

# V-4Cr-4Ti/Ti 复合材料界面的 辐照损伤特性研究\*

李然然<sup>1)2)</sup> 张一帆<sup>1)</sup> 耿殿程<sup>1)</sup> 张高伟<sup>1)</sup>  
渡边英雄<sup>3)</sup> 韩文妥<sup>1)</sup> 万发荣<sup>1)†</sup>

1) (北京科技大学材料科学与工程学院, 北京 100084)

2) (九州大学高端能源科学与工程, 福岡 8168580)

3) (九州大学应用力学研究所, 福岡 8168580)

(2019年8月6日收到; 2019年8月28日收到修改稿)

采用透射电子显微镜和纳米压痕技术研究了高能  $\text{Fe}^{10+}$  离子注入后 V-4Cr-4Ti/Ti 复合材料界面辐照硬化、辐照缺陷以及微观结构的变化. 根据样品成分和微观结构的特征, 将该复合材料分成 V-4Cr-4Ti 基体、界面 I、界面 II 和 Ti 基体四个区域. 纳米压痕结果表明, 辐照后样品均发生了辐照硬化, 但界面处的辐照硬化远低于两基体, 说明异质材料界面表现出了良好的抗辐照硬化能力. 透射电子显微镜结果表明, 辐照后界面处的辐照缺陷密度较小、尺寸较大、分布较均匀; 而在两基体中辐照缺陷密度大、尺寸小且大量缠结. 辐照后 V-4Cr-4Ti 基体、界面 I 区和界面 II 区均有一些富 Ti 析出物, 但界面 I 的析出物数量和尺寸均高于界面 II 和 V-4Cr-4Ti 基体. 由于 Ti 的析出改变了样品中局部的 V/Ti 比, 导致界面 I 部分区域由  $\beta$ -Ti 转变为  $\alpha$ -Ti, 形成  $\alpha + \beta$  Ti 共存区.

**关键词:** V-4Cr-4Ti/Ti, 异质材料界面, 析出物, 辐照缺陷

**PACS:** 61.80.Jh, 61.80.-x, 61.82.-d, 68.37.Lp

**DOI:** 10.7498/aps.68.20191204

## 1 引言

包层系统是核聚变反应堆的关键组成部分. 以锂为氘增殖剂、钒基合金为结构材料的 Li/V 包层因具有氘增殖比高、抗辐照肿胀性能好、服役温度高、中子辐照活化性低、能量转换效率高和结构简单(氘的提取可设置在堆外)等突出优点, 被认为是一种非常先进的包层类型, 具有很大的吸引力<sup>[1-7]</sup>. 然而, Li/V 包层材料存在磁流体动力学压降、氘的渗透和材料的腐蚀等问题. 因此寻找合适的绝缘、阻氘和抗腐蚀涂层至关重要<sup>[8-10]</sup>.

AlN 因具有合适的电阻率和良好的阻氘性能而成为很有潜力的候选涂层材料<sup>[10-13]</sup>. 但单层的 AlN 在高温区间 (400—600 °C) 难以满足涂层阻氘系数大于 100 这一要求<sup>[14,15]</sup>; 并且单层 AlN 在制备和使用过程中易产生孔洞和裂纹等缺陷, 从而导致钒基合金与 AlN 直接接触, 进而吸收  $\text{N}^{3+}$ , 降低其浓度, 破坏 AlN 的电离平衡, 造成 AlN 涂层的分解, 且温度越高影响越明显, 从而形成恶性循环<sup>[16]</sup>. 因此, 开发新型复合绝缘涂层是十分必要的<sup>[17,18]</sup>. 张高伟等<sup>[1]</sup> 针对此问题, 采用固态扩散法制备钛包钒复合材料, 并进行了初步研究, 并在此基础上提出了“V-alloy/Ti/AlN”结构的复合绝缘涂层, 即在

\* 国家自然科学基金 (批准号: 51071021, 51471026) 和国家磁约束核聚变发展专项 (批准号: 2014GB120000) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: wanfr@mater.ustb.edu.cn

钒合金 (V-4 wt% Cr-4 wt% Ti, V-4Cr-4Ti) 表层制备“Ti + AlN”复合绝缘涂层, 其中表层的 AlN 层起绝缘作用, 而中间的 Ti 金属层则将钒合金和 AlN 层隔离开. 另一方面, 由于材料的界面可以作为缺陷阱吸收缺陷 (如空位、间隙原子), 因而在辐照过程中界面材料具备良好的自愈合抗辐照能力, 这也是近年来的研究热点之一 [19,20].

钛金属层与钒合金基体除了需要满足一定的连接强度外, 还要在辐照过程中具有一定的自愈合抗辐照能力, 而相关研究目前未见报道. 本文在前期工作 [4] 的基础上使用 JSM-6510 型扫描电子显微镜 (scanning electron microscope, SEM)、Elionix ENT-1100s 型纳米压痕 (载荷设定为 1 gf) 和 FEI Tecnai G2 F20 型透射电子显微镜 (transmission electron microscope, TEM) 对“V-alloy/Ti/AlN”复合绝缘涂层中的 V-alloy/Ti 界面材料辐照前后的微观结构与抗辐射损伤性能进行了初步探索, 以期 Li/V 包层材料的发展提供一定的实验支撑.

