На правах рукописи

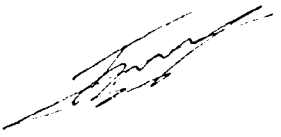
Богачев Игорь Александрович

ВАКАНСИОННОЕ И ГАЗОВОЕ РАСПУХАНИЕ И ПОВЕДЕНИЕ ВОДОРОДА В РЕАКТОРНЫХ ФЕРРИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТАЛЯХ, ИЗГОТОВЛЕННЫХ ПО РАЗЛИЧНЫМ ТЕХНОЛОГИЯМ

Специальность 01.04.07 – Физика конденсированного состояния

20 СЕН 2017

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Автор: 

008710388

Москва 2017

Работа выполнена в Национальном исследовательском ядерном университете «Московский инженерно-физический институт»

НАУЧНЫЙ РУКОВОДИТЕЛЬ: Доктор физико-математических наук, профессор Чернов Иван Ильич, НИЯУ МИФИ

ОФИЦИАЛЬНЫЕ ОППОНЕНТЫ: Доктор технических наук Неустроев Виктор Степанович, ведущий научный сотрудник АО «ГНЦ НИИАР», г. Димитровград

Кандидат физико-математических наук Козлов Кирилл Александрович, старший научный сотрудник ФГБУ «Институт физики металлов» им. М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург

ВЕДУЩАЯ ОРГАНИЗАЦИЯ: НИЦ «Курчатовский институт»

Защита состоится «18» октября 2017 г. в 14 час. 30 мин. на заседании диссертационного совета Д 212.130.04 НИЯУ МИФИ по адресу: 115409, Москва, Каширское шоссе, 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ.

Автореферат разослан «12» сентября 2017 г.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в двух экземплярах, заверенных печатью организации, по адресу НИЯУ МИФИ.

Ученый секретарь диссертационного совета
д.ф.-м.н., профессор И.И. Чернов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность проблемы

Строительство и использование реакторов на быстрых нейтронах (БР) нацелено, в том числе, на обеспечение замыкания ядерного топливного цикла. Экономичность таких реакторов обеспечивается при увеличении глубины выгорания топлива с нынешних около 12 % т.а. в БН-600, что соответствует повреждающей дозе ~ 80 сна, до 16–20 % в реакторах нового поколения БН-800, БН-1200 и др. и выше 20 % в будущем. При таких степенях выгорания топлива в конструкционных материалах активной зоны будет накапливаться высокая степень радиационного повреждения структуры, что в свою очередь приведет к высокому радиационному распуханию. Однако уже при достигнутой на данный момент глубине выгорания в БН-600 используемая оболочечная аустенитная сталь ЧС-68 показывает радиационное распухание до 10 % и более, что ограничивает ресурс ее эксплуатации в реакторе. В связи с этим перспективным рассматривается использование новых жаропрочных малораспухающих хромистых сталей. Недостаточную по сравнению с аустенитной сталью жаропрочность таких сталей планируют обеспечить использованием дисперсного упрочнения наноразмерными оксидами (ДУО), в том числе оксидами иттрия. Стали ДУО изготавливают методами порошковой металлургии, одним из которых является электроимпульсное (спарк-плазменное) спекание (СПС). Кроме того, хромистые стали с быстрым спадом наведенной активности рассматриваются как перспективные конструкционные материалы энергетических термоядерных реакторов (ТЯР) будущего.

Проблема заключается в обосновании выбора радиационно-стойких конструкционных материалов для активных зон БР в условиях облучения до больших повреждающих доз, соответствующих глубокому выгоранию ядерного топлива, облучения нейтронами термоядерного спектра в ТЯР. Проблема усугубляется наработкой в конструкционных материалах значительных концентраций гелия и водорода при глубоких выгораниях топлива в БР, а в ТЯР – больших скоростей накопления трансмутационных газов в результате ядерных реакций, а также непосредственного внедрения гелия и изотопов водорода из плазмы в материалы первой стенки. Гелий и водород негативно влияют на кинетику развития вакансионной пористости и распухания, часто проявляя эффект синергизма. При больших концентрациях гелий вызывает газовое распухание, высокотемпературное радиационное охрупчивание аустенитных сталей, а водород может способствовать деградации свойств конструкционных материалов.

В связи с этим определение особенностей формирования структурного состояния ДУО сталей, изготавливаемых по разным технологиям, поведения гелия, водорода, развития микроструктуры и радиационного распухания их является актуальным направлением исследований.

Цель работы

Выявление закономерностей формирования структуры ДУО сталей, изготавливаемых спарк-плазменным спеканием, развития гелиевой и вакансионной пористости и поведения водорода в них в сравнении с аустенитной сталью ЧС-68, матричной сталью ЭП-450 и ЭП-450-ДУО, изготовленной горячей экструзией, при имитационных облучениях ионами разных масс и энергий.

Для достижения цели решены следующие задачи.

- Обоснован выбор метода изготовления ферритно-мартенситной ДУО стали.
- Обоснованы условия облучения образцов ионами гелия, водорода и никеля, включая энергию ионов, температуру мишеней, и проведен цикл ионного облучения.
- Методами металлографии и просвечивающей электронной микроскопии изучены основные закономерности формирования структуры стали при ее изготовлении методом СПС.
- Методом просвечивающей электронной микроскопии изучены основные закономерности развития газовой и вакансионной пористости в ферритно-мартенситных сталях в сравнении с аустенитной сталью при облучении ионами гелия с энергией 40 кэВ и никеля с энергией 7,5 МэВ.
- Изучены закономерности захвата, удержания и выделения гелия и водорода в ферритно-мартенситных сталях, изготовленных по разным технологиям, в сравнении с аустенитной сталью.

Научная новизна и практическая значимость работы

1. Впервые в России по технологии СПС изготовлена реакторная ферритно-мартенситная ДУО сталь и выявлены особенности формирования ее структуры.

2. В результате систематических исследований оптимизированы режимы механического легирования и спарк-плазменного спекания порошков для получения компактов высокой плотности.

3. Впервые выявлена оптимальная концентрация оксида Y_2O_3 в ДУО стали для улучшения кинетики СПС порошков и дана физическая трактовка обнаруженному явлению.

4. Впервые в результате сравнительных исследований формирования гелиевой пористости в аустенитной стали, матричной ферритно-мартенситной стали ЭП-450 и сталях ЭП-450-ДУО, изготовленных горячей экструзией (ГЭ) и по технологии СПС, обнаружено крайне негомогенное зарождение и рост пузырьков в сталях, полученных СПС.

5. В результате проведенных структурных исследований выявлено, что высокотемпературное гелиевое распухание возрастает в последовательности: аустенитная стальЧС-68 – ЭП-450-ДУО (ГЭ) –ЭП-450-ДУО (СПС) – матричная сталь ЭП-450.

6. Показано, что при облучении ионами никеля с энергией 7,5 МэВ до высокой дозы в ферритно-мартенситных сталях ЭП-450 и ЭП-450-ДУО (ГЭ) редкие поры с максимальным размером до 40 нм формируются по всей траектории пролета ионов, а в аусте-

нитной стали ЧС-68 сформировалась высокая плотность достаточно мелких пор со средним диаметром около 7 нм, что вызвало ее небольшое распухание.

7. Впервые в имитационных исследованиях облучением высокоэнергетическими ионами никеля выявлено, что сталь ЭП-450-ДУО (СПС), изготовленная спарк-плазменным спеканием, подвержена наибольшему радиационному распуханию среди исследованных сталей.

8. Впервые экспериментально обнаружено, что в ферритно-мартенситных сталях ЭП-450-ДУО захватывается и удерживается значительно больше водорода, чем в матричной стали ЭП-450.

9. Выявлено, что на количество удерживаемого водорода существенное влияние оказывает тип кристаллической решетки материала: при идентичных условиях введения водорода в аустенитной стали аккумулируется значительно больше водорода, чем в ферритно-мартенситной стали.

Практическая значимость работы заключается в том, что результаты исследования позволяют дать ряд обоснованных рекомендаций экспериментаторам и специалистам-разработчикам конструкционных материалов ядерных и термоядерных реакторов при изготовлении жаропрочных дисперсно-упрочненных сталей ферритно-мартенситного класса нового поколения по выбору радиационно-стойких материалов в условиях накопления в них значительных концентраций гелия и водорода. Данные, полученные при облучении в ускорителе *3MVTandetron* 4130 *MC+(HC)* в ГНЦ РФ ФЭИ им. А.И. Лейпунского, свидетельствуют о целесообразности его использования в материаловедческих целях, в частности, определения относительной радиационной стойкости разных материалов на этапе предварительного отбора их в качестве реакторного конструкционного материала. Совокупность полученных в работе результатов представляют интерес для исследователей, работающих в области физического материаловедения и фундаментальных проблем взаимодействия излучения с твердым телом.

