

«УТВЕРЖДАЮ»

Директор ФГБУ «Институт
Теоретической и Экспериментальной
Физики имени А.И. Алиханова
Национального исследовательского
центра «Курчатовский институт»,
кандидат физико-математических наук,



В.Ю. Егорычев

« » 2017 г.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Федерального государственного бюджетного учреждения «Институт Теоретической и Экспериментальной Физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

Диссертация «Влияние облучения ионами на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей» выполнена в лаборатории «Атомно-масштабных исследований конденсированных сред» Федерального государственного бюджетного учреждения «Институт Теоретической и Экспериментальной Физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт»

В период подготовки диссертации соискатель Орлов Николай Николаевич работал в Федеральном государственном бюджетном учреждении «Институт Теоретической и Экспериментальной Физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт» в лаборатории «Атомно-масштабных исследований конденсированных сред» научным сотрудником.

Соискатель в 2011 г. окончил Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» по специальности «Физика конденсированного состояния вещества» (диплом ВСГ 4747274), а в 2015 г. окончил Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» по направлению подготовки «Ядерная физика и технологии» (диплом магистра 107704 0004678).

Справка об обучении и сдаче кандидатских экзаменов выдана в 2016 г. в Федеральном государственном бюджетном учреждении «Институт Теоретической и Экспериментальной Физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт».

Научный руководитель — доктор физико-математических наук Рогожкин Сергей Васильевич, Федеральное государственное бюджетное учреждение «Институт Теоретической и Экспериментальной Физики имени А.И. Алиханова Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», начальник отдела; Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ», профессор.

По итогам обсуждения принято следующее заключение.

Оценка выполненной соискателем работы

Диссертационная работа Орлова Н.Н. «Влияние облучения ионами на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей» является законченной научно-исследовательской работой, посвященной решению важной научно-технической задачи выявления процессов и механизмов эволюции наномасштабного структурно-фазового состояния дисперсно-упрочненных оксидами сталей с различными системами легирования под воздействием облучения тяжелыми ионами.

Разработки перспективных ядерных и термоядерных реакторных установок диктуют новые требования к конструкционным материалам. Используемые на сегодняшний день стали выдерживают повреждающие дозы 80-90 смещений на атом (сна) при рабочих температурах до 500-550 °С. Для обеспечения требуемого ресурса эксплуатации и повышения экономической эффективности (например, повышения выгорания топлива в ядерных реакторах деления до 18-20% тяжелых атомов), конструкционные материалы активной зоны должны обеспечивать работоспособность при температурах до 700 °С и повреждающих дозах до ~ 200 сна.

Одним из направлений создания материалов, обеспечивающих описанные выше требования, являются дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО) ферритно-мартенситные стали. Стали этого класса помимо высокой радиационной стойкости к распуханию, свойственной ферритно-мартенситным сталям, обладают высокой жаропрочностью за счет присутствия в матрице материала термически стабильных оксидов. Известно, что наилучшие механические характеристики показывают стали, в которых дисперсные включения имеют наименьший размер и равномерно распределены в матрице материала. В настоящее время проводится значительное число исследований для достижения наилучших характеристик, для чего подбираются как легирующие добавки, так и условия легирования. Для контроля полученной наноструктуры ДУО сталей применяется комплекс методик, среди которых наибольшее значение имеют

просвечивающая электронная микроскопия и атомно-зондовая томография. Другим важным и актуальным вопросом является анализ радиационной стойкости материалов такого класса, поскольку их свойства в значительной степени зависят от стабильности внедренных в матрицу дисперсных включений, являющихся эффективными барьерами для движения дислокаций и стоками для точечных дефектов. Облучение может приводить к существенной перестройке наноструктуры ДУО сталей (например, изменению размеров и химического состава упрочняющих частиц), и в результате - существенной деградации механических свойств. Так, механические испытания образцов дисперсно-упрочненных оксидами сталей, облученных нейтронами при низких температурах (< 400 °С), обнаруживают существенное охрупчивание, которое выражается в увеличении прочности, снижении энергии разрушения и сдвиге температуры вязко-хрупкого перехода. При этом наиболее интенсивно низкотемпературное охрупчивание происходит при низких дозах (< 10) сна. Однако, механизмы и процессы, протекающие на атомных масштабах в ДУО сталях под облучением, и их влияние на изменение макроскопических свойств материалов (в частности, на низкотемпературное низкодозное охрупчивание) до конца не изучены.

