

Зин Мин У

**ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЙ ЭЛЕКТРОННОЙ СТРУКТУРЫ И  
ПАРАМЕТРОВ ДЕФЕКТОВ В СПЛАВАХ НА ОСНОВЕ Ni-Cr МЕТОДОМ  
АННИГИЛЯЦИИ ПОЗИТРОНОВ**

Специальность 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния»

**Автореферат**

диссертации на соискание учёной степени  
кандидата физико-математических наук

Автор:

Москва – 2007

Работа выполнена в государственном образовательном учреждении высшего профессионального образования - Московский инженерно-физический институт (государственный университет).

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

Официальные оппоненты: декан факультета «Экспериментальная и теоретическая физика», заведующий кафедрой «Медицинская физика» МИФИ, д.ф.-м.н, профессор Беляев В.Н.  
Зам. директора ИМЕТ РАН, д.ф.-м.н, профессор, Заболотный В.Т.

Ведущая организация: ФГУП ГНЦ РФ «Институт теоретической и экспериментальной физики»

Защита состоится "16" мая 2007 г. в 15 часов на заседании диссертационного совета Д.212.130.04 в Московском инженерно-физическом институте (государственном университете) по адресу: 115409, г. Москва, Каширское шоссе,31.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке МИФИ.

Автореферат разослан "  " апреля 2007 г.

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

Е.М.Кудрявцев

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность.** Сплавы системы Ni-Cr имеют высокие радиационные и коррозионные свойства при температуре теплоносителя около 350°C. Они перспективны как конструкционный материал для изготовления деталей и узлов реакторов на быстрых нейтронах, а также как материал для оболочек твэлов ВВЭР, и как материал для первой стенки водоохлаждаемого blankets термоядерного реактора ИТЭР [1-4].

Известно, что оптимальные радиационная и коррозионная стойкости данных сплавов достигается в том случае, когда возникает ближний порядок в расположении атомов никеля и хрома. Формирование ближнего порядка по типу ближнего упорядочения может сопровождаться возникновением кластеров на границах между фазами. При этом также изменяется электронная структура той области, в которой происходит упорядочение. Эти изменения зависят от режима термообработки образца и его легирования.

Физико-механические свойства сплавов определяются их электронной плотностью фазового состояния и характеристиками образующихся структурных дефектов. При облучении происходит перераспределение атомов и вакансионных дефектов, а также изменяется их электронная структура. Это перераспределение и, следовательно, физико-механические свойства зависят от начального состояния образца, т.е. от режима термообработки и его легирования. Таким образом, исследование изменения параметров электронной структуры и характеристик дефектов в зависимости от режима термообработки и его легирования дает возможность получить информацию об изменении физико-механических свойств сплавов. Данная работа посвящена разработке методики определения этих характеристик.

Для исследования изменений электронной структуры и дефектов структуры применен метод аннигиляции позитронов, обладающий высокой чувствительностью к изменению электронной структуры и дефектам вакансионного типа. Наиболее информативные методики - измерения времени жизни позитронов в веществе и измерения углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ). При совместном использовании этих двух методик получается более точная информация об электронной структуре материала. Поскольку электронная структура в дефекте отличается от электронной структуры в бездефектной области, характеристики процесса аннигиляции позитронов изменяются, т.е. изменяются характеристики временного и импульсного распределения аннигиляционных фотонов. По различию этих характеристик можно диагностировать изменения электронной структуры и дефектов структуры исследуемого материала.

**Целью данной работы** является определение изменений электронной структуры и дефектности кристаллической структуры в сплавах на основе Ni-Cr при термообработке и легировании для улучшения эксплуатационных характеристик методом аннигиляции позитронов. Для реализации данной цели необходимо:

1. Выбрать наиболее чувствительную методику диагностики дефектов в сплавах Ni-Cr.
2. Провести экспериментальные исследования электронной структуры и параметров дефектов в сплавах Ni-Cr при влиянии следующих параметров:
  - различных вариантах термообработки;
  - легировании малым количеством легирующих добавок;
  - азотировании;

- изменении содержания хрома в сплаве и различных режимах отжига;
  - введении добавки молибдена.
3. рассмотреть кинетику процессов, происходящих при отжиге сплавов.
  4. Определить электронную плотность и параметры структурных дефектов с помощью моделей, адекватно объясняющих экспериментальные данные.
  5. Выработать практические рекомендации по исследованию сплавов Ni-Cr.

#### **Научная новизна работы:**

Впервые для исследования изменений электронной структуры и дефектов структуры в сплавах Ni-Cr применен комплекс методов позитронной диагностики: измерения времени жизни позитронов в веществе и измерения углового распределения аннигиляционных фотонов, позволяющий получить подробную информацию не только о приповерхностных, но и о глубинных слоях материала. Применена модель захвата позитронов дефектами вакансионного типа, позволяющая определять электронную плотность, размер и концентрацию дефектов в металлах и сплавах по измеряемым параметрам временного и импульсного распределения аннигиляционных фотонов для исследования свойств сплава Ni-Cr. На основании проведенного анализа получены следующие результаты.

- Методом измерения времени жизни позитронов исследованы влияния режимов термообработки, химического состава, легирования азотом, и другими примесями на свойства сплавов Ni-Cr. Диагностированы типы дефектов и измерены их концентрации, определены изменения интегральной электронной плотности в зависимости от режимов термообработки и легирования материала металлическими примесями и азотом;

- Методом УРАФ исследовано образование ближнего порядка в сплаве Ni-Cr-Mo при содержании Cr в районе 38÷44%. Также исследовано влияние легирования Mo и режима термообработки на свойства сплавов Ni-Cr. Эти измерения позволили наблюдать изменения концентрации дефектов в материалах в зависимости от режимов термообработки и содержания Cr в образцах, а также исследовать перераспределение атомов Cr в зависимости от его содержания и легирования молибденом по всему объему исследуемого образца. Данные результаты качественно подтверждают результаты экспериментов по исследованию свойств данных материалов методом электронной микроскопии.

#### **Практическая значимость**

1. Анализ результатов расчетов и экспериментальных данных, полученных методом аннигиляции позитронов путем измерения времени их жизни, показал, что:

- режим термообработки влияет на свойства сплава Ni-Cr и изменяет величины характеристик аннигиляции позитронов. Выбран наилучший режим термообработки, при котором вероятность образования ближнего порядка наибольшая, - это область температуры 500°C. При этой температуре наблюдается выпадение и рост фазы Ni<sub>2</sub>Cr и α-фазы. Именно эта температура отжига, как правило, использовалась в экспериментах;

- легирование различными добавками влияет на свойства сплава Ni-Cr и изменение величин характеристик аннигиляции позитронов, тем самым определено изменение интегральной электронной плотности;

- азотирование влияет на свойства сплава Ni-Cr и изменение величин характеристик аннигиляции позитронов, свойства сплавов определяются также длительностью отжига и размером зерна кристаллита.

2. Методом УРАФ обнаружено следующее.

- В сплаве Ni-Cr изменение характеристик электронной структуры и дефектов зависит от содержания Cr и Mo и режимов термообработки. Исследован процесс образования ближнего порядка в сплаве Ni-Cr-Mo при содержании Cr в районе 38÷44%.

- При возрастании содержания Cr до 38% происходит выпадение второй фазы на поверхности зерна  $Ni_2Cr$ , причем этот процесс происходит неодинаково для образцов с содержанием Cr 39% и 41%. Следует отметить, что в сплаве, не содержащем Mo, выпадение второй фазы на поверхности зерна  $Ni_2Cr$  происходит при содержании Cr, равном 42%. В сплаве, содержащем 44%Cr+1%Mo, концентрация второй фазы по границам зерен увеличивается.

3. Результаты диссертационной работы могут быть использованы при разработке и создании сплавов Ni-Cr-Mo, обладающих способностью к ближнему упорядочению для повышения их радиационной стойкости.

**Достоверность** полученных результатов обеспечивается малой погрешностью измерений спектров временного и углового распределения аннигиляционных фотонов, и воспроизводимостью полученных результатов при условии проведения легирования и отжига для образцов сплавов Ni-Cr.

**На защиту выносятся:**

- Методика определения изменений электронной структуры и самих дефектов структуры в сплавах Ni-Cr, основанная на применении методов измерения временного и импульсного распределения аннигиляционных фотонов с последующими расчетами, использующими модель захвата позитронов в структурных дефектах сплава;

- Результаты экспериментов, полученных по измерению времени жизни позитронов при исследовании влияния режимов термообработки, химического состава и легирования азотом на свойства сплавов Ni-Cr и расчетов электронной плотности и характеристик дефектов;

- Результаты экспериментов, полученных при применении метода УРАФ, для исследования структурных превращений в сплавах на основе Ni-Cr и расчетов электронной плотности и характеристик дефектов.

**Апробация работы.** Материалы данной работы докладывались на: Конференции "Научно-практическая конференция материаловедческих обществ России", Ершово, Москва, 22-26 ноября, 2004 г., Втором франко-российском семинаре "Новые достижения в материаловедении", Москва, 10-12 ноября, 2005 г., XIII международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых по фундаментальным наукам "Ломоносов-2006", Москва, 14 апреля 2006 г., Семинаре "Физика радиационных повреждений материалов атомной техники", Обнинск, 16-18 мая, 2006 г., Научной сессии МИФИ, 2005 г, 2006 г и 2007г.

**Публикации.** Результаты диссертации опубликованы в 7 работах, список которых приведен в конце автореферата.

**Структура и объем диссертации.** Диссертационная работа состоит из введения, трех глав и заключения. Она изложена на 164 страницах, включает 31 рисунок, 38 таблиц и список литературы из 163 наименований.

Работа выполнялась на кафедре «Прикладная ядерная физика» факультета Физики и экономики высоких технологий МИФИ (ГУ).

## КРАТКОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность выбранной темы исследования, определена цель работы, дана общая характеристика проведенных исследований, отражены научная новизна и практическая значимость полученных результатов.

В первой главе рассмотрены физические основы метода аннигиляции позитронов как инструмента исследования изменений электронной структуры и дефектов структуры в металлах и сплавах. Кратко даны основы трех методик аннигиляции позитронов, использующихся в областях материаловедения и физики конденсированного состояния, т.е. методов измерения времени жизни позитронов, измерения углового распределения аннигиляционных фотонов ( $180^\circ \pm \Delta\theta$ ) и измерения доплеровского уширения аннигиляционной линии ( $0,511\text{МэВ} \pm \Delta E$ ).

Время жизни позитронов определяется как время между его испусканием, сопровождающимся испусканием реперного фотона с энергией 1,157 МэВ и испусканием одного из двух аннигиляционных фотонов с энергией 0,511 МэВ. Время жизни позитронов зависит от плотности электронов в месте нахождения позитрона.

