

**Выписка из решения секции №3 Ученого Совета
НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ о подаче цикла работ
по теме: «Ультрамикроскопический анализ наноструктуры перспективных дисперсно-упрочненных оксидами сталей», авторов: Рогожкин С.В., Хомич А.А., Богачев А.А., Никитин А.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., А.В. Клауз, Федин П.А., Прянишников К.Е., Залужный А.Г., по разделу «Лучшая прикладная работа».**
Протокол № 1 от 24.02.2021 г.

Краткая аннотация работ

Дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) стали (ODS steels - oxide dispersion strengthened steels) разрабатываются для 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. Материалы этого класса выдерживают температуры до 700 °С, и ожидается их устойчивость к радиационному набуханию до доз 200 сна. Механические свойства ДУО сталей существенно зависят от характеристик наноструктуры: размера и пространственного распределения дисперсных оксидных включений. Наноразмерные оксидные включения являются точками закрепления дислокаций и обеспечивают захват гелия, образующегося в трансмутациях при воздействии реакторных нейтронов, и радиационных дефектов.

В данной работе наноструктура ДУО сталей, легированных различными элементами, исследована методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-зондовой томографии (АЗТ). Исследован широкий спектр ДУО сталей, разработанных в рамках национальных и/или исследовательских программ в Германии, Франции, Японии, Республике Корея. Стали Eurofer ODS и 10Cr ODS содержат 9-10% хрома, Austenitic ODS и КР - высокохромистые стали (12-15 %). Японские стали КР (1, 2 и 3) также содержат Al. Содержание иттрия во всех сталях в диапазоне 0.12-0.17 ат.%, в то время как содержание кислорода представлено в достаточно широком диапазоне от 0.12 до 0.63 ат.%. Микроскопический анализ выявил значительное число наноразмерных оксидных включений и кластеров. Средний размер оксидов варьировался от 3 до 8 нм, объемная плотность составляла от $2 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ до $13 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$. Размеры кластеров близки к размерам оксидов, но их плотность изменялась от $2 \times 10^{22} \text{ м}^{-3}$ до $\sim 10^{24} \text{ м}^{-3}$. Расчет упрочнения исследуемых ДУО сталей за счет различных типов барьеров показал, что оксидные включения дают наибольший вклад, и только в случаях Austenitic ODS и 14Cr ODS вклад от кластеров был сопоставим с вкладом от оксидов.

Исследовано влияние облучения ионами железа и титана в диапазоне доз до 30 сна при температурах от комнатной до 500° С. Радиационно-индуцированные изменения анализировались методами просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии. Размеры оксидных включений под облучением практически не изменялись, но наблюдалось уменьшение их объемной плотности в сталях 10Cr ODS и КР-3 ODS, в то время как в Eurofer ODS объемная плотность оксидов не изменилась при облучении до 30 сна. В целом упрочнение исследованных ДУО сталей от включений при облучении до 30 сна при температуре 350°С изменялось незначительно, что указывает на их радиационную стойкость и низкую склонность к низкотемпературному радиационному упрочнению и охрупчиванию. ДУО стали ODS Eurofer и ODS 13.5Cr-0.3Ti были облучены ионами Au с энергией 945 МэВ и ионами Хе с энергией 167 МэВ при комнатной температуре. Изменения микроструктуры, вызванные облучением, были проанализированы в области максимальных потерь электронной энергии 55 и 30 кэВ / нм соответственно. В обеих сталях ODS наблюдалось увеличение доли мелких оксидных включений (<5 нм). В стали ODS Eurofer облучение ионами Хе и Au привело к образованию аморфных треков во включениях оксида иттрия размером более 8 нм с диаметром треков 2 нм и 3-4 нм соответственно.

Научная и практическая значимость. Оценка новизны результатов

В настоящей работе методами просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии впервые проведены комплексные исследования исходного состояния ДУО сталей

с разными системами легирования, с использованием таких элементов как Zr, Ti, Al, Zr и V. Помимо этого, впервые проведены эксперименты по облучению ДУО сталей ионами Fe, Ti в диапазоне до 30 сна при температурах от комнатной до 500 °С, а также ионами Au с энергией 945 МэВ и ионами Xe с энергией 167 МэВ при комнатной температуре с последующим анализом изменений структурно-фазового состояния.

