

ПЕРСПЕКТИВНЫЕ КОНСТРУКЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

УДК 539.25:620.187

ДЕТАЛЬНЫЙ АНАЛИЗ НАНОСТРУКТУРЫ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ – ПЕРСПЕКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ ЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ

© 2020 г. С. В. Рогожкин^{a, b, *, **}, А. А. Хомич^a, А. А. Богачев^{a, b}, А. А. Никитин^{a, b},
А. А. Лукьянчук^a, О. А. Разницын^a, А. С. Шутов^a, А. Л. Васильев^{c, d}, М. Ю. Пресняков^c

^a Институт теоретической и экспериментальной физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра “Курчатовский институт”, ул. Большая Черемушнская 25, Москва, 117218 Россия

^b Национальный исследовательский ядерный университет “МИФИ”, Каширское ш. 31, Москва, 115409 Россия

^c Национальный исследовательский центр “Курчатовский институт”,
пл. Академика Курчатова 1, Москва, 123182 Россия

^d Институт кристаллографии им. А.В. Шубникова ФНИЦ “Кристаллография и фотоника” РАН,
Ленинский пр. 59, Москва, 119333 Россия

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

**E-mail: SVRogozhkin@mephi.ru

Поступила в редакцию 14.01.2020 г.

После доработки 17.01.2020 г.

Принята к публикации 17.01.2020 г.

Повышенные механические свойства дисперсно-упрочненных оксидами (ДУО) сталей обусловлены в основном высокой плотностью однородно распределенных оксидных включений. Хорошо известно, что некоторые легирующие элементы, такие как Ti, V, Al, ... играют важную роль в образовании оксидов/нанокластеров и влияют на плотность и размер этих включений. В данной работе мы изучили широкий спектр ДУО сталей, содержащих различные легирующие элементы. Микроструктурный анализ выполнен методами просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии. В стали обнаружены различные типы включений: оксиды типа Y–Ti–O или Y–Al–O размерами ~2–15 нм, а также нанокластеры (2–5 нм), обогащенные по Y, O, Cr, а также по Ti, V, Al, если эти элементы присутствуют в материале. Было показано, что основной вклад в упрочнение сталей вносят оксиды, и только в сталях Austenitic ODS и 14Cr ODS вклад кластеров оказался сопоставим с вкладом оксидов.

Ключевые слова: дисперсно-упрочненная оксидами (ДУО) сталь, просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ), атомно-зондовая томография (АЗТ), оксидная частица, нанокластер

DOI: 10.1134/S2079562920010121

ВВЕДЕНИЕ

Дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) стали (ODS steels – oxide dispersion strengthened steels) обладают заметно более высокой жаропрочностью чем традиционные стали за счет значительного числа равномерно распределенных оксидов. Такие материалы разрабатываются также и для ядерных приложений конструкционных материалов первой стенки будущих термоядерных реакторов, материалов оболочек топливных элементов в реакторах на быстрых нейтронах и для ряда конструкций в различных реакторных установках IV поколения [1–4]. Материалы этого класса могут выдерживать температуры до 700°C, и ожидается их устойчивость к радиационному набуханию до 200 сн [5]. Механические свойства ДУО сталей существенно зависят от характе-

ристик наноструктуры: размера и пространственного распределения дисперсных включений (частиц и кластеров оксида). Следует отметить, что небольшое количество некоторых легирующих элементов (Ti, Zr, V, Al...) значительно уменьшает размер частиц оксида и увеличивает плотность оксидов и нанокластеров в ДУО сталях. Эти структурные изменения обеспечивают значительное повышение предела ползучести в ДУО сталях по сравнению с неупрочненными сталями. Наноразмерные оксидные включения являются точками закрепления дислокаций и обеспечивают захват гелия, образующегося в трансмутациях при воздействии реакторных нейтронов, и радиационных дефектов.

Количественный анализ оксидных включений в ДУО сталях требует применения нескольких до-

Таблица 1. Химический состав исследуемых ДУО сталей, ат. %

ODS	Fe	Mo	Al	Ni	Zr	Mn	Cr	W	Y	O	Ti	V	C	N	Ar	Si
Eurofer ODS	88.08	—	—	0.02	—	0.39	9.81	0.34	0.13	0.34	—	0.22	0.40	0.21	—	0.06
10Cr ODS	86.90	0.57	—	—	—	0.50	10.64	—	0.17	0.17	0.29	0.11	0.60	0.02	0.01	—
14Cr ODS	84.65	—	—	—	—	—	14.44	0.33	0.12	0.12	0.23	—	0.05	0.03	—	0.01
Austenitic ODS	67.78	—	—	14.29	—	—	15.84	0.43	0.16	0.35	0.17	0.11	0.46	0.40	—	—
KP-1	77.24	—	6.42	—	0.28	—	15.13	0.56	0.16	0.04	—	—	0.13	0.02	0.01	—
KP-3	78.29	—	6.40	—	—	—	13.82	0.55	0.16	0.37	0.18	—	0.21	—	—	—
KP-4	74.92	—	7.57	—	0.28	—	15.46	0.53	0.16	0.63	0.13	—	0.27	0.02	0.01	—

полняющих методов. Прежде всего, это просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ). Мельчайшие включения и кластеры можно обнаружить с помощью малоуглового рассеяния нейтронов (МУРН) [6, 7] или с помощью атомно-зондовой томографии (АЗТ) [8, 9]. МУРН позволяет определить объемную плотность оксидов и нанокластеров. Химический состав и пространственное распределение этих кластеров могут быть детально изучены с помощью атомно-зондовой томографии. АЗТ исследования показали, что состав нанокластеров в ДУО сталях отличается от состава стехиометрических оксидов. Было показано, что ДУО стали содержат высокую плотность нанокластеров, обогащенных Y, O и другими легирующими элементами, такими как V, Ti, ... (если они присутствуют в составе сплава) [8–10]. Например, сталь ODS Eurofer, разработанная на основе Eurofer 97 в рамках европейской программы по термоядерным реакторам [11, 12], содержит оксиды Y_2O_3 [12], так и нанокластеры, обогащенные Y, O, V и N [8, 9]. Следует отметить, что ODS Eurofer содержит около 0.2 мас. % V, и этот химический элемент играет важную роль в зарождении кластеров в ODS Eurofer. Титан считается наиболее эффективным химическим элементом для формирования наноструктур в ДУО сталях [13, 14]. 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) [9].