Метод УРАФ, основанный на измерении углового распределения пары аннигиляционных фотонов, позволяет отдельно исследовать свойства электронов ионного остова и электронов проводимости. В спектре УРАФ, как правило, можно выделить параболическую составляющую, отвечающую за аннигиляцию позитронов на электронах проводимости и гауссиан – результат аннигиляции позитронов на электронах остова. Используя параметры, полученные в результате обработки спектров УРАФ, соответствующие параболической составляющей и гауссиану, можно оценить импульс Ферми, энергию Ферми, число свободных электронов (электронов проводимости), приходящихся на один атом металла, их концентрацию, а также энергию ионизации электронов ионных остовов исследуемого образца.

Метод доплеровского уширения основан на измерении энергетического распределения аннигиляционных фотонов. В принципе метод доплеровского уширения дает ту же информацию об импульсном распределении электронов в веществе. 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 свойства сплава Ni-Cr выбраны метод измерения времени жизни позитронов и метод УРАФ. Так как плотность электронов и распределение импульсов электронов в бездефектной области и в дефекте различается, метод измерения времени жизни позитронов и метод УРАФ позволяют получить информацию о дефектообразовании и изменении электронной структуры в исследуемом образце [5-6].

В этой же главе рассмотрены сравнения с другими методами при исследовании характеристик дефектов. Сравнение возможностей метода аннигиляции позитронов с другими методами при исследовании характеристик дефектов показано на рис.1.

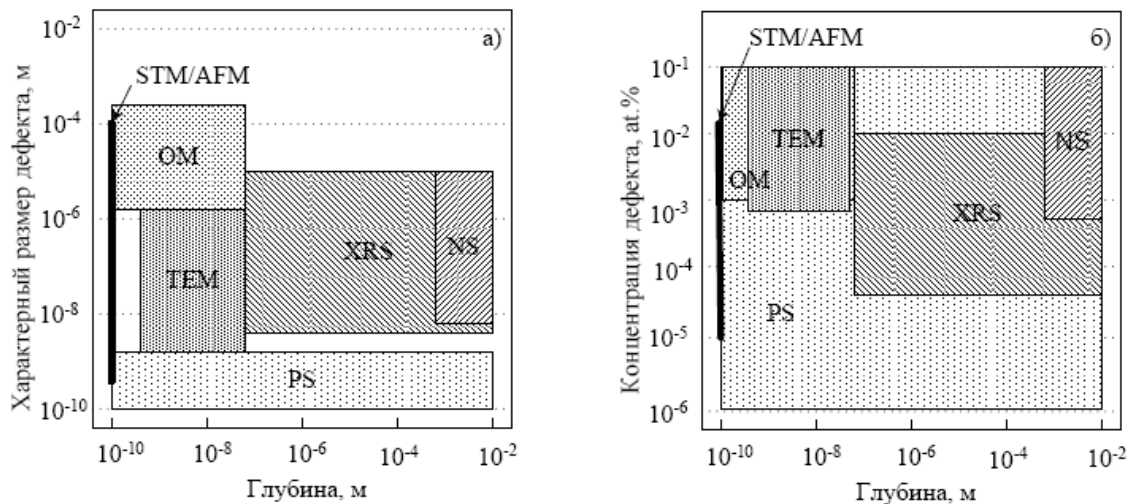


Рис.1 а) и б). Сравнение возможности метода аннигиляции с другими методами при исследовании характеристик дефектов. Здесь STM - сканирующая туннельная микроскопия; AFM - атомная силовая микроскопия; NS - рассеяние нейтронов; OM - оптическая микроскопия; TEM - просвечивающая электронная микроскопия; XRS - рентгеновская спектроскопия, PS - метод аннигиляции позитронов.

Во второй главе описана экспериментальная методика и аппаратура для измерения времени жизни позитронов и для измерения УРАФ, а также методики обработки экспериментальных данных.

Спектрометр для измерения времени жизни позитронов работает по принципу быстро-быстрых совпадений. В качестве источника используется радионуклид  $^{44}\text{Ti}$ , характеризующийся тем, что практически одновременно с позитроном (с задержкой менее 10 пс) испускается связанный с распадом фотон с энергией 1,157 МэВ, источник имеет активность, равную 2,44 МБк. В данной работе экспериментальные спектры получены с временным разрешением, равным 190 пс, ценой деления канала спектрометра - 19,3 пс/канал, при статистике  $10^5$  импульсов. Каждое измерение продолжалось 45 минут. Позитроны из радионуклидного источника попадают в образец, где аннигилируют с электронами с определенной вероятностью, зависящей от свойств образца. При аннигиляции испускаются два фотона с энергией 0,511 МэВ. Таким образом, промежуток времени между испусканием реперного фотона с энергией 1,157 МэВ (стартовый импульс) и аннигиляционного фотона с энергией 0,511 МэВ (стоповый импульс) характеризует время жизни позитронов в исследуемом образце.

Регистрация фотонов осуществляется двумя детекторами на основе пластмассовых сцинтилляторов Б10 и фотоэлектронных умножителей (ФЭУ – 143-1). Импульсы с детекторов поступают на дискриминаторы-формирователи, где осуществляется их амплитудная селекция и точная временная привязка к фронту. Стартовый и стоповый импульсы с дискриминаторов поступают соответственно на стартовый и стоповый входы время-амплитудного преобразователя (ВАП). Выходной сигнал с ВАП, амплитуда которого пропорциональна промежутку времени между стартовым и стоповым сигналами, используются для последующего амплитудного анализа с помощью блока аналогово-цифрового преобразователя и компьютера. Для обработки результатов экспериментов по методу измерения времени жизни позитронов используется пакеты программ POSFIT [7] или LT [8], основанные на нелинейном методе наименьших квадратов.

При применении метода УРАФ в качестве источника позитронов используется радионуклид  $^{64}\text{Cu}$ , 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, угловой интервал измерения (ценой деления канала спектрометра) - 0,2 мрад/канал, при статистике  $10^4 \div 10^5$  импульсов. Каждое измерение продолжалось 3 ч 30 мин. Отклонение угла разлёта фотонов аннигиляции измеряется с помощью подвижного и неподвижного детекторов на основе NaI(Tl) сцинтилляторов и фотоэлектронных умножителей (ФЭУ – 110). После выполнения измерения при заданном угле  $\theta_i$  плечо спектрометра с подвижным детектором переводится в следующую точку (угол  $\theta_{i+1}$ ) и производится новое измерение количества совпадений из подвижного и неподвижного детекторов.

Подвижное плечо с датчиком перемещалось по программе, задаваемой специальным блоком автоматики. Программа составлялась таким образом, чтобы каждая из точек распределения (каждый угол) проходила подвижным датчиком за время эксперимента несколько раз и тем самым достигалось усреднение нестабильностей и учет распада источника - радионуклида  $^{64}\text{Cu}$ . Эксперимент продолжается до тех пор, пока не будет измерен с необходимой точностью весь спектр УРАФ. Импульсы с детекторов поступают на дискриминаторы-формирователи. Выходной сигнал со схемы совпадений поступает на счетчик, использующийся для последующей связи с компьютером.

Результаты экспериментов УРАФ обрабатывались по специальной программе ACARFIT [7], при обработке использовались следующие физические предположения. Первая версия предполагала постоянство свойств электронов проводимости и ионного остова в области, содержащей дефекты структуры, и в основном объеме образца. Это соответствует описанию УРАФ одной параболой и одним гауссианом. 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. Наконец, третья версия предполагала изменение свойств как электронов проводимости, так и электронов остова в области неоднородности, т.е. спектр УРАФ описывается двумя параболой и двумя гауссианами.

В третьей главе рассмотрены теоретические основы экспериментов по исследованию свойств сплавов на основе Ni-Cr методом аннигиляции позитронов, т.е. методом измерения времени жизни позитронов и УРАФ. Подробно даны модельные представления, разработанные для определения изменений электронной структуры и характеристик дефектов в областях образца, куда захватываются позитроны.

В методе измерения времени жизни позитронов временной спектр представлен в виде суперпозиции нескольких компонентов, соответствующих аннигиляции позитронов в бездефектной области и в дефектах  $i$ -ого типа. Временной спектр для общего случая, когда в металле содержится  $N$  сортов различных дефектов [5-6,9], может быть представлен

$$n(t) = n_b(t) + \sum_{i=1}^{N+1} n_i(t) = \left(1 - \sum_{i=1}^{N+1} I_i\right) \exp\left[-\left(\lambda_b + \sum_{i=1}^N k_i\right)t\right] + \sum_{i=1}^{N+1} I_i \exp(-\lambda_i t) \quad (1)$$

где  $I_i = \frac{k_i}{\lambda_b - \lambda_i + \sum_{i=1}^N k_i}$ , доля регистрируемых актов аннигиляции позитронов в

областях, соответствующих времени жизни позитронов  $\tau_i$  ( $\tau_i = \frac{1}{\lambda_i} \sim \frac{1}{n_e}$ ),  $n_b$  и  $n_i$  -



количество позитронов, находящихся в делокализованном состоянии и в дефектах  $i$ -ого типа,  $k_i$  - скорость захвата позитронов в дефекты  $i$ -ого типа,  $\lambda_b$  - скорость аннигиляции позитронов в бездефектной области,  $\lambda_i$  - скорость аннигиляции позитронов в дефектах  $i$ -ого типа,  $n_e$  - электронная плотность в областях, соответствующих времени жизни позитронов  $\tau_i$ .

Тогда концентрацию дефектов  $i$ -ого типа  $C_i$  можно оценить из формулы:

$$C_i = \frac{k_i}{\mu_i} \quad (2)$$

где  $\mu_i$  - коэффициент захвата позитронов в дефект  $i$ -ого типа. В наиболее простом приближении для дефекта сферической формы  $\mu_i = 4\pi R_i D_+$ , где  $R_i$  - средний размер дефектов  $i$ -ого типа,  $D_+$  - скорость диффузии термализованного позитрона.

В методе УРАФ кривая экспериментального спектра углового распределения фотонов представлена в виде суперпозиции отдельных кривых, характеризующих аннигиляцию позитронов в бездефектной области и в дефектах  $i$ -ого типа [5-6,9]:

$$n(p_z) = \left(1 - \sum_{i=1}^{N+1} I_i\right) n_b(p_z) + \sum_{i=1}^{N+1} I_i n_i(p_z) \quad (3)$$

где  $I_i = \frac{k_i}{\lambda_b + \sum_{i=1}^N k_i}$ , доля регистрируемых актов аннигиляции позитронов в областях,

соответствующих дефектам  $i$ -ого типа,  $n_b$  и  $n_i$  - количество позитронов, находящихся в делокализованном состоянии и в дефектах  $i$ -ого типа,  $k_i$  - скорость захвата позитронов в дефекты  $i$ -ого типа,  $\lambda_b$  - скорость аннигиляции позитронов в бездефектной области. Отсюда концентрацию дефектов можно оценить из формулы (2).

