

ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Светогорова Романа Дмитриевича «Структурные изменения в низкотемпературных сверхпроводниках Nb_3Sn в результате протонного облучения: исследования дифракционными методами на синхротронном излучении», представленную на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. – Физика конденсированного состояния.

Диссертационная работа Светогорова Романа Дмитриевича посвящена экспериментальному исследованию радиационно-индуцированных дефектов структуры соединения Nb_3Sn , возникающих при облучении быстрыми протонами. В ней анализируются изменения параметров атомной и микроструктуры образцов в зависимости от эффективной дозы и энергии протонного облучения. Особое внимание автор уделяет изучению степени антиузельного разупорядочения в материале и определению значений параметра порядка Брэгга-Уилльямса, используя синхротронное излучение для получения надёжных экспериментальных данных. **Актуальность** выбранной темы исследования обусловлена растущим спросом на использование Nb_3Sn в качестве основного элемента магнитных систем при строительстве новых и модернизации существующих установок крупных научных центров, различных ускорителей частиц, источников синхротронного излучения. При этом для обоснования целесообразности и экономической обоснованности его использования важно иметь адекватную оценку радиационной стабильности материалов на основе Nb_3Sn , находящихся длительное время в потоке высокоэнергетических частиц, в частности, при протонном облучении. Сверхпроводимость в Nb_3Sn открыта в середине прошлого столетия и по исследованиям его свойств, включая радиационную стойкость, накоплен большой объем данных. Однако, значительная часть накопленной к настоящему времени информации касается облучения нейтронами с эффективными дозами, заведомо приводящими к существенной структурной деградации. Поэтому получение любой новой достоверной информации о структурных изменениях, происходящих в материалах на основе Nb_3Sn при облучении протонами дозами, которые соответствуют нескольким годам службы в современных научных установках, относят к актуальным задачам, ожидающим своего решения. Сравнение результатов данной работы с экспериментальными данными по исследованию магнитных свойств и критической температуры Nb_3Sn на тех же образцах, а также с литературными данными по облучению другими частицами показывает хорошее согласие, что дает основание для использования полученных в диссертации результатов в расчетах ресурса сверхпроводящих магнитных систем современных научных мегаустановок.

Текст диссертации Р.Д. Светогорова изложен на 133 страницах, состоит из введения, 5 глав, заключения и списка цитируемой литературы, в котором 149 наименований. Работа содержит 10 таблиц и 67 рисунков.

Первая глава посвящена описанию исследуемого соединения Nb_3Sn , включая историю открытия, основные свойства и способы получения. Приведены литературные данные по возникающим в материале под облучением структурным дефектам и их влиянию на сверхпроводящие характеристики.

Во **второй главе** приводится обзор основных методов исследования, используемых в диссертационной работе. Подробно описаны физические основы и принципы применения порошковой рентгеновской дифракции, показаны основные подходы и способы обработки экспериментальных данных для получения структурных характеристик исследуемых материалов. Описаны особенности применения синхротронного излучения для проведения измерений и преимущества резонансной дифракции – метода съемки дифрактограмм с использованием падающего излучения с энергией, близкой к краю поглощения конкретного элемента.

Третья глава представляет собой описание станции «СТМ» Курчатовского источника синхротронного излучения – экспериментальной установки, на которой проводились все исследования, представленные в рамках диссертационной работы, включая оптическую схему, основные элементы и особенности проведения измерений. Также представлено использованное программное обеспечение для обработки экспериментальных данных, включая пакет программ, разработанных непосредственно соискателем.

Четвертая глава посвящена исследованию структурных искажений, возникающих в Nb_3Sn под действием облучения быстрыми протонами с энергиями 12 и 35 МэВ. Показана динамика изменений параметра элементарной ячейки, стоксовых микронапряжений, а также параметров несверхпроводящей примесной фазы оксида ниобия в зависимости от эффективной дозы. Экспериментально идентифицирован пик резкого роста числа дефектов в области остановки падающих частиц по мере проникновения в образец, так называемый брэгговский пик. Существование брэгговского пика в облученных образцах подтверждается дифрактограммой, на которой высокоугловые пики расщепляются на три компоненты, характеризующие возникающую в образцах слоистую структуру, содержащую область умеренных повреждений до брэгговского пика, область максимальной плотности дефектов и область после пика дефектов, которая практически не подвержена радиационным изменениям. Описано поведение образцов при низкой температуре, в частности, показано, что структурный

мартенситный переход в тетрагональную фазу не происходит в образцах пластин, предварительно подвергнутых облучению протонами.

