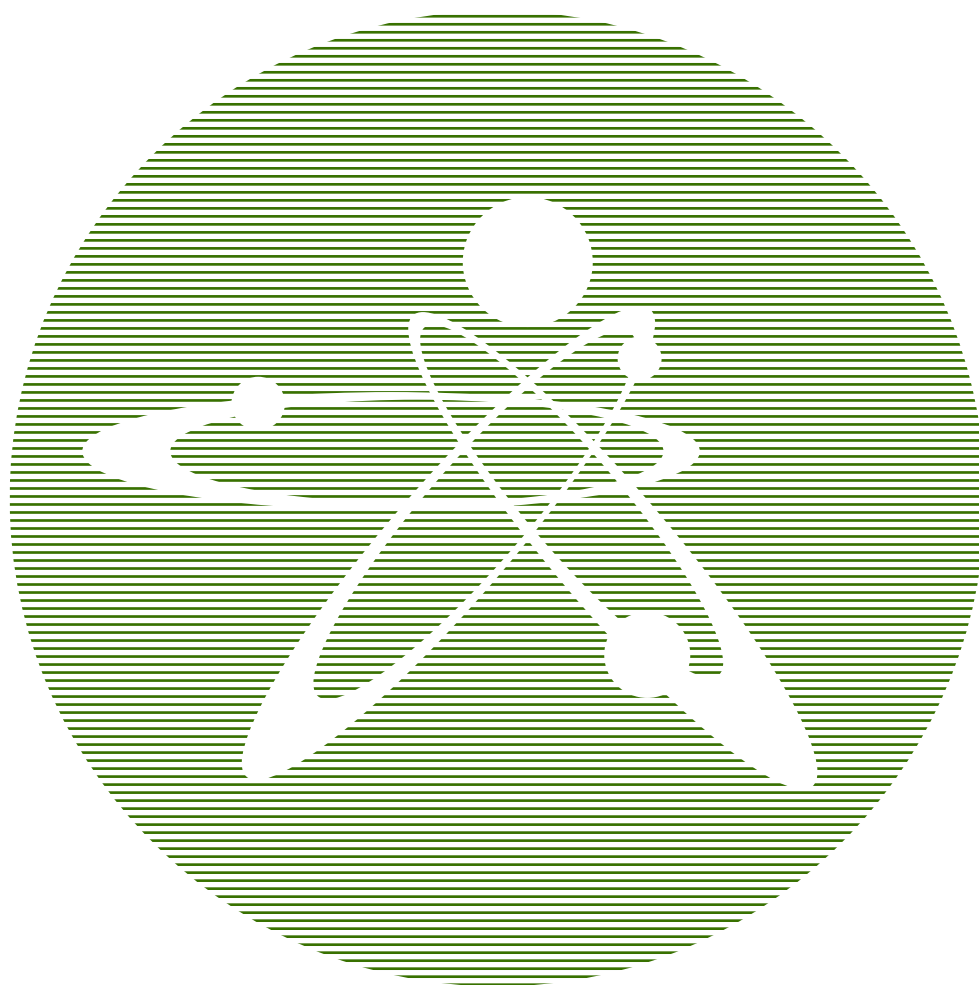


2017
ВЫПУСК 1

ISSN 1729-7516

ПЕРИОДИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
НАЦИОНАЛЬНОГО ЯДЕРНОГО ЦЕНТРА
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ
ВЕСТНИК



Вестник НЯЦ РК

ПЕРИОДИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
НАЦИОНАЛЬНОГО ЯДЕРНОГО ЦЕНТРА РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВЫПУСК 1(69), МАРТ 2017

Издается с января 2000 г.

ГЛАВНЫЙ РЕДАКТОР – д.ф.-м.н., профессор БАТЫРБЕКОВ Э.Г.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ: д.ф.-м.н. СКАКОВ М.К. – заместитель главного редактора,
д.т.н. БАТЫРБЕКОВ Г.А., д.ф.-м.н. БУРТЕБАЕВ Н.Т., доктор инженерии ВИЕЛЕБА В.К. (Польша),
к.ф.-м.н. ВИТЮК В.А., к.ф.-м.н. ВУРИМ А.Д., д.т.н. ГРАДОБОВЕВ А.В. (Россия), ЛУКАШЕНКО С.Н.,
д.ф.-м.н. МАКСИМКИН О.П., д.ф.-м.н. МИХАЙЛОВА Н.Н., к.г.-м.н. ПОДГОРНАЯ Л.Е.,
д.ф.-м.н. СОЛОДУХИН В.П., д.ф.-м.н. ТАЖИБАЕВА И.Л., профессор ФУДЖИ-Е (Япония)

ҚР ҰЯО Жаршысы

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ ҰЛТТЫҚ ЯДРОЛЫҚ ОРТАЛЫҒЫНЫҢ
МЕРЗІМДІК ҒЫЛЫМИ-ТЕХНИКАЛЫҚ ЖУРНАЛЫ

1(69) ШЫҒАРЫМ, НАУРЫЗ, 2017 ЖЫЛ

NNC RK Bulletin

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

ISSUE 1(69), MARCH 2017

Периодический научно-технический журнал «Вестник НЯЦ РК», решением Комитета по контролю в сфере образования и науки включен в перечень изданий, рекомендованных для публикации материалов:

- по физико-математическим наукам,
- по специальности 25.00.00 – науки о Земле.

СОДЕРЖАНИЕ

ВЛИЯНИЕ НЕЙТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ И ОТРИЦАТЕЛЬНЫХ ТЕМПЕРАТУР РАСТЯЖЕНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АУСТЕНИТНОЙ РЕАКТОРНОЙ СТАЛИ X18H9, АУСТЕНИЗИРОВАННОЙ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 900 °С И 1050 °С Максимкин О.П., Рубан С.В.	5
ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО СТАРЕНИЯ НА СОПРОТИВЛЕНИЕ МЕЖКРИСТАЛЛИТНОЙ КОРРОЗИИ И КОРРОЗИОННОМУ РАСТРЕСКИВАНИЮ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 12X18H10T, ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ Яровчук А.В., Максимкин О.П., Турубарова Л.Г., Рубан С.В., Отставнов М.А.	9
МОНИТОРИНГОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЧВЕННОГО ПОКРОВА НА ТЕРРИТОРИИ ПРОЕКТИРУЕМОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО ПРИРОДНОГО РЕЗЕРВАТА «БОКЕЙОРДА» ЗАПАДНО-КАЗАХСТАНСКОЙ ОБЛАСТИ Салихов Т.К.	16
СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ПОЧВЕННОГО ПОКРОВА ГЕОЭКОСИСТЕМ ЛУБЕНСКОГО СЕЛЬСКОГО ОКРУГА Салихов Т.К.	22
ИССЛЕДОВАНИЕ МАТЕРИАЛА, ПОЛУЧЕННОГО НА ОСНОВЕ КРЕМНИЯ И УГЛЕРОДА МЕТОДОМ ИСКРОПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ Скаков М.К., Мухамедова Н.М., Бакланов В.В., Курбанбеков Ш.Р., Кожахметов Е.А.	26
ИЗМЕНЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТАЛИ ЭП-450, ОБЛУЧЕННОЙ ИОНАМИ ГЕЛИЯ И ДЕФОРМИРОВАННОЙ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ Максимкин О.П., Цай К.В., Рофман О.В.	30
ИССЛЕДОВАНИЕ УПРУГОГО РАССЕЯНИЯ ^{20}Ne НА ЯДРАХ ^{12}C ПРИ ЭНЕРГИЯХ НИЖЕ КУЛОНОВСКОГО БАРЬЕРА Буртебаев Н., Буртебаева Д.Т., Жолдыбаев Т.К., Керимкулов Ж.К., Насурлла М., Амангелди Н., Мауей Б., Кок Е., Сакута С.Б., Спиталери К.	38
РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ЭКСПРЕССНОГО ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОГО РЕНТГЕНО-СТРУКТУРНОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА МАТЕРИАЛА ЗАТВЕРДЕВШЕГО РАСПЛАВА ВО ВНЕРЕАКТОРНЫХ ЭКСПЕРИМЕНТАХ Скаков М.К., Букина О.С., Коянбаев Е.Т.; Кукушкин И.М.	44
ДИЗАЙН ФОТОЭЛЕКТРОДА НА ОСНОВЕ ОКСИДА ЦИНКА ДЛЯ ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКОГО РАСЩЕПЛЕНИЯ ВОДЫ Бакранов Н.Б., Искаков Р.М., Нураджи Н.	49
ВЛИЯНИЕ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ИОНОВ АРГОНА НА ПРОВОДЯЩИЕ СВОЙСТВА YSZ Хромушин И.В., Аксенова Т.И.	55
ВОЗДЕЙСТВИЕ СИЛЬНОТОЧНОГО ИМПУЛЬСНОГО ПУЧКА НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ЭЛЕКТРОНОВ НА УПРОЧНЕНИЕ И ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ СПЛАВА Ni-Ti, ИМПЛАНТИРОВАННОМ ИОНАМИ КРИПТОНА Полтавцева В.П., Ларионов А.С., Сатпаев Д.А.	62
ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАТУРНОГО И ПРОТОТИПНОГО КОРИУМОВ БЫСТРОГО ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО РЕАКТОРА Скаков М.К., Дерявко И.И., Мухамедов Н.Е., Вурим А.Д., Кукушкин И.М.	69

РЕАЛИЗАЦИЯ МЕТОДА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА НА СТЕНДЕ ВЧГ-135 ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУР ПЛАВЛЕНИЯ И ЗАТВЕРДЕВАНИЯ КОРИУМА Барбатенков Р.К., Бакланов В.В., Кукушкин И.М., Бакланова Ю.Ю.	75
МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИМИТАТОРА РАСПЛАВА АКТИВНОЙ ЗОНЫ С ЖАРОСТОЙКИМИ БЛОКАМИ ИЗ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ Гречаник А.Д., Кукушкин И.М., Бакланов В.В., Ситников А.А., Скаков М.К.	85
СОЛНЕЧНАЯ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РОТОРНО-ЛЕПЕСТКОВОГО ДВИГАТЕЛЯ Котов В.М., Витюк Г.А., Ерыгина Л.А.	92
КОНВЕРТЕР НЕЙТРОНОВ ИГР ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ ТВЭЛОВ БЫСТРЫХ РЕАКТОРОВ Котов В.М., Жанболатов О.М.	98
ПОЛУЧЕНИЕ ZrO_2 ПОКРЫТИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ СТАЛИ 12X18H10T МЕТОДОМ МЕХАНИЧЕСКОГО СПЛАВЛЕНИЯ Сагдолдина Ж.Б., Скаков М.К., Степанова О.А.	103
ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ОБРАЗОВАНИЯ И ПЕРЕГРЕВА ПАРА В ТРАКТЕ ГАЗООХЛАЖДАЕМОГО РЕАКТОРА Сулейменов Н.А., Котов В.М., Сураев А.С., Витюк Г.А.	108
МОДЕЛИРОВАНИЕ ПОЛУПРОВОДНИКОВОГО ДЕТЕКТОРА GC1020 МЕТОДОМ МОНТЕ-КАРЛО Жумадилова У.А., Прозорова И.В.	117
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЛАСТИ ДОПУСТИМЫХ РЕЖИМОВ РАБОТ ВОТК-НОУ РЕАКТОРА ИВГ.1М Мартыненко Е.А., Зуев В.А., Гановичев Д.А., Акаев А.С.	125
ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ ВОТК-НОУ РЕАКТОРА ИВГ.1М В СЛУЧАЕ АВАРИИ, СВЯЗАННОЙ С РАЗГЕРМЕТИЗАЦИЕЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО КАНАЛА Хажидинов А.С., Зуев В.А., Гановичев Д.А., Акаев А.С.	129
О РОЛИ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ В ФОРМИРОВАНИИ «ВОЛНЫ ФАЗОВОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ» В СТАЛИ X18H9, ДЕФОРМИРУЕМОЙ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ Максимкин О.П., Рубан С.В.	133
МЕТОДЫ ПОВЫШЕНИЯ ИНФОРМАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ В ФИЛИАЛЕ «ИАЭ» РГП НЯЦ РК Акимжанов С.А., Коровиков А.Г.	138
СПИСОК АВТОРОВ.....	143

УДК 621.039.531

ВЛИЯНИЕ НЕЙТРОННОГО ОБЛУЧЕНИЯ И ОТРИЦАТЕЛЬНЫХ ТЕМПЕРАТУР РАСТЯЖЕНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ И МАГНИТНЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ АУСТЕНИТНОЙ РЕАКТОРНОЙ СТАЛИ X18N9, АУСТЕНИЗИРОВАННОЙ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ 900 °С И 1050 °С

Максимкин О.П., Рубан С.В.

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

Приведены и анализируются результаты физико-механических исследований плоских образцов реакторной стали X18N9 (типа AISI 304), термообработанных при $T=900$ °С и $T=1050$ °С, а затем облученных нейтронами (ВВР-К) до максимального флюенса $9 \cdot 10^{19}$ н/см² и деформированных растяжением в интервале температур от 20 до -100 °С с одновременной регистрацией намагниченности.

ВВЕДЕНИЕ

Одним из важнейших критериев работоспособности конструкционных материалов ядерных реакторов является их возможность сохранять в условиях эксплуатации необходимый уровень радиационной и термомеханической стойкости. В то же время известно, что в результате облучения высокими флюенсами быстрых нейтронов пластичность реакторных сплавов может значительно уменьшиться, что в отдельных случаях приводит к хрупкому разрушению оболочек ТВЭлов или стенок шестигранных чехлов ТВС [1].

Наряду с тем сравнительно недавно было установлено, что при определенных параметрах эксперимента пластичность нержавеющей стали 12X18N10T высокооблученной (55 сна) быстрыми нейтронами (БН-350) может быть аномально большой (до 20% и более, вместо обычно наблюдаемых 3-5%) [2]. Была высказана гипотеза, что в основе данного явления лежит протекание в стали индуцированного деформацией мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения с определенной интенсивностью [3]. При этом в облученном образце зарождается и перемещается «волна деформации» [4]. Показано также [5], что процесс зарождения и развития волны в облученной стали можно стимулировать, снижая температуру растяжения до отрицательных значений.

С целью более детального исследования влияния отрицательных температур испытания на физико-механические свойства реакторных материалов в настоящей работе приведены результаты специально выполненного цикла экспериментов по статическому растяжению образцов нержавеющей хромоникелевой стали типа американской AISI 304, облученных нейтронами и деформированных в диапазоне температур от -100 до $+20$ °С.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Плоские образцы для механических испытаний с размерами в рабочей части $3,5 \times 10$ мм изготавливали прецизионной штамповкой из листа нержавеющей стали X18N9 типа AISI 304 толщиной 0,4 мм, подвергали аустенизирующим отжигам (при 900 °С и 1050 °С, 30 мин), а затем облучали в вертикальном

канале активной зоны исследовательского реактора ВВР-К при температуре ~ 80 °С до флюенсов нейтронов $3,9 \cdot 10^{18}$, $1,9 \cdot 10^{19}$ и $9 \cdot 10^{19}$ н/см² ($E > 0,1$ МэВ).

Необлученные и облученные образцы деформировали пошаговым растяжением на установке Инстрон-1195 со скоростью 0,5 мм/мин в интервале температур от -100 до $+20$ °С. Синхронно с диаграммой «нагрузка – удлинение» с помощью феррозонда Feritscope MP30 регистрировали образование и накопление индуцированной деформацией ферромагнитной α' -фазы (M_f), а также текущие значения толщины и длины образца, которые использовали для определения «истинных» механических характеристик. Из полученных экспериментальных кривых наряду с величинами прочности ($\sigma_{0,2}$, σ_B) и пластичности (ϵ_R , ϵ_n) находили также значения критического напряжения ($\sigma_{кр}$) и деформации ($\epsilon_{кр}$), соответствующие началу мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения. Помимо механических характеристик, были определены также энергетические величины: работа затрачиваемая на растяжение образца до появления α -фазы ($A_{кр}$), работа испытательной машины в области равномерной (A_R) и полной (A) деформации. Наряду с тем были проведены расчеты интенсивности (I) мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода по формуле $I = \frac{\Delta M_f \sigma_B}{\sigma_B - \sigma_{кр}}$. При этом M_f определяли в объемных процентах, а значения σ_B и $\sigma_{кр}$ – в условных напряжениях (МПа).

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Рассчитанные из диаграмм растяжений, приведенных в [6], характеристики прочности и пластичности, а также параметры мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ -перехода приведены в таблицах 1 и 2.

Анализ полученных экспериментальных результатов показал, в частности, следующее:

I. Для случая стали, аустенизированной при температуре 900 °С (30 мин), с понижением температуры испытания:

- а) предел текучести ($\sigma_{0,2}$) возрастает;
- б) критическое напряжение образования α -фазы ($\sigma_{кр}$) уменьшается (за исключением дозы $9 \cdot 10^{19}$ н/см²);

в) разница между $\sigma_{кр}$ и $\sigma_{0,2}$ уменьшается, но не при каких параметрах эксперимента не превращается в 0;

г) интенсивность $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в необлученной стали с уменьшением температуры испытания возросла в 11 раз (при этом пластичность упала в 2 раза);

д) интенсивность $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение в облученной нейтронами стали с уменьшением температуры испытания возросла в 4.3 раза (-100 °С).

II. Для случая стали, аустенизированной при температуре 1050 °С (30 мин), с понижением температуры испытания:

а) предел текучести ($\sigma_{0,2}$) возрастает;

б) критическое напряжение образования α -фазы ($\sigma_{кр}$) уменьшается, причем в отдельных случаях до 0 (т.е. $\gamma \rightarrow \alpha$ переход в этих условиях начинается сразу после начала пластического течения. Это событие случилось при $T_{исп} = -60$ °С;

в) интенсивность $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода $M_f = f(\epsilon)$ в необлученной стали с уменьшением температуры воз-

росла в 8 раз;

г) интенсивность $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода в облученной ($9 \cdot 10^{19}$ н/см²) стали с уменьшением температуры испытания возросла в 4 раза (т.е. несколько меньше, чем в необлученной).

На рисунке 1 показано, как влияет температура испытания на значения плотности механической энергии, необходимой для инициирования $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в деформируемых стальных образцах, необлученных и облученных нейтронами до различных флюенсов.

На рисунке 2 приведены температурные зависимости величин интенсивности мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода, усредненных в интервале напряжений, соответствующих началу образования α -фазы и значений предела прочности (σ_B). Обращает на себя внимание тот факт, что начиная с температуры -60 °С и ниже интенсивности (I) фазового превращения становятся одинаковыми независимо от флюенса облучения.

Таблица 1. Характеристики прочности и пластичности, а также намагниченности стали X18H9, облученной нейтронами и деформированной при отрицательных температурах ($T_{ауст} = 900$ °С, 30 мин)

Флюенс, н/см ²	Температура испытания, °С	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\epsilon_{кр}$ ист, %	$\sigma_{кр}$ ист, МПа	σ_B , МПа	ϵ равн, %	ϵ полн, %	M_f на σ_B , %	$\sigma_{кр}-\sigma_{0,2}$, МПа
необлуч	20	400	18	830	780	70	74	11	430
	-20	380	13	670	960	63	67	44	290
	-45	480	2	610	1010	56	60	76	130
	-60	560	4	630	1160	55	59	78	70
	-100	580	6	630	1180	30	33	70	50
$4 \cdot 10^{18}$	20	410	17	820	760	71	75	14	410
	-60	540	5	610	1060	60	64	–	70
	-100	550	8	620	1200	58	62	68	70
$1,9 \cdot 10^{19}$	20	440	14	780	810	65	67	12	340
	-20	530	–	740	900	68	72	–	210
	-60	550	6	720	960	52	56	68	170
	-100	630	5	700	1130	33	35	65	70
$9 \cdot 10^{19}$	20	630	10	830	820	48	51	9	200
	-60	750	–	760	930	55	59	43	10

Таблица 2. Механические характеристики стали X18H9 в необлученном и облученном нейтронами состояниях при различных температурах испытания. ($T_{ауст} = 1050$ °С, 30 мин)

Флюенс, н/см ²	Температура испытания, °С	$\sigma_{0,2}$, МПа	$\epsilon_{кр}$ ист, %	$\sigma_{кр}$ ист, МПа	σ_B , МПа (условн)	ϵ равн, %	A, равн МДж/м ³	M_f на σ_B , %	$\sigma_{кр}-\sigma_{0,2}$, МПа
необлуч	20	220	18	610	690	87	320	18	390
	0	250	9	470	800	80	325	37	220
	-10	290	10	530	850	74	–	41	240
	-20	340	8	500	900	71	–	52	160
	-60	350	0,2	350	980	52	248	67	0
	-100	400	0,2	400	1140	30	210	70	0
$4 \cdot 10^{18}$	20	290	19	590	720	88	311	24	300
	0	320	9	530	780	84	317	37	210
	-10	330	8	510	810	74	–	41	180
	-60	430	0,2	430	930	54	232	–	0
	-100	480	0,2	480	1120	54	201	–	0
$1,9 \cdot 10^{19}$	20	420	18	610	700	64	293	21	190
	-20	440	4	580	800	62	–	50	140
	-60	510	0,2	510	990	56	268	60	0
	-100	540	0,2	540	1060	33	252	61	0
$9 \cdot 10^{19}$	20	490	10	650	750	58	282	24	160
	-60	560	0,2	560	930	55	256	43	0
	-100	680	0,2	680	1080	57	252	51	0

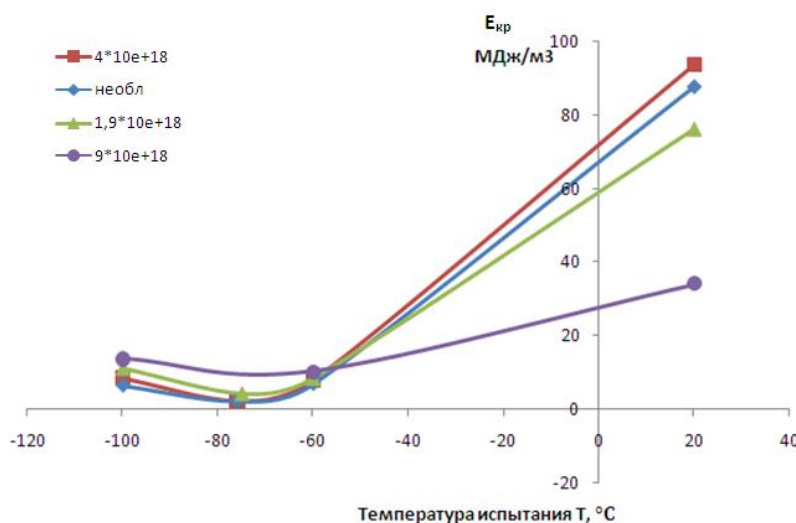


Рисунок 1. Температурные изменения плотности механической энергии, соответствующей началу $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода в необлученных и облученных нейтронами стальных образцах

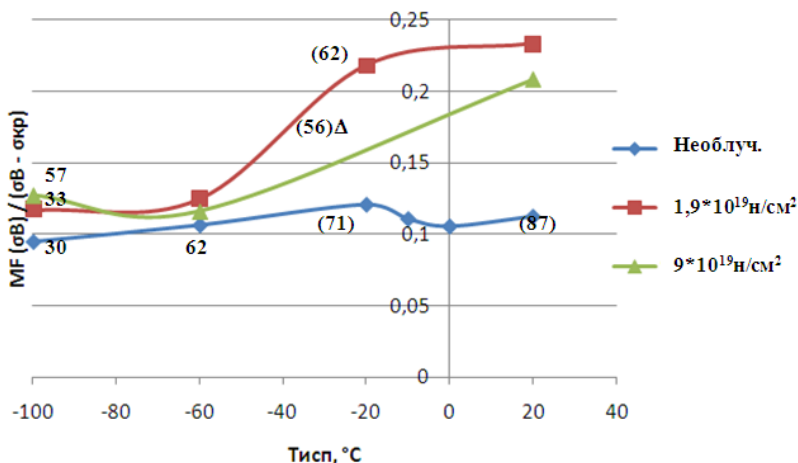


Рисунок 2. Влияние температуры испытания на интенсивность $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода необлученных и облученных нейтронами образцов в стали X18H9, аустенизированной при 1050 °С, 30 мин (цифры у кривых – значения пластичности в %)

Этот результат, а также экспериментальные данные, приведенные выше, показывают, что практически все физико-механические величины, описывающие поведение аустенитной стали вблизи отрицательной температуры -60 °С, имеют некоторые характерные особенности.

– Так, при этой температуре испытания и ниже ее, значения критического напряжения образования α -фазы и предела текучести стали практически совпадают.

– В районе температуры -60 °С величины равномерной и полной деформации стали в необлученном и облученном (вплоть до $9 \cdot 10^{19}$ н/см²) состояниях – равны.

– При температуре -60 °С (и ниже, до -100 °С) становятся одинаковыми величины интенсивностей

$\gamma \rightarrow \alpha$ перехода для необлученных и облученных нейтронами образцов стали X18H9.

– При температуре -60 °С сравниваются значения критических напряжений образования α -фазы при деформации необлученных и облученных нейтронами стальных образцов.

– С точки зрения затрачиваемой работы деформации в интервале от $+20$ до -60 °С облучение способствует $\gamma \rightarrow \alpha$ превращению, т.е. требуется затрачивать меньше механической работы для создания одного и того же количества α -мартенсита.

– Температура -60 °С – это температура растяжения, соответствующая минимуму плотности механической работы (А), необходимой для разрушения образцов стали в необлученном и облученном нейтронами состояниях.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Приведенные результаты исследований изменений физико-механических свойств нержавеющей стали X18N9, облученной нейтронами до максимального флюенса $9 \cdot 10^{19}$ н/см² свидетельствуют о том, что характеристики прочности и пластичности, а также фазового $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода в сильной степени зависят не только от параметров облучения, но и от температуры испытания. Как правило, снижение температуры растяжения до отрицательных значений приводит к ухудшению пластичности необлученных и мало облученных стальных образцов, в то время как при максимальном флюенсе облучения и

при $T_{\text{исп}} = -60$ °C начинается тенденция к росту пластических характеристик. При этом увеличивается не только интенсивность образования и накопления мартенситной α -фазы, но и ее абсолютное значение к концу растяжения.

Обращает на себя внимание поведение стали при температуре -60 °C, которая является некоторой рубежной. Можно предположить, что описанные выше изменения связаны с изменением внутренних напряжений, возникающих в материале в результате термообработки, облучения и снижения температуры испытания до отрицательных значений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Вотинов, С.Н. Облученные нержавеющие стали / С.Н. Вотинов, В.И. Прохоров, З.Е. Островский // Наука. - 1997. - С.128.
2. Тиванова, О.В. Закономерности процессов структурно-фазовых превращений и формоизменения на стадии предрешения металлических поликристаллов с ГЦК-решеткой облученных нейтронами / О.В. Тиванова // Вестник НЯЦ РК. - 2005. - №4. - С.59-63.
3. Максимкин, О.П. «Аномальное» деформационно-пластическое поведение аустенитной стали 12X18H10T, облученной до 55 сн в реакторе БН-350 / О.П. Максимкин, М.Н. Гусев, И.С. Осипов, Ф.А. Гарнер // Сборник докладов 8-й Международной Научной Конференции по реакторному материаловедению. Димитровград. Россия. - 2007. - 20-25 мая.
4. Максимкин, О.П. «Волны пластической деформации при деформации образцов нержавеющей стали 12X18H10T, облученных до 26*55 сн в реакторе БН-350 / О.П. Максимкин, М.Н. Гусев, Д.А. Токтогулова // Известия высших учебных заведений. Серия: Физика. - 2008. - №11(3).
5. Рубан, С.В. Экспериментальное изучение волны деформации в необлученной и облученной нейтронами метастабильной стали 12X18H10T / С.В. Рубан, О.П. Максимкин, М.Н. Гусев, С.В. Рыбин // Вестник НЯЦ РК. - 2010. - Вып. 2. - С.25-30.
6. Рубан, С.В. Изменения физико-механических свойств аустенитной нержавеющей стали типа X18N9, облученной нейтронами и деформируемой при отрицательных температурах / С.В. Рубан, О.П. Максимкин // Вестник НЯЦ РК. - 2015. - Вып.1. - С.5-9.

900 °C ЖӘНЕ 1050 °C ТЕМПЕРАТУРАЛАРДА АУСТЕНИТТЕЛГЕН X18N9 АУСТЕНИТТІК РЕАКТОРЛЫҚ БОЛАТТЫҢ МЕХАНИКАЛЫҚ ЖӘНЕ МАГНИТТІК СИПАТТАМАЛАРЫНА НЕЙТРОНДЫҚ СӘУЛЕЛЕНДІРУДІҢ ЖӘНЕ СОЗЫЛУДЫҢ ТЕРІС ТЕМПЕРАТУРАЛАРЫНЫҢ ЫҚПАЛЫ

О.П. Максимкин, С.В. Рубан

Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Магниттелгендігін бір уақытта тіркей отырып, $T=900$ °C және $T=1050$ °C температураларда термоөңделген, сонан соң максималды $9 \cdot 10^{19}$ н/см² флюенске дейін нейтрондармен (ССР-К) сәулелендірілген және 20 бастап -100 °C температуралар аралығында созу арқылы деформацияланған X18N9 (AISI 304 түріндегі) реакторлық болаттың жазық үлгілерін физика-механикалық зерттеу нәтижелері келтірілген және талдау жасалған.

THE EFFECT OF IRRADIATION AND DEFORMATION AT SUB-ZERO TEMPERATURES ON MECHANICAL AND MAGNETIC PROPERTIES OF Cr18Ni9 AUSTENITIC REACTOR STEEL AUSTENIZED AT TEMPERATURES OF 900 °C AND 1050 °C

O.P. Maksimkin, S.V. Ruban

Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan

There were given and analyzed results of physical and mechanical testing of flat samples from Cr18Ni9 (AISI 304) reactor steel which was heat-treated at $T=900$ °C and 1050 °C and then irradiated with neutrons (WWR-K) to the fluence of $9 \cdot 10^{19}$ n/cm² and tensile tested at temperatures from 20 to -100 °C followed by magnetization measurements.

УДК 669:620.193.4

ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО СТАРЕНИЯ НА СОПРОТИВЛЕНИЕ МЕЖКРИСТАЛЛИТНОЙ КОРРОЗИИ И КОРРОЗИОННОМУ РАСТРЕСКИВАНИЮ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 12X18Н10Т, ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ

Яровчук А.В., Максимкин О.П., Турбарова Л.Г., Рубан С.В., Отставнов М.А.

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

В работе представлены результаты исследований влияния термического старения на сопротивление коррозии реакторной нержавеющей стали 12X18Н10Т в необлученном и облученном нейтронами состояниях. Установлено, что склонность к межкристаллитной коррозии повышается с ростом дозы нейтронного воздействия. Наблюдается существенное снижение максимального напряжения разрушения и появление мартенситной фазы при испытаниях стали на коррозионное растрескивание. Максимальное содержание мартенситной фазы образуется в образцах, состаренных при 650 °С, что обусловлено высокой диффузионной подвижностью легирующих элементов и развитием процесса сенсибилизации.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время известно, что под влиянием интенсивного внешнего воздействия (высокодозного нейтронного облучения, пластической деформации, температуры) аустенитная нержавеющая сталь 12X18Н10Т претерпевает структурно-фазовое превращение, сопровождающееся появлением магнитной составляющей, α -мартенсита. Исследования, проведенные в ИЯФ РК на отработавших эксплуатационный срок в активной зоне реактора БН-350 тепловыделяющих сборках (ТВС), изготовленных из немагнитной аустенитной стали 12X18Н10Т, показали, что после высокодозного облучения сталь проявляет магнитные свойства [1]. При этом на поверхности ТВС зачастую без признаков разгерметизации обнаруживаются продольные трещины, локальные дефекты и язвы [2].

По мнению ряда ученых, влияние нейтронного облучения является провоцирующим, но не единственным фактором, определяющим разрушение металла. Работоспособность аустенитной нержавеющей стали в атомных реакторах определяется стабильностью γ -твердого раствора. В работе [3] показано, что размеры коррозионных дефектов и их морфология зависят от количественного соотношения структурно-фазовых составляющих металла и агрессивной среды. В случае, когда одна фазовая составляющая, проявляет более высокую скорость растворения, чем другая, на поверхности металла образуется своего рода сетка по границам поликристаллов. Характер растворения стали при этом напоминает межкристаллитную коррозию, при которой происходит выделение отдельных зерен и, в конечном счете, их выпадение в раствор.

Исследуя сталь типа 304, авторы работы [4] установили, что сенсибилизирующий отжиг с последующей закалкой при -150 °С вызывает появление мартенситной α -фазы вблизи некогерентных границ матрицы и карбидных фаз, что вызывает повышенную склонность к межкристаллитному разрушению. Авторы высказали предположение о том, что появле-

ние мартенситной составляющей играет доминирующую роль в процессе разрушения в сравнении с электрохимической моделью активных точек. В процессе исследований склонности стали типа 304 L к коррозионному растрескиванию в хлорсодержащей среде авторы [5] получили данные о том, что коррозионное растрескивание распространяется через область мартенситного превращения, и разрушение металла провоцируется напряжениями, вызванными появлением α' -мартенсита. В работе [6] приводятся данные, свидетельствующие о снижении сопротивления питтинговой и общей коррозии стали AISI 301N с увеличением объемной доли деформационного мартенсита. В тоже время в более ранних работах известных ученых [7] утверждается, что стали феррито-мартенситного и мартенситного классов более устойчивы к таким локальным видам коррозии, как межкристаллитное разрушение и коррозионное растрескивание, чем аустенитные.

В настоящей работе приводятся результаты исследования склонности необлученной и облученной нейтронами нержавеющей стали 12X18Н10Т к появлению и развитию межкристаллитной коррозии и коррозионного растрескивания.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Объектами исследований явились образцы, вырезанные из стенок чехлов отработавших ТВС реактора БН-350, материалом которых служила сталь аустенитного класса 12X18Н10Т (Fe – основа, С – 0.12; Cr – 18.0; Ni – 9.6-10.6; Si – 0.2-0.34; Mn – 0.33-0.35; Ti – 0.3-0.5 вес.%). Образцы вырезали из шестигранных сборок с различных уровней от центра активной зоны (ЦАЗ) реактора. Согласно проведенным расчетам повреждающая доза в зависимости от расположения ТВС в активной зоне реактора достигала 55.4, 55.7 и 58.9 сна. Температура облучения сборок не превышала 400 °С. Период хранения ТВС в водном бассейне-отстойнике составил ~ 25 лет. Для сравнения были изготовлены образцы из листовой холоднокатаной стали размерами 2.0 мм×2.0 мм×10.0 мм, часть из которых после аустенизации (от-

жиг при 1050°C в течение 30 минут) подвергали облучению нейтронными потоками в активной зоне реактора ВВР-К до различных флюенсов: 4×10^{18} ; 1.9×10^{19} н/см² ($E > 0.1$ МэВ). Другую часть после аустенизации отжигали в режиме термического старения в области (400 ÷ 850)°C (с шагом 50°) с выдержкой в течение 3 часов и последующей закалкой в холодную воду.

Коррозионные испытания, в частности, испытания на межкристаллитную коррозию (МКК) проводили методом АМУ (ГОСТ 6032-2003), при этом в различных участках образца и в его центральной области производили измерения магнитной фазы. В качестве агрессивной среды, провоцирующей появление межкристаллитных трещин в образце, использовали водный раствор, содержащий 12.5 г $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 32.0 г NaCl и 62.5 мл H_2SO_4 . Образцы после 2-х часовой выдержки в агрессивном растворе изгибали на 90°. Критериями склонности к МКК служили длина, ширина образующейся трещины (L , d , мкм), коэффициент МКК $\{h/\tau$, где h – глубина проникновения трещины (мкм), τ – время проникновения (2 часа)}.

Исследования стойкости к коррозионному растрескиванию (КР) необлученных, облученных нейтронами и состаренных образцов стали 12Х18Н10Т осуществляли при действии постоянной нагрузки в условиях агрессивной среды (30% FeCl_3) и без нее. Склонность к КР после разрушения образца оценивали по критическому напряжению разрушения (σ_p , МПа), скорости высвобождения энергии $\{G_{IC} = (\pi \sigma_p^2 \cdot L)/E$, где σ_p – максимальное напряжение разрушения, L – длина трещины, E – модуль Юнга}, скорости распространения разрушения ($V_{тр}$, мм/сек), длины трещины (L , мм), времени до разрушения образца (τ , сек). С помощью магнитометра «Forster» измеряли содержание магнитной фазы по длине образца. Проводили сравнение коррозионных показателей при деформации образцов в условиях агрессивной среды и на воздухе [ГОСТ 9.903-81].

РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты экспериментов по определению склонности термически обработанной стали к МКК сведены в таблицу 1. Из полученных данных видно, что минимальную склонность к межкристаллитной коррозии проявляет сталь в аустенизированном состоянии, а также после отжига при 850°C. Менее устойчивое к МКК состояние – облученное нейтронами. При этом с повышением дозы облучения склонность к МКК возрастает (сборка ЦЦ-19, отметка «0» от ЦАЗ).

Термическая обработка нержавеющей стали, изменяя структурное состояние, оказывает непосредственное влияние на показатели МКК. Минимальной склонностью к МКК обладает сталь с мелкокристаллическим строением, которое формируется при

температуре отжига 750°C. При этом отмечается полное отсутствие трещин. Наибольшую склонность к коррозии проявляют образцы, отожженные при 650°C, структура которых отличается высокой гетерогенностью, наличием крупных включений карбидов. Структура стали после отжига при 1050°C (30 минут) не содержит крупных включений упрочняющей фазы, однако, увеличение длительности выдержки матричные зерна увеличивают свои размеры, что усиливает склонность к образованию межкристаллитных трещин. Снижение склонности к МКК при отжиге при 750° и 850°C по сравнению с образцами, отожженными при 650°C, вероятнее всего связано с интенсификацией диффузионных процессов, в результате которых происходит выравнивание концентрации хрома по матричному зерну. Обращает на себя внимание тот факт, что с повышением содержания магнитной составляющей в образцах в области изгиба на 90°, склонность к межкристаллитной коррозии увеличивается. Следовательно, помимо величины зерна, дисперсности включений, важную роль в реализации межкристаллитного разрушения играет присутствие магнитной α' -фазы.

В настоящее время ряд исследователей полагает, что межкристаллитное разрушение сталей является частным случаем коррозионного растрескивания металла [8]. На практике действие агрессивной среды сопровождается присутствием в материале внутренних или внешних напряжений, которые способны ускорить процесс разрушения. В этом случае наблюдается явление межкристаллитного разрушения материала под напряжением (МРПН), или коррозионное растрескивание.

В таблице 2 приведены результаты исследований склонности к КР нержавеющей стали 12Х18Н10Т в аустенизированном необлученном и облученном нейтронами состояниях. Из приведенных данных видно, что для облученного материала критическая скорость высвобождения энергии почти в 10 раз меньше, а скорость раскрытия трещины на два порядка выше, чем для аустенизированного, что свидетельствует о повышении склонности облученной нейтронами стали 12Х18Н10Т к коррозионному растрескиванию.

С целью установления закономерностей КР нержавеющей стали нами проведены исследования влияния отжигов на структуру и показатели разрушения стали под постоянной нагрузкой. На рисунке 1 приведены данные по изменению максимального напряжения разрушения (σ_p) стальных образцов (12Х18Н10Т) после отжига при различных температурах в условиях действия агрессивной среды (30% FeCl_3) и без нее. Видно, что максимальные напряжения разрушения (σ_p) образцов при одновременном действии агрессивной среды и нагрузки в присутствии активных ионов хлора значительно меньше, чем при их отсутствии.

**ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОГО СТАРЕНИЯ НА СОПРОТИВЛЕНИЕ МЕЖКРИСТАЛЛИТНОЙ КОРРОЗИИ
И КОРРОЗИОННОМУ РАСТРЕСКИВАНИЮ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т, ОБЛУЧЕННОЙ НЕЙТРОНАМИ**

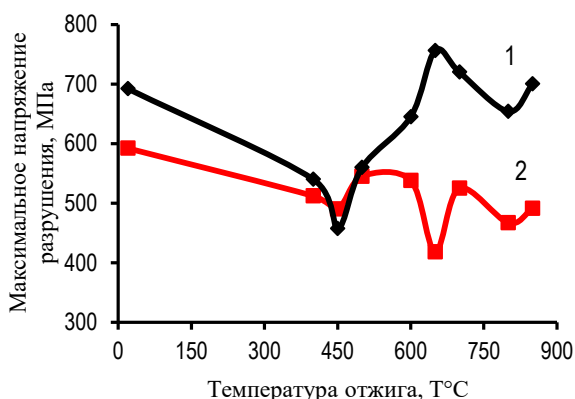
Таблица 1. Результаты испытаний на МКК по методу АМУ (ГОСТ 6032-2003) образцов необлученной и облученной нейтронами (реактор БН-350), а также отожженной после аустенизации нержавеющей стали 12Х18Н10Т

Состояние стали 12Х18Н10Т	Размеры трещин, мкм		Содержание магн. фазы, об. %		Кэф-т МКК (h/t), мкм/час
	Длина, L	Ширина d	Край	Середина	
Аустенизированное 1050 °С 30 мин.	0,32	0,3	0	0,15	0,16
Облученное (ЦЦ-19 «-160 мм от ЦА3») 55,7 сна, T _{обл} 330 °С	200	36	-	-	18
Облученное (ЦЦ-19 «0 мм от ЦА3») 58,9 сна, T _{обл} 349 °С	200 +375	30	-	-	160
Облученное (ЦЦ-19 «+160 мм от ЦА3») 55,4 сна, T _{обл} 370 °С	30	36	-	-	9
Аустенизированное +отжиг 650 °С	трещины вдоль карбидных цепочек		0,16±0,14	0,16	0,6
Аустенизированное +отжиг 750 °С	трещин нет		0,08±0,09	0,09	0
Аустенизированное + 30 мин. отжига при 850 °С	границы зерен растравлены, крупных трещин нет		0,13±0,14	0,13	0,15
Аустенизированное + 2 часа отжига при 850 °С	три трещины по краю L=18 мкм; d= 3,6 мкм		0,16±0,14	0,19	9
Аустенизированное +2 часа отжига при 1050 °С	трещина L=60мкм; d= 30 мкм		0,12	0,1	15

Таблица 2. Показатели склонности к коррозионному растрескиванию аустенизированной необлученной и облученной нейтронами ($\Phi=5 \cdot 10^{18}$ н/см²) стали 12Х18Н10Т

Состояние стали	Критическая скорость высвобождения энергии, σ_{ic} , н/м	Длина трещины, L, мм	Скорость раскрытия трещины, (10 ⁻⁴) мм/сек	Объемное содержание мартенсита, μ , %	Среда испытания
Аустенизированное необлученное	109	3.93	0.02	7,4	30% FeCl ₃
Облученное (реактор ВВР-К) $\Phi=5 \cdot 10^{18}$ н/см ²	15.5	5.7	7.0	0.05	30% FeCl ₃
Облученное (реактор ВВР-К) $\Phi=5 \cdot 10^{18}$ н/см ²	41.08	4.02	2.0	1,34	воздух

Особенно заметно различие в значениях σ_p (почти на 45%) для образцов, отожженных при 650 °С. Напряжение разрушения образцов, отожженных при 850 °С, всего на 10% ниже, чем образцов без отжига, а различие в показателях σ_p для образцов разрушенных в растворе хлорного железа и без него составило ~25%.



1 – КР без агрессивной среды; 2 – КР в 30%-м растворе FeCl₃.

Рисунок 1. Изменение максимального напряжения разрушения (σ_p) при действии постоянной нагрузки в зависимости от температуры отжига образцов аустенитной стали 12Х18Н10Т

Исключением явились данные, полученные на образцах, отожженных при 400÷450 °С. Значения σ_p оказались приблизительно одинаковыми. Полученные данные позволяют предположить, что склонность к коррозии под нагрузкой в значительной степени определяется структурными изменениями, протекающими в материале при отжиге. Развитие

процесса сенсibilизации наиболее интенсивно проявляется при 650 °С и сопровождается перераспределением легирующих элементов, в частности, хрома, в результате чего формируется структура с повышенной неоднородностью, которая является причиной проявления в агрессивной среде электрохимических процессов. Формирование гетерогенной структуры снижает устойчивость стали к коррозионному растрескиванию. Оказалось, что образцы, отожженные при 400÷650 °С и находящиеся под действием постоянной нагрузки на воздухе, разрушаются быстрее и длина коррозионной трещины их меньше, чем у образцов, которые испытывались в коррозионной среде.

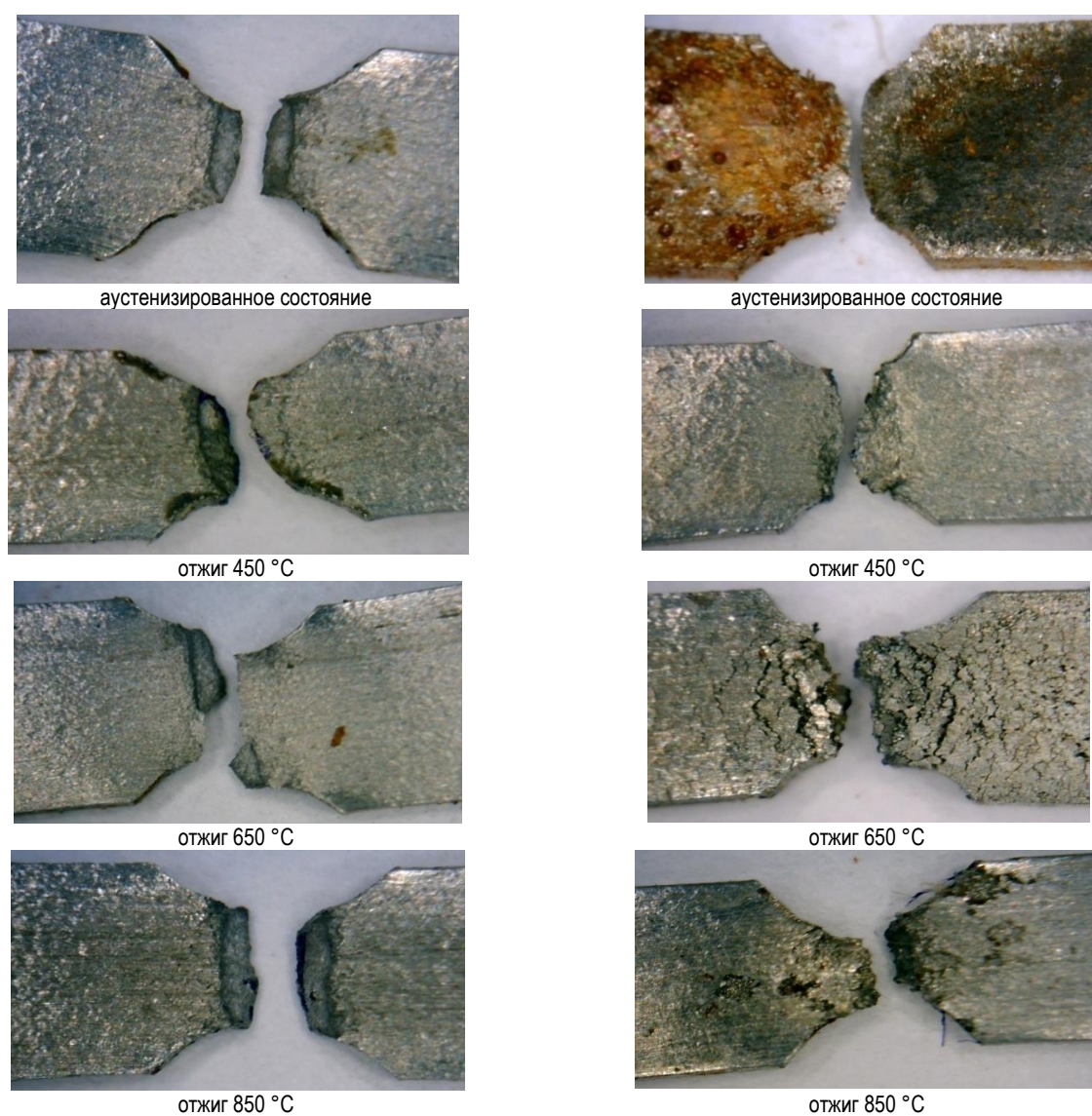
Можно предположить, что в условиях одновременного действия нагрузки и агрессивной среды образуется довольно большое число дополнительных центров зарождения микротрещин в виде питтингов, язв. В результате меняется кинетика разрушения образца. Эти изменения, предположительно, могут быть спровоцированы развитием фазовых превращений, протекающих под действием внешней нагрузки и агрессивной среды. В научной литературе имеются сведения о том, что в поверхностном слое аустенитной стали при воздействии активных ионов хлора возможно изменение фазового состава, обусловленное различной способностью легирующих элементов к растворению в агрессивном растворе [9].

В результате в условиях одновременного действия агрессивной среды и нагрузки микротрещины появляются не только в области концентратора напряжений, но и по всей длине образца (рисунок 2).

Из представленных снимков видно, что в образцах, отожженных при $400\div 850\text{ }^{\circ}\text{C}$, микро- и макротрещины наблюдаются не только в зоне разрыва, но и вдали от нее. На поверхности всего образца просматривается наличие мелких ($1\div 3\text{ мкм}$) и более крупных питтингов, которые явились центрами образования микротрещин. Данные по изменению скорости раскрытия трещины ($V_{\text{тр}}$) от температуры отжига стальных образцов показывают, что максимальное значение $V_{\text{тр}}$ характерно для образцов, отожженных при $600\div 650\text{ }^{\circ}\text{C}$ и испытанных в агрессивном растворе (рисунок 3, кривая 2). Разрушение при этом носило хрупкий характер. Коррозионное растрескивание образцов, отожженных при $650\text{ }^{\circ}\text{C}$, характеризовалось появлением целой серии дефектов в виде питтингов, язв, а также микро- и макротрещин, распо-

ложенных по всему образцу. В зоне концентратора напряжений трещины довольно крупные, ширина их достигала 0.2 мм , длина $1.5\div 2.0\text{ мм}$. Разрушение образцов в растворе, как видно из представленных снимков (рисунок 2), происходило поэтапно. Образовавшиеся вдали от концентратора напряжений трещины, по мере воздействия нагрузки залечивались, деформация перемещалась в соседние области.

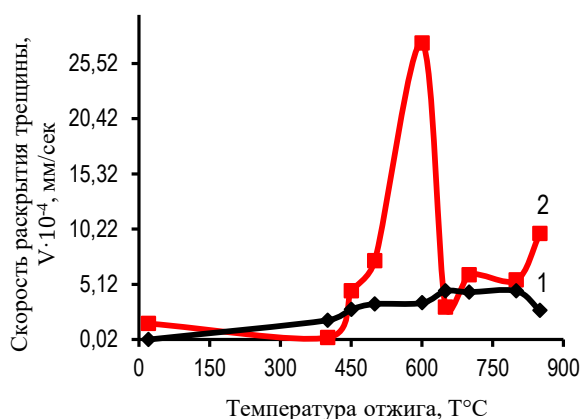
В то же время в экспериментах без раствора разрушение сосредоточивалось, главным образом, в зоне концентратора напряжений. Об этом свидетельствуют данные по изменению удлинения от температуры отжига (рисунок 4). Показатели удлинения для аустенизированного образца, отожженного при $650\text{ }^{\circ}\text{C}$, достигали $126\div 130\%$.



слева – КР на воздухе; справа – КР в 30% растворе FeCl_3 .

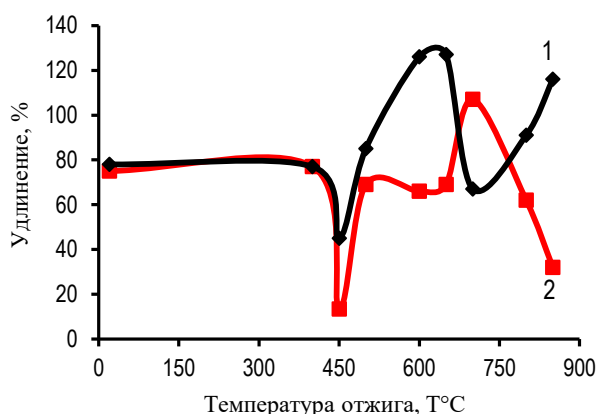
Рисунок 2. Вид поверхности зоны разрушения после испытаний на КР образцов стали 12Х18Н10Т, отожженных при различных температурах, ув. $10\times$

Такое различное протекание процесса коррозионного растрескивания объясняется не только структурой, сформированной в ходе сенсibilизации стали, но и благодаря развитию фазового $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения, инициированного действием нагрузки. Появление мартенсита деформации в стали изменяет состояние поверхности материала. Различие электрохимических характеристик аустенита, карбидных составляющих, а также мартенситной α -фазы приводит к усилению склонности стали к КР, ускоряет процесс разрушения.



1 – КР без агрессивной среды; 2 – КР в 30% -м растворе FeCl₃

Рисунок 3. Зависимость скорости раскрытия трещины от температуры отжига



1 – КР без агрессивной среды; 2 – КР в 30% -м растворе FeCl₃

Рисунок 4. Изменение удлинения (концентратора напряжений) от температуры отжига образцов стали 12Х18Н10Т при испытаниях на КР

Измерения намагниченности, проведенные в различных участках разрушенных образцов, позволило получить картину распределения содержания индуцированной внешними напряжениями магнитной составляющей (рисунок 5). Оказалось, что в образцах, в которых наблюдалось максимальное содержание мартенсита деформации, отмечались максимальные показатели удлинения в зоне концентратора напряжений, где и произошло разрушение.

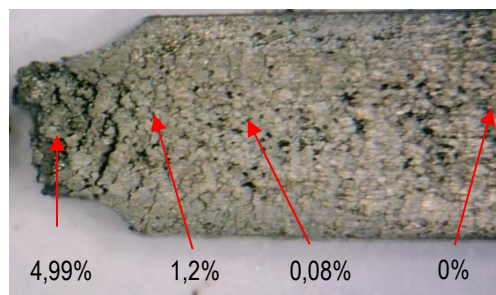
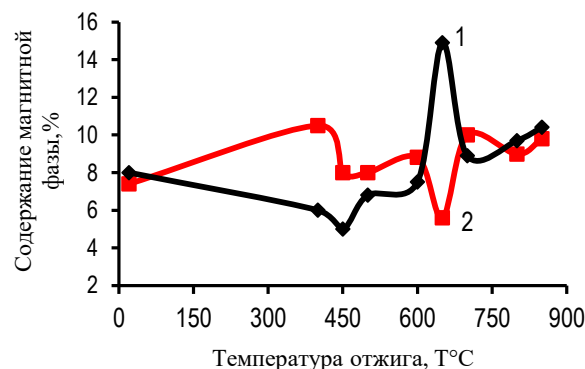


Рисунок 5. Распределение объемного содержания магнитной фазы по длине образца (отжиг 650 °С) после испытаний на КР под постоянной нагрузкой, ув. ×10^х

На рисунке 6 приведены данные по изменению содержания индуцированного внешней нагрузкой мартенсита деформации в образцах, отожженных при различных температурах. Видно, что максимальное содержание мартенсита образовалось в образце, отожженном при 650 °С и испытанном на воздухе (рисунок 6, кривая 1), что согласуется с максимумом удлинения в области концентратора напряжений (рисунок 4). Наблюдается согласованное повышение σ_p (рис.1), удлинения (рисунок 4) и количества индуцированной α' -фазы (рисунок 6).



1 – КР без агрессивной среды; 2 – КР в 30% -м растворе FeCl₃.

Рисунок 6. Содержание мартенситной фазы в зоне разрушения при испытании на КР под постоянной нагрузкой образцов стали 12Х18Н10Т, отожженных при различных температурах

Объемное содержание мартенсита в зоне разрушения составляет 14,9%. Это в 3 раза больше, чем количество мартенсита, образовавшегося при действии постоянной нагрузки на образец, отожженный при такой же температуре, но испытанный в агрессивной среде.

Повышение количественного содержания мартенситной составляющей при 400÷450 °С может быть объяснено тем, что в данном интервале температур происходит снятие внутренних напряжений сжатия в металле, что способствует появлению дополнительного количества мартенситной фазы. Содержание α' -фазы составляло ~10,5%, что по сравнению с испытаниями аустенизированного неотожженного образца в этих условиях почти на 33% больше.

В зоне разрушения установлено присутствие максимального количества мартенситной составляющей. При этом оказалось, что при повышении степени локальной деформации количество α' -фазы увеличивается в зоне концентратора напряжений. По мнению исследователей [10] механизм образования мартенсита при коррозии под напряжением не достаточно ясен. Однако, авторами установлено, что коррозионное растрескивание распространяется через область, содержащую мартенсит, или через область, в которой протекает мартенситное превращение. При этом наблюдается присутствие пластин α' -мартенсита в зоне разрушения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, настоящими исследованиями показано, что сопротивление коррозионному растрескиванию при действии постоянной нагрузки и агрессивной среды аустенитной нержавеющей стали 12Х18Н10Т с температурой отжига изменяется не-

монотонно. Установлено существенное снижение максимального напряжения разрушения стали, повышение скорости раскрытия трещины, снижение длины трещины при воздействии агрессивного раствора, содержащего активные ионы хлора. Показано, что в условиях одновременного действия агрессивной среды и растягивающей нагрузки механизм растрескивания сложен и сопровождается появлением многочисленных питтинговых образований, которые впоследствии трансформируются в микро и макротрещины. Максимальное количество мартенситной фазы формируется при испытаниях на КР на воздухе в образцах, отожженных при 650 °С, что обусловлено высокой диффузионной подвижностью структурных составляющих стали, развитием процесса сенсibilизации. Установлено, что при испытаниях на КР под действием растягивающей нагрузки образуется мартенситная α' -фаза, появление которой снижает сопротивление коррозии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Максимкин О.П., Турубарова Л.Г., Цай К.В., Гарнер Ф. Структурно-фазовые изменения в феррито-мартенситной стали ЭП-450 под облучением в реакторе БН-350. //Сборник тезисов 8-й междунаро. конф. «Ядерная и радиационная физика», Алматы, Казахстан, 20-23 сентября 2011 г., стр. 32.
2. Максимкин О.П., Яровчук А.В., Турубарова Л.Г., Доронина Т.А. Коррозия сталей аустенитного и феррито-мартенситного классов- материалов чехлов отработавших ТВС. // ВАНТ. Сер.: Физика радиационных повреждений. – 2007.– №6(91). – С.97-102.
3. Реформаторская И.И. Влияние структурообразующих факторов на коррозионно-электрохимическое поведение железа и нержавеющей сталей. //Рос. Хим. ж. об-ва им. Д.И.Менделеева. – 2008.– т.ЛII, №5.– С.16-24.
4. Butler E.P., Burke M.G. Chromium Depletion and Martensite Formation at Grain Boundaries in Sensitised Austenitic Stainless Steel.//Acta Metall.– 1986.– vol. 34, №3.– P.557-570.
5. Birley S.S., Tromans D. Stress Corrosion Cracking of 304L Austenitic Steel and the Martensite Transformation.// Corrosion-Vace.– 1971.– vol.27, №2.– P.63-71.
6. Abreu H., Carvalho S., Neto P. , Deformation Induced Martensite in an AISI 301LN Stainless Steel: Characterization and Influence on Pitting Corrosion Resistance.// Materials Research.– 2007.– vol.10, №4.– P.359-365.
7. Туфанов Д.Т. Коррозионная стойкость нержавеющей сталей, сплавов и чистых металлов. М.: Металлургия, 1982, 352 С.
8. Кикичев Р.Н. Коррозионное растрескивание аустенитных хромоникелевых сталей и сплавов. // Вопросы атомной науки и техники, 2003, № 3, с. 96-100.
9. Гутман Э.М., Захаров Л.А. Влияние механической обработки на коррозионное растрескивание нержавеющей стали в хлоруглеродах.// Физико-химическая механика материалов. М., 1980, т.1, с. 43-45.
10. Kamachi Muali, P.Shankar On the pitting corrosion resistance of nitrogen alloyed cold worked austenitic stainless steels// Corrosion Science.– 2002.– V. 44.– P.2183-2198.

КРИСТАЛАРАЛЫҚ КОРРОЗИЯ КЕДЕРГІСІНЕ ЖӘНЕ НЕЙТРОНДАРМЕН СӘУЛЕЛЕНДІРІЛГЕН 12Х18Н10Т АУСТЕНИТТІК БОЛАТТЫҢ КОРРОЗИЯЛЫҚ ШЫТЫНАУЫНА ТЕРМИЯЛЫҚ ҚАЗУ ЫҚПАЛЫ

Яровчук А.В., Максимкин О.П., Турубарова Л.Г., Рубан С.В., Отставнов М.А.

Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Жұмыста нейтрондармен сәулелендірілмеген және сәулелендірілген күйлерде 12Х18Н10Т реакторлық тоттанбайтын болаттың коррозия кедергісіне термиялық қазу ықпалын зерттеу нәтижелері ұсынылған. Кристаларалық коррозияға бейімділігі нейтрондық әсер дозасының өсуімен жоғарылайтыны анықталды. Болатты коррозиялық шытынауға сынау кезінде максимал бұзылу кернеуінің елеулі азаюы және мартенситтік фазаның пайда болуы байқалады. Мартенситтік фазаның максимал мөлшері 650 °С–та ескірген үлгілерде түзіледі, бұл қоспалаушы элементтердің жоғары диффузиялық қозғалғыштылығымен және сенсibilдеу процесінің дамуымен шартталған.

**THERMAL AGING EFFECT ON INTERGRANULAR CORROSION AND CORROSION CRACKING
RESISTANCE OF NEUTRON IRRADIATED 12Cr18Ni10Ti AUSTENITIC STEEL**

A.V. Yarovchuk, O.P. Maksimkin, L.G. Turubarova, S.V. Ruban, M.A. Otstavnov

Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan

The results of the studies of thermal aging effect on corrosion resistance of stainless reactor steel 12Cr18Ni10Ti in unirradiated and neutrons irradiated states have been presented in the paper. The tendency to intergranular corrosion increase with the increase of neutron exposure dose was revealed. A significant reduction in the maximum failure strain and the appearance of the martensite phase was observed during steel testing for corrosion cracking. The maximum content of the martensite phase is formed in the samples aged at 650 °C due to high diffusion mobility of the alloying elements and development of the sensitization process.

УДК 910.3:631.4 (574)

МОНИТОРИНГОВЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ПОЧВЕННОГО ПОКРОВА НА ТЕРРИТОРИИ ПРОЕКТИРУЕМОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО ПРИРОДНОГО РЕЗЕРВАТА «БОКЕЙОРДА» ЗАПАДНО-КАЗАХСТАНСКОЙ ОБЛАСТИ

Салихов Т.К.

Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан

Исследования выполнялись в рамках проекта Правительства Республики Казахстан и Глобального экологического фонда Программой развития Организации Объединенных Наций (ПРООН) «Сохранение и устойчивое управление степными экосистемами», направленного на увеличение степных экосистем. В результате исследований геоэкологической проектной территории государственного природного резервата «Бокейорда» Западно-Казахстанской области проведен анализ современного состояния морфогенетических свойств и гранулометрического (механического) состава почвенного покрова. На основе экосистемного анализа и ГИС-технологии определены границы резервата, проведено зонирование функциональных участков и проанализировано современное состояние почвенного покрова и составлены карты исследуемой территории.

Ключевые слова: государственный природный резерват, каштановые и бурые почвы, морфологические признаки почв, гранулометрический состав почвы.

ВВЕДЕНИЕ

Повышение эффективности использования земель сельскохозяйственного назначения путем сохранения и повышения плодородия почв является одной из приоритетных задач земледелия, решение которой имеет ключевое значение в обеспечении устойчивого развития аграрного сектора экономики и продовольственной безопасности страны.

Земельный кодекс Республики Казахстан [1], обязывает проводить мониторинг земель и научный учет почв в соответствии с государственным земельным кадастром. Задачи государственного контроля состоят в обеспечении правил ведения земельного кадастра и землеустройства; выполнения мероприятий по сохранению и воспроизводству плодородия почв, рациональному использованию и охране земель.

Как известно, в процессе интенсивного воздействия человека на почву ухудшаются ее водно-физические свойства, уменьшается содержание важнейшей составной части почвы – гумуса. С количеством и качеством гумуса тесно связаны основные морфологические признаки почв, водный, воздушный и тепловой режимы, важнейшие физические и физико-химические свойства, содержание и формы соединений в почвах основных элементов питания растений, биохимические и микробиологические показатели [2, 3].

В настоящее время система особо охраняемых природных территорий Западно-Казахстанской области представлена 3-мя государственными природными заказниками республиканского значения и 7 ООПТ областного значения, суммарная площадь которых составляет 188,7 тыс.га или 1% от всей площади области. Вместе с тем, в области отсутствуют ООПТ со строгим режимом охраны и со статусом юридического лица [4].

Поэтому, изучение природных факторов почвообразования и производственной деятельности хозяйства; биологических, химических и физических свойств почв, коррелирующих с урожайностью культур позволяют на количественном уровне оценивать контрастность, сложность и неоднородность почвенного покрова конкретного массива. Это в свою очередь позволяет объективно решать вопрос о пригодности использования почв в хозяйственных целях и определить кадастровую стоимость земельного участка.

ОБЪЕКТ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Цель наших исследований – изучение современного состояния морфогенетических свойств и гранулометрического (механического) состава почв геоэкологической проектной территории государственного природного резервата «Бокейорда» Западно-Казахстанской области для сохранения мест обитания редких и эндемичных видов биоразнообразия.

Комитетом лесного хозяйства и животного мира Министерства сельского хозяйства Республики Казахстан принята Программа по развитию научно-исследовательских работ по сохранению биологического разнообразия, в рамках которой предусмотрены работы по созданию государственного природного резервата «Бокейорда». Исследования выполнялись в рамках проекта Правительства Республики Казахстан и Глобального экологического фонда Программой развития Организации Объединенных Наций (ПРООН) «Сохранение и устойчивое управление степными экосистемами», направленного на увеличение степных экосистем.

В связи с этим в исследованиях на западе Западно-Казахстанской области, географически в бассейне рек Малого Узень и Ащыозек, на пространстве Волго-Уральского междуречья, в северо-западной

части Прикаспийской низменности в пределах территории Жанибекского, Казталовского и Бокейординского районов (рисунок 1) на полого-плоской и слабоволнистой равнине были изучены морфогенетические свойства и гранулометрический (механический) состав почвенного покрова геоэкосистем почвенных разрезов почв по общепринятым методам [5-10].

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В настоящем систематическом описании выделены почвенные подразделения, которые были встречены нами на территории исследуемого района.

Подробные диагностические показатели даны для наиболее распространенных почвенных разновидностей в пределах проектируемого государственного природного резервата «Бокейорда» Западно-Казахстанской области. Указаны характерные мор-

фологические генетические признаки почвенного покрова, основанные на имеющихся данных полевых исследований и камеральной обработки.

На исследуемой территории в структуре почвенного покрова формируются каштановые, светло-каштановые и бурые почвы. Они формируются в условиях сухостепной и полупустынной зонах, при непромывном типе водного режима, под изеново-мятликовым, разнотравно-житняково-таволговым, чернополынно-изеновым, разнотравно-чагыровым со-сновый бором и мятликово-белополынно-кокпексовым растительным сообществам, на лёссовидных суглинках (рисунки 1, 2).

На исследуемой территории были заложены мониторинговые площадки. На площадках методом конверта заложены точки отбора почвенных образцов, ниже приводится морфологическое генетическое описание почвенных разрезов.



Рисунок 1. Карта проектируемого государственного природного резервата «Бокейорда» Западно-Казахстанской области

Почвенный разрез № 1

Характеристика почвы точки Т-1. (016): координаты 44°47.481'N, 47°45.266'E; изеново-мятликовое растительное сообщество; междуречная слабоволнистая равнина у р. Ащыозек, в 1 км от зимовки Ащыозек, 21 м над уровнем моря; микроповышение; проективное покрытие – 45-50% (таблица 1).

Описание почвенного разреза

А 0-12 см – светло-серый, сухой, легкоглинистая, крупнопылевато-иловатая, рыхлый, пронизан корнями, переход ясный.

В₁ 12-32 см – темно-бурый, сухой, легкоглинистая, крупнопылевато-иловатая, на поверхности

призмочек и камков выражена глянцевитость, трещиноватый, пористый, переход постепенный.

В₂ 32-52 см – светло-бурый, сухой, легкоглинистая, крупнопылевато-иловатая, очень плотный, пористый, переход ясный.

С 52-150 см – палевый с буроватым оттенком, сухой, крупнопылевато-иловатая, легкоглинистая, трещиноватый, очень плотный, скопления карбонатов почти по всему горизонту. Почвообразующая порода с 130 см включения ракушечника, палевая, свежая, книзу порода становится влажной, глыбистая структура, пористая.

Таблица 1. Гранулометрический (механический) состав почв

№ почвенного разреза	Горизонт почвы	Размер механических элементов, мм							Разновидность почвы
		1-0,25	0,25-0,05	0,05-0,01	0,01-0,005	0,005-0,001	< 0,001	<0,01	
001 – Акоба (зимовка Ащююзек)	A ₁	1,21	10,96	27,17	15,36	17,93	27,36	60,65	легкоглинистая крупно-пылевато-иловатая
	B _к	0,59	8,61	18,95	12,59	19,50	39,76	71,85	
	C	1,75	11,63	14,77	15,71	12,61	43,53	71,85	
002 – Тегисшил (зимовка Копа)	A ₁	0,86	12,50	38,25	12,71	10,81	24,87	48,39	тяжелосуглинистая иловато-крупнопылеватая
	B	0,37	13,95	30,44	10,44	13,30	31,50	55,24	
	B _к	0,56	13,57	42,23	8,36	12,83	22,44	43,64	
003 – Акоба (летовка Акколь)	A	2,24	11,63	30,68	20,32	13,18	21,95	55,45	тяжелосуглинистая иловато-крупнопылеватая
	B	0,37	13,83	22,48	13,79	11,51	38,03	63,32	
	C	0,20	10,24	37,17	9,79	8,57	34,03	52,39	
005 – Куйгенкол (Курсай)	A	0,57	12,36	39,94	9,96	13,71	23,46	47,12	тяжелосуглинистая иловато-крупнопылеватая
	B	0,83	10,98	36,39	11,61	14,99	25,19	51,80	
	C	0,17	12,92	39,13	10,16	9,14	28,48	47,78	
006 – Борли (у оз. Аралсор)	A	1,55	38,11	36,27	5,51	4,81	13,75	24,07	легкосуглинистая крупно-пылевато-мелкопесчанная
	B	0,52	14,58	56,39	4,35	5,96	18,22	28,52	
	B _к	0,42	19,08	46,29	2,90	8,26	23,05	34,21	



Рисунок 2. Взятие почвенных образцов из почвенных горизонтов для изучения свойства почв исследуемой территории

Почвенный разрез № 2

Характеристика почвы точки Т-4. (030): координаты 49°48.758'N, 047°43.693'E; разнотравно-житняково-таволговое растительное сообщество; междуречная слабоволнистая равнина в 2,9 км к югу от заброшенной зимовки Копа, 28 м над уровнем моря; западина; проективное покрытие – 75-80% (таблица 1).

Описание почвенного разреза

A 0-10 см – серый с коричневым оттенком, сухой, иловато-крупнопылеватая, тяжелосуглинистый, с признаками слоистости, рыхлый, пористый, пронизан корнями, переход ясный.

B₁ 10-32 см – более темной окраски, чем горизонт A, сухой, тяжелосуглинистый, иловато-крупнопылеватая, уплотнен, пористый, пронизан корнями, переход постепенный.

B₂ 32-60 см – бурый, сухой, тяжелосуглинистый, иловато-крупнопылеватая, плотнее горизонта B₁, пористый, заметны корни растений.

C 60-140 см – светло-бурый с белесым оттенком, сухой, тяжелосуглинистый, очень плотный, пористый, иловато-крупнопылеватая обильные выделения карбонатов в виде белоглазок. Почвообразующая порода палевая, тяжелосуглинистая, иловато-крупнопылеватая, уплотненная, пористая.

Почвенный разрез № 3

Характеристика почвы точки Т-8. (038): координаты 49°23.660'N, 046°48.481'E; чернополынно-изеневое растительное сообщество; эталонный участок комплексной степи на территории Жаныбекского стационара, равнина 34 м над уровнем моря; микроповышение; проективное покрытие – 40-55% (таблица 1).

Описание почвенного разреза

A₀ 0-6 см – серовато-палевый, сухой, средний суглинок, плитчатый, непрочный, твердоватый, густо переплетен конями, переход ясный.

B₁ 6-29 см – темно-коричневый с сероватым оттенком, призматическо-ореховатый, сухой, среднесуглинистый, вскипает с 16 см, густо пронизан корнями, тонкопористый, переход ясный.

B₂ 73-100 см – буроватый с большим желтым оттенком, неясно глыбистый, прочный, слаболипкий, среднесуглинистый, с обилием гипсовых прожилок, переход ясный.

BC 100-160 см – желтовато-бурый, тяжелосуглинистый, слаболипкий, уплотненный, бурно вскипает от соляной кислоты, с гипсовыми прожилками, встречаются песчаные прослойки с косой слоистостью, корней нет, единично.

Почвенный разрез № 4

Характеристика почвы точки Т-10. (041): координаты 49°34.221'N, 047°24.681'E; разнотравно-тырсово-таволговое растительное сообщество; равнина с выраженным микрорельефом в 12 км от пос. Акоба и в 2 км к югу от летовки Акколь, 37 м над уровнем моря.

нем моря; западина; проективное покрытие – 90-95% (таблица 1).

Описание почвенного разреза

А_д 0-3 см – дерновый слой.

А₁ 3-9 см – серовато-каштановый, тяжелосуглинистая иловато-крупнопылеватая пористый, слабо уплотнен, пронизан корнями, переход ясный.

В₁ 9-30 см – темносерый с буроватым оттенком, сухой, несколько тяжелосуглинистая иловато-крупнопылеватая, заметно трещиноватый, заметны корни растений.

В₂ 30-68 см – светлосерый, сухой, тяжелосуглинистая иловато-крупнопылеватая, плотный, тонкопористый, слабо трещиноватый, заметны корни растений.

С 68-157 см – светлее предыдущего, сухой, тяжелосуглинистая иловато-крупнопылеватая Почвообразующая порода (100-157 см) палевая, свежая, суглинистая, глыбисто-комковатая.

Почвенный разрез № 5

Характеристика почвы точки Т-12. (055): координаты 49°19.651'N, 047°46.468'E; мятликово-белополынное растительное сообщество; равнина с выраженным микрорельефом в 4,9 км к югу от пос. Курсай и в 2 км от автомобильной дороги, 32 м над уровнем моря; микропакор; проективное покрытие – 60-65% (таблица 1).

Описание почвенного разреза

А 0-3 см – дерновый слой.

А 3-14 см – серый, сухой, иловато-крупнопылеватая, рыхлый тонкопористый, тяжелосуглинистый, пронизан корнями, переход ясный.

В₁ 11-32 см – серый с буроватым оттенком, сухой, тяжелый суглинок, иловато-крупнопылеватая плотный, трещиноватый, масса крупных пор, встречаются корни растений.

В₂ 32-67 см – светлосерый, сухой, тяжелый суглинок, иловато-крупнопылеватая, плотный, заметна трещиноватость, пористый.

С 67-142 см – светлосерый с палевым оттенком, сухой, тяжелый суглинок, очень плотный, включения карбонатных солей в виде белоглазки.

Почвенный разрез № 6

Характеристика почвы точки Т-14. (062): координаты 49°02.417'N, 048°29.762'E; мятликово-белополынно-кокпековое растительное сообщество; равнина с выраженным микрорельефом в 20 км к югу от пос. Борли у озера Аралсор, 16 м над уровнем моря; микропакор; проективное покрытие – 45-55% (таблица 1).

Описание почвенного разреза

А 0-10 см – коричнево-серый с буроватым оттенком, свежий, слабоуплотненный, корешковатый, задерненный, крупнопылевато-мелкопесчанная, легкосуглинистая, переход ясный.

В₁ 10-25 см – светло-коричнево-серый с бурым оттенком, сухой, уплотненный, трещиноватый,

крупнопылевато-мелкопесчанная, легкосуглинистая, переход постепенный.

В₂ 25-43 см – коричнево-бурый с сероватым оттенком, свежий, плотный, трещиноватая, крупнопылевато-мелкопесчанная, легкосуглинистая, переход ясный.

В₃ 43-85 см – желтовато-бурый с темными затеками, свежий, крупнопылевато-мелкопесчанная, легкосуглинистая, плотный, переход постепенный.

С 85-144 см – буро-желтый, свежий, очень плотный, трещиноватый, крупнопылевато-мелкопесчанная, суглинистая.

Почвенные лабораторные анализы определены в аккредитованном Испытательном центре РКП «Западно-Казахстанский аграрно-технический университет имени Жангир хана».

В настоящее время на участках проектируемого государственного природного резервата «Бокейорда» почвенный покров, практически не затронут процессами антропогенного воздействия. Однако следует иметь в виду, что особенности формирования почвенного покрова позволяют оценивать их как особый тип природной среды, где динамика экзогенных процессов обуславливает высокую уязвимость геосистем по отношению к любым видам антропогенного воздействия. Даже незначительные нарушения, связанные с уничтожением растительного покрова, переуплотнением поверхностных почвенных горизонтов, образованием вторичных форм рельефа при малой мощности почв приводят к интенсификации водной эрозии, последствия которой в большинстве случаев являются необратимыми.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Следовательно, морфогенетические свойства и гранулометрический состав почвенного покрова геосистем проектируемого государственного природного резервата «Бокейорда» Западно-Казахстанской области с учетом агрометеорологических условий позволяют рационально управлять водно-воздушным режимом исследуемой территории.

Почвы исследуемой территории пахотнопригодны, но их качество определяется в значительной степени гранулометрическим составом. Среднесуглинистые и тяжелосуглинистые с агрономической точки зрения расцениваются как пахотнопригодные земли, эффективное использование которых возможно при обычной агротехнике. «Легкие» же разновидности их относят пахотнопригодным землям, использование которых в земледелии возможно лишь при условии применения противоэрозионных мероприятий. Для получения высоких и устойчивых урожаев на описываемых почвах требуется проведение мероприятий по борьбе за накопление и сохранение влаги, применение органо-минеральных удобрений, особенно фосфорных, так как они крайне недостаточно обеспечены фосфором.