В четвертой главе представлены результаты, полученные из экспериментов по определению времени жизни позитронов и УРАФ, и проведено их обсуждение.

Эксперименты по измерению времени жизни позитронов были проведены в три этапа. На первом этапе исследовано влияние режимов термообработки на свойства сплавов Ni-Cr и поиск оптимального режима термообработки. При этом исследовались 7 образцов сплава Ni+43%Cr+1%Mo+0.2%Ti, которые представляли собой навески размером (15×15×1) мм<sup>3</sup> [10]. Полученные результаты приведены в таблице 1.

Таблица 1. Влияние режима термообработки сплава Ni-Cr на электронную структуру и дефектность его структуры.

№ образца	Обработка	$\langle\tau\rangle$ , пс	$k_i$ , пс <sup>-1</sup>		$C_i$ , см <sup>-3</sup>		$R_i$ , нм ( $N_V$ )		$n_i$ , см <sup>-3</sup>		
			$k_{V_2}$ , 10 <sup>-3</sup>	$k_{Cl_2}$ , 10 <sup>-4</sup>	$C_{V_2}$ , 10 <sup>16</sup>	$C_{Cl_2}$ , 10 <sup>14</sup>	$R_V$	$R_{Cl}$	$\langle n \rangle$ , 10 <sup>23</sup>	$n_{V_2}$ , 10 <sup>23</sup>	$n_{Cl_2}$ , 10 <sup>23</sup>
1	х.д. + 500°C, 1512ч	201 ±2	-	-	-	-	-	-	6.65 ±0.1	-	-
2	х.д. + ауст. +550 °C, 1512 ч	193 ±3	2.71 ±0.6	2.67 ±0.8	1.1 ±0.24	5.65 ±1.7	0.16 (1)	0.48 (21)	6.93 ±0.03	7.96 ±0.1	3 ±0.2
3	х.д. + 550 °C, 1512 ч	193 ±3	2.47 ±0.5	2.12 ±0.7	1.0 ±0.23	4.1 ±1.32	0.16 (1)	0.53 (31)	6.93 ±0.03	7.92 ±0.1	2.82 ±0.2
4	х.д. + ауст. +675 °C, 1512 ч	188 ±4	2.42 ±0.5	2.16 ±1.0	0.98 ±0.23	4.41 ±1.32	0.16 (1)	0.5 (25)	7.11 ±0.17	8.16 ±0.1	2.92 ±0.2

5	х.д + 675 °С, 1512 ч	183 ±3	2.58 ±0.5	3.42 ±1.0	1.05 ±0.2	8.32 ±2.34	0.16 (1)	0.42 (12)	7.31 ±0.14	8.74 ±0.1	3.25 ±0.2
6	T = 1100 °С + зак	176 ±1	2.0 ±0.1	1.97 ±0.13	0.81 ±0.04	4.03 ±0.27	0.16 (1)	0.5 (22)	7.6 ±0.05	8.98 ±0.2	2.97 ±0.2
7	T = 1100 °С + печ	183 ±2	2.41 ±0.32	2.73 ±0.5	0.98 ±0.1	6.2 ±1.14	0.16 (1)	0.45 (16)	7.31 ±0.1	8.63 ±0.1	3.1 ±0.2

Здесь *х.д.*- холоднодеформированная, *ауст.*- подвергнутая аустенизация, *зак*- закалка, *печ* - охлаждаемая вместе с печью,  $\langle \tau \rangle$  - среднее время жизни позитронов,  $k_v$  и  $k_{cl}$  – скорости захвата позитронов в вакансию и кластер,  $C_v$  и  $C_{cl}$  – концентрации дефектов, соответственных вакансий и кластеров,  $R_v$  и  $R_{cl}$  – размеры моновакансий и кластеров,  $N_v$  – условное число вакансий в дефекте,  $\langle n \rangle$  – средняя плотность электронов в общем объеме,  $n_v$  и  $n_{cl}$  – плотности электронов в вакансиях и кластерах.

Величины радиусов дефектов и числа вакансий в дефектах определяются по зависимости времени жизни позитронов от размера дефекта для Ni. Из приведенных данных в таблице 1 следует, что среднее время жизни позитронов наиболее существенно изменяется в том случае, когда отжиг образца производится при температуре 500 °С (в таблице - №1). Для этого образца при обработке результатов определялось только среднее время жизни позитронов. Из результатов экспериментов по электронной микроскопии [10] следует, что при этой температуре наблюдается выпадение и рост фазы Ni<sub>2</sub>Сг и α-фазы. Это приводит к еще большему уменьшению плотности электронов, поэтому увеличивается среднее время жизни позитронов.

При отжиге образцов № 2 и 3 при температуре 550 °С среднее время жизни позитронов практически не зависит от того, подвергнут образец аустенизации или нет. Этот процесс определяет только перераспределение электронной плотности в скоплениях дефектов. Из результатов экспериментов по электронной микроскопии [10] следует, что при этой температуре происходит более интенсивный рост интерметаллических фаз, что должен приводить к увеличению средней плотности электронов по сравнению с образцом № 1.

При повышении температуры отжига до 675 °С в образце № 5, не подвергнутом аустенизации, дефекты отжигаются медленнее, чем в образце № 4, подвергнутом аустенизации. Из результатов экспериментов по электронной микроскопии [10] следует отметить, что при этой температуре происходит прерывистый распад и выпадение α-фазы в виде пластин. Это приводит к практически полному восстановлению плотности электронов до уровня, который был в образце № 7, охлажденном с печью.

При нагреве до 1100 °С и последующей закалке (в образце № 6) среднее время жизни позитронов резко падает, что, по-видимому, связано с увеличением средней плотности электронов. В образце № 7 средняя плотность электронов почти такая же, как в образце № 5. Из результатов экспериментов по электронной микроскопии [10] видно, что при этом микроструктура образца № 6, испытавшего закалку на аустенит, характеризуется большой гомогенностью, чем медленно охлажденного. Закалка приводит к увеличению плотности электронов. При охлаждении образца № 7 вместе с печью наблюдается выпадение и рост избыточной α-фазы. Это приводит к некоторому увеличению концентрации дефектов и некоторому снижению плотности электронов по сравнению с образцом № 6. В этом образце обнаружено появление твидовой структуры [10].

Из приведенных выше рассуждений можно сделать вывод, что результаты, полученные при применении метода измерения времени жизни позитронов, хорошо

согласуются с данными, полученными методом электронной микроскопии [10]. Из анализа этих результатов видно, что режим термообработки влияет на свойства сплава Ni-Cr.

Таким образом, в результате исследования режимов термообработки был установлен оптимальный режим, при котором вероятность образования ближнего порядка наибольшая, т.е. происходит наибольшие изменения в структуре образца, - это область температуры 500 °С. Именно эта температура отжига, как правило, использовалась в экспериментах для второй серии образцов.

На втором этапе исследовано влияние легирования различных добавок с малой концентрацией на свойства сплавов Ni-Cr. При этом исследованы 15 образцов сплава ЭП635У, которые представляли собой навески размером (15×15×1) мм<sup>3</sup>. Предварительно образцы выдерживались при температуре отжига 500 °С в течение 1000 ч. Они различались химическим составом. Содержание хрома в образцах колебалось в пределах 35,5 до 42,8% [10]. Данные о химическом составе образцов приведены в таблице 2, а результаты расчетов величин, характеризующих электронную структуру и дефекты в сплавах по данным проведенных экспериментов представлены в таблице 3.

Таблица 2. Химический состав исследуемых образцов, в которых никель является основой.

№ образца	Ni	Cr	Mo	Al	Fe	Si	Ti	W	Zr
1	55,3	41,2	1,20	0,15	0,370	0,24	0,2	-	-
2	53,5	41,2	1,20	0,30	0,370	0,24	0,5	-	-
3	50,1	41,2	1,20	0,60	0,370	0,24	0,9	-	-
4	55,5	41,2	1,20	0,05	0,375	0,24	-	1,0	-
5	54,2	42,8	1,26	0,05	0,390	0,25	-	-	0,1
6	53,4	42,8	1,26	0,40	0,390	0,25	0,5	-	0,1
7	53,9	42,8	1,26	0,15	0,390	0,25	0,2	-	0,1
8	55,2	38,5	3,50	0,70	0,350	0,22	1,5	-	-
9	55,2	41,2	1,20	0,30	0,370	0,24	0,5	1,0	-
10	54,3	41,2	2,50	0,70	0,370	0,24	0,7	-	-
11	54,2	41,2	2,50	0,60	0,370	0,24	0,9	-	-
12	54,9	41,2	2,50	0,30	0,370	0,24	0,5	-	-
13	55,4	41,2	2,50	0,10	0,370	0,24	0,2	-	-
14	55,1	41,2	1,50	0,04	0,370	0,24	-	1,5	-
15	60,2	35,5	1,30	0,95	0,320	0,21	1,5	-	-

Таблица 3. Результаты расчетов характеристик дефектов и плотности электронов для образцов Ni-Cr с различным легированием.

