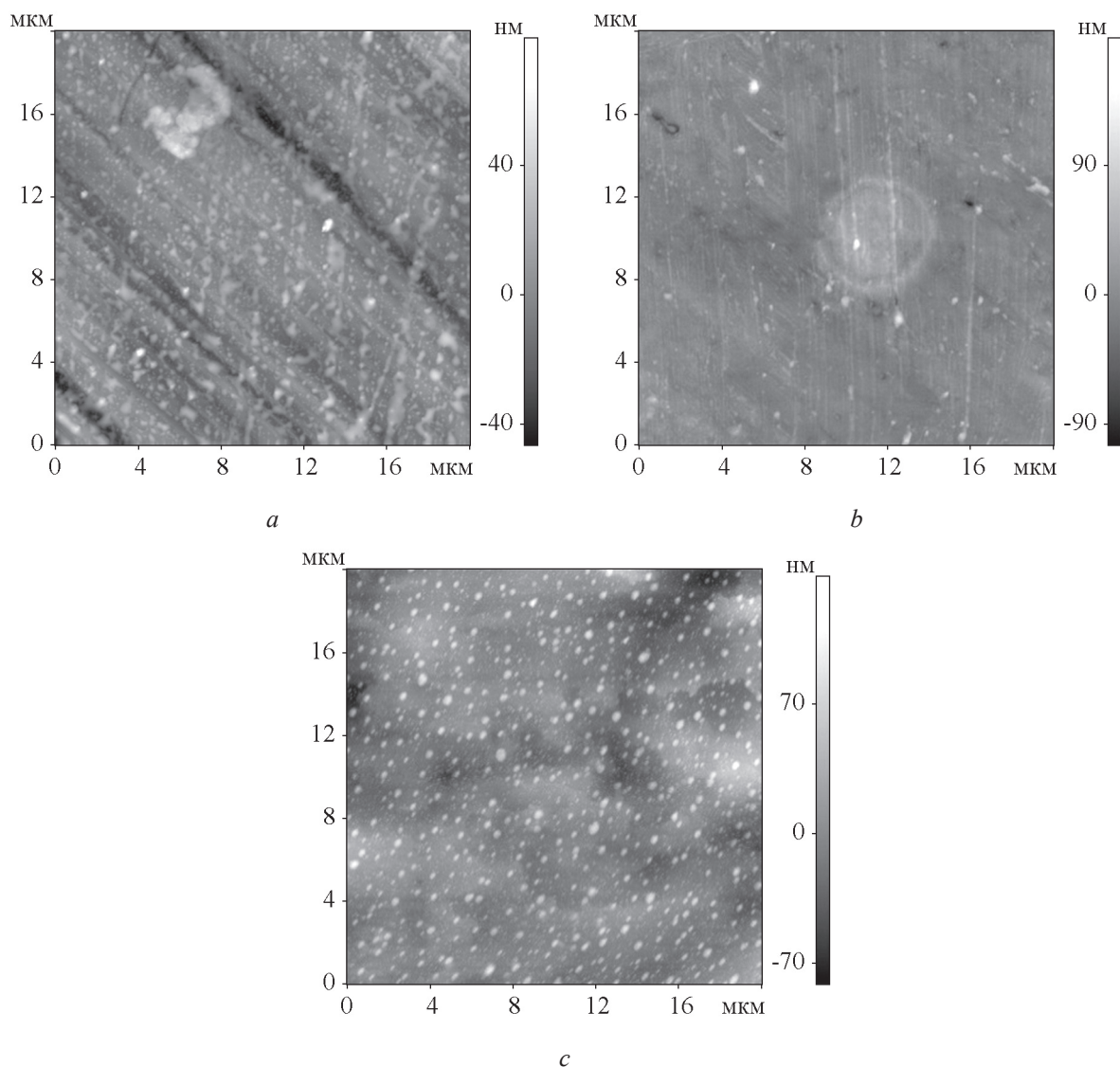


Рис.4. АСМ изображения поверхности образца стали KP4-ODS в исходном состоянии (a) и после облучения двумя (b) и девятью (c) импульсами ионов дейтерия и дейтериевой плазмы, полученные методом АСМ.

Fig.4. AFM images of the surface of KP4-ODS steel in initial state (a) and after irradiation with 2 (b) and 9 (c) pulses of deuterium ions and deuterium plasma.

Таблица 2

Параметры неровности поверхностного рельефа
образцов KP4-ODS стали

Table 2

Parameters of the surface roughness of KP4-ODS steel

Образец	Размер изображений			
	5×5 мкм		20×20 мкм	
	R_a , нм	R_{max} , нм	R_a , нм	R_{max} , нм
Исходный	5,9±1,2	34±5	9,4±0,9	75±15
Облученный, $N=2$	5,5±1,1	38±7	7,8±1,0	74±8
Облученный, $N=9$	13±2	78±2	19±5	133±20

ности образцов ДУО стали в исходном состоянии и после облучения в ПФ.