Основные положения, выносимые на защиту

1. Выявленные закономерности формирования микроструктуры ДУО сталей ферритно-мартенситного класса при их изготовлении спарк-плазменным спеканием.
2. Экспериментальные результаты сравнительных исследований формирования гелиевой пористости и газового распухания аустенитной стали ЧС-68, матричной ферритно-мартенситной стали ЭП-450 и сталей ЭП-450-ДУО, изготовленных горячей экструзией и по технологии спарк-плазменного спекания.
3. Обнаруженные закономерности формирования вакансионной пористости и распухания, полученные в имитационных исследованиях при облучении ионами никеля с энергией 7,5 МэВ аустенитной стали ЧС-68, матричной ферритно-мартенситной стали ЭП-450 и сталей ЭП-450-ДУО, изготовленных горячей экструзией и по технологии спарк-плазменного спекания.

4. Физическую модель, поясняющую немонотонную зависимость кинетики уплотнения образцов в зависимости от концентрации оксида иттрия в ферритно-мартенситной стали ЭП-450-ДУО при ее получении спарк-плазменным спеканием.
5. Установленные закономерности захвата и удержания водорода в ферритно-мартенситной ЭП-450-ДУО стали в сравнении с матричной сталью ЭП-450 и аустенитной сталью ЧС-68.

Объем и структура работы

Диссертация состоит из введения, шести разделов, выводов и библиографии. Работа изложена на 165 страницах, содержит 116 рисунков, 31 таблицу, 1 приложение и список цитируемой литературы из 163 наименований.

Апробация работы

Основные положения работы докладывались и обсуждались на следующих научных семинарах, совещаниях и конференциях: Выездная Сессия Научного Совета РАН по проблеме «Радиационная физика твердого тела», ноябрь 2012 г., г. Заречный (*Работа признана важнейшим результатом в области радиационной физики твердого тела за 2012 г.*); Междунар. конф. по электростатическим ускорителям и пучковым технологиям, ESACCEL 2012, 13–15 ноября 2012 г., г. Обнинск; II и III Междунар. семинар «Перспективные технологии консолидации материалов с применением электромагнитных полей», (г. Москва, 2013 и 2014 гг.); X Междунар. семинар «Физико-математическое моделирование систем» (ФММС-2013), 28–29 июня 2013 г., г. Воронеж; DTU Energy Conversion's First Ph.D. Summer School "Optimized Processing of Multi-Material Architectures for Functional Ceramics", August 26–30, 2013, Roskilde, Denmark; XI Курчатовская молодежная научная школа, 12–15 ноября 2013 г., г. Москва; TMS Annual Meeting & Exhibition 2014, February 16–20, 2014, San Diego, USA; Междунар. конф. «Порошковая металлургия: современное состояние и будущее», 22–25 апреля 2014 г., г. Киев, Украина; XIII Internat. Ceramic Congress CIMTEC-2014, June 8–13, 2014, Montecatini Terme, Italy; 13-th Internat. Symp. on Novel and Nano-Materials, June 29–July 4, 2014, Krakow, Poland; 3rd Internat. Workshop on Spark Plasma Sintering, July 16–18, 2014, Toulouse, France; International Conference on Sintering 2014, August 24–28, 2014, Dresden, Germany; Междунар. научная конф. «Наука Будущего», 17–20 сентября 2014 г., г. Санкт-Петербург; Internat. Conf. on Materials Science & Technology 2014, October 12–16, 2014, Pittsburgh, USA; IX и X Междунар. школа-конф. для молодых ученых и специалистов «Материалы для экстремальных условий эксплуатации: разработка, получение и применение», (г. Москва, 2014 и 2015 гг.); Научная сессия НИЯУ МИФИ-2014 и НИЯУ МИФИ-2015 (г. Москва, 2014 и 2015 гг.); XXIV и XXV Междунар. конф. «Радиационная физика твердого тела» (г. Севастополь, 2014 и 2015 гг.); Отраслевой научный семинар «Физика радиационных повреждений материалов атомной техники», 21–23 апреля 2015 г., г. Обнинск; 17-th Internat. Conf. on Fusion Reactor Materials, October 11–16, 2015, Aachen, Germany; XIII Междунар. школа-конф. для молодых ученых и

специалистов «Новые материалы – Жизненный цикл материалов: старение и деградация материалов в процессе эксплуатации ЯЭУ», 17–21 октября 2016 г., г. Москва.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 30 работ в научных журналах и сборниках трудов Международных и Российских конференций, совещаний и семинаров, включая 9 статей, входящих в базы данных *Web of Science* и *Scopus*, 5 статей в рецензируемых журналах, рекомендованных ВАК РФ.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность исследования закономерностей поведения гелия и водорода, развития газовой и вакансионной пористости в новых реакторных ДУО сталях, получаемых по разным технологиям; сформулированы цель работы и решаемые задачи, указаны новизна и практическая значимость, изложены основные положения, выносимые на защиту.

Анализ литературных данных показал важную роль гелия и водорода в радиационной стойкости конструкционных материалов. Однако объем экспериментальных данных по их поведению и развитию газовой и вакансионной пористости в ДУО сталях недостаточно, а для сталей, полученных СПС, данные практически отсутствуют.

В **разделе 2** представлены исследуемые материалы и описаны использованные методики изучения структуры и свойств образцов реакторных сталей различных классов. Для проведения исследований развития вакансионной и гелиевой пористости и поведения водорода в перспективных реакторных ДУО сталях и сравнения полученных результатов с эксплуатируемыми на данный момент материалами были выбраны следующие стали: ферритно-мартенситная сталь ЭП-450, изготовленная по стандартной технологии; сталь ЭП-450, дисперсно-упрочненная оксидом иттрия и изготовленная горячей экструзией (ГЭ); сталь ЭП-450, дисперсно-упрочненная оксидом иттрия и изготовленная по технологии СПС; аустенитная сталь ЧС-68, изготовленная по традиционной технологии. Химический состав исследованных сталей приведен в таблице 1.

Таблица 1 – Химический состав исследованных сталей

Материал	Содержание элементов, мас. %									
	C	Cr	Ni	Mn	Mo	Nb	Ti	V	B	Другие
ЭП-450	0,12	13	≤0,3	≤0,8	2,0	0,3	–	0,2	0,004	–
ЭП-450-ДУО (ГЭ)	0,12	13	≤0,3	≤0,8	2,0	0,3	–	0,2	0,004	0,5 Y_2O_3
ЭП-450-ДУО (СПС)	0,12	13	≤0,3	≤0,8	2,0	0,3	–	0,2	0,004	0,15÷1,0 Y_2O_3
ЧС-68	0,06	16,3	14,8	1,6	2,2	–	0,35	0,2	0,004	–

В качестве основы для создания ДУО стали методом СПС была выбрана ферритно-мартенситная сталь ЭП-450, изготовленная в виде тонкой стружки, чешуек или сферического порошка в АО ВНИИНМ им. А.А. Бочвара. Материалом упрочняющей фазы являлся коммерческий наноразмерный порошок оксида иттрия Y_2O_3, полученный методом взрыва проводника в окислительной атмосфере (ООО «Передовые порошковые технологии») со средним размером частиц ~ 50 нм.

Измельчение и механическое легирование порошков стали и Y_2O_3 проводилось в планетарных шаровых мельницах *Fritch Pulverizette*-5 (Германия) и *MTI SFM*-1 (США) в НИЯУ МИФИ. В процессе исследований был определен оптимальный режим механического легирования порошка стали с дисперсными частицами Y_2O_3 (таблица 2), показывающий удовлетворительные параметры по равномерности распределения упрочняющей фазы, времени процесса, среднему размеру частиц порошка и степени агломерации (рисунок 1). Выбранный режим позволяет получить слабо агломерированный порошок стали со средним размером частиц около 50 мкм и равномерным распределением дисперсной фазы Y_2O_3 заданной концентрации.

