



УТВЕРЖДАЮ

И.о. ректора

ФГАОУ ВО НИ ТПУ

Л.Г. Сухих

2023 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет» на диссертационную работу Шевякова Александра Юрьевича «Формирование и эволюция структурно-фазового состояния оксидных пленок сплавов циркония при коррозии во вне реакторных и реакторных условиях», представленную на соискание учёной степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов»

Актуальность темы диссертационного исследования. Циркониевые сплавы широко используются в качестве материалов конструктивных элементов активных зон атомных энергетических реакторов. В первую очередь они используются для изготовления оболочек ТВЭЛов и других элементов конструкции ТВС. Одной из важнейших характеристик циркониевых изделий является их коррозионная стойкость, обеспечивающая надежную работу всех элементов конструкции ТВС при длительной эксплуатации в реакторе.

Программой развития атомной энергетики России предусмотрено использование циркониевых сплавов в энергетических реакторах нового поколения с более жесткими условиями эксплуатации, предполагающими увеличение доли пара в теплоносителе, увеличение глубины выгорания топлива и увеличение длительности циклов эксплуатации ТВС. Выполнение этих задач напрямую связано с необходимостью увеличения ресурсных характеристик циркониевых изделий. Модернизация существующих сплавов и разработка новых циркониевых материалов с более высокой коррозионной стойкостью для перспективных топливных циклов нуждается в изучении механизмов и закономерностей влияния состава сплавов на формирование структурно-фазового состояния и свойства оксидных пленок. В связи с этим задача изучения коррозионных процессов и повышение коррозионной стойкости циркониевых сплавов, в первую очередь используемых в качестве материала оболочек ТВЭЛов, становится особенно актуальной.

Оценка содержания диссертации. Диссертационная работа Шевякова А.Ю. состоит из введения, пяти глав, основных выводов, списка использованной литературы и приложения с актами об использовании результатов диссертационной работы. *Во введении* сформулированы актуальность работы, ее цель, основные научные положения, новизна и практическая значимость результатов исследования, обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций. *Первая глава* посвящена анализу современного состояния методов и результатов исследований структурно-фазового состояния оксидных пленок сплавов циркония и постановке задач диссертационного исследования. *Во второй главе* описаны материалы исследования в исходном и облученном состоянии, а также современные методы оценки их макрохарактеристик, включая послереакторные исследования отработавших оболочек твэлов. *В третьей главе* представлены разработанные автором методы подготовки образцов оксидных пленок для проведения ТЭМ исследований. Описаны аналитические методы исследований структурно-фазового состояния и элементного состава оксидных пленок во вне реакторных и послереакторных условиях. *Четвертая глава* посвящена результатам проведенных электронно-микроскопических исследований структурно-фазового состояния и состава оксидных пленок, образованных на поверхности образцов оболочек твэлов из сплавов Э110 и Э635 в процессе автоклавных испытаний. Использование разработанного метода позволило провести послойные, количественные исследования структурных неоднородностей в оксидных пленках. *В пятой главе* приводятся результаты послереакторных исследований структурно-фазового состояния оксидных пленок, образованных на поверхности оболочек твэлов при эксплуатации в реакторе ВВЭР-1000, в сопоставлении с результатами вне реакторных исследований. Описываются свойства оболочек твэлов после промышленной эксплуатации в реакторах ВВЭР и PWR. Показано влияние легирующего состава сплава на его реакторное поведение.

В целом работа написана ясным технически грамотным языком, хорошо структурирована, отличается логикой изложения и четкой взаимосвязью отдельных частей.

Основные положения работы, полученные результаты и выводы достаточно полно отражены в 8-ми печатных работах, опубликованных в научных изданиях, из перечня ВАК РФ, а также входящие в базы данных Web of Science и Scopus. Работа была достаточно широко апробирована на множестве научных конференций. Содержание автореферата полностью соответствует основным положениям диссертации.

Научная новизна результатов исследований. Впервые в отечественной практике разработаны высокочувствительные методы подготовки и ТЭМ исследований структурно-фазового состояния оксидных пленок, образованных на поверхности изделий из циркониевых сплавов во вне реакторных и реакторных условиях. Разработанные методы внедрены в научно-техническую базу АО «ВНИИНМ» и АО «ГНЦ НИИАР», что подтверждено соответствующими актами.

Впервые для отечественных сплавов систем Zr-Nb и Zr-Nb-Sn-Fe изучены особенности формирования и эволюции структурно-фазового состояния и состава оксидных пленок при коррозии в автоклавах и реакторе. Определена кинетика изменения кристаллической структуры и элементного состава выделений при формировании и росте оксидных пленок, характеризующая аморфизацией частиц второй фазы при переходе из металлической матрицы в оксид и их растворением в результате нейтронного облучения с достижением флюенса не менее $2,0 \times 10^{22} \text{ см}^{-2}$ ($E \geq 0,1 \text{ МэВ}$). Выделены основные факторы, связанные с диффузионной подвижностью железа, определяющие пониженное коррозионное сопротивление многокомпонентных сплавов системы Zr-Nb-Sn-Fe в сравнении с бинарными Zr-Nb сплавами в условиях автоклавного окисления.

