

Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

На правах рукописи

КОРЧУГАНОВА ОЛЕСЯ АЛЕКСЕЕВНА

**ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО СТАРЕНИЯ И ОБЛУЧЕНИЯ НА
ФАЗОВЫЙ РАСПАД ТВЕРДОГО РАСТВОРА СПЛАВА Fe-22Cr**

Специальность 01.04.07 – физика конденсированного состояния

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Автор:



Москва 2020

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении "Институт теоретической и экспериментальной физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра "Курчатовский институт" и в Федеральном государственном автономном образовательном учреждении высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ».

Научный руководитель: **Рогожкин Сергей Васильевич**
доктор физико-математических наук, профессор НИЯУ МИФИ, г. Москва

Официальные оппоненты **Львов Павел Евгеньевич,**
доктор физико-математических наук,
Научно-исследовательский технологический институт
Ульяновского государственного университета
(г. Ульяновск), старший научный сотрудник
Шабашов Валерий Александрович,
доктор физико-математических наук, профессор,
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева
Уральского отделения РАН (г. Екатеринбург), главный
научный сотрудник
Янилкин Алексей Витальевич,
кандидат физико-математических наук,
Всероссийский научно-исследовательский институт
автоматики им. Н.Л. Духова (г. Москва), начальник отдела

Защита состоится «03» июня 2020 г. в 17 часов 00 минут на заседании диссертационного совета МИФИ.01.02 федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» (115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31)

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте <https://ds.mephi.ru/> федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ».

Автореферат разослан «__» _____ 2020 г.

Ученый секретарь
диссертационного совета
доктор физ.-мат. наук



Руднев Игорь Анатольевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

В области разработки новых конструкционных материалов в настоящее время значительные усилия сосредоточены на создании теоретических основ и формировании научных подходов, обеспечивающих расширение возможностей компьютерного моделирования, расчетов и проектирования новых типов сплавов и конечных изделий. Крупнейшие программы материаловедения (например, седьмая европейская рамочная программа [1]) нацелены на развитие фундаментальных представлений о процессах в модельных материалах, с использованием многоуровневого моделирования: от атомарного масштаба до расчета характеристик конечных изделий. Одним из направлений таких программ является исследование коррозионностойких сплавов на основе железа с высоким содержанием хрома, широко применяемых как в индустрии конструкционных материалов, так и в областях с повышенными требованиями к физико-химическим свойствам готовых изделий. Важной областью применения таких сплавов является атомная энергетика, где планируется их использование в качестве материалов активной зоны реакторов на быстрых нейтронах, материалов первой стенки термоядерных установок и др. [2]. Свойства перспективных сталей, разрабатываемых в последнее время, определяются их структурно-фазовым состоянием на наномасштабах. Они подвержены значительным изменениям даже при малых отклонениях концентраций элементов в исходном составе и зависят от используемых термообработок [3, 4]. При их эксплуатации в реакторах под воздействием термического старения и высокоэнергетических излучений происходит деградация сталей, что связано с существенной перестройкой структуры материала на различных масштабах, вплоть до наномасштабов (см., например, [5, 6]). Таким образом, экспериментальные

исследования и модельные расчеты должны проводиться на всех масштабах, начиная с атомарного, для эффективного решения возникающих задач материаловедения.

Важной задачей в разработке новых высокохромистых сталей является соблюдение баланса между коррозионной стойкостью и стабильностью твердого раствора, которые зависят от содержания хрома. Уже при значениях концентраций Cr свыше 9% твердый раствор Fe-Cr становится пересыщенным и происходит выпадение обогащенной хромом α' -фазы, обедняется матрица, и создаются концентраторы напряжений.

Известно, что в расплавленном состоянии железо и хром неограниченно растворяются друг в друге, однако, в твердом растворе существует область метастабильного состояния – двухфазности (miscibility gap), в котором одновременно сосуществуют богатые железом (α) и хромом (α') фазы. Работы по изучению фазового состояния бинарного сплава Fe-Cr стартовали давно и особо активно получили свое развитие в 70-х - 80-х годах с использованием мёссбауэровской спектроскопии, рентгеноструктурного анализа и малоуглового рассеяния нейтронов (см., например, [7]). Однако при низких температурах оба металла имеют ОЦК решетку с разницей параметра всего на 1.5 %. Это сходство, а также близость по физико-химическим свойствам железа и хрома, не позволяют большинству известных методик различить эти элементы в сплаве, особенно на начальных стадиях распада - при малых степенях обогащения новой фазы, что создает сложности для изучения данного твердого раствора.

Развитие исследований фазовой стабильности системы Fe-Cr, а также эволюции микроструктуры состаренного сплава, стало возможным благодаря появлению новых методик, которые смогли различать очень близкие фазы на наномасштабе, таких как автоионная микроскопия (АИМ) и атомно-зондовая томография (АЗТ) [8]. АЗТ в настоящее время получила наибольшее

распространение для изучения фазового разделения различных сплавов (см., например, [9, 10]).

Развитие в 90-х годах компьютерных расчетов фазовой диаграммы Fe-Cr дало дополнительный толчок экспериментальным исследованиям фазового распада бинарных сплавов Fe-Cr для верификации используемых в расчетах моделей. В 2002 г. стартовала упоминавшаяся выше европейская программа по моделированию радиационных эффектов в материалах термоядерных реакторов [1], целью которой являлось развитие методик компьютерного моделирования и подходов, направленных на обобщение экспериментальных данных о свойствах облученных материалов, а также возможностей для прогнозирования поведения материалов в условиях, еще не прошедших экспериментальную проверку. Значительная часть этой программы касалась развитию вычислительных возможностей для прогнозирования изменения механических свойств, упрочнения и охрупчивания, а также изменений в структуре и исследованию фазовой стабильности сталей и модельных сплавов Fe-Cr при облучении.

В связи с этим последние годы количество экспериментальных исследований сплавов Fe-Cr заметно выросло. В основном используются малоугловое рассеяние нейтронов, атомно-зондовая томография, позитронно-аннигиляционная спектроскопия и просвечивающая электронная микроскопия (см., например, [10-12]). Для облучения материалов широко используется облучение тяжелыми ионами как имитация каскадного воздействия при облучении нейтронами в реакторах [13].