Мероприятия, направленные на восстановление и сохранение почвенного покрова:

- введение ограниченного использования территорий в качестве пастбищ в пределах зон ограниченной хозяйственной деятельности;
- формирование оптимальной экологически обоснованной дорожно-тропиночной сети;
- прекращение не связанной с санитарными целями несанкционированной порубки древесных и кустарниковых пород;
- рекультивация участков с нарушенным или отсутствующим растительным покровом путем посева трав;
- разработка и реализация мер по снижению выбросов вредных веществ от стационарных и передвижных источников, загрязняющих почвенный покров;

– для защиты почв от водной и ветровой эрозии необходима разработка и реализация комплекса противоэрозионных мер. В этой связи, учитывая особую неустойчивость геозкосистем к антропогенному воздействию, передвижение по территориям должно осуществляться по проложенным и укрепленным дорогам и тропам;

– необходимо организовать наблюдения за состоянием почв и при необходимости запрещать или ограничивать рекреационное использование нарушенных территорий;

– для повышения плодородия почвенного покрова требуется проведение мероприятий по борьбе за накопление и сохранение влаги, применение органико-минеральных удобрений, особенно фосфорных, так как они крайне недостаточно обеспечены фосфором.

ЛИТЕРАТУРА

1. Земельный кодекс Республики Казахстан: офиц. текст: по состоянию на 4 мая 2005 г. /Алматы: Юрист. – 2005. – 116 с.
2. Кененбаев, С.Б. Основные итоги НИР по проблеме воспроизводства плодородия неполивных темно-каштановых почв Казахстана /С.Б. Кененбаев, А.И. Иорганский //Перспективные направления стабилизации и развития агропромышленного комплекса Казахстана в современных условиях, посвящ. 90-летию со дня образования Уральской с.-х. опытной станции и 100-летию со дня рождения Н.И. Башмакова: сб. тр. межд. науч.-практ. конф. – Уральск, 2004. – С. 184-187.
3. Сапаров, А.С. Пути повышения продуктивности сельскохозяйственных культур и плодородия почв в условиях рынка /А.С.Сапаров, Р.Х. Рамазанова //Вестник сельскохозяйственной науки Казахстана. – 2002. - №8. – С. 27-29.
4. Петренко, А.З. Природно-ресурсный потенциал и проектируемые объекты заповедного фонда Западно-Казахстанской области /А.З. Петренко, А.А. Джубанов, М.М. Фартушина, и др. – Уральск: ЗКГУ, 1998. – 176 с.
5. Архипкин, В.Г. Агрофизические показатели плодородия почв Западного Казахстана: метод. указание по земледелию /В.Г. Архипкин, В.В. Вьюрков. – Уральск: Зап.-Каз. СХИ, 1989. – 52 с.
6. Сулейменова, Н.Ш. Егіншілік практикумы /Н.Ш. Сулейменова, Ә.Ә. Әуезов, Қ.Н. Оразымбетова. – Алматы, 2006. – 227 бет.
7. Салихов, Т.К. Практикум по почвоведения /Т.К. Салихов. – Астана: ЕНУ имени Л.Н. Гумилева, 2009. – 172 с.
8. Salikhov, T.K. Geoeological Assessment of the projected State Nature Reserve "Bokeyorda" in West Kazakhstan region /Т.К. Salikhov, Zh.M. Karagoishin, Z.S. Svanbaeva and others //Oxidation Communications, 2016. – Vol. 39. – №4. – P. 3579-3590.
9. Салихов, Т.К. Географо-экологическая оценка состояний государственного природного резервата «Бокейорда»: монография /Т.К. Салихов. – Алматы: Изд-во Эверо, 2016. – 232 с.
10. Салихов, Т.К. Современное состояние плодородия почвенного покрова геозкосистем Зерендинского сельского округа /Т.К. Салихов //Вестник Национальной академии наук Республики Казахстан. – 2017. – Том 1. – №365. – С. 102-108.

БАТЫС ҚАЗАҚСТАН ОБЛЫСЫНДА ЖОБАЛАНҒАН «БӨКЕЙОРДА» МЕМЛЕКЕТТІК ТАБИҒИ РЕЗЕРВАТЫНДАҒЫ ТОПЫРАҒЫНДА ЖҮРГІЗІЛГЕН МОНИТОРИГІЛІК ЗЕРТТЕУЛЕР

Т.Қ. Салихов

Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан

Бұл ғылыми зерттеулер Қазақстан Республикасының Үкіметімен Біріккен Ұлттар Ұйымының Даму бағдарламасының Ғаламдық экологиялық қор аясында, дала экожүйелерін арттыруға бағытталған «Далалық экожүйелерді сақтау мен тұрақты басқару» жүзеге асырылды. Батыс Қазақстан облысында жобаланған «Бөкейорда» мемлекеттік табиғи резерват геозкожүйелеріндегі топырақ жамылғысының морфогенетикалық қасиеттері мен топырақтың түйіршік (механикалық) құрамының қазіргі кездегі жағдайын талдаумен зерттеу нәтижелері. Экожүйелік талдау мен ГАЖ-технологиялар негізінде резерватың шекарасы анықталып, функционалдық аймақтарға бөлу бағыттарын жүзеге асырылады, топырақ жамылғысының қазіргі жағдайы талданып, карталары жасалынды.

Түйінді сөздер: мемлекеттік табиғи резерваты, қара қоңыр және қоңыр топырақ, топырақтың морфологиялық белгілері, топырақтың түйіршік құрамы.

**MONITORING STUDIES SOIL IN DESIGN OF PROJECTED STATE NATURE RESERVE
“BOKEYORDA” WEST KAZAKHSTAN REGION**

T.K. Salikhov

L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

Research carried out in the framework of the Government of Kazakhstan and the Global Environment Facility, United Nations Development Programme (UNDP) “Conservation and sustainable management of steppe ecosystems” aimed at increasing the steppe ecosystems. As a result, the projected research geoecosystems State Natural Reserve “Bokeyorda” West Kazakhstan region analyzed the current state of morphogenetic properties and particle size distribution (mechanical) composition of the soil. On the basis of the ecosystem analysis and GIS technology are defined reserve boundaries, zoning of functional areas and analyzed the current state of the soil cover, and maps of the study area.

Keywords: State Nature Reserve, chestnut and brown soil, morphological features of soil, particle size distribution of the soil.

ӨОЖ 910.3:631.4 (574)

ЛУБЕН АУЫЛДЫҚ ОКРУГІНІҢ ГЕОЭКОЖҮЙЕЛЕРІНДЕГІ ТОПЫРАҚ ЖАМЫЛҒЫСЫНЫҢ ҚАЗІРГІ КЕЗДЕГІ ЖАҒДАЙЫ

Салихов Т.Қ.

Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан

Зерттеу нәтижесінде геоэкожүйелерде топырақ жамылғысының морфологиялық белгілері және оның құнарлығының көрсеткіштері анықталды: қатты фазасының көлемі мен тығыздығы, топырақтың көлемдік салмағы, топырақтың ылғалдылығы, механикалық және микроагрегаттық құрамы, төменгі және толық су сыйымдылығы, өсімдіктердің тұрақты солу ылғалдылығы, тиімді ылғалдылығы, топырақтағы су және ауа қоры, өңделетін қабатының құрылысы және топырақтың құрылымдық құрамы, қарашірік мөлшері, топырақтағы тиімді элементтері, оның корек қоры, жұту сыйымдылығы, су сүзіндісіндегі сіңірілген иондардың мөлшері. Сондықтан да, зерттеу деректеріне байланысты агрометеорологиялық жағдайды ескере отырып, Батыс Қазақстан облысы Лубен ауылдық округінің геоэкожүйелеріндегі шалғынды күнгірт қара қоңыр топырақ жамылғысының құнарлылығының көрсеткіштері арқылы су, ауа және корек жүргілерін тиімді пайдаланып әр жылдары суармалы және суарылмайтын жерлерде ауылшаруашылық дақылдарының өнімділігін арттыруын реттеуге болады.

Түйін сөздер: шалғындық күнгірт қара қоңыр топырақ, топырақтың құнарлылығы, қасиеттері және құрамы, топырақтың қарашірік мөлшерімен корек қоры, сіңіру сыйымдылығы және су сүзіндісіндегі сіңірілген иондар мөлшері.

ВВЕДЕНИЕ

Геоэкожүйенің негізгі мәселесінің бірі – топырақ құнарлылығын сақтау және оны көтеру. Әртүрлі себептермен топырақтың бұзылуы және оның құнарлылығының төмендеуі бүкіл әлемге алаңдаушылық тудыруда. Жыл сайын әлемдегі 7-10 млн. га егістік, орман алқаптарындағы жерлердің 15-20% адамдар іс-әрекетінің нәтижесінде бұзылады [1, 2].

Қазақстанның барлық егістік жерлерінің қарашірік құрамы азайған. Қарашіріктің төмендеу себебі, негізінен, топырақты қарқынды түрде өңдеуден, минерализациялаудан, өсімдік қалдықтары мен тыңайтқыштардың егістікке жеткілікті мөлшерде енгізілмеуінен. Соның себебінен, топырақ қорларының көпшілігі әртүрлі дәрежеде тозған. Қазіргі кезде егістіктегі топырақтың басым бөлігі құнарлылығын жоғалтқан, топырақ құрамындағы қарашірік мөлшері орта есеппен 25-30%-ға дейін кеміп, оның құрамы едәуір өзгерген, оның жыл сайын жоғалу деңгейі 0,6-1,2 т/га құрайды [3, 4].

Батыс Қазақстан облысында да жоғарыда айтылған мәселе маңызды болып саналады. Сондықтан, Батыс Қазақстан облысында орналасқан Шыңғырлау өзен аңғарларында шалғынды топырақтардың жағдайын білу қызығушылық тудырып отыр.

ЗЕРТТЕУ ӘДІСТЕМЕСІ, НЫСАНАСЫ ЖӘНЕ ЖАҒДАЙЫ

Зерттеудің мақсаты - Батыс Қазақстан облысы Лубен ауылында орналасқан қазіргі кездегі Шыңғырлау өзен аңғарларында топырақ жамылғысының құнарлылық көрсеткіштерін, су, ауа және коректік жүргілерінің жай-күйін зерттеу.

Тәжірибедегі келесі көрсеткіштер анықталды (1 - сурет): топырақтың морфологиялық белгілері; топырақтың ылғалдылығы; қатты фазаның көлемі мен тығыздығы; топырақтың көлемдік салмағы мен қуыстылығы; су-физикалық константтары; топырақтағы су және ауа қоры; топырақтың механикалық және микроагрегаттық құрамы; жұту сыйымдылығы мен сіңірілген иондардың мөлшері; қарашірік мөлшері Тюрин; жалпы азот Кьелдаль; жылжымалы фосфор Мачигин; жылжымалы калий Протасов әдістері бойынша зерттелді [5-8].

ЗЕРТТЕУ НӘТИЖЕЛЕРІ ЖӘНЕ ОЛАРДЫ ТАЛДАУ

Біздің егістік тәжірибе деректерінен алынған морфологиялық белгілер төмендегідей болды:

$A_{\text{жұрт}}$ 0-28 см – қара-қоңыр, кесекті-түйіршікті, орташа саздақты (орташа құмбалшық), қопсыған, ылғалды, келесі қабатқа өту шекарасы жақсы байқалады, физикалық саздың (балшықтың) мөлшері 43,6%, өсімдік тамырлары көп кездеседі, тығыздығы 1,15 г/см³, жалпы қуыстылығы (кеуектілігі) 55,1%, қарашірік мөлшері 4,6%, 100 г топырақта азоттың, фосфордың, калийдің тиімді мөлшері сәйкесінше 5,8; 1,4 және 86,0 мг, ең төменгі су сыйымдылығы 895 м³/га, өсімдіктердің тұрақты солу ылғалдылығы 374 м³/га, суару мөлшері 261 м³/га.

B_1 28-51 см – сұрғылт-қоңыр, орташа саздақты, ылғалданған, ірі кесекті, ұсақ қуысты, тығыздалған, келесі қабатқа біртіндеп көшеді.

B_2 51-70 см – сұрғылт-қоңыр, кесекті-призмалы, ылғалданған, тығыз, ауыр саздақты, қарашірік дақтар түрінде кездеседі, қабаттың төменгі бөлігінде карбонаттар тұз қышқылынан (HCl) қайнайды.

B_k 70-100 см – қоңырқай сарғыш, аздап дымқылданған, тығыз, призмалы-жаңғақты, карбонаттар ақ

кіз түрінде кездеседі, ауыр саздақты, келесі қабатқа біртіндеп көшеді.

С 100-150 см – сарғыш, ұсақ призмалы, аздап дымқылданған, гипс кристаллдарымен әк кездеседі, тығыз, ауыр саздақты.

Геоэкожүйедегі топырақты объективті бағалау үшін пайыздық қарашірік мөлшерін әрбір генетикалық қабатындағы оның қорын т/га айналдыру қажет (1 – кесте).



1 сурет. Зерттейтін территорияда топырақ кескінің жасау және топырақ үлгілерін алу

Топырақтың 0-28 см жыртынды қабаттағы қарашірік қорының мөлшері 148,12 т/га, ал өсімдіктердің белсенді өсуі 0-70 см топырақ қабатнда - 302,73 т/га жетті және өсімдіктердің қоректенуіне қажет макроэлементтер қоры сол топырақ қабатында: азот 355,82 кг/га, фосфор 83,31 кг/га және калий 5277 кг/га болды, ал жалпы топырақ кескіні бойынша калий қоры басқа элементтерден көбірек болып, 0-150 см топырақ қабатында 6064 кг/га жетті, мұнда ең аз элемент - фосфор, оның топырақтағы мөлшері 83,31 кг/га болғаны анықталды.

Ауылшаруашылық дақылдарын суару мөлшерін, тиімді ылғалдылығын, су және ауа қорын анықтау үшін топырақ жамылғысының құнарлылығының физикалық қасиеттерінің көрсеткіштеріне байланысты есептеуге болады (2 – кесте).

Топырақтың 0-70 см тереңдікте топырақ тығыздығы 1,27 г/м³, сонымен бірге, топырақ қуыстылығы да төмендеп, сол қабатта 51,2%, ал жалпы 0-150 см топырақ қабаты бойынша топырақ тығыздығы 1,37 г/м³.

Тиімді ылғал қорына байланысты вегетациялық суару мөлшері есептелді, бұл топырақта, жыртынды қабат үшін суару мөлшері 261 м³/га, ал 0-70 см өсімдіктің белсенді өсу қабатында 533 м³/га мөлшерінде болғаны есептелді.

1 кесте. Батыс Қазақстан геоэкожүйелеріндегі шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақ жамылғысының құнарлылығының биологиялық және химиялық көрсеткіштері

Генетикалық қабат	Қуаттылығы, см	Қарашірік		Азот		Фосфор		Калий	
		%	т/га	мг/100г	кг/га	мг/100г	кг/га	мг/100г	кг/га
A _{жырт}	0-28	4,6	148,12	5,8	186,76	1,4	45,08	86,0	2769,2
B ₁	28-51	3,4	104,79	3,7	114,03	0,9	27,74	55,0	1695,1
B ₂	51-70	1,9	49,82	2,1	55,06	0,4	10,49	31,0	812,8
B _к	70-100	0,8	35,04	0,7	30,66	белгісі бар	-	13,0	569,4
C	100-150	0,2	14,50	0,1	7,5	-	-	3,0	217,5
A+B	0-70	3,5	302,73	4,1	355,82	1,0	83,31	60,9	5277,0
A+B+C	0-150	1,8	352,27	2,6	393,76	0,6	83,31	40,4	6064,0

2 кесте. Батыс Қазақстан геоэкожүйелеріндегі шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақ жамылғысының құнарлылығының физикалық көрсеткіштері

Топырақ қабаты, см	Тығыздық, г/м ³		Жалпы қуыстылығы, %	Су-физикалық константтар, м ³ /га				Ауа қоры, м ³ /га		Суару мөлшері, м ³ /га
	топырақтың	қатты фазаның		өсімдіктердің тұрақты-ты сол ылғалдылығы	өсімдіктердің сол ылғалдылығы	ең төменгі су сыйымдылығы	толық су сыйымдылығы	ең төменгі су сыйымдылығы	өсімдіктердің сол ылғалдылығы	
A _{жырт}	1,15	2,56	55,1	374	634	895	1543	648	909	261
B ₁	1,34	2,61	48,7	342	493	644	1120	476	627	151
B ₂	1,38	2,65	47,9	273	393	514	910	396	517	121
B _к	1,46	2,68	45,5	429	608	788	1365	577	757	180
C	1,45	2,70	46,3	732	1022	1312	2315	1003	1293	290
A+B	1,27	2,60	51,2	989	1520	2053	3573	1520	2053	533
A+B+C	1,37	2,65	48,3	2150	3150	4153	7253	3100	4103	1003

**СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ПОЧВЕННОГО ПОКРОВА ГЕОЭКОСИСТЕМ
ЛУБЕНСКОГО СЕЛЬСКОГО ОКРУГА**

3 кесте. Батыс Қазақстан геоэкожүйелеріндегі шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақ жамылғысының механикалық (алымы) және микроагрегаттық (бөлімі) құрамы

Топырақ қабаты, см	Орташа үлгі ылғалдығы, %	НСІ өңдегенде шығын, %	Фракциялар бөлімі, %; бөлшек көлемі, мм								Дисперс-тік фактор
			1,0-0,25	0,25-0,05	0,05-0,01	0,01-0,005	0,005-0,001	0,001 төмен	0,01 төмен	0,01 жоғары	
A _{жырт}	<u>5.1</u> 5,1	<u>1.4</u> –	<u>0.4</u> 15,6	<u>16.8</u> 33,1	<u>39.2</u> 40,9	<u>7.5</u> 5,7	<u>13.5</u> 3,4	<u>22.6</u> 2,3	<u>43.6</u> 10,4	<u>56.4</u> 89,6	10,2
B ₁	<u>5.2</u> 5,2	<u>2.1</u> –	<u>0.9</u> 10,0	<u>19.1</u> 33,1	<u>37.1</u> 44,4	<u>6.6</u> 5,8	<u>12.2</u> 3,5	<u>24.1</u> 3,2	<u>42.9</u> 12,5	<u>57.1</u> 87,5	13,3
B ₂	<u>4.9</u> 4,9	<u>2.5</u> –	<u>1.2</u> 4,5	<u>19.8</u> 40,4	<u>31.5</u> 40,1	<u>8.0</u> 9,0	<u>12.1</u> 2,2	<u>27.4</u> 3,8	<u>47.5</u> 15,0	<u>52.5</u> 85,0	13,9
B _к	<u>4.5</u> 4,5	<u>3.6</u> –	<u>1.5</u> 16,5	<u>19.9</u> 34,0	<u>28.8</u> 35,6	<u>8.3</u> 7,0	<u>12.0</u> 2,5	<u>29.5</u> 4,4	<u>49.8</u> 13,9	<u>50.2</u> 86,1	14,9
C	<u>4.3</u> 4,3	<u>6.3</u> –	<u>1.1</u> 15,3	<u>17.6</u> 36,5	<u>29.9</u> 33,4	<u>9.4</u> 5,2	<u>11.6</u> 5,0	<u>30.4</u> 4,6	<u>51.4</u> 14,8	<u>48.6</u> 85,2	15,1

Шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақ орташасаздақты, топырақтың 70-100 см қабатында топырақ тығыздығы 1,46 г/см³, сонымен бірге, топырақтың жалпы қуыстылығы да төмендеп, сол қабатта 45,5% жетті, ал жалпы 0-150 см қабатында топырақ тығыздығы 1,37 г/см³, жалпы қуыстылығы 48,3% болды. Оның нәтижесінде топырақта толық сыйымдылығы 7253 м³/га болды, оның құрамында өсімдіктерге тиімді ылғал мөлшері 2003 м³/га және тиімсіз ылғал мөлшері 2150 м³/га болғаны есептелді. Топырақ тығыздығы тереңдеген сайын арта түседі.

Алынған деректерді геоэкожүйедегі топырақтағы ауылшаруашылық дақылдардың әртүрлі даму фазасына қажет су, ауа, қоректік заттар мөлшерін ескере отырып, шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақтан болжанған өнім алуға есептеу үшін қолдануға болады.

Далалық жағдайда топырақтың морфологиялық белгілері арқылы шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақтың үлгілерінің механикалық (түйіршік) және микроагрегаттық құрамын талдаудың арқасында оның түрін анықтауға болады. Бұл топырақтың A+B₁ қарашірік қабаты бойынша қуатты, ал жыртынды қабаттың механикалық құрамы бойынша орташасаздақты (3 - кесте).

Талдау нәтижесі бойынша шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақ тұнба-шаңды орташасаздақ болып, оның жыртынды қабаты құрамында физикалық саз 43,6% жетті, соның ішінде оның көп бөлшегін 22,6% тұнба алып жатыр, ал физикалық

күм құрамындағы шаңның ірі көп бөлшектері алып жатыр. Аналық жыныс қабатында физикалық саз мөлшері 51,4% жетіп, ауыр саздақты тұнба-шаңды болғаны анықталды.

ҚОРЫТЫНДЫ

Топырақтың микроагрегаттық құрылымындағы тұнба фракцияның ұсақ және орташа шаңдары көлемі 0,25-0,01 мм бөлшектерге кілегейленген, ал механикалық және микроагрегаттық құрылымдарын дисперстік факторы бойынша есептеулер топырақ түйіртпектілігін, суға беріктігін, және шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақтың тағы басқа да құнарлылық көрсеткіштерін жақсартқанын көрсетеді.

Талдау нәтижесі бойынша орташасаздақты шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақтың түршесі орташа қуатты болып, ол тұздану химизмі бойынша хлоридты-сульфатты туысына жатады, ал суда жеңіл еритін тұздары бойынша аздап тұздалған түрімен сипатталады.

Сондықтан да, зерттеу деректеріне байланысты агрометеорологиялық жағдайды ескере отырып, Батыс Қазақстан облысы Лубен ауылдық округінің геоэкожүйелеріндегі шалғынды күңгірт қара қоңыр топырақ жамылғысының құнарлылығының көрсеткіштері арқылы су, ауа және қорек жүргілерін тиімді пайдаланып әр жылдары суармалы және суарылмайтын жерлерде ауылшаруашылық дақылдарының өнімділігін арттыруын реттеуге болады.

ӘДЕБИЕТТЕР

1. Кененбаев, С.Б. Основные итоги НИР по проблеме воспроизводства плодородия неполивных темно-каштановых почв Казахстана /С.Б. Кененбаев, А.И. Иорганский //Перспективные направления стабилизации и развития агропромышленного комплекса Казахстана в современных условиях, посвящ. 90-летию со дня образования Уральской с.-х. опытной станции и 100-летию со дня рождения Н.И. Башмакова: сб. тр. межд. науч.-практ. конф. – Уральск, 2004. – С. 184-187.
2. Сапаров, А.С. Пути повышения продуктивности сельскохозяйственных культур и плодородия почв в условиях рынка /А.С. Сапаров, Р.Х. Рамазанова //Вестник сельскохозяйственной науки Казахстана. – 2002. №8. – С. 27-29.
3. Браун, Э.Э. Выводное поле многолетних трав, как основной фактор повышения плодородия земель /Э.Э.Браун, С.Г. Чекалин, В.Б. Лиманская и др. //Экономическая, социальное и культурное развитие Западного Казахстана: Сб. тр. межд. науч.-практ. Конф. /ЗКАТУ им. Жангир хана. – Уральск, 2008. – С. 287-288.

4. Фартушина, М.М. К вопросу изменения физических, физико-химических и химических свойств почв при орошении /М.М. Фартушина, Т.Е. Дарбаева //Перспективные направления стабилизации и развития агропромышленного комплекса Казахстана в современных условиях, посвящ. 90-летию со дня образования Уральской с.-х. опытной станции и 100-летию со дня рождения Н.И. Башмакова: сб. тр. межд. науч.-практ. конф. – Уральск, 2004. – С. 89-92.
5. Елешев, Р.Е. Топырақтану практикумы /Р.Е. Елешев, Ж.Е. Елемесов, Қ.М. Мухаметқарімов //Алматы: ҚазҰАУ, 2006. – 156 бет.
6. Сулейменова, Н.Ш. Егіншілік практикумы /Н.Ш. Сулейменова, Ә.Ә. Әуезов, Қ.Н. Оразымбетова //Алматы, 2006. – 227 бет.
7. Салихов, Т.К. Практикум по почвоведения /Т.К. Салихов //Астана: ЕНУ им. Л.Н. Гумилева, 2009. – 172 с.
8. Салихов, Т.К. Физические свойства почвенного покрова геоэкоцистем пригорода Астаны /Т.К. Салихов //Доклады Национальной академии наук Республики Казахстан. – 2017. – Том 1. – №311. – С. 156-160

**СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ПОЧВЕННОГО ПОКРОВА ГЕОЭКОСИСТЕМ
ЛУБЕНСКОГО СЕЛЬСКОГО ОКРУГА**

Т.К. Салихов

Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан

В результате исследований определены морфологические признаки и показатели плодородия почвенного покрова геоэкоцистем: объем и плотность твердой фазы, объемная масса, влажность почвы, механический и микроагрегатный состав, наименьшая и полная влагоемкость, влажность устойчивого завядания растений, продуктивная влага, запасы воды и почвенного воздуха, строение пахотного слоя и структурный состав почв, содержание гумуса, доступные элементы почвы, запасы элементов питания, поглощенные основания, содержание ионов в водной вытяжке. Поэтому, на основании изученных данных показателей плодородия лугово-темно-каштановой почвы геоэкоцистем Лубенского сельского округа Западно-Казахстанской области с учетом агрометеорологических условий позволяют рационально управлять водным, воздушным и пищевым режимом орошаемых и неорошаемых земель в различные годы, что можно регулировать увеличение урожайности сельскохозяйственных культур.

Ключевые слова: лугово-темно-каштановая почва, плодородие, свойства и состав почвы, содержание гумуса и запасы элементов питания, содержание поглощенных оснований и ионов в водной вытяжке.

PRESENT STATE OF SOIL GEOECOSYSTEMS LUBEN RURAL DISTRICTS

T.K. Salikhov

L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

As a result of researches the morphological characteristics and soil fertility indicators geosystems: the volume and density of solids, bulk density, soil moisture, mechanical and microaggregational composition, the smallest and the total moisture content, moisture stable wilting plant available moisture, water supplies and soil air, structure arable layer and the structural composition of soil, humus content of soil available elements, battery reserves absorbed by the base, the content of ions in the aqueous extract. Therefore, based on the study of these indicators of fertility meadow dark brown soil geoeosystems Luben rural district of West Kazakhstan region taking into account the agro-meteorological conditions allow to efficiently manage the water, air and food regime of irrigated and non-irrigated land in different years, it is possible to adjust the increase in crop yields .

Key words: meadows dark kastanozems soil, fertility, properties and composition of the soil, humus content and reserves of nutrients, the content of absorbed bases and ions in the aqueous extract.

УДК 620; 666.3

ИССЛЕДОВАНИЕ МАТЕРИАЛА, ПОЛУЧЕННОГО НА ОСНОВЕ КРЕМНИЯ И УГЛЕРОДА МЕТОДОМ ИСКРОПЛАЗМЕННОГО СПЕКАНИЯ

¹⁾ Скаков М.К., ²⁾ Мухамедова Н.М., ¹⁾ Бакланов В.В., ¹⁾ Курбанбеков Ш.Р., ¹⁾ Кожахметов Е.А.

¹⁾ Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

²⁾ Государственный университет им. Шакарима г. Семей, Казахстан

В настоящей работе исследованы экспериментальные образцы материала, полученного на основе кремния и углерода, состоящие из сырьевых компонентов с соответствующими технологическими требованиями по изготовлению опытных образцов. Исследуемые образцы были получены методом искроплазменного спекания, являющимся перспективным в настоящее время. Расчетным путем определен состав шихты, используемый для спекания, который составил 75 масс.% кремния и 25 масс.% графита (углеродистая основа). Установлено что при температуре 1200 °С плотность составляет 2,4 г/см³, а при температуре 1300 °С – 2,5 г/см³. При проведении рентгенофазового анализа выявлены основные фазы материала, которые соответствуют фазам взятого за прототип материала.

Ключевые слова: карбид кремния, метод искроплазменного спекания, керамика

ВВЕДЕНИЕ

Карбидокремниевая керамика – это целое семейство высокотвердых, эрозионно- и коррозионно-стойких материалов, состоящих из карбида кремния, углерода и кремния. Эти материалы обладают следующими характеристиками: высокой прочностью, жаростойкостью и жаропрочностью, стойкостью к многократным теплосменам, к тепловым ударам, химической инертностью по отношению к агрессивным средам, достаточно высокой теплопроводностью и низким коэффициентом трения, указанным в [1]. Одним из основных методов получения данного материала на сегодняшний день является пропитка графитовой основы жидким кремнием, который был изобретен более полувека назад, а получение материала методом порошковой металлургии отсутствует [2-7]. Основное достоинство керамики на основе карбида кремния, а также силицированного графита, как использование материалов для подшипников и уплотнений жидкостного трения - это очень высокая износостойкость в жестких условиях абразивного изнашивания и повышенных температур, обеспечиваемая сочетанием высокой твердости и высокой теплопроводности. Некоторые физико-механические свойства материала карбид кремния в сравнении с силицированным графитом приведены в [8-9].

В настоящее время применяются различные методы для получения карбида кремния и его модификаций, такие как пропитка углеродной основы расплавленным кремнием, спекание кремнезема с углеродом в графитовой электропечи Ачесона, получение материала «внутренним силицированием» и др. [10-11]. Особое развитие в последнее десятилетие по получению материалов на основе карбида кремния с помощью порошковой металлургии является метод искроплазменного спекания (SPS – Spark Plasma Sintering).

Данный метод позволяет эффективно контролировать пористость спекаемых материалов и полу-

чать компактные образцы соединений, обычное прессование которых практически неосуществимо. При проведении процесса SPS не требуется проводить предварительную обработку материала давлением и нет необходимости в использовании специальных связующих компонентов. Изготовление деталей происходит сразу в окончательной форме. Исходная микроструктура порошков при этом сохраняется. Кроме того, с применением анализируемого метода возможно получение материалов совершенно нового типа, имеющих высокую термическую устойчивость [12-14].

Принимая во внимание вышеизложенное, весьма актуальной темой является изучение материалов на основе кремния и углерода. Целью данной работы является исследование физико-механических свойств и структурно-фазового состояния материала на основе кремния и углерода, полученного методом искроплазменного спекания.

МАТЕРИАЛЫ И ОБОРУДОВАНИЕ

Объектом исследования был выбран материал полученный на основе кремния и углерода. В качестве исходных сырьевых материалов для получения силицированного графита использовались порошки Si (99,9 %), C (99,1 %)/ Соотношение порошков в формируемой композиции составляло Si -75 масс.%, C-25 масс.%.

Смешивание порошков проводили в вибрационной микромельнице PULVERISETTE 0 (фирмы FRITSCH). Спекание порошковых смесей проводили на специальной установке Labox-1575. В данном случае процесс искроплазменного спекания осуществлялся при следующих условиях: скорость нагрева – 100 °С/мин, давление на пуансон – 12 МПа, изотермическая выдержка 5 мин при температуре 1200-1300 °С в вакууме 10⁻⁵ Па. По окончании спекания образцы приобретали цилиндрическую форму диаметром 20 мм и высотой 5,0-5,5 мм. Исследование

структуры и элементного состава проводили на растровом электронном микроскопе JSM-6390 японской компании JEOL оснащенный эноргодисперсионным спектрометром (ЭДС) JED-2300. Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре Empyrean с управляющей компьютерной системой Rentgen-Master с использованием $\text{CuK } \alpha$ -излучения. Механические испытания на твердость проводили по ГОСТ 9450-76 на приборе Qness с нагрузкой на индикатор 800 г. Плотность образцов была рассчитана методом гидростатического взвешивания.

За материал прототип был взят образец карбида кремния, полученного методом пропитки в г. Обнинск, РФ.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Влияние температуры спекания на относительную плотность, а также твердость спеченных образцов, а также режимы спекания представлена в таблице 1. Как видно из данной таблицы при увеличении температуры спекания порошковой смеси до 1300 °С, наблюдается увеличение плотности и твердости образцов.

Таблица 1. Относительная плотность и твердость образцов, полученных спеканием при различных температурах.

№	Температура спекания, °С	Время выдержки, мин	m, г	ρ , г/см ³	Твердость, НВ 0,8
1	прототип	-	4,66	2,8	1800
2	1200	5	3,75	2,4	1181
3	1300	5	3,85	2,5	1560

На рисунке 1 приведены дифрактограммы, полученных образцов.

На поверхности образца, полученного при температуре 1300 °С, рисунок 1а, обнаружены фазы карбидов кремния с кубической кристаллической решеткой, металлический кремний (кубическая кристаллическая решетка) и графит с гексагональной кристаллической решеткой. Отличительной особенностью является наличие еще двух дополнительных фаз карбидов кремния с гексагональной кубической решеткой – карбид кремния-бета (6Н) и карбид кремния (2Н).

На поверхности образца, полученного при температуре 1200 °С, рисунок 1б, наиболее точно определены следующие фазы: фаза металлического кремния (кубическая кристаллическая решетка), фаза графита (гексагональная кристаллическая решетка), и пики малой интенсивности, которые находят хорошее соответствие с основными линиями карбида кремния с кубической кристаллической решеткой и аналогичным карбидом кремния.

На поверхности образца-прототипа, рисунок 1в, наиболее вероятными являются фазы двух карбидов кремния с кубической кристаллической решеткой – фаза металлического кремния (кубическая кристал-

лическая решетка), карбида кремния (муасаннит 6Н) с гексагональной кристаллической решеткой и графита с гексагональной кристаллической решеткой.

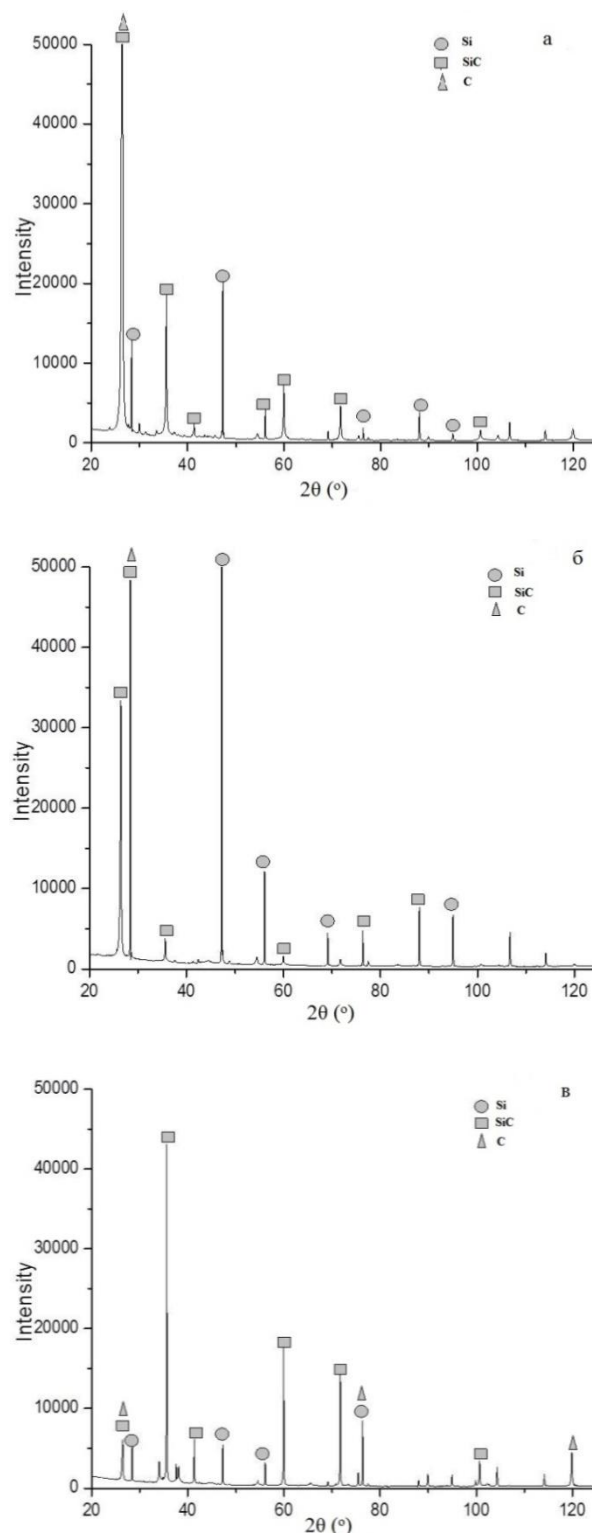


Рисунок 1. Дифрактограммы полученных образцов Si – 75 масс.% и C – 25 масс.% после спекания при температурах 1300 °С (а), 1200 °С (б), прототип материала (в)

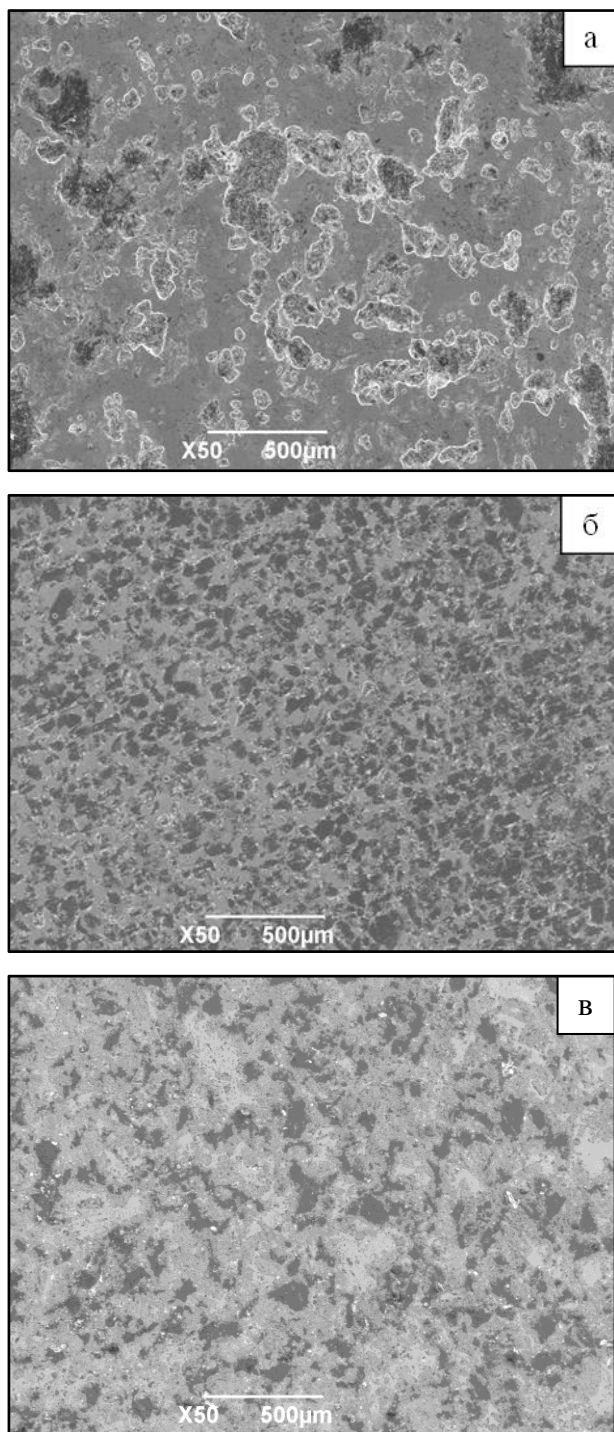


Рисунок 2. Микроструктура образцов Si -75 масс.% и C – 25 масс.% после спекания при температурах 1300 °C (а), 1200 °C (б), прототип материала (в)

ЛИТЕРАТУРА

1. Гузман И.Я. Химическая технология керамики / Гузман И.Я. – Москва: ООО РИФ «Стройматериалы». 2003. – 406 с.
2. Балкевич В.Л. Техническая керамика / Балкевич В.Л. – Москва: Стройиздат. 1984. – 256 с.
3. Evans R. S. Reaction Bonded Silicon Carbide / Evans R. S., Bourell D. L., Beaman J. J // SFF, Process Refinement and Applications. Department of Mechanical Engineering, The University of Texas at Austin, Solid Freeform Fabrication Proceedings. – 2003, P. 414 – 422.

В исследуемых образцах обнаружены фазы карбидов кремния с кубической и гексагональной кристаллической решеткой. Затруднительно точно произвести выбор между поли типами карбида кремния ввиду совпадения положений и относительных интенсивностей основных линий.

По результатам исследования микроструктуры (рисунок 2) можно сказать, что образцы состоят из трех фаз, основная из которых фаза карбида кремния, влияет на плотность и твердость материала, а также темная фаза углерода, которая влияет на антифрикционные свойства материала. Также было выявлено, что особенностью всех спеченных образцов является отсутствие трещин и пор по поверхности образцов.

Выводы

На основании анализа полученных результатов можно сделать следующие основные выводы:

- плотность образцов, полученных методом искроплазменного спекания, для температуры 1200°C составляет 2,4 г/см³, а для 1300°C 2,5 г/см³;
- методом рентгенофазового анализа, выявлено, что в структуре исследуемого образца три фазы: карбид кремния, кремний и углерод. Карбид кремния (SiC) имеет два типа кристаллической решетки: кубическую и гексагональную, а также в структуре материала также присутствует свободный кремний и углерод;
- установлена твердость полученного образца, которая при нагрузке HV 0,8 составляет от 1000 до 3000 HV.

Опираясь на полученные результаты можно сказать, что порошки, полученные из промышленного лома, могут быть использованы в качестве исходных составляющих для получения необходимого материала. Метод искроплазменного спекания также является оптимальным для получения материала со свойствами, не уступающими прототипу.

4. Munro R.G. Material Properties of a sintered SiC / Munro R.G. // J.Phys.Chem. Ref. Data. – 1997. - v. 26. - № 5. – P 1205-1203.
5. Матренин С.В., Слосман А.И. Техническая керамика. – Томск: Изд-воТом. политехн. университета, 2004. – 75 с.
6. Abderrazak H., Hmida E.S., “Silicon Carbide: Synthesis and Properties”; pp. 361–388 in Properties and Applications of Silicon Carbide, Edited by R. Gerhardt. InTech, Janeza Trdine, 2011.
7. Fend Z. C., SiC power materials: devices and applications. Ed. Springer series in material science, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, ISBN: 3-540-20666-3, 2014.
8. Biswas K., (2009), Liquid phase sintering of SiC-Ceramic, Materials science Forum, 624, pp: 91-108.
9. Ghosh B., Pradhan S.K., (July, 2009), Microstructural characterization of nanocrystalline SiC synthesized by high-energy ball-milling, Journal of Alloys and Compounds, 486, pp: 480–485.
10. Крамаренко Е.И., Кулаков В.В., Кенигфест А.М., Ситников С.А., Мозалев В.В. Получение и свойства фрикционных углерод-керамических материалов класса C/SiC. / Известия Самарского Научного Центра Российской Академии Наук, Самара, 2011, Том 13, №4-3, стр. 759-764.
11. Acheson, G. (1893) U.S. Patent 492 767 «Production of artificial crystalline carbonaceous material»
12. Bhaumik S. K. Synthesis and sintering of SiC under high pressure and high temperature / Bhaumik S. K., Divakar C., Usha Devi S. // J. Mater. Res. Soc.. - v. 14. - № 3. - P. 901–906.
13. Болдин М.С. Физические основы технологии электроимпульсного плазменного спекания: учеб.-метод. пособие / Нижегородский государственный университет. – Нижний Новгород, 2012. – 59 с.
14. С.Н. Перевислов, Д.Д. Несмелов, М.В. Томкович Получение материалов на основе SiC и Si_3N_4 методом высокочастотного плазменного спекания / Вестник Нижегородского университета им. Лобачевского, 2013, № 2 (2), с. 107-114.

ҰШҚЫНПАЗМАЛЫҚ ПІСІРУ ӘДІСІМЕН КРЕМНИЙ ЖӘНЕ КӨМІРТЕК НЕГІЗІНДЕ АЛЫНҒАН МАТЕРИАЛДАРДЫ ЗЕРТТЕУ

¹⁾ М.К. Скаков, ²⁾ Н.М. Мухамедова, ¹⁾ В.В. Бакланов, ¹⁾ Ш.Р. Курбанбеков, ¹⁾ Е.А. Кожакметов

¹⁾ ҚР ҰАЭО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

²⁾ Семей қаласының Шәкәрім атындағы Мемлекеттік университеті, Қазақстан

Осы жұмыста тәжірибе үлгілерін жасау бойынша технологиялық талаптарына сәйкес келетін, шикізат компоненттерінен тұратын кремний және көміртек негізінде алынған материалдардың эксперименттік үлгілері зерттелді. Зерттелетін үлгілер осы күндері перспективті болып табылатын ұшқынплазмалық пісіру әдісімен алынған болатын. Есептеу жолымен 75 масс.% кремний және 25 масс.% графитті (көміртекті негіз) құрайтын пісіру үшін арналған шихтаның құрамы анықталды. Тығыздығы 1200 °C температура кезінде 2,4 г/см³, ал 1300 °C кезінде – 2,5 г/см³ құрайтындығы белгілі болды. Рентгенофазалық талдауды жүргізу кезінде материалдың негізгі фазалары анықталды, олар материал прототипі ретінде алынған фазаларға сәйкес келді.

Қайнар сөздері: кремний карбиді, ұшқынплазмалық пісіру, керамика

INVESTIGATION OF THE MATERIAL OBTAINED ON THE BASIS OF SILICON AND CARBON USING SPARK PLASMA SINTERING METHOD

¹⁾ M.K. Skakov, ²⁾ N.M. Mukhamedova, ¹⁾ V.V. Baklanov, ¹⁾ Sh.R. Kurbanbekov, ¹⁾ Ye.A. Kozhakhmetov

¹⁾ Branch “Institute of Atomic Energy” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

²⁾ Shakarim State University of Semey, Kazakhstan

The present paper presents investigations of the experimental samples of a material obtained on the basis of silicon and carbon, consisting of raw components with the corresponding technological requirements for the manufacture of prototypes. The investigated samples were resulted by the spark plasma sintering method, which is currently promising. The composition of the burden used for sintering, which was 75 mass % of silicon and 25 mass % of graphite (carbon base), was determined by calculation. It is established that at a temperature of 1200 °C the density is 2.4 g/cm³, and at a temperature of 1300 °C – 2.5 g/cm³. During the X-ray phase analysis, the main phases of the material were identified, which correspond to the phases taken for the prototype material.

Keywords: silicon carbide, spark plasma sintering method, ceramics

УДК 539.2:536.42

ИЗМЕНЕНИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СТАЛИ ЭП-450, ОБЛУЧЕННОЙ ИОНАМИ ГЕЛИЯ И ДЕФОРМИРОВАННОЙ ПРИ РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Максимкин О.П., Цай К.В., Рофман О.В.

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

Выполнены исследования изменений механических свойств и микроструктуры образцов стали ЭП-450, легированных гелием равномерно по объему. Облучение ионами He^{+2} ($E = 40 \text{ МэВ}$) осуществлялось на изохронном циклотроне У-150М при температурах 100 °С и 400 °С до концентраций гелия 240 и 44 аррм, соответственно. Деформация по схеме одноосного растяжения проводилась при температурах 25, 400 и 800 °С. Показано, что механические характеристики необлученной и облученной при 100 °С стали слабо чувствительны к повышению температуры испытания до 400 °С. Сталь, облученная при 400 °С, демонстрирует снижение деформационного упрочнения. Пластичность образцов с гелием снижается при температурах деформации 25 и 400 °С и почти не зависит от концентрации гелия. При высокотемпературной деформации облученный материал демонстрирует пластичность, сравнимую с необлученным материалом, что свидетельствует об отсутствии эффекта ВТГО в стали ЭП-450 при данных концентрациях внедренного гелия и температуре испытания.

ВВЕДЕНИЕ

Нержавеющие стали феррито-мартенситного класса широко используются в ядерной энергетике и рассматриваются в качестве перспективных материалов активных зон атомных реакторов 4-го поколения и термоядерных установок. Наиболее привлекательным свойством феррито-мартенситных сталей (с ОЦК-структурой) является их относительно слабая подверженность распуханию и ползучести [1-3]. При этом информации по влиянию облучения высокоэнергетическими частицами, в частности, ионами гелия, на свойства и структуру указанных сталей недостаточно, особенно в сравнении с большим объемом аналогичных данных, полученных для аустенитных сталей. В настоящей работе объектом исследования являлась промышленная нержавеющая сталь феррито-мартенситного класса 12Х13М2БФР (ЭП-450), активно используемая в качестве материала твэлов в реакторах на быстрых нейтронах [4-8]. Представлены результаты экспериментального изучения влияния температуры испытаний на изменение механических свойств и микроструктуры стальных образцов, легированных гелием.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

Химический состав исследуемой стали ЭП-450 приведен в таблице 1. С целью проведения экспериментальных исследований были подготовлены образцы для механических испытаний в форме двойной лопатки с размерами рабочей части $0.2 \times 3.5 \times 10 \text{ мм}^3$. Образцы штамповали из полос толщиной 0.2 мм и подвергали термической обработке при 1050 °С (30 минут) с закалкой в воду и последующим восстановительным отжигом при 720 °С (1 час). Указанный режим термообработки необходим для регулирования соотношения долей ферритных и сорбитных зерен в стали. Согласно [7] аналогичная термообработка близкой по составу стали 1Х14М2БФР привела к соотношению феррит / сор-

бит – 50 : 50, а в работе [8] для стали ЭП-450 доля ферритных зерен составляла 35–40%. В нашем случае исходное соотношение долей феррита и сорбита после термообработки составляло 40 : 60.

Таблица 1. Химический состав образцов стали ЭП-450 (вес.%)

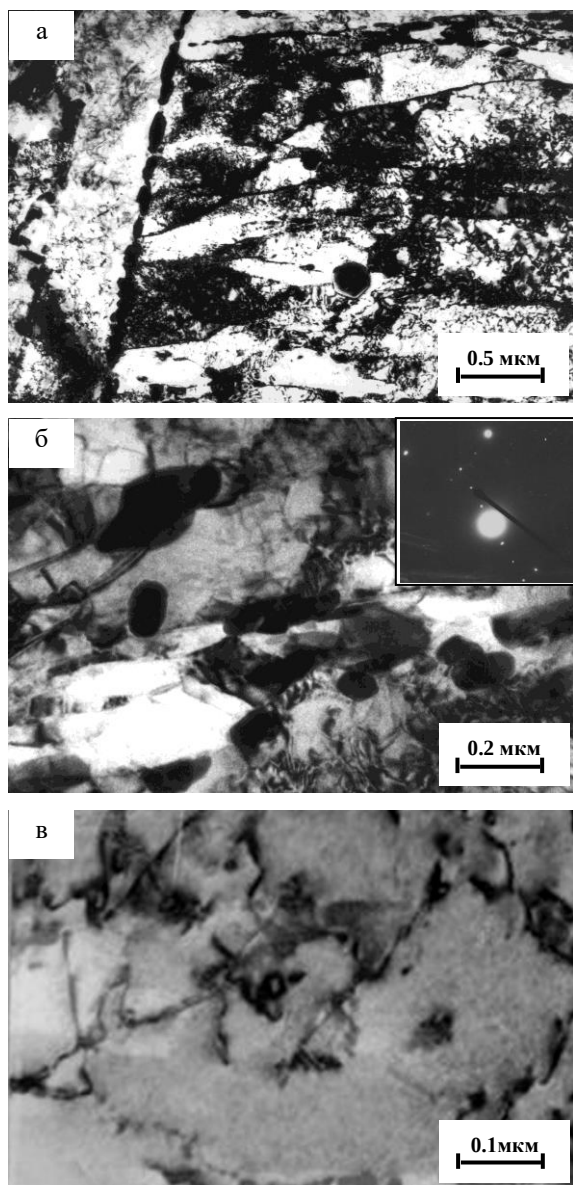
Fe	Cr	Ni	Mo	Nb	V	Mn	Si	C	B	S	P
ост.	12.6	0.28	1.54	0.41	0.23	0.39	0.14	0.12	0.004	0.012	0.01

Облучение ионами He^{+2} (альфа-частицами) с начальной энергией 40 МэВ проводили на изохронном ускорителе У-150М в двух режимах: до концентрации гелия в материале 240 аррм при температуре облучения ($T_{\text{обл}}$) 100 °С и до 44 аррм при 400 °С. Равномерность легирования гелием по объему плоских образцов обеспечивалась взаимосогласованным вращением образцов вокруг своей оси со скоростью до 100 об/мин под коллимированным пучком альфа-частиц. Регулирование температуры облучения достигалось с помощью охлаждения мишени с образцами потоком воздуха.

Испытания на растяжение с целью определения характеристик прочности и пластичности необлученной и облученной стали проводили на модернизированной разрывной установке ИМАШ-5с-69 в вакууме, не хуже $3 \times 10^{-3} \text{ Па}$, при различных температурах испытания, $T_{\text{исп}} = 25, 400 \text{ и } 800 \text{ °С}$. Скорость деформирования составляла 5 мм/мин. Перед растяжением образцы выдерживали в камере разрывной установки 15 мин при температуре эксперимента. Микротвердость по Виккерсу измерялась с помощью микротвердомера ПМТ-3 с нагрузкой на индентор 50 г. Из рабочих частей деформированных стальных образцов выбивали ПЭМ-диски диаметром 3 мм и с помощью шлифовки и последующей струйной электрополировки изготавливали из них объекты для микроструктурных исследований на просвечивающем электронном микроскопе JEM-100СХ.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Установлено, что исходная микроструктура стали ЭП-450 после термообработки состояла из зерен сорбита и феррита размером от 6 до 25 мкм (рис. 1). На границах и субграницах в сорбите наблюдались множественные вторичные выделения размером 0.05–0.3 мкм, идентифицированные как карбиды $M_{23}C_6$. В зернах феррита заметны мелкие (≤ 15 нм) предвыделения (по-видимому M_2X [9]), расположенные преимущественно на дислокациях. В то же время, в ферритных и сорбитных зернах развита дислокационная структура преимущественно сетчатого типа. Плотность дислокационных дефектов в сорбите $\sim (2-2.5) \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$, а в феррите примерно в 10 раз ниже.



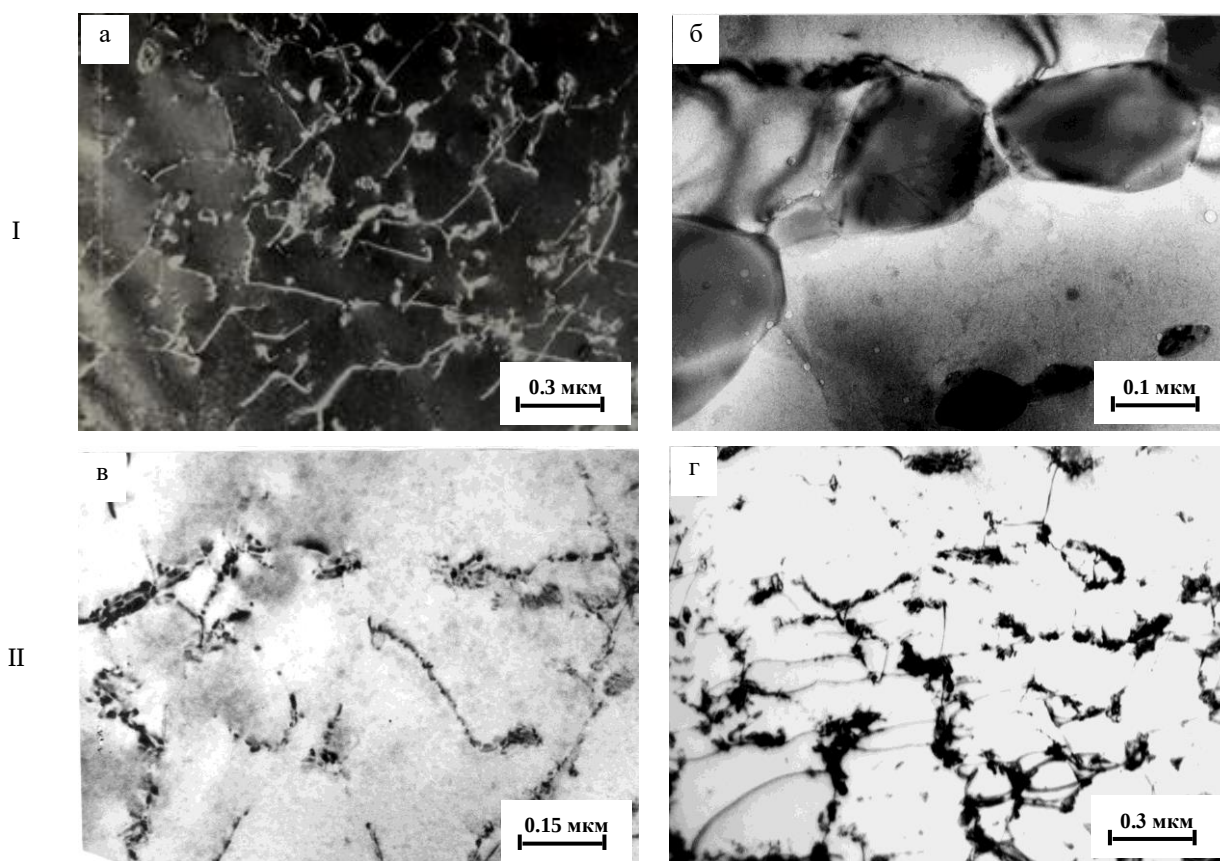
(а) сорбит; (б) выделения $M_{23}C_6$ по границам зерен;
(в) мелкие предвыделения в феррите

Рисунок 1. Микроструктура исходных образцов стали ЭП-450

После облучения микроструктура стали ЭП-450 с гелием оказалась близка к исходной, видимые скопления радиационных дефектов типа гелиевых пузырьков в феррите и сорбите не наблюдались. В стали с концентрацией внедренного гелия 240 атрт ($T_{обл}=100^\circ\text{C}$) в феррите выявлено образование дополнительных мелких кластеров дефектов (рис. 2а), которые отсутствовали в образцах с меньшей концентрацией гелия. Известно, что легирование аустенитных сталей гелием до $10 \dots 10^2$ атрт и последующий высокотемпературный отжиг инициируют развитие гелиевой пористости в матрице и по границам зерен [10, 11]. В нашем случае гелиевые пузырьки, с размерами 5–15 нм, были обнаружены в образцах с 240 атрт He после высокотемпературной деформации при 800°C . Пузырьки локализованы на дислокациях и границах зерен (рис. 2б), а наиболее крупные дефекты формируются на границе раздела матрица – выделение. В образцах с 44 атрт He, испытанных при повышенных температурах, также были выявлены радиационно-термические дефекты, локализованные на дислокациях в феррите. Это дефекты кластерного типа, которые можно интерпретировать как очень мелкие пузырьки гелия (рис. 2в), и предвыделения (рис. 2г).

На рис. 3 приведены типичные диаграммы растяжения в условных координатах «напряжение σ – относительная деформация ε » для необлученных и легированных гелием образцов стали ЭП-450 при различных $T_{исп}$. Характеристики прочности ($\sigma_{0.2}$, σ_B) и пластичности (δ , δ_p), определенные из диаграмм, в зависимости от температуры приведены на рис. 4.

Пластичность образцов стали ЭП-450, исходной и с гелием, при $T_{исп} = 25^\circ\text{C}$ и 400°C невелика, разрушение материала происходит без образования заметной «шейки» на образце. Определение площади поперечного сечения плоских образцов по длине рабочей части после деформации показывает, что средние величины локальных деформаций $\varepsilon = S_i / S_0$ (где S_0 и S_i – площади сечения образца до и после деформации) на расстоянии 1–2 мм от места разрыва не превышают 0.15 для исходной стали и 0.1 для стали с гелием. В ходе пластической деформации при 400°C на кривых « $\sigma - \varepsilon$ » регистрируется зубчатость (эффект Портевена – Ле Шателье [12]), свидетельствующая о нестабильности пластического течения, когда в материале превалируют процессы динамического деформационного старения, приводящие к дополнительному упрочнению стали. При $T_{исп} = 400^\circ\text{C}$ в образцах с 44 атрт He имеет место снижение прочностных характеристик материала, по сравнению с испытаниями при комнатной температуре, с одновременной потерей пластичности, тогда как образцы с более высокой концентрацией гелия (240 атрт) демонстрируют значительное упрочнение и невысокую пластичность.



I – легирование до 240 атрт, $T_{\text{обл}} = 100\text{ }^{\circ}\text{C}$; II – легирование до 44 атрт при $T_{\text{обл}} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$
(а) кластеры дефектов до деформации; (б) пузырьки гелия после деформации при $800\text{ }^{\circ}\text{C}$;
(в) кластеры на дислокациях после деформации при $400\text{ }^{\circ}\text{C}$; (г) предвыделения после деформации при $800\text{ }^{\circ}\text{C}$

Рисунок 2. Радиационно-термические дефекты в стали ЭП-450, легированной гелием, до и после деформации при повышенных температурах

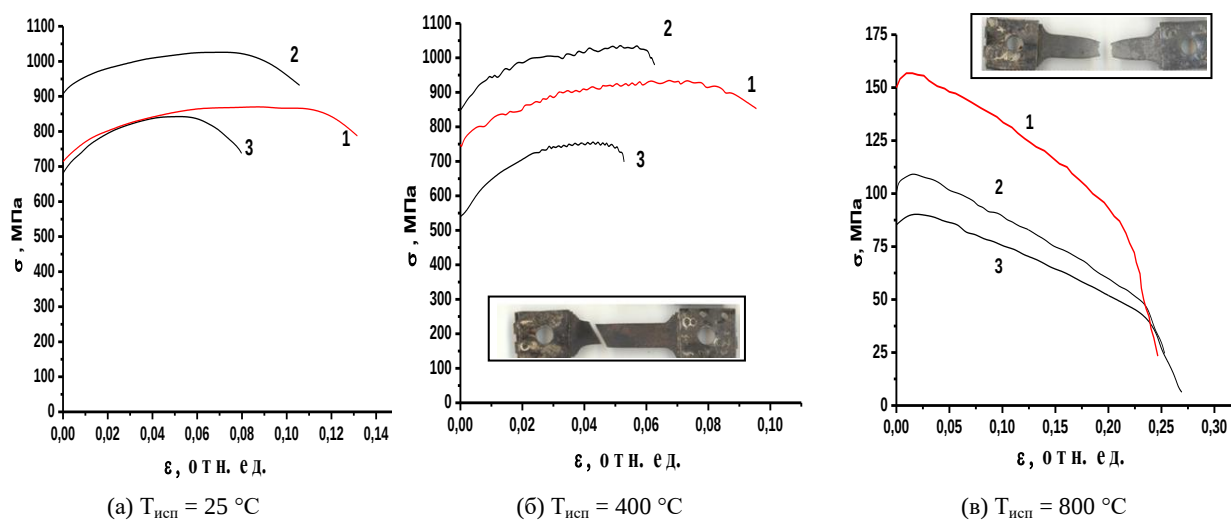


Рисунок 3. Диаграммы растяжения плоских образцов стали ЭП-450, необлученной (кривая 1) и легированной гелием до концентраций 240 атрт (кривая 2) и 44 атрт (кривая 3)

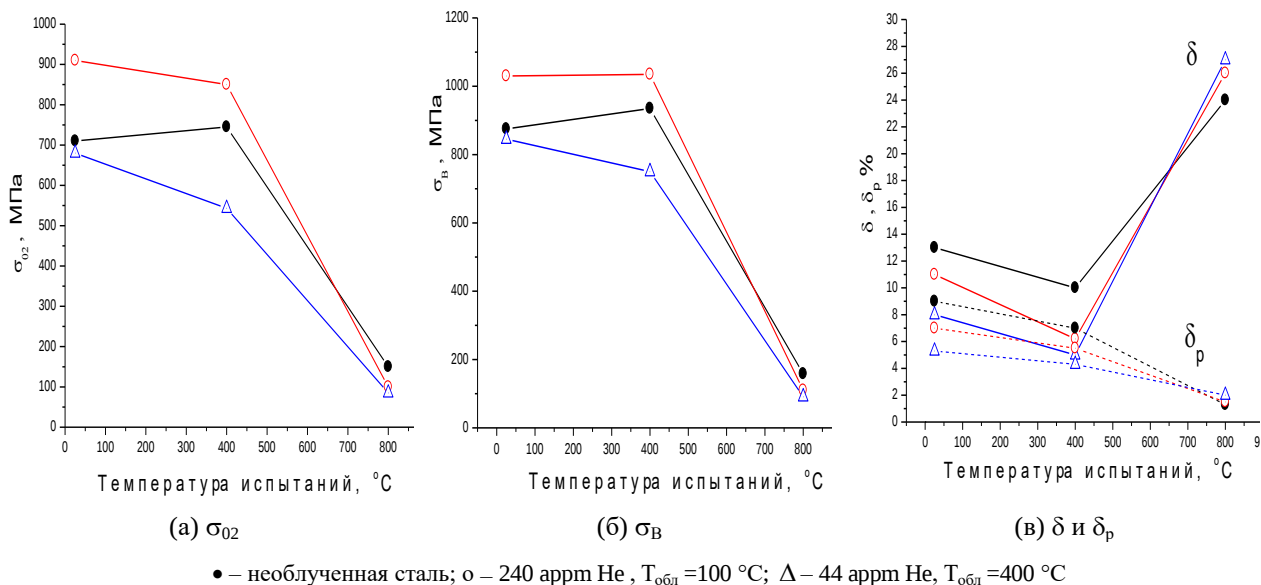


Рисунок 4. Изменение механических характеристик стали ЭП-450 с ростом температуры деформации

В образцах, деформируемых при 800 °C, преобладают зернограницные процессы, что отражается на виде кривых течения: наблюдается вырождение области равномерной деформации и наличие протяженной области разупрочнения. При $T_{исп} = 800$ °C прочностные характеристики стали ЭП-450 с гелием в 1.5 раза ниже по сравнению с необлученным материалом. При этом пластичность всех испытанных образцов возрастает в 2 раза по сравнению с деформацией при комнатной температуре. Различия в показателях прочности и пластичности для образцов с разными режимами легирования в условиях высокотемпературной деформации незначительны. Можно отметить также, что при $T_{исп} = 800$ °C на плоских образцах образовывалась одна ярко выраженная «шейка», и наблюдалась ранняя локализация деформации при $\delta < 0.1$. Оценка средних значений локальной деформации и напряжений в области «шейки» в образце с 44 appm He дала: $\varepsilon_i = 0.54$ и $\sigma_i = 92$ МПа. Таким образом, локальная ε_i в «шейке» почти в 2 раза выше инженерной δ , а величина напряжений перед разрушением сравнима с σ_b .

Как видно из рис. 4в, показатель равномерной деформации δ_p в образцах, с разным режимом облучения и необлученных, с ростом $T_{исп}$ изменяется незначительно, тогда как полная деформация δ существенно увеличивается при $T_{исп} = 800$ °C. Это указывает на то, что повышение температуры наиболее сильно влияет на процессы локализации деформации в образцах стали ЭП-450 независимо от степени предварительного облучения.

Проведены ПЭМ-исследования микроструктуры необлученной стали ЭП-450 и стали с гелием после деформаций до $\varepsilon = 0.1\text{--}0.15$ (при $T_{исп} = 25$ °C и 400 °C) и $\varepsilon = 0.45\text{--}0.5$ (при $T_{исп} = 800$ °C). Указанные ε соответствовали участкам на образцах, из которых были приготовлены ПЭМ-объекты. Показано, что характерной особенностью деформационной структуры стали с ростом $T_{исп}$ является замещение дислокационных скоплений сетчатого, сетчато-ячеистого типа на редкие дислокации «леса» в матрице и интенсивное развитие зернограницных дислокаций.

В образцах, легированных гелием до 44 appm (рис. 5), при $T_{исп} = 25$ °C плотность дислокаций в феррите возрастает до $1.5 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$ и мало изменяется в сорбите, $3 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$. После растяжения при 400 °C плотность дислокаций в феррите уменьшается до $2.5 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ (в необлученной стали до $4 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$). В сорбитных зернах и областях феррита, прилегающих к сорбиту, плотность дислокаций все еще существенно выше, $\sim 2 \times 10^{11} \text{ см}^{-2}$. Наиболее заметные изменения микроструктуры ферритных зерен наблюдались при $T_{исп} = 800$ °C. Здесь наряду с общим уменьшением плотности дислокаций до $2 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ имело место расширение участков матрицы, свободных от дислокаций либо заполненных редкими дислокациями «леса», окруженных «дислокационными стенками» (рис. 6а). Плотность дислокаций в «стенках» и по границам зерен возрастала до величин, кратных 10^{12} см^{-2} . Последнее указывает на то, что деформация при данной температуре сосредотачивается в узкой области, локализованной по границам и субграницам в зерне.

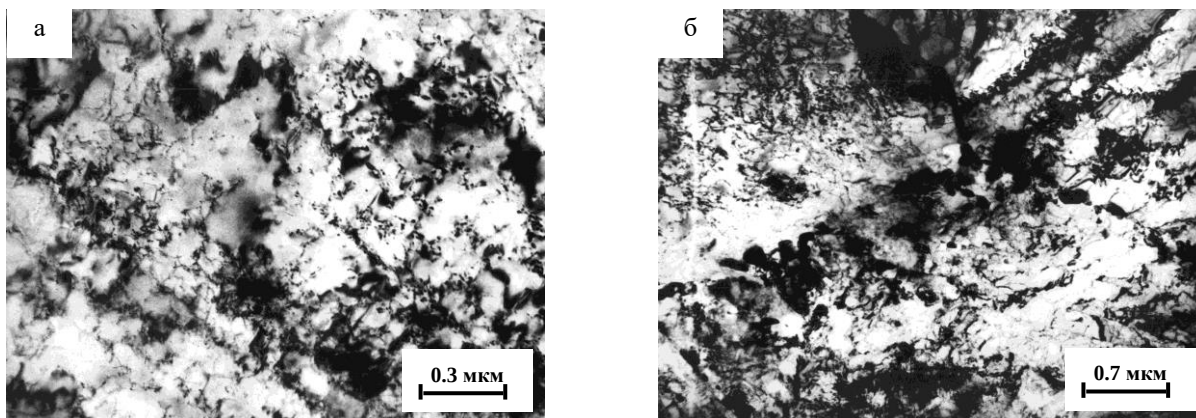


Рисунок 5. Дислокационная структура в стали ЭП-450 с гелием (44 аргп) после деформации при различных температурах: (а) – 25 °С, (б) – 400 °С

В образцах, легированных гелием до 240 аргп, с увеличением $T_{исп}$ плотность дислокаций в ферритных зернах уменьшалась следующим образом: от 10^{11} см^{-2} при $T_{исп} = 25 \text{ °C}$ до $4 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ – при 400 °С и $2 \times 10^{10} \text{ см}^{-2}$ – при 800 °С. Плотность дислокаций в сорбите изменялась аналогично тому, что наблюдалось для необлученной стали и стали с меньшим содержанием гелия. В результате высокотемпературной деформации различия в плотности дислокаций в сорбитных и ферритных зернах незначительны. Сорбитные зерна отличаются наличием множественных субграниц и карбидных выделений. При этом с ростом температуры деформации отмечается рекристаллизационное укрупнение субзерен с потерей исходной текстуры, заметное уменьшение содержания карбидов $M_{23}C_6$ и, одновременно, увеличение размеров остаточных карбидов (рис. 6б).

Результаты измерения микротвердости стали ЭП-450 с гелием (44 аргп, $T_{обл} = 400 \text{ °C}$) после деформации при различных температурах приведены на рис. 7. Видно, что изменения микротвердости по длине рабочей части деформированного образца существенно отличаются в случае $T_{исп} = 800 \text{ °C}$ по сравнению с 25 и 400 °С. При низкой температуре

$T_{исп} = 25 \text{ °C}$ микротвердость практически не меняется от места разрыва к головке образца, при $T_{исп} = 400 \text{ °C}$ на образце наблюдаются участки с небольшим дополнительным упрочнением. При $T_{исп} = 800 \text{ °C}$ деформированный материал демонстрирует сильное разупрочнение – максимальное в области «шейки». Из-за малой величины зерна (средние размеры ферритных и сорбитных зерен составляют $\sim 10\text{--}15 \text{ мкм}$) не удалось измерить микротвердость отдельно в ферритной и сорбитной фракциях, и приведенные значения на графике представляют собой усредненную величину микротвердости материала. Хотя ясно, что при $T_{исп} = 25$ и 400 °С микротвердость сорбитной составляющей может в несколько раз превышать микротвердость ферритных зерен. Это, в частности, подтверждается исследованиями [13]. В случае растяжения при 800°С структурные различия между ферритом и сорбитом уменьшаются, что может привести к близким по величине значениям микротвердости феррита и сорбита. Разупрочнение вблизи зоны разрыва может быть связано с образованием множества микротрещин, которые сформировались в результате зернограницного проскальзывания.

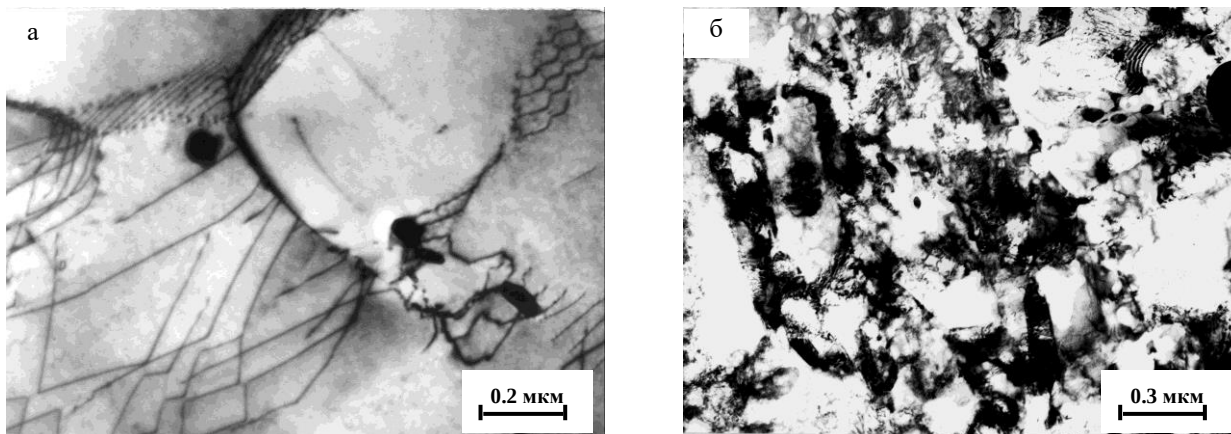


Рисунок 6. Структура зерен феррита (а) и сорбита (б) в стали ЭП-450 с гелием после деформации при 800 °С

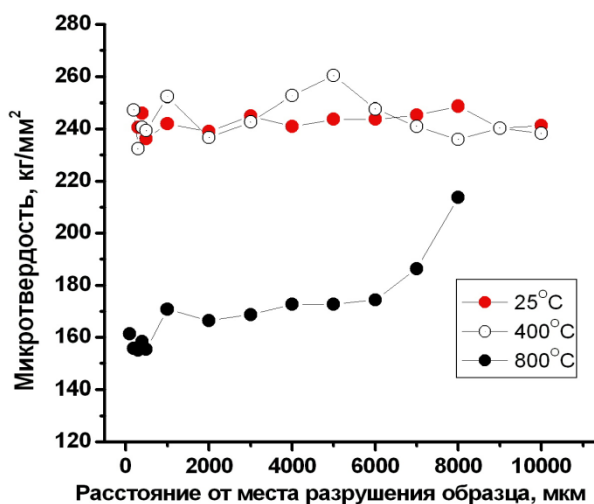


Рисунок 7. Изменение микротвердости образцов стали ЭП-450 с гелием (44 атт, $T_{обл} = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$), деформированной при различных температурах

Анализ данных ПЭМ показывают, что пластическая деформация при низких и средних температурах, в основном, протекает в относительно мягких ферритных зернах, и слабо затрагивает твердую сорбитную фракцию. Прочностные характеристики стали ЭП-450 определяются состоянием и концентрацией внедренного гелия в матрице и различны в случае «горячего» и «холодного» легирования. Снижение пластичности облученной стали также обусловлено наличием гелия в материале, но слабо зависит от его концентрации. При этом пластичность стали с 44 атт Не ниже, чем в случае более высокого легирования.

Разрушение стальных образцов, вероятнее всего, развивается в более твердой сорбитной фазе либо по границам раздела феррит-сорбит, которые изначально характеризуются высокой плотностью дислокаций и карбидных выделений. Критические напряжения, вызывающие растрескивание, по времени формирования в образцах «горячего» легирования несколько опережают аналогичные события в образцах «холодного» легирования. Это связано с тем, что в ходе облучения при $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ гелий подвижен и уходит на границы раздела и дислокации, а при $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ значительная часть гелия в виде малых кластеров равномерно распределена в матрице, а на границы попадает, в основном, во время пластической деформации. Наличие гелиевых кластеров в матрице определяет высокое значение σ_{02} стали, облученной при $100\text{ }^{\circ}\text{C}$. Выход гелия на поверхности раздела матрица – выделение и границы зерен служит основной причиной раннего охрупчивания стали ЭП-450 при деформации при $T_{исп} = 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ и $400\text{ }^{\circ}\text{C}$. При $T_{исп} = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ в стали ЭП-450 наблюдается пластическая деформация по границам зерен, и, одновременно, «размягчение» сорбитной фазы за счет растворения части мелких карбидных частиц,

отжига дислокаций и субзеренных границ. Это приводит к снижению прочностных характеристик и увеличению пластичности. При этом пластичность материала практически не зависит от режима предварительного легирования гелием. Отсутствие эффекта высокотемпературного гелиевого охрупчивания (ВТГО) в образцах ЭП-450 в ходе высокотемпературных испытаний свидетельствует о том, что данные концентрации внедренного гелия в ОЦК-материале с изначально высокой плотностью границ и дислокаций все еще недостаточно высоки.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено исследование влияния температуры деформации на изменение механических свойств и микроструктуры нержавеющей стали феррито-мартенситного класса ЭП-450, облученной ионами He^{+2} ($E = 40\text{ МэВ}$). В микроструктуре стали после легирования гелием при $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ до концентрации 240 атт наблюдали кластеры дефектов, а после деформации при $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ – появление гелиевых пузырьков размером 5–15 нм на дислокациях, границах зерен и выделениях. В стали, легированной до 44 атт Не при $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ и подвергнутой деформации при повышенных температурах, были обнаружены кластеры дефектов на дислокациях и предвыделения.

