

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



ВНИИНМ
имени А.А.Бочвара

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

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

«УТВЕРЖДАЮ»

Генеральный директор
АО «ВНИИНМ»

кандидат химических наук



Л.А. Карпюк

« 09 » января 2017 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

на диссертацию Чакина Владимира Павловича
«Эволюция микроструктуры и физико-механических свойств бериллия при высокодозном нейтронном облучении», представленную на соискание ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Диссертация Чакина В.П. посвящена одной из актуальных проблем радиационного материаловедения металлов для ядерной и термоядерной энергетики - исследованиям микроструктуры и физико-механических свойств бериллия после облучения в широких интервалах температур и флюенсов нейтронов с целью поиска возможностей повышения ресурса бериллиевых изделий в поле нейтронного излучения.

Актуальность

Бериллий обладает уникальными ядерно-физическими свойствами, поэтому широко используется как отражатель и замедлитель нейтронов исследовательских ядерных реакторов. Бериллий также планируется к использованию в термоядерных реакторах в качестве материала, обращенного к плазме, в первой стенке и размножителя нейтронов в blankets. Нейтронное облучение приводит к значительным изменениям микроструктуры и физико-механических свойств бериллия, поэтому выявление закономерностей радиационного повреждения бериллия является одной из актуальных проблем современного радиационного материаловедения. Особый интерес представляет изучение процессов радиационно-индуцированной эволюции микроструктуры бериллия в области температур облучения характерных для условий эксплуатации ядерных и термоядерных реакторов и при максимально высоких, ресурсных флюенсах нейтронов. Знание закономерностей изменения микроструктуры при облучении позволяет понять причины деградации физико-механических свойств бериллия, которая приводит к сокращению ресурса бериллиевых изделий при эксплуатации в реакторе. В целом же, исследование закономерностей радиационного повреждения бериллия позволит выработать

Входящий ИИМ
№ 20
от 11.01.2017

научные и технологические пути улучшения его физико-механических свойств под облучением и, соответственно, повысить эксплуатационный ресурс.

К началу выполнения данной работы экспериментальных данных по радиационной повреждаемости бериллия было недостаточно. Опыт эксплуатации бериллиевых блоков в исследовательских реакторах, накопленный в 60-90-х годах двадцатого века, показал наличие серьезных проблем, связанных с деградацией механических характеристик бериллия под облучением, в частности, его интенсивного радиационного охрупчивания, приводящего к образованию трещин в облученных бериллиевых блоках и, соответственно, сокращению их ресурса в реакторе. Можно выделить следующие актуальные проблемные задачи, которые не нашли достаточного отражения в работах по радиационному материаловедению бериллия, опубликованных к началу третьего тысячелетия:

- исследование состояния бериллия после облучения до максимально высоких нейтронных доз, поскольку это имеет принципиальное значение для обоснования ресурса эксплуатации бериллиевых компонентов как в ядерных, так и термоядерных реакторах;

- исследование радиационной эволюции микроструктуры и свойств современных марок бериллия, которые значительно превосходят старые марки по качеству изготовления и степени оптимизации химического состава;

- исследование микроструктуры и свойств бериллия на современном уровне, что требует значительного расширения и углубления исследовательского поля за счет привлечения дополнительных или усовершенствованных экспериментальных методов, таких как трансмиссионная электронная микроскопия (ТЭМ) высокого разрешения, термодесорбционная масс-спектрометрия, измерение теплопроводности импульсным методом и других.

Целью работы является выявление физических закономерностей эволюции микроструктуры и изменений физико-механических свойств бериллия в результате воздействия нейтронного облучения при температурах 323-1006 К до флюенсов нейтронов $(0,3-17) \cdot 10^{22} \text{ см}^{-2}$ ($E > 0,1 \text{ МэВ}$) для прогнозирования состояния и ресурса бериллиевых конструкций и увеличения его радиационной стойкости.

В ходе работы решались следующие задачи:

1. Уточнение и систематизация закономерностей радиационного изменения микроструктуры бериллия при нейтронном облучении в области низких и высоких температур.

2. Установление закономерностей термической десорбции трития и гелия из облученного нейтронами бериллия в зависимости от температуры облучения, флюенса нейтронов и микроструктуры исходного материала.