Пятая глава посвящена изучению параметра порядка Брэгга-Уилльямса, основной численной характеристики возникающих в образце антиузельных радиационных дефектов. Показаны различные методы его экспериментального определения. Установлена зависимость значений параметра порядка от эффективной дозы и показано, что при пересчете дозы облучения протонами в значения смещения на атом, эта зависимость ведёт себя аналогично таковой в случае нейтронного облучения. Представлено описание и полученные результаты применения оригинальной методики определения параметра порядка, на основе анализа данных резонансной рентгеновской дифракции.

Научной новизной обладают следующие результаты, полученные соискателем:

- установлена динамика изменений структурных параметров Nb_3Sn при облучении протонами с энергиями 12 и 35 МэВ в диапазоне доз облучения $3 \cdot 10^{16} - 1 \cdot 10^{18}$ п/см²;
- впервые значения параметра порядка Брэгга-Уилльямса определены с помощью порошковой дифракции на синхротронном излучении;
- впервые зафиксирован полуторакратный рост объемной доли примесной фазы NbO при малых значениях доз облучения протонами (до 10^{17} п/см²) независимо от энергии частиц;
- показано, что возникающие в образце Nb_3Sn радиационные дефекты препятствуют низкотемпературному мартенситному переходу из кубической фазы в тетрагональную.

Результаты диссертации могут использоваться для расчета ресурса магнитных систем современных научных установок, что показывает **практическую значимость** результатов полученных соискателем.

Достоверность результатов подтверждается использованием современных экспериментальных методик, включая порошковую дифрактометрию в резонансном режиме на синхротронном излучении, соответствием полученных в работе зависимостей динамики изменений значений структурных параметров (размеры элементарной ячейки, параметр порядка Брэгга-Уилльямса) от значений *сна* (смещений на атом) литературным данным в случае нейтронного облучения. Кроме того, полученные результаты хорошо согласуются с данными магнитных измерений и измерений критической температуры Nb_3Sn , полученными на тех же образцах.

Выводы, изложенные соискателем в **Заключении**, показывают, что все поставленные задачи полностью выполнены и цель работы достигнута. Основные результаты работы

опубликованы в международных рецензируемых научных журналах. Автореферат кратко и достаточно полно отражает содержание диссертации, которая представляет из себя законченное научное исследование. Тем не менее, при внимательном прочтении диссертационной работы, у меня возникли следующие замечания.

1. Соискатель указывает, что в процессе работы по теме диссертации им создан пакет вспомогательных программ, приведены ссылки на Свидетельства о регистрации 9 программ для ЭВМ. Однако, при этом совершенно не раскрыты основные алгоритмы работы этих программ. Фактически, только на одном Рисунке 3.6 ярко показаны достоинства созданной автором программы генерации случайной последовательности координат передвижения образца в процессе измерений (правда, без указания имени этой программы). Без наглядной иллюстрации остается неясным, например, в чём преимущество авторской программы интегрирования двумерных порошковых дифрактограмм *Dionis* перед известной и широко распространенной программой *Fit2D*.

2. В диссертации мне не удалось найти четкого определения параметра, описывающего значение *смещения на атом (сна)*. Как следствие, осталось неясным, откуда берутся значения этого параметра – только из теоретических расчетов или возможно извлечение значений параметра *сна* из экспериментальных данных? Интересно, что в статье *Flukiger et al. (2017)*, соавтором которой является соискатель, приведена формула для расчета *dpa (displacement per atom)*, а в статье *Рязанова, Светогорова и др. (2020)* указано, что пересчет дозы облучения протонами в значения *сна* проводили в программе *SRIM*. Остается только сожалеть, что расчетные алгоритмы программы *SRIM* совершенно не освещены в литературном обзоре, и это не позволяет объективно оценить универсальность использования параметра *сна* при работе с различными видами облучений.

3. В заключении Главы 1 сделан вывод о важности определения изменений в концентрации и свойствах примесных фаз *NbO*, *Nb* и *Sn*, который напрямую не вытекает из материала, представленного в этой главе. Кроме того, в выводах упоминается только фаза *NbO*. Какую роль играют примесные фазы *Nb* и *Sn* в эксплуатационных свойствах материалов на основе *Nb₃Sn*?

