

## СТЕНОГРАММА

заседания диссертационного совета Д 720.001.06  
в Международной межправительственной организации  
Объединенный институт ядерных исследований

№247 от 29 июня 2018 года

### Присутствовали:

Председатель совета:	Оганесян Ю.Ц.	доктор физ-мат. наук	01.04.16
Зам. председателя совета	Аксёнов В.Л.	доктор физ-мат наук	01.04.07
Ученый секретарь совета:	Попеко А.Г.	кандидат физ-мат. наук	01.04.16

### Члены совета:

Авдеев М.В.	доктор физ-мат. наук	01.04.07
Апель П.Ю.	доктор хим. Наук	01.04.01
Балагуров А.М.	доктор физ-мат. наук	01.04.07
Гикал Б.Н.	доктор физ-мат. наук	01.04.01
Гледенов Ю.М.	доктор физ-мат. наук	01.04.16
Головков М.С.	доктор физ-мат. наук	01.04.16
Джолос Р.В.	доктор физ-мат. наук	01.04.16
Дмитриев С.Н.	доктор физ-мат. наук	01.04.16
Изосимов И.Н.	доктор физ-мат. наук	01.04.01
Иткис М.Г.	доктор физ-мат. наук	01.04.01
Пенионжкевич Ю.Э.	Доктор физ.мат наук	01.04.16
Плакида Н.М.	Доктор физ-иат наук	01.04.07
Реутов В.Ф.	доктор физ-мат. наук	01.04.07
Скуратов В.А.	доктор физ-мат. наук	01.04.01
Тер-Акопьян Г.М.	доктор физ-мат. наук	01.04.16
Утенков В.К.	доктор физ-мат. наук	01.04.01
Шабалин Е.П.	доктор физ-мат. наук	01.04.01

**Оганесян Ю.Ц.:** На заседании присутствуют 20 членов совета из 23, из них 5

докторов наук по профилю диссертации. У нас кворум имеется и поэтому мы правомочны вести работу. Для того, чтобы лучше организовать дискуссию, я прошу заместителя председателя совета Аксенова Виктора Лазаревича провести это заседание.

**Аксенов В.Л.:** Рассматриваем защиту диссертации, которую подготовил Николай Николаевич Орлов на тему «Влияние облучения ионами на наноструктуру дисперсно-упрочнённых оксидами сталей», представленной на соискание учёной степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 «физика конденсированного состояния». Слово предоставляется ученому секретарю совета для оглашения личного дела соискателя. Пожалуйста, Андрей Георгиевич.

**Попеко А.Г.:** Соискатель Орлов Николай Николаевич 1988 года рождения. В 2011 году окончил «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» В 2014 году окончил аспирантуру при Институте Теоретической и Экспериментальной Физики им. А.И. Алиханова» по специальности 01.04.07 – «Физика конденсированного состояния». Орлов Н.Н. работает в должности инженера в лаборатории атомно-масштабных методов исследования конденсированных сред ИТЭФ. В этой же лаборатории выполнена диссертация. Научный руководитель доктор физико-математических наук Рогожкин Сергей Васильевич. Официальные оппоненты: доктор физико-математических наук, профессор Бондаренко Геннадий Германович и доктор технических наук Чернобаева Анна Андреевна. К сожалению, Анна Андреевна в связи с семейными обстоятельствами присутствовать не может, она прислала письмо. Отзыв она представила, отзыв положительный.

Ведущая организация Акционерное общество «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» г. Москва. Диссертация и все необходимые документы представлены своевременно.

**Аксенов В.Л.:** Есть ли вопросы по документам?

**Дмитриев С.Н.:** Прошу прощения, Андрей Георгиевич. То, что один из оппонентов из Курчатовского института ничему не противоречит?

**Попеко А.Г.:** Нет, это разные институты в НИЦ КИ. У них разные юридические адреса, банковские реквизиты. Информация специально проверена.

**Аксенов В.Л.:** Вопрос абсолютно правильный. Была ситуация, когда в диссертационном совете ПИЯФ по этой причине отказали в рассмотрении работы.

**Аксенов В.Л.:** Сергей Николаевич, спасибо за вопрос. Пожалуйста, Николай Николаевич, начинайте.

**Орлов Н.Н.:** Уважаемый председатель, уважаемые члены диссертационного совета, коллеги! Разрешите представить вашему вниманию мою работу «Влияние облучения ионами на наноструктуру дисперсно-упрочнённых оксидами сталей».

Разработки перспективных ядерных и термоядерных реакторных установок диктуют новые требования к конструкционным материалам. Используемые на сегодняшний день стали выдерживают повреждающие дозы 80–90 сна при рабочих температурах до 500–550 °С. Для обеспечения требуемого ресурса эксплуатации и повышения экономической эффективности 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 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 работ для достижения наилучших характеристик, для чего подбираются как легирующие добавки, так и условия механического 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. Облучение может приводить к существенной перестройке наноструктуры ДУО сталей и в результате – существенной радиационной деградации. Так, механические испытания

образцов дисперсно-упрочненных оксидами сталей, облученных нейтронами при низких температурах ( $<400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), обнаруживают существенное охрупчивание. При этом наиболее интенсивно низкотемпературное охрупчивание происходит при низких дозах ( $<10\text{ сна}$ ). Однако, механизмы и процессы, протекающие на атомных масштабах в ДУО сталях под облучением, и их влияние на изменение макроскопических свойств материалов до конца не изучены.

