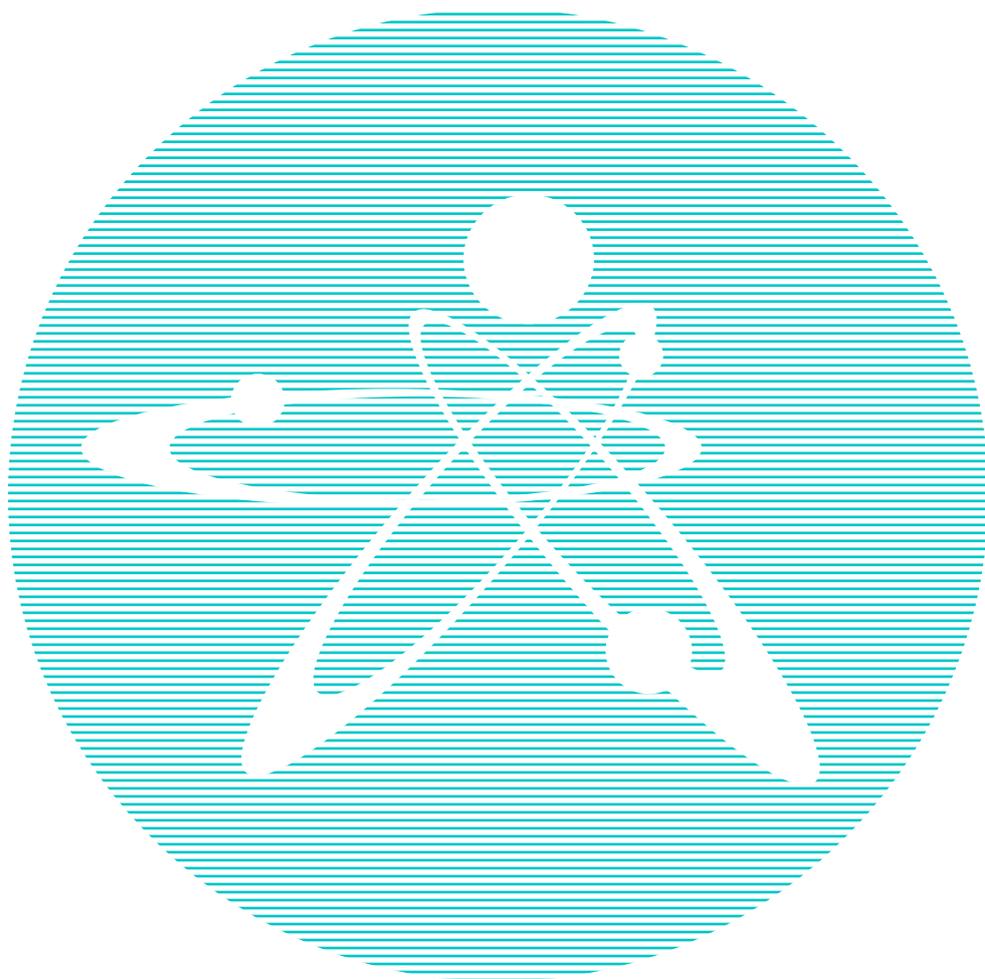


2020  
ВЫПУСК 1

ISSN 1729-7516

ПЕРИОДИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ  
НАЦИОНАЛЬНОГО ЯДЕРНОГО ЦЕНТРА  
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ЖУРНАЛ  
Вестник



# **Вестник НЯЦ РК**

ПЕРИОДИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ  
НАЦИОНАЛЬНОГО ЯДЕРНОГО ЦЕНТРА РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВЫПУСК 1(81), МАРТ 2020

*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,  
к.б.н. АЙДАРХАНОВ А.О., 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. ГРАДОБОЕВ А.В. (Россия), 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(81) ШЫҒАРЫМ, НАУРЫЗ, 2020 ЖЫЛ

# **NNC RK Bulletin**

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

ISSUE 1(81), MARCH 2020

**Периодический научно-технический журнал «Вестник НЯЦ РК» входит в перечень научных изданий, рекомендуемых Комитетом по контролю в сфере образования и науки Министерства образования и науки Республики Казахстан для публикации основных результатов научной деятельности по следующим направлениям:**

- **Естественные науки;**
- **Науки о Земле и географические науки.**

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПЭТФ ТРЕКОВЫХ МЕМБРАН ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ МОНОМЕРАМИ ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ УСКОРЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ</b> Машенцева А.А., Хасен Т.Г., Краснов В.А., Жумажанова А.Т., Касымжанов М.Т. ....	5
<b>ПАРАМЕТРЫ РАБОТЫ ПРЯМОТОЧНОЙ УСТАНОВКИ ХЛОРИРОВАНИЯ ОБЛУЧЕННОГО БЕРИЛЛИЯ</b> Сулейменов Н.А., Котов В.М., Вурим А.Д., Бакланова Ю.Ю. ....	12
<b>МОДЕЛИРОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ СТРУИ РАСПЛАВА СО СТАЛЬНОЙ СТЕНКОЙ</b> Сураев А.С., Иркимбеков Р.А., Вурим А.Д. ....	19
<b>ИССЛЕДОВАНИЕ НЕКОТОРЫХ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ЗАЩИТНОГО ПИРОУГЛЕРОДНОГО ПОКРЫТИЯ НА МОДЕЛЬ МИКРОТВЭЛА</b> Семейко К.В. ....	23
<b>ПЛАЗМАЛЫҚ ФОКУС ТЕРМОЯДРОЛЫҚ ҚОНДЫРҒЫСЫНДАҒЫ РАЗРЯДТЫ ТОҚ ПЕН НЕЙТРОНДАР ЭМИССИЯСЫНЫҢ ҚАТЫНАСЫ</b> А.М. Жукешов, Ж.М. Молдабеков, В.Я. Никулин, А.Т. Габдуллина, А.У. Амренова, Д.Н. Кабрешова ....	30
<b>МАЙЛЫ ДАҚЫЛ ҚАЛДЫҒЫНАН ОРГАНΟΣΟΛЬВЕНТТІК ӘДІСПЕН ЦЕЛЛЮЛОЗА АЛУ МҮМКІНШІЛІГІН ЗЕРТТЕУ</b> А.А. Имашева, С.Қ. Қабдрахманова, Ж.Е. Ибраева, С.Е. Құдайбергенов, Қ. Ақатан, М. Б. Абилев. ....	35
<b>ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА АМЦ</b> Рахадиллов Б.К., Ботабаева Г.Б., Жапарова М.С., Уазырханова Г.К., Баятанова Л.Б. ....	40
<b>ОЦЕНКА ВЫДЕЛЕНИЯ ГЕЛИЯ И ТРИТИЯ ИЗ ТВЕРДОЙ ФАЗЫ СВИНЦОВО-ЛИТИЕВОЙ ЭВТЕКТИКИ Li15,7Pb ПРИ ЕЕ ОБЛУЧЕНИИ НА РЕАКТОРЕ ИВГ.1М</b> Тулубаев Е.Ю., Понкратов Ю.В., Гордиенко Ю.Н., Бочков В.С., Букина О.С., Самарханов К.К. ....	46
<b>РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ОТДЕЛЬНЫХ ТЕРРИТОРИЙ НАЦИОНАЛЬНОГО ПАРКА АЛТЫН-ЭМЕЛЬ</b> Чередниченко О.Г., Магда И.Н., Соловьев А.Ю., Мамилов Н.Ш., Арифлулова И.А., Чирикова М.А., Пилогина А.Л., Байгушикова Г.М., Соловьев И.А. ....	53
<b>ОБОСНОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ТВЭЛОВ БЫСТРЫХ РЕАКТОРОВ В ИГР</b> Котов В.М., Жанболатов О.М., Сулейменов Н.А. ....	62
<b>РАЗРАБОТКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКОГО ИНТЕРАКТИВНОГО АТЛАСА СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА</b> Каиржанов А.Е., Монаенко В.Н., Абишева М.Т., Нефёдов Р.А., Омарханова А.О., Стрильчук Ю.Г. ....	68
<b>НАКОПЛЕНИЕ РАДИОНУКЛИДОВ КУЛЬТУРОЙ <i>LACTUCA SATIVA</i> НА ПОЧВАХ С РАЗЛИЧНЫМ ХАРАКТЕРОМ РАДИОАКТИВНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ В УСЛОВИЯХ МОДЕЛЬНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА</b> Пономарева Т.С., Поливкина Е.Н., Ларионова Н.В. ....	75
<b>ПЛОЩАДНОЕ РАДИАЦИОННОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ МЕСТ ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ БОЕВЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ НА ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ ПЛОЩАДКЕ «4» СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА</b> Скрипников М.В., Айдарханов А.О., Умаров М.А., Мустафина Е.В., Кривицкий П.Е. ....	82
<b>О ПРОЦЕССАХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В РЕАКЦИЯХ СИНТЕЗА</b> Котов В.М. ....	87

---

<b>РАЗРАБОТКА ИНФОРМАЦИОННО-УПРАВЛЯЮЩЕЙ СИСТЕМЫ УСТАНОВКИ «КОРИНА-2»</b> Наурызбаев Р.Ж., Сысалетин А.В., Ермаков В.А., Ильиных С.А., Кудранова А.Б., Сапатаев Е.Е.....	93
<b>ОЦЕНКА КОРРОЗИОННОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛА ЧЕХЛА ОТРАБОТАВШИХ ТВС РЕАКТОРА БН-350 ПОСЛЕ КРАТКОВРЕМЕННОГО ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ</b> Кожаметов Е.А., Коянбаев Е.Т., Даулетханов Е.Д., Мухамеджанова Р.М., Уркунбай А.С., Сапатаев Е.Е. ....	98
<b>ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ БАЗА РЕАКТОРА ВВР-К ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЫХОДА ТРИТИЯ ИЗ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ИХ ОБЛУЧЕНИИ</b> Шаймерденов А.А., Гизатулин Ш.Х., Накипов Д.А., Кенжин Е.А., Чихрай Е.В., Заурбекова Ж.А., Толенова А.У., Нестеров Е.А., Кизанэ Г. ....	104
<b>СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ TiCN ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ МЕХАНОХИМИЧЕСКОГО СПЛАВЛЕНИЯ ДО И ПОСЛЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ</b> Сагдолдина Ж.Б., Жапарова М.С., Жанузакова Л.Н., Турганбекова А.Б. ....	112
<b>ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ПОДШИПНИКОВ КАЧЕНИЯ ПУТЕМ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ НИТРИДА ХРОМА</b> Сагдолдина Ж.Б., Ботабаева Г.Б., Степанова О.А., Жанимхан Е. ....	117
<b>МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ РЕАКТОРНЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ПО ИССЛЕДОВАНИЮ ВЗАИМО- ДЕЙСТВИЯ ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА С ЛИТИЕВОЙ КПС МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОЙ СОРБЦИИ</b> Тулубаев Е.Ю., Понкратов Ю.В., Гордиенко Ю.Н., Самарханов К.К., Бочков В.С., Заурбекова Ж.А., Прозорова И.В., Мартыненко Е.А. ....	122
<b>REVIEW: PHOTOLUMINESCENCE PROPERTIES OF UNDOPED AND Eu<sup>3+</sup> DOPED CdS NANOMATERIALS</b> L.R. Gahramanli .....	129
<b>КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА СОВМЕЩЕНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ В ПЭТ/КТ И АНАЛИЗ ПРОБЛЕМ ГИБРИДНОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ ПРИ ПЛАНИРОВАНИИ ЛУЧЕВОЙ ТЕРАПИИ</b> Емельяненко Е.В., Петкевич М.Н. ....	137
<b>СПИСОК АВТОРОВ.....</b>	<b>144</b>

---

УДК 678.6/.7; 544.23.057; 544.25.057

**МОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПЭТФ ТРЕКОВЫХ МЕМБРАН ФУНКЦИОНАЛЬНЫМИ МОНОМЕРАМИ ПОД ВОЗДЕЙСТВИЕМ УСКОРЕННЫХ ЭЛЕКТРОНОВ**<sup>1, 2)</sup> Машенцева А.А., <sup>2)</sup> Хасен Т.Г., <sup>3)</sup> Краснов В.А., <sup>1, 2)</sup> Жумажанова А.Т., <sup>4)</sup> Касымжанов М.Т.<sup>1)</sup> *Институт ядерной физики, Алматы, Казахстан*<sup>2)</sup> *Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан*<sup>3)</sup> *Атырауский университет нефти и газа, Атырау, Казахстан*<sup>4)</sup> *АО «Парк ядерных технологий», Курчатов, Казахстан**mashentseva.a@gmail.com*

Данное исследование рассматривает возможность применения высокоэнергетичных электронов (3,8 МэВ, 46–200 кГр) для радиационно-прививочной модификации трековых мембран (ТМ) на основе полиэтилентерефталата (ПЭТФ) функциональным мономером акриловой кислотой (АК). Изучено влияние таких факторов как концентрация мономера, доза облучения и скорость лучевой секции конвейера ускорителя. Исходные и модифицированные образцы трековых мембран были комплексно исследованы современными физико-химическими методами. В результате проведенных исследований были определены оптимальные условия радиационно-химического модифицирования ПЭТФ ТМ ускоренными электронами, позволяющие получать достаточно высокую степень прививки функционального мономера (акриловая кислота) с сохранением механической прочности полимерного темплата: содержание ингибитора  $\text{CuSO}_4$  – не более 1%, концентрация мономера – не более 10%, доза облучения – 100–117 кГр.

**ВВЕДЕНИЕ**

Радиационная прививочная полимеризация (РПП) представляет собой эффективный и универсальный метод модифицирования материалов различной природы и получения новых композиционных материалов, в том числе с уникальной структурой и свойствами [1]. Метод РПП основан на генерировании активных центров радикальной и ионной природы в различных полимерах под действием ионизирующего излучения с последующей прививочной полимеризацией разнообразных мономеров (акрилаты, винилпиридины, акриламид, NIPAM, N-винилпирролидон и др.) [2]. В процессе функционализации этот метод используется для получения полимерных «подложек», главным образом синтетических волокон и пленок. Высокая универсальность метода позволяет модифицировать полимеры практически любой природы, размера и формы.

Преимуществами РПП являются:

- высокая универсальность метода в том плане, что модифицировать можно полимеры практически любой природы, размера и формы (пленки, волокна, порошки и т.д.);
- возможность модифицирования в ряде случаев на любую заданную глубину путем изменения энергии излучения;
- модифицирование можно проводить в широком диапазоне температур, включая низкие, недоступные в случаях использования вещественных инициаторов.

Сравнительное исследование двух методов РПП было проведено в работе [3]: одновременным облучением в присутствии мономера, и методом пост-эффекта на примере облучения ПЭТФ чашек Петри для выращивания культур клеток на источнике электро-

нов (линейный ускоритель с энергией 7 МэВ, со скоростью набора дозы 21 Гр/импульс), при этом пленка была помещена в растворы NIPAM в бескислородной среде. Было найдено, что прививка, основанная на пост-эффекте, является более эффективной, так как позволяет получать модифицированные мембраны с большей степенью прививки и с меньшим расходом мономера. Прививка стимул-чувствительного полимера, способного изменять свои гидрофильно-гидрофобные свойства в зависимости от температуры, на практике может быть применено в наносенсорике [4, 5], прецизионной микрофльтрации [6], а также в медицине и биотехнологии для выращивания культур клеток [7].

Метод радиационно-химической прививки функциональных мономеров имеет ряд преимуществ по сравнению с методами фото- и термоинициированной прививки: сравнительно легкий контроль скорости иницирования реакции, получение высокочистых полимеров (так как нет необходимости использования инициаторов и других добавок), равномерное распределение радикалов (активных частиц) по всему объему полимера, возможность проведения реакции в широком диапазоне температур [8-10]. В работе [11] было исследовано влияние  $\gamma$ -облучения на размеры пор ПЭТФ ТМ; наблюдаемое сужение эффективного диаметра пор после набора дозы 160 кГр сопровождалось увеличением диаметра пор по данным проводимости. Такое несоответствие было объяснено тем, что в ходе  $\gamma$ -облучения образуется гель-слой, способный переносить заряд.

Значительное число работ по РПП функциональных мономеров на полимеры и полимерные мембраны посвящено методам плазменной прививки [12, 13]. Например, авторы [14] исследовали РПП АК

и аллиламина на ПЭТФ ТМ в плазме кислорода для увеличения гидрофильности и производительности мембран по воде: в результате обработки в плазме значение краевого угла смачивания значительно снизилось с 76° до 21°. Из представленных в работе электронных микрофотографий видно существенное изменение поровой структуры мембран с увеличением времени РПП: так, после 60 мин прививки поры мембран полностью зарастают. Однако существенным недостатком данной технологии является недолговечность привитого слоя, что значительно усложняет их дальнейшее практическое применение. В работе [13] за счет иммобилизации наночастиц (НЧ) оксида кремния и последующей прививки к НЧ термочувствительного мономера NIPAM, была получена мембрана, контролируемо изменяющая свои гидрофильно-гидрофобные свойства: угол смачивания по воде изменяется от 0° до 130°. *Espinoza* и соавторы [15] разработали эффективный метод анализа и визуализации прививаемых звеньев в каналы мембран с помощью конфокальной микроскопии и флюоресценции. Авторы прививали глицидилметакрилат во внутрь пор ПЭТФ ТМ методом РПП. Флюоресцирующая конфокальная микроскопия позволила количественно охарактеризовать привитый полимер внутри наноканала с высокой точностью.

Очевидно, что метод РПП является хорошо изученным и эффективным методом прививки функциональных мономеров на мембраны, причем в большинстве случаев прививка полимера осуществляется не только на поверхность, но и внутрь каналов ТМ [16, 17], что позволяет их в дальнейшем успешно применять в процессах селективной фильтрации [18] контролируемого высвобождения лекарственных веществ, использовать в качестве молекулярных распознавателей, стереоселективных сит и др.

В данной работе для направленной модификации поверхности ПЭТФ мембран функциональным мономером АК нами был выбран метод прямого облучения ускоренными электронами. Использование весьма эффективным способом модифицирования полимерных материалов [19-21]. Представлялось интересным изучение влияния различных факторов на эффективность прививки АК с целью получения модифицированного мембраны для синтеза композитных материалов, как это было ранее показано на примере гамма-лучей [22].

#### **ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ**

##### **Химические реактивы**

АК и толуидиновый синий (ТС) были получены из Sigma Aldrich (Германия), а также все остальные используемые химические реактивы и растворители имели чистоту ч.д.а. или х.ч. АК перед применением очищали от ингибитора путем пропускания через колонку, содержащую оксид алюминия. Во всех экспериментах была использована деионизированная вода

(18,2 МΩ), полученная с помощью установки Аквилон D - 301.

##### **Получение ПЭТФ трековых мембран**

Использовали ПЭТФ пленку торговой марки Hostaphan® RNK-12 производства фирмы «Mitsubishi polyester film» (Германия). Номинальная толщина пленки составляла 12 мкм, плотность материала – 1,4 г/см<sup>3</sup>. Образцы ПЭТФ пленок облучали ионами <sup>84</sup>Kr<sup>15+</sup> с энергией 1,75 МэВ/нуклон с флюенсом 4×10<sup>7</sup> ион/см<sup>2</sup> на ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60. После химического травления в 2,2 М NaOH при 85 °С получали мембраны с диаметрами пор 430±10 нм. Размер пор исследуемых мембран определяли манометрическим методом с использованием уравнения Хагена–Пуазейля (1):

$$Q = \frac{8\pi}{6MRT} \sqrt{nr^3 \Delta p / l}, \quad (1)$$

где Δp – разность давлений на приборе, МПа, M – молекулярная масса газа, дин×см<sup>-2</sup>, R – универсальная газовая постоянная, эрг/(моль К), n – плотность пор на 1 см<sup>2</sup> площади мембраны, l – толщина мембраны, см, T – температура, К.

##### **Окисление ПЭТФ ТМ перекисью водорода под воздействием ультрафиолетового (УФ) облучения**

Образцы ПЭТФ ТМ окисляли в растворе 0,5 М H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> при pH=3 (HCl) в течение 240 мин под УФ-облучением (190 Вт при 254 нм), после чего промывали деионизированной водой два раза, сушили на воздухе при комнатной температуре в течение 5 ч [23].

##### **Количественная оценка концентрации концевых карбоксильных групп**

Образец ПЭТФ ТМ размером 1 см<sup>2</sup> помещали в 10 мл щелочного раствора (NaOH, pH=10) красителя толуидинового синего ТС концентрацией 5·10<sup>-4</sup> М и непрерывно встряхивали на шейкере в течение 3 ч, обеспечивая таким образом наиболее полную сорбцию красителя на поверхность мембраны. По окончании встряхивания образец промывали в растворе NaOH (pH=10) и дважды в деионизированной воде, и высушивали на фильтровальной бумаге на воздухе. Десорбцию окрашенных образцов проводили в 5 мл 50% раствора уксусной кислоты в течение 10 мин при интенсивном встряхивании на шейкере. Оптическую плотность полученного окрашенного раствора определяли при длине волны 633 нм, концентрацию концевых карбоксильных групп определяли по калибровочному графику.

##### **Прививочная полимеризация АК ускоренными электронами**

Первоначально поверхность предварительно окисленных ПЭТФ ТМ очищали ацетоном в ультразвуковой бане, после чего они были помещены в раствор мономера АК различной концентрации. Для предотвращения процесса гомополимеризации, в реакционную смесь был добавлен CuSO<sub>4</sub> в количестве 1%. Со-

держание мономера варьировали в диапазоне 5–20% вес. Далее реакционная смесь была продута аргоном для удаления растворенного кислорода. Облучение образцов проводили на линейном ускорителе электронов ИЛУ-10 (г. Курчатов) в атмосфере воздуха. После облучения образцы выдерживали в воде 24 ч при 60 °С и высушивали до постоянного веса.

Диапазон набора доз варьировали от 46–200 кГр, значение энергии электронов составляло 3,8 МэВ, средний ток электронного пучка составлял 6,84 мА. Доза облучения варьировалась путем изменения количества прогонов держателя образцов под электронным пучком с постоянной скоростью и контролировалась электронными дозиметрами V3WinDose (Gex, США). Погрешность измерения дозы не превышала 10% во всех проведенных экспериментах. Так как максимально измеряемая данным типом дозиметров доза составляет 150 кГр, то для расчета доз в экспериментах в диапазоне свыше 150 кГр нами был построен калибровочный график (рисунок 1).

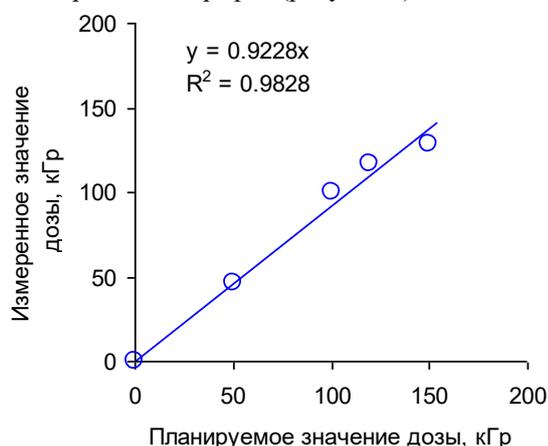


Рисунок 1. Калибровочная кривая показаний дозиметров V3WinDose при облучении электронами

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Результаты изменения степени прививки АК после облучения потоком ускоренных электронов представлены на рисунке 2а, б. Степень прививки определяли гравиметрически по уравнению (2)

$$\alpha = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100\% , \quad (2)$$

где,  $m_0$  и  $m$  – массы ПЭТФ ТМ до и после прививки.

Уменьшение значений степени прививки для систем с концентрацией АК 15–20% после облучения электронами с дозой выше 128 кГр (рисунок 2б) вероятнее всего обусловлено преобладанием процесса гомополимеризации АК в растворе.

Подтверждением этому также является уменьшение концентрации концевых карбоксильных -COOH групп, определенных по методу ТС (рисунок 3) [24]. С увеличением концентрации мономера АК происходит увеличение степени прививки, обусловленное

большей доступностью мономера в непосредственной близости к подложке – ТМ.

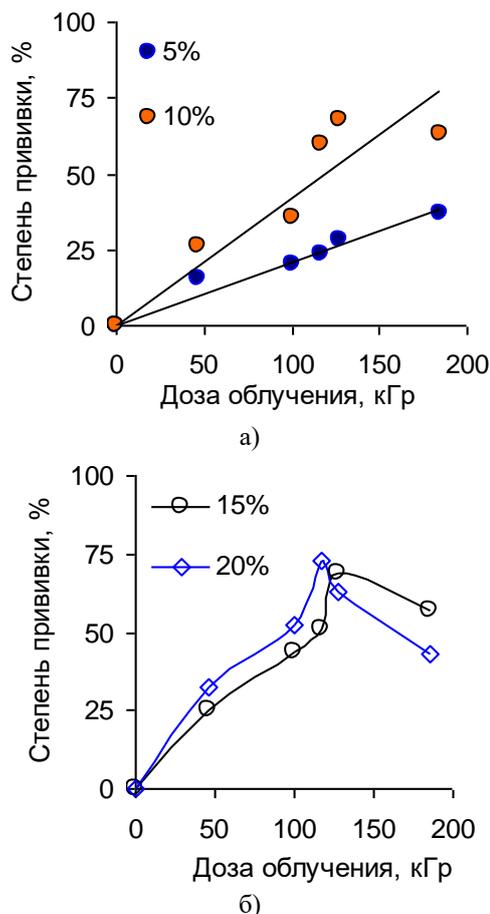


Рисунок 2. График зависимости степени прививки АК к ПЭТФ ТМ от дозы облучения

Как видно из представленных на рисунке 3 данных, на эффективность прививки существенно влияет как концентрация мономера, так и концентрация ингибитора образования гомополимера в реакционной среде. Также было изучено влияние такого параметра как скорость лучевой секции конвейера ускорителя, результаты представлены на рисунках 4а, б. При скорости 1,4 м/с за один проход секции конвейера доза облучения составляла порядка 46–50 кГр, а при скорости 7,0 м/с за один «пробег» секции конвейера под электронным пучком доза облучения образца не превышала 4,8–5,0 кГр. Так при скорости конвейера ускорителя 7,0 м/с минимальная доза 46,2 кГр была набрана лишь после 10 прокатов образца под пучком.

Представленные на рисунке 4 данные указывают, что степень прививки АК на поверхность ПЭТФ темплатов значительно повышается при многократном прохождении образцов под пучком ускоренных электронов на высокой скорости конвейера (порядка 70–80%) нежели при однократном «прогоне» с невысокой скоростью.

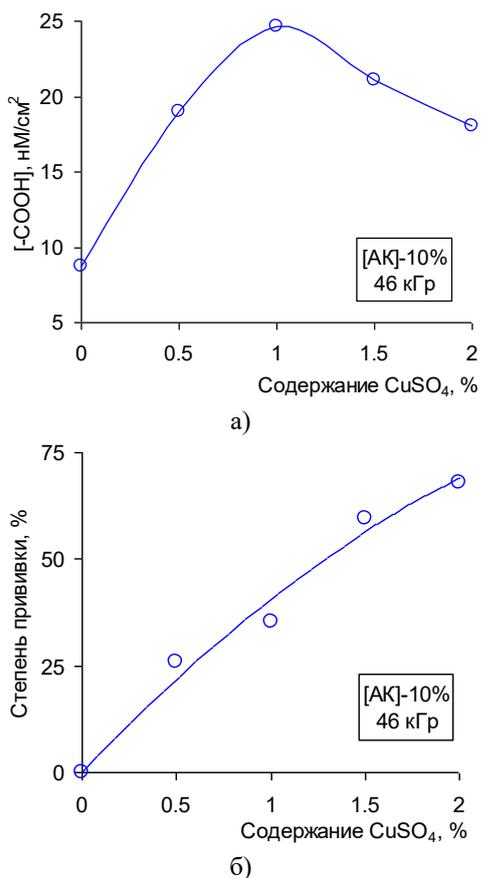
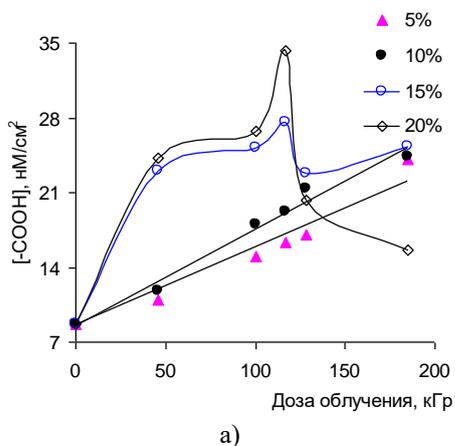


Рисунок 3. Изменение концентрации концевых карбоксильных групп (а) и степени прививки (б) от концентрации ингибитора полимеризации при облучении ускоренными электронами

Анализ модифицированных образцов с использованием красителя ТС показал, что концентрация -COOH-групп существенно повышается после облучения до 185 кГр (рисунок 4а) и лишь для серий образцов с содержанием мономера АК в растворе 15–20% после 128 кГр наблюдается снижение концент-



рации -COOH по причине преобладания процесса гомополимеризации АК в растворе.

Одним из важных параметров оценки эффективности модификации ТМ является уменьшение размера пор. Изменение диаметра пор в ходе РПП было оценено с помощью метода растровой электронной микроскопии (РЭМ). Измерения проводили с двух различных мест образца по 5 пор в каждом случае (рисунок 5б).

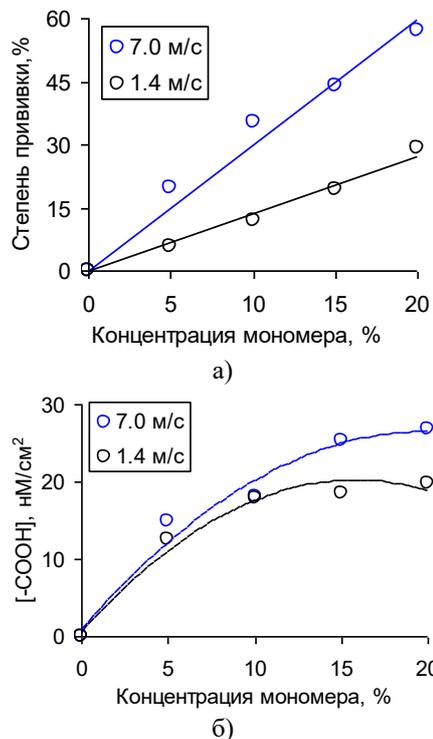


Рисунок 4. График зависимости степени прививки АК к ПЭТФ ТМ (а) и концентрации концевых -COOH групп (б) в зависимости от концентрации мономера АК при различной скорости лучевой секции конвейера ускорителя ИЛУ-10 (доза облучения – 100 кГр)

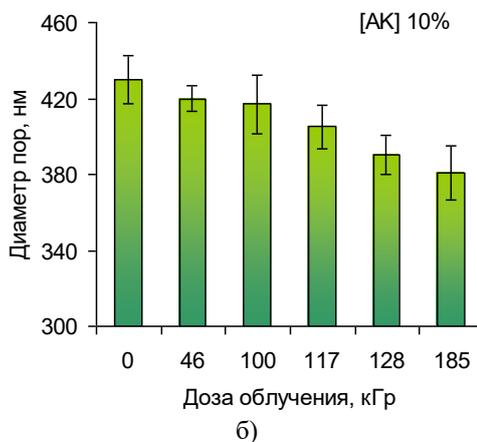


Рисунок 5. График зависимости концентрации карбоксильных групп (а) и диаметра пор мембраны (б) от поглощенной дозы при РПП

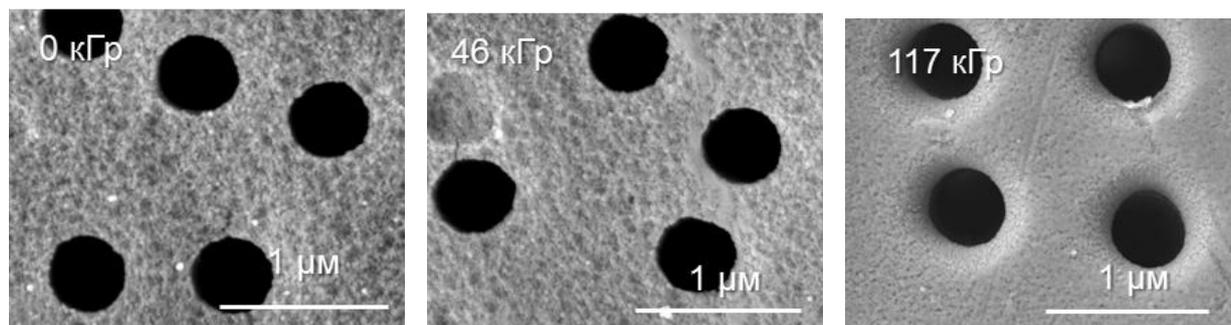


Рисунок 6. Электронные микрофотографии поверхности ПЭТФ ТМ после прививки АК при различных дозах (содержание АК – 10%,  $\text{CuSO}_4$  – 1%)

На полученных микрофотографиях модифицированных ТМ наблюдается существенное изменение морфологии поверхности на микроуровне и сужение пор (рисунок 6). Ровная поверхность исходного образца с увеличением дозы приобретает волнообразную структуру.

Прочность является одним из основных технологических требований, предъявляемых к полимерной мембране. Нами изучен показатель прочности на разрыв для образцов исходной и модифицированной при различных дозах ПЭТФ ТМ. Механическую прочность на разрыв определяли на стендовой установке, пропуская через образец воздух под давлением 10–110 МПа. Необходимо отметить, что при дозе 185 кГр наблюдается охрупчивание ПЭТФ ТМ на 30–35% по сравнению с исходными образцами, что в дальнейшем затрудняет их практическое применение (рисунок 7).

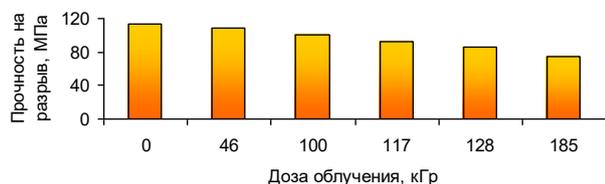


Рисунок 7. Изменение прочности на разрыв модифицированных ПЭТФ ТМ в зависимости от дозы облучения (содержание АК – 15%,  $\text{CuSO}_4$  – 1%)

Таким образом, в рамках проведенных исследований определены оптимальные условия радиационно-химического модифицирования ПЭТФ ТМ под воздействием ускоренных электронов, позволяющие получать достаточно высокую степень прививки функционального мономера (АК) с сохранением механической прочности полимерного темплата: содержание ингибитора  $\text{CuSO}_4$  – не более 1%, концентрация мономера – не более 10%, доза облучения – 100–117 кГр.

Работа выполнена в рамках проекта АР05130797, финансируемого Министерством образования и науки Республики Казахстан.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Nasef M.M., Güven O. Radiation-grafted copolymers for separation and purification purposes: Status, challenges and future directions // *Prog Polym Sci* – 2012. – Vol. 37. – № 12. – P. 1597–1656.
2. Huang Z., Zhang L., Cheng Z., Zhu X. Reversible Addition-Fragmentation Chain Transfer Polymerization of Acrylonitrile under Irradiation of Blue LED Light // *Polymers (Basel)* – 2016. – Vol. 9. – № 12. – P. 4.
3. Chumakov M.K., Shahamat L., Weaver A., LeBlanc J., Chaychian M., Silverman J., Benjamin Richter K., et al. Electron beam induced grafting of N-isopropylacrylamide to a poly(ethylene-terephthalate) membrane for rapid cell sheet detachment // *Radiat Phys Chem* – 2011. – Vol. 80. – № 2. – P. 182–189.
4. Zdorovets M.V., Yeszhanov A.B., Korolkov I.V., Güven O., Dosmagambetova S.S., Shlimas D.I., Zhatkanbayeva Z.K., et al. Liquid low-level radioactive wastes treatment by using hydrophobized track-etched membranes // *Prog Nucl Energy* – 2020. – Vol. 118. – P. 103–128.
5. Liu Z., Wang W., Xie R., Ju X.-J., Chu L.-Y. Stimuli-responsive smart gating membranes // *Chem Soc Rev* – 2016. – Vol. 45. – P. 460–475.
6. Chu L., Xie R., Ju X. Stimuli-responsive Membranes: Smart Tools for Controllable Mass-transfer and Separation Processes // *Chinese J Chem Eng* – 2011. – Vol. 19. – № 6. – P. 891–903.
7. Wandera D., Wickramasinghe S.R., Husson S.M. Stimuli-responsive membranes // *J Memb Sci* – 2010. – Vol. 357. – P. 6–35.

8. Chapiro A. Radiation induced grafting // Radiat Phys Chem – 1977. - Vol. 9. – P. 55–67.
9. Nasef M.M., Gürsel S.A., Karabelli D., Güven O. Radiation-grafted materials for energy conversion and energy storage applications // Prog Polym Sci – 2016. – Vol. 63. – P. 1–41.
10. Saito K., Sugo T. High-performance polymeric materials for separation and reaction, prepared by radiation-induced graft polymerization – 2001. – P. 671–704.
11. Hiroki A., Asano M., Yamaki T., Yoshida M. Effect of  $\gamma$ -irradiation on latent tracks of polyethylene terephthalate (PET) film // Chem Phys Lett – 2005. – Vol. 406. – P. 188–191.
12. Qiu J. China's funding system and research innovation // Natl Sci Rev – 2014. – Vol. 1. – P. 161–163.
13. Meng T., Xie R., Chen Y.-C., Cheng C.-J., Li P.-F., Ju X.-J., Chu L.-Y. A thermo-responsive affinity membrane with nano-structured pores and grafted poly(N-isopropylacrylamide) surface layer for hydrophobic adsorption // J Memb Sci – 2010. – Vol. 349. – P. 258–267.
14. Toufik M., Mas A., Shkinev V., Nechaev A., Elharfi A., Schué F. Improvement of performances of PET track membranes by plasma treatment // Eur Polym J – 2002. – Vol. 38. – № 2. – P. 203–209.
15. Soto Espinoza S.L., Arbeitman C.R., Clochard M.C., Grasselli M. Functionalization of nanochannels by radio-induced grafting polymerization on PET track-etched membranes // Radiat Phys Chem – 2014. – Vol. 94. – P. 72–75.
16. Korolkov I. V., Gorin Y.G., Yeszhanov A.B., Kozlovskiy A.L., Zdorovets M. V. Preparation of PET track-etched membranes for membrane distillation by photo-induced graft polymerization // Mater Chem Phys – 2018. – Vol. 205. – P. 55–63.
17. Wu Z., Xuewu G., Juan L., Fang W., Wenfang S., Haiyan X., Jian L. Radiation induced grafting of acrylic acid onto polycarbonate membranes // Desalination – 1987. – Vol. 62. – P. 107–115.
18. Korolkov I. V., Mashentseva A.A., Güven O., Gorin Y.G., Zdorovets M. V. Protein fouling of modified microporous PET track-etched membranes // Radiat Phys Chem – Elsevier Ltd, 2018. – Vol. 151. – № 4. – P. 141–148.
19. Sun H., Wirsén A., Albertsson A.-C. Electron Beam-Induced Graft Polymerization of Acrylic Acid and Immobilization of Arginine–Glycine–Aspartic Acid-Containing Peptide onto Nanopatterned Polycaprolactone // Biomacromolecules – 2004. – Vol. 5. – № 6. – P. 2275–2280.
20. Grasselli M., Betz N. Electron-beam induced RAFT-graft polymerization of poly(acrylic acid) onto PVDF // Nucl Instruments Methods Phys Res Sect B Beam Interact with Mater Atoms - 2005. – Vol. 236. – P. 201–207.
21. Kamarudin S., Mohammad M., Mohammed N. Radiation Induced Grafting of Acrylic Acid on to Polyaniline Nanofiber // Solid State Phenom - 2018. – Vol. 280. – P. 294–300.
22. Korolkov I. V., Güven O., Mashentseva A.A., Atıcı A.B., Gorin Y.G., Zdorovets M. V., Taltenov A.A. Radiation induced deposition of copper nanoparticles inside the nanochannels of poly(acrylic acid)-grafted poly(ethylene terephthalate) track-etched membranes // Radiat Phys Chem – 2017. – Vol. 130. – P. 480–487.
23. Mashentseva A.A. Effect of the Oxidative Modification and Activation of Templates Based on Poly (ethylene terephthalate) Track-Etched Membranes on the Electroless Deposition of Copper and the Catalytic Properties of Composite Membranes 2019. – Vol. 59. – № 12. – P. 1337–1344.
24. Korolkov I.V., Borgekov D.B., Mashentseva A.A., Güven O., Atlcl A.B., Kozlovskiy A.L., Zdorovets M.V. The effect of oxidation pretreatment of polymer template on the formation and catalytic activity of Au/PET membrane composites // Chem Pap – 2017. – Vol. 71. – P. 2353–2358.

## ЖЕТКІЗІЛГЕН ЭЛЕКТРОНДЫ ҚОЛДАНУ ЖӨНІНДЕГІ ФУНКЦИОНАЛДЫҚ МОНОМЕРЛЕРДІҢ ЖОЛДАУ МЕМБРАНДАРЫН МІНДЕТТЕУ

<sup>1,2)</sup> А.А. Машенцева, <sup>2)</sup> Т.Ғ. Хасен, <sup>3)</sup> В.А. Краснов, <sup>4)</sup> М.Т. Касымжанов

<sup>1)</sup> *Ядролық физика институты, Алматы, Қазақстан*

<sup>2)</sup> *Л.Н. Гумилева атындағы Еуразия ұлттық университеті, Нұр-Сұлтан, Қазақстан*

<sup>3)</sup> *Атырау мұнай және газ университеті, Атырау, Қазақстан*

<sup>4)</sup> *«Ядролық технологиялар паркі» АҚ, Курчатова, Қазақстан*

Бұл зерттеу жұмыста функционалды мономерлі акрил қышқылымен (АҚ) полиэтилен терефталаты (ПЭТФ) негізінде трек мембраналарын (ТМ) радиациялық модификациялау үшін жоғары энергияны (3,8 МэВ, 46–200 кГр) қолдану мүмкіндігі қарастырылады. Мономердің концентрациясы, сәулелену дозасы және үдеткіш конвейердің жылдамдығы сияқты факторлардың әсері зерттелді.

Тректі мембраналардың бастапқы және модификацияланған үлгілері заманауи физика-химиялық әдістермен жан-жақты зерттелді. Жүргізілген зерттеулердің нәтижесінде жеделдетілген электрондармен ПЭТФ ТМ-нің радиациялық-химиялық модификациясының оңтайлы шарттары анықталды, бұл полимер шаблонның механикалық беріктігін сақтай отырып, жеткілікті дәрежеде егілген, функционалды мономерді (АҚ) алуға мүмкіндік береді:  $\text{CuSO}_4$  ингибиторының құрамы 1% -дан аспайды, мономердің концентрациясы 10%-дан аспайды, сәулелену дозасы – 100–117 кГр.

**ION BEAM INDUCED MODIFICATION OF THE PET ION-TRACK  
MEMBRANES SURFACE WITH FUNCTIONAL MONOMERS**

<sup>1, 2)</sup> A.A. Mashentseva, <sup>2)</sup> T.G. Khassen, <sup>3)</sup> V.A. Krasnov, <sup>4)</sup> M.T. Kassymzhanov

<sup>1)</sup> *Institute of Nuclear Physics, Almaty, Kazakhstan*

<sup>2)</sup> *L.N. Gumilyov Eurasian National University, Nur-Sultan, Kazakhstan*

<sup>3)</sup> *Atyrau University of Oil and Gas, Atyrau, Kazakhstan*

<sup>4)</sup> *JSC "Park of Nuclear Technologies", Kurchatov, Kazakstan*

This study considers the possibility of using high-energy electrons (3.8 MeV, dose range of 46–200 kGy) for radiation-induced grafting of the polyethylene terephthalate ion-track membranes (PET ITMs) with the functional monomer of acrylic acid (AA). The effect of such factors as monomer concentration, dose, and average speed of the beam section of the accelerator conveyor was studied. The pristine and grafted samples of ion-track membranes were comprehensively studied by advanced physicochemical techniques. As a result of the studies, the optimal conditions for the radiation-induced grafting of PET ITMs with accelerated electrons were determined. A sufficiently high degree of grafting of AA while maintaining the mechanical strength of the polymer template were achieved for next conditions: the content of CuSO<sub>4</sub> inhibitor is not more than 1%, the acrylic acid monomer concentration is not more than 10%, radiation dose in the range of 100–117 kGy.

УДК 66.02

## ПАРАМЕТРЫ РАБОТЫ ПРЯМОТОЧНОЙ УСТАНОВКИ ХЛОРИРОВАНИЯ ОБЛУЧЕННОГО БЕРИЛЛИЯ

Сулейменов Н.А., Котов В.М., Вурим А.Д., Бакланова Ю.Ю.

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

Бериллий получил широкое применение в ядерной энергетике. При этом он относится к редким металлам, так как содержание его в земной коре  $\sim 5 \times 10^{-4}$  %. Малая распространенность в природе, сложная технология извлечения из руды определяют его высокую стоимость. В процессе облучения бериллия в ядерном реакторе его свойства ухудшаются, в том числе за счет накопления в нем различных нуклидов и радионуклидов. В связи с этим актуальной является проблема очистки облученного бериллия от накопившихся примесей для его повторного использования.

В статье рассмотрены принцип действия и состав оборудования установки хлорирования облученного бериллия. Данная технология заключается в переводе бериллия и его радионуклидов в хлориды с последующим их разделением. Конечным продуктом является хлорид бериллия в жидком виде.

### ВВЕДЕНИЕ

В Филиале «Институт атомной энергии» Республиканского государственного предприятия «Национальный ядерный центр Республики Казахстан» исследования возможности применения хлоридной технологии для очистки облученного бериллия проводятся на протяжении нескольких последних лет [1–3]. В частности, выполнены исследования в обоснование технологии сухой очистки облученного бериллия методом хлорирования, разработаны варианты конструкции установки, выполнены ее расчетное обоснование и экспериментальная проверка. Первый вариант конструкции установки представлял собой циклический хлоратор, изготовленный из стальных труб [4]. В ходе экспериментов на циклическом хлораторе получены данные о скорости взаимодействия хлора с бериллием и влиянии температуры рабочих поверхностей на осаждение хлоридов с различными температурами плавления. Вместе с тем, дальнейшее использование этой установки невозможно из-за того, что хлор активно реагирует с нержавеющей сталью. В итоге конструкция установки была изменена и преобразована в прямоточный хлоратор с кварцевой реакционной камерой [5].

Целью данной статьи является определение параметров работы прямоточной установки хлорирования при проведении экспериментальных исследований по очистке облученного бериллия.

### ОПИСАНИЕ И КОНСТРУКЦИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ

Схема прямоточной установки хлорирования облученного бериллия представлена на рисунке 1. Конструкция установки включает в себя следующие узлы и оборудование:

- кварцевую реакционную камеру 21;
- фильтр 25, представляющий собой трубу из коррозионностойкой стали с расположенными в ней никелевыми прутками;

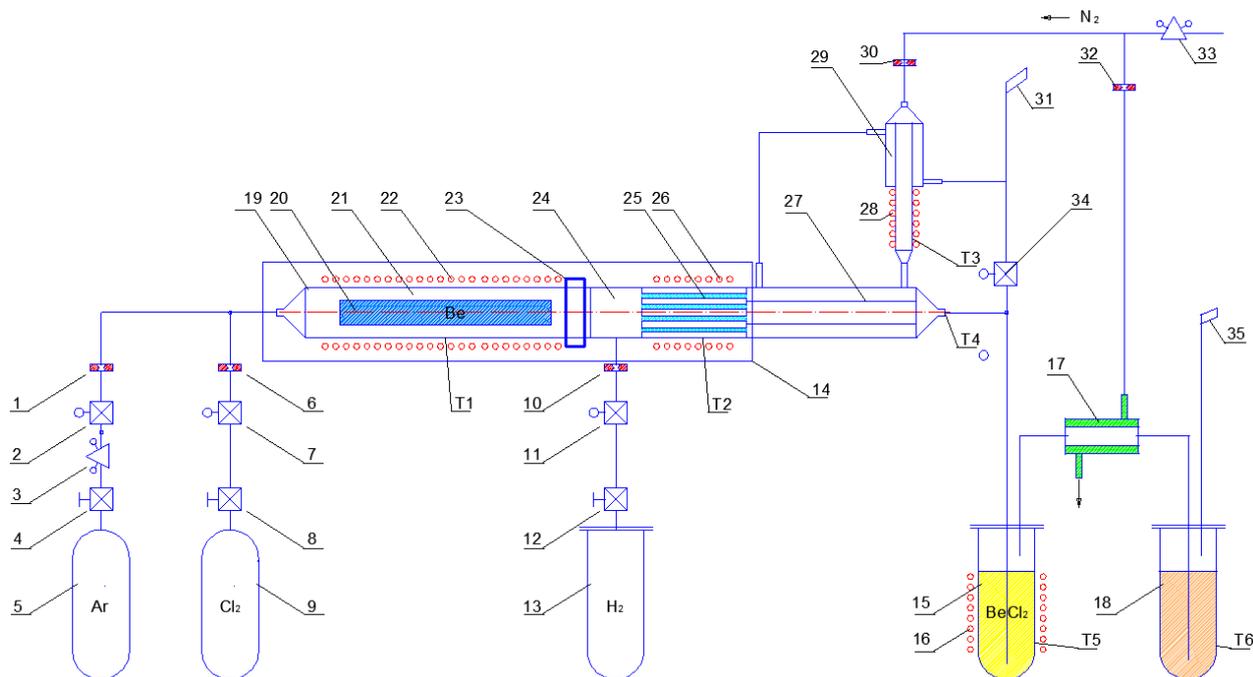
- смеситель газов 24;
- теплообменник 27 для охлаждения продуктов взаимодействия хлора с облученным бериллием;
- оптическую систему 23 для измерения содержания свободного хлора в газовой смеси;
- узел 19 загрузки образцов облученного бериллия в реакционную камеру и их извлечения;
- омические нагреватели реакционной камеры 22, емкости хлорида бериллия 16, теплообменника 28, фильтра 26.

Система подачи и отвода рабочих газов включает в себя баллоны с хлором и аргоном, емкость с водородом, азотную рампу, трубопроводы и агрегаты стеновой автоматики.

Система сбора продуктов технологического процесса состоит из следующих узлов и оборудования:

- приемная емкость 15 для сбора хлорида бериллия;
- теплообменник 17 для охлаждения хлоридов водорода и трития;
- приемная емкость 18 хлорида трития;
- магистрали 31, 35 для сброса в атмосферу газов.

Образцы облученного бериллия представляют собой цилиндры внешним диаметром 30 мм и средней длиной  $\sim 80$  мм общей массой 490 г (54,44 моля). Основными радиоактивными нуклидами в образцах бериллия являются  $^{60}\text{Co}$ ,  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{108\text{m}}\text{Ag}$  (гамма-излучатели) и  $^3\text{H}$  (бета-излучатель) [6]. Процесс хлорирования образцов бериллия происходит путем пропускания хлора через бериллий при температуре  $\sim 730$  °С. Остатки непрореагировавшего с бериллием хлора дожигаются водородом в смесителе газов в среде аргона. Полученная газовая смесь поступает в фильтр, где за счет разницы в температурах фазовых переходов осаждаются хлориды  $^{60}\text{CoCl}$ ,  $^{137}\text{CsCl}$ ,  $^{108\text{m}}\text{AgCl}$ .



1, 6, 10, 30, 32 – дросселирующие устройства; 2, 7, 11, 34 – электроклапаны; 3 – редукторы; 4, 8, 12 – ручные вентили; 5 – баллон с аргонem; 9 – баллон с хлором; 13 – буферная емкость с водородом; 14 – защитный корпус; 15 – приемная емкость хлорида бериллия; 16, 22, 26, 28 – нагреватели омические; 18 – приемная емкость хлорида трития; 17, 27, 29 – теплообменники; 19 – узел загрузки образцов бериллия; 20 – образцы бериллия; 21 – реакционная камера; 23 – оптическая система измерения содержания хлора; 24 – смеситель газов; 25 – фильтр; 31, 35 – магистраль газосброса; 33 – редуктор азотной рампы; T1-T6 – термопары

Рисунок 1. Схема установки с прямоточным хлоратором

Хлориды  $\text{BeCl}_2$ ,  ${}^3\text{HCl}$ ,  $\text{HCl}$  и остатки свободного водорода поступают в дополнительный теплообменник, где хлорид бериллия охлаждается до температуры  $450\text{ }^\circ\text{C}$  и собирается в приемной емкости. Хлориды  ${}^3\text{HCl}$ ,  $\text{HCl}$ , находясь в газообразном состоянии (т.к. имеют температуру кипения  $-85\text{ }^\circ\text{C}$ ), поступают в теплообменник хлорида трития, где после охлаждения до температуры  $40\text{--}50\text{ }^\circ\text{C}$ , собираются в приемной емкости и растворяются в воде. Газообразные продукты технологического процесса (аргон и остатки водорода) выводятся в атмосферу через магистраль газосброса.

Для определения рабочих режимов установки были проведены расчеты теплофизических характеристик реакционной камеры, теплообменников для охлаждения хлорида бериллия и хлорида трития, емкостей сбора хлорида бериллия и хлорида трития.

## 2. ПАРАМЕТРЫ РАБОТЫ УЗЛОВ ПРЯМОТОЧНОЙ УСТАНОВКИ ХЛОРИРОВАНИЯ ОБЛУЧЕННОГО БЕРИЛЛИЯ

### 2.1. Параметры работы реакционной камеры

В реакционной камере, представляющей собой кварцевую трубу размером  $70 \times 3 \times 1200\text{ мм}$ , протекает экзотермическая реакция взаимодействия хлора с бериллием:



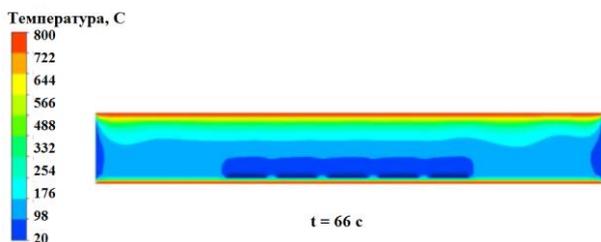
Стехиометрическое количество хлора, соответствующего имеющемуся количеству бериллия, состав-

лит  $3865\text{ г}$ . Соответственно, общая масса хлорида бериллия на выходе равна  $4356\text{ г}$ . Для обеспечения расчетного расхода хлорида бериллия, равного  $1\text{ г/с}$  [1], хлорирование всего бериллия должно быть выполнено в течение  $3,46\text{ ч}$ . При этом расход хлора должен быть равен  $0,89\text{ г/с}$ . Общее количество выделяемой тепловой энергии при полном взаимодействии бериллия с хлором составит  $26,89\text{ МДж}$ .

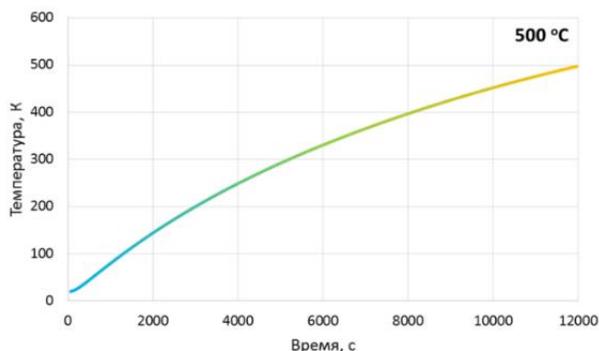
Технические характеристики омического нагревателя, расположенного на внешней поверхности реакционной камеры, рассчитывались исходя из необходимости разогрева образцов до температуры  $730\text{ }^\circ\text{C}$ , при этом температура греющих элементов нагревателя по оценкам не превысит  $800\text{ }^\circ\text{C}$ . Контроль параметров работы нагревателя осуществляется путем измерения температуры внешней поверхности реакционной камеры.

Работа установки начинается с разогрева образцов бериллия в реакционной камере до  $500\text{ }^\circ\text{C}$ . Диаграмма разогрева приведена на рисунке 2.

На следующем этапе в реакционную камеру подается хлор при температуре  $20\text{ }^\circ\text{C}$  и расходе  $0,89\text{ г/с}$ . Так как взаимодействие бериллия с хлором происходит с выделением энергии, то работа хлоратора в таком режиме осуществляется циклически и кратковременно. На рисунке 3 показана диаграмма разогрева образцов бериллия при взаимодействии его с хлором.

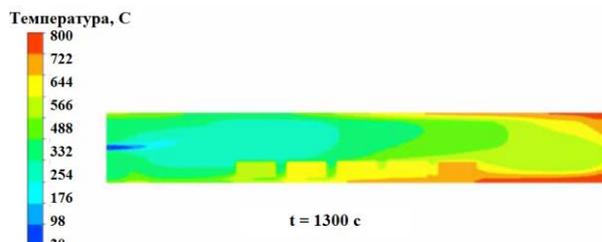


а) температурное поле реакционной камеры

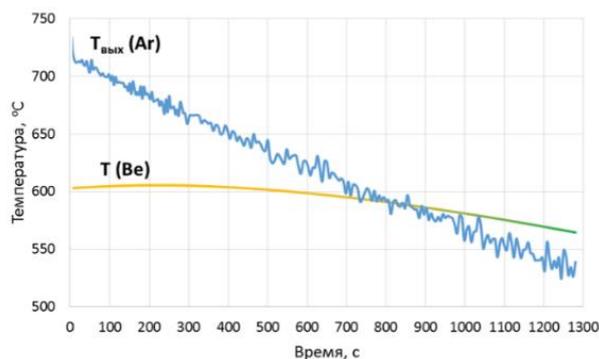


б) диаграмма разогрева образцов

Рисунок 2. Результаты расчета

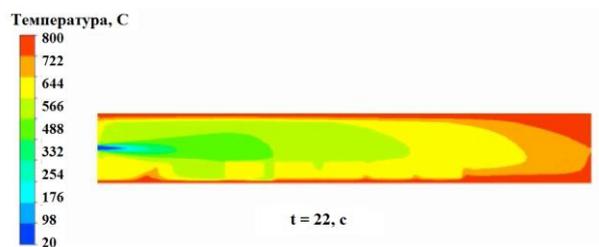


а) температурное поле реакционной камеры

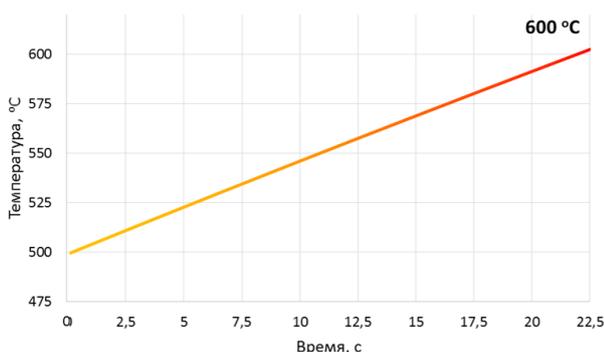


б) диаграмма разогрева образцов

Рисунок 4. Результаты расчета



а) температурное поле реакционной камеры



б) диаграмма разогрева образцов

Рисунок 3. Результаты расчета

При достижении температуры фильтра 600 °C подача хлора прекращается и реакционная камера продувается аргоном с расходом 3 г/с. После снижения температуры на фильтре до 500 °C в реакционную камеру снова подается хлор и работа хлоратора продолжается. Результаты расчета данного режима приведены на рисунке 4.

## 2.2. Параметры работы теплообменника для охлаждения хлорида бериллия и емкости для его сбора

Хлорид бериллия из фильтра с температурой ~550 °C поступает в теплообменник, в котором хлорид бериллия переводится из газообразного в жидкое состояние. Особенностью процесса является небольшая разность между температурой плавления и кипения хлорида бериллия (404 °C и 500 °C, соответственно [7]).

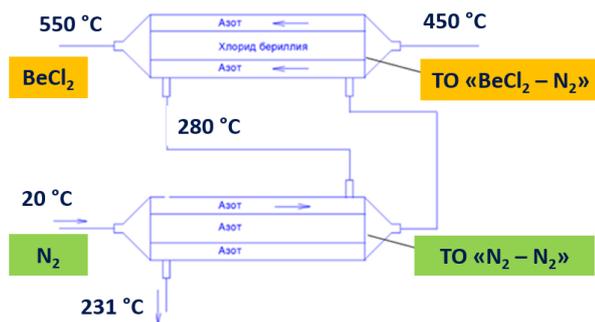
В установке используется система охлаждения хлорида бериллия, состоящая из двух теплообменников (см. позиции 27, 28 рисунка 1). Данная схема охлаждения позволяет подогревать азот в теплообменнике 28 перед его подачей в теплообменник 27 (рисунок 5а). В ходе предварительных расчетов в программе ANSYS [8] определены размеры и количество труб теплообменника системы «BeCl<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>» и теплообменника системы «N<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>». Сечение теплообменников представлено на рисунке 5б.

Исходные данные для расчета приведены в таблице 1. Движение теплоносителей происходит по прямой схеме.

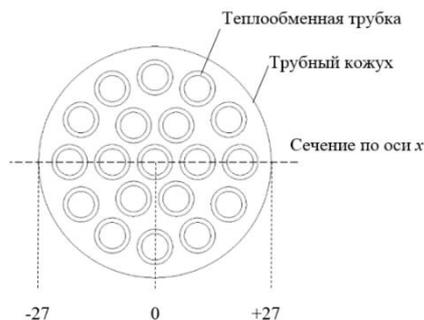
Характеристики теплообменников приведены в таблице 2, 3.

Изменение среднemasсовой температуры теплоносителей по длине теплообменников приведено на рисунке 6.

Распределение температуры теплоносителей по сечениям 1–6 теплообменника «BeCl<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>» (см. рисунок 6а) представлено на рисунке 7.



а) схема ожигения хлорида бериллия



б) сечение теплообменника

Рисунок 5. Параметры теплообменников

Таблица 1. Исходные данные

Параметр	Значение
Теплообменник «BeCl <sub>2</sub> – N <sub>2</sub> »	
G, г/с	
– BeCl <sub>2</sub>	0,7
– N <sub>2</sub>	5
T <sub>вх</sub> , °C	
– BeCl <sub>2</sub>	550
– N <sub>2</sub>	20
Теплообменник «N <sub>2</sub> – N <sub>2</sub> »	
Охлаждаемый азот	
– T <sub>вх</sub> , °C	482
– T <sub>вых</sub> , °C	280
– G, г/с	5
Охлаждающий азот	
– T <sub>вх</sub> , °C	20
– G, г/с	5

Данная схема охлаждения хлорида бериллия исключает возможность отвердевания хлорида бериллия на всех участках основного теплообменника, т.к. в них температура азота выше температуры плавления хлорида бериллия.

После охлаждения в теплообменнике хлорид бериллия при температуре 450 °C поступает в емкость сбора хлорида бериллия. Для поддержания его в жидком состоянии емкость предварительно нагревается омическим нагревателем до температуры не ниже 410 °C. Следует отметить, что хлорид серебра имеет температуру плавления, расположенную между температурами плавления и кипения хлорида бериллия – 455 °C [9], и существует вероятность его накопления в приемной емкости хлорида бериллия.

Таблица 2. Характеристики теплообменника BeCl<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>

Параметр	Теплообменник «BeCl <sub>2</sub> – N <sub>2</sub> »			
	среда	газ-газ	газ-газожидкостная смесь	газ-жидкость
T <sub>вх</sub> , °C	BeCl <sub>2</sub>	550	500	500
T <sub>вых</sub> , °C		500	500	450
V <sub>вх</sub> , м/с		3,1	0,0007	0,0007
V <sub>вых</sub> , м/с		2,9	3,03	
T <sub>вх</sub> , °C	N <sub>2</sub>	482	300	280
T <sub>вых</sub> , °C		477	482	300
V <sub>вх</sub> , м/с		3,62	3,61	3,61
V <sub>вых</sub> , м/с				
Размер труб, мм	d <sub>внеш</sub>	8		
	s	1		
	L	100	800	38
N <sub>тр</sub> , шт	19			
S <sub>поверх</sub> , м <sup>2</sup>	0,0158	0,666	0,01	
D <sub>кожуха внутр</sub> , мм	52,4			
Мощность, Вт	29	955	44	

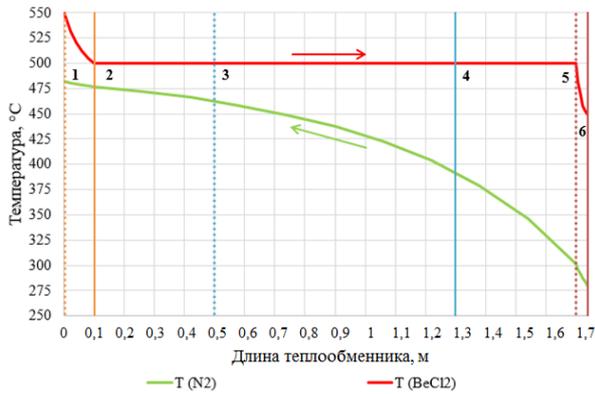
Таблица 3. Характеристики теплообменника «N<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>»

Параметр	Теплообменник «N <sub>2</sub> – N <sub>2</sub> »	
	среда	газ-газ
T <sub>вх</sub> , °C	N <sub>2</sub> (охлаждаемый)	482
T <sub>вых</sub> , °C		278
V <sub>вх</sub> , м/с		3,61
V <sub>вых</sub> , м/с		3,67
T <sub>вх</sub> , °C	N <sub>2</sub> (охлаждающий)	20
T <sub>вых</sub> , °C		231
V <sub>вх</sub> , м/с		8,31
V <sub>вых</sub> , м/с		
Размер труб, мм	d <sub>внеш</sub>	8
	s	1
	L	800
N <sub>тр</sub> , шт	19	
S <sub>поверх</sub> , м <sup>2</sup>	0,333	
D <sub>кожуха внутр</sub> , мм	52,4	
Мощность, Вт	1100	

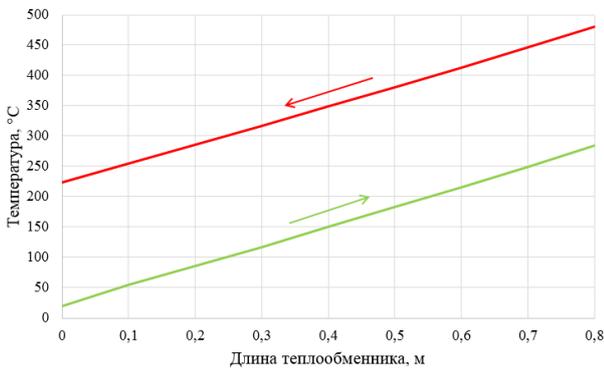
### 2.3. Параметры работы теплообменника хлорида трития и емкости для его сбора

Теплообменник предназначен для охлаждения хлорида трития с дальнейшим накоплением в емкости хлорида трития в жидком виде. В п. 2.1. был оценен расход хлора в реакционной камере – 0,31 г/с. Максимальный расход хлора в теплообменнике будет не выше этого значения, а расход водорода для осуществления стехиометрической реакции будет 0,01 г/с, если предположить, что весь хлор вступит в реакцию с водородом. Активность образцов бериллия по изотопу <sup>3</sup>H составляет 2,5×10<sup>11</sup> Бк [6], соответственно выход <sup>3</sup>H составит 4,15×10<sup>-11</sup> г/с, которым можно пренебречь при учете расхода <sup>3</sup>H в теплофизическом расчете. Исходя из этих предположений расход хлороводородов в расчете принят 0,32 г/с как сумма расходов хлора и водорода.

## ПАРАМЕТРЫ РАБОТЫ ПРЯМОТОЧНОЙ УСТАНОВКИ ХЛОРИРОВАНИЯ ОБЛУЧЕННОГО БЕРИЛЛИЯ



а) теплообменник «BeCl<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>»



б) теплообменник «N<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>»

Рисунок 6. Распределение среднемассовой температуры теплоносителей по длине теплообменников

Таблица 4. Характеристики теплообменника хлорида трития.

Параметр		Значение
³HCl	T <sub>вх</sub> , °C,	450
	T <sub>вых</sub> , °C,	43
	V <sub>вх</sub> , м/с	0,65
	V <sub>вых</sub> , м/с	0,6
N <sub>2</sub>	T <sub>вх</sub> , °C,	20
	T <sub>вых</sub> , °C,	41
	V <sub>вх</sub> , м/с	3,61
Размер труб, мм	d <sub>внеш</sub>	8
	s	1
	L	500
N <sub>тр</sub> , шт		19
S <sub>поверх</sub> , м <sup>2</sup>		0,208
D <sub>кожуха внутр</sub> , мм		52,4
<b>Мощность, Вт</b>		<b>204</b>

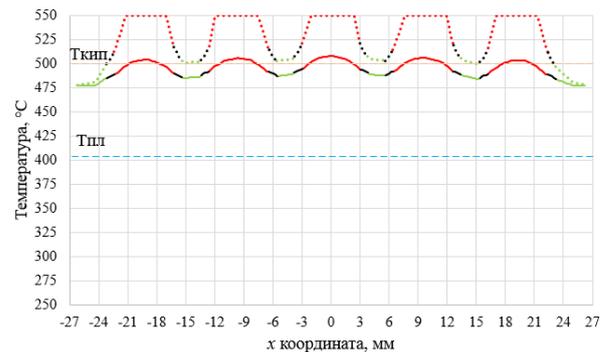
Физические свойства хлорида трития аналогичны свойствам хлороводорода, следовательно, для сбора хлорида трития в жидком виде необходимо охладить его до температуры ниже, чем температура кипения соляной кислоты (48 °C при концентрации в воде 38 %). Для этого используется азот с комнатной температурой и расходом 5 г/с. Распределение средне-

массовой температуры теплоносителей по длине теплообменника показано на рисунке 8.

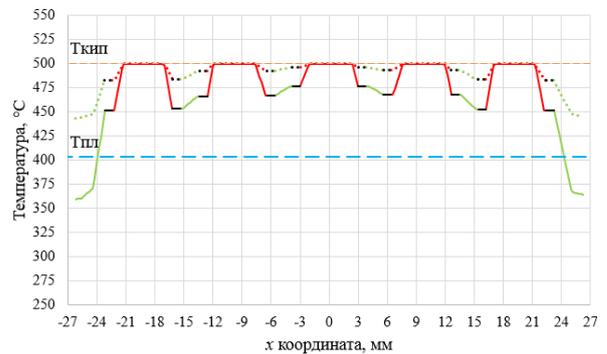
Характеристики теплообменника приведены в таблице 4.

После охлаждения в теплообменнике смесь из хлоридов <sup>3</sup>HCl, HCl, остатков непрореагировавшего водорода и хлора подается в емкость сбора хлорида трития, заполненную водой комнатной температуры. Растворимость хлорида водорода и хлорида трития в воде достаточно высокая [10], в результате чего получается насыщенный раствор соляной кислоты.

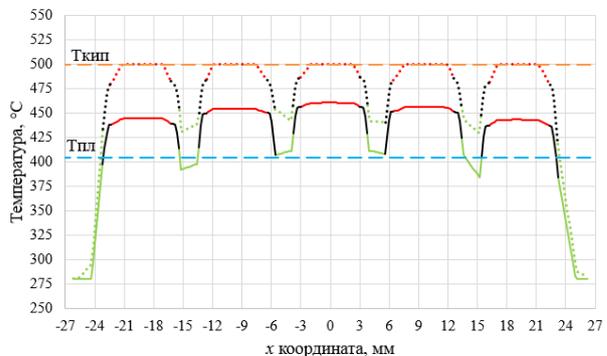
Остатки газов уходят в магистраль газосброса.



а) сечения 1 и 2



б) сечения 3 и 4



в) сечения 5 и 6

Рисунок 7. Распределения температуры по оси x сечения теплообменника системы «BeCl<sub>2</sub> – N<sub>2</sub>»

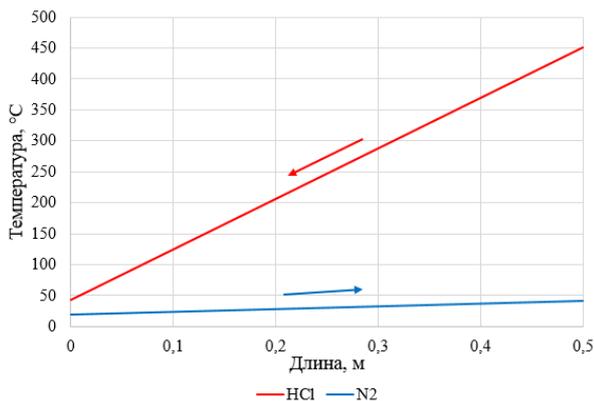


Рисунок 8. Распределение средней температуры теплоносителей по длине теплообменника

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассмотрены схема и принцип действия установки хлорирования облученного бериллия, а также назначение и температурные режимы основных узлов установки.

Приведены характеристики теплообменника для охлаждения хлорида бериллия, емкостей сбора хлорида бериллия и хлорида трития.

Показано, что в используемой схеме для перевода хлорида бериллия в жидкое состояние предварительный подогрев азота перед его подачей в основной теплообменник хлорида бериллия позволяет исключить образование твердого хлорида бериллия на всех участках теплообменника.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Государственного учреждения «Комитет науки Министерства образования и науки Республики Казахстан» в рамках Договора №305 от 30.03.2018 года по теме «Совершенствование метода сухой очистки облученного бериллия».*

### ЛИТЕРАТУРА

1. Технология очистки облученного бериллия: итоговый технический отчет по проекту МНТЦ К-1566 / Институт атомной энергии РГП НЯЦ РК; рук: В.М. Котов. – Курчатов, 2013.
2. Проведение экспериментов по определению степени очистки хлорида бериллия от радионуклидов, отличающихся режимами работ хлоратора, фильтра хлорида кобальта, накопителей хлорида бериллия и трития: отчет о НИР по 02.13 НТП / Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК; рук: В.М. Котов [и др.]. – Курчатов, 2013.
3. Установка хлорирования облученного бериллия / В.М. Котов, М.А. Баусадыков // Конференция Ядерного общества Республики Казахстан. – Алматы, 2012.
4. Установка с прямоточным хлоратором: сборочный чертеж: АК.21262.00.000СБ / Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК; утв. В.В. Яковлев. – Курчатов, 2014.
5. Оптимизация конструкции теплообменника прямоточной установки очистки облученного бериллия. Тезисы V Международной конференции молодых ученых, аспирантов и студентов «Изотопы: технологии, материалы и применение», НИ ТПУ, 2018.
6. Transportation of Irradiated Beryllium Samples for Scientific Investigation. Specification of Beryllium Samples and Packaging in Containers // Japan Atomic Energy Agency (JAEA), Marubeni Utility Services, Ltd. (MUS). – Dec., 2009.
7. Чиркин, В.С. Теплофизические свойства материалов ядерной техники / В.С. Чиркин. – М.: Атомиздат, 1968.– 121–128, 291–294, 237–239 с.
8. ANSYS release 14.5 Documentation for ANSYS WORKBENCH: ANSYS Inc. – Электрон. дан. и прогр. – [Б. м.], 2014.
9. Физические свойства // Константы неорганических веществ: справочник / Под редакцией проф. Р. А. Лидина. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: «Дрофа», 2006. – С. 73. – ISBN 5-7107-8085-5.
10. Левинский М.И., Мазанко А.Ф., Новиков И.Н. Хлористый водород и соляная кислота. – М.: Химия, 1985. – 160 с., ил.

## СӘУЛЕЛЕНДІРГЕН БЕРИЛЛИЙДІ ХЛОРЛАУ ҮШІН АРНАЛҒАН ТІК АҒЫНДЫ ҚОНДЫРҒЫСЫНЫҢ ЖҰМЫС ПАРАМЕТРЛЕРІ

Н.А. Сулейменов, В.М. Котов, А.Д. Вурим, Ю.Ю. Бакланова

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

Бериллий ядролық энергетикада кеңінен қолданылады. Сонымен қатар ол сирек кездесетін металдарға жатады, өйткені оның жер қабығындағы құрамы  $5 \times 10^{-4}$  % болып саналады. Табиғатта таралудың төмендігі және кең шығарудың күрделі технологиясы оның жоғары құнын анықтайды. Ядролық реакторда сәулелендіру процесінде бериллийдің қасиеттері нашарлайды, соның ішінде әр түрлі нуклидтер мен радионуклидтердің есебінен жиналуы. Осыған байланысты, сәулелендірілген бериллийді қайта пайдалану үшін жинақталған қоспалардан тазартуы өзекті мәселе болып табылады.

Мақалада сәулелендірілген бериллийдің хлорлау қондырғысының жұмыс принципі мен жабдықтарының құрамы қарастырылады. Бұл технология бериллий мен оның радионуклидтерін хлоридтерге айналдыруды және кейінгі бөлуін көздейді. Сұйық түріндегі бериллий хлориді ақырғы өнім болып табылады.

**OPERATING PARAMETERS OF A DIRECT FLOW IRRADIATED  
BERILLIUM CHLORINATION PLANT**

**N.A. Suleimenov, V.M. Kotov, A.D. Vurim, J.J. Baklanova**

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

Beryllium has been widely used in nuclear power engineering. In this case, it refers to rare metals, since its content in the earth's crust is  $\sim 5 \times 10^{-4} \%$ . A small prevalence in nature, a complex technology of extraction from ore and obtaining products determine its high cost [1]. In the process of using beryllium in nuclear power, various radionuclides accumulate in it, which limit its reuse. According to this, the problem of purification of irradiated in a nuclear reactor beryllium from radionuclides is topical.

The article discusses the principle of operation and the composition of the equipment of the direct flow irradiated beryllium chlorination plant. This technology involves the conversion of beryllium and its radionuclides to chlorides, followed by their separation. The final product is beryllium chloride in liquid form.

УДК 519.876.5

## МОДЕЛИРОВАНИЕ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ СТРУИ РАСПЛАВА СО СТАЛЬНОЙ СТЕНКОЙ

Сураев А.С., Иркимбеков Р.А., Вурим А.Д.

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

Представлены результаты моделирования воздействия расплава стали и керамического ядерного топлива (двуокись урана) на стальную стенку. Оценена длительность процесса до момента образования сквозного отверстия в стальной стенке и количество расплава, которое для этого необходимо.

**Ключевые слова:** расплав, разрушение стальной стенки, моделирование нештатной ситуации, Ansys Fluent.

### ВВЕДЕНИЕ

При выполнении анализа условий безопасного проведения экспериментов, предполагающих получение расплава смеси ядерного топлива и конструкционных материалов как объекта исследований, необходимо учитывать возможность выхода расплава за пределы герметичных полостей, в которых происходит разогрев и плавление материалов. Поскольку, как правило, плавление материалов внутри таких полостей сопровождается повышением давления, нельзя исключить возможность струйного истечения расплава из этих полостей в направлении стенок, являющихся элементами барьеров безопасности устройств, предназначенных для плавления материалов. В целях создания защитных барьеров, обеспечивающих реализацию функций безопасности в условиях струйного воздействия расплава на их элементы, необходимо опираться на количественные оценки параметров процессов, происходящих во время такого взаимодействия.

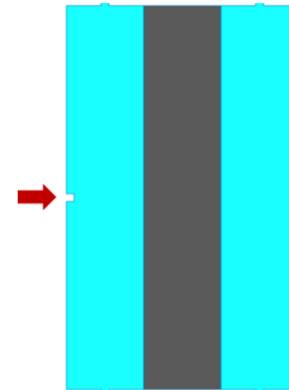
Для количественной оценки процесса взаимодействия струи расплава со стенкой был использован расчетный код Ansys Fluent [1], который, в общем случае, предоставляет возможности для решения теплогидравлических, газодинамических и аэродинамических задач. В нем заложен специальный набор функций и методов для решения задач, связанных с фазовыми переходами материалов такими, как плавление и кристаллизация [2]. Вместе с тем, без использования специальных приемов, в Ansys Fluent невозможно воспроизвести динамическую картину перемещения материалов и фазовых границ. С этой целью можно задействовать дополнительные возможности программы Ansys Fluent такие, как пользовательские функции и динамические сетки, но их применение существенно усложняет задачу и требует больших затрат машинного времени.

С учетом этих обстоятельств, для описания свойств стальной стенки было предложено использовать модель «квазижидкости», то есть материала с большими величинами вязкости и поверхностного натяжения, при которых жидкость будет иметь характеристики, эквивалентные характеристикам твердого тела, – в конкретном случае, характеристики стали. По мере разогрева такой стенки вязкость «квазижидкости» уменьшается, при этом она приобретает

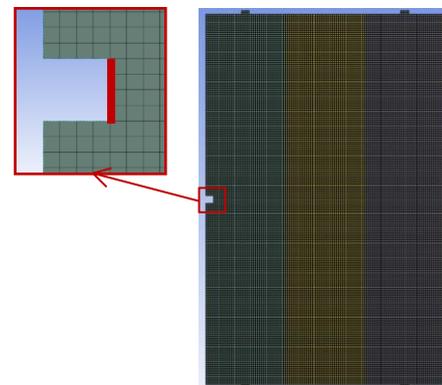
свойства текучести, вплоть до состояния расплава стали.

### ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

В задаче рассматривалось взаимодействие струи расплава двуокиси урана с плоской вертикальной стенкой (сталь 12X18Н10Т) толщиной 2 мм, боковые поверхности которой контактируют с газом (рисунки 1 и 2). Толщина каждого слоя газа равна 2 мм. Протяженность расчетной области в вертикальном направлении составляет 20 мм. Расчеты проведены для двух вариантов диаметра отверстия, через которое происходит истечение расплава из полости плавления – 0,2 мм и 2 мм. Входные зоны для этих вариантов имеют различный вид.



а) расчетная область



б) конечно-элементная модель

Рисунок 1. Расчетная модель с отверстием 0,2 мм

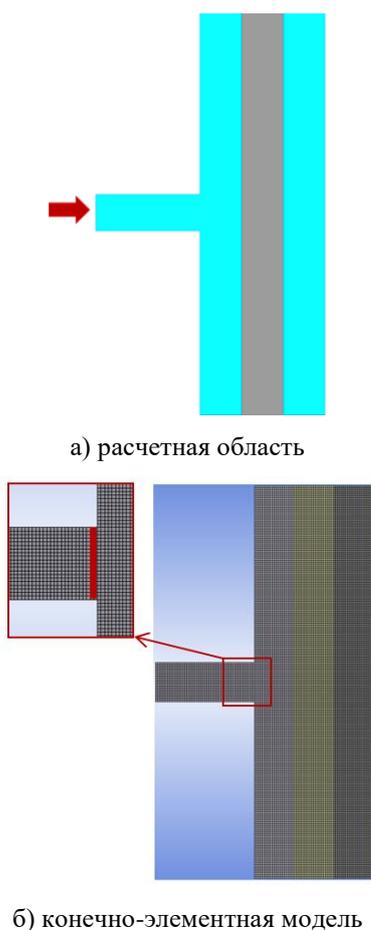


Рисунок 2. Расчетная модель с отверстием 2 мм

Расчетная область с отверстием диаметром 2,0 мм (рисунок 2) содержит входной участок длиной 10 мм, на горизонтальных границах которого, как и на горизонтальных границах входной зоны расчетной области с отверстием диаметром 0,2 мм (рисунок 1), запрещено перемещение массы и энергии. Расплав поступает во входную зону через вертикальную торцевую стенку входной зоны.

Размерная схема расчетной области и конечно-элементное представление этой области в расчетной модели выбраны исходя из соображений оптимального сочетания качества результатов расчета при допустимых затратах расчетного времени.

Модель области с отверстием диаметром 0,2 мм (рисунок 1) содержит 24416 элементов (минимальный размер элемента равен 0,05 мм).

Модель области с отверстием диаметром 2 мм (рисунок 2) содержит 6500 элементов (минимальный размер элемента равен 0,1 мм).

Для расчетных областей заданы следующие граничные условия:

- верхняя и нижняя границы расчетной области открыты и на них задано постоянное давление, равное начальному давлению в соответствующем слое газа, что подразумевает возможность свободного вы-

хода массы и энергии через границу при увеличении давления в слое газа;

- через правую вертикальную границу расчетной области перемещение массы и энергии невозможно;

- через левую вертикальную границу расчетной области перемещение массы и энергии невозможно по всей протяженности границы, за исключением входной зоны, моделирующей отверстие, через которое расплав поступает в расчетную область. Геометрические размеры входной зоны расчетной области подбирались итерационно, исходя из требования формирования стабильной струи расплава, направленной на стенку.

Начальные условия и допущения при проведении расчетов:

- начальная температура стальной стенки и окружающего газа равна 573 К;

- скорость течения расплава двуокиси урана в струе определяется избыточным давлением в гипотетической полости плавления, равным 1,5 МПа (давление расплава на входе в отверстие);

- температура расплава двуокиси урана в полости плавления равна 4000 К и остается постоянной на протяжении всего расчета;

- теплопроводность (17 Вт/м·К) и вязкость (0,003 Па·с) расплава двуокиси урана остаются постоянными на протяжении всего расчета;

- плотность и теплоемкость двуокиси урана (таблица 1) и теплоемкость и вязкость стали (таблица 2), используемые в расчете, изменяются с изменением температуры [3];

- течение струи расплава турбулентное.

Таблица 1. Свойства  $UO_2$

Т, К	Плотность, кг/м <sup>3</sup>	Теплоемкость, Дж/кг·К
273	10960	228
973	10773	310
1873	10380	350
2473	10046	500
3073	9594	620
3098	9000	11650
3123	8857	505
3473	8532	408
4773	7325	216

Таблица 2. Свойства стали

Т, К	Теплоемкость, Дж/кг·К	Вязкость, Па·с
273	450	100000
1073	600	100000
1273	900	98
1573	900	1
1773	500	0,008
2573	500	0,008

**РЕЗУЛЬТАТЫ МОДЕЛИРОВАНИЯ**

Результаты расчетов приведены в таблице 3 и показаны на рисунке 3 (для случая истечения расплава через отверстие диаметром 0,2 мм) и на рисунке 4 (для случая истечения расплава через отверстие диаметром 2 мм).

