

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

УДК: 539.534.9

## ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЗМОВ РАДИАЦИОННОГО УПРОЧНЕНИЯ ЖАРОПРОЧНЫХ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ В УСКОРЕННЫХ ИСПЫТАНИЯХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ИОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ И УЛЬТРАМИКРОСКОПИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

© 2024 г. С. В. Рогожкин<sup>a, b, \*, \*\*</sup>, А. А. Хомич<sup>a, b</sup>, А. А. Никитин<sup>a, b</sup>, А. А. Богачев<sup>a, b</sup>,  
А. В. Клауз<sup>a, b</sup>, П. А. Федин<sup>a</sup>, К. Е. Прянишников<sup>a</sup>, Т. В. Кулевой<sup>a</sup>, А. А. Лукьянчук<sup>a, b</sup>,  
О. А. Разницын<sup>a, b</sup>, А. С. Шутов<sup>a, b</sup>, Н. А. Искандаров<sup>a, b</sup>,  
А. Г. Залужный<sup>a, b</sup>, М. В. Леонтьева-Смирнова<sup>c</sup>, А. А. Никитина<sup>c</sup>

<sup>a</sup>Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”, Москва, 123182 Россия

<sup>b</sup>Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Москва, 115409 Россия

<sup>c</sup>АО “Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. А.А. Бочвара”, Москва, 123098 Россия

\*E-mail: Sergey.Rogozhkin@itep.ru

\*\*E-mail: SVRogozhkin@mephi.ru

Поступила в редакцию 16.04.2024 г.

После доработки 16.04.2024 г.

Принята к публикации 30.04.2024 г.

В работе исследованы наномасштабные механизмы радиационного упрочнения дисперсно-упрочненных оксидами (ДУО) жаропрочных сталей ЭП-450 ДУО и ЭП-823 ДУО в имитационных экспериментах на пучках ионов железа  $\text{Fe}^{2+}$  с энергией 5.6 МэВ при вариации доз радиационного повреждения до 100 сна и температур в диапазоне от 350 до 500°C. Микроструктура исходных и облученных материалов исследована методами просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии. Упрочнение радиационно-модифицированного ионами слоя облученных образцов исследовано методом динамического индентирования. Анализ исходного состояния сталей показал, что в стали ЭП-450 ДУО содержится большее количество мелких оксидных частиц (до 20 нм) в сравнении со сталью ЭП-823 ДУО. Кроме того, в стали ЭП-450 ДУО обнаружено на два порядка больше  $\sim 10^{23} \text{ м}^{-3}$  наноразмерных кластеров Y–Ti–Cr–O, чем в стали ЭП-823 ДУО. При низких дозах облучения сталь ЭП-823 ДУО демонстрирует более высокий темп радиационного упрочнения при низких температурах облучения по сравнению со сталью ЭП-450 ДУО, а с повышением температуры темп охрупчивания уменьшается. Этот факт в значительной мере обусловлен образованием высокой плотности наноразмерных радиационно-индуцированных Ni–Mn–Si кластеров в стали ЭП-823 под воздействием облучения. Другие обнаруженные радиационно-индуцированные изменения: перестройка системы оксидов и Y–Ti–Cr–O кластеров, формирование кластеров, преимущественно обогащенных по Cr, а также образование дислокационных петель. Обнаружено, что по мере роста дозы облучения радиационное упрочнения стали ЭП-450 ДУО постепенно возрастает и, в целом, на больших дозах облучения обе стали демонстрируют близкое упрочнение.

**Ключевые слова:** дисперсно-упрочненные оксидами стали, кластеры, оксиды, радиационные петли, атомно-зондовая томография, просвечивающая электронная микроскопия, наноиндентирование, ионное облучения, наноструктура

DOI: 10.56304/S2079562924060319

### ВВЕДЕНИЕ

Ключевой элемент разработок перспективных ядерных установок — материалы активной зоны, которые должны выдерживать высокие радиационные нагрузки (до 200 смещения на атом (сна)) и работать в широком интервале температур (от  $\sim 350$  до  $700^\circ\text{C}$ ). Программы разработки материалов, удовлетворяющих этим требованиям, подразу-

мевают переход от аустенитных сталей, имеющих склонность к радиационному распуханию, к жаропрочным ферритно-мартенситным сталям [1, 2]. Высокий уровень жаропрочности обеспечивают дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) ферритно-мартенситные стали за счет значительного числа равномерно распределенных оксидных включений. Применение ДУО сталей планируется во

многих реакторных установках IV поколения: например, в качестве материала оболочек топливных элементов в реакторах на быстрых нейтронах, или конструкционного материала первой стенки будущих термоядерных реакторов [3–8]. В настоящее время уже продемонстрировано, что ДУО стали могут выдерживать требуемые температуры и дозы радиационных повреждений [9, 10]. Механические свойства ДУО сталей существенно зависят от характеристик наноструктуры: размера и пространственного распределения дисперсных включений. Наноразмерные оксидные включения являются структурными объектами, препятствующими движению дислокаций, они также могут обеспечивать захват радиационных дефектов и газовых примесей (прежде всего, гелия), образующихся при трансмутациях.

Количественный анализ оксидных включений в ДУО сталях требует применения нескольких дополняющих друг друга методов микроскопического анализа. Основным методом анализа включений являлась просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) [2, 11–13]. Супермелкие оксидные включения и кластеры обнаруживаются с помощью малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН) [14–16], малоуглового рентгеновского рассеяния (МУРР) [17–19]. Наиболее эффективным методом выявления наиболее мелких включения является атомно-зондовой томографии (АЗТ) [20, 21]. Так, химический состав включений размерами более 5 нм достаточно хорошо определяется методами энерго-дисперсионного анализа, имеющимися в современных ПЭМ, а состав включений порядка единиц нанометров может быть детально изучен только с помощью АЗТ. АЗТ исследования показали, что состав нанокластеров в ДУО сталях отличается от состава стехиометрических оксидов. ДУО стали содержат высокую плотность нанокластеров, обогащенных не только по Y, O, но и другими легирующими элементами Cr, V, Ti, ... (присутствующими в составе сплава) [22, 23]. Так, разработанная в Европе в рамках программы [24, 25] по термоядерным реакторам сталь ODS Eurofer содержит оксиды  $Y_2O_3$  [11, 12, 26] и нанокластеры, обогащенные Y, O, Cr, V и N [20–22]. Следует отметить, что ODS Eurofer содержит около 0.2 мас. % V, и этот химический элемент играет важную роль в зарождении кластеров в ODS Eurofer. Ti считается наиболее эффективным химическим элементом для формирования наноструктур в ДУО сталях [1, 23]. Кластеры в ДУО сталях с Ti в их составе обогащены Y, O и Ti, а их объемная плотность выше, чем плотность кластеров в ODS Eurofer (без Ti в составе) [19, 22]. Кластеры являются важным элементом наноструктуры ДУО сталей. Недавно было показано, что только с учетом кластеров удастся правильно оценить твердость многих ДУО сталей на основе данных микроскопии, включающих ПЭМ, АЗТ и МУРН анализ [27].

Поскольку повышенные эксплуатационные свойства ДУО сталей существенно зависят от оксидных нано-включений (частиц и кластеров), равномерно распределенных в матрице, изучению стабильности наноструктуры ДУО сталей уделяется пристальное внимание [9, 10, 28, 29]. Общие механизмы влияния облучения на ферритно-мартенситные стали, а также на наноструктуру ДУО сталей хорошо известны, однако, детальное понимание влияния облучения на поведение ДУО сталей все еще не достигнуто.

Показано, что облучение в сталях при комнатной температуре может приводить к растворению крупных ( $>10$  нм) оксидов, зарождению кластеров, обогащенных Y, O и V или Ti, и небольших ( $<5$  нм) оксидных включений [30]. Увеличение температуры облучения до  $300^\circ\text{C}$ , и выше, приводит к стабилизации оксидных включений в большинстве случаев (см., обзор [10]). Последние исследования ряда ДУО сталей показали, что низкотемпературное облучение может приводить к растворению крупных ( $>10$  нм) и зарождению мелких ( $<3$  нм) оксидных включений в сталях, где присутствуют крупные включения, в то время как в сталях с мелкодисперсными включениями этот эффект подавляется [31, 32]. Отметим, что радиационно-индуцированные эффекты в ДУО сталях могут существенно зависеть от исходной наноструктуры: плотности и размеров оксидов и нанокластеров. При низких значениях плотностей оксидных включений можно ожидать эффекты, близкие к наблюдаемым в традиционных ферритно-мартенситных сталях. перестройки наноструктуры сталей, облучение также может приводить к радиационно-индуцированным эффектам, характерным для традиционных сталей. Такое поведение характерно для промышленно изготавливаемых ДУО сталей, в то время как в модельных ДУО сталях и сплавах последнего поколения плотности объектов максимально увеличены (заметно более  $10^{22} \text{ м}^{-3}$ ) при снижении размеров этих включений до 5 нм и менее. Отмеченные особенности исходной наноструктуры ДУО могут существенным образом влиять на поведение ДУО сталей под облучением.

В России разрабатывается ряд ДУО сталей, которые рассматриваются в качестве материалов оболочек тепловыделяющих элементов для реакторов на быстрых нейтронах. В настоящее время освоен широкий ассортимент продукции из ЭП-450 ДУО [2, 13] и ЭП-823 ДУО [33, 34]. Целью настоящей работы является систематическое комплексное исследование радиационно-индуцированных изменений Российских ДУО сталей ЭП-450 ДУО и ЭП-823 ДУО в области низкотемпературного радиационного охрупчивания в широком интервале доз радиационных повреждений при ионном облучении.

**Таблица 1.** Химический состав стали ЭП-823 ДУО и ЭП-450 ДУО (мас. %), баланс по железу

|            | Cr    | Si   | W     | Nb   | Mo   | V    | Mn   | Ni   | Mg     | C    | Y    | Ti   | Cu     | O    |
|------------|-------|------|-------|------|------|------|------|------|--------|------|------|------|--------|------|
| ЭП-823 ДУО | 10.44 | 1.57 | 0.8   | 0.35 | 0.8  | 0.29 | 0.65 | 0.63 | —      | 0.16 | 0.5  | 0.2  | —      | 0.27 |
| ЭП-450 ДУО | 13.1  | 0.23 | 0.003 | 0.35 | 1.61 | 0.18 | 0.44 | 0.12 | 0.0067 | 0.13 | 0.35 | 0.25 | 0.0087 | 0.32 |

## 1. МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В настоящей работе изучается влияние облучения на две стали ЭП-450 ДУО и ДУО ЭП-823 ДУО, разработанные в АО “ВНИИНМ”. Изучались образцы в виде пластин размерами  $10 \times 20 \times 0.4$  мм. Состав изучаемых сталей представлен в табл. 1. Финальная термическая обработка включала закалку от  $1150^\circ\text{C}$  (выдержка 30 мин) и отпуск при  $740^\circ\text{C}$ , 2 ч.

Подготовка образцов для анализа исходного состояния и для облучения проводилась в несколько этапов. На первом этапе из исходного образца материала методом электроэрозионной резки вырезались заготовки в виде дисков диаметром 3 мм и толщиной  $\sim 300$  мкм. На втором этапе проводилось механическое утонение заготовок материала с помощью SiC бумаги с последовательным уменьшением размера зерна от 15 до 5 мкм. Финальная полировка осуществлялась с помощью суспензии из коллоидного оксида кремния с размером зерна 40 нм. Для удаления поврежденного в процессе механического утонения слоя материала, проводилась электрохимическая полировка образцов. В завершении пробоподготовки проводилась чистка поверхности заготовок от остатков электролита с помощью этанола. В итоге для проведения исследований были изготовлены образцы в виде дисков диаметром 3 мм и толщиной  $210 \pm 10$  мкм.

Перед и после облучения ионами осуществлялся контроль качества поверхности подготовленных образцов методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) с помощью многофункционального сканирующего зондового микроскопа MultiMode Nanoscope IIIa. Для исходных и облученных образцов определялись средняя шероховатость поверхности и наибольшая высота профиля поверхности, которые составили: не более 17 и 110 нм после приготовления, и не более 14 и 120 нм после облучения.

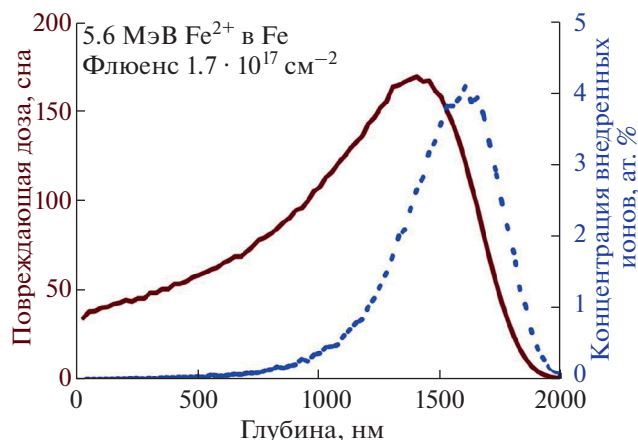
Образцы сталей облучались на линейном ускорителе ТИПр-1 (тяжело-ионный прототип) [35, 36] пучком ионов  $\text{Fe}^{2+}$  с энергией 5.6 МэВ в импульсном режиме с длительностью импульса 450 мкс и частотой повторений до раза в 2 с. Облучение образцов проводилось в вакууме от  $(1.5 - 6.0) \cdot 10^{-7}$  торр при температурах 350, 400, 450 и  $500^\circ\text{C}$  (отклонение от заданной температуры составляло не более  $3^\circ\text{C}$  [37]). Температурный интервал был выбран из соображений охвата температурного интервала низкотемпературного радиационного охрупчивания, определяющего нижнюю

границу температурного интервала эксплуатации сталей. Отметим, что в ряде работ показано, что сдвиг температуры ионного облучения ферритно-мартенситных сталей для компенсации эффекта флакса, в сравнении с реакторным облучением, составляет  $\sim 50 - 60^\circ\text{C}$  [38, 39]. Достигнутые флюенсы облучения составляли  $(0.5, 1.0 \text{ и } 1.7) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ , так чтобы достичь различных доз радиационных повреждений до 100 сна.

Для расчета профилей повреждений и имплантации ионов, в образцах сталей, использовался программный пакет SRIM 2008 [40]. На рис. 1 показаны профили повреждений и количество внедренных ионов при облучении чистого железа ионами 5.6 МэВ  $\text{Fe}^{2+}$  до флюенса  $1.7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ . Результаты расчетов показывают, что область максимальной концентрации дефектов и имплантации ионов располагается на глубине  $\sim 1.4$  и  $\sim 1.6$  мкм от поверхности образца соответственно. Для проведения микроскопического анализа была выбрана область на глубине  $\sim 1$  мкм, удаленная от поверхности и от зоны внедрения. Для максимального флюенса доля внедренных ионов  $\text{Fe}^{2+}$  в области исследования материала не превышала 0.5 ат. %. Таким образом, для флюенсов  $(0.5, 1.0 \text{ и } 1.7) \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$  дозы радиационных повреждений в области исследования составляли 30, 60 и 100 сна. В ряде случаев исследование проводилось на глубине 0.5 мкм, где доза радиационных повреждений в два раза меньше дозы на глубине 1 мкм.

Влияние облучения на структурно-фазовое состояние сталей изучалось с помощью просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-зондовой томографии (АЗТ).

Для подготовки образцов для ПЭМ в виде поперечных срезов из облученных ионами образцов сталей использовался растровый электронно-ионный микроскоп HELIOS NanoLab 600 (FEI, США). Образцы для дальнейших микроскопических исследований были изготовлены с помощью фокусированного пучка ионов  $\text{Ga}^+$  при ускоряющем напряжении 5 кВ. С целью минимизации толщины аморфизированного слоя, возникающего при взаимодействии материала с пучком ионов  $\text{Ga}^+$ , проводилась полировка ламелей при ускоряющем напряжении 2 кВ. Длина вырезанной ПЭМ ламели материала составляет  $\sim 4 - 5$  мкм. Таким образом, согласно SRIM расчетам, размер среза полностью охватывает область максимальных вносимых повреждений и область остановки ионов в материале.



**Рис. 1.** Профиль радиационных повреждений (сплошная линия) и профиль ионной имплантации (пунктирная линия) при облучении чистого Fe ионами  $\text{Fe}^{2+}$  с энергией 5.6 МэВ до флюенса  $1.7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ . Радиационные повреждения вычислялись в модели Кинчина–Пиза с энергией смещения атомов из узлов кристаллической решетки 40 эВ.

Для исследования микроструктуры образцов использовался просвечивающий электронный микроскоп Tescnai Osiris (FEI, США) с источником электронов повышенной яркости (X-FEG) и ускоряющим напряжением 200 кэВ. Локальный химический состав материала определялся с помощью энергодисперсионного рентгеновского спектрометра SuperX (FEI).

