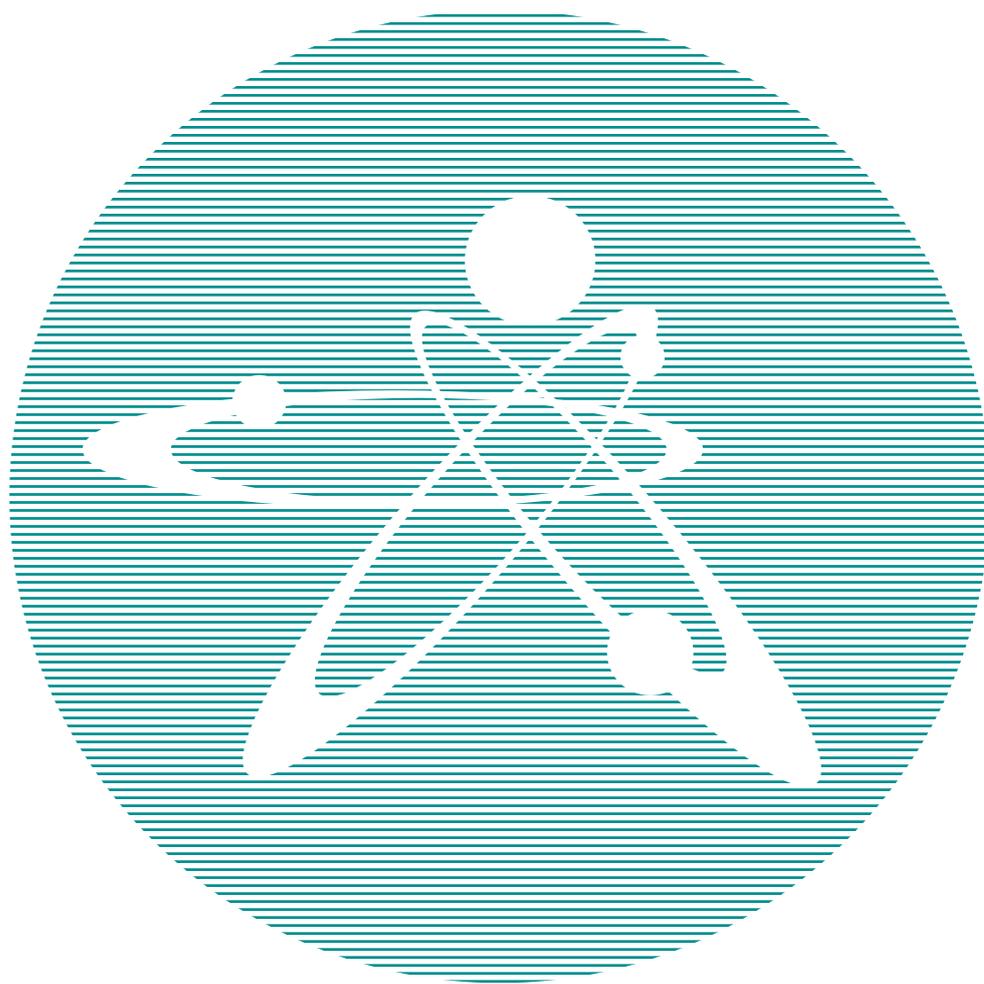


2025
ВЫПУСК 3

ISSN 1729-7516

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ
Вестник

ПЕРИОДИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
НАЦИОНАЛЬНОГО ЯДЕРНОГО ЦЕНТРА
РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН



Вестник НЯЦ РК

ПЕРИОДИЧЕСКИЙ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
НАЦИОНАЛЬНОГО ЯДЕРНОГО ЦЕНТРА РЕСПУБЛИКИ КАЗАХСТАН

ВЫПУСК 3(103), СЕНТЯБРЬ 2025

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., д.т.н. ВИЕЛЕБА В. (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. КОПНИЧЕВ Ю.Ф. (Россия),
д.ф.-м.н. МИХАЙЛОВА Н.Н., д.ф.-м.н. СОКОЛОВА И.Н., д.ф.-м.н. ТАЖИБАЕВА И.Л.,
Prof. Dr. Yoichi FUJII-Е (Япония), PhD Takahiro HAYASHI (Япония)

ҚР ҰЯО Жаршысы

ҚАЗАҚСТАН РЕСПУБЛИКАСЫ ҰЛТТЫҚ ЯДРОЛЫҚ ОРТАЛЫҒЫНЫҢ
МЕРЗІМДІК ҒЫЛЫМИ-ТЕХНИКАЛЫҚ ЖУРНАЛЫ

3(103) ШЫҒАРЫМ, ҚЫРКҮЙЕК, 2025 ЖЫЛ

NNC RK Bulletin

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

ISSUE 3(103), September 2025

Журнал «Вестник НЯЦ РК» входит в перечень научных изданий, рекомендуемых Комитетом по обеспечению качества в сфере науки и высшего образования Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан для публикации основных результатов научной деятельности.

«ҚР ҰЯО жаршысы» журналы ғылыми қызметтің негізгі нәтижелерін жариялау үшін Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігінің Ғылым және жоғары білім саласындағы сапаны қамтамасыз ету комитеті ұсынған ғылыми басылымдар тізбесіне кіреді.

The Journal “NNC RK Bulletin” is included in the list of scientific publications recommended by Committee for Quality Assurance in the Field of Science and Higher Education of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan for the publication of the main results of scientific activities.