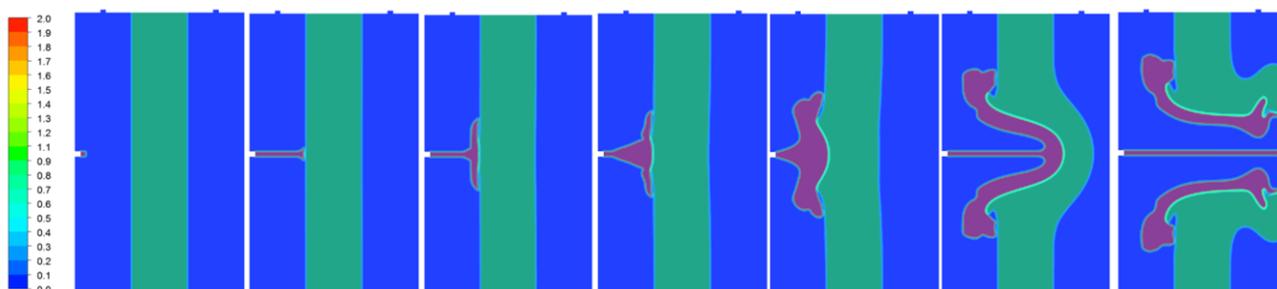
**ВЫВОДЫ**

Результаты расчетов показывают, что использование модели «квазижидкости» при описании свойств стальной стенки позволяет воспроизвести качественную картину разрушения стальной стенки струей расплава двуокиси урана.

Таблица 3. Результаты моделирования

Параметр	Значение	
	Вариант 1	Вариант 2
Начальный диаметр струи расплава, мм	0,2	2
Средний расход расплава, кг/с	7,82	15,6
Масса расплава, кг	0,0275	0,0873
Средняя скорость расплава, м/с	19,5	19,4
Время до сквозного проплавления стенки, с	0,0035	0,0056
Диаметр образованного в стенке отверстия, мм	2	10

КАРТИНА ТЕЧЕНИЯ СТРУИ РАСПЛАВА



ПОЛЕ ТЕМПЕРАТУРЫ

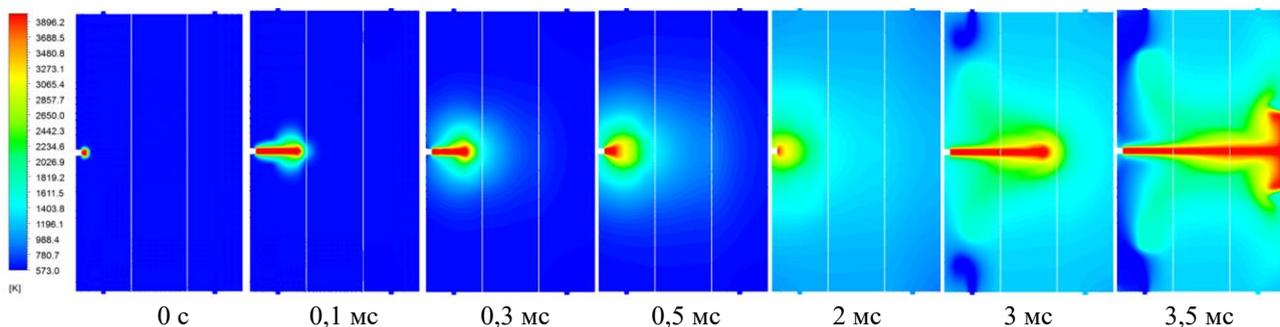


Рисунок 3. Покадровая анимация разрушения стенки при истечении расплава через отверстие диаметром 0,2 мм

КАРТИНА ТЕЧЕНИЯ СТРУИ РАСПЛАВА

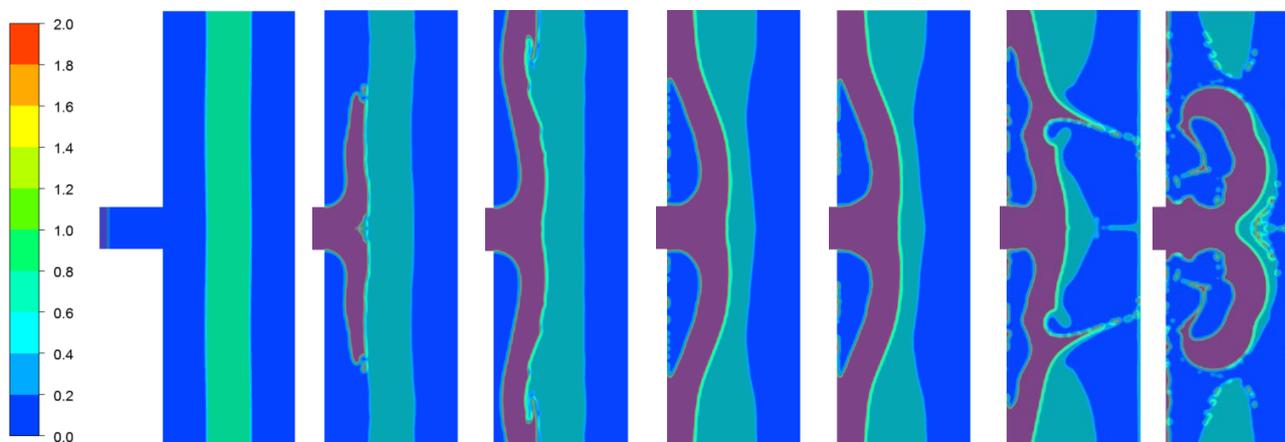


Рисунок 4. Покадровая анимация разрушения стенки при истечении расплава через отверстие диаметром 2 мм

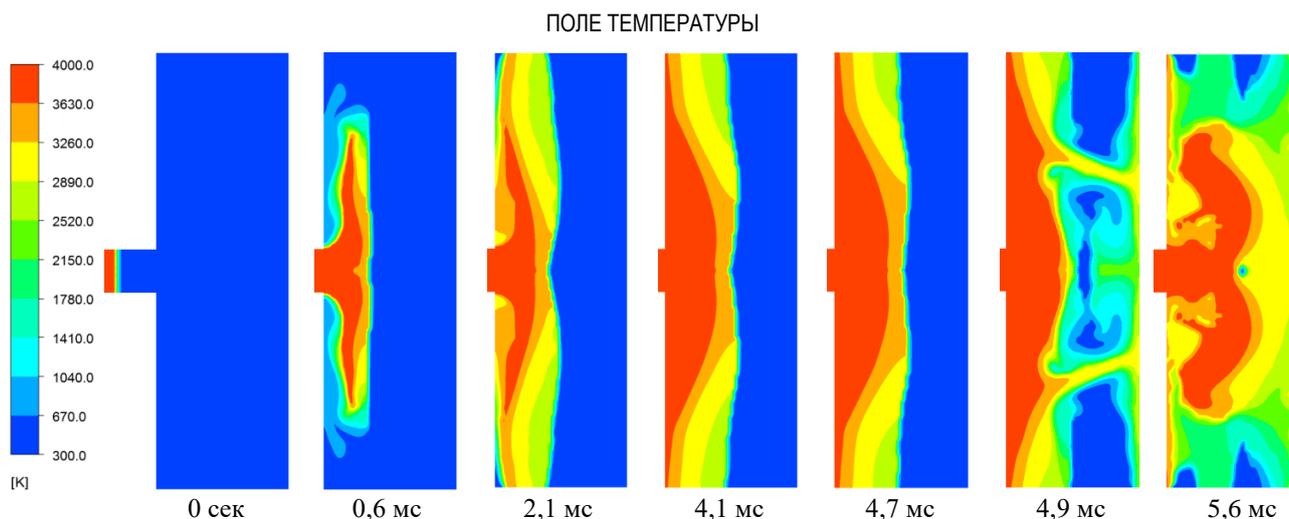


Рисунок 4 (продолжение). Покадровая анимация разрушения стенки при истечении расплава через отверстие диаметром 2 мм

Характерными особенностями моделируемого процесса являются практически мгновенное разрушение стальной стенки и относительно небольшое количество расплава урана, необходимое для того, чтобы в стенке образовалось сквозное отверстие.

Отсутствие экспериментальных данных, характеризующих такие процессы, не позволяет выполнить валидацию предложенной модели расчета, но на основании полученных результатов моделирования

можно сформулировать основные требования к проведению экспериментов, в которых соответствующие данные могут быть получены. В частности, очевидной представляется необходимость использования скоростной видеорегистрации как ключевого средства измерения при экспериментальном изучении процессов взаимодействия струи расплава с металлической стенкой.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Ansys Fluent User's Guide, Release 13.0; Ansys, Inc.; November, 2010.
2. Ansys Fluent Theory Guide, Release 15.0; Ansys, Inc.; November, 2013.
3. Thermophysical properties of materials for nuclear engineering: a tutorial and collection of data / IAEA, Vienna, 2008.

### БОЛАТ ҚАБЫРҒАСЫНЫҢ БАЛҚУ АҒЫНЫМЕН БАЙЛАНЫСУЫНЫҢ МОДЕЛІ

А.С. Сураев, Р.А. Иркимбеков, А.Д. Вурим

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

Бұл мақалада балқу ағынының және керамикалық ядролық отынның ( $UO_2$ ) болат қабырғаға тигізер әсерінің зерттеу нәтижелері сипатталады. Перфорациялық ойық (тесік) пен керекті мөлшердегі балқыманың пайда болуына кеткен қажетті уақыт есептелді.

**Кілт сөздер:** балқу, болат қабырғасының бұзылуы, төтенше жағдайды модельдеу, Ansys Fluent.

### MODELING OF THE INTERACTION OF A MELT JET WITH A STEEL WALL

A.S. Surayev, R.A. Irkimbekov, A.D. Vurim

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

The results of modeling the effects of molten steel and ceramic nuclear fuel (uranium dioxide) on the steel wall are presented. The duration of the process until the formation of a through hole in the steel wall and the amount of melt that is necessary for this are estimated.

**Keywords:** melt, destruction of a steel wall, modeling of an emergency situation, Ansys Fluent.

УДК 66.096.5; 621.36; 661.666; 621.039.548.8

## ИССЛЕДОВАНИЕ НЕКОТОРЫХ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ЗАЩИТНОГО ПИРОУГЛЕРОДНОГО ПОКРЫТИЯ НА МОДЕЛЬ МИКРОТВЭЛА

Семейко К.В.

*Институт газа НАН Украины, Киев, Украина*

В Институте газа НАН Украины проведены исследования теплофизических особенностей процесса нанесения пироуглеродного защитного покрытия на модель микротвэла в реакторах с электротермическим псевдооживленным слоем.

На основе термодинамических расчетов определены оптимальные тепловые параметры процесса нанесения защитного пироуглеродного покрытия на модели, которые благодаря своим физико-химическим характеристикам наиболее приближены микротвэлу ( $Dy_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $Sm_2O_3$ ,  $SiO_2$ ).

В результате серии экспериментов на специально созданной лабораторной установке с электротермическим псевдооживленным слоем получены образцы моделей микротвэлов покрытых пироуглеродом.

**Ключевые слова:** атомная энергетика, микротвэлы, пироуглерод, электротермический псевдооживленный слой, пиролиз углеводородных газов.

### ВВЕДЕНИЕ

Значимость проблемы обеспечения эксплуатационной безопасности действующих и проектируемых АЭС, тесно связанная с функционированием и развитием всего ядерного энергокомплекса, так же, как и ключевая роль атомной энергетики в энергообеспечении человечества, является неоспоримой [1]. Дальнейшие перспективы развития атомной энергетики в значительной степени зависят от обеспечения безопасности АЭС, как на рабочих режимах работы, так и в случае аварийных ситуаций, включая диверсии.

Одним из перспективных технических решений для увеличения безопасности АЭС является использование реакторных установок с микротвэлами (МТ). МТ - это топливная микросфера из делящегося под нейтронным облучением материала (диоксид урана, плутония, тория и др.) со слоями защитных покрытий, например, из пироуглерода различной плотности и структурного состояния, карбидов кремния и циркония, нитрида титана и др. [2]. Защитные покрытия на МТ ядерного реактора выполняют многоцелевые функции, основная из которых – удержание продуктов деления внутри частицы. Поэтому даже в случае разрушения корпуса реактора, МТ, разлетевшись по территории АЭС, будут блокировать выброс радиоактивных частиц в атмосферу, МТ можно будет собрать при помощи специальных механических устройств [3]. Преимущества применения МТ более детально рассматриваются в [4]. Топливо на основе МТ является основным для высокотемпературных газоохлаждаемых реакторов (ВТГР) [5]. Реакторы типа ВТГР относят к ядерным энергетическим системам IV поколения [6]. Одним из ключевых компонентов МТ является защитное пироуглеродное покрытие.

В течение ряда лет в Институте газа НАН Украины проводились исследования по получению пироуглеродных покрытий для различных целей, в том числе и для покрытий микротвэлов. В результате прове-

денных исследований по нанесению покрытий на модель МТ (кварцевый песок) наработаны партии пирокапсулированного материала с содержанием пироуглерода от 6 до 97%мас. [7, 8]. Следующим этапом исследований является нанесение пироуглеродного покрытия на модели, которые благодаря своим физико-химическим характеристикам наиболее приближены к микросферическому ядерному топливу.

### МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты исследований, представленных в данной статье, основаны на разработанных теоретических и экспериментальных методах изучения теплофизических особенностей нанесения защитного пироуглеродного покрытия на различные модели микротвэлов. Для анализа эффективности термохимических процессов и режимов работы установки использовались термодинамические методы (программа «TERRA») и методы теории теплообмена.

Среди наиболее приближенных моделей по дисперсности и физико-химическим свойствам к микросферическому ядерному топливу выбраны следующие вещества:  $SiO_2$ ,  $Dy_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $Sm_2O_3$ . Сравнительная характеристика моделей микротвэлов в сравнении с прототипом приведена в таблице 1.

*Таблица 1. Некоторые физические свойства моделей микротвэлов*

Вещество	Размер частичек, мм	$\rho$ , г/см <sup>3</sup>	Температура плавления, К
UO <sub>2</sub> (прототип)	0,200–0,600	10,97	2875
SiO <sub>2</sub>	0,200–0,315	2,65	1983
Dy <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,315–0,630	7,80	2681
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,600	7,41	2693
Sm <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,400–0,500	8,35	2608

**ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЕ РАСЧЕТЫ ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ ПИРОУГЛЕРОДНОГО ПОКРЫТИЯ ПУТЕМ ПИРОЛИЗА МЕТАНА НА РАЗЛИЧНЫЕ МОДЕЛИ МИКРОТВЕЗЛОВ**

Используя опыт предыдущих исследований, во избежание интенсивного сажеобразования во время процесса пиролиза метана, в систему добавляется азот.

В результате термодинамических расчётов был определён равновесный состав в системах: метан : азот : модель микровезла. Результаты расчётов при  $p=0,1$  МПа приведены на рисунке 1.

Как показывают результаты расчёта, во всех случаях при температурах выше 1075 К метан разлагается на углерод и водород. Вначале углерод осаждается в виде сажи и пироуглерода, а и в дальнейшем выступает как восстановитель.  $SiO_2$  при температурах выше 1675 К восстанавливается до SiC.  $Dy_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ , восстанавливаются до чистых металлов при температурах выше 2600 К,  $Sm_2O_3$  восстанавливается до чистого металла при температурах выше 2400 К. Азот существенно не влияет на химический состав системы.

Обобщая результаты расчёта, следует отметить, что в качестве модели микровезла для нанесения высокоплотного и высокоплотного пироуглерода целесообразно использовать  $SiO_2$ ,  $Dy_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $Sm_2O_3$ . Дальнейшее восстановление углеродом данных материалов до чистых элементов или карбидов может представить интерес для спецметаллургии, поскольку высокая чистота углерода образованного из газовой фазы и максимальных контакт фаз: «сердцевина-пироуглерода» обеспечивает как высокую чистоту образованных веществ, так и их рациональное использование.

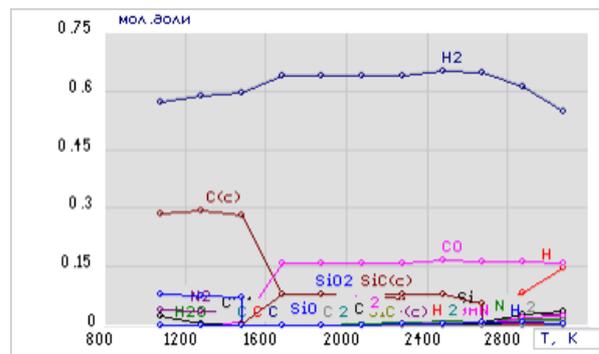
**ОПИСАНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ОБОРУДОВАНИЯ**

Для исследования теплофизических особенностей процесса нанесения защитного пироуглеродного покрытия на модель микровезлов специально создан реактор с электротермическим псевдоожиженным слоем (ЭТПС) (рисунок 2).

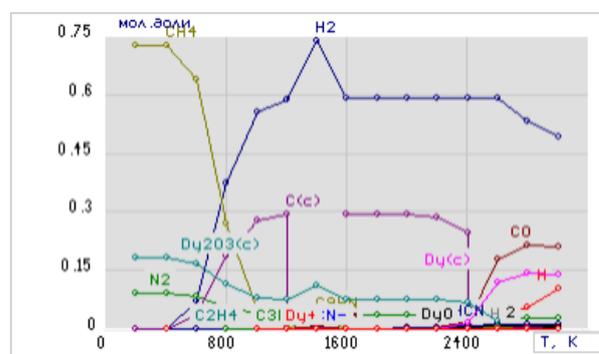
Реактор работает следующим образом: через штуцер 7 в газораспределительную решетку 6 подают смесь метана и азота, которые поступают в псевдоожиженный слой 8, состоящий из образцов модели микровезла. Реакционную зону реактору нагревают путем пропускания тока через никель-хромовую обмотку (нагреватель) 4, температуру измеряют термопарой 9. Выгружают обработанный материал в специальный термостойкий цилиндр наклоном реактора

Внешний вид реактора приведен на рисунке 3.

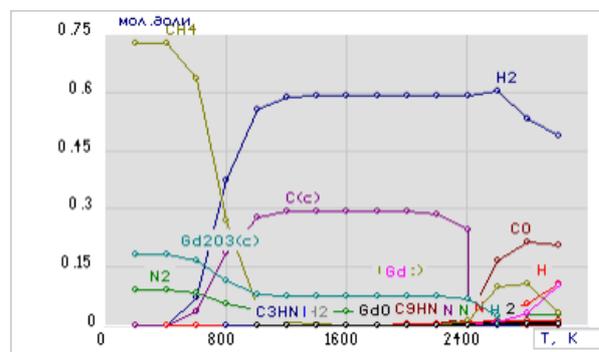
На рисунке 4 представлена принципиальная технологическая схема установки с реактором ЭТПС для нанесения защитного пироуглеродного покрытия.



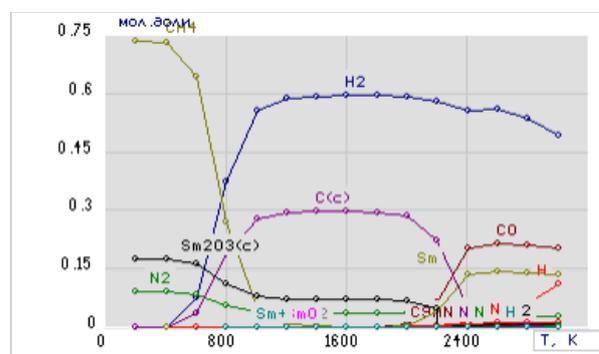
а)



б)



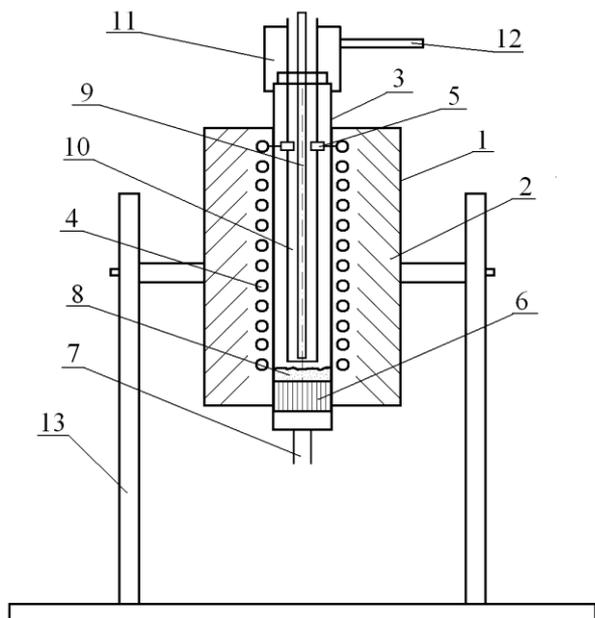
в)



г)

Рисунок 1. Равновесные кривые в системах: « $SiO_2 : CH_4 : N_2 = 1 : 4 : 0,5$ » (а), « $Dy_2O_3 : CH_4 : N_2 = 1 : 4 : 0,5$ » (б), « $Gd_2O_3 : CH_4 : N_2 = 1 : 4 : 0,5$ » (в), « $Sm_2O_3 : CH_4 : N_2 = 1 : 4 : 0,5$ » (г)

**ИССЛЕДОВАНИЕ НЕКОТОРЫХ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ ПРОЦЕССА НАНЕСЕНИЯ  
ЗАЩИТНОГО ПИРОУГЛЕРОДНОГО ПОКРЫТИЯ НА МОДЕЛЬ МИКРОТВЭЛА**

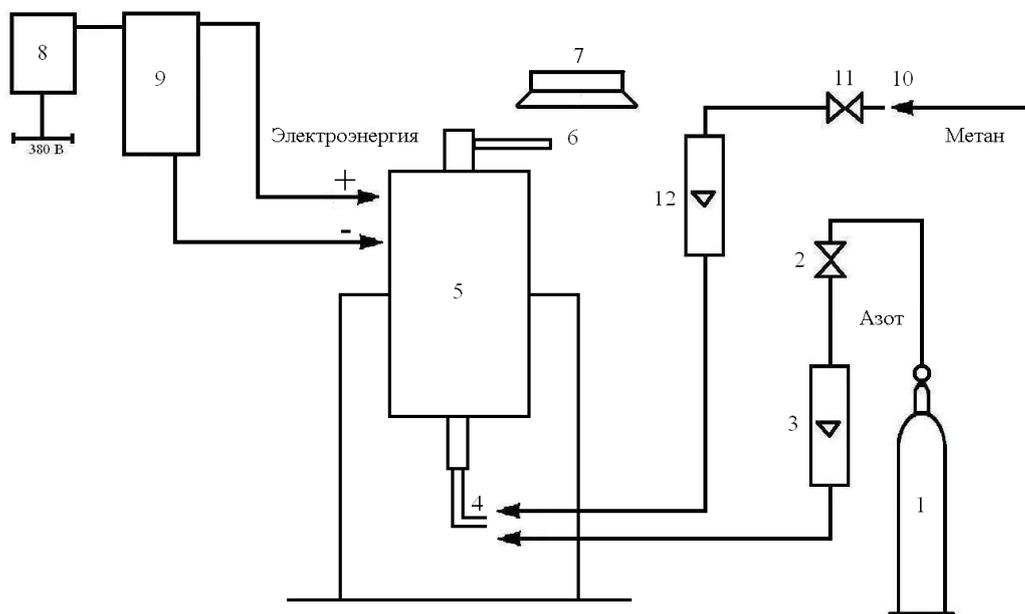


1 – внешний кожух, 2 – теплоизоляция, 3 – кварцевая трубка, 4 – нагреватель, 5 – клеммы нагревателя, 6 – газораспределительная решетка, 7 – штуцер для подвода газа, 8 – псевдооживленный слой, 9 – термопара, 10 – защитный кожух для термопары, 11 – верхняя крышка, 12 – штуцер для выхода газа, 13 – подставка

*Рисунок 2. Схема реактора с ЭТПС для нанесения защитного пироуглеродного покрытия*



*Рисунок 3. Внешний вид реактора с ЭТПС для нанесения защитного пироуглеродного покрытия*



1 – баллон с азотом, 2, 11 – вентили, 3, 12 – ротаметры, 4 – штуцер для подвода газа, 5 – реактор ЭТПС, 6 – штуцер для выхода газа, 7 – вытяжка, 8 – щит управления, 9 – силовой трансформатор, 10 – линия магистрального природного газа

*Рисунок 4. Принципиальная технологическая схема установки с реактором ЭТПС для нанесения защитного пироуглеродного покрытия*

Установка работает следующим образом: азот из баллона 1 и через вентиль 2 и ротаметр 3 поступает в реактор 5. Нагрев реактора осуществляется через силовой трансформатор 9. После выхода на температурный режим из магистрального газопровода 10 че-

рез вентиль 11, ротаметр 12 и штуцер 4 в реактор 5 подают метан, постепенно замещая азот. Расход азота и метана измеряют ротаметрами 3 и 12 соответственно.

В таблице 2 приведены основные рабочие технологические параметры установки

*Таблица 2. Значение рабочих параметров установки с реактором ЭТПС для нанесения защитного пироуглеродного покрытия на модели микровэла*

Название параметра	Единицы измерения	Значение или диапазон измерения
Масса загрузки	кг	0,001–0,003
Тип электрического тока		выпрямленный
Сила тока	А	1–20
Напряжение	В	30–90
Температура процесса	К	1074–1174
Время обработки материала	ч	1–2
Расход азота	м <sup>3</sup> /ч	0,001–0,005
Расход метана	м <sup>3</sup> /ч	0,02–0,04

Расчет количества теплоты, необходимой для проведения процесса, определяли из следующего балансового уравнения:

$$\begin{aligned}
 Q_{0Tz\text{проп.}} = & 2[G_A \cdot C_A(T_z) \cdot (T_z - T_{0A}) \cdot k + \\
 & + G_{CH_4} \cdot C_{CH_4}(T_z) \cdot (T_z - T_{0CH_4}) \cdot k] + \\
 & + G_{CH_4} \cdot \rho_{CH_4}(T_z) \times \Delta H_{298CH_4} + \\
 & + \frac{m_{ш} \cdot C_{ш}(T_z) \cdot (T_z - T_{0ш})}{\tau} \cdot k + \\
 & + \frac{T_z - T_0}{\frac{L_1}{\lambda_{кс} \cdot F_1} + \frac{L_2}{\lambda_{мс} \cdot F_2}},
 \end{aligned} \quad (1)$$

где  $T_z$  – температура процесса, К;  $Q_{0Tz\text{проп.}}$  – количество теплоты, которую необходимо внести в реактор для проведения процесса при  $T_z$ , Вт;  $G_A$  – расход азота, м<sup>3</sup>/год;  $G_{CH_4}$  – расход метана;  $C_A(T_z)$  – теплоёмкость азота в зависимости от температуры процесса, кДж/м<sup>3</sup>·К;  $C_{CH_4}(T_z)$  – теплоемкость метана в зависимости от температуры процесса, ккал/м<sup>3</sup>·К;  $k$  – коэф-

фициент перевода кДж/год в Вт;  $T_{0A}$  – исходная температура азота, К;  $T_{0CH_4}$  – исходная температура метана, К;  $T_{0ш}$  – исходная температура загружаемой шихты, К;  $T_0$  – температура внешней среды, К;  $\Delta H_{298CH_4}$  – теплота образования метана, кДж/кг;  $m_{ш}$  – масса загружаемой шихты, кг;  $C_{ш}(T_z)$  – теплоёмкость шихты в зависимости от температуры процесса, кДж/кг·К (поскольку вес навески шихты достаточно мал, в расчете применяется среднее арифметическое значение теплоемкостей SiO<sub>2</sub>, Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>);  $L_1, F_1$  – длина и площадь стенки реактора изготовленного из кварцевого стекла, м и м<sup>2</sup> соответственно;  $\lambda_{кс}$  – теплопроводность кварцевого стекла, Вт/м·К;  $L_2, F_2$  – длина и площадь теплоизоляции изготовленной из термостойкой ваты, м та м<sup>2</sup> соответственно;  $\lambda_{мс}$  – теплопроводность термостойкой ваты, Вт/м·К;  $\tau$  – время обработки шихты, ч.

Результаты расчета представлены пунктирной линией на рисунке 7.

Экспериментальные значения количества введенной теплоты ( $Q_{0Tz\text{эксп.}}$ ) для реакторов с ЭТПС определяется по вольт-амперной характеристике (электрической мощности):

$$Q_{0Tz\text{эксп.}} = I_{Tz\text{эксп.}} \cdot U_{Tz\text{эксп.}}, \quad (2)$$

где  $I_{Tz\text{эксп.}}$ ,  $U_{Tz\text{эксп.}}$  – соответственно сила тока, А и напряжение, В, которые измерялись по реальным показателям вольтметра амперметра во время экспериментов.

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для проведения исследований были выбраны образцы следующих материалов: SiO<sub>2</sub>, Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Внешний вид образцов приведен на рисунке 5.

Динамика нагрева реактора в процессе нанесения пироуглеродного покрытия на SiO<sub>2</sub>, Sm<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub> и Dy<sub>2</sub>O<sub>3</sub> показана на рисунке 6.



*Рисунок 5. Внешний вид моделей микровэлов*

После достижения температур выше 1300 К начинается резкое понижение температуры, что объясняется расходом теплоты на преодоление эндотермических эффектов процесса пиролиза метана (расщеплением метана на водород и пироуглерода).

На рисунке 7 приведены сопоставления расчетных и экспериментальных значений тепловой мощности.

Согласно рисунку 1, отслеживается динамика совпадения расчетного значения и экспериментальных данных. Среднее отклонение составляет 10–12%, что свидетельствует о корректности расчета.

На рисунке 8 приведены результаты тепловизионного измерения потерь теплоты при прохождении процесса.

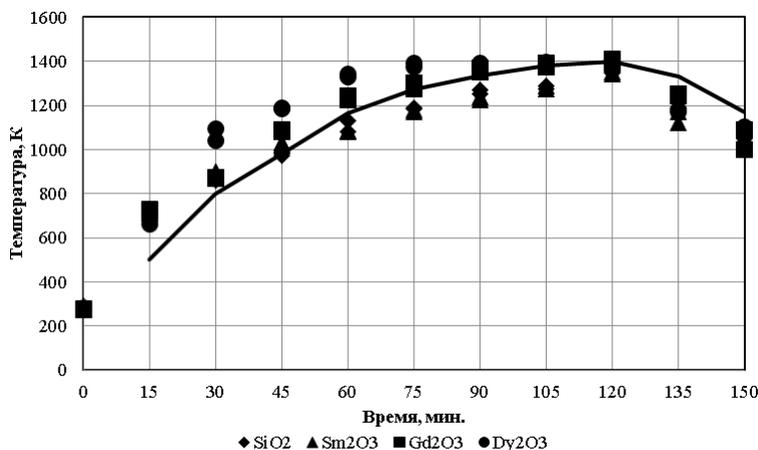


Рисунок 6. Динамика нагрева реактора ЭТКС во время процесса нанесения пироуглеродного покрытия

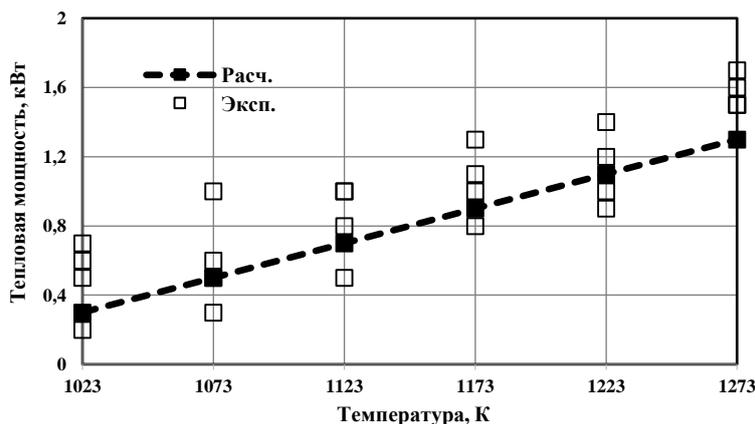


Рисунок 7. Сопоставление расчетного значения количества теплоты, необходимого для проведения процесса нанесения пироуглеродного покрытия на модели микровэлов

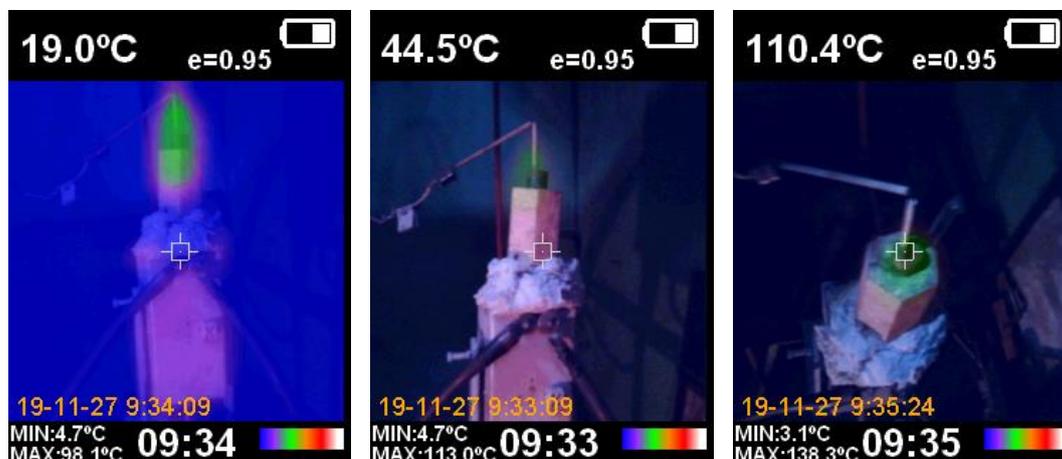


Рисунок 8. Тепловизионное измерение потерь теплоты в процессе нанесения пироуглеродного покрытия

Согласно результатам тепловизионного измерения основные потери теплоты имеют место через отверстие для термопары.

После проведения серии исследований удалось нанести тонкий слой пироуглерода (содержания пироуглерода – 2–7%мас.) на частицы с высокой плотностью ( $Dy_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $Sm_2O_3$ ).

#### ВЫВОДЫ

На основе термодинамических расчетов определены оптимальные тепловые параметры процесса нанесения защитного пироуглеродного покрытия на модели, которые благодаря своим физико-химическим характеристикам наиболее приближены к микросферическому ядерному топливу (МТ).

Проведенные экспериментальные исследования указывают на принципиальную возможность нанесения пироуглеродного покрытия на модели микротвэ-

лов  $SiO_2$ ,  $Dy_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $Sm_2O_3$ . В дальнейшем данный тип реакторов с ЭТЭС можно будет применять для нанесения покрытий на микросферическое ядерное топливо.

Следующим этапом может быть изучение материаловедческих характеристик полученных покрытий.

Полученные результаты по нанесению пироуглеродного покрытия также имеют перспективу применения в спецметаллургии (получение высокочистых карбидов и чистых элементов путём карботермического восстановления).

*Публикация содержит результаты исследований, проведенных по Гранту Президента Украины для молодых учёных по конкурсному проекту № Ф82/209-2019, № госрегистрации: 0119U103428.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Теплофизика аварий ядерных реакторов: монография / [А.А. Ключников, И.Г. Шараевский, Н.М. Фиалко и др.]. – НАН Украины, Ин-т проблем безопасности АЭС. – Чернобыль (Киев. обл.): Ин-т проблем безопасности АЭС, 2012. – 528 с. – (Серия Теплофизика атомных электростанций).
2. Беденинг Д. Газоохлаждаемые высокотемпературные реакторы. Пер. с нем. М.: Атомиздат. – 1975. – 224 с.
3. Пономарев-Степной Н.А. Гришанин Е.И. Кухаркин Н.А. Микротвэлами против ядерных катастроф и терроризма / Промышленные ведомости. – №4. – 2001. – 31–34 с.
4. Семейко К.В. Перспективы использования микротвэлов в атомной энергетике / Энергетика и ТЭК. 2015. № 7/8. С. 14–16.
5. Воеводин В.Н. Углерод-графитовые материалы в ядерной энергетике (обзор) / В.Н. Воеводин, Ю.А. Грибанов, В.А. Гурин, И.В. Гурин, В.В. Гуйда // Вопросы атомной науки и техники. 2015. № 2. С. 52–64.
6. Technology Roadmap Update for Generation IV Nuclear Energy Systems / Issued by the OECD Nuclear Energy Agency for the Generation IV International Forum. January 2014. 64 p.
7. Богомоллов В.А., Кожан А.П., Бондаренко Б.И., Ховавко А.И., Семейко К.В. Капсулирование кварцевого песка пироуглеродом в электротермическом псевдооживленном слое / Энерготехнологии и ресурсосбережение. – 2013. – № 5. – С. 36–40.
8. Семейко К.В. Исследование характеристик и свойств пироуглеродных покрытий / К.В. Семейко // Энерготехнологии и ресурсосбережение. – 2018. – № 1. – С. 37–43.

## МИКРОТВЭЛ МОДЕЛІНЕ ПИРОКОМІРТЕКТІ ҚОРҒАНЫС ЖАБЫНЫН ЖАЛАТУ ПРОЦЕСІНІҢ КЕЙБІР ЖЫЛУ ФИЗИКАЛЫҚ ЕРЕКШЕЛІКТЕРІН ЗЕРТТЕУ

К.В. Семейко

*Украина ҰҒА Газ институты, Киев, Украина*

Украина ҰҒА Газ институтында электротермиялық псевдосұйылтылған қабаты бар реакторларда микротвэл моделіне пирокөміртекті қорғаныс жабынын жалату процесінің жылу физикалық ерекшеліктеріне зерттеулер жүргізілді.

Термодинамикалық есептеулер негізінде өзінің физика-химиялық сипаттамаларының арқасында микротвэлге анағұрлым жақын пирокөміртекті қорғаныс жабынын жалату процесінің оңтайлы жылу параметрлері анықталды ( $Dy_2O_3$ ,  $Gd_2O_3$ ,  $Sm_2O_3$ ,  $SiO_2$ ).

Эксперименттер сериясының нәтижесінде электротермиялық псевдосұйылтылған қабаты бар арнайы құрылған зертханалық қондырғыда пирокөміртек жалатылған микротвэл модельдерінің үлгілері алынды.

**Кілт сөздер:** атом энергетикасы, микротвэлдер, пирокөміртек, электротермиялық псевдосұйылту қабаты, көмірсутекті газдар пиролизі.

**RESEARCH OF SOME THERMOPHYSICAL FEATURES OF THE PROCESS OF PROTECTIVE  
PYROCARBON COATING APPLICATION ON A COATED PARTICLE FUEL MODEL**

**K. Simeyko**

*The Gas Institute of the National Academy of Sciences of Ukraine, Kyiv, Ukraine*

Research of thermophysical features of the process of protective pyrocarbon coating application on a coated particle fuel model in the fluidized bed reactors was carried out in Gas Institute of the National Academy of Sciences of Ukraine.

Based on thermodynamic calculations, the optimal thermal parameters of the process of protective pyrocarbon coating application to models that, due to their physicochemical characteristics, are the closest to coated particle fuel ( $\text{Dy}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Gd}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Sm}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ) were determined.

As a result of a series of experiments on specially developed laboratory facility with electrothermal fluidized bed, samples of models of coated particle fuel coated with pyrocarbon were obtained.

**Keywords:** nuclear energy, coated particle fuel, pyrocarbon, electrothermal fluidized bed, pyrolysis of hydrocarbon gases.

ӨОК 533.0.082

## ПЛАЗМАЛЫҚ ФОКУС ТЕРМОЯДРОЛЫҚ ҚОНДЫРҒЫСЫНДАҒЫ РАЗРЯДТЫ ТОҚ ПЕН НЕЙТРОНДАР ЭМИССИЯСЫНЫҢ ҚАТЫНАСЫ

<sup>1)</sup> А.М. Жукешов, <sup>1)</sup> Ж.М. Молдабеков, <sup>2)</sup> В.Я. Никулин,  
<sup>1)</sup> А.Т. Габдуллина, <sup>1)</sup> А.У. Амренова, <sup>1)</sup> Д.Н. Кабрешова

<sup>1)</sup> *ал-Фараби атындағы Қазақ Ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан*

<sup>2)</sup> *Ресей ғылым академиясының П.Н. Лебедев атындағы физика институты, Мәскеу, Ресей*

Плазмалық фокус (ПФ) термоядролық қондырғысындағы разрядты токтың динамикалық сипаттамасы және оның нейтрондар эмиссиясымен тәуелділігі зерттелді. Разрядты токтардың пайда болу динамикасы Роговский белдігі арқылы өлшеніп, нейтрондардың ағыны белсендірілген күміс фольгалы детектор арқылы тіркеліп талдау жасалды. Талдау нәтижелері бойынша разрядты пиктік токтар 18 кВ кернеуде 200–265 кА аралығында болса, пинчтік токтар 178–230 кА арасында қысымға байланысты өзгеріп отырды. Сәйкесінше нейтрондардың ағыны  $8 \cdot 10^6$ – $2,2 \cdot 10^7$  нейтрон/имп. тең болды. Ұсынылып отырған жұмыста плазмалық фокус қондырғысындағы разрядты пинчтік токтардың нейтрондардың эмиссиясына тәуелділігі баяндалады.

**Кілт сөздер:** нейтронды эмиссия, разрядты ток, пинч, плазмалық фокус.

### КІРІСПЕ

«Плазмалық фокус» құбылысы ХХ ғасырдың ортасында Н.В. Филиппов (Советтік Социалистік Республикалар Одағы) [1] пен Дж. Мэйзердің (J. Mather, Америка Құрама Штаттары) басқарылатын термоядролық синтез бағдарламасы бойынша жүргізілген зерттеулерде тәуелсіз ашылды. Бүкіл әлем бойынша оннан аса плазмалық фокус типті қондырғылар бар. Қазіргі таңда ең қуатты қондырғы PF-1000 (Варшава, Польша) энергия қоры 1 МДж-ға тең. П.Н.Лебедев атындағы Ресей ғылым академиясының физикалық институтында (Мәскеу, Ресей) қуатты лазерден және плазмалық фокус типті қондырғыдан «Тюльпан» атты бірегей плазмалық фокус жасалды [6]. Плазмалық қондырғы кешенінің құрамында энергиясы 4 кДж-ден 0,4 МДж-ге дейін, тығыздығы 10 А/см, жоғары плазмадан 300 кА-ден 3 МА-ге дейін тоқты қамтамасыз ете алатын қондырғы бар.

Соңғы жылдары ПФ термоядролық қондырғысын жасақтау және оны өндірістік салаларда қолдануға деген қызығушылық артып келеді. ПФ қондырғысында жоғары энергиялы ультракүлгін сәулеленуден нейтрондарға дейінгі аралықтағы бөлшектерді тудыруға қабілетті. Тиімділігі бойынша қондырғы әртүрлі типтегі радиациялық (soft and hard), энергетикалық бөлшектердің (зарядталған немесе нейтрал) және релятивті электрондардың көздері болып табылады. Мұндай бөлшектерді алу келесі макроскопиялық параметрлерге: конденсатор батареясының энергиясы, разрядты ток, зарядтағыш кернеу, анод және катодтың өлшемі мен осьтік фазадағы плазмалық тоқ қабықшасының қисықтығына (изолятор ұзындығына) тәуелді болып табылады [3–4]. Плазмалық фокуста пайда болатын рентген сәулелері дефектоскопияда, активтендіру рентгенді литографияда қолданылады. Иондық имплантация арқылы материалдарды өңдеуде энергетикалық иондар қолданылса, нейтрондармен атқылау арқылы термоядролық реактордың бірінші қабаты-

ның материалын сынамадан өткізуге қолданылады [5]. Аталған қондырғыда пайда болатын плазма параметрлері электродтар жүйесі және камерадағы жұмыс газының қысымына әсер етеді. Нейтрондардың қарқынды шығуы камерадағы қысымға байланысты болып табылады [8].

[5–6] жұмыстардан белгілі болғандай плазмалық фокус типті қондырғыларда екі нейтронды скейлинг немесе екі негізгі нейтрондық эмиссияның тәуелділігі болады  $Y_n$ :

– конденсатор батареясындағы қосымша электрлік тәуелділік  $E$  [Дж];

– разрядты токтың сығылу сәтінге (пинч)  $I_p$  [А]. Тәуелділікті келесідей түрде жазуға болады.

$$Y = 10E^2 \quad (1)$$

$$Y = 10^{-13} I_p^4 \quad (2)$$

Мұндай тәуелділіктер өткен ғасырдың үшінші ширегінде 1–100 кДж энергетикалық диапазондағы қондырғыларда эксперимент жүзінде алынды және плазмалық фокус қондырғысының энергиясының 2–3 есе артуымен термоядролық реактордың түпүлгісі ретінде қарастырды. Алайда мегаджоульді диапазонға ауысу барысында нейтрондық эмиссияның қанығуы байқалды, яғни бір жарқылда күтілген  $10^{13}$  нейтронның орнына шамасы он есе аз нейтрондар тіркелді, алайда (2) формула бойынша тоқ скейлинг орындала берді.

Нейтрондық скейлингтің (1) және (2) формула бойынша физикалық мағынасы нейтрондардың шығуы мен тоқ арасындағы қатынастың физикалық мағынасы болып табылады. Мұнда электродтардың арасында разрядтың қалыптасуына магниттік өрістің Лоренц күші [12] негізгі роль атқарады. Қарастырып отырған жұмыста плазмалық фокус термоядролық қондырғысындағы разрядты токтардың динамикасы мен оның нейтрондардың эмиссиясына тәуелділігі қарастырылады.

**ИМПУЛЬСТІК РАЗРЯДТЫ ТОҚТЫ ЖӘНЕ НЕЙТРОНДАР АҒЫНЫН ӨЛШЕУДІҢ ТЕОРИЯСЫ**

**Роговский белдігі**

Роговский белдігі жоғары кернеулі электрлік қондырғылардағы туынды тоқты өлшеуге арналған тороидальды катушка болып табылады. Белдіктің жұмыс істеу принципі электромагнитті индукцияның Фарадей заңына негізделген. Роговский белдігі разряд шинасының сыртына және үдеткіш жазықтығының ішіне яғни тоқ ағынының бағытына перпендикуляр бағытта шеңбер түрінде орналасады. Біздің жұмыста Роговский белдігі соленоид тәрізді диаметрі  $d=4$  мм, ұзындығы  $l=20$  см, орам саны  $N=7$ -ден құралған орамдан тұрады. Разрядты тоқ орам арқылы өтеді. Разрядты тоқтың өзгерісі ( $dI/dt$ ) катушкада ( $k dI/dt$ ) индукцияланған электрқозғаушы күшті тудырады [5].

$$L_{инд} \frac{di}{dt} + (r + r_{инд})i = k \frac{dI}{dt} \quad (3)$$

$$V = ri \quad (4)$$

мұндағы  $k$ -катушканың геометриялық пішіні мен катушкадағы  $I$  тоққа тәуелді тұрақты шама,  $r$  – төмен индукциялы жүктеменің кедергісі,  $L_{инд}$   $r_{инд}$  роговский белдігінің индукциясы мен кедергісі,  $I$  тороидальды катушканың көлденең қимасының центрінен өтетін разрядты тоқ және  $i$ -катушкадағы индукцияланған тоқ болып табылады.

Роговский белдігі мынадай екі режимде жұмыс істейді.

**а) Уақыт бойынша туынды тоқты өлшеу режимі.**

Егер  $L_{инд} \frac{dI}{dt} \ll (r + r_{инд}) \cdot i$  болса, онда (3) теңдеуден мынадай өрнек аламыз  $i = \left( \frac{k}{r + r_{инд}} \right) \frac{dI}{dt}$  ал (4)

теңдеуден шығыс кернеуі ( $dI/dt$ ) туынды тоққа пропорционал болады:

$$V = ri = \left[ \frac{r}{r + r_{инд}} k \right] \frac{dI}{dt} \quad (5)$$

Бұл жағдайда, қатынасының  $\left( \frac{L_{инд}}{r + r_{инд}} \right)$  мәні ток

импульсінің ұзақтығына қарағанда айтарлықтай аз болуы тиіс және Роговский белдігі уақыт бойынша туынды тоқты өлшеуге қолданылады.

**б) Тороидальды катушканың көлденең қимасының центрінен өтетін разрядты тоқ режимі.**

Егер  $L_{инд} \frac{dI}{dt} \gg (r + r_{инд}) \cdot i$  болса онда (3) теңдеуден мынаны аламыз  $i = \left( \frac{k}{L_{инд}} \right) I$ , сәйкесінше (4)

теңдеуден шығыс кернеуінің мәні (I) пропорционал болады:

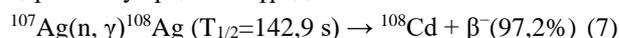
$$V = ri = \left[ \frac{r}{L_{инд}} k \right] I \quad (6)$$

мынадай шарт үшін,  $\left( \frac{L_{инд}}{r + r_{инд}} \right)$  қатынасының мәні ток

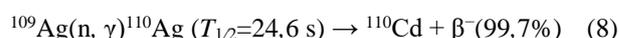
импульсінің ұзақтығынан айтарлықтай көп болады, және Роговский белдігі трансформатор тоғы сияқты жұмыс істейді.

**Белсендірілген күміс фольгасының теориясы**

Белсендірілген күміс санағышына мынадай  $^{107}\text{Ag}$  51,35% және  $^{109}\text{Ag}$  48,65% табиғи күміс изотобы бар фольга қолданылды. Нейтрондардың табиғи күміс фольгамен негізгі ядролық реакциялары нейтрондық қармап алу арқылы жүреді



және



Нейтрондардың  $^{107}\text{Ag}$  және  $^{109}\text{Ag}$  радиоактивті қармауы нәтижесінде  $^{108}\text{Ag}$  және  $^{110}\text{Ag}$  жартылай өмір сүрі уақыты 142,9 с және 24,6 с болатын тұрақсыз изотоптар пайда болады.

Нейтронды детектор формасы цилиндр тәрізді (диаметрі 3,5, 6,5 және 14 см, ұзындығы 12, 11 және 20 см, материалы – оргшыны немесе парафин) баяулатқыш контейнер (осы экспериментте қолданылған), импульсті плазмалық көздерден шығатын нейтрондарды және олардың анизотропиясын тіркеуге арналған. Күміс фольга Гейгер санағышына оралып баяулатылған нейтрондарды бағыттап  $\beta$ -белсенді бөлшектерді тіркейді. Мұндай типтегі датчиктерде салыстырмалы үлкен «өлі уақыты» шамамен (~100 мкс) құрайды. Егер детекторды  $\Omega$  бұрышта орналастырып интенсивтілігі  $I$  (нейтрон/с) болатын тұрақты көзден энергиясы (2,5 МэВ) жылдам нейтрондармен сәулелендірсе. Гейгер санағышына оралған фольганың  $A(t_2)$  белсенділігі мынаған тең болады.[5, 9–10]

$$A(t_2) = n\bar{V} \Sigma(\bar{V})d(1 - e^{-t_2/T}) \quad (9)$$

$$N = A(t_2)T(1 - e^{-\Delta t/T})\psi \quad (10)$$

(10) теңдеуін мына түрде қайта жазамыз:

$$N = I \left( \frac{\Omega}{4\pi} \right) \varepsilon T (1 - e^{-t_2/T}) e^{-t_2/T} (1 - e^{-\Delta t/T}) \quad (11)$$

(11) түрлендіру арқылы мынадай түрге келтіреміз:

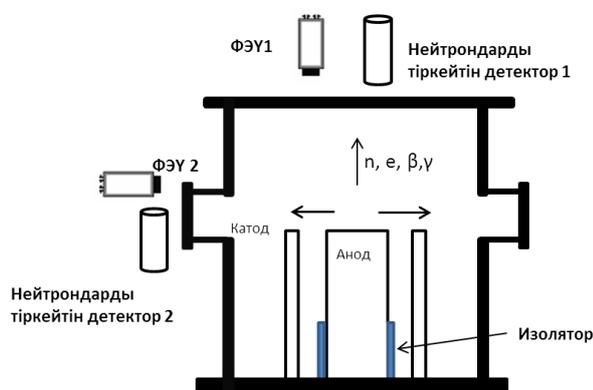
$$N = Y \left( \frac{\Omega}{4\pi} \right) \varepsilon (1 - e^{-\Delta t/T}), \quad (12)$$

мұндағы  $\psi$  – Гейгер санағышында  $\beta$ -бөлшектерді тіркеудің тиімділігін сипаттайтын пропорционалды коэффициент,  $T$  – радиоактивтіліктің бәсеңдеу уақыты,  $\Sigma$  – белсенділік қимасы,  $d$  – белсендендіретін

пластинаның қалыңдығы ( $\Sigma d \ll 1$ ),  $\varepsilon$  – детектордың тиімділігі,  $t_1$  фольганы сәулелендіру уақыты,  $t_2$  сәулеленудің аяқталу мен санағыштың санау уақытының арасындағы уақыт интервалы,  $\Delta t$  – өлшеу уақыты,  $I$  – нейтронды көздердің интенсивтілігі,  $\Omega$  – детектор орналасқан бұрыш,  $N$  – импульстер саны,  $Y$  – нейтрондардың шығуы.

#### ЭКСПЕРИМЕНТ НӘТИЖЕЛЕРІ

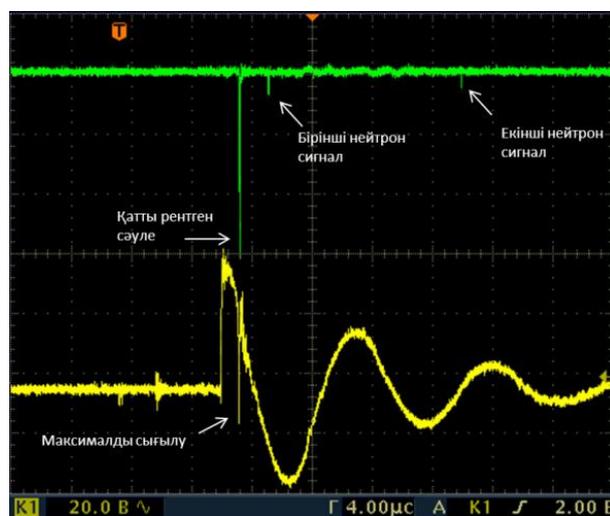
Эксперимент плазмалық фокус ПФ-4 (20 мкФ, 18 кВ, 5,8 нГн) жүргізілді, жұмыс газы ретінде  $D_2$  қолданылды. Электродтар жүйесінің конфигурациясы мыстан жасалған, олар оргшыны изолятор арқылы бөлінген. Сыртқы электродтың диаметрі 1,5 см, ішкісі – 2,5 см құрайды, сыртқы және ішкі электродтардың ұзындығы сәйкесінше 650 мм және 750 мм [11]. Плазмалық фокус қондырғысындағы электродтар жүйесіндегі катодтың ұзындығы анодтың диаметрінің қатынасы бойынша [12] көрсетілгендей  $A > 1$  шарт орындалды, яғни  $A = 2,6$  см тең болды. Плазмалық фокус қондырғысының жұмыс істеу принципі бойынша [5] 1-суретте қондырғының эксперименттік схемасы көрсетілгендей диагностикалық приборлар осьтік және жанама бағытта қойылды (1 сурет). Разрядты тоқты және туынды тоқты тіркеуде Роговский белдігі қолданылды. Роговский белдігін калибрлеу үшін жүргізілген эксперименттік өлшеулердің қателігі 2% құрады.



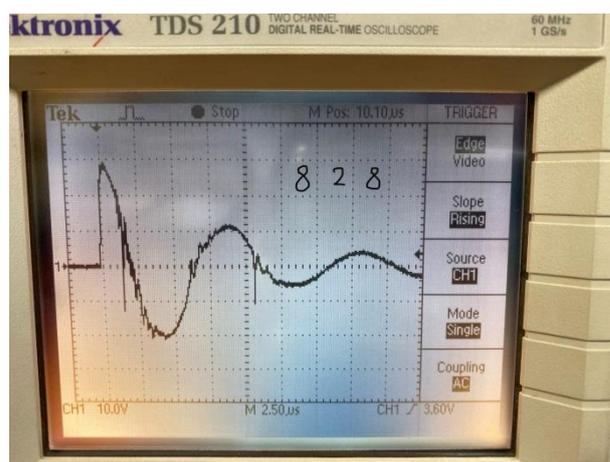
Сурет 1. Плазмалық фокус қондырғысында эксперимент жүргізу схемасы және диагностикасы

ПФ термоядролық реакторында толтырылған газдың (дейтерий, аргон, гелий, сутегі және т.б.) иондалуының нәтижесінде электродтар жанындағы диэлектриктің бетінде разрядтар пайда болады. Осы пайда болған разрядтың нәтижесінде плазмалық қабықша  $I$  ток пен өзіндік  $B$  магниттік өрістің әсерлесуімен қозғалады. Плазмалық қабықшаның қозғалыс динамикасынан разрядты тоқты өлшеу эксперименттік [10] және теориялық [12] жолмен де анықталады (2-сурет). Нөл өлшемді модель бойынша разрядты – тоқтың кенеттен құлауы плазмалық қабықшаның анодтың басына жетіп шығылғанын көрсетеді. Мұндай шығылудан плазмалық қабықшаның көлемі артып концентрациясы азаяды.

Нейтрондардың максималды шығуы осы бірінші шығылуда пайда болып, екінші және үшінші реттік шығылуы плазманың концентрациясы мен қабықшаның биіктігіне байланысты болады (2б сурет).



а)

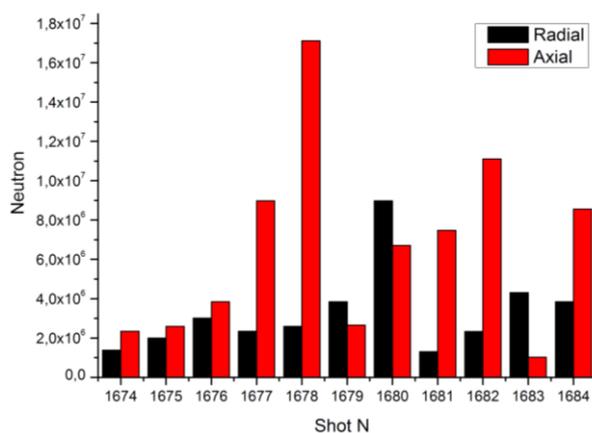


б)

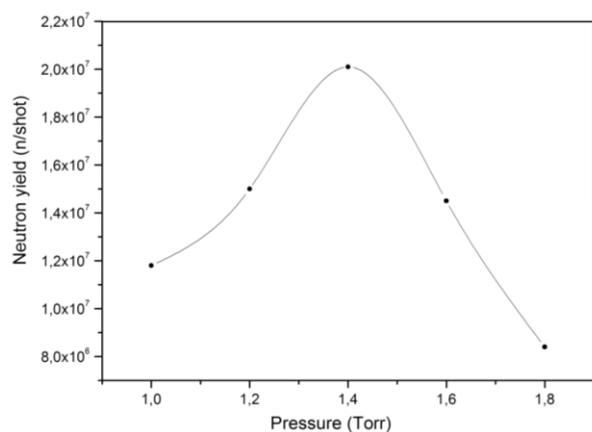
Сурет 2. 1485 және 828 эксперименттің нәтижесі: нейтрондық импульс пен қатты рентгенді сәуле және плазманың максималды шығуы (а), плазманың екі ретті шығуы (б)

Нейтрондардың остік және жанама бағыттағы шығуларын тіркеу үшін Am-Be көздерімен калибрленген күміс фольгалы белсендірілген детекторлар нейтрон көзінен (Z-пинч) 5 см қашықтыққа және рентгенді сәулелерді тіркеу үшін сцинтиллятор фотоэлектронды күшейткішпен 15 см қашықтыққа орналастырылды. Детектордың центрі нейтрондар көзімен бірдей биіктікке орнатылды және иондарды экрандау мақсатында детектордың алдына 1,2 мм және 2,5 мм қалыңдықтағы қорғасын қойылды. Біз нейтрондардың шығуын қысым бойынша бағаладық. Ең жақсы атылу 1,4 торр қысымда  $1,65 \cdot 10^7$  нейтрон пайда болды. Әртүрлі қысымдағы D-D реакциясын бірнеше рет бақылау арқылы нейтрондардың остік

және жанама бағыттағы максималды шығулары анықталды (3а сурет). [8] жұмыстағы зерттеушілердің болжамы бойынша мұндай жағдайдағы максималды  $Y$  нейтрондардың шығуы  $Y \approx I_p^4$  ( $I_p$ , кА) нейтронды скейлингке сәйкес. Нейтрондардың шығуының толтырылған дейтерий газ қысымына тәуелділігін бағалауда, нейтронды санағыштар әртүрлі 1-ден 1,8 торр аралығында газ қысымында жазылды. Экспериментті құрылғыда нейтрондардың шығуы әртүрлі қысымда кенеттен төмендейді (3б сурет).



а)



б)

Shot N – ПФ атылымдар саны; Neutron – Нейтрондар саны;  
Radial – жанама (радиалды) бағыт; Axial – остік (аксиалды) бағыт;  
Pressure (Torr) – газ қысымы; Neutron yield – нейтрондардың шығуы

Сурет 3. Нейтрондар эмиссиясы: нейтрондардың остік және жанама бағыттағы эмиссиясы (а), нейтронның қысымға байланысты эмиссиясы (б)

#### ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР

1. Петров Д.П., Филиппов Н.В., Филиппова Т.И., Храбров В.А. Мощный импульсный газовый разряд в камерах с проводящими стенками // В сб. Физика плазмы и проблемы управляемых термоядерных реакций. Изд. АН СССР, 1958. - Т. 4. - С. 170-181.
2. Mather J.W. Formation of the high-density deuterium plasma focus // Phys. Fluids, 1965, Vol. 8. – P. 366.
3. Filippov N.V., Filippova T.I., Khutoretskaia I.V., Mialton V.V., Vinogradov V.P. Megajoule Scale Plasma Focus as Efficient X-ray Source // Physics Letters A – 1996. – 211. – P. 168–171.

Мұндай жағдайдағы қысымның артуы мен бөлшектердің шығу механизмі бойынша нейтрондардың эмиссиясының төмендеуімен байланысты деп түсіндіріледі. Мұндай тәуелділік термоядролық (thermonuclear) және үдеткіштік (beam target) механизмдері арқылы түсіндіріледі. Термоядролық көзқарас бойынша біз нейтрондардың шығуы мен дейтрейдің газ қысымы арасындағы тәуелділікті Могоно және басқада авторлардың [8] түсіндіруін қолдандық.

Олардың теориялық моделіне сәйкес, таза термоядролық түсініктерге негізделіп разрядтық пиктік ток бір мезетте разрядты пинчтік токпен пайда болғанда нейтрондардың шығуына қол жеткізуге болады. Сәулелі нысан механизмі бойынша, оңтайлы қысымнан төмен болған кезде нейтрондардың тығыздығының саны остік бағытта үдетілуі төмен болғандықтан нейтрондардың шығуы да төмен болады.

#### ҚОРЫТЫНДЫ

Жұмыс авторлары плазмалық бағаналардағы пинчтік тоқты плазманың соңғы сығылу ауданында роговский белдігі арқылы өлшеді. Өлшенген пинчтік ток жалпы разрядты тоқтың 80% құрайды. Тәуелділік заңы бойынша нейтрондар эмиссиясы мен разрядты пинчтік тоқтың арасындағы қатынас  $Y \sim I^4$  тең болады. Разрядты сигналдарды талдау жасап бірнеше динамикасының сипаттамалары зерттелді. Туынды тоқты экспериментті түрде өлшеу арқылы симметриялы остік бетіндегі плазма қабықшасының қалыптасуы мен максималды сығылу динамикасы туралы маңызды ақпарат алуға болады. Белсендірілген күміс фольгалы санағышпен өлшеу арқылы алынған жалпы нейтрондардың шығуы мен біршама оптималды нейтрондардың эмиссиясына қатысты физикалық шамалармен салыстырылды. Плазманың максималды сығылу кезінде (пинчте) нейтрондар ұшып шығуымен плазма қабықшасының үзілу уақыты камерадағы қысымға тәуелді болып энергиясы мен тоғы артуымен нейтрондардың шығуы да артады. Жүргізілген эксперимент бойынша разрядты пиктік токтар 18 кВ кернеуде 200–265 кА аралығында болса, пинчтік токтар 178–230 кА арасында қысымға байланысты өзгеріп отырды. Сәйкесінше нейтрондардың ағыны  $8 \cdot 10^6$ – $2,2 \cdot 10^7$  нейтрон/имп. тең болды. Алынған нәтижелер жоғарыда келтірілген модельдер мен болжамдарға сәйкес келеді.

4. Плазменный фокус. Физическая энциклопедия. В 5-ти томах. – М.: Советская энциклопедия. 1988. – С.1437.
5. Krokhin O.N., Nikulin V.Ya. The upgraded plasma focus installation “FLORA” – the installation “TULIP” // Journal of Technical Physics, – 1999, vol. XL, № 1.
6. Никулин В. Я., Полухин С. Н. О насыщении нейтронного выхода плазменных фокусов мегаджоульного диапазона // Физика плазмы, 2007. – Т.33, № 3. – С. 1–7.
7. Nikulin V.Ya., Polukhin S.N., and Tikhomirov A.A. A Simple Criterion for the Snowplowing Efficiency of the Working Gas in a kJ Plasma Focus // Plasma Physics Reports, 2005. -Vol. 31, No. 7. - P. 591–595.
8. A. Gentilini, J.P. Rager, K. Steinmetz, M. Tacchia, D. Antonini, B. Arcipiani, P. Moioli, E. Pedretti, R. Scaf’e, Comparison of four calibration techniques of a silver activated geiger counter for the determination of the neutron yield on the Frascati plasma focus experiment // Nuclear Instruments and Methods, 1980. Vol.172, No 3. – P. 541–552.
9. O.N. Krokhin, V.Ya. Nikulin, I.V. Volobuev, Compact activation detectors for measuring of absolute neutron yield generated by powerful pulsed plasma installations // Czech. J. Phys., 2004. Vol. 54, P. 28–31.
10. Волобуев И.В., Гурей А.Е., Никулин В.Я., Полухин С.Н. Магнито-зондовые и нейтронные измерения на плазменном фокусе ПФ-400 // Физика плазмы, 2010. – Т. 36, № 12. - С. 1075–1084.
11. F.B. Vaimbetov, A.M. Zhukeshov and A.U. Amrenova. Dynamics of Plasma Flow Formation in a Pulsed Accelerator Operating at a Constant Pressure. Technical Physics Letters, 2007. – Vol. 33, No. 1. – P. 77–79.
12. Zhukeshov A.M., Amrenova A.U., Gabdullina A.T., Ibraev B.M. A plasma Formation in Pulsed Coaxial Gun at Continuously Filling Regime // American Journal of Physics and Applications. – 2013. – Vol. 1, No. 1. – P. 5–9.

### СООТНОШЕНИЕ МЕЖДУ РАЗРЯДНЫМ ТОКОМ И НЕЙТРОННОЙ ЭМИССИЕЙ В ТЕРМОЯДЕРНОМ ПЛАЗМЕННОМ ФОКУСЕ

<sup>1)</sup> Жукешов А.М., <sup>1)</sup> Молдабеков Ж.М., <sup>2)</sup> Никулин В.Я.,  
<sup>1)</sup> Габдуллина А.Т., <sup>1)</sup> Амренова А.У., <sup>1)</sup> Кабрешова Д.Н.

<sup>1)</sup> *Казахский национальный университет имени аль-Фараби, Алматы, Казахстан*  
<sup>2)</sup> *Физический институт им. П.Н. Лебедева Российской академии наук, Москва, Россия*<sup>2</sup>

Исследованы динамические характеристики разрядного тока в термоядерной установке плазменного фокуса и его зависимость от эмиссии нейтронов. Динамика образования разрядного пикового и пикового токов измерена через пояс Роговского и поток нейтронов с помощью детектора с активированной серебряной фольгой. По результатам анализа разрядные пиковые токи при напряжении 18 кВ колебались от 200 до 265 кА, а ток пинча в зависимости от давления в диапазоне 178–230 кА. Соответственно поток нейтронов был равен  $8 \cdot 10^6 - 2,2 \cdot 10^7$  нейтрон/имп. Описана зависимость эмиссии нейтронов от разрядного тока пинча в установке плазменного фокуса.

**Ключевые слова:** нейтронная эмиссия, разрядный ток, пинч, плазменный фокус.

### THE CORRELATION BETWEEN OF DISCHARGE CURRENT AND NEUTRON EMISSIONS IN THE THERMONUCLEAR PLASMA FOCUS DEVICE

<sup>1)</sup> A.M. Zhukeshov, <sup>1)</sup> Zh.M. Moldabekov, <sup>2)</sup> V.Ya. Nikulin,  
<sup>1)</sup> A.T. Gabdullina, <sup>1)</sup> A.U. Amrenova, <sup>1)</sup> D.N. Kabdreshova

<sup>1)</sup> *al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan*  
<sup>2)</sup> *P. N. Lebedev physical Institute of the Russian Academy of Sciences, Moscow, Russia*

The dynamic characteristics of the discharge current in a thermonuclear plasma focus installation and its dependence on neutron emission was studied. The dynamics of the formation of discharge pickcurrent was measured and analysed through the Rogowskiy belt and activated neutron flux with an activated silver foil detector. According to the results of the analysis, the discharge peak current at a voltage of 18 kV from 200 to 265 kA and the pinch current was varied depending on the pressure between 178–230 kA. Accordingly, the neutron flux was  $8 \cdot 10^6 - 2.2 \cdot 10^7$  neutron/imp. The dependence of neutron emission on discharge pinch current in plasma focus device installation is described.

**Keywords:** neutron emission, discharge current, pinch, plasma focus.

УДК 54.05

**МАЙЛЫ ДАҚЫЛ ҚАЛДЫҒЫНАН ОРГАНСОЛЬВЕНТТІК ӘДІСПЕН  
ЦЕЛЛЮЛОЗА АЛУ МҮМКІНШІЛІГІН ЗЕРТТЕУ**<sup>1)</sup> А.А. Имашева, <sup>2,3)</sup> С.Қ. Қабдрахманова, <sup>2)</sup> Ж.Е. Ибраева,  
<sup>2,3)</sup> С.Е. Құдайбергенов, <sup>1)</sup> Қ. Ақатан, <sup>1)</sup> М. Б. Абилов<sup>1)</sup> С. Аманжолов атындағы Шығыс Қазақстан Мемлекеттік университеті, Өскемен, Қазақстан<sup>2)</sup> Полимерлік материалдар және технологиялар Институты, Алматы, Қазақстан<sup>3)</sup> Қ.И.Сәтбаев атындағы Қазақ Ұлттық зерттеу техникалық университеті, Алматы, Қазақстан

Зерттеуде күнбағыс тұқымы қауызынан органосольвенттік әдіспен целлюлоза алу мүмкіншілігі зерттелді, атап айтқанда шикізат пен пероксисірке қышқылының (ПСК) тиімді қатынасын анықтайтын гидромодулі, целлюлоза шығымы мен  $\alpha$ -целлюлоза және қалдық лигниннің мөлшері анықталды. Алынған целлюлозаның химиялық құрылысы инфрақызыл-спектроскопия әдісімен, морфологиясы сканерлеуші электрондық микроскопта, кристаллдық құрылымы рентгендік дифрактометрде зерттелді.

**КІРІСПЕ**

Қазіргі кезде биомасса қалдықтарын энергия көзі ретінде ғана емес, сонымен қатар целлюлозалық талшық алу мүмкіншіліктерін қолдану жыл өткен сайын артып отыр, атап айтқанда жылына 75 миллион тоннадан астам целлюлозалық талшық ағаш түріне жатпайтын өсімдіктерден алынады [1–3].

Қазақстанда ауылшаруашылық өнімдерінің түрінен күнбағыс өсіру жақсы жолға қойылған. Оның ішінде майлы дақылдар өсірілетін егіс алқабы жыл сайын артып келеді [4]. [5, 6] Зерттеулерде күнбағыс тұқымы қауызындағы целлюлоза мөлшері 50%-ға дейін екендігі келтірілген. Сондықтан, күнбағыс тұқымының қауызын целлюлозалық талшық алу көзі ретінде қолдану қазіргі таңдағы өзекті мәселе болып отыр. Осы орайдағы зерттеу нәтижесі қышқылдық гидролиз әдісімен күнбағыс тұқымы қауызынан алынған целлюлоза шығымы – 32–49% аралығында болатындығын анықтады [7, 8]. Біржылдық өсімдіктер түрлеріне, өсу жағдайына және целлюлоза алуға қолданылатын әдіске байланысты соңғы өнім шығымы әр түрлі болуы мүмкін. Сондықтан, бір жылдық өсімдік, соның ішінде майлы дақыл қалдығынан целлюлоза алу жағдайын, тиімді әдістерін зерттеу әлі де ғылым саласындағы тың дүние болып табылады.

Аталмыш жұмыста күнбағыс тұқымы қауызынан органосольвенттік әдіспен алынған целлюлозаның химиялық құрамы, морфологиясы мен кристаллдық құрылымы зерттеліп, целлюлоза шығымының шикізат пен пероксисірке қышқылының (ПСК) тиімді гидромодуліне тәуелділігі анықталды.

**ЗЕРТТЕУ БӨЛІМІ**

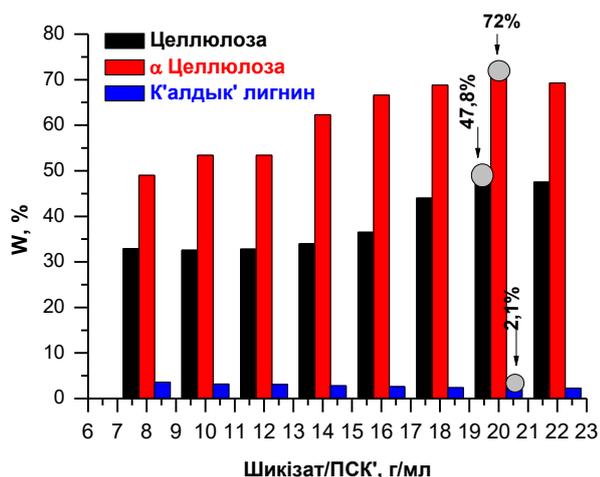
Целлюлоза алу үшін Шығыс Қазақстан облысында өсірілген күнбағыс тұқымының қауызы 50 °С тұрақты массаға дейін кептірілді. Делигнификациялаушы еріткіш ПСК-ты дайындау үшін мұзды сірке қышқылы мен сутек пероксидін сәйкесінше 1,5:1 ( $V_{\text{мл}}/V_{\text{мл}}$ ) қатынаста алып, күкірт қышқылы катализатор ретінде қолданылды [9]. Тиімді делигнификациялаушы қатынасты (гидромодуль) анықтау үшін 10 г

күнбағыс қауызы (шикізат)/ПСК г/мл өлшеммен сәйкесінше: 1/8, 1/10, 1/12, 1/14, 1/16, 1/18, 1/20, 1/22 қатынастары алынды. Целлюлоза алу барысы айналмалы суытқышы бар үш мойынды колбада күнбағыс қауызы мен ПСК-ын үздіксіз интенсивті араластыра отырып, 90 °С температурада 120 минут қайнатылды. Алынған целлюлозаны 25 °С дейін суытып, сүзгі қағаз көмегімен сүзіп, дистилденген сумен рН=7 болғанша жуылды. Бейтарапталған целлюлоза массасы тұрақталғанша бөлме температурасында кептірілді. Толық кептірілген целлюлоза құрамындағы  $\alpha$ -целлюлозаның мөлшері МЕМСТ-6840, қалдық лигниннің мөлшері МЕМСТ-11960 бойынша анықталды. Simex FT-801 ИҚ спектрометрінде целлюлоза/КВr 1/9 г/г болатын таблеткада целлюлозаның химиялық құрылысы анықталды. Сондай-ақ, морфологиясы мен кристаллдық құрылымы JSM-6390LV сканерлеуші электрондық микроскопта және Panalytical X'PertPro рентгендік дифрактометрінде зерттелді.

**ЗЕРТТЕУ НӘТИЖЕЛЕРІН ТАЛҚЫЛАУ**

1-Суретте күнбағыс тұқымынан алынған целлюлозаның сәйкесінше шикізат/ПСК гидромодуліне тәуелді графигі берілген. Зерттеудің нәтижесіне сәйкес шикізаттың 1 г массасына 20 мл ПСК қолданылған жағдайда целлюлоза шығымы максималды, яғни 47,8 % болатындығы және ПСК-ы көлемін арттыру барысында целлюлоза шығымы тұрақталатындығы белгілі болды (1-сурет). [10–11] зерттеулерде қышқылдық гидролизбен бір жылдық өсімдіктерден алынған целлюлозаның шығымы 45–49 % аралығында болатындығын анықтаған. Ал, шикізат/ПСК сәйкесінше 1:20 қатынастағы  $\alpha$ -целлюлозаның мөлшері 72%-ға тең болды. Бұл басқа қатынастармен салыстырғанда жоғары болып, қалдық лигниннің мөлшері 2,1%-ға дейін азайғандығы зерттелді. Бұл ауылшаруашық қалдығынан алынған целлюлоза құрамындағы анықталған лигниннің жоғарғы деңгейінен (3,8%) төмендегенін (2,1%) көрсетіп отыр [12–14]. Бұдан органосольвенттік тотықтыру әдісімен алынған целлюлозадағы

қалдық лигнин мөлшері бір жылдық өсімдіктен алынған целлюлозадағы қалдық мөлшері аралығында жатқандығын көруге болады. Бұл көрсеткіш майлы дақыл қалдығы, оның ішінде күнбағыс тұқымы қауызынан целлюлоза алу үшін органосольвенттік тотықтыру әдісі тиімді екендігін көрсетіп отыр. Және де, алынған нәтиже осыған дейін орындалған зерттеу жұмысы көрсеткіштеріне сай екендігі анықталды [14].



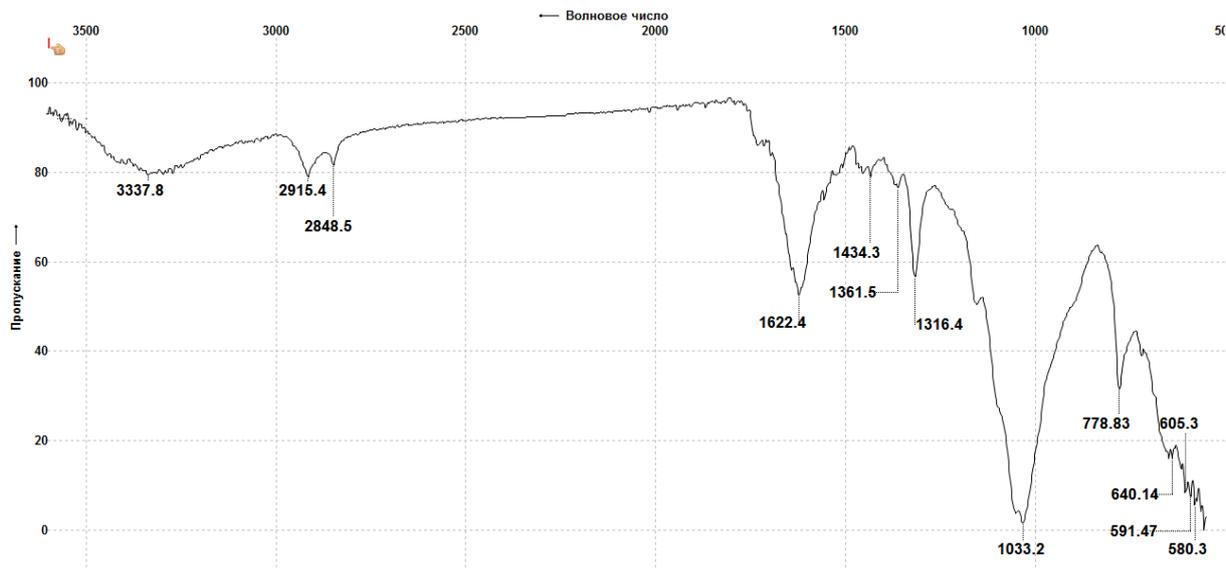
1-Сурет. Күнбағыс тұқымы қауызынан алынған целлюлоза шығымы және α-целлюлоза мен қалдық лигнин мөлшері

2-Суретте берілген ИҚ-спектрінде күнбағыс тұқымы қауызынан алынған целлюлоза молекула-

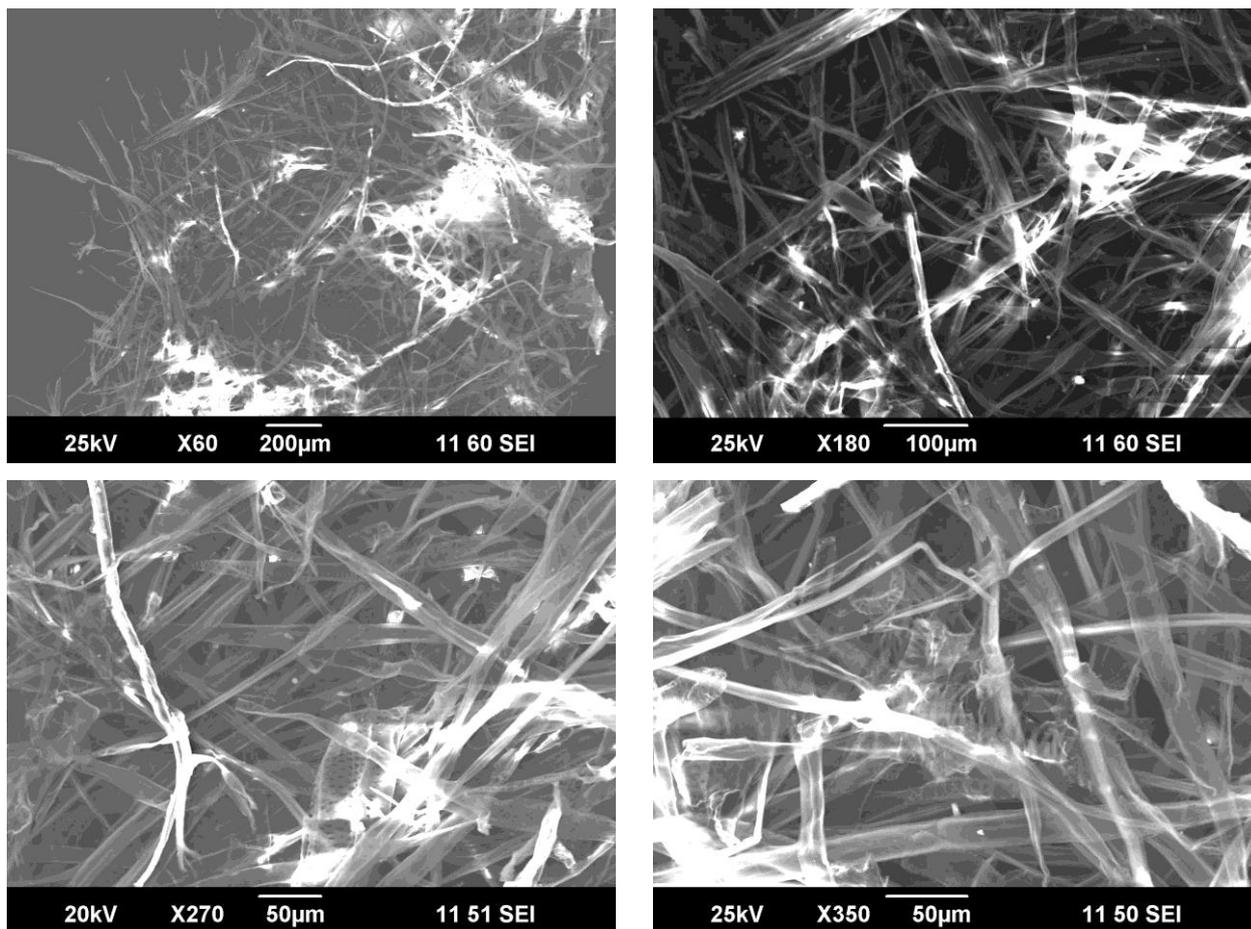
сындағы функционалдық топтардың жұтылу сигналдары мен интенсивтіліктері [12–16] зерттеулердегі бір жылдық өсімдік биомассаларынан алынған целлюлозаның құрылысымен ұқсас екендігі анықталды. Жұтылу аралығы  $3337,8\text{ см}^{-1}$  және  $2848,5\text{--}2915,4\text{ см}^{-1}$  ОН тобы мен С–Н байланыстың валенттік тербелістің жұтылу сигналдарын көрсетеді.  $1622,4\text{ см}^{-1}$  С=C қос байланыстың валенттік тербелісін көрсетсе,  $1434,3\text{--}1361,5\text{ см}^{-1}$  CH<sub>2</sub> тобының деформациялық қозғалысын,  $1033,2\text{ см}^{-1}\text{--}1316,4\text{ см}^{-1}$  аралығында сақинадағы С–О, С–С байланыстарын көрсетеді [17].

Күнбағыс тұқымы қауызынан алынған целлюлозаның морфологиясы жіңішке таспа талшықтар тәрізді екендігі анықталды (3-сурет). Бұл органосольвенттік өңдеу барысында гемецеллюлоза, лигнин және басқа да қоспалар тотығу әсерінен еріткішпен бірге ертіндіге өтіп кетуінің себебінен, целлюлоза талшықтары жіңішкеріп, беттік құрылымы қатайып дефибриляция барысы сәтті орындалғандығын білдіреді [18, 19].

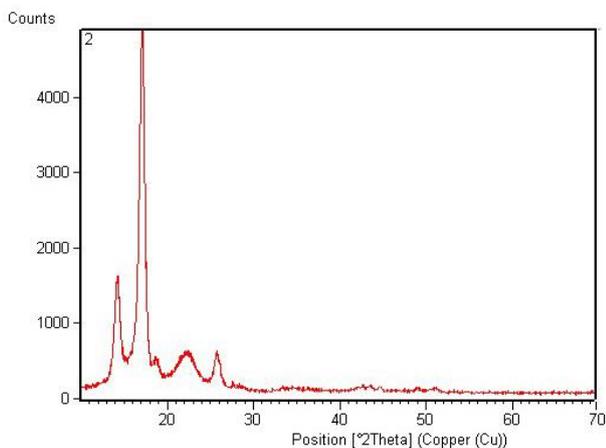
4-Суретте шикізат/ПСҚ сәйкесінше 1:20 қатынаста алынған целлюлозаның рентгендік дифрактограммасы көрсетілген. Дифрактограммадан 2θ мәніндегі  $13,96^\circ$ ,  $17,04^\circ$ ,  $25,68^\circ$ ,  $27,67^\circ$  интенсивті шыңдар целлюлозаның кристаллдық құрылысы екендігін белгілейді [20–22]. Бұл, органосольвенттік тотықтыру барысында целлюлозаның құрылысындағы глюкозиттік байланыстардың үзіліп [20], аморфты құрлымның бұзылып, кристаллдық құрлым интенсивтілігі артқанын дәлелдейді.



