

НА КОНКУРС НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИХ РАБОТ
НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ за 2020 г

по разделу «Лучшая прикладная работа»

**«Ультрамикроскопический анализ наноструктуры перспективных
дисперсно-упрочненных оксидами сталей»**

Авторы:

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.

С.В. Рогожкин – начальник отдела 320 НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ,
Хомич А.А., Богачев А.А., Никитин А.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Шутов А.С., А.В.
Клауз – сотрудники лаборатории 321, Федин П.А., Прянишников К.Е. – сотрудники
лаборатории 132, Залужный А.Г. – советник директора по научной работе НИЦ «Курчатовский
институт» - ИТЭФ.

Краткий реферат

«Ультрамикроскопический анализ наноструктуры перспективных дисперсно-упрочненных оксидами сталей»

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 KP - высокохромистые стали (12-15 %). Японские стали KP (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 KP-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.

Основные результаты работы.

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 $\sim 10^{23} \text{ м}^{-3}$ до $\sim 10^{24} \text{ м}^{-3}$ 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°С, 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 $1 \times 10^{17} \text{ м}^{-2}$, $1 \times 10^{18} \text{ м}^{-2}$ и $1 \times 10^{15} \text{ м}^{-2}$, $5 \times 10^{16} \text{ м}^{-2}$ 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.

Руководитель работ

A handwritten signature in blue ink, appearing to be 'С.В. Рогожкин', written in a cursive style.

С.В. Рогожкин

**«Ультрамикроскопический анализ наноструктуры перспективных
дисперсно-упрочненных оксидами сталей»,
представленной на конкурсе научно-исследовательских работ
«Курчатовский институт» - ИТЭФ**

1. S.V. Rogozhkin, A.A. Khomich, A.A. Bogachev, A.A. Nikitin, V. V. Khoroshilov, A. A. Lukyanchuk, O. A. Raznitsyn, A. S. Shutov, A.L. Vasiliev, M. Yu. Presniakov, Comprehensive analysis of nanostructure of oxide dispersion strengthened steels as prospective materials for nuclear reactors. *Physics of Atomic Nuclei*, 2020, Vol. 83, No. 10, pp. 1425–1433.
2. S.V. Rogozhkin, A.A. Khomich, A.A. Bogachev, A.A. Nikitin, V. V. Khoroshilov, T.V. Kulevoy, P.A. Fedin, K.E. Pryanishnikov, A. A. Lukyanchuk, O. A. Raznitsyn, A. S. Shutov, A.G. Zaluzhnyi, A.L. Vasiliev, M. Yu. Presniakov, Nanostructure evolution of oxide dispersion strengthened steels under Fe ion irradiation at 350 °C. *Physics of Atomic Nuclei*, 2020, Vol. 83, No. 11, pp. 1519–1528.
3. Yael Templeman, Sergey Rogozhkin, Artem Khomich, Aleksander Nikitin, Malki Pinkas, Louisa Meshi, Characterization of nano-sized particles in 14%Cr oxide dispersion strengthened (ODS) steel using classical and frontier microscopy methods. *Materials Characterization* 160 (2020) 110075(1-8).
4. Sergey V. Rogozhkin, Aleksei A. Bogachev Alexander A. Nikitin, Alexander L. Vasiliev, Michael Yu. Presnyakov, Marilena Tomut, Christina Trautmann, TEM analysis of radiation effects in ODS steels induced by swift heavy ions. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 486 (2021) 1–10.
5. В.А. Грибков, Е.В. Демина, А.С. Демин, С.А. Масляев, В.Н. Пименов, М.Д. Прусакова, В.П. Сиротинкин, С.В. Рогожкин, П.В. Лямкин, М. Падух, Воздействие импульсных потоков ионов дейтерия и дейтериевой плазмы на ферритную сталь, упрочненную оксидными наночастицами. *Физика и химия обработки материалов*, 2020, № 2, с. 16-27.
6. С. В. Рогожкин, А. А. Хомич, А. А. Никитин, О. А. Разницын, А. А. Лукьянчук, А. С. Шутов, Т. В. Кулевой, М. Ю. Пресняков, Jinsung Jang, Tae Kyu Kim, Наноразмерные включения в сталях ODS 12Cr–0.2V–0.3Ti и их стабильность при облучении ионами Fe, *Ядерная физика и инжиниринг*, 2019, том 10, № 3, с. 222–232
7. S. Rogozhkin, A. Bogachev, A. Nikitin, A. Vasiliev, M. Presnyakov, V. Skuratov, M. Tomut, C. Trautmann, Effect of high-energy heavy ion irradiation on the nanoscale state of promising titanium alloys and ODS steel, GSI-FAIR Scientific Report 2017, RESEARCH-APPA-MF-5, p. 199, GSI Report 2018-1, DOI:10.15120/GSI-2017-01856
8. N. N. Orlov, S. V. Rogozhkin, A. A. Bogachev, O. A. Korchuganova, A. A. Nikitin, A. G. Zaluzhnyi, M. A. Kozodaev, T. V. Kulevoy, R. P. Kuibida, P. A. Fedin, B. B. Chalykh, R. Lindau, Ya. Hoffmann, A. Möslang, and P. Vladimirov, Atom-Probe Tomography of the Evolution of the Nanostructure of Oxide Dispersion Strengthened Steels during Ion Irradiation, *Russian Metallurgy (Metally)*, 2017, No. 9, pp. 741–747.
9. S. V. Rogozhkin, A. A. Bogachev, N. N. Orlov, O. A. Korchuganova, A. A. Nikitin, A. G. Zaluzhnyi, M. A. Kozodaev, T. V. Kulevoy, R. P. Kuibida, P. A. Fedin, B. B. Chalykh, R. Lindau, Ya. Hoffman, A. Möslang, P. Vladimirov, M. Klimenkov. Transmission electron microscopy study of the heavy-ion-irradiation-induced changes in the nanostructure of oxide dispersion strengthened steels. *Russian Metallurgy (Metally)* Vol. 2017, No. 7, pp. 554-560.

