



УТВЕРЖДАЮ:
Зам. директора ИФМ УрО РАН
чл.-корр. РАН

А.Б. Ринкевич

«17» июня 2016 г.

ПРОГРАММА РАЗВИТИЯ УНИКАЛЬНОЙ НАУЧНОЙ УСТАНОВКИ «НЕЙТРОННЫЙ МАТЕРИАЛОВЕДЧЕСКИЙ КОМПЛЕКС ИФМ УРО РАН НА РЕАКТОРЕ ИВВ-2М» НА 2017-2020 ГОДЫ

1. Характеристика УНУ

1.1. Краткое описание УНУ и ее основные параметры и характеристики.

В Нейтронном материаловедческом комплексе Института физики металлов УрО РАН (НМК ИФМ) ведутся исследования с использованием пучков быстрых и тепловых нейтронов исследовательского атомного реактора ИВВ-2М. НМК ИФМ является единственным в России центром, в котором нейтронографическими методами исследуются высокорadioактивные материалы, в том числе, функциональные, для использования в промышленности. Кроме того, это единственный в Урало-Сибирском регионе нейтронный центр, где проводятся основные нейтронные исследования в области физики конденсированного состояния. Реактор ИВВ-2М имеет мощность 15 МВт, т.е. относится к исследовательским реакторам средней мощности. По этому параметру он значительно уступает лишь 100 МВт стационарному исследовательскому реактору в Институте Лауэ-Ланжевена (Гренобль, Франция) и сооружаемому в Петербургском Институте Ядерной Физики реактору ПИК. Однако мощности реакторов класса ИВВ-2М считаются в мире при оборудовании их современными нейтронными дифрактометрами и спектрометрами вполне достаточными для решения большинства материаловедческих задач. Решающее преимущество нейтронным центрам дают характеристики именно нейтронных приборов. Плотность тепловых и быстрых нейтронов в центре реакторной зоны ИВВ-2М составляет $1 \cdot 10^{14}$ и $4 \cdot 10^{14}$ н/см²сек, соответственно. Для проведения основных нейтронных исследований в НМК ИФМ имеются горизонтальные каналы для вывода пучков тепловых нейтронов и вертикальные облучательные каналы, обеспечивающие различные внешние условия облучения. Работы ведутся с использованием нейтронных дифрактометров различного назначения, спектрометра малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов, установок для электрофизических измерений, в том числе, криомагнитной системы HFSS («OXFORD», диапазон температур 0.3 К-400 К, магнитных полей до 15.5 Тл), рентгеновского дифрактометра и других установок. Основные характеристики нейтронных установок следующие:

- Порошковый нейтронный дифрактометр Д7А высокого разрешения (угловое разрешение 0.18%) с длиной волны нейтронов 1.53 Å, оснащен детектором тепловых нейтронов растрового типа со 100 люминесцентными счетчиками, расположенными через 0.3 градуса и охватывающими диапазон углов рассеяния 30 градусов. В корпусе детектора предусмотрена возможность расширения до 45 градусов. Может работать в суперпозиционном (съемка полных нейтронограмм) или позиционном режимах (изучение тепловых или гидростатических структурных изменений). Измерения

выполняются в диапазоне температур от 4.2 К до 1000 К и магнитных полях до 1.2 Т при внешнем гидростатическом давлении до 15 Кбар при $T \sim 300$ К;

- Многоцелевой двухосный нейтронный дифрактометр высокого разрешения ДЗ собственной разработки и изготовления с перестраиваемой длиной волны нейтронов 2.45 и 1.7А. В основном используется для целей магнитной нейтронографии. Дифрактометр оснащен двадцатидетекторной системой отсчета, имеет угловое разрешение 0,3 - 0,4 % при длине волны 1.7 А, позволяющее снимать нейтронограммы в области малых и больших q ($\lambda=2.45\text{А}$; $q=0.13 \text{ А}^{-1}$; $\lambda=1.7\text{А}$; $q=6.8 \text{ А}^{-1}$), имеет минимальный шаг 20 угловых секунд, позволяет проводить малоугловые эксперименты с минимальным $q=0.045 \text{ А}^{-1}$. Измерения выполняются в диапазоне температур от 4.2 К до 1000 К; при внешнем гидростатическом давлении до 15 Кбар при $T \sim 300\text{К}$.
- Четырехкрусный многодетекторный дифрактометр Д7Б для исследования монокристаллических образцов с разрешением 3×10^{-3} . Диапазон изменения температур от 4.2 К до 1000 К;