3. Уточнение температурно-дозных зависимостей набухания бериллия, разработка модели анизотропного набухания и радиационного роста бериллия в низкотемпературной области.

4. Установление закономерностей радиационного изменения теплопроводности бериллия в зависимости от температуры облучения и флюенса нейтронов, разработка модели радиационного изменения теплопроводности бериллия.

5. Установление закономерностей радиационного изменения механических свойств бериллия в зависимости от температуры облучения и флюенса нейтронов, разработка модели деградации механических свойств бериллия при высокодозном нейтронном облучении.

6. Проведение анализа характера радиационного повреждения бериллия и предложение путей увеличения его радиационной стойкости.

Следует отметить, что в работе охвачен весьма широкий круг объектов исследований – это бериллиевые минисферы диаметрами 0,5, 1 и 2 мм, изготовленные двумя различными методами, методами вращающегося электрода и снижения флюоридов, образцы засыпки неправильной формы, изготовленные разрушающим методом из бериллиевых прутков, образцы компактного

бериллия, изготовленного различными методами – ТВ-56 (горячее выдавливание), ТВ-400 и S-200-E (оба - горячее прессование), I-220-H, O-30-H, S-65-H (все три – горячее изостатическое прессование), а также монокристалл бериллия.

Облучение образцов бериллия в составе облучательных устройств и бериллиевых изделий, из которых исследовались фрагменты, проведено в четырех ядерных реакторах: СМ и БОР-60 (оба - российские), HFR и BR2 (оба - европейские).

Для исследований облученного бериллия использовано экспериментальное оборудование либо приборы, которые, как правило, размещены в защитных камерах или перчаточных боксах. В частности, для исследования закономерностей эволюции микроструктуры облученного бериллия автор использовал такие методы как оптическая металлография, растровая и трансмиссионная электронная микроскопия, рентгенография. Термическая десорбция трития и бериллия из бериллия исследовалась с помощью квадрупольного масс-спектрометра и ионизационной камеры на проточном стенде. Распухание измерялось по результатам измерений геометрических размеров образцов до- и после облучения, а также методом гидростатического взвешивания. Теплопроводность определялась с использованием импульсного метода. Кратковременные механические испытания проводились на разрывных машинах, длительные испытания на ползучесть бериллиевых минисфер – на специально разработанной машине ползучести.

С использованием этих методик автором получен большой объем экспериментальных данных по исследованию особенностей эволюции микроструктуры и физико-механических свойств облученного бериллия, при этом обнаружен ряд новых результатов, имеющих существенную **научную новизну**:

1. Результаты экспериментальных исследований закономерностей изменения микроструктуры бериллия в зависимости от параметров облучения и послерадиационного отжига.
2. Результаты экспериментальных исследований закономерностей термической десорбции трития и гелия из бериллия, облученного в реакторе или насыщенного газовой смесью трития с водородом.
3. Результаты экспериментальных исследований закономерностей распухания бериллия в зависимости от температуры облучения и флюенса нейтронов и после высокотемпературного послерадиационного отжига.
4. Результаты экспериментальных исследований закономерностей изменения теплопроводности бериллия в зависимости от температуры облучения и флюенса нейтронов.
5. Результаты экспериментальных исследований закономерностей изменения микротвердости, кратковременных механических свойств на растяжение и сжатие и длительных испытаний на ползучесть в зависимости от температуры облучения и флюенса нейтронов.

Научная значимость полученных результатов обусловлена проведением систематического анализа радиационного повреждения бериллия в широком круге объектов в условиях нейтронного облучения в широких интервалах температур и флюенсов нейтронов. Полученные результаты существенно расширяют современные представления о закономерностях эволюции микроструктуры и физико-механических свойств бериллия в условиях нейтронного облучения.

Практическая ценность работы связана с возможностью использования результатов проведенных исследований для увеличения ресурса бериллиевых изделий исследовательских реакторов. Новизна технических решений по увеличению ресурса бериллиевых изделий в ядерном реакторе, разработанных на основе анализа результатов проведенных экспериментальных исследований, подтверждена тремя патентами на изобретение Российской Федерации. Внедрение этих разработок позволит получить высокий экономический эффект за счет снижения затрат на закупку новых бериллиевых изделий для данного типа реакторов. Следует также отметить, что полученные уникальные экспериментальные результаты по влиянию нейтронного облучения на

микроструктуру и физико-механические свойства бериллия в области высоких нейтронных флюенсов вошли в научные базы данных радиационного материаловедения и физики радиационного повреждения бериллия и могут быть востребованы при разработке высокопоточных источников нейтронов, где бериллий планируется использовать в качестве функционального материала.