## 2 实验

本文所用材料为 V-4Cr-4Ti/Ti 复合界面材料, 其制备过程为: 将表面光洁的钒合金棒材放到内径比钒合金棒材外径稍大的钛包套中, 将二者组装, 并对钛包套的两端用钛板进行真空密封焊接, 然后在保温炉 (炉温保持为 1150 °C) 中保温 2 h, 最后使用不同内径的模具在高温 (1150—950 °C) 条件下经多次锻造加工而成. 具体制备参数与实验细节请详见前期工作 [4]. 制备好的 V-4Cr-4Ti/Ti 复合材料经过线切割、打磨、抛光等工序后, 制备成微观表征及辐照实验用样品, 尺寸为 10 mm × 2 mm × 1 mm; 然后对样品进行 3 MeV 的高能 Fe<sup>10+</sup> 辐照, 最后在辐照后样品的不同位置 (钒合金基体、两界面位置和钛基体) 利用聚焦离子束 (focused ion beam, FIB) 法制备成厚度为 100 nm 左右的 TEM 用薄膜样品.

高能 Fe<sup>10+</sup> 辐照实验采用中国科学院近代物理研究所的高能离子加速器, 对样品进行 3 MeV 的高能 Fe<sup>10+</sup> 辐照. 辐照实验的束流强度为 1.7 μA; 温度为 450 °C; 辐照时间为 13 h; 注入剂量为 6 × 10<sup>15</sup> ions/cm<sup>2</sup>. 辐照损伤量 (displacements per atom, dpa) 由 SRIM 软件 (Quick Kinchin, Pease

模式) [21,22] 计算得到, 结果如图 1 所示. 可以看出 V-4Cr-4Ti 和 Ti 的辐照损伤量差别不大, V-4Cr-4Ti 在样品深度约 1.1 μm 时达到峰值 (约 4.9 dpa), Ti 在样品深度约 1.3 μm 时达到峰值 (约 5.1 dpa).

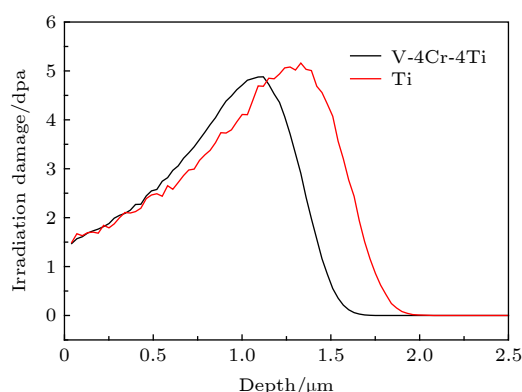


图 1 由 SRIM 软件计算得到的 V-4Cr-4Ti 和 Ti 的辐照损伤随样品深度的变化

Fig. 1. Irradiation damage (dpa) in V-4Cr-4Ti/Ti samples calculated by SRIM2008 software.

## 3 结果与讨论

### 3.1 辐照前后 V-4Cr-4Ti/Ti 界面的硬度变化

辐照前后 V-4Cr-4Ti/Ti 界面及两侧基体的 SEM 形貌和成分分析如图 2 所示, 离子辐照方向为垂直于照片. 从图 2 可以看出辐照前样品在界面处具有明显的过渡区. 能谱仪 (energy dispersive spectrometer, EDS) 的结果表明界面处元素分布有明显的扩散过渡区, 但辐照前后元素分布无明显变化, 即辐照过程对界面的元素的宏观分布无明显影响. 通过课题组前期工作发现, 扩散界面通过微观结构和成分的不同可以分为明显的左右两部分: 界面 I 和界面 II. 界面 I (靠近 V-4Cr-4Ti 基体一侧的界面) 呈宽度均匀的浅色带状区域; 界面 II (靠近钛基体一侧的界面) 由细长而密集的针状组织组成 [4]. 因此, 本文采取相同的分区方法, 将整个样品划分成 V-4Cr-4Ti 基体 (以下简称钒基体)、界面 I、界面 II 和钛基体 [4], 如图 2(a) 所示. 图 2(b) 中白色长方形区域为采用 FIB 法制备 TEM 样品的取样位置, 1#为文中钒基体取样位置; 2#为界面取样位置, 其中 2#左侧区域对应文中界面 I 取样位置, 2#右侧区域对应文中界面 II 取样位置; 3#为文中钛基体取样位置.

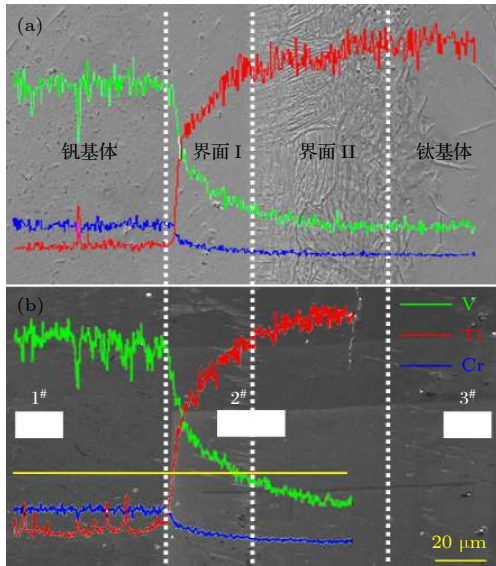


图 2 V-4Cr-4Ti/Ti 界面区域及两侧基体在 (a) 辐照前和 (b) 辐照后的 SEM 形貌图及对应的 EDS 元素线扫描分析结果; 图中的白色长方形区域为 FIB 的取样位置  
 Fig. 2. The SEM morphology and EDS line analysis of V-4Cr-4Ti/Ti samples: (a) Before and (b) after irradiation; the positions of FIB samples are marked with white rectangles.

