

ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГИИ «РОСАТОМ»
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО



ВНИИИМ
имени А.А.Бочвара

«ВЫСОКОТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ИНСТИТУТ НЕОРГАНИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ ИМЕНИ
АКАДЕМИКА А.А. БОЧВАРА» (АО «ВНИИИМ»)

123060, Москва, а/я 369, АО «ВНИИИМ»; Телефон: 8 (499) 190-49-94. Факс: 8 (499) 196-41-68, 8 (495) 742-57-21. <http://www.bochvar.ru>.
E-mail: post@bochvar.ru ОКПО 07625329, ОГРН 5087746697198, ИНН/КПП 7734598490/773401001

№ _____

На № 12202-6224-126/Д от 07.06.2018

«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор АО «ВНИИИМ»



Л.А. Карпюк

2018 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертацию Орлова Николая Николаевича на тему «Влияние облучения ионами на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния».

Актуальность темы диссертационной работы и значимость полученных результатов

Диссертация Орлова Н.Н. «Влияние облучения ионами на наноструктуру дисперсно-упрочненных оксидами сталей» посвящена решению важной научно-технической задачи выявления процессов и механизмов эволюции наномасштабного структурно-фазового состояния дисперсно-упрочненных оксидами сталей под воздействием облучения.

Ферритно-мартенситные стали обладают существенно более низким радиационными набуханием по сравнению с аустенитными. Именно поэтому они разрабатываются для реакторов на быстрых нейтронах нового поколения и термоядерных энергетических установок. Для обеспечения необходимого уровня сопротивления ползучести предлагаются высокопрочные дисперсионно-твердеющие ферритно-мартенситные стали, либо дисперсно-упрочненные оксидами (ДУО). Стойкость этих классов сталей определяется устойчивостью структурно-фазового состояния: стальной матрицы, упрочненной включениями вторичных фаз, при повышенных температурах и радиационных нагрузках. Обычно, применяемые для целей упрочнения конструкционных реакторных материалов, частицы интерметаллидных фаз или дисперсные карбиды при температурах более 700 °С начинают коагулировать. В ДУО ферритно-мартенситных сталях, упрочненных дисперсными оксидами иттрия и титана, оксиды, в отличие от карбидов, нитридов и интерметаллидов, не коагулируют и не растворяются в матрице до 1300 °С, что и является причиной их повышенной жаропрочности. Радиационная

стойкость ДУО сталей главным образом зависит от стабильности дисперсных частиц оксидов, средние размеры которых в современных сталях доходят до нескольких нанометров, при их общей массовой доли $\sim 0.3\%$. Стабильность нанооксидов в ДУО сталях под облучением еще недостаточно изучена и этот вопрос активно исследуется в последнее время.

Целью данной диссертационной работы является выявление процессов и механизмов эволюции наномасштабного состояния дисперсно-упрочненных оксидами сталей под воздействием облучения. В диссертации исследуются 9%-хромистая сталь ODS Eurofer и высокохромистые стали 13,5%Cr-ODS с различным содержанием титана до 0,3 мас.%. Радиационные воздействия моделируются облучением тяжелыми ионами. Для решения данной задачи автором была разработана методика облучения образцов-игл тяжелыми ионами и их последующего исследования методом томографической атомно-зондовой микроскопии. Данная методика позволила получить количественные характеристики об изменении наноструктуры в исследуемых ДУО сталях под воздействием низкотемпературного каскадообразующего облучения.

В диссертационной работе изучены:

- исходные состояния дисперсно-упрочненных оксидами сталей ODS Eurofer и высокохромистых сталей 13,5%Cr-ODS с различным содержанием титана (0–0,3 мас.%);
- изменения атомно-масштабного 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;
- наномасштабные изменения 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.

