

ISSN 1729-7516

Вестник НЯЦ РК

ПЕРИОДИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
НАЦИОНАЛЬНОГО ЯДЕРНОГО ЦЕНТРА РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВЫПУСК 1(29), МАРТ 2007

Издается с января 2000 г.

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР – д.ф.-м.н. КАДЫРЖАНОВ К.К.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ: к.х.н. АРТЕМЬЕВ О.И., д.т.н. Байгурин Ж.Д.,
БЕЛЯШОВА Н.Н., к.ф.-м.н. ВОЛКОВА Т.В. к.т.н. ГИЛЬМАНОВ Д.Г.,
д.ф.-м.н. ЖОТАБАЕВ Ж.Р. – **заместитель главного редактора**,
д.г.-м.н. ЕРГАЛИЕВ Г.Х., к.б.н. КАДЫРОВА Н.Ж., к.ф.-м.н. КЕНЖИН Е.А.,
КОНОВАЛОВ В.Е., д.ф.-м.н. МИХАЙЛОВА Н.Н., к.ф.-м.н. МУКУШЕВА М.К., д.т.н. Уманец В.Н.
д.б.н. ПАНИН М.С., к.г.-м.н. ПОДГОРНАЯ Л.Е., к.ф.-м.н. СОЛОДУХИН В.П. д.ф.-м.н. ТАКИБАЕВ Ж.С.

ҚР ҰЯО Жаршысы

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ ҰЛТТЫҚ ЯДРОЛЫҚ ОРТАЛЫҒЫНЫҢ
МЕРЗІМДІК ҒЫЛЫМИ-ТЕХНИКАЛЫҚ ЖУРНАЛЫ

1(29) ШЫҒАРЫМ, НАУРЫЗ, 2007 ЖЫЛ

NNC RK Bulletin

RESEARCH AND TECHNOLOGY REVIEW
NATIONAL NUCLEAR CENTER OF THE REPUBLIC OF KAZAKHSTAN

ISSUE 1(29), MARCH 2007

Сообщаем Вам, что периодический научно-технический журнал "Вестник НЯЦ РК", решением Комитета по надзору и аттестации в сфере науки и образования включен в перечень изданий, рекомендованных для публикации материалов кандидатских и докторских диссертаций по физико-математическим наукам. В настоящее время редакция располагает возможностью быстрой публикации статей.

СОДЕРЖАНИЕ

ОСОБЕННОСТИ КИНЕТИКИ ОБРАЗОВАНИЯ α' - МАРТЕНСИТА ПРИ ДЕФОРМАЦИИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12X18H10T, ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ	4
Максимкин О.П., Цай К.В., Садвакасов Д.Х.	
МИКРОТВЕРДОСТЬ ВЫСОКОНИКЕЛЕВОГО СПЛАВА 03X20H45M4БРЦ, ИСПЫТАННОГО НА ТЕРМИЧЕСКУЮ И РЕАКТОРНУЮ ПОЛЗУЧЕСТЬ.....	14
Ермаков Е.Л., Полтавцева В.П., Кислицин С.Б.	
СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ ИЗ НИТРИДА НИОБИЯ ПРИ ИОННО- ПЛАЗМЕННОМ ФОРМИРОВАНИИ.....	18
Жаканбаев Е.А., Володин В.Н., Тулеушев Ю.Ж.	
ЭПР – ДОЗИМЕТРИЯ РАДИАЦИОННО СТЕРИЛИЗОВАННЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ.....	23
Жакпаров Р.К., Стахов О.В., Пивоваров С.П.	
ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНОЙ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ	28
Жукешов А.М., Габдуллина А.Т.	
ОЦЕНКА ПРАВДОПОДОБИЯ МЕТОДА НАИМЕНЬШИХ КВАДРАТОВ ПУТЕМ ОБНАРУЖЕНИЯ АВТОКОРРЕЛЯЦИЙ ОСТАТКОВ.....	32
Аргын Кукетаев А., Пеньков Ф.М.	
ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВАЯ ОБРАБОТКА СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СТАРЕЮЩЕГО СПЛАВА	39
Туйкбаев Б.Т., Ахметжанов Б.К., Скаков М.К.	
ПОЛУЧЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК УГЛЕРОДА.....	43
Буранбаев М. Ж., Козтаева Г.П.	
УСТРОЙСТВО ТЕРМИЧЕСКОЙ ВОЗГОНКИ РТУТИ ДЛЯ АНАЛИЗА ЛИТОХИМИЧЕСКИХ ПРОБ.....	47
Ефремов М. В.	
МЕТОД ЗОНДИРОВАНИЙ ВЕРТИКАЛЬНЫМИ ТОКАМИ ПРИ ОКОНТУРИВАНИИ ЗАЛЕЖЕЙ И ПОИСКЕ СТРУКТУРНЫХ НАРУШЕНИЙ В СРЕДЕ	50
Потапов В.В.	
МОДЕЛЬ СЕЙСМИЧЕСКОГО ШУМА ПО НАБЛЮДЕНИЯМ СЕЙСМИЧЕСКОЙ СТАНЦИИ «ПОДГОРНОЕ»	57
Соколова И.Н., Мукамбаев А.С.	
ЭПР - ИССЛЕДОВАНИЕ НЕКОТОРЫХ АСПЕКТОВ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ СИТУАЦИИ В РЕГИОНЕ СИП.....	64
Пивоваров С., Рухин А., Середавина Т.	
ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ХВОСТОХРАНИЛИЩА КОШКАР-АТА НА ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ СТАТИСТИКИ.....	75
Силачев И.Ю., Кутербекков К.К., Поденежко В.В.	
РАДИАЦИОННОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ ШЛАМОНАКОПИТЕЛЕЙ И ПРИЛЕГАЮЩЕЙ К НИМ ТЕРРИТОРИИ БЫВШЕГО ИРТЫШСКОГО ХИМИКО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ЗАВОДА.....	80
Глущенко В.Н., Силачев И.Ю., Моренко В.С.	

УДК 669.15'24'26-194

ОСОБЕННОСТИ КИНЕТИКИ ОБРАЗОВАНИЯ α' - МАРТЕНСИТА ПРИ ДЕФОРМАЦИИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12X18H10T, ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ

Максимкин О.П., Цай К.В., Садвакасов Д.Х.

Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Казахстан

Изучены особенности изменения содержания ферромагнитной мартенситной α' -фазы в образцах необлученной и облученной нейтронами (5×10^{18} н/см²) метастабильной нержавеющей стали 12X18H10T непосредственно в процессе холодного деформирования, а также в ходе повторяющихся циклов «разгрузка-нагрузка». В результате построены кинетические кривые и определены параметры изменения содержания α' -фазы для двух режимов деформирования: под нагрузкой (динамическая кривая накопления α' -фазы) и при снятии внешней нагрузки (статическая кривая). Обсуждается природа сложного характера изменения намагниченности деформируемого стального образца во время снятия внешней нагрузки, проявляющаяся в регистрации «упругого» мартенсита.

ВВЕДЕНИЕ

Многие промышленные нержавеющие стали аустенитного класса, используемые в реакторостроении, метастабильны и в условиях пластической деформации характеризуются образованием мартенситной фазы по типу структурных переходов $\gamma \rightarrow \alpha'$ или $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$. При этом гексагональная ε -фаза - промежуточный продукт бездиффузионного превращения при низкотемпературной деформации (например, в марганцовистых сталях), а наиболее устойчивой является ферромагнитная α' -фаза с ОЦК структурой. Как показывают многочисленные эксперименты по одноосному растяжению нержавеющих сталей, в том числе облученных, образование и накопление α' -мартенсита деформации начинается по достижению некоторых критических значений деформаций (напряжений) и продолжается вплоть до момента разрушения образца [1,2]. Выпадение мартенситной фазы оказывает существенное влияние на процессы пластического течения, локализации деформации и во многом определяет характер кривой растяжения образцов аустенитной нержавеющей стали.

Проблема описания закономерностей образования и накопления мартенситной фазы M_f в деформируемом образце в зависимости от непрерывно регистрируемых механических характеристик деформации (усилия P и линейного удлинения $\Delta \ell$) обычно сводится к получению статической кинетической зависимости $M_f = f(t)$. При этом используют набор дискретных экспериментальных значений $\{M_i, \Delta \ell_i\}$, полученных в ходе периодического разгрузки деформируемого образца и фиксирования величины остаточной деформации, а также количества образовавшегося в образце α' -мартенсита методами рентгенографии, мессбауэровской спектроскопии, дилатометрии или гидростатического взвешивания [3-6]. Это достаточно длительный процесс, осложняемый, кроме того, изменением состояния образца после каждого нового этапа определе-

ния α' -фазы при последующем нагружении, что затрудняет состыковку полученных экспериментальных данных.

Использованная в настоящей работе экспериментальная методика [7,8] позволила определять динамические (т.е. получаемые непосредственно в процессе деформирования) кинетические характеристики накопления α' -мартенсита в материале, а также выявить особенности изменения его содержания в условиях снятия внешней нагрузки. При этом используется свойство ферромагнетизма α' -мартенсита, образующегося при деформации в парамагнитной аустенитной матрице. С точки зрения магнитометрических измерений данная работа аналогична исследованиям, проводимым на материалах с положительной (отрицательной) магнитострикцией методом построения кривых зависимости магнитной индукции от величины механических напряжений в фиксированном внешнем магнитном поле в условиях приложения и снятия нагрузки [9, 10]. Качественным отличием является то, что объектом изучения является ферромагнитная фаза, возникающая в первоначально парамагнитном аустените при пластической деформации растяжением, содержание которой может меняться с увеличением степени деформирования.

Известно, что нейтронное облучение, оказывающее сильное влияние на микроструктуру аустенита, приводит к существенному изменению характера деформации образцов и особенностей образования в них ферромагнитной мартенситной α' -фазы [1]. В этой связи представляет интерес изучение кинетики образования мартенсита деформации в облученной аустенитной стали.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

В качестве объекта исследования была выбрана нержавеющая сталь аустенитного класса 12X18H10T, химический состав которой представлен в таблице 1. Склонность исследуемого материала к образованию мартенсита деформации относительно невелика: интегральное количество α' -фазы при одноосном растяжении до предела прочности в образце стали 12X18H10T обычно не превышает 2-3%.

**ОСОБЕННОСТИ КИНЕТИКИ ОБРАЗОВАНИЯ α' -МАРТЕНСИТА
ПРИ ДЕФОРМАЦИИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т, ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ**

Таблица 1. Химический состав аустенитной стали 12Х18Н10Т (вес.%)

Fe	C	Cr	Ni	Ti	Si	Mn	P	S
основа	0.12	17.00	10.66	0.50	0.34	1.67	0.032	0.013

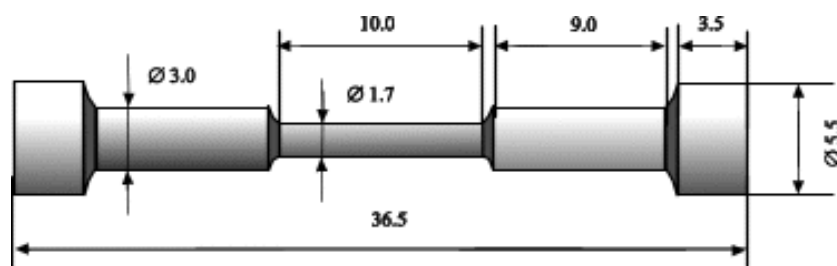
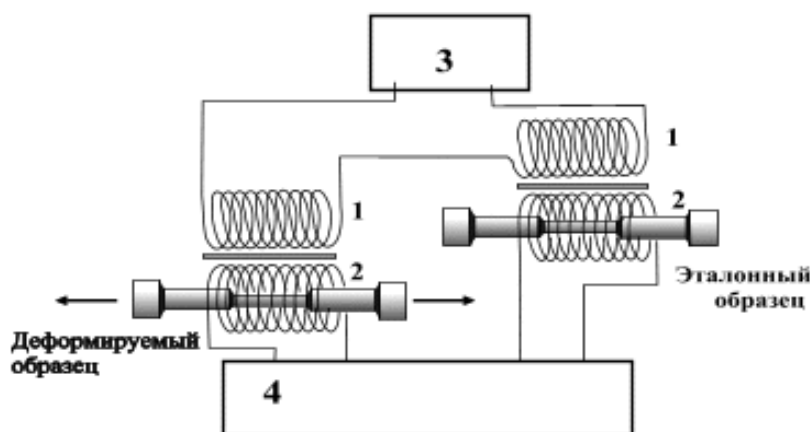


Рисунок 1. Внешний вид и размеры (в мм) цилиндрического стального образца для одноосного растяжения



1 - катушки возбуждения; 2 - измерительные катушки; 3 – усилитель; 4 - усилительно-измерительный блок

Рисунок 2. Схема устройства для магнитометрических измерений

Для механических испытаний изготавливали образцы в форме гантели (рисунок 1) с рабочей частью длиной 10 мм и диаметром 1.7 мм. Для устранения возможных ферритных включений, которые могли бы повлиять на чистоту эксперимента, проводили аустенизацию образцов при 1050°C (30 мин) с последующим охлаждением в воду. После предварительной термообработки стальные образцы были парамагнитны. С целью исследования влияния облучения на наблюдаемые в работе эффекты часть образцов подвергали облучению нейтронами в активной зоне реактора ВВР-К до флюенса 5×10^{18} н/см² при температуре < 100°C.

Механические испытания на одноосное растяжение проводили при комнатной температуре со скоростью $\nu = 0.5$ мм/мин на разрывной машине ФР-100/1, оборудованной специально разработанным устройством, предназначенным для измерения непосредственно в процессе деформации интегрального количества индуцированной ферромагнитной фазы по величине намагниченности деформируемого цилиндрического стального образца. Схема измерительного устройства приведена на рисунке 2. Устройство представляет собой две последовательно соединенные катушки возбуждения и индуктивно связанные с ними измерительные катушки, вклю-

ченные навстречу друг другу. Питание катушек возбуждения осуществлялось от трансляционного усилителя низкой частоты, а сигнал с измерительных катушек поступает в блок усиления и измерения. В эксперименте использовали два образца, рабочая часть каждого из которых находилась внутри своей измерительной катушки. При этом один образец служил эталоном, а второй закреплялся в захватах разрывной машины и подвергался деформации. В результате возникновения в деформированном образце мартенсита деформации изменялась намагниченность стального образца, и датчик регистрировал сигнал разбаланса. Для перевода величины намагниченности в процентное содержание ферромагнитной фазы в образце использовался эталон с известным содержанием α' -фазы аналогично методике [11]. Чувствительность при определении содержания магнитной фазы в образце составляла ~0.05%. Применяемая в работе экспериментальная методика позволила получать одновременно непрерывную синхронизированную запись диаграммы растяжения и кривой намагниченности деформируемого образца, как в условиях приложения внешней нагрузки, так и при разгрузке. При этом магнитометрические данные представляли информацию об относительном процентном содержании ферромагнитной фазы в деформируемом материале.

Для получения точек на статической (т.е. полученной в условиях снятия внешней нагрузки) кривой намагниченности испытываемый образец периодически разгружали в ходе деформации, а затем повторно нагружали. Одновременно фиксировалось изменение магнитометрического сигнала с деформируемого образца. Механические испытания с поэтапным снятием нагрузки, повторным нагружением и одновременной фиксацией магнитометрических данных, проводились для необлученных и облученных нейтронами образцов стали 12Х18Н10Т. В результате была получена информация о поведении намагниченности стали при снятии нагрузки на разных этапах пластической деформации. Данные измерений, полученные на облученных образцах, сравнивали со случаем необлученного материала, что дало возможность судить о влиянии облучения на кинетику поведения ферромагнитной фазы в деформируемом образце при его разгрузке. Следует отметить, что в плане количественных измерений величина магнитного сигнала существенно зависела от чувствительности используемого в работе магнитометрического датчика (рисунок 2) и особенностей его конструкции. Тем не менее, данная установка позволила достаточно надежно оценить характер изменения магнитного отклика с деформируемых образцов в процессе непрерывной деформации и при снятии нагрузки.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Известно, что снятие нагрузки в области пластического течения металлических образцов приводит к восстановлению упругой части деформации. На кривой растяжения, представленной в координатах «усилие P - удлинение Δl », этот процесс сопровождался движением пера самописца разрывной машины от деформационной кривой вниз к $P = 0$ по прямой линии, тангенс угла наклона которой равен модулю упругости исходного материала. В случае повторного нагружения образца движение пера происходило в обратном направлении. Эксперименты показали, что если с момента снятия нагрузки прошло достаточно мало времени, то повторное на-

гружение образца выше предела текучести обычно возвращало пера самописца разрывной машины практически в ту же точку на инженерной диаграмме, с которой начинался процесс разгрузки. При этом изменение магнитного отклика от образца при его разгрузке и повторном нагружении описывалось кривой, которую прочерчивало перо самописца магнитного датчика (рисунок 3).

Типичные фрагменты машинных диаграмм « $P - \Delta l$ » и «количество магнитной фазы M_f – удлинение Δl » для двух состояний предварительно аустенизированной стали 12Х18Н10Т, исходной (без облучения) и облученной нейтронами, в условиях снятия нагрузки и повторного нагружения представлены на рисунке 3. Рассчитанные из диаграмм механические характеристики деформированных образцов приведены в таблице 2. Здесь $\sigma_{кр}^M$, $\delta_{кр}^M$ и M_f^B – соответственно, критическое напряжение и деформация появления ферромагнитной фазы в деформируемом образце, а также максимальное интегральное количество ферромагнитной фазы, фиксируемое в момент разрушения образца.

Как следует из приведенных данных, в необлученной стали 12Х18Н10Т α' -мартенсит деформации образуется в аустенитной матрице по достижению критической деформации $\sim 17\%$. При снятии нагрузки на разных этапах деформирования образца перо самописца магнитометра зафиксировало нелинейную траекторию изменения величины намагниченности разгружаемого образца. При этом координаты начальной и конечной точек положения пера по оси абсцисс соответствовали началу и концу процесса разгрузки образца, а значения намагниченности в момент снятия нагрузки и после полной разгрузки в отдельных случаях достаточно сильно отличались друг от друга. При повторном нагружении образца перо самописца магнитометра двигалось по траектории близкой к траектории разгрузки по форме, но слегка смещенной вверх по оси ординат.

Таблица 2. Механические характеристики образцов аустенитной стали 12Х18Н10Т

Состояние	$\sigma_{0,2}$, кг/мм ²	σ_B , кг/мм ²	δ_p , %	δ , %	$\sigma_{кр}^M$, кг/мм ²	$\delta_{кр}^M$, %	M_f^B , отн. усл. ед.
12Х18Н10Т, необлученная	27.4	72.2	42	52	53.9	17	15.5
12Х18Н10Т, облучение $5 \cdot 10^{18}$ н/см ²	35.8	72.5	36	47	47.3	4	22.5

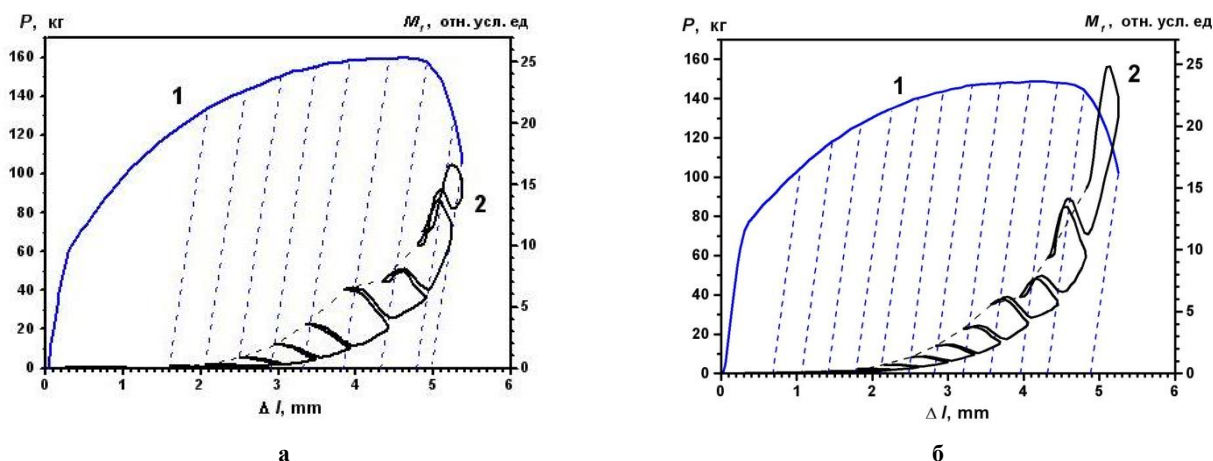


Рисунок 3. Инженерные диаграммы растяжения «Р-Δl» (1) с пошаговым разгрузением и повторным нагружением и соответствующие им кривые изменения намагниченности деформируемых образцов «M_f-Δl» (2), полученные для стали 12Х18Н10Т в аустенизированном, необлученном состоянии (а) и после облучения нейтронами до флюенса 5×10^{18} н/см² (б). Штрихом показаны линии разгрузки-нагрузки образца

Известно, что облучение нейтронами является причиной существенной модификации физико-механических свойств материала. Чаще всего оно приводит к радиационному упрочнению (увеличению значений $\sigma_{0.2}$ и σ_B), а также сокращению протяженности участка равномерной деформации и уменьшению общей пластичности [1,2,8,11]. Анализ механических характеристик сталей, облученных нейтронами в широком интервале изменения флюенса частиц, показал, что наряду с упрочнением, возможно аномальное поведение облученного материала при растяжении, характеризующееся сравнительно высокой пластичностью. В нашем случае облучение флюенсом 5×10^{18} н/см² привело именно к такому деформационному поведению стали 12Х18Н10Т. При этом имело место незначительное радиационное упрочнение, а на участке локализованного течения инженерная кривая Р-Δl облученной стали шла несколько ниже соответствующей кривой для необлученного материала. Пластичность стали в результате радиационного воздействия практически не изменилась.

Более высокую чувствительность к облучению обнаружили измерения намагниченности, которая прямо отражает содержание мартенситной α' -фазы (МФ) в стальном деформированном образце. Фиксируемая на диаграмме величина критической деформации, соответствующая началу образования МФ в облученной стали уменьшилась и составила ~4%. Таким образом, в результате нейтронного облучения стали начало образования ферромагнитной МФ при растяжении сместилось в область меньших значений деформации, по сравнению с необлученным материалом. Данный эффект ранее наблюдался на облученных сталях с заметным радиационным упрочнением, сопровождавшимся потерей пластичности [12]. Отмечалось также, что вследствие со-

кращения участка равномерного удлинения локализованное течение и образование макрошейки может начинаться практически сразу же за пределом текучести. При этом максимальные деформации сосредотачиваются в области локализованного течения, и там же имеет место существенное увеличение содержания ферромагнитной фазы.

Если выразить интенсивность I образования мартенсита деформации через количество α' -фазы ΔM_f , накапливаемой за время деформации Δt , то при постоянной скорости деформации можно записать $I = \Delta M_f / \Delta \ell$. Установлено, что величина I в облученной стали в области макрошейки больше, чем в необлученном материале. При этом интегральное содержание мартенсита деформации в образце в результате облучения, чаще всего, уменьшается, что связывают со значительным падением пластичности и сопутствующим ему охрупчиванием. В то же время в образцах стали 12Х18Н10Т, облученных флюенсом 5×10^{18} н/см², которые не показали существенного уменьшения пластичности, интегральное содержание МФ как в макрошейке, так и в целом по образцу, превышало содержание α' -мартенсита в деформированной необлученной стали. Для объяснения данного эффекта, который ранее наблюдался и в работе [12], необходимо проведение дополнительных исследований, что не являлось целью настоящей работы.

Кривая остаточной намагниченности строилась по набору точек, отвечающих намагниченности образца при полном снятии нагрузки на разных этапах растяжения вплоть до момента разрыва (см. рисунок 4, где сигнал $I_0 = 1.4$ В принят за «ноль» магнитометра). Из рисунка 4 видно, что после облучения стали нейтронами до 5×10^{18} н/см² кривая намагниченности под нагрузкой проходит заметно выше, чем в случае необлученного материала, тогда как

**ОСОБЕННОСТИ КИНЕТИКИ ОБРАЗОВАНИЯ α' -МАРТЕНСИТА
ПРИ ДЕФОРМАЦИИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т, ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ**

кривые остаточной намагниченности при полном снятии нагрузки на разных этапах пластической деформации для облученного и необлученного образцов практически совпадают (расхождение в значениях имеет место лишь вблизи предела прочности).

Сравнительное рассмотрение всех полученных диаграмм показало, что, несмотря на разную склонность стали 12Х18Н10Т в необлученном и облученном состояниях к образованию мартенсита, при наложении-снятии внешней нагрузки и повторном нагружении образца для них наблюдаются сходные

по характеру эффекты изменения показаний магнитного датчика. Результаты удобно анализировать, представив их в виде обобщенных диаграмм. Оба типа графиков в координатах « $P - \Delta l$ » и « $M_f - \Delta l$ », совмещены на рисунке 5. Разгрузочные кривые намагниченности представляют собой фрагменты кривых, близких по форме к параболам, ветви которых направлены вниз.

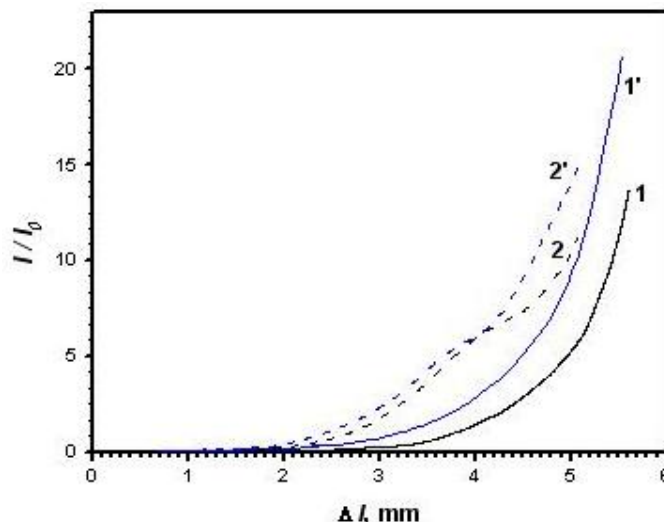
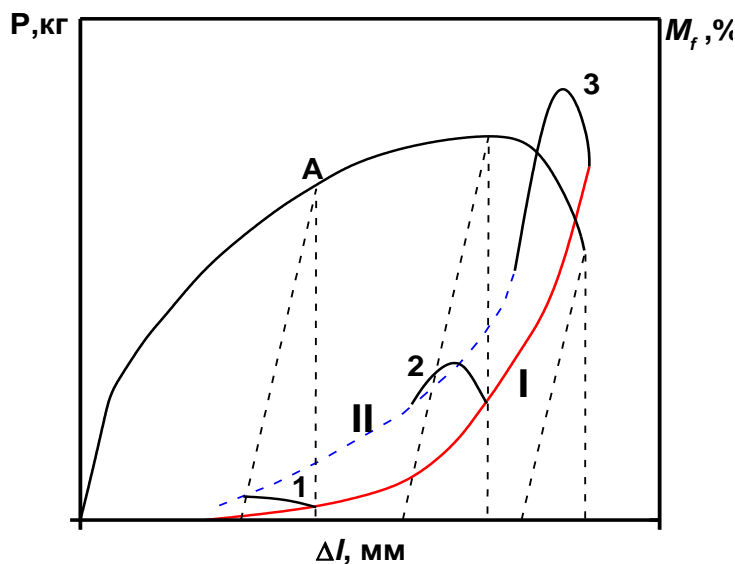


Рисунок 4. Диаграммы изменения намагниченности стали 12Х18Н10Т при деформации растяжением. Кривые 1 и 2 получены для образца необлученной стали; 1' и 2' - для образца стали, облученной нейтронами до флюенса 5×10^{18} н/см²; 1 и 1' получены под нагрузкой; 2 и 2' - после снятия нагрузки



A - инженерная диаграмма растяжения в координатах « $P - \Delta l$ »;
I - динамическая кривая изменения намагниченности образца, получаемая под нагрузкой;
II - статическая кривая изменения намагниченности для разгруженного образца

Рисунок 5. Обобщенная схема диаграммы растяжения и накопления интегрального количества ферромагнитной фазы для образца аустенитной нержавеющей стали

Согласно данным эксперимента, магнитный отклик от разгружаемого стального образца, содержащего ферромагнитную фазу, достаточно сильно зависит от того, в каком состоянии находился этот образец до момента снятия нагрузки. Так если прервать процесс растяжения образца в некоторый момент времени ($t_i = \Delta \ell_i / \nu$), которому соответствует определенное количество магнитной α' -фазы M_i , то по мере разгрузки образца величина сигнала с магнитометра не остается постоянной: сначала она возрастает, проходит через максимум, а затем уменьшается до некоторого значения.

$$M_i^S = M_i^D + \Delta M_i, \quad (1)$$

где M_i^D - полная намагниченность образца в нагруженном состоянии, M_i^S - остаточная намагниченность образца при полном снятии нагрузки. При этом знак и величина ΔM_i зависят от степени предварительного растяжения стального образца. Если снятие нагрузки произошло при $\Delta \ell_i < \Delta \ell_p$ (где $\Delta \ell_p$ соответствует пределу прочности и интенсивным процессам локализации деформации в образце) то $M^S > M^D$ (кривая-1, рисунок 5), а если $\Delta \ell_i > \Delta \ell_p$, то $M^S < M^D$ (кривая-3). Если разгрузить образец вблизи предела прочности $\Delta \ell_p$ (кривая-2), то чаще всего остаточное значение намагниченности образца $M^S \approx M^D$. Соединяя на графике все точки M_i^D и M_i^S , соответственно, получаем две различные магнитометрические кривые: динамическую (I), т.е. отражающую количественное содержание магнитной фазы в нагруженном образце при различных степенях деформирования, и статическую (II) для периодически разгружаемого образца.

Объяснить наблюдаемый ход разгрузочной кривой « $M - \Delta \ell$ » можно, если предположить одновременное действие, по крайней мере, двух факторов. Первым из них служит изменение намагниченности ферромагнитной составляющей в результате снятия внешней нагрузки и релаксации внутренних напряжений, а вторым – возможное изменение количества ферромагнитной фазы в деформированном образце.

Известно, что упругие напряжения влияют на магнитные свойства ферромагнитных материалов. Возрастание нагрузки, приложенной к упруго или пластически деформированному ферромагнетику, до предела текучести вызывает изменение величины намагниченности (Виллари эффект (ВЭ)) [13]. Так растяжение ферромагнетиков с положительной магнитострикцией (например, стержня из железоникелевого сплава с 65% Ni) приводит к увеличению их намагниченности (положительный ВЭ), а никель, имеющий отрицательную магнитострикцию, при растяжении демонстрирует уменьшение намагниченности с ростом σ (отрицатель-

ный-ВЭ) [9]. Ферромагнетизм α' -мартенсита деформации объясняется ОЦК- типом решетки, значительная часть узлов которой занята атомами железа. Как видно из диаграмм, приведенных на рисунках 3 и 4, в процессе непрерывного растяжения образца стали 12Х18Н10Т имеет место монотонное возрастание его намагниченности. Это можно объяснить увеличением количества ферромагнитной α' -фазы в стальном образце с ростом степени деформации. Снятие нагрузки в первый момент приводит к значительному и почти мгновенному увеличению показаний магнитометра, что является, по-видимому, свидетельством отрицательного знака ВЭ ферромагнитной α' -фазы. Как видно из данных, представленных на рисунке 3, величина такого “всплеска” тем больше, чем больше содержание ферромагнитной фазы в материале на момент снятия внешней нагрузки.

Во второй части интервала времени разгрузки пластически деформированных стальных образцов в ряде случаев зафиксировали заметное уменьшение их намагниченности. Причем, как видно из диаграмм на рисунке 3, в облученных образцах стали 12Х18Н10Т данный эффект наблюдается при меньшей степени деформации, по сравнению с необлученными (остаточная деформация δ для необлученной и облученной стали соответственно составляла 42 и 27%, а значения внешних напряжений σ в начальный момент разгрузки близки - 11.5 и 11.3 кг/мм²). С точки зрения магнитоупругих явлений это может означать, что эффект уменьшения намагниченности I становится заметен, только тогда, когда возможности разгружаемого материала к увеличению I за счет отрицательного ВЭ уже исчерпаны. Возможно также, что I испытывает тенденцию к уменьшению (по абсолютной величине слабее, чем рост за счет ВЭ) с момента начала разгрузки образца. При этом величина уменьшения намагниченности по сравнению с первоначальным динамическим значением при снятии нагрузки тем больше, чем ближе деформируемый образец к разрушению. По достижению предела прочности уменьшение намагниченности становится сравнимым, а затем может превысить первоначальное ее увеличение при разгрузке образца за счет ВЭ.

Объяснить указанную особенность можно попытаться за счет перемагничивания ферромагнитной фазы при разгрузке и повторном нагружении, а также принимая во внимание некоторое уменьшение намагниченности вследствие возникновения в образце локальных микронапряжений при разгрузке пластически деформированного поликристалла. Другим возможным объяснением падения показаний магнитометра, особенно заметного во второй части времени разгрузки, может служить уменьшение содержания ферромагнитной фазы в стальном образце. Так как основной причиной появления магнитных свойств у деформируемого аусте-

нитного поликристалла является мартенситное превращение типа $\gamma \rightarrow \alpha'$ или $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$, то можно предположить, что при разгрузке имеет место уменьшение интегрального содержания α' -мартенсита.

Согласно классификации, предложенной Олсоном и Коэном в [14], регистрируемую нами ферромагнитную фазу, содержание которой может варьироваться при приложении-снятии упругих напряжений, логичнее всего было бы отнести к мартенситу напряжения. Однако, согласно [15], мартенсит напряжения обычно наблюдается в аустенитных сталях только при низких температурах близких к мартенситной точке M_n . При комнатной температуре (при которой проводились наши эксперименты) имеет смысл говорить только о мартенсите деформации. Кроме того, для начала образования магнитной мартенситной фазы в нашем случае необходимо было провести пластическую деформацию стального образца до определенной степени, при которой уровень внешней нагрузки заметно превышал $\sigma_{0.2}$, тогда как о мартенсите напряжения обычно говорят, имею в виду упруго нагруженный материал. В связи с вышесказанным часть ферромагнитной МФ, исчезновением которой при снятии упругих напряжений можно было бы объяснить наблюдаемый спад намагниченности, условно назовем «высокотемпературным» мартенситом напряжения или «упругим» мартенситом и попытаемся показать его характерные особенности.

Образование «упругого» мартенсита при воздействии упругих напряжений в пластически деформированном стальном поликристалле можно объяснить, пользуясь общей идеей локальных перенапряжений в отдельных местах нагруженного образца [16]. В [16] показано, что при одноосном растяжении даже в монокристалле напряжения неравномерно распределены по сечению образца. Местами концентрации напряжений могут служить скопления дислокаций, радиационных дефектов, продуктов старения, пересечение дефектов упаковки и т.д. В поликристалле картина распределения напряжений еще более усложняется, так как необходимо учитывать влияние границ зерен, ориентацию кристаллитов относительно приложенной внешней нагрузки и прочие факторы. При этом в поликристаллическом образце повышается вероятность возникновения в объеме локальных перенапряжений даже до приложения внешней нагрузки. Таким образом, наличие внутренних локальных перенапряжений, равных или превышающих критический порог образования МФ, делает, в принципе, возможным мартенситный $\gamma \rightarrow \alpha'$ переход в некотором микрообъеме, когда уровень внешней нагрузки не превышает предела текучести материала. Это справедливо и для случая упруго нагруженного образца (мартенсит напряжения) и для пластически деформированного образца, с которого сняли нагрузку, а затем повторно нагрузили. Возможность

образования зародыша МФ ограничивается размером свободного от дефектов объема материала, который содержит области, испытывающие влияние полей напряжений соседних дефектов. Согласно выводам работ [17,18], размер зерна, в котором может образоваться мартенситное включение, должен быть более 1мкм. При размерах зерен меньше указанной величины может наступить эффект подавления мартенситного перехода, выражающийся в резком снижении (на сотни градусов) температуры начала мартенситного перехода M_n [18]. При этом минимальный критический размер области локализации полей напряжений составляет, согласно качественной оценке, ~ 0.1 мкм. Выводы [17] были сформулированы для отдельного мелкого зерна, тем не менее, их можно распространить и на крупные зерна в пластически деформированном поликристаллическом материале, которые «разделены» на отдельные малодефектные блоки субзеренными границами, скоплениями дислокаций и пр. (см. рисунок 6). При этом местами возможных локальных напряжений (перенапряжений) могут служить пересечения протяженных дефектов, образующих «стенки» малодефектных микрообъемов (например, [19, 20]). Чем выше в поликристалле содержание таких микрообъемов и сопутствующих им мест локальных перенапряжений, тем, по-видимому, больше концентрация зародышей МФ. Появление и развитие зародышей МФ приводит к более напряженному состоянию соседней аустенитной матрицы за счет разности объемов ГЦК и ОЦК- кристаллитов. Аустенит имеет возможность к дальнейшей пластической деформации путем скольжения дислокаций по плотноупакованным плоскостям или образования двойников деформации, но в более узком свободном от препятствий микрообъеме. Это, в свою очередь, организует новые места перенапряжений для будущего зарождения МФ. В некотором роде указанный процесс автокалитичен, но для его протекания необходимо достижение в материале критических локальных перенапряжений при наличии достаточного свободного микрообъема и других условий (например, химический состав твердого раствора), благоприятных для роста включений МФ в непрерывно меняющейся за счет пластической деформации аустенитной матрице.

Повышение внутренних напряжений в некотором микрообъеме до критического уровня приводит к увеличению внутренней (латентной) энергии аустенита и, следовательно, к уменьшению высоты потенциального барьера между γ и α' -фазами. При этом образование МФ в γ -аустените возможно, если выполняется следующее энергетическое соотношение

$$E_{\alpha} - (E_{\gamma} + A) \leq 0, \quad (2)$$

где A - работа внешних сил; E_{α} , E_{γ} - функционалы внутренней энергий мартенситной и аустенитной

фаз. Здесь $\Delta E = E_\alpha - E_\gamma = 0$ - условие термодинамического равновесия двух фаз при некоторой температуре. T_0 . Заметим, что в случае высоколегированных сталей мартенситная точка T_0 лежит в области больших отрицательных температур, и только внешняя деформация делает возможным образование мартенсита при $T_1 \gg T_0$. Чем больше выражение (2) отличается от нуля, тем большее число атомов сможет преодолеть потенциальный барьер между конкурирующими α' и γ -фазами. Условию равенства в (2) отвечает случай неустойчивого равновесия между решетками γ и α' фаз (например, метастабильные зародыши α' -фазы или области аустенита, в окрестности поверхностей

преимущественного роста мартенситных кристаллов). При этом наиболее критичными факторами являются температура в микрообъеме и уровень локальных микронапряжений. Так уменьшение суммарной проекции внутренних напряжений на направлении преимущественного роста мартенситных зародышей при неизменной температуре или повышение температуры в микрообъеме могут вызвать не только прекращение роста, но и нестабильность ОЦК-решетки. Можно предположить, что особенно легко обратное $\alpha' \rightarrow \gamma$ преобразование будет протекать на небольших по размеру включениях МФ, не имеющих четкой кристаллографической границы раздела с аустенитной матрицей.

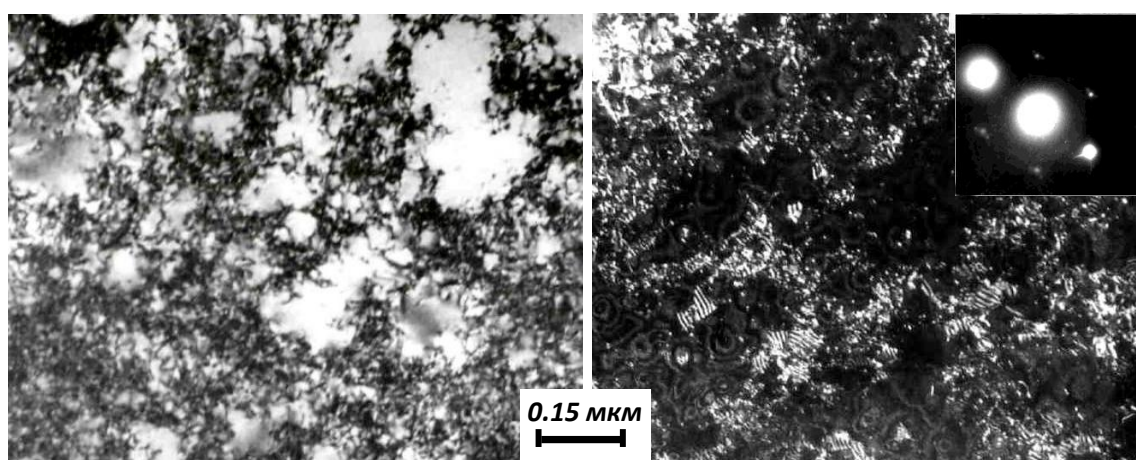


Рисунок 6. Ячеистая дислокационная микроструктура в холодно-деформированной стали 12Х18Н10Т (а) и зародыши мартенситной α' -фазы (б)

Указанное состояние МФ, по-видимому, наиболее отвечает так называемому «упругому мартенситу».

Отметим, что в облученном нейтронами аустените изначально много радиационных дефектов - препятствий, затрудняющих скольжение дислокаций и приводящих к формированию множественных микрообъемов, в которых возможно возникновение устойчивых зародышей МФ. Это объясняет наблюдаемый факт более раннего по степени деформации обнаружения эффекта уменьшения намагниченности образца при разгрузке в случае облученной нейтронами стали 12Х18Н10Т по сравнению с необлученным аналогом. Можно предположить также, что эффект «упругого мартенсита» связан с размерами малодефектных микрообъемов в зернах. Когда размеры микрообъемов становятся меньше критического, то новые выделения МФ уже не могут свободно развиваться в устойчивые рейки или пластины, так как их рост быстро тормозится. При этом, однако, число областей, где возможно возникновение МФ, с ростом степени деформации сильно увеличивается. В результате имеем общее возрастание намагниченности под нагрузкой, главным образом, скорее всего за счет массового образования метастабильных выделений

МФ, часть из которых при снятии нагрузки испытывает обратное превращение с образованием γ или промежуточной ϵ -решетки. Таким образом, можно сделать вывод, что если принять гипотезу о «упругом мартенситу» за рабочую, то необходимым условием его образования при заданных значениях температуры и напряжений является некоторый уровень предварительной пластической деформации, т.е. величины малости микрообъемов, в которых вследствие приложения внешней нагрузки создаются благоприятные условия для зарождения и роста микрокристаллитов α' -фазы.

Опираясь на данные диаграмм изменения намагниченности при разгрузке (рисунок 3), можно оценить величину суммарного вклада $\Delta I = I_s - I_D$ от обсуждаемых выше динамических эффектов. Зависимость вклада от величины достигнутой на образце деформации $\Delta \ell$ (в условиях приложения нагрузки) представлена на рисунке 7. Видно, что для облученной стали 12Х18Н10Т он менее значителен в области положительных значений ΔI (до предела прочности), по сравнению с необлученным материалом, однако после достижения предела прочности отрицательный вклад эффектов в изменение

намагниченности в случае облученной стали становится существенно больше и достигает максимума по абсолютному значению в момент разрушения образца. При этом вклад динамических эффектов практически на всех этапах растяжения сравним с I_D , а в случае необлученной стали на участке начального накопления магнитной фазы в несколько раз превышает I_D . Таким образом, приходится при-

знать, что из данных магнитометрических измерений невозможно получить точную количественную информацию об абсолютном значении содержания МФ (под нагрузкой или при ее снятии) без более детального понимания природы динамических факторов и введения модели количественного учета их вкладов в величину намагниченности.

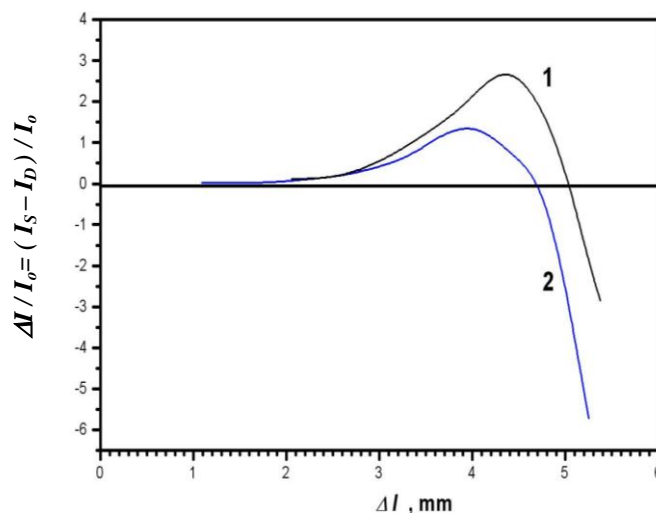


Рисунок 7. Вклад динамических факторов в значение намагниченности I_D стали 12Х18Н10Т при растяжении (I_S — остаточная намагниченность стального образца после снятия нагрузки). Кривая 1 отвечает необлученному состоянию стали, кривая 2 — облученному нейтронами до флюенса 5×10^{18} н/см²

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

С помощью методики одновременной регистрации изменения механических характеристик и магнитометрических данных в процессе одноосного растяжения цилиндрических образцов стали 12Х18Н10Т, необлученной и облученной нейтронами до флюенса 5×10^{18} н/см², в результате периодического снятия внешней нагрузки и повторного нагружения получены динамические и статические кинетические зависимости накопления ферромагнитной мартенситной фазы. Установлено, что количество регистрируемой мартенситной α' -фазы зависит от того, в каком состоянии (нагруженном или разгруженном) находится при этом деформируемый стальной образец. Во время разгрузки (и повторного нагружения) деформируемого образца зафиксирована сложная кривая изменения намагниченности, имеющая вид близкий к параболе, одна или обе ветви которой направлены вниз. Наблюдаемую кривую изменения намагниченности разгружаемого стального образца можно объяснить действием двух факторов. Во-первых, отрицательным магнитоупру-

гим эффектом, приводящим к увеличению намагниченности при снятии внешней нагрузки. Во-вторых, возможным эффектом уменьшения интегрального содержания ферромагнитной МФ после снятия нагрузки. При этом второй эффект уменьшения намагниченности становится заметен только при достижении некоторого уровня пластической деформации стали и начинает наблюдаться в облученной стали при меньших деформациях, по сравнению с необлученной. Ферромагнитную составляющую МФ, которая исчезает при снятии упругих напряжений в образце и появляется при повторном приложении нагрузки, можно охарактеризовать как высокотемпературный мартенсит напряжения — «упругий» мартенсит.

Проведенное исследование показало сложность трактовки данных магнитометрических измерений, проводимых во время деформации стальных образцов и после снятия нагрузки. Для более детального понимания природы динамических явлений необходимо проведение комплекса дополнительных экспериментальных и теоретических исследований.

ЛИТЕРАТУРА

1. Ибрагимов, Ш.Ш. Мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение и механические свойства стали 12Х18Н10Т, облученной нейтронами / Ш.Ш.Ибрагимов, О.П.Максимкин, Д.Х.Садвакасов // ФММ. - 1990. - Вып.7. - С.199-201.
2. Максимкин, О.П. Влияние температуры деформации и отжига на мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение и механические свойства стали 12Х18Н10Т, облученной нейтронами / О.П.Максимкин, Д.Х.Садвакасов // ФММ. - 1992. - №5. - С.147-150.