По 2016 год включительно в эксплуатации также находились устаревшие нейтронные приборы:

- Установка для исследования малоуглового рассеяния поляризованных нейтронов Д6. Степень поляризации $P=0.965$, диапазон векторов рассеяния $(0.006-0.1)\text{А}^{-1}$. Напряженность магнитного поля до 0.8 Т;
- Многоцелевой нейтронный дифрактометр с высокой светосилой Д2. Измерения выполняются при длине волны 1.805 Å с угловым разрешением 0,3 %. Малоугловые эксперименты проводятся с минимальным $q=0.055\text{А}^{-1}$. Диапазон температур 4.2К - 1000К; гидростатическое давление до 15 Кбар при $T \sim 300\text{К}$. Используется, в основном, для предварительного просмотра образцов для выбора оптимальных режимов съемки на приборах высокого разрешения.

Эти параметры приборов позволяют успешно исследовать кристаллическую и магнитную структуры материалов, их фазовый состав, различные фазовые переходы. На дифрактометре Д7А успешно выполнен цикл измерений внутренних напряжений в реакторных сталях, прошедший верификацию контрольными измерениями в ОИЯИ, Дубна. Однако следует отметить, что измерения нейтронно-дифракционных спектров требуют довольно длительного времени, порядка 48-72 часов и даже выше при съемках с хорошей статистикой, что даже с учетом режима круглосуточной работы комплекса ограничивает число решаемых задач и, соответственно, число внешних пользователей.

1.2. Обоснование необходимости модернизации УНУ и улучшения ее параметров (характеристик)

Основной недостаток имеющегося у нас парка нейтронных дифрактометров – устаревшие детекторы нейтронов и устаревшие системы управления приборами и сбора информации. В настоящее время в России, в Дубне налажено производство высокоэффективных позиционно-чувствительных детекторов, которые, во-первых, обеспечивают лучшее угловое разрешение за счет уменьшения эффективного размера регистрирующих элементов (в 1.5-2 раза). Во-вторых, за счет большей площади этих детекторов и большего их углового диапазона практически на несколько порядков в сравнении с одиночным детектором возрастает светосила установки. Детекторы производства Дубны охотно используются в мировых нейтронных центрах, и при переводе на них парка дифрактометров НМК ИФМ мы окажемся вполне на мировом

уровне по разрешению и светосиле, а значит, и по производительности наших установок.

Прежде всего, при наличии финансовых возможностей предполагается провести капитальную реконструкцию дифрактометра высокого разрешения Д7а. Поскольку систему вывода тепловых нейтронов из реактора (блок монохроматоров) принципиально изменить невозможно, мы планируем сохранить схему вывода нейтронного пучка, усилив его коллимацию. Для улучшения скорости и точности углового перемещения весьма желательно заменить гониометр дифрактометра на современный гониометр, оснащенный датчиками движения стрелы, стола и образца, полностью адаптированными для автоматического движения с использованием современных компьютеров. Это позволит менять угловой шаг сканирования в зависимости от требований эксперимента, а также при необходимости осуществлять раздельное движение детектора тепловых нейтронов и образца. Однако основной недостаток данного дифрактометра – это малый интервал углов сканирования, в нашем случае 30 градусов, тогда как современные приборы на западе оснащены 1600 канальными детекторами через 0.1 градус, позволяющими получать нейтронограммы в диапазоне углов до 160 градусов за очень короткое время при сравнимой плотности потока нейтронов на образце (например, Швейцария). Возможные пути модернизации нашего прибора для уменьшения времени экспозиции – это замена 100 люминесцентных счетчиков на 150 в имеющемся в наличии корпусе. Однако наиболее кардинальный путь решения проблемы – это изготовление растрового детектора с углом сканирования 120-140 градусов на основе замены успешно эксплуатируемого в течение многих лет 30 градусного. Такая модернизация уменьшит время экспозиции для одного эксперимента на 2 порядка, что значительно уменьшит стоимость нейтронограммы а при исследовании радиоактивных материалов позволит значительно снизить дозовую нагрузку на персонал.

Дифрактометр Д7б также желательно оснастить двухкоординатным позиционно-чувствительными детектором (типа производимых в ОИЯИ) с окном размером 25×25 см и координатным разрешением, что резко расширит его возможности исследования монокристаллических образцов.