Механические характеристики необлученной и облученной при $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ стали ЭП-450 слабо чувствительны к повышению температуры испытаний до $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, тогда как сталь, облученная при $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, демонстрирует значительное падение упрочнения. Пластичность стали ЭП-450 с гелием снижается, по сравнению с необлученным материалом, при $T_{исп} = 25$ и $400\text{ }^{\circ}\text{C}$, что обусловлено наличием гелия на поверхности раздела фаз, границах зерен и дислокациях. При этом величина пластичности практически не зависит от концентрации гелия. При высокотемпературных испытаниях ($800\text{ }^{\circ}\text{C}$) сталь с гелием демонстрирует пластичность сравнимую со случаем необлученного материала. Это свидетельствует об отсутствии эффекта ВТГО в стали ЭП-450 при данных концентрациях внедренного гелия.

ЛИТЕРАТУРА

1. Garner, F.A. Comparison of swelling and irradiation creep behaviour of fcc-Austenitic and bcc-ferritic/martensitic alloys at high neutron exposure / F.A.Garner, M.B.Toloczko, B.H.Spencer // J.Nucl. Mater. – 2000. – V.276. – P. 123-142.
2. Malloy, S.A. The effects of fast reactor irradiation condition on the tensile properties of two ferritic/martensitic steels / S.A.Malloy, M.B.Toloczko, K.J.McClellan, T.Romero, Y.Kohno, F.A. Garner, R.J.Kurtz, A.Kimura // J. Nucl. Mater. . – 2006. – V.356. – P. 62-69.
3. Neklyudov, I.M. Features of structure-phase transformations and segregation processes under irradiation of austenitic and ferritic-martensitic steels / I.M. Neklyudov, V.N. Voyevodin // J. Nucl. Mater. –1994. – V. 212-215, Part 1. – P. 39 - 44.
4. Borodin, O.V. Investigation of microstructure of ferritic-martensitic steels containing 9 and 13% Cr irradiated with fast neutrons / O.V. Borodin, V.V. Bryk, V.N. Voyevodin , I.M. Neklyudov, V.K. Shamardin // J. Nucl. Mater. – 1993. – V.207. – P. 295-302.
5. Porollo, S.I. Influence of high dose neutron irradiation on microstructure of EP-450 ferritic–martensitic steel irradiated in three Russian fast reactors/ S.I.Porollo, A.M.Dvoriashin, Yu.V.Konobeev, F.A.Garner // J. Nucl. Mater. – 2004. – V.329-333. – P.314 - 320.
6. Dvoriashin, A.M. Mechanical properties and microstructure of three Russian Ferritic/Martensitic Steels irradiated in BN-350 to 50 dpa at 490oC / A.M.Dvoriashin, S.I.Porollo, Yu.v.Konobeev, N.I.Buldykin, E.G.Mironova, F.A.Garner // J. Nucl. Mater. – 2007. –V. 367-370. –P. 92-96.
7. Agueev, V. S. Influence of structure and phase composition on lCr13Mo2NbVB steel mechanical properties in initial, aged, and irradiated states / V. S. Agueev, V. N. Bykov, A.M. Dvoryashin, V. N. Golovanov, E. A. Medvedeva, V.V.Romaneev, V.K.Shamardin, A.N.Vorobiev // Effects of Radiation on Materials: 14th International Symposium. Volume 1. ASTM STP 1046, American Society for Testing and Materials, Philadelphia. – 1989. – P. 98 –113.
8. Панченко, В.Л. Исследования микроструктуры феррито-мартенситной стали 1Х13М2БФР после высокодозного облучения в реакторе БН-600 / В.Л. Панченко, С.А. Аверин, А.В .Козлов // ВАНТ «ФРП и РМ» . – 1999. – V. 75, вып. 3. – С. 111-116.
9. Воеводин, В.Н. Эволюция структурно-фазового состояния и радиационная стойкость конструкционных материалов / В.Н. Воеводин, И.М.Неклюдов.- Киев: Наукова Думка, 2006. – 375 с.
10. Braski, D.N. The effect of tensile stress on the growth of helium bubbles in an austenitic stainless steel / D.N.Braski, H. Schroeder, H. Ullmaier // J. Nucl. Mater. – 1979. – V.83. – P. 265 - 277.
11. Vagin, S.P. Helium effect on the structure of Fe0.6Cr15Ni3Mo0.5Nb steel / S.P. Vagin, B.D. Utkelbayev, P.V.Chakrov // J. Nucl. Mater. – 1996. –V 233 – 237. – P.1168– 1173.
12. Kubin, L.P. The Portevin-Le Chatelier Effect in Deformation with Constant. Stress Rate / L. P.Kubin, Y. Estrin // Acta Metallurgica. – 1985. – V.33. – P. 397– 407.
13. Maksimkin, O.P. Phase stability observed in EP-450 ferritic-martensitic steel irradiated at ~300C to 40.3 dpa in the BN-350 fast reactor / O.P. Maksimkin, L.G. Turubarova, T.A. Doronina, F.A. Garner // Transaction of the American Nuclear Society. – 2010. –V.102. – P. 833-835.

ГЕЛИЙ ИОНДАРЫМЕН СӘУЛЕЛЕНДІРІЛГЕН ЖӘНЕ ӘРТҮРЛІ ТЕМПЕРАТУРАЛАРДА ДЕФОРМАЦИЯЛАНҒАН ЭП-450 БОЛАТТЫҢ МИКРОҚҰРЫЛЫМЫНЫҢ ЖӘНЕ МЕХАНИКАЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІНІҢ ӨЗГЕРҮІ

О.П. Максимкин, К.В. Цай, О.В. Рофман

Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Көлемі бойынша бірқалыпты гелий ендірілген ЭП-450 болат үлгілерінің механикалық қасиеттері мен микроқұрылымының өзгеруіне зерттеулер орындалды. 100 °С және 400 °С температураларда, сәйкесінше 240 және 44 аррпм концентрацияларға дейін У-150М изохрондық циклотронында He⁺² (E=40 МэВ) иондарымен сәулелендіру жүзеге асырылды. Бірөсті созу сұлбасы бойынша деформациялау 25, 400 және 800 °С температураларда өткізілді. 100 °С температурада сәулелендірілмеген және сәулелендірілген ЭП-450 болаттың механикалық сипаттамалары сынақ температурасының 400 °С дейін көтерілуіне әлсіз сезімтал болатыны көрсетілді. 400 °С сәулелендірілген болат деформациялық беріктелудің төмендейтінін көрсетеді. 20 және 400 °С деформация температураларында гелийлі үлгілердің пластикалылығы төмендейді және гелий концентрациясынан айтарлықтай тәуелсіз болады. Сәулелендірілмеген материалмен салыстырғанда жоғары температуралы деформацияда сәулелендірілген материал пластикалық болатыны көрсетілді, бұл осы концентрацияларда гелий ендірілген ЭП-450 болатта ЖТГО эффектiнiң болмайтындығын куәландырады.

**THE EFFECT OF IRRADIATION WITH HELIUM IONS ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL
PROPERTIES OF EP-450 STEEL DEFORMED AT VARIOUS TEMPERATURES**

O.P. Maksimkin, K.V. Tsay, O.V. Rofman

Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan

This research examines mechanical properties and microstructural changes of EP-450 steel implanted with He. Steel samples were uniformly implanted with He⁺² ions (40 MeV) to concentrations of 240 appm and 44 appm at 100 °C and 400 °C using U-150M isochronous cyclotron. Uniaxial tensile tests were performed at 25 °C, 400 °C and 800 °C. It was shown that at 100 °C mechanical characteristics of non-irradiated and irradiated EP-450 steel are less sensitive to temperature increase up to 400 °C. Steel samples irradiated at 400 °C show a decrease in strain hardening. Plasticity of the irradiated samples decreases at tensile temperatures 25 °C and 400 °C and almost independent on He concentration. High-temperature deformation of the irradiated material leads to similar plasticity as that for non-irradiated material which indicates that high temperature He embrittlement does not present in EP-450 steel at given conditions.

УДК: 539.17.

ИССЛЕДОВАНИЕ УПРУГОГО РАССЕЯНИЯ ^{20}Ne НА ЯДРАХ ^{12}C ПРИ ЭНЕРГИЯХ НИЖЕ КУЛОНОВСКОГО БАРЬЕРА

^{1,2)} Буртебаев Н., ²⁾ Буртебаева Д.Т., ^{1,2)} Жолдыбаев Т.К., ²⁾ Керимкулов Ж.К., ^{1,2)} Насурлла М.,
³⁾ Амангелди Н., ³⁾ Мауей Б., ³⁾ Кок Е., ⁴⁾ Сакута С.Б., ⁵⁾ Спиталери К.

¹⁾ Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан

²⁾ Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

³⁾ Евразийский университет им. Л. Н. Гумилева, Астана, Казахстан

⁴⁾ Национальный исследовательский центр «Курчатовский институт», Москва, Россия

⁵⁾ Национальный институт ядерной физики, Национальная южная лаборатория, Катания, Италия

На ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60 при энергиях $E_{\text{лаб}} = 30$ и 35 МэВ были измерены угловые распределения упругого рассеяния ионов ^{20}Ne на ядрах ^{12}C . Экспериментальные дифференциальные сечения для энергии $E_{\text{лаб}} = 30$ МэВ хорошо воспроизводятся в рамках стандартной оптической модели в полном угловом диапазоне. При энергии ^{20}Ne 35 МэВ на больших углах наблюдается дифракционная структура, не объяснимая как потенциальным рассеянием, так и обменным механизмом передачи кластера ^8Be . Вклад обменного механизма не превышает 1%.

ВВЕДЕНИЕ

В угловых распределениях рассеянных частиц, а также частиц, образующихся в результате ядерных реакций, под большими углами часто наблюдается аномальный рост сечений, необъяснимый в рамках прямых процессов. Особенно ярко это явление проявляется в упругом рассеянии и реакциях на легких сильно кластеризованных ядрах 1p-оболочки [1, 2], в частности на изотопах лития и бериллия. Подъем сечений в области больших углов удается воспроизвести только с учетом обменных механизмов передачи кластеров d , t , ^3He и α -частиц [1-6]. Поэтому изучение поведения сечений под большими углами позволяет получить информацию о кластерной структуре ядер. Для более тяжелых систем $^{16}\text{O}+^{12}\text{C}$, $^{20}\text{Ne}+^{16}\text{O}$ в угловых распределениях упругого рассеяния, измеренных при энергиях вблизи кулоновского барьера [7-9], также наблюдается значительный подъем сечений, который объясняется вкладом механизма упругой передачи α -частичного кластера.

Передача альфа кластера в столкновениях ядер ^{10}B , ^{12}C , ^{14}N , ^{16}O , ^{20}Ne , в которых хорошо выражена α -кластерная структура, была исследована в работе [10] при энергии налетающих частиц 5-7 МэВ на нуклон. Однако спектроскопические факторы, полученные в обычном подходе, оказались значительно больше, чем теоретические значения. Причиной этого расхождения могло быть пренебрежение эффектами связи каналов, а также и то, что измерения были выполнены только в области углов передней полусферы, и это не позволило учесть вклад обменных механизмов.

В работе [11] было измерено упругое рассеяние для системы $^{12}\text{C}+^{20}\text{Ne}$ в диапазоне энергий $E_{\text{цм}} = 17$ - 35 МэВ. Анализ измеренного углового распределения рассеянных частиц при энергии неона $E_{\text{цм}} = 24,7$ МэВ ($E_{\text{лаб}} = 65,87$ МэВ) был проведен в рамках метода связанных каналов. Ни один из используемых в расчетах оптических потенциалов не вос-

производит ход экспериментальных сечений, особенно под большими углами. Возможно, это связано с тем, что в расчетах не учтен вклад обменного механизма передачи ^8Be в реакции $^{12}\text{C}(^{20}\text{Ne}, ^{12}\text{C})^{20}\text{Ne}$, физически неотличимой от упругого рассеяния.

С целью выяснения динамики роста сечений под большими углами в зависимости от энергии пучка нами были проведены измерения угловых распределений упругого рассеяния ионов ^{20}Ne на ядрах ^{12}C при более низких энергиях ($E_{\text{лаб}} = 30$ и 35 МэВ) налетающих частиц в широком интервале углов.

ЭКСПЕРИМЕНТ

Измерения были выполнены на циклотроне ДЦ-60 ИЯФ (Астана, Казахстан) с пучком ионов ^{20}Ne , ускоренных до энергий $E_{\text{лаб}} = 30$ и 35 МэВ. В качестве мишени использовалась углеродная пленка толщиной 30 мкг/см^2 с неоднородностью не более 5%. Регистрация и идентификация продуктов ядерных реакций была проведена с помощью методики двухмерного анализа ΔE - E и телескопа кремниевых поверхностно-барьерные детекторов производства ORTEC. Толщина ΔE детектора составляла 8 мкм и E детектора – 200 мкм . Типичный двухмерный спектр продуктов ядерных реакций при взаимодействии ^{12}C и ^{20}Ne показан на рисунке 1. Как видно из рисунка, ΔE - E методика позволяет надежно разделить локусы, относящиеся различным типам частиц. На рисунке 2 приведен пример одномерного энергетического спектра рассеянных ядер ^{20}Ne , измеренный при энергии 35 МэВ под углом 30° , и полученный из выделенного красным цветом (на рисунке 1) локуса, отвечающего ядрам неона. Левый пик на рисунке 2 отвечает рассеянию ^{20}Ne на ядрах ^{12}C , пик справа – на ядрах ^{16}O .

В результате обработки экспериментальных данных получены угловые распределения упругого рассеяния ^{20}Ne на ^{12}C в диапазоне углов 40° - 160° в системе центра масс (см. рисунки 3 и 4).

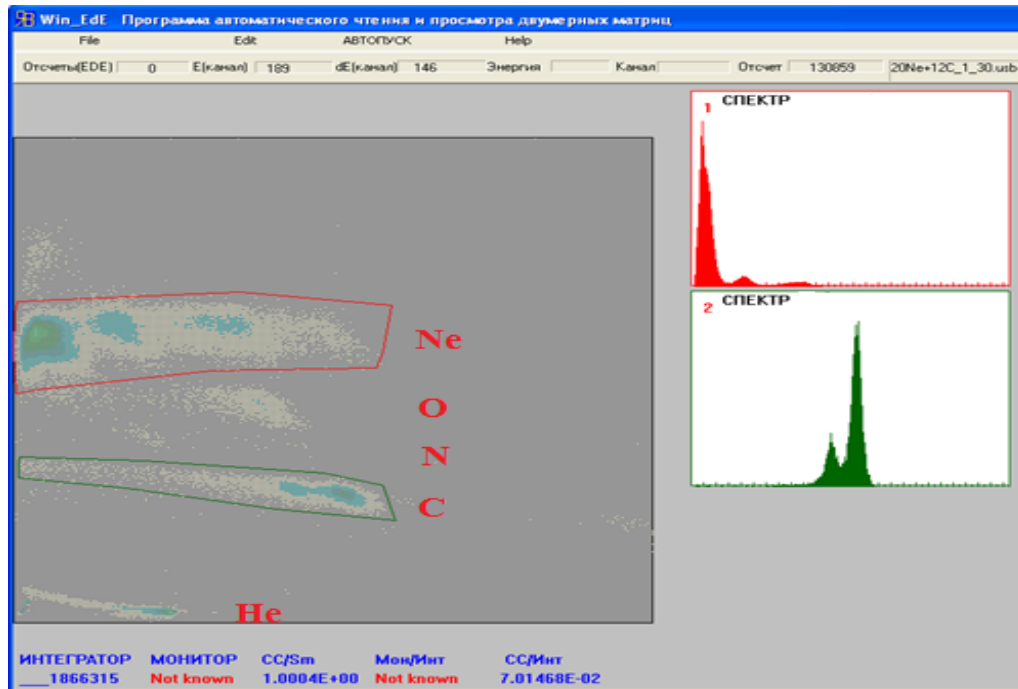


Рисунок 1. Двухмерный спектр продуктов ядерных реакций при взаимодействии ^{20}Ne с ядрами ^{12}C , измеренный под углом 30° в лабораторной системе координат при энергии пучка 35 МэВ

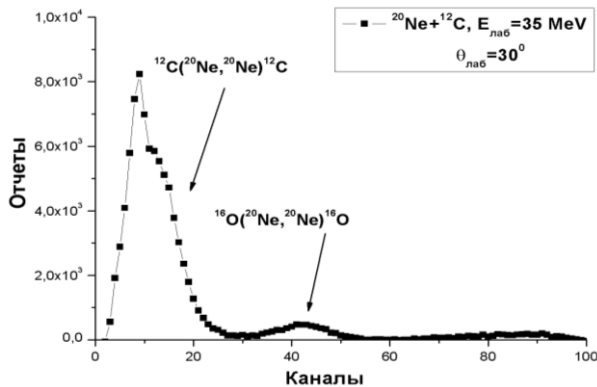


Рисунок 2. Энергетический спектр упругого рассеяния ^{20}Ne , измеренный под углом 30° в лабораторной системе координат при $E_{\text{лаб}} = 35$ МэВ

АНАЛИЗ ДАННЫХ

Анализ данных по упругому рассеянию в рамках оптической модели ядра является наиболее распространенным методом получения информации о потенциалах межъядерного взаимодействия.

В этой модели влияние неупругих каналов учитывается феноменологически введением мнимой поглощающей части в потенциал взаимодействия сталкивающихся ядер. В рамках этого подхода проблема многих тел в рассеянии ядер сводится к более простой задаче – рассеянию в поле комплексного оптического потенциала, форма и величина которого определяется оптимизацией значений параметров модели при сравнении результата расчетов с экспери-

ментальными данными. Формально, такая процедура связана с решением уравнения Шредингера:

$$\Delta\Psi + \frac{2\mu}{\hbar^2}[E - U(r)]\Psi = 0, \quad (1)$$

с комплексным потенциалом $U(r)$. Здесь $\mu = m A_p A_t / (A_p + A_t)$ – приведенная масса сталкивающихся ядер, A_p и A_t – массовые числа налетающего ядра и ядра мишени, m – масса нуклона, E – кинетическая энергия относительно движения в системе центра масс.

Обычно расчеты ограничиваются только центральными потенциалами, зависящими лишь от расстояния между центрами масс сталкивающихся ядер. Это оправдано тем, что, как показывают детальные теоретические исследования, спин-орбитальное взаимодействие не оказывает практического влияния на дифференциальное сечение упругого рассеяния в области передних углов. Таким образом, оптический потенциал можно записать в виде:

$$U(r) = V_C(r) - V(r) - i(W_V(r) + W_S(r)). \quad (2)$$

Первый член представляет собой кулоновский потенциал. Так как рассеяние не чувствительно к конкретной форме распределения заряда, и, следовательно, нет никакой необходимости учитывать его диффузный край, то для практических целей достаточно брать кулоновский потенциал равномерно заряженной сферы в виде

$$V_C(r) = \frac{Z_p Z_t e^2}{2R_C} (3 - r^2 / R_C^2) \quad \text{для } r < R_C,$$

$$V_C(r) = \frac{Z_p Z_t e^2}{r} \quad \text{для } r > R_C, \quad (3)$$

где $R_C = r_C A_t^{1/3}$ – кулоновский радиус, а Z_p и Z_t – заряды налетающей частицы и ядра мишени. Остальные члены формулы (2) описывают ядерное взаимодействие.

Обычно в качестве ядерного берется потенциал Вудса-Саксона с таким набором феноменологических параметров, при котором достигается наилучшее согласие с экспериментом, или потенциал, вычисленный теоретически на основе фундаментального нуклон-нуклонного взаимодействия.

В первом случае действительная часть задается в виде:

$$V(r) = V_0 \left[1 + \exp\left(\frac{r - R_v}{a_v}\right) \right]^{-1}, \quad (4)$$

а мнимая часть, отвечающая объемному поглощению:

$$W_v(r) = W_0 \left[1 + \exp\left(\frac{r - R_w}{a_w}\right) \right]^{-1} \quad (5)$$

и поверхностному поглощению:

$$W_s(r) = -4a_D W_D \frac{d}{dr} \left[1 + \exp\left(\frac{r - R_D}{a_D}\right) \right]^{-1}. \quad (6)$$

Как видно из формул (4-6), радиальная зависимость ядерного потенциала определяется Вудс-Саксоновским формфактором $\left[1 + \exp\left(\frac{r - R_i}{a_i}\right) \right]^{-1}$, где R_i

и a_i – радиус и диффузность, которая характеризует скорость спадания потенциала. Вудс-Саксоновская параметризация соответствует предположению, что межъядерное взаимодействие соответствует распределению плотности нуклонов в ядре мишени.

Дифференциальное сечение упругого рассеяния дается выражением:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = |A(\theta)|^2, \quad (7)$$

где A – амплитуда рассеяния, определяемая решением набора радиальных уравнений Шредингера для

разных парциальных волн с оптическим потенциалом (2).

Для определения оптимальных значений параметров оптических потенциалов данные по дифференциальным сечениям упругого рассеяния для системы $^{20}\text{Ne} + ^{12}\text{C}$ были проанализированы с использованием программного кода FRESKO [12]. Поиск оптимальных параметров оптических потенциалов проводился автоматически подгонкой вычисленных угловых распределений к экспериментальным данным методом наименьших квадратов с использованием стартовых параметров из работ [10, 11]. Окончательные значения параметров оптических потенциалов приведены в таблице.

Сравнение расчетных дифференциальных сечений рассеяния ионов неона на ядрах углерода при энергиях $E_{\text{лаб}} = 30$ и 35 МэВ с экспериментальными данными показано на рисунках 3 и 4, соответственно.

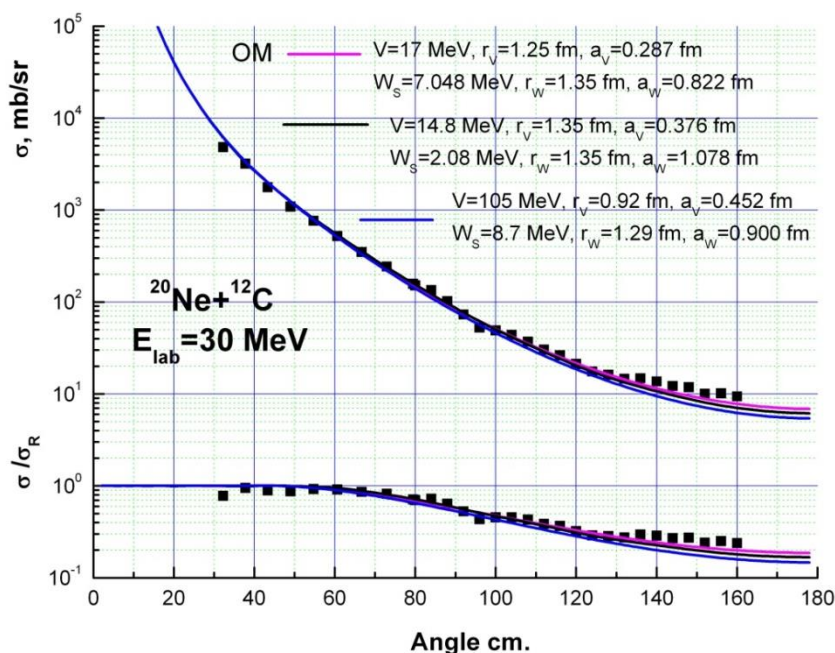
В расчетах дифференциальных сечений упругого рассеяния ^{20}Ne на ^{12}C при энергии 30 МэВ учитывалось только потенциальное рассеяние. Из рисунка 3 видно, что теоретические сечения, вычисленные в рамках оптической модели, находятся в хорошем согласии с экспериментальными данными, что свидетельствует о том, что при этой энергии влияние механизма передачи кластера ^8Be несущественно, и сечения определяются чисто потенциальным рассеянием.

В случае рассеяния ^{20}Ne при 35 МэВ, как можно видеть из рисунка 4, на больших углах ($>120^\circ$), в отличие от рассеяния при 30 МэВ, наблюдается дифракционная структура и хорошо выраженный подъем сечений. Эти особенности углового распределения не описываются потенциальным рассеянием (см. рисунок 4). В связи с этим был проведен расчет в рамках метода связанных каналов реакций по программе FRESKO, где наряду с потенциальным рассеянием был учтен обменный механизм с передачей кластера ^8Be . В этом расчете спектроскопическая амплитуда для конфигурации $^{20}\text{Ne} \rightarrow ^{12}\text{C} + ^8\text{Be}$ оказалась равной единице. На рисунке 4 красной кривой показан вклад в рассеяние механизма передачи ^8Be . Как видно, он несущественен и составляет не более 1%. Причина появления дифракционной структуры и роста сечений к большим углам для энергии ^{20}Ne 35 МэВ остается непонятной.

Таблица. Параметры оптических потенциалов, использованных в расчетах упругого рассеяния ионов неона на ядрах углерода

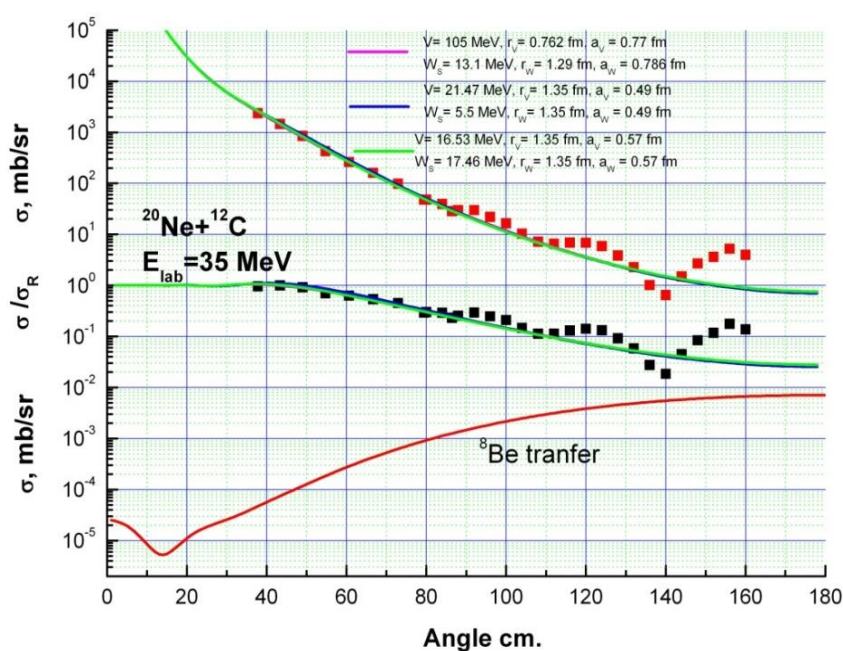
$E_{\text{лаб}}$, МэВ	Набор ОП	V_0 , МэВ	r_v , фм	a_v , фм	J_v , МэВ фм ³	W_0 , МэВ	r_w , фм	a_w , фм	J_w , МэВ фм ³
30,0	1	14,8	1,35	0,376	82,08	2,08	1,35	1,078	14,00
	2	17,0	1,25	0,287	74,12	7,048	1,35	0,822	43,46
	3	105,0	0,92	0,452	195,82	8,7	1,29	0,900	48,67
35,0	1	16,53	1,35	0,57	95,18	17,46	1,35	0,57	100,55
	2	21,47	1,35	0,49	121,53	5,5	1,35	0,49	31,1
		105,0	0,762	0,77		13,1	1,29	0,786	

**ИССЛЕДОВАНИЕ УПРУГОГО РАССЕЯНИЯ ^{20}Ne НА ЯДРАХ ^{12}C
ПРИ ЭНЕРГИЯХ НИЖЕ КУЛОНОВСКОГО БАРЬЕРА**



точки – экспериментальные данные; кривые – результаты расчетов по программе FRESKO;
 розовая и черная кривые – расчеты с потенциалами 1 и 2 из таблицы, соответственно;
 синяя кривая – расчет с потенциалом 3.

Рисунок 3. Сравнение расчетных и экспериментальных угловых распределений ^{20}Ne рассеянных на ядрах ^{12}C при энергии $E_{\text{lab}} = 30 \text{ МэВ}$



точки – экспериментальные данные; кривые – результаты расчетов по программе FRESKO
 с учетом механизма передачи кластера ^8Be ;
 зеленая и синяя кривые отвечают расчетам, соответственно, с потенциалами 1 и 2 из таблицы;
 красной кривой показан вклад механизма передачи ^8Be

Рисунок 4. Сравнение расчетных и экспериментальных угловых распределений ^{20}Ne рассеянных на ядрах ^{12}C при энергии $E_{\text{lab}} = 35 \text{ МэВ}$

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60 (Астана, Казахстан) при энергиях $E_{\text{лаб}} = 30$ и 35 МэВ были измерены угловые распределения упругого рассеяния ионов неона на ядрах кислорода. Расчетные сечения упругого рассеяния $^{12}\text{C}(^{20}\text{Ne}, ^{20}\text{Ne})^{12}\text{C}$ для энергии $E_{\text{лаб}} = 30$ МэВ, полученные в рамках оптической модели, полностью воспроизводят экспериментальные в полном угловом диапазоне. Это свидетельствует о том, что при глубоко подбарьерных

энергиях механизм потенциального рассеяния является преобладающим. Для энергии $E_{\text{лаб}} = 35$ МэВ, близкой к кулоновскому барьеру, на больших углах наблюдается дифракционная структура и рост сечений в задней полусфере углов. Такое поведение сечений не удалось описать в рамках оптической модели и метода связанных каналов реакций с учетом вклада обменного механизма передачи кластера ^8Be . Его вклад в сечение рассеяния очень мал и не превышает 1%.

ЛИТЕРАТУРА

1. Гриднев К.А., Оглоблин А.А. Аномальное рассеяние назад и квазимолекулярная структура ядер // ЭЧАЯ. – 1975. – Т. 6. – С. 393-434.
2. Зеленская, Н. С. Обменные процессы в ядерных реакциях / Зеленская Н. С., Теплов И. Б. – М.: Изд-во МГУ. – 1985. – 167 С.
3. Брагин В.Н., Дуйсебаев А.Д., Буртебаев Н., Иванов Г.Н., Сакута С.Б., Чуев В.И., Чулков Л.В. Роль обменных эффектов в упругом рассеянии α -частиц и ионов ^3He на ядрах ^6Li // ЯФ. – 1986. – Т.44. – С.312-319.
4. Sakuta S.B., Burtbayev N., Burtbayeva J.T., Duisebayev A. et al. The channel coupling and triton cluster exchange effects in scattering of ^3He ions on ^6Li nuclei // Acta Phys. Pol. B. – 2014–Vol. 45. – P.1853-1863.
5. Burtbayev N., Burtbayeva J.T., Duisebayev A. et al. Mechanism of the $^7\text{Li}(d,t)$ reaction at 25 MeV energy of deuterons, values of spectroscopic factors and asymptotic normalization coefficients for the $^7\text{Li} \rightarrow ^6\text{Li}+n$ vertex // Acta Phys. Pol. B. – 2015. – Vol. 46. – P.1037-1054.
6. Werby M. F., Edwards S. Exchange effects in the $^7\text{Li}(^3\text{He}, \alpha)^6\text{Li}$ reaction // Nucl. Phys. A. – 1974. – Vol. 234. – P. 1-12.
7. Hamada Sh., Burtbayev N., Gridnev K. A., Amangeldi N. Analysis of alpha-cluster transfer in $^{16}\text{O}+^{12}\text{C}$ and $^{12}\text{C}+^{16}\text{O}$ at energies near Coulomb barrier // Nucl. Phys. A – 2011. – Vol. 859. – P. 29-38.
8. Burtbayev N., Nassurlla M., Alimov D. et al. // Journal of Physics: Conference Series. – 2015. – Vol. 590. – 012056.
9. Stock R., Jahnke U., Hendrie D.L., Mahoney J., Maguire C.F., Schneider W.F.W., Scott D.K., Wolschin G. Contribution of alpha cluster exchange to elastic and inelastic $^{16}\text{O}+^{20}\text{Ne}$ scattering // Phys. Rev. C. – 1976. – Vol.14. – P. 1824-1831.
10. Motobayashi T., Rohno I., Ooi T., Nakajima S. α -Transfer reactions between light nuclei // Nucl. Phys. A – 1979. – Vol. 331. – P. 193-212.
11. Doubre H., Roynette J.C., Plagnol E., Loiseaux J.M., Martin P., deSaintignon P. Experimental study of the $^{20}\text{Ne}+^{12}\text{C}$ system // Phys. Rev. C. – 1978. – Vol. 17. – P. 131-142.
12. Thompson I.J. Coupled reaction channels calculations in nuclear physics // Comput. Phys. Rep. – 1988. – Vol. 7. – P. 167-212.

КУЛОН БАРЬЕРІНЕН ТӨМЕН ЭНЕРГИЯЛАРДА ^{20}Ne ЯДРОЛАРЫНЫҢ ^{12}C ЯДРОЛАРЫНАН СЕРПІМДІ ШАШЫРАУЫН ЗЕРТТЕУ

^{1, 2)} Н. Буртебаев, ²⁾ Д.Т. Буртебаева, ^{1, 2)} Т.К. Жолдыбаев, ²⁾ Ж.К. Керимкулов, ^{1, 2)} М. Насурлла,
³⁾ Н. Амангелді, ³⁾ Б. Мауей, ³⁾ Е. Көк, ⁴⁾ С.Б. Сакута, ⁵⁾ К. Спиталери

¹⁾ аль-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

²⁾ Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

³⁾ Г.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан

⁴⁾ Ұлттық зерттеулер орталығы «Курчатовский институт», Мәскеу, Ресей

⁵⁾ Ұлттық ядролық физика институты, Оңтүстік зертхана, Катания, Италия

ДЦ-60 ауыр иондар үдеткішінде $E_{\text{лк}} = 30$ және 35 МэВ энергияларда ^{12}C ядроларында ^{20}Ne иондарының серпімді шашырауының бұрыштық үлестірілуі өлшенді. $E_{\text{лк}} = 30$ МэВ энергиясы үшін стандартты оптикалық моделі шеңберінде эксперименттік дифференциалдық кималар толық бұрыштық ауқымда жақсы сипаталады. Үлкен бұрыштарда ^{20}Ne 35 МэВ энергиясында потенциалды шашыраумен және ^8Be кластерлерін берудің алмасулық механизмі арқылы да түсіндіруге болмайтын дифракциялық құрылым байқалады. Алмасулық механизмнің үлесі 1% аспайды.

THE STUDY OF ELASTIC SCATTERING OF ^{20}Ne ON ^{12}C NUCLEI
AT ENERGIES BELOW THE COULOMB BARRIER

^{1,2)} N. Burtebayev, ²⁾ D.T. Burtebayeva, ^{1,2)} T. Zholdybayev, ²⁾ Zh.K. Kerimkulov, ^{1,2)} M. Nassurlla,
³⁾ N. Amangeldi, ³⁾ B. Mauey, ³⁾ E. Kuk, ⁴⁾ S.B. Sakuta, ⁵⁾ C. Spitaleri

¹⁾ *al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan*

²⁾ *Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan*

³⁾ *L.N. Gumilev Eurasian National University, Astana, Kazakhstan*

⁴⁾ *National Research Center «Kurchatov Institute», Moscow, Russia*

⁵⁾ *National Institute of Nuclear Physics, National Laboratory of South, Catania, Italy*

The angular distributions of the elastic scattering of ^{20}Ne ions by ^{12}C nuclei were measured at the of heavy ions accelerator of DC-60 at energies $E_{\text{lab}} = 30$ and 35 MeV. Experimental differential cross sections for energy $E_{\text{lab}} = 30$ MeV are well reproduced within the framework of a standard optical model in a full angular range. At an energy of ^{20}Ne 35 MeV, a diffraction structure is observed at large angles, which can not be explained either by potential scattering or by the exchange mechanism of the ^8Be cluster transfer. The contribution of the exchange mechanism does not exceed 1%.

УДК 54.062

РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ЭКСПРЕССНОГО ПОЛУКОЛИЧЕСТВЕННОГО РЕНТГЕНОСТРУКТУРНОГО ФАЗОВОГО АНАЛИЗА МАТЕРИАЛА ЗАТВЕРДЕВШЕГО РАСПЛАВА ВО ВНЕРЕАКТОРНЫХ ЭКСПЕРИМЕНТАХ

Скаков М.К., Букина О.С., Коянбаев Е.Т.; Кукушкин И.М.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

В данной статье рассматривается проблема фазового состава материала затвердевшего расплава во внереакторных экспериментах. Тема статьи – разработка методики экспрессного полуколичественного рентгеноструктурного фазового анализа материала затвердевшего расплава во внереакторных экспериментах - представляется несомненно важной и актуальной в связи с концепцией развития урановой промышленности и атомной энергетики.

В статье проанализированы классические методы рентгеноструктурного количественного фазового анализа поликристаллов, такие как метод подмешивания, гомологических пар, независимого эталона и др., оговаривается невозможность их применения для оценки содержания фаз в затвердевшем расплаве топлива. На основе применения отдельных элементов перечисленных методик в совокупности производится разработка методики экспрессного определения количества фаз в материалах.

Представлена методика, обоснованная с точки зрения физических основ современных методов исследования структурно-фазового состояния материалов. Рассмотрены факторы, влияющие на корректность полуколичественного фазового анализа рентгеноструктурным методом. Показаны результаты апробации методики экспрессного полуколичественного рентгеноструктурного анализа на тест-объектах с заранее известным количественным составом, которые показали достаточно высокую точность определения количества фаз.

ВВЕДЕНИЕ

Постановлением Правительства Республики Казахстан принята концепция развития урановой промышленности и атомной энергетики на 2002-2030 годы. Успешное развитие атомной промышленности невозможно без решения проблем ее безопасной эксплуатации. Для создания реакторов повышенной безопасности и систем локализации проектных и за-проектных аварий необходим детальный анализ процессов, связанных с плавлением активной зоны, поведением топлива, материалов и конструкций ядерных реакторов в переходных и аварийных режимах.

Наиболее интересной областью для исследования в настоящее время являются процессы, происходящие на заключительных стадиях тяжелых аварий, после попадания расплавленных материалов активной зоны (кориума) на нижнее днище силового корпуса реактора. В связи с тем, что получаемый расплав во внереакторных экспериментах представляет собой сложный многокомпонентный и многофазовый материал, имеется множество проблем его качественного и количественного рентгеноструктурного анализа.

Цель данной работы – показать возможность разработки методики экспрессного полуколичественного рентгеноструктурного фазового анализа материалов, которую можно применить для определения содержания фаз в образцах затвердевшего расплава во внереакторных экспериментах.

1 ОБРАЗЦЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Определение фазового состава различных конструкционных материалов, как правило, осуществляется методами рентгенофазового анализа.

Расплав, получаемый во внереакторных экспериментах, представляет собой сложный многокомпонентный и многофазовый материал. В большинстве случаев удастся идентифицировать тип основных фаз в расплаве, таких как UO_2 , $U_{0.5}Zr_{0.5}O_2$, UC_2 , UC , ZrC и др. Сложность в определении количества фаз связана с различием поглощающей способности имеющихся в расплаве фаз, этот фактор влияет на интенсивность дифракционных линий.

Классические методы рентгеноструктурного количественного фазового анализа поликристаллов, такие как метод подмешивания, гомологических пар, независимого эталона и др., по различным причинам неприменимы для оценки содержания фаз в затвердевшем расплаве топлива. Однако, использование отдельных элементов перечисленных методик в совокупности позволяет разработать методику экспрессного определения количества фаз в материалах.

При пробоподготовке образцов для анализа использовалась устоявшаяся методика, применяемая в лаборатории, которая обеспечивает воспроизводимость дифрактограмм для нескольких образцов, простоту способа и приемлемость для работы с точки зрения радиационной безопасности.

Дифрактограммы снимались на рентгеновском дифрактометре общего назначения ДРОН-3, применяемом в лаборатории испытаний конструкционных и топливных материалов.

2 ОСНОВНЫЕ МАТЕМАТИЧЕСКИЕ ВЫКЛАДКИ, ИСПОЛЬЗОВАННЫЕ ПРИ ПОДГОТОВКЕ МЕТОДИКИ И ОБОСНОВАНИЕ ИХ ПРИМЕНИМОСТИ

В общем случае зависимость интенсивности дифракционных линий от концентрации фазы не является линейной, так как помимо концентрации всех присутствующих фаз в материале на интенсивность линий оказывает влияние способность материала поглощать энергию. Уменьшение энергии первичного пучка в результате поглощения фазой можно записать в виде:

$$J = J_0 e^{-\mu t}, \quad (1)$$

где J_0 – интенсивность первичного пучка, J – интенсивность пучка после прохождения приповерхностного слоя фазы толщиной t , μ – линейный коэффициент поглощения (см^{-1}). Применительно к данной задаче предпочтительнее использовать массовый коэффициент поглощения (μ^*), который не зависит от агрегатного состояния вещества и равен:

$$\mu^* = \mu / \rho, \quad (2)$$

где ρ – плотность материала, г/см^3 .

Как известно, в основе всех существующих методов количественного фазового анализа лежит следующее фундаментальное уравнение [1]:

$$J_i = K_i \frac{x_i}{\rho_i \sum_{i=1}^n x_i \mu_i^*}, \quad (3)$$

где J_i – интенсивность некоторого выбранного рефлекса фазы i , K_i – экспериментальная постоянная, зависящая от энергии первичного пучка, индексов Миллера (hkl) и условий съемки, μ_i^* – массовый коэффициент поглощения фазы i , x_i – массовое содержание фазы i (%), ρ_i – плотность фазы i . В связи с неопределенностью K_i уравнение (3) в представленной форме нельзя использовать на практике.

С другой стороны в случае двухфазной системы соотношение интенсивностей линий запишется в виде [2, 3]:

$$\frac{I_\alpha}{I_\beta} = K \frac{x_\alpha}{x_\beta}, \quad (4)$$

где I_α и I_β – интенсивности аналитических линий фаз α и β , x_α и x_β – массовые доли фаз в смеси. Коэффициент K определяет соотношение степени поглощения рентгеновских лучей в результате их дифракций в кристаллических решетках α и β фаз. Он может быть определен из выражения:

$$K = \frac{(F_{hkl})_\alpha^2 R(\theta)_\alpha e^{-2\mu_\alpha} (p_{hkl})_\alpha V_\beta^2 \rho_\beta}{(F_{hkl})_\beta^2 R(\theta)_\beta e^{-2\mu_\beta} (p_{hkl})_\beta V_\alpha^2 \rho_\alpha}, \quad (5)$$

где ρ_α и ρ_β – плотности фаз, $(V_L)_\alpha$ и $(V_L)_\beta$ – объемы элементарных ячеек фаз, $R(\theta)_{\alpha\beta}$ – угловые множители, μ_α и μ_β – линейные коэффициенты ослабления фаз. При съемках на рентгенограмме

$$R(\theta) = \frac{1 + \cos^2 \theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}.$$

Объемная доля исследуемых фаз определяется построением т.н. градуировочных графиков зависимости отношения концентраций x_α/x_β от величины I_α/I_β для каждой фазы с использованием эталонного вещества.

Не всегда имеется возможность определить эти коэффициенты расчетным путем. В справочной литературе можно найти данные по отношению величины интенсивности аналитических линий многих соединений к аналитической линии какого-либо эталонного вещества как, например, корунда. В этом случае для экспрессного полуколичественного фазового анализа материалов можно использовать выражение [1]:

$$x_i = \frac{K_{is} \frac{I_i}{I_s}}{1 + \sum_{i \neq s}^n K_{is} \frac{I_i}{I_s}}, \quad K_{is} = \frac{K_s \rho_s}{K_i \rho_i} \quad (6)$$

где K_i и K_s – коэффициенты отражения i -той и базовой фазы, I_i и I_s – интенсивности аналитических i -той и базовой фазы. Для определения содержания n фаз в образце выражение (6) необходимо преобразовать в следующий вид:

$$x_1 = \frac{1}{1 + \frac{K_1 I_2}{K_2 I_1} + \dots + \frac{K_1 I_n}{K_n I_1}},$$

$$x_n = \frac{\frac{K_1 I_n}{K_n I_1}}{1 + \frac{K_1 I_2}{K_2 I_1} + \dots + \frac{K_1 I_n}{K_n I_1}} \quad (7)$$

Следует отметить, что $\sum_{i=1}^n x_i = 1$. В данном случае

x_1 – это количество базовой фазы. Таким способом можно определить содержание фаз в материале, если известны коэффициенты отражения для всех имеющихся фаз, в качестве которых может быть использовано отношение интенсивностей аналитической линий исследуемых фаз к интенсивности аналитической линии какой-либо эталонной фазы.

Зная коэффициенты отражения каждой фазы, и используя выражения (7) можно проводить полуколичественный экспрессный фазовый анализ материалов, в том числе анализ образцов затвердевшего расплава. Тогда в качестве базовой фазы можно взять любую фазу, которая присутствует в материале. Коэффициенты K для некоторых материалов представлены в [1].

3 ПРОВЕРКА МЕТОДИКИ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДАННЫХ ТЕСТОВЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Для проверки корректности методики экспрессного рентгеноструктурного полуколичественного анализа были использованы результаты измерений специально приготовленных тест-объектов, которые представляли собой смеси порошка диоксида урана и графита с различным массовым соотношением. До смешивания их массы определялись с достаточно высокой точностью с помощью аналитических весов, а затем по данным плотности материалов оценивалась их объемная доля в смеси. В таблицу 1 сведены данные взвешивания и определения объемной доли порошка диоксида урана и графита в трех смесях с различными соотношениями масс компонентов.

Таблица 1. Данные взвешивания и определения объемной доли порошка диоксида урана и графита в трех смесях с различными соотношениями масс компонентов

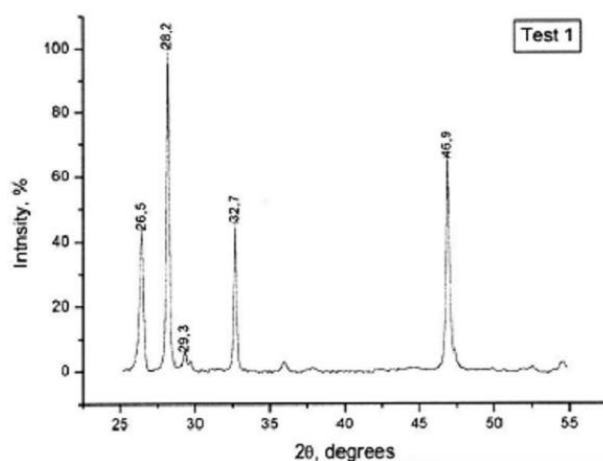
Смесь	Test 1		Test 2		Test 3	
Компонента	UO ₂	C	UO ₂	C	UO ₂	C
Масса, г	0.2515	0.2532	0.3021	0.151	0.1547	0.31
Объем, %	17	83	29	71	9	91

На рисунке приведены рентгенограммы этих смесей, где достаточно хорошо идентифицируются линии диоксида урана и графита. Видно, что максимальным пиком во всех случаях является линия (111) UO₂ (28,3°), а интенсивность линии графита изменяется в зависимости от его количества. Кроме этого, обнаружены также дифракционные линии дикарбида урана небольшой интенсивности, присутствующего в материале как примесь.

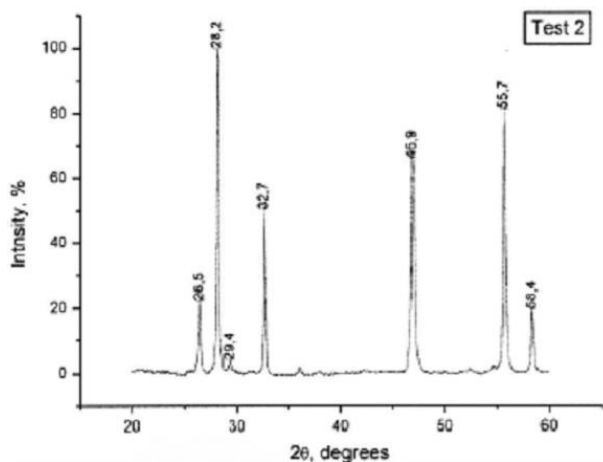
По данным интенсивности в максимуме аналитических дифракционных линий и использованием уравнений (7) был проведен количественный анализ содержания диоксида урана и графита, результаты которого приведены в таблице 2. Оценка объемных долей компонентов в тест-объектах проводилась с учетом ($K \neq 1$) и без учета ($K=1$) их коэффициентов отражения рентгеновских лучей.

Таблица 2. Данные оценки объемных долей компонентов в тест-объектах из смесей порошков диоксида урана и графита с различным соотношением масс, полученные в результате анализа рентгенограмм

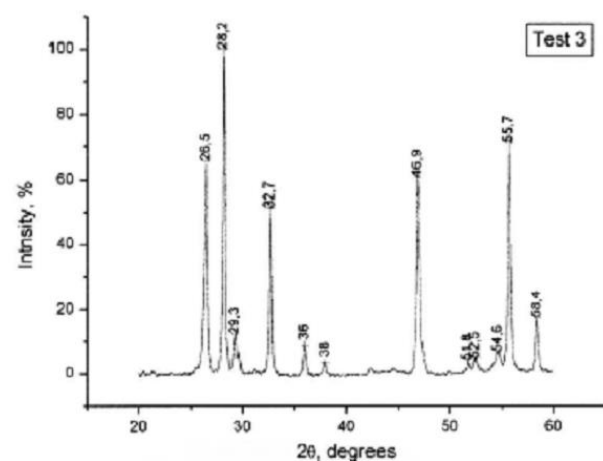
Смесь	Test 1			Test 2			Test 3		
Фаза	UO ₂	C	UC ₂	UO ₂	C	UC ₂	UO ₂	C	UC ₂
2θ, °	28.3	26.5	29.3	28.3	26.5	29.3	28.3	26.5	29.3
hkl	111	111	101	111	111	101	111	111	101
I/I ₀ , %	100	44	6	100	22	4	100	66	12
Доля ($K \neq 1$), об. %	67	29	4	79	17	3	56	37	7
Доля (данные анализа), об. %	17	81	1	30	69	1	12	86	2
Доля (данные взвешивания), об. %	17	83	-	29	71	-	9	91	-



a)



б)



в)

Рисунок. Рентгенограммы трех тест-объектов, приготовленных из смесей порошков диоксида урана и графита с различным соотношением масс

Видно, что в случаях когда $K=1$, наблюдается очень большая ошибка, связанная различием поглощающей способности диоксида урана и графита.

В последнем столбце таблицы для сравнения приведены данные, полученные в результате взвешивания компонентов смеси. Следует отметить, что без учета коэффициента отражения содержание диоксида урана в значительной мере завышается, а содержание графита – занижается. Внесение поправок, учитывающих различие отражательной способности компонентов смеси (см. формулы (5) и (6)), практически полностью исключает эту ошибку. Лишь в последнем случае (Test 3) содержание диоксида урана была завышена на 3 об.%, содержание графита занижена на 5 об.%, что вероятно связано с повышением концентрации примеси в виде дикарбида урана (2 об.%).

Таким образом, результаты анализа данных тестовых экспериментов показали достаточно высокую точность определения количества фаз с использованием методики полуколичественного фазового анализа материалов.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

На интенсивности рентгеновских дифракционных линий, помимо объемной доли фаз, влияет множество факторов, таких как плотность, особенности структуры, кристаллографические параметры и т.д.

ЛИТЕРАТУРА

1. Руководство по рентгеновскому исследованию минералов. [Под ред. В.А. Франк-Каменецкого]. Л. «Недра», 1975, 399 с.
2. Горелик С.С., Расторгуев Л.М., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электроннооптический анализ. (Приложение к практическому руководству). М.: Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии, 1963.- 92 с.
3. Руководство по рентгеновскому исследованию минералов. [Под ред. В.А. Франк-Каменецкого]. Л. «Недра», 1975, 399 с.

РЕАКТОРДАН ТЫС ЭКСПЕРИМЕНТТЕР КЕЗІНДЕ ҚАТҚАН ҚОРЫТПА МАТЕРИАЛЫНЫҢ ЭКСПРЕССТІК ЖАРТЫЛАЙ САНДЫҚ РЕНТГЕН ҚҰРЫЛЫМДЫ ФАЗАЛЫҚ ТАЛДАУЫНЫҢ ӘДІСТЕМЕСІН ЖЕТІЛДІРУ

М.К. Скаков, О.С. Букина, Е.Т. Коянбаев, И.М. Кукушкин

ҚР ҰАО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Осы мақалада реактордан тыс эксперименттер кезінде қатқан қорытпа материалдарының фазалық құрамының мәселесі қарастырылады. Мақаланың тақырыбы – реактордан тыс эксперименттер кезінде қатқан қорытпа материалдарының экспресстік жартылай сандық рентген құрылымдылық фазалық талдауының әдістемесін жетілдіру – уран өндірісі мен атом энергетикасын дамыту концепциясымен байланысты сөзсіз маңызды және өзекті болап тұр.

Мақалада араластыру әдісі, гомологиялық булар, тәуелсіз эталондар және т.б. сияқты жартылай кристалдардың рентген құрылымдылық сандық фазалық талдаудың классикалық әдісі қайта талданған, оларды отынның қатқан қорытпасында фазалардың бар болуын бағалау үшін қолдануға мүмкін еместігі айтылған. Аталған әдістемелердің жеке элементтерін қолдану негізінде жиынтығында материалдардағы фазалардың санын экспрессті анықтау әдістемесін жетілдіру жүргізілуде.

Материалдардың құрылымдылық-фазалық жағдайын зерттеудің замануи әдістерінің физикалық негіздерінің көз қарастары бойынша негізделген әдістеме ұсынылған. Жартылай сандық фазалық талдаудың нақтылығына рентген құрылымдылық әдісіне әсер ететін факторлар қарастырылды. Фазалардың санын жеткілікті жоғары нақтылығын көрсетікен алдын ала белгілі сандық құрамы бар тест-объектерде экспресстік жартылай сандық рентген құрылымдылық талдау әдістемесін қабылдау нәтижесі көрсетілді.

Для проведения корректных полуколичественных оценок эти факторы должны учитываться.

В работе рассмотрены факторы, влияющие на корректность полуколичественного фазового анализа рентгеноструктурными методами. На практике факторы, характеризующие отражательную способность фазы удобно свести в один коэффициент. Для удобства можно применять относительные величины, такие как отношение интенсивности аналитической линии данной фазы к интенсивности аналитической линии корунда («корундовое число») или какого-либо другого эталонного соединения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана методика экспрессной оценки количества фаз в материалах, учитывающая различия в их поглощающей способности. Апробация методики экспрессного полуколичественного рентгеноструктурного анализа материалов проведена на тест-объектах с заранее известным количественным составом.

В дальнейшем планируется провести проверку методики, с использованием дифрактометра Емругеап и программного обеспечения для обработки и поиска “HighScore” фирмы PANanalytical (Нидерланды).

**DEVELOPMENT OF RAPID SEMIQUANTIFIED X-RAY STRUCTURAL PHASE ANALYSIS METHOD
OF SOLIDIFIED MELT MATERIAL IN OUT-OF-PILE EXPERIMENTS**

M.K. Skakov, O.S. Bukina, Ye.T. Koyanbayev, I.M. Kukushkin

Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

The paper addresses the issue of material phase composition of solidified melt in out-of-pile experiments. The theme of the article – development of rapid semiquantitative X-ray structural phase analysis method of solidified melt material in out-of-pile experiments is undoubtedly important and actual due to the development conception of uranium industry and atomic energy.

Classical methods of X-ray structural semiquantified phase analysis of polycrystals, such as adulteration, homologous pairs, independent etalon and other methods are analyzed in the paper, the impossibility of their use for phase content estimation in solidified melt fuel is stipulated. In the basis of using separate elements of enumerated methods in total the development of rapid determination method of quantity phase in materials is conducted.

The method, based on the view of physical basis of modern investigation methods of material structural phase condition is presented. Factors, influenced to correctness of semiquantified phase analysis by X-ray structural method are considered. The approbation results of rapid semiquantified X-ray structural analysis method on test object with known in advance quantitative composition are presented, which showed sufficient high accuracy of phase quantity determination.

УДК 539.216.2:538.975

ДИЗАЙН ФОТОЭЛЕКТРОДА НА ОСНОВЕ ОКСИДА ЦИНКА ДЛЯ ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКОГО РАСЩЕПЛЕНИЯ ВОДЫ

^{1, 2)} Бакранов Н.Б., ¹⁾ Исаков Р.М., ³⁾ Нураджи Н.¹⁾ *Казахский национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева, Алматы, Казахстан*²⁾ *Казахстанско-Британский технический университет, Алматы, Казахстан*³⁾ *Texas Tech University, Лаббок, США*

Парниковые эффекты и истощение природных ресурсов являются камнем преткновения использования ископаемых источников энергии. Одной из лучших альтернатив истощаемым источникам является водородная энергетика, производимая путем расщепления воды в фотоэлектрохимической ячейке. Фотоэлектрохимическое разложение воды накладывает определенные требования к полупроводниковым материалам фотоэлектрода. Оксид цинка имеет ряд необходимых свойств для производства на его основе фотоэлектродов ячейки. Наноразмерные структуры оксида цинка были синтезированы на подложке электрохимическим методом. Полученные массивы ZnO применялись в качестве анода фотоэлектрохимической системы для расщепления воды и производства водорода. Увеличение светочувствительности в видимом диапазоне и химической стойкости фотоэлектрода на основе широкозонного полупроводника ZnO достигалось декорированием структур оксидом железа в иерархической манере. Увеличение фототока полученной core-shell архитектуры подтверждает теоретические аспекты электронных переходов в полупроводнике. Эффективность полученных нанокомпозитов наряду с широкой доступностью исходных материалов и методов синтеза позволяют относить фотоэлектроды на основе ZnO/Fe₂O₃ к весьма перспективным фотокатализаторам для водородной энергетики.

ВВЕДЕНИЕ

Энергетический кризис и резкое изменение климата провоцируют научное сообщество к поиску альтернатив ископаемым энергоносителям [1]. Использование энергии солнечного света, достигающей поверхности Земли, является ключевым моментом альтернативной энергетики. Главной задачей исследователей обозначилась трансформация энергии света в удобный вид энергии для нужд человечества. Одним из самых ярких представителей альтернативной энергетики является метод извлечения водорода из воды под воздействием света [2]. Фотоэлектрохимическое разложение воды базируется на поглощении фотонов материалом фотоэлектрода и последующим генерировании носителей зарядов. Так, основными материалами фотоэлектродов выступают полупроводящие массивы [3]. Основным требованием для разложения воды полупроводниковыми материалами является энергетические положения зоны проводимости и валентной зоны относительно шкалы стандартного водородного электрода [4]. Подходящим к вышеизложенным требованиям положений зоны проводимости и валентной зоны для полупроводниковых материалов является оксид цинка [5], диоксид титана, CdS, Fe₂O₃, WO₃ и пр. [6, 7]. Большим недостатком полупроводникового материала ZnO является ширина запрещенной зоны (3.3 эВ) [8], позволяющей эффективно использовать материал в фотокаталитических системах преимущественно только в УФ области [9]. Для увеличения фотокаталитической эффективности, широкозонные полупроводники покрывают очувствителями в видимой области [10]. Одним из доступных очувствителей в видимой области является Fe₂O₃, зонная струк-

тура которого подходит для проведения реакции окисления воды [11].

В данной работе изучен синтез низкоразмерных пластин ZnO и их дальнейшую декорацию узкозонным оксидом железа. Произведена сборка электрохимической ячейки для регистрации фототока при циклическом освещении электрода.

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Материалы. Химические реактивы Zn(NO₃)₂·6H₂O (99.8%), KCl (99.998%), FeCl₃ (96.6%), этанол (98%), NaOH были приобретены в компании SigmaAldridge и использовались без дальнейшей очистки. Деионизированная вода была получена деионизатором Puris, ИТО проводящие покрытия были приобретены в компании MSESupplies.

Метод. Наноструктуры ZnO были получены методом электрохимического осаждения [12]. Электрохимическая ячейка состояла из погруженных в электролит ИТО стекла, платиновой фольги и Ag/AgCl электрода, выполняющих роль рабочего, противоположного и опорного электродов соответственно. Электролитом служил водный раствор 0,1 М KCl с добавлением солей цинка разных концентраций, варьировавшихся от 0,001 М до 0,01 М. Герметично закрытая электрохимическая ячейка выдерживалась в водяной бане при температуре 80 °С для полного растворения соединений и препятствия образования комплексов. Процесс электрохимического осаждения длился 60 минут при подаче на подложку постоянного отрицательного напряжения, номиналом 1.1 В, относительно опорного электрода. Герметичность ячейки играла ключевую роль в препятствовании испарениям жидкости и, таким образом, образования коррозии металла электродов, и

попадании в раствор загрязняющих веществ. Полученные структуры обжигались при температуре 450 °С длительностью 60 минут для получения вюрцитных решеток ZnO.

Декорация получившихся структур оксида цинка, с заданными параметрами, нанобъектами Fe_2O_3 проводилась золь-гель методом [13]. Золь для получения низкоразмерных материалов Fe_2O_3 готовился из 0,2 М FeCl_3 растворенного в 98% этаноле при интенсивном перемешивании на протяжении 60 минут. Полученные на ИТО стекла структуры ZnO использовались в качестве подложки и помещались в горизонтальном положении на “spincoater” и раскручивались до 3000 об/мин. Формирование поверхностного слоя Fe_2O_3 проходило в два этапа. Первый этап заключался в транспортировке 0,5 мл золя на раскрученную подложку. Равномерность распределения золя на подложке достигалась выдержкой процесса вращения длительностью 120 сек. Вторым этапом служил процесс обжиг при температуре 350 °С, для перехода золя в Fe_2O_3 . Величина нанобъектов оксида железа контролировалась количеством циклов, состоявших из первого и второго этапа. Выравнивание уровней ферми между структурами ZnO и Fe_2O_3 выполнялось отжигом образцов в муфельной печи при температуре 450 °С на протяжении 60 минут.

Методы исследования. Морфология поверхности полученных покрытий и элементное распределение изучались электронным сканирующим микроскопом MIRA 3 TESCAN. Структурный анализ проводился рентгеновским дифрактометром XPertPro. Значения фототока измерялись потенциостат/гальваностатом P-2XElins. Источником света служила 100 Вт ксеноновая лампа.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Дифрактометрический анализ структуры пленки с заданной морфологией, полученный электрохимическим осаждением, показал рефлексы, относящиеся к оксиду цинка (рисунок 1). Преимущественный рост структур ZnO относится к направлениям (100) и (101), что соответствует направлениям роста пластинкообразных форм, перпендикулярных к подложке.

Изображение морфологии структур ZnO полученных электрохимическим методом при варьировании концентрации $(\text{ZnNO}_3)_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$ в электролите представлено на рисунках 2-4. Из рисунка 2 видно, что пленка оксида цинка, при 0,01 М $(\text{ZnNO}_3)_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$, сформировалась в неоднородном чешуеобразном виде, при появляющихся пластинкообразных пористых выступах на поверхности. Увеличение концентрации солей цинка в электролите до 0,05М, морфология слоя ZnO характерно отличается от приведенной на рисунке 1 наличием большего числа пластинкообразных формирований на подложке (рисунок 3).

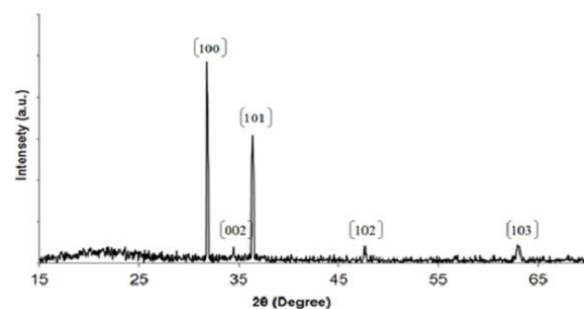


Рисунок 1. Спектр рентгеновской дифракции нанопластин оксида цинка

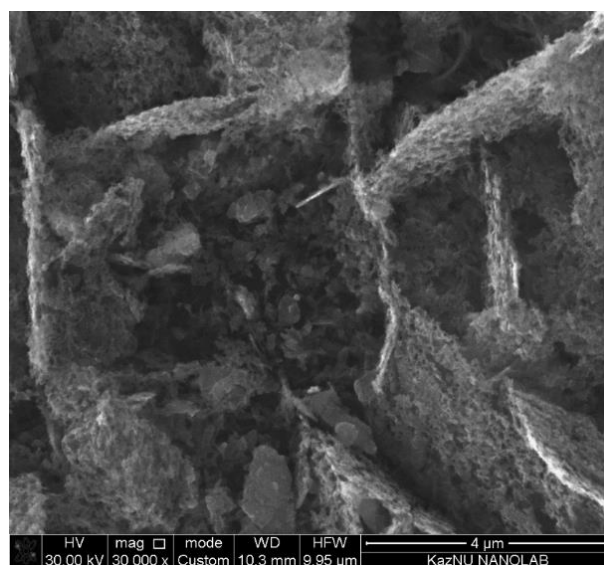


Рисунок 2. СЭМ изображение наноструктур ZnO синтезированных при концентрации 0,01 М $(\text{ZnNO}_3)_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$

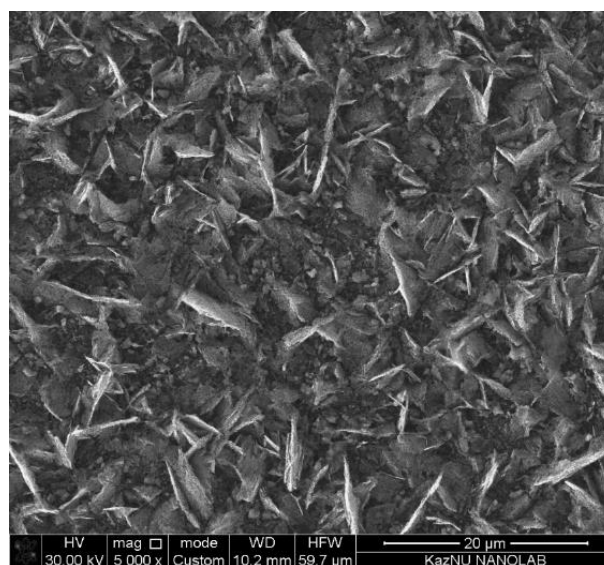


Рисунок 3. СЭМ изображение наноструктур ZnO синтезированных при концентрации 0,05 М $(\text{ZnNO}_3)_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$

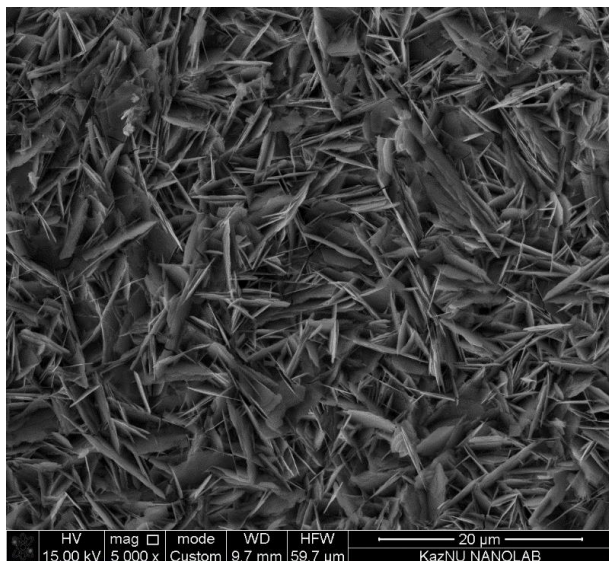


Рисунок 4. СЭМ изображение нанопластин ZnO синтезированных при концентрации 0,1 М $(\text{ZnNO}_3)_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$

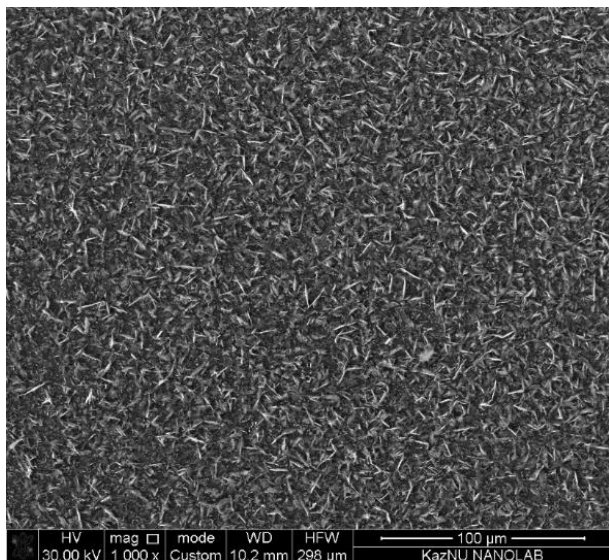


Рисунок 5. СЭМ изображение нанопластин ZnO синтезированных при концентрации 0,1 М $(\text{ZnNO}_3)_2 \times 6\text{H}_2\text{O}$

Дальнейшее увеличение присутствия ионов цинка Zn^{++} в растворе приводит к образованию равномерных безпористых низкоразмерных пластинок ZnO (рисунок 4), и следовательно, к увеличению удельной плотности поверхности пленки. Толщина отдельной пластинки лежит в пределах 100-200 нм. Упорядоченность и однородность нанопластинчатого покрытия ZnO на ИТО стекле подтверждается изображением, представленным на рисунке 5.

Фототок, создаваемый в материале электрода при его облучении ксеноновым источником света, мощностью 100 Вт, изучался электрохимическим методом при подаче на электрод напряжения смещения номиналом 0,5 В в режиме потенциостат. Электрохимическая система состояла из трехэлектродной ячейки, анодом которой выступал осажденный на

ИТО стекло слой полупроводникового материала. Катод и вспомогательный электрод – платиновая пластина, размером $2 \times 4 \text{ см}^2$ и Ag/AgCl электрод, содержащий 3 М KCl, соответственно. Электролитом ячейки был выбран водный раствор 0,1 N NaOH.

Диаграмма зависимости фототока, создаваемого нанопластинами ZnO, от освещенности представлена на рисунке 6. Ступенчатая форма поведения тока в электрохимической ячейке обусловлена интервалами подачи света на фотоэлектрод. Плотность тока в такой структуре находится в пределах 15 мкА.

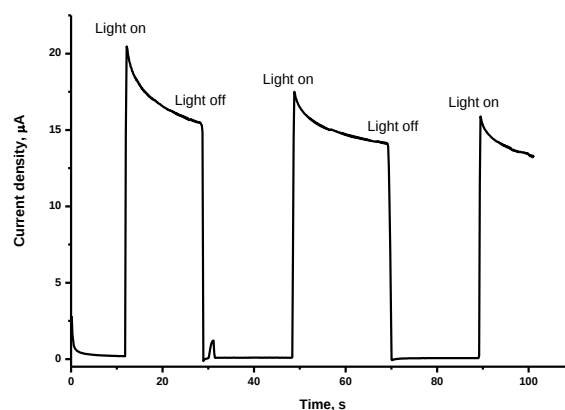


Рисунок 6. Зависимость фототока электрохимической ячейки, на основе ZnO нанопластин, от подачи на нее света ксеноновой лампы

Увеличение плотности тока электрохимической ячейки достигалось декорацией нанопластин оксида цинка узкозонным полупроводником Fe_2O_3 , потолок валентной зоны которого находится в энергетически выгодном положении для проведения реакции окисления воды.

Равномерность осаждения слоя оксида цинка на нанопластинках ZnO изучалось методом дисперсного анализа с построением карт распределения элементов на подложке (рисунок 7, фиолетовое и красное поля). Зеленые и оранжевое поля относятся к элементам подложки и слою ZnO, соответственно.

Морфология поверхности композита, изученная используя сканирующий электронный микроскоп, изображена на рисунке 8. Общая структура слоев в пластиночном виде свидетельствует об осаждении слоя оксида железа в заданной форме, повторяющей структуру ZnO.

Изучение влияния узкозонной составляющей нанокompозита на общий фототок ячейки было проведено электрохимическим методом, описанным выше. Увеличение плотности тока в 4 раза (рисунок 9) подтверждает теоретические аспекты увеличения абсорбции видимой части света композитом $\text{ZnO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ и правила зонных переходов носителей зарядов.

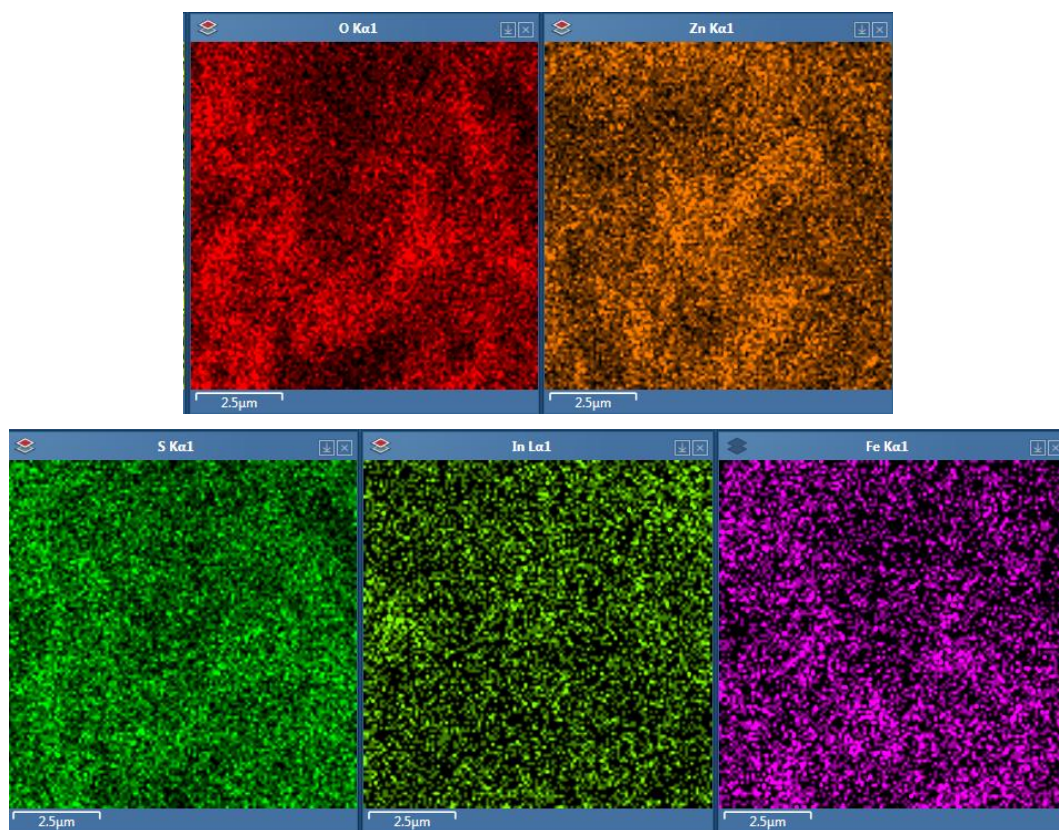


Рисунок 7. Карта распределения элементов композита $\text{ZnO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$ осажденных на ИТО стекле

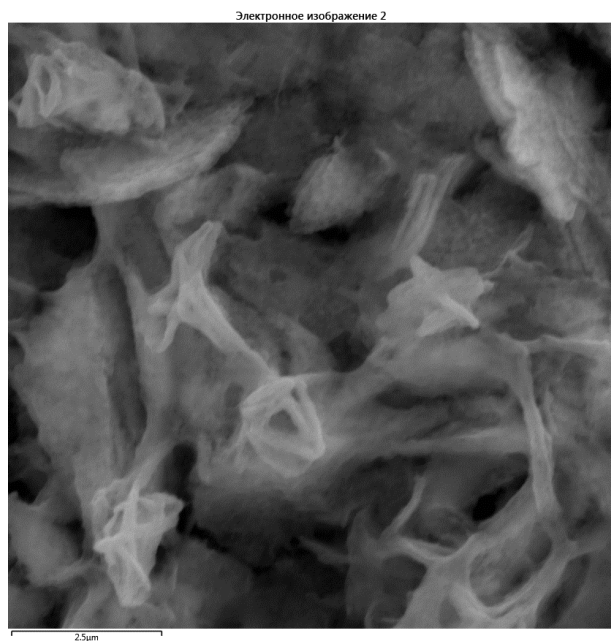


Рисунок 8. СЭМ изображение нанокompозита $\text{ZnO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$

Появление фотооткликов при облучении электрохимической ячейки свидетельствует о протекании окислительно-восстановительных реакций в водном электролите центры которых находятся на электродах ячейки. Окислительно-восстановительные реакции водных растворов сопровождаются разложени-

ем воды на молекулярный кислород (на аноде) и водород (на катоде).

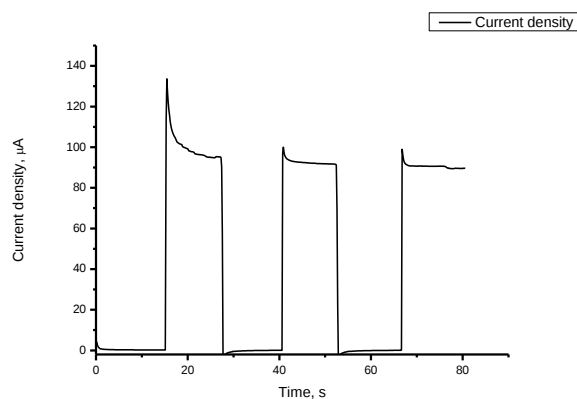


Рисунок 9. Зависимость фототока электрохимической ячейки, на основе нанокompозитов $\text{ZnO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$, от подачи на нее света ксеноновой лампы

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В процессе сборки фотоэлектрода для фотоэлектрохимического расщепления воды были подобраны оптимальные режимы получения активных слоев. Отработаны режим синтеза пленок оксида цинка заданной морфологии и количество циклов осаждения Fe_2O_3 для получения иерархической структуры $\text{ZnO}/\text{Fe}_2\text{O}_3$.

Собранный доступным способом фотоэлектрод, активным материалом которого являлся композит из распространенных оксидов, показал плотность тока, сравнимую с более дорогостоящими аналогами. Протекание через ячейку фототока является доказа-

тельством образования окислительно-восстановительных центров, которые расщепляют воду. Таким образом, выбранная методика получения фотоэлектродов является ключевой для производства возобновляемой зеленой энергии.