Известно, что в пересыщенном твердом растворе наблюдаются два механизма распада – спинодальный и, так называемый, механизм зарождения и роста [14]. Положение спинодали уточняется, но для сплавов, содержащих более 24% хрома, был продемонстрирован спинодальный характер распада

твердого раствора при 500 °С [8], а для сплава Fe–20Cr - механизм зарождения и роста выделений α' -фазы [15].

По указанным выше причинам в данной работе взят сверхчистый модельный бинарный сплав Fe–22Cr и исследован как при воздействии термического старения, так и облучения тяжелыми ионами с нагревом и без. Область 22 % Cr интересна с одной стороны тем, что она находится в области границы спинодали, где могут проявляться нетривиальные особенности распада твердого раствора, а с другой стороны это содержание близко к содержанию хрома в высокохромистых промышленных конструкционных сталях. Для термического старения с целью ускорения процессов диффузии была взята температура 500 °С, использовавшаяся ранее во многих работах.

Цель работы

Целью настоящей работы являлось выявление атомно-масштабных процессов эволюции структурно-фазового состояния высокохромистого сплава Fe-22Cr в широком диапазоне времен высокотемпературного отжига и каскадообразующего облучения.

Для решения поставленной цели решены следующие задачи:

- Разработана методика высоковакуумного отжига образцов и их последующих исследований методом атомно-зондовой томографии.
- Разработана методика пробоподготовки облученных высокоэнергетичными ионами образцов при помощи дулучевых систем на установке РЭМ-ФИП для их последующих исследований методом атомно-зондовой томографии.
- Проведены исследования исходного гомогенизированного состояния высокохромистого бинарного сплава Fe-22Cr после закалки и отпуска и выполнена калибровка параметров атомно-зондового томографического исследования.

- Проведены томографические атомно-зондовые исследования процессов зарождения и эволюции α' -фазы в высокохромистом бинарном сплаве Fe-22Cr для широкого диапазона времен (до 1200 часов) высокотемпературного отжига при 500 °С.
- Проведены атомно-зондовые исследования эволюции α' -фазы в высокохромистом бинарном сплаве Fe-22Cr, состаренном при 500 °С в течение 50 и 200 часов, и подвергнутого последующему облучению высокоэнергетичными ионами железа (5.6 МэВ Fe²⁺) при комнатной температуре и при 300 °С.

Научная новизна диссертационного исследования заключается в том, что впервые выявлен и детально описан процесс зарождения α' -фазы в переходной области между двумя типами фазового распада при термическом старении, обнаружены сложная структура образовавшихся зародышей этой фазы и отличие процесса их роста от классической теории. Также выявлен синергетический эффект влияния каскадообразующего облучения и температуры на разные типы образовавшихся выделений новой фазы. Для этого:

- впервые отработана методика пробоподготовки образцов для атомно-зондовой томографии с использованием двулучевых систем для образцов после облучения тяжелыми ионами;
- впервые получены атомно-зондовые данные начальных стадий распада твердого раствора модельного сплава Fe-22Cr в процессе термического старения при 500 °С на различных временах вплоть до 1200 часов;
- впервые обнаружен неклассический механизм фазового распада пересыщенного твердого раствора Fe-22Cr;
- методами томографического атомно-зондового анализа впервые на атомно-масштабном уровне экспериментально продемонстрировано

влияние облучения тяжелыми ионами на предвыделения α' -фазы различного размера и обогащения;

- впервые получены экспериментальные данные о влиянии температуры образцов модельного сплава Fe-22Cr при каскадообразующем облучении на эволюцию предвыделений α' -фазы в твердом растворе.

Научная и практическая значимость работы

Рассмотренная в диссертационной работе система Fe-Cr является основой для широко используемых хромистых сталей, в том числе в качестве конструкционных материалов ядерных энергетических установок. Полученные экспериментальные данные и выявленные закономерности могут быть использованы как разработчиками сталей для создания и усовершенствования новых сталей, так и для интерпретации данных, полученных с применением модельных расчетов.

Знания о вкладе влияния температуры и каскадного воздействия на систему Fe-Cr, и, в частности, на α' -фазу необходимы для прогнозирования изменений, происходящих в конструкционных материалах энергетических установок в процессе эксплуатации. Полученные данные позволят расширить базу экспериментальных данных для разработки рекомендаций по повышению ключевых характеристик конструкционных материалов ядерных энергетических установок.

Полученные атомно-масштабные данные представляют большой интерес для многомасштабного компьютерного моделирования системы Fe-Cr, начиная от *ab initio*, и служат для верификации, уточнения и улучшения разрабатываемых расчетных моделей.

Результаты диссертации использовались в НИР, выполненных при поддержке РФФИ (проект № 16-02-00935), а также являлись частью программного обеспечения, разработанного в НИЦ Курчатовский институт –

ИТЭФ, на которое получено «Свидетельство о государственной регистрации ПО для ЭВМ RU 2018661876».

Полученные в данной работе результаты могут быть использованы в различных научных и материаловедческих организациях, таких как НИЦ «Курчатовский институт», АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара», Институт физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН и других.

Достоверность полученных результатов и выводов диссертационной работы подтверждается использованием современных методов исследования, в том числе атомно-зондовой томографии, наиболее точного метода анализа наноразмерных образований сложного химического состава, признанием и большим интересом к полученным результатам на международных и российских конференциях, их публикации и цитированием в рецензируемых научных журналах, рекомендованных ВАК РФ и входящих в базы данных Scopus и Web of Science.