Для исследований исходного состояния сталей методами атомно-зондовой томографии из исходных пластин подготавливались образцы в форме игл. При анализе исходного состояния материалов изготавливались заготовки размерами  $0.3 \times 0.3 \times 15 \text{ мм}$  методом электроэрозионной резки в воде. В дальнейшем эти заготовки полировались в объеме и капле 2% раствора хлорной кислоты в дибутоксиэтаноле при напряжении  $\sim 10 \text{ В}$ . При исследовании облученных материалов, подготовка образцов для томографических атомно-зондовых исследований осуществлялась с также помощью растрового электронного микроскопа HELIOS NanoLab 600. Исследуемый объем материала извлекался с глубины  $\sim 1 \text{ мкм}$  от облученной поверхности. Извлекаемый объем прикреплялся к массивному основанию, и в дальнейшем полировался ионами Ga с энергией 30 кэВ до формы иглы. Финишная полировка острия до необходимых размеров ( $\leq 100 \text{ нм}$  в диаметре) осуществлялась ионами Ga с энергией 2 кэВ. Итоговая форма образцов контролировалась в просвечивающем электронном микроскопе JEOL 1200 EX.

Для исследования методами АЗТ использовался атомно-зондовый томограф с лазерным испарением ПАЗЛ-3D [41]. Условия исследования были следующими: температура образца 50 К, напряжение

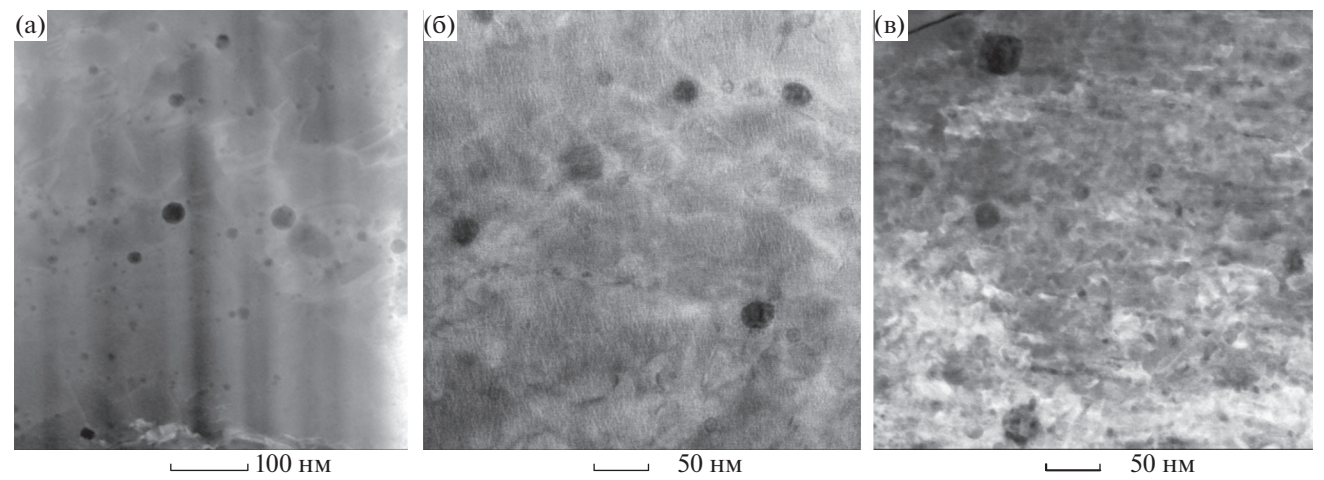
на образце 2–10 кВ, длина волны лазера 355 нм, частота импульсов лазера 100 кГц, скорость испарения от 2 до 25 ат. на 1000 воздействий лазером, мощность лазера подобрана так, чтобы соотношение однозарядных и двухзарядных ионов находилось в диапазоне от 100 до 500 отн. единиц, давление в анализационной камере не выше  $1 \cdot 10^{-9}$  торр. Обработка атомно-зондовых данных проведена с использованием ПО “КВАНТМ-3D” [42]. Алгоритм восстановления 3D атомных карт основан на распространенном алгоритме определения радиуса кривизны острия образца по напряжению на образце [43] и подбором компрессионного фактора изображения (image compression factor, ICF) [44]. Восстановление и оптимизация масс-спектра проведена в соответствии с протоколом [45].

Анализ прочностных характеристик образцов сталей в исходном состоянии и после ионного облучения проводился с применением сканирующего нанотвердомера “Наноскан-4D” с алмазной трехгранной пирамидой-индентором типа Берковича. Регистрация диаграммы вдавливания и последующий расчет твердости и модуля упругости проводились в соответствии с ГОСТ 8.748-2011 (ISO 14577). Измерения проводились в режиме динамического индентирования [46] при следующих параметрах индентора: глубина погружения – 2.5 мкм; время нагружения – 60 с; частота колебаний 10 Гц; амплитуда колебаний – 20 нм.

Для того, чтобы устранить “эффект размера индентора”, выражающийся в виде нелинейной зависимости твердости  $H$  от глубины индентирования  $h$  использовалась модель “геометрически необходимых дислокаций”, предложенная Nix и Gao в работе [47]. На диаграмме Nix–Gao твердость облученного слоя образца определялась в результате линейной аппроксимации точек графика  $H^2$  от  $1/h$  в интервале от 4.3 до  $10.0 \text{ мкм}^{-1}$ , что соответствует углублению индентора от 100 до 240 нм. Для определения соответствия между глубиной индентирования и реальной толщиной слоя образца, использовалось правило: глубина индентирования соответствует толщине слоя, превышающего глубину погружения индентора в шесть раз [48].

Методом атомно-силовой микроскопии (АСМ) проводился учет пластических валов, возникающих по краям отпечатков при индентировании. Появление пластических валов приводит к занижению контактной площади по сравнению с реальной и в результате к смещенным оценкам твердости материала. На каждом из образцов при помощи АСМ было отсканировано не менее четырех отпечатков для определения отношения твердости, полученной на нанотвердомере, к реальной твердости (рассчитываемой как отношение нагрузки к площади отпечатка). Расчет проводился по формуле, предложенной в работе [49]:





**Рис. 2.** Характерное HAADF изображение оксидных частиц в стали ЭП-450 ДУО: (а) в исходном состоянии и облученной до дозы 60 сна; (б) при 350; (в) при 500°С.

$$H_{o-p}/H = (1 + h_{p-up}/h_r)^2, \tag{1}$$

где  $H_{o-p}$  – твердость, измеренная в ходе инструментального индентирования,  $h_{p-up}$  – высота навала,  $h_r$  – остаточная глубина отпечатка,  $H$  – истинная твердость материала.

Полученные таким образом для каждой серии измерений коэффициенты использовались для корректировки значений твердости облученного слоя исследуемых образцов.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ МЕТОДАМИ ПЭМ

Исследования методами ПЭМ, в том числе методами просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ), показали, что сталь ЭП-450 ДУО в основном состоит из вытянутых в одном направлении сорбитных зерен с характерными размерами от 0.3 до 10 мкм. Также обнаружена незначительная доля округлых зерен дельта-феррита с размерами в диапазоне от 0.5 до 8 мкм.

Внутри зерен сталей ЭП-823 ДУО и ЭП-450 ДУО наблюдаются оксидные частицы, частично когерентные с матрицей и имеющие слабый контраст на ПЭМ изображениях, полученных в режиме светлого поля. Характерные HAADF изображения оксидных частиц в исследуемых материалах представлены на рис. 2а и 3а. Результаты количественного анализа наблюдаемых оксидных частиц в исходном состоянии исследуемых ДУО сталей представлены в табл. 2.

Выделения вторых фаз размерами ~10–20 нм, в основном, являются оксидами типа  $Y_2Ti_2O_7$ , которые полукogerентны с ферритной матрицей стали. Также содержатся оксидные частицы типа  $Y_2TiO_5$  и другие. Отметим, что в области малых раз-

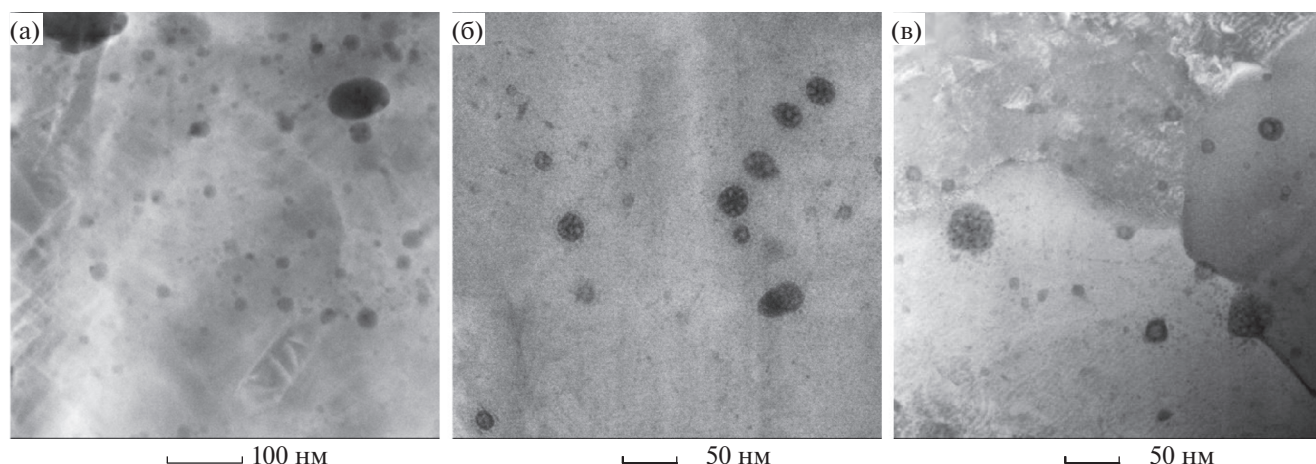
меров (менее 10 нм) стехиометрию установить достаточно сложно. Также, в исследуемых сталях присутствуют крупные оксидные частицы размером более 60 нм, а также карбиды типа MC, либо  $M_{23}C_6$ . Объемная плотность крупных оксидов  $\sim 10^{19} \text{ м}^{-3}$ , что на два порядка меньше, чем объемная плотность мелких оксидов. В связи с этим, при количественном анализе учитывались только оксиды размером менее 60 нм, а вклад более крупных объектов в полученные характеристики оксидов был оценен как незначительный.

Ключевым отличием исследуемых образцов материалов, исследуемых в настоящей работе, является пространственное распределение мелких оксидов: сталь ЭП-450 ДУО упрочнена оксидными частицами меньшего размера и с более высокой объемной плотностью, чем оксиды в стали ЭП-823 ДУО.

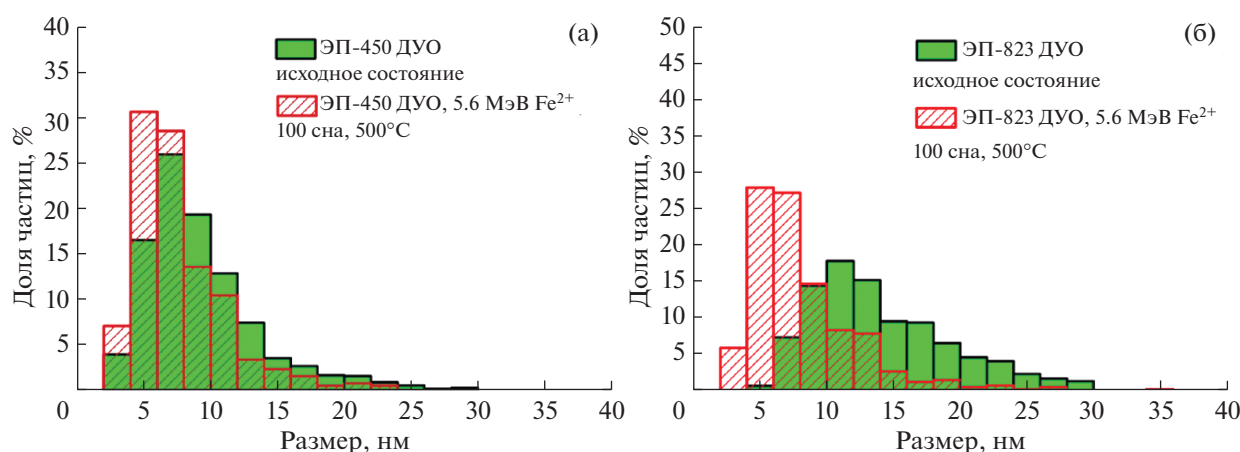
В микроструктуре стали ЭП-450 ДУО, облученной ионами  $Fe^{2+}$  до дозы 30, 60 и 100 сна при 450 и 500°С, наблюдается формирование наноразмерных предвыделений (см. рис. 2в). Низкий контраст относительно матрицы и малые размеры (<5 нм) предвыделений затрудняют их количественный анализ методами ПЭМ. Однако объемная плотность наблюдаемых кластеров увеличивается с ростом температуры облучения.

**Таблица 2.** Средний размер и объемная плотность оксидных частиц в исходном состоянии сталей ЭП-450 ДУО и ЭП-823 ДУО

| Материал   | Средний размер оксидов, нм | Объемная плотность оксидов, $10^{21} \text{ м}^{-3}$ |
|------------|----------------------------|------------------------------------------------------|
| ЭП-450 ДУО | $10 \pm 4$                 | $3.4 \pm 0.7$                                        |
| ЭП-823 ДУО | $15 \pm 5$                 | $2.4 \pm 0.5$                                        |



**Рис. 3.** Характерное HAADF изображение оксидных частиц в стали ЭП-823 ДУО: (а) в исходном состоянии и облученной до дозы 60 сна; (б) при 350; (в) при 500°C.



**Рис. 4.** Гистограммы распределения оксидных частиц по размерам в стали: (а) ЭП-450 ДУО, (б) ЭП-823 ДУО в исходном состоянии и после облучения ионами 5.6 МэВ  $\text{Fe}^{2+}$  при 500°C до дозы 100 сна.

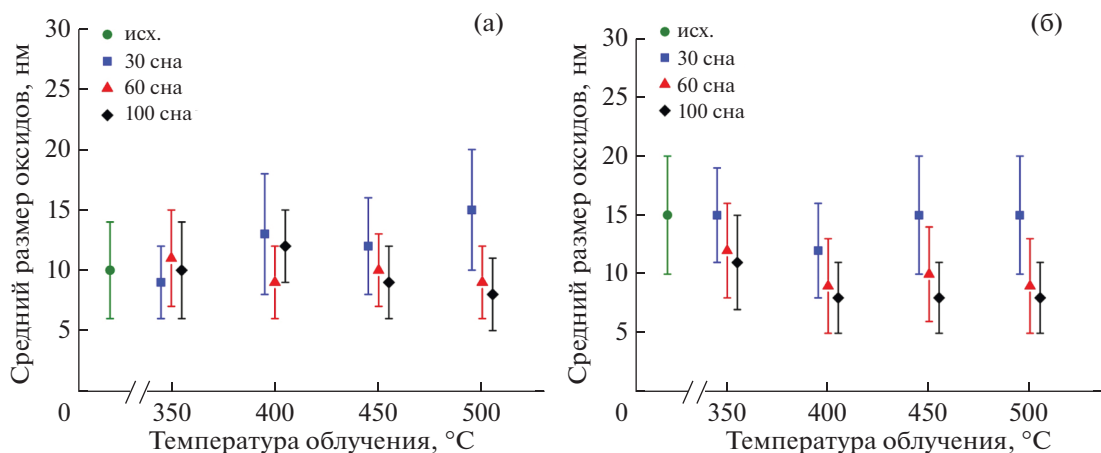
Предположительно происходит распад по хрому матрицы стали ЭП-450 ДУО после ионного облучения при высоких температурах.

На представленных изображениях облученной ионами стали ЭП-823 ДУО внутри крупных оксидных частиц ( $>10$  нм) наблюдаются контрастные светлые области в виде отдельных точек (см. рис. 3б и 3в). Также, обнаружено формирование наноразмерных объектов с высокой плотностью вокруг больших оксидов. Из-за крайне малого размера ( $<3$  нм) данных объектов их количественный анализ методами просвечивающей электронной микроскопии невозможен. Наблюдаемый эффект может быть объяснен перераспределением химических веществ между оксидами и матрицей материала в результате радиационно-индуцированного разбиения оксидных частиц под облучением. При дозе 60 сна разбиение частиц более вы-

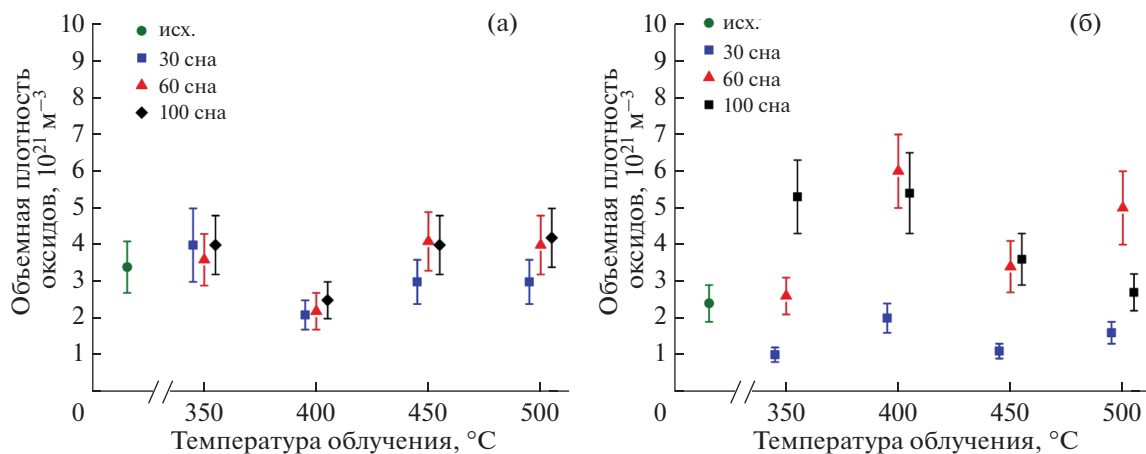
ражено, чем при 30 сна, однако зависимость эффекта от температуры облучения не прослеживается.