由于在辐照过程中, 材料中会引入大量的缺陷和尺寸很小的缺陷团, 阻碍了位错的运动, 从而引起辐照硬化 [23]. 为了对比辐照前后界面及两侧基体硬度变化, 采用纳米压痕技术进行了硬度测试, 结果如图 3 所示, 其中  $\Delta HV$  为辐照前后硬度差值. 从图 3 可以看出在辐照前界面 II 具有最高的硬度 (547 HV), 界面 I 和钒基体则硬度相对较低 (389 HV 和 336 HV), 钛基体区域硬度最低 (276 HV). 辐照后钒基体和钛基体硬化明显, 界面 I 和 II 处的硬化程度较低. 界面 I 硬度增加了 136 HV, 辐照硬化率为 35%; 界面 II 硬度增加了 55 HV, 辐照硬化率为 10%; 钒基体硬度增加了 208 HV, 辐照硬化率为 62%; 钛基体硬度增加了 247 HV, 辐照硬化率为 90%. 从辐照硬化的角度来考虑, 辐照过程中产生的缺陷和析出相是引起材料硬化的重要因

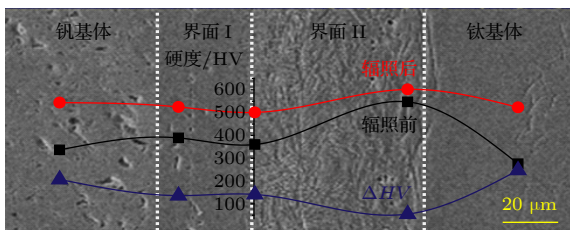


图 3 V-4Cr-4Ti/Ti 界面及两侧基体区域的硬度分布  
 Fig. 3. Vickers hardness distribution across the interface of the V-4Cr-4Ti/Ti.

素 [23-26], 因此接下来将对辐照缺陷和析出物分别进行讨论.

### 3.2 V-4Cr-4Ti/Ti 界面的辐照缺陷

图 4 所示为辐照后样品各区域在近似双束条件下辐照损伤最大位置附近的 TEM 形貌图, 由于 TEM 样品厚度均为 100 nm 左右, 因此可以直接以缺陷的表观面密度来反映缺陷密度. 从图 4 可以看出辐照之后钒基体和钛基体的缺陷密度要远高于界面区域, 且位错相互缠结严重, 形成了大范围的位错聚集, 而在界面处位错的密度较低而且分布较为均匀, 但位错尺寸较大.

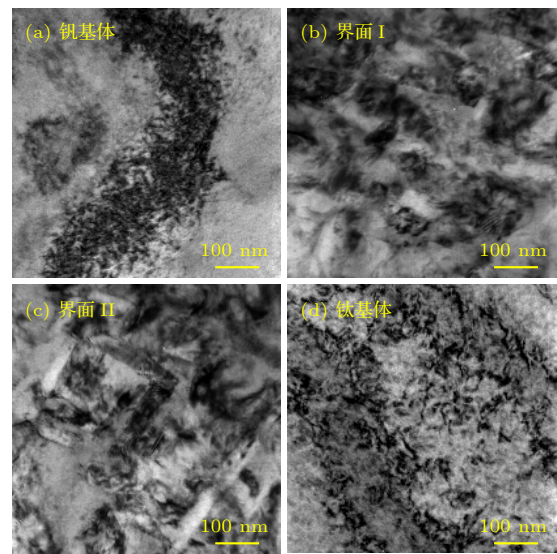


图 4 V-4Cr-4Ti/Ti 界面区域及两侧基体辐照后的 TEM 形貌图 (a) 钒基体; (b) 界面 I; (c) 界面 II; (d) 钛基体  
 Fig. 4. The TEM images of V-4Cr-4Ti/Ti after irradiation: (a) V-4Cr-4Ti; (b) interface I; (c) interface II; (d) Ti.

