

Исследование образования нанокластеров в дисперсно-упрочненной оксидами ферритной стали методом атомно-зондовой томографии

Е. Ю. Калохтина, Б. Радиге, Я. Де Карлан, Ф. Парез

Исследована дисперсно-упрочненная оксидами (ДУО) ферритная сталь Fe – 18 Cr – W – Ti методом атомно-зондовой томографии (АЗТ) после трех видов обработки исходного материала: непосредственно после механического легирования (МЛ) в промышленном атриторе смеси исходных порошков стали состава Fe18CrWTi (масс.%) и оксида иттрия Y₂O₃ (0,6 масс.%); после МЛ и последующего отжига при 850 °С, 1 ч; после компактирования, включающего горячую экструзию (ГЭ) (1100 °С), прокатку (20%) и отжиг при 1050 °С, 1 ч. Показано, что Fe18CrWTi ДУО-сталь во всех исследуемых состояниях содержит высокую концентрацию кластеров наноразмерного масштаба (~10²³ – 10²⁴ частиц/м³). Эти нанокластеры после МЛ преимущественно обогащены иттрием и кислородом, в то время как после последующих видов термической обработки в состав рассматриваемых кластеров, кроме иттрия и кислорода, входит также титан. На основании полученных экспериментальных данных предложен механизм образования нанокластеров в исследованной ДУО ферритной стали при использовании указанных способов обработки исходного материала.

Ключевые слова: дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) стали, атомно-зондовая томография, механическое легирование, нанофазы.

A high chromium Fe18CrWTi Oxide Dispersion Strengthened steel has been characterized by Atom Probe Tomography at different steps of production route: just after mechanical alloying in industrial attritor; after mechanical alloying with subsequent annealing at 850 °C/1 h; after consolidation by hot extrusion at 1100 °C, hot rolling (20%) and annealing at 1050 °C/1 h. A high number density (~10²³ – 10²⁴ m⁻³) of nanometre scale particles has been observed in all investigated states. Their evolution is shown after subsequent annealing and hot extrusion. Nanoparticles are mainly enriched in yttrium and oxygen in as-milled state, whereas in yttrium, oxygen and titanium after subsequent annealing and hot extrusion. Based on experimental results formation mechanism of nanoparticles in Fe18CrWTi ODS steel is proposed.

Key words: oxide dispersion strengthened steel, atom probe tomography, mechanical alloying, nanophases.

Введение

В настоящее время актуальной задачей является разработка материалов, удовлетворяющих требованиям для конструктивных узлов активной зоны реакторов нового поколения [1, 2]. В этих реакторах ожидаются высокие рабочие температуры (до ~1000 °С) в сочетании с весьма высокими дозами облучения нейтронами (до ~2·10²³ см⁻²) [3, 4], что является основным препятствием для применения уже существующих сталей, разработанных для более низких радиационно-термических нагрузок. В качестве перспективных материалов большой

научный и практический интерес представляют ДУО феррито-мартенситные стали [5, 6]. Их повышенная жаропрочность и радиационная стойкость обусловлены формированием значительного числа термически стабильных нанооксидов с концентрацией C_н ~ 10²³ – 10²⁴ частиц/м³, присутствующих в матрице. Предполагается, что эти нанооксиды блокируют движение дислокаций, усиливая сопротивление ползучести при повышенных температурах, а также являются центрами захвата и аннигиляции точечных радиационных дефектов, играя роль стоков для указанных дефектов и способствуя уменьшению распухания материала и повышению его радиационной

стойкости [7]. Известно, что стали, имеющие ОЦК-решетку, демонстрируют лучшее сопротивление радиационному набуханию по сравнению со сталями аустенитного класса с ГЦК-решеткой [4].

Одним из ключевых направлений при разработке конструкционных материалов реакторов нового поколения является создание и освоение порошковых технологий для производства ДУО сталей. Подобная технология, в общем случае, включает стадию МЛ смеси порошков компонентов стали заданного состава устойчивыми оксидами типа Y_2O_3 в количестве примерно 0,25 – 0,50 масс. % с последующим спеканием порошка путем ГЭ или горячего прессования. Параметры и условия механического легирования оказывают большое влияние на формирование конечного продукта.

Метод АЗТ позволяет воссоздать трехмерную структуру исследуемого образца с атомарным разрешением, а также одновременно провести химический анализ каждого детектируемого нанобъекта [8 – 13].

Цель настоящей работы — изучение образования нанокластерной структуры в ДУО ферритной стали после различных стадий ее механической и термической обработки с использованием метода АЗТ.

