

## Кристаллические и магнитные структуры

# Исследование наноструктуры ферритно-мартенситных 12%-хромистых сталей методом малоуглового рассеяния нейтронов

© С.Г. Богданов<sup>1</sup>, Б.Н. Гощицкий<sup>1</sup>, В.Д. Пархоменко<sup>1</sup>,  
М.В. Леонтьева-Смирнова<sup>2</sup>, В.М. Чернов<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Институт физики металлов УрО РАН,  
Екатеринбург, Россия

<sup>2</sup> Высотехнологический научно-исследовательский институт  
неорганических материалов им. акад. А.А. Бочвара,  
Москва, Россия

E-mail: bsg@imp.uran.ru

Методом малоуглового рассеяния нейтронов изучена наноструктура (распределение наночастиц) ферритно-мартенситных 12%-хромистых сталей ЭК-181 (Fe-12Cr-2W-V-Ta-B) и ЧС-139 (Fe-12Cr-2W-V-Ta-B-Nb-Mo) в зависимости от режимов термомеханических обработок этих сталей и нейтронного облучения. Исследовались образцы в исходном состоянии и после нейтронного облучения (реактор ИВВ-2М) при температуре облучения 80°С флюенсом  $10^{18}$ ,  $10^{19}$  и  $5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-2}$  ( $E \geq 0.1 \text{ Mev}$ ). Наноструктура сталей характеризуется выделениями двух характерных размеров наночастиц — 1–1.5 и 7–8 нм. Обсуждается зависимость наноструктурных параметров от составов сталей, вида термообработки и облучения.

Работа выполнена по плану РАН (тема № 01.2.006 13394, шифр „Импульс“), при частичной поддержке проекта РФФИ № 11.02.00224а, госконтракта Минобрнауки № 14.518.11.7020 и проекта УрО РАН № 12-2-042-ИРМ.

## 1. Введение

Ферритно-мартенситные 12%-хромистые малораспухающие стали успешно разрабатываются как конструкционные материалы для активных зон ядерных и термоядерных энергетических реакторов [1–2]. В России (ОАО „ВНИИНМ“) разрабатываются для ядерного и термоядерного применения жаропрочные ферритно-мартенситные стали ЭК-181 (Fe-12Cr-2W-V-Ta-B, сталь с быстрым спадом активности после прекращения нейтронного облучения) и ЧС-139 (Fe-12Cr-2W-V-Ta-B-Nb-Mo) [2–3]. Существенным ограничивающим фактором применения ферритно-мартенситных сталей в ядерной и термоядерной технике является низкотемпературное радиационное охрупчивание (НТРО), вынуждающее ограничивать нижнюю температуру применения этих сталей в ядерной технике величиной 350–400°С, что существенно ограничивает как энергетическую эффективность энергетических реакторов, так и условия их эксплуатации.

Эффект НТРО еще малоизучен (трудности с низкотемпературным реакторным облучением в области НТРО) [2,4]. Малоизвестны природа и механизмы НТРО и нет обоснованных физико-химических моделей этого явления, специфически проявляющимся в ферритно-мартенситных сталях (в аустенитных сталях эффект НТРО отсутствует). Исследование эффекта НТРО и

выяснение его структурных механизмов представляет как научный, так и практический интерес при разработке ферритно-мартенситных сталей. Существенное влияние на эффект НТРО оказывает структурно-фазовое состояние сталей и важным направлением ослабления эффекта НТРО является объемная наноструктуризация сталей [3–5]. Однако исследования наноструктуры сталей требуют высокоразрешающей экспериментальной техники (электронной микроскопии и малоуглового рассеяния нейтронов).

Предлагаемое исследование направлено на изучение наноструктуры ферритно-мартенситных сталей ЭК-181 и ЧС-139 после различных режимов термомеханических обработок и низкотемпературного нейтронного воздействия. Оно имеет своей целью выявить и уточнить наноструктурное состояние образцов методом малоуглового рассеяния нейтроном, являющегося эффективным методом изучения наноразмерных фазовых частиц и эффективно дополняющим результаты высокоразрешающих электронно-микроскопических исследований [5].

## 2. Образцы и методика эксперимента

В работе исследованы ферритно-мартенситные 12%-хромистые стали ЭК-181 и ЧС-139, подвергнутые в исходном (необлученном) состоянии различным

**Таблица 1.** Амплитуда ядерного рассеяния химических элементов  $b$  и состав образцов сталей ЭК-181 и ЧС-139 в массовых и атомных процентах

Элемент	Образец	ЭК-181		ЧС-139	
		$b, 10^{-12}\text{cm}$	mass.%	at.%	mass.%
Fe	0.945	85.838	85.045	83.675	82.926
C	0.6648	0.15	0.691	0.21	0.968
Cr	0.3635	11.17	11.886	11.85	12.615
V	-0.0382	0.25	0.272	0.31	0.337

термообработкам. Условное обозначение образцов и соответствующие им режимы термообработок следующие:

— исходная термообработка (заводская) — отжиг  $800^\circ\text{C}$  в течение 1 h, медленное охлаждение с печью до  $600^\circ\text{C}$ , охлаждение на воздухе;

— ТТО (традиционная термическая обработка) — нагрев до  $1100^\circ\text{C}$ , выдержка 40 min, охлаждение на воздухе до  $720^\circ\text{C}$ , выдержка 3 h, охлаждение на воздухе;

— КТО (комбинированная термическая обработка) — нагрев до  $1100^\circ\text{C}$ , выдержка 40 min, охлаждение на воздухе до  $810^\circ\text{C}$ , отжиг три раза при  $810^\circ\text{C}$  по 30 min, охлаждение на воздухе до  $720^\circ\text{C}$ , выдержка 1 h, охлаждение на воздухе;

— КТО-1 (модифицированная комбинированная термическая обработка) — нагрев до  $1100^\circ\text{C}$ , выдержка 40 min, охлаждение на воздухе до  $885^\circ\text{C}$ , отжиг три раза при  $885^\circ\text{C}$  по 30 min, охлаждение на воздухе до  $720^\circ\text{C}$ , выдержка 1 h, охлаждение на воздухе.

Состав основных элементов сталей приведен в табл. 1. Образцы имели форму цилиндра размером  $\varnothing 4.5 \times 40\text{ mm}$ . Исследования проводились в исходном состоянии (до облучения) и после облучения быстрыми нейтронами.

Работа выполнена в Нейтронном материаловедческом центре ИФМ УрО РАН на реакторе ИВВ-2М (г. Заречный, Свердловская обл.).

Облучение проводили в „мокрое“ облучательном канале, установленном в полость тепловыделяющей сборки (ТВС) исследовательского ядерного реактора. Для предотвращения разогрева образцы, помещенные в тонкостенные алюминиевые герметичные упаковки, омывались теплоносителем первого контура, температура которого составляла около  $80^\circ\text{C}$ . Упаковки плотно прилегали к облучаемым образцам, что обеспечивало эффективный отвод тепла при радиационном разогреве. Облучение проводили быстрыми нейтронами,  $E_n \geq 0.1\text{ Mev}$ , флюенсом  $10^{18}$ ,  $10^{19}$  и  $5 \cdot 10^{19}\text{ cm}^{-2}$ , что соответствует значениям радиационной повреждаемости 0.00021, 0.0021 и 0.01 дпа-Fe соответственно [6]. Величину флюенса определяли продолжительностью облучения ампулы с образцами на номинальной мощности реактора. Для определения времени облучения специальными измерениями было установлено, что величина плотности потока быстрых нейтронов энергией  $E_n \geq 0.1\text{ Mev}$

в „мокрое“ канале, установленном в ТВС в ячейке 4–7 реактора ИВВ-2М, равна  $2.23 \cdot 10^{14}\text{ cm}^{-2}\text{ s}^{-1}$ . Таким образом, продолжительность облучения  $t$  при заданном флюенсе быстрых нейтронов  $\Phi$  составляла:  $t(\text{s}) = \Phi(\text{cm}^{-2})/2.23 \cdot 10^{14}(\text{cm}^{-2}\text{ s}^{-1})$ .