Таблица 2 – Оптимальный режим механического легирования

Время цикла измельчения, ч	2
Время остывания контейнера, ч	1
Частота оборотов мельницы, об./мин	200
Суммарное время легирования, ч	30
Атмосфера	Ar (99,99 %)

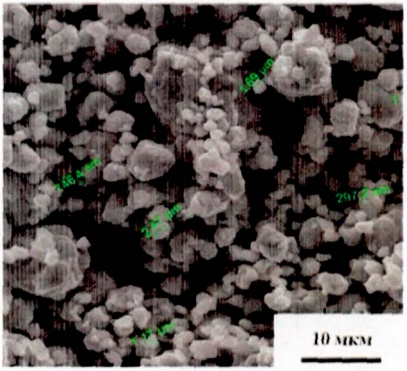


Рисунок 1 – Морфология порошка стали ЭП-450 с 0,3 мас. % Y_2O_3, механически легированного в течение 30 ч при скорости вращения мельницы 200 об./мин

Спарк-плазменное спекание образцов ДУО стали ЭП-450 проводилось на лабораторной установке *LABOX*-625™ (*Sinterland LCC*, Япония), позволяющей достигать усилия на прессе до 6 т и силы тока до 2500 А.

К заготовкам сталей, изготовленным СПС, из-за наличия сильной дефектности и остаточной пористости в компактах была применена более длительная выдержка при высокой температуре, чем это принято: нормализация при 1150 °С, 3 ч + отпуск 720 °С,

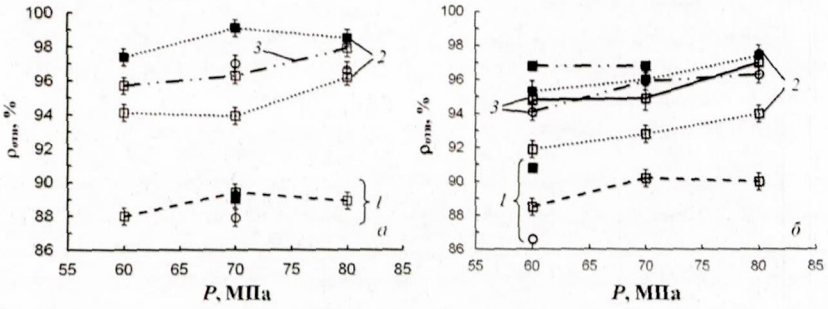
1 ч, охлаждение на воздухе. К сталям, полученным традиционными технологиями, применена штатная для каждого класса стали термообработка.

Имплантация ионов He^+ и H^+ с энергиями E = 40 кэВ проведена в идентичных условиях при температурах T = 650 и 20 °С соответственно до флюенса $\Phi = 5 \cdot 10^{20}$ $м^{-2}$ в ионном ускорителе ИЛУ-3 в НИЦ «Курчатовский институт». Облучение ионами D^{3+} с E = 10 кэВ при 20 °С до $\Phi = 1 \cdot 10^{21}$ D/$м^2$ проведено в ускорителе «Медион» кафедры «Физика плазмы» НИЯУ МИФИ.

Имитационное облучение тяжелыми ионами Ni^{3+} с E = 7,5 МэВ проведено в перезарядном ускорителе 3*MVTandetron* 4130 *MC*+(*HC*) в ГНЦ РФ ФЭИ им. А.И. Лейпунского. Температура мишеней составляла 475 °С. В пике распределения радиационных дефектов на глубине около 1440 нм ферритно-мартенситные стали были облучены до дозы D_{max} = 450 сна, а аустенитная сталь – до 225 сна

В **разделе 3** диссертационной работы приведены результаты выполненных исследований влияния различных факторов на процесс компактирования порошков, по оптимизации режимов СПС для получения образцов высокой плотности, а также микроструктуры дисперсно-упрочненной стали ЭП-450-ДУО, полученной СПС при оптимизированных режимах.

Комбинируя разные режимы СПС (нагрузка на порошок P, время выдержки под нагрузкой τ, температура спекания T, скорость выведения на заданную температуру v) было изготовлено более 140 компактов и определены оптимальные параметры СПС: P = 70÷80 МПа, τ = 0 или ≥ 3 мин, T = 825÷890 °С, v ≥ 300 °С/мин (рисунок 2).

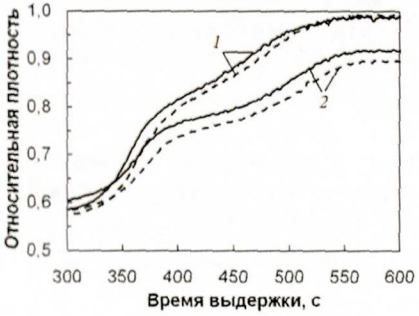


1 – 750 °С, *2* – 825 °С, *3* – 890 °С

Рисунок 2 – Относительная плотность образцов в зависимости от приложенного давления при разных температурах спекания порошков стали с 0,3 мас. % Y_2O_3 (*а*) и 1 мас. % Y_2O_3 (*б*), механически легированных в течение 30 (■), 40 (□) и 50 ч (○); v = 100 °С/мин

Для лучшего понимания происходящих при СПС стали ЭП-450-ДУО явлений, связанных с влиянием оксидных дисперсных частиц на процесс компактирования, а также обоснования выбора оптимальной концентрации Y_2O_3 с точки зрения спекаемости материала, проведены сравнительные эксперименты в идентичных условиях по

СПС образцов с различными концентрациями упрочняющей фазы, а также спеканию матричной стали без добавки частиц Y_2O_3. Рисунок 3 демонстрирует, что добавка Y_2O_3 приводит к уменьшению скорости спекания и меньшей конечной плотности образца, что, в первую очередь, связано с тем, что частицы Y_2O_3 препятствуют спеканию частиц стали между собой вследствие их тугоплавкой природы, а также препятствуют пластической деформации материала, что в итоге уменьшает кинетику уплотнения заготовки. Из данных по скорости уплотнения образцов с разным содержанием Y_2O_3, представленных на рисунке 4, видно, что при увеличении концентрации оксида иттрия до 0,3 мас. % существенно возрастает скорость уплотнения, а дальнейшее увеличение содержания Y_2O_3 снижает ее. Таким образом, наблюдается немонотонная зависимость скорости уплотнения стали ЭП-450-ДУО от концентрации Y_2O_3 при СПС с максимумом скорости уплотнения при определенной концентрации оксидных частиц.



1 – без Y_2O_3, *2* –с 0,3 мас. % Y_2O_3

Рисунок 3 – Относительная плотность образцов при спекании порошков стали: P = 70 МПа (- - -) и 80 МПа (——)

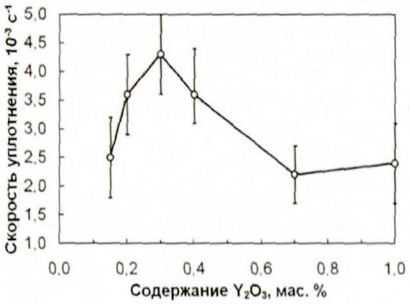


Рисунок 4 – Зависимость кинетики уплотнения от концентрации Y_2O_3 при режимах спекания: P = 80 МПа, T = 890°С, v = 100 °С/мин, τ = 1 мин

В процессе анализа возможных причин изменения кинетики уплотнения была предложена физическая модель, основывающаяся на предположении о взаимном влиянии упрочняющего эффекта, оказываемого частицами Y_2O_3 на материал матрицы, и теплового эффекта, возникающего вследствие изменения распределения электрического поля в образце при СПС и его концентрации в определенных областях из-за огибания непроводящих включений электрическим током, что приводит к дополнительному нагреву определенных областей материала матрицы.

Выведена зависимость скорости деформации материала от концентрации дисперсных частиц (скорости уплотнения при СПС, вызванной влиянием дисперсных частиц на дислокационную ползучесть), определяемая как

$$\dot{\varepsilon} = A'' \frac{DGb}{kT} \left(\frac{\sigma - (\sigma_{th} - \sigma_{tr})}{G} \right)^n,$$

где A'' и n – численно определяемые константы, D – коэффициент самодиффузии материала матрицы, G – модуль сдвига, b – значение вектора Бюргерса для материала матрицы, k– константа Больцмана, T – температура спекания, σ – возникающие напряжения. Параметры σ_{th} и σ_{tr} определяют вклады упрочняющего и теплового эффекта соответственно. Вид данной зависимости показан на рисунке 5.

