

На правах рукописи

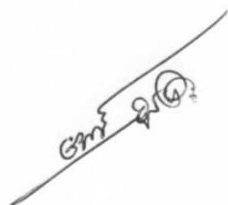
Ней Аунг Со

**ДИАГНОСТИКА СТРУКТУРНЫХ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ
В МАТЕРИАЛАХ ПОСРЕДСТВОМ ИЗМЕРЕНИЯ
ЭЛЕКТРОННОЙ ПЛОТНОСТИ МЕТОДОМ
АННИГИЛЯЦИИ ПОЗИТРОНОВ**

Специальность 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

АВТОРЕФЕРАТ
диссертации на соискание ученой степени
кандидата физико-математических наук

Автор:



Москва – 2013

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

Научный руководитель: к.ф.-м.н., Милосердин В.Ю.,
доцент НИЯУ МИФИ

Официальные оппоненты: д.ф.-м.н, Удовский А.Л.,
главный научный сотрудник,
ИМЕТ им. А.А. Байкова РАН
к.т.н., Парфенов А.А.,
начальник отдела
ОАО ВНИИНМ им. А.А. Бочвара

Ведущая организация: ФБГУ «ГНЦ РФ – ИТЭФ»
им. А.И. Алиханова

Защита состоится «20» февраля 2013 г. в 15 час. 00 мин.
на заседании диссертационного совета Д.212.130.04 НИЯУ МИФИ
по адресу: 115409, г. Москва, Каширское шоссе, 31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке НИЯУ МИФИ.

Автореферат разослан «17» января 2013 г.

Просим принять участие в работе совета или прислать отзыв в одном
экземпляре, заверенном печатью организации, по адресу НИЯУ МИФИ

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



И.И. Чернов

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность. В настоящее время актуальным является создание конструкционных материалов для ядерных и термоядерных реакторов, обладающих высокой радиационной стойкостью при повышенных температурах. При выборе конструкционных материалов высокие требования предъявляются как к их исходным физико-механическим свойствам, так и к радиационной и коррозионной стойкости. Выполнение этих требований снижает потенциальную опасность при эксплуатации реактора. Твэлы в реакторах на быстрых нейтронах работают в условиях высокой энергонапряженности: флюенс нейтронов $\sim 2 \cdot 10^{27}$ н/м² ($E > 0,1$ МэВ), а температурный интервал по высоте твэла 370–720 °С. Напряжения в оболочке увеличиваются по сравнению с началом кампании благодаря взаимодействию сердечника твэла с оболочкой и выходу газовых осколков деления. Кроме того, имеет место коррозионное взаимодействие оболочки с жидкометаллическим теплоносителем и продуктами деления ядерного топлива. В настоящее время в качестве материала оболочек твэлов используется аустенитная сталь. Однако, поскольку стали аустенитного класса, как правило, содержат никель, они могут активироваться с образованием долгоживущих радионуклидов. Опыт эксплуатации коррозионно-стойких сталей показал, что высокотемпературным пределом для ферритно-мартенситных сталей является 600 °С, для аустенитных 650–700 °С. В связи со сказанным выше представляет интерес поиск сталей ферритно-мартенситного класса, обладающих достаточно высокими эксплуатационными характеристиками.

Вместе с тем, как следует из ряда систематических исследований, в качестве конструкционных материалов для реакторов БН перспективными являются сплавы на основе ванадия, легированные титаном и хромом. Сплавы системы V-Ti-Cr отличают высокие радиационные и коррозионные свойства при температуре 750–800 °С. Однако в настоящее время применение сплавов ванадия сдерживается сильным химическим взаимодействием материала оболочки с жидким натрием, обычно применяемом в качестве теплоносителя. Основными преимуществами сплавов ванадия по сравнению со сталями аустенитного и ферритно-мартенситного классов являются быстрый спад наведенной активности и высокое значение параметра термостойкости.

Как известно, физико-механические свойства сплавов определяются электронной плотностью, фазовым составом и характеристиками образующихся структурных дефектов, которые могут быть как дислокациями, межузельными атомами и вакансиями или их скоплениями – кластерами, так и вкраплениями другой фазы. При облучении происходит перераспределение атомов и вакансионных дефектов, а также изменяется электронная структура атомов. Данная работа посвящена разработке методики определения электронной структуры и дефектов и ее применению.

Для исследования изменений электронной структуры и дефектов структуры применен метод аннигиляции позитронов, который представляет собой высокочувствительный инструмент для исследования изменений электронной структуры и характеристик дефектов в металлах и сплавах. При применении метода аннигиляции позитронов (АП) можно получить информацию о процессе дефектообразования после радиационного воздействия, термообработки и др. Применяются, в основном, три методики: измерение временного распределения аннигиляционных фотонов (ВРАФ), определение углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ) и измерение доплеровского уширения аннигиляционной линии с энергией 0,511МэВ (ДУАЛ). Наиболее информативные методики – измерения времени жизни позитронов в веществе и определения углового распределение аннигиляционных фотонов. При совместном применении этих двух методик можно получить наиболее подробную информацию об электронной структуре материала.

Целью данной работы явилась разработка и применение методик определения характеристик структурных дефектов и изменений электронной структуры конструкционных материалов ядерных реакторов на быстрых нейтронах. Для реализации данной цели должны быть решены следующие задачи.

1. Выбрать наиболее чувствительную методику диагностики дефектов в конструкционных материалах реакторов на быстрых нейтронах.
2. Проанализировать возможные механизмы изменений электронной структуры в конструкционных материалах при различной термообработке и легировании.
3. Экспериментально определить изменения электронной плотности и параметры структурных дефектов.

4. Провести оценку параметров, описывающих электронную структуру и распределение дефектов с помощью моделей, адекватно объясняющих экспериментальные данные.

Научная новизна работы.

При исследовании изменений электронной структуры и распределения неоднородностей структуры конструкционных материалов ядерных реакторов на быстрых нейтронах при различных режимах термообработки и легирования получены впервые в мире следующие результаты, не имеющие аналогов.

1. Разработана методика измерения электронной плотности в различных областях конденсированных сред и диагностики структурных неоднородностей. Методика основывается на получении экспериментальных данных комплексом методик аннигиляции позитронов и последующих расчетов, использующих современные модели. Важнейшей частью методики является сравнение с эталоном как экспериментальных, так и расчетных данных.