Материал и методы исследования

Для исследований была выбрана ферритная сталь Fe18CrWTi. Механическая смесь исходных порошков каждого элемента стали была дополнительно механически легирована оксидом иттрия до концентрации 0,6 масс. %. Химический состав стали в исходном состоянии представлен в табл. 1. Процесс МЛ матричного порошка оксидом иттрия осуществляли в промышленном атриторе в атмо-

сфере водорода. Термообработку (ТО) материала проводили также в атмосфере водорода при температурно-временных условиях, представленных в табл. 2. В полученной таким образом ДУО-стали исследовали образования нанокластерной структуры в трех состояниях после каждого способа обработки исходного материала (табл. 2).

Для проведения исследований методом АЗТ были приготовлены иглообразные образцы (с радиусом закругления “иглы” не более 50 нм). Из “компактной” заготовки (после прессования и спекания) нарезали штабики сечением 2×2 мм и длиной ~ 7 мм с последующей двухступенчатой электрополировкой до получения окончательного иглообразного образца. Для порошкообразного материала, процесс приготовления образцов технологически более сложный и включает в себя: а) приготовление подложки (для порошка) из нержавеющей стали, б) приклепление исследуемого порошка на подложку под оптическим микроскопом с помощью микроманипулятора, в) приготовление финального иглообразного образца с применением методов фокусированного ионного пучка [14]. Исследования образцов ДУО-стали Fe18CrWTi проводили в лаборатории Группы Физики Материалов (ГФМ) Университета г. Руана, Франция.

Принцип действия метода АЗТ заключается в том, что на образец в форме иглы, помещенный в высоковакуумную камеру при низкой температуре (~ 80 – 20 К), подают сначала положительный потенциал V_0 в несколько киловольт, а затем воздействуют дополнительными лазерными импульсами с потенциалом $V_1 < V_0$. При этом происходит испарение атомов с вершины поверхности иглообразного образца, и каждый ион, в зависимости от своей массы, энергии и точки испарения, летит по своей траектории к позиционно чувствительному детектору [15]. Место попадания иона на детектор регистрируется, и, исходя из этого, становится возможным определить место расположения атома на поверхности исследуемой иглы-образца. По времени пролета иона (с момента испарения с поверхности образца до регистрации на детекторе) вычисляется отношение его массы к заряду m/n и соответственно определяется химическая природа. При послойном испарении атомов с поверхности иглы, с применением специально разработанной программы, воспроизводится расположение атомов в анализируемом объеме в трехмерном изображении (3D-реконструкция).

Для исследований были использованы два топографических атомных зонда фирмы Самеса, оснащенных лазером с длиной волны 515 нм: типа LATAP и LAWATAP [16, 17]. Совместное использование этих

Таблица 1

Химический состав Fe18CrWTi стали (Fe – основа)

	Содержание химических элементов, масс. %							
	Cr	Ti	Si	Mn	W	Ni	Y	O
масс. %	18,0	0,30	0,15	0,30	1,0	0,30	0,6	Y_2O_3
ат. %	19,2	0,35	0,30	0,30	0,30	0,28	0,29	0,44

Таблица 2

Способы обработки исходного материала

№	Стадии обработки
1	Порошок непосредственно после МЛ
2	Порошок после МЛ + отжиг 850 °С, 1 ч
3	Компактный образец – после ГЭ 1100 °С + прокатки (20%) + отжига при 1050 °С, 1 ч

Таблица 3

Химический состав матрицы и нанокластеров в ДУО-стали Fe18CrWТi после трех способов обработки материала (ат. %)

Элементы	Порошок после МЛ			Порошок МЛ + отжиг 850 °С/1 ч			Компактный образец ГЭ + отжиг 1100 °С/1 ч		
	Концентрация, ат. %		C_k/C_m	Концентрация, ат. %		C_k/C_m	Концентрация, ат. %		C_k/C_m
	$C_m(2\sigma)$	$C_k(2\sigma)$		$C_m(2\sigma)$	$C_k(2\sigma)$		$C_m(2\sigma)$	$C_k(2\sigma)$	
Fe	77,7 (1,0)	69,9 (1,7)	0,9	79,7 (0,2)	54,2 (1,1)	0,7	76,8 (0,20)	43,3 (1,2)	0,6
Cr	19,8 (0,20)	19,0 (1,50)	1,0	18,3 (0,20)	26,6 (1,0)	1,5	20,8 (0,20)	26,3 (1,11)	1,3
Ti	0,25 (0,02)	>1,6 (0,50)	6,4	0,05 (0,01)	4,1 (0,40)	82,0	0,03 (0,01)	8,9 (0,70)	297,0
Y	0,16 (0,02)	4,1 (0,70)	25,6	0,04 (0,01)	5,5 (0,50)	138,0	0,02 (0,01)	6,5 (0,60)	325,0
O	0,26 (0,02)	>5,0 (0,8)	19,2	0,19 (0,02)	8,0 (0,60)	42,0	0,10 (0,01)	12,9 (0,9)	129,0
Si	0,98 (0,03)	0,91 (0,40)	0,9	0,97 (0,03)	1,0 (0,20)	1,0	1,20 (0,05)	1,20 (0,30)	1,0
C	0,03 (0,01)	—	—	0,03 (0,01)	—	—	0,05 (0,01)	—	—
Ti + Y + O	~11			~18			~28		
Y/Ti	2,6 ± 0,2			1,3 ± 0,2			0,7 ± 0,2		
O/Ti	3,1 ± 0,2			2,0 ± 0,2			1,4 ± 0,2		
Y/O	0,8 ± 0,2			0,7 ± 0,2			0,5 ± 0,2		
(Ti+Y)/O	1,1 ± 0,1			1,2 ± 0,1			1,2 ± 0,1		