ЛИТЕРАТУРА

1. Currao A. Photoelectrochemical water splitting // *Chimia*. – 2007. – Т. 61, № 12. – С. 815-819.
2. Liu Z. Y., Zhang X. T., Nishimoto S., Jin M., Tryk D. A., Murakami T., Fujishima A. Anatase TiO₂ nanoparticles on rutile TiO₂ nanorods: A heterogeneous nanostructure via layer-by-layer assembly // *Langmuir*. – 2007. – Т. 23, № 22. – С. 10916-10919.
3. Ni M., Leung M. K. H., Leung D. Y. C., Sumathy K. A review and recent developments in photocatalytic water-splitting using TiO₂ for hydrogen production // *Renewable & Sustainable Energy Reviews*. – 2007. – Т. 11, № 3. – С. 401-425.
4. Wei Y. F., Ke L., Kong J. H., Liu H., Jiao Z. H., Lu X. H., Du H. J., Sun X. W. Enhanced photoelectrochemical water-splitting effect with a bent ZnO nanorod photoanode decorated with Ag nanoparticles // *Nanotechnology*. – 2012. – Т. 23, № 23.
5. Han J. H., Liu Z. F., Guo K. Y., Zhang X. Q., Hong T. T., Wang B. AgSbS₂ modified ZnO nanotube arrays for photoelectrochemical water splitting // *Applied Catalysis B-Environmental*. – 2015. – Т. 179. – С. 61-68.
6. Krysa J., Zlamal M., Kment S., Brunclikova M., Hubicka Z. TiO₂ and Fe₂O₃ Films for Photoelectrochemical Water Splitting // *Molecules*. – 2015. – Т. 20, № 1. – С. 1046-1058.
7. Warren S. C., Thimsen E. Plasmonic solar water splitting // *Energy Environ. Sci.* – 2012. – Т. 5, № 1. – С. 5133-5146.
8. Wolcott A., Smith W. A., Kuykendall T. R., Zhao Y. P., Zhang J. Z. Photoelectrochemical Study of Nanostructured ZnO Thin Films for Hydrogen Generation from Water Splitting // *Advanced Functional Materials*. – 2009. – Т. 19, № 12. – С. 1849-1856.
9. Zou Z. G., Ye J. H., Sayama K., Arakawa H. Direct splitting of water under visible light irradiation with an oxide semiconductor photocatalyst // *Nature*. – 2001. – Т. 414, № 6864. – С. 625-627.
10. Yang X. Y., Wolcott A., Wang G. M., Sobo A., Fitzmorris R. C., Qian F., Zhang J. Z., Li Y. Nitrogen-Doped ZnO Nanowire Arrays for Photoelectrochemical Water Splitting // *Nano Letters*. – 2009. – Т. 9, № 6. – С. 2331-2336.
11. Sivula K., Le Formal F., Gratzel M. Solar Water Splitting: Progress Using Hematite (alpha-Fe₂O₃) Photoelectrodes // *ChemSuschem*. – 2011. – Т. 4, № 4. – С. 432-449.
12. Xu L. F., Guo Y., Liao Q., Zhang J. P., Xu D. S. Morphological control of ZnO nanostructures by electrodeposition // *Journal of Physical Chemistry B*. – 2005. – Т. 109, № 28. – С. 13519-13522.
13. Hsu Y. K., Chen Y. C., Lin Y. G. Novel ZnO/Fe₂O₃ Core-Shell Nanowires for Photoelectrochemical Water Splitting // *Acs Applied Materials & Interfaces*. – 2015. – Т. 7, № 25. – С. 14157-14162.

ФОТОКАТАЛИТИЧЕСКОЕ ВОДОРАЗДЕЛЕНИЕ С ПОМОЩЬЮ НАНОВИДОВ ОКСИДА ЦИНКА НА ОСНОВЕ ФОТОЭЛЕКТРОДА

^{1, 2)} Бакранов Н.Б., ¹⁾ Исаков Р.М., ³⁾ Нураджи Н.

¹⁾ *Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті, Алматы, Қазақстан*

²⁾ *Қазақ-Британ техникалық университеті, Алматы, Қазақстан*

³⁾ *Texas Tech University, Лаббок, АҚШ*

Парниктік әсерлер және табиғи ресурстардың бітуі табиғи қазба энергия көздерін пайдалануың шектейді. Сутек энергетикасы табиғи қазба энергия көздерінің ең жақсы альтернативасы болып табылады. Сутек энергетикасы фотоэлектрхимиялық бөлшектемесінде негізделген. Фотоэлектрхимиялық су бөлшектемесі фотоэлектродтардың жартылай өткізгіш материалдарына жоғары талаптар қояды, мырыш оксиді бұл талаптарға толықтай сәйкес келеді. Фотоэлектрод құрастыру үшін наномөлшерлі мырыш оксиді ZnO құрылымдары электрхимиялық әдіспен синтезделген. Алынған ZnO массивтері сутек өндіру үшін анодтық фотоэлектрхимиялық жүйесі ретінде пайдаланылған. ZnO үстінде темір оксиді құрылымдары өсіру арқылы көрінетін спектр облысында фотоэлектродтың сезімталдығы бағылтылған. Алынған core-shell архитектурасының жарамдылығын жартылай электрондық ауысулардың теориялық аспектілер арқылы расталған. Синтез әдістерінің және шикізаттардың кең қолжетімділігі, алынған нанокөмірдің композициялық тиімділігі ZnO/Fe₂O₃ негізделген фотоэлектродтардың сутек энергия үшін пайдалану мүмкіндігін көрсетеді.

**DESIGN OF PHOTOELECTRODE BASED ON ZINC OXIDE
FOR PHOTOCATALYTIC WATER SPLITTING**

^{1, 2)} N.B. Bakranov, ¹⁾ R.M. Iskakov, ³⁾ N. Nuraje

¹⁾ *Kazakh National Research Technical University, Almaty, Kazakhstan*

²⁾ *Kazakh-British Technical University, Almaty, Kazakhstan*

³⁾ *Texas Tech University, Lubbock, USA*

Greenhouse effect and depletion the fossil fuels are a stumbling block to using of traditional energy sources. One of the best alternatives to fossil fuels is hydrogen energy produced by photoelectrochemical water splitting. Solar driven decomposition of water imposes certain requirements on photoelectrode. Zinc oxide meets a number of necessary properties for photoelectrode construction. ZnO were synthesized by electrochemical method. The obtained ZnO arrays were used as the anode of the photoelectrochemical system for water splitting and hydrogen production. An enlargement of photosensitivity in visible range and chemical resistance of the photoelectrode made of zinc oxide semiconductor was achieved by hierarchically decorating of ZnO with iron oxide. The photocurrent increasing of obtained core-shell architecture confirms the theoretical aspects of electron transport in semiconductor. The efficiency of resulting nanocomposites along with the abundant of used materials make the composition of ZnO/Fe₂O₃ is very promising photocatalyst for hydrogen energy production.

УДК: 621.039.533.6

ВЛИЯНИЕ НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ИОНОВ АРГОНА НА ПРОВОДЯЩИЕ СВОЙСТВА YSZ

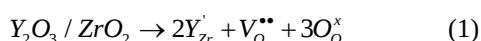
Хромушин И.В., Аксенова Т.И.

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

Изучено влияние ионов аргона с энергией 100 кэВ на проводящие свойства YSZ разного состава методом импедансной спектроскопии. Обработка импедансных спектров с помощью программы EISAnalyser показала, что спектры хорошо описывались тремя последовательно соединенными параллельными R||CPE цепочками (CPE – элемент постоянной фазы), а также позволила разделить вклады в импеданс объема зерна (R_1), границ зерен (R_2), а также электродных процессов (R_3) и определить соответствующие им значения сопротивлений. Установлено, что облучение $ZrO_2 + Y_2O_3$ 10.0 мол.% приводит к улучшению проводящих свойств сложного оксида, тогда как облучение ZrO_2 с 3.0 и 15.0 мол.% Y_2O_3 приводит к ухудшению их проводящих свойств.

ВВЕДЕНИЕ

Стабилизированный иттрием диоксид циркония (YSZ) широко применяется на практике, в частности, в качестве твердого электролита в топливных элементах, газовых сенсорах и других электрохимических устройствах, а также является перспективным материалом для использования в ядерных реакторах [1, 2]. Известно, что нелегированный ZrO_2 проявляет сложный полиморфизм и может существовать в трех кристаллических формах: моноклинной при температурах ниже 1170 °С, тетрагональной от 1170 до 2370 °С и кубической от 2370 °С вплоть до температуры плавления 2706 °С. Особенностью ZrO_2 является тот факт, что температура стабилизации кубической фазы может быть существенно снижена введением таких добавок как MgO или CaO, а добавление Y_2O_3 позволяет получить кубический диоксид циркония (YSZ) со структурой флюорита, стабильный при комнатной температуре [3, 4]. При этом иттрий частично замещает цирконий в решетке оксида, образуя точечные дефекты с единичным отрицательным зарядом относительно решетки, который компенсируется образованием кислородных вакансий с эффективным положительным зарядом +2 в соответствии с квазихимическим уравнением (1):



Уравнение выше записано в нотации Крёгера-Винка [5], которая широко используется для описания реакций в кристаллах с дефектами.

Образованные таким образом вакансии облегчают диффузию кислорода в оксиде, а диоксид циркония приобретает свойство высокотемпературной кислород-ионной проводимости. Исследования проводящих свойств диоксида циркония, стабилизированного иттрием, показали, что его проводимость не является линейной функцией концентрации примесного оксида [6]. В работе [7] было показано, что проводимость данного оксида максимальна при концентрации Y_2O_3 около 8 мол.% и уменьшается при дальнейшем росте концентрации Y_2O_3 .

В настоящее время ведутся интенсивные исследования, направленные на поиск путей увеличения

проводимости этих материалов, снижения их рабочих температур. Одним из перспективных способов улучшения проводящих свойств YSZ рассматривается радиационное модифицирование оксида ускоренными ионами.

В данной работе представлены результаты исследований влияния облучения ионами Ag на проводящие свойства YSZ методом импедансной спектроскопии.

ИССЛЕДУЕМЫЕ ОБЪЕКТЫ

В качестве объектов исследований использовали керамические образцы диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия, в виде таблеток диаметром 12 и толщиной 1,5 мм следующих составов: 1 – $ZrO_2 + Y_2O_3$ (3 мол. %), 2 – $ZrO_2 + Y_2O_3$ (10 мол. %) и 3 – $ZrO_2 + Y_2O_3$ (15 мол. %). Образцы подвергали отжигу на воздухе при температуре 830 °С в течение 8 часов.

Обе стороны образцов YSZ поочередно облучались ионами аргона с энергией 100 кэВ до флюенсов $5 \times 10^{17} \text{ см}^{-2}$ на ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60 (г. Астана), суммарный флюенс составил 10^{18} см^{-2} . Расчеты, выполненные с помощью программы SRIM 2015 [8], показали, что в процессе облучения в оксиде образуется около 844 вакансий/ион, а пробег ионов был $\sim 680 \text{ \AA}$.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ИМПЕДАНСА

Электрохимическая импедансная спектроскопия широко используется для исследований электрохимических систем, поскольку любая электрохимическая система может быть представлена в виде эквивалентной электрической схемы [9]. Электрохимический импеданс представляет собой сопротивление электрохимической системы протеканию переменного тока. Поскольку эквивалентные схемы могут наряду с активными элементами содержать и реактивные, ток, протекающий через систему, как правило, смещен по фазе по отношению к небольшому по амплитуде приложенному переменному напряжению, которое используется при измерении импеданса, а сам импеданс, поэтому, удобно представлять в виде комплексного числа. Метод электрохимичес-

кой импедансной спектроскопии основан на измерении импеданса системы в зависимости от частоты приложенного напряжения.

Как правило, для представления импедансных кривых переходят от временной области к частотной, а по осям абсцисс и ординат откладываются значения действительной Z' и мнимой Z'' частей импеданса – кривые Найквиста. Чаще всего, кривая Найквиста представляет собой набор полуокружностей или дуг (рисунок 1), а эквивалентная электрическая схема представляет собой последовательное соединение параллельных RC-цепочек [10]. Следует отметить, что частота на рисунке 1 уменьшается слева направо.

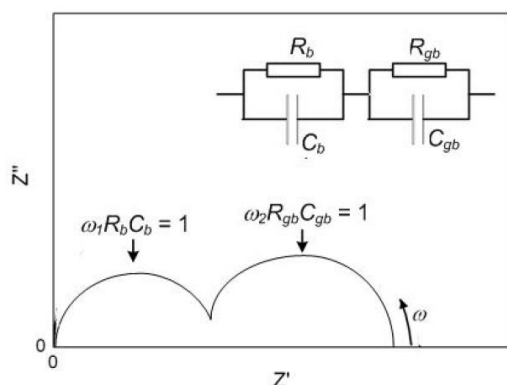


Рисунок 1. Годограф импеданса поликристаллического образца и его эквивалентная схема замещения [10]

Каждая дуга на кривой Найквиста отвечает за определенный процесс переноса ионов в твердом электролите или за процессы, протекающие на границе газ-электрод-электролит. В случае поликристаллического твердого электролита, как правило, высокочастотная дуга связана с транспортом внутри объема зерна (R_b , C_b), тогда как дуги, соответствующие более низким частотам, отражают вклад границ зе-

рен (R_{gb} , C_{gb}) и тройных границ. Такое разделение возможно благодаря тому, что емкость тела зерен, как правило, намного меньше емкости границ зерен, а емкость границ зерен меньше емкости тройных границ [11].

В данной работе измерение импеданса выполнялось с использованием импедансметра Z-1000P производства Черногловка, Россия в диапазоне частот от 2 МГц до 0.4 Гц в режиме потенциостата. Измерения проводились на воздухе в диапазоне температур от комнатной до $\sim 800^\circ\text{C}$.

Электроды на поверхностях исследуемых оксидов формировались из порошка платины с незначительной добавкой органического связующего. В качестве токоприемников твердотельной электрохимической ячейки использовались платиновые пластины с токоподводящими проводами из платины. Ячейка помещалась в печь сопротивления, температура в которой контролировалась с помощью хромель-алюмелевой термопары.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Выполненный рентгенофазовый анализ показал, что облучение YSZ ионами аргона приводило лишь к снижению относительных интенсивностей рефлексов на дифрактограммах облученных образцов по сравнению с исходными, что свидетельствовало о частичной аморфизации приповерхностных областей облученных оксидов. Для подтверждения вышесказанного на рисунках 2 и 3 приведены дифрактограммы необлученного и облученного образца состава 1.

На рисунках 4а, 5а, 6а приведены импедансные спектры необлученных образцов трех составов ($\text{ZrO}_2+3\%\text{Y}_2\text{O}_3$, $\text{ZrO}_2+10\%\text{Y}_2\text{O}_3$ и $\text{ZrO}_2+15\%\text{Y}_2\text{O}_3$). Оказалось, что характер импедансных кривых необлученных образцов YSZ существенно зависит от концентрации стабилизирующей добавки Y_2O_3 .

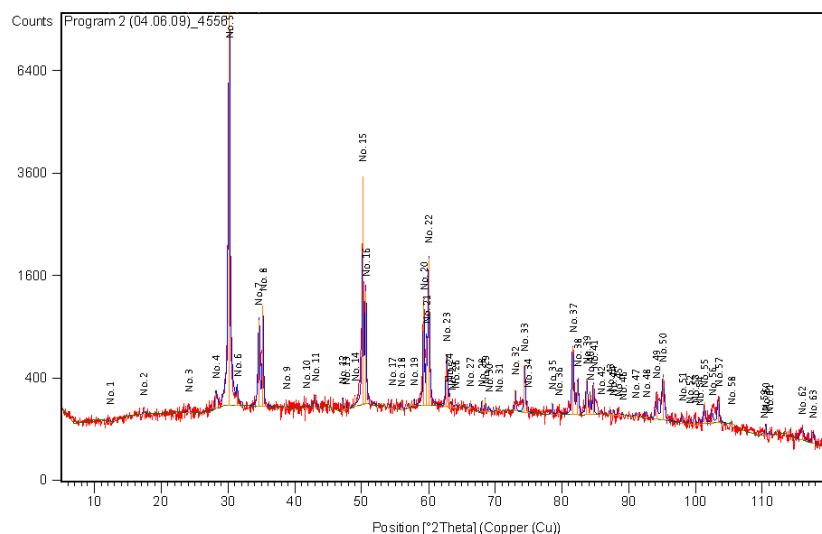


Рисунок 2. Дифрактограмма необлученного образца YSZ состава $\text{ZrO}_2+3\%\text{Y}_2\text{O}_3$

Так, на образцах YSZ с содержанием Y_2O_3 3 мол.% максимальный вклад в импеданс обусловлен межзеренными границами R_{gb} (рисунок 3а), тогда как на образцах YSZ с содержанием Y_2O_3 10 мол.% при той же температуре вклады в импеданс тела R_b и границ зерен R_{gb} примерно одинаков (рисунок 5а), а максимальный вклад в импеданс вносят электродные процессы. В YSZ с содержанием Y_2O_3 15 мол.% относительный вклад электродных процессов мини-

мальный, а значительный вклад в импеданс вносят тела зерен (рисунок 6а).

Импедансные спектры были сняты для всех составов образцов YSZ, необлученных и облученных низкоэнергетическими ионами аргона в широком диапазоне температур. На рисунках 4б, 5б и 6б представлены импедансные спектры образцов трех составов ($ZrO_2+3\%Y_2O_3$, $ZrO_2+10\%Y_2O_3$ и $ZrO_2+15\%Y_2O_3$) после облучения ионами аргона.

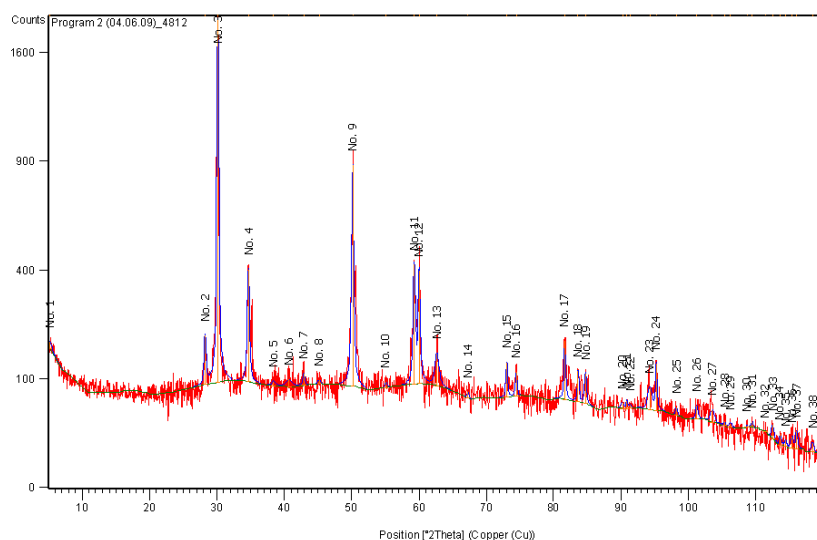
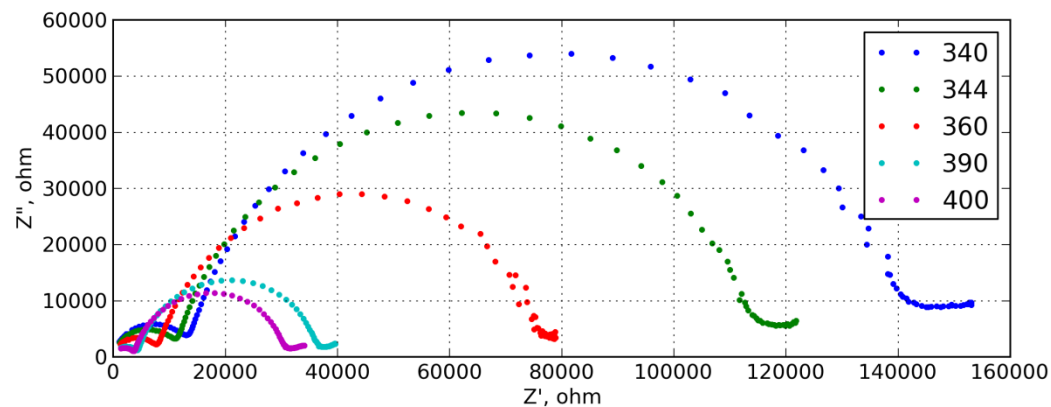
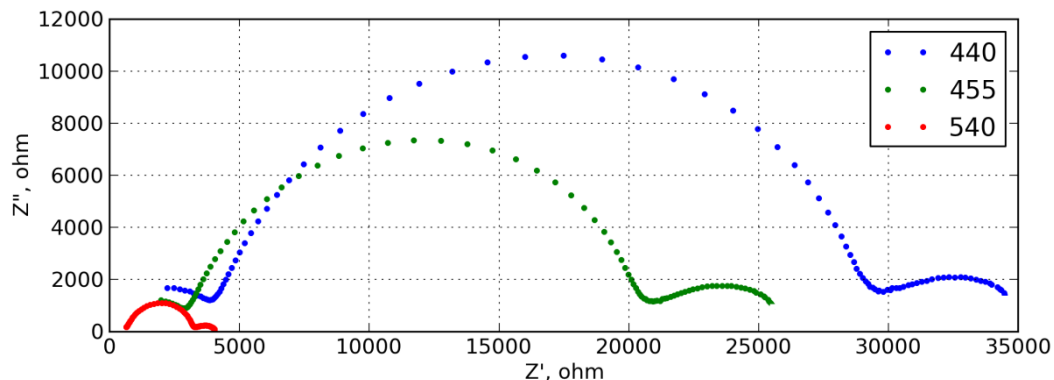


Рисунок 3. Дифрактограмма образца YSZ состава $ZrO_2+3\%Y_2O_3$, облученного ионами Ar

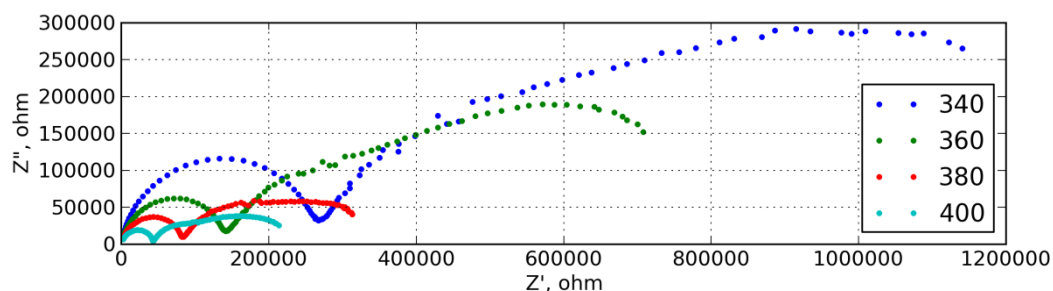


a)

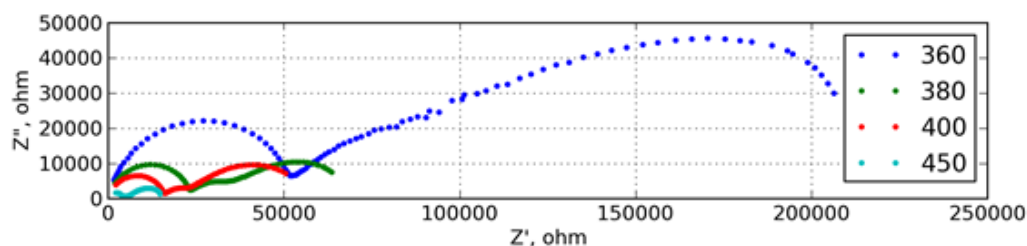


b)

Рисунок 4. Импедансные спектры образца состава $ZrO_2+3\%Y_2O_3$:
а – необлученного; б – после облучения ионами Ar

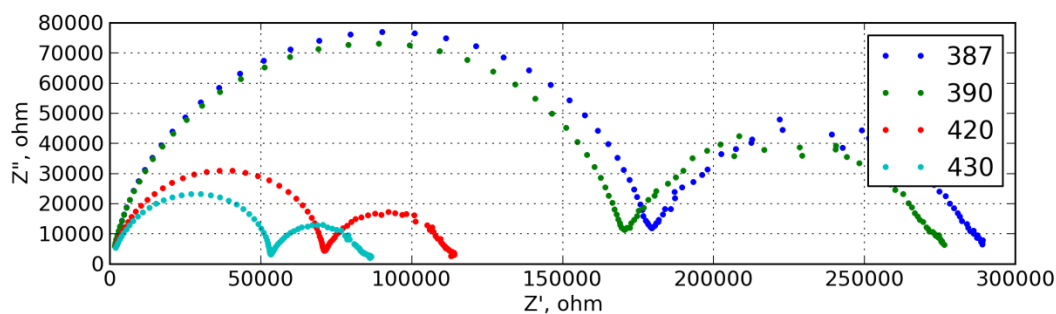


a)

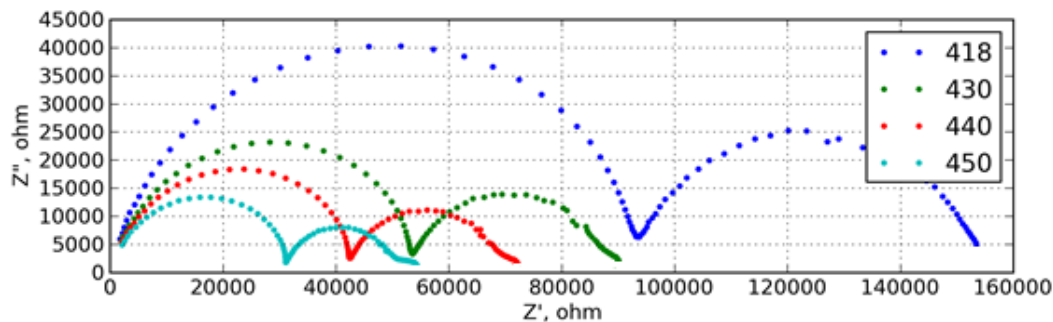


b)

Рисунок 5. Импедансные спектры образца состава $\text{ZrO}_2+10\%\text{Y}_2\text{O}_3$:
а – необлученного; б – после облучения ионами Ar



a)



b)

Рисунок 6. Импедансные спектры образца состава $\text{ZrO}_2+15\%\text{Y}_2\text{O}_3$:
а – необлученного; б – после облучения ионами Ar

Обработка импедансных спектров была выполнена с помощью программы EISAnalyser. Спектры импеданса практически во всех случаях хорошо описывались тремя последовательно соединенными параллельными $R||CPE$ цепочками (CPE – элемент постоянной фазы). Обработка позволила разделить вклады в импеданс объема зерна (R_1), границ зерен (R_2), а также электродных процессов (R_3) и определить соответствующие им значения сопротивлений.

На рисунке 7 представлены температурные зависимости электросопротивлений образцов YSZ состава 1. Оказалось, что облучение YSZ состава 1 ионами аргона приводит к увеличению, как суммарного электросопротивления материала, так и каждой составляющей электросопротивления в отдельности (см. рисунок 7а, б, с).

Аналогичная картина наблюдалась и в случае облучения YSZ состава 3 ионами аргона (рисунок 8 а, б, с).

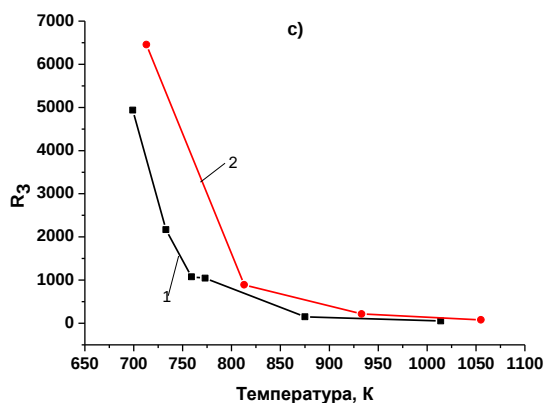
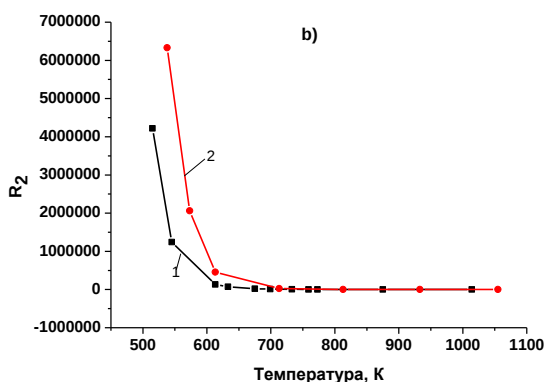
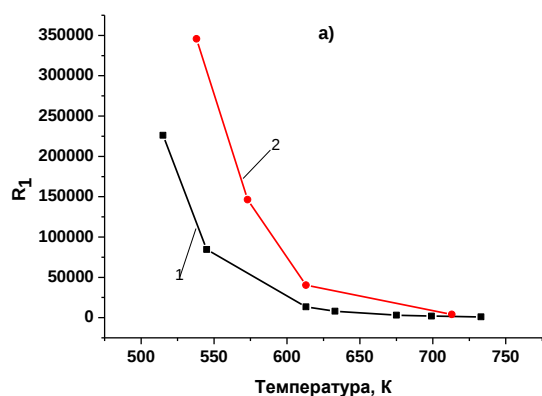


Рисунок 7. Температурные зависимости сопротивлений керамики состава $ZrO_2 + 3\%Y_2O_3$: а – объема зерна R_1 ; б – границ зерен R_2 ; с – электродных процессов R_3 (1 – необлученный образец; 2 – облученный ионами Ar)

На рисунке 9 а, б, с представлены температурные зависимости электросопротивлений образцов YSZ состава 2, необлученных и облученных ионами аргона.

Как видно из рисунков 7 и 8, облучение низкоэнергетическими ионами аргона ухудшило проводимость образцов $ZrO_2 + Y_2O_3$ 3.0 мол.% и $ZrO_2 + Y_2O_3$ 15.0 мол.%.

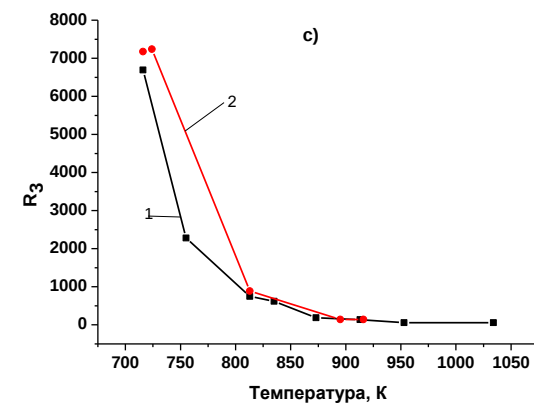
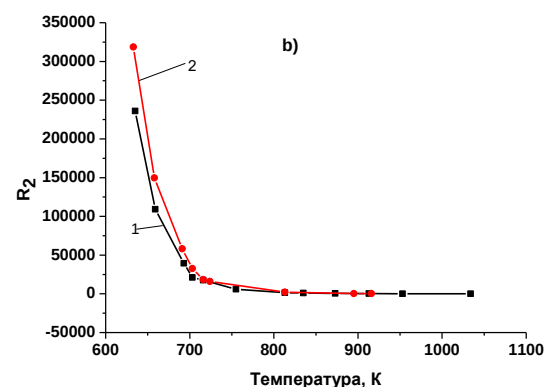
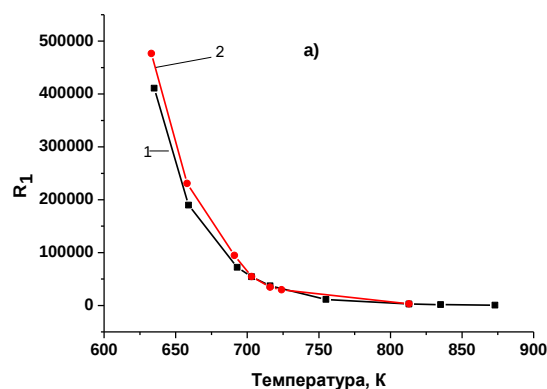


Рисунок 8. Температурные зависимости сопротивлений керамики состава $ZrO_2 + 15\%Y_2O_3$: а – объема зерна R_1 ; б – границ зерен R_2 ; с – электродных процессов R_3 (1 – необлученный образец; 2 – облученный ионами Ar)

Интересным является тот факт, что облучение образцов состава $ZrO_2 + 10.0$ мол.% Y_2O_3 (рисунок 9) привело к существенному улучшению их проводимости.

Как уже отмечалось ранее, проводимость диоксида циркония, стабилизированного иттрием, не является линейной функцией концентрации примесного оксида. Максимальная проводимость наблюдается при концентрации допанта $[Y_2O_3]$ 8-9 мол. %.

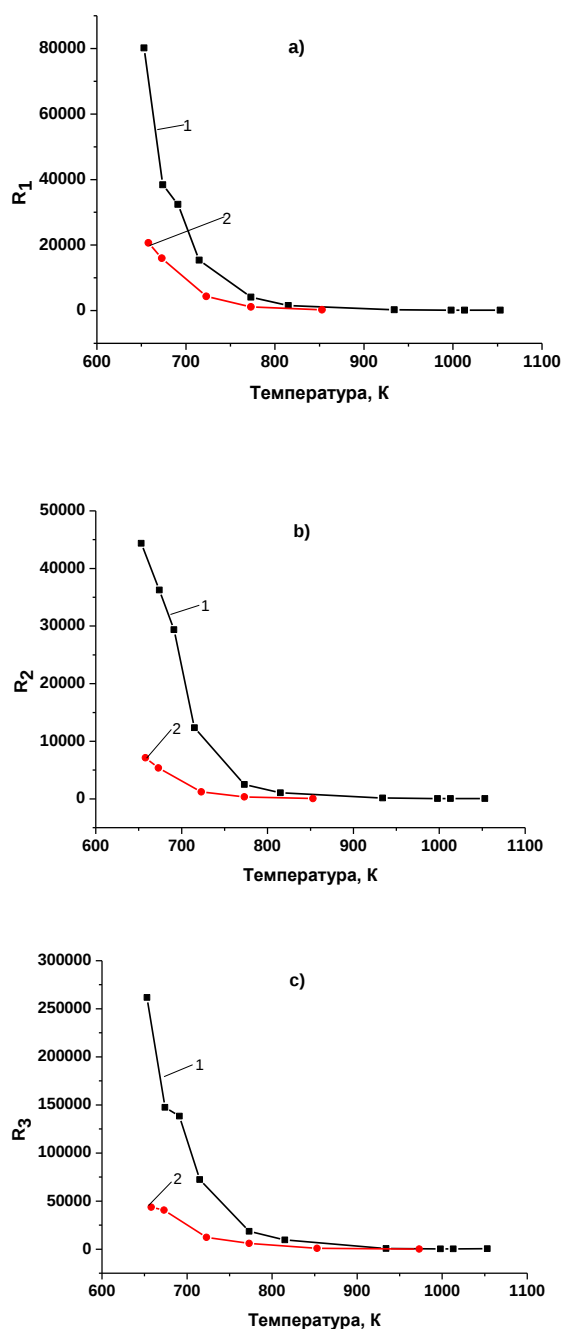
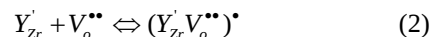


Рисунок 9. Температурные зависимости сопротивлений керамики состава $ZrO_2 + 10\%Y_2O_3$: а – объема зерна R_1 ; б – границ зерен R_2 ; с – электродных процессов R_3 (1 – необлученный образец; 2 – облученный ионами Ar)

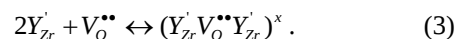
ЛИТЕРАТУРА

1. Yaroslavtsev, A.B. Основные направления разработки и исследования твердых электролитов / A.B. Yaroslavtsev // Russ. Chem. Rev., 2016, 85 (11) 1255 - 1276
2. Gong, W.L. Single and dual-beam irradiations of oxide ($c\text{-}ZrO_2$, MgO , $Gd_2Ti_2O_7$) and carbide / W.L. Gong, W. Lutz, R.C. Ewing // J. Nucl. Mater. 277 (2000) 239.
3. Stubican, V. S.. Phase Equilibria and Ordering in the System $ZrO_2\text{-}CaO$ / V. S. Stubican, S. P. Ray // J. Amer. Ceram. Soc. – 1977. – V.60. – P.534.

При более высоких концентрациях допанта возможно образование комплексов



и уменьшение подвижности вакансий. Данный комплекс имеет эффективный положительный заряд, если кислородная вакансия связана с одним атомом допанта. При дальнейшем росте концентрации допанта возможно образование электрически нейтральных комплексов, таких как



Обнаруженное ухудшение проводящих свойств керамики состава $ZrO_2 + Y_2O_3$ 15.0 мол.% при облучении ионами аргона вероятно обусловлено образованием комплексов вакансий. В керамике YSZ с фиксированным содержанием примеси при облучении ионами имеет место увеличение концентрации кислородных вакансий в приповерхностном слое, которые имеют тенденцию к комплексообразованию. Соответственно, это, по-видимому, не способствует улучшению проводящих свойств материала. В случае облучения керамики состава $ZrO_2 + Y_2O_3$ 3.0 мол.% воздействия облучения недостаточно, чтобы заметно улучшить прооводящие свойства образцов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, на основе полученных экспериментальных данных установлена возможность влияния на проводящие свойства YSZ посредством облучения низкоэнергетическими ионами аргона. Показано, что облучение $ZrO_2 + Y_2O_3$ 10.0 мол.% приводит к улучшению проводящих свойств сложного оксида, тогда как облучение ZrO_2 с 3.0 и 15.0 мол.% Y_2O_3 приводит к ухудшению их проводящих свойств.

Авторы выражают благодарность ВНС Каз. НТУ им. К.И. Сатпаева, к.х.н., Ермолаеву В.Н. за помощь в проведении рентгенофазовых исследований.

Работа выполнена при поддержке МОН РК (проект 0378/ГФ4).

4. Ruh, R. The system zirconia-scandia / R. Ruh, H. I. Garret, R. F. Domogala, V.A Patel // J. Amer. Ceram. Soc. – 1977. – V.60. – P.399.
5. Крёгер, Ф. Химия несовершенных кристаллов // М.: Мир, 1960.- 305 с.
6. Tien, T.Y. X-Ray and Electrical Conductivity Study of the Fluorite Phase in the System ZrO_2 -CaO / T.Y. Tien, Subbarao E.G. // J. Chem. Phys. – 1963. – V.39. – P. 1041 - 1047.
7. Aberland, P. Study of the dc and ac electrical properties of an yttria-stabilized zirconia single crystal $[(ZrO_2)_{0.88}(Y_2O_3)_{0.12}]$ / P.Aberland, J.F. Baumard // Phys. Rev. B **26**, 1005 (1982).
8. J.F. Ziegler, J.P. Biersack, M.D. Ziegler, SRIM – The Stopping and Range of Ions in Matter, 2012, 398 p.
9. Barsoukov, E. Impedance Spectroscopy. Theory, Experiment and Applications / E. Barsoukov, J.R. Macdonald // John Wiley & Sons, Inc., 2005
10. Галеева, А.В.. Исследование проводимости полупроводниковых структур методом импедансной спектроскопии. // Канд. дисс., МГУ, физический факультет. 2010
11. Roberts, J.J. Impedance Spectroscopy of Single and Polycrystalline Olivine: Evidence for Grain Boundary Transport / J.J. Roberts, J.A. Tyburczy // Phys. Chem. Minerals. – 1993. - vol. 20. - pp. 19 – 26

ТӨМЕН ЭНЕРГИЯЛЫ АРГОН ИОНДАРЫНЫҢ YSZ ӨТКІЗГІШ ҚАСИЕТТЕРІНЕ ЫҚПАЛЫ

И.В. Хромушин, Т.И. Аксенова

Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Импеданстық спектроскопия әдісімен құрамы әртүрлі YSZ өткізгіш қасиеттеріне 100 кэВ энергиялы аргон иондарының ықпалы зерделенген. EISAnalyser программасы арқылы импеданстық спектрлерді өңдеу, спектрлер үш тізбекті қосылған параллель $R||CPE$ тізбекшелермен (CPE – тұрақты фаза элементі) жақсы сипатталғанын, сондай-ақ үлестерді (R_1) түйір көлемінің, (R_1) түйір шекараларының және де (R_3) электрод процестерінің импедансына бөлуге және оларға тиісті кедергілер мәндерін анықтауға мүмкіндік беретінін көрсетті. $ZrO_2 + Y_2O_3$ 10.0 мол.% сәулелендіру күрделі оксидтің өткізгіш қасиеттерінің жақсаруына алып келеді, ал ZrO_2 3.0 және 15.0 мол.% Y_2O_3 сәулелендіру олардың өткізгіш қасиеттерінің нашарлануына әкелетіні анықталды.

INFLUENCE OF LOW ENERGY Ar ION IRRADIATION ON CONDUCTIVE PROPERTIES OF YSZ

I.V. Khromushin, T.I. Aksenova

Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan

Influence of the 100 keV Ar irradiation on the YSZ conducting properties was studied by the electrochemical impedance method. Processing of the impedance spectra with the EISAnalyser code has shown that the impedance spectra have a good fit to three serial $R||CPE$ circuits (CPE – constant phase element) and allowed to separate the grain bulk (R_1), grain boundaries (R_2) and electrode processes (R_3) contributions to the impedance and to determine the corresponding resistivity values. It was shown that irradiation of the $ZrO_2 + 10.0$ mol% Y_2O_3 improves the conducting properties of the complex oxide, while irradiation of the ZrO_2 (3 and 15 mol% Y_2O_3) deteriorates the oxide conductivity.

УДК: 539.104; 538.91

ВОЗДЕЙСТВИЕ СИЛЬНОТОЧНОГО ИМПУЛЬСНОГО ПУЧКА НИЗКОЭНЕРГЕТИЧЕСКИХ ЭЛЕКТРОНОВ НА УПРОЧНЕНИЕ И ЭФФЕКТ ПАМЯТИ ФОРМЫ СПЛАВА Ni-Ti, ИМПЛАНТИРОВАННОМ ИОНАМИ КРИПТОНА

Полтавцева В.П., Ларионов А.С., Сатпаев Д.А.

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

В работе представлены результаты измерений нано- и микротвердости и мартенситного гистерезиса сплава Ni-Ti после последовательного воздействия ионов криптона кэВ- и МэВ'ой энергии и сильноточного импульсного пучка низкоэнергетических электронов. Показано, что разупрочнение поверхностного слоя обработанных сплавов Ni-Ti обусловлено уменьшением содержания фазы NiTi со структурой B2. Причиной упрочнения при поверхностного слоя и в запробежной области сплава Ni-Ti, предварительно имплантированного ионами криптона МэВ'ой энергии, является образование радиационно-введенных упрочняющих дефектных структур (фаз). Установлено, что восстановление эффекта памяти формы обработанных сплавов Ni-Ti связано с наличием остаточных или образованных под воздействием сильноточного импульсного пучка низкоэнергетических электронов мартенситных фаз B19' и R-фазы никелида титана.

ВВЕДЕНИЕ

Несмотря на то, что сплавы на основе никелида титана обладают превосходными характеристиками эффектов памяти формы и сверхпластичности, высокими прочностными и антикоррозионными свойствами, совместимостью с тканями организма [1], требуется проведение дополнительных исследований для создания новых биосовместимых сплавов на основе никелида титана медицинского применения [1, 2]. В последнее время большой интерес проявляется к модификации сплавов никелида титана посредством имплантации тяжелых ионов инертных газов МэВ'ой энергии, способных создавать поверхностные наноразмерные структурные дефекты [3-8]. В работе [8] показано, что в результате имплантации ионов криптона с энергией 1,75 МэВ/нуклон до флюенса $1 \cdot 10^{20}$ ион/м² на поверхности сплава Ni-Ti формируется наноразмерная (≥ 200 нм) глобулярная структура. Одновременно наблюдается деградация физико-механических свойств и эффекта памяти формы, обусловленная протеканием радиационно-стимулированного фазового превращения B19' $\rightarrow$ B2 [8, 9].

В работе [8] установлено, что воздействие сильноточного импульсного пучка низкоэнергетических электронов на сплав Ni-Ti, предварительно модифицированный ионами криптона МэВ'ой энергии, имеет место выравнивание наноразмерной глобулярной структуры за счет частичного ее расплавления. При этом в области эффективного пробега R_h выявлены эффекты: восстановления мартенситной фазы NiTi со структурой B19'; формирования наночастиц R-фазы NiTi; разупрочнения [10]. Там же было показано, что в результате нагрева воздействием СИПНЭ на поверхности неимплантированного и после имплантации ионами криптона кэВ'ой энергии сплава Ni-Ti формируется мелкодисперсная ячеистая структура, а его объеме независимо от режима предварительной обработки наблюдаются линии от-

ражения никеля, свидетельствующие о распаде твердого раствора B2+Ni. Для корректной интерпретации полученных результатов необходимо установить роль обнаруженных мартенситных фаз NiTi со структурой B19' и R-фазы в упрочнении и эффекте памяти формы сплава Ni-Ti, предварительно имплантированного ионами криптона МэВ'ой энергии.

Целью настоящей работы является изучение влияния сильноточного импульсного пучка низкоэнергетических электронов на упрочнение и эффект памяти формы сплава Ni-Ti, имплантированного ионами криптона кэВ- и МэВ'ой энергий.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследовали сплав Ni-Ti состава 53.46 вес.% Ni – 46.54 вес.% Ti, состоящий преимущественно из NiTi со структурой B2 (аустенит), NiTi со структурой B19' (мартенсит) и незначительного содержания Ti, избыточного Ni в виде твердого раствора и технологических частиц, близких по составу к Ti₂Ni(C) [5]. Образцы для исследований вырезали электроискровой резкой массивной прокованной пластины сплава Ni-Ti поперек направления прокатки. Поверхность образцов подвергали механической шлифовке и последующей полировке на сукне с использованием пасты ГОИ. Качество поверхности оценивали методом оптической металлографии. Размер образцов $15 \times 3.9 \times 0.35$ мм³.

Со стороны полировки образцы подвергались обработке ионами криптона на ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60 (Астана, Казахстан). Исследования по влиянию воздействия сильноточного импульсного пучка низкоэнергетических электронов проводили на образцах в исходном структурно-фазовом состоянии и после имплантации ионами криптона с энергией $E=280$ кэВ до флюенса $\Phi_t=1 \times 10^{21}$ м⁻² и $E=1.75$ МэВ/нуклон до $\Phi_t=5 \times 10^{20}$ м⁻². Температура образца в процессе имплантации была ниже 100 °С. Площадь радиационной обработки составляла $\sim 1 \times 10^{-4}$ м².

Обработка сильноточным импульсным пучком низкоэнергетических электронов (СИПНЭ) в режиме плавления производилась в Институте сильноточной электроники СО РАН (Томск, Россия) на установке «Соло» [11]. Плотность энергии, передаваемой мишени, составляла ~ 7 Дж/см², длительность воздействия – 50 мкс, ток – 45 А, напряжение – 15 кВ, количество и частота следования импульсов облучения – $N = 3$ импульса и $f = 0,3$ Гц.

Степень упрочнения образцов сплава Ni-Ti оценивали на основе измерений нано – и микротвердости методом склерометрии [6] и по Виккерсу в зависимости от приложенной нагрузки в диапазоне 1 ± 200 мН и $0,098 \pm 4,9$ Н с использованием нанотвердомера «НаноСкан-Компакт» и микротвердомера «ПМТ-3М» (Россия) соответственно. Точность измерений нанотвердости 1%, микротвердости 3-4%. Толщина исследуемых слоев при каждой приложенной нагрузке определяется глубиной царапины и отпечатка. Шероховатость обработанной поверхности оценивалась методами атомно-силовой микроскопии (АСМ), профилометрирования и на основе измерений кривых шероховатости на нанотвердомере. Эффект памяти формы и температурные интервалы протекания мартенситных переходов определяли по результатам обработки кривых температурной зависимости электросопротивления, измеряемых компенсационным методом с использованием четырех-электродного зонда с прижимными контактами [12] при погружении в пары жидкого азота (охлаждение) и его подъеме (нагрев).

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Измерения нанотвердости

Результаты измерений нанотвердости в зависимости от толщины поверхностного слоя исходного и обработанных СИПНЭ сплавов Ni-Ti приведены на рисунке 1. Во-первых, отметим, что в результате обработки СИПНЭ исходного сплава Ni-Ti происходит расплавление деформационно-упрочненного слоя, связанного с образованием соединения Ni_3Ti_3O в процессе подготовки образцов [5]. Во-вторых, вблизи поверхности на глубине 50-300 нм наблюдается плато упрочнения в среднем на 5% по сравнению с исходным сплавом Ni-Ti. В-третьих, на глубине 400 нм величина нанотвердости сравнивается со значением, характерным для исходного сплава Ni-Ti, тогда как при достижении глубины 500 нм ее величина уменьшается в 3 раза, т.е. материал разупрочняется.

В случае обработки СИПНЭ имплантированных ионами криптона сплавов Ni-Ti характер $H(h)$ – кривых зависит от энергии иона (рисунок 1). Так, для ионов криптона МэВ'ой энергии $H(h)$ – кривая на начальном участке совпадает с соответствующей $H(h)$ – кривой для исходного сплава Ni-Ti, а в интервале глубин ≥ 150 -400 нм значение нанотвердости резко уменьшается, т.е. данный сплав сильно разупрочняется.

Разупрочнение на 30% на глубине 50-400 нм и дальнейшее усиление степени разупрочнения на больших глубинах характерно для ионов криптона кэВ'ой энергии.

Таким образом, из полученных данных измерений нанотвердости следует, что ее величина вблизи поверхности исследуемых сплавов Ni-Ti зависит от режима обработки, тогда как на глубине независимо от режима обработки имеет место сильное разупрочнение, интервал глубин которого сдвигается к поверхности с увеличением энергии ионов криптона. На величину нанотвердости может оказывать влияние структура и качество поверхности, изменение фазового состава.

Проведенный сравнительный анализ полученных данных по нанотвердости вблизи поверхности и наноструктуре поверхности [8] обработанных СИПНЭ сплавов Ni-Ti не выявил прямой связи между величиной нанотвердости и размером наноструктурных дефектов. Действительно, рельеф поверхности как исходной, так и имплантированной ионами криптона кэВ'ой энергии поверхности представляет собой мелкодисперсную ячеистую структуру. При этом ячеистая структура поверхности исходного сплава Ni-Ti, вблизи которой обнаружено плато упрочнения (рисунок 1), неоднородная, с размером ячеек в пределах $10 \div 45$ нм. Однако после имплантации ионами криптона кэВ'ой энергии формируется более однородная и более мелкодисперсная ($15 \div 23$ нм) ячеистая структура, что не согласуется с разупрочнением вблизи поверхности данного сплава Ni-Ti (рисунок 1).

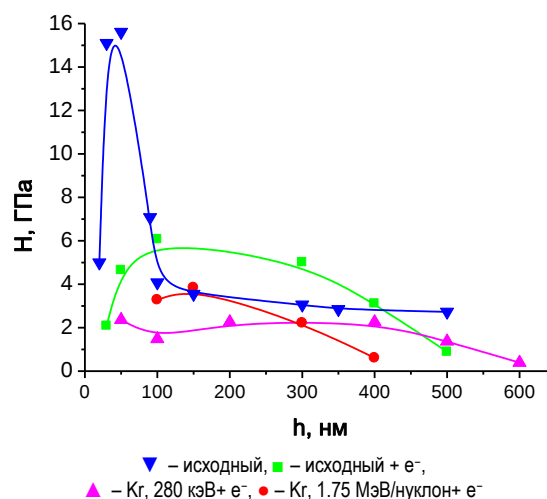


Рисунок 1. Изменение нанотвердости от глубины поверхностного слоя сплава Ni-Ti после различных режимов обработки

В случае ионов криптона МэВ'ой энергии воздействие дополнительной обработки СИПНЭ не приводит к образованию новых радиационно-индуцированных структур, а имеет место измельчение в 1,5 раз двухслойной глобулярной структуры, увеличение в ~ 7 раз высоты неоднородностей, заполнение

впадин и вскрытие отдельных глобул. Результатом воздействия СИПНЭ, как видно из рисунка 1, является нулевой прирост нанотвердости вблизи поверхности.

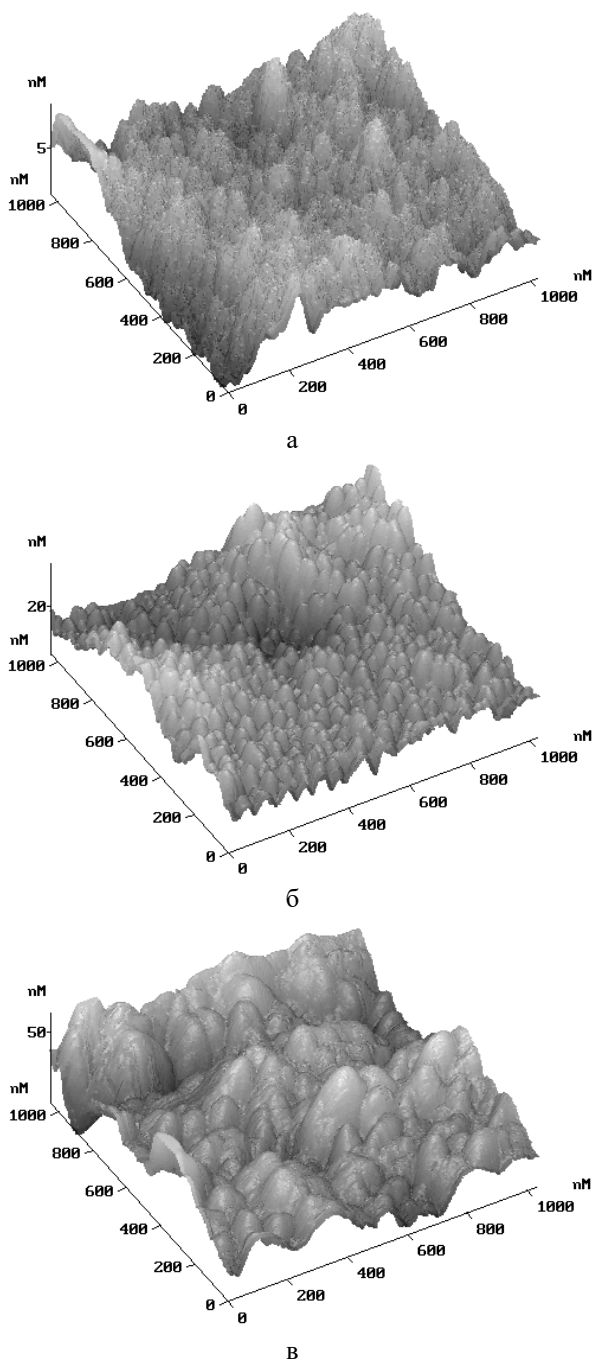


Рисунок 2. 3D изображения поверхности исходного (а) и имплантированных ионами криптона с энергией 280 кэВ (б) и 1,75 МэВ/нуклон (в) сплавов Ni-Ti после обработки СИПНЭ

Проанализируем теперь влияние качества облученной поверхности на величину нанотвердости вблизи поверхности. На рисунке 2 представлены полученные методом АСМ 3D изображения поверхности обработанных СИПНЭ сплавов Ni-Ti. В первую

очередь отметим, что величина высоты неоднородностей зависит от режима обработки. Наименьшая высота наблюдается для исходного сплава Ni-Ti (рисунок 2а), затем она увеличивается в 4 и 10 раз вследствие имплантации ионов криптона кэВ- и МэВ'ой энергии соответственно (рисунки 2б и 2в).

Измеренные данные по шероховатости поверхности методами АСМ на основе 2D изображений, измерения кривых шероховатости на нанотвердомере и профилометрирования в 10-20 направлениях обработанной поверхности приведены в таблице 1. Видно, что измеренные различными методами абсолютные данные шероховатости различаются, однако тенденция увеличения шероховатости с увеличением энергии ионов криптона по сравнению с исходным сплавом сохраняется. При этом наиболее близкие соотношения получены методами измерения на нанотвердомере и профилометрирования.

Таблица 1. Влияние СИПНЭ на шероховатость сплавов Ni-Ti после различных режимов обработки

Метод измерения, нм	Режим обработки		
	Исход.	Кр, 280 кэВ	Кр, 1.75 МэВ/нукл
АСМ	4	6	15
H(h)	7,96	9,76	45,4
Профил.	0,178	0,198	0,479

Незначительные (~1,2) различия в шероховатости исходного и имплантированного ионами криптона кэВ'ой энергии сплавов Ni-Ti после СИПНЭ хорошо коррелируют с мелкодисперсной ячеистой структурой, характерной для данных сплавов [8]. Это является свидетельством того, что шероховатость не оказывает заметного влияния на измерения нанотвердости вблизи поверхности данных сплавов. В случае имплантированного ионами криптона МэВ'ой энергии сплава Ni-Ti влияние шероховатости на измерения нанотвердости может быть несколько большим, на что указывает экспериментальный факт невозможности измерения нанотвердости на глубинах ≤ 100 нм (рисунок 1). Однако, по нашему мнению, это не является основной причиной нулевого прироста нанотвердости вблизи поверхности данного сплава Ni-Ti.

Согласно данным рентгеноструктурного анализа (РСА) в геометрии скользящего пучка под углом 2° (глубина анализа около 1 мкм) [8], в результате воздействия СИПНЭ независимо от режима обработки 100%-ой фазой поверхностного слоя сплава Ni-Ti является фаза NiTi со структурой B2. При этом содержание данной фазы в поверхностном слое исходного и имплантированного ионами криптона кэВ'ой энергии сплава Ni-Ti одинаково и с наличием в них наноразмерных частиц R-фазы NiTi [13, 14]. Однако образование фазы NiTi со структурой B2 в исходном сплаве Ni-Ti под воздействием СИПНЭ сопровождается радиационно-стимулированным превращением незначительной (около 15%) фазы NiTi со структу-

рой B19' в фазу NiTi со структурой B2 [13] и расплавлением соединения $\text{Ni}_3\text{Ti}_2\text{O}$ [5].

Для имплантированного ионами криптона кэВ'ой энергии сплава Ni-Ti также характерно протекание радиационно-стимулированного превращения остаточной фазы NiTi со структурой B19' в фазу NiTi со структурой B2, но основным является уменьшение фазы NiTi со структурой B2 в 1,7 раз под воздействием СИПНЭ. В случае имплантации ионов криптона МэВ'ой энергии фазовый состав не изменяется под воздействием СИПНЭ, однако наблюдается уменьшение в 1,5 раз фазы NiTi со структурой B2.

На основе проведенного анализа данных РСА сплавов Ni-Ti можно сделать вывод, что одной из причин упрочнения-разупрочнения в зависимости от режима обработки является изменение фазового состава и/или уменьшение содержания основной фазы NiTi со структурой B2. Так, упрочнение вблизи поверхности исходного сплава Ni-Ti связано с образованием фазы NiTi со структурой B2, радиационно-стимулированным превращением B19'→B2 и формированием наноразмерных частиц R-фазы NiTi. Разупрочнение и нулевой прирост нанотвердости имплантированного ионами криптона кэВ- и МэВ'ой энергии сплавов Ni-Ti обусловлено различной степенью уменьшения содержания фазы NiTi со структурой B2.

Измерения микротвердости

Результаты измерений микротвердости в зависимости от толщины приповерхностного слоя исходного и обработанных СИПНЭ сплавов Ni-Ti приведены на рисунке 3. Видно, что упрочнение приповерхностного слоя наблюдается после обработки СИПНЭ имплантированного ионами криптона МэВ'ой энергии сплава Ni-Ti, причем величина микротвердости почти линейно уменьшается с увеличением глубины слоя. Подчеркнем, что толщина измеренного слоя, согласно данным работы [6], включает область проективного пробега R_p ионов криптона МэВ'ой энергии и часть апробежной области. Разупрочнение практически одинаковой степени по всему приповерхностному слою имеет место в случае исходного и имплантированного ионами криптона кэВ'ой энергии сплава Ni-Ti.

По данным исследований методом РСА в геометрии расходящегося пучка (глубина анализа >8 мкм) в результате радиационного нагрева под воздействием СИПНЭ при всех режимах обработки происходит распад твердого раствора обогащенных никелем сплавов Ni-Ti с выделением фазы Ni [10]. Там же было показано, что для имплантированного ионами криптона МэВ'ой энергии сплава Ni-Ti имеет место восстановление фазы NiTi со структурой B19' и формирование наноразмерных частиц R-фазы NiTi. Поскольку данные фазы являются мартенситного класса, которые обладают более высокой твердостью [1, 15, 16], то упрочнение имплантированного иона-

ми криптона МэВ'ой энергии сплава Ni-Ti может быть связано в основном с их образованием (рисунок 3).

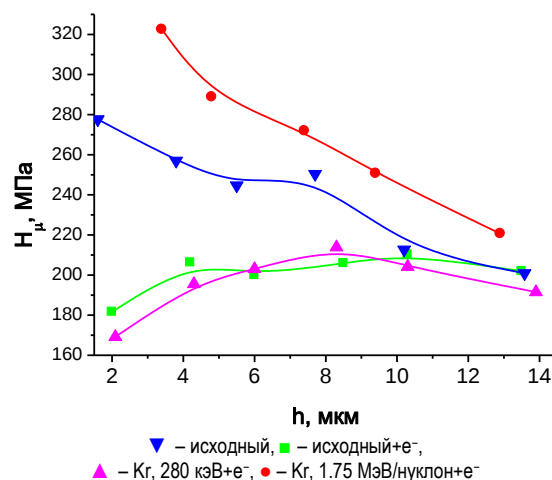


Рисунок 3. Изменение микротвердости от глубины приповерхностного слоя сплава Ni-Ti после различных режимов обработки

Эффект распада твердого раствора с выделением фазы Ni в аналогичных сплавах Ni-Ti происходит также в процессе термического отжига при 300°C [17]. Данный факт дает основание утверждать, что температура сплавов Ni-Ti в процессе обработки СИПНЭ была не менее 300°C . Кроме того, установлено, что температура отжига, при которой происходит восстановление фазы NiTi со структурой B19' и образования R-фазы NiTi, уменьшается с ростом флюенса имплантации ионов криптона МэВ'ой энергии, тогда как выявленный эффект термического упрочнения, наоборот, увеличивается с его ростом.

Особо выделим работу [6], согласно данным которой, радиационное упрочнение приповерхностного слоя, а также на глубине, превышающей проективный пробег R_p (запробежная область), имеет место для сплавов Ni-Ti непосредственно после имплантации ионов аргона и криптона МэВ'ой энергии. При этом независимо от типа иона максимальное (118%) упрочнение поверхностного слоя наблюдается на глубине ~ 3 мкм и его степень уменьшается с уменьшением интенсивности тока пучка ионов. На больших (≥ 6 мкм) глубинах, как и в случае обработки СИПНЭ имплантированного ионами криптона МэВ'ой энергии (рисунок 3), степень упрочнения практически линейно уменьшается, причем значения микротвердости в 1,5 раз выше, чем после обработки СИПНЭ.

Из сравнения выше приведенных данных по упрочнению приповерхностного слоя сплавов Ni-Ti с фазовым составом можно сделать вывод, что природа упрочняющих дефектных структур (фаз) одна и та же и обусловлена имплантацией ионов криптона МэВ'ой энергии. Однако для установления природы

упрочняющих дефектных структур необходимо проведение дополнительных исследований с помощью метода просвечивающей электронной микроскопии.

Эффект памяти формы

Результаты измерения температурной зависимости электросопротивления обработанных СИПНЭ сплавов Ni-Ti приведены на рисунке 4. Характеристические температуры прямого и обратного мартенситного превращения (МП) сплавов Ni-Ti после различных режимов обработки указаны в таблице 2. В первую очередь отметим, что $\rho(T)$ – кривые сплавов Ni-Ti после имплантации ионов криптона практически совпадают и располагаются ниже по шкале удельных электросопротивлений по сравнению с соответствующей $\rho(T)$ – кривой для исходного сплава Ni-Ti (рисунок 4). Данный факт хорошо согласуется с образованием под воздействием радиационного нагрева более стехиометрических сплавов Ni-Ti, предварительно имплантированных ионами криптона [10].

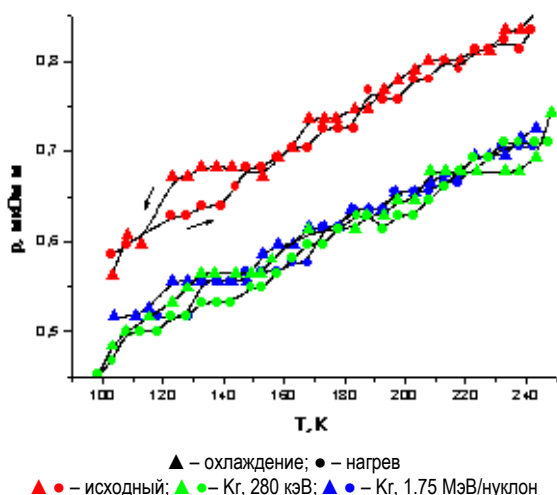


Рисунок 4. Кривые температурной зависимости электросопротивления после СИПНЭ сплава Ni-Ti с различным режимом обработки

Таблица 2. Характеристические температуры прямого и обратного МП сплавов Ni-Ti после различных режимов обработки

Режим обработки	M_n , К	M_s , К	A_n , К	A_s , К
Исходный	140	120	120	150
Исходный+е ⁻	132,5	110	110	158
Кг, 280 кэВ+е ⁻	128	110	110	144
Кг, 1.75 МэВ/нукл.+е ⁻	123	110	110	133
Кг, 1.75 МэВ/нукл.	100	>80	>80	140

Во-вторых, после всех режимов обработки сплава Ni-Ti наблюдаются прямые петли мартенситного гистерезиса, свидетельствующие о протекании мартенситного превращения в последовательности B2→B19' [1, 14] (рисунок 4). Действительно, в работе [10] было установлено, что независимо от режима обработки в сплаве Ni-Ti после СИПНЭ содержатся

остаточные или вновь образованные мартенситные фазы B19', ответственные за проявление эффекта памяти формы [1, 14-16].

В-третьих, в результате обработки СИПНЭ происходит сдвиг интервала мартенситного превращения в сторону более высоких температур по сравнению с имплантацией ионов криптона МэВ'ой энергии (таблица 2, [9]). При этом характеристические температуры прямого и обратного МП на ~10 К ниже, чем для необработанного СИПНЭ исходного сплава, и незначительно уменьшаются после обработки СИПНЭ и с увеличением энергии ионов криптона. Отсюда можно сделать вывод, что содержание мартенситной фазы NiTi со структурой B19' как в исходном сплаве Ni-Ti, так и после обработки СИПНЭ отличается незначительно.

В-четвертых, обнаружены, по крайней мере, по три петли гистерезисов структурно-деформационного происхождения в интервале температур выше 150 К (рисунок 4), важных с точки зрения применения сплавов на основе никелида титана с ЭПФ [1]. При этом площадь данных петель изменяется в зависимости от режима обработки сплава Ni-Ti.

Таким образом, в результате воздействия сильно-точного импульсного пучка низкоэнергетических электронов температурный интервал мартенситного гистерезиса исходного сплава Ni-Ti незначительно сдвигается в сторону более низких температур и практически полностью восстанавливается эффект памяти формы сплава Ni-Ti, предварительно имплантированного ионами криптона кэВ- и МэВ'ой энергии.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В сплаве Ni-Ti, в исходном состоянии и имплантированном ионами криптона кэВ- и МэВ'ой энергии, в результате воздействия сильно-точного импульсного пучка низкоэнергетических электронов наблюдаются следующие эффекты:

- Разупрочнения поверхностного слоя, степень которого зависит от содержания фазы NiTi со структурой B2 в сплавах Ni-Ti после различных режимов предварительной обработки.

- Упрочнения приповерхностного слоя и в за-пробежной области сплава Ni-Ti, предварительно имплантированном ионами криптона МэВ'ой энергии. Показано, что данный эффект связан с образованием радиационно-введенных упрочняющих дефектных структур (фаз).

- Восстановления эффекта памяти формы в сплавах Ni-Ti вследствие наличия остаточных или образованных под воздействием сильно-точного импульсного пучка низкоэнергетических электронов мартенситных фаз B19' и R-фазы никелида титана.

- Расплавления деформационно-упрочненного слоя сплава Ni-Ti в исходном состоянии, упрочнения вблизи поверхности на ~5% и незначительное ухудшение его эффекта памяти формы по сравнению с необработанным исходным сплавом Ni-Ti.

ЛИТЕРАТУРА

1. Никелид титана. Медицинский материал нового поколения / В.Э. Гюнтер, В.Н. Ходоренко, Ю.Ф. Ясенчук, Т.Л. Чекалин, В.В. Овчаренко и др. – Томск: Изд-во МИЦ, 2006. – 296 с.
2. Ratner, B.D., Hoffman A.S. Biomaterials science: an introduction to materials in medicine / B.D. Ratner, Hoffman A.S. // Elsevier Academic Press. – 2004. – P.201– 218.
3. Овчинников, В.В. Радиационно-динамические эффекты. Возможности формирования уникальных структурных состояний и свойств конденсированных сред / В.В. Овчинников // УФН. – 2008. – Т.178, №9. – С.991-1001.
4. Ковивчак, В.С. Модификация Al сплавов мощным ионным пучком при повышенных температурах / В.С. Ковивчак, Е.В. Попов, К.А. Михайлов, Т.К. Панова, Р.Б. Бурлаков // ФиХОМ. – 2004. – №1. – С.28-30.
5. Poltavtseva, V.P. Feature of radiation damage of Ni-Ti alloy under exposure to heavy ions of gaseous elements / V.P. Poltavtseva, S.B. Kislitsin, D.A. Satpaev, T.S. Mylnikova, A.V. Chernyavskii // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. – 2015. – V.81. – P.01234.
6. Poltavtseva, V. Radiation hardening of Ni-Ti alloy under implantation of inert gases heavy ions / V. Poltavtseva, A. Larionov, D. Satpaev, M. Gyngazova // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering. – 2016. – V.110. – P.012011.
7. Полтавцева, В.П. Трекообразование в сплаве Ni-Ti при облучении тяжелыми ионами инертных газов / В.П. Полтавцева // Материалы XI Межд. конф. по взаимодействию излучений с твердым телом. – Минск: Изд. Центр БГУ, 2015. – С.141-143.
8. Poltavtseva, V.P. Peculiarities of high-current electron beam effect on the structure of Ni-Ti alloy surface implanted by krypton ions / V.P. Poltavtseva, S.B. Kislitsin, N.N. Koval, K.V. Oskomov // Известия ВУЗов. Физика. – 2012. – №12/3. – С.40-43.
9. Poltavtseva, V.P. Shape memory effect of Ni-Ti alloy implanted heavy ions / V.P. Poltavtseva // Proc. 10th Intern. Conf. on Modification of Materials with Particle Beams and Plasma Flows. – Tomsk: Publ. House IOA SB RAS, 2010. – P.441-442.
10. Полтавцева, В.П. Фазообразование в сплаве Ni-Ti при последовательном воздействии ионов криптона и сильноточного электронного пучка / В.П. Полтавцева, Н.Н.Коваль, С.Б. Кислицин, В.И. Антонюк // Материалы X Межд. конф. по взаимодействию излучений с твердым телом. – Минск: Изд. Центр БГУ, 2013. – С.211-213.
11. Коваль, Н.Н. Установка для обработки поверхности металлов электронным пучком / Н.Н. Коваль, П.М. Шанин, В.Н. Девятков, В.С. Толкачев, Л.Г. Винтизенко // Приборы и техника эксперимента. – 2005. – №1. – С.135-140.
12. Полтавцева, В.П. Четырехэлектродный зонд для измерений электросопротивления металлов / В.П. Полтавцева // Известия АН Каз.ССР. Серия физико-математическая. – 1982. №4. – С.85-86.
13. Лотков, А.И. Влияние старения на температуру начала мартенситного превращения в интерметаллиде NiTi / А.И. Лотков, В.Н. Гришков, С.В. Анохин, А.И. Кузнецов // Известия вузов. Физика. – 1982. – №10. – С.11-16.
14. Слабоустойчивые предпереходные структуры в никелиде титана / Потекаев А.И., Клопотов А.А., Козлов Э.В., Кулагина В.В. – Томск: Изд-во НТЛ, 2004. – 296 с.
15. Сплавы с эффектом памяти формы / Ооцука К., Симидзу К., Судзуки Ю. и др. – М.: Металлургия., 1992. – 224 с.
16. Никелид титана. Структура и свойства / Хачин В.Н., Пушин В.Г., Кондратьев В.В. – М.: Наука, 1992. – 160 с.
17. Полтавцева, В.П. Влияние термического отжига на структурно-фазовые изменения в сплаве Ni-Ti, имплантированном ионами криптона / В.П. Полтавцева, С.Б. Кислицин, С.А. Гынгазов // Известия ВУЗов. Физика. – 2016. – Т.59, №2. – С.3-9.

КРИПТОН ИОНДАРЫМЕН ЕНДІРІЛГЕН Ni-Ti ҚОРЫТПАСЫНЫҢ БЕРІКТЕЛУІНЕ ЖӘНЕ ПІШІН ЖАДЫ ЭФФЕКТІСІНЕ ТӨМЕН ЭНЕРГИЯЛЫ ЭЛЕКТРОНДАРДЫҢ КҮШТІ АҒЫМДЫ ИМПУЛЬСТІК ШОҒЫНЫҢ ӘСЕРІ

В.П. Полтавцева, А.С. Ларионов, Д.А. Сатпаев

Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Жұмыста кэВ- және МэВ-энергиялы криптон иондарының және төмен энергиялы электрондардың күшті ағымды импульстік шоғының тізбекті әсерінен кейін Ni-Ti қорытпасының нано- мен микроқаттылығын және мартенситтік гистерезисін өлшеудің нәтижелері ұсынылған. Ni-Ti өңделген қорытпаларының беттік қабатының осалдануы В2 құрылымы бар NiTi фазасы құрамының азаюымен шартталғаны көрсетілген. Алдын ала МэВ- энергиялы криптон иондарымен ендірілген Ni-Ti қорытпаның бет үсті қабатының және жүгіру жолы аймағының осалдану себебі радиациялық енгізілген беріктелетін ақау құрылымдардың (фазалар) түзілуі болып табылады. Ni-Ti өңделген қорытпалардың пішін жады эффектісін қалпына келтіру төмен энергиялы электрондардың күшті ағымды импульстік шоқтарының әсерінен пайда болған титан никелидінің В19' мартенситтік фазалар мен R-фазаның немесе қалдықтың болуына байланысты екені анықталды.

**IMPACT OF THE LOW-ENERGY, HIGH-CURRENT PULSED ELECTRON BEAM
ON HARDENING AND SHAPE MEMORY EFFECT OF THE Ni-Ti ALLOY
IMPLANTED WITH CRYPTON IONS**

V.P. Poltavtseva, A.S. Larionov, D.A. Satpaev

Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan

The paper provides the results of measurements of nano- and microhardness and martensitic hysteresis of a Ni-Ti alloy after the successive impact of krypton ions of keV and MeV energy and the low-energy, high-current pulsed electron beam. It is shown that softening of the surface layer of treated Ni-Ti alloys is caused by decrease in the content of the NiTi phase with the B2 structure. The cause of hardening of the near-surface layer and in the outrange region of the Ni-Ti alloy, preliminarily implanted with the krypton ions of MeV energy, is the formation of radiation-introduced hardening defective structures (phases). It was established that recovering of the shape memory effect of the processed Ni-Ti alloys is associated with the presence of residual, or formed under the impact low-energy, high-current pulsed electron beam of the martensite phases B19' and R-phase of titanium nickelide.

УДК 539.21: 620.193: 621.039.5

ТЕМПЕРАТУРНЫЕ ЗАВИСИМОСТИ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НАТУРНОГО И ПРОТОТИПНОГО КОРИУМОВ БЫСТРОГО ЭНЕРГЕТИЧЕСКОГО РЕАКТОРА¹⁾ Скаков М.К., ¹⁾ Дерявко И.И., ²⁾ Мухамедов Н.Е., ¹⁾ Вурим А.Д., ¹⁾ Кукушкин И.М.¹⁾ Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан²⁾ Государственный университет им. Шакарима г. Семей, Казахстан

Приведены методики и результаты изготовления образцов натуральных и прототипных кориумов быстрого энергетического реактора, полученных в условиях, моделирующих тяжелую реакторную аварию с потерей теплоносителя. Представлена разработанная технология изготовления прототипного кориума на стенде высокотемпературных испытаний ВЧГ-135. Рассмотрены результаты изучения температурных зависимостей теплофизических характеристик натуральных и прототипных кориумов.

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время повышенное внимание уделяется проблеме безопасности эксплуатации атомных реакторов. Общепринято, что возникновение аварии, сопровождающейся плавлением материалов активной зоны, является маловероятным событием. Оно может произойти при уникальном стечении обстоятельств, а именно, при одновременном отказе большого числа элементов безопасности, в результате которого может нарушиться работа систем охлаждения и произойти потеря теплоносителя. В этом случае выделяющаяся теплота реакции деления может привести к разрушению геометрии активной зоны и ее плавлению. Для полной оценки риска использования реакторов и повышения их безопасности необходимо прогнозировать возможное течение аварийной ситуации, а также определять возможные последствия тяжелых аварий и меры по их устранению.

Как известно, теплофизические свойства кориума (расплава конструкционных и топливных материалов активной зоны реактора), полученного в экспериментах, моделирующих тяжелые аварии на ядерных реакторах, представляют собой чрезвычайно важную информацию для выявления механизмов тяжелых реакторных аварий [1-9]. Именно поэтому экспериментальное изучение теплофизических свойств кориумов необходимо для построения базы данных, которая могла бы быть использована при прогнозировании течения тяжелых аварий, а также в расчетных моделях.

К настоящему времени известны теплофизические свойства (ТФС) многих конструкционных и топливных материалов ядерного реактора в диапазоне их рабочих температур, но практически полностью отсутствуют сведения о ТФС прототипных кориумов (и тем более натуральных кориумов, то есть кориумов, полученных в реакторных экспериментах). Поскольку расплавы конструкционных и топливных материалов активной зоны ядерного реактора нельзя рассматривать как некую смесь с заранее известными составами и структурами ингредиентов, то и не представляется возможным применять для теорети-

ческих оценок их теплофизических свойств «правил аддитивности», тем более что эти правила значительно нарушаются при фазовых переходах. Поэтому наиболее надежная информация о ТФС образцов любых кориумов (как натуральных, так и прототипных) может быть получена только из результатов непосредственных экспериментальных исследований.