2. Методом измерения времени жизни позитронов выявлены типы дефектов и оценены их концентрации, определены изменения интегральной электронной плотности в сплавах на основе ванадия, коррозионно-стойких сталях ферритно-мартенситного класса и модельных ферритных сплавах железа с ванадием и хромом в зависимости от режимов их термообработки и легирования.

3. Методом УРАФ обнаружены изменения электронной структуры сплавов ванадия: преобладание остовных электронов над электронами проводимости при концентрации легирующих добавок 4% Ti и Cr и возрастание роли электронов проводимости при их увеличении.

4. Установлены закономерности изменения электронной плотности в сталях ферритно-мартенситного класса. Определено, что электронная плотность возрастает при термоциклировании и практически не зависит от режима старения. Выявлено кластерообразование в твердом α -растворе.

5. Определено, что легирование даже малым количеством добавки хрома (2%) и ванадия (2%) в чистом железе существенно снижает электронную плотность и порождает кластерные выделения, которые интерпретированы как образование пересыщенного твердого раствора. Обнаружено, что при легировании железа хромом на уровне 2% наблюдается наименьшая концентрация дефектов по сравнению с легированием 4, 6 и 8% Cr, связанная с увеличением

электронной плотности в бездефектной области. При легировании 2% ванадия электронная плотность возрастает, а количество вакансий и кластеров значительно уменьшаются по сравнению с легированием 4, 6 и 8% V. Обнаружено, что во всех образцах наблюдаются неоднородности, имеющие электронную плотность, подобную плотности в дивакансиях и кластерах с большими размерами (0,2–0,63 нм).

Практическая значимость

Полученные в диссертационной работе результаты позволяют использовать их при разработке и создании сплавов систем V-Ti-Cr, коррозионно-стойких сталей и сплавов ферритного и ферритно-мартенситного классов, обладающих способностью к ближнему упорядочению, повысить их коррозионную и радиационную стойкость.

Достоверность полученных результатов обеспечивается малой погрешностью проведенных измерений спектров временного и углового распределения аннигиляционных фотонов, а также воспроизводимостью полученных результатов при условии проведения легирования и отжигов для образцов сплавов V-Ti-Cr и коррозионно-стойких сталей и сплавов ферритного и ферритно-мартенситного классов.

Основные положения, выносимые на защиту

- Методика измерения электронной плотности, электронной структуры и определения структурных несовершенств, заключающаяся в применении комплекса экспериментальных и расчетных методик и позволяющая проводить как относительные, так и абсолютные оценки с помощью современных моделей взаимодействия позитронов с веществом измерения.
- Результаты определения электронной структуры и дефектов ванадия и его сплавов, позволяющие предсказывать их физико-механические свойства.
- Результаты определения влияния легирования ванадием и хромом железа на перераспределение структурных несовершенств и их физико-механические свойства.

- Результаты определения влияния легирования и термообработки на появление структурных несовершенств в сталях ферритно-мартенситного класса, позволяющие прогнозировать зарождение кластерных образований, обогащенных легирующей добавкой.

Апробация работы. Результаты диссертационной работы докладывались на: научной сессии НИЯУ МИФИ, 2010 г., 2011 г., 2012 г., 2013г.; XVIII международной конференции студентов, аспирантов и молодых ученых «Ломоносов-2011», Москва, 11 апреля 2011 г.; 8-ой и 9-ой Курчатовской молодежной научной школе, Москва, 2011, 2012 г.г.

Публикации. Результаты диссертации опубликованы в 11 работах, включая 1 работу в рецензируемом журнале из перечня ВАК.

Структура и объем диссертации. Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка использованных источников. Работа изложена на 140 страницах, содержит 27 рисунков, 29 таблиц и список цитируемой литературы из 96 наименований.

КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность работы, сформулированы цель и задачи работы, ее научная новизна и практическая значимость полученных результатов.

В первой главе проведен обзор основных физических свойств сплавов на основе ванадия, сталей и ферритных сплавов и современного состояния исследований этих материалов. Рассмотрены влияние легирования и различных режимов термообработки сплавов на основе ванадия и сталей на их структуру и свойства. Показано, что изменения содержания титана и хрома оказывают серьезное влияние на физико-механические свойства сплава. Из анализа экспериментальных данных следует, что оптимальным можно считать легирование ванадия титаном и хромом с суммарным их содержанием не более 10–15 % и отношением содержания титана к содержанию хрома, равному 2:1. Для сталей оптимальные физико-механические характеристики сохраняются при легиро-

вании хромом не более 15%. Также показано, что по сравнению с другими конструкционными материалами сплавы системы V-Ti-Cr обладают рядом преимуществ, среди которых высокие прочностные свойства вплоть до температуры 800 °С. Результаты анализа по свойствам сплавов V-4Ti-4Cr и V-10Ti-5Cr позволяют заключить, что максимальная рабочая температура для первого сплава может достигать 750 °С, а для второго – 750–800 °С. Проанализированы результаты исследований микроструктуры сплавов на основе ванадия методом электронной микроскопии.

В второй главе рассмотрены физические основы метода аннигиляции позитронов и механизмы аннигиляции позитронов в веществе. Кратко даны описания основ трех методик аннигиляции позитронов, используемых в материаловедении и физике конденсированного состояния, т.е метод измерения времени жизни позитронов, измерения углового распределение аннигиляционных фотонов ($180^\circ \pm \Delta\theta$) и измерения доплеровского уширения аннигиляционной линии ($0,511 \text{ МэВ} \pm \Delta E$).

Применение метода измерения времени жизни позитронов для исследования свойств вещества основано на том, что время жизни позитронов в веществе определяется электронной плотностью в области локализации позитрона. Изменения электронной плотности, вызванные, например, присутствием дефектов, будут изменять и время жизни позитронов. Так, если в металлах, не содержащих дефекты (например, для чистого Ni) это время составляет ~ 110 пс, то наличие моновакансий увеличивает его до ~ 180 пс, а дивакансий до ~ 210 пс.

Применение метода измерения углового распределения аннигиляционных фотонов основано на изучении углового распределения аннигиляционных фотонов, которые при наличии импульса у электрона, аннигилирующего с позитроном, разлетаются под углом, отличным от π , и определяемым импульсом электрона, что позволяет получить информацию об импульсном распределении электронов. Этот метод широко используется при изучении поверхности Ферми и электронной структуры дефектов.