Для аттестации материалов необходимо проведение облучения, в условиях близких к реальным условиям эксплуатации. В эксплуатируемых реакторных установках это можно реализовать достаточно точно, однако такие эксперименты весьма затратны, что связано с длительностью облучения, и сложностью при дальнейшем исследовании облученных образцов с наведенной активностью.

Наиболее быстрым способом создания радиационных повреждений являются пучки тяжелых ионов. Они воспроизводят каскадное рождение дефектов, которое также является основным источником генерации дефектов при прохождении быстрых нейтронов через материал. 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.

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

**Во введении** обоснована актуальность темы диссертации, сформулирована цель, научная новизна и практическая ценность работы; приведены основные положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** проведен анализ литературных данных о влиянии облучения на свойства дисперсно-упрочненных оксидами сталей. Показано, что ДУО стали под облучением характеризуется низкотемпературным ( $< 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) охрупчиванием. Считается, что подобный эффект в ферритно-мартенситных сталях после нейтронного облучения обусловлен образованием высокой плотности дислокационных петель и

других дефектов, например, кластеров вакансий. Однако проведенные в последнее время исследования наноструктуры ферритно-мартенситных ДУО сталей обнаружили в исходном состоянии наноразмерные кластеры, объемная плотность которых значительно превосходит плотность радиационно-индуцированных дислокационных петель. Под облучением происходит изменение химического состава и увеличение количества наноразмерных кластеров, что также может влиять на движение дислокаций и приводить к охрупчиванию ДУО сталей. В то же время необходимо отметить, что механизмы и процессы, протекающие на атомных масштабах в ДУО сталях под облучением, и их влияние на изменение макроскопических свойств материалов до изучены недостаточно.

**Во второй главе** приведены сведения о химическом составе и микроструктуре исследованных в диссертации дисперсно-упрочненных оксидами сталей, оборудовании для проведения имитационных экспериментов и основных методах исследования наномасштабного состояния материалов.

Исследование влияния тяжелоионного облучения на наноструктуру перспективных реакторных материалов проводилось на образцах, изготовленных из дисперсно-упрочненных оксидами сталей. Сталь ODS Eurofer (9%–CrWVTa) произведена на Plansee в рамках Европейской программы создания перспективных термоядерных реакторов и относится к классу малоактивируемых ферритно-мартенситных сталей. Стали 13,5%–Cr ODS, с различным содержанием титана (0; 0,2; 0,3; 0,4 мас.%), представляют собой модельные высокохромистые ДУО сплавы, изготовленные в Институте Технологий Карлсруэ.

Имитационные эксперименты по облучению ДУО сталей тяжелыми ионами проводились на линейном ускорителе с пространственно-однородной квадрупольной фокусировкой ТИПр-1 (ИТЭФ). Облучение образцов производится как в режиме низких энергий (75 кэВ/Z, где Z – заряд ионов), для чего используется пучок на выходе инжектора ионов, так и в режиме высоких энергий (101 кэВ/нуклон) на пучках, ускоренных в ускорителе ТИПр-1 с ПОКФ. При использовании ионов низких энер-

гий (75 кэВ/заряд), облучаются образцы для томографической атомно-зондовой микроскопии, которые представляют из себя иглу с радиусом закругления кончика 10–50 нм и конусностью менее 10°. При этом максимальное количество дефектов генерируется на глубине ~ 25 нм, что соответствует области, непосредственно исследуемой в атомном зонде.

При использовании высокоэнергетичных ионов (101 кэВ/нуклон) облучаются образцы в виде дисков диаметром 3 мм, с заранее подготовленной поверхностью. В последующем из облученных дисков, методом сфокусированного ионного пучка, вырезаются с заданной глубины иглы для исследования на атомном зонде. В случае использования ионов титана и железа, пучок состоит из ионов второй зарядности с энергией 4,8 МэВ и 5,6 МэВ, соответственно. Максимальные повреждения при использовании ионов Fe (5,6 МэВ) образуются на глубине ~ 1,4 мкм, а в случае ионов титана с энергией 4,8 МэВ – на глубине ~ 1,2 мкм.

В настоящей работе исследования изменения наномасштабного состояния ДУО сталей под воздействием тяжелоионного облучения проводилось методом томографической атомно-зондовой микроскопии. Суть данного метода заключается в последовательном испарении атомов с поверхности образца и последующем детектировании испаренных ионов. В данной работе исследования проводились с использованием двух приборов: энерго-скомпенсированного оптического томографического атомного зонда (ECOTAP CAMECA) и атомного зонда с локальным электродом (LEAP 4000 CAMECA).

**В третьей главе** представлены данные о влиянии облучения на наноструктуру дисперсно-упрочненной оксидами ферритно-мартенситной стали ODS Eurofer.

Имитационные эксперименты по облучению образцов для томографической атомно-зондовой микроскопии низкоэнергетичными ионами проводились с использованием пучков ионов Fe (75кэВ/заряд) вакуумно-дугового источника ионов металла. Облучение проводилось до различных повреждающих доз (вплоть до 32 сна) при комнатной температуре. Исследования атомномасштабных изменений

проводились на оптическом томографическом атомном зонде ESCOTAP в ИТЭФ. Анализ трехмерных распределений элементов в исследованных объемах показал, что в материале после облучения по-прежнему наблюдаются кластеры, обогащенные Y и O. В то же время, с увеличением повреждающей дозы наблюдается уход из состава кластеров N и V. При этом размеры и плотность кластеров не изменяются, и составляют 2 – 4 нм и  $\sim 10^{24} \text{ м}^{-3}$ , соответственно.

