

ОТЗЫВ

официального оппонента доктора физико-математических наук Цепелева Аркадия Борисовича на диссертационную работу Е.А. Корнеевой на тему “Структурные эффекты облучения ионами высоких энергий в дисперсно-упрочненных оксидами сталях”, представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 — “Физика конденсированного состояния”

Диссертационная работа Е.А. Корнеевой посвящена решению важной задачи радиационного материаловедения — исследованию влияния облучения тяжелыми высокоэнергетическими ионами, имитирующего ионизирующее облучение в ядерных реакторах, на микроструктуру и механические свойства реакторных сталей нового поколения — дисперсно-упрочненных оксидами (ДУО) сталей. Практический интерес к ДУО сталям проявился более 20 лет назад, однако именно в последние годы наблюдается взрывной рост исследований и разработок по их применению в качестве материалов для ядерных энергетических установок. Известно, что введение в матрицу “обычных” сталей дисперсных оксидных наночастиц (например, на основе оксида иттрия Y_2O_3) улучшает прочностные свойства, а также повышает жаропрочность и радиационную стойкость ДУО сталей. Однако диэлектрические оксидные частицы чувствительны к воздействию ионизирующего излучения, что делает **актуальным** изучение их структурно-фазового состояния и стабильности при облучении высокоэнергетическими (≥ 1 МэВ/нуклон) тяжелыми ионами, моделирующем условия облучения осколками деления. Вызванное таким облучением изменение структуры и морфологии оксидных наночастиц является еще одним (в дополнение к радиационному дефектообразованию) возможным механизмом радиационно-стимулированного изменения механических свойств ДУО сталей при реакторном облучении.

Представленная работа изложена на 126 страницах и состоит из введения, четырех глав, выводов, списка цитируемой литературы, содержащего 153 источника, и двух приложений.

Во введении сформулирована цель работы и обосновано применение выбранных автором экспериментальных методов решения поставленных задач: изучение структуры облученных наночастиц Y-Ti-O и Y-Al-O методами просвечивающей электронной микроскопии и исследование эффекта радиационного упрочнения ДУО сталей методом наноиндентирования.

Первая глава представляет собой литературный обзор, посвященный ДУО сталям (получение, свойства, радиационные повреждения, структурные изменения в оксидных частицах) и применению метода наноиндентирования для изучения механических свойств металлов. Учитывая, что и сами ДУО стали, и методика наноиндентирования лишь относительно недавно стали объектами интенсивного научного изучения, можно сказать, что автор, Корнеева Е.А., проанализировала практически все современные данные по радиационной стойкости ДУО сталей (более 80% цитируемых в обзоре работ были опубликованы после 2000 года) и рассмотрела особенности применения метода наноиндентирования для определения механических свойств облученных металлов, в том числе ДУО сталей.

Вторая глава посвящена методике проведения экспериментальных исследований. В рамках выполнения проекта МАГАТЭ в качестве объектов исследований были выбраны две отечественные ферритно-мартенситные ДУО стали ЭП450 (13Cr-1,5Mo) и Cr16 (16Cr-3W) и японская ферритная ДУО сталь КР4 (15Cr-3Al-2W). Кроме того, проводились модельные эксперименты по влиянию оксидных наночастиц на радиационную стойкость меди.

Отличительной чертой рассматриваемой работы является применение современных методов аналитической высокоразрешающей просвечивающей электронной микроскопии и тщательная подготовка образцов для структурных исследований и механических испытаний, что гарантировало **достоверность** полученных экспериментальных результатов. Подробное описание методики

облучения, в том числе с использованием специальных фильтров, обеспечивающих получение различных профилей радиационного повреждения (“развертку” профилей повреждения, по терминологии автора) вблизи поверхности одного и того же образца, а также способов контроля флюенса и температуры облучения, указывает на большое внимание, уделяемое автором проведению радиационных экспериментов в строго контролируемых условиях. С не меньшей тщательностью диссертант подошла к проведению механических испытаний облученных ДУО сталей методами квазистатического (при частичном снятии нагрузки) и динамического (при непрерывном измерении жесткости) наноиндентирования, которые проводились на трех различных установках с достаточным для получения статистически значимых результатов числом измерений. Анализ полученных при этом данных по радиационному упрочнению материалов проводился с использованием аналитической модели “геометрически необходимых дислокаций” (Nix-Gao).