Метод измерения доплеровского уширения аннигиляционной линии основывается на измерении энергии аннигиляционных фотонов, которое определяется доплеровским уширением аннигиляционной линии, возникающем от продольной составляющей импульса (скорости v) аннигилирующей пары. Этот

метод позволяет получить такую же информацию, как метод измерения угловой корреляции аннигиляционных фотонов. Однако по точности он еще не может конкурировать с методикой исследования угловых корреляций, поскольку предельно достижимое разрешение Ge(Li) детекторов не позволяет детально исследовать особенности спектра аннигиляционных фотонов. Поэтому в данной работе для исследования свойств сплавов на основе ванадия, коррозионно-стойких сталей ферритно-мартенситного класса и сплавов железа с ванадием и хромом выбраны метод измерения времени жизни позитронов и метод УРАФ.

Проведены оценки характеристик дефектов в исследуемых сплавах. Также проведено сравнение экспериментальных возможностей метода аннигиляции позитронов с другими методами при исследовании характеристик дефектов в сплавах на основе ванадия и сталях.

В этой же главе описана экспериментальная методика и аппаратура для измерения времени жизни позитронов и технические характеристики для определения углового распределения аннигиляционных фотонов, предложены методики обработки экспериментальных данных.

При использовании метода измерения времени жизни позитронов в качестве источника позитронов использован радионуклид ^{22}Na . В данной работе экспериментальные спектры получены с временным разрешением, равным 290 пс, ценой деления канала спектрометра – 10,0 пс/канал, при статистике 10^5 импульсов. Каждое измерение продолжалось несколько часов. Для обработки результатов измерения по методу измерения времени жизни позитронов использованы пакеты программ *POSFIT*.

При применении метода УРАФ в качестве источника позитронов использован радионуклид ^{64}Cu , испускающий позитроны с энергией 0,653 МэВ. Источник имеет активность, равную 2,7 МБк. В данной работе кривые УРАФ получены с угловым разрешением, равным 0,5 мрад, угловым интервалом измерения (ценой деления канала спектрометра) – 0,2 мрад/канал, при статистике 10^4 – 10^5 импульсов. Каждое измерение продолжалось 3,5 ч.

Для обработки результатов использован пакет программ *ACARFIT*. При обработке использовались следующие физические предположения. Первая версия предполагала постоянство свойств электронов проводимости и ионного остова в области, содержащей дефекты структуры, и в бездефектном объеме образца. Это соответствует описанию УРАФ одной параболой и одним гауссианом.

ном. Вторая версия предполагала различие характеристик электронов проводимости в дефекте и в основном объеме образца при неизменных характеристиках электронов ионных остовов. Это означает, что спектр УРАФ должен описываться двумя параболой и одним гауссианом. Третья версия предполагала постоянство структуры и свойств электронов проводимости в бездефектной области и в дефекте при неизменных характеристиках электронов ионных остовов. Это означает, что спектр УРАФ должен описываться одной параболой и двумя гауссианами. Эта версия маловероятна. Наконец, четвертая версия предполагает изменение электронов остова в области неоднородности, что соответствует описанию спектра двумя гауссианами.

В соответствии с проведенным анализом была предложена методика определения структурных неоднородностей материала. Она включает в себя комплекс экспериментальных и расчетных методов, позволяющих связать аннигиляционные характеристики с параметрами, характеризующими электронную структуру материала и его неоднородностей. Отличительной особенностью предложенной методики является наличие эталонных измерений и сравнение данных экспериментов и расчетов для эталона и исследуемого образца. Таким образом, предложенная методика предусматривает возможность как абсолютных, так и относительных измерений.

В третьей главе приведены результаты, полученные из экспериментов по определению параметров электронной структуры и характеристик дефектов в сплавах на основе ванадия методом аннигиляции позитронов с измерением времени жизни позитронов и углового распределения аннигиляционных фотонов. Экспериментальные работы проводились на установках, расположенных в ГНЦ ИТЭФ.

Образцы представляли собой цилиндры диаметром 1,5 мм и высотой около 0,5 мм. Данные о химическом составе образцов приведены в таблице 1, а результаты, полученные методом измерения времени жизни и методом измерения углового распределения аннигиляционных фотонов, представлены в таблицах 2 и 3.

Из данных, представленных в таблице 2 видно, что величины плотности электронов и концентрации дефектов сплавов с различным содержанием легирующих добавок отличаются от этих же характеристик сплавов в исходном, неотожженном, состоянии.

Таблица 1 – Химический состав исследованных образцов сплавов на основе ванадия и реперных образцов

№. Образца	V	Ti	Cr	Al	Fe	Si	Mo	Nb	Ni	O	C	N
1	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
2	-	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
3	-	-	100	-	-	-	-	-	-	-	-	-
4	91,2	4,3	4,2	0,05	0,03	0,04	0,02	0,004	0,001	0,04	0,02	0,01
5	84,8	9,8	5,1	0,08	0,02	0,03	0,01	0,004	0,001	0,04	0,02	0,01
6*	84,8	9,8	5,1	0,08	0,02	0,03	0,01	0,004	0,001	0,04	0,02	0,01

*Отжиг, 600 °С, 20 ч. Остальные образцы не отжигались.

Таблица 2 – Результаты расчетов концентрации дефектов и их типа в исследованных образцах

№. Образца	τ_b	$K_i, \text{пс}^{-1}$		$C_i, \text{см}^{-3}$		N_v
		$K_v, 10^{-4}$	$K_{cl}, 10^{-3}$	$C_v, 10^{15}$	$C_{cl}, 10^{15}$	
1	158±3	5,7±0,3	2,3±0,5	2,6±0,6	7,7±0,4	5
2	174±2	9,5±0,5	2,5±0,6	4,4±0,6	8,4±0,3	5
3	181±3	6,2±0,3	2,1±0,7	2,9±0,6	6,7±0,5	5
4	196±3	6,6±0,5	1,4±0,7	3,0±0,5	4,8±0,4	5
5	158±3	4,9±0,3	2,2±0,5	2,3±0,6	7,2±0,7	5
6	156±2	6,1±0,5	2,7±0,6	2,8±0,6	9,0±0,6	5

В таблице 2 τ_b – время жизни позитронов в бездефектном объеме; K_v, K_{cl} – скорости захвата позитронов в вакансию и вакансионный кластер; C_v, C_{cl} – концентрации вакансий и кластеров соответственно; N_v – число вакансий в дефекте.