В настоящее время широкий спектр ДУО сталей разработан в рамках национальных и/или исследовательских программ в Германии [15], Франции [16], Японии [4], Китае [17], Республике Корея [2], и др. Для анализа понимания роли упрочняющих включений в ДУО сталях, необходим комплексный анализ микро- и наноструктуры новых ДУО сталей. В данной работе наноструктура ДУО сталей, легированных различными элементами, исследована методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-зондовой томографии (АЗТ).

МАТЕРИАЛЫ

Химические составы изучаемых ДУО сталей представлены в таблице 1. Эти материалы были разработаны в Технологическом институте Карлсруэ (KIT, Германия), Киотском университете (Япония), Корейском институте атомной энергии (KAERI, Республика Корея) и Французской комиссии по альтернативной и атомной энергии (CEA) (Франция). Все ДУО стали были получены путем механического легирования металлических порошков и порошков Y_2O_3 . Однако существуют различия в термомеханической обработке.

Японские ДУО стали KP-1, KP-3 и KP-4 были заключены в капсулу из мягкой стали и дегазированы в вакууме 10^{-3} торр при 400°C в течение 3 ч. Горячую экструзию при 1150°C осуществляли для придания формы в виде стержня диаметром 25 мм с последующим отжигом при 1150°C в течение 1 ч. Последним этапом было воздушное охлаждение.

Корейская сталь ODS 10Cr на первом этапе подвергалась горячему изостатическому прессованию при 1150°C в течение 4 часов при 100 МПа, затем следовала горячая прокатка при 1100°C , нормализация при 1050°C в течение 1 ч с охлаждением на воздухе и последующий отпуск при 780°C в течение 1 ч с воздушным охлаждением.

Немецкая аустенитная ДУО сталь (Austenitic ODS) подвергалась горячему изостатическому прессованию при 100 МПа при 900°C в течение 1 ч.

Французская сталь 14Cr ODS подверглась горячей прокатке со 125 до 63 мм с последующим повторным нагревом при 1100°C , а затем была подвергнута горячей прокатке в несколько этапов до 2 мм.

Европейская сталь Eurofer ODS (EU-Charge) была нормализована при 1100°C в течение 30 минут с закалкой в воде с последующим отпуском при 750°C в течение 2 часов с воздушным охлаждением.

Стали Eurofer ODS и 10Cr ODS содержат 9% хрома, Austenitic ODS и KP — высокохромистые стали. Японские стали KP также содержат Al. Содержание иттрия во всех сталях в диапазоне 0.12–

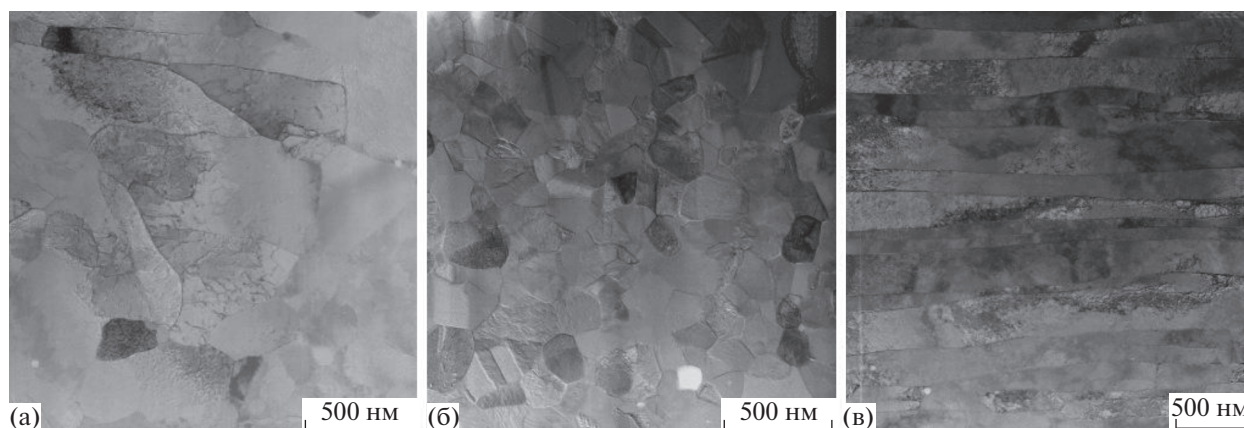


Рис. 1. Микроструктура сталей: Eurofer ODS (а); Austenitic ODS (б); 14Cr ODS (в).

0.17 ат. %, в то время как содержание кислорода представлено в достаточно широком диапазоне от 0.12 до 0.63 ат. %.

ИССЛЕДОВАНИЕ ДУО СТАЛЕЙ МЕТОДАМИ ПЭМ

Анализ химического и фазового состава ДУО сталей проводился с помощью ПЭМ, электронной дифракции (ЭД) и сканирующей просвечивающей электронной микроскопии (СТЭМ). Для получения микрофотографий в режиме Z-контраста использовался микроскоп Titan 80–300 S/TEM (Thermo Fisher Scientific, США) с ускоряющим напряжением 300 кВ, оснащенный кольцевым высокоугловым детектором темного поля (HAADF, Fischione). Качественный и количественный химический анализ образцов проводился методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDXS). Образцы поперечного сечения для исследований S/TEM были подготовлены с помощью пучка фокусированных ионов (FIB) на сканирующем двухлучевом микроскопе Helios NanoLab 600i (Thermo Fisher Scientific, США).