Основные положения, выносимые на защиту

- Пересыщенный твердый раствор Fe-22Cr при термическом старении при 500°C на временах до 25 часов распадается по спинодальному механизму, который затем сменяется механизмом зарождения и роста отдельных предвыделений α' -фазы, в которых концентрация хрома возрастает до 80% на временах старения ~ 100 часов;
- Фазовый распад бинарного сплава Fe-22Cr при длительном термическом старении при 500°C на временах до 1200 ч отличается от классического, а именно - стадия роста зародышей происходит одновременно со стадией коалесценции;

- Облучение состаренного сплава Fe-22Cr, содержащего α' -фазу, ионами 5.6 МэВ Fe^{2+} до доз ~ 0.6 сна при комнатной температуре приводит к увеличению размеров и обогащению предвыделений α' -фазы по хрому;
- Облучение состаренного сплава Fe-22Cr, содержащего α' -фазу, ионами 5.6 МэВ Fe^{2+} при одновременном нагреве до 300°C приводит к синергетическому эффекту: происходит растворение выделений α' -фазы, в то же время предвыделения растут и обогащаются по хрому;
- Методика анализа атомно-зондовых данных с учетом наличия различного типа неоднородности состава в исследуемом материале, позволяющая идентифицировать начальные стадии распада твердого раствора, включая спинодальный, а также - отдельные выделения различной формы и обогащения;
- Методика пробоподготовки для атомно-зондовой томографии с использованием двулучевых систем РЭМ-ФИП из образцов, облученных ионами 5.6 МэВ Fe^{2+} .

Апробация работы

Результаты работы представлены на различных международных и российских конференциях: 10-й и 11-й Международный Уральский семинар «Физика радиационных повреждений металлов и сплавов, Кыштым, Россия, 2013, 2015; IX, X, XI, XIII Курчатовская молодежная научная школа, Москва, Россия, 2011, 2012, 2013, 2015; Отраслевой семинар "Физика радиационных повреждений материалов атомной техники", Обнинск, Россия, 2012, 2013; Научная сессия НИЯУ МИФИ 2012, Москва, Россия; Зимняя школа ИТЭФ «Экстремальное состояние вещества» Helmholtz-Rosatom School for young scientists at FAIR, Москва, Россия, 2012; Junior Euromat Lausanne, Switzerland, 2012; Школа-конференция «Материалы перспективных реакторных установок», Звенигород, Россия, 2012; XIV Школа молодых ученых «Актуальные проблемы физики», Звенигород, Россия, 2012; Студенческая

научно-образовательная программа Исследовательского Центра ФАИР-Россия, Москва, Россия, 2013/2014; 5th School on Atom Probe Tomography, Rouen, France, 2013; International Conference on Atom Probe Tomography and microscopy, Stuttgart, Germany, 2014; XXV Международная конференция «Радиационная физика твердого тела», Севастополь, Россия, 2015; European Atom Probe Tomography Workshop, Oxford, UK, 2016; Молодежная конференция по теоретической и экспериментальной физике НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ, Москва, Россия, 2017, 2018, 2019.

Публикации

По теме диссертации опубликовано 23 печатные работы, из них 4 статьи в ведущих рецензируемых научных журналах и изданиях – 3 из Перечня ВАК, имеющие переводные версии, входящие в базу данных Scopus, и еще 1 входит в базы данных Scopus и Web of Science, 19 – в журналах и сборниках трудов конференций, в том числе на английском языке.

Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из Введения, четырех глав и Заключения. Диссертация изложена на 119 страницах машинописного текста, содержит 71 рисунок, 6 таблиц. Список цитированной литературы включает 86 наименований.

Личный вклад автора.

Автор лично и в соавторстве выявил основные атомно-масштабные процессы эволюции структурно-фазового состояния высокохромистого сплава Fe-22Cr в широком диапазоне времен высокотемпературного отжига, а также влияние каскадообразующего облучения на предвыделения α' - фазы. Автор принимал участие в уточнении направления проведения эксперимента. Термическое старение сплава, пробоподготовка для атомно-зондовых исследований, подготовка образцов для тяжелоионного облучения, проведение атомно-зондовых исследований, расшифровка данных и анализ полученных

результатов выполнены лично автором. Также автор лично участвовал в подготовке докладов, написании статей по теме диссертации и общении с редакционными коллегиями журналов при рецензировании публикаций.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во Введении обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель, научная новизна и практическая ценность работы; приведены основные положения, выносимые на защиту.

В первой главе проведен обзор литературных данных по изучению процессов распада твердого раствора сплавов на основе Fe-Cr различных составов под воздействием температуры и облучения. Рассмотрена область метастабильного состояния на фазовой диаграмме, где происходит распад твердого раствора как по механизму зарождения и роста, так и по механизму спинодального распада. Представлены уточнения фазовой диаграммы Fe-Cr, полученные с развитием как экспериментальных, так и расчетных методик. Продемонстрированы особенности процессов распада твердого раствора при различном содержании хрома как при термическом старении, так и при облучении тяжелыми ионами и нейтронами. Проведено сравнение параметров предвыделений α' - фазы в твердом растворе Fe-Cr, полученных различными экспериментальными методиками, для различных составов сплавов, методов воздействия: термическое старение, облучение электронами, ионами и нейтронами.

Во второй главе представлено описание исследуемых образцов сплава Fe-22Cr, методик подготовки, исследования и облучения образцов. Приведены сведения о способе получения и химическом составе исследованного в диссертации сверхчистого бинарного модельного сплава Fe-22Cr. Описана методика вакуумного отжига для проведения термического старения образцов. Кратко представлено описание метода атомно-зондовой томографии, а также оборудования для проведения томографических атомно-зондовых

исследований и имитационных экспериментов по облучению образцов ионами. Описана разработанная методика прецизионного приготовления образцов для атомно-зондовых исследований с использованием двулучевых систем РЕМ- ФИП (FEI). Приведено описание и сравнение различных способов анализа неоднородностей при различных типах и размерах наноразмерных выделений.

В третьей главе представлены данные о влиянии термического старения на наноструктуру модельного сплава Fe-22Cr.

Исследован сплав железа и 22 ат. % хрома в исходном состоянии после старения при температуре 500 °С и длительностью 10, 25, 50, 100, 150, 200, 400, 800 и 1200 часов. Томографический атомно-зондовый анализ проводился на энергоскомпенсированном оптическом томографическом атомном зонде EcoTAP (САМЕСА), установленном в ИТЭФ.