Для анализа кинетики изменений наномасштабного состояния стали ODS Eurofer под облучением были проанализированы данные исходного состояния и состояний после облучения ионами железа при комнатной температуре до доз 3, 10, 13 и 32 сна, а также после реакторного облучения до дозы 32 сна при 332 С. Сравнение концентраций химических элементов для различных состояний показывает, что с ростом дозы облучения в матрице увеличивается содержание V, Mn, O, Y. Этот эффект, частично обусловлен радиационно-индуцированным обменом атомов между кластерами и матрицей.

Сравнение концентраций химических элементов, усредненных по исследованным объемам (размеры которых  $\sim 10 \times 10 \times 100 \text{ нм}^3$ ) для различных состояний, показало увеличение концентраций Mn, Y, O. Эти изменения не могут быть объяснены перераспределением элементов внутри исследуемых объемов (обменом элементами между кластерами и матрицей). По-видимому, это увеличение связано с растворением более крупных частиц оксида. Частицы  $(Y_{1.8}Mn_{0.2})O_3$  с размерами  $\geq 10 \text{ нм}$  наблюдались при исследовании необлученного состояния с помощью просвечивающей электронной микроскопии, но из-за малой концентрации они не попадают в область атомно-зондовых исследований.

Основные детали изменения наномасштабного состояния стали ODS Eurofer при облучении ионами находятся в хорошем согласии с тем, что наблюдалось после облучения нейтронами: V и N выходят из состава кластеров в окружающую матрицу, концентрация Y, O и Mn растет не только в матрице вокруг кластеров, но и в целом в исследованных наномасштабных объемах. Отметим, что имеется некоторое

несоответствие поведения концентрации Y и Mn в кластерах: рост концентраций иттрия и марганца в кластерах заметно меньше, чем при нейтронном облучении. Одной из возможных причин этого несоответствия является недостаточно высокая температура в условиях облучения ионами (комнатная температура). С другой стороны, свой вклад могут вносить размеры и форма образца.

Увеличение концентрации Y при нейтронном облучении вероятно связано с растворением крупных оксидных частиц, присутствующих в материале. В случае облучения образца-иглы в имитационных экспериментах, вероятность нахождения крупной оксидной частицы вблизи острия мала, и соответственно приход химических элементов, составляющих оксид, в исследованный объем также уменьшается. Плотность числа наноразмерных включений в исходном состоянии и после облучения ионами железа до дозы 32 сна одинакова, и составляет  $(0,9 \pm 0,5) \cdot 10^{24} \text{ м}^{-3}$  и  $(0,8 \pm 0,5) \cdot 10^{24} \text{ м}^{-3}$ , соответственно. Отметим, что после облучения нейтронами до соответствующей дозы при  $330^\circ\text{C}$ , отмечается увеличение числа кластеров до  $(2,4 \pm 1,0) \cdot 10^{24} \text{ м}^{-3}$ .

Основные процессы обмена элементами между кластерами и матрицей (например, V и N) проявляются на дозах  $\leq 10$  сна. Эти дозы соответствуют перекрытию каскадных областей, в которых главным образом рождаются дефекты при ионном и нейтронном облучении.

Имитационные эксперименты с использованием высокоэнергетичных ионов проводились на выходе линейного ускорителя ТИПр-1 ионами железа с энергией 5,6 МэВ и ионами титана с энергией 4,8 МэВ флюенса  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  при комнатной температуре и  $300^\circ\text{C}$ .

Исследования исходного состояния и изменений наноструктуры под воздействием облучения проводились методом томографической атомной микроскопии на атомном зонде с локальным электродом LEAP 4000 CAMECA в Институте Технологий Карлсруэ (KIT). Образцы для исследований вырезались методом сфокусированного ионного пучка на разных глубинах от облучаемой поверхности, и, соответственно, исследовались области с разными величинами повреждений.

Под воздействием облучения в материале происходит перераспределение химических элементов: в исследованных объемах наблюдается уменьшение содержания O, V, Y, Si, Ni, Co. При этом происходит изменение состава кластеров: после облучения заметно увеличивается обогащение по Y, O, а также по Cr, Si, Mn.

Этот эффект может быть объяснен растворением более крупных ( $> 10$  нм) оксидных частиц типа  $Y_2O_3$  и  $(Y_{1.8}Mn_{0.2})O_3$ , присутствующих в стали ODS Eurofer и поглощением соответствующих химических элементов кластерами. Подобный эффект увеличения концентрации Y в стали ODS Eurofer, хотя и не такой интенсивный, наблюдался при облучении образцов для атомно-зондовой томографии низкоэнергетичными ионами Fe до доз  $\sim 10$ – $20$  сна.

Обнаруженное отличие, по-видимому, обусловлено типом облучаемых образцов. В случае имитационных экспериментов с высокоэнергетичными ионами облучаются массивные образцы в виде дисков. В этом случае возрастает вероятность близкого соседства исследуемой облученной области с крупными оксидными включениями. Также стоит отметить, что, несмотря на увеличение числа кластеров, существенного различия, как по размерам, так и по составу, не наблюдалось: для каждого состояния характерно наличие одного типа кластеров. Характерные размеры кластеров в облученных состояниях составляют 2–6 нм. При этом наблюдается небольшое уменьшение среднего размера с увеличением дозы облучения.