СОДЕРЖАНИЕ

ANALYSIS OF THE EFFECTS OF ELECTROLYTIC PLASMA HARDENING ON THE MECHANICAL CHARACTERISTICS OF STEEL 45 EMPLOYED IN THE PRODUCTION OF HARROW TEETH N. Ye. Kadyrbolat, Z. A. Satbayeva, R. Kh. Kurmangaliev, R. K. Kusainov, A. B. Shynarbek, Zh. A. Bakhyt	5
ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОКРЫТИЙ Cr₃C₂-NiCr, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ HVOF: ОБЗОР Ш. Р. Курбанбеков, Д. Э. Балтабаева, Б. Ж. Сейтов, Ю. О. Амангельдиева, А. Н. Эбдімүтәліп	14
ХИМИЧЕСКОЕ КОНТАКТНО-ОБМЕННОЕ ОСАЖДЕНИЕ МЕДИ НА ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПЛЁНОК А. В. Бондаренко, А. К. Даулетбекова, А. А. Бурко, Д. Д. Лапутько, А. А. Шапель, В. М. Кошкарлова, А. Т. Акилбеков, Д. А. Джунисбекова, А. А. Абдрахметова, З. К. Баймуханов	25
ОБОСНОВАНИЕ БЕЗОПАСНОСТИ ТРАНСПОРТИРОВКИ ОТРАБОТАВШЕГО ЯДЕРНОГО ТОПЛИВА РЕАКТОРА ИВГ.1М Г. А. Витюк, Н. Е. Мухамедов, В. А. Витюк, Р. А. Иркимбеков, О. М. Жанболатов, А. А. Куздеубай, А. К. Мухамедиев	37
НЕСТАНДАРТНЫЕ ПОДХОДЫ К КОНЕЧНО-ЭЛЕМЕНТНОМУ МОДЕЛИРОВАНИЮ АКТИВНОЙ ЗОНЫ ИГР А. С. Сураев, Р. А. Иркимбеков, Н. Е. Мухамедов, Г. А. Витюк, О. М. Жанболатов, С. А. Должиков	50
ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ А. И. Меркель, М. Т. Дюсембаева, А. К. Айдарханова, Ф. Ф. Жамалдинов, В. В. Колбин, А. Ж. Ташекова, Т. В. Коровикова	58
СУ ҚҰБЫР ЖЕЛЛЕРІНІҢ ГИДРАВЛИКАЛЫҚ ЕСЕПТЕУЛЕРІН ZULUNHYDRO БАҒДАРЛАМАСЫ АРҚЫЛЫ КОМПЬЮТЕРЛІК ЖОБАЛАУ І. Е. Алдаберген, Г. Н. Сембаева	68
ACID MODIFICATION OF BENTONITES KALZHAT AND ORTA TENTEK AND STUDY THEIR PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES K. Aryp, S. Kabdrakhmanova, S. Nauryzova, E. Shaimardan, N. Kantay, A. Zh. Kerimkulova, M. M. Beisebekov, A. D. Kukhareva, N. Berdibay	77
СОЛЁНЫЕ ВОДЫ МАНГИСТАУ КАК ОБЪЕКТ ИЗУЧЕНИЯ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЛИТИЯ: ПРИРОДНЫЕ И ТЕХНОГЕННЫЕ ИСТОЧНИКИ А. К. Серикбаева, А. Н. Боранбаева	86
АУЫЛШАРУАШЫЛЫҚ ҚАЛДЫҚТАН МИКРОКРИСТАЛДЫ ЦЕЛЛЮЛОЗА АЛУ ЖӘНЕ ОНЫҢ НЕГІЗІНДЕ ГЕЛЬ-ПЛЕНКАЛАР ДАЙЫНДАУ М. К. Шамшиденов, Е. А. Алтынов, Б. У Рахимова, Қ. Бексейтова, А. Сейтхан, К. К. Кудайбергенов	94
АНАЛИЗ ТЕХНОЛОГИЙ ОБРАЩЕНИЯ С РАО И ОЯТ В КОНТЕКСТЕ РАЗВИТИЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГЕТИКИ М. К. Сейсенбаева, В. А. Поспелов, Д. И. Абулгазинова, Ю. Ю. Бакланова	103
ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ TiSiCN Л. С. Баймолданова, Б. К. Рахадиллов, М. Б. Баяндинова	113
ӨСКЕМЕН ҚАЛАСЫНЫҢ АТМОСФЕРАДАҒЫ ЛАСТАУШЫ БӨЛШЕКТЕР ДИНАМИКАСЫН САНДЫҚ МОДЕЛЬДЕУ А. А. Жадыранова, К. Ш. Жумадилов, Д. К. Аншокова, Ж. А. Байгазинов, Н. Ж. Мухамедияров	122
ОБОСНОВАНИЕ БЕЗОПАСНОСТИ ТРАНСПОРТИРОВКИ ЖИДКИХ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ Д. И. Абулгазинова, А. К. Мухамедиев, М. К. Сейсенбаева, В. А. Поспелов, В. В. Яковлев, Ю. Ю. Бакланова, А. Г. Коровиков	129