3. Курдюмов, Г.В. Превращения в железе и стали / Г.В.Курдюмов, Л.М.Утевский, Р.И.Энтин – М.: Наука, 1977. - 236с.
4. Stanley, J.T. Ferrite formation in neutron-irradiated austenitic stainless steels / J.T. Stanley, L.E. Hendrikson // Journal of Nucl. Mater. - 1979. - V.80, №1. - P.69-78.
5. Johnson, E. Ion Implantation and Martensitic Transformations in a 17/7 Stainless Steel / E. Johnson, A. Johansen, L. Sarholt-Kristensen // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B7/8. - 1985. - P. 212-218.
6. Эйсмундт, Т.Д. Метод определения содержания ϵ -фазы в нестабильных аустенитных сталях / Т.Д.Эйсмундт // Заводская лаборатория. - 1971. - №5. - С. 562-563.
7. Максимкин, О.П. Автоматизированный комплекс установок и экспериментальные методики для исследования физико-механических свойств облученных материалов / О.П. Максимкин // Препринт ФТИ НАН РК 94-02. Алматы, 1994. - 31с.
8. Максимкин, О.П. Кинетика мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения, индуцированного деформацией в стали 12Х18Н10Т, облученной нейтронами / О.П. Максимкин, Д.Х. Садвакасов // Препринт ФТИ НАН РК97. Алматы, 1997. - 31с.
9. Бозорт, Р. Ферромагнетизм / Р. Бозорт // М.: Иностранная литература, 1956. - 784с.
10. О магнитоупругих свойствах пластически деформированного железа и сталей / В.Ф.Новиков [и др.] // ФММ. - 1979. - Т.48, вып.6. - С.1189-1196.
11. Арский, В.Н. Кинетика образования мартенсита деформации / В.Н.Арский, А.Н.Гуляев // ФММ. - 1958. Т.4, №5. - С.866-873.
12. Лапин, А.Н. Механические свойства стали Х18Н10Т после нейтронного облучения и их восстановление при отжиге / А.Н.Лапин, В.А. Николаев, И.А.Разов // Физика и химия обработки материалов. - 1970.-№1. - С.8-13.
13. Физический энциклопедический словарь / Гл. ред. А.М. Прохоров. — М.: Советская энциклопедия, 1983. - 928 с.
14. Olson, G.B. Mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformation / G.B Olson, M. Cohen // Less-Common Metals. - 1972.- V. 28, №1. - P.107-118.
15. Вовк, Я.Н. Кристаллографические характеристики мартенсита, возникающего в условиях воздействия упругой деформации / Я.Н.Вовк, С.П. Ошкадеров // ФММ. - 2003. - Т.95, №3. - С.68-72.
16. Степанов, В.А. Прочность и релаксационные явления в твердых телах / В.А.Степанов, Н.Н.Песчаная, В.В.Шпейзман. – Л.: Наука, 1984. - 248с.
17. Критический размер зерна для зарождения α -мартенсита / Ю.Ф.Иванов [и др.] // ЖТФ. - 1995. - Т.65, вып.3. - С.98-102.
18. Петров, Ю.Н. Дефекты и бездиффузионные превращения в стали. / Ю.Н.Петров. - Киев: Наук. думка, 1978.- 262 с.
19. Venables, J.A. The martensite transformation in stainless steel / J.A.Venables // Philosophical Magazine. - 1962. - V. 7, № 73. - P. 35 - 44.
20. Дефектная структура стали 12Х18Н10Т, подвергнутой облучению импульсными электронными потоками и деформированию / О.П.Максимкин [и др.] // ФММ. - 2004. - Т.97, №4. - С.42-48.

НЕЙТРОНДАРМЕН СӘУЛЕЛЕНГЕН 12Х18Н10Т ТОТ БАСПРАЙТЫН БОЛАТТЫ ДЕФОРМАЦИЯЛАУ КЕЗІНДЕ α' -МАРТЕНСИТТІҢ ПАЙДА БОЛУ КИНЕТИКАСЫНЫҢ ЕРЕКШЕЛІКТЕРІ

Максимкин О.П., Цай К.В., Садвакасов Д.Х.

ҚР ҰЯО Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Сәулеленбеген және нейтрондармен ($5 \cdot 10^{18}$ н/см²) сәулеленген метастабильді 12Х18Н10Т тот баспайтын болатта тікелей салқын деформациялау процессінде ферромагниттік мартенситтік α' -фазаның өзгеру ерекшеліктері қарастырылды. Нәтижесінде жүктеме түсірілген (α' -фазаның түзілуінің динамикалық қисығы) және сыртқы жүктемені алып тастаған (статикалық қисық) жағдайлардағы α' -фазаның өзгеру параметрлері анықталып, кинетикалық қисығы тұрғызылды.

Сыртқы жүктемені алу барысында деформацияланған болат үлгіде магниттелуінің өзгеруінің курделі сипатының табиғаты талқыланады.

PECULIARITIES OF KINETICS OF α' -MARTENSITE FORMATION DURING DEFORMATION OF 12CR18NI10TI STAINLESS STEEL IRRADIATED WITH NEUTRONS

O.P. Maksimkin, K.V. Tsai, D.Kh. Sadvakasov

Institute of Nuclear Physics NNC RK, Almaty, Kazakhstan

The peculiarities of changes of ferromagnetic martensitic α' -phase content in specimens of non-irradiated and neutron-irradiated ($5 \cdot 10^{18}$ n/cm²) 12Cr18-Ni10-Ti stainless steel in the immediate cold strain process and also during “unloading-loading” iterative cycles. The kinetic curves were obtained as well as the parameters of α' -phase content change for two modes of deformation: under loading (a dynamic curve of α' -phase accumulation) and after unloading (a static curve). The complex character of magnetization change in a deformed sample during unloading showing in “elastic” martensite recording is discussed.

УДК 669.018: 539.104

**МИКРОТВЕРДОСТЬ ВЫСОКОНИКЕЛЕВОГО СПЛАВА 03X20H45M4БРЦ,
ИСПЫТАННОГО НА ТЕРМИЧЕСКУЮ И РЕАКТОРНУЮ ПОЛЗУЧЕСТЬ**

Ермаков Е.Л., Полтавцева В.П., Кислицин С.Б.

Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Казахстан

Показано, что микротвердость минимальна для испытанного при 650°C на реакторную ползучесть сплава 03X20H45M4БРЦ. Установлена связь значения микротвердости с изменением элементного состава.

ВВЕДЕНИЕ

Разработанный в ЦНИИ КМ «Прометей» рас-творноупрочняемый высоконикелевый сплав 03X20H45M4БРЦ рассматривался в конце прошлого века как перспективный материал для конструкций, работающих при высоких температурах и нагрузках в условиях нейтронного облучения. Проведенные исследования показали, что данный сплав имеет в области температур 500-650°C при нейтронном облучении высокую жаропрочность, деформационную способность, радиационную стойкость, не склонен к радиационному набуханию и высокотемпературному охрупчиванию [1,2].

Однако нейтронное облучение все же значительно снижает пластичность сплава при кратковременных и длительных испытаниях, приводит к охрупчиванию [1]. Разрушение облученного сплава может происходить интеркристаллитно [1-3] либо по транскристаллитному механизму [1]. Установлено [1,4], что это связано в основном с особенностями распада твердого раствора в условиях нейтронного облучения. Немаловажную роль может играть также перераспределение элементного состава [5].

В настоящей работе приводятся результаты измерений микротвердости и микрорентгеноспектрального анализа высоконикелевого сплава 03X20H45M4БРЦ после испытаний при 650°C на термическую и реакторную ползучесть.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материала для исследований использовали круглые десятикратные образцы с диаметром рабочей части 3 мм высоконикелевого сплава марки 03X20H45M4БРЦ после испытаний при 650°C на термическую и реакторную ползучесть до стадии разрушения в реакторе ВВР-К (ИЯФ НЯЦ РК). Перед испытаниями образцы были отожжены при 1050°C в течение 1 ч и закалены в воде.

Испытания на термическую ползучесть проводили при нагрузках 200 и 250 МПа, тогда как на реакторную ползучесть - при 250 МПа. Длительность испытания до разрушения образцов составляла 2060

и 9346 и 279 ч для термической и реакторной ползучести соответственно. Флюенс облучения $\Phi_{\text{исп}}$, набранный за время испытания, $1,2 \cdot 10^{23}$ н/м², полный флюенс $\Phi_{\text{полн}}$ (с учетом дополнительного облучения при <100°C до окончания цикла работы реактора) $2,2 \cdot 10^{23}$ н/м².

Измерения микротвердости (Р=130 г, глубина укола ~10-15 мкм) и микрорентгеноспектральный анализ с использованием микротвердомера ПМТ-3М и растрового электронного микроскопа AMRAY-1200В с энергодисперсионным анализатором АНС 4000 проводили в приповерхностном слое и зерне испытанных образцов сплава 03X20H45M4БРЦ вблизи захвата, где характерно наличие концентраторов напряжения, и зоны разрушения, где действуют растягивающие напряжения.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Результаты измерения микротвердости поверхности высоконикелевого сплава 03X20H45M4БРЦ после испытаний при 650°C на термическую и реакторную ползучесть представлены в таблице. Видно, что величина микротвердости при постоянной температуре испытаний существенно зависит от вида напряжений, возникающих в образце сплава в направлении приложенной нагрузки, длительности и/или нагрузки испытания и облучения нейтронами деления.

Максимальные значения микротвердости наблюдаются для образца сплава, испытанного на термическую ползучесть с наибольшей длительностью, а минимальные - после испытаний на реакторную ползучесть. При этом величина микротвердости в области действия растягивающих напряжений возрастает в 2,1 и 1,6 раза по сравнению со значением для области действия концентраторов напряжения после длительной термической и реакторной ползучести соответственно. Тогда как после менее длительного испытания сплава на термическую ползучесть микротвердость для обоих видов напряжений имеет промежуточные значения и их отношение минимально.

**МИКРОТВЕРДОСТЬ ВЫСОКОНИКЕЛЕВОГО СПЛАВА 03X20H45M4БРЦ,
ИСПЫТАННОГО НА ТЕРМИЧЕСКУЮ И РЕАКТОРНУЮ ПОЛЗУЧЕСТЬ**

Таблица. Значения микротвердости образцов сплава 03X20H45M4БРЦ после механических испытаний на ползучесть

Условия испытаний на ползучесть	H _ц , МН/м ²	
	Концентраторы напряжения	Растягивающие напряжения
P=200 МПа, t=2060 ч	301,3	428,3
P=250 МПа, t=9346 ч	306,2	644,2
P=250 МПа, t _{исп} =279 ч, Φ _{тисп} = 1,2·10 ²³ н/м ²	274,7	433,6

Для области действия концентраторов напряжения величина микротвердости незначительно (на 1,6%) возрастает с ростом длительности и/или нагрузки в случае испытаний на термическую ползучесть и уменьшается на ~8% в результате испытаний на реакторную ползучесть. Тогда как для области растягивающих напряжений прирост за счет увеличения длительности и/или нагрузки составляет 50%, а уменьшение за счет облучения нейтронами деления, наоборот, незначительно (1,2%).

Измерения микротвердости аустенитного зерна высоконикелевого сплава 03X20H45M4БРЦ после предварительной термообработки и испытания при 650°C на реакторную ползучесть также выявили влияние облучения нейтронами деления: зерно в области действия концентраторов напряжения «размягчается» (на 5%), а в области действия растягивающих напряжений значительно (на 63%) упрочняется.

В результате проведенного микрорентгеноспектрального анализа в зерне и приповерхностном слое образцов высоконикелевого сплава 03X20H45M4БРЦ после испытаний при 650°C на термическую и реакторную ползучесть обнаружено перераспределение основных элементов - Cr, Fe, Ni, Mo, Nb, Si. Наиболее значительные изменения в концентрации отмечены для хрома, никеля и кремния. На рисунках 1 и 2 представлены результаты распределения хрома и никеля в области концентраторов напряжений и растягивающих напряжений соответственно.

Видно, что толщина приповерхностного слоя образцов сплава 03X20H45M4БРЦ, где происходят процессы обогащения/обеднения при высокотемпературных испытаниях на реакторную и термическую ползучесть, составляет ~10 и 22,5 и 12,5 и ~25 мкм для хрома и никеля в области концентраторов напряжения и растягивающих напряжений соответственно. Обогащение хромом и обеднение никелем поверхностного слоя имеет место для обеих областей. При этом наибольшее и наименьшее обогащение поверхности хромом наблюдается для образцов, испытанных на реакторную и термическую в течение 2060 ч ползучесть. Тогда как обеднение поверхности никелем зависит от вида напряжений, создаваемых вдоль направления приложенной нагрузки. Так, в области растягивающих напряжений его концентрация наибольшая и наименьшая для образцов

после испытаний на реакторную и термическую в течение 9346 ч ползучесть, а для области концентраторов напряжения - после испытаний на термическую в течение 2060 ч и реакторную ползучесть соответственно.

Далее следует отметить, что глубина максимального обеднения хромом и обогащения никелем также зависит от условий испытаний и вида создаваемых напряжений. Для испытанного на реакторную ползучесть образца сплава она минимальна для области концентраторов напряжения и в два раза выше для области растягивающих напряжений (рисунки 1, 2). В случае испытаний на термическую ползучесть глубина максимальна для более длительного испытания, за исключением области растягивающих напряжений, когда минимальное значение концентрации хрома наблюдается на глубине 8 мкм при менее длительном испытании.

Значение концентрации хрома и никеля на глубине максимального обеднения/обогащения также зависит от условий испытаний и вида создаваемых напряжений. В области концентраторов напряжения их концентрация максимальна и минимальна для образцов, испытанных на реакторную и более длительную термическую ползучесть соответственно. Тогда как для области растягивающих напряжений концентрация хрома и никеля максимальна в случае более длительного испытания на термическую ползучесть и слегка ниже для реакторной ползучести.

К сожалению, исследование распределения кремния в приповерхностном слое проводилось не на всех испытанных на ползучесть образцов сплава 03X20H45M4БРЦ. Из данных микрорентгеноспектрального анализа поверхности образцов после испытаний на термическую ползучесть следует, что концентрация кремния в области растягивающих напряжений после длительного испытания значительно больше (в 4,4 раза), чем в области концентраторов напряжения, и превышает (в 1,5 раз) соответствующую величину после менее длительных испытаний. Тогда как концентрация кремния в аустенитном зерне в результате испытания на реакторную ползучесть уменьшается на 27%. Отмеченные данные свидетельствуют о существенном перераспределении кремния в условиях как термической, так и реакторной ползучести.

МИКРОТВЕРДОСТЬ ВЫСОКОНИКЕЛЕВОГО СПЛАВА 03Х20Н45М4БРЦ,
ИСПЫТАННОГО НА ТЕРМИЧЕСКУЮ И РЕАКТОРНУЮ ПОЛЗУЧЕСТЬ

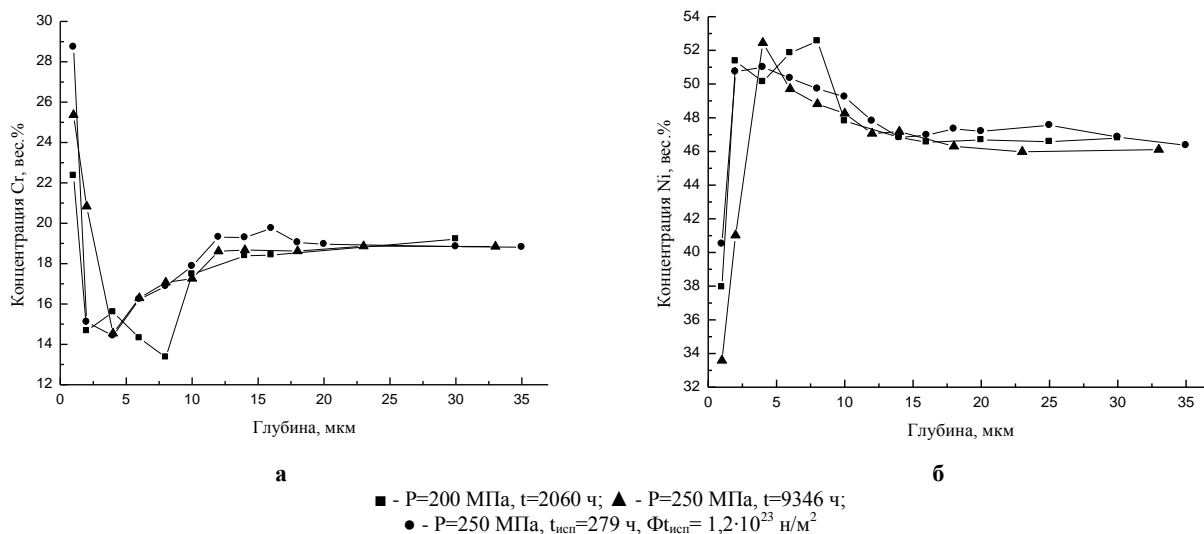


Рисунок 1. Распределение хрома (а) и никеля (б) по сечению образцов сплава 03Х20Н45МБРЦ после испытаний на термическую и реакторную ползучесть при 650⁰С в области растягивающих напряжений

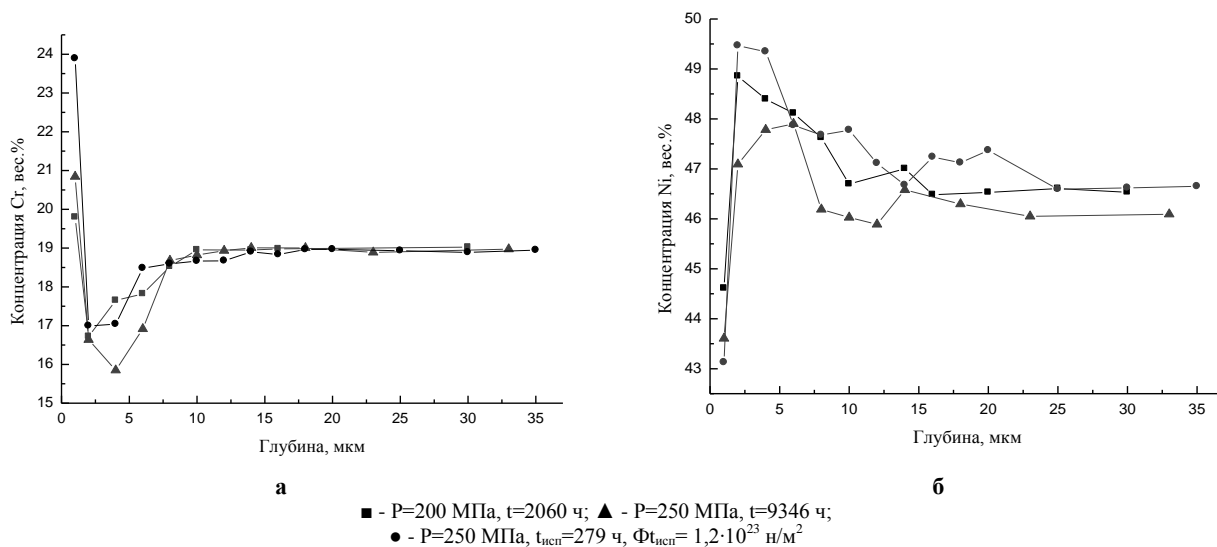


Рисунок 2. Распределение хрома (а) и никеля (б) по сечению образцов сплава 03Х20Н45МБРЦ после испытаний на термическую и реакторную ползучесть при 650⁰С в области концентраторов напряжений

Из сравнения полученных данных следует, что наибольшие значения микротвердости после испытаний при 650⁰С на термическую и реакторную ползучесть наблюдаются для области растягивающих напряжений, для которой характерно обогащение в большей степени основными элементами сплава 03Х20Н45М4БРЦ. И это является доказательством связи между изменением микротвердости и элементного состава. Наблюдаемое уменьшение величины микротвердости сплава после испытаний на реакторную ползучесть указывает на роль высокотемпературного радиационного повреждения в образовании дефектов, способных делать вклад в изменение микротвердости.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведения методами измерения микротвердости и микрорентгеноспектрального анализа образцов сплава после механических испытаний при 650⁰С на термическую и реакторную ползучесть до стадии разрушения установлено, что:

- в результате испытаний на реакторную ползучесть микротвердость сплава 03Х20Н45М4БРЦ уменьшается;
- изменение микротвердости после испытаний на ползучесть связано с изменениями элементного состава 03Х20Н45М4БРЦ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Паршин, А.М. Структура, прочность и радиационная повреждаемость коррозионностойких сталей и сплавов / А.М. Паршин. - Челябинск: Metallurgy, Челябинское отделение, 1988. - 656 с.
2. Айтхожин, Э.С. Ползучесть металлов и сплавов при реакторном облучении / Э.С. Айтхожин, А.М. Паршин. - Алматы, 2004. - 243 с.
3. Ермаков, Е. Л. Изучение поверхности разрушения конструкционных облученных аустенитных сталей / Е. Л. Ермаков, С. Б. Кислицин, О. В. Тиванова // Радиационная физика твердого тела: докл. XVI Междунар. совещ., Севастополь, Украина, 3 - 8 июля 2006. – М: ГНУ «НИИ ПМТ», 2006. – С. 75 - 83.
4. Паршин, А.М. Исследование влияния нейтронного облучения на длительную прочность и деформационную способность аустенитных высоконикелевых сплавов / А.М. Паршин, Ш.Ш. Ибрагимов, О.А. Кожевников и др. // Радиационные дефекты в металлических кристаллах: докл. 1 Всесоюзн. совещ., Алма-Ата, Наука КазССР, 1978, С.135-151.
5. Ермаков, Е.Л. Перераспределение легирующих элементов в высоконикелевом сплаве 03X20H45M4БРЦ после внутриреакторных испытаний на ползучесть / Е.Л.Ермаков, Е.В.Чумаков, Х.Г.Кадыров // Известия НАН РК. Сер. Физ.-мат. – 2003. - № 6. – С. 179 – 181.

ЖЫЛУЛЫҚ ЖӘНЕ РЕАКТОРЛЫҚ ЖЫЛӘЛЫМАЛЫЛЫҚҚА СЫНАЛҒАН 03X20H45M4БРЦ ЖОҒАРЫ НИКЕЛЬДІ ҚОРЫТПАНЫҢ МИКРОҚАТТЫЛЫҒЫ

Ермаков Е.Л., Полтавцева В.П., Кислицин С.Б.

ҚР ҰАО Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Реакторлық жыләлымалыққа 650°C кезінде сыналған 03X20H45M4БРЦ қорытпасының микроқаттылығы мейлінше аз екені корсетілген. Элементтік құрамның өзгеруімен микроқаттылық мәнінің байланысы белгіленген.

MICROHARDNESS OF NICKEL HIGH-CONTENT ALLOY 03CR20NI45MOBREZR AFTER THEMPTTE AND REACTOR CREEP TESTS

Ye.L. Yermakov , V.P. Poltavtseva, S.B. Kislitsin

Institute of Nuclear Physics NNC RK, Almaty, Kazakhstan

It is shown that microhardness of reactor creep tested at 650°C alloy 03Cr20Ni45MoBReZr is minimum quantify.

УДК 669.293'6'71:539.23:537.312.62

СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ПОКРЫТИЙ ИЗ НИТРИДА НИОБИЯ ПРИ ИОННО-ПЛАЗМЕННОМ ФОРМИРОВАНИИ

Жаканбаев Е.А., Володин В.Н., Тулеушев Ю.Ж.

Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Казахстан

Найдены оптимальные режимы магнетронного осаждения для получения пленок NbN с табличными параметрами кристаллической решетки. Установлен концентрационный порог содержания азота в плазмообразующем газе для образования сверхпроводящей фазы NbN, а также особенности фазообразования в системе Nb-N.

ВВЕДЕНИЕ

Быстрое развитие технологий получения сверхпроводников, а также перспективы их технического использования стимулируют значительный интерес исследователей к проблеме повышения транспортного тока для промышленных сверхпроводниковых кабелей. В современном производстве сверхпроводящей силовоточной кабельной продукции используют многожильные проволочные сверхпроводники в основном из интерметаллидов и сплавов ниобия. В Казахстане на заводе тантала и сверхпроводников АО УМЗ с использованием методов пластической обработки металлов освоено промышленное изготовление многожильных проволочных сверхпроводниковых кабелей из интерметаллида Nb₃Sn, который является хрупким материалом. Этот недостаток ограничивает целостность сверхпроводниковых нитей и, соответственно, транспортный ток кабеля.

Известен также ряд перспективных материалов, имеющих более высокие характеристики, как по критической температуре, так и по критической плотности тока. Все они являются хрупкими соединениями и не могут быть использованы для технологий, основанных на пластической обработке сверхпроводниковых материалов. Новым использованием одного из лучших соединений – нитрида ниобия может оказаться промышленная продукция из ленточных сверхпроводников с тонким покрытием из сверхпроводящего соединения, для нанесения которого используют ионно-плазменные технологии. По сравнению с проволочной конструкцией кабеля ленточный сверхпроводник имеет ряд преимуществ. Основное среди них – высокая стойкость сверхпроводящего покрытия к изгибным нагрузкам на ленту и связанное с этим увеличение пластичности и токовой нагрузки ленточного сверхпроводника.

Анализ источников информации, посвященных плазмохимическому синтезу соединений ниобия, свидетельствует об единичных работах, относящихся к изготовлению ленточных сверхпроводников и технической реализации процессов, особенно, применительно к ионно-плазменному формированию покрытий. Практический интерес для разрабатываемых технологий получения сверхпроводниковых

материалов представляют их индивидуальные особенности. Относительная простота получения соединения NbN связана с тем, что один из компонентов находится в газовой фазе. Использование магнетронного осаждения на ленточный носитель для последующего получения интерметаллидов на основе ниобия делает возможным понижение температуры синтеза. Опыт исследовательских работ лаборатории ионно-плазменных технологий ИЯФ НЯЦ РК в области создания покрытий на основе металлов и их соединений, а также в создании специального высокопроизводительного оборудования сделали возможным и обусловили постановку исследований – разработку магнетронных технологий применительно к ленточным сверхпроводникам.

Качество синтезированных пленок нитрида ниобия и их физические свойства в значительной мере зависят от количества азота в плазмообразующем газе, его расхода, температуры подложки, собственно материала подложки и многих других факторов, в том числе конструктивных. Это отражено в работе [1], имеющей целью оптимизацию режимов формирования пленочных покрытий из нитрида ниобия и способов управления процессом для повышения воспроизводимости критических характеристик сверхпроводника.

В связи с малым количеством информации по формированию сверхпроводящих покрытий на основе ниобия на металлических, в частности, ленточных подложках, по составу и способу нанесения адгезионных слоев, а также и по конструкции сверхпроводника, были проведены исследования по разработке технологии магнетронного синтеза покрытий NbN на ленточных носителях.

СХЕМА ЭКСПЕРИМЕНТА

Для осуществления синтеза нитридных покрытий создана установка магнетронного синтеза. В вакуумной камере смонтированы два разработанных и изготовленных в лаборатории ионно-плазменных технологий ИЯФ НЯЦ РК магнетрона планарного типа постоянного тока. Магнетроны разнесены диаметрально на сторонах вакуумного колпака и размещены соосно друг другу. Газовая система проточного типа позволяет точно управлять

количеством находящегося в рабочем объеме плазмообразующего газа [2].

Специализированный двухканальный блок питания магнетронов имеет мощность в каждом канале по 1 кВт и позволяет тиристорным регулятором плавно изменять мощность распыления на каждом магнетроне раздельно или на обоих магнетронах совместно и, соответственно, изменять толщину покрытий.

ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ ЭКСПЕРИМЕНТА

Система Nb-N характеризуется наличием следующих соединений: β -Nb₂N, γ -Nb₄N₃, δ_1 -NbN, δ -NbN, ε -NbN, Фазовые равновесия в системе носят сложный, до конца не определенный характер [3].

Из всех фаз системы Nb-N сверхпроводящими свойствами при T = 15 К обладает фаза δ_1 -NbN с г.ц.к.-решеткой типа NaCl ($a = 0,4373 - 0,4393$ нм). Синтез и осаждение тонкого слоя этой фазы на поверхность образцов можно успешно проводить с использованием разработанной и изготовленной нами установки.

Получение фазы δ_1 -NbN стехиометрического состава зависит от многих факторов, в том числе от содержания азота в газовой фазе и количества распыляемого ниобия. Эти параметры определяются мощностью, подведенной к магнетрону, давлением рабочего газа, а также положением и перемещением подложки относительно потока плазмы [2].

Перед напылением поверхности подложки подвергали очистке аномальным тлеющим разрядом в течение 20 мин. с подачей очищенного аргона при давлении $1 \cdot 10^{-2}$ Па.

Формирование всей толщины покрытия осуществляли нанослоями при многократном пересечении каждым участком подложки потоков плазмы. После завершения процесса нанесения покрытия и отключения мощности давление в камере повышали до атмосферного. Ленту с нанесенным покрытием снимали с карусельного устройства и подвергали физическим и физико-химическим исследованиям.

При проведении испытаний по разработке процесса формирования сверхпроводящего слоя установлено, что для обеспечения нужного соотношения между ниобием и азотом в напыляемой пленке необходимо точное поддержание в допустимых пределах технологических параметров, влияющих на процесс напыления: тока магнетрона, давления в камере, скорости вращения карусельного устройства, напряжения смещения, концентрации азота в рабочем газе. При повышении тока магнетрона происходит увеличение выноса распыляемого с мишени металла, а также меняется вероятность протекания реакции с азотом и место протекания реакции: от поверхности мишени до поверхности подложки. С количеством распыленного металла прямо связан такой технологический параметр, как давление газа в камере. Из-

быток газа приводит к появлению обогащенных азотом фаз ε -NbN и δ' -NbN. При недостатке газа образуются бедные азотом фазы β -Nb₂N и γ -Nb₄N₃. И только при строгом соответствии количества распыляемого металла количеству участвующего в процессе синтеза газа синтезируется фаза δ_1 -NbN. При этом количество подаваемого газа должно соответствовать мощности откачной системы.

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

При проведении испытаний технологии синтеза сверхпроводящей фазы нитрида ниобия, применительно к магнетронам планарного типа разработанной конструкции были установлены оптимальные параметры осаждения: суммарная мощность магнетронов, рабочее давление в камере, скорость перемещения подложки, концентрация азота. Получены образцы с покрытиями из нитрида ниобия, на различных типах подложек: Al, α -Al₂O₃, Cu, Si(mono).

Рентгеноструктурными исследованиями покрытий из нитрида ниобия (рисунок 1) установлено, что при концентрации азота в плазмообразующем газе 5 и 10 об.% образуется твердый раствор азота в ниобии с параметром решетки 0,390 нм, имеющий тетрагональное искажение. При концентрациях азота в плазмообразующем газе более 15 об.% отмечено образование фазы δ_1 -NbN, что соответствует сверхпроводящему соединению. Установлено, что при увеличении концентрации азота в газе до 30 об.%, фаза δ_1 -NbN является единственно устойчивой в этих условиях и других фаз не наблюдается. При концентрации азота 20 об.% синтезируемая фаза δ_1 -NbN имеет параметр решетки 0,4392 нм, что совпадает с табличным параметром. При дальнейшем увеличении концентрации азота параметр решетки фазы δ_1 -NbN увеличивается до 0,4409 нм, что говорит о перенасыщенности фазы азотом. Изменение параметра решетки фазы δ_1 -NbN в зависимости от концентрации азота в плазмообразующем газе представлено на рисунке 2.

Изучение физических свойств покрытий, в частности, изменение зависимости электросопротивления от температуры осуществлялось методом четырехзондовых измерений. Зависимость критической температуры перехода в сверхпроводящее состояние от параметра решетки δ_1 -фазы NbN приведена на рисунке 3. Таким образом, нами установлена зависимость критической температуры перехода в сверхпроводящее состояние от параметра решетки синтезируемой фазы δ_1 -NbN и оптимизированы технологические параметры процесса напыления сверхпроводящих покрытий NbN.

Качество изготовления пленок позволило не только увидеть факт сверхпроводимости, но и его яркое проявление в виде аномального роста электросопротивления (аномальная сверхпроводимость) вблизи T_c[4]. В образцах, полученных при исполь-

зовании плазмообразующего газа с концентрациями 20 и 25 об. % в районе крит. перехода наблюдается скачок сопротивления с последующим переходом в сверхпроводящее состояние при 10 К (рисунок 4). При этом отмеченные ранее факты наблюдения аномальной сверхпроводимости составляли проценты от измеряемой величины, а в нашем случае – более, чем в два раза. Для нитридов ниобия, полученных методом магнетронного осаждения, явление аномальной сверхпроводимости обнаружено нами впервые. Явление имеет настолько выраженный характер, что позволило связать появление пика сопротивления с характерными размерами кристаллитов нитрида ниобия.

На рисунке 5 представлены дифрактограммы образцов с концентрациями азота 15 и 25 % и зависимости сопротивления от температуры, показывающие, что аномальной сверхпроводимости отвечают узкие пики фазы δ_1 -NbN дифрактограмм, которые свидетельствуют о высокой однородности и монодисперсности нитридных кластеров. Характер пика на зависимости сопротивления от температуры (рисунок 4), позволяет сделать предположение о волновой природе движения куперовских пар. Образцы исследованы на предмет влияния магнитного поля и критического тока на поведение аномального пика. На рисунке 6 представлены результаты криоиспытаний при различных токах в интервале от 0,5 до 9,5 мА. Аномальный пик полностью исчезает при токе 9,5 мА. При изменении величины магнитного поля (рисунок 7), последнее не подавляет этот пик - наблюдается только изменение интенсивности.

КРАТКИЕ ВЫВОДЫ

В результате проведенных исследований установлено следующее:

- Определены оптимальные технологические параметры для получения покрытий с заданными параметрами кристаллической решетки;
- Концентрационный порог образования сверхпроводящей фазы δ_1 -NbN соответствует 15 об.% N₂ в плазмообразующем газе;
- Впервые обнаружен скачок сопротивления вблизи перехода в сверхпроводящее состояние (аномальная сверхпроводимость). Отображение этого явления коррелирует с шириной пиков дифрактограмм.

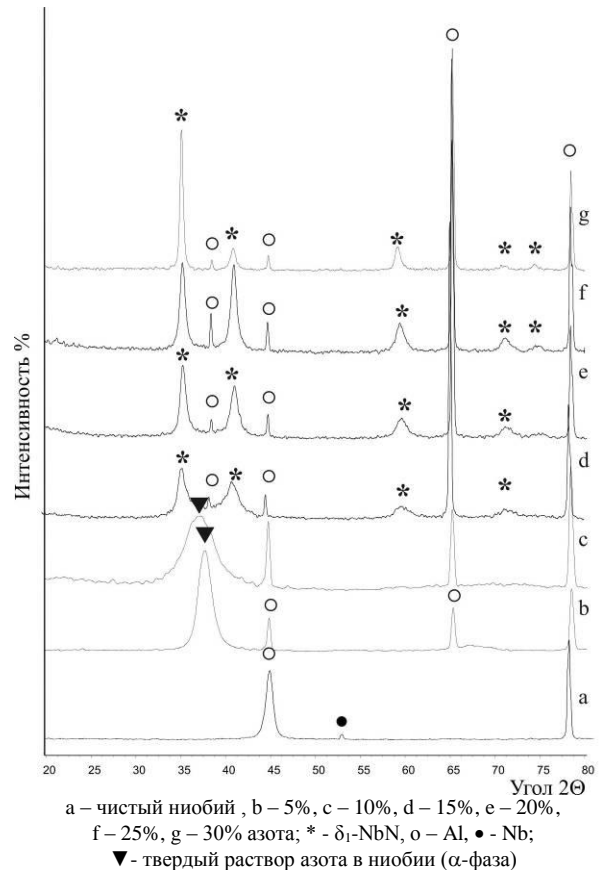


Рисунок 1. Дифрактограммы образцов NbN в интервале концентраций азота от 5 до 30 %;

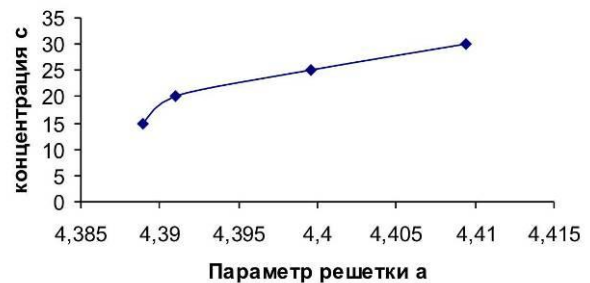


Рисунок 2. Зависимость параметра решетки δ_1 -NbN от концентрации азота в плазмообразующем газе

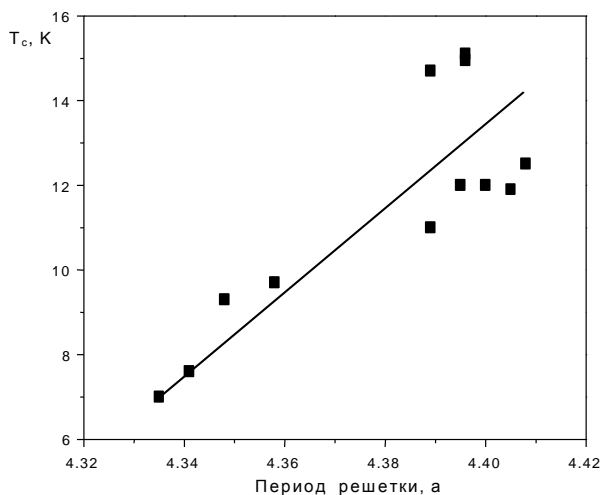


Рисунок 3. Зависимость критической температуры перехода от периода решетки нитрида ниобия

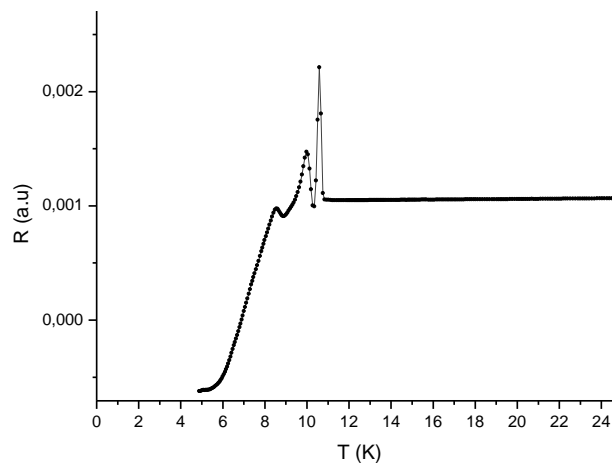
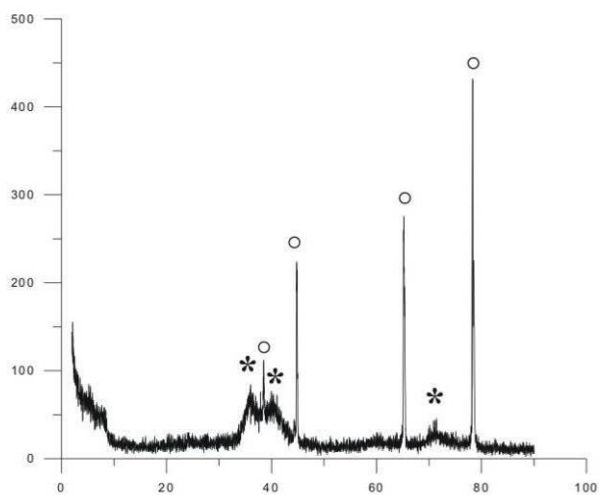
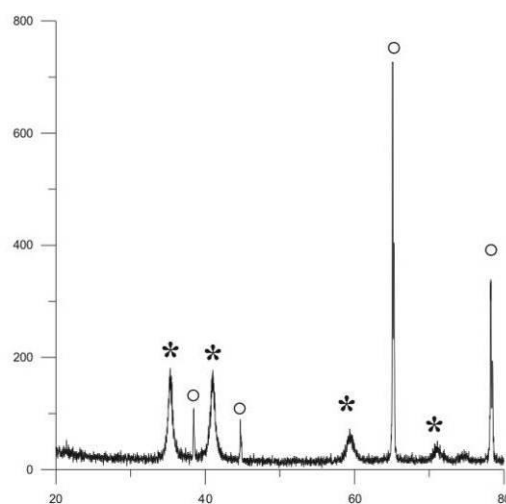


Рисунок 4. Зависимость сопротивления от температуры для образца δ_1 -NbN на алюминиевой ленте



а – 15 ат.%



б – 25 ат.%

* - δ_1 -NbN, o - подложка

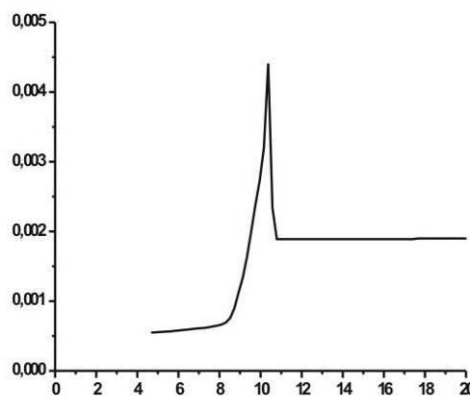
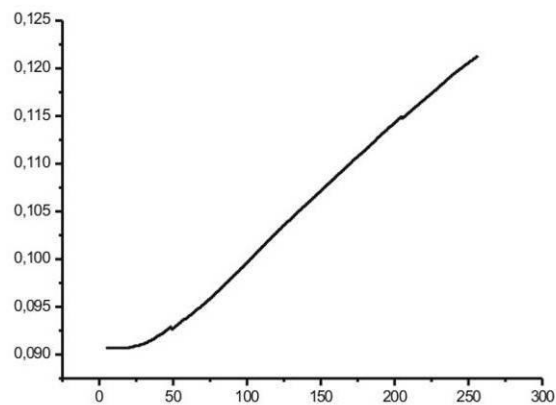


Рисунок 5. Дифрактограммы и зависимости сопротивления от температуры образцов NbN с концентрациями

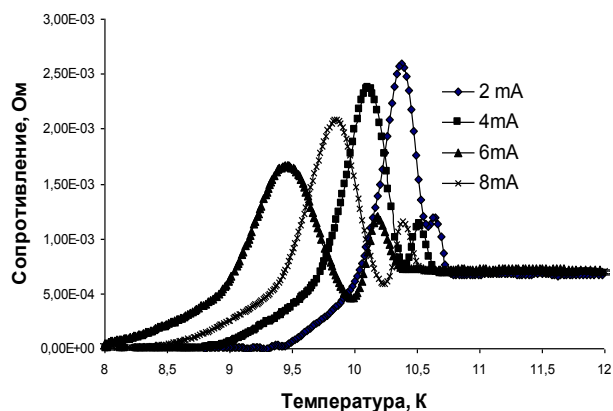


Рисунок 6. Зависимость величины и положения пика аномальной сверхпроводимости при различных токах

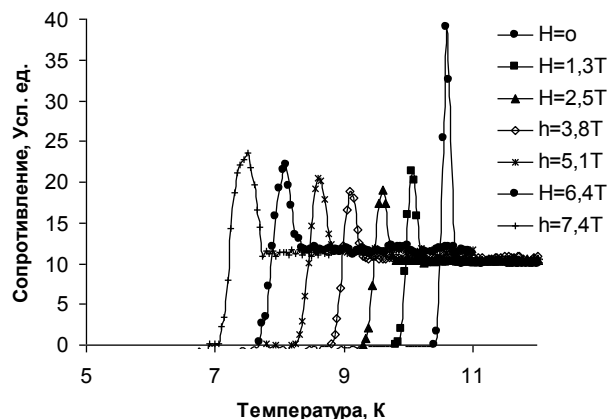


Рисунок 7. Зависимость величины и положения пика аномальной сверхпроводимости от действующего магнитного поля

ЛИТЕРАТУРА

1. Тулеушев, А.Ж. Плазмохимический синтез сверхпроводника на основе нитрида ниобия. / А.Ж. Тулеушев [и др.]. // Материалы межд. научн. конф. Ядерная и радиац. физика, Алматы. – 1999 г. - С. 125-130.
2. Тулеушев, А.Ж. Ионно-плазменное оборудование основных и вспомогательных процессов в технологиях изготовления пленочных материалов / А.Ж. Тулеушев [и др.]. // V всерос. семинар Пробл. теорет. и прикл. электронной и ион. оптики. – М. – 2001. – С. 54-56.
3. Барабаш, О.М. Кристаллическая структура металлов и сплавов / О.М Барабаш Ю.Н. Коваль – К.: Наукова думка, 1986. – 598 с.
4. Crusellas, M.A. Giant resistive peak close to the superconducting transition in $L_{2-x}Ce_xCuO_4$ single crystals. / M.A. Crusellas [et al.] // Phys. Rev. B. – 1992. - v.46. - №21.

НИОБИЙ НИТРИДИНЕН ТҰРАТЫН ЖАБЫНДЫЛАРДЫҢ ИОН ПЛАЗМАЛЫҚ ҚАЛЫПТАСТЫРУ КЕЗІНДЕГІ ҚҰРЫЛЫМЫ ЖӘНЕ ҚАСИЕТТЕРІ

Жақанбаев Е.А., Володин В.Н., Тулеушев Ю.Ж.

ҚР ҰАО Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Кристалдық тордың кестелік параметрлері бар NbN ұлпаларды магнетрондық тұндырудың оңтайлы режимдері табылған. NbN асқын өткізуші фазасын құру үшін плазма құрушы газдағы азот мөлшерінің концентрациялық табалдырығы, сондай-ақ NbN жүйесінде фазатүзілудің ерекшеліктері белгіленген

STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE NIOBIUM NITRIDE AT ION - PLASMA FORMATION

Y. Zhakanbayev , V. N. Volodin , Yu. Zh. Tuleushev

Institute of Nuclear Physics NNC KZ, Almaty, Kazakhstan

Optimum modes of the magnetron sputtering for reception NbN films with tabulated parameters of a crystal lattice are found. The concentration threshold of the maintenance of nitrogen in gas-discharge plasma gas for formation of superconducting phase NbN, and also feature phase formation in system Nb-N is established

УДК 539.139.43:629.039.83

ЭПР – ДОЗИМЕТРИЯ РАДИАЦИОННО СТЕРИЛИЗОВАННЫХ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ**Жакпаров Р.К., Стахов О.В., Пивоваров С.П.***Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Казахстан*

Обоснована актуальность контроля поглощенной дозы радиационно стерилизованных пищевых продуктов в Казахстане. Приведены возможности метода ЭПР в решении этой проблемы на нескольких видах продуктов.

ВВЕДЕНИЕ

Применяемые до сих пор традиционные методы химической стерилизации приводят, как обнаружилось, к значительным нарушениям озонового слоя, поэтому сейчас, учитывая ряд международных соглашений о сохранении озонового слоя, четко наметилась тенденция к замене этих методов на более эффективные и экологически безопасные методы радиационной стерилизации [1-6]. Поэтому в настоящее время на мировом рынке начинает заметно увеличиваться количество радиационно-стерилизованных пищевых продуктов.

В процессе радиационной обработки пищевой продукции, как и при других методах консервации, частично или полностью уничтожается вредная микрофлора и предотвращается её развитие, что обеспечивает микробиологическую безопасность потребления продуктов и удовлетворяются требования международных норм и стандартов по допустимым уровням микробиологического загрязнения на различные виды поставляемой продукции. Радиационная стерилизация при умеренной дозе облучения имеет преимущества перед другими методами, т.к. не изменяет вкусовые качества и питательные вещества и почти не разрушает витамины. Метод перспективен и одобрен Всемирной организацией здравоохранения (ВОЗ). Однако существуют опасения, что последствия употребления пищи, облученной большими дозами, могут быть самими неприятными: и генетические изменения, и онкологические заболевания, и преждевременное старение.

