

РОБОТА

на здобуття премії Президента України для молодих вчених

«Функціональні мікроматеріали та шаруваті наноструктуровані системи, як перспективні захисні елементи для ядерної/термоядерної енергетики»

Конотопський Леонід Євгенович

кандидат фізико-математичних наук, старший викладач кафедри фізики металів та напівпровідників НТУ «ХПІ»

Суровицький Сергій Вікторович

молодший науковий співробітник кафедри фізики металів та напівпровідників, НТУ «ХПІ»

Мінакова Ксенія Олександрівна

кандидат фізико-математичних наук, професор кафедри фізики, НТУ «ХПІ»





Касета дивертора



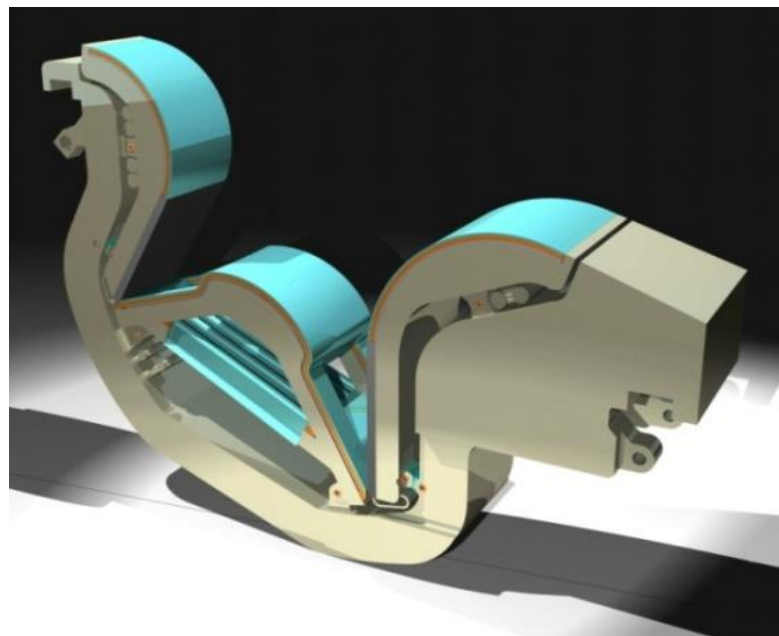
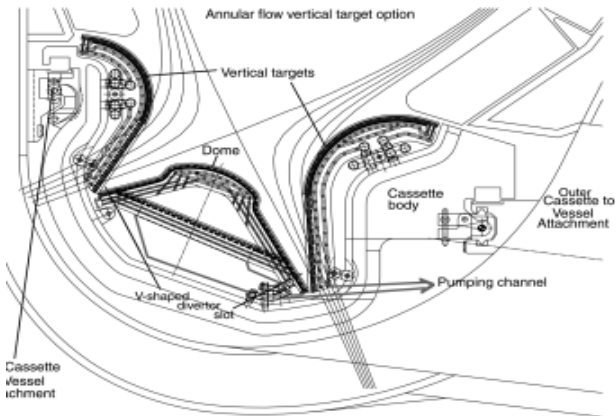
Очікувані параметри теплових потоків на диверторні пластини:

Зриви струму: $t = (1 \dots 10) \text{ мс}$; $Q = (10 \dots 100) \text{ МДж/м}^2$;

Крайові локалізовані моди:

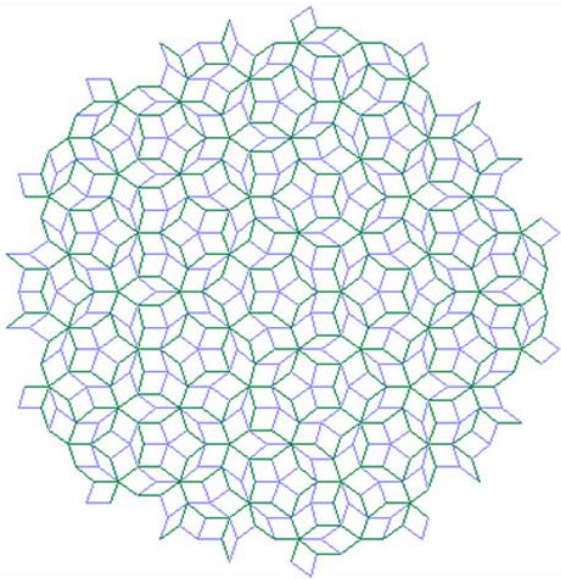
$t = (0,1 \dots 0,5) \text{ мс}$; $Q = (1 \dots 3) \text{ МДж/м}^2$;

$\nu = (1 \dots 100) \text{ Нз}$ до 10^6 за робочий цикл

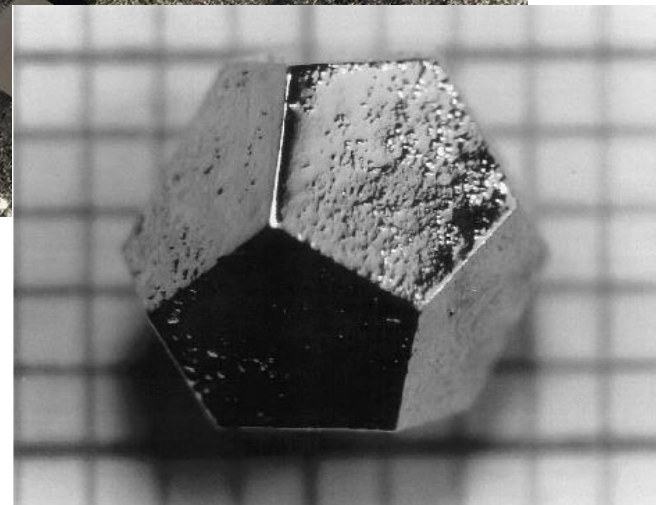
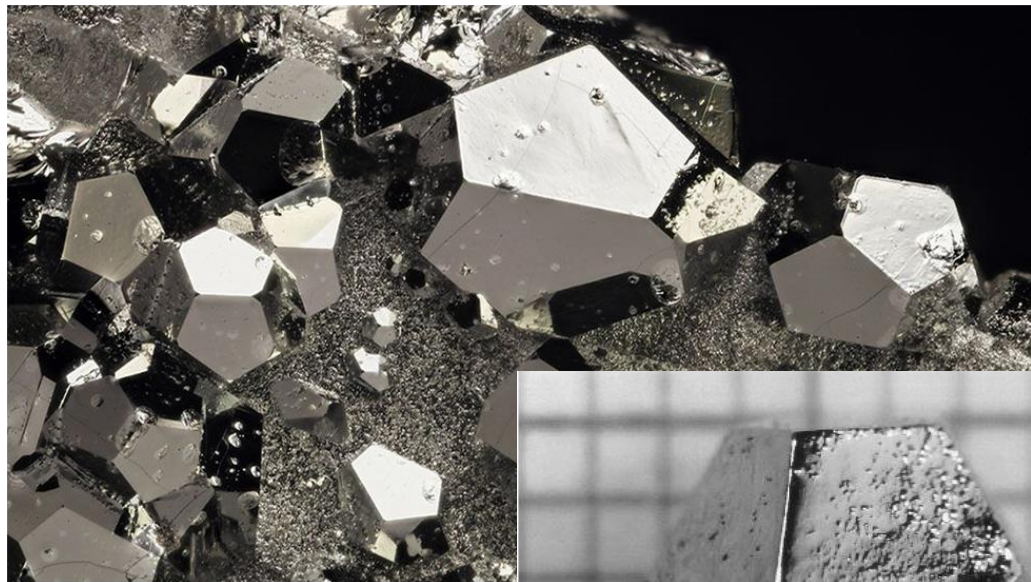




Квазікристал – тверде тіло, що характеризується симетрією, забороненою в класичній кристалографії, і наявністю аперіодичного дальнього порядку, або квазіперіодичністю