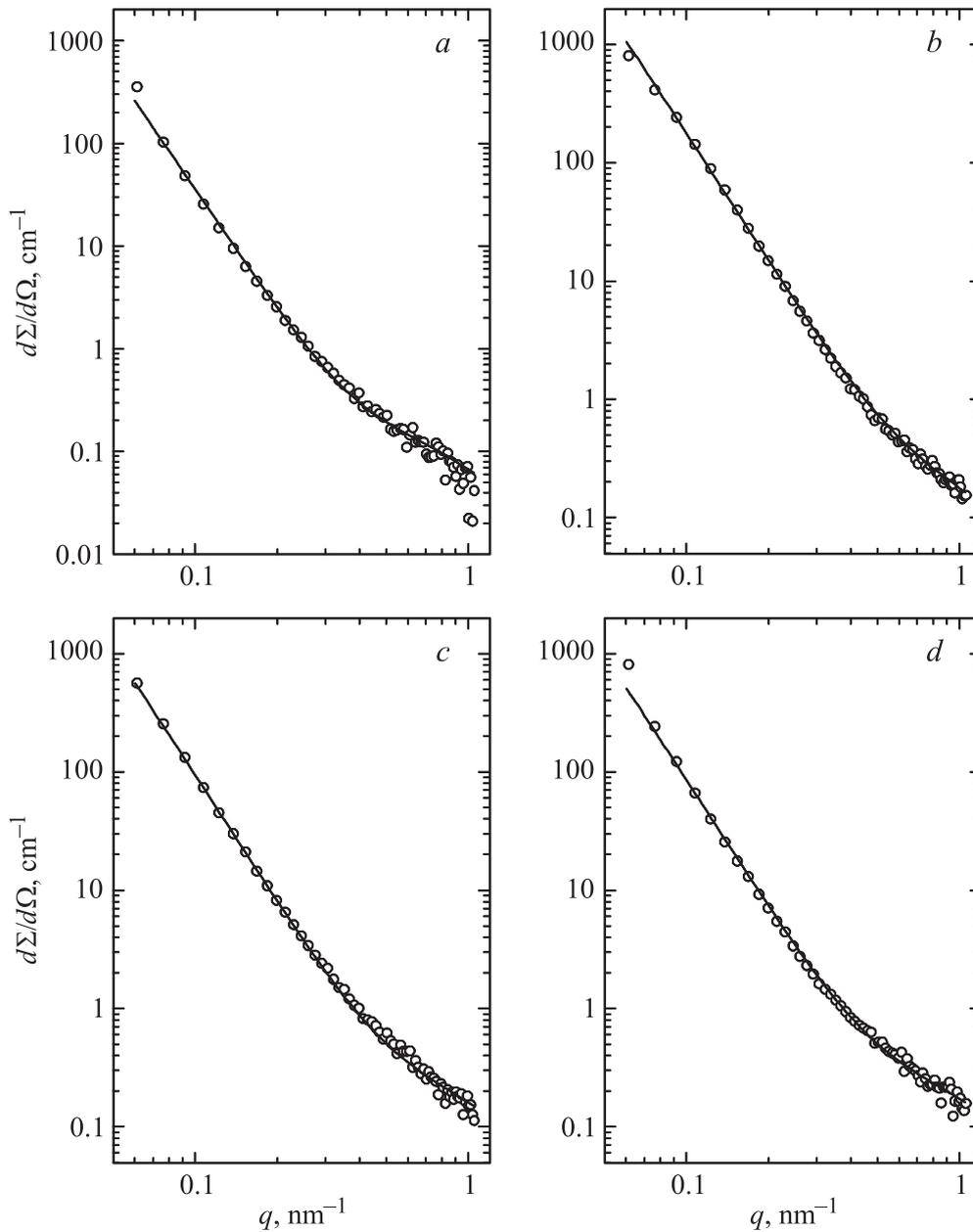
Наноструктура сталей исследована методом малоуглового рассеяния тепловых нейтронов на дифрактометре малоуглового рассеяния на поляризованных нейтронах Дб. Средняя длина волны нейтронов составляла 0.5 nm, разрешение по длинам волн —  $\Delta\lambda/\lambda = 30\%$ . Измерения выполнены в интервале векторов рассеяния  $q = 0.06\text{--}1\text{ nm}^{-1}$  ( $q = 4\pi \sin\theta/\lambda$ ,  $\theta$  — угол рассеяния). Поляризация падающего пучка  $P_0 = 0.95$ . Использовалась щелевая геометрия, размер пучка  $1 \times 30\text{ mm}$ .

Исследованные материалы обладают ферромагнитными свойствами. Их отличительной особенностью является малый размер магнитных доменов. По нашим оценкам он составляет 5–10 nm. Известно [7–10], что это приводит к уширению нейтронного пучка из-за процессов многократной рефракции луча на границах доменов. В нашем случае падающий пучок инструментальной шириной  $8'$  при прохождении через ненамагниченный образец уширялся до 18–20'. По сути, это паразитный эффект, величина которого в малых углах значительно превышала рассеяние от возможных неоднородностей в образцах. Для подавления этого эффекта и выделения ядерной компоненты малоуглового рассеяния на образец накладывали внешнее магнитное поле  $3.2 \cdot 10^5\text{ A/m}$  (4 kOe). Из теории метода поляризационного анализа [11] следует, что для этой цели поле следует направлять параллельно вектору рассеяния, т.е. перпендикулярно оси цилиндрического образца (при выключенном флиппере). Но намагнитить тонкий цилиндр в таком направлении в относительно небольшом поле сложно из-за большого размагничивающего фактора. Поэтому мы использовали держатель образца из магнитомягкого материала (армко-железа). Он представлял собой монолитный блок с отверстием для размещения образца и прорезями для прохода нейтронного пучка и помещался между полюсами электромагнита, замыкая магнитный поток. Таким образом нам удалось намагничивать образцы до состояния близкого к насыщению и, тем самым, подавить многократное рассеяние и выделить ядерную компоненту.

Все измерения выполнены при комнатной температуре.

### 3. Эксперимент и обсуждение результатов

Экспериментальные зависимости сечений малоуглового рассеяния  $d\Sigma/d\Omega$  от волнового вектора  $\mathbf{q}$  приведены на рис. 1–8. Как видно, в логарифмическом масштабе они описываются монотонными вогнутыми или почти



**Рис. 1.** Угловые зависимости сечения малоуглового рассеяния на образцах стали ЭК-181 до облучения ( $\Phi = 0$ ). Точки — эксперимент, линии — модельные кривые. Термообработка: *a* — исходная, *b* — ТТО, *c* — КТО, *d* — КТО-1.

линейными кривыми. По виду все кривые похожи и различаются только по величине эффекта.

Полученные экспериментальные результаты могут быть описаны в рамках двухмодовой модели, т.е. полагая, что в образцах имеются неоднородности, по крайней мере, двух характерных размеров. Условно будем называть их „большие“ и „малые“ частицы. Основной вклад в сечение рассеяния большие частицы дают в левую часть кривых рассеяния ( $q \sim 0.06-0.2 \text{ nm}^{-1}$ ), малые частицы — в правую часть ( $q \sim 0.6-1 \text{ nm}^{-1}$ ).