Научная новизна работы

Впервые в России разработана методика облучения образцов-игл тяжелыми ионами и их последующих исследований методом томографической атомно-зондовой микроскопии, которая позволяет получать информацию о процессах, происходящих в облученном материале и приводящих к деградации его эксплуатационных свойств. В работе:

- проведены томографические атомно-зондовые исследования исходного состояния сталей ODS Eurofer и высокохромистых сталей 13,5%Cr-ODS с различным содержанием титана (0–0,3 мас.%). Установлено, что в ДУО сталях содержится значительное число наноразмерных (2–6 нм) кластеров, объемная плотность которых ($\sim 10^{23}$ – 10^{24} м⁻³) может многократно превышать плотность оксидных включений, а состав отличается от состава оксидов;
- показано, что титан активно участвует в процессе формирования кластеров в ДУО сталях, что приводит к изменению их состава и увеличению объемной плотности на порядок (до $\sim 10^{24}$ м⁻³), по сравнению со сплавом без содержания титана;
- 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. Показано, что основные детали изменения наноструктуры (изменение химического состава и увеличение их количества кластеров) при облучении тяжелыми ионами находятся в хорошем согласии с данными нейтронного облучения на реакторе БОР-60 до дозы 32 сна;
- показано, что наиболее интенсивно изменения наномасштабного состояния в стали ODS Eurofer под воздействием низкотемпературного облучения происходят при повреждающих дозах \sim нескольких сна;
- проведены исследования атомно-масштабных 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;

- показано, что в ДУО сталях под воздействием низкотемпературного облучения увеличивается объемная плотность кластеров. При облучении тяжелыми ионами до доз ~ 1 сна в сталях ODS Eurofer и 13,5%Cr–ODS количество кластеров увеличивается в ~ 2 раза, в стали 13,5%Cr–ODS с 0,3 мас.% Ti в ~ 3 раза;

- показано, что состав кластеров в стали 13,5%Cr–ODS с содержанием 0,3 мас.% Ti после облучения ионами Ti при температуре 300 °С до максимальной дозы 2,4 сна не изменяется, в отличие от облучения при комнатной температуре.

Практическая значимость диссертационной работы определяется тем, что разработанная методика облучения образцов-игл перспективных конструкционных материалов ядерной и термоядерной техники, и их последующих исследований методом атомно-зондовой томографии, позволила получить информацию о процессах, происходящих в облученном материале и приводящих к деградации его эксплуатационных свойств, для обоснования последующих рекомендаций для разработчика материалов. В работе:

- показано, что облучение приводит к обмену химическими элементами между кластерами, матрицей и оксидными включениями в ДУО сталях;

- показано, что в ДУО сталях под воздействием низкотемпературного облучения увеличивается объемная плотность кластеров за счет каскадно-индуцированного растворения крупных оксидных включений (типа Y_2O_3 , $Y_2Ti_2O_7$ и т.д.);

- показано, что наиболее интенсивно изменения наномасштабного состояния в стали ODS Eurofer под воздействием низкотемпературного облучения происходят при повреждающих дозах ~ нескольких сна. Именно в этом диапазоне низких повреждающих доз (< 10 сна) наблюдается максимальный темп охрупчивания стали ODS Eurofer. Полученные данные позволяют сделать вывод, что темп охрупчивания ДУО сталей в значительной степени определяется как увеличением количества кластеров, так и изменением их состава, что изменяет прохождение через них дислокаций;

- показано, на примере стали 13,5%Cr–ODS с 0,3 мас.% Ti, что повышение температуры облучения (от комнатной температуры до 300 °С) приводит к стабилизации оксидных включений. По-видимому, микроструктура стали 13,5%Cr–ODS с содержанием 0,3 мас.% Ti является более стабильной, за счет большего числа оксидных включений меньшего размера, по сравнению со сталями ODS Eurofer и 13,5%Cr–ODS без содержания Ti. Можно предположить, что растворение оксидных частиц под действием каскадов атом-атомных смещений уравнивается их ростом за счет диффузии атомов химических элементов обратно в оксидную частицу при высоких температурах.

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, Институте физики металлов УРО РАН, ФАНО РАН и др..

Обоснованность и достоверность полученных результатов не вызывает сомнений и подтверждается применением общепризнанных методов и современных приборов, активно применяющихся в мировой научной практике и хорошо зарекомендовавших себя при исследовании изменений наноструктурного состояния ДУО сталей при воздействии ионного облучения. Основные результаты работы опубликованы в 9 печатных работах в ведущих рецензируемых научных изданиях, индексируемых в базах РИНЦ, SciVerse Scopus и Web of Science, прошли апробацию на международных и общероссийских конференциях, семинарах и школах.