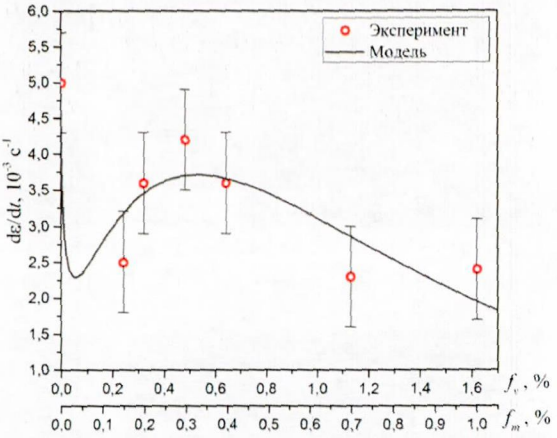


Рисунок 5 – Зависимости кинетики уплотнения стали ЭП-450 от концентрации дисперсных упрочняющих частиц Y_2O_3 по данным эксперимента и модели

Данная модель удовлетворительно описывает предложенный механизм воздействия дисперсных частиц на кинетику уплотнения и демонстрирует, что, начиная с определенной доли частиц в материале матрицы, тепловой эффект их присутствия, выражающийся в снижении напряжения течения материала, начинает превалировать над эффектом упрочнения матрицы этими частицами и позволяет достичь максимальной скорости уплотнения при 0,33 мас. % оксида иттрия. Дальнейшее увеличение доли частиц приводит к большему влиянию упрочняющего эффекта и, соответственно, снижению скорости деформации материала и его уплотнения.

Также сделано предположение о механизме возникновения остаточной пористости в стали ЭП-450-ДУО при СПС, заключающийся в различной степени влияния электрического тока на поры, ориентированные в разных направлениях в объеме материала.

Микроструктурные исследования стали ЭП-450-ДУО, полученной СПС, показали, что структура образцов является достаточно сложной. На рисунке 6 в разных масштабах приведен общий вид микроструктуры стали ЭП-450-ДУО с 0,3 мас. % Y_2O_3, изготовленной по оптимизированному режиму спарк-плазменного спекания.

Наряду с оксидом иттрия, в спеченной стали присутствуют оксиды кремния, хрома и двойные оксиды иттрия и кремния. В целом, следует отметить, что микроструктура спеченных образцов является достаточно однородной. Однако встречаются немногочисленные участки (локальные объемы), характерный вид которых приведен на рисунке 7: видно крупное вытянутое зерно (спектр 1), образовавшееся из агломерата

порошка стали в процессе спарк-плазменного спекания под давлением, между которыми располагается мелкодисперсная структура (спектр 2).

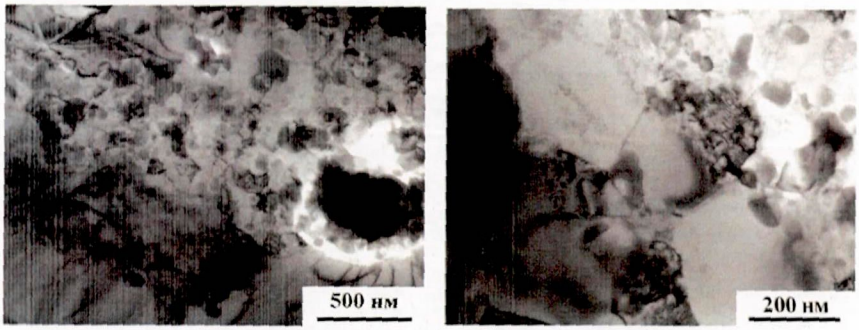
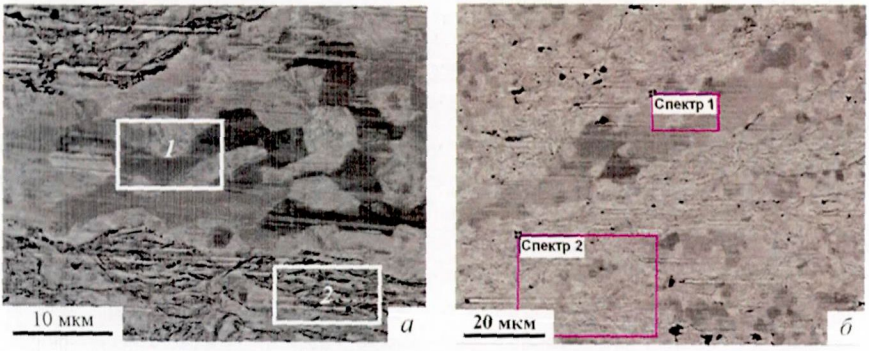


Рисунок 6 – Микроструктура образца с 0,3 мас. % Y_2O_3 (легирование 30 ч), полученного СПС при режимах: T = 890 °С, P = 80 МПа, v = 100 °С/мин, τ =0 мин



а – 0,3 мас. % Y_2O_3, *б* – 1 мас. % Y_2O_3

Рисунок 7 – Микроструктура поверхности компактов с разным содержанием оксида иттрия: размол 30 ч, T = 890 °С, v = 100 °С/мин, P = 70 МПа, τ =1 мин

Отсутствие упрочняющих наночастиц в локальных объемах дисперсно-упрочненных сталей в первую очередь связано с несовершенством механического легирования, а именно – образованием агломератов порошка матричной стали в начальный период механоактивации, во внутренние объемы которых упрочняющие оксидные частицы не могут попасть за весь период механического легирования, каким бы длительным он не был. При СПС и ГИП такие объемы будут представлять собой крупные зерна без наночастиц, расположенные перпендикулярно приложенной нагрузке, а при горячей экструзии – длинные прослойки без нанооксидов, расположенные в направлении экструзии.

Таким образом, для равномерного распределения нанооксидов в ДУО стали при ее изготовлении любыми методами (горячая экструзия, ГИП, СПС и т.д.) в процессе механического легирования следует избегать агломерации (комкования) порошка. Поскольку комкование стимулировано локальным нагревом порошка и, возможно, в агломерировании участвуют и диффузионные процессы, механоактивацию следует проводить в криомельницах, либо принимать иные меры по предотвращению агломерации порошков в процессе их механоактивации.

В **разделе 4** впервые приведены результаты исследования особенностей развития гелиевой пористости и газового распухания в ферритно-мартенситной стали, изготовленной СПС. Представлены результаты исследования микроструктуры трех ферритно-мартенситных сталей ЭП-450, ЭП-450-ДУО (ГЭ) и ЭП-450-ДУО (СПС), изготовленных разными способами и облученных ионами гелия, в сравнении между собой и с микроструктурой аустенитной стали ЧС-68.

Обнаружено, что при облучении в аустенитной стали ЧС-68 сформировались очень мелкие ($\overline{d} = 2{,}1$ нм) сферические сверхравновесные гелиевые пузырьки ($P > 2\gamma/r$, где P – давление, γ – поверхностное натяжение, r – радиус пузырька), относительно равномерно распределенные в объеме образца. Несмотря на высокую объемную плотность ($\rho = (27 \pm 9)\cdot 10^{22}$ м$^{-3}$), малое значение диаметра пузырьков определило низкое газовое распухание стали ЧС-68 ($S = 0{,}14 \pm 0{,}05$ %).

В отличие от характера формирования гелиевой пористости в аустенитной стали ЧС-68, в ферритно-мартенситной стали ЭП-450 пузырьки распределены неравномерно как по объему образца, так и по размерам в объеме зерна (рисунок 8): наряду с крупными пузырьками в феррите (зерна 1 и 2) наблюдаются зоны с пузырьками меньшего размера очень низкой плотности (зерно 3 – мартенсит отпуска). Кроме того, имеются длинные прослойки с мелкими пузырьками, расположенные между зонами с крупными газонаполненными порами (показано стрелкой).

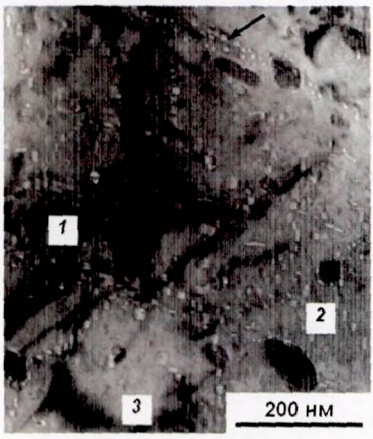


Рисунок 8 – Микроструктура стали ЭП-450, облученной ионами He^+ при 650 °С

В ферритно-мартенситной стали ЭП-450 образовались крупные ($\bar{d}$ = 8,2 нм) ограненные доравновесные ($P < 2\gamma/r$) пузырьки/газонаполненные поры на порядок меньшей плотности ($\rho = (2{,}9 \pm 0{,}7) \cdot 10^{22}$ м$^{-3}$), чем в аустенитной стали ЧС-68, причем распухание ее ($S = 3{,}1 \pm 0{,}7$) более чем в 20 раз превышает распухание стали ЧС-68. При этом неравномерные образование пор по объему и их распределение по размеру вызвали сильно отличающееся распухание в разных локальных объемах образцов стали ЭП-450.

