

ВІДГУК

офіційного опонента **Дубінка Володимира Івановича**
на дисертаційну роботу **Коленова Івана Вікторовича**

«Фізичні основи еліпсометричної діагностики змін структури і властивостей перспективних матеріалів ядерних установок під впливом опромінення і термомеханічної обробки»

представлену на здобуття наукового ступеня доктора фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 фізика твердого тіла

Актуальність теми дисертації.

Дисертація Коленова І.В. присвячена кільком науково-практичним напрямкам у фізиці твердого тіла. Зокрема, дослідження охоплюють створення нових радіаційно-стійких матеріалів із покращеними фізичними властивостями та розробку сучасних методів діагностики стану поверхні матеріалів. Актуальність цих напрямків не викликає сумніву, оскільки вони спрямовані на вирішення важливих науково-технічних задач сучасної ядерної та термоядерної енергетики.

Окремо варто підкреслити значення розвитку методів діагностики поверхні, описаного у дисертації. Оптичні методи, особливо еліпсометричні, надчутливі до формування радіаційних дефектів, навіть на ранніх стадіях їх розвитку. Разом із тим перспективним є розвиток методів діагностики матеріалів у терагерцевому (ТГц) діапазоні частот. Саме цей діапазон відповідає основній частині фонного спектру більшості кристалічних матеріалів.

Субтерагерцевий діапазон відкриває можливості дослідження взаємодії фонів із макроскопічними пружними деформаціями, особливостей теплопереносу та процесів механічного демпфірування. У багатьох кристалах між акустичними та оптичними гілками існує фонна щілина, частотне положення якої також лежить у ТГц області. У цих щілинах можуть за певних умов локалізуватися коливальні моди (дискретні бризери), а поблизу меж фонного спектру посилюється чутливість до дефектів, напружень та фазових неоднорідностей.

Такі дослідження є надзвичайно актуальними, оскільки дискретні бризери можуть виникати під дією вторинних продуктів радіаційного пошкодження металів і сплавів, основними з яких є точкові та розширені дефекти, що, зокрема, призводять до радіаційно-індукованого зміцнення. Частина енергії, що залишається після первинного радіаційного пошкодження, може тимчасово локалізуватися у вигляді дискретних бризерів перед подальшим розпадом на фонони. Таким чином, розвиток ТГц-методів і вивчення фонних спектрів

дозволяють поглибити розуміння механізмів радіаційного дефектоутворення в металах і сплавах на ранніх стадіях опромінення.

Дисертаційна робота виконана в рамках ланки наступних НДР: «Фазові перетворення в анізотропних системах з модульованим впорядкуванням параметрів порядку під впливом опромінювання» (2011-2015) № ДР 0111U002499 «Фазові перетворення в перспективних матеріалах ядерно-енергетичних установок та радіаційно-стійких матеріалах для електроніки» (2016-2020) № ДР 0116U001000, «Розвиток комплексу спектроскопічних методів діагностики радіаційно-стимульованих структурно-фазових перетворень в конструкційних матеріалах ядерної енергетики та удосконалення теоретичних моделей.» (2017-2021) № ДР 0117U002138, «Проведення експериментів з масштабного моделювання впливу локалізованих радіаційно-індукованих дефектів поверхні на результати еліпсометрії та рефлектометрії. Обробка отриманих результатів та написання остаточного звіту.» (2022). № ДР 0121U111717.

Актуальність теми дисертації Колонова І.В., засвідчують також публікації результатів досліджень в періодичних наукових виданнях, індексованих в наукометричній базі даних Scopus (квартилі Q1, Q2, Q3).

Наукова новизна результатів дослідження.

В результаті проведених досліджень, автором вперше отримано низку наступних наукових результатів:

- Розроблено комплекс неруйнівних методів, що складається з оптичних та терагерцевих методів, для діагностики змін структури і властивостей перспективних матеріалів ядерних установок під впливом опромінення і термомеханічної обробки.
- Встановлено, що різна чутливість оптичних рефлектометрії та еліпсометрії до наномасштабної і мікромасштабної шорсткості пов'язана з різними фізичними основами методів. Сформовано рекомендації щодо сумісного використання даних рефлектометрії для створення еліпсометричних моделей дефектних поверхонь.
- Показано, що рекристалізований ITER-grade W має високу стійкість оптичних властивостей до радіаційного впливу в умовах ITER. Це обґрунтовує доцільність використання цього матеріалу для виготовлення перших дзеркал систем діагностики плазми в термоядерних установках.
- Встановлено вплив ступеня деформації КГЕ на особливості кінетики розпаду пересиченого твердого розчину, структуру та фізичні властивості

сплаву CuCrZr. Запропоновано механізми розпаду пересиченого твердого розчину при КГЕ. Запропонованим методом обробки отримано комплекс високих електромеханічних властивостей сплаву CuCrZr. Показано, що послідовне застосування РККП та КГЕ призводить до більшої дисперсності та однорідності структури, що забезпечує підвищені механічні, високі електрофізичні властивості та підвищену радіаційну стійкість сплаву.