В качестве замечаний отметим, что:

1. Обзор работ по стабильности наноразмерных частиц в ДУО сталях под облучением сконцентрирован в основном на работах, где представлены результаты исследования механических характеристик в сравнении с результатами изменения микро- и

наноструктуры, полученными методами электронной микроскопии и недостаточно работ по исследованию эволюции наноструктуры в процессе облучения на уровне изменения атомной структуры, что позволяет использовать метод атомно-зондовой микроскопии.

2. Для более точного понимания механизмов наноструктурных изменений и их влияния на низкотемпературное охрупчивание ДУО сталей под облучением необходимо проведение исследований дополнительными методиками. В частности, большой интерес представляют изменения, происходящие с крупными оксидными частицами в ДУО сталях, наблюдаемых, в том числе, методом просвечивающей электронной микроскопии.

3. В диссертационной работе изучены причины деградации 9%-хромистой стали ODS Eurofer и 13.5%-хромистых сталей ODS. Практически важным является расширение этих исследований на стали с содержанием на основе 12% хрома, которые применяются в Российских реакторах.

4. В диссертационной работе показана существенная роль легирования титаном при формировании нанокластеров, но в то же время использовалось облучение ионами титана, которое может привести к дополнительному легированию титаном и искажению моделируемых ионами радиационных эффектов.

5. В диссертационной работе использовалось облучение ионами, но не проанализирована роль "эффекта флакса" - влияния ускоренного набора дозы радиационных повреждений при ионном облучении по сравнению с реакторным.

6. В диссертационной работе наблюдалось общее увеличение концентрации иттрия и кислорода в матрице стали ODS Eurofer под облучением, которое автор связывает с растворением включений оксидов Y_2O_3 , но не представлены электронно-микроскопические данные об этих изменениях.

7. Диссертационная работа посвящена выяснению микроскопических причин охрупчивания ДУО сталей при низкотемпературном облучении, но не представлены расчеты изменений вкладов наноструктуры ДУО сталей в радиационное упрочнение.

Вместе с тем, указанные недостатки не влияют на основные результаты диссертации и не умаляют их значение.

Заключение

В целом диссертационная работа Н.Н. Орлова представляет собой законченную научно-квалификационную работу, содержащую новые результаты. Диссертация написана на высоком научном уровне, характеризуется четкостью сделанных выводов и проработанностью используемых моделей, методов. Автореферат правильно и полностью отражает содержание диссертации.

Результаты и выводы диссертационной работы имеют важное научно-практическое значение для разработки конструкционных сталей и сплавов для ядерных реакторов нового поколения и рекомендуются для научного и прикладного использования в организациях, разрабатывающих и исследующих конструкционные материалы для ядерной техники (АО «НИИАР», АО «ИРМ», АО «ФЭИ», НИЦ «Курчатовский институт», НИЯУ «МИФИ», ИФМ ФАНО РАН, др.).

По своей актуальности, научной новизне, объёму выполненных исследований и практической значимости полученных результатов представленная работа соответствует требованиям п.п. 9-14 «Положения о присуждении учёных степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ (№ 842 от 24 сентября 2013 г.), предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук, а её автор – **Орлов Николай Николаевич** - достоин присвоения искомой степени по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния».

Диссертация, автореферат диссертации и данный отзыв были заслушаны и одобрены «12» июня 2018 г. на заседании научно-технического совета отдела

радиационных материалов и изделий П-320, протокол № 1. Ответственный исполнитель –
Главный научный сотрудник П-320, доктор физико-математических наук, профессор
Чернов Вячеслав Михайлович, тел.: +7(499) 190-89-99, доб. 8262, Э-почта
VMChernov@bochvar.ru.

Председатель НТС отдела П-320,
Начальник отдела П-320,
кандидат технических наук, доцент


Леонтьева-Смирнова
Мария Владимировна

Заместитель генерального директора,
кандидат технических наук


Перцев Андрей Анатольевич

Ведущий научный сотрудник,
кандидат технических наук


Науменко Ирина Александровна

123098, г. Москва, ул. Рогова, д. 5а,
тел.: +7(499) 190-89-99, доб. 8411,
Э-почта: IANaumenko@bochvar.ru