Для описания правой части экспериментальных кривых мы выбрали модельную функцию в виде эмпириче-

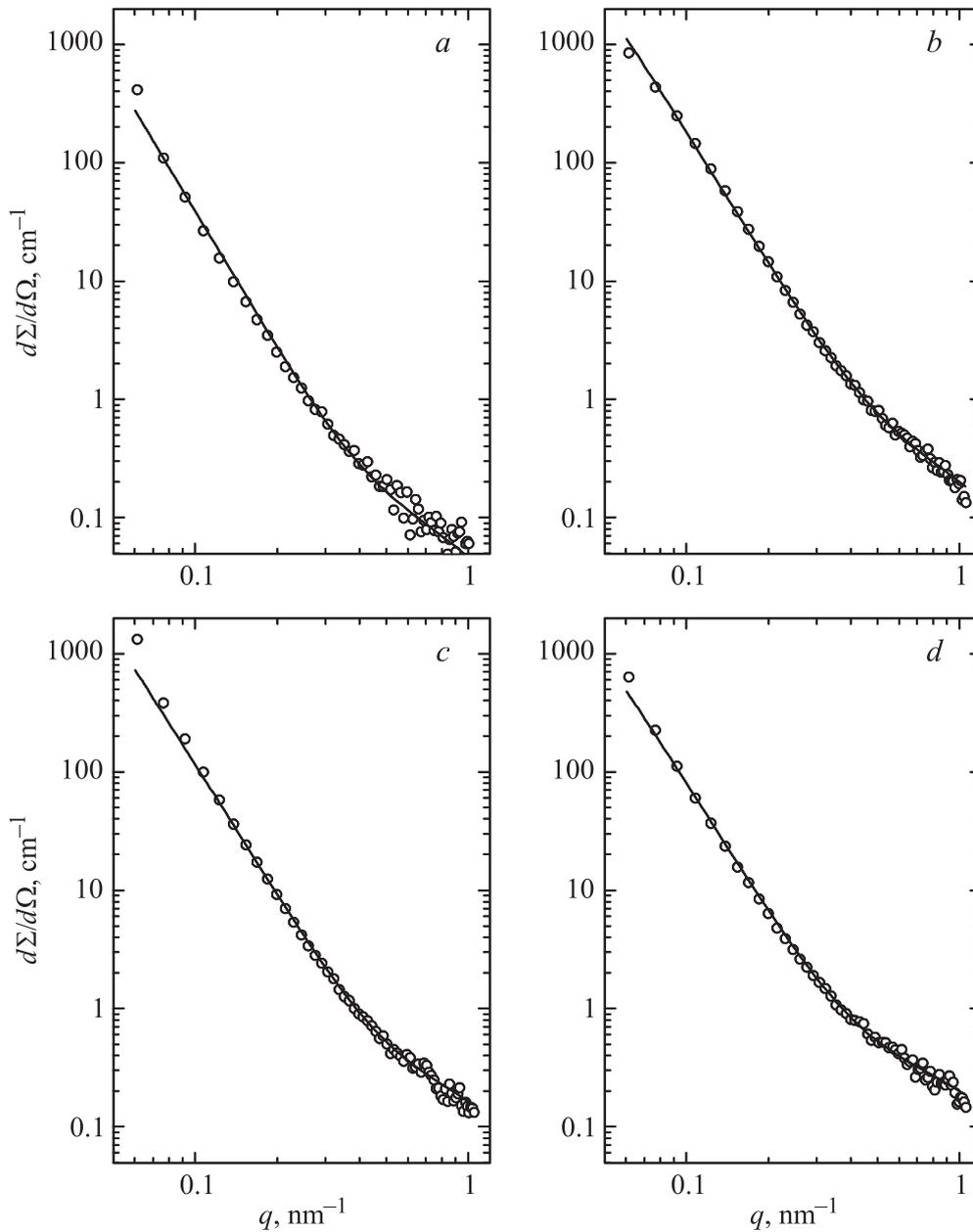
ской интерполяционной формулы Дебая–Порода [12–14]:

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \frac{8\pi\rho^2cr^3}{(1 + A(qr)^2)^{(6-D_S)/2}}, \quad (1)$$

где  $A$  — интерполяционный коэффициент, определяемый из соотношения

$$A^{(6-D_S)/2} = \frac{2}{\Gamma(5 - D_S) \sin(\frac{\pi}{2}(D_S - 1))},$$

$\rho$  — контраст,  $r$  — радиус неоднородностей,  $c$  — их объемная доля,  $D_S$  — поверхностная фрактальная размерность, связанная с параметром Порода  $n$



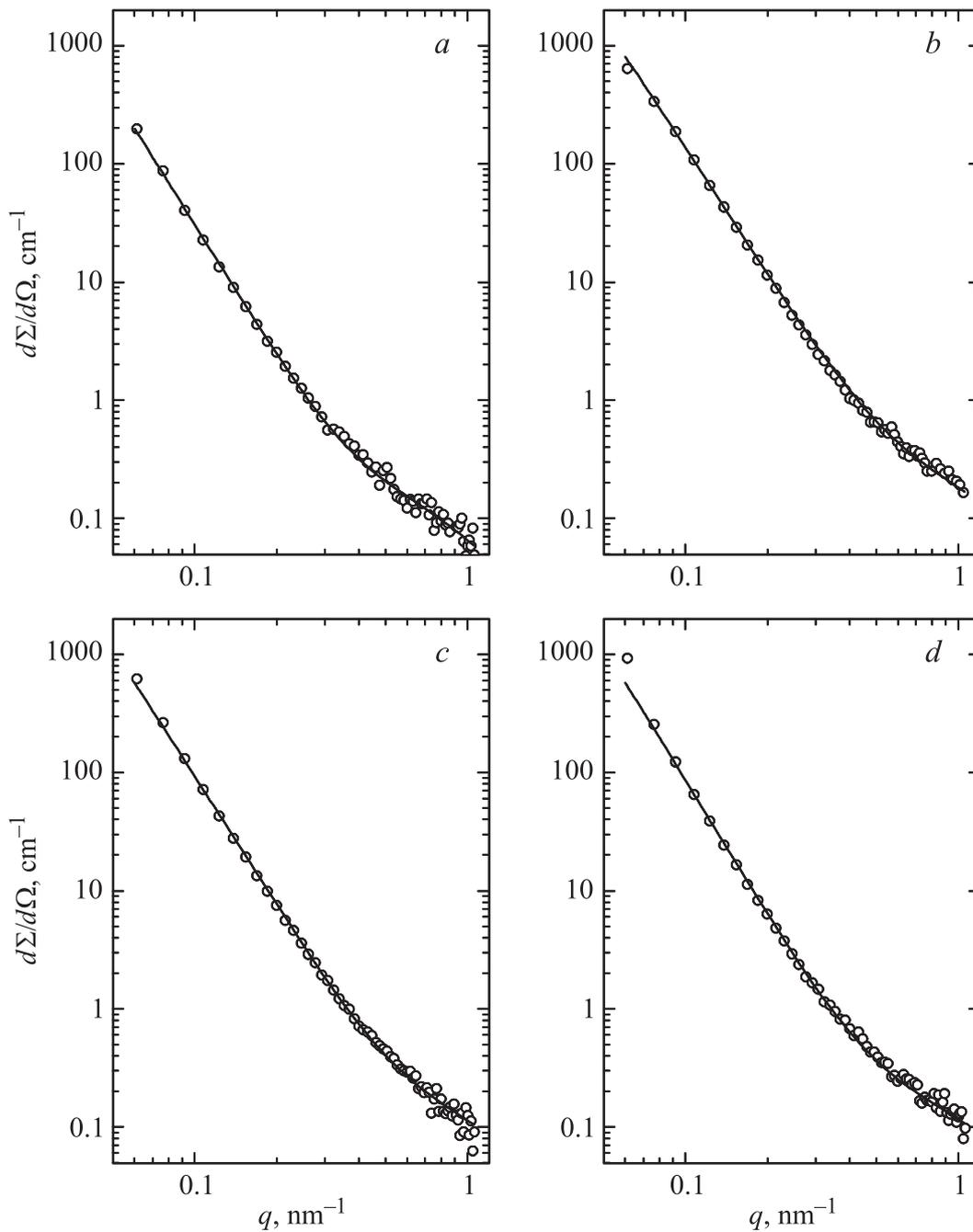
**Рис. 2.** Угловые зависимости сечения малоуглового рассеяния на образцах стали ЭК-181, облученных быстрыми нейтронами ( $\Phi = 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ ). Точки — эксперимент, линии — модельные кривые. Термообработка: *a* — исходная, *b* — ТТО, *c* — КТО, *d* — КТО-1.

соотношением  $D_S = 6 - n$ ,  $\Gamma(x)$  — гамма-функция. Параметр Порода  $n$  — это показатель степени в законе рассеяния  $I \sim q^{-n}$ , который, как правило, выполняется на асимптотике. Для поверхностных фракталов он принимает значения  $n = 4-3$ , а величина фрактальной размерности —  $D_S = 2-3$ . Модельная функция (1) с уменьшением угла имеет тенденцию к насыщению, а в больших углах, как указано выше, изменяется по степенному закону.