Для аттестации материалов необходимо проведение облучения в условиях близких к реальным условиям эксплуатации. Однако такие эксперименты весьма затратны, что связано с длительностью облучения, и сложностью при дальнейшем исследовании облученных образцов с наведенной активностью.

Наибольший темп создания радиационных повреждений обеспечивают пучки тяжелых ионов. Они воспроизводят каскадное рождение дефектов, которое также является основным источником генерации дефектов при прохождении быстрых нейтронов через материал. Важно отметить, что при облучении материалов тяжелыми ионами образование радиационных дефектов происходит неоднородно, поэтому в имитационных экспериментах облучаются образцы для микроскопических исследований (просвечивающей электронной микроскопии и атомно-зондовой томографии). На основе данных об изменениях микроструктуры, полученных в имитационных экспериментах, делается прогноз изменения макроскопических свойств.

Все вышеуказанное определяет актуальность представленной работы и описанных в ней исследований.

Личный вклад автора

Основу диссертации составили результаты исследований, проведенных при непосредственном участии автора. Вклад автора состоит в постановке задач исследований, приготовлении образцов для томографической атомно-зондовой микроскопии и подготовке экспериментальныхборок для облучения на ускорителе; моделировании взаимодействия пучка ионов с изучаемыми образцами, при помощи программ SRIM; исследовании

образцов на просвечивающем электронном микроскопе до и после облучения; проведении исследований облученных образцов на оптическом томографическом атомном зонде ESCoTAP; обработке и анализе полученных результатов.

Целью работы являлось выявление процессов и механизмов эволюции наномасштабного состояния дисперсно-упрочненных оксидами сталей с различными системами легирования под воздействием облучения тяжелыми ионами.

Для решения поставленной цели автором решены следующие задачи:

- Разработана методика облучения образцов-игл тяжелыми ионами и их последующего исследования методом томографической атомно-зондовой микроскопии.
- Проведены исследования исходного состояния дисперсно-упрочненных оксидами сталей ODS Eurofer и высокохромистых сталей 13.5%Cr-ODS с различным содержанием титана (0-0.3 мас.%).
- Проведены атомно-зондовые исследования изменений наномасштабного состояния дисперсно-упрочненной оксидами стали ODS Eurofer под воздействием ионов Fe с энергией 75 кэВ/заряд для различных повреждающих доз (вплоть до 32 сна) при комнатной температуре. Проведено сравнение полученных результатов, с результатами томографического атомно-зондового анализа облученной в реакторе БОР-60 стали ODS Eurofer до дозы 32 сна.
- Проведены исследования атомномасштабных изменений в стали ODS Eurofer и высокохромистых сталях 13.5%Cr-ODS с различным содержанием титана после облучения высокоэнергетичными (101 кэВ/нуклон) ионами Fe и Ti до доз 1-3 сна при комнатной температуре и при 300 °С.

Достоверность результатов проведенных исследований и выводов обеспечена использованием современных общепризнанных методов и приборов (просвечивающая электронная микроскопия, атомно-зондовая томография, метод фокусированного ионного пучка и т.д.), широко используемых в мире при проведении исследований структурно-фазового состояния облученных материалов, в частности дисперсно-упрочненных оксидами сталей; тщательностью проведения экспериментов; оценкой погрешности проведенных измерений; признанием полученных результатов на различных российских и международных семинарах и конференциях, публикацией результатов исследований в ведущих реферируемых журналах.