采用统计学方法对图 4 中位错密度和尺寸进行统计结果, 如图 5 所示. 从图 5 可以看出钒基体和钛基体的位错密度相对较高 (约  $1.46 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$  和  $1.33 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ ), 位错尺寸相对较小 ( $7.3 \text{ nm} \pm 1.5 \text{ nm}$  和  $11.2 \text{ nm} \pm 2.0 \text{ nm}$ ). 在界面处位错密度相对较低, 界面 I 和界面 II 分别为  $0.80 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$  和  $0.84 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , 位错尺寸相对较大, 分别为  $19.9 \text{ nm} \pm 5.0 \text{ nm}$  和  $20.3 \text{ nm} \pm 4.8 \text{ nm}$ . 界面处位错密度降低且尺寸变大, 归因于复合材料界面在辐照过程中可以作为缺陷阱吸收缺陷 (如空位和间隙原子), 即钛金属层与钒合金的界面过渡区在辐照过程中具有一定的自愈合抗辐照能力 [19,20]. 缺陷阱对辐照缺陷的影响因素主要有缺陷阱的数量 (或密度) 和缺陷阱的偏压两个方面. 一般来说缺陷阱

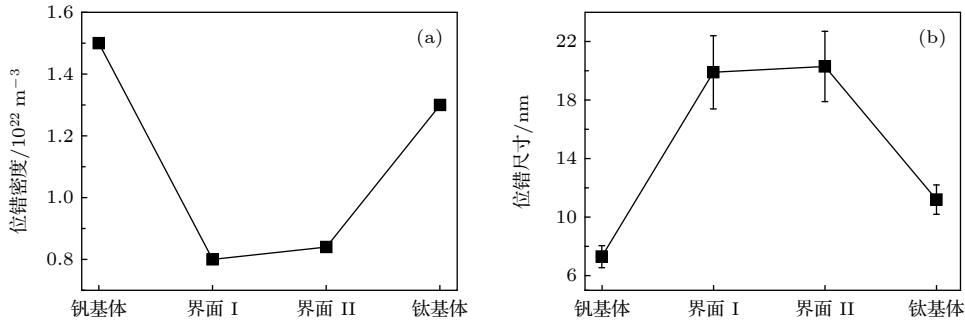


图 5 辐照后 V-4Cr-4Ti/Ti 界面及两侧基体的位错密度 (a) 和尺寸 (b)

Fig. 5. Dislocation density (a) and diameter (b) distribution across the interface.

的数量越多、强度越大、偏压越低越能抑制辐照缺陷的产生. 已有的研究表明规整的共格孪晶界对抑制辐照缺陷的作用较小, 而非共格孪晶界以及大角度晶界对抑制辐照缺陷的作用较大 [27]. V-4Cr-4Ti/Ti 界面属于异质金属界面, 应当与非共格界面的作用相似, 即 V-4Cr-4Ti/Ti 界面对辐照缺陷有较强的抑制作用.

辐照位错导致的硬化可以使用 DBH (dispersed barrier hardening) 模型来进行近似计算. 在 DBH 模型中辐照硬化通过位错滑移所需要的切应力来描述 [28,29]:

$$\Delta\sigma = M\alpha'\mu b\sqrt{Nd}, \quad (1)$$

$$3 \cdot \Delta HV \text{ (kg/mm}^2\text{)} = \Delta\sigma \text{ (MPa)}, \quad (2)$$

其中  $\Delta\sigma$  代表切应力;  $M = 3.06$  是泰勒因子;  $\mu$  是基体的剪切模量 ( $\mu_V = 47 \text{ GPa}$ ,  $\mu_{Ti} = 41 \text{ GPa}$ );  $b$ ,  $N$  和  $d$  分别是位错的伯氏矢量、密度和平均直径. 对于位错导致的硬化而言,  $\alpha'$  通常取 0.3 [29], 而在钒和  $\beta$ -Ti 中,  $b = a\langle 111 \rangle / 2$ ; 在  $\alpha$ -Ti 中,  $b$  的

大小和  $c/a$  相关. 通过前期工作 [1], 发现所用样品辐照前钒基体为体心立方结构 (bcc), 界面 I 区域为 bcc 结构的钛 ( $\beta$ -Ti), 界面 II 区域为 bcc 结构和密排六方结构 (hcp) 共存的钛 ( $\alpha + \beta$  Ti), 钛基体则是单一的 hcp 结构 ( $\alpha$ -Ti) [30]. 本文中取  $b = a\langle 110 \rangle / 2$  进行近似计算, 在界面 II ( $\alpha + \beta$  Ti) 区域则以  $\alpha$ -Ti 和  $\beta$ -Ti 各占 50% 进行估算. 计算结果如表 1 所列, 可以看出界面处的辐照硬化要比钒基体和钛基体小, 与图 3 实验结果相符. 同时也注意到实验结果远高于基于 DBH 模型计算的硬化值. 造成理论值与实验值偏差的原因之一是 DBH 模型基于材料中位错分布均匀, 但从图 4 可以看出在钒基体和钛基体中出现了大量的位错聚集, 位错彼此缠结导致大量割阶的产生, 增加了位错滑移的阻力, 因而实际硬度会高于 DBH 模型的计算结果. 此外, 除辐照缺陷外, 还可能存在其他很多影响硬度的因素, 例如辐照过程中析出物的产生和辐照过程中表面形貌的变化等 [25,26], 接下来则主要讨论辐照过程中不同区域析出物的产生.

表 1 通过纳米压痕所得硬化实验值与采用 DBH 模型对辐照硬化进行的估算值

Table 1. Experimental hardness values by nanoindentation and the estimated hardness values calculated by the DBH model.