Количественный анализ наблюдаемых оксидных включений в исследуемых материалах показал, что в стали ЭП-450 ДУО, облученной при 500°C, наблюдается увеличение доли оксидов размером менее 10 нм на ~5 и ~15% для доз 60 и 100 сна (см. рис. 4а), соответственно. В образцах стали ЭП-450 ДУО, облученных до 60 и 100 сна при 350°C и 400°C обнаружено смещение распределений оксидов по размерам в область крупных оксидов (размером более 10 нм). Незначительное увеличение доли крупных оксидов происходит после облучения ЭП-450 ДУО до 60 сна при 450°C.

В стали ЭП-823 ДУО после облучения до доз 60 и 100 сна обнаружено растворение крупных оксидных включений (размером более 10 нм) с формированием новой фракции мелких оксидов (ме-



**Рис. 5.** Зависимость среднего размера оксидных частиц от температуры облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна в сталях: (а) ЭП-450 ДУО и (б) ЭП-823 ДУО.



**Рис. 6.** Зависимость объемной плотности оксидных частиц от температуры облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна в сталях: (а) ЭП-450 ДУО и (б) ЭП-823 ДУО.

нее 10 нм). Повышение температуры облучения приводит к усилению наблюдаемого эффекта и увеличению доли оксидов размером менее 10 нм на ~55% при 500°C (рис. 4б).

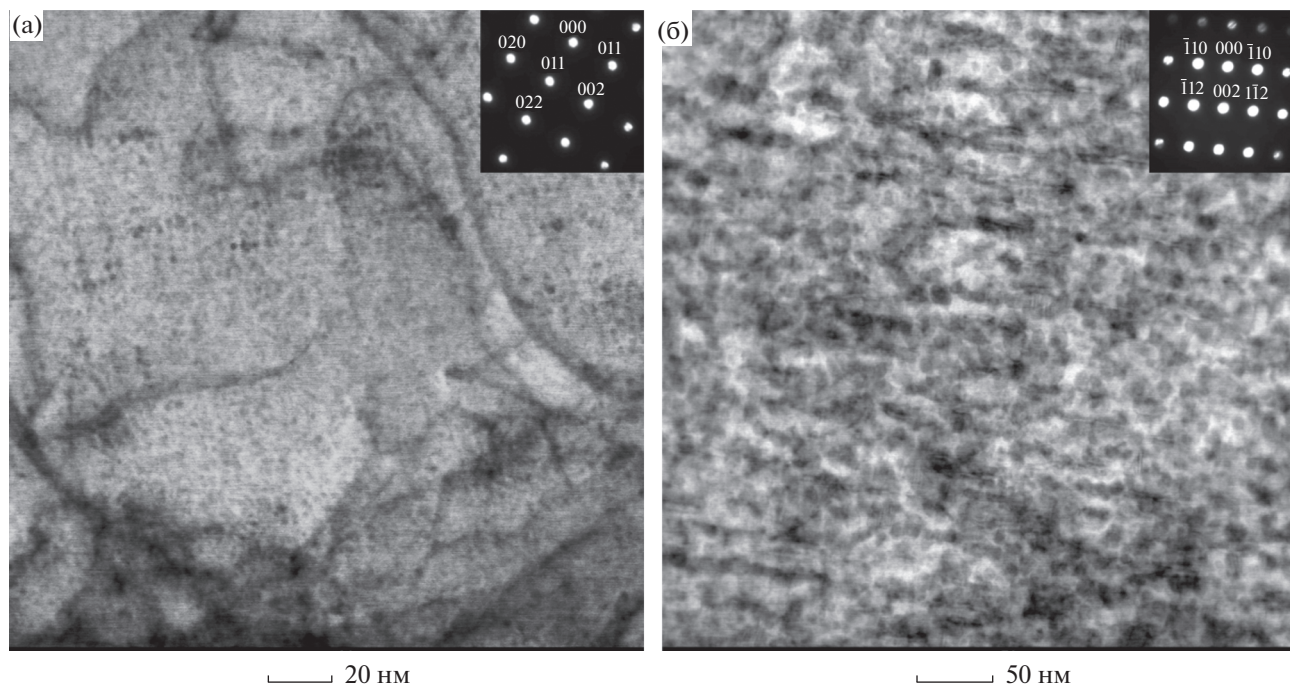
На рис. 5 и 6 представлены графики зависимости объемной плотности и среднего размера оксидов от температуры облучения в исследуемых ДУО сталях, облученных до доз 30, 60 и 100 сна. В образцах стали ЭП-823 ДУО при облучении до дозы 30 сна средние размеры оксидов и их объемная плотность практически не изменяются по сравнению с исходным состоянием при всех температурах облучения 350–500°C. С увеличением дозы облучения до 60 и далее до 100 сна видна явная тенденция к уменьшению средних размеров оксидов. Объемная плотность оксидов возрастает при увеличении дозы от 30 до 60 сна, но для температур 400 и 450°C изменений в диапазоне доз 60–100 сна не обнаружено, а при 500°C имеется снижение плотности ок-

сидов при переходе от 60 до 100 сна. Наибольшая объемная плотность оксидных включений наблюдается при температуре облучения 400°C и для дозы 100 сна и составляет  $(5 \pm 1) \cdot 10^{21} \text{ м}^{-3}$  при среднем размере оксидов  $8 \pm 3 \text{ нм}$ .

Оксидные частицы в стали ЭП-450 ДУО относительно более стабильны под облучением. Некоторое снижение среднего размера оксидов и увеличение плотности при увеличении дозы облучения стали ЭП-450 ДУО прослеживается только для 450 и 500°C.

Таким образом, более мелкие оксиды (в среднем 10 нм) в стали ЭП-450 ДУО достаточно стабильны: при температурах не менее 400°C они сначала подрастают, а потом постепенно уменьшаются. При этом их рост сопровождается небольшим уменьшением плотности, а потом при уменьшении размеров плотность увеличивается. Более крупные оксиды (в среднем 15 нм) в стали ЭП-823





**Рис. 7.** Светлопольные ПРЭМ изображения дислокационных петель в стали ЭП-450 ДУО, облученной ионами 5.6 МэВ  $\text{Fe}^{2+}$  до дозы 60 сна при температуре: (а) 350 и (б) 500°C. Представлены дифракционные картины от исследуемых зерен с ориентацией к падающему пучку: (а) [100] и (б) [110].

уменьшаются с увеличением дозы облучения, а плотность их возрастает с дозой.

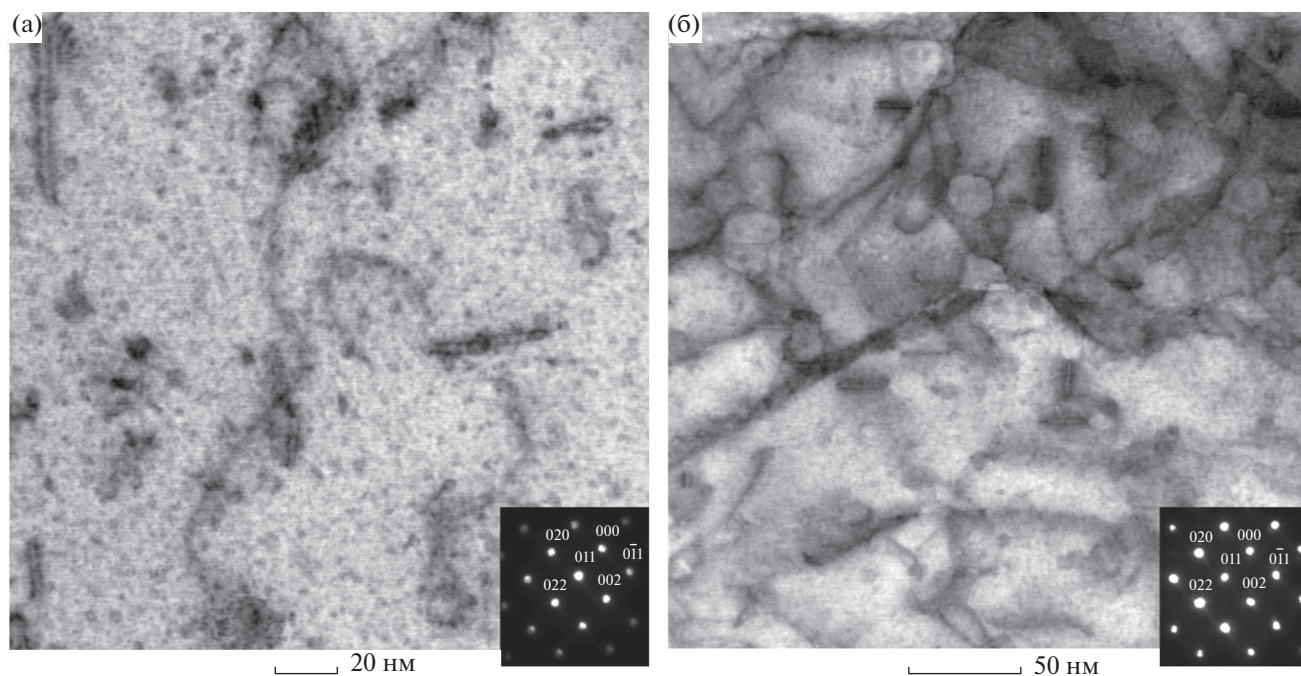
Помимо радиационно-индуцированной перестройки наноструктуры ДУО сталей под облучением было обнаружено формирование дислокационных петель — характерного радиационного дефекта в ферритно-мартенситных сталях. На рис. 7 и 8 представлены характерные ПРЭМ изображения исследуемых образцов сталей, облученных до дозы 60 сна при 350 и 500°C. Также на рисунках представлены расшифрованные дифракционные картины, определяющие текущую ориентацию исследуемого зерна относительно оси зоны. Комплекты изображений получены с зерен, ориентированных вдоль оси зоны типа  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 110 \rangle$ .

Обнаруженные петли относились к типу  $a\langle 100 \rangle$ . Число зарегистрированных петель типа  $1/2a\langle 111 \rangle$  было пренебрежимо мало. Толщина ПЭМ ламелей измерялась с помощью метода спектроскопии характеристических потерь энергии электронов (EELS). Проведенный количественный анализ наблюдаемых радиационно-индуцированных дефектов структуры, зависимости объемной плотности и среднего размера дислокационных петель от температуры облучения во всех исследуемых состояниях представлены на рис. 9, 10.

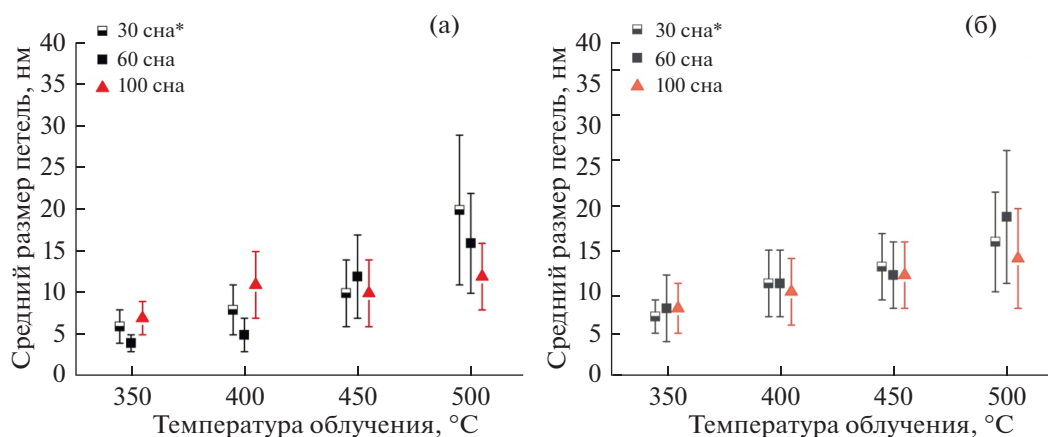
Наиболее очевидные зависимости для обеих сталей ЭП-450 ДУО и ЭП-823 ДУО прослежива-

ются при увеличении температуры облучения от 350 до 500°C: средний размер дислокационных петель увеличивается, а плотность падает. При облучении до 100 сна при температуре 500°C средний размер петель в стали ЭП-450 ДУО составляет  $12 \pm 4$  нм, а в стали ЭП-823 ДУО —  $14 \pm 6$  нм. Явных дозовых зависимостей отметить достаточно сложно, хотя в большинстве случаев при максимальной дозе облучения 100 сна размер петель несколько выше, а плотность ниже в сравнении с дозой 30 сна.

Методами рентгеновской энергодисперсионной спектроскопии был проведен локальный химический анализ исследуемых образцов после облучения до максимального флюенса  $1.7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ . Светлопольные ПРЭМ изображения сталей ЭП-450 ДУО и ЭП-823 ДУО, снятые в режиме HAADF на глубине 0.5 мкм (где доза облучения составляла 60 сна), а также соответствующие выбранным областям карты химических элементов представлены на рис. 11 и 12. В исследуемых ДУО сталях, облученных ионами при 400, 450 и 500°C наблюдается образование предвыделений, обогащенных по Cr. Наиболее интенсивный распад по хрому наблюдается при 450°C. Также, в сталях обнаружены области, обогащенные по Ni. Наибольшая плотность предвыделений, обогащенных по Ni наблюдается в образцах, облученных при 450°C.



**Рис. 8.** Светлопольные ПРЭМ изображения дислокационных петель в стали ЭП-823 ДУО, облученной ионами 5.6 МэВ  $\text{Fe}^{2+}$  до дозы 60 сна при температуре: (а) 350 и (б) 500°C. Представлены дифракционная картина от исследуемых зерен с ориентацией к падающему пучку [100].



**Рис. 9.** Зависимость среднего размера дислокационных петель от температуры облучения при повреждающих дозах 30\*, 60 и 100 сна в сталях: (а) ЭП-450 ДУО и (б) ЭП-823 ДУО. \*Доза 30 сна достигнута на глубине 0.5 мкм в образцах сталей, облученных до 60 сна.

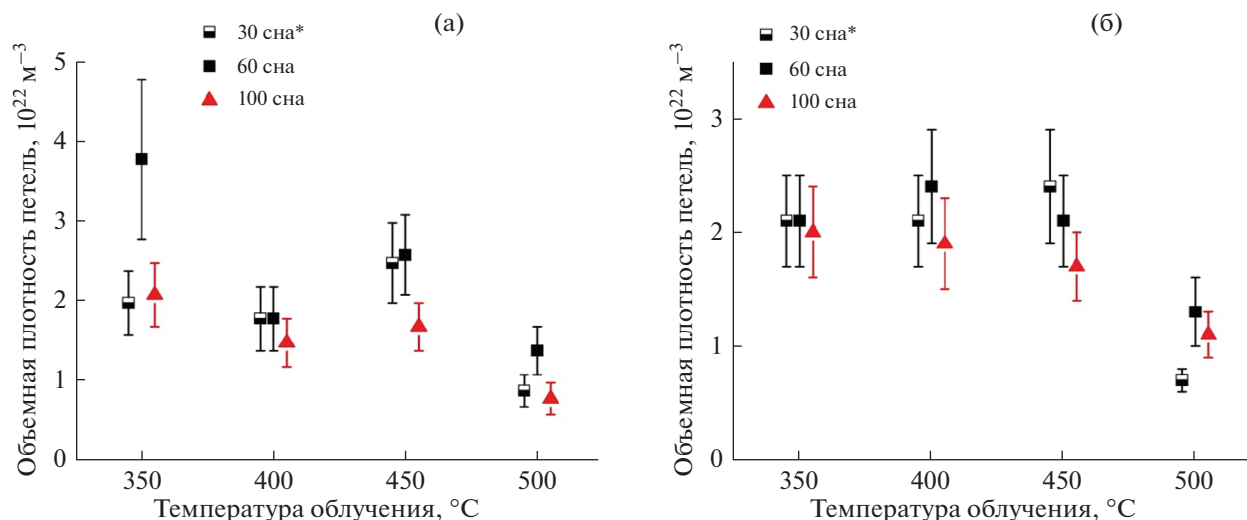
Во всех исследуемых образцах обнаружены частицы, обогащенные по Y, Ti, и O, также частицы, обогащенные по Al (предположительно  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ). В стали ЭП-450 ДУО присутствуют частицы, обогащенные по Nb и Ti (рис. 13).

Для более точной оценки радиационно-индуцированных изменений локального химического состава и наноструктуры материалов далее было проведено АЗТ исследование.