- Для пояснення аномальних кутових залежностей еліпсометричних параметрів, отриманих для розпиленої поверхні сплаву CuCrZr вперше введено поняття «локалізований дефект». Побудовано фізичну модель шорсткої поверхні, характерну для радіаційних, електрофізичних і хімічних впливів, що дозволило коректно інтерпретувати отримані експериментальні дані.
- Розроблено та створено широкосмуговий терагерцевий еліпсометр-рефлектометр. Розроблено метод масштабного моделювання впливу різних структур на дані рефлектометрії та еліпсометрії в міліметровому діапазоні довжин хвиль. Підтверджено ланку моделей, створених для пояснення результатів еліпсометрії в оптичному діапазоні. Введено поняття критичної відстані локалізації дефектів, що важливо для розуміння правомірності використання ланки моделей поверхні для обробки експериментальних результатів.
- Показано високу ефективність розроблених терагерцевих методів для дослідження перспективних матеріалів ядерної енергетики. Розроблено оригінальні методи неруйнівного контролю МАО покриттів та гранул активованого вугілля.

Ступінь обґрунтованості, достовірності та новизни наукових положень, висновків і рекомендацій.

Обґрунтованість наукових положень, висновків і рекомендацій дисертаційної роботи забезпечується комплексним підходом до розв'язання поставлених задач, який поєднує сучасні теоретичні уявлення фізики твердого тіла, матеріалознавства та оптики з результатами систематичних експериментальних досліджень. У роботі використано взаємодоповнювальні оптичні, терагерцеві, структурні та електрофізичні методи, що дозволило отримати узгоджену інформацію про стан поверхні та приповерхневих шарів матеріалів за різних видів впливу. Побудовані фізичні та феноменологічні моделі поверхні ґрунтуються на коректних припущеннях, не суперечать відомим закономірностям і підтверджуються експериментальними даними.

Достовірність отриманих результатів підтверджується відтворюваністю експериментів, використанням сертифікованого та апробованого обладнання, у тому числі створеного в межах роботи автоматизованого терагерцевого еліпсометра-рефлектометра, а також застосуванням статистичної обробки результатів вимірювань. Результати, отримані різними незалежними методами (оптична та терагерцева еліпсометрія, рефлектометрія, електронна мікроскопія, рентгеноструктурний аналіз), є взаємно узгодженими та взаємно верифікують один одного. Окремі положення роботи підтверджені результатами чисельного моделювання та зіставленням з даними інших авторів, опублікованими у провідних наукових виданнях.

Новизна наукових положень, висновків і рекомендацій полягає у встановленні нових фізичних закономірностей формування та еволюції структури поверхні матеріалів ядерних і термоядерних установок під дією радіаційних, термомеханічних і електрофізичних впливів, а також у розвитку методології їх неруйнівної діагностики. Уперше введено та обґрунтовано модель поверхні з локалізованими дефектами, що дозволило коректно інтерпретувати експериментальні еліпсометричні дані для складних поверхневих структур. Запропоновані підходи та рекомендації розширюють можливості застосування оптичної і терагерцевої еліпсометрії та можуть бути використані при розробці і контролі матеріалів для ядерної та термоядерної енергетики.

Оцінка змісту та завершеності дисертації

Дисертаційна робота Колонова І.В. складається із вступу, огляду літературних джерел, 6 основних розділів, висновків та списку використаних джерел із 394 найменувань на 45 сторінках. Об'єм основного тексту складає 279 сторінок.

У **вступі** автором обґрунтовано актуальність роботи, поставлені мета та завдання досліджень, що розв'язувалися для її досягнення, визначені наукова новизна, практична значимість отриманих результатів, зв'язок з науковими програмами, наведені дані щодо апробації роботи та наукові публікації за темою дисертаційних досліджень.

