ЯДЕРНАЯ ФИЗИКА И ИНЖИНИРИНГ, 2023, том 14, № 6, с. 530–540

РАДИАЦИОННАЯ СТОЙКОСТЬ МАТЕРИАЛОВ И АППАРАТУРЫ

УДК 621.039.634:621.039.531:620.187:621.384.6

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБЛУЧЕНИЯ ИОНАМИ Fe ПРИ 500°C НА НАНОСТРУКТУРУ ДИСПЕРСНО-УПРОЧНЕННЫХ ОКСИДАМИ СТАЛЕЙ МЕТОДАМИ АТОМНО-ЗОНДОВОЙ ТОМОГРАФИИ

© 2023 г. С. В. Рогожкин[a], *, А. В. Клауз[a], А. А. Богачев[a], А. А. Хомич[a], П. А. Федин[a], О. А. Разницын[a]

[a] *Национальный исследовательский центр "Курчатовский институт", Москва, 123182 Россия*

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

Поступила в редакцию 03.03.2023 г.
После доработки 13.03.2023 г.
Принята к публикации 20.04.2023 г.

В настоящей работе исследована радиационная стабильность наноструктуры трех ДУО сталей методом атомно-зондовой томографии: Eurofer ODS, 10Cr ODS и KP-3 ODS с различными системами легирования. В этих сталях содержание хрома варьируется от 9 до 14 ат. %, а также в различных соотношениях содержатся такие легирующие элементы, как V, Ti, Al, W и Mn. Атомно-зондовая томография обнаружила в исходном состоянии этих сталей наноразмерные кластеры, обогащенные по Y, O и Cr, а также по V, Ti и Al в зависимости от системы легирования стали. Исследования радиационно-индуцированных изменений наноструктуры ДУО сталей под воздействием облучения ионами железа до дозы 100 сна при 500°C показало, что средние размеры кластеров под облучением практически не изменились. В тоже время наблюдалось существенное увеличение их объемной плотности (в ~2 раза) в сталях 10Cr ODS и KP-3 ODS, а в стали Eurofer ODS объемная плотность кластеров сильно уменьшилась (~ в 3.5 раза). Аналогично исходному состоянию кластеры во всех исследуемых сталях обогащены по Y, O, Cr и по Ti при его наличии в исходном составе. В облученных состояниях кластеры не обогащены по V и Al. В сталях 10Cr ODS и KP-3 ODS наблюдается существенное увеличение обогащения по Cr, O и Y и уменьшение обогащения по Ti. При этом в стали Eurofer ODS наблюдается сильное уменьшение обогащения по O. Обнаруженные изменения объемной плотности и состава кластеров предположительно связаны с механизмами взаимодействия с более крупными оксидными частицами.

Ключевые слова: кластеры, атомно-зондовая томография, дисперсно-упрочненная оксидами сталь, облучение, ионы

DOI: 10.56304/S2079562923010219

ВВЕДЕНИЕ

В перспективных ядерных установках деления и синтеза материалы активной зоны должны обладать высокой радиационной стойкостью и жаропрочностью при температурах до 700°C и дозах до 200 сна (смешений на атом). Перспективными материалами, способными удовлетворить эти требования, являются дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) стали, содержащие в своей матрице однородно распределенные термически стабильные наноразмерные оксиды [1, 2]. Создание такого класса материалов осуществляется в основном методами порошковой металлургии. Механические свойства разрабатываемых ДУО сталей сильно зависят от их микроструктуры, которая характеризуется оксидными частицами и наноразмерными кластерами. Известно, что наилучшими механическими свойствами обладают те стали, в объеме которых оксидные включения имеют наименьший размер и наибольшую плотность [3, 4]. Одним из способов уменьшения размера и увеличения числа оксидных частиц является подбор системы легирования, например путем добавления таких элементов как Ti, Zr, V или Al [5]. Основной тенденций современного развития разработок ДУО сталей, является создание модельных сплавов, отличающихся друг от друга легирующими добавками и их содержанием, попытка установить различного рода корреляции между исходным составом и поведением структурно-фазового состояния в условиях облучения [5, 6].

Исследования в данной области показали, что что облучение 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 [7, 8].

Таблица 1. Номинальный химический состав исследуемых ДУО сталей, ат. %

	Fe	Mo	Al	Ni	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	–
KP-3 ODS	78.29	–	6.40	–	–	13.82	0.55	0.16	0.37	0.18	–	0.21	–	–	–

В настоящее время в национальных и/или исследовательских программах разработан широкий ассортимент ДУО сталей [9–12]. Систематическое исследование методами просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) и атомно-зондовой томографии (АЗТ) ряда сталей, разработанных в Европе, Японии и Республике Корея представлено в работе [13]. В [14] представлены результаты комплексного исследования влияния облучения ионами Fe до 30 сна при 350°C на ДУО стали Eurofer ODS, 10Cr ODS и KP-3 ODS с различным легированием V, Ti и Al. Исследование влияния облучения на структурно-фазовое состояние этих же трех сталей было продолжено в [15], где они были облучены до 100 сна при 500°C. Если температура 350°C соответствует нижней границе температурного интервала эксплуатации ДУО сталей в реакторах на быстрых нейтронах, то 500°C – промежуточной области соответствующего температурного интервала эксплуатации. Исследование методами ПЭМ показало, что размеры оксидных включений под облучением практически не изменились, но наблюдалось сильное уменьшение их объемной плотности в сталях 10Cr ODS и KP-3 ODS, в то время как в Eurofer ODS объемная плотность оксидов не изменилась. Настоящая работа является продолжением работы [15] и посвящена томографическому атомно-зондовому анализу влияния облучения на наноструктуру сталей Eurofer ODS, 10Cr ODS и KP-3 ODS до 100 сна при 500°C.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Химический состав исследуемых дисперсно-упрочненных оксидами сталей Eurofer ODS, 10Cr ODS и KP-3 ODS, которых представлен в табл. 1. Эти стали, полученные путем механического легирования металлических порошков и порошка Y_2O_3, отличаются по основным элементам легирования: 9Cr–V (Eurofer ODS), 10Cr–V–Ti (10Cr ODS), 13Cr–Ti–Al (KP-3 ODS). Содержание иттрия в исследуемых сталях находится в диапазоне 0.13–0.17 ат. %, в то время как содержание кислорода колеблется в широких пределах: от 0.17 в 10Cr ODS до 0.37 ат. % в стали KP-3 ODS. Исследуемые материалы также имели различные финишные термомеханические обработки.