Проведено сравнение объемной плотности кластеров в исходном состоянии, а также после облучения ионами на различных расстояниях от облучаемой поверхности, отвечающих различным дозам радиационных повреждений. Объемная плотность не изменилась по отношению к исходному состоянию. В то же время, в образце, вырезанном на глубине 1,2 мкм (0,8 сна), плотность кластеров увеличилась в 2 раза под воздействием тяжелоионного облучения. Вероятно данный эффект также обусловлен растворением крупных оксидных частиц типа  $Y_2O_3$  и  $(Y_{1.8}Mn_{0.2})O_3$  и образованием за их счет новых наноразмерных кластеров. Опять же, данный результат был получен при облучении массивных образцов высокоэнергетичными ионами, в то время как при облучении образцов игл низкоэнергетичными ионами

увеличение числа кластеров не наблюдалось даже на высоких дозах (~ 32 сна). Также стоит отметить, что увеличение числа кластеров было обнаружено при исследовании образцов стали ODS Eurofer облученных в реакторе БОР-60 до дозы 32 сна.

В случае стали ODS Eurofer в условиях облучения до дозы 32 сна на реакторе БОР-60 обнаружено существенное изменение состава кластеров и увеличение их количества. Проведенные в данной работе имитационные эксперименты показали, что при низкоэнергетичном облучении ионами Fe наиболее существенные изменения происходят уже при дозах порядка нескольких сна. Именно в этом диапазоне низких повреждающих доз (<10 сна) наблюдается максимальный темп охрупчивания стали ODS Eurofer (Рисунок 3). Можно предположить, что на темп охрупчивания ДУО сталей в значительной степени влияет как увеличение количества кластеров, так и изменение их состава, что изменяет прохождение через них дислокаций.

**В четвертой главе** представлены данные о влиянии облучения на наноструктуру модельных высокохромистых дисперсно-упрочненных оксидами сталей 13,5%–Cr ODS с различным содержанием Ti.

Исследования исходного состояния сталей 13,5%Cr–ODS с различным содержанием титана, а также облученных образцов проводились методом томографической атомной микроскопии на атомном зонде с локальным электродом LEAP 4000 CAMECA в КИТ.

Облучение проводилось ионами Ti с энергией 4,8 МэВ до флюенса  $1 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-2}$  при комнатной температуре. Было обнаружено изменение состава кластеров под облучением: во всех материалах под облучением увеличивается содержание Si; в стали 13,5%Cr–ODS без содержания титана растёт содержание Y, а в стали 13,5%Cr–ODS 0,3 мас.% Ti увеличивается содержание Ti и O в кластерах. Этот эффект может быть объяснен растворением более крупных оксидных частиц присутствующих в ДУО сталях и поглощение соответствующих химических элементов кластерами. Так в модельной стали 13,5%Cr–ODS не содержащей титан методом просвечивающей электронной микроскопии были обнаружены оксидные  $Y_2O_3$  частицы размером более 10

нм. В стали 13,5%Cr–ODS 0,3 мас.% Ti также были обнаружены крупные оксидные частицы ( $> 10$  нм), имеющие состав  $Y_2Ti_2O_7$ .

Следствием растворения оксидных включений является увеличение концентраций элементов, составляющих оксиды, в матрице материала. Подобный эффект увеличения концентрации Y под облучением также наблюдался в стали ODS Eurofer. В случае имитационных экспериментов с высокоэнергетичными ионами облучаются массивные образцы в виде дисков. В этом случае возрастает вероятность близкого соседства исследуемой области с крупными оксидными включениями.

Характерные размеры кластеров под облучением (до дозы  $\sim 1$  сна при комнатной температуре) не изменяются, и составляют 2–6 нм. Было проведено сравнение объемной плотности кластеров в исходном состоянии, а также после облучения ионами, на различных расстояниях от облучаемой поверхности. Так же как в стали ODS Eurofer после облучения ионами Fe (5,6 МэВ) и Ti (4,8 МэВ), во всех исследуемых сталях 13,5%Cr–ODS после облучения ионами Ti обнаружено увеличение объемной плотности кластеров. При этом максимальное увеличение плотности числа кластеров обнаружено на глубине 1,2 мкм, соответствующей максимальной повреждающей дозе  $\sim 0,8$  сна. В стали 13,5%Cr–ODS число кластеров увеличивается в 2 раза, а в стали 13,5%Cr–ODS 0,3 мас.% Ti в 3 раза.

Для изучения роли температуры образца было проведено дополнительное исследование образцов стали 13,5%Cr–ODS с содержанием 0,3 мас.% Ti облученной ионами Ti с энергией 4,8 МэВ до флюенса  $1 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> и  $3 \cdot 10^{15}$  см<sup>-2</sup> при температуре 300 °С.

Образцы вырезались с глубины 1,2 мкм, что соответствует повреждающими дозам 0,8 и 2,4 сна. Анализ химического состава показал, что при температуре облучения 300 °С кластеры практически не изменяют свой состав. Можно предположить, что для стали 13,5%Cr–ODS с содержанием 0,3 мас.% Ti микроструктура является более стабильной, за счет большего числа оксидных включений меньшего размера, по сравнению со сталями ODS Eurofer и 13,5Cr–ODS.