Всемирной организацией здравоохранения, Всемирной продовольственной организацией (ФАО) и МАГАТЭ установлены строго определенные дозы облучения [7-9] для широкой номенклатуры продуктов, безопасные с токсикологической точки зрения, при этом обязательна маркировка специальным значком (рисунок 1). Дозы строго регламентированы и индивидуальны для каждого вида продукта, но в некоторых пределах зависят от его загрязнения микроорганизмами, температуры при облучении, размеров. Весь диапазон доз стерилизации находится в основном в пределах 0,1-30 кГр.

Однако для лучшей сохранности производители могут превышать нормы установленные на конкретный продукт и ставить под угрозу здоровье населения. Кроме того, требование по маркировке облученных продуктов часто не выполняется. Контроль

дозы облучения и содержания свободных радикалов (СР) в импортируемых продуктах только налаживается и осуществляется лишь в развитых странах. Так с целью соблюдения всех регламентов, касающихся облучения пищи, в США создана специальная организация FIPA (Food Irradiation Processing Alliance) и разработаны стандарты (см. напр. [10]).

**RADURA Symbol
(цвет зеленый)**

Рисунок 1. Радура - символ для маркировки радиационно - стерилизованных пищевых продуктов

В Казахстане отсутствует даже выборочный контроль, и через таможенно радиационно стерилизованная продукция беспрепятственно поступает потребителю. Наша страна собирается стать членом Всемирной торговой организации (ВТО) и будет не только экспортировать, но и импортировать свою продукцию, в частности, пшеницу [11]. Поэтому мы должны наладить контроль поглощенной дозы как завозимой, так и вывозимой радиационно стерилизованной пищевой продукции.

Во многих странах пищевые продукты (морепродукты, фрукты, овощи, приправы, куриные тушки и окорока, говядину и свинину и др.) до отправки потребителю облучают мощными источниками гамма-излучения (Co-60, Cs-137) и электронными ускорителями [1]. Этим достигается стерилизация, продлевается время хранения, и снижаются потери при транспортировке. Отсутствие наведенной радиоактивности обеспечивается ограничением энергий электронов до 10 МэВ и гамма-квантов до 5 МэВ –

значений, не превышающих порогов ядерных реакций для большинства встречающихся в природе химических элементов. По сведениям Международной ассоциации облучательных работ (International Irradiation Association) только Европа ежегодно выпускает на рынок более 200 000 тонн облученных продуктов. В США в штате Калифорния одна из установок большой мощности ($5 \cdot 10^{11}$ МБк Со-60), представляет собой завод с непрерывным потоком контейнеров с материалами для медицины и продуктами. В Турции, которая не только производит на экспорт продукты, но и является перевалочной базой "море - суша", построены и эксплуатируются два очень мощных центра, облучающих поточно большие объемы экспортируемой продукции.

ОБОСНОВАНИЕ ВЫБРАННОГО МЕТОДА, АППАРАТУРА И СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ

При любых анализах последствий облучения человека или пищевых продуктов важнейшим показателем является поглощенная доза. Именно интегральная поглощенная доза в первую очередь определяет реальный вред, нанесенный излучением данному объекту, а также вероятность отдаленных соматических или генетических последствий для живых организмов. Для рассмотрения процессов, происходящих при облучении в пищевых продуктах, применялись модели и представления, развитые в ИЯФ [12, 13] при изучении модельных объектов, таких как полимеры и даже металлы.

Наиболее многообещающими для определения количества свободных радикалов и дозы облучения в пищевых продуктах методами являются ЭПР, газовый и высокопроизводительный жидкостный хроматографический анализ [1-6,12]. Эти методы обеспечивают количественную оценку дозы, полученной продуктами при облучении, и особенно полезны при исследовании облученной продукции на токсикологическую безопасность. Метод ЭПР относительно экспрессный и обладает высокой точностью. Кроме того, этот метод рекомендован МАГАТЭ для контроля дозы облученных продуктов.

Для проведения исследований применялся комплекс ЭПР аппаратуры, включающий спектрометры ESR-300E (фирмы "Bruker") и EPR-10 MINI, (ЕЕУ, Россия), аттестованный и поверенный метрологической службой Госстандарта РК.

ОТРАБОТКА МЕТОДИКИ ПРОБОПОДГОТОВКИ

Пробоподготовка является одним из наиболее ответственных моментов в ЭПР дозиметрии, т.к. от ее корректности во многом зависит достоверность полученных в итоге результатов. Пробоподготовка зависит от вида исследуемых образцов и включает несколько операций.

Сам процесс регистрации ЭПР спектра помещенного в резонатор образца занимает мало времени и составляет несколько минут, однако, до этого из образцов должна быть удалена влага, образцы должны

быть измельчены, разделены на фракции по размерам, взвешены и засыпаны в стеклянные или кварцевые ампулы, не дающие паразитного сигнала. Погрешность взвешивания не должна превышать 0,1 - 0,5 мг, поскольку масса образца для анализа обычно не превышает 50 мг.

Измельчение производилось как вручную в агатовой ступке, так и с помощью электромеханической мельнички. Наиболее удобная фракция для анализа 0,5 - 2 мм отбиралась с помощью сит из нержавеющей стали, не загрязняющей парамагнитными примесями просеиваемый образец. Ампулы первоначально "прописывались" на спектрометре без образцов и из них отбирались аналитические с наименьшим фоновым сигналом.

Наличие влаги вызывает поглощение СВЧ мощности в резонаторе спектрометра, что резко снижает его чувствительность. Водосодержащие образцы (бананы, яблоки, ягоды, окорочка и т.п.) в исходном состоянии полностью нарушают работу СВЧ тракта, и регистрация спектров становится невозможной. Поэтому первой задачей при исследовании пищевых продуктов была отработка методики сушки и создание для этой цели соответствующей установки. Сама задача сушки продуктов не является новой, однако, в данном случае необходимо было выполнить несколько требований. Необходимо сохранить количество СР в образце неизменным и минимизировать затраты времени на эту трудоемкую операцию. Для этих целей авторами была создана простая специализированная установка для сушки ЭПР образцов [14].

После сушки образцы засыпались в полиэтиленовые пакетики и помещались в эксикатор. Контроль остаточной влаги и пригодности для ЭПР анализа проводились косвенным путем по изменению добротности резонатора. Образцы считались достаточно высушенными, если при помещении нормальной навески (~50 мг) добротность снижалась не существенно (не более 10%).

Пищевые продукты отбирались на базарах и в магазинах г. Алматы. В тех случаях, когда страна - поставщик или данные о месте происхождения были достоверно известны, информация заносилась в карточку продукта. Плоды, ягоды и овощи отбирались без следов порчи и механических повреждений и по внешним признакам наиболее свежие. Некоторые однотипные образцы, например клубника, мандарины, отбирались в разное время года.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОГЛОЩЕННОЙ ДОЗЫ В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Фоновые сигналы и радиационная чувствительность зависят от типа продукта и могут меняться от образца к образцу в некоторых пределах для одного и того же вида. Это усложняет задачу по определению дозы, полученной при радиационной стерилизации. В отсутствие заведомо не облученных образцов сложно установить сам факт радиационной стерилизации. Последнее не относится к пищевым продуктам, которые

наряду с импортируемыми из дальнего зарубежья, также производятся в Казахстане и странах СНГ, где пока не применяется радиационная стерилизация и поэтому имеется возможность отбора "чистых" образцов для сравнения. Однако на практике эта задача не является простой, т.к. в большинстве случаев на продуктах отсутствуют данные производителя.

Форму радиационного сигнала в продуктах определяли при облучении образцов дозой достаточной для уверенной ее идентификации. Доза подбиралась экспериментально (обычно в диапазоне 3-30 кГр). Радиационный сигнал определяли также, вычитая из суммарного сигнала исходный сигнал. При отсутствии исходного сигнала эта операция не требовалась.

Измерения на спектрометрах для сравнения сигналов и определения дозы в пищевых продуктах проводились с использованием внутренних калибровочных образцов, которые вводились в держатель резонатора. Эти калибровочные образцы изготавливались из оксида магния с примесью марганца, не имеющего спектральных линий в области g-фактора 2,00 (между 3-ей и 4-ой линиями Mn^{++}).

ИСХОДНЫЕ (ЕСТЕСТВЕННЫЕ) И РАДИАЦИОННЫЕ СИГНАЛЫ ЭПР В ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТАХ

Для большинства образцов, имеющих разные компоненты, спектры регистрировались от каждой составляющей. Так для грейпфрута отдельно исследовались внутренняя часть - мякоть, части кожуры (наружная и внутренняя), для мандарина - кожура, семена, внутренние волокна, для фисташек - скорлупа и ядра. В куриных окорочках обследованию подвергались только кости.

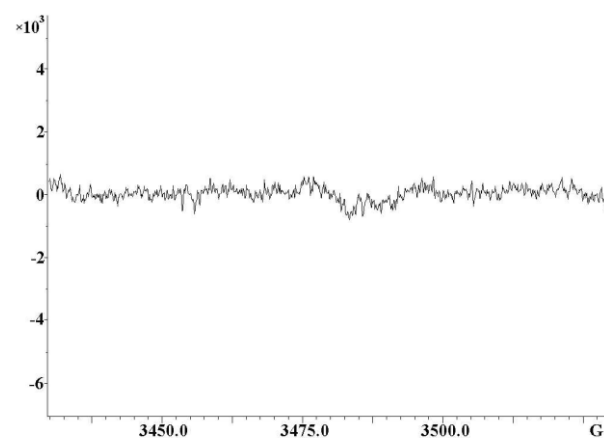
С целью определения оптимальных условий спектры ЭПР для каждого образца записывались многократно при разных значениях СВЧ мощности, амплитуды модуляции и коэффициентов усиления.

На рисунке 2 приведены спектры для исходного (до облучения) светлого изюма и после его облучения дозой 8,6 кГр. Видно, что исходный и сильно возросший радиационный сигнал имеют одну и ту же форму и располагаются идентично на шкале магнитного поля (совпадение g - фактора). Поскольку образец из Узбекистана, то можно уверенно констатировать, что фоновый сигнал природного происхождения, и мог возникнуть, например, в результате ультрафиолетового облучения при созревании винограда.

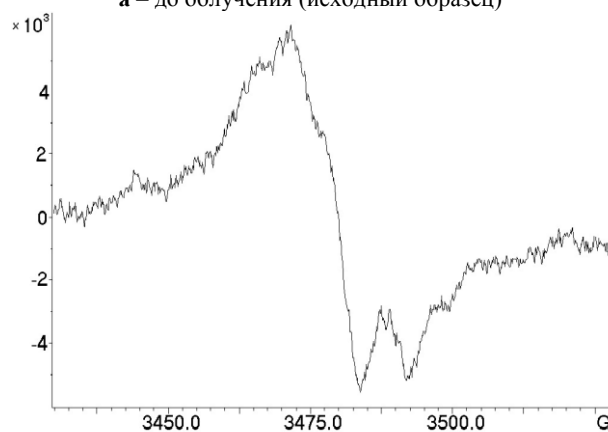
На рисунке 3 представлены спектры исходных и облученных смесей приправ. В обоих случаях спектры в исходных образцах представляют собой синглеты, а в облученных - мультиплеты одинаковой формы. По-видимому, при облучении СР образуются в обеих смесях в одной и той же компоненте.

При исследовании пищевых продуктов во многих случаях имеются исходные сигналы. Почти во всех образцах наблюдаются после облучения радиационные сигналы разной формы, различной амплитуды при одинаковой дозе облучения и по разному "наложенные" на исходный сигнал. Поэтому при оп-

ределении дозы и самого факта радиационной стерилизации требуется индивидуальный подход к каждому продукту.



а – до облучения (исходный образец)



б – после облучения дозой 8,6 кГр

Рисунок 2. Спектр ЭПР изюма (светлый)

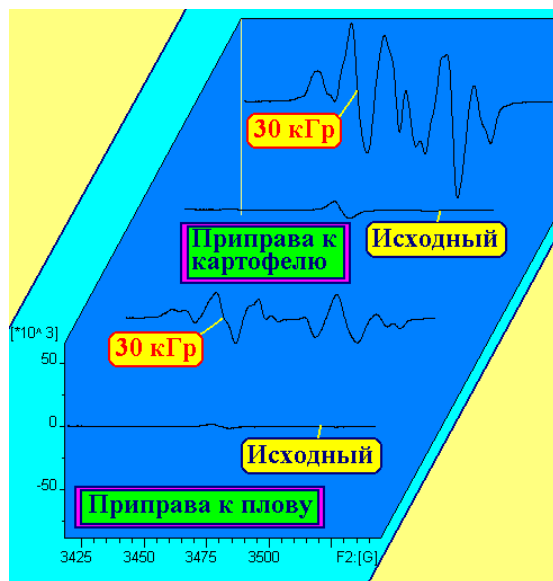


Рисунок 3. Спектры исходных и облученных образцов приправ к картофелю и плову

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Облучения пищевых продуктов проводились в основном на облучательной гамма - установке ИЯФ с источником Co-60. Свежие образцы делились на несколько равных частей и помещались в полиэтиленовые конверты. Оставлялись один или два контрольных образца, остальные подвергались в зависимости от конкретной задачи одной или нескольким дозам облучения с последовательной по времени выемкой образцов из облучательной установки. Для исключения вклада в сигнал ЭПР относительно короткоживущих СР облученные и контрольные образцы до сушки выдерживались не менее суток. В дальнейшем влагосодержащие образцы (бананы, апельсины и др.) делились на составляющие части (кожура, мякоть, косточки) и нарезались для последующей сушки на тонкие пластинки. Некоторые относительно сухие мелкие продукты (семена, готовые сухие приправы) до сушки не измельчались. Сушка проводилась, в основном, в вакуумной установке и по окончании процесса удаления влаги продукты помещались в эксикатор. После операции измельчения и фракционирования образцы засыпались в ампулы и на ЭПР - спектрометре проводился контроль качества сушки. Если добротность резонатора с образцом (~50 мг) снижалась более чем на 10%, то образцы досушивались. Далее проводилась запись спектров и выбор для каждого образца оптимальных условий регистрации. При этом варьировались параметры модуляции, СВЧ мощности и др. Практика показала, что для большинства образцов вполне приемлемы следующие условия: модуляция - 0,5 мТл, СВЧ мощность - 5 мВт. Коэффициент усиления и число накоплений - индивидуально для каждого образца. При выбранных оптимальных условиях запись спектров для повышения точности проводилась обычно четырехкратно.

При больших дозах для составляющих ряда продуктов, наблюдается эффект насыщения и даже снижение сигнала (скорлупа ядра манго, перец черный горошек, петрушка, бананы, кожура грейпфрута). В отдельных случаях для одного и того же типа не стерилизованного продукта, закупленного в разное время года или выращенного в разных странах (разные сорта), экспериментальные данные существенно отличаются (для индийского, казахстанского, китайского и пакистанского риса). Линии спектра для

всех образцов риса до дополнительного облучения синглеты, после облучения дозой 3 кГр - мультиплеты. Поэтому все сорта исследованного риса не были радиационно стерилизованы.

У большинства образцов спектры ЭПР до и после облучений представляют собой синглеты. В некоторых случаях в облученных образцах, например, у семян клубники и в скорлупе фисташки наблюдаются слабые не разрешенные боковые линии (широкий синглет) на фоне большого более узкого центрального сигнала - синглета.

Из 35 исследованных продуктов несколько образцов (куриные окорока, банан, фисташка, грейпфрут и финик) идентифицированы как радиационно стерилизованные, но еще раз подчеркиваем, что проведенные исследования по ЭПР дозиметрии пищевых продуктов являются предварительными. Для достижения достаточной точности в определении дозы стерилизации и установления самого факта стерилизации с высокой достоверностью необходимы более детальные исследования по каждому продукту, включая исследование временной стабильности СР и, в ряде случаев, более детальное построение дозовой зависимости и накопление информации о величине радиационной чувствительности по сортам.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Из-за выявленных различий по содержанию СР естественного происхождения и разницы в радиационном выходе СР даже для однотипных продуктов (разных сортов) необходимо дальнейшее развитие этой работы для усовершенствования методики ретроспективной дозиметрии пищевых продуктов и накопление статистических данных по каждому виду продукта. Для повышения эффективности анализов также весьма желательны данные (сорт, тип) из сопроводительных (сертификационных) документов, которыми обычно располагают при импорте товаров таможенные службы.

Учитывая ситуацию на мировом рынке - рост объемов поставок радиационно стерилизованных продуктов - и полученные результаты, необходимы более детальные исследования ввозимой в Казахстан пищевой продукции и создание в дальнейшем, с целью обеспечения генетического и физического здоровья населения, соответствующей службы контроля.

ЛИТЕРАТУРА

1. Базалеев, Н.И. Электрофизические радиационные технологии / Н.И. Базалеев, В.Ф. Клепиков, В.В. Литвиненко – Харьков: Акта, 1998. – 206 с.
2. Schreiber, G.A. Detection of irradiated food-methods and routin application / G.A. Schreiber, N. Helle, K.W. Boegl // Int. J. Radiation. Biol. – 1993. - Vol. 63. - P. 105 – 130.
3. Roffi, J. Identification of irradiated Foods by EPR techniques / J. Roffi, S. Benzaria // J. Radiat. Steril. - Sept. – 1994. - P. 281-305.
4. Bustos, M.E. Identification of irradiated mangoes by means of EPR spectroscopy / M.E. Bustos et al. // Abstr. of 4th Internat. Sympos. on EPR Dosimetry – Munich. - 1995. - P.178.
5. De Jesus, E. Identification and dose determination using ESR measurements in the flesh of irradiated vegetal products / E. De Jesus, A. Rossi, R. Lopes // Abstr. of 5th Internat. Sympos. on EPR Dosimetry, Moscow, Obninsk, 1998. - P.199.

6. Abilova, I.E. Radiating sterilization of fruits of the barberry ordinary berberis vulgaris L / I.E. Abilova // Abstr. of the 4th Eurasian Conf. on Nucl. Sc. and its Appl. (EC-2006) – Baku – Azerbaijan – 2006 – P.112.
7. BS EN 1786: 1997 - Foodstuffs- Detection of irradiated food containing bone- Method by ESR spectroscopy.
8. EN-1787 Foodstuffs - Detection of irradiated food containing cellulose Method by ESR spectroscopy.
9. DIN EN 13708 - Detection of irradiated food containing crystalline sugar by ESR spectroscopy.
10. ISO/TC 34 №1178CD22810 - Food Irradiation – Good processing practices for the irradiation of food intended for human consumption
11. Айдарханова, Г.С. Радиационная обработка при производстве и хранении сельскохозяйственной продукции / Г.С. Айдарханова, В.П. Полтавцева // Известия МОН РК, НАН РК. Сер. Физ. - мат. – 2002. - №6. - С.92-95.
12. Zhakparov, R.K. Accumulation curves of free radicals of the irradiated polymethylmethacrylate / R.K. Zhakparov, S.A. Potanin, S.P. Pivovarov // The 5th International Conference "Modern problems of nuclear physics", Samarkand, Uzbekistan, 12 - 15 August 2003. - P. 346.
13. Пивоваров, С.П. Возможности оценки мощности дефектов в кристаллах на основе данных ЯМР / С.П. Пивоваров, Р.К. Жакпаров // Междунар. науч.-практ. конф. ЯЭ-96, Актау, - 24-27 июня 1996 г., С.135
14. Стахов, О.В. Установка термовакуумной сушки пищевых продуктов для ЭПР анализа / О.В. Стахов, С.П. Пивоваров, Р.К. Жакпаров, П.К. Руденко // Известия НАН РК. Сер. Физ. - мат. – 2006. - №6. - С.70-71.

РАДИАЦИЯМЕН ЗАЛАЛСЫЗДАНДЫРҒАН ТАМАҚ ӨНІМДЕРІНІҢ ЭПР - ДОЗИМЕТРИЯ

Жакпаров Р.К., Стахов О.В., Пивоваров С.П.

ҚР ҰАО Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Қазақстанда радиациямен залалсыздандырылған тамақ өнімдерінің жұтқан дозасын бақылаудың өзектілігі негізделген. Осы түйінді мәселені шешудегі ЭПР әдісінің мүмкіншіліктері өнімдердің бірнеше түрінде келтірілген.

ESR - DOSIMETRY OF RADIATION STERILIZED FOOD STUFFS

R.K. Zhakparov, O.V. Stakhov, S.P. Pivovarov

Institute of nuclear physics NNC RK, Almaty, Kazakhstan

The urgency of the control of an absorbed dose of the radiation sterilized food stuffs in Kazakhstan is justified. The possibilities of the ESR method in a solution of this problem on several kinds of products are shown.

УДК 539.2:533.9.004.14

ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНОЙ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ НА ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ

Жукешов А.М., Габдуллина А.Т.

*Научно-исследовательский институт экспериментальной и теоретической физики
Казахский Национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан*

В работе представлены результаты исследований изменения физико-механических характеристик поверхности нержавеющей стали 12X18H10T в зависимости от основных параметров импульсной плазменной обработки: рабочего давления, плотности потока энергии и кратности воздействия.

ВВЕДЕНИЕ

Как известно [1], для сталей основным эффектом импульсного плазменного воздействия является модификация структуры поверхностного слоя материала с формированием фаз, приводящих к упрочнению. Предпосылкой этому могут служить высокая (порядка 10^6 - 10^8 К/с) скорость охлаждения материала после интенсивного нагрева, возникновение ударной волны и диффузия внедренных частиц. Оптимизация условий импульсной обработки позволяет при вариации давления плазмообразующего газа получать потоки плазмы с плотностью энергии Q , достаточной для импульсного нагрева поверхности нержавеющей стали 12X18H10T до температуры, при которой возможны существенные изменения в структуре и, как следствие, твердости стали.

В данной работе представлены результаты исследований для трех значений рабочего давления 0,04, 0,1 и 0,5 Торр. при варьировании Q в диапазоне 5-50 Дж/см². Обработка проводилась в режиме сплошного наполнения воздухом рабочей камеры ускорителя КПУ-30 до давлений, при которых возможна инициация разряда [2]. Кроме того, в работе изучено влияние кратности обработок на упрочнение поверхностного слоя стали 12X18H10T, где наряду с режимом сплошного наполнения использовался режим импульсного напуска рабочего газа, в данном случае азота, в межэлектродный зазор [3]. Режим с впрыскиванием рабочего газа позволяет получать потоки с большей плотностью энергии, но режим со сплошным наполнением технологически более прост при реализации.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Эксперимент проводился на импульсном плазменном ускорителе КПУ-30 (КазНУ им.аль-Фараби) с коаксиальной симметрией электродов [4]. Ускори-

тель формирует плазменный поток с кинетической энергией ионов 800 эВ. Длительность воздействия 14 мкс, концентрация частиц в плазменном потоке варьируется от 10^{11} до 10^{14} см⁻³ в зависимости от рабочего давления. При максимальном напряжении заряда 30 кВ разрядный ток достигает значения 400 кА. Образцы помещались на расстоянии 0,06-0,1 м от торца внешнего электрода в районе плазменного фокуса.

Исследования проводились на образцах нержавеющей стали 12X18H10T, прошедших стандартную подготовку, после плазменной обработки методами рентгеноструктурного анализа и измерения микротвердости с помощью дифрактометра D8 ADVANCE и металлографического микроскопа «Метавал» (по Виккерсу).

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Рентгеноструктурный анализ по методу вращения поликристалла в своей плоскости показал, что основной фазой нержавеющей стали 12X18H10T в исходном состоянии является аустенит, по составу близкий к $Cr_{0,19}Fe_{0,7}Ni_{0,11}$. Параметр кристаллической ГЦК решетки аустенита равен 3.5898 ± 0.0006 Å. В незначительном количестве присутствует также цементит. После плазменной обработки однократным импульсом при давлении 0,05 Торр для поверхностного слоя нержавеющей стали 12X18H10T обнаружено значительное понижение интенсивности линий железа и аустенита с увеличением Q и образование фазы карбонитрида железа $FeCrN_6C_3$ (таблица 1). При этом измерения микротвердости поверхности показывают, что с увеличением давления P ее величина растет незначительно (рисунок 1), а с увеличением плотности энергии Q практически не изменяется.

Таблица 1. Данные рентгеноструктурного анализа образцов стали 12X18H10T после однократной обработки

Состояние образца	Q , Дж/см ²	$2\theta_{max}$, град.	I_{max} , абс. ед.	фаза
Исходный	0	43.6209	3963.4	Fe
		50.7801	1576.6	FeCrNi
Плазменно-обработанный	46,6	43.6310	974.3	Fe
		50.7635	143.2	FeCrNi
		74.7995	131.2	FeCrN ₆ C ₃

**ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНОЙ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ
НА ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ**

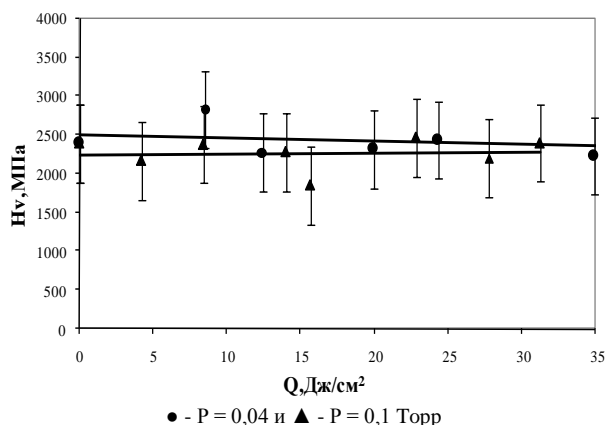


Рисунок 1. Микротвердость поверхности образцов нержавеющей стали в зависимости от Q при различных P после однократной импульсной плазменной обработки

С увеличением кратности обработки (до 10, 20 и 30) структура поверхности образцов нержавеющей стали 12Х18Н10Т модифицируется с образованием твердого раствора, в котором основными становятся две фазы: аустенит - $\text{Cr}_{0.19}\text{Fe}_{0.7}\text{Ni}_{0.11}$ и нитрид железа (рисунок 2). Элементный состав нитрида железа выражен формулой $\text{FeN}_{0.056}$. Линии нитрида на дифрактограмме значительно уширены по сравнению с линиями аустенита. Уширение линий нитрида связано с деформационными процессами в решетке нитрида и с малыми размерами кристаллитов, что приводит к пониженной степени его кристалличности.

Этот эффект мы связываем с неравновесностью и неоднородностью процессов формирования двухфазного раствора нитрида и аустенита при кристаллизации. Сопоставляя с данными, полученными нами для углеродистых сталей [5], можно сделать вывод о том, что существенные изменения в формировании основного состава твердого раствора сталей происходят при обработке первыми 5-10 импульсами. Увеличение же количества импульсов может приводить к расплавлению и рекристаллизации уже сформировавшихся соединений, дроблению крупных кристаллитов (таблица 2) и, таким образом, к упрочнению обработанного слоя. В этом случае в образцах в незначительном количестве присутствует третья фаза, которую можно отнести к карбиду железа - Fe_3C .

Измерение микротвердости обработанной поверхности показало значительное увеличение (почти в 3 раза) по сравнению с исходным состоянием в случае многократной обработки. При этом наблюдается практически линейная зависимость H_v от кратности воздействия (рисунок 3). Рост микротвердости, по-видимому, обусловлен внедрением плазмообразующего газа в поверхностный слой при расплавлении и формированием нитридной и карбидной фаз. Упрочнению также способствует уменьшение размеров кристаллитов при многократном воздействии (рисунок 4).

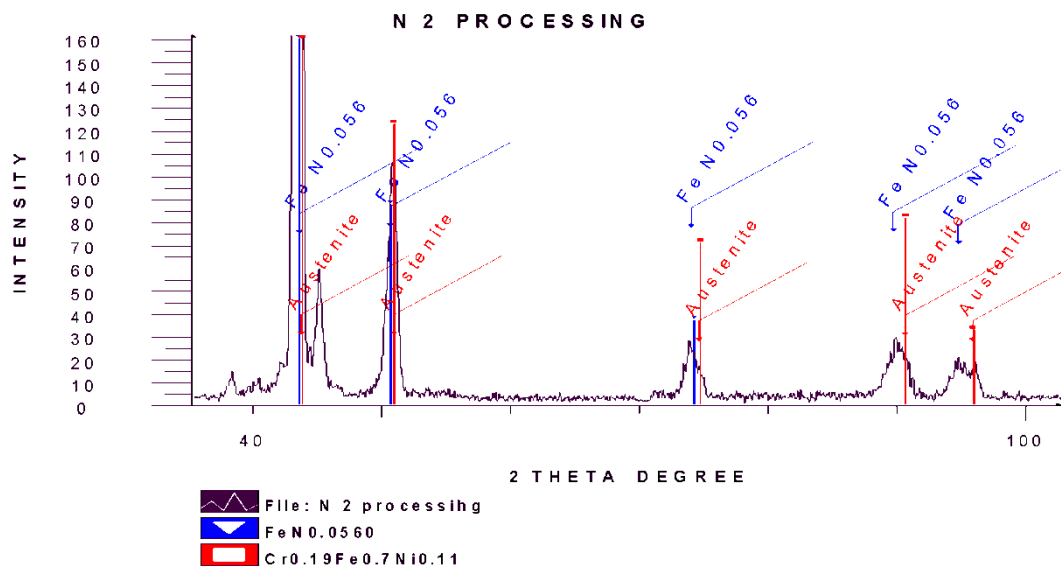


Рисунок 2. Рентгенограмма нержавеющей стали после обработки 30-ю импульсами плазмы воздуха

**ВЛИЯНИЕ ПАРАМЕТРОВ ИМПУЛЬСНОЙ ПЛАЗМЕННОЙ ОБРАБОТКИ
НА ТРИБОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ СТАЛИ**

Таблица 2. Фазовый состав нержавеющей стали 12X18H10T после многократной обработки

Номер образца	n	Плазмо-образ. газ	Q, Дж/см ²	2θ _{max} , град	I _{max} , абс. ед.	a _{ауст.} , Å	a _{нитр.} , Å	L _{ауст.} , Å	L _{нитр.} , Å
1 (исход)	0	-	-	43.689	902.0	3.5898	-	1560	-
2	20	N ₂	23.1	43.326	578.0	3.5896	3.6104	480	123
3	30	воздух	30.1	43.325	410.0	3.5892	3.6162	440	133
4	10	воздух	27.2	43.253	455.0	3.5873	3.6113	350	163

Результаты определения размеров кристаллитов по методу Шеррера приведены на рисунке 4. Видно, что после 10 - кратного воздействия воздушной плазмы наблюдается резкое уменьшение размеров кристаллитов аустенитной фазы, что может быть связано с процессами выделения новой фазы FeN_{0,056} и обеднения матричной Cr_{0,19}Fe_{0,7}Ni_{0,11}, сопровождающими формирование двухфазного раствора при естественном старении сплава. Дальнейшая обработка приводит к незначительному укрупнению кристаллитов аустенита за счет коагуляции этой фазы [6]. Следует отметить, что в случае многократной обработки плазмой воздуха и N₂ на процессы фазообразования не оказывает существенного влияния впрыскивается ли плазмообразующий газ в межэлектродный промежуток перед разрядом или предварительно заполняется газом пространство рабочей камеры ускорителя. В данном случае использование воздуха и N₂ в качестве плазмообразующих газов при увеличении кратности обработки позволяет легировать поверхность стали 12X18H10T с формированием нитридов и карбидов, ответственных за упрочнение обрабатываемого материала.

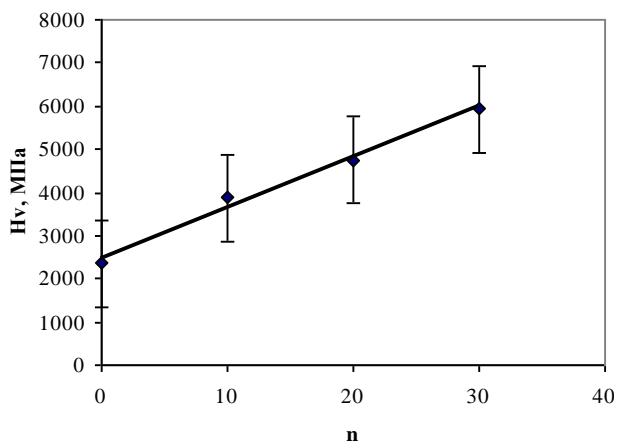


Рисунок 3. Изменение микротвердости поверхности образцов нержавеющей стали 12X18H10T, обработанных плазмой воздуха, в зависимости от кратности воздействия

Таким образом, в результате проведенного исследования установлено, что основным параметром импульсной плазменной обработки на КПУ-30, приводящим к существенным изменениям в структуре и физико-механических свойств поверхности нержавеющей стали 12X18H10T, является кратность им-

пульсных обработок. С ростом кратности микротвердость стали возрастает от 2000 до 6000 МПа. Полагаем, что ее рост связан с процессами фазообразования в процессе импульсной плазменной обработки. Показано, что выделение нитридной фазы в поверхностном слое нержавеющей стали 12X18H10T происходит после первых 10 импульсов в результате накопления ионов плазмообразующего газа - воздуха и азота.

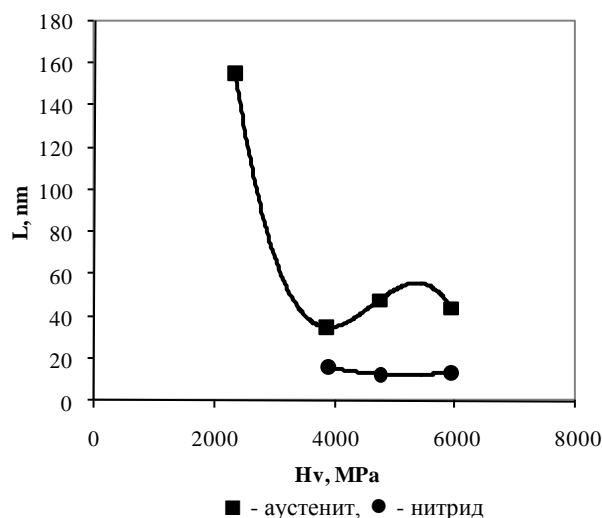


Рисунок 4. Изменение размеров кристаллитов в зависимости от микротвердости

Выводы

В результате исследования влияния условий импульсной плазменной обработки на фазообразование и свойства поверхности нержавеющей стали 12X18H10T показано, что:

1. основным параметром, приводящим к существенным изменениям является кратность обработки;
2. после десятикратной обработки формируется двухфазный твердый раствор, состоящий из аустенита и нитрида;
3. при дальнейшем увеличении кратности наблюдается рост микротвердости, обусловленный формированием нитридной и карбидной фаз, а также уменьшением размера кристаллитов.

ЛИТЕРАТУРА

1. Tereshin V.I. Pulsed plasma accelerators of different gas ions for surface modification / F.N. Bandura, A.V. Bovda at al. // Rev. Sci. Instrum. - 2002. – V. 73(2). - P. 831-833.
2. Баимбетов Ф.Б. Исследование особенностей работы импульсного плазменного ускорителя в режиме со сплошным наполнением / Ф.Б. Баимбетов, А.М. Жукешов, А.У. Амренова. // Вестник КарГУ. Сер. физ. - 2005. - С. 26-29.
3. Жукешов А.М. Особенности формирования плазменного потока в импульсном ускорителе / А.М. Жукешов // Вестник КазГУ. Сер. физ. - 2003, № 3(14), С. 102-105.
4. Ibraev V.M. Peculiarities of the generation of a plasmoid in a pulsed coaxial accelerator / V.M. Ibraev // Engineering Thermophysics. - 2003. - V. 12. - No. 2. - P. 65-69.
5. Баимбетов Ф.Б. Изменение поверхностных свойств углеродистой стали после обработки импульсной плазмой / Ф.Б. Баимбетов, А.М. Жукешов, А.Т. Габдуллина // Известия НАН РК. Сер. физ.-мат. – 2006. - № 6. - С. 39-42.
6. Уманский Я.С. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия / Я.С. Уманский, Ю.А. Скаков, А.Н. Иванов и др. - М.: Металлургия, 1982. - С. 406-409.

ТОТБАСПАЙТЫН БОЛАТТЫҢ ТРИБОЛОГИЯЛЫҚ СИПАТТАМАЛАРЫНА ИМПУЛЬСТІ ПЛАЗМАМЕН ӨНДЕУ ПАРАМЕТРЛЕРІНІҢ ӘСЕРІ

Жүкешов Ә.М., Габдуллина А.Т.

Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық университеті

Эксперименттік және теориялық физика ғылыми-зерттеу институты, Алматы, Қазақстан

Жұмыста импульсті плазмамен өндеудің негізгі параметрлеріне: жұмыс қысымы, энергияның ағын тығыздығы және қысқа әсеріне тәуеді 12Х18Н10Т тотбаспайтын болат бет қабатының физика-механикалық өзгеруін зерттеу нәтижелері ұсынылған.

OF STAINLESS STEEL INFLUENCE OF PARAMETERS OF PULSE PLASMA PROCESSING ON TRIBOLOGICAL PROPERTIES

A.M. Zhukeshov, A.T. Gabdullina

Al Farabi Kazakh National University

Science research Institute of experimental and theoretical physics, Almaty, Kazakhstan

In work the results of research of physical and mechanical changes in a surface of stainless steel 12Cr18N10T in the dependence on the basic parameters of pulse plasma processing: working pressure, energy density of flow and number of processings were presented.

УДК 531.7, 53:519.2

ОЦЕНКА ПРАВДОПОДОБИЯ МЕТОДА НАИМЕНЬШИХ КВАДРАТОВ ПУТЕМ ОБНАРУЖЕНИЯ АВТОКОРРЕЛЯЦИЙ ОСТАТКОВ

¹⁾Кукетаев А., ²⁾Пеньков Ф.М.

¹⁾Карагандинский Государственный университет, Караганда, Казахстан

²⁾Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Казахстан

В настоящей работе рассматриваются новые критерии, основанные на свойствах распределения расстояний между ближайшими локальными максимумами последовательности независимых случайных чисел. В первых двух разделах представлены некоторые свойства упомянутого распределения расстояний. В частности, показано, что ожидаемое расстояние между максимумами равно 3. Далее рассмотрена постановка гипотезы о том, что остатки МНК-подгонки являются независимыми случайными величинами, а так же предложены критерии оценки ее правдоподобия. В заключительной части приведен численный пример реализации предложенных методов.

ВВЕДЕНИЕ

Методы наименьших квадратов (МНК) широко используются при подгонке кривых под экспериментальные данные. Они позволяют найти оптимальные параметры модельной функции путем минимизации ее отклонения от точек набора данных. Например, в случае функции одной переменной минимизируется следующая сумма:

$$Q = \sum_{i=1}^N [y_i - f(x_i, \vec{\beta})]^2,$$

где $y_i = y(x_i)$ – экспериментальные наблюдения; $f(x_i, \vec{\beta})$ – модельная функция; $\vec{\beta}$ – набор параметров модели. Эту же модель можно записать в следующем виде:

$$y_i = f(x_i, \vec{\beta}) + \varepsilon_i,$$

где ε_i – ошибка измерения (погрешность, остаток).

Получение оптимальных параметров подгоночной функции является лишь первым шагом. Важно также знать, насколько правдоподобна полученная модель в целом и каковы доверительные интервалы параметров модели. Последнее возможно в рамках МНК при предположении о том, что остатки ε_i являются независимыми случайными величинами, подчиняющимися некоторому распределению. В случае нарушения условия независимости, оценки доверительных интервалов параметров $\vec{\beta}$ искажаются. Поэтому важно иметь методы обнаружения подобных аномалий, чему и посвящена эта работа.

Существуют различные критерии для обнаружения этих аномалий. Многие из них основаны на изучении автокорреляции остатков: такие как тест Дарбина-Уотсона, Q -статистика Бокса и Пирса, тест Портманту [5,6,7]. Кроме того, пакеты программ для статистической обработки данных позволяют произвести визуальный анализ автокорреляционной функции (ACF) остатков, и показывают критические значения ACF полученные Бартлеттом [8].

ЛОКАЛЬНЫЕ ЭКСТРЕМУМЫ СЛУЧАЙНЫХ ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЕЙ

Рассмотрим последовательность независимых случайных величин, показанную на рисунке 1. Определим локальный максимум (пик) последовательности как наблюдение x_i такое, что соблюдается условие $x_{i-1} < x_i > x_{i+1}$. Так, анализируя триплеты S_i^3 из последовательных наблюдений (x_{i-1}, x_i, x_{i+1}) можно обнаружить, что триплет $S_3^3(x_2, x_3, x_4)$ содержит локальный максимум в центральном элементе x_3 . Найдем вероятность обнаружения максимума в произвольной точке x_i , при условии, что значения x_i не зависят друг от друга и подчиняются одному и тому же распределению.

Рассмотрим функцию распределения вероятности $F(x)$, она связана с плотностью вероятности через известное соотношение:

$$F(x) = \int_{-\infty}^x f(x') \cdot dx',$$

где $F(x)$ – вероятность того, что наблюдаемое значение x' окажется меньше заданного x ; $f(x)$ – плотность вероятности. Эту формулу можно переписать как:

$$F(x) = \int_0^{F(x)} dF(x')$$

Вероятность того, что наблюдаемое значение x' окажется больше заданного x определяется выражением:

$$\int_{F(x)}^1 dF(x') = 1 - F(x)$$

Поэтому искомым выражением для вероятности обнаружения пика в точке x_i будет выражение:

$$P_{\max} = \int_0^1 dF(x_{i-1}) \cdot \int_{F(x_{i-1})}^1 dF(x_i) \cdot \int_0^{F(x_i)} dF(x_{i+1}) \quad (1)$$

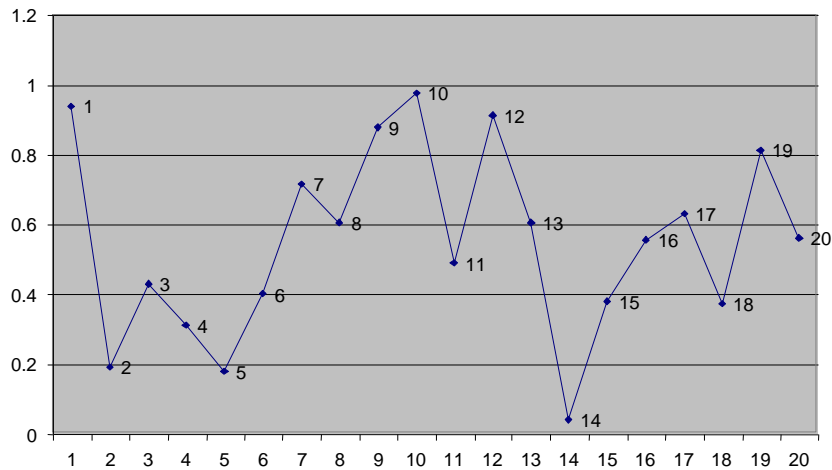


Рисунок 1. Пример последовательности 20 случайных чисел

Первый интеграл в уравнении (1) «позволяет» крайнему левому элементу триплета принимать любое значение. Следующий интеграл учитывает только такие значения в центре триплета, которые «выше» чем первый элемент. Последний интеграл соответствует последней точке триплета, которая должна быть «ниже» центрального элемента. Вычисление данного выражения сводится к тривиальному интегрированию полиномов и приводит к результату $1/3$. Заметим, что этот ответ не зависит от типа распределения $f(x)$.

Таким образом, вероятность того, что произвольное наблюдение является пиком равно в точности $1/3$. Важно заметить, что это верно только в случае, когда функция вероятности не зависит от наблюдения, т.е. случайные числа в последовательности являются независимыми и распределены по одному и тому же закону.

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ РАССТОЯНИЙ МЕЖДУ ЛОКАЛЬНЫМИ ЭКСТРЕМУМАМИ

Для изучения свойств распределения расстояний между локальными максимумами, введем дополнительные обозначения. Случай, когда последовательные значения (x_{i-1}, x_i) возрастают, т.е. $x_{i-1} < x_i$, будем обозначать U . Такой последовательности можно сопоставить интеграл $\int_{F(x_{i-1})}^1 dF(x_i)$ в выражении (1). Последовательность при $x_{i-1} > x_i$ будем обозначать D . Ей отвечает интеграл $\int_0^{F(x_i)} dF(x_{i+1})$. Обозначив угловыми скобками средние величины типа $\langle M \rangle = \int_0^1 M dF(x_{i-1})$, можно записать формулу (1) для вероятности локального максимума в центре произвольной подпоследовательности из 3 чисел (триплете) в форме компактного обозначения $P_{\max} = \langle UD \rangle$.

Используя новые обозначения, рассмотрим квинтет из чисел $S_i^5(x_{i-1}, x_i, x_{i+1}, x_{i+2}, x_{i+3})$. Если окажется,

что x_i и x_{i+2} являются пиками, то в данном квинтете расстояние между максимумами равно 2. Очевидно, что из всех возможных квинтетов только квинтеты, соответствующие формуле $\langle UDUD \rangle$ содержат пики на расстоянии равном 2. Например, в нашей последовательности из 20 чисел на рисунке 1 подобным квинтетом является последовательность $(x_9, x_{10}, x_{11}, x_{12}, x_{13})$. Следовательно, плотность вероятности $f_{\max}(d)$ того, что расстояние между ближайшими максимумами d равно 2 выражается формулой:

$$f_{\max}(2) = \frac{\langle UDUD \rangle}{\langle UD \rangle} \tag{2}$$

Следует обратить внимание на знаменатель формулы. Дело в том, что вероятность обнаружения максимумов на расстоянии 2 определяется как условная вероятность:

$$\Pr(A|B) = \frac{\Pr(A \cap B)}{\Pr(B)},$$

где $\Pr(A \cap B)$ – вероятность события «квинтет с 2 максимумами»; $\Pr(B)$ – вероятность события «квинтет имеет максимум во втором элементе»; $\Pr(A|B)$ – искомая вероятность события «два ближайших максимума на расстоянии 2 друг от друга». В самом деле, рассмотрим квинтет S_{11}^5 из нашего примера. Он соответствует выражению $\langle DUDD \rangle$, которое на первый взгляд нас не должно интересовать. Однако, если расширить его налево до секстета S_{10}^6 соответствующего $\langle UDUDDD \rangle$, то станет видно, что этот квинтет является частью секстета содержащего искомое выражение $\langle UDUD \rangle$. Знаменатель формулы (2) гарантирует учет всех квинтетов, содержащих два максимума.

Показанным выше образом можно получить интегральные выражения для вероятности расстояния между пиками равному 3:

$$f_{\max}(3) = \frac{\langle UDUUD \rangle + \langle UDDUD \rangle}{\langle UD \rangle} = \frac{\langle UDU^2D \rangle + \langle UD^2UD \rangle}{\langle UD \rangle}$$

В общем случае для произвольного расстояния плотность вероятности выражается уравнением:

$$f_{\max}(d) = \frac{\langle U \{ \sum_{i=1}^{d-1} D^i U^{d-i} \} D \rangle}{\langle UD \rangle}, \quad (3)$$

где d – расстояние между ближайшими локальными максимумами.