Сталь KP-3 ODS, из Института перспективных источников энергии Киотского университета (Япония), заключалась в капсулу из мягкой стали, и дегазировалась в вакууме 10^{-3} торр при 400°C в течение 3 ч. Горячая экструзия при 1150°C осуществлялась для придания формы в виде стержня диаметром 25 мм с последующим отжигом при 1150°C в течение 1 ч и охлаждением на воздухе. Сталь 10Cr ODS была изготовлена в Корейском исследовательском институте атомной энергии (Республика Корея). При ее приготовлении финишная термомеханическая обработка включала горячее изостатическое прессование при 1150°C в течение 4 ч при 100 МПа и последующую горячую прокатку при 1100°C, нормализацию при 1050°C в течение 1 ч с охлаждением на воздухе и отпуск при 780°C в течение 1 ч с охлаждением на воздухе. Сталь Eurofer ODS из Института прикладных материалов и физики прикладных материалов Института технологий Карлсруэ (Германия) была нормализована при 1100°C в течение 30 мин с закалкой в воде с последующим отпуском при 750°C в течение 2 ч с охлаждением на воздухе.

Для достижения необходимых доз радиационного повреждения использовался пучок ионов Fe^{2+}, ускоренный до 5.6 МэВ [13, 15]. Для микроскопических исследований была выбрана область на глубине 1 мкм, удаленная как от поверхности образца, так и от пика внедренных ионов на глубине ~1.6 мкм (см., результаты SRIM расчетов в [15]). Количество генерируемых дефектов на глубине 1 мкм пучком ионов 5.6 МэВ Fe^{2+} при флюенсе $1.7 \cdot 10^{21}$ м$^{-2}$ соответсвует дозе повреждения 100 сна. Для облучения были вырезаны диски диаметром 3 мм и толщиной 0.3 мм. Эти образцы были механически отполированы до толщины 200 мкм. Остаточный наклеп от механического утонения удалялся с облучаемой поверхности с помощью электрохимического полирования на установке TenuPol-5 в течении 30 с в 10%-ом растворе хлорной кислоты в этаноле. Напряжение, подаваемое на образец, подбиралось по кривой зависимости плотности тока. Шероховатость поверхности образца контролировалась с помощью атом-

Таблица 2. Характерные размеры и объемная плотность кластеров, обнаруженных с помощью АЗТ в ДУО сталях после облучения Fe^{2+} с энергией 5.6 МэВ при 500°C до 100 сна и в исходном состоянии

			АЗТ анализ			
материал	система легирования	тип кластера в облученном состоянии	средний размер кластеров, нм		объемная плотность кластеров, 10^{22} м$^{-3}$	
			исходное	облученное	исходное	облученное
Eurofer ODS	9Cr–V	Cr–Y–O	2 ± 1	3 ± 1	32 ± 5	8 ± 2
10Cr ODS	10Cr–V–Ti	Cr–Y–O–Ti	4 ± 1	3 ± 1	16 ± 2	31 ± 6
KP-3 ODS	13Cr–Ti–Al	Cr–Y–O–Ti	3 ± 1	3 ± 1	23 ± 3	48 ± 8

но-силовой микроскопии до и после облучения, и она составляла менее 20 нм для всех образцов.

Образцы для микроскопических исследований методам АЗТ были изготовлены методом фокусированного ионного пучка (ФИП) ионов Ga^+ в растровом электронно-ионном микроскопе HELIOS NanoLab 600 (FEI, Голландия) при ускоряющем напряжении 5–30 кВ. Для уменьшения толщины нарушенного аморфизированного слоя, вследствие взаимодействия с ионным пучком, производилось дополнительное утонение при ускоряющем напряжении 2 кВ. Методам ФИП извлекался объем материала с глубины 1 мкм от облученной поверхности и прикреплялся к массивному основанию. В дальнейшем данный образец полировался ионами до формы иглы с радиусом при вершине менее 50 нм и исследовался методами АЗТ.

Атомно-масштабный анализ распределения химических элементов в ДУО сталях проводился с помощью атомно-зондового томографа ПАЗЛ-3D с фемтосекундным лазерным испарением, разработанным в НИЦ “Курчатовский институт"–ИТЭФ [16]. Сбор данных проводился при температуре образцов 50 K в режиме лазерного испарения с длиной волны 515 нм, длительности лазерного импульса 300 фс, частотой 25 кГц и энергией импульса 0.1–1.2 мкДж [17]. Давление в камере исследования составляло ~ $(5–7) \cdot 10^{-10}$ торр.

Для каждого исследованного материала было получено не менее двух объемов размерами $30 \times 30 \times 300$ нм^3. Анализ АЗТ данных включал идентификацию масс-спектра, восстановление и анализ трехмерных распределений химических элементов в исследуемых объемах с помощью программного обеспечения KVANTM-3D [18]. Для поиска и описания обнаруженных наноразмерных особенностей использовался алгоритм максимального разделения [19]. В настоящей работе сумма таких элементов, как Y, O и Ti, использовалась для поиска кластеров в исследованных объемах.