В **першому розділі** наведено огляд сучасних перспективних матеріалів для ядерної та термоядерної енергетики, а також їх основних експлуатаційних характеристик. Проаналізовано ключові виклики, пов'язані з розробкою й упровадженням нових матеріалів для енергетичних установок. Особливу увагу приділено проблемам неруйнівної діагностики матеріалів. Розглянуто низку оптичних методів, а також перспективні терагерцеві методи діагностики. На

основі аналізу літературних джерел сформульовано постановку проблеми та визначено основні завдання дослідження.

Другий розділ присвячено розв'язанню актуальної проблеми створення матеріалів перших дзеркал систем діагностики плазми в термоядерних реакторах. У межах розділу проведено дослідження радіаційної стійкості вольфраму двох типів: ITER grade W та рекристалізованого ITER grade W.

Для діагностики радіаційних пошкоджень поверхні застосовувалися оптичні методи, зокрема еліпсометрія та рефлектометрія. Під час дослідження ITER grade W показано, що обидва методи є чутливими до поверхневих дефектів різних масштабів, що становить важливий науковий результат. Запропоновано нові моделі радіаційно пошкоджених поверхонь, які пояснюють відмінності між експериментальними даними, отриманими методом рефлектометрії та еліпсометрії.

Рекристалізований ITER grade W продемонстрував високу радіаційну стійкість оптичних властивостей, що зумовлено особливостями морфології поверхні після розпилення. Таким чином, рекристалізований вольфрам є більш стабільним і перспективним матеріалом для використання в якості дзеркал та матеріалу першої стінки термоядерних установок.

У **третьому розділі** наведено результати досліджень впливу інтенсивних пластичних деформацій на властивості сплаву CuCrZr. Використання комбінації рівноканального кутового пресування та квазігідроекструзії за низьких температур показало можливість цілеспрямованого формування мікроструктури та фазового стану матеріалу. Встановлено, що режим деформації визначає характер старіння сплаву, що впливає на його результуючі фізичні характеристики.

Низькотемпературна обробка забезпечує утворення однорідної дрібнодисперсної структури, що супроводжується підвищенням твердості, стабілізацією електрофізичних параметрів і зростанням стійкості до радіаційного впливу. Послідовне поєднання різних деформаційних методів усуває анізотропію механічних властивостей і мінімізує коефіцієнт розпилення, забезпечуючи оптимальне поєднання механічних та електричних характеристик.

Методами багатокутової еліпсометрії встановлено, що розпилення поверхні іонами дейтерію призводить до суттєвих змін еліпсометричних параметрів, зумовлених розвитком радіаційно-індукованої морфології поверхні. Показано, що інтерпретація отриманих залежностей у межах планарних моделей ефективного середовища є не коректною. Запропоновано фізичну модель поверхні, в якій визначальну роль відіграють дефекти різних типів і масштабів, розміри яких співмірні або перевищують довжину хвилі

зондувального випромінювання, що створює підґрунтя для подальшої верифікації моделей у наступних розділах.

Четвертий розділ присвячений розробці спектрального квазіоптичного ТГц еліпсометра-рефлектометра. Опис приладу виконано досить ґрунтовно: описано променеводну частину, наведено принципіві схеми апаратної частини. Проведено дослідження спектральних характеристик елементів приладу.

Прилад побудований на основі порожнистого діелектричного променеводу та променеводних компонентів і забезпечує роботу в надширокосмуговому діапазоні частот 0,1-1 ТГц. SQOTER може працювати в режимах еліпсометра та рефлектометра завдяки поділу вимірювального тракту на два канали з відповідною оптичною конфігурацією. У розділі розглянуто конструкцію, принцип дії та систему керування приладом, що включає апаратну і програмну складові, а також наведено результати його атестації на низці матеріалів і структур. Продемонстровано можливості застосування SQOTER у наукових дослідженнях і промислових задачах.

Результати тестування підтвердили високі метрологічні характеристики приладу: точність визначення еліпсометричних параметрів становить $\Psi \approx 0,05^\circ$, $\Delta \approx 0,1^\circ$, а похибка вимірювання коефіцієнта відбиття не перевищує $\sim 1\%$.

В розділах 2 і 3 були запропоновані еліпсометричні моделі поверхонь, що пояснюють отримані еліпсометричні експериментальні дані. Для верифікації запропонованих моделей поверхні, в тому числі з «локалізованими дефектами», в **п'ятому розділі** розроблено метод масштабного терагерцового моделювання впливу поверхневих дефектів різних типів і розмірів на результати еліпсометричних вимірювань.