Научная новизна работы заключается в следующем:

Впервые в России разработана методика облучения образцов-игл тяжелыми ионами и их последующих исследований методом томографической атомно-зондовой микроскопии.

Проведены атомно-зондовые исследования изменений наномасштабного состояния дисперсно-упрочненной оксидами стали ODS Eurofer под воздействием низкоэнергетичных (75 кэВ/заряд) ионов Fe для различных повреждающих доз (вплоть до 32 сна) при комнатной температуре. Показано, что основные детали изменения наноструктуры при облучении тяжелыми ионами находятся в хорошем согласии с данными нейтронного облучения на реакторе БОР-60 до дозы 32 сна.

Проведены исследования атомномасштабных изменений в стали ODS Eurofer и высокохромистых сталях 13.5%Cr-ODS с различным содержанием титана после облучения высокоэнергетичными (101 кэВ/нуклон) ионами Fe и Ti до доз 1-3 сна при комнатной температуре и при 300 °С.

Выявлены основные закономерности изменения наноструктурного состояния дисперсно-упрочненных оксидами сталей в условиях низкотемпературного каскадообразующего облучения.

Научно-практическая значимость результатов работы

Разработанная методика облучения образцов-игл дисперсно-упрочненных сталей - перспективных конструкционных материалов ядерной и термоядерной техники, и их последующих исследований методом томографической атомно-зондовой микроскопии позволяет получать информацию о процессах, происходящих в облученном материале и приводящих к деградации его эксплуатационных свойств. Эта информация необходима для обоснования последующих рекомендаций для разработчика материалов. Применение имитационных экспериментов с использованием пучков тяжелых ионов позволит уменьшить число и общее время сеансов реакторного облучения, требуемых для обоснования эксплуатационного ресурса новых разрабатываемых материалов.

Проведенные в данной работе имитационные эксперименты показали, что при облучении тяжелыми ионами наиболее существенные изменения в наноструктурном состоянии исследуемых ДУО сталей (изменение состава кластеров, увеличение их количества) происходят уже при дозах порядка нескольких сна. Это позволяет предположить, что на темп охрупчивания ДУО сталей в значительной степени влияет как увеличение количества кластеров, так и изменение их состава, что изменяет движение дислокаций в облученной ДУО стали.

Полученные в работе результаты по изменению наноструктурного состояния ДУО сталей под облучением тяжелыми ионами представляют интерес для разработчиков новых реакторных материалов ядерной и термоядерной техники, а также для исследователей, занимающихся изучением проблем взаимодействия облучения с твердым телом. Результаты можно применять в АО ВНИИНМ им. А.А. Бочвара, Институте физики металлов им. М.Н. Михеева УРО РАН, Национальном исследовательском ядерном университете МИФИ.

Научные и практические результаты диссертации используются при подготовке выпускных квалификационных работ студентов Национального исследовательского ядерного университета «МИФИ».

Апробация работы

Результаты диссертации докладывались и обсуждались на следующих международных и общероссийских конференциях, семинарах и школах:

Всероссийская научная школа для молодежи «Реакторы на быстрых нейтронах» (Обнинск, Россия, 26-30 октября 2009); VII, VIII, IX Курчатовская молодежная научная школа (Москва, Россия, 2009, 2010, 2011); Научная сессия НИЯУ МИФИ (Москва, Россия, 2010, 2011, 2012, 2013); Отраслевой семинар «Физика радиационных повреждений материалов атомной техники» (Обнинск, Россия, 2010, 2011, 2012, 2013, 2015, 2016); Всероссийская научно-техническая конференция «Материалы ядерной техники» (Агой, Россия, 2010); VI Всероссийская научно-техническая конференция «Физические свойства металлов и сплавов» (Екатеринбург, Россия, 17-19 октября 2011); «Second Joint Helmholtz-Rosatom School devoted to FAIR Accelerators and Scientific Program» and IТEP Winter School of Physics «Extreme State of Matter» (Bekasovo, Russia, 19-26 of February 2012); Junior Euromat (Lausanne, Switzerland, 23-27 July 2012); X Международный уральский семинар «Радиационная физика металлов и сплавов» (Кыштым, Россия, 25 февраля – 3 марта 2013); XXIV, XXVI Международная конференция «Радиационная физика твердого тела» (Севастополь, Россия, 2014, 2016).