Обнаружено образование заметных скоплений атомов хрома, начиная с 10 часов старения (Рис. 1). Из полученных пространственных распределений атомов хрома выявлено, что содержание хрома в этих скоплениях постепенно возрастает с увеличением времени старения и достигает в центре скоплений значений ~ 80%, характерных для α' фазы, не менее чем за 50 часов.

Анализ парно-корреляционных функций атомов хрома (Рис. 2) обнаружил дальнедействующие корреляции, характерные для спинодального распада, но эти корреляции исчезают уже после 25 часов старения, и распад твердого раствора сопровождается множественным образованием пространственно-разделенных скоплений хрома, их обогащением, а формирование сетки связанных «вен», характерной для спинодального распада, не обнаружено.

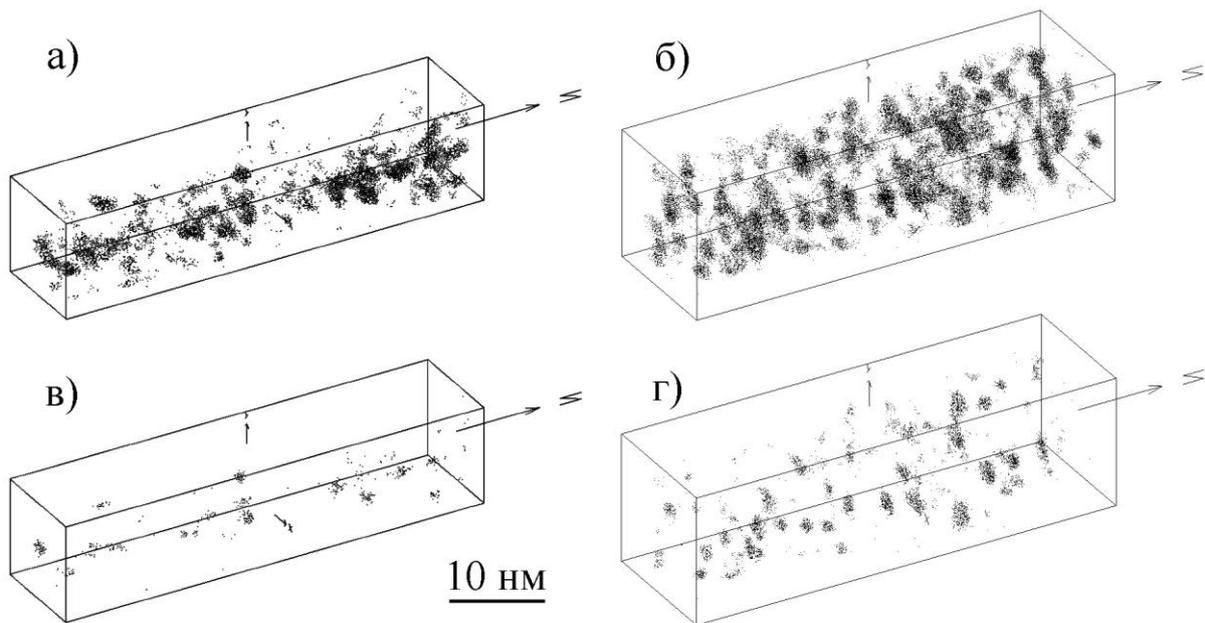


Рис. 1. Области, в которых концентрация хрома более 30 % (а, б) и 35 % (в, г) для времен 10 (а, в) и 25 (б, г) часов термического старения сплава Fe-22Cr при 500 °С.

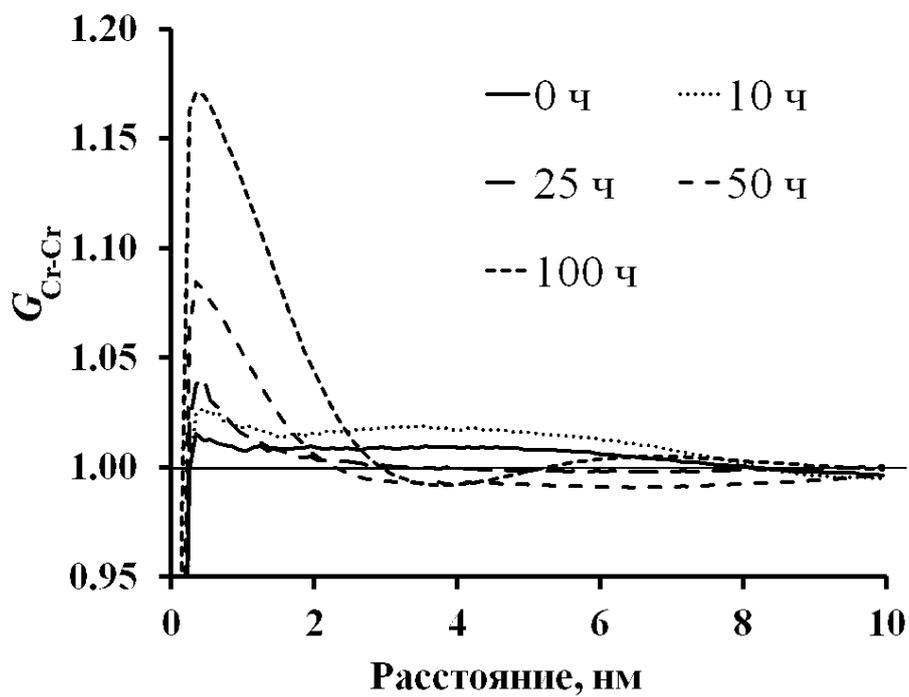


Рис. 2. Парно-корреляционная функция атомов хрома G_{Cr-Cr} для сплава Fe-22Cr: в исходном состоянии и после термического старения при 500 °С в течение 10, 25, 50 и 100 часов.

Дальнейшее исследование старения сплава Fe-22Cr при 500 °С методами атомно-зондовой томографии обнаружило образование скоплений атомов хрома, содержание хрома в центре которых, начиная с 100 часов старения, достигает значений ~ 80%, что соответствует известным данным по составу α' фазы в сплавах Fe-Cr в широком диапазоне концентраций хрома (Рис. 3).