2-Сурет. Тиімді гидромодульде (1/20 г/мл) алынған целлюлозаның ИҚ спектрі



3-Сурет. Шикізат/ПСҚ сәйкесінше 1:20 қатынастағы гидромодуль бойынша алынған целлюлозаның микросуреттері



4-Сурет. Шикізат/ПСҚ сәйкесінше 1:20 қатынастағы гидромодуль бойынша алынған целлюлозаның рентгендік дифрактограммасы

#### ҚОРЫТЫНДЫ

Қорыта келгенде, зерттеу нәтижелеріне сүйене отырып, күнбағыс тұқымы қаузынан органосольвенттік әдіспен целлюлоза алудың тиімді гидромодулі 1/20 болатындығы анықталды. Сондай-ақ, целлюлозаның шығымы 47,8%,  $\alpha$ -целлюлоза мөлшері 72% және қалдық лигниннің мөлшері 2,1% екендігі белгілі болды. Алынған целлюлозаның химиялық құрылысын целлюлозаға сәйкес екендігі, морфологиясы жіңішке таспа талшық тәрізді болатындығы және кристаллдық құрылысы синтез барысында өзгеріске ұшырамайтындығы белгілі болды.

#### ҚОЛДАНЫЛҒАН ӘДЕБИЕТТЕР

1. Zhu H., Luo W., Ciesielski P.N., Fang Z., Zhu J.Y., Henriksson G., Himmel M.E., Hu L. Wood-Derived Materials for Green Electronics, Biological Devices and Energy Applications. *Chem. Rev.*, 2016, 116 (16), 9305–9374.
2. Huda S, Reddy N, Karst D, Xu W, Yang, W, Yang Y. Non-traditional biofibers for a new textile industry. *J. Biobased Mater. Bioenergy* 2007; 1 (2): 177–190.
3. Raclavska H, Juchelkova D, Roubicek V, et al. Energy utilisation of bio waste-Sunflower-seed hulls for co-firing with coal [J]. *Fuel Processing Technology*, 2011, 92(1): 13–20.

4. Анализ отрасли растениеводства РК. Аналитическая служба Рейтингового Агентства РФЦА. – Алматы, 2013, 57 С. Duan Lindong, Wang Xiuqun. Extraction and antibiotic effect of chlorogenic acid from sunflower shell mea [J]. Journal of Southwest Agricultural University: Natural Science, 2006, 28(1): P.124–126. (in Chinese with English abstract)
5. Zhu Hong mei, Yu Yan, Meng Na. A preliminary study on water-soluble dietary fiber of melon seed skins [J]. Chinese Agricultural Science Bulletin, 2013, 29(3): P. 209–214. (in Chinese with English abstract).
6. Johann F O, Ver'onica S, Jos'e L, et al. Sunflower seed shells: A novel and effective low-cost adsorbent for the removal of the diazo dye Reactive Black 5 from aqueous solutions [J]. Journal of Hazardous Materials, 2007, 147(3): P.900–905.
7. Thinakaran N, Baskaralingam P, Pulikesi M, et al. Removal of acid violet 17 from aqueous solutions by adsorption on to activated carbon prepared from sunflower seed hull [J]. Journal of Hazardous Material, 2008, 151(2/3): P.316-322.
8. Zhang Hai yue, Wang Lei. Extraction and stability of pigment from sunflower shell [J]. China Brewing, 2009, 208(7): P.72–74. (in Chinese with English abstract)
9. Вураско, А. В. Целлюлоза из однолетних растений. Окислительно-органосольвентные варки. / А. В. Вураско, Б. Н. Дрикер. Издательство LAP LAMBERT Academic Publishing, Германия, 2014. – 130 с.
10. Chen Shan Shan, Tao Hong jiang, Wang Ya jing, Ma Zhong su, Zhang Li ping. Process optimization of nanocrystalline cellulose from sunflower seed hull and its characterization. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Engineering. Vol.31 No.15, Aug. 2015, 302–308.
11. Duan Lindong, Wang Xiuqun. Extraction and antibiotic effect of chlorogenic acid from sunflower shell mea [J]. Journal of Southwest Agricultural University: Natural Science, 2006, 28(1): P.124–126. (in Chinese with English abstract).
12. M. L. Hassan, M. El-Sakhawy. Physical and Mechanical Properties of Microcrystalline Cellulose Prepared from Local Agricultural Residues. 8<sup>th</sup> ARAB INTERNATIONAL CONFERENCE ON POLYMER SCIENCE & TECHNOLOGY, 27–30 November 2005, P. 1–17.
13. V. U. Ambalkar, Dr. M. I.Talib. Determining the kinetics of sunflower husks using dilute acid hydrolysis in the production of furfural. International Journal of Creative Research Thoughts (IJCRT). Dec 2017. P. 252–259. DOI: <http://doi.one/10.1727/IJCRT.17154>
14. А. Р. Ивлева; З.А. Канарская, А.В. Канарский, А. В. Вураско. Влияние химического состава целлюлозы, полученной окислительно-органосольвентным способом из однолетних растений, на ее адсорбционные свойства // Новейшие достижения в области инновационного развития в химической промышленности и производстве строительных материалов: материалы Международной научно-технической конференции, 18–20 ноября 2015 г. / Белорусский государственный технологический университет; [редкол.: И. М. Жарский (гл. ред.)]. – Минск: БГТУ, 2015. С. 358–362.
15. Е.Ю. Кушнир, С.А. Ауглов, Н.Г. Базарнова. Получение микрокристаллической целлюлозы непосредственно из древесины под воздействием микроволнового излучения. Химия растительного сырья 2014. №2. С.41-50.
16. Oleg V. Surov, Nataliya Kochkina, Yulia A. Gismatulina, Vera Budaeva. Properties of Nanocrystalline Cellulose Obtained from Celluloses of Annual Plants. Liq. Cryst. and their Appl., 2017, 17 (4), 97–105.
17. Ю.А. Гисматулина, В.В. Будаева, Сравнение целлюлоз, выделенных из мискантуса, с хлопковой целлюлозой методом ИК-Фурье спектроскопии. ПОЛЗУНОВСКИЙ ВЕСТНИК № 3 2014. С. 177-181.
18. Oleg V. Surov, Nataliya Kochkina, Yulia A. Gismatulina, Vera Budaeva. Properties of Nanocrystalline Cellulose Obtained From Celluloses of Annual Plants. Liq. Cryst. and their Appl., 2017, 17 (4), 97–105.
19. Ю.А. Гисматулина, В.В. Будаева, Сравнение целлюлоз, выделенных из мискантуса, с хлопковой целлюлозой методом ИК-Фурье спектроскопии. ПОЛЗУНОВСКИЙ ВЕСТНИК № 3 2014. С. 177–181.
20. Piyaporn KAMPEERAPAPPUN. Extraction and Characterization of Cellulose Nanocrystals Produced by Acid Hydrolysis from Corn Husk. Journal of Metals, Materials and Minerals, Vol.25 No.1, 2015 pp.19–26.
21. Fortunati, E., Puglia, D., Monti, M., Peponi, L., Santulli, C., Kenny, J.M. and Torre, L. Extraction of cellulose nanocrystals from Phormium tenax fibres. J. Polym Environ. 21(2) (2013). pp. 319–328.
22. Md. Ziaul Karim, Zaira Zaman Chowdhury, Sharifah Bee Abd Hamid, Md. Eaqub Ali. Statistical Optimization for Acid Hydrolysis of Microcrystalline Cellulose and Its Physicochemical Characterization by Using Metal Ion Catalyst. *Materials* 2014, 7, pp. 6982–6999.

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ПОЛУЧЕНИЯ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ ИЗ ОТХОДОВ МАСЛЯЧНЫХ КУЛЬТУР ОРГАНСОЛЬВЕНТНЫМ МЕТОДОМ

<sup>1)</sup> Имашева А.А., <sup>2,3)</sup> Кабдрахманова С.К., <sup>2)</sup> Ибраева Ж.Е.,  
<sup>2,3)</sup> Кудайбергенов С.Е., <sup>1)</sup> Акатан К., <sup>1)</sup> Абилев М.Б.

<sup>1)</sup> Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова,  
Усть-Каменогорск, Казахстан

<sup>2)</sup> Институт полимерных материалов и технологий, Алматы, Казахстан

<sup>3)</sup> Казахский Национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева,  
Алматы, Казахстан

В исследовании изучена возможность получения целлюлозы из шелухи семян подсолнечника. Установлены оптимальные соотношения гидромодулей (сырье: ПУК), выход целлюлозы и содержания α-целлюлозы и остаточного лигнина. Химическая структура полученной целлюлозы изучена ИК-спектроскопическим методом, морфология и кристалличность была установлена на сканирующем электронном микроскопе и на рентгеновском дифрактометре соответственно.

**CONDITIONS FOR PRODUCING CELLULOSE FROM WASTES OF OILY CULTURES,  
RESEARCH OF MORPHOLOGY AND PROPERTIES**

<sup>1)</sup> A.A. Imasheva, <sup>2)</sup> S.K. Kabardhamova, <sup>2)</sup> Zh.Ye. Ibraeva,  
<sup>2)</sup> S.Ye. Kudaibergenov, <sup>1)</sup> K. Akatan, <sup>1)</sup> M.B. Abilev

<sup>1)</sup> *East Kazakhstan State University named after S. Amanzholov, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan*

<sup>2)</sup> *Institute of Polymer Materials and Technologies, Almaty, Kazakhstan*

<sup>3)</sup> *Technopark of KazNRTU named after Satpayev, Almaty, Kazakhstan*

The study determined the physico-chemical parameters for the production of cellulose from the husk of sunflower seeds. The yield and chemical composition of the obtained cellulose were determined, the chemical structure was studied with IR spectroscopic method, the morphology of a scanning electron microscope, and the crystal structure was studied with X-ray diffractometer.

УДК 621.9.011

**ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ  
НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА АМЦ**<sup>1)</sup> Рахадиллов Б.К., <sup>1)</sup> Ботабаева Г.Б., <sup>1)</sup> Жапарова М.С., <sup>2)</sup> Уазырханова Г.К., <sup>2)</sup> Баятанова Л.Б.<sup>1)</sup> *Восточно-Казахстанский государственный университет им. С. Аманжолова, Усть-Каменогорск, Казахстан*<sup>2)</sup> *Восточно-Казахстанский государственный технический университет им. Д. Серикбаева,  
Усть-Каменогорск, Казахстан**rakhadilovb@mail.ru*

В данной работе рассмотрены особенности формирования ультрамелкозернистой структуры и закономерности повышения механических свойств алюминиевого сплава АМЦ, обработанного методом равноканального углового прессования (РКУП). Проведено систематическое исследование изменения структуры и механических характеристик (микротвердость и износостойкость) алюминиевого сплава АМЦ в зависимости от числа проходов и от угла между каналами прессования при РКУП. В работе показано, что за счет варьирования числа проходов можно получить разные размеры зерен и разные значения механических характеристик. Было установлено, что с уменьшением размеров зерен микротвердость сплава АМЦ увеличивается в 4,5 раза по сравнению с исходным состоянием. Показано, что после РКУП-12 потеря массы снижается, что показывает увеличение износостойкости сплава АМЦ на 13–14%. Выявлено, что после РКУП АМЦ прочностные характеристики повышаются, пластичность падает при переходе в ультрамелкозернистое состояние.

**Ключевые слова:** деформация, алюминиевый сплав, структура, прочность, пластичность.

**ВВЕДЕНИЕ**

Одним из перспективных способов, обеспечивающих повышение свойств алюминиевых сплавов, является измельчение их зеренной структуры до ультрамелкозернистого (УМЗ) состояния такими перспективными методами интенсивной пластической деформации (ИПД) [1], как ИПД кручением (ИПДК), равноканальное угловое прессование (РКУП), а также его модификация – РКУП в параллельных каналах (РКУП-ПК).

На сегодняшний день среди методов ИПД наиболее эффективным является равноканальное угловое прессование (РКУП), которое позволяет обеспечить высокую интенсивность и более однородное деформированное состояние материалов. Метод РКУП имеет ряд преимуществ перед другими методами ИПД, которые связаны с реализацией, в процессе пластической деформации, схемы простого сдвига. [2]. Теоретически такая схема при минимальных энергозатратах позволяет накапливать большие и однородные деформации за один цикл обработки без изменения поперечного сечения заготовок. Однако, как показывает практика, использование этого метода при получении однородных структур требует исследований технических и технологических аспектов процесса, т.к. большое влияние на однородность деформированного состояния оказывает геометрия оснастки и трибология процесса.

В последнее десятилетие появилось большое количество публикаций, посвященных исследованию структуры и свойств нанокристаллических (НК) и ультрамелкозернистых (УМЗ) металлов и сплавов со средним размером зерен порядка нескольких десятков и сотен нанометров [3, 4]. Главным является тот факт, что УМЗ состояние материала приводит к уникальным

механическим и физическим свойствам и открывает путь к созданию новых материалов и модификации традиционных металлов и сплавов.

В связи с вышеизложенным, в данной работе представлены результаты исследования влияния метода равноканального углового прессования на структуру и свойства алюминиевого сплава АМЦ.

**МАТЕРИАЛ И МЕТОДИКА ЭКСПЕРИМЕНТА**

В качестве объекта исследования был выбран алюминиевый сплав АМЦ (96,35–99% Al, 1–1,5% Mn; 0,6% Si; 0,7% Fe; 0,05–0,2% Cu; 0,1% Zn,), широко применяемый в современной авиации, самолетостроении, судостроении, железнодорожном транспорте, автомобильном транспорте, строительстве, нефтяной и химической промышленности.

Равноканальное угловое прессование (РКУП) в настоящее время является наиболее широко используемым методом ИПД. Метод заключается в продавливание (экструзии) материала через наклонные каналы с одинаковой площадью поперечного сечения (рисунок 1). Процедуру зачастую повторяют несколько раз [5].

Интенсивную пластическую деформацию осуществляли методом РКУП на пресс-оснастке (рисунок 1). Источником давления служил мощный гидравлический пресс KNWP 30M, дающий максимальное давление до 40 МПа (30 т). Прессование образцов производили давлением до 30 кг/см<sup>2</sup>, при времени прессования до 40 с на каждый проход.

Углы пересечения каналов прессования составили соответственно 90° и 120°.

Для изучения общего характера структуры использовали оптический микроскоп «ALTA MI-MET-1M». Количественный металлографический анализ



Рисунок 1. Схема проведения РКУП прессования и пресс-оснастка с гидравлическим прессом для интенсивной пластической деформации

проводили согласно рекомендациям, приведенным в работе [6].

Измерение микротвердости образцов сталей проводили по методу Виккерса на приборе ПМТ-3М.

Испытания на износостойкость проводили на экспериментальной установке для испытаний на абразивное изнашивание при трении о не жестко закрепленные частицы абразива по схеме «вращающийся ролик – плоская поверхность» [7].

Испытания образцов на растяжение при комнатной температуре проводили на машине WDW-E5.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

РКУП приводит к существенному измельчению структуры алюминиевых сплавов в зависимости от количества проходов: 2, 4, 8, 12. Согласно результатам оптической микроскопии, для алюминиевого

сплава АМЦ в исходном состоянии характерны преимущественно равноосная форма зерен (рисунок 2). На рисунке 2 видно, что РКУП приводит к существенному измельчению структуры алюминиевых сплавов в зависимости от количества проходов РКУП.

Анализ микроструктуры после различных режимов РКУП и при разных углах пересечения каналов показал, что наиболее интенсивное измельчение зеренной структуры в алюминиевом сплаве АМЦ происходит при РКУП 12 проходов, при пересечении угла каналов на  $120^\circ$ . После РКУП-12 в алюминиевом сплаве происходит измельчение зерна исходного материала до размеров  $\sim 1,0\text{--}1,5$  мкм. Эти результаты показывают, что средний размер зерен для сплава АМЦ уменьшился почти в 13 раз по сравнению с исходным состоянием. При РКУП -8 проходов, при пересечении угла каналов на  $120^\circ$  средний размер зерен в два раза больше, чем при РКУП-12 проходов.

На рисунке 3 представлена гистограмма микротвердости по Виккерсу для алюминиевого сплава АМЦ. После РКУП наблюдается увеличение микротвердости в зависимости от количества проходов. При этом у образцов, обработанных РКУП при угле пересечения каналов  $90^\circ$  микротвердость выше, чем в образцах, обработанных РКУП при угле пересечения каналов  $120^\circ$ . Однако, РКУП с углом пересечения каналов  $90^\circ$  не давал возможности получить заготовки с бездефектной структурой при проходах больше 4-х. А при РКУП с углом пересечения каналов  $120^\circ$  получили заготовки с однородной бездефектной структурой при количестве проходов до 12. В результате РКУП (12 прохода) микротвердость сплава АМЦ возрастает до величины 1820 МПа, что почти в 4,5 раза выше, чем в исходном состоянии.

Выявлено, что измельчение структуры при РКУП сопровождается ростом микротвердости в сплаве АМЦ.

На рисунке 4 показаны значения потери массы образцов сплава АМЦ до и после РКУП при разных режимах. Видно, что изменения потери массы после РКУП не значительны при проходах 2 и 4. Значительное изменение наблюдается только после РКУП проходом 8 и 12. При этом после РКУП-12 потеря массы снижается до 5,4–5,6 мг, что показывает увеличение износостойкости алюминиевого сплава АМЦ на 13–14%.

В таблице 1 показаны экспериментальные данные о структуре и свойствах алюминиевого сплава, полученных после РКУП при разных режимах. Результаты экспериментов наглядно иллюстрируют корреляцию между структурными и механическими характеристиками обработанных сплавов.

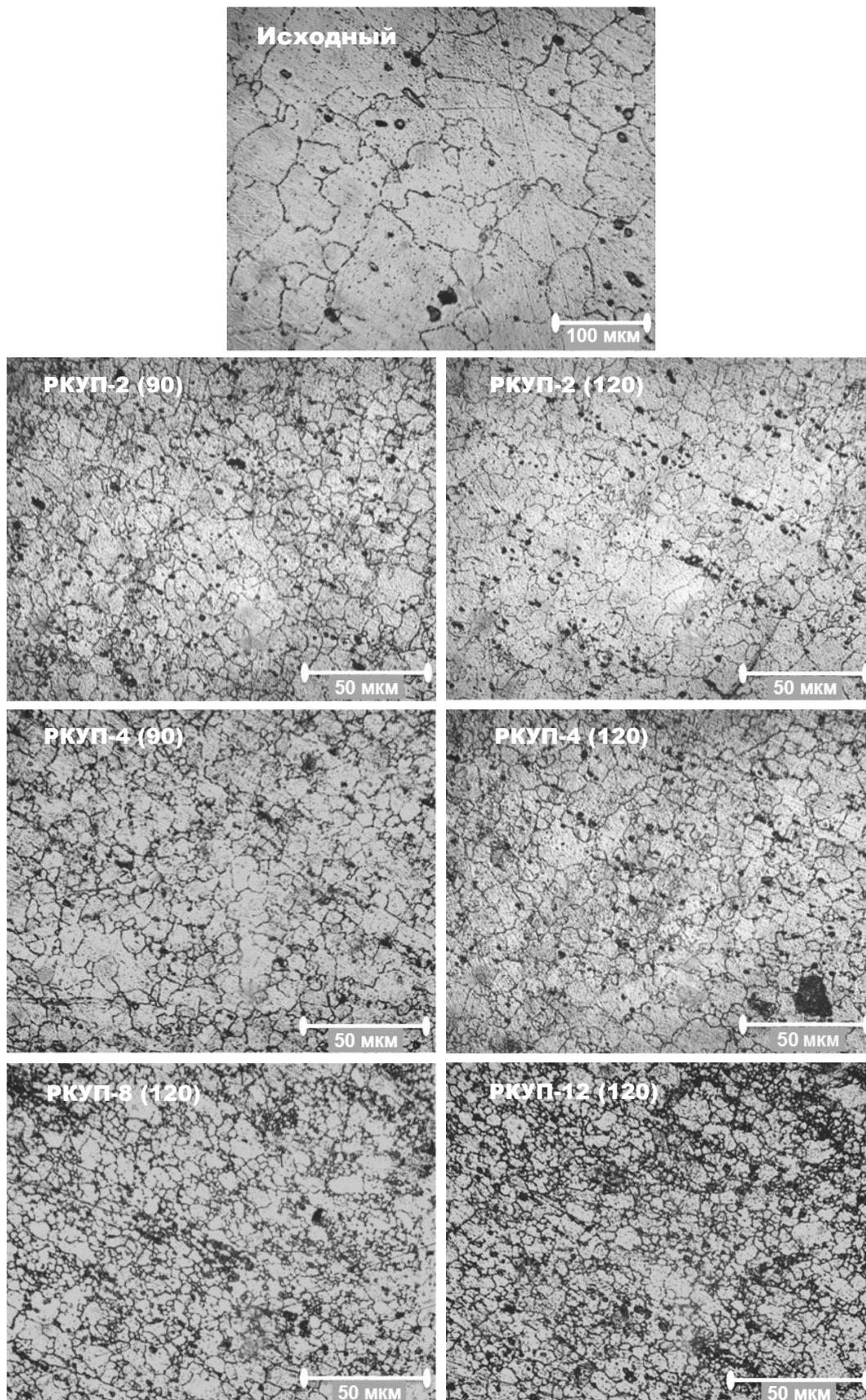


Рисунок 2. Микроструктура образцов сплава АМЦ до и после РКУП

**ВЛИЯНИЕ РЕЖИМА РАВНОКАНАЛЬНОГО УГЛОВОГО ПРЕССОВАНИЯ  
НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ СПЛАВА АМЦ**

Таблица 1. Экспериментальные данные о структурных и механических характеристиках алюминиевого сплава АМЦ, обработанного методом РКУП

Ф	Режимы РКУП	Маршрут	Микротвердость, МПа	Износостойкость (потеря массы), мг	Средний размер зерен $d_{ср}$ , мкм
	исходный	—	470	6,524	22,3
90	РКУП-2	С	660	6,487	8,89
90	РКУП-4	В	1290	6,456	4,17
120	РКУП-2	С	670	6,54	10,33
120	РКУП-4	В	1020	6,41	5,54
120	РКУП-8	В	1520	6,135	2,08
120	РКУП-12	В	1840	5,583	1,27

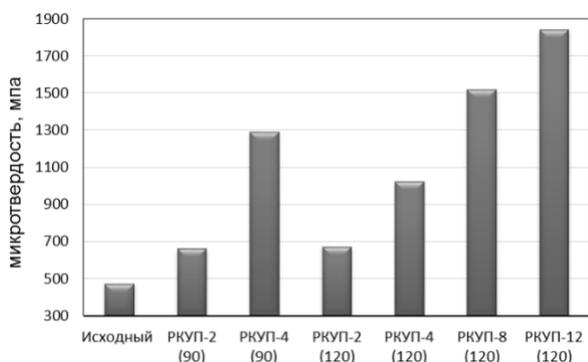


Рисунок 3. Микротвердость сплава АМЦ до и после РКУП

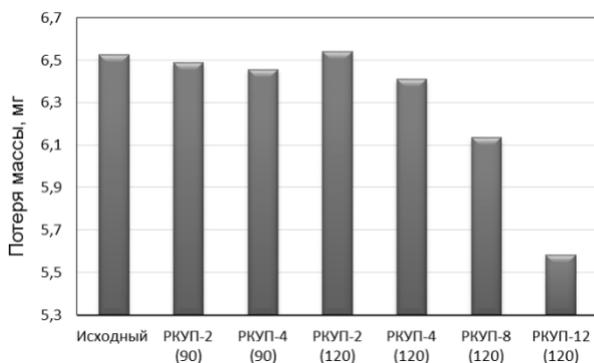


Рисунок 4. Износостойкость сплава АМЦ до и после РКУП

Свойства определяются характером формирующей в процессе обработки структуры [8]. Проведено систематическое исследование изменения структуры и механических характеристик (микротвердость и износостойкость) алюминиевого сплава АМЦ в зависимости от числа проходов и от угла между каналами прессования при РКУП. В работе показано, что за счет варьирования числа проходов можно получить разные размеры зерен и разные значения механических характеристик.

Из обобщенных данных, приведенных в таблице 1, четко прослеживается зависимость микротвердости от среднего размера зерен. Также для сравнения полученных результатов представлен график зависи-

мости микротвердости от среднего размера зерен алюминиевого сплава АМЦ (рисунок 5).

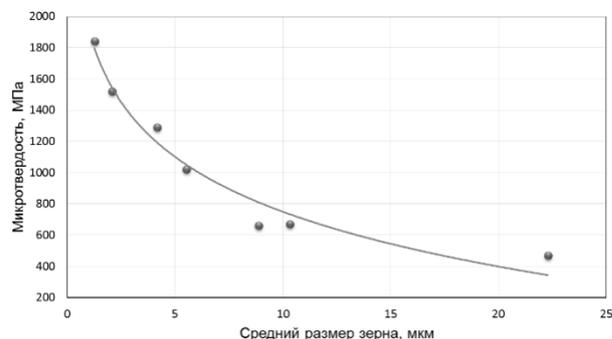


Рисунок 5. График зависимости микротвердости от среднего размера зерен алюминиевого сплава АМЦ

Из рисунка 5 можно увидеть обратную зависимость микротвердости от размера зерен, т.е. с уменьшением зерен микротвердость сплава увеличивается. Это связано с особым состоянием кристаллической решетки в зернах и структурой межзеренных границ [9].

Таким образом, методом оптической микроскопии установлено, что при равноканальном угловом прессовании при комнатной температуре в алюминиевом сплаве АМЦ происходит измельчение зерна исходного материала до размеров 1,0–1,5 мкм. В результате равноканального углового прессования микротвердость сплава АМЦ возрастает почти в 4,5 раза относительно исходного состояния.

Известно, что эффективным методом повышения деформируемости сплавов является создание мелкозернистой структуры, способствующей проявлению эффекта сверхпластичности [10–12]. Была поставлена задача повышение предела прочности алюминиевого сплава АМЦ при сохранении или увеличении пластичности. Получение сплава с такими свойствами позволит во многих случаях заменить дорогостоящие алюминиевые сплавы, типа 1575. В связи с этим были исследованы механические свойства сплава АМЦ до и после РКУП.

На рисунке 6 представлены деформационные кривые сплава АМЦ в исходных состояниях и после РКУП.

Сравнение данных кривых указывает на существенное различие прочностных характеристик исходных и деформированных РКУП образцов сплава АМЦ. Отличительными чертами также являются протяженность стадии деформационного упрочнения. Из формы кривых следует, что деформационное упрочнение на стадии пластического течения в РКУП образцах меньше, чем в исходном состоянии.

В таблице 2 приведены механические свойства образцов сплава АМЦ до и после РКУП. После РКУП-12 сплава АМЦ, возрастают его предел прочности от 91 МПа до 297 МПа, и предел текучести от 75 МПа до 297 МПа.

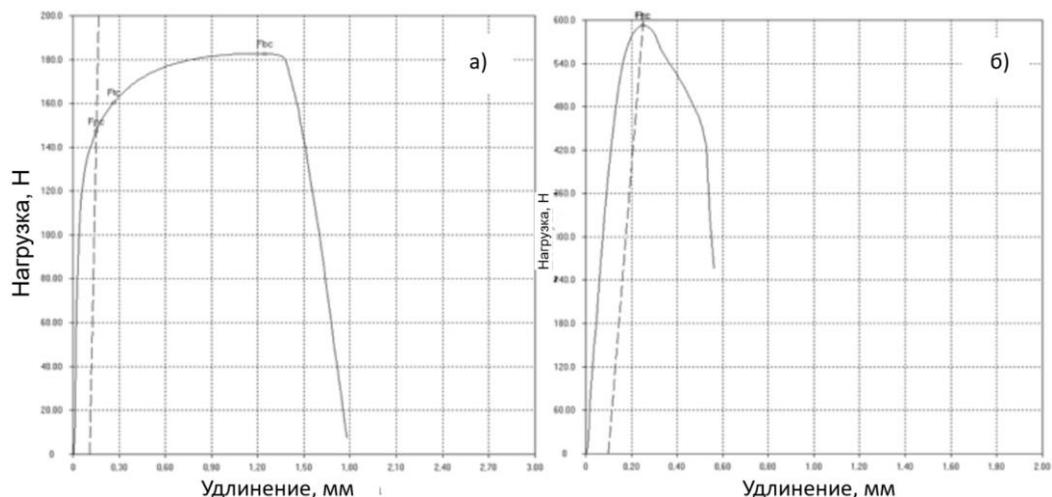


Рисунок 6. Деформационные кривые сплава АМЦ в исходном состоянии (а) и после РКУП-12 (б)

В то время как значения прочностных характеристик повышаются, пластичность сплава АМЦ падает при переходе в ультрамелкозернистое состояние при РКУП. Значение удлинения до разрушения образцов сплава АМЦ – до 40%.

Таблица 2. Механические свойства образцов сплава АМЦ

Сплав до и после испытаний	Механические свойства		
	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа	Относительное удлинение, %
АМЦ – исходный	91	75	5
АМЦ – РКУП-12	297	297	3

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализируя полученные в работе результаты, можно сделать следующие выводы:

1. Установлено, что наиболее интенсивное измельчение зёрненной структуры в алюминиевом сплаве АМЦ происходит при РКУП 12 проходов, при пересечении угла каналов на 120°. После РКУП-12 в алюминиевом сплаве происходит измельчение зерна исходного материала до размеров ~1,0–1,5 мкм.

2. Установлено, что при РКУП с углом пересечения каналов 120°, при котором число циклов обработки достигало 12 при  $e = 8,4$ , появилась возможность

получить бездефектные заготовки с более однородной структурой.

3. Определено, что в результате равноканального углового прессования микротвердость сплава АМЦ возрастает почти в 4,5 раза, по сравнению с исходным состоянием; Показано, что с уменьшением размеров зерен микротвердость увеличивается.

4. Показано, что после РКУП-12 улучшается износостойкость алюминиевого сплава АМЦ на 13–14%, которая подтверждается снижением потери массы до 5,4–5,6 мг по результатам испытания на абразивное изнашивание.

5. Обнаружено, что деформационные кривые сплава АМЦ в исходных состояниях и после РКУП показали на существенное различие прочностных характеристик исходных и деформированных РКУП образцов сплава АМЦ. Деформационное упрочнение на стадии пластического течения в РКУП образцах меньше, чем в исходном состоянии.

6. Определено, что после РКУП-12 сплава АМЦ возрастает его предел прочности – с 91 МПа до 297 МПа и предел текучести – с 75 МПа до 297 МПа.

7. Показано, что после РКУП прочностные характеристики сплава АМЦ повышаются, а пластичность падает при переходе в ультрамелкозернистое состояние при РКУП.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // Progress in Materials Science V. 45, P. 103–189 (2000).
2. Gorelik S.S., Dobatkin C.B., Kaputkina J.M. Rekristallizatsiya metallov i spлавov 3-ye izd. M.: MISIS, P. 432 (2005) [in Russian].
3. Storozheva L., Ponge D., Kaspar D., Raabe D. Development of microstructure and texture of medium carbon steel during heavy warm deformation // Acta Materialia 52, P. 2209–2220 (2004).
4. Raabe D., Kumar R. Tensile deformation characteristics of bulk ultrafine-grained austenitic stainless steel produced by thermal cycling // Scripta Materialia 66, P. 634–637 (2012).
5. Segal V.M. Razvitiye obrabotki materialov intensivnoy sdvigovoy deformatsiyey / V.M. Segal // Metally 1, P. 5–14 (2004) [in Russian].
6. Grigorevich V.K. // Tverdot' i mikrotverdot' metallov. - M.: Nauka, P. 230 (1976) [in Russian].
7. Valiyev R.Z., Aleksandrov I.V. Nanostrukturnyye materialy, poluchennyye intensivnoy plasticheskoy deformatsiyey. M.: Logos, P. 272 (2000) [in Russian].

8. Skakov, M., Rakhadilov, B., Scheffler, M., Batyrbekov, E. Microstructure and tribological properties of electrolytic plasma nitrided high-speed steel // *Materials Testing* 57(4), P. 360–364 (2015).
9. Uazyrkhanova G., Rakhadilov B., Myakinin A., Uazyrkhanova Zh. The Change in the Thin Structure and Mechanical Properties of Aluminum Alloys at Intensive Plastic Deformation // *Materials Science Forum* Submitted: 1662-9752, V. 906, P. 114–120 / Trans Tech Publications, Switzerland (2017).
10. Tereshchenko N.A., Yakovleva I.L., Zubkova T.A., Chukin M.V., and Koptseva N.V. Structure Levels of Pearlite Deformation in Carbon Steel of Eutectoid Composition // *The Physics of Metals and Metallography* V.114, 5, P. 430–439 (2013).
11. Belyakov A., Sakai T., Miura H., Kaibyshev R. Substructures and internal stresses developed under warm severe deformation of austenitic stainless steel // *Scripta Mater* Vol. 42, 4, P. 319–325 (2000).
12. Calcagnotto M., Adachi Y., Ponge D., Raabe D. Deformation and fracture mechanisms in fine- and ultrafine-grained ferrite/martensite dual-phase steels and the effect of aging // *Acta Materialia* 59, P. 658–670 (2011).

### **ТЕҢКАНАЛДЫ БҰРЫШТЫҚ ПРЕСТЕУ РЕЖИМДЕРІНІҢ АМЦ ҚОРЫТПАСЫНЫҢ ҚҰРЫЛЫМЫ МЕН ҚАСИЕТТЕРІН ҚАЛЫПТАСУЫНА ӘСЕРІ**

<sup>1)</sup> Б.К. Рахадиллов, <sup>1)</sup> Г.Б. Ботабаева, <sup>1)</sup> М.С. Жапарова, <sup>2)</sup> Г.К. Уазырханова, <sup>2)</sup> Л.Б. Баятанова

<sup>1)</sup> С. Аманжолов атындағы Шығыс-Қазақстан мемлекеттік университеті, Өскемен, Қазақстан

<sup>2)</sup> Д. Серікбаев атындағы, Шығыс Қазақстан мемлекеттік техникалық университеті, Өскемен, Қазақстан

Бұл жұмыста ультраұсақтүйіршікті құрылымды қалыптастыру ерекшеліктері және теңканалды бұрыштық нығыздау (ТКБН) әдісімен өңделген АМЦ алюминий қорытпасының механикалық қасиеттерін арттыру заңдылықтары қарастырылған. АМЦ алюминий қорытпасының құрылымы мен механикалық сипаттамаларының (микротақтығы мен тозуға төзімділігі) өзгеруін, өту санына және ТКБН кезінде престеу арналары арасындағы бұрышқа байланысты жүйелі түрде зерттеу жүргізілді. Жұмыста өтпе жолдар санының өзгеруі есебінен түйіршіктердің әр түрлі өлшемін және механикалық сипаттамалардың әр түрлі мәндерін алуға болады. Түйіршіктер мөлшерінің азаюымен АМЦ қорытпасының микро қаттылығы бастапқы жағдаймен салыстырғанда 4,5 есе артатыны анықталды. ТКБН-12 кейін массаның жоғалуы төмендейді, бұл АМЦ қорытпасының тозуға төзімділігінің 13–14% артуын көрсетеді. АМЦ ТКБН кейін беріктік сипаттамалары жоғарылайды, ультракүлгін күйге өту кезінде икемділік төмендейді.

**Кілт сөздер:** деформация, алюминий қорытпасы, құрылымы, беріктігі, илектенушілік.

### **INFLUENCE OF EQUAL-CHANNEL ANGULAR COMPRESSION MODES ON THE FORMATION OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE AMts ALLOY**

<sup>1)</sup> B.K. Rakhadilov, <sup>1)</sup> G.B. Botabaeva, <sup>1)</sup> M.S. Zhaparova, <sup>2)</sup> G.K. Uazyrkhanova, <sup>2)</sup> L.B. Bayatanova

<sup>1)</sup> S. Amanzholov East Kazakhstan State University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan

<sup>2)</sup> D. Serikbayev East Kazakhstan State Technical University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan

In this work the peculiarities of formation ultrathin-grained structure and regularities of mechanical properties improvement of aluminum alloy AMЦ, processed by equal channel angular pressing (ECAP). A systematic study of changes in the structure and mechanical characteristics (microhardness and wear resistance) of the AMЦ aluminum alloy, depending on the number of passes and the angle between the pressing channels at the ECAP. The work shows that by varying the number of passes, different grain sizes and different values of mechanical characteristics can be obtained. It was found that with a decrease in grain size, the microhardness of the AMЦ alloy increases by 4.5 times compared to the initial state. It is shown that after ECAP-12, the mass loss decreases, which shows an increase in the wear resistance of the AMЦ alloy by 13–14%. It was identified that after the ECAP of the AMЦ, the strength characteristics increase, and the plasticity decreases when the transition to the ultrathin-grained state.

**Keywords:** deformation, aluminum alloy, structure, strength, plasticity.

УДК 621.039.55

## ОЦЕНКА ВЫДЕЛЕНИЯ ГЕЛИЯ И ТРИТИЯ ИЗ ТВЕРДОЙ ФАЗЫ СВИНЦОВО-ЛИТИЕВОЙ ЭВТЕКТИКИ Li15,7Pb ПРИ ЕЕ ОБЛУЧЕНИИ НА РЕАКТОРЕ ИВГ.1М

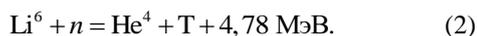
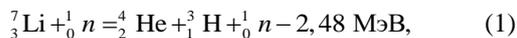
Тулубаев Е.Ю., Понкратов Ю.В., Гордиенко Ю.Н., Бочков В.С., Букина О.С., Самарханов К.К.

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

Работа посвящена изучению выделения гелия и трития из твердой фазы нового материала свинцово-литиевой эвтектики (Li15,7Pb) в условиях реакторного излучения. Представлены основные характеристики нового материала, изучена его микроструктура. Приведено сравнение микроструктур эвтектик Li15,7Pb и Pb17Li. Рассчитана длина свободного пробега и скорости наработки гелия и трития в исследуемом материале. Проведена оценка выхода гелия и трития из приповерхностного слоя свинцово-литиевой эвтектики Li15,7Pb и приведено сравнение с экспериментальными данными, полученными в реакторных экспериментах.

### ВВЕДЕНИЕ

Как известно, проблема получения трития как топлива для термоядерных реакторов остается актуальной и в настоящее время. Получить тритий можно из литийсодержащего материала благодаря следующим ядерным реакциям [1, 2]:



В настоящее время в мире эта тематика широко изучается и имеется значительный объем экспериментальных данных как относительно процессов наработки трития в литийсодержащих материалах, так и о механизмах его выделения [3, 4].

Многочисленные исследования показали, что процессы выделения трития из материала зависят от многих факторов, таких как: температура материала, скорость генерации трития в материале, состояние поверхности материала, фазовый состав материала [5–7].

Важными процессами в механизме выделения гелия и трития из материала являются диффузия изотопа к поверхности и его выход из приповерхностного слоя за счет собственной энергии. Данный выход можно наблюдать при облучении эвтектики в твердом фазовом состоянии.

Исследования, описанные в данной работе, посвящены изучению механизмов образования ионов трития и гелия в приповерхностном слое свинцово-литиевой эвтектики Li15,7Pb при ее облучении на реакторе ИВГ.1М; изучению процесса бездиффузионного выхода из эвтектики ионов трития за счет собственной высокой энергии. Приведены расчеты длины пробега ионов гелия и трития в исследуемом образце. Рассчитана скорость наработки трития в свинцово-литиевой эвтектике при облучении на реакторе ИВГ.1М. На основании полученных данных выполнена расчетно-теоретическая оценка выделения трития и гелия из приповерхностного слоя нового материала свинцово-литиевой эвтектики Li15,7Pb.

### 1 ИССЛЕДУЕМЫЙ ОБРАЗЕЦ

Свинцово-литиевая эвтектика Li15,7Pb (в атомных долях 15,7% лития и 84,3% свинца) является принципиально новым материалом и обладает определенными характеристиками, отличающимися от других литиевых эвтектик (см. таблицу 1).

Таблица 1. Характеристики образца Li15,7Pb

Плотность (г/см <sup>3</sup> ) при температуре			Температура плавления, °С	Содержание водорода в образце, ppm
20 °С	250 °С	350 °С		
9,56 ± 0,01	9,36 ± 0,01	9,26 ± 0,01	234,2 ± 0,5	~ 10 <sup>1</sup> )

Примечание: \*) – Измерение содержания водорода в образце определялось по данным газовой выделенности в условиях нагрева образца в вакууме до температуры 1100 °С (нагревались образцы массой 0,01 г и 0,1 г).

Состав свинцово-литиевой эвтектики представлен в таблице 2. Предполагается, что данное процентное соотношение свинца к литию значительно повысит выделение трития из эвтектики в условиях реакторного излучения.

Таблица 2. Состав свинцово-литиевой эвтектики с плотностью 9,56 г/см<sup>3</sup>

Изотоп	Массовая доля, %
Pb	84,3
<sup>6</sup> Li	1,01
<sup>7</sup> Li	14,69

Перед проведением экспериментов по наработке и выделению гелия и трития из образцов Li15,7Pb были проведены работы по характеристике изготовленных образцов, которые включали в себя микроструктурные исследования. Для изучения строения образцов был применен метод сканирующей электронной микроскопии (СЭМ JSM-6390, Jeol). СЭМ-изображения получены по результатам регистрации вторичных электронов при ускоряющем напряжении 20 кВ в диапазоне увеличений от 40 крат до 500 крат.

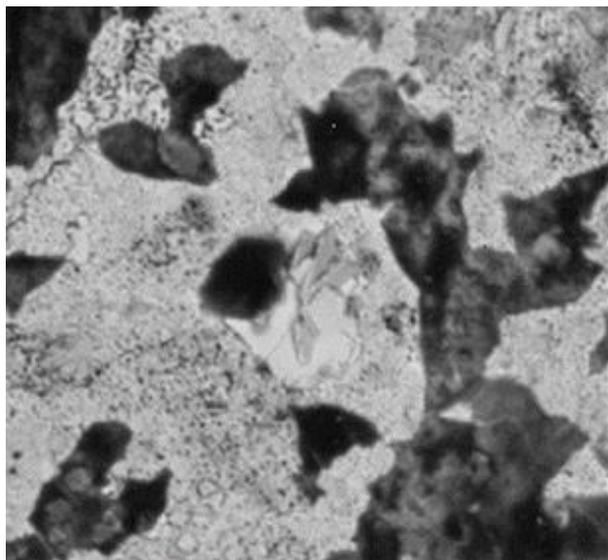


Рисунок 1. Микрофотография образца эвтектики Pb17Li,  $\times 500$

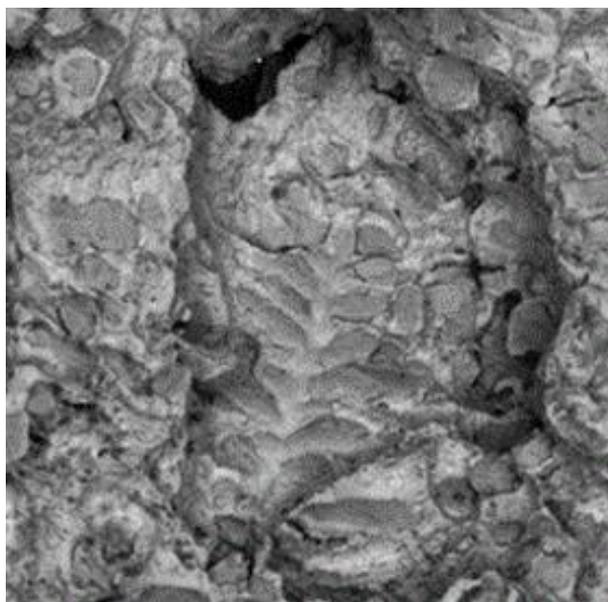


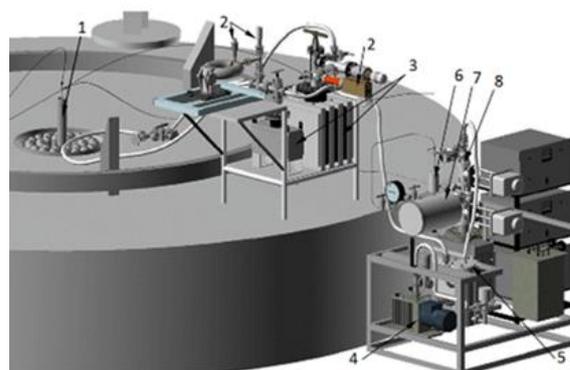
Рисунок 2. Микрофотография образца эвтектики Li15,7Pb,  $\times 500$

На рисунках 1 и 2 представлены микрофотографии образцов эвтектики Pb17Li и Li15,7Pb. Для образца Pb17Li (рисунок 1) характерна пластинчатая форма зерен эвтектики. Направление темных полос указывает на то, что на изображении видны торцы пластинок. Расстояния между пластинами сопоставимы с их толщиной. У данных пластин также имеется преимущественное направление. При рассмотрении в режиме обратно отраженных электронов на образце Li15,7Pb (рисунок 2) видны две области: светло-серого и более темного оттенков. Область более светлого оттенка представляет собой матрицу из свинца, тогда как темные участки – эвтектику дендритной (разветвлённой) формы. Критериями образо-

вания такой фазы является низкая энтропия при плавлении, концентрационно-температурные условия роста кристалла, наличие примесных центров роста и их адсорбция к атомам лития.

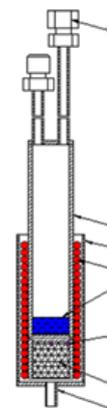
Можно отметить, что такая незначительная разница содержания лития в образцах Li15,7Pb и Pb17Li сильно повлияла на микроструктуру, что, в свою очередь, должно сказаться и на параметрах взаимодействия изотопов водорода с литиевой эвтектикой, а именно, на генерации и выделении трития из исследуемой эвтектики.

Эксперименты по исследованию наработки и выделению трития и гелия из образцов свинцово-литиевой эвтектики (Li15,7Pb) проводились с использованием экспериментального стенда ЛИАНА на ядерном реакторе ИВГ.1М [8]. На рисунке 3 представлена 3D-модель стенда ЛИАНА, подробное описание эксперимента стенда представлено в [9]. Для проведения реакторных экспериментов со свинцово-литиевой эвтектикой Li15,7Pb было разработано и создано специальное ампульное устройство (АУ) (рисунок 4).



1 – ФКЭ; 2 – масс-спектрометры; 3 – высоковакуумные насосы; 4 – форвакуумный насос; 5 – азотная ловушка; 6 – водородный фильтр; 7 – емкость для спектрально чистого водорода; 8 – вакуумные вентили

Рисунок 3. 3D-модель стенда ЛИАНА



1 – корпус ампулы; 2 – кожух охлаждения; 3 – нагреватель; 4 – эвтектика; 5 – термопары; 6 – теплоизоляция; 7 – труба подачи азота; 8 – заглушка

Рисунок 4. Экспериментальное АУ с образцом свинцово-литиевой эвтектики Li15,7Pb

## 2 УСЛОВИЯ И МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

### 2.1 Условия проведения экспериментов

- остаточное давление в измерительном вакуумном тракте –  $10^{-6}$  торр;
- температура экспериментальной ячейки АУ с образцом свинцово-литиевой эвтектики 200 °С;
- масса свинцово-литиевой эвтектики – 68,4 г;
- стационарный уровень тепловой мощности реактора – 6 МВт.

### 2.2 Методика проведения экспериментов

Методика проведения реакторных экспериментов заключалась в следующем:

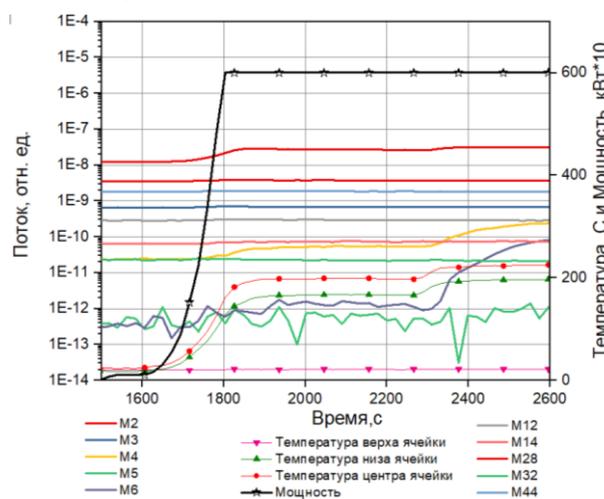
- АУ с исследуемым образцом загружалось в экспериментальный канал реактора ИВГ.1М, таким образом, чтобы исследуемый образец располагался на уровне центра активной зоны реактора;
- перед выходом реактора на заданный уровень тепловой мощности объем АУ и измерительного тракта стенда ЛИАНА были откачены до давления порядка  $10^{-6}$  торр;
- затем реактор ИВГ.1М выводился на заданный стационарный уровень тепловой мощности – 6 МВт;
- после установления мощности реактора на заданном стационарном уровне проводился ступенчатый нагрев и охлаждение образца свинцово-литиевой эвтектики в исследуемом интервале температур. Регулировка и поддержание температуры образца осуществлялась за счет изменения расхода газообразного азота продуваемого между чехлом охлаждения и корпусом экспериментальной ячейки АУ;
- на всем протяжении нагрева и охлаждения исследуемого образца проводилась непрерывная регистрация изменения парциального давления газов в объеме АУ с исследуемым образцом с помощью масс-спектрометра RGA-100.

## 3 РЕЗУЛЬТАТЫ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

В соответствии с вышеописанной методикой был проведен реакторный эксперимент, в результате которого были получены данные о выделении газов из исследуемого образца свинцово-литиевой эвтектики в твердом и жидком фазовом состоянии (см. рисунок 5). Анализируя данную диаграмму можно сказать, что при переходе исследуемого образца в жидкое фазовое состояние выделение гелия и трития значительно увеличивается. В данном случае выделение идет как благодаря процессам диффузии, так и за счет собственной высокой энергии в отличие от твердого фазового состояния, где выделение идет только за счет высокой энергии образовавшихся частиц из приповерхностного слоя.

В данной работе рассматривается только выделение гелия и трития из твердого фазового состояния свинцово-литиевой эвтектики. На рисунках 6 и 7 представлен временной участок диаграммы эксперимента, соответствующий выделению гелия и трития из твердой фазы исследуемого образца. Из представ-

ленных рисунков видно, что выделение гелия в твердом фазовом состоянии более чем на порядок превышает выделение трития. Это объясняется тем, что тритий в отличие от инертных атомов гелия взаимодействует с другими химическими элементами, образуя различные химические соединения, а также может взаимодействовать с поверхностью экспериментальной ампулы, что, в свою очередь, уменьшает уровень регистрируемого потока трития выделяющегося из образца свинцово-литиевой эвтектики.



обозначения газов на диаграмме соответствует следующим соединениям: M2 – H<sub>2</sub>; M3 – HD; M4 – D<sub>2</sub>; M5 – DT; M6-T<sub>2</sub>; M12 – C; M14 – N; M28 – CO; M32 – O<sub>2</sub>; M44 – CO<sub>2</sub>

Рисунок 5. Диаграмма реакторного эксперимента с образцом свинцово-литиевой эвтектики на мощности 6 МВт

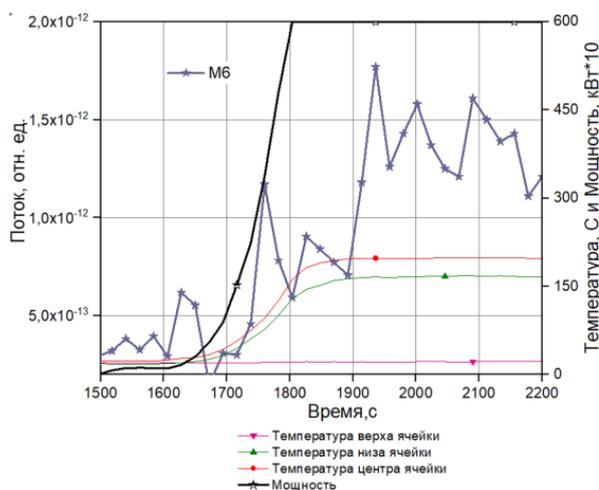


Рисунок 6. Диаграмма реакторного эксперимента выделения трития из исследуемого образца свинцово-литиевой эвтектики

Для лучшего понимания экспериментальных данных ниже описан механизм образования и выделения трития из исследуемого образца свинцово-литиевой эвтектики, находящегося в твердом фазовом состоянии.

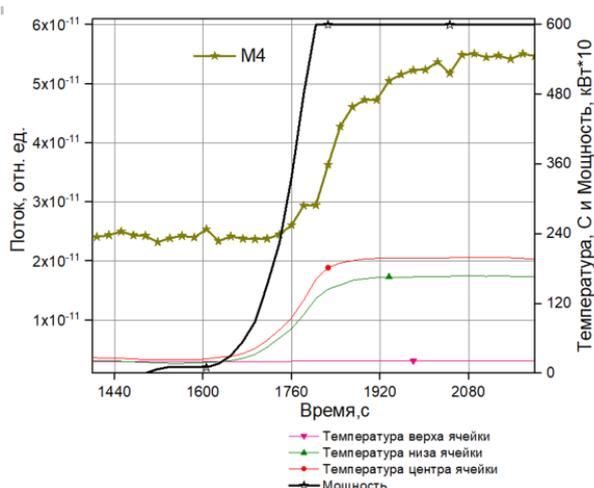


Рисунок 7. Диаграмма реакторного эксперимента выделения гелия из исследуемого образца свинцово-литиевой эвтектики

#### 4 СКОРОСТЬ НАРАБОТКИ ТРИТИЯ И ГЕЛИЯ В СВИНЦОВО-ЛИТИЕВОЙ ЭВТЕКТИКЕ

После выхода реактора на мощность происходит ядерная реакция  ${}^6\text{Li}$  с нейтронами (1) и (2) и, как следствие, идет образование  $\alpha$ -частицы и трития.

Изотоп лития  ${}^6\text{Li}$  характеризуется большим сечением (n,  $\alpha$ )-реакции на медленных нейтронах. Реакция  ${}^6\text{Li}(n, \alpha)\text{T}$  относится к экзотермическим реакциям, в которой освобождается около 4,8 МэВ энергии. В результате реакции  $\alpha$ -частица и ядро трития разлетаются с кинетическими энергиями  $E_\alpha = 2,05$  МэВ и  $E_\text{T} = 2,74$  МэВ. Сечение (n,  $\alpha$ )-реакции на  ${}^6\text{Li}$  для медленных нейтронов описывается законом  $1/v$ . При энергии нейтронов  $E_0 = 0,025$  эВ сечение (n,  $\alpha$ )-реакции природного лития  ${}^6\text{Li}$  составляет 945 барн, для изотопа  ${}^7\text{Li}$  – 0,0033 барн.

Для расчета скорости наработки трития в литий-содержащих материалах применяется следующая формула:

$$R_{\text{от}} = v_{6\text{Li}} \cdot \sum_i \phi_i \cdot \sigma_i, \quad (3)$$

где  $R_{\text{от}}$  – скорость наработки гелия в эвтектике, моль/с;  $v_{6\text{Li}}$  – количество вещества  ${}^6\text{Li}$  в материале, моль;  $\sigma$  – усредненное сечение взаимодействия, барн (см. рисунок 8);  $\phi$  – поток нейтронов,  $1/\text{см}^2 \cdot \text{с}$  (см. таблицу 3).

Таблица 3. Поток нейтронов в центре активной зоны реактора ИВГ.1М на мощности 6 МВт

Энергетическая группа	Нейтронный поток $1/(\text{см}^2 \cdot \text{с})$	Интегральный поток
до 0,67 эВ	$(0,87 \pm 0,06) \cdot 10^{14}$	$(1,5 \pm 0,1) \cdot 10^{14}$
от 0,67 эВ до 0,1 МэВ	$(0,42 \pm 0,03) \cdot 10^{14}$	
от 0,1 МэВ до 10 МэВ	$(0,22 \pm 0,01) \cdot 10^{14}$	

На основании вышеприведенных данных и формулы (3) была рассчитана скорость наработки трития (см. таблицу 4).

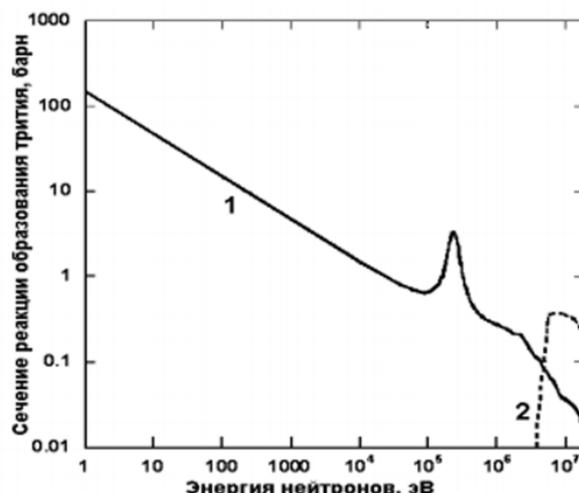


Рисунок 8. Зависимость сечения реакции  ${}^6\text{Li}(n,t){}^4\text{He}$  от энергии нейтронов

Таблица 4. Зависимость скорости наработки трития от мощности реактора ИВГ.1М

Мощность	Поток нейтронов $\phi$ , $1/\text{м}^2 \cdot \text{с}$	Скорость наработки трития, $R_{\text{от}}$ , моль/м $^3$ с
1 МВт	$1,67 \cdot 10^{19}$	–
2 МВт	$3,33 \cdot 10^{19}$	–
3 МВт	$5 \cdot 10^{19}$	–
6 МВт	$1 \cdot 10^{20}$	$5,96 \cdot 10^{-5}$

#### 5 ОЦЕНКА ВЫДЕЛЕНИЯ ГЕЛИЯ И ТРИТИЯ ИЗ ПРИПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ ЭВТЕКТИКИ

Образовавшиеся атомы гелия и трития обладают значительной энергией (2,05 и 2,74 МэВ, соответственно), следовательно, под воздействием данной энергии они могут покинуть образец свинцово-литиевой эвтектики (гелий в виде атомов, тритий в виде молекул T<sub>2</sub>, NT). На основании данного явления и происходит процесс выделения гелия и трития из исследуемого образца свинцово-литиевой эвтектики.

Для описания процесса выделения данных газов необходимо определить толщину приповерхностного слоя, которую они преодолевают за счет своей начальной энергии от ядерной реакции. Толщина приповерхностного слоя равна половине длины свободного пробега ионов гелия и трития в исследуемых материалах. Длина свободного пробега была определена с помощью программы LISE++ на основании формулы Бете-Блоха (см. рисунок 9, 10) [10, 11]:

$$\frac{dE}{dx} = \frac{4\pi n Z^2 e^4}{m v^2} \left( \ln \frac{2m v^2}{I(1-v^2/c^2)} - \frac{v^2}{c^2} \right), \quad (4)$$

где  $m$  – масса электрона;  $c$  – скорость света;  $v$  – скорость частицы;  $\beta = v/c$ ;  $Z$  – заряд частицы в единицах заряда позитрона;  $n$  – плотность электронов в веществе;  $I$  – средний ионизационный потенциал атомов вещества среды, через которую проходит частица.

Физический смысл этой формулы в следующем: образовавшаяся частица с определённой энергией,

пролетая сквозь вещество, «расталкивает» атомные электроны своим кулоновским полем. За счет этого частица постепенно теряет энергию, а атомы либо ионизируются, либо возбуждаются. Растеряв свою энергию, частица останавливается. Сама пролетающая частица при столкновении с отдельным электроном мало отклоняется от своего пути из-за ее большой массы (сравнительно с массой электрона). К тому же и эти малые отклонения почти целиком компенсируют друг друга при огромном числе хаотически ориентированных столкновений. Поэтому траектория частицы в веществе практически прямолинейна.

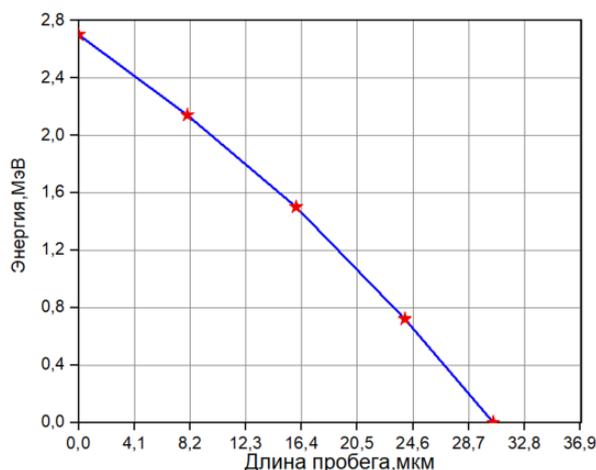


Рисунок 9. Длина свободного пробега трития в свинцово-литиевой эвтектике

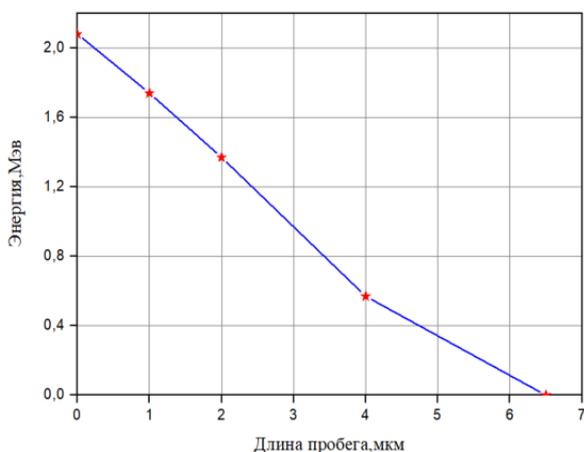


Рисунок 10. Длина свободного пробега гелия в свинцово-литиевой эвтектике

Рассчитав длину свободного пробега, была произведена оценка выделения гелия и трития из приповерхностного слоя свинцово-литиевой эвтектики.

Оценка потока трития и гелия из приповерхностного слоя литийсодержащих материалов производится по следующей формуле [12]:

$$\Phi(t) = \frac{\lambda}{2} S_0 R_{\text{He}} \Delta t, \quad (5)$$

где  $R_{\text{He}}$  – скорость наработки трития в приповерхностном слое в условиях реакторного излучения, моль/м<sup>3</sup>с;  $S_0$  – площадь приповерхностного слоя образца, м<sup>2</sup>;  $\lambda/2$  – длина приповерхностного слоя, м;  $\Delta t$  – промежуток времени, с.

По формуле (5) было рассчитано выделение гелия и трития из приповерхностного слоя свинцово-литиевой эвтектики (см. рисунок 11).

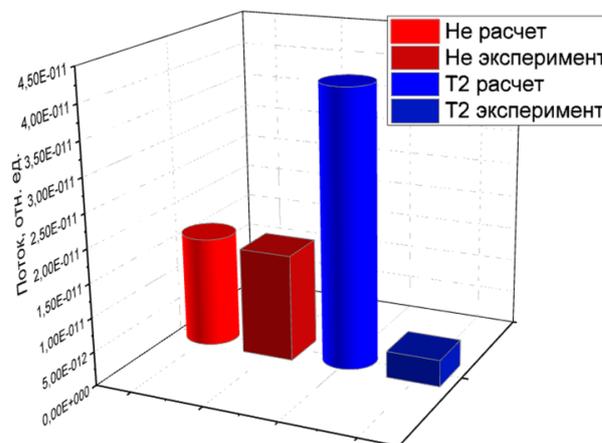


Рисунок 11. Диаграмма выделения гелия и трития из приповерхностного слоя образца свинцово-литиевой эвтектике (рассчитанное и экспериментальное значение при мощности реактора 6 МВт)

Как видно из диаграммы, отношение экспериментальных и расчетных данных для выделения гелия составляет 1,03, тогда как отношение экспериментальных и расчетных данных для трития отличается на порядок. Таким образом, можно сделать вывод, что для лучшей интерпретации данных по выделению газов из твердого фазового состояния свинцово-литиевой эвтектики в условиях реакторного излучения необходимо рассматривать выделение по гелию.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведения данной работы были получены кинетики выделения гелия и трития из приповерхностного слоя свинцово-литиевой эвтектики, находящейся в твердом фазовом состоянии, в условиях реакторного излучения. Как известно, выделение данных газов в твердом фазовом состоянии происходит за счет собственной высокой энергии, причем выделение гелия превышает выделение трития на порядок. Это объясняется тем, что тритий в отличие от инертных атомов гелия взаимодействует практически со всеми элементами, образуя различные химические соединения, также может взаимодействовать с поверхностью экспериментальной ампулы, что, в свою очередь, уменьшает регистрируемый поток трития из образца свинцово-литиевой эвтектики.

Для лучшего понимания данных процессов была проведена оценка выделения гелия и трития из приповерхностного слоя свинцово-литиевой эвтектики в условиях реакторного излучения. На основе проведенной оценки было рассчитано выделение гелия и

трипия из приповерхностного слоя свинцово-литиевой эвтектики Li15,7Pb и приведено сравнение с экспериментальными данными. Полученные результаты, показали, что для лучшей интерпретации выделения газов из твердой фазы свинцово-литиевой эвтек-

тики в условиях реакторного излучения необходимо рассматривать выделение по гелию.

*Работа была выполнена в рамках грантового финансирования исследований МОН РК № AP05131677/ГФ5 Эвтектика.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Nishikawa, M. Isotope exchange capacity on Li<sub>4</sub>SiO<sub>4</sub> and comparison of tritium inventory in various solid breeder blankets / M. Nishikawa, N. Nakashima, K. Hashimoto, S. Beloglazov // J. Nucl. Sci. Tech. – 2001. – Vol. 38, № 11. – P. 944–951.
2. Kudo, H. Tritium behavior in blanket system / H. Kudo, K. Okuno // J. Nucl. Mater. – 1988. – Vol. 155–157. – P. 524–529.
3. Расчетные оценки энерговыделения и скоростей наработки <sup>3</sup>Н, <sup>4</sup>Не в литиевой КПС при ее облучении на реакторе ИВГ.1М / И.В. Прозорова, М.К. Скаков, И.Л. Тажибаева, Ю.В. Понкратов, Т.В. Кульсартов // Вестник НЯЦ РК. – 2018. – № 1. – С. 91–96. □ IF = 0,145, Каз БЦ, 2017.
4. Нарботка трития в литиевой керамике и Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub> для бланкета термоядерного реактора / Т.В. Кульсартов, И.Л. Тажибаева, Е.А. Кенжин // ВАНТ. Серия: Термоядерный синтез. – 2008. – Вып. 2. – С. 3–12.
5. Hiroshi Kudo, Kenji Okuno. Kinetics and mechanism of tritium release from neutron-irradiated Li<sub>2</sub>O. Journal of Nuclear Materials. 1985. Vol. 133–134. P. 192–195. [https://doi.org/10.1016/0022-3115\(85\)90132-1](https://doi.org/10.1016/0022-3115(85)90132-1).
6. Beckman I.N et. al. Diffusion of tritium generated in lithium metatitanate Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub> during thermal neutron irradiation in reactor WWR-K / VANT. Series: Thermonuclear fusion. 2009. Vol. 2. P. 83–92. DOI: 10.21517/0202-3822-2009-32-2-83-92.
7. Study of tritium and helium generation in lithium-containing materials and their release Zh.A. Zaurbekova, A.A. Sitnikov, T.V. Kulsartov, I.L. Tazhibayeva, Yu.V. Ponkratov, V.S. Gnyrya, G. Kizane Problems of Atomic Science and Technology, Series Thermonuclear Fusion 2018, V. 41. P. 14–25
8. R. A. Irkimbekov, L. K. Zhagiparova, V. M. Kotov, A. D. Vurim, V. S. Gnyrya. Neutronics Model of the IVG.1M Reactor: Development and Critical-State Verification. Atomic Energy. 2019, Vol. 127, Issue 2, pp 69–76. <https://doi.org/10.1007/s10512-019-00587-1>.
9. Ю.Н. Гордиенко, Т.В. Кульсартов, Ж.А. Заурбекова, Ю.В. Понкратов, В.С. Гныря, Н.Н. Никетенков. Применение метода водородной проницаемости в реакторных экспериментах по исследованию взаимодействия изотопов водорода с конструкционными материалами. Известия Томского Политехнического Университета: Математика и механика. Физика [Бюллетень Томского Политехнического Университета: Математика и механика. Физика] 324 (2014) 149–162.
10. V. Matveev, Emission of charged clusters during metal sputtering by ions, 322 Tech. Phys. 45 (8) (2000) 1063–1069.
11. O. Tarasov, D. Bazin, LISE++: radioactive beam production with in-flight 324 separators, Nucl. Instrum. Meth. Phys. Res. B. 266 (19–20) (2008) 4657–4664.
12. Тулубаев Е.Ю., Исследование процессов выделения ионов гелия из приповерхностного слоя литийсодержащих материалов ТЯР / Тулубаев Е.Ю., Понкратов Ю.В., Кульсартов Т.В. Вестник НЯЦ РК [и др.] // Вестник НЯЦ РК – 2014 – выпуск 3. – с. 94–101.

### ИВГ.1М РЕАКТОРЫНДА СӘУЛЕЛЕНУ ЖАҒДАЙЫНДА Li15,7Pb ҚОРҒАСЫН-ЛИТИЙ ЭВТЕКТИКАСЫНЫҢ ҚАТТЫ ФАЗАЛЫҚ КҮЙІНЕН ГЕЛИЙ МЕН ТРИТИЙДІҢ БӨЛІНУІН БАҒАЛАУ

Е.Ю. Тулубаев, Ю.В. Понкратов, Ю.Н. Гордиенко, В.С. Бочков, О.С. Букина, К.К. Самарханов

*ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Қурчатов, Қазақстан*

Бұл жұмыстағы зерттеулер реакторлық сәулелену жағдайында жаңа Li15,7Pb литий-қорғасын эвтектикасы қатты фазалық күйіндегі гелий мен тритийдің бөлінуін зерттеуге арналған. Жаңа материалдың негізгі қасиеттері мен оның микроқұрылымы сипатталған. Li15,7Pb және Pb17Li эвтектикалардың микроқұрылымдарының салыстыруы келтірілген.

Қорғасын-литий эвтектикасы үлгісінің үстіңгі қабатынан гелий мен тритийдің еркін жүрісінің ұзындығы есептелген. ИВГ.1М реакторында сәулелену кезінде бұл материалдағы гелий мен тритийдің қалыптасу жылдамдығы анықталды. Li 15,7 Pb қорғасын-литий эвтектикасының үстіңгі қабатынан тритий мен гелийдің бөлінуіне бағалау жүргізілді және реакторлық эксперименттерде алынған эксперименталдық деректермен салыстыру келтірілген.

**ESTIMATION OF HELIUM AND TRITIUM RELEASE FROM THE Li15.7Pb LEAD-LITHIUM EUTECTIC  
IN THE SOLID PHASE STATE UNDER IRRADIATION AT THE IVG.1M REACTOR**

**Ye.Yu. Tulubayev, Yu.V. Ponkratov, Yu.N. Gordienko, V.S. Bochkov, O.S. Bukina, K.K. Samarkhanov**

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

The studies described in this paper are devoted to the study of helium and tritium release formation in the solid phase state of new Li15.7Pb lithium-lead eutectic under irradiation. The paper describes the main properties of the new material and its microstructure. The comparison of microstructures of eutectic Li15.7Pb and Pb17Li is given. Helium and tritium free path length in the near-surface layer of the lead-lithium eutectic sample were calculated. The rate of helium and tritium formation in this material during its irradiation at the IVG.1M reactor has been determined. Estimation of helium and tritium release formation from the near-surface layer of the Li15.7Pb lithium-lead eutectic has been done and a comparison with experimental data obtained in in-pile test has been presented.

УДК 575.224.4; 575.1

**РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ОТДЕЛЬНЫХ ТЕРРИТОРИЙ  
НАЦИОНАЛЬНОГО ПАРКА АЛТЫН-ЭМЕЛЬ**

<sup>1)</sup> Чередниченко О.Г., <sup>2)</sup> Магда И.Н., <sup>2)</sup> Соловьев А.Ю., <sup>3)</sup> Мамилев Н.Ш., <sup>4)</sup> Арифлулова И.А.,  
<sup>5)</sup> Чирикова М.А., <sup>1)</sup> Пилюгина А.Л., <sup>1)</sup> Байгушикова Г.М., <sup>2)</sup> Соловьев И.А.

<sup>1)</sup> *Институт общей генетики и цитологии КН МОН РК, Алматы, Казахстан*

<sup>2)</sup> *ТОО «Актино-СКБ», Алматы, Казахстан*

<sup>3)</sup> *КазНУ им. аль-Фараби МОН РК, Алматы, Казахстан*

<sup>4)</sup> *ТОО «Сейсмологическая опытно-методическая экспедиция», Алматы, Казахстан*

<sup>5)</sup> *Институт зоологии КН МОН РК, Алматы, Казахстан*

*cherogen70@mail.ru*

Представлены результаты сравнительного цитогенетического и морфо-биологического исследования индикаторных групп животных, обитающих на территории Национального парка «Алтын-Эмель» и на участке законсервированного Сулучекинского уранового месторождения (Алматинская область, Кербулакский район), где осуществлялась опытно-экспериментальная добыча урана с использованием технологии ПСВ (подземного скважинного выщелачивания). По данным определения МЭД (мощность эквивалентной дозы  $\gamma$  – мкЗв/ч), и поверхностной альфа-активности ( $\alpha$  – част./мин $\times$ см<sup>2</sup>) в целом для территории месторождения и прилегающих обследованных участков не установлено радиоактивного загрязнения. Однако в контуре наблюдательной скважины сейсмологической станции «Калкан» значения МЭД определяются в диапазоне (0,462–4,158 мкЗв/ч), которые превышают нормативы. Для животных индикаторных групп (рыбы и амфибии), обитающих в границах месторождения, наблюдается повышенный уровень цитогенетических нарушений (микроядерный тест у рыб) и аномалии ротового аппарата у головастиков жаб комплекса *Bufo taurus viridis*.

**ВВЕДЕНИЕ**

Благодаря геологическим особенностям Казахстана обладает одной из крупнейших в мире сырьевой базой урана и тория [1]. В районах расположения урановых, ториевых и редкоземельных месторождений и рудопоявлений почвы и горные породы характеризуется относительно высоким естественным радиационным фоном. Также в гидрогеологическом плане относительно широкое распространение получили природные подземные воды с высокими содержаниями радионуклидов, которые приурочены к геологическим урановорудным провинциям. Рудоформирующие зоны водоносных горизонтов помимо радионуклидов могут содержать сверхнормативные (выше ПДК) концентрации Se, Br, Mn, Al, Fe, Cd. Типичны для аридных зон локальные приповерхностные инсоляционно-эвапорационные скопления U. Иногда повышенное фоновое содержаниями U и Th проявляется в виде выходов на дневную поверхность интрузивных и эффузивных горных пород. Наличие крупных разломов с повышенным эманированием приводит к значительному увеличению концентрации радона и его дочерних продуктов распада [2–7].

Промышленное извлечение урана методом ПСВ (подземное скважинное выщелачивание), характеризуется меньшим воздействием на окружающую среду по сравнению с традиционными методами добычи (карьерным и шахтным), при которых происходит безвозвратное отчуждение и загрязнение подземных вод, земель и загрязнение воздушного бассейна [8]. Наиболее крупные открытия месторождений для ПСВ были осуществлены в 1969–1980 г.г., при про-

ведении поисково-разведочных работ в Шу-Сарысуйской и Илийской впадинах [9]. В границах Илийской межгорной впадины в составе одноименной урановорудной провинции, было разведано крупное урановое месторождение пластово-инфильтрационного типа – Сулучекинское (современная территория Государственного национального природного парка «Алтын-Эмель» (далее ГНПП «Алтын-Эмель»)). Здесь в 60-х и 80-х годах 20 века на базе Геолого-разведочного поселка (ГРП) проводилась площадная разведка запасов урана в Илийской рудной провинции. В конце 80-х годов на Сулучекинском месторождении осуществлялась опытно-экспериментальная добыча урана способом ПСВ. К концу 80-х это производство и сама деятельность ГРП была полностью остановлена. На гео-технологическом полигоне (ГТП), где осуществлялась опытная добыча, была проведена рекультивация, скважины ликвидированы [10]. По заключению специалистов «Волковгеологии» отрицательные экологические эффекты не установлены [9]. Впоследствии поселок геологов практически перестал существовать для отрасли и как населенный пункт. Сохранилось несколько домостроев в виде фермерских хозяйств. Сулучекинское и все остальные урановые месторождения Илийской урановорудной провинции были переведены в долгосрочный резерв горнодобывающей промышленности Казахстана [10].

В настоящее время контроль радиоактивного загрязнения приземного слоя атмосферы на территории Алматинской области, куда входит по месту расположения ГНПП «Алтын-Эмель», осуществляется

специализированными подразделениями, РГП «Казгидромет» на 5-ти метеорологических станциях (Алматы, Нарынкол, Жаркент, Лепсы, Талдыкорган). По результатам работ за август 2019 г. в целом в Алматинской области средние значения радиационного гамма-фона приземного слоя атмосферы по населенным пунктам области находились в пределах 0,12–0,23 мкЗв/ч. В среднем по области радиационный гамма-фон составил 0,17 мкЗв/ч, что не превышает естественного фона. Среднесуточная плотность радиоактивных выпадений в приземном слое атмосферы на территории области колебалась в пределах 0,7–1,8 Бк/м<sup>2</sup>. Средняя величина плотности выпадений по области составила 1,2 Бк/м<sup>2</sup>, что не превышает предельно-допустимый уровень [11]. При этом обычно выполняемое определение суммарной бета-активности радиоактивных выпадений, по результатам первых измерений (через одни сутки после отбора проб) составляло не более 110 Бк/м<sup>2</sup>, что по заключению РГП «Казгидромет» является допустимым значением суточных радиоактивных выпадений [12].

Однако проводимый таким образом радиэкологический контроль не всегда может детально и однозначно характеризовать такие большие территории. Так, ряд исследований показывает, что на участках, где выполнялись работы по разведке и кратковременной эксплуатации месторождений и рудопроявлений урана со временем по разным причинам природного и антропогенного происхождения могут проявляться локальные радиоактивные загрязнения [13, 14]. Со времени консервации и ликвидации опытно-экспериментального рудника (ПСВ) на Сулучекинском месторождении прошло достаточно много времени и к тому же изменилось хозяйственное назначение данных земель и территории. Ранее законсервированное месторождение оказалось в границах особо охраняемой природной территории ГНПП «Алтын-Эмель», которая к настоящему времени изменяет границы (ТЭО – расширения территории парка, 2019 г.) и статус, переходя в новую форму существования – Биосферный резерват.

При выполнении научно-исследовательских работ на территории ГНПП «Алтын-Эмель» было проведено изучение цитогенетических и эколого-фаунистических особенностей индикаторных групп животных с радио-дозиметрическим контролем местности. Подобный подход дает возможность определить степень воздействия негативных экологических факторов уранового месторождения на животных данной территории. Опыт оценки состояния фауны на отдельных территориях СИП (Семипалатинского испытательного полигона) подтверждает верность этого подхода и показывает наличие у особей из индикаторных групп позвоночных и беспозвоночных животных аномалий в развитии и цитогенетические нарушения [15–18].

Относительно благополучное радиэкологическое состояние в целом Алматинской области не исключает вероятность локального радиоактивного влияния бывшего рудника на объекты окружающей сре-

ды – почвы, флору и фауну, природные воды, приземный слой атмосферы ГНПП «Алтын-Эмель». Это определяет актуальность изучения современной радиационной обстановки мониторинговой территории Национального парка и выполнения исследований морфо-функциональных характеристик, особенностей развития и генетического статуса обитающих индикаторных животных.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

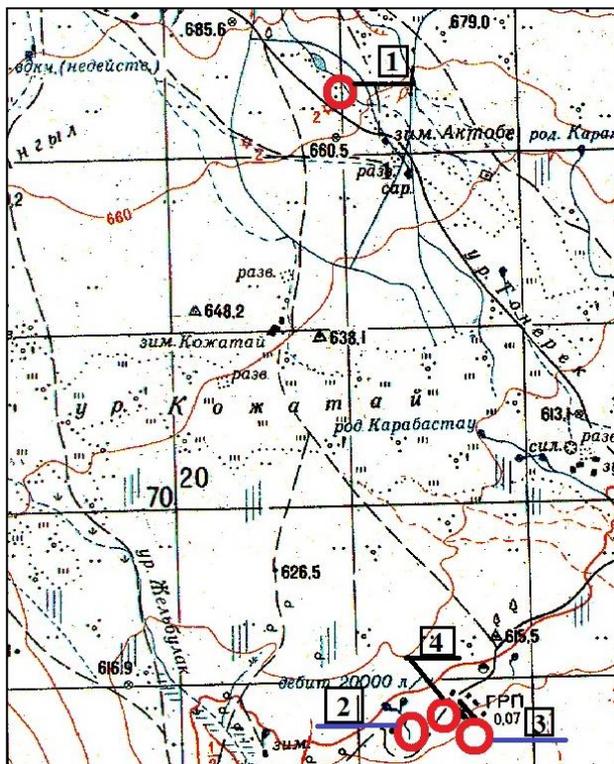
Мониторинговыми участками для радиометрического обследования были окрестности поселков Басши, Нурум, Актобе, бывший ГРП (Геологоразведочный поселок), кордон Косбастау, расположенные в Басшийском сельском округе в предгорьях Жетысуского (Джунгарского) Алатау, с выходом к пойменной части р. Иле. Высота над уровнем моря порядка – 900 м. В настоящее время здесь расположены территории ГНПП «Алтын-Эмель», где не ведется активная сельскохозяйственная деятельность (лишь ограничено скотоводство и заготовка кормов).

Общее радиометрическое обследование охватывало территории в условном коридоре направления север – юг по линии расположения населенных пунктов Басши, Нурум, Актобе, бывший ГРП с частной привязкой к водотокам и р. Актобе. Радио-дозиметрическое обследование осуществляли в соответствии с рекомендациями, изложенными в нормативных документах и руководствах по использованию радиометра РКС -01-СОЛЮ. Была проведена пешеходная поисковая и детальная радиометрия – определение МЭД (мощность эквивалентной дозы  $\gamma$  – мкЗв/ч), и измерение поверхностной альфа-активности ( $\alpha$ -част./мин·см<sup>2</sup>).

Места сбора материала фауны (рыбы, амфибии) приведены на карте (рисунок 1). Объектами изучения были следующие индикаторные группы животных: амфибии – головастики жаб комплекса (*Bufo viridis*); рыбы – пятнистый губач (*Triplophysa strauchii*), псевдорасбора – она же амурский чебачок (*Pseudorasbora parva*), обитающих в трех точках окрестностей бывшего ГРП в границах законсервированного Сулучекинского месторождения урана и водотока р. Актобе ниже водохранилища, между пп. Нурым и Актобе.

Для выявления морфологических аномалий развития ротового аппарата амфибий использовано 2 выборки головастика жаб комплекса *Bufo viridis* из двух водоемов: «водоем 1» (108 головастика) и расположенный рядом временный водоем ниже бывшего ГРП – «водоем 2» (15 головастика). Головастики фиксировали в 10%-ном растворе формалина и в дальнейшем проводили анализ их внешней морфологии. Стадии развития головастика определяли согласно таблицам нормального развития жаб комплекса *Bufo viridis*. Под аномалиями развития понимали любые морфологические отклонения, отличающие данную особь от описанной в таблицах нормального развития на соответствующей стадии [19].

**РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ОТДЕЛЬНЫХ ТЕРРИТОРИЙ  
НАЦИОНАЛЬНОГО ПАРКА АЛТЫН-ЭМЕЛЬ**



1 – рыбы – водоток р. Актобе ниже водохранилища, между пп. Нурум и Актобе; 2 – рыбы – водоем родникового происхождения на территории кордона Косбастау; 3 – амфибии – водоток ниже бывшего ГРП («водоем 2»); 4 – амфибии – водоем у термальной самоизливающейся скважины сейсмостанции «Калкан» («водоем 1»)

*Рисунок 1. Места сбора материала по ихтиофауне и амфибиям*

Для выполнения лабораторных гематологических исследований был проведен отлов мониторинговых животных (ихтиофауна) и взяты биологические образцы (периферическая кровь). Выбор способа взятия крови зависел от размера животного и объема, требуемого для анализа. Забор крови и приготовле-

ние мазков осуществляли в соответствии с предлагаемыми рекомендациями [20].

Для изучения мутагенного воздействия генотоксикантов на живые организмы в качестве биомаркера использовали цитогенетические характеристики периферической крови исследуемых рыб (2 вида – пятнистый губач, амурский чебачок или псевдорасбора), обитающих в водоемах на территории ГНПП «Алтын-Эмель». В качестве экологически чистого региона выбраны водоемы в окрестностях г. Ушарал.

Анализ микроядер проводили в эритроцитах периферической крови общепринятым методом [21]. Учет частоты микроядер производили в 10–20 тыс. нормохромных эритроцитах (НХЭ) от каждой исследованной особи. При проведении цитогенетического анализа учитывали микроядра (МЯ) и цитологические нарушения (амитоз, хвост, вакуолизация, двуядерные клетки, инвагинация цитоплазмы и ядра, безъядерные эритроциты). Учет частоты микроядер производился на микроскопе Zeiss Axioscop 40 под масляной иммерсией и увеличении 10x100. Фотодокументирование проводили наиболее характерных нарушений эритроцитов.

**РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ**

В таблице 1 приведены данные по сравнительному определению отдельных радиодозиметрических показателей для восьми участков в границах ГНПП «Алтын-Эмель». Критериями оценки радиоактивного загрязнения территорий обследования послужило определение МЭД, плотности потоков α-частиц с единицы площади поверхности.

Как следует из таблицы, в целом для обследованной территории отмеченные значения в основном не превышают принятых для данных характеристик нормативных показателей [22–24] поверхностного загрязнения по МЭД (0,2–0,6 мкЗв/ч), плотности потоков для α-частиц (4–50 част./мин·см<sup>2</sup>).

*Таблица 1. Отдельные показатели МЭД и плотности потоков α-частиц на участках обследования территории ГНПП «Алтын-Эмель»*

Участки		Характеристики			
		минимальные значения		максимальные значения	
№	название	МЭД	α	МЭД	α
		мкЗв/ч	част./мин·см <sup>2</sup>	мкЗв/ч	част./мин·см <sup>2</sup>
Уч-1	ГНПП «Алтын-Эмель», бывший ГТП	0,095	<0,2	0,156	1,23
Уч-2	ГНПП «Алтын-Эмель», Сейсмостанция «Калкан»	0,110	0,61	0,200	1,28
Уч-3	ГНПП «Алтын-Эмель», территория и водоем кордона Косбастау	0,122	0,61	0,190	2,42
Уч-4	ГНПП «Алтын-Эмель», скважина Сейсмостанции «Калкан» («водоем 1»)	0,462	0,61	4,158	1,21
Уч-5	ГНПП «Алтын-Эмель», водоток ниже бывшего ГРП («водоем 2»)	0,100	<0,2	0,143	1,21
Уч-6	ГНПП «Алтын-Эмель», Бархан, ГРП	0,098	0,61	0,112	1,21
Уч-7	ГНПП «Алтын-Эмель», водоем между п.п. Нурум и Актобе, р.Актобе	0,120	<0,2	0,180	1,28
Уч-8	ГНПП «Алтын-Эмель», п.Басши	0,094	<0,2	0,105	2,42

Имеющие место показатели МЭД, а также плотность потока радиоактивных частиц с поверхности находятся на приемлемом уровне в диапазоне значений: МЭД – 0,094–0,200 мкЗв/ч;  $\alpha$  – <0,2–2,42 част./мин·см<sup>2</sup>. С учетом ранее проведенной на территории бывшего рудника ликвидации и рекультивации независимо от ее направления, а также перепрофилирования зданий, сооружений и территории, установленные показатели соответствуют принятым санитарно-гигиеническим нормативам Республики Казахстан [22–24]. Имеется только одно место, находящееся в границах сейсмостанции «Калкан» (ГНПП «Алтын-Эмель»), где в контуре самоизливающейся скважины установлены значения МЭД в диапазоне (0,462–4,158 мкЗв/ч), что заметно превышает допустимые значения [22–24].

Изучение ихтиофауны было проведено для особей из двух мест ГНПП «Алтын-Эмель». Это водоток р. Актобе из водохранилища расположенного между поселками Нурум и Актобе и водоем (родникового происхождения) кордона Косбастау в границах бывшего ГРП. Рыбы данного мониторингового участка в целом принадлежат к Иле-Балкашскому бассейну. Эндемичными видами Балкашского бассейна являются одноцветный губач (*Triplophysa labiata*), голец Северцова (*Nemacheilus sewerzowii*) и балхашский окунь (*Perca shrenkii*). Немного шире распространены два вида маринки (*Schizothorax pseudaksaiensis*, *Schizothorax argentatus argentatus*), балхашский (*Lagowskiella poljakowii*) и семиреченский гольяны (*Phoxinus brachyurus*) [25–29]. К общему видовому разнообразию рыб бассейна следует также отнести еще два вида. Так на основании морфологических исследований материалов по горчаку (род *Rhodeus*) и вьюну (род *Misgurnus*), собранных в бассейне р. Или в 2011 г., впервые показано, что в Балхаш-Илийском бассейне натурализовались глазчатый горчак *R. ocellatus* и вьюн Никольского *M. nikolskyi* [30].

Однако в ходе проведенных в 2019 г. исследований ни один из эндемичных видов обнаружен не был. Из потенциально возможных видов были обнаружены 4 аборигенных и 1 чужеродный вид рыб. Аборигенными видами являются пятнистый губач, серый голец, тибетский голец и голый осман, чужеродным видом – псевдорасбора. При морфо-биологическом изучении особей отдельных видов этой индикаторной группы было установлено, что показатели псевдорасборы находятся в известных для Балкашского бассейна пределах изменчивости. Максимальные размеры рыб в исследованной выборке 2019 г. оказались меньше известных для этого вида. Это может указывать на неблагоприятные для продолжительной жизни условия. На это же указывает значительная внутривыборочная изменчивость коэффициентов упитанности.

Выборка пятнистого губача представлена особями разного размера – как взрослые особи с развитыми гонадами, так и малек, что указывает на благопри-

ятные для данного вида условия воспроизводства. Половые железы в апреле 2019 г. находились на разных стадиях зрелости: обнаружены созревающие и готовые к вымету половые продукты, а также отнерестившиеся особи. Биологические и морфологические показатели находятся в пределах нормы реакции этого вида, но у одной особи передние усики были заметно короче. Данное отклонение может быть вызвано травмой или нарушениями онтогенетической траектории. Фенодевиат в исследованной выборке не выявлено.

В исследованном водоеме кордона Косбастау выборка псевдорасборы малочисленна и представлена в основном мелкими особями. Сопоставление данных по составу ихтиофауны и состоянию показателей отдельных видов позволяет предположить незначительную антропогенную трансформацию экосистемы данного водоема. Условия среды обитания в целом не препятствуют воспроизводству данного вида, однако продолжительность жизни и максимальные размеры рыб далеко не достигают видовых пределов, поскольку представители аборигенной ихтиофауны доминируют по численности, представлены разнообразными особями, которые морфологически не отклоняются от видовых норм.

Согласно зоологическим данным основную выборку ихтиофауны составили 2 вида рыб – пятнистый губач и амурский чебачок или псевдорасбора, в связи с этим цитогенетический анализ проведен у особей этих видов. Для более объективного анализа и отсутствия влияния видовых различий результаты микроядерного теста этих видов рыб, их двух водоемов были учтены отдельно.

Микроядра в микроскопе видны как округлые, овальные разных размеров густо окрашенные тельца с четким контуром (рисунок 2). Различные виды микроядер вероятно соответствуют типам возникших нарушений хромосом. По размерам микроядер можно судить об изменениях, произошедших в хромосомном наборе клеток. Так, появление клеток с крупными микроядрами в основном связано с нарушениями веретена деления, либо отставанием целых транслоцированных, либо дицентрических хромосом, а появление клеток с мелкими микроядрами вызвано преимущественно структурными абберациями хромосом (отставшие ацентрические фрагменты).

Дополнительную информацию о процессах, происходящих в ответ на воздействия стрессорных факторов среды, можно получить при анализе структуры эритроцитов, отличающихся от нормальной морфологии, характерной для данного вида. Так, амитоз указывает на развитие дегенеративных процессов в организме рыб, обусловленных различными причинами, в том числе и воздействием химических токсиантов. Деление ядра может происходить и без перетяжки цитоплазмы, в этом случае эритроциты становятся двуядерными [31]. При проведении цитогенетического анализа эритроцитов периферической кро-

ви рыб были зафиксированы следующие нарушения – эритроциты, с микроядрами; двуядерные эритроциты; амитоз; эритроциты с нарушениями цитоплазмы в виде «хвоста», вакуолизацией и инвагинацией цитоплазмы; эритроциты с отпочковывающимися микроядрами; инвагинация ядерной оболочки (рисунок 2). В связи с этим, сравнительный анализ произведен с ихтиофауной из водоемов в окрестностях ранее обследованного г. Ушарал.

Результаты микроядерного теста рыб представлены в таблице 2. У рыб из ГНПП Алтын-Эмель на территории ГРП наблюдается достоверно повышенный уровень частоты эритроцитов с микроядрами и других цитологических нарушений по сравнению с рыбами, выловленными в р. Актобе и окрестностях г. Ушарал. При этом наблюдается небольшое межвидовое различие по частоте цитогенетических нарушений у пятнистого губача и псевдорасборы. У них выявлен почти весь спектр описанных выше цитологических нарушений. Известно, что во многих случаях данные изменения сопутствуют компенсаторным процессам, протекающим в тканях, например при функциональных перегрузках, голодании, после отравления или денервации [32, 33]. Кроме того, имеются литературные данные, что ядерные и цитоплаз-

матические аномалии такого характера могут быть результатом антропогенного воздействия, индуцирующего гено- и цитотоксичность [34].

Таким образом, при сравнительном анализе результатов микроядерного теста показано, что в Национальном парке Алтын-Эмель вблизи законсервированного уранового месторождения на территории бывшего ГРП наблюдается повышенный уровень частоты микроядер в эритроцитах периферической крови у ихтиофауны по сравнению с результатами рыб из р. Актобе и г. Ушарал ( $p \leq 0,01$ ).

Наряду с изучением цитогенетических нарушений у ихтиофауны проведено исследование морфометрических показателей строения ротового аппарата у головастиков жаб комплекса *Bufo viridis*, выловленных на территории ГРП. Анализ полевого материала показал отсутствие каких-либо отклонений в морфологии головастиков, за исключением вариаций в строении ротового аппарата. Поэтому, дальнейшее исследование связано с изучением именно этого аспекта. Нормальный ротовой аппарат головастика жаб комплекса *B. viridis* согласно таблице нормального развития, разработанной для данного вида [19], представлен на рисунке 3.

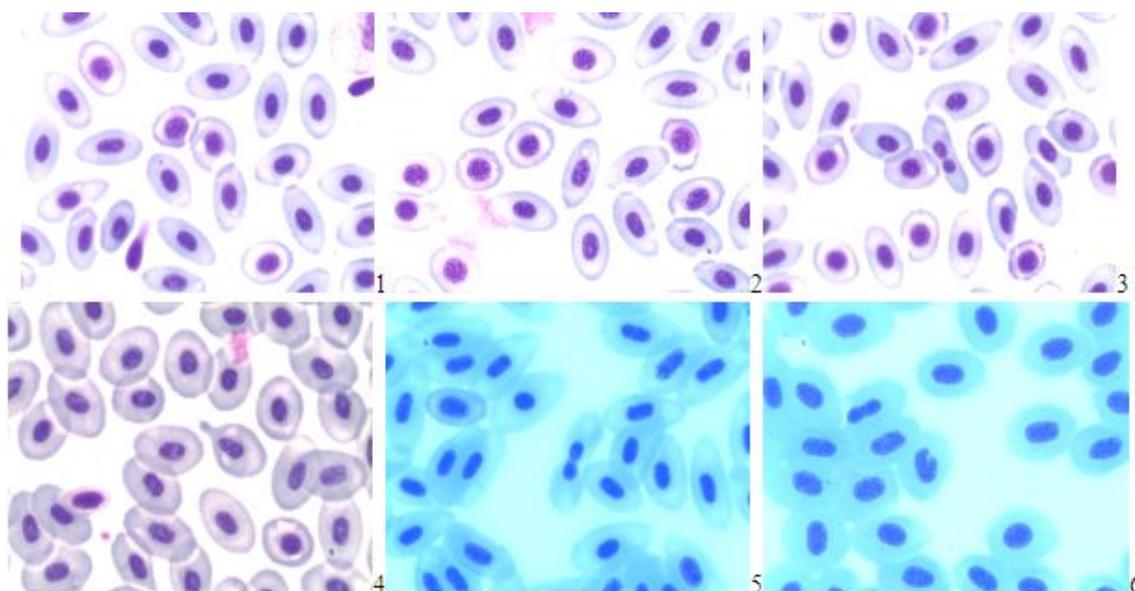


Рисунок 2. Препараты эритроцитов периферической крови рыб с различными типами нарушений: 1 – микроядро, 2 – вакуолиз, 3 – двуядерный эритроцит, 4 – хвост, 5 – амитоз, 6 – инвагинация ядерной оболочки, увел. 16x100

Таблица 2. Результаты цитогенетического анализа эритроцитов рыб, обитающих в исследованных водоемах и регионе сравнения

№ участка	Место	Вид	Изучено особей	Кол-во просм. кл	м/я, %	Амитоз, %	Двуядерные, %
Уч-3	кордон Косбастау	ПГ	10	200000	0,076±0,006	0,034±0,006	0,019±0,003
Уч-6	р. Актобе	ПГ	6	60000	0,042±0,008	0,008±0,003	0,003±0,002
Уч-3	кордон Косбастау	АЧ	8	160000	0,053±0,006	0,03±0,004	0,023±0,004
Уч-6	р. Актобе	АЧ	3	60000	0,027±0,006	0,006±0,003	0,002±0,002
Уч. Ср	окрестн. г. Ушарал	сем. карповые	16	160000	0,027±0,007	0,003±0,002	0,002±0,002

Примечание: ПГ – пятнистый губач (семейство Nemacheilidae), АЧ – амурский чебачок (семейство Cyprinidae), Уч. Ср – участок сравнения

Головастики, собранные в «водоеме 1» (ГРП, участок излива скважины сейсмостанции «Калкан»), относятся к стадиям 25–29. Из 108 особей 26 (24,1%) имели аномалии ротового аппарата (рисунок 3). Всего описано 48 аномальных признаков ротового аппарата (15 правосторонних, 18 левосторонних, и 15 центрально расположенных, симметрично расположенных либо затрагивающих весь зубной ряд). У десяти особей (38,5%) из 26 было зафиксировано более одной аномалии (у 6 особей (60%) – односторонние, у 4 особей (40%) – с разных сторон).

Головастики, собранные в «водоеме 2» (стоки поселка ГРП), относятся к стадиям 32–38 и продемонстрировали достаточно высокий процент отклонения от нормы в морфологии ротового аппарата. Из 19 особей 9 (47,0%) имели аномалии ротового аппарата (рисунок 4), которые выражались в разрывах и части-

чной редукции зубных рядов. Всего описаны 12 аномальных признаков ротового аппарата (6 правосторонних и 6 левосторонних): 8 разрывов, 2 случая частичной редукции зубных рядов, 2 случая частичной потери зубчиков. У двух особей (20%) из 10 было зафиксировано более одной аномалии (50% односторонние, 50% с разных сторон).

Анализируя строение ротового аппарата головастика на различных стадиях развития, нами было выявлено пять типов отклонений от нормального строения [19] (таблица 3): 1) разрывы зубных рядов; 2) потеря зубчиков; 3) полная или частичная редукция зубных рядов; 4) срастание зубных рядов; 5) искривление и деформация зубных рядов. Сравнительный анализ по аномальным признакам головастика из двух выборок, собранных в 2019 г., представлен в таблице 3.



Рисунок 3. Аномалии ротового аппарата головастика из водоема 1

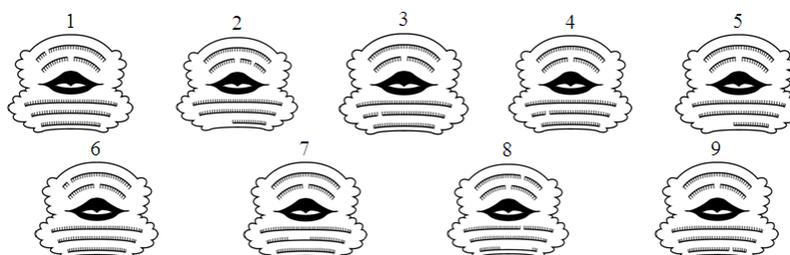


Рисунок 4. Аномалии ротового аппарата головастика из водоема 2

**РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА ОТДЕЛЬНЫХ ТЕРРИТОРИЙ  
НАЦИОНАЛЬНОГО ПАРКА АЛТЫН-ЭМЕЛЬ**

Таблица 3. Соотношение различных типов отклонений в строении ротового аппарата головастика в исследованных выборках

№	Признак	Водоем 1	Водоем 2
1	Количество головастика с аномалиями ротового аппарата (от общего числа головастика)	24,1%	47,0%
2	Более 1 аномального признака у головастика (от числа головастика, имеющих аномалии)	38,5	20%
3	Расположение аномалий (от общего количества аномальных признаков):		
3а	– аномалии односторонние	60%	50%
3б	– аномалии двусторонние	40%	50%
4	Распределение аномалий по их локализации (от общего количества аномальных признаков):		
4а	– аномалии правосторонние	31,3	50%
4б	– аномалии левосторонние	37,4	50%
4в	– аномалии центрально расположенные, симметрично расположенные или затрагивают весь зубной ряд	31,3	–
5	Тип аномалии (от общего количества аномальных признаков):		
5а	– разрывы	35,4%	66,6%
5б	– потеря зубчиков	12,5%	16,7%
5в	– полная или частичная редукция зубных рядов	6,3%	16,7%
5г	– срастание двух или трех зубных рядов	33,3%	–
5д	– деформация зубных рядов	12,5	–

На территории ГРП в «водоеме 1» наиболее многочисленными были разрывы, менее многочисленна была потеря зубчиков и деформация, полная или частичная редукция зубных рядов встречалась единично. В ряде случаев ротовой аппарат имел не один тип отклонений, а комбинацию двух и более. При наличии нескольких нарушений зубной формулы у одного экземпляра в большинстве случаев (60%) они имели одностороннее расположение, причем соотношение левосторонних, правосторонних и симметрично расположенных аномалий было практически равным. В «водоеме 2» наиболее часто встречались однократные или многократные разрывы зубных рядов, реже – потеря зубчиков и редукция зубных рядов, срастание и деформация не отмечены. Процент встречаемости особей с аномалиями был значительно выше в выборке из «водоема 2».

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Шишков И.А., Чеснокова Т.Я., Бахур А.Е. «Комплекс аналитических методов при изучении радиоэкологической обстановки Республики Казахстан». «Радиоактивность и радиоактивные элементы в среде обитания человека. Материалы III Международной конференции». г. Томск, 23–27 июня 2009 г. – Томск, 2009. – С. 669–673.
2. Малышев В.И., Бахур А.Е., Соколова З.А. и др. Особенности изотопно-почвенных аномалий на урановых месторождениях в руслых структурах Центрального Казахстана / Материалы по геологии месторождений урана, редких и редкоземельных металлов // Информационный сборник КНТС № 127. – М.: ВИМС, 1991.
3. Мендыгалиев А.С., Шишков И.А., Флёрова Р.И. Радиоэкологическое состояние подземных вод территории Северо-Казахстанской урановорудной провинции. Материалы IV международной конференции «Актуальные проблемы урановой промышленности. Алматы, 2006.

Для сравнения приводим данные по двум другим локальностям (неопубликованные данные). Головастики, собранные в 2014 г. на р. Чарын (Алматинская область, Уйгурский район), продемонстрировали невысокий процент отклонения от нормы в морфологии ротового аппарата. В выборке из 30 особей лишь 4 (13,3%) имели аномалии ротового аппарата. У одной особи был отмечен разрыв в ряде А-1 слева, у второй – разрыв в левой части А-2 и центральный разрыв в Р-1, еще у двух особей – частичная и полная редукция А-2. Головастики, собранные в 2013 году на водохранилище Акешке (Алматинская область, Ескельдинский район) продемонстрировали еще более низкий процент отклонения от нормы в морфологии ротового аппарата. Из 30 особей всего 2 (6,7%) имели аномалии ротового аппарата. У одной особи был отмечен разрыв в ряде А-1 слева, у второй – разрыв в левой части А-2 и центральный разрыв в Р-1.

Основываясь на выше приведенных данных, можно сделать вывод, что уровень аномалий в строении ротового аппарата в опытных водоемах 1 и 2 достаточно высокий.

Таким образом, при сравнительном анализе результатов микроядерного теста ихтиофауны и морфологического анализа ротовых аппаратов головастика жаб комплекса *Bufo viridis* показано, что в Национальном парке Алтын-Эмель вблизи законсервированного уранового месторождения на территории бывшего ГРП наблюдается повышенный уровень цитогенетических нарушений по сравнению с результатами рыб из р. Актобе и г. Ушарал ( $p \leq 0,01$ ) и повышенный уровень аномалий ротового аппарата у головастика жаб комплекса *Bufo viridis*. Возможно, эти нарушения связаны с повышенным уровнем радиации в границах сейсмостанции «Калкан», (ГНПП «Алтын-Эмель»), где в контуре самоизливающейся скважины установлены значения МЭД в диапазоне (0,462– 4,158 мкЗв/ч), что заметно превышает допустимые значения [22–24].

*Работа выполнена в рамках НТП: № BR05236379 «Комплексная оценка влияния неутраченных и запрещенных к использованию пестицидов на генетический статус и здоровье населения Алматинской области».*

4. Программа изучения радиационной обстановки на территории Республики Казахстан на 2002–2006 г.г. Утверждена Постановлением Правительства Республики Казахстан. г. Алматы, г. Курчатова, 2002.
5. Шишков И.А. Мендыгалiev А.С., Ефремов Г.Ф. Радиологическое картирование природных вод методом корреляции урана-238 с комплексом естественных радионуклидов. Материалы III международной конференции «Актуальные проблемы урановой промышленности. Алматы, 2005.
6. Skippud L., Stormman G., Gavert T., Burkitbayev M., Shishkov I.A., Tolongutov B.M., and Salbu B. «TENORM and metal contamination of selected uranium mining and tailing sites in Kazakhstan». International Conference on Radioecology. Environmental Radioactivity, 15–20 June 2008, Bergen, Norway. Ref. Type: In Press.
7. Шишков И.А., Бахур А.Е. Лабораторно-методическое обеспечение радиэкологических исследований в Республике Казахстан //Известия НАН РК. Серия геологии и технических наук № 5 (401), 2013 г., С. 78–84.
8. Шишков И.А., Каюков П.Г. Радиэкологические проблемы Республики Казахстан, связанные с разведкой и разработкой месторождений урана //Известия НАН РК. Серия геологии и технических наук № 5 (401), 2013 г., С. 69–78
9. Сущко С.М., Шишков И.А., Вершков А.Ф. Уранодобывающая отрасль Казахстана и перспективы ее развития //Известия НАН РК. Серия геологии и технических наук № 5 (401), 2013 г., С. 61–69.
10. Черняков В.М. Современное состояние сырьевой базы природного урана в Казахстане и пути ее совершенствования // Радиоактивность и радиоактивные элементы в среде обитания человека //Материалы IV Международной конференции, г. Томск, 4–8 июня 2013. С. 554–557.
11. Информационный бюллетень о состоянии окружающей среды Республики Казахстан // Выпуск № 08 (238) Август 2019 г. Департамент экологического мониторинга РГП «Казгидромет».
12. Национальный доклад о состоянии окружающей среды и об использовании природных ресурсов Республики Казахстан за 2017 год, г. Астана, С. 462.
13. Берикболов Б.Р., Буркитбаев М., Шишков И.А. – Радиэкологическая обстановка в Казахстане //Вестник НЯЦ РК, 2003, выпуск 3, сентябрь, стр. 33–36.
14. Магда И.Н., Соловьев А.Ю., Дубинчин П.П., Ефремов Ю.Ф., Каюков П.Г. Радиэкологическое обследование неэксплуатируемых урановых рудников и рудопроявлений в Алматинской области, в юго-западной части Прибалхашья, в Жамбылской и Карагандинской областях // Материалы 2-ой Международной научно-практической конференции «Семипалатинский испытательный полигон. Радиационное наследие и проблемы нераспространения», 6–8 сентября, г. Курчатова, 2005 г., Т. 2, с. 101–108.
15. Магда И.Н., Гаврилов А.Э., Мамилов Н.Ш., и др. Видовое разнообразие позвоночных животных обитающих в регионе Семипалатинского испытательного полигона // Материалы 2-ой Международной научно-практической конференции «Семипалатинский испытательный полигон. Радиационное наследие и проблемы нераспространения», 6–8 сентября, г. Курчатова, 2005 г., Т. 2, с. 72–80.
16. Бушнева И.А., Магда И.Н. Цитогенетическое исследование представителей популяций некоторых видов грызунов – обитателей СИП. Труды Института зоологии, Т.50, Экология животных Казахстана, Алматы, 2009. – С. 251–255.
17. Магда И.Н., Гаврилов А.Э., Мамилов Н.Ш., и др. Проблемы сохранения видового разнообразия позвоночных и беспозвоночных животных в перспективе освоения зоны семипалатинского испытательного полигона // Материалы международной научной конференции «Зоологические исследования за 20 лет независимости Республики Казахстан» посвященной 20-летию независимости Республики Казахстан. - Алматы, 2011 – С. 37–42.
18. Лопатин О.Е., Матмуратов С.А., Мамилов Н.Ш., Магда И.Н., и др. Хромосомный полиморфизм в природных популяциях хирономид зоны семипалатинского испытательного полигона // Вестник Каз НУ. Серия экологическая. - 2011. - № 5 (51). С 68–71.
19. Dujsebayaeva T., Arifulova I.I., Gnidenko L., C. Giacomina. The Study of the Development of Middle Asiatic Tetraploid Green Toad (Amphibia: Bufonidae) with Notes on Some Intraspecific Differences within Bufo viridis Complex // Rus. Journal Herp. – Vol. 11. - №3. – 2004. – P. 230–246.
20. Физиолого-биохимические и генетические исследования ихтиофауны Азово- Черноморского бассейна/ Методическое руководство. – Ростов-на-Дону: Эверест, 2005. – 105 с.
21. Jaylet A., Deparis P., Ferrier V., Grinfeld S. A new micronucleus test using peripheral blood erythrocytes of the newt Pleurodeles waltl to detect mutagens in fresh-water pollution // Mutat. Res. Environ. Mutagenes. – 1986. -Vol. 164, № 4. - P. 245–257.
22. Об утверждении Санитарных правил "Санитарно-эпидемиологические требования к обеспечению радиационной безопасности" Приказ Министра здравоохранения Республики Казахстан от 26 июня 2019 года № ҚР ДСМ-97. Зарегистрирован в Министерстве юстиции Республики Казахстан 28 июня 2019 года № 18920.
23. Об утверждении гигиенических нормативов «Санитарно-эпидемиологические требования к обеспечению радиационной безопасности» (Приказ Министра национальной экономики Республики Казахстан от 27 февраля 2015 года № 155 Зарегистрирован в Министерстве юстиции Республики Казахстан 10 апреля 2015 года № 10671).
24. Об утверждении Санитарных правил «Санитарно-эпидемиологические требования к радиационно-опасным объектам» Приказ и.о. Министра национальной экономики Республики Казахстан от 27 марта 2015 года № 260. Зарегистрирован в Министерстве юстиции Республики Казахстан 5 июня 2015 года № 11204. В редакции приказа Министра здравоохранения РК от 12.12.2019 № ҚР ДСМ-148.
25. Савваитова К.А., Чеботарева Ю.В., Пичугин М.Ю., Максимов С.В. Аномалии в строении рыб как показатель состояния природной среды // Вопросы ихтиологии. – 1995. – Т. 35. – № 2. – С. 182–188.
26. Чеботарева Ю.В., Савоскул С.П., Пичугин М.Ю., Савваитова К.А., Максимов С.В. Характеристика аномалий в строении внешних и внутренних органов у рыб // Разнообразие рыб Таймыра. – М., 1999. – С. 142–146.

27. Решетников Ю.С., Попова О.А., Кашулин Н.А., Лукин А.А., Амундсен П.-А., Сталдвик Ф. Оценка благополучия рыбной части водного сообщества по результатам морфологического анализа рыб // *Успехи современной биологии*. – 1999. – Т. 119. – № 2. – С.165–177.
28. Дукравец Г.М., Митрофанов В.П. Видовой состав ихтиофауны Казахстана (с круглоротыми) и ее распределение по водоемам по состоянию на 1986–1990 г.г. // *Рыбы Казахстана – Алма-Ата: Гылым*. 1992. – Т.5. – С. 414–418.
29. Дукравец Г.М., Мамилев Н.Ш., Баимбетов А.А., Мельников В.А. Аннотированный список рыб Алматинской области Казахстана // *Вестник КазНУ, сер. биол.*, № 3 (33). Алматы, 2007. С. 56–71.
30. Vasil'eva E. D., Mamilov N. Sh., Magda I. N. New Species of Cypriniform Fishes (Cypriniformes) in the Fauna of the Balkhash-Pi Basin, Kazakhstan // *Journal of Ichthyology* – 2015. – Vol. 55, No. 4. – P. 447–453.
31. Яржомбек А.А., Лиманский В.В., Щербина Т.В. Справочник по физиологии рыб. - М.: Агропромиздат, 1986. – 192 с.
32. Кузина Т.В. Образование микроядер в эритроцитах промысловых рыб Волго-Каспийского канала // *Естественные науки*. – 2013. – № 4. – С. 124–129.
33. Ильинских Н.Н., Новицкий, В.В., Ванчугова Н.Н., Ильинских И.Н. Микроядерный анализ и генетическая нестабильность. – Томск: Изд-во Томск. Ун-та, 1992. – 272 с.
34. Anbumani S., Mary N. Mohankumar Gamma radiation induced micronuclei and erythrocyte cellular abnormalities in the fish *Catla catla* // *Toxicology in vitro*. – October 2015. – Vol. 29, Issue 7. – P. 1897–1905.

### АЛТЫН ЕМЕЛ ҰЛТТЫҚ САЯЖАЙЫНЫҢ ЖЕКЕ АЙМАҚТАРЫНЫҢ РАДИОЭКОЛОГИЯЛЫҚ СИПАТТАМАСЫ

- <sup>1)</sup> О.Г. Чердниченко, <sup>2)</sup> И.Н. Магда, <sup>2)</sup> А.Ю. Соловьев, <sup>3)</sup> Н.Ш. Мамилев, <sup>4)</sup> И.А. Арифүлова,  
<sup>5)</sup> М.А. Чирикова, <sup>1)</sup> А.Л. Пилюгина, <sup>1)</sup> Г.М. Байгушикова, <sup>2)</sup> И.А. Соловьев
- <sup>1)</sup> ҚР БҒМ ҒК Жалпы генетика және цитология институты, Алматы, Қазақстан  
<sup>2)</sup> ЖШС «Актино-СКБ», Алматы, Қазақстан  
<sup>3)</sup> Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті ҚР, Алматы, Қазақстан  
<sup>4)</sup> ЖШС «Сейсмологиялық тәжірибелік-әдістемелік экспедиция», Алматы, Қазақстан  
<sup>5)</sup> ҚР БҒМ ҒК Зоология институты, Алматы, Қазақстан

ЖҰС (жерасты ұңғыларын сілтілендіру) тәжірибелі-эксперименттік технологияларын қолдану арқылы уранды өндіру іске асырылған жерлерде, яғни Алтын Емел Ұлттық саяжай аумағында және консервіленген Сұлушеке уран кен орны аумағында (Алматы облысы, Кербұлақ ауданы) мекендейтін индикаторлы топтағы жануарлардың салыстырмалы цитогенетикалық және морфо-биологиялық зерттеулер нәтижелері ұсынылған. Жалпы кен өндіру аумағы және оған тиесілі зерттелген жер төселері үшін үшін ДБК (дозаның баламалы күші  $\gamma$  – мкЗв/сағ) және жер үсті альфа-белсенділігі ( $\alpha$  – част./мин·см<sup>2</sup>) радиоактивті ластану анықталған жоқ. Алайда, «Қалқан» сейсмикалық станциясының өздігінен ағып жатқан ұңғымасының тізбегінде ДМК мәні стандарттардан жоғарылау диапозонда (0,462–4,158 мкЗв/сағ) анықталды. Кен орнының шекарасында мекендейтін индикаторлы топтағы жануарлар (балықтар мен қосмекенділер) үшін цитогенетикалық бұзылулардың жоғары болуы (балықтардағы микроядролық сынақ) және *Bufo viridis* кешенінің бақалар шабағының ауыз аппаратының аномалиялары байқалады.

### RADIOECOLOGICAL CHARACTERISTICS OF SEPARATE TERRITORIES OF THE ALTIN-EMEL NATIONAL PARK

- <sup>1)</sup> O.G. Cherednichenko, <sup>2)</sup> I.N. Magda, <sup>2)</sup> A.Yu. Soloviev, <sup>3)</sup> N.Sh. Mamilov, <sup>4)</sup> I.A. Arifulova,  
<sup>5)</sup> M.A. Chirikova, <sup>1)</sup> A.L. Pilyugina, <sup>1)</sup> G.M. Baygushikova, <sup>2)</sup> I.A. Soloviev
- <sup>1)</sup> Institute of General Genetics and Cytology KN MES RK, Almaty, Kazakhstan  
<sup>2)</sup> «Aktino-SKB» LLP, Almaty, Kazakhstan  
<sup>3)</sup> al-Farabi KazNU MES RK, Almaty, Kazakhstan  
<sup>4)</sup> “Seismological Experimental Methodical Expedition” LLP, Almaty, Kazakhstan  
<sup>5)</sup> Institute of Zoology KN MES RK, Almaty, Kazakhstan

The results of a comparative cytogenetic and morpo-biological study of indicator groups of animals living in the territory of the Altyn-Emel National Park and in the area of the preserved Suluchekinsky uranium deposit (Almaty region, Kerbulak district), where the experimental extraction of uranium by the UBL technology (Underground borehole leaching technology). In accordance with the indicators of EDR (equivalent dose rate  $\gamma$  –  $\mu$ Sv/h) and surface alpha activity ( $\alpha$  – part./min·cm<sup>2</sup>) for the entire territory of the deposit and adjacent surveyed areas, no area radioactive contamination has been established. However, in the circuit of the Kalkan seismic well borehole, the DER values are determined in the range (0.462–4.158  $\mu$ Sv/h), which exceed the standards. For indicator animals (fish and amphibians) living within the boundaries of the deposit, an increased level of cytogenetic disturbances (micronuclear test in fish) and anomalies of the oral apparatus in tadpoles of toads of the *Bufo viridis* complex are observed.

УДК 621.039.5

## ОБОСНОВАНИЕ ТЕХНОЛОГИИ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ТВЭЛОВ БЫСТРЫХ РЕАКТОРОВ В ИГР

Котов В.М., Жанболатов О.М., Сулейменов Н.А.

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

В работе рассмотрены вопросы обеспечения представительных экспериментов с твэлами быстрых реакторов в центральном экспериментальном канале теплового импульсного реактора ИГР. Проведенные ранее расчеты показали возможность получения достаточно интенсивного поля быстрых нейтронов в ИГР с помощью конверторов различной конструкции. Для перехода к таким испытаниям твэлов быстрых реакторов в ИГР необходимо экспериментальное обоснование расчетных исследований. Предложено провести экспериментальное обоснование с использованием набора двух типов твэлов, один из которых работает в тепловом спектре нейтронов, другой в спектре нейтронов, полученном с помощью конвертора. Разработана конструкция такого экспериментального устройства, рассчитаны характеристики его работы. Проведено обоснование безопасности его испытаний в ИГР.

### ВВЕДЕНИЕ

Реактор ИГР [1] эксплуатируется более 50 лет. С его помощью были испытаны многие инновационные тепловыделяющие сборки атомной энергетики, исследованы характеристики различных процессов и технологий, в том числе аварийные ситуации на различных типах реакторов.

Со временем существенно совершенствовалась методология подготовки и проведения пусков реактора на основе развития понимания процессов, происходящих в реакторе, появления эффективных программ расчетов нейтронно-физических и теплофизических характеристик как объектов исследований, так и самого реактора.

ИГР является тепловым импульсным реактором. Высокое значение достижимого в нем потока нейтронов и энерговыделения в одном пуске позволяют проводить рекордные испытания для многих образцов реакторной техники. Однако, тепловой спектр нейтронов реактора ограничивает эти возможности для объектов быстрых реакторов. Проведенные исследования показали возможность создания области с быстрым спектром нейтронов в центральном канале реактора, во многом снимающую это ограничение.

Эти исследования основаны на использовании современных расчетных программ. Для представительного подтверждения возможностей испытаний твэлов быстрых реакторов необходимо проведение экспериментальных работ.

В данной работе представлены результаты подготовки исследовательского пуска с одновременно работающими твэлами с тепловым и быстрым спектрами нейтронов. Такая схема эксперимента позволяет провести комплексную проверку использованных нейтронно-физических и теплофизических программ расчета. В ходе проведения расчетов были выявлены эффекты, обеспечивающие возможность совершенствования технологии проведения пусков ИГР.

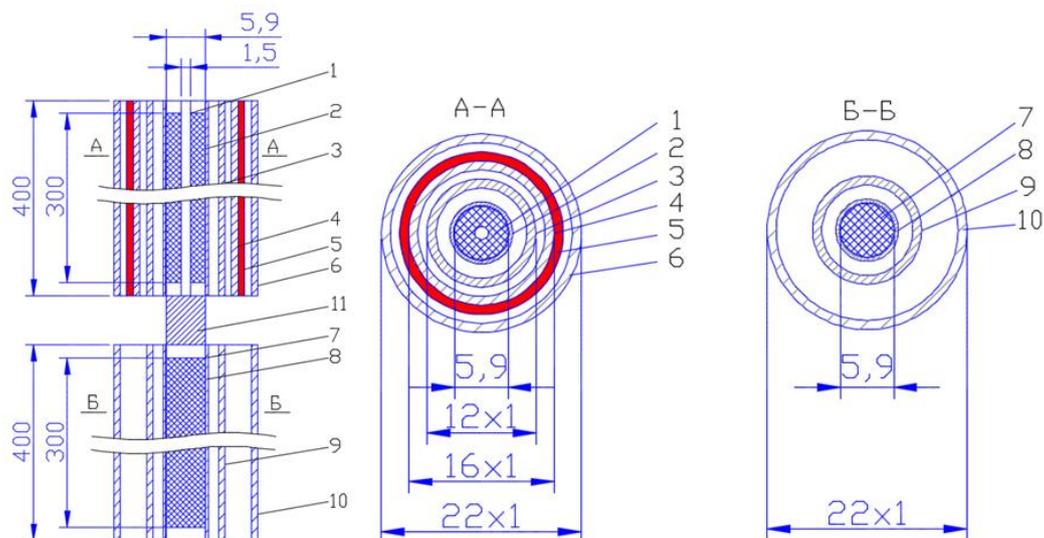
### 1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ СБОРКА

Проведение экспериментов на ИГР с твэлами быстрого реактора является затруднительным, так как поток тепловых нейтронов не адекватен быстрым нейтронам по воздействию на материалы топлива. В частности, в случае облучения твэлов тепловыми нейтронами проявляются эффекты блокировки, вследствие чего равномерное радиальное энерговыделение в твэлах, присущее твэлам быстрых реакторов, становится невозможным.

В результате многочисленных расчетов в обоснование конструкции устройства, обеспечивающей достижение требуемых параметров в ходе реакторных испытаний, предложена конструкция испытательной секции конвертора [2–5]. Нейтронно-физические расчеты обеспечивали получение данных о спектре нейтронов в центральной области конвертора, распределении потока нейтронов в испытываемом твэле, в поглотителе тепловых нейтронов и во внешней области конвертора. Теплофизические расчеты обеспечивали получение данных о температурном поле в твэле и элементах самого конвертора при заданных расходах теплоносителей, омывающих эти элементы.

Необходимость использования многочисленных программ, обеспечивающих получение полного набора данных о работе конвертора, вызывает снижение доверия к точности окончательных параметров. Для решения проблемы необходим представительный эксперимент.

Идея такого эксперимента заключается в одновременном испытании двух тепловыделяющихборок с близкими значениями мощности, одна из которых работает на тепловых нейтронах, другая на быстрых с использованием конвертора. В этом случае проверяются, как минимум, результаты нейтронно-физических расчетов - путем измерения энерговыделения в сборках, теплофизических расчетов – путем измерения полей температур в твэлахборок и иных элементах.



1 – топливо 17%; 2 – оболочка «быстрого» твэла; 3 – рубашка охлаждения «быстрого» твэла; 4 – тепловой экран; 5 – кадмиевый поглотитель; 6 – корпус теплового твэла; 7 – топливо 0,27%; 8 – оболочка теплового твэла; 9 – рубашка охлаждения теплового твэла; 10 – корпус теплового твэла, 11 – фиксатор

Рисунок 1. Эскиз конструкции испытательной секции

Для реализации такой задачи предложено установить тепловыделяющие сборки с твэлами различного содержания  $^{235}\text{U}$  на различных высотах в центральном экспериментальном канале реактора. Сборка с конвертором устанавливается в верхней части активной зоны, а сборка без конвертора в нижней части активной зоны. В сборке с конвертором необходимо использовать твэлы с большим содержанием делящихся веществ. Из имеющихся твэлов для конвертора были выбраны твэлы с содержанием  $^{235}\text{U}$  17%, для сборки без конвертора твэлы с содержанием  $^{235}\text{U}$  0,27%.

На основании нейтронно-физических расчетов вариантов размещения сборок на различных высотах была установлена оптимальная геометрия размещения сборок, обеспечивающая равенство энерговыделения в них.

На рисунке 1 представлены геометрия и размеры элементов предлагаемого экспериментального устройства. Поглотитель нейтронов конвертора выполнен из листового кадмия. Низкая температура плавления кадмия потребовала введения тракта его охлаждения. Тракты теплоносителя тепловыделяющих сборок раздельные с идентичной геометрией по газовому потоку.

Твэлы обеих сборок набираются из топливных таблеток типа БН-350, высота топливного столба в обоих твэлах одинакова и равна 300 мм. Топливные таблетки из диоксида урана расположены в оболочке, которая представляет собой трубку с размерами  $6,9 \times 0,4$  мм, выполненную из стали X16H15M3Б. С торцов твэлы закрываются заглушками. Центр верхнего твэла находится на высоте +800 мм относительно центра активной зоны, середина нижнего твэла совпадает с центром активной зоны.

## 2 НЕЙТРОННО-ФИЗИЧЕСКИЕ РАСЧЕТЫ КОНВЕРТОРА

При проведении нейтронно-физических расчетов использовалась модель реактора ИГР [6], детально описывающая его конструкцию, и учитывающая реальное распределение концентрации урана в объеме активной зоны. Расчеты выполнялись с использованием расчетного кода MCNP5 [7] с библиотеками ядерных констант и сечений ENDF/B-VII.

Вычисления выполнялись для холодного (температура графитовой кладки реактора 294 К) и ряда горячих состояний реактора в диапазоне температур 400–1200 К. Учитывалось влияние разогрева графитовой кладки и положения стержней регулирования на распределение энерговыделения в объеме реактора и испытываемого экспериментального устройства. В таблице 1 представлена мощность твэлов, рассчитанная для различных температур активной зоны, при мощности реактора 1 МВт.

Расчеты показывают, что при возрастании температуры активной зоны ИГР от 294 до 1200 К мощность конверторного (быстрого) твэла снижается на 9,56%, а мощность теплового увеличивается на 12,47%. Изменение мощности теплового твэла согласуется с эффектом просветления кладки [8], но с различием в численной величине эффекта.

Расчитаны спектры нейтронов и энерговыделения в этих твэлах для различных энергий нейтронов. Зависимости энерговыделений в твэлах от энергии нейтронов для холодной кладки реактора представлены на рисунке 2. Заметно смещение энерговыделения в сторону высоких энергий для твэла, установленного в конвертор.

Таблица 1. Мощности реактора и твэлов при различных состояниях активной зоны ИГР

Температура АЗ, К	294	400	500	600	700	800	1000	1200
Мощность реактора, МВт	1							
Мощность быстрого твэла, Вт	14,90	14,79	14,68	14	13,82	13,74	13,6	13,6
Мощность теплового твэла, Вт	14,19	14,81	15,16	15,66	16,1	16,75	17,7	17,7

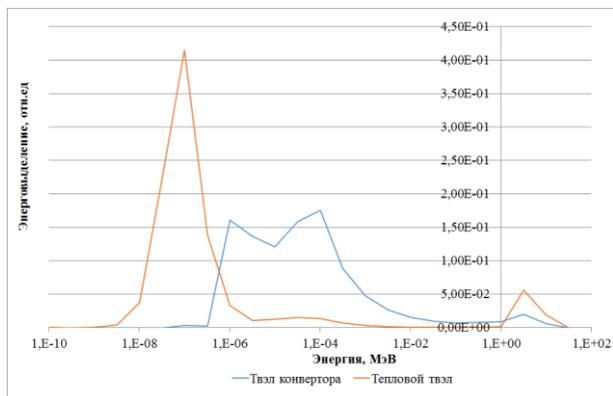


Рисунок 2. Зависимости энерговыделения от энергии нейтронов в твэлах

Для твэла с конвертором отношение энерговыделения в его центре к энерговыделению на периферии составляет 0,95. Для твэлов с таким содержанием <sup>235</sup>U, работающих в потоке тепловых нейтронов, это отношение не больше 0,7.

### 3 ПУСК РЕАКТОРА С ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫМ УСТРОЙСТВОМ

В ходе пуска ИГР предложено установить такую мощность твэлов и расход теплоносителя (азот), чтобы расчетный подогрев твэлов был на уровне ~1000–1200 °С при длительности работы, близкой к 100 секундам. Разогрев теплоносителя на выходе должен обеспечивать достаточную точность измерения его температуры на большей части пуска.

На основании нейтронно-физических расчетов была выбрана мощность каждой сборки твэлов на уровне 700 Вт, длительность работы реактора на пуске 100 секунд при полном выборе его интеграла мощности. Расход теплоносителя в каждом твэле составил 2 г/с. Диаграмма пуска реактора представлена на рисунке 3.

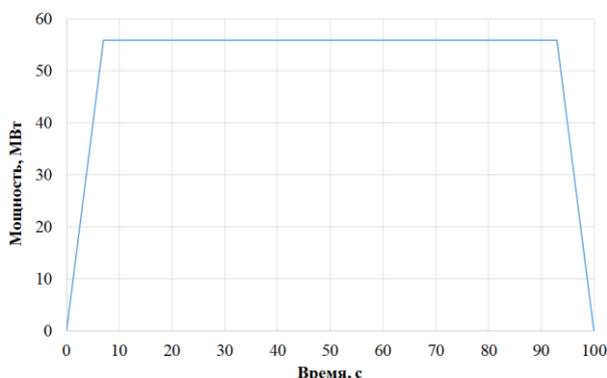


Рисунок 3. Изменение мощности реактора в ходе рабочего пуска

Результаты комплексного нейтронно-физического и теплофизического расчета в виде изменения температур основных элементов экспериментального устройства представлены на рисунке 4.

Анализ этих данных показывает:

- максимальные уровни температур твэлов близки к заданным значениям;
- в ходе пуска подтверждается различие зависимостей энерговыделения от температуры кладки в твэлах двух типов, представленных в таблице 1;
- обеспечивается безопасный уровень нагрева кадмия в ходе пуска;
- подогрев теплоносителя обеспечивает определение его температуры на большей части эксперимента с достаточной точностью.

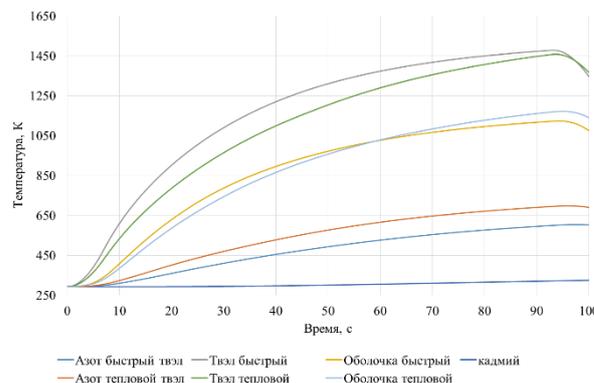


Рисунок 4. Изменение температуры элементов экспериментального устройства на пуске

При меньшем различии в содержании <sup>235</sup>U в твэлах обоих типов возможно увеличение мощности экспериментального устройства. Максимальная мощность будет реализована при содержании 17% <sup>235</sup>U в твэле конвертора и 0,54% в тепловом твэле. При этом твэл конвертора будет установлен в центре активной зоны, а центр теплового твэла смещен от центра активной зоны на ~800 мм. Мощность твэлов увеличится в ~2 раза при той же мощности реактора.

### 4 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ СРАВНЕНИЕ СПЕКТРОВ НЕЙТРОНОВ В ТВЭЛАХ

Для оценки достоверности расчетов конвертора нейтронов необходимо экспериментальное подтверждение его результатов. Для используемого экспериментального устройства такие измерения следует провести в твэлах обоих типов, обеспечивая повышение достоверности расчетов и экспериментов. В таком варианте достаточно использовать небольшой набор пороговых детекторов с использованием методик [9]. В данных измерениях используется набор активационных детекторов, представленный в таблице 2.

Таблица 2. Характеристики пороговых реакций и излучения активируемых нуклидов

Элемент	Реакция	$T_{1/2}$ радиоактивного изотопа	Пороговая энергия, МэВ	Эффективная пороговая энергия, МэВ	Энергия регистрируемого $\gamma$ -излучения, кэВ	Выход $\gamma$ -квантов на распад, %
Al	$^{27}\text{Al} (n, \alpha) ^{24}\text{Na}$	15 ч	3,26	8,15	1368,5 2754,1	99,999 99,862
Fe	$^{56}\text{Fe} (n, p) ^{56}\text{Mn}$	2,578 ч	2,95	7,7	846,75 1810,7 2113,1	98,87 27,2 14,3
Fe	$^{54}\text{Fe} (n, p) ^{54}\text{Mn}$	312,7 сут	*	3,75	834,83	99,98
Ni	$^{58}\text{Ni} (n, p) ^{58}\text{Co}$	79,8 сут	*	3,45	511,0 810,76	29,86 99,43
Ni	$^{58}\text{Ni} (n, 2n) ^{57}\text{Ni}$	36,08 ч	12,0	14,0	511,0 1377,6 1919,4	80,2 77,9 14,72
In	$^{115}\text{In} (n, n') ^{115m}\text{In}$	4,36 ч	0,335	1,65	336,3	47,606
Cu	$^{63}\text{Cu} (n, 2n) ^{62}\text{Cu}$	9,8 мин	10,9	13,2	511	196
Cu	$^{65}\text{Cu} (n, 2n) ^{64}\text{Cu}$	12,8 ч	10,1	11,7	511	35,7

В предлагаемом экспериментальном устройстве удобно использовать никелевые индикаторы, выполненные в виде дисков диаметром 5,9 мм, толщиной 0,1 мм. Такие индикаторы имеют удовлетворительные значения периода полураспада, измеряемых энергий гамма-квантов и выхода этих квантов на распад. Эти диски можно устанавливать между топливными таблетками в твэлах, в местах с равным расчетным энерговыделением. Возможна установка дополнительных активационных дисков по обе стороны от указанных мест, с равным удалением от них.

#### ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЩНОСТИ ИГР

Величина эффекта «просветления» кладки, рассчитанная в различных работах ([8], [9]) отличается от приведенных в главе 2 изменений мощности теплового твэла от температуры кладки. Причиной этому может быть различие в конфигурации центрального экспериментального канала. В [8] он пустой, в настоящих расчетах и в [9] имеется набор твэлов, отличающийся содержанием топливных материалов. Это говорит о важности детального исследования эффектов, связанных с разогревом кладки импульсного реактора ИГР.

Для эксплуатации ИГР важным является изменение потока нейтронов в местах размещения датчиков СУЗ реактора в зависимости от температуры кладки и положения органов регулирования реактора. Проведенные в настоящей работе расчеты показали меньшую зависимость изменения потока надтепловых нейтронов от температуры кладки. Этот эффект необходимо исследовать дополнительно, в том числе и в отношении зависимости потоков в местах размещения датчиков СУЗ. Такие комплексные расчеты позволят получить достоверные данные о мощности реактора в ходе его работы и снизить ошибку определения мощности.

Для датчиков СУЗ ожидается меньшее влияние загрузки на зависимость от температуры кладки. Возможно определенное влияние положения стержней

регулирования на показания датчиков СУЗ. В работе [9] показано существенное изменение азимутального потока нейтронов в области датчиков СУЗ. Детальное исследование влияния таких факторов, как температура кладки, положение органов регулирования и расположение датчиков СУЗ позволят создать компьютерную систему, обеспечивающую представление точного значения мощности в режиме «on-line».

#### ОБОСНОВАНИЕ БЕЗОПАСНОСТИ ЭКСПЕРИМЕНТА

В ходе расчетных работ были определены параметры экспериментального устройства при реализации максимальной аварийной ситуации – когда происходит работа реактора в режиме вспышки. Мощность реактора и температура элементов экспериментального устройства в ходе такой аварийной ситуации представлены на рисунке 5.

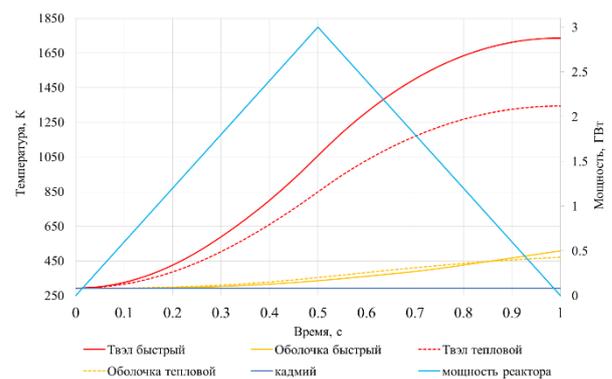


Рисунок 5. Мощность реактора и температура элементов экспериментального устройства в ходе аварийной ситуации

В этом аварийном режиме отсутствует охлаждение твэлов. Видно, что максимальная температура твэлов и их оболочек, определяющих негативные проявления аварии, близка к максимальным значениям, достигаемым в рабочем режиме (рисунок 4). Даже температура кадмия в аварийном режиме не приближается к температуре его плавления.

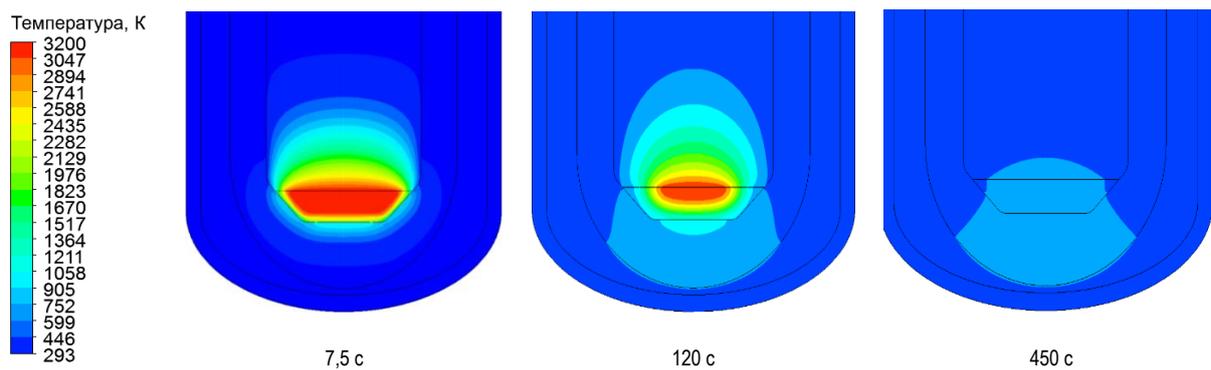


Рисунок 6. Изменение поля температур в приемнике расплава во времени

Экспериментальное устройство снабжено приемником расплава топлива в его нижней части. Проведено расчетное определение изменения температурного поля в приемнике расплава при поступлении в него всего объема топлива с температурой 3200 К. Такой случай возможен гипотетически при проведении пуска реактора в штатном режиме, но без подачи теплоносителя. На рисунке 6 представлены поля температур приемника расплава от момента поступления расплава до 450 секунды.

Малое количество топлива в экспериментальном устройстве обеспечивает быстрый спад температур в приемнике расплава, и, соответственно, сохранность внешнего корпуса экспериментального устройства и всего реактора.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведены нейтронно-физические и теплофизические расчеты характеристик работы предложенной конструкции экспериментального устройства, предназначенного для проверки работоспособности конвертора тепловых нейтронов ИГР в быстрые, обеспечивающего возможность представительных испытаний твэлов быстрых реакторов.

Особенностью экспериментального устройства является установка в центральный экспериментальный канал ИГР двух сборок твэлов, одну в конверто-

ре, другую без конвертора, с равной мощностью. Такой подход обеспечивает получение максимума информации, характеризующей проведенный комплекс расчетов.

Показано, что никелевые активационные индикаторы, установленные в обоих типах твэлов, способны обеспечить получение данных о характере спектра нейтронов в твэлах в постэкспериментальных исследованиях.

Показаны различия зависимостей изменения мощности обоих типов твэлов от температуры кладки реактора. В твэле на тепловых нейтронах происходит рост их мощности с ростом температуры кладки. Однако, темп роста отличается от темпа, представленного в работе [8].

Показана необходимость проведения дополнительных расчетов для определения влияния температуры кладки, положения органов регулирования и азимутального размещения органов СУЗ на показания детекторов СУЗ реактора с целью увеличения точности их показаний.

*Данная работа выполнена в рамках бюджетной программы «Развитие атомных энергетических проектов», тема «Исследование поведения твэлов быстрых реакторов в тяжелых авариях».*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Курчатов И.В., Фейнберг С.М., Доллежалъ Н.А. и др. Импульсный графитовый реактор ИГР. // Атомная энергия, 1964, т. 17, вып. 6, с. 463–474.
2. Котов В.М., Жанболатов О.М. Конвертор нейтронов для испытания твэлов быстрых реакторов. // Патент на изобретение РК № 33207 от 15.10.2018, бюл. № 40.
3. Котов В.М., Жанболатов О.М. Конвертер нейтронов ИГР для испытаний твэлов быстрых реакторов. // Вестник НЯЦ РК. 2017. № 1(69). С. 98–102.
4. Котов В.М., Жанболатов О.М. Изучение возможности проведения экспериментов в реакторе ИГР с твэлом на быстрых нейтронах. // Вестник НЯЦ РК.– 2018.– № 4(76).– С. 18–21.
5. Котов В.М., Жанболатов О.М. Конвертор тепловых нейтронов в быстрые реактора ИГР. // V Международная научно-техническая конференция «Инновационные проекты и технологии ядерной энергетики». Москва, 2-5 октября 2018, АО «НИКИЭТ». С.336–342.
6. Вурим А.Д., Котов В.М., Иркимбеков Р.А. и др. Компьютерная модель реактора ИГР для стационарных нейтронно-физических расчетов. // А.с. № 2738 РК, 27.12.2016.
7. MCNP-5.1.40 Monte-Carlo N-Particle Transport Code: Los Alamos National Laboratory; Los Alamos, New Mexico. – April 24, 2003.
8. Горин Н.В., Кандиев Я.З., Козыбаев Р.М. и др. «Эффект просветления» уран-графитового топлива ИГР. // Атомная энергия, 1998, т. 85, вып. 5, с. 419–421.

9. Котов В.М., Курпешева А.М., Иркимбеков Р.А. Расчет характеристик ИГР. // Атомная энергия, 2011, т. 111, вып. 2, с. 116–119.
10. Ломакин С.С., Петров В.И., Самойлов П.С. Радиометрия нейтронов активационным методом. // М.: Энергоатомиздат, 1983. –144 с.

### **ИГР-де ЖЫЛДАМ РЕАКТОРЛАРДЫҢ ТВЭЛДЕРІН ЭКСПЕРИМЕНТТІК ЗЕРТТЕУ ТЕХНОЛОГИЯСЫН НЕГІЗДЕУ**

**В.М. Котов, О.М. Жанболатов, Н.А. Сулейменов**

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

Бұл жұмыста ИГР жылу импульсті реакторының орталық эксперименттік арнасында жылдам реакторлардың твэлдерімен жүргізілетін өкілдік эксперименттерді қамтамасыз ету сұрақтары қарастырылған. Бұрын жүргізілген есептеулер, конструкциясы әртүрлі конверторлардың көмегімен ИГР-да жылдам нейтрондардың жеткілікті қарқынды өрісін алу мүмкіндігін көрсетті. Осындай ИГР-де жылдам реакторлардың твэлдерін сынауға өту үшін есептік зерттеулердің эксперименттік негіздемесі қажет. Твэлдердің - біреуі нейтрондардың жылу спектрында жұмыс істейтін, екіншісі конвертордың көмегімен алынған нейтрондар спектрында жұмыс істейтін екі типінің жинағын пайдалану арқылы эксперименттік негіздеме жүргізу ұсынылды. Осындай эксперименттік құрылғының конструкциясы әзірленді, оның жұмыс сипаттамалары есептелінді. Оны ИГР-де сынау қауіпсіздігіне негіздеме жүргізілді.

### **SUBSTANTIATION OF AN EXPERIMENTAL STUDY TECHNOLOGY OF FUEL RODS OF FAST REACTORS IN THE IGR**

**V.M. Kotov, O.M. Zhanbolatov, N.A. Suleymenov**

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

The paper addresses issues of providing the representative experiments with fuel rods of fast reactors in central experimental channel of the IGR thermal pulse reactor. Preliminary calculations demonstrated a possibility to receive quite intensive field of fast neutrons in the IGR using converters of various designs. For a shift to such tests of fuel rods of fast reactors in the IGR, experimental substantiation of calculation studies is required. It was suggested to implement the experimental substantiation using a set with two types of fuel rods, one of which operates in thermal spectrum of neutrons and another one – in a neutron spectrum obtained using the converter. The design of such an experimental device has been developed; its performance has been calculated. The safety justification for its testing in the IGR has been carried out.

УДК 528.9

## РАЗРАБОТКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКОГО ИНТЕРАКТИВНОГО АТЛАСА СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА

Каиржанов А.Е., Монаенко В.Н., Абишева М.Т., Нефёдов Р.А., Омарханова А.О., Стрильчук Ю.Г.

*Филиал «Институт радиационной безопасности и экологии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан*

В статье представлены результаты разработки мультимедийного, геоинформационного веб-сайта «Радиоэкологический интерактивный атлас Семипалатинского испытательного полигона». Интерактивный атлас – это электронная карта, работающая в режиме двухстороннего диалогового взаимодействия человека (пользователя) и компьютера и представляет собой визуальную информационную систему. В интерактивном атласе представлена официальная историческая информация о проведении ядерных испытаний на СИП и актуальная информация о современном радиоэкологическом состоянии всей экосистемы СИП (почвенный покров, воздушный бассейн, подземные и грунтовые воды, флора и фауна, поверхностные водоёмы СИП). Данная разработка создана с целью предоставления информации о СИП различным пользователям.

**Ключевые слова:** интерактивный атлас, Семипалатинский испытательный полигон (СИП), геоинформационные технологии.

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время в разных подразделениях Национального ядерного центра Республики Казахстан собран достаточно большой объём разнотипной информации о современном радиоэкологическом состоянии территории СИП – это данные из официальных книг [1–4], выдержки из научных трудов специалистов НЯЦ РК [5], карты распределения радионуклидов [5], ГИС-проекты, архивный фото-видео материал, современные снимки объектов, виртуальные туры, базы данных, результаты комплексного экологического обследования СИП и многое другое. Вышеперечисленные материалы имеют компьютерные версии разных цифровых форматов. Существует несколько вариантов предоставления данной информации – доклады на научных конференциях, статьи в научно-популярных журналах, публикации на веб-сайтах, отдельные ГИС-проекты с базами данных, компьютерные приложения и т.д. Но все эти варианты подразумевают раздельное использование на разных мероприятиях, таким образом, заинтересованный человек не получает информацию в полном объёме.

Основная задача данной работы – разработать единый сервис, который предоставит возможность заинтересованному пользователю ознакомиться с комплексной информацией о СИП. В результате длительной теоретической и практической работы было создано несколько компьютерных программ на основе спутниковых карт, на которых размещены активные кнопки, при взаимодействии с которыми открываются дополнительные окна с интересующей информацией. Но данные интерактивные карты имели один существенный недостаток – эти программы работали в оффлайн режиме и ими могут воспользоваться только сотрудники НЯЦ РК, что явно противоречило основной цели данного проекта.

Сегодня современные компьютерные технологии предоставляют разработчикам огромное количество

вариантов размещения и компоновки информации. Также современные геоинформационные сервисы позволяют размещать на своих картах разные типы мультимедийной, графической и текстовой информации. В результате сбора и обработки информации, а также выбора комплекса программного обеспечения создан веб-сайт, на котором размещена информация о ядерных испытаниях и их влияния на экосистему СИП. Собранной информацией смогут воспользоваться сотрудники НЯЦ РК, студенты и преподаватели ВУЗов, население Республики Казахстан, иностранные специалисты, для написания рефератов, дипломных и магистерских работ, общего развития, создания документальных фильмов, организации выставок, решения разных производственных задач.

### РАЗРАБОТКА ИНТЕРАКТИВНОГО АТЛАСА

На первом этапе работы рассматривалось несколько вариантов программного обеспечения. В процессе разработано несколько версий. Первая версия разработана на основе готовой компьютерной программы «Google Earth» (рисунок 1). Данная версия имела ряд недостатков: невозможность загрузки 360° изображений, для использования необходимо установить программу на компьютер, отсутствие мобильной версии. Из-за перечисленных недостатков пришлось отказаться от разработки в данном программном обеспечении. Далее внимание привлёк онлайн сервис под названием «Google My Maps», который позволяет быстро и удобно создавать пользовательские карты для персонального использования, либо для распространения через поисковую систему. Пользователи имеют возможность наносить метки из библиотеки пиктограмм, расчерчивать карту для выделения маршрутов и территорий, интегрировать текстовые сообщения, фотографии или видео, дополнительные модификации, просматривать собственные карты с помощью браузера и самое важное, встраивать HTML-код (стандартизированный язык разметки страниц в интернете) созданной карты в код

## РАЗРАБОТКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКОГО ИНТЕРАКТИВНОГО АТЛАСА СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА

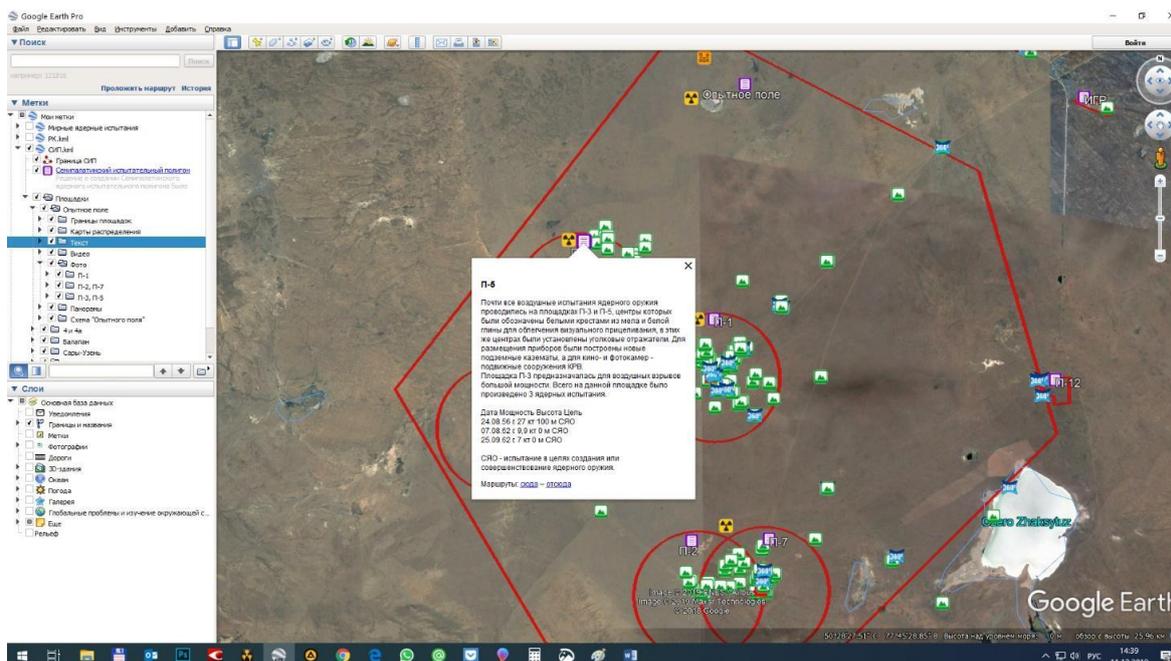


Рисунок 1. Демонстрация в программе «Google Earth»

собственного веб-сайта [6]. Персональные карты могут выкладываться в открытом или закрытом доступе. В первом случае пользовательские карты будут доступны через поисковый механизм. В случае закрытого доступа ссылки на них распространяются посредством электронной почты. Разработанные карты могут храниться на персональной страничке пользователя [7].

Параллельно проводилось изучение вопроса по созданию интерактивного атласа на веб-платформе. Проведён анализ веб-платформ (программа, преобразующая содержимое веб-страниц, файлов HTML, цифровых изображений и информации о форматировании в интерактивное изображение). Подобные программы используются в веб-браузерах, почтовых клиентах и других программах, нуждающихся в отображении и редактировании содержимого веб-страниц с HTML [6].

В результате проведённых исследований для стабильной работы и быстрой загрузки данных создан веб-сайт с использованием JavaScript библиотек на основе технологии Ajax. Это позволило создавать веб-приложения с интерактивными пользовательскими интерфейсами, осуществляющими в фоновом режиме обмен данными между браузером и веб-сервером. В результате при обновлении данных веб-страница не перезагружается полностью, что сокращает трафик, а работа веб-приложений становятся быстрее и удобнее.

После определения программного обеспечения разработана структура интерактивного атласа, а именно созданы разделы с названием испытательных площадок полигона и подразделы по отдельным те-

мам. К примеру, раздел посвящённый бывшей испытательной площадке «Балапан» включает в себя следующие подразделы: общие сведения, ландшафт и почвы, геология, гидрогеология, гидрография, растительный мир, животный мир, расположение скважин, радиоэкологическая обстановка, шахтно-пусковые установки, газификация скважин. Также в каждом разделе в личном кабинете геоинформационного сервиса создано более 50 пользовательских карт (рисунок 2). После чего код каждой пользовательской карты был встроен в код соответствующей страницы веб-сайта.

Разработан адаптивный пользовательский интерфейс (рисунок 3) с функцией переключения слоёв (совокупность пространственных объектов, относящихся к одной тематике в пределах некоторой территории и в системе координат, общих для набора слоёв), который включает в себя совокупность программных и технических средств, позволяющих пользователю наиболее эффективно использовать все возможности системы путем автоматической подстройки интерфейса под наиболее используемые операционные системы:

- *MacOS* – операционная система для компьютеров, ноутбуков компании *Apple*;
- *iOS* – операционная система для смартфонов, планшетов компании *Apple*;
- *Windows* – операционных система корпорации *Microsoft* для стационарных ПК и ноутбуков;
- *Android* – операционная система для смартфонов, планшетов, ноутбуков.

## РАЗРАБОТКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКОГО ИНТЕРАКТИВНОГО АТЛАСА СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА

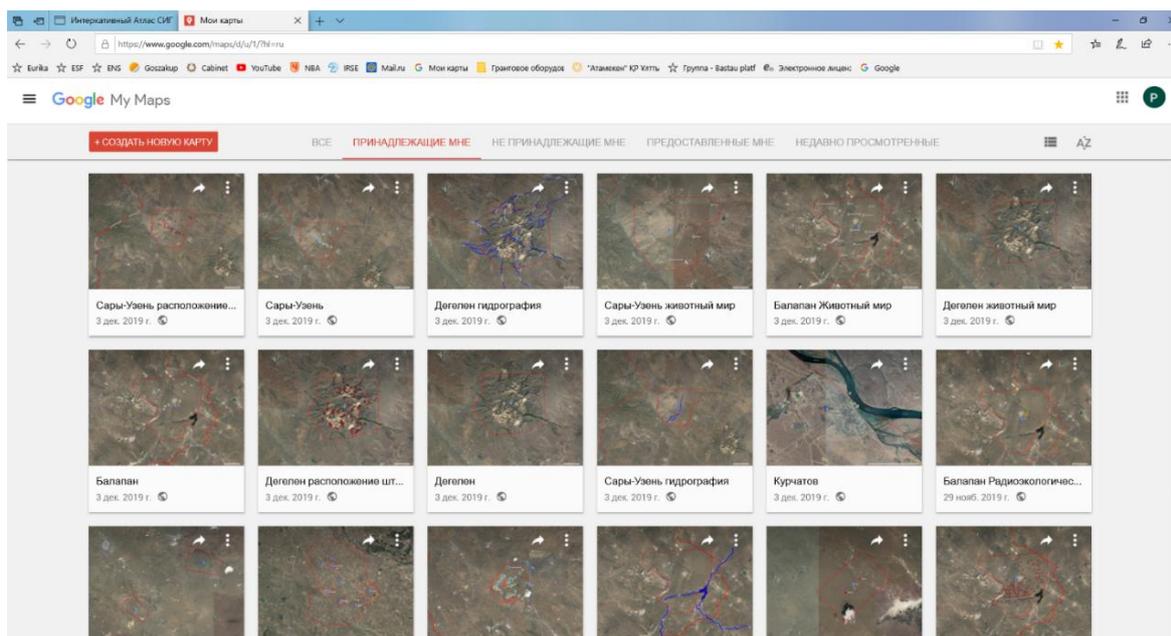


Рисунок 2. Карты в личном кабинете

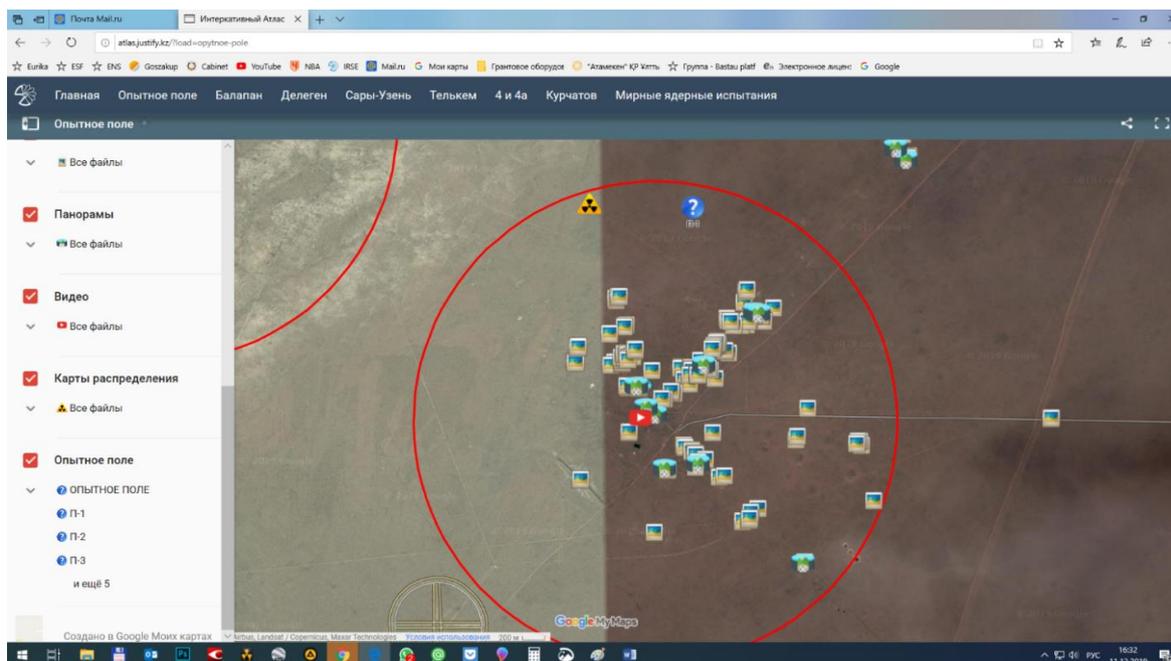


Рисунок 3. Пользовательский интерфейс с функцией переключения слоёв

### ОПИСАНИЕ ПРОДУКТА

Каждая страница содержит блок с меню навигации и блок со спутниковой картой. На всех спутниковых картах расположены различные активные кнопки. При нажатии, поверх спутниковой карты открывается блок с информацией (рисунки 4, 5).

Для перехода по страницам создано меню управления. На компьютерных версиях данное меню находится в верхней части страницы (рисунок 6), а на мобильных версиях меню раскрывается/скрывается при нажатии специальной кнопки (рисунок 7). Созданы следующие разделы и страницы:

- *Главная* – на данной карте нанесены границы СИП и испытательных площадок, а также общая информация по площадкам и полигону в целом;
- *Опытное поле* – на этой странице нанесена разметка испытательных площадок П-1, П-3, П-5, П-2, П-7, а также объектов П-12, Ш, ИГР и схема секторов на момент первого ядерного взрыва на СИП. Также размещены слои с текстовой информацией, специальными картами распределения радионуклидов, 360° снимками, современными снимками объектов площадки, архивными медиа материалами;

## РАЗРАБОТКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКОГО ИНТЕРАКТИВНОГО АТЛАСА СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА

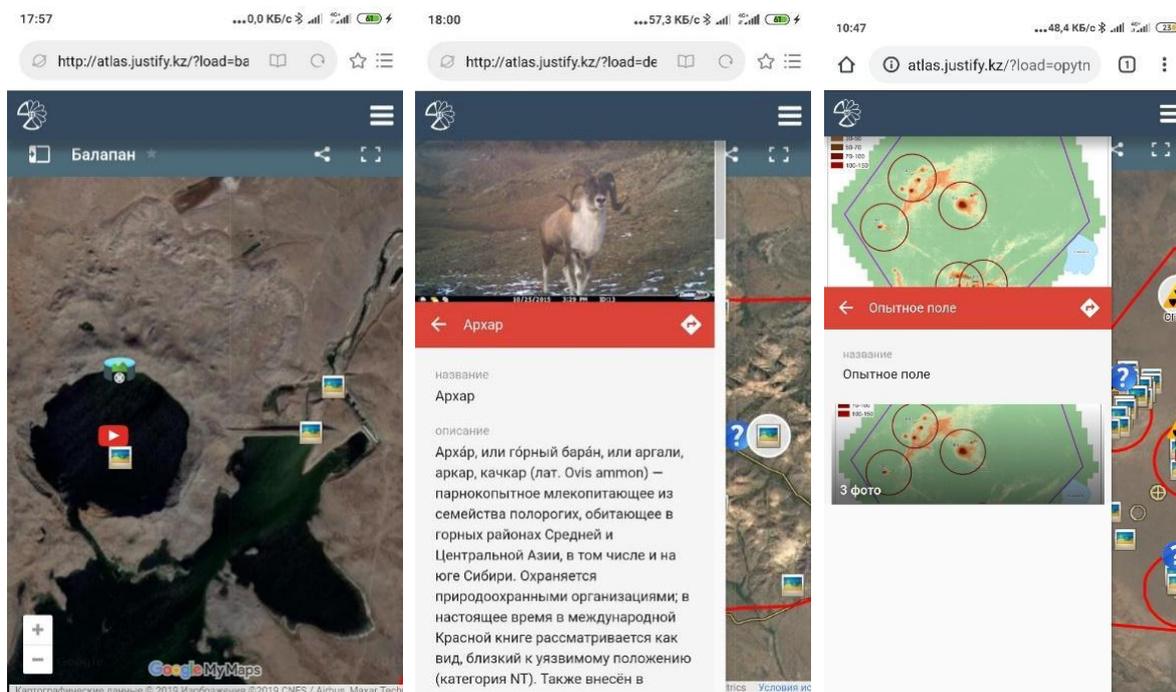


Рисунок 4. Блок с информацией в мобильной версии

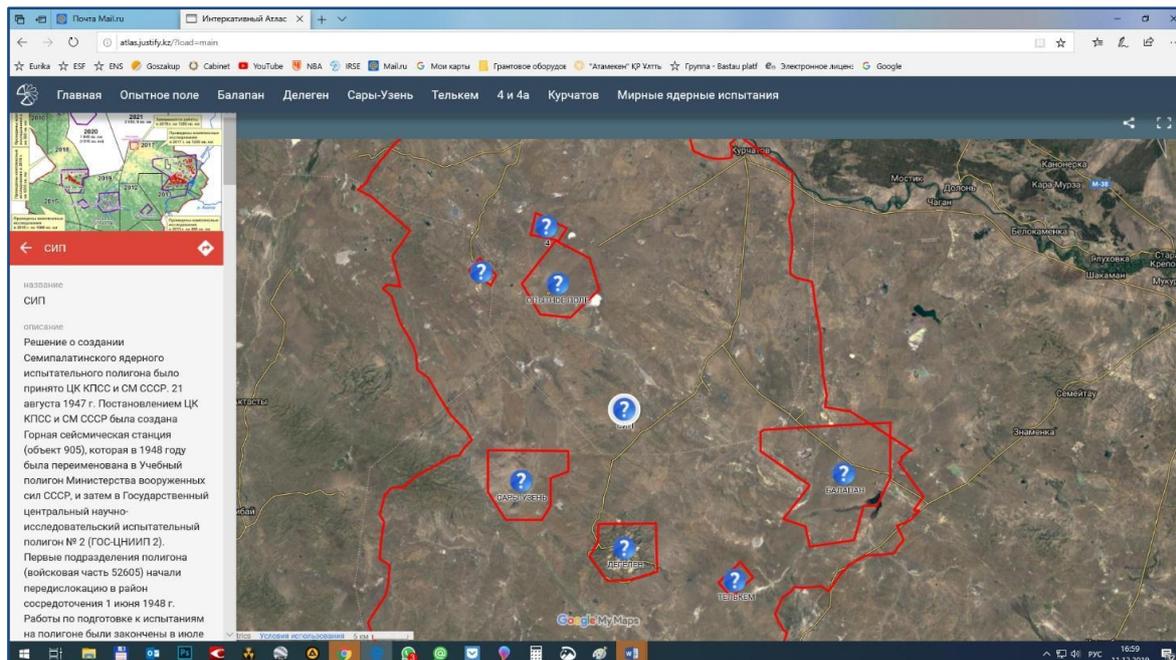


Рисунок 5. Блок с информацией в компьютерной версии

– *Балапан* – в данном разделе находятся страницы с информацией о почвенном покрове в виде карты с контурами и описания в виде отдельного блока с текстом; геологическом и гидрогеологическом строении площадки в аналогичном виде; поверхностных водоёмов площадки в виде спутниковой карты с нанесенными водоёмами (при нажатии всплывает дополнительный блок с текстовым описанием); растительном мире в виде карты с геоботаническими контурами и отдельным блоком с текстовым описанием

растительности; животном мире в виде спутниковой карты с нанесенными пиктограммами, при активации которых открывается дополнительное окно с текстовым описанием и фотографией животного; расположении скважин; радиоэкологической обстановке в виде спутниковой карты с нанесенными метками скважин, при нажатии которых открываются окна со специальными картами распределения радионуклидов; шахтно-пусковые установки; газификация скважин;

## РАЗРАБОТКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКОГО ИНТЕРАКТИВНОГО АТЛАСА СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА

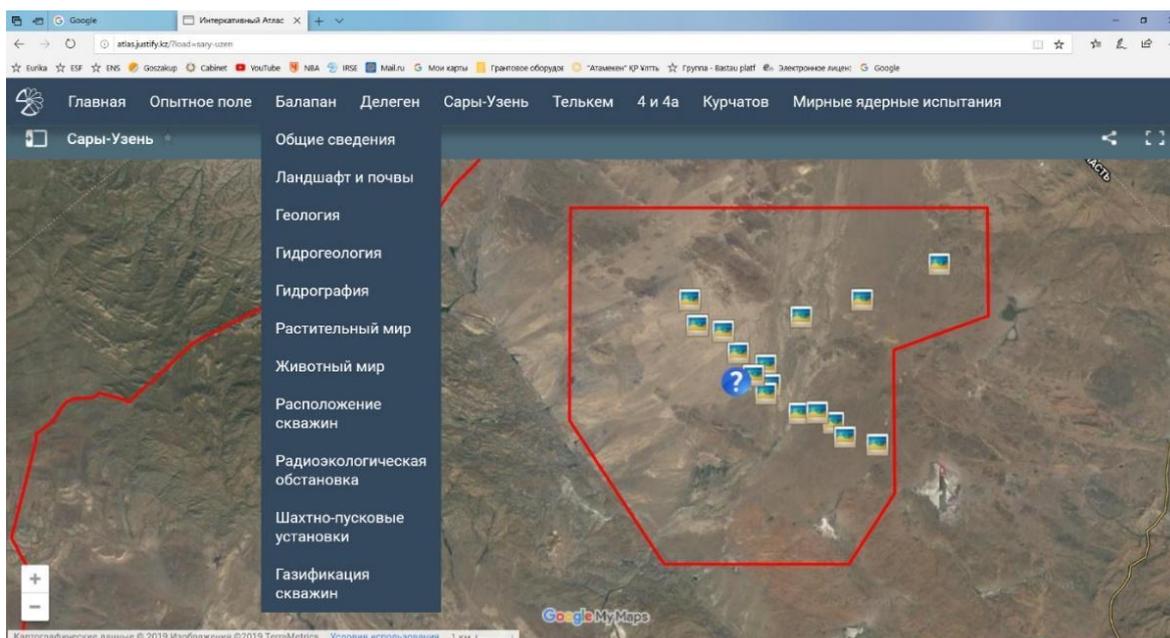


Рисунок 6. Меню управления в компьютерной версии

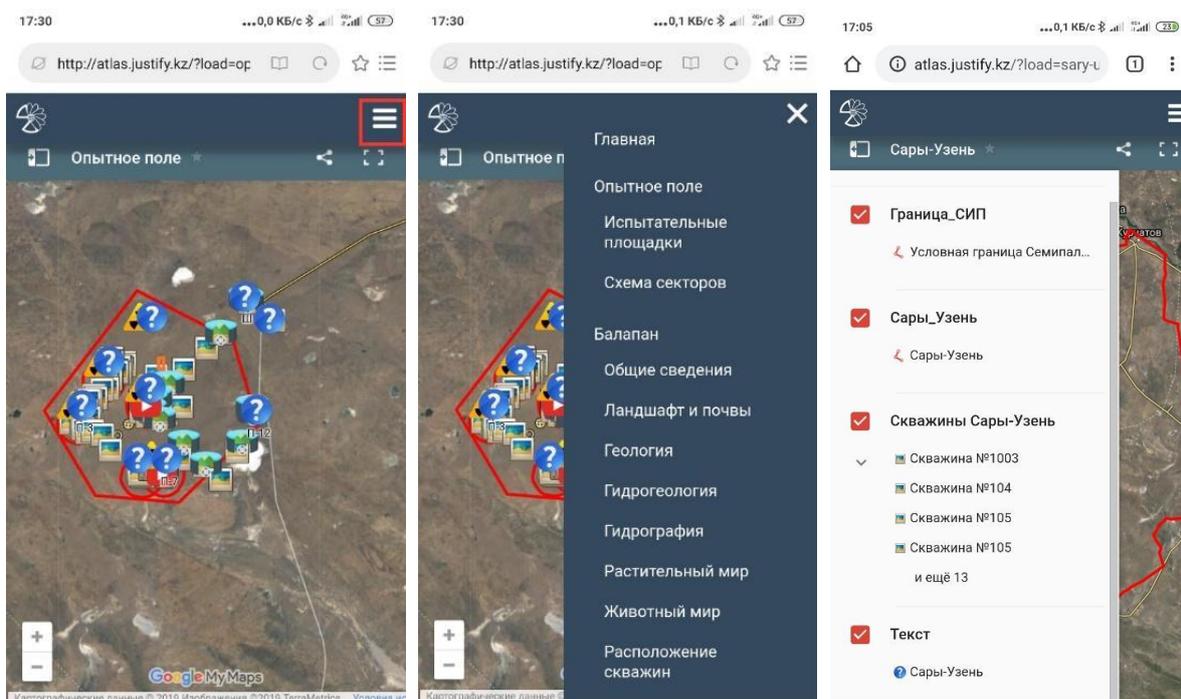


Рисунок 7. Меню управления в мобильной версии

- *Дегелен* – в данном разделе находятся страницы аналогично разделу «*Балапан*», за исключением страниц: шахтно-пусковые установки, газификация скважин;
- *Сары-Узень* – в данном разделе находятся страницы аналогично разделу «*Дегелен*»;
- *Телькем* – на спутниковой карте нанесены метки с картами распределения радионуклидов, фотографиями и текстовым описанием;
- *4 и 4а* – аналогично разделу «*Телькем*»;

- *Курчатов* – представлена информация об истории и современном состоянии города;
  - *Мирные ядерные испытания* – на данной странице содержится информация о мирных ядерных испытаниях, проводимых на территории Республики Казахстан и на территории Семипалатинского испытательного полигона в промышленных целях.
- Вся необходимая информация собрана, обработана и размещена в интерактивном атласе. Представлено более:

- 50 архивных фотографий объектов инфраструктуры «Опытного поля»;
- 600 фото объектов с геопозиционированием;
- 50 специальных карт распределения техногенных радионуклидов;
- 20 видеофайлов различных ядерных испытаний;
- 30 снимков 360°;
- 40 интерактивных страниц;
- 500 активных точек.