Вторым недостатком нейтронных дифрактометров НМК ИФМ является использование в их системах управления и сбора информации устаревшего стандарта КАМАК, что крайне затрудняет, например, ремонтные работы, а также уже не соответствует производительности современных компьютеров. Переходом на новые схемные решения и стандарты, разработанные в ОИЯИ с учетом мирового опыта, мы добьемся унификации систем управления и сбора информации с ОИЯИ, улучшим сопряжение наших приборов с современной вычислительной техникой и, соответственно, с современными методами анализа экспериментальных данных. В ходе выполнения проекта такая модернизация будет проведена на дифрактометре Д7б.

Проводимые в НМК ИФМ исследования образцов носят комплексный характер, т.е. помимо структурных изучаются также и другие их свойства. В случае экспериментов с радиоактивными материалами такая постановка работ является фактически единственно возможной ввиду трудности, а чаще полной невозможности перемещения этих объектов в другие научные центры. В частности, для многих материалов проводится определение их магнитных характеристик. Для этих целей НМК ИФМ располагает специально приспособленным для экспериментов с радиоактивными образцами вибрационным магнитометром «ВИБР». Можно отметить, что в последнее время с его помощью были получены исключительно важные данные по появлению суперпарамагнетизма, а при очень высоких дозах – слабого ферромагнетизма в образцах, вырезанных из аустенитных оболочек ТВЭЛов после их реальной эксплуатации в реакторе БН-600. Эти данные хорошо коррелируют с результатами наших нейтронно-дифракционных экспериментов и электронно-микроскопических исследований, существенно продвигая понимание процессов, развивающихся в этих материалах под облучением. Но необходимо отметить, что прибор «ВИБР» уже не вполне удовлетворяет потребностям изучения магнитных

свойств материалов. В частности, нам необходимо расширение диапазона рабочих температур прибора с комнатной до (4.2К – 1200К). Также крайне желательным является увеличение чувствительности прибора, что позволит работать с меньшими объемами радиоактивных материалов. Согласно проведенному нами изучению вопроса, нашим потребностям вполне удовлетворяет магнитометр 7407 VSM фирмы Lake Shore Cryotronics, USA, обладающий характеристиками: диапазон температур – от 4.2К до 1273К; чувствительность – 10^{-7} еми; величины измеряемого момента – от 10^{-7} еми до 1000 еми. Такие приборы находятся на уровне лучших мировых образцов. Приобретение его несомненно значительно увеличило бы потенциал наших исследований магнитных свойств разнообразных материалов.

Нейтронно-дифракционные структурные исследования часто оказывается весьма полезным дополнить рентгено-структурными экспериментами. Хотя рентгеновские лучи отличаются значительно меньшей проникающей способностью, чем нейтроны, и дают информацию фактически только о тонком слое материала ~ 50 микрон вблизи поверхности образца, зато рентгеновские дифрактометры характеризуются более высоким разрешением. Сочетание рентгеновских и нейтронных данных иногда настолько существенно помогает разрешению отдельных структурных проблем, что в современных программных пакетах обработки дифракционных спектров предусмотрен комплементарный нейтронно-рентгеновский анализ. Кроме того, в НМК ИФМ ведутся эксперименты не только с объемными образцами, но также с фольгами и пленками, для которых рентгеноструктурный анализ является весьма эффективным. В результате рентгеновский дифрактометр ДРОН-УМ1 является в НМК ИФМ интенсивно используемой установкой. Однако к настоящему времени этот прибор безусловно устарел и нуждается в замене на более продвинутые модели. Вследствие этого нам представляется весьма целесообразным приобретение рентгеновского дифрактометра XRD-7000S производства Shimadzu Europa GmbH (Япония). Это позволило бы нам повысить разрешение наших рентгеновских экспериментов примерно в 10 раз, при одновременном увеличении светосилы в 3 раза. Дифрактометры данной фирмы имеют характеристики мирового уровня в классе установок широкого предназначения. Важно отметить, что прибор планируется закупить в комплекте с высокотемпературной приставкой, дающей возможности *in situ* проводить изохронные отжиги радиационно-разупорядоченных образцов. Такие исследования имеют огромное значение для определения характеристик радиационных дефектов.