Мозаїка Пенроуза



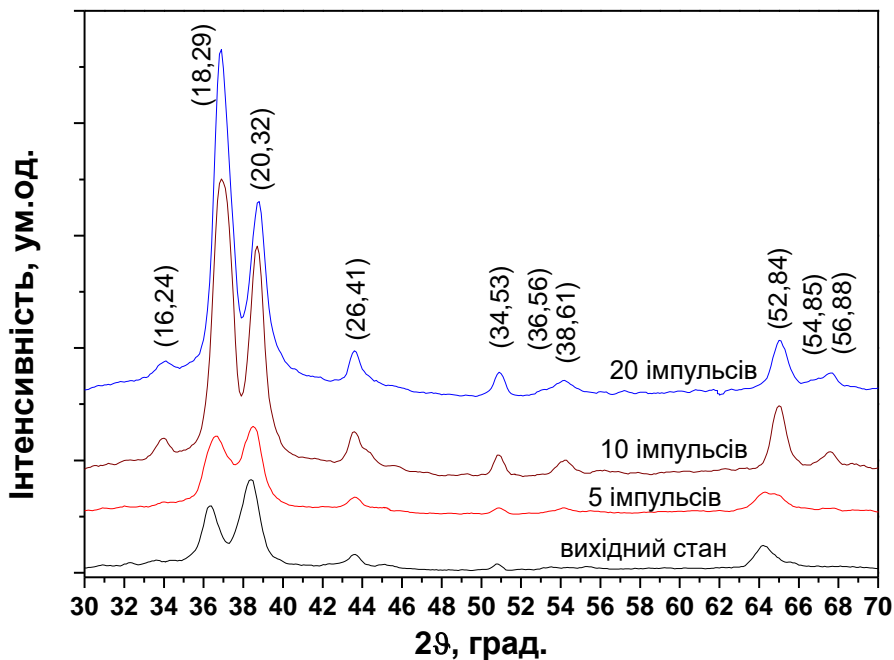
Зображення квазікристалу₃



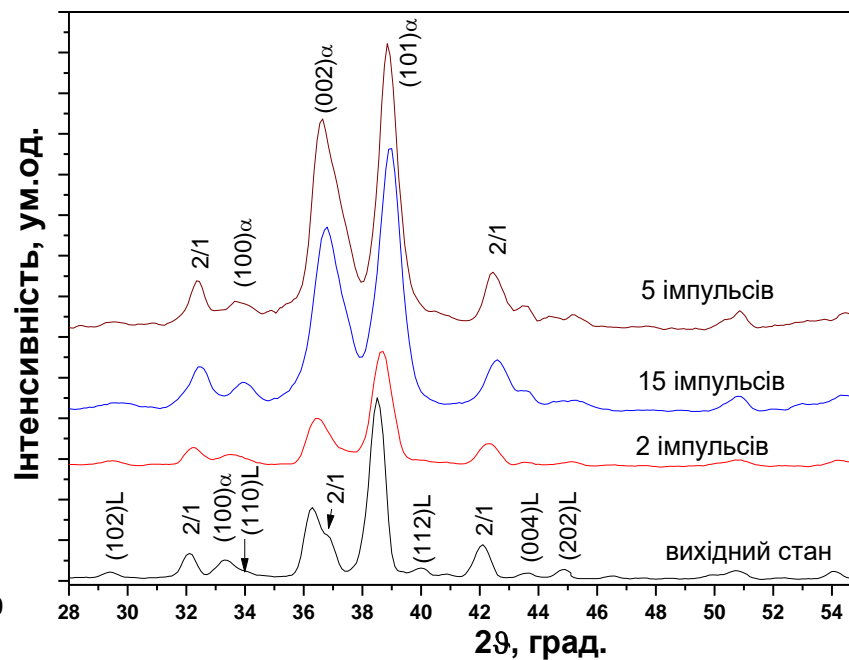
Мета роботи:

Встановлення нових ефектів та закономірностей щодо взаємодії Ti-Zr-Ni квазікристалічних функціональних плівкових систем та напівгеіслерівських сполук $\text{LiZn}(X=\text{As}, \text{P} \text{ і } \text{Sb})$ з водневою плазмою термоядерного реактора та іонами водню. Визначення кращої та більш радіаційно стійкої конструкції шаруватої системи. Такі дослідження мають важливе значення для розвитку нових матеріалів і технологій у сфері ядерної енергетики та інших високотехнологічних галузях, а також відкривають нові можливості для покращення ефективності та безпеки ядерних технологій.

Ділянка дифрактограм від покриття товщиною 5,7 мкм виготовленого методом прямого магнетронного розпилення мішені складу $Ti_{41}Zr_{38,3}Ni_{20,7}$ (ат.%), відпаленого при температурі 500 °С протягом 4 годин (а), та при температурі 700 °С (б) вихідному стані (а) та після опромінення 0,2 МДж/м²



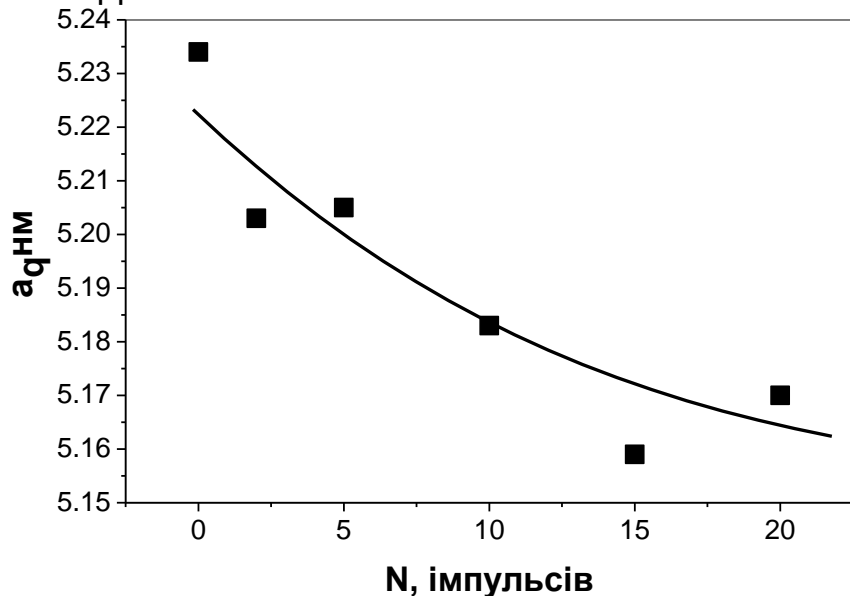
(а)



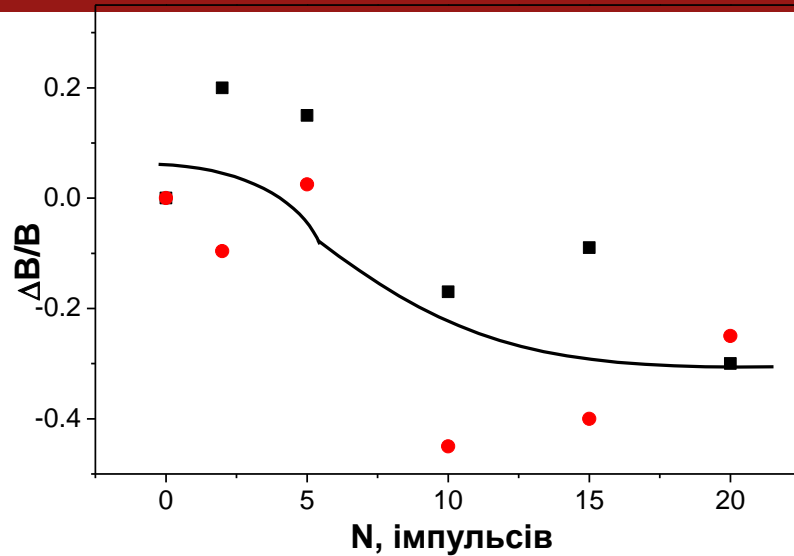
(б)



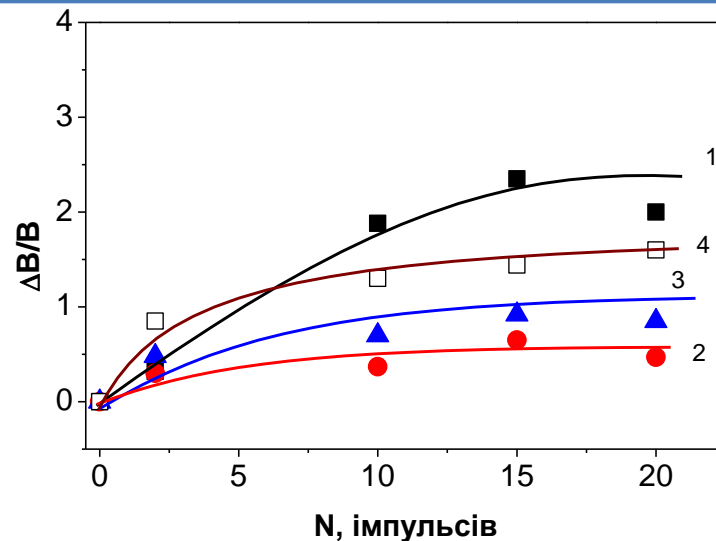
Зміна параметру квазікристалічності з накопиченням кількості імпульсів опромінення водневою плазмою