Микроструктура ДУО сталей представлена на рис. 1. Почти все стали состоят из типичных фер-

ритных зерен размером от ~200 нм до 2 мкм и содержат оксидные включения. Сталь 14Cr ODS подвергалась прокатке и имеет вытянутые зерна длиной 1–6 мкм и шириной 50–350 нм. Сталь Austenitic ODS состоит из аустенитных зерен размерами 100–500 нм. Пример наблюдаемых оксидных включений представлен на рис. 2. Распределения оксидных включений по размеру представлены на рис. 3. Количественный анализ наблюдаемых оксидов представлен в табл. 2. Основная часть обнаруженных включений находится в диапазоне размеров 2–10 нм. Считается, что включения оксидов достаточно больших размеров в стали Eurofer ODS имеют стехиометрию $(Y_{1.8}Mn_{0.2})O_3$ [18], в сталях с содержанием Ti – стехиометрия больших оксидов $Y_2Ti_2O_7$, или Y_2TiO_5 [19]. В сталях с алюминием (КР-1, КР-2, КР-3) – $Y_4Al_2O_9$, $YAlO_3$, $Y_3Al_5O_{12}$ [17, 20], а в сталях с цирконием оксиды имеют стехиометрию $Y_4Zr_3O_{12}$ или $Y_2Zr_2O_7$ [21, 22]. Выполненный EDX анализ показал, что в исследуемых сталях имеются включения типа $Y:O, Y:Ti:O, Y:Al:O, Y:Al:Ti:O, Al:O$. Пример элементного картирования оксидных включений в стали Eurofer ODS представлен на рис. 4. На рис. 5–7 представлены примеры линей-

Таблица 2. Характерные размеры зерен, средний размер и объемная плотность оксидных включений в ДУО сталях

	Austenitic ODS	14Cr ODS	10Cr ODS	Eurofer ODS	КР-3 ODS	КР-1 ODS	КР-4 ODS
Зерна, мкм	0.1–0.5	Длина: 1–6; ширина: 0.05–0.35	0.2–1.5	0.3–2	0.5–2	0.6–2	0.5–1.5
Средний размер включений, нм	6 ± 2	4 ± 1	3 ± 1	6 ± 2	3 ± 1	8 ± 3	5 ± 1
Объемная плотность, m^{-3}	$2 \cdot 10^{22}$	$2 \cdot 10^{22}$	$13 \cdot 10^{22}$	$4 \cdot 10^{22}$	$9 \cdot 10^{22}$	$2 \cdot 10^{22}$	$4 \cdot 10^{22}$

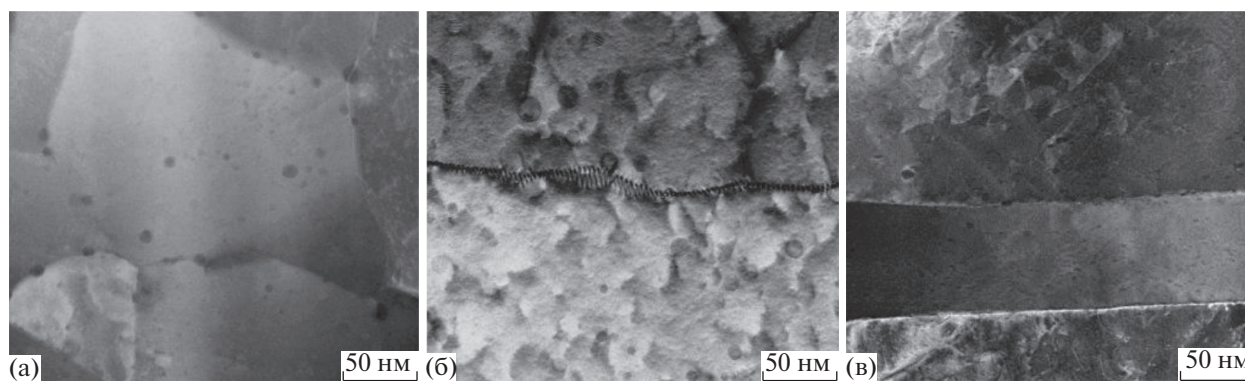


Рис. 2. Оксидные включения в сталях: Austenitic ODS (а); KP-1 ODS (б); 14Cr ODS (в).

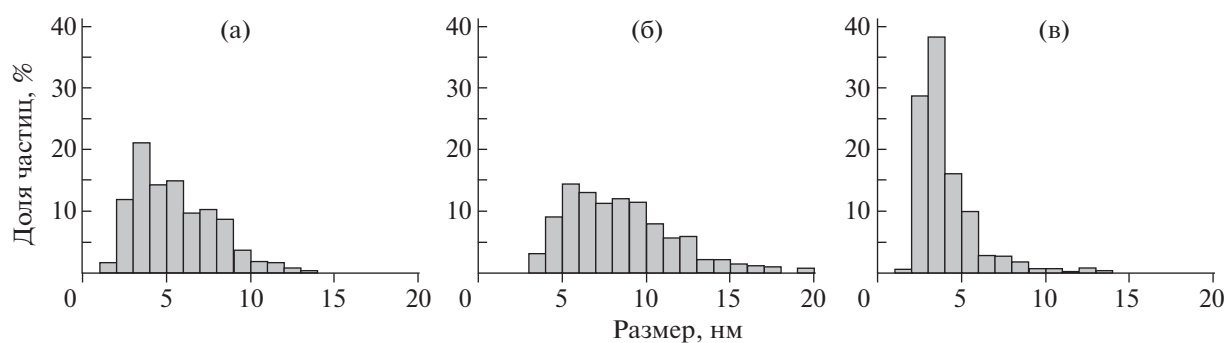


Рис. 3. Распределения по размерам оксидных включений в сталях: Austenitic ODS (а); KP-1 ODS (б); 14Cr ODS (в).