Показано, что при содержании 4% титана и 4% хрома в матрице ванадия величина времени жизни позитронов в бездефектной области, вакансии и вакансионном кластере увеличивается по сравнению с теми же данными для чистого ванадия, по-видимому, вследствие изменения электронной структуры сплавов.

Можно считать, что плотность электронов в бездефектной области уменьшается при содержании хрома 4% и титана 4% за счет появления низкоэнергетических точечных дефектов в бездефектной матрице. При создании сплава ванадия с 4%Ti и 4%Cr происходит ближнее упорядочение сплава, сопровождающееся переходом электронов проводимости титана на остовные оболочки ванадия, и при этом время жизни τ_b увеличивается.

Таблица 3 – Результаты обработки экспериментальных данных в сплавах V-Ti-Cr (по табл. 1) с помощью программ ACARFIT

№		θ_p , мрад			θ_g , мрад			I_p , %		I_g , %		χ^2
		$\theta_p^{\text{теор}}$	$\theta_{p1}^{\text{экс}}$	$\theta_{p2}^{\text{экс}}$	$\theta_g^{\text{теор}}$	$\theta_{g1}^{\text{экс}}$	$\theta_{g2}^{\text{экс}}$	I_{p1}	I_{p2}	I_{g1}	I_{g2}	
1	1P+1G	6,2	6,9±0,1	-	13	11,3±0,1	-	3±2	-	96±2	-	1,1
	2P+1G	-	8,9±0,2	5,6±0,2	-	11,9±0,1	-	7±2	4±1	89±3	-	1,0
	1P+2G	-	7,1±0,4	-	-	10,6±0,4	16±0,4	6±3	-	89±10	5±10	0,9
	2G	-	-	-	-	9,4±0,3	14±1,7	-	-	80±14	20±14	0,9
2	1P+1G	5,7	6,3±0,5	-	13	11,1±0,6	-	3±1	-	77±1	-	1,1
	2P+1G	-	7,7±0,1	5,8±0,9	-	11,3±0,8	-	11±2	4±1	75±2	-	1,3
	1P+2G	-	6,4±0,6	-	-	10,7±0,9	27±5,0	14±13	-	83±1	2±0,6	1,0
	2G	-	-	-	-	11,0±0,1	6±0,1	-	-	56±3	44±3	0,9
3	1P+1G	6,5	5,7±0,1	-	13	11,5±0,6	-	6±1	-	93±1	-	1,2
	2P+1G	-	7,0±0,1	4,7±0,2	-	12±0,1	-	9±1	4±1	85±1	-	1,2
	1P+2G	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	2G	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
4	1P+1G	6,0	6,2±0,2	-	13	11,8±0,5	-	5±1	-	95±1	-	1,2
	2P+1G	-	8,4±0,2	4,9±0,2	-	12,2±0,1	-	10±2	4±1	86±3	-	0,9
	1P+2G	-	5,3±0,2	-	-	9,9±0,3	15±2,9	7±1	-	85±5	8±5	0,8
	2G	-	-	-	-	11,1±0,1	17±2,0	-	-	90±5	10±5	0,7
5	1P+1G	6,3	6,4±0,1	-	13	11,5±0,6	-	10±1	-	90±1	-	1,2
	2P+1G	-	8,3±0,5	5,6±0,3	-	11,6±0,1	-	8±3	6±2	85±3	-	0,9
	1P+2G	-	6,4±0,2	-	-	11,4±0,1	42±2,9	5±1	-	93±1	2±0,3	1,0
	2G	-	-	-	-	10,5±0,1	19±2,7	-	-	93±3	6,6±3	1,1
* 6	1P+1G	6,1	6,2±0,1	-	13	10,8±0,6	-	11±1	-	98±1	-	0,8
	2P+1G	-	7,4±0,2	6,1±0,1	-	10,7±0,1	-	11±2	12±1	78±2	-	1,0
	1P+2G	-	6,2±0,2	-	-	11,2±0,1	23±9,7	4±1	-	94±1	2±0,3	1,3
	2G	-	-	-	-	8,7±0,4	12±0,6	-	-	53±15	47±15	1,5

*Отжиг – 600 °С, 30 часов

В таблице 3 теор. и экс. – обозначает значения, полученные из теоретических расчетов и из эксперимента, θ_{p1} и θ_{p2} – углы пересечения первой и второй параболических кривых с осью абсцисс θ , θ_{g1} и θ_{g2} – дисперсия первого и второго гауссианов, I_{p1} , I_{p2} , I_{g1} и I_{g2} – доли аннигиляции позитронов в соответствующих областях.

По полученным экспериментальным данным были рассчитаны параметры электронной структуры. Результаты расчетов приведены в таблице 4.

Следует отметить, что при увеличении содержания титана до 10% и хрома до 5% величины времен жизни позитронов в бездефектной области, вакан-

сии и кластере уменьшаются по сравнению с образцом V-4%Ti-4%Cr. Можно считать, что это связано с тем, что при увеличении содержания титана и хрома плотности электронов в бездефектной области, вакансии и вакансионном кластере увеличиваются. Вопрос о влиянии различных типов связи до конца не решен и нуждается в более детальном исследовании. Например, можно предположить, что изменения времени жизни позитронов τ_1 , по-видимому, определяются ступенчатым входением кайносимметричной d -подоболочки в структуру коллективизированных электронов и соответствующим изменением кристаллографической решетки металлов. Следует также отметить, что в образце сплава, содержащего 10% титана и 5% хрома, отожженного при температуре 600 °С в течение 20 ч, плотности электронов в бездефектной области, вакансии и кластере немного увеличиваются. По-видимому, это связано со структурными изменениями, происходящими при отжиге.

