

ISSN 2410-9908

in adv 21 10 2024

http://dream-journal.org

Received: 31.10.2024 Revised: 07.11.2024 Accepted: 22.11.2024 DOI: 10.17804/2410-9908.2024.6.018-034

# NEUTRON DIFFRACTION STUDIES OF CARBIDE PRECIPITATE FORMING IN THE 0.04C-4Cr-18Mn-2V STEEL UNDER THERMAL AGING AND FAST-NEUTRON IRRADIATION

V. I. Bobrovskii<sup>a,</sup> \*, V. I. Voronin<sup>b</sup>, V. I. Maksimov<sup>c</sup>, V. D. Parkhomenko<sup>d</sup>, N. V. Proskurnina<sup>e</sup>, and V. V. Sagaradze<sup>f</sup>

M. N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, 18 S. Kovalevskoy St., Ekaterinburg, 620137, Russia



\*Corresponding author. Email: bobrovskii@imp.uran.ru Address for correspondence: ul. S. Kovalevskoy, 18, Ekaterinburg, 620108, Russia Phone: +7 (343) 374-0003; fax: +7 (343) 374-0003

Aging austenitic steels are characterized by a complex microstructure and various defects and precipitates, which largely determine the properties of steels. The formation and evolution of a system of defects in these materials are accompanied by changes in the Bragg and diffuse neutron scattering spectra. This makes neutron diffraction methods an effective means of studying them. This paper analyzes the results of our neutron diffraction experiments studying the changes in the crystal structure and a system of carbide precipitates in the 0.4C-4Cr-18Mn-2V austenitic manganese steel, which develop in the material under thermal aging and irradiation by fast neutron fluxes. Differences occurring under these effects are revealed. The results of the analysis are in good agreement with the electron microscopic data and supplement them in terms of studying irradiated samples.

**Keywords:** neutron diffraction, diffuse scattering, carbide precipitates, aging steels, radiationinduced defects, defect clusters

# Acknowledgment

The research was performed at the IMP Neutron Material Science Complex under the state assignment from the Ministry of Science and Higher Education of the Russian Federation (theme Flux, No. 122021000031-8).

# References

1. Sagaradze, V.V. and Uvarov, A.I. *Uprochnenie i svoistva austenitnykh staley* [Strengthening and Properties of Austenitic Steels]. RIO UrO RAN Publ., Ekaterinburg, 2013, 720 p. (In Russian).

2. Sagaradze, V.V., Nalesnik, V.M., Lapin, S.S., and Alyabyev, V.M. Precipitation hardening and radiation damage ability of austenitic stainless steels. *Journal of Nuclear Materials*, 1993, 202 (1–2), 137–144. DOI: 10.1016/0022-3115(93)90036-X.



3. Watanabe, H., Muroga, T., and Yoshida, N. The temperature dependent role of phosphorus and titanium in microstructural evolution of Fe–Cr–Ni alloys irradiated in FFTF. *Journal of Nuclear Materials*, 1996, 228 (3), 261–274. DOI: 10.1016/0022-3115(96)80004-3.

4. Rouxel, B., Bisor, C., De Carlan, Y., Courcelle, A., and Legris, A. Influence of the austenitic stainless steel microstructure on the void swelling under ion irradiation. *EPJ Nuclear Sciences and Technologies*, 2016, 2, 30 (1–11). DOI: 10.1051/epjn/2016023.

5. Voronin, V.I., Arbuzov, V.L., Bobrovskii, V.I., Danilov, S.E., Kozlov, K.A., Proskurnina, N.V., and Sagaradze, V.V. Peculiarities of radiation-induced processes in the Cr–Ni–Mo austenitic steels studied by neutron diffraction. *Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures*, 2015, 5, 80–89. DOI: 10.17804/2410-9908.2015.5.080-089. Available at: http://dream-journal.org/issues/2015-5/2015-5\_46.html

6. Sagaradze, V.V., Goshchitskii, B.N., Volkova, E.G., Voronin, V.I., Berger, I.F., and Uvarov, A.I. Evolution of the microstructure and microstresses in the 40Kh4G18F2 steel upon carbide aging. *Physics of Metals and Metallography*, 2011, 111, 80–90. DOI: 10.1134/S0031918X1101011X.

7. Bobrovskii, V.I., Afanasyev, S.V., Voronin, V.I., Kazantsev, V.A., Kataeva, N.V., Parkhomenko, V.D., Proskurnina, N.V., and Sagaradze, V.V. Initiation of the shape memory effect by fast neutron irradiation. *Physics of Metals and Metallography*, 2024, 125 (2) 211–216. DOI: 10.1134/S0031918X23602664.

8. Sagaradze, V.V., Voronin, V.I., Filippov, Yu.I., Kazantsev, V.A., Mukhin, M.L., Belozerov, E.V., Pecherkina, N.L., Kataeva, N.V., and Popov, A.G. Martensitic transformations  $\gamma$ – $\epsilon(\alpha)$  and the shape-memory effect in aging high-strength manganese austenitic steels. *Physics of Metals and Metallography*, 2008, 106 (6), 630–640. DOI: 10.1134/S0031918X08120120.

9. Gavrilyuk, V.G. *Raspredelenie ugleroda v stali* [Distribution of Carbon in Steel]. Naukova Dumka Publ., Kyiv, 1987, 207 p. (In Russian).

10. Krivoglaz, M.A. X-ray and Neutron Diffraction in Nonideal Crystals, Springer, Berlin, Heidelberg, 1996, 466 p.

11. Dederichs, P.H. The theory of diffuse X-ray scattering and its application to the study of point defects and their clusters. *Journal of Physics F: Metal Physics*, 1973, 3, 471–496. DOI: 10.1088/0305-4608/3/2/010.

12. Dederichs, P.H. Diffuse scattering from defect clusters near Bragg reflections. *Physical Review B*, 1971, 4 (4), 1041–1050. DOI: 10.1103/PhysRevB.4.1041.

13. Hanna, R. and Haubold, H.-G. Diffuse X-ray scattering from self-interstitials in a general lattice. *Acta Crystallographica Section A*, 1982, 38, 814–817. DOI: 10.1107/S0567739482001661.

14. Huang, K. X-ray reflections from dilute solid solutions. *Proceedings of the Royal Society A*, 1947, 190 (1020), 102–117. DOI: 10.1098/rspa.1947.0064.

15. Chuistov, K.V. *Modulirovannye struktury v stareyushchikh splavakh* [Modulated Structures in Ageing Steels]. Naukova Dumka Publ., Kyev, 1975, 242 p.

16. Voronin, V.I., Berger, I.F., Proskurnina, N.V., and Goschitskii, B.N. Defects in a lattice of pure nickel subjected to fast-neutron irradiation followed by annealings: neutron-diffraction examination. *Physics of Metals and Metallography*, 2016, 117, 348–354. DOI: 10.1134/S0031918X16040141.