В рамках указанных работ в Филиале «Институт атомной энергии» Национального ядерного центра Республики Казахстан проводятся реакторные и вне реакторные эксперименты по получению кориумов энергетических реакторов и изучению ТФС этих кориумов. В настоящей работе представлены первые результаты по изготовлению натуральных и прототипных кориумов быстрого энергетического реактора в условиях, моделирующих условия протекания тяжелой реакторной аварии с потерей натриевого теплоносителя, а также первые результаты по экспериментальным измерениям теплофизических свойств таких кориумов.

МЕТОДИКА И РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ НАТУРНОГО КОРИУМА

Эксперимент по получению натурального кориума быстрого энергетического реактора выполнялся в ампульном внутриреакторном экспериментальном устройстве (ЭУ), схематически представленном на рис. 1а. В тепловыделяющей сборке этого устройства были применены топливные таблетки типа БН-350 из диоксида урана с обогащением до 17 % по ^{235}U в оболочках из нержавеющей стали Х16Н15МЗБ. В бланкетной части твэлов были применены топливные таблетки типа БН-350 из диоксида урана с обогащением 0,27 % по ^{235}U . Общая масса диоксида урана с обогащением до 17% по ^{235}U составляла около 9 кг.

Концепция выполненного в импульсном графитовом реакторе ИГР эксперимента базировалась на моделировании аварийной ситуации реактора на быстрых нейтронах с натриевым теплоносителем в условиях тяжелой аварии с потерей теплоносителя, в которой реализуется следующая последовательность событий. Вначале за счет облучения модельной ТВС нейтронным потоком реактора ИГР в ис-

пытательной секции ЭУ образуется бассейн расплава топлива, затем происходит проплавление расплавом тонкостенной стальной внутренней трубы и перемещение расплава топлива и стали сначала в полость толстостенной сливной трубы, а затем в полость ловушки ЭУ, после чего происходит затвердевание расплава кориума в ловушке устройства.

Подготовка к проведению исследований затвердевшего в ловушке ЭУ расплава кориума, показанного на рис. 1б, осуществлялась в рамках трех основных стадий. На предварительной стадии была обеспечена выдержка ЭУ в радиационно-защитной камере для снижения радиоактивности кориума до уровня, при котором обеспечивается возможность работы с образцами без ограничений по времени.

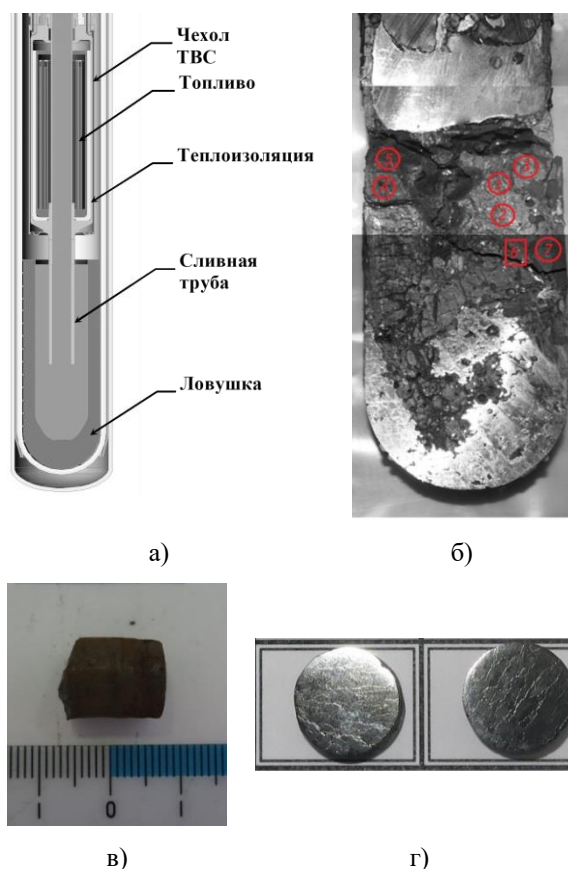


Рисунок 1. Схема внутриреакторной ампулы (а), продольный разрез слитка натурального кориума (б), керн для изготовления дискового образца (в) и готовые образцы натурального для измерений ТФС (г)

На следующей стадии осуществлялся отбор образцов материалов для исследований. Весь материал, извлеченный из ловушки ЭУ, по внешнему виду можно было условно разделить на преимущественно керамический и преимущественно металлический. Как видно на рис. 1б, светлые части кориума сверху и внизу слитка – это материал с преимущественно металлической составляющей, включающей компоненты нержавеющей стали 12Х18Н10Т, из которой была изготовлена внутренняя труба, и нержавеющей

стали Х16Н15М3Б оболочек твэлов, а серые и темно-серые участки кориума в средней части слитка – это материал с преимущественно керамической составляющей, содержащей диоксид урана.

На заключительной стадии из преимущественно керамической составляющей слитка путем вырезки (высверливания) трубчатым сверлом с абразивным наконечником были изготовлены цилиндрические керны диаметром 11 мм, один из которых показан на рис. 1в. Из этих кернов были изготовлены (вырезаны, отшлифованы и отполированы) пять дисковых образцов толщиной ~4,5 мм, два из которых показаны на рис. 1г.

МЕТОДИКА И РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ПРОТОТИПНОГО КОРИУМА

При разработке технологии изготовления слитка прототипного кориума быстрого энергетического реактора было принято во внимание, что плавление шихты из смеси конструкционного (нержавеющие стали) и топливного (диоксид урана) материалов активной зоны этого реактора в графитовом плавильном тигле, будет осуществляться путем высокочастотного нагрева тигля, установленного внутри витков водоохлаждаемого индуктора в рабочей камере стенда ВЧГ-135. Поэтому технология изготовления слитка прототипного кориума будет тесно связана с особенностями плавления шихты в графите, нагреваемом до очень высокой температуры (до температуры, превышающей температуру плавления ($T_{пл}$) диоксида UO_2 , которая составляет 2867 °С [10]).

Эта особенность состоит в том, что графитовый материал имеет следующий существенный недостаток: при нагревании он испаряется, причем тем интенсивнее, чем выше температура нагрева. В связи с этим материалы шихты в графитовом тигле начнут карбидизироваться задолго до начала их плавления, и в составе полученного слитка кориума окажется значительное количество простых и сложных карбидов, которых не должно быть в реальном кориуме.

Очевидно, что для получения «чистого» кориума необходимо создать между графитовым плавильным тиглем и материалами плавления (шихтой) некий барьер для их защиты от карбидизации. В качестве такого барьера в [11] использовался тонкий (~50 мкм) слой карбида циркония, наплавленный на внутреннюю поверхность тигля, что позволяло получать «чистый» прототипный кориум легководного энергетического реактора при нагреве тигля с шихтой до температур порядка 2600 °С.

Задача создания защитного барьера на внутренней поверхности тигля при изготовлении слитка кориума быстрого реактора была решена путем размещения внутри тигля вставки из карбида тантала. Суть этого решения заключалась в следующем. Вначале из листа тантала толщиной 0,8 мм с использованием аргонодуговой сварки изготавливают стакан, затем из пористого графита, например из графита марки ГМЗ (пористость более 25 %), вытачивают

тигель с внутренним диаметром, равным внешнему диаметру стакана, и глубиной внутренней полости, равной высоте стакана, и вставляют танталовый стакан в полость графитового тигля.

После этого заполняют стакан пенографитом и закрывают тигель графитовой крышкой, вставляют в крышку и пенографит танталовый чехол, предназначенный и для установки вольфрам-рениевой термопары типа ВР5/20, и для визирования пирометром. Подготовленную таким образом плавильную сборку теплоизолируют графитовым войлоком и помещают внутрь индуктора на стенда ВЧГ-135 для осуществления сначала дегазационного, а затем и карбидизационного отжига.

Дегазационный отжиг сборки проводят при температуре 800 °С в вакууме с остаточным давлением 0,1 кПа в течение 30 мин, а карбидизационный отжиг выполняют в гелии под давлением 0,13 МПа в два этапа: сначала при температуре 2500 °С в течение 60 мин, а затем при температуре порядка 2900 °С в течение 10 мин. Температура 2500 °С на первом этапе карбидизационного отжига (где начинается и заканчивается процесс карбидизации тантала – процесс перехода тантала в карбид тантала по механизму реакционной диффузии углерода в металл) выбрана с учетом того, что она находится гарантированно ниже $T_{пл}$ эвтектики Ta-Ta₂C, составляющей 2830 °С в соответствии с диаграммой состояния системы тантал – углерод [12].

Длительность отжига на этом этапе выбрана на основании результатов тестовых экспериментов, из которых следовало, что после одночасового отжига среднемассовый состав карбидизированного тантала, по данным рентгеноструктурного анализа, близок к TaC_{0,9}. Именно такой состав достехиометрического карбида тантала обладает максимальной $T_{пл}$ для всей области гомогенности этого соединения.

Температура 2900 °С на втором этапе карбидизационного отжига (где в течение 10 минут происходит в основном только выравнивание состава карбида по сечению стенки карбидизированного изделия) выбрана для контроля достигнутого эффекта карбидизации: отсутствие плавления карбидизированного стакана при этой температуре будет означать возможность использования графитового тигля с защитным стаканом для изготовления слитка прототипного кориума путем плавления шихты при температурах порядка 3000 °С.

С использованием указанной технологии создания защитного барьера были изготовлены тигли с TaC-вставками для выполнения эксперимента по изготовлению слитка прототипного кориума (10-минутный карбидизационный отжиг этих тиглей при температуре 2900 °С показал вполне приемлемое состояние защитного слоя в тиглях). Изготовление слитка прототипного кориума было осуществлено на стенде ВЧГ-135 в одном из графитовых плавильных тигле с защитной вставкой. Шихта, загружен-

ная в этот тигель, содержала 135 г диоксида UO₂ (в форме мелких фрагментов спеченных таблеток) и 8,5 г нержавеющей стали X16H15M3B (в виде фрагментов оболочек твэлов реактора БН-350). Таким образом, основные этапы изготовления прототипного кориума быстрого реактора можно представить такими, как представлено на рис. 2.

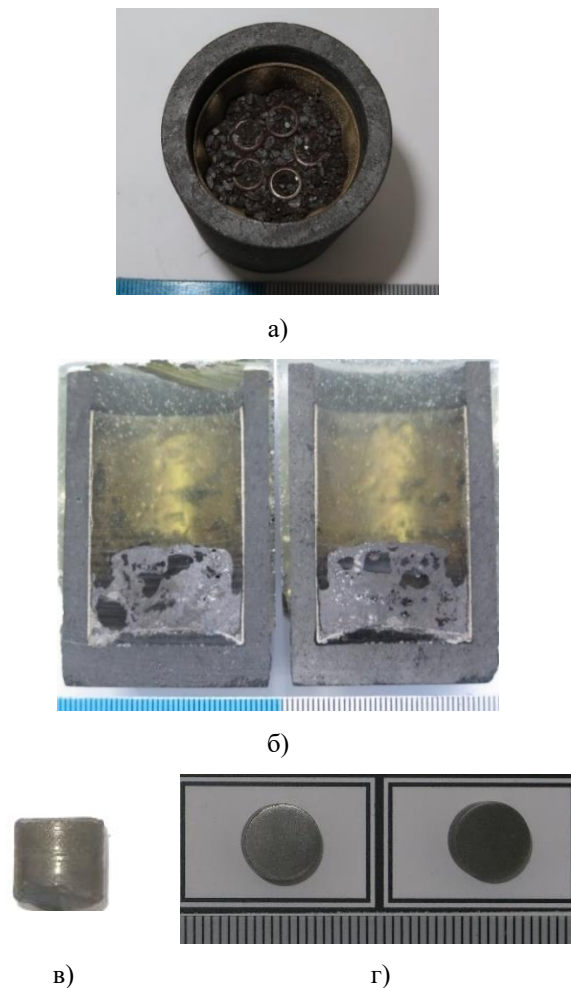


Рисунок 2. Этапы изготовления образцов прототипного кориума: тигель с карбидной вставкой и шихтой (а), продольный разрез тигля со слитком кориума (б), керн для изготовления дискового образца (в), готовые образцы для измерения ТФС (г)

Перед выполнением плавления шихты, показанной на рис. 2а, была проведена откачка рабочей камеры стенда ВЧГ-135 в течение 30 минут до давления 0,1 кПа при температуре 700 °С, после чего было осуществлено плавление шихты в аргоне под давлением 1,3 МПа при температуре 2850 °С в течение 10 мин. Для изготовления образцов из полученного слитка кориума тигель был разрезан (рис. 2б) в диаметральной плоскости, из слитка были высверлены керны кориума (один из которых показан на рис. 2в), а из кернов были изготовлены два дисковых образца прототипного кориума (рис. 2г).

МЕТОДИКА И РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЙ ТФС НА ПОЛУЧЕННЫХ ОБРАЗЦАХ КОРИУМОВ

Измерения теплофизических свойств на образцах натурального и прототипного кориумов быстрого энергетического реактора проводились на установке теплофизических измерений УТФИ-2. При определении ТФС использовалась методика [13], основанная на известном методе тепловой вспышки. Сущность методики заключалась в нагреве одного из торцов плоского дискового образца кратковременным воздействием теплового импульса и регистрации на противоположном торце этого образца временной зависимости температуры $T = f(\tau)$ (рис. 3).

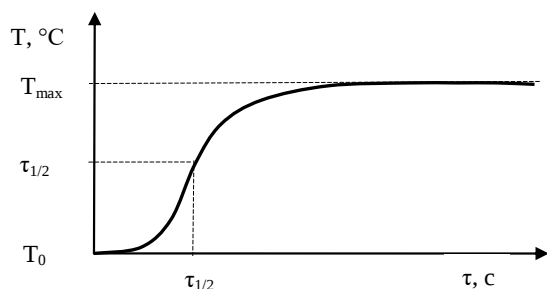


Рисунок 3. Типичный вид изменения температуры, фиксируемого на тыльной поверхности исследуемого дискового образца

Применялась схема измерений с двумя образцами, один из которых являлся основным (исследуемым), а другой – вспомогательным. В качестве вспомогательного образца использовался дисковый образец из спеченного диоксида урана. Тепловой импульс создавался электрическим нагревателем, расположенным между исследуемым и вспомогательным образцами.

По этой методике необходимо экспериментально получить показанную на рис. 3 термограмму исследуемого образца и определить с ее помощью такие параметры основного образца, как перегрев ΔT (разность между начальной и максимальной температурами поверхности образца) и время $\tau_{1/2}$ – время достижения половины максимальной температуры поверхности образца.

Эти параметры позволяют рассчитать искомые значения таких теплофизических свойств образца, как температуропроводность a , удельная теплоемкость C_p и теплопроводность λ . Действительно, для расчета температуропроводности образца a необходимо знать только время $\tau_{1/2}$ и толщину образца L , поскольку температуропроводность определяется из выражения $a = 1,38L^2/(\pi^2\tau_{0,5})$, где $\tau_{0,5}$ – время, за которое поверхность образца $x = L$ нагревается до половины максимальной температуры; для расчета теплоемкости C_p надо знать только перегрев образца ΔT , массу образца M и энергию электрического импульса Q , так как теплоемкость находится из выражения $C_p = Q/(M \cdot \Delta T)$; для расчета теплопроводности

λ необходимо знать только плотность образца ρ , поскольку теплопроводность находится из выражения $\lambda = a \cdot C_p \cdot \rho$.

Расчеты коэффициентов ТФС производились по указанной методике в предположении одинаковости свойств и параметров основного и вспомогательного образцов. Подобные измерения не позволяют получить точные абсолютные значения коэффициентов ТФС вследствие некоторого отступления от указанной методики измерений, одним из основных положений которой является симметричность распространения теплового импульса в основном и вспомогательном образцах.

Отступление от симметричности свойств основного и вспомогательного образцов будет вносить не определяемую в методике систематическую погрешность в результаты измерений. Однако использование одного и того же дискового образца из диоксида UO_2 в качестве вспомогательного повышает надежность сравнения ТФС у основных образцов, а систематическую погрешность можно снизить дополнительными калибровочными измерениями ТФС вспомогательного образца путем использования справочных данных по теплофизическим свойствам диоксида урана из [14].

Для выполнения исследований температурных зависимостей теплофизических свойств натуральных и прототипных кориумов быстрого реактора были выбраны два первых образца натурального кориума (образцы 1-нк и 2-нк), два первых образца прототипного кориума (образцы 1-пк и 2-пк) и один вспомогательный образец из диоксида урана, у которых были предварительно измерены толщины L , массы M и плотности ρ (см. табл. 1), то есть те параметры, которые необходимы для вычисления коэффициентов ТФС по результатам обработок экспериментальных термограмм, получаемых в установке УТФИ-2.

Таблица 1. Измеренные параметры цилиндрических образцов кориума и UO_2

Образец	L , мм	M , г	ρ , г/см ³
1-нк (основной)	$4,085 \pm 0,005$	$3,822 \pm 0,001$	$10,53 \pm 0,01$
2-нк (основной)	$4,13 \pm 0,01$	$3,981 \pm 0,001$	$10,54 \pm 0,01$
1-пк (основной)	$4,09 \pm 0,01$	$3,72 \pm 0,01$	$10,1 \pm 0,2$
2-пк (основной)	$4,13 \pm 0,01$	$3,981 \pm 0,001$	$10,00 \pm 0,04$
UO_2 (вспомогательный)	$4,02 \pm 0,01$	$3,8715 \pm 0,0001$	$10,38 \pm 0,03$

Обработка результатов исследований заключалась в расчете значений ТФС по каждой термограмме, расчете средневзвешенных значений ТФС по трем термограммам для каждой контрольной температурной полки. В качестве результата определения величины ТФС рассчитывалось среднее по трем измерениям значение (с учетом поправочных коэффициентов). Погрешность результата рассчитывалась как среднее квадратическое отклонение трех измерений.

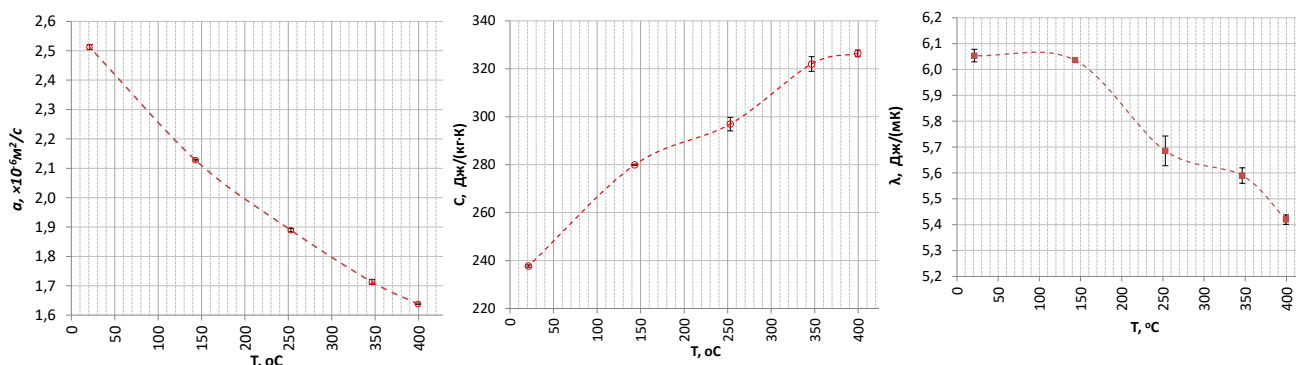


Рисунок 4. Температурная зависимость ТФС (α , C_p и λ) материала натурального кориума быстрого реактора

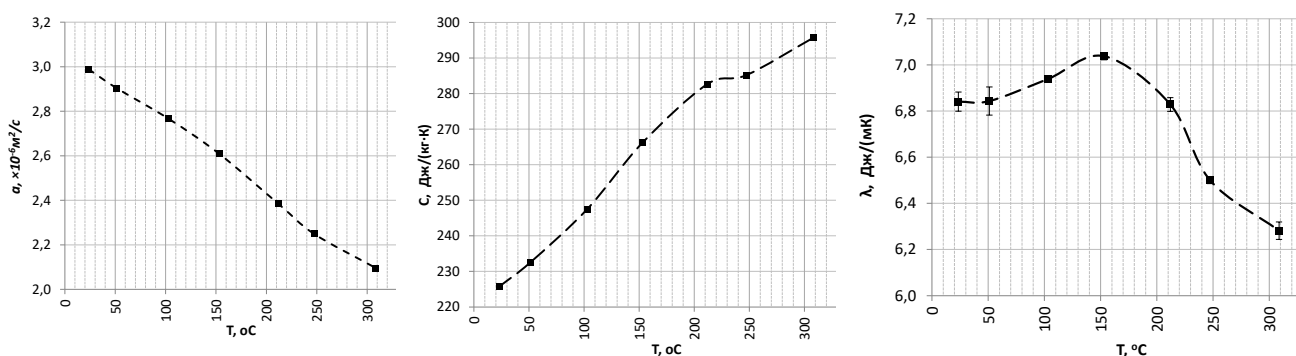


Рисунок 5. Температурная зависимость ТФС (α , C_p и λ) материала прототипного кориума быстрого реактора

Результаты измерений теплофизических свойств материалов натурального и прототипного кориумов быстрого энергетического реактора, полученные при измерениях в диапазоне температур от комнатной до примерно 400 °С, представлены на рис. 4 и рис. 5 соответственно.

Проведенное сравнение данных показало хорошее совпадение значений α , C_p и λ у натурального и прототипного кориумов при комнатной температуре. Температурные же зависимости ТФС оказались близкими только для теплопроводности и удельной теплоемкости, но температурная зависимость теплопроводности у прототипного кориума оказалась заметно отличной от таковой у натурального кориума: выявляется некоторый подъем λ в диапазоне температур от примерно 100 °С до примерно 200 °С (полученный результат сравнения температурных зависимостей λ связан в основном с различием в состояниях структур у натурального и прототипного кориумов).

Выводы

На основании представленных результатов экспериментальных исследований можно сделать следующие общие выводы:

- выполнен комплекс НИР по изучению теплофизических свойств материалов как натурального, так и прототипных кориумов быстрого энергетического реактора с натриевым теплоносителем, полученных в условиях, моделирующих условия тяжелой реакторной аварии с потерей теплоносителя;
- впервые получены данные по теплофизическим свойствам (теплопроводности α , удельной теплоемкости C_p и теплопроводности λ) натурального кориума быстрого энергетического реактора;
- впервые изготовлены материалы прототипного кориума быстрого энергетического реактора;
- впервые получены данные по теплофизическим свойствам материала прототипного кориума быстрого энергетического реактора;
- впервые проведено сравнение данных по температурным зависимостям теплофизических свойств у натуральных и прототипных кориумов быстрого энергетического реактора.

ЛИТЕРАТУРА

1. Thermophysical properties of uranium dioxide / J.K. Fink // Journal of Nuclear Materials. – 2000. – Vol. 279. – P. 1-18.
2. Microstructural and thermophysical properties of U-6 wt.%Zr alloy fast reactor application / S. Kaity, J. Banerjee, M.R. Nair, K. Ravi, S. Dash, T.R.G. Kutty, A. Kumar, R.P. Singh // Journal of Nuclear Materials. – 2012. – Vol. 427. – P. 1-11.

3. Study of thermophysical properties of light-water reactor corium / M. Skakov, N. Mukhamedov, I. Deryavko [et al.] // Reports of Inter. conf. on Electrical and Electronics «Techniques and Applications (EETA)», Phuket, Thailand, 23-24th August, 2015. – P. 75-80.
4. Temperature dependence of thermophysical properties of light-water reactor prototype corium / M. Skakov, N. Mukhamedov, I. Deryavko [et al.] // Reports of Inter. conf. «Materials and Engineering and Industrial Applications (MEIA)», Hong Kong, 20-21th September, 2015. – P. 75-79.
5. Study of corium thermophysical properties of light water reactor with different oxidation degrees of zirconium / M. Skakov, N. Mukhamedov, W. Wieleba, I. Deryavko // Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences. – 2016. – Vol. 7, № 4. – P. 2018-2024.
6. Thermophysical properties of U_3Si to 1150 K / J.T. White [et al.] // Journal of Nuclear Materials. – 2014. – Vol. 452. – P. 304-310.
7. An, C. Thermal analysis of the melting process in a nuclear fuel rod / C. An, F.C. Moreira, J. Su // Applied Thermal Engineering. – 2014. – Vol. 68. – P. 133-143.
8. Prototypic corium oxidation and hydrogen release during the Fuel–Coolant Interaction / V. Tyrpekl, P. Piluso, S. Bakardjieva [et al.] // Annals of Nuclear Energy. – 2015. – Vol. 75. – P. 210-218.
9. An experimental study on layer inversion in the corium pool during a severe accident / K. Kang, R. Park, S. Hong // Nuclear Engineering and Design. – 2014. – Vol. 278. – P. 163-170.
10. Годин, Ю.Г. Физическое материаловедение, том 6, часть 2. Ядерные топливные материалы / Ю.Г. Годин, А.В. Тенишев, В.В. Новиков. – М. : МИФИ, 2008. – 604 с.
11. Инновационный патент РК на изобретение. Способ нанесения защитного барьерного покрытия из карбида циркония на внутреннюю поверхность графитового тигля / В.В. Бакланов, М.К. Скаков, В.С. Жданов [и др.]. – №30667, опубл. 15.12.2015, бюл. №12(I).
12. Самсонов, Г.В. Тугоплавкие соединения / Г.В. Самсонов, И.М. Веницкий. М. : Металлургия. 1976. – 560 с.
13. Жданов, В.С. Методика определения теплофизических свойств образцов перспективного топлива для ВВЭР / В.С. Жданов, В.В. Бакланов, В.В. Саблук [и др.] // Ядерная энергетика Республики Казахстан : докл. Междунар. конф., Курчатов, 11-13 июня 2008. – Курчатов, 2009, с. 150-156.
14. “Thermophysical properties data base of materials for light water reactors and heavy water reactors” / Printed by the IAEA in Austria, June 2006.

ЖЫЛДАМ ЭНЕРГЕТИКАЛЫҚ РЕАКТОРДЫҢ НАТУРЛЫ ЖӘНЕ ПРОТОТИПТІ КОРИУМДАРЫНЫҢ ЖЫЛУФИЗИКАЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІНІҢ ТЕМПЕРАТУРАЛЫҚ ТӘУЕЛДІЛІГІ

¹⁾ М.К. Скаков, ¹⁾ И.И. Дерявко, ²⁾ Н.Е. Мухамедов, ¹⁾ А.Д. Вурим, ¹⁾ И.М. Кукушкин

¹⁾ ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

²⁾ Семей қаласының Шәкәрім атындағы Мемлекеттік университеті, Қазақстан

Жылутасымалдағыштың жоғалуы кезіндегі ауыр апатты модельдеу жағдайында алынған жылдам энергетикалық реактордың натурлы және прототипті кориумдарының зерттеу үлгілерін жасау әдістері мен нәтижелері көрсетілген. ВЧГ-135 жоғарытемпературлық сынау стендінде прототипті кориумды әзірлеу технологиясы көрсетілген. Натурлы және прототипті кориумдардың жылуфизикалық сипаттамаларының температуралық тәуелділігін зерттеу нәтижелері қарастырылған.

TEMPERATURE DEPENDENCES FOR THERMO-PHYSICAL PROPERTIES OF FAST REACTOR'S FULL-SIZED AND PROTOTYPE CORIUM

¹⁾ M.K. Skakov, ¹⁾ I.I. Deryavko, ²⁾ N.Ye. Mukhamedov, ¹⁾ A.D. Vurim, ¹⁾ I.M. Kukushkin

¹⁾ Branch “Institute of Atomic Energy” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

²⁾ Shkarim State University of Semey, Kazakhstan

The paper addresses techniques and results of full-sized and prototype corium samples for power fast reactor fabricated under conditions that simulate severe accident with loss of coolant (LOCA); demonstrates technology of manufacturing corium prototype in VCG-135 high-temperature testing facility; describes results of studying temperature dependences for thermo-physical properties of full-sized and prototype corium.

УДК 621.039.53.536

РЕАЛИЗАЦИЯ МЕТОДА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА НА СТЕНДЕ ВЧГ-135 ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУР ПЛАВЛЕНИЯ И ЗАТВЕРДЕВАНИЯ КОРИУМА

Барбатенков Р.К., Бакланов В.В., Кукушкин И.М., Бакланова Ю.Ю.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

Работа посвящена актуальной теме измерения температур плавления и кристаллизации многокомпонентных высокотемпературных сплавов материалов ядерного реактора (кориума). В работе продемонстрирована возможность проведения термического анализа на экспериментальном стенде высокотемпературного индукционного нагрева ВЧГ-135. Представлены методические основы и результат проведения калибровочных экспериментов при высоких температурах, на материалах с известной температурой плавления.

Отражены подготовительные этапы проведения экспериментов, включая вопросы разработки и реализации экспериментальной измерительной сборки, где предложен ряд оригинальных технических решений. Полученные методические и экспериментальные результаты были использованы при подготовке и проведении крупномасштабных экспериментов по длительному удержанию расплава кориума в модели ловушки с облицовочными панелями из тугоплавких оксидных материалов, выполняемых на установке ЛАВА-Б. Совершенствование предложенного метода позволит распространить методику определения температур фазовых переходов для построения и уточнения температурных диаграмм состояния двух и более компонентных систем различной сложности.

ВВЕДЕНИЕ

Известно, что любое изменение состояния металлов и сплавов (фазовое, внутрифазовое или структурное превращение) вызывает изменение энтальпии и сопровождается тепловым эффектом – выделением или поглощением тепла. Таким образом, если при нагреве или охлаждении удастся зафиксировать тепловой эффект, о котором можно судить по кинетике изменения температуры металла или сплава, то можно выявить вид превращения и определить условия, способствующие или тормозящие превращение [1, 2].

В практике металловедения наибольшее применение получил термический анализ, экспериментальная техника которого является менее сложной, чем, например, измерения теплоемкости, энтальпии или теплового расширения [2].

При термическом анализе строится графическая зависимость изменения температуры навески исследуемого вещества в процессе нагрева (или охлаждения) в нагревательном объеме, обеспечивающем постоянство темпа нагрева. Появление теплового эффекта вызывает, при соответствующей температуре, появление различного вида аномалий (ступеней, перегибов) на температурно-временной диаграмме, по которым он может быть выявлен и проанализирован.

В Филиале «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК проводятся исследования по взаимодействию расплава материалов активной зоны (кориума) и жаростойкого защитного материала ловушки расплава водо-водяного реактора. Данные эксперименты проводятся для получения характеристик материалов по их термостойкости, эрозионной стойкости по отношению к расплаву, что позволит определить

наиболее эффективный материал для защитного покрытия ловушки. Одной из важных задач, решаемых при проведении экспериментальных работ, является определение температур фазового перехода исследуемых составов кориума. Выполнение данной задачи стало возможным после разработки методики реализации термического анализа, в рамках маломасштабных экспериментов, на экспериментальном стенде для высокотемпературных, теплофизических и материаловедческих исследований ВЧГ-135 [3].

1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ ИССЛЕДОВАНИЯ

1.1 Виды экспериментов, проводимых в рамках реализации термического анализа

Для калибровки средств измерения температуры (термопары и пирометры) на стенде ВЧГ-135, проводились эксперименты по плавлению материалов с известной температурой плавления. В качестве эталонных реперных материалов, для калибровки температурных датчиков в диапазоне температур от 2000 °С до 3000 °С были выбраны следующие вещества: оксид иттрия Y_2O_3 ($T_{пл} = 2415$ °С), оксид алюминия Al_2O_3 ($T_{пл} = 2044$ °С) [4].

В рамках калибровочных экспериментов, осуществлялся нагрев вещества с известной температурой плавления совместно с реперным веществом, не претерпевающим фазовых превращений в исследуемом диапазоне температур (двуокись урана).

Целью калибровочных экспериментов являлось определение показаний температурных датчиков, используемых в измерительной сборке, в момент или период времени осуществления фазового перехода (плавление, кристаллизация) вещества с известной температурой этого фазового перехода. На основании анализа показаний температурных датчи-

ков и выявления временного диапазона процесса плавления/кристаллизации выполнялась идентификация участков на температурно-временных диаграммах, отвечающих процессу фазового перехода. Между значениями температуры фазовых переходов, определенными экспериментальным путем и справочным значением температуры плавления эталонного вещества было получено хорошее соотношение. Таким образом, по результатам измерений температурных датчиков были получены значения температур, соответствующих моментам фазовых переходов.

Основным результатом калибровочных экспериментов являлся поправочный коэффициент для значения температуры фазового превращения исследуемых веществ: отношение между экспериментальными значениями температуры фазовых переходов и известными температурами плавления эталонных веществ, что позволило установить корреляционную зависимость $T_{ист} = k \times T_{эксп}$.

Нагрев образцов производился в условиях и на режимах, планируемых в измерительных экспериментах по получению эвтектических расплавов компонентов кориума. Основной целью этих экспериментов было получение значений температуры плавления и затвердевания кориума, композиционного состава UO_2-ZrO_2-Zr в смеси с оксидом алюминия – одним из кандидатных защитных материалов. Здесь использовалась полученная корреляционная зависимость для внесения поправок к показаниям температурных датчиков в измерительных экспериментах при определении температур фазовых переходов исследуемых веществ.

1.2 Экспериментальное оборудование и подготовка эксперимента

Маломасштабные эксперименты по реализации метода высокотемпературного термического анализа проводились на стенде ВЧГ-135 (см. рисунок 1).

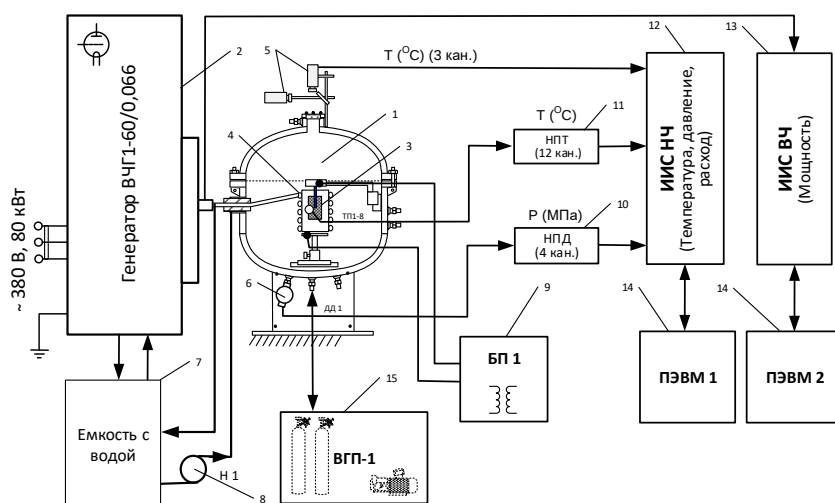
Экспериментальный стенд для высокотемпературных, теплофизических и материаловедческих исследований ВЧГ-135 использовался в данной работе в качестве инструмента, позволяющего обеспечить проведение экспериментов по плавлению и прототипа кориума.



Рисунок 1. Внешний вид стенда ВЧГ-135

Стенд создан на базе высокочастотного электролампового генератора ВЧГ1-60/0,066 и герметичной водоохлаждаемой рабочей камеры с встроенным индуктором и предназначен для выполнения высокотемпературных теплофизических и материаловедческих исследований на образцах материала небольших размеров. Упрощенная функциональная схема стенда ВЧГ-135 представлена на рисунке 2.

Нагрев экспериментальной сборки осуществляется медным индуктором в рабочей камере стенда (3), в среде инертного газа (аргона).



- 1 - рабочая камера; 2 - высокочастотный ламповый генератор; 3 - образец (тигель); 4 - индуктор; 5 - пирометры; 6 - датчик давления; 7 - бак охлаждения; 8 - насос; 9 - блок питания омического нагрева; 10 - нормирующие преобразователи давления; 11 - нормирующие преобразователи температуры; 12 - информационно-измерительная система низкочастотные каналы; 13 - информационно-измерительная система высокочастотные каналы; 14 - ПЭВМ; 15 - вакуумно-газовый пост (газовая система)

Рисунок 2. Схема стенда высокотемпературных материаловедческих испытаний ВЧГ-135



Рисунок 3. Экспериментальная сборка, установленная в индуктор рабочей камеры

Подготовительные этапы эксперимента включают в себя такие основные операции, как:

- 1) разработка конструкции двойного тигля, подготовка чертежей, изготовление тигля, и других узлов экспериментального устройства;
- 2) подготовка исследуемых материалов, шихты, навесок и пр.;
- 3) проведение фазового анализа исходных компонент загрузки тигля;
- 4) создание стратегической диаграммы нагрева, подготовка программы эксперимента;
- 5) подготовка основных и вспомогательных (технологических) термопар;

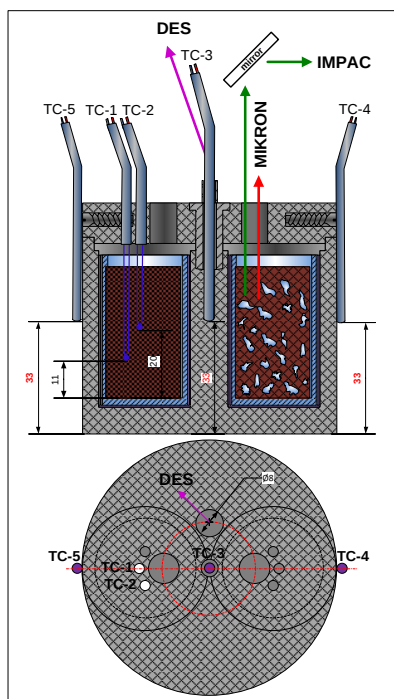
6) сборка экспериментального устройства, загрузка тигля, взвешивание, размещение его в индукторе, теплоизоляция, установка термопар в соответствии со схемой эксперимента (см. рисунок 4);

7) тестирование информационно-измерительные системы (ИИС) стенда, контроль начальных показаний датчиков и преобразователей;

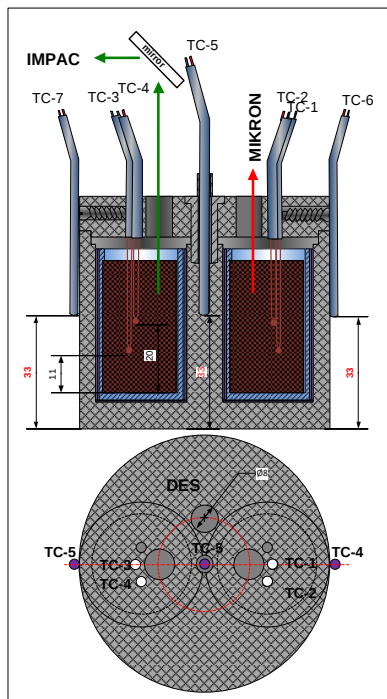
8) закрытие рабочей камеры, установка пирометров, повторное тестирование ИИС;

9) вакуумирование рабочего объема камеры и заполнение его инертным газом до заданного начального значения.

Одним из требований реализации термического анализа является высокая точность и быстродействие системы измерения температуры исследуемых материалов. В ИИС ВЧГ-135 используется два типа датчиков – контактные и бесконтактные. Температуры боковых стенок графитового тигля, на поверхности и в центре исследуемых образцов измеряются термопарами ВР-5/20 (ТС на рисунке 4). Они изготавливаются из стандартных образцов кабельной и проводниковой продукции, выпускаемой заводами-изготовителями, которые применяются для производства термопар промышленных образцов. На кабельные и проводниковые комплектующие имеются сертификаты качества завода-изготовителя и таблицы градуировочных характеристик с присвоенным классом точности. Внешний вид таких термопар приведен на рисунке 5.



а)

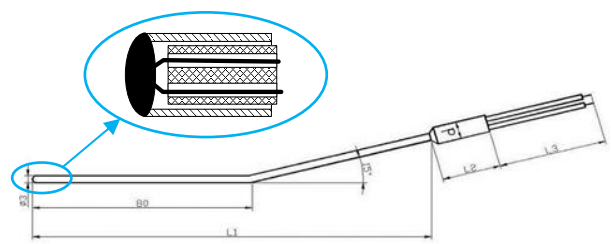


б)

	Тигель графитовый
	Крышка графитовая
	Стакан вольфрамовый
	Вставка танталовая
	Крошка UO_2
	Крошка UO_2 + Металлический цирконий (Zr)
	Термопара ВР5/20 в танталовом чехле
	Втулка графитовая
	Винт графитовый
	ТС-с открытым спаем в Та чехле

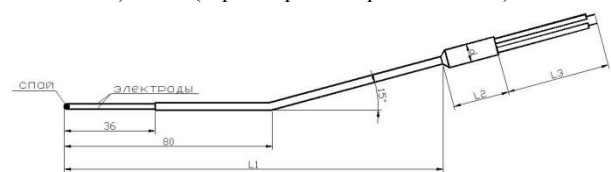
в)

Рисунок 4. Схема экспериментальной сборки: а – калибровочных; б – по измерению температуры фазовых переходов эвтектических расплавов кориума; в – элементы экспериментальной сборки



Длина защитного, танталового кожуха L_1 , мм	Размеры переходной муфты $d \times L_2$, мм	Длина провода в изоляции из наборной керамической соломки, L_3 , мм
130 ± 3	5×20	480 ± 5

а) тип 1 (термопары с закрытым спаем)



б) тип 2 (термопары с открытым спаем)

Рисунок 5. Конструкции и внешний вид термопар

В качестве бесконтактных средств измерения температуры применяются три вида пирометра, основные функции которых - получение дополнительной информации по температуре графитового тигля (DES-1600-50-2800), на поверхности образцов (MIKRON M770S) и видеорегистрация процесса плавления (IMPAC 140) при температурах, выше 2200°C , где возможен выход из строя штатных термопар. Для реализации метода термического анализа выполнялся расчет режима подачи мощности на индуктор (рисунок 6). Важным требованием, предъявляемым к установке термического анализа является линейный нагрев и охлаждение исследуемых образцов. В отсутствие устройства реализации линейного нагрева, одним из вариантов является ступенчатое проведение нагрева в регулярном режиме (плавном, при постоянном темпе повышения температуры).

В устоявшейся практике экспериментов на стенде ВЧГ-135 нагрев производится ступенчатым изменением анодного напряжения до необходимого значения. Стандартным откликом на такое переключение является немедленный рост темпа нагрева стенок тигля. По мере установления теплопередачи от стенок тигля к содержимому устанавливается ста-

онарный режим теплопередачи. Скорость подъема температуры по мере нагрева постепенно падает за счет увеличения тепловых потерь. Режим нагрева в экспериментах устанавливается исходя из ограничений на темп прироста температуры (менее $30^\circ\text{C}/\text{мин}$) для уверенной регистрации температуры начала фазового перехода на дифференциальной термограмме. На этапе нагрева производится увеличение мощности до уровня, необходимого для нагрева сборки минимум на $50 \div 100^\circ\text{C}$ выше ожидаемой температуры фазового перехода (плавления). На этапе остывания производится сброс электрической мощности на уровень, позволяющий зарегистрировать температурную полку фазового перехода при темпе охлаждения от $-30^\circ\text{C}/\text{мин}$ до $-10^\circ\text{C}/\text{мин}$ с обеспечением переохлаждения сборки на этом режиме на $50 \div 100^\circ\text{C}$ ниже температуры кристаллизации.

В случае простой диаграммы плавления с фиксированной температурой кристаллизации - плавления можно подобрать более медленные темпы изменения температуры в более узком температурном интервале. В случае сложных фазовых диаграмм, когда температуры кристаллизации и ликвидуса значительно отличаются, производится подбор условий для реализации двухуровневого нагрева, позволяющего удовлетворить ограничения к темпам нагрева поочередно для точки кристаллизации и ликвидуса.

Опыт использования данного метода показал, что оптимально такие ограничения могут быть применены при определении уровня мощности, обеспечивающем нагрев экспериментальной сборки до $400 \div 450^\circ\text{C}$. В этом случае, темп роста температуры сборки в диапазоне $50 \div 350^\circ\text{C}$ лежит в пределах $30^\circ\text{C}/\text{мин} \div 10^\circ\text{C}/\text{мин}$ и позволяет произвести запись температурных кривых в стационарном режиме в диапазоне температур до 300°C (рисунок 6).

Для определения параметров оптимальной загрузки исследуемых материалов проводится расчет, с учетом их свойств и возможностей измерительной системы. При наличии этих данных, выполняется сборка экспериментального устройства. Некоторые этапы сборки показаны на рисунке 7.

1.3 Результаты экспериментов

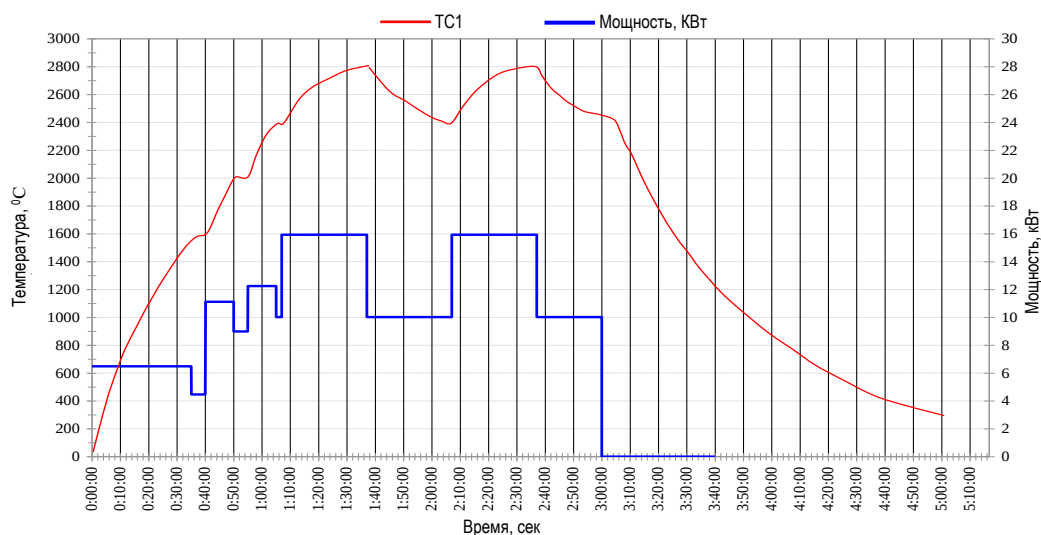
Для подтверждения работоспособности методики определения температуры фазового перехода с использованием высокотемпературного термического анализа, была проведена серия калибровочных экспериментов и серия экспериментов с измерением термических характеристик плавления кориума.

Полученные в результате эксперимента диаграммы изменения температуры показаны на рисунке 8. Диаграммы хорошо согласуются с планируемыми диаграммами нагрева (рисунок 6).

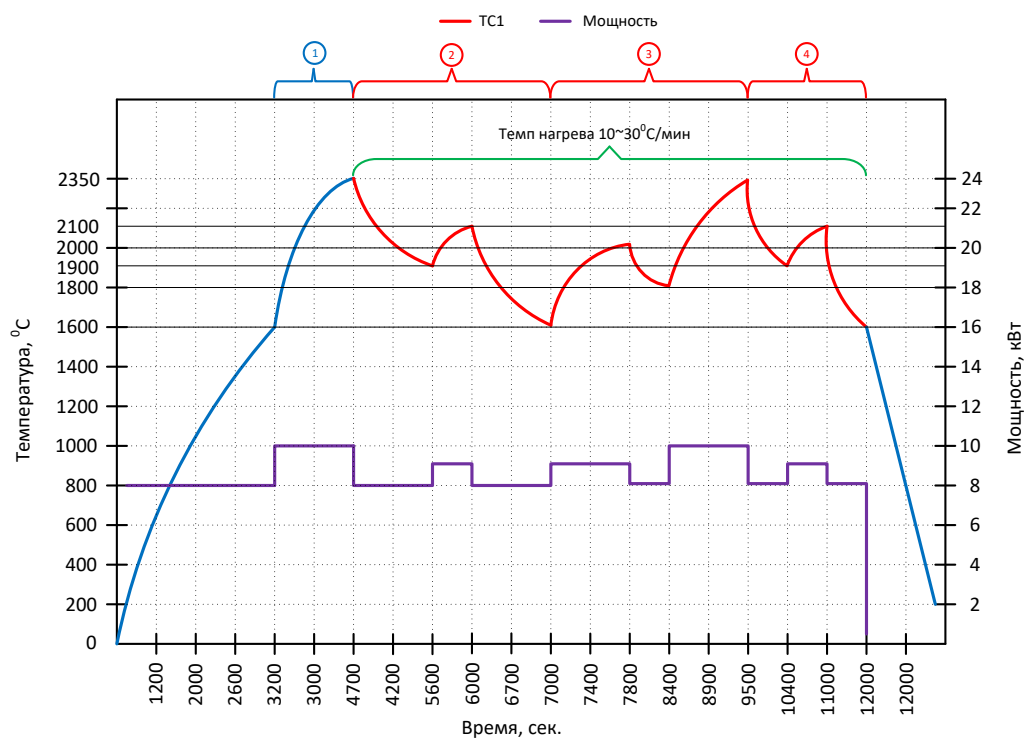
Для оценки температуры в дополнительном пирометрическом отверстии на температурных полках выполнялось перенаправление оси визирования пирометра MIKRON M770S с поверхности шихты в

дополнительное пирометрическое отверстие в графитовом тигле. Данные измерения заменяли показания пирометра DES-1600-50-2800, диапазон измерения которого начинается с 1600 °С.

Результаты графического анализа полученных термограмм представлены на рисунке 9.



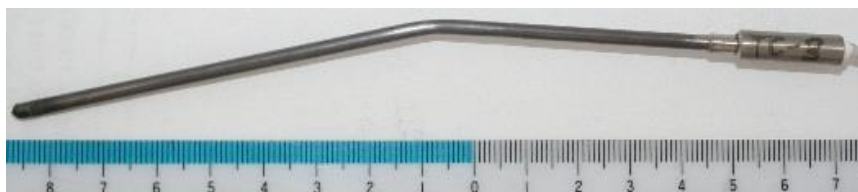
а)



б)

Рисунок 6. Планируемая диаграмма нагрева: а – в калибровочных экспериментах; б – в экспериментах по измерению температуры фазовых превращений эвтектики кориума

РЕАЛИЗАЦИЯ МЕТОДА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА НА СТЕНДЕ ВЧГ-135
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУР ПЛАВЛЕНИЯ И ЗАТВЕРДЕВАНИЯ КОРИУМА



подготовка термопар ВР-5/20



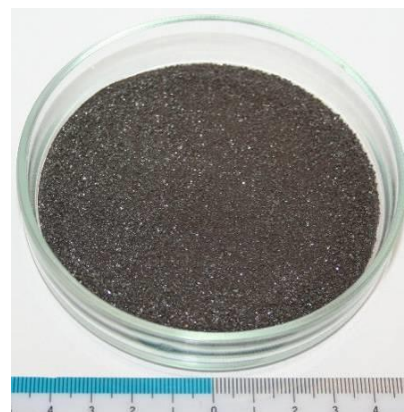
установка термопар в графитовую крышку



подготовка эталонного вещества
(оксида иттрия Y_2O_3)



загрузка эталонного вещества (Y_2O_3)
в графитовый тигель



подготовка реперного вещества (UO_2)



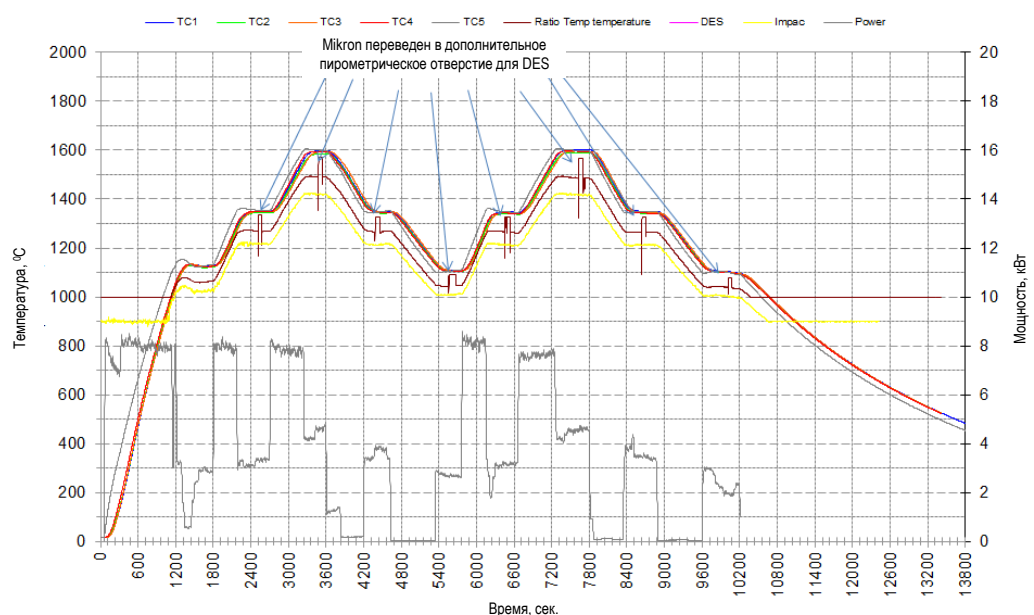
загрузка тигля двуокисью урана



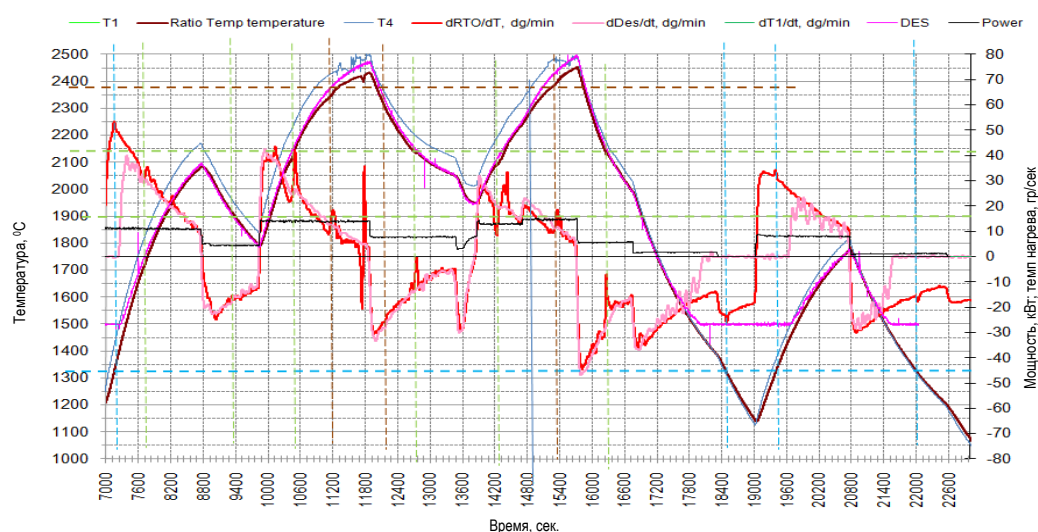
установка экспериментальной сборки в индуктор

Рисунок 7. Подготовительные этапы экспериментальной сборки

**РЕАЛИЗАЦИЯ МЕТОДА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА НА СТЕНДЕ ВЧГ-135
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУР ПЛАВЛЕНИЯ И ЗАТВЕРДЕВАНИЯ КОРИУМА**

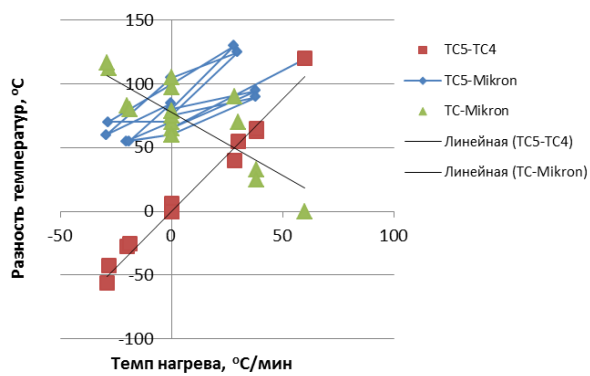


а)

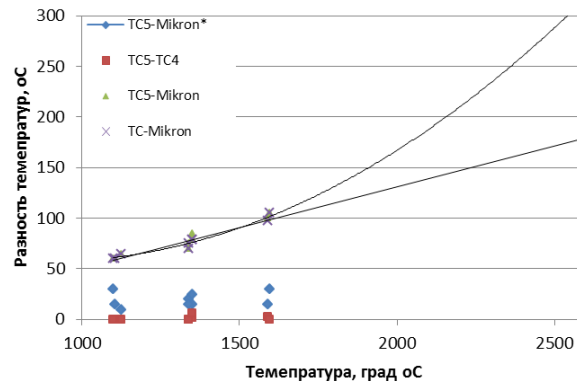


б)

Рисунок 8. Реализуемая диаграмма нагрева в процессе эксперимента: а – в калибровочных экспериментах; б – в экспериментах по измерению температуры фазовых превращений эвтектики кориума



а)



б)

Рисунок 9. Зависимость разницы показаний температурных датчиков: а – в процессе нагрева от темпа нагрева; б – от температуры на температурных полках

2 АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ

2.1 Анализ результатов калибровочных экспериментов

Результаты анализа температурных диаграмм, полученных в калибровочных экспериментах, показали наличие расхождения в регистрируемых значениях датчиков температуры (рисунок 9, а). На этапах нагрева и остывания наблюдается систематическая зависимость различий между температурами в центре графитового тигля и шихты (ТС 5 – ТС4), а также между температурой в центре и на поверхности шихты (ТС – MIKRON M770S) от темпа нагрева (охлаждения). Для темпа изменения температуры (нагрев, остывание) 20 °С/мин, эти расхождения достигают 100 °С.

В режимах стабилизации температуры разность показания термопар, расположенных в различных областях тигля не превышает 10 °С (рисунок 9, б). Основное отличие в значениях температур наблюдается для показаний пирометра с поверхности шихты. Оно зависит от температуры, зависимость близка к линейной. Для исследуемого диапазона температур разность температур изменяется от 55 °С (при температуре 1100 °С) до 100 °С (при температуре 1600 °С). Температура, регистрируемая на поверхности шихты систематически ниже температур в

центре шихты. Таким образом для определения температуры фазовых переходов в экспериментах по плавлению кориума необходимо учитывать наличие систематических погрешностей. Учитывая известную проблему измерения высоких температур в столь агрессивных средах данные результаты следует считать весьма удовлетворительными.

2.2 Анализ результатов экспериментов по плавлению кориума

Полученные в каждом эксперименте температуры кристаллизации и плавления кориума анализировались с использованием приемов, как дифференциального метода, так и анализ скорости изменения температуры с помощью определения первой производной кривой регистрации датчиков температуры. Типичный график с наложением скорости изменения температуры представлен на рисунке 10. В качестве основного датчика температуры выбран пирометр MIKRON M770S.

Определенные таким образом температуры фазового перехода для каждого из проведенных экспериментов приведены в таблице. Значения приведены по факту определения их на экспериментальном графике без внесения поправок на данные калибровочных экспериментов.

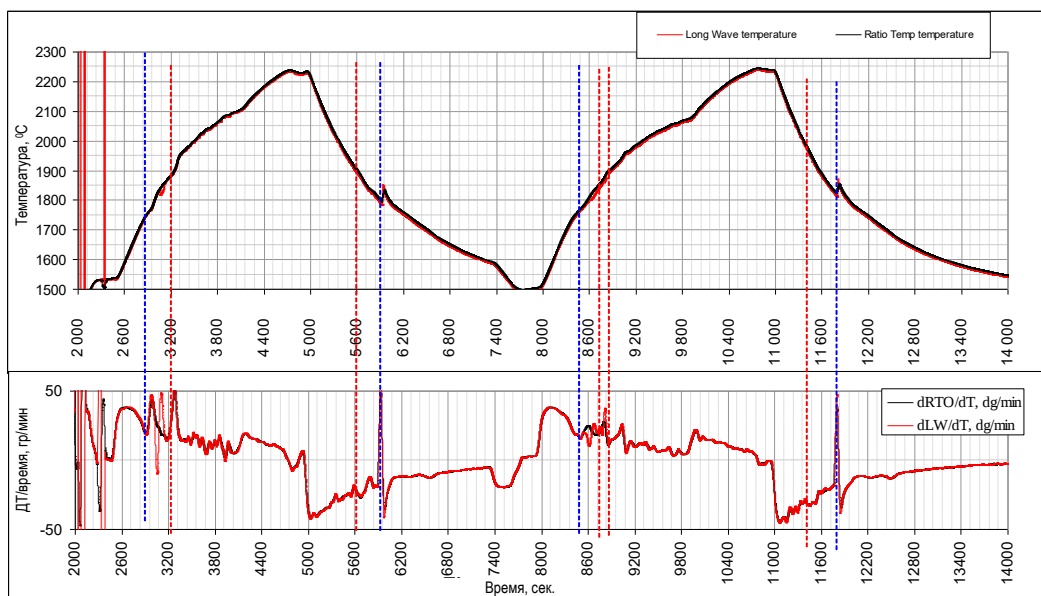


Рисунок 10. Пример анализа кривой регистрации одного из серии экспериментов

**РЕАЛИЗАЦИЯ МЕТОДА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО ТЕРМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА НА СТЕНДЕ ВЧГ-135
ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕМПЕРАТУР ПЛАВЛЕНИЯ И ЗАТВЕРДЕВАНИЯ КОРИУМА**

Таблица 1. Данные анализа серии экспериментов с плавлением кориума

№ эксп.	Состав шихты для получения кориума, масс.%,	Температура (°C)							
		кристаллизации				плавления			
		1	2	3	4	1	2	3	4
1	UO ₂ - 42,36; Al ₂ O ₃ - 47,95; ZrO ₂ - 9,59.	1840	1810/ 1840	1770	1795/ 1820	1910	—	1890	1870
2	UO ₂ - 33,6; Al ₂ O ₃ - 45,3; ZrO ₂ - 21,2.	1753	1760/ 1830	1780	1815/ 1830	1850	1890	1890	—
3	UO ₂ - 44,9; Al ₂ O ₃ - 26,9; ZrO ₂ - 28,3	1800	1690/ 1730	1780	1740/ 1760	2000	1880	2250	1870

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе реализации данной работы были получены следующие основные результаты:

1) разработана конструкция экспериментальной сборки для высокотемпературного термического анализа;

2) эмпирически выбраны схемы расположения и конструкции температурных датчиков для калибровочных экспериментов и экспериментов с кориумом;

3) определены режимы для реализации метода термического анализа (диаграмма подачи мощности на индуктор), расчетно-экспериментально выбрана диаграмма нагрева сборки;

4) метод апробирован на веществах с известной температурой плавления и применен в экспериментах по исследованию свойств кориума;

5) проведена оценка погрешности метода высокотемпературного термического анализа.

В результате выполненной работы продемонстрирована возможность проведения термического анализа на стенде ВЧГ-135. Полученные данные востребованы при проведении крупномасштабных экспериментах на установки ЛАВА-Б. В продолжающихся исследованиях, совершенствование предложенного метода позволит получить экспериментальные значения по температуре плавления сложных соединений и получить данные для построения фазовых диаграмм.

ЛИТЕРАТУРА

1. Итоговый отчет по Контракту Coolability Test with LAVA/SLAVA, Васильев Ю.С., Горбаненко О.А., Жданов В.С. [и др.], Курчатов, ИАЭ НЯЦ РК, 1996, - 167 с.
2. Уэндландт У. У. Термические методы анализа / Уэндландт У. У. – М.: Мир, 1978. -526 с.
3. Бакланов, В. В. Поддерживающие эксперименты в обоснование конструкции устройства для моделирования остаточного тепловыделения в проекте INVECOR / В. В. Бакланов, В. С. Жданов, Е.В. Малышева, И.М. Кукушкин, В.И. Игнашев, М.И. Кукушкин, А.В. Микиша, В.В. Зверев // Вестник НЯЦ РК.– 2009. – Вып. 1.– С. 66-76.
4. Чиркин, В. С. Теплофизические свойства материалов ядерной техники / В. С. Чиркин. – М.: Атомиздат, 1968. – 485 с.

КОРИУМНЫҢ БАЛҚУ ЖӘНЕ ҚАТАЮ ТЕМПЕРАТУРАЛДАРЫН АНЫҚТАУ ҮШІН ВЧГ-135 СТЕНДІНДЕ ЖОҒАРЫ ТЕМПЕРАТУРАЛЫҚ ТЕРМИЯЛЫҚ ТАЛДАУ ӘДІСІН ЖҮЗЕГЕ АСЫРУ

Р.К. Барбатенков, В.В. Бакланов, И.М. Кукушкин, Ю.Ю. Бакланова

ҚР ҰАО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Жұмыс ядролық реактордың (кориумның) материалдарының көп компоненттік жоғары температуралық қорыпталарынның кристалдануы және балқу температураларын өлшеу өзекті тақырыбына арналған. Жұмыста жоғары температуралық индукциялық қызу ВЧГ-135 тәжірибелік стендінде термиялық талдауды жүргізу мүмкіндігі көрсетілген. Мөлшерлеу тәжірибелерін белгілі балқу температурасы бар материалдарда жоғары температуралар кезінде жүргізу нәтижелері мен әдістемелік негіздері берілген.

Бір қатар өзіндік техникалық шешімдері ұсынылған тәжірибелік өлшеу жинағын әзірлеу және жүзеге асыру мәселелері қоса алынған тәжірибелерді жүргізудің дайындық кезеңі көрсетілген. Алынған әдістемелік және өлшеу нәтижелері, ЛАВА-Б қондырғысында орындалған тығыз балқитын оксидті материалдардан жасалған қаптама панелдері бар қармағыш моделдерінде кориумның балқуын ұзақ ұстап тұру бойынша ірі көлемді тәжірибелерді жүргізу және дайындау кезінде қолданылған болатын. Ұсынылған әдісті жетілдіру әртүрлі күрделіктегі екі және одан да көп компоненттік жүйелердің фазалық ауысу диаграммасын жасау және анықтау үшін фазалық температуралардың ауысуын анықтау әдістемесін таратуға мүмкіндік береді.

**REALIZATION OF HIGH-TEMPERATURE THERMAL ANALYSIS IN VCG-135 TESTING FACILITY
TO MEASURE THE TEMPERATURE OF CORIUM MELTING AND CORIUM SOLIDIFYING**

R.K. Barbatenkov, V.V. Baklanov, I.M. Kukushkin, Yu.Yu. Baklanova

Branch “Institute of Atomic Energy” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

The article devotes to actual theme such as measuring temperature of melting –down and crystallization of multi-component high-temperature alloys of nuclear reactor’s materials (corium). The paper illustrates possibility to conduct thermal analysis in experimental facility with high-temperature inductive heating VCG-135; presents methodological principles and result of calibration experiments conducted under high temperatures with the materials of known melting point.

The paper addresses preparation experiments with view of design and implementation of experimental facility along with unique engineering solutions. Achieved methodological and experimental results were used in preparation and conduction of large-scale experiments with long-term retention of molten corium inside of trap simulator covered with panels from refractory oxide materials having made in LAVA-B facility. In case of updating this method it will enable to apply phase transfer temperature measuring technique for plotting and correction of temperature diagrams of two and multi-component systems with various complexity.

УДК 621.039.538

МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИМИТАТОРА РАСПЛАВА АКТИВНОЙ ЗОНЫ С ЖАРОСТОЙКИМИ БЛОКАМИ ИЗ ДИОКСИДА ЦИРКОНИЯ

¹⁾ Гречаник А.Д., ¹⁾ Кукушкин И.М., ¹⁾ Бакланов В.В., ²⁾ Ситников А.А., ¹⁾ Скаков М.К.

¹⁾ Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

²⁾ Алтайский государственный технический университет им. И.И. Ползунова, Барнаул, Россия

В работе представлены результаты по отработке процедуры постэкспериментальных исследований продукта взаимодействия кориума с жаростойкими материалами, описан процесс разбора ловушки, облицованной блоками из диоксида циркония, в которую сливался имитатор расплава активной зоны ядерного реактора (кориум). Также в работе продемонстрированы способы получения и представления данных, характеризующих результат взаимодействия кориума с жаростойкими блоками.

ВВЕДЕНИЕ

Одной из основных проблем безопасной эксплуатации ядерных реакторов на атомных электростанциях является надежная локализация расплава активной зоны в случае возникновения тяжелой аварии. Анализ возможных сценариев аварий на реакторе показал, что локализация расплава активной зоны в некоторых существующих АЭС может быть осуществлена с помощью шахтных ловушек [1], а в проектируемых АЭС – путем организации его вывода в специально подготовленное помещение, растекания и последующего охлаждения в нем [2]. В обоих случаях материалы, предназначенные для облицовки этих сооружений, должны обладать повышенными теплофизическими и деформационными свойствами. В качестве одного из перспективных материалов для этих целей в настоящее время рассматривается диоксидциркониевая керамика [3-5].

В случае проплавления силового корпуса реактора и слива кориума в ловушку возможно динамическое, химическое и тепловое воздействие расплава на жаростойкое покрытие ловушки. В связи с этим необходимо проведение экспериментов с целью исследования процесса и последствий взаимодействия кориума с материалом покрытия ловушки расплава. В результате экспериментов должны определяться параметры эрозии жаростойких материалов, а также процессы (механические, химические, тепловые), происходящие при контакте кориума и жаростойкого материала.

1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА И ПАРАМЕТРЫ ЭКСПЕРИМЕНТА

Эксперименты по исследованию взаимодействия кориума с жаростойкими материалами проводились на установке LAVA-B (рисунок 1). Данная установка состоит из двух частей: электроплавильной печи (ЭПП) и устройства приема расплава (УПР).

ЭПП предназначена для плавления различных композиций из тугоплавких материалов (UO_2 , ZrO_2 , сталь) и сброса расплава в экспериментальную сборку (бетонную ловушку или модель корпуса ядерного реактора), находящуюся в УПР. Корпус печи изготовлен из немагнитного материала (нержавеющая

сталь), имеет форму цилиндра. Внутри корпуса расположен водоохлаждаемый 16-ти витковый индуктор. Днище и крышка ЭПП изготовлены из меди и имеют водяное охлаждение. В центре ЭПП устанавливается тигель из высокопрочного изостатического графита. Теплоизоляцией тигля служит графитовый войлок.



1 – теплообменник ЭПП; 2 – ЭПП; 3 – технологический люк УПР; 4 – съемное основание УПР; 5 – УПР

Рисунок 1. Внешний вид установки LAVA-B

УПР установки LAVA-B изготовлено из немагнитной нержавеющей стали и имеет форму цилиндра с двумя эллиптическими основаниями, ось цилиндра расположена горизонтально. В верхней части УПР расположена горловина, на которую устанавливается ЭПП. Внутренняя поверхность УПР теплоизолирована композиционным материалом для уменьшения утечки тепла во время эксперимента.

В корпусе УПР сделаны технологические люки, которые используются для монтажа измерительных устройств.

Между ЭПП и УПР расположена задвижка, предназначенная для герметичного разделения этих блоков после сброса расплава в бетонную ловушку или модель днища реактора.

Общий вид ловушки, помещаемой в УПР представлен на рисунке 2. На дно бетонной ловушки в 2 слоя укладывается 4 жаростойких блока, блоки в верхнем и нижнем слое располагаются перпендикулярно друг относительно друга. Вокруг донных блоков устанавливается вертикальная стенка из 10 таких блоков. В зазор между блоками и бетоном засыпается песок в качестве демпфирующего материала. Жаростойкие блоки в донной части и вертикальной стенке скрепляются между собой с помощью раствора на основе порошка диоксида циркония. Для имитации остаточного тепловыделения в расплаве кориума, в ловушке размещается плазмотронная система нагрева.



Рисунок 2. Общий вид ловушки расплава с установленными в ней плазмотронами

В процессе проведения экспериментов по исследованию стойкости защитных жаростойких материалов производится:

- плавление материалов (UO_2 , ZrO_2 , сталь) в графитовом тигле ЭПП, нагрев расплава до температуры 2500 °С;
- слив расплава в ловушку, облицованную блоками защитного материала;
- удержание расплава в ловушке при температуре выше 2200 °С за счет энергоснабжения плазматронных нагревателей, расположенных в ловушке, в течение заданного времени;
- захлаживание ловушки со слитком расплава;
- операции по демонтажу ловушки и исследованию результатов испытаний.

2 ПРОЦЕДУРА ДЕМОНТАЖА ЛОВУШКИ РАСПЛАВА

Демонтаж ловушки, исследование расположения образовавшихся в ловушке материалов, отличаю-

щихся по своему виду и свойствам, является заключительной частью эксперимента.

Наиболее удобным способом выявления картины взаимодействия кориума с жаростойкими блоками является диаметральный рез ловушки, но от этого способа пришлось отказаться, в связи с тем, что большая часть материала в постэкспериментальной ловушке находится во фрагментированном состоянии, а также в связи с хрупкостью эродированной области жаростойких блоков и разрушением их в процессе резки. Для достижения цели было решено прибегнуть к послойному извлечению материала из ловушки расплава. Этот метод является более трудоемким, но в то же время более информативным, так как дает трехмерное представление о постэкспериментальном состоянии ловушки расплава.

Для удобства последующего анализа фотографируется месторасположение материала до и после его извлечения, фотографируется и взвешивается извлеченный материал, также делаются снимки общего вида ловушки после извлечения каждого слоя материала.

На рисунке 3 изображена ловушка расплава после проведения эксперимента, целью которого являлось исследование взаимодействия кориума с блоками из диоксида циркония, процедура его проведения описана выше.

Первыми из ловушки извлекались материалы из секторов А, В, С, D до уровня наконечников плазматронов (~50 мм от верхних торцов блоков). Данные материалы включали в себя дисперсные частицы серого и золотистого цвета, фрагменты корки кориума с внутренней поверхности воронки, по которой в ловушку сливался расплав, и с наружных поверхностей плазматронов, а также затвердевший расплав в форме окатышей.

Затем были извлечены материалы из секторов А, В, С, D располагавшиеся до уровня ~90 мм от верхних торцов блоков. Данные материалы включали в себя фрагменты затвердевшего расплава различной формы серого и золотистого цвета. Часть этих фрагментов имела плотное строение, остальные же являлись более хрупкими, крошащимися.

Для предотвращения смешивания материалов в эродированных областях блоков с материалом в основной части ловушки, в процессе демонтажа вблизи блоков устанавливаются металлические пластины.

Материал, отобранный из областей эрозии блоков диоксида циркония, включал в себя дисперсные частицы, а также крупные слоистые фрагменты пластинчатой формы серого и черного цвета. Характерный вид данных материалов в ловушке расплава приведен на рисунке 4.

Далее был извлечен материал из секторов А, В, С, D с поверхности твердого монолита затвердевшего расплава, образовавшегося на дне ловушки.

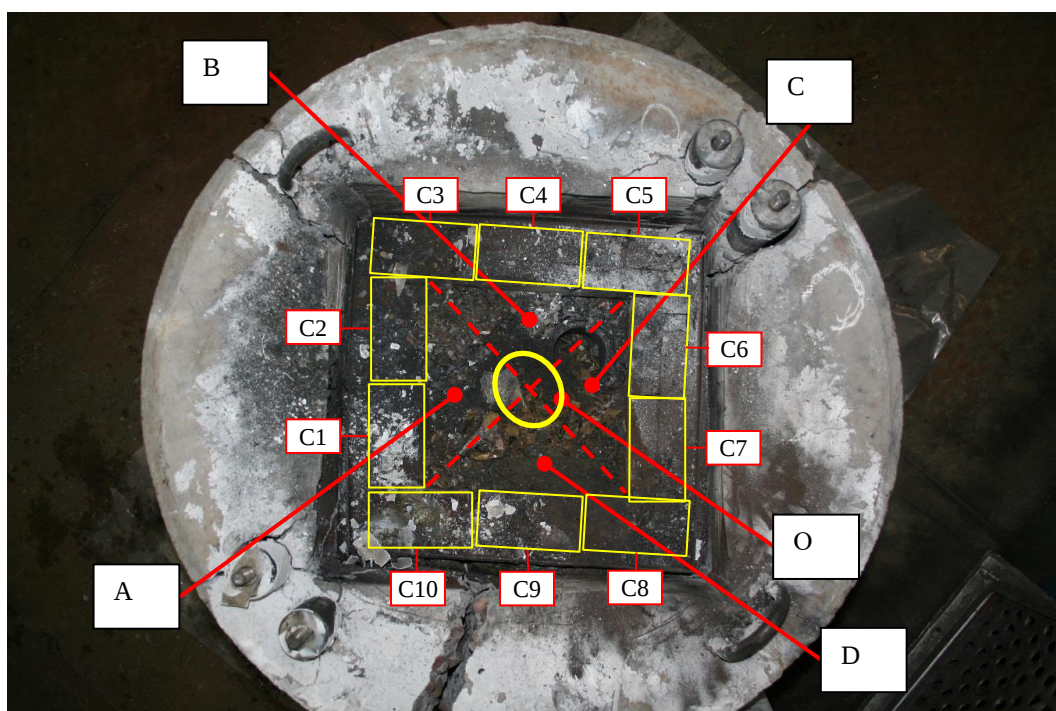


Рисунок 3. Схема разбора ловушки с обозначением секторов, из которых производился отбор материала



Рисунок 4. Область отбора материала эрозии блоков

Эти материалы включали в себя фрагменты затвердевшего расплава различной формы серого и золотистого цвета. Большинство фрагментов имело плотное строение, также встречались более хрупкие, крошащиеся.

Следующим этапом разбора ловушки является извлечение блоков и слитка затвердевшего кориума. Бетонную ловушку и ловушку из блоков ZrO_2 следует разбирать очень осторожно, чтобы не внести дополнительные дефекты в блоки, что может помешать восстановить механизм их эрозии.

После извлечения каждый блок фотографируется со всех сторон, взвешивается и упаковывается. С разных ракурсов фотографируется место, из которого изымается блок (рисунок 5, 6).



а)



б)

Рисунок 5. Вертикально расположенный блок из ZrO_2 (а) и область ловушки, из которой он был извлечен (б)



а)



б)

Рисунок 6. Донный блок из ZrO_2 (а) и область ловушки, из которой он был извлечен (б)

В результате разбора выяснилось, что связующее вещество, коим являлся раствор на основе порошка диоксида циркония, потеряло свою адгезию с блоками, покрылось трещинами, местами отделилось от блоков. На некоторых блоках наблюдались следы незначительного проникновения кориума в промежутки между блоками.