4. На с. 67, при обсуждении недостатков измерений в стандартном режиме без сканирования пучком по образцу, соискатель отмечает, что «... на дифракционных картинах появлялись дополнительные рефлексы, предположительно за счет эффектов многократного рассеяния». Хотелось бы понять, какие дифракционные пятна, или рефлексы, автор относит к «дополнительным»? Если углы дифракции у таких рефлексов соответствуют структуре

измеряемого образца, то они могут появиться за счёт многократных отражений. А если углы дифракции отличны от стандартных (или вычисленных), то причина должна быть другой, например, структура образца является модулированной. Хотелось бы увидеть снимок двумерной дифрактограммы с указанными на ней «дополнительными» рефлексами и услышать аргументы в пользу возможных вариантов их появления.

5. В разделе 4.2, автор пишет об увеличении объемной доли примесных фаз в облученных образцах и на с. 80 утверждает, что «доля фазы металлического ниобия увеличилась практически в 4 раза», а в Таблице 4.3 показывает, что объемная доля фазы NbO увеличилась с 2.57% в исходном образце до 3.94% в облученном образце. При этом не раскрыты детали расчётов объёмных долей примесных фаз по итогам двух-(или трёх-?) фазного уточнения методом Ритвельда, не приведены значения стандартных отклонений к полученным значениям, не приведены номера образцов, для которых получены эти результаты, не указаны длина волны излучения и область углов дифракции, в которой проводили уточнение.

6. Последнее замечание относится к форме представления диссертационной работы, и эту форму я бы не назвал оптимальной. Перечислю некоторые моменты, которые не способствуют быстрому восприятию материала:

- в основных положениях, выносимых на защиту, только одно из четырех положений – первое (в автореферате), содержит количественные показатели, подкрепляющие сделанные утверждения;

- на с. 21, на Рис. 1.9, взятом из статьи [44], не хватает обозначений для оси абсцисс, а также индексов рефлексов, относящихся к наблюдаемым пикам. Вся эта важная информация есть в оригинальной статье, но отсутствует в диссертации;

- на с. 79 соискатель пишет об увеличении факторов Дебая-Валлера для облученных образцов на 25% для атомов ниобия и на 30% для атомов олова, не приводя при этом никаких значений этих факторов для образцов до и после облучения;

- автор использует два разных слова – флюенс и доза, которые иногда даже соседствуют в одном абзаце, для обозначения одного феномена, что вносит некоторую сумятицу при знакомстве с материалом;

- в разделе 1.3 главы 1 перечислены некоторые технологии получения Nb₃Sn. Однако в дальнейшем тексте ни одна из этих технологий не упоминается, что вызывает вопрос “а насколько необходим был этот раздел в литературном обзоре?”

Вышеуказанные замечания не являются принципиальными и не влияют на общую положительную оценку диссертации Р.Д. Светогорова, которая представляет собой законченную научно-квалификационную работу и удовлетворяет всем требованиям «Положения о порядке присуждения ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ от 24.09.2013 № 842. Содержание диссертации соответствует паспорту специальности 1.3.8. – Физика конденсированного состояния, и отрасли науки «физико-математические науки», а ее автор, Светогоров Роман Дмитриевич, заслуживает присуждения ему степени кандидата физико-математических наук по специальности 1.3.8. – Физика конденсированного состояния.

Официальный оппонент

Д.ф.-м.н., ведущий научный сотрудник
химического факультета
МГУ им. М.В. Ломоносова

В.В. Чернышев
28.04.2022

Подпись В.В. Чернышева заверяю
Декан химического факультета МГУ,
чл.-корр. РАН, профессор С.Н. Калмыков



Сведения:

Чернышев Владимир Васильевич
доктор физико-математических наук
по специальности 02.00.04 – физическая химия

Телефон: +7 495 9393654

E-mail: vladimir@struct.chem.msu.ru

Ведущий научный сотрудник химического факультета Федерального государственного учреждения высшего образования «Московский государственный университет имени М.В. Ломоносова

119991, г. Москва, ГСП-1, Ленинские горы, д. 1, стр. 3, химический факультет