Из сравнения значений среднего параметра шероховатости R_a для разных образцов (табл.2) видно, что после облучения двумя импульсами ПФ исходная неровность поверхности ДУО стали несколько сглаживается, хотя максимальный перепад высот в анализируемых участках (параметр R_{max}) практически не изменяется. После 9 импульсов ПФ оба параметра возрастают примерно в два раза по сравнению с соответствующими характеристиками поверхности в исходном состоянии, что является признаком более неровного рельефа по-

верхности. Все это свидетельствует об оплавлении поверхностного слоя и формировании в процессе кристаллизации расплава волнообразного рельефа, типичного для подобных условий облучения материалов в камере установок ПФ [25-27]. Наличие расплава на поверхности образца ДУО стали после облучения с $N = 9$ также способствует заметному увеличению количества выделений второй фазы, образующихся, как правило, на стадии охлаждения (рис.3, 4).

На дифрактограммах, представленных на рис.1-3, обращает на себя внимание близость в расположении и характере линий исследуемых образцов, в структуре которых присутствуют твердые растворы на растворе железа и хрома. В составе исходного образца 95% занимает фаза, богатая железом (параметр кристаллической решетки $a_{\text{Fe}} = 2,8823 \text{ \AA}$), и 5% — фаза, обогащенная Cr ($a_{\text{Cr}} = 2,8724 \text{ \AA}$). В образце, облученном двумя импульсами ионов дейтерия и дейтериевой плазмы, это соотношение сохраняется, однако периоды решетки фаз несколько изменяются: в твердом растворе на основе Fe параметр a_{Fe} уменьшается до $2,8678 \text{ \AA}$, а в растворе на основе Cr — возрастает до $2,8779 \text{ \AA}$. В отсутствие плавления поверхностного слоя эти изменения связаны, по-видимому, с перераспределением элементов вследствие удаления примесей с облученной поверхности в процессе испарения и возможного осаждения на нее элементов функциональных материалов рабочей камеры. Можно полагать, что длительная высокотемпературная обработка материала на стадии

приготовления стали способствовала образованию высокохромистой фазы.

В образце, облученном импульсными потоками ионов дейтерия и дейтериевой плазмы в более жестком режиме ($N = 9$), из-за большего, чем при двухкратном облучении, выделения энергии произошло плавление поверхностного слоя, которое привело к изменению его фазового состава. Фаза, богатая хромом, исчезла, растворившись в расплаве вследствие усиления диффузионных процессов и перераспределения легирующих элементов. Образование большого количества наночастиц в процессе затвердевания расплавленного поверхностного слоя препятствует формированию текстуры кристаллизации в направлении градиента температур, обычно наблюдаемой при затвердевании поверхностных слоев металлических материалов после облучения в ПФ.

Распределение температуры

Результаты численной оценки температуры в зоне облучения импульсными ионными и плазменными потоками дейтерия (табл.1) и ее изменения во времени представлены на рис.5, 6. Как видно, в процессе воздействия на образцы ДУО стали ионных и плазменных потоков дейтерия при $N = 2$ и $N = 9$ (табл.1) температура в тонких поверхностных слоях толщиной до $L \approx 50 \text{ нм}$ достигала $T \approx 2500^\circ\text{C}$ и выше, при этом могли происходить процессы эрозии (частичного удаления облученного материала с поверхности вследствие распыления

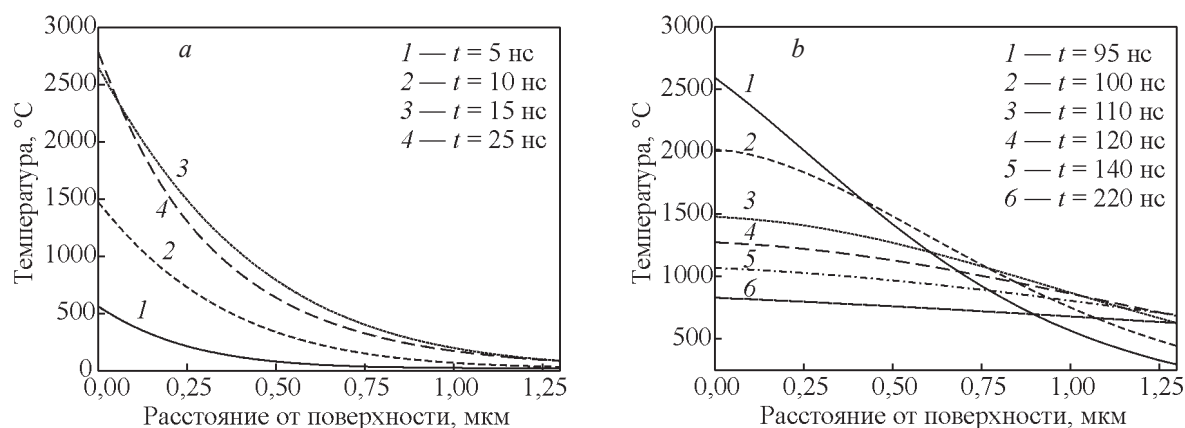


Рис.5. Распределение температуры по глубине поверхностного слоя образца стали KP4-ODS в различные моменты времени при его нагреве потоками ионов дейтерия и дейтериевой плазмы в мягком режиме облучения ($q_i = 10^9 \text{ Вт/см}^2$, $\tau_i = 50 \text{ нс}$; $q_{pl} = 10^8 \text{ Вт/см}^2$, $\tau_{pl} = 100 \text{ нс}$) (a) и при охлаждении (b).

Fig.5. Temperature distribution over the depth of the surface layer of KP4-ODS steel sample for various times when it is heated by fluxes of deuterium ions and deuterium plasma in the soft irradiation mode ($q_i = 10^9 \text{ W/cm}^2$, $\tau_i = 50 \text{ ns}$; $q_{pl} = 10^8 \text{ W/cm}^2$, $\tau_{pl} = 100 \text{ ns}$) (a) and when cooling (b).

