

РЕЦЕНЗІЯ

рецензента, д.ф-м.н., професора Зубарєва Євгенія Миколайовича
на дисертаційну роботу Чернова Ігоря Олександровича
«Розробка складнооксидних сполук нейтронопоглинаючих матеріалів на
основі диспрозію для поглинаючих елементів реактора ВВЕР-1000»
подану на здобуття наукового ступеня доктора філософії
за спеціальністю 105 – Прикладна фізика та наноматеріали

Детальний аналіз дисертаційної роботи Чернова І.О. на тему «Розробка складнооксидних сполук нейтронопоглинаючих матеріалів на основі диспрозію для поглинаючих елементів реактора ВВЕР-1000», що представлена для захисту на здобуття наукового ступеня доктора філософії у Національному технічному університеті «Харківський політехнічний інститут», дає змогу зробити комплексний висновок щодо її актуальності, ступеня обґрунтованості наукових положень, висновків, рекомендацій, достовірності та значущості отриманих результатів, наукової новизни, теоретичної та практичної цінності, надати загальну оцінку дисертації.

1. Актуальність теми та зв'язок з науковими планами і програмами

Дисертаційна робота Чернова І.О. присвячена вирішенню важливої актуальної науково-практичної задачі атомнопромислового комплексу України, яка полягає в формуванні фізико-хімічних основ створення перспективних нейтронопоглинаючих матеріалів з титанату диспрозію та гафнату диспрозію, в розробці технології виготовлення таких матеріалів, а також в випробуванні та обґрунтуванні працездатності матеріалів в умовах реактора ВВЕР-1000.

2. Зв'язок роботи з науковими програмами, планами, темами

Дисертація виконувалась відповідно до наукової програми 105 «Прикладна фізика та наноматеріали», яка була впроваджена на кафедрі фізики металів та напівпровідників, навчально-наукового інституту комп'ютерного моделювання, прикладної фізики та математики НТУ «ХПІ».

Проведені дослідження тісно пов'язані з тематичним планом НТК ЯПЦ, хоздоговірними роботами з ДП "НАЕК "Енергоатом" та роботами в рамках тематичного плану НАН України в тому числі проєктів науково-дослідницьких робіт молодих вчених, в яких здобувач був відповідальним виконавцем:

1. «Матеріалознавчі дослідження та розрахункові обґрунтування застосування конструкційних, нейтронно-поглинаючих та ядерних матеріалів у перспективних ядерних паливних циклах України». етап 1, 2016 р., шифр теми III-16 (НТК ЯПЦ), № д/р 0116U007187.

2. «Дослідження в обґрунтування вибору шляхів підвищення надійності та безпеки паливних, поглинаючих та конструкційних елементів активної зони реакторів ВВЕР», шифр теми № X-4-3, № д/р 0111U008537.

3. «Розробка технологічних процесів виготовлення таблеткових варіантів ПЕЛ ПС СУЗ з підвищеними характеристиками терміну служби з використанням вітчизняної сировини і технологій виготовлення матеріалів які освоєні на підприємствах України. Договір №6.3/23-П від 02.01.2023., №д/р 0123U100831.

4. «Розробка процесів виготовлення нейтронопоглинаючого матеріалу на основі гафнату диспрозію та дослідження його властивостей для застосування у ПС СУЗ підвищеної працездатності українських реакторів» (2013-2014 р., номер державної реєстрації №0113U005697);

5. «Дослідження в обґрунтування розробки процесів виготовлення гафнату диспрозію як поглинача нейтронів у вигляді гранул» (2015-2016 р., номер державної реєстрації №0115U003898);

6. «Дослідження особливостей формування різнорідних віброущільнених сердечників елементів активних зон ядерних реакторів». (2019-2020 р., № д/р 0119U102494).

7. «Створення новітніх нейтронно-поглинаючих матеріалів для стрижнів системи управління і захисту з підвищеним ресурсом». Договір №РН/13-2023 від 24.05.2023. №д/р 0123U102776.

3. Наукова новизна одержаних результатів

Здобувачем визначено параметри синтезу і одержання нейтронопоглинаючих однофазних таблеток титанату диспрозію з густиною $(6,9...7,3) \text{ г/см}^3$, та гафнату диспрозію з густиною $(8,0...8,6) \text{ г/см}^3$ методами спікання та гарячого пресування.

Методом фазового рентгеноструктурного аналізу досліджено вплив наноструктурного стану оксидів титану та гафнію на синтез та густину таблеток титанату диспрозію та гафнату диспрозію. Показано, що використання порошку TiO_2 з розміром часток $\sim 63 \text{ нм}$ і HfO_2 з розміром часток $\sim 22 \text{ нм}$ сприяє підвищенню густини таблеток титанату диспрозію та гафнату диспрозію та досягненню однофазного складу.

Експериментально досліджено вплив густини таблеток титанату диспрозію і гафнату диспрозію на їх корозійну стійкість в модельному середовищі теплоносія реактора ВВЕР-1000. Встановлено, що механізмом який спричиняє збільшення маси таблеток є гідратація матеріалу. Показано, що таблетки титанату диспрозію з густиною $(7,1...7,3) \text{ г/см}^3$, та гафнату диспрозію з густиною $(8,2...8,3) \text{ г/см}^3$ характеризуються найбільшою корозійною стійкістю.