Выражения в числителях формул (2) и (3) сводятся к сумме интегралов от полиномов и могут быть без труда вычислены для любого значения d . К примеру, числитель формулы для $f_{\max}(2)$ будет равен:

$$\langle UDUD \rangle = \int_0^1 dF(x_{i-1}) \cdot \int_{F(x_{i-1})}^1 dF(x_i) \cdot \int_0^{F(x_i)} dF(x_{i+1}) \times \int_{F(x_{i+1})}^1 dF(x_{i+2}) \cdot \int_0^{F(x_{i+2})} dF(x_{i+3})$$

Однако, мы воспользуемся компактной формулой для суммы в числителе уравнения (3), полученной ранее при решении других задач, в частности при изучении цепей Изинга а также случайных блужданий порождаемых перестановками [1,2]. Окончательное уравнение для плотности вероятности имеет очень простой вид:

$$f_{\max}(d) = 3 \cdot 2^d \frac{(d-1)(d+2)}{(d+3)!}. \quad (4)$$

Ниже приведена таблица плотности вероятности $f_{\max}(d)$ и функции распределения вероятности $F_{\max}(d)$ расстояний между ближайшими максимумами случайной последовательности. Несложно убедиться, что дисперсия данного распределения $\sigma \approx 1.08$.

Таблица 1. Распределения вероятностей между пиками случайной последовательности

Расстояние, d	Плотность вероятности, $f_{\max}(d)$	Приближенное значение	Функция вероятности, $F_{\max}(d)$
2	2/5	0.4	0.4
3	1/3	0.333333333	0.733333333
4	6/35	0.171428571	0.904761905
5	1/15	0.066666667	0.971428571
6	4/189	0.021164021	0.992592593
7	1/175	0.005714286	0.998306878
8	2/1485	0.001346801	0.99965368
9	4/14175	0.000282187	0.999935867
10	4/75075	5.32801E-05	0.999989147
11	2/218295	9.16191E-06	0.999998309
12	4/2764125	1.44711E-06	0.999999756
13	1/4729725	2.11429E-07	0.999999967

НОВЫЕ КРИТЕРИИ ПРОВЕРКИ ГИПОТЕЗЫ О НЕЗАВИСИМОСТИ ОСТАТКОВ МНК

Как было отмечено ранее, при правдоподобной подгонке кривых МНК под экспериментальные данные погрешности измерений ε_i должны вести себя как независимые случайные числа (а); кроме того, функция вероятности должна быть одинаковой для всех наблюдений (б). Поэтому, распределение расстояний между пиками в последовательности ε_i должно иметь плотность вероятности $f_{\max}(d)$, полученную в предыдущем разделе. Если же наблюдаемое распределение расстояний между пиками остатков отличается от $f_{\max}(d)$, то это свидетельствует о нарушении одного из упомянутых условий, а так же указывает на ненадежность оценок доверительных интервалов полученных МНК. Для проверки соблюдения условий (а) и (б) в этом разделе предложены три метода.

Первый метод основан на применении критерия χ^2 для оценки соответствия распределения расстоя-

ний между пиками остатков ε_i после МНК-подгонки функции $f_{\max}(d)$. Построение критерия правдоподобия χ^2 сводится к вычислению суммы [3]:

$$\chi^2 = \sum_{d=1}^n \frac{(O_d - E_d)^2}{E_d},$$

где O_d – наблюдаемая частота; E_d – ожидаемая частота расстояний между пиками. В рамках традиций будем называть этот критерий – метод χ^2 . Соответствующая нуль-гипотеза формулируется следующим образом: распределение расстояний между пиками остатков ε_i соответствует $f_{\max}(d)$. Значение этого критерия сравнивается с табличным значением для данного количества степеней свободы. Если наблюдаемое распределение расстояний между локальными максимумами остатков ε_i значительно отличается от ожидаемого, то значения χ^2 окажется выше положенного для выбранного уровня доверия и гипотеза о случайности отклонений от модельной кривой (нуль-гипотеза) будет отвергнута.

Второй метод, назовем его тест №1, основан на центральной предельной теореме (также закон больших чисел [4]). Расстояния между пиками случайной последовательности сами являются случайными числами. Следовательно, математическое ожидание среднего расстояния между пиками распределено по закону Гаусса с ожиданием 3 и дисперсией

$$\sigma_N = \frac{\sigma}{\sqrt{N/3}},$$

где σ – дисперсия распределения расстояний полученная ранее и равная приблизительно 1.08; N – размер выборки остатков. Выражение $\sqrt{N/3}$ соответствует ожидаемому количеству пиков в последовательности случайных чисел длиной N . Сформулируем нуль-гипотезу: наблюдаемое среднее расстояние между пиками остатков равно 3. Критерием правдоподобия этой гипотезы будет t -статистика, т.е. статистика отклонения наблюдаемого среднего расстояния от теоретического значения в единицах вышеприведенной дисперсии:

$$t = \frac{\bar{d} - 3}{\sigma_N},$$

где \bar{d} – наблюдаемое среднее расстояние; σ_N – дисперсия среднего. Значения t -статистики распределены согласно вышеприписанному распределению Гаусса. Легко найти ее табличные значения для любого уровня доверия. Например, если наблюдаемое среднее расстояние между пиками отклонений равно 3.1 для 200 точек, то t -статистика равна

$$t \approx \frac{3.1 - 3}{1.08 / \sqrt{N/3}} \approx 0.76.$$

Соответствующая вероятность того, что среднее расстояние может отклониться на значение более чем 0.76 в единицах дисперсии равно 55.2%. Поэтому отклонение от ожидаемого значения 3 равно 0.1 лежит в пределах доверительного интервала при уровне доверия 95%. Нуль-гипотеза не будет отвергнута.

Наконец, третий метод, назовем его тест №2, построен на основе вероятности $P_N(M)$ того, что наибольшее наблюдаемое расстояние d_{\max} между пиками отклонений от модельной кривой в выборке размера N не превысит значения M :

$$P_N(d_{\max}) = F_{\max}(d_{\max})^{N/3-1},$$

где N – количество остатков; F_{\max} – функция распределения расстояний; d_{\max} – наблюдаемое макси-

мальное расстояние между пиками остатков. В самом деле, рассмотрим обнаружение пика как отдельное событие. Тогда, вероятность обнаружить следующий пик на расстоянии не более M равна значению функции вероятности $F_{\max}(M)$. Если набор данных состоит из N остатков, то ожидается обнаружение $N/3$ пиков, и, соответственно, $N/3-1$ расстояний между ними. Вероятность того, что все они будут расположены на расстоянии, не более M друг от друга, описывается вышеприведенной формулой.

Значение $P_N(M)$ может служить вероятностью, соответствующей нижней границе M доверительного интервала d_{\max} . Нуль-гипотеза звучит так: максимальное расстояние между пиками d_{\max} достаточно велико. Критерием правдоподобия служит значение $1 - P_N(d_{\max})$, если оно окажется выше чем уровень доверия, то нуль-гипотеза отвергается. Например, если наблюдаемое максимальное расстояние между пиками отклонений $d_{\max} = 7$ для набора 200 точек, то значение критерия теста №2 не достигает и 11%, потому что $P_{200}(7) = 89.32\%$. При уровне доверия 95% нуль-гипотеза не может быть отвергнута.

ЧИСЛЕННЫЙ ПРИМЕР

Для иллюстрации применения Метода χ^2 и Тестов №1 и №2, приведем следующий пример. С помощью пакета ПО Matlab, были получены два набора данных из 200 точек, $x_i = [1; 2; 3; \dots; 200]$, для двух моделей. Модель А включала «базовую» функцию $f(x) = -x/20$ с наложенным неслучайным шумом, некоторым «сигналом»: $y(x) = f(x) + \cos(3x^2)$. В Модели В «базовая» функция была искажена гауссовым шумом: $z(x) = f(x) + \text{randn}/2$, где randn – генератор псевдослучайных чисел, распределенных по нормальному (Гауссовому) закону с нулевым средним и единичной дисперсией. Эти наборы данных были выбраны таким образом, чтобы в первой модели сигнал было трудно отличить от шума во второй модели. На рисунке 2 показаны графики обеих моделей и подгоночные прямые полученные МНК.

Рисунки демонстрируют явную линейную зависимость «в среднем» и поэтому для МНК в качестве гипотезы выступала очевидная зависимость

$$y_i = \beta_0 + \beta_1 \cdot x_i + \varepsilon_i$$

с подгоночными параметрами β и отклонениями от кривой ε . Полученные результаты при помощи процедуры regress в программе Matlab при уровне доверия 95% приведены в таблице 2.

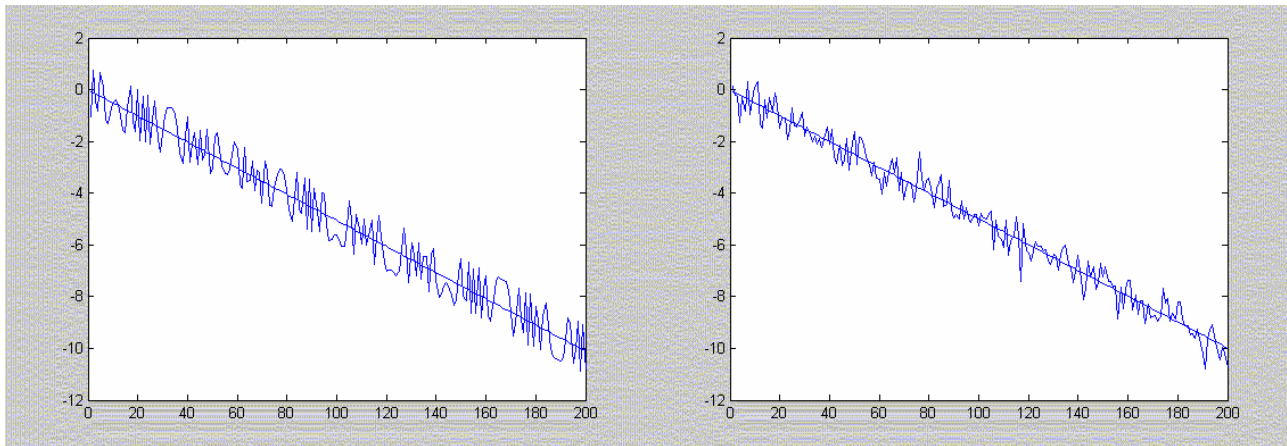


Рисунок 2. МНК подгонка для Модели А и Модели В

Таблица 2. МНК оценки параметров моделей А и В

Параметр	Истинное значение	МНК оценка	Доверительный интервал	
Модель А				
$\beta_{A,0}$	0	-0.01414	-0.21	0.19
$\beta_{A,1}$	-0.05	-0.05049	-0.052	-0.048
Модель В				
$\beta_{B,0}$	0	-0.019	-0.16	0.12
$\beta_{B,1}$	-0.05	-0.049	-0.051	-0.048

В обоих случаях МНК дает хорошие оценки параметров тренда. Суммарные статистики обеих моделей, приведены в таблице 3. В той же таблице показаны значения d-статистики Дарбина-Уотсона [5], проверяющей на наличие автокорреляции в остатках ε_i . Проверка Дарбина-Уотсона относится к одной из простых, но широко распространенных проверок подобного рода. Табличные значения d-статистики доступны в справочниках, однако значения ниже 1.5 или выше 2.5 должны привлекать внимание как показатели возможной автокорреляции.

Как было замечено ранее, наличие автокорреляции в отклонениях от модельной кривой не ведут к искажению самих оценок параметров β , но искажают оценки границ доверительных интервалов. Дело в том, что доверительные интервалы получаются

при определенных допущениях о характере отклонений от кривой, в частности, отсутствия автокорреляции в них (homoscedasticity). Как видно из таблицы, результаты теста Дарбина-Уотсона не говорят в пользу наличия автокорреляции при уровне доверия 95%.

Как и ожидалось, обе модели имеют очень близкие параметры МНК. Приведем теперь для сравнения графики (рисунки 3 и 4) остатков и автокорреляционных функций (ACF) для двух моделей. Визуальный анализ таких рисунков иногда позволяет выявить автокорреляции необнаруженные критериями подобными d-статистике. Однако в нашем случае и это не помогает обнаружить автокорреляцию в модели А.

Таблица 3. Суммарные статистики МНК.

Параметр	Модель А	Модель В
R^2	0.94	0.97
F-статистика	3305	6992
p-value F-статистики	~0%	~0%
d-статистика Дарбина-Уотсона	1.97	1.84

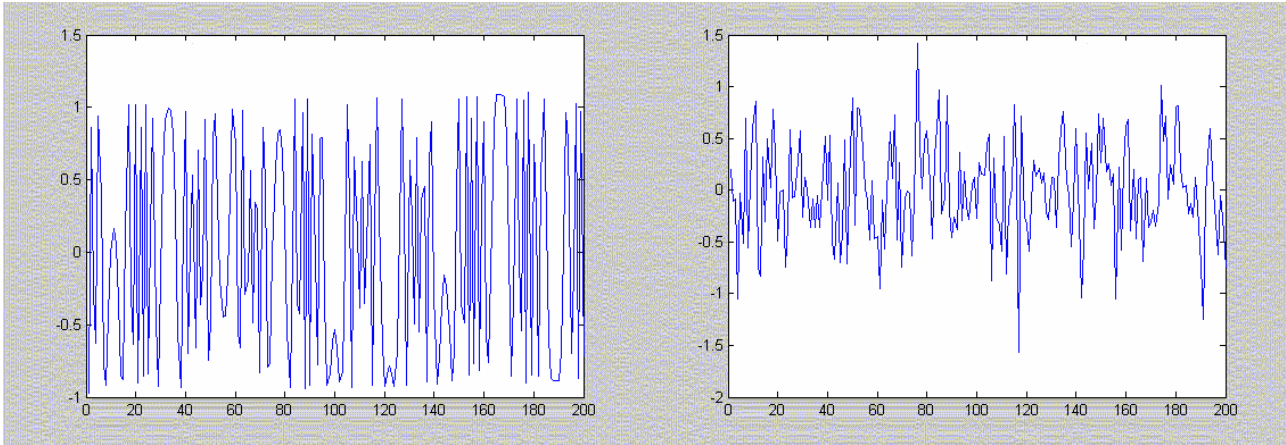


Рисунок 3. Теоретическая и наблюдаемая плотность вероятности модели А (слева) и модели В

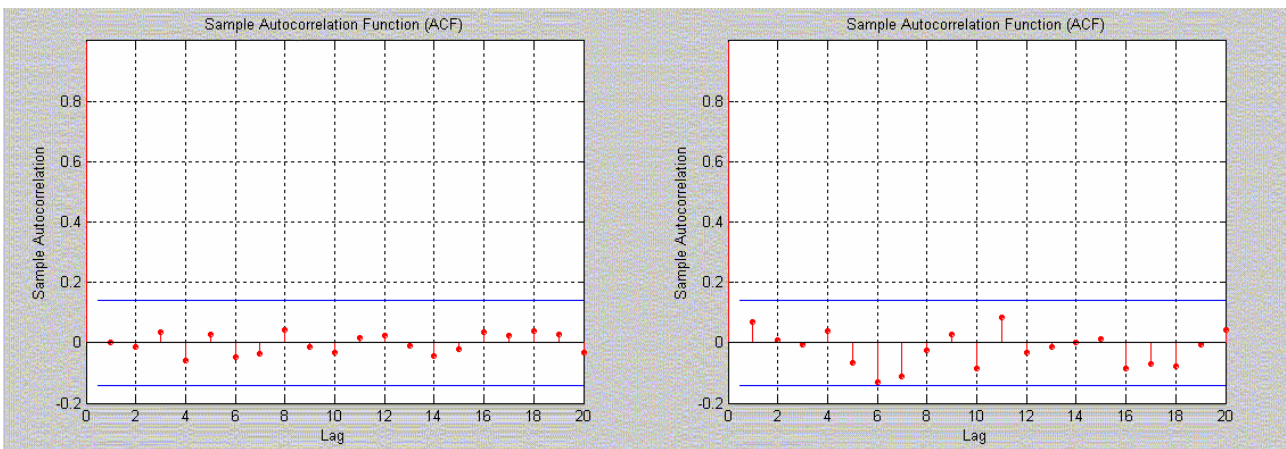


Рисунок 4. ACF остатков моделей А и В

Применим теперь методы проверки правдоподобия предложенные в предыдущем разделе. Для модели А χ^2 -статистика равна 29.11, чему соответствует вероятность более 99% того, что наблюдаемое распределение не следует теоретическому. Тогда как для модели В χ^2 -статистика равна 0.989, а соответствующая вероятность равна 19.6%. Таким образом, метод χ^2 отвергает нуль-гипотезу для модели А и не отвергает для модели В при уровне доверия 95%. Иными словами, модель А должна быть признана неправдоподобной.

Описанный выше тест №1 дал следующие результаты. Среднее расстояние между максимумами остатков для модели А оказалось равным 3.716, т.е. на расстоянии более чем 4.87 стандартных отклонения от ожидаемого значения 3. При этом у модели В среднее расстояние оказалось равным 2.955, т.е. отличным на менее чем -0.35 стандартных отклонений от 3. Следовательно, модель А признается неправдоподобной при уровне доверия 95%.

Максимальное наблюдаемое расстояние между пиками остатков в модели А оказалось равным 7, чему соответствует значение критерия Теста №2 рав-

ное приблизительно 8%. Для модели В соответствующая вероятность равна 39% для полученного максимального расстояния равного 6. Таким образом, не удастся отвергнуть нуль-гипотезу ни для одной из моделей при уровне доверия 95%.

Из рассмотренных трех методов проверки правдоподобия гипотезы о независимости остатков МНК, метод χ^2 и тест №1 могут быть полезны на практике. Они правильно указали на неправдоподобие модели А и при этом не отвергли модель В, в то время как тест Дарбина-Уотсона не распознал корреляции в остатках. Заметим, что эти предложенные нами методы оказались единственными из всех известных в настоящее время, которые смогли отличить «неслучайность шума» модели А. К сожалению, тест №2 оказался недостаточно чувствителен.

Отличительной особенностью предложенных методов проверки остатков является то, что они основаны на свойствах распределения расстояний между пиками последовательностей случайных независимых чисел и не требуют априорного знания ошибки измерения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Hivert, F. On the distribution of surface extrema in several one- and two-dimensional random landscapes / F. Hivert, S. Nechaev, G. Oshanin, O. Vasilyev // arXiv:cond-mat/0509584 v2
2. Derrida, B. Metastable states of a spin glass chain at 0 temperature / B. Derrida, E. Gardner // J.Phys. (Paris) – 1986 – Vol. 47 – P. 959.
3. NIST/SEMATECH e-Handbook of Statistical Methods [Электронный ресурс] – Режим доступа: <http://www.itl.nist.gov/div898/handbook/> свободный. – Загл. с экрана.
4. Гнеденко, Б. В. Предельные распределения для сумм независимых случайных величин / Б.В. Гнеденко, А.Н. Колмогоров. – М. : Издательство технико-теоретической литературы. – 1949 – 264 с.
5. Savin, E. The Durbin-Watson Test for Serial Correlation with Extreme Sample Sizes or Many Regressors / E. Savin, K. White // *Econometrica* – 1977 – Vol. 45. – No. 8. – pp. 1989-1996
6. Box, G. E. P. Distribution of Residual Autocorrelations in Autoregressive Integrated Moving Average Time Series Models / G. E. P. Box, D. A. Pierce // *Journal of the American Statistical Association* – 1970 – Vol. 65. – pp. 1509-1526.
7. Ljung, G. M. On a measure of lack of fit in time series models / G. M. Ljung, G. E. P. Box // *Biometrika* – 1978 – Vol. 65. – pp. 553-564.
8. Bartlett, M.S. On the Theoretical Specification of Sampling Properties of Autocorrelated Time Series / M. S. Bartlett // *Journal of the Royal Statistical Society* – 1946 – Series B. – Vol. 27. – pp. 27–41.

ҚАЛДЫҚТАРДЫҢ АВТОКОРРЕЛЯЦИЯЛАРЫН ТАБУ БОЙЫМЕН ЕҢ КІШІ КВАДРАТТАР ӘДІСІНІҢ ШЫН ТӘРІЗДІЛІГІН ТЕКСЕРУДІҢ ӘДІСТЕРІ

¹⁾Қукетаев А., ²⁾Пеньков Ф.М.

¹⁾Қарағанды мемлекеттік университеті, Қарағанды, Қазақстан

²⁾ҚР ҰЯО Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Ең кіші квадраттар әдісі кысықтарды эксперименталды деректерге шақтау үшін жиі қолданылады. Бұл әдісі бойынша үлгі функциясымен оған сәйкесті деректер нүктелерінің арасындағы ауытқуларды мейілінше шағын қылуға тырысады. Бұндағы ауытқулар тәуелсіз кездейсоқ шамалар деп саналатынын атап кеткен жөн.

Мұнда ауытқулар туралы аталған тұспалдың тексеретін регрессия кысығының эксперименталды деректерді шақтауы шын тәрізділігінің жаңа критерийлерін қарастырмақпыз. Бұл критерийлер кездейсоқ сандар тізбегінің төңіректік максимумдар арасындағы қашықтық үлестірімінің қасиеттерін негіздейді.

Ұсынылған критерийлер қалдық мүшелер ықтималдық үлестірімі туралы әлді ұйғарымынан бос. Мысалы, үлестірім функциясы міндетті түрде қалыпты (Гаусс бойынша) болуға тиіс емес.

TESTING GOODNESS OF FIT BY FINDING AUTOCORRELATIONS IN RESIDUALS OF OLS

¹⁾A. Kuketayev, ²⁾F. Pen'kov

¹⁾Karaganda State University, Karaganda, Kazakhstan

²⁾Institute of Nuclear Physics NNC RK, Almaty, Kazakhstan

Least squares techniques, such as ordinary least squares (OLS), are commonly used in curve fitting. They attempt to minimize the differences between points generated by the model function and corresponding points in a set of experimental data. It is important to note that these techniques implicitly assume that the differences, also known as “errors” or “residuals”, are uncorrelated and randomly distributed.

We consider new measures of goodness of fit of the regression curve to experimental data, which test the above-mentioned assumption with regards to the errors. These tests are based on properties of the distribution of distances between local maxima of sequences of independent identically distributed random numbers.

These tests do not make strong assumptions about the probability distribution function of the residuals, e.g. it does not have to be normal (Gaussian).

УДК 668.14.018.252.3

ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВАЯ ОБРАБОТКА СВАРНЫХ СОЕДИНЕНИЙ СТАРЕЮЩЕГО СПЛАВА

Туюкбаев Б.Т., Ахметжанов Б.К., Скаков М.К.

Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова, Усть-Каменогорск, Казахстан

В статье показано влияние зональной электронно-лучевой обработки на структуру и свойства сварных соединений стареющего сплава 36НХТЮ. Разработан способ термической обработки только зоны термического влияния с использованием локального электронно-лучевого нагрева. Установлено, что зонально-термическая обработка электронным лучом сварных соединений сплава 36НХТЮ позволяет устранить структурную неоднородность и значительно улучшить метрологические характеристики упругих чувствительных элементов.

ВВЕДЕНИЕ

В последнее время в практику термической обработки стали широко внедряться новые технологические процессы повышения эксплуатационных свойств сталей и сплавов путем использования электронно-лучевого и лазерного нагревов [1]. При этом особое внимание уделяется применению многофункционального оборудования, позволяющих совместить в едином цикле сварку, зональную термическую обработку и сборку изделий. Целью настоящей работы являлось исследование влияния зональной термической обработки электронным лучом на структуру и свойства сварных соединений из сплава 36НХТЮ.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве объекта исследования был выбран дисперсионно-твердеющий сплав 36НХТЮ, широко используемый при изготовлении упругих чувствительных элементов (пружин, мембран, сильфонов и др.) приборов теплотехнического контроля [2]. Образцы для механических испытаний и структурных исследований изготавливали из ленты толщиной $0,1 \pm 0,3$ мм, предварительно закаленной в воду от 1050°C (выдержка 7 мин). Сварной шов, выполненный с применением установки АСТЭ-7 для аргоно-дуговой сварки с использованием неплавящегося вольфрамового электрода (режим сварки: сила тока 25А, скорость сварки 0,01 м/с), получали расплавлением полоски металла шириной около 2 мм поперек образца. Для обеспечения хорошего теплоотвода использовали специальное, жесткое прижимное приспособление. Образцы выбирали из условия полного проплавления основного металла с формированием обратного валика. Затем из ленты вырезали образцы размером $85 \times 5 \times 0,3$ мм³ и шлифовкой достигали первоначальные размеры образца в области сварного шва.

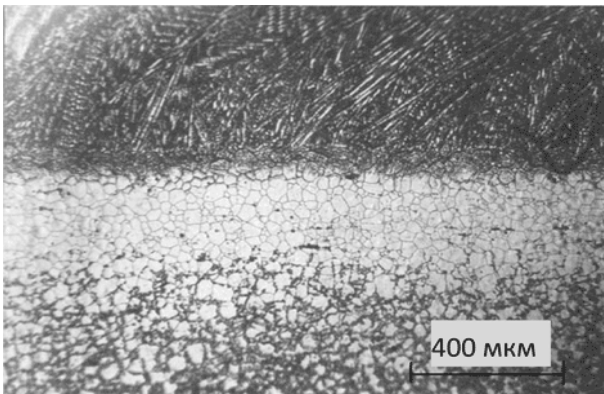
Структурные исследования и определение механических свойств проводили по методикам, описанным в работе [3]. Образцы для металлографических исследований электрополировали в растворе 28 мл хлорной и 500 мл ледяной уксусной кислоты при температуре $0 \pm 5^\circ\text{C}$, напряжении 60В и плотности тока 1 А/см^2 . Микроструктуру выявляли электро-

травлением в 20%-ном водном растворе щавелевой кислоты. Просмотр и фотографирование структур, количественную металлографию проводили на оптическом микроскопе «НЕОРНОТ-21». Усталостные испытания с определением числа циклов до разрушения N проводили при поперечном изгибе в одной плоскости консольно закрепленного образца. Цикл нагружения симметричный, отнулевой. Максимальное напряжение на поверхности образца в месте его крепления 710МПа. Частота нагружения 10 циклов в одну секунду. Точность определения: напряжений ± 5 МПа, долговечности ± 500 циклов. Степень накопления остаточной деформации, в зависимости от числа циклов нагружения, определяли на установке ППУ-1. Образцы подвергались деформации изгиба, прилегая к поверхности цилиндрической оправки радиуса R под действием периодической силы со стороны нагружающего устройства. После некоторого числа нагружения в образце накапливается остаточная деформация, в результате которой первоначально прямой образец приобретает криволинейную форму, загибаясь в сторону оправки. Положение образца фиксируется компаратором типа ИЗА-2 с точностью 10^{-3} мм. По изменению положения образца в результате циклирования рассчитывается накопленная остаточная деформация по способу С.О.Цобкало [4].

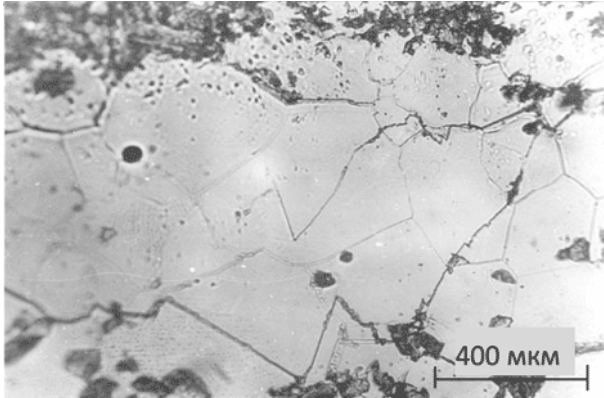
РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Металлографические исследования сварных соединений, полученных аргоно-дуговой сваркой, показали, что после старения при 700°C (выдержка 4 часа) формируется структурная неоднородность (рисунок 1а), обусловленная особенностями выделения упрочняющей γ' -фазы и вызывающая снижение механических свойств сплава 36НХТЮ. Ранее в работе [5] был исследован механизм выделения упрочняющей γ' -фазы в быстроохлажденном из жидкого состояния сплаве 36НХТЮ при старении. В литой зоне выделения γ' -фазы по механизму прерывистого распада протекает более интенсивно, чем в основном металле. В зоне термического влияния (ЗТВ) при старении прерывистый распад не протекает. Исходя из работы [6] можно объяснить причину указанного явления. Отсут-

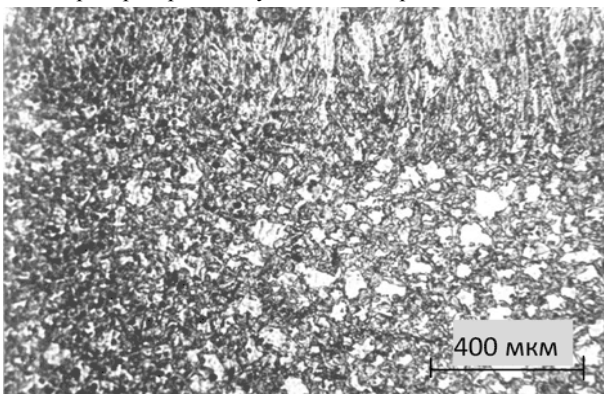
ствии прерывистого распада в этой зоне свидетельствует о том, что она при сварке нагрелась до температуры не ниже 1150°C. Последующее быстрое охлаждение фиксирует состояние пересыщенного твердого раствора, и при этом растворенным оказываются и карбидные частицы. При старении последние, выделяясь на границах зерен, закрепляют их и, следовательно, препятствуют развитию прерывистого распада. Выделение γ' - фазы в этом случае проходит по непрерывному механизму. Непрерывный распад протекает медленно, ЗТВ оказывается слабо упрочненной, что подтвердили испытания на усталость.



а – структурная неоднородность сварного соединения



б – распространение усталостной трещины по ЗТВ



в – микроструктура сварного соединения после повторной закалки и последующего старения

Рисунок 1. Микроструктура сварного соединения из сплава 36НХТЮ

При циклическом нагружении, часто, разрушающая трещина, возникнув в переходной прослойке, отделяющей сварной шов от ЗТВ, входит в ЗТВ и развивается по ней вплоть до разрушения (рисунок 1б). ЗТВ оказывается не только менее прочным, но и менее пластичным участком. Повторная закалка от 970°C после сварки и последующее старение при 700°C (выдержка 4 часа) устраняет структурную неоднородность (рисунок 1в), обеспечивает повышение прочностных характеристик и долговечности сварных соединений. При усталостных испытаниях образцы иногда разрушались не только по зоне термического влияния, а вдали от этой зоны.

Проведение повторной закалки традиционными способами термической обработки (закалка в соляных ваннах, электропечах или токами высокой частоты) нецелесообразно, так как могут произойти необратимые изменения при изготовлении упругих чувствительных элементов (окисление, коробление, потеря соосности). В этой связи была поставлена задача разработки способа термической обработки только зоны термического влияния с использованием локального электронно-лучевого нагрева с целью устранения структурной неоднородности сварного соединения и улучшения метрологических характеристик приборов.

В качестве изделия для испытаний была выбрана мембранная коробка типа ДМ-8. Мембрана и штуцер изготовлены из сплава 36НХТЮ. В процессе изготовления традиционным способом мембранные коробки подвергались обработке: закалка + сварка + старение. Толщина стенок мембраны 0,35 мм. Основные характеристики мембранной коробки: рабочий ход – 1, 60-1, 75 мм; номинальное давление, при котором работает мембранная коробка – 630 МПа.

По результатам наших исследований предлагается обработка по схеме: закалка + сварка + ЗТО + старение. Локальный нагрев под вторую закалку проводили на электронно-лучевой установке АЗ06.13. Удельная мощность варьировалась в пределах $10^7 \div 8 \times 10^7$ Вт/м². Рабочий вакуум в камере был не ниже 5×10^{-3} Па. Зональную термическую обработку (ЗТО) проводили непосредственно после сварки при перемещении образца или изделия относительно источника нагрева. Процессом нагрева управляли путем изменения силы тока луча при постоянном ускоряющем напряжении, силы тока фокусировки и скорости относительного перемещения изделия. Нагрев проводили в режиме непрерывного воздействия до достижения требуемых температур на поверхности, контролируемых с помощью пирометра АПИР-С. Кроме того, контроль температуры осуществлялся на предварительно калиброванных образцах и по результатам структурных исследований.

С целью установления оптимального термического режима ЗТО сварных соединений температуры повторной закалки варьировали в интервале 910÷1150°C. Режимы аргонно-дуговой сварки и зо-

нальной термической обработки приведены в таблице 1. За счет быстрого теплоотвода в процессе ЗТО выделения γ' - фазы не происходило и фиксировалось состояние пересыщенного твердого раствора. После ЗТО заключительное старение, придающее изделию законченный комплекс физико-механических свойств, проводили при 700°C в течение 2÷4 часов.

После старения все мембранные коробки стабилизировались 250 циклами нагружения давлением, изменяющимся от 0 до 100 Мпа, с частотой нагружения 0,3 Гц. Далее они подвергались циклическому нагружению давлением, изменяющимся от 0 до 500 МПа с частотой 0,3 Гц. После каждых 10000 циклов нагружения проверялись метрологические характеристики каждой коробки и герметичность на гелиевом течеискателе ПТИ – 6.

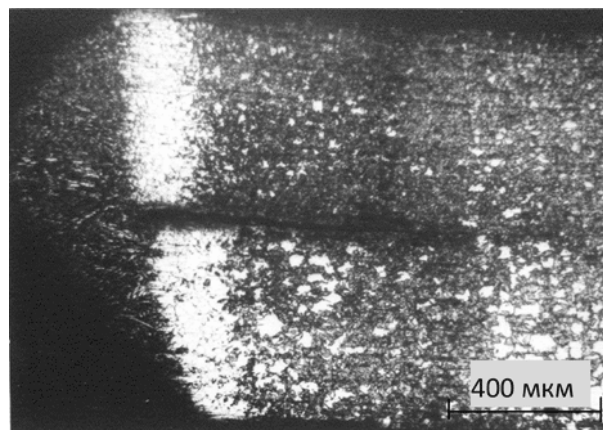
Таблица 1. Режимы сварки и зональной электронно-лучевой обработки сплава 36НХТЮ.

Режимы сварки и обработки		
аргонно-дуговая сварка (установка СА –200)	Уд, В	10
	I, А	10
	V, м/с	$6,7 \times 10^{-3}$
электронно-лучевая обработка (установка А306.13)	Ууск, кВ	20
	Iк, А	4×10^{-3}
	Iф, А	0,115
	Iн, А	8
	d, см	0,6
	V, м/с	5×10^{-3}
Примечание: I – сила тока сварки; V – скорость сварки; Уд –напряжение дуги; Ууск- ускоряющее напряжение; Iн –сила тока луча; Iф – сила тока фокусировки; d – диаметр пятна; Iк – сила тока накала		

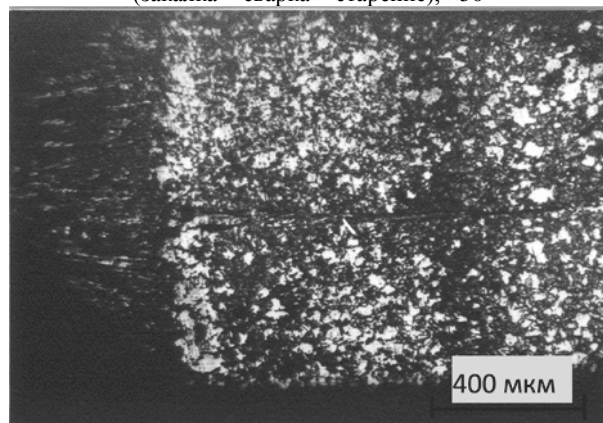
На рисунке 2 а приведена микроструктура сварного соединения мембранной коробки, изготовленной по традиционной технологии (закалка + сварка + старение). Видно, что при данной технологии также формируется структурная неоднородность. ЗТО зоны термического влияния расфокусированным электронным лучом и последующее старение при 700°C позволили устранить структурную неоднородность в зоне сварного соединения (рисунок 2б). Натурные испытания показали улучшение метрологических характеристик мембранных коробок, подвергнутых зональной термической обработке. Кроме того, повышается стабильность метрологических характеристик по сравнению с серийной технологией изготовления упругих чувствительных элементов приборов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, на основании проведенных исследований можно сделать вывод, что зональная термическая обработка электронным лучем сварных соединений сплава 36НХТЮ позволяет устранить структурную неоднородность и значительно улучшить метрологические характеристики упругих чувствительных элементов.



а – по традиционному способу обработки (закалка + сварка + старение), ×50



б – по предложенному способу обработки (закалка + сварка + ЗТО + старение), ×50

Рисунок 2. Микроструктура сварного соединения мембранной коробки из сплава 36НХТЮ, полученная

ЛИТЕРАТУРА

1. Евграфов, Н. Н. Свойства и структура сварных соединений высокопрочной стали после зональной термической обработки электронным лучом/ Н.Н. Евграфов, Ю.Т. Лысенко, Е.М. Феоктисова, М.А. Машкова, В.В. Хохлов // Материаловедение и термическая обработка металлов.- 1991. -№3. -С. 7-8.
2. Прецизионные сплавы. Справочник. / Под ред. Б.В.Молотилова. -М.: Металлургия, 1983. -440с.
3. Алонцева, Д. Л. Влияние степени холодной деформации прокаткой на структуру и свойства сплава 36НХТЮ, подвергнутого высокоэнергетическому воздействию/ Д.Л. Алонцева, Б.К. Ахметжанов. //Труды III международной конференции «Радиационно-термические эффекты и процессы в неорганических материалах». Томск, Россия, 29 июля - 3 авг. 2002. - С.3-5.
4. Цобкало, С. О. Новый прибор ППУ-1 для измерения предела упругости и упругого последствие листовых материалов/ С.О. Цобкало, Ю. Ф. Баландин //Измерительная техника.-1956. - №2. - С.26-31.
5. Ахметжанов, Б. Механизм выделения γ' -фазы в быстроохлажденном из жидкого состояния аустенитном сплаве/ Б. Ахметжанов, В. Ф. Суховаров, Р.Д. Строкатов // Известия вузов. Физика. - 1988. - №10. - С. 113-115.
6. Суховаров, В. Ф. Прерывистое выделение фаз в сплавах/ В.Ф. Суховаров. - Новосибирск: Наука, 1983.- 168с.

**ҚАРТАЙҒЫШ ҚОРЫТПАНЫҢ ПІСІРІЛГЕН ҚОСУЛАРДЫ
ЭЛЕКТРОНДЫҚ - СӘУЛЕ АРҚЫЛЫ ӨНДЕУІ**

Тұяқбаев Б.Т., Ахметжанов Б.К., Сқақов М.К.

С. Аманжолов атындағы Шығыс - Қазақстан мемлекеттік университеті, Өскемен қаласы, Қазақстан

Мақалада электронды-сәуле арқылы аймақтық өндеудің қартайғыш 36НХТЮ қорытпаның пісірілген қосуларының құрылымы мен қасиеттеріне әсері зерттелген. Термиялық әсердің аймақтарын жергілікті электронды-сәуле арқылы қыздыруды қолдану арқылы термиялық өндеу әдісі өңделген. 36НХТЮ қорытпасының пісірілген бөліктерін электронды сәулемен аймақтық термиялық өндеу құрылымдық біртектіеместігін жойып және серпінді сезгіш элементтердің метрологиялық қасиеттерін недәуір жақсартуы анықталды.

ELECTRONIC-BEAM PROCESSING THE WELDED JOIN GETTING OLD ALLOY

B.T. Tuyakbaev, B.K. Ahmetzhanov, M.K. Skakov

EAST-Kazakhstan state university name S. Amanzholova, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan

Influence zonal electronic-beam processing is shown In article on structure and characteristic of the welded join getting old alloy 36NHTU. The Designed way of the termal processing only zones of the termal influence with use local electronic-beam heating. It Is Installed that zonal-termal processing by electronic ray of the welded joining the alloy 36NHTU allows to avoid the structured spottiness and vastly perfect the metrological features of the springy detector elements.

УДК 538.975

ПОЛУЧЕНИЕ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ПЛЕНОК УГЛЕРОДА

¹Буранбаев М.Ж., ²Козтаева Г.П.¹Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы²Национальный ядерный центр РК, Курчатов

Получены монокристаллические углеродные пленки со структурой алмаза и графита. При измерении объемного сопротивления контакта пленка-подложка было обнаружено образование запирающего слоя. Пленка со структурой графита дает аномально высокое рассеяние от плоскости (002), которое является следствием образования клинообразного резонатора между плоскостями (002) углерода и (111) кремния.

Тонкие углеродные пленки обладают уникальными физико-химическими свойствами, такими как инертность, износостойкость, прозрачность в видимом диапазоне длин волн, твердость, теплопроводность. Кроме того, изменяя условия их получения, можно в широких пределах управлять шириной запрещенной зоны, концентрацией примесных атомов и проводимостью слоя, что позволяет использовать алмазные покрытия при изготовлении мощных полупроводниковых приборов [1].

Алмазоподобные пленки широко используются в качестве просветляющих защитных покрытий элементов оптических устройств, химической посуды, в качестве рабочего слоя дисков для магнитной записи.

Наличие у алмазоподобных пленок отрицательного электронного сродства поверхности (111) позволяет изготавливать автоэмиссионные катоды на основе алмазных пленок, работающие с хорошей стабильностью в условиях технического вакуума при сравнительно низких электрических полях.

В настоящее время наиболее интенсивно развиваются направления исследования алмазоподобных покрытий, связанные с изготовлением полупроводниковых приборов и повышением стабильности полевого тока "холодных" электронных источников [2]. Получение углеродных покрытий для этих целей осуществляется в основном методом химического парофазного осаждения либо в тлеющем разряде [3], либо с помощью горячей нити [4] в атмосфере водорода и углеводородного газа (чаще всего метана).

В данной работе предложен метод выращивания тонких пленок углерода различных структурных модификаций напылением углерода в вакууме на кремниевой подложке. Монокристаллические пленки углерода со структурой алмаза и графита получены в реакционной камере, в которой располагаются постоянные магниты и электроды (рисунок 1).

Электроды изготовлены из высокочистого реакторного графита. Подложка из монокристаллического кремния предварительно обезжиривается путем

последовательной промывки в спирте, плавиковой кислоте и ацетоне, после чего помещается в реакционную камеру. Реакционная камера присоединяется к пьезоэлектрическому вентилю, обеспечивающему напуск газов, и помещается в вакуумную систему. Остаточный вакуум в камере получается при помощи форвакуумного и диффузионного насосов и составляет $\sim 1,3 \times 10^{-4}$ Па. Поверхность монокристаллической кремниевой подложки, ориентированная по направлению (111), полируется в камере бомбардировкой ионами Ag^+ , для этого в камеру предварительно напускают аргон. При полировке поверхности подложки подается поток ионов аргона при напряжении ~ 4 кэВ.

Для выращивания тонких пленок углерода в камере напускают смесь ацетилен и аргона. Для получения пленок с различной структурной модификацией варьируются напряжение, подаваемое на катод от 2,5 – 4 кэВ, и поток газа, который задает давление внутри камеры. Толщина полученных пленок составляет ~ 10 –20 нм.

Для исследования свойств полученных пленок были измерены поверхностное сопротивление, которое составило для пленки со структурой алмаза $\sim 10^{15}$ Ом, а для пленки со структурой графита $\sim 10^3$ Ом. Далее были измерены объемные сопротивления контактного слоя пленка-подложка, для алмазной пленки объемное сопротивление контактного слоя имеет значение $2 \cdot 10^8$ Ом. При изменении полярности приложенного потенциала сопротивление уменьшается до значения $\sim 2 \cdot 10^6$ Ом, это свидетельствует о проявлении диодных свойств данной монокристаллической алмазной пленки. Аналогичные свойства наблюдаются и для графитовой пленки, но при меньших сопротивлениях, в одном направлении объемное сопротивление контактного слоя графитовая пленка-подложка составило $\sim 2 \cdot 10^5$ Ом, а в обратном $\sim 5 \cdot 10^3$ Ом.

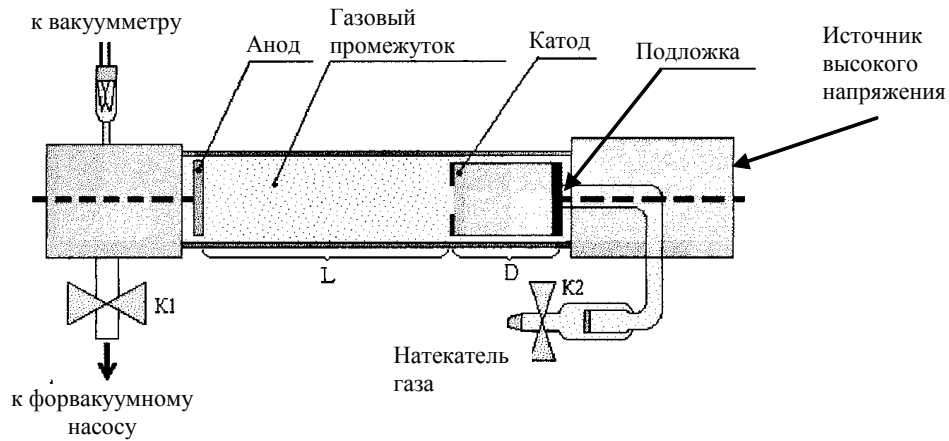


Рисунок 1. Схема реакционной камеры

Структура полученных пленок была исследована методом рентгеноструктурного анализа. При исследовании структуры алмазной пленки в отражающее положение выводилась плоскость (111). На рентгенограмме для этой пленки наблюдается четко выраженный пик интенсивности при значениях $\theta = 21,96^\circ$. Для исследования структуры графитовой пленки в отражающее положение выводилась плоскость (002), но в данном случае отражение накладывалось с отражением плоскости (111) кремниевой подложки. Такое наложение отраженных волн от графитовой пленки и подложки дает anomalно высокое значение интенсивности, превышающее интенсивность отражения от кремния в 1,8 раза (рисунок 2).

Такое anomalно высокое рассеяние можно объяснить тем, что в контактной зоне кремний-углерод

образуется клинообразный резонатор для падающей строго определенной длины волны λ . Такой длиной волны в нашем случае является λ_α медного излучения ($\lambda_\alpha = 0,15405$ нм).

Условия интерференции для рентгеновского диапазона волн дается следующим выражением [5]

$$\vec{H} = \vec{k} - \vec{k}_0 \quad (1)$$

При абсолютно упругом рассеянии должно выполняться условие

$$|\vec{k}_0| = |\vec{k}| = 2\pi / \lambda, \quad (2)$$

где \vec{H} – вектор обратной решетки, \vec{k}_0 , \vec{k} – волновые вектора падающего и рассеянного излучений.

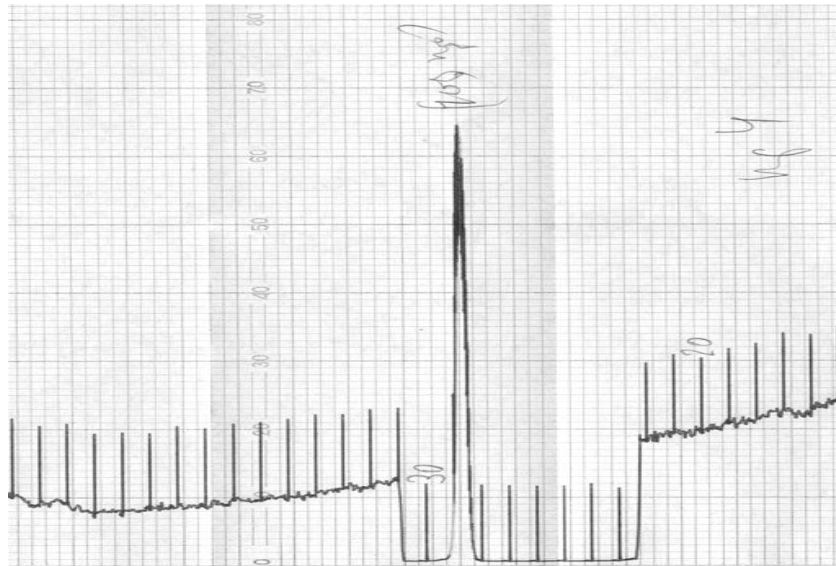


Рисунок 2. Отражения от плоскости (111) кремния, покрытого графитовой пленкой

Условие (1) есть условие Брэгга-Вульфа для обратной решетки

$$|\vec{H}| = 2|\vec{k}_0| \sin\theta$$

или для прямого пространства

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

где d – межплоскостное расстояние.