ИССЛЕДОВАНИЕ НАНОСТРУКУТРЫ ОБЛУЧЕННЫХ ДУО СТАЛЕЙ

Исходная микро- и нано-структура рассматриваемых ДУО сталей подробно исследована в работе [13]. Исследование облученного состояния ДУО сталей методами ПЭМ представлено в работе [15].

АЗТ анализ исходного состояния ДУО сталей выявил существенное число нанокластеров в диапазоне 3–4 нм, обогащенных по Cr, Y, O, а также по Ti, V и Al, в зависимости от системы легирования. В стали Eurofer ODS, не содержащей Ti, в кластерах присутствует значительное количество ванадия. В стали 10Cr ODS, содержащей сравнительно близкие концентрации V и Ti, кластеры преимущественно обогащены по Ti. В стали KP-3 ODS, содержащей в ~30 раз больше Al по сравнению с Ti, кластеры тем не менее преимущественно обогащены по Ti.

После облучения до 100 сна при 500°C во всех сталях обнаружены нанокластеры со средним размером 3 нм. В стали Eurofer ODS это кластеры типа Cr–Y–O, в 10Cr ODS кластеры типа Cr–Y–O–Ti, и в KP-3 ODS это кластеры типа Cr–Y–O–Ti.

На рис. 1–3 представлены атомные карты облученных ДУО сталей. Рис. 4–6 представляют гистограммы концентраций химических элементов в кластерах облученных ДУО сталей. В одном из исследованных объемов облученной KP-3 ODS на границе обнаружена фаза Cr–C размером 10 нм, суммарная концентрация C и Cr в которой ~65%. Фаза Cr–C представлена на рис. 7. На рис. 8–10 представлены распределения кластеров по после облучения до дозы 100 сна при 500°C, нормированное на 100%.

СРАВНЕНИЕ ИСХОДНОГО И ОБЛУЧЕННОГО СОСТОЯНИЙ

В табл. 2 представлено сравнение количественных характеристик кластеров в облученном

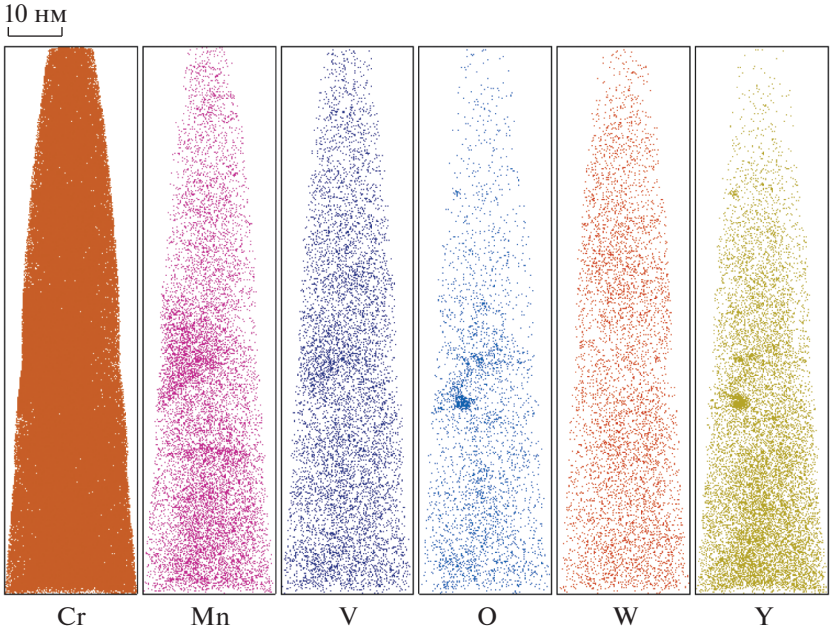


Рис. 1. Атомные карты облученной стали Eurofer ODS при 500°C до 100 сна.

состоянии (100 сна при 500°C) с характеристиками исходного состояния сталей. Подробное сравнение обогащения кластеров в исходном и облученном состояниях представлено в табл. 3.

Во всех исследованных облученных ДУО сталях средние размеры кластеров сохранились в пределах погрешности в сравнении с исходным состоянием. При этом объемная плотность кластеров существенно изменилась во всех трех сталях. В Eurofer ODS объемная плотность уменьшилась в ~ 4 раза с $32 \cdot 10^{22}$ до $8 \cdot 10^{22}$ м$^{-3}$, а в сталях 10Cr ODS и KP-3 ODS наблюдается увеличение объемной плотности в ~2 раза с $16 \cdot 10^{22}$ до $32 \cdot 10^{22}$ м$^{-3}$ и с $23 \cdot 10^{22}$ до $48 \cdot 10^{22}$ м$^{-3}$ соответственно.

Аналогично исходному состоянию кластеры во всех исследуемых сталях обогащены по Cr, Y, O и по Ti при его наличии в исходном составе. При этом, в отличие от исходного состояния, кластеры фактически не обогащены по V и Al.

В сталях 10Cr ODS и KP-3 ODS наблюдается существенное увеличение обогащения по Cr, O и Y и уменьшение обогащения по Ti. При этом в стали Eurofer ODS наблюдается сильное уменьшение обогащения по O.