Положения, выносимые на защиту, адекватно отражают суть диссертационной работы и хорошо обоснованы. Они подтверждены проведенными диссертантом научными исследованиями и публикациями в специализированных научных журналах.

Защищаемые материалы принадлежат диссертанту в полном соответствии с **личным вкладом**, обозначенным на стр. 8 автореферата.

Автореферат правильно и в полной мере отражает содержание диссертации.

Диссертационная работа изложена на 271 страницах и состоит из введения, шести глав, заключения и списка цитируемой литературы из 207 наименований, включая публикации автора по теме диссертации. В работе представлен большой иллюстративный материал в виде рисунков и таблиц.

Во **введении** обоснована актуальность выбранной темы, сформулированы цель и задачи работы, научная новизна и практическая значимость, обоснована достоверность полученных результатов и приведены основные положения, выносимые на защиту.

В **первой главе** описаны материалы, использованные в работе, методики нейтронного облучения и послереакторных материаловедческих исследований. Необходимо отметить, что комплекс использованных методик необходим и достаточен для решения поставленных в работе задач. Использованные в работе методики исследований облученных материалов являются современными методиками высокого уровня.

Во **второй главе** представлены результаты исследований микроструктуры облученного бериллия, в частности, вызванное облучением изменение элементного состава, то есть накопление трития и гелия и образование радиоактивных изотопов на примесях. Исследования радиационных дефектов выполнены методом ТЭМ. Радиационные дефекты (дислокационные петли, газовые поры и пузырьки) в бериллии изучались после облучения при низких и высоких температурах, а также после последующего высокотемпературного отжига. Исследована также вызванная облучением эволюция исходной зернограничной пористости, которая образуется при изготовлении бериллия методами порошковой металлургии.

В **третьей главе** исследовано явление термической десорбции трития и гелия из облученного бериллия. Эти исследования выполнены как на облученных бериллиевых минисферах, так и на цилиндрических образцах после насыщения водородно-тритиевой смесью. Анализ полученных результатов проводился с использованием данных оптической металлографии сечений исследуемых образцов. Здесь же представлена модель термодесорбции трития из бериллия, которая включает расчет энергии активации десорбции. Выполнены также расчеты коэффициентов диффузии трития в бериллии и исследовано влияние размера зерна на эффективность термической десорбции трития из различных марок бериллия.

В **четвертой главе** представлены результаты исследования набухания бериллия после низко- и высокотемпературного облучения, а также после высокотемпературных отжигов бериллия, облученного при низкой температуре. Представлена модель анизотропного набухания зерен и радиационного роста бериллия. Необходимо отметить, что явление радиационного роста, ранее известное только для циркония, было обнаружено на бериллии впервые.

В **пятой главе** представлены результаты исследований теплопроводности бериллия после нейтронного облучения. До настоящей работы данные по влиянию облучения на теплопроводность бериллия в литературе практически отсутствовали. В данной главе приводятся

дозно-температурные зависимости и модель изменения теплопроводности облученного бериллия, которая основана на результатах исследований эволюции его микроструктуры.

В **шестой главе** описаны результаты кратковременных и длительных механических испытаний облученного бериллия, а также микротвердости. Построены дозные зависимости предела прочности, которые свидетельствуют о стабилизации уровня остаточной прочности при максимальных флюенсах нейтронов. Подтверждена модель самопроизвольного разрушения облученного бериллия вследствие анизотропного набухания зерен, вызванного этим процессом ослабления границ, зарождения и распространения трещин.

Диссертационная работа написана ясным научным языком, хорошо структурирована и аккуратно оформлена. Все заимствования из других литературных источников снабжены соответствующими ссылками.

Достоверность полученных в работе результатов подтверждается использованием апробированных методик исследований, использованием дублирующих структурных методов, достаточным количеством исследуемых облученных образцов для подтверждения воспроизводимости полученных результатов, а также сопоставлением собственных результатов с имеющимися литературными данными.