Наибольшая деградация наблюдалась на той стороне блоков, которая располагалась ближе к середине ловушки. Минимальная деградация – на той стороне блоков, которая располагалась ближе к углам ловушки. Форма деградированного слоя на профиле блоков напоминала сегмент окружности.

Поверхностный слой (слой, следующий за фрагментированным материалом из зоны эрозии) деградированной области блока имеет черный цвет, достаточно хрупкий. На профиле блоков видно (рисунок 6 б), что за поверхностным слоем расположен переходный слой, имеющий серую окраску. В донных блоках по границе переходного слоя с остальным материалом блока проходит трещина.

На основании данных, полученных при разборе ловушки расплава, для удобства восприятия результата, была построена схема расположения материала в ловушке, представленная на рисунке 7. Разрез, представленный на схеме, проходит между блоками С4, С5 и С9, С8 вдоль блока С11 (рисунок 3).

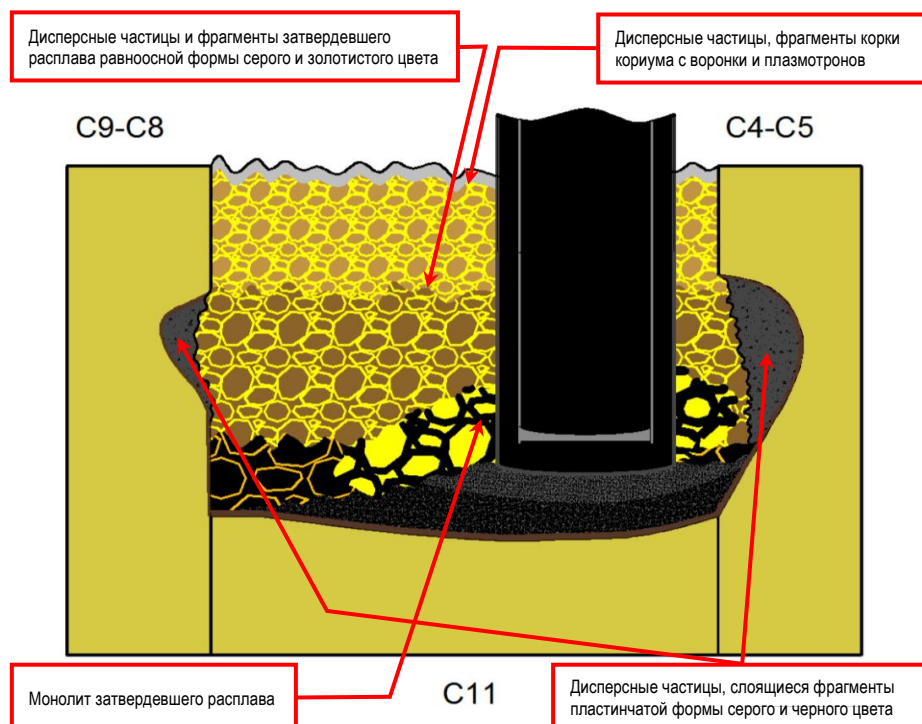


Рисунок 7. Схематичное изображение расположения материалов в разрезе ловушки

3 ПОСТРОЕНИЕ 3D-МОДЕЛЕЙ БЛОКОВ

Для более наглядного представления и оценки формы, размеров, а также степени эрозии жаростойких блоков, в программе 3DMax строятся их 3D модели.

Для построения модели блока необходимо провести измерение координат точек, определяющих профиль зоны деградации блока. Замер координат для каждой точки проводился согласно схеме представленной на рисунке 8. Положение точки на блоке определялось тремя параметрами: S – расстояние от боковой грани блока, L – расстояние от торца блока, h – глубина.

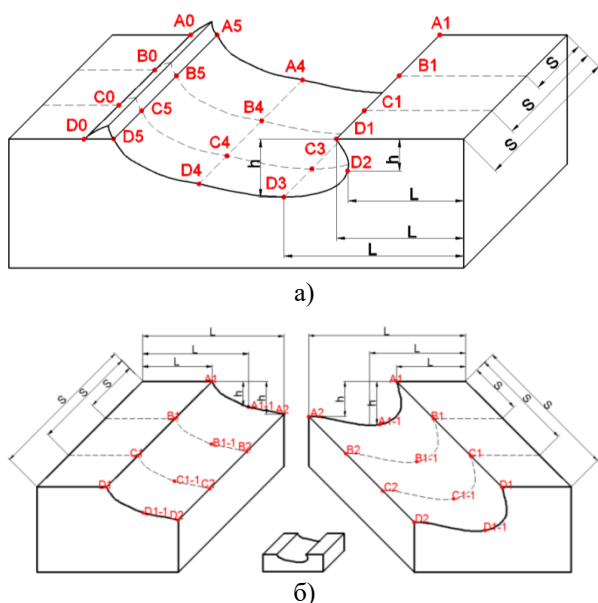


Рисунок 8. Расположение измеряемых точек на целом (а) и разрушенном (б) блоках

Таблица 1. Координаты точек, определяющих профиль зоны деградации блока ZrO_2

Обозначение точки	L, мм	h, мм	S, мм
A1	52	0	0
A5	165	0	0
A3	80	-33	0
A2	58	-24	0
A4	120	-22	0
B1	50	0	20
B5	155	0	20
B0	165	5	20
B3	75	-33	20
B2	58	-22	20
B4	120	-24	20
C1	52	0	40
C0	175	7	40
C5	150	0	40
C3	75	-24	40
C2	58	-21	40
C4	120	-22	40
D1	95	0	70

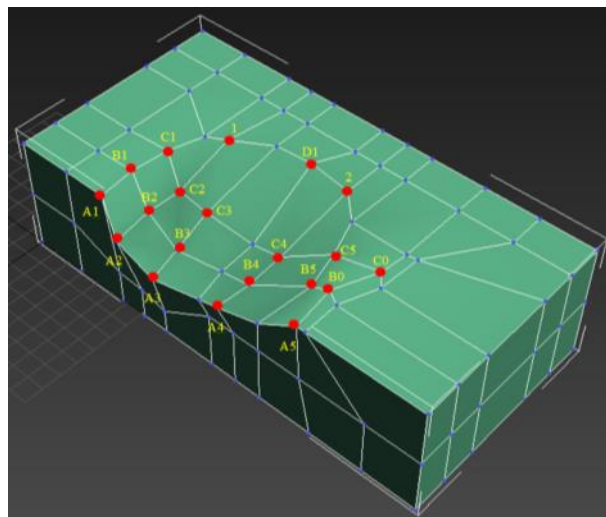


Рисунок 9. 3D модель деградированного блока ZrO_2

В таблице 1 представлены результаты измерения координат точек на одном из блоков, участвовавшем в рассматриваемом эксперименте. 3D модель данного блока представлена на рисунке 9.

4 ФАЗОВЫЙ АНАЛИЗ ИЗВЛЕЧЕННОГО ИЗ ЛОВУШКИ МАТЕРИАЛА

Для понимания процессов и реакций, протекающих при взаимодействии жаростойких блоков с корриумом, проводится рентгеновский фазовый анализ извлеченного из ловушки материала.

Для проведения анализа отобранных фрагментированных материалов каждый из них был разделяется ситовым методом на 4 фракции частиц: F4 – менее 400 мкм; F3 – 400 мкм÷1,6 мм; F2 – 1,6 мм÷5,6 мм; F1 – более 5,6 мм.

После такого разделения производится анализ усредненного состава материала каждой размерной фракции менее 5,6 мм, а также анализ отдельных крупных частиц, отличающихся внешним видом. Представительные порции выбранных материалов измельчаются в корундовой мельнице до однородного состояния, размер измельченных частиц составляет менее 50 мкм. Из полученных порошков готовятся образцы для рентгеновского фазового анализа.

Основными компонентами фазового состава образцов затвердевшего расплава из ловушки рассматриваемого эксперимента по результатам рентгеновского фазового анализа (таблица 2) являются твердые растворы $(U, Zr)O_2$ с гранецентрированной кубической решеткой (ГЦК). Содержание фазы, идентифицируемой на дифрактограммах как $Zr(O, C, N, \dots)$ с кристаллической решеткой карбида циркония не велико. Стехиометрический состав твердого раствора $(U, Zr)O_2$ может быть определен оценочно линейной интерполяцией значений периодов решеток ГЦК-фаз UO_2 (0,547 нм) и ZrO_2 (0,512 нм) к периоду решетки твердого раствора, определяемому по дифрактограмме.

Таблица 2. Результаты фазового анализа образцов материала из ловушки расплава

Фазовый состав		
образец	основные фазы	дополнительные фазы
ZrO ₂ (A)	Cubic zirconia (Zr, Ca, Hf)O ₂ (a = 0,513 нм)	ZrO ₂ ^{md}
Материал, располагавшийся до уровня ~ 50 мм от верхних торцов блоков	т. р. (Zr, U,...)O ₂ (a = 0,523 нм)	т. р-ры (U, Zr,...)O ₂ (a = 0,541÷0,543 нм); Zr(O, C, N,...) (a = 0,467 нм)
Материал, располагавшийся до уровня ~ 90 мм от верхних торцов блоков	т. р. (Zr, U,...)O ₂ (a = 0,523 нм)	т. р-ры (U, Zr,...)O ₂ (a = 0,541÷0,543 нм); Zr(O, C, N,...) (a = 0,467 нм); кубическая ZrO ₂ (a = 0,514 нм)
Материал из области деградации блока	т. р. (Zr, U,...)O ₂ (a = 0,523 нм)	т. р-ры (U, Zr,...)O ₂ (a = 0,541÷0,543 нм); Zr(O, C, N,...) (a = 0,467 нм); кубическая ZrO ₂ (a = 0,514 нм); ZrO ₂ ^{md}
Материал слитка в донной части ловушки	Zr(O, C, N,...) (a=0,467 нм), Ta	не определенные фазы

Следует отметить, что значение периода решетки в большинстве образцов слитка расплава стабильно и выдержано на уровне $a = 0,523 \pm 0,001$ нм, что говорит о его однородности в пределах слитка. Фазы металлического циркония в составе кориума не обнаружены.

Наибольшие отличия в фазовом составе имеет материал золотистых фрагментов в донной части слитка. Из идентифицированных фаз можно указать на наличие в их составе металлического тантала и фазы Zr(O, C, N, ...). Ряд линий на дифрактограммах этих образцов идентифицировать не удалось.

Твердому раствору в предполагаемом начальном составе кориума наиболее близко соответствуют твердые растворы (U, Zr)O₂ с параметром решетки $0,541 \div 0,543$ нм. Уменьшение значения параметра решетки твердого раствора (U, Zr)O₂ в основной части материалов слитка является прямым следствием растворения материала защитных блоков из диоксида циркония в процессе взаимодействия с кориумом.

Выводы

В результате исследований материала в ловушке расплава эксперимента по взаимодействию имитатора кориума с блоками ZrO₂ было установлено, что:

– большая часть материала в ловушке расплава находилась во фрагментированном состоянии;

– не смотря на различия в форме, размерах и цвете, фазовый состав материалов, извлеченных из ловушки довольно однороден. Основной фазой материалов в ловушке является твердый раствор (Zr,U,...)O₂ с гранецентрированной кубической решеткой;

– вертикально расположенные блоки диоксида циркония подверглись большей эрозии, нежели донные блоки;

– форма деградации полости ловушки расплава напоминает эллипсоид вращения. Данную форму, предположительно, имело тепловое поле в ловушке в процессе эксперимента.

Отработанная в процессе демонтажа процедура извлечения позволила максимально подробно представить результаты эксперимента и создать базу для дальнейших исследований и анализа. Предложенный подход является наиболее информативным и продуктивным, чем используемый ранее диаметральный разрез экспериментальной секции (ловушки расплава).

ЛИТЕРАТУРА

1. Минеев В. Н., Боркова Л. Б., Акопов Ф. А. и др. Внешняя ловушка из керамики и бетона на основе диоксида циркония // Атомная энергия. 1998. Т. 85, вып. 2. С. 119-125.
2. Bittermann D. Principles of application of mechanical design measures to control severe accident phenomena, applied to the melt retention concept of the EPR // OECD Workshop on Ex-Vessel Debris Coolability Karlsruhe Germany, 15-18 November 1999.
3. Акопов Ф. А., Акопян А. А., Барыкин Б. М. и др. Поведение диоксидциркониевой керамики в условиях работы внешней ловушки // Атомная энергия. 1999. Т. 87, вып. 1. С. 48-53.
4. Брагов А. М., Ломунов А. К., Минеев В. Н. и др. Исследование динамических свойств диоксидциркониевой керамики с помощью модифицированной методики Кольского // Прикладные проблемы прочности и пластичности. 1997. № 52 (ННГУ). С. 1-9.
5. Огородников В. А., Иванов А. Г., Лучинин В. И. и др. Ударно-волновое деформирование и разрушение диоксидциркониевой керамики и бетона // Атомная энергия. 2000. Т. 88, вып. 2. С. 113-119.

**БЕЛСЕНДІ АЙМАҚТЫҢ БАЛҚЫМАСЫ ЕЛІКТЕУШІНІҢ ЦИРКОНИЙ ДИОКСИДТЕН
ЖАСАЛҒАН ЫСТЫҚҚА ТҰРАҚТЫ БЛОКТАРЫНЫҢ ӨЗАРА ӘСЕРІН ЗЕРТТЕУ ӘДІСТЕМЕСІ**

¹⁾ А.Д. Гречаник, ¹⁾ И.М. Кукушкин, ¹⁾ В.В. Бакланов, ²⁾ А.А. Ситников, ¹⁾ М.К. Скаков

¹⁾ ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

²⁾ И.И. Ползунов аттындағы Алтай мемлекеттік техникалық университеті, Барнаул, Ресей

Жұмыста кориум мен ыстыққа тұрақты материалдармен өзара әсері өнімінің тәжірибеден кейінгі зерттеулерді өңдеу бойынша нәтижелері берілген, ядролық реактордың (кориум) белсенді аймағының балқымасын еліктеушінің ағатын цирконий диоксидінен жасалған блоктармен қапталған торларды бұзу үрдісі сипатталған.

**RESEARCH TECHNIQUES OF INTERACTION OF MELT SIMULATOR
OF CORE WITH REFRACTORY BLOCKS MADE OF ZIRCONIA**

¹⁾ A.D. Grechanik, ¹⁾ I.M. Kukushkin, ¹⁾ V.V. Baklanov, ²⁾ A.A. Sitnikov, ¹⁾ M.K. Skakov

¹⁾ Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

²⁾ Polzunov Altai State Technical University, Barnaul, Russia

The results of working out of procedure of post-experimental studies of the interaction product of the corium with heat-resistant materials and process of cutting of the melt trap coated by blocks made of zirconium dioxide in which discharged the melt simulator of the reactor core (corium) are shown in this article. The techniques of reception and presentation of data characterizing the result of the interaction of the corium with refractory blocks also shown in this article.

УДК 620.97; 620.9:001.89

СОЛНЕЧНАЯ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЯ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РОТОРНО-ЛЕПЕСТКОВОГО ДВИГАТЕЛЯ

Котов В.М., Витюк Г.А., Ерыгина Л.А.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

Показаны преимущества солнечных электростанций на основе двигателей с внешним подводом тепловой энергии в рабочий цикл. Представлены схема и характеристики роторно-лепесткового двигателя, работающего в цикле Брайтона и обеспечивающего КПД преобразования тепловой энергии в механическую энергию, близкий к циклу Карно. Двигатель позволяет получить полное КПД до 50 % при максимальной температуре цикла 773 К и 58 % при 973 К.

В нагревателе солнечной электростанции осуществляется возврат энергии теплового излучения по закону Стефана-Больцмана рабочему телу. Проведены расчеты эффективности сохранения энергии данного нагревателя в различных вариантах работы двигателя. Обеспечивается сохранение до 30 % энергии при передаче энергии теплоносителю с плотностью потока 200 кВт/м² и до 15 % при плотности 500 кВт/м².

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в мировой практике достаточно широко используются солнечные электростанции на основе фотодиодов. Простота схемы таких установок создает им положительный имидж. Однако, реальность далека от идеала. Большая площадь солнечных фотодиодных батарей делает их конструкцию стационарной. Сравнительно малый КПД преобразования солнечной энергии в электрическую позволяет получить при оптимальном падении лучей с одного квадратного метра не более 200 Вт электроэнергии. Само производство солнечных панелей достаточно дорого и имеет ряд экологических проблем.

Другая возможность получения электроэнергии от солнечных лучей основана на использовании двигателей с внешним подводом тепловой энергии в их рабочий цикл. На этой основе построены блочные электростанции в США. В качестве основного механизма в них установлены двигатели Стирлинга. Поток солнечных лучей в них концентрируется фокусирующим зеркалом на приемнике тепловой энергии – нагревателе рабочего тела двигателя Стирлинга. С помощью данных установок достигнут рекорд в преобразовании солнечной энергии в электрическую – 34 % [1-3].

Применение двигателя Стирлинга в солнечной электростанции обосновывается использованием в его рабочем цикле изотермических и изохорических процессов, позволяющих получить КПД равный идеальному циклу Карно. Однако, для достижения данного результата требуется рекуперативная передача тепловой энергии между изохорическими процессами, что существенно снижает эффективность данного двигателя и усложняет его конструкцию.

В работе [4] было показано, что близкие Карно значения КПД можно получить с использованием цикла Брайтона и поршневых машин с внешним подводом тепловой энергии в рабочий цикл. В отличие от турбомашин в поршневых машинах нет по-

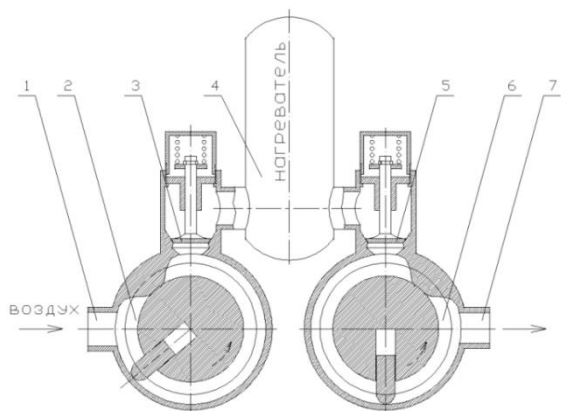
терь энергии при ее передаче от газа к лопаткам и наоборот. В экспериментах с моделью поршневой машины цикла Брайтона были показаны ее работоспособность и правильность выбранных технических решений для ее осуществления [5].

ОСОБЕННОСТИ РОТОРНО-ЛЕПЕСТКОВОГО ДВИГАТЕЛЯ

Существенным недостатком поршневых машин, к которым относится и двигатель Стирлинга, является наличие больших потерь энергии в ходе ее передачи от поршней к коленчатому валу. Этот недостаток удалось преодолеть в техническом решении [6], основанном на использовании роторно-лепесткового механизма, в котором, как и в поршневой машине, идет объемное преобразование рабочего тела, но потери механической энергии уменьшены практически до нуля. Схема двигателя цикла Брайтона с открытым воздушным рабочим телом приведена на рисунке 1. Основными элементами двигателя являются камера сжатия, нагреватель рабочего тела и камера расширения рабочего тела. Основными элементами камер сжатия и расширения являются цилиндрический корпус, горка на его внутренней поверхности, ротор с подвижным лепестком и клапан. В каждой камере образуются две полости между горкой и лепестком. Рабочий цикл осуществляется за один оборот вала, общий для обеих камер. Возможности использования роторно-лепестковых двигателей, меры снижения потерь энергии в них подробно рассмотрены в [7]. Характеристики двух вариантов двигателя, отличающихся максимальной температурой цикла, представлены в таблице 1.

Видно, что с повышением температуры в данных вариантах растет КПД и мощность установки. Вариант с меньшей температурой можно использовать на начальном этапе работ, как обеспечивающий возможность использования более дешевых материалов.

Изменение параметров в цикле двигателя при максимальной температуре 773 К представлено на рисунке 2.



1 - входной патрубок, 2 - камера сжатия, 3 - клапан камеры сжатия, 4 - нагреватель рабочего тела, 5 - клапан камеры расширения, 6 - камера расширения, 7 - выходной патрубок

Рисунок 1. Роторно-лепестковый двигатель цикла Брайтона

Таблица 1. Характеристики вариантов роторно-лепесткового двигателя

№	Параметр	Вариант	
		1	2
1	Скорость вращения вала, об/мин	1500	
2	Радиус цилиндра, см	15	
3	Радиус ротора, см	12,5	
4	Угол горки, градус	50	
5	Ширина лепестков, см	20	
6	Давление на входе, ата	1,0	
7	Температура на входе, К	300	
8	Давление сжатия, ата	17,7	32,5
9	Температура сжатия, К	682	811
10	Температура нагрева, К	773	973
11	Температура выхлопа, К	340	360
12	КПД двигателя, %	50,7	58,8
13	Мощность двигателя, кВт	4,77	9,06
14	Мощность нагревателя, кВт	9,41	15,41

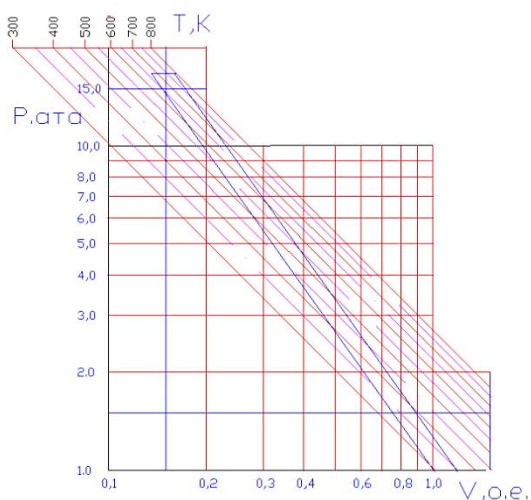


Рисунок 2. Изменение параметров двигателя в первом варианте работы

НАГРЕВАТЕЛЬ РАБОЧЕГО ТЕЛА

Особенностью данных вариантов является то, что в нагревателе рабочего тела требуется достаточно высокая температура уже на его входе. С ростом температуры поверхности увеличивается обратное излучение с этой поверхности в соответствии с законом Стефана-Больцмана. Возникает необходимость полного использования тепла солнечных лучей, падающих на нагреватель рабочего тела. В техническом решении [8] эта проблема успешно преодолена.

Схема солнечного нагревателя, обеспечивающего возврат излучения нагретого тела теплоносителю, представлена на рисунке 3.

Нагреватель состоит из трубок теплоносителя 1, корпуса нагревателя с теплоизоляцией, уложенной внутри корпуса 2, входного окна для прохода солнечных лучей 3 и фокусирующего зеркала 4. Фокус зеркала совмещается со входным окном нагревателя. Площадь трубок, освещаемая солнечными лучами, устанавливается в ходе теплогидравлических расчетов характеристик течения рабочего тела. Желательно уменьшение перепада температур между стенкой нагревателя и теплоносителем, перепада температур по толщине стенки, гидравлического сопротивления тракта теплоносителя.

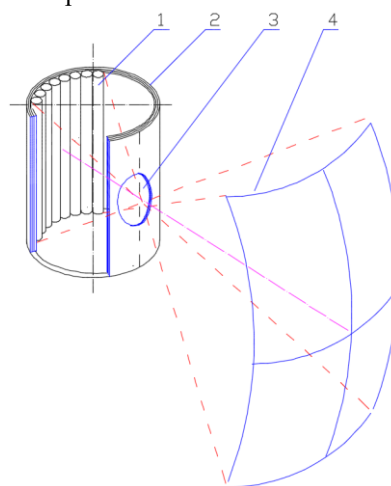


Рисунок 3. Схема солнечного нагревателя с высоким КПД

При увеличении плотности принимаемого солнечного потока уменьшается доля излучаемого «паразитного» потока. Это соотношение потоков изменяется в зависимости от максимальной температуры нагрева рабочего тела. На рисунке 4 представлены зависимости потерь в передаче солнечного излучения потоку рабочего тела от температуры его нагрева и плотности принимаемого потока для случая с температурой рабочего тела на входе равной 300 К.

Видно, что при температуре нагрева рабочего тела 773 К потери достигают ~ 1 – 3 %, а при 973 К они будут ~ 3 – 13 %. Таким образом, устранение этих потерь необходимо. При более высокой входной температуре рабочего тела потери будут большими.

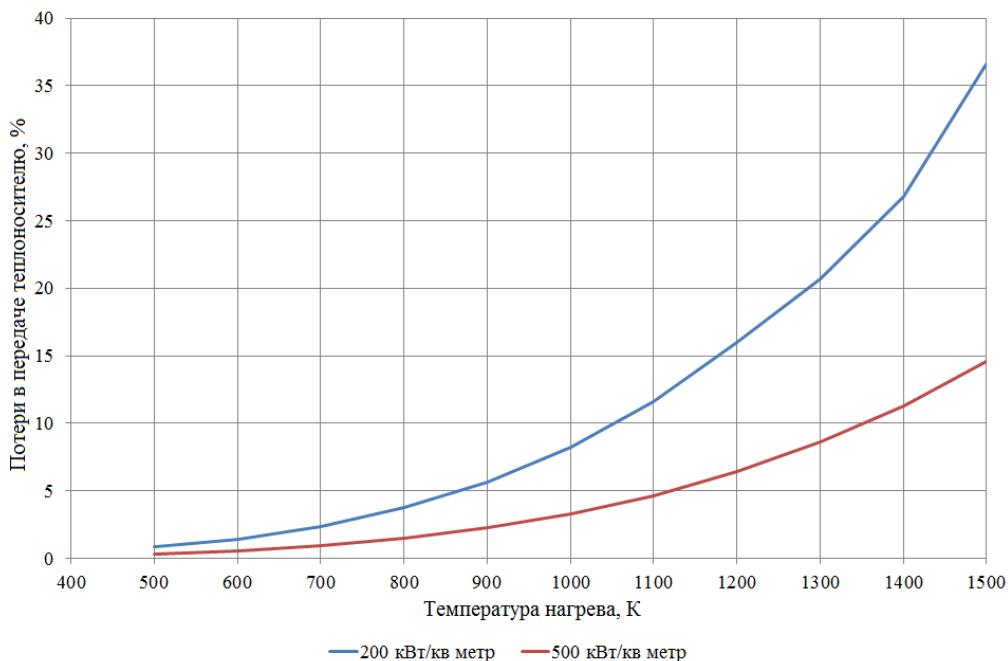


Рисунок 4. Зависимости потерь приема солнечной энергии от температуры нагрева рабочего тела и плотности принимаемого потока при нагреве от 300 К

Проведены расчеты вариантов нагревателя, отличающиеся температурой нагрева рабочего тела и плотностью принимаемого потока солнечной энергии. Рабочее тело (воздух) протекает в стальных трубках (X18H10T) внешним диаметром 8 мм и толщиной стенки 1 мм. Начальная и максимальная температура рабочего тела и мощность нагрева выбраны в соответствии с данными таблицы 1. Плотности принимаемого потока — 200 и 500 кВт/м². Длина трубок 800 мм.

Размещение трубок теплоносителя в корпусе высокотемпературного солнечного нагревателя показано на рисунке 5. При оптимальной конструкции нагревателя и фокусирующего зеркала расположение трубок в камере нагревателя горизонтальное.

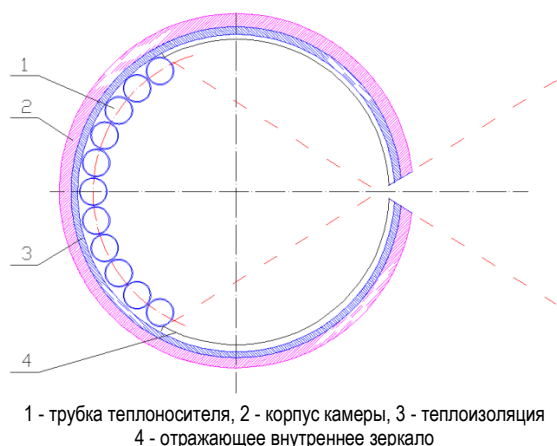


Рисунок 5. Поперечное сечение камеры нагревателя

При определении характеристик теплообмена применялся программный пакет [9]. В связи с идентичностью нагружений трубок, расчеты проводились для одной трубки. Удовлетворительная точность расчетов была достигнута при разбиении расчетной модели на 144 500 элементов. В модели были учтены изменение теплоемкости $C_p(T)$ и теплопроводности $\lambda(T)$ стали, а для воздуха дополнительно зависимость от давления рабочего тела. Учитывалось влияние излучения элементов внутренней поверхности на теплообмен между ними и воздухом. Моделирование велось на участке тракта теплоносителя длиной 100 см, в середине которого расположен нагреватель, что обеспечивало необходимый режим течения на входе и точность определения параметров на выходе.

На рисунке 6 представлено распределение максимальной температуры на поверхности по длине трубки. Видно значительное превышение максимальной температуры трубки над температурой теплоносителя в любом ее месте.

На рисунке 7 представлено азимутальное изменение средней температуры поверхности трубки в сечениях на ее входе и выходе. Видно, что температура холодной части трубок превышает среднемассовую температуру теплоносителя.

Добавка температуры излучающей поверхности над средней температурой теплоносителя (dT), полученная в соответствии с расчетами представлена в таблице 2. Там же представлены значения потерь энергии в «открытом» нагревателе. Видно, что потери значительно возрастают против данных рисунка 4.

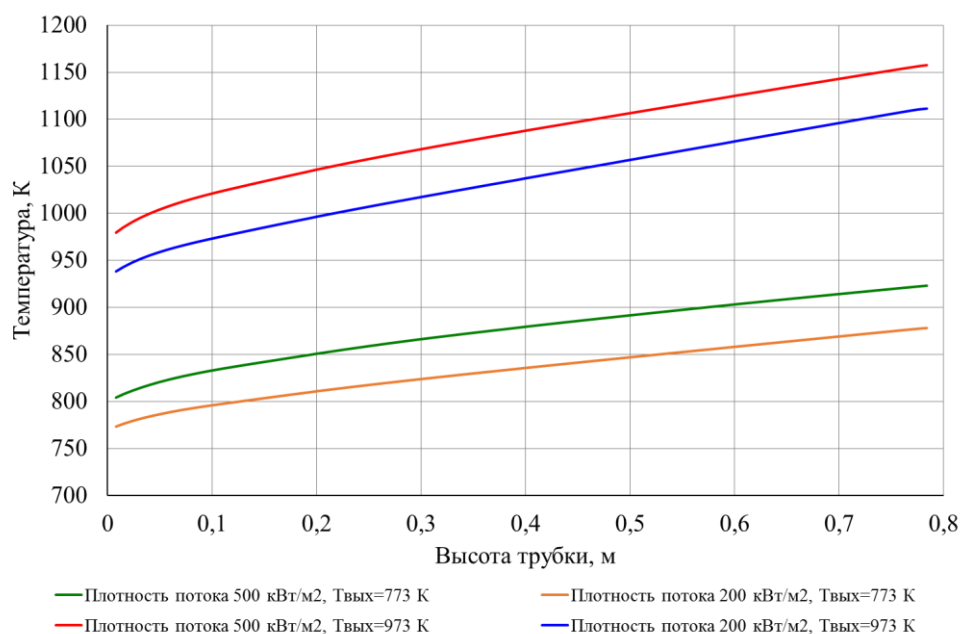


Рисунок 6. Распределение максимальной температуры по длине трубки

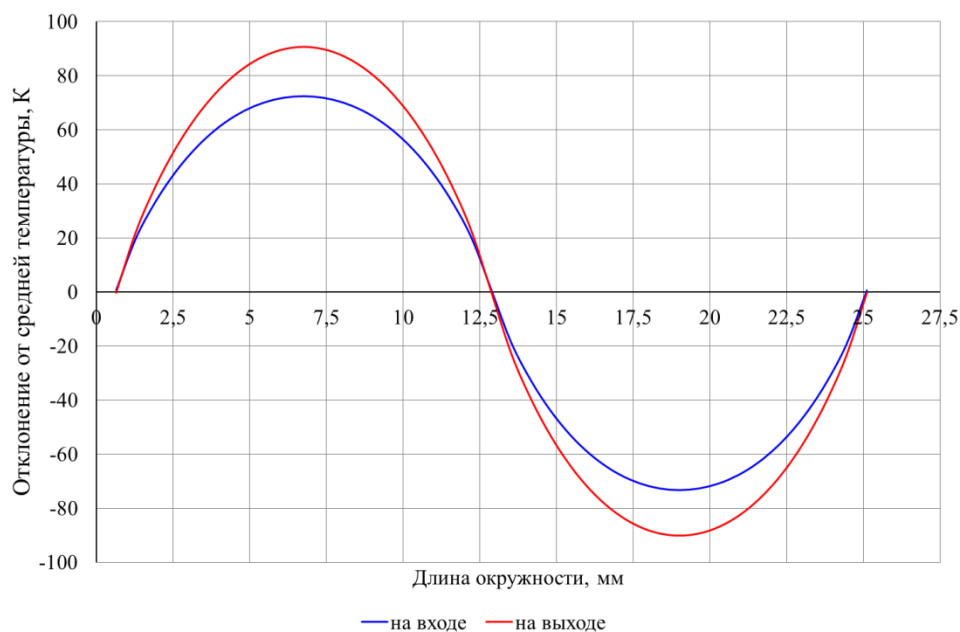


Рисунок 7. Азимутальное изменение средней температуры поверхности на входе и выходе трубки

Таблица 2. Потери энергии в открытом нагревателе для вариантов работы двигателя

Температура, К	Поток, кВт/м ²			
	200		500	
	Потери, %	dT, К	Потери, %	dT, К
773	11,32	92	10,0	129
973	30,69	124	14,04	159

Дополнительное преимущество использования нагревателя с компенсацией потерь вторичного излучения состоит в защите поверхности тракта теплоносителя от внешних воздействий (пыль, дождь), улучшающей условия обслуживания и долговременной работы. Для обеспечения лучших условий защиты во внутреннюю полость камеры нагревателя может подаваться воздух с небольшим расходом от выходного потока двигателя.

СОСТАВ БЛОКА СОЛНЕЧНОЙ ЭЛЕКТРОСТАНЦИИ

В блоке солнечной электростанции возможны различные варианты исполнения:

- двигатель совмещен с нагревателем;
- двигатель установлен на оси поворотной платформы.

В первом случае, как в [3], необходима компактность блока «нагреватель-двигатель», во втором, независимо от компактности, достигается упрощение обслуживания двигателя, как основного по сложности элемента солнечной электростанции. В середине летнего дня нагреватель поднимается на большую высоту, доступ к двигателю первого варианта будет осложнен.

Теплоизоляция тракта теплоносителя и его гидравлическое сопротивление не представят затруднений. Кроме того, снижается момент инерции системы. Зеркало, как наиболее массивная часть, будет установлено наиболее близко к оси платформы, что снизит момент инерции для поворотного механизма.

В установке с воздушным рабочим телом следует на его входе в тракт двигателя установить фильтр очистки от пыли, аналогичный фильтрам двигателей внутреннего сгорания. Выхлоп рабочего тела не должен попадать в поток, идущий на вход двигателя.

Возможны варианты с заменой воздуха (теплоносителя – рабочего тела) на аргон или гелий, которые позволят поднять удельную литровую мощность двигателя, снизить его массу. Однако, при этом увеличится стоимость установки, возникнет необходимость более частого обслуживания за счет появления вероятности утечки рабочего тела. Стоимость увеличится и за счет мер по уменьшению утечки рабочего тела.

Возможен вариант с замкнутым циклом воздушного рабочего тела повышенного давления. В этом случае повышается удельная литровая мощность. Подпитка в компенсацию потерь рабочего тела будет стоить недорого. Потребуется лишь дополни-

тельная автоматическая система управления подпиткой.

На первом этапе следует использовать схему открытого цикла по рисунку 1. Опыт ее работы покажет направления необходимой модификации.

ВОЗМОЖНОСТИ ПРИМЕНЕНИЯ СОЛНЕЧНЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ

Возможная мощность солнечных электростанций, покрывающих пиковые нагрузки первой очереди в РК, оценивается в 100 МВт. Технологически приемлемая мощность единичного агрегата составляет 40 – 50 кВт. Общее число таких агрегатов ~ 2000 шт. Стоимость одной установки оценивается в 80 – 100 тыс. USD. Аналог в США на двигателе Стирлинга стоит 150 тыс. USD при мощности 30 кВт.

Применение солнечных электростанций за рубежом может превышать указанную оценку для Казахстана в сотни раз. Здесь следует учитывать, как определяющие факторы, наличие централизованного электроснабжения и число солнечных дней в году.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализ возможных вариантов построения солнечных электростанций показал существенные достоинства схем с использованием машинных преобразователей тепловой энергии в механическую и далее, при необходимости, в электрическую.

В качестве машинного агрегата выбран роторно-лепестковый двигатель, обеспечивающий потери механической энергии при его работе близкие к нулевым.

Показана необходимость уменьшения потерь при передаче солнечной энергии нагревателю рабочего тела за счет излучения нагретой поверхности по закону Стефана-Больцмана. Проведены расчеты нагревателя с характеристиками, согласованными с выбранными вариантами двигателя.

Демонстрационный вариант станции с мощностью 10 – 30 кВт может работать с полным КПД более 50 %.

ЛИТЕРАТУРА

1. Галушак В.С., Сошинов А.Г., Атрашенко О.С. [и др.] Солнечные фотоэлементы или двигатель Стирлинга – реалии и будущее солнечной энергетики // Международный журнал прикладных и фундаментальных исследований. – № 12-3. – 2015. – С. 385-388.
2. Кириллов Н.Г. Производство машин Стирлинга – новое перспективное направление в развитии отечественного машиностроения // Вестник машиностроения. – № 8. – 2005. – С. 3-8.
3. Атрашенко О.С., Сухоручкина Т.Ю. Солнечные Стирлинги – перспективы развития // Научные труды SWorld: Технические науки. – Вып. 4(41). – Т. 3. – 2015. – С. 57-61.
4. Котов В.М., Зеленский Д.И. Газоохлаждаемый реактор с высоким коэффициентом полезного действия. // Атомные станции малой мощности: новое направление развития энергетики. Под ред. академика РАН А.А. Саркисова. – М.: Наука. – 2011. – С. 272-289.
5. Котов В.М., Тихомиров Л.Н., Райханов Н.А. [и др.] Испытания модели двигателя АРАР с разомкнутым воздушным циклом // Вестник НЯЦ РК. – Вып. 2. – 2012. – С. 79-84.
6. Котов В.М. Роторно-лепестковый двигатель // Патент РК № 31698 от 15.12.2016. – Бюл. № 17.
7. Котов В.М. Роторно-лепестковые тепловые машины // ACADEMY. – № 3(18). – 2017. – С. 11-22.
8. Котов В.М. Высокотемпературный солнечный нагреватель // Инновационный патент РК № 22587 от 15.06.2010. – Бюл. № 6.
9. ANSYS, Inc. Products Release 14.5.7, 2013.

**РОТОРЛЫҚ-ЖАПЫРАҚТЫ ҚОЗҒАЛТҚЫШТЫ ПАЙДАЛАНАТЫН
КҮН ЭЛЕКТРСТАНЦИЯСЫ**

В.М. Котов, Г.А. Витюк, Л.А. Ерыгина

ҚР ҰАО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Жұмыс цикліне жылу энергиясын ішінен келтіруші қозғалтқыш негізіндегі күн электрстанциясының артықшылығы көрсетілген. Брайтон циклінде жұмыс істейтін және жылу энергиясын механикалық энергияға қайта айналдыратын, Карно цикліне жақын ПӘК қамтамасыз ететін роторлық-жапырақты қозғалтқыштың схемалары мен сипаты ұсынылған. Қозғалтқыш циклдің 773 К максималды температурасы кезінде 50 % дейін және 973 К кезінде 58 % толық ПӘК алуға мүмкіндік береді.

Күн электрстанциясының қыздырғышында жылу сәулесінің энергиясы жұмыс денесі Стефан-Больцман заңы бойынша кері қайтуы жүзеге асырылады. Қозғалтқыштың жұмысынң әртүрлі нұсқаларында осы қыздырғыштың энергиясын сақтау тиімділігінің есептері жүргізілді. 200 кВт/м² ағымдардың тығыздығымен жылутасымалдағыштың энергиясын беру кезінде 20 % дейін және 500 кВт/м² тығыздығы кезінде 15 % дейін сақтауды қамтамасыз етеді.

SOLAR POWER STATION WITH LEAF-TYPE ROTOR ENGINE

V.M. Kotov, G.A. Vityuk, L.A. Yerygina

Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

The article addresses advantages of solar power stations based on engines with outer thermal power supply in duty cycle; demonstrates diagram and characteristics of leaf-type rotor engine operating by Brayton cycle and providing efficiency of thermal energy conversion into mechanical one close to Carno cycle. The engine enables having full efficiency up to 50 percent when maximum cycle temperature is equal to 773 K and up to 58 percent when it is 973 K.

A heater in solar station ensures recovery of thermal-flux energy by Stefan-Boltzman law to working body. The article provides calculations of efficient energy conservation for this heater under different operation modes of the engine. Thus, up to 30 percent of energy is conserved when energy transporting to the coolant with flux density of 200 kW/m² and up to 15 percent when it is 500 kW/m².

УДК 621.039

КОНВЕРТЕР НЕЙТРОНОВ ИГР ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ ТВЭЛОВ БЫСТРЫХ РЕАКТОРОВ

Котов В.М., Жанболатов О.М.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

Одним из путей развития атомной промышленности является улучшение технологии быстрых реакторов. Для этих целей необходимо проведение экспериментов с топливом, работающим на быстрых нейтронах. Однако в тепловом реакторе, таком как ИГР, сложно получить равномерный поток быстрых нейтронов. Одним из вариантов уменьшения неравномерности является предлагаемое устройство – конвертер нейтронов, способное решить данную проблему.

ВВЕДЕНИЕ

Основным из направлений развития атомной промышленности является изучение технологии реакторов, работающих на быстрых нейтронах с жидкометаллическим теплоносителем. Одной из главных задач является исследование характеристик топлива данного вида реакторов. Смешанное оксидное уран-плутониевое топливо (МОКС-топливо) является одним из приоритетных вариантов для использования в быстрых реакторах, поскольку обладает хорошими нейтронно-физическими и технологическими характеристиками.

Потенциально большие возможности для исследования данного вида топлива имеются в ИГР. Однако ИГР является реактором на тепловых нейтронах. Поток тепловых нейтронов не адекватен по воздействию на материалы топлива быстрым нейтронам. В частности, он не способен дать равномерное радиальное энерговыделение в ТВЭлах.

В данной работе ставится задача создания условий для снижения неравномерности радиального энерговыделения в ТВЭлах быстрых реакторов, испытываемых в ИГР. Рассмотрены имеющиеся в печати аналогичные решения. Выбрано направление создания и совершенствования конвертора тепловых нейтронов ИГР в быстрые. Рассмотрено несколько вариантов конструкции конвертера и рассчитаны их характеристики.

1 ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

В ходе решения задачи вычисления радиального распределения энерговыделения в МОКС-топливе по проекту MYRRHA была выявлена большая неравномерность от периферии к центру ТВЭла [1]. Отношение энерговыделения на периферии ТВЭла к энерговыделению в его центре составляет 3,12 (рисунок 1). Спектр нейтронов в ИГР является преимущественно тепловым, поэтому радиальное энерговыделение в испытываемом ТВЭле при использовании МОКС-топлива будет отличаться от равномерного распределения в быстром реакторе. В испытаниях данных ТВЭлов на ИГР желательно снизить эту неравномерность.

Вариантом решения является применение конвертера спектра для повышения доли быстрых нейтронов в испытываемом ТВЭле.

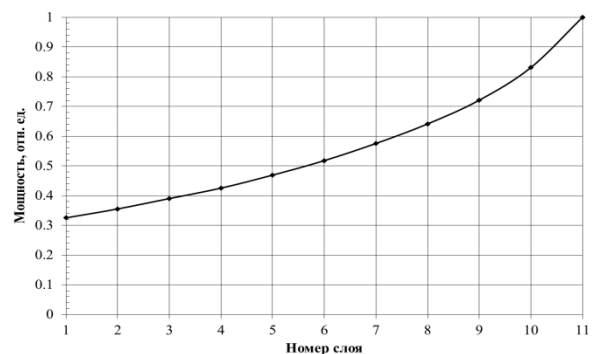


Рисунок 1. Радиальное распределение мощности в МОКС-топливе.

В ходе работы изучались разработки с близкими характеристиками преобразования тепловых нейтронов в быстрые.

В работе [2] исследовалось влияние количества цилиндрических топливных пластинок на спектр нейтронов в центральном стержневом ТВЭле. Между цилиндрическими топливными пластинами размещалась вода.

В реакторе BR2 использовался конвертер в виде кольца уранового топлива или корзины из ТВЭлов в воде вокруг центральной оси [3].

В работе [4] конвертер предназначен для получения нейтронов с энергией 14 МэВ для чего в состав делящегося вещества в топливных вспомогательных элементах введены дейтерий и тритий.

Как прототипные к предлагаемому решению близки [3, 4]. Их основной недостаток для использования в реакторе ИГР, выявившийся в ходе предварительных расчетов, является наличие большой составляющей тепловых нейтронов в теле испытываемого ТВЭла быстрого реактора.

Было решено установить между вспомогательными ТВЭлами и ТВЭлом быстрого реактора поглотитель тепловых нейтронов.

Расчеты выполнялись с использованием расчетного кода MCNP/5 с библиотекой ENDF/B-VI [5]. Для проведения расчетов была разработана модель, созданная на базе бенч-марк модели ИГР [6].

2 КОНСТРУКЦИЯ УСТРОЙСТВА

2.1 Вариант 1

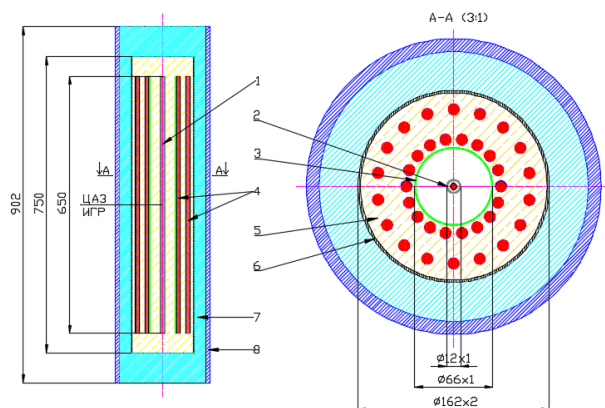
В связи с выбранной схемой конвертера возникла необходимость решения следующих оптимизационных задач:

- рассмотреть варианты схемы расстановки вспомогательных ТВЭлов;
- рассмотреть варианты состава и толщины поглотителя тепловых нейтронов;
- определить соотношения мощностей испытуемого ТВЭла, вспомогательных ТВЭлов и ИГР.

Первый вариант конвертера представлен на рисунке 2. Он содержит ТВЭл с МОКС-топливом (поз. 1), окруженный стенкой из кадмия (поз. 2) толщиной 1 мм. Оболочка ТВЭла – сталь 12Х18Н10Т. Пространство между стенкой 2 и стенкой 3 заполнено газом, вариантом является воздух при атмосферном давлении.

Стенка (поз. 3) выполнена из циркониевого сплава (Zr–99 %, Nb–1 %). Между стенками (поз. 3) и (поз. 6) установлены 36 ТВЭлов из диоксида урана (U^{235} – 4 %, U^{238} – 96 %). ТВЭлы установлены на двух концентрических окружностях с радиусами 40 и 65 мм. Оболочки ТВЭлов выполнены из стали 12Х18Н10Т.

ТВЭлы омываются висмутовым теплоносителем. Материал стенки (поз. 6) – сталь 12Х18Н10Т. Пространство между стенкой (поз. 6) и корпусом неподвижной ампулы (поз. 8) заполнено водой (поз. 7). Центр ТВЭла по высоте совпадает с центром активной зоны ИГР.



1 - ТВЭЛ с МОКС-топливом; 2 - цилиндр из кадмия; 3 - цилиндр из циркония; 4 - ТВЭЛы с диоксидом урана; 5 - висмутовый теплоноситель; 6 - оболочка капсулы с висмутом; 7 - сосуд с водой; 8 - корпус НА228

Рисунок 2. Схема конвертера

Радиальное распределение энерговыделения в центральном ТВЭле конвертера представлено на рисунке 3. Видно повышение энерговыделения в центральных слоях этого ТВЭла по сравнению с исходным, представленным на рисунке 1. Отношение энерговыделения на периферии ТВЭла к энерговыделению в его центре составляет 1,22 (против 3,12).

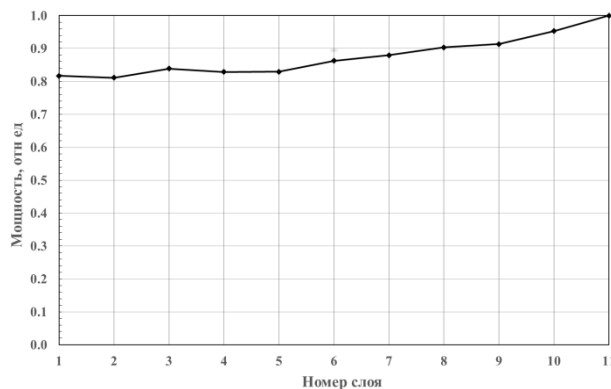


Рисунок 3. Распределение энерговыделения в центральном ТВЭле в 1 варианте конвертера

Распределение энерговыделения между центральным ТВЭлом конвертера, ТВЭлами в висмутовом теплоносителе и топливом ИГР представлено в таблице 1, полученной после обработки таблицы №140 расчетного выходного файла программы MCNP5.

Таблица 1. Нейтронно-физические характеристики видов топлива в конвертере ИГР

Топливо	Нуклид	Доля захваченных нейтронов	Доля нейтронов в реакции деления	Мощность, о.е.
МОКС- топливо	92235.60с	1,35E-07	3,67E-07	1
	94239.66с	9,41E-06	2,02E-05	
Вспомогательные ТВЭЛы (U^{235} – 4 % в уране)	92235.61с	1,84E-03	1,01E-02	491
U^{235} в реакторе ИГР	92235.66с	8,08E-02	4,22E-01	20518

Как видно из таблицы 1 во вспомогательных ТВЭлах выделяется 2,39 % мощности реактора, а в центральном ТВЭле 0,2 % мощности вспомогательных ТВЭлов. Для достижения мощности 9,0 кВт в центральном ТВЭле нужно отвести 4,42 МВт от вспомогательных ТВЭлов. Это соответствует линейной энергонапряженности во вспомогательных ТВЭлах ~2 кВт/см, что в ~10 раз больше, чем в ТВЭлах ВВЭР-1000 [7].

2.2 Вариант 2

Был проработан второй вариант конвертера. Его основные отличия:

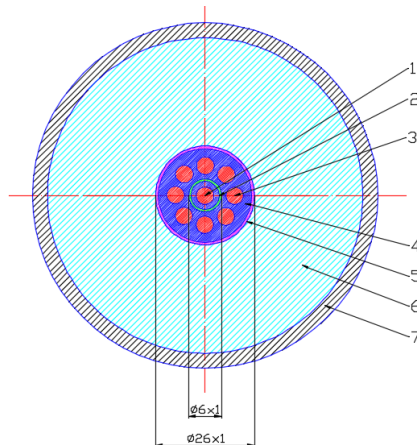
- вспомогательные ТВЭЛы максимально приближены к кадмиевому экрану;
- количество вспомогательных ТВЭлов уменьшено;
- зона размещения висмута уменьшена;
- между висмутом и корпусом неподвижной ампулы установлена тяжелая вода.

Схема конвертера представлена на рисунке 4, радиальное распределение энерговыделения на рисунке 5, а его характеристики в таблице 2.

Таблица 2. Нейтронно-физические характеристики второго варианта конвертера

Топливо	Нуклид	Доля захваченных нейтронов	Доля нейтронов в реакции деления	Мощность, о.е.
МОКС-топливо	92235.60с	3,58E-07	9,03E-07	1
	94239.66с	2,76E-05	5,33E-05	
Вспомогательные твэлы (U235 – 4 % в уране)	92235.61с	1,22E-03	6,73E-03	124
U ²³⁵ в реакторе ИГР	92235.66с	8,43E-02	4,41E-01	8150

Как видно из таблицы 2 во вспомогательных твэлах выделяется 1,5 % мощности реактора, а в центральном твэле 0,8 % мощности вспомогательных твэлов. Мощность вспомогательных твэлов снизилась в 1,6 раза относительно мощности реактора, а мощность центрального увеличилась в 4 раза относительно мощности вспомогательных твэлов.



1 - твэл с МОКС-топливом; 2 - цилиндр из кадмия; 3 - вспомогательные твэлы; 4 - висмутовый теплоноситель; 5 - цилиндр из циркония; 6 - тяжелая вода; 7 - корпус HA228

Рисунок 4. Второй вариант конвертера

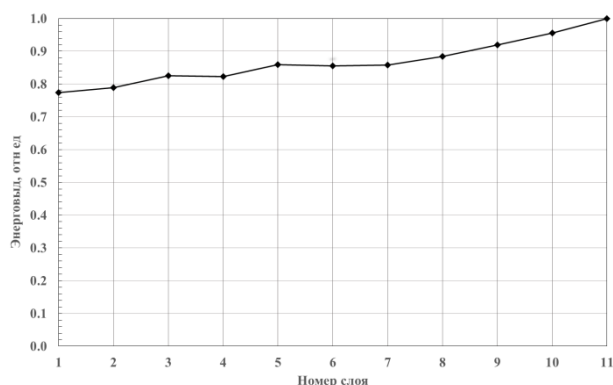


Рисунок 5. Распределение энерговыделения в центральном твэле во 2 варианте конвертера

Для достижения мощности 9,0 кВт в центральном твэле нужно отвести 1,12 МВт от вспомогатель-

ных твэлов. Линейная энергонапряженность во вспомогательных твэлах не изменилась и стала 2,15 кВт/см, что 10 раз больше напряженности в ВВЭР-1000.

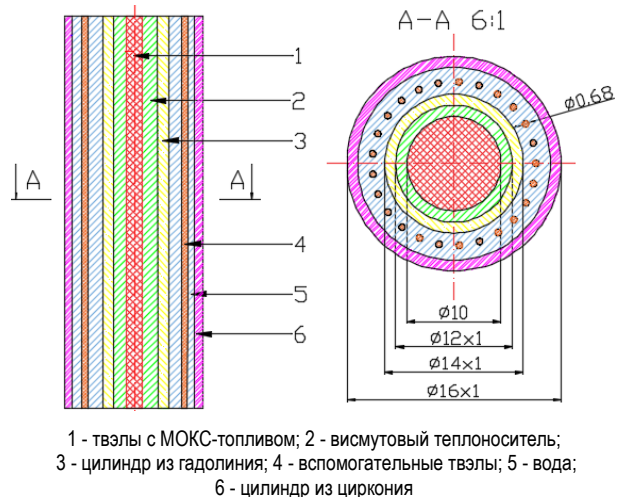
В сравнении с вариантом 1 энерговыделение во вспомогательных твэлах снизилось в 4 раза, что лучше с точки зрения теплофизических свойств устройства.

2.3 Вариант 3

Следующий вариант конвертера (рисунок 6) и основные конструкционные отличия:

- количество вспомогательных твэлов увеличено;
- диаметр вспомогательных твэлов уменьшен;
- кадмий был заменен на гадолиний.

Схема конвертера представлена на рисунке 6, радиальное распределение энерговыделения на рисунке 7, а его характеристики в таблице 3.



1 - твэлы с МОКС-топливом; 2 - висмутовый теплоноситель; 3 - цилиндр из гадолиния; 4 - вспомогательные твэлы; 5 - вода; 6 - цилиндр из циркония

Рисунок 6. Третий вариант конвертера

Таблица 3. Нейтронно-физические характеристики третьего варианта конвертера

Топливо	Нуклид	Доля захваченных нейтронов	Доля нейтронов в реакции деления	Мощность, о.е.
МОКС-топливо	92235.60с	3,29E-06	7,38E-06	1
	94239.66с	1,43E-05	2,54E-05	
Вспомогательные твэлы (U235 – 20 % в уране)	92235.61с	5,14E-05	2,77E-04	8,07
U ²³⁵ в реакторе ИГР	92235.66с	8,56E-02	4,48E-01	13000

В данном варианте во вспомогательных твэлах выделяется 0,06 % мощности реактора, а в центральном твэле 12,4 % мощности вспомогательных твэлов. Мощность вспомогательных твэлов уменьшилась в 25 раз относительно мощности реактора, а мощность центрального увеличилась в 16 раз относительно мощности вспомогательных твэлов.

Для достижения мощности 9,0 кВт в центральном твэле нужно отвести 72,6 кВт от вспомогательных твэлов. Линейная энергонапряженность во вспомогательных твэлах уменьшилась и стала 0,01 кВт/см, что 20 раз меньше напряженности в ВВЭР-1000. Данные показатели являются хорошими для стабильной работы устройства.

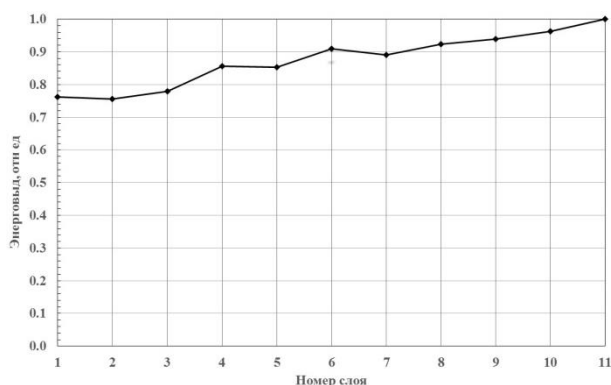


Рисунок 7. Распределение энерговыделения в центральном твэле в 3 варианте конвертера

3 АНАЛИЗ РЕЗУЛЬТАТОВ РАСЧЕТОВ

В рамках проведенных расчетных исследований были получены следующие результаты:

- Разработаны расчетные модели внутриреакторных экспериментальных устройств, описывающая его конструктивные особенности и состав материалов.
- Было рассчитано энерговыделение в дополнительных твэлах, в целях нахождения оптимальной конструкции для предотвращения расплавления твэла с МОКС-топливом.
- Геометрия варианта 1 была выбрана в качестве начальной исходя из теоретических соображений.

ЛИТЕРАТУРА

1. Витюк Г.А., Котов В.М., Витюк В.А., Жанболатов О.М. Расчет теплогидравлических параметров испытаний топлива быстрого реактора со свинцово - висмутовым теплоносителем. – Вестник НЯЦ РК, вып. 3, 2016, стр. 77-85.
2. F. Malouch, V. Mastrangelo, A. Alberman and other. Localized fast neutron flux enhancement for damage experiments in a research reactor. // 7th International Topical Meeting on Research Reactor Fuel Management. March 9 to 12, 2003, Aix-en-Provence, France.
3. S.Kaltcheva and E.Koonen. Enhancement of the Fast Flux in the Axis of a Standard BR2 Fuel Element. Transactions of the 7th International Topical Meeting on Research Reactor Fuel Management, Aix-en Provence, France, 2003, pp.151-155
4. Клинов А.В., Старков В.А., Пименов В.В. и другие. Конвертер нейтронов исследовательского реактора. Полезная модель № 85257 от 27.07.2009 г.
5. MCNP/5: A General Monte Carlo N – Particle Transport Code, Version 5, 2003.
6. Kotov V.M., Irkimbekov R.A., Kurpesheva A.M., Bench-Mark model of the IGR reactor.–The collection of theses of 8th International conference «Nuclear and radiation physics», Almaty, 20-23th. September, 2011, p. 37
7. Ф.Я.Овчинников, В.В.Семенов. Эксплуатационные режимы водо-водяных энергетических реакторов. //М. Энергоатомиздат. 1988 г. 359 стр.

Расчетным путем было определено дальнейшее направление поиска оптимальной конструкции.

– В 2 варианте конструкции конвертера мощность вспомогательных твэлов уменьшилась в 4 раза по сравнению с вариантом 1, что является более приемлемым с точки зрения теплофизических характеристик.

– Вариант 3 является лучшим с точки зрения характеристик энерговыделения. Требуется оптимизация геометрии расчетной модели в плане приближения к реальным размерам.

Таким образом, конструкция конвертера по варианту №3 обеспечивает требуемое распределение энерговыделения по радиусу твэла.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана модель конвертера для перевода потока тепловых нейтронов в быстрые на реакторе ИГР. Проведены нейтронно-физические расчеты трех вариантов конвертера. Наиболее оптимальным по полученным характеристикам является третий вариант конструкции, в котором применено уменьшение размеров вспомогательных твэлов, замена поглотителя из кадмия на гадолиний.

Таким образом, найдены характеристики конвертера, обеспечивающего удовлетворительное снижение неравномерности радиального распределения энерговыделения в твэле с МОКС-топливом, относительно небольшое энерговыделение во вспомогательных твэлах.

Данные расчетные исследования подтверждают возможность проведения представительных экспериментов с твэлами быстрого реактора в ИГР, показывают направление последующих работ в совершенствовании характеристик конвертера и его применения.

ЖЫЛДАМ РЕАКТОР ЖБЭЛДЕРІН СЫНАУҒА АРНАЛҒАН ИГР НЕЙТРОНДЫҚ КОНВЕРТОРЫ

В.М. Котов, О.М. Жанболатов

ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Атом саласын дамыту жолдарының бірі жылдам реакторлардың технологияларын жетілдіру болып табылады. Осы мақсаттар үшін жылдам нейтронды отынмен эксперименттер жүргізу қажеттілігі бар. Алайда, ИГР сияқты жылулық реакторда жылдам нейтрондардың бірыңғай ағымын алу қиын. Бірыңғайлылық емес мәселесін шешудің бір амалы – ұсынылып отырған құрылғы, нейтрондық конвертор болып табылады.

CONVERTER OF IGR NEUTRONS FOR TESTING OF FAST REACTORS FUEL ELEMENTS

V.M. Kotov, O.M. Zhanbolatov

Branch “Institute of Atomic Energy” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

One of the ways to develop the nuclear industry is to improve the technology of fast reactors. For these purposes it is necessary to carry out experiments with fuels of fast reactors. However, in a thermal reactor such as GGR, it is difficult to obtain a uniform flux of fast neutrons. One of the options for reducing the unevenness of fast neutrons flux is the proposed device - a neutron converter, capable of solving this problem.

УДК 669.14; 539.231

ПОЛУЧЕНИЕ ZrO_2 ПОКРЫТИЙ НА ПОВЕРХНОСТИ СТАЛИ 12X18H10T МЕТОДОМ МЕХАНИЧЕСКОГО СПЛАВЛЕНИЯ

^{1, 2)} Сагдолдина Ж.Б., ¹⁾ Скаков М.К., ²⁾ Степанова О.А.

¹⁾ Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

²⁾ Государственный университет им. Шакарима г. Семей, Казахстан

В данной статье исследовано формирование керамических покрытий диоксида циркония ZrO_2 на поверхности стали 12X18H10T после механического сплавления. Изучение морфологии поверхности покрытий показало коалесценцию деформированных частиц покрытий с образованием субзерен, и этот процесс является более выраженным из-за различия твердости оксида циркония и стали. Предположено, что адгезионная связь между покрытием и подложкой обеспечивается за счет деформационного сваривания порошка на поверхности подложки. Диффузионное перемешивание компонентов покрытие/подложка с образованием новых соединений и фазовых превращений методом рентгенофазного анализа не было обнаружено. Выявлено, что относительная концентрация компонентов покрытий практически постоянна в основной части покрытий и изменяется лишь вблизи поверхности и на границе раздела покрытие/подложка, что свидетельствует о однородности покрытий.

ВВЕДЕНИЕ

Основная трудность нанесения керамических покрытий на основе тугоплавких оксидов состоит в необходимости применения высоких температур, уровень которых недопустим для металлических основ. Основным методом, используемым в настоящее время для нанесения оксидной керамики на металлы без существенного нагрева основы, является плазменное напыление. Существует потребность в разработке новых методов, которые позволяют наносить оксидную керамику на поверхность металла, имеющую более низкую температуру плавления.

Метод механического сплавления (МС) является сравнительно новым направлением в области модификации поверхности металла путем нанесения покрытий. Идея данного метода состоит в использовании энергии удара движущегося шара для нанесения покрытий на металлические поверхности. В работе [1] механохимический метод был применен в качестве нового способа нанесения металлических покрытий, на поверхности стали и алюминия. Значимые исследования по применению метода МС для получения защитных покрытий на поверхности металлов и сплавов проводятся в работах [2-4].

В настоящее время отсутствует единая теория, позволяющая определить условие нанесения покрытий методом МС. Предполагается, что при МС высокое локальное внутреннее напряжение дефектных структур является важным каналом аккумуляции энергии деформации, которая играет существенную роль в явлениях увеличения реакционной способности обрабатываемого материала, аномального высокого массопереноса и твердофазного механического сплавления [5, 6]. Однако условие нанесения керамических покрытий методом МС может иметь другой характер. По теории А. Ринсуса в основе механизма образования прочной связи металла с керамикой лежат процессы окисления компонентов металла и взаимодействия возникающих оксидов с окси-

дами керамики [7]. При этом считалось, что хорошее сцепление цирконсодержащей керамики с металлом объясняется химической реакцией между оксидом циркония и промежуточным (легирующим) металлом. Другая теория состоит в допущении твердофазных реакций из-за потери атомных связей при термическом возбуждении и взаимной диффузии различных атомов в соприкасающихся частях детали.

В данной работе исследована возможность применения метода МС для нанесения керамических покрытий на основе диоксида циркония ZrO_2 на поверхности стали. Получение керамических покрытий, обладающего высокими адгезионными свойствами по отношению к материалу подложки, изучение физических характеристик этих материалов, а также исследование взаимодействия керамики с металлами в твердой фазе является актуальной задачей.

МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА

Экспериментальные исследования и испытания проводили в лабораториях филиала Института атомной энергии НЯЦ РК и Центра исследования свойств материалов Томского политехнического университета. Эксперименты по получению керамических покрытий проводились на базе ГУ имени Шакарима города Семей на установке СВУ2 (Стенд вибрационный универсальный). Объектом исследования является керамическое покрытие на основе диоксида циркония ZrO_2 на поверхности нержавеющей стали 12X18H10T. Исходные металлические подложки нарезались размером 70x70x4 мм. Поверхность подложек предварительно шлифовалась. Был использован порошок ZrO_2 с размером фракции 60 – 80 нм, чистотой 99,9 %. Для нанесения покрытий были выбраны следующие параметры процесса МС: амплитуда колебания 3,5 мм; частота колебания 50 Гц; время нанесения покрытий 2 часа, степень заполнения камеры 80 – 85%; отношение массы порошка к массе шаров $m_n:m_{ш}=1:30$.

Фазовый состав исследуемых образцов был исследован методом рентгенфазного анализа на рентгеновском дифрактометре Shimadzu XRD 6000. Морфология поверхности покрытий изучалась на атомно-силовом микроскопе (АСМ) JSPM5200 и на сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) JSM-6390 с детектором энергодисперсионной спектроскопии (ЭДС). Распределение элементов по глубине образца проводилось на Оже-электронном спектрометре «Шхуна-2». Методом нанесения царапины при изменяющейся во времени нагрузке от 0,01 Н до 10 Н была исследована адгезионная прочность керамических покрытий на приборе Micro Scratch Tester. В результате испытаний определялись минимальная нагрузка, которая приводила к разрушению покрытия.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Морфология покрытий имеет свойственную структуру для процесса МС (рисунки 1а и 1б), так как формирование морфологии покрытий зависит от эффективности пребывания компонентов порошка в зоне динамической нагрузки удара шаров. На поверхности видны области скопления порошка и впадины растущего слоя покрытий, которые подтверждаются результатами ЭДС анализа поверхности покрытий. Согласно данным элементного анализа светлые участки поверхности образца соответствуют максимальным содержаниям Zr (рисунок 1в, точка 1). По результатам анализа точка 2 содержит низкое значение Zr, и соответствует впадинам растуще-

го слоя покрытий. Высокое содержание железа в составе покрытий означает, что электронный пучок проходит сквозь тонкое покрытие и возбуждает там атомы элемента подложки. Исходя из этого, рассчитанная концентрация Zr при этом будет иметь заниженное значение. Учитывая трудности метода ЭДС применительно к анализу состава ZrO_2 покрытий, элементный состав покрытий было определено методом оже спектроскопии.

На рисунке 2 показано распределение элементов по глубине для ZrO_2 покрытий на поверхности стали, полученное методом оже-спектроскопии. Относительная концентрация компонентов покрытий практически постоянна в основной части покрытий и изменяется лишь близи поверхности и на границе раздела покрытие/подложка, что свидетельствует о однородности покрытий.

Обнаружено поверхностное загрязнение покрытий углеродом, которое уменьшалось по направлению к границе раздела покрытие/подложка. Как известно степень загрязнения покрытий при МС зависит от интенсивности помола, природы порошка, степени герметизации камеры и др. [8]. В нашем случае нанесение покрытий проводилось в атмосфере воздуха, камеры не были герметизированы. Контроль образования углерода особенно важным является для обеспечения необходимой усадки при спекании порошков для получения сплавов, которую посторонние примеси существенно ограничивают.

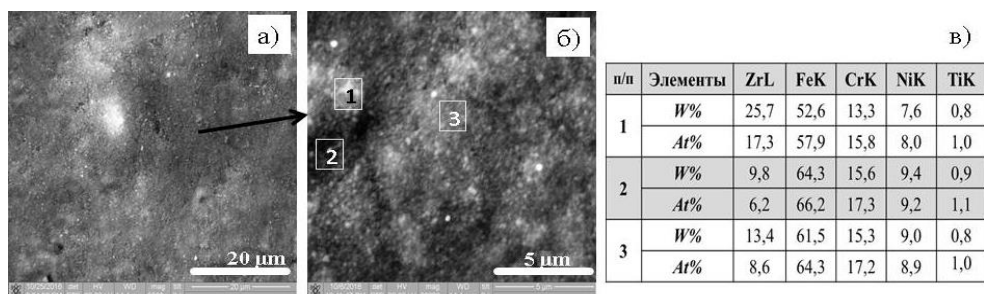


Рисунок 1. СЭМ изображение поверхности ZrO_2 покрытий на поверхности стали 12Х18Н10Т: а) и б) морфология поверхности; в) ЭДС анализ позиции 1-3 на СЭМ изображение

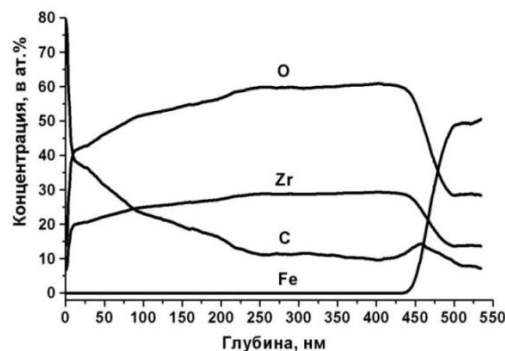


Рисунок 2. Профиль распределения элементов по глубине ZrO_2 покрытий на поверхности стали 12Х18Н10Т

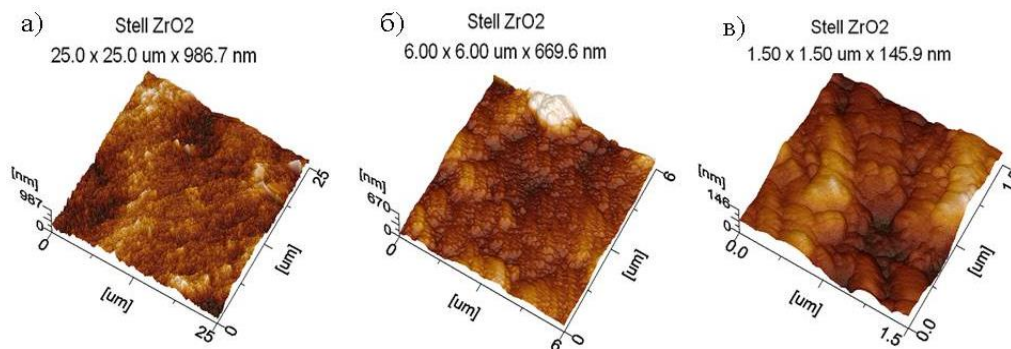


Рисунок 3. АСМ изображение поверхности ZrO_2 покрытий на поверхности стали 12X18H10T при разных величинах области сканирования: а) 25×25 мкм; б) 6×6 мкм; в) $1,5 \times 1,5$ мкм

Анализируя элементы распределения по глубине образца можно сказать, что толщина покрытий составляет примерно 450 нм. Граница покрытие/подложка определялась на глубине, где начинается рост интенсивности линии основного элемента, содержащейся в подложке. Определение толщины покрытий методом приготовления шлифа поперечного сечения для исследования СЭМ было связано с трудностями, возникшими при обработке и интерпретации результатов. В связи с диэлектрическими свойствами оксида циркония ZrO_2 , под действием электронного облучения образуются поверхностные потенциалы и сильные электрические поля. Это явление привело к дефокусировке на изображениях, и трудно было определить границу подложка/покрытие.

Более детальное исследование поверхности образца было сделано с помощью атомно-силового микроскопа в полуконтактном режиме при разных величинах области сканирования (рисунок 3). На топографическом изображении образца хорошо видны бугорки, т.е. область скопления порошка (рисунок 3б).

В работе [9] приводятся данные по исследованию влияния механических свойств исходных компонентов на эффективность сплавления. Стоит отметить, что эффективность сплавления зависит от механических свойств сплавляемых компонентов. Эффективность сплавления тем выше, чем меньше различие в механических свойствах компонентов в исходном состоянии. Сплавление не начинается до тех пор, пока более мягкий материал не приобретает вследствие деформационного упрочнения твердость, близкую к твердости второго компонента. Исходя из этого, можно сказать, что в результате холодного сваривания может происходить коалесценция деформированных частиц покрытий (в нашем случае скопление порошка), и этот процесс является более выраженным из-за различия твердости оксида циркония и стали. Более эффективно процесс коалесценции частицы покрытий по сравнению сплавлением покрытий на поверхность подложки. На изображении СМЗК (сканирующий метод зонда Кельвина), отчетливо видно образование субзерен (рисунок 4), которое подтверждает наше предположение.

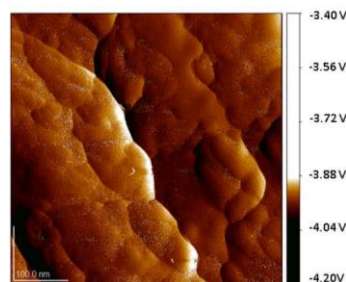
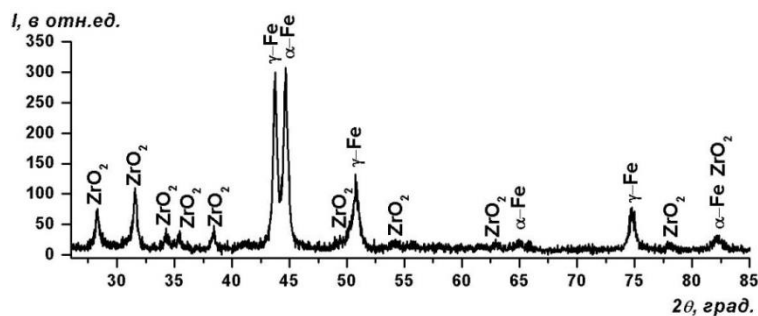
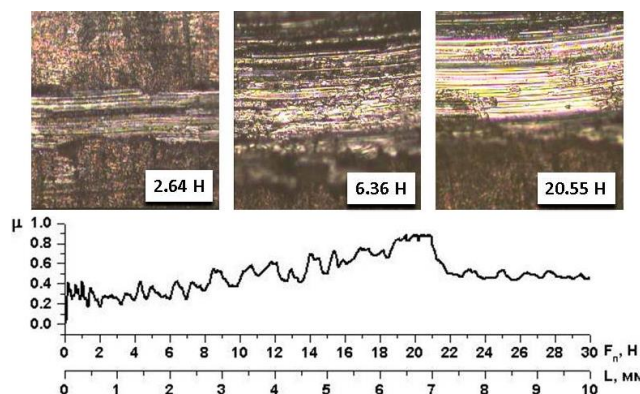


Рисунок 4. АСМ изображения поверхности ZrO_2 покрытий на поверхности стали 12X18H10T в режиме СМЗК. Область сканирования 500×500 нм

Метод СМЗК основан на измерении контактной разности потенциалов (КРП) поверхности, зависящая от целого ряда факторов физико-химического состояния поверхности: отклонений химического состава, механических напряжений, дислокаций, кристаллографической ориентации поверхности и др. [10]. Можно высказать предположение, что наблюдаемые изменения КРП поверхности связаны с увеличением количества дислокаций и формированием новых поверхностей в процессе МС.

На рисунке 5 показана дифрактограмма ZrO_2 покрытий на поверхности стали 12X18H10T. Дифрактограмма образца с покрытием соответствует фазовому составу исследуемой системы. Зарегистрированы линии γ -Fe (ГЦК), α -Fe (ОЦК) и ZrO_2 с моноклинной структурой. Образование карбидной и оксидной фазы железа методом рентгенофазного анализа не обнаружено.

Адгезионная прочность сцепления покрытия с подложкой оценивался методом скратч-тестирования. Типичная морфология царапин, полученных после скратч-тестирования, а также зависимость коэффициента трения ZrO_2 покрытий на поверхности стали 12X18H10T показаны на рисунке 6. Покрытие начинает отслаиваться при нагрузке 2,64 Н, при критической нагрузке 20,55 Н отрывается от подложки, на дне царапины наблюдается материал подложки. Предполагается, что адгезионная связь между покрытием и подложкой обеспечивается за счет деформационного сваривания порошка на поверхности подложки.