ОЦЕНКА ПРИМЕНИМОСТИ ИОННОЙ МОДИФИКАЦИИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СОПРОТИВЛЯЕМОСТИ К ВНЕШНИМ ВОЗДЕЙСТВИЯМ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ	
А. Л. Козловский, Д. И. Шлимас, М. Е. Калиекперов, К. К. Мунасбаева, Д. Б. Боргеков	136
МОДЕЛИРОВАНИЕ ОМИЧЕСКОГО НАГРЕВА ЭЛЕКТРОДА УСТАНОВКИ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА В ПРОГРАММНОМ ПАКЕТЕ ANSYS	
Е. А. Кабдылқақов, А. С. Сураев, Н. Е. Мухамедов, С. А. Должиков, А. В. Пахниц	147
MODELING AND SOLVING EQUATIONS OF THE WAVE PROCESS USING THE RECURRENT OPERATOR METHOD	
Р. М. Pirniyazova	156
ИОНОСФЕРНАЯ БУРЯ 25/26 МАЯ 1967 Г. КАК МОДЕЛЬ ОТКЛИКА ИОНОСФЕРЫ НА ЭКСТРЕМАЛЬНОЕ ВОЗМУЩЕНИЕ МАГНИТНОГО ПОЛЯ ЗЕМЛИ	
Г. И. Гордиенко, Ю. Г. Литвинов, М. Ю. Жиганбаев	164
НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ И ОЦЕНКИ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЯДЕРНОЙ ФИЗИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ДЛЯ АТОМНЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ НА БАЗЕ МАЛЫХ МОДУЛЬНЫХ РЕАКТОРОВ	
А. В. Сысалетин, В. В. Бакланов, В. А. Поспелов	176
ИСПЫТАНИЕ ВЧ-ГЕНЕРАТОРА СИСТЕМЫ ИЦР НАГРЕВА ПЛАЗМЫ ТОКАМАКА КТМ НА ЭКВИВАЛЕНТ АКТИВНОЙ НАГРУЗКИ	
А. В. Гулькин, К. Женис, Б. Ж. Чектыбаев, А. Т. Кусаинов, В. И. Савкин, С. В. Котов, Д. Б. Зарва, С. А. Мукенева, Е. А. Кашикбаев, Д. А. Ольховик, А. М. Губин, Д. В. Гетман	183
РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОЙ СИСТЕМЫ ОТКЛОНЕНИЯ ПЕРВИЧНОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА НА ПЛАЗМЕННО-ПУЧКОВОЙ УСТАНОВКЕ	
А. Ж. Миниязов, М. К. Скаков, Т. Р. Туленбергенев, Б. Ж. Чектыбаев, И. А. Соколов, А. В. Градобоев	192
ОЦЕНКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКИХ РИСКОВ ДЛЯ КОСУЛИ СИБИРСКОЙ (<i>CAPREOLUS PYGARGUS</i> PAL., 1771) ОБИТАЮЩЕЙ В ЕСТЕСТВЕННЫХ УСЛОВИЯХ НА ТЕРРИТОРИИ СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА	
А. В. Паницкий, С. А. Байгазы, И. А. Александрович	201
ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ СПЕКАНИЯ СИСТЕМЫ $LaNi_5-Al$ ДЛЯ ВОДОРОДОАККУМУЛИРУЮЩИХ СИСТЕМ ПУТЕМ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ	
А. Ж. Миниязов, М. К. Скаков, Н. М. Мухамедова, Ж. Н. Оспанова, Б. Е. Бекмагамбетова	211
ВЛИЯНИЕ ТИТАНА НА ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ХРАНЕНИЯ ВОДОРОДА НА ОСНОВЕ $LaNi_5$	
А. Ж. Миниязов, М. К. Скаков, Н. М. Мухамедова, Ф. Қ. Жанболатова, Р. Е. Жақия, А. А. Сабыртаева, О. Өкен	219
РАЗРАБОТКА И СОЗДАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТА YSZ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ДЛЯ ПРОМЕЖУТОЧНОТЕМПЕРАТУРНЫХ ТВЕРДОКСИДНЫХ ТОПЛИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ	
С. Опахай, К. А. Кутербекев, К. Ж. Бекмырза, А. М. Кабышев, М. М. Кубенова, Ж. С. Зейнулла, Н. К. Айдарбеков	228
СПИСОК АВТОРОВ	233

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-5-13>

УДК 538.911

ANALYSIS OF THE EFFECTS OF ELECTROLYTIC PLASMA HARDENING ON THE MECHANICAL CHARACTERISTICS OF STEEL 45 EMPLOYED IN THE PRODUCTION OF HARROW TEETH

N. Ye. Kadyrbolat^{1*}, Z. A. Satbayeva¹, R. Kh. Kurmangaliyev¹, R. K. Kusainov¹, A. B. Shynarbek¹, Zh. A. Bakhyt²

¹ NP JSC “Shakarim University”, Semey, Kazakhstan

² Engineering Center “Strengthening Technologies and Coatings”, Semey, Kazakhstan

* E-mail for contacts: ersinnur44@gmail.com

The paper investigates the impact of electrolytic plasma treatment (EPT) on the wear resistance of harrow teeth fabricated from grade 45 steel. Experimental results demonstrate that EPT leads to a 2–2.5 fold increase in microhardness and a more than three-order-of-magnitude reduction in the wear coefficient. Numerical modeling using COMSOL Multiphysics was employed to assess the behavior of harrow teeth under operational conditions. The model, based on Archard's law, enabled the calculation of contact stresses during the interaction of a harrow tooth with dense soil, as well as the prediction of wear thickness and volume under various load conditions. The computed contact stress values were utilized to estimate wear ($4.58 \cdot 10^7$ N/m² when moving horizontally and $5.31 \cdot 10^8$ N/m² when immersed in soil). The calculations reveal that hardened teeth exhibit significantly lower wear volumes (≈ 11.7 – 11.8 mm³/km), while for the original steel 45 without EPT, this figure is approximately 79 cm³/km. The study findings confirm that electrolytic plasma hardening effectively reduces harrow tooth wear, extends their service life, and allows service life prediction without full-scale testing. This hardening method holds promise for agricultural machinery, as it enhances the durability of working components and can help lower operating costs.

Keywords: electrolytic plasma hardening (EPH), microhardness, wear, grade 45 steel, contact pressure, harrow teeth.

INTRODUCTION

The agricultural sector in Kazakhstan plays a crucial role in ensuring the country's food security. According to 2023 data, agricultural land covers approximately 23.4 million hectares, on which around 18,000 agricultural enterprises operate. The total need for agricultural machinery among these enterprises reaches 230 billion tenge, with the majority of the equipment imported from abroad. The main suppliers of agricultural equipment to Kazakhstan are Russia, Ukraine, and Belarus, while domestic production accounts for only about 10%. In contrast, in countries like the USA and the EU, the cost of agricultural equipment can reach hundreds or even thousands of dollars per hectare. In Kazakhstan, however, such investments are significantly lower, partly due to the high cost of imported equipment. This underscores the importance of developing domestic production of agricultural machinery in the country [1].

In addition to the issue of heavy reliance on imported equipment, the natural and climatic characteristics of Kazakhstan also play a significant role. The country exhibits a diverse range of soil conditions, from arid deserts in the south to black soil steppes in the central and northern regions. The fluctuating temperatures, uneven precipitation, and continental climate contribute to the formation of soils with varying levels of humus and density. Southern regions are dominated by lighter, saline soils, while the northern areas feature loamy and clayey black soils with high natural fertility. However, the increased rigidity and density of virgin or arid lands pose challenges, escalating the strain on agricultural machinery components.

Among the crucial working parts, harrow teeth hold a special position. These components are used after plowing to break up soil clods and level the field surface. They facilitate soil loosening, weed elimination, and moisture retention, ultimately enhancing crop yields. Nonetheless, during operation, the teeth undergo abrasive and corrosive wear due to constant friction against the dense soil and exposure to aggressive environmental factors. The frequent replacement of worn teeth imposes a significant financial burden on agricultural enterprises. Although recycling and restoration of these parts is possible, it often leads to a deterioration in their strength and performance characteristics [2].