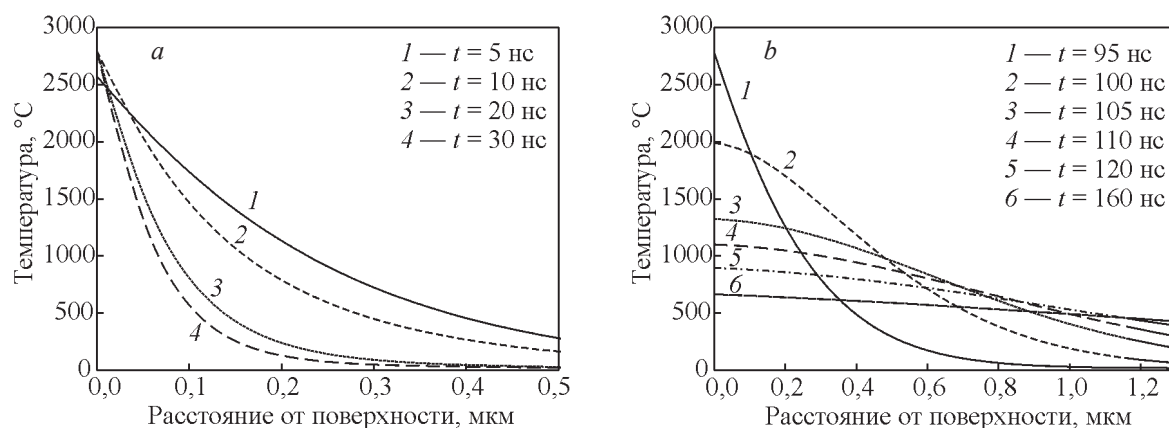


Рис.6. Распределение температуры по глубине поверхностного слоя образца KP4-ODS стали для различных моментов времени при его нагреве потоками ионов дейтерия и дейтериевой плазмы в жестком режиме облучения ($q_i = 5 \cdot 10^9$ Вт/см², $\tau_i = 50$ нс; $q_{pl} = 2 \cdot 10^8$ Вт/см², $\tau_{pl} = 100$ нс) (a) и при охлаждении (b).

Fig.6. Temperature distribution over the depth of the surface layer of KP4-ODS steel sample for various times when it is heated by fluxes of deuterium ions and deuterium plasma in the hard irradiation mode ($q_i = 5 \cdot 10^9$ W/cm², $\tau_i = 50$ ns; $q_{pl} = 2 \cdot 10^8$ W/cm², $\tau_{pl} = 100$ ns) (a) and when cooling (b).

и испарения [25-30]) и оплавления поверхностных слоев со структурой твердых растворов на основе Fe и Cr, имевших более низкую температуру плавления. Однако при более мягком режиме облучения ($N=2$) следов оплавления поверхностного слоя не наблюдалось (рис.2, 4b), хотя эрозия материала происходила: убыль массы при двукратном импульсном воздействии потоков энергии составила $\Delta m = 0,6$ мг. Вероятно, что расплавления ферритной основы ДУО стали в процессе импульсного разряда не происходило из-за скоротечности термического воздействия. Оценки (рис.5) показывают, что эффективное время, в течение которого температура в слое толщиной до 50 нм превышает температуру плавления $T_{пл}$ матричной основы ДУО стали ($\sim 1500^\circ\text{C}$), составляет ~ 100 нс, и за это время из-за тепловой инерции материала жидкая фаза не успевает сформироваться.

В случае более жесткого режима облучения (и при увеличении числа импульсов до $N=9$) величина энергетического вклада в материал возрастает и, кроме того, увеличивается интенсивность энергетического воздействия на образец-мишень при каждом импульсном разряде, так как время достижения максимальной температуры в поверхностном слое за одно импульсное воздействие сокращается примерно в три раза (рис.5a и 6a), что достаточно для образования расплава на поверхности образца ДУО стали, зафиксированного после облучения (рис.3, 4c). Наличие жидкой фазы в сочетании с пучково-плазменным воздействием

потоков ионов дейтерия и дейтериевой плазмы способствует полному или частичному (в зависимости от размера) растворению в ней тугоплавких оксидных наночастиц. При этом образование радиационных точечных и линейных дефектов [31], расположенных вблизи границы раздела твердой и жидкой фаз, облегчает переход атомов из оксидов на поверхности частиц в расплав. Учитывая [32], что энергия связи атомов иттрия в соединении Y_2O_3 составляет ~ 80 эВ, атомов кислорода 36,6 эВ, а энергия формирования молекулы Y_2O_3 из ионов иттрия Y^{3+} и кислорода O^{2-} — $\sim 134,5$ эВ, нельзя исключить возможность прямого разрушения отдельных наночастиц этого оксида быстрыми высокоэнергичными (≥ 100 кэВ) ионами дейтерия.

Оценить характерную диффузионную длину X растворенных в жидкой фазе атомов Y и O за время ее существования t_0 после однократного импульсного воздействия можно из известного соотношения

$$X^2 = 2Dt_0,$$

где D — коэффициент диффузии элемента в металлическом расплаве. Принимая по результатам расчета (рис.6) значение $t_0 \approx 100$ нс, а среднюю величину коэффициента диффузии $D = 5 \cdot 10^{-5}$ см²/с [33,34], получаем значение $X \approx 32$ нм.