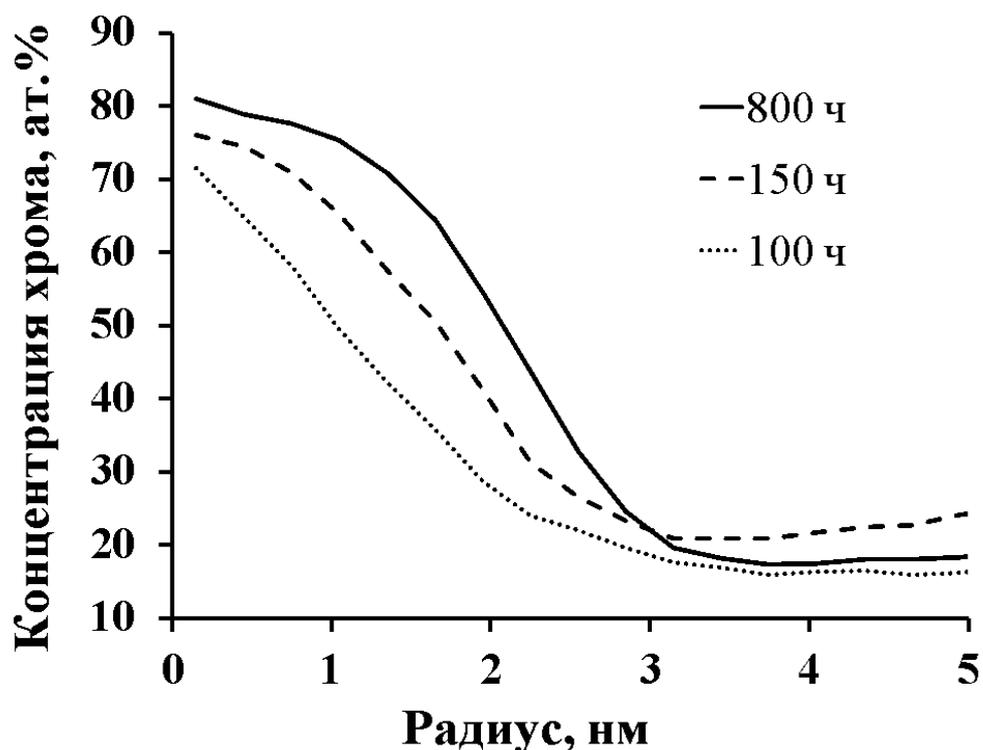


Рис. 3. Характерные радиальные распределения концентрации хрома в выделениях на различных временах отжига, расчет проводился для шаровых слоев толщиной 0.3 нм.

Отличительной особенностью рассматриваемого случая распада сплава Fe-22Cr является отсутствие отдельной стадии роста, поскольку рост одновременно сопровождается коагуляцией: выделения растут как за счет обеднения матрицы, так и за счет растворения более мелких выделений. Обнаруженные отличительные особенности распада твердого раствора Fe-22Cr обусловлены близостью состава к границе спинодального распада.

В четвертой главе представлены данные о влиянии облучения на эволюцию предвыделений α' - фазы в сплаве Fe-22Cr. Сеансы облучения проведены на тяжелоионном ускорителе ТИПр-1, расположенном в Институте Теоретической и Экспериментальной физики. Отожженные при 50 и 200 часах образцы облучались в виде проволочек квадратного сечения со стороной 300 мкм ионами Fe^{2+} с энергией ~ 101 кэВ/ нуклон, что соответствует энергии ионов 5.6 МэВ. Облучение проводилось в вакууме не ниже 2×10^{-6} торр при комнатной температуре до доз 0.2 и 0.6 сна, и при температуре 300 °С до дозы 0.6 сна.

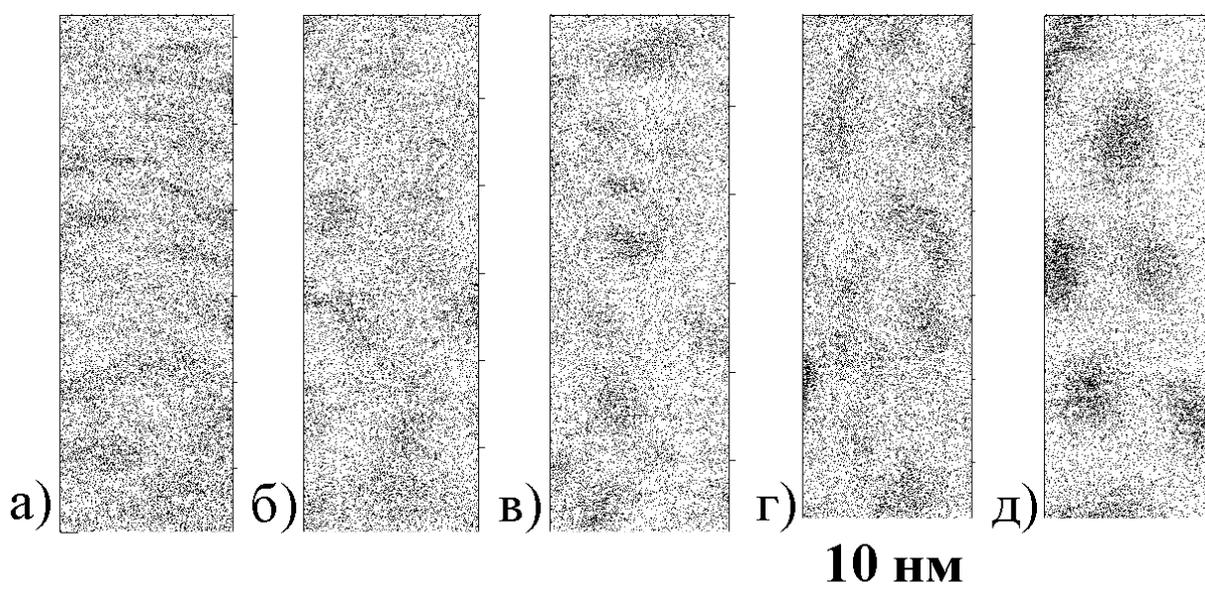


Рис. 4. Атомные карты хрома (каждая точка соответствует атому): после отжига при 500 °С в течение 50 часов (а) и последующего тяжелоионного облучение до доз 0.2 сна (б) и 0.6 сна (в); после отжига при 500 °С в течение 200 часов (г) и последующего тяжелоионного облучение до дозы 0.6 сна (д).