### 3. РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ МЕТОДАМИ АЗТ

#### 3.1. Атомные распределения в исходном состоянии ДУО сталей

В стали ЭП-450 ДУО методом АЗТ обнаружено заметное число наноразмерных кластеров, областей матрицы, обогащенных по ряду химических элементов, кроме того, они трудно разрешимы методами ПЭМ в отличие от оксидных частиц того же размера, так как не имеют собственной кри-



**Рис. 10.** Зависимость объемной плотности дислокационных петель от температуры облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна в сталях: (а) ЭП-450 ДУО и (б) ЭП-823 ДУО. \*Доза 30 сна достигнута на глубине 0.5 мкм в образцах сталей, облученных до 60 сна.

сталлической решетки. Кластеры стали ЭП-450 ДУО преимущественно обогащены по Cr, Ti, Y, O и в меньшей степени по Mo, Ni, Mn и V (в дальнейшем будем называть такие образования Y–Ti–Cr–O кластерами). В отличие от оксидов, которые содержат в основном Y, Ti и O, кластеры содержат эти элементы в меньшем количестве, а также обогащены по Cr и V. Средний размер кластеров  $4 \pm 1$  нм, а объемная плотность  $\sim 3 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-3}$ . На рис. 14 представлены атомные карты одного из исследованных объемов. Среднее содержание химических элементов в объеме и кластерах, а также в окружающей кластеры матрице, представлено в табл. 3.

Анализ трехмерного распределения атомов методами атомно-зондовой томографии исход-

ного состояния стали ЭП-823 ДУО не выявил каких-либо особенностей. Практически все исследованные объемы представляют собой гомогенный раствор. Только в одном из исследованных объемов был обнаружен Y–Ti–Cr–O кластер размером  $\sim 5$  нм (рис. 15), обогащенный по Cr, O, Ti и Y (см. табл. 4). Данный результат хорошо согласуется с результатами ПРЭМ, согласно которым объемная плотность мелких оксидных включений мала, и составляет  $\sim 10^{21} \text{ м}^{-3}$ . Вероятность детектирования подобных объектов с такой низкой объемной плотностью методом АЗТ крайне мала.

Таким образом, стали ЭП-450 ДУО и ЭП-823 ДУО на наномасштабах имеют кардинальное отличие. В стали ЭП-450 ДУО обнаружено значительное число кластеров типа Y–Ti–Cr–O, характерных для многих ДУО сталей, в то время как в стали ЭП-823 ДУО таких кластеров практически нет.

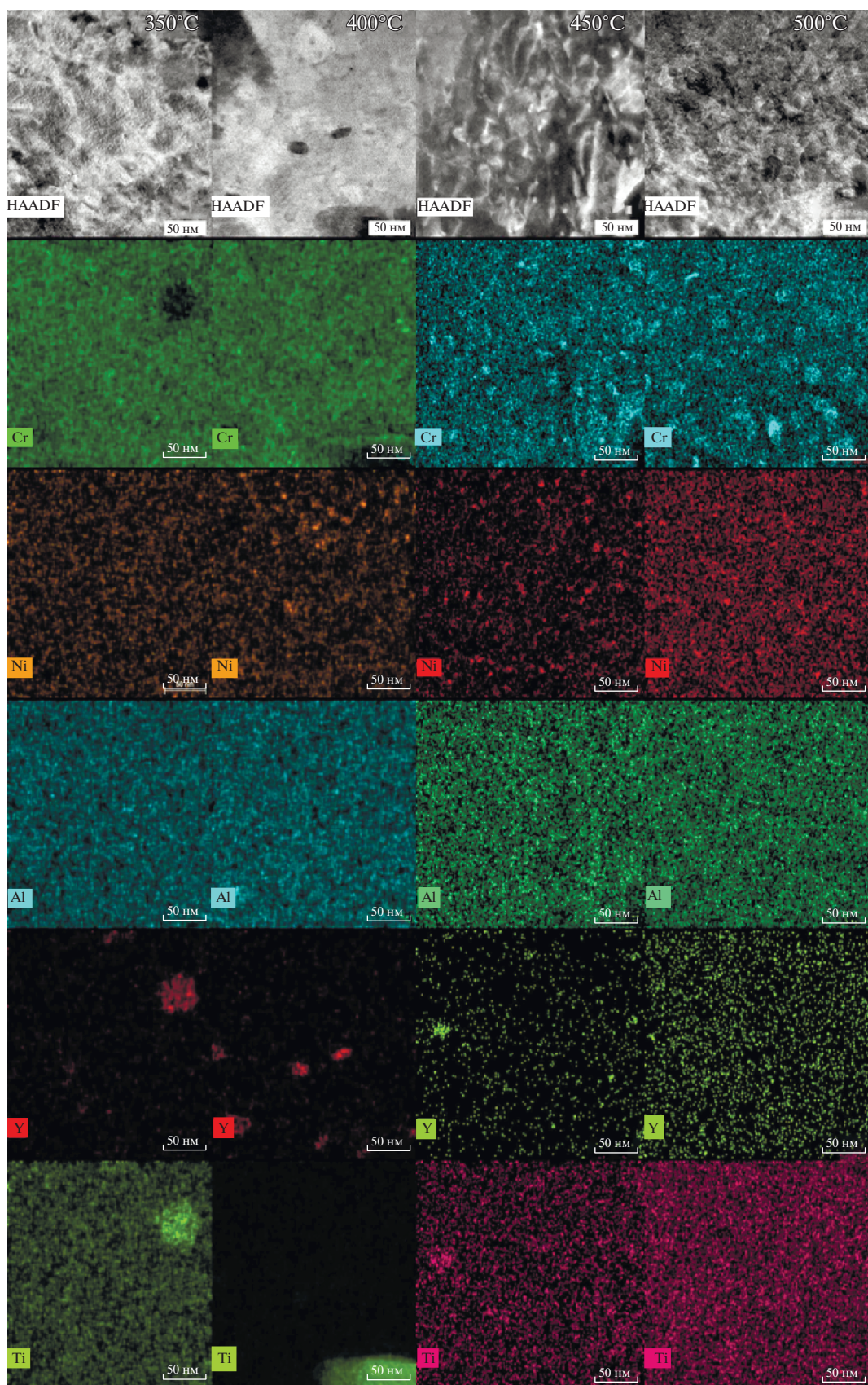
**Таблица 3.** Концентрации химических элементов в матрице, в исследованном объеме и в кластерах для стали ЭП-450 ДУО в исходном состоянии, ат. %

| Элемент | Матрица         | Кластеры        |
|---------|-----------------|-----------------|
| Cr      | $15.3 \pm 0.3$  | $18 \pm 1$      |
| Si      | $0.45 \pm 0.06$ | $0.23 \pm 0.1$  |
| Mn      | $0.47 \pm 0.06$ | $0.6 \pm 0.2$   |
| V       | $0.32 \pm 0.05$ | $1.0 \pm 0.2$   |
| C       | $0.02 \pm 0.01$ | $0.03 \pm 0.03$ |
| Fe      | $82.4 \pm 0.3$  | $44 \pm 1$      |
| Ni      | $0.20 \pm 0.04$ | —               |
| Ti      | $0.04 \pm 0.02$ | $14.1 \pm 0.9$  |
| Mo      | $0.76 \pm 0.08$ | $0.6 \pm 0.2$   |
| O       | $0.09 \pm 0.03$ | $16.2 \pm 0.9$  |
| Y       | —               | $3.9 \pm 0.5$   |

### 3.2. Атомные распределения в ДУО сталях после облучения

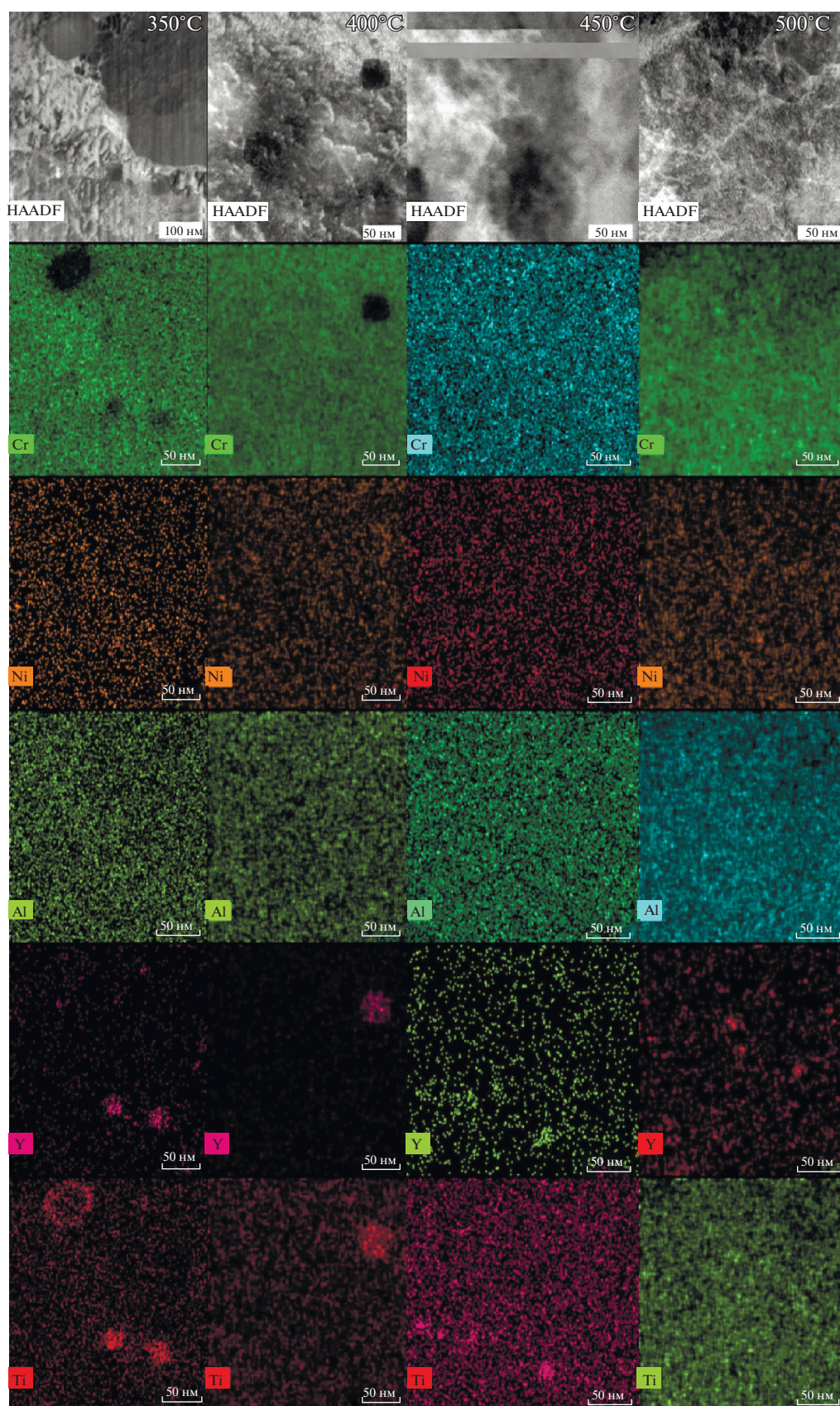
Для исходного состояния стали ЭП-450 ДУО характерно наличие большого числа оксидных кластеров типа Y–Ti–Cr–O ( $\sim 10^{23} \text{ м}^{-3}$ ). Исследования АЗТ после проведенных облучений показали, что наноструктура стали ЭП-450 ДУО весьма стабильна, и большое число кластеров типа Y–Ti–Cr–O также были обнаружены в большинстве исследуемых облученных состояний. Пример атомной карты, облученной стали ЭП-450 ДУО представлен рис. 16. Обнаруженные кластеры имеют размеры от 2 до 5 нм и объемную плотность  $\sim 10^{23} \text{ м}^{-3}$  (см. рис. 17 и 18).





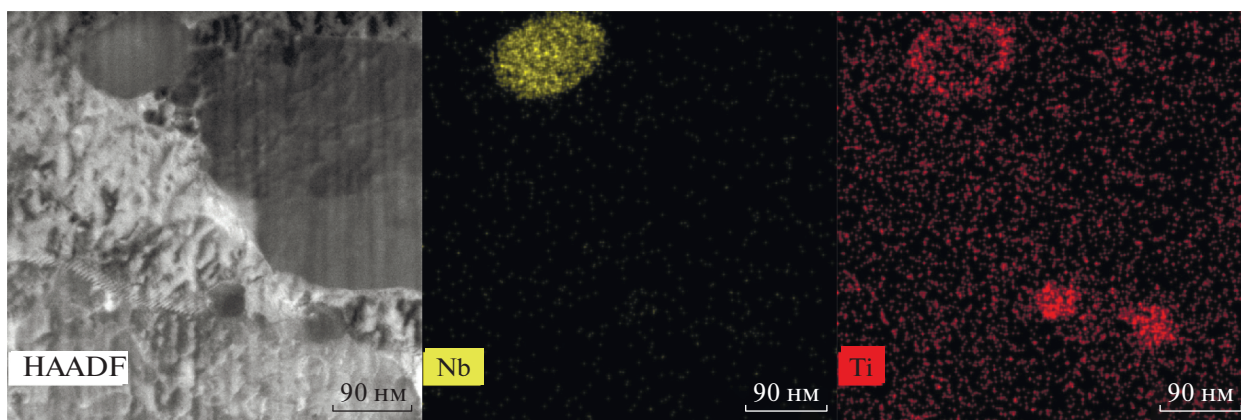
**Рис. 11.** Светлопольные ПРЭМ изображения и соответствующие EDX-карты химических элементов стали ЭП-823 ДУО, облученной до 60 сна при 350, 400, 450 и 500°C (флюенс  $1.7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ , исследование на глубине 0.5 мкм от облученной поверхности).





**Рис. 12.** Светлопольные ПРЭМ изображения и соответствующие EDX-карты химических элементов стали ЭП-450 ДУО, облученной до 60 сна при 350, 400, 450 и 500°C (флюенс  $1.7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ , исследование на глубине 0.5 мкм от облученной поверхности).





**Рис. 13.** Светлопольное ПРЭМ изображение и EDX-карты Nb и Ti стали ЭП-823 ДУО, облученной до 60 сна при 350°C (флюенс  $1.7 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$ , исследование на глубине 0.5 мкм от облученной поверхности).

Из рис. 17 и 18 видно, что с каждым шагом увеличения дозы облучения, кластеры (плотность которых  $10^{22}–10^{23} \text{ м}^{-3}$ ) детектируется, начиная с более высокой температуры. Так при 30 сна кластеры обнаружены при 350°C и более высоких температурах, при 60 сна начиная с 400°C и при 100 сна, только уже с 450°C.

После облучения до 30 сна при возрастании температуры наблюдается тенденция некоторого уменьшения среднего размера кластеров, в то время как объемная плотность меняется от температуры к температуре в широком интервале значений от  $\sim 2 \cdot 10^{23}$  до  $\sim 6 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-3}$ . Подобные колебания объемной плотности могут быть связаны с локальностью метода и неоднородностью самого материала от зерна к зерну. Кроме того, методом ПРЭМ показано, что вокруг большой оксидной частицы под облучением формируется большое число наноразмерных объектов. Зона исследования АЗТ попавшая в такую область, может привести к некоторым искажениям в оценке плотности.

После облучения до дозы 60 и 100 сна средний размер кластеров остается стабильным в пределах ошибки от температуры к температуре для обоих доз. Объемная плотность кластеров при облучении до 60 сна с ростом температуры от 400 до 450°C не изменяется ( $\sim 3 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-3}$ ) и сильно возрастает при 500°C до  $\sim 10^{22} \text{ м}^{-3}$ .

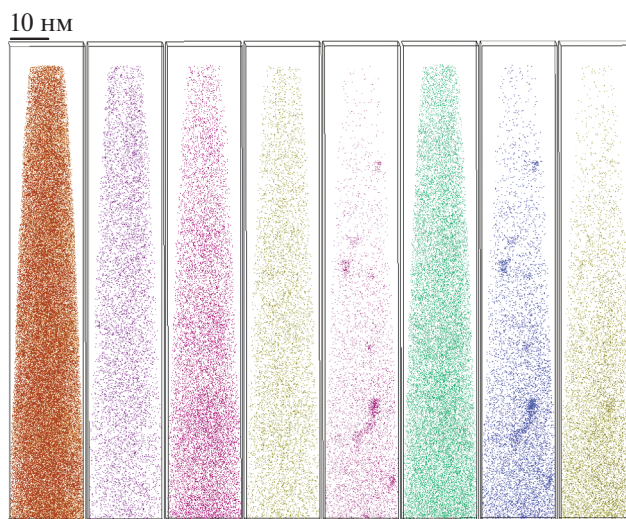
На рис. 19 представлена гистограмма обогащения кластеров относительно матрицы. После облучения до 30 сна, при различных температурах не происходит качественных изменений в составе Y–Ti–Cr–O кластеров. Так же как в исходном состоянии они обогащены по Cr, Ti, O и Y в разной степени. Однако при 400°C в этих кластерах наблюдается обеднение по Cr.

При 60 сна происходят заметные изменения в составе Y–Ti–Cr–O кластеров. При 400°C в разы возрастает обогащение по Y и O, и незначительно

по Cr в сравнении с той же температурой при 30 сна. При увеличении температуры наблюдается тенденция увеличения обогащения кластеров по Cr, и уменьшения обогащения по остальным элементам.