Впервые показано, что нейтронное облучение не приводит к развитию микропористости и изменениям морфологии зеренного строения оксидных пленок оболочек твэлов, в сравнении с необлученным состоянием. Показано, что превалирующим фактором негативного влияния на ускорение коррозии сплавов системы Zr-Nb-Sn-Fe является содержание олова в их составе. Определен оптимальный диапазон содержания Sn (0,4 – 0,6) %, при содержании Fe на уровне 0,3 % и Nb на уровне 1,0 %, в сплавах системы Zr-Nb-Sn-Fe, для повышения коррозионной стойкости материала, с сохранением высокого уровня прочностных характеристик и сопротивления радиационному формоизменению.

Практическая значимость и реализация полученных результатов. Приведённые в диссертационной работе экспериментальные данные послереакторных исследований использованы при анализе и обосновании работоспособности и безопасной эксплуатации твэлов с оболочками из сплава Э110М. Как отмечено в акте о внедрении, указанные результаты вошли в разработанный и утвержденный технический проект твэла № 310.059.000 ТП, позволивший провести в 2020 году загрузку в реактор PWR 4-го блока АЭС «Ringhals» (Швеция) четырех пилотных сборок ТВС-К, в составе которых 24 твэла с оболочками из сплава Э110М. Кроме того, на заседании НТС №2 «Ядерные материалы и технологии ядерного топлива» Госкорпорации

«Росатом» по теме «Основные направления разработок и внедрения топлива АО «ТВЭЛ» на 2023г. от 05.10.2022г. принято решение о проведении опытно-промышленной эксплуатации трех ТВС-2М, снаряжённых только твэлами с оболочкой из сплава Э110М, в реакторе ВВЭР-1000 энергоблока № 4 Балаковской АЭС, начиная с 25-ой топливной загрузки (2025 год) и дальнейшим переходом на полностью промышленную эксплуатацию.

Применение разработанных методов к условиям «горячих» камер АО «ГНЦ НИИАР» внесло существенный вклад в развитие структурных исследований, повысило научный уровень получаемых результатов, позволило детально разобраться в процессах формирования и роста оксидных слоев на элементах конструкции ТВС при взаимодействии с теплоносителем в условиях нейтронного облучения.

Обоснованность и достоверность научных положений, выводов и рекомендаций. Достоверность полученных результатов обеспечена использованием высокоточного аналитического оборудования, программных методов измерения структур материалов в сочетании со статистической обработкой результатов. Полученные результаты по формированию и эволюции структурно-фазового состояния оксидных пленок, образованных на поверхности изделий из российских циркониевых сплавов согласуются с известными экспериментальными и теоретическими данными для зарубежных сплавов циркония, при сравнимых условиях проведения испытаний. Экспериментальные результаты, полученные методами оптической, просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии, а также вне реакторные и реакторные характеристики оболочек твэлов, определенные в АО «ВНИИНМ», АО «ГНЦ НИИАР» (Россия), Студсвик (Швеция) и Халден-проект (Норвегия), согласуются между собой.

Замечания по диссертационной работе:

1. Из текста диссертации не понятно используют ли другие специалисты, в том числе зарубежные, аналогичные или близкие методические подходы в подготовке и ТЭМ исследовании образцов оксидных пленок, и если нет, то по какой причине.

2. Влияние олова на усиление коррозии циркониевых сплавов под облучением хорошо известно, поэтому можно ли выдвигать этот факт, как достижение данной работы.

3. В какой степени полученные результаты на оксидных плёнках сплавов Э110 и Э635 можно распространить применительно к сплаву Э110М, рекомендуемому в качестве наилучшего материала для оболочек твэлов.

4. В диссертации не указано с какой погрешностью определялся элементный состав материалов методом энергодисперсионного рентгеноспектрального микроанализа.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представленная диссертационная работа по своей актуальности, научной и практической значимости, обоснованности и достоверности основных результатов полностью отвечает критериям, установленным Положением о порядке присуждения ученых степеней в Национальном исследовательском технологическом университете «МИСиС», предъявляемым к диссертациям на соискание ученой степени кандидата технических наук. Работа изложена технически грамотно с использованием терминологии, принятой среди специалистов в рассматриваемой области.

Диссертационная работа «Формирование и эволюция структурно-фазового состояния оксидных пленок сплавов циркония при коррозии во внереакторных и реакторных условиях» является законченной и выполнена на высоком научно-техническом уровне. Ее автор, Шевяков Александр Юрьевич, заслуживает присуждения ему ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.1 – «Металловедение и термическая обработка металлов и сплавов».

Отзыв подготовлен:

Заведующий кафедрой – руководитель
отделения экспериментальной физики
ФГАОУ ВО НИ ТПУ, профессор, д.т.н.

 А.М. Лидер

Подпись Лидера Андрея Марковича заверяю:

Ученый секретарь ФГАОУ ВО НИ ТПУ, к.т.н.

 Е.А. Кулинич

Отзыв заслушан и обсужден на заседании Ученого совета ИЯТШ
ФГАОУ ВО НИ ТПУ протокол № 3 от «27» апреля 2023 г.

Тел.: +7 (3822) 70-50-12; e-mail: lider@tpu.ru

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования «Национальный исследовательский Томский
политехнический университет».

Россия, 634050, г. Томск, проспект Ленина, дом 30.