Левую часть экспериментальных кривых на рис. 1–8 также можно описать модельной функцией (1), полагая,

что это „хвосты“ от кривых рассеяния на неоднородностях размером  $\sim 50-100 \text{ nm}$ . Однако имеется и другая возможность. Можно предположить, что мы имеем дело с неоднородностями со степенным распределением по размерам. В этой модели вводится степенная функция  $N(R)$  в виде [14]

$$N(R) = \begin{cases} 0, & R < R_{\min}; \\ B \left( \frac{R_{\min}}{R} \right)^{3+\Delta}, & R_{\min} \leq R \leq R_{\max}; \\ 0, & R > R_{\max}. \end{cases} \quad (2)$$



**Рис. 3.** Угловые зависимости сечения малоуглового рассеяния на образцах стали ЭК-181, облученных быстрыми нейтронами  $\Phi = 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ). Точки — эксперимент, линии — модельные кривые. Термообработка: *a* — исходная, *b* — ТТО, *c* — КТО, *d* — КТО-1.

Здесь  $B = N(2 + \Delta)/R_{\min}$ ,  $N$  — полное число частиц,

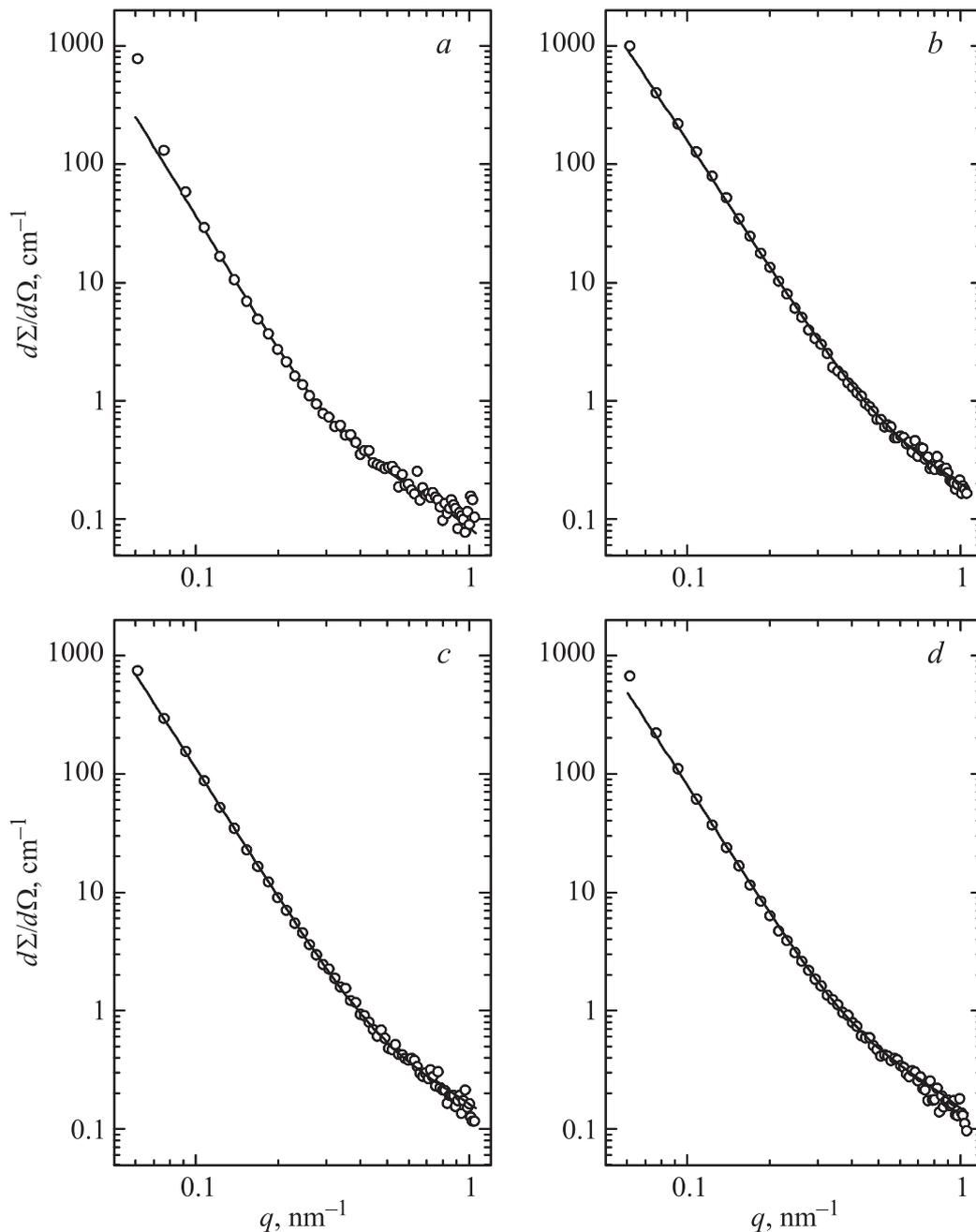
$$N = \int_0^{\infty} N(R) dR, \quad (3)$$

а величина  $\Delta$  выражается через параметр Порода  $n_1$ :  $\Delta = 4 - n_1$ .

Сечение рассеяния в этом случае записывается как

$$\frac{d\Sigma}{d\Omega} = \left(\frac{4\pi}{3}\right)^3 \rho^2 N(2 + \Delta) R_{\min}^6 (qR_{\min})^{-n} \times \int_{qR_{\min}}^{qR_{\max}} x^{-\Delta} J_{3/2}^2(x) dx, \quad (4)$$

где  $J_{3/2}(x)$  — функция Бесселя первого рода.



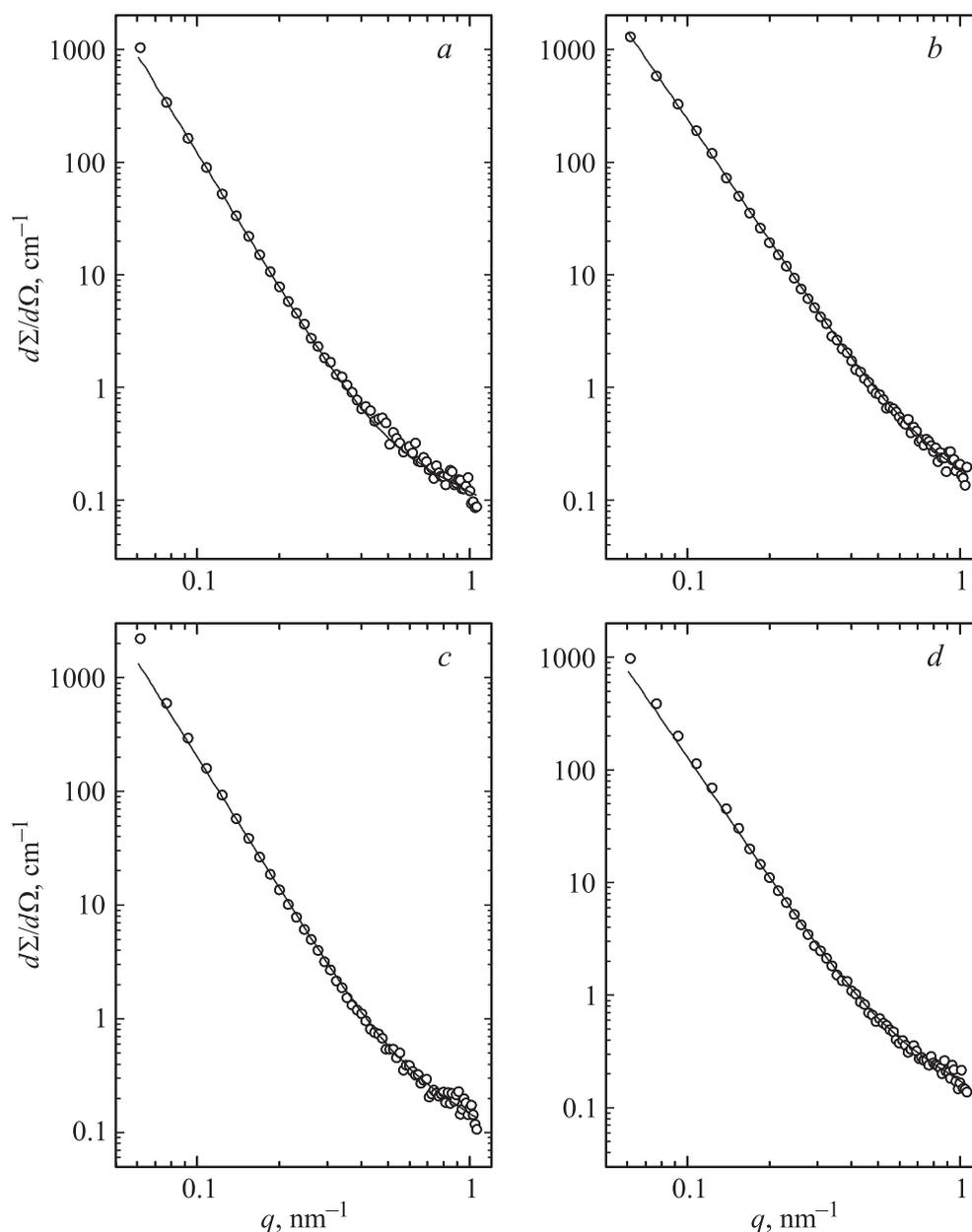
**Рис. 4.** Угловые зависимости сечения малоуглового рассеяния на образцах стали ЭК-181, облученных быстрыми нейтронами ( $\Phi = 5 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ). Точки — эксперимент, линии — модельные кривые. Термообработка: *a* — исходная, *b* — ТПО, *c* — КТО, *d* — КТО-1.