	钒基体	界面I	界面II	钛基体
$\Delta HV_{\text{实验值}}$	207	136	55	247
$N/m^{-3}$	$1.5 \times 10^{22}$	$8.0 \times 10^{21}$	$8.4 \times 10^{21}$	$1.3 \times 10^{22}$
$d/nm$	$7.3 \pm 1.5$	$19.9 \pm 5.0$	$20.3 \pm 4.8$	$11.2 \pm 2.0$
$N \cdot d$	$1.09 \times 10^{14}$	$1.59 \times 10^{14}$	$1.70 \times 10^{14}$	$1.46 \times 10^{14}$
$\sqrt{N \cdot d}$	$1.05 \times 10^7$	$1.26 \times 10^7$	$1.31 \times 10^7$	$1.21 \times 10^7$
$\Delta HV_{\text{计算值}}$	39.5	27.7	38.6*	44.8

注: \*表示界面II处  $\alpha + \beta$  Ti 区的硬化按  $\alpha$ -Ti 和  $\beta$ -Ti 各占 50% 进行计算.

### 3.3 V-4Cr-4Ti/Ti 界面的辐照诱导析出物

图 6 所示为辐照后钒基体和界面区域的扫描透射电子显微镜 (scanning transmission electron

microscope, STEM) 形貌图. 从图 6 可以看出在钒基体和界面区域都有析出物产生, 但钒基体只有很少的针状析出物产生, 而界面区域有密集棒状析

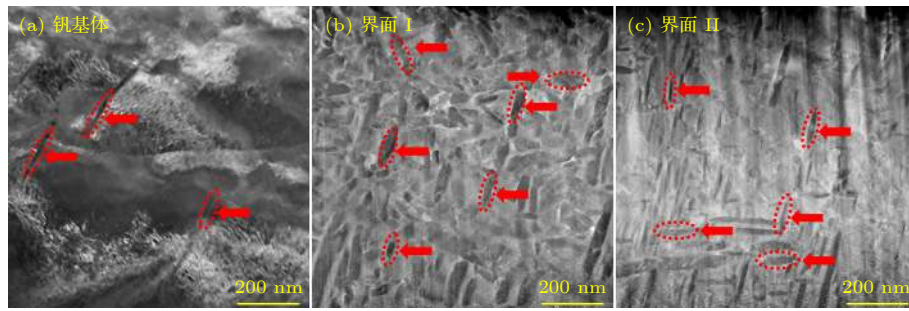


图 6 辐照后界面处的 STEM 形貌图 (a) 钒基体; (b) 界面 I; (c) 界面 II

Fig. 6. STEM images of V-4Cr-4Ti/Ti interface after irradiation: (a) V-4Cr-4Ti; (b) interface I; (c) interface II.

出物, 并且界面 I 区的析出物要比界面 II 区的粗大. 界面 I 区析出物平均直径约 100 nm, 长度在几十到几百纳米不等; 界面 II 区析出物平均直径约 50 nm, 长度同样在几十到几百纳米不等. 这些析出物与其基体间存在大量的纳米尺度界面, 高密度的纳米尺度界面可作为缺陷阱吸收辐照缺陷, 这可能是界面处位错密度比两侧基体更低的另一个原因; 同时界面处的大量析出物对辐照硬化势必产生影响, 从而导致辐照硬化实验值和 DBH 模拟计算值的差别.

为确定辐照前后析出物的成分, 对析出物进行 EDS 成分分析, 结果如图 7 和图 8 所示. 可以看出辐照前样品只有很少的点状富钛析出物 (如图 7 所示); 而辐照后钒基体中包含一些点状析出物组成的细长的针状富钛析出物 (如图 8 所示); 界面 I 出现了一些棒状的 Ti 析出物和富 V 析出物 (如图 7 和图 8 所示); 而界面 II 则主要为 Ti 的析出物 (如图 7 所示). 界面 I 富 V 析出物的出现可能由于界面 I 靠近钒基体一侧, 钒含量较高, 导致

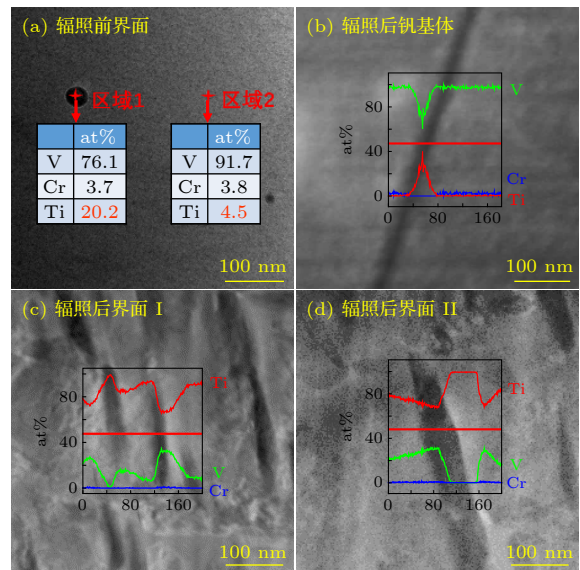


图 7 辐照前后析出物 EDS 分析结果 (a) 辐照前界面; (b) 辐照后钒基体; (c) 辐照后界面 I; (d) 辐照后界面 II

Fig. 7. EDS analysis of the V-4Cr-4Ti/Ti: (a) Interface before irradiation; (b) V-4Cr-4Ti after irradiation; (c) interface I after irradiation; (d) interface II after irradiation.