Получены следующие основные результаты:

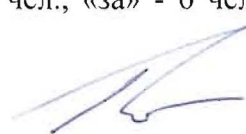
1. Методом атомно-зондовой томографии впервые показано, что в формировании нанокластеров Ti играет большую роль, чем V и Al.
2. На примере ДУО сталей прошедших идентичную процедуру термообработки впервые было показано, что наличие Ti и увеличение его содержания до 0.29 ат.% в материале, приводит к уменьшению среднего размера оксидных частиц с 9 нм до 3 нм, а кластеров с 9 нм до 4 нм, и одновременному увеличению объемной плотности с $\sim 10^{23}$ м⁻³ до $\sim 10^{24}$ м⁻³ для кластеров и оксидных частиц.
3. Впервые выявлен ряд корреляций между исходным составом материала и обогащением кластеров. Было показано, что в сталях, в которых в качестве легирующих добавок использовался Ti и V наблюдается обогащение по Cr, тогда как в сталях с Zr наблюдается обеднение по Cr. Кроме того, среди ферритно-мартенситных ДУО сталей с варьированием содержания Cr от 9 до 15 мас.% прослежена тенденция уменьшения обогащения Cr в кластерах по мере увеличения его содержания в исходном материале.
4. Показано, что упрочнение ДУО сталей осуществляется в большей степени за счет оксидных частиц, чем за счет нанокластеров. Для сталей с наибольшей плотностью оксидных частиц, наблюдаются более высокие значения упрочнения, по сравнению с другими сталями.
5. Прослежена тенденция к разупрочнению ДУО сталей после облучения ионами железа при температуре 350°C, связанная с растворением оксидных частиц в процессе облучения и незначительным уменьшением их среднего размера.
6. Впервые обнаружено изменение размера и объемной плотности оксидов иттрия в сталях ODS Eurofer и ODS 13,5Cr-(0-0,3)Ti под воздействием низкоэнергетичных (101 кэВ/нуклон) ионов Fe и Ti до доз $\sim 1 - 8$ сна при комнатной температуре. При этом наблюдается растворение крупных оксидных включений с одновременным увеличением доли мелких (< 5 нм) оксидов. Увеличение температуры облучения от комнатной до 300, 500 °С приводит к стабилизации объемной плотности и размера оксидных включений в ДУО сталях.
7. Обнаружено формирование аморфных треков в крупных (> 8 нм) оксидных включениях стали ODS Eurofer после облучения ионами 167 МэВ Xe и 945 МэВ Au до флюенсов 1×10^{17} м⁻², 1×10^{18} м⁻² и 1×10^{15} м⁻², 5×10^{16} м⁻² соответственно. Оксидные включения в стали ODS 13,5Cr-0,3Ti устойчивы к аморфизации. В микроструктуре сталей ODS Eurofer и ODS 13,5Cr-0,3Ti после облучения наблюдается увеличение объемной плотности и уменьшение среднего размера оксидных включений.

Творческий вклад авторов:

Ф.И.О. автора	Творческий вклад
Рогожкин Сергей Васильевич	Руководство работой
Хомич А.А., Богачев А.А., Никитин А.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., А.В. Клауз, Федин П.А., Прянишников К.Е., Залужный А.Г.	Исполнители работы. Приготовление образцов, анализ образцов методами просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии. Анализ наноструктуры материалов и роли наноразмерных включений в упрочнение, проведение сеансов облучения, выявление влияния облучения на перестройку наноструктуры, обсуждение результатов.

Секция №3 Ученого Совета рекомендует представленные материалы к выдвижению на конкурс научно-исследовательских работ ИТЭФ 2020 г. по разделу «Лучшая прикладная работа». Результаты голосования: присутствовали – 6 чел., «за» - 6 чел., «против» - 0 чел., «воздержались» - 0 чел.

Председатель секции №3 Ученого Совета,
зам. директора НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ,
доктор тех. наук



Т.В. Кулевой

Ученый секретарь секции №3
кандидат физ.-мат. наук



М.М. Кац