Увеличение объемной плотности кластеров наблюдалось ранее в стали ODS Eurofer после облучения нейтронами в реакторе БОР-60 при 330 °С. Подобные изменения могут происходить за счет каскадно-индуцированного растворения крупных оксидных включений (типа  $Y_2O_3$ ,  $Y_2Ti_2O_7$  и т.д.), наблюдаемых в данных материалах методом просвечивающей электронной микроскопии, и формированием новых кластеров, индуцированным или усиленным наличием свободно мигрирующих дефектов, созданных путем облучения.

### ОСНОВНЫЕ ВЫВОДЫ

1. Методом томографической атомно-зондовой микроскопии показано, что в ДУО сталях содержится значительное число наноразмерных (2–6 нм) кластеров, объемная плотность которых ( $\sim 10^{23}$ – $10^{24}$  м<sup>-3</sup>) может многократно превышать плотность оксидных включений, а состав отличается от состава оксидов.
2. Проведенные атомно-масштабные исследования стали 13,5%Cr–ODS с различным содержанием титана показали, что титан играет существенную роль в формировании тонкой структуры ДУО сталей. Установлено, что титан активно участвует в процессе формирования кластеров, что приводит к изменению их состава и увеличению объемной плотности на порядок (до  $\sim 10^{24}$  м<sup>-3</sup>), по сравнению со сплавом без содержания титана.
3. Выявлено, что облучение приводит к обмену химическими элементами между кластерами, матрицей и оксидными включениями в ДУО сталях. Показано, что после облучения тяжелыми ионами при комнатной температуре в кластерах стали ODS Eurofer увеличивается содержание Y, Mn, O, уменьшается концентрация V, с одновременным увеличением его содержания в матрице. В кластерах стали 13,5%Cr–ODS без содержания Ti увеличивается концентрация Y, в стали с 0,3 масс. % Ti увеличивается концентрация Ti и O.
4. Показано, что в ДУО сталях под воздействием низкотемпературного облучения увеличивается объемная плотность кластеров. При облучении тяжелыми ионами до доз  $\sim 1$  сна в сталях ODS Eurofer и 13,5%Cr–ODS количество кластеров увеличивается в  $\sim 2$  раза, в стали 13,5%Cr–ODS с 0,3 масс. % Ti в  $\sim 3$  раза.

5. Показано, что основные детали изменения наномасштабного состояния стали ODS Eurofer под воздействием облучения тяжелыми ионами соотносятся с изменениями, обнаруженными в этой стали после облучения на реакторе БОР-60 до дозы 32 сна.
6. Выявлено, что наиболее интенсивно изменения наномасштабного состояния в стали ODS Eurofer под воздействием низкотемпературного облучения происходят при повреждающих дозах ~ нескольких сна. Полученные данные указывают, что на темп охрупчивания ДУО сталей в значительной степени влияет как увеличение количества кластеров, так и изменение их состава, что изменяет прохождение через них дислокаций.
7. 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. Установлено, что 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.

По материалам диссертации опубликовано 9 работ. 8 из них относятся к списку ВАК, они на слайдах показаны красным цветом. У меня все, спасибо за внимание!

**Аксенов В.Л.:** Спасибо, Николай Николаевич. Вопросы диссертанту. Пожалуйста, Анатолий Михайлович!

**Балагуров А.М.:** Вопрос про кластеры. У Вас очень много информации про кластеры. На каком этапе они появляются?

**Орлов Н.Н.:** При изготовлении материала. Первоначально изготавливаются порошки исходной матрицы, порошки оксидов, легирующих элементов. Затем порошки тщательно перемешиваются. И в процессе компактирования, спекания, появляются кластеры.

**Балагуров А.М.:** В исходной матрице их нет? Вы проверяли?

**Орлов Н.Н.:** Есть изначальный материал. Для стали ODS Eurofer изначально была матрица стали Eurofer, это ферритно-мартенситная сталь. Ее измельчили в

порошок. В этой стали изначально кластеров не было. После того как ее смешали с порошком оксида, в процессе компактирования начинают появляться оксидные включения и кластеры. То есть, в процессе приготовления.

**Балагуров А.М.:** Вы, когда сделали порошок, какие-либо структурные исследования делали?

**Орлов Н.Н.:** Мы, лично, не делали. Однако есть множество работ по исследованию исходного состояния, исходных порошков, порошков после различных процессов, которые говорят, что кластеры образуются именно в процессе приготовления. То есть изначально их не было в материале.

**Аксенов В.Л.:** Так, пожалуйста, еще вопросы.

**Тер-Акопьян Г.М.:** Можно предыдущий слайд. Наверху у Вас написано «Результаты представляют интерес». Можно подробнее.

**Орлов Н.Н.:** Во-первых, это методика. В процессе работы была разработана методика, она регламентирована. Она описывает приготовление образцов для атомно-зондовой томографии, облучение и последующие исследования, т.е. описывает требования к этим процессам. Эта методика позволяет проводить экспресс-анализ новых разрабатываемых материалов.

Кроме этого, было показано, что имитационные воздействия приводят к аналогичным изменениям, в качественном смысле, как и после нейтронного облучения. Т.е. показано, что этой методикой можно пользоваться.