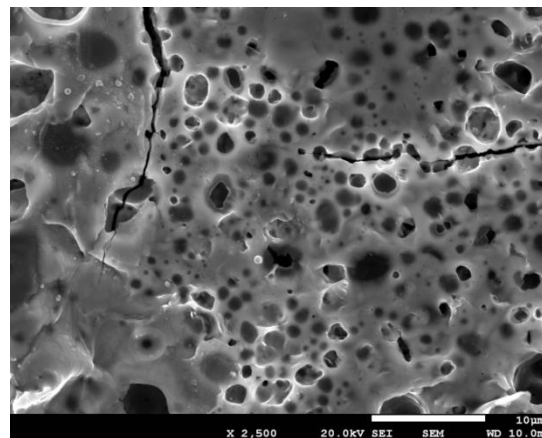
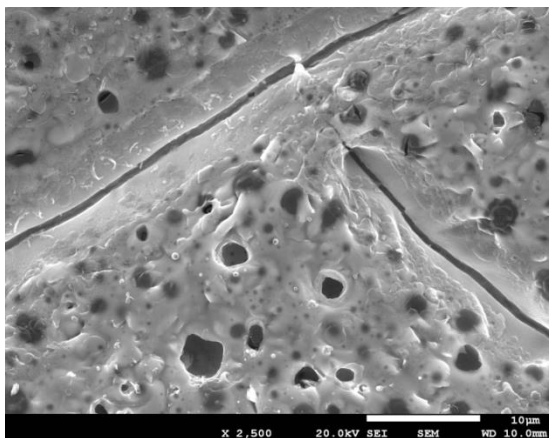
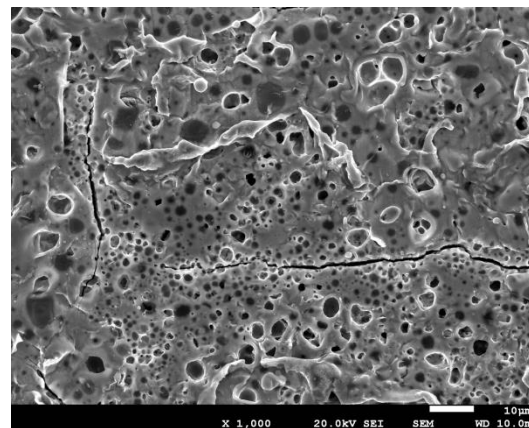
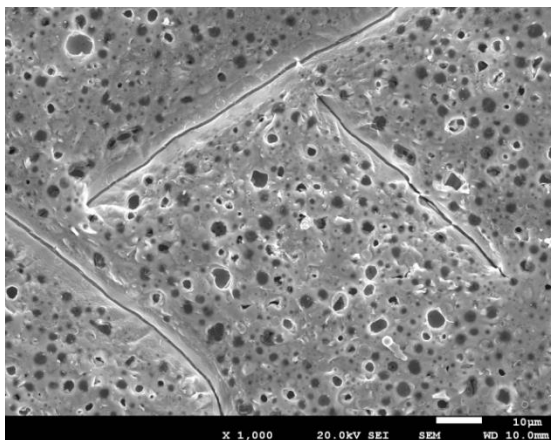
Відносна зміна ширини відбиття (202) L- фази 1), відбиття (101) фази α -(Ti,Zr) твердого розчину (2) та відбиття (821) фази 2/1- апроксиманта (3) і відбиття (302) L- фази (4)



Відносна зміна ширини відбиттів (18,29) – квадратики та (20,32) – кружечки в результаті плазмового опромінення

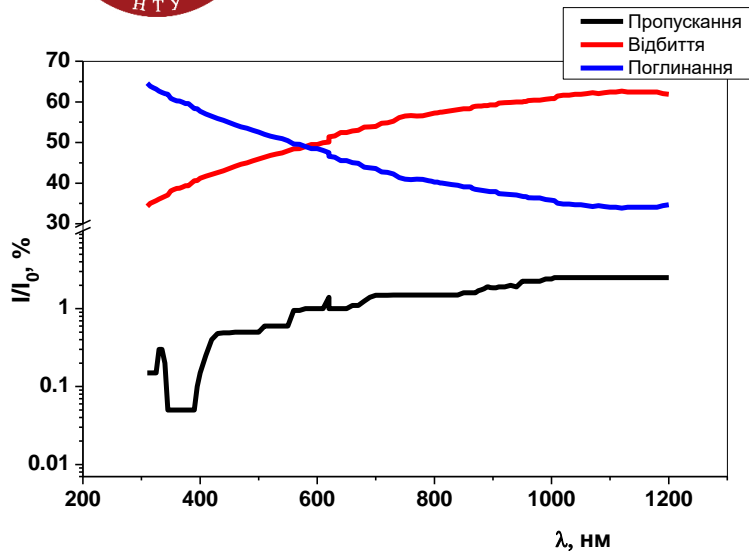


Зміна морфології поверхні квазікристалічного покриття товщиною 5,7 мкм, відпаленого при температурі 500 °С протягом чотирьох годин (а), та при температурі 700 °С (б) в результаті опромінення 20 імпульсами водневої плазми навантаженням з 0,2 МДж/м²



(a)

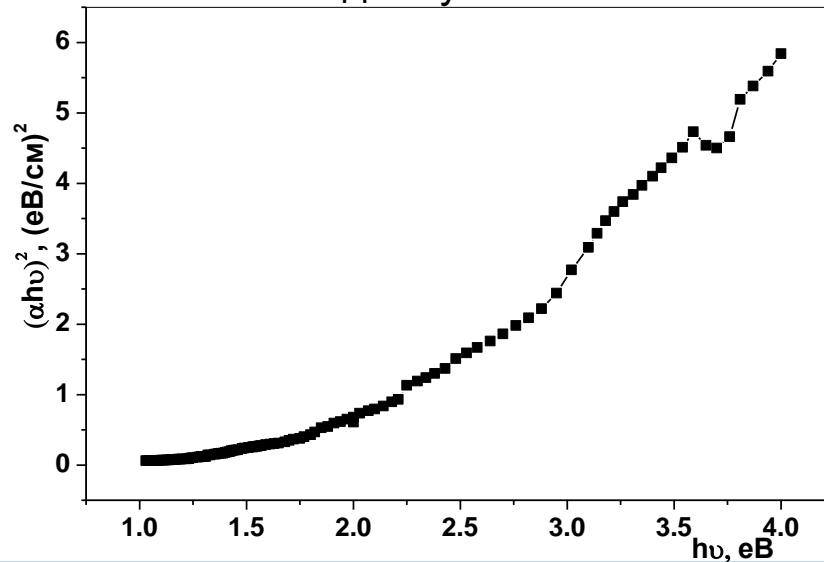
(б)



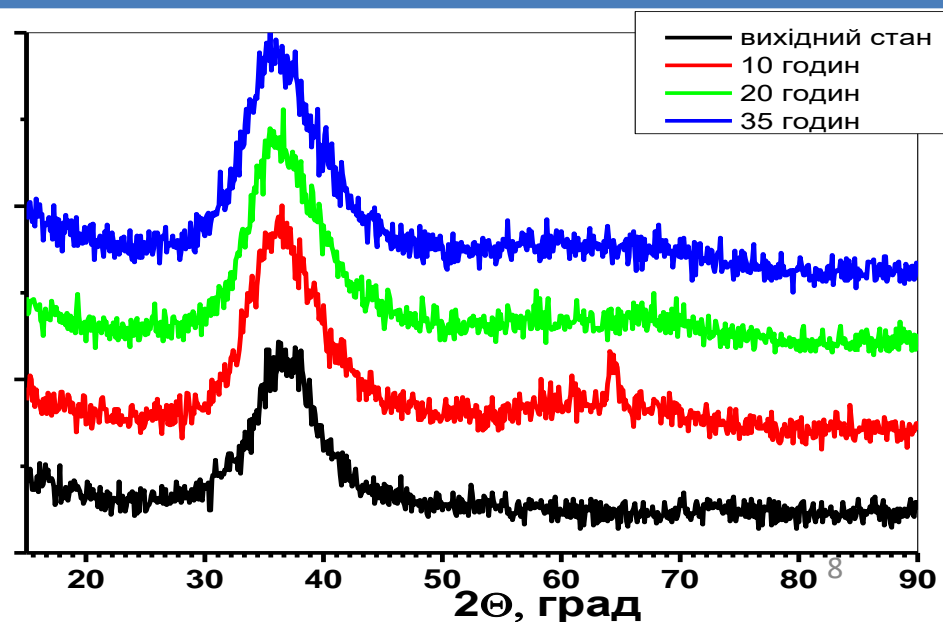
Залежність коефіцієнту поглинання від енергії падаючого випромінювання плівки $Ti_{41,5}Zr_{41,5}Ni_{18}$ у вихідному стані

Дифрактограми у випромінюванні $Cu-K\alpha$ від плівки $Ti_{41,5}Zr_{41,5}Ni_{18}$ ($H=60$ nm) у вихідному стані і після термічного відпалу при температурі 470 °C, отримані у геометрії ковзних рентгенівських променів

Спектри поглинання, пропускання та відбиття плівки $Ti_{41,5}Zr_{41,5}Ni_{18}$ у вихідному стані