двух устройств позволило установить точный химический состав исследуемого объекта и получить достаточную статистику для характеристики параметров нанофаз (их размеров и концентрации). Анализ каждого состояния материала проводили после накопления достаточного количества экспериментальных данных: минимально 2 анализа для LATAP ($\geq 600\ 000$ испаренных атомов) и 1 анализ для LAWATAP ($\geq 10\ 000\ 000$ испаренных атомов). Оптимальное значение импульсного потенциала V_d в экспериментах составляло ~25% от величины постоянного потенциала. Эксперименты проводили при температурах 50 и 80 К.

На стадии обработки результатов методом АЗТ анализировали масс-спектр всех зарегистрированных ионов. Линии спектра, характеризующие зарегистрированные ионы по отношению их массы к заряду, использовали для определения анализируемых элементов ($C^{2+/+}$, Si^{2+} , Ti^{2+} , $Cr^{2+/+}$, $Fe^{2+/+}$, $Y^{3+/2+}$, $Ni^{2+/+}$, $W^{3+/2+}$, $Mn^{2+/+}$, $O^{2+/+}$), а также молекулярных соединений ($YO^{2+/+}$, $TiO^{2+/+}$, CrO^+ , FeO^+ , WO^{2+}). Оценку концентрации C_i исследуемого элемента осуществляли согласно соотношению $C_i = N_i/N_t$, где N_i — количество атомов i -го элемента, N_t — общее количество атомов в анализируемом объеме. Все химические составы были рассчитаны в атомных процентах, а погрешности оценены по формуле [18]

$$2\sigma = 2 \left[\frac{C_i(1-C_i)}{N_t} \right]^{1/2}$$

Поиск и определение размеров областей с повышенным содержанием определенного химического элемента (кластеров) производили с помощью специальной программы, разработанной в ГФМ (Руан, Франция), использующей метод определения нанокластеров [12].

Результаты исследований и обсуждение

Основные результаты, связанные с изучением трехмерной структуры исследуемого материала после различных стадий его обработки, а также с химическим анализом матрицы и возникающих в ее объеме нанообразований, представлены на рис. 1 и в табл. 3. На рис. 1а – в показано пространственное распределение (3D-реконструкции) основных легирующих элементов, а также соединений и нанокластеров в рассматриваемой стали для всех исследуемых состояний.

Из рис. 1а видно, что в порошковом образце после его обработки МЛ такие элементы как Y, O, а также молекулярное соединение YO, образуют области с повышенным содержанием этих компо-