На наш взгляд, модель степенного распределения частиц по размерам более адекватно описывает субструктуру исследуемых материалов и соответствует результатам исследований этих объектов методом электронной микроскопии. Поэтому для описания экспериментальных данных модельная функция была выбрана в виде суммы выражений (1) и (4). Из условия наилучшей подгонки модельной функции к экспериментальным сечениям определялись подгоночные параметры  $r$ ,  $c$ ,  $n$ ,

$R_{\min}$ ,  $N$  и  $\Delta$ . Средний размер больших частиц  $\bar{R}$  и их концентрация  $C$  вычислялись по формулам

$$\bar{R} = \frac{1}{N} \int_0^{\infty} RN(R)dR, \quad (5)$$

$$C = \frac{4\pi}{3} \int_0^{\infty} R^3 N(R)dR. \quad (6)$$



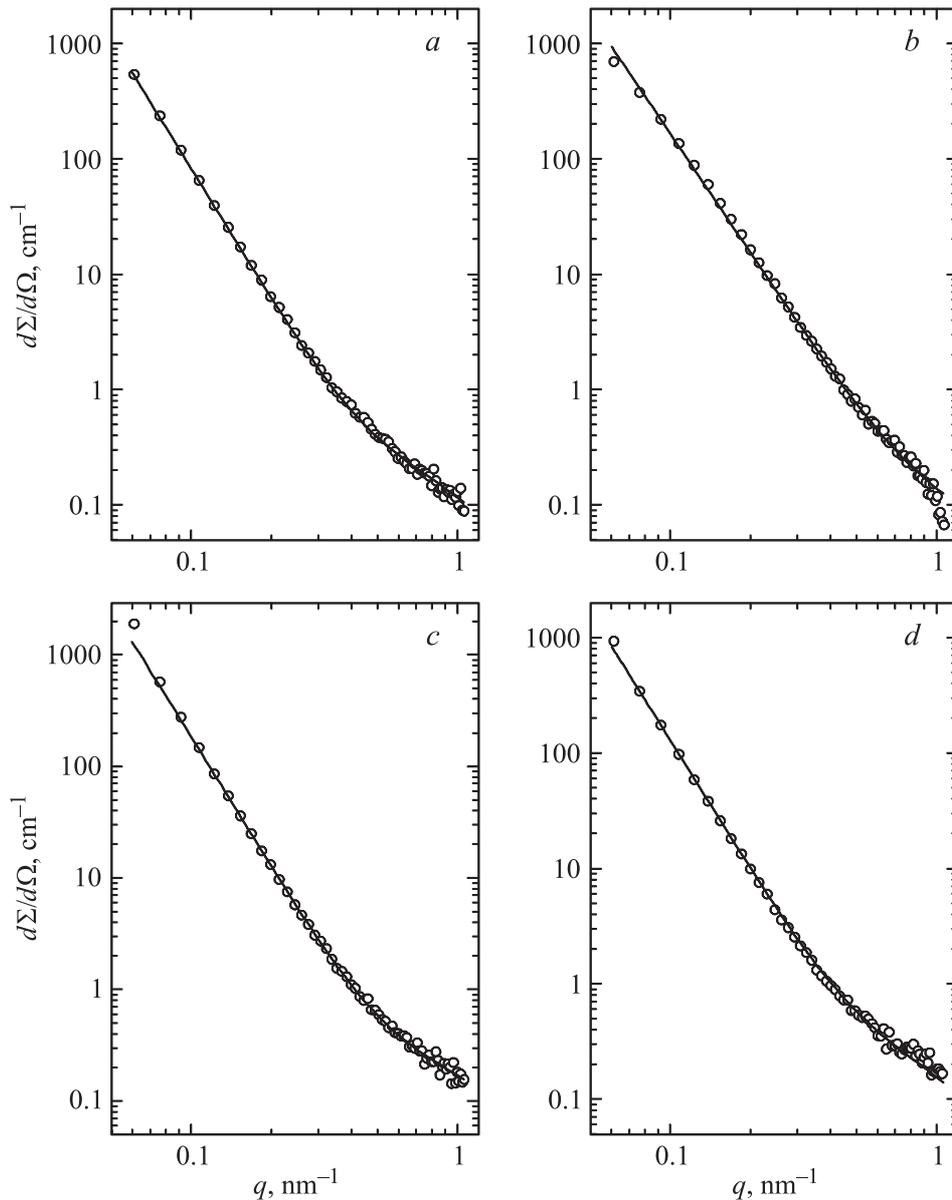
**Рис. 5.** Угловые зависимости сечения малоуглового рассеяния на образцах стали ЧС-139 до облучения ( $\Phi = 0$ ). Точки — эксперимент, линии — модельные кривые. Термообработка: *a* — исходная, *b* — ТТО, *c* — КТО, *d* — КТО-1.

Остановимся на понятии контраста. Напомним, что в малоугловом рассеянии под контрастом  $\rho$  понимают разность плотностей амплитуды когерентного рассеяния нейтронов матрицы и неоднородности  $\rho = \rho_0 - \rho_1$  [15].

Для вычисления контраста используют табличные значения амплитуд когерентного рассеяния нейтронов и априорную информацию о фазовом составе и структурных параметрах матрицы и выделений. В нашем

**Таблица 2.** К расчету контраста  $\rho$  для фаз  $M_{23}C_6$  и VC

Образец	$\rho_0,$ $10^{10} \text{ cm}^{-2}$	$Cr_{23}C_6$		$(Fe-Cr)_{23}C_6$		VC	
		$\rho_1,$ $10^{10} \text{ cm}^{-2}$	$\rho,$ $10^{10} \text{ cm}^{-2}$	$\rho_1,$ $10^{10} \text{ cm}^{-2}$	$\rho,$ $10^{10} \text{ cm}^{-2}$	$\rho_1,$ $10^{10} \text{ cm}^{-2}$	$\rho,$ $10^{10} \text{ cm}^{-2}$
ЭК-181	7.26	4.1	3.16	8.0	-0.74	3.49	3.77
ЧС-139	7.22	4.1	3.12	8.0	-0.78	3.49	3.73