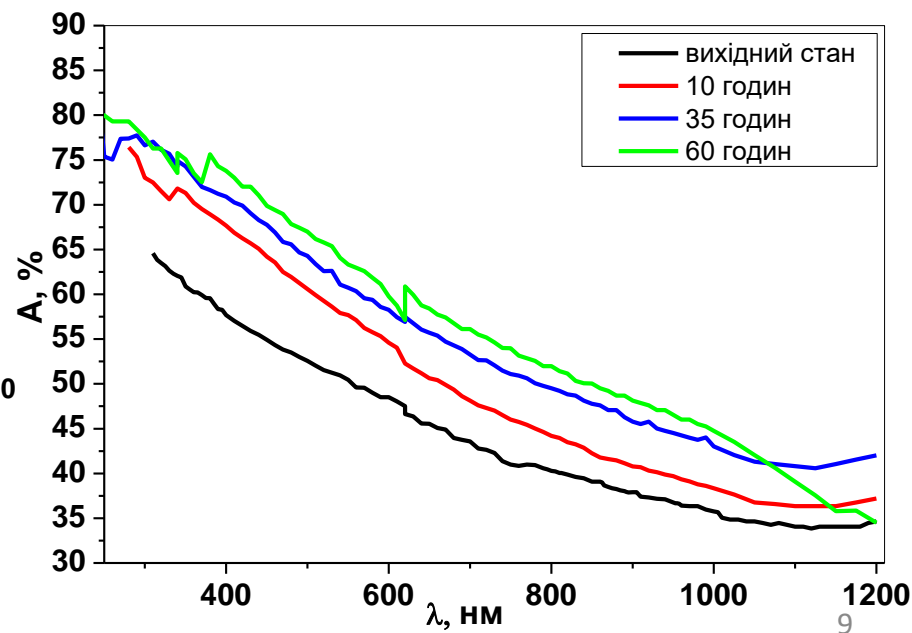
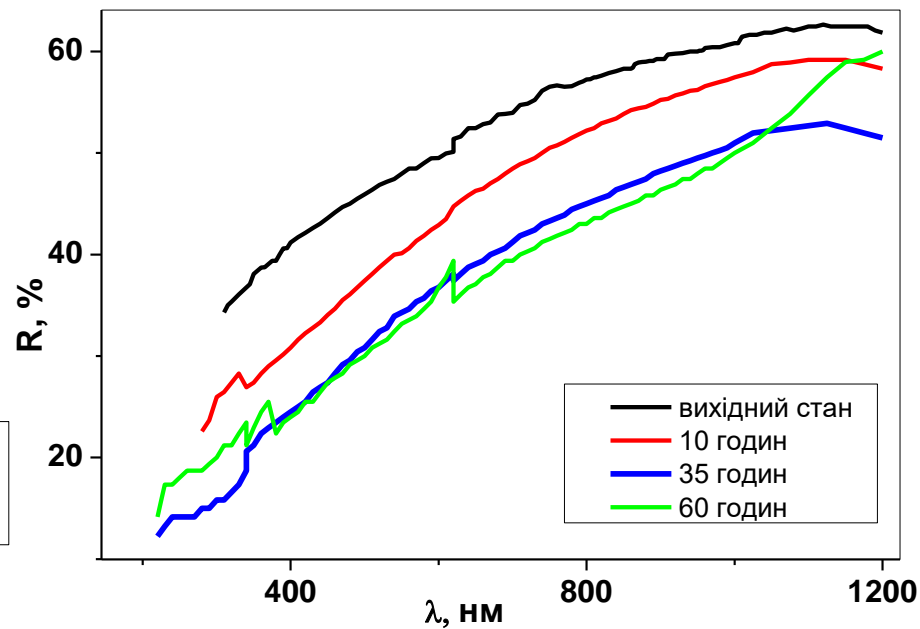
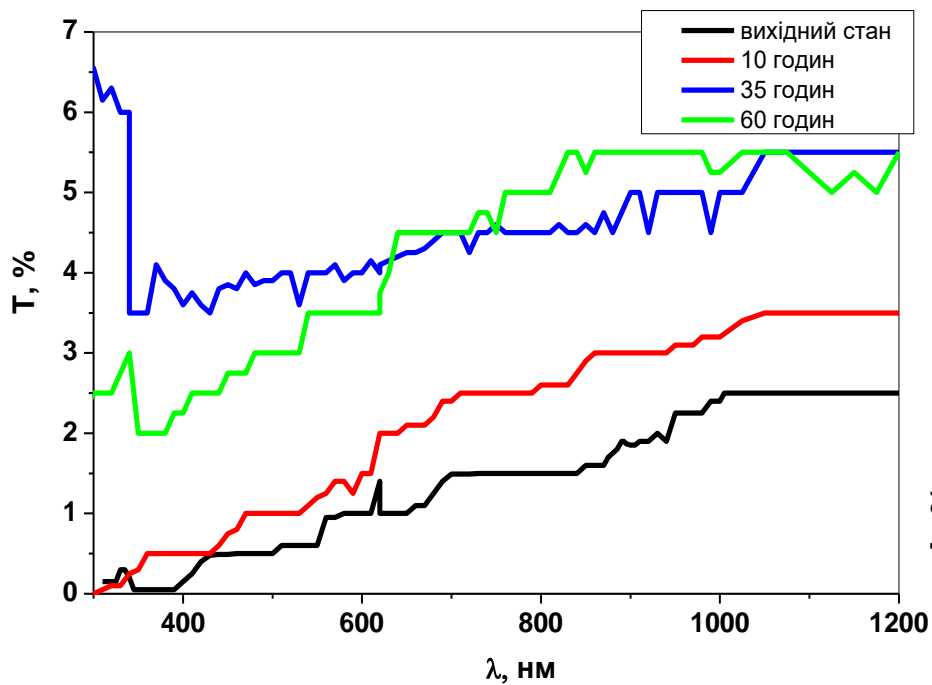


ІНТЕНСИВНІСТЬ, ДОВ. ОДИНИЦІ



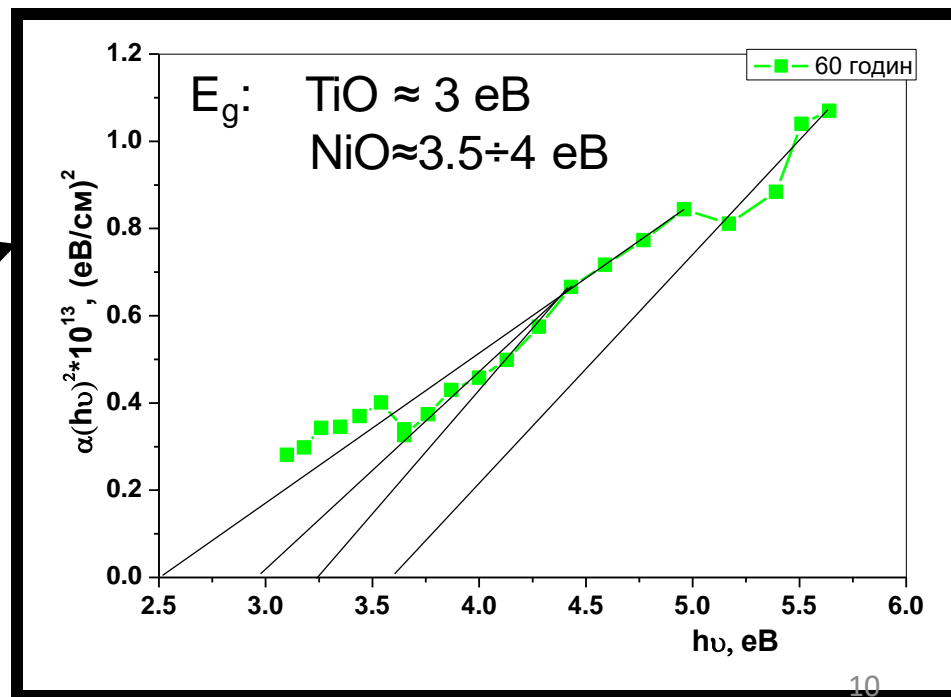
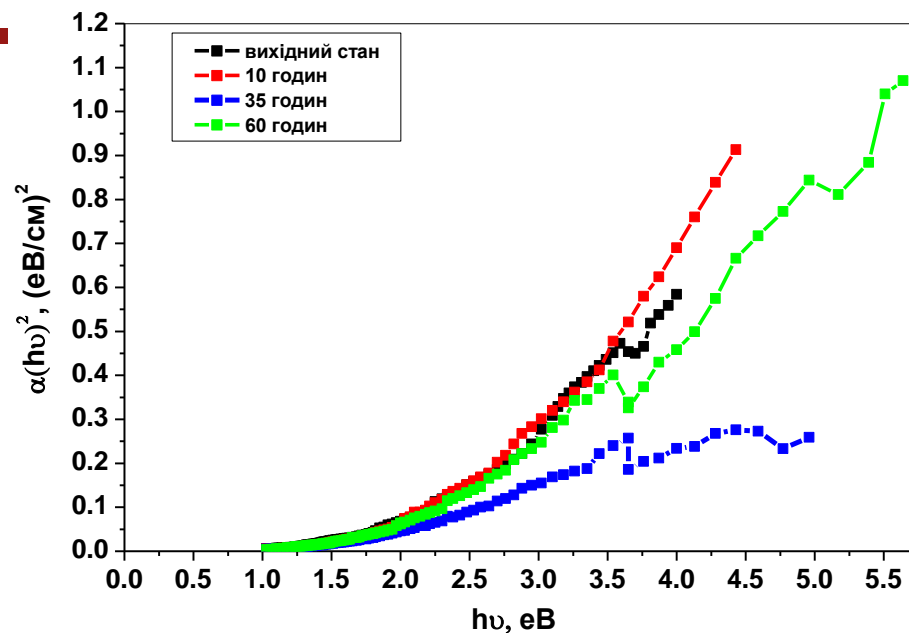
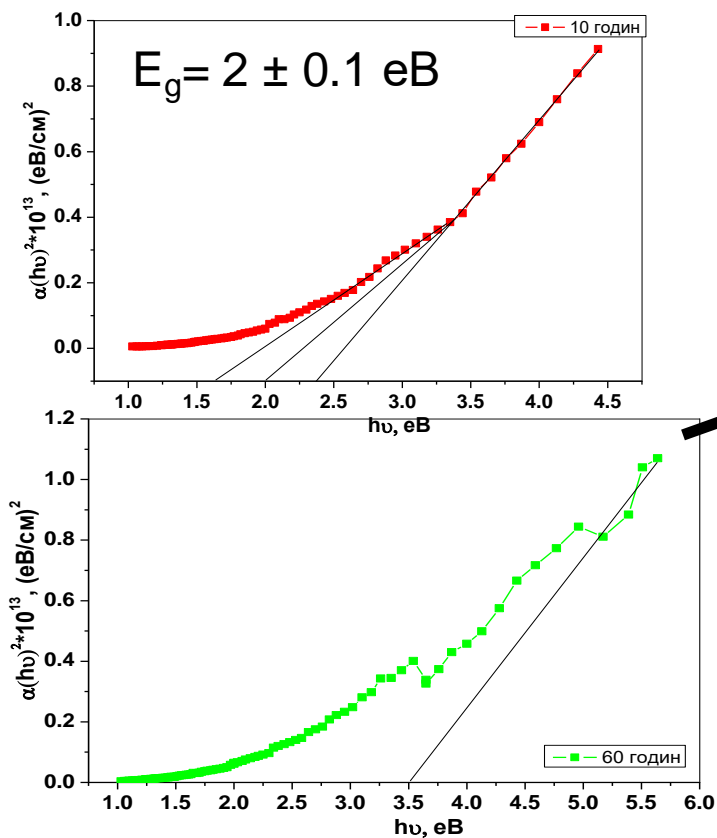