ОБСУЖДЕНИЕ

В [14] приводились исследование влияния облучения ДУО сталей Eurofer ODS, 10Cr ODS и

Таблица 3. Обогащение кластеров в исследуемых ДУО сталях в ДУО сталях после облучения Fe^{2+} с энергией 5.6 МэВ при 500°C до 100 сна, ат. %

	Eurofer ODS		10Cr ODS		KP-3 ODS	
состояние	исходное	100 сна	исходное	100 сна	исходное	100 сна
Fe	−43 ± 6	−31 ± 5	−22 ± 11	−30 ± 8	−17 ± 9	−32 ± 11
Cr	10 ± 1	9 ± 5	4 ± 2	11 ±5	4 ± 2	13 ± 9
Y	12 ± 3	10 ± 2	3 ± 2	6 ± 2	1 ± 1	5 ± 1
O	11 ± 2	7 ± 2	7 ± 4	8 ± 2	4 ± 2	9 ± 2
Ti	–	–	6 ± 3	4 ± 1	6 ± 3	3 ± 1
V	8 ± 2	0.3 ± 0,2	0.8 ± 0.4	0.2 ± 0.2	–	–
Al	–	–	–	–	0.8 ± 0.4	0.1 ± 0.1

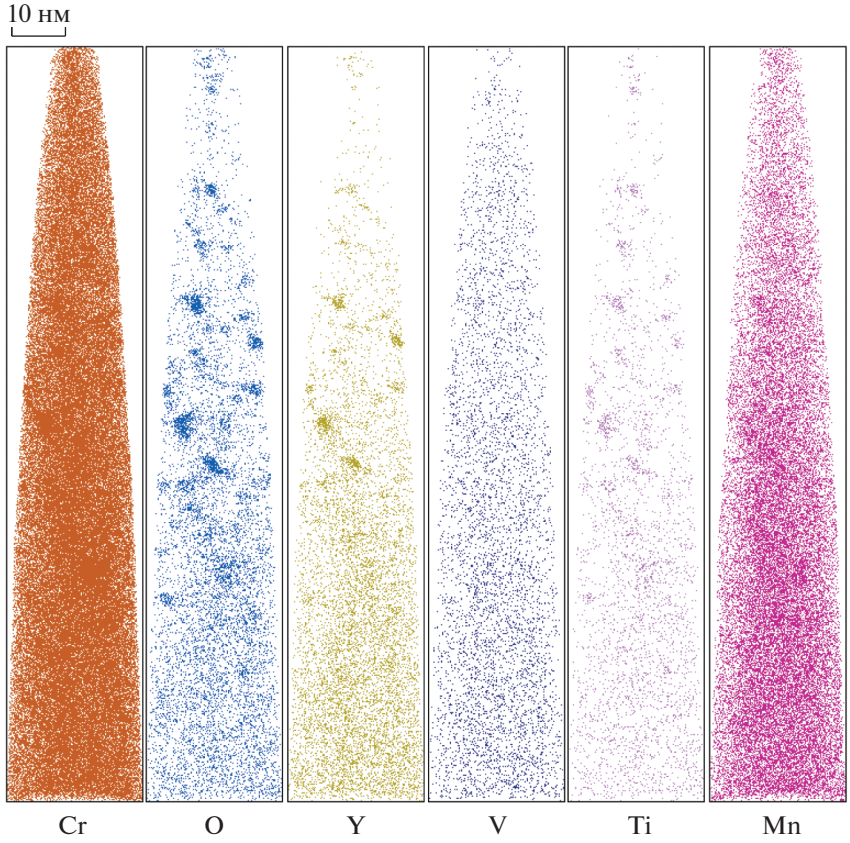


Рис. 2. Атомные карты облученной стали 10Cr ODS при 500°C до 100 сна.

КР-3 ODS до максимальной дозы 30 сна при 350°C. Увеличение дозы облучения сопровождалось слабым изменением размера кластеров и уменьшением их объемной плотности во всех трех сталях 10Cr ODS, КР-3 ODS и Eurofer ODS.

Проведенное в настоящей работе исследование влияния облучения до дозы 100 сна при 500°C на наноструктуру материала демонстрирует другое поведение, в частности, объемная плотность кластеров уменьшается только в стали Eurofer ODS, а в сталях 10Cr ODS и КР-3 ODS наблюдается ее существенное (в ~2 раза) увеличение.

В [15] было выдвинуто предположение, что изменение в распределении размеров оксидов в Eurofer ODS обусловлено ростом наноразмерных кластеров и преобразованием их в оксидные включения (данный механизм отмечался в работе [20]). Уменьшение объемной плотности кластеров Eurofer ODS при облучении при 500°C может быть обусловлено как их частичным растворением, так и преобразованием в зародыши новой фракции оксидов.

Наблюдаемое увеличение объемной плотности кластеров в сталях 10Cr ODS и КР-3 ODS после облучения при 500°C возможно также связано с взаимодействием с подсистемой оксидных частиц. В частности, увеличение обогащения кластеров по Y и O подкрепляет данное предположение поскольку эти элементы скорее всего перешли в твердый раствор из растворяющихся оксидов. Также, согласно рис. 5 и 6, содержание Ti в кластерах в сталях 10Cr ODS и КР-3 ODS увеличивается при уменьшении их средних размеров. Это может быть обусловлено тем, что Ti, выделившийся при растворении крупных оксидов, принимает активное участии в зарождении новых кластеров.