Поскольку оптический коэффициент преломления рентгеновских лучей $n \approx 1$, то преломление можно не учитывать. Тогда вектор обратной решетки и волновые вектора падающего и рассеянного излучений образуют равнобедренный треугольник, где след отражающей плоскости является биссектрисой (медианой, высотой) этого треугольника (рисунок 3).

Из рисунка 3 видно, что отражающие плоскости образуют между собой угол (клин), который, равен

$$\alpha = \theta_{Si} - \theta_C$$

В левой части рисунка приведена геометрическая картина резонанса, который дает увеличение рассеяния от плоскости (111) кремния. В этом клинообразном зазоре волны, многократно отражаясь от верхней и нижней плоскостей клина, усиливают результирующую отраженную волну ~ 1,8 раза.

Экспериментальные данные для максимума отражения от чистой поверхности (111) кремния составляют $\theta_{Si} = 14,44^\circ$. Максимум отражения от графитовой пленки напыленной на поверхность (111) кремния наблюдается для угла $\theta_C = 13,17^\circ$.

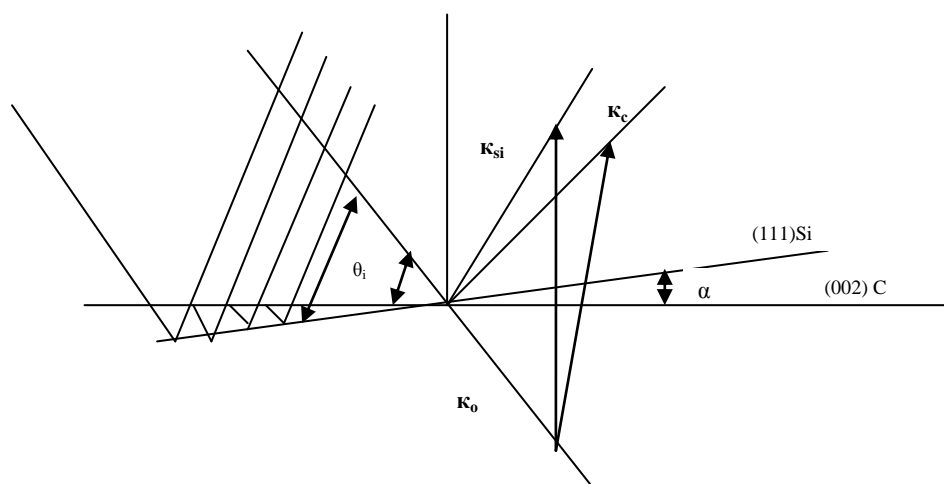


Рисунок 3. Интерференция рентгеновской волны для аномального рассеяния

Зависимость угла α от геометрических параметров кристалла дается следующим выражением:

$$\alpha = \arg \sin \frac{|\vec{H}|_{Si}}{2|\vec{k}_0|} - \arg \sin \frac{|\vec{H}|_C}{2|\vec{k}_0|},$$

которое показывает, что зависимость α от параметров решетки нелинейная, а это говорит о том, что данное явление (аномально высокое рассеяние) действительно только для длины волны медного рентгеновского излучения и отражений (111) от плоскости

монокристалла кремния, покрытого монокристаллической пленкой графита (002).

Таким образом, изменением отдельных параметров процесса получены монокристаллические пленки углерода со структурой алмаза и графита. Проведенные измерения объемного электрического сопротивления контакта пленка-подложка показали образование запорного слоя, что свидетельствует о наличии диодных свойств в данной системе. Рентгеноструктурные исследования обнаружили аномально высокое рассеяние монокристаллической пленки углерода со структурой графита.

ЛИТЕРАТУРА

1. Пшеничнюк, С. А., Юмагузин Ю. М. // ЖТФ, 2001, Т.71, вып. 10, с. 99-103.
2. Пшеничнюк, С. А., Юмагузин Ю. М., Бахтизин Р.З. //ПЖТФ. 1999. Т. 25. Вып. 15. С. 46-52.
3. Raiko, V. R. // Diamond and Related Materials. 1996. N 10. P. 1063.
4. Wei J., Tzeng Y. // J. Cryst. Growth. 1993. N 128. P. 413.
5. Иверонова, В. И., Ревкевич Г. П. Теория рассеяния рентгеновских лучей. – М.: Изд. МГУ, 1972. – 217 с.

МОНОКРИСТАЛДЫҚ КӨМІРТЕГІ ҚАБЫРШАҚТАРЫН АЛУ

¹Боранбаев М.Ж., ²Қозтаева Ұ.П.

¹*Әл-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық Университеті, Алматы*
²*Қазақстан Республикасының Ұлттық Ядролық Орталығы, Курчатов*

Құрылымы алмас және графитке ұқсас монокристалдық көміртегі қабыршақтары алынған. Қабыршақ-төсеніш түйіспесінің көлемдік кедергісін өлшеген кезде диодтық қасиеттері табылған. Құрылымы графитке ұқсас қабыршақтың (002) жазықтығынан аномал жоғары шашырау байқалады, оның себебі көміртегінің (002) және кремнийдің (111) жазықтықтарының арасында резонатордың пайда болуы деп табылған.

RECEIVING OF MONO-CRYSTAL CARBON FILMS

¹M.Zh. Buranbaev , ²U.P. Koztayeva

¹*Al-Farabi Kazakhstan National University, Almaty*
²*National Nuclear Centre of the Republic of Kazakstan, Kurchatov*

We obtained mono-crystal diamond and graphite films. The measurement of the volume resistance of these films showed the formation of the blocking layer on the contact border of carbon & silicon. Cover of the silicon surface (111) by the graphite mono-crystal film demonstrates the abnormally high dispersion from the surface (111) of the silicon which is the result of the formation of the wedge-like resonator by surfaces (111) of the silicon and carbon.

УДК 620.179.13.05

УСТРОЙСТВО ТЕРМИЧЕСКОЙ ВОЗГОНКИ РТУТИ ДЛЯ АНАЛИЗА ЛИТОХИМИЧЕСКИХ ПРОБ**Ефремов М.В.***Институт геофизических исследований НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан*

Описано устройство термической возгонки ртути для анализа ее валового содержания в литохимических пробах. Проанализированы разработки прошлых лет и современное состояние проблемы. Показаны пути решения задачи и дано сравнение результатов анализа при химическом и термическом разложении литохимических проб.

Для определения валового содержания ртути в литохимических пробах в основном применяется методика химического разложения проб с переводом ртути в раствор и последующим извлечением паров ртути [1, 4]. Существенным недостатком этой методики является сложная пробоподготовка, которая занимает длительное время, требует высокой квалификации исполнителя и применения достаточно дорогих химических реактивов (азотная кислота, двухлористое олово и др.). Отсюда - низкая производительность (до 25-30 проб в смену) и высокая стоимость анализа. Кроме того, использование химического разложения проб не исключает потерю сорбционных свойств золотого сорбента, применяемого в анализаторе ртути (например, в АГП-01 [2]).

Другим способом разложения проб при их анализе на ртуть является термическая возгонка паров ртути путем нагрева литохимической пробы до температуры 700 - 800°C. Для этого применяют, например, устройство возгонки ртути УВ-1, выпускаемое Екатеринбургским заводом геофизического оборудования в комплекте с анализатором АГП-01. Термический способ возгонки ртути обеспечивает высокую оперативность процесса измерения и его простоту. Вместе с тем, он обладает существенными недостатками, приводящими к весьма низкой воспроизводимости результатов анализа на ртуть и, следовательно, - к снижению достоверности данных. Причиной этого является, прежде всего, химический состав самой пробы. В зоне гипергенеза и, особенно, в изучаемом почвенно-растительном слое содержится большое число минералов - карбонатов, сульфатов, сульфидов, битумов, - различных соединений углерода, органические и неорганические соединения. В результате переработки (окисления) растительных и животных организмов в почве формируются гумусовые соединения гумино- и фульвокислот, составляющих в среднем 8-10 % от всей массы почвы [1]. Практика работ показала, что при разогреве таких проб до температуры порядка 700°C содержащиеся в них вышеперечисленные вещества, выгорают, образуя различные по химическому составу газы и аэрозоли, что является существенной помехой для термического способа разложения проб. Часть этих газов и аэрозолей вместе с парами ртути абсорбируется на золотом сорбенте, другая - способна сама поглощать оптические линии ртути, формируя так называемый

«ложный» сигнал, не связанный с определяемым содержанием ртути. В свою очередь, с золотого сорбента часть абсорбированных веществ не десорбируется, и выгорая, образует на его поверхности пленочное покрытие, вызывающее значительную или полную потерю свойств сорбента. С учетом этого неоднократно делались попытки создания универсальных фильтров. Однако данная проблема оказалась довольно сложной и практически неразрешимой, поскольку требовалось, чтобы фильтры, с одной стороны, поглощали многообразные газовые составляющие и аэрозоли, обладающие собственными сорбционными свойствами, а, с другой стороны, - свободно пропускали через себя пары ртути. Дальнейшие работы для решения данной проблемы привели к созданию целого ряда фильтров, содержащих различные химические компоненты, каждый из которых позволял вести селективное улавливание газовых составляющих. Наиболее распространенными компонентами химического состава фильтров являлись $\text{Ca}(\text{OH})_2$, CaO , CaCO_3 , CaCl_2 . Созданы также жидкостные фильтры различного состава. Применение указанных фильтров дало ощутимые положительные результаты при измерениях концентрации ртути - уровень помех значительно снизился. Тем не менее, прохождение части газовых компонентов обуславливал быстрое снижение или даже полную потерю сорбционных свойств сорбента. Поэтому процесс измерения с такой аппаратурой требовал проведения систематической проверки (через каждые 3-5 измерений) сорбционных свойств сорбента, частую промывку сорбента и всего воздушного тракта анализатора АГП - 01. В данном варианте методики определения ртути на атомно-абсорбционном анализаторе с термическим разложением проб оказалась нетехнологичной [2].

Другим способом термической возгонки ртути является использование двойной амальгамации [3]. В этом способе применяется попеременное сорбирование ртути на двух золотых сорбентах. В первом цикле пары ртути вместе с продуктами сгорания органических веществ с помощью компрессора осаждают на первом сорбенте, затем сорбент нагревают, пары десорбированной ртути подают в анализатор АГП - 01, где они амальгамируются на сорбенте внутри прибора и затем измеряются. Данный способ исключает возможность появления «ложного» сигнала и загрязнения воздушного тракта прибора. Однако первый

сорбент подвержен потере чувствительности и должен непрерывно контролироваться, а, при необходимости, подвергаться операции по восстановлению сорбционных свойств. Соответственно увеличивается время анализа (двойное сорбирование) и соответственно возрастает ошибка измерений.

Автором разработан и испытан макет установки усовершенствованной термической возгонки ртути и анализа валового содержания ртути в литохимических пробах. В качестве технического решения применено термическое разложение газовой смеси на более простые компоненты с последующей их фильтрацией комплексом фильтров (рисунок 1).

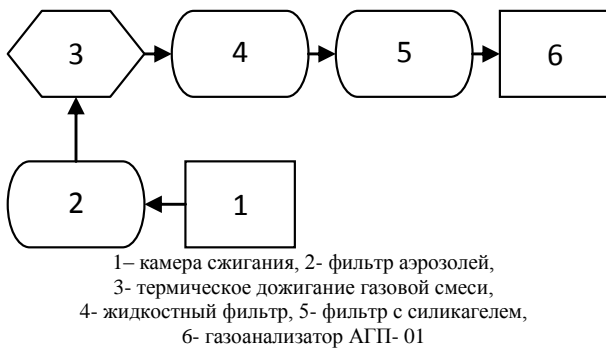


Рисунок 1. Блок – схема устройства термической возгонки ртути

Устройство термической возгонки ртути работает следующим образом. Навеска литохимической пробы, помещенная в тигель, нагревается в камере сжигания (1) до температуры 600- 650°C. Полученная газовая смесь сначала отфильтровывается от крупных аэрозолей в ватном фильтре (2) и затем проходит через никель - вольфрамовую спираль (3), раскаленную до 700-800°C, где происходит разрушение части сложных компонентов газовой смеси, их окисление до простых составляющих CO₂ и H₂O. Далее газовая смесь проходит через жидкостный фильтр - барбатер (4), где происходит ее очистка от сернистых соединений и охлаждение. Последним фильтром в устройстве является емкость с 5- 7 см³ силикагеля (5) который хорошо поглощает углеводороды и пары воды, причем после нескольких начальных измерений силикагель насыщает-

ся ртутью и в дальнейшем потерь этого элемента на нем не происходит.

Цикл измерений с одной навеской из пробы занимает 2,5 - 3,0 минуты. Измерения каждой пробы производится не менее двух раз подряд. Как показал опыт, при определении содержания ртути иногда (2 - 3 % от общего количества измерений) случается, так называемый «выброс» значения, который превосходит истинное содержание ртути в несколько раз. Подобные выбросы обусловлены присутствием в минеральном составе измеряемой пробы ртутьсодержащих компонентов (киновари и др.), которые иногда попадают в тигель камеры сжигания. В опытных работах максимально допустимое расхождение между двумя измерениями было условно принято в пределах до 10 %. Результаты обоих измерений суммировались, вычислялось их среднее, в случае превышения предела расхождения проводился еще один цикл измерений. Измерения начинались с неоднократного замера контрольной пробы с уже известным содержанием ртути, хранящейся в герметичном бюксе. Измерения содержания ртути в контрольной пробе без падения сорбционных свойств золотого сорбента можно было проводить на разработанном устройстве термической возгонки ртути через каждые 25 - 30 проб (50 - 60 циклов измерений), тогда как при использовании установки УВ-1 - через 3 - 5 пробы, при химическом разложении – через 10 - 15 проб. Таким образом, падение сорбционных свойств золотого сорбента при работе на разработанной установке оказалось приблизительно в два раза медленней, чем при анализе с химическим разложением проб. Кроме того, это падение сорбционных свойств происходит достаточно плавно, что позволяет вводить поправку с использованием показаний по контрольной пробе. Отпадает также необходимость частой промывки воздушного тракта анализатора АГП-01. Производительность составила в среднем 60 проб в смену, что превышает производительность анализа с химическим разложением проб приблизительно в 2 - 2,5 раза. На рисунке 2 приведено сравнение результатов анализа 500 проб, полученных при химическом и термическом разложении.

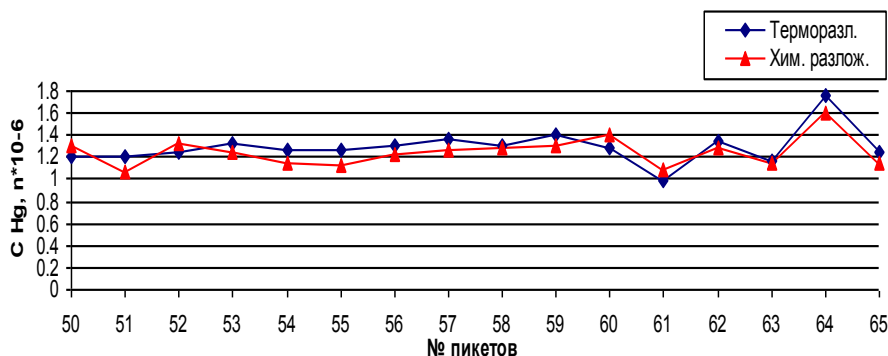


Рисунок 2. Сопоставление результатов анализа на ртуть при химическом и термическом разложении литохимических проб

Сравнение показало, что средняя систематическая погрешность анализа составляет 0,3%, случайная погрешность 13,7%, что не превышает инструктивных требований [4]. Всего с использованием созданного макета устройства термической возгонки ртути было проанализировано несколько тысяч литохимических проб, отобранных на участках проведения подземных ядерных взрывов Балапан и Азгир, а также при изучении сорбционных свойств на ртуть различных почвогрунтов. Подтверждена

достаточно высокая надежность устройства. В настоящее время ведутся работы по дальнейшему его усовершенствованию.

Таким образом, разработано мобильное и высокопроизводительное устройство термической возгонки ртути для определения ее валового содержания в литохимических пробах, которое позволяет увеличить экспрессность анализа и решать более успешно задачи экологических исследований.

ЛИТЕРАТУРА

1. Разработка инструкции по ртутиметрической съемке с использованием атомно- абсорбционного анализа – 716 - 92: отчет о НИР (заключительный) / Казахский институт разведочной геофизики (КазВИРГ); рук. М.И. Политиков. – Алматы, 1994. - С. 60 - 68.
2. Жеребцов, Ю. Д. Технология ртутиметрических поисков рудных месторождений / Ю. Д. Жеребцов, М. И. Политиков, В.Ю. Сикорский. - М.:Недра. - 1992. – 66 с.
3. Гладкова, Н. С. Применение метода термической возгонки для атомно- абсорбционного определения ртути в почвах / Н. С. Гладкова. М. С. Малинина // Почвоведение. - 2005. - № 8.
4. Инструкция по геохимическим методам поисков и разведки рудных месторождений. - М.:Недра. - 1989.

ЛИТОХИМИЯЛЫҚ СЫНЫМАЛАРЫНДА ТАЛДАУ ҮШІН СЫНЫПТЫ ЖЫЛУМЕН ТӨТЕ БУЛАНДЫРУ ҚҰРЫЛҒЫСЫ

Ефремов М.В.

ҚР ҰЯО Геофизикалық зерттеулер институты, Курчатов, Қазақстан

Литохимиялық сынамаларында сыныптың жалпы мөлшерін талдау үшін оны жылумен төте буландыру құрылғысы сипатталған. Осы проблема жөнінде өткен жылдардағы эзирмелердің нәтижелерінің және қазіргі уақыттағы күйінің талдауы жасалған. Мәселені шешу жолдары көрсетілген және литохимиялық сынамаларын химиялық және жылумен жіктеу нәтижелерінің салыстыруы жасалған.

THERMAL MERCURY SUBLIMING SYSTEM FOR MERCURY ANALYSIS IN LITHOCHEMICAL SAMPLES

M.V. Efremov

Institute of Geophysical Research NNC, Kurchatov, Kazakhstan

The paper contains the description of thermal mercury subliming system for analysis of mercury total content in lithochemical samples. The analysis of results of developments of past years on this problem and its state at present is made. There are the solutions of this task and the comparison of results for chemical and thermal decomposition of lithochemical samples.

УДК 550.837

**МЕТОД ЗОНДИРОВАНИЙ ВЕРТИКАЛЬНЫМИ ТОКАМИ
ПРИ ОКОНТУРИВАНИИ ЗАЛЕЖЕЙ И ПОИСКЕ СТРУКТУРНЫХ НАРУШЕНИЙ В СРЕДЕ**

Потапов В.В.

Институт геофизики Сибирского отделения РАН, Новосибирск, Россия

На практических примерах применения метода зондирования вертикальными токами в Якутии (для поиска структурных аномалий) и в Италии (оконтуривание газового хранилища) показано, что новый метод имеет большие перспективы и возможности при поисках и оконтуривании аномальных, в геоэлектрическом смысле, объектов.

ВВЕДЕНИЕ

В геолого-геофизической среде исследователей нет устоявшегося мнения о возможностях электроразведки в области прогнозирования залежей углеводородов. Спектр суждений весьма широк - от полного отрицания таких возможностей до крайне оптимистических оценок. Привлекает внимание тот факт, что зондирование становлением (ЗС) [3], считавшееся наиболее прогрессивной методикой электроразведки и действительно получившее широкое

нефтепоисковое применение в СССР, теперь мало упоминается в этом контексте. Похоже, что для успешного выявления упомянутых возможностей необходимо весьма осознанно изменить подход к выбору методики электроразведки.

Построим физико-математическую модель индукционной (т.е. на переменных полях) электроразведки с контролируруемыми источниками [1, 2], условное изображение которой приведено на рисунке 1.

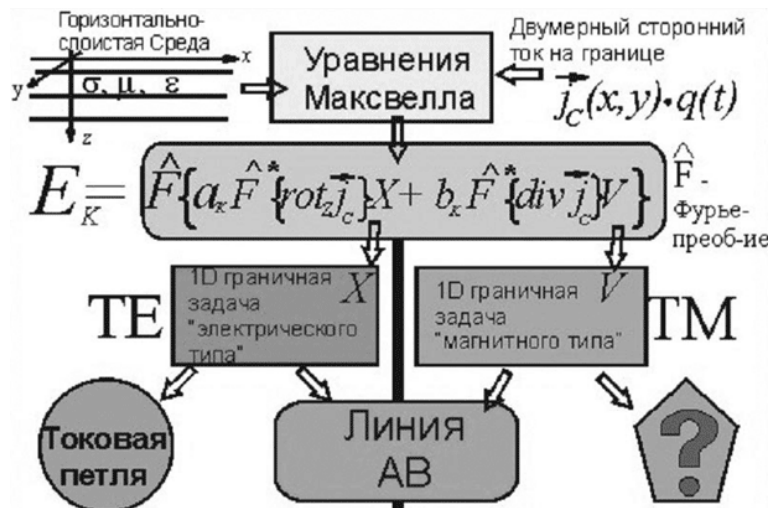


Рисунок 1. Физико-математическая модель индукционной электроразведки

Все многообразие возможных различных питающих установок, располагаемых на дневной поверхности можно формально описать, введя распределение поверхностной плотности стороннего тока (в А/м), меняющегося синхронно – $\vec{j}^c(x, y) \cdot q(t)$. Такое описание источника включает в себя как традиционные питающие установки, образованные отрезками провода и точечными заземлениями, так и менее привычные установки с распределенными проводниками и заземлениями. Например, для двух основных типов источника, применяемых в наземной электроразведке – горизонтальная линия, заземленная по концам (ГЭЛ) и токовая петля, – поверхностная плотность определяется следующим образом:

- $j_x^c(x, y) = I \cdot \delta(y) \times [U(x + dx_0 / 2) - U(x - dx_0 / 2)]$ - для ГЭЛ;
- $j_\phi^c(r) = I \cdot \delta(r - a)$ - для петли,

где $U(x)$ – функция Хевисайда, $\delta(x)$ – дельта функция Дирака, dx_0 – длина ГЭЛ, a – радиус токовой петли.

Приняв в качестве базовой одномерную горизонтально-однородную модель среды и применяя уравнения Максвелла с соответствующими условиями, можно получить решение для любой компоненты поля в виде линейного двучлена, как это дано на рисунке 1. Поведение электромагнитного поля описывается двумя независимыми функциями V и X , - решениями двух разных краевых нестационарных задач, т.е. процесс возбуждения и распространения

поля от произвольного источника есть суперпозиция двух различных процессов. Вклад каждого процесса определяет конфигурация источника посредством значений функций $divjC(x,y)$ и $rotzjC(x,y)$. Одна составляющая определяется током, стекающим с заземлений (гальваническое возбуждение), а другая составляющая зависит от вихревой компоненты в распределении стороннего тока (индуктивное возбуждение). Таким образом, в электроразведке с контролируемыми источниками, в силу одномерности модели среды, имеет место разделение общего поля на E- и H-составляющие (поперечно-магнитное и поперечно-электрическое поле). Физико-математическая модель индукционной электроразведки с контролируемыми источниками, двуедина и симметрична по отношению к полям электрического и магнитного типов.

Отсюда следует, что всякая методика индукционной электроразведки, использующая токовую петлю в качестве источника, основана на использовании поля магнитного типа, которое возбуждается индуктивно и определяет индуктивную электроразведку.

Другой широко применяемый источник - горизонтальная заземляемая линия (линия АВ), - является смешанным источником, возбуждающим поля обоих типов. Однако, вклад поля электрического типа в любую измеряемую на дневной поверхности компоненту обычно мал по сравнению с вкладом поля магнитного типа. Можно считать, что вся индукционная электроразведка фактически является индуктивной, основанной на использовании поля магнитного типа.

Поле магнитного типа (и, значит, фактически все реализованные методы индукционной электроразведки) имеет ряд принципиальных недостатков. Система возбуждаемых токов в среде имеет только горизонтальные компоненты при широком латеральном распространении. Регистрируемый на дневной поверхности отклик определяется всей вмещающей толщиной, причем, в основном, суммарной продольной проводимостью этой толщи. Аномальный вклад такой неоднородности, как, например, залежь углеводородов (УВ), даже вместе со всеми сопутствующими изменениями, мал и "размазан" на пространственно-временном протяжении суммарного сигнала. Индуцируемые горизонтальные токи слабы и имеют вторичный характер. Поэтому, несмотря на, казалось бы, прогресс в электроразведке, связанный с появлением ЗС, методы постоянного тока продолжают жить и даже упорно претендуют на решение различных проблем, в частности, такой проблемы, как прослеживание углеводородных залежей. Это можно объяснить тем, что поле электрического типа имеет весьма полезные свойства.

Пользуясь приведенной физико-математической моделью электроразведки можно предложить прямое развитие методов ЗС с использованием поля электрического типа и определить конфигурацию его источника. Потребуем, чтобы поле источника не содержало поля магнитного типа, т.е. потребуем, чтобы $rotzjC(x,y)=0$. Нетрудно видеть, что этому удовлетворяет изотропное радиальное распределение стороннего тока (рисунок 2).

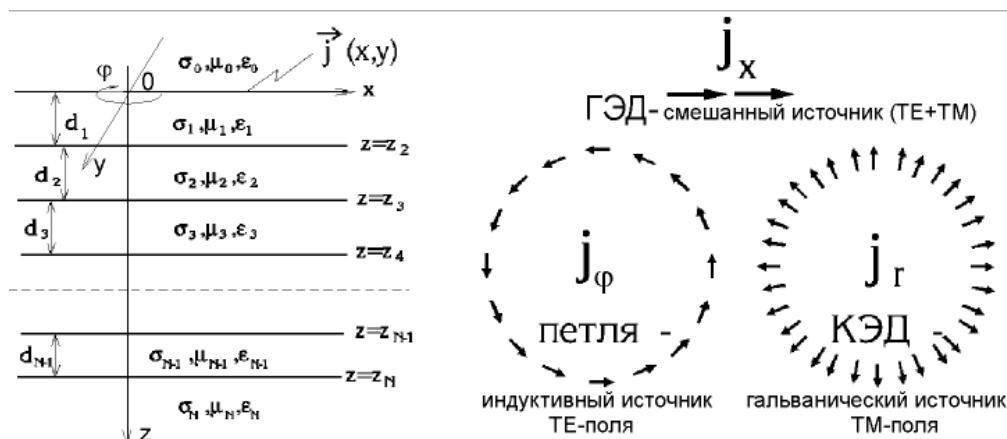


Рисунок 2. Модель среды и основные конфигурации стороннего тока

На практике данное требование реализуется системой радиальных заземленных линий с одинаковым током, которая получила название «круговой электрический диполь» (КЭД). По отношению к полю магнитного типа преимущество этого типа источника заключается в наличии вертикальной компоненты тока в возбуждаемой среде. Это создает благоприятные условия для выявления специфической неоднородности, каковой является, например,

газонефтяная залежь, но также способствует развитию процессов вызванной поляризации. Можно возразить, что всякий источник с заземлениями (та же линия АВ) имеет аналогичные свойства. Но не всякий источник (а только КЭД) не возбуждает дополнительно и мощного индуктивного процесса. Высокодинамичный в пространстве и во времени, долгоживущий фон, определяемый всей вмещающей толщиной – это главная проблема традиционной индукци-

онной электроразведки. Поле КЭД - поле чисто электрического типа, не имеет магнитных компонент на поверхности горизонтально-слоистой среды и при этом создает условия для успешной регистрации слабых аномальных эффектов, связанных с неоднородностями типа залежей углеводородов. Методики, использующие круговой электрический диполь называются «зондирования вертикальными токами» (ЗВТ) и являются наиболее серьезной альтернативой в индукционной электроразведке за последние десятилетия [1, 2]. Зондирование вертикальными токами является принципиально новым методом электроразведки. В аппаратном отношении эта новизна выражается, прежде всего, в необходимости устраивать на местности питающую установку новой конфигурации (КЭД) и поддерживать в импульсном режиме равные (или заданные) токи в лучах установки КЭД. Такое устройство в целом можно определить как управляемый круговой электрический диполь (УКЭД). Измерительная часть с ливной обеспечивается стандартной аппаратурой метода зондирования становлением поля в ближней зоне (ЗСБ) [3]. Спецификой ЗВТ является также полная реализация популярной в электроразведке (но плохо реализуемой в индуктивных методах) идеи площадных работ с закрепленным источником. Это потре-

бовало надежной пространственно-временной привязки мобильного автономного измерительного комплекса (или нескольких таких комплексов) к импульсному источнику поля. Самое эффективное решение найдено в виде использования приемников глобальной навигационной системы GPS.

Аппаратурный комплекс для ЗВТ включает зондирующую установку – управляемый круговой электрический диполь, - и измерительный комплекс, состоящий из измерителя ЗСБ-МПП и индукционного датчика [3]. Измеритель также можно использовать в методе вызванной поляризации (ВП). Сейчас опробовано и внедрено в практику уже третье поколение аппаратного комплекса.

Ниже приведены результаты полевых исследований, выполненных с использованием метода ЗВТ в различных геолого-геофизических условиях [4, 5].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РАБОТЫ ПО ВЫЯВЛЕНИЮ СТРУКТУРНЫХ НАРУШЕНИЙ В СРЕДЕ (РЕСПУБЛИКА ЯКУТИЯ)

Участок Хатат

Летом 2002 г. в республике Якутия проведены экспериментальные работы с целью выявления разлома «Западный», проходящего через центральную часть участка Хатат (рисунок 3).

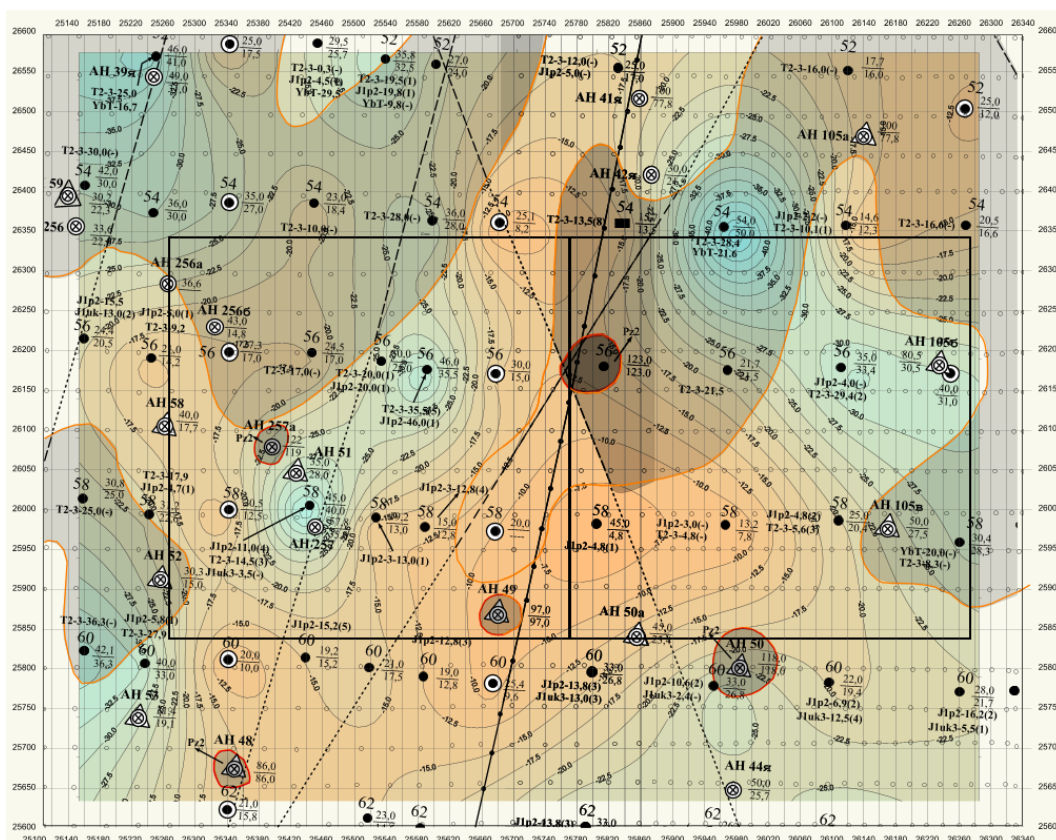


Рисунок 3. Геологическая карта участка Хатат

Участок расположен в зоне Центрального разлома Виллойско-Мархинской системы, выполненного субвертикальной дайкой траппов и сопровождаемого интенсивной линейной магнитной аномалией. Горизонтальная мощность дайки 20 - 30 м, глубина залегания верхней кромки около 300 м. Магнетизм проявился здесь также в виде приповерхностных трапповых пластовых интрузий с туфовыми «карманами» и туфовых трубок. Размеры последних, оцененные по магнитным аномалиям, не превышают 50 м в диаметре.

Работы на участке Хатат проведены с применением 8-ми лучевой установки кругового электрического диполя (КЭД) с лучами длиной 500 м. Центр установки располагался южнее на 670 м и западнее на 70 м от юго-западного угла участка. Ток в каждой из лучей установки КЭД составил 3 А, а при работе на наиболее удаленных профилях ток увеличивался до 3.5 А. Суммарный ток нагрузки составлял 24 либо 28 А. Измерения сигнала переходного процесса ЗВТ проведены двумя переносными измерительными комплексами на основе аппаратуры «Цикл-5» (СНИИГГИМС). Синхронизация между генераторной установкой и измерительным комплексом осуществлялась через систему спутниковой связи приемниками GPS. Измерения выполнены по сети 50×20 м. Объем измерений составил около 1200 точек. На каждой точке измерялся параметр dBz/dt . Всего выполнено примерно 2500 измерений. Основной объем предварительной обработки полевых материалов выполнен непосредственно в поле одновременно с контролем получаемых текущих материалов. На рисунке 4а приведена площадная картина сигнал ЗВТ-М на времени 0.753 мс, на рисунке 4б – картина сигнал ЗВТ-М, полученная вдоль профиля 26000 (привязка по глубине относительная).

Как видно из рисунка 4а, вся исследованная площадь по значению сигнала переходного процесса ЗВТ делится примерно по диагонали на 2 практически равные части, что может быть связано с влиянием разлома «Западный», который по априорной информации (рисунок 3) проходит именно через центр участка. С увеличением времени (начиная с 1 мс), такое разделение на 2 области исчезает. Это может быть объяснено следующим образом. На малых глубинах, исходя из геологической ситуации, картина распределения проводимости очень сложная, на нее накладывается еще влияние разлома, поэтому неоднородности в горизонтально-слоистой среде дают такое яркое различие в распределении площадного сигнала на малых временах. При увеличении времени, а соответственно глубины исследования, среда становится более похожа на горизонтально-слоистую, что видно на площадных, а особенно на профильных сигналах ЗВТ (рисунок 4б), и отображается в виде более равномерного по площади сигнала.

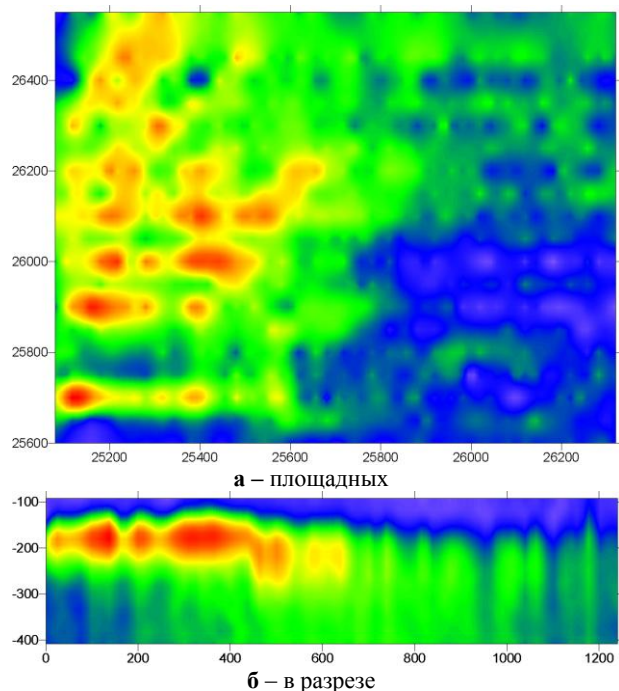


Рисунок 4. Участок Хатат. К результатам работ методом ЗВТ-М (на времени 0.753 мс)

Таким образом, на участке Хатат по площадным значениям сигнала ЗВТ выделяются две большие зоны, делящие участок практически пополам, граница между ними достаточно хорошо совпадает с расположением разлома «Западный».

Участок Ан-21

В сентябре 2002 г. проведены работы на участке Ан-21, расположенном примерно в 15 км западнее г. Мирный. Геологическое строение участка Ан-21 является характерным для большинства территорий кимберлитового поля Мирного. Кимберлитомещающие карбонатные породы нижнего палеозоя выходят на поверхность, либо перекрыты мезозойскими и верхнепалеозойскими отложениями мощностью до 20 м. Цель работ, проведенных с использованием метода ЗВТ-М, состояла в определении расположения предполагаемой кимберлитовой жилы и разлома, проходящего через изучаемый участок.

Работы проведены с применением той же электроразведочной системы ЗВТ, которая использована на участке Хатат. Длина каждого луча в 8-лучевой генераторной установке составила 250 м, ток в каждом луче - 1 А. Общий ток составил 8 А. Измерения осуществлены теми же двумя измерительными комплексами, которые использованы на участке Хатат. Измерения проведены по сети 50×40 м со сгущением в отдельных случаях до 25×40 м. На рисунке 5 приведены площадные сигналы переходного процесса ЗВТ на временах 0.117 мс (рисунок 5а) и 0.689 мс (рисунок 5б), а также сигнал ЗВТ (рисунок 5в) вдоль профиля 28250.

**МЕТОД ЗОНДИРОВАНИЙ ВЕРТИКАЛЬНЫМИ ТОКАМИ
ПРИ ОКОНТУРИВАНИИ ЗАЛЕЖЕЙ И ПОИСКЕ СТРУКТУРНЫХ НАРУШЕНИЙ В СРЕДЕ**

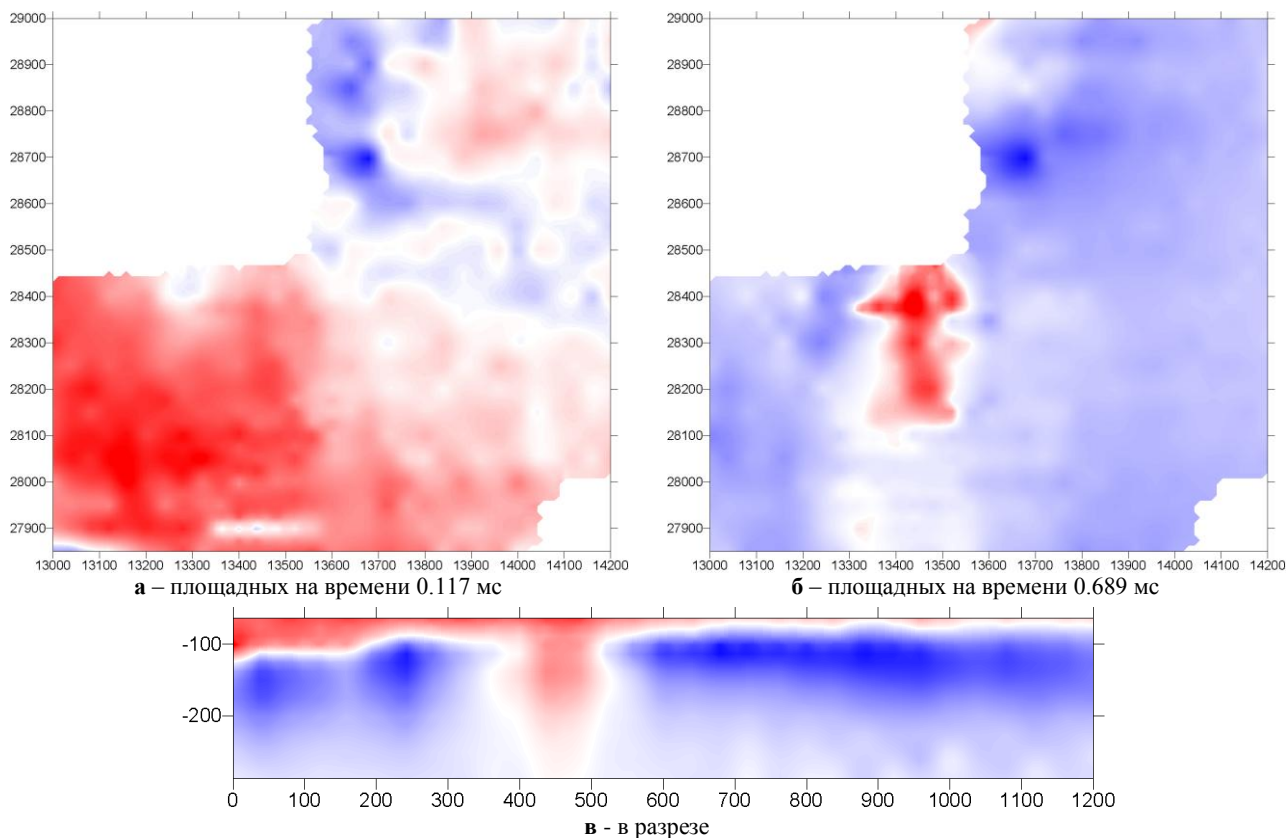


Рисунок 5. Участок Ан-21. К результатам работ методом ЗВТ-М

Из рисунка 5а можно видеть, что сигнал переходного процесса ЗВТ-М распределен по площади достаточно равномерно, без резких аномальных зон в сравнении с распределением сигнала на более поздних временах (рисунок 5б), где отчетливо проявляется аномальная область (рисунок 5б, красный цвет). При еще большем увеличении времени (глубины исследования) проявление этой аномалии ослабевает. Однако дальнейшее изменение поведения этой аномалии с глубиной, к сожалению, проследить было затруднительно из-за того, что уровень сигнала становится ниже уровня шумов. На профильном сигнале ЗВТ-М (рисунок 5в) та же аномальная область видна четко и позволяет судить о ее форме и расположении. По значениям амплитуды, близким к нулю, на площадных сигналах ЗВТ-М можно выделить аномальную зону, протягивающуюся в южном направлении. Данное понижение значений сигнала может быть связано с тем, что здесь проходит разлом «Центральный». Изменение сигнала из-за разлома заметно только в южной части участка, хотя разлом проходит через весь участок.

Наличие резкой аномальной зоны в центре участка может объясняться тем, что в зоне разлома образовалась трещина, в которой проходил процесс последующего осадконакопления. Электрическое сопротивление этих осадков резко отличается от со-

противления вмещающей среды, что и способствует отчетливому ее выделению.

Подводя итоги работ на участке Ан-21 можно сказать, что по измеренному сигналу слабо выделяется разлом «Центральный», проходящий через весь участок. Выявлена резкая аномальная зона в центре участка, которая возможно связана с процессом осадконакопления в кавернах разлома.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РАБОТЫ ПО ОКОНТУРИВАНИЮ ГАЗОВОГО ХРАНИЛИЩА (ИТАЛИЯ)

Объект исследований представляет собой бывшее газовое месторождение, используемое ныне как хранилище газа. Объект находится в предместьях большого Милано и располагается на глубине 1300 м. Зона исследований плотно заселена и чрезвычайно осложнена соответствующей инфраструктурой. Геологический разрез характеризуется резким падением удельного электрического сопротивления на глубинах между 900 м до 1300 м непосредственно над изучаемым объектом, что является весьма неблагоприятным фактором для любых геоэлектрических исследований.

Основной задачей работ являлось оконтуривание хранилища по простираению. По полученной предварительной информации ранее с этой целью применялись электрические методы (Шлюмберже) и ставилась 3D-сейсмика. С той же целью привлечен метод зондирования вертикальными токами (ЗВТ). Условия применения любых зондирований во времен-

ной области (каковыми являются ЗВТ) на изучаемой территории являются крайне тяжелыми не только из-за выше отмеченных обстоятельств, но также из-за высоких электромагнитных помех.

Работы методом ЗВТ выполнялись в следующей конфигурации измерительно-зондирующего комплекса: число лучей КЭД - 8; ток в одной линии – 4 А; длительность тока и паузы – 250 мс; эффективная площадь приемной петли – $5,52 \cdot 10^5 \text{ м}^2$ и $1,33 \cdot 10^5 \text{ м}^2$. Перед началом работ в нескольких точках на изучаемой площади выполнены тестовые измерения для оценки помех. Общий уровень помех с приемной петлей 133000 м^2 изменялся от 90 до 1200 мВ. Максимальные помехи наблюдались в 150 м от линий электропередач, поэтому в непосредственной близости от нее измерения приходилось вести с переходом на приемную петлю с меньшим моментом. Результатами измерений было показано, что наибольший вклад (до 95 %) вносит промышленная помеха частотой 50 Гц, создающая экстремальный уровень помех при измерении сигналов переходных процессов на ранних временах (1-30 мс). Для исследования геоэлектрических проявлений газовой полости было использовано две расстановки КЭД (рисунок 6). КЭД-1 удалось реализовать с радиусом 800 м, КЭД-2 реализован с радиусом 600 м. Размещение точек измерения, также показаны на рисунке 6.

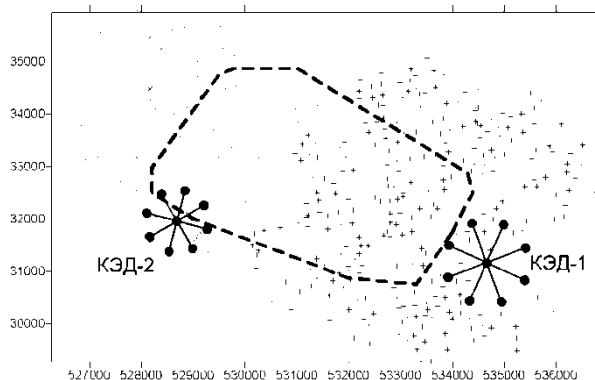


Рисунок 6. Схема работ методом ЗВТ по оконтуриванию газового хранилища (Италия)

Как видно из рисунка 6, система точек наблюдения несколько хаотична и из-за заселенности в некоторых частях площади явно недостаточна. Оптимальной является недостижимая в предложенных условиях регулярная система наблюдений. Измерители, входящие в комплект установки ЗВТ, работали автономно, не оказывали взаимного влияния, что позволяло повысить производительность. Измерительные комплексы перемещались на автомобилях.