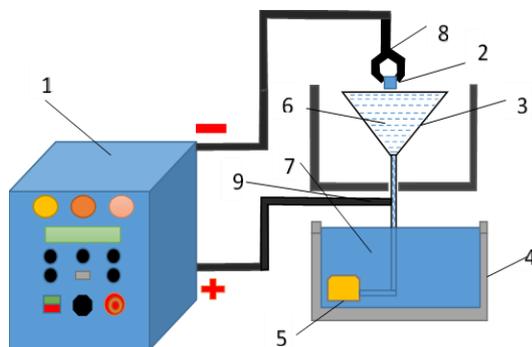
Numerous surface hardening techniques, including surfacing, metallization, and heat treatment, are being increasingly employed to enhance the wear resistance and extend the service life of harrow components. However, methods such as surfacing and metallization often necessitate relatively expensive equipment and materials. Alternatively, electrolytic plasma hardening, a chemical-thermal treatment approach, is being investigated as a more environmentally friendly and cost-effective solution. This process involves the intensive heating of the steel surface during the formation of a vapor-gas shell in the electrolyte, facilitated by an electric discharge. This allows for localized hardening and, if necessary, diffusion processes, resulting in a significant improvement in the hardness and wear resistance of the material [3–6]. Nevertheless, the optimization of physical parameters and efficiency during local hardening remains a pertinent issue, as it is crucial to fully evaluate the impact of electrolytic plasma hardening on the mechanical properties

of harrow teeth and ensure reliable protection against wear in challenging soil conditions. Unfortunately, the relationship between changes in mechanical properties and the physical parameters of the electrolytic-plasma hardening method, including the consideration of efficiency under different conditions, has not been extensively studied.

MATERIALS AND METHODS.

To determine the optimal parameters for electrolytic-plasma hardening, 200×16×16 mm samples of grade 45 steel were prepared and manually ground using sandpaper with a grain size range of P100 to P2500. These samples underwent standard heat treatment, including hardening at 880–900 °C and tempering at 600–650 °C. Additionally, electrolytic-plasma hardening was applied at temperatures of approximately 850 °C for 8 seconds and 1200 °C for 9 seconds. MEGEON26003 K-type thermocouple, connected to a MAX6675 digital module, was used to monitor the sample temperature during processing. The thermocouple was inserted 2 mm from the surface to transmit data digitally to a microcontroller for initial processing. For the MEGEON26003 thermocouple, the measurement error is no more than 5%. This comparative analysis of the various heat treatment methods enabled the evaluation of their impact on the mechanical properties of the grade 45 steel.

The electrolytic-plasma hardening of grade 45 steel samples and the subsequent investigation were conducted at the Engineering Center for “Strengthening Technologies and Coatings” in Semey, Kazakhstan. The researchers utilized a specialized apparatus designed for heating localized areas of large-scale products to perform the EPH process. This apparatus is a complex system comprising a power source and an electrolytic cell, integrated into a chemical cabinet. The power source, rated at 50 kW, provides a constant positive voltage of up to 380 V and a current of up to 150 A, depending on the load. Furthermore, the power source is regulated by a digital module, which also features an interface for connecting to a personal computer via a COM port, enabling precise control over the process parameters.



1 – power source; 2 – blank (sample); 3 – conical stainless steel electrolyzer; 4 – sump; 5 – pump; 6 – electrolyte; 7 – electrolyte bath; 8 – cathode (-); 9 – anode (+)

Figure 1. Physical configuration and basic diagram of the EPH installation

To investigate the microstructure and phase composition of grade 45 steel after processing by the electrolytic-plasma hardening method, scanning electron microscopy was conducted using a TESCAN VEGA Compact device. This instrument enables detailed examination of the material's surface morphology and identification of characteristic structural features. For the metallographic analysis, the steel samples were polished using chromium dioxide paste and then etched with a 4% alcohol solution of nitric acid.

Furthermore, the microhardness of the steel samples was measured using an HV-1 DT device, applying an indenter load of 1 N and a holding time of 10 seconds.

Tribological evaluations were conducted using an Anton Paar TRB3 tribometer, employing a ball-on-disk testing scheme under the following parameters: wear radius of 3 mm, friction path of 100 m, sample rotation speed of 2 cm/s, and an applied load of 10 N. A 100Cr6 ball with a diameter of 6 mm served as the counter-body material. Furthermore, a precision roughness tester HY2300 was utilized to quantify the wear volume.

After tribological tests were carried out on an Anton Paar TRB3 tribometer in the ball-on-disk mode, the obtained wear volume values for each sample of grade 45 steel were used to calculate the wear coefficient using the simplified Archard formula [7]. Since we already know the normal pressing force of the ball, the friction path, and the material hardness has been experimentally determined, this allowed us to derive the wear coefficient k using the following formula.

$$k = \frac{\Delta V - H}{F \cdot s}, \quad (1)$$

where ΔV is the wear volume (mm^3 or m^3) obtained on the tribometer; H is the hardness of the sample material, given in Pa or MPa, F is the load on the ball (N), s is the total friction path (m).

This coefficient reflects the relative intensity of material loss during dry friction and subsequently serves as an input value in the calculation models of wear.

The wear model was then developed in COMSOL Multiphysics 6.2. This approach allows us to study the force interaction between harrow teeth and soil and to estimate potential wear in conditions as close to real ones as possible, but without conducting expensive and lengthy field experiments.

As part of the modeling in COMSOL, a two-dimensional formulation was chosen, in which a conditional plane section of the “harrow tooth-soil” system was considered (Figure 2).

The Solid Mechanics module was used as the main physical interface, where the Elasto-Plastic Soil Material block with the Modified Cam-Clay model was used to describe the soil properties. This type of model takes into account such soil parameters as Young's modulus, Poisson's ratio, angle of internal friction and adhesion, and also makes it possible to adequately describe the elastic-plastic behavior of typical loamy or steppe black soils. To

simulate the harrow tooth material, the American steel grade AISI1045 was used, which is an analogue of the domestic steel 45. Its properties included basic characteristics (Young's modulus, Poisson's ratio, yield strength), sufficient for the correct calculation of the stress-strain state of the metal element.