Первая версия протестирована сотрудниками разных подразделений Национального ядерного центра Республики Казахстан. Интерактивный атлас показал стабильную работу, быструю загрузку файлов даже при средней скорости сети Интернет. Основные условия для стабильной работы атласа, это наличие подключения к сети Интернет и просмотр страниц интерактивного атласа через любой известный современный веб-браузер.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Ядерные испытания СССР / Кол. авт. под ред. В. Н. Михайлова. – М.: Изд.АТ, 1997. – 304 с.
2. Советский атомный проект. Конец атомной монополии / Е. А. Негин, Л. П. Голеусова, Г. Д. Куличков, П. П. Максименко, Г. С. Окутина. – Саров: РФЯЦ-ВНИИЭФ, 2000. – 215 с.
3. Акчурин, И. А. Семипалатинский ядерный полигон: создание, становление, деятельность / И. А. Акчурин. - М.: Голден-Би, 2007. – 258 с.
4. Логачев, В. А. Мирные ядерные взрывы: обеспечение общей и радиационной безопасности при их проведении / под ред. В. А. Логачева. – М.: Изд.АТ, 2001. – 348 с.
5. Актуальные вопросы радиэкологии Казахстана, Выпуск 5. Оптимизация исследований территорий Семипалатинского испытательного полигона с целью их передачи в хозяйственный оборот под рук. Лукашенко С.Н. Павлодар: Дом печати, 2015, – 356 с.: ил. – Библиогр.: с. 332–349.
6. Свободная энциклопедия - Wikipedia [Интернет-ресурс]: <https://ru.wikipedia.org/>
7. Справочный материал – Google my maps [Картографический интернет-ресурс]: <https://support.google.com/mymaps/>

### СЕМЕЙ СЫНАҚ ПОЛИГОНЫНЫҢ РАДИОЭКОЛОГИЯЛЫҚ ИНТЕРАКТИВТІ АТЛАСЫН ӘЗІРЛЕУ

А.Е. Қайыржанов, В.Н. Монаенко, М.Т. Абишева, Р.А. Нефёдов,  
А.О. Омарханова, Ю.Г. Стрельчук

*ҚР ҰЯО РМК «Радиациялық қауіпсіздік және экология институты» филиалы, Курчатова, Қазақстан*

Аталған мақалада, мультимедиялық, геоақпараттық «Семей сынақ полигонының радиоэкологиялық интерактивті атласы» веб-сайтты әзірлеу нәтижелері келтірілген. Интерактивті атлас – адам (пайдаланушы) мен компьютердің екіжақты диалогтық өзара әрекеті режимінде жұмыс істейтін электронды карта және визуалды ақпараттық жүйені құрайды. Интерактивті атласта ССП жүргізілген ядролық сынақтар туралы ресми тарихи ақпарат ұсынылған және ССП барлық экожүйесінің (топырақ жамылғысы, ауа бассейні, жерасты және топырақасты сулар, флора мен фауна, ССП жербеткі су қоймаларының) қазіргі радиоэкологиялық ахуалы туралы өзекті ақпарат берілген. Аталған әзірлеме түрлі пайдаланушылар үшін ССП туралы ақпаратты ұсыну мақсатында жасалған.

**Кілт сөздер:** интерактивті атлас, Семей сынақ полигоны (ССП), геоақпараттық технологиялар.

**DEVELOPMENT OF INTERACTIVE RADIOECOLOGICAL ATLAS  
OF SEMIPALATINSK TEST SITE**

**A.Ye. Kairzhanov, V.N. Monayenko, M.T. Abisheva, R.A. Nefyodov,  
A.O. Omarkhanova, Yu.G. Strilchuk**

*Branch "Institute of Radiation Safety and Ecology" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan*

This article gives results of the developed multimedia, geoinformation web-site "Radioecological interactive atlas of Semipalatinsk Test Site". An interactive atlas is an electronic map that operates in the mode of two-way human (user) and computer dialogue interaction and represents a visual information system. The interactive atlas provides the official historical information on nuclear tests conducted at STS and up-to-date information on the current radioecological situation in the entire STS ecosystem (soil cover, air basin, groundwater, flora and fauna, surface water bodies (STS). This development is aimed at providing different users with information on STS.

**Keywords:** interactive atlas, Semipalatinsk Test Site (STS), geoinformation technologies.

УДК 631.4:504.53:614.876:539.16

## НАКОПЛЕНИЕ РАДИОНУКЛИДОВ КУЛЬТУРОЙ *LACTUCA SATIVA* НА ПОЧВАХ С РАЗЛИЧНЫМ ХАРАКТЕРОМ РАДИОАКТИВНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ В УСЛОВИЯХ МОДЕЛЬНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА

Пономарева Т.С., Поливкина Е.Н., Ларионова Н.В.

Филиал «Институт радиационной безопасности и экологии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

В статье показана возможность применения модельного эксперимента для получения репрезентативных значений параметров накопления техногенных радионуклидов растениеводческой продукцией на примере культуры *Lactuca sativa*. В эксперименте использованы почвы с участков Семипалатинского испытательного полигона (СИП), различающиеся по типу и характеру радиоактивного загрязнения. Получены коэффициенты накопления (Кн) техногенных радионуклидов  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{239+240}\text{Pu}$  для культуры *Lactuca sativa*. Проведен сравнительный анализ Кн радионуклидов для участков СИП с различным характером радиоактивного загрязнения.

**Ключевые слова:** Семипалатинский испытательный полигон (СИП), радиоактивное загрязнение, техногенные радионуклиды, *Lactuca sativa*, коэффициенты накопления (Кн), модельный эксперимент.

### ВВЕДЕНИЕ

Для прогнозирования радиоактивного загрязнения растениеводческой продукции необходимо глубокое понимание механизмов миграции радионуклидов в системе «почва-растение», поскольку потребление сельскохозяйственных продуктов с повышенным содержанием радионуклидов представляет опасность, которая обусловлена внутренним облучением человека. Данные о поступлении радионуклидов из почвы в растения, имеющиеся в литературе, в большинстве случаев, не поддаются сравнению, т.к. переход радионуклидов в сельскохозяйственные культуры значительно варьирует для различных почвенно-климатических зон, а также зависит от характера радиоактивного загрязнения территории и времени взаимодействия радионуклидов с почвой.

Ранее на территории СИП проведен ряд исследований, в результате которых установлены коэффициенты накопления (Кн) искусственных радионуклидов доминантными видами растений степных и луговых экосистем для участков с различным характером радиоактивного загрязнения [1]. Также в естественных природно-климатических условиях получены базовые Кн для продукции растениеводства, необходимые при оценке возможности передачи части СИП в хозяйственное пользование [2]. В обоих случаях значения Кн характеризуются высокой вариативностью как для разных видов растений, так и в пределах одного вида, что, вероятно, обусловлено неравномерным воздействием комплекса факторов. Исходя из этого, для получения максимально репрезентативных данных о параметрах перехода радионуклидов в растения, возникла необходимость проведения серии модельных экспериментов, в которых условия произрастания будут идентичными. Поэтому целью настоящей работы стала количественная оценка параметров перехода искусственных радионуклидов  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{239+240}\text{Pu}$  культурой *Lactuca sativa* на почвах с различным характером радиоактивного загрязнения в условиях модельного эксперимента.

### 1 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

#### 1.1 Объекты исследования

В качестве объекта исследования выбрана однолетняя овощная культура салат (*Lactuca sativa*), которая часто используется в качестве биоиндикатора вследствие своей высокой биологической продуктивности [3, 4]. В модельном эксперименте *Lactuca sativa* оказался удобен благодаря быстрому прорастанию семян, хорошей всхожести, короткому вегетационному периоду и возможности произрастания большого числа растений на сравнительно небольшом объеме почвы, что немаловажно в лабораторных условиях (рисунок 1).



Рисунок 1. Экспериментальная культура *Lactuca sativa*

В эксперименте использованы почвы луговых и степных экосистем СИП контрастные по физико-химическим свойствам, а также имеющие различный характер радиоактивного загрязнения:

1) почвы с припортальных участков штолен № 176 и 177 испытательной площадки «Дегелен», характеризующиеся высоким уровнем радиоактивного загрязнения вследствие выноса на земную поверхность радионуклидов с водотоками;

2) почвы с эпицентра наземного ядерного испытания (техническая площадка П-2) площадки «Опытное поле», характеризующиеся высоким содержанием трансурановых радионуклидов  $^{239+240}\text{Pu}$  и  $^{241}\text{Am}$ .

Луговые почвы с участков штолен № 176 и 177 достаточно гумусированы, хорошо промыты от легкорастворимых солей и карбонатов, pH нейтральная. В почвенно-поглощающем комплексе преобладает катион  $\text{Ca}^{2+}$ . По механическому составу почвы водотока штольни № 176, в основном, легкосуглинистые и супесчаные, реже среднесуглинистые, тогда как на участке водотока штольни № 177 среди рыхлых отложений преобладают средние и тяжелые суглинки. В луговых почвах экосистемы водотока штольни № 176 содержание илстых частиц находится в пределах 0,1–11%, а в почвах экосистемы штольни № 177, подвергающихся меньшему дренированию, содержание ила достигает 19–31% [5].

Исследуемые почвы с площадки «Опытное поле» относятся к светло-каштановым, суглинистым. Почвы карбонатные, вскипание отмечается как с поверхности, так и с нижней части гумусового горизонта, с поверхности слабощелочные или щелочные с pH от 7,0 до 8,4. Содержание гумуса находится, в основном, в пределах 2–3%, но в некоторых случаях значения повышаются до 5%. В поверхностных горизонтах сумма легкорастворимых солей менее 0,1%, что позволяет их отнести к незасоленным, но с глубиной засоление увеличивается, и сумма солей достигает 0,5%. Среди поглощенных оснований наблюдается абсолютное преобладание  $\text{Ca}^{2+}$  над  $\text{Mg}^{2+}$  [5].

### 1.2 Формы нахождения радионуклидов в почвах

Характер поведения радионуклида  $^{137}\text{Cs}$  в исследуемых почвах различен. Наибольшая биологическая устойчивость радионуклида  $^{137}\text{Cs}$  отмечена в почвах с площадки «Опытное поле», где содержание обменных форм составляет в среднем 97,9%. В почвах экосистем в районе штолен № 176 и 177 содержание недоступных форм меньше, порядка 86–91%. При этом отмечаются повышенные значения обменных (до 6,8%) и органических форм (4,0–4,5%) [5].

В почвах с площадки «Опытное поле» радионуклид  $^{241}\text{Am}$  характеризуется наименьшей биологической доступностью. Содержание недоступных растениям форм (фиксированной и прочносвязанной) достигает 81,9%. Максимальной подвижностью радионуклид  $^{241}\text{Am}$  отличается в луговых почвах экосистемы в районе штольни № 177, где содержание легко-

доступных форм повышено до 5%, а содержание подвижных форм достигает 76%. Прочносвязанная форма радионуклида составляет только 19% от его суммарного содержания, что, возможно, связано с режимом увлажненности почвы, который в наибольшей степени влияет на миграционные свойства радионуклида на данном участке [5].

Содержание форм нахождения радионуклида  $^{90}\text{Sr}$  в луговых почвах штолен принципиально не отличается. В среднем 53% от суммарного содержания радионуклида  $^{90}\text{Sr}$  находится в легкодоступной форме (водорастворимой и обменной), 33–35% – в подвижной форме, представляющей потенциальный резерв для растений, и только 10–12% от суммарного содержания всех форм радионуклида приходится на долю недоступных растениям форм. В почве с площадки «Опытное поле» радионуклид  $^{90}\text{Sr}$ , в основном, находится в недоступной форме, составляя 95,4% от суммарного содержания всех форм. Значение содержания подвижной формы в среднем достигает 3,1%, содержание водорастворимых, обменных и органических форм в большинстве случаев менее предела обнаружения используемого аппаратурно-методического обеспечения [5].

Наибольшей схожестью поведения в исследуемых почвах обладает радионуклид  $^{239+240}\text{Pu}$ . Соотношение форм нахождения данного радионуклида в почвах экосистем в районе штольни № 177 и площадки «Опытное поле» показывают, что основное содержание данного радионуклида находится в недоступных растениям формах (фиксированной и прочносвязанной). Максимальное содержание недоступных форм отмечается в почвах площадки «Опытное поле», где достигает, в среднем, 98,7%. Содержание недоступных форм  $^{239+240}\text{Pu}$  в почвах площадки «Дегелен» находится в пределах 93–95%, при этом отмечается повышение подвижных форм радионуклида. В почвах района штольни № 177 содержание легкодоступных форм достигает 5%, а органических – 2% [5].

### 1.3 Методика проведения эксперимента

Модельный вегетационный эксперимент по исследованию параметров перехода искусственных радионуклидов в растениеводческую продукцию проведен на базе экспериментальной оранжереи Института радиационной безопасности и экологии РГП НЯЦ РК.

Заготовка почвенных образцов на всех площадках производилась на участках с наиболее высокими уровнями радиоактивного загрязнения. Отбор проб почвы проводился на глубину корнеобитаемого слоя – 0–25 см. С целью исключения неоднородности морфогенетических свойств почв и неравномерности распределения радионуклидов, перед закладкой опыта почвы тщательно гомогенизировались, затем просеивались через сито.

Почвенные образцы помещались в вегетационные сосуды объемом 12 л. Для чистоты эксперимента в каждом варианте заложено по 3 повторности. Посев

*Lactuca sativa* в вегетационные сосуды производился сухими семенами. Полив экспериментальных растений проводился в утренние часы дистиллированной водой по предварительно рассчитанной норме, поддерживая оптимальную влажность почвы на уровне 60% от полной влагоемкости [6]. Помещения оранжереи оснащены системой фитоосвещения и терморегулирования, которые позволили поддерживать благоприятные и сравнительно одинаковые для растений условия произрастания. В ходе эксперимента производился ежедневный контроль основных абиотических факторов посредством регистрирующих приборов. Удобрения не вносились, поскольку необходимо было получить параметры накопления радионуклидов без влияния данного фактора. Вегетационный период для *Lactuca sativa* составил 60 дней. Для учета биологической продуктивности в конце вегетации рандомизированно отбиралось 20–25 растений для каждого варианта.

#### 1.4 Подготовка проб растений и почв для радионуклидного анализа

Растительные пробы промывались и ополаскивались 2–3 раза дистиллированной водой, затем сушились в сушильном шкафу при температуре 80–100 °С до постоянной массы, далее подвергались грубому измельчению до длины 1–3 см при помощи секатора. Более тонкое измельчение проводилось на лабораторной мельнице. Измельчённая проба обугливалась в муфельной печи при начальной температуре 200–250 °С, с постепенно повышающейся температурой до 350–400 °С. Обугленные пробы растений взвешивались и передавались на гамма-спектрометрическое измерение. Навеска для радиохимического анализа отбиралась из навески, прошедшей гамма-спектрометрическое измерение, затем проводилось дополнительное озоление при температуре 550 °С. Далее навески передавали на радиохимическое выделение с последующим бета- и альфа-спектрометрическим измерением.

Пробы почвы высушивались до воздушно-сухого состояния в сушильных шкафах при температуре 60–70 °С. После удаления крупных камней и включений (корней растений) взвешивались на технических весах. Далее весь объем пробы тщательно перемешивался, порционно с помощью пестика истирался в фарфоровой ступке и просеивался через сито с диаметром отверстий 1 мм. Затем методом квартования отбирались необходимые навески почвы для определения удельной активности  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{239+240}\text{Pu}$ .

#### 1.5 Измерение удельной активности $^{137}\text{Cs}$ , $^{241}\text{Am}$ , $^{90}\text{Sr}$ и $^{239+240}\text{Pu}$

Измерение удельной активности радионуклидов в пробах почвы и растений осуществляли в соответствии со стандартизированными методическими указаниями. Определение удельной активности гамма-излучающих радионуклидов проводилось с использо-

ванием гамма-спектрометра Canberra GX-2020 [7]. Радионуклид  $^{90}\text{Sr}$  определяли радиохимическим выделением с последующим измерением на бета-спектрометре TRI-CARB для растительных проб и на бета-спектрометре «Прогресс» для проб почвы. Радионуклид  $^{239+240}\text{Pu}$  – радиохимическим выделением с последующим измерением на альфа-спектрометре Canberra, мод.7401 [8]. Предел обнаружения для радионуклидов  $^{137}\text{Cs}$  и  $^{241}\text{Am}$  составил – 0,5 Бк/кг (сухого вещества для проб растений и почвы),  $^{90}\text{Sr}$  – 1–20 Бк/кг,  $^{239+240}\text{Pu}$  – 0,5 Бк/кг. Погрешность измерений для  $^{137}\text{Cs}$  и  $^{241}\text{Am}$  не превышала 15–20%,  $^{90}\text{Sr}$  – 15%,  $^{239+240}\text{Pu}$  – 30%.

Для оценки поступления радионуклидов из почвы в растения использовался коэффициент накопления (Кн) – отношение содержания радионуклида в единице массы растений и почвы соответственно [8].

## 2 РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

### 2.1 Изменение абиотических и биотических факторов в ходе модельного эксперимента

Изменение среднесуточных показателей температуры и влажности воздуха в помещении оранжереи на момент проведения эксперимента показано на рисунке 2.

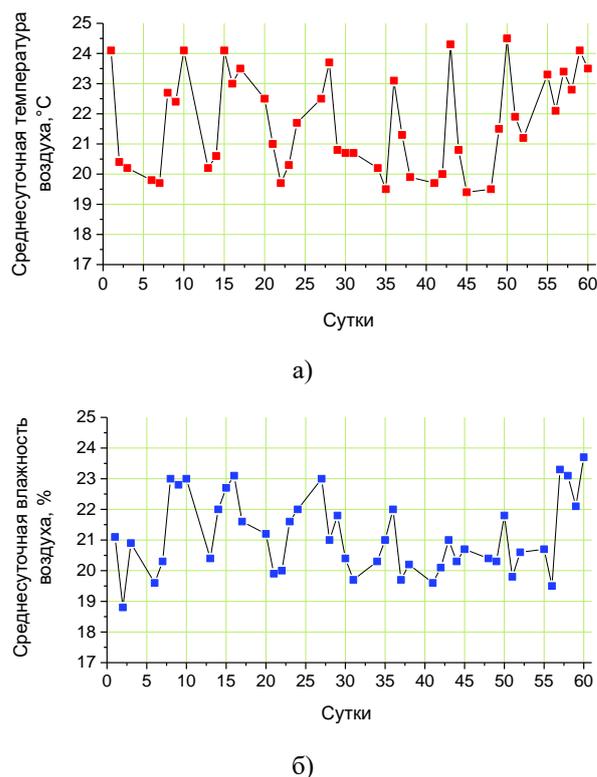


Рисунок 2. Температурный (а) и влажностный (б) режим в период проведения эксперимента

Из рисунка 2 видно, что основные абиотические факторы, имеющие большое значение для роста и развития растений, во время проведения эксперимента поддерживали на относительно одинаковом уровне, что исключало их возможное влияние на процесс

**НАКОПЛЕНИЕ РАДИОНУКЛИДОВ КУЛЬТУРОЙ *LACTUCA SATIVA* НА ПОЧВАХ С РАЗЛИЧНЫМ ХАРАКТЕРОМ РАДИОАКТИВНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ В УСЛОВИЯХ МОДЕЛЬНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА**

накопления радионуклидов растениями. Так, диапазон варьирования температуры воздуха в помещении оранжереи составил 5 °С, влажности воздуха – 5%.

В качестве биотических факторов использовали основные показатели продуктивности экспериментальных растений (таблица 1).

Таблица 1. Показатели биологической продуктивности *Lactuca sativa*

Биологическая продуктивность	Варианты		
	шт. № 176	шт. № 177	П-2
Всхожесть семян, %	95 ± 5	90 ± 5	75 ± 5
Высота <i>Lactuca sativa</i> , см	30 ± 0,5	28 ± 0,5	20 ± 0,5
Средняя биомасса растений в вегетационном сосуде, г	26 ± 1,7	18 ± 4,5	8 ± 0,5

Согласно полученным данным, максимальная всхожесть и биомасса *Lactuca sativa* отмечена на луговых почвах штолен, что обусловлено их высоким плодородием, а минимальная – на почве с площадки П-2 (вследствие низкой биологической продуктивности данной почвы получена только одна растительная проба).

**2.2 Накопление техногенных радионуклидов <sup>137</sup>Cs, <sup>241</sup>Am, <sup>90</sup>Sr и <sup>239+240</sup>Pu культурой *Lactuca sativa* на почвах с различным характером радиоактивного загрязнения**

Во всех растительных и почвенных пробах определена удельная активность техногенных радионуклидов <sup>137</sup>Cs, <sup>241</sup>Am, <sup>90</sup>Sr и <sup>239+240</sup>Pu (таблица 2).

Согласно данным, представленным в таблице 2, удельная активность радионуклида <sup>137</sup>Cs во всех почвенных образцах имеет высокие значения (n×10<sup>3</sup> Бк/кг). Однако, в пробах *Lactuca sativa*, полученных на почве с водотока штольни № 176, значения удельной активности радионуклида <sup>137</sup>Cs на порядок выше по сравнению с результатами, полученными на почве с водотока штольни № 177, и на 2 по-

рядка – по сравнению с результатами, полученными на почве с площадки П-2. Количественные значения для радионуклида <sup>241</sup>Am установлены только в пробах *Lactuca sativa*, выращенных на почве с площадки П-2, а для образцов с остальных почв удельная активность находится вне пределов обнаружения используемого аппаратно-методического обеспечения. Для радионуклида <sup>90</sup>Sr высокие концентрации характерны как в почве, так и в *Lactuca sativa*. Максимальные значения удельной активности <sup>90</sup>Sr (71 000 Бк/кг) в экспериментальных растениях достигают на почве шт. № 176. Количественные значения удельной активности радионуклида <sup>239+240</sup>Pu определены только для растений на почве с площадки П-2, в остальных вариантах эксперимента получены в основном оценочные значения (искл. шт. № 177 (повторность II)).

На основании значений удельной активности радионуклидов в экспериментальных растениях и почвенных модельных образцах рассчитаны Кн (таблица 3).

Как видно из таблицы 3, значения Кн <sup>137</sup>Cs для *Lactuca sativa*, выращенного на почве штольни № 176, превышают аналогичные показатели для почвы штольни № 177 в 5 раз, а для почвы с площадки П-2 – в 75 раз. Для радионуклида <sup>90</sup>Sr значения Кн, полученные на почве штольни № 176, выше, в среднем, в 184 и 30 раз по сравнению с результатами, полученными на почве штольни № 177 и площадки П-2, соответственно. Значение Кн <sup>239+240</sup>Pu для растений, выращенных на почвенных образцах с площадки П-2, превышает аналогичный показатель для почвы штольни № 177 в 1,5 раза.

В целом, значения Кн <sup>137</sup>Cs и <sup>90</sup>Sr для культуры *Lactuca sativa*, выращенной на почве с водотоков штолен, можно считать достаточно однородными по сравнению с результатами натуральных исследований, диапазон варьирования для которых составил по <sup>137</sup>Cs – 2 порядка и <sup>90</sup>Sr – 4 порядка [2].

Таблица 2. Удельная активность радионуклидов в *Lactuca sativa* и модельных почвенных образцах

Вариант эксперимента	Вид пробы	Повторность	Удельная активность радионуклидов, Бк/кг			
			<sup>137</sup> Cs	<sup>241</sup> Am	<sup>90</sup> Sr	<sup>239+240</sup> Pu
шт. № 176	растение	I	420 ± 40	< 16	42000 ± 6000	<0,4
		II	700 ± 70	< 18	42000 ± 6000	<0,4
		III	700 ± 70	< 10	40000 ± 6000	<0,7
		IV	320 ± 60	< 1,8	71000 ± 11000	<0,7
		V	630 ± 130	< 2,6	–	–
	почва	I	8100 ± 1600	43 ± 9	7800 ± 1100	700 ± 30
шт. № 177	растение	I	15 ± 2	< 13	2600 ± 400	<0,24
		II	35 ± 4	< 5	1700 ± 300	1,6 ± 0,5
		III	40 ± 4	< 6	2200 ± 300	<0,5
		IV	70 ± 14	< 3	3600 ± 500	<0,7
	почва	I	3000 ± 600	720 ± 140	75000 ± 8000	20000 ± 1000
П-2	растение	I	2,4 ± 0,5	2,1 ± 0,4	750 ± 110	1,9 ± 0,8
	почва	I	2600 ± 500	10000 ± 2000	3600 ± 600	16000 ± 1000

Примечание: «–» – данные отсутствуют

**НАКОПЛЕНИЕ РАДИОНУКЛИДОВ КУЛЬТУРОЙ *LACTUCA SATIVA* НА ПОЧВАХ С РАЗЛИЧНЫМ ХАРАКТЕРОМ РАДИОАКТИВНОГО ЗАГРЯЗНЕНИЯ В УСЛОВИЯХ МОДЕЛЬНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА**

Таблица 3. Вариационно-статистическая характеристика Кн  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{90}\text{Sr}$ ,  $^{239+240}\text{Pu}$  *Lactuca sativa*

Вариант эксперимента	Статистические показатели Кн					
	число случаев n	min-max	ср. геом. GM	станд. откл. GSD	ср. арифм. AM	станд. откл. SD
$^{137}\text{Cs}$						
шт. № 176	5	0,039 - 0,086	0,065	0,019	0,068	0,021
шт. № 177	4	0,005 - 0,023	0,012	0,006	0,013	0,007
П-2	1	0,0009	–	–	–	–
$^{241}\text{Am}$						
П-2	1	0,0002	–	–	–	–
$^{90}\text{Sr}$						
шт. № 176	4	5,13 - 9,10	6,063	1,650	6,25	1,905
шт. № 177	4	0,023 - 0,048	0,032	0,009	0,034	0,011
П-2	1	0,21	–	–	–	–
$^{239+240}\text{Pu}$						
шт. № 177	1	0,00008	–	–	–	–
П-2	1	0,00012	–	–	–	–

Таблица 4. Значения Кн  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{239+240}\text{Pu}$ , физико-химические свойства почв и формы нахождения радионуклидов в них [5]

Вариант эксперимента	Среднее значение Кн			Содержание обменных форм в почве, % от суммарного содержания			Химический и механический состав почв		
	$^{137}\text{Cs}$	$^{90}\text{Sr}$	$^{239+240}\text{Pu}$	$^{137}\text{Cs}$	$^{90}\text{Sr}$	$^{239+240}\text{Pu}$	гумус, %	$\sum \text{K}^+, \text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+}$ , мг-экв / 100 г	физ. глина, %
шт. № 176	0,068	6,25	–	6,8	53,4	–	14	27	23
шт. № 177	0,013	0,034	0,000038	< 0,4	53,0	1,0	16	41	42
П-2	0,0009	0,21	0,00012	< 0,7	< 1,4	< 0,01	2,5	14,7	27,5

Для количественной оценки разницы в накоплении радионуклидов *Lactuca sativa* для каждого варианта эксперимента рассчитаны отношения Кн  $^{90}\text{Sr}$  / Кн  $^{137}\text{Cs}$ , Кн  $^{137}\text{Cs}$  / Кн  $^{239+240}\text{Pu}$ , Кн  $^{239+240}\text{Pu}$  / Кн  $^{241}\text{Am}$ .

Средние значения данных отношений составили:

для *Lactuca sativa* с штольни № 176:

– Кн  $^{90}\text{Sr}$  / Кн  $^{137}\text{Cs}$  ~ 92.

для *Lactuca sativa* с штольни № 177:

– Кн  $^{90}\text{Sr}$  / Кн  $^{137}\text{Cs}$  ~ 3;

– Кн  $^{137}\text{Cs}$  / Кн  $^{239+240}\text{Pu}$  ~ 163.

для *Lactuca sativa* с площадки П-2:

– Кн  $^{90}\text{Sr}$  / Кн  $^{137}\text{Cs}$  ~ 233;

– Кн  $^{137}\text{Cs}$  / Кн  $^{239+240}\text{Pu}$  ~ 7,5;

– Кн  $^{239+240}\text{Pu}$  / Кн  $^{241}\text{Am}$  ~ 0,6.

Согласно рассчитанным значениям отношений между Кн радионуклидов для каждого варианта эксперимента видно, что максимальное накопление в растениях характерно для  $^{90}\text{Sr}$ .

Различия в значениях Кн радионуклидов для вариантов почвенных образцов обусловлены как характером радиоактивного загрязнения, так и их физико-химическими свойствами, определяющими переход радиоизотопов в системе «почва-растение». В целом, на подвижность радионуклидов в почве и их доступность растениям влияют такие показатели, как влажность почвы, ее гранулометрический и минералогический состав, содержание органического вещества и обменных  $\text{K}^+$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ , емкость катионного обме-

на, pH, а также формы нахождения в ней радионуклидов [9]. При этом, переход радионуклидов из почвы в растения является результатом физиологического процесса, связанного с поглощением радионуклидов корневой системой непосредственно из почвенного раствора [10]. Так, биологически доступными для растений являются водорастворимая и обменная формы. В таблице 4 представлены экспериментальные значения Кн для *Lactuca sativa*, а также данные о физико-химических свойствах почвенных образцов и содержании в них обменных форм радионуклидов. Значения содержания водорастворимых форм радионуклидов во всех модельных почвенных образцах оказались меньше предела обнаружения используемого аппаратно-методического обеспечения [5].

Исходя из представленных данных, можно предположить, что минимальное накопление радионуклидов культурой *Lactuca sativa* на почве с площадки П-2 обусловлено отсутствием их обменных форм в почве (искл.  $^{239+240}\text{Pu}$ ). В свою очередь, наиболее высокие Кн  $^{137}\text{Cs}$  на почве со штольни № 176 наоборот напрямую могут быть связаны с наличием его биологически доступных форм. Также на накопление радионуклидов  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{239+240}\text{Pu}$  культурой *Lactuca sativa* определенное влияние могли оказать и отдельные физико-химические свойства почв. Например, повышенное содержание в почве со штольни № 177 гумуса, физической глины и обменных катионов спо-

собно снизить подвижность радионуклидов, что подтверждается полученными Кн. При этом предполагаемая зависимость, полученная в результате модельного эксперимента, хорошо согласуется с данными, полученными ранее в натуральных условиях для растений естественных экосистем водотоков штолен № 176 и 177 [1].

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенного модельного эксперимента на примере культуры *Lactuca sativa* получены количественные значения Кн радионуклидов  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{239+240}\text{Pu}$  для почв участков СИП с различным характером радиоактивного загрязнения. При этом значения Кн  $^{137}\text{Cs}$  и  $^{90}\text{Sr}$  на почве с водотоков штолен можно считать достаточно однородными по сравнению с результатами натуральных исследований.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Larionova N.V., Lukashenko S. N., Kabdyrakova A. M., Kunduzbayeva A. Y., Panitskiy A.V., Ivanova A. R. Transfer of radionuclides to plants of natural ecosystems at the Semipalatinsk Test Site // Journal of Environmental Radioactivity. – 2018. – № 186. – P. 163–170.
2. Kozhakhonov T. E., Lukashenko S. N., Larionova N. V. Accumulation of artificial radionuclides in agricultural plants in the area used for surface nuclear tests // Journal of Environmental Radioactivity. – 2014. – Vol. 137. – P. 217–226.
3. Опекунова М. Г. Биоиндикация загрязнений: учеб. пособие. – 2-е изд. – СПб.: СПб ГУ, 2016. – 182 с.
4. Биоиндикация загрязнений наземных экосистем / пер. с нем.; под. ред. Р. Шуберта. – М.: Мир, 1988. – С. 212–213.
5. Кундузбаева А. Е., Кабдыракова А. М., Лукашенко С. Н., Магашева Р. Ю. Сравнительная оценка форм нахождения радионуклидов в почвах некоторых участков территории СИП // Актуальные вопросы радиоэкологии Казахстана: сб. тр. Национального ядерного центра Республики Казахстан за 2010 г. – Павлодар: Дом печати, 2011. – Вып. 3. – С. 107–113.
6. Методы исследований в агрохимии: краткий курс лекций для аспирантов направления подготовки / сост.: Е.А. Нарушева // Сельское хозяйство. – Саратов: ФГБОУ ВПО «Саратовский ГАУ», 2014. – С. 16–23.
7. Активность радионуклидов в объемных образцах. Методика выполнения измерений на гамма-спектрометре МИ 2143-91; МИ 5.06.001.98 РК. – Алматы, 1998. – 18 с.
8. Методика определения содержания искусственных радионуклидов плутония-(239-240), стронция-90 в объектах окружающей среды (почвах, грунтах, донных отложениях и растениях). – Алматы, 2010. – 25 с.
9. Сельскохозяйственная радиоэкология / под. ред. акад. ВАСХНИЛ Р. М. Алексахина и акад. ВАСХНИЛ Н. А. Корнеева. – М.: 1991. – С. 49–66.
10. Санжарова Н. И., Сысоева А. А., Исамов Н. Н., Алексахин Р. М., Кузнецов В. К., Жигарева Т. Л. Роль химии в реабилитации сельскохозяйственных угодий, подвергшихся радиоактивному загрязнению // Российский химический журнал. – 2005. – № XLIX. – С. 26–29.

## ТӘЖІРИБЕЛІК ҮЛГІ ЖАҒДАЙЫНДА РАДИОАКТИВТІ ЛАСТАНУДЫҢ ТҮРЛІ СИПАТЫМЕН ТОПЫРАҚТАҒЫ *LACTUCA SATIVA* ДАҚЫЛДАРЫНДА РАДИОНУКЛИДТЕРДІҢ ЖИНАҚТАЛУЫ

Т.С. Пономарева, Е.Н. Поливкина, Н.В. Ларионова

*ҚР ҰҰО РМК «Радиациялық қауіпсіздік және экология институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан*

Бұл мақалада, *Lactuca sativa* дақылдың үлгісінде өсімдік шаруашылығы өнімдеріндегі техногенді радионуклидтердің жинақталу параметрлерінің репрезентативтік мәнін алудың тәжірибелік үлгісін қолдану мүмкіндігі көрсетілді. Тәжірибе барысында радиоактивті ластану типі мен сипаты бойына ерекшеленетін Семей сынақ полигоны (ССП) телімдерінің топырағы пайдаланылды. *Lactuca sativa* дақылы үшін  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  және  $^{239+240}\text{Pu}$  техногенді радионуклидтерінің жинақталу коэффициенттері (ЖК) алынды. Радиоактивті ластануы сипаты ССП телімдері үшін радионуклидтердің ЖК салыстырмалы талдамасы жасалды.

**Кілт сөздер:** Семей сынақ полигоны (СИП), радиоактивті ластану, техногенді радионуклидтер, *Lactuca sativa*, жинақталу коэффициенттері (ЖК), тәжірибелік үлгі.

Также отмечены определенные различия в накоплении  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  и  $^{239+240}\text{Pu}$ , обусловленные как характером радиоактивного загрязнения, так и физико-химическими свойствами почв, определяющими переход радионуклидов в системе «почва-растение». В целом, на примере культуры *Lactuca sativa* показана возможность применения модельного эксперимента для получения репрезентативных значений Кн техногенных радионуклидов для растениеводческой продукции.

*Работа выполнена в рамках научно-технической программы 036 «Развитие атомных и энергетических проектов», подпрограммы 105 «Прикладные научные исследования технологического характера в сфере атомной энергетики», мероприятия «Развитие атомной энергетики в Республике Казахстан».*

ACCUMULATION OF RADIONUCLIDES BY *LACTUCA SATIVA* CULTURE IN SOILS OF DIFFERENT  
NATURE OF RADIOACTIVE CONTAMINATION IN MODEL EXPERIMENT CONDITIONS

T.S. Ponomaryova, Ye.N. Polivkina, N.V. Larionova

*Branch "Institute of Radiation Safety and Ecology" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan*

The article shows the possibility of applying a simulation experiment to obtain representative values of the accumulation of artificial radionuclides by agricultural products the case of *Lactuca sativa* culture. The experiment used soils from areas of Semipalatinsk Test Site (STS) different in type and nature of radioactive contamination. Transfer factor (Tf) were derived for artificial  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{241}\text{Am}$ ,  $^{90}\text{Sr}$  and  $^{239+240}\text{Pu}$  for *Lactuca sativa*. A comparative analysis was carried out for Tf of radionuclides in STS areas with a different nature of radioactive contamination.

**Keywords:** Semipalatinsk Test Site (STS), radioactive contamination, man-made radionuclides, *Lactuca sativa*, transfer factor (Tf), model experiment.

УДК 577.4: 614.876:539.166

## ПЛОЩАДНОЕ РАДИАЦИОННОЕ ОБСЛЕДОВАНИЕ МЕСТ ПРОВЕДЕНИЯ ИСПЫТАНИЙ БОЕВЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ВЕЩЕСТВ НА ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ ПЛОЩАДКЕ «4» СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА

Скрипников М.В., Айдарханов А.О., Умаров М.А., Мустафина Е.В., Кривицкий П.Е.

Филиал «Институт радиационной безопасности и экологии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

В статье представлены результаты радиоэкологического обследования испытательной площадки «4», расположенной на территории Семипалатинского испытательного полигона, где ранее проводились испытания боевых радиоактивных веществ. На исследуемой территории выполнена пешеходная гамма-спектрометрическая съемка, дискретная гамма-спектрометрическая съемка, лабораторное определение качественного и количественного радионуклидного состава почвы. Обнаружено 9 новых участков радиоактивного загрязнения.

**Ключевые слова:** Семипалатинский испытательный полигон (СИП), боевые радиоактивные вещества (БРВ),  $^{90}\text{Sr}$ , пешеходная гамма-спектрометрическая съемка (ПГСС), дискретная гамма-спектрометрическая съемка (ДГСС) радиоактивное загрязнение.

### ВВЕДЕНИЕ

На территории Семипалатинского испытательного полигона (СИП) кроме основных участков загрязнения, существует другой значимый источник радиоактивного загрязнения, который появился в результате проведения испытаний боевых радиоактивных веществ (БРВ) [1]. Испытания представляли собой рассеяние БРВ путем подрыва отдельных снарядов, бомбардировки участков минометными снарядами, сброса бомб с бомбардировщиков или распыления БРВ с самолетов. БРВ представляли собой жидкие или порошкообразные рецептуры, изготовленные либо из отходов радиохимического производства, либо путем облучения, специально подобранных веществ, нейтронами работающего атомного реактора. Их удельная активность колебалась от десятых долей до нескольких кюри на литр.

В настоящее время известны координаты испытательных площадок «4» и «4а», где проводились испытания БРВ. В статье рассмотрена площадка «4». В результате ранее проведенных обследований испытательной площадки «4» обнаружены отдельные фрагменты металлических изделий, используемых при испытании БРВ, а также определены участки локального радиоактивного загрязнения, характеризующиеся высокими значениями основных долгоживущих техногенных радионуклидов:  $^{90}\text{Sr}$ ,  $^{137}\text{Cs}$ ,  $^{239+240}\text{Pu}$ ,  $^{241}\text{Am}$  [2]. Проводимые обследования включали в себя гамма-съемку и измерение плотности потока  $\alpha$ - и  $\beta$ - частиц с поверхности почвенного покрова. Радиологическое обследование проводилось в масштабе 1:20 000, фиксированные радиометрические измерения проводились по регулярной равномерной сети 200×200 м.

Ранее проведенное обследование площадки «4», позволило обнаружить 5 участков локального радиоактивного загрязнения (рисунок 1) [3].

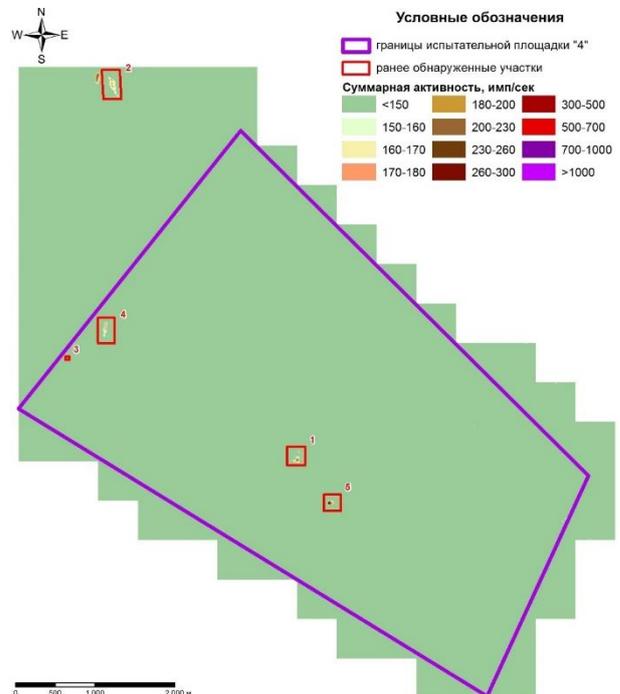


Рисунок 1. Ранее обнаруженные участки радиоактивного загрязнения на территории площадки «4»

Данные участки радиоактивного загрязнения расположены как на территории площадки «4», так и за ее пределами. Исследование этих участков показало, что преобладающим элементом, который вносит основной вклад в радиоактивное загрязнение является  $^{90}\text{Sr}$ , его уровни варьируют от десятков до миллионов Бк/кг. Принимая в учет, что данное обследование проводилось по сети 200×200 метров существовала вероятность того, что не все участки радиоактивного загрязнения были обнаружены, т.е. примененная сеть обследования не являлась эффективной для поиска такого типа загрязнения. Доказательством обоснованности данного предположения послужил тот факт, что после обследования, в один из рекогносци-

ровочных выездов, был обнаружен дополнительный участок. Таким образом, для поиска всех возможных участков радиоактивного загрязнения – от точечных до масштабных, было решено провести обследование всей территории испытательной площадки «4», с использованием метода пешеходной гамма-спектрометрической съемки (ПГСС), по сгущенной сети 20×20 м.

#### МЕТОДИКА ОБСЛЕДОВАНИЯ

##### Пешеходная гамма-спектрометрическая съемка

Метод ПГСС основан на непрерывном наборе гамма-спектров во время движения оператора по заданному маршруту на обследуемой местности с определенной скоростью движения (рисунок 2).



Рисунок 2. Схема движения оператора по сети обследования 20×20 метров

Измерение проводят при помощи комплекса оборудования, основой которого является сцинтилляционный гамма-спектрометр и портативный компьютер, оборудованный GPS модулем. Обработка результатов измерений, управление процессами регистрации и накопления спектров гамма-излучения обеспечиваются соответствующим программным обеспечением. Сцинтилляционный гамма-спектрометр, располагается на высоте 50 см от измеряемой поверхности, через каждые 10 с происходит автоматическая запись гамма-спектра с сохранением его на портативный компьютер. Каждый гамма-спектр имеет координатную привязку и характеризует конкретный участок местности. Далее, производится обработка спектров и по результатам обработки строятся карты радиоактивного загрязнения местности.

Поскольку гамма-спектрометром невозможно на прямую определить наличие бета-излучающих радионуклидов, к которым относится  $^{90}\text{Sr}$ , преобладающих на испытательной площадке, идентификация участков радиоактивного загрязнения проводилась по суммарной активности гамма-импульсов по всему спектру, куда в свою очередь входит тормозное гамма-излучение, возникающее при взаимодействии бета-частицы с окружающей средой.

##### Дискретная гамма-спектрометрическая съемка

В ходе проведенной ПГСС на одном из обнаруженных участков радиоактивного загрязнения проводилась дополнительная дискретная гамма-спектрометрическая съемка (ДГСС). На данном объекте загрязнение характеризуется множественным количеством несвязанных узлокальных пятен, в связи с

чем для определения четких контуров проводилась съемка по сети 2×2 м.

ДГСС основана на методе ПГСС, но в отличие от нее измерения проводятся не в процессе движения, а в строго фиксированных точках с сантиметровой точностью, что обеспечивается высокоточным навигационным оборудованием – GNSS «Epoch - 50». Помимо этого, отличаются параметры обследования: детектор размещен на 10 см от поверхности, увеличен набор спектра до 30 с, что позволяет повысить чувствительность измерения, а также сгущена сеть до размера 2×2 м, что в свою очередь позволяет увеличить детализацию загрязнения.

##### Определение уровней радиоактивного загрязнения

Для количественной оценки радиоактивного загрязнения почвы, применялся метод отбора проб почвы с последующими лабораторными анализами.

По результатам проведенной ПГСС в точках с максимальной суммарной активностью гамма-импульсов производился послыйный отбор проб почвы. Всего было заложено 12 почвенных разрезов, глубиной 50 см каждый. Отбор проб почвы проводился на всю глубину разреза с шагом 10 см, площадь отбора 100 см<sup>2</sup>. Всего отобрано 60 проб почвы. В месте отбора проб выполнялось измерение мощности эквивалентной дозы (МЭД) на высоте 100 см и 3–4 см над поверхностью почвы [4]. Для определения значений МЭД и плотности потока бета - частиц, использовался дозиметр МКС-АТ1117М или дозиметр МКС-АТ6130.

Определение гамма-излучающих радионуклидов в почве проводилось с использованием гамма-спектрометров производства фирмы «ORTEC», в состав которых входили: полупроводниковый детектор серии GEM и цифровой анализатор спектров digiDART. Измерения проводились в соответствии с методикой выполнения измерений на гамма-спектрометре № 5.06.001.98 РК. [5]. В качестве измерительных контейнеров использовались пластиковые емкости в форме прямого цилиндра диаметром 94 мм, высота образца варьировала в зависимости от массы. Масса навесок составляла от 500 до 1000 г. Время экспозиции составляло не менее 30 мин.

Определение  $^{90}\text{Sr}$  проводилось на бета-спектрометре «Прогресс – БГ». Проба высушивалась в сушильном шкафу при температуре 110–120 °С и просеивалась через сито с размером ячейки 2×2 мм. Далее измельчалась в течение 20 мин. Измерения проводились в соответствии с методикой выполнения измерений на бета-спектрометре № КЗ 07.00.00303-2004 [6]. В качестве измерительных контейнеров использовались металлические кюветы (подложки) диаметром 70 мм, высота образца варьировала в зависимости от массы. Масса навесок составляла от 5 до 15 г. Время экспозиции составляло не менее 20 мин.

Определение содержания  $^{239+240}\text{Pu}$  проводилось посредством его радиохимического выделения с последующим  $\alpha$ -спектрометрическим анализом. Прокаленная навеска почвы, после внесения трассера, разлагалась концентрированными растворами кислот ( $\text{HF}$ ,  $\text{HNO}_3$ ). Для концентрирования, очистки и выделения изотопов плутония использовали сильноосновный анионит АВ 17×8. Спектрометрический источник подготавливали путем электролитического осаждения изотопов плутония на стальную пластину при силе тока 1,4 А в течение 1 часа. Измерения проводились в соответствии с методикой выполнения измерений на альфа-спектрометре № 43151.4Б207/01.00294-2010 [7].

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

#### Пешеходная гамма-спектрометрическая съемка

Всего методом ПГСС проведено обследование общей площадью – 37 км<sup>2</sup>. По полученным данным построена карта площадного распределения радиоактивного загрязнения территории по общей активности гамма-импульсов в секунду (рисунок 3). По результатам ПГСС выявлено 9 новых объектов, сконцентрированных в основном в центральной части испытательной площадки.

В общей сложности вместе с ранее выявленными объектами на территории испытательной площадки идентифицировано 14 участков радиоактивного загрязнения. Как видно на карте (рисунок 3) значения суммарной активности и размеры обнаруженных участков радиоактивного загрязнения значительно отличаются друг от друга.

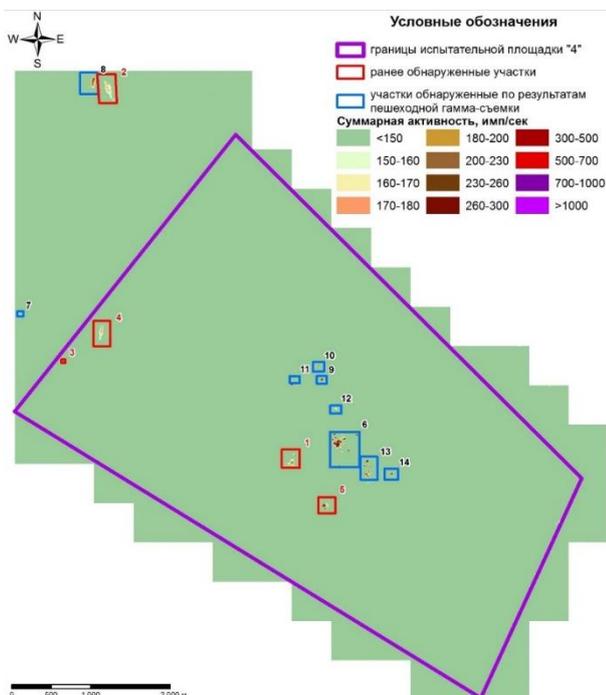
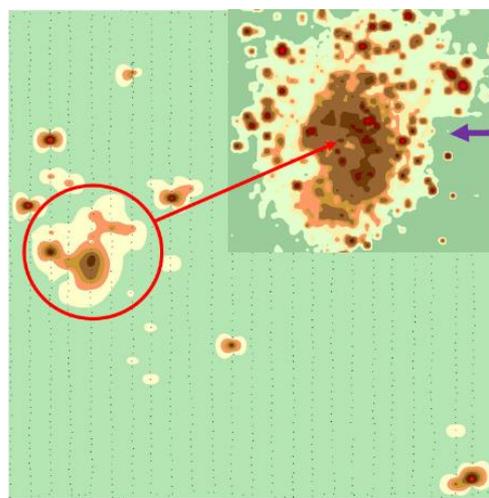


Рисунок 3. Карта участков радиоактивного загрязнения территории площадки «4»

Объекты представляют собой небольшие по площади участки – от 0,001 до 0,1 км<sup>2</sup>. Суммарная площадь объектов ~ 0,37 км<sup>2</sup>. Суммарная активность варьируется в диапазоне от <math><150</math> до 1420 имп./сек. На исследуемой территории преобладает характер локальной концентрации радиоактивного загрязнения.

#### Дискретная гамма-спектрометрическая съемка

Всего методом дискретной гамма-спектрометрической съемки (ДГСС) проведено обследование общей площадью 0,024 км<sup>2</sup>. По полученным данным построена карта площадного распределения радиоактивного загрязнения территории по общей активности гамма-импульсов в секунду (рисунок 4).



Пешеходная гамма-съемка (шаг сетки 20х20м)

Дискретная гамма-съемка (шаг сетки 2х2м)

Рисунок 4. Сравнение результатов пешеходной и дискретной гамма-спектрометрических съемок

На основании результатов ПГСС, площадь радиоактивно загрязненного участка составила ~9 200 м<sup>2</sup>, а на основании результатов ДГСС, площадь уменьшилась на 20% и составила ~7 400 м<sup>2</sup>, что более детально охарактеризовало имеющийся участок радиоактивного загрязнения, а также позволило выявить узколокальные пятна в ряде случаев меньше 5 м<sup>2</sup>.

#### Определение уровней радиоактивного загрязнения

По результатам оценки радиационной ситуации на территории площадки «4» зарегистрированы значения интегральных радиационных параметров: МЭД от <math><0,1</math> до 1 мкЗв/ч, плотность потока бета-частиц от <math><10</math> част/(см<sup>2</sup>·мин) до более чем 2·мин), что в 10 раз превышает фоновые значения по МЭД и в 1000 раз превышает фоновые значения по плотности потока бета-частиц для территорий Республики Казахстан. В результате проведенных лабораторных анализов установлено, что

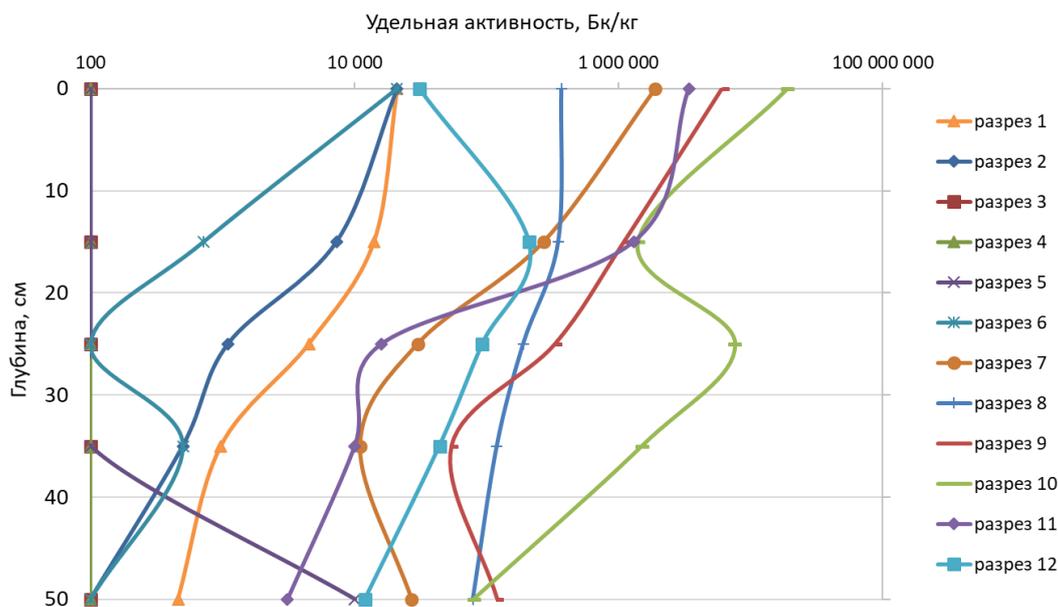


Рисунок 5. Распределение удельной активности  $^{90}\text{Sr}$  по глубине

удельная активность радионуклидов в почве варьирует:  $^{137}\text{Cs}$  от  $<0,3$  до  $1,5 \cdot 10^3$  Бк/кг,  $^{241}\text{Am}$  от  $<0,3$  до  $1,2 \cdot 10^3$  Бк/кг,  $^{239+240}\text{Pu}$  от 7 до  $3,9 \cdot 10^3$  Бк/кг,  $^{90}\text{Sr}$  от  $<10^2$  до  $1,9 \cdot 10^7$  Бк/кг.

Для изучения распределения радиоактивного загрязнения по глубине к рассмотрению взят  $^{90}\text{Sr}$ , поскольку на основании лабораторных анализов проб приповерхностного слоя почвы установлено, что основным источником радиоактивного загрязнения территории площадки «4» является радионуклид  $^{90}\text{Sr}$ . По результатам построен график распределения  $^{90}\text{Sr}$  по глубине в местах испытания БРВ (рисунок 5).

В основном (разрез 1, 2, 3, 4, 8, 12) активность  $^{90}\text{Sr}$  с углублением снижается, что является классическим распределением, хотя в ряде случаев (разрез 6, 7, 9, 11) имеются отклонения, что может быть связано с различной структурой почв, просачиванием через трещиноватости и скоплением в определенной области. Также присутствуют участки, на которых распределение  $^{90}\text{Sr}$  по глубине имеет аномальный характер (разрез 5, 10), то есть на глубине концентрация  $^{90}\text{Sr}$  значительно выше, чем на поверхности. Предположительно это может быть связано с попытками засыпания части радиоактивного материала после проведения экспериментов.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенное обследование показало, что на территории площадки «4» существуют узколокальные участки радиоактивного загрязнения, которые ранее не были выявлены. По результатам ПГСС идентифицировано 9 новых объектов с повышенным содержанием техногенных радионуклидов. Объекты предста-

вляют собой небольшие по площади участки от 0,001 до 0,1 км<sup>2</sup>. Суммарная площадь всех объектов, с учетом ранее выявленных, составляет  $\sim 0,37$  км<sup>2</sup>.

На площадке присутствуют участки, на которых значения интегральных радиационных параметров – МЭД и плотность потока бета-частиц, достигают 1 мЗв/ч, и более чем  $1,0 \cdot 10^5$  част/(см<sup>2</sup>·мин) соответственно. Эти параметры значительно превышают фоновые значения для территории Республики Казахстан. Установлено, что значения удельной активности  $^{90}\text{Sr}$  на несколько порядков превышают значения по остальным техногенным радионуклидам. В большинстве случаев  $^{90}\text{Sr}$  имеет классическое распределение по глубине и с углублением его концентрация снижается, хотя в ряде случаев имеются отклонения, что может быть связано с различной структурой почв и поскольку рецептура БРВ находилась в жидком виде, возможно часть радиоактивного материала после проведения экспериментов просачивалась в трещиноватости в почве и могла скапливаться в полостях.

В целом испытания БРВ вызвали радиоактивное загрязнение, которое до сих пор представляет реальную опасность облучения для местного населения, проживающего поблизости и осуществляющего сельскохозяйственную деятельность. Радиоактивное загрязнение, вызванное испытаниями БРВ и сформировавшееся в результате миграционных процессов, является потенциальным источником вторичного радиоактивного загрязнения окружающей среды, как в пределах площадок, так и на прилегающих территориях, что говорит о необходимости проведения реабилитационных мероприятий.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Логачев В. А. Радиоэкологические последствия испытаний БРВ на Семипалатинском полигоне / под рук. Н. Я. Левченко // Бюллетень по атомной энергии. Центральный научно-исследовательский институт управления, экономики и информации. – 2002. – № 12. – 94 с.
2. Осинцев А. Ю., Митяев А. В., Стрильчук Ю. Г. Неинтрузивное обследование площадок проведения испытаний боевых радиоактивных веществ на СИП // Семипалатинский испытательный полигон. Радиационное наследие и проблемы нераспространения: матер. II междунар. научно-практ. конф., 6–8 сентября 2005 г. – Курчатов: ИРБЭ НЯЦ РК, 2005. – Т. 1. – С. 280–286.
3. Исследование полигона изучение вариантов в по оценке и ремедиации возможных площадок для размещения хранилища отработанного ядерного топлива на Семипалатинском испытательном полигоне в Казахстане: итоговый технический отчет, по проекту о выполнении работ в период с 01 февраля 2006 г. по 31 июля 2007 г.: Проект МНТЦ К-1323р. / Институт радиационной безопасности и экологии НЯЦ РК (ИРБЭ НЯЦ РК); рук. проекта Стрильчук Ю. Г. – Курчатов: ИРБЭ НЯЦ РК, 2007. – 68 с.
4. Методические указания по обследованию радиационной обстановки и радиоэкологической агрооценке сельскохозяйственных угодий на территории бывшего Семипалатинского испытательного полигона и прилегающих к нему регионов. Пособие рассмотрено и одобрено на расширенном заседании методического семинара ИРБЭ НЯЦ РК (протокол № 17 от 2.04.98 года) и утверждена с рекомендацией к изданию решением научно-технического Совета ИРБЭ НЯЦ РК.
5. Активность радионуклидов в объемных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения «SpectraLine». – Введ. 2004-08-26. – Рег. № KZ.07.00.00303-2004 – М.: РГП «Казахский институт метрологии», 2004.
6. Методика измерения активности радионуклидов с использованием сцинтилляционного бета-спектрометра с программным обеспечением «Прогресс» – Введ. 2014-02-08. – KZ.07.00.01239-2010. – Алматы: ИЯФ НЯЦ РК, 2014.
7. Методика определения содержания искусственных радионуклидов плутония – (239+240), стронция-90 в объектах окружающей среды (почвах, грунтах, донных отложениях и растениях). – Введ. 2010-12-01. – Рег. № 43151.4Б207/01. 00294-2010. – М.: НПО ВНИИФТРИ, 2010.

### СЕМЕЙ СЫНАҚ ПОЛИГОНЫ «4» СЫНАҚ АЛАҢЫНДА ӘСКЕРИ РАДИОАКТИВТІ ЗАТТЕКТЕРДІ СЫНАУ ӨТКІЗІЛГЕН ЖЕРЛЕРДІ АЛАҢДЫҚ РАДИАЦИЯЛЫҚ ЗЕРТТЕУІ

М.В. Скрипников, А.О. Айдарханов, М.А. Умаров, Е.В. Мустафина, П.Е. Кривицкий

*ҚР ҰЯО РМК «Радиациялық қауіпсіздік және экология институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан*

Бұл мақалада, бұдан бұрын әскери радиоактивті заттектерді сынау жүргізілген жерлерде, Семей сынақ полигоны аумағында орналасқан «4» сынақ алаңындағы радиоэкологиялық зерттеу нәтижелері келтірілді. Зерттеліп жатқан аумақта жаяу гамма-спектрометриялық түсіру, дискретті гамма-спектрометриялық түсіру, топырақтың радионуклидтік құрамының сапалық және мөлшерлік құрамын зертханалық анықтау жұмыстары орындалды. Радиоактивті ластанған 9 жаңа телім анықталды.

**Кілт сөздер:** Семей сынақ полигоны (ССП), әскери радиоактивті заттектер (ӘРЗ),  $^{90}\text{Sr}$ , жаяу гамма-спектрометриялық түсіру (ЖГСТ), дискретті гамма-спектрометриялық түсіру (ДГСТ) радиоактивті ластану.

### AREAL RADIOLOGICAL SURVEY OF THE VENUES OF WARFARE RADIOACTIVE AGENTS TESTS AT THE SITE «4» OF SEMIPALATINSK TEST SITE

M.V. Skripnikov, A.O. Aidarkhanov, M.A. Umarov, Ye.V. Mustafina, P.E. Krivitskiy

*Branch «Institute of Radiation Safety and Ecology» RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan*

The paper provides results of radioecological survey of the site «4» at the territory of Semipalatinsk Test Site, where warfare radioactive agents were tested. Pedestrian gamma-survey and discrete gamma-spectrometric survey was carried out at the territory researched, and also quantitative and qualitative radionuclide composition of soil was determined. 9 new radioactively contaminated areas were discovered.

**Keywords:** Semipalatinsk Test Site (STS), warfare radioactive agents (WRA),  $^{90}\text{Sr}$ , pedestrian gamma-survey (PGSS), discrete gamma-spectrometric survey (DGSS), radioactive contamination.

УДК 621.039

## О ПРОЦЕССАХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ В РЕАКЦИЯХ СИНТЕЗА

Котов В.М.

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

Работа посвящена проблемам физики реакций синтеза легких элементов. В этой области важную роль играют экспериментальные данные и создаваемые на их основе модели процессов взаимодействия ядер. Накоплены достаточно точные экспериментальные данные о сечениях взаимодействия, получены аппроксимационные формулы, описывающие зависимости сечений ряда реакций от энергии столкновения ядер. Однако, создание моделей детально описывающих протекание реакций сталкивается с такими трудностями, как сложности описания задач со многими переменными, сложности получения надежных экспериментальных данных в масштабах ядерных взаимодействий. В настоящей работе сделана попытка описания процессов синтеза в реакциях  $D-D$ ,  $D-T$ ,  $D-^3He$ ,  $T-T$  и  $^3He-^3He$  на основе возможности разделения взаимодействующих ядер на квазисвободные фрагменты. Выявлены три ведущие фрагмента в этих реакциях. Расчеты сечений на основании этих представлений дали интересные результаты. Определены области действия ядерных сил в этих реакциях.

**ВВЕДЕНИЕ**

Современная физика процессов ядерных взаимодействий основывается на квантово-механических представлениях, развитых, в основном, на исследованиях атомных процессов. Исследования ядерных процессов существенно сложнее, чем атомных. Это обусловлено как меньшими размерами действующих лиц, так и сложностями описания взаимодействия многих частиц, особенно в тяжелых ядрах.

За десятилетия исследований накоплен обширный материал, для понимания которого зачастую приходится использовать упрощенные модели, имеющие свои особенности и допустимые области применения. В любом случае эти модели не оспаривают основы квантово-механических представлений, среди которых – идентичность свойств нейтрона и протона в ядерных взаимодействиях, соблюдение принципа неопределенности Гейзенберга и т.п. Наиболее известна капельная модель, которая в целом не оперирует математикой квантовой механики. На основе капельной модели и представления о возможности существования в течение малых промежутков времени некоторых нестабильных связей, была построена модель «фрагментарных» состояний для расчета характеристик спонтанного деления тяжелых ядер [1].

В реакциях синтеза, где количество взаимодействующих нуклонов невелико, использование капельной модели нерационально. Однако, представление о разделении взаимодействующих ядер на фрагменты может быть полезным. Рассмотрим эти модели подробнее.

**1 МОДЕЛЬ СПОНТАННОГО ДЕЛЕНИЯ**

В модели считается, что в ядре постоянно происходит его преобразование из «основного» состояния с массой  $A$  и зарядом  $z$  в различные фрагменты. В общем случае возможность многократных обратимых преобразований нуклонов в ядре в ходе обменных операций можно записать в виде уравнения, в котором каждое ядро, внешне наблюдаемое как ядро с весом  $A$  и зарядом  $z$ , может рассматриваться как постоянно меняющийся набор фрагментов:

$$A, z = \Psi_{0,0}(A, z) + \Psi_{1,0}(A-1, z+n) + \Psi_{1,1}(A-1, z-1+p, n) + \Psi_{A/2, z/2}(A/2, Z/2 + A/2, z/2), \quad (1)$$

где:  $\Psi_{i,j}$  – вероятность состояния ядра с фрагментами, у которых масса большего фрагмента близка к  $A-i$ , а заряд меньшего равен  $j$ ,  $p$  – протон,  $n$  – нейтрон;

Для каждого из состояний уравнения (1) выполняется действие этого уравнения. Фрагменты любого из состояний  $\Psi_{i,j}$  взаимодействуют между собой, а фрагменты различных состояний существуют в разные отрезки времени.

Проведенные на основе капельной модели расчеты по формуле (1) периодов спонтанного деления тяжелых ядер показали хорошее согласие с экспериментальными данными (рисунок 1, [1]) для выбранных, общих для данных нуклидов, эмпирических коэффициентов. Подбор этих коэффициентов для отдельных нуклидов может прояснить особенности фрагментарных состояний, определяющих спонтанное деление.

На рисунке индекс после обозначения нуклида означает:  $E$  – эксперимент,  $R$  – расчет.

**2 ХАРАКТЕРИСТИКИ РЕАКЦИЙ СИНТЕЗА**

Проявление фрагментарных состояний в процессах спонтанного распада тяжелых ядер и в реакциях синтеза различное. Если в тяжелых ядрах проявляется вероятность появления тех или иных фрагментов в ходе длительных процессов взаимодействия нуклонов, то в ходе реакции синтеза время очень маленькое, на уровне  $10^{-22}$  секунды.

В реакциях синтеза происходит деформация взаимодействующих ядер, в ходе которой продукты реакции образуются из вероятных фрагментов с высокой энергией связи нуклонов.

Характеристики реакций синтеза, рассматриваемых в настоящей работе, представлены в таблице 1. В таблице 2 приведены характеристики ядер реакций синтеза.

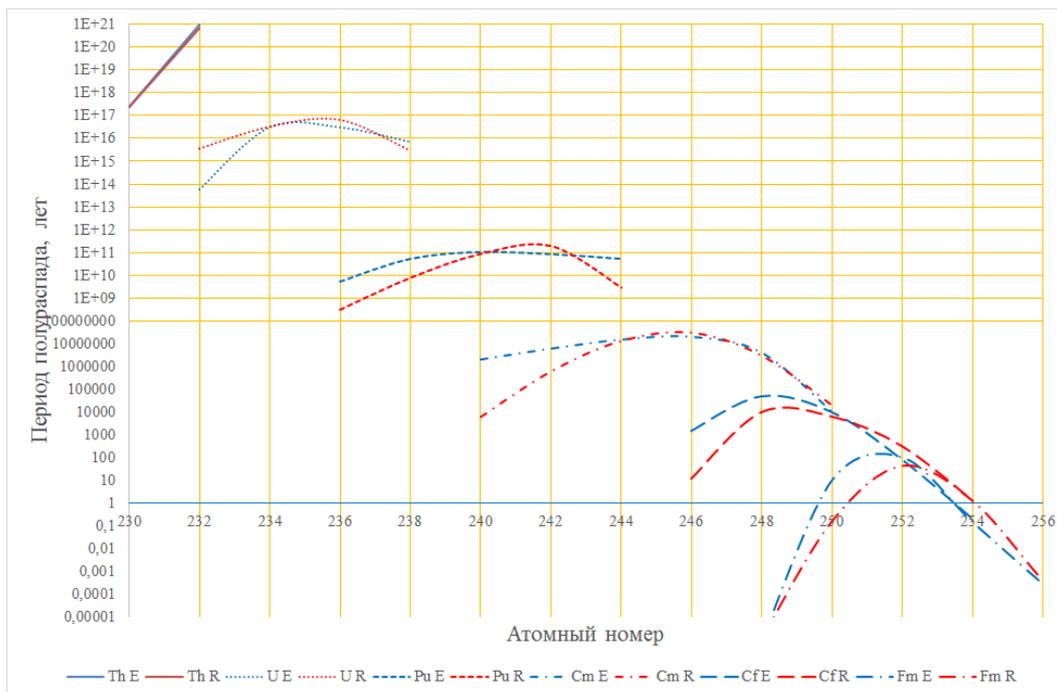


Рисунок 1. Сравнение расчетных и экспериментальных периодов спонтанного деления

Таблица 1. Характеристики реакций синтеза

№	Исходные ядра	Продукты реакции, энергия МэВ		ΣE, МэВ	L max, 10 <sup>-13</sup> см
1	D + D	T – 1,01	p – 3,02	4,03	6,5
2		<sup>3</sup> He – 0,82	n – 2,45	3,27	
3	D + T	<sup>4</sup> He – 3,5	n – 14,1	17,6	12,2
4	D + <sup>3</sup> He	<sup>4</sup> He – 3,6	p – 14,7	18,3	
5	T + T	<sup>4</sup> He	2 n – 11,3	11,3	4,78
6	<sup>3</sup> He + <sup>3</sup> He	<sup>4</sup> He	2 p, γ – 12,85	12,85	

Таблица 2. Характеристики нуклонов и ядер

№	Нуклон, ядро	m, MeV	Esv, MeV	Esv/n, MeV	R ядра, 10 <sup>-13</sup> см
0	n	0,511			1,24–1,35
1	<sup>1</sup> H	1836,15152	0	0	
2	<sup>2</sup> H	3673,596	2,2	1,1	1,56–1,7
3	<sup>3</sup> H	5511,042	8,5	2,83	1,88–2,05
4	<sup>3</sup> He	5509,748	7,7	2,57	
5	<sup>4</sup> He	7347,193	28,3	7,08	1,97–2,14

Для реакций синтеза важно знать область действия ядерных сил. По современным понятиям эта область ограничена сферой с радиусом, называемым радиусом ядра, определяемым для каждого ядра формулой:

$$R = K \cdot A^{1/3} \cdot 10^{-13} \text{ см}, \quad (2)$$

где: A – количество нуклонов в ядре; K = 1,24 по [2] или 1,35 по [3].

Попробуем уточнить область действия ядерных сил на основании некоторых экспериментальных данных.

### 3 СОПРЯЖЕНИЕ ЯДЕРНЫХ И ЭЛЕКТРОМАГНИТНЫХ ВЗАИМОДЕЙСТВИЙ

Различие области действия ядерных и электромагнитных сил объясняется свойствами частиц, участвующих в обменных процессах. В ядерных взаимодействиях это π-мезоны, в электромагнитных – фотоны. π-мезон имеет массу отличную от нуля, масса фотона близка к нулю. В соответствии с соотношением неопределенности Гейзенберга время обмена нуклонов π-мезонами не может превышать величины, определяемой выражением:

$$dE \cdot dt \geq h, \quad (3)$$

где dE = m<sub>π</sub> · c<sup>2</sup> – энергия покоя π-мезона.

Расстояние, на которое может переместиться π-мезон за время dt, двигаясь со скоростью света, составляет L = h · c / (m<sub>π</sub> · c<sup>2</sup>) = 1,2 · 10<sup>-13</sup> см. Для нулевой массы фотона время обмена и расстояние взаимодействия не ограничены.

Рассмотрим случай ядерных реакций синтеза 1 и 2 таблицы 1 с ядрами дейтерия.

В первой из этих реакций конечными продуктами являются тритий и протон. Начальное расстояние при движении протона, освободившегося от ядерных сил, на основе электростатического взаимодействия протона с ядром трития, можно рассчитать по формуле:

$$L = q^2 / 4 \cdot \pi \cdot \epsilon \cdot Q, \quad (4)$$

где: q – заряд протона и трития; ε – электрическая постоянная; Q – работа электрических сил, совершенная при выходе протона.

Расстояние между протоном и тритием составит 1,22 · 10<sup>-13</sup> см, что существенно меньше радиуса три-

тия. В ходе начального движения протона и трития формула (4) не будет действовать, так как заряды трития и протона распределены в их объемах, и сила отталкивания во время соприкосновения нуклонов, и общая энергия будут много меньшими. Необходимое расстояние для действия формулы (4) будет большим 3,12–3,4. Это говорит о необходимости учета ядерных сил при разделении продуктов реакции.

На этом можно и остановиться, оставив вне поля зрения момент прекращения действия ядерных сил и начальное расстояние между протоном и тритием с это время. Математика квантово-механических расчетов пока не дает этой информации.

Однако, эту информацию можно получить на основе экспериментальных данных таблицы 1 с использованием представления о равенстве свойств протона и нейтрона в ядерных взаимодействиях. В таком случае, ядерные реакции 1 и 2 идентичны. В каждой из них три нуклона отделяются от одного нуклона, причем, если не с абсолютно равными, то с близкими выделяемыми энергиями. Следовательно, на момент прекращения ядерного взаимодействия, получаемые ими энергии будут равны.

Эти энергии, можно рассчитать по данным реакции 2, в которой нейтрон является электрически нейтральной частицей. Избыток энергии протона в реакции 1 получается в ходе электрического отталкивания его от трития после завершения ядерного взаимодействия. Тогда и расстояние разрыва ядерных сил можно получить по формуле (4), принимая в ней энергию протона, равной разнице энергий протона и нейтрона в реакциях 1 и 2. Расстояние разрыва ядерных сил в этих реакциях получается равным  $6,5 \cdot 10^{-13}$  см. Данное расстояние примерно в 2 раза больше расстояния, на котором обеспечивается контакт продуктов реакции по формуле (2).

Среди реакций синтеза есть еще сопряженные пары реакций, в которых можно рассчитать расстояние разрыва ядерных сил – это реакции 3 и 4, а также реакции 5 и 6 таблицы 1. Отличиями в данных реакциях являются больший заряд ядра, от которого отталкиваются протоны и большие энергии, получаемые протонами и нейтронами.

Расстояние разрыва ядерных сил для реакций  $D-T$  и  $D-^3He$  равно  $12,2 \cdot 10^{-13}$  см, что в ~4 раза больше оценок по формуле (2).

Для реакций  $T-T$  и  $^3He-^3He$  расстояние разрыва ядерных сил равно  $4,78 \cdot 10^{-13}$  см. Это расстояние – минимальное среди приводимых реакций. Возможно, оно связано с симметрией разлета протонов и нейтронов в этих реакциях.

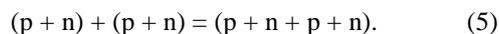
В любом случае полученные данные о расстояниях между продуктами реакции синтеза на момент прекращения ядерных сил говорят о неточности понимания взаимодействующих продуктов, как сферических ядер с фиксируемыми радиусами, определяемыми по [2, 3].

#### 4 ФРАГМЕНТЫ В РЕАКЦИЯХ СИНТЕЗА

Реакции синтеза проходят в результате столкновения двух ядер с достаточно высокой энергией. Энергия столкновения способствует преодолению барьера, обусловленного электрическими силами двух одноименных зарядов. Можно полагать, что в ходе столкновения происходит деформация ядер исходных продуктов. Деформация обеспечивает то или иное разделение ядер на короткое время на фрагменты. В дальнейшем рассмотрим в качестве составляющих ядер нейтроны и протоны. Начнем с реакций 1 и 2 взаимодействия  $D-D$ .

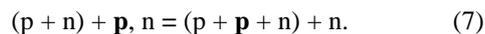
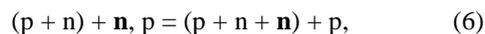
##### Реакции $D-D$

В ходе прямого взаимодействия ядер дейтерия можно было бы ожидать образование  $^4He$ :



Однако эксперименты говорят о малой вероятности такой реакции. Причиной тому – высокий кулоновский барьер.

Более вероятен процесс в котором, по крайней мере в одном из ядер дейтерия возможно образование квазисвободного состояния нуклонов. При этом становится возможным прохождение двух реакций:

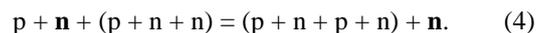


Эти реакции имеют близкую вероятность прохождения. Среднее отношение сечения реакции (7) к сечению реакции (6) в диапазоне энергий столкновения до 2 МэВ по [4, 5] составляет ~12%, при оцененной ошибке каждого сечения до 10%.

##### Реакции $D-T$

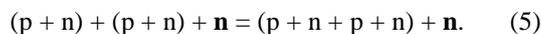
Следует рассмотреть несколько вариантов этой реакции:

*1 вариант – фрагментация дейтерия:*



В ходе реакции образуются экспериментально подтверждаемые нуклиды. При такой фрагментации соединение трития с нейтроном (при отсутствии кулоновского барьера приводит к быстрораспадающему ядру).

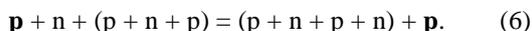
*2 вариант – фрагментация ядер трития:*



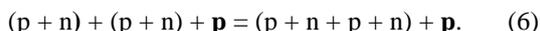
В ходе реакции образуются экспериментально подтверждаемые нуклиды. Возможно, что максимальное сечение реакции в сравнении с другими реакциями синтеза объясняется наличием этих двух каналов. Присутствие квазисвободного нейтрона делает возможным реакцию (5). Полу-разорванные связи нейтрона с фрагментом (p+n) обеспечивают связь фрагмента (p+n) с ядром дейтерия (сравнить с реакцией по формуле (5)). Возможно, что высокая вероятность фрагментации трития связана с его радиоактивностью.

### Реакции D-<sup>3</sup>He

В ходе взаимодействия более вероятно разделение дейтерия на фракции, т.к. энергия связи нуклонов в нем меньше, чем в <sup>3</sup>He. Взаимодействие <sup>3</sup>He с нейтроном приводит к образованию <sup>4</sup>He с высокой энергией связи нуклонов:



Возможна реакция с фрагментацией гелия-3:

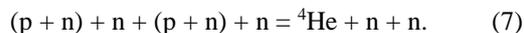


Как и для реакции (5) слияние фрагментов (p+n) проходит под действием квазисвободного протона.

В ходе обеих реакций образуются экспериментально подтверждаемые нуклиды. Образование в рамках фрагментарной модели быстрораспадающегося ядра <sup>5</sup>Li из нефрагментированных ядер так же маловероятно, как и реакции (5), по тем же причинам.

### Реакции T-T

Реакция проходит с фрагментацией обоих ядер трития:

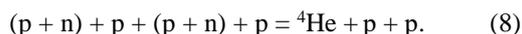


Необходимость фрагментации обоих ядер трития обуславливает ее меньшую вероятность, чем реакции D-T. Казалось бы, что высокая фрагментация ядер трития в данном случае должна бы увеличить вероятность реакции. Но здесь оказывает влияние необходимость одновременной фрагментации двух ядер трития, каждая из которых меньше единицы.

Реакция взаимодействия одного фрагментированного ядра возможна, но она приводит к образованию быстрораспадающегося <sup>5</sup>He.

### Реакции <sup>3</sup>He-<sup>3</sup>He

Как и в варианте реакций T-T реализуется реакция, в которой каждое ядро <sup>3</sup>He разделяется на фрагменты:



Реакция взаимодействия одного фрагментированного ядра с другим «полным» ядром возможна, но она приводит к образованию быстрораспадающегося <sup>5</sup>Li.

## 5 РАСЧЕТ ХАРАКТЕРИСТИК ФРАГМЕНТАЦИИ

Расчет относительных вероятностей фрагментации ядер – участников реакций синтеза проводился на основании следующих уравнений, связывающих расчетные значения сечений с вероятностями фрагментарных состояний:

- реакция D-D, первая:  $\sigma_1 = F \cdot P_1 \cdot Y$ ;
- реакция D-D, вторая:  $\sigma_2 = F \cdot P_1$ ;
- реакция D-T:  $\sigma_3 = F \cdot (P_1 + P_2)$ ;
- реакция D-<sup>3</sup>He:  $\sigma_4 = F \cdot (P_1 + P_3)$ ;
- реакция T-T:  $\sigma_5 = F \cdot P_2^2$ ;
- реакция <sup>3</sup>He-<sup>3</sup>He:  $\sigma_6 = F \cdot P_3^2$

где: Y – фактор, учитывающий различие сечений взаимодействия реакций 1 и 2; F – согласующий множитель.

Расчет сечений реакций проводился по данным [5]. В расчетах принято значение  $F = 100$  для получения вероятностей фрагментаций меньшими единицы. Проверка при  $F = 10$  показала близкую зависимость параметров от энергии столкновения. На рисунке 2 показаны зависимости параметров P1, P2, P3, P12 и P13 от энергии столкновения исходных ядер. Для лучшей представительности результатов в области малых энергий столкновения, ось энергии столкновения трансформирована в ось приведенной скорости, со значениями, равными квадратному корню от энергии столкновения, выраженной в кэВ.

Анализ данных рисунка 2 показывает:

При энергии столкновения 10 кэВ (приведенная скорость ~3) вероятности фрагментации P3 и P13 в реакциях <sup>3</sup>He-<sup>3</sup>He и D-<sup>3</sup>He близки к нулю.

До энергии столкновения ядер 100 кэВ (приведенная скорость 10) минимальная вероятность фрагментации P3 наблюдается в реакции <sup>3</sup>He-<sup>3</sup>He.

Наибольшая вероятность фрагментации P2 и P12 в диапазоне энергий до 1160 кэВ (приведенная скорость 34) наблюдается в реакциях T-T и D-T. В диапазоне энергий 25–169 кэВ (приведенные скорости 5–13) наблюдается максимум вероятности фрагментации P12 (реакция D-T).

При энергии столкновения более 1160 кэВ максимальная фрагментация имеется в реакции <sup>3</sup>He-<sup>3</sup>He.

Большая фрагментация трития, чем фрагментация гелия-3, наблюдаемая до энергии 1160 кэВ может быть объяснена радиоактивностью трития, а большая фрагментация гелия-3, чем фрагментация трития при энергии более 1160 кэВ может быть объяснена влиянием меньшей энергии связи в ядре гелия-3, чем энергия связи в ядре трития.

С ростом энергии столкновения в реакциях D-T и D-<sup>3</sup>He, выше энергий с максимальным сечением, снижается фрагментация трития и гелия-3. При энергии, близкой к 2 МэВ, фрагментации в этих реакциях приближаются к значениям, обусловленным фрагментацией дейтерия.

Данные о значениях фрагментации взаимодействующих ядер и области действия ядерных сил могут быть полезны при создании расчетной программы взаимодействия ядер в реакциях синтеза с математикой квантовой механики.

Для более точного определения параметров фрагментаций необходимо иметь экспериментальные данные зависимостей сечений реакций от энергии столкновения, в том числе сечений рассеивания и сечений образования короткоживущих ядер. Вызывает сомнение независимость конечных энерговыделений от энергии столкновения ядер, приводимая в известных источниках.

Уточнение параметров реакций может быть получено с использованием технологии встречных пучков ионов, например, подобной [6].