Точное определение механизма взаимодействия кластеров и оксидов при высокой дозе и температуре облучения требует подробного комплексного анализа, а именно сравнения полученных ПЭМ и АЗТ данных.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено исследование методами атомно-зондовой томографии перестройки наноструктуры дисперсно-упрочненных оксидами сталей Eurofer ODS, 10Cr ODS и КР-3 ODS с различными системами легирования, с использованием

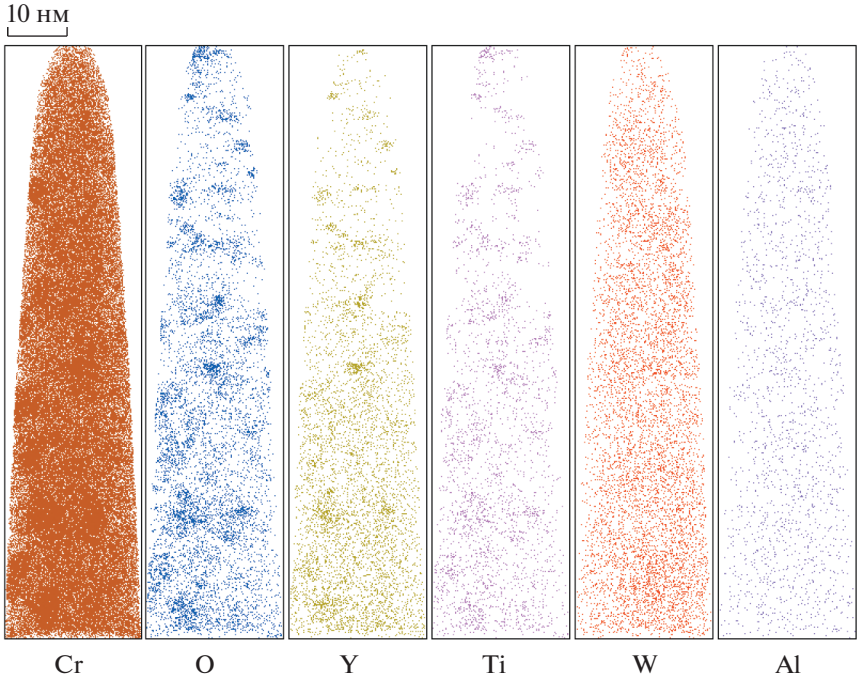


Рис. 3. Атомные карты облученной стали КР-3 ODS при 500°С до 100 сна.

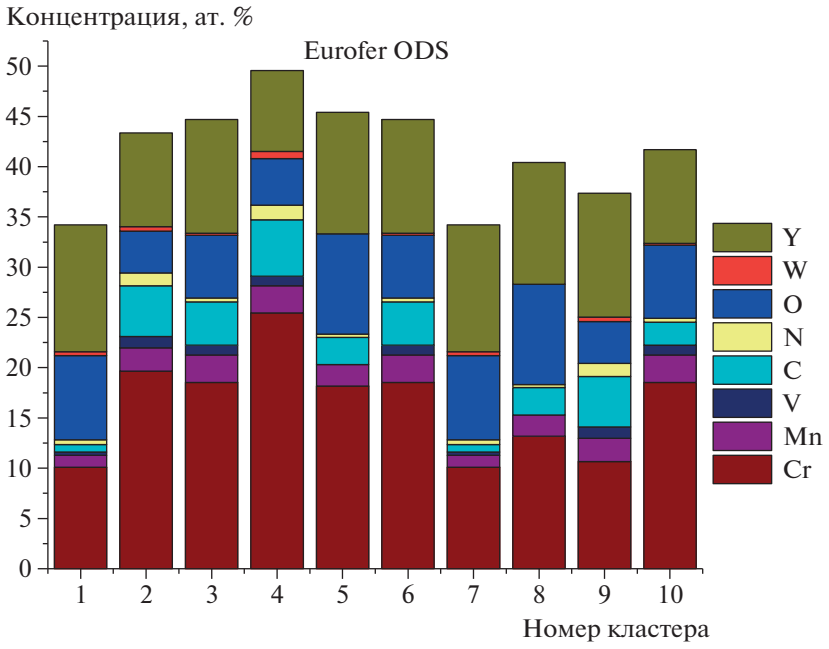


Рис. 4. Гистограмма концентраций химических элементов в кластерах облученной стали Eurofer ODS при 500°С до 100 сна.

ускоренного набора дозы радиационных повреждений облучения на укорителе тяжелых ионов. Материалы были облучены при температуре 500°С ионами Fe^{2+} до флюенса $1.7 \cdot 10^{21}$ м$^{-2}$, что на глубине проводимого анализа ~1 мкм соответствует повреждающей дозе 100 сна.

Исследование наноструктуры методом атомно-зондовой томографии ДУО сталей после облу-

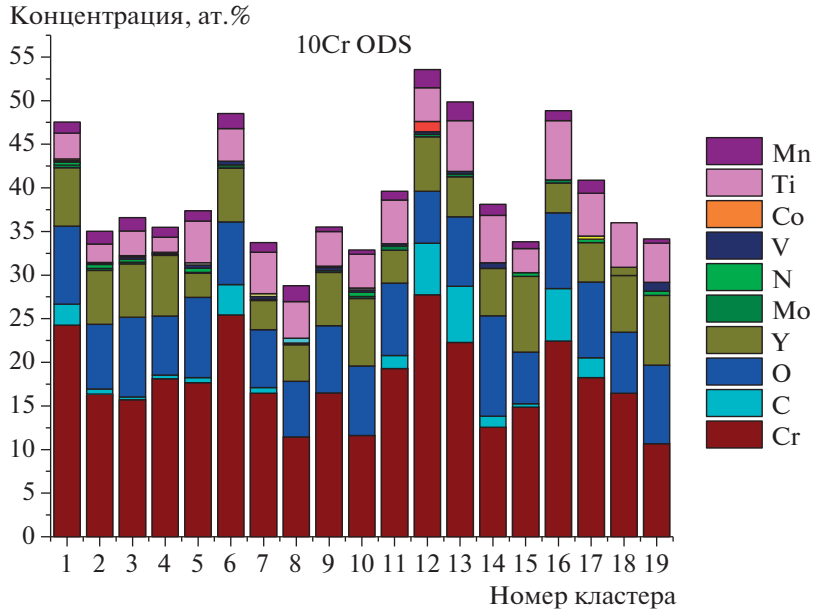


Рис. 5. Гистограмма концентраций химических элементов в кластерах облученной стали 10Cr ODS при 500°C до 100 сна.