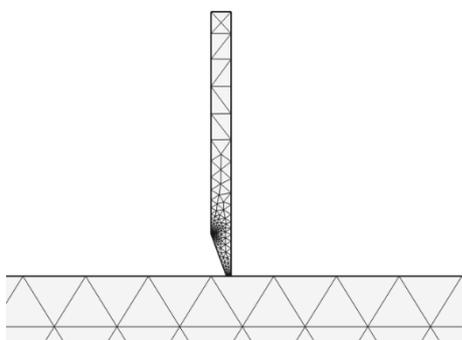


Figure 2. Two-dimensional computational model in COMSOL program

The calculation was carried out in a quasi-stationary mode, divided into two main stages. First, the model determined the load on the tooth during vertical immersion in the soil: a given part of the tooth boundary moved downwards with a small step, and the soil provided resistance described by the Modified Cam-Clay model [8]. This made it possible to obtain the distribution of normal and tangential stresses, as well as the corresponding plastic deformations of the soil near the working element. In the second stage, the tooth was fixed vertically, but “dragged” in the horizontal direction, which reflects the process of real field cultivation. The contact pressure and friction arising from the tooth displacement were determined from the solution of the elastic-plastic problem for soil and elastic for steel. Subsequently, the calculated stress and contact pressure fields were used together with the wear coefficient (obtained from tribotests) to estimate the potential loss of tooth material in accordance with the Archard formula. This integrated approach provides a link between experimental wear data and numerical modeling, allowing us to predict the service life of hardened harrow teeth under various soil conditions.

RESULTS AND DISCUSSION

For a more detailed analysis of electrolytic-plasma hardening, the same electrolyte compositions and different processing modes presented in Table 1 were used, which made it possible to evaluate the influence of these parameters on the properties of steel grade 45.

Table 1. Parameters of EPH modes for steel 45

Sample	Area of a cone anode	Electrolyte composition	U, V	t, s	I, A
No. 1	0,05 m ²	20% Na ₂ CO ₃ +80% water	250	8	50
No. 2	0,05 m ²	20% Na ₂ CO ₃ +80% water	260	9	50

The electrolyte (a solution of sodium carbonate in distilled water) circulates in the electrolyte cell using an

electric motor at a flow rate of 60 l/min and washes the anode located inside the cell. Through the upper opening of the cell, the electrolyte flows back into the sump, washing the hardened part (cathode) installed at an adjustable distance. When an electric voltage is applied between the anode and cathode, the electrolyte ions: Na⁺ and OH⁻ are set to an ordered motion, as a result of which the cathode and the near-cathode layer of the electrolyte quickly heat up, thereby forming a vapor-gas shell. The vapors of the ionized electrolyte create an environment where an electric discharge jumps between the electrolyte and the sample-cathode and the temperature of the sample increases with the passage of time (Figure 3) [9–10].



a)



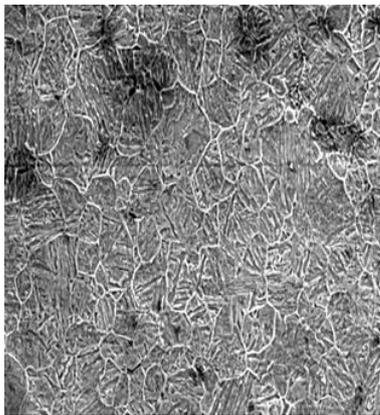
b)



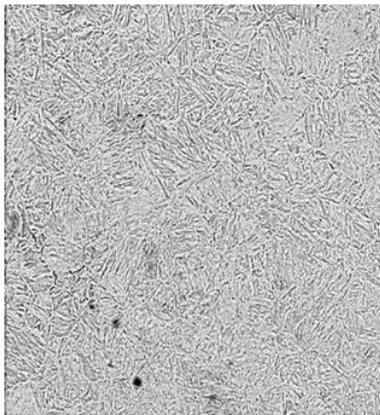
c)

Figure 3. Processing of harrow teeth during EPH

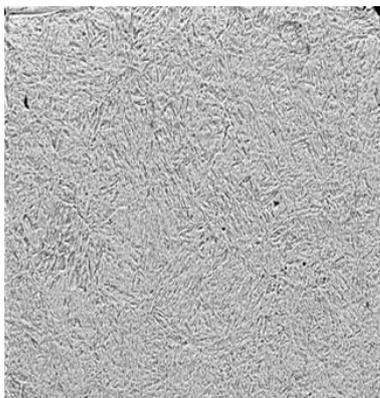
Metallographic analysis and scanning electron microscopy studies show that in the initial state the surface of steel 45 has a ferrite-pearlite structure. After the electrolytic-plasma hardening procedure for 5 seconds, samples No. 1, 2, the formation of a martensite phase component in the structure of steel 45 is observed (Figure 4). With an increase in the current supply time to 8 seconds in total (sample No. 1), strengthening of martensite grains is observed.



a)



b)



c)

Figure 4. Microstructure of grade 45 steel, studied using scanning electron microscopy (SEM): a) before; b, c) after EPH

Figure 5 shows the microstructure of the cross-section of steel 45 after EPH (sample No. 2). The thickness of the modified layer is approximately 500–550 μm .

The visual appearance of grade 45 steel harrow teeth is illustrated in Figure 6. The leftmost image depicts the original sample, while the center and rightmost images correspond to samples 1 and 2, respectively.

The investigation demonstrated substantial modifications to the microstructural characteristics of grade 45 steel following the application of electrolytic plasma hardening. Analysis revealed that the steel surface became enriched with refined martensite, which enhanced the material's wear resistance. These structural alterations were primarily confined to the surface layers, while preserving the flexibility of the underlying bulk volume.