Как показал опыт исследования разнообразных сталей, проводившихся в ИФМ УрО РАН, весьма ценную информацию о состоянии их микроструктуры могут давать мессбауэровские исследования. В связи с этим в НМК ИФМ планируется провести восстановительную реконструкцию такого прибора, ранее эксплуатировавшегося в составе УНУ, и тем самым создать единственную в мире установку для проведения мессбауэровских исследований на высоко радиоактивных образцах (в том числе, конструкционных сталей после облучения в промышленных ядерных реакторах). Главной особенностью метода мессбауэровской спектроскопии, отличающей её от дифракционных методов (РСА, ТЭМ), является возможность анализа материала на уровне ближайших атомных соседств (т.е., в областях локального окружения резонансного атома), а не на уровне решетки. Измерение мессбауэровского спектра позволяет получить широкий набор данных о состоянии вещества: структурно-фазовом, магнитном характере связи атомов матрицы (ионная, ковалентная), упорядочении решетки, температурной стабильности и др. После модернизации мессбауэровского спектрометра измерение мессбауэровских спектров с использованием метода резонансного детектирования позволит получать информацию о структуре облученных нейтронами образцов с остаточной радиоактивностью с достижением заданного статистического соотношения сигнал-шум (за счет исключительно высокой селективной чувствительности резонансного конвертора только к резонансному гамма-излучению с энергией 14,4 кэВ). Измерение

мёссбауэровских спектров путем регистрации конверсионных электронов и рентгеновских квантов позволит исследовать эффекты нейтронного облучения образцов не только в объеме образцов (10-50 мкм), но и в их поверхностных слоях (10 – 100 ангстрем) на конверсионных электронах и в поверхностных слоях (0,5-1 мкм) на рентгеновских квантах. И, наконец, станет доступной расширение температурного диапазона измерения облученных в атомном реакторе образцов в область криогенных значений (90-300 К) с возможностью установки промежуточных значений температуры.

2. Концепция развития УНУ на период до 2020 года

Дальнейшие планы развития УНУ НМК ИФМ предусматривают сохранение основных направлений научных исследований комплекса, т.е.

- Ориентированные нейтронографические исследования функциональных материалов с целью улучшения их эксплуатационных свойств (конструкционные стали, нанокристаллические системы, металломатричные композиты, твёрдые электролиты, газогидратные фазы высокого давления).
- Свойства материалов, облученных быстрыми нейтронами, в том числе, перспективных для применения в ядерной и термоядерной индустрии и энергетике;
- Радиационная модификация материалов с целью направленного изменения их свойств;
- Физические механизмы формирования экстремальных свойств материалов;
- Магнитные структуры и фазовые переходы сплавов и соединений на основе редкоземельных и переходных металлов.

Прежде всего, планируется сохранение и развитие научной кооперации: Институт физики металлов УрО РАН – АО «Институт реакторных материалов» – Белоярская атомная электростанция. Очевидно, что в связи с запуском в эксплуатацию нового блока с реактором на быстрых нейтронах БН-800 возникает потребность и возможность исследований конструкционных материалов (оболочечных сталей и т.п.) после высокодозовой эксплуатации в мощном реакторе. При выполнении программы развития УНУ в рамках данного проекта экспериментальная база для таких исследований будет, в основном, обеспечена.

По-видимому, после полноценного ввода в эксплуатацию высокопоточного реактора ПИК в Петербургском Институте Ядерной Физики к 2020 году центр нейтронных исследований материалов переместится именно туда. Однако, как представляется, НМК ИФМ на реакторе ИВВ-2М имеет потенциал остаться ведущим в России центром нейтронографических исследований высокорadioактивных материалов и одним из мировых лидеров в этой области. Кроме того, возможности применения нейтронных методов для исследования различных материалов столь велики, что при проведении надлежащих обновлений приборной базы можно гарантировать 100% загрузку нашего НМК ИФМ на очень длительный срок.

3. Цель и задачи Программы

3.1. Цели программы

- Развитие УНУ "Исследовательский водо-водяной атомный реактор ИВВ-2М, рег.№ 01-34 (Нейтронный материаловедческий комплекс Института физики металлов УрО РАН), ИВВ-2М (НМК ИФМ)" для исследования структуры и свойств материалов различного назначения с высокой наведенной радиоактивностью и обеспечение высокого уровня ее параметров и характеристик, соответствующего уровню лучших мировых аналогов

посредством реализации Программы развития УНУ на 2017-2020 годы.