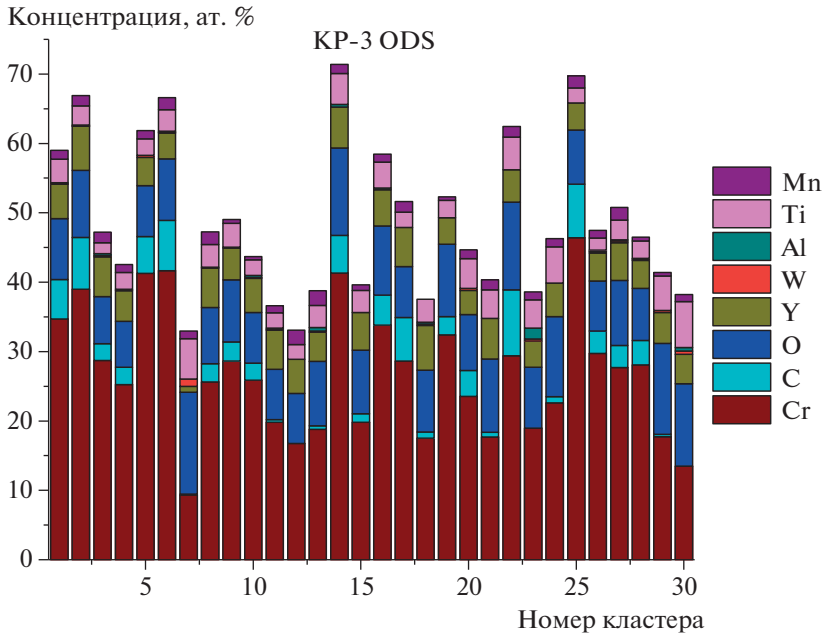


Рис. 6. Гистограмма концентраций химических элементов в кластерах облученной стали KP-3 ODS при 500°C до 100 сна.

чения до 100 сна обнаружило: в Eurofer ODS – кластеры Cr–Y–O размерами ~3 нм и объемной плотностью ~$8 \cdot 10^{22}$ м$^{-3}$, в стали 10Cr ODS – кластеры Cr–Y–O–Ti со средним размером ~3 нм и объемной плотностью $31 \cdot 10^{22}$ м$^{-3}$, и в стали KP-3 ODS – кластеры Cr–Y–O–Ti размерами ~3 нм и плотностью $48 \cdot 10^{22}$ м$^{-3}$.

Сравнение с исходным состоянием демонстрирует, что средние размеры кластеров сохраняется в пределах погрешности во всех сталях.

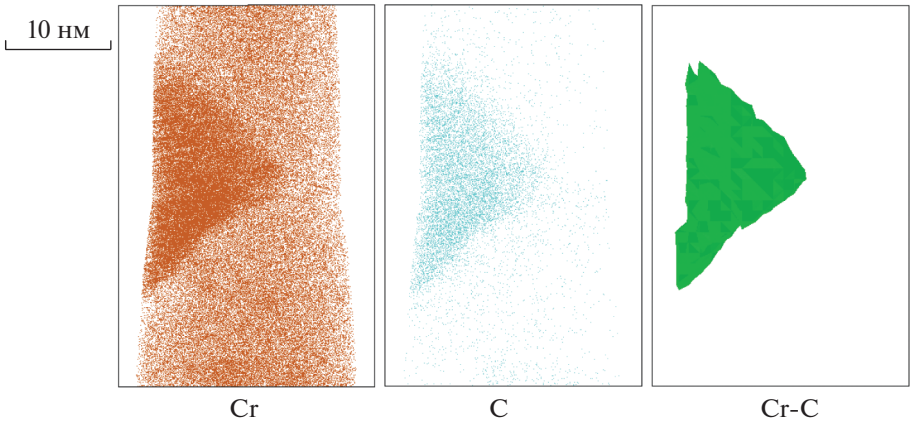


Рис. 7. Фаза Cr–C в облученной стали КР-3 ODS при 500°C до 100 сна.

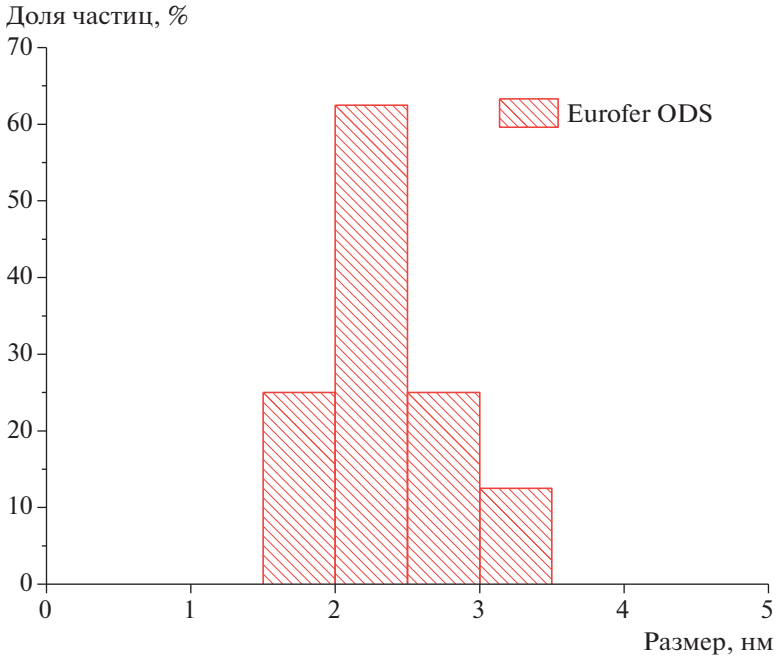


Рис. 8. Распределение кластеров по размеру в стали Eurofer ODS после облучения до дозы 100 сна при 500°C, нормированное на 100%.