Спектри поглинання, пропускання та відбиття плівки $Ti_{41,5}Zr_{41,5}Ni_{18}$, у вихідному стані та після термічного відпалу при температурі $470\text{ }^\circ\text{C}$ з різною тривалістю відпалу.





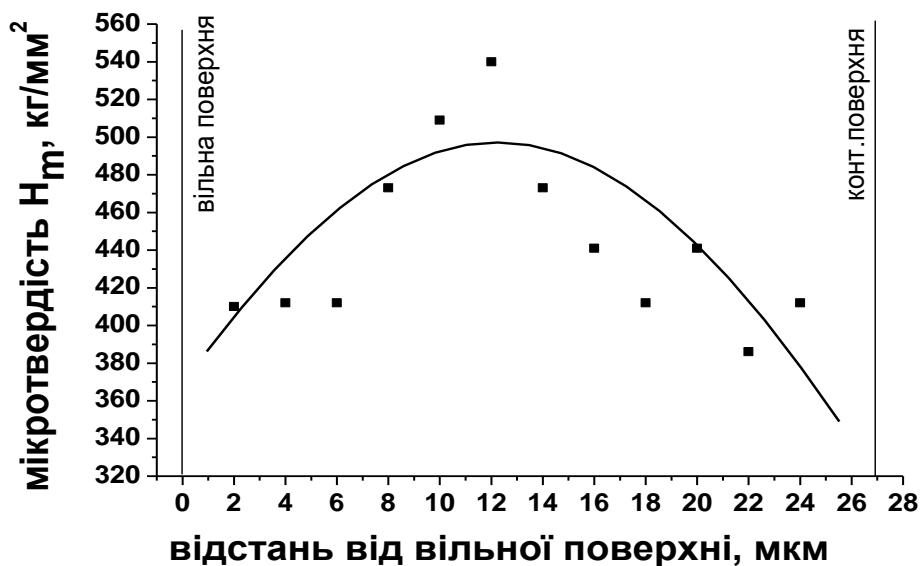
Залежність коефіцієнту поглинання від енергії падаючого випромінювання плівки $\text{Ti}_{41,5}\text{Zr}_{41,5}\text{Ni}_{18}$ у вихідному стані та після термічного відпалу при температурі 470°C з різною тривалістю відпалу.



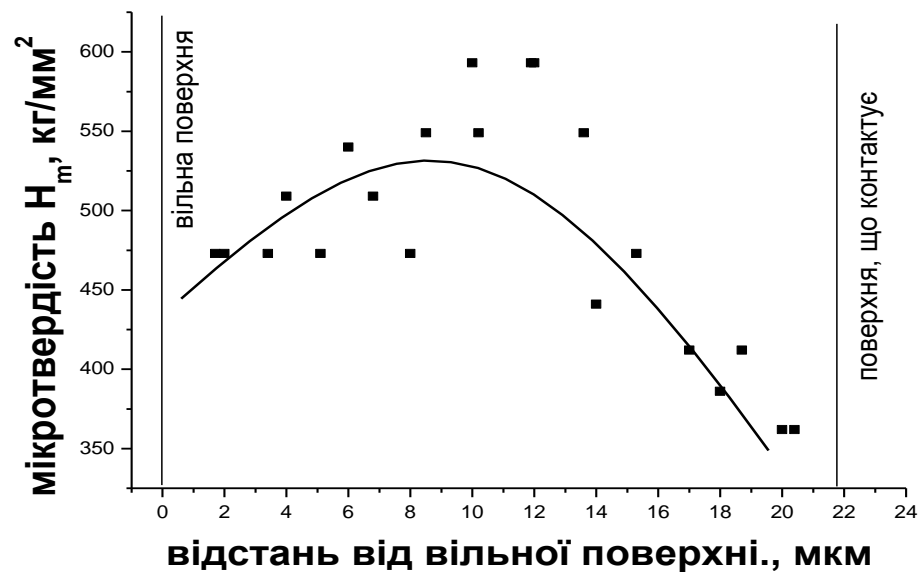


Стрічкові зразки сплавів $Ti_{41,5}Zr_{41,5}Ni_{17}$ були отримані на установці «стрічка-1» в ХФТІ. Плавлення здійснювалось у атмосфері очищеного аргону при тиску 10^{-5} Па. Плавлення та затвердіння заготовок вагою 10^{-20} г проводилося в мідному водоохолоджуваному кристалізаторі. У ході плавлення розплави перевертався 2-3 рази задля забезпечення гомогенізації по всьому обсягу зразка. Лінійна швидкість обертання кристалізатору становила 10, 15, 19, 25 м/с. Товщина одержуваних стрічкових зразків складала від 10 до 50 мкм.

Аналіз однорідності структури та властивостей по перерізу стрічкових зразків

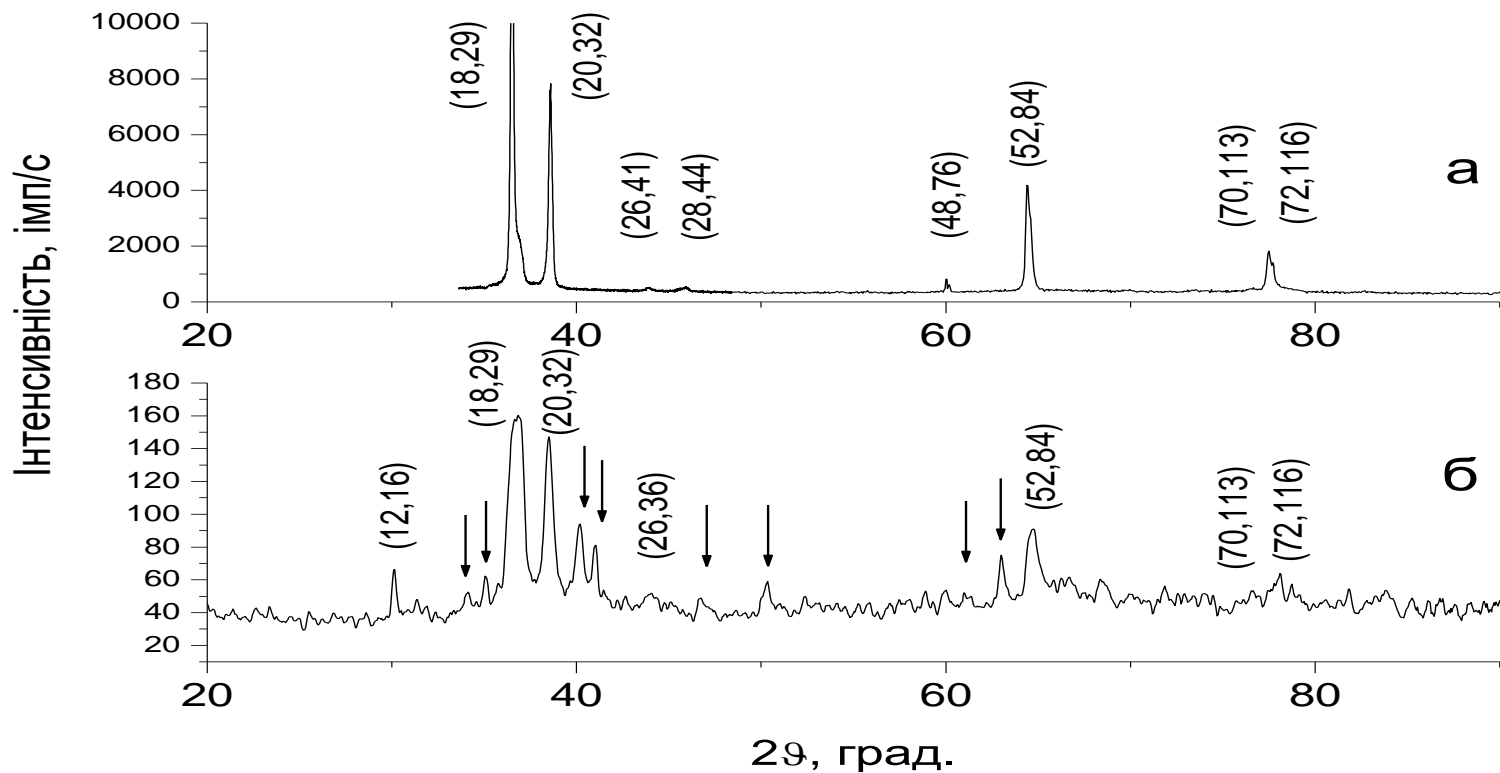


а)