Поскольку практически все измерения были зашумлены периодической помехой (50 Гц), в качестве обрабатываемых сигналов приняты не измеренные значения dBz/dt , а само поле Bz . Это было достигнуто путем интегрирования всех сигналов по времени, что позволило значительно ослабить пе-

риодическую помеху. Были построены площадные сигналы ЗВТ-М на различных временах. На рисунке 7 приведены полученные наиболее информативные результаты на трех временах: 2 мс (рисунок 7а), 7 мс (рисунок 7б) и 32 мс (рисунок 7в). По априорным данным, предоставленным заказчиком, построен контур газовой залежи (зеленый пунктир), который нанесен на все площадные сигналы для сравнения с полем ЗВТ-М.

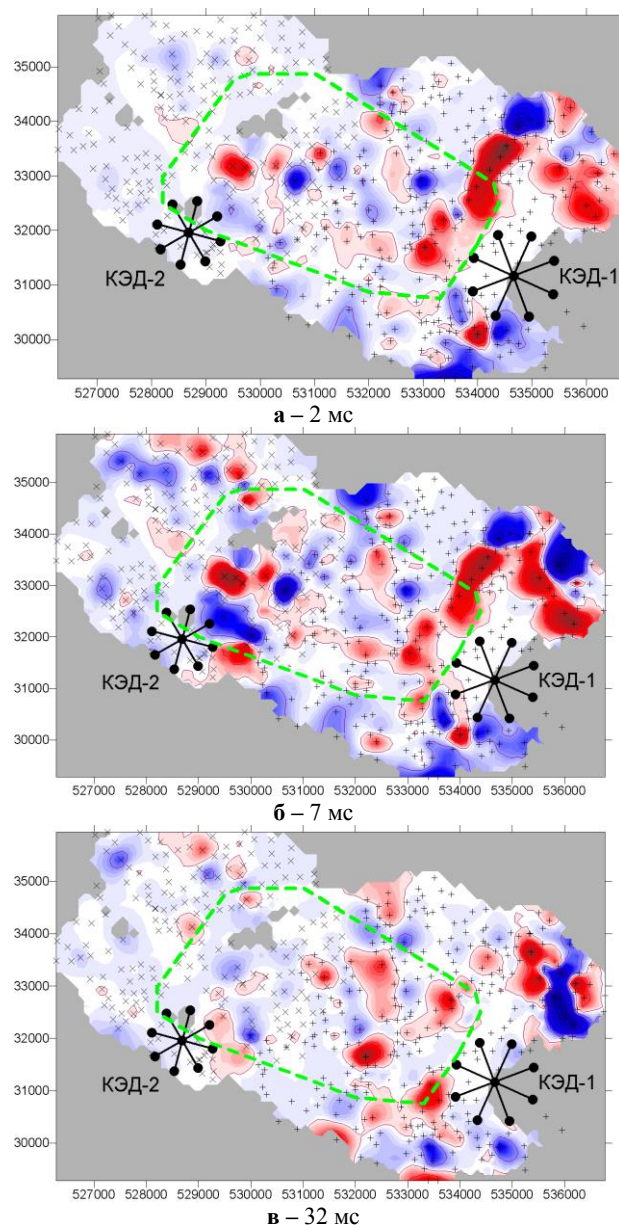


Рисунок 7. К результатам работ методом ЗВТ-М на газовом хранилище в Италии. Площадной сигнал на временах

Как видно из рисунка 7а, на времени 2 мс видна одна аномальная область в восточной части, характеризующаяся положительным сигналом. Область хорошо совпадает с восточной границей залежи, но она имеет продолжение на северо-восток относительно границы контура по априорным данным.

Видны зоны резкой смены знака сигнала в самой восточной и самой южной части изученной площади, возможно, связанные с близкими промышленными объектами. В остальном, на площади нет резких изменений сигнала.

На времени 7 мс (рисунок 7б) картина иная. Кроме той же восточной границы, проявилась зона положительного сигнала, проходящая от точки (533000; 31500) до (529500; 33000) и расположенная несколько севернее, чем юго-западная граница залежи.

На времени 32 мс (рисунок 7в) не видно никаких ярко выраженных зон. Аномальные зоны, наблюдаемые на более ранних временах, здесь отсутствуют, что может говорить о том, что на больших глубинах нет резких изменений в электрическом сопротивлении.

Результаты работ позволили сделать два важных вывода: 1 - наблюдается некоторая корреляция сиг-

нала ЗВТ и контура газовой неоднородности; 2 - очевидна возможность повторных наблюдений для мониторинга площадного сигнала ЗВТ.

Выводы

Основываясь на приведенных теоретических предпосылках можно утверждать, что метод зондирования вертикальными токами имеет большие перспективы, поскольку использует принципиально новый способ возбуждения среды. Полученные результаты полевых работ подтверждают способность метода в изучении различных геоэлектрических структурных особенностей, в их выявлении и определении конфигурации. Метод ЗВТ можно использовать и при мониторинге различных хранилищ газа, нефти и др., которые являются аномальными объектами в геоэлектрическом смысле.

ЛИТЕРАТУРА

1. Могилатов, В.С. Зондирования вертикальными токами (ЗВТ) / В.С. Могилатов, Б.П. Балашов // Изв. РАН. Сер. Физика Земли, 1994. - № 6.
2. Могилатов, В.С. Зондирование вертикальными токами качественный шаг в развитии индукционной электроразведки / В.С. Могилатов, Б.П. Балашов // Разведочная геофизика, 1998. - Вып. 4. - 60 с.
3. Могилатов, В.С. Импульсная электроразведка: Учеб. Пособие / В.С. Могилатов. – Новосибирск: Новосиб. гос. ун-тет, 2002 - 208 с.
4. Могилатов, В.С. Результаты применения технологии зондирования вертикальными токами (ЗВТ) для оконтуривания залежей углеводородов / В.С. Могилатов, В.В. Потапов, С.А. Феофилов // Материалы Четвертых геофизических чтений имени В.В. Федынского. – М., 2002. - С. 92 - 93
5. Mogilatov, V.S. New electrical prospecting for oil. Some results / V.S. Mogilatov, V.V. Potapov, V.S. Feofilov //The 64th EAGE Conference and Exhibitions. Stavanger, Norway, 2-5 June 2003. Extended abstract. - V. 2. - P052

ШОҒЫРЛАРДЫ КОНТУРЛАУЫНДА ЖӘНЕ ГЕОЛОГИЯЛЫҚ ОРТАДАҒЫ ҚҰРЫЛЫМДЫҚ БҰЗЫЛЫСТАРЫН ІЗДЕУІНДЕ ВЕРТИКАЛЬ ТОКТАРЫМЕН ЗОНДТАУ ӘДІСІ

Потапов В.В.

РФА Сібір бөлімінің Геофизика институты, Новосибирск, Ресей

Якутияда (құрылымдық аномальдарын іздеу үшін) және Италияда (газ қоймасын контурлау) вертикаль токтарымен зондтауын қолдануының іс-жүзіндегі үлгілерінде аномальдық (геоэлектрлік мағанасында) нысаналарын іздеу және контурлауында жаңа әдістің мол болашағы мен мүмкіндіктері бар болуы көрсетіледі.

VERTICAL ELECTRICAL SOUNDING AT DELINEATION AND STRUCTURAL FAILURE SEARCHING IN THE MEDIUM

V.V. Potapov

Institute of Geophysics of Siberian Branch of RAS, Novosibirsk, Russia

Application of vertical electrical sounding method in Yakutia (for structural anomalies) and in Italy (for gas delineation) demonstrated that the new method had great perspectives for searching and delineation of anomalous objects from geoelectric viewpoint.

УДК 550.342.001.57

МОДЕЛЬ СЕЙСМИЧЕСКОГО ШУМА ПО НАБЛЮДЕНИЯМ СЕЙСМИЧЕСКОЙ СТАНЦИИ «ПОДГОРНОЕ»

¹⁾Соколова И.Н., ²⁾Мукамбаев А.С.

¹⁾Институт геофизических исследований НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

²⁾Казахский Национальный технический университет, Алматы, Казахстан

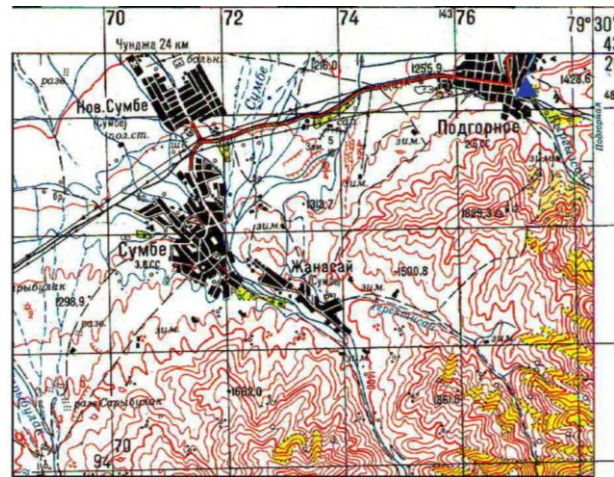
По цифровым данным трехкомпонентной широкополосной станции «Подгорное», расположенной в Северном Тянь-Шане, изучен сейсмический шум в широком частотном диапазоне. Выделен сезонный и суточный ход вариаций короткопериодного сейсмического шума. Проведено сравнение сейсмического шума станции «Подгорное» с шумами других сейсмических станций, расположенных на Северном Тянь-Шане.

Цифровая сейсмическая станция «Подгорное» (PDG) введена в эксплуатацию в октябре 1997 г. в рамках проекта «Чингиз» Ренселлеровского политехнического института США. Станция была закрыта в марте 2000 г. в связи с окончанием проекта и вновь открыта в марте 2001 г. как станция, входящая в сейсмическую сеть НЯЦ РК. Основной задачей станции является мониторинг ядерных взрывов и землетрясений на региональных расстояниях. Географическое положение станции удобно для контроля за возможными подземными ядерными взрывами на ядерных полигонах Азии, находящихся от нее на региональных расстояниях: 750 км - полигон Лобнор, 2000 км – полигон Похаран, 2050 км – полигон Чагай [1, 2]. Станция расположена в высокосейсмичном районе Северного Тянь-Шаня, что позволяет использовать ее данные для прогноза землетрясений и оценки сейсмической опасности. Однако исследования по чувствительности станции PDG и сейсмическим шумом в районе станции до сих пор не проводились. Настоящая работа посвящена детальному анализу характеристик сейсмического шума станции «Подгорное».

ГЕОЛОГО-ГЕОГРАФИЧЕСКОЕ ПОЛОЖЕНИЕ СТАНЦИИ «ПОДГОРНОЕ»

Сейсмическая станция «Подгорное» расположена в поселке Киргизсай (Подгорное) Алма-Атинской области, на его юго-восточной окраине, в правом борту речки Киргизсай вблизи впадения в нее речки Подгорная (рисунок 1). Сейсмическая станция находится на высоте 1300 - 1400 м над уровнем моря, у северного подножья западного окончания хребта Кетмень. Координаты станции: 43° 19' 38.64" (43.3274°) северной широты и 79° 29' 05.64" (79.4849°) восточной долготы. На расстоянии 300 м от станции проходит проселочная дорога, движение по дороге редкое - 3 - 4 машины в день. Другая сельская дорога проходит на расстоянии порядка 1000 м от сейсмостанции. В 10 - 12 км от станции проходит крупное шоссе. В поселке Киргизсай промышленность слабо развита, есть электрическая мельница, которая работает только эпизодически, небольшой кирпичный завод на расстоянии 2 км, в непосредственной близости от станции (500 м) находится лесопилка.

Кроме техногенных факторов на сейсмический шум могут оказывать влияние природные факторы - это естественная сейсмичность вблизи станции «Подгорное», небольшая речка вблизи станции – порядка 100 м, крупная полноводная река Чарын – 10 км, и озеро Иссык-Куль ~ 110 км.



Синий прямоугольник - станция «Подгорное»

Рисунок 1. Обзорная карта района расположения сейсмической станции «Подгорное»

Станция расположена (рисунок 2) на коренных выходах субвулканических пород трахилипаритового – трахидацитового состава верхнепалеозойского возраста ($\tau\lambda PZ3$), представленными красновато-коричневыми, вишневыми флюидалными лавами трахилипаритов. Изменения вмещающих пород выражаются в слабой припилитизации алевролитов и песчаников, известняки в зоне контакта несут следы скарирования. Субвулканические тела имеют небольшие размеры и, скорее всего, связаны с вулканической постройкой находящейся северо-восточнее поселка «Подгорное», на северном склоне хр. Кетмень, за пределами участка. Вмещающими субвулканические тела породами являются осадочно-вулканогенные нижне-каменноугольные (турне-низы визейского яруса) отложения кетменской свиты (C1t-v1kt). Эти отложения имеют максимальное распространение в районе и залегают в виде полого

дислоцированного чехла с разрывом и структурным несогласием на метаморфизованных силурийских образованиях и сами со структурным несогласием перекрываются накоплениями верхнего палеозоя и кайнозойскими образованиями. Отложения кетменской свиты расчленяются на три подсвиты. Нижняя: базальт – терригенная, средняя подсвита кислых туфов и игнимбритов, верхняя: андезито-дацитовая, осадочно-пирокластическая.

Севернее места расположения станции проходит крупный региональный разлом северо-восточного простирания (Северо-Кетменский разлом, Аз. 40-45° СВ). По разлому проходит граница между Кетменским антиклинорием и Илийским синклинорием. С юга северное крыло антиклинория отделено от осевой части Коктас-Карасайской системой разломов длительного развития, приуроченной к осевой части антиклинория. Ширина ее около 5 км. В поперечном сечении зона насчитывает до 15 разломов с амплитудой перемещения блоков в пределах первых сотен метров и множеством мелких нарушений.

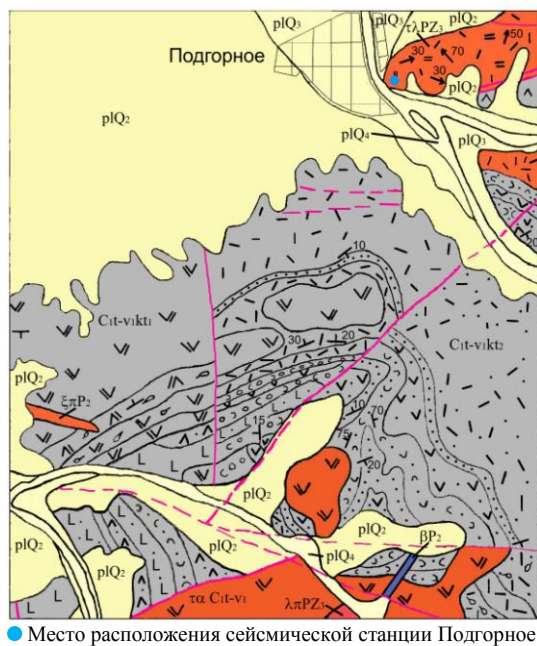


Рисунок 2. Геологическая карта участка расположения сейсмической станции «Подгорное». Масштаб 1:50000

Кроме крупных, регионального масштаба разломов, в породах палеозоя прослеживаются множество мелких разрывных нарушений. Разломы района имеют характер сбросов, взбросов и сдвигов с различными амплитудами и направлениями. Все разломы были подновлены в альпийскую эпоху складчатости, и хорошо выражены в рельефе.

Район расположения станции «Подгорное» в Северном Тянь-Шане характеризуется высокой сейсмической активностью. На рисунке 3 показаны эпицентры сильных землетрясений ($K \geq 14$) примерно в радиусе 300 км от станции «Подгорное» за период с исторических времен до настоящего времени. Сам хребет Кетмень характеризуется средними значениями уровня активности по сравнению с другими хребтами Тянь-Шаня: $A_{10}=0.06$, $\gamma=0.48$ [3]. Самое сильное землетрясение за период работы станции (рисунок 4) произошло 12.01.2003 г., имело магнитуду $M_s=6.0$. Эпицентр события находился в 96 км от станции.

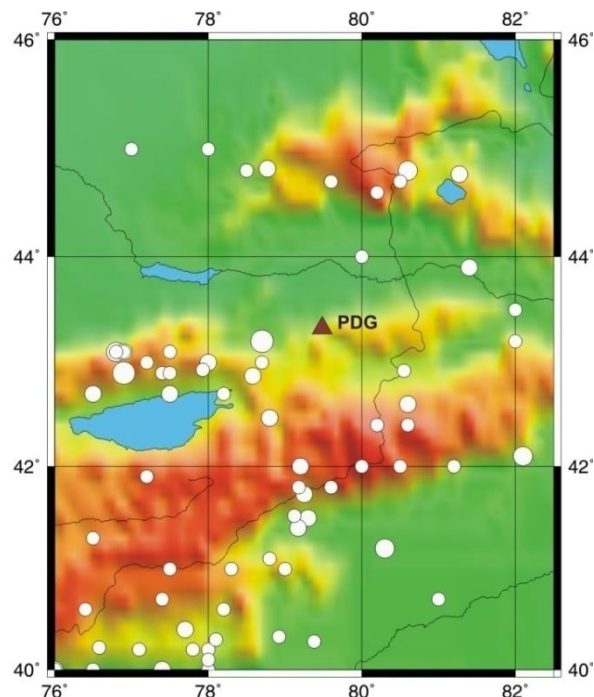


Рисунок 3. Эпицентры сильных землетрясений с $K \geq 14$ на расстояниях до 300 км от станции «Подгорное» с исторических времен до настоящего времени

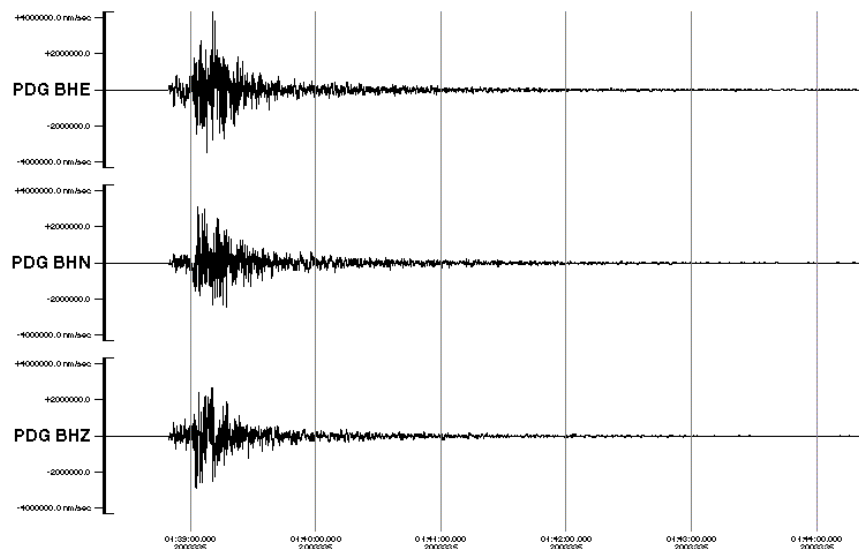


Рисунок 4. Сейсмограммы по трем компонентам землетрясения 12.01.2003 г., полученные станцией «Подгорное»

ХАРАКТЕРИСТИКА СЕЙСМИЧЕСКОЙ АППАРАТУРЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

В течение всего времени работы, кроме периода 03.2001 - 03.2003 гг., сейсмическая станция PDG была оснащена широкополосными трехкомпонентными датчиками с регистрирующей системой REFTEK 72A (таблица 1), амплитудно-частотные характеристики которой представлены на рисунке 5. Аппаратура установлена на коренных породах, в специально подготовленном бункере.

Для изучения сейсмического шума были использованы записи станции за 1999 г. и за 2005 г. Выбор времени связан с тем, что в эти годы работали одинаковые комплекты оборудования. Для анализа использовались каталоги по глобальным мировым сетям NEIC (USGS) и REB (СТВТО), а также региональный интерактивный сейсмический бюллетень Центра сбора и обработки специальной сейсмической информации (ЦСОСЦИ). Структура микросейсмических помех изучалась путем построения спектров плотности сейсмического шума для всех трех измеряемых компонент. Методика анализа описана в [4 - 7]. Выбирались 10-й минутные отрезки записей без сейсмических событий или «хвостов» сильных землетрясений. Фрагменты записей выбирались отдельно за ночное (17 - 18 ч. GMT) и дневное время (7 - 8 ч. GMT) для каждого сезона года. Для анализа создавались выборки, состоящие из не менее 20 фрагментов сейсмических записей, по которым строились медианные спектры

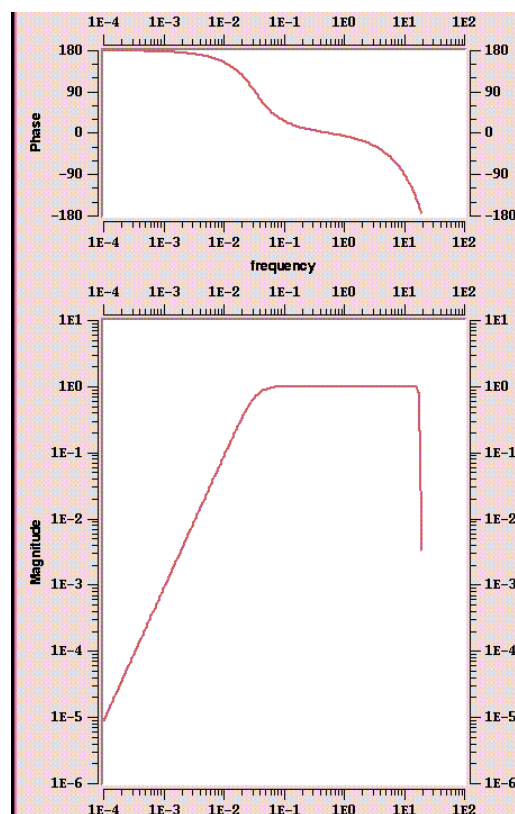


Рисунок 5. Амплитудно-частотная и фазовая характеристика сейсмометра SMG3ESP

Таблица 1. Характеристика сейсмической аппаратуры

Сроки работы	Тип сейсмометра	Дигитайзер	Частота оцифровки	Частотный диапазон
Октябрь 1997 -сентябрь 1998 гг.	SMG40	REFTEK 72 A	40 Гц	0.03 - 50.0 Гц
Сентябрь 1998 – март 2000 гг.	SMG3ESP	REFTEK 72 A	40 Гц	0.1 - 50.0 Гц
Март 2001 – март 2003 гг.	L4C	REFTEK 72 A	40 Гц	Пассивный сенсор, центральная частота 1 Гц
	C5C	REFTEK 72 A	40 Гц	0.2 - 20 Гц
Март 2003 г. – настоящее время	SMG3ESP	REFTEK 72 A	40 Гц	0.1 - 50.0 Гц

На рисунке 6а–6в показаны резуль­тативные гра­фики спектральной плотности (медиан­ные спектры) для дневного и ночного времени по трем компонентам – Z, N- север-юг, E – восток-запад. Уров­ень шума тяготеет к нижнеуровневой модели сейсмического шума Петерсона [7], однако обращает на себя внимание различие в спектрах для дневного и ночного времени в высокочастотной области.

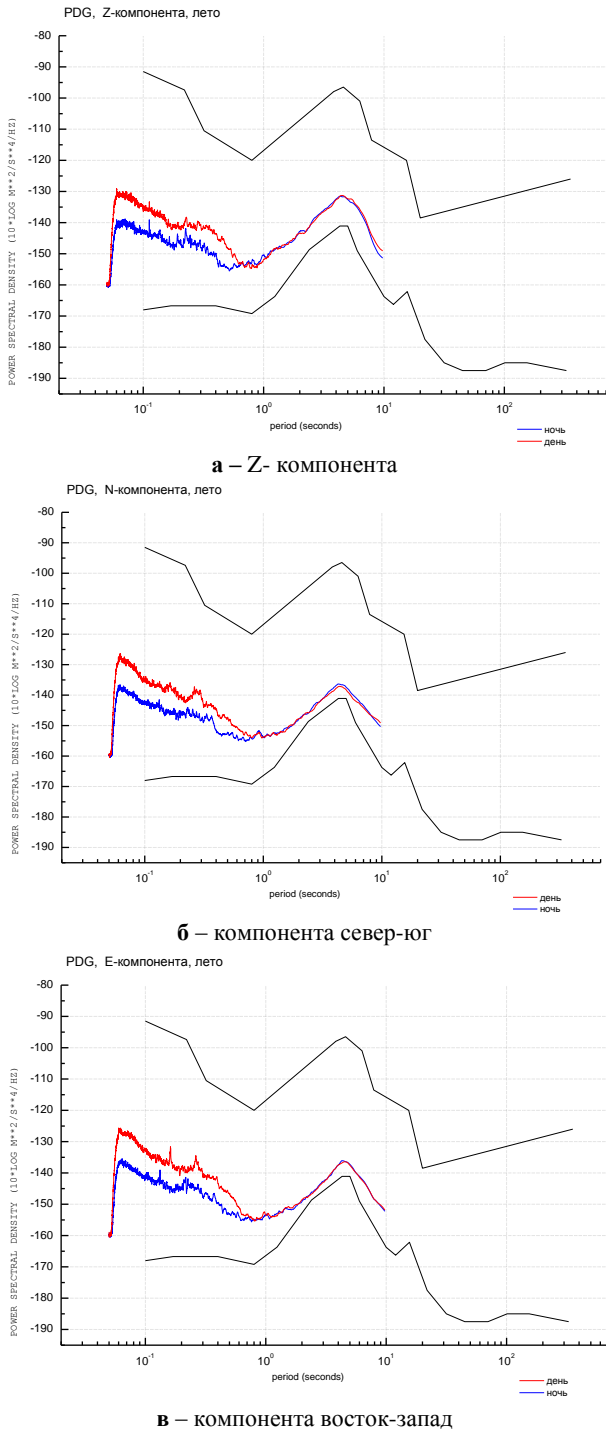


Рисунок 6. Спектральные кривые сейсмического шума для дня и ночи за летний период

Так, в диапазоне периодов от 0.05 до 0.4 сек раз­ница составляет 7 дБ. Это связано с тем, что станция расположена на окраине поселка, недалеко от стан­ции работает лесопилка, которая создает помехи в широкой полосе частот. Однако в рабочем диапазо­не от 0.7 до 2 сек разницы между дневными и ночными уровнями шумов нет, что объясняет высокую чувствительность станции при регистрации сейсмических событий как на региональных, так и на теле­сейсмических расстояниях.

Сравнение спектральных кривых сейсмического шума для трех компонент свидетельствует о более вы­соких значениях амплитуд сейсмического шума для компоненты восток-запад, особенно четко выражен­ным является диапазон периодов 0.2-0.5 сек. Это обусловлено тем, что источники техногенных шумов в посе­лке расположены на западе от станции, и в 100 м на запад от нее находится небольшая горная речка.

С целью более детального изучения влияния техногенных шумов были проанализированы значения спектральной плотности сейсмического шума для каждого часа в течение недели в летний период и в течение недели в зимнее время года. На рисунке 7 показан временной ход сглаженных значений спектральной плотности сейсмического шума на перио­де 0.2 сек, вариации которого связаны с антропогенной деятельностью

Из рисунка 7 видно, что в летнее время техногенный шум гораздо выше, чем в зимнее время, макси­мум в летнее время достигается в 7 ч. GMT, когда как в зимнее время этот максимум смещен на 1 час, максимальная разница уровней составляет 5 дБ. Ин­тересно, что в ночное время, спектральная плот­ность сейсмического шума для зимнего периода ли­бо равна спектральной плотности для летнего пе­риода, либо даже немного выше.

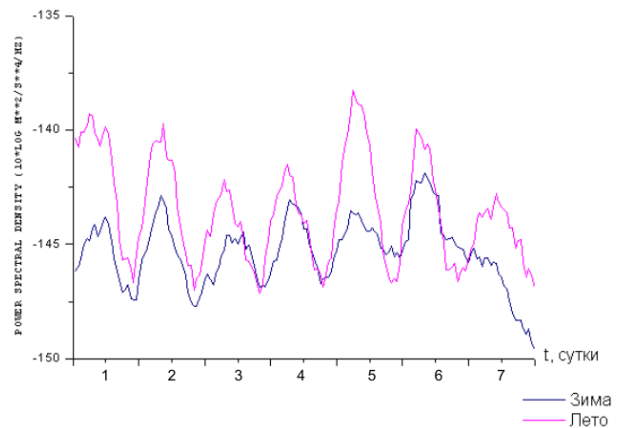


Рисунок 7. Почасовой ход спектральной плотности сейсмического шума на периоде 0.2 секунды в летнее и зимнее время

На всей территории Северного Тянь-Шаня мощ­ным источником природного сейсмического шума является глубоководное озеро Иссык-Куль, особен­но во время штормов. Станция «Подгорное» распо­ложена на расстоянии около 100 км от озера. На ри-

сунке 8 показаны спектральные кривые сейсмического шума во время штормов на озере Иссык-Куль в дневное и ночное время, рассчитанные для вертикальной компоненты. На графике отчетливо виден характерный пик на периодах от 1.3-2.3 сек, соответствующий микросейсам озера Иссык-Куль. Максимум наблюдается на периоде 1.65 сек, и его разница со спектральной плотностью шума в дни без штормов составляет 10.5 дБ.

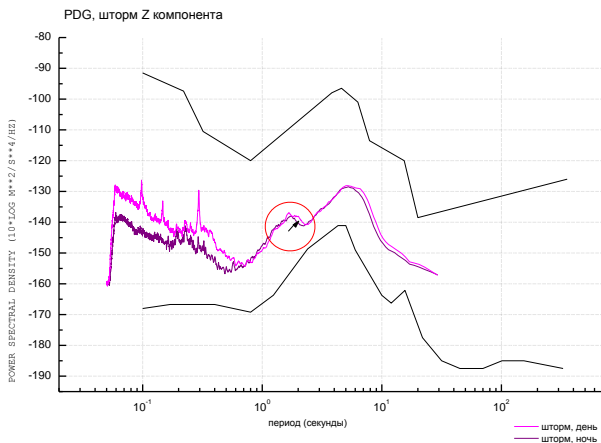


Рисунок 8. Спектральные кривые сейсмического шума для дня и ночи в дни, когда наблюдались штормы на озере Иссык-Куль. Z- компонента

Интересны сезонные вариации сейсмического шума, они больше всего связаны с природными источниками сейсмического шума. Спектральные кривые сейсмического шума для разных сезонов (рисунок 9 а, б) свидетельствуют о том, что максимум амплитуды в диапазоне периодов 0.2 - 0.5 сек достигается в весенний и летний период, когда речка более полноводна. В зимнее время для периодов менее 0.7 Гц наблюдается минимум амплитуды сейсмических шумов, однако для периодов 1.3 - 2 сек (микросейсы озера Иссык-Куль), которые наиболее часты и интенсивны зимой, значения амплитуды превышают 5 дБ по сравнению с весенним и летним временем.

На периодах 5-6 сек, соответствующих микросейсам мировых океанов, также наблюдаются максимальные значения спектральной плотности сейсмических шумов в зимний и осенний времена года. Разница между спектральной плотностью в зимнее и летнее время для этих периодов составляет 6 дБ.

На рисунке 11 приведено сравнение сейсмических шумов для различных станций, установленных в рамках проекта «Чингиз» (таблица 2, рисунок 10).

Таблица 2. Координаты станций Тянь-Шаньской сейсмической сети «Чингиз»

Название станции	Код станции	Широта	Долгота	Высота, м
Ананьево	ANA	42.7844	77.6572	1815
Хантау	КНА	44.2048	73.9916	1114
Нарын	NRN	41.4230	75.9792	1887

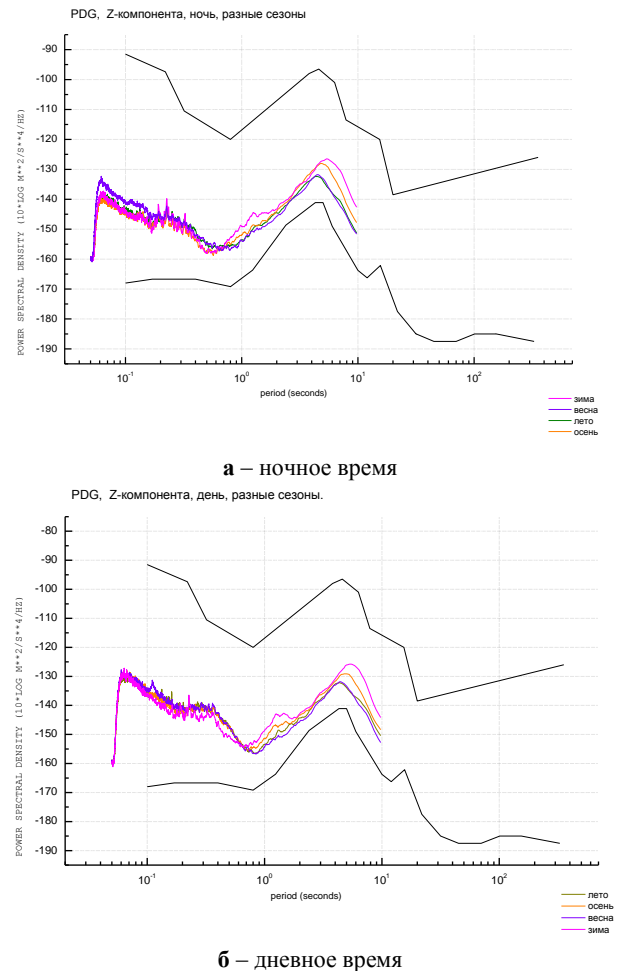


Рисунок 9. Спектральные кривые сейсмического шума для разных сезонов. Z- компонента

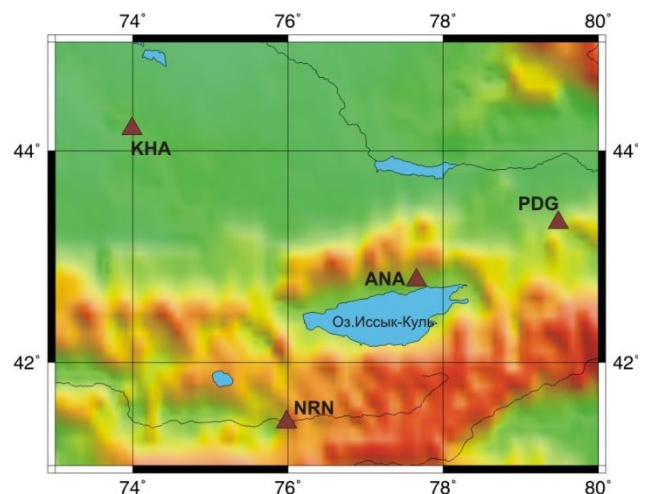


Рисунок 10. Карта расположения сейсмических станций сети «Чингиз», записи которых были использованы для сравнения со станцией «Подгорное»

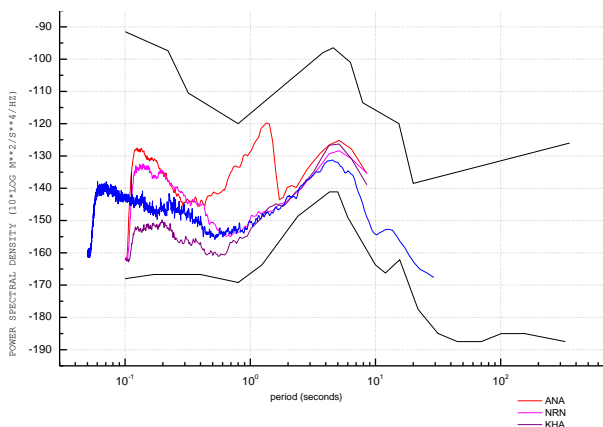


Рисунок 11. Спектральные кривые сейсмического шума для различных станций. Z- компонента, ночное время

На всех станциях были установлены сейсмометры CMG2ESP и дигитайзеры REFTEK72A, аналогичные аппаратуре, установленной на станции «Подгорное» (рисунок 5). Станция «Ананьево» расположена вблизи оз. Иссык-Куль, станция «Хантау» (КНА) - на Казахской платформе, станция «Нарын» (NRN) - на юге Киргизии в районе Нарынской впадины. Самый высокий уровень сейсмических шумов наблюдается для станции «Ананьево» (ANA), что связано с близостью к оз. Иссык-Куль, максимум воздействия которого наблюдается на периодах 1.3 - 2 Гц. Максимум различия со станцией «Подгорное» достигается для периода 1.3 Гц и достигает 28 дБ. Станция «Нарын» расположена на осадочных породах, уровень шумов на высоких частотах значитель-

ЛИТЕРАТУРА

1. Копничев, Ю. Ф. Распознавание ядерных взрывов и землетрясений на региональных расстояниях для полигона Лобнор / Копничев, Ю. Ф., Шепелев О.М., Соколова И.Н. // Геофизика и проблемы нераспространения. Вестник НЯЦ РК, 2000. - Вып.2. - С. 65 - 77.
2. Соколова, И. Н. Распознавание подземных ядерных взрывов и землетрясений на региональных расстояниях по станциям сейсмической сети НЯЦ РК./ И.Н Соколова. // Геофизика и проблемы нераспространения. Вестник НЯЦ РК, 2003. - Вып. 3. - С. 119 - 123.
3. Нерсесов, И. Л. Сейсмический режим Северного Тянь-Шаня в связи с Жаланаш-Тюпским землетрясением 25.3.1978 г. / И.Л. Нерсесов, А.Сыдыков, А. Нурмагамбетов, Н.Н. Михайлова // Физика земли, 1981 - N 5.
4. Синёва, З.И. Динамические характеристики сейсмического шума по цифровым записям станций Маканчи / З.И. Синёва, Н.Н Михайлова, И.И. Комаров // Вулканология и сейсмология, 2001. - Вып.4. - С. 48 - 59.
5. Синёва, З. И. Изучение динамических характеристик сейсмического шума по данным цифровых станций казахстанской сети / З.И. Синёва, Н.Н Михайлова, И.И. Комаров // Геофизика и проблемы нераспространения. Вестник НЯЦ РК, 2000, - Вып.2. С. 24 - 30.
6. Михайлова, Н. Н. Спектральные характеристики сейсмического шума по данным Казахстанских станций мониторинга / Н.Н Михайлова, И.И. Комаров // Вестник НЯЦ РК, 2006. - Вып.2. - С. 19 - 26.
7. Peterson, J. Observation and Modeling of Seismic Background Noise. Open-File Report 93-322, Albuquerque, New Mexico, 1993- 42 pp.

но выше, чем у станции «Подгорное» и достигает 10 дБ на периодах 0.1 - 1.4 сек, тогда как при периодах выше 1 сек, уровень шумов у станций совпадает. Интересно, что уровень сейсмических шумов у станции «Хантау», значительно ниже, чем у станции «Подгорное» на малых периодах и совпадает на периодах от 1 до 5 сек.

Выводы

Оценка параметров сейсмического шума станции «Подгорное» свидетельствует о ее хороших возможностях для мониторинга сейсмических событий различной природы. Медиана спектральной плотности сейсмического шума близка к нижеуровневой модели сейсмического шума. Диапазон вариаций для дневного и ночного времени на высоких частотах достаточно велик, что связано с местоположением станции в поселке, однако в рабочем диапазоне частот около 1 Гц уровень шума в ночное и дневное время совпадает. В этом же диапазоне частот уровень сейсмического шума совпадает с шумами станций, расположенных вдали от населенных мест на Казахской платформе (КНА).

Станция «Подгорная» обладает удобным географическим положением для мониторинга за подземными ядерными взрывами и для изучения сейсмичности Северного Тянь-Шаня.

Для повышения эффективности работы станции может быть рекомендована организация передачи данных в ЦСОССИ в режиме реального времени.

**«ПОДГОРНОЕ» СЕЙСМИКАЛЫҚ СТАНЦИЯСЫНЫҢ
БАЙҚАУЛАРЫ БОЙЫНША СЕЙСМИКАЛЫҚ ШУЫНЫҢ МОДЕЛІ**

¹⁾Соколова И.Н., ²⁾Мукамбаев А.С.

¹⁾*ҚР ҰЯО Геофизикалық зерттеулер институты, Курчатов, Қазақстан*

²⁾*Қазақ Ұлттық техникалық университеті, Алматы, Қазақстан*

Солтүстік-Тянь-Шаньда орналасқан үш компонентті кең жолақты «Подгорное» станциясының цифрлық деректері бойынша, кең жиілікті ауқымында сейсмикалық шу зерделенді. Қысқа ауқымды сейсмикалық шудың мезгілдік және тәуліктік вариацияларының барысы анықталған. Солтүстік-Тянь-Шаньда орналасқан басқа да станциялардың сейсмикалық шулары мен Подгорное станциясының шуларының салыстыру жұмыстары жүргізілді

SEISMIC NOISE MODEL ACCORDING TO OBSERVATIONS OF “PODGORNOYE” SEISMIC STATION

¹⁾I.N. Sokolova ²⁾A.S.Mukambaev

¹⁾*Institute of Geophysical Research NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan*

²⁾*Kazakh National Technical University, Almaty, Kazakhstan*

Seismic noise in a wide frequency range was studied using the digital data of three-component broadband «Podgornoye» station located in Northern Tien Shan. Seasonal and daily variations of a short period seismic noise were investigated. Seismic noises of «Podgornoye» station were compared with the noises of other seismic stations located in Northern Tien Shan.

УДК 539.134.43

ЭПР - ИССЛЕДОВАНИЕ НЕКОТОРЫХ АСПЕКТОВ ЭКОЛОГИЧЕСКОЙ СИТУАЦИИ В РЕГИОНЕ СИП

Пивоваров С.П., Рухин А., Середавина Т.

Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Казахстан

Почвы Семипалатинского испытательного полигона (СИП) и прилегающих территорий изучены методом ЭПР с целью выявления влияния испытаний на их парамагнитные свойства.

До недавних пор последствия многолетних испытаний ядерного оружия для региона СИП оценивали на основе анализа архивных материалов и содержания радионуклидов - по радиометрическим данным [1]. Несмотря на многочисленные исследования ученых разных стран, оценки облученности природных объектов не всегда совпадают.

Метод ЭПР наиболее эффективен, удобен и информативен для решения поставленной задачи, вследствие универсальности, воспроизводимости результатов и высокой чувствительности. ЭПР природных объектов впервые использовали для изучения последствий бомбардировки в Хиросиме [2]. Метод ЭПР давно применяется в минералогии и при геологической разведке [3-6], а с 80х годов он предложен для целей дозиметрии [2, 7]. ЭПР дает объективные данные об интегральной дозе по концентрации радиационных дефектов. ЭПР-дозиметрия по эмали зубов эффективно развивается и рекомендована МАГАТЭ и ВОЗ в качестве базового метода для ретроспективной оценки дозовых нагрузок человека в радиационных инцидентах. Выгодное методическое отличие ЭПР от других физических (и тем более химических) методов в том, что всегда можно повторить ЭПР измерения на тех же образцах [3], в том числе с более высокой точностью.

Первые результаты по ЭПР –изучению природных объектов СИП получены в 1995 [8], позже была начата разработка методики оценки дозовых нагрузок [9, 10]. Детальное ЭПР-исследование ситуации на ядерном полигоне СИП и в его окрестностях стало

возможным после 1997г благодаря получению в дар от Японии комплекса современных спектрометров.

Сущность подхода состоит в том, что с помощью ЭПР можно получить интегральную оценку концентрации радиационных дефектов в почвах и природных алюмосиликатах региона СИП, уязвав их с радиационной историей полигона. Перспективы его применения вначале были не вполне ясны, зато трудности возникли уже на первом этапе, при отработке методики регистрации.

Полученные ЭПР спектры позволили выявить основные особенности почв и природных алюмосиликатов СИП, влияющие на выбор оптимального варианта методики их изучения [9]:

- значительная неоднородность минералогического состава почв от образца к образцу, а также внутри образца в пределах гранул для крупных фракций,
- наличие случайно распределенных в объеме пробы ферромагнитных частиц разных размеров.

Типичный спектр ЭПР почв СИП, записанный в широком диапазоне развертки магнитного поля (рисунок 1), содержит широкую, часто очень интенсивную линию, обусловленную ферромагнитными примесями, на ее фоне регистрируется ряд узких сигналов ЭПР как в низкополевой области, так и в области g-фактора свободного электрона. Выявилась значительная неоднородность образцов, форма и амплитуда сигналов менялась как от образца к образцу, так и в пределах образца от ориентации частиц.

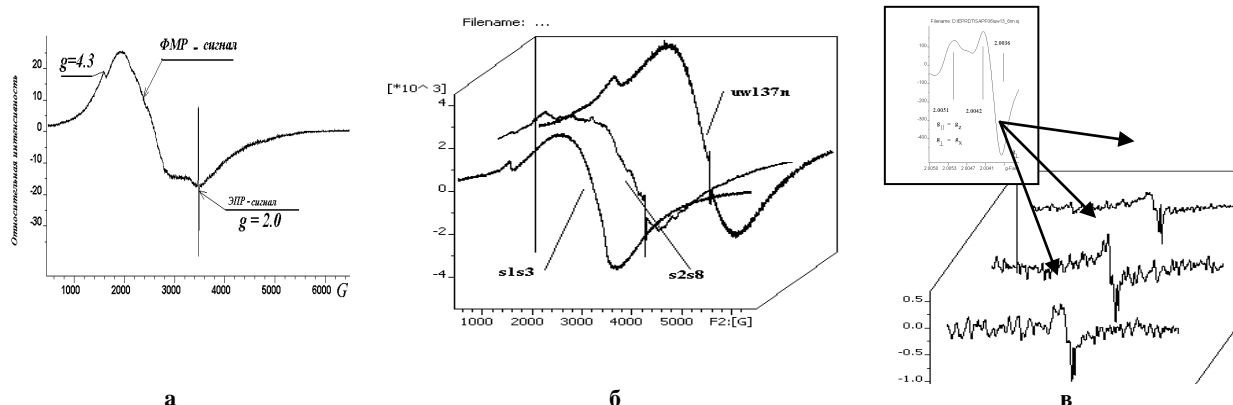


Рисунок 1. Общий вид спектров ЭПР почв СИП (а, б) и виды радиационных сигналов (в)

На рисунке 1 и других, приведенных в работе, интенсивность сигналов нормирована на единицу массы.

Исследованы следующие серии образцов:

- гранулометрические (размеры частиц от 0,032 до 2 мм) магнитные и немагнитные фракции проб почв с Юго- Восточного следа от Опытного Поля;
 - размерные фракции почв, полученных с площадок 1, 4, 6, 8, 9, 10 СИП;
 - оплавленные «горячие частицы» с Опытного Поля, Юго- Восточного следа.
 - минералы и породы, в т.ч. с СИП, полученные от специалистов либо идентифицированные ими.
- Всего было исследовано более 200 образцов.

Как уже отмечено, широкая линия, обусловленная ферромагнитными, и/или, возможно, антиферромагнитными частицами, сокращенно ФМР, регистрируется во всех образцах (рисунок 1). Регистрация сигналов ЭПР в области $g \sim 2.0$, т.е. на склоне линии ФМР, сильно затруднена, в большей части образцов наблюдается ряд сигналов в области g -факторов $4.0 \div 2.0$. Однако при повороте образца в почвах СИП наблюдается сдвиг этих сигналов по полю, часто значительный (рисунок 2). Это еще одна трудность при работе с природными объектами, т.к. по-

ставленная задача требует уверенной регистрации, идентификации и измерения радиационно- индуцированных ЭПР-сигналов от центров – датчиков дозы.

Почти во всех образцах достаточно хорошо виден сигнал в области g -фактора 4.3. Его форма и величина g -фактора позволяют заключить, что природа этого сигнала обусловлена парамагнитными комплексами трехвалентного железа в высокосимметричном окружении и сильным полем лигандов. Сравнение с литературными данными указывает, что наиболее вероятно здесь орторомбическое кристаллическое поле. Не очень большая интенсивность этого сигнала и его позиция в спектре не затрудняют регистрацию информативных сигналов, в отличие от сильного фона линии ФМР.