№ образца	$\tau_b$ , пс	$k_i$ , пс <sup>-1</sup>		$C_i$ , см <sup>-3</sup>		$R_i$ , нм		$n_e$ , см <sup>-3</sup>		
		$k_{v_2}$ , 10 <sup>-3</sup>	$k_{cl_2}$ , 10 <sup>-4</sup>	$C_{v_2}$ , 10 <sup>16</sup>	$C_{cl_2}$ , 10 <sup>14</sup>	$R_v$ (N <sub>v</sub> )	$R_{cl}$	$n_{b_2}$ , 10 <sup>24</sup>	$n_{v_2}$ , 10 <sup>23</sup>	$n_{cl_2}$ , 10 <sup>23</sup>
1	56.1 ±11	8.47 ±1.8	7.43 ±1.6	3.2 ±0.7	3.1 ±0.7	0.2 (2)	2.4	2.4 ±0.4	6.05 ±0.1	1.53 ±0.4
2	80,3 ±6,4	4.97 ±0.5	4.33 ±0.4	1.87 ±0.2	1.04 ±0.1	0.22 (2)	4.2	1.66 ±0.13	5.37 ±0.13	1.31 ±0.3
3	72.1 ±6.5	5.62 ±0.6	5.24 ±0.5	2.12 ±0.2	1.72 ±0.2	0.22 (2)	3.1	1.85 ±0.1	5.57 ±0.1	1.43 ±0.4
4	74.0 ±8,0	5.85 ±0.7	6.2 ±0.8	2.38 ±0.3	1.56 ±0.2	0.22 (2)	4.0	1.81 ±0.2	5.6 ±0.1	1.34 ±0.3

5	64.0 ±6.5	6.08 ±0.7	5.26 ±0.6	2.3 ±0.2	1.33 ±0.1	0.22 (2)	4.0	2.08 ±0.21	5.48 ±0.1	1.33 ±0.4
6	53.5 ±8	7.75 ±1.3	5.8 ±1.0	2.92 ±0.5	1.1 ±0.2	0.22 (2)	5.4	2.5 ±0.4	5.57 ±0.1	1.24 ±0.4
7	51.0 ±8	8.23 ±1.4	7.47 ±1.3	3.1 ±0.5	2.52 ±0.4	0.22 (2)	3.0	2.62 ±0.4	5.62 ±0.1	1.44 ±0.3
8	64.6 ±6,5	5.73 ±0.6	5.3 ±0.6	2.16 ±0.2	1.31 ±0.1	0.23 (2)	4.1	2.06 ±0.2	5.16 ±0.1	1.32 ±0.3
9	55.2 ±8	7.53 ±1.2	6.65 ±1.0	2.84 ±0.4	1.92 ±0.3	0.22 (2)	3.5	2.42 ±0.3	5.46 ±0.1	1.38 ±0.3
10	50.2 ±8	8.01 ±1.4	6.38 ±1.1	3.02 ±0.5	1.25 ±0.2	0.22 (2)	5.2	2.66 ±0.4	5.4 ±0.1	1.25 ±0.3
11	56.56 ±8	7.35 ±1.1	6.1 ±1.0	2.77 ±0.4	1.36 ±0.2	0.22 (2)	4.5	2.36 ±0.3	5.67 ±0.1	1.3 ±0.3
12	54.0 ±8	7.84 ±1.3	6.34 ±1.0	2.96 ±0.5	1.24 ±0.2	0.22 (2)	5.2	2.48 ±0.4	5.46 ±0.1	1.25 ±0.3
13	65.0 ±7,8	6.24 ±0.8	5.67 ±0.8	2.35 ±0.3	1.72 ±0.2	0.22 (2)	3.3	2.06 ±0.2	5.6 ±0.1	1.4 ±0.4
14	58.8 ±8	7,3 ±1.1	7.15 ±1.1	2.75 ±0.4	2.43 ±0.4	0.21 (2)	3.0	2.27 ±0.3	5.76 ±0.1	1.44 ±0.3
15	60.7 ±6,6	6,81 ±0.8	5.37 ±0.6	2.57 ±0.3	1.15 ±0.1	0.22 (2)	4.7	2.2 ±0.2	5.6 ±0.1	1.27 ±0.4

Здесь  $\tau_b$  – время жизни позитронов в бездефектной области,  $n_b$  – плотности электронов в бездефектной области. Остальные обозначения те же, что в таблице 1. Для дефектов типа кластеров не определялось число вакансий в них, , вакансиях и кластерах.

Анализ характеристик аннигиляции позитронов, приведенные в таблице 3 можно получить следующие результаты.

- При легировании сплава малыми концентрациями примесей может происходить как увеличение, так и уменьшение электронной плотности и концентрации дефектов. Это зависит от валентности введенной примеси. Чем больше валентность, тем больше электронная плотность. Например, при увеличении содержания алюминия уменьшается электронная плотность. При росте содержания молибдена она увеличивается.

- Изменение электронной структуры и характеристик дефектов в результате увеличения содержания хрома на уровне 35,5÷42,8% может быть компенсировано уменьшением легирующих добавок в виде титана и алюминия.

Из приведенных выше рассуждений можно сделать вывод, что режим легирования влияет на свойства сплава Ni-Cr.

На третьем этапе исследовано влияние легирования азотом на свойства сплавов Ni-Cr. При этом исследованы 9 образцов сплава ХНМ-1, которые представляли собой навески размером (15×15×1) мм<sup>3</sup>, с разным количеством азота в исходном состоянии (аустенизация при температурах 1090÷1270°С, 0,5 ч) и после старения при температуре 500 °С в течение 1600 ч. Часть исследований проведена на образцах, состаренных при температуре 500 °С в течение 6000 ч [11].

Данные о химическом составе образцов и о свойствах образцов приведены в таблицах 4 и 5, а результаты исследований образцов приведены в таблицах 6.

Таблица 4. Химический состав исследуемых образцов.

$T_{\text{ауст.}},$ °C	Зерно	N <sub>2</sub>	Содержание других элементов, %										
			Ni	Cr	C	Si	Mn	S	P	Mo	Al	Fe	Ti
1090	-	0.06	55.4	42.5	0.03	0.21	0.04	0.004	0.004	1.26	0.1	0.3	0.1
1155	<i>м</i>	0.096	55.7	41	0.015	0.14	0.01	0.005	0.005	1.28	0.2	0.47	0.1
1250	<i>к</i>	0.096	56.7	41	0.015	0.14	0.01	0.005	0.005	1.28	0.2	0.47	0.1
1155	<i>м</i>	0.181	55.5	42	0.03	0.11	0.01	0.007	0.005	1.31	0.24	0.4	0.13
1270	<i>к</i>	0.181	55.5	42	0.03	0.11	0.01	0.007	0.005	1.31	0.24	0.4	0.13

где  $T_{\text{ауст.}}$  - температура аустенизации, *к* - крупное, *м* - мелкое.

Таблица 5. Свойства образцов в зависимости от их химического состава.

Номер образца	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Содержание азота, %	0,096	0,181	0,06	0,096	0,096	0,181	0,181	0,096	0,181
Зерно	<i>н</i>	<i>н</i>	<i>н</i>	<i>к</i>	<i>м</i>	<i>к</i>	<i>м</i>	<i>м</i>	<i>м</i>
Температура отжига, °C	0	0	500	500	500	500	500	500	500
Время выдержки, ч.	0	0	1600	1600	1600	1600	1600	6000	6000

где *н* – неизвестное, *к* – крупное, *м* – мелкое.

Таблица 6. Результаты расчетов характеристик дефектов и плотности электронов в бездефектной области для образцов Ni-Cr при легировании азотом.

№ образца	$\tau_b,$ пс	$k_i, \text{пс}^{-1}$		$C_i, \text{см}^{-3}$		$R_i, \text{нм}$		$n_b,$ $\text{см}^{-3}$	Фазовый состав по данным ТЭМ [10]
		$k_v,$ $10^{-3}$	$k_{cl},$ $10^{-4}$	$C_v,$ $10^{15}$	$C_{cl},$ $10^{14}$	$R_v$ ( $N_v$ )	$R_{cl}$		
1	101.6 ±5	1.71 ±0.12	2.1 ±0.15	7.01 ±0.52	2.78 ±0.2	0.18 (1)	0.77	1.31 ±0.06	$\gamma + \alpha_1$
2	96.1 ±6,2	1.16 ±0.12	2.0 ±0.2	4.73 ±0.5	3.01 ±0.32	0.18 (1)	0.67	1.4 ±0.1	$\gamma + \alpha_1$
3	126.6 ±6.5	1,3 ±0,1	3.18 ±0,24	4.93 ±0.37	1.34 ±0.1	0.22 (2)	2.42	1.05 ±0.05	$\gamma + \alpha_1^* +$ ПР
4	122.6 ±5,2	2.0 ±0.12	3.97 ±0.26	7.15 ±0.47	1.76 ±0.12	0.2 (2)	2.3	1.1 ±0.04	$\gamma + \alpha_1 + \alpha_2$
5	116 ±6.3	1.7 ±0.12	3.2 ±0.24	6.37 ±0.48	1.7 ±0.13	0.2 (2)	1.92	1.15 ±0.06	$\gamma + \alpha_1 + \alpha_2^*$ + Ni <sub>2</sub> Cr
6	114.5 ±5.2	1.8 ±0.11	3.51 ±0.22	7.3 ±0.47	2.54 ±0.16	0.18 (1)	1.41	1.16 ±0.05	$\gamma + \alpha_1 + \alpha_2$ + Ni <sub>2</sub> Cr
7	109.5 ±5.2	1.77 ±0.12	3.26 ±0.22	7.25 ±0.5	2.16 ±0.15	0.18 (1)	1.54	1.22 ±0.06	$\gamma + \alpha_1 + \alpha_2$ + Ni <sub>2</sub> Cr
8	98.36 ±6,2	1.6 ±0.13	2.68 ±0.22	6.53 ±0.54	1.78 ±0.15	0.18 (1)	1.53	1.36 ±0.08	$\gamma + \alpha_1 + \alpha_2$ + Ni <sub>2</sub> Cr
9	97.21 ±5.2	1.27 ±0.11	2.03 ±0.18	5.2 ±0.46	3.71 ±0.33	0.18 (1)	0.56	1.37 ±0.07	$\gamma + \alpha_1 + \alpha_2$ + Ni <sub>2</sub> Cr

Здесь  $\alpha_1$  -  $\alpha$  - фаза после закалки;  $\alpha_2$  -  $\alpha$  - фаза после старения, *ПР* - прерывистый распад. Остальные обозначения те же, что в таблице 3.

Из результатов, представленных в таблице 6 видно следующее.

- В образцах, легированных азотом, основным механизмом изменения времени жизни позитронов является изменение электронной плотности в бездефектной области.

- Увеличение содержания азота (в образцах № 3, 1 и 2) приводит к увеличению электронной плотности в бездефектной области и концентрации дефектов. Но концентрация дефектов вакансий в состоянии с более высоким содержанием азота (в образце № 2) уменьшилась. Из результатов экспериментов по электронной микроскопии [11] следует отметить, что увеличение содержания азота стимулирует уменьшение концентрации  $\alpha$ -фазы и увеличение концентрации упорядоченной фазы  $\text{Ni}_2\text{Cr}$ .

- В крупнозернистых образцах процесс упорядочения происходит, по-видимому, медленнее, чем в мелкозернистых образцах. В крупнозернистых образцах (в образцах № 4 и 6) наблюдается тенденция к уменьшению электронной плотности и увеличению концентрации дефектов по сравнению с мелкозернистыми образцами (образцами № 5 и 7). Этот эффект, по-видимому, объясняется стоком дефектов к границам зерен. Увеличение содержания азота стимулировало процесс упорядочения, как и в сплаве с мелким зерном, поэтому время жизни позитронов в состоянии с более высоким содержанием азота уменьшилось.