Таблица 4 – Результаты расчетов параметров электронной структуры для образцов V, Ti, Cr и для сплавов системы V-Ti-Cr

№		ε_F , эВ			ε_g , эВ			n_p , 10^{22}см^{-3}			Z_c	
		$\varepsilon_{F\text{ тео}}$	$\varepsilon_{F1\text{ экс}}$	$\varepsilon_{F2\text{ экс}}$	$\varepsilon_{g\text{ тео}}$	$\varepsilon_{g1\text{ экс}}$	$\varepsilon_{g2\text{ экс}}$	$n_{p\text{ тео}}$	$n_{p1\text{ экс}}$	$n_{p2\text{ экс}}$	$Z_{c1\text{ Экс}}$	$Z_{c2\text{ экс}}$
1	P+G	10,0	12,1±0,3	-	66,0	48,9±0,8	-	14,4	19,5±0,8	-	3±0,2	-
	2P+1G	-	20,2±0,9	8±0,3	-	54,2±0,9	-	-	42,0±0,5	10±0,2	6±0,7	1±0,1
2	P+G	8,6	10,3±0,1	-	63,9	47,2±0,4	-	11,4	15,2±0,1	-	3±0,2	-
	2P+1G	-	15,1±0,3	9±0,2	-	48,9±0,6	-	-	27,1±0,1	11±0,4	5±0,8	2±0,1
3	P+G	11,0	8,3±0,1	-	60,0	58,4±0,9	-	16,6	11,0±0,8	-	1±0,1	-
	2P+1G	-	12,5±0,7	6±0,5	-	56,4±0,9	-	-	20,4±1,7	6±0,8	2±0,2	1±0,1
4	P+G	9,4	9,8±0,6	-	65,2	53,3±0,4	-	13,2	14,1±2,8	-	2±0,3	-
	2P+1G	-	15,1±0,8	6±0,5	-	57,0±0,9	-	-	35,2±2,6	7±0,1	5±0,7	1±0,2
5	P+G	10,5	11,7±0,8	-	66,7	50,6±0,5	-	15,5	15,8±0,7	-	2±0,1	-
	2P+1G	-	17,7±2,1	8±0,8	-	51,5±1,1	-	-	30,9±3,0	11±1,6	5±0,4	1±0,7
6*	P+G	9,9	9,9±0,3	-	65,8	45,0±0,4	-	14,1	14,4±0,6	-	2±0,9	-
	2P+1G	-	13,9±0,7	9±0,3	-	43,8±0,8	-	-	24,0±3,9	13±1,1	3±0,5	2±0,9

*Отжиг – 600 °С, 30 часов

В таблице 4 ε_{F1} , ε_{F2} , ε_{g1} и ε_{g2} – значения энергии Ферми и средняя энергия электронов остова, соответствующая первой (для области гомогенности) и второй (по-видимому, соответствующей зарождающейся фазе другого состава или дефекту) параболе; Z_{c1} , Z_{c2} , n_{p1} и n_{p2} – число электронов проводимости и их концентрация, соответствующие первой параболе и второй параболе.

Из данных, приведенных в таблицах 3 и 4, следует, что для чистых ванадия и титана вклад параболического распределения аннигиляционных фотонов мал и в зависимости от принятой модели составляет 3–14%. Это означает, что в титане и ванадии число электронов проводимости мало, и аннигиляция происходит в основном на электронах ионного остова. Экспериментальные значения величин ε_F для всех образцов больше, чем получаемые с помощью теоретических оценок. Это объясняется тем, что в несовершенных кристаллах энергия Ферми увеличивается за счет легирующих элементов.

По сравнению с образцом V в образце Ti наблюдается небольшое уменьшение средней энергии ионизации электронов ионного остова. Из экспериментальных данных также следует, что в образце чистого хрома аннигиляция происходит как на электронах проводимости, так и на электронах ионного остова, но ширина гауссова распределения на половине высоты больше, чем в чистом ванадии.

В сплаве, содержащем 4% титана и 4% хрома, соотношение вероятностей аннигиляции на электронах ионного остова и электронах проводимости практически не изменяется по сравнению с этим соотношением в чистом ванадии. В нем, по-прежнему, преобладает аннигиляция на электронах ионного остова. Полученные результаты исследований влияния электронов проводимости и электронов ионного остова на аннигиляцию позитронов на данном этапе количественно трудно трактовать. Однако влияние на аннигиляцию позитронов изменения доли коллективизированных и почти свободных электронов достоверно.

При содержании 10% титана и 5% хрома увеличивается доля аннигиляция позитронов на электронах проводимости. В образце сплава этого состава, отожженном при температуре 600 °C в течение 30 ч, все величины – энергии Ферми ε_F , средней энергии остовных электронов ε_g , концентрации электронов проводимости n_p уменьшаются по сравнению с теми же характеристиками для образца сплава, не прошедшего отжига. Интересно отметить, что, по видимому, в неотожженном образце этого состава существуют две структуры с различными энергиями Ферми, что подтверждается наличием двух парабол при обработке аннигиляционного спектра. При отжиге этот образец становится однофазным, и аннигиляционный спектр раскладывается на один гауссиан и одно параболическое распределение аннигиляционных фотонов.

Из приведенных результатов экспериментов можно, прежде всего, определить условия, при которых концентрация электронов проводимости мала. Это означает, что доля металлической связи в кристаллах мала, а доля ковалентной связи велика. Преобладание ковалентной связи приводит к увеличению прочности материала, поэтому для обеспечения прочностных характеристик содержание титана и хрома не должно быть более 4%.

В сплаве ванадия с 10%Ti и 5%Cr в связи с более высокой вероятностью объединения атомов Ti и Cr в упорядоченную фазу α -TiCr₂ степень ближнего упорядочения, по-видимому, меньше.

В четвертой главе представлены результаты, полученные из экспериментов по определению параметров электронной структуры и характеристик дефектов в ферритно-мартенситных сталях (ЭК-181 и ЧС-139) и в ферритных сплавах (Fe-Cr и Fe-V) методом аннигиляции позитронов с измерением времени жизни позитронов.

Исследуемые образцы сталей (ЭК-181 и ЧС-139) подвергались двум видам термообработки: закалке с отпуском (ТТО) и закалке с термоциклированием (КТО). После этих обработок часть образцов подвергалась старению при двух температурах: 550 и 700 °С в течение 500 ч.