Доклады на конференциях, семинарах, школах, рабочих совещаниях:

1. А.А. Хомич, Н.Н. Орлов, А.А. Никитин, А.С. Шутов, О.А. Разницын, А.А. Лукьянчук, С.В. Рогожкин, ТОМОГРАФИЧЕСКОЕ АТОМНО-ЗОНДОВОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ СТАЛИ 12CrODS ПОСЛЕ ОБЛУЧЕНИЯ ТЯЖЕЛЫМИ ИОНАМИ, Тезисы докладов Тринадцатого Международного Уральского семинара «Радиационная физика металлов и сплавов», Кыштым, 24 февраля – 1 марта 2019 г., с. 48-49
2. Богачев А.А., Рогожкин С. В., Никитин А. А., Орлов Н. Н., Куйбида Р. П., Кулевой Т.В., Федин П.А., Скуратов В.А. Траутман К. "Влияние ионного облучения на наномасштабное состояние дисперсно-упрочненных оксидами сталей". Отраслевой семинар "Физика радиационных повреждений материалов атомной техники", 23 – 25 апреля 2019 г., г. Обнинск.
3. А.А. Хомич, Н.Н. Орлов, А.А. Никитин, А.С. Шутов, О.А. Разницын, А.А. Лукьянчук, С.В. Рогожкин, Jinsung Jang, Tae Kyu Kim (Korea Atomic Energy Research Institute, Томографическое атомно-зондовое исследование стали 12CrODS после облучения тяжелыми ионами. Отраслевой семинар "Физика радиационных повреждений материалов атомной техники", 23 – 25 апреля 2019 г., г. Обнинск.
4. 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., Кулевой Т.В., Козодаев М.А., Залужный А.Г., ТОМОГРАФИЧЕСКИЕ АТОМНО-ЗОНДОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ, INTERNATIONAL CONFERENCE NUCLEAR AND RADIATION PHYSICS AND MATERIALS (NRPM 2019), June 17-20, 2019, YEREVAN, Republic of Armenia
5. А.В. КЛАУЗ, А.Г. ЗАЛУЖНЫЙ, С.В. РОГОЖКИН, А.А. ХОМИЧ, ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБЛУЧЕНИЯ ТЯЖЕЛЫМИ ИОНАМИ НА НАНОСТРУКТУРУ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ СОВРЕМЕННЫМИ МЕТОДАМИ УЛЬТРАМИКРОСКОПИИ, НОВЫЕ МАТЕРИАЛЫ: НЕРАВНОВЕСНЫЕ СОСТОЯНИЯ: Сборник тезисов докладов 18-й Международной школы-конференции для молодых ученых и специалистов. Москва, 14 – 17 декабря 2020 г. М.: НИЯУ МИФИ, 2020. С. 117
6. S. Rogozhkin, A. Bogachev, A. Nikitin, A. Vasiliev, M. Presnyakov, V. Skuratov, M. Tomut, C. Trautmann, Swift heavy ion irradiation damage in advanced nanostructured alloys, MAT science Week, April 24-27 2018, GSI, Darmstadt. Book of abstracts, p. 28
7. Рогожкин С.В., А.А. Богачев, А.А. Никитин, А.Л. Васильев, М.Ю. Пресняков, В.А. Скуратов, М. Tomut, Ch. Trautmann, Влияние высокоэнергетичного тяжелоионного облучения на наномасштабное состояние перспективных титановых сплавов и дисперсно-упрочненной оксидами стали, XXVII Российская конференция «Современные методы электронной микроскопии в исследованиях органических, неорганических наноструктур и нанобиоматериалов. Черногловка, 28-30 августа 2018 г., стр. 67-68

Молодежная Конференция по Теоретической и Экспериментальной Физике (МКТЭФ-2020), Институт Теоретической и Экспериментальной Физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», 16-219 ноября 2020 г.

1. Богачев А.А., Рогожкин С.В., Никитин А.А., Влияние облучения тяжелыми ионами на оксидные включения в сталях Eurofer ODS и ODS 13,5Cr-0,3Ti, Сборник аннотаций докладов, Т.1, с.13

2. Клауз А.В., Залужный А.Г., Рогожкин С.В., Хомич А.А. Томографический атомно-зондовый анализ дисперсно-упрочнённой оксидами стали 10CrODS при различных дозах облучения, Сборник аннотаций докладов, Т.1, с. 32
3. Хомич А.А., Рогожкин С.В., Никитин А.А., Богачев А.А., Хорошилов В.В., Исследование изменения наноструктуры дисперсно-упрочнённых оксидами сталей под воздействием облучения ионами железа, Сборник аннотаций докладов, Т.1, с. 70

Молодежная Конференция по Теоретической и Экспериментальной Физике (МКТЭФ-2018), Институт Теоретической и Экспериментальной Физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», 26-29 ноября 2018 г.

1. Богачев А.А., Рогожкин С.В., Никитин А.А.- Влияние высокоэнергетического тяжелоионного облучения на наномасштабное состояние перспективных титановых сплавов
2. Хомич А.А., Рогожкин С.В., Разницын О.А., Лукьячук А.А., Шутов А.С. - Томографическое атомно-зондовое исследование стали 12CrODS после облучения тяжелыми ионами