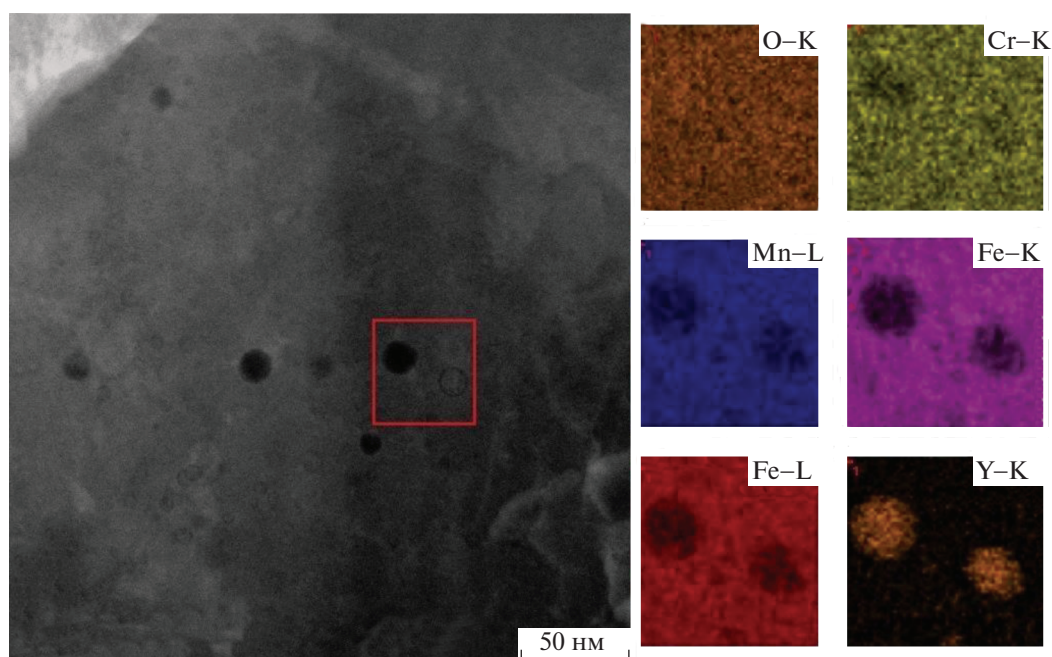


Рис. 4. Элементное картирование оксидной частицы в зерне стали Eurofer ODS.

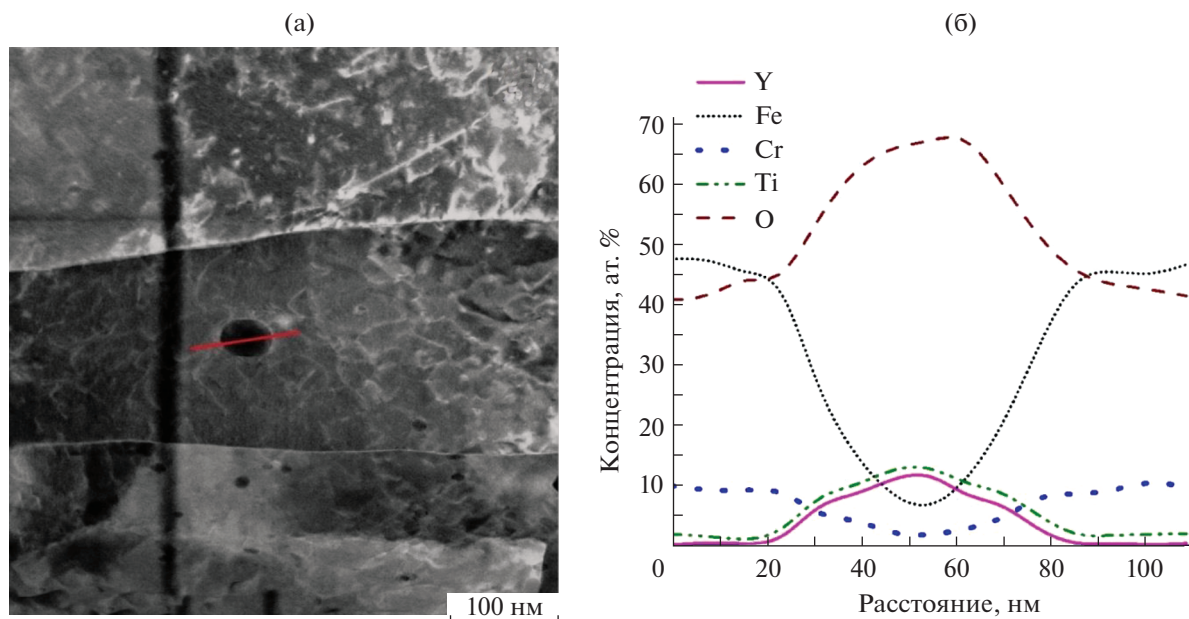


Рис. 5. (а) Изображение стали 14Cr ODS, полученное в режиме светлого поля методами ПРЭМ. Линией показан профиль, по которому производился микроанализ состава частицы. (б) Линейные профили концентраций химических элементов в оксиде стали 14Cr ODS.

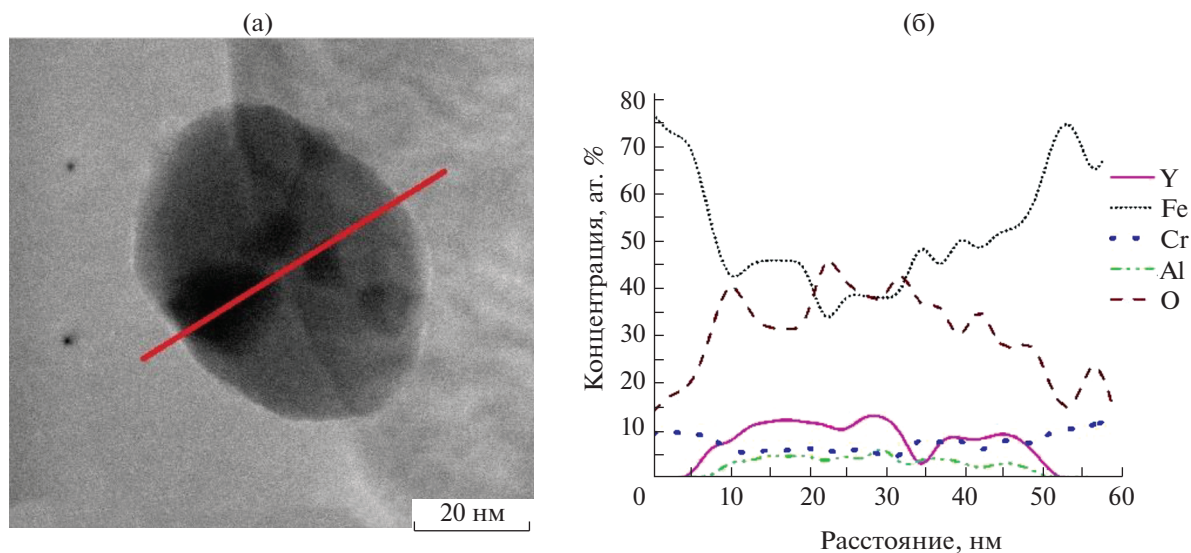


Рис. 6. (а) Изображение стали КР-3, полученное в режиме светлого поля методами ПРЭМ. Линией показан профиль, по которому производился микроанализ состава частицы. (б) Линейные профили концентраций химических элементов в оксиде стали КР-3.

ных профилей концентрации элементов в оксидах сталей 14Cr ODS, КР-3 и Austenitic ODS.