Экспериментальная работа проводилась на установке ORTEC, расположенной в ГНЦ ИТЭФ. Измерение для каждого образца проводилось в течение 12 часов. Временное разрешение аппаратуры составляло $(2,9-3,3) \cdot 10^{-10}$ с. Образцы представляли собой цилиндры диаметром 1,5 мм и высотой около 0,5 мм. Исследуемые образцы, их химические составы, состояние термообработки, экспериментальные результаты обработки и результаты расчетов характеристик дефектов представлены в таблицах 5–7.

Таблица 5 – Химический состав образцов из сталей ЭК-181и ЧС-139 (мас. %)

	Стали			Стали			Стали	
	ЭК181	ЧС139		ЭК181	ЧС139		ЭК181	ЧС139
C	0,15	0,21	V	0,25	0,31	Ta	0,08	0,07
Cr	11,17	11,85	W	1,13	1,26	Ce	0,15	0,10
Mn	0,74	0,57	Ni	0,03	0,73	Ti	-	0,01
Mo	0,01	0,51	N	0,04	0,08	B	0,006	0,006
Nb	0,01	0,30	Si	0,33	0,9	Zr	0,05	0,01

Таблица 6 – Результаты оценочных расчетов характеристик дефектов

Спектры	τ_b	$K_v, 10^{-3}$	$K_{cl}, 10^4$	$C_v, 10^{15}$	$C_{cl}, 10^{14}$	$R_v(N_v),$ нм	$R_{cl}(N_{cl}),$ нм	Состояние
ЭК-181 (исх.)	206±2	1,1±0,2	4,5±0,5	4,0±0,5	5,6±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	*
ЭК-181	186±2	2,1±0,4	5,6±0,3	7,8±0,3	7,0±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	ТТО(без старения)
ЭК-181	138±2	1,4±0,2	4,0±0,4	5,2±0,3	5,0±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	КТО(без старения)
ЭК-181	184±2	1,8±0,3	6,2±0,5	6,7±0,5	7,8±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	ТТО+500 С, 500 ч
ЭК-181	174±2	1,8±0,3	6,3±0,5	6,7±0,5	7,9±0,3	0,2 (2)	0,63 (5)	ТТО+700 С, 500 ч
ЭК-181	183±2	1,8±0,3	6,9±0,5	6,7±0,5	8,2±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	КТО+550 С, 500 ч
ЭК-181	164±2	1,9±0,4	7,7±0,6	7,1±0,3	9,7±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	КТО+700 С, 500 ч
ЧС-139 (исх.)	204±2	1,3±0,2	5,1±0,3	4,8±0,6	6,4±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	*
ЧС-139	150±2	1,2±0,2	4,4±0,3	4,5±0,3	5,6±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	ТТО (без старения)
ЧС-139	191±2	1,7±0,3	3,8±0,4	6,3±0,3	4,8±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	КТО(без старения)
ЧС-139	188±2	1,8±0,3	5,9±0,4	6,7±0,3	7,5±0,3	0,2 (2)	0,63 (5)	ТТО+550 С, 500 ч
ЧС-139	170±2	2,0±0,4	6,7±0,7	7,4±0,3	8,5±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	ТТО+700 С, 500 ч
ЧС-139	202±2	1,5±0,2	6,0±0,5	5,6±0,5	7,6±0,3	0,2 (2)	0,63 (5)	КТО+550 С, 500 ч
ЧС-139	180±2	2,2±0,5	6,6±0,6	8,2±0,5	8,3±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	КТО+700 С, 500 ч

*Отжиг с медленным охлаждением

В таблице 6 τ_b – время жизни позитронов в бездефектном объеме; K_v, K_{cl} – скорости захвата позитронов в вакансию и в кластер; C_v, C_{cl} – концентрации дефектов, соответственно, вакансий и кластеров; N_v, N_{cl} – число вакансий в дефекте и в кластере; R_v, R_{cl} – размеры вакансий и кластеров, ТТО – закалка + отпуск, КТО – закалка + термоциклирование + отпуск, исх. – исходный образец.

Из экспериментальных данных видно, что время жизни позитронов в исходных образцах гораздо больше времени жизни позитрона в чистом железе, принятом за эталон. Скорее всего, это связано с захватом позитрона в ловушки

с пониженной электронной плотностью, характеризующиеся небольшим размером и устойчивостью к отжигу или невысоким значением электронной плотности в бездефектной фазе. Термообработка способна вызвать перераспределение атомов, которое, в свою очередь может приводить к увеличению электронной плотности в бездефектном объеме образца.

Таблица 7 – Результаты оценочных расчетов характеристик дефектов

Спектры	τ_b , пс	K_v , 10^{-3}	K_{cl} , 10^{-4}	C_v , 10^{15}	C_{cl} , 10^{14}	$R_v(N_v)$, нм	$R_{cl}(N_{cl})$, нм	Состояние
Fe армко	165±4	1,2±0,12	-	3,5±0,5	-	0,3 (5)	-	отжиг, 1200°C
Fe-2Cr	215±9	1,7±0,12	5,3±0,15	4,7±0,5	2,9±0,2	0,2 (2)	0,63 (5)	отжиг, 1200°C
Fe-4Cr	215±9	1,4±0,12	5,0±0,16	3,8±0,3	2,7±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	отжиг, 1200°C
Fe-6Cr	213±9	1,5±0,12	4,6±0,16	4,1±0,3	2,5±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	отжиг, 1200°C
Fe-8Cr	213±9	1,6±0,11	5,3±0,15	4,4±0,3	2,9±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	отжиг, 1200°C
Fe-2V	217±5	2,2±0,14	8,5±0,20	6,1±0,6	4,6±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	отжиг, 1300°C
Fe-4V	234±7	1,6±0,12	6,3±0,16	4,5±0,3	3,4±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	отжиг, 1300°C
Fe-6V	215±5	1,5±0,12	5,3±0,15	4,2±0,3	2,9±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	отжиг, 1300°C
Fe-8V	220±5	1,4±0,11	4,9±0,15	3,9±0,3	2,7±0,5	0,2 (2)	0,63 (5)	отжиг, 1300°C

В таблице 7 τ_b – время жизни позитронов в бездефектном объеме; K_v , K_{cl} – скорости захвата позитронов в вакансию и в кластер; C_v , C_{cl} – концентрации дефектов, соответственно, вакансий и кластеров, N_v , N_{cl} – число вакансий в дефекте и в кластере; R_v , R_{cl} – размеры вакансий и кластеров.