Эта оценка показывает, что термическая составляющая падающего на образец ДУО стали потока энергии при жестком режиме облучения способствует как диффузионному выравниванию концентрационной неоднородности элементов,

характерной для основной матрицы исходного материала, так и обнаруженному эффекту исчезновения твердого раствора на основе Cr. Помимо этих структурных изменений, совместное воздействие радиационной и термической компонент энергетического потока может, по-видимому, приводить к полному растворению мелких (менее ~20 нм) и частичному растворению более крупных (несколько десятков нм) упрочняющих оксидных наночастиц (температура плавления оксида Y_2O_3 $T_{пл} \approx 2650^\circ C$ [35]). В последнем случае вокруг наночастиц Y_2O_3 должны образовываться кластерные зоны, в состав которых кроме основных компонентов сплава должны входить элементы, образующиеся при растворении частиц оксидов в жидкой фазе. Микроструктура таких кластеров-оболочек после высокоскоростного затвердевания жидкости может быть аморфной. Кроме того, из-за наличия в составе ДУО стали такого легирующего элемента, как Al, при охлаждении расплавленного слоя, содержащего растворенные атомы иттрия и кислорода, кроме наночастиц Y_2O_3 из расплава могут выделяться наночастицы и других оксидов (например, Al_2O_3).

Оба эти фактора — предполагаемое частичное растворение оксида Y_2O_3 в расплаве и образование наночастиц других оксидов при охлаждении расплава — являются признаками структурной деградации ДУО стали, которая может отрицательно влиять на ее свойства. Подобный эффект наблюдался при длительном воздействии радиационных потоков на ДУО сталь без оплавления материала, например, в образцах стали ODS Eurofer при облучении тяжелыми ионами металлов [17-19].

Выводы

Показано, что воздействие мощных ($q \sim 10^8$ – $5 \cdot 10^9$ Вт/см²) наносекундных импульсных потоков ионов дейтерия и дейтериевой плазмы на ферритную ДУО сталь Fe-15 Cr-4 Al-2 W-0,35 Y_2O_3 приводит к повреждению поверхностного слоя и структурно-фазовым изменениям, которые зависят от режима облучения (плотности мощности q , длительности τ и числа импульсных воздействий N).

В более мягком режиме радиационно-термического воздействия ($q \approx 10^8$ – 10^9 Вт/см², $\tau = 50$ – 100 нс, $N = 2$) наблюдается процесс эрозии (испарения) поверхностного слоя, который сопровождается эффектом полировки облученной поверхности образца. При этом исходное структурно-фазовое состояние материала остается практически неизменным, происходит лишь небольшое изменение параметров кристаллической решетки основных

структурных составляющих ДУО стали — твердых растворов на основе железа и хрома, вызванное перераспределением элементов в поверхностном слое.

При жестком режиме облучения ($q \approx 5 \cdot 10^9$ Вт/см², $\tau \approx 50$ нс, $N = 9$) возрастает энергетический вклад в материал мишени и происходит сильный разогрев поверхностного слоя, сопровождающийся не только эрозией поверхностного слоя, но и его оплавлением. При этом в структуре поверхностного слоя ДУО стали исчезает твердый раствор на основе хрома и возрастает число наночастиц второй фазы.

Появление жидкой фазы при пучково-плазменном воздействии ионов дейтерия и дейтериевой плазмы способствует полному растворению мелких (<20 нм) и частичному растворению более крупных (десятки нанометров) наночастиц оксида Y_2O_3 . При этом вокруг крупных наночастиц возможно образование кластерных оболочек из элементов, составляющих оксид (Y и O) и легирующих компонентов стали. Кроме того, ускоренное по сравнению с твердой фазой диффузионное перераспределение элементов в жидком расплаве, способствует при его охлаждении образованию не только оксидных наночастиц Y_2O_3 , но и оксидов других элементов, входящих в состав ДУО стали, например Al_2O_3 . Количество наночастиц второй фазы возрастает с ростом числа импульсных разрядов.

Работа выполнена по государственному заданию №075-00746-19-00 и поддержана грантом МАГАТЭ, технический контракт №23664. Анализ образцов методами атомно-силовой микроскопии выполнен на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС (<http://kamiks.itep.ru/>) НИЦ “Курчатовский институт” – ИТЭФ.

Литература

1. Zinkle S.J. Advanced materials for future nuclear plants. Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN Fission Energy Workshop: Opportunities for Fundamental Research and Breakthrough in Fission Global Climate & Energy Project. Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, Nov. 29-30, 2007, pp.1-29.
2. Murty K.L., Charit I. Structural materials for Gen-IV nuclear reactors: Challenges and opportunities. J.Nucl. Mater., 2008, v.383, No.1-2, pp.189-195.
3. Azevedo C.R.F. Selection of fuel cladding material for nuclear fission reactors. Eng.Failure Analysis, 2011, v.18, No.8, pp.1943-1962.
4. Yvon P., Carre F. Structural materials challenges for advanced reactor systems. J.Nucl.Mater., 2009, v.385, No.2, pp.217-222.