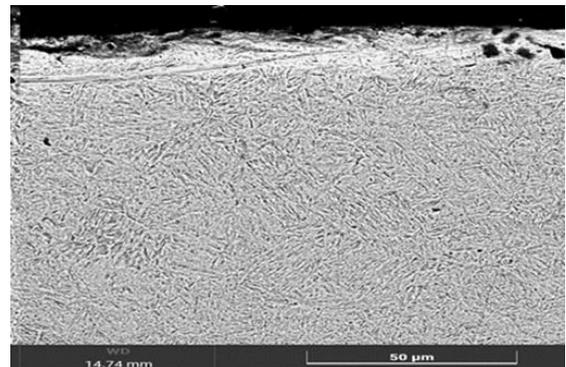
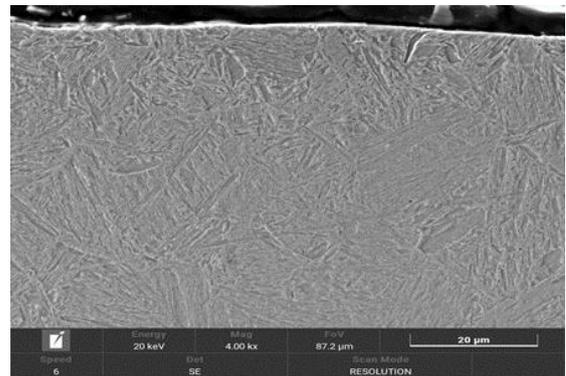


Figure 5. Microstructure of the cross-section of steel 45 after EPZ treatment, obtained using a scanning electron microscope (SEM)



Figure 6. Visual appearance of harrow teeth: initial (far left) and after EPH (sample 1 and 2)

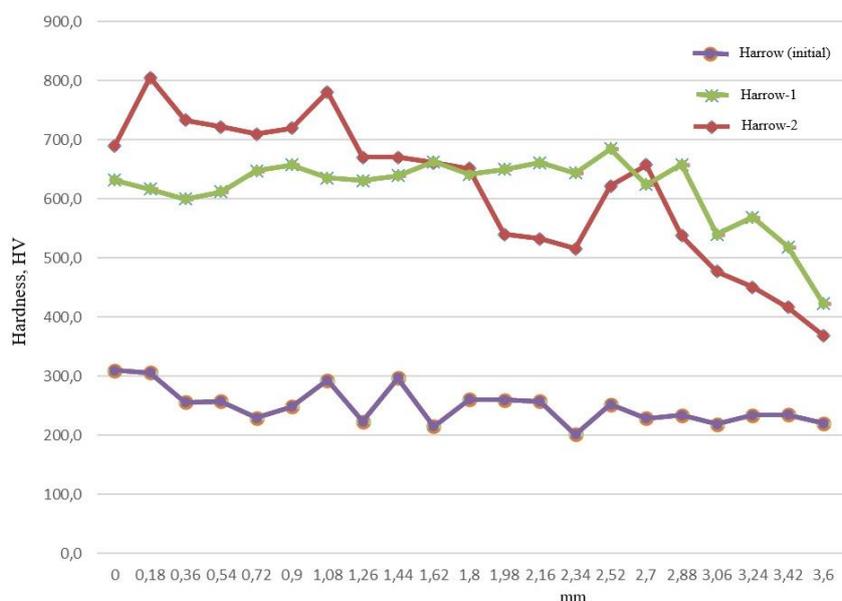


Figure 7. Sample hardness distribution by depth (measurement error ± 10 HV)

To determine the effect of structural surface transformations after EPH on the mechanical properties of grade 45 steel, the microhardness and wear resistance of the samples were determined. Figure 7 shows the distribution of microhardness values depending on the duration of exposure to EPH [11–12]. The microhardness of grade 45 steel in the initial state is 250–300 HV \pm 10 HV. It was found that after EPZ, the microhardness of steel 45 increases by 2–2.5 times depending on the initial state.

The microhardness of the sample after EPH increases, however, some difference in the change in hardness of samples treated with different heating times is observed. A significant increase in the microhardness of the sample after EPH for 5–7 s may be associated with the refinement of blocks inside the austenite grain [13–14].

Figure 8 shows the results of tribological tests of the surface of grade 45 steel samples using the ball-on-disk scheme, which contains the results of measuring the wear volume. The study of the wear resistance of steel 45 samples before and after EPH showed that the treated samples demonstrate a smaller wear volume compared to the original.

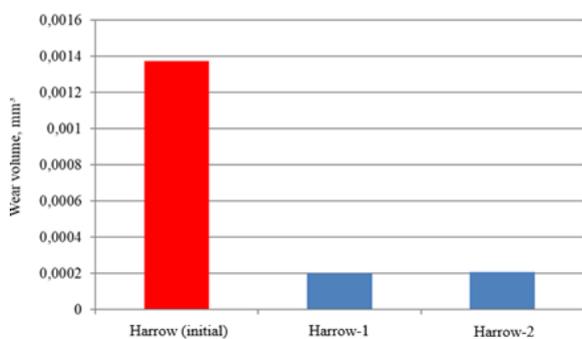


Figure 8. Wear volume of harrow teeth samples made of grade 45 steel before and after EPH ($\pm 10\%$ measurement uncertainty)

It can be seen that the treated samples demonstrate a noticeable reduction in the amount of wear compared to the original (not subjected to EPH) sample. The significant reduction in material loss is explained by the increased hardness and formation of a more wear-resistant steel structure after local high-temperature exposure.

For quantitative assessment of the strengthening efficiency, along with the wear volume, the dimensionless wear coefficient k was calculated using formula (1) based on Archard's law. Using the data on the wear volume of the samples, the following values of the coefficient k were obtained: $k_1 = 4 \cdot 10^{-3}$ for the initial sample, $k_2 = 1.18 \cdot 10^{-6}$ for the first sample after EPH, $k_3 = 1.37 \cdot 10^{-6}$ for the second sample after EPH.

Below, Figure 9 shows the stress distribution during soil cultivation in COMSOL Multiphysics.

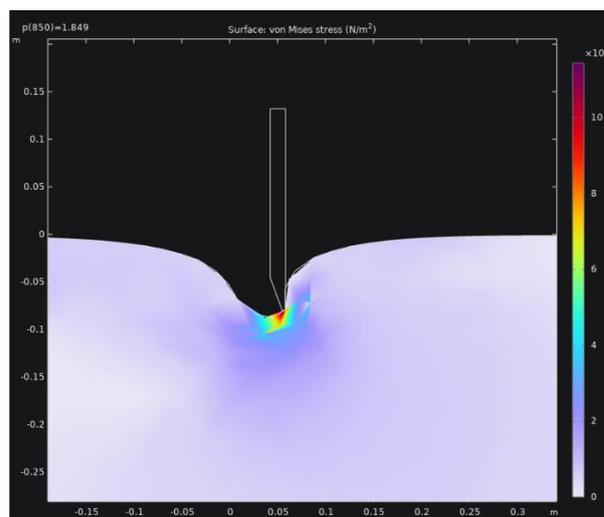


Figure 9. Stress field arising in the soil

Next, the program calculated the maximum contact pressure occurring in the harrow tooth contact zone. The harrow tooth immersion depth was 8 cm. Figure 10 and Figure 11 show graphs of the change in maximum contact stress over time.