В розділі представлено низку результатів, цікавих з точки зору побудови коректних моделей поверхні для подальшої обробки експериментальних даних еліпсометрії та рефлектометрії. Так, показано, що локалізовані дефекти з розмірами меншими за довжину хвилі практично «невидимі» для еліпсометрії, однак істотно впливають на коефіцієнт дзеркального відбиття, тоді як дефекти, співрозмірні або більші за довжину хвилі, зумовлюють неklasичну поведінку кутових залежностей еліпсометричних параметрів $\Psi(\theta)$ та $\Delta(\theta)$. Виявлено, що еліпсометрія є більш чутливою до глибини дефектів (ямки), ніж рефлектометрія, що пов'язано з відмінністю фізичних принципів цих методів.

Показано, що для множинних дефектів характерним є колективний вплив на еліпсометричні параметри при малих відстанях між ними та незалежний (локалізований) - при перевищенні певного критичного значення відстані між ними. Введено поняття критичної відстані локалізації дефектів, величина якої визначається співвідношенням розміру дефекту та довжини хвилі. Отримані результати свідчать, що еліпсометрія та рефлектометрія мають застосовуватися

як взаємодоповнювальні методи з урахуванням адекватних моделей поверхні, а терагерцова еліпсометрія є ефективним інструментом дослідження складних поверхневих структур, недоступних для оптичної еліпсометрії.

Шостий і сьомий розділи присвячені прикладному застосуванню субтерагерцевої еліпсометрії для діагностики матеріалів. В шостому розділі досліджувалися сильношорсткі покриття, отримані методом мікроплазменного оксидування (МПО) алюмінієвих пластин. Незважаючи на сильну шорсткість (десятки мкм) для обробки експериментальних даних можливе використання планарних еліпсометричних моделей в поєднанні з моделями ефективних середовищ. Так, для аналізу покриттів застосовувалися фізично обґрунтовані багат шарові моделі. Найпростішою є одношарова модель, що враховує суміш оксиду Al, муліту та повітря. В складніших моделях вводилися додаткові шари для опису шорсткості «підкладка-покриття» і розподілу муліту.

Але для врахування градієнту товщини і властивостей запропонована кусково-одношарова модель. Запропонована модель показала хорошу узгодженість з експериментальними даними. За допомогою розробленого методу можна ефективно оцінювати морфологію, товщину та оптичні властивості складних шорстких покриттів.

В сьомому розділі описано застосування субтерагерцевої багатокутової еліпсометрії для визначення пористості та вологості гранул активованого вугілля (AB). Досліджувалися гранули 2-х розмірів: AC4, діаметром $d = 4$ мм та AC2, $d = 2$ мм. Для забезпечення відстані між гранулами менше критичної (отриманої в розділі 5), гранули були наклеєні на підкладку зі склотекстоліту у якості гексагональної решітки, що дозволило зробити припущення про можливість застосування наближення ефективного середовища для аналізу даних.

Для визначення діелектричної проникності гранул ϵ_g AB і врахування анізотропії зразків було розроблено модель ефективного середовища зі змінним коефіцієнтом екранування $q(\theta)$.

Розрахунок вологості і пористості гранул проводився за допомогою наближення ефективного середовища Бруггемана. Експериментальні дані показали, що близько 56% об'єму пор гранул займає волага, а отримані значення пористості (~71%) збігаються з даними виробників. Дослідження демонструє, що субтерагерцова еліпсометрія дозволяє визначати як пористість, так і вологість поверхневого шару гранул активованого вугілля.

Робота завершується висновками, які впливають зі змісту роботи та є логічними.

Виходячи з аналізу основної частини дисертаційної роботи, можна зробити висновок, що дисертація є завершеною науковою кваліфікаційною роботою.