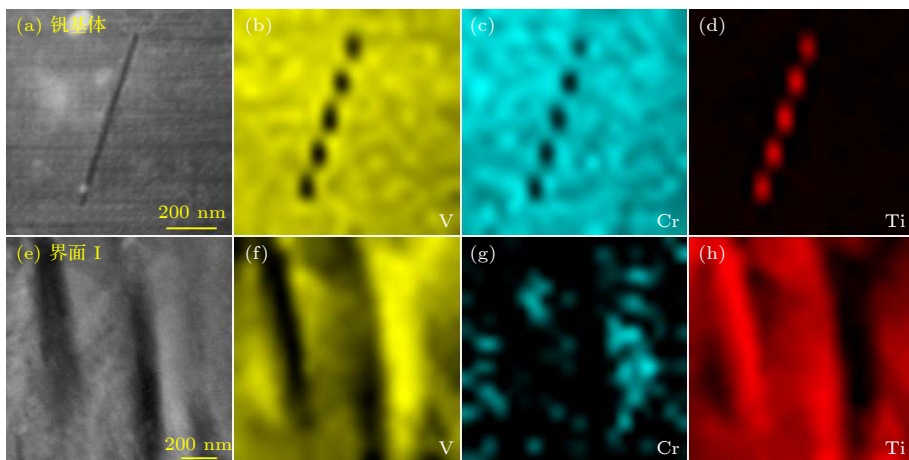


图 8 辐照后钒基体和界面 I 处析出物 EDS 面扫描分析结果 (a)—(d) 钒基体; (e)—(h) 界面 I

Fig. 8. EDS-mapping analysis of the V-4Cr-4Ti and interface I after irradiation: (a)—(d) V-4Cr-4Ti; (e)—(h) interface I.

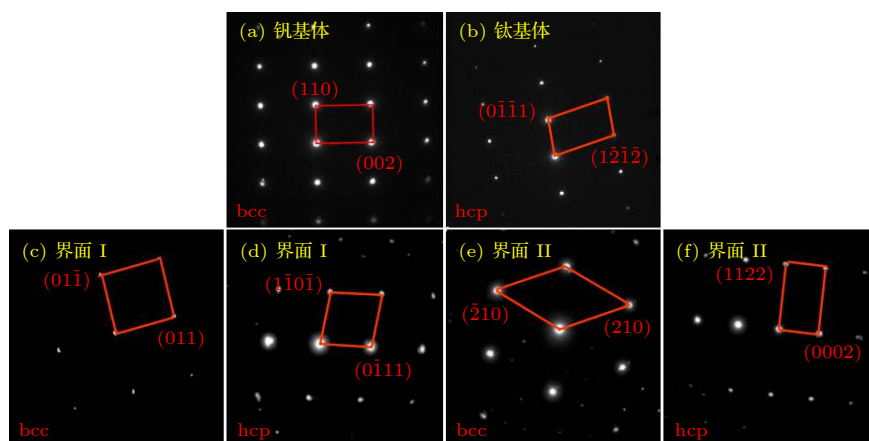


图9 辐照后样品不同区域的选区电子衍射分析结果 (a) 钒基体; (b) 钛基体; (c), (d) 界面 I; (e), (f) 界面 II

Fig. 9. Diffraction analysis of irradiated samples: (a) V-4Cr-4Ti; (b) Ti; (c), (d) interface I; (e) (f) interface II.

了钒、钛在辐照过程中同时析出. 而两界面位置析出物的生成意味着在辐照过程中在界面 I 区和 II 区均发生了 Ti 的脱溶, 形成了 Ti 的相对富集.

图 9 为辐照后界面及两侧基体选区电子衍射分析结果. 从图 9 可以看出, 辐照后钒基体和钛基体仍然分别维持辐照前的体心立方结构 (bcc) 和密排六方结构 (hcp); 界面 II 依然为  $\alpha + \beta$  Ti 区; 而界面 I 区在原来的单一的 bcc 结构中出现了 hcp 结构<sup>[30]</sup>. 这说明辐照过程中 Ti 的富集析出导致部分  $\beta$ -Ti 区转变为  $\alpha + \beta$  Ti 区. 由于 V-4Cr-4Ti 合金中的 V, Cr 均是 Ti 合金中典型的  $\beta$  相稳定元素, 在辐照前, 界面 I 区  $\beta$  相稳定元素含量较高并且分布均匀, 故而可以显著降低 Ti 合金的相变温度, 使  $\beta$  相区冷却至室温的过程中不会发生  $\beta$  相到  $\alpha$  相的相变; 而在辐照过程中, 伴随着辐照促进扩散和辐照诱发析出, 导致该区域钛含量偏高,  $\beta$  相稳定元素含量减小, 从而导致该区域由 bcc 结构转变成 hcp 结构, 即发生了  $\beta$  相到  $\alpha$  相的相变<sup>[30]</sup>.

## 4 结 论

采用透射电子显微镜和纳米压痕研究了高能  $\text{Fe}^{10+}$  离子注入后 V-4Cr-4Ti/Ti 复合材料的辐照损伤行为, 发现所有区域均出现不同程度的辐照硬化, 但界面处的辐照硬化要远低于两侧基体. 说明 V-4Cr-4Ti/Ti 中的异质材料界面具有良好的抗辐照硬化作用.