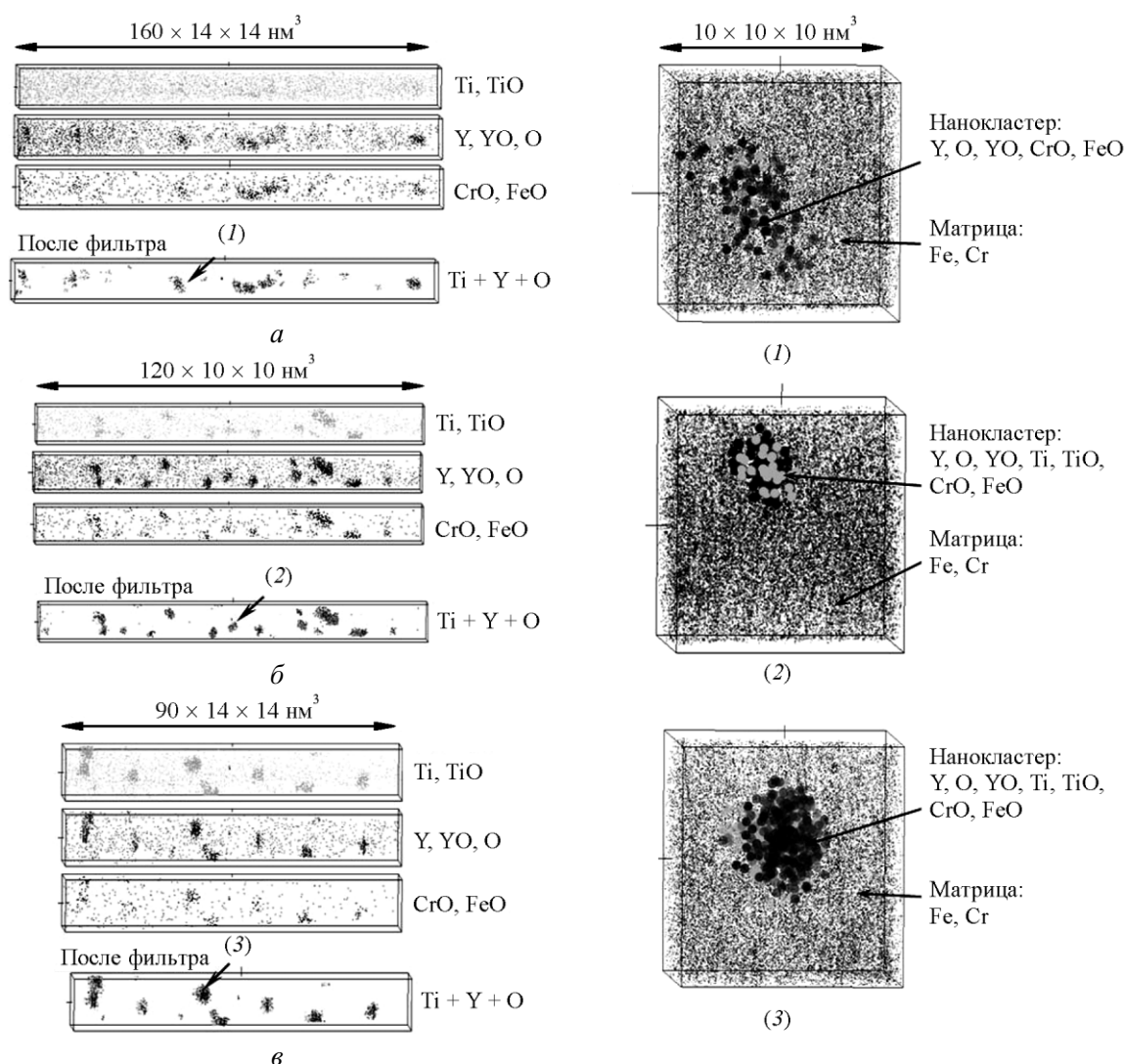


Рис. 1. 3D-реконструкции ДУО-стали Fe18Cr7Ti в трех состояниях: *а* – в виде порошка после МЛ, *б* – после отжига при 850 °С, 1 ч, *в* – для компактного образца после ГЭ и отжига. 3D-реконструкции представлены для элементов и соединений – Ti, Y, O, TiO, YO, FeO, CrO, а также кластерных образований в матрице и в состояниях, изолированных от нее специальной программой обработки (после фильтра) – для большей контрастности. В правой части рисунка обнаруженные нанокластеры показаны в увеличенном виде в окружении атомов матрицы.

нентов (далее нанокластеры). При этом их характерный радиус варьируется в пределах 1,0–3,0 нм со средней величиной $1,8 \pm 0,2$ нм. Концентрация этих нанокластеров достигает $(7 \pm 2) \cdot 10^{23}$ частиц/м³, а их форма близка либо к сферической, либо к эллипсообразной (рис. 1 (*а1*)). Элементы же Fe и Cr также обнаружены после процесса МЛ в виде молекулярных соединений FeO и CrO. Как правило, их наблюдают в зоне вышеуказанных кластерных образований (рис. 1*а*).

Пространственное распределение элементов в механически легированном порошке после дополни-

тельного отжига при 850 °С, 1 ч, представлено на рис. 2*б*. Как и в предыдущем состоянии, обнаружены нанокластеры, обогащенные иттрием, кислородом и соединениями YO, FeO и CrO, но существенным новым обстоятельством в данном случае является тот факт, что Ti также ассоциируется с этими нанокластерами. Другими словами, в указанном режиме ТО часть атомов титана, входивших в состав матрицы в исходном состоянии и после стадии МЛ, оказалась в зоне ранее образованных нанокластеров. Эти нанокластеры имеют форму более близкую к сферической по сравнению с предыдущим состоянием, но

несколько уменьшенный средний размер (рис. 1(б1)). Радиусы указанных нанокластеров варьируются от 1,0 до 2,1 нм со средней величиной $1,35 \pm 0,2$ нм. Кроме того, наблюдается некоторое увеличение их концентрации до величины $(1,2 \pm 0,2) \cdot 10^{24}$ частиц/м³.