Вивчено вплив гранулометричних складів порошків титанату диспрозію і гафнату диспрозію з розміром крупної фракції $(-0,9+0,1) \text{ мм}$ і дрібної фракції $(-0,1) \text{ мм}$ на щільність засипок в оболонках ПЕЛ. Встановлено що найбільша насипна щільність і щільність засипки забезпечуються при вмісті дрібної фракції в діапазоні $(20...40) \%$.

4. Практична цінність одержаних результатів та рекомендації щодо їх подальшого використання

Результати досліджень впливу середовища, температурних і часових параметрів на синтез складнооксидних сполук – титанату диспрозію і гафнату диспрозію дозволили отримати нейтронопоглинаючі матеріали з заданим структурно-фазовими характеристиками стосовно до конкретних параметрів роботи цих матеріалів в активній зоні реактора ВВЕР-1000. Технологічні операції по виготовленню титанату диспрозію і поглинаючих

елементів, впроваджено у виробництво. Виготовлено дослідні партії поглинаючих стрижнів системи управління і захисту і поставлено в опитно-промислову експлуатацію в реакторі ВВЕР-1000 Рівненської АЕС. Результати дисертаційної роботи також використані в навчальному процесі в НТУ «ХП».

5. Повнота викладення матеріалів дисертації в наукових працях, які опубліковані автором

За результатами дослідження дисертаційної роботи опубліковано 13 статей, серед яких: 7 статей у наукових періодичних виданнях, що внесені до фахових видань України; 3 статі у закордонних наукових періодичних виданнях (США); 3 статті у інших наукових періодичних виданнях України. Отримано 2 патенти на винахід. Результати досліджень представлені на 10 міжнародних наукових та науково-практичних конференціях.

Зазначене вище дозволяє стверджувати, що представлена дисертаційна робота є самостійним, завершеним науковим дослідженням, результати якого мають значення для атомної галузі України, а саме для організації в країні власного виробництва елементів активних зон ядерних реакторів, зокрема, систем керування та захисту, для того щоб позбутися залежності від зарубіжних постачальників.

6. Аналіз змісту дисертації. Ступінь обґрунтованості наукових положень, висновків і рекомендацій, сформульованих в дисертації

Робота Чернова І. А. є завершеною науковою роботою, містить дві анотації – українською та англійською мовами, вступ, шість розділів, висновки, список літератури і п'ять додатків.

Дисертація присвячена дослідженню технологічних схем та параметрів синтезу, композиційних складів на характеристики титанату диспрозію і гафнату диспрозію в порошковій і таблеткових формах, корозійної стійкості порошків і таблеток в модельному середовищі теплоносія реактора ВВЕР-1000, сумісність нейтронопоглинаючих матеріалів на основі диспрозію з матеріалом оболонки зі сплаву 42ХНМ, фізичної ефективності поглинання нейтронів.

Об'єктом дослідження є режими синтезу та характеристики структурного стану та фізичні властивості нейтронопоглинаючих матеріалів на основі диспрозію, критерії їх працездатності в умовах реактора ВВЕР-1000.

У роботі досліджено вплив композиційних складів, розміру часток TiO_2 і HfO_2 , легуючих елементів та режимів синтезу на структурнофазовий стан титанату диспрозію і гафнату диспрозію. Встановлено, що використання нанорозмірного порошку HfO_2 (~22 нм) при спіканні при 1650 °С, призводить до формування однофазного флюориту. В таблетках гафнату диспрозію, виготовлених з порошку HfO_2 при розмірі часток до 100 мкм, фазовий склад окрім структури типу флюориту вміщував структуру на основі Dy_2O_3 . Введення MoO_3 в кількості 2,5% ваг. у вихідну композицію гафнату диспрозію сприяє утворенню структури флюориту та зниженню температури синтезу з 1650 °С до 1450 °С.

У роботі досліджено залежність характеристик таблеток титанату диспрозію і гафнату диспрозію від режимів спікання та гарячого пресування. Визначені режими отримання таблеток з високою густиною і однофазним станом. Розроблено схему виготовлення таблеток титанату диспрозію і гафнату диспрозію з високою густиною методом спікання, яка включала операції попереднього синтезу, подрібнення порошків, формування і спікання таблеток. Досліджено вплив гранулометричних складів порошків на щільність засипок.