在辐照缺陷方面, 辐照后 V-4Cr-4Ti/Ti 复合界面处位错密度远低于两侧基体, 其中界面 I 区的

位错密度为  $0.80 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , 界面 II 区为  $0.84 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ , 低于钒基体 ( $1.46 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ ) 和钛基体 ( $1.33 \times 10^{22} \text{ m}^{-3}$ ). 相对于两侧基体区域位错的大量缠结, 界面处位错分布均匀且尺寸更大, 界面 I 区的位错平均尺寸为  $19.9 \text{ nm} \pm 5.0 \text{ nm}$ , 界面 II 区为  $20.3 \pm 4.8 \text{ nm}$ , 均远高于钒基体 ( $7.3 \text{ nm} \pm 1.5 \text{ nm}$ ) 和钛基体 ( $11.2 \text{ nm} \pm 2.0 \text{ nm}$ ). 说明 V-4Cr-4Ti/Ti 界面对辐照缺陷的产生和增值有明显的抑制作用.

而在析出物方面, 辐照前样品只有很少的点状富钛析出物, 辐照后钒基体有一些点状析出物组成的细长的针状富钛析出物, 辐照后界面 I 出现了大量棒状的 Ti 的析出物和富 V 析出物, 而界面 II 则主要为 Ti 的析出物. 且界面 I 区的析出物数量和尺寸均高于界面 II 区. Ti 的析出改变了界面中局部的 V/Ti 比, 导致在部分  $\beta$ -Ti 区产生了  $\alpha$ -Ti, 即部分  $\beta$ -Ti 区转变为  $\alpha + \beta$  Ti 共存区.

本文对于辐照前后 V-4Cr-4Ti/Ti 复合界面辐照缺陷和辐照硬化的研究只是其中一小部分, 后续依然有大量的研究工作, 例如辐照硬化的影响因素、辐照条件对辐照结果的影响等有待完成.

## 参考文献

- [1] Zhang G W, Han W T, Cui L J, Wan F R 2018 *Rare Metal Mat. Eng.* **5** 1537 (in Chinese) [张高伟, 韩文妥, 崔丽娟, 万发荣 2018 *稀有金属材料与工程* **5** 1537]
- [2] Zhang G W, Han W T, Yi X O, Wan F R 2018 *Appl. Sci.* **8** 577
- [3] Gohar Y, Majumdar S, Smith D L 2000 *Fusion Eng. Des.* **49** 551
- [4] Smith D L, Billone M C, Natesan K 2000 *Int. J. Refract. Met. H* **18** 213

- [5] Jones R H, Heinisch H L, McCarthy K A 1999 *J. Nucl. Mater.* **271** 518
- [6] Kirillov I R, Danilov I V, Sidorenkov S I, Strebkov Y S, Mattas R F, Gohar Y, Hua T Q, Smith D L 1998 *Fusion Eng. Des.* **39** 669
- [7] Mattas R F, Smith D L, Reed C D, Parka J H, Kirillov I R, Strebkov Y S, Rusanov A E, Votinov S N 1998 *Fusion Eng. Des.* **39** 659
- [8] Muroga T 2005 *Mater. Trans.* **46** 405
- [9] Malang S, Bühler L 1994 *MHD Pressure Drop in Ducts with Imperfectly Insulating Coatings* (Chicago: Argonne National Laboratory Report) Report No. ANL/FPP/TM-269
- [10] Vertkov A V, Evtikhin V A, Lyublinski I E 2001 *Fusion Eng. Des.* **58** 731
- [11] Smith D L, Konys J, Muroga T, Evtikhin V 2002 *J. Nucl. Mater.* **307** 1314
- [12] Muroga T, Pint B A 2010 *Fusion Eng. Des.* **85** 1301
- [13] Wang J, Li Q, Xiang Q Y, Cao J L 2016 *Fusion Eng. Des.* **102** 94
- [14] Suzuki A, Muroga T, Pint B A, Yoneoka T, Tanaka S 2003 *Fusion Eng. Des.* **69** 397
- [15] Pint B A, DeVan J H, DiStefano J R 2002 *J. Nucl. Mater.* **307** 1344
- [16] Pint B A, Tortorelli P F, Jankowski A, Hayes J, Muroga T, Suzuki A, Yeliseyeva O I, Chernov V M 2004 *J. Nucl. Mater.* **329** 119
- [17] Jiří M, Pavel C 2010 *Adv. Sci. Technol.* **66** 19
- [18] Vitkovsky I V, Gorunov A V, Kirillov I R, Khoroshikh V M, Kraev V D, Ogorodnikov A P, Petrovsky V Y, Rusanov A E 2002 *Fusion Eng. Des.* **61** 739
- [19] Demkowicz M J, Hoagland R G, Hirth J P 2008 *Phys. Rev. Lett.* **100** 136102
- [20] Kolluri K, Demkowicz M J 2012 *Phys. Rev. B* **85** 205416
- [21] Stoller R E, Toloczko M B, Was G S, Certain A G, Dwaraknath S, Garner F A 2013 *Nucl. Instrum. Meth. B* **310** 75
- [22] ASTM Committee E521–96 2003 *Standard Practice for Neutron Radiation Damage Simulation by Charged-Particle Irradiation* (vol.12.02) (West Conshohocken: Copyright © ASTM International) p8
- [23] Wan F R 1993 *Irradiation Damage of Metal Materials* (Vol. 1) (Beijing: Science Press) p143 (in Chinese) [万发荣 1993 金属材料的辐照损伤 (北京: 科学出版社) 第143页]
- [24] Fu E G, Carter J, Swadener G, Misra A, Shao L, Wang H, Zhang X 2009 *J. Nucl. Mater.* **385** 629
- [25] Watanabe H, Nagamine M, Yamasaki K, Yoshida N, Heo N J, Nagasaka T, Muroga T 2005 *Mater. Sci. Forum* **475** 1491
- [26] Heo N J, Nagasaka T, Muroga T, Nishimura A, Shinozaki K, Watanabe H 2003 *Fusion Sci. Technol.* **44** 470
- [27] Han W Z, Demkowicz M J, Fu E G, Wang Y Q, Misra A 2012 *Acta Mater.* **60** 6341
- [28] Zhang Y F, Zhan Q, Ohnuki S, Kimura A, Wan F R, Yoshida K, Nagai Y 2019 *J. Nucl. Mater.* **517** 1
- [29] Bergner F, Pareige C, Hernández-Mayoral M, Malerba L, Heintze C 2014 *J. Nucl. Mater.* **448** 96
- [30] Zhang G W 2018 *Ph. D. Dissertation* (Beijing: University of Science and Technology Beijing) (in Chinese) [张高伟 2018 博士学位论文 (北京: 北京科技大学)]