Томографические атомно-зондовые данные по влиянию облучения при комнатной температуре, полученные на установке IMAGO LEAP 3000X HR, показывают, что в случае небольших кластеров (50 ч отжига) облучение до доз 0.2 и 0.6 сна не сильно влияет на них. Кластеры незначительно увеличиваются в размерах и теряют в концентрации хрома в них (Рис. 4а-в). При больших

размерах и более плотных кластерах (200 ч отжига) более явно выражен баллистический эффект воздействия каскадов атом-атомных смещений (Рис. 4г, д) – после облучения до дозы 0.6 сна кластеры увеличиваются в размерах, и концентрация хрома в ядре кластера уменьшается, также падение концентрации хрома в кластере от ядра к периферии становится более пологим, что свидетельствует о начале процесса растворения кластеров.

Томографические атомно-зондовые данные о влиянии облучения с нагревом образцов до 300 °С на предвыделения α' -фазы были получены на установке SAMESA LEAP 4000HR. Данные показывают, что в случае небольших диффузных кластеров, полученных после старения сплава в течение 50 часов, предвыделения растут при облучении – увеличивается их средний размер (Рис. 5а) и обогащение по хрому (Рис. 6 а, в, г).

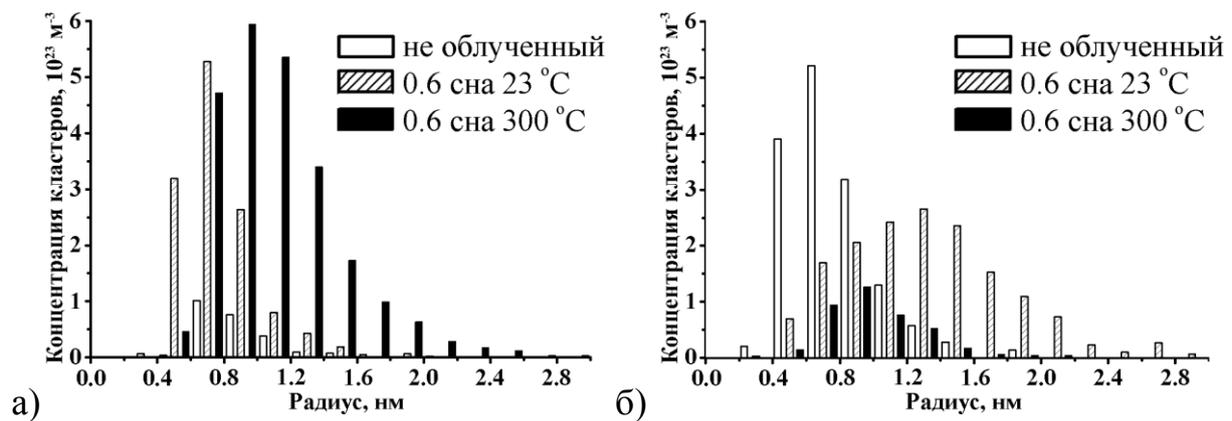


Рис. 5. Распределения кластеров по размерам для состояний сплавов, состаренных в течение 50 (а) и 200 (б) часов.

В случае же более сформированных выделений после 200 часов старения при облучении при комнатной температуре растет их количество и незначительно увеличивается средний размер (Рис. 5б), а при облучении с нагревом – резко падает обогащение по хрому в центре кластеров с 85 до 60% (Рис. 6б, д, е), увеличивается средний размер и количество кластеров – т.е. они становятся более диффузными. Суммируя все вышесказанное, получаем, что

после облучения при комнатной температуре кластеры в обоих случаях стремятся к обогащению и увеличению размеров, а при облучении с нагревом большие обогащенные кластеры начинают растворяться, а мелкие диффузные, наоборот, – расти.