- При увеличении времени старения с 1600 до 6000 ч (в образцах № 8 и 9) увеличивается плотность электронов в бездефектной области до уровня, который был в исходных образцах (в образцах № 1 и 2). Из результатов экспериментов по электронной микроскопии [11] следует, что в этих образцах увеличение времени старения с 1600 до 6000 ч дало незначительный количественный прирост выделений  $\text{Ni}_2\text{Cr}$ . При этом также происходило выпадение частиц  $\alpha$  - фазы в форме пластинок, что должно приводить к практически полному восстановлению плотности электронов до уровня, который был в исходных образцах.

Из анализа результатов следует, что фазовые изменения при старении начинаются с обособления  $\alpha$ -фазы. Образование  $\alpha_2$ -фазы при старении длительностью 1600 ч приводит снижению плотности электронов и увеличению концентрации вакансий. При этом образуются кластеры с большими размерами. Увеличение плотности электронных состояний означает, что увеличение содержания азота в сплаве ХНМ-1 стимулирует дальнейшее упорядочение. При увеличении времени старения сплава до 6000 ч возрастают параметры ближнего (в образце № 8 при содержании азота 0,096%) и особенно дальнего порядка (в образце № 9 при содержании азота 0,181%).

Отсюда можно сделать вывод, что результаты, полученные при применении метода измерения времени жизни позитронов, хорошо согласуются с данными, полученными методом электронной микроскопии [11]. Из анализа этих результатов видно, что режим легирования азотом влияет на свойства сплава Ni-Cr. Обнаружено, что на электронную плотность и концентрацию дефектов оказывает влияние также размер зерна и режим отжига.

Далее в этой же главе описываются результаты исследований сплавов Ni-Cr методом УРАФ. Экспериментальные исследования методом УРАФ были проведены в два этапа. На первом этапе исследовано влияние длительного старения на структурно-фазовую стабильность и свойства сплавов Ni-Cr. При этом исследованы 6 образцов сплавов Ni-Cr, размером  $(8 \times 12 \times 1) \text{мм}^3$ , отожженные при температуре 450 °С в течение

40000 ч [4]. Перед старением сплавы подвергали аустенизации при 1050÷1220 °С (в зависимости от содержания хрома) в течение 30 мин с последующим охлаждением в воде. Химический состав 8 образцов сплавов Ni-Cr приведен в таблице 7. Исследовались также по одному образцу Ni, Cr и Mo размером (10×10×1)мм<sup>3</sup>, обработанные при температуре 900 °С.

Результаты обработки экспериментальных данных, полученные при использовании программы ACARFIT для образцов Mo, Cr и Ni, и для образцов Ni-Cr показаны в таблице 8. Результаты расчетов параметров электронной структуры и характеристик дефектов для образцов Mo, Cr и Ni, и для образцов Ni-Cr показаны в таблице 9. В этой таблице расчеты проводятся только для аппроксимации двумя параболом- одним гауссианом.

Таблица 7. Химический состав исследуемых образцов сплава Ni-Cr.

Образец	Ni	Cr	Mo	C	Si	Ce
1	Осн.	32,11	1,28	0,027	0,006	0,06
2	Осн.	37,85	1,3	0,027	0,006	0,06
3	Осн.	38,9	1,3	0,022	0,005	0,06
4	Осн.	41,2	-	0,03	0,005	0,06
5	Осн.	41,35	1,3	0,028	0,005	0,06
6	Осн.	44,48	1,3	0,026	0,005	0,06

Таблица 8. Результаты обработки экспериментальных данных, полученные при использовании программы ACARFIT для образцов Mo, Cr и Ni, и для образцов Ni-Cr.

		$\theta_p$ , мрад			$\theta_g$ , мрад			$I_p$ , %		$I_g$ , %	
		$\theta_{p1}^{тео.}$	$\theta_{p1}^{экс.}$	$\theta_{p2}^{экс.}$	$\theta_g^{тео.}$	$\theta_{g1}^{экс.}$	$\theta_{g2}^{экс.}$	$I_{p1}$	$I_{p2}$	$I_{g1}$	$I_{g2}$
Mo	P+G	8.68	5.1 ±0.16	-	11.42	11.78 ±0.04	-	4.6 ±0.6	-	95.0 ±0.6	-
	2P+G	-	8.64 ±0.07	4.91 ±0.07	-	13.26 ±0.13	-	21.0 ±1.0	9.5 ±0.5	69.0 ±1.8	-
	2P+2G	-	8.93 ±0.11	5.27 ±0.58	-	12.33 ±0.05	6.71 ±0.27	12.5 ±0.84	1.71 ±1.16	76.38 ±0.73	9.4 ±1.5
Cr	P+G	6.54	5.7 ±0.14	-	12.52	11.5 ±0.06	-	6.0 ±1.0	-	93.0 ±1.0	-
	2P+G	-	7.0 ±0.2	4.72 ±0.22	-	12.13 ±0.1	-	9.0 ±1.0	4.0 ±1.0	85.0 ±1.0	-
	2P+2G	-	7.0 ±0.13	4.17 ±0.31	-	12.75 ±0.07	8.3 ±0.54	7.0 ±2.0	1.0 ±0.8	75.0 ±1.0	15.0 ±4.0
Ni	P+G	6.75	4.88 ±0.08	-	11.5	11.02 ±0.06	-	12.7 ±0.8	-	87.0 ±0.8	-
	2P+G	-	6.42 ±0.11	3.76 ±0.12	-	11.7 ±0.12	-	17.0 ±1.0	6.7 ±0.7	76.0 ±1.0	-
	2P+2G	-	6.48 ±0.1	4.72 ±0.68	-	11.95 ±0.1	5.21 ±0.2	13.37 ±1.0	2.62 ±1.37	75.6 ±0.55	8.4 ±1.24
Ni+32Cr +1Mo	P+G	6.7	5.92 ±0.1	-	12.65	12.4 ±0.1	-	15.9 ±1.3	-	84.0 ±1.3	-
	2P+G	-	6.57 ±0.14	4.2 ±0.27	-	12.95 ±0.17	-	16.67 ±1.75	4.33 ±1.05	78.98 ±1.7	-
	2P+2G	-	6.52 ±0.2	4.23 ±0.54	-	13.1 ±0.1	7.52 ±0.73	14.9 ±2.7	2.9 ±1.3	76.83 ±1.25	5.37 ±4.86
Ni+38Cr +1Mo	P+G	6.67	5.86 ±0.2	-	12.64	12.0 ±0.1	-	9.5 ±1.6	-	90.5 ±1.6	-
	2P+G	-	6.33 ±0.27	4.51 ±0.67	-	12.56 ±0.2	-	10.8 ±2.38	2.45 ±1.8	86.73 ±2.14	-

	2P+2G	-	6.52 0.17	4.31 ±0.46	-	13.13 ±0.24	9.65 ±1.45	8.88 ±2.37	1.63 ±0.66	71.01 ±3.37	18.46 ±5.8
Ni+39Cr +1Mo	P+G	6.66	5.47 ±0.1	-	12.64	12.8 ±0.1	-	11.3 ±1.1	-	88.6 ±1.1	-
	2P+G	-	6.0 ±0.16	3.03 ±0.41	-	13.2 ±0.15	-	12.4 ±1.4	1.6 ±0.55	86.0 ±1.44	-
	2P+2G	-	6.27 ±0.14	3.22 ±0.24	-	13.74 ±0.21	10.04 ±1.21	10.77 ±1.83	1.85 ±0.33	72.93 ±2.71	14.43 ±4.42
Ni+41Cr	P+G	6.67	5.68 ±0.1	-	12.64	13.1 ±0.2	-	16.0 ±1.0	-	83.0 ±1.0	-
	2P+G	-	6.22 ±0.20	3.23 ±0.40	-	13.16 ±0.22	-	15.0 ±2.0	3.0 ±1.0	81.0 ±2.0	-
	2P+2G	-	6.23 ±0.2	3.2 ±0.4	-	13.7 ±0.1	8.03 ±1.0	14.0 ±3.0	2.0 ±0.7	75.0 ±2.0	7.0 ±6.0
Ni+41Cr +1Mo	P+G	6.66	5.9 ±0.05	-	12.64	14.3 ±0.1	-	19.4 ±0.6	-	80.5 ±0.6	-
	2P+G	-	6.44 ±0.08	4.1 ±0.2	-	14.5 ±0.11	-	17.6 ±1.0	3.88 ±0.7	78.52 ±0.84	-
	2P+2G	-	6.37 ±0.12	4.26 ±0.36	-	14.65 ±0.08	7.61 ±0.46	13.25 ±1.67	1.91 ±0.73	75.95 ±0.74	8.87 ±2.83
Ni+44Cr +1Mo	P+G	6.65	5.21 ±0.1	-	12.64	12.5 ±0.07	-	11.2 ±0.7	-	88.7 ±0.7	-
	2P+G	-	6.6 ±0.17	4.22 ±0.16	-	12.8 ±0.11	-	10.46 ±1.37	5.36 ±0.8	84.16 ±1.35	-
	2P+2G	-	6.4 ±0.1	3.42 ±0.2	-	13.4 ±0.1	8.6 ±0.6	7.2 ±1.8	1.75 ±0.3	73.2 ±1.3	17.8 ±3.2

Здесь *тео.* и *экс.* обозначает значения, полученные из теоретических расчетов и из эксперимента,  $\theta_{p1}$  и  $\theta_{p2}$  – углы пересечения первой и второй параболической кривой с осью абсцисс  $\theta$ ,  $\theta_{g1}$  и  $\theta_{g2}$  – дисперсия первого и второго гауссиана,  $I_{p1}$ ,  $I_{p2}$ ,  $I_{g1}$  и  $I_{g2}$  – доли аннигиляции позитронов в соответствующих областях.

Таблица 9. Результаты расчетов параметров электронной структуры и характеристик дефектов для образцов Mo, Cr и Ni и для образцов Ni-Cr.