# Characterization of interface irradiation damage in Ti-clad V-4Cr-4Ti composite material\*

Li Ran-Ran<sup>1)2)</sup> Zhang Yi-Fan<sup>1)</sup> Geng Dian-Cheng<sup>1)</sup> Zhang Gao-Wei<sup>1)</sup>  
 Watanabe Hideo<sup>3)</sup> Han Wen-Tuo<sup>1)</sup> Wan Fa-Rong<sup>1)†</sup>

1) (*School of Materials Science and Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China*)

2) (*Advanced Energy Engineering Science, Kyushu University, Fukuoka 8168580, Japan*)

3) (*Research Institute for Applied Mechanics, Kyushu University, Fukuoka 8168580, Japan*)

( Received 6 August 2019; revised manuscript received 28 August 2019 )

## Abstract

The development of electrically insulating coatings is extremely important for the lithium/vanadium (Li/V) blanket of the fusion reactor. However, Li/V cladding materials suffer many problems such as tritium permeation and material corrosion. Thus, it is very important to find suitable insulating, tritium-resistant and corrosion-resistant coatings. So, the “V-alloy/Ti/AlN” bilayer coating was proposed by our group in previous study for the first time. In this paper, the evolution of the hardness, irradiation defects and microstructure of the Ti-clad V-4Cr-4Ti composite material after Fe<sup>10+</sup> implantation are studied by transmission electron microscopy (TEM) and nanoindentation. According to the characteristics of the composition and microstructure, V-4Cr-4Ti/Ti composite material can be divided into four zones: V-4Cr-4Ti matrix, interface I (the interface near V-4Cr-4Ti matrix), interface II (the interface near Ti matrix), and Ti matrix. The nanoindentation results show that radiation hardening occurs in all regions during irradiation. The radiation hardening in the interface is lower than in the V-4Cr-4Ti and Ti matrix. Thus, the interface of heterogeneous material exhibits fine resistance to radiation hardening. The experimental values of hardness are much higher than the values calculated by the dispersed barrier hardening model. One reason for the discrepancy is that the theoretical values are calculated under the hypothesis of the uniform loop distribution. Actually, a large number of dislocation loops accumulate and tangle with each other in the samples. In addition, the formation of the precipitates is also one of the key factors. The TEM results show that the irradiation defects in the interface are low in density, large in size, and uniform in distribution. As a contrast, high density, small size and twisted dislocation loops are observed in irradiated V-4Cr-4Ti and Ti matrix. These results indicate that the interface can play a critical role in the resistance to irradiation damage. Few tiny Ti-rich precipitates appear in the V-4Cr-4Ti matrix, while there are large quantities of Ti precipitates in the interface after irradiation. Moreover, the number and size of precipitates in the interface I are larger than those in the interface II due to the formation of a few V-rich precipitates in the interface I. The formation of precipitations changes the proportion of V/Ti, which leads to the transformation from  $\beta$ -Ti to  $\alpha$ -Ti in the interface.

**Keywords:** V-4Cr-4Ti/Ti, interface of heterogeneous materials, precipitates, irradiation defects

**PACS:** 61.80.Jh, 61.80.-x, 61.82.-d, 68.37.Lp

**DOI:** 10.7498/aps.68.20191204

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 51071021, 51471026) and the National Magnetic Confinement Fusion Program of China (Grant No. 2014GB120000).

† Corresponding author. E-mail: wanfr@mater.ustb.edu.cn