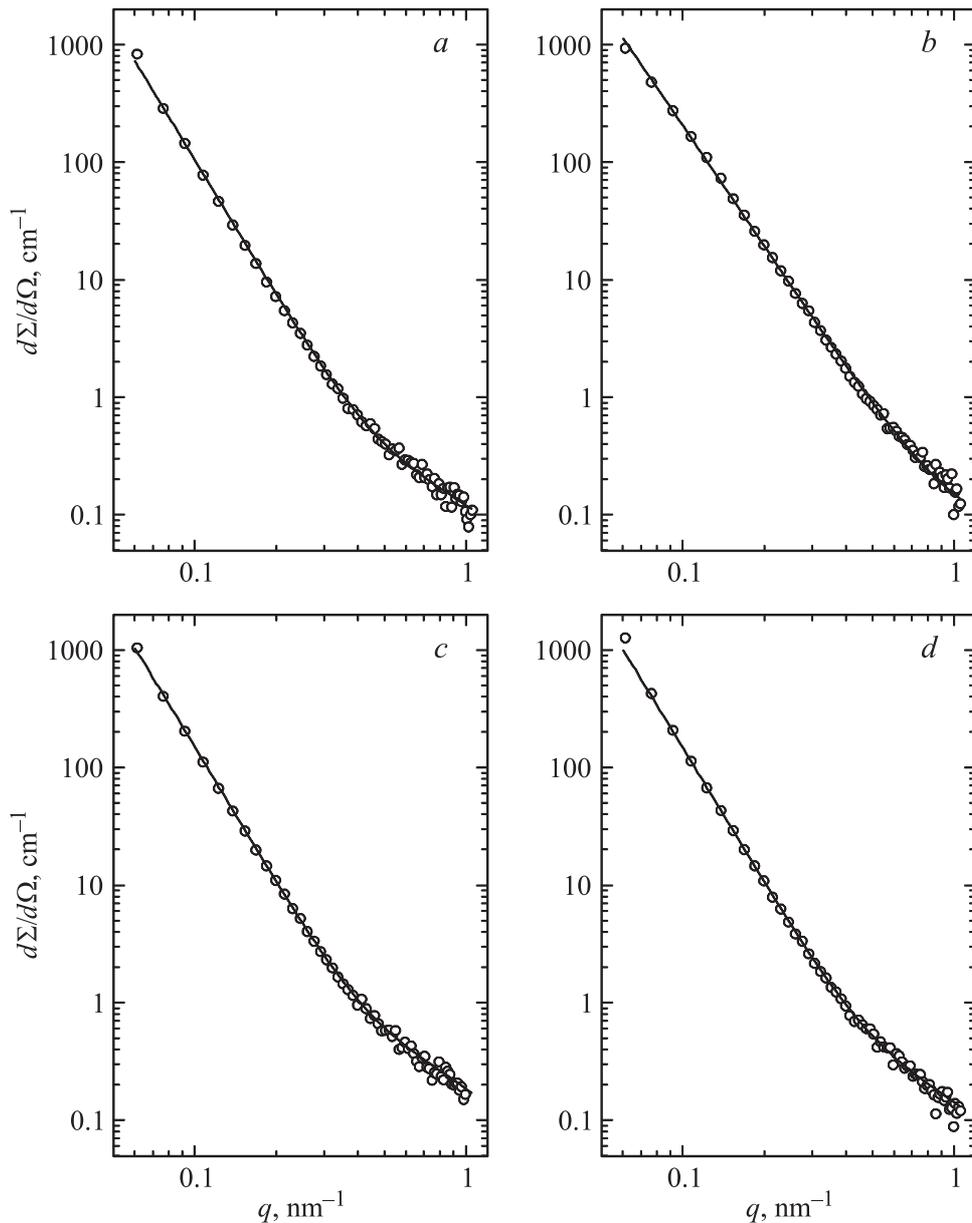
**Рис. 6.** Угловые зависимости сечения малоуглового рассеяния на образцах стали ЧС-139, облученных быстрыми нейтронами ( $\Phi = 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ ). Точки — эксперимент, линии — модельные кривые. Термообработка: *a* — исходная, *b* — ТТО, *c* — КТО, *d* — КТО-1.

случае в качестве выделений рассматривались фазы  $(\text{Fe-Cr})_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  и  $\text{VC}$ , наблюдаемые в исследуемых сплавах методами электронной микроскопии. Плотность амплитуды рассеяния матрицы и карбидных фаз и соответствующий им контраст приведены в табл. 2. В расчетах использовались такие величины структурных параметров. Матрица: ОЦК-фаза, параметр решетки  $a = 0.287 \text{ nm}$ , число формульных единиц на ячейку  $z = 4$ ;  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ :  $a = b = c = 1.064 \text{ nm}$ ,  $z = 4$ ;  $\text{VC}$ :  $a = b = c = 0.4158 \text{ nm}$ ,  $z = 4$ .

Как видно из табл. 2, величина контраста для фазы  $(\text{Fe-Cr})_{23}\text{C}_6$  является очень малой. Из расчета следует, что при такой величине контраста рассеяние может быть

сколько-нибудь существенным только при концентрациях неоднородностей более 10%, что нереально. Что касается фаз  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  и  $\text{VC}$ , то создаваемый ими контраст примерно одинаков, и провести между ними разграничение по нашим экспериментальным результатам не представляется возможным. Поэтому в дальнейшем мы будем говорить о карбидной фазе, понимая под этим, что вклад в рассеяние могут давать выделения обеих этих фаз.

Из расчета следует, что в принятой модели малые частицы имеют размер порядка 1 nm. Мы полагаем, что этими частицами являются скопления вакансий. Если предположить, что мелкие выделения образованы карбидной фазой, то тогда ее концентрация должна



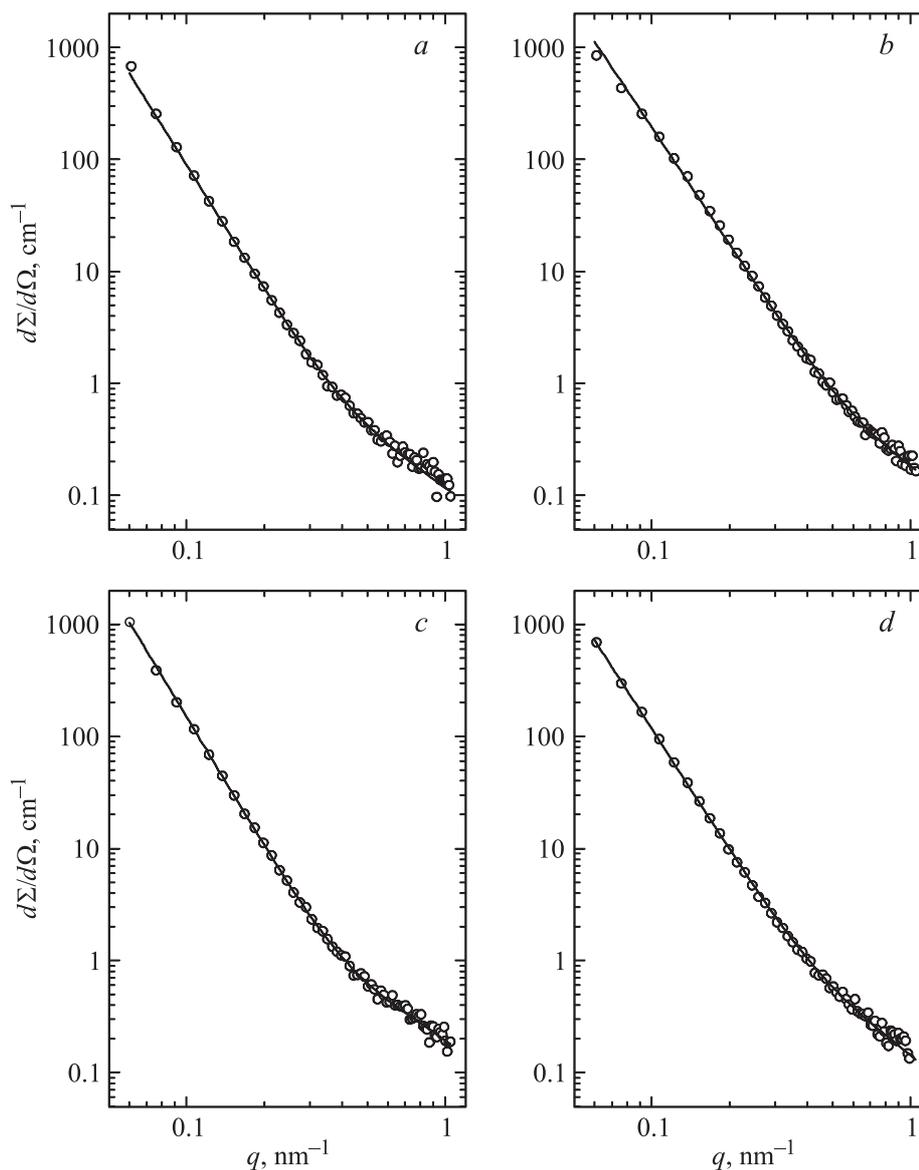
**Рис. 7.** Угловые зависимости сечения малоуглового рассеяния на образцах стали ЧС-139, облученных быстрыми нейтронами ( $\Phi = 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ). Точки — эксперимент, линии — модельные кривые. Термообработка: *a* — исходная, *b* — ТГО, *c* — КТО, *d* — КТО-1.