17. Voronin, V.I. Neutron diffraction study of samples of fuel element claddings made of austenitic steel. *Journal of Nuclear Materials*, 2021, 547, 152798. DOI: 10.1016/j.jnucmat.2021.152798.



Подана в журнал: 31.10.2024 УДК 621.039.53:539.4 DOI: 10.17804/2410-9908.2024.6.018-034

http://dream-journal.org

# НЕЙТРОНОГРАФИЧЕСКОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ ФОРМИРОВАНИЯ КАРБИДНЫХ ПРЕЦИПИТАТОВ В СТАЛИ 40Х4Г18Ф2 ПРИ ТЕРМИЧЕСКОМ СТАРЕНИИ И ОБЛУЧЕНИИ БЫСТРЫМИ НЕЙТРОНАМИ

В. И. Бобровский<sup>а,</sup> \*, В. И. Воронин<sup>6</sup>, В. И. Максимов<sup>в</sup>, В. Д. Пархоменко<sup>г</sup>, Н. В. Проскурнина<sup>д</sup>, В. В. Сагарадзе<sup>е</sup>

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки

Институт физики металлов имени М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620137, Россия



\*Ответственный автор. Электронная почта: bobrovskii@imp.uran.ru Адрес для переписки: ул. С. Ковалевской, 18, г. Екатеринбург, 620108, Россия Тел.: +7 (343) 374-00-03; факс: +7 (343) 374-00-03

Стареющие аустенитные стали характеризуются наличием сложной микроструктуры и различных дефектов и преципитатов, в значительной степени определяющих свойства сталей. Формирование и эволюция системы дефектов в этих материалах сопровождаются изменениями в спектрах брэгговского и диффузного рассеяния нейтронов, что делает нейтроннодифракционные методы эффективным средством их изучения. В данной работе мы выполнили анализ результатов наших нейтронографических экспериментов по исследованию изменений кристаллической структуры и системы карбидных преципитатов в марганцевой аустенитной стали 40Х4Г18Ф2, развивающихся при термическом старении материала и облучении его потоками быстрых нейтронов. Выявлены отличия, которые возникают при таких способах воздействия. Результаты анализа хорошо согласуются с электронно-микроскопическими данными, дополняя их в части исследования облученных образцов.

Ключевые слова: нейтронная дифракция, диффузное рассеяние, карбидные преципитаты, стареющие стали, радиационно-индуцированные дефекты, кластеры дефектов

# 1. Введение

Наличие в микроструктуре аустенитных сталей карбидных преципитатов существенно сказывается на всем комплексе их свойств [1]. В частности, выпадение преципитатов считается одним из факторов, определяющих радиационную стойкость таких сталей, широко использующихся в настоящее время для изготовления оболочек топливных элементов реакторов на быстрых нейтронах [2–5]. При этом механизм их влияния не вполне ясен, равно как и поведение самих преципитатов под облучением.

Удобным модельным материалом для исследования процессов выпадения карбидных преципитатов является стареющая марганцевая аустенитная сталь 40Х4Г18Ф2. Регулируя температуру и время старения, в ней можно эффективно влиять на формирование системы нанокарбидов ванадия, сопоставляя эти изменения с вариациями свойств материала [6].



Кроме того, данная сталь близка по составу к известному семейству аустенитных сталей с памятью формы [1, 7, 8], на свойства которых также влияет выпадение таких преципитатов.

Формирование карбидных преципитатов в стареющей стали 40Х4Г18Ф2 протекает при эволюции существующей в ней системы нескольких типов дефектов, оказывающих конкурирующие воздействия на структурное состояние материала, что и проявляется на дифракционных спектрах.

Во-первых, это играющие важную роль в формировании свойств материала 2 атомных процента углерода, оккупирующего некоторые межузельные позиции в его ГЦК-решетке [9]. В процессе искусственного старения в результате диффузии сначала образуются кластеры атомов углерода и ванадия, являющиеся предшественниками преципитатов карбида ванадия, а затем сами эти преципитаты. Соответственно, в узлах кристаллической решетки, ранее занятых диффундировавшими из них атомами ванадия, могут возникать вакансии. Из-за большой разницы параметров решетки стали (3.61 Å) и решетки карбида ванадия (4.14 Å) процесс формирования преципитатов последнего сопровождается появлением дислокаций. Наконец, облучение материала быстрыми нейтронами является каскадообразующим, приводящим к образованию вакансий, вакансионных кластеров, междоузлий и дислокационных петель.

Как показал опыт, эффективным методом исследования структурного и микроструктурного состояния подобных сплавов является метод нейтронной дифракции. Данная работа является продолжением наших исследований [6], потребовавшим более углубленного подхода и некоторого пересмотра нейтронографических данных, интерпретировавшихся ранее с привлечением простейших моделей.

## 2. Материал и методика

Для создания исходного однофазного твердого раствора с ГЦК-структурой образцы стали 40Х4Г18Ф2 (табл. 1), полученные путем вакуумного переплава из чистых компонентов, были подвергнуты 2-часовому отжигу при 1100 °С с последующей закалкой в воду.

Таблица 1

| Элементы                       | С    | Mn    | Cr   | V     | Fe    |
|--------------------------------|------|-------|------|-------|-------|
| Содержание, масс. %            | 0,45 | 18,5  | 4,5  | 1,4   | 75,15 |
| Содержание, ат.%               | 2,04 | 18,36 | 4,72 | 1,50  | 73,37 |
| $b_{\rm coh}, 10^{-13}{ m cm}$ | 6,65 | -3,73 | 3,64 | -0,38 | 9,45  |

#### Состав аустенитной стали 40Х4Г18Ф2

Здесь *b*<sub>coh</sub> – амплитуды ядерного когерентного рассеяния компонентов.

Исходный набор образцов был образован из закаленного образца и образцов, отожженных после закалки при температурах 600 и 700 °C в течение 1, 6 и 12 часов (7 образцов). После выполнения дифракционных исследований закаленный образец был подвергнут отпуску при температуре 450 °C в течение 1 часа для снятия обнаруженных при предшествующем исследовании закалочных напряжений. Затем данный образец и образцы, отожженные в течение 1 часа при температурах 600 и 700 °C, были облучены флюенсами быстрых нейтронов  $5 \cdot 10^{19}$  см<sup>-2</sup> и  $1 \cdot 10^{20}$  см<sup>-2</sup> в вертикальном мокром канале реактора ИВВ-2М (доза  $1 \cdot 10^{20}$  см<sup>-2</sup> достигалась повторным облучением набора) с проведением нейтронно-дифракционных исследований после каждого этапа обработки.

Нейтронно-дифракционные исследования структурного состояния образцов выполнялись на нейтронном дифрактометре высокого разрешения D-7A, функционирующем в нейтронном материаловедческом комплексе ИФМ УрО РАН на реакторе ИВВ-2М. Длина волны нейтронов составляла  $\lambda = 1,530$ Å. Было проведено также электронно-микроскопическое исследование необлученного набора образцов, результаты которого подробно изложены в работе [6].