Также получены данные о процессах, которые происходят в исследуемых материалах, а именно обмен химическими элементами между кластерами, матрицей и оксидными частицами. Причем эти процессы зависят как от материала, т.е. состава этих частиц, так и от воздействий на них: это и температура облучения, и доза облучения.

**Шабалин Е.П.:** В начале доклада Вы привели данные, что в настоящее время стали выдерживают до 60 смещений на атом, а наноструктурированные стали, как ожидается, будут выдерживать до 150 смещений. Экспериментально Вы проверили до 30 смещений на атом. Какая уверенность в том, что стали будут выдерживать большие дозы?

**Орлов Н.Н.:** Рисунок, который я демонстрировал в презентации, показывает,

что основные изменения в характеристиках наблюдаются уже при маленьких дозах. Для того чтобы разработчики смогли построить модели для оценки ресурса, нам необходимо понимать, что происходит в материалах под облучением. И маленькие дозы, в этом плане, очень удобны для исследований и интересны, т.к. этот эффект на таких дозах значительно проявляется.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо. Пожалуйста, еще вопросы? Вопросов больше нет. Тогда, Николай Николаевич, спасибо, можете пока присесть. Переходим к отзывам. Первым у нас значиться отзыв научного руководителя. Доктор физико-математических наук, профессор МИФИ, Сергей Васильевич Рогожкин.

**Рогожкин С.В.:** Оглашает отзыв, отзыв прилагается.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо Вам большое. Послушаем другие отзывы. Прошу, Андрей Георгиевич.

**Попеко А.Г.:** Есть заключение организации, в которой была выполнена диссертация. Заключение утверждено директором Института теоретической и экспериментальной физики (прилагается). Заключение положительное, замечаний не содержит. Есть заключение ведущей организации: «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А.А. Бочвара» (прилагается). Утверждено Генеральным директором. Отзыв положительный. Однако имеется ряд замечаний.

**Аксенов В.Л.:** Прошу соискателя ответить на замечания ведущей организации. Пожалуйста, Николай Николаевич.

**Орлов Н.Н.:** Первое замечание — это отсутствие данных по атомно-зондовым исследованиям в литобзоре. Это связано с тем, что данная методика достаточно новая, она применяется не так много лет. И таких экспериментальных данных в литературе не очень много. Можно сказать практически отсутствуют. Особенно это касается данных по нейтронному облучению. Поэтому они представлены в таком небольшом количестве.

Второе замечание. Применение дополнительных методик, то есть отсутствие данных просвечивающей электронной микроскопии в работе. Первое, что хотелось бы сказать, это то, что работа сосредоточена именно на использовании методики

атомно-зондовой томографии. То есть на исследовании объектов, которые в просвечивающей электронной микроскопии не наблюдаются. Для общего понимания просвечивающая электронная микроскопия конечно очень полезна, но это отдельная большая задача. Она требует действительно больших усилий и сюда не вошла.

Следующее замечание. В работе исследованы: 9%-хромистая сталь и 13.5%-хромистая сталь. В то время, как необходимо исследовать стали с содержанием хрома 12%. Действительно, 9%-хромистые стали разрабатывают в Европе. Высокохромистые стали, 13-14% хрома, разрабатываются в Америке и Японии, также в последнее время начинают исследовать и в Европе. Исторически так сложилось, что у нас в стране разрабатываются 12%-хромистые стали. ВНИИНМ их разрабатывает. Но в тоже время, результаты, полученные в работе, что содержание хрома на формирование таких объектов никак не влияет.

Следующее замечание касается использования при облучении ионов титана и их внесения в материал. Я воспользуюсь презентацией. Что касается пучков ионов, которые использовались в экспериментах по облучению. У нас использовались пучки ионов железа и титана. У них почти одинаковые пробеги, они вносят практически одинаковые повреждения. При этом при наших дозах величина имплантированных ионов составляет сотые доли процентов. Это никаким образом не сказывается на формировании наноструктуры. Отдельно на это смотрели. При этом использование пучков ионов титана дает положительный эффект, в том смысле, что облучая материал в котором изначально титана не было, мы можем измерить количество внедренных атомов, тем самым дополнительно проконтролировать повреждающую дозу в экспериментах.

Следующее замечание: эффект флакса. Это как раз то, о чем я говорил в докладе. Безусловно, для полноценного сопоставления данных нейтронного облучения и имитационных экспериментов эффект скорости набора дозы нужно учитывать. Его можно учитывать путем регулирования температуры при облучении. Опять же, это отдельная большая задача. Она требует проведения большого количества экспериментов. Но в данном случае, так как мы рассматриваем качественно поведение материалов под облучением, этот эффект играет незначительную роль.

Далее. В работе показано увеличение концентрации кислорода и иттрия в кластерах под облучением. Сделано предположения, что это вызвано растворением крупных оксидных частиц. Однако данных просвечивающей электронной микроскопии не представлено. Действительно, в работе этих данных нет. Хотя в последнее время в лаборатории такие работы проводятся. И первые результаты, которые были получены, подтвердили наши предположения. Оксидные частицы под облучением начинают растворяться и уменьшаться в размерах.