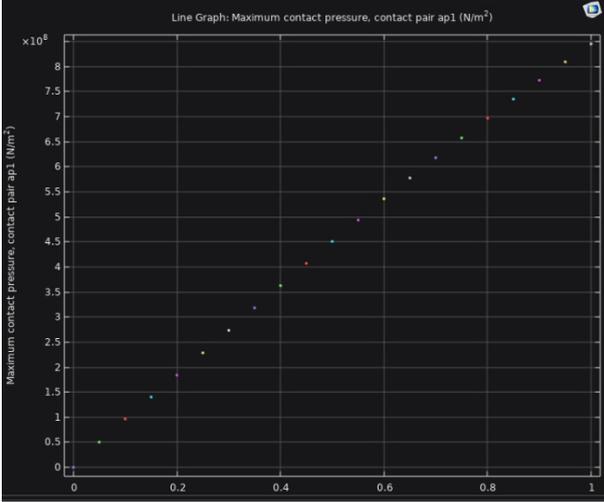


Figure 10. Maximum contact pressure exerted during tooth penetration into the soil

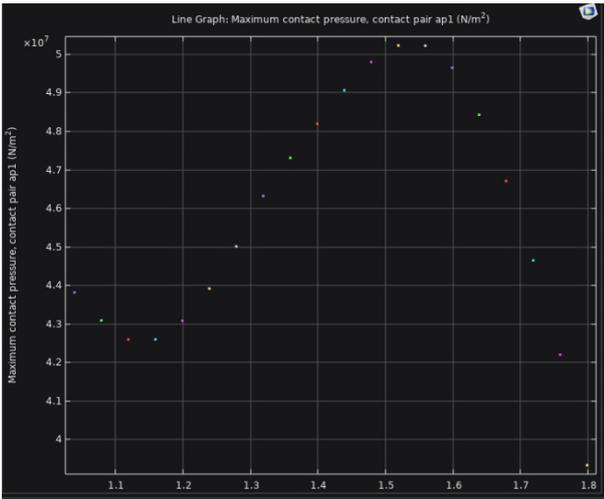


Figure 11. Maximum contact pressure when teeth move in the horizontal direction

Based on the obtained results, the average value of contact stress was determined: $4.58 \cdot 10^7 \text{ N/m}^2$ when moving horizontally and $5.31 \cdot 10^8 \text{ N/m}^2$ when immersed in the soil. Now, using these average values, as well as the obtained wear coefficients k , estimates of the wear thickness were obtained using the following formula (simplified Archard formula) [15]:

$$\Delta h = k \frac{p \cdot s}{H}, \quad (2)$$

where Δh is the wear thickness, k is the wear coefficient, p is the contact stress, s is the distance traveled, H is the material hardness. The hardness values in the calculations were taken based on the results of the experiment

after EPO. For simplicity, the value on the surface of the samples was taken. Then, when moving horizontally for 1 km of the section, it was found that the wear volume for the original sample without hardening was about 79 cm^3 , for the first sample, a value of 11.8 mm^3 was obtained, for the second sample, the wear volume per 1 km was 11.7 mm^3 . The wear thickness was multiplied by the contact area, which was calculated as the product of the immersion depth (8 cm) and the tooth thickness (16 mm). The necessary soil parameters (heavy loam) for modeling in the COMSOL program were taken from the literature [16]. As can be seen from the results, hardening during EPH significantly increases the wear resistance of the harrow teeth, reducing the wear volume by an order of magnitude. It is also worth noting that in reality the teeth may contact unevenly in depth, and there may also be more favorable factors, such as high moisture content in the soil, loosening. Of course, during the modeling, strict conditions were taken, the behavior of the soil in reality may be different. But as a first approximation, the results obtained after assessing the contact stresses made it possible to estimate the wear volumes in the field, without resorting to real tests. Even after analyzing formula (1), it can be noted that the higher the hardness of the sample, the lower the wear volume, which is confirmed by experiments. Such samples in real conditions can withstand significant loads under soil cultivation, which increases their resource, and, therefore, saves money.

CONCLUSION

Analyzing the results of experimental studies on the modification of surface layers of grade 45 steel using electrolytic plasma hardening (EPH), a number of important conclusions can be made:

Electrolytic plasma treatment of grade 45 steel leads to a significant increase in its microhardness (by 3–3.5 times) due to the formation of refined martensite and small blocks inside the grain, which increases resistance to abrasive wear. The tribological tests conducted confirm an effective reduction in the wear volume of samples after EPT compared to the initial state of steel 45. The wear coefficient k as a result of local high-temperature hardening decreases by several orders of magnitude (from $4 \cdot 10^{-3}$ to 10^{-6}).

Modeling in the COMSOL Multiphysics environment taking into account the obtained wear factors and soil parameters (heavy loam) made it possible to estimate the contact stresses in the interaction zone of the harrow tooth and the soil, as well as to predict the thickness and volume of wear under various conditions (vertical indentation and horizontal movement). The calculation results show that hardening of steel 45 by the EPH method significantly (by an order of magnitude or more) reduces the predicted wear of the harrow working parts: the volume of lost material decreases from tens of cm^3 to units of mm^3 per kilometer of travel. This indicates the potential for significant resource savings in the operation of agricultural machinery. Despite the fact that in real field conditions, the actual contact pressure and soil moisture can

lead to even more favorable results (or, conversely, to differences in individual situations), the presented approach provides a representative assessment of wear without conducting lengthy and expensive full-scale experiments.

Thus, electrolytic plasma hardening is a promising method for increasing the service life and reliability of harrow teeth, providing an optimal combination of increased hardness of the surface layer and preservation of the strength properties of the base material.

Financing

This research was supported by the Committee of Science of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan under the grant project No. BR24992870.