	$\epsilon_F$ (эВ)			$\epsilon_g$ (эВ)		$n_p$ , $10^{22}$ $\text{cm}^{-3}$		$Z_{cl}^{\text{экс.}}$	$C_i$ , $\text{cm}^{-3}$		$R_i$ , нм	
	$\epsilon_F^{\text{тео.}}$	$\epsilon_{F1}^{\text{экс.}}$	$\epsilon_{F2}^{\text{экс.}}$	$\epsilon_g^{\text{тео.}}$	$\epsilon_g^{\text{экс.}}$	$n_p^{\text{тео.}}$	$n_{p1}^{\text{экс.}}$		$C_v$ , $10^{15}$	$C_{cl}$ , $10^{14}$	$R_v$ ( $N_v$ )	$R_{cl}$ ( $N_v$ )
Mo	18.7	19.1 ±0.3	6.16 ±0.2	50.0	67.4 ±1.3	38.5	38.3 ±0.9	5.97 ±0.1	9.95 ±0.5	22.5 ±1.3	0.26 (3)	0.52 (28)
Cr	11.1	12.2 ±0.7	5.7 ±0.5	60.1	56.4 ±0.9	16.6	20.4 ±1.7	2.43 ±0.1	3.24 ±0.3	7.2 ±1.8	0.27 (4)	0.54 (31)
Ni	11.4	10.5 ±0.4	3.61 ±0.2	50.7	52.3 ±1.0	18.2	15.7 ±0.8	1.72 ±0.1	7.76 ±0.4	15.3 ±1.6	0.26 (4)	0.53 (31)
Ni+32Cr +1Mo	11.4	11.0 ±0.4	4.48 ±0.5	61.3	64.2 ±1.7	17.81	15.8 ±1.1	1.89 ±0.1	14.5 ±1.5	18.8 ±4.6	0.27 (4)	0.54 (32)
Ni+38Cr +1Mo	11.3	10.2 ±0.8	5.2 ±1.5	61.2	60.4 ±1.9	17.62	15.0 ±1.9	1.71 ±0.2	7.24 ±1.6	8.21 ±6.0	0.27 (4)	0.53 (31)
Ni+39Cr +1Mo	11.3	9.2 ±0.3	2.34 ±0.6	61.2	66.7 ±1.5	17.61	12.8 ±1.0	1.45 ±0.1	7.77 ±1.0	5.02 ±1.7	0.27 (4)	0.53 (31)
Ni+41Cr	11.3	9.88 ±0.6	2.66 ±0.6	61.2	66.3 ±2.2	17.65	14.3 ±1.4	1.63 ±0.1	10.3 ±1.4	10.0 ±3.4	0.27 (4)	0.55 (34)
Ni+41Cr +1Mo	11.3	10.6 ±0.2	4.3 ±0.4	61.2	80.5 ±1.2	17.6	15.8 ±0.6	1.8 ±0.1	13.2 ±0.7	14.6 ±2.6	0.27 (4)	0.54 (31)
Ni+44Cr+ 1Mo	11.3	11.1 ±0.5	4.55 ±0.3	61.2	62.8 ±1.1	17.53	17.1 ±1.3	1.95 ±0.1	7.7 ±1.0	19.8 ±3.0	0.28 (4)	0.55 (33)



Здесь  $\varepsilon_{F1}$  и  $\varepsilon_{F2}$  – энергия Ферми, соответствующая первой (для области гомогенности) и второй (по-видимому, соответствующей зарождающейся фазе другого состава или дефекту) параболе,  $\varepsilon_g$  – средняя энергия электронов остова,  $Z_{cl}$  и  $n_{pl}$  – число электронов проводимости и их концентрация, соответствующие первой параболе,  $C_v$  и  $C_{cl}$  – концентрации дефектов двух различных типов,  $R_v$  и  $R_{cl}$  – размеры дефектов двух различных типов,  $N_v$  – условное число вакансий в дефекте.

Анализ данных таблиц 8 и 9 позволяет сделать следующие выводы.

- В образцах (Ni+32%Cr+1%Mo) наблюдается наибольшая концентрация дефектов, эквивалентных мелким кластерам, по сравнению с другими образцами, что, по-видимому связано с наибольшим числом антифазных границ при таком составе сплава. При увеличении содержания хрома на уровне 32÷39% наблюдается уменьшение числа и концентрации электронов проводимости, и концентрации дефектов, эквивалентных мелким кластерам, по сравнению с другими образцами. Но в образце сплава, содержащего 39%Cr, концентрация дефектов, эквивалентных мелким кластерам, увеличивается по сравнению с образцом сплава, содержащего 38%Cr. В отличие от образца, содержащего 32%Cr в образцах с содержанием хрома 38% и 39% наблюдается еще один остов. По-видимому, этот эффект может быть связан с происходящими при этой концентрации хрома структурными изменениями. Из результатов электронной микроскопии, полученных в работе [4], следует, что в образце сплава Ni+39%Cr+1%Mo более интенсивно развиваются зернограничные процессы, связанные с фазовым превращением и образованием ближнего порядка на границах зерен, по сравнению с остальными образцами сплава Ni-Cr-Mo. Процесс образования ближнего порядка сопровождается переходом части электронов проводимости в электронный остов, что и приводит к понижению энергии связи электронов в остовае, наблюдаемой в эксперименте.

- При содержании хрома 41% (без молибдена и с молибденом) наблюдается увеличение числа и концентрации электронов проводимости и концентрации дефектов, эквивалентных мелким кластерам. При увеличении содержания хрома до уровня 44% наблюдается увеличение числа и концентрации электронов проводимости и уменьшение концентрации дефектов, эквивалентных мелким кластерам, по сравнению с образцами 41%Cr (без молибдена и с молибденом). Кроме образца с содержанием 41% хрома (без молибдена), в этих образцах наблюдается второй остов. Из результатов экспериментов по электронной микроскопии, полученных в работе [4], следует, что в образце сплава Ni+41%Cr+1%Mo более вяло протекают фазовые превращения по сравнению с образцами сплава Ni+39%Cr+1%Mo. Матрица имеет твидовый контраст, т.е. ближнее упорядочение. Дальнее упорядочение не обнаружено. В образце сплава Ni+44%Cr+1%Mo снижается электросопротивление за счет интенсивного выделения  $\alpha$ -фазы и образования фазы Ni<sub>2</sub>Cr, т.е. происходит процесс дальнего упорядочения.

- Уменьшение числа электронов проводимости и их концентрации в образцах сплава Ni+39%Cr+1%Mo, по сравнению с образцами Ni+41%Cr и Ni+41%Cr+1%Mo, показывает, что в сплаве Ni+39%Cr+1%Mo выше степень ближнего упорядочения, от которой зависит уровень рекомбинации вакансий и междоузельных атомов при нейтронном облучении и стабильность механических свойств сплавов.

Обращает на себя также внимание немонотонная зависимость числа позитронов, проаннигилировавших на электронах второго ионного остова. Это эффект, по-видимому, связан с аннигиляцией позитронов у поверхности второй фазы. Этот результат можно интерпретировать следующим образом. В образце, содержащем

32%Cr+1%Mo выпадение второй фазы по границам зерна еще не наблюдается. При возрастании содержания хрома до 38% происходит выпадение второй фазы на поверхности зерна, причем этот процесс происходит неодинаково для образцов с содержанием хрома 39% и 41%. Следует отметить, что выпадения второй фазы на поверхности зерна вообще не наблюдается в сплаве, содержащем 41% хрома и не содержащем молибдена. В сплаве, содержащем 44%Cr+1%Mo, выпадение второй фазы по границам зерен увеличивается.

Результаты, полученные при применении методом УРАФ, находятся в качественном соответствии с результатами исследований сплавов методом электронной микроскопии [4]. Из анализа этих результатов видно, что режим термообработки (длительного старения) влияет на структурно-фазовую стабильность и свойства сплавов Ni-Cr.

Следует отметить, что экспериментальные значения энергии Ферми несколько отличаются от данных, полученных из теоретических расчетов модели свободного электронного газа. Это, по-видимому, связано с необходимостью учета несферичности поверхности Ферми в сплаве, так как в результате легирования другими элементами в сплаве форма поверхности Ферми меняется. В этой же главе приведены результаты расчетов изменений энергии Ферми в исследуемых образцах. В результате легирования хрома и молибдена в сплаве изменяется значение энергии Ферми порядка 1 эВ/ат.%примесей в зависимости от содержания хрома и молибдена.

На втором этапе исследовано влияние режима термообработки и легирования на свойства сплавов Ni-Cr. Исследовались 9 образцов сплава Ni-Cr, содержащие хрома 38%, 40%, и 42%, представляющие собой навески размером (35×30×1) мм<sup>3</sup>, обработанные при различных температурах. Перед отжигом сплавы подвергали аустенизации при температуре 1050 °С в течение 30 мин с последующим охлаждением в воде. Микроструктура сплавов создавалась последующими отжигами при температуре 500 °С длительностью 10 и 90 ч. Результаты обработки экспериментальных данных, полученные при использовании программы ACARFIT для образцов Ni-Cr показаны в таблице 10. Результаты расчетов параметров электронной структуры и характеристик дефектов для образцов Ni-Cr показаны в таблице 11. В этой таблице расчеты проводятся только для аппроксимации двумя параболами- одним гауссианом.

Таблица 10. Результаты обработки экспериментальных данных, полученные при использовании программы ACARFIT для образцов Ni-Cr.

		$\theta_p$ , мрад			$\theta_g$ , мрад			$I_p$ , %		$I_g$ , %	
		$\theta_p^{тео.}$	$\theta_{p1}^{экс.}$	$\theta_{p2}^{экс.}$	$\theta_g^{тео.}$	$\theta_{g1}^{экс.}$	$\theta_{g2}^{экс.}$	$I_{p1}$	$I_{p2}$	$I_{g1}$	$I_{g2}$
Ni+38Cr (закалка, 1050 °С)	P+G	6.66	5.62 ±0.06	-	14.1	13.86 ±0.08	-	15.6 ±0.6	-	84.4 ±0.6	-
	2P+G	-	6.41 ±0.12	4.35 ±0.2	-	14.15 ±0.1	-	13.66 ±1.15	4.84 ±1.0	81.5 ±0.82	-
	2P+2G	-	6.45 ±0.13	4.5 ±0.27	-	14.31 ±0.1	4.34 ±9.77	13.87 ±2.3	4.43 ±3.24	80.95 ±0.82	0.74 ±5.15
Ni+38Cr (отжиг, 500°С, 10ч)	P+G	-	5.71 ±0.06	-	-	14.13 ±0.07	-	13.8 ±0.58	-	86.2 ±0.58	-
	2P+G	-	6.93 ±0.24	5.17 ±0.16	-	14.43 ±0.1	-	8.61 ±1.47	7.94 ±1.38	83.44 ±0.82	-
	2P+2G	-	6.95 ±0.25	5.24 ±0.17	-	14.44 ±0.1	0.83 ±0.43	8.47 ±1.58	8.02 ±1.52	83.35 ±0.83	0.14 ±0.07