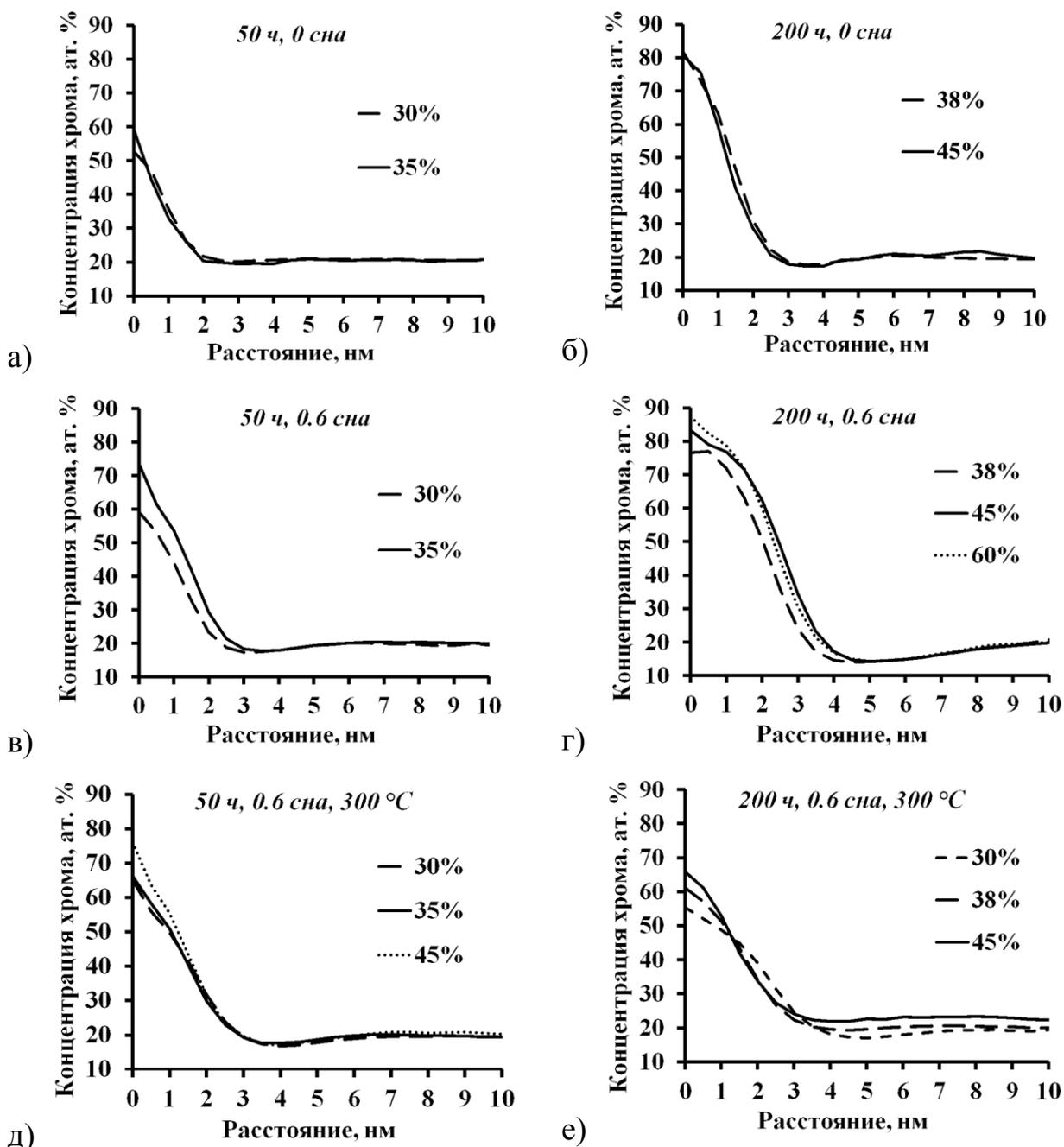


Рис. 6. Радиальные концентрации хрома в кластерах для сплавов после старения в течение 50 часов (а) и 200 часов (б) и последующего облучения при комнатной температуре (в, г) и с нагревом (д, е), соответственно.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Исследованы процессы распада твердого раствора, формирования и эволюции наноразмерных предвыделений в бинарном сверхчистом модельном сплаве Fe-22Cr при термическом старении, облучении и комбинации этих воздействий.

2. Показано, что на начальной стадии распада сплава Fe-22Cr при термическом старении при 500 °С до 25 часов имеются дальнедействующие корреляции, характерные для спинодального механизма, которые затем пропадают и фазовый распад переходит в образование отдельных зародышей и их рост.

3. Выявлена отличительная особенность распада твердого раствора Fe-22Cr – нет отдельной стадии роста зародышей новой фазы, так как после зарождения α' фазы сразу начинаются одновременно 2 процесса: рост и коагуляция зародышей, – при этом более крупные выделения растут за счет обеднения матрицы и растворения более мелких. Вследствие этого временные зависимости среднего размера и концентрации выделений отличаются от классической теории Лифшица-Слезова.

4. Показано, что облучение состаренного сплава Fe-22Cr, содержащего α' -фазу, ионами 5.6 МэВ Fe^{2+} до доз ~ 0.6 сна при комнатной температуре приводит к увеличению размеров как выделений, так и предвыделений α' -фазы, а также обогащению предвыделений по хрому.

5. Обнаружено, что облучение состаренного сплава Fe-22Cr, содержащего α' -фазу, ионами 5.6 МэВ Fe^{2+} при одновременном нагреве до 300°С приводит к синергетическому эффекту: происходит растворение выделений α' -фазы, но предвыделения растут и обогащаются по хрому.

6. Представленная методика пробоподготовки образцов для атомно-зондовой томографии путем прецизионного вырезания двулучевыми системами РЕМ-ФИП позволила провести исследование облученных ионами

образцов сплава Fe-22Cr. Данный метод обеспечивает прецизионное вырезание исследуемых областей, находящихся на разных глубинах от поверхности.

7. Продемонстрировано, что для описания процессов старения начальных стадий распада на малых временах (до 25 ч) лучше всего использовать парно-корреляционный анализ, а для бóльших времен старения, когда образуются отдельные зародыши, эффективно работает метод аппроксимации радиальных концентраций состава отдельных зародышей. Для обработки выделений сложной формы предложено использовать проксиграммы.

СПИСОК РАБОТ, В КОТОРЫХ ОПУБЛИКОВАНЫ ОСНОВНЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ ДИССЕРТАЦИИ

1. Прецизионная подготовка образцов для атомно-зондовой томографии с помощью фокусированного ионного пучка в РЭМ / Хорошилов В.В., Корчуганова О.А., Лукьянчук А.А., Разницын О.А., Алеев А.А., Рогожкин С.В. // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. — 2018. — № 1. — С.101–108.

2. Kinetics of α' -phase nucleation during thermal aging of Fe–22% Cr alloy / Korchuganova O., Aleev A., Rogozhkin S. // Inorganic Materials: Applied Research. — 2016. — V. 7. — № 2. — P.210–213.

3. Кинетика роста и коагуляции α' фазы при термическом старении сплава Fe-22%Cr / Корчуганова О.А., Алеев А.А., Рогожкин С.В. // Перспективные материалы. — 2016. — № 2. — С. 17–22.

4. Microstructural evolution of Fe-22%Cr model alloy under thermal ageing and ion irradiation conditions studied by atomic probe tomography / Korchuganova O., Aleev A., Rogozhkin S., Thuvander M., Boll T., Kulevoy T. // Journal of Nuclear materials. — 2016. — V. 477. — P.172–177.

5. Кинетика распада твердого раствора сплава Fe-22%Cr при термическом старении / Корчуганова О.А., Алеев А.А., Рогожкин С.В. // Труды XXV

Международной конференции «Радиационная физика твердого тела». — 2015. — С. 276–284.