Полнота изложения материалов диссертации в публикациях

По теме диссертации опубликовано 9 печатных работ в период с 2012 по 2016 гг., в том числе 9 — в рецензируемых научных изданиях, индексируемых в базах РИНЦ, SciVerse Scopus и Web of Science:

1. Томографическое атомно-зондовое исследование эволюции наноструктуры дисперсно-упрочненной оксидами стали ODS Eurofer под воздействием тяжелоионного облучения / Рогожкин С.В., Алеев А.А., Залужный А.Г., Куйбида Р.П., Кулевой Т.В., Никитин А.А., Орлов Н.Н., Чалых Б.Б., Шишмарев В.Б. // Ядерная физика и инжиниринг. – 2012. – Т.3. – №4. – С.373–379.
2. Влияние облучения тяжелыми ионами на наноструктуру перспективных материалов ядерных энергетических установок / С.В. Рогожкин, А.А. Алеев, А.Г. Залужный, Р.П. Куйбида, Т.В. Кулевой, А.А. Никитин, Н.Н. Орлов, Б.Б. Чалых, В.Б. Шишмарев // Физика металлов и металловедение. – 2012. – Т.113. – №2. – С.212–224.

3. Имитационный эксперимент по изучению радиационной стойкости реакторных материалов на инжекторе ускорителя ТИПр-1 / Куйбида Р.П., Чалых Б.Б., Шишмарев В.Б., Грачев Н.Ю., Фертман А.Д., Алеев А.А., Никитин А.А., Орлов Н.Н., Рогожкин С.В., Кулевой Т.В. // Вопросы атомной науки и техники, серия Ядерно-физические исследования. – 2012. – Т.80. – №4. – С.188–190.
4. Имитационный эксперимент по изучению радиационной стойкости перспективной ферритно-мартенситной стали, упрочненной дисперсными включениями / Рогожкин С.В., Кулевой Т.В., Искандаров Н.А., Орлов Н.Н., Чалых Б.Б., Алеев А.А., Грачев Н.Ю., Куйбида Р.П., Никитин А.А., Фертман А.Д., Шишмарев В.Б. // Атомная энергия. – 2013. – Т.114. – С.12–16.
5. Nanoscale characterization of 13.5% Cr oxide dispersion strengthened steels with various titanium concentrations / Rogozhkin S.V., Orlov N.N., Nikitin A.A., Aleev A.A., Zaluzhnyi A.G., Kozodaev M.A., Lindau R., Möslang A., and Vladimirov P. // Inorganic Materials: Applied Research. – 2015. – V.6. – №2. – P.151–155.
6. Влияние легирования титаном на микроструктуру дисперсно-упрочненной оксидами 13.5% хромистой стали / Рогожкин С.В., Богачев А.А., Кириллов Д.И., Никитин А.А., Орлов Н.Н., Алеев А.А., Залужный А.Г., Козодаев М.А. // Физика металлов и металловедение. – 2014. – Т.115. – №12. – С.1328–1335.
7. Перестройка наноструктуры стали ODS Eurofer после облучения до дозы 32 сна / Рогожкин С.В., Орлов Н.Н., Алеев А.А., Залужный А.Г., Козодаев М.А., Куйбида Р.П., Кулевой Т.В., Никитин А.А., Чалых Б.Б., Lindau R., Moslang A., Vladimirov P. // Физика металлов и металловедение. – 2015. – Т.116. – №1. – С.76–82.
8. Nanostructure evolution in ODS steels under ion irradiation / Rogozhkin S., Bogachev A., Korchuganova O., Nikitin A., Orlov N., Aleev A., Zaluzhnyi A., Kulevoy T., Chalykh B., Lindau R., Möslang A., Vladimirov P., Klimenkov M., Heilmaier M., Wagner J., Seils S. // Journal of Nuclear materials and energy. – 2016. – V.9. – P.66–74.
9. Evolution of microstructure in advanced ferritic-martensitic steels under irradiation: the origin of low temperature radiation embrittlement / Rogozhkin S., Nikitin A., Orlov N., Bogachev A., Korchuganova O., Aleev A., Zaluzhnyi A., Kulevoy T., Lindau R., Möslang A., Vladimirov P. // MRS Advances. Materials Research Society. – 2016. DOI: <https://doi.org/10.1557/adv.2016.657>.