Обнаруженные при температурах 450 и 500°C после облучения до 100 сна кластеры Y–Ti–Cr–O отличаются по своему химическому составу от кластеров, обнаруженных при меньших дозах. Обогащение по Cr соответствует уровню исходного состояния, а содержания Y меньше его содержания в кластерах исходного состояния. Кластеры состоят преимущественно из Ti и O. Причем с ростом температуры до 500°C их обогащение по этим элементам увеличивается.

После облучения до 60 сна при температурах 450 и 500°C были обнаружены кластеры, обогащенные по Cr и C. Наличие распада по Cr при вы-



**Рис. 14.** Атомные карты одного из объемов стали ЭП-450 ДУО в исходном состоянии.

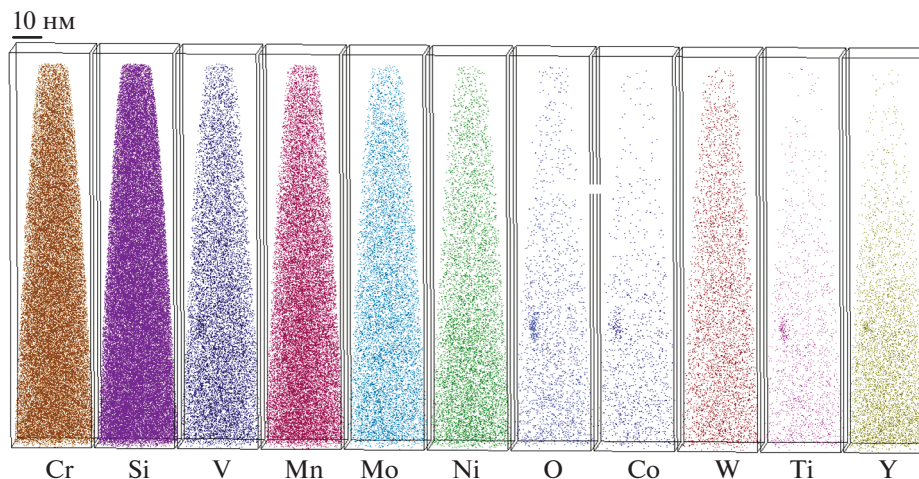


Рис. 15. Атомные карты одного из объемов стали ЭП-823 ДУО в исходном состоянии.

соких температурах облучения было замечено методом ПРЭМ, но не было возможности провести количественный анализ этого эффекта. На рис. 20 представлено обогащение кластеров Cr–C относительно матрицы. Обогащение по Cr составляет десятки, а углерода – единицы ат. %. Причем их обогащение по этим элементам возрастает с ростом температуры. Средний размер уменьшается с 8 до 4 нм, а объемная плотность возрастает на порядок с  $10^{22}$  до  $10^{23}$  м $^{-3}$  при увеличении температуры (см. рис. 16 и 18).

Характеристики кластеров в стали ЭП-823 ДУО при облучении кардинально отличается от кла-

стеров в стали ЭП-450 ДУО. Значительное число радиационно-индуцированных кластеров типа Ni–Mn–Si детектируются уже после облучения до 30 сна (см. рис. 21). Средний размер кластеров Ni–Mn–Si, лежит в диапазоне от 2 до 6 нм (рис. 22a), а объемная плотностью от  $10^{22}$  до  $10^{23}$  м $^{-3}$ . На рис. 23 представлено обогащение данных кластеров относительно матрицы.

Обнаружен ряд корреляций между характеристиками кластеров Ni–Mn–Si и параметрами облучения. При температуре 350 °С при дозах 30 и 60 сна объемная плотность этих кластеров составляет  $10^{23}$  м $^{-3}$ , при этом наблюдается снижение плотности с ростом дозы. При 100 сна кластеры не попали в область исследования, что указывает на то, что их объемная плотность составляет  $10^{21}$  м $^{-3}$  или ниже.

При 400 °С с ростом дозы облучения происходит увеличение среднего размера Ni–Mn–Si кластеров с 2 до 5 нм с одновременным уменьшением их объемной плотности. Также отметим, что средний размер кластеров не сильно зависит от условий облучений и варьируется от 2 до 6 нм. Можно говорить о росте размера кластеров при температурах 400 и 450 °С, при 350 и 500 °С, он почти не изменяется. Объемная плотность кластеров падает с дозой при температурах 350 и 400 °С, при 450 °С плотность сначала растет, а потом падает.

Детальный анализ состава радиационно-индуцированных кластеров показывает, что они обогащены не только по Ni, Mn и Si, но и по Cu (см. рис. 24). С ростом температуры облучения при 30 сна наблюдается тенденция увеличения обогащения кластеров по Cu и Mn. И имеется обратный эффект при 60 сна, обогащение по этим элементам уменьшается.

Подобных тенденций не выявлено в обогащении Si и Ni с ростом температуры при облучении до дозы 30 сна. Обогащение кластеров по Si варьирует-

Таблица 4. Значения концентраций элементов в исследованных объемах твердого раствора стали ЭП-823 ДУО (содержание химических элементов приведены в ат. %)

|    | Матрица |   |      | Кластер Ti–O–Y |   |      |
|----|---------|---|------|----------------|---|------|
|    |         |   |      |                |   |      |
| Fe | 83.5    | ± | 0.6  | 62             | ± | 1    |
| Cr | 11.3    | ± | 0.5  | 17.4           | ± | 0.8  |
| Si | 2.4     | ± | 0.2  | 1.7            | ± | 0.3  |
| V  | 0.5     | ± | 0.1  | 2.5            | ± | 0.3  |
| Mn | 1.0     | ± | 0.2  | 1.4            | ± | 0.3  |
| Mo | 0.36    | ± | 0.09 | 0.3            | ± | 0.1  |
| C  | 0.02    | ± | 0.02 | 0.6            | ± | 0.2  |
| Ni | 0.38    | ± | 0.09 | 1.2            | ± | 0.3  |
| O  | 0.10    | ± | 0.05 | 4.9            | ± | 0.5  |
| N  | 0.05    | ± | 0.03 | 1.3            | ± | 0.2  |
| Cu | 0.08    | ± | 0.04 | 0.4            | ± | 0.1  |
| Co | 0.01    | ± | 0.02 | 0.03           | ± | 0.03 |
| W  | 0.18    | ± | 0.06 | 0.4            | ± | 0.1  |
| Ti | 0.09    | ± | 0.04 | 4.4            | ± | 0.5  |
| Y  |         | — |      | 1.5            | ± | 0.3  |



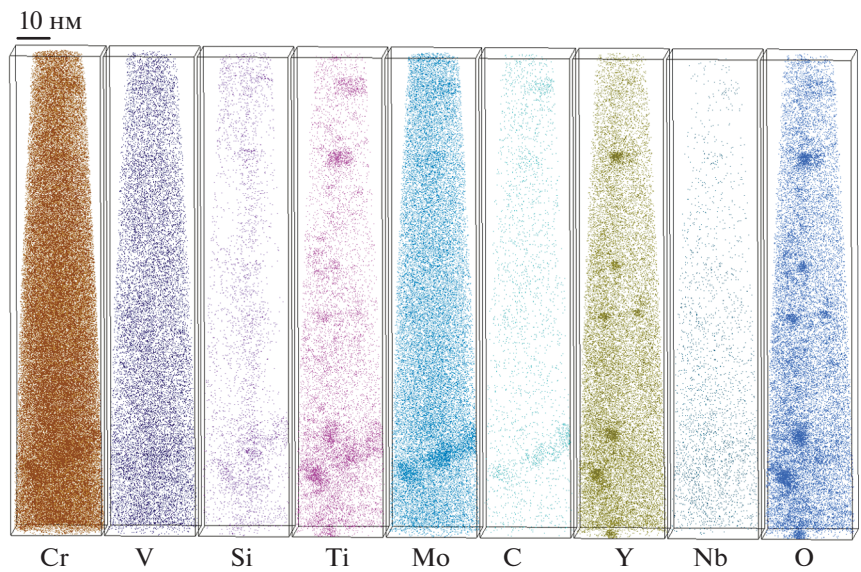


Рис. 16. Атомные карты одного из объемов стали ЭП-450 ДУО, облученной до 60 сна при 400°С.

ся от 5 до 14 ат. %. Обогащение кластеров по Ni варьируется от 10 до 18 ат. % при температурах от 350, 400, 450°С и резко возрастает до 29 ат. % при 500°С.

После облучения до 30 сна при 450 и 500 °С обнаружены радиационно-индуцированные кластеры, преимущественно обогащенные по Cu, с размером 2–3 нм и объемной плотностью  $10^{22} \text{ м}^{-3}$ . При 500 °С их объемная плотность падает на порядок (см. рис. 25), по сравнению с 450°С. Природа данных кластеров схожа, с кластерами Ni–Mn–Si, поскольку оба типа кластеров состоят из одних и тех же элементов, но в разных пропорциях. Обнаруженные типы радиационно-индуцированных кластеров в стали ЭП-823 ДУО, помимо различ-

ного содержания меди, сильно отличаются друг от друга по содержанию Ni и Si. Похоже, что атомы Cu вытесняют Ni и Si в меднообогащенных кластерах, по сравнению с кластерами Ni–Mn–Si с малым содержанием меди (см. рис. 23).

Отметим, что медь является известным элементом, способствующим охрупчиванию корпусных материалов, так что даже небольшое ее содержание приводит к формированию меднообогащенных радиационно-индуцированных кластеров.

Согласно ПРЭМ данным, после облучения стали ЭП-823 ДУО до доз 60 и 100 сна, наблюдается растворение крупных оксидных включений ( $\geq 10 \text{ нм}$ ) и формирование новой фракции мелких

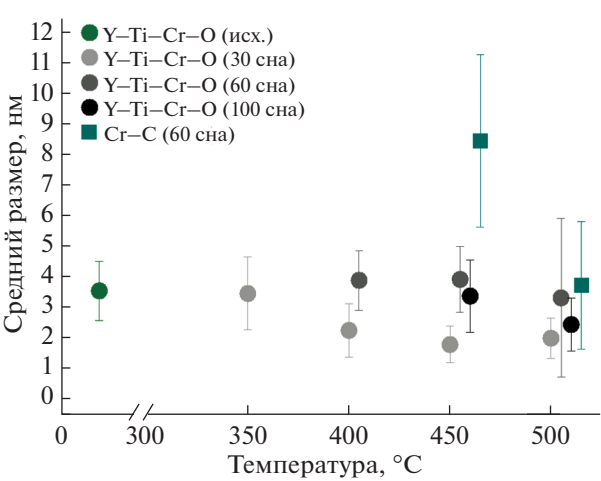


Рис. 17. Зависимость среднего размера кластеров типа Y–Ti–Cr–O и Cr–C от температуры облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна в стали ЭП-450 ДУО.

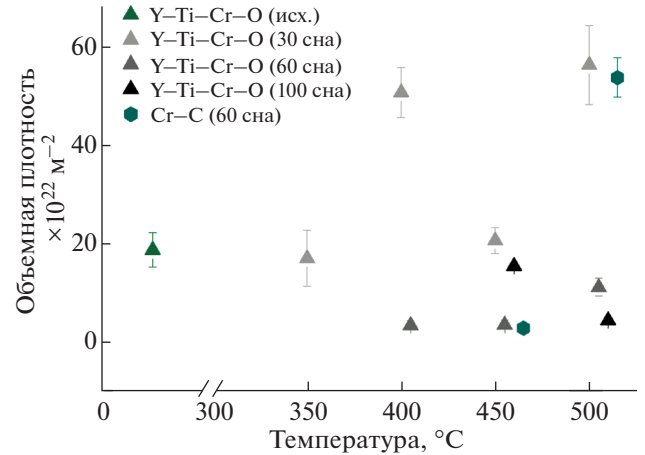


Рис. 18. Зависимость объемной плотности кластеров типа Y–Ti–Cr–O и Cr–C от температуры облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна в стали ЭП-450 ДУО.

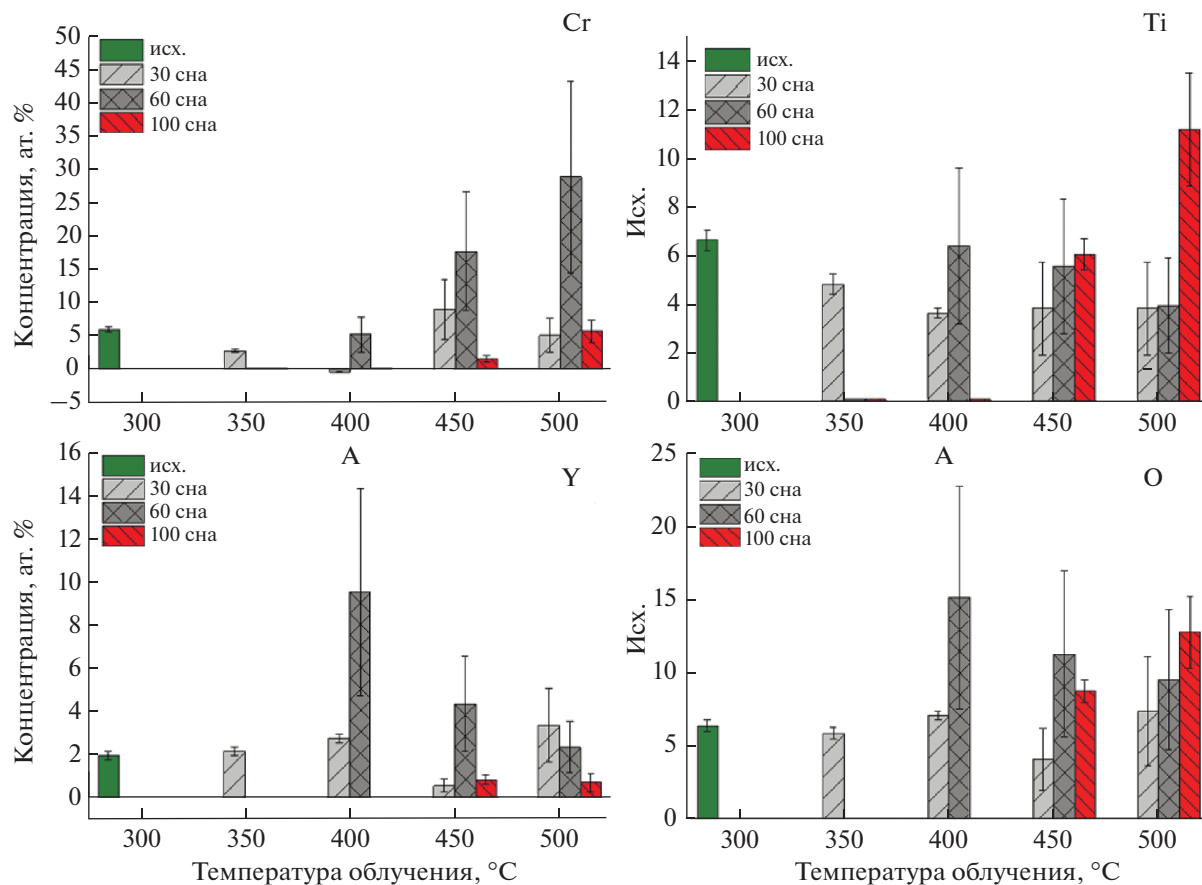


Рис. 19. Обогащение кластеров типа Y–Ti–Cr–O относительно матрицы после облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна при разных температурах в стали ЭП-450 ДУО.

включений ( $\leq 10$  нм), причем данный эффект более выражен при высоких температурах. Этот результат частично подтверждается методом АЗТ. При дозе облучения 60 сна при высоких температурах облучения (450 и 500 °C) также обнаружено большое число кластеров Y–Ti–Cr–O (см. рис. 26). Причем при 500 °C их количество выше на по-

рядок, чем при 450 °C и составляет  $10^{22}$  м $^{-3}$ , что также видно из результатов ПЭМ исследований.

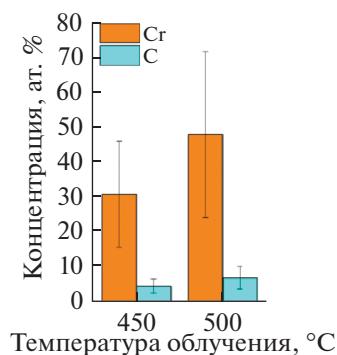


Рис. 20. Обогащение кластеров типа Cr–C относительно матрицы после облучения при повреждающей дозе 60 сна при разных температурах в стали ЭП-450 ДУО.