Далее из приведенных данных следует, что как в исходных, так и в прошедших термообработку образцах устойчиво сохраняются области неоднородности, отвечающие аннигиляции позитронов с характерным временем порядка 300 пс. Эти области неоднородности характеризуются устойчивостью к старению. Столь же устойчивы области, отвечающие времени жизни порядка 900 пс. По-видимому, существование этих областей связано с выходом позитронов на поверхность зерна или в область, обедненную электронами.

Следует также отметить, что величины плотности электронов и концентрации дефектов сплавов с различным содержанием легирующих добавок отличаются от этих же характеристик сплавов в исходном состоянии. Из приведенных данных видно, что плотность электронов в исходном образце меньше, чем в образцах, прошедших термообработку. Происхождение этого эффекта связано с изменением фазы и, соответственно, электронной структуры при различных режимах термообработки. Однако, стоит одновременно отметить, что структуры образцов, состаренных в течение 500 ч при температурах 500, 550 и 700 °С незначительно изменяются по сравнению с образцами, не прошедшими старения.

Результаты расчетов показывают несколько любопытных закономерностей. Во-первых, электронная плотность в исходном состоянии также меньше, чем для образцов, прошедших термообработку. Исключение – термоциклированный сплав ЧС-139, состаренный в течение 500 ч при температуре 550 °С. Кроме того, у исходных образцов обнаруживается наибольшая концентрация «мелких» дефектов. Это, по-видимому, связано с тем, что при старении происходит отжиг дефектов. Если старение образца сплава осуществляется при температуре 700 °С, концентрация «мелких» дефектов наименьшая. Наоборот, концентрация более крупных областей неоднородности обнаруживает тенденцию к росту.

Влияние термоциклирования можно проследить по изменению концентрации «мелких» дефектов: их концентрация выше, чем для образцов, не прошедших термоциклирование. Особенно интересный результат получается в образце стали ЧС-139, прошедшей термоциклирование и старение при температуре 550 °С в течение 500 ч. В этом образце наблюдается наименьшая электронная плотность из всех образцов, прошедших термообработку, и наивысшая концентрация «мелких» дефектов.

Анализ характеристик аннигиляции позитронов дает следующие результаты.

При исследовании сплавов систем Fe-Cr и Fe-V методом аннигиляции позитронов с измерением времени жизни установлено, что величины коэффициентов захвата позитронов в вакансии и кластерные образования в сплавах с различными добавками составляют $3,668 \times 10^{-7}$ и $1,834 \times 10^{-6} \text{ см}^3 \text{ с}^{-1}$ соответственно, и не зависят от концентрации легирующих добавок в сплавах систем Fe-Cr и

Fe-V. В эталонном образце (чистое железо) константа захвата в дивакансии совпадает с константой захвата для сплавов.

Полученные данные по времени жизни позитронов позволяют предположить, что захват позитронов происходит дефектами двух типов – дивакансиями радиусом 0,2 нм и кластерными образованиями радиусом 0,63 нм, в эталонном образце железа – только тривакансиями радиусом 0,3 нм. Концентрация дивакансий в сплавах изменяется в пределах $(0,6-2,8) \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$, а кластеров $(1,5-2,3) \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$. В эталонном образце она равна $4,2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$.

Таким образом, введение легирующих добавок приводит, наряду с образованием α -твердого раствора Fe, к образованию двух видов дефектов (см. табл. 7): дивакансий и кластерных образований с размерами 0,2 нм и 0,63 нм соответственно, по-видимому связанных со структурными неоднородностями твердого раствора.

Необходимо отметить, что электронная плотность в этих дефектах, так как они возникают в переходных металлах, существенно ниже электронной плотности в бездефектном объеме образца. Уменьшение электронной плотности в кластерных образованиях, по-видимому, связано с существованием в них повышенного содержания легирующей добавки, то есть процессом расслоения твердого раствора α -Fe. При содержании легирующей добавки хрома 6% электронная плотность кластерных образований минимальна и можно ожидать, что это связано с образованием кластеров с большим содержанием легирующего элемента.

Электронная плотность в бездефектном объеме образца в сплавах существенно меньше, чем в эталонном образце. Уже при концентрации добавок 2% разность электронных плотностей весьма заметна. По-видимому, этот эффект связан со снижением концентрации электронов проводимости при введении добавок хрома и ванадия. При увеличении количества легирующих добавок в системе Fe-Cr наблюдается уменьшение электронной плотности в бездефектном объеме образца α -Fe только при концентрации добавки 4%, а в системе Fe-V электронная плотность твердого раствора максимальна при 2% ванадия несмотря на то, что вводимые элементы-добавки имеют меньшее количество электронов по сравнению с железом.

Уменьшение электронной плотности можно объяснить следующим образом. Если предположить, что легирующие добавки связывают электроны, то,

во-первых, связывание электронов должно приводить к уменьшению вероятности аннигиляции позитронов, прежде всего, в бездефектном объеме образца, во-вторых – при связывании электронов снижается влияние металлической связи и усиление роли ковалентной связи. Это приводит к увеличению прочности образца.

Введение добавки 4% Cr приводит к уменьшению количества дефектов – дивакансий, а также к уменьшению электронной плотности в самом твердом растворе, в дивакансиях и кластерных выделениях.

При легировании ванадием тип и размеры дефектов аналогичны дефектам, возникшим в системе Fe-Cr. Наиболее высокая концентрация дефектов обоих типов наблюдается при содержании легирующего элемента 2%, при дальнейшем увеличении его концентрации количество дефектов убывает. Наибольшие изменения концентрации дефектов наблюдаются при переходе от 2% к 4% ванадия.

Электронная плотность в бездефектной области образца имеет наибольшее значение при легировании образца 2% ванадия для сплавов, в чистом железе плотность электронов выше. При увеличении содержания легирующей добавки электронная плотность в бездефектном объеме образца монотонно убывает. При этом наиболее резко убывание в сплавах проявляет себя при переходе от содержания легирующей добавки 2% к содержанию ее 4%. Следует отметить, что в дивакансиях изменение электронной плотности аналогично ее изменениям в бездефектном объеме. Обращает на себя внимание немонотонный характер зависимости электронной плотности от содержания легирующей добавки: электронная плотность при содержании добавки 6% меньше, чем при ее содержании 8%. Этот результат, по-видимому, свидетельствует об изменениях в области кластерных выделений, то есть о перестройке структуры кластера. Поскольку электронная плотность с введением легирующей добавки падает, следует ожидать улучшения прочностных характеристик при легировании.

ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. На основе фундаментальных закономерностей разработана и применена методика измерения электронной плотности с помощью метода аннигиляции позитронов и диагностики структурных неоднородностей в конструкционных материалах, использующая различие электронной плотности в различных видах дефектов.

2. Для сплавов на основе ванадия при различных термообработках и легировании экспериментально установлено, что:

- при 4 ат.% хрома и 4 ат.% титана при комнатной температуре концентрация электронов в зоне проводимости мала, что указывает на усиление влияния кристаллической решетки на проводящие электроны, а при 10% титана и 5% хрома возрастает количество электронной проводимости;

- при старении при 600 °С наблюдается уменьшение величин – энергии Ферми ε_F , средней энергии остовных электронов ε_g , концентрации электронов проводимости n_p по сравнению с теми же характеристиками для образца сплава, не прошедшего старения.

3. Для ферритных сплавов железа с хромом и ванадием показано, что:

- введение ванадия и хрома в ферритные сплавы железа приводит к уменьшению электронной плотности в сплавах, что должно приводить к упрочнению материала;

- в твердых растворах образуются структурные неоднородности двух типов – дивакансии с радиусом $0,2 \pm 0,01$ нм и кластерные образования с радиусом $0,63 \pm 0,03$ нм, при этом концентрация дивакансий в сплавах составляет $(0,6-2,8) \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$, а кластеров $(1,5-2,3) \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$, в то время как для чистого железа концентрация тривакансий несколько выше: она составляет $4,2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$; кластерные образования в нем не наблюдаются, что, скорее всего, связано с тем, что эти образования суть наноразмерные области неоднородности твердого раствора.

- низкая электронная плотность в кластерных образованиях, по видимому, связана с существованием в них повышенного содержания легирующих добавок, то есть процессом расслоения твердого раствора.

4. Методом измерения времени жизни позитронов определены характеристики дефектов и электронной структуры в коррозионно-стойких сталях ферритно-мартенситного класса и установлено, что:

- термоциклирование приводит к возрастанию электронной плотности в бездефектном объеме образца, причем значение электронной плотности не зависит от старения образца, при этом сохраняет свое значение и плотность электронов в областях неоднородности.

- наименьшие значения электронной плотности соответствуют исходному состоянию образца.

- в сталях ферритно-мартенситного класса, а также в ферритных сплавах, образуются кластеры, что связано с расслоением твердого раствора;

5. По результатам экспериментальных исследований даны практические рекомендации:

- оптимальный режим легирования сплавов ванадия составляет 4% титана и 4% хрома.

- для ферритных сплавов железа легировать 4–6% ванадия.

Основные публикации по теме диссертации

1. Графутин В.И., Евстюхина И.А., Колотушкин В.П., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Применение методика аннигиляции позитронов для исследования влияния технологических факторов на характеристики конструкционных материалов. – Ядерные измерительно-информативные технологии, 2012, № 2, с. 18–44.

2. Графутин В.И., Мясищева Г.Г., Фунтиков Ю.В., Колотушкин В.П., Задойный А.В., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т. Исследование изменений электронной структуры сплавов ванадия методом измерения углового распределения аннигиляционных фотонов. – В сб.: Тез. докл. научной сессии НИЯУ МИФИ-2010, т.1, с. 222.

3. Графутин В.И., Мясищева Г.Г., Фунтиков Ю.В., Колотушкин В.П., Задойный А.В., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В., Изучение изменений электронной структуры и распределения дефектов в сплавах V-Ti-Cr при различных режимах термообработ-

ки и легировании. – В сб.: Труды научной сессии НИЯУ МИФИ-2010, т. 1, с. 203–205.

4. Графутин В.И., Колотушкин В.П., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Исследование изменений электронной структуры сплавов ванадия при различном легировании методом аннигиляции позитронов. – В сб.: Тез. докл. научной сессии НИЯУ МИФИ-2011, т. 1, с. 194.

5. Графутин В.И., Дорофеева А.А., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Исследование дисперсно-упрочненных мартенситных сталей методом измерения времени жизни позитронов. – В сб.: Тез. докл. научной сессии НИЯУ МИФИ-2011, т. 1, с. 196.

6. Графутин В.И., Колотушкин В.П., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Исследование изменений электронной структуры и характеристик дефектов сплавов на основе ванадия методом аннигиляции позитронов. – В сб.: Тез. докл. научной сессии НИЯУ МИФИ-2012, т. 1, с. 192.

7. Графутин В.И., Колотушкин В.П., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Исследование изменений электронной структуры в сплавах на основе ванадия с помощью методом УРАФ. – В сб.: Труды 8-й Курчатовской молодежной школы, Москва, 2011, с. 417–421.

8. Графутин В.И., Колотушкин В.П., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Исследование сплавов ванадия методом аннигиляции позитронов. – В сб.: Труды 9-й Курчатовской молодежной школы, Москва, 2012, с. 238.

9. Графутин В.И., Колотушкин В.П., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Исследование влияния легирования на электронную структуру и дефекты структуры сплавов систем V-Ti-Cr методом аннигиляции позитронов. – В сб.: Тез. докл. конф. «Ломоносов-2011», М.: Изд-во МГУ, с. 40.

10. Графутин В.И., Евстюхина И.А., Леонтьева-Смирнова М.В., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Метод аннигиляции позитронов с измерением временного распределения аннигиляционных фотонов (ВРАФ) применительно к исследованию электронной структуры и характеристик дефектов в конструкционных материалах атомной

техники на примере сталей: ЭК-181 и ЧС-139. – В сб.: Тез. докл. научной сессии НИЯУ МИФИ-2013, т. 1, с. 188.

11. Графутин В.И., Евстюхина И.А., Колотушкин В.П., Милосердин В.Ю., Мищенко А.Ю., Ней Аунг Со, Самосадный В.Т., Фунтиков Ю.В. Технология определения изменений электронной структуры и характеристик дефектов в ферритных сплавах систем Fe-Cr, Fe-V методом аннигиляции позитронов. – В сб.: Тез. докл. научной сессии НИЯУ МИФИ-2013, т. 1, с. 189.