Личный вклад автора в публикациях

Подготовка к публикации полученных результатов проводилась совместно с соавторами. Орлов Н.Н. принимал участие в постановке задач исследова-

дований, участие в проведении экспериментов, обработке и анализе их результатов.

В работах 1, 2, 7 представлены результаты атомно-зондовых исследований перестройки наноструктуры стали ODS Eurofer после облучения тяжелыми ионами в диапазоне доз до 32 сна при комнатной температуре. В работах 3, 4 описана постановка имитационных экспериментов с использованием линейного ускорителя тяжелых ионов, на примере исследования наноструктуры стали ODS Eurofer. В работах 5, 6 выполнены экспериментальные исследования наноразмерных особенностей в высокохромистых сталях 13.5%Cr-ODS с различным содержанием титана в исходном состоянии. В работах 8, 9 получены данные об атомномасштабных изменениях в стали ODS Eurofer и высокохромистых сталях 13.5%Cr-ODS с различным содержанием титана после облучения ионами Fe и Ti до доз 1-3 сна при комнатной температуре и при 300 °С. Выявлены основные закономерности изменения наноструктурного состояния дисперсно-упрочненных оксидами сталей в условиях низкотемпературного каскадообразующего облучения.

Содержание диссертации и основные положения, выносимые на защиту, отражают персональный вклад автора в опубликованные работы. В опубликованных автором работах достаточно полно отражены основные результаты и положения диссертации.

Специальность, которой соответствует диссертация

Содержание диссертации соответствует специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния» (физико-математические науки). Диссертация написана на высоком научном уровне, характеризуется четкостью сделанных выводов и проработанностью используемых моделей, методов.

Принято следующее решение

На основании изложенного секция №4 Ученого совета НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ считает, что рассмотренная диссертационная работа Орлова Николая Николаевича на тему «Влияние облучения ионами на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей» является законченной научно-исследовательской работой, которая соответствует специальности 01.04.07 — «Физика конденсированного состояния» и удовлетворяет требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям, а Орлов Николай Николаевич заслуживает присуждения ученой степени кандидата физико-математических наук.

Диссертация «Влияние облучения ионами на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей» Орлова Николая Николаевича рекомендуется к защите на соискание ученой степени кандидата физико-

математических наук по специальности 01.04.07 — «Физика конденсированного состояния».

Заключение принято на заседании секции №4 Ученого совета НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ.

Присутствовало на заседании 7 чел. Результаты голосования: «за» — 7 чел., «против» — 0 чел., «воздержалось» — 0 чел., протокол № 7 от 24 марта 2017 г.

Председатель секции №4 Ученого совета

НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ,

нач. лаб. «Нейтронной физики»,

д.ф.-м.н., проф.

/Джепаров Ф.С./

Секретарь секции №4 Ученого совета

НИЦ «Курчатовский институт» - ИТЭФ,

нач. лаб. «Физической химии»,

д.ф.-м.н.

/Степанов С.В./