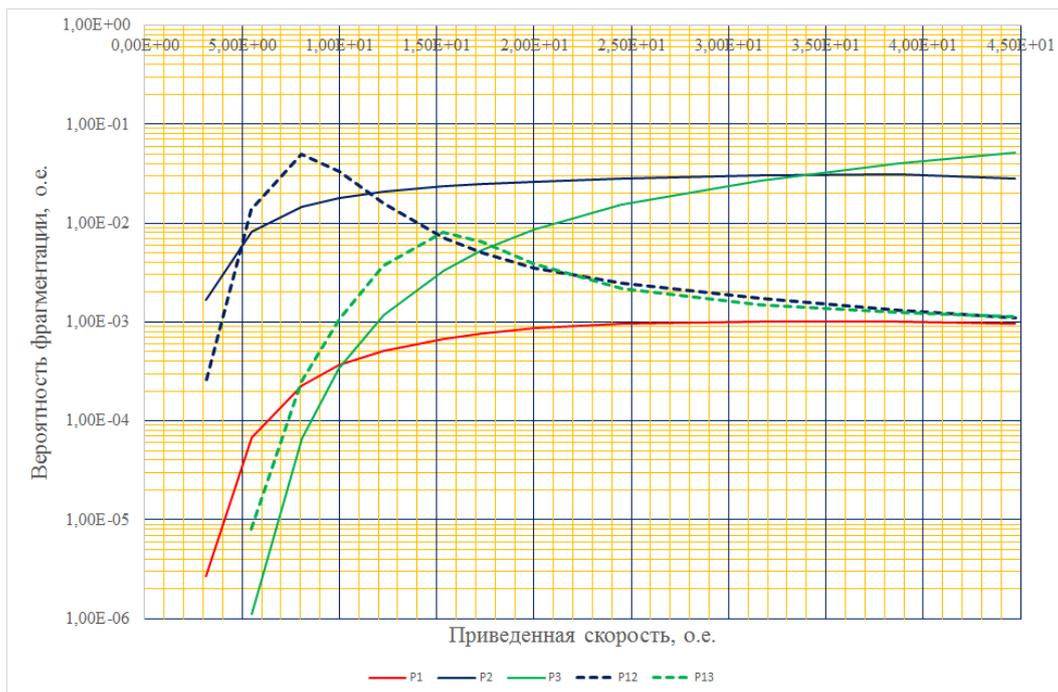


Рисунок 2. Влияние энергии столкновения на расчетные параметры реакций при  $F=100$

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Определено максимальное расстояние действия ядерных сил в ходе ряда реакций синтеза легких ядер. Оно получилось существенно большим, чем сумма радиусов конечных продуктов реакций, определяемых по известным формулам.

На основе реакций  $D-D$  показана причина малой вероятности прямого взаимодействия исходных ядер, показана возможность прохождения реакций двух типов с использованием фрагментации одного из исходных ядер.

Ход реакций синтеза в ходе взаимодействия пар  $D-D$ ,  $D-T$ ,  $D-^3He$ ,  $T-T$ ,  $^3He+^3He$  может быть объяснен фрагментацией трех ядер – дейтерия, трития и гелия-3.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Котов В.М. Фрагментарная модель обменных взаимодействий. // Вестник НЯЦ РК, 2000 г. Вып.4, с. 134–137.
2. Широков Ю.М., Юдин Н.П. Ядерная физика. // М. «Наука», Главная редакция физико-математической литературы. 1980 г.
3. Стогов Ю.В. Основы нейтронной физики // Учебное пособие. М.: МИФИ, 2008, 204 с.
4. Bosch H.-S., Hale G.M. Improved formulas for fusion cross-sections and thermal reactivities // Nuclear Fusion 32, 4. 1992. P. 611–631; Erratum // Nuclear Fusion 33, 12. 1993. P. 1919.
5. С.В. Путвинский. Альфа-частицы в токамаке. // Вопросы теории плазмы: Сб. науч. ст. Вып. 18, Под. ред, Б.Б. Кадомцева. – М., Энергоатомиздат, 1990, с. 209–315.
6. Котов В.М., Котов С.В. Реакторы синтеза с использованием ускорителей ионов. // Вестник НЯЦ, 2019, вып. 4, с. 91–97.

Максимальные значения имеют вероятности фрагментации трития и гелия-3, минимальную – дейтерия.

Показана зависимость фрагментации от энергии столкновения исходных ядер.

Для совершенствования предложенной модели необходимо экспериментальное уточнение характеристик сечения реакций синтеза с учетом сечения «побочных» процессов, в том числе рассеивания и образования короткоживущих ядер.

Наиболее достоверные данные могут быть получены на основе установки со встречными пучками ускоренных ионов.

**СИНТЕЗ РЕАКЦИЯСЫНДА ӨЗАРА ӘРЕКЕТТЕСУ ПРОЦЕССТЕРІ ТУРАЛЫ**

**В.М. Котов**

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

Жұмыс жеңіл элементтердің синтез реакциясының физика мәселесіне арналған. Осы салада маңызды рольды эксперименттік деректер және олардың негізінде құрылатын ядролардың өзара әрекеттесу процесстерінің модельдері ойнайды. Өзара әрекеттесу қималары туралы нақты жеткілікті деректер жиналған, ядролардың соғылысу энергиясынан реакция қатарының қимасының байланысын сипаттайтын аппроксимациялық формулалар алынды. Бірақ, реакциялардың өтуін толық сипаттайтын модельдерді жасау, ядролық өзара әрекеттесу масштабтарында сенімді эксперименттік деректерді алу күрделілігі, көптеген айнымалы міндеттерді сипаттау күрделілігі секілді, осындай қиындықтармен тап болады. Осы жұмыста квази еркін фрагменттерге өзара әрекеттесетін ядроларды бөлу мүмкіндігі негізінде **D-D**, **D-T**, **D-<sup>3</sup>He**, **T-T** и **<sup>3</sup>He-<sup>3</sup>He** реакцияларда синтездің процесстерін сипаттау әрекеті жасалды. Осы реакцияларда үш жетекші фрагменттер белгіленді. Осы ұсыныстардың негізінде қималардың есептері қызықты нәтижелер берді. Осы реакцияларда ядролық күштердің әрекетінің салалары белгіленді.

**ON INTERACTION PROCESSES IN SYNTHESIS REACTIONS**

**V.M. Kotov**

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

The paper is devoted to the problems of synthesis reaction physics of light elements. In this area, experimental data and models of nuclei interaction processes created on their basis play an important role. Quite accurate experimental data on the interaction cross sections have been accumulated, approximation formulas have been obtained that describe dependences of the cross sections of a number of reactions on nuclear collision energy. However, creation of models that describe in detail the progress of reactions encounters such difficulties as complexity to describe problems with many variables, difficulties of obtaining reliable experimental data on the scale of nuclear interactions. This paper provides an attempt to describe the synthesis processes in the **D-D**, **D-T**, **D-<sup>3</sup>He**, **T-T** и **<sup>3</sup>He-<sup>3</sup>He** reactions based on the possibility to separate interacting nuclei into quasi-free fragments. Three leading fragments in these reactions were revealed. The calculations of the cross sections based on these representations gave interesting results. Areas of action of nuclear forces in these reactions were determined.

## РАЗРАБОТКА ИНФОРМАЦИОННО-УПРАВЛЯЮЩЕЙ СИСТЕМЫ УСТАНОВКИ «КОРИНА-2»

Наурызбаев Р.Ж., Сысалетин А.В., Ермаков В.А., Ильиных С.А., Кудранова А.Б., Сапатаев Е.Е.

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

В 2019 году в Филиале «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК (Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК) проводились работы по разработке информационно-управляющей системы (ИУС) установки «КОРИНА-2». Были сформулированы задачи, которые решались в результате реализации указанного проекта, разработаны алгоритмы обработки данных от первичных преобразователей, способы визуализации и представления информации на рабочий экран оператора. Итогом данной работы является система, в которой реализовано осуществление таких функций как измерение, вычисление, управление, регистрация и отображение экспериментальной информации на установке «КОРИНА-2».

### ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время для хранения ядерного топлива применяется упаковка на основе герметичных чехлов из нержавеющей стали, которые являются вторым барьером для выхода радионуклидов в окружающую среду [1].

Основанием для беспокойства при сухом длительном хранении топливных сборок является опасность возможного коррозионного растрескивания оболочек твэлов, обусловленная действием растягивающего напряжения, возникающего за счет давления газообразных продуктов деления внутри твэла. В процессе нейтронного облучения материал оболочек твэлов значительно изменяет свои свойства. Однако расчетные оценки показывают незначительный рост напряжения в оболочках твэлов за 40 лет хранения [2].

Установка «КОРИНА-2» разработана для выполнения коррозионных испытаний конструкционных материалов отработавших ТВС реактора БН-350 при воздействии температуры и растягивающей нагрузки. Данная установка является модифицированной версией установки «КОРИНА», разработанного в 2009 г. Основным отличием от предшествующей модели является применение цельнолитого каркаса для увеличения жесткости, применены самоцентрирующие захваты, использована двухконтурная печь для снижения градиента температуры и применены высокоточные средства измерений [3–5].

Для успешного проведения исследований и оперативного управления ими очень важно своевременное предоставление достоверной информации в нужном виде, в нужном месте, и в нужное время, причем данная информация должна быть очень быстро обработана. Таким образом, ИУС должна обеспечивать качественно новые возможности для более точных измерений, обработки и последующего анализа получаемых данных, представления информации на современном гибком и удобном интерфейсе и гарантировать стабильность работы, точность и полноту сбора данных. Для решения поставленных задач отделом автоматизации систем контроля и управления, совместно с лабораторией радиационного материа-

ловедения Филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК разработана информационно-управляющая система установки «КОРИНА-2».

### ЗАДАЧИ ИУС ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЙ УСТАНОВКИ «КОРИНА-2»

На данный момент исследования на установке «КОРИНА-2» направлены на одноосное растяжение при механических испытаниях (с целью определения прочностных характеристик, таких как предел прочности, предел текучести, относительное удлинение и т.п.), коррозионных испытаниях при постоянной скорости деформации или постоянной растягивающей нагрузке.

Схема установки «КОРИНА-2» представлена на рисунке 1.

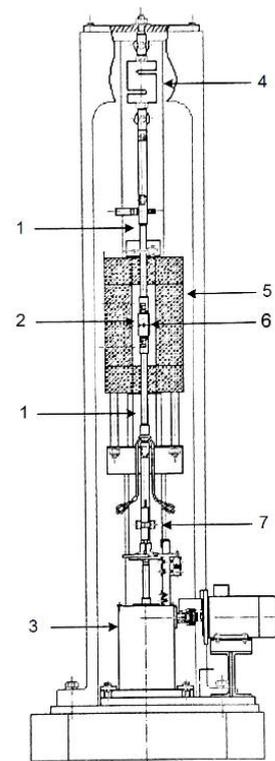


Рисунок 1. Установка «КОРИНА-2»

В состав экспериментальной установки входят:

- 1) охлаждаемые тяги;
- 2) захваты;
- 3) редуктор;
- 4) динамометр;
- 5) нагревательная камера;
- 6) образец;
- 7) датчик измерения деформации образцов.

Во время испытаний, для поддержания постоянной нагрузки на образец, необходимо контролировать удлинение образца и, в соответствии с этим, изменять усилие, действующее на образец. Изменение усилия, действующего на образец, достигается управлением двигателя редуктора. Данная функция реализована с помощью разработанной в настоящее время ИУС.

ИУС установки «КОРИНА-2» представляет собой комплекс измерительных средств и вспомогательного оборудования и предназначена для осуществления следующих функций:

- сбор и преобразование измерительной аналоговой информации от первичных преобразователей экспериментальной установки;
- расчёт по заданному алгоритму и отображение текущих значений результатов косвенных измерений на экране оператора;
- формирование управляющих сигналов на агрегаты установки и управление системой нагружения образца по заданному значению нагрузки;
- регистрация текущей измерительной информации;
- отображение значений измеряемых физических величин (температуры в нагревательной камере установки – °С, удлинения образца – мм, силы растяжения образца – кН), в графической форме;
- сохранение данных на магнитных носителях ПЭВМ-контроллера в виде файлов в формате Microsoft Excel.

#### ВХОДНЫЕ И ВЫХОДНЫЕ ДАННЫЕ

В программном обеспечении ИУС реализованы вычисления нагрузки на образец, изменения его сечения и удлинения.

Длина образца после нагружения рассчитывается по формуле:

$$L_i = L_0 + \Delta L_i,$$

где  $L_0$  – начальное значение длины (задается вручную), мм;  $\Delta L_i$  – удлинение образца (измеряется датчиком Mitutoyo ID-F 125), мм<sup>2</sup>.

Сечение образца рассчитывается по формуле:

$$S_i = S_0 \cdot (L_0 / L_i),$$

где  $L_i$  – длина исследуемого образца после нагружения, мм;  $S_0$  – начальное значение сечения и длины (задается вручную), мм<sup>2</sup>;  $L_0$  – начальное значение длины (задается вручную), мм.

Значение нагрузки  $\sigma_i$  (Н/мм<sup>2</sup>) вычисляется по формуле:

$$\sigma_i = (F_i / S_i),$$

где  $F_i$  – сила растяжения образца (измеряется динамометром Мегавес ДАЦ-У-5-1/4), Н;  $S_i$  – изменение сечения образца, мм<sup>2</sup>.

Температура в нагревательной камере установки измеряется термопарами типа К (хромель-алюмелевые термопары, ХА). Термопары подключены к модулю ICP DAS ET-7019Z, который самостоятельно пересчитывает электрические сигналы с термопар (мВ) в физические значения (°С) и передает значения на АРМ оператора.

Все значения регистрируются в файл Microsoft Excel (.csv) на АРМ оператора.

#### ВЫБОР АППАРАТНЫХ И ПРОГРАММНЫХ СРЕДСТВ ДЛЯ РАЗРАБОТКИ ИУС

При выполнении работ в части создания программного обеспечения ИУС установки «КОРИНА-2» осуществлен подбор аппаратных и программных средств, обеспечивающих техническую реализацию проекта. Реализованы алгоритмы вычислений для представления значений измеряемых параметров в единицах физических величин.

Структурная схема ИУС экспериментальной установки «КОРИНА-2» приведена на рисунке 2.

Конструктивно ИУС состоит из ПЭВМ, модуля ввода/вывода ADAM серии 4000 [6], модуля ICP DAS ET-7019Z, электронного динамометра ДАЦ-У-5-1/1 и датчика линейного перемещения Mitutoyo ID-F 125:

- Модуль ADAM-4520 представляет собой устройство гальванической развязки и преобразования сигналов интерфейса RS-232 в сигналы, соответствующие стандартам EIA RS-485, и обратного преобразования. Модуль служит для управления преобразователем частоты векторным ПЧВ 102-1 K5-B;
- Модуль ввода/вывода ICP DAS ET-7019Z служит в ИУС для чрезвычайно точного измерения аналоговых сигналов от термопар и имеет автоматическую компенсацию холодного спая для каждого канала. Для удаленного чтения сигналов термопар модуль соединен с специальной платой клемников DN1822 через кабель CD-2518D (25 pin). Связь с ПЭВМ осуществляется по Ethernet-интерфейсу (10/100 Base-TX). Модуль представлен на рисунке 3;
- Включение электронного динамометра ДАЦ-У-5-1/4 и датчика измерения растяжения Mitutoyo ID-F 125 в схему ИУС осуществляется через интерфейс RS-232, для чего на АРМ оператора установлены специальные драйверы виртуальных СОМ-портов (USB to COM). Для объединения в общую систему всех компонентов был интегрирован алгоритм опроса (драйвер) в программное обеспечение ИУС установки «КОРИНА-2», а именно в SCADA систему (Supervisory Control And Data Acquisition System) Trace Mode 6, производства AdAstra, Россия [7].

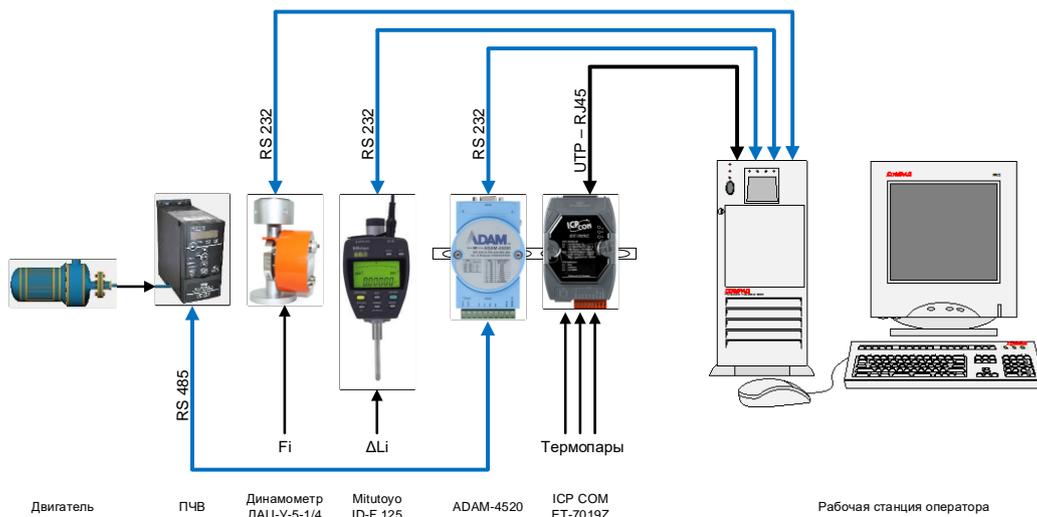


Рисунок 2. Структурная схема ИУС установки «КОРИНА-2»



Рисунок 3. Модуль ввода/вывода ICP DAS ET-7019Z

Для разработки программного обеспечения ИУС установки, в качестве средства программирования контроллеров и разработки графических экранов АРМ операторов, выбран программный продукт Trace Mode 6. Выбор обусловлен тем, что инструментальная система Trace Mode 6 состоит из интегрированной среды разработки и отладочного монитора реального времени – профайлера, поддерживает архитектуру ADAM 4000 и позволяет выполнить программирование ПЭВМ по заданной конфигурации ИУС.

Система Trace Mode 6 представляет собой пакет программного обеспечения на основе операционной системы Microsoft Windows, предназначенный для разработки и выполнения прикладных программ по

сбору данных о состоянии технологических систем, оперативному контролю и управлению технологическими процессами.

В частности, Trace Mode 6 включает инструменты для создания человеко-машинного интерфейса, включая анимированные графические дисплеи реального времени, тренды, а также сводки по сигналам тревоги и событиям системы, возможность выбора методов регистрации данных [8].

Для интеграции с другими программными продуктами и расширения функциональных возможностей разрабатываемых проектов в Trace Mode 6 встроена поддержка таких технологий, как ActiveX, VBA, OLE, ODBC, OPC и DDE.

Для настройки модуля ICP DAS ET-7019Z принято решение использовать программное обеспечение Modbus Utility фирмы ICP DAS, в которой автоматически установлены все компоненты, необходимые для правильной эксплуатации ИУС, поставляемое вместе с модулями ICP DAS. Программное обеспечение Modbus Utility позволяет произвести поиск и настройку модулей ICP DAS.

В ИУС использован «дисплейный» способ контроля и управления (основным средством представления информации оператору и выдачи управляющих команд являются дисплейные терминалы с цветными графическими дисплеями и функциональными клавиатурами), а также «дисплейное» задание режимов работы оборудования, микропроцессорные средства среднего уровня, высокий уровень автоматизации. Разработанный экран оператора представлен на рисунке 4.

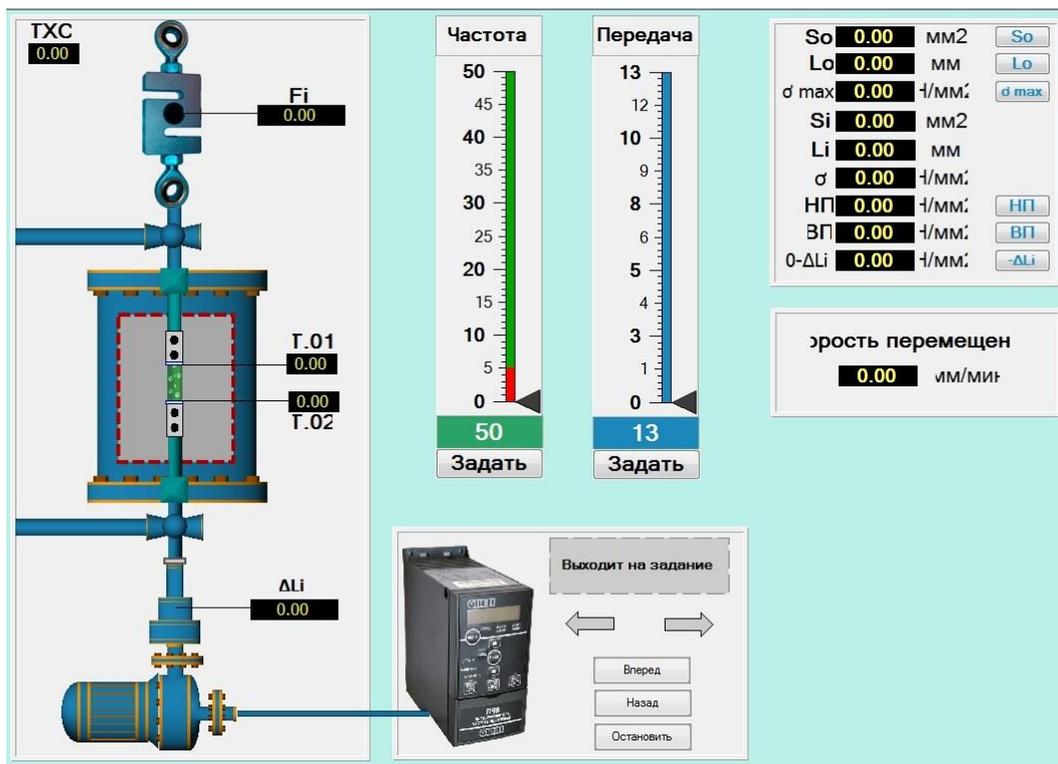


Рисунок 4. Экран оператора

По итогам реализации указанного проекта обеспечено выполнение всех указанных в настоящей статье технических требований к измерительной и управляющей системе экспериментальной установки «КОРИНА-2». В разработанной ИУС применены эргономические оформленные рабочие места операторов управления установкой, в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50923-96 [9].

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Изучение поведения отработавших топливных сборок ядерных реакторов при их длительном сухом хранении: отчет о НИР (заключительный): 02.02.05 / ДГП ИАЭ РГП НЯЦ РК; рук. Б.Д. Уткелбаев. – Курчатов, 2009. 20 с. – № ГР 0105РК00017.
2. Исследование изменений структурно-фазового состояния и коррозионной стойкости конструкционных материалов ОТВС РУ БН-350 в результате реакторного облучения, и последующего термического и механического воздействия: отчет о НИР (промежуточный) / Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК; В.В. Бакланов, Е.Т. Коянбаев, Е.Е. Сапатаев [и др.]. – Курчатов, 2015. – ГР № 0115РК02012.
3. Установка «КОРИНА-2»; Техническое задание на разработку / Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК; №744вн/12-230-02. – Курчатов, 2015 г.
4. Разработка установки «КОРИНА-2». Қызатов А.С., Сапатаев Е.Е., Каражигитов Д.Б. – Ядерный потенциал Республики Казахстан: Сборник докладов, выпуск 13 - Астана, 2017 г.
5. Акт о вводе в эксплуатацию установки «КОРИНА-2» / Филиал ИАЭ РГП НЯЦ РК; №12-230-02/2368вн – Курчатов, 2019 г.
6. ADAM 4000 Series Data Acquisition Modules User's Manual, Edition 10.3 – 2006 Advantech Co., Ltd.
7. Интегрированная среда разработки Trace Mode 6; AdAstra Research Group. Ltd.; Москва. – 2016.
8. Руководство пользователя SCADA Trace Mode 6. Том 1. 14 издание. – Москва 2011.
9. ГОСТ Р 50923-96. Дисплеи. Рабочее место оператора. Общие эргономические требования и требования к производственной среде. Методы измерения. – М.: Изд-во стандартов, 1988.

#### Выводы

В результате проделанной работы разработана ИУС установки «КОРИНА-2», предназначенная для ввода сигналов первичных преобразователей (датчиков), регистрации и представления данных в виде измеряемых физических величин, а также вывода управляющего сигнала на асинхронный двигатель, удовлетворяющая требованиям технического задания.

**«КОРИНА-2» ҚОНДЫРҒЫСЫНЫҢ АҚПАРАТТЫҚ-БАСҚАРУ ЖҮЙЕСІН ӘЗІРЛЕУ**

**Р.Ж. Наурызбаев, А.В. Сысалетин, В.А. Ермаков, С.А. Ильиних, А.Б. Кудранова, Е.Е. Сапатаев**

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

2019 жылы ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалында «КОРИНА-2» қондырғысының ақпараттық-басқару жүйесін (АБЖ) әзірлеу бойынша жұмыстар жүргізілді. Аталған жобаны іске асыру нәтижесінде межелі міндеттер шешілді, бастапқы түрлендіргіштерден алынған деректерді өңдеу алгоритмдері, оператордың жұмыс экранына ақпаратты визуализациялау және ұсыну тәсілдері әзірленді. Бұл жұмыстың қорытындысы «КОРИНА-2» қондырғысында эксперименттік ақпаратты өлшеу, есептеу, басқару, тіркеу және көрсету сияқты функцияларды жүзеге асыратын жүйе болып табылады.

**INFORMATION AND MANAGEMENT SYSTEM DEVELOPMENT FOR “KORINA-2” FACILITY**

**R.Zh. Nauryzbayev, A.V. Sysaletin, V.A. Yermakov, S.A. Ilyinykh, A.B. Kudranova, E.E. Sapatayev**

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

In 2019 members of the “Institute of Atomic Energy” branch of RSE NNC RK carried out work on Information and Management System (IMS) development for “KORINA-2” facility. Tasks were defined, solved as a result of indicated project implementation, data processing algorithms from primary converters, methods for information visualization and presentation on operator’s display screen were developed. The outcome of this work was a system, in which functions such as measurement, calculation, management, registration and display of experimental information at “KORINA-2” facility were implemented.

УДК 620.196.19

**ОЦЕНКА КОРРОЗИОННОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛА ЧЕХЛА ОТРАБОТАВШИХ ТВС РЕАКТОРА БН-350 ПОСЛЕ КРАТКОВРЕМЕННОГО ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ**

Кожаметов Е.А., Коянбаев Е.Т., Даулетханов Е.Д., Мухамеджанова Р.М., Уркунбай А.С., Сапатаев Е.Е.

*Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан**kozahmetov\_e@nnc.kz*

Представлены результаты кратковременных термических испытаний образцов ОТВС в интервале температур 450–900 °С. Определены зависимости формирования коррозионного слоя материала ОТВС от температуры термических испытаний различными способами. Установлено, что с повышением температуры изохронного воздействия выше 750 °С проявляется заметное расхождение между зависимостями, определенными различными методами, обусловленное протеканием неравномерной (локализованной) коррозии.

**Ключевые слова:** реактор БН-350, ОТВС, «мокрое» хранение, ферритно-мартенситная сталь, нейтронное облучение, повреждающая доза.

**ВВЕДЕНИЕ**

В настоящее время ядерная энергетика является наиболее перспективной отраслью промышленности, но, к сожалению, у нее есть свои недостатки. Они связаны с появлением и накоплением на нашей планете большого количества новой радиоактивности. Таким образом, дальнейшее развитие этой отрасли требует значительных затрат не только на строительство новых ядерных и термоядерных реакторов, но и на строительство могильников для долгосрочного хранения радиоактивных захоронений. К числу захоронений относятся как отходы топливного цикла, так и конструкционные материалы корпусов и внутрикорпусных устройств ядерных и термоядерных реакторов, которые в процессе функционирования приобрели наведенную радиоактивность. Разработка новых конструкционных материалов с меньшими значениями наведенной радиационной активности позволит существенно снизить затраты подобного рода [1,2].

Ферритно-мартенситные стали являются перспективными в качестве конструкционных материалов для тепловыделяющих элементов (ТВЭЛов) активных зон и внутрикорпусных устройств энергетических ядерных и термоядерных реакторов. Основные преимущества этих сталей, по сравнению со сталями аустенитного класса, заключаются в более высоком сопротивлении распуханию, высокотемпературному охрупчиванию и радиационностимулированной ползучести при температурах до 600 °С. К недостаткам же относятся невысокая жаропрочность (при  $T > 600$  °С) и склонность к низкотемпературному радиационному охрупчиванию (при  $T < 350$  °С) [3, 4].

Проводимые по данной теме исследования направлены на изучение коррозионных свойств реакторных материалов в процессе реакторного облучения и последующего изотермического воздействия. Необходимость определения этих свойств возникает как при освоении новых конструкционных материалов для тепловыделяющих сборок и других элементов реакторов, так и при разработке технологий обра-

щения с облученными (радиоактивными) конструкционными материалами. Изучение коррозионного поведения материала ТВС необходимо для организации длительного и безопасного хранения отработавших топливных сборок, что особенно актуально в настоящее время, т.к. проблемы обращения с отработавшими в реакторе материалами являются очень важными в процессе декомиссии (снятия с эксплуатации) атомных электростанций [5, 6].

Ранее в работе [7] авторами были проведены и представлены результаты комплексной характеристики элементов ОТВС реактора БН-350 после нейтронного облучения в реакторе БН-350 и последующего «мокрого» хранения. В процессе решения задач по изучению коррозионного поведения облученных материалов в данной работе были проведены кратковременные коррозионные испытания и материаловедческие исследования облученных образцов материала ОТВС реактора БН-350 из ферритно-мартенситной стали.

**ОБЪЕКТ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ**

Для проведения термических испытаний из материала ОТВС были подготовлены исследовательские миниатюрные образцы. Основные характеристики фрагментов чехла ТВС Ц-1 и ТВС 71517003188 приведены в таблице 1.

Подготовка исследовательских образцов включала в себя 2 этапа: разделку фрагментов чехла ТВС Ц-1 и ТВС 71517003188 проволочно-вырезным методом на электроэрозионном станке типа 4531 и непосредственно изготовление миниатюрных образцов с геометрическими размерами 5×2,5×2 мм.

Кратковременный изохронный отжиг образцов из двух типов ОТВС, длительностью 60 мин, проводился в камере лабораторной муфельной печи СНОЛ 8,2/1100 в среде воздуха, при температурах 450 °С, 600 °С, 750 °С и 900 °С, близких и значительно превышающих температуру облучения.

**ОЦЕНКА КОРРОЗИОННОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛА ЧЕХЛА ОТРАБОТАВШИХ ТВС РЕАКТОРА БН-350  
ПОСЛЕ КРАТКОВРЕМЕННОГО ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ**

*Таблица 1. Характеристики фрагментов чехла ТВС Ц-1 и ТВС 71517003188*

Усл. номер (№ паспорта)	Наименование изделия, материал	Расстояние от ЦАЗ, мм	Наработка, эфф. суток	$\phi_t$ , см <sup>2</sup> ·10 <sup>23</sup>	Максимальная доза, сна	Максимальная скорость набора дозы, сна/с, 10 <sup>-6</sup>
№ 6	Чехол Ц-1, сталь 1Х13М2БФР (ЭП-450)	0	474,9	2,386	71,184	1,73
№ 7	Чехол 71517003188, сталь 1Х13М2БФР (ЭП-450)	0	485	2,31	61,575	1,73

Электронно-микроскопические и металлографические исследования выполнялись на шлифах продольных и поперечных сечений при помощи сканирующего электронного микроскопа Vega3 (Tescan), оснащенного энергодисперсионным спектрометром X-Act (Oxford) и тринокулярного стереоскопического микроскопа СМ-0745-Т (Альтами) в режиме отраженного света с выводом изображения через видеокамеры с разрешением до 5 МП (мегапиксель). Анализ микроструктуры (размер зерна, площадь зерна, кол-во включений и т.п.) проводился в программной среде Altami Soft (Альтами). Выявление микроструктуры материала элементов ОТВС производилось методом химического травления. Основные режимы травления приведены в таблице 2.

*Таблица 2. Режимы травления нержавеющей стали*

Тип и марка стали	Состав реактива	Продолжительность,
Ферритно-мартенситная сталь марки ЭП-450	Хлорид меди (CuCl <sub>2</sub> ) – 100 мг; Этиловый спирт (C <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH) – 10 мл; Соляная кислота (HCl) – 10 мл; Азотная кислота (HNO <sub>3</sub> ) – 10 мл	60–75 с

### Отработка методики испытаний

С целью установления влияния чистоты подготовки поверхности (шероховатости) на формирование коррозионного повреждения, в рамках отработки методики проведения термических испытаний материала ОТВС, были проведены работы по изготовлению испытательных образцов-имитаторов и проведению отжига. Образцы-имитаторы в количестве 12 шт. были изготовлены из необлученной аустенитной стали 12Х18Н10Т. Поверхность образцов была подготовлена двумя способами: тонкой шлифовкой зернистостью Р600 (1); финишным полированием алмазной суспензией до 0,25 мкм (2). Подготовленные образцы-имитаторы подвергались изохронному отжигу при различных температурах в среде атмосферы.

Анализ степени коррозионного повреждения поверхности образцов, подготовленных различными способами, показал, что способ тонкой шлифовки поверхности влияет на формирование коррозионного повреждения незначительно. Установлено, что для измерения толщины и морфологии продуктов коррозии микроскопическими методами недостаточно подготовить шлиф стандартными методами пробоподготовки, в связи с тем, что основная часть рыхлого коррозионного слоя разрушается на начальных

этапах пробоподготовки из-за небольшой усадки заливочного компаунда. Для сохранения коррозионного слоя на поверхности образцов было принято решение предварительно проводить его пропитку эпоксидной смолой и после затвердевания осуществлять заливку в форму для последующей подготовки поверхности.

### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

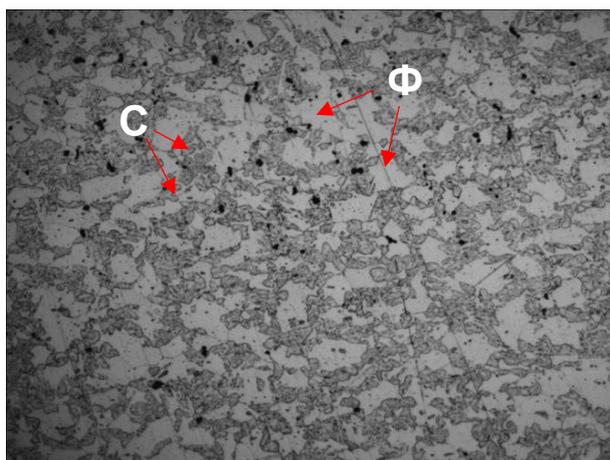
#### Изучение структуры материал чехла ОТВС из ферритно-мартенситной стали ЭП-450 после реакторного облучения

Структура материала чехла ОТВС № 71517003188 с повреждающей дозой 61 сна из ферритно-мартенситной стали ЭП-450 в основном состоит из зерен феррита ( $\alpha$ -железо, Ф) и зернистого сорбита (С), представляющий собой дисперсную разновидность перлита – эвтектоидную смесь феррита и цементита (карбид железа Fe<sub>3</sub>C) (рисунок 1). Объемное содержание ферритной и сорбитной структурных составляющих соотносится как 1:1. Ферритные зерна резко очерчены и хорошо видны, в то время как зерна сорбита мельче, с размытыми краями и с обрывающимися границами [8]. Распределение зерен дуэлексной структуры близко к типу ожерельчатой структуры, где мелкие зерна сорбита обволакивает относительно крупных зерен феррита (рисунок 1а).

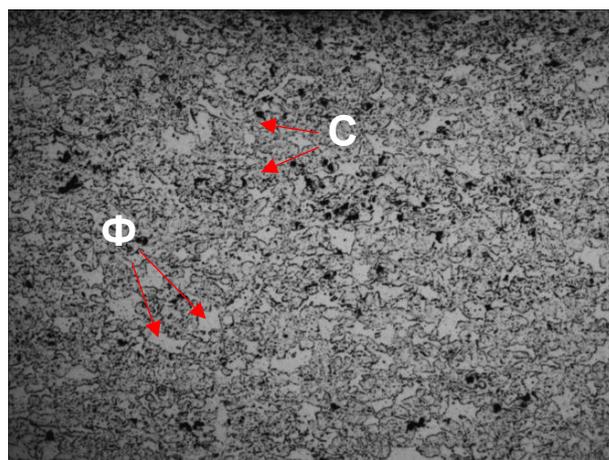
Изучение микроструктуры в различных направлениях (плоскостях) выявило анизотропность макроструктуры, которая наблюдается в виде частично ориентированной структуры, где зерна феррита ориентированы (слегка вытянуты) параллельно направлению прокатки (рисунок 2).

При больших увеличениях микроструктуры отдельных зерен структурных составляющих наблюдается наличие макроцепочек цементитной фазы (Ц), которые располагаются как внутри зерен сорбита и феррита, так и по их границам (рисунок 3). Также наблюдается множество мелких точечных (В<sub>м</sub>) и крупных округлых (В<sub>к</sub>) включений карбидного типа.

В структуре материала другой сборки Ц-1 с повреждающей дозой 71 сна объемное содержание феррита (Ф) меньше чем содержание сорбита (С), и их соотношение близко к значению 1:2,5. Из-за меньшего содержания феррита в структуре практически не наблюдается ориентированность за исключением, некоторых крупных зерен феррита вытянутых параллельно направлению прокатки.



а) № 6

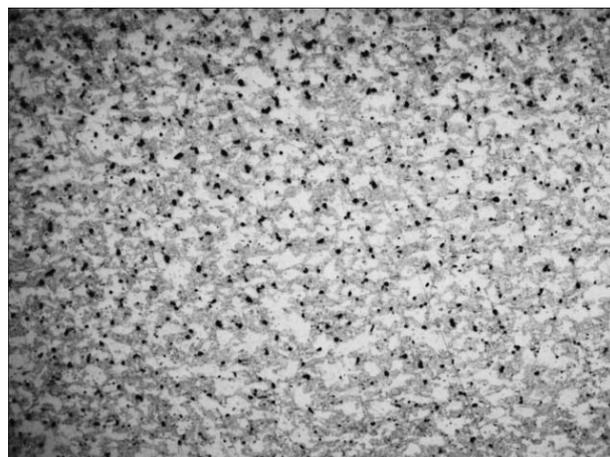


б) № 7

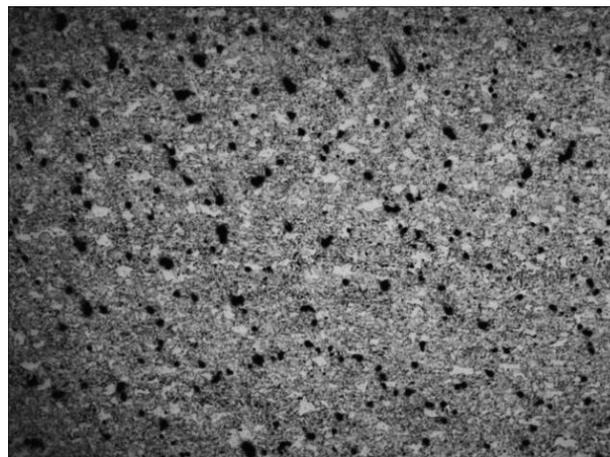
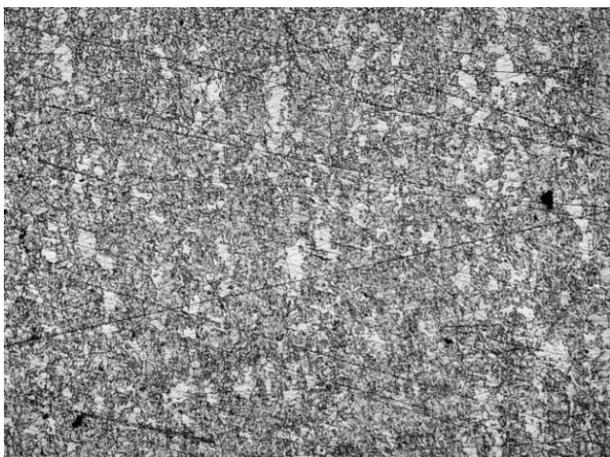
Рисунок 1. Микроструктура облученной стали ЭП-450. Увеличение  $\times 200$

ПРОДОЛЬНОЕ СЕЧЕНИЕ

ПОПЕРЕЧНОЕ СЕЧЕНИЕ

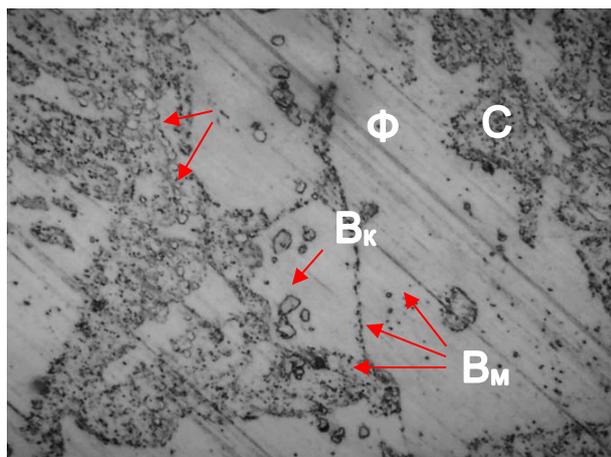


а) № 6

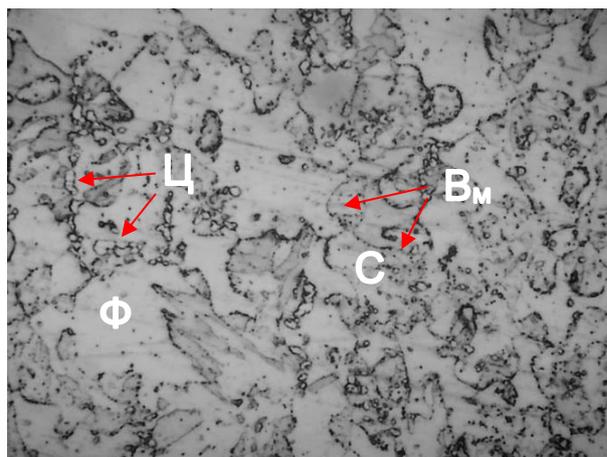


б) № 7

Рисунок 2. Ориентированная структура материала сборки из стали ЭП-450 в различных плоскостях. Увеличение  $\times 100$



а) № 6



б) № 7

Рисунок 3. Микроструктура облученной стали ЭП-450. Увеличение  $\times 1000$

### Оценка коррозионного повреждения в результате термических испытаний

Количественная оценка коррозионных повреждений материала отработавших ТВС в результате термических испытаний выполнена путем определения глубинных показателей коррозии на поверхности образцов. Определение глубинных показателей коррозии осуществлялось массометрическим и металлографическим методами.

Для получения значения глубинного показателя коррозии массометрическим методом для каждого испытанного образца был определен удельный привес путем взвешивания на аналитических весах Mettler Toledo MS205DU с дискретностью 0,01 мг.

Массовый отрицательный показатель коррозии ( $K_m^-$ ) определен согласно формуле [1]

$$K_m^- = 8,76 \cdot 10^6 \cdot \frac{\Delta m}{S_n \cdot t}, \quad (1)$$

где  $\Delta m$  – привес образца, г;  $S_n$  – суммарная площадь поверхности образца до испытания, мм<sup>2</sup>;  $t$  – продолжительность испытания, ч.

Затем, используя значения геометрических параметров, плотности оксида железа и привеса, была рассчитана толщина коррозионного слоя (глубинный показатель) по формуле

$$h_{\text{масс}} = \frac{\Delta m}{\rho \cdot S_n} \cdot 10^3, \quad (2)$$

где  $h_{\text{масс}}$  – толщина коррозионного слоя, рассчитанная массометрическим методом, мкм;  $\rho$  – плотность оксида железа, равная  $5,87 \times 10^{-3}$  г/мм<sup>3</sup>;  $\Delta m$  – привес образца, г;  $S_n$  – суммарная площадь поверхности образца до испытания, мм<sup>2</sup>.

В таблице 3 представлены данные по оценке массометрическим методом толщины коррозионного

слоя образцов материала ОТВС после кратковременных термических испытаний.

С целью определения толщины коррозионного поражения материала ОТВС металлографическим методом были подготовлены шлифы поперечного сечения испытанных образцов. Измерение толщины продуктов коррозии проводилось на металлографическом микроскопе ICX-41M с применением программного обеспечения Altami Studio. Перед измерением была выполнена калибровка измерительных средств программного обеспечения с помощью объекта-микрометра типа ОМО с дискретностью 0,01 мм.

Микрофотография поперечного сечения образцов материала ОТВС после отжига при температуре 900 °С и результаты измерения толщины коррозионного слоя представлены на рисунке 4. Из рисунка видно, что после отжига при температуре 900 °С материал образцов разрушается преимущественно под поверхностью, и продукты коррозии оказываются сосредоточенными внутри материала. Также обнаружено, что подповерхностная коррозия вызывает вспучивание и расслоение испытуемого материала.

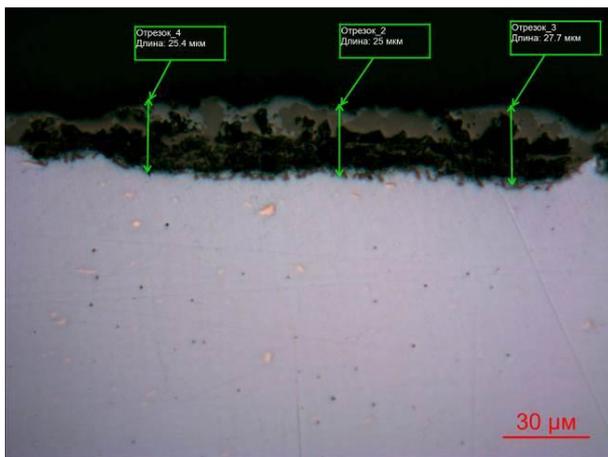
Зависимости толщины коррозионного слоя материала ОТВС от температуры отжига, определенные различными способами, представлены на рисунке 5.

Установлено, что рост толщины коррозии материала ОТВС с различными повреждающими дозами в интервале температур 450÷900 °С подчиняется логарифмическому закону. С повышением температуры отжига выше 750 °С проявляется заметное расхождение между зависимостями, определенными различными методами, что возможно является следствием протекания неравномерной (локализованной) коррозии.

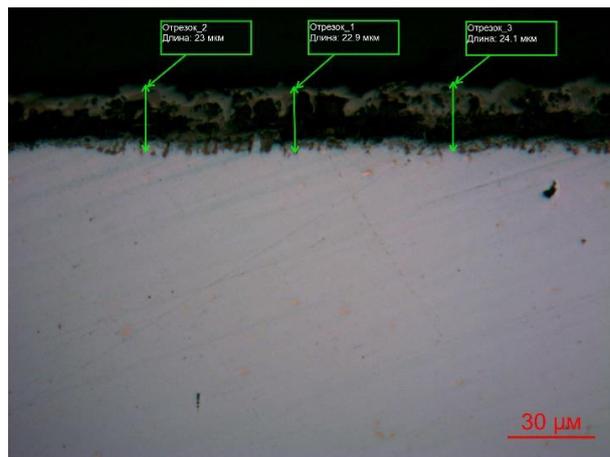
**ОЦЕНКА КОРРОЗИОННОГО СОСТОЯНИЯ МАТЕРИАЛА ЧЕХЛА ОТРАБОТАВШИХ ТВС РЕАКТОРА БН-350  
ПОСЛЕ КРАТКОВРЕМЕННОГО ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ**

Таблица 3. Результаты оценки толщины коррозионного слоя материала ОТВС массометрическим методом

№ ОТВС	Ц-1 (№6)				71517003188 (№7)			
	450	600	750	900	450	600	750	900
T, °C	450	600	750	900	450	600	750	900
m <sub>0</sub> , г	0,18749	0,17190	0,17724	0,16761	0,15257	0,160536	0,154812	0,15929
m <sub>1</sub> , г	0,18753	0,17229	0,17815	0,16991	0,15261	0,16093	0,15558	0,16208
Δm, г	0,00004	0,00038	0,00091	0,00230	0,00004	0,00039	0,00076	0,00279
S <sub>n</sub> , мм <sup>2</sup>	52,0	51,5	48,8	52,3	55,9	54,8	50,5	51,8
K <sub>m</sub> , мг/мм <sup>2</sup> ·год	6,6	61,3	157,8	388,3	6,7	66,7	137,0	467,4
h <sub>масс</sub> , мкм	0,1	1,2	3,1	7,6	0,1	1,3	2,7	9,1



а) ОТВС Ц-1 (№6)



б) ОТВС 71517003188 (№7)

Рисунок 4. Примеры металлографического метода измерения толщины коррозионного слоя на микрофотографиях при увеличении ×1000

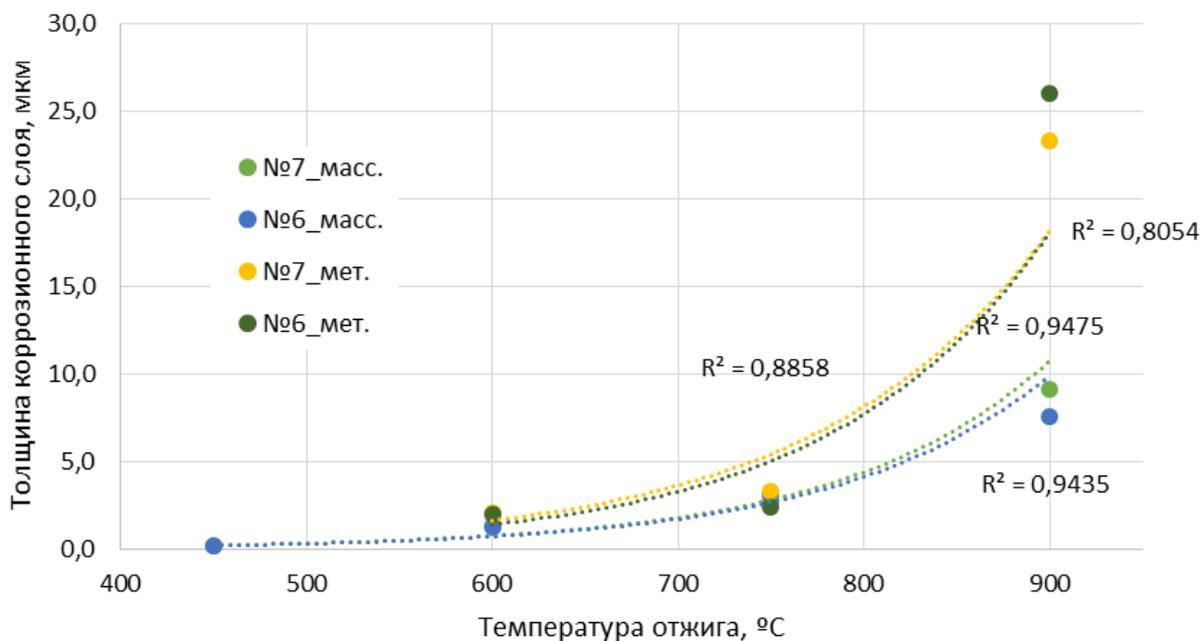


Рисунок 5. Зависимости толщины коррозионного слоя материала ОТВС №6 и №7, определенные различными способами, от температуры отжига

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

По результатам проведенных исследований можно сделать следующие выводы:

- микроструктура материала чехла в основном имеет duplexную структуру феррита и сорбита, с присутствием мелких и крупных оксидных включений. В структуре наблюдается низкая степень анизотропности в виде ориентированности зерен. Соотношение основных структурных составляющих (феррит/сорбит) значительно отличается в независимости от полученных доз;
- установлены зависимости формирования коррозионного слоя материала ОТВС от температуры термических испытаний различными способами.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Конструкционные материалы ядерной техники. // Б.А. Калинин [и др.] / М.: МИФИ. – 2008. – С. 672.
2. Успехи современного металловедения. // М.Л. Бернштейн, И. И. Новикова / М.: Металлургия – 1974. – С. 200.
3. Applied Welding Engineering // S. Ramesh / Second edition -Elsevier Ltd. All rights reserved. – 2016. – P. 415.
4. Steels: Microstructure and Properties / H.K.D.H. Bhadeshia, R.W.K. Honeycombe / Fourth edition - Elsevier Ltd – 2017. – P. 461.
5. Role of surface layer nanosructuring in improving mechanical and corrosion properties of reactor materials / L.S. Ozhigov, V.A. Belous, V.I. Savchenko, G.I. Nosov, V.D. Ovcharenko, G.N. Tolmachova, A.S. Kuprin, V.S. Goltvyanitsa // PAST. – 2017. – №2 (108). – P. 168–172.
6. Выбор конструкционного материала для парогенератора по критериям обеспечения коррозионной стойкости в различных условиях эксплуатации натриевого реактора большой мощности / Артемьева Д.А., Г.П. Карзов, А.С. Кудрявцев, В.Г. Марков, С.А. Суворов, С.И. Брыков, В.В. Денисов, С.Ю. Королев, М.С. Метальников / Вопросы атомной науки и техники. Серия: Обеспечение безопасности АЭС. – 2014. – №34. – С. 53-59.
7. Состояние материала чехла отработавших ТВС реактора БН-350 в процессе длительного хранения // Е.А. Кожухметов, Е.Т. Коянбаев, Е.Д. Даулетханов, Р.М. Мухамеджанова, А.С. Уркунбай, Е.Е. Сапатаев / Вестник НЯЦ РК. – 2019. – №4. – С. 113-119.
8. Фазовая перекристаллизация и набухание ферритной нержавеющей стали, облученной в реакторе БН-350 / О.П. Максимкин, Л.Г. Турубарова, Т.А. Доронина, Э.С. Айтхожин // Известия НАН РК. Серия физико-математическая. – 2007. – № 6. – С. 18-25.

### БН-350 РЕАКТОРЫНЫҢ ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ЖБЖ ҚАПШЫҒЫ МАТЕРИАЛЫНЫҢ ҚЫСҚА МЕРЗІМДІ ТЕРМИЯЛЫҚ ӘСЕРДЕН КЕЙІНГІ КОРРОЗИЯЛЫҚ ЖАҒДАЙЫН БАҒАЛАУ

Е.А. Кожухметов, Е.Т. Коянбаев, Е.Д. Даулетханов, Р.М. Мухамеджанова, А.С. Уркунбай, Е.Е. Сапатаев

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

ҚЖБЖ үлгілерінің 450–900 °С температура аралығында қысқа уақытты термиялық сынақтарының нәтижелері көрсетілген. Әр түрлі әдістермен термиялық сынақтар температурасынан ҚЖБЖ материалының коррозиялық қабатының қалыптасу тәуелділігі анықталды. Изонхронды әсер температурасының 750 °С жоғары көтерілуі кезінде әр түрлі әдістермен анықталған тәуелділіктер арасында елеулі айырмашылығы біркелкі емес (окшауланған) коррозия жүруімен шартталғаны анықталды.

**Кілт сөздер:** БН-350 реакторы, ҚЖБЖ, феррит-мартенситті болат, нейтрондық сәулелену, зақымдаушы доза.

### EVALUATION OF CORROSION CONDITION OF BN-350 REACTOR SPENT FUEL ASSEMBLY CASING MATERIAL AFTER SHORT-TERM THERMAL INFLUENCE

E.A. Kozhakhmetov, E.T. Koyanbayev, E.D. Dauletkhanov, R.M. Mukhamedzhanova, A.S. Urkunbay, E.E. Sapataev

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

The results of the short-term thermal tests of SFA samples in the temperature range 450–900 °С are presented. The dependences of the formation of the corrosion layer of the SFA material on the temperature of thermal tests are determined by various ways. It was found that with an increase in the temperature of isochronous exposure above 750 °С, a noticeable discrepancy appears between the dependencies determined by various methods, due to the occurrence of uneven (localized) corrosion.

**Keywords:** BN-350 reactor, SFA, wet storage, ferritic-martensitic steel, neutron irradiation, damaging dose.

УДК 621.039.531

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ БАЗА РЕАКТОРА ВВР-К ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ВЫХОДА ТРИТИЯ ИЗ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ИХ ОБЛУЧЕНИИ**

<sup>1)</sup> Шаймерденов А.А., <sup>1)</sup> Гизатулин Ш.Х., <sup>1)</sup> Накипов Д.А., <sup>1)</sup> Кенжин Е.А., <sup>2)</sup> Чихрай Е.В.,  
<sup>2)</sup> Заурбекова Ж.А., <sup>2,3)</sup> Толенова А.У., <sup>4)</sup> Нестеров Е.А., <sup>5)</sup> Кизанэ Г.

<sup>1)</sup> РГП «Институт ядерной физики», Алматы, Казахстан

<sup>2)</sup> КазНУ им. Аль-Фараби, Алматы, Казахстан

<sup>3)</sup> КазНУ им. К. И. Сатпаева, Алматы, Казахстан

<sup>4)</sup> Томский Политехнический Университет, Томск, Россия

<sup>5)</sup> Латвийский Университет, Рига, Латвия

Реактор ВВР-К – это уникальный многоцелевой легководный исследовательский реактор мощностью 6 МВт. Теплоносителем и замедлителем в активной зоне является обессоленная вода, отражатель – бериллий. После завершения процесса перевода реактора на низкообогащенное топливо в реакторе используется диоксид урана, обогащенный до 19,7% по изотопу уран-235.

С момента запуска реактора ВВР-К на нем проводятся исследования изменения физико-механических свойств различных материалов. Начиная с 2000 года, на реакторе ВВР-К проводились работы по исследованию материалов термоядерного реактора, а именно эксперименты по исследованию высвобождения трития из литиевой керамики. Была разработана установка для внутрореакторных исследований высвобождения трития из различных материалов-кандидатов бридерного бланкета термоядерного реактора в среде инертного газа. Также была разработана методика оценки времени удержания трития в облучаемых материалах.

В 2018 году на реакторе ВВР-К была создана новая установка для исследования материалов термоядерных реакторов, на которой стало возможно проводить эксперименты по облучению образцов в условиях вакуума.

В данной работе представлено описание экспериментальных установок и их общие технические возможности применительно к ожидаемым исследованиям выхода трития из литийсодержащих материалов термоядерного реактора на реакторе ВВР-К.

**ВВЕДЕНИЕ**

Мировое сообщество активно проводит исследования по термоядерному синтезу, как наиболее перспективному, чистому и неиссякаемому источнику энергии. Подтверждение тому – проект Международного экспериментального термоядерного реактора ИТЭР, главной задачей которого является подтверждение возможности использования термоядерного синтеза и решение физических и технологических проблем при создании термоядерного реактора. Если проект ИТЭР будет успешным, то в дальнейшем планируется создать реактор ДЕМО – проект электростанции, использующей термоядерный синтез для демонстрации коммерческой привлекательности термоядерной энергетики.

Одной из проблем работы термоядерных реакторов являются наличие эффектов взаимодействия рабочих газов с функциональными материалами. Решение этой проблемы будет способствовать разработке фундаментальных основ создания конструкционных материалов с длительным сроком функционирования в условиях интенсивных термических, радиационных, химических, механических и других внешних воздействий.

Основные трудности возникают при прогнозировании эксплуатации известных и новых материалов в атмосфере изотопов водорода и других газов при наличии радиационных полей. Решение этой задачи невозможно без знания механизма процессов миграции

газов в твердых телах в условиях одновременного воздействия нескольких факторов. Процесс проникновения различных газов сквозь материал является многостадийным и включает в себя: взаимодействие с поверхностью (адсорбция), переход через границу раздела газ-твердое тело (абсорбция), растворение и диффузия в объеме твердого тела и выход обратно в газовую фазу (десорбция). При этом отдельно следует рассматривать изменение поверхности твердого тела при хемосорбции газов, их зарядовые состояния на поверхности и в объеме, миграцию в материале. Большой интерес представляет изучение каждой стадии взаимодействия газов с твердым телом, особенно при создании неравновесных термодинамических условий, которые возникают в процессе воздействия ионизирующего излучения.

При существующих технологических возможностях в области термоядерной энергетики получить практически неисчерпаемый источник энергии возможно при реализации термоядерной реакции синтеза трития и дейтерия  $T(D,n)^4He$ , что и предполагается сделать в реакторах ИТЭР и ДЕМО. Использование трития, помимо вопросов радиологической безопасности термоядерной установки, предполагает решение вопросов его наработки в материалах бланкета термоядерного реактора [1, 2]. Поэтому каждая проектируемая ТЯЭУ содержит в своей конструкции систему генерации трития, т.н. бридерный бланкет. Почти во всех разрабатываемых бридерных бланке-

тах в качестве тритий воспроизводящего материала используются материалы, содержащие литий [3–7].

В Республике Казахстан с 1990 годов проводятся разнообразные исследования в области материаловедения ядерных и термоядерных реакторов [8–17].

Значительная часть таких исследований связана с испытаниями материалов в водородсодержащих средах в условиях реакторного излучения. Основными методами исследования здесь являются методы проницаемости [18], сорбции [19–22], десорбции [23–25].

Все вышеперечисленные исследования проводятся на двух реакторах: ИВГ.1М (Курчатов, Казахстан) и реактор ВВР-К (Алматы, Казахстан). Отличия возможностей реакторов обусловлены их конструкцией.

Представляемый в статье исследовательский реактор ВВР-К имеет ряд преимуществ, связанных с большим количеством облучательных каналов разного диаметра и возможностью проведения длительного облучения исследуемых образцов. Кроме этого, реактор имеет необходимую экспериментальную базу для проведения радиационных испытаний материалов ядерных и термоядерных реакторов, исследования газовыделения (включая внутриреакторные исследования) из материалов и проведение послереакторных исследований. В статье приведено описание экспериментальных установок по исследованию выделения трития из материалов бланкетов термоядерного реактора в условиях реакторного облучения.

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ БАЗА

ВВР-К – это единственный стационарный исследовательский реактор в Республике Казахстан, на котором возможно проведение длительных ресурсных испытаний в нейтронном и гамма полях. Эксплуатация реактора была начата в 1967 году и использовалось топливо с обогащением 36% по урану-235 [26]. С 2016 года реактор работает на низкообогащенном урановом топливе (<20% по U-235) [27]. Эксплуатация реактора осуществляется циклами. Длительность каждого цикла составляет 21 день. Реактор снабжен дополнительными оборудованием и установками, которые расширяют его экспериментальные возможности: установка по исследованию газовыделения из материалов ядерных и термоядерных реакторов, «горячие» камеры, газо-вакуумная петлевая установка, критический стенд, установка нейтронной радиографии и томографии, пневмо- и гидрочпта и т.д.

На реакторе имеются девять «горячих» камер, из них пять имеют бетонную защиту и предназначены для работы с высокоактивными образцами, а четыре имеют стальную защиту и предназначены для работы с низкоактивными образцами.

Газовакуумная петлевая установка предназначена для создания необходимых условий облучения (температуры и газовой среды) в экспериментальных устройствах при проведении внутриреакторных экспериментов и испытаний.

В центральной части активной зоны (АЗ) реактора ВВР-К расположены три вертикальных облучательных канала, и пять каналов на периферии. Количество периферийных каналов может быть изменено и зависит от программы экспериментальных работ на реакторе.

Для вывода пучков нейтронов и гамма-излучения, реактор снабжен десятью горизонтальными каналами, из них девять радиальных и один касательный канал (рисунок 1). Основные характеристики облучательных каналов приведены в таблице 1.

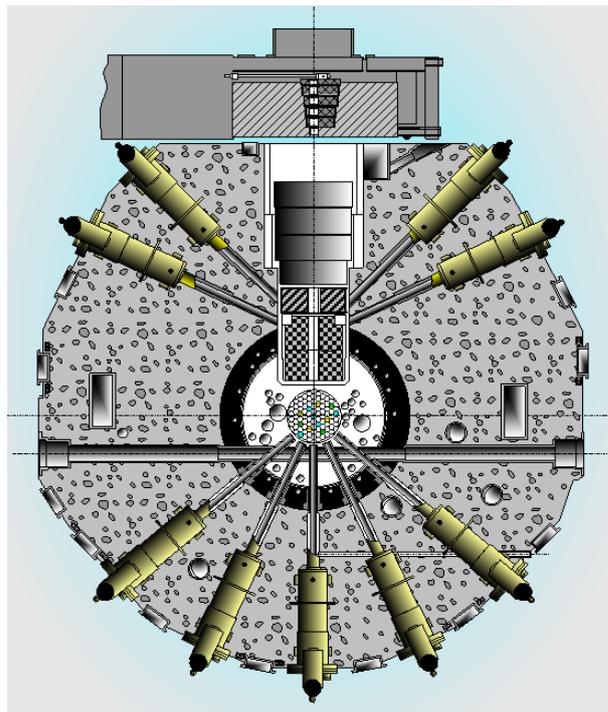


Рисунок 1. Горизонтальный разрез реактора ВВР-К

Таблица 1. Основные характеристики облучательных каналов реактора ВВР-К

Тип канала	Расположение	Диаметр канала, мм	Максимальный поток нейтронов, см <sup>2</sup> с <sup>-1</sup>	
			E <sub>n</sub> >0,625 эВ	E <sub>n</sub> >0,1 МэВ
Вертикальный	в центре АЗ	60	~2,0·10 <sup>14</sup>	~7,5·10 <sup>13</sup>
	на периферии АЗ	60	~8,0·10 <sup>13</sup>	~1,4·10 <sup>13</sup>
	в баке реактора	200	~9,0·10 <sup>11</sup>	~1,5·10 <sup>11</sup>
		100	~3,3·10 <sup>11</sup>	~2,0·10 <sup>11</sup>
70		~10 <sup>9</sup>	~6,8·10 <sup>8</sup>	
Радиальный горизонтальный канал	от бака реактора	60 и 100	~2,0·10 <sup>8</sup>	~10 <sup>8</sup>
	от тепловой колонны	100	~2,0·10 <sup>7</sup>	~10 <sup>7</sup>
Касательный горизонтальный канал	от бака реактора	200	~2,0·10 <sup>11</sup>	~10 <sup>11</sup>

После конверсии реактора ВВР-К на низкообогащенное топливо, энергетический спектр нейтронов стал жестче, доля тепловых нейтронов составляет ~55% [28]. На рисунке 2 показан энергетический спектр нейтронов в активной зоне реактора ВВР-К с низкообогащенным урановым топливом.

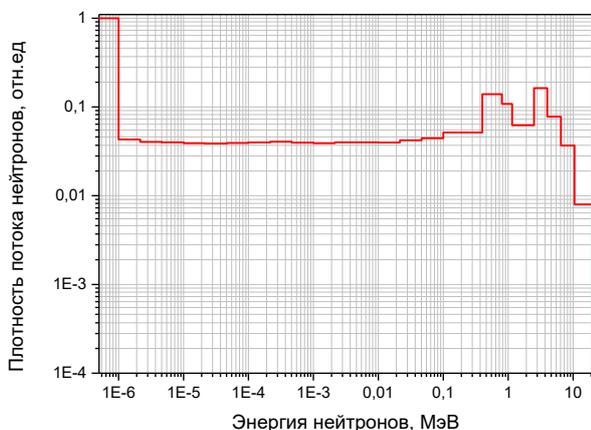
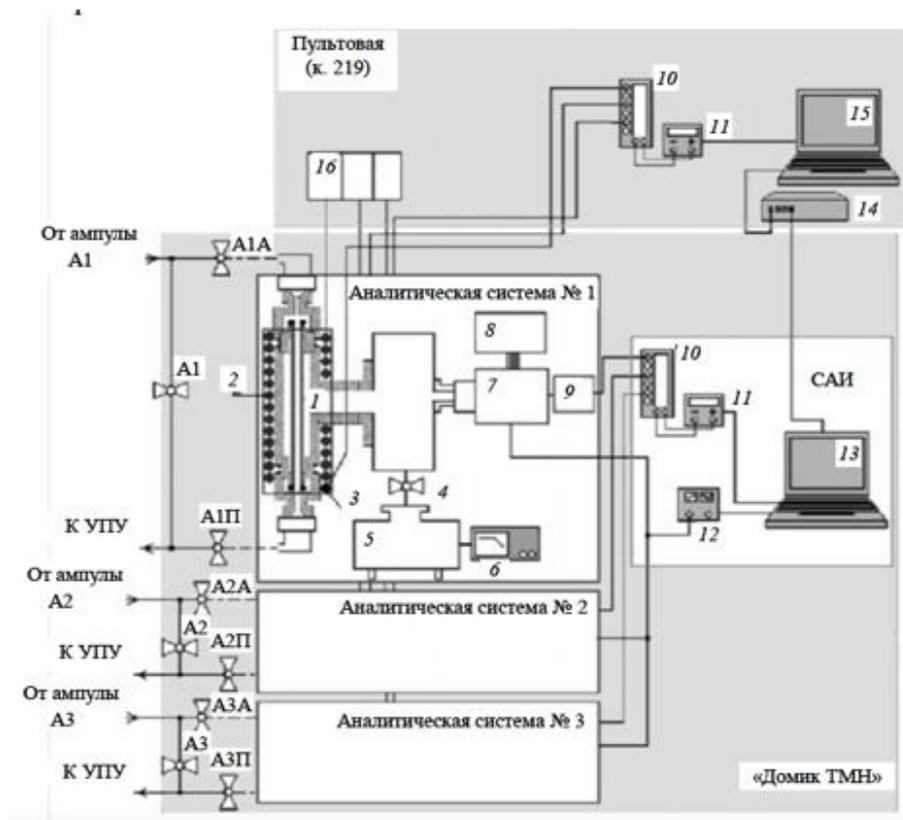


Рисунок 2. Энергетический спектр нейтронов в активной зоне реактора ВВР-К

### УСТАНОВКА «САКУРА»

В начале 2000-х годов на реакторе ВВР-К были проведены длительные радиационные испытания литийсодержащей керамики [29–31]. Специально для этого, была разработана и собрана установка «Сакура», интегрированная в газовакуумную петлевую установку. Установка «Сакура» – это система автоматической регистрации трития в газовой смеси на выходе из активных (газо-омываемых) ампул. Она позволяет одновременно регистрировать с помощью трех масс-спектрометров радиочастотного типа, не только тритий, но и такие сопутствующие газы, как НТО, НТ, Н<sub>2</sub>О, Т<sub>2</sub>О, образовавшиеся в процессе облучения и участвующие в изотопном обмене. Общий вид установки показан на рисунке 3.

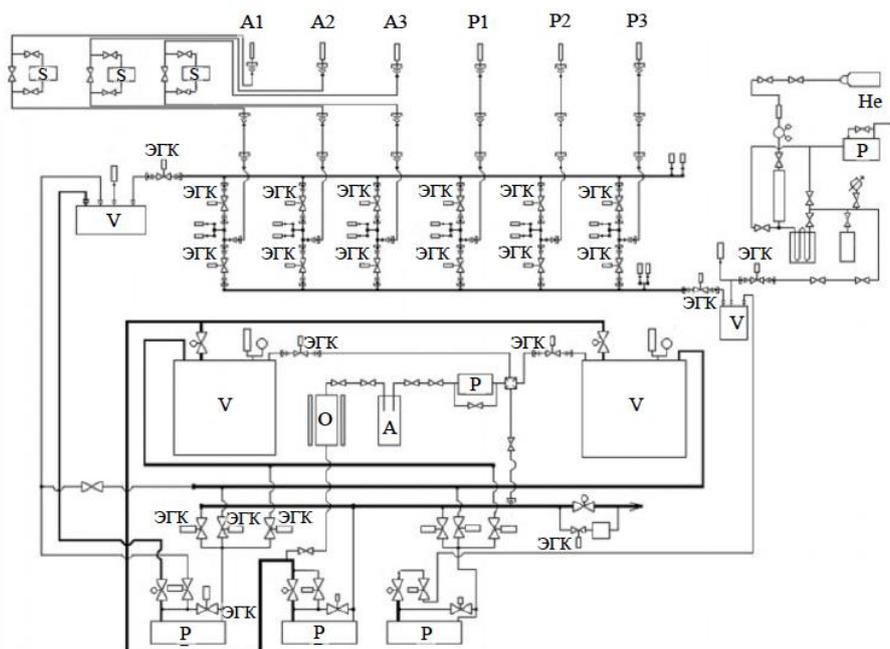
Контроль и регулирование параметров облучения образцов, а также исследование кинетики выделения трития в процессе облучения осуществлялись с использованием систем газовакуумной петлевой установки (ГВПУ). Адаптированная схема ГВПУ показана на рисунке 4.



1 – «водородное окно» (палладий—серебряный фильтр); 2 – нагреватель; 3 – термopара; 4 – вентиль; 5 – вакуумный насос (НОРД-250); 6 – блок питания насоса; 7 – омегатрон РМО-13; 8 – блок питания омегатрона; 9 – электрометрический усилитель; 10 – переключатель; 11 – вольтметр; 12 – программируемый осциллятор; 13 – сервер; 14 – сетевой концентратор; 15 – удаленный терминал; 16 – управление нагревом

Рисунок 3. Общий вид системы измерения выхода трития из литиевой керамики в процессе реакторного облучения

**ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ БАЗА РЕАКТОРА ВВР-К ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ  
ВЫХОДА ТРИТИЯ ИЗ МАТЕРИАЛОВ ПРИ ИХ ОБЛУЧЕНИИ**



A1, A2, A3 – активные ампулы; P1, P2, P3 – пассивные ампулы; S – блоки «Сакура»;  
O, A – элементы системы сбора трития; V – емкости для подготовки и сбора газов;  
P – вакуумные насосы; ЭГК – электромагнитные клапаны

Рисунок 4. Схема ГВПУ

ГВПУ позволяет производить откачку каждой ампулы, наполнение и поддержание до необходимого давления в ампулах и основных узлах технологической системы, сбор радиоактивных газов из ампульных сборок в специальные контейнеры, очистку гелия перед подачей в ампулы путем прохождения через осушитель. Также были специально разработаны система очистки газовой смеси от трития, система технологического контроля содержания трития в сбросных емкостях и информационно-измерительная система.

Для испытаний были подготовлены два вида образцов литийсодержащей керамики ( $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ ): шарообразные (диаметром ~1 мм) и таблетки (диаметром ~8 мм и толщиной ~1 мм). Общая масса керамики – 16,2 г. Обогащение лития-6 во всех образцах составляло 96%. Все образцы были размещены в шести облучательных ампулах. Температура образцов в процессе облучения варьировалась в пределах (400–900) °С.

Шесть облучательных ампул с образцами литиевой керамики были объединены в две ампульные сборки, из которых три «активные ампулы» снабжены системой непрерывного контроля выхода трития в процессе облучения, а оставшиеся три «пассивные ампулы» – с устройством сбора трития.

После завершения облучения выгорание  $^6\text{Li}$  было определено по измерениям соотношения изотопов  $^7\text{Li}/^6\text{Li}$ . Измерение соотношения изотопов лития в облученной керамике выполнено методом масс-спектрометрии. Выгорание  $^6\text{Li}$  в шариках составило

(22±1)%, а выгорание  $^6\text{Li}$  в таблетках составило (20±1)%. Длительность облучения составила 220 эфф. суток.

Внешний вид образцов до и после облучения показан на рисунке 5. Как видно из рисунка, после реакторного облучения шарики стали темными, соответственно в них возросло количество темной составляющей структуры, обладающей меньшей плотностью и микротвердостью.

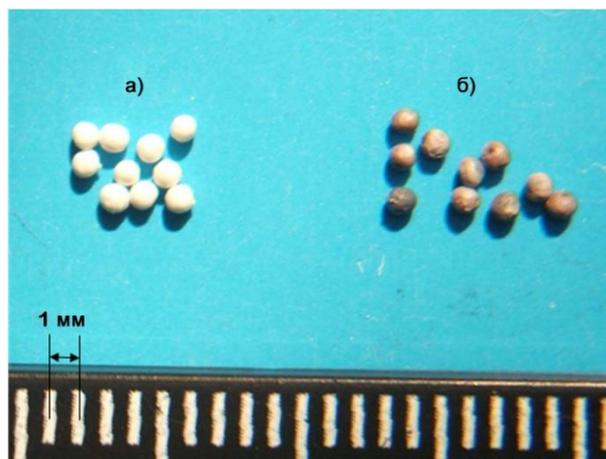


Рисунок 5. Внешний вид шарообразных образцов до (а) и после (б) облучения

На основании анализа элементного состава керамики был сделан вывод, что наблюдаемые в облученной керамике темные вкрапления – это окись лития, тогда как светлая составляющая соответствует окиси

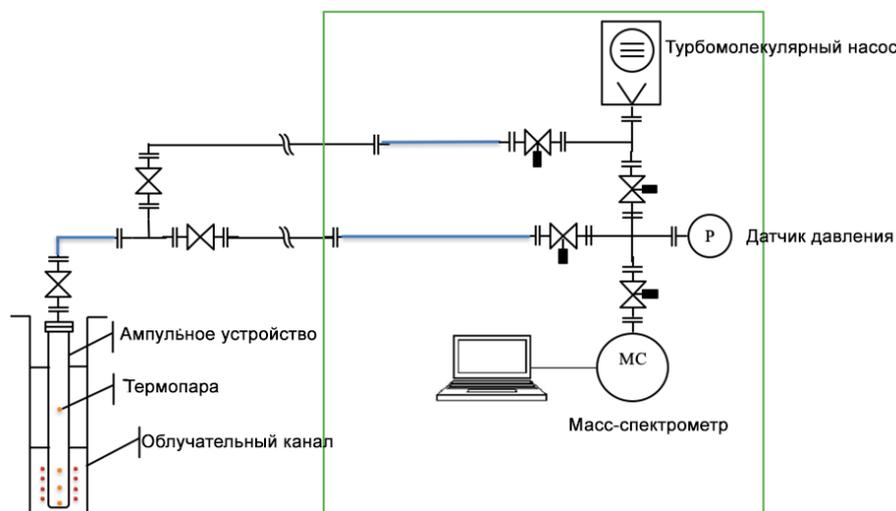


Рисунок 6. Принципиальная схема установки по исследованию газовыделения материалов в реакторе ВВР-К

титана. Было установлено, что в результате облучения литиевая керамика разупрочняется, причем этот эффект больше для низшей температуры облучения.

В настоящее время установка выведена из эксплуатации.

#### НОВАЯ УСТАНОВКА ПО ИССЛЕДОВАНИЮ ГАЗОВЫДЕЛЕНИЯ ИЗ МАТЕРИАЛОВ ЯДЕРНЫХ И ТЕРМОЯДЕРНЫХ РЕАКТОРОВ

В 2018 году на реакторе ВВР-К были начаты работы по созданию новой установки, которая позволит исследовать процессы газовыделения из материалов ядерных и термоядерных реакторов. На основании анализа литературных данных была выбрана схема регистрации газовыделения, которая основана на методике определения выделяющегося потока в условиях вакуумной экстракции при проведении непрерывной откачки. Такая методика должна предотвратить возможность спекания и разупрочнения образцов в процессе реакторного эксперимента. Принципиальная схема установки показана на рисунке 6. Регистрация газов будет осуществляться с помощью масс-спектрометра RGA-100 (Stanford Research System). Вакуумная среда создается с помощью откачного высоковакуумного поста производства Agilent Technologies, состоящего из сухого спирального насоса и турбомолекулярного насоса с производительностью 250 л/с. Установка позволит подключаться к экспериментальным устройствам, установленным в любой ячейке активной зоны реактора.

Для достижения высоких температур исследуемых образцов при проведении экспериментов, разрабатывается специальная конструкция, в которой регулирование температуры проводится изменением давления гелия в зазоре между внешней и внутренней капсулами. Разогрев образцов обеспечивается радиационным тепловыделением конструкционных материалов ампульного устройства. Дополнительно

для поддержания требуемой температуры на образцах используются электрические нагреватели с минеральной изоляцией. Необходимо отметить, что средняя температура в активной зоне реактора ВВР-К составляет 50 °С. Максимально достижимая температура исследуемых образцов составляет около 1500 °С. В процессе реакторного эксперимента все необходимые параметры облучения (температура, давление, относительная плотность потока нейтронов и т.д.) регистрируются и архивируются. При неконтролируемом облучении образцов используются пассивные датчики температуры.

Для различных геометрий вакуумного тракта и для различных потоков выделения трития ( $10^{-11}$ – $10^{-8}$  моль/с) были проведены вакуумные расчеты распределения давления в камере установки [32]. Результаты расчетов показали возможность регистрации для уровней наработки трития и гелия в исследуемых образцах выше  $10^{-11}$  моль/с. Проведенные нейтронно-физические и теплофизические расчеты для разных схем охлаждения экспериментальных устройств показали, что минимальная температура облучения для жидкометаллических бриддерных систем будет меньше 450 °С, что хорошо совпадает с задачами исследования поведения этих материалов в бридере термоядерных реакторов.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Экспериментальная база исследовательского реактора ВВР-К позволяет проводить разные экспериментальные и облучательные работы, в том числе исследования, направленные на поддержку развития технологий управляемого термоядерного синтеза. После перевода реактора в 2016 году на низкообогащенное урановое топливо, плотность потока нейтронов в центре активной зоны увеличилась в два раза. Обновлены его основные системы, отвечающие за безопасную эксплуатацию. МАГАТЭ по итогам мис-

сии INSARR (интегрированная оценка безопасности исследовательских реакторов), проведенной в 2016 году, подтвердило соответствие уровня безопасности реактора международным стандартам. Эксплуатация реактора ведется циклами, длительность каждого цикла 21 сутки. В течение одного календарного года общее эффективное время эксплуатации составляет 210 суток, за которое возможно достичь флюенса тепловых нейтронов  $\sim 3,6 \cdot 10^{21} \text{ см}^{-2}$ .

В 2000-х годах на реакторе ВВР-К проведены длительные радиационные испытания образцов литийсодержащей керамики ( $\text{Li}_2\text{TiO}_3$ ) с использованием газовакуумной петлевой установки. В результате были получены образцы керамики с рекордным выгоранием по изотопу  $^6\text{Li}$  – (20–22)%. Выполнены измерения выхода количества трития из  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  в процессе облучения при различных температурах облучения.

С целью улучшения точности измерения газовой выделенности и увеличения функциональности установки, а также ее приведения в соответствие с современными требованиями и трендами, на реакторе ВВР-К ведутся работы по созданию новой установки, которая предназначена для исследования газовой выделенности из материалов ядерных и термоядерных реакторов методом вакуумной экстракции.