Типичная микроструктура облученной ионами He^+ при 650 °С стали ЭП-450-ДУО, полученной горячей экструзией, приведена на рисунке 9. В ДУО стали также наблюдается неравномерное распределение пузырьков: есть участки с мелкими пузырьками и с крупными ограненными газонаполненными порами. При этом на границах раздела «оксид–матрица» также сформировались пузырьки (показаны стрелками).

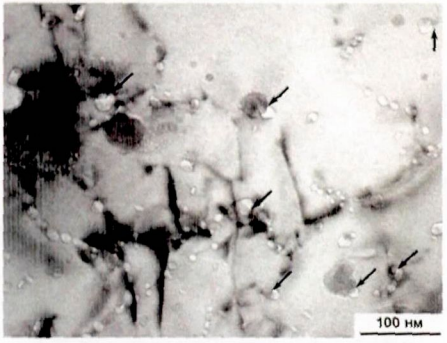


Рисунок 9 – Микроструктура стали ЭП-450-ДУО (ГЭ), облученной ионами He^+ при 650 °С

В целом, в ДУО-стали развиваются более мелкие пузырьки ($\bar{d}$ = 6,4 нм) меньшей плотности ($\rho = (1{,}0 \pm 0{,}3) \cdot 10^{22}$ м$^{-3}$) и, соответственно, гелиевое распухание стали ЭП-450-ДУО (ГЭ) в 4 раза меньше ($S = 0{,}8 \pm 0{,}2$ %), чем матричной стали ЭП-450.

Для выявления влияния режимов спекания на формирование гелиевой пористости и газовое распухание стали ЭП-450-ДУО (СПС) были выбраны образцы, приведенные в таблице 3, из которых образцы стали А1-4 и А1-5 изготовлены по режимам СПС, близким к оптимальным.

Таблица 3 – Сведения о режимах изготовления образов спарк-плазменным спеканием

Маркировка образца	Содержание Y_2O_3, мас. %	Время легирования, ч	Температура спекания, °С	Давление, МПа
Б1-2	1	30	890	80
А1-4	0,3	30	825	70
А1-5	0,3	30	825	80
А2-10	0,3	40	890	70
А3-3	0,3	50	890	80

В отличие от исследованных сталей ЭП-450 и ЭП-450-ДУО (ГЭ), основной характерной особенностью развития гелиевой пористости в образцах стали ЭП-450-ДУО, изготовленных СПС, является наличие нескольких зон, резко различающихся характером как распределения гелиевых пузырьков (газонаполненных пор) в объеме облученного слоя, так и по их размерам. Характерные микроструктуры данной стали показаны на рисунках 10–13.

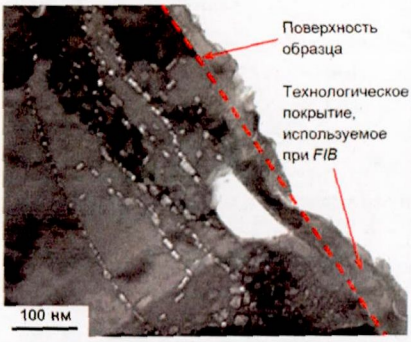


Рисунок 10 – Характерный вид микроструктуры в образце Б1-2 стали ЭП-450-ДУО (СПС), облученном ионами He^+ при 650 °С

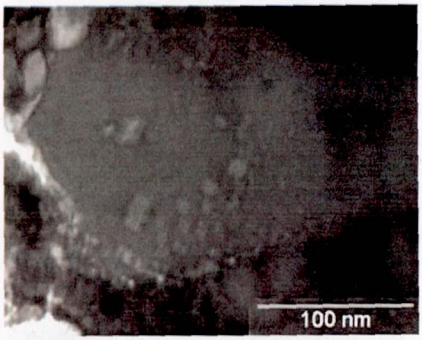


Рисунок 11 – Области, свободные от пузырьков, в микроструктуре образца А3-3 стали ЭП-450-ДУО (СПС), облученного ионами He^+ при 650 °С

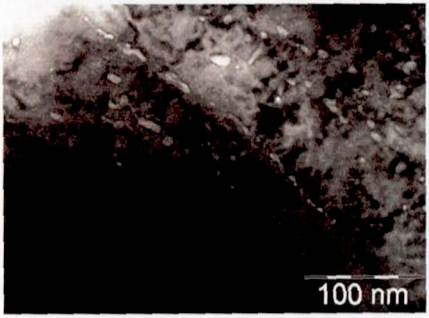


Рисунок 12 – Цепочки слившихся гелиевых пузырьков на границе зерна в образце А1-5 стали ЭП-450-ДУО (СПС) после облучения ионами He^+ при 650 °С

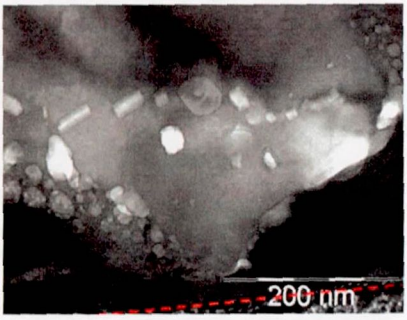


Рисунок 13 – Характерный вид зоны со смешанным распределением пузырьков и областями, свободными от них в образце А2-10 стали ЭП-450-ДУО (СПС), облученном ионами He^+ при 650 °С

Наличие большого количества зон с разным характером распределения пористости связано, вероятно, с изначально большой неоднородностью структуры. Несмотря на то, что стали, полученные СПС, подвергались довольно длительному отжигу после спекания, очевидно, что структура сталей характеризуется, во-первых, большой дефектно-

стью, включая остаточную пористость (см. рисунок 2); во-вторых, сильной степенью перераспределения хрома между зернами феррита (18–20 % Cr) и отпущенного мартенсита (7–9 % Cr) в процессе СПС, которое не восстанавливается даже в течение трехчасовой выдержки при температуре нагрева под нормализацию. Все эти факторы могут вносить существенный вклад в характер развития гелиевой пористости.

В сталях, полученных СПС по режимам, близким к оптимальному (0,3–0,5 мас. % Y_2O_3, время механического легирования 30 ч, температура спекания 825–890 °С, давление 70–80 МПа), при которых получаются компакты максимальной плотности, гелиевое распухание в ~ 2–3раза меньше, чем стали ЭП-450-ДУО (ГЭ) и в ~ 7–10 раз ниже распухания матричной стали ЭП-450. При режимах СПС, отличных от оптимального, гелиевое распухание существенно выше, чем у сталей, спеченных по оптимальным режимам СПС. Показано, что образец с 1 мас. % Y_2O_3 имеет более сложную исходную структуру и большую исходную пористость, и это приводит к неравномерному распределению гелиевых пузырьков как по объему, так и по размерам, что вызывает значительно большее газовое распухание, чем распухание сталей с 0,3 мас. % Y_2O_3 с меньшей исходной пористостью.

Установлено, что в зернах с чисто ферритной структурой с повышенным содержанием хрома формируется значительное количество очень крупных сферических или многогранных пузырьков/пор размерами до 70 и более нанометров, чтовызывает высокую степень газового распухания имплантированного гелием слоя.

Показано, что стали, изготовленные по оптимальным режимам механического легирования (30 ч) и спарк-плазменного спекания (температура, давление), имеют более низкое распухание вследствие меньшего размера формирующихся пузырьков и их плотности, а также наличием больших зон, свободных от пузырьков, чем другие стали, полученные по другим режимам механического легирования и СПС. Выявлено, что не только с точки зрения изготовления компактов высокой плотности, но и с точки зрения подавления гелиевого распухания следует использовать оптимальную концентрацию Y_2O_3 (0,3–0,5 мас. %) при изготовлении методом СПС ДУО стали.

В целом, оценивая характер развития гелиевой пористости, следует отметить, что, несмотря на достаточно низкое распухание сталей ЭП-450-ДУО (СПС), наличие в структуре нескольких зон с различной пористостью оказывается негативным явлением. Разный уровень распухания соседних зерен может приводить к возникновению напряжений, сконцентрированных по границам зерен, что в совокупности с образованием и слиянием гелиевых пузырьков на границе зерна может привести к зернограничному разрушению.

Общий анализ данных по газовому распуханию свидетельствует, что аустенитной стали с ГЦК структурой свойственно наименьшее распухание. В ферритно-мартенситной матричной стали ЭП-450 газовое распухание превышает 3 %, что является достаточно большой величиной. Введение дисперсных частиц в ферритно-

мартенситную сталь, в целом, снижает гелиевое распухание независимо от способа ее изготовления.

Таким образом, на распухание стали, изготовленной СПС, существенное влияние оказывают как содержание упрочняющего оксида, так и режимы спекания образцов.