На рис. 1в представлено пространственное распределение элементов для компактной заготовки — после ГЭ, прокатки и отжига. Из рисунка видно, что, как и в порошке, отожженном при 850 °С, 1 ч, в данном случае также имеются нанокластеры, обогащенные, главным образом, Y, O и Ti, и содержащие, как и ранее, соединения FeO и CrO. Радиусы рассматриваемых нанокластеров варьируются от 0,5 до 2,3 нм со средней величиной $1,8 \pm 0,2$ нм, их концентрация примерно такая же, как в порошке после МЛ — $(7 \pm 0,6) \cdot 10^{23}$ частиц/м³.

Перераспределение элементов при образовании нанокластеров

Химический состав матрицы и нанокластеров в ДУО-стали Fe18CrWTi, определенный после исследуемых способов обработки материала, приведен в табл. 3. В этой таблице величинами C_M и C_K обозначены соответственно концентрации элементов матрицы и нанокластеров, параметр C_K/C_M представляет собой так называемый “фактор обогащения”, показывающий отношение концентрации элемента в кластере к его концентрации в матрице. В табл. 3 приведены также данные для соотношения элементов в анализируемых состояниях: Y/Ti, Y/O, O/Ti и (Ti + Y)/O.

Из табл. 3 видно, что нанокластеры, образовавшиеся в объеме матрицы после процесса МЛ, суммарно содержат 11 ат.% Y, O и Ti, что подчеркивает существенную роль этих элементов в процессе кластерообразования. Высокие же значения соотношений Y/Ti (~2,6) и O/Ti (~3,1) указывают на то, что при рассматриваемом способе обработки материала титан менее активно участвовал в формировании нанокластеров, чем Y и O.

Наблюдается также возрастание соотношения Y/O для нанокластеров в порошке после МЛ (~0,8) по сравнению с исходным состоянием для оксида иттрия (~0,67). Этот факт свидетельствует о более активной роли иттрия по сравнению с кислородом в образовании нанофаз на стадии механической обработки. Иными словами, атомы кислорода, входившие в состав оксида Y₂O₃ в исходном состоянии, после частичного растворения этого оксида на стадии МЛ [19–21] более легко переходят в состав матрицы. Это можно связать с образованием стабильных комплексов кислород – вакансия (O – V), вносимых в

микроструктуру в больших количествах при механическом легировании [22].

Из таблицы видно, что концентрация Fe, измеренная в зоне нанокластеров, весьма высока: ~70 ат.% после стадии МЛ, ~54 ат.% после отжига при 850 °С, ~43 ат.% после процесса ГЭ + отжиг. Этот результат согласуется с литературными данными по исследованию аналогичных ДУО-сталей методом АЗТ. Например, концентрация Fe в нанокластерах ДУО-стали Fe12YWT составляет ~78 ат.% [23] и ~56 ат.% [24]. В табл. 3 зафиксировано и достаточно высокое содержание хрома в нанокластерах (~26 ат.% после стадий ТО). Подобный результат наблюдали также в [25, 26]. Отмеченная высокая концентрация Fe и Cr в нанокластерных образованиях обусловлена следующими обстоятельствами. Как уже отмечалось, согласно [19–22], в процессе МЛ интенсивное воздействие пластической деформации может приводить к частичному (а иногда и полному) растворению наночастиц оксида Y₂O₃ в металлической матрице и обогащению ее иттрием и кислородом. Кроме того, под действием пластической деформации на поверхности наночастиц генерируется значительное количество точечных и линейных дефектов. Процесс МЛ сопровождается обогащением матрицы атомами иттрия и кислорода вследствие частичного растворения (распада) оксида Y₂O₃, а также образованием на границе раздела “наночастица – матрица” повышенной концентрации вакансий, дислокаций, их скоплений и т.п. Эти наночастицы по существу становились центрами зарождения новых нанокластеров, стимулируя диффузионный перенос элементов матрицы к их поверхности. Исходя из наблюдаемых результатов (рис. 1, табл. 3), можно заключить, что резкое возрастание концентрации вакансий и линейных дефектов на периферии наночастиц оксида Y₂O₃ способствовало взаимодействию атомов Fe, Cr и Y с кислородом в этой зоне с образованием соединений FeO, CrO и YO. На стадии МЛ этот процесс осуществлялся менее интенсивно, чем на последующих стадиях — при отжиге и ГЭ с ТО, когда возрастала интенсивность диффузионного переноса компонентов.