Проведені позареакторні корозійні випробовування порошків і таблеток титанату диспрозію і гафнату диспрозію, як у відкритому вигляді, так і в складі макетів поглинаючих елементів (ПЕЛ) в середовищі складу і параметрів теплоносія реактора ВВЕР-1000 (водний розчин борної кислоти, тиск 16,5 МПа, температура 350 °С). Встановлено, що характерним є збільшення маси таблеток зі збільшенням часу витримки в автоклаві, при чому збільшення маси залежить від їх густини (пористості). Таблетки титанату диспрозію з густиною (7,1...7,2) г/см³ характеризуються найбільшою корозійною стійкістю і мінімальним змінням ваги (до

~0,01%) після випробувань тривалістю 2300 годин. Тривалими автоклавними випробуваннями (до 7200 годин) встановлено, що таблетки гафнату диспрозію з густиною (8,2...8,3) г/см³ відрізняються найвищою корозійною стійкістю та незначним відхиленням маси (до 0,01%), цілісністю та стабільністю структурно-фазового стану. Встановлено, що основним механізмом корозії таблеток є гідратація матеріалу таблеток.

Проведені розрахунки відносної фізичної ефективності поглинання нейтронів. Встановлено, що серед розглянутих матеріалів (B_4C , Hf , $Dy_2O_3 \cdot TiO_2$, $Dy_2O_3 \cdot HfO_2$) найбільш високу ефективність при тривалій експлуатації (12...15) років має гафнат диспрозію ($Dy_2O_3 \cdot HfO_2$) в таблетковому варіанті (густина таблеток 8,2 г/см³) з вихідною відотною фізичною ефективністю ~84%.

Показано практичне застосування результатів досліджень на прикладі виготовлення дослідних партій порошків титанату диспрозію та ПЕЛ реактора ВВЕР-1000. Наведено перелік технічної документації при виготовленні ПЕЛ. Наведено характеристики експериментальної партії ПЕЛ.

7. Достовірність отриманих результатів та висновків

Достовірність отриманих в роботі експериментальних результатів забезпечена наступним:

Для проведення експериментів використовувалися порошки Dy_2O_3 , TiO_2 , HfO_2 та MoO_3 з сертифікованим хімічним складом.

Дослідження структури і фазового складу таблеток і порошків титанату диспрозію гафнату диспрозію проводилося за допомогою добре апробованих експериментальних методик: рентгенівської дифрактометрії, оптичної металографії та скануючої електронної мікроскопії з рентгенівським мікроаналізом.

Отримані результати не суперечать також і загальновідомим фізичним поняттям і принципам. Це дозволяє дати однозначно позитивну відповідь на питання про ступінь обґрунтованості наукових положень та висновків дисертації, їх достовірності.

8. Оформлення дисертації, дотримання вимог академічної доброчесності та повнота викладення наукових положень та результатів в опублікованих працях

Дисертація виконана з дотримання вимог академічної доброчесності, добре оформлена. Отримані результати дають підстави говорити про оригінальність роботи. У тексті містяться авторські ідеї, і не виявлено використання ідей інших науковців без посилання на їх роботи. Основні ідеї автора та результати дослідження викладено у 16 фахових наукових статтях та 10 матеріалах міжнародних конференцій, де була проведена апробація ідей, що викладено у дисертаційному дослідженні.

9. Недоліки та зауваження до дисертаційної роботи

1. При синтезі таблеток титанату диспрозію при високій температурі $T = 1600\text{ }^{\circ}\text{C}$ утворюються високотемпературні гексагональна та кубічна фази, які є метастабільними при менших температурах. В роботі не обговорюється наскільки ці високотемпературні фази будуть стабільними при робочих температурах в реакторі $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ та за наявності опромінення нейтронами.

2. Наскільки еквівалентні корозійні випробування в лабораторних умовах реакторним в теплоносії того ж хімічного складу, враховуючи дію нейтронного опромінення на теплоносії.

3. В роботі не сказано, яким чином визначався ваговий вміст фаз методом рентгеноструктурного фазового аналізу і чому дорівнює межа виявлення фаз.

Зазначені недоліки не є принциповими, не знижують наукової і практичної значимості дисертаційної роботи і не впливають на її позитивну оцінку.

10. Висновки

Дисертаційна робота Чернова І. О. є завершеною науково-дослідною роботою, яка містить науково-обґрунтовані результати, має наукову новизну та промислове впровадження. Тема дослідження відповідає галузі знань 10 – «Природниці науки» та спеціальності 105 – «Прикладна фізика та наноматеріали».

Отже, враховуючи актуальність теми, отримані результати та певну практичну значущість вважаю, що дисертаційна робота Чернова Ігоря Олександровича «Розробка складнооксидних сполук нейтронопоглинаючих матеріалів на основі диспрозію для поглинаючих елементів реактора ВВЕР-1000» відповідає вимогам 6, 7, 8, 9 «Порядку присудження ступеня доктора філософії та скасування рішення разової спеціальної вченої ради Закладу вищої освіти, наукової установи про присудження ступеня доктора філософії» від 12.01.2022 р. № 44 та вимогам до оформлення дисертації МОН України від 12.01.2017 № 40, а сам автор, Чернов Ігор Олександрович заслуговує присудження їй наукового ступеня доктора філософії зі спеціальності 105 «Прикладна фізика та наноматеріали».

Рецензент – доктор фізико-математичних
наук, професор кафедри фізики металів та
напівпровідників Національного Технічного
Університету «Харківський
Політехнічний Інститут»

Євгеній ЗУБАРЄВ