Раздел 5 посвящен впервые полученным результатам по развитию вакансионной пористости и радиационного распухания ферритно-мартенситной стали, изготовленной спарк-плазменным спеканием, в сравнении с микроструктурой двух ферритно-мартенситных сталей ЭП-450, ЭП-450-ДУО (ГЭ) и аустенитной стали ЧС-68, в имитационных экспериментах облученных ионами Ni^{3+} с энергией 7,5 МэВ. В исследованиях выбран образец А1-5, изготовленный по режимам СПС, близким к оптимальным для получения максимальной плотности. Поскольку на расстояниях $t > 750$ нм от облучаемой поверхности химический состав сталей изменяется за счет внедренных атомов никеля, измерения параметров пористости проведены при $t \leq 750$ нм, где повреждающая доза составляет $D \leq 0{,}3D_{max}$ (рисунок 14).

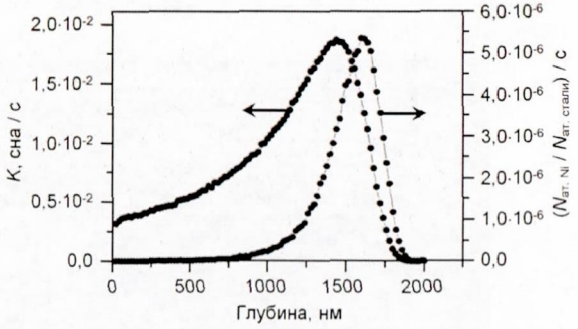


Рисунок 14 – Распределение скорости создания смещений и введения атомов никеля по глубине сталей (*TRIM*, В.А. Печенкин)

Выявлено, что в облученных сталях ЭП-450 и ЭП-450-ДУО (ГЭ) развивается примерно одинаковая микроструктура – сформировались редкие поры с максимальным размером до 40 нм, причем в основном в ферритных зернах (рисунок 15). Поры в зернах отпущенного мартенсита (сорбите) значительно мельче (показаны белыми стрелками на рисунке 15). Расчет вакансионного распухания ферритно-мартенситных сталей с таким распределением пор затруднителен, но в обеих сталях оно не превышает тысячных долей процента.

В стали ЭП-450-ДУО (СПС) обнаружена гораздо более развитая пористость, характерный вид которой приведен на рисунке 16. При облучении ионами с такой массой и энергией максимум повреждения структуры находится на глубине ~ 1450 нм. Как и в сталях ЭП-450 и ЭП-450 (ГЭ), поры также сформировались по всей траектории пробега ионов. Общее распухание по всему объему с неизмененным химическим составом ($t \leq 750$ нм) составило около 0,9 % при плотности пор $\rho = (3{,}3 \pm 0{,}8) \cdot 10^{21}$ м$^{-3}$, а в слое шириной около 440 нм с наиболее развитой пористостью (см. рисунок 16) распухание достигало $2{,}1 \pm 0{,}5$ % при $\rho = (6{,}9 \pm 1{,}7) \cdot 10^{21}$ м$^{-3}$.

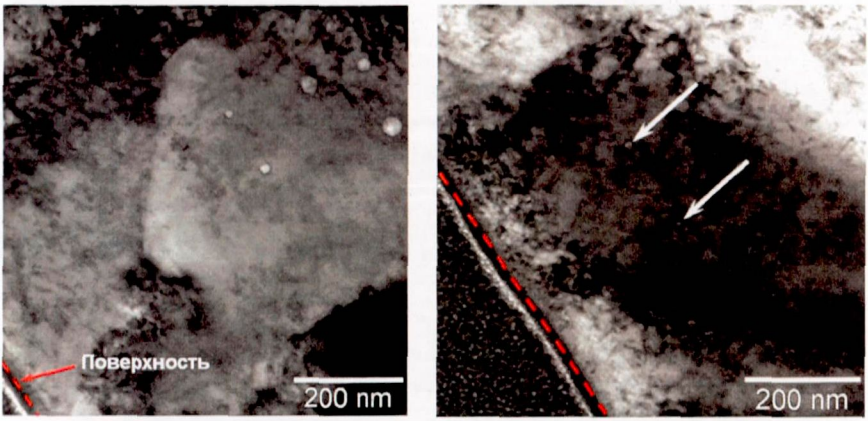


Рисунок 15 – Характерная микроструктура облученных ионами никеля сталей ЭП-450 и ЭП-450-ДУО (ГЭ)

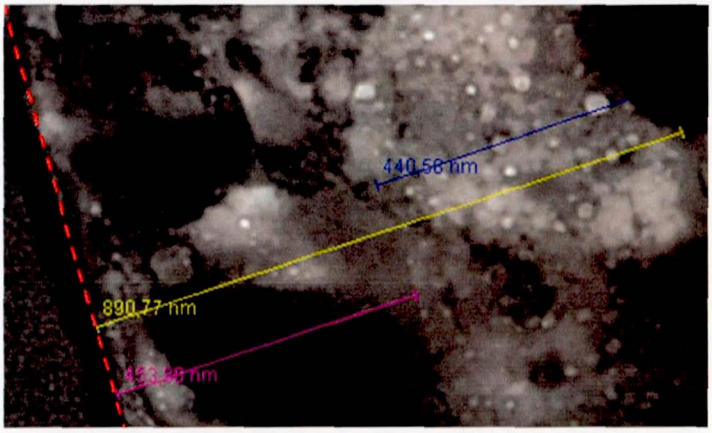


Рисунок 16 – Распределение пор по глубине образца стали ЭП-450-ДУО (СПС)

При этом необходимо отметить, что пористость начинается сразу у поверхности образца и, кроме этого, редкие, но достаточно крупные поры наблюдаются на глубине до 2500 нм, значительно превышающей расчетные значения распределения вакансий и внедренных атомов никеля.

Эволюция вакансионной пористости в аустенитной стали ЧС-68 кардинально отличается от развития пористости в ферритно-мартенситных сталях. Пористость в стали ЧС-68 также начинается у поверхности образца и наблюдается по всей траектории пролета ионов в образце, однако развивается она в аустенитной матрице гомогенно и распухание примерно одинаково во всем облученном объеме: максимальный размер пор

около 12 нм, средний размер ~ 7 нм при объемной плотности пор $(1,4 \pm 0,5) \cdot 10^{21}$ м$^{-3}$. Рассчитанное значение распухания составило 0,2 ± 0,1 % (рисунок 17).

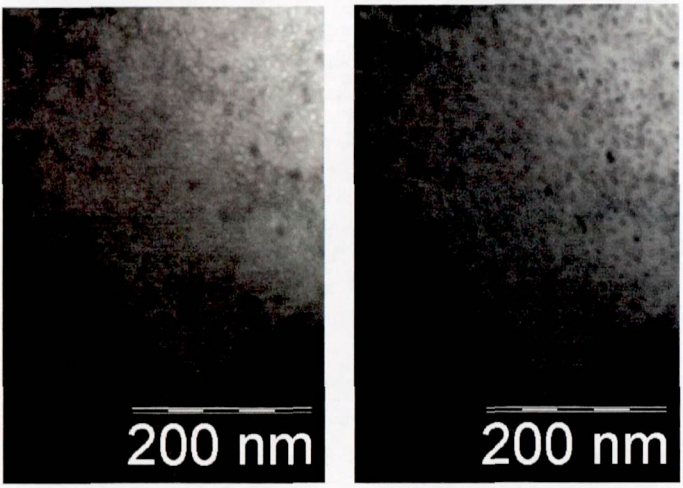


Рисунок 17 – Изображение пор в стали ЧС-68 на расстоянии ~ 300 нм от поверхности образца, снятое в ПЭМ в условиях недофокусировки (левый снимок) и перефокусировки (правый снимок)

Результаты работы подтверждают малое распухание (менее тысячных долей процента) ферритно-мартенситных сталей ЭП-450 и ЭП-450-ДУО (ГЭ) с ОЦК кристаллической структурой по сравнению с аустенитной сталью ЧС-68 с ГЦК структурой с распуханием около 0,2 % вследствие более интенсивной спонтанной рекомбинации точечных дефектов в ОЦК металлах, а также и повышенное распухание ферритных зерен ферритно-мартенситных сталей. Высокая же степень радиационного распухания (2,1 %) ферритно-мартенситной стали ЭП-450-ДУО (СПС) неожиданна, и это может быть связано с особенностями формирования структуры при спарк-плазменном спекании стали, в частности, наличием в структуре остаточной пористости в 1–3 %. По-видимому, штатная термообработка, применяемая к ферритно-мартенситным сталям ЭП-450 и ЭП-450-ДУО (ГЭ), и даже увеличение длительности выдержки до 3 ч при температуре нормализации 1150 °С недостаточно для стали ЭП-450-ДУО (СПС) вследствие того, что она не ликвидирует остаточную пористость, которая может являться инициатором зарождении вакансионных пор при ионном облучении. Видимо, для подавления первичной пористости в сталях, изготавливаемых по технологии СПС, нормализацию следует проводить при значительно более высоких температурах и длительных выдержках, либо применять высокотемпературную термомеханическую обработку, что является предметом отдельных материаловедческих и технологических исследований.