Значення одержаних результатів для науки і практики та рекомендації щодо їх можливого використання

Отримані в дисертаційному дослідженні результати характеризуються теоретичною і практичною значимістю. Розроблені оптичні та терагерцеві методи забезпечують комплексне дослідження структури та властивостей матеріалів ядерної енергетики після впливу радіації, термомеханічних навантажень та електрофізичних факторів, а масштабне терагерцеве моделювання поверхонь дозволяє верифікувати та вдосконалювати моделі оптичної еліпсометрії, що підвищує точність і надійність експериментальних досліджень. Доведено, що рекристалізований W-IG має підвищену стійкість до нейтронного опромінення та впливу атомів перезарядки, що робить його перспективним матеріалом для виготовлення перших дзеркал систем діагностики термоядерних установок, тоді як оптимізовані процедури термічної обробки та крупнозернистого деформування сплаву CuCrZr дозволяють досягти поєднання високих механічних і електрофізичних властивостей та однорідного розподілу вторинних фаз, підвищуючи стійкість матеріалу до розпилення. Практичне значення результатів полягає у можливості застосування терагерцевої еліпсометрії та методів контролю MAO-покриттів як ефективних експрес-інструментів для оцінки стану покриттів, контролю технологічних процесів синтезу матеріалів та одночасного визначення пористості і вмісту вологи в гранулах активованого вугілля, що забезпечує високоточну діагностику та управління властивостями матеріалів у ядерній, термоядерній та суміжних галузях енергетики.

Повнота викладення в опублікованих працях, отриманих у роботі результатів

Всього за темою дисертації опубліковано 43 роботи, з них 23 статті в спеціалізованих фахових виданнях, серед яких 20 індексуються в наукометричній базі даних Scopus, 11 належать до квартиля Q3, 7 належать до квартилів Q1 та Q2, 9 статей у збірниках праць міжнародних конференцій та 11 тез доповідей міжнародних наукових конференцій, які в достатній мірі висвітлюють результати роботи, що виносяться на захист.

Відповідність реферату та дисертації

Ознайомлення з рефератом дає підстави стверджувати, що за структурою та змістом реферат відповідає вимогам, що ставляться МОН України до рефератів дисертаційних робіт. У тексті реферату відображено основні положення, зміст, результати і висновки здійсненого здобувачем дисертаційного дослідження. Зміст реферату та основних положень дисертації є ідентичними.

Зауваження щодо змісту та оформлення дисертаційної роботи

1. Для оцінки пористості гранул в розділі 7 використано модель ефективного середовища Бруггемана, у якій припускається однорідний розподіл повітря та води в гранулах. Таке припущення може привносити похибки в розрахунки. Необхідно було порівняти кілька моделей ефективного середовища для вибору найбільш коректної.

2. В розділі 4 практично відсутній опис програмного забезпечення як для керування приладом, так і для обробки даних. Вважаю, що для подальшого впровадження здобутих результатів це було б важливим.

3. Ряд графіків і таблиць наведено без зазначення похибки або порівняння моделей, що ускладнює оцінку достовірності результатів. Графіки та таблиці, повинні були відображати експериментальні похибки та якісне порівняння моделей.

4. Викладення матеріалу загалом чітко та стилістично виважене, але по тексту є досить багато неточностей, що значно ускладнює сприйняття матеріалу дисертації. Наприклад, в дисертації аббревіатури використовуються до їх введення, деякі не розшифровані (на с. 33 аббревіатура ITER використана до її введення, NIF – не розшифровано, на с. 185 АЦП – не розшифровано), деталі на принципових схемах в розділі 4 (с. 183-187) дуже дрібні.

Вказані зауваження мають переважно дискусійний або рекомендаційний характер і не знижують загальної високої оцінки дисертації.

Висновок

Дисертаційна робота Колонова І.В. «Фізичні основи еліпсометричної діагностики змін структури і властивостей перспективних матеріалів ядерних установок під впливом опромінення і термомеханічної обробки», в якій комплексно розв'язана наукова проблема фізики твердого тіла, а саме створення фізичних основ еліпсометричної діагностики перетворень структури та властивостей перспективних матеріалів ядерних установок під впливом

опромінення, термомеханічних та електрофізичних методів обробки, є закінченим науковим дослідженням, містить нові теоретичні і практичні результати та відповідає вимогам п. 7-9 Порядку присудження та позбавлення наукового ступеня доктора наук, затвердженого постановою Кабінету міністрів України від 17 листопада 2021 року №1197, а її автор Коленов Іван Вікторович заслуговує на присудження йому наукового ступеня доктора фізико-математичних наук за спеціальністю 01.04.07 – фізика твердого тіла.

Офіційний опонент,
провідний науковий співробітник,
Національного наукового центру
«Харківський фізико-технічний інститут»,
доктор фізико-математичних наук, с.н.с.


Володимир ДУБІНКО

Підпис Дубінка В.І. засвідчую,

Учений секретар ННЦ «ХФТІ»



Олександр ВОЛОБУЄВ