Важно отметить, что после отжига при 850 °С, 1 ч нанокластеры суммарно содержат примерно 18 ат.% Ti, Y и O (табл. 3), что значительно выше, чем в порошке после МЛ (~11 ат.%). Это означает, что отжиг при достаточно высокой температуре приводит к существенному обогащению указанными элементами нанокластеров, способствуя увеличению их суммарной концентрации и соответственно обеднению матрицы титаном, иттрием и кислородом. Достаточно высокая температура отжига способст-

вовала перераспределению этих элементов между матрицей и нанокластерами диффузионным путем. При этом, как видно из табл. 3, отношение Y/O в нанокластерах практически не изменилось по сравнению с соответствующей величиной после МЛ, что указывает на примерно одинаковую активность этих элементов в процессе образования кластерной nano-структуры на рассматриваемой стадии ТО. Основной отличительной чертой, по сравнению с предыдущим состоянием после МЛ, является обогащение нанокластеров титаном, о чем свидетельствует изменение соотношения элементов Y/Ti, которое после отжига становится существенно ниже, чем после МЛ (табл. 3). Что же касается состава нанокластеров в компактном образце (после ГЭ и ТО при 1100 °С, 1 ч), то они содержат максимальную концентрацию элементов Y, Ti и O — суммарно около 28 ат.%. При этом отношение Y/Ti становится еще меньше по сравнению с отжигом при 850 °С, 1 ч, в то время как величина (Y + Ti)/O в сопоставляемых условиях остается для нанокластерных образований практически неизменной. Отмеченный факт указывает на более активную роль Ti и O, по сравнению с Y, в формировании нанокластерной структуры при данном “финишном” способе ТО материала. В этом состоянии полученные нами характеристики нанокластеров оказываются близкими к аналогичным характеристикам для других ДУО-сталей, исследованных методом АЗТ (например, MA957 [27], 14YWT [28]).

Данные табл. 3 позволяют проследить влияние характера обработки материала на распределение элементов между матрицей и нанокластерами. Видно, что по мере перехода от стадии МЛ к отжигу и далее к ГЭ с отжигом концентрации элементов Y, Ti и O, входящих в состав матрицы, последовательно уменьшаются. Этот результат находится в хорошем соответствии с наблюдаемым ростом концентрации указанных элементов в нанокластерах. Особенно наглядно доминирующая роль этих элементов в формировании нанокластеров видна при сопоставлении соответствующих значений фактора обогащения C_k/C_m на различных стадиях обработки порошка. Из табл. 3 следует, что этот параметр для каждого из указанных элементов наиболее заметно возрастает на стадиях ТО материала — при отжиге и ГЭ с последующим отжигом. В этом случае образованию нанокластерной структуры способствует диффузионный перенос элементов в объеме матрицы к поверхности раздела “матрица – нанокластер” по вакансионному механизму [29].

Самостоятельного внимания заслуживает вопрос взаимодействия исследуемой стали с водородом, в атмосфере которого проводили обработку материала

на всех стадиях. Как известно [30, 31], он мог диффундировать в сталь из окружающей среды при высоких температурах на стадиях ТО как по междоузлиям решетки и границам зерен, так и механизмом дислокационно-динамической диффузии [32]. В этом случае после сброса температуры (окончания стадии ТО) водород, как показано в работах [33, 34], мог частично диффундировать из объема материала в окружающую среду, либо оставаться в кристаллической решетке материала в низкотемпературных “центрах захвата” (ловушках) — точечных и линейных дефектах, границах зерен, примесных атомов и т.п. В проведенных нами исследованиях вопрос о влиянии водорода на процесс образования нанокластеров не рассматривался, так как он требует специального детального изучения, которое выходит за рамки настоящей работы.

Заключение

Проведенные с использованием метода атомно-зондовой томографии исследования ферритной ДУО-стали Fe18CrWTi, полученной методом порошковой металлургии и упроченной дисперсными частицами оксида иттрия Y₂O₃, позволили выявить специфику формирования нанокластерных образований в объеме матрицы после трех стадий обработки материала — МЛ, термического отжига и ГЭ в сочетании с отжигом. Показано, что рассматриваемая сталь во всех исследуемых состояниях содержит высокую концентрацию кластеров наноразмерного масштаба (~ 10²³ – 10²⁴ частиц/м³). Преимущественную роль в образовании нанокластеров играли элементы Y, O, Ti, и молекулярные соединения YO и TiO. В процессе механического легирования нанокластеры обогащаются, главным образом, иттрием и кислородом, что связано с частичным растворением наночастиц оксида Y₂O₃ на этой стадии обработки исходного порошка. После термической обработки материала в составе нанокластеров, кроме иттрия и кислорода, обнаружен также титан, что указывает на возрастание его роли в формировании нанокластерной структуры в условиях усиления диффузионных процессов массопереноса.

Участие в формировании рассматриваемой структуры стали ее основных элементов Fe и Cr менее существенно и связано с образованием молекулярных соединений FeO и CrO, которые ассоциируются с нанокластерами.

Авторы выражают благодарность Агентству Национальных Исследований (ANR) Франции за финансовую поддержку исследования в рамках

aXTREM программы, а также д. ф.-м. н. В.Н. Пименову и к.т.н. Е.В. Деминой (ИМЕТ РАН) за полезные замечания и помощь в подготовке статьи к печати.