Самая высокая объемная плотность оксидных включений ($13 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-3}$) была обнаружена в ODS 10Cr с наибольшим содержанием Ti (0.29 ат. %), а также с 0.11 ат. % V и 0.5 ат. % Mn. Несколько

меньшая объемная плотность оксидных включений ($9 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-3}$) была в КР-3 с 0.18 ат. % Ti и 0.55 ат. % W, еще меньше в Eurofer ODS с 0.22 ат. % V без Ti. Наименьшая объемная плотность была в КР-1 без Ti. В тоже время в Austenitic ODS и 14Cr ODS также было минимальное число включений, хотя они и содержали 0.17 и 0.23 ат. % Ti.

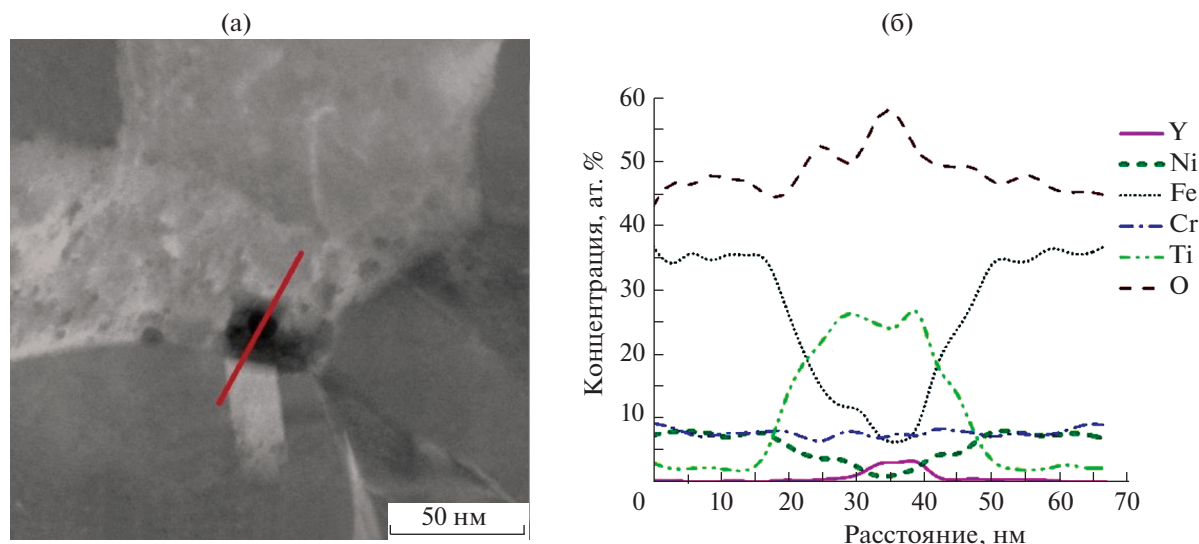


Рис. 7. (а) Изображение стали Austenitic ODS, полученное в режиме светлого поля методами ПРЭМ. Линией показан профиль, по которому производился микроанализ состава частицы. (б) Линейные профили концентраций химических элементов в оксиде стали Austenitic ODS.

Известно, что Ti является наиболее эффективным химическим элементом для понижения размеров оксидов. В тоже время в стали без Ti значительное влияние оказывает V. Также мы видим, что некоторые другие элементы также могут оказывать влияние на уменьшение размеров оксидных включений и повышение их объемной плотности.

АНАЛИЗ ДУО СТАЛЕЙ МЕТОДОМ АТОМНО-ЗОНДОВОЙ ТОМОГРАФИИ

Исследование наноструктуры сталей ODS проводилось с помощью томографического атомного зонда с фемтосекундным лазерным испарением ПАЗЛ-3D, разработанного в Институте теоретической и экспериментальной физики (Москва) [23]. Сбор данных проводился при базовой температуре образца 40–50 K в режиме лазерного испарения с длиной волны 515 нм, длительностью лазерного импульса 300 фс, частотой 25 кГц и энергией импульса 0.1–1.2 мкДж [24]. Давление в камере исследования составило $(5-7) \cdot 10^{-10}$ Торр.

Реконструкция и анализ АЗТ данных включали идентификацию масс-спектра и характеризацию трехмерных распределений химических элементов в исследуемых объемах. В этом исследовании программный пакет KVANTM-3D использовался для анализа данных [25]. Для реконструкции положений атомов использовался общий метод реконструкции Баса [26], в котором вычисляется обратная проекция каждого обнаруженного иона, используя радиус кончика образца и расстояние между образцом и детектором.

Для характеристики наноразмерных особенностей применялся алгоритм максимального раз-

деления. В этом алгоритме проверялось локальное окружение каждого атома в пределах небольшой сферы с диаметром $d_{\max}$. Если число атомов некоторого растворенного элемента в сфере превышает пороговое значение $N_{\min}$, атом в центре сферы считался принадлежащим некоторому кластеру А. Кроме того, если рядом с этим атомом на расстоянии $d_{\max}$ находится другой атом, принадлежащий кластеру В, то эти два атома считаются принадлежащими одному и тому же кластеру. Описанная процедура, выполняемая для каждого атома анализируемого объема, позволяет идентифицировать все возможные кластеры. Затем обычно применяется дополнительный шаг: атомы в кластерах, состоящих менее чем N_0 атомов, классифицируются как атомы матрицы [27, 28]. Если выбранные параметры невелики, наблюдается эффект фрагментации кластеров. Выбор больших параметров приводит к объединению близко расположенных кластеров. В настоящей работе поиск параметров кластеров проводился по элементам Y, O, Ti, V и Zr в зависимости от изначального состава стали и обогащения кластеров по этим элементам. Подобранные параметры поиска кластеров $d_{\max}$ и $N_{\min}$ для сталей Austenitic ODS, 14Cr ODS, 10Cr ODS, Eurofer ODS, KP-3 ODS, KP-1 ODS и KP-4 ODS составили 0.7 нм и 7 атомов, 0.7 нм и 6 атомов, 0.5 нм и 6 атомов, 0.6 нм и 7 атомов, 0.7 нм и 6 атомов, 0.6 нм и 8 атомов и 0.6 нм и 9 атомов соответственно. Минимальное число атомов в кластере было выбрано 50. На рис. 8 представлены примеры атомных карт трех сталей: Eurofer ODS, 14Cr ODS и Austenitic ODS.