Последнее замечание. Работа посвящена микроскопическим причинам охрупчивания. Но не приведены расчеты вклада наноструктуры в упрочнение. Опять же повторяю. Работа сосредоточена на исследования процессов обмена химическими элементами на атомно-масштабном уровне. Для того чтобы посчитать радиационное упрочнение, необходимо проводить гораздо более комплексное исследование, в том числе методом просвечивающей электронной микроскопии, потому что при расчетах необходимо учитывать вклад крупных оксидных частиц, карбидных частиц, дислокационных петель и прочее. А на основе данных только об изменении кластеров посчитать радиационное упрочнение не представляется возможным. У меня все.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо. Пожалуйста, есть какие-нибудь дополнительные вопросы, которые возникли в процессе ответа, или замечания. Мне кажется, вполне удовлетворительно все ответы даны. Спасибо, Николай Николаевич. Пожалуйста, Андрей Георгиевич.

**Попеко А.Г.:** Имеются четыре отзыва на автореферат.

От Беляева Сергея Павловича, доктора физико-математических наук, ведущего научного сотрудника кафедры упругости СПбГУ и отзыв заведующего лабораторией «Воздействие излучений на металлы» Федерального государственного бюджетного учреждения науки «Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова РАН» г. Москва, д.ф.-м.н., Пименова В.Н. Отзывы положительные. Замечаний не содержат. Отзывы прилагаются.

Теперь, есть отзыв от Неустроева Виктора Степановича, ведущего научного сотрудника отделения реакторного материаловедения ГНЦ НИИАР. Отзыв положительный. Есть два замечания.

**Орлов Н.Н.:** Я уже ответил на подобные по сути замечания.

**Попеко А.Г.:** Есть отзыв Сагарадзе Виктора Владимировича, главного научного сотрудника лаборатории механических свойств Института физики металлов имени М.Х. Михеева УрО РАН. Член-корреспондент РАН, доктор технических наук, профессор. Отзыв также положительный. Есть три замечания.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо большое, Андрей Георгиевич. По существу, в той или иной форме ответы были даны на предыдущие вопросы, которые были очень схожи. Поэтому мы переходим к следующему нашему действию. Это выступление оппонентов. Как Андрей Георгиевич уже сказал, к сожалению, Анна Андреевна не смогла прибыть, но отзыв положительный. Поэтому я попрошу Геннадия Германовича Бондаренко высказать свое мнение.

**Бондаренко Г.Г.:** Оглашает отзыв. Отзыв прилагается.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо, Геннадий Германович. Николай Николаевич, пожалуйста. Я думаю, в целом Вы согласны с замечаниями? Тем не менее, прошу.

**Орлов Н.Н.:** В целом, с замечаниями согласен. Половина из них уже была обсуждена. Я хочу ответить по поводу рисунка. Ошибка была в процессе редактирования. Рисунок был перенесен из третьей главы в литературный обзор. Он там есть. Это рисунок 1.16.

Касательно методики приготовления образцов, а именно использования методики сфокусированного ионного пучка и возникающих повреждений. В работе есть ссылка на литературный источник. Я это не описывал, но в литературе есть данные о расчетах. При приготовлении иглонок использовались пучки ионов галлия, с первоначальной энергией 30 кэВ. В процессе приготовления эта энергия уменьшалась до сотен электронвольт. Таки образом, при приготовлении образцов глубина проникновения ионов и глубина возникавших повреждений составляют несколько нанометров. В пределах 5 нанометров. В работе была представлена схема облучения иглонок. Там показано, что мы исследуем центральную часть. То есть область повреждений, возникающая в процессе приготовления, в область исследований не попадает. Это второе.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо, Николай Николаевич. Андрей Георгиевич, пожалуйста огласите отзыв второго оппонента.

**Попеко А.Г.:** Оглашает отзыв Чернобаевой Анны Андреевны. Отзыв прилагается.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо, Андрей Георгиевич. Николай Николаевич, Вы желаете ответить?

**Орлов Н.Н.:** Да. С редакционными замечаниями согласен. По поводу высоких температур. Первое, что я хочу сказать, ДУО стали планируются использовать как в ядерных, так и в термоядерных реакторах. На самом деле, сейчас рассматриваются различные варианты их применения, при различных температурах. Это и низкие в термоядерных реакторах, и высокие в реакторах на быстрых нейтронах. Второе. ДУО материалы, которые относятся к классу ферритно-мартенситных сталей, при высоких температурах ведут себя замечательное. В них не наблюдается процессов, связанных с охрупчиванием. В основном такие вещи сосредоточены в области температур около 300 градусов Цельсия. Поэтому именно в области этих температур, где проявляются наиболее негативные эффекты, проводились исследования в данной работе. У меня все.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо большое. Теперь мы переходим в общей дискуссии. Пожалуйста, есть сейчас возможность, если что-то осталось непонятным в изложении диссертации, то прояснить. Это первое. И второе, есть возможность сделать какие-то замечания по работе, по тематике и так далее. Пожалуйста, кто желает задать вопрос? Анатолий Михайлович, пожалуйста.

**Балагуров А.М.:** У меня нет никаких сомнений, что в целом диссертация замечательная. И что касается использованного метода, который совершенно уникальный, предоставляет необычные возможности. И что касается физических результатов, материаловедческих результатов. Но вот насчет кластеров, я бы хотел заметить. Тема этих кластеров очень интересна, а развита она как-то не очень. В этом смысле явно не хватает каких-то дополнительных методов исследования, прежде всего, чисто структурных. Начиная с простого рентгена. Какие там структуры? Альфа-фаза есть или нет? Мартенсит и феррит в каком соотношении? Это, на самом деле, просто пожелание на будущее. И вот вопрос: планируете ли Вы дальше эту тему более глубоко копать?