При этом объемная плотность кластеров уменьшается только в стали Eurofer ODS (с 32 до 8) · 10^{22} $м^{-3}$, а в сталях 10Cr ODS и КР-3 ODS объемная плотность увеличилась (с 16 до 31) · 10^{22} $м^{-3}$ и в КР-3 ODS (с 23 до 48) · 10^{22} $м^{-3}$ соответственно.

Изменение объемной плотности и химического состава кластеров указывает на существенное взаимодействие кластеров и оксидов в исследуемых материалах при облучении до дозы 100 сна при температуре 500°C.

БЛАГОДАРНОСТИ

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

Облучение образцов и подготовка образцов выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования КАМИКС (http://kamiks.itep.ru/) НИЦ

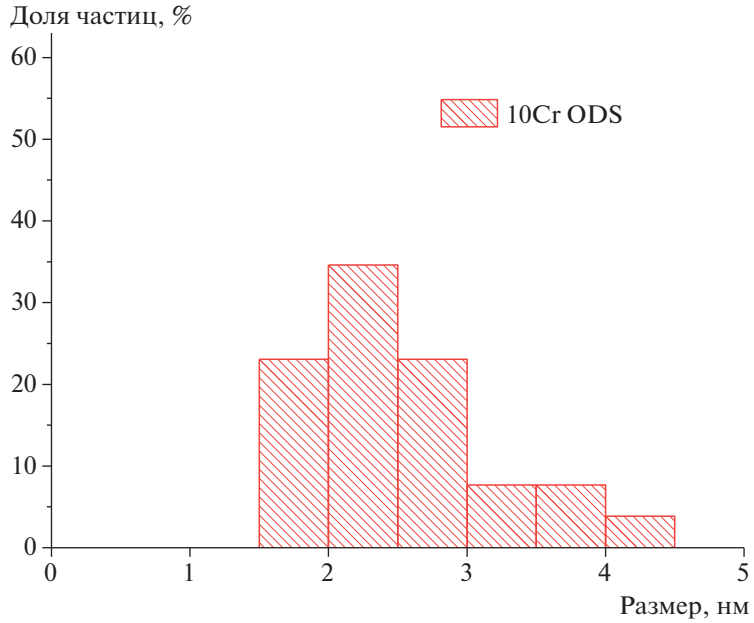


Рис. 9. Распределение кластеров по размеру в стали 10Cr ODS после облучения до дозы 100 сна при 500°C, нормированное на 100%.

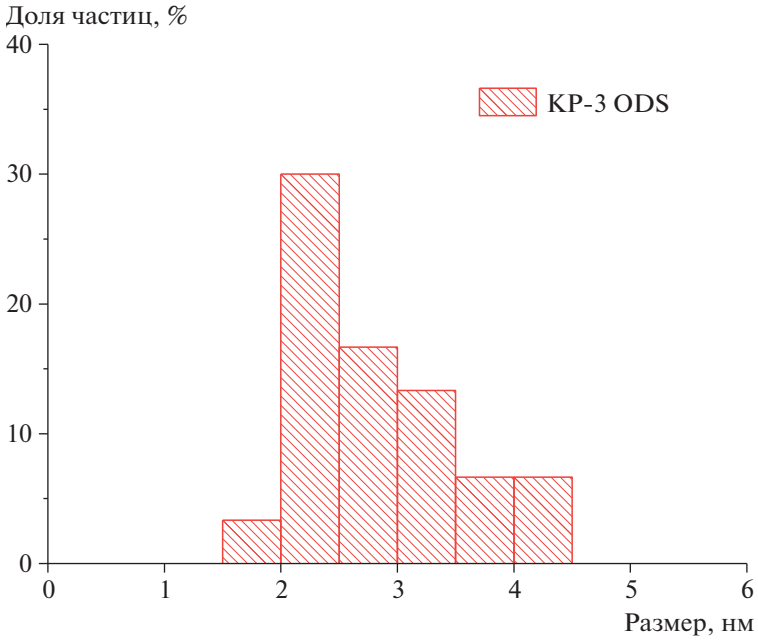


Рис. 10. Распределение кластеров по размеру в стали KP-3 ODS после облучения до дозы 100 сна при 500°C, нормированное на 100%.

"Курчатовский институт" – ККТЭФ. Приготовление образцов методами фокусированных ионных пучков и анализ методами просвечивающей электронной микроскопии выполнены на оборудовании ресурсного "Структурная диагностика материалов" ФНИЦ "Кристаллография и фотоника" РАН (https://kif.ras.ru/ckp/contacts/).