Рисунок 5. Дифрактограмма ZrO_2 покрытий на поверхности на поверхности стали 12Х18Н10ТРисунок 6. Результаты адгезионных испытаний ZrO_2 покрытий на поверхности стали 12Х18Н10Т

В работе [11] приводятся теоретические предположки увеличения адгезии на границе раздела металл-диоксид циркония. В работе показано, что сильная адгезия может быть достигнута на границах раздела с ОЦК-металлами середины d-периодов на кислородном окончании полярной поверхности $ZrO_2(001)$. Высокие значения адгезии пленок ОЦК-металлов по сравнению с ГЦК-металлами связаны с большим зарядовым переносом от металла к подложке, что приводит к увеличению вклада ионной составляющей в механизм химической связи на границах раздела. Однако для образования химических связей на границах раздела ведущую роль играет диффузия, ускоренная за счет сверхравновесных вакансий (генерируемых при деформации), потоков вещества по ядру дислокаций и по границам зерна (измельченного большим сдвигом). Для этого необходимо большая энергонапряженность (т.е. большое количество энергии, которое рабочее тело передает обрабатываемому материалу по ходу механической обработки), достичь которую на лабораторном вибрационном стенде СВУ2 с учетом технических характеристик данной установки нельзя. Следует отметить, что для достижения требуемой механической и адгезионной прочности покрытий используется комплекс методик. Например, термический отжиг после МС для ускорения процесса диффузии или предварительное окисление поверхности стали для образования адгезионного слоя из $\alpha-Fe_2O_3$ со специальной морфологией для нанесения покрытий ZrO_2 [12]. В дальнейшем будут проведены работы по увеличе-

нию адгезионной прочности керамических покрытий на поверхности стали.

Выводы

Анализируя полученные в работе экспериментальные результаты, можно сделать следующие выводы:

- предложен метод МС нанесения керамических покрытий на основе ZrO_2 на поверхности стали 12Х18Н10Т;
- установлено, что формирование морфологии поверхности покрытий зависит от механических свойств сплавляемых компонентов. Изучение морфологии поверхности покрытий показало коалесценцию деформированных частиц покрытий с образованием субзерен;
- обнаружено поверхностное загрязнение покрытий углеродом, которое уменьшалось по направлению к границе раздела покрытие/подложка. Образование карбидной и оксидной фазы железа методом рентгенофазного анализа не обнаружено;
- выявлено, что относительная концентрация компонентов покрытий практически постоянна в основной части покрытий и изменяется лишь близи поверхности и на границе раздела покрытие/подложка, что свидетельствует об однородности покрытий.

Работа выполнена в рамках грантового финансирования научных исследований на 2015-2017 годы Комитета науки Министерства образования и науки Республики Казахстан, грант 2063/ГФ4.

ЛИТЕРАТУРА

1. Torosyan, A.R. A New Mechanochemical Method for Metal Coating / R.T. Jonathan, A.M. Korsunsky, S.A. Barseghyan // Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials.–2002.–V. 13.–P. 251-256.
2. Romankov, S Fabrication of nanostructure Mo coatings on Al and Ti substrates by ball impact cladding / S. Romankov, Y. Hayasaka, E. Kasai, J.-M. Yoon // Surface and Coatings Technology.–2010.–V. 205.–P. 2313-2321.
3. Zadorozhnyy, V. Formation of intermetallic Ni–Al coatings by mechanical alloying on the different hardness substrates / V. Zadorozhnyy, S. Kaloshkin, V. Tcherdyntsev, M. Gorshenkov, A. Komissarov, M. Zadorozhnyy // Journal of Alloys and Compounds.–2014.–586.–P. 373–376.
4. Li, Y. Microstructure evolution of Cr coatings on Cu substrates prepared by mechanical alloying method / Y. Li, C. Chen, R. Deng, X. Feng, Y. Shen // Powder Technology.–2014.–268.–P. 165-172.
5. Burn, P. Le. The modeling of the mechanical alloying process in a planetary ball mill: comparison between theory and in-situ observation / P. Le. Burn, L. Froyen, L. Delaye // Material Science and Engineering, A.–1993.–161.–P. 75-82.
6. Тюменцев, А.Н. Исследование влияния интенсивного механического воздействия на параметры микроструктуры механокомпозигов состава $3Ti+Al$ / А.Н. Тюменцев, И.А. Дитенберг, М.А. Корчаги. // Физика металлов и металловедение.–2011.–Т.111, №2.–С. 195-202.
7. Преснов, В. А. Спаивание керамики с металлом / В. А. Преснов, М. П. Якубеня // Известия Томского политехнического института.–1956.–Т.91.–С. 437-451.
8. Suryanarayana, C. Mechanical Alloying and Milling / C. Suryanarayana, // Progress in Materials Science.–2001.–V. 46.–№ 1-2.–P. 1-184.
9. Courtney, T.H. Process modeling of mechanical alloying / T.H. Courtney // Materials Transaction.–1995.–V. 36(2) .–P. 110-122.
10. Тявловский, А. К. Анализ дефектов поверхности исходных подложек алюминия и его сплавов методом сканирующего зонда Кельвина / А.К. Тявловский, А.Л. Жарин, О.К. Гусев, Р.И. Воробей, Н.И. Мухуров, Г.В. Шаронов, К.В. Пантелеев // Приборы и методы измерений.– 2017.–Т.8.–№1.–С. 17-25
11. Кулькова, С.Е. Теоретические изучение адгезии на границах раздела металл-диоксид циркония / С.Е. Кулькова, А.В. Бакулин, S. Hocker, S. Schmauder // Журнал технической физики.– 2013.–Т.83(3).–С. 17-25.
12. Nidhi Garg Electrochemical and adhesion properties of hydrothermally deposited nano- ZrO_2 coatings on oxide layers of stainless steel / Nidhi Garg, Santanu Bera, G. Mangamma, C.R. Das, S. Kamaruddin, S. Velmurugan // Surface & Coatings Technology.–2015.– V.281.– P. 98–108.

12X18H10T БОЛАТТЫҢ БЕТКІ ҚАБАТЫНДА ZrO_2 ЖАБЫН ҚАБАТЫН АЛУДЫҢ МЕХАНИКАЛЫҚ ҚОРЫТУ ӘДІСІ

^{1, 2)} Сагдолдина Ж.Б., ¹⁾ Скаков М.К., ²⁾ Степанова О.А.

¹⁾ ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

²⁾ Семей қаласының Шәкәрім атындағы мемлекеттік университеті, Қазақстан

Бұл мақалада ZrO_2 қостотығы негізіндегі керамикалық жабын қабатының 12X18H10T болаттың беткі қабатында механикалық қорытпа әдісінен кейін түзілу құбылысы зерттелді. Жабын беткі қабатының морфологиясын зерттеу нәтижесі субтүйіршік түзілумен қатар жүретін деформацияланған жабын қабаты бөлшектерінің коалесценциясы айқындады және цирконий мен болат қатандығының өзгешеліктеріне сәйкес бұл үрдіс айқын бедел алады. Жабын қабаты мен түптөсем арасындағы адгезиялық байланыс түптөсем бетінде жабын қабаты бөлшектерінің деформациялық қорыту нәтижесінде жүзеге асатыны болжамдалды. Рентгенфазалық талдау әдісімен жаңа түзілімдер мен фазалық ауысулармен қатар жүретін жабын қабаты/түптөсем құрамдарының диффузиялық алмасуы байқалмады. Жабын қабаты құрамдарының салыстырмалы концентрациясы жабын қабатының негізгі бөлігінде тұрақты және беткі қабатқа жақын деңгеймен жабын қабаты/түптөсем шекарасына ғана қарай өзгеруі жабын қабатының біртектілігін айқындайды.

PRODUCTION OF ZrO_2 COATINGS BY METHOD OF MECHANICAL ALLOYING ON THE SURFACE OF THE STEEL 12X18H10T

^{1, 2)} Zh.B. Sagdoldina ¹⁾ M.K. Skakov, ²⁾ O.A. Stepanova

Branch “Institute of Atomic Energy” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

²⁾ Shakarim State University of Semey, Kazakhstan

In this paper, the formation of ceramic coatings of zirconium dioxide ZrO_2 after mechanical alloying on the surface of 12X18H10T steel was studied. The study of the morphology of the coating surface showed coalescence of the deformed coating particles with the formation of subgrains, and this process is more pronounced due to the difference in hardness of zirconium oxide and steel. It is assumed that the adhesive bond between the coating and the substrate is provided by deformation welding of the powder on the surface of the substrate. Diffusion mixing of the coating/substrate components with the formation of new compounds and phase transformations was not detected by X-ray analysis. It was revealed that the relative concentration of coating components is practically constant in the main part of the coatings and varies only near the surface and at the coating / substrate interface, which indicates the uniformity of the coatings.

УДК 621.039

ИССЛЕДОВАНИЯ ПРОЦЕССОВ ОБРАЗОВАНИЯ И ПЕРЕГРЕВА ПАРА В ТРАКТЕ ГАЗООХЛАЖДАЕМОГО РЕАКТОРА

¹⁾ Сулейменов Н.А., ¹⁾ Котов В.М., ²⁾ Сураев А.С., ¹⁾ Витюк Г.А.

¹⁾ Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

²⁾ Государственный университет им. Шакарима г. Семей, Казахстан

В настоящей работе приведен объем работ по созданию экспериментальной установки для натурных исследований парообразования и перегрева пара в условиях, имитирующих работу газоохлаждаемого реактора с водным замедлителем. Приводятся особенности расчетных работ в обоснование работоспособности экспериментальной установки, схемы установки, проведенных методических экспериментов, обсуждение полученных экспериментальных данных и рекомендации по оптимизации конструкций установки конечной экспериментальной установки.

ВВЕДЕНИЕ

С 2015 года в филиале «Институт Атомной Энергии» НЯЦ РК ведутся работы по проекту «АЭС на основе газоохлаждаемого реактора с водным замедлителем» [1]. Данные работы включают в себя как расчетные, так и экспериментальные исследования. Результаты ряда исследований по данной теме изложены в работах [2-5]. На сегодняшний день решены следующие задачи:

- расчет ряда вариантов нейтронно-физических характеристик газоохлаждаемого реактора с водным замедлителем, выбор вариантов, близких к оптимальному;
- расчет кампании реактора (характеристик воспроизводства делящихся веществ, длительность работы, выгорание);
- расчет теплофизических и конструкционных параметров теплообменников реактора;
- расчет экономических показателей АЭС с предлагаемым реактором.

Одной из особенностей данного проекта является возможность получения на выходе из теплообменника реактора перегретого до 500 °С пара в едином теплообменном тракте (без использования сепараторов на выходе испарителя). В связи с этим возникла необходимость подтверждения осуществления этого процесса. Процессам парообразования и перегрева пара уделяется большая роль в проектах современных реакторов в ходе их совершенствования. При обосновании характеристик реактора [1] этим процессам следует уделить еще большее внимание.

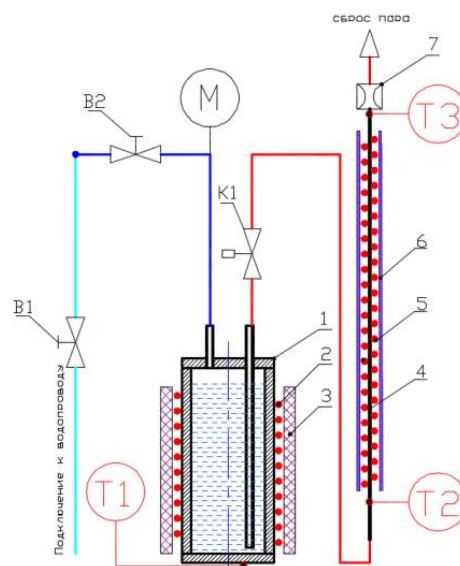
В настоящей работе приведен объем работ по созданию экспериментальной установки для натурных исследований парообразования и перегрева пара в условиях, имитирующих работу газоохлаждаемого реактора с водным замедлителем. Приводятся особенности расчетных работ в обоснование работоспособности экспериментальной установки, схемы установки, проведенных методических экспериментов, обсуждение полученных экспериментальных дан-

ных и рекомендации по оптимизации конструкций установки конечной экспериментальной установки.

ОПИСАНИЕ И КОНСТРУКЦИЯ

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

Экспериментальная установка предназначена для отработки процесса образования и перегрева пара в тонкостенной теплообменной трубке, имитирующей тракт газоохлаждаемого реактора. Конструкция установки представлена на рисунке 1.

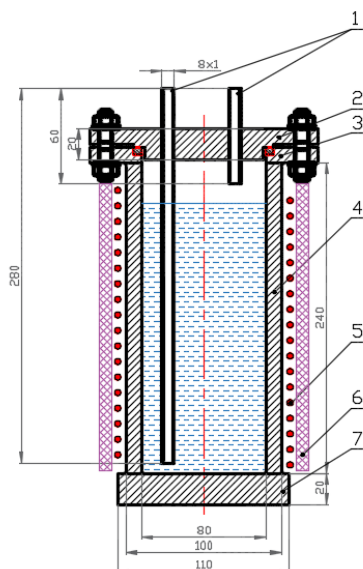


1 – емкость с водой; 2, 5 – нагреватель; 3, 6 – теплоизоляция;
4 – теплообменная трубка Ø8×1 мм; 7 – расход задающее устройство;
B1, B2, K1 – запорно-регулирующая арматура; T1, T2, T3 –
термoeлектрические преобразователи; M – манометр

Рисунок 1. Конструкция установки

Емкость с водой (рисунок 2) служит для предварительного разогрева питательной воды до температуры, близкой к температуре насыщения при данном давлении. Конструктивно емкость представляет собой сосуд цилиндрической формы, состоящий из обечайки (поз.4) Ø100×10 мм, приварного днища (поз. 7) и фланца (поз. 3). Крепление крышки (поз. 2) к фланцу – болтовое. В крышке выполнено два

отверстия $\varnothing 8$ мм, через которые в емкости размещаются два патрубка (поз. 1), необходимые для наполнения емкости и подачи подогретой воды в трубку. Нагреватель емкости (поз. 5) представляет собой нагревательный кабель с минеральной изоляцией в стальной оболочке (КНМС). На днище емкости установлен термоэлектрический преобразователь Т1 (ТЭП). Ожидаемое экспериментальное давление в емкости 0,4 МПа, соответствует температуре кипения воды 144 °С.



1 – патрубки; 2 – крышка; 3 – фланец; 4 – обечайка;
5 – нагреватель; 6 – теплоизоляция; 7 – днище

Рисунок 2. Принципиальная конструкция емкости

Тонкостенная теплообменная трубка выполняет роль теплообменного тракта газоохлаждаемого реактора и предназначена для осуществления трех последовательных процессов – подогрев воды до кипения, испарение воды и перегрев пара. Трубка имеет следующие размеры: внутренний диаметр 6 мм, толщина стенки 1 мм, длина 1000 мм. Нагреватель трубки выполнен из нихромовой проволоки, а в качестве электроизоляционного слоя между нагревателем и трубкой используется стеклотента. На входе и выходе из трубки установлены ТЭП Т2 и Т3.

Расход задающее устройство предназначено для обеспечения стабильного расхода питательной воды и представляет собой соединение типа «штуцер-

ниппель» с установленной внутри шайбой с небольшим отверстием, диаметр которого равен 0,5 мм. Расход можно изменять путем замены шайбы на шайбу с другим диаметром отверстия или изменением входного давления питательной воды.

Работа установки осуществляется непрерывной подачей питательной воды в емкость при постоянном расходе и давлении в системе водопровода. Подвод тепла к системе реализуется электрическими нагревателями, намотанными на емкость с водой и теплообменную трубку. Регулировка мощностей нагревателей происходит за счет изменения подаваемого напряжения с помощью однофазных регуляторов напряжения (РНО). Подача питательной воды в теплообменную трубку происходит открытием электромагнитного клапана К1, установленного на выходе из емкости с водой.

Общий вид готовой экспериментальной установки показан на рисунке 3.

Сборка экспериментальной установки осуществлялась в помещении 42 здания 225А [6].

РАСЧЕТНАЯ ЧАСТЬ

Расчет параметров емкости для воды

На первом этапе работ, после выбора конструктивных параметров установки, в программе [7] были проведены расчеты характеристик емкости для воды и теплообменной трубки в ходе проведения эксперимента.

Для емкости воды был выполнен тепловой расчет характеристик нагрева. Найдено время нагрева воды, рассчитана, максимальная температура поверхности теплоизоляционного слоя. Полученные параметры приведены в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики емкости

Параметр	Значение
V емкости, л	1,2
V воды, л	1
T _{max} на теплоизоляционной поверхности, °С	до 400
Материал	сталь 12Х18Н10Т
Тип нагревателя	кабель КНМС
W нагревателя, Вт	3000
Тип теплоизоляции	Supersil
S теплоизоляции, мм	20
Время на нагрев емкости с водой, мин	~16



Рисунок 3. Общий вид экспериментальной установки

Для подтверждения пригодности емкости к эксплуатации при повышенном давлении был проведен прочностной расчет толщины стенок обечайки и плоского днища емкости на рабочие параметры ($P_{\text{раб}} = 11$ МПа, T стенки = 400 °С).

Выполнено моделирование нагрузок, возникающих под действием внутреннего давления. Создана трехмерная расчетная модель емкости [7], которая по геометрическим и материальным характеристикам соответствует разрабатываемой конструкции. В качестве нагрузки задано давление 11 МПа на внутренние поверхности емкости, соответствующее давления в газоохлаждаемом реакторе. Найдено значение максимального напряжения, распределение напряжений по корпусу емкости, просчитана деформация емкости. Результат моделирования представлен на рисунке 4.

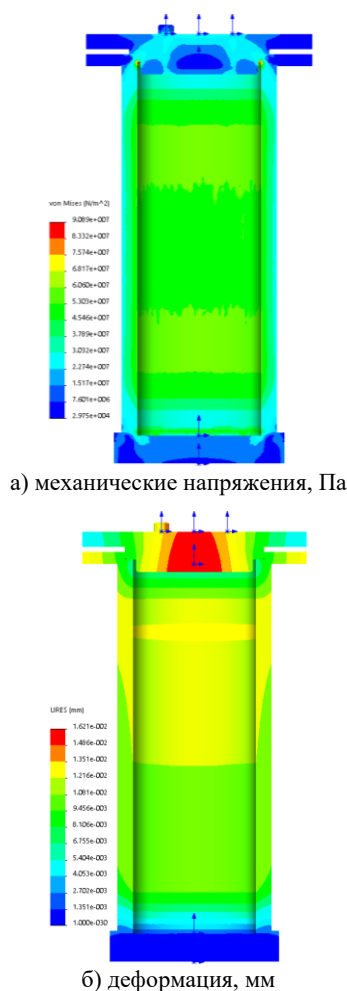


Рисунок 4. Результаты конструкционного расчета емкости

Наибольшие напряжения (рисунок 4а), до 90 МПа находятся в пределах допускаемого значения [8] и возникают в кольцевом зазоре, образованном соединением крышки с фланцем. Нагрузка на боковую поверхность емкости также не превышает допускаемое напряжение и находится в пределах от 40

до 60 МПа. Наименее напряженные участки – днище и крышка. Здесь значение напряжения находится в пределах от 7 до 22 МПа. Деформация емкости (рисунок 4б) под действием внутреннего давления не превышает значения 0,016 мм. По результатам проведенного конструкционного расчета и моделирования можно сделать вывод о том, что приведенная конструкция емкости способна выдержать рабочее давление и температуру, при этом коэффициент запаса равен 2,39.

Расчет параметров теплообменной трубки

Для нагрева теплообменной трубки, характеристики которой приведены в таблице 2, в качестве источника тепловой энергии предполагалось использовать омический нагрев самой трубки при пропускании через нее электрического тока. Это обеспечит высокую равномерность теплопередачи по длине трубки и существенно сократит время нагрева.

Таблица 2. Характеристики трубки

Параметр	Значение
Длина трубки, мм	3000
Материал	сталь 12Х18Н10Т
Рабочее давление, МПа	10
Рабочая температура, °С	до 500
Теплоизоляция	стеклоткань
Форма трубки	U-образная

В связи с этим проведен расчет электротехнических характеристик омического нагрева. Найдены значения напряжения и силы тока, требуемых для нагрева. Эти значения послужили граничными условиями при моделировании процесса нагрева трубки в программе [6]. В ходе моделирования оценено время, за которое трубка прогреется до рабочей температуры, получено распределение тепла по поверхности трубки. Результаты расчета приведены в таблице 3.

Таблица 3. Результаты расчета параметров нагрева трубки

Параметр	Значение
Диаметр наружный, мм	8
Диаметр внутренний, мм	6
Длина трубки, мм	3000
Масса трубки, г	516
Удельное сопротивление стали 12Х18Н10Т при $T=500$ °С, Ом×м	$1,03 \times 10^{-6}$
Сопротивление трубки при $T=500$ °С, Ом	0,142
Мощность требуемая, кВт	11,6
Напряжение на клеммах, В	39,4
Ток, А	277,6
Время разогрева трубки до $T=500$ °С, с	~ 16

Моделирование процесса образования и перегрева пара в ANSYS Fluent

Моделирование процесса образования и перегрева пара является одним из способов определения ха-

рактических характеристик образования и перегрева пара в едином теплообменном тракте, а также позволит потенциально определить ход последующих конструкторских и экспериментальных работ.

При решении поставленной задачи была разработана двумерная модель теплообменной трубки рассматриваемой установки со следующими начальными условиями:

- использована мультифазная модель Эйлера, учитывающая тепломассообмен между фазами;
- в модели на входе в теплообменную трубку задан постоянный расход воды;
- на внешней поверхности задан тепловой поток;
- расчет выполнен в установившемся режиме.

В качестве примера была рассмотрена теплообменная трубка с размерами, указанными в таблице 4. Расход питательной воды на входе равен 2,36 г/с при скорости 0,1 м/с и давлении 100 атм.

Как видно из результатов, суммарная мощность теплового потока составила ~5,3 кВт, из которых 1 кВт потребовалось для нагрева воды до температуры насыщения $T_s=311$ °C, 3,1 кВт для парообразования и 1,16 кВт для перегрева пара до 440 °C. На выходе из трубки получен пар. Было определено объемное содержание воды и пара в центре потока и на его периферии при установившемся режиме теплообмена (рисунок 5).

Исходя из результатов на рисунке 5, можно выделить 3 зоны – зона подогрева воды (1), зона парообразования (2) и зона перегрева пара (3).

Распределение температуры потока в его центре и на периферии по длине теплообменной трубки изображено на рисунке 6.

Таблица 4. Результаты расчета

Параметр	Значение		
	Нагрев	Испарение	Перегрев пара
$T_{вх}$, °C	227	311	440
$T_{вых}$, °C	311		
$i_{вх}$, кДж/кг	976,891	1406,875	2723,171
$i_{вых}$, кДж/кг	1406,87	2723,171	3209,372
W , Вт	1015	3105	1157
Объемная доля в %, вода/пар	0/100		
$G_{вода}$, г/с, вход	2,36		
выход	0		
$G_{пар}$, г/с, выход	2,36		

Данные исследования по моделированию процессов образования и перегрева пара с использованием мультифазной модели Эйлера требуют большого объема работ. Выполненные к настоящему времени работы можно классифицировать как начальные. Примененный в ходе расчетов метод будет совершенствоваться и использоваться в дальнейших расчетах.

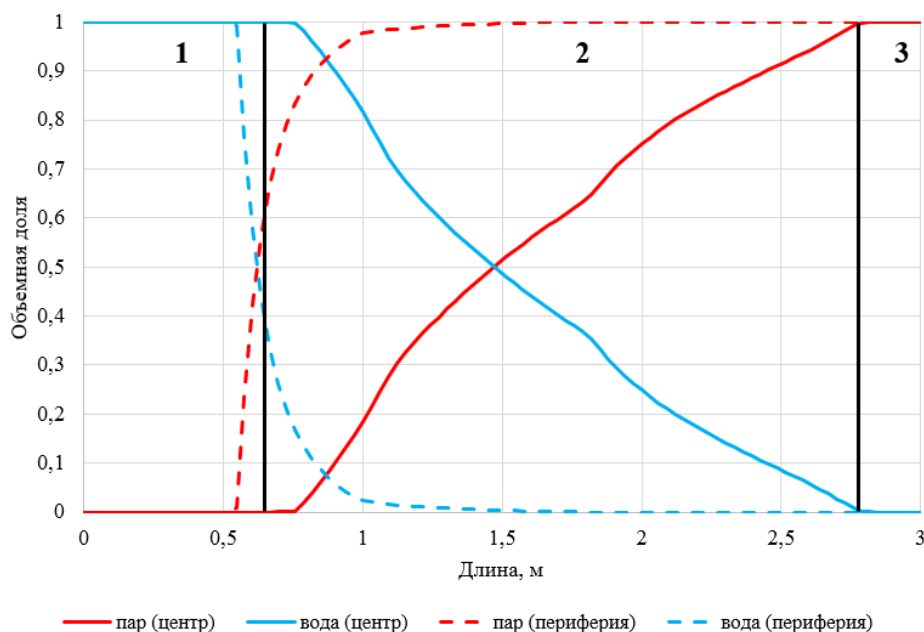


Рисунок 5. Объемное содержание воды и пара в центре потока и на его периферии

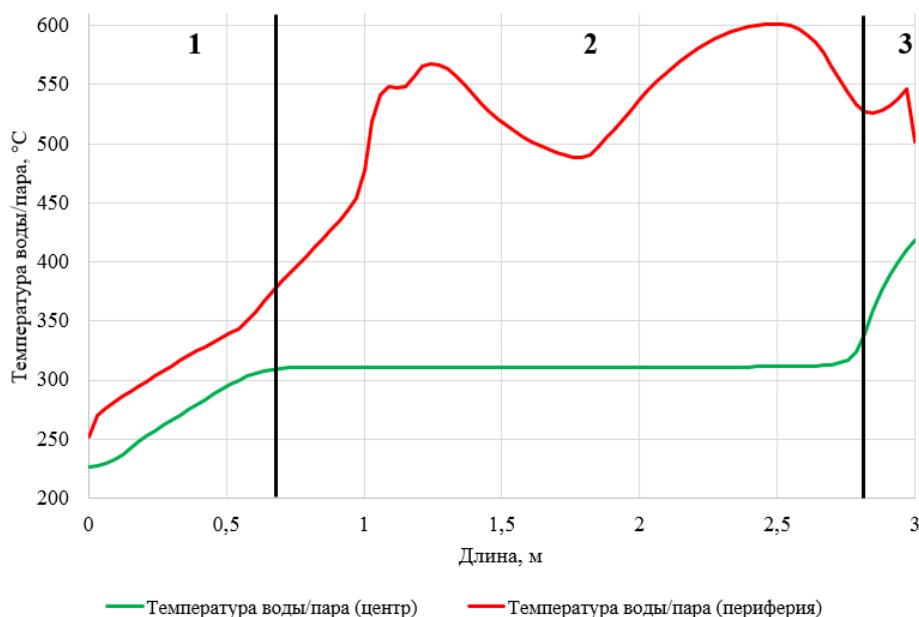


Рисунок 6. Распределение температуры потока по длине теплообменной трубки

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Организация и проведение методических экспериментов

Перед проведением методических экспериментов в ходе пуско-наладочных работ была разработана и настроена информационно-управляющая система (ИУС) установки. ИУС представляет собой модуль управления ADAM TCP5000, позволяющий приводить в движение электромагнитный клапан К1 и регистрировать показания ТЭП. Взаимодействие пользователя с ИУС осуществляется посредством программы Trace Mode.

Наряду с этим в ходе пуско-наладочных работ

была проверена работоспособность нагревателей и ТЭП, произведен пробный разогрев емкости для воды и теплообменной трубки. В процессе были получены графики разогрева емкости для воды и теплообменной трубки (рисунки 7, 8).

Данные графики характеризуют режимы работы установки и могут быть использованы для оптимизации времени эксперимента на начальных стадиях.

По окончании пуско-наладочных работ были проведены методические эксперименты по исследованию процессов образования и перегрева пара. Эксперименты проводились в три этапа в соответствии со схемой ниже (рисунок 9).

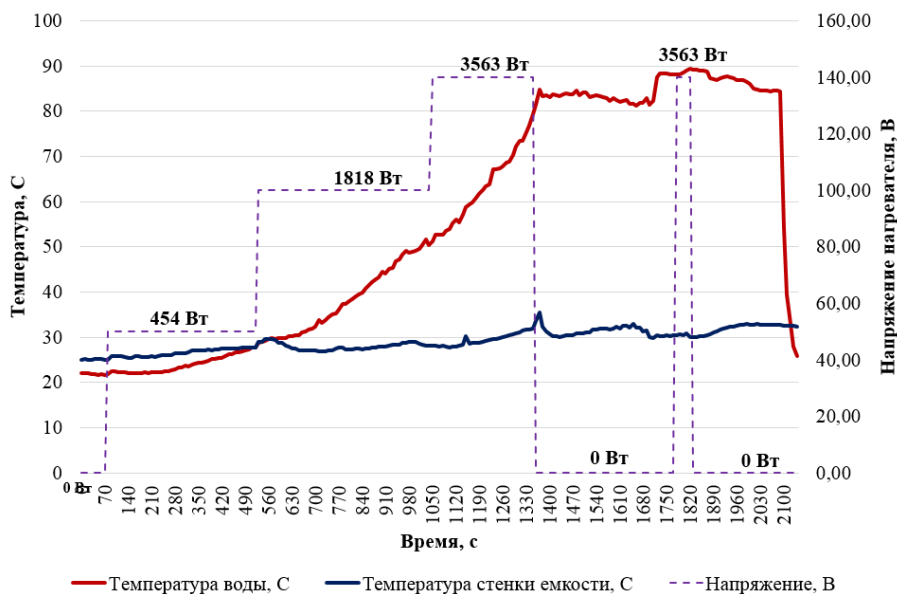


Рисунок 7. График разогрева емкости для воды

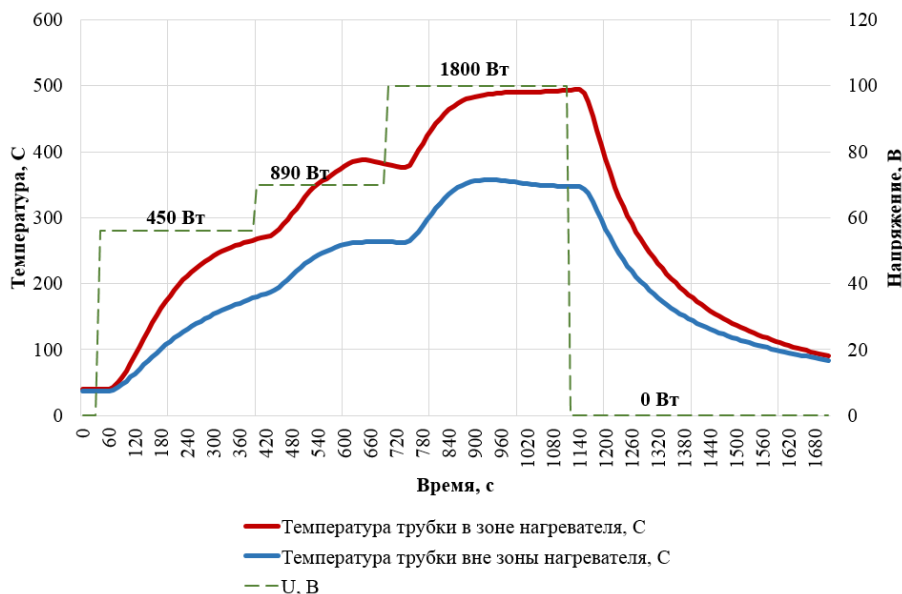


Рисунок 8. График разогрева теплообменной трубки

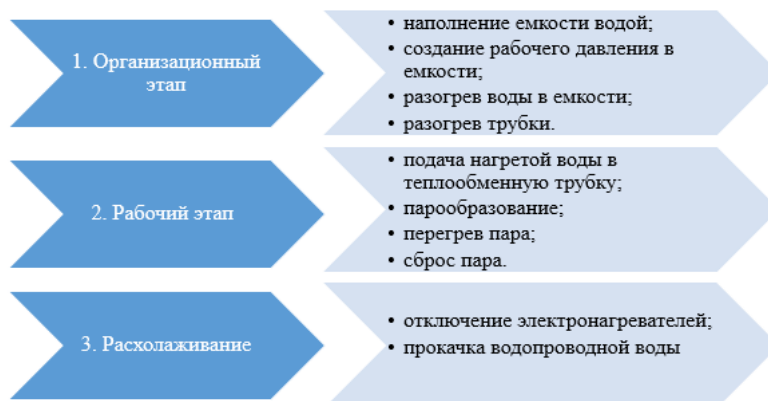


Рисунок 9. Блок-схема этапов экспериментов

Анализ экспериментальных данных

Были проведены два эксперимента с парообразованием и перегревом пара на экспериментальной установке.

В первом эксперименте (рисунок 10) для разогрева емкости с водой мощность электронагревателя постепенно была поднята до ~2,5 кВт, а для теплообменной трубки до 1,8 кВт.

Вследствие частичного закипания воды в емкости на 1200 с с момента включения нагревателей наблюдались скачкообразные изменения давления в системе. На 1620 с был осуществлен перегрев пара до ~420 °C, затем мощность нагревателей однако при этом давление продолжало увеличиваться при достижении критической отметки в 5 атм были приняты решения – отключить нагреватели и организовать сброс давления в емкости до безопасного уровня путем открытия электромагнитного клапана. Таким образом на диаграмме первого эксперимента заметен скачкообразный рост давления в системе (синяя линия) и недогрев воды на входе в трубку, кото-

рый ограничил выходную температуру перегретого пара на уровне ~420 °C (красная линия).

Во втором эксперименте (рисунок 11) с целью недопущения большого роста давления мощность нагревателей была снижена до 1,8 кВт для емкости с водой и до 1,6 кВт для теплообменной трубки. Контроль режимов работы установки, как и в первом эксперименте проводился по показаниям ТЭП и манометра. Перегрев пара до 500 °C происходил в интервале времени 1320-1380 с от начала эксперимента. По достижению требуемой температуры пара электронагреватели были отключены и в соответствии с порядком проведения эксперимента последовало расхолаживание установки.

Рассмотрим подробнее интервал времени 1320-1380 с, где происходил перегрев пара. По предварительным расчетам при давлении 4 атм расход питательной воды равен 3,2 г/с, а требуемая мощность для образования и перегрева пара составляет ~9,8 кВт (таблица 5).

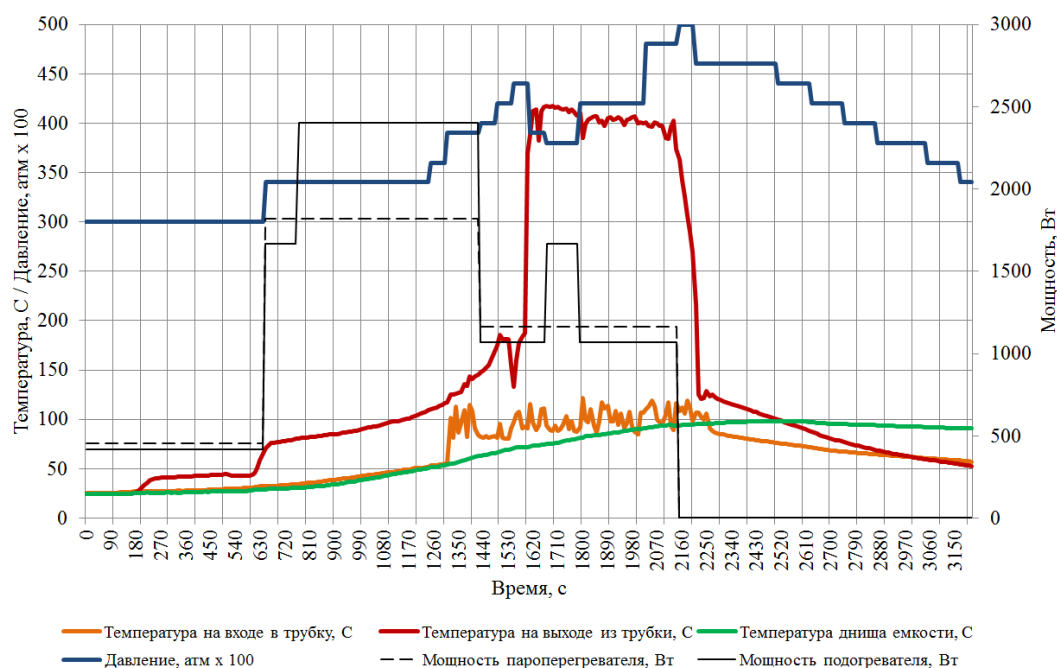


Рисунок 10. Результаты первого эксперимента

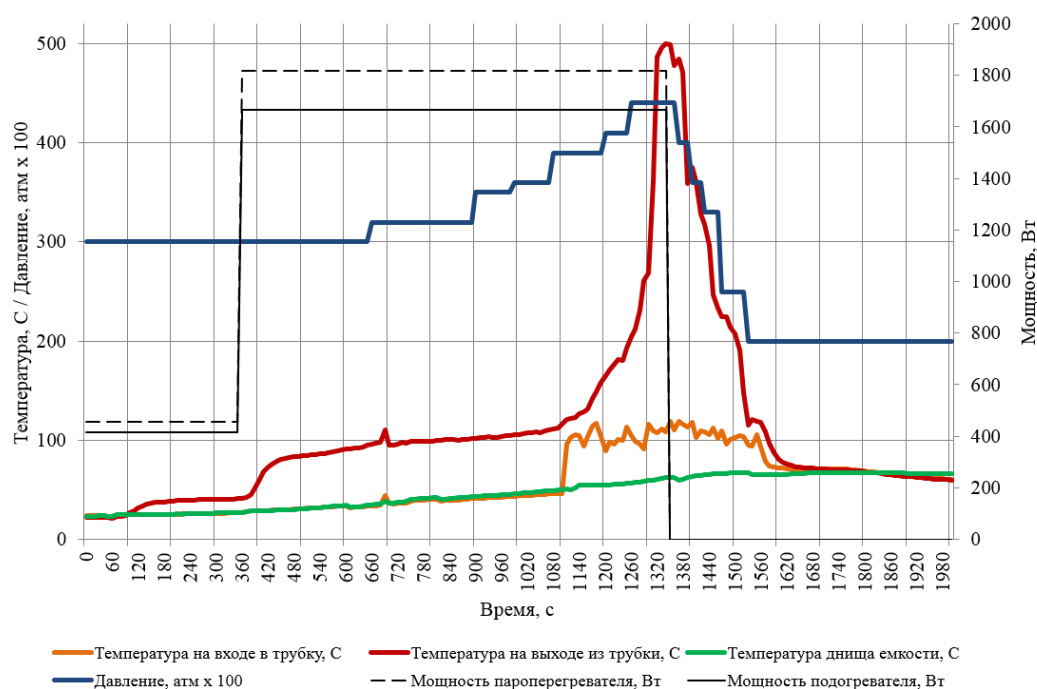


Рисунок 11. Результаты второго эксперимента

Таблица 5. Сравнение результатов эксперимента и предварительного расчета

Параметр	Предварительный расчет			Эксперимент	
	подогрев	испарение	перегрев	подогрев	испарение и перегрев
Температура, °C на входе (Т2) на выходе (Т3)	20 100	100 144	144 500	20 100	100 500
Энтальпия, кДж/кг на входе на выходе	84,29 419,39	419,39 2738,05	2738,05 3485,54	84,29 419,39	419,39 3485,54
Требуемая мощность, Вт	1072	7420	2392	1600	1800

В ходе эксперимента испарение и перегрев пара происходили при мощности нагревателя трубки ~1,8 кВт. Очевидно, что в этот момент расход воды не соответствовал расчетному значению. Различие между расчетными и экспериментальными данными объясняется тем, что давление, создаваемое трубопроводом подачи воды, было недостаточным для обеспечения стационарного расхода на протяжении всего эксперимента. Это привело к торможению потока (снижению расхода) пароводяной смеси в трубке за счет повышения давления во время интенсивного парообразования. Данная проблема может быть решена использованием баллона со сжатым газом (азот, аргон), давление которого должно быть больше экспериментального на такую величину, которое бы обеспечивало необходимый расход воды через теплообменную трубку.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Разработана и собрана экспериментальная установка по исследованию процессов образования и перегрева пара, в ходе пуско-наладочных работ выполнена подготовка к экспериментам на экспериментальной установке и разработана информационно-управляющая система установки.

Проведен методический эксперимент на экспериментальной установке образования и перегрева пара. Получена требуемая температура перегретого пара – 500 °С. Подтверждена работоспособность от-

дельных компонентов системы. Обнаружено расхождение в значении требуемой мощности нагревателя трубки, которое имеет понятное объяснение. Определена методика моделирования процессов образования и перегрева пара в ANSYS Fluent, которая будет применена для дальнейших конструктивных и тепловых расчетов теплообменников реакторов.

Для совершенствования установки, обеспечивающей реализацию характеристик, близких к характеристикам газоохлаждаемого реактора с водным замедлителем выработаны следующие рекомендации:

- обеспечить стабильный расход питательной воды на всех участках от подогрева до сброса перегретого пара;
- обеспечить возможность отсечки емкости с водой от системы водопровода, для предотвращения обратного тока пароводяной смеси;
- обеспечить подключения баллона с газом к установке;
- установить дополнительный манометр после электромагнитного клапана для контроля перепада давления на участках трубки.

Таким образом, в ходе проведенной работы накоплен определенный опыт и подготовлены технические решения, обеспечивающие возможность реализации полномасштабных экспериментов, которые позволят выработать рекомендации по оптимизации конструкций теплообменников реакторов.

ЛИТЕРАТУРА

1. АЭС на основе газоохлаждаемого реактора с водным замедлителем : договор № 271 утв. МОН РК от 12.02.2015 г.
2. АЭС на основе газоохлаждаемого реактора с водным замедлителем / В.М. Котов, В.А. Витюк, Д.С. Иданова, А.С. Сураев, Л.А. Ерыгина // Материалы научно-технической конференции «Нейтронно-физические проблемы ядерной энергетики», Обнинск, Россия, 12-16 октября 2015.– 2015.– С. 34-35.
3. Исследование нейтронно-физических характеристик газоохлаждаемого канального реактора / В.М. Котов, Д.С. Иданова // Вестник НЯЦ РК.– 2015.
4. Исследование характеристик теплообменных трубок АЭС в условиях интенсивного парообразования и перегрева пара / А.С. Сураев, В.М. Котов, В.А. Витюк, Н.А. Сулейменов // Сборник научных трудов VIII Международной. научно-практической конференции. «Физико-технические проблемы в науке, промышленности и медицине».– Томск: Изд-во Томского политехнического университета.– 2016.–С.57-58.
5. Энергетический реактор малой мощности с высоким воспроизводством делящихся веществ / В.М. Котов, Д.С. Иданова // Доклады IV Международной научно-технической конференции «Инновационные проекты и технологии ядерной энергетики».– 2016.– С. 595-604.
6. М.К. Скаков, В.М. Котов, А.С. Сураев. Разработка экспериментальной установки для исследования процессов испарения и перегрева пара в едином контуре АЭС. – Вестник КазНАЕН РК, № 3-4, 2016, с. 66-69
7. ANSYS Workbench version 14.5 User Reference; Ansys Inc.; 2014.
8. ГОСТ Р 52857.1-2007. Сосуды и аппараты. Нормы и методы расчета на прочность. Общие требования.– Введ. 2008-04-04.– Москва, 2008.

**ГАЗБЕН САЛҚЫНДЫЛАТЫН РЕАКТОР ТРАКТІНДЕ СУ БУУНЫН ПАЙДА БОЛУ
ЖӘНЕ ҚЫЗДЫРУ ҮДЕРІСТЕРІНІҢ ЗЕТТЕУЛЕРІ**

¹⁾ Н.А. Сулейменов, ¹⁾ В.М. Котов, ²⁾ А.С. Сураев, ¹⁾ Г.А. Витюк

¹⁾ ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

²⁾ Семей қаласының Шәкәрім атындағы Мемлекеттік университеті, Қазақстан

Мақалада су баяулатқышы бар газбен салқындылатын реактор жұмысын ұқсататын жағдайларында өткізілетін су бууын пайда болу және қыздыру үдерістерінің зерттеулеріне арналған эксперименттік қондырғының әзірлеу жөніндегі жұмыс көлемі берілген. Қондырғы сызбасының, оның жұмысын дәлелдеу жөніндегі есептердің, өткізілген әдістемелік эксперименттердің ерекшеліктері және табылған эксперименттік деректердің талқылау мен негізгі эксперименттік қондырғының құрылысың оңтайландыру жөніндегі ұсыныстар көрсетілген.

**RESEARCH OF THE PROCESSES OF STEAM GENERATION AND OVERHEATING
IN THE TRACT OF GAS COOLED REACTOR**

¹⁾ N.A. Suleimenov, ¹⁾ V.M. Kotov, ²⁾ A.S. Surayev, ¹⁾ G.A. Vityuk

¹⁾ Branch «Institute of Atomic Energy» RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

²⁾ Shkarim State University of Semey, Kazakhstan

The article shows a scope of work on the development of an experimental installation for in-situ studies of steam generation and superheating under conditions simulating the operation of a gas-cooled reactor with water moderator. Specific features of calculation work in support of the operability of the experimental installation, scheme, methodical experiments, discussion of the experimental data obtained and recommendations for optimizing the design of the installation of the final experimental setup are given.

УДК 539.1.074

МОДЕЛИРОВАНИЕ ПОЛУПРОВОДНИКОВОГО ДЕТЕКТОРА GC1020 МЕТОДОМ МОНТЕ-КАРЛО

Жумадилова У.А., Прозорова И.В.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

Расчеты по методу Монте-Карло широко применяются в области радиационной безопасности: радиационная защита, расчеты ядерных реакторов, экранирование и моделирование детекторов, проводятся расчеты радиационных параметров полей источников ионизирующего излучения. Программа MCNP, реализующая метод Монте-Карло является инструментом моделирования для переноса излучения, в основном в тех случаях, когда измерения затруднены или практически не выполнимы. В данной работе программа MCNP использовалась для моделирования детектора из особо чистого германия ОЧГ Ge(Li) и методики по улучшению определения функции отклика для данного типа детектора. Результаты, полученные при моделировании, являются достаточно точными, имеется хорошие совпадения между модельными и экспериментальными данными.

ВВЕДЕНИЕ

Чистый германий обладает высокой эффективностью регистрации гамма-излучения. Рабочий диапазон энергий коаксиального германиевого детектора – от 40 кэВ до 10 МэВ. Для детектора характерны высокое энергетическое разрешение и хорошая форма пика. Калибровка эффективности нашего детектора гамма-излучения из особо чистого германия типа GC1020 проводилась при помощи ряда стандартных гамма источников в диапазоне 120-1500 кэВ. Полная эффективность регистрации пика полного поглощения (ППП) обычно выполняется при помощи моноэнергетических источников гамма-излучения, например, таких как: ^{241}Am , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{203}Hg , ^{51}Cr , ^{137}Cs and ^{65}Zn . Источники «мульти» гамма-излучения, такие как Eu и Ba часто более предпочтительны для проведения калибровки, поскольку они охватывают широкий диапазон энергии и имеют продолжительный срок службы. Но эти «мульти» источники испускают гамма-излучение каскадом и для образца, близко расположенного к детектору, появляются существенные интерференции из-за суммирования пиков, приводящие к неточности в калибровке по эффективности. Таким образом, стандартные «мульти» гамма-источники не могут быть использованы для анализа низкоэнергетических гамма-спектров, что также касается случаев, когда образцы расположены близко к детектору.

Эти трудности можно обойти при помощи моделирования методом Монте-Карло эффективности детектора. Это мощный инструмент для моделирования отклика детектора, и он применим к различным материалам и источникам. Метод особенно удобен для оценки эффективности в случаях, когда проведение экспериментальных измерений не представляется возможным или затруднено, как, например, в случае крупногабаритных образцов или образцов с нестандартной геометрией: твэлы сложной формы, образцы из природных материалов и контейнеры с отходами, когда не возможно использовать стандартные источники. Таким образом, метод

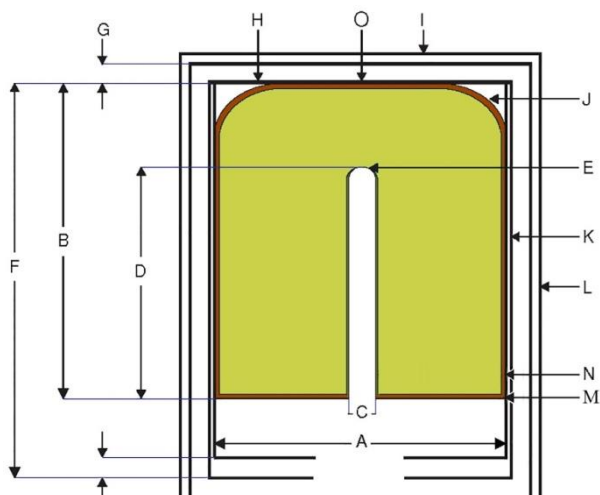
Монте-Карло все чаще применяются для калибровки по эффективности регистрации гамма-квантов. Так как моделирование представляет собой независимую схему радиоактивного распада и, следовательно, свободно от каких-либо совпадений из-за суммирования пиков, то оно может быть использовано для образцов близко расположенных к детектору.

1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

В данной работе рассматривался полупроводниковый детектор из особо чистого германия GC1020 n-типа [1, 2], кристалл которого показан на рисунке 1. Детектор имеет относительную эффективность 10 %, разрешение 1,86 кэВ для ^{60}Co (энергия 1332 кэВ) и разрешение 0,952 кэВ для ^{57}Co (энергия 122 кэВ). На рисунке 2 представлена схема детектора. Геометрические параметры детектора приведены в таблице 1.



Рисунок 1. Кристалл из особо чистого германия



A - диаметр кристалла, B - высота кристалла, C - диаметр отверстия, D - глубина отверстия, E - толщина внутреннего борного покрытия технологического отверстия, F - высота кронштейна, G - вакуумное пространство, H - толщина алюминиевого окошка, I - толщина окошка крышки детектора, J - толщина «мертвого» слоя на скосе кристалла, K - толщина стенки кронштейна, L - толщина стенки крышки детектора, M - толщина нижнего «мертвого» слоя, N - толщина бокового «мертвого» слоя, O - толщина верхнего «мертвого» слоя)

Рисунок 2. Схема германиевого детектора

Таблица 1. Геометрические параметры детектора

Буквенное обозначение	Параметр детектора	Значение, мм
A	Диаметр кристалла	47,0
B	Высота кристалла	45,5
C	Диаметр технологического отверстия	10
D*	Глубина технологического отверстия	—
E	Толщина внутреннего борного покрытия технологического отверстия	0,7
F	Высота кронштейна	52,8
G	Вакуумное пространство	6,0
H	Толщина алюминиевого окошка	0,03
I	Толщина окошка крышки детектора	1,0
K	Толщина стенки кронштейна	1,0
L	Толщина стенки крышки детектора	1,0
M*	Толщина нижнего «мертвого» слоя	—
N*	Толщина бокового «мертвого» слоя	—
O*	Толщина верхнего «мертвого» слоя	—
J*	Толщина «мертвого» слоя на скосе кристалла	—
	Толщина Li покрытия кристалла	700 μm

*) изменяемые параметры детектора

Калибровка детектора по эффективности проводилась путем регистрации гамма-квантов с использованием набора образцовых спектрометрических гамма-источников ОСГИ-3-2. Стандартные «точечные» источники ^{60}Co , ^{137}Cs и ^{152}Eu располагались на расстояниях 50, 100, 150, 200, 250 и 350 мм от торцевой крышки детектора. Различные расстояния были выбраны для калибровки по эффективности с данными источниками гамма-излучения для того,

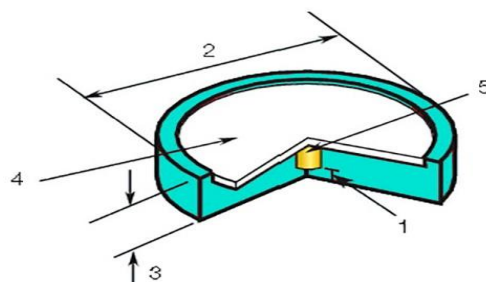
чтобы избежать неопределенности кривой эффективности из-за суммирования пиков. Измерение спектров излучения от образцов выполнялось на протяжении длительного времени, погрешность определения активности составила 5 % при доверительной вероятности 0,95.

Все спектры проанализированы при помощи программной среды Genie-2000 [3]. Зависимость эффективности регистрации ^{152}Eu от энергии была аппроксимирована полиномиальной кривой четвертого порядка и построена в двойном логарифмическом масштабе путем нелинейной подгонки методом наименьших квадратов. Затем полученные значения эффективности были использованы для калибровки с помощью точечных источников ^{60}Co и ^{137}Cs .

Таблица 2. Характеристики калибровочных источников

Источник	Номер источника	Активность A, Бк	Период полураспада $T_{1/2}$, сут
Cs-137	10656	42500	11005
Eu-152	10658	44200	4940
Co-60	4633	46900	1925

Характеристики источников приведены в таблице 2. Значения активности источников приведены на 10 апреля 2016 г. Геометрия источника представлена на рисунке 3. Источник представляет собой плоское алюминиевое кольцо диаметром 25,4 мм и толщиной 3,35 мм. Активная часть в источнике термически герметизирована между двумя полиамидными пленками с общей толщиной 100 ± 10 мкм. Диаметр активной части источника составляет не более 3 мм. Внешний вид образцового спектрометрического источника гамма-излучения приведен на рисунке 4.



1 - толщина окна (2,77 мм), 2 - диаметр источника (25,4 мм), 3 - высота источника (3,35 мм), 4 - пластик, 5 - активный элемент (5×3,18 мм)

Рисунок 3. Геометрия источника



Рисунок 4. Внешний вид источника гамма-излучения

Эффективность регистрации гамма-квантов с энергией E_γ рассчитывалась по формуле

$$\varepsilon(E_\gamma) = \frac{S_{\text{ППП}}}{t_{\text{жс}}} \cdot \frac{e^{\lambda t}}{p \cdot A},$$

где $S_{\text{ППП}}$ – площадь ППП, отн. ед.;

λ – постоянная распада, с^{-1} ;

t – время, прошедшее с момента аттестации источника;

$t_{\text{жс}}$ – «живое» время измерения, с;

p – выход гамма-квантов на распад, отн. ед.;

A – активность источника на момент аттестации, Бк.

2 МОДЕЛИРОВАНИЕ МЕТОДОМ МОНТЕ-КАРЛО

В данной работе для моделирования отклика детектора из ОЧГ использовалась версия MCNP5[4]. Программа отслеживает частицу от точки появления до места ее полного поглощения. Учитываются все первичные и вторичные взаимодействия. Эффективность была оценена с помощью функционала F8, который учитывает изменение энергии импульсов. Использовался режим P для фотонов. Корпус детектора, включая поглощающие материалы (алюминиевая крышка, германиевый мертвый слой) были включены в геометрию построения модели. Для уменьшения статистической неопределенности были разыграны $2 \cdot 10^8$ частиц каждого цикла.

Проблема при моделировании состояла в том, что только некоторые данные (диаметр, высота кристалла и ширина вакуумного пространства) предоставлены официальным поставщиком детектора. Все остальные значения пришлось подбирать самостоятельно. Однако, согласно сведениям из литературы

[5-18], часто возникает несоответствие между смоделированной и экспериментальной эффективностью регистрации. В первую очередь это связано с чувствительностью расчетов по методу Монте-Карло к спецификациям геометрии детектора. Размеры, предоставленные изготовителем, соответствуют системе детектирования при комнатной температуре, но в механическом кронштейне кристалла могут возникнуть изменения из-за сжатий при низких температурах, что в свою очередь приводит к изменениям в конфигурации детектора. Кроме этого, существует неопределенность параметров толщины нечувствительного («мертвого») слоя, расстояния от крышки детектора до кристалла Ge и т.д.

Мы придерживались следующей методики при подборе параметров. Во-первых, данные, представленные поставщиком, не изменялись. Во-вторых, было два вида параметров: неизменные – такие, значение которых не влияло на эффективность и поэтому они оставались неизменными и изменяемые параметры, значение которых варьировалось с некоторым шагом, обычно ± 1 мм. В-третьих, критерием удовлетворительной точности было не превышающее 5 % значение отклонения между полученным с помощью MCNP5 и экспериментальным значением эффективности на различных расстояниях от детектора.

3 РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Используя исходные данные о детекторе, с помощью программы MCNP5 была смоделирована система «германиевый детектор - моноэнергетический источник». На рисунке 5 приведен один из вариантов модели детектора, построенный с помощью программы MCNP5.

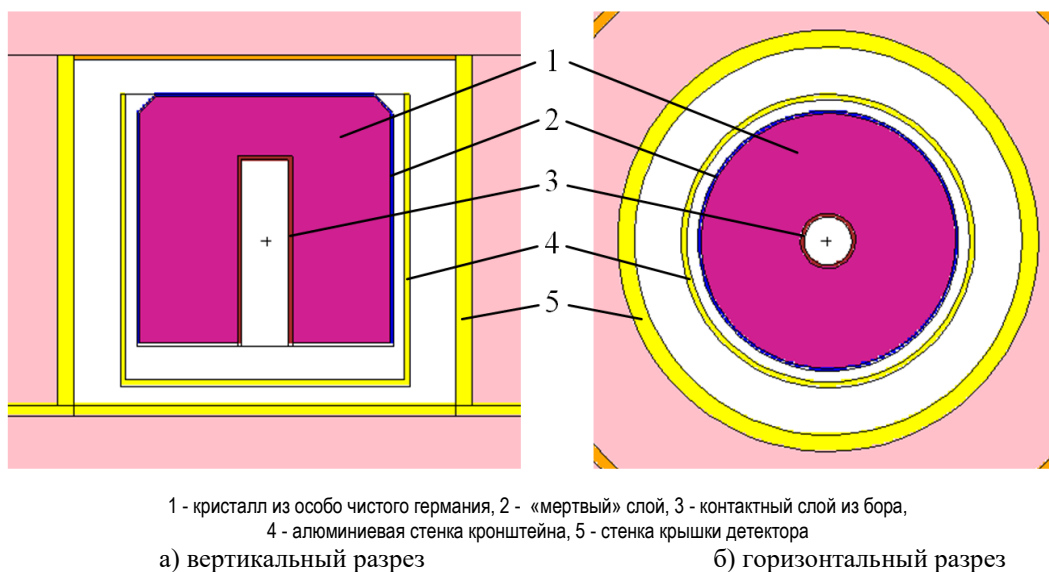


Рисунок 5. Модель детектора, построенная с помощью программы MCNP5

Модели отличались толщиной «мертвого» слоя детектора. При моделировании детектора обязательно нужно учитывать «мертвый» слой – нечувствительный слой вещества, через который частицы извне попадают в кристалл. Если частицы будут попадать в детектор под разными углами, то их потери будут неодинаковыми, что приведет к ухудшению энергетического разрешения. Для всех вариантов расположения системы «детектор без «мертвого слоя» - источник», рассчитанное с помощью MCNP5 значение эффективности оказались выше экспериментальных значений в среднем на 30 %, что указывает на необходимость задания «мертвого» слоя.

Для сравнения с имеющимися экспериментальными значениями [16] были заданы источники с различными энергиями гамма-квантов. В ходе расчетов было выявлено влияние параметров кристалла детектора на результаты. Определялось, как изменение радиуса детектора (через изменение толщины «мертвого» бокового слоя) влияет на угол наклона кривой эффективности. Исходные изменяемые параметры детектора для двух вариантов модели приведены в таблице 3. Расстояние до источника задавалось равным 50 мм. Смоделированные и экспериментальное зависимости эффективности от энергии изобра-

жены на рисунке 6. Величины ошибок имеют размер маркера.

Анализ графика показывает, что при увеличении радиуса детектора (уменьшении бокового «мертвого» слоя с 2,5 мм до 1 мм) расчетная кривая эффективности лучше совпадает с экспериментальной кривой, особенно это заметно для энергий от 121,73 кэВ до 661,65 кэВ. Можно сделать вывод, что радиус детектора в большей степени влияет на угол наклона кривой эффективности в области низких энергий.

Для пояснения как влияет высота детектора и глубина технологического отверстия на эффективность регистрации ниже приведена схема, взятая из [17].

Как показано на рисунке 7, около 14 % излучения, падающего с энергией 185,7 кэВ, поглощается в «мертвом» слое (900 мкм) детектора, в то время как для энергии 1001,03 кэВ поглощается 9 % в той же толщине «мертвого» слоя. До 9,4 мм высоты детектора (начало отверстия детектора), поглощается уже 69 % гамма-квантов с энергией 185,7 кэВ против 46 % для энергии 1001,03 кэВ. Около половины гамма-квантов с энергией 1001,03 кэВ поглощается в верхней части детектора (до отверстия).

Таблица 3. Изменяемые параметры детектора

Буквенное обозначение	Параметр детектора	Значение, мм 1 вариант	Значение, мм 2 вариант
M	Толщина нижнего мертвого слоя	2	2
N*	Толщина бокового мертвого слоя	2,5	1
O	Толщина верхнего мертвого слоя	2,2	2,2
J	Толщина мертвого слоя на скосе кристалла	2	2
D	Глубина технологического отверстия	34,8	34,8
Рассчитанный объем кристалла, см ³		60,0642	62,814

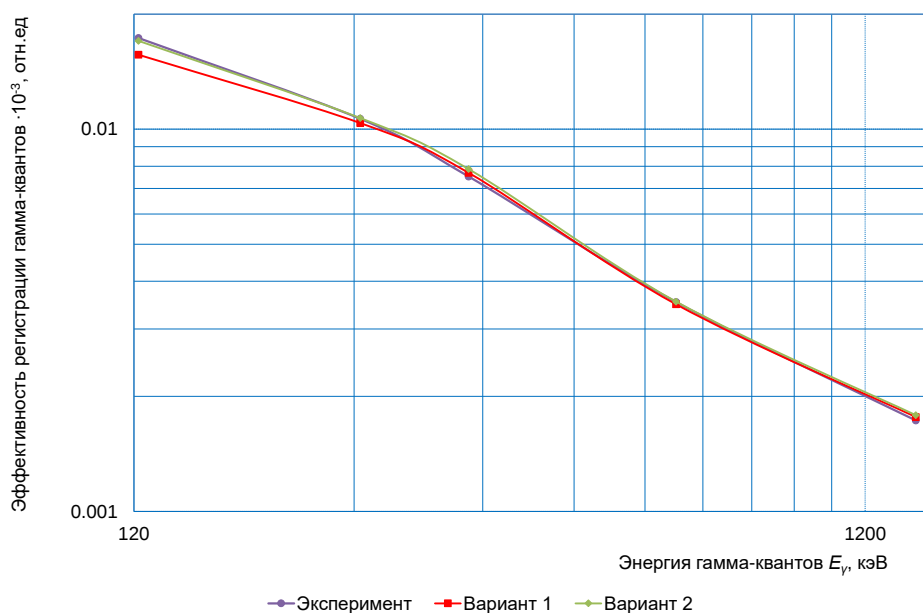


Рисунок 6. Сравнение расчетных и экспериментальных данных для эффективности регистрации гамма-квантов

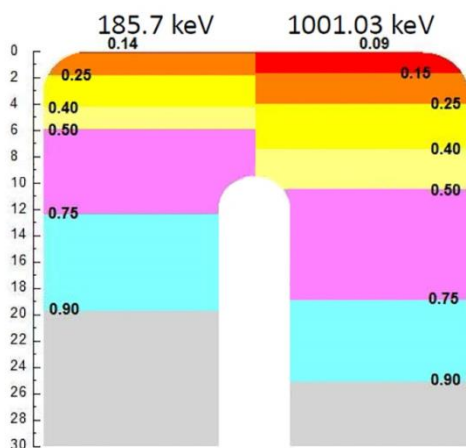


Рисунок 7. Схема поглощения гамма-квантов в разных слоях детектора для энергии 185,7 кэВ (левая сторона) и 1001,03 кэВ (правая сторона)

Далее было определено, как изменение глубины технологического отверстия влияет на эффективность регистрации. Исходные изменяемые параметры детектора приведены в таблице 4. Расстояние до источника выбиралось 250 мм. Результаты расчетов приведены на рисунке 8.

Таблица 4. Изменяемые параметры детектора

Буквенное обозначение	Параметр детектора	Значение, мм 1 вариант	Значение, мм 2 вариант	Значение, мм 3 вариант
M	Толщина нижнего мертвого слоя	2	2	2
N	Толщина бокового мертвого слоя	1,7	1,7	1,7
O	Толщина верхнего мертвого слоя	1,7	1,7	1,7
J	Толщина мертвого слоя на скосе кристалла	1,7	1,7	1,7
D*	Глубина отверстия	24,8	34,8	39,8
Рассчитанный объем кристалла, см ³		60,4614	59,676	59,2833

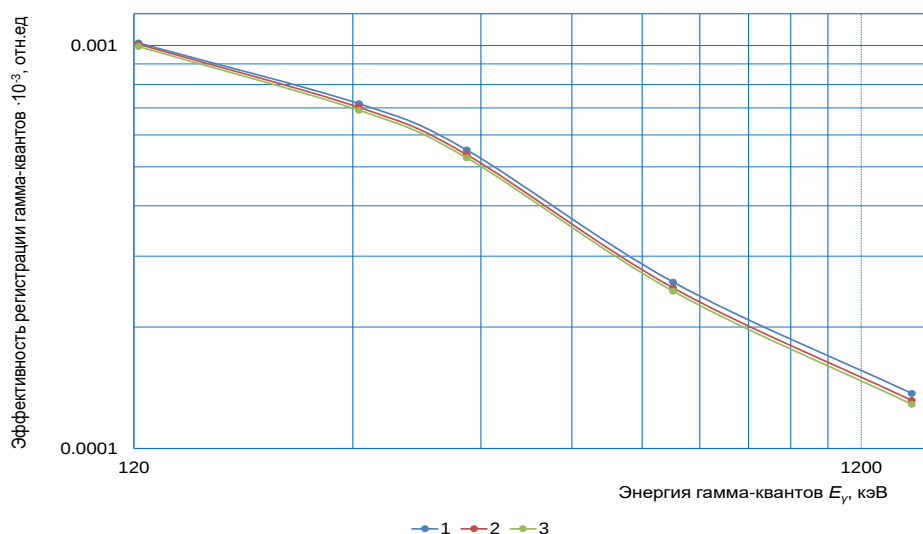


Рисунок 8. Сравнение данных по эффективности регистрации гамма-квантов

Анализ графика показывает, что с увеличением глубины технологического отверстия (с 24,3 мм до 39,5 мм) угол наклона кривой эффективности заметно изменяется в области высоких энергий. При выполнении математического моделирования были выполнены различные корректировки для улучшения приближения к экспериментальным значениям. Данные расчетов сравнивались с экспериментальными значениями на различных расстояниях «источник излучения – детектор». Задача была добиться расхождения менее 5 %. Рассматриваемые параметры детектора приведены в таблице 5.

Далее было рассчитано относительное отклонение расчетных и экспериментальных значений для каждой энергии:

$$R = \frac{x_1 - x_2}{x_1} \times 100\%,$$

где R – относительное отклонение;

x_1 – значение экспериментальной эффективности регистрации гамма-квантов;

x_2 – значение рассчитанной эффективности регистрации гамма-квантов.

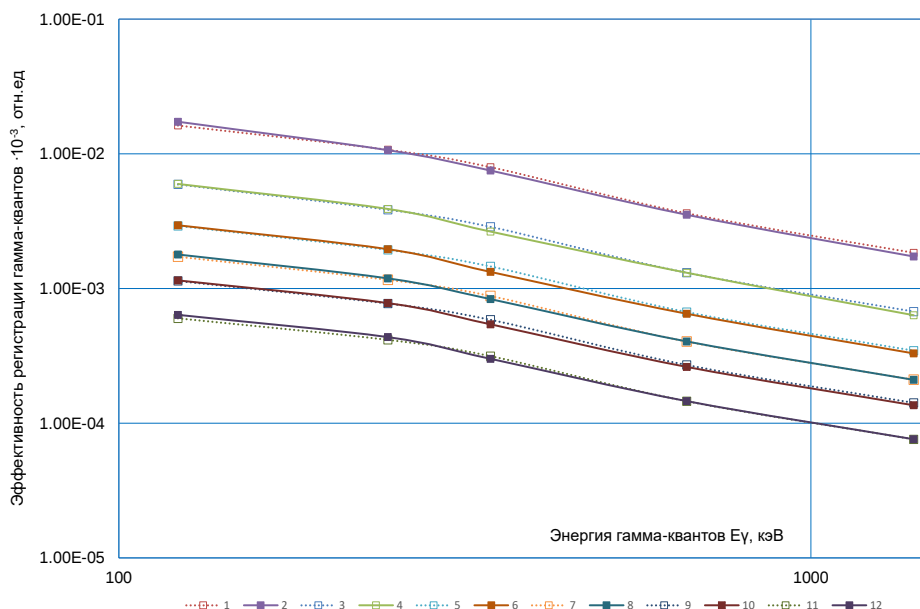
В качестве примера, в таблице 6 приведены данные для расстояния от детектора 200 мм.

Таблица 5. Изменяемые параметры детектора

Буквенное обозначение	Параметр детектора	Значение, мм 1 вариант	Значение, мм 2 вариант	Значение, мм 3 вариант
M	Толщина нижнего мертвого слоя	2	2	2
N	Толщина бокового мертвого слоя	1	1	1
O	Толщина верхнего мертвого слоя	2,2	2,2	2,2
J	Толщина мертвого слоя на скосе кристалла	1,7	1,7	1,7
D*	Глубина отверстия	34,3	24,3	39,3
Рассчитанный объем кристалла, см ³		62,52	63,68	62,50

Таблица 6. Сравнение эффективности регистрации гамма-квантов

Энергия гамма-квантов, E _γ , кэВ	Эффективность регистрации гамма-квантов, ε·10 ⁻³ , отн. ед.				Относительное отклонение, %		
	Эксперимент	Расчетные данные			1	2	3
		1	2	3			
121,73	0,179	0,175	0,176	0,172	2,5 %	1,8 %	3,7 %
244,69	0,119	0,118	0,120	0,116	0,7 %	1,2 %	2,3 %
344,27	0,0835	0,090	0,092	0,088	7,3 %	10,3 %	5,5 %
661,65	0,0405	0,041	0,042	0,040	1,6 %	4,9 %	0,2 %
1407,95	0,021	0,021	0,022	0,021	2,3 %	7,0 %	0,2 %



1 - расчет 50 мм, 2 - эксперимент 50 мм, 3 - расчет 100 мм, 4 - эксперимент 100 мм, 5 - расчет 150 мм, 6 - эксперимент 150 мм, 7 - расчет 200 мм, 8 - эксперимент 200 мм, 9 - расчет 250 мм, 10 - эксперимент 250 мм, 11 - расчет 350 мм, 12 - эксперимент 350 мм

Рисунок 9. Сравнение данных по эффективности регистрации гамма-квантов

В целом, все расчетные варианты достаточно близко повторяют экспериментальные значения. Анализируя графики расчетных и экспериментальных данных можно отметить, что отклонения расчетных значений эффективности регистрации от экспериментальных в области наиболее важных энергий гамма-квантов для первого варианта не превышают 7,3 %, 10,3 % для второго варианта и 5,5 % для третьего варианта. Можно сделать вывод, что третий вариант лучше повторяет отклик детектора.

Такое различие может быть связано с тем, что в третьем варианте увеличена глубина технологического отверстия, объем кристалла составляет 62,5

см², что вероятно наиболее близко к реальному размеру. На рисунке 9 приведен график сравнения расчетных и экспериментальных данных по эффективности регистрации гамма-квантов для третьего варианта. Точечные источники гамма-квантов располагались на расстояниях 50, 100, 150, 200, 250 и 350 мм от торцевой крышки детектора.

Можно сделать вывод, что для данного варианта лучше удастся воспроизвести экспериментальную эффективность при расстояниях в 200-350 мм, но при малых расстояниях (d = 50 мм) расхождение более существенно и достигает около 10 %. Это гово-

рит о том, что необходимо продолжить работы по совершенствованию модели детектора.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено моделирование детектора из ОЧГ с помощью метода Монте-Карло. В ходе проведенных расчетов выявлено влияние некоторых параметров кристалла детектора на результаты определения эффективности регистрации гамма-квантов:

- радиус детектора в большей степени влияет на угол наклона кривой эффективности в области низких энергий;
- эффект «мертвого слоя» будет иметь большее значение для низкоэнергетических гамма-квантов, в то время как эффект глубины технологического отверстия будет иметь большее значение для гамма-квантов с энергией выше 1,0 МэВ;

ЛИТЕРАТУРА

1. Твердотельные полупроводниковые детекторы [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <http://rad-stop.ru/>
2. Germanium Detectors. User's Manual. Ge-USA 9/96. Canberra Industries, Inc., 800 Research Parkway, Meriden, CT 06450. – Режим доступа: <http://www.canberra.com/>
3. Inspector Volume Two. Advanced Topics: руководство пользователя спектрометрической системой Genie-PC: S404-USA. – 12/95. – V.2/3.
4. Briesmeister, J.F. MCNP – A General Monte Carlo N-Particle Transport Code. – Los Alamos, 2000. – P. 319.
5. Zadeh E. E., Fegghi S. A. H., Bayat E., Roshani G. H. Gaussian Energy Broadening Function of an HPGe Detector in the Range of 40keV to 1.46MeV. // Journal of Experimental Physics. –2014. – Article ID 623683. – P. 4.
6. Salgado CM., Brandao L.E.B., Schirru R., Pereira C.M.N.A, Conti C.C.Validation of a NaI (TI) detector's model developed with MCNP-X code.// Progress in Nuclear Energy. –2015. – 59. – P. 19-25.
7. Hau I.D., Russ W.R., Bronson F. MCNP HPGe detector benchmark with previously validated Cyltran model. // Applied Radiation and Isotopes. – 2009. – 67. – P. 711-715.
8. Boson J., Agren G., Johansson L.A. Detailed investigation of HPGe detector response for improved Monte Carlo efficiency calculations. // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research. – 2008. – 587. – P. 304-314.
9. Koleska M., Viererbl L., Marek M. Development of the MCNPX model for the portable HPGe detector. // Radiation Physics and Chemistry. –2014. – 104. – P. 351-354.
10. Hahin D, Unlii K. Modeling a gamma spectroscopy system and predicting spectra with Geant-4. // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. –2009. – Vol. 282, No. J. – P.167-172.
11. Vargas M. J., Timon A. F., Diaz N. C., Sanchez D. P. Influence of the geometrical characteristics of an HPGe detector on its efficiency. // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. – 2002. – Vol. 253, No. 3. – P. 439-443
12. Britton R., Burnett J., Davies A., Regan P. H. Determining the efficiency of a broad-energy HPGe detector using Monte Carlo simulations. // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. – 2013. – Vol. 295, No. J. – P. 2035-2041.
13. Novotny S., To D. Characterization of a high-purity germanium (HPGe) detector through Monte Carlo simulation and nonlinear least squares estimation. // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. – 2015. – Vol. 304. – P. 751-761.
14. Szentmiklosi L., Belgia T., Maroti B., Kis Z. Characterization of HPGe gamma spectrometers by geant4 Monte Carlo simulations. // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. –2014. – Vol. 300. – P. 553-558.
15. R. M. Keyser, W. K. Hensley. Efficiency of germanium detectors as a function of energy and incident geometry: Comparison of measurements and calculations. // Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry. – 2005. – Vol. 264. – P. 259-264.
16. Калибровки спектрометра: протокол от 06.06.2016 № 13-240-02/88784 / филиал ИАЭ РГП НАЦ РК. – Курчатов, 2016. – 3 с.
17. Zidan W. I. Refining of a Mathematical Model for an HPGe Detector. // Journal of Nuclear and Particle Physics. – 2015. – Vol. 5(2). – P. 30-37.

– с увеличением глубины технологического отверстия угол наклона кривой эффективности меняется в большей степени в области высоких энергий. Таким образом, можно сделать вывод о существенном влиянии геометрических параметров кристалла на эффективность регистрации детектора.

Выполненное моделирование детектора из ОЧГ с помощью метода Монте-Карло полезно для получения калибровки по эффективности, когда ее сложно оценить экспериментально. Это относится не только к случаям, когда образцовые гамма-источники отсутствуют, но и тогда, когда требуется провести измерение излучения с малой эффективностью или для получения эффективности регистрации в случае образцов нестандартной геометрии и при больших выборках.

ЖАРТЫЛАЙ ӨТКІЗГІШ GC1020 ДЕТЕКТОРЫН МОНТЕ-КАРЛО ӘДІСІМЕН МОДЕЛЬДЕУ

Ұ.А. Жұмаділова, И.В. Прозорова

ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Монте-Карло әдісімен есептеулер радиациялық қауыпсіздік аумағында кеңінен қолданылады: радиациялық қорғаныста, ядролық реакторлар есебінде, детекторларды экрандау мен модельдеуде, иондаушы сәуле көздері өрісінің радиациялық параметрлерін анықтау есептеулерінде. Монте-Карло әдісін жүзеге асыратын MCNP бағдарламасы, әсіресе өлшеу жүргізу қиын немесе мүмкін емес жағдайларда, сәулелендіру көздерін алмастыруды модельдеу үшін қолданылатын құрал болып табылады. Бұл жұмыста MCNP бағдарламасы аса таза германийден жасалған АТГ Ge(Li) детекторды модельдеу үшін және осы типтегі детектордың жауап қайтару функциясын анықтауды жақсарту әдістемесінде қолданылады. Модельдеу кезінде алынған нәтижелер қажетті деңгейге сәйкес келеді, модельдеу мен эксперименттің нәтижелері өзара жақсы үйлеседі.

MODELING OF THE SEMICONDUCTOR DETECTOR GC1020 BY THE MONTE CARLO METHOD

U.A. Zhumadilova, I.V. Prozorova

Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

Calculations based on the Monte Carlo method is widely used in the field of radiation safety: radiation protection, calculations of nuclear reactors, screening and modeling of the detectors, calculations are carried out field radiation parameters of ionizing radiation sources. MCNP program implementing the Monte Carlo method is a modeling tool for radiative transfer, mainly in those cases when the measurement difficult or practically feasible. In this paper, MCNP program used for the simulation of the detector of high-purity germanium HPGe Ge(Li) and methods to improve the determination of the response function for this type of detector. The results obtained in the simulation is accurate enough, there is a good match between the model and experimental data.

УДК 621.039.51

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЛАСТИ ДОПУСТИМЫХ РЕЖИМОВ РАБОТ ВОТК-НОУ РЕАКТОРА ИВГ.1М

Мартыненко Е.А., Зуев В.А., Гановичев Д.А., Акаев А.С.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

В статье приведено описание теплофизической расчетной модели реактора ИВГ.1М, определены теплофизические условия безопасной эксплуатации реактора ИВГ.1М с топливом низкого обогащения.