Литература

1. Murty K.L., Charit I. Structural materials for Gen-IV nuclear reactors: Challenges and opportunities. *Journal of Nuclear Materials*, 2008, т. 383, no. 1 – 2, с. 189 – 195.
2. Little E. Development of radiation resistant materials for advanced nuclear power plant. *Materials Science and Technology*, 2006, no. 22, p. 5.
3. Azevedo C.R.F. Selection of fuel cladding material for nuclear fission reactors. *Engineering Failure Analysis*, 2011, т. 18, № 8, с. 1943 – 1962.
4. Yvon P., Carre F. Structural materials challenges for advanced reactor systems. *Journal of Nuclear Materials*, 2009, т. 385, № 2, с. 217 – 222.
5. Cheon J.S., Lee C.B., Lee B.O., Raison J.P., Mizuno T., Delage F., Carmack J. Sodium fast reactor evaluation: Core materials. *Journal of Nuclear Materials*, 2009, v. 392, no. 2, p. 324 – 330.
6. Fazio C., Briceno D.G., Rieth M., Gessi A., Henry J., Malerba L. Innovative materials for Gen IV systems and transmutation facilities: The cross-cutting research project GETMAT. *Nuclear Engineering and Design*, 2011, v. 241, no. 9, p. 3514 – 3520.
7. Воеводин В.Н., Карась В.И., Комаров А.О., Куприянова Ю.Э. и др. Фазовая стабильность дисперсно-упрочненных оксидами частиц в ДУО ферритомартенситных сталях. *ВАНТ*, 2011, № 6, Серия: Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники (19), с. 157 – 175.
8. Blavette D., Bostel A., Sarrau J.M., Deconihout B., Menand A. An atom probe for three-dimensional tomography. *Nature*, 1993, v. 363, no. 6428, p. 432 – 435. Published online: 03 June 1993; doi:10.1038/363432a0.
9. Miller M.K., Forbes R.G. Atom probe tomography. *Materials Characterization*, 2009, т. 60, no. 6, p. 461 – 469.
10. Miller M.K. Atom probe tomography: analysis at the atomic level. Springer-Verlag GmbH, 2000, 268 p.
11. Суворов А.Л., Рогожкин С.В., Залужный А.Г., Алеев А.А. и др. Атомно-масштабные исследования реакторных материалов. *Вопросы атомной науки и техники, серия Материаловедение и новые материалы*, 2006, v. 1, no. 66, с. 3 – 23.
12. Larde R., et al. Nanoscale characterization of powder materials by atom probe tomography. *Powder Technol.*, 2010. doi:10.1016/j.powtec.2010.08.014.
13. Рогожкин С. В., Агеев В. С., Алеев А. А., Залужный А. Г. и др. Томографическое атомно-зондовое исследование жаропрочной 12%-ой ферритно-мартенситной хромистой стали ЭК-181. *Физика металлов и материаловедение*, 2009, т. 108, № 6, с. 1 – 7.
14. Miller M.K., Russell K.F. Atom probe specimen preparation with a dual beam SEM/FIB miller. *Ultramicroscopy*, 2007, т. 107, № 9, с. 761 – 766.
15. Da Costa G., Vurpillot F., Bostel A., Bouet M., Deconihout B. Design of a delay-line position-sensitive detector with improved performance. *Review of Scientific Instruments*, 2004, т. 76, № 1, p. 013304 (8 p).
16. Gault B., Vurpillot F., Vella A., Gilbert M., Menand A., Blavette D., Deconihout B. Design of a femtosecond laser assisted tomographic atom probe. *Review of Scientific Instruments*, 2006, v. 77, no. 4, p. 043705 (8 p).
17. Deconihout B., Vurpillot F., Gault B., Da Costa G., Bouet M., Bostel A., Blavette D., Hideur A., Martel G., Brunel M. Toward a laser assisted wide-angle tomographic atom-probe. *Surface and Interface Analysis*, 2007, v. 39, no. 2 – 3, p. 278 – 282.
18. Danoix F., Grancher G., Bostel A., Blavette D. Standard deviations of composition measurements in atom probe analyses. Part II: 3D atom probe. *Ultramicroscopy*, 2007, v. 107, no. 9, p. 739 – 743.
19. Miller M.K., Fu C.L., Krcmar M., Hoelzer D.T., Liu C.T. Vacancies as a constitutive element for the design of nanocluster-strengthened ferritic steels. *Frontiers of Materials Science in China*, 2009, v. 3, no. 1, p. 9 – 14.
20. Alinger M.J., Odette G.R., Hoelzer D.T. On the role of alloy composition and processing parameters in nanocluster formation and dispersion strengthening in nanostructured ferritic alloys. *Acta Materialia*, 2009, v. 57, no. 2, p. 392 – 406.
21. Okuda T., Fujiwara M. Dispersion behaviour of oxide particles in mechanically alloyed ODS steel. *Journal of Materials Science Letters*, 1995, v. 14, no. 22, p. 1600 – 1603.
22. Fu C. L., Krcmar M., Painter G. S., Chen X.-Q. Vacancy Mechanism of High Oxygen Solubility and Nucleation of Stable Oxygen-Enriched Clusters in Fe. *Phys. Rev. Lett.*, 2007, v. 99, p. 225502 (1 p).
23. Larson D., Maziasz P. Kim., I.-S., Miyahara K.. Three-dimensional atom probe observation of nanoscale titanium-oxygen clustering in an oxide-dispersion-strengthened Fe – 12 Cr – 3 W – 0,4 Ti + YO ferritic alloy. *Scripta Materialia*, 2001, v. 44, no. 2, p. 359 – 364.
24. Miller M.K., Kenik E.A., Russell K.F., Heatherly L., Hoelzer D.T., Maziasz P.J. Atom probe tomography of nanoscale particles in ODS ferritic alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 2003, v. 353, no. 1 – 2, p. 140 – 145.
25. Marquis E.A. Core/shell structures of oxygen-rich nanofeatures in oxide-dispersion strengthened Fe–Cr alloys. *Applied Physics Letters*, 2008, v. 93, p. 181904 (3 p).
26. Williams C.A., Marquis E.A., Cerezo A., Smith G.D.W. Nanoscale characterisation of ODS-Eurofer 97 steel: An atom-probe tomography study. *Journal of Nuclear Materials*, 2010, v. 400, no. 1, p. 37 – 45.
27. Miller M., Hoelzer D., Kenik E., Russell K. Nanometer scale precipitation in ferritic MA/ODS alloy MA957. *Journal of Nuclear Materials*, 2004, v. 329 – 333, Part A, no. 0, p. 338 – 341.
28. Miller M.K., Russell K.F., Hoelzer D.T. Characterization of precipitates in MA/ODS ferritic alloys. *Journal of Nuclear Materials*, 2006, v. 351, no. 1 – 3, p. 261 – 268.