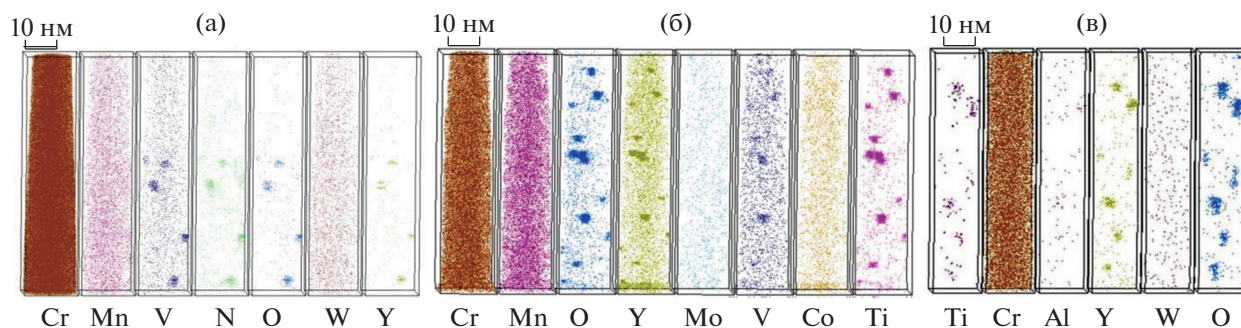


Рис. 8. Примеры атомных карт сталей Eurofer ODS (а); 14Cr ODS (б); Austenitic ODS (в).

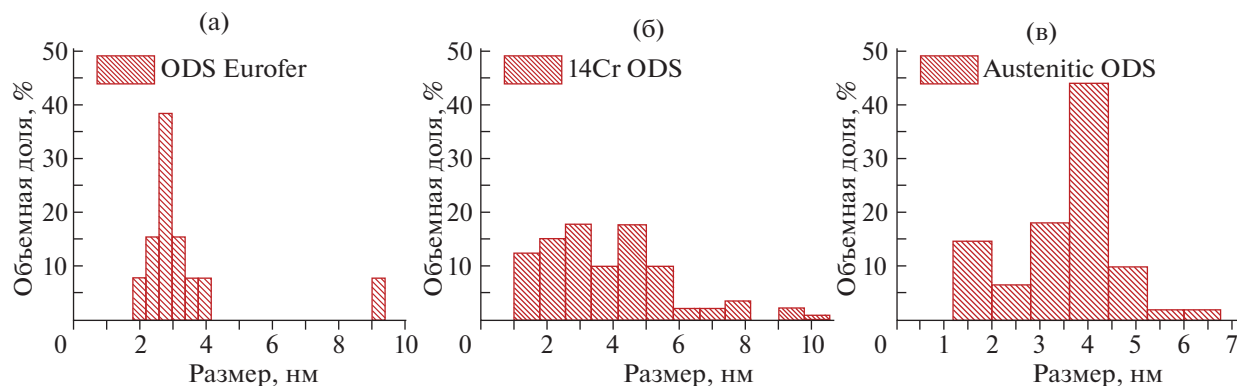


Рис. 9. Примеры распределения кластеров по размерам в сталях Eurofer ODS (а); 14Cr ODS (б); Austenitic ODS (в).

Обнаруженные кластеры обогащены по Y и O (см. табл. 3). Большинство из них также обогащены по Ti и Cr. Ti отсутствует в кластерах только в стали ODS Eurofer, в которой он полностью отсутствует в составе и именно в этом случае в кластерах присутствует V. В стали 10Cr ODS, где имеется близкое содержание V и Ti, кластеры преимущественно обогащены по Ti (в сравнении с

ванадием). В сталях с алюминием этот элемент обогащает кластеры только в стали КР-3, и добавление Zr в сталях КР-1 и КР-2 приводит к заметному обогащению кластеров по Zr при одновременном их обеднении по Al. Распределение кластеров по размерам показано на рис. 9. Средние размеры и плотность количества кластеров, обнаруженных с помощью АРТ, собраны в табл. 4. В ос-

Таблица 3. Обогащения кластеров химическими элементами, обнаруженные с помощью АЗТ в ДУО сталях, ат. %

	Austenitic ODS	14Cr ODS	10Cr ODS	Eurofer ODS	КР-3	КР-1	КР-4
Cr	5 ± 2	3 ± 2	4 ± 2	10 ± 5	4 ± 2	-6 ± 3	-0.1 ± 0.2
Y	5 ± 2	1.2 ± 0.6	3 ± 2	3 ± 1	1.3 ± 0.7	10 ± 5	4 ± 2
O	11 ± 6	6 ± 3	7 ± 4	4 ± 2	4 ± 2	17 ± 8	7 ± 3
Ti	8 ± 4	4 ± 12	6 ± 3	—	6 ± 3	5 ± 3	2 ± 1
V	1.2 ± 0.6	—	0.8 ± 0.4	8 ± 4	—	—	—
N	—	—	—	4 ± 2	—	—	—
Zr	—	—	—	—	—	7 ± 3	2 ± 1
Al	—	—	—	—	0.8 ± 0.4	-3 ± 1	-2 ± 1

Таблица 4. Средние размеры и объемные плотности кластеров, обнаруженных методом АЗТ в ДУО сталях

	Austenitic ODS	14 Cr ODS	10Cr ODS	Eurofer ODS	KP-3	KP-1	KP-4
Средний размер, нм	4 ± 1	4 ± 2	4 ± 1	3 ± 1	4 ± 1	9 ± 1	4 ± 1
Объемная плотность, 10^{22} м^{-3}	28 ± 4	41 ± 5	9 ± 1	10 ± 3	13 ± 2	1.5 ± 0.6	9 ± 3

Таблица 5. Расчеты упрочнения в рамках DBH модели за счет оксидных включений и кластеров

	Austenitic ODS	14Cr ODS	10Cr ODS	Eurofer ODS	KP-3	KP-1	KP-4
Оксиды	0.44 ± 0.07	0.36 ± 0.04	0.8 ± 0.1	0.6 ± 0.1	0.7 ± 0.1	0.51 ± 0.09	0.57 ± 0.05
Кластеры	0.21 ± 0.03	0.26 ± 0.06	0.12 ± 0.01	0.11 ± 0.02	0.15 ± 0.02	0.12 ± 0.01	0.06 ± 0.03
Общее упрочнение	0.49 ± 0.07	0.44 ± 0.07	0.8 ± 0.1	0.6 ± 0.1	0.7 ± 0.1	0.58 ± 0.06	0.57 ± 0.05

новном, кластеры имеют размеры 3–5 нм, только в стали KP-1 характерные размеры 8–10 нм. И именно в этом случае обнаружена наиболее низкая объемная плотность кластеров. Наибольшая объемная плотность кластеров ($> 10^{23} \text{ м}^{-3}$) обнаружена в сталях Austenitic ODS и 14 Cr ODS.