ISSN 2410-9908

Обработка экспериментальных результатов велась с помощью программных пакетов Fullprof Suite и GSAS-2. Сложность спектров потребовала использования вариаций параметров решетки, интенсивностей пиков, форм и ширин линий, фона (описывался полиномами Чебышева), а также учета анизотропных микронапряжений и возможной текстуры (оказалась небольшой и пренебрежимо мало изменялась в процессе всех воздействий).

Использование метода нейтронной дифракции позволило отследить некоторые особенности эволюции структуры и микроструктуры данной стали в процессе старения и облучения быстрыми нейтронами. При этом фиксировались изменения параметров брэгговских пиков и диффузного рассеяния, обусловленного несовершенствами кристаллической структуры образцов.

Анализ экспериментальных данных базировался на современной теории рассеяния нейтронов и рентгеновских лучей материалами с дефектами кристаллической решетки, ярким представителем которых является исследовавшаяся система. Согласно этой теории (весьма полное и последовательное ее изложение можно найти в работе [10]), в случае так называемых дефектов I класса, к которым относятся вакансии и межузельные атомы внедрения, вакансионные и межузельные кластеры, нановыделения и предвыделения новых фаз, а также флуктуации концентраций компонентов, дифракционные спектры от таких систем можно представить в виде суммы вкладов брэгговского и диффузного рассеяния. С точностью до несущественных здесь множителей, определяющихся условиями эксперимента, эти вклады пропорциональны так называемой функции рассеяния. Для брэгговского вклада она имеет хорошо известный вид

$$S_{\text{Bragg}}(\boldsymbol{Q}) = (2\pi)^3 \frac{N}{V_0} \sum_{\boldsymbol{G}} \left| \bar{f}(\boldsymbol{Q}) \right|^2 exp(-2M(\boldsymbol{Q})) \delta(\boldsymbol{Q} - \boldsymbol{G}).$$
(1)

Здесь N – число узлов в решетке;  $V_0$  – объем примитивной ячейки; Q = k - k' – вектор рассеяния нейтрона; k, k' – волновые векторы нейтрона до и после упругого отражения от образца.

Сохранение сингулярного брэгговского слагаемого связано с тем, что в искаженной за счет присутствия дефектов I класса структуре оказывается возможным выделить периодическую кристаллическую решетку с узлами, находящимися в неких новых усредненных позициях  $\mathbf{R}_n$  вместо прежних  $\mathbf{R}_n^0$  бездефектной решетки. Этой усредненной решетке соответствует обратная решетка, узлы которой задаются векторами  $\mathbf{G}$  вместо прежних  $\mathbf{G}_0$ . Отличительной особенностью дефектов I класса является достаточно быстрое затухание вызываемых ими искажений кристаллической решетки  $u \sim \Delta V/r^n$ ,  $n \ge 2$  (здесь  $\Delta V$  – изменение объема кристалла при внесении в него одного дефекта).

В функции (1) фигурирует также структурный фактор (он же амплитуда рассеяния) ячейки средней решетки  $\bar{f}(Q)$ , описанный в работе [10], слабо отличающийся от такового для бездефектной решетки f(Q) при малых концентрациях *С*. Для решеток Бравэ f = b, где b – амплитуда ядерного когерентного рассеяния нейтронов.

Наиболее существенное отличие формулы (1) от стандартного выражения для брэгговского рассеяния связано с заменой теплового фактора Дебая – Валлера W(Q) на фактор M(Q), обусловленный статическими смещениями атомов относительно периодической решетки (разумеется, при анализе экспериментальных результатов необходимо учитывать и наличие вклада от тепловых смещений).

В случае решеток Бравэ (к которым относится и рассматриваемая здесь ГЦКструктура) и малой концентрации дефектов выражение для фактора M(Q) может быть представлено как [10–12]

$$M(\boldsymbol{Q}) = C \sum_{t} (1 - \cos \boldsymbol{Q} \boldsymbol{u}_{st}), \qquad (2)$$



Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2024

ISSN 2410-9908

где  $u_{st}$  – вектор отклонения атома от узла периодической решетки *s* под действием дефекта с центром в узле *t*, а *C* – концентрация дефектов (понимаемая как доля позиций в решетке, занятая центрами дефектов из общего числа таких возможных позиций). Отметим, что только в случае слабых деформаций выражение для M(Q) сводится к привычной для фактора Дебая – Валлера зависимости  $M(Q) \sim Q^2$ .

При малой концентрации дефектов I класса в системе и отсутствии когерентности между ними выражение для аддитивного вклада диффузного рассеяния в общую функцию рассеяния образца преобразуется к виду [10–13]

$$S_{\text{Diff}}(Q) = CN |F_{\Delta}(\boldsymbol{Q})|^2, \qquad (3)$$

где N – общее число узлов решетки, так что  $C \cdot N$  – общее число дефектов (точечных или целых кластеров), а функция  $F_{\Delta}(Q)$  описывает вклад в изменение структурного фактора кристалла, вызванный одним дефектом (точечным или целым кластером).

В окрестности брэгговских узлов, индексируемых векторами обратной решетки G, где q = Q - G мал, но при этом  $q > 2\pi / L$ , т. е. результат рассеяния рассматривается вне пределов интерференции с брэгговским пиком (L – размер кристалла), выполняется [11–13]

$$F_{\Delta}(\boldsymbol{Q}) = F_{\mathrm{D}}(\boldsymbol{Q}) - b \frac{M(\boldsymbol{G})}{c} + i \ b \ \boldsymbol{G} \sum_{s} e^{i \boldsymbol{q} \boldsymbol{R}_{s}} \boldsymbol{u}_{s0}, \tag{4}$$

где  $F_D(Q)$  – изменение, вносимое в структурный фактор собственно дефектом. В случае когда дефект является междоузлием,  $F_D(Q) = b^D$ , где  $b^D$  – амплитуда рассеяния атомным ядром междоузлия (начало координат выбрано в точке размещения дефекта t = 0). В случае вакансии  $F_D(Q) = -b$ , а вот если дефект представляет собой кластер атомов, то в простейшем случае

$$F_D(\boldsymbol{Q}) = \sum_m b_m^D e^{i\boldsymbol{Q}\boldsymbol{\rho}_m} - b \sum_{s' \in D} e^{i\boldsymbol{Q}\boldsymbol{R}_{s'}^0}, \qquad (5)$$

где векторы  $\rho_m$  задают положение атомов дефекта с амплитудами рассеяния  $b_m^D$ , а индекс  $s' \in D$  нумерует законные узлы, замененные дефектом. Например, при замещении атома в нулевом узле на другой атом с амплитудой рассеяния  $b^D$  получается  $F^D(Q) = b^D - b$ .