ФИНАНСИРОВАНИЕ

Исследование выполнено при поддержке гранта Российского научного фонда (проект № 22-29-01279).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ/REFERENCES

1. *Yvon P., Carre F.* // J. Nucl. Mater. 2009. V. 385. P. 217. https://doi.org/10.1134/S1063778822120018

2. *Klueh R.L., Shingledecker J.P., Swindeman R.W., Hoelzer D.T.* // J. Nucl. Mater. 2005. V. 341. P. 103. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2005.01.017
3. *Ukai S., Okuda T., Fujiwara M., Kobayashi T., Mizuta S., Nakashima H.* // J. Nucl. Sci. Technol. 2002. V. 39. P. 872. https://doi.org/10.1080/18811248.2002.9715271
4. *Hoelzer D.T., Bentley J., Sokolov M.A., Miller M.K., Odette G.R., Alinger M.J.* // J. Nucl. Mater. 2007. V. 367–370. P. 166. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2007.03.151
5. *Wharry J.P., Swenson M.J., Yano K.H.* // J. Nucl. Mater. 2017. V. 486. P. 11. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2017.01.009
6. *Liu X., Miao Y., Wu Y., Maloy S.A., Stubbins J.F.* // Scripta Mater. 2017. V. 138. P. 57. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.05.023
7. *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. https://doi.org/10.1016/j.nme.2016.06.011
8. *Ukai S., Fujiwara M.* // J. Nucl. Mater. 2002. V. 307–311. P. 749. https://doi.org/10.1016/S0022-3115(02)010
9. *Carlan Y., Bechade J.-L., Dubuisson P., Seran J.-L., Billot 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. https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2008.12.156
10. *Mateus R., Carvalho P.A., Nunes D., Alves L.C., Franco N., Correia J.B., Alves E.* // Fus. Eng. Des. 2011. V. 86. P. 2386. https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2011.01.011
11. *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. https://doi.org/10.1016/j.proeng.2014.11.004
12. *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 (3). P. 323. https://doi.org/10.1080/18811248.2007.9711289
13. *Рогожкин С.В., Хомич А.А., Богачев А.А., Никитин А.А., 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. et al.* // Phys. At. Nucl. 2020. V. 83. P. 1425–1433. https://doi.org/10.1134/S1063778820100191]. https://doi.org/10.1134/S2079562920010121
14. *Рогожкин С.В., Хомич А.А., Богачев А.А., Никитин А.А., Хорошилов В.В., Кулевой Т.В., Федин П.А., Пряшников 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. 67–76. [*Rogozhkin, S.V., Khomich, A.A., Bogachev, A.A. et al.* // Phys. At. Nucl. 2020. V. 83. P. 1519–1528. https://doi.org/10.1134/S1063778820100208]. https://doi.org/10.1134/S2079562920010133
15. *Рогожкин С.В., Клауз А.В., Богачев А.А., Хомич А.А., Федин П.А., Разницын О.А.* // Ядерная физика и инжиниринг. 2022. Т. 13 (6). С. 535-544. [*Rogozhkin S.V., Klauz A.V., Bogachev A.A., Khomich A.A., Fedin P.A., and Raznitsyn O.A.* // Phys. At. Nucl. 2022. V. 85 (12). P. 1998–2006. https://doi.org/10.1134/S1063778822120018]. https://doi.org/10.56304/S2079562922030411
16. *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. 129–134. [*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. https://doi.org/10.1134/S002044121702021X]. https://doi.org/10.7868/S0032816217020227
17. *Разницын О.А., Лукьянчук А.А., Шутов А.С., Рогожкин С.В., Алеев А.А.* // Масс-спектрометрия. 2017. Т. 14 (1). С. 33–39. https://elibrary.ru/yiryqp [*Raznitsyn O.A., Lukyanchuk A.A., Shutov A.S., Rogozhkin S.V., Aleev A.A.* // J. Anal. Chem. 2017. V. 72 (14). P. 1404. https://doi.org/10.1134/S1061934817140118].
18. *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).
19. *Miller M.K.* Atom Probe Tomography: Analysis at the Atomic Level. 2000. New York: Kluwer Academic. https://doi.org/10.1046/j.1365-2818.2001.00847.x
20. *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. 1–10. https://doi.org/10.1016/j.nimb.2020.10.017

Atom-Probe Tomography Study of the Influence of Fe Ion Irradiation at 500°C on the Nanostructure of Oxide Dispersion-Strengthened Steels

S. V. Rogozhkin[1, *], A. V. Klauz[1], A. A. Bogachev[1], A. A. Khomich[1], P. A. Fedin[1], and O. A. Raznitsyn[1]

[1]*National Research Centre "Kurchatov Institute", Moscow, 123182 Russia*

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

Received March 3, 2023; revised March 13, 2023; accepted April 20, 2023

Abstract—In this work, the radiation stability of the nanostructure of ODS steels is studied by atom-probe tomography. Studied steels Eurofer ODS, 10Cr ODS, and KP-3 ODS differ in alloying system. The chromium content in these steels varies from 9 to 14 at. %, and also V, Ti, Al, W and Mn are present in varying

amounts. Atom-probe tomography revealed nanoclusters enriched in Y, O and Cr as well as in V, Ti and Al in the initial state of these steels depending on the alloying system. Study of radiation-induced changes in the nanostructure of ODS steels under Fe ion irradiation to a dose of 100 dpa at 500°C showed that the average size of clusters under the irradiation remained stable. However, there was a significant increase in their number density (by ~2 times) in 10Cr ODS and KP-3 ODS steels, while the clusters number density in Eurofer ODS decreased greatly (by ~3.5 times). Clusters in irradiated steels were enriched in Y, O, Cr. They were also enriched in Ti when it was present in the initial composition. In the irradiated materials, the clusters were not enriched in V and Al. In 10Cr ODS and KP-3 ODS steels, there was a significant increase in Cr, O, and Y enrichment and decrease in Ti enrichment. However, a strong decrease in O enrichment was observed in Eurofer ODS steel. The detected changes in number density and cluster composition were presumably related to the mechanisms of cluster interaction with larger oxide particles.

Keywords: clusters, atom-probe tomography, oxide dispersion-strengthened steel, irradiation, ions