составлять до нескольких процентов, что противоречит реальному содержанию углерода в образцах ( $\sim 1 \text{ at.}\%$ ). Отметим, что для вакансионной модели малых частиц  $\rho = \rho_0$ .

Таким образом, при обработке экспериментальных сечений рассеяния, показанных на рис. 1–8, использовалась модельная функция в виде суммы выражений (1) и (4), причем частицы больших размеров это выделения карбидных фаз, а малых размеров — скопления вакансий. Расчетные сечения показаны на рисунках линиями. Параметры субструктуры, определенные из условия наилучшего согласия расчетных и измеренных величин, приведены в табл. 3 и 4.

В таблицах нет сведений о фрактальной размерности  $D_S$  и параметре Порода  $n$  для малых частиц. В данном эксперименте из-за малости частиц и ограниченного справа интервала по  $q$ , доступного для измерений, корректно определить параметр  $n$  не представлялось возможным. Поэтому в расчете принималось, что  $n = 4$ , а фрактальная размерность малых частиц  $D_S = 2$ .

Анализируя результаты обработки экспериментальных данных, приведенные в табл. 3 и 4, можно сделать следующие выводы. Субструктура исследованных образцов сталей ЭК-181 и ЧС-139 характеризуется образованием частиц двух характерных размеров. Размеры малых частиц составляют 1–1.5 нм, их концентрация —



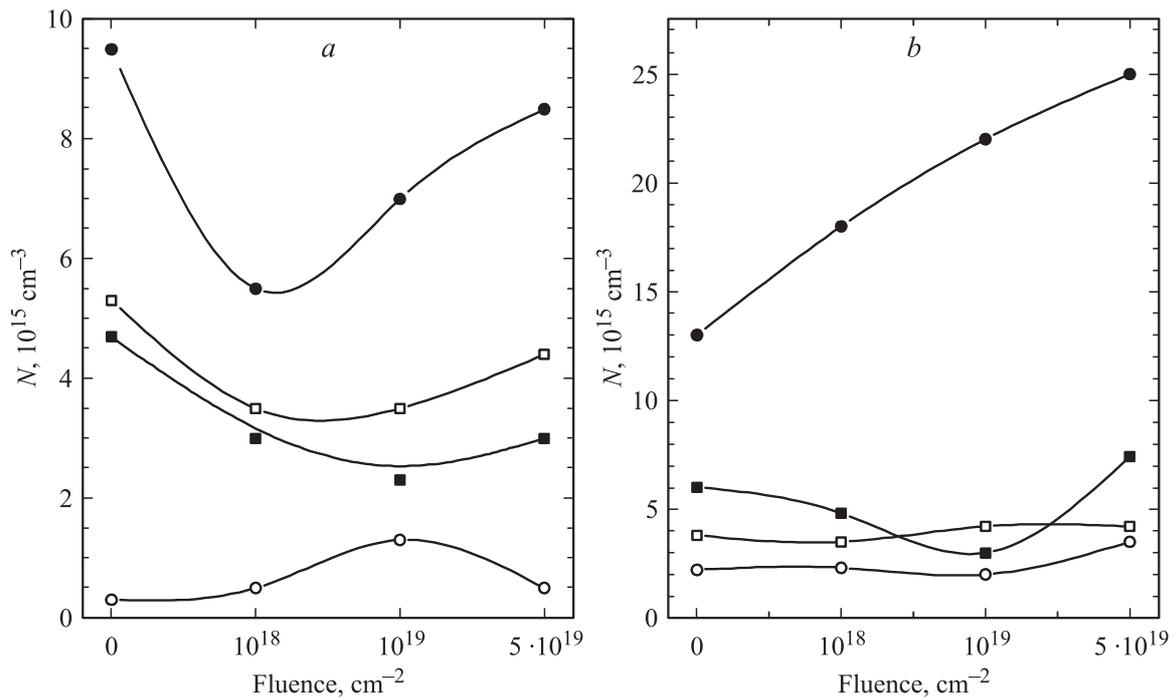
**Рис. 8.** Угловые зависимости сечения малоуглового рассеяния на образцах стали ЧС-139, облученных быстрыми нейтронами ( $\Phi = 5 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-2}$ ). Точки — эксперимент, линии — модельные кривые. Термообработка: *a* — исходная, *b* — ТТО, *c* — КТО, *d* — КТО-1.

0.5–1%. Размеры больших частиц описываются степенным законом (2) с минимальным размером  $2R_{\min} = 4 \text{ nm}$  и средним размером  $2\bar{R} = 7\text{--}8 \text{ nm}$ . Их концентрация составляет от нескольких десятых долей процента до 2%. На наш взгляд, малые частицы образованы вакансионными кластерами, а большие — карбидами хрома и ванадия.

Вакансионные кластеры являются устойчивыми образованиями. Их размер и объемная доля почти не зависят от термообработки. Они образуются в исходном состоянии (до облучения), и их характеристики почти не изменяются с флюенсом. Из этой закономерности выпадают только образцы исходной термообработки. Концентрация малых частиц в стали ЭК-181 до облучения в 2–2.5 раза меньше по сравнению с образца-

ми, подвергнутых дополнительной термообработке. При облучении флюенсом  $10^{18} \text{ cm}^{-2}$  она уменьшается в два раза, а затем с ростом флюенса достигает исходной величины. В стали ЧС-139 на образце исходной термообработки наблюдается уменьшение концентрации малых частиц с ростом флюенса.

Минимальный размер больших частиц также не зависит от вида термообработки и флюенса нейтронов. Средний размер больших частиц обнаруживает небольшие изменения для разных образцов. Выраженная динамика наблюдается для плотности больших частиц в зависимости от состава, флюенса и вида термообработки (рис. 9). Минимальная плотность частиц в обеих сталях наблюдается на образцах исходной термообработки, максимальная — на образцах с ТТО. Как видно из рис. 9,



**Рис. 9.** Зависимость плотности больших частиц в сталях ЭК-181 (а) и ЧС-139 (б) от флюенса быстрых нейтронов и вида термообработки. Светлые кружки — исходная термообработка, темные кружки — ТТО, светлые квадраты — КТО, темные квадраты — КТО-1.

для кривых  $N(\Phi)$  типичным является наличие минимума. При флюенсе  $\Phi = 10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-2}$  количество больших частиц уменьшается, затем с флюенсом начинает расти. Такое поведение наблюдается на образцах стали ЭК-181

**Таблица 3.** Субструктурные характеристики образцов стали ЭК-181 при различных термообработках до и после облучения быстрыми нейтронами. (Погрешность определения величин, приведенных в табл. 3 и 4, составляет 30–40%)