- Обеспечение проведения с использованием УНУ запланированных научных исследований.
- Разработка и освоение новых методов и методик измерений/исследований и совершенствование существующих.
- Обеспечение научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением им возможности использования специализированных нейтронных методов научных исследований, разработанных для УНУ с целью получения фундаментальной научной информации о свойствах материалов различного назначения.
- Развитие кадрового потенциала УНУ.

3.2. Задачи программы и основные мероприятия, направленные на их решение

3.2.1 Урегулирование вопросов пребывания УНУ НМК ИФМ УрО РАН на территории АО «Институт реакторных материалов» Госкорпорации Росатом.

3.2.2 Развитие материально-технической базы УНУ:

- Модернизация нейтронных дифрактометров.
- Модернизация мёсбауэровского спектрометра.
- Приобретение вибромагнетометра (модель 7407 VSM) производства Lake Shore Cryotronics (США).
- Приобретение порошкового рентгеновского дифрактометра (модель XRD-7000S) производства Shimadzu (Япония).

3.2.3 Получение значимых научных результатов исследований, сопоставимых/превышающих мировой уровень. Будут получены:

- новые научные данные о механизмах радиационных повреждений в аустенитных и ферритно-мартенситных сталях, применяемых в качестве материала оболочек ТВЭЛов быстрых реакторов;
- новые данные о свойствах мультиферроиков и редкоземельных интерметаллидов после облучения их различными дозами быстрых нейтронов. Оценка радиационной стойкости изделий на их основе. Выяснение перспектив использования радиационной модификации этих материалов для улучшения их характеристик;
- новые данные об особенностях структурного состояния и физических свойств широкозонных полупроводников, допированных магнитными примесями;
- новые данные о структурном состоянии, физических свойствах и механизмах высокой ионной проводимости для твердых электролитов;
- новые научные данные о фундаментальных свойствах вещества, полученные в интересах научно-исследовательских организаций Российской Федерации, которым предоставлена возможность использования специализированных нейтронных методов научных исследований, разработанных для УНУ НМК ИФМ.

3.2.4 Разработка/освоение новых методов и методик измерений/исследований и совершенствование существующих.

3.2.5 Проведение мероприятий по обеспечению научно-исследовательских, опытно-конструкторских и технологических работ, проводимых организациями Российской Федерации, с предоставлением им возможности использования специализированных нейтронных методов научных исследований с целью

получения фундаментальной научной информации о свойствах материалов различного назначения.

3.2.6 Проведение мероприятий по развитию кадрового потенциала УНУ.

4. Мероприятия Программы

4.1 Заключение стабильных договоров по обеспечению работ НМК ИФМ УрО РАН на территории АО «ИРМ»:

- на аренду помещений в зданиях на территории АО «ИРМ»;
- на формирование стабильных нейтронных пучков реактора ИВВ-2М для исследований НМК ИФМ УрО РАН в области физики конденсированного состояния;
- на обеспечение лечебно-профилактическим питанием сотрудников НМК ИФМ УрО РАН, работающих в особо вредных условиях труда.

4.2 Модернизация оборудования НМК ИФМ УрО РАН*:

- Оснащение дифрактометра Д-76 двухкоординатным нейтронным детектором, изготовление для него новой системы управления;
- Оснащение дифрактометра Д-7а новым позиционно-чувствительным широкоугольным детектором и улучшенным гониометром для автоматизированного управления ориентацией образца.
- Модернизация мёссбауэровского спектрометра.
- Приобретение вибромагнетометра 7407 VSM фирмы Lake Shore Cryotronics.
- Приобретение рентгеновского дифрактометра XRD-7000S производства Shimadzu Europa GMBH.

**Примечание. При наличии соответствующего финансирования.*

4.3. Разработка и освоение новых методик исследований или измерений

Планируется освоение и внедрение:

- Метод анализа внутренних напряжений в реакторных сталях с использованием специализированного программного пакета PM2K.
- Методики экспериментов и обработки данных на вибромагнитометре VSM 7407.
- Методики экспериментов и обработки данных на рентгеновском дифрактометре XRD-7000S
-

Научный руководитель НМК ИФМ
чл.-корр. РАН

Б.Н.Гощицкий

Зав. Отделом радиационной физики
и нейтронной спектроскопии
к.ф.-м.н.

В.И.Бобровский