29. Бокштейн Б.С., Ярославцев А.Б. Диффузия атомов и ионов в твердых телах. М.: МИСИС, 2005, 362 с.
30. Иванов Л.И., Платов Ю.М. Радиационная физика металлов и ее приложения. М.: Интерконтакт Наука, 2002, 300 с.
31. Ефименко Н.Г., Дощечкина И.В., Влияние иттрия на коэффициент диффузии водорода в металле сварных швов (с ОЦК и ГЦК решеткой). Вестник ХНАДУ, 2011, вып. 54, с. 107 – 113.
32. Клявин О.В., Дринберг А.С., Чернов Ю.М., Шпейзман В.В. Диспергирование кристаллических порошковых материалов в газовых средах различного химического состава. Физика твердого тела, 2012, т. 54, вып. 5, с. 1019 – 1023.
33. Иванов Л.И., Угасте Ю.Э., Пименов В.Н., Грибков В.А., Меззетти Ф. Массоперенос водорода из объема сплавов на основе железа в окружающую среду. Перспективные материалы, 2000, № 2, с. 18 – 26.
34. Никитенков Н.Н., Хашхаш А.М., Сигфуссон Т.И., Кудрявцева Е.Н. и др. Исследование особенностей поглощения водорода сталью 12Х12М1БФР при электролитическом, плазменном и высокотемпературном под давлением способах насыщения. Известия Томского политехнического университета. 2011, т. 318, № 2, с. 99 – 100.

Статья поступила в редакцию 3.04.2013 г.

Калохтина Елена Юрьевна — *Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН (ИМЕТ РАН) (г. Москва), и.о. научного сотрудника. Специалист в области атомно-зондовых методов исследования, дисперсионно упрочненных оксидами сталей. E-mail: elena_kalokhtina@rambler.ru.*

Радиге Бертран — *Руанский Университет, Группа Физики Материалов (Франция), ведущий научный сотрудник. Специалист в области исследования материалов атомной энергетики методами атомно-зондовой томографии. E-mail: bertrand.radiguet@univ-rouen.fr.*

де Карлан Ян — *Комиссариат по атомной энергетике (Сакле, Франция), ведущий инженер. Специалист в области разработки и производства ДУО-сталей. E-mail: yann.decarlan@cea.fr.*

Парез Филипп — *Руанский Университет, Группа Физики Материалов (Франция), директор лаборатории. Специалист в области исследований материалов методами атомно-зондовой томографии. Руководитель проекта. E-mail: philippe.pareige@univ-rouen.fr.*