Сложность построения адекватных моделей описания реальных дефектов позволяет использовать формулы (4) и (5) в основном для качественного анализа и заключений. Следует также подчеркнуть, что упрощенные формулы (2) – (4) и последующие выражения получены для малых концентраций дефектов в линейном приближении по C и для малых деформаций решетки. В случае кластеров междоузлий, вызывающих значительные деформации решетки, эти формулы существенно усложняются [12].

Отметим, что в решеточной сумме, стоящей в выражении (4), оказывается удобным перейти от смещения атомов  $u_{s0}$  из узлов  $R_s$  к непрерывному полю смещений u(r) точек пространства с координатами r и использовать преобразование Фурье

$$V_0 \sum_s e^{i \boldsymbol{q} \boldsymbol{R}_s} \boldsymbol{u}_{s0} \to \int d^3 r \ e^{i \boldsymbol{q} \boldsymbol{r}} \boldsymbol{u}(\boldsymbol{r}) = \boldsymbol{u}(\boldsymbol{q}) \,, \tag{6}$$

где u(q) – нечетная и чисто мнимая функция [10].

В результате формула, описывающая диффузное рассеяние в окрестности узла G так, что Q = G + q, оказывается состоящей из трех вкладов:

$$|F_{\Delta}(\boldsymbol{Q})|^2 = P_{\rm D} + P_{\rm H} + P_{\rm AS},\tag{7}$$

где





ISSN 2410-9908

$$P_{\rm D} = |F_{\rm D}(\boldsymbol{Q})|^2 + \left(b \, \frac{M(\boldsymbol{G})}{c}\right)^2 - 2b \, \frac{M(\boldsymbol{G})}{c} \, ReF_{\rm D}(\boldsymbol{Q}); \tag{8}$$

$$P_{\rm H} = b^2 \frac{|Gu(q)|^2}{V_0^2}; \tag{9}$$

$$P_{\rm AS} = 2ib \frac{Gu(q)}{V_0} \left[ Re(F_D(\boldsymbol{Q})) - b \frac{M(\boldsymbol{G})}{C} \right].$$
(10)

В случаях, когда  $F_{\rm D}(\boldsymbol{Q})$  действительно, имеем

$$P_{\rm D} = \left(F_{\rm D}(\boldsymbol{Q}) - b \,\frac{M(\boldsymbol{G})}{c}\right)^2. \tag{11}$$

Легко видеть, что если дефект представляет собой междоузлие с амплитудой рассеяния  $b^{\rm D}$ , то  $P_{\rm D}$  дает постоянную добавку к фону в районе пика. Вычитаемое в скобках (11) описывает учитываемое фактором M(Q) уменьшение вклада  $P_{\rm D}$  за счет разброса по фазам волн, рассеянных отклоненными от усредненной решетки атомами. В случае если дефект является кластером, то при формально сохраняющемся описании рассеяния на нем с помощью формулы (5) характер этого эффекта может сильно изменяться с эволюцией кластера от единичного межузельного атома углерода сначала к вкрапленному в решетку скоплению атомов углерода и ванадия, а затем к преципитату карбида ванадия, характеризующемуся уже другой структурой и значительно отличающемуся параметром решетки. Такое развитие преципитата сопровождается появлением двух групп пиков диффузного рассеяния. Одни расположены в позициях брэгговских пиков фазы преципитата, а другие (описываемые вторым слагаемым в выражении (5)) – в позициях пиков материнской решетки, соответствуя псевдорассеянию на микрополости в ней, заполняемой преципитатом. В окрестности  $Q \approx 0$  возникает пик малоуглового рассеяния с характеристиками и контрастом, описываемыми выражением (5). Ширины диффузных пиков от формирующихся частиц связаны с их размерами частиц  $\Delta Q \sim 2\pi/L_{\rm p}$ .

Выражение (9) описывает вклад от так называемого хуанговского рассеяния [14], возникающего на окружающем дефект ореоле из деформированных под его воздействием ячеек решетки. Этот вклад локализован в окрестности брэгговского пика и симметричен в силу нечетности u(q).

К вкладу (9) добавляется вклад (10), связанный с интерференцией волн, рассеянных собственно дефектом и ореолом искаженных ячеек, называемый асимметричным рассеянием. Важно, что, будучи пропорциональным u(q), этот вклад является нечетной функцией q.

При сложении вкладов  $P_{\rm H}$  и  $P_{\rm AS}$  пик диффузного рассеяния, проявляющийся в виде появления крыльев у брэгговского пика, в общем, оказывается несимметричным, хотя степень его асимметрии, как правило, небольшая. Выполненные в работах [10–12] исследования этого явления позволили сделать ряд весьма общих заключений о характере этих искажений, которыми мы будем руководствоваться при анализе экспериментальных результатов и которые приведены ниже.

В отличие от упругих пиков от достаточно крупных преципитатов новых фаз, ширины пиков диффузного рассеяния, описываемых вкладами  $P_{\rm H}$  и  $P_{\rm AS}$ , связаны не с размерами дефектов, а с параметрами полей искажений кристаллической решетки u(q) и появляются в позициях брэгговских пиков усредненной периодической решетки системы.

Масштабным множителем для сравнения диффузного рассеяния, вызванного одной частицей и кластером, является число частиц в нем. Эффекты диффузного рассеяния, обусловленные дефектами типа вакансий, значительно слабее (на порядок) созданных дефектами типа внедрения.

Neutron diffraction studies of carbide precipitate forming in the 0.04C–4Cr–18Mn–2V steel under thermal aging and fastneutron irradiation / V. I. Bobrovskii, V. I. Voronin, V. I. Maksimov, V. D. Parkhomenko, N. V. Proskurnina, and V. V. Sagaradze // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2024. – Iss. 6. – P. 18–34. – DOI: 10.17804/2410-9908.2024.6.018-034.



Дефекты, относящиеся по классификации М. А. Кривоглаза к дефектам I класса большой мощности, могут создавать заметные асимметричные искажения диффузных пиков, причем смещения их максимумов противоположны смещениям брэгговских пиков средней решетки относительно бездефектного состояния. Например, межузельные дефекты, а также их кластеры вызывают расширение бездефектной решетки, сопровождающееся смещением брэгговских пиков в сторону меньших углов. В то же время максимумы возникших асимметричных пиков диффузного рассеяния оказываются смещенными относительно положений брэгговских пиков средней решетки в сторону бо́льших углов. Величины этих эффектов определяются соотношениями между величинами амплитуды рассеяния дефекта, фактора M(G) и параметров поля деформаций u(q) кристаллических ячеек, поджатых дефектом и составляющих его окружение.

Отметим, что выражения (3) – (11) были получены для случая отсутствия когерентности между дефектами. Дифракционные свойства когерентной системы частиц, как известно, пропорциональны квадрату их числа, в то время как некогерентной – только первой степени. Таким образом, в случае если дефекты образуют упорядоченные периодические системы, можно ожидать усиления описанных ранее эффектов [15].