б)

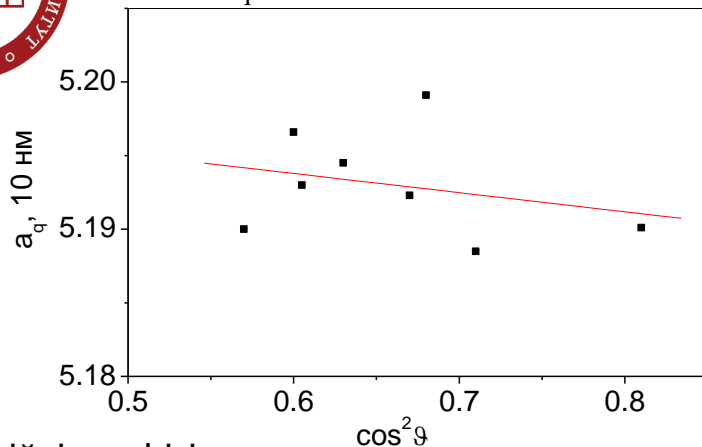
Характер розподілу мікротвердості у поперечному перерізі стрічкового зразка. Зразки виготовлені при лінійній швидкості обертання кристалізатору а) ($v = 15$ м/с); б) ($v = 25$ м/с).



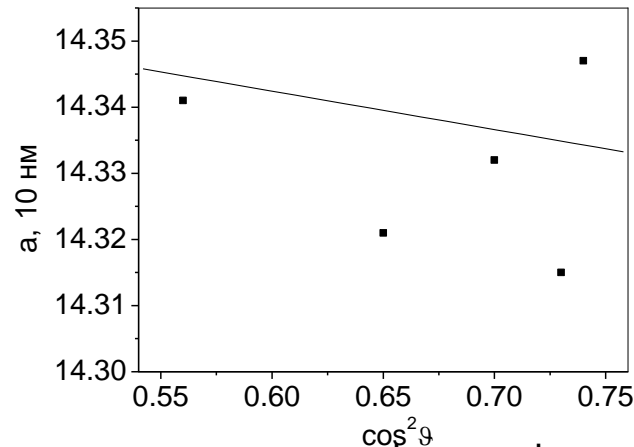
Ділянки рентгенівських дифракційних картин, знятих у $\text{Cu-K}\alpha$ випромінюванні, стрічкового зразка, який було виготовлено при лінійній швидкості обертання кристалізатору $v=10$ м/с (а) та порошкового зразка, який було виготовлено подальшим подрібненням стрічкового зразка (б). Дано індекси найбільш сильних відбиттів квазікристалічної фази, а стрілками відзначені відбиття від W-фази апроксиманту.



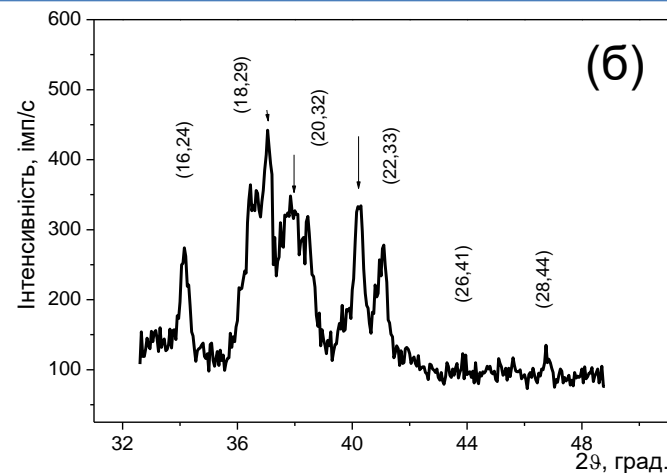
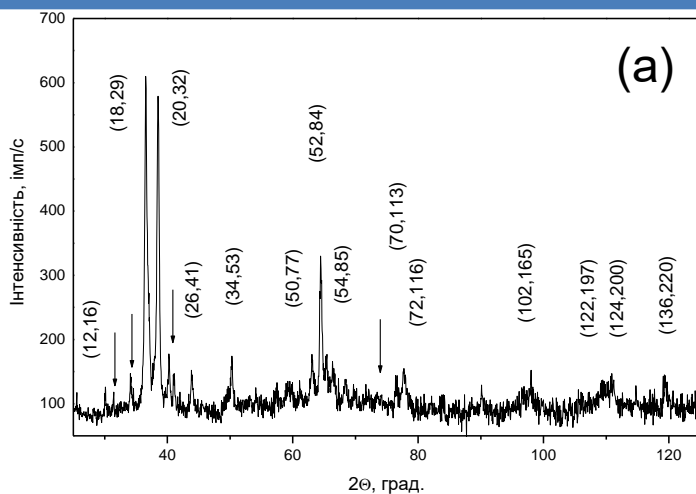
$$a_q = 0,52069 \text{ нм}$$



$$a_w = 1,43773 \text{ нм.}$$

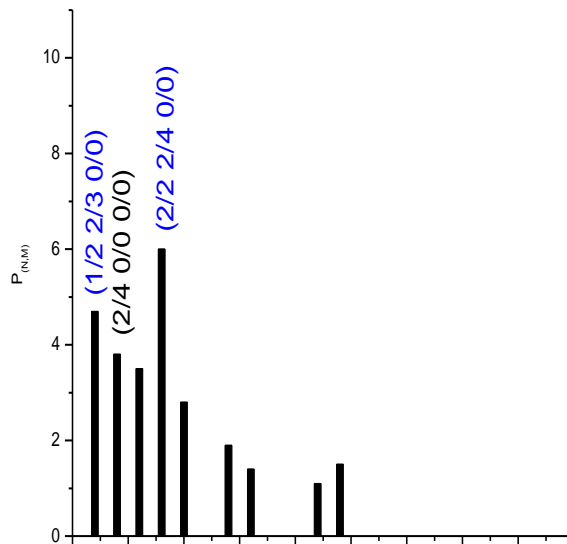
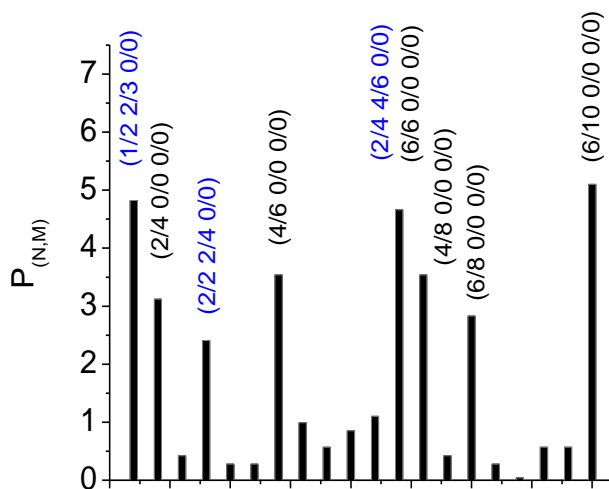
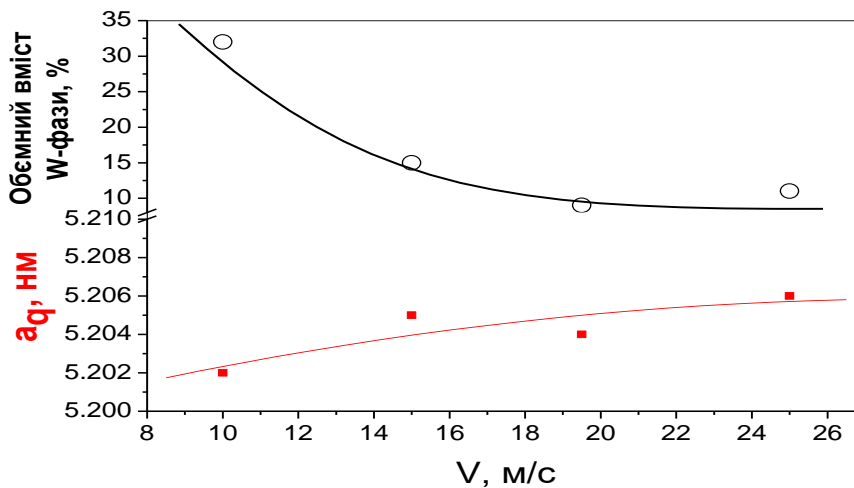