6. Атомно-масштабные исследования воздействия тяжелоионного облучения и температурного воздействия на выделения α' -фазы в сплаве Fe-22% Cr / Корчуганова О.А., Алеев А.А., Рогожкин С.В. // Сборник аннотаций Юбилейной 15-й Курчатовской междисциплинарной молодежной научной школы, Москва. — 2017 — С. 31

7. APT study of the Fe ion influence on α' -precipitates in a thermally aged Fe-22%Cr alloy / Korchuganova O., Aleev A., Rogozhkin S., Thuvander M. // Proceedings of International Conference on Atom Probe Tomography & Microscopy 2016. Gyeongju, Korea. — 2016. — P. 247.

8. Atomic scale investigation of the heavy ion irradiation influence on α' - phase precipitates in a thermally aged Fe-22%Cr alloy / Korchuganova O., Aleev A., Rogozhkin S. // Proceedings of European Atom Probe Tomography Workshop 2016. Oxford, UK. — 2016. — P. 26.

9. Атомно-масштабное исследование фазового распада Fe-22%Cr при термическом старении и последующем тяжелоионном облучении / Корчуганова О.А., Алеев А.А., Рогожкин С.В. // Тезисы докладов Одиннадцатого Международного Уральского Семинара «Радиационная физика Металлов и сплавов» Кыштым, Россия. — 2015 — С. 11.

10. Atomic scale investigation of phase decomposition of Fe-22%Cr during thermal aging and subsequent heavy ion irradiation / Korchuganova O., Aleev A., Rogozhkin S. // Proceedings of International Conference on Atom Probe Tomography and microscopy. Stuttgart, Germany. — 2014 — P. 131

11. Изучение динамики формирования α' -фазы в бинарном сплаве Fe–Cr при термическом старении / Корчуганова О.А., Алеев А.А., Рогожкин С.В. // Аннотации докладов Научной сессии НИЯУМИФИ - 2012, Москва. — 2012. —Т. 1. — С. 144.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Dudarev S. The EU programme for modelling radiation effects in fusion reactor materials: An overview of recent advances and future goals / Dudarev S., Boutard J., Lässer R., Caturla M., Derlet P., Fivel M., et al. // *Journal of Nuclear materials*. — 2009. — V. 386–388. — P.1–7.
2. Klueh R.L. Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors / R.L. Klueh, A.T. Nelson // *Journal of Nuclear materials*. — 2007. — V. 371. — P.37–52.
3. Alberry P.J. Interdiffusion of Cr, Mo, and W in iron / P.J. Alberry, C.W. Haworth // *Metal Science*. — 1974. — V. 8. — I. 1. — P.407–412.
4. Pareige C. Behaviour of P, Si, Ni impurities and Cr in self-ion irradiated Fe–Cr alloys – comparison to neutron irradiation / C. Pareige, V. Kuksenko, P. Pareige // *Journal of Nuclear materials*. — 2015. — V. 456. — P.471–476.
5. Gelles D.S. Microstructural examination of several commercial alloys neutron irradiated to 100 dpa / D.S. Gelles // *Journal of Nuclear materials*. — 1987. — V. 148. — I. 2. — P.136–144.
6. Anderoglu O. Phase stability of an HT–9 duct irradiated in FFTF / O. Anderoglu, J. Van den Bosch, P. Hosemann, E. Stergar, B.H. Sencer, et al. // *Journal of Nuclear materials*. — 2012. — V. 430. — I. 1–3. — P.194–204.
7. Dubiel S. M. On the Miscibility Gap in the Fe–Cr System: A Mössbauer Study on the Long Term Annealed Alloys / S. M. Dubiel, G. Inden // *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*. — 1987. — V. 78. — I. 8. — P.544–549.
8. Miller M. K. Spinodal Decomposition in Fe–Cr alloys: Experimental Study at the Atomic Level and Comparison with Computer Models–1: Introduction and Methodology / M. K. Miller, J. M. Hyde, M. G. Hetherington, A. Cerezeo, G. D. W. Smith, C. M. Elliot // *Acta Metallurgica et Materialia*. — 1995. — V. 43. — No.9. — P.3385–3401.

9. Danoix F. Atom Probe Studies of the Fe–Cr System and Stainless steels Aged at Intermediate Temperature: A Review / F. Danoix, P. Auger // *Materials Characterization*. — 2000. — V. 44 — P. 177–201.

10. Briggs S.A. A combined APT and SANS investigation of a θ phase precipitation in neutron-irradiated model FeCrAl alloys / S.A. Briggs, P. D. Edmondson, K. C. Littrell, Y. Yamamoto, et al. // *Acta Materialia*. — 2017. — V. 129. — P.217–228.

11. Heintze C. The microstructure of neutron-irradiated Fe–Cr alloys: A small-angle neutron scattering study / C. Heintze, F. Bergner, A. Ulbricht, H. Eckerlebe // *Journal of Nuclear materials*. — 2011. — V. 409. — P.106–111.

12. Lambrecht M. Positron annihilation spectroscopy on binary Fe–Cr alloys and ferritic/martensitic steels after neutron irradiation / M. Lambrecht, L. Malerba // *Acta Materialia*. — 2011. — V. 59. — P.6547–6555.

13. Hardie C. D. Nanoindentation of model Fe–Cr alloys with self-ion irradiation / C. D. Hardie, S. G. Roberts // *Journal of Nuclear materials*. — 2013. — V. 433. — P.174–179.

14. Нечаев В.В. Физическое материаловедение, Том 2. Основы материаловедения / В. В. Нечаев, Е. А. Смирнов, С. А. Кохтев, Б. А. Калинин, А. А. Полянский, В. И. Стаценко; под общ. ред. Б.А. Калина — М.: МИФИ, 2007. — 608 с.

15. Pareige C. Kinetic study of phase transformation in a highly concentrated Fe–Cr alloy: Monte Carlo simulation versus experiments / C. Pareige, M. Roussel, S. Novy, V. Kuksenko, P. Olsson, C. Domain, P. Pareige // *Acta Metallurgica et Materialia* — 2011. — V. 59. — P.2404–2411.