ФРАКЦИОНИРОВАНИЕ ОБРАЗЦОВ ПРИРОДНЫХ АЛЮМОСИЛИКАТОВ

Для выявления природы неоднородности и устранения ее влияния на стабильность параметров спектров использовано деление образцов по размерам частиц (таблица 1), проведение магнитной сепарации, а для крупных фракций - деление по цвету частиц.

Таблица 1. Полученные гранулометрические фракции

№ фракции*	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Размер частиц, мм	<0.032	0.032 -0.1	0.1-0.2	0.2- 0.28	0.28- 0.4	0.4 - 0.5	0.5 -1.0	1.0 - 2.0	>2.0	0.2-0.4

* - Данные о влиянии размерного фракционирования на спектры ЭПР представлены ниже.
На рисунках номера фракций соответствуют указанным в таблице размерам частиц

Магнитная сепарация использована для более надежного выделения информативных сигналов ЭПР, полученные магнитные и немагнитные фракции изучали параллельно [9]. Действительно, с помощью сепарации удалось значительно снизить интенсивность линии ФМР (рисунок 3), что облегчило подбор оптимальных условий для стабильной регистрации сигналов ЭПР, информативных с точки зрения анализа облученности.

ЭФФЕКТЫ ИСКАЖЕНИЯ СПЕКТРОВ ЭПР В ПРИРОДНЫХ ОБРАЗЦАХ СИП

При записи спектров в широкой развертке поля после сепарации более четко выделяются сигналы парамагнитного резонанса, обусловленные наличием ионов железа, меди, марганца и др. парамагнитных ионов, присутствующих в естественном составе почвы. Неоднородность примесей по объему образца, особенно заметная в крупных фракциях, вызывает специфический эффект изменения вида спектров

ЭПР при повороте образца в магнитном поле, наиболее характерный для таких центров.

При анализе класса алюмосиликатных почвенных образцов в полной мере использованы аппаратные возможности разделения и идентификации ЭПР сигналов, в частности, вращение ампулы с пробой с помощью гониометрической приставки. Это облегчило наблюдение эффекта неоднородности, в результате которого снижалось разрешение спектров либо линии ЭПР «смещались» по полю.

Один из примеров искажения - кажущегося смещения g - факторов линий ЭПР – на рисунке 2. Этот эффект связан с анизотропией g - фактора в присутствующих в почве монокристаллах, неравномерно распределенных в объеме образца. В итоге сигналы ЭПР наблюдаются при других «эффективных» значениях поля, или g - фактора. Таким образом, наблюдение эффекта магнитной анизотропии дает новую и полезную информацию о физико-химических свойствах природных алюмосиликатов, деталях их строения и состава.

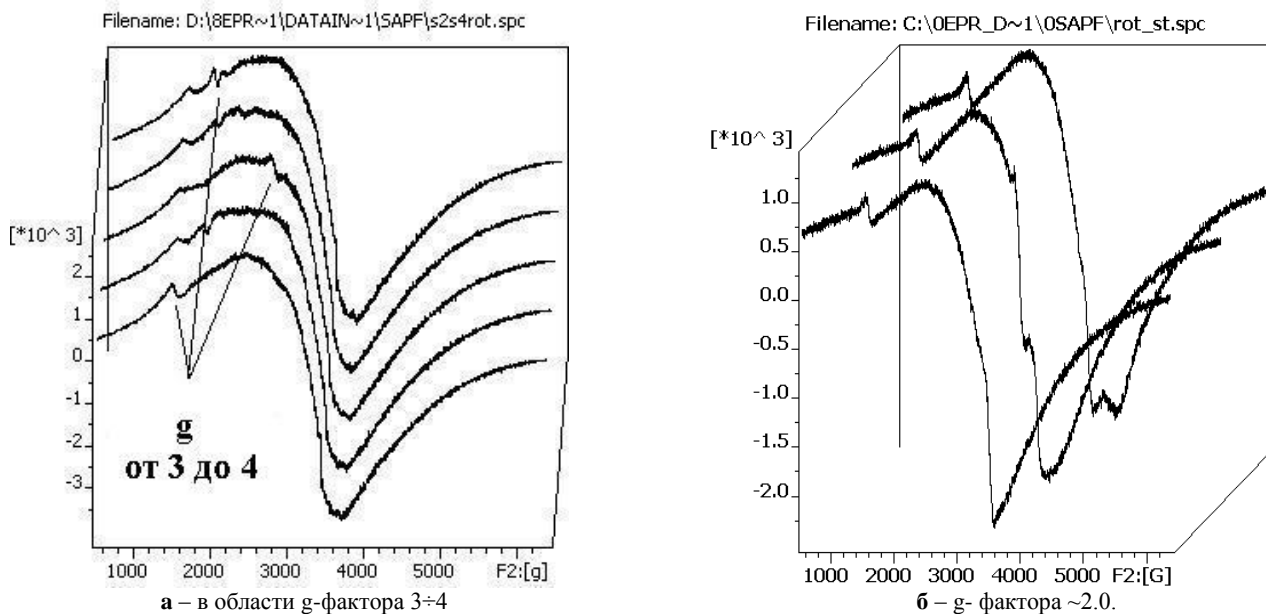


Рисунок 2. Эффект смещения сигналов ЭПР при вращении образцов почв СИП вокруг оси цилиндрической ампулы в поле спектрометра

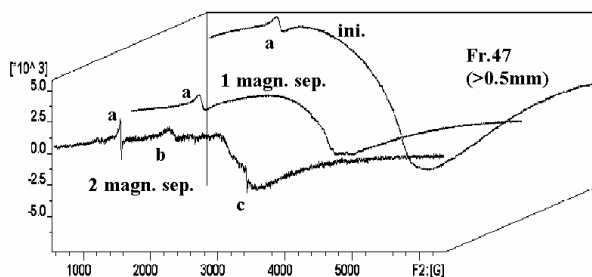


Рисунок 3. Спектры образца почвы до магнитной сепарации (ini.), после однократной и двойной магнитной сепарации

ВИД СПЕКТРОВ ЭПР В МАГНИТНЫХ И НЕМАГНИТНЫХ ФРАКЦИЯХ ПОЧВЫ СИП

Линии ФМР в спектрах магнитных фракций и минералов

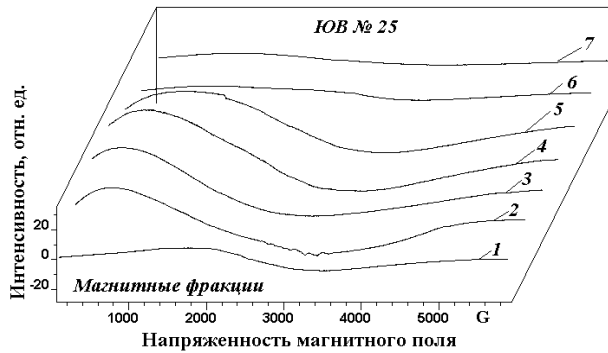
Выделенные сепарированием магнитные фракции почв СИП проанализированы методом ЭПР параллельно с очищенными немагнитными фракциями. Сопоставление спектров, записанных в широкой развертке поля, проведено для всех размерных фракций. Результаты представлены в виде стеков спектров, дающих наглядное представление о соотношении ферромагнитных компонент в образцах почв СИП и в частности, в разных фракциях (рисунок 4).

При записи спектров магнитных фракций значительное поглощение СВЧ- мощности, обусловленное ферромагнитными компонентами, потребовало снижения массы образца иногда до минимальной величины, в пределах нескольких миллиграммов. На рисунках 4а, б показаны стеки спектров ЭПР магнитной части гранулометрических фракций проб №

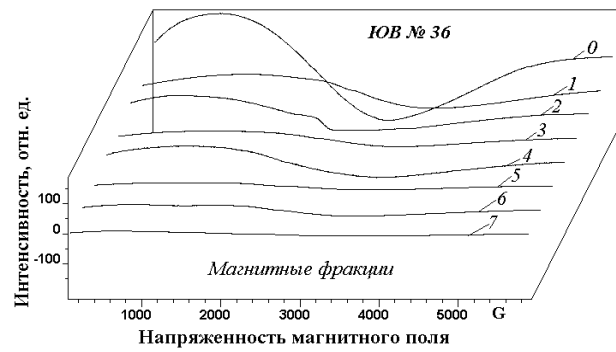
25 и 36, они достаточно представительны и типичны для почв СИП.

Спектры, наблюдаемые в магнитных фракциях почв, - обычно суперпозиция различных линий поглощения ФМР, ширина и форма их сильно варьируют, однако можно различить типичные формы, которые иногда перекрываются в одном образце, что может быть следствием присутствия смеси магнитных минералов. Парамагнитные центры в магнитных фракциях практически не просматриваются. С уменьшением размера частиц интенсивность сигнала ФМР в магнитной фракции почвенных образцов, как правило, растет, а максимум смещается в область слабых полей.

Для выяснения природы магнитных минералов, отвечающих за трансформацию линии ФМР, записаны спектры крупных частиц минералогических фракций, разделенных по цвету (рисунок 5).



а – образец №25



б – образец №36

Рисунок 4. Влияние фракционирования по размерам на общий вид спектров магнитной фракции образцов (номера фракций здесь и в последующих иллюстрациях соответствуют приведенным в таблице 1.)

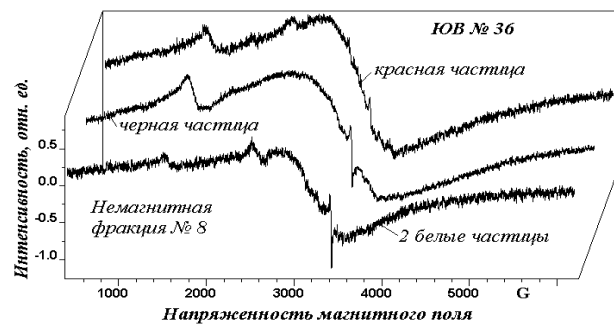
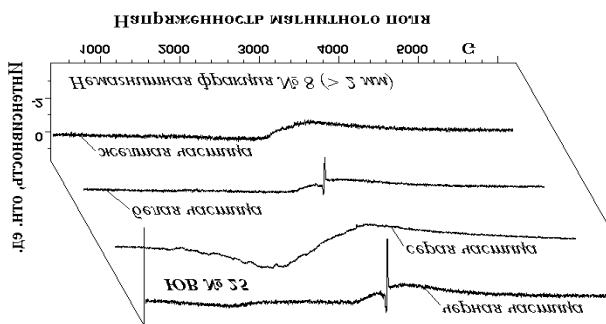


Рисунок 5. Влияние цвета крупных частиц почвы СИП на общий вид спектров ЭПР

Таблица 2. Образцы минералов (серия 1)

№№	Название минерала	Происхождение	Район
1	Гематит 152/86	Месторожд. Куржункуль	Тургай
2	Магнетит 183/86	- // -	- // -
3	Магнетит 183/86	- // -	- // -
4	Пирит 184/86	Месторожд. Чакагарское	- // -
5	Марказит 2031/81	Месторожд. Герису	Таласский Алатау

Таблица 3. Образцы минералов (Минералогический музей РК, серия 2)

№№	Название минерала	№№	Название минерала
1	Халькопирит	7	Сфалерит 1
2	Мусковит	8	Сфалерит 2
3	Магнетит 1	9	Роговая обманка
4	Магнетит 2	10	Флогопит (слюда)
5	Касситерит	11	Биотит (слюда)
6	Антимонит		

Судя по интенсивности и форме линии ФМР, содержание примесного магнетита варьирует в частицах разного цвета, а величины радиационных сигналов также различны в разных частицах.

Детальное изучение особенностей спектров индивидуальных ферромагнитных минералов, в широком диапазоне развертки магнитных полей и распределения радиационного сигнала по минералогическим фракциям проведено на образцах минералов и пород, полученных с территории СИП и идентифицированных специалистами.

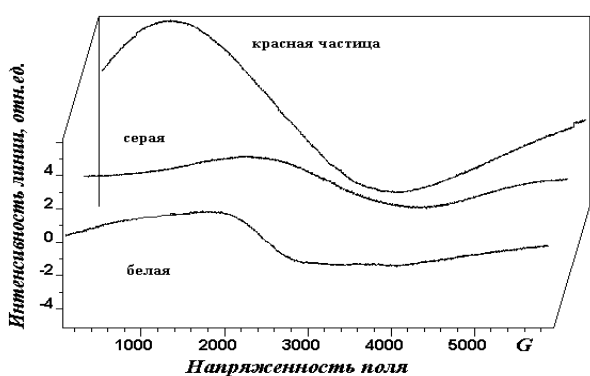
На рисунке 6а показаны спектры магнитной фракции образца №4 от крупных (1.0-2.0мм) частиц (красного, серого и белого цвета - сверху вниз),

представляющих, скорее всего, минералы или породы с разной магнитной восприимчивостью. На рисунке 6б - спектры разных минералов - оксидов железа – магнетита и гематита, также в широкой развертке. Известно, что магнитные свойства наиболее выражены у магнетита. Как видно из рисунка 6б, магнетит дает наиболее широкие линии ФМР, которые можно, по-видимому, считать типичными, а также отличается ненулевой магнитной индукцией в области минимального внешнего поля **Н0**. Для корректной регистрации спектров ЭПР, в том числе в магнитных фракциях почв, потребовалось вводить временной интервал – задержку перед очередной разверткой поля для спада индукции до минимума.

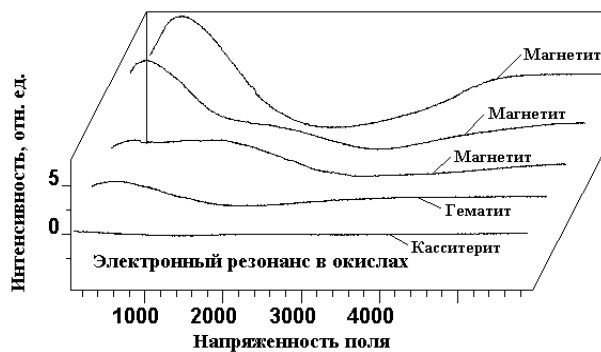
Судя по форме линии ФМР поглощения в исследованных почвенных образцах, примеси магнетита присутствуют в разной мере почти во всех природных образцах региона СИП.

Смещение влево и рост максимума, а также одновременное увеличение ширины линий ФМР почв наблюдалось с уменьшением размеров частиц. При магнитной сепарации магнетит с большой магнитной проницаемостью удаляется из мелких частиц в магнитную фракцию более эффективно, а минералы с меньшей магнитной проницаемостью остаются в мелкой немагнитной фракции почв. Спектры некоторых присутствующих в почвах железосодержащих минералов, даны на рисунке 7. Образцы получены от минералогов.

Таким образом, суммарная форма линии ФМР в почвах включает разные виды линий ФМР, в том числе от магнетита и гематита, на наличие которого указывают данные мессбауэровской спектроскопии. Поскольку регистрируются значительные изменения формы линии, а ширины меняются в пределах от 800 до 2150 Гс, можно заключить, что в исследованных образцах, кроме гематита и магнетита, присутствуют и другие ферромагнитные материалы природного происхождения в разных отношениях. Их можно, по-видимому, идентифицировать по форме и ширине сигналов и величине g- фактора центра спектра.

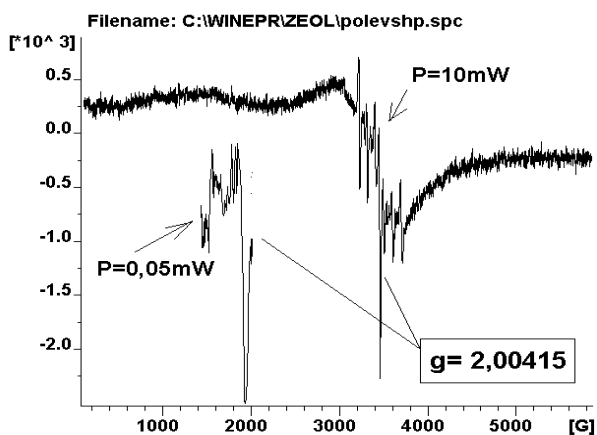


а – спектры разных компонент магнитной фракции образца №4



б – стек спектров ФМР разных типов магнитных минералов - оксидов железа (для сравнения показан спектр касситерита- SnO₂ с примесью железа)

Рисунок 6. Спектры



а – полево шпат



б – сульфиды

Рисунок 7. Спектры минералов, содержащих железо или примеси оксида железа.

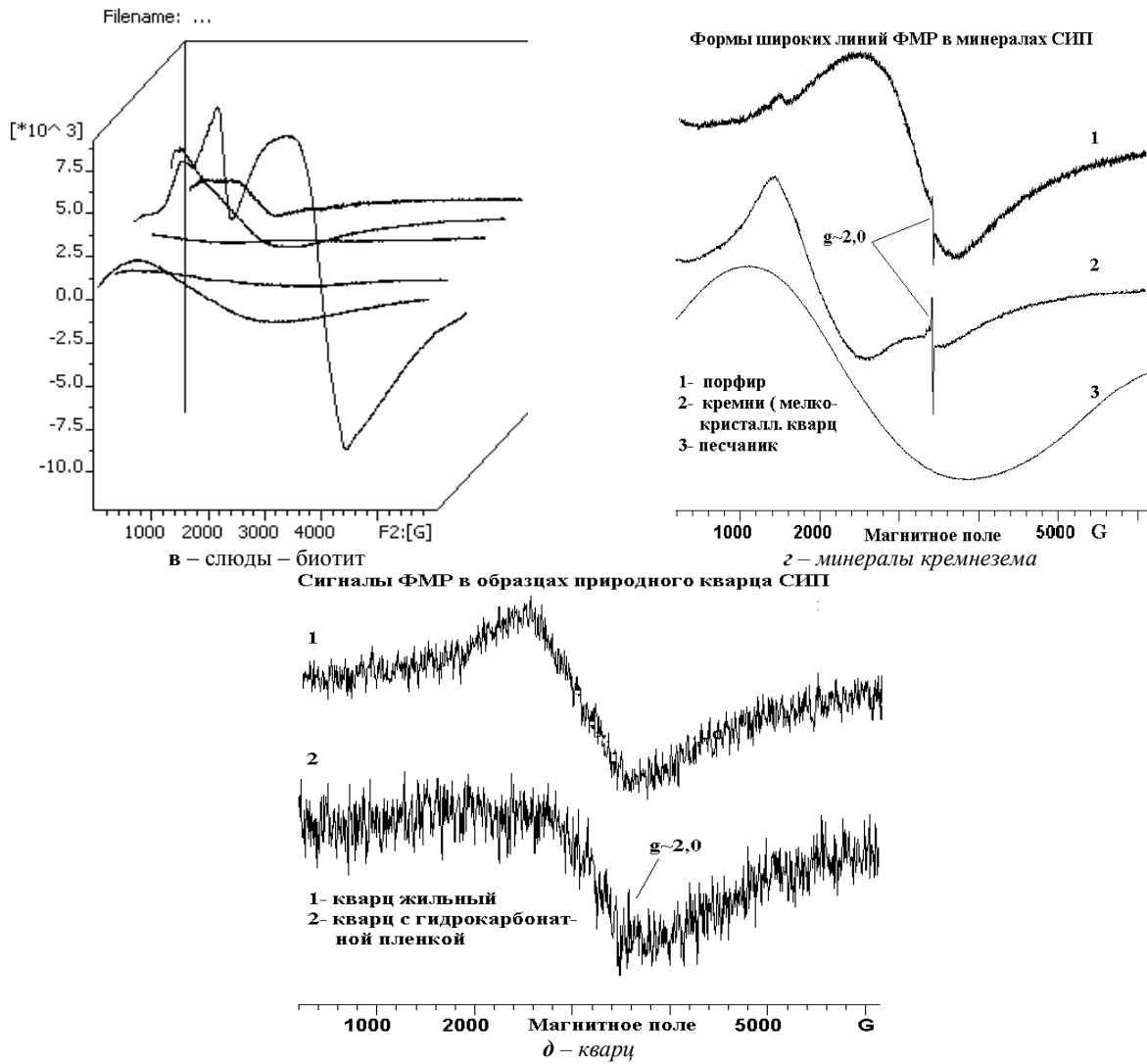
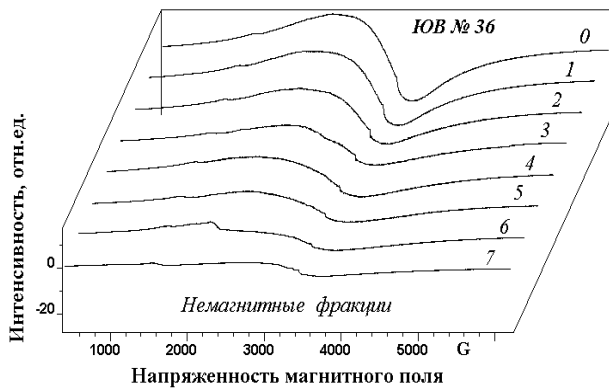


Рисунок 7. Спектры минералов, содержащих железо или примеси оксида железа.

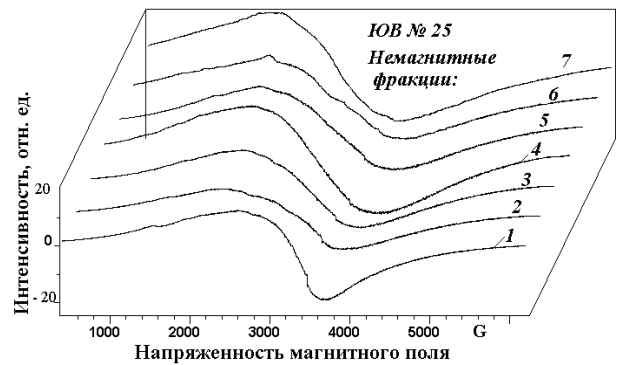
Вид линии ФМР в СПЕКТРАХ ЭПР НЕМАГНИТНЫХ ФРАКЦИЙ ПОЧВ СИП

В случае немагнитной фракции при записи спектра в широкой развертке использовали навеску 100-

200 мг, 4 накопления, среднее значение поля 3160 G и разрешение по полю 4096, что достаточно для регистрации ФМР и всех ЭПР - компонент.



а - влияние фракционирования по размерам на общий вид спектров немагнитной фракции образца №36.



б - влияние фракционирования по размерам на общий вид спектров немагнитной фракции образца №25

Рисунок 8. Общий вид спектров ФМР немагнитной фракции образцов почв. Влияние размера частиц

Как и в магнитных гранулометрических фракциях, общий вид регистрируемой линии ФМР меняется с размером частиц. Визуально это выражается в закономерном увеличении интенсивности линии ФМР и ее сужении по мере уменьшения размеров. Но при этом можно наблюдать «смещение» сигналов ЭПР от парамагнитных центров. Видно, что немагнитные фракции образца отличаются присутствием более однородных магнитных примесей, что следует из подобия спектров ФМР (рисунки 8а,б).

СИГНАЛЫ ЭПР – ИНДИКАТОР ИНТЕГРАЛЬНОЙ ДОЗЫ ОБЛУЧЕНИЯ

Остановимся на особенностях сигналов почв СИП, которые позволяют использовать их в качестве ЭПР – датчика интегральной дозы облучения. Особый интерес для исследования представляет комплекс сигналов в области поглощения «свободного электрона». Это наиболее существенная часть информации, содержащаяся в спектрах почв и природных алюмосиликатов СИП. Варьирование условий регистрации, и в первую очередь, уровня мощности СВЧ, позволило выявить наличие ряда сигналов от ПМЦ, предположительно радиогенного происхождения и изучить параметры этих сигналов [10].

Показано, что в исследуемых образцах стабилизируется несколько типов парамагнитных центров, близких по электронной структуре к свободным радикалам.

Наличие таких центров, имеющих радиационное происхождение, может вызывать канцерогенные и мутагенные эффекты в живых организмах в связи с высокой реакционной способностью. Подобно радионуклидным загрязнениям, опасность их при достаточно высокой концентрации возрастает. Экологические последствия этой ситуации до сих пор вообще никем не изучались. Существует предположение, что рост числа онкологических заболеваний и генетических нарушений в регионе СИП, наблюдаемый спустя сорок лет после окончания испытаний, не обязательно обусловлен непосредственным воздействием облучения. Возможно, он связан с определенными радикальными реакциями, инициированными неспаренными электронами, освобождающимися при растворении твердых матриц, содержащих радиационные дефекты с электронной структурой, подобной структуре свободных радикалов, проявляющих при определенных условиях весьма высокую активность и реакционноспособность. В этой связи выделение таких центров, изучение распределения и активности представляется не менее актуальной задачей, чем изучение радионуклидов.

ВЫДЕЛЕНИЕ ПО РЕЛАКСАЦИОННЫМ ПАРАМЕТРАМ

В немагнитных фракциях условия записи спектров подбирали исходя из задачи выделения радиационного сигнала. Для этого пришлось снизить в 200 раз СВЧ – мощность (0.05 mW), развертку поля – до 40.6 G, в 10 раз - модуляцию поля (0.5 G), в 8

раз увеличить коэффициент усиления (16000). Это позволило уверенно наблюдать радиационные сигналы на крутом центральном участке широкой линии ФМР, интенсивность которой примерно на порядок меньше, чем в магнитной фракции. Выяснилось, что релаксационные параметры радиационно-индуцированных центров ЭПР (при $g \sim 2$) сильно различаются.

Среди них можно выделить перокси-центр и E'_{1} – центр [10], известные из литературы, как представляющие наибольший интерес с точки зрения дозиметрии (рисунки 9, 10). Первый имеет более открытую структуру и должен обладать высокой реакционной способностью, в связи с этим может существенно влиять на кинетику окислительно-восстановительных и других радикальных процессов.

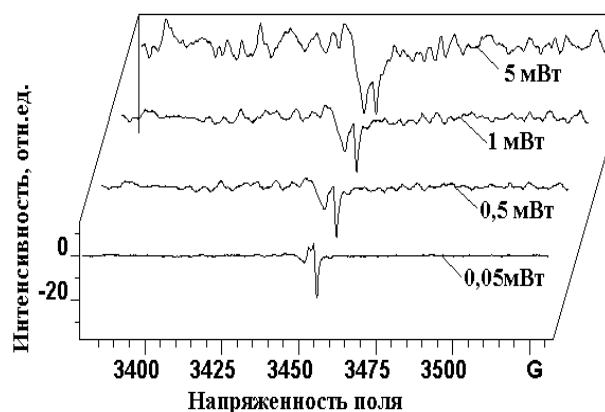


Рисунок 9. Трансформация радиационных сигналов ЭПР в почве СИП в области $g \sim 2.0$ с ростом мощности СВЧ-излучения (а- слева)

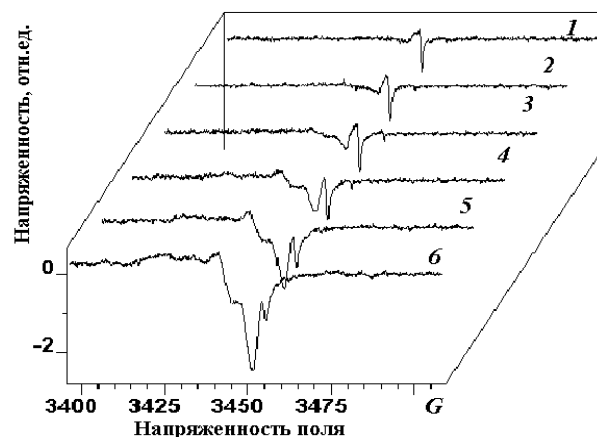
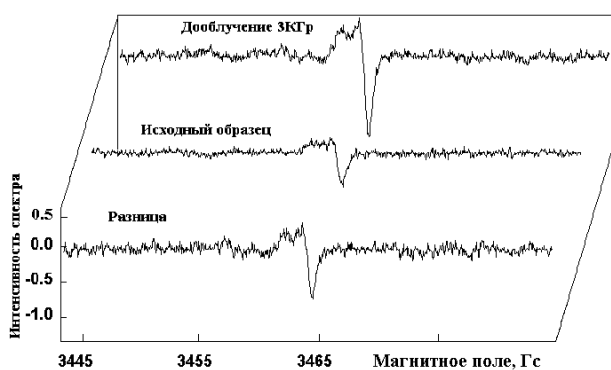


Рисунок 10. Трансформация радиационных сигналов ЭПР в образце №203 почвы СИП в области $g \sim 2.0$ с ростом мощности СВЧ-излучения от 0,05(1) до 40mW(6)

Структура центров типа E'_{1} , напротив, довольно закрыта, из-за стерических препятствий этот центр должен обладать малой реакционной способностью. Именно благодаря этому такие центры имеют большое время жизни (десяtkи и сотни тысяч лет в естественных условиях в массивных образцах). Наряду с

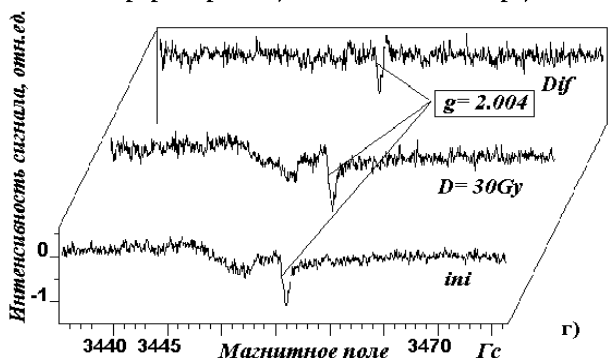
перокси-центрами и др. радикалами, они могут быть использованы для ретроспективной ЭПР-дозиметрии.

Радиационная природа ЭПР-сигналов, обнаруженных в области $g \sim 2.0$ в спектрах почв и минералов, доказана применением искусственного гамма-облучения. На рисунке 11 – результат вычитания исходного сигнала из суммарного после облучения для центров типа E'_{11} – идентичный сигнал. Аналогичный результат получен для перокси-радикалов.



а – доказательство радиационной природы одного из сигналов ЭПР почвы СИП в области $g \sim 2.0$ с использованием дополнительного облучения

Прирост радиационного сигнала в кварце СИП



б – аппаратное вычитание сигнала, накапливающегося при облучении в кварце мелкокристаллическом, демонстрирующее его радиационную природу

Рисунок 11.

Возникновение при облучении двух вышеуказанных типов центров в литературе описано для минералов кремнезема, это кварц, как правило, мелкокристаллический или скрытокристаллический, халцедоны (агаты, опалы), порфир, кремни и т.д. За геологические периоды времени под влиянием природных источников облучения – космического излучения, а также природных радионуклидов во вмещающих породах эти центры накапливаются в достаточно больших концентрациях. Однако в процессе разрушения пород и формирования почв в мелких частицах такие ПМЦ отжигаются, и сигналы становятся ненаблюдаемыми. Под действием техногенных облучений, в том числе от радионуклидных выпадений,

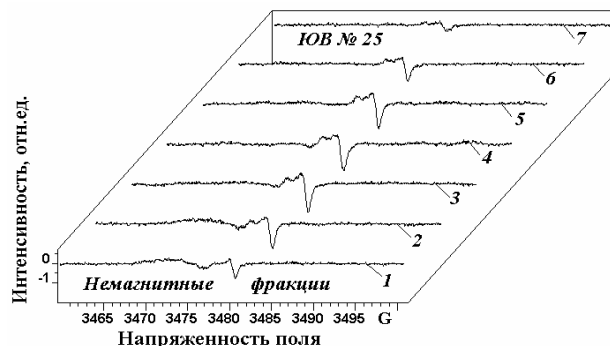
парамагнитные радикалы вновь накапливаются в этих минералах почв.

РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ПО ПОЧВЕННЫМ ФРАКЦИЯМ

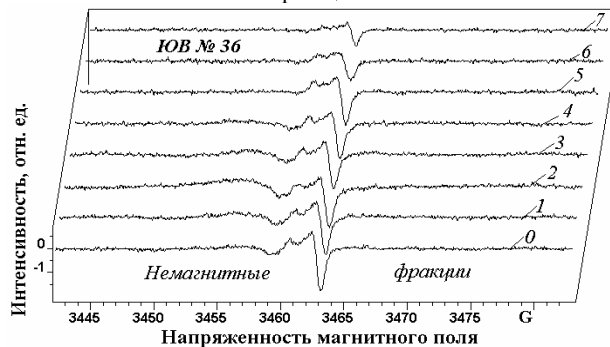
Радиационно-индуцированный сигнал ЭПР ($g=2.004$), как видно из рисунка 12, изменяется по интенсивности при изменении размерных фракций почв СИП. Форма сигнала ЭПР не зависит от размера фракции, а интенсивность сигнала изменяется с размером неодинаково для разных образцов. Средние фракции обычно содержат довольно близкие концентрации ПМЦ. С уменьшением размера частиц выход электрона из ловушки облегчается, и радиационный сигнал может уменьшаться, что подтверждено специальными экспериментами. При измельчении удельная поверхность частиц увеличивается и удельное облучение от поверхностных альфа- и бета-активных радионуклидов (концентрация радиационных дефектов) выше, по сравнению с объемными, этот фактор должен приводить к возрастанию интенсивности сигнала ЭПР. Результирующее изменение интенсивности ЭПР- сигнала определяется противоположным действием этих факторов.

С увеличением размера частиц почвы снижение нормированной амплитуды сигнала может быть связано с поверхностным характером облучения их заряженными частицами из радиоактивных осадков вдоль Юго-Восточного следа СИП.

Это надо учитывать при выборе фракции для измерения радиационного сигнала в почвах СИП.



а – образец №25



б – образец №36

Рисунок 12. Распределение узкого сигнала $g=2.004$ в спектрах ЭПР образцов немагнитной фракции почвы СИП. Влияние размера частиц во фракции

Если вернуться к спектрам минералов в широкой развертке (рисунок 7), видно, что наиболее интенсивный сигнал ЭПР дает мелкокристаллический кварц (порфир, кремни), потенциально полезный для целей дозиметрии.

Методом дополнительного облучения выборочных образцов было показано, что в разных минералогических фракциях сигналы накапливаются с разной эффективностью, это видно и из рисунка 5. При оценке интегральных доз лучше использовать отдельную однородную фракцию либо учитывать минералогический состав конкретного образца.

РАДИАЦИОННЫЕ СИГНАЛЫ ЭПР В МИНЕРАЛАХ СИП

Для корректной интерпретации результатов проанализированы особенности ЭПР индивидуальных кремнийсодержащих минералов и проведено изучение накопления радиогенных сигналов в кремнийсодержащих минералах и почвах с территории СИП.

Исследовано несколько серий минеральных образцов главным образом, из региона СИП, а также из других регионов Казахстана. Однако для поставленной задачи интересны спектры минералов, представленных в почвах Семипалатинского региона, данные приведены в таблицах 4 и 5.

Серия проб минералов и пород, характерных для региона СИП, была отобрана на глубине до 5см на определенном расстоянии от эпицентра на Опытном Поле вдоль Юго-Восточного следа (таблица 5), образцы были идентифицированы специалистами и представлены на ЭПР- исследование.

В природных образцах минералов, особенно при малом содержании примеси ферромагнитных минералов, могут наблюдаться различные источники парамагнетизма. В том числе отмечено появление 6-линейчатой СТС от природного Mn^{2+} (рисунок 7 а,б). В минералах наблюдали сигналы ЭПР, связанные с двумя типами центров (рисунок 13,14).

Вид сигналов ЭПР в области $g\sim 2$ для разных пород и минералов СИП показан на рисунках 13 - 14.

Таблица 4. Образцы минералов с территории СИП и др. регионов (серия3)

№№	Название минерала	Местонахождение пробы
1	Агат	36 км к югу от г. Курчатов
2	Агат желтый серый	30 км к югу от г. Курчатов
3	Агат моховый с Мп	
4	Аметист	
5	Кальцит	
6	Джеспилит	Каражал
7	Гематит	Бетпак- Дала

Таблица 5. Образцы минералов и пород, ~50 км по Юго-Восточному следу СИП (серия 4)

№№	Название	Характеристика пробы
1.	Порфир фиолетовый	Микрогранит, F-крист., кварц КПШ~1мм, структура порфировая,
2.	Кремни	Мелкокристаллический кварц, с примесями глины
3.	Толимитовый песчаник	Разного состава кварц разнозернистый до 40%
4.	Кристаллический кварц	Жильный кварц
5.	Кварц	С вторичной пленкой гидрокарбонатов
6.	Алевролит	Мелкозернистый ороговикованный
7	Гранит	Без особенностей

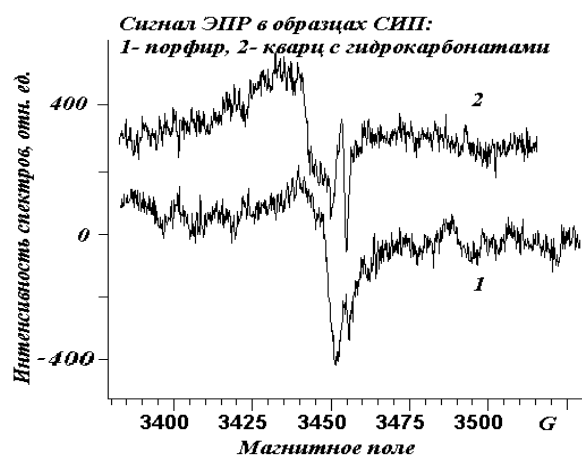


Рисунок 13. Общий вид сигналов ЭПР от перокси-центров для пород СИП в области $g\sim 2$

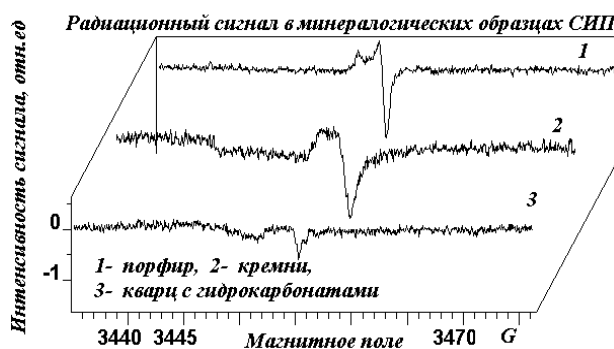


Рисунок 14. Формы сигнала ЭПР $g=2.004$ в образцах СИП №№ 1, 2 и 5 (Таблица 5)

Сопоставление параметров сигналов показало, что центры, локализованные в образцах почв СИП, подвергавшихся облучению при испытаниях и впоследствии, аналогичны наблюдаемым в образцах минералов.

ДОЗИМЕТРИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СИГНАЛОВ ЭПР

Как сказано выше, для сигналов ЭПР почвы СИП, в том числе от E_1' –центров, представленных на рисунке 11, параметры разностного сигнала, полученного вычитанием спектра исходного образца из спектра дооблученного, идентичны параметрам исходного, т.е. радиационная природа их доказана.

Основным условием применимости сигналов ЭПР от наблюдаемых в почвах СИП центров в качестве датчика дозы является «установка этого датчика на ноль», то есть устранение остаточного реликтового сигнала. Это решается использованием определенной размерной фракции, в которой реликтовый сигнал не наблюдается вследствие измельчения в процессе выветривания.

Дополнительное облучение мелкой фракции почв восстанавливает объемную концентрацию ПМЦ с ростом амплитуды сигнала ЭПР, и это аргумент в пользу его дозиметрических свойств (рисунок 12) при условии, что будет найден алгоритм процедуры его корректной дозиметрической калибровки.

Нами изучены изменения интенсивности радиационного сигнала $g=2.004$ вдоль Юго- Восточного следа на СИП [11] по выбранной фракции размером 0,2мм. Показано, что распределение это неравномерно, интенсивность сигнала достигает максимума на 30-ом километре, а затем спадает по мере удаления от Опытного Поля. Однако оценка интегральных доз дала более высокие значения, сравнительно с оценками, скажем, японских ученых [2, 5]. Эта разница, по-видимому, связана с выбором объектов

дозиметрии. В работах [2, 5] ретроспективную оценку дозы, в основном, от гамма-облучения проводили на крупных объектах (кирпичах). В нашей работе ретроспективная оценка дозы методом ЭПР проводилась на мелких частицах почв, где основной вклад в дозу дают заряженные частицы от радиоактивных выпадений, а вклад гамма- излучения весьма мал.

Данные ЭПР по относительному распределению доз вдоль следа совпадают качественно с распределением концентрации цезия по данным радиометрического анализа, в том числе и максимум на 30-м километре. Это свидетельствует о перспективности разрабатываемой методики ЭПР-оценки доз, которая имеет трудности, связанные с достижением насыщения при облучениях $\sim 10^4$ Гр и выполаживанием дозовой зависимости, при этом точность ретроспективной оценки дозы снижается.

Исследование кривых насыщения сигналов ЭПР с мощностью СВЧ также дает ответ на ряд принципиальных вопросов, связанных с разработкой метода ретроспективной ЭПР-дозиметрии природных объектов и оценки экологических последствий испытаний.

Для дальнейшей разработки методики требуется более детально исследовать дозовую чувствительность, сопоставив ее с элементным составом образцов, именно, с содержанием кремнезема.

Таким образом, с помощью ЭПР можно получить объективные данные о концентрации радиационных парамагнитных дефектов в структуре природных алюмосиликатов региона СИП и накоплении их при дополнительном облучении, необходимые для корректной оценки интегральной дозы, с учетом свойств объекта дозиметрии и контролируя эти оценки по имеющимся данным о радиационной истории полигона.

ЛИТЕРАТУРА

1. Gordeev, K. Fallout from nuclear tests: Dosimetry in Kazakhstan / K.Gordeev, I.Vasilenko, Anspaugh et al. // Radiat. Environ. Biophys. – 2002. – Vol. 41, P. 61-67.
2. Ikeya, M.. New Applications of Electron spin Resonance, Dating, Dosimetry and Microscopy / M.Ikeya. World Scientific, Singapore, 1993, - 520 p.
3. Марфунин, А.С. Спектроскопия, люминесценция и радиационные центры в минералах / А.С. Марфунин. - М.: Недра, 1975. - 327 с.
4. Komov, L. Radiatzionnaya Mineralogiya (Radiation Mineralogy)/ L.Komov, - Moscow, Energoizdat, 1982. - 172 p. (in Russian).
5. Toyoda, J. Formation of E_1' precursors in quartz; Applications to Dosimetry and Dating / J. Toyoda, W. Rink, H.P. Schwarczand, M. Ikeya. // Appl. Radiat. Isot. – 1996. – Vol. 47, № 11-12. P. 1393-1398.
6. Matyash, I.V. Radiospektroskopiya Kvarntza (Radiospectroscopy of Quartz) / I.V. Matyash [et al.] - Kiev. : Naukova Dumka, 1987. - 166 P. (in Russian).
7. Clozel, B. Kaolinite as dosimeters: new possibility of tracing radionuclides migration / B. Clozel [et al.] // Chem. Geol. – 1990 – Vol. 84, P. 259-260.
8. Pivovarov, S. ESR of Soils near a nuclear Explosions / S.Pivovarov, T.Mosienko // Book of Abstracts of 4th Int. Symp. ESR-Dosimetry and Applications, Germany, Munchen, - 1995. - P. 116.
9. Pivovarov, S. Studying of Fractioned Soil Samples from Semipalatinsk Test Site by ESR Method / S. Pivovarov, A. Rukhin, T. Seredavina // Proc. Int. Conf. "Nuclear and Radiation Physics", Almaty. – 1997. - P.139-141.
10. Пивоваров, С.П. ЭПР-спектроскопия почв СИЯП / С.П.Пивоваров, А.Б.Рухин, Т.А.Середавина // Радионуклидное загрязнение территории Семипалатинского испытательного полигона. Труды научно-практической конференции по СИП. – 1999. - С. 139-144.
11. Pivovarov, S. Retrospective EPR-Dosimetry at Semipalatinsk Nuclear Test Site Region / S. Pivovarov, A. Rukhin, T. Seredavina, A. Zhdanov // EPR in the 21 CENTURY. Basics and Applications to materials, life and Earth Sciences / Elsevier, - 2002 - P. 634-639.

**ССП АЙМАҒЫНДАҒЫ ЭКОЛОГИЯЛЫҚ ЖАҒДАЙДЫҢ КЕЙБІР
АСПЕКТІЛЕРІН ЭПР ӘДІСІНІҢ КӨМЕГІМЕН ЗЕРТТЕУ**

Пивоваров С., Рухин А., Середавина Т.

ҚР ҰЯО Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Парамагниттік касиеттерді байқау үшін Семей сынақ полигонының және оған жақын аумақтардағы топырағына сынақ әсері ЭПР әдісімен зерттеген.

EPR STUDY OF SOME ASPECTS OF ECOLOGICAL SITUATION AT THE STS REGION

S. Pivovarov, A. Rukhin, T. Seredavina

Institute of nuclear physics NNC RK, Almaty, Kazakhstan

Soils from the Semipalatinsk Test Site and from surrounding territories have been studied by EPR method with purpose of revealing of explosions influence on their paramagnetic properties.

УДК 621.039

ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ХВОСТОХРАНИЛИЩА КОШКАР-АТА НА ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ СТАТИСТИКИ

Силачев И.Ю., Кутербеков К.К., Поднежно В.В.

Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Казахстан

Проанализированы результаты радиоэкологического обследования отстойника-хвостохранилища токсичных и радиоактивных отходов Кошкар-Ата, расположенного на полуострове Мангистау вблизи побережья Каспийского моря. Произведена оценка влияния хвостохранилища на окружающую среду через такие механизмы как ветровой подъем токсичной и радиоактивной пыли с обмелевшей зоны, миграция растворимых форм отходов в грунтовые воды и эксхалация ^{222}Rn с обмелевшего дна и водного зеркала отстойника. Сделан вывод о преобладающей роли последнего механизма во влиянии отстойника на окружающую среду.

ВВЕДЕНИЕ

Хвостохранилище Кошкар-Ата представляет собой бессточный искусственный водоем в естественной котловине, находящейся на полуострове Мангистау вблизи побережья Каспийского моря в 5 км к северо-востоку от г. Актау (рисунок 1). Начиная с 1965 г. в нем проводилось размещение токсичных отходов сернокислотного завода и горнометаллургического комбината, обогащавшего местные фосфорсодержащие урановые руды, апатитовый концентрат с Кольского полуострова и фосфатное сырье из месторождения Каратау. Суммарное количество радиоактивных отходов в хвостохранилище Кошкар-Ата составляет около 360 млн т. с общей

активностью 11 000 Ки [1]. Площадь водной фазы в годы максимального заполнения отстойника доходила до 77 км². В последние годы в связи с сокращением объема стоков произошло существенное снижение уровня воды в Кошкар-Ате. По результатам обследования, выполненного в 2004 г. Институтом ядерной физики НЯЦ РК, площадь обнажившегося дна составляет около 38 км². Обмелевшая зона представляет собой слежавшуюся тонкодисперсную массу, состоящую из минеральных остатков и технологических осадков с размерами частиц от 0,001 до 1-2 мм и максимумом распределения в пределах 0,02 - 0,1 мм.