АНАЛИЗ УПРОЧНЕНИЯ ДУО СТАЛЕЙ ЗА СЧЕТ ВКЛЮЧЕНИЙ

Полученные данные микроскопического анализа структурно-фазового состояния ДУО сталей позволяют оценить роль обнаруженных включений в упрочнение. Основной моделью для оценки изменений предела текучести является модель дисперсионного барьерного упрочнения (dispersed barrier hardening model, DBH модель) [29]. В рамках этой модели каждый тип барьера дает вклад в упрочнение в соответствии с формулой Орована:

$$\Delta\sigma_i = M_T \alpha_i \mu b \sqrt{N_i d_i}, \quad (1)$$

где α_i — сила барьера; M_T — фактор Тейлора; μ — модуль сдвига; b — модуль вектора Бюргерса; N_i и d_i — объемная плотность и средний размер барьера этого типа барьеров. В [30] средняя сила барьера оксидных включений была оценена как 0.59, при максимальном значении 0.80. Средняя величина барьера для оксидных включений, полученная из in-situ ПЭМ исследований образцов на растяжение [31] равна 0.63 при максимальном значении 0.80. В последнем эксперименте средний размер

включений был 7 нм. Сила барьера нанокластеров в 9%Cr ODS стали оценивается как 0.1–0.08 [32].

Результаты расчета упрочнения от обнаруженных оксидных включений и кластеров в рамках модели DBH представлены в табл. 5. Сила барьера оксидных включений выбиралась 0.63, а кластеров — 0.1.

Полученные данные указывают на то, что стали с наибольшей объемной плотностью оксидных включений имеют наибольшее упрочнение от наноструктуры, вклад в упрочнение от нанокластеров сопоставим с вкладом оксидов только в сталях Austenitic ODS и 14Cr ODS.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Семь ДУО сталей, разработанных Европе, Японии и Корее, были изучены методами просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии. Микроскопический анализ выявил значительное число наноразмерных оксидных включений и кластеров. Средний размер оксидов варьировался от 3 до 8 нм, объемная плотность составляла от $2 \cdot 10^{22}$ до $13 \cdot 10^{22} \text{ м}^{-3}$. Размеры кластеров близки к размерам оксидов, но их плотность варьировалась от $2 \cdot 10^{22}$ до $4 \cdot 10^{23} \text{ м}^{-3}$. Расчет упрочнения исследуемых ДУО сталей за счет различных типов барьеров показал, что оксидные включения дают значительный вклад, и только в случае Austenitic ODS и 14Cr ODS вклад от кластеров был сопоставим с вкладом от оксидов.

БЛАГОДАРНОСТИ

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 17-19-01696). Томографический атомно-зондовый анализ выполнен на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС (<http://kamiks.itep.ru/>) НИЦ “Курчатовский институт” — ИТЭФ, приготовление образцов методами фокусированных ионных пучков и анализ методами просвечивающей электронной микроскопии выполнены на оборудовании ресурсного центра НАНОЗОНД НИЦ “Курчатовский институт” (<http://www.rc.nrcki.ru/pages/main/nanozond/>).