#### **Благодарности**

*Авторы выражают огромную благодарность экспериментальной группе и персоналу реактора ВВР-К за профессиональное выполнение своих обязанностей во время радиационных испытаний литийсодержащей керамики и Министерству образования и науки РК за финансовую поддержку работ по созданию новой экспериментальной установки по исследованию газовой выделенности из материалов ядерных и термоядерных реакторов (Программа № BR05236400).*

#### **ЛИТЕРАТУРА**

1. Konishi, S. Functional materials for breeding blankets-status and developments / S. Konishi, M. Enoeda, M. Nakamichi, T. Hoshino, A. Ying, S. Sharafat, S. Smolentsev // Nuclear Fusion. – 2017. – Vol. 57, № 9.
2. Zmitko, M. Development and qualification of functional materials for the EU test blanket modules: strategy and R&D / M. Zmitko, Y. Poitevin and L. Boccaccini // Journal of Nuclear Materials. – 2011. – Vol. 417. – P. 678–83.
3. Tobita, K. Research and development status on fusion DEMO reactor design under the broader approach / K. Tobita, G. Federici and K. Okano // Fusion Engineering and Design. – 2014. – Vol. 89. – P. 1870–1874.
4. Kawamura, Y. Progress of R&D on water cooled ceramic breeder for ITER test blanket system and DEMO // Fusion Engineering and Design. – 2016. – Vol. 109-111. – P. 1637–1643.
5. Wang, S. Updated conceptual design of helium cooling ceramic blanket for HCCB-DEMO / S. Wang, Q. Cao, X. Wu, X. Wang, G. Zhang and K. Feng // Fusion Engineering and Design. – 2016. – Vol. 112. – P. 148–155.
6. Boccaccini, L.V. et al. Objectives and status of EUROfusion DEMO blanket studies // Fusion Engineering and Design. – 2016. – Vol. 109-111. – P. 1199–1206.
7. Federici, G. Overview of the design approach and prioritization of R&D activities towards an EU DEMO / G. Federici, C. Bachmann, W. Biel and L. Boccaccini // Fusion Engineering and Design. – 2016. – Vol. 109–111. – P. 1464–1474.
8. Tazhibayeva, I. Material science activities for fusion reactors in Kazakhstan / I. Tazhibayeva, E. Kenzhin, V. Shestakov, Y. Chikhray, T. Kulsartov, E. Azizov, O. Filatov, V. Chernov // Journal of Nuclear Materials. – 2009. – Vol. 386-88. – P. 15–18.
9. Tazhibayeva, I. Tritium accumulation and release from  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  during long-term irradiation in the WWR-K reactor / I. Tazhibayeva, I. Beckman, V. Shestakov, T. Kulsartov, E. Chikhray, E. Kenzhin, A. Kiykabaeva, H. Kawamura, K. Tsuchiya // Journal of Nuclear Materials. – 2011. – Vol. 417, № 1–3. – P. 748–752.
10. Sadvakassova, A. O. Research of reactor radiation influence upon processes of hydrogen isotopes interaction with materials of the fusion facility / A. O. Sadvakassova, I. L. Tazhibayeva, E. A. Kenzhin, Z. A. Zaurbekova, T. V. Kulsartov, Y. N. Gordiyenko, Y. V. Chikhray // Fusion Science and Technology. – 2011. – Vol. 60, № 1T. – P. 9–15.
11. Kulsartov, T. V. Tritium migration in the materials proposed for fusion reactors:  $\text{Li}_2\text{TiO}_3$  and beryllium / T. V. Kulsartov, Y. N. Gordiyenko, I. L. Tazhibayeva, E. A. Kenzhin, N. I. Barsukov, A. O. Sadvakassova, A. V. Kulsartova, Z. A. Zaurbekova // Journal of Nuclear Materials. – 2013. – Vol. 442, № 1–3. – P. S740–S745.
12. Kozlovskiy, A. et al. Investigation of the influence of irradiation with Fe+ 7 ions on structural properties of AlN ceramics // Materials Research Express. – 2018. – Vol. 5. – №. 6. – P. 065502.
13. Chikhray, Y et al., Hydrogen isotopic effect during the graphite high-temperature corrosion in water vapours, International Journal of Hydrogen Energy, <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.03.013>.
14. Zaurbekova, Z. Investigation of hydrogen isotopes interaction processes with lithium under neutron irradiation / Z. Zaurbekova, M. Skakov, Y. Ponkratov, T. Kulsartov, Y. Gordienko, I. Tazhibayeva, V. Baklanov, N. Barsukov, Y. Chikhray // Fusion Engineering and Design. – 2016. – Vol. 109. – P. 26-29.
15. Tazhibayeva, I. Study of properties of tungsten irradiated in hydrogen atmosphere / I. Tazhibayeva, M. Skakov, V. Baklanov, E. Koyanbayev, A. Miniyazov, T. Kulsartov, Y. Ponkratov, Y. Gordienko, Z. Zaurbekova, I. Kukushkin, E. Nesterov // Nuclear Fusion. – 2017. – Vol. 57, № 12. – P. 6.
16. Tazhibayeva, I. Results of neutron irradiation of liquid lithium saturated with deuterium / I. Tazhibayeva, Y. Ponkratov, T. Kulsartov, Y. Gordienko, M. Skakov, Z. Zaurbekova, I. Lyublinski, A. Vertkov, G. Mazzitelli // Fusion Engineering and Design. – 2017. – Vol. 117. – P. 194–198.
17. Lyublinski, I. E. Status of design and experimental activity on module of lithium divertor for KTM tokamak / I. E. Lyublinski, A. V. Vertkov, M. Y. Zharkov, V. V. Semenov, S. V. Mirnov, V. B. Lazarev, I. L. Tazhibayeva, G. V. Shapovalov,

- T. V. Kulsartov, A. V. D'Yachenko, G. Mazzitelli, P. Agostini // *Fusion Engineering and Design*. – 2013. – Vol. 88. – № 9–10. – P. 1862–1865.
18. Kulsartov, T. V. Hydrogen permeation through vanadium alloy V-4Cr-4Ti 'in situ' of reactor irradiation / T. V. Kulsartov, V. P. Shestakov, I. L. Tazhibayeva, E. A. Kenzhin // *Journal of Nuclear Materials*. – 2000. – Vol. 283. – P. 872–875.
  19. Tazhibayeva, I. Reactor studies of hydrogen isotopes interaction with lithium CPS using dynamic sorption technique / I. Tazhibayeva, Yu. Ponkratov, T. Kulsartov, Yu. Gordienko, Zh. Zaurbekova, V. Gnyrya, Ye. Chikhray, S. Askerbekov, A. Vertkov, I. Lyublinski, G. Mazzitelli // *Fusion Engineering and Design*. – 2019. – <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2018.12.077>.
  20. Tazhibayeva, I. Temperature dependence of the rate constant of hydrogen isotope interactions with a lithium capillary-porous system under reactor irradiation / I. Tazhibayeva, T. Kulsartov, Y. Gordienko, A. Mukanova, Y. Ponkratov, N. Barsukov, E. Tulubaev, E. Platacis, E. Kenzhin // *Fusion Engineering and Design*. – 2013. – Vol. 88, № 9–10. – P. 1731–1734.
  21. Kulsartov, T. et al. Simulation of hydrogen isotopes absorption by metals under uncompensated pressure conditions // *International Journal of Hydrogen Energy*. – <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.03.091>.
  22. Kulsartov, T. Simulation of Hydrogen Isotopes Accumulation Processes in Materials in the Presence of Chemical Traps / T. Kulsartov, Z. Zaurbekova, Y. Chikhray, and M. Gabdullin // *Eurasian Chemical-Technological Journal*. – 2019. – Vol. 21. – No. 1. – P. 25–28.
  23. Kulsartov, T. Studies of reactor irradiation effect on hydrogen isotope release from vanadium alloy V4Cr4Ti / T. Kulsartov, V. Shestakov, Y. Chikhray, Y. Kenzhin, A. Kolbayenkov, I. Tazhibayeva // *Journal of Nuclear Materials*. – 2007. – Vol. 367. – P. 844–847.
  24. Kulsartov, T. A. Study of tritium and helium release from irradiated lithium ceramics Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub> / T. Kulsartov, I. Tazhibayeva, Y. Gordienko, E. Chikhray, K. Tsuchiya, H. Kawamura, A. Kulsartova // *Fusion Science and Technology*. – 2011. – Vol. 60, № 3. – P. 1139–1142.
  25. Tazhibayeva, I. Interaction of tritium and helium with lead-lithium eutectic under reactor irradiation / I. Tazhibayeva, T. Kulsartov, N. Barsukov, Y. Gordienko, Y. Ponkratov, Z. Zaurbekova, E. Tulubayev, V. Gnyrya, V. Baklanov, E. Kenzhin // *Fusion Engineering and Design*. – 2014. – Vol. 89, № 7-8. – P. 1486–1490.
  26. Restarting of the WWR-K reactor operation. Article collection, Almaty, Almaty branch of IAE NNC RK, 1998, 248 p.
  27. Shaimerdenov, A.A. The 50<sup>th</sup> Anniversary of the WWR-K Research Reactor / A. A. Shaimerdenov, D. A. Nakipov, F. M. Arinkin, Sh. Kh. Gizatulin, P. V. Chakrov, and Ye. A. Kenzhin // *Physics of Atomic Nuclei*. – 2018. – Vol. 81. – P. 1408–1411. – <https://doi.org/10.1134/S1063778818100162>.
  28. Koltochnik, S.N. Comparison of neutron spectrum in the WWR-K reactor with LEU fuel against HEU one / S.N. Koltochnik, D.S. Sairanbayev, L.V. Chekushina, Sh.Kh. Gizatulin, A.A. Shaimerdenov // *NNC RK Bulletin*. – 2018. – Vol. 4. – P. 14–16.
  29. Shestakov, V. In-pile assemblies for investigation of tritium release from Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub> lithium ceramic / V. Shestakov, I. Tazhibayeva, H. Kawamura, Y. Kenzhin, T. Kulsartov, Y. Chikhray, A. Kolbaenkov, F. Arinkin, S. Gizatulin, P. Chakrov // *Fusion Science and Technology*. – 2005. – Vol. 47, № 4. – P. 1084–1088.
  30. Chikhray, Y. Measurement system for in-pile tritium monitoring from Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub> ceramics at WWRK reactor / Y. Chikhray, V. Shestakov, T. Kulsartov, I. Tazhibayeva, H. Kawamura, A. Kuykabaeva // *Journal of Nuclear Materials*. – 2007. – Vol. 367. – P. 1028–1032.
  31. Chikhray, Y. Study of Li<sub>2</sub>TiO<sub>3</sub>+5 mol% TiO<sub>2</sub> lithium ceramics after long-term neutron irradiation / Y. Chikhray, V. Shestakov, O. Maksimkin, L. Turubarova, I. Osipov, T. Kulsartov, A. Kuykabayeva, I. Tazhibayeva, H. Kawamura, K. Tsuchiya // *Journal of Nuclear Materials*. – 2009. – Vol. 386–88. – P. 286–289.
  32. Kenzhina, I. Calculation of the vacuum diagram of the experiment on the degasation of fusion materials in conditions of neutron irradiation at WWR-K reactor / I. Kenzhina, T. Kulsartov, Y. Chikhray, V. Shestakov, S. Askerbekov, Z. Zaurbekova, A. Shaimerdenov, S. Gizatulin, Y. Kenzhin // *NNC RK Bulletin*. – 2018. – Vol. 4(76). – P. 123–128.

**СӘУЛЕЛЕНУ КЕЗІНДЕ МАТЕРИАЛДАРДАН ТРИТИЙДІҢ ШЫҒУЫН ЗЕРТТЕУГЕ  
АРНАЛҒАН ВВР-К РЕАКТОРЫНЫҢ ЭКСПЕРИМЕНТТІК БАЗАСЫ**

<sup>1)</sup> А.А. Шаймерденов, <sup>1)</sup> Ш.Х. Гизатулин, <sup>1)</sup> Д.А. Накипов, <sup>1)</sup> Е.А. Кенжин, <sup>2)</sup> Е.В. Чихрай,  
<sup>2)</sup> Ж.А. Заурбекова, <sup>2,3)</sup> А.У. Толенова, <sup>4)</sup> Е.А. Нестеров, <sup>5)</sup> Г. Кизанэ

<sup>1)</sup> «Ядролық физика институты» РМК, Алматы, Қазақстан

<sup>2)</sup> Әл-Фараби ҚазҰУ, Алматы, Қазақстан

<sup>3)</sup> Қ.И. Сәтпаев КАЗҒЗТУ, Алматы, Қазақстан

<sup>4)</sup> Томск политехникалық университеті, Томск, Ресей

<sup>5)</sup> Латвия университеті, Рига, Латвия

ВВР-К реакторы-бұл 6 МВт қуаттылығымен бірегей көп мақсатты жеңіл сулы зерттеу реакторы. Белсенді аймақтағы жылу тасымалдаушы және баяулатушы тұзсыздандырылған су, шағылдырғыш – бериллий болып табылады. Уран-235 изотопы бойынша 19,7% - ға дейін байытылған уран диоксиді отын ретінде қызмет етеді. ВВР-К реакторы іске қосылған сәттен бастап онда зерттеу реакторларының әртүрлі материалдарына зерттеулер жүргізіледі. 2000 жылдан бастап ВВР-К реакторында термоядролық реактордың материалдарын зерттеу бойынша жұмыстар, атап айтқанда, литий керамикасынан тритийдің босап шығуын зерттеу бойынша эксперименттер жүргізілді. Инертті газ ортасында термоядролық реактордың бридерлік бланкетінің әр түрлі кандидат-материалдарынан тритийді босатуға арналған реакторішілік зерттеулерге қондырғы әзірленді. Сондай-ақ сәулеленетін материалдарда тритийді ұстау уақытын бағалау әдістемесі әзірленді. 2018 жылы ВВР-К реакторында термоядролық реакторлардың материалдарын зерттеуге арналған қондырғы құрылды, оның көмегімен вакуумдағы сәуле шығару үлгілері бойынша тәжірибе жүргізу мүмкін болды. Бұл жұмыста ВВР-К реакторының және эксперименттік қондырғылардың сипаттамасы көрсетілген. Сондай-ақ, ВВР-К реакторындағы термоядролық реактор материалдарынан тритий шығуына байланысты зерттеулерге қатысты күтілетін жалпы техникалық мүмкіндіктері ұсынылған.

**EXPERIMENTAL BASE OF THE WWR-K REACTOR FOR IN-SITU INVESTIGATION  
OF TRITIUM RELEASE FROM MATERIALS**

<sup>1)</sup> A.A. Shaimerdenov, <sup>1)</sup> Sh.H. Gizatulin, <sup>1)</sup> D.A. Nakipov, <sup>1)</sup> Ye.A. Kenzhin, <sup>2)</sup> Ye.V. Chikhrai,  
<sup>2)</sup> Zh.A. Zaurbekova, <sup>2,3)</sup> A.U. Tolonova, <sup>4)</sup> E.A. Nesterov, <sup>5)</sup> G. Kizane

<sup>1)</sup> RSE “Institute of Nuclear Physics”, Almaty, Kazakhstan

<sup>2)</sup> Al-Farabi Kazakh National University, Almaty, Kazakhstan

<sup>3)</sup> Satbayev University, Almaty, Kazakhstan

<sup>4)</sup> Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

<sup>5)</sup> University of Latvia, Riga, Latvia

The WWR-K reactor is a unique 6 MW multi-purpose light-water research reactor. Desalinated water is the coolant and moderator, and beryllium is the reflector. Uranium dioxide enriched up to 19.7% on the uranium-235 isotope serves as fuel.

Since the launch of the WWR-K reactor, studies of various materials of research reactors have been carried out on it. Beginning in 2000, work was carried out at the WWR-K reactor to study the materials of fusion reactor, namely, experiments to study the release of tritium from lithium ceramics. A facility was developed for in-pile reactor studies of tritium release from various candidate materials for a breeder blanket of a fusion reactor in an inert gas environment. A methodology was also developed for estimating the retention time of tritium in irradiated materials.

In 2018, an installation for studying the materials of fusion reactors was created at the WWR-K reactor, at which it became possible to conduct experiments on irradiating samples in a vacuum.

In this work, a description of the WWR-K reactor, experimental facilities, and their general technical capabilities as applied to the expected studies of tritium yield from the fusion reactor materials at the WWR-K reactor is presented.

УДК 544.344:621.793

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ TiCN ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ МЕХАНОХИМИЧЕСКОГО СПЛАВЛЕНИЯ ДО И ПОСЛЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ**<sup>1)</sup> Сагдолдина Ж.Б., <sup>1)</sup> Жапарова М.С., <sup>2)</sup> Жанузакова Л.Н., <sup>1)</sup> Турганбекова А.Б.<sup>1)</sup> *Восточно-Казахстанский государственный университет им. С.Аманжолова, Усть-Каменогорск, Казахстан*<sup>2)</sup> *Восточно-Казахстанский государственный технический университет им. Д. Серикбаева, Усть-Каменогорск, Казахстан*

Работа посвящена исследованиям изменений структурно-фазовых состояний TiCN покрытий на поверхности титана, синтезированных методом механического сплавления. В работе было исследовано влияние термической обработки на структурно-фазовые состояния и механико-трибологические свойства покрытий. Установлено, что механизм формирования TiCN покрытий обусловлен механическим холодным свариванием за счет деформационного уплотнения частиц порошка на поверхности титана под воздействием ударов шаров. Изучено влияние термической обработки на структурно-фазовые состояния TiCN покрытий. Показано, что при температуре 600 °С и 900 °С в течение 2 ч покрытие TiCN является термически стабильным. Методами микроиндентирования и трибологических испытаний исследованы микротвёрдость и износостойкость покрытий. Выявлено, что при 900 °С износостойкость и микротвёрдость относительно исходной возрастает в два раза, при этом адгезионная прочность покрытий не ухудшается.

**ВВЕДЕНИЕ**

Современное машиностроение требует создания новых износостойких защитных покрытий на поверхности различных деталей машин и инструмента, обеспечивающих их долговечности при различных условиях эксплуатации. При этом пути решения таких задач должны основываться на научных результатах исследований структуры и свойств покрытий, механизмов образования упрочняющих структур, а также на применении эффективных способов обработки поверхности для повышения такой характеристики поверхности, как износостойкость. Высокие механические, трибологические и коррозионные свойства покрытий обусловлены их структурно-фазовым состоянием. Прогнозирование свойств покрытий невозможно без изучения их фазового и структурного состояний во взаимосвязи с методами и режимами нанесения покрытий.

При выборе компонентов покрытий важно обратить внимание на благоприятное сочетание кристаллохимических, физико-механических свойств слоев покрытия и обрабатываемого материала. Надежное соединение покрытия с основой зависит от их близости по химическому составу, т.е. покрытие должно содержать компоненты основы. Исходя из этого, карбонитрид титана TiCN был выбран в качестве покрытий на поверхности титана, так как они близки по химическому составу. Карбонитрид титана TiCN находит применение как в качестве твердого покрытия инструмента, так и снижающего трение покрытия деталей машин. Согласно требованиям к износостойким покрытиям для инструмента, покрытие должно иметь высокую прочность сцепления с инструментальной основой, что позволит увеличить время работы инструмента до полного разрушения покрытия на контактной площадке на передней поверхности [1]. Также покрытия на основе карбонитридов имеют

большую микротвёрдость и более высокий уровень остаточных напряжений сжатия по сравнению с одноэлементными покрытиями TiN, что позволяет им лучше сдерживать процессы образования и развития трещин [2].

Развитие метода механохимического сплавления (МС) также открывает перспективы в получении защитных покрытий и позволяет существенно расширить представления о возможности синтеза различных структурно-фазовых состояний и композиций. Однако в основном работы посвящены деформационному упрочнению поверхности под воздействием ударов шаров. Исследования по применению энергии ударов шаров (метод механического сплавления) для получения защитных покрытий на поверхности металлов и сплавов проводятся в работах [3, 4]. Несмотря на имеющиеся научные достижения в области МС покрытий, полученные экспериментальные данные касаются в основном комбинаций подложка – покрытие металлических систем [5]. Применение метода МС для получения композиционных покрытий на основе керметов мало изучено. Проблема заключается в том, что процесс осаждения покрытий находится в определенном интервале технологических параметров, необходимых для достижения нужной степени деформации сплавления компонентов, которая, как известно, зависит от физико-механических свойств подложки и осаждаемого материала. На основании вышеизложенного в настоящей работе определена задача исследовать формирование композиционных покрытий на основе системы TiCN на поверхности титана, методом МС.

**ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ**

В качестве исходных материалов использовались порошок карбонитрид титана TiCN с размером фракций 40 нм и листовой титан ВТ1-0. Нанесение покрытий методом МС проводилось в вибрационном шаро-

вом механоактиваторе СВУ-2. Из проведенных предварительных экспериментов были определены следующие оптимальные значения параметров МС для нанесения покрытий TiCN: время нанесения – 1 час на каждый последующий слой; частота колебания механовибратора – 80 Гц; количество стальных шаров – 130 шт.; диаметр шаров – 8 мм и соотношение массы шаров к массе порошка – 65:1. Как известно, степень загрязнения при МС зависит от интенсивности помола, природы порошка, весового соотношения шаров и порошка. В нашем случае время помола небольшое, а интенсивность помола высокая. Для уменьшения загрязнений покрытий шары и вибрационная камера (сталь ШХ15) подвергались предварительной обработке порошком титана в течение 15 мин. В результате такой предварительной обработки поверхность шаров и внутренняя поверхность стенок камеры покрывались слоем титана, который в последующем препятствовал проникновению железа в покрытие.

Термическую обработку образцов проводили в вакууме  $10^{-4}$  Па при температурах 600 °С и 900 °С. Время выдержки при каждой температуре составляло 2 ч. Охлаждение образцов происходило вместе с печью.

Исследование фазового состава образцов проводилось на дифрактометре XRD-6000 на  $\text{CuK}\alpha$ -излучении. Анализ фазового состава проведен с использованием баз данных PDF4+. Съемки проводились в следующих режимах: напряжение на трубке  $U=40$  кВ; ток трубки  $I=30$  мА; время экспозиции 1 с; шаг съемки  $0,02^\circ$ . Исследование микроструктуры и анализ химического состава образцов проведены на электронно-зондовом микроанализаторе JСХА-733 «Superprobe» с приставкой энергодисперсионного микроанализа INCA Energy SEM 300. В работе выполнены измерения коэффициента трения для серии образцов покрытий до и после отжига. Измерения проводились на высокотемпературном трибометре ТНТ-S-AX0000. В качестве контртела применялся шарик из ВК6М диаметром 2 мм. Параметры исследований были одинаковы для исследуемых образцов: нагрузка 5 Н, скорость 2 см/с, при комнатной температуре и окружающей атмосфере. Измерение микротвердости методом Виккерса выполнено на полуавтоматическом микротвердометре SHIMADZU. Работа адгезии определена из экспериментальных данных о краевых углах и поверхностном натяжении методом Оунса-Вендта-Рабеля-Кьельбе на приборе DSA-НТ12.

#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЯ

На рисунке 1 показана морфология поверхности TiCN покрытий до и после отжига 900 °С. Морфология покрытий имеет свойственную структуру для процесса МС.

На поверхности можно наблюдать микроучастки, которые показывают послойное наращивание толщины покрытий на поверхности подложки под воздей-

ствием ударов шаров. В процессе своего развития структура покрытий проходит через следующие стадии: образование ямок, бугорковая структура, слияние бугорков и выравнивание поверхности. Дальнейшее увеличение времени приводит к постепенному выравниванию поверхности. После отжига при 900 °С выравнивается, исчезают четкие границы неровности поверхности. Выравнивание поверхности покрытий возможно связано снятием микронапряжений структуры покрытий после отжига.

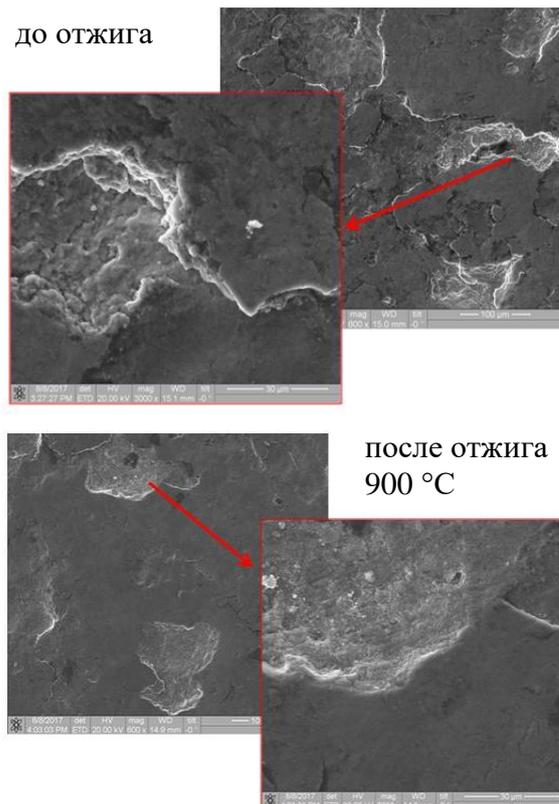


Рисунок 1. Морфология TiCN покрытий на поверхности титана и детальное изображение поверхности покрытий

На рисунке 2 показаны дифрактограммы TiCN покрытий до и после отжига. На дифрактограмме до отжига наблюдается уширение пика Ti за счет напряжений, индуцированных под воздействием ударов шаров.

Различные изменения дифракционных линий образца после МС свидетельствуют о наличии дефектных структурных состояний. Эти состояния являются источниками высоких локальных внутренних напряжений, и играют существенную роль в явлениях увеличения реакционной способности компонентов обрабатываемых материалов, аномально высокого массопереноса и твердофазного механохимического сплавления. После отжигов 600 °С и 900 °С фазовый состав покрытий соответствует исходному составу покрытий до отжига.

**СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ TiCN ПОКРЫТИЙ, СИНТЕЗИРОВАННЫХ МЕТОДОМ  
МЕХАНОХИМИЧЕСКОГО СПЛАВЛЕНИЯ ДО И ПОСЛЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ**

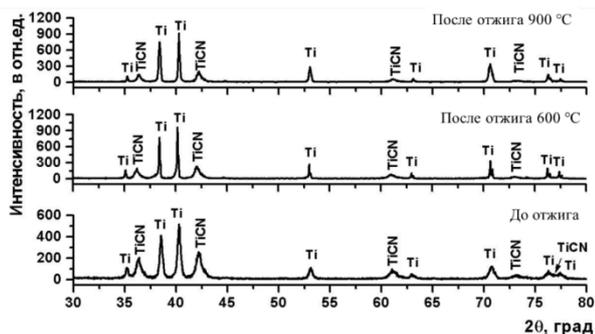


Рисунок 2. Дифрактограмма TiCN покрытий до и после отжига

На рисунке 3 показаны результаты трибологических испытаний TiCN покрытий до и после отжига. Коэффициент трения TiCN покрытий до отжига составлял 0,48–0,53.

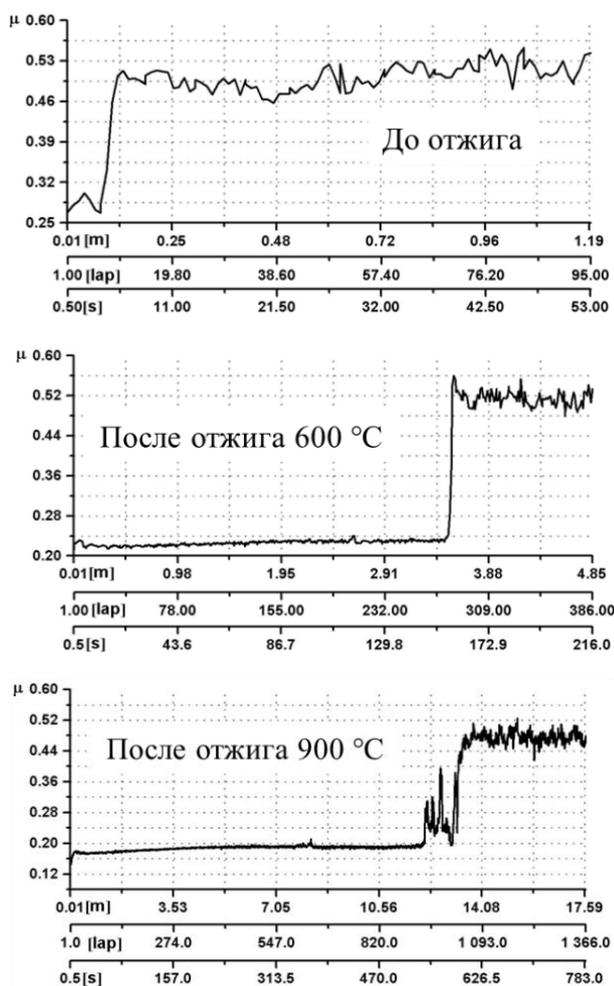


Рисунок 3. Результаты трибологических испытаний TiCN покрытий на поверхности титановой подложки до и после отжига

Результаты трибологических испытаний показывают, что самый низкий коэффициент трения 0,15–0,18 обладает TiCN покрытие после отжига 900 °C. Уменьшение коэффициента трения объясняется по-

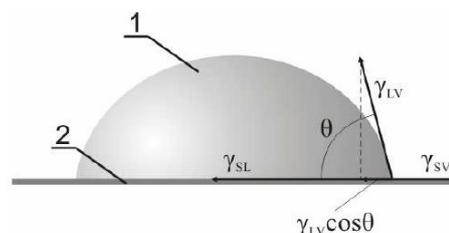
вышением износостойкости поверхности образца. После отжига при 600 °C коэффициент трения TiCN покрытий составляет 0,21–0,22.

Микротвердость, наряду с износостойкостью, является одной из наиболее широко используемых механических характеристик модифицированных поверхностей. В таблице 1 показаны значения микротвердости полученных керамических покрытий на титановой подложке, а также образца Ti без покрытия. Как видно из таблицы, микротвердость TiCN покрытий выше по сравнению с исходным образцом Ti без покрытия.

Таблица. Микротвердость TiCN покрытий на поверхности титана

Исследуемые образцы	Микротвердость, HV <sub>0,1</sub>
Ti без покрытия	256 ± 14
Ti с покрытием TiCN	436 ± 25
Ti с покрытием TiCN после отжига 900 °C	533 ± 15

Для оценки адгезии TiCN покрытий на поверхности титана до и после отжига использовался метод измерения краевого угла смачивания поверхности различными тестовыми жидкостями, рисунок 4.



1 – капля жидкости; 2 – исследуемый материал;  $\gamma_{SL}$  – поверхностное натяжение на границе тело/жидкость;  $\gamma_{LV}$  – поверхностное натяжение на границе жидкость/газ;  $\gamma_{SV}$  – поверхностное натяжение на границе твердое тело/газ

Рисунок 4. Краевой угол смачивания в системе «твердое тело – жидкость – газ» (графическая интерпретация уравнения Юнга)

Была проведена попытка применения метода Оунса-Вендта-Рабеля-Кьельбе, который основан на измерении краевого угла смачивания поверхности тестовыми жидкостями, для оценки адгезионных свойств TiCN покрытий до и после отжига. Для этого поверхность покрытия была отполирована до  $R_a=0,2$  мкм. Основными характеристиками адгезии являются: работа адгезии, прочность сцепления и сила адгезии. Работа адгезии является мерой взаимодействия частиц на границе раздела двух фаз или тел. Работа адгезии определяется суммой вкладов индивидуальных взаимодействий. Если химическая реакция не оказывает существенного влияния на величину поверхностного натяжения жидкости, можно рассчитать работу адгезии из экспериментальных данных о краевых углах и поверхностном натяжении. Метод Оунса-Вендта-Рабеля-Кьельбе рассматривает поверхностное натяжение с точки зрения полярной и дисперсионной составляющих. Дисперсионная со-

ставляющая включает силы Ван-дер-Ваальса и другие неспецифические взаимодействия, полярная составляющая – сильные взаимодействия и водородные связи. В этом методе поверхностное натяжение на границе твердое тело-жидкость имеет следующий вид:

$$\gamma_{S,L} = \gamma_S + \gamma_L - 2(\gamma_{Sd}\gamma_{Ld})^{0,5} - 2(\gamma_{Sp}\gamma_{Lp})^{0,5},$$

где,  $\gamma_S$  – свободная энергия поверхности (СЭП) исследуемого материала;  $\gamma_L$  – СЭП жидкости измерения;  $\gamma_{Sp}$  и  $\gamma_{Sd}$  – полярные и дисперсионные составляющие СЭП исследуемого материала;  $\gamma_{Lp}$  и  $\gamma_{Ld}$  – полярные и дисперсионные составляющие СЭП жидкости.

Для упрощения уравнения Юнга, полученного из условия равновесия силы и считая, что

$$\gamma_S = \gamma_{S,L} + \gamma_L \cos\theta,$$

получим:

$$\frac{\gamma_L(1 + \cos\theta)}{2} = (\gamma_{Sd}\gamma_{Ld})^{0,5} + (\gamma_{Sp}\gamma_{Lp})^{0,5}$$

Для определения СЭП исследуемого материала  $\gamma_S$  должны быть экспериментально измерены полярные и дисперсионные составляющие:

$$\gamma_S = \gamma_{Sd} + \gamma_{Sp}.$$

Зависимость может быть использована для определения работы адгезии ( $W_{a,b}$ ) различных пар материалов [6]:

$$W_{a,b} = 2(\gamma_{a,d}\gamma_{b,d})^{0,5} + 2(\gamma_{a,p}\gamma_{b,p})^{0,5}, \quad (*)$$

где

$$W_{a,b} = \gamma_{a,b}(1 + \cos\theta).$$

Используя формулу (\*) были изучены работы адгезии Ti-TiCN покрытий до и после отжига 600 °С и 900 °С. Результаты оценки работы адгезии показали: до отжига 0,81 Дж/м<sup>2</sup>; после отжига 600 °С – 0,75 Дж/м<sup>2</sup>; 900 °С – 0,76 Дж/м<sup>2</sup>. В связи с тем, что не принят во внимание целый ряд физико-химических процессов, эти результаты следует рассматривать как сравнительный анализ. Работа адгезии тем больше, чем больше поверхностные натяжения исходных компонентов и чем меньше конечное межфазное натяжение. В то же время чем больше работа адгезии, т.е. межфазное взаимодействие, тем меньше межфазное натяжение. Межфазное натяжение станет равным нулю, когда исчезнет межфазная поверхность, что происходит при полном растворении фаз или отслоении покрытий. В данном эксперименте термический отжиг TiCN покрытий приводит к уменьшению работы адгезии, увеличивается межфазное натяже-

ние, тем самым увеличивается адгезионная прочность покрытий после отжига 900 °С.

Таким образом, на основе проведенных механико-трибологических и фазово-структурных исследований можно сказать, что TiCN покрытий на поверхности титана являются термическими стабильными до 900 °С. Отслоение покрытий от подложки и изменение фазового состава покрытий до 900 °С не наблюдаются.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе проведено экспериментальное исследование изменений структурно-фазовых состояний TiCN покрытий, полученных методом МС с последующей термической обработкой. По результатам работ можно сделать следующие выводы:

- установлено, что механизм формирования TiCN покрытий обусловлен механическим холодным свариванием за счет деформационного уплотнения частиц порошка на поверхности титана под воздействием ударов шаров;

- выявлено улучшение механических свойств TiCN покрытий при вакуумном отжиге. После отжига при 900 °С износостойкость и микротвердость относительно исходной возрастает в два раза, не ухудшается при этом адгезионная прочность покрытий.

На основании проведенных исследований можно сказать, что в дальнейшем в целях улучшения адгезионной прочности покрытий целесообразно усовершенствовать технологию нанесения керметов методом МС. 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 адгезионной прочности покрытий можно использовать термическую обработку после нанесения покрытий для ускорения диффузионных процессов в системе покрытие-подложка.

*В статье использованы результаты, полученные при поддержке программы целевого финансирования МОН РК, грант BR052236748.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Верещака А.С., Верещака А.А. Функциональные покрытия для режущего инструмента. //Упрочняющие технологии и покрытия. – 2010. – № 6. – С. 28–43.
2. Табаков, В. П. Работоспособность режущего инструмента с износостойкими покрытиями на основе сложных нитридов и карбонитридов титана / В. П. Табаков. – Ульяновск: УлГТУ, 1998. – 123 с.

3. Romankov S., Komarov S.V., Hayashi N., Kasai S.E. Effect of annealing treatment on the structure and properties of the nanograined TiN coatings produced by ultrasonic-based coating process // Journal of Alloys and Compounds. – 2010. – V. 495. – P. 625–628.
4. Романьков С.Е., Сагдолдина Ж.Б., Калошкин С.Д., Каевицер Е.В. Получение композиционных Ti-Al покрытий методом механосинтеза // Физика металлов и металловедение. – 2008. – № 1(106). – С. 70–78.
5. Скаков М.К., Сагдолдина Ж.Б., Виелеба В.К., О методе механического сплавления // Вестник КазННТУ. – 2014. – №4. – С. 428–436.
6. Paszkowski M., Wojciech W., Wroblewski R., Research of the adhesion of steel and plastics in the context of their application in frictional couples // Tribologia (на польском языке). – 2010. – №.5. – P. 95–104.

### **ТЕРМИЯЛЫҚ ӨНДЕУГЕ ДЕЙІН ЖӘНЕ КЕЙІН МЕХАНИКАЛЫҚ-ХИМИЯЛЫҚ ҚОРЫТПА- ЛАУӘДІСІМЕН СИНТЕЗДЕЛГЕН TiCN ЖАБЫНЫНЫҢ ҚҰРЫЛЫМДЫҚ-ФАЗАЛЫҚ КҮЙІ**

<sup>1)</sup> Ж.Б. Сагдолдина, <sup>1)</sup> М.С. Жапарова, <sup>2)</sup> Л.Н. Жанузакова, <sup>1)</sup> А.Б. Турганбекова

<sup>1)</sup> С. Аманжолов атындағы Шығыс Қазақстан мемлекеттік университеті, Өскемен, Қазақстан

<sup>2)</sup> Д. Серикбаев атындағы Шығыс Қазақстан мемлекеттік техникалық университеті, Өскемен, Қазақстан

Жұмыс механикалық қорытпа әдісімен синтезделген титан бетіндегі TiCN жабынының құрылымдық-фазалық күйінің өзгерістерін зерттеуге арналған. Жұмыста термиялық өндеудің жабындардың құрылымдық-фазалық күйіне және механикалық-трибологиялық қасиеттеріне әсері зерттелді. TiCN жабынының қалыптасу механизмі шарлар соққысының әсерінен титан бетіндегі ұнтақ бөлшектерінің деформациялық тығыздалуы есебінен механикалық суық дәнекерлеумен байланысты екені анықталды. TiCN жабынының құрылымдық-фазалық жағдайына термиялық өндеудің әсері зерттелді. TiCN жабыны 2 сағ бойы 600 °C және 900 °C температурада термиялық тұрақты екені көрсетілді. Микроиндентірлеу және трибологиялық сынақ әдістерімен жабындардың микроқаттылығы мен тозуға төзімділігі зерттелді. Тозуға төзімділік және микроқаттылық 900 °C кезінде бастапқы күймен салыстырғанда екі есе өседі, бұл ретте жабындардың адгезиялық беріктігі азаймайтындығы анықталды.

### **STRUCTURAL AND PHASE STATES OF TiCN COATINGS SYNTHESIZED BY MECHANOCHEMICAL ALLOYING BEFORE AND AFTER HEAT TREATMENT**

<sup>1)</sup> Zh.B. Sagdoldina, <sup>1)</sup> M.S. Zhaparova, <sup>2)</sup> L.N. Zhanuzakova, <sup>1)</sup> A.B. Turganbekova

<sup>1)</sup> Sarsen Amanzholov East Kazakhstan State University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan

<sup>2)</sup> D. Serikbayev East Kazakhstan State Technical University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan

This work is devoted to the study of changes in the structural and phase states of TiCN coatings on the surface of titanium synthesized by mechanical fusion. In the work influence of heat treatment on the structural-phase states and mechanical-tribological properties of coatings was studied. It is established that the mechanism of formation of TiCN coatings is conditioned mechanical cold welding due to the deformation compaction of powder particles on the surface of titanium under the influence of ball impacts. The influence of heat treatment on the structural and phase states of TiCN coatings is studied. It is shown that at temperatures of 600 °C and 900 °C for 2 h, the TiCN coating is thermally stable. Microhardness and wear resistance of coatings have been studied using methods microindentation and tribological tests. It was found that at 900 °C, the wear resistance and microhardness relative to the initial increases twice, while the adhesive strength of the coatings does not deteriorate.

УДК 621.793

**ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ ПОДШИПНИКОВ КАЧЕНИЯ ПУТЕМ НАНЕСЕНИЯ ПОКРЫТИЯ НА ОСНОВЕ НИТРИДА ХРОМА**<sup>1)</sup> Сагдолдина Ж.Б., <sup>1)</sup> Ботабаева Г.Б., <sup>2)</sup> Степанова О.А., <sup>1)</sup> Жанимхан Е.<sup>1)</sup> *Восточно-Казахстанский государственный университет им. С.Аманжолова, Усть-Каменогорск, Казахстан*<sup>2)</sup> *Государственный университет им. Шакарима города Семей, Семей, Казахстан*

С целью определения влияния покрытия  $\text{Cr}_2\text{N}$  на эксплуатационные характеристики подшипников качения в данной работе были изучены трибологические и коррозионные характеристики тонкопленочных покрытий, полученных методом МС. Трибологические характеристики покрытий изучались по схеме «шар-диск» до и после нанесения покрытия  $\text{Cr}_2\text{N}$ . В качестве контртела применялся шарик из стали ШХ15 (без покрытия). Анализ поперечных сечений дорожек износа после испытаний свидетельствует о том, что после нанесения покрытий износ фактически отсутствует. Образец с покрытием обладает коэффициентом трения 0,14–0,17, т.е. не превышает значение коэффициента трения ( $<0,2$ ) предъявляемое к материалам в сухих парах трения. Методом потенциометрии была определена коррозионная стойкость стали ШХ15 до и после нанесения тонкопленочного покрытия  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Коррозионные испытания проводили на потенциостате-гальваностате Р150, в 4% растворе азотной кислоты ( $\text{HNO}_3$ ). Результаты испытания показали, что после нанесения покрытия  $\text{Cr}_2\text{N}$  скорость коррозии составила 0,191 см/год, т.е. в два раза меньше по сравнению со сталью ШХ15 без покрытия.

**ВВЕДЕНИЕ**

Долговечность машин и механизмов во многом определяется износостойкостью применяемых в их конструкции подшипниковых узлов. Одним из наиболее перспективных путей повышения долговечности подшипников является нанесение на поверхности тел качения покрытий из тугоплавких соединений, которые уменьшают трение и износ контактирующих поверхностей, а также служат диффузионным барьером, препятствующим схватыванию контактирующих тел при высоких контактных нагрузках [1].

Подшипники качения применяются в различных условиях эксплуатации. Если обеспечивается смазка подшипников качения, то обычно без проблем может быть достигнут их нормальный расчетный срок службы. Однако при плохих или граничных условиях смазки режим работы подшипников качения является менее благоприятным. В таких случаях образование масляной пленки может оказаться невозможным, что имеет результатом непосредственный контакт металлических поверхностей тел качения и колец и, таким образом, приводит к изнашиванию при заедании, как, например, коррозионно-механическому изнашиванию, и к преждевременному выходу из строя. Вследствие этих явлений намного уменьшается срок службы при плохих условиях смазки. Для смягчения этой проблемы были предприняты попытки использовать твердые покрытия на деталях подшипников, например, покрытия, содержащие карбид или нитрид (например,  $\text{TiN}$ ,  $\text{TiC}$ ,  $\text{CrN}$ ), а также твердые смазочные материалы, как, например, дисульфид молибдена.

С целью снижения коэффициента и улучшения физико-механических характеристик покрытий бинарных систем ( $\text{TiN}$ ,  $\text{ZrN}$ ,  $\text{AlN}$  и др.) в их состав добавляют дополнительные легирующие элементы ( $\text{Si}$ ,  $\text{Cu}$ ,  $\text{Al}$ ,  $\text{Cr}$  и др.) [2]. Наличие в многокомпонентных

покрытиях сложной многофазной нанокристаллической и/или аморфной структуры обеспечивает такие уникальные свойства, как сверх- и ультратвердость (40–100 ГПа), низкий коэффициент трения ( $\leq 0,1$ ), высокую степень упругого возврата (80–94 %), упругую деформацию более 10%, высокую прочность на разрыв 10–40 ГПа, высокую термическую стабильность (до 1700 °С), стойкость к окислению при высоких температурах ( $>1000$  °С) [3].

Согласно Т.Е. Tallian [3] и другим [4], основными причинами преждевременных отказов подшипников качения являются механизмы износа, а не усталость. В попытке решить наиболее значительные проблемы износа, с которыми сталкиваются подшипники качения, работающие в режиме смазывания пограничного слоя, иногда используются гибридные подшипники, в которых используются керамические шарики и стальные дорожки качения. Тем не менее, гибридные подшипники используются главным образом в критических областях применения из-за их высокой стоимости [5]. Для улучшения трибологических характеристик шариковых подшипников было разработано несколько типов покрытий. Наиболее широко изученными трибологическими покрытиями для применения в стальных шарикоподшипниках являются легированные металлом алмазоподобные углероды (DLC) и нитриды, которые обладают высокой твердостью, износостойкостью и коррозионной стойкостью.

Процесс упрочнения тел качения сферической формы этим способом долгое время представлялся трудноосуществимым по причине наличия у шара только одной поверхности, являющейся одновременно и базовой, и обрабатываемой. Для получения постоянной толщины покрытия необходимо придать сферической подложке равномерное вращение при нанесении покрытий. Для решения этого вопроса бы-

ла поставлена задача получения износостойких композиционных покрытий на поверхности подшипника качения из стали ШХ15 методом механохимического сплавления (МС). Идея применения метода МС для получения покрытий берет свое начало от отрицательного явления налипания порошка на поверхности шаров и рабочей камеры. В 1993 году впервые было акцентировано внимание на образование Ti-Al-ZrO<sub>2</sub> покрытий толщиной 8 мкм на поверхности стальных шаров в процессе механического сплавления [6]. В 2002 году была опубликована работа, где рассматривает механохимический метод в качестве нового способа нанесения покрытий [7]. Сущность данного метода: металлические или керамические шары и металлический или керамический порошок заданного химического состава помещаются внутрь камеры, которая приводится в вибрационное движение. Вибрация камеры передает энергию шарам, которые начинают хаотично летать и соударяться друг с другом. Под воздействием ударов частицы порошка холодно-диффузионно свариваются с поверхностью шара. Частицы подвергаются механическому измельчению и многократно повторяющемуся деформированию и уплотнению на поверхности, образуя покрытие. В связи с вышеизложенным, в данной работе был предложен способ получения износостойких покрытий на поверхности «тела качения» подшипника качения методом МС.

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Методом механохимического синтеза на поверхности шариков подшипника из стали ШХ15 было получено тонкое покрытие из Cr<sub>2</sub>N на вибрационном стенде СВУ2. Оптимальными параметрами для нанесения покрытий были выбраны: амплитуда колебания 3,5 мм; частота колебания 50 Гц; степень заполнения камеры 50%, диаметр шара 6 мм; отношение массы порошка к массе шаров  $m_n:m_{ш}=1:30$ , время обработки методом механохимического синтеза 1 ч. Толщина покрытий на поверхности шарика оценивалась методом калотест. Методика заключается в шлифовании шариком образца с покрытием, толщина покрытия измеряется в соответствии с геометрией следа от шарика на образце и шлифовального шарика. Оптический анализ проекции на плоскость получившейся сферообразной выемки на покрытие и матрице позволяет определить толщину покрытия. При измерении диаметра переходной зоны покрытия и матрицы, толщина покрытия может быть определена при помощи простых геометрических вычислений. В целях определения толщины покрытий шлифовальным шариком служил шарик с покрытием Cr<sub>2</sub>N. На рисунке 1 показан сферический шлиф поверхности шарика, на основе которого можно примерно оценить толщину покрытий до 2 мкм.

Трибологические характеристики покрытий изучались с помощью машины трения по схеме шар-диск. На первом этапе трибологических испытаний были проведены эксперименты по изучению харак-

тера износа контртела (шар диаметром 3 мм) из стали ШХ15 без покрытия и с покрытием Cr<sub>2</sub>N. Эксперименты проводились при комнатной температуре 25 °С, длине пробега 300 м и при нагрузке 5 Н. Контртела из стали ШХ15 без покрытия сильно изнашивается в ходе испытаний, в процессе трения на шарике образуется площадка износа, что приводит к увеличению площади контакта (рисунок 2а). Также стоит отметить, что глубина канавки износа циклично изменяется в пределах одной дорожки (фрагмент рисунка 2а), что свидетельствует о возникновении сдвиговых напряжений, что, в свою очередь, является результатом схватывания при трении. Контртела с покрытием имеют склонность к абразивному износу. В процессе трения, выкрошенные из шарика частицы, являются абразивом, что приводит к увеличению глубины дорожки износа (рисунок 2б).

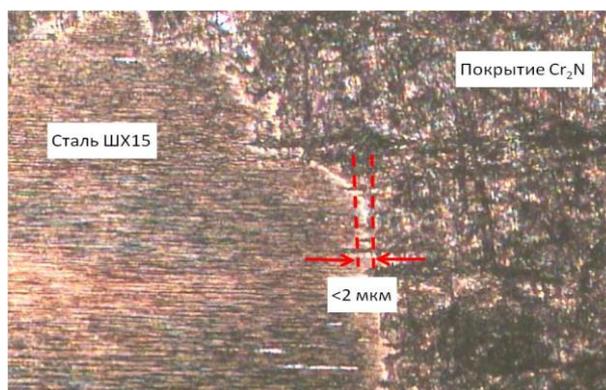


Рисунок 1. Сферический шлиф покрытия Cr<sub>2</sub>N на поверхности подшипникового шарика из стали ШХ15

Трибологические характеристики покрытия были оценены с помощью трибологических испытаний, проводимых на плоской поверхности. На поверхность диска толщиной 2 мм методом механохимического синтеза было нанесено Cr<sub>2</sub>N покрытие. На сегодняшний день нет отработанной методики определения трибологических характеристик покрытий на шариках. Несмотря на то, что покрытия на поверхности стальных шарикоподшипниках широко используется, было опубликовано лишь несколько работ, касающихся нанесения покрытий на сферические элементы качения и определения характеристик покрытий по их трибологическим характеристикам при контакте качения [8]. Для нанесения покрытий были выбраны следующие параметры: амплитуда колебания 3,5 мм; частота колебания 50 Гц; диаметр шара 6 мм; отношение массы порошка к массе шаров  $m_n:m_{ш}=1:30$ , время обработки методом механохимического синтеза 1 ч. Степень заполнения камеры 80–85%, Она подбиралась с учетом того, что расстояние между поверхностью шарового слоя и обрабатываемого материала было близко к значению размаха колебаний (две амплитуды) для получения максимальной силы удара шаров.

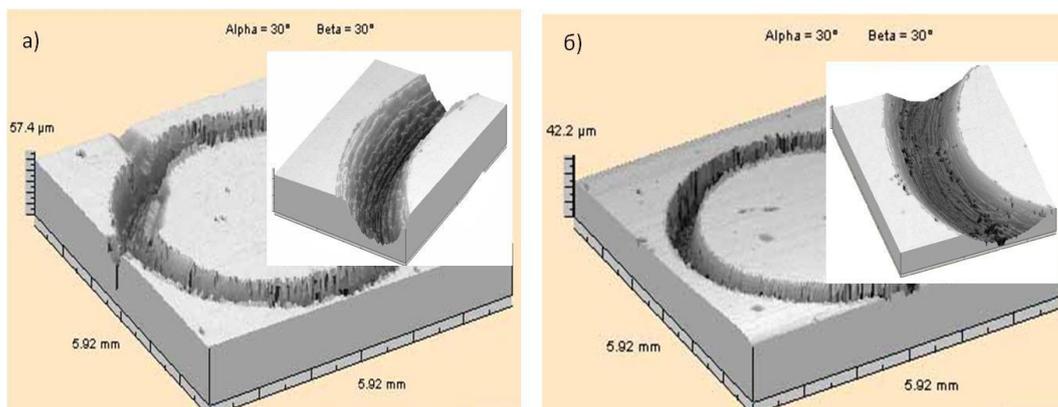


Рисунок 2. Площадь контакта стали ШХ15 с контртелом: без покрытия (а) и с покрытием Cr<sub>2</sub>N (б)

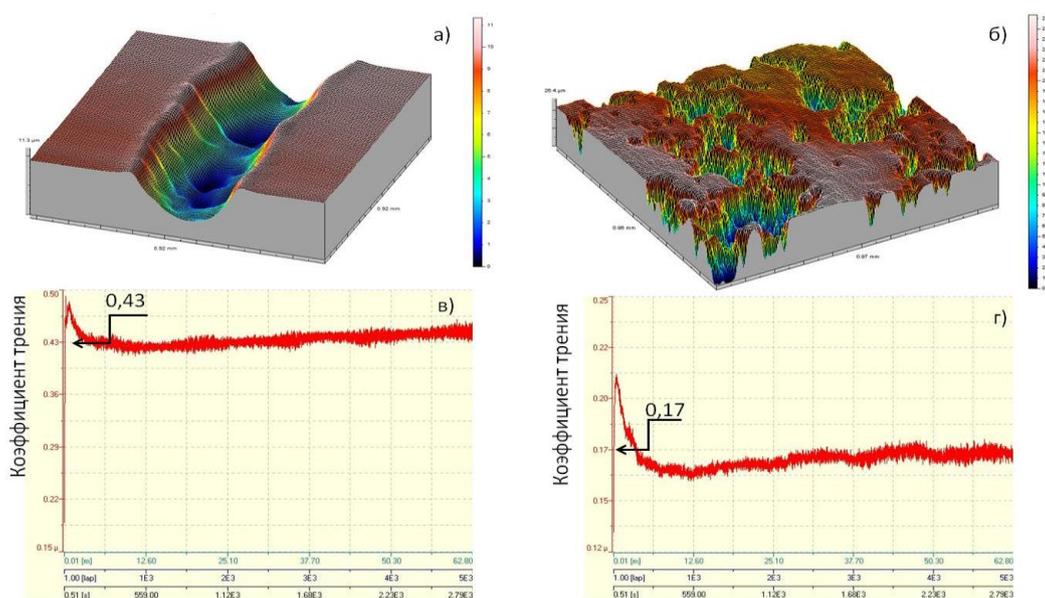


Рисунок 3. Фрагменты дорожки износа и коэффициент трения до (а, в) и после нанесения покрытий Cr<sub>2</sub>N (б, г) на поверхности стали ШХ15

На рисунке 3 представлены результаты трибологических испытаний методом «шар-диск» стали ШХ15 до и после нанесения Cr<sub>2</sub>N покрытий. В качестве контртела применялся шарик из ШХ15 (без покрытия) диаметром 3 мм. Параметры исследований были одинаковы для всех исследуемых образцов: нагрузка 5 Н, скорость 2 см/с, комнатная температура.

Анализ поперечных сечений дорожек износа после испытаний свидетельствует о том, что после нанесения покрытий износ фактически отсутствует (рисунок 3б). Образец с покрытием обладает коэффициентом трения 0,14–0,17. Отметим, что для того, чтобы считать конкретный материал перспективным для его применения в сухих парах трения, материал должен обладать низким коэффициентом трения (<0,2).

С целью повышения срока службы и надежности подшипников газотурбинных двигателей путем повышения их коррозионной стойкости разрабатываются различные методы увеличения срока службы подшипников в ситуациях, когда может возникнуть

загрязнение смазочного масла соленой водой. Если в подшипник проникает вода или агрессивные среды в таком объеме, что смазочные материалы не могут защищать стальные поверхности, то возникает коррозия. В работе [9] было исследовано влияние нагрева на коррозионные свойства сталей, покрытых TiN и CrN. Результаты исследования показали, что образцы с покрытием из CrN показали лучшие антикоррозионные свойства, чем стали с покрытием из TiN. Методом потенциометрии была определена коррозия стали ШХ15 до и после нанесения тонкопленочного покрытия Cr<sub>2</sub>N методом МС. Методика испытаний, потенциометрия, основана на зависимости концентрации/активности ионов в растворе с электродом от равновесного электродного потенциала, т.е. измерялась ЭДС обратимого гальванического элемента, состоящего из электродов, погруженных в исследуемый раствор, где потенциал зависел от концентрации определяемых ионов. Коррозионные испытания проводили на потенциостате-гальваностате Р150, в 4%

растворе азотной кислоты ( $\text{HNO}_3$ ). Оценка коррозионного поведения образцов проводилась по величине их электродных потенциалов, путем измерения и регулирования токов и напряжений на рабочем электроде в процессе электрохимических исследований. Результаты испытания показали, что после нанесения покрытия  $\text{Cr}_2\text{N}$  скорость коррозии составляла 0,191 см/год, т.е. в два раза меньше по сравнению со сталью ШХ15 без покрытия.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Были исследованы трибологические и коррозионные характеристики тонкопленочных покрытий на основе хрома, нанесенных методом МС. Метод МС

позволяет получать  $\text{Cr}_2\text{N}$  покрытия на поверхности тел качения подшипника. Выявлено улучшение трибологических и коррозионных характеристик стали ШХ15 после нанесения тонкопленочных покрытий на основе  $\text{Cr}_2\text{N}$ . В дальнейших исследованиях будет изучено влияние МС покрытий на основе нитрида хрома на геометрические характеристики (погрешность формы, шероховатость, волнистость сферических подложек) поверхности тел качения подшипников.

*В статье использованы результаты, полученные при поддержке программы целевого финансирования МОН РК, грант BR052236748.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Котов С.Ю., Беляев Г.Я. Влияние вакуумно-плазменного упрочнения элементов качения на долговечность подшипника // Наука и техника – 2014. – № 2. – С. 57–61.
2. Veprek S., Reiprich S. A concept for the design of novel superhard coatings // Thin Solid Films. – 1995. – V. 268. – P. 64–71.
3. Tallian T.E. On competing failure modes in rolling contact, ASLE Trans. 10 (1967) P. 418–439.
4. Kato K., Adachi K. Wear mechanisms, in: B. Bhushan (Ed.), Mod. Tribol. Handb. Princ. Tribol, CRC Press Inc. 2001. – P. 273–300.
5. Savan A., Boving H.J., Fluehmann F., Hintermann H.E. Increased performance of bearings using TiC-coated balls, J. Phys. IV 03, 1993. – С. 943–948.
6. Kobayashi K., Miwa K., Takayanagi T., Ohnaka I., Formation of Ti-Al-ZrO<sub>2</sub> Film on the Surface of Mechanical Alloying Ball // Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy. – 1993. – V.40(10). – P.955–958.
7. Torosyan A.R., Tuck J.R., Korsunsky A.M., Barseghyan S.A., A New Mechanochemical Method for Metal Coating // Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials. – 2002. – V.13. – P. 251–256.
8. Kalyan C., Mutyala H., Singh, R.D., Evans C., Doll G.L. Deposition, characterization, and performance of tribological coatings on spherical rolling elements // Surface & Coatings Technology. – 2015. – V. 284. – P. 302–309.
9. Ürgen M., Çakir A.F., The effect of heating on corrosion behavior of TiN- and CrN-coated steels, Surface and Coatings Technology Volume 96, Issues 2–3, 25 November 1997, P. 236–244.

### ХРОМНИТРИД НЕГІЗІДІ ЖАБЫН ЖАҒУ АРҚЫЛЫ МОЙЫНТІРЕКТІҢ ТОЗУҒА ТӨЗІМДІЛІГІН АРТТЫРУ

<sup>1)</sup> Ж.Б. Сағдолдина, <sup>1)</sup> Г.Б. Ботабаева, <sup>2)</sup> О.А. Степанова <sup>1)</sup> Е. Жанимхан

<sup>1)</sup> С. Аманжолов атындағы Шығыс Қазақстан мемлекеттік университеті, Өскемен, Қазақстан

<sup>2)</sup> Семей қаласының Шәкәрім атындағы мемлекеттік университеті, Семей, Қазақстан

Осы мақалада  $\text{Cr}_2\text{N}$  жамылғысының мойынтіректің қолданыстағы сипаттамаларына әсерін анықтау мақсатында механикалық балғамен әдісімен алынған жұқа қабыршақты жабындардың трибологиялық және коррозиялық сипаттамалары зерттелді. Жабындардың «шар-диск» схемасы бойынша  $\text{Cr}_2\text{N}$  жабынын жаққанға дейін және одан кейінгі трибологиялық сипаттамалары зерттелді. Контртел ретінде ШХ15 (жабыны жоқ) шар қолданылды. Сынауодан кейін тозу жолақтарының көлденең қималарын талдау жабындар жағылғаннан кейін тозу мүлдем жоқ екенін көрсетті. Жабыны бар үлгінің үйкеліс коэффициенті 0,14–0,17 болады, яғни құрғақ үйкеліс жұбындағы материалдарға ұсынылатын үйкеліс коэффициентінің (<0,2) мәнінен аспайды. Потенциометрия әдісімен  $\text{Cr}_2\text{N}$  жұқа қабыршақты жабынды жаққанға дейін және одан кейін ШХ15 болатының коррозиясы анықталды. Коррозиялық сынаулар Р150 потенциостат-гальваностатында, азот қышқылының 4% ерітіндісінде ( $\text{HNO}_3$ ) жүргізілді. Сынақ нәтижелері  $\text{Cr}_2\text{N}$  жабынын жаққаннан кейін коррозия жылдамдығы 0,191 см/жыл құрағанын көрсетті, яғни жабыны жоқ ШХ15 болатымен салыстырғанда екі есе аз.

**INCREASING THE WEAR RESISTANCE OF ROLLING BEARINGS  
BY APPLYING A CHROMIUM NITRIDE COATING**

<sup>1)</sup> Zh.B. Sagdoldina, <sup>1)</sup> G.B. Botabaeva, <sup>2)</sup> O.A. Stepanova, <sup>1)</sup> E. Zhanimkhan

<sup>1)</sup> *Sarsen Amanzholov East Kazakhstan State University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan*

<sup>2)</sup> *Shakarim State University of Semey, Semey, Kazakhstan*

To determine the effect of Cr<sub>2</sub>N coating on the performance of rolling bearings, this article has studied the tribological and corrosion characteristics of thin-film coatings obtained by the MF method. The tribological characteristics of coatings were studied using the “ball on disk” scheme before and after Cr<sub>2</sub>N coatings were applied. As the counterbody was used a ball of SchCh15 (without coating). Analysis of cross-sections of wear tracks after testing indicates that there is virtually no wear after coating. The coated sample has a coefficient of friction of 0.14–0.17, i.e. it does not exceed the value of the coefficient of friction (<0.2) required for materials in dry friction pairs. The method of potentiometry was used to determine the corrosion of steel SchCh15 before and after applying a thin-film coating Cr<sub>2</sub>N. Corrosion tests were performed on a potentiostat-galvanostat P150, in a 4% solution of nitric acid (HNO<sub>3</sub>). The test results showed that after applying the Cr<sub>2</sub>N coating, the corrosion rate was 0.191 cm/year, i.e. half as much as that of uncoated steel SchCh15.

УДК 621.039.66

## МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ РЕАКТОРНЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ПО ИССЛЕДОВАНИЮ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА С ЛИТИЕВОЙ КПС МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОЙ СОРБЦИИ

Тулубаев Е.Ю., Понкратов Ю.В., Гордиенко Ю.Н., Самарханов К.К.,  
Бочков В.С., Заурбекова Ж.А., Прозорова И.В., Мартыненко Е.А.

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

Настоящая работа посвящена разработке методики проведения реакторных экспериментов по исследованию взаимодействия изотопов водорода с литиевой КПС методом динамической сорбции. В результате проведенных работ была разработана конструкция экспериментального облучательного устройства для проведения реакторных экспериментов. Выполнены нейтронно-физические и теплофизические расчеты с целью обоснования этой конструкции для использования в реакторных экспериментах. Разработана методика проведения экспериментов с образцом литиевой КПС, в результате которой определены методические условия испытаний: температура образца; уровни потоков дейтерия, подаваемых в экспериментальную ячейку; размер образца; условия предварительной обработки образца; режим откачки системы, режим регулировки температуры образца, режим масс-спектрометрических измерений состава газа над образцом. Проведены методические эксперименты по определению температурной зависимости изменения состава газа в камере с литиевой КПС при подаче разных потоков дейтерия. Проведены термодесорбционные эксперименты с образцом литиевой КПС.

### ВВЕДЕНИЕ

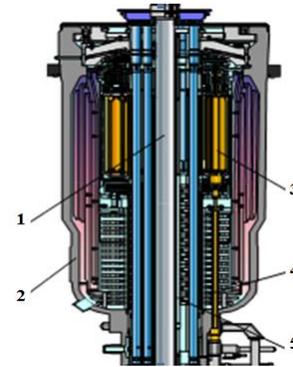
В настоящее время в мире, в ходе реализации международных проектов по созданию термоядерных реакторов ИТЭР и ДЕМО, ведутся масштабные исследования свойств конструкционных материалов. Эксплуатация действующих на сегодняшний момент термоядерных реакторов (ТЯР) показала, что применение вольфрама, бериллия и графита в качестве обращенного к плазме материала (ОПМ) не в полной мере позволяет решить такие проблемы как: деградация ОПМ и разрушение изделий на их основе; загрязнение плазмы продуктами эрозии; накопление трития в конструкционных материалах. Данные проблемы могут быть преодолены путём использования в качестве ОПМ жидких металлов с низким зарядовым числом. По результатам ранее проведенных исследований [1–3], можно сделать вывод, что для использования в качестве конструкционного материала внутрикамерных устройств ТЯР наилучшим является литий. Преимущества использования лития в качестве ОПМ подтверждаются результатами исследований, проводимых на плазмо-физических установках T11-M (Троицк, Россия), FTU (Фраскати, Италия), NSTX (Принстон, США), EAST (Хэфэй, Китай), T-10 (Москва, Россия), TJ-II (Барселона, Испания), КТМ (Курчатов, Казахстан) [4–11]. В большинстве случаев реализация преимуществ лития перед традиционными ОПМ основана на использовании, так называемой литиевой капиллярно-пористой системы (КПС) – принципиально нового материала, в котором жидкий литий за счет капиллярных сил стабилизирован в матрице из твердого пористого материала [12].

На данный момент одной из важных задач в изучении процессов плазма-стенка является исследование процессов взаимодействия изотопов водорода с литиевой КПС в условиях реакторного облучения

[13–15]. В представленной работе решались задачи по разработке методологии проведения сорбционных экспериментов литиевых на уровне давлений дейтерия 0,1–100 Па при температурах образца 100–800 °С.

### 1 ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ УСТАНОВКИ

В качестве источника нейтронного и гамма-излучений в сорбционных экспериментах с литиевыми КПС будет использоваться исследовательский реактор ИВГ.1М [16]. На рисунке 1 представлена упрощенная конструкция исследовательского реактора.



1 – центральный канал, 2 – корпус реактора, 3 – регулирующий барабан (РБ), 4 – привод исполнительного механизма РБ, 5 – железобетонная защита

Рисунок 1. Схема исследовательского реактора ИВГ.1М и его основные характеристики

В таблице 1 представлены основные характеристики реактора. Характеристика реакторного излучения, распределение потока нейтронов и гамма квантов по высоте экспериментального канала (ФКЭ) приведены на рисунках 2–5.

**МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ РЕАКТОРНЫХ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ПО ИССЛЕДОВАНИЮ ВЗАИМОДЕЙСТВИЯ  
ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА С ЛИТИЕВОЙ КПС МЕТОДОМ ДИНАМИЧЕСКОЙ СОРБЦИИ**

Таблица 1. Характеристики исследовательского реактора ИВГ.1М

Тепловая мощность	6 МВт
Эквивалентный диаметр активной зоны	548 мм
Высота активной зоны	800 мм
Топливо	сплав U и Zr
Обогащение по <sup>235</sup> U	90%
Загрузка <sup>235</sup> U	4,6 кг
Теплоноситель	вода

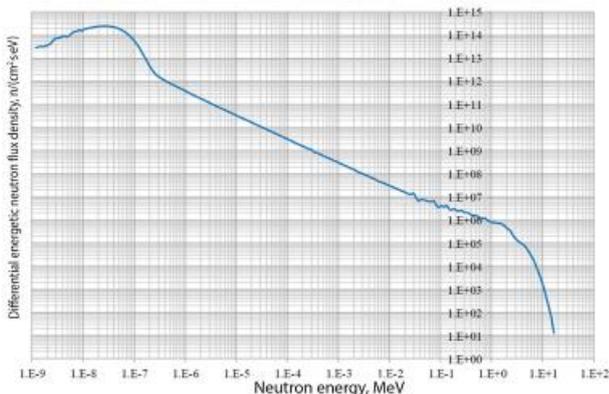


Рисунок 2. Спектр нейтронов

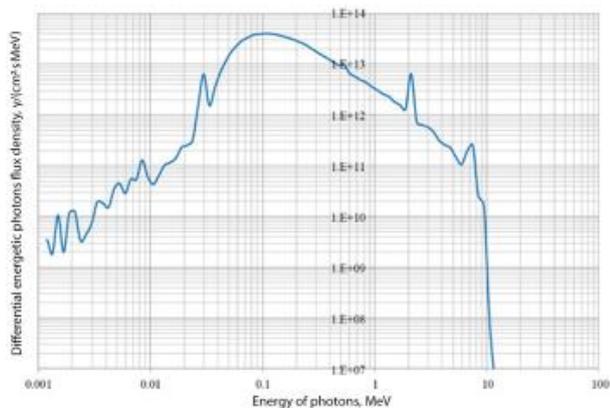


Рисунок 3. Спектр  $\gamma$ -излучения

Реакторные эксперименты будут проводиться, используя экспериментальный стенд ЛИАНА. Экспериментальный стенд ЛИАНА (рисунок 6) [17] позволяет проводить эксперименты по изучению процессов взаимодействия изотопов водорода с конструкционными материалами ЯР и ТЯР различными методами (методом водородопроницаемости (ВП); методом газовой абсорбции и методом газовой термодесорбции (ТДС)), при температурах образца от 20 до 1300 °С. Экспериментальный стенд функционально состоит из ампульного устройства (АУ) и рабочего блока. Рабочий блок функционально состоит из вакуумной системы, системы очистки-напуска изотопов водорода в ампулу и информационно-измерительного комплекса.

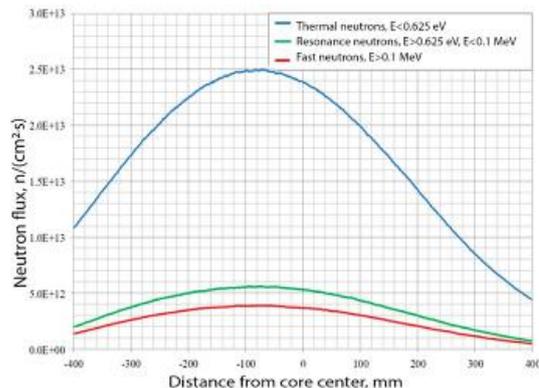


Рисунок 4. Распределение потока нейтронов по высоте ФКЭ

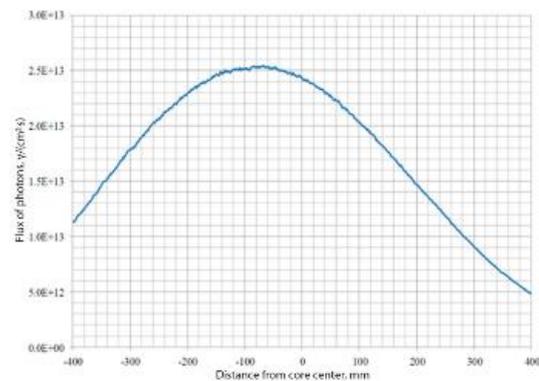
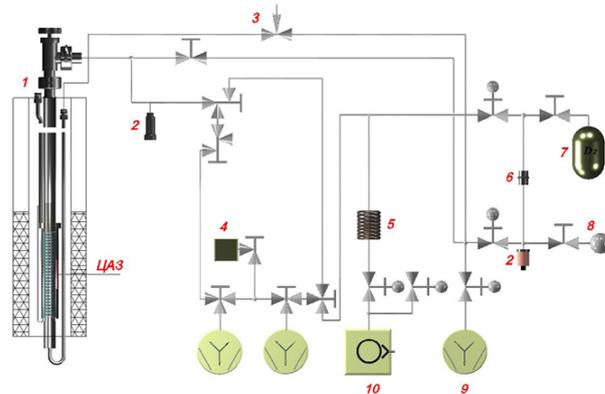


Рисунок 5. Распределение потока  $\gamma$ -излучения по высоте ФКЭ



1 – ампульное устройство, 2 – датчики давления, 3 – регулятор подачи газа (натекатель), 4 – масс-спектрометр, 5 – азотная ловушка, 6 – палладий-серебряный фильтр, 7 – баллон с газом, 8 – емкость со спектрально чистым газом, 9 – высоковакуумные насосы, 10 – форвакуумный насос

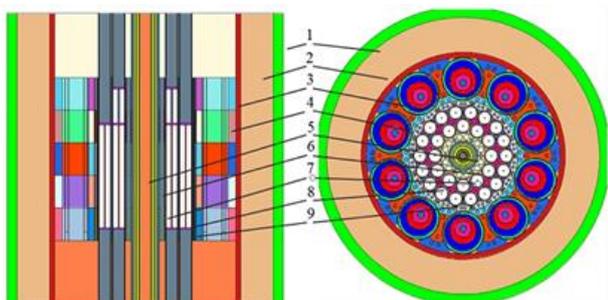
Рисунок 6. Схема экспериментального стенда ЛИАНА

## 2 РАЗРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО УСТРОЙСТВА

В ходе разработки экспериментального ампульного устройства были проведены нейтронно-физические и теплофизические расчеты предложенной конструкции экспериментального устройства (ЭУ).

Для проведения нейтронно-физических расчетов была разработана модель активной зоны реактора. Графическое представление модели активной зоны

(АЗ) реактора приведено на рисунке 7. Расчетная модель построена с помощью программы MCNP5 с библиотеками констант ENDF/B-5,6. В ходе проведения расчетов была выполнена оценка влияния количества  ${}^6\text{Li}$  на реактивность реактора, результаты которой приведена на рисунке 8.



1 – внешний корпус; 2 – боковые экраны; 3 – отражатель; 4 – регулирующие барабаны (РБ); 5 – ФКЭ; 6 – центральная сборка; 7 – стержни компенсации реактивности (СКР); 8 – твэлы; 9 – каналы ВОТК

Рисунок 7. Расчетная модель реактора ИВГ.1М

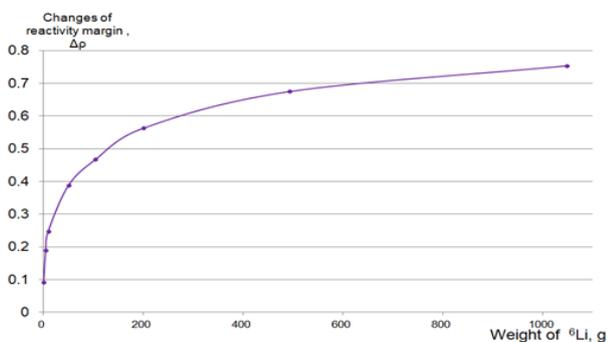


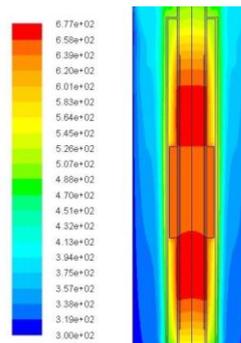
Рисунок 8. Изменение запаса реактивности реактора в зависимости от массы образца  ${}^6\text{Li}$

Анализируя полученные данные, следует отметить, что зависимость реактивности от массы образца нелинейная, и как таковая, масса не значительно влияет на реактивность.

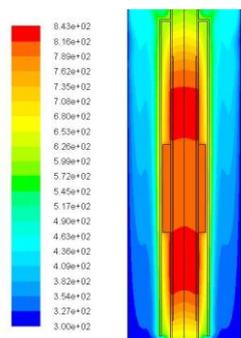
Тепловые расчеты ЭУ проведены с использованием программного комплекса ANSYS Fluent v.14, основанного на методе конечных объемов и позволяющего рассчитывать тепловые и гидродинамические параметры рассматриваемой системы. В ходе проведения теплофизических расчетов было рассчитано температурное поле активной ячейки ЭУ с литиевой КПС для условий проведения реакторных экспериментов с исследуемым образцом на уровнях стационарной мощности 1, 2 и 6 МВт. Результаты расчетов приведены на рисунке 9.

По результатам расчетов можно сказать, что при проведении реакторных экспериментов для данной конструкции АУ градиент температур по образцу литиевой КПС при тепловой мощности реактора 1 МВт, 2 МВт, 6 МВт практически идентичен. Однако, стоит отметить, что, как и следовало ожидать, с увеличением мощности реактора увеличивается мак-

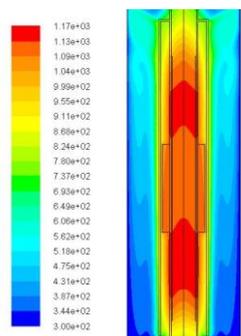
симальная температура экспериментальной ячейки, которая, в свою очередь, составила 677 °С, 843 °С, 1170 °С для 1 МВт, 2 МВт и 6 МВт соответственно. Также с увеличением мощности реактора, а, соответственно, и потока тепловых нейтронов в центральном экспериментальном канале, замечено небольшое изменение профиля температурного поля экспериментальной ячейки, что, скорее всего, обусловлено конвективными переносами тепла, связанными с увеличением вклада в общий тепловой баланс энергии ядерной реакции взаимодействия тепловых нейтронов с  ${}^6\text{Li}$ .



а) мощность реактора 1 МВт



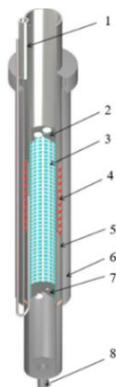
б) мощность реактора 2 МВт



в) мощность реактора 6 МВт

Рисунок 9. Температурное поле модели ЭУ при различных режимах работы ИВГ.1М

На основании вышеуказанных расчетов было разработано уникальное экспериментальное устройство с образцом литиевой КПС. 3D-модель ампульного устройства приведена на рисунке 10.



1- тракт охлаждения; 2 - верхний экран; 3- КПС; 4 - нагреватель; 5 – корпус ампулы; 6 – кожух охлаждения; 7 – нижний экран; 8 – тракт подачи изотопов водорода

Рисунок 10. 3D-модель ампульного устройства

Следует отметить, что образец имеет форму полового цилиндра, так как данная форма наиболее лучшим образом позволяет реализовать реакторные сорбционные эксперименты с литневой КПС.

### 3 ИЗГОТОВЛЕНИЕ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО УСТРОЙСТВА

С целью отработки методики проведения реакторных экспериментов по исследованию взаимодействия изотопов водорода с литневой КПС методом динамической сорбции было изготовлено экспериментальное устройство (ЭУ) с образцом литневой КПС (рисунок 11).

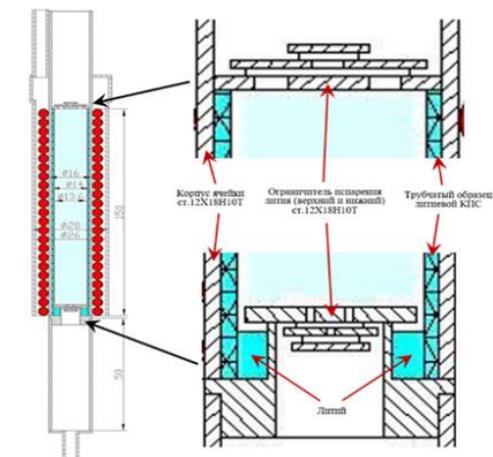


Рисунок 11. Ампульное устройство с образцом литневой КПС

Конструкция экспериментального устройства имеет следующие особенности: для достижения более равномерного нагрева исследуемого образца и минимизации градиентов температуры по высоте литневой КПС внешний нагреватель установлен по всей высоте трубчатого образца; для увеличения сорбционной емкости литневой КПС по отношению к изотопам водорода, а также создания подпитки образца на случай испарения литня из капиллярно-пористой структуры при долгосрочных экспериментах на высоких температурах в конструкции предусмотрено место для размещения дополнительного количества литня; для уменьшения вероятности миграции паров литня из экспериментальной ячейки предусмотрена система ограничителей из нержавеющей стали, установленных в верхней и нижней частях ячейки.

### 4 МЕТОДИЧЕСКИЕ ЭКСПЕРИМЕНТЫ

После монтажа ЭУ в вакуумную систему стенда ЛИАНА и проведения технологических процедур и проверок всех систем стенда была проведена серия методических экспериментов, целью которых являлись отработка методики реакторных экспериментов и получение временных зависимостей изменения парциального давления дейтерия в объеме ЭУ, над литневой КПС, при стационарном потоке спектрально чистого дейтерия через исследуемый образец, на различных температурах.

Процедуры проведения методических экспериментов были следующими: предварительно ампула непрерывно откачивалась до давления остаточных газов менее  $10^{-6}$  торр, в процессе откачки велась непрерывная регистрация спектра газовой фазы в камере; далее в ампулу подавался поток дейтерия, таким образом чтобы уровень парциального давления его составлял порядка  $10^{-5}$ – $10^{-3}$  торр; при данном уровне потока дейтерия образец последовательно нагревался до температур в диапазоне от 250 до 550 °С. Исследовалось несколько температурных полок, при этом в реальном времени регистрировалось изменение парциального давления дейтерия в ампуле, после чего образец последовательно охлаждался до комнатной температуры с теми же температурными полками и регистрировалось изменение парциального давления дейтерия в ампуле. На заключительном этапе эксперимента образец в условиях непрерывной откачки нагревался до температуры 700 °С.

Результаты методических экспериментов по сорбции дейтерия литневой КПС приведены на рисунках 12 и 13.

На рисунке 14 приведены результаты методических экспериментов по термодесорбции дейтерия из литневой КПС.

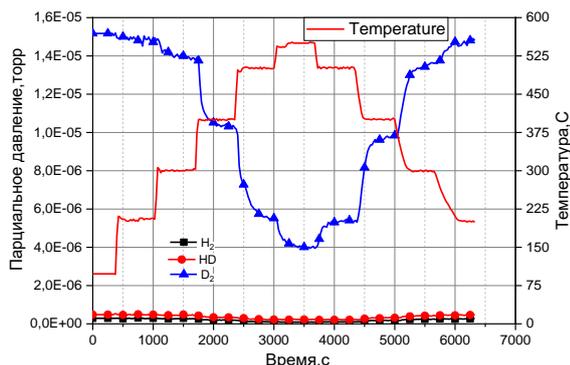


Рисунок 12. Зависимость изменения парциального давления дейтерия в ампуле от температуры образца, при стационарном потоке дейтерия  $\sim 2,7 \cdot 10^{-11}$  моль/с

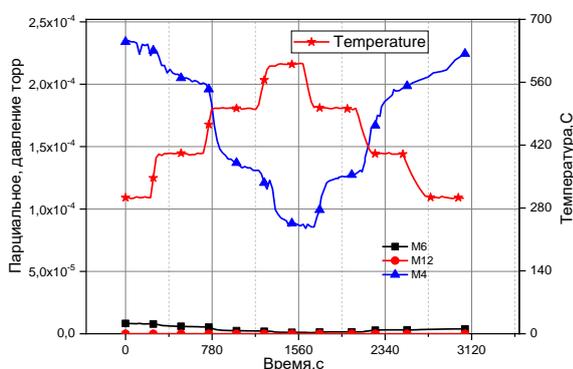


Рисунок 13. Зависимость изменения парциального давления дейтерия в ампуле от температуры образца, при стационарном потоке дейтерия  $\sim 4,5 \cdot 10^{-10}$  моль/с

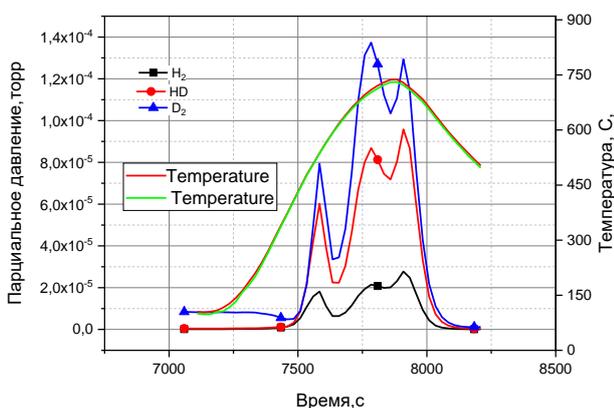


Рисунок 14. Зависимость выхода дейтерия в процессе ТДС эксперимента из образца литиевой КПС

Проанализировав данные, полученные в сорбционных экспериментах, можно сказать, что:

- наблюдалась ожидаемая картина снижения парциального давления дейтерия в непрерывно откачиваемой камере при повышении температуры литиевой КПС (при стационарном уровне потока дейтерия в ампулу);
- время установления равновесного давления дейтерия в ампуле зависит от температуры литиевой КПС и снижается при повышении температуры литиевой КПС;
- наблюдается повторяемость экспериментов для всех исследованных уровней потоков дейтерия в камеру (для более чем 10 циклов экспериментов);
- методически наиболее удобным для реакторных экспериментов является поток дейтерия в камеру в диапазоне от  $10^{-11}$  моль/с до  $10^{-10}$  моль/с (соответствующий давлению дейтерия в камере  $10^{-5}$ – $10^{-4}$  торр).

По предварительной оценке данных, полученных в термодесорбционных экспериментах, стоит отметить, что:

- при нагреве литиевой КПС после экспериментов по насыщению наблюдается сложная картина выделения молекул  $H_2$ ,  $D_2$  и  $HD$ , состоящая из трех пиков. Характер и температура пиков выделения для разных молекул совпадает;
- самый большой пик выделения дейтерия (при температуре  $\sim 820$  °C), вероятно, связан с моментом начала распада  $LiD$ .

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате данной работы были проведены нейтронно-физические и теплофизические расчеты и выбран режим реакторных экспериментов. Разработана новая конструкция экспериментальной ячейки, позволяющая проводить эксперименты по генерации и выделению трития из литиевой КПС в условиях реакторного облучения при температуре выше 500 °C, также были проведены предварительные эксперименты по определению температурной зависимости изменения состава газа в камере с литиевой КПС при подаче разных потоков дейтерия. В последующем с использованием разработанной методики будут проведены реакторные эксперименты, в которых, помимо решения задачи о влиянии облучения на процессы сорбции дейтерия, будет получена картина выделения генерируемого в литии трития в виде тритийсодержащих молекул  $DT$ ,  $T_2$ .

*Работа выполнена в рамках реализации НТП КТМ по теме «Испытания и отработка режимов работы макета литиевого дивертора на основе капиллярно-пористой системы».*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Mazzitelli, G. FTU results with a liquid lithium limiter / G. Mazzitelli [et al.] // Nuclear Fusion. – Vienna: IAEA, 25 May 2011. – Vol. 51, № 7.
2. Kugel, H.W. NSTX plasma operation with a Liquid Lithium Divertor. / H.W. Kugel [et al.] // Fusion Engineering and Design. – 10 October 2012. – Vol. 87. – P. 1724–1731.

3. Mirnov S.V. Recent lithium experiments in tokamak T-11M / S.V. Mirnov [et al.] // Journal of Nuclear Materials.– July 2013.– Vol. 438, Supplement.– P. S224–S228.
4. Zharkov, M.Yu. Development of Lithium CPS Based Limiters for Realization of a Concept of Closed Lithium Circulation Loop in Tokamak / M.Yu. Zharkov [et al.] // Physics Procedia. – 2015.– Vol. 71.– P. 47–51.
5. Mirnov, S.V. Experimental test of the system of vertical and longitudinal lithium limiters on T-11M tokamak as a prototype of plasma facing components of a steady-state fusion neutron source / S.V. Mirnov [et al.] // Nucl. Fusion.– 2015. – 55 123015 doi:10.1088/0029-5515/55/12/123015.
6. Mazzitelli, G. Experiments on FTU with an actively water cooled liquid lithium limiter / G. Mazzitelli, [et al.] // Journal of Nuclear Materials.– August 2015.– Vol. 463.– P. 1152–1155.
7. Scotti, F. Lithium sputtering from lithium-coated plasma facing components in the NSTX divertor / F. Scotti [et al.] // Journal of Nuclear Materials.– August 2015.– Vol. 463.– P. 1165–1168.
8. Chen, Zhaoxi Preliminary design and performance study of EAST liquid lithium limiter based on CPS / Zhaoxi Chen [et al.] // Fusion Engineering and Design.– 11 November 2014.– Vol. 89. – P. 2685–2690.
9. Lyublinski, I. E. Development of lithium and tungsten limiters for test on T-10 tokamak at high heat load condition / I. E. Lyublinski, A. V. Vertkov, M. Yu. Zharkov, V. A. Vershkov and S. V. Mirnov // IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering.– 2016.– Vol.130.– 012019 doi:10.1088/1757-899X/130/1/012019.
10. Tabarés, Francisco L. First liquid lithium limiter biasing experiments in the TJ-II stellarator / Francisco L. Tabarés, [et al. TJ-II Team] // Journal of Nuclear Materials.– August 2015.– Vol. 463.– P. 1142–1146.
11. Lyublinski, Igor E. Status of design and experimental activity on module of lithium divertor for KTM tokamak / Igor E. Lyublinski [et al.] // Fusion Engineering and Design. – 2013. – October. – Vol. 88, Issues 9-10. – P. 1862–1865.
12. Lyublinski, I. Protection of tokamak plasma facing components by a capillary porous system with lithium / I. Lyublinski, A. Vertkov, S. Mirnov, V. Lazarev // Journal of Nuclear Materials.– August 2015.– Vol. 463.– P. 1156–1159.
13. Tazhibayeva, Irina. Results of reactor irradiation of liquid lithium saturated with deuterium / Irina Tazhibayeva, Yuriy Ponkratov, Timur Kulsartov, Yuriy Gordienko, Mazhyn Skakov, Zhanna Zaurbekova, Igor Lyublinski, Alexey Vertkov, Giuseppe Mazzitelli // Fusion Engineering and Design.– April 2017.– Vol. 117.– P. 194–198.
14. Kulsartov, T. Investigation of hydrogen isotopes interaction with lithium CPS under reactor irradiation // T. Kulsartov, I. Tazhibayeva, Yu. Ponkratov, Yu. Gordienko, Zh. Zaurbekova, V. Baklanov, Ye. Chikhray, M. Skakov, Ye. Koyanbayev, A. Korovikov, E. Nesterov // Fusion Eng. Des. (2017).
15. Ponkratov, Yuriy. Determination of tritium generation and release parameters at lithium CPS under neutron irradiation / Viktor Baklanov, Mazhyn Skakov, Timur Kulsartov, Irina Tazhibayeva, Yuriy Gordienko, Zhanna Zaurbekova, Yevgeniy Tulubayev, Yevgeniy Chikhray, Igor Lyublinski, Alexey Vertkov // Fusion Engineering and Design.– 2016.– V. 109-111.– P. 52–56.
16. Sadvakassova A.O. et. al. Research of reactor radiation influence upon processes of hydrogen isotopes interaction with materials of the fusion facility. Fusion Science and Technology. 2011. Vol. 60. P. 9–15. <https://doi.org/10.13182/FST11-A12398>
17. Гордиенко Ю.Н., Применение метода водородной проницаемости в реакторных экспериментах по исследованию взаимодействия изотопов водорода с конструкционными материалами / Ю.Н. Гордиенко, Т.В. Кульсартов, Ж.А. Заурбекова, Ю.В. Понкратов, В.С. Гныря, Н.Н. Никетенов. // Известия Томского Политехнического Университета: Математика и механика. Физика [Бюллетень Томского Политехнического Университета: Математика и механика. Физика] 324 (2014) 149–162.