Флюенс, $\text{cm}^{-2}$	Термо-обработка	Мода 1		Мода 2				
		$2r$ , nm	$c$	$2R_{\min}$ , nm	$2\bar{R}$ , nm	$N$ , $10^{15} \text{ cm}^{-3}$	$\Delta$	$C$
0	Исходн.	1.4	0.004	4	8.6	0.3	-0.2	0.002
	ТТО	1.2	0.009	4	7.1	9.5	0.27	0.016
	КТО	1.3	0.009	4	7.1	5.3	0.27	0.009
	КТО-1	1.2	0.010	4	7.1	4.7	0.27	0.008
$1 \cdot 10^{18}$	Исходн.	1.6	0.002	4	8.2	0.5	-0.1	0.002
	ТТО	1.4	0.009	4	7.5	5.5	0.1	0.014
	КТО	1.2	0.009	4	7.5	3.5	0.1	0.009
	КТО-1	1.3	0.010	4	7.2	3	0.2	0.006
$1 \cdot 10^{19}$	Исходн.	1.6	0.003	4	7.2	1.3	0.2	0.003
	ТТО	1.2	0.010	4	7	7	0.3	0.011
	КТО	1.1	0.008	4	7.2	3.5	0.2	0.007
	КТО-1	1.2	0.0075	4	7.5	2.3	0.1	0.006
$5 \cdot 10^{19}$	Исходн.	1.6	0.004	4	8.2	0.5	-0.1	0.002
	ТТО	1.2	0.010	4	7	8.5	0.3	0.014
	КТО	1.2	0.009	4	7.2	4.4	0.2	0.009
	КТО-1	1.4	0.008	4	7.2	3	0.2	0.006

**Таблица 4.** Субструктурные характеристики образцов стали ЧС-139 при различных термообработках до и после облучения быстрыми нейтронами

Флюенс, $\text{cm}^{-2}$	Термо-обработка	Мода 1		Мода 2				
		$2r$ , nm	$c$	$2R_{\min}$ , nm	$2\bar{R}$ , nm	$N$ , $10^{15} \text{ cm}^{-3}$	$\Delta$	$C$
0	Исходн.	1.2	0.006	4	7.8	2.2	0.0	0.007
	ТТО	1.2	0.008	4	7	13	0.28	0.022
	КТО	1.2	0.007	4	7.8	3.8	0.0	0.013
	КТО-1	1.2	0.009	4	7.2	6	0.2	0.012
$1 \cdot 10^{18}$	Исходн.	1.4	0.006	4	7.5	2.3	0.1	0.006
	ТТО	1.0	0.006	4	6.5	18	0.55	0.017
	КТО	1.3	0.0075	4	7.8	3.5	0.0	0.012
	КТО-1	1.5	0.006	4	7.2	4.8	0.2	0.010
$1 \cdot 10^{19}$	Исходн.	1.4	0.005	4	7.8	2	0.0	0.007
	ТТО	0.9	0.0075	4	6.6	22	0.5	0.022
	КТО	1.5	0.0065	4	7.5	4.2	0.1	0.011
	КТО-1	1.4	0.0055	4	7.8	3	0.0	0.010
$5 \cdot 10^{19}$	Исходн.	1.6	0.004	4	7.2	3.5	0.2	0.007
	ТТО	1.2	0.007	4	6.4	25	0.6	0.021
	КТО	1.5	0.008	4	7.5	4.2	0.1	0.011
	КТО-1	1.4	0.007	4	6.9	7.4	0.35	0.011

ТТО, КТО, КТО-1 и ЧС-139 исходной ТО и КТО-1. В других случаях кривая плотности проходит через максимум (ЭК-181 исходной ТО, ЧС-139 КТО). Среди всех образцов выделяется образец ЭК-181 ТТО с максимальной плотностью частиц на необлученном образце

и монотонным ростом ее при увеличении флюенса. При максимальном флюенсе количество частиц в этом образце возрастает в два раза и в несколько раз превышает плотность больших частиц в других образцах.

Как видно из (2), характер распределения частиц по размерам определяется параметром  $\Delta$ . Обращает на себя внимание малая величина этого параметра. Это свидетельствует о достаточно медленном уменьшении числа частиц с ростом их размера. Отметим для сравнения, что при изучении нанокристаллических оксидных фаз вольфрама и молибдена [12], где наблюдался аналогичный закон распределения частиц по размерам, величина этого параметра была  $\Delta = 1-2$ . И значит, закон распределения был  $N(R) \sim R^{-4}-R^{-5}$  по сравнению примерно с  $N(R) \sim R^{-3}$  в настоящем случае.

#### 4. Заключение

Наноструктурные состояния ферритно-мартенситных 12%-хромистых сталей ЭК-181 и ЧС-139, необлученных и облученных быстрыми нейтронами, характеризуются наличием в них неоднородностей двух характерных размеров — 1–1.5 нм и (средней величиной) 7–8 нм с концентрацией (0.5–1)% и до 2% соответственно. Мелкие неоднородности, наиболее вероятно, образованы скоплениями вакансий, а более крупные — фазами  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  и VC. Второй размерный интервал (7–8 нм) описывается степенным распределением по размерам с минимальной величиной размера 4 нм и достаточно широким распределением в сторону больших размеров. Такая наноструктура является устойчивой к составу, термообработке и нейтронному облучению. Параметром, зависимым от этих факторов является плотность больших частиц. Она минимальна в образцах исходной термообработки и максимальна в образцах с ТТО. Типичным является поведение, когда число частиц с ростом флюенса сначала уменьшается, а затем начинает расти. Аномальным выглядит образец ЧС-139 ТТО, характеризующийся монотонным ростом числа больших частиц с флюенсом и его максимальной величиной среди всех образцов.

#### Список литературы

- [1] R.L. Klueh, D.R. Harries. High-Chromium Ferritic and Martensitic Steels for Nuclear Applications. ASTM Stock Number MONO3. (2001). 221 p.
- [2] V.M. Chernov, M.V. Leontieva-Smirnova, M.M. Potapenko, N.I. Budylnkin, Yu.N. Devyatko, A.G. Ioltoukhovskiy, E.G. Mironova, A.K. Shikov, A.B. Sivak, G.N. Yermolaev, A.N. Kalashnikov, B.V. Kuteev, A.I. Blokhin, N.I. Loginov, V.A. Romanov, V.A. Belyakov, I.R. Kirillov, T.M. Bulanova, V.N. Golovanov, V.K. Shamardin, Yu.S. Strebkov, A.N. Tyumentsev, B.K. Kardashev, O.V. Mishin, B.A. Vasiliev. Nucl. Fusion **47**, 839 (2007).
- [3] М.В. Леонтьева-Смирнова, А.Н. Агафонов, Г.Н. Ермолаев А.Г. Иолтуховский, Е.М. Можанов, Л.И. Ревизников, В.В. Цвелев, В.М. Чернов, Т.М. Буланова, В.Н. Голованов, З.О. Островский, В.К. Шамардин, А.И. Блохин, М.Б. Иванов, Э.Н. Козлов, Ю.Р. Колобов, Б.К. Кардашев. Перспективные материалы **6**, 7, 40 (2006).
- [4] В.М. Чернов, Г.Н. Ермолаев, М.В. Леонтьева-Смирнова. ЖТФ **80** 72 (2010).
- [5] А.Н. Тюменцев, В.М. Чернов, М.В. Леонтьева-Смирнова, Е.Г. Астафурова, Н.А. Шевяко, И.Ю. Литовченко. ЖТФ **82**, 52 (2012).
- [6] А.И. Блохин, Н.А. Демин, В.М. Чернов. Вopr. атом. науки и техники. Сер. Материаловедение и новые материалы **1(66)**, 70 (2006).
- [7] С.Ш. Шильштейн, В.А. Соменков, М. Каланов. ФТТ **18**, 3231 (1976).
- [8] С.В. Малеев, Б.П. Топерверг. ЖЭТФ **78**, 315 (1980).
- [9] S.G. Bogdanov, E.Z. Valiev, A.Z. Menshikov. Solid State Commun. **76**, 809 (1990).
- [10] С.Г. Богданов, А.З. Меньшиков. ЖЭТФ **117**, 122 (2000).
- [11] R.M. Moon, T. Riste, W.C. Koehler. Phys. Rev. **181**, 920 (1969).
- [12] H.D. Bale, P.W. Schmidt. Phys. Rev. Lett. **53**, 596 (1984).
- [13] P. Debye, H.R. Anderson, H. Brumberger. J. Appl. Phys. **28**, 679 (1957).
- [14] Э.З. Валиев, А.А. Остроушко, С.Г. Богданов, А.Н. Пирогов, А.Е. Теплых, Ю.В. Могильников. Поверхность **11**, 38 (2001).
- [15] Д.И. Свeргун, Л.А. Фейгин. Рентгеновское и нейтронное малоугловое рассеяние. Наука, М. (1986). 279 с.