5. Люблинский И.Е., Вертков А.В., Евтихин В.А. Физико-химические основы использования лития в жидкометаллических системах термоядерного реактора. Вопросы Атомной Науки и Техники, сер.: Термоядерный синтез, 2007, вып.4, с.13-44.
6. Lyublinski I.E., Vertkov A.V., Evtikhin V.A. Application of lithium in systems of fusion reactors. 2. The issues of practical use of lithium in experimental facilities and fusion devices. Plasma Devices and Operations, 2009, v.17, No.4, pp.265-285.
7. Cheon J.S., Lee C.B., Lee B.O., Raison J.P., Mizuno T., Delage F., Carmack J. Sodium fast reactor evaluation: Core materials. J.Nucl.Mater., 2009, v.392, No.2, pp.324-330.
8. Fazio C., Briceno D.G., Rieth M., Gessi A., Henry J., Malerba L. Innovative materials for Gen IV systems and transmutation facilities: The cross-cutting research project GETMAT. Nucl.Eng.Design, 2011, v.241, No.9, pp.3514-3520.
9. Ehrlich K. The development of structural materials for fusion reactors. Phil.Trans.R.Soc.Lond.A, 1999, v.357, pp.595-623.
10. Ukai S., Fujiwara M., Perspective of ODS alloys application in nuclear environments. J.Nucl.Mater., 2002, v.307-311, part 1, pp.749-757.
11. Kasada R., Toda N., Yutani K., Cho H.S., Kishimoto H., Kimura A. Pre- and post-deformation microstructures of oxide dispersion strengthened ferritic steels. J.Nucl.Mater., 2007, v.367-370, part A, pp.222-228.
12. Lindau R., Möslang A., Schirra M., Schlossmacher P., Klimenkov M. Mechanical and microstructural properties of a hiped RAFM ODS-steel. J.Nucl.Mater., 2002, v.307-311, pp.769-772.
13. Klueh R.L., Maziasz P.J., Kim I.S., Heatherly L., Hoelzer D.T., Hashimoto N., Kenik E.A., Miyahara K. Tensile and creep properties of an oxide dispersion-strengthened ferritic steel. J.Nucl.Mater., 2002, v.307-311, pp.773-777.
14. Ukai S., Fujiwara M. Perspective of ODS alloys application in nuclear environments. J.Nucl.Mater., 2002, v.307-311, pp.749-757.
15. McClintock D.A., Sokolov M.A., Hoelzer D.T., Nanstad R.K. Mechanical properties of irradiated ODS-EUROFER and nanocluster strengthened 14YWT. J.Nucl.Mater., 2009, v.392, pp.353-359.
16. Luzginova N.V., Rensman J., Pierick P., Hegeman J.B.J. Irradiation response of ODS Eurofer97 steel. J.Nucl.Mater., 2012, v.428, pp.192-196.
17. Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Nikitin A.A., Iskandarov N.A., Vladimirov P., Lindau R., Möslang A. Atom probe characterization of nano-scaled features in irradiated ODS Eurofer steel. J.Nucl.Mater., 2011, v.409, pp.94-99.
18. Рогожкин С.В., Орлов Н.Н., Алеев А.А. и др. Перестройка наноструктуры стали ODS Eurofer после облучения до дозы 32 сна. ФММ, 2015, т.116, №1, с.76-82.
19. Rogozhkin S., Bogachev A., Korchuganova O., Nikitin A., Orlov N., Aleev A., Zaluzhnyi, Kozodaev M., Kulevoy T., Chalykh B., Lindau R., Möslang A., Vladimirov P., Klimenkov M., Heilmair M., Wagner J., Seils S. Nanostructure evolution in ODS steels under ion irradiation. Nucl.Mater.Energy, 2016, v.9, pp.66-74.
20. Monnet I., Dubuisson P., Serruys Y., Rault M.O., Kaitasov O., Juoffrey B. Microstructural investigation of the stability under irradiation of oxide dispersion strengthened ferritic steels. J.Nucl.Mater., 2004, v.335, pp.311-321.
21. Воеводин В.Н., Карась В.И., Комаров А.О., Куприянова Ю.Э., Пилипенко Н.Н., Шляев Б.А. Фазовая стабильность дисперсно-упрочненных оксидами частиц в ДУО ферритомартенситных сталях. ВАНТ, сер.: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники, 2011, №6(19), с.157-175.
22. Scholz M., Miklaszewski R., Gribkov V.A., Mezzetti F. PF-1000 device. Nukleonika, 2000, v.45, iss.3, pp.155-158.
23. Gribkov V.A. Physical processes taking place in dense plasma focus devices at the interaction of hot plasma and fast ion streams with materials under test. Plasma Phys.Control.Fusion, 2015, v.57, pap.065010.; doi: 10.1088/0741-3335/57/6/065010.
24. Javadi S., Ouyang B., Zhang Z., Ghoranneviss M., Salar Elahi A., Rawat R.S. Effects of fusion relevant transient energetic radiation, plasma and thermal load on PLANSEE double forged tungsten samples in a low energy plasma focus device. Appl.Surf.Sci., 2018, v.443, pp.311-320.; <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.03.039>.
25. Gribkov V.A., Paduch M., Zielinska E., Demin A.S., Demina E.V., Kazilin E.E., Latyshev S.V., Maslyayev S.A., Morozov E.V., Pimenov V.N. Comparative analysis of damageability produced by powerful pulsed ion/plasma streams and laser radiation on the plasma-facing W samples. Rad.Phys.Chem., 2018, v.150, pp.20-29.
26. Иванов Л.И., Пименов В.Н., Грибков В.А. Взаимодействие мощных импульсных потоков энергии с материалами. ФХОМ, 2009, №1, с.23-37.
27. Грибков В.А., Латышев С.В., Масляев С.А., Пименов В.Н. Численное моделирование взаимодействия импульсных потоков энергии с материалом в установках Плазменный фокус. ФХОМ, 2011, №6, с.16-22.
28. Масляев С.А. Тепловые эффекты при импульсном облучении материалов в установке Плазменный Фокус. Перспективные материалы, 2007, №5, с.47-55.
29. Грибков В.А., Демина Е.В., Дубровский А.В., Иванов Л.И., Ковтун А.В., Лаас Т.И., Масляев С.А., Пименов В.Н., Тартари А., Угасте Ю.Э., Шольц М. Воздействие импульсных потоков плотной дейтериевой и водородной плазмы на ферритные и аустенитные стали в установке плазменный фокус. Перспективные материалы, 2008, №1, с.16-25.
30. Pimenov V.N., Demina E.V., Maslyayev S.A., Ivanov L.I., Gribkov V.A., Dubrovsky A.V., Ugaste Ü.E., Laas T., Scholz M., Miklaszewski R., Kolman B., Tartari A. Damage and modification of materials produced by