### ДИНАМИКАЛЫҚ СОРБЦИЯ ӘДІСІМЕН СУТЕГІ ИЗОТОПТАРЫНЫҢ ЛИТИЙЛІ КПС-пен ӨЗАРА ӘРЕКЕТТЕСУІН ЗЕРТТЕУ БОЙЫНША РЕАКТОРЛЫҚ ТӘЖІРИБЕЛЕРДІ ЖҮРГІЗУ ӘДІСТЕМЕСІ

Е.Ю. Тулубаев, Ю.В. Понкратов, Ю.Н. Гордиенко, К.К. Самарханов,  
В.С. Бочков, Ж.А. Заурбекова, И.В. Прозорова, Е.А. Мартыненко

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

Бұл мақалада динамикалық сорбция әдісімен сутегі изотоптарының литийлі КПС-пен өзара әрекеттесуін зерттеу бойынша реакторлық тәжірибелерді жүргізу әдістемесі келтірген. Жүргізілген жұмыстар нәтижесінде реакторлық тәжірибелерді жүргізу үшін эксперименттік сәулелендіру құрылғысының конструкциясы әзірленді. Реакторлық тәжірибелерде қолданылатын конструкцияны негіздеу мақсатында нейтрондық-физикалық және жылу-физикалық есептеулер орындалды. Литийлі КПС үлгісімен реакторлық тәжірибелер жүргізу әдістемесі әзірленді. Әдістеме нәтижесінде сынақтардың әдістемелік шарттары анықталды, яғни: үлгі температурасы; эксперименталды ұяшыққа берілетін дейтерий ағыны; литийлі КПС үлгісінің өлшемі; үлгіні алдын ала өңдеу шарттары; ЛИАНА стендінің газ-вакуумдық жүйесінің сорып алу режимі, үлгінің температурасын реттеу режимі, үлгінің үстінен масс-спектрометриялық әдісімен газдың құрамын өлшеу режимі. Дейтерийдің әртүрлі ағындарын берілуі кезінде литийлі КПС-пен камерадағы газ құрамының өзгеруінің температуралық тәуелділігін анықтау бойынша әдістемелік тәжірибелер өткізілді. Литийлі КПС үлгісімен термодесорбциялық тәжірибелер жүргізілді.

**REACTOR EXPERIMENTS TECHNIQUE ON STUDYING  
THE INTERACTION OF HYDROGEN ISOTOPES WITH LITHIUM CPS  
BY DYNAMIC SORPTION METHOD**

**E.Yu. Tulubaev, Yu.V. Ponkratov, Yu.N. Gordienko, K.K. Samarkhanov,  
V.S. Bochkov, Zh.A. Zaurbekova, I.V. Prozorova, E.A. Martynenko**

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

This work is devoted to the development of a methodology for conducting reactor experiments to study the interaction of hydrogen isotopes with lithium CPS by the dynamic sorption method. As a result of the work the design of an experimental irradiation device for conducting reactor experiments was developed. Neutron-physical and thermophysical calculations were performed to justify this design for use in reactor experiments. A technique was developed for conducting experiments with a sample of lithium CPS as a result of which the methodological conditions of the tests were determined: sample temperature; levels of deuterium flux supplied to the experimental cell; sample size; sample pretreatment conditions; system pump out mode, sample temperature adjustment mode, mass spectrometric measurements of the gas composition above the sample. Methodical experiments were carried out to determine the temperature dependence of the gas composition change in the chamber with a lithium CPS when various deuterium flows were applied. Thermal desorption experiments with a sample of lithium CPS were carried out.

УДК 620.3

**REVIEW: PHOTOLUMINESCENCE PROPERTIES OF UNDOPED AND Eu<sup>3+</sup> DOPED CdS NANOMATERIALS****L.R. Gahramanli***Baku State University, Baku, Azerbaijan*

During past several decades PL properties of II-VI group semiconductor binary compounds have been investigated. These group materials are doped with rare earth metal ions for determine of improvement in the luminescence intensity. In these review article look over influence of different parameters of PL properties of pure CdS nanomaterials and doped CdS nanomaterials.

**Keywords:** luminescence properties, doped, cadmium sulfide, nanomaterials.

**1 INTRODUCTION**

Semiconductor materials have been great attention due to their unique optic, electric and optoelectronic properties. Inorganic binary materials doped with rare earth metal ions for improvement luminescent properties and as a result using of luminescent material in the industry. When these pure nanomaterials doped with rare earth elements, the electronic states are change. Therefore, a possible influence of quantum size effect on the luminescence properties is expected for II-VI semiconductor nanocrystals due to the inclusion of rare earth (RE) metal ions [1]. Various semiconductors, ceramics and dielectrics doped with rare earth elements are used in solid-state lasers, fiber amplifiers [2, 3], biomarkers [4–6], solar cells [7], and in other optoelectronic devices [8, 9]. The effects of the reduced dimensionality on the electronic relaxation and the phonon density-of states of semiconductor and insulating nanocrystals has been extensively investigated by both theoretical and experimental approaches.

Europium doped CdS nanomaterials have been much investigated in the literature. In these research, we have been studied PL properties of doped materials by changing different parameters of reactions. As a result of research by many researchers can be sad that, the PL properties of Eu<sup>3+</sup> doped CdS nanomaterials is better than PL properties of pure CdS nanomaterials. And due to changing parameters, the influence on PL properties have been studied. At present, the elucidation of the conditions for incorporation of Eu<sup>3+</sup> ions into quantum dots (QDs) and the establishment of the mechanism responsible for the excitation of their intense luminescence are challenging fundamental problems [10–19]. The effects of the quantum-confinement size of the semiconductor nanoparticles not only create photogenerated carriers, which may have an interaction with f-electrons but also significantly influence the optical properties. Excitonic transition in the host material and an improvement in the luminescence intensity are also expected for the semiconductor nanostructures after the rare earths doping. The effects of the reduced dimensionality on the electronic relaxation and the phonon density-of-states of semiconductor compounds and insulating nanocrystals have been extensively investigated by both theoretical and

experimental approaches. There are different synthesis method for Eu doped CdS nanomaterials. In here, we are analysis how the luminescence properties of nanomaterials synthesized by different methods have changed.

**2 PL PROPERTIES OF PURE CdS AND Eu<sup>3+</sup> DOPED CdS****2.1 Co-precipitation method**

In here, two different solvent were used for synthesis of Eu doped CdS nanoparticles: Isopropyl alcohol (IPA) and ethylene glycol (EG) and they mixed with deionized water [1]. The emission peaks of pure cadmium sulfide nanocrystals were observed at 405 nm and 425 nm. For Eu<sup>3+</sup>-doped CdS nanocrystal the intense emission peaks are observed at 430, 475 and 574 nm. The emission peak at 574 nm due to 4f transition of rare earth element Eu<sup>3+</sup> ions.  $^5D_0 \rightarrow ^7F_1$  correspond to the magnetic dipole transition.  $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  is a hypersensitive forced electric-dipole transition being allowed only at low symmetries with no inversion center. The electronic dipole transition,  $^5D_0 \rightarrow ^7F_2$  is hypersensitive to Eu<sup>3+</sup> symmetry. Due to quantum coefficient effect, the PL peak positions of the band-edge emission at 350–500 nm can be related with the size of the CdS crystallites. The surface-defect emission was caused, such as sulfur vacancies and sulfur dangling bonds created by doping, in the wavelength range 500–700 nm. The emission peak at 430 nm was due to CdS nanostructures. The maximum incense of emission peak at 750 nm due to blue shifted of CdS nanocrystal. The maximum incense of emission peak observed at 750 nm due to surface defect of host CdS nanocrystal and blue shifted. As shown from the results, the energy can be significantly transferred from the CdS to Eu<sup>3+</sup>.

**2.2 Chemical route method**

In this synthesis method, the samples preparation was carried out at two stage [20]. Firstly, the CdS quantum dots were synthesis by simple chemical route. The thioglycolic acid (TGA) were used at coating agent. After obtaining of CdS quantum dots, Eu ions were added. For this purpose, 3 different ratio of samples were synthesized: CdS:Eu (3:1), CdS:Eu (1:1), CdS:Eu (1:3). The luminescence spectra at 300 K, excited by the radiation with a wavelength of 375 nm, for colloidal

CdS/TGA and CdS:Eu<sup>3+</sup>/TGA QDs for various concentrations of introduced Eu<sup>3+</sup>:TTA. For all samples of colloidal CdS: Eu<sup>3+</sup>/TGA QDs, there are several luminescence bands in the spectra. The first one is a broad band with a maximum at about 540 nm; it corresponds to colloidal quantum dots. Given the considerable width of the band at its half-maximum (160 nm) and its noticeable red-shift with respect to the ground state exciton absorption, this band can be attributed to the trap state recombination [21, 22]. The other bands correspond to the transitions between the levels of europium ions: the band at 592 nm to <sup>5</sup>D<sub>0</sub>-<sup>7</sup>F<sub>1</sub>, at 615 nm to <sup>5</sup>D<sub>0</sub>-<sup>7</sup>F<sub>2</sub>, and the bands at 653 nm and 702 nm to <sup>5</sup>D<sub>0</sub>-<sup>7</sup>F<sub>3</sub> and <sup>5</sup>D<sub>0</sub>-<sup>7</sup>F<sub>4</sub>, respectively. It is also known [16] that when europium ions are embedded in semiconductor crystals of A<sub>2</sub>B<sub>6</sub>, europium ions can be present as Eu<sup>2+</sup> and Eu<sup>3+</sup> charge states. In this case, the luminescence of Eu<sup>2+</sup> ions is located in the blue-green spectral region and represents a wide band. In the luminescence spectra of the samples studied by us there are no luminescence bands that can be correlated with Eu<sup>2+</sup> ions.

### 2.3 “One-Pot” sol-gel method

In this work, Eu<sup>3+</sup> doped CdS-SiO<sub>2</sub> monoliths were prepared by simple pot method [23]. In here, two samples were prepared. The PL properties of non-doped CdS: SiO<sub>2</sub> and Eu<sup>3+</sup>-doped SiO<sub>2</sub> samples were investigated. In Eu<sup>3+</sup> species, absorption bands corresponding to the forbidden 4f-4f transitions are usually weak. In the prepared samples, a small absorption located at 394 nm was observed which related to <sup>7</sup>F<sub>0</sub>-<sup>5</sup>L<sub>6</sub> transition. Generally, the photoluminescence excitation spectra of the samples <sup>5</sup>D<sub>0</sub>-<sup>7</sup>F<sub>2</sub> transition at 615 nm, <sup>7</sup>F<sub>0,1</sub>-<sup>5</sup>D<sub>1</sub> excitation band at 525-535 nm which related to dipolar magnetic were observed. It is reported by the author that, these transitions are beyond to CdS nanoparticles. In non-annealed sample 1 and 2, the emission spectra are found belong to Eu transitions which at 362 nm (<sup>7</sup>F<sub>1</sub>-<sup>5</sup>D<sub>4</sub>), 380 nm (<sup>7</sup>F<sub>0</sub>-<sup>5</sup>G<sub>3</sub>), 394 nm (<sup>7</sup>F<sub>0</sub>-<sup>5</sup>L<sub>6</sub>), 414 nm (<sup>7</sup>F<sub>0</sub>-<sup>5</sup>D<sub>3</sub>), 465 nm (<sup>7</sup>F<sub>0</sub>-<sup>5</sup>D<sub>2</sub>), 526 nm (<sup>7</sup>F<sub>0</sub>-<sup>5</sup>D<sub>1</sub>), 534 nm (<sup>7</sup>F<sub>1</sub>-<sup>5</sup>D<sub>1</sub>) were observed. The emission occurs from <sup>5</sup>D<sub>J</sub> levels towards <sup>7</sup>F<sub>J</sub> manifolds and when CdS nanoparticles crystallization, the excitation bands lying in the absorption range of CdS nanoparticles drastically reduce in intensity and almost vanish were reported. From the results, the disappearance of excitation bands from multiplets in resonance with the CdS absorption could be attributed to an energy transfer from Eu<sup>3+</sup> ions to CdS nanoparticles which supported by the <sup>5</sup>D<sub>0</sub> dynamics study. Furthermore, the observation of the CdS absorption in the excitation spectra of Eu<sup>3+</sup> means that back transfer CdS-Eu<sup>3+</sup> is efficient [24]. The emission spectra of the raw and annealed Eu-doped samples recorded at 535 nm (<sup>5</sup>D<sub>1</sub> level). All spectra were normalized to the band associated to <sup>5</sup>D<sub>0</sub>-<sup>7</sup>F<sub>1</sub> (located at 590 nm. A broad spectrum of lanthanoids is observed at 580, 595, 613, 652 and 703 nm, which corresponds to the radiative emissions from the <sup>5</sup>D<sub>0</sub> initial state to the <sup>7</sup>F<sub>J</sub> final state (J = 0, 1, 2, 3 and 4). The <sup>5</sup>D<sub>0</sub> - <sup>7</sup>F<sub>0</sub> transition at

around 580 nm and the high intensity of the electric dipole transitions (D<sub>J</sub> = 2, 4) denote a very low symmetry of the Eu<sup>3+</sup> surroundings is explained low symmetry such as those of C<sub>nv</sub>, C<sub>n</sub> or C<sub>s</sub> symmetry groups [25]. Generally, the intensity of the so-called “hypersensitive” related to electric dipolar transition (<sup>5</sup>D<sub>0</sub>-<sup>7</sup>F<sub>2</sub>), and the magnetic dipolar transition is called the “asymmetry” of the Eu<sup>3+</sup> site. Based on the results, in the emission spectra, there are no significant variations are observed between annealed samples, where most of the OH groups must be removed, and as-prepared Eu-doped CdS-SiO<sub>2</sub> samples. This could indicate that the disorder and the high asymmetry in the Eu<sup>3+</sup> surroundings control the fluorescence features. Furthermore, another author states that organic moieties can still be present in the annealed sample, as suggested [26].

### 2.4 Chemical bath deposition method

In this study, Eu doped CdS thin film were synthesis by chemical bath deposition method at the reservoir temperature of 70±2°C varying the synthesis time in a wide range (80 to 135 min) [27]. At the same time, the concentration of Eu was selected in the range of 0.0≤x≤3.47. CdS were synthesis at four different synthesis time. Here, were discussed the results of the CdS synthesized within 65 minutes which had best luminescence spectra. The radiative bands are observed at 434 nm (2.86 eV) (violet), 523 nm (2.37 eV) (green), 565 nm (2.19 eV) (orange), 659 nm (1.88 eV) (red) and 898.21 nm (1.38 eV) (infrared) eV. The violet band is associated a radiative transition band-to-band, which is higher than the single CdS band gap for 358 meV. This is explained by quantum confinement associated with grain size since it is less than the exciton Bohr radius. The green band were observed at 523 nm and explained by optical signature of interstitial oxygen [28]. In the observed luminescence spectra, the relative intensity increased with the increase in the synthesis duration, with a maximum value was observed at 65 minutes, followed by a decrease in intensity with increasing of synthesis time. The orange band, the effect of oxygen is different since the use of oxygen during the growth leads to the appearance of a band at 563 nm (2.2 eV) [28]. The spectrum observed at 574 nm is related to form CdO during the nucleation of layer [29]. The broad emission peak was observed at 659 nm (1.88 eV) which called “orange band”. But in the literature, orange band is observed at range of 610 to 596 nm (2.03-2.08 eV) [30, 31]. It is possibly associated to a donor-acceptor pair (DAP) radiative transition between a donor level related to interstitial cadmium and an unidentified acceptor level [32]. The ionization energy of this donor has estimated to be between 120 and 206 meV, which corresponds to interstitial cadmium [28]. If we look at the spectrum at 892 nm, the broad and weak peaks disappear with increasing synthesis time. These spectra are indicative of the deep impurities along with located in the infrared region. Among all bands, orange band is dominant for 65 minutes and very weak for other times. The photolumine-

scence spectra of the Eu<sup>3+</sup> doped CdS samples. As written above, the absence of the optical signature of interstitial oxygen at 523 nm (2.37 eV) indicates that the incorporation of rare earth- Eu in CdS lattice decreases the concentration of interstitial oxygen. Between the luminescence spectra of Eu doped CdS, which doping time is 135 min have the best luminescence spectra. There are four main radiative transitions at 431 nm (2.88 eV), 576 nm (2.15 eV), 683 (1.81 eV) and 840 (1.48) nm (eV). The dominant radiative peak at 576 nm (2.15 eV) which has been related to the intra-4f radiative transitions of Eu<sup>3+</sup> ions that compatible to the magnetic dipole transition (<sup>5</sup>D<sub>0</sub> → <sup>7</sup>F<sub>1</sub>). Compared to literature, observed peak have been blue shifted [28, 33]. In Eu<sup>3+</sup>-doped CdS, the <sup>5</sup>D<sub>0</sub> → <sup>7</sup>F<sub>1</sub> transition is mainly magnetically allowed magnetic-dipole transition. Due to the surface-defect radiative transitions are caused by surface states. These sulfur vacancies or sulphur dangling bonds created by doping are in the wavelength range from 700–500 nm (1.77–2.48 eV) [34]. Therefore, the peak at 683 nm (1.81 eV) is associated with surface defects of the CdS nanocrystals. The luminescence spectra at 840 nm is due to deep residual impurities. In generally, the results showed that a part of Eu ions are contained in CdS nanocrystal and the host CdS transfer the energy to Eu ions significantly. There are also explanations in the literature. Upon excitation, the energy from non-radiative recombination of electron-hole pairs can be transferred to the high energy levels of the Eu ions [35, 36].

### 2.5 Sol-gel method

In this work, F. Ben Slimen et. all were investigated the effect of co-doping with CdS nanoparticles on the photoluminescence properties of Eu<sup>3+</sup> doped silicophosphate glass prepared via the sol gel method [37]. The enhancement of Eu<sup>3+</sup> emission induced by CdS nanocrystals and thermal annealing was assigned to either an energy transfer via defect states or structural alteration of the glass network around the rare earth ions. In order to study the energetic interaction between CdS nanocrystals and Eu<sup>3+</sup> within the SiO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> sol gel glass heated at 250 °C and co-doped with different CdS concentrations, the emission spectra of the different samples were recorded upon excitation at either 355 nm or 375 nm, which corresponds to the semiconductor absorption detected in the UV-visible spectra. At these wavelengths, Eu<sup>3+</sup> ions have negligible absorption [38]. Under an excitation at 375 nm, the PL spectra of the sample doped only with CdS exhibits a narrow emission band in the UV region centered at 406 nm, which is Stokes-shifted from absorption onset of CdS nanocrystals together with a weak and large band peaking at 647 nm. These two emissions are ascribed respectively to shallow traps and deep traps states in the band gap of CdS nanocrystals. However, for samples containing both CdS and Eu<sup>3+</sup> ions, the spectra show the tail of a narrow peak attributed to shallow traps together with a large band extending in the range of 450 to 600 nm and a weak structure in the low energy side. Indeed, it is well

established that for nanosized CdS particles, the emission involves surface states due to the presence of native defects, such as cadmium interstitials and vacancies as well as sulfur interstitials and vacancies [39]. The ratio between deep traps and shallow traps emission varies depending on the amount of defects inside CdS nanoparticles or on their surface. Therefore, conclude by comparing the spectra that Eu<sup>3+</sup>, codoping generates novel trap states within the gap of CdS nanoparticles, which results in the intense emission in the range between 450 and 600 nm. Indeed, Eu<sup>3+</sup> ions may be inserted inside or at the surface of CdS nanoparticles by substituting cadmium cation. Additionally, the small blue shift in the shallow traps emission indicates that Eu<sup>3+</sup> codoping affect slightly the processes of nucleation and growth of CdS nanocrystals within the silica matrix. The deep traps band overlap with most of the excitation lines of Eu<sup>3+</sup>, which may be favorable for an efficient CdS/Eu<sup>3+</sup> energy transfer. Co-doping with Eu<sup>3+</sup> ions partially quenches this broad emission band and additionally produces the structure in the low energy side, which is assigned to transitions inside the 4f shell of europium ions. When the excitation wavelength is turned to 355 nm, each of the PL spectra displays only wave emission peaks at about 579, 592, 611, 651, and 700 nm, which are associated to the transitions from <sup>5</sup>D<sub>0</sub> to <sup>7</sup>F<sub>J</sub> (J = 0, 1, 2, 3, 4), respectively. Since the lifetime of CdS fluorescence is so much shorter than that of europium emission, CdS emission is not seen in all the PL spectra of the co-doped samples. As compared to the reference sample doped only with Eu<sup>3+</sup> ions, we can see a drastic improvement of the Eu<sup>3+</sup> emission with the introduction of CdS nanoparticles in the glass matrix. The enhancement of the emission intensity of europium ions may be accomplished via profound modification of the glass network around rare earth ions and/or efficient energy transfer from CdS to Eu<sup>3+</sup> ions [40]. Therefore, this ratio is dependent on the glass host composition, activator concentration and heat-treatment, and it is widely used to investigate the local environment of the rare element. In the case of the present study, the relative intensity of the <sup>5</sup>D<sub>0</sub> / <sup>7</sup>F<sub>2</sub> and <sup>5</sup>D<sub>0</sub> / <sup>7</sup>F<sub>1</sub> transitions was obtained by measuring the area under the corresponding emission bands. The obtained values for the different concentration are between 2.4 and 3.1, which are characteristic for Eu<sup>3+</sup> ions in highly asymmetric sites. However, these values are lower than those estimated for sol-gel silica glasses [41]. Similar to the effect of aluminum [42], the addition of phosphorous in a convenient concentration, makes the glass structure less rigid, the local structure less distorted, and Eu<sup>3+</sup> ions tend to occupy more symmetric sites with a more homogeneous distribution. Since no quenching of the emission was observed for the used CdS concentrations, we believe that silicophosphate glass is more suitable to disperse great amount of either CdS or Eu<sup>3+</sup> ions than only one-component silica glasses [40]. This may be due to the role of phosphorus, which is known to preclude rare earth clustering. Moreover, CdS nano-

particles act as network modifier producing non-bridging CdS–O groups, which can coordinate with europium ions. As a result, the Eu–Eu interaction is diminished and the europium emission is increased. The presence of CdS nanocrystallites may be also responsible for an increase of both the covalency and the polarization of the local vicinities of the Eu<sup>3+</sup> ions, which can be affected by reaction with sulfur [43]. The increase of the asymmetry factor R for the higher concentration of CdS is an indication for an important distortion in the glass network due to the filling of more pores by semiconductor nanoparticles. In the other hand, the increase of the Eu<sup>3+</sup> emission intensity may be due to an energy transfer between the CdS nanoparticles and Eu<sup>3+</sup> ions. So that, this process occurs only when the distance between CdS nanoparticles and Eu<sup>3+</sup> ions becomes sufficiently short. However, owing to the fast radiative and non-radiative decay of excitons in CdS, direct energy transfer from semiconductor nanoparticles to Eu<sup>3+</sup> ions is physically impossible. Indeed, for achieving efficient energy transfer, the emission spectrum of the nanoparticles has to spectrally overlap an absorption band of the rare-earth ions. This is not the case for the exciton energy level of CdS nanoparticles. However, efficient energy transfer to Eu<sup>3+</sup> ion may be achieved when defect states at the semiconductor nanocrystals surface are abundant. As it is well known, these defects give rise to trap levels within the gap of the semiconductor nanoparticles, and their corresponding emission overlap well with the absorption bands of Eu<sup>3+</sup>. When excitation light is absorbed mostly by CdS nanocrystals, it generates electron–hole pairs. Photo-generated electrons will be first trapped at these levels before interacting with the Eu<sup>3+</sup> ions located close to the surface of CdS. Then, the electron trapped at the surface recombines with a valence band free hole or trapped hole at the nanocrystal surface before transition energy being non-radiatively transferred to the Eu<sup>3+</sup> ions. Increasing CdS concentration will reduce the distance between semiconductor quantum dots and rare earth ions enhancing thus the energy transfer rate between CdS and Eu<sup>3+</sup>. However, when these species are spatially close, a diminution of the total emission and lifetime values is usually observed, which is assigned to back energy transfer from the Eu<sup>3+</sup> ions to CdS nanoparticles [40]. Further, the fact that the europium emission did not appear clearly in the PL spectra recorded under an excitation wavelength of 375 nm as they were obtained under 355 nm excitation, may be connected to the effect of energy transfer in the emission process of Eu<sup>3+</sup> ions. Indeed, when using 355 nm wavelength, which is confidently matched with the bandgap energy of the nanoparticles, the number of excited CdS nanoparticles, which contribute to energy transfer to Eu<sup>3+</sup> is greater than that reached when 375 nm is used. Therefore, the emission of Eu<sup>3+</sup> ions will be so weak in the latter case. Similar behavior was observed in SiO<sub>2</sub> gel doped with Eu<sup>3+</sup> and ZnO nanocrystals [44]. Additionally, the fact that no luminescence from CdS nanocrystals was

observed under 355 nm excitation wavelength indicates that energy transfer from a nanocrystal to Eu<sup>3+</sup> is so fast. Indeed, when CdS are coupled to Eu<sup>3+</sup>, any generated exciton will immediately recombine non-radioactively by exciting Eu<sup>3+</sup> ions [45]. To investigate the effect of annealing temperature on the luminescence properties of our material, we have reproduced the PL spectra for differently heat-treated samples having the same starting composition. Over this temperature, a significant decrease of the emission of Eu<sup>3+</sup> ions is observed. This is the reason why the annealing temperature for samples doped with different CdS concentrations was chosen to be 250 °C. In fact, several structural modifications of the glass network, which have a great influence on the Eu<sup>3+</sup> emission, may occur during heat-treatment. In particular, annealing may reduce considerably the density of hydroxyl groups, which are known to be luminescence quenchers. This leads to an efficient enhancement of emission. Additionally, various defect centers are formed by the hydrolysis and condensation reactions of the initial precursors. Since energy transfer takes place via surface defects at CdS nanocrystals surface, this will enhance the emission of trivalent rare earth ions. However, for sufficiently high temperature, defect concentrations may decrease in the network of the xerogel matrix, which inhibits the energy transfer between the defects and RE ions [40]. Moreover, heat treatment leads to an increase in the homogeneities of the local environment, owing to the cross-linking between silica chains and consequent shrinkage. Due to change in the geometry of silica, annealing at higher temperature produces an increase in the concentration of both Eu and CdS, which could result in the aggregation of Eu–Eu and emission quenching due to energy migration amongst Eu<sup>3+</sup> ions. To clarify the effect of annealing on the local environment around Eu<sup>3+</sup> ions, we have estimated again the ratio R for different annealing temperatures. Above this temperature, R remains almost constant, which could be due to a rearrangement of the network and an increase of the symmetry around rare earth ions [46].

## 2.6 Straightforward one-pot process

H.Q. Chen, J. Fu, L. Wang and et al. Were investigated with the biomolecule glutathione as a capping ligand, Eu<sup>3+</sup>-doped cadmium sulfide composite nanoparticles were successfully synthesized through a straightforward one-pot process [47]. The fluorescence spectra were performed using a Hitachi F- 4500 spectrofluorometer (Hitachi, Japan) equipped with a plotter unit and a quartz cell (1 cm×1 cm). The emission spectrum of Eu<sup>3+</sup> (1), CdS nanoparticles (2) and Eu<sup>3+</sup> CdS composite nanoparticles (3) were recorded. The characteristic peaks of Eu<sup>3+</sup> located at 592, 614 and 698 nm under the excitation wavelength of 395 nm, the three weak peaks are attributed to <sup>5</sup>D<sub>0-7</sub>F<sub>j</sub>. The fluorescence intensity at 614 nm is stronger than that at 592 nm and 698 nm. From the results, it can be say that the strong emission wavelength occurs at 510 nm. After doping with Eu<sup>3+</sup> ions, the fluorescence of Eu<sup>3+</sup> ion can be enhanced remarkably, which indicates

that CdS nanoparticles has the enhancement effect on the luminescence of Eu<sup>3+</sup>, so the reaction between CdS nanoparticles and Eu<sup>3+</sup> was studied. They found that the characteristic fluorescence intensity of Eu<sup>3+</sup> enhanced with the amount of Cd<sup>2+</sup> increased. Obviously, there was a fluorescence energy transfer process between CdS nanoparticles and Eu<sup>3+</sup>. The fluorescence intensity of the Eu<sup>3+</sup> only changed a little, when the concentration of the Cd<sup>2+</sup> raised to a certain value. The reason might be that the fluorescence energy transfer efficiency reached to maximum. It is known that, upon excitation of the CdS host, the energy from non-radiative recombination of electron-hole pairs can be transferred to the high-lying energy levels of the Eu<sup>3+</sup> [48]. When the trace amounts of Hg<sup>2+</sup> were added to the Eu<sup>3+</sup>-doped CdS nanoparticles solution, the wavelength of excitation and emission were unchanged, but the intensity of the peak decreased, the possible mechanism for the fluorescence quenching effect of Eu<sup>3+</sup> is that the energy transfer system was destroyed upon combining with Hg<sup>2+</sup>, thus reducing the fluorescence quantum efficiency of the composite nanoparticles. Although the fluorescence intensity of the CdS nanoparticles and Eu<sup>3+</sup> both decreased in the present of Hg<sup>2+</sup>, they found that the sensitivity and detection limit of using the characteristic fluorescence of Eu<sup>3+</sup> for Hg<sup>2+</sup> detection is better than CdS nanoparticles. Furthermore, the Eu complex has a very large Stoke's shift that permitted more sensitive fluorescence detection, so we chose the characteristic fluorescence of Eu<sup>3+</sup> ion for the detection of Hg<sup>2+</sup>.

### 2.7 Co-precipitation method

L. Deng, Y. Shan, J. J. Xu were investigated Eu<sup>3+</sup> doped CdS nanocrystals which synthesized via a co-precipitation method [49]. The doping of Eu<sup>3+</sup> ions caused a 4-fold enhancement in electrochemiluminescence intensity and more stable cathodic signals compared to pure CdS nanocrystals. Similar to the PL spectrum, the electrochemiluminescence spectrum is also a good tool to investigate energy transfer between host nanocrystals and metal ions dopants. They were analysis pure CdS nanocrystals, 1.5% and 5.0% Eu<sup>3+</sup> doped CdS:Eu nanocrystals. The electrochemiluminescence spectrum of undoped CdS nanocrystals appeared only one broad emission peak from 480 nm to 600 nm, which belonged to the recombination emission of surface states. As for both Eu<sup>3+</sup> doped CdS nanocrystals, a new emission peak around 620 nm was observed, which belongs to the <sup>5</sup>D<sub>0</sub> / <sup>7</sup>F<sub>2</sub> transition of Eu<sup>3+</sup> ions, indicating successful energy transfer from host nanocrystals to Eu<sup>3+</sup> ions in the electrochemiluminescence process. The energy transfer reached greatest efficiency when the Eu<sup>3+</sup> doping level was 1.5%, and then reduced as the doping concentration continued rising. Comparing the electrochemiluminescence spectrum of 1.5% Eu<sup>3+</sup> doped nanocrystals with that of undoped nanocrystals, the electrochemiluminescence emission intensity of doped nanocrystals from 450 nm to 550 nm belonging to the recombination emission of surface states was greatly enhanced. This electro-

chemiluminescence enhancement, together with a newly appeared intense emission around 620 nm, produced a total 4-fold electrochemiluminescence increase.

### 2.8 Sol-gel route by an in situ method

M. Bouazaoui and et. all were prepared semiconductor nanoparticles (CdS and ZnS) and Eu<sup>3+</sup> co-doped zirconia thin films using the sol-gel route by an in situ method [50]. The principal purpose of this work is to study the energy exchange between semiconductor nanoparticles and europium ions. Hence, once the films doped with CdS or ZnS characterized, they introduced europium ions into the precursor sol in order to obtain co-doped systems. The characteristic absorption peaks of Eu<sup>3+</sup> ions from the <sup>7</sup>F<sub>0</sub> fundamental state are observed [51]. Energy transfer processes are known to be more efficient between species which present a large spectral overlapping of their optical transitions. In fact, the emission spectrum of the nanoparticles has to spectrally overlap an absorption band of the rare-earth ions. The transitions which could be involved in this process are <sup>7</sup>F<sub>0</sub> - <sup>5</sup>D<sub>2</sub> (electric-dipole character) at 466 nm and <sup>7</sup>F<sub>0</sub> - <sup>5</sup>D<sub>1</sub> (magnetic-dipole character) at 530 nm. Two zirconia co-doped films at 15% CdS-5% Eu<sup>3+</sup> and 15% ZnS-5% Eu<sup>3+</sup> have been elaborated. The PL ( $k_{exc} = 351$  nm) of these films compared to the 5% Eu<sup>3+</sup>-doped film. Energy transfer from CdS nanoparticles to Eu<sup>3+</sup> ions has been reported in the literature [52]. The absolute measurements performed in our case, under excitation at  $k_{exc} = 351$  nm, show that the intensity from 15% CdS-5% Eu<sup>3+</sup> is only two times higher than for 5% Eu<sup>3+</sup>. Moreover, the almost entire emission band of CdS nanoparticles covers wavelengths higher than the <sup>5</sup>D<sub>2</sub> Eu<sup>3+</sup> peak at 466 nm, indicating that a majority of the electrons occupy shallow traps ( $k > 466$  nm). This location of defect levels is too low in energy to obtain an efficient spectral overlap with <sup>5</sup>D<sub>2</sub> level (466 nm) of the europium ion. Hence, only a small part of nanoparticles ( $k < 466$  nm) contribute to the energy transfer process. On the other hand, one can note that the <sup>5</sup>D<sub>1</sub> level is situated at the maximum of the CdS emission. This determining involvement of the excited state <sup>5</sup>D<sub>2</sub> of the Eu<sup>3+</sup> ion in the transfer process can be explained by the Foerster model [53] based on the dipole-dipole interactions. This model considers the electric dipole generated by the optical wave within the nanoparticle and that of the rare-earth ion induced by the exciton of the particle. The interactions of a higher order, such as dipole-quadrupole or quadrupole-quadrupole, are neglected. Thus, if one supposes the same process for the CdS: Eu<sup>3+</sup> interaction, only electric dipole transitions of the europium ion, such as the transition <sup>7</sup>F<sub>0</sub>-<sup>5</sup>D<sub>2</sub>, in resonance with the defect states, will contribute significantly to the energy transfer. The magnetic dipole transitions such as <sup>7</sup>F<sub>0</sub>-<sup>5</sup>D<sub>1</sub>, even when they are in resonance with the defect states of the nanoparticles, which is the case for CdS: Eu<sup>3+</sup>, do not contribute to the energy transfer. This enhancement of the rare earth emission in a CdS: Eu<sup>3+</sup> co-doped zirconia film when the sample is

cooled down to 10 K, had been already observed by Morita et al. [52]. This exaltation is about 3.5 greater than the one calculated at 293 K (enhancement factor 12). There are two combined effects that could explain such behaviour at low temperature. The increase in the lifetime of the nanoparticle defect states responsible for the energy transfer to the excited levels of europium ion, allows an increasing population of these excited states [53], leading to the sensitization of a great number of Eu<sup>3+</sup> ions. The increase in the lifetime of the nanoparticle defect states responsible for the energy transfer to the excited levels of europium ion, allows an increasing population of these excited states [54], leading to the sensitization of a great number of Eu<sup>3+</sup> ions. The increase of the emission with decreasing the temperature was already reported in bulk semiconductor by Krustok et al. [55].

### CONCLUSION

In the Eu<sup>3+</sup> doped CdS, The results confirm that at least a part of the Eu<sup>3+</sup> ions is effectively doped into CdS nanocrystals and the energy transfer occurs from CdS

nanocrystals to Eu<sup>3+</sup> ions. The results show that at least a part of the Eu<sup>3+</sup> ions are effectively doped into CdS nanocrystals and the energy transfer occurs from CdS nanocrystals to Eu<sup>3+</sup> ions. Generally in here <sup>5</sup>D<sub>0</sub> → <sup>7</sup>F<sub>2</sub> and <sup>5</sup>D<sub>0</sub> → <sup>7</sup>F<sub>1</sub> transitions in europium ions is observed which is due to electron dipole transition and magnetic dipole transition. At the same time, it is shown that from experiments Eu<sup>3+</sup> emission is significantly dependent on concentration of CdS nanoparticles and annealing temperature. The using temperature must be selected optimal for reaction. Furthermore, the PL emission intensity could be influenced by changing several factors such as the concentration of doped Eu<sup>3+</sup> ions, the reaction time, the reaction temperature, the charge compensation and the storage time and condition. The results suggest that these kinds of rare earth doped semiconductor nanoparticles can be used in many fields such as chemical sensors (especially in fiber optic coating platforms fluorescence probes, and other analytical applications. At the same time this material can be used as energy-transfer materials.

### REFERENCES

1. Synthesis, structural and optical properties of some rare earth (Eu, Ce, Sm) doped cadmium sulfide nanoparticles.
2. X. Ye, W. Zhuang, Y. Hu, T. He, X. Huang, C. Liao, S. Zhong, Z. Xu, H. Nie, G. Deng, Preparation, characterization, and optical properties of nano- and submicron-sized Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:Eu<sup>3+</sup> phosphors *Journal of Applied Physics* (6) (2009) 064302. doi:10.1063/1.3086624.
3. H. Liang, Q. Zhang, Z. Zheng, H. Ming, Z. Li, J. Xu, B. Chen, H. Zhao, Optical amplification of Eu(DBM)Phen-doped polymer optical fiber, *Optics Letters* 29 (5) (2004) 477. doi:10.1364/ol.29.000477.
4. X. Xie, N. Gao, R. Deng, Q. Sun, Q.-H. Xu, X. Liu, Mechanistic investigation of photon upconversion in Nd<sup>3+</sup>-sensitized core/shell nanoparticles, *Journal of the American Chemical Society* 135 (34) (2013) 12608–12611. doi:10.1021/ja4075002.
5. F. Chen, W. Bu, S. Zhang, J. Liu, W. Fan, L. Zhou, W. Peng, J. Shi, Gd<sup>3+</sup>-ion-doped upconversion nanoprobles: Relaxivity mechanism probing and sensitivity optimization *Advanced Functional Materials* 23 (3) (2012) 298–307. doi:10.1002/adfm.201201469.
6. Z. Zhou, J. Gu, Y. Chen, X. Zhang, H. Wu, X. Qiao, Europium functionalized silicon quantum dots nanomaterials for ratiometric fluorescence detection of *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy* 212 (2019) 88–93. doi:10.1016/400.j.saa.2018.12.036
7. H. A. Höpfe, Recent developments in the field of inorganic phosphors, *Angewandte Chemie International Edition* 48 (20) (2009) 3572–3582. doi:10.1002/anie.200804005.
8. F. Auzel, Upconversion and anti-stokes processes with f and d ions in solids, *Chemical Reviews* 104 (1) (2004) 139–174. doi:10.1021/cr020357g.
9. V. Adya, M. Mohapatra, M. Bhide, V. Natarajan, Observation of “cool daylight” white light emission from Eu and Tb co-doped SrMoO<sub>4</sub> nano ceramics *Materials Science and Engineering: B* 203 (2016) 35–40. doi:10.1016/j.mseb.2015.10.010
10. S. Sadhu, P. S. Chowdhury, A. Patra, Understanding the role of particle size on photophysical properties of CdS:Eu<sup>3+</sup> nanocrystals, *Journal of Luminescence* 126 (2) (2007) 387–392. doi:10.1016/j.jlum.2006.08.087.
11. K. Zhang, Y. Yu, S. Sun, Influence of Eu doping on the microstructure and photoluminescence of CdS *Applied Surface Science* 258 (19) (2012) 7658–7663. doi:10.1016/j.apsusc.2012.04.114.
12. C. Zhou, J. Song, X. Zhang, L. Sun, L. Zhou, N. Huang, Y. Gan, M. Chen, W. Zhang, Synthesis and characterization of Eu<sup>3+</sup> doped CdS quantum dots by a single-step aqueous method, *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 16 (4) (2016) 3848–3851. doi:10.1166/jnn.2016.11789
13. H. Pessoni, L. Maia, A. Franco, Eu-doped ZnO nanoparticles prepared by the combustion reaction method, *Materials Science in Semiconductor Processing* 30 (2015) 135–141. doi:10.1016/j.mssp.2014.09.039.
14. G. Ehrhart, B. Capoen, O. Robbe, F. Beclin, P. Boy, S. Turrell, M. Bouazaoui, Energy transfer between semiconductor nanoparticles (ZnS or CdS) and Eu<sup>3+</sup> ions in sol-gel derived *Optical Materials* 30 (10) (2008) 1595–1602. doi:10.1016/j.optmat.2007.10.004.
15. N. Bao, Y. Liu, Z. W. Li, H. Yu, H. tian Bai, L. Xia, D. wei Feng, H. bo Zhang, X. ting Dong, T. yang Wang, J. Han, R. yi Wu, Q. Zhang, Construction of order mesoporous (Eu–La)/ZnO composite material and its luminescent characters, *Journal of Luminescence* 177 (2016) 409–415. doi:10.1016/j.jlum.2016.05.025.
16. J. Y. Park, D.-W. Jeong, K.-M. Lim, Y.-H. Choa, W.-B. Kim, B. S. Kim, Multimodal luminescence properties of surface-treated ZnSe quantum dots by Eu, *Applied Surface Science* 415 (2017) 8–13. doi:10.1016/j.apsusc.2017.02.026.

17. J. Li, Z. Zhang, J. Lang, J. Wang, Q. Zhang, J. Wang, Q. Han, J. Yang, Tuning red emission and photocatalytic properties of highly active ZnO nanosheets by Eu addition, *Journal of Luminescence* 204 (2018) 573–580. doi:10.1016/j.jlumin.2018.08.059.
18. L. Yang, H. Zheng, Q. Liu, S. Zhou, W. Zhang, The doping site analysis and control of Eu<sup>3+</sup> in ZnO:Eu crystal lattice, *Journal of Luminescence* 204 (2018) 189–194. doi:10.1016/j.jlumin.2018.08.038.
19. L. F. B. Bim, E. B. Stucchi, M. A. Cebim, A new overview on rare earth diphenylphosphinates: Europium characteristic luminescence of low dim, *Journal of Luminescence* 540 203 (2018) 105–112. doi:10.1016/j.jlumin.2018.06.040.
20. Luminescence decay characteristics of CdS quantum dots doped with europium ions M.S. Smirnov, O.V. Ovchinnikov. *Journal of Luminescence* 2019. doi:10.1016/j.jlumin.2019.05.046.
21. O. Ovchinnikov, M. Smirnov, N. Korolev, P. Golovinski, A. Vitukhnovsky, The size dependence recombination luminescence of hydrophilic colloidal CdS quantum dots in gelatin *Journal of Luminescence* 179 (2016) 413–419. doi:10.1016/j.jlumin.2016.07.016.
22. A. V. Katsaba, V. V. Fedyanin, S. A. Ambrozevich, A. G. Vitukhnovsky, A. N. Lobanov, A. S. Selyukov, R. B. Vasiliev, I. G. Samatov, P. N. Brunkov, Characterization of defects in colloidal CdSe nanocrystals by the modified thermostimulated luminescence *Semiconductors* 47 (10) (2013) 1328–1332. doi: 10.1134/s1063782613100138.
23. Beatriz Julia'n, Jose' Planelles, Eloisa Cordoncillo, Purificacio'n Escribano, Patrick Aschehoug, Cle'ment Sanchez, Bruno Vianab and Fabienne Pelle', Eu<sup>3+</sup> doped CdS nanocrystals in SiO<sub>2</sub> matrices: one-pot sol-gel synthesis and optical characterization, *J. Mater. Chem.*, 2006, 16, 4612–4618, doi:10.1039/b612519k
24. L. Spanhel, M. Haase and H. Weller, *J. Am. Chem. Soc.*, 1987, 109, 5649.
25. M. Haase, H. Weller and A. Henglein, *J. Phys. Chem.*, 1988, 92, 4706.
26. X. Peng, L. Manna, W. Yang, J. Wickham, E. Scher, A. Kadavanich and A. P. Alivisatos, *Nature*, 2000, 404, 59.
27. M.E. L. Avilés, J.I. C. Rascón, J.D. Reyes, J.M. Juárez, R.S.C. Ojeda, M.G. Arellano, J.A.B. Lopez, M.Á. Ramos, Characterization of CBD-CdS Doped with Some Rare Earths III (Eu<sup>3+</sup>, Ce<sup>3+</sup>) as Function of Synthesis Time, *Materials Research*. 2018; 21(2): e20170626, doi:10.1590/1980-5373-MR-2017-0626.
28. Chowdhuri A, Gupta V, Sreenivas K, Kumar R, Mozumdar S, Patanjali PK. Response speed of SnO<sub>2</sub>-based H<sub>2</sub>S gas sensors with CuO nanoparticles. *Applied Physics Letters*. 2004;84(7):1180–1182.
29. Yang P, Liou KN, Mishchenko MI, Gao BC. Efficient finite-difference time-domain scheme for light scattering by dielectric particles: application to aerosols. *Applied Optics*. 2000; 39(21):3727–3737.
30. Simon DT, Geller MR. Electron-phonon dynamics in an ensemble of nearly isolated nanoparticles. *Physical Review B*. 2001; 64(11):115412.
31. Jayaraj MK, Vallabhan CPG. AC Thin Film Electroluminescent Devices with Rare Earth Doped ZnS. *Journal of the Electrochemical Society*. 1991;138(5):1512–1516.
32. Jing L, Sun X, Xin B, Wang B, Cai W, Fu H. The preparation and characterization of La doped TiO<sub>2</sub> nanoparticles and their photocatalytic activity. *Journal of Solid State Chemistry*. 2004;177(2004):3375–3382.
33. Vij A, Singh S, Kumar R, Lochab SP, Kumar VVS, Singh N. Synthesis and luminescence studies of Ce doped SrS nanostructures. *Journal of Physics D: Applied Physics*. 2009;42(10):105103.
34. Kumar V, Mishra V, Pitale SS, Nagpure IM, Coetsee E, Ntwaeaborwa OM, et al. Surface chemical reactions during electron beam irradiation of nanocrystalline CaS:Ce<sup>3+</sup> phosphor. *Journal of Applied Physics*. 2010;107(12):123533.
35. J.A. Switzer, G. Hodes, Electrodeposition and chemical bath deposition of functional nanomaterials. *MRS Bulletin*. 2010; 35(10):743–750.
36. N.S. Kozhevnikova, A.S. Vorokh, A.A. Uritskaya. Cadmium sulfide nanoparticles prepared by chemical bath deposition. *Russian Chemical Reviews*. 2015;84(3):225–250.
37. F. Ben Slimen, Z. Zaaboub, M. Haouari, N. Bel Haj Mohamed, H. Ben Ouada, S. Chaussedent and N. Gaumer, *RSC Adv.*, 2017, 7, 14552–14561. DOI: 10.1039/c7ra01313b.
38. V. Mangalam, K. Pita and C. Coureau, *Nanoscale Res. Lett.*, 2016, 11, 1931–1937.
39. P. K. Narayanam, P. Sonia, P. Mohanta, R. S. Srinivasa, S. S. Talwar and S. S. Major, *Mater. Chem. Phys.*, 2013, 139, 196–209.
40. L. Bokatiel and S. Rai, *J. Fluoresc.*, 2012, 22, 505–510.
41. B. Julian, J. Planelles, E. Cordoncillo, P. Escribano, P. Aschehoug, C. Sanchez, B. Viana and F. Pelle, *J. Mater. Chem.*, 2006, 16, 4612–4618.
42. G. Alombert-Goget, N. Gaumer, J. Obriot, A. Rammal, S. Chaussedent, A. Monteil, H. Portales, A. Chiasera and M. Ferrari, *J. Non-Cryst. Solids*, 2005, 351, 1754–1758.
43. R. Reisfeld, M. Zelner, T. Saraidarov and H. Minti, *Advances in Energy Transfer Processes*, World Scientific, 2001.
44. V. Mangalam, K. Pita and C. Coureau, *Nanoscale Res. Lett.*, 2016, 11, 9, doi:10.1186/s11671-016-1282-3.
45. P. G. Kik and A. Polman, *Mater. Sci. Eng., B*, 2001, 81, 3–8.
46. G. Gao, N. Da, S. Reibstein and L. Wondraczek, *Opt. Express*, 2010, 18, 575–583.
47. H.Q. Chen, J. Fu, L. Wang, B. Ling, B.B. Qian, J.G. Chen, C.I. Zhou, Ultrasensitive mercury(II) ion detection by europium(III)-doped cadmium sulfide composite nanoparticles, *Talanta* 83 (2010) 139–144, doi:10.1016/j.talanta.2010.08.052.
48. P.S. Chowdhury, A. Patra, *Phys. Chem. Chem. Phys.* 8 (2006) 1329–1334.
49. L. Deng, Y. Shan, J.J. Xu and H.Y. Chen, Electrochemiluminescence behaviors of Eu<sup>3+</sup>-doped CdS nanocrystals film in aqueous solution, *Nanoscale*, 2012, 4, 831–836, doi:10.1039/c1nr11470k.
50. G. Ehrhart, B. Capoen, O. Robbe, F. Beclin, Ph. Boy, S. Turrell, M. Bouzaoui, Energy transfer between semiconductor nanoparticles (ZnS or CdS) and Eu<sup>3+</sup> ions in sol-gel derived ZrO<sub>2</sub> thin films, *Optical Materials* 30 (2008) 1595–1602, doi:10.1016/j.optmat.2007.10.004.
51. K. Annpurna, M. Das, P. Kundu, R.N. Dwivedi, S. Buddhudu, *J. Mol. Struct.* 741 (2005) 53.

52. M. Morita, D. Rau, H. Fujii, Y. Minami, S. Murakami, M. Baba, M. Yoshita, H. Akiyama, J. Lumin. 87–89 (2000) 478.  
53. Th. Förster, in: J.S. Kirby-Smith, J.L. Magee, M. Burton (Eds.), Comparative Effects of Radiation, Wiley, New York, 1960, p. 313.

**ШОЛУ: ЛЕГИРЛЕНБЕГЕН ЖӘНЕ Eu<sup>3+</sup>-ПЕН ЛЕГИРЛЕНГЕН  
CdS НАНОМАТЕРИАЛДАРЫНЫҢ ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНТТІК ҚАСИЕТТЕРІ**

**L.R. Gahramanli**

*Баку мемлекеттік университеті, Әзірбайжан*

Соңғы бірнеше онжылдықта II-VI топтардың жартылай өткізгіш бинарлық қосылыстарының ФЛ қасиеттері зерттелді. Бұл топтық материалдар люминесценцияның қарқындылығын жақсартуды анықтау үшін сирек кездесетін металдардың иондарымен легирленген. Бұл шолу мақаласында таза CdS наноматериалдары мен легирленген CdS наноматериалдарының ФЛ қасиеттерінің түрлі параметрлерінің әсері қарастырылады.

**Кілт сөздер:** люминесценттік қасиеттері, легирлеу, кадмий сульфиді, наноматериалдар.

**ОБЗОР: ФОТОЛЮМИНЕСЦЕНТНЫЕ СВОЙСТВА НЕЛЕГИРОВАННЫХ  
И ЛЕГИРОВАННЫХ Eu<sup>3+</sup> НАНОМАТЕРИАЛОВ CdS**

**L.R. Gahramanli**

*Бакинский государственный университет, Баку, Азербайджан*

В течение последних нескольких десятилетий были исследованы ФЛ свойства полупроводниковых бинарных соединений II-VI групп. Эти групповые материалы легированы ионами редкоземельных металлов для определения улучшения интенсивности люминесценции. В данной обзорной статье рассматривается влияние различных параметров ФЛ свойств чистых и легированных наноматериалов CdS.

**Ключевые слова:** люминесцентные свойства, легирование, сульфид кадмия, наноматериалы.

УДК 53.072.8

## КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА СОВМЕЩЕНИЯ ИЗОБРАЖЕНИЯ В ПЭТ/КТ И АНАЛИЗ ПРОБЛЕМ ГИБРИДНОЙ ВИЗУАЛИЗАЦИИ ПРИ ПЛАНИРОВАНИИ ЛУЧЕВОЙ ТЕРАПИИ

Емельяненко Е.В., Петкевич М.Н.

*РНПЦ онкологии и медицинской радиологии им. Н.Н. Александрова, Минск, Беларусь*

Достоверность получения качественной и количественной информации в позитронно-эмиссионной томографии зависит от уровня углубленности контроля качества диагностического изображения. С учетом активного применения процедуры планирования лучевой терапии с использованием позитронно-эмиссионной томографии, совмещенной с компьютерной томографией, актуальной задачей становится оценка точности совмещения модальностей диагностических изображений. В данной работе выполнена оценка расхождения объемов очагов накопления РФП (при совмещении ПЭТ и КТ модальностей изображений), с использованием компьютерной системы планирования лучевой терапии. Рассмотрено влияние дополнительных факторов, которые могут повлиять на корректное совмещение изображений: времяпрелетная технология, количество подмножеств (число свободных проекций, использующихся при реконструкции). Получены функциональные зависимости расхождения объемов модальностей (ПЭТ и КТ изображений) от объема потенциальных очагов накопления (в качестве которых использованы горячие сферы) радиофармацевтического препарата. Выполнена оценка расхождения диаметров сфер измеренных на КТ изображении с реальными диаметрами сфер.

**Ключевые слова:** ПЭТ/КТ, контурирование, планирование, контроль качества, модальность, лучевая терапия, совмещение.

### ВВЕДЕНИЕ

Принцип позитронно-эмиссионной томографии заключается в последовательном проведении двух исследований: компьютерной рентгеновской томографии (с целью получения анатомической картины и матрицы коэффициентов ослабления излучения, которые используются в последующей реконструкции ПЭТ серии) и ПЭТ серии изображений с распределением радиофармацевтического препарата, а, следовательно, и накоплением его в потенциальных патологических очагах. Совмещение двух модальностей позволяет получить серию изображений, сочетающей в себе ансамбль качественных и количественных данных [1].

Получившие в последние годы широкое распространение в клинической практике методы высокоточного и прецизионного облучения, такие как стереотаксическая радиохирургия и терапия, значительно повысили требования к качеству диагностической информации для последующего определения целевых объемов облучения областей интереса. Современное радиотерапевтическое оборудование гарантирует высокую точность доставки радиационного пучка к мишени – до 0,5 мм на радиохирургической установке «Гамма-нож» (таблица 1). В связи с этим, погрешности в определении объема облучения, превышающие 0,5 мм, не допустимы для данного метода лучевой терапии [2].

Целью работы являются:

– количественная оценка *расхождения объемов очагов накопления РФП (при совмещении ПЭТ и КТ модальностей изображений)*, с учетом параметров диагностических протоколов, используемых для подавления шума и коррекции пространственного разрешения;

– анализ факторов, влияющих на качество совмещения ПЭТ и КТ модальностей диагностического изображения [3].

Таблица 1. Точность Гамма-ножа Лекселла [2]

Тип погрешности	Определение	Значение
Механическая погрешность	сумма всех механических допусков	<0,3 мм
Погрешность облучения	механическая погрешность вместе с погрешностью подведения излучения	средняя 0,15 (гарантированно < 0,5 мм)
Общая клиническая погрешность	суммарная погрешность облучения и визуализации	0,48 мм

### ПЭТ в лучевой терапии

Планирование лучевой терапии – это многоэтапный процесс. В этом процессе первостепенное значение имеет соответствующий выбор и разграничение целевых объемов областей интереса и органов. Для определения контуров очагов необходимы способы визуализации с высоким пространственным разрешением, порядка 1–2 мм. КТ и МРТ соответствуют данному критерию. Перспективным направлением является использование ПЭТ для планирования лучевой терапии. Однако у ПЭТ есть потенциальные ограничения, а именно, сравнительно низкое пространственное разрешение (по сравнению с КТ и МРТ) и низкое отношение сигнал/фон, наблюдаемое у некоторых РФП, что в последствие влияет на совмещение ПЭТ и КТ модальностей [4].

Низкое пространственное разрешение является сложной проблемой, обусловленной несколькими факторами, и среди них наиболее важными являются энергия позитрона, размер детектора, программное обеспечение. Эти факторы могут потребовать ис-

пользования соответствующих протоколов сбора данных (например, коррекция артефактов движения) и специальных алгоритмов реконструкции для повышения резкости контура объема интереса. Низкое отношение сигнал/фон, как правило, обусловлено метаболизмом метки, которая в идеале должна равномерно распределяться в организме, фиксироваться в области интереса, а локализации, где патологические очаги потенциально отсутствуют, не должны проявлять признаки метаболической активности. Однако реальность далека от этой идеальной картины [5].

КТ остается золотым стандартом для визуализации анатомических структур с целью определения целевого объема и расчета дозы, однако ПЭТ-КТ может помочь в отношении ограничения дозы для органов риска. Кроме того, ПЭТ-диагностика позволяет скорректировать стадию заболевания, что приведет к изменению метода лечения. Важно учитывать, что ни один из способов визуализации не обладает 100% чувствительностью и специфичностью. Для достижения оптимального результата необходима оптимизация диагностических протоколов [6].

Метод ПЭТ/КТ может быть использован для оптимизации плана лечения путем улучшения разграничения стадии заболевания, а также увеличения или уменьшения области лечения. Даже один положительный очаг накопления РФП, находящийся за пределами области лечения не позволит обеспечить необходимого отклика терапевтического лечения. Использование ПЭТ/КТ в планировании лучевой терапии позволяет минимизировать радиационную нагрузку на здоровые ткани, которые невозможно отличить от пораженной ткани с помощью обычной анатомической визуализации, путем уменьшения избирательного узлового облучения. ПЭТ/КТ-визуализация позволяет решить проблему фундаментальным образом и оказывает все большее влияние на планирование лечения и терапевтическую оценку лучевой терапии.

Литературные данные свидетельствуют об увеличении использования ПЭТ и КТ в практике лучевой терапии. Для обеспечения безопасного и эффективного использования радионуклидной визуализации, должен существовать строгий протокол обеспечения качества инструментов визуализации. Применение радионуклидной визуализации в радиационной онкологии происходит на разных уровнях сложности. Часто используется количественное применение данных визуализации при планировании лечения посредством регистрации изображений и расчета стандартизированной величины поглощения (SUV). Таким образом, обеспечение качества не должно ограничиваться производительностью сканера, но также должно включать процесс внедрения данных изображения в планирование лечения, таких как передача данных, регистрация изображения и количественное определение данных [7].

Движение органов во время дыхания создает проблему при радионуклидной визуализации, где данные часто необходимо собирать в течение многих дыхательных циклов, чтобы получить корректную статистику.

Дыхательные движения приводят к получению некорректных результатов. Происходит распространение радиоактивного индикатора по увеличенному объему, искажая видимую форму и местоположение опухоли и уменьшая отношение сигнал/шум (SNR). Наличие артефактов оказывает негативное влияние на современную лучевую терапию, которая нацелена на достижение максимальной точности [8].

Более эффективная технология получения 4D-ПЭТ изображений была разработана для снижения влияния факторов пространственного и временного разрешения на качество диагностического изображения. Данные сигнала собираются за много коротких временных шагов и ретроспективно группируются в несколько бинов по измеренной амплитуде дыхательного движения. Эти ячейки затем регистрируются один за другим с помощью жестких или деформируемых методов преобразования и накладываются друг на друга для формирования составного изображения в одной точке дыхательного цикла.

Клиническое применение 4D визуализации и 4D лучевой терапии подразумевает дополнительные этапы контроля качества. Функциональность сканера в режиме 4D-съемки необходимо регулярно проверять. Поддержка данных 4D-визуализации и планирования от поставщиков оборудования планирования лечения все еще находится на ранней стадии, и эта ситуация может длиться несколько лет. Учитывая сложность этой проблемы, важно разработать строгую процедуру контроля качества [9].

Чтобы обеспечить безопасное и эффективное использование технологии визуализации в радионуклидной диагностике, необходимо проведение исследований, направленных на коррекцию артефактов, а также количественных значений стандартизированной величины поглощения. Цели визуализации накопления РФП при планировании лучевой терапии могут отличаться от целей диагностической визуализации. Следовательно, контроль качества должен быть не только ограничен производительностью сканера, но также включать оценку качества получаемых изображений (как отдельных модальностей так и совмещенных ПЭТ/КТ изображений).

#### **ПРОБЛЕМЫ И ОСОБЕННОСТИ МУЛЬТИМОДАЛЬНЫХ ИЗОБРАЖЕНИЙ**

Мультимодальная визуализация направлена на получение анатомических и функциональных данных в течении одного исследования и их дальнейшего совмещение.

Данный вид визуализации обладает рядом преимуществ:

- уменьшение количества ложных диагнозов;
- уточнение процесса стадирования;

– повышение точности определения локализации потенциального патологического очага.

Проблемным аспектом мультимодальных/гибридных визуализаций, а именно ПЭТ/КТ, ПЭТ/МРТ, ОФЭКТ/КТ является точность получаемого (совмещенного) изображения, а также возможности численной оценки точности. Детектирующие блоки расположены на определенном расстоянии по отношению друг к другу, соответственно изображения различных модальностей получаются последовательно. Также свое влияние вносит временной промежуток проведения исследований: время ПЭТ-исследования может достигать до 45 минут, а КТ ограничивается 1-ой минутой, что говорит о невозможности контроля фазы дыхания в случае ПЭТ. Дыхательные движения вызывают искажение формы и размера органов в области грудной клетки и брюшной полости. Ряд проведенных исследований показывает, что воздух в диафрагме (наполняемой при вдохе) влияет на серию коррекции ослабления и может являться причиной появления ложных результатов на серии ПЭТ изображений [8].

Наличие в теле человека посторонних предметов (протезы, импланты) может вызвать появление дополнительных артефактов, что в свою очередь отразится на совмещенном изображении.

Стоит обратить отдельное внимание на создание и использование диагностических протоколов с коррекцией дыхания для минимизации ошибок.

Анализ ряда литературных источников показывает отсутствие точных данных, которые указывали бы на влияние введения контрастных агентов на точность совмещенного ПЭТ/КТ изображения. Однако пероральный прием контрастных веществ может вызвать появление артефактов.

Учитывая интенсивный рост современных технологий в медицине и перспективы дальнейшего развития ПЭТ-диагностики в Республике Беларусь необходимо рассматривать особенности получения, совме-

щенного ПЭТ/КТ изображения. Для контроля качества совмещения изображения используется фантом VQC, с точечными источниками  $^{68}\text{Ge}$  (3,5 МБк – активность одного источника). Конструкция фантома не позволяет использовать его для оценки качества планирования лучевой терапии, а низкая активность источников требует ежегодной замены.

#### МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Для выполнения эксперимента использовался фантом JASZCZACK (производства Meditest), с горячими сферами. Сканирование фантома выполнено на аппарате DISCOVERY 710 производства компании General Electric.

Параметры реконструкций: количество подмножеств – 32, размерность матрицы  $192 \times 192$ , CUToff – 6,4 (гауссов фильтр), количество итераций – 4. Z-аксиальный фильтр – отсутствует.

Реконструкции выполнены со следующими наборами подмножеств: 12, 24, 32. (VPHD+PSF, TOF+VPHD+PSF).

PSF – функция, используемая для коррекции пространственного разрешения.

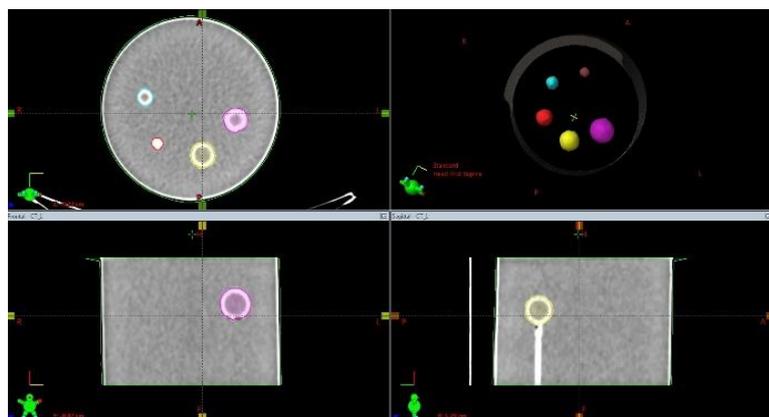
VPHD (OSEM) – итерационный алгоритм реконструкции изображений.

TOF – времяпролетная технология сбора данных.

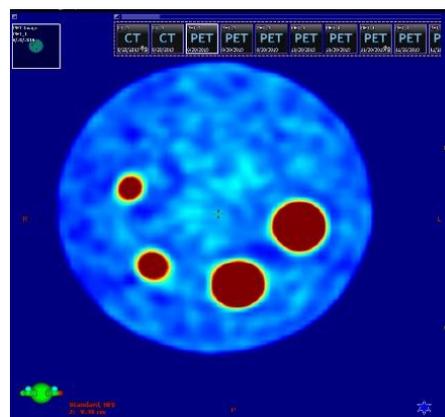
#### РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Полученные в результате сканирования изображения были внесены в компьютерную систему планирования облучения лучевой терапии. На каждой из модальностей выполнено контурирование сфер и произведено совмещение ПЭТ и КТ серий. Изображения очищены от артефактов. Получены численные значения диаметров и объемов контурированных сфер.

Измерены диаметры каждой из сфер, с использованием инструментов системы планирования (таблица 2).



а)



б)

Рисунок 1. Визуализация сфер в системе планирования «Eclipse»: на КТ-изображениях путем посрезового контурирования (а) и на ПЭТ-изображении (б)

Таблица 2. Результаты измерения диаметров сфер

№ сферы	D1 (диаметр, измеренный на ПЭТ изображениях), см	D2 (диаметр, измеренный на КТ изображениях), см	Расхождение между диаметрами, измеренными на ПЭТ и КТ, (%)	Размеры сфер (заявленные в документации [10]), см	Погрешность измерения на КТ, мм
S1	4,22	3,65	13,51	3,70	+5
S2	3,45	2,5	26,47	2,8	-3
S3	2,17	2,32	20,69	2,3	+2
S4	2,89	1,68	28,33	1,6	+0,08
S5	1,74	1,35	31,58	1,2	+0,15

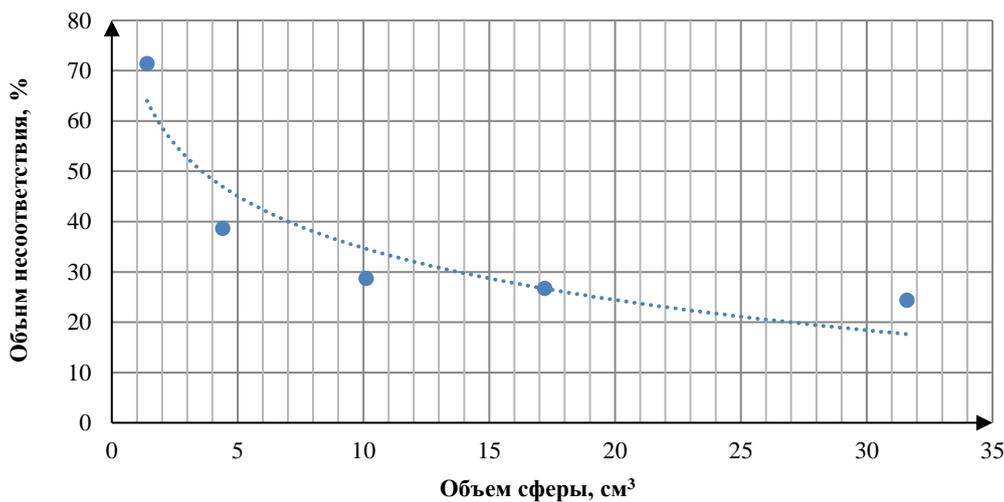


Рисунок 2. Зависимость расхождения объемов сфер при совмещении ПЭТ и КТ изображений от реальных размеров сфер

Погрешности, полученные при измерении диаметров на КТ изображениях, соответствуют данным протокола контроля качества ( $\pm 5$  мм) рентгеновских компьютерных томографов, принятого в Республике Беларусь [11].

Рассчитана разница полученных диаметров между модальностями изображений для каждой из сфер. Использованы стандартные параметры диагностического протокола для реконструкции изображений пациентов.

Для расчета объемов использовались Булевы функции. Зависимость объема несоответствия от диаметра сферы отображена на рисунке 2.

График аппроксимируется следующей логарифмической функцией:

$y = -14,88 \times \ln(x) + 69,023$ , с коэффициентом аппроксимации  $R^2 = 0,87$ .

Данные результаты свидетельствуют о влиянии объема сферы (или потенциального патологического очага) на объем несоответствия модальностей. Аналогичные измерения были выполнены на изображениях, реконструированных с применением времяпролетной технологии (TOF) и включением PSF функции. Влияния TOF и PSF на изменение объема несоответствия модальностей при совмещении изображений, которое можно было бы оценить с использованием данной системы планирования, не обнаружено.

Выполнено контурирование сфер на изображениях, реконструированных с различным числом подмножеств, вычислены объемы сфер на каждой из модальностей. На основе полученных измерений построена зависимость объема несоответствия от размеров сферы с учетом количества подмножеств (рисунок 3). Зависимость объема несоответствия от размера сфер также аппроксимируется логарифмическими функциями. Зависимости установлены для каждого числа подмножеств.

Построены следующие функции зависимости объема несоответствия (%) от объема сфер для каждого из набора подмножеств, с соответствующими коэффициентами аппроксимации:

1)  $y = -22,99 \times \ln(x) + 107,33$  (12 подмножеств,  $R^2 = 0,94$ );

2)  $y = -26,58 \times \ln(x) + 106,3$  (24 подмножества,  $R^2 = 0,92$ );

3)  $y = -14,88 \times \ln(x) + 69,02$  (32 подмножества,  $R^2 = 0,87$ ).

Полученные результаты являются показателем влияния количества подмножеств (сокращение, которых пропорционально влияет на уменьшение шума) на увеличение несоответствия объема модальностей. Нецелесообразно применение низкого количества подмножеств при реконструкции ПЭТ изображений с целью дальнейшего их использования для планирования лучевой терапии.

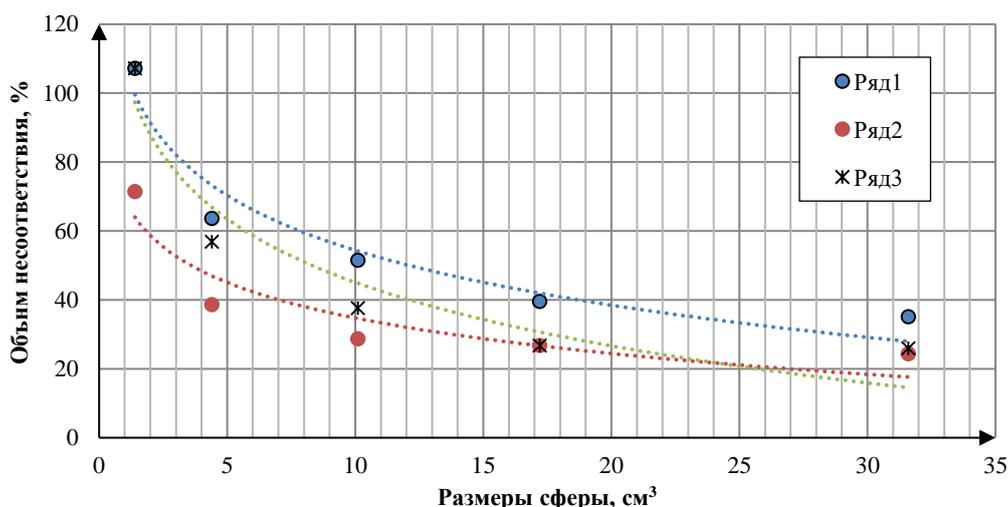


Рисунок 3. Зависимость объема несоответствия от размеров сферы с учетом количества подмножеств

Сферы применяются в качестве прототипа реального патологического очага накопления РФП. Используя полученные функциональные зависимости, выполнен прогноз несоответствия объемов модальностей для очагов, которые находятся на границе пространственного разрешения ПЭТ/КТ. Как правило, затруднение в интерпретации вызывают очаги с диаметрами 6, 7, 8 мм. Расчеты выполнены с использованием функциональных зависимостей представленных выше. Результаты представлены в таблице 3.

Таблица 3. Прогноз расхождения объемов потенциальных очагов накопления РФП

Количество подмножеств	Диаметр, см	Объем очага, см³	Расхождение объемов, см³
32	0,6	0,90	70,51
32	0,7	1,43	74,33
32	0,8	2,14	72,34
24	0,6	0,90	108,97
24	0,7	1,43	96,68
24	0,8	2,14	86,03
12	0,6	0,90	109,61
12	0,7	1,43	98,98
12	0,8	2,14	89,77

В данном случае оценка выполнена для потенциального патологического очага сферической формы. В случае реального пациента расчеты объема очага могут быть выполнены по формуле эллипсоида (которая наиболее точно соответствует реальной геометрии патологических очагов) на аксиальной и сагитальной проекциях.

три патологических очагов) на аксиальной и сагитальной проекциях.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В данной работе представлены оценка несоответствия объемов модальностей с использованием компьютерной системы планирования лучевой терапии и дополнительных факторы, которые могут повлиять на корректное совмещение изображений. Используемая методика позволяет оценивать отклонения, возникающие в результате получения гибридного изображения. Отмечается экономическая целесообразность использованного метода. Данную методику возможно применять в качестве приемочных и ежеквартальных тестов контроля качества ПЭТ/КТ вместо стандартного теста с фантомом VQC, что позволяет исключить дополнительные траты на ежегодное приобретение указанного фантома. Полученные результаты активно используются в практической деятельности республиканского центра позитронно-эмиссионной томографии при формировании диагностических протоколов и протоколов, направленных на планирование высокотехнологичной лучевой терапии. Также, полученные результаты измерения свидетельствуют о проявлении эффекта частичного объема. Полученные функциональные зависимости позволяют оценивать объем несоответствия модальностей.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Pablo Galve, Jose Manuel Udias, Alejandro Lopez-Montes, and Joaquín L. Herraiz "Super-iterative image reconstruction in PET", Proc. SPIE 11072, 15th International Meeting on Fully Three-Dimensional Image Reconstruction in Radiology and Nuclear Medicine, 110722B (28 May 2019).
2. Kiebel, S.J., Ashburner, J., Poline, J.-B., Friston, K.J., 1997. MRI and PET coregistration—a cross validation of statistical parametric mapping and automated image registration. NeuroImage 5, 271–279.
3. W. Wang, Z. Hu, E. E. Gualtieri, M. J. Parma, E. S. Walsh, D. Sebok, Y.-L. Hsieh, C.-H. Tung, X. Song, J. J. Griesmer, J. A. Kolthammer, L. M. Popescu, M. Werner, J. S. Karp and D. Gagnon, Systematic and Distributed Time-of-Flight List Mode PET Reconstruction, Nuclear Science Symposium Conference Record, 2006.

- Vandenberghе S, Mikhaylova E, D’Hoe E, Mollet P, Karp JS. Recent developments in time-of-flight PET. EJNMMI Phys. 2016;3(1):3. doi:10.1186/s40658-016-0138-3.
- Queiroz MA, Delso G, Wollenweber S, Deller T, Zeimpekis K, Huellner M, et al. (2015) Dose Optimization in TOF-PET/MR Compared to TOF- PET/CT.//PLoS ONE 10(7):e0128842. doi:10.1371/ journal.pone.0128842.
- Clinical advantage of PET/CT (hardware fusion image) [Электронный ресурс]. – Режим доступа: [https://www.researchgate.net/publication/292420280\\_Clinical\\_advantage\\_of\\_PETCT硬件fusion\\_image](https://www.researchgate.net/publication/292420280_Clinical_advantage_of_PETCT硬件fusion_image). – Дата доступа: 03.04.2020.
- Alessio A., Kinahan P, Lewellen T. Improved quantitation for PET/CT image reconstruction with system modelling and anatomical priors // SPIE Medical Imaging. San Diego. 2005.
- Pixel-Feature Hybrid Fusion for PET/CT Images | SpringerLink [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://link.springer.com/article/10.1007/s10278-009-9259-8>. – Дата доступа: 03.04.2020.
- Positron Emission Tomography for Radiation Treatment Planning // Strahlenther Onkol 181. – 2005 – P. 483–499.
- Jaszczak SPECT Phantom – PET Phantoms – PET Positron Emission Tomography – Nuclear Medicine | Biodex [Электронный ресурс]. – Режим доступа: <https://www.biodex.com/nuclear-medicine/products/pet-positron-emission-tomography/pet-phantoms/jaszczak-spect-phantom>. – Дата доступа: 03.04.2020.
- Тарутин И.Г., Хоружик С.А., Чиж Г.В. Протокол контроля качества работы рентгеновских компьютерных томографов (инструкция по применению). Утверждена МЗ РБ 26.06.2006 г., регистрационный № 192 – 1205. Минск: ГУ НИИ онкологии и медицинской радиологии им. Н.Н. Александрова. 2006.

## СӘУЛЕЛІК ТЕРАПИЯНЫ ЖОСПАРЛАУ КЕЗІНДЕ ПЭТ/КТ-ДЕГІ БЕЙНЕНІ БІРІКТІРУ САПАСЫН БАҚЫЛАУ ЖӘНЕ ГИБРИДТІК ВИЗУАЛИЗАЦИЯ МӘСЕЛЕЛЕРІН ТАЛДАУ

Емельяненко Е.В., Петкевич М.Н.

*Н. Н. Александров атындағы Республикалық онкология және медициналық радиология  
ғылыми-практикалық орталығы, Минск, Беларусь*

Позитронды-эмиссиялық томографияда сапалық және сандық ақпаратты алудың дұрыстығы диагностикалық бейненің сапасын бақылаудың тереңдетілген деңгейіне байланысты. Компьютерлік томографиямен біріктірілген позитронды-эмиссиялық томографияны пайдалана отырып, сәулелік терапияны жоспарлау процедурасын белсенді қолдануды ескерумен, диагностикалық бейнелердің модальдылығын біріктіру дәлдігін бағалау өзекті міндет болып табылады. Бұл жұмыста сәулелік терапияны жоспарлаудың компьютерлік жүйесін пайдалана отырып, РФП жинақталу ошақтары көлемдерінің алшақтығына бағалау (ПЭТ және КТ бейнелердің модальдылықтарын біріктірген кезде) жүргізілді. Бейнелерді дұрыс біріктіруге әсер етуі мүмкін ұшып өту уақыты технологиясы, ішкі жиынтық саны (реконструкциялау кезінде пайдаланылатын бос проекциялар саны) сияқты қосымша факторлардың әсері қарастырылды. Модальдылық көлемдердің радиофармацевтикалық препараттың элеуетті жинақталу ошақтарының (ыстық сфералар ретінде пайдаланылған) көлемінен (ПЭТ және КТ бейнелер) алшақтығының функционалдық тәуелділігі алынды. Сфералардың нақты диаметрлерімен КТ бейнесінде өлшенген сфералар диаметрлерінің алшақтығын бағалау жұмысы орындалды.

**Кілт сөздер:** ПЭТ/КТ, контурлау, жоспарлау, сапаны бақылау, модальдылық, сәулелік терапия, біріктіру.

## ASSESSMENT OF THE QUALITY OF IMAGE MATCHING IN PET / CT AND ANALYSIS OF HYBRID IMAGING PROBLEMS IN RADIOTHERAPY PLANNING

E. Emelyanenko, M. Petkevich

*N.N. Alexandrov National Cancer Centre of Belarus, Minsk, Belarus*

The reliability of obtaining qualitative and quantitative information in positron emission tomography depends on the level of depth of quality control of the diagnostic image. Given the active application of the procedure for planning radiation therapy using positron emission tomography combined with computed tomography, an urgent task is to assess the accuracy of combining the modalities of diagnostic images. In this work, we estimated the discrepancy between the volumes of the radiopharmaceutical accumulation foci (when combining PET and CT modalities of images) using a computer-based radiation therapy planning system. The influence of additional factors that may affect the correct combination of images is considered: time-of-flight technology, the number of subsets (the number of free projections used during reconstruction). The functional dependences of the discrepancy between the volumes of modalities (PET and CT images) on the volume of potential foci of accumulation (which are used as hot spheres) of the radiopharmaceutical preparation are obtained. The discrepancy between the diameters of the spheres measured on a CT image with the real diameters of the spheres is estimated.

**Keywords:** quality control, protocol, quality assurance, phantom, image, positron emission tomograph, computed tomograph.

---

---

## СПИСОК АВТОРОВ

- Gahramanli L.R., 129  
Абилев М. Б., 35  
Абишева М.Т., 68  
Айдарханов А.О., 82  
Ақатан Қ., 35  
Амренова А.У., 30  
Арифұлова И.А., 53  
Байгушикова Г.М., 53  
Бакланова Ю.Ю., 12  
Баятанова Л.Б., 40  
Ботабаева Г.Б., 40, 117  
Бочков В.С., 46, 122  
Букина О.С., 46  
Вурим А.Д., 12, 19  
Габдуллина А.Т., 30  
Гизатулин Ш.Х., 104  
Гордиенко Ю.Н., 46, 122  
Даулетханов Е.Д., 98  
Емельяненко Е.В., 137  
Ермаков В.А., 93  
Жанболатов О.М., 62  
Жанимхан Е., 117  
Жанузакова Л.Н., 112  
Жапарова М.С., 40, 112  
Жукешов А.М., 30  
Жумажанова А.Т., 5  
Заурбекова Ж.А., 104, 122  
Ибраева Ж.Е., 35  
Ильиных С.А., 93  
Имашева А.А., 35
- Иркимбеков Р.А., 19  
Кабдрешова Д.Н., 30  
Каиржанов А.Е., 68  
Касымжанов М.Т., 5  
Кенжин Е.А., 104  
Кизанэ Г., 104  
Кожаметов Е.А., 98  
Котов В.М., 12, 62, 87  
Коянбаев Е.Т., 98  
Краснов В.А., 5  
Кривицкий П.Е., 82  
Кудранова А.Б., 93  
Қабдрахманова С.Қ., 35  
Құдайбергенов С.Е., 35  
Ларионова Н.В., 75  
Магда И.Н., 53  
Мамилов Н.Ш., 53  
Мартыненко Е.А., 122  
Машенцева А.А., 5  
Молдабеков Ж.М., 30  
Монаенко В.Н., 68  
Мустафина Е.В., 82  
Мухамеджанова Р.М., 98  
Накипов Д.А., 104  
Наурызбаев Р.Ж., 93  
Нестеров Е.А., 104  
Нефёдов Р.А., 68  
Никулин В.Я., 30  
Омарханова А.О., 68  
Петкевич М.Н., 137
- Пилюгина А.Л., 53  
Поливкина Е.Н., 75  
Понкратов Ю.В., 46, 122  
Пономарева Т.С., 75  
Прозорова И.В., 122  
Рахадилев Б.К., 40  
Сагдолдина Ж.Б., 112, 117  
Самарханов К.К., 46, 122  
Сапатаев Е.Е., 93, 98  
Семейко К.В., 23  
Скрипников М.В., 82  
Соловьев А.Ю., 53  
Соловьев И.А., 53  
Степанова О.А., 117  
Стрильчук Ю.Г., 68  
Сулейменов Н.А., 12, 62  
Сураев А.С., 19  
Сысалетин А.В., 93  
Толенова А.У., 104  
Тулубаев Е.Ю., 46, 122  
Турганбекова А.Б., 112  
Уазырханова Г.К., 40  
Умаров М.А., 82  
Уркунбай А.С., 98  
Хасен Т.Г., 5  
Чередниченко О.Г., 53  
Чирикова М.А., 53  
Чихрай Е.В., 104  
Шаймерденов А.А., 104

---

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

Используются шрифт Times New Roman высотой 10 пунктов для обычного текста и 12 пунктов для заголовков. Пожалуйста, для заголовков используйте стили (Заголовок 1, 2...) и не используйте их для обычного текста, таблиц и подрисуночных 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 А4. Особое внимание обратите на надписи на рисунке – они должны быть различимы при уменьшении до указанных выше размеров. На обороте рисунка проставляется его номер. В рукописном варианте на полях указывается место размещения рисунка. Рисунки должны быть представлены отдельно в одном растровых (\*.tif, \*.gif, \*.png, \*.jpg с разрешением 600 dpi) или векторных (\*.wmf, \*.svg) форматах.
- 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. Бейбіт атом, 2Б  
<https://www.nnc.kz/publications/bulletin.html>

---

© Редакция журнала «Вестник НЯЦ РК», 2019

---

**Свидетельство о постановке на учет №17039-Ж от 13.04.2018 г.**  
Выдано Комитетом информации Министерства информации и коммуникаций Республики Казахстан

---

---

Тираж 300 экз.

---

Выпуск набран и отпечатан в типографии  
**Национального ядерного центра Республики Казахстан**  
071100, Казахстан, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б

---