По диссертационной работе Чакина В.П. имеются следующие **вопросы и замечания**:

1. В разделе 3.4 оценена эффективность термической десорбции трития из образцов бериллия различных марок и геометрической формы, но не проведено прямое сравнение бериллиевых минисфер, фрагментов неправильной формы и компактных цилиндрических образцов с различным размером зерна между собой. Какой вид бериллиевых образцов все-таки показал наилучшие термодесорбционные свойства по отношению к удержанию и уходу трития из материала? Не проанализировано в достаточной степени влияние окисного слоя на поверхности облученных и заряженных водородно-тритиевой смесью бериллиевых минисфер на эффективность выхода трития.
2. Набухание бериллия после низкотемпературного облучения ускоряется при высоких флюенсах нейтронов $(12-14) \cdot 10^{22} \text{ см}^{-2}$ по сравнению с меньшими флюенсами (см. рис. 4.1). Автор связывает данное ускорение набухания с образованием и раскрытием трещин по границам, что происходит вследствие анизотропного набухания зерен в бериллии. Однако предел прочности облученного бериллия при таких же высоких флюенсах монотонно не снижается, а стабилизируется (см. рис. 6.3). Как объяснить этот эффект, ведь логичнее была бы не стабилизация прочности на одном уровне, а ее непрерывное снижение вплоть до нулевого значения при достижении какого-то критического флюенса нейтронов?
3. В работе не приводятся результаты измерения теплопроводности бериллия после облучения при температурах 600-650 °С, которые являются максимальными рабочими температурами бериллиевой засыпки в бланкете ТЯР. Почему это не сделано и какой прогноз автора на величину изменения теплопроводности после облучения при этих повышенных температурах?
4. В разделе 2.1 (см. рис. 2.1) представлена зависимость наработки радиогенного гелия-4 от флюенса нейтронов. Чем может быть объяснен перегиб расчетной кривой наработки гелия-4 в районе флюенса нейтронов $(5-6) \cdot 10^{22} \text{ см}^{-2}$?

Общая характеристика диссертационной работы

Отмеченные недостатки не влияют на положительную оценку выполненной работы в целом. Представленная диссертация выполнена на высоком научном уровне и представляет собой законченную, логически выстроенную и обоснованную научную работу. Полученные в работе результаты можно квалифицировать как важные научные достижения в области физики радиационных повреждений и радиационного материаловедения бериллия.

Результаты диссертационной работы Чакина В.П. прошли апробацию на ряде международных и отечественных научных конференциях и опубликованы в престижных зарубежных и отечественных научных журналах, входящих в перечень изданий, рекомендуемых ВАК для публикаций основных результатов диссертаций.

Рекомендации, содержащиеся в диссертации, могут найти практическое применение при разработке новых радиационно-стойких бериллиевых материалов во ВНИИНМ и других отечественных организациях, специализирующихся на разработке перспективных марок бериллия для ядерных и термоядерных реакторов.

По своей актуальности, научной новизне, объёму выполненных исследований и практической значимости полученных результатов представленная диссертационная работа «Эволюция микроструктуры и физико-механических свойств бериллия при высокодозном нейтронном облучении» соответствует требованиям п.п. 9 – 14 «Положения о присуждении ученых степеней», утвержденного постановлением Правительства РФ (№ 842, от 24 сентября 2013 г.), предъявляемым к диссертациям на соискание учёной степени доктора физико-математических наук, а её автор Чакин Владимир Павлович достоин присуждения ему ученой степени доктора физико-математических наук по специальности 01.04.07 – физика конденсированного состояния.

Диссертация, автореферат диссертации и данный отзыв были заслушаны и одобрены 19 декабря 2016 г. на научно-техническом совете отделения 230 АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара» (протокол № 7/2016 от 19 декабря 2016 г.).

Главный эксперт,
Академик РАН, профессор

Пономарев Леонид Иванович

123098, Российская Федерация, Москва, ул. Рогова, 5а
Тел./факс: +7 (499) 190-82-97/+7 (499) 196-41-68
E-mail: LI.Ponomarev@bochvar.ru

Ученый секретарь
АО «Высокотехнологический
научно-исследовательский институт
неорганических материалов
имени академика А.А. Бочвара»

М.В. Поздеев