### 3. Результаты и обсуждение

Полученные нами нейтронные дифрактограммы образца в исходном закаленном состоянии демонстрируют набор брэгговских пиков практически однофазной ГЦК-решетки с небольшой (на грани точности определения) примесью карбида ванадия и с гало широких диффузных максимумов, концентрирующимся вокруг брэгговских пиков с минимумами между ними (рис. 1). Подобное поведение фона в многокомпонентных материалах связывают [10] с флуктуациями концентраций компонентов, которые также можно отнести к дефектам I класса, не уширяющим основные пики. Возникновению такого явления способствует значительная разница амплитуд рассеяния компонентов (табл. 1). Отметим, что этот эффект формулами (3), (4), полученными в предположении равномерности распределения дефектов, не учитывается.



Рис. 1. Фрагмент дифрактограммы закаленного образца стали 40Х4Г18Ф2

DRCCAN

http://dream-journal.org

Проведенные далее отжиги закаленных образцов в течение 1, 6 и 12 часов при температурах 600 и 700 °C показали изменения дифракционных спектров, указывающие на существенные отличия процессов, протекающих в материале при разных температурах.

В табл. 1 приведены характеристики решетки матрицы, полученные в ходе нашего анализа экспериментальных результатов, несколько уточняющие наши предшествующие данные [6] при качественном их совпадении.

Таблица 2

| Парамотр                      | Закаленный | Температура  | Время старения, ч |        |        |
|-------------------------------|------------|--------------|-------------------|--------|--------|
| Параметр                      | образец    | старения, °С | 1                 | 6      | 12     |
| <i>a</i> , Å                  | 3,6116     | 600          | 3,6114            | 3,6119 | 3,6118 |
|                               |            | 700          | 3,6076            | 3,6038 | 3,6025 |
| $U_{ m iso}$ , Å <sup>2</sup> | 0,0041     | 600          | 0,0062            | 0,0091 | 0,0117 |
|                               |            | 700          | 0,0046            | 0,0053 | 0,0042 |
| $<\Delta d/d>$                | 0,0005     | 600          | 0,0002            | 0,0005 | 0,0003 |
|                               |            | 700          | 0,0037            | 0,0038 | 0,0029 |

### Характеристики решетки матрицы при различных режимах старения

Здесь </d/d> – определенная из уширений брэгговских пиков усредненная величина микроискажений кристаллической решетки, свидетельствующих о наличии микронапряжений в системе, связываемых с дефектами II класса по классификации М. А. Кривоглаза, например дислокациями.

Для оценки величины итогового фактора Дебая – Валлера системы, учитывающего как тепловые, так и статические отклонения атомов матрицы *и* от узловых положений, здесь использовано квадратичное приближение

$$W(\boldsymbol{Q}) = \frac{1}{2} \sum_{\alpha,\beta=1}^{3} \langle u_{\alpha} u_{\beta} \rangle Q_{\alpha} Q_{\beta} = \frac{1}{2} U_{\text{iso}} Q^{2}, \qquad (12)$$

где второе равенство справедливо для кристаллов с кубической симметрией, для которых

$$U_{\rm iso} = \frac{1}{3} \sum_{\alpha=1}^{3} \langle u_{\alpha} u_{\alpha} \rangle. \tag{13}$$

Подчеркнем, что, с учетом сделанного ранее замечания о проблемах использования квадратичного приближения для описания фактора M(Q), данные для приведенных в таблице значений  $U_{iso}$ , получаемые в ходе программной обработки массива числовых данных спектра рассеяния, носят оценочный характер.

Как видно из табл. 1 (и в согласии с результатами [6]), параметр кристаллической решетки, оставаясь практически неизменным в ходе отжигов при 600 °C, быстро уменьшается при отжиге при 700 °C, приближаясь к насыщению после его 12-часовой продолжительности.

Изменения параметра решетки в таких сталях обычно обусловлены изменением содержания углерода в матрице материала [1, 9], например, за счет его ухода в преципитаты. Однако сделанное в работе [6] заключение о том, что при 600-градусном отжиге содержание углерода в решетке исследуемой стали остается постоянным, немедленно вступает в противоречие с поведением такой характеристики материала, как твердость ([6]), которая уже после одного часа отжига увеличивается на 450 МПа, а после 12 часов – на 1000 МПа, превосходя в этой точке на 50 МПа максимальное наблюдавшееся увеличение твердости, достигнутое после 6-часового отжига при 700 °C. Такое поведение твердости указывает, что не только после 700-градусного, но и после 600-градусного отжига в системе возникают препятствия



движению дислокаций, которыми, как можно ожидать, являются выделения или предвыделения карбидов. Но их появление должно сопровождаться уходом в них углерода из матрицы и, казалось бы, изменением ее параметра.

Это противоречие можно объяснить следующим образом. В аустенитной стали атомы углерода являются межузельными дефектами [9]. В исходном закаленном состоянии их достаточно заметная концентрация в 2 атомных процента и обеспечивает расширение решетки матрицы. Очевидно, мощность этих дефектов такова, что заметного диффузного фона в ближней окрестности брэгговских пиков они не создают.

Отжиг при 600 °C вызывает эволюцию этой системы дефектов. Атомы углерода и ванадия сначала начинают группироваться в кластеры, являющиеся предвыделениями карбида ванадия, а затем в процессе дальнейшего отжига происходит их рост и сборка в преципитаты карбида ванадия. Возникающие кластеры дефектов (предвыделения карбида ванадия) являются дефектами большой мощности. Они раздвигают решетку, противодействуя ее сжатию, и параллельно генерируют диффузное рассеяние. С ростом времени отжига при 600 °C растет концентрация таких кластеров, что и сказывается на твердости материала. Но этой температуры, по-видимому, недостаточно для интенсивного процесса их роста и окристаллизации.

Однако существует еще один фактор, связанный с иногда возникающими в подобных материалах особенностями распределения кластеров предвыделений. В ходе электронномикроскопических исследований состаренных образцов [6] были обнаружены признаки так называемого твидового контраста, свидетельствующие об образовании периодической

(период ~200 Å) структуры из упорядоченных предвыделений карбидов, формирующих периодическое поле упругих искажений решетки. Как уже указывалось выше, появление когерентности в системе дефектов приводит к усилению генерируемых ими изменений в спектрах рассеяния.

Оценки показывают, что при аппаратурной полуширине пиков нейтронного дифрактометра, составлявшей в районе  $2\Theta_B^0 = 40^\circ$  величину ~0,4°, а при  $2\Theta_B^0 = 90^\circ$  – около 1°, обусловленные модуляцией структуры с периодом 200 Å диффузные вклады не разрешаются от брэгговских пиков, приводя лишь к некоторому искажению их формы.