Ключевые слова: реактор ИВГ.1М, ВОТК-НОУ, топливо низкого обогащения, безопасные режимы работы.

ВВЕДЕНИЕ

Реактор ИВГ.1М является исследовательским водо-водяным гетерогенным корпусным ядерным реактором на тепловых нейтронах с легководяными теплоносителем и замедлителем и бериллиевым отражателем нейтронов. Активная зона реактора содержит 30 водоохлаждаемых технологических каналов (ВОТК-НОУ). В центральной ячейке реактора расположен окруженный бериллиевым вытеснителем петлевой канал, в который возможна установка экспериментального устройства.

В настоящее время в Институте Атомной Энергии проводятся работы по конверсии реактора ИВГ.1М на топливо низкого обогащения. В связи с этим возникает необходимость проведения расчетов, связанных с теплофизическими условиями работы конверсионной активной зоны. Безопасная эксплуатация реактора предполагает отсутствие кипения воды в трактах охлаждения реактора. Температурное поле в активной зоне реактора зависит от мощности реактора и расхода теплоносителя. Задача данной работы состоит в том, чтобы при различных режимах работы реактора определить минимальный расход воды для охлаждения ВОТК-НОУ, при котором температура воды и оболочки ТВЭЛов не превысит значений пределов нормальной эксплуатации реактора.

В результате расчетных исследований построен график зависимости максимально-допустимой мощности, выделяемой в технологическом канале 1-2 ряда от расхода охлаждающей воды, по которому определяется область допустимой работы ВОТК-НОУ.

1 ИСХОДНЫЕ ДАННЫЕ

Активная зона реактора ИВГ.1М содержит 30 ВОТК-НОУ, расположенных в трех рядах [1]. Топливная зона по высоте составляет 800 мм, количество ТВЭЛов в пакете 468. Внешний диаметр ТВЭЛа составляет 2,2498 мм.

Для дистанционирования ТВЭЛов каждом ВОТК-НОУ используется 24 заполнителя из сплава Э110 диаметром 2,2 мм и 12 заполнителей диаметром 1,6 мм.

Внутренний радиус корпуса ВОТК-НОУ составляет 0,035 м, наружный радиус корпуса равен 0,038 м. Гидравлический диаметр межканального пространства – 0,0187 м, площадь поперечного сечения межканального пространства – 0,051 м².

Максимальный расход воды через реактор равен 300 кг/с. Максимальный расход воды для одного технологического канала составляет 10 кг/с.

Энерговыделение в активной зоне реактора распределено неравномерно. Самыми теплонапряженными являются ВОТК-НОУ 1 и 2 ряда. Вероятность закипания воды в третьем ряду меньше, по причине более низкого энерговыделения. При проведении расчета использованы усредненные значения распределения энерговыделения по высоте активной зоны реактора для ВОТК-НОУ 1 и 2 ряда. Значения относительного энерговыделения взяты по данным нейтронно-физических расчетов [2].

Температура воды на входе в ВОТК-НОУ принята равной 20 °С.

Условия нормальной эксплуатации реактора предполагают, что температура воды в реакторе не превысит значения 95 °С, а температура оболочки ТВЭЛа составит не более 110 °С [3].

2 РАСЧЕТ

Расчет произведен в программе автоматического проектирования и расчета MathCAD.

Теплообмен в ВОТК-НОУ происходит следующим образом. Вода, охлаждающая конструкции реактора и внешние поверхности стенок ВОТК-НОУ, из раздаточного коллектора, расположенного в основании реактора, движется вверх. В верхней части каждый технологический канал имеет по 4 щелевых окна, через которые вода поступает в ВОТК-НОУ, охлаждает тепловыделяющую сборку и затем, пройдя по всей длине технологического канала вниз, сливается из реактора.

Для проведения теплового расчета использована математическая модель, которая представляет собой систему линейных алгебраических уравнений, описывающих тепловые процессы, происходящие в тракте ВОТК-НОУ. Данная модель верифицирована по результатам экспериментов, среднее отклонение расчетных и экспериментальных данных составляет ~4%. Модель позволяет определить распределение

температуры в теплоносителе, стенке канала, оболочке ТВЭЛов по высоте ТВС при работе реактора на стационарном уровне мощности.

Расчет выполнен с помощью разбиения технологического канала на ряд расчетных участков. Полученные в результате расчета значения температуры воды и конструктивных элементов ТК в конце расчетного участка, использовались в качестве исходных данных при расчете следующего участка.

На рисунке 1 приведена схема расчетного участка технологического канала.

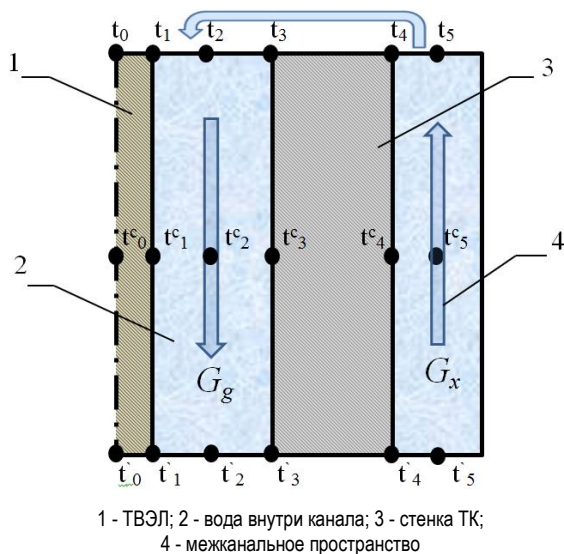


Рисунок 1. Схема расчетного участка ВОТК-НОУ

Математическая модель ВОТК-НОУ имеет следующий вид:

$$\begin{cases} Q_{\text{мвс}} = G_g \cdot C_p \cdot (t'_2 - t_2) + \alpha_g \cdot F_g \cdot (t^c_2 - t^c_3) \\ \frac{G_x \cdot C_p}{30} \cdot (t_5 - t'_5) = \alpha_x \cdot F_x \cdot (t^c_4 - t^c_5) \\ q_v \cdot V + \alpha_g \cdot F_g \cdot (t'_2 - t_2) = \alpha_x \cdot F_x \cdot (t_4 - t'_5) \\ t^c_3 - t^c_4 = \frac{q_v \cdot r_1^2}{4 \cdot \lambda_c} \left(\left(\frac{r_2}{r_1} \right)^2 - 2 \cdot \ln \left(\frac{r_2}{r_1} \right) - 1 \right) \end{cases} \quad (1)$$

где $Q_{\text{мвс}}$ – мощность, выделяемая в пределах расчетного участка ТК, Вт;

C_p – удельная теплоемкость воды при постоянном давлении, Дж/(кг×°C);

α_x – коэффициент теплоотдачи от внешней поверхности корпуса ТК в охлаждающую воду, Вт/(м²×°C);

α_g – коэффициент теплоотдачи от внутренней поверхности корпуса ТК в охлаждающую воду, Вт/(м²×°C);

r_2 – наружный радиус корпуса ТК, м;

r_1 – внутренний радиус корпуса ТК, м;

V – объем стенки ТК расчетного участка, м³;

F_x, F_g – площадь внешней и внутренней поверхностей стенки ТК расчетного участка, м²;

q_v – энерговыделение в стенке ТК, Вт/м³;

λ_c – коэффициент теплопроводности стенки ТК, Вт/(м×°C);

t^c_2 – среднее значение температуры воды внутри ТК на расчетном участке, °C;

t^c_3 – среднее значение температуры внутренней поверхности стенки ТК, °C;

t^c_4 – среднее значение температуры внешней поверхности стенки ТК, °C;

t^c_5 – среднее значение температуры воды в межканальном пространстве, °C;

t_2 – температура воды в ТК (в начале расчетного участка), °C;

t'_2 – температура воды на выходе из ТК (в конце расчетного участка), °C;

t_5 – температура воды в межканальном пространстве (в начале расчетного участка), °C;

t'_5 – температура воды в межканальном пространстве (в конце расчетного участка), °C.

Теплофизические свойства материалов, используемые при проведении расчета, взяты из справочной литературы [4, 5].

При выполнении расчета учитывалось неравномерное распределение энерговыделения по высоте ВОТК-НОУ. Энерговыделение в расчете задавалось с помощью табличной функции с шагом в 10 мм и далее, с помощью кубической сплайн интерполяции, восстанавливалось значение в промежутках между этими точками.

Расчет распределения температур воды и элементов конструкции в ВОТК-НОУ выполнен методом последовательных приближений. Алгоритм вычисления состоит из двух вложенных циклов. На первом шаге задаются исходные данные и для заданного расхода охлаждающей воды определяются коэффициенты теплоотдачи в межканальном пространстве и в тракте охлаждения ВОТК-НОУ. В первом приближении на верхнем расчетном участке температурные значения воды и элементов ТК задаются произвольным образом. Расчет по участкам происходит сверху вниз. Во внутреннем цикле от одного участка к другому определяется распределение температур воды и элементов по высоте ВОТК-НОУ. Следующим шагом является проверка значения расчетной температуры воды на входе в межканальное пространство АЗ, если значение температуры равно 20 °C с погрешностью в 0,01, что задано как температура воды на входе в реактор, расчет заканчивается, иначе происходит корректировка температурных значений верхнего участка и расчет повторяется.

Алгоритм проведения расчета приведен на рисунке 2.

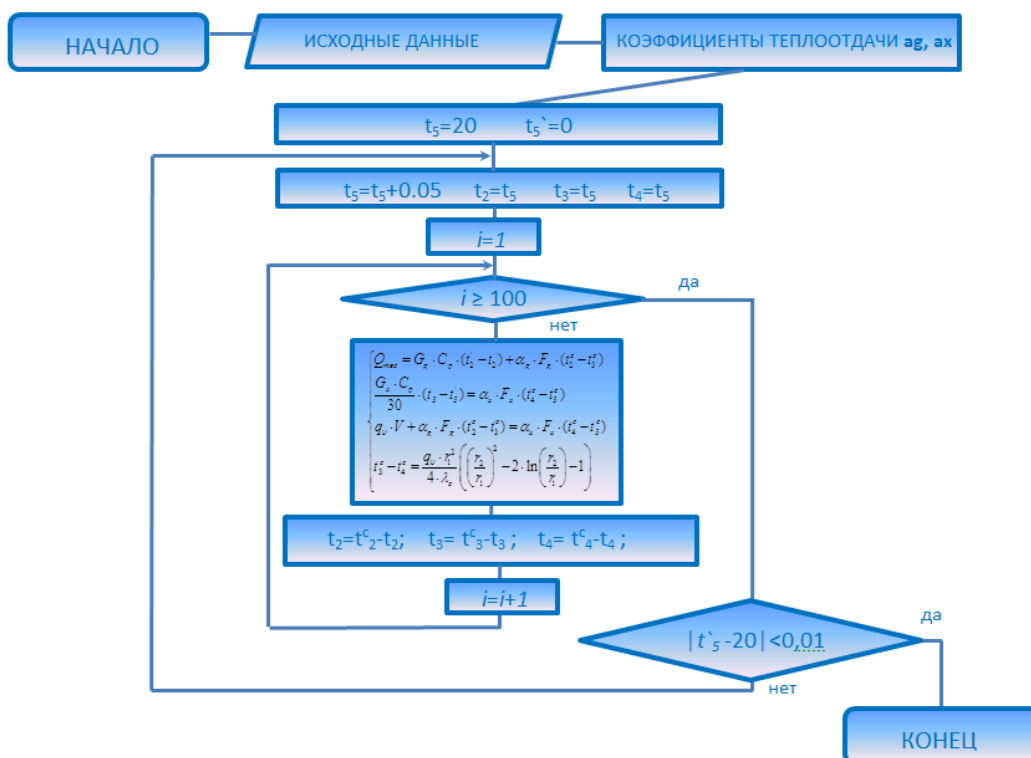


Рисунок 2. Алгоритм проведения расчета

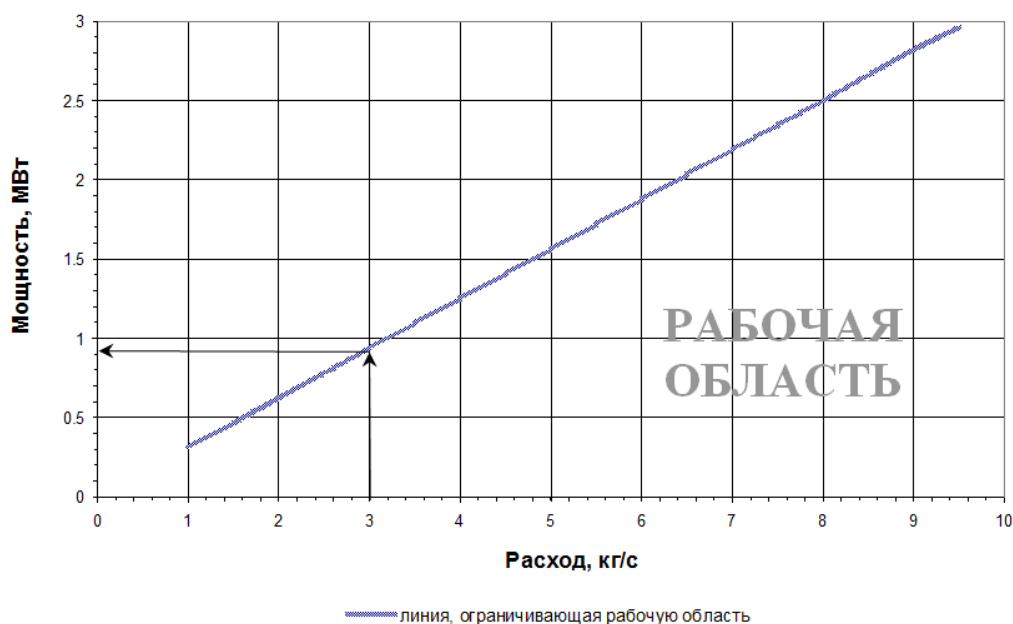


Рисунок 3. Зависимость допустимой мощности ВОТК-НОУ 1-2 ряда от расхода охлаждающей воды

3 АНАЛИЗ ПОЛУЧЕННЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

В результате проведения серии расчетов получен график, представленный на рисунке 3. Область безопасной работы реактора, расположена снизу ограничивающей рабочую область линии, и обозначена как «рабочая область». Например, при расходе охлаждающей воды в ВОТК-НОУ первого ряда, равном

3 кг/с, во избежание превышения температуры теплоносителя на выходе из канала более 95 °С максимальная мощность, выделяемая в ТК не должна превышать 0,94 МВт.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведена серия расчетов с использованием математической модели ВОТК-НОУ реактора ИВГ.1М.

В результате проведения работ построен график зависимости максимально-возможной мощности, выделяемой в технологическом канале 1-2 ряда от

расхода охлаждающей воды, по которому определяется область допустимой работы ВОТК-НОУ реактора ИВГ.1М.

Математическая модель может быть использована в дальнейшем для проведения теплофизических расчетов стационарных режимов работы ВОТК-НОУ реактора ИВГ.1М.

ЛИТЕРАТУРА

- 1 Характеристика активной зоны реактора ИВГ.1М с низкообогащенным ураном: отчет (Deliverable 2.3 under ANL Contract 0J-30461-0002B.) / ДГП ИАЭ РГП НЯЦ РК. рук. А.А. Колодешников, А.Д. Вурим, В.А. Зуев.– Курчатов, 2011.– 31 с.
- 2 Расчет энерговыделения реактора ИВГ.1М с ВОТК-НОУ №69вн/11-220-02 от 10.01.2017 г.
- 3 Комплекс научно-исследовательских реакторов «БАЙКАЛ-1». Реакторная установка ИВГ.1М: отчет по обоснованию безопасности: АК.65000.00.796Д / ДГП ИАЭ РГП НЯЦ РК. –Курчатов, 2002 г.
- 4 Михеев М.А., Михеева И.М. Основы теплопередачи. – М., Энергия, 1977, 336 с.
- 5 Чиркин В.С. Теплофизические свойства материалов ядерной техники. – М., Атомиздат, 1968, 474 с.

ИВГ.1М РЕАКТОРНЫҢ ССТК-ҒБУ ЖҰМЫСТАРЫНЫҢ РҰҚСАТ ЕТІЛЕНТІН РЕЖИМДЕРІНІҢ САЛАСЫН АНЫҚТАУ

Е.А. Мартыненко, В.А. Зуев, Д.А.Гановичев, А.С. Акаев

ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Мақалада ИВГ.1М реакторының жылуфизикалық есептік моделінің сипаты келтірілген, төмен байытылған отынды ИВГ.1М реакторын қауіпсіз пайдаланудың жылуфизикалық шарты анықталды.

AREA DETECTION OF WCTC-LEU PERMISSIBLE MODE OPERATION OF IVG.1M REACTOR

Ye.A. Martynenko, V.A. Zuev, D.A. Ganovichev, A.S. Akaev

Branch «Institute of Atomic Energy» RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

The paper addressed the description of IVG.1M reactor thermophysical model design, thermophysical conditions of safe operation of the IVG.1M reactor, with low enriched fuel are detected.

УДК 621.039.5

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЙ РАСЧЕТ ВОТК-НОУ РЕАКТОРА ИВГ.1М В СЛУЧАЕ АВАРИИ, СВЯЗАННОЙ С РАЗГЕРМЕТИЗАЦИЕЙ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО КАНАЛА

Хажидинов А.С., Зуев В.А., Гановичев Д.А., Акаев А.С.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

Объектом исследования является температурное поле элементов тепловыделяющей сборки реактора ИВГ.1М с топливом низкого обогащения в случае аварии, связанной с ухудшением охлаждения ТВС. В результате выполненной работы создана расчетная модель, учитывающей процесс кипения воды в водоохлаждаемом технологическом канале (ВОТК) реактора ИВГ.1М. Результаты работы могут быть использованы для обоснования безопасности различных режимов работы реактора ИВГ.1М с топливом низкого обогащения.

Ключевые слова: реактор ИВГ.1М, аварийный режим охлаждения ВОТК, тепловыделяющая сборка, нестационарный тепловой расчет реактора ИВГ.1М

ВВЕДЕНИЕ

Реактор ИВГ.1М представляет собой исследовательский водо-водяной гетерогенный корпусной ядерный реактор на тепловых нейтронах с легководным замедлителем и теплоносителем, и бериллиевым отражателем нейтронов. Эксплуатирующей организацией является филиал «Институт атомной энергии» Республиканского государственного предприятия «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» [1].

Работа проведена в рамках темы, направленной на обоснование безопасности реактора ИВГ.1М с топливом низкого обогащения. Рассматривается исходное событие, которое заключается в ухудшении охлаждения активной зоны вследствие возникновения байпасирования потока теплоносителя из-за неисправности конструктивных компонентов или оборудования. В данном случае байпасирование потока теплоносителя возникает в результате разгерметизации технологического канала ниже уровня ТВС. В результате разгерметизации технологического канала, давление на выходе ТВС увеличивается, в результате чего падает расход воды через ТВС и увеличивается давление воды на выходе из ТК.

При срабатывании АЗ, которое произойдет не позднее, чем через 0,3 с [1] после поступления сигнала об увеличении давления воды на выходе из негерметичного ВОТК до значения аварийной уставки, происходит останов реактора (сброс мощности по сигналу ААЗ).

Задача расчета заключалась в том, чтобы показать, что время роста температуры топлива до предельного эксплуатационного предела ($T_{\text{доп.}} = 850^\circ\text{C}$ [2]) больше, чем время, в течение которого произойдет останов реактора.

Расчет проведен при условии, что ААЗ не работает, при этом полость внутри ВОТК-НОУ заполнена водой. В расчете используется консервативный подход в оценке расчетных параметров: не учитываются отрицательные температурные коэффициенты

реактивности; не учитываются перетоки теплоносителя из соседних участков.

1 ОПИСАНИЕ РЕАКТОРА ИВГ.1М

Активная зона реактора ИВГ.1М содержит 30 ВОТК-НОУ, в которых ТВЭЛы расположены по треугольной решетке, как показано на рисунках 1 и 2. В центральной ячейке реактора расположен окруженный бериллиевым вытеснителем петлевой канал, в который возможна установка экспериментального устройства.

Конструктивные, технические и теплофизические параметры ИВГ.1М позволяют решать следующие задачи: исследование последствий развития аварийных ситуаций в ядерных реакторах в экологическом аспекте; изучение рабочих процессов, связанные с применением различных типов ТВС и теплоносителей для объектов испытаний; а также задачи радиационного материаловедения в рамках комплексных программ по изучению проблем безопасности АЭС.

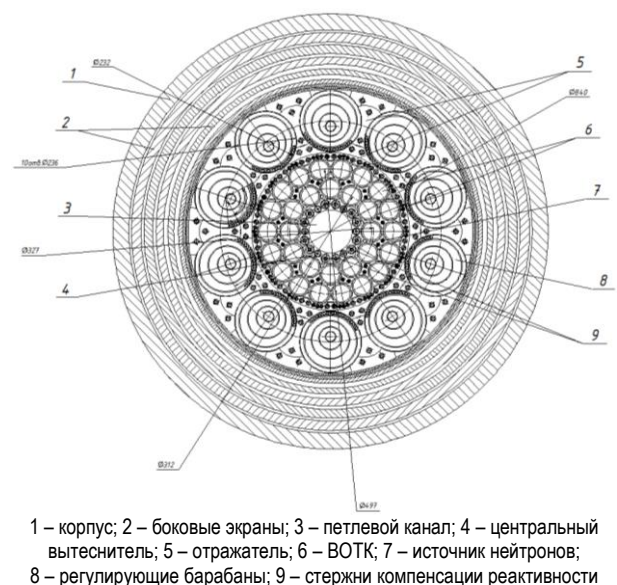
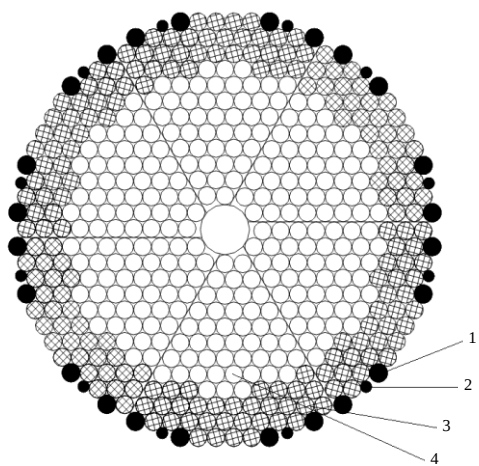


Рисунок 1. Схема поперечного разреза реактора ИВГ.1М



1 – заполнитель $d=2,2$ мм; 2 – заполнитель $d=1,6$ мм;
3 – твэлы периферийной зоны; 4 – твэлы центральной зоны

Рисунок 2. Расположение ТВЭЛов в поперечном сечении ТВС, образующих треугольную решетку

Параметры работы реактора ИВГ.1М при различных уровнях мощности приведены в таблице 1 [2, 3].

Таблица 1. Параметры работы реактора ИВГ.1М

Мощность реактора, МВт	35	10
Начальный расход воды через ВОТК-НОУ, кг/с	4,9	2,04
Конечный расход воды через ВОТК-НОУ, кг/с	0	0
Температура воды на входе в реактор, °C	30	30
Давление теплоносителя в случае разгерметизации корпуса ВОТК-НОУ ниже ТВС, МПа	1	1

Самыми теплонпряженными каналами активной зоны реактора являются ВОТК-НОУ первого ряда. На рисунке 3 приведено распределение объемного энерговыделения по высоте самого теплонпряженного ТВЭЛа, высотой 800 мм, ТВС первого ряда при различных уровнях мощности реактора [4].

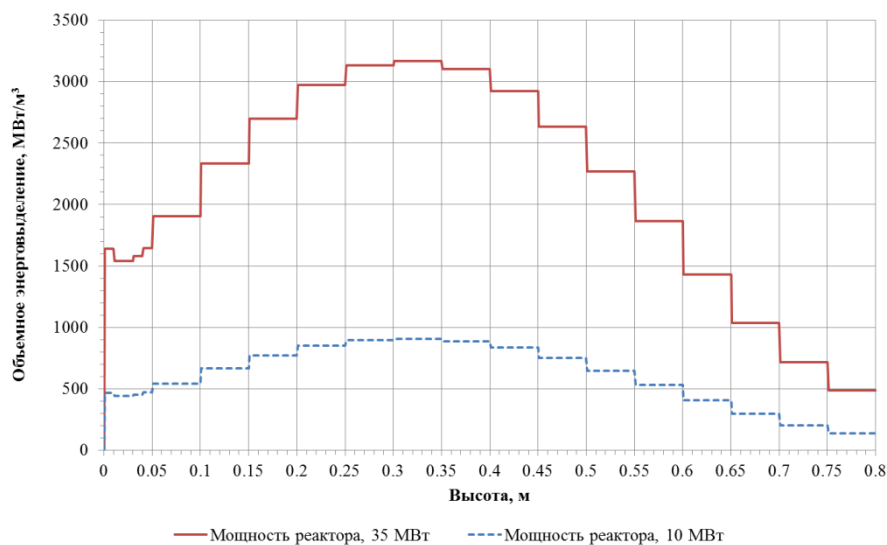
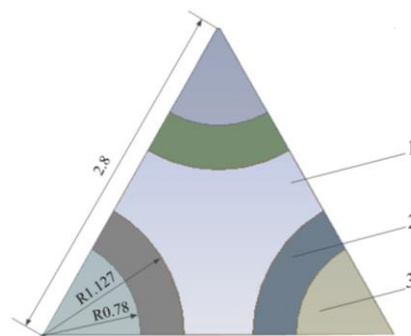


Рисунок 3. Распределение объемного энерговыделения по высоте самого теплонпряженного ТВЭЛа ТВС 1 ряда

2 РАСЧЕТНАЯ МОДЕЛЬ

Теплофизический расчет проведен в программе FLUENT. Расчетная модель имеет форму треугольной призмы. В расчетной модели ТВЭЛы представлены в виде цилиндра, как показано на рисунке 4. Таким образом, расчетная модель имитирует треугольный сектор решетки ТВС (рисунок 2) высотой 0,8 м. На рисунке 5 приведена конечно-элементная сетка расчетной модели.



1 – теплоноситель (H_2O); 2 – оболочка (Э110); 3 – топливо (сплав U-Zr)

Рисунок 4. Расчетная модель ТВС

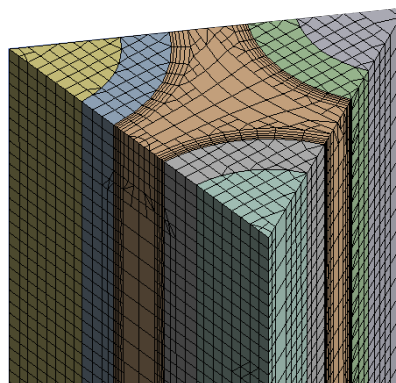


Рисунок 5. Конечно-элементная сетка расчетной модели

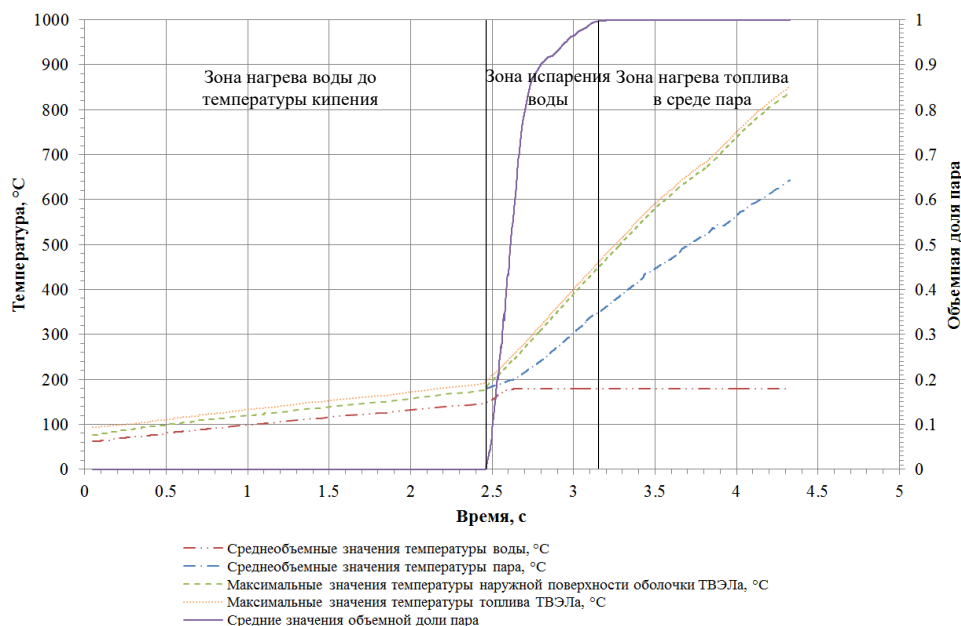


Рисунок 6. Изменение температуры теплоносителя, оболочки ТВЭЛа и топлива при нулевом расходе воды и мощности реактора 35 МВт

В расчетной модели учтены следующие процессы: стационарное распределение энергосвечения по высоте ТВЭЛов, теплообмен за счет теплопроводности, конвективный теплообмен, кипение воды, а также зависимость теплофизических свойств материалов от температуры [5].

Расчет начинается с момента снижения расхода теплоносителя до нуля, начальные значения температуры элементов модели приведены в таблице 2 и получены по результатам стационарного расчета [6].

Таблица 2. Значения параметров компонент модели перед снижением расхода теплоносителя до нуля

Элемент модели	Мощность реактора, МВт	
	35	10
	Расход воды через ВОТК-НОУ, кг/с	
	4,9	2,04
Средние значения температуры, °C		
Вода	60	53
Оболочка ТВЭЛа	64	55
Топливо ТВЭЛа	74	61

3 РЕЗУЛЬТАТЫ РАСЧЕТА

Ниже приведены результаты расчета для мощности реактора 35 МВт, из-за однотипности задачи результаты расчета для мощности реактора 10 МВт в данной работе не приведены [7].

На рисунке 6 приведены результаты расчета средних значений температуры воды и пара, максимальных значений температуры топлива и наружной поверхности оболочки ТВЭЛа, а также средние значения

объемной доли пара при нулевом расходе теплоносителя.

Из рисунка 6 видно, что процесс кипения воды начинается при достижении максимального значения температуры наружной поверхности оболочки ТВЭЛа 180 °C в момент времени ~ 2,46 с после снижения расхода теплоносителя до нуля.

Начиная с момента времени ~ 2,46 с и до ~ 3,15 с происходит испарение воды.

В момент времени ~ 4,32 с максимальное значение температуры топлива и наружной поверхности оболочки ТВЭЛа равно 851 °C и 838 °C соответственно. Среднее значение температуры пара составит 644 °C.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате расчета теплофизических параметров ВОТК-НОУ реактора ИВГ.1М в безрасходном режиме при мощности реактора 35 МВт получены следующие результаты: время нагрева воды в ТВС до температуры кипения и время осушения ТВС равно 2,46 с и 3,15 с соответственно; максимальное значение температуры топлива достигнет предельно допустимого значения через 4,3 с.

Указанное время больше времени срабатывания ААЗ, что гарантирует своевременный останов реактора.

Разработанная модель позволяет моделировать различные аварийные ситуации, связанные с возникновением процесса кипения.

ЛИТЕРАТУРА

1. Комплекс исследовательских реакторов «Байкал-1». Исследовательский реактор ИВГ.1М: Отчет по анализу безопасности: АК.65000.01.966Д / отделение ИАЭ РГП НЯЦ РК.– Курчатов, 12.11.2013.– Инв. № К-51622.
2. Описание реактора ИВГ.1М: Отчет: / отделение ИАЭ РГП НЯЦ РК.– Курчатов, 10.11.2010.– № 37-370-01/1729 вн.
3. Характеристика активной зоны реактора ИВГ.1М с низкообогащенным ураном: отчет (Deliverable 2.3 under ANL Contract 0J-30461-0002B.) / ДГП ИАЭ РГП НЯЦ РК. рук. А.А. Колодешников, А.Д. Вурим, В.А. Зуев.– Курчатов, 2011.– 31 с.
4. Расчет энерговыделения реактора ИВГ.1М с ВОТК-НОУ № 11-220-02/69вн от 10.01.2017 г / ДГП ИАЭ РГП НЯЦ РК. авт. Иркимбеков Р.А.
5. Чиркин, В.С. Тепло-физические свойства материалов ядерной техники – М.: Атомиздат, 1968. – 484 с.
6. «Расчет тепловых параметров ТВЭЛа реактора ИВГ.1М-НОУ при отключении циркуляционных насосов контура охлаждения реактора» №13-240-02/243вн от 03 февраля 2017 г / ДГП ИАЭ РГП НЯЦ РК.
7. «Расчет теплофизических параметров ВОТК-НОУ реактора ИВГ.1М в безрасходном режиме» №13-240-02/206вн от 31 января 2017 г / ДГП ИАЭ РГП НЯЦ РК.

ИВГ.1М РЕАКТОРНЫҢ ССТК-ҒБУ ТЕХНОЛОГИЯЛЫҚ АРНАСЫНЫҢ ГЕРМЕТИЗАЦИЯСЫНЫҢ АШЫЛУЫМЕН БАЙЛАНЫСТЫ АПАТТАР ЖАҒДАЙЫНДАҒЫ ЖЫЛУФИЗИКАЛЫҚ ЕСЕБІ

А.С. Хажидинов, В.А. Зуев, Д.А. Гановичев, А.С. Акаев

ҚР ҰАО «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Зерттеу объектісі ретінде ТВС салқындатқыштарының нашарлауына байланысты апаттар жағдайындағы төмен байытылған отыныды ИВГ.1М реакторының жылубөлгіш жинағының элементтерінің температуралық өрісі болып табылады. Орындалған жұмыстардың нәтижесінде ИВГ.1М реакторының су салқындатқыш технологиялық арнасындағы (ВОТК) судың қайнау үрдісін есептеуші есептік моделі құрылды. Жұмыстардың нәтижесі төмен байытылған отынды ИВГ.1М реакторының жұмыс режимінің қауіпсіздігін құру үшін қолданылуы мүмкін.

THERMOPHYSICAL CALCULATION OF WCTC-LEU OF IVG.1M REACTOR IN CASE OF ACCIDENT, RELATED TO TECHNOLOGICAL CHANNEL SEAL FAILURE

A.S. Khazhidinov, V.A. Zuev, D.A. Ganovichev, A.S. Akaev

Branch «Institute of Atomic Energy» RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

The subject of the research is temperature field of elements of the IVG.1M fuel reactor assembly with low enriched fuel in case of accident, connected with FA cooling impairment. Design model considering water boiling process in water cooled technological channel (WCTC) of the IVG.1M reactor is created in the result of conducted work. Results of work can be used for the safety support of different IVG.1M reactor operation modes with low enriched fuel.

УДК 621.039.531

О РОЛИ ВНУТРЕННИХ НАПРЯЖЕНИЙ В ФОРМИРОВАНИИ «ВОЛНЫ ФАЗОВОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ» В СТАЛИ X18H9, ДЕФОРМИРУЕМОЙ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

Максимкин О.П., Рубан С.В.

Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан

Приведены результаты исследований изменений механических и магнитных свойств образцов стали X18H9, аустенизированных и испытанных на «растяжение» при различных температурах с целью формирования в кристаллической решетке полей высоких внутренних напряжений и «волны фазового превращения».

ВВЕДЕНИЕ

Ранее при исследовании материалов шестигранных чехлов отработавших тепловыделяющих сборок реактора на быстрых нейтронах БН-350 нами был обнаружен эффект аномально большой (20-50%) пластичности стали 12X18H10T, облученной до повреждающей дозы 56 сна при 330 °С [1]. Он сопровождался образованием и развитием «волны деформации», во фронте которой протекало фазовое мартенситное $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение с интенсивностью более значительной, чем в необлученной стали, также деформированной при 20 °С.

Позже аналогичный эффект был обнаружен при низкотемпературной деформации высокооблученных нейтронами сталей 12X18H10T и 08X16H11M3 [2]. На основании анализа полученных результатов, нами было высказано предположение, что последовательно проводимые в этих экспериментах термическое и радиационное воздействие на реакторные материалы (аустенизация, облучение, охлаждение до отрицательных температур и растяжение) создают в кристаллической решетке сложнапряженное состояние, а совместное, но различное влияние внутренних напряжений растяжения и сжатия определяют значения и закономерности изменений величин, характеризующих физико-механические свойства аустенитных нержавеющих сталей [3]. Целью настоящей работы было получить дополнительные экспериментальные данные, подтверждающие эту гипотезу.

МАТЕРИАЛ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Исследовали коррозионно-стойкую сталь X18H9 (вес. %: Fe – основа, Cr – 19,1, Ni – 7,5, Cu – 0,38, Mo – 0,27, Mn – 1,96, прочие элементы менее – вес.1%). Эксперименты проводились с использованием плоских образцов для механических испытаний в виде двойной лопатки с размерами рабочей части $10 \times 3,5 \times 0,3$ мм.

Для создания различного уровня исходной прочности стали изготовленные образцы после прокатки и вырубки отжигали при каждой из температур 650, 700, 800 и 1050 °С в течении 30 минут. Наряду с тем для сравнения исследовали облученные нейтронами образцы стали 12X18H10T, вырезанные из стенки шестигранного чехла отработавшей тепловыделяющей сборки (ТВС) ЦЦ19 реактора БН-350 с различных отметок, отмеряемых в мм от центра активной

зоны (ЦАЗ), характеризующихся различным уровнем повреждающей дозы в сна (смещений на атом) и температурой облучения (отметка «+500 мм» от ЦАЗ, 26 сна, $T_{обл}=423$ °С; отметка «-160 мм» от ЦАЗ, 56 сна, $T_{обл}=310$ °С). Механические испытания на одноосное растяжение проводили с использованием разработанной низкотемпературной [4] камеры на установке Инстрон1195. Растяжение со скоростью деформации $8,3 \cdot 10^{-4} \text{ с}^{-1}$ выполняли в интервале температур от -100 до +100 °С с одновременной регистрацией машинной диаграммы «нагрузка-удлинение» и последующего определения содержания индуцированной деформацией магнитной α -фазы (M_f) в образцах с помощью феррозонда FISCHER MP30. С целью изучения особенностей деформационно-пластического поведения высокооблученной стали применяли разработанный метод «цифровой маркерной экстензометрии» [5].

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рисунке 1 приведены диаграммы растяжения стальных образцов, подвергнутых различной термообработке и облучению нейтронами.

На рисунке 2 представлены результаты экспериментов по изучению образования и накопления ферромагнитной α -фазы в процессе мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ перехода, индуцированного холодной деформацией стальных образцов. Видно, что кинетики фазового превращения, представленные в виде зависимостей M_f от деформаций и напряжений, существенно различаются.

Найденные из диаграмм растяжения характеристики прочности и пластичности стали X18H9 использовали для построения их температурных зависимостей в интервале от 100 °С до -100 °С (рисунок 3).

Из кривых, приведенных на рисунке 3, следует, в частности, что чем выше температура предварительной термообработки, тем меньше величина предела текучести ($\sigma_{0,2}$), характеризующая уровень внутренних напряжений. Например, стальные образцы, аустенизированные при 1050 °С (30 мин), в случае растяжения при 20 °С имели самое маленькое значение $\sigma_{0,2}=30 \text{ кг/мм}^2$. В то же время если $T_{аус}=600$ °С, то $\sigma_{0,2}=120 \text{ кг/мм}^2$, тогда как при $T_{аус}=700$ и 800 °С, $\sigma_{0,2}=70 \text{ кг/мм}^2$.

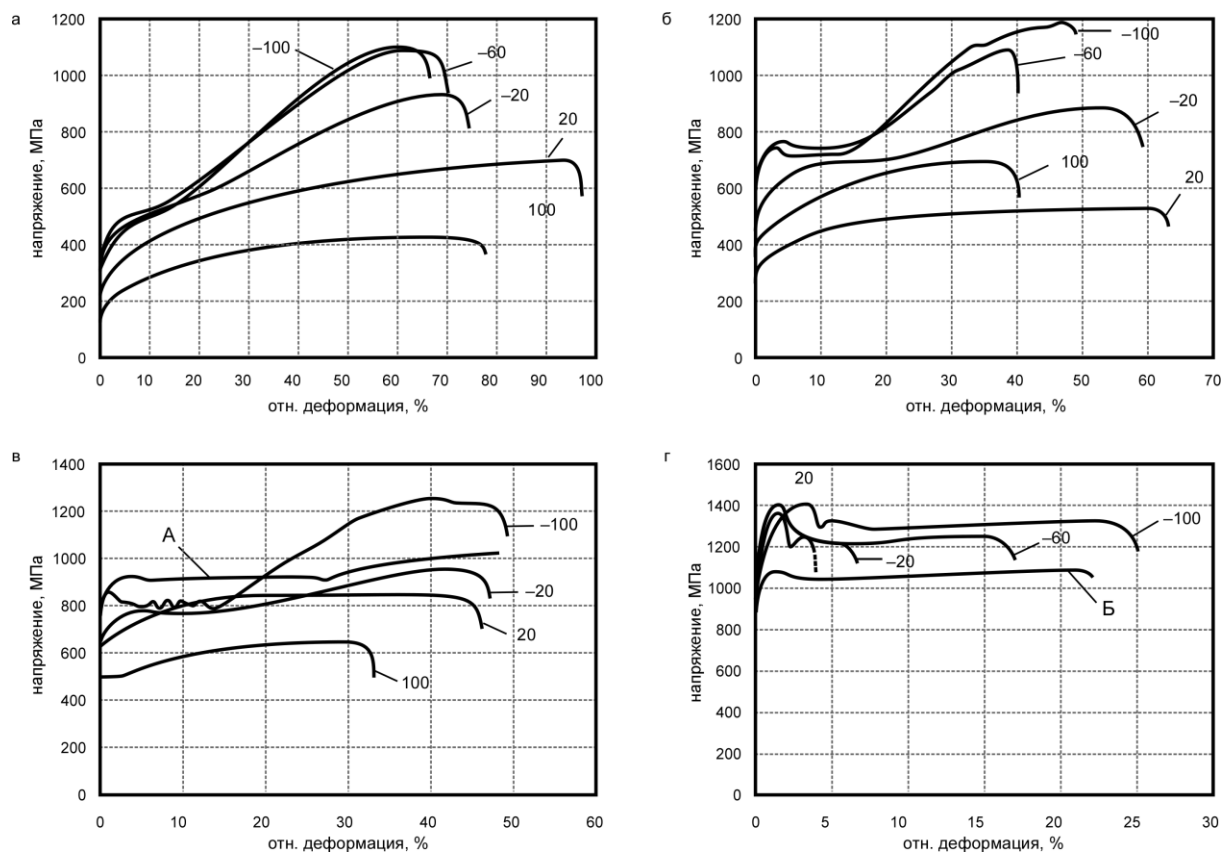


Рисунок 1. Кривые деформационного упрочнения стали X18N9. Параметры аустенизирующих отжигов: а – 1050 °С, 30 минут, б – 800 °С, 30 минут, в – 700 °С, 30 минут, г – 650 °С, 30 минут.

Цифры у кривых – температуры испытания в °С. Кривые «А» на рисунке 1в и «Б» на рисунке 1г соответствуют образцам стали 12X18N10Т, облученным нейтронами в реакторе БН-350 до 26 и 56 сна, и деформированным при 20 °С

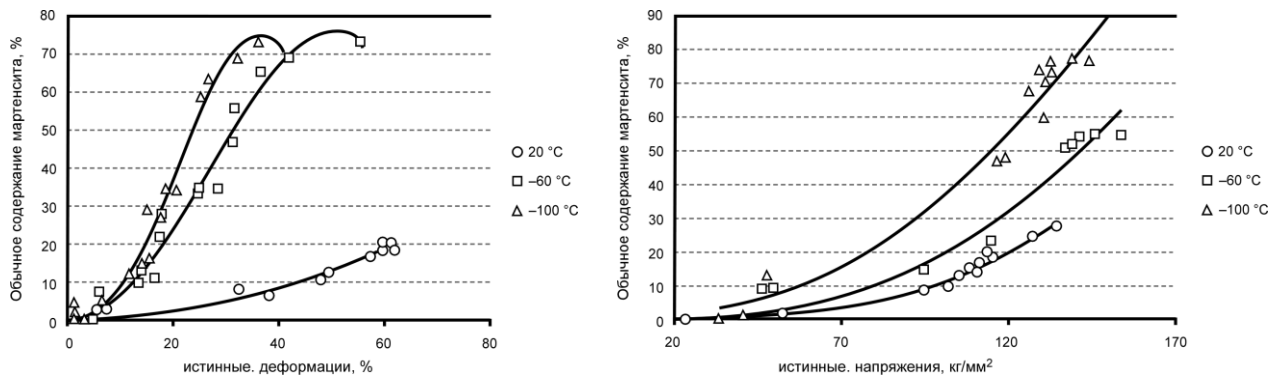


Рисунок 2. Изменение содержания мартенситной α' -фазы в необлученной стали X18N9 с термообработкой 1050 °С 30 минут в процессе деформации при различных температурах испытания

Если принять во внимание, что при $\sigma_{0,2} \approx 70 \text{ кг/мм}^2$, как правило, начинается $\gamma \rightarrow \alpha$ переход, а при $\sigma_{0,2} \approx 100 \text{ кг/мм}^2$ в деформируемом образце появляется шейка, то очевидно, что величины деформации стальных образцов, термообработанных различным образом, будут в значительной степени различаться (т.к. мы «заставим» материал на различных стадиях эволюции дефектной структуры [6]).

Из рисунка 3 видно, также, что необлученная сталь с термообработкой 1050 °С характеризуется высокой пластичностью во всем диапазоне исследованных температур и кроме того, на всех диаграммах отсутствует площадка текучести, что согласуется с данными полученными ранее в [7].

С понижением температуры термообработки (рисунок 1а-г) пределы текучести и прочности повышаются, и на диаграммах наблюдается площадка текучести. При этом для термообработок при 800 и 700 °С вслед за площадкой текучести регистрируется протяженный участок деформационного упрочнения.

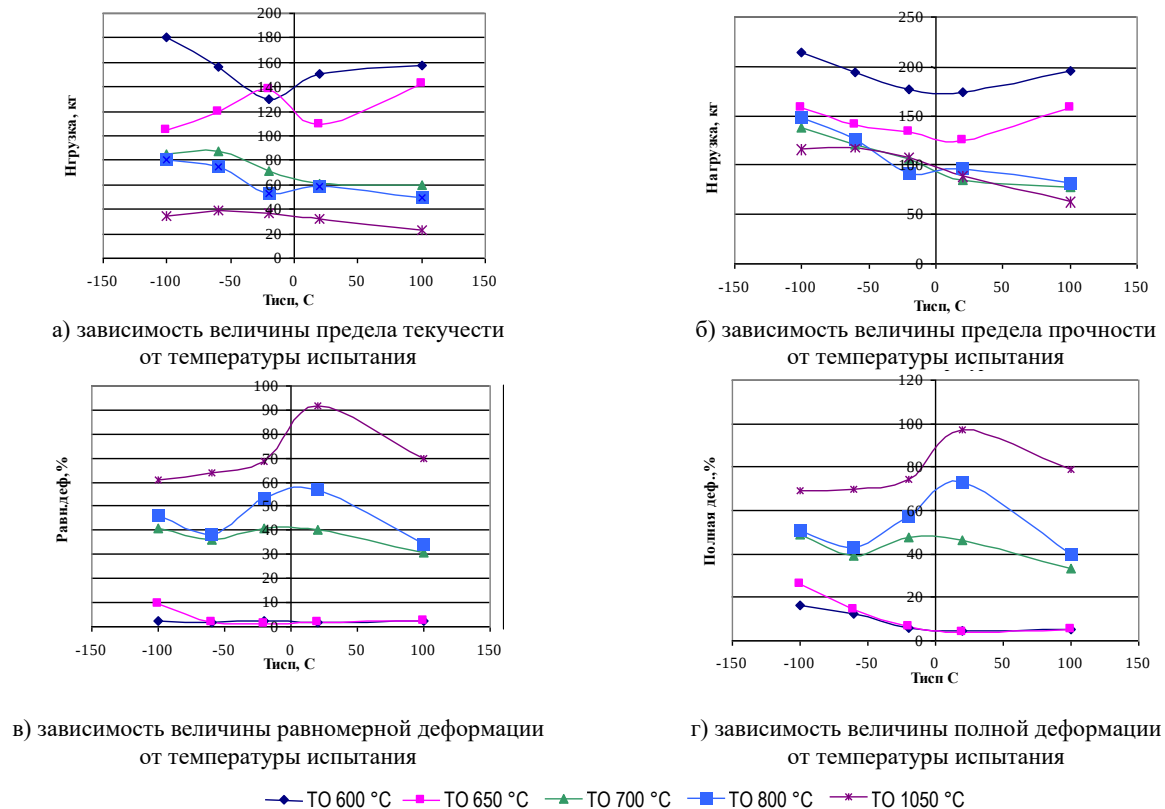


Рисунок 3. Механические характеристики стали X18N9 для пяти различных термообработок и температур испытания

Вместе с тем, необходимо подчеркнуть, что образцы с термообработкой при 650 °C или 700 °C (800 °C), испытанные «на растяжение» при одинаковых температурах, имеют существенное различие в величинах механических характеристик. Что касается результатов для стальных образцов, облученных нейтронами, то помимо различий в пределах текучести и прочности (почти в 2 раза), следует отметить, что на кривой 4 (рисунок 1) после площадки текучести отсутствует область деформационного упрочнения и сразу же за пределом прочности происходит разрыв.

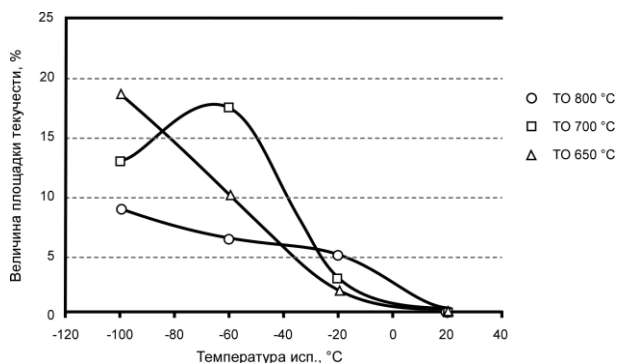


Рисунок 4. Зависимость протяженности «площадки текучести» от температуры испытания и аустенизирующего отжига материала

Анализируя диаграммы растяжения, представленные на рисунке 1, можно определить протяженность участков деформации, протекающей при постоянном напряжении – площадок текучести, связанных с распространением «волны» (см. рисунок 4).

Из рисунка 4 видно, что наибольшую величину площадки текучести в исследованной области температур для необлученной стали имеют образцы с отжигом при 650 и 700 °C и испытанные при –100 °C и –60 °C. Соответственно можно предположить, что максимальную величину площадки текучести можно добиться при термообработке 675 °C и температуре испытания –80 °C.

В то же время из рисунка 1а видно, что на всех диаграммах растяжения для необлученной стали с термообработкой 1050 °C отсутствует площадка текучести, а сталь обладает значительной способностью к деформационному упрочнению при низких температурах испытания – предел прочности в 2,5 раза превышает предел текучести. Такое изменение коэффициента деформационного упрочнения $\theta = d\sigma/d\varepsilon$ связано, по-видимому, с интенсивным $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращением и образованием при растяжении мартенситной α' -фазы, которая несколько прочнее γ -фазы. Это предположение подтверждают полученные ранее результаты. Например, в работе [8] показано, что изменение коэффициента упрочнения (угла наклона кривой растяжения) после 15-20% деформа-

ции связано с интенсивным образованием α' -мартенсита.

Применение метода цифровой маркерной экстензометрии позволило определить, что во время растяжения, когда на диаграмме наблюдается площадка текучести, на поверхности образца формируется и перемещается область локализованной деформации – «волна» (см. рисунок 5), а замеры локальной намагниченности стали с помощью феррозонда показали, что, действительно, во фронте распространения «волны» образуется α' -фаза. За пределами границ локализованной деформации мартенситный $\gamma \rightarrow \alpha$ переход протекает слабо или совсем не наблюдается.

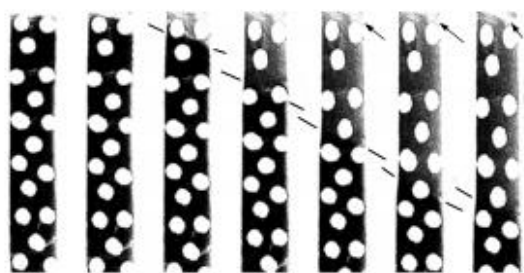


Рисунок 5. Фильмограмма движения «волны» в процессе деформации образца стали 12Х18Н10Т, облученного нейтронами до 56 сна и испытанного при 20 °С [9]

Установлено, что при увеличении температуры испытания «волна» (и обусловленная ею высокая пластичность) исчезают при 100 °С. При этом полная пластичность стали составляет не более 4-6%. Факт подавления «волны деформации» при повышении температуры до 100 °С, которая, как установлено ранее, является температурой M_d как для необлу-

ченной, так и облученной нейтронами стали 12Х18Н10Т, свидетельствует о ключевой роли мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha$ превращения в формировании данного явления.

С другой стороны, в отдельных случаях наблюдали эффект появления «волны» при деформации в области отрицательных температур, даже если при комнатной температуре «волны» не было.

Все эти факты позволяют утверждать, что такое событие, как образование «волны», зависит от уровня внутренних напряжений, которой в свою очередь зависит от параметров аустенизации, степени облучения, температуры испытания и его вида (растяжение, сжатие и др.).

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенные эксперименты по растяжению хромоникелевых коррозионностойких сталей при низких температурах подтверждают возможность моделирования ранее обнаруженного эффекта «волны пластической деформации» с целью его детального изучения. Полученные в работе результаты могут быть полезны при создании теории пластичности высокооблученных метастабильных нержавеющей сталей.

На основании полученных результатов можно утверждать, что целенаправленно изменяя исходное фазово-структурное состояние материала (аустенизация при различных температурах), а также снижая температуру испытания (инициируя $\gamma \rightarrow \alpha'$ переход) можно добиться оптимальной кинетики мартенситного превращения и за счет активации «волны» достичь высоких значений пластичности и работоспособности реакторных сталей.

ЛИТЕРАТУРА

- Максимкин О.П., Тиванова О.В., Сильнягина Н.С. Особенности процессов структурно – фазовых превращений и формоизменения на стадии предразрушения образцов нержавеющей стали 12Х18Н10Т облученной нейтронами. //Сборник материалов международной конференции «Ядерная и радиационная физика», (26-29 сентября 2005 г). – Алматы. – 2006. – т.2. – стр.408-418.
- Максимкин О.П., Гусев М.Н. Деформационно-пластическое поведение в высокооблученных нержавеющей сталях 12Х18Н10Т и 08Х16Н1М3 в области криогенных и повышенных температур. //Физика металлов и металловедение. – 2010. – т. 110. – № 5. – стр. 524-529.
- Максимкин О.П., Рубан С.В., Турубарова Л.Г. Влияние облучения нейтронами и отрицательных температур испытания на механические свойства и фазовое $\gamma \rightarrow \alpha$ превращение в стали Х18Н9 // Вестник НЯЦ. – 2016. – вып.4. – стр.18-23.
- Рыбин С.В., Максимкин О.П., Гусев М.Н. Создание испытательных низко- и высокотемпературной камер и их применение для изучения деформационно-пластического поведения облученных материалов // Вестник НЯЦ РК. – 2010. – вып.2. – стр. 75-80.
- Максимкин О.П., Гусев М.Н., Осипов И.С. Метод изучения локализации деформации в металлических материалах, облученных до высоких повреждающих доз. // Заводская лаборатория. – 2006. – том 72. – №11. – стр.52-55.
- Максимкин О.П., Айтхожин Э.С. Эволюция дефектных структур и фазовое превращение в процессе деформации облученных поликристаллов // Известия НАН РК. Серия: физико-математическая. – 2006. – №6. – стр.77-86.
- Максимкин О.П., Гусев М.Н., Токтогулова Д.А. Новое физическое явление в высокооблученных нержавеющей сталях – «волны пластической деформации» – и его практическое использование. //Вестник НЯЦ РК. – № 4. – 2008. – с. 27-33.
- Максимкин О.П., Гусев М.Н., Осипов И.С. Параметры образования мартенситной α' -фазы при деформации нержавеющей сталей, облученных в реакторах ВВР-К и БН-350. //Вестник НЯЦ РК. – 2007. – № 3. – стр. 12-17.
- Maksimkin O.P., Gusev M.N., Osipov I.S., Garner F.A. Anomalous large deformation of 12Cr18Ni10Ti austenitic steel irradiated to 55 dpa at 310C in the BN-350 reactor // IAEA-TECDOC-1659. Proceeding of an IAEA Technical Meeting (TM-34779). Vienna - 2011. - P. 75-81.

**ТӨМЕНГІ ТЕМПЕРАТУРАДА ДЕФОРМАЦИЯЛАНҒАН X18H9 БОЛЛАТЫҢ «ФАЗАЛЫҚ ТҮРЛЕНУ
ТОЛҚЫНДАРЫНЫҢ» ҚАЛАПТАСУЫНДА ІШКІ КЕРНЕУЛЕРДІҢ РӨЛІ ТУРАЛЫ**

О.П. Максимкин, С.В. Рубан

Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан

Кристалдық торда «фазалық түрлену толқындары» мен ішкі кернеуі жоғары өрістердің қалыптасуы мақсатында әртүрлі температурада «созылуға» снақталған X18H9 болаттың аустениттелген үлгілерінің механикалық және қасиеттерінің өзгерістері зерттеу нәтижелері келтірілген.

**ON THE ROLE OF INTERNAL STRESSES IN FORMATION OF «PHASE TRANSFORMATION WAVE»
IN 18Cr-9Ni STEEL DEFORMED AT SUB-ZERO TEMPERATURES**

O.P. Maksimkin, S.V. Ruban

Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan

Research results on the changes of mechanical and magnetic properties of austenized 18Cr-9Ni steel samples were presented. The samples were tensile tested at different temperatures in order to introduce high internal stresses in crystal lattice and to obtain “phase transformation wave”.

УДК 004.056

МЕТОДЫ ПОВЫШЕНИЯ ИНФОРМАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ В ФИЛИАЛЕ «ИАЭ» РГП НЯЦ РК

Акимжанов С.А., Коровиков А.Г.

Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

Сегодня информационные системы играют ключевую роль в обеспечении эффективности работы коммерческих и государственных предприятий. Повсеместное использование информационных систем для хранения, обработки и передачи информации делает актуальными проблемы их защиты, особенно учитывая глобальную тенденцию к росту числа информационных атак, приводящих к значительным финансовым и материальным потерям.

ВВЕДЕНИЕ

Что такое информационная безопасность (ИБ)? Согласно закону Республики Казахстан «Об информатизации» с изменениями от 28.12.2016 г., под ИБ понимается защищенность информации и поддерживающей инфраструктуры от случайных или преднамеренных воздействий естественного или искусственного характера, которые могут нанести неприемлемый ущерб субъектам информационных отношений, в том числе владельцам и пользователям информации и поддерживающей инфраструктуры [1].

Зарубежный опыт в области защиты интеллектуальной собственности и отечественный опыт в защите государственных секретов показывает, что эффективной может быть только комплексная защита, сочетающая в себе такие направления защиты, как: правовое, организационное и инженерно-техническое, которые направлены на:

- обеспечение защиты информации от неправомерного доступа, уничтожения, модифицирования, блокирования, копирования, предоставления, распространения, а также от иных неправомерных действий в отношении такой информации;
- соблюдение конфиденциальности информации ограниченного доступа;
- реализацию права на доступ к информации.

Целью данной работы является повышение ИБ в филиале «ИАЭ».

ЗАКОНОДАТЕЛЬСТВО РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН В ОБЛАСТИ ИНФОРМАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ

Главным нормативно-правовым актом применительно к ИБ является Указ Президента Республики Казахстан «О концепции информационной безопасности Республики Казахстан до 2016 года» № 174 от 14 ноября 2011 года [2].

Концепция служит основой при формировании и реализации единой государственной политики Республики Казахстан в области обеспечения ИБ, ее положения будут учитываться при создании и развитии единого информационного пространства Казахстана и дальнейшем совершенствовании государственной политики в области информатизации.

Концепция разработана в соответствии с Конституцией Республики Казахстан и Законами Республики Казахстан:

- Закон Республики Казахстан от 6 января 2012 года № 527-IV «О национальной безопасности Республики Казахстан» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 28.12.2016 г.);
- Закон Республики Казахстан от 15 марта 1999 года № 349-І «О государственных секретах» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 28.12.2016 г.);
- Закон Республики Казахстан от 13 июля 1999 года № 416-І «О противодействии терроризму» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 28.12.2016 г.);
- Закон Республики Казахстан от 7 января 2003 года № 370-ІІ «Об электронном документе и электронной цифровой подписи» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 24.11.2015 г.);
- Закон Республики Казахстан от 24 ноября 2015 года № 418-V «Об информатизации» (с изменениями от 28.12.2016 г.);
- Закон Республики Казахстан от 9 ноября 2004 года № 603-ІІ «О техническом регулировании» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 07.04.2016 г.);
- Закон Республики Казахстан от 16 мая 2014 года № 202-V «О разрешениях и уведомлениях» (с изменениями и дополнениями от 27.02.2017 г.);
- Закон Республики Казахстан от 23 июля 1999 года № 451-І «О средствах массовой информации» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 22.12.2016 г.);
- Закон Республики Казахстан от 5 июля 2004 года № 567-ІІ «О связи» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 28.12.2016 г.).

Концепция ИБ Республики Казахстан определяет:

- развитие системы управления ИБ, позволяющей обеспечить защищенность национальной информационной инфраструктуры страны и единого национального информационного пространства;
- разработка и реализация единой государственной технической политики в сфере обеспечения

ИБ, в т.ч. развитие и укрепление национальной системы защиты информации;

- защита прав личности и интересов общества и государства в информационной сфере;
- развитие отечественного информационного пространства;
- совершенствование законодательства, регулирующего информационную сферу;
- контроль за действиями персонала в защищенных информационных системах, подготовка кадров в области обеспечения ИБ в Республике Казахстан;
- обеспечение активного участия Республики Казахстан в процессах создания и использования глобальных информационных сетей и систем (международное сотрудничество).

СТАНДАРТЫ В ОБЛАСТИ ИНФОРМАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ

Стандарты ИБ – это обязательные или рекомендуемые к выполнению документы, в которых определены подходы к оценке уровня ИБ и установлены требования к безопасным информационным системам.

Стандарты в области ИБ выполняют следующие важнейшие функции:

- выработка понятийного аппарата и терминологии в области ИБ;
- формирование шкалы измерений уровня ИБ;
- согласованная оценка продуктов, обеспечивающих ИБ;
- повышение технической и информационной совместимости продуктов, обеспечивающих ИБ;
- накопление сведений о лучших практиках обеспечения информационной безопасности и их предоставление различным группам заинтересованной аудитории – производителям средств ИБ, экспертам, ИТ-директорам, администраторам и пользователям информационных систем;
- функция нормотворчества – придание некоторым стандартам юридической силы и установление требования их обязательного выполнения.

Международные стандарты в области ИБ:

- ISO/IEC 27000:2014 — «Информационные технологии. Методы обеспечения защиты. Системы управления защитой информации. Общий обзор и словарь» [3];
- ISO/IEC 17799:2005 — «Информационные технологии. Технологии безопасности. Практические правила менеджмента информационной безопасности». Международный стандарт, базирующийся на BS 7799-1:2005 [4];
- BS ISO/IEC 27001:2005 — «Информационные технологии. Методы обеспечения безопасности. Системы управления информационной безопасностью. Требования» [5];
- ISO/IEC 27002:2013 — «Информационные технологии. Методы защиты. Свод рекомендуемых

правил для управления информационной безопасностью» [6];

- ISO/IEC 27003:2010 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Системы менеджмента информационной безопасности. Руководство по реализации системы менеджмента информационной безопасности» [7];
- ISO/IEC 27004:2016 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Управление информационной безопасностью. Мониторинг, измерение, анализ и оценка» [8];
- ISO/IEC 27005:2008 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Менеджмент риска информационной безопасности» [9];
- ISO/IEC 27006:2007 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Требования к органам, осуществляющим аудит и сертификацию систем менеджмента информационной безопасности» [10];
- ISO/IEC 27007:2011 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Руководство по аудиту систем менеджмента информационной безопасности» [11];
- ISO/IEC 27008:2011 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Руководство для аудиторов в отношении мер и средств контроля и управления информационной безопасностью» [12];
- ISO/IEC 27010:2012 — «Информационные технологии. Методы обеспечения защиты. Руководящие указания по обеспечению защиты информационного обмена между подразделениями и организациями» [13];
- ISO/IEC 27011:2008 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Руководство по менеджменту информационной безопасности для телекоммуникационных организаций на основе ISO/IEC 27002» [14];
- ISO/IEC 27013:2012 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Руководство по совместному использованию стандартов ISO/IEC 27001 и ISO/IEC 20000-1» [15].

УГРОЗЫ ИНФОРМАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ПРЕДПРИЯТИЯ

Все угрозы к информационным ресурсам предприятия можно отнести к одной из следующих категорий:

- угрозы доступности информации;
- угрозы целостности информации;
- угрозы конфиденциальности информации.

Угрозы безопасности информационных ресурсов, с точки зрения реализации, можно разделить на следующие группы:

- угрозы, реализуемые с использованием технических средств;

- угрозы, реализуемые с использованием программных средств;

- угрозы, реализуемые путем использования технических каналов утечки информации.

Угрозы, реализуемые с использованием технических средств, включают в себя приемо-передающее и коммутирующее оборудование, оборудование серверов и рабочих станций, а также линии связи. К этому классу принадлежат угрозы доступности, целостности и, в некоторых случаях конфиденциальности информации, хранимой, обрабатываемой и передаваемой по каналам связи, связанные с повреждениями и отказами технических средств, приемо-передающего и коммутирующего оборудования и повреждением линий связи.

Для технических средств характерны угрозы, связанные с их умышленным или неумышленным повреждением, ошибками конфигурации и выходом из строя:

- вывод из строя оборудования;
- несанкционированное изменение конфигурации активного сетевого оборудования и приемо-передающего оборудования;
- физическое повреждение технических средств, линий связи, сетевого и каналаобразующего оборудования;
- проблемы с питанием технических средств;
- отказы технических средств;
- установка непроверенных технических средств или замена вышедших из строя аппаратных компонентов на неидентичные компоненты;
- хищение технических средств и долговременных носителей конфиденциальной информации вследствие отсутствия контроля над их использованием и хранением.

Угрозы, реализуемые с использованием программных средств – это наиболее многочисленный класс угроз конфиденциальности, целостности и доступности информационных ресурсов. Результатом успешного осуществления угроз на программном уровне, является получение несанкционированного доступа к информации баз данных, файловым системам корпоративной сети, данным, конфигурациям маршрутизаторов и другого активного сетевого оборудования.

В этом классе рассматриваются следующие основные виды угроз:

- внедрение вирусов и других разрушающих программных воздействий;
- нарушение целостности исполняемых файлов;
- ошибки кода и конфигурации программного обеспечения, активного сетевого оборудования;
- модификация программного обеспечения;
- наличие в программном обеспечении недекларированных возможностей, оставленных для отладки, либо умышленно внедренных;

- использование уязвимостей программного обеспечения для взлома программной защиты с целью получения несанкционированного доступа к информационным ресурсам или нарушения их доступности;

- выполнение одним пользователем несанкционированных действий от имени другого пользователя;

- раскрытие, перехват и хищение секретных кодов и паролей;

- загрузка и установка в системе нелицензионного, непроверенного системного и прикладного программного обеспечения.

Угрозы, связанные с использованием сетей передачи данных. Данный класс угроз характеризуется получением внутренним или внешним нарушителем сетевого доступа к серверам баз данных и файловым серверам, маршрутизаторам и активному сетевому оборудованию. Здесь выделяются следующие виды угроз:

- перехват информации на линиях связи путем использования различных видов анализаторов сетевого трафика;

- замена, вставка, удаление или изменение данных пользователей в информационном потоке;

- перехват информации, передаваемой по каналам связи, с целью ее последующего использования для обхода средств сетевой аутентификации;

- статистический анализ сетевого трафика.

Кроме перехвата информации техническими средствами возможно непреднамеренное попадание конфиденциальной информации к лицам, не допущенным к ней, но находящимся в пределах контролируемой зоны. Утечка информации возможна по следующим каналам:

- радиоканалы;
- ИК-канал;
- ультразвуковой канал;
- проводные линии.

Виды технических каналов утечки информации:

- побочные электромагнитные излучения информативного сигнала от технических средств и линий передачи информации;

- акустическое излучение информативного речевого сигнала или сигнала, обусловленного функционированием технических средств обработки информации;

- несанкционированный доступ к информации, обрабатываемой в автоматизированных системах;

- хищение технических средств с хранящейся в них информацией или отдельных носителей информации;

- просмотр информации с экранов дисплеев и других средств ее отображения с помощью оптических средств;

- воздействие на технические или программные средства в целях нарушения целостности информации, работоспособности технических средств.



Рисунок. Средства обеспечения ИБ

АНАЛИЗ СРЕДСТВ ОБЕСПЕЧЕНИЯ ИНФОРМАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ПРЕДПРИЯТИЯ

Существует немалое количество средств обеспечения ИБ предприятия, состоящие из:

- физических средств защиты информации;
- аппаратных средств защиты информации;
- программных средств защиты информации;
- криптографических средств защиты информации.

Средства обеспечения ИБ приведены на рисунке.

АНАЛИЗ ИНФОРМАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ФИЛИАЛА

В ходе проведения анализа информационных систем, используемых в филиале «ИАЭ» на предмет ИБ определены используемые средства защиты:

- физические:
 - системы контроля доступа;
 - охранные и охранно-пожарные системы;
 - системы видеонаблюдения;
- программные:
 - антивирусная защита;
 - брандмауэры;
 - аутентификация пользователей (Active Directory);

ограничения прав доступа пользователей;

- прокси-сервер;
- программы резервирования данных;
- программа для гарантийного уничтожения данных;

- аппаратные:
 - аппаратный Firewall;

- генераторы шума;
- помехоподавляющие фильтры;
- роутеры.

Кроме программно-аппаратных решений в филиале «ИАЭ» разработаны и применяются процедурные методы ИБ, а именно:

- политика ИБ;
- инструкция пользователя по эксплуатации компьютерного оборудования и программного обеспечения;
- инструкция о парольной защите;
- инструкция о резервном копировании и др.

Выводы

В результате проделанной работы проведен анализ законодательной базы РК и стандартов в области ИБ. Проведена классификация ИБ по:

- видам угроз;
- методам реализации угроз;
- видам технических каналов утечки информации;
- средствам обеспечения безопасности.

На основании полученных знаний проведен первичный анализ существующих программно-аппаратных средств ИБ, а также разработанных инструкций, приказов и других руководящих документов.

Работа по улучшению ИБ филиала еще не закончена, следующим этапом планируется проведение более глубокого анализа используемых программно-аппаратных средств и процедур, а также будут предложены рекомендации по улучшению ИБ.

ЛИТЕРАТУРА

1. Закон Республики Казахстан «Об информатизации» с изменениями от 28.12.2016 года;
2. Указ Президента Республики Казахстан от 14 ноября 2011 г. № 174 «О Концепции информационной безопасности Республики Казахстан до 2016 года»;
3. ISO/IEC 27000:2014 — «Информационные технологии. Методы обеспечения защиты. Системы управления защитой информации. Общий обзор и словарь»;
4. ISO/IEC 17799:2005 — «Информационные технологии. Технологии безопасности. Практические правила менеджмента информационной безопасности». Международный стандарт, базирующийся на BS 7799-1:2005;
5. BS ISO/IEC 27001:2005 — «Информационные технологии. Методы обеспечения безопасности. Системы управления информационной безопасностью. Требования»;
6. ISO/IEC 27002:2013 — «Информационные технологии. Методы защиты. Свод рекомендуемых правил для управления информационной безопасностью»;
7. ISO/IEC 27003:2010 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Системы менеджмента информационной безопасности. Руководство по реализации системы менеджмента информационной безопасности»;
8. ISO/IEC 27004:2016 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Управление информационной безопасностью. Мониторинг, измерение, анализ и оценка»;
9. ISO/IEC 27005:2008 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Менеджмент риска информационной безопасности»;
10. ISO/IEC 27006:2007 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Требования к органам, осуществляющим аудит и сертификацию систем менеджмента информационной безопасности»;
11. ISO/IEC 27007:2011 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Руководство по аудиту систем менеджмента информационной безопасности»;
12. ISO/IEC 27008:2011 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Руководство для аудиторов в отношении мер и средств контроля и управления информационной безопасностью»;
13. ISO/IEC 27010:2012 — «Информационные технологии. Методы обеспечения защиты. Руководящие указания по обеспечению защиты информационного обмена между подразделениями и организациями»;
14. ISO/IEC 27011:2008 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Руководство по менеджменту информационной безопасности для телекоммуникационных организаций на основе ISO/IEC 27002»;
15. ISO/IEC 27013:2012 — «Информационные технологии. Методы и средства обеспечения безопасности. Руководство по совместному использованию стандартов ISO/IEC 27001 и ISO/IEC 20000-1».

ҚР ҰАО РМК «АЭИ» ФИЛИАЛЫНДА АҚПАРАТТЫҚ ҚАУІПСІЗДІКТІ АРТТЫРУ ӘДІСТЕРІ

С.А. Акимжанов, А.Г. Коровиков

ҚР ҰАО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

Бүгінгі таңда ақпараттық жүйелер коммерциялық және мемлекеттік кәсіпорындардың жұмысының тиімділігін қамтамасыз етуде басты роль атқарады. Ақпараттарды сақтау, өңдеу және беру үшін ақпараттық жүйелерді күнделікті пайдалану, оларды қорғау мәселесін өзекті етеді, әсіресе елеулі қаржылық және материалдық шығындарға әкелетін ақпараттық шабуылдардың санының өсуінің ғаламдық тенденциясын есепке алағанда.

METHODS TO ENHANCE THE INFORMATION SECURITY IN IAE RSE NNC RK

S.A. Akimzhanov, A.G. Korovikov

Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

Currently information system plays a key role in ensuring the efficiency of commercial and public enterprises. The widespread use of information systems for storing, processing and transferring information makes burning problems of their protection, especially given the global trend to an increase in the number of information attacks that lead to significant financial and material losses.

СПИСОК АВТОРОВ

Акаев А.С., 125, 129
Акимжанов С.А., 138
Аксенова Т.И., 55
Амангелди Н., 38
Бакланов В.В., 26, 75, 85
Бакланова Ю.Ю., 75
Бакранов Н.Б., 49
Барбатенков Р.К., 75
Букина О.С., 44
Буртебаев Н., 38
Буртебаева Д.Т., 38
Витюк Г.А., 92, 108
Вурим А.Д., 69
Гановичев Д.А., 125, 129
Гречаник А.Д., 85
Дерявко И.И., 69
Ерыгина Л.А., 92
Жанболатов О.М., 98
Жолдыбаев Т.К., 38
Жумадилова У.А., 117

Зуев В.А., 125, 129
Искаков Р.М., 49
Керимкулов Ж.К., 38
Кожахметов Е.А., 26
Кок Е., 38
Коровиков А.Г., 138
Котов В.М., 92, 98, 108
Коянбаев Е.Т., 44
Кукушкин И.М., 44, 69, 75, 85
Курбанбеков Ш.Р., 26
Ларионов А.С., 62
Максимкин О.П., 5, 9, 30, 133
Мартыненко Е.А., 125
Маусей Б., 38
Мухамедов Н.Е., 69
Мухамедова Н.М., 26
Насурлла М., 38
Нураджи Н., 49
Отставнов М.А., 9
Полтавцева В.П., 62

Прозорова И.В., 117
Рофман О.В., 30
Рубан С.В., 5, 9, 133
Сагдолдина Ж.Б., 103
Сакута С.Б., 38
Салихов Т.К., 16, 22
Сатпаев Д.А., 62
Ситников А.А., 85
Скаков М.К., 26, 44, 69, 85, 103
Спиталери К., 38
Степанова О.А., 103
Сулейменов Н.А., 108
Сураев А.С., 108
Турубарова Л.Г., 9
Хажидинов А.С., 129
Хромушин И.В., 55
Цай К.В., 30
Яровчук А.В., 9

ТРЕБОВАНИЯ К ОФОРМЛЕНИЮ СТАТЕЙ

Статьи предоставляются в электронном виде (на CD, DVD диске или по электронной почте присоединенным [attachment] файлом) в формате MS WORD и печатной копии.

Текст печатается на листах формата A4 (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 подписуемых подписей.

Текст печатается через одинарный межстрочный 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 аннотация к статье на русском языке, ключевые слова и основной текст. В конце статьи, после списка литературы, повторяются блоки «название, авторы, организации, аннотация, ключевые слова» на казахском и английском языке.

Максимально допустимый объем статьи – 10 страниц.

При написании статей необходимо придерживаться следующих требований:

- Статья должна содержать аннотации на казахском, английском и русском языках (130-150 слов) с указанием ключевых слов, названия статьи, фамилии, имени, отчества авторов и полного названия организации, города и страны местонахождения, которую они представляют;
- Ссылки на литературные источники даются в тексте статьи цифрами в квадратных [1] скобках по мере упоминания. Список литературы следует привести по ГОСТ 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 A4. 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, *.jpg, *.wmf с разрешением 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:

- 2 рецензии высококвалифицированных специалистов (докторов наук) в соответствующей отрасли науки;
- выписка из протокола заседания кафедры или методического совета с рекомендацией к печати;
- акт экспертизы (экспертное заключение);
- сведения об авторах (в бумажном и электронном виде): ФИО (полностью), наименование организации и ее полный адрес, должность, ученая степень, телефон, e-mail.

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, электронной почты.

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

Ответственный секретарь к.ф.-м.н. В.А. Витюк
тел. (722-51) 3-33-35, E-mail: VITYUK@NNC.KZ

Технический редактор И.Г. Перепелкин
тел. (722-51) 3-33-33, E-mail: IGOR@NNC.KZ

Адрес редакции: 071100, Казахстан, г. Курчатов, ул. Красноармейская, 2, зд. 054Б
<http://old.nnc.kz/zhurnalvestnik.html>

© Редакция сборника «Вестник НЯЦ РК», 2017

Регистрационное свидетельство №1203-Ж от 15.04.2000 г.
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. Красноармейская, 2, зд. 054Б