- pulsed ion and plasma streams in Dense Plasma Focus device. *Nukleonika*, 2008, v.53, No.3, pp.111-121.
31. Бондаренко Г.Г. Радиационная физика, структура и прочность твердых тел. М.: Лаборатория знаний, 2016, 462 с.
 32. Putilov L.P., Varaksin A.N., Tsidilkovski V.I. Defect formation and water incorporation in Y_2O_3 . *J.Phys. Chem.Solids*, 2011, v.72, pp.1090-1095.
 33. Лариков Л.И., Исаичев В.И. Диффузия в металлах и сплавах. Киев: Наукова Думка, 1989, 510 с.
 34. Востряков А. А., Пастухов Э. А., Сидоров Н. И., Сипатов И. С. Диффузия в расплавах Ta, Nb и Zr. *Бутлеровские сообщения*, 2012, т.30, №5, с.20-24.
 35. Sarin V.K., Mari D., Llanes L. *Comprehensive hard materials*. Elsevier, 2012, pp.81-87.
 10. Ukai S., Fujiwara M., Perspective of ODS alloys application in nuclear environments. *J.Nucl.Mater.*, 2002, v.307-311, part 1, pp.749-757.
 11. Kasada R., Toda N., Yutani K., Cho H.S., Kishimoto H., Kimura A. Pre- and post-deformation microstructures of oxide dispersion strengthened ferritic steels. *J.Nucl. Mater.*, 2007, v.367-370, part A, pp.222-228.
 12. Lindau R., Möslang A., Schirra M., Schlossmacher P., Klimenkov M. Mechanical and microstructural properties of a hiped RAFM ODS-steel. *J.Nucl.Mater.*, 2002, v.307-311, pp.769-772.
 13. Klueh R.L., Maziasz P.J., Kim I.S., Heatherly L., Hoelzer D.T., Hashimoto N., Kenik E.A., Miyahara K. Tensile and creep properties of an oxide dispersion-strengthened ferritic steel. *J.Nucl.Mater.*, 2002, v.307-311, pp.773-777.
 14. Ukai S., Fujiwara M. Perspective of ODS alloys application in nuclear environments. *J.Nucl.Mater.*, 2002, v.307-311, pp.749-757.
 15. McClintock D.A., Sokolov M.A., Hoelzer D.T., Nanstad R.K. Mechanical properties of irradiated ODS-EUROFER and nanocluster strengthened 14YWT. *J.Nucl.Mater.*, 2009, v.392, pp.353-359.
 16. Luzginova N.V., Rensman J., Pierick P., Hegeman J.B.J. Irradiation response of ODS Eurofer97 steel. *J.Nucl. Mater.*, 2012, v.428, pp.192-196.
 17. Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Nikitin A.A., Iskandarov N.A., Vladimirov P., Lindau R., Möslang A. Atom probe characterization of nano-scaled features in irradiated ODS Eurofer steel. *J.Nucl.Mater.*, 2011, v.409, pp.94-99.
 18. Rogozhkin S.V., Orlov N.N., Aleev A.A., et al. Nanostructure evolution in ODS Eurofer steel under irradiation up to 32 dpa. *The Physics of Metals and Metallography*, 2015, v.116, No.1, pp.72-78.; DOI: 10.1134/S0031918X15010093.
 19. Rogozhkin S., Bogachev A., Korchuganova O., Nikitin A., Orlov N., Aleev A., Zaluzhnyi, Kozodaev M., Kulevoy T., Chalykh B., Lindau R., Möslang A., Vladimirov P., Klimenkov M., Heilmair M., Wagner J., Seils S. Nanostructure evolution in ODS steels under ion irradiation. *Nucl.Mater.Energy*, 2016, v.9, pp.66-74.
 20. Monnet I., Dubuisson P., Serruys Y., Rault M.O., Kaitasov O., Juoffrey B. Microstructural investigation of the stability under irradiation of oxide dispersion strengthened ferritic steels. *J.Nucl.Mater.*, 2004, v.335, pp.311-321.
 21. Voevodin V.N., Karas V.I., Komarov A.O., Kupriyanova Yu.E., Pilipenko N.N., Shilyaev B.A. Fazovaya stabilnost dispersno-uprochnennykh oksidami chastits v DUO ferritomartensitnykh stalyakh [Phase stability of dispersion-strengthened with oxides particles in ODS ferritomartensitic steels]. *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki, ser.: Vakuun, Chistye Materialy, Sverkhprovodniki* [Problems of Atomic Science and Technologies, ser.: Vacuum, Pure Materials, Superconductors], 2011, No.6(19), pp.157-175. (in Russ.).
 1. Zinkle S.J. Advanced materials for future nuclear plants. Oak Ridge National Laboratory, Oak Ridge, TN Fission Energy Workshop: Opportunities for Fundamental Research and Breakthrough in Fission Global Climate & Energy Project. Massachusetts Institute of Technology, Cambridge, MA, Nov. 29-30, 2007, pp.1-29.
 2. Murty K.L., Charit I. Structural materials for Gen-IV nuclear reactors: Challenges and opportunities. *J.Nucl. Mater.*, 2008, v.383, No.1-2, pp.189-195.
 3. Azevedo C.R.F. Selection of fuel cladding material for nuclear fission reactors. *Eng.Failure Analysis*, 2011, v.18, No.8, pp.1943-1962.
 4. Yvon P., Carre F. Structural materials challenges for advanced reactor systems. *J.Nucl.Mater.*, 2009, v.385, No.2, pp.217-222.
 5. Lyublinsky I.E., Vertkov A.V., Evtikhin V.A. Fiziko-khimicheskie osnovy ispolzovaniya litiya v zhidkometallicheskih sistemakh termoyadernogo reaktora [Physicochemical basis for the use of lithium in liquid metal systems of fusion reactor]. *Voprosy Atomnoy Nauki i Tekhniki, ser.: Termoyaderny Sintez* [Problems of Atomic Science and Technologies, ser.: Theronuclear Nusion], 2007, No.4, pp.13-44. (In Russ.).
 6. Lyublinsky I.E., Vertkov A.V., Evtikhin V.A. Application of lithium in systems of fusion reactors. 2. The issues of practical use of lithium in experimental facilities and fusion devices. *Plasma Devices and Operations*, 2009, v.17, No.4, pp.265-285.
 7. Cheon J.S., Lee C.B., Lee B.O., Raison J.P., Mizuno T., Delage F., Carmack J. Sodium fast reactor evaluation: Core materials. *J.Nucl.Mater.*, 2009, v.392, No.2, pp.324-330.
 8. Fazio C., Briceno D.G., Rieth M., Gessi A., Henry J., Malerba L. Innovative materials for Gen IV systems and transmutation facilities: The cross-cutting research project GETMAT. *Nucl.Eng.Design*, 2011, v.241, No.9, pp.3514-3520.
 9. Ehrlich K. The development of structural materials for fusion reactors. *Phil.Trans.R.Soc.Lond.A*, 1999, v.357, pp.595-623.