Результаты структурных исследований облученных ДУО сталей методами ПЭМ, РСА и РФЭС приведены в третьей главе диссертации, где представлены доказательства справедливости предположений, сделанных при постановке задачи и формулировании цели исследования: облучение высокоэнергетическими тяжелыми ионами не приводит к сколько-нибудь заметному радиационному повреждению металлической матрицы ферритно-мартенситной ДУО стали, но вызывает появление поврежденных зон (латентных треков) диаметром несколько нанометров в оксидных частицах. Методами электронной дифракции доказано, что структура трека является рентгеноаморфной. В серии экспериментов на образцах ДУО стали ЭП450, облученной ионами Хе, Кг и Аг, определена зависимость диаметра трека от величины удельных ионизационных потерь и установлено, что пороговый уровень электронного торможения, необходимый для образования латентного трека в частице $Y_2Ti_2O_7$ составляет 7,4-9,7 кэВ/нм. Этот результат обладают самостоятельной ценностью, а его обоснованность и достоверность подтверждается хорошим согласием с расчетными результатами

численных оценок параметров трека, полученными в рамках модели неупругого термического пика.

Важным результатом представляется обнаружение протяженных дефектных областей (треков) в зернах карбида Cr_{23}C_6 в облученной тяжелыми ионами ДУО стали ЭП450. Структура индивидуальных треков при небольших флюенсах облучения лишь частично аморфная, но при больших флюенсах (режим многократного перекрытия треков) кристаллическая фаза Cr_{23}C_6 полностью исчезает и происходит полная аморфизация зерен карбида.

Следует отметить исследования стабильности оксидных частиц при различных температурах облучения и при пострadiационном отжиге, в результате которых было установлено, что вероятность рекристаллизации латентных треков зависит от размера и исходной структуры оксидных частиц, и высказано предположение, что на процесс кристаллизации частично аморфных частиц влияет уровень внутренних напряжений в их структуре. К сожалению, надежно подтвердить эту корреляцию не удалось из-за недостатка экспериментальных данных.

Исследования японской ДУО стали КР4 показали, что Y-Al-O оксиды с моноклинной структурой (YAM) обладают более высокой радиационной стойкостью: при облучении высокоэнергетическими тяжелыми ионами радиационные повреждения не были зафиксированы ни в ферритной матрице, ни в оксидных частицах. Мелкие (<20 нм) частицы сохраняют кристаллическую структуру даже в режиме перекрытия индивидуальных треков, однако более крупные постепенно аморфизуются с увеличением флюенса облучения до достижения стадии ионного перемешивания.

В четвертой главе рассмотрено влияние ионного облучения на механические свойства ДУО сталей. При анализе результатов наноиндентирования автор исходила из модели “геометрически необходимых дислокаций” Nix-Gao и на этом основании исключала из рассмотрения все данные, не укладывающиеся в эту модель. Таким образом, эффект радиационного упрочнения ДУО стали КР4 при облучении ионами Хе с энергией 167 и 107 МэВ определялся на глубинах

индентирования h более 300 нм и менее 1,6 и 1,3 мкм соответственно, данные при больших или меньших глубинах считались недостоверными из-за “размерного эффекта” при малых h и “эффекта мягкой подложки” — при больших h . С учетом этих ограничений было установлено, что эффект радиационного упрочнения всех исследованных сталей и чистой меди при облучении ионами Хе и Кг не превышает 15% и выходит на насыщение при дозе облучения $\sim 0,05$ смещ./ат. Обнаруженный эффект радиационного упрочнения объясняется в рамках модели дисперсионного упрочнения, и был сделан вывод, что основной вклад в упрочнение вносит радиационно-стимулированное образование дислокационных петель.