Ni+38Cr (отжиг, 500°C, 90ч)	P+G	-	5.75 ±0.07	-	-	14.13 ±0.1	-	14.28 ±0.73	-	85.72 ±0.73	-
	2P+G	-	6.5 ±0.25	4.72 ±0.25	-	14.1 ±0.11	-	9.7 ±1.7	5.44 ±1.55	84.87 ±0.96	-
	2P+2G	-	6.77 ±0.24	4.84 ±0.25	-	14.32 ±0.11	3.27 ±11.7	9.83 ±1.53	6.34 ±1.66	83.67 ±1.0	0.15 ±1.21
Ni+40Cr (закалка, 1050 °C)	P+G	6.65	5.63 ±0.05	-	14.0	13.72 ±0.06	-	14.0 ±0.54	-	86.0 ±0.54	-
	2P+G	-	7.05 ±0.17	4.88 ±0.11	-	14.04 ±0.1	-	9.77 ±1.02	7.96 ±0.83	82.27 ±0.8	-
	2P+2G	-	7.1 ±0.2	5.06 ±0.16	-	14.06 ±0.1	4.7 ±4.61	9.4 ±1.7	7.15 ±2.6	82.14 ±0.83	1.3 ±3.85
Ni+40Cr (отжиг, 500°C, 10ч)	P+G	-	5.7 ±0.1	-	-	13.86 ±0.1	-	11.46 ±0.82	-	88.53 ±0.82	-
	2P+G	-	6.0 ±0.14	3.03 ±0.62	-	14.0 ±0.1	-	11.03 ±0.94	1.0 ±0.48	88.06 ±0.88	-
	2P+2G	-	5.95 ±0.23	3.66 ±2.68	-	13.94 ±0.15	5.87 ±2.43	8.72 ±3.81	0.4 ±1.82	87.53 ±2.01	4.15 ±6.42
Ni+40Cr (отжиг, 500°C, 90ч)	P+G	-	5.72 ±0.07	-	-	14.23 ±0.1	-	14.1 ±0.7	-	86.0 ±0.7	-
	2P+G	-	6.57 ±0.24	4.85 ±0.22	-	14.4 ±0.11	-	9.62 ±1.0	6.1 ±1.6	84.28 ±1.0	-
	2P+2G	-	6.93 ±0.25	4.94 ±0.16	-	14.62 ±0.11	1.44 ±2.62	9.35 ±1.43	7.67 ±1.25	83.05 ±0.96	0.07 ±0.16
Ni+42Cr (закалка, 1050 °C)	P+G	6.64	5.85 ±0.06	-	13.88	13.8 ±0.08	-	15.35 ±0.64	-	84.64 ±0.64	-
	2P+G	-	6.93 ±0.1	4.25 ±0.14	-	14.62 ±0.1	-	15.74 ±0.9	5.41 ±0.6	78.84 ±0.8	-
	2P+2G	-	7.0 ±0.2	4.6 ±0.46	-	14.8 ±0.2	7.4 ±0.84	10.0 ±2.57	2.12 ±1.42	76.2 ±2.57	11.67 ±5.46
Ni+42Cr (отжиг, 500°C, 10ч)	P+G	-	5.83 ±0.05	-	-	13.93 ±0.06	-	14.18 ±0.54	-	85.81 ±0.54	-
	2P+G	-	6.06 ±0.07	3.01 ±0.34	-	14.0 ±0.07	-	13.91 ±0.61	1.03 ±0.3	85.05 ±0.6	-
	2P+2G	-	6.44 ±0.12	5.02 ±0.54	-	14.12 ±0.11	6.4 ±1.43	9.81 ±2.5	2	83.57 ±1.53	4.61 ±3.76
Ni+42Cr (отжиг, 500°C, 90ч)	P+G	-	5.24 ±0.06	-	-	13.56 ±0.05	-	10.33 ±0.43	-	89.67 ±0.43	-
	2P+G	-	5.76 ±0.1	3.66 ±0.27	-	13.74 ±0.06	-	9.88 ±0.7	1.9 ±0.51	88.22 ±0.55	-
	2P+2G	-	6.12 ±0.23	5.08 ±0.54	-	14.0 ±0.11	6.54 ±0.87	5.0 ±2.17	2	86.01 ±1.7	7.0 ±3.6

Здесь обозначения те же, что в таблице 8.

Таблица 11. Результаты расчетов параметров электронной структуры и характеристик дефектов для образцов Ni-Cr (для двух парабол и одного гауссиана).

	$\epsilon_F$ (эВ)			$\epsilon_g$ (эВ)		$n_p, 10^{22} \text{ см}^{-3}$		$Z_{cl}^{экс.}$	$C_i, \text{ см}^{-3}$		$R_i, \text{ нм}$	
	$\epsilon_F^{тео.}$	$\epsilon_{F1}^{экс.}$	$\epsilon_{F2}^{экс.}$	$\epsilon_g^{тео.}$	$\epsilon_g^{экс.}$	$n_p^{тео.}$	$n_{p1}^{экс.}$		$C_v, 10^{15}$	$C_{cl}, 10^{14}$	$R_v (N_v)$	$R_{cl} (N_v)$
Ni+38Cr (закалка 1050°C)	11.46	10.5 ±0.4	4.83 ±0.4	76.2	76.7 ±1.1	17.6	15.6 ±0.8	1.78 ±0.1	9.75 ±0.8	17.2 ±3.5	0.27 (4)	0.54 (32)
Ni+38Cr (отжиг, 500°C, 10 ч)	-	12.2 ±0.8	6.83 ±0.4	-	79.8 ±1.1	-	19.7 ±2.0	2.25 ±0.2	6.5 ±1.1	30.0 ±5.2	0.27 (4)	0.54 (31)

Ni+38Cr (отжиг, 500°C, 90 ч)	-	10.8 ±0.8	5.7 ±0.6	-	76.2 ±1.2	-	16.3 ±1.8	1.85 ±0.2	6.16 ±1.1	17.3 ±5.0	0.27 (4)	0.54 (31)
Ni+40Cr (закалка 1050°C)	11.44	12.7 ±0.6	6.08 ±0.2	76.1	75.5 ±1.0	17.5	20.8 ±1.5	2.37 ±0.1	7.87 ±0.8	32.0 ±3.3	0.27 (4)	0.54 (32)
Ni+40Cr (отжиг, 500°C, 10 ч)	-	9.2 ±0.4	2.34 ±1.0	-	75.1 ±1.0	-	12.8 ±1.0	1.46 ±1.0	6.76 ±0.6	3.06 ±1.4	0.27 (4)	0.53 (30)
Ni+40Cr (отжиг, 500°C, 90 ч)	-	12.2 ±0.8	6.23 ±0.4	-	82.0 ±1.2	-	19.7 ±2.1	2.25 ±0.2	6.63 ±0.7	21.0 ±5.5	0.27 (4)	0.54 (31)
Ni+42Cr (закалка 1050°C)	11.42	12.2 ±0.3	4.61 ±0.3	76	81.9 ±1.1	17.4	19.7 ±0.8	2.26 ±0.1	12.5 ±0.1	21.6 ±2.4	0.27 (4)	0.54 (31)
Ni+42Cr (отжиг, 500°C, 10 ч)	-	9.38 ±0.2	2.31 ±0.5	-	75.1 ±0.7	-	13.2 ±0.4	1.51 ±0.1	9.5 ±0.4	3.5 ±1.0	0.27 (4)	0.6 (40)
Ni+42Cr (отжиг, 500°C, 90 ч)	-	8.47 ±0.3	3.42 ±0.5	-	72.3 ±0.6	-	11.3 ±0.6	1.3 ±0.1	5.6 ±0.4	5.42 ±1.4	0.27 (4)	0.53 (30)

Здесь обозначения те же, что в таблице 9.

Из анализа данных таблиц 10 и 11 можно прийти к следующим выводам.

- В образце сплава, содержащего 38% Cr, закаленного при температуре 1050°C наблюдается наибольшая концентрация дефектов, эквивалентных кластерам небольших размеров, и наименьшая концентрация электронов проводимости по сравнению с отожженными образцами сплава, содержащего 38% Cr. При температуре отжига 500°C в течение 10 ч наблюдается уменьшение концентрации дефектов, эквивалентных кластерам небольших размеров, и увеличение концентрации электронов проводимости по сравнению с закаленным образцом. При этом увеличивается концентрация дефектов, эквивалентных кластерам различных размеров. При повышении длительности отжига до 90 ч уменьшается концентрация электронов проводимости и концентрация дефектов, эквивалентных кластерам различных размеров. Феномен изменения концентрации и типа дефектов структуры в этих образцах связан с кинетическими процессами, протекающими при закалке и отжиге образцов. Закалка образца при температуре 1050°C приводит к образованию большой концентрации неравновесных дефектов, в частности, комплексов вакансия/межузельный атом, а также областей, в которых большое количество атомов оказывается вне соответствующих им узлов решетки. В начальной стадии отжига при температуре 500°C в течение 10 ч, происходит высвобождение вакансий из комплексных ловушек, с высокой диффузией межузельных атомов к стокам, которыми являются границы зерен и поверхности кристалла. При определенной «рекристаллизации» областей (возвращение атомов в соответствующие им узлы решетки) за счет диффузионного механизма происходит объединение части одиночных вакансий в мелкие кластеры, которые постепенно за счет «упругого» взаимодействия объединяются в крупные (устойчивые) кластеры, размер которых эффективно не отличается от размера кластеров для закаленного

образца. Последующий отжиг с длительностью 90 ч, приводит к тому, что часть кластеров разрушается, и возникшие мелкие дефекты попадают на стоки.

- В образце сплава, содержащего 40% Cr, закаленного при температуре 1050°C также наблюдается наибольшая концентрация дефектов, эквивалентных кластерам небольших размеров, и концентрация электронов проводимости по сравнению с отожженными образцами. По сравнению с образцами сплава, содержащего 38%, в образцах сплава, содержащего 40%Cr наблюдается уменьшение концентрации дефектов, эквивалентных кластерам небольших размеров, увеличение энергии Ферми и концентрации электронов проводимости. При этом увеличивается концентрация дефектов, эквивалентных кластерам различных размеров. Величина энергии ионизации электронов ионного остова, соответствующего основной фазе, не изменилась так же, как в образце сплава, содержащего 38%Cr. Увеличение энергии Ферми и концентрация дефектов, эквивалентных кластерам различных размеров по сравнению с образцом, содержащего 38%Cr, указывают на наличие серьезных возмущений в электронной подсистеме (их можно в первом приближении рассматривать, как признак несферичности поверхности Ферми в сплаве) и на увеличение скопления вакансий с неоднородностью, представляющую собой некоторое примесное состояние сплава. Скорее всего, в исследуемом образце на границах кристаллов начинают появляться выделения новой фазы, которые в свою очередь окружены областями ближнего упорядочения, но имеют довольно малый размер, по порядку величины не отличающийся от характерного размера «вакансионных» кластеров. При температуре отжига 500°C в течение 10 ч сохранилась неизменной только значение энергии ионизации электронов остова, соответствующего основной фазе, а изменение всех остальных экспериментальных характеристик сильно отличается от изменений в остальных образцах, содержащего 40%Cr. Это связано с малой статистикой эксперимента. При повышении длительности отжига до 90 ч наблюдается уменьшение концентрации дефектов, эквивалентных кластерам различных размеров, и концентрации электронов проводимости по сравнению с закаленным образцом. Феномен исчезновения дефектов при отжиге такой же, как в образце сплава, содержащего 38%Cr.