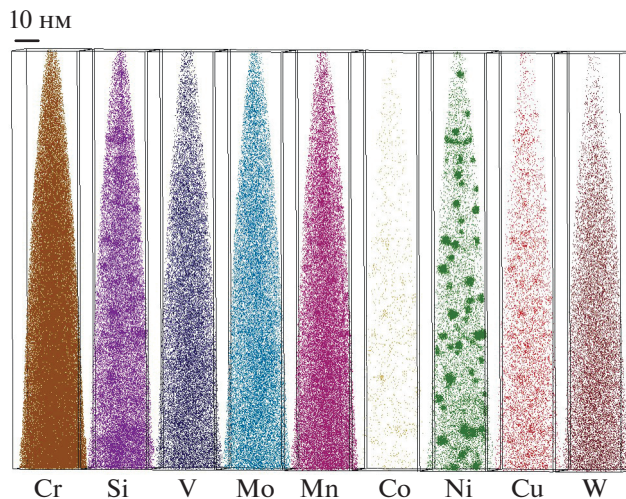
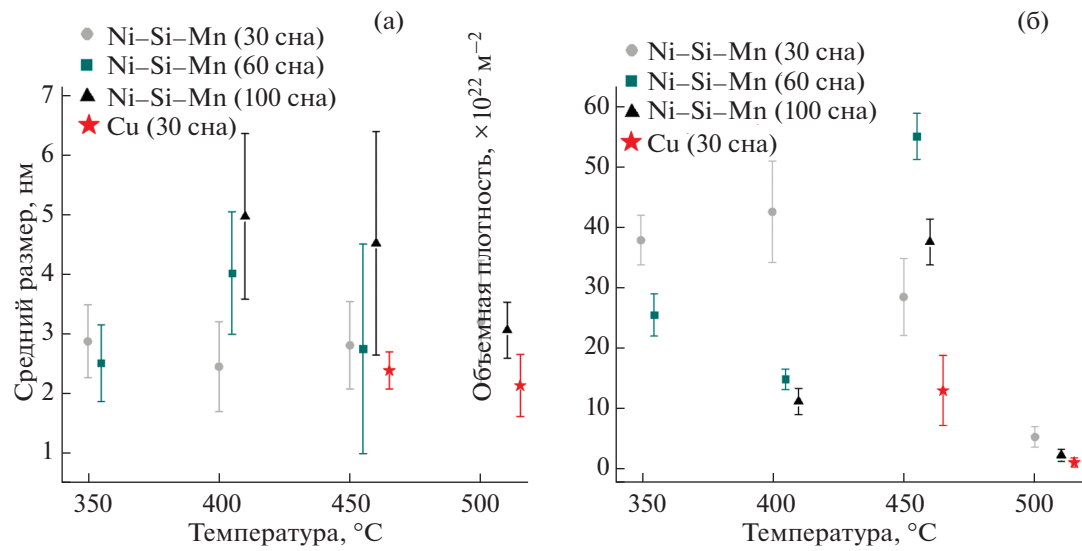
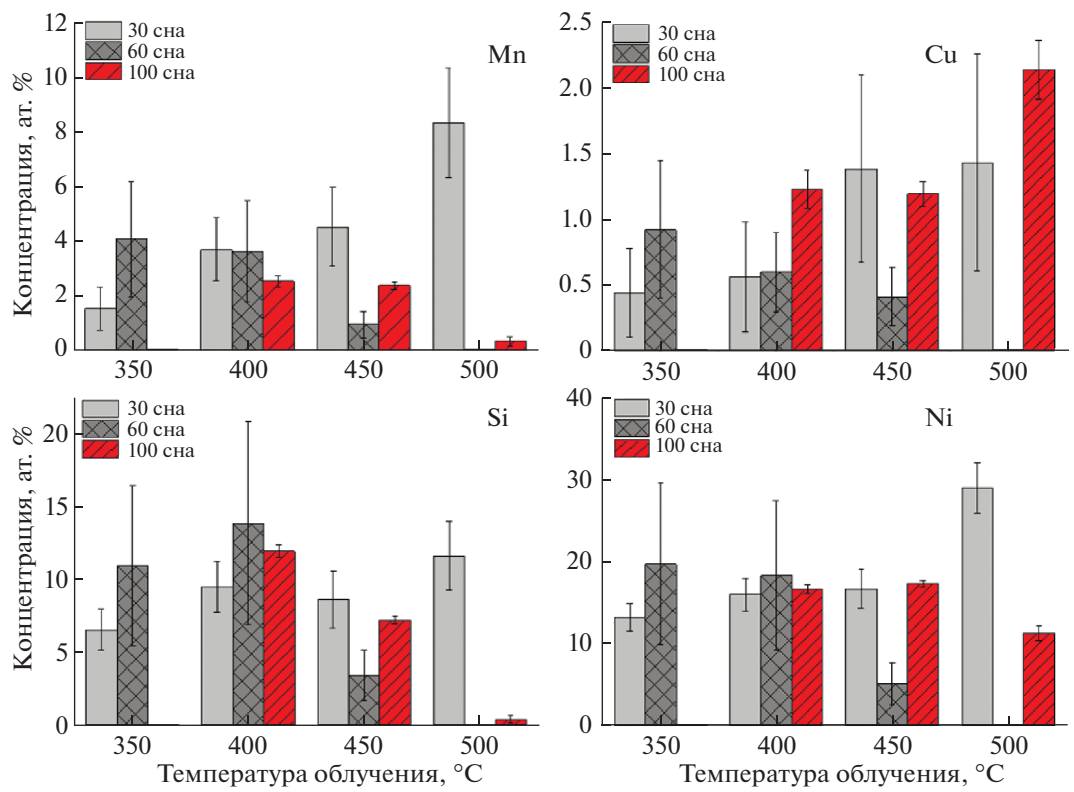


Рис. 21. Атомные карты стали ЭП-823 ДУО после облучения до дозы 60 сна при температуре 350 °C.



**Рис. 22.** Зависимость среднего размера (а) и объемной плотности (б) кластеров Ni–Mn–Si и кластеров Cu от температуры облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна в стали ЭП-823 ДУО.

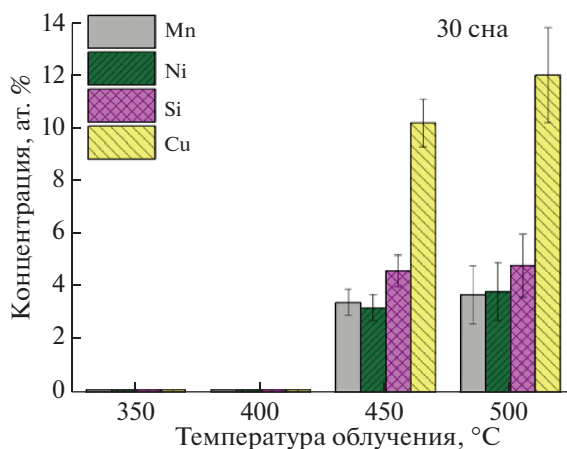


**Рис. 23.** Обогащение кластеров типа Ni–Mn–Si относительно матрицы после облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна при разных температурах в стали ЭП-823 ДУО.

Стоит отметить, что в стали ЭП-823 ДУО заметное количество ( $\sim 10^{22} \text{ м}^{-3}$ ) кластеров Y–Ti–Cr–O размерами до 6 нм, малая плотность которых ( $\sim 10^{21} \text{ м}^{-3}$ ) была задетектирована в исходном

состоянии, было обнаружено после облучения до 30 сна при 450 °C, однако при 500 °C они не попали в зону исследования АЗТ. Это может быть связано как с процессами образования-растворе-





**Рис. 24.** Обогащение Cu кластеров относительно матрицы после облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна при разных температурах в стали ЭП-823 ДУО.

ния кластеров, так и с неоднородностью их распределения ( $10^{22} \text{ м}^{-3}$ ), так как эти значения находятся на пороге возможностей детектирования нанообъектов методами АЗТ.

После облучения данные кластеры имеют отличный состав от кластеров в исходном состоянии, что косвенно подтверждает данные ПРЭМ, где обнаружены мелкие включения вблизи больших оксидов. При 30 сна в несколько раз увеличивается обогащение по Cr, Ti, Y и O по сравнению с исходным состоянием. При облучении до 60 сна при 450°C обогащение кластеров по Ti и O не изменяется в пределах ошибки по сравнению с аналогичной температурой при 30 сна, однако содержание Cr падает в четыре раза, а Y возрастает в четыре раза (см. рис. 27). При 500° ощутимо пада-

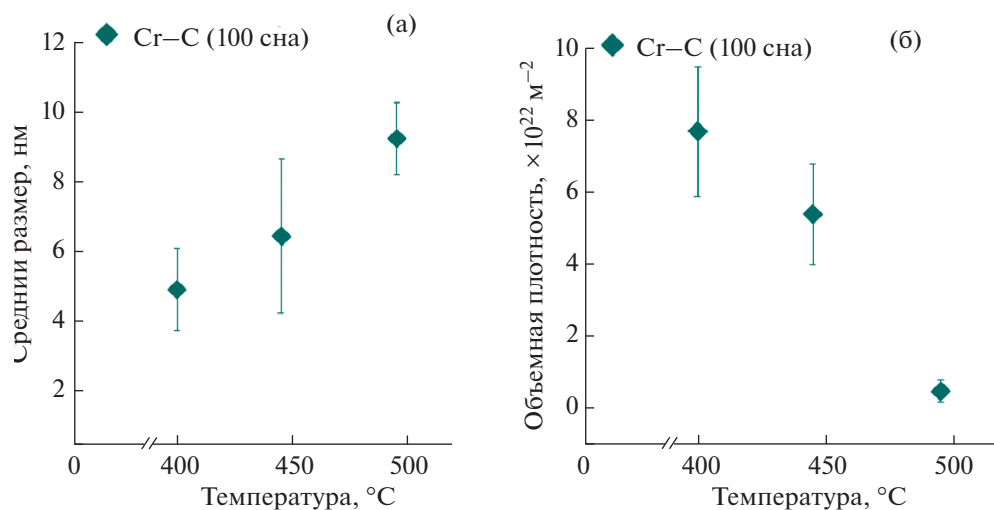
ет обогащение по Y, Ti и O по сравнению с 450°C для 60 сна, но в несколько раз растет обогащение по Cr. Данное сильное обогащение кластеров по Cr, может быть связано с распадом твердого раствора, наблюдаемого в ПРЭМ (см. рис. 12).

Помимо Y–Ti–Cr–O и Ni–Mn–Si кластеров, после облучения стали ЭП-823 ДУО до дозы 100 сна в диапазоне температур от 400 до 500°C были обнаружены кластеры типа Cr–C, как и в стали ЭП-450 ДУО, но при 60 сна. При данной дозе облучения наблюдался распад по Cr при высоких температурах облучения. Средний размер колеблется от 4 до 10 нм с объемной плотностью  $10^{22} \text{ м}^{-3}$ . С ростом температуры облучения растет средний размер, а объемная плотность снижается (см. рис. 24). На рис. 25 представлено обогащение кластеров относительно матрицы. Содержание Cr растет с ростом температуры облучения при стабильном обогащении по C (рис. 28a).

Помимо Cr и C, данные кластеры обогащены по Ni, Si и Mn при 400°C. При повышении температуры облучения состав изменяется. Сохраняется обогащение по Mn. Содержание Si уменьшается при 450°C, и он полностью покидает состав кластеров при 500°C, переходя в твердый раствор. Обогащение по Ni увеличивается при 450°C, по сравнению с 400°C, но при 500°C никель, как и Si, покидает состав кластеров.

#### 4. ИЗМЕРЕНИЕ УПРОЧНЕНИЯ ОБЛУЧЕННЫХ ИОНАМИ СТАЛЕЙ МЕТОДОМ НАНОИНДЕНТИРОВАНИЯ

Пример результата измерений твердости методом наноиндентирования представлены в виде диаграмм твердости,  $H$  от глубины индентирования,  $h$  на рис. 29.



**Рис. 25.** Зависимость среднего размера и объемной плотности кластеров Y–Ti–Cr–O и Cr–C от температуры облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна в стали ЭП-823 ДУО.

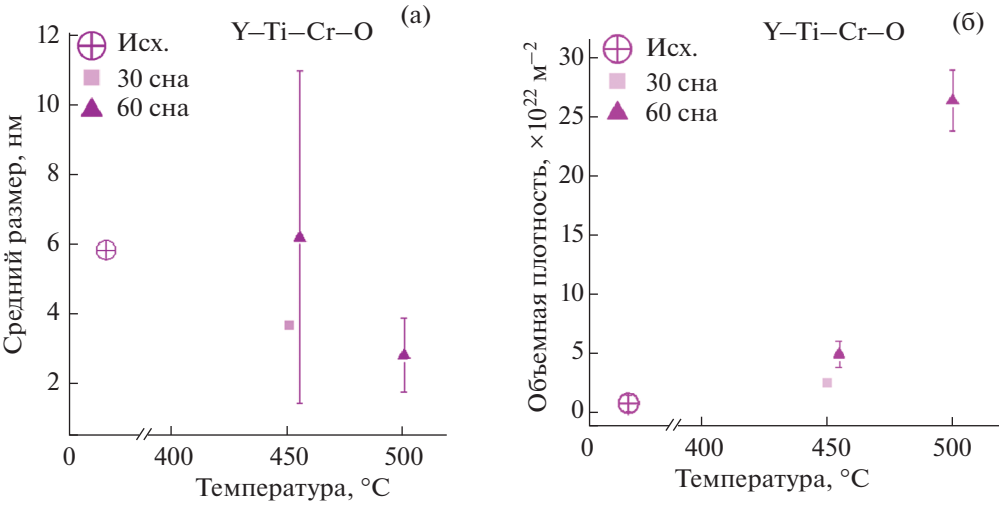


Рис. 26. Зависимость среднего размера и объемной плотности кластеров Y–Ti–Cr–O и Cr–C от температуры облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сн в стали ЭП-823 ДУО.

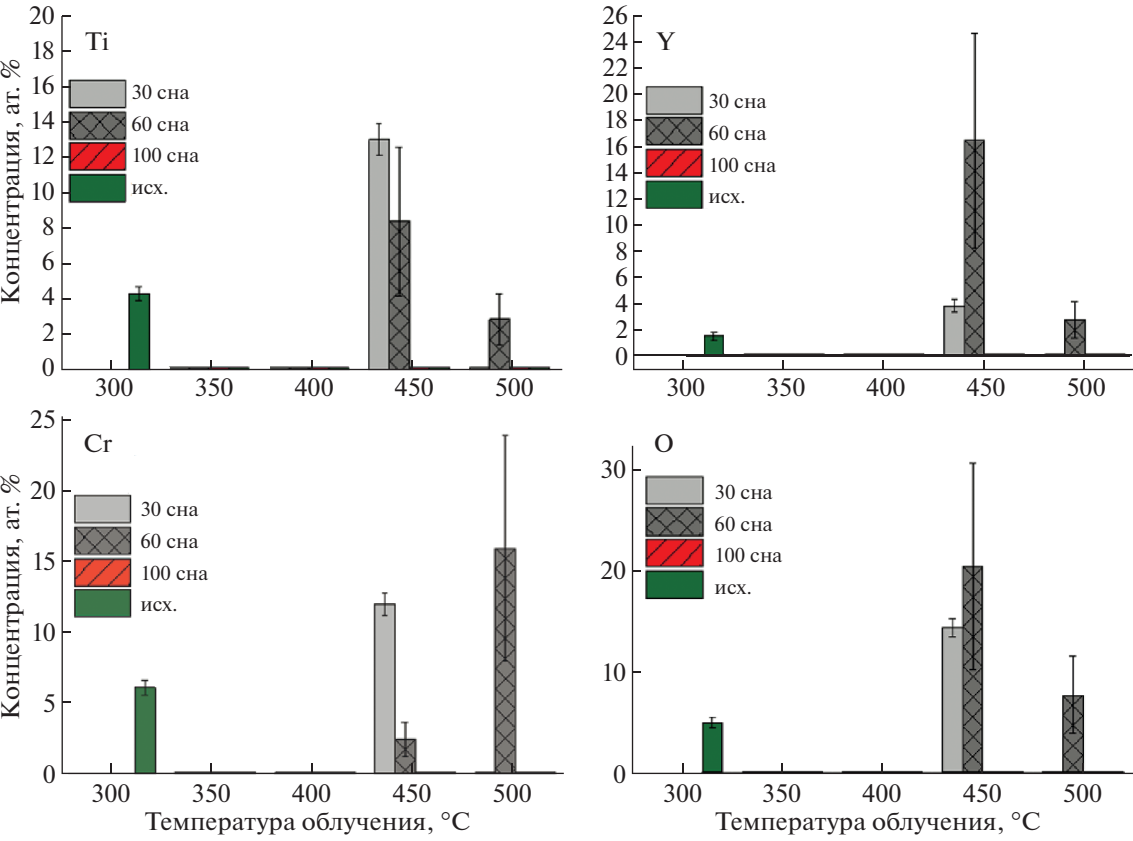
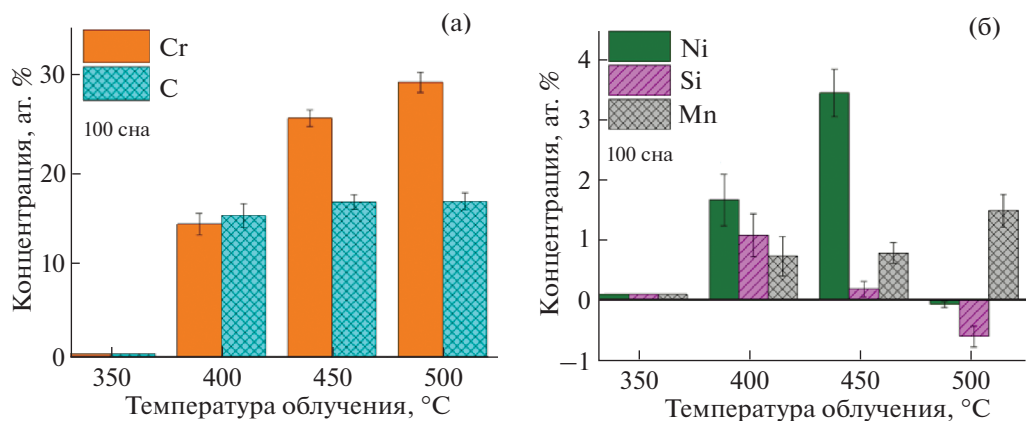


Рис. 27. Обогащение кластеров типа Y–Ti–Cr–O относительно матрицы после облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сн при разных температурах в стали ЭП-823 ДУО.