Отдельный интерес представляют исследования закономерностей захвата и удержания гелия и водорода в ДУО стали, представленные в **разделе 6**, поскольку эти газовые примеси могут проявлять эффект синергизма и взаимно усиливать отрицательное влияние друг друга на механическое свойства, жаропрочность и радиационную стойкость, сокращая срок эксплуатации конструктивного элемента.

При исследовании методом термодесорбционной спектрометрии (ТДС) дисперсно-упрочненных сталей было показано, что при облучении ионами He^+ при 20 и 650 °С в спектрах присутствует еще один дополнительный большой максимум в высокотемпературной области после основного пика выделения гелия, что приводит также к снижению интенсивности последнего. Этот эффект объясняется перераспределением достаточно большой доли внедренного гелия в высокотемпературные (после температуры главного максимума) пики ТДС в результате образования пузырьков на границах «упрочняющая частица – матрица», так как такая некогерентная/полукогерентная граница раздела оксида Y_2O_3 с матрицей является эффективным стоком для гелия и энергия связи таких пузырьков с границей раздела велика. Спектры ТДС сталей ЭП-450-ДУО (СПС) и ЭП-450-ДУО (ГЭ) схожи между собой, однако у стали, изготовленной СПС, присутствуют низкотемпературные пики, по-видимому, обусловленные существованием облегченных путей выделения гелия вследствие наличия остаточной пористости.

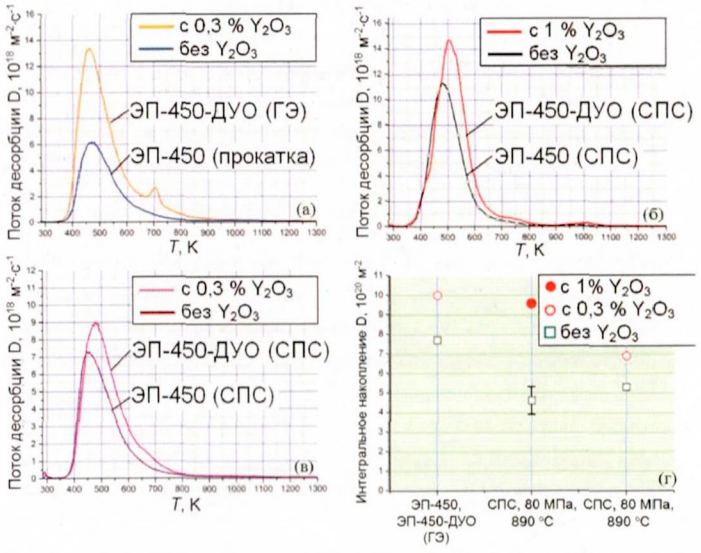


Рисунок 18 – ТДС спектры водорода из образцов сталей ЭП-450 и ЭП-450-ДУО, изготовленных разными способами, облученных в ускорителе «Медион» ионами D^{3+} с энергией 10 кэВ (3,3 кэВ/D) до 10^{25} $D^+/м^2$ при комнатной температуре; скорость равномерного нагрева 2 К/с

На рисунке 18 приведены спектры десорбции водорода (дейтерия) из сталей ЭП-450 (прокатка) и ЭП-450-ДУО с 0,3 мас. % Y_2O_3 (ГЭ) (рисунок 18, *а*), ЭП-450 (СПС) и ЭП-450-ДУО с 1 мас. % Y_2O_3 (СПС) (рисунок 18, *б*), ЭП-450 (СПС) и ЭП-450-ДУО с 0,3 мас. % Y_2O_3 (СПС) (рисунок 18, *в*), а также интегральное накопление водорода в указанных сталях (рисунок 18, *г*).

Как видно на рисунке 18, *а*, в ферритно-мартенситной ДУО стали, изготовленной горячей экструзией (ГЭ), удерживается в два раза больше водорода (интегральное накопление ~ 10^{21} $м^{-2}$), чем в стали, полученной прокаткой (~ $4{,}6 \cdot 10^{20}$ $м^{-2}$). В стали ЭП-450, изготовленной СПС без добавки Y_2O_3, содержание водорода составляет около $5 \cdot 10^{20}$ $м^{-2}$, т.е. примерно в 1,5 раза меньше, чем в прокатанной стали (см. рисунок 18, *г*). Добавка Y_2O_3 существенно увеличивает содержание удерживаемого водорода, причем ДУО сталь (СПС) с 1 мас. % Y_2O_3 аккумулирует значительно больше водорода (~ 10^{21} $м^{-2}$), чем такая же сталь с 0,3 мас. % Y_2O_3 (~ $7 \cdot 10^{20}$ $м^{-2}$), что свидетельствует именно о роли дисперсных частиц в удержании водорода. На рисунке 18, *г* видно также, что максимальное количество водорода удерживается в ДУО стали, изготовленной горячей экструзией.

В таблице 4 приведено абсолютное количество водорода, удерживаемого в сталях, имплантированных ионами H^+. Видно, что в стали ЭП-450-ДУО (ГЭ) удерживается максимальное количество водорода ($26{,}9 \cdot 10^{-4}$ мас. %), в сталях ЭП-450, ЭП-450-ДУО (СПС) и ЧС-68 значительно меньше (2,5, 4,1 и $4{,}4 \cdot 10^{-4}$ мас. % соответственно), однако в стали ЭП-450-ДУО (СПС) количество водорода в 1,6 раза, а в стали ЧС-68 – в 5,8 раза выше, чем в стали ЭП-450.

Таблица 3 – Содержание водорода в ферритно-мартенситных сталях и аустенитной стали ЧС-68 (облучение H^+, $E = 40$ кэВ, $T_{обл} = 20$ °С, $\Phi = 5 \cdot 10^{20}$ $H^+/м^2$)

Сталь	Массовая доля водорода, 10^{-4} %
ЭП-450	2,5 ± 1,4
ЭП-450-ДУО (ГЭ)	26,9 ± 7,0
ЭП-450-ДУО (СПС)	4,1 ± 1,4
ЧС-68	14,4 ± 5,0

Таким образом, установлено, что на количество удерживаемого водорода существенное влияние оказывает как тип кристаллической решетки материала – при идентичных условиях введения водорода в аустенитной стали ЧС-68 аккумулируется значительно больше водорода, чем в ферритно-мартенситной стали ЭП-450, так и наличие в структуре сталей частиц дисперсной упрочняющей фазы – в ДУО сталях удерживается намного больше водорода, чем в матричной стали ЭП-450, на основе которой они изготовлены.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Впервые в России с использованием технологии спарк-плазменного спекания (СПС) изготовлена реакторная ферритно-мартенситная сталь и показано, что СПС порошков матричной стали и дисперсных упрочняющих оксидов может являться одним из методов изготовления реакторной стали.

2. Впервые установлена оптимальная концентрация 0,2–0,5 мас. % Y_2O_3 в ДУО стали, изготавливаемой СПС, для обеспечения хорошей кинетики спекания порошков и получения компактов высокой плотности, и выявлено, что отсутствие упрочняющих наночастиц оксида Y_2O_3 в локальных объемах дисперсно-упрочненных сталей связано с несовершенством механического легирования, а именно – образованием в процессе механоактивации агломератов порошка матричной стали без наночастиц во внутренних объемах.

3. В процессе оптимизации режимов спарк-плазменного спекания выявлено, что наилучшими характеристиками по плотности (~ 97–99 % от теоретической) обладает материал, компактированный при температуре 890 °С, давлении 80 МПа, без изотермической выдержки (либо с изотермической выдержкой более 3 мин при максимальной температуре спекания), при скорости выведения на максимальную температуру более 300 °С/мин.

4. Показано, что образцы сталей, изготовленных СПС, обладают более сложной исходной структурой, чем матричная сталь ЭП-450 и сталь ЭП-450-ДУО (ГЭ), полученная горячей экструзией, что приводит к крайне неравномерному распределению гелиевых пузырьков как по размеру, так и в структуре после облучения ионами гелия – наблюдаются множество зон с разной степенью газового распухания.