22. Scholz M., Miklaszewski R., Gribkov V.A., Mezzetti F. PF-1000 device. *Nukleonika*, 2000, v.45, iss.3, pp.155-158.
23. Gribkov V.A. Physical processes taking place in dense plasma focus devices at the interaction of hot plasma and fast ion streams with materials under test. *Plasma Phys.Control.Fusion*, 2015, v.57, pap.065010.; doi: 10.1088/0741-3335/57/6/065010.
24. Javadi S., Ouyang B., Zhang Z., Ghoranneviss M., Salar Elahi A., Rawat R.S. Effects of fusion relevant transient energetic radiation, plasma and thermal load on PLANSEE double forged tungsten samples in a low energy plasma focus device. *Appl.Surf.Sci.*, 2018, v.443, pp.311-320.; <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.03.039>.
25. Gribkov V.A., Paduch M., Zielinska E., Demin A.S., Demina E.V., Kazilin E.E., Latyshev S.V., Maslyaev S.A., Morozov E.V., Pimenov V.N. Comparative analysis of damageability produced by powerful pulsed ion/plasma streams and laser radiation on the plasma-facing W samples. *Rad.Phys.Chem.*, 2018, v.150, pp.20-29.
26. Ivanov L.I., Pimenov V.N., Gribkov V.A. Vzaيمodeystvie moshchnykh impulsnykh potokov energii s materialami [Interaction of power pulsed fluxes of energy with materials]. *Fizika i Khimiya Obrabotki Materialov* [Physics and Chemistry of Materials Treatment], 2009, No.1, pp.23-37. (In Russ.).
27. Gribkov V.A., Latyshev S.V., Maslyaev S.A., Pimenov V.N. Chislennoye modelirovanie vzaيمodeystviya impulsnykh potokov energii s materialom v ustanovkakh Plazmennyy Fokus [Numerical simulation of the interaction of pulsed energy fluxes with material in Plasma Focus device]. *Fizika i Khimiya Obrabotki Materialov* [Physics and Chemistry of Materials Treatment], 2011, No.6, pp.16-22. (In Russ.).
28. Maslyaev S.A. Teplovye efekty pri impulsnom obluchenii materialov v ustanovke Plazmennyy Fokus [Thermal effects during pulsed irradiation of materials in the Plasma Focus device]. *Perspektivnye Materialy* [Advanced Materials], 2007, No.5, pp.47-55. (In Russ.).
29. Gribkov V.A., Demina E.V., Dubrovsky A.V., Ivanov L.I., Kovtun A.V., Laas T.I., Maslyaev S.A., Pimenov V.N., Tartari A., Ugaste Yu.E., Sholts M. Vozdeystvie impulsnykh potokov plotnoy deyteriyevoy i vodorodnoy plazmy na ferritnyye i austenitnyye stali v ustanovke plazmennyy fokus [Impact of pulsed flows of dense deuterium and hydrogen plasma on ferritic and austenitic steels in a plasma focus device]. *Perspektivnye Materialy* [Advanced Materials], 2008, No.1, pp.16-25. (In Russ.).
30. Pimenov V.N., Demina E.V., Maslyaev S.A., Ivanov L.I., Gribkov V.A., Dubrovsky A.V., Ugaste Ü.E., Laas T., Scholz M., Miklaszewski R., Kolman B., Tartari A. Damage and modification of materials produced by pulsed ion and plasma streams in Dense Plasma Focus device. *Nukleonika*, 2008, v.53, No.3, pp.111-121.
31. Bondarenko G.G. Radiatsionnaya fizika, struktura i prochnost tverdykh tel [Radiation physics, structure and strength of solids]. Moscow: Laboratoriya Znaniy Publ., 2016, 462 p. (In Russ.).
32. Putilov L.P., Varaksin A.N., Tsidilkovski V.I. Defect formation and water incorporation in Y_2O_3 . *J.Phys. Chem.Solids*, 2011, v.72, pp.1090-1095.
33. Larikov L.I., Isaichev V.I. Diffuziya v metallakh i splavakh [Diffusion in metals and alloys]. Kiev: Naukova Dumka Publ., 1989, 510 p. (In Russ.).
34. Vostryakov A.A., Pastukhov E.A., Sidorov N.I., Sipatov I.S. Diffuziya v rasplavakh Ta, Nb i Zr [Diffusion in Ta, Nb, and Zr melts]. *Butlerovskie soobshcheniya* [Butlerov Communications], 2012, v.30, No.5, pp.20-24. (In Russ.).
35. Sarin V.K., Mari D., Llanes L. Comprehensive hard materials. Elsevier, 2012, pp.81-87.