Рис. 2. Дифрактограмма образца после старения при 600 °С в течение 1 часа (*a*) и диффузные вклады после старения в течение 1 (б), 6 (в) и 12 (г) часов

На рис. 2 приведена дифрактограмма образца, состаренного при температуре 600 °C в течение 1 часа, и отдельно приведен вид оснований пиков при временах старения 1, 6 и

ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

12 часов, где и наблюдаются возникающие диффузные вклады (выделены фиолетовым цветом). Для отделения аппаратурного уширения пиков при обработке дифрактограмм была использована трехфазная модель, позволяющая провести количественную оценку наблюдавшихся эффектов.

Таким образом, было учтено присутствие весьма малых, но визуально наблюдаемых пичков от частиц окристаллизованной фазы карбида ванадия (будут обсуждены далее отдельно). А главное – оценочно выделены диффузные вклады. Разрешение нейтронного дифрактометра при этом не позволяет установить их тонкую структуру. Можно лишь отметить, что они ожидаемо несколько смещены от центров брэгговских пиков в сторону больших углов, а также что интенсивность их растет с временем старения, что говорит об увеличении концентрации генерирующих эти вклады предвыделений карбида ванадия.

О том, что выделенные таким образом вклады имеют именно диффузное происхождение, говорит рост их интенсивности с углом рассеяния, что находится в согласии с предсказывающими ее пропорциональность  $\sim (Qu(q))^2$  формулами типа (9). При математической обработке в рамках трехфазной модели это выражается в появлении для введенной псевдофазы формального отрицательного значения фактора Дебая – Валлера. При этом данный фактор для матрицы характеризуется вполне разумными значениями  $U_{iso}$ , отражающими некоторый рост хаотических отклонений ее атомов от узловых положений по мере накопления концентраций дефектов в системе.

Как видно из табл. 1, изменения микроискажений решетки матрицы при отжигах при 600 °C были малыми и находились на грани достоверности, хотя небольшое сужение пиков после отжига продолжительностью 1 час можно интерпретировать как результат снятия исходных напряжений, обусловленных присутствием обнаруженных электронной микроскопией скоплений дислокаций вокруг первичных включений карбида ванадия.

Старение образцов стали  $40X4\Gamma18\Phi2$  при температуре 700 °C в течение 1, 6 и 12 часов показало заметные изменения в протекании этого процесса по сравнению с тем, что имело место при 600 °C, что хорошо видно из табл. 1. Вместо мелких кластеров предвыделений карбида ванадия, появление которых сдерживало уменьшение параметра решетки матрицы с уходом из нее углерода, очевидно, начинают быстро формироваться более крупные наночастицы карбида ванадия с большой разницей параметров решетки матрицы и преципитата и разрушением когерентности между ними, что было подтверждено данными электронной микроскопии [6]. В результате механизм, противодействовавший сжатию решетки с уходом из нее углерода, ослабляется. Зато в окружении преципитатов возникают дислокации несоответствия, т. е. дефекты II класса, что приводит к росту микроискажений решетки, имеющих масштаб областей когерентного рассеяния нейтронов (OKP). Это немедленно ведет к появлению уширения брэгговских пиков, обусловленного возникающим разбросом межплоскостных расстояний в различных OKP (рис. 3). На рис. 3 уточняются данные рисунка 11 из работы [6] при качественном их совпадении.

Рисунок 3 (как и рис. 1 в работе [6], описывающий поведение твердости НВ материала) показывает, что после 6-часового отжига при температуре 700 °С происходит некий перелом в поведении системы. В работе [6] этот эффект с учетом данных электронной микроскопии интерпретируется как начало коагуляции окристаллизовавшихся мелких выделений карбида ванадия с уменьшением их объемной концентрации, что и приводит к падению твердости материала. Наблюдаемое на рис. 3 падение средних микронапряжений решетки матрицы можно связать с уменьшением суммарной площади контакта фаз фактически уже двухфазного образца.



ISSN 2410-9908



Рис. 3. Микроискажения решетки матрицы в результате отжигов при температурах 600 и 700 °C в течение 0, 1, 6 и 12 часов

Профили уширенных брэгговских пиков на дифрактограммах образцов, состаренных при 700 °C, хорошо описываются в модели двух фаз – матрицы и преципитатов VC. При этом пиковые диффузные вклады в рефлексы не просматриваются, а изменения плавного диффузного фона в ходе отжигов можно считать незначительными (рис. 4).



Рис. 4. Диффузный фон образцов, состаренных при 700 °С, в зависимости от времени старения

Это еще раз подтверждает, что в случае отжигов при 600 °C особенности поведения диффузного рассеяния были связаны с предвыделениями в виде когерентной системы нанокластеров атомов углерода и ванадия, которая здесь уже эволюционировала в более крупные некогерентные преципитаты.

Чтобы проследить воздействие нейтронного облучения на протекание описанных выше процессов, эксперименты по облучению флюенсами быстрых нейтронов  $5 \cdot 10^{19}$  см<sup>-2</sup> и  $1 \cdot 10^{20}$  см<sup>-2</sup> проводились на несостаренном образце и двух образцах, прошедших отжиг в течение 1 часа при температурах 600 и 700 °C. Такое время термического воздействия представлялось оптимальным с учетом явлений, отраженных на рис. 2 и 3. Из рисунков видно, что в отжигаемых образцах процессы формирования выделений за это время получали достаточное развитие, что обещало получение видимых эффектов при облучении. При этом закаленный образец был подвергнут отпуску в течение 1 часа при 450 °C для снятия зака-



0

5

10

Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures Issue 6, 2024

http://dream-journal.org

3,6114

3,6105

3,6083

3,6066

3,6056

3,6093

3,6070

ISSN 2410-9908

лочных напряжений. Однако какого-либо изменения величины микродеформаций решетки, существовавших в исходном закаленном состоянии, при этом не произошло. Зато было выявлено небольшое уменьшение параметра решетки с 3,6116 Å до 3,6102 Å. Последнее явление, по нашему мнению, можно объяснить воздействием двух факторов. Во-первых, здесь наблюдается самое начало ухода углерода в кластеры, которые при старении преобразуются в предвыделения карбида ванадия, но пока мощность их не достаточна, чтобы компенсировать сжатие решетки. Кроме того, в закаленном состоянии, по-видимому, помимо углерода существовали и иные межузельные дефекты, которые тоже несколько раздвигали решетку и которые рассосались в процессе отпуска.

В табл. 2 приведены значения параметров решетки и ее микродеформаций для описанного выше набора образцов в исходном состоянии и после облучения быстрыми нейтронами.