- В образце сплава, содержащего 42%Cr, закаленного при температуре 1050°C наблюдается наибольшая концентрация дефектов, эквивалентных кластерам различных размеров, и концентрация электронов проводимости по сравнению с отожженными образцами сплава, содержащего 42%Cr. По сравнению с закаленными образцами, содержащими 38%Cr и 40%Cr, в образце сплава, содержащего 42%Cr увеличивается концентрация дефектов, эквивалентных кластерам небольших размеров. Концентрация электронов проводимости несколько уменьшается по сравнению с образцом сплава, содержащего 40%Cr. Уменьшается концентрация дефектов, эквивалентных кластерам различных размеров, и концентрация электронов проводимости по сравнению с закаленным образцом сплава, содержащего 42%Cr, как при температуре отжига 500°C в течение 10 ч, так и при повышении длительности отжига до 90 ч. Феномен исчезновения дефектов при отжиге такой же, как в образце сплава, содержащего 38% Cr, но концентрация дефектов, эквивалентных кластерам различных размеров, существенно уменьшается при отжиге по сравнению с отожженными образцами сплава, содержащих 38% и 40%Cr. В отличие от образцов, содержащих 38%Cr и 40%Cr, в образцах с содержанием хрома 42% наблюдается второй осто. По-видимому, этот эффект может быть связан с происходящими при этой концентрации хрома структурными изменениями, связанными с образованием твердого раствора никеля в

хrome на границе зерна  $Ni_2Cr$ . Но, по-видимому, из-за недостаточной статистики эксперимента, вычисление его образования с большей точностью не представлялось возможным.

- Результаты, полученные при применении методом УРАФ, находятся в качественном соответствии с результатами исследований сплавов методами измерения электросопротивления и электронной микроскопии. Из анализа этих результатов видно, что режим термообработки влияет на свойства сплава Ni-Cr.

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

1. Разработана и впервые применена методика определения изменений параметров электронной структуры и характеристик дефектов в сплавах на основе Ni-Cr, основанная на применении комплекса методик: измерения времени жизни позитронов в веществе и измерения углового распределения аннигиляционных фотонов с последующими расчетами, использующими модель захвата позитронов в структурных дефектах сплава.

2. Выявлены изменения электронной плотности и характеристик дефектов в сплавах Ni-Cr при различных режимах термообработки и легировании методом измерения времени жизни позитронов.

- Установлено, что при легировании сплава различными малыми концентрациями примесей может происходить как увеличение, так и уменьшение электронной плотности, причем последнее зависит от валентности введенной примеси.

- Показано, что во всех образцах существуют структурные неоднородности двух типов, эквивалентные кластерам различных размеров.

3. Благодаря проведенному исследованию влияния легирования азотом на электронную структуру и распределение дефектов в образцах сплавов Ni-Cr с различными размерами зерна и при различных режимах термообработки показано, что:

- основным механизмом изменения времени жизни позитронов в этих сплавах является изменение электронной плотности в бездефектной области;

- в крупнозернистых образцах процесс упорядочения происходит, по-видимому, медленнее, чем в мелкозернистых образцах, в крупнозернистых образцах наблюдается тенденция к уменьшению электронной плотности и увеличению концентрации дефектов по сравнению с мелкозернистыми образцами, этот эффект, по-видимому, объясняется стоком дефектов к границам зерен.

4. Методом измерения углового распределения аннигиляционных фотонов исследовано изменение электронной плотности и дефектов структуры в сплавах Ni-Cr с различным содержанием хрома при различных режимах термообработки:

- установлено, что в сплавах, содержащих Mo, при возрастании содержания хрома до 38% происходит выпадение второй фазы на поверхности зерна  $Ni_2Cr$ , причем этот процесс происходит неодинаково для образцов с содержанием хрома 39% и 41%;

- в сплаве, не содержащем Mo, выпадение второй фазы на поверхности зерна  $Ni_2Cr$  происходит при содержании 42%Cr;

- в сплаве, содержащем 44%Cr+1%Mo, концентрация второй фазы по границам зерен увеличивается.

5. Показано, что феномен изменения концентрации и типа дефектов структуры в сплавах Ni-Cr, не содержащих Mo, при увеличении содержания хрома в интервале

концентрации 38÷42%, связан с перераспределением хрома в фазе Ni<sub>2</sub>Cr, приводящем к увеличению содержания хрома на границах фазы. Наблюдается хорошее соответствие экспериментальных данных с результатами экспериментов по электронной микроскопии и измерения электросопротивления.

6. На основании полученных экспериментальных результатов о концентрационной зависимости дефектов от состава образца и режимов его термообработки выработана практическая рекомендация. Целесообразно:

- применять сплавы, содержащие 42% Cr;
- подвергать их отжигу при температуре 500°C в течение 90 часов.

Основные результаты работы опубликованы в следующих научных трудах:

1. Зин Мин У, В.Ю.Милосердин, В.Т.Самосадный, В.П.Колотушкин, В.Н.Речицкий, Исследование влияния легирования и термообработки на электронную структуру и дефекты структуры сплавов Ni-Cr методом аннигиляции позитронов, Физика и химия обработки материалов, 2005, № 4, с.12-16.

2. В.И.Графутин, Зин Мин У, В.П.Колотушкин, В.Ю.Милосердин, А.Ю.Мищенко, В.Н.Речицкий, В.Т.Самосадный, Ю.В.Фунтиков, Ю.В.Штоцкий, Исследование изменений электронной структуры и дефектов структуры сплавов на основе Ni-Cr методом измерения углового распределения аннигиляционных фотонов (УРАФ), Физика и химия обработки материалов, 2007, №1, с.68-72.

3. Зин Мин У, В.Ю.Милосердин, А.Ю.Мищенко, В.Т.Самосадный, Исследование сплавов на основе Ni-Cr методом аннигиляции позитронов, Сборник тезисов «II франко-российский семинар "Новые достижения в материаловедении"», МИСиС, 2005, с.40-41.

4. Зин Мин У, В.Ю.Милосердин, А.Ю.Мищенко, В.Т.Самосадный, Исследование изменений структуры сплавов на основе Ni-Cr методом аннигиляции позитронов, Сборник тезисов «XIII международная конференция студентов, аспирантов и молодых ученых по фундаментальным наукам "Ломоносов-2006"», секция "Физика", Физический факультет МГУ, 2006, Т.2, с.139-141.

5. Зин Мин У, В.П.Колотушкин, В.Ю.Милосердин, О.В.Мынцова, В.Н.Речицкий, В.Т.Самосадный, Исследование влияния легирования и режима термообработки на электронную структуру и дефекты структуры сплавов Ni-Cr и Fe-Cr методом аннигиляции позитронов, Сборник научных трудов, научная сессия МИФИ-2005, Т.9, с.103-104.

6. В.И.Графутин, Зин Мин У, В.П.Колотушкин, В.Ю.Милосердин, А.Ю.Мищенко, В.Н.Речицкий, В.Т.Самосадный, Ю.В.Фунтиков, Ю.В.Штоцкий, Исследование изменений электронной структуры и дефектов структуры сплавов на основе Ni-Cr методом аннигиляции позитронов, Сборник научных трудов, научная сессия МИФИ-2006, Т.9, с.103-104.

7. В.И.Графутин, Зин Мин У, У.Н.Курельчук, В.П.Колотушкин, В.Ю.Милосердин, А.Ю.Мищенко, В.Н.Речицкий, В.Т.Самосадный, Ю.В.Фунтиков, Исследование структурных превращений в сплавах на основе Ni-Cr методом измерения углового распределения аннигиляционных фотонов, Сборник научных трудов, научная сессия МИФИ-2007, Т.5, с.116-117.

## ЦИТИРУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. М.И.Солонин, С.Н.Вотинов, В.П.Колотушкин и др., Сплав ХНМ-1 как перспективный материал для элементов конструкций ядерных и термоядерных реакторов с водным теплоносителем, Вопросы атомной науки и техники, Серия: Материаловедение и новые материалы, 1995, Т.1(52), с. 13-20.
2. В.П.Кондратьев, М.И.Солонин, В.Н.Речицкий, Т.А.Красина, В.П.Колотушкин, Сплав ХНМ-1 как альтернативный материал корпусов реакторов типа ВВЭР, Вопросы атомной науки и техники, Серия: Материаловедение и новые материалы, 2001, Т.1(58), с. 79-85.
3. Н.М.Бескоровайный, Б.А.Калин, П.А.Платонов, И.И.Чернов, Конструкционные материалы ядерных реакторов, М.: Энергоатомиздат, 1995, 704 с.
4. В.П.Колотушкин, В.П.Кондратьев, А.В.Лаушкин, В.Н.Речицкий, Влияние длительного старения на структурно-фазовую стабильность и свойства никель-хромовых сплавов, Металловедение и термическая обработка металлов, 2003, № 11, 7-10.
5. В.И.Графутин, Е.П.Прокопьев, Применение позитронной аннигиляционной спектроскопии для изучения строения вещества, Успехи физических наук, 2002, Т.172(1), с.67-84.
6. В.И.Гольданский, Физическая химия позитрона и позитрония, М.:«Наука», 1968, 173 с.
7. P.Kirkegaard, N.J.Pedersen, M.Eldrup, PATFIT-88: A data-processing system for positron annihilation spectra on mainframe and personal computers, February 1989 – revised August 1997 - reprinted November 2003, Riso National Laboratory, DK-4000 Roskilde, Denmark.
8. J.Kansy, Microcomputer program for analysis of positron annihilation lifetime spectra, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 374, 1996, 235-244.
9. G.Dlubek, N.Meyendorf, O.Brummer, An Estimation of the angular correlation curves being characteristic of positron annihilation in dislocations, vacancies, and vacancy clusters in Ni, Crystal Res&Technol. 18, 1983, №6, 805-812.
10. В.П.Колотушкин, В.Ю.Милосердин, В.Т.Самосадный и др., Исследование структурных изменений в сплавах Ni-Cr при различных режимах термообработки и легировании методами электронной микроскопии и аннигиляции позитронов, Вопросы атомной науки и техники, Серия: Материаловедение и новые материалы, 2004, Т.4(2), с. 436-445.
11. В.П.Колотушкин, В.Н.Речицкий, В.Ю.Милосердин, А.А.Парфенов, О влиянии азота на фазовый распад сплава ХНМ-1, Вопросы атомной науки и техники, Серия: Материаловедение и новые материалы, 2001, Т.1(58), с. 54-64.