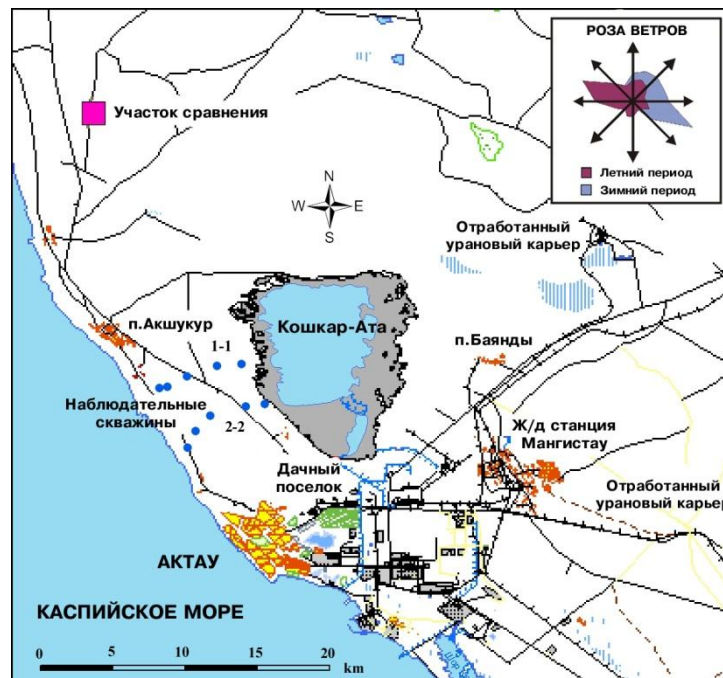


Рисунок 1. Хвостохранилище Кошкар-Ата и прилегающая территория

В условиях засушливого климата региона, с учетом близости Каспийского моря и ряда населенных пунктов, хвостохранилище Кошкар-Ата представляет определенную потенциальную опасность. Эта уг-

роза окружающей среде и здоровью населения близлежащих территорий может быть реализована через механизмы воздействия, к наиболее существенным из которых можно отнести:

- сезонный ветровой подъем токсичной и радиоактивной пыли с образовавшихся обширных пляжей и разнос на значительные расстояния;
- проникновение растворимых форм отходов в грунтовые воды и по водоносным горизонтам – в Каспийское море;
- эксхалация и ветровой перенос ^{222}Rn с обмелевшего дна и водного зеркала отстойника с последующим выпадением в виде ^{210}Pb .

Потенциальная опасность отстойника послужила обоснованием комплексного радиоэкологического обследования объекта и прилегающих населенных пунктов, выполненного Институтом ядерной физики НЯЦ РК. Однако, учитывая наличие в данном районе аналогичных объектов загрязнения окружающей среды (например, отработанные урановые карьеры), корректное выявление влияния Кошкар-Аты представляет определенную сложность. В основу методологии обследования положено изучение различных механизмов и факторов воздействия (химические элементы, радионуклиды, радон) для выявления *индикаторов воздействия*, позволяющих установить влияние хвостохранилища на окружающую среду. К таким индикаторам можно отнести содержания определенных химических элементов, радионуклидов и их соотношения, характеризующие особенности состава отстойника как искусственного объекта.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Изучение последствий ветрового разноса пыли с обмелевшей зоны проведено по изменению состава поверхностных проб почвы, отобранных на различном расстоянии от объекта. Это позволяет установить интегральный эффект за ряд лет вне зависимости от конкретных погодных условий за ограниченный период наблюдения (например, при установке планшетов для сбора проб сухих атмосферных выпадений). С этой целью проведен отбор проб грунта с обмелевшей зоны, поверхностных (0-5 см) проб почвы вдоль периметра (~ 0,5 км от обмелевшей зоны) и на некотором расстоянии от отстойника (1-9 км), а также в населенных пунктах, расположенных в зоне потенциального влияния Кошкар-Аты. В качестве зоны сравнения выбран «фоновый участок» в направлении минимума «розы ветров» (рисунок 1) в достаточном удалении от хвостохранилища, элементный и радионуклидный состав которого можно считать кларковыми для данного района.

Для изучения миграции растворимых форм с грунтовыми водами отобраны пробы воды из водной фазы отстойника и из ряда наблюдательных скважин, пройденных по двум профилям в направлении Каспийского моря. Во всех пробах воды определен макро- и микроэлементный состав и объемная активность естественных радионуклидов.

С целью оценки механизма воздействия путем эксхалации и ветрового переноса ^{222}Rn проведено изучение распределения ^{210}Pb и ^{226}Ra в послойных

пробах почв (0-5, 5-10, 10-20 и 20-30 см) фонового участка и населенных пунктов, прилегающих к Кошкар-Ате. Взаимное расположение объектов обследования приведено на рисунке 1.

Гамма-спектрометрический анализ образцов почвы, грунта и сухих остатков водных проб на содержание естественных радионуклидов выполнен по стандартной методике с использованием Gamma-X HPGe детектора фирмы «Ortec». Элементный состав проб почвы и грунта определен с помощью рентгенофлуоресцентного анализа (РФА), а водных проб – методом атомно-эмиссионной спектроскопии с высокочастотной индуктивно-связанной плазмой (JY-70P).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Изучение особенностей состава обмелевшей зоны хвостохранилища позволило выделить южную часть этого объекта, для которой характерно повышенное содержание некоторых элементов и повышенная активность ряда радионуклидов. По результатам элементного анализа выбраны два возможных элемента-индикатора – Sr и Ce – по принципу максимального превышения содержаний в сравнении с фоновым участком. Согласно проведенной оценке, существенная дисперсия средних значений содержаний этих элементов в верхнем слое почвы (данные для периметра и одного из поселков, расположенного в преимущественном направлении "розы ветров", приведены в таблице 1), не позволила установить статистически значимого увеличения содержания даже в ближайшей зоне. Однако, корреляционный анализ показал близкое к нулю значение коэффициента корреляции r между содержаниями Sr и Ca в пробах почвы, отобранных в южной части периметра отстойника, как и для проб обмелевшей зоны (в состав почвы в данном районе входят карбонаты, включающие Sr в качестве изоморфной примеси). Это может служить косвенным признаком влияния обмелевшей зоны в этих точках обследования. Для сравнения приведены данные для Ba – другого элемента изоморфной примеси. Поскольку содержание Ba в грунтах отстойника соответствует кларковому, Ba не может служить индикатором, и уже вблизи обмелевшей зоны отмечена значимая корреляционная связь между содержаниями Ba и Ca в почве. С другой стороны, корреляционный анализ содержаний Ce и Sr показал резкое уменьшение тесноты связи от $r = 0,95$ – для грунтов обмелевшей зоны до $r \approx 0$ – в пробах почвы на протяжении всего нескольких сотен метров. Таким образом, можно говорить о выявленной переходной зоне между обмелевшей зоной и ближайшим окружением, характеризующейся скачком коэффициентов корреляции между содержаниями некоторых элементов в поверхностном слое почвы. Графическая интерпретация полученного вывода приведена на рисунке 2.

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ХВОСТОХРАНИЛИЩА КОШКАР-АТА
НА ОКРУЖАЮЩУЮ СРЕДУ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МЕТОДОВ МАТЕМАТИЧЕСКОЙ СТАТИСТИКИ**

Таблица 1. Корреляционный анализ элементов-индикаторов в некоторых объектах исследования

Объекты	Sr, ppm	r (Ca/Sr)	Ba, ppm	r (Ca/Ba)	Ce, ppm	r (Sr/Ce)
Обмелевшая зона (южная часть)	~6000 – 15000	≈ 0	~750	≈ 0	~1000 - 2000	0,95
Периметр (южная часть)	410 ± 46	≈ 0	757 ± 63	0,69	30,6 ± 5,8	0,46
Периметр (остальная часть)	442 ± 53	0,75	780 ± 87	0,67	36,4 ± 4,2	0,30
пос. Баянды	443 ± 38	0,81	716 ± 56	0,78	43,5 ± 3,3	≈ 0
Участок сравнения	355 ± 6	0,90	717 ± 14	0,61	31,5 ± 1,8	≈ 0

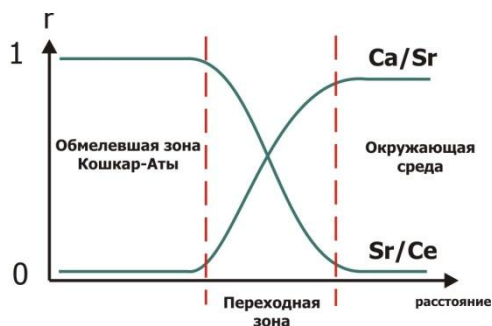


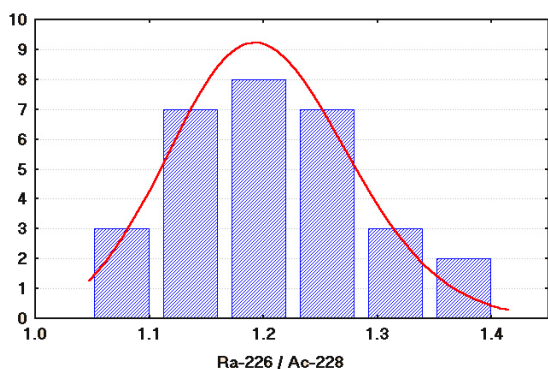
Рисунок 2. Переходная зона, выявленная при корреляционном анализе элементов-индикаторов

В первом столбце таблицы 2 приведены данные, показывающие влияние обмелевшей зоны по резкому нарушению равновесия в ториевом ряду, характерном для хвостов обогащения, в сравнении с фоновым участком и пос. Баянды. Удельная активность ^{232}Th оценена по результатам РФА. Во втором столбце приведено сравнение отношения удельных активностей $^{226}\text{Ra} / ^{228}\text{Ac}$ для некоторых объектов, включая так называемые "площадные" пробы, ото-

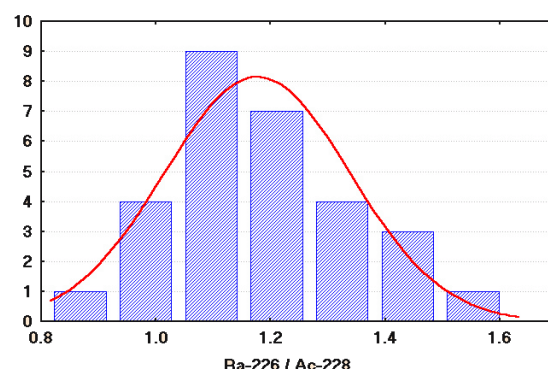
бранные вокруг хвостохранилища в пределах 1-9 км. Как и в случае с элементами-индикаторами, также выявлено ближайшее к Кошкар-Ате окружение по статистически значимому превышению этих отношений над фоном в пробах почв, отобранных вдоль периметра. Графическое представление распределения отношения $^{226}\text{Ra} / ^{228}\text{Ac}$ показано на рисунке 3. Бимодальность распределения по периметру хвостохранилища, где левая мода отвечает фоновому распределению, может служить прямым подтверждением влияния обмелевшей зоны только в ближайшем окружении отстойника.

Таблица 2. Отношения удельных активностей элементов-индикаторов в некоторых объектах исследования

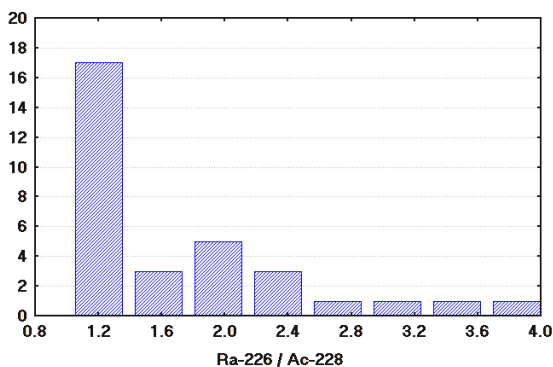
Объекты	$^{232}\text{Th}_{\text{РФА}} / ^{228}\text{Ac}$	$^{226}\text{Ra} / ^{228}\text{Ac}$
Обмелевшая зона (южная часть)	~10 – 15	~25
Периметр	1,37 ± 0,08	1,69 ± 0,25
пос. Баянды / "площадные" пробы	1,21 ± 0,09	1,21 ± 0,08
Участок сравнения	1,19 ± 0,06	1,20 ± 0,03



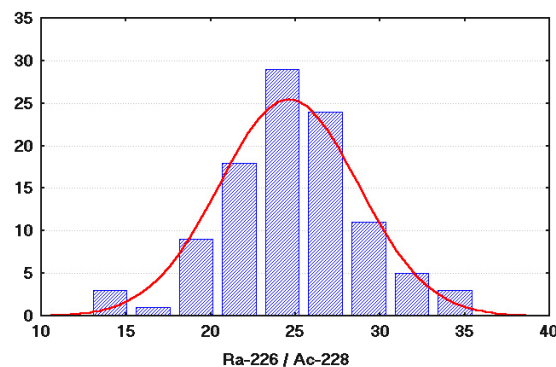
а – участок сравнения



б – "площадные" пробы



в – периметр хвостохранилища



г – обмелевшее дно

Рисунок 3. Распределение отношений удельной активности $^{226}\text{Ra} / ^{228}\text{Ac}$ в поверхностном слое почвы (грунта)

Необходимо отметить, что подобные распределения имеют место и для отношений Ca/Sr , Sr/Ce и $^{232}Th_{рФА} / ^{228}Ac$, но только отношению удельных активностей $^{226}Ra/^{228}Ac$ характерна столь выраженная картина. Это, по-видимому, связано с довольно высокой контрастностью этого отношения, как *индикатора воздействия*, и с низкой вариацией среднего отношения $^{226}Ra/^{228}Ac$ на участке сравнения (таблица 2). Таким образом, отношение удельных активностей некоторых радионуклидов оказалось более тонким инструментом для выявления влияния хвостохранилища путем ветрового разноса пыли.

Для изучения влияния отстойника по механизму миграции токсичных и радиоактивных элементов с движением грунтовых вод в качестве индикаторов воздействия выбраны ^{40}K и хлорид-ион, соли которых отличаются высокой растворимостью. Значения объемной активности ^{40}K и содержание Cl^- в пластовой воде наблюдательных скважин и в пробах воды отстойника, отобранных напротив пройденных профилей, приведены на рисунке 4 в зависимости от расстояния. На этом рисунке видна отчетливая тенденция, которая может служить подтверждением факта миграции загрязненных вод отстойника на расстояние около 4 км в направлении Каспийского моря. Этот вывод соответствует результатам более ранних исследований, полученных методом высокоточной скважинной термометрии в 1993 г. [2]. За последующие более чем 10 лет дальнейшей миграции загрязненных вод отстойника в западном направлении не произошло. По-видимому, это связано с тем, что минимумы зависимостей на рисунке 4 приурочены к зоне разгрузки подземных вод карбонатного неогенового комплекса на "геологическом барьере" как со стороны впадины Кошкар-Ата, так и со стороны Каспийского моря.

Выявление эффекта эксхалиции и ветрового переноса радона с обмелевшей зоны и водной поверхности отстойника проведено с помощью оценки составляющей активности ^{210}Pb в почве, обусловленной атмосферными выпадениями. Как показали результаты измерений, удельная активность ^{210}Pb существенно превышает равновесную активность ^{226}Ra в поверхностном слое почвы участка сравнения и населенных пунктов, прилегающих к объекту Кошкар-Ата. Косвенным подтверждением столь крупного вклада атмосферных поступлений свинца служат статистически значимые значения коэффициента корреляции между удельными активностями ^{210}Pb и ^{137}Cs в верхнем слое почвы: от 0,55 до 0,79 для населенных пунктов и 0,86 для участка сравнения.

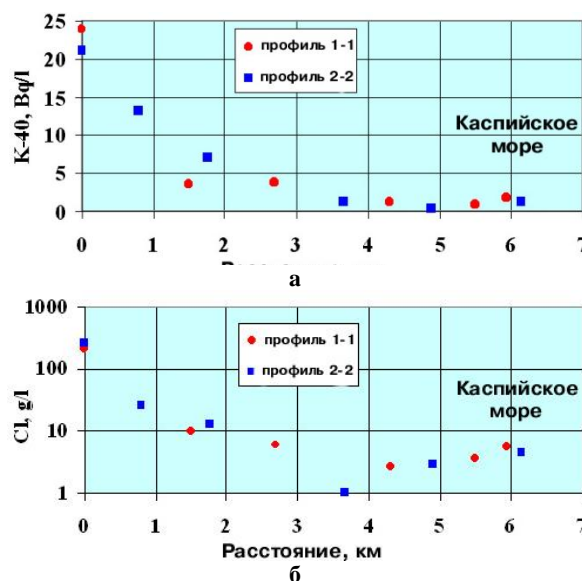


Рисунок 4. Объемная активность ^{40}K (а) и содержание Cl^- (б) в воде отстойника (0 км) и ряда наблюдательных скважин

Оценка активности атмосферных выпадений ^{210}Pb в объеме почвы населенных пунктов и фонового участка от поверхности до глубины проникновения произведена с помощью следующей экспоненциальной модели:

$$A_{210Pb}^{atm} = \rho \iiint_V A(x, y, z) dV = \rho \int_0^1 dx \int_0^1 dy \int_0^{z_0} k_1 \exp(-k_2 \cdot z) dz,$$

где ρ – плотность почвы в kg/m^3 ; пределы интегрирования по x и y ограничивают площадку $1 \times 1 m^2$; z_0 – глубина проникновения ^{210}Pb в метрах, оцененная как: $A_{210Pb}(z_0) = 0,05 A_{210Pb}(z=0)$. Коэффициенты k_1 и k_2 определены при аппроксимации экспонентой зависимости удельной активности атмосферных поступлений ^{210}Pb ($A_{210Pb} - A_{226Ra}$) в каждом слое почвы от глубины пробоотбора.

Полученные значения $A_{atm Pb-210}$ (таблица 3) позволяют оценить долю атмосферного поступления ^{210}Pb в почву населенных пунктов, обусловленную эксхалицией радона из обмелевшей зоны и водной поверхности отстойника (A_{exh}/A_{atm}). Оценено также эксхалиционное поступление ^{210}Pb (ΔA_{exh}) в поверхностный слой почвы населенных пунктов в абсолютных единицах (Bq/kg) и в процентах от полной активности ^{210}Pb (равновесная с ^{226}Ra составляющая плюс атмосферные выпадения).

Таблица 3. Атмосферные выпадения и эксхалиционное поступление ^{210}Pb в почву объектов исследования

Объекты	A_{Pb-210}^{atm} , Bq	$A_{Pb-210}^{exh} / A_{Pb-210}^{atm}$	ΔA_{Pb-210}^{exh} , Bq/kg (0-5 cm)
пос. Акшукур	6010	30 %	7,7 (16%)
пос. Баянды	6580	36 %	10,0 (17%)
жд ст. Мангистау	6090	31 %	7,4 (14%)
г. Актау	4890	14 %	3,4 (7%)
Дачный поселок	4350	3 %	≈ 1 (2%)
Участок сравнения	4220	-	-

В целом, полученные результаты не противоречат вероятной картине эксхалиационного поступления ^{210}Pb в почву населенных пунктов, прилегающих к объекту Кошкар-Ата (см «розу ветров» на рисунке 1).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, на основании проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

- основным выявленным механизмом влияния отстойника Кошкар-Ата на окружающую среду является эксхалиция и ветровой перенос радона с обмелевшей зоны и водного зеркала, причем вклад продуктов распада ^{222}Rn в общую активность ^{210}Pb в почве близлежащих населенных пунктов относительно невысок – не более 17%

в направлении "розы ветров", и в несколько раз меньше в перпендикулярном направлении;

- влияние ветрового подъема и разноса пыли с обмелевшей зоны отстойника обнаружено только на расстоянии ~0,5 км м от границы обмелевшей зоны, по статистически значимому изменению соотношений некоторых элементов и радионуклидов в верхнем слое почвы;
- растворимые формы токсичных и радиоактивных отходов проникли с грунтовыми водами на расстояние около 4 км в направлении Каспийского моря. Дальнейшая миграция не происходит, т.к. к этой зоне, по-видимому, приурочена разгрузка подземных вод на "геологическом барьере".

ЛИТЕРАТУРА

1. Kadyrzhanov, K. Complex Investigation of Ecological Situation at Toxic and Radioactive Wastes Storage Koshkar-Ata and Developing of Rehabilitation Measures / K. Kadyrzhanov, K. Kuterbekov, S. Lukashenko [etc] // International Conference on Radiation Legacy of the 20-th Century: Environmental Restoration (Radleg-2000), 30 Oct. – 3 Nov. 2000, Moscow, Russian Federation. – 2000 – P. 79-80.
2. Kadyrzhanov, K. Assessment of Both Environment Radioecology and Temperature Impact on Underground Waters of Tailing Pond Koshkar-Ata / K. Kadyrzhanov, K. Kuterbekov, S. Lukashenko [etc] // International Conference "Monitoring of Nuclear Tests and their Consequences", 21-25 Aug. 2000, Borovoye, Kazakhstan. – 2000 – P.43-45.

ҚОШҚАР-АТА ҚАЛДЫҚТАР ҚОЙМАСЫНЫҢ МАТЕМАТИКАЛЫҚ СТАТИСТИКАЛАУ ӘДІСІ АРҚЫЛЫ ҚОРШАҒАН ОРТАҒА ӘСЕРІН ЗЕРТТЕУ

Силачев И.Ю., Кутербеков К.К., Поднежко В.В.

ҚР ҰАО Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Каспий теңізінің жағалауындағы Маңғыстау түбегінде орналасқан уытты және радиоактивті қалдықтарының Қошқар-Ата тұндырғыш қоймасының радиоэкологиялық тексеру нәтижелері талданған. Қалдықтар қоймасының қоршаған ортаға саязданған жерлерден уытты және радиоактивті шаңның желмен көтерілу, жер асты суларында қалдықтардың ерігіш түрінде көшу және тұндырғыштың суларының айнасында және саязданған түбінде ^{222}Rn эксхалиациясы сияқты механизмдері арқылы әсеріне баға берілді. Тұндырғыштың қоршаған ортаға әсірінің соңғы механизмінің рөлі басымырақ болуы туралы қорытынды жасалынған.

INVESTIGATION OF KOSHKAR-ATA TAILING POND EFFECT ON THE ENVIRONMENTS

I.Yu. Silachyov, K.A. Kuterbekov, V.V. Podenezhko

Institute of nuclear physics NNC RK, Almaty, Kazakhstan

The results of radioecological investigation of toxic and radioactive waste storage KOSHKAR-ATA located in the Mangistau Region not far from the Caspian Sea coast have been analysed. Assessment of the tailing pond effect upon the environment have been made taking account of such mechanisms as wind uplift of toxic and radioactive dust from the exposed bottom, waste solubles migration with underground water, and ^{222}Rn exhalation from KOSHKAR-ATA beaches and water-surface. The latter mechanism has been found playing the main part in the waste storage effect upon the environment.

УДК 621.039

РАДИАЦИОННОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ ШЛАМОНАКОПИТЕЛЕЙ И ПРИЛЕГАЮЩЕЙ К НИМ ТЕРРИТОРИИ БЫВШЕГО ИРТЫШСКОГО ХИМИКО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ЗАВОДА

Глушенко В.Н., Силачев И.Ю., Моренко В.С.

Институт ядерной физики НЯЦ РК, Алматы, Казахстан

В статье приведены основные результаты и интерпретация выполненного в 2006 г. радиационного обследования территории, прилегающей к отстойникам-шламонакопителям бывшего ИХМЗ в рамках Республиканской бюджетной программы 011 «Обеспечение радиационной безопасности».

ВВЕДЕНИЕ

С 2003 г. РГП НЯЦ РК и его дочерние предприятия в рамках Республиканской бюджетной программы 011 «Обеспечение радиационной безопасности» выполняют работы по ликвидации радиационно-опасной ситуации, сложившейся в Первомайском сельском округе Шемонаихинского района ВКО в связи с утратой контроля над радиоактивными отходами, последовавшей после значительного снижения производственных мощностей и перепрофилирования бывшего Иртышского химико-металлургического завода (ИХМЗ). В 2004 и 2005 гг. проведены основные этапы этих работ, включающие радиационное обследование территории пункта захоронения радиоактивных отходов (ПЗРО) и расположенных на ней хранилищ РАО, радиационное обследование территории вокруг ПЗРО, поселка Первомайский, зданий 22 и 22А на территории бывшего ИХМЗ [1]. В 2006 г. ДГП ИЯФ НЯЦ РК проводил работы по радиационному обследованию территории вокруг бывшего ИХМЗ, в рамках которого решали следующие основные задачи: радиометрическая съемка территории вокруг отстойников-шламонакопителей бывшего ИХМЗ, поиск и детализационное исследование радиационных аномалий, отбор и лабораторный анализ проб объектов окружающей среды.

ПРОВЕДЕНИЕ ОБСЛЕДОВАНИЯ

В основу планирования работ на местности положена крупномасштабная топографическая карта (М 1:50000) Главного управления геодезии и картографии. На эту карту нанесены три отстойника-шламонакопителя вблизи бывшего ИХМЗ, два из которых представляют собой пруды, заполненные водой, третий – сухой, наполовину заросший редкой растительностью. В 2005 г. в ходе полевых работ рядом с ними обнаружен еще один сухой шламонакопитель, полностью заросший камышом.

Обследуемая территория вокруг отстойников-шламонакопителей площадью около 2,5 км² ограничена руслом ручья и 500-метровой санитарно-защитной зоной со стороны пос. Первомайский и ИХМЗ (рисунок 1). На этой территории была разбита регулярная сеть с квадратной ячейкой 20×20 м и направлением профилей "север-юг". В узлах сети обследования проведена радиометрическая съемка, заключающаяся в измерении мощности экспозиционной дозы (МЭД) γ -излучения и плотности потока α - и β -излучения из поверхностного слоя почвы. В общей сложности радиометрические измерения выполнены более чем в 4000 точках.

При обнаружении точек, в которых величина МЭД превышала удвоенное значение нормального γ -фона, характерного для данной местности, в окрестностях этих точек проводили поиск радиационных аномалий [2]. Среднее значение локального γ -фона, определенное по результатам измерений на "участке сравнения" в предыдущем году, составляет 11 ± 1 мкР/ч ($\alpha=0,95$). В ходе обследования выявлены две радиационные аномалии, в центре которых отобраны несколько послонных проб почвы с горизонтами 0-5, 5-10, 10-20 и 20-30 см.

С целью изучения распределения естественных радионуклидов на территории, прилегающей к отстойникам-шламонакопителям, отобрано 50 проб поверхностного слоя почвы с глубины 0-5 см. Пробы почвы отобраны с произвольным шагом преимущественно вдоль дорог, вокруг шламонакопителей и в направлении локального понижения местности.

Из двух заполненных водой шламонакопителей, а также из ручья, берущего начало возле территории завода, отобраны пробы воды. Одновременно с пробами воды из шламонакопителей были отобраны пробы донных отложений. Точки отбора проб объектов окружающей среды приведены на рисунке 1.

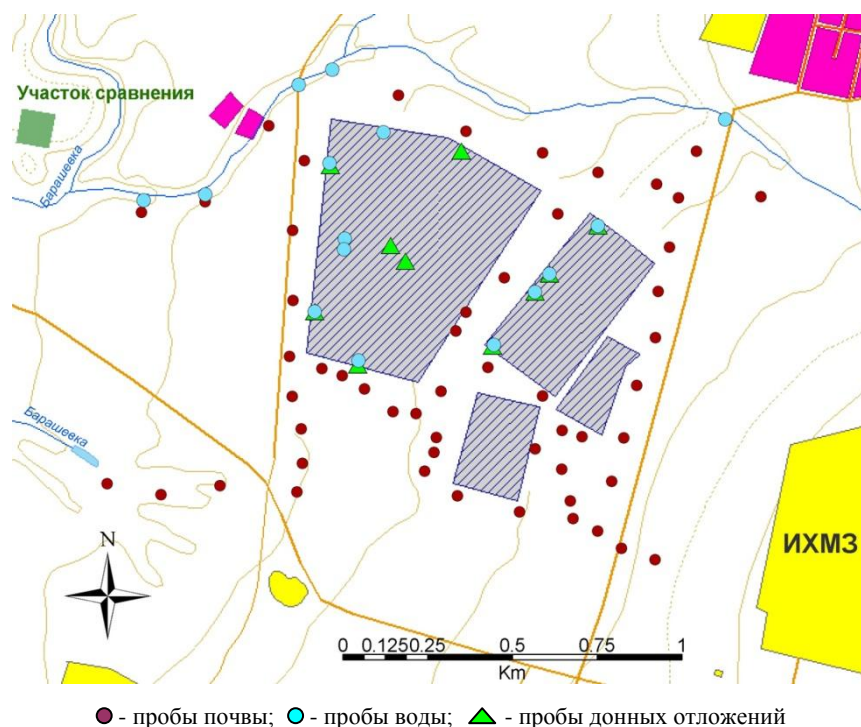


Рисунок 1. Общая схема обследуемой территории с точками отбора проб объектов окружающей среды

Аналитические работы включали лабораторный γ -спектрометрический анализ отобранных проб с использованием широкодиапазонного ППД из сверхчистого германия BE-3830-62 "CANBERRA" с входным окном из углеродистого композита. Градуировка спектрометра осуществлена с использованием стандартных образцов МАГАТЭ.

В спектрометрических образцах определена удельная активность естественных радионуклидов уранового и ториевого рядов, ^{40}K , а также техногенного ^{137}Cs . Определение радионуклидного состава образцов воды проведено в геометрии Маринелли. Для повышения чувствительности анализа часть проб воды была сконцентрирована выпариванием до сухого остатка, после чего выполнены измерения в геометрии Петри.

ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ РАБОТ

Максимальные измеренные значения МЭД на обследуемой территории, прилегающей к отстойникам-шламонакопителям, составляют 35 мкР/ч. Плотность потока α -излучения находится в пределах 0-5,9 частиц/(см²·мин), β -излучения – в пределах 0-4,4 частиц/(см²·мин).

На рисунке 2 приведены изолинии МЭД на обследуемой территории в единицах нормального фона: менее 1 значения фона, от 1 до 2 значений фона,

более удвоенного значения фона. Как видно, вблизи шламонакопителей выявлены пятна радиационной аномалии, также обнаруженные в ходе площадной γ -съемки.

Поскольку надежные оценки локального α - и β -фона отсутствуют, изолинии плотности потока α - и β -излучения (рисунки 3, 4) построены в единицах средних значений, полученных при исключении точек, принадлежащих радиационным аномалиям ($0,078 \pm 0,005$ частиц/(см²·мин) и $1,065 \pm 0,005$ частиц/(см²·мин) ($\alpha=0,95$) для α -излучения и для β -излучения, соответственно). Рисунки 3 и 4 подтверждают, в целом, аномалию радиационного поля, выявленную по результатам γ -съемки, причем картограмма плотности потока α -излучения дает наиболее контрастную картину.

Еще одно пятно радиационной аномалии, вследствие его небольших размеров (примерно 14×10 м), обнаружено между узлами сети обследования, при перемещении дозиметра в режиме «поиск» (рисунок 5). С целью оконтуривания этого пятна проведена детализационная радиометрическая съемка по сети 1×1 м. Для более крупной аномалии, учитывая ее размеры (примерно 60×180 м) и сложные условия доступа, детализационное обследование не проводили.

**РАДИАЦИОННОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ ШЛАМОНАКОПИТЕЛЕЙ И ПРИЛЕГАЮЩЕЙ
К НИМ ТЕРРИТОРИИ БЫВШЕГО ИРТЫШСКОГО ХИМИКО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКОГО ЗАВОДА**

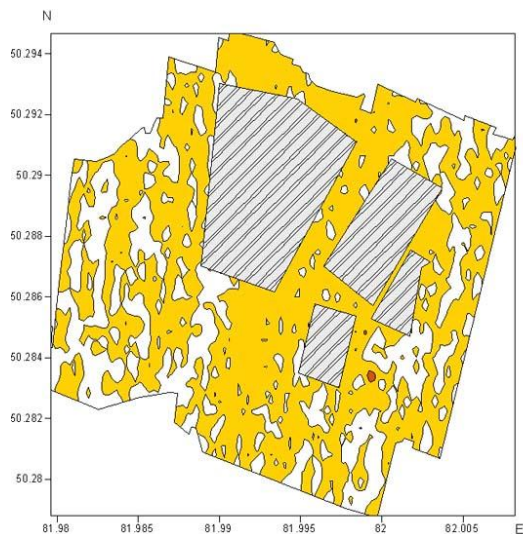


Рисунок 2. Изолинии МЭД γ -излучения

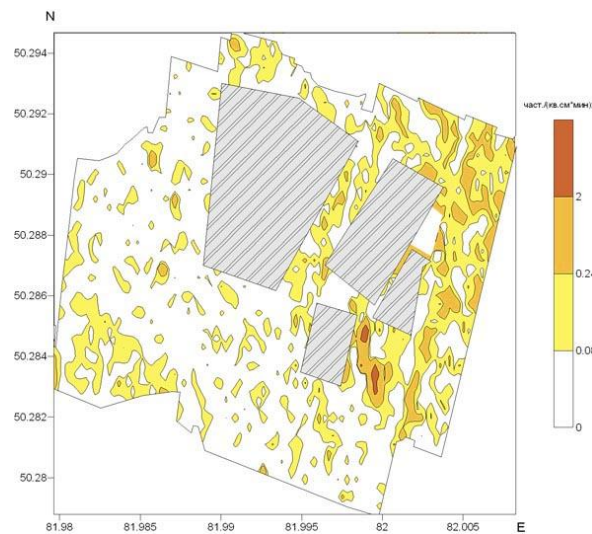


Рисунок 3. Изолинии плотности потока α -излучения

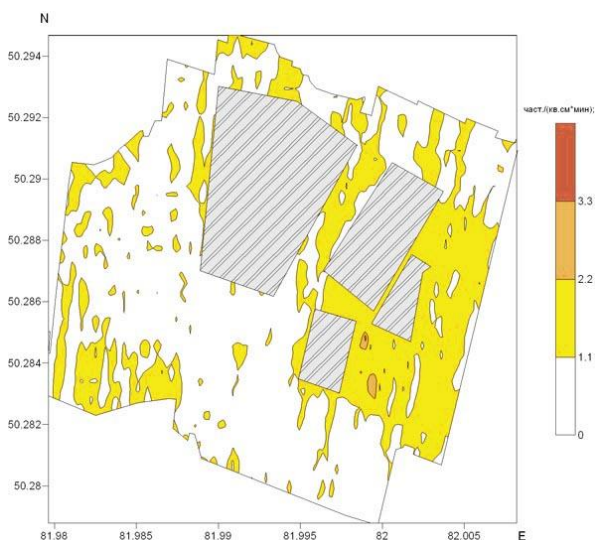


Рисунок 4. Изолинии плотности потока β -излучения

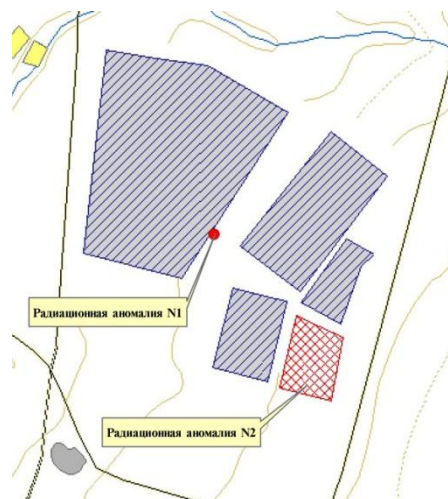


Рисунок 5. Расположение радиационных аномалий

Максимальные значения МЭД на обследуемой территории за исключением точек, принадлежащих радиационным аномалиям, достигают 27 мкР/ч; среднее значение составляет $12,0 \pm 0,1$ мкР/ч ($\alpha=0,95$). Максимальное значение плотности потока α -излучения (за исключением точек, принадлежащих радиационным аномалиям) достигает 2,1 частиц/(см²·мин), для β -излучения – 2,2 частиц/(см²·мин).

Сравнительный анализ с использованием элементов геостатистики выявил различия в пространственной корреляции между компонентами радиационных полей для двух пятен большой аномалии, что может быть обусловлено различием в составе и генезисе загрязнения почвы. С другой стороны, распределение ⁴⁰К вдоль почвенного разреза одного из пятен проти-

воречит представлению о поверхностном загрязнении почвы радиоактивными отходами с последующей миграции радионуклидов вглубь почв. Единственно возможное объяснение заключается в том, что в данном месте до глубины 20 см простираются не загрязненные грунты, а хвосты обогащения различного состава, т.е. еще один шламонакопитель, по-видимому, первый хронологически.

Данное предположение нашло подтверждение на современном космоснимке обследуемой территории (рисунок 6), на котором на участке с аномалиями радиационных полей просматриваются контуры двух ячеек шламонакопителя, незаметного на местности ввиду изменившихся ландшафтных условий.



Рисунок 6. Космоснимок обследуемой территории

В таблице 1 приведены средние значения удельной активности ряда естественных радионуклидов по результатам гамма-спектрометрического анализа проб поверхностного слоя почвы. Определение ^{228}Ra проведено по равновесной активности ^{228}Ac . Сравнение средних с использованием непараметрического критерия Мана-Уитни показало, за исключением ^{210}Pb и ^{228}Ra , средние значения удельной активности естественных радионуклидов в поверхностном слое почвы на обоих участках значительно отличается друг от друга. Однако, учитывая характер распределений,

Таблица 1. Средние значения удельной активности ряда естественных радионуклидов

Место пробоотбора	Th-234, Бк/кг	Ra-226, Бк/кг	Pb-210, Бк/кг	Ra-228, Бк/кг	Ra-224, Бк/кг	Tl-208, Бк/кг	K-40, Бк/кг
Участок сравнения	29,8 ± 2,5	27,5 ± 1,0	125 ± 17	49,1 ± 1,9	50,8 ± 1,6	14,9 ± 0,4	716 ± 18
Обследуемая территория	33,1 ± 1,4	33,0 ± 0,9	116 ± 18	50,6 ± 1,2	45,8 ± 2,0	16,5 ± 0,5	688 ± 18

Таблица 2. Результаты гамма-спектрометрического анализа проб воды

Место отбора проб	Th-234, Бк/л	Ra-226, Бк/л	Pb-210, Бк/л	U-235, Бк/л	Ra-223, Бк/л	Ra-228, Бк/л	Th-228, Бк/л	K-40, Бк/л
Шламонакопители	< 0,8	< 1,0	< 1,5	< 0,3	< 0,6	< 0,5	< 1,0	< 7,0
Ручей	< 0,1	< 0,2	< 0,1	< 0,07	< 0,04	< 0,1	< 0,1	< 0,4
Значения уровней вмешател., Бк/л	41	0,5	0,2	3,0	1,4	0,2	1,9	22

С другой стороны, активности определяемых радионуклидов в пробах воды, отобранных из ручья вниз по течению, не отличаются друг от друга в пределах чувствительности анализа. Поэтому поступления естественных радионуклидов из шламонакопителей в ручей, по-видимому, не происходит.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполнения работ по радиационному обследованию территории вокруг бывшего ИХМЗ построены картограммы радиационных полей на территории площадью 2,5 км², примыкающей к отстойникам-шламонакопителям, отобраны и про-

можно сделать вывод, что превышение удельной активности некоторых радионуклидов в почве обследуемой территории обусловлено не поверхностным загрязнением, а различием в составе почв.

В местах выявленных радиационных аномалий превышение удельной активности ^{226}Ra в поверхностном слое почвы достигает 14 раз, а по продуктам распада ^{232}Th – до 40 раз, по сравнению со всей обследуемой территорией. Максимум загрязнения, достигающий 24-кратной удельной активности ^{226}Ra и 47-кратной – продуктов распада ^{232}Th наблюдается в горизонте 5-10 см.

Гамма-спектрометрический анализ проб донных отложений показал, что основная активность хвостов обогащения, размещенных в шламонакопителях, обусловлена ^{226}Ra и продуктами его распада (до 2,5 кБк/кг), а также продуктами распада ^{232}Th (до 3,5 кБк/кг).

В пробах воды определена удельная активность естественных радионуклидов, для которых нормированы значения уровней вмешательства при поступлении с водой для населения согласно НРБ-99. Результаты гамма-спектрометрического анализа приведены в сводной таблице 2. Как видно, удельная активность всех определяемых радионуклидов в пробах воды, отобранных из ручья, ниже соответствующих уровней вмешательства для поступления этих радионуклидов с водой.

анализированы на содержание естественных радионуклидов пробы объектов окружающей среды. На основании совместной интерпретации данных радиометрической съемки и гамма-спектрометрического анализа послойных проб почвы обнаружен еще один сухой шламонакопитель, полностью заросший растительностью и незаметный на местности. Результаты анализа проб почвы и воды из поверхностного водоисточника не выявили значимого влияния шламонакопителей на загрязнение окружающей среды.

ЛИТЕРАТУРА

1. Радиационное обследование поселка Первомайский Восточно-Казахстанской области, зданий 22 и 22А бывшего Иртышского химико-металлургического завода и территорий, прилегающих к пункту захоронения радиоактивных отходов ИХМЗ / Ш. Т. Тухватулин [и др.] // Вестник НЯЦ РК. – 2005. – вып. 3. – С. 36-42.
2. Методика измерения гамма-фона территорий и помещений. – Утв. Зам. Гл. гос. санит. врача РК 06.08.97. – Алматы, 1997. – 4 с.

ҚОЖ ЖИНАУЫШТЫҢ ЖӘНЕ ОҒАН ЖАҚЫН ОРНАЛАСҚАН БҰРЫНҒЫ ЕРТІС ХИМИЯЛЫҚ- МЕТАЛЛУРГИЯЛЫҚ ЗАУЫТЫНЫҢ ТЕРРИТОРИЯСЫН РАДИОАКТИВТІ ТЕКСЕРУ

Глушенко В.Н., Силачев И.С., Моренко В.С.

ҚР ҰАО Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Бұл мақалада Республикалық бюджеттік 011 «Радиациялық қауіпсіздікті қамтамасыз ету» бағдарламасы бойынша, бұрынғы Ертіс химиялық-металлургиялық зауытының жанындағы қож жинауыш тұндырғыштың аймағындығы территорияларды 2006 жылы орындалған радиациялық зерттеулерінің негізгі нәтижелерімен қорытындылары келтірілген.

RADIATION INVESTIGATION OF THE SEDIMENTATION SLURRY PONDS AND ADJACENT TERRITORY OF THE FORMER IRTYSH CHEMICAL AND METALLURGICAL PLANT

V. Glushchenko , I. Silachyov , V. Morenko

Institute of Nuclear Physics NNC RK, Almaty, Kazakhstan

The paper deals with the results and interpretation of radiation investigation (in 2006) of the territory adjacent to the sedimentation slurry ponds of the former Irtysh chemical and metallurgical plant within the State budgetary program 011 "Securing Radiation Safety".

СПИСОК АВТОРОВ

Ахметжанов Б.К., 39
Буранбаев М.Ж., 43
Володин В.Н., 18
Габдуллина А.Т., 28
Глущенко В.Н., 80
Ермаков Е.Л., 14
Ефремов М.В., 47
Жаканбаев Е.А., 18
Жакпаров Р.К., 23
Жукешов А.М., 28
Кислицин С.Б., 14

Козтаева Г.П., 43
Кукетаев А., 32
Кутербекоев К.К., 75
Максимкин О.П., 4
Моренко В.С., 80
Мукамбаев А.С., 57
Пеньков Ф.М., 32
Пивоваров С.П., 23, 64
Поднежко В.В., 75
Полтавцева В.П., 14
Потапов В.В., 50

Рухин А., 64
Садвакасов Д.Х., 4
Середавина Т., 64
Силачев И.Ю., 75, 80
Скаков М.К., 39
Соколова И.Н., 57
Стахов О.В., 23
Тулеушев Ю.Ж., 18
Туякбаев Б.Т., 39
Цай К.В., 4

ТРЕБОВАНИЯ К ОФОРМЛЕНИЮ СТАТЕЙ

Статьи предоставляются в виде электронной (на гибком диске или по электронной почте присоединенным (attachment) файлом) в формате MS WORD и печатной копии.

Текст печатается на листах формата А4 (210×297 мм) с полями: сверху 30 мм; снизу 30 мм; слева 20 мм; справа 20 мм, на принтере с высоким разрешением (300-600 dpi). Горизонтальное расположение листов не допускается.

Используются шрифт Times New Roman высотой 10 пунктов для обычного текста и 12 пунктов для заголовков. Пожалуйста, для заголовков используйте стили (Заголовок 1, 2...) и не используйте их для обычного текста, таблиц и подписанных подписей.

Текст печатается через одинарный междустрочный интервал, между абзацами – один пустой абзац или интервал перед абзацем 12 пунктов.

В левом верхнем углу должен быть указан индекс УДК. Название статьи печатается ниже заглавными буквами. Через 3 интервала после названия, печатаются фамилии, имена, отчества авторов и полное наименование, город и страна местонахождения организации, которую они представляют. После этого, отступив 2 пустых абзаца или с интервалом перед абзацем 24 пункта, печатается основной текст.

При написании статей необходимо придерживаться следующих требований:

- Статья должна содержать аннотации на казахском, английском и русском языках (130-150 слов) с указанием названия статьи, фамилии, имени, отчества авторов и полного названия, города и страны местонахождения организации, которую они представляют;
- Ссылки на литературные источники даются в тексте статьи цифрами в квадратных [1] скобках по мере упоминания. Список литературы следует привести по ГОСТу 7.1-2003;
- Иллюстрации (графики, схемы, диаграммы) должны быть выполнены на компьютере (ширина рисунка 8 или 14 см), либо в виде четких чертежей, выполненных тушью на белом листе формата А4. Особое внимание обратите на надписи на рисунке – они должны быть различимы при уменьшении до указанных выше размеров. На обороте рисунка проставляется его номер. В рукописном варианте на полях указывается место размещения рисунка. Рисунки должны быть представлены отдельно в одном из форматов *.tif, *.gif, *.png, *.psx, *.dxf с разрешениями 600 dpi.
- Математические формулы в тексте должны быть набраны как объект Microsoft Equation или MathType. Химические формулы и мелкие рисунки в тексте должны быть вставлены как объекты Рисунок Microsoft Word. Следует нумеровать лишь те формулы, на которые имеются ссылки.

К статье прилагаются следующие документы:

- рецензия высококвалифицированного специалиста (доктора наук) в соответствующей отрасли науки;
- выписка из протокола заседания кафедры или методического совета с рекомендацией к печати;
- акт экспертизы (экспертное заключение);
- на отдельном листе автор сообщает сведения о себе: фамилия, имя, отчество, ученая степень, должность, кафедра и указывает служебный и домашний телефоны, адрес электронной почты.

Текст должен быть тщательным образом выверен и отредактирован. В конце статья должна быть подписана автором с указанием домашнего адреса и номеров служебного и домашнего телефонов, адрес электронной почты.

Статьи, оформление которых не соответствует указанным требованиям, к публикации не допускаются.

Ответственный секретарь к.ф.-м.н. М.К. Мукушева
тел. (095) 745-54-04, (322-51) 2-33-35, E-mail: MUKUSHEVA@NNC.KZ

Технический редактор А.Г. Кислухин
тел. (322-51) 2-33-33, E-mail: KISLUHIN@NNC.KZ

Адрес редакции: 071100, Казахстан, г. Курчатов, ул. Ленина, 6.
<http://www.nnc.kz/vestnik>

© Редакция сборника «Вестник НЯЦ РК», 2001.

Регистрационное свидетельство №1203-Ж от 15.04.2000г.
Выдано Министерством культуры, информации и общественного согласия Республики Казахстан

Тираж 300 экз.

Выпуск набран и отпечатан в типографии
Национального ядерного центра Республики Казахстан
071100, Казахстан, г. Курчатов, ул. Ленина, 6.