Вызывает интерес предпринятая автором попытка разделить вклады механизма образования треков в оксидных частицах в области превалирования ионизационных энергетических потерь бомбардирующих ионов и механизма дефектообразования за счет упругих столкновений в радиационное упрочнение ДУО сталей. Для этого проводились механические испытания образцов, облученных с “разверткой” профиля повреждений по поверхности, достигаемой использованием изогнутого фильтра. Различие вкладов этих механизмов явно наблюдается в ДУО стали КР4, но практически отсутствует в стали Cr16, что объясняется различной устойчивостью оксидных частиц разного типа в разных ДУО сталях ($Y_4Al_2O_9$ в стали КР4 и менее стабильные частицы $Y_2Ti_2O_7$ в стали Cr16).

Диссертационная работа Коревой Е.А. характеризуется тщательной отработкой экспериментальных методик электронно-микроскопических исследований и наноиндентирования, что не оставляет сомнений в **достоверности и обоснованности** полученных результатов, которые обладают несомненной **новизной и значимостью** с точки зрения получения новых знаний о структуре и свойствах конструкционных материалов нового поколения — ДУО сталей.

По работе можно сделать следующие замечания:

1. Во введении и в методическом разделе работы упоминается об исследовании ДУО стали КР123 и чистого никеля, однако в тексте диссертации никаких результатов подобных экспериментов нет.

2. При применении модели “геометрически необходимых дислокаций” Nix-Gao автор *a priori* исходила из презумпции ее справедливости, и все собственные экспериментальные результаты, не укладывающиеся в данную модель, исключала из рассмотрения. Но может быть стоило более критично отнестись к способности модели адекватно описывать зависимость величины нанотвердости от глубины индентирования (так называемый размерный эффект), и при выборе между теорией и экспериментом следовало больше доверять эксперименту?

3. На рис.4.3 приведены данные для стали Cr16, полученные при стандартных измерениях микротвердости, и они заметно отличаются от данных для других сталей, полученных методом наноиндентирования. Эта разница никак не обсуждается и непонятно, с чем она связана — с разными методами измерения твердости или с разными свойствами разных сталей?

4. В выводах к гл.4 утверждается, что “основной вклад в радиационное упрочнение вносит образование радиационных дефектов — дислокационных петель”. Однако при обсуждении эффекта радиационного упрочнения в тексте диссертации (п.4.2) упоминаются лишь “дефекты определенного типа” и ни слова не говорится о дислокационных петлях. Поэтому соответствующий вывод в конце гл.4 выглядит достаточно неожиданным.

Замечания носят не принципиальный характер и не снижают общей положительной оценки диссертационной работы Корнеевой Е.А. Диссертация написана на хорошем литературном языке и хорошо иллюстрирована, все главы логически связаны друг с другом. Основные результаты опубликованы в авторитетных отечественных и международных научных журналах (6 публикаций, из них 5 в журналах, рекомендованных ВАК) и докладывались на всероссийских и международных конференциях и симпозиумах. Содержание

диссертации достаточно полно отражено в автореферате, а сформулированные в работе выводы в целом правильно отражают суть полученных результатов.

В целом диссертация Е.А. Корнеевой оставляет благоприятное впечатление, представляется законченной научно-квалификационной работой и свидетельствует о высокой научной квалификации автора, способного к самостоятельной исследовательской работе. Диссертация в полной мере соответствует критериям, предъявляемым к работам на соискание степени кандидата наук, и паспорту специальности 01.04.07 по физико-математическим наукам, а ее автор — Корнеева Екатерина Александровна — заслуживает присвоения степени кандидата физико-математических наук по специальности 01.04.07 — “Физика конденсированного состояния”.

Официальный оппонент
доктор физико-математических наук,
профессор кафедры “Физических проблем материаловедения”
НИЯУ МИФИ, ведущий научный сотрудник лаборатории
“Воздействия излучений на металлы” ИМЕТ РАН

А.Б. Цепелев

Шифр специальности, по которой была защищена докторская диссертация:
01.04.07 “Физика конденсированного состояния”
Адрес: 119334 Москва, Ленинский проспект, д. 49
Телефон: +7 (499) 135-7011
E-mail: tsep@imet.ac.ru

Подпись А.Б. Цепелева заверяю:

Ученый секретарь Института металлургии и материаловедения
им. А.А. Байкова Российской академии наук,

К.Т.Н.

О.Н. Фомина