Далее кривые твердости  $H$  от глубины инден-  $Gao (H^2 \text{ от } 1/h)$ . Характерные примеры представ- тирования  $h$  перестраивались в диаграмму Nix– лены на рис. 30.



**Рис. 28.** Обогащение кластеров Cr–C относительно матрицы после облучения при повреждающих дозах 30, 60 и 100 сна при разных температурах в стали ЭП-823 ДУО.

Результирующие значения упрочнения ДУО сталей под облучением при различных температурах представлены на рис. 31.

Полученные результаты лежат в диапазоне от 0.4 до 1.4 ГПа в зависимости от условий облучения.

В диапазоне доз до 30 сна сталь ЭП-823 демонстрирует высокий темп упрочнения, только при 500°C обнаруживается снижение этого темпа. При более высоких дозах упрочнение немного снижается при 350–450°C, либо стабилизируется при 500°C. Сталь ЭП-450 до 30 сна ведет себя иначе, при низких температурах облучения (350–400°C) темп упрочнения умеренный, а при повышенных температурах (450–500°C) темп упрочнения заметно возрастает.

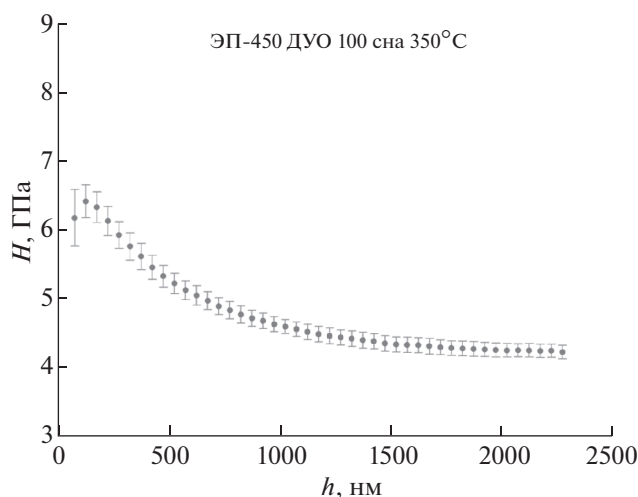
Анализ температурных зависимостей упрочнения показывает, что в стали ЭП-823 ДУО упрочне-

ние имеет некоторые вариации при температурах 350–450°C и заметно падает при 500°C. В стали ЭП-450 ДУО упрочнение несколько увеличивается с температурой в рассматриваемом интервале доз до 60 сна и демонстрирует падение упрочнения при 500°C только при облучении до 100 сна.

## 5. ОБСУЖДЕНИЕ

Механизмы радиационного упрочнения ДУО сталей, как правило, имеют комбинированный характер. С одной стороны, матрица этих сталей может демонстрировать радиационные эффекты матричной стали. Так, например, в традиционных ферритно-мартенситных сталях основными механизмами низкотемпературного радиационного упрочнения являются: образование дислокационных петель и радиационно-индуцированных кластеров (таких как, Ni–Mn–Si кластеры, или Cu кластеры, в зависимости от состава сталей) [50–53]. В современных малоактивируемых ферритно-мартенситных сталях содержание Ni, Si, Mn и Cu настолько оптимизировано, что упомянутые кластеры практически не образуются, однако при более высоких дозах облучения все же возможен распад твердого раствора по Cr и образование предвыделений  $\alpha'$  фазы [54–56]. С другой стороны, наличие высокой плотности дисперсных включений может подавлять отмеченные механизмы распада твердого раствора матричной стали, подавлять образование дислокационных петель [57], по крайней мере, на начальных стадиях облучения. В этом случае, облучение приводит, прежде всего, к перестройке системы дисперсных включений, например, к обмену веществом между оксидными включениями и кластерами, растворению крупных оксидов и формированию новых наноразмерных оксидных включений [30–32, 57].

В настоящей работе исследованы механизмы радиационного упрочнения двух ДУО сталей ЭП-450



**Рис. 29.** Зависимость твердости от глубины индентирования для образца стали ЭП-450 ДУО после облучения.



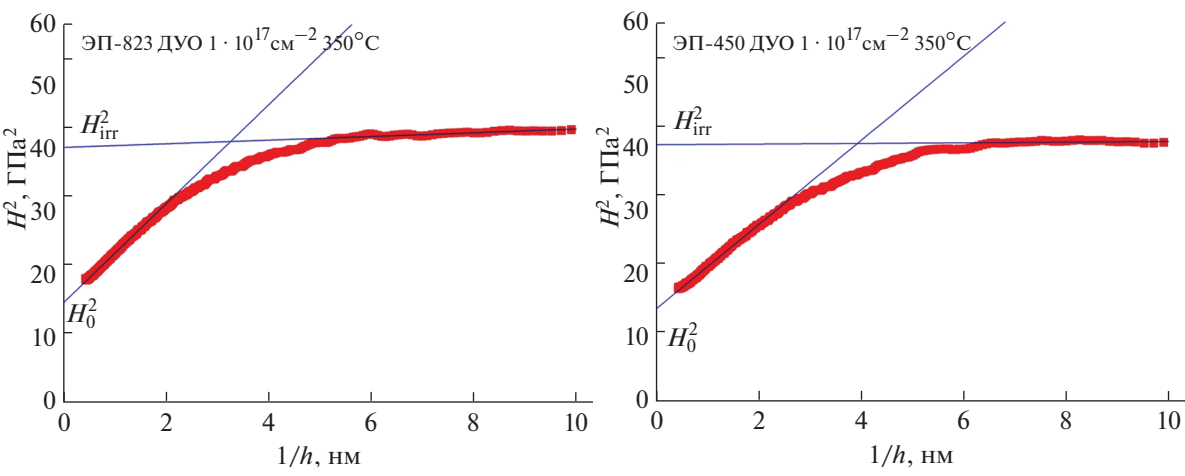


Рис. 30. Диаграмма измеренных значений твердости от глубины для стали ЭП-450 ДУО (а) и ЭП-823 ДУО (б), облученных ионами при температуре 350°С в координатах  $H^2$  от  $1/h$ .

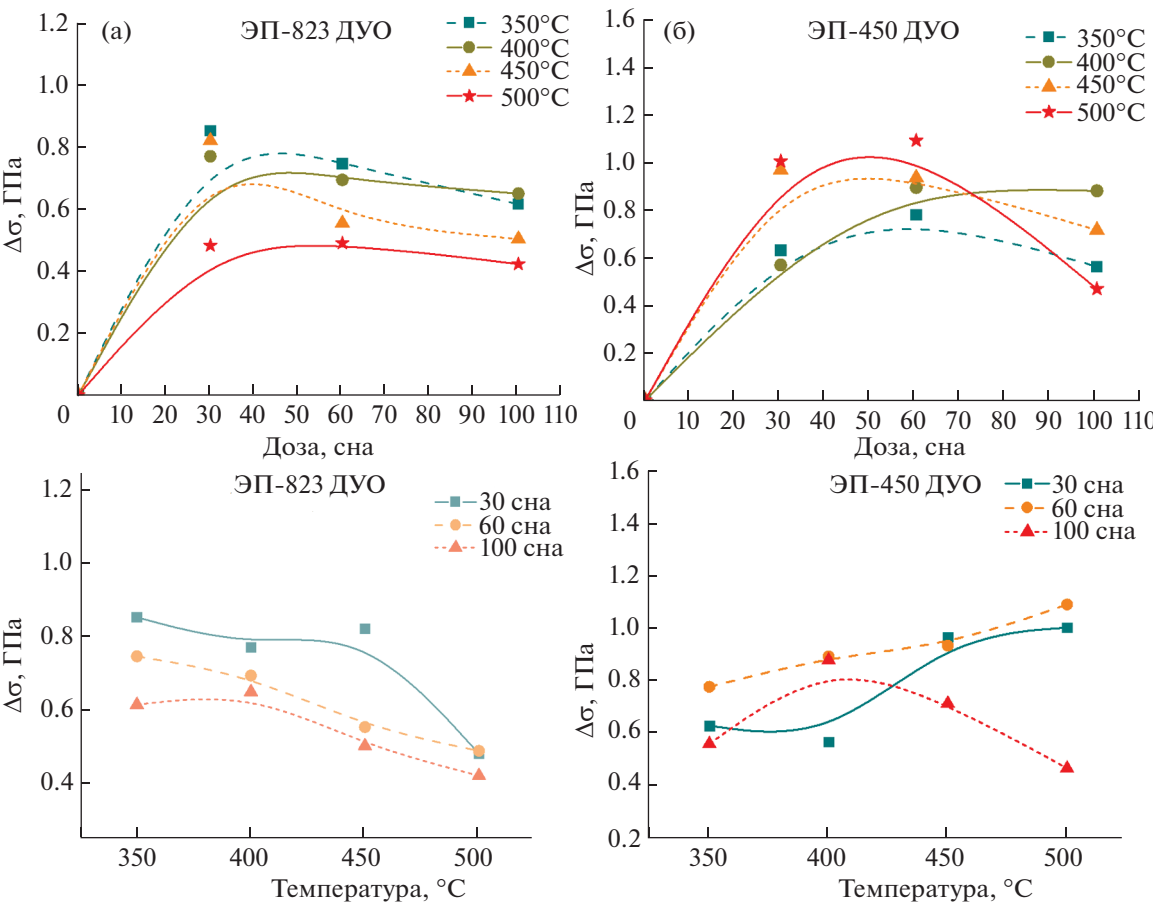


Рис. 31. Упрочнение сталей ЭП-450 ДУО (а) и ЭП-823 ДУО (б) в результате ионного облучения.

ДУО и ЭП-823 ДУО, имеющих не только заметные отличия в химическом составе (в стали ЭП-823 ДУО значительно больше Mn, Ni, Si и W), но и различную степень дисперсности нанообъектов.

Анализ исходного состояния сталей показал, что ЭП-450 ДУО и ЭП-823 ДУО содержат относительно невысокую плотность оксидов  $\sim 2\text{--}4 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-3}$ , в сравнении с известными зарубежными модель-

ными сталями и сплавами [22], у которых плотность оксидов более  $10^{22} \text{ м}^{-3}$ . При этом оксидные частицы в стали ЭП-450 ДУО имеют меньший средний размер (10 нм) и большую объемную плотность ( $\sim 3 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-3}$ ) в сравнении со сталью ЭП-823 ДУО, где эти величины составляют 15 нм и  $\sim 2 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-3}$ , соответственно (см. табл. 2). В сталях ЭП-450 ДУО и ЭП-823 ДУО также обнаружены наноразмерные ( $< 5 \text{ нм}$ ) Y–Ti–Cr–O кластеры, но в стали ЭП-450 ДУО таких кластеров больше на 2 порядка  $\sim 10^{23} \text{ м}^{-3}$ , чем в стали ЭП-823 ДУО. Отметим, что низкая плотность кластеров  $\sim 10^{21} \text{ м}^{-3}$  также нехарактерна для ДУО сталей [19, 22].

Различия в исходной наноструктуре сталей проявились в различии их поведения при радиационных нагрузках.

Сталь ЭП-450 ДУО является достаточно высокодисперсной. Так что, при небольших дозах облучения (до 30 сна) обнаруживаются заметные процессы перестройки системы включений (оксидов и кластеров). А процессы распада твердого раствора по Cr детектировались только при высоких дозах облучения (60 сна) и при достаточно высоких температурах облучения. Отметим, что, несмотря на высокую дисперсность наночастиц этой стали, образование дислокационных петель не было подавлено, и они были обнаружены уже при дозе 30 сна.

Оксиды и кластеры в стали ЭП-823 ДУО обладают меньшей дисперсностью, в сравнении с ЭП-450 ДУО. Меньшая плотность оксидов и крайне низкая плотность оксидных кластеров, позволили проявиться механизмам деградации матричной стали. Характерное для традиционных ферритно-мартенситных сталей содержание Ni, Si и Mn привело к интенсивному образованию Ni–Si–Mn кластеров ( $\sim 10^{23} \text{ м}^{-3}$ ), и меднообогащенных кластеров, не смотря на низкое содержание меди в материале (менее 0.1%). По мере роста дозы облучения, на фоне коалесценции образовавшихся кластеров, в стали ЭП-823 ДУО также проявились процессы перестройки оксидных включений.

Дислокационные петли в стали ЭП-823 ДУО имеют близкие параметры с петлями в стали ЭП-450 ДУО. Можно предположить, что в этом случае относительно невысокий темп образования дислокационных петель связан с интенсивным образованием радиационно-индуцированных кластеров.

Отмеченные особенности перестройки наноструктуры сталей обусловили обнаруженные отличия в радиационном упрочнении этих сталей.

Так сталь ЭП-823 ДУО имеет заметно более высокий темп низкотемпературного радиационного упрочнения в диапазоне доз до 30 сна, в отличие от стали ЭП-450 ДУО. Повышение дозы

облучения в случае стали ЭП-823 ДУО приводит к постепенному разупрочнению. Причем данный эффект имеет температурную зависимость: для каждой дозы облучения рост температуры приводит к разупрочнению.

Поведение стали ЭП-450 ДУО характеризуется тем, что повышение дозы не приводит к разупрочнению, как в случае ЭП-823 ДУО: при дозе 60 сна сталь ЭП-450 ДУО упрочняется, и это упрочнение увеличивается с ростом температуры. При дозе 100 сна тенденция меняется, и сталь ЭП-450 ДУО демонстрирует разупрочнение. Данный эффект более выражен при высоких температурах (450 и 500°C).

Отличия в поведении механических свойств двух сталей напрямую связаны с перестройкой их микро и наноструктуры. Некоторые эффекты являются достаточно очевидными с точки зрения их описания изменениями микро и наноструктуры. Так, например, более высокий темп упрочнения стали ЭП-823 ДУО, в отличие от ЭП-450 ДУО вероятнее всего связан с образованием в ЭП-823 ДУО большого числа радиационно-индуцированных кластеров Ni–Si–Mn. Также, можно предположить, что поскольку наноструктурные фазы в стали ЭП-823 ДУО, обладают меньшей дисперсностью, чем в стали ЭП-450 ДУО, то и влияние оксидных включений на результирующее упрочнение меньше, а радиационное упрочнение в большей степени определяется изменением характеристик дислокационных петель, как в случае обычной ферритно-мартенситной стали.

Для стали ЭП-450 ДУО ситуация совершенно другая. Хотя дислокационные петли имеют похожие характеристики, и демонстрируют похожее поведение под облучением, как в случае стали ЭП-823 ДУО, наноструктура стали ЭП-450 ДУО, обладая заметно большей дисперсностью, имеет значительно большее влияние оксидных включений различных типов на результирующее радиационное упрочнение, и это проявляется на высоких дозах облучения.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе методами просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии изучена наноструктура двух ферритно-мартенситных сталей ЭП-823 ДУО и ЭП-450 ДУО, а также их эволюция после имитационного облучения ионами в диапазоне доз от 30 до 100 сна, при температурах облучения от 350 до 500°C.

Анализ исходного состояния сталей показал, что в стали ЭП-450 ДУО содержится большее количество мелких оксидных частиц (до 20 нм) в сравнении со сталью ЭП-823 ДУО. Кроме того, в стали ЭП-450 ДУО обнаружено на два порядка

больше  $\sim 10^{23} \text{ м}^{-3}$  наноразмерных кластеров Y–Ti–Cr–O, чем в стали ЭП-823 ДУО.

После облучения до дозы 30 сна эволюция наноструктуры сталей происходит различным образом. В стали ЭП-823 ДУО происходит формирование большого числа термически нестабильных радиационно-индуцированных кластеров, обогащенных по Ni, Mn, Si и Cu. Объемная плотность исходных мелких оксидов заметно снижается после облучения. В стали ЭП-450 ДУО радиационно-индуцированных кластеров, как в стали ЭП-823 ДУО, не обнаружено. Средние значения размеров и плотностей оксидных частиц изменяются незначительно.

При более высоких дозах облучения (60 и 100 сна) в обеих сталях наблюдается признаки распада твердого раствора по Cr. Изменения количественных характеристик оксидов незначительны для стали ЭП-450 ДУО. Обнаруженные кластеры Cr–Y–Ti–O в исходном состоянии для данной стали, присутствуют и в подавляющем большинстве состояний после облучения. При этом кластеры менее стабильны к большим дозам облучения, чем оксидные частицы.

В стали ЭП-823 ДУО после облучения до 60 и 100 сна происходит увеличение объемных плотностей оксидных частиц. При этом при высоких температурах облучения наблюдается постепенное их растворение (снижение объемной плотности, смещение распределений в сторону меньших размеров).