**Орлов Н.Н.:** Что касается кластеров. Я хочу еще раз объяснить. Это не отдельная фаза. Это маленькая нанометровая область, когерентная с матрицей, просто немного обогащенная по ряду элементов. Если мы говорим о ферритно-мартенситных сталях, то в среднем по объему железа содержится 80-85%. В этих областях его немного меньше, около 70%, а остальных элементов немного больше.

**Балагуров А.М.:** Вы уверены, что структура там такая же?

**Орлов Н.Н.:** Да. Они как раз на просвет или другими методами из-за этого не наблюдаются. Мы видим их только за счет по-атомной разборки и восстановления структуры. А в целом, у нас проводятся дополнительные работы, связанные с просвечивающей микроскопией и атомным зондом.

**Аксенов В.Л.:** Спасибо. Кто-то еще хочет выступить? Не вижу. Тогда, с Вашего разрешения, я подведу небольшие итоги. Одно из больших достоинств нашего диссертационного совета, совместного совета лаборатории ядерных реакций и лаборатории нейтронной физики, состоит в том, что мы здесь обсуждаем широчайший круг вопросов. Начиная с ядерной физики и вплоть до биологии. И вот сегодняшняя тема крайне важная и крайне интересная. Так сложилась организация наших лабораторий, что тематика практически во всем является взаимодополняющей. А что касается темы диссертации, она, как выразился Геннадий Германович, старая и очень важная. В этой среде она обсуждается уже десятилетия.

Вот есть реактор ИБР-2М. Есть в ЛЯРе возможность изучения повреждений с помощью ускорителей. В 80-х годах, очень серьезно обсуждался вопрос использования методики облучения тяжелыми ионами, для того чтобы изучать прочностные свойства материалов на ИБР-2, чтобы делать прогнозы на будущее. И то, что Геннадий Германович говорил, это действительно разные механизмы, но они взаимодополняющие. Когда были эти дискуссии, в конце 80-х годов прошлого столетия, Георгий Николаевич Флёрв сделал доклад на ученом совете. В процессе доклада он сказал Николаю Николаевичу Боголюбову, что есть такая задача для теоретиков. Задача очень серьезная и важная, в которой до сегодняшнего дня ключевую роль играют экспериментальные исследования. Нет теории, под которой мы понимаем именно теорию. Это важнейшая работа. Еще одно замечание небольшое, насчет кластеров. Проблема тоже важнейшая. Наша рекомендация к Вам: посмотрите на нее

более внимательно. И имейте в виду, что здесь, у Анатолия Михайловича Балагурова прекраснейшие возможности решения этих вопросов с помощью дифракции нейтронов, на нашем реакторе ИБР-2М. Тема очень хорошо развита. В целом я считаю, что и доклад, и наше обсуждение, вопросы, которые прояснили в чем тут суть, показывают, что диссертация выполнена на хорошем уровне и вполне заслуживает искомой степени. Николай Николаевич, Вам предоставляется заключительное слово.

**Орлов Н.Н.:** Я кратко. Спасибо совету за уделенное время и внимание. Хочу поблагодарить Геннадия Германовича, за ценные замечания и обсуждения, которые проводились в Севастополе. Также за то, что Вы приехали сюда. Большое спасибо Сергею Васильевичу. Начиная с 3 курса, со студенчества, за создание той атмосферы наставничества и дружбы в лаборатории. И за тот вклад и в меня, в работу, которую он произвел. У меня все, спасибо.

**Аксенов В.Л.:** Теперь мы должны пройти процедуру голосования. Для этого нам надо избрать комиссию. Такое предложение: Борис Николаевич Гикал, Юрий Михайлович Гледенов и Михаил Сергеевич Головков. Возражения у членов совета есть? Прошу проголосовать.

**ПОСТАНОВИЛИ:** Избрать счетную комиссию в составе: Гикал Б.Н., Гледенов Ю.М., Головков М.С.

**СЛУШАЛИ:** Утверждение протокола счетной комиссии по проведению тайного голосования о присуждении ученой степени кандидата физико-математических наук Орлову Н.Н.: состав совета утвержден в количестве 23 человек, присутствовали на заседании 20 члена совета, роздано бюллетеней - 20, подано с отметкой "за" - 20, подано с отметкой "против" - нет, недействительных бюллетеней - нет.

**Аксенов В.Л.:** Вопросы к председателю счетной комиссий есть? Вопросов нет. Тогда нам нужно утвердить протокол счетной комиссии. Протокол счетной комиссии утвержден единогласно. На основании изложенного диссертационный совет Д 720.001.06 в Объединенном институте ядерных исследований принял решение о присуждении ученой степени кандидата физико-математических наук Орлову Н.Н. Переходим к обсуждению заключения совета по диссертации. Проект заключения есть у всех членов совета. Если есть замечания по содержательной части?

**Аксенов В.Л.:** Если замечаний больше нет. Кто за то, чтобы утвердить это заключение с учетом замечаний? Против - нет. Единогласно утверждено. Спасибо большое. Разрешите от имени членов диссертационного совета и от себя лично поздравить Вас с успешной защитой.

Заместитель председателя  
диссертационного совета



Аксёнов В.Л.

Ученый секретарь  
диссертационного совета

Попеко А. Г.

Дата оформления стенограммы: 10 июля 2018 г.