Характеристики решетки и микродеформации образцов стали 40Х4Г18Ф2 после отжигов в течение 1 часа при температурах 450, 600 и 700 °C с последующим облучением флюенсами

Таблица 3

0.0031

0.0033

 $5 \cdot 10^{19} \, \mathrm{cm}^{-2}$  и  $10 \cdot 10^{19} \, \mathrm{cm}^{-2}$  $U_{\rm iso}, {\rm \AA}^2$ a, Å  $\langle \Delta d/d \rangle$ Флюенс. Температуры Температуры Температуры  $10^{19} \,\mathrm{cm}^{-2}$ старения, °С старения, °С старения, °С

0,0080

0,0061

450 700 450 600 700 450 600 700 600 3,6102 3,6076 0,0038 0,0062 0,0046 0,0005 0,0002 0,0037

0.0083

0.0095

0,0069

0,0105

0.0003

0,0004

0.0000

0,0004

Как нетрудно видеть, во всех случаях облучение нейтронами вызывает уменьшение параметра решетки, что свидетельствует об уходе из нее углерода в кластеры предвыделений карбидов. При этом система этих радиационно-индуцированных кластеров, очевидно, имеет недостаточную мощность, чтобы противодействовать этому сжатию, т. е., в отличие от того, что наблюдалось при термическом старении при 600 °С, является некогерентной. Последнее не удивительно, так как источниками образования данных кластеров являются порожденные нейтронным облучением каскады смещений, случайным образом распределенные по объему материала. Полное изменение параметра решетки при облучении флюенсом 1 · 10<sup>20</sup> см<sup>-2</sup> при облучении нейтронами составило 0.032 Å, 0.031 Å и 0.020 Å для образцов, состаренных при 450, 600 и 700 °C соответственно. В то же время уменьшение этого параметра в ходе 12-часового отжига при 700 °C составило около 0,01 Å. Ослабление выхода углерода при облучении для образца, состаренного при 700 °C, можно объяснить тем, что основная часть его ушла в преципитаты во время отжига. Но можно также предположить возвращение в решетку под влиянием облучения части углерода из преципитатов.

Рисунок 5 позволяет наглядно сопоставить изменения параметра решетки матрицы при термических и радиационных воздействиях.

Отметим, что нейтронное облучение материалов вызывает также и процессы, конкурирующие по воздействию на параметр решетки с вышеописанным. Так, в ГЦК-никеле [16] на начальных этапах облучения отмечен рост параметра решетки с флюенсом, связываемый с образованием межузельных атомов, причем затем этот рост сменяется уменьшением, объясняемым достижением насыщения по межузельным атомам и образованием кластеров вакансий. На основании полученных данных можно сделать вывод, что в исследуемой здесь стали 40Х4Г18Ф2 процессы, связанные с радиационным стимулированием образования карбидов, являются превалирующими.



Рис. 5. Зависимость параметра решетки аустенитной стали  $40X4\Gamma 18\Phi 2$  от времени старения (*a*) и от флюенса быстрых нейтронов (*б*) для разных температур обработки

Поведение микродеформаций решетки при облучении нейтронами является довольно типичным для аустенитных сталей [17]. На первом этапе это радиационно-стимулированный отжиг имевшихся дислокаций, ведущий к уменьшению микронапряжений и сменяющийся затем образованием дислокационных структур, уже вызывающим рост микронапряжений.

Отметим, что при сохранении ГЦК-структуры матрицы с не слишком большими изменениями уширений пиков поведение диффузного фона при облучении характеризовалось возникновением плохо описываемых простыми моделями искажений по сравнению с необлученным состоянием. Последнее явление можно связать с образованием в системе многих типов дефектов. Их исследование требует более высокого разрешения прибора.



Рис. 6. Пик (220- $\lambda/2$ ) матрицы и пики (111) VC от образцов после старения при температуре 600 °C в течение 0 часов (*a*), 1 часа (*б*), 6 часов (*в*) и 12 часов (*г*)

Остановимся теперь на поведении деталей дифракционного спектра, обусловленных присутствием в системе некоторого количества относительно крупных частиц карбида ванадия. Наличие таких частиц в закаленном исходном состоянии с размером до ~1500 Å было зафиксировано электронной микроскопией [6]. И действительно, на нейтронограммах образцов в закаленном состоянии в позициях, соответствующих структуре карбида ванадия с параметром решетки 4,14 Å, визуально наблюдаются небольшие выбросы фона с амплитудами порядка амплитуд расположенных рядом пиков (220) ГЦК-фазы матрицы на длине волны



http://dream-journal.org

ISSN 2410-9908

 $\lambda/2$ , обусловленных неидеальной монохроматичностью используемого нейтронного потока (рис. 6). Поскольку величина примеси нейтронов с  $\lambda/2$  в спектре прибора была определена измерениями на эталонах в  $\leq 0,2$  %, то это и есть верхняя граница оценки содержания остаточного карбида ванадия в форме достаточно хорошо окристаллизованных частиц.

При обработке в рамках трехфазной модели спектров образцов, состаренных при 600 °С, количество окристаллизованного карбида ванадия было оценено как 0,6 %. На рис. 6 показано, как выглядят пики (111) этой фазы.

При обработке спектры были приведены к одинаковой интенсивности счета монитора. Постоянная составляющая фона при проведении этих экспериментов несколько изменялась, что видно по вертикальным смещениям картинок, составляющих рисунок.

Следует подчеркнуть, что наблюдаемые пики обусловлены рассеянием только на достаточно крупных частицах. В то же время электронно-микроскопические исследования [6] показали, что характерный размер предвыделений, образующихся при старении при 600 °С, составляет порядка 10–60 Å. Оперируя законом брэгговского отражения, легко показать, что дифракционные пики от частиц с характерным размером  $L_p$  имеют угловую ширину

$$\Delta(2\Theta_{\rm B}) = \frac{2a/L_{\rm p}}{\sqrt{(2a/\lambda)^2 - (n_1^2 + n_2^2 + n_3^2)}},\tag{14}$$

где вектор обратной решетки, отвечающий данному пику, равен  $G = \frac{2\pi}{a}(n_1, n_2, n_2)$ .

Для пика (111) VC при размерах частиц  $L_p \sim 30$  Å его ширина составила бы порядка 3°, так что он, очевидно, не был бы виден среди фона. Пички на рис. 6, по-видимому, связаны с частицами остаточной крупной фракции карбида ванадия. Визуально в этих картинках можно усмотреть некие признаки роста частиц в ходе термического старения образца.

Похожее поведение наблюдалось для пичков от карбида ванадия и при старении при 700 °C, где, согласно анализу в рамках двухфазной модели, содержание окристаллизованной фазы карбида ванадия составило порядка 0,8 %, а электронная микроскопия показала, что верхняя граница размера этих выделений после 12-часового отжига находится в районе 190 Å. Рисунок 7 отображает процесс оформления пика (111) VC в процессе отжига при 700 °C.



Рис. 7. Пик (111) от фазы карбида ванадия после старения при температуре 700 °C в течение 1 часа (*a*), 6 часов (*б*) и 12 часов (*в*)

Поведение пиков от карбида ванадия при облучении образцов свидетельствует не только об уходе углерода из решетки матрицы, как это показывает рис. 5 б, но прямо под-



ISSN 2410-9908

http://dream-journal.org

тверждает, что в системе идут радиационно-стимулированное образование и рост частиц карбида ванадия (рис. 8).