Екстраполяційні графіки для визначення уточненого значення параметра квазікристалічності ікосаедричної фази (a_q) та періоду решітки W -фази (a_w) стрічкового зразка, який було виготовлено при лінійній швидкості обертання кристалізатору $v=10$ м/с

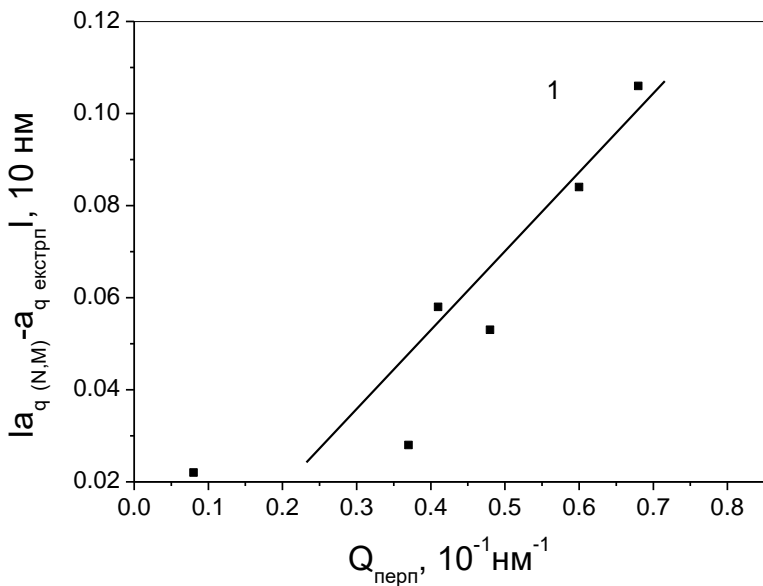
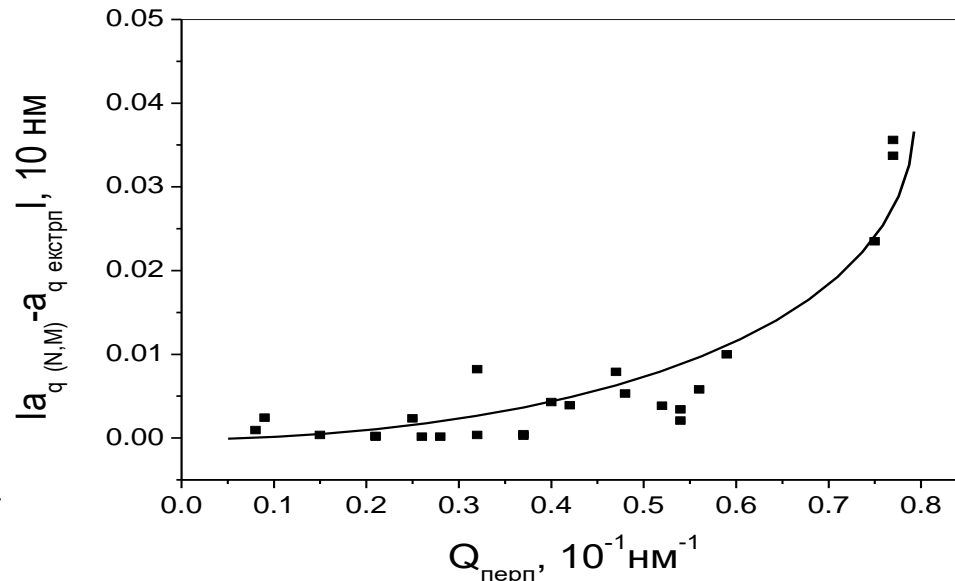
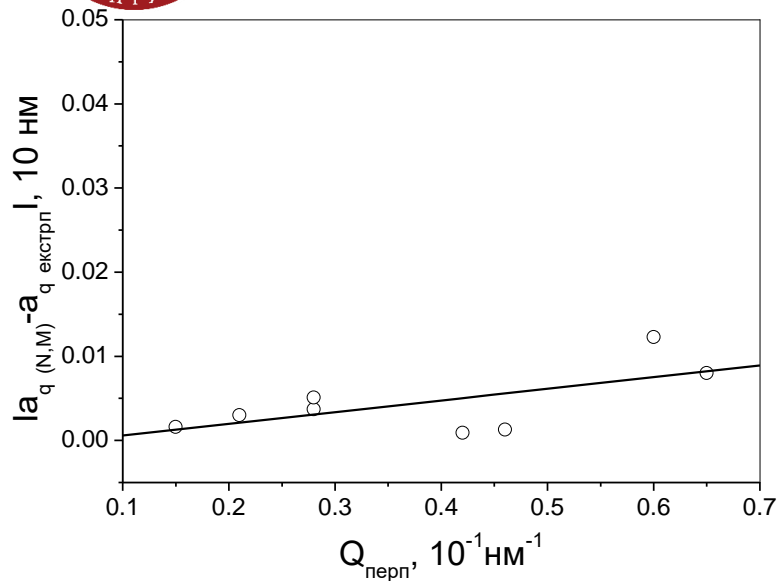


Ділянки рентгенівських дифракційних картин, знятих у $\text{Cu-K}\alpha$ випромінюванні, стрічкового зразка, який було виготовлено при лінійній швидкості обертання кристалізатору $v=15$ м/с (а) та порошкового зразка, який було виготовлено подальшим подрібненням стрічкового зразка (б). Дано індекси найбільш сильних відбиттів квазікристалічної фази, а стрілками відзначені відбиття від W -фази апроксиманту.

Зміна вмісту кристалічної W – фази (кристалу-апроксиманта) та параметру квазікристалічності в залежності від лінійної швидкості поверхні гартового барабана.



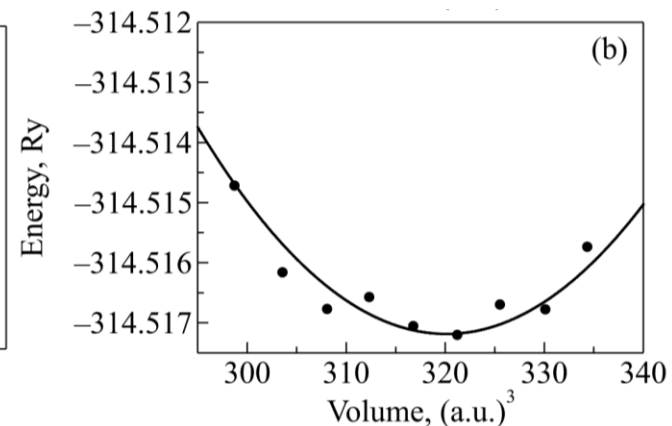
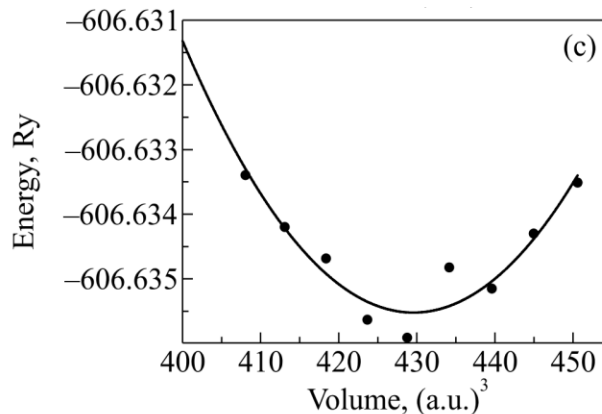
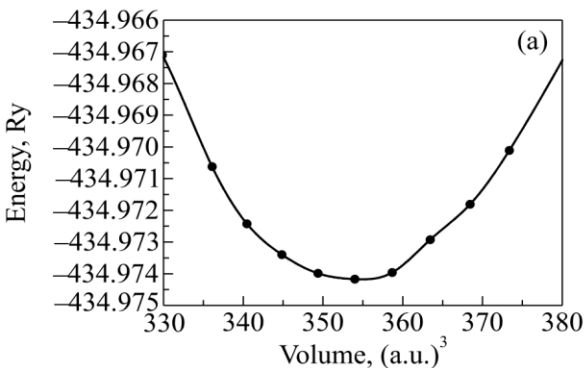
Діаграми розподілу полюсної густини для відбиттів зразка який було виготовлено при лінійній швидкості обертання кристалізатору $v=19.5$ м/с (а) з'йомка з вільної сторони; (б) з'йомка зі сторони, яка контактувала з поверхнею гартового барабана.