Influence of pulsed streams of deuterium ions and deuterium plasma on oxide dispersion strengthened ferritic steels

V.A. Gribkov¹, E.V. Demina¹, A.S. Demin¹, S.A. Maslyaev¹, V.N. Pimenov¹, M.D. Prusakova¹,
V.P. Sirotinkin¹, S.V. Rogozhkin^{2,3}, P.V. Lyamkin², M. Paduch⁴

¹ Baikov Institute of metallurgy and materials science of the Russian Academy of Sciences, 49 Leninsky prospect, 119334 Moscow, Russia
E-mail: gribkovv@rambler.ru; elenadyom@mail.ru; casha@bk.ru; maslyaev@mail.ru; pimval@mail.ru;
prusakovam@mail.ru; sir@imet.ac.ru

² Alikhanov Institute for theoretical and experimental physics of National research centre "Kurchatov Institute", 25 Bolshaya
Cheremushkinskaya st., 117218 Moscow, Russia
E-mail: sergey.rogozhkin@itep.ru; gnefos@gmail.com

³ National research nuclear university MEPhI, 31 Kashirskoe shosse, 105409 Moscow, Russia

⁴ Institute of plasma physics and laser microfusion, 23 Hery st., 01-497 Warsaw, Poland
E-mail: marian.paduch@ifpilm.pl

The effect of high-power pulsed fluxes of deuterium ions and deuterium plasma generated in the Plasma Focus PF-1000U installation on oxide dispersion strengthened ferritic steel KP4-ODS (Fe-15 Cr-4 Al-2 W-0.35 Y₂O₃) was experimentally studied. When the samples were irradiated with two pulses ($N = 2$), the plasma flux power density was $q_{pl} \approx 10^8$ W/cm² and that of ion beam $q_i \approx 10^9$ W/cm². At $N = 9$, $q_{pl} \approx 2 \cdot 10^8$ W/cm² and $q_i \approx 5 \cdot 10^9$ W/cm². The pulse duration of the plasma beams was $\tau_{pl} \approx 100$ ns and of the ion beams $\tau_i \approx 50$ ns. It was shown that irradiation of the material in a softer mode ($N = 2$) leads to surface erosion due to evaporation of the material and is accompanied by the effect of polishing the surface. In this case, there is no significant change in the initial structural phase state of steel; only a small change in the crystal lattice parameters of solid solutions based on iron and chromium is observed. In the severe irradiation mode ($N = 9$), due to the stronger heating of the surface layer, in addition to erosion of the material, its melting occurs. In the structure of the surface layer of the ODS steel, a chromium-based solid solution disappears and only an iron-based solid solution remains, and the number of second-phase nanoparticles also increases. The presence of a liquid phase formed upon exposure to deuterium ion fluxes and deuterium plasma stimulates the possibility of complete dissolution of small (less than ~20 nm) nanoparticles of Y₂O₃ oxide and partial dissolution of larger (tens of nanometers) nanoparticles. The diffusion redistribution of elements enhanced in comparison with the solid phase in the molten surface layer contributes to the formation of nanoparticles of Y₂O₃ and oxides of other elements that make up the ODS steel (Al₂O₃, Y-Al-O) upon cooling of the melt.

Keywords: Plasma Focus device, dispersion-hardened by oxides steel, powerful pulsed fluxes of deuterium ions and deuterium plasma.