5. Показано, что размер пузырьков в ДУО сталях, независимо от способа их изготовления, меньше, чем в матричной стали ЭП-450, что вызывает меньшее гелиевое распухание за счет того, что часть гелия сконцентрирована на границах «выделение–матрица». При этом, что с точки зрения газового распухания, реакторная аустенитная сталь ЧС-68 имеет явное преимущество перед ферритно-мартенситными сталями ЭП-450 и ЭП-450-ДУО.

6. Обнаружено, что при имитационных облучениях ионами никеля с энергией 7,5 МэВ редкие поры достаточно крупного размера (до 40 нм в диаметре) образуются в ферритных зернах ферритно-мартенситных сталей ЭП-450, полученной по традиционной технологии, и ЭП-450-ДУО (ГЭ), изготовленной методом горячей экструзии, и радиационное распухание этих сталей не превышает тысячных долей процента.

7. Установлено, что в аустенитной стали ЧС-68 сформировалась высокая плотность достаточно мелких пор со средним диаметром около 7 нм, что вызвало небольшое распухание на уровне 0,2 ± 0,1 %.

8. Впервые выявлено, что сталь ЭП-450-ДУО (СПС), изготовленная спарк-плазменным спеканием, подвержена наибольшему радиационному распуханию в 2,1 ± 0,5 % среди исследованных сталей. Основываясь на литературных данных и соб-

ственных результатах, сделано предположение о том, что причиной высокого распухания стали ЭП-450-ДУО (СПС) может являться остаточная пористость в 1–3 %, и штатная термообработка, применяемая к реакторным ферритно-мартенситным сталям, не приемлема для отжига остаточной пористости в стали, полученной спарк-плазменным спеканием, и это является предметом отдельных материаловедческих исследований.

9. Показано, что в ДУО сталях захватывается и удерживается значительно больше водорода, чем в матричной стали ЭП-450, причем увеличение содержания оксида Y_2O_3 в ДУО стали приводит к возрастанию количества удерживаемого водорода.

10. Установлено, что на количество удерживаемого водорода существенное влияние оказывает тип кристаллической решетки материала: при идентичных условиях введения водорода в аустенитной стали ЧС-68 аккумулируется значительно больше водорода, чем в ферритно-мартенситной стали ЭП-450.

ОСНОВНЫЕ ПУБЛИКАЦИИ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

1. Olevsky E., Bogachev I., Maximenko A. Spark-plasma sintering efficiency control by inter-particle contact area growth: A viewpoint // Scripta Materialia. – 2013. –V. 69. – No. 2. – P. 112–116.

2. Оптимизация режимов спарк-плазменного спекания реакторной дисперсно-упрочненной ферритно-мартенситной стали / И.А. Богачев, Б.А. Калин, Е.А. Олевский и др. // Вектор науки ТГУ. – 2013. – № 3(25). – С. 41–45.

3. Effect of the initial powder and treatment on the structure of oxide dispersion-strengthened steel / I.I. Chernov, M.S. Stal'tsov, B.A. Kalin, I.A. Bogachev et al. // Atomic Energy. – 2014. – V. 116. – No. 1. – P. 42–47.

4. Fabrication of 13Cr-2Mo ferritic/martensitic oxide-dispersion-strengthened steel components by mechanical alloying and spark-plasma sintering / I. Bogachev, E. Grigoryev, O.L. Khasanov, E. Olevsky // J. of the Minerals, Metals & Materials Society. – 2014. – V. 66. – No. 6. – P. 1020–1026.

5. Microstructure investigation of 13Cr-2Mo ODS steel components obtained by high voltage electric discharge compaction technique / I. Bogachev, A. Yudin, E. Grigoryev et al. // Materials. – 2015. – V. 10. – No. 11. – P. 7342–7353.

6. Оптимизация режимов механического легирования для получения реакторной ДУО стали спарк-плазменным спеканием / И.И. Чернов, М.С. Стальцов, И.А. Богачев и др. // Физика и химия обработки материалов. – 2015. – № 3. – С. 72–79.

7. Microstructure properties of EP-450 ODS steel manufactured by highvoltage discharge compaction technique / I. Bogachev, A. Yudin, E. Grigoryev et al. // Physics Procedia. – 2015. – V. 72. – P. 366–369.

8. Оптимизация режимов электроимпульсного спекания для получения дисперсно-упрочненной реакторной стали высокой плотности / И.А. Богачев, И.И. Чернов, М.С. Стальцов и др. // Атомная энергия. – 2016. – Т. 120. – № 1. – С. 29–34.

9. Peculiarities of helium porosity formation in the surface layer of the structural materials used for the first wall of fusion reactor / I.I. Chernov, M.S. Stal'tsov, B.A. Kalin, I.A. Bogachev, L.Yu. Guseva // Russian Metallurgy (Metally). – 2016. – No. 3. – P. 193–197.

10. Influence of structural-phase state of ferritic-martensitic steels on the helium porosity development / I.I. Chernov, M.S. Staltsov, B.A. Kalin, I.A. Bogachev et al. // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering 130 (2016) 012004 (Open Acces).

11. Optimization of mechanical alloying and spark-plasma sintering regimes to obtain ferrite-martensitic ODS steel / I.A. Bogachev, I.I. Chernov, M.S. Staltsov et al. // Nuclear Materials and Energy. – 2016. – V. 9. – P. 360–366.

12. Формирование пористости и газовое распухание в реакторных аустенитных и ферритно-мартенситных сталях, имплантированных ионами гелия / И.И. Чернов, М.С. Стальцов, Б.А. Калин, Чжи Зин У, Аунг Чжо Зо, И.А. Богачев // В сб.: Труды XIX Междунар. конф. по электростатическим ускорителям и пучковым технологиям, 13–15 ноября 2012 г., г. Обнинск, Россия. – Обнинск: ГНЦ РФ-ФЭИ, 2013. – С. 20–28.

13. Особенности захвата и выделения ионно-имплантированного гелия в гомогенных и гетерогенных материалах / М.С. Стальцов, И.И. Чернов, Б.А. Калин, Чжи Зин У, Аунг Чжо Зо, И.А. Богачев // В сб.: Труды XIX Междунар. конф. по электростатическим ускорителям и пучковым технологиям, 13–15 ноября 2012 г., г. Обнинск, Россия. – Обнинск: ГНЦ РФ-ФЭИ, 2013. – С. 29–38.

14. Зависимость структуры реакторной ДУО стали, изготовленной спарк-плазменным спеканием, от режима механоактивации / И.И. Чернов, М.С. Стальцов, И.А. Богачев // В сб.: Докл. XXIV Междунар. конф. «Радиационная физика твердого тела», г. Севастополь, 7–12 июля 2014 г. – М.: Изд-во ФГБНУ «НИИ ПМТ». – С. 320–330.

15. Изготовление реакторной дисперсно-упрочненной стали спарк-плазменным спеканием / И.А. Богачев, Б.А. Калин, Е.А. Олевский и др. // В сб.: Докл. XXIV Междунар. конф. «Радиационная физика твердого тела», г. Севастополь, 7–12 июля 2014 г. – М.: Изд-во ФГБНУ «НИИ ПМТ», 2014. – С. 618–623.

16. Свойства реакторной ферритно-мартенситной стали, полученной при оптимизированных режимах спарк-плазменного спекания / И.А. Богачев, Б.А. Калин, Л.Ю. Лебедева и др. // В сб.: Труды XXV Междунар. конф. «Радиационная физика твердого тела», г. Севастополь, 6–11 июля 2015 г. – М.: Изд-во ФГБНУ «НИИ ПМТ», 2015. – С. 65–73.

17. Особенности развития гелиевой пористости в дисперсно-упрочненной стали, изготовленной спарк-плазменным спеканием / М.С. Стальцов, И.И. Чернов, И.А. Богачев и др. // В сб.: Труды XXV Междунар. конф. «Радиационная физика твердого тела», г. Севастополь, 4–9 июля 2016 г. – М.: Изд-во ФГБНУ «НИИ ПМТ», 2015. – С. 11–22.

Отпечатан 1 экз.
Исп. И.А. Богачев
Печ. И.А. Богачев

Автореферат И.А. Богачева
«Вакансионное и газовое распухание и поведение водорода в реакторных ферритно-мартенситных сталях, изготовленных по различным технологиям »

Формат бумаги 60×90/16. Печ. л 1. Тираж 80 экз.
Отпечатано в ФГУП «ВИАМ». Заказ № 6/915
105005, г. Москва, ул. Радио 17