Авторы благодарят доктора П. Владимирова из Института технологий Карлсруэ (Германия), профессора А. Кимуру из Университета Киото (Япония) и доктора Т.К. Ким из Корейского исследовательского института атомной энергии (Республика Корея) за предоставленные образцы ДУО сталей.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. Carlan Y., Bechade J.-L., Dubuisson P., Seran J.-L., Billet P., Bougault A., Cozzika T., Doriot S., Hamon D., Henry J., Ratti M., Lochet N., Nunes D., Olier P., Leblond T., Mathon M.H. // J. Nucl. Mater. 2009. V. 386–388. P. 430.
2. Jeong Y.H., Kim W.J., Kim D.J., Jang J., Kang S.H., Chun Y.-B., Kim T.K. // Proc. Eng. 2014. V. 86. P. 1.
3. Mateus R., Carvalho P.A., Nunes D., Alves L.C., Franco N., Correia J.B., Alves E. // Fusion Eng. Des. 2011. V. 86. P. 2386.
4. Kimura A., Cho H.-S., Toda N., Kasada R., Yutani K., Kishimoto H., Iwata N., Ukai S., Fujiwara M. // J. Nucl. Sci. Technol. 2007. V. 44. No. 3. P. 323.
5. Wharry J.P., Swenson M.J., Yano K.H. // J. Nucl. Mater. 2017. V. 486. P. 11.
6. Coppola R., Klimiankou M., Lindau R., May R.P., Valli M. // Phys. B: Cond. Mat. 2004. V. 350. P. 545.
7. Han Y.-S., Mao X., Jang J., Kim T.-K. // Appl. Phys. A. 2015. V. 119. P. 249.
8. Williams C.A., Marquis E.A., Cerezo A., Smith G.D.W. // J. Nucl. Mater. 2010. V. 400. P. 37.
9. Aleev A.A., Iskandarov N.A., Klimenkov M., Lindau R., Möslang A., Nikitin A.A., Rogozhkin S.V., Vladimirov P., Zaluzhnyi A.G. // J. Nucl. Mater. 2011. V. 409. P. 65.
10. Rogozhkin S.B., Богачев А.А., Кириллов Д.И., Никитин А.А., Орлов Н.Н., Алеев А.А., Залужный А.Г., Козодаев М.А. // Физика металлов и металловедение. 2014. Т. 115. № 12. С. 1328; Rogozhkin S.V., Bogachev A.A., Kirillov D.I., Nikitin A.A., Orlov N.N., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Kozodaev M.A. // Phys. Met. Metallogr. 2014. V. 115. P. 1259.
11. Schaaf B.v.d., Tavassoli A.-A.F., Fazio C., Rigal E., Diegele E., Lindau R., Marois G., Fusion Eng. Des. 2003. V. 69. P. 197.
12. Lindau R., Möslang A., Rieth M., Klimiankou M., Martena-Morris E., Alamo A., Tavassoli A.-A.F., Cayron C., Lancha A.-M., Fernandez P., Baluc N., Schäublin R., Diegele E., Filacchioni G., Rensman J.W., Schaaf B.v.d., Lucon E., Dietz W. // Fusion Eng. Des. 2005. V. 75–79. P. 989.
13. Ukai S., Fujiwara M. // J. Nucl. Mater. 2002. V. 307–311. P. 749.
14. Rogozhkin S.B., Орлов Н.Н., Никитин А.А., Алеев А.А., Залужный А.Г., Козодаев М.А., Lindau R., Möslang A., Vladimirov P. // Перспективные материалы. 2014. № 12. С. 38; Rogozhkin S.V., Orlov N.N., Nikitin A.A., Aleev A.A., Zaluzhny A.G., Kozodaev M.A., Lindau R., Möslang A., Vladimirov P. // Inorg. Mater. Appl. Res. 2015. V. 6(2). P. 151.
15. Gräning T., Rieth M., Hoffmann J., Seils S., Edmondson P.D., Möslang A. // J. Nucl. Mater. 2019. V. 516. P. 335.
16. Jaumier T., Vincent S., Vincent L., Desmorat R. // J. Nucl. Mater. 2019. V. 518. P. 274.
17. Xu S., Zhou Z., Jia H., Yao Z. // Steel Res. Int. 2018. V. 90. P. 1800594.
18. Klimenkov M., Lindau R., Möslang A. // J. Nucl. Mater. 2009. V. 386. P. 553.
19. Bhattacharyya D., Dickerson P., Odette G.R., Maloy S.A., Misra A., Natsi M. // Philos. Mag. 2012. V. 92. P. 2089.
20. Hsiung L., Fluss M., Tumei S., Kuntz J., El-Dasher B., Wall M., Choi B., Kimura A., Willaime F., Serruys Y. // J. Nucl. Mater. 2011. V. 409. P. 72.
21. Oono N.H., Ukai S., Hayashi S., Ohtsuka S., Kaito T., Kimura A., Torimaru T., Sakamoto K. // J. Nucl. Mater. 2017. V. 493. P. 180.
22. Song P., Kimura A., Yabuuchi K., Dou P., Watanabe H., Gao J., Huang Y.-J. // J. Nucl. Mater. 2020. V. 529. P. 151953.
23. Rogozhkin S.B., 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. P. 428.
24. Разницын О.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Rogozhkin S.B. и др. // Масс-спектрометрия. 2017. Т. 14. № 1. С. 33; Raznitsyn O.A., Lukyanchuk A.A., Shutov A.S., Rogozhkin S.V. et al. // J. Anal. Chem. 2017. V. 72. No. 14. P. 1404.
25. Алеев А.А., Rogozhkin S.B., 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 сентября 2018 г.). <https://www1.fips.ru/ofpstorage/Doc/IZPM/RUN-WC1/000/000/002/702/112/%D0%98%D0%97-02702112-00001/document.pdf>
26. Bas P., Bostel A., Deconihout B., Blavette D. // Appl. Surf. Sci. 1995. V. 87. P. 298.
27. Miller M.K. Atom Probe Tomography: Analysis at the Atomic Level. 2000. New York: Kluwer Academic.
28. Cerezo A., Davin L. // Surf. Interface Anal. 2007. V. 39. P. 184.
29. Lucas G.E. // J. Nucl. Mater. 1993. V. 206. P. 287.
30. Ijiri Y., Oono N., Ukai S., Ohtsuka S., Kaito T., Matsukawa Y. // Nucl. Mater. Energy. 2016. V. 9. P. 378.
31. Gil E., Ordás N., García-Rosales C., Iurriza I. // Fusion Eng. Des. 2015. V. 98–99. P. 1973.
32. Swenson M.J., Dolph C.K., Wharry J.P. // J. Nucl. Mater. 2016. V. 479. P. 426.

Comprehensive Analysis of Nanostructure of Oxide Dispersion Strengthened Steels as Prospective Materials for Nuclear Reactors

S. V. Rogozhkin^{1, 2, *, **}, A. A. Khomich¹, A. A. Bogachev^{1, 2}, A. A. Nikitin^{1, 2}, A. A. Lukyanchuk¹, O. A. Raznitsyn¹, A. S. Shutov¹, A. L. Vasiliev^{3, 4}, and M. Yu. Presniakov³,

¹*Alikhanov Institute for Theoretical and Experimental Physics of the National Research Centre “Kurchatov Institute”, Moscow, 117218 Russia*

²*National Research Nuclear University MEPhI (Moscow Engineering Physics Institute), Moscow, 115409 Russia*

³*National Research Centre “Kurchatov Institute”, Moscow, 123182 Russia*

⁴*Shubnikov Institute of Crystallography of the Federal Research Centre “Crystallography and Photonics” of the Russian Academy of Sciences, Moscow, 119333 Russia*

*e-mail: sergey.rogozhkin@itep.ru

**e-mail: SVRogozhkin@mephi.ru

Received January 14, 2020; revised January 17, 2020; accepted January 17, 2020

Abstract—Increased mechanical properties of oxide dispersion strengthened (ODS) steels are mainly due to the high density of uniformly distributed oxide inclusions. It is well known that some alloying elements, such as Ti, V, Al, ... play an important role in the formation of oxides/nanoclusters and affect the density and size of these inclusions. In this paper, a wide range of ODS steels containing various alloying elements are studied. Microstructural analysis was performed by transmission electron microscopy and atom probe tomography. Various types of inclusions were found in the steels: oxides of the Y–Ti–O or Y–Al–O types with sizes of ~2–15 nm, as well as nanoclusters (2–5 nm) enriched in Y, O, Cr, as well as Ti, V, Al, if these elements were present in the material. It was shown that oxides contribute to the hardening of steels considerably, and clusters did comparable contribution with the contribution of oxides only in Austenitic ODS and 14Cr ODS steels.

Keywords: oxide dispersion strengthened (ODS) steel, transmission electron microscopy (TEM), atom probe tomography (APT), oxide particle, cluster