Результаты измерения нанотвердости показывают, что основные отличия поведения двух сталей происходят при высоких температурах после облучения до доз 30 и 60 сна. Сталь ЭП-450 ДУО более стабильна к ионному облучению до доз 100 сна в диапазоне температур от 350 до 500°C. При дозе 100 сна обе стали с ростом температуры показывают тенденцию к разупрочнению.

#### БЛАГОДАРНОСТИ

Работа выполнялась на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС (<http://kamiks.itep.ru/>) НИЦ “Курчатовский институт” – ККТЭФ.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. Ukai S., Fujiwara M. // J. Nucl. Mater. 2002. V. 307–311. P. 749.
2. Никитина А.А., Агеев В.С., Леонтьева-Смирнова М.В., Митрофанова Н.М., Науменко И.А., Целищев А.В., Чернов В.М. // Атомная энергия. 2015. Т. 119 (5). С. 292.
3. Ukai S., Ohtsuka S., Kaito T., De Carlan Y., Ribis J., Malaplate J. Oxide Dispersion-Strengthened Ferrite-Martensite Steels as Core Materials for Generation IV Nuclear Reactors, in book: Structural Materials for Generation IV Nuclear Reactors. 2017. P. 357.
4. De Carlan Y., Bechade J.-L., Dubuisson P. // J. Nucl. Mater. 2009. V. 386–388. P. 430.
5. Yvon P., Carré F. // J. Nucl. Mater. 2009. V. 385. P. 217.
6. Jeong Y.H., Kim W.J., Kim D.J. // Proc. Eng. 2014. V. 86. P. 1.
7. Mateus R., Carvalho P.A., Nunes D. // Fus. Eng. Des. 2011. V. 86. P. 2386.
8. Kimura A., Cho H.-S., Toda N., Kasada R. // J. Nucl. Sci. Technol. 2007. V. 44 (3). P. 323.
9. Ribis J., Bordes E., Trocellier P., Serruys Y., De Carlan Y., Legris A. // J. Mater. Res. 2015. V. 30. P. 2210.
10. Wharry J.P., Swenson M.J., Yano K.H. // J. Nucl. Mater. 2017. V. 486. P. 11.
11. Klimiankou M., Lindau R., Möslang A. // J. Nucl. Mater. 2004. V. 329–333. P. 347.
12. Klimiankou M., Lindau R., Moeslang A. // J. Cryst. Growth. 2003. V. 249. P. 381.
13. Агеев В.С., Вильданова Н.Ф., Козлов К.А., Кочеткова Т.Н., Никитина А.А., Сагарадзе В.В., Сафронов Б.В., Цвелев В.В., Чуканов А.П. // Физика металлов и металловедение. 2008. Т. 106 (3). С. 329.
14. Coppola R., Klimiankou M., Lindau R. // Phys. B: Cond. Mat. 2004. V. 350. P. 545.
15. Han Y.-S., Mao X., Jang J., Kim T.-K. // Appl. Phys. A. 2015. V. 119. P. 249.
16. Mathon M.H., Perrut M., Zhong S.Y., De Carlan Y. // J. Nucl. Mater. 2012. V. 428. P. 147.
17. Oono N., Ukai S. // Mater. Trans. 2018. V. 59 (10). P. 1651.
18. Рогожкин С.В., Горшкова Ю.Е., Бокучава Г.Д., Хомич А.А., Богачев А.А., Никитин А.А. // Ядерная физика и инжиниринг. 2022. Т. 13 (4). С. 317. [Rogozhkin S.V., Gorshkova Yu.E., Bokuchava G.D., Khomich A.A., Bogachev A.A., Nikitin A.A. // Phys. At. Nucl. 2022. V. 85 (9). P. 1467].
19. Rogozhkin S.V., Khomich A.A., Klauz A.V., Bogachev A.A., Gorshkova Y.E., Bokuchava G.D., Nikitin A.A., Lukyanchuk A.A., Raznitsyn O.A., Shutov A.S., Zaluzhny A.G. // J. Surf. Investig.: X-ray, Synchr. Neutron Tech. 2022. V. 16 (6). P. 1189.
20. Williams C.A., Marquis E.A., Cerezo A., Smith G.D.W. // J. Nucl. Mater. 2010. V. 400. P. 37.
21. Miller M.K., Hoelzer D.T., Kenik E.A., Russell K.F. // J. Nucl. Mater. 2004. V. 329–333. P. 338–341. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2004.04.085>
22. Рогожкин С.В., Хомич А.А., Богачев А.А., Никитин А.А., Хорошилов В.В., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., Васильев А.Л., Пресняков М.Ю. // Ядерная физика и инжиниринг. 2020. Т. 11 (1). С. 22–31. [Rogozhkin S.V., Khomich A.A., Bogachev A.A., Nikitin A.A., Khoroshilov V.V., Lukyanchuk A.A., Raznitsyn O.A., Shutov A.S., Vasiliev A.L., Presniakov M.Yu. // Phys. At. Nucl. 2020. V. 83 (10). P. 1425–1433].
23. London A.J., Santra S., Amirthapandian S. // Acta Mater. 2015. V. 97. P. 223–233.
24. Schaaf B.V.D., Tavassoli A.-A.F., Fazio C., Rigal E. // Fusion Eng. Des. 2003. V. 69. P. 197.
25. Lindau R., Möslang A., Rieth M., Klimiankou M., Materna-Morris E. // Fusion Eng. Des. 2005. V. 75–79. P. 989.
26. Klimenkov M., Lindau R., Möslang A. // J. Nucl. Mater. 2009. V. 386–388. P. 553–556.



27. Rogozhkin S.V., Klauz A.V., Ke Yu., Almásy L., Nikitin A.A., Khomich A.A., Bogachev A.A., Gorshkova Yu.E., Bokuchava G.D., Kopitsa G.P., Sun L. // *Nanomaterials*. 2024. V. 14. P. 194.
28. Klueh R.L., Shingledecker J.P., Swindeman R.W., Hoelzer D.T. // *J. Nucl. Mater.* 2005. V. 341. P. 103.
29. Ukai S., Okuda T., Fujiwara M., Kobayashi T. // *J. Nucl. Sci. Technol.* 2002. V. 39. P. 872.
30. Rogozhkin S., Bogachev A., Korchuganova O., Nikitin A., Orlov N., Aleev A., Zaluzhnyi A., Kozodaev M., Kulevoy T., Chalykh B., Lindau R., Möslang A., Vladimirov P., Klimenkov M., Heilmaier M., Wagner J., Seils S. // *Nucl. Mat. Energy*. 2016. V. 9. P. 66.
31. Рогожкин С.В., Хомич А.А., Богачев А.А., Никитин А.А., Хорошилов В.В., Кулевой Т.В., Федин П.А., Прянишников К.Е., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., Залужный А.Г., Васильев А.Л., Пресняков М.Ю. // *Ядерная физика и инжиниринг*. 2020. Т. 11 (2). С. 67. [Rogozhkin S.V., Khomich A.A., Bogachev A.A., Nikitin A.A., Khoroshilov V.V., Kulevoy T.V., Fedin P.A., Pryanishnikov K.E., Lukyanchuk A.A., Raznitsyn O.A., Shutov A.S., Zaluzhnyi A.G., Vasiliev A.L., Presnyakov M.Yu. // *Phys. At. Nucl.* 2020. V. 83 (11). P. 1519].
32. Rogozhkin S.V., Klauz A.V., Bogachev A.A., Khomich A.A., Fedin P.A., Raznitsyn O.A. // *J. Surf. Investig.: X-ray, Synchr. Neutron Tech.* 2023. V. 17 (Suppl. 1). P. S289.
33. Nikitina A.A., Ageev V.S., Chukanov A.P., Tsvelev V.V., Porezanov N.P., Kruglov O.A. // *J. Nucl. Mater.* 2012. V. 428. P. 117.
34. Никитина А.А., Цветкова Е.В., Иванов К.А. // *ВАНТ. Сер.: Материаловедение и новые материалы*. 2018. № 4 (95). С. 30.
35. Рогожкин С.В., Никитин А.А., Хомич А.А., Искандаров Н.А., Хорошилов В.В., Богачев А.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., Федин П.А., Куйбидо Р.П., Кулевой Т.В., Васильев А.Л., Пресняков М.Ю., Кравчук К.С., Усейнов А.С. // *Ядерная физика и инжиниринг*. 2018. Т. 9 (3). С. 245. [Rogozhkin S.V., Nikitin A.A., Khomich A.A., Iskandarov N.A., Khoroshilov V.V., Bogachev A.A., Lukyanchuk A.A., Raznitsyn O.A., Shutov A.S., Fedin P.A., Kuibeda R.P., Kulevoy T.V., Vasiliev A.L., Presnyakov M.Yu., Kravchuk K.S., Useinov A.S. // *Phys. At. Nucl.* 2019. V. 82 (9). P. 1239].
36. Fedin P.A., Saratovskikh, M.S., Kuibeda, R.P., Sitnikov A.L., Kulevoy T.V., Nikitin, A.A., Rogozhkin, S.V. // *J. Phys.: Conf. Ser.* 2018. V. 1115. P. 032026
37. Kropachev G.N., Kuibeda R.P., Semennikov A.I., Aleev A.A., Fertman A.D., Kulevoy T.V., Nikitin A.A., Rogozhkin S.V., Cavenago M. // *Proc. HIAT09*. 2009. Venice, Italy. P. 236.
38. Рогожкин С.В., Никитин А.А., Хомич А.А., Искандаров Н.А., Хорошилов В.В., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., Федин П.А., Кулевой Т.В., Васильев А.Л., Пресняков М.Ю. // *Перспективные материалы*. 2018. № 10. С. 25 [Rogozhkin S.V., Nikitin A.A., Khomich A.A., Iskandarov N.A., Khoroshilov V.V., Bogachev A.A., Lukyanchuk A.A., Raznitsyn O.A., Shutov A.S., Kulevoy T.V., Fedin P.A., Vasiliev A.L., Presnyakov M.Yu. // *Inorg. Mater.: Appl. Res.* 2019. V. 10 (2). P. 333].
39. Taller S., Coevering G. V., Wirth B. D., Was G.S. // *Sci. Rep.* 2021. V. 11. P. 2949.
40. Ziegler J.F., Ziegler M.D., Biersak J.P. // *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B*. 2010. V. 268. P. 1818–1823.
41. Рогожкин С.В., Алеев А.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Разницын О.А., Кириллов С.Е. // *Приборы и техника эксперимента*. 2017. № 3. С. 129. [Rogozhkin S.V., Aleev A.A., Lukyanchuk A.A., Shutov A.S., Raznitsyn O.A., Kirillov S.E. // *Instrum. Exp. Tech.* 2017. V. 60 (3). P. 428].
42. Алеев А.А., Рогожкин С.В., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Разницын О.А., Никитин А.А., Искандаров Н.А., Корчуганова О.А., Кириллов С.Е. Свидетельство о государственной регистрации программы для ЭВМ № 2018661876 (20.09.2018).
43. Bas P., Bostel A. // *Appl. Surf. Sci.* 1995. V. 87–88. P. 298.
44. Лукьянчук А.А., Алеев А.А., Шутов А.С., Разницын О.А., Кириллов С.Е., Рогожкин С.В. // *Ядерная физика и инжиниринг*. 2022. Т. 13 (1). С. 272. [Lukyanchuk A.A., Aleev A.A., Shutov A.S., Raznitsyn O.A., Kirillov S.E., Rogozhkin S.V. // *Phys. At. Nucl.* 2021. V. 84. P. 1836].
45. Шутов А.С., Лукьянчук А.А., Рогожкин С.В., Разницын О.А., Никитин А.А., Алеев А.А., Кириллов С.Е. // *Ядерная физика и инжиниринг*. 2018. Т. 9 (4). С. 371. [Shutov A.S., Lukyanchuk A.A., Rogozhkin S.V., Raznitsyn O.A., Nikitin A.A., Aleev A.A., Kirillov S.E. // *Phys. At. Nucl.* 2019. V. 82 (9). P. 1292].
46. Li X., Bhushan B. // *Mater. Charact.* 2002. V. 48. P. 11.
47. Nix W.D., Gao H. // *J. Mech. Phys. Solids*. 1998. V. 46. P. 411.
48. Manika I., Maniks J., Schwartz K. // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2008. V. 41 (7). P. 074008.
49. Qian L., Li M., Zhou Z., Yang H., Shi X. // *Surf. Coat. Technol.* 2005. V. 195 (2–3). P. 264.
50. Jiao Z., Taller S., Field K., Yeli G., Moody M.P., Was G.S. // *J. Nucl. Mater.* 2018. V. 504 P. 122.
51. Yeli G., Strutt V.C.I., Auger M.A., Bagot P.A.J., Moody M.P. // *J. Nucl. Mater.* 2021. V. 543. P. 152466.
52. Kuleshova E.A., Gurovich B.A., Bukina Z.V., Frolov A.S., Maltsev D.A., Krikun E.V., Zhurko D.A., Zhuchkov G.M. // *J. Nucl. Mater.* 2017. V. 490. P. 247.
53. Xu Ch., Was G.S. // *J. Nucl. Mater.* 2014. V. 454. P. 255–264.
54. Рогожкин С.В., Никитин А.А., Алеев А.А., Германов А.Б., Залужный А.Г. // *Перспективные материалы*. 2012. № 5. С. 45. [Rogozhkin S.V., Nikitin A.A., Aleev A.A., Germanov A.B., Zaluzhny A.G. // *Inorg. Mater.: Appl. Res.* 2013. V. 4 (2). P. 112].
55. Wang K., Parish C.M., Field K.G., Tan L., Katoh Y. // *J. Nucl. Mater.* 2021. V. 547. P. 152834.
56. Field K.G., Littrell K.C., Briggs S.A. // *Scr. Mater.* 2018. V. 142. P. 41.
57. Rogozhkin S.V., Bogachev A.A., Nikitin A.A., Vasiliev A.L., Presnyakov M.Yu., Tomut M., Trautmann Ch. // *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. B*. 2021. V. 486. P. 1.

## Study of the Radiation Hardening Mechanisms of Heat-Resistant Oxide Dispersion Strengthened Steels in Accelerated Tests Using Ion Irradiation and Ultramicroscopic Analysis

S. V. Rogozhkin<sup>1, 2, \*, \*\*</sup>, A. A. Khomich<sup>1, 2</sup>, A. A. Nikitin<sup>1, 2</sup>, A. A. Bogachev<sup>1, 2</sup>, A. V. Klauz<sup>1, 2</sup>, P. A. Fedin<sup>1</sup>, K. E. Pryanishnikov<sup>1</sup>, T. V. Kulevoy<sup>1</sup>, A. A. Lukyanchuk<sup>1, 2</sup>, O. A. Raznitsyn<sup>1, 2</sup>, A. S. Shutov<sup>1, 2</sup>, N. A. Iskandarov<sup>1, 2</sup>, A. G. Zaluzhny<sup>1, 2</sup>, M. V. Leontyeva-Smirnova<sup>3</sup>, and A. A. Nikitina<sup>3</sup>

<sup>1</sup> National Research Centre “Kurchatov Institute”, Moscow, 123182 Russia

<sup>2</sup> National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, 115409 Russia

<sup>3</sup> Bochvar Advanced Research Institute of Inorganic Materials, Moscow, 123098 Russia

\*e-mail: Sergey.Rogozhkin@itep.ru

\*\*e-mail: SVRogozhkin@mephi.ru

Received April 16, 2024; revised April 16, 2024; accepted April 30, 2024

**Abstract**—Nanoscale mechanisms of radiation hardening of oxide dispersion-strengthened (ODS) heat-resistant steels EP-450 ODS and EP-823 ODS have been investigated after irradiation by 5.6-MeV Fe<sup>2+</sup> ions with varying doses of radiation damage up to 100 dpa and temperatures in the range 350–500°C. The microstructure of the original and irradiated materials has been studied by transmission electron microscopy (TEM) and atom probe tomography (APT). The strengthening of the radiation-modified layer of irradiated samples has been studied by the dynamic indentation method. Initial state analysis of the steels has showed that EP-450 ODS steel contains a larger amount of small oxide particles (up to 20 nm) compared to EP-823 ODS steel. In addition, the density of nanosized Y–Ti–Cr–O clusters in EP-450 ODS steel is  $\sim 10^{23} \text{ m}^{-3}$ , which is two orders of magnitude higher than that in EP-823 ODS steel. At low irradiation doses, EP-823 ODS steel demonstrates a higher radiation hardening rate at low irradiation temperatures compared to EP-450 ODS steel, and the rate of embrittlement decreases with increasing temperature. This is largely due to the formation of nanosized radiation-induced Ni–Mn–Si clusters with a high density in EP-823 ODS steel under the influence of irradiation. Other radiation-induced changes such as the rearrangement of the oxides system and Y–Ti–Cr–O clusters, the formation of clusters predominantly enriched in Cr, and the formation of dislocation loops have been detected. It has been found that the radiation hardening of EP-450 ODS steel increases with the irradiation dose. In general, both steels demonstrate similar hardening at high irradiation doses.

**Keywords:** oxide dispersion-strengthened (ODS) steels, clusters, oxides, radiation loops, atom probe tomography, transmission electron microscopy, nanoindentation, ion irradiation, nanostructure