Рис. 8. Пики (220- $\lambda/2$ ) от решетки матрицы и пики (111) от частиц карбида ванадия для образца, отпущенного при температуре 450 °С (*a*) и затем облученного флюенсами быстрых нейтронов 5 · 10<sup>19</sup> см<sup>-2</sup> (б) и 1 · 10<sup>20</sup> см<sup>-2</sup> (в)

Оценки содержания окристаллизованных частиц карбида ванадия для образцов дали значения в диапазоне 0,8–1,1 %.

### 4. Заключение

На основе углубленного анализа результатов нейтронографических экспериментов получены уточненные данные об особенностях образования карбидных преципитатов в стали 40Х4Г18Ф2 при термическом и радиационном воздействии. Результаты анализа находятся в хорошем согласии с электронно-микроскопическими данными. В частности, спектры диффузного рассеяния нейтронов подтверждают существование когерентного и некогерентного механизмов формирования предвыделений и преципитатов карбидов ванадия при различных температурах старения. Показано, как поведение параметров решетки материала обусловлено эволюцией системы дефектов, что позволило устранить некоторые противоречия в интерпретации данных нейтронографии, возникшие на раннем этапе исследований материала.

Впервые выполнены нейтронно-дифракционные исследования стали 40Х4Г18Ф2, облученной быстрыми нейтронами. Подтверждено, что нейтронное облучение приводит к возникновению предвыделений карбидов в данном материале, причем скорость их образования зависит от предшествующей термической обработки.

# Благодарность

Результаты исследования получены в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Поток», № 122021000031-8), выполнявшегося на базе уникальной научной установки «Нейтронный материаловедческий комплекс ИФМ».

# Литература

1. Сагарадзе В. В., Уваров А. И. Упрочнение и свойства аустенитных сталей. – Екатеринбург : РИО УрО РАН, 2013. – 720 с. – ISBN 978-5-7691-2334-4.

2. Precipitation hardening and radiation damage ability of austenitic stainless steels / V. V. Sagaradze, V. M. Nalesnik, S. S. Lapin, V. M. Alyabyev // Journal of Nuclear Materials. – 1993. – Vol. 202 (1–2). – P. 137–144. – DOI: 10.1016/0022-3115(93)90036-X.



3. Watanabe H., Muroga T., Yoshida N. The temperature dependent role of phosphorus and titanium in microstructural evolution of Fe–Cr–Ni alloys irradiated in FFTF // Journal of Nuclear Materials. – 1996. – Vol. 228 (3). – P. 261–274. – DOI: 10.1016/0022-3115(96)80004-3.

4. Influence of the austenitic stainless steel microstructure on the void swelling under ion irradiation / B. Rouxel, C. Bisor, Y. De Carlan, A. Courcelle, A. Legris // EPJ Nuclear Sciences and Technologies. – 2016. – Vol. 2. – P. 30 (1–12). – DOI: 10.1051/epjn/2016023.

5. Peculiarities of radiation-induced processes in the Cr–Ni–Mo austenitic steels studied by neutron diffraction / V. I. Voronin, V. L. Arbuzov, V. I. Bobrovskii, S. E. Danilov, K. A. Kozlov, N. V. Proskurnina, V. V. Sagaradze // Diagnostics, Resource and Mechanics of materials and structures. – 2015. – Iss. 5. – C. 80–89. – DOI: 10.17804/2410-9908.2015.5.080-089. – URL: http://dream-journal.org/issues/2015-5/2015-5\_46.html

6. Evolution of the microstructure and microstresses in the 40Kh4G18F2 steel upon carbide aging / V. V. Sagaradze, B. N. Goshchitskii, E. G. Volkova, V. I. Voronin, I. F. Berger, A. I. Uvarov // Physics of Metals and Metallography. – 2011. – Vol. 111. – P. 80–90. – DOI: 10.1134/S0031918X1101011X.

7. Initiation of the shape memory effect by fast neutron irradiation / V. I. Bobrovskii, S. V. Afanasyev, V. I. Voronin, V. A. Kazantsev, N. V. Kataeva, V. D. Parkhomenko, N. V. Proskurnina, V. V. Sagaradze // Physics of Metals and Metallography. – 2024. – Vol. 125 (2). – P. 211–216. – DOI: 10.1134/S0031918X23602664.

8. Martensitic transformations  $\gamma - \varepsilon(\alpha)$  and the shape-memory effect in aging high-strength manganese austenitic steels / V. V. Sagaradze, V. I. Voronin, Yu. I. Filippov, V. A. Kazantsev, M. L. Mukhin, E. V. Belozerov, N. L. Pecherkina, N. V. Kataeva, A. G. Popov // Physics of Metals and Metallography. – 2008. – Vol. 106 (6). – P. 630–640. – DOI: 10.1134/S0031918X08120120.

9. Гаврилюк В. Г. Распределение углерода в стали. – Киев : Наукова Думка, 1987. – 208 с.

10. Krivoglaz M. A. X-ray and neutron diffraction in nonideal crystals. – Berlin, Heidelberg : Springer, 1996. – 466 p. – ISBN: 3-540-50564-4.

11. Dederichs P. H. The theory of diffuse X-ray scattering and its application to the study of point defects and their clusters // Journal of Physics F: Metal Physics F. – 1973. – Vol. 3. – P. 471–496. – DOI: 10.1088/0305-4608/3/2/010.

12. Dederichs P. H. Diffuse scattering from defect clusters near Bragg reflections // Physical Review B. – 1971. – Vol. 4 (4). – P. 1041–1050. – DOI: 10.1103/PhysRevB.4.1041.

13. Hanna R., Haubold H.-G. Diffuse X-ray scattering from self interstitials in a general lattice // Acta Crystallographica Section A. – 1982. – Vol. 38. – P. 814–817. – DOI: 10.1107/S0567739482001661.

14. Huang K. X-ray Reflections from Dilute solid solutions // Proceedings of the Royal Society A. – 1947. – Vol. 190. – P. 102–117. – DOI: 10.1098/rspa.1947.0064.

15. Чуистов К. В. Модулированные структуры в стареющих сплавах. – Киев : Наукова Думка, 1975. – 242 с.

16. Defects in a lattice of pure nickel subjected to fast-neutron irradiation followed by annealings: neutron-diffraction examination / V. I. Voronin, I. F. Berger, N. V. Proskurnina, B. N. Goschitskii // Physics of Metals and Metallography. – 2016. – Vol. 117. – P. 348–354. – DOI: 10.1134/S0031918X16040141.

17. Voronin V. I. Neutron diffraction study of samples of fuel element claddings made of austenitic steel // Journal of Nuclear Materials. – 2021. – Vol. 547. – P. 152798. – DOI: 10.1016/j.jnucmat.2021.152798.