Залежність величини $\Delta a_q(N,M)$ від значення модуля дифракційного вектора в перпендикулярному просторі Q_{\perp} побудована для:

- стрічкового зразка;
- для порошкового зразка, отриманого при неінтенсивному подрібненні;
- порошкового зразка отриманого при "інтенсивному" подрібненні

Залежності енергії (Ry) від об'єму((a.u.)³) а) LiZnAs; б) LiZnP; в) LiZnSb

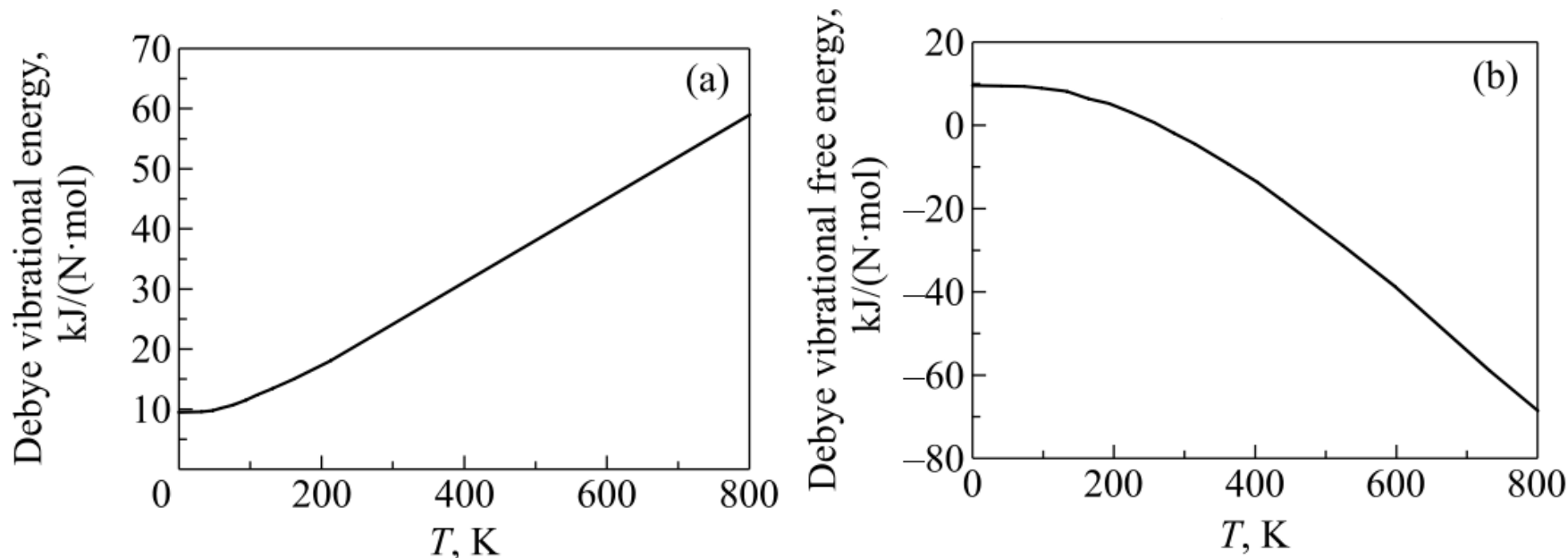


Обчислена постійна ґратки (a_0), модуль всебічного стиску (B) і похідна модуля всебічного стиску (B') напівґейслерівського сплаву LiZn(X=As, P і Sb).

Сполука	$a_0(\text{Å})$	$B(\text{ГПа})$	$B'(\text{ГПа})$	$E_g(\text{eV})$
LiZnAs	5.940	54.786	1.45	0.625
LiZnP	5.727	52.895	7.11	0.937
LiZnSb	6.335	40.383	3.41	0.313



Залежність вібраційної енергії Дебая від температури а) LiZnAs; б) LiZnP



Обчислена питома теплоємність (C_v), температура Дебая (K), швидкості Дебая (м/с) та енергія нульових точок (eВ/комірка) напівгейслеровського сплаву LiZn(X=As, P і Sb)

Сполуки	Питома теплоємність (C_v)	Температура Дайба (K)	Швидкості Дебая (м/с)	Енергія нульових точок (eВ/комірка)
LiZnAs	70.5512	333.624	2905.687	0.097
LiZnP	68.436	409.983	3446.908	0.119
LiZnSb	71.378	299.807	2986.070	0.087



ВИСНОВКИ

1. Досліджено особливості початкових стадій формування квазікристалічної фази в тонких плівках Ti-Zr-Ni, отриманих методом магнетронного розпилення мішені складу $Ti_{41}Zr_{38,3}Ni_{20,7}$ з осадженням на підкладки при $T = 300$ K і подальшому вакуумному відпалі. Встановлено, що безпосередньо після нанесення плівки є наноструктурованими з переважаним в ближньому атомному оточенні топологічно невпорядкованого станом близьким до ікосаедричного. Термічний відпал при 300 C сприяє посиленню ікосаедричного порядку. Сукупність розглянутих особливостей дифракційної картини дозволяє стверджувати, що вже в вихідному стані в плівках TiZrNi, отриманих методом магнетронного розпилення, атоми розташовані не хаотично, а утворюють «перехідну» структуру з недосконалим топологічним порядком. Така структура є «підготовленим» зародком для подальшого утворення ікосаедричної фази при нагріванні до відносно невисоких температур.
2. За допомогою рентгенівської дифрактометрії, скануючої мікроскопії та вимірювання мікротвердості встановлено нерівномірність зеренної структури, структурного стану, субструктури, фазового складу та залишкових напружень у стрічкових зразках $Ti_{41,5}Zr_{41,5}Ni_{17}$, отриманих шляхом затвердіння з розплаву.



3. Показано, що основними фазами у стрічкових та порошкових зразках є квазікристалічна $Ti_{41,5}Zr_{41,5}Ni_{17}$ та фаза кристалічного 1/1 апроксиманта (фаза W), а їх об'ємний вміст залежить від швидкості обертання закалювального барабана та інтенсивності подрібнення.
4. Встановлено, що у стрічкових зразках накопичуються специфічні дефекти квазікристалічної структури, так звані, фазонні дефекти. Вони мають гартівну природу. У кінцевому підсумку їх виявлено більше зі сторони вільної поверхні, ніж зі сторони контактованої поверхні. Це пов'язано з тим, що вони витрачаються на утворення фази апроксиманта. Деформація стрічок призводить до значного збільшення кількості фазонних дефектів.
5. Експериментально встановлено, що квазікристалічна фаза, а також споріднені з нею кристалічні фази (фаза Лавеса, α -твердий розчин і фаза 2/1 кристала-апроксиманта) Ti-Zr-Ni системи виявилися стійкими в умовах радіаційно-термічного впливу водневою плазмою з тепловим навантаженням. 2 МДж/м² на квазістаціонарному плазмовому прискорювачі QSPA X-50 (ННЦ ХФТІ).



6. Встановлено, що тонкі плівки Ti-Zr-Ni системи, що містять квазікристалічну ікосаедричну фазу, при радіаційно-термічних навантаженнях у сумі до 20 імпульсів менш схильні до утворення тріщин, ніж покриття з кристалічними фазами тієї ж системи.
7. Згідно з досліджень структурно-фазових перетворень у плівкових покриттях $Ti_{41}Zr_{38,3}Ni_{20,7}$ в залежності від температури та часу відпалу оптимальними умовами формування однофазних покриттів є: для квазікристалічних покриттів – температура відпалу $480^{\circ}C$ та час відпалу не більше 65 годин; для покриття з фази апроксиманта 2/1 – температура відпалу $580^{\circ}C$, а час відпалу 22 години.
8. Методом магнетронного розпилення з подальшим тривалим вакуумним відпалом виготовлені покриття $Ti_{41}Zr_{38,3}Ni_{20,7}$ товщиною від 2,5 до 20 мкм виготовлені зразки, що містять у своєму складі або одну ікосаедричну квазікристалічну фазу, або одну фазу 2/1 апроксиманту.
9. Методом наноіндентування в базовому квазістатичному режимі випробування визначено величину нанотвердості, модуль нормальної пружності Юнга та величини H/E та H_3/E_2 для QC та 2/1AC фаз. За показником міцності $H/E = 0,08 \dots 0,09$ розроблені покриття на сталевих та сапфірових підкладках наближаються до надміцних матеріалів.



10. Поведінка опору тендітному руйнування і опору пластичної деформації при випробуваннях за методикою динамічного наноіндентування показала, що зі збільшенням глибини проникнення індентора виявилась практично однаковою, це обумовлено близькою подібністю структур QC і 2/1AC фаз.
11. З порівняння фізико-механічних властивостей 2/1AC і QC фаз у плівковому стані визначає, що і величина нанотвердості, і величина модуля нормальної пружності для апроксиманта фази вище, ніж для квазікристалу при всіх глибинах випробувань.
12. Дослідження термодинамічних властивостей сплавів $\text{LiZn}(X=\text{As}, \text{P} \text{ і } \text{Sb})$ дозволило отримати важливу інформацію про їхню стійкість, реакцію на зовнішні впливи та можливість застосування в різних умовах, включаючи високі температури та радіаційне випромінювання.
13. Одним із ключових аспектів є вивчення стійкості сплавів $\text{LiZn}(X=\text{As}, \text{P} \text{ і } \text{Sb})$ до радіаційного опромінення та їхніх властивостей у ядерному середовищі. Отримані результати термодинамічних та механічних характеристик сплавів дозволить розробляти більш надійні та стійкі матеріали для конструкцій ядерних реакторів, що відіграє важливу роль у забезпеченні безпеки ядерних установок.