REFERENCES:

1. Akimbekova G. U., Nikitina G. A. Priority areas for the development of the agro-industrial complex of Kazakhstan // *Problems of the agro-market*. - 2020. - No. 4. - P. 13–23
2. Krupin A. E., Maslov I. M., Maslov M. M. Analysis of failures and malfunctions of the working bodies of tooth harrows and ways to increase their resource // *Traditional and innovative science: history, current state, prospects: collection of articles*. - 2018. - P. 55.
3. Rakhadilov B. K. et al. Improving the tribological properties of carbon steels using electrolyte-plasma hardening // *New functional materials, modern technologies and research methods*. - 2018. - P. 77–79.
4. Rakhadilov B. et al. Application of sodium carbonate-based electrolyte for hardening of electrolyte-plasma surface of 45 steel // *Bulletin of Shakarim University. Series of technical sciences*. - 2024. - No. 3 (15). - P. 414–424.
5. Kusainov R. K. et al. Application of electrolyte-plasma hardening to improve the properties of machine parts made of 45 steel // *Bulletin of Shakarim University. Series of technical sciences*. - 2024. - No. 3 (15). - P. 62–70.
6. Rakhadilov B. et al. The impact of technological parameters of electrolytic-plasma treatment on the changes in the mechano-tribological properties of steel 45 // *AIMS Materials Science*. - 2024. - T. 11. - No. 4.
7. Archard, J.F. (1953) Contact and Rubbing of Flat Surfaces. *Journal of Applied Physics*. - 1953. - Vol. 24. - P. 981–988. <https://doi.org/10.1063/1.1721448>
8. Suebsuk J., Horpibulsuk S., Liu M. D. Modified Structured Cam Clay: A generalized critical state model for de-structured, naturally structured and artificially structured clays // *Computers and Geotechnics*. - 2010. - T. 37. - No. 7–8. - P. 956–968.
9. Morozov A. V. et al. Study of changes in the structure and tribological properties of the tread rubber surface during friction // *Surface. X-ray, synchrotron and neutron studies*. - 2018. - No. 11. - P. 59–69
10. Rakhadilov B. et al. Electrolyte-plasma surface hardening of hollow steel applicator needles for point injection of liquid mineral fertilizers // *AIMS Materials Science*. - 2024. - Vol. 11. - No. 2.
11. Rakhadilov B. K., Kozhanova R. S., Kurmetzhanova Zh. K. Change in tribological properties of 30KhGSA steel during heat treatment // *Topical scientific research*. - 2022. - P. 214–217.
12. Satbayeva Z. et al. Electrolytic Plasma Nitriding of Medium-Carbon Steel 45 for Performance Enhancement // *Crystals*. - 2024. - Vol. 14. - No. 10. - P. 895.
13. Fedorov A. D., Timofeev M. N., Pichkhidze S. Ya. On the issue of sequential titanizing and carburizing of steel 45 // *Bulletin of the Saratov State Technical University*. - 2022. - No. 3 (94). - P. 92–102.
14. Rakhadilov B. et al. Electrolyte-plasma surface hardening of hollow steel applicator needles for point injection of liquid mineral fertilizers // *AIMS Materials Science*. - 2024. - V. 11. - No. 2. - P. 295–308.
15. Luzhnov Yu. M. et al. Analysis of types of wear of working surfaces of parts: a teaching aid // Moscow: MADI Publishing House. - 2018.
16. Presnov O. M. et al. *Soil Mechanics, Bases and Foundations*. - 2016.

ЛИТЕРАТУРА:

1. Акимбекова Г. У., Никитина Г. А. Приоритетные направления развития агропромышленного комплекса Казахстана // *Проблемы агорынка*. - 2020. - №. 4. - С. 13–23
2. Крупин А. Е., Маслов И. М., Маслов М. М. Анализ отказов и неисправностей рабочих органов зубовых борон и способы повышения их ресурса // *Традиционная и инновационная наука: история, современное состояние, перспективы: Сборник статей*. - 2018. - С. 55.
3. Рахадиллов Б. К. и др. Повышение трибологических свойств углеродистых сталей с помощью электролитно-плазменного упрочнения // *Новые функциональные материалы, современные технологии и методы исследования*. - 2018. - С. 77–79.
4. Рахадиллов Б. и др. Применение электролита на основе карбоната натрия для упрочнения электролитно-плазменной поверхности Стали 45 // *Вестник Университета Шакарима. Серия технические науки*. - 2024. - №. 3 (15). - С. 414–424.
5. Кусайнов Р. К. и др. Применение электролитно-плазменного упрочнения для улучшения свойств деталей машины из Стали 45 // *Вестник Университета Шакарима. Серия технические науки*. - 2024. - №. 3 (15). - С. 62–70.
6. Rakhadilov B. et al. The impact of technological parameters of electrolytic-plasma treatment on the changes in the mechano-tribological properties of steel 45 // *AIMS Materials Science*. - 2024. - T. 11. - No. 4.
7. Archard, J.F. Contact and Rubbing of Flat Surfaces. *Journal of Applied Physics*. - 1953. - Vol. 24. - P. 981–988. <https://doi.org/10.1063/1.1721448>
8. Suebsuk J., Horpibulsuk S., Liu M. D. Modified Structured Cam Clay: A generalised critical state model for de-structured, naturally structured and artificially structured clays // *Computers and Geotechnics*. - 2010. - T. 37. - No. 7–8. - P. 956–968.
9. Морозов А. В. и др. Исследование изменения структуры и трибологических свойств поверхности протекторных резин в процессе трения // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. - 2018. - № 11. - С. 59–69 .
10. Rakhadilov B. et al. Electrolyte-plasma surface hardening of hollow steel applicator needles for point injection of liquid mineral fertilizers // *AIMS Materials Science*. - 2024. - T. 11. - No. 2.

11. Рахадиллов Б. К., Кожанова Р. С., Курметжанова Ж. К. Изменение трибологических свойств стали 30ХГСА при термической обработке // Актуальные научные исследования. – 2022. – Р. 214–217.
12. Satbayeva Z. et al. Electrolytic Plasma Nitriding of Medium-Carbon Steel 45 for Performance Enhancement // Crystals. – 2024. – Т. 14. – No. 10. – Р. 895.
13. Федоров А. Д., Тимофеев М. Н., Пичхидзе С. Я. К вопросу последовательного титанирования и цементации стали 45 // Вестник Саратовского государственного технического университета. – 2022. – №. 3 (94). – С. 92–102.
14. Rakhadilov B. et al. Electrolyte-plasma surface hardening of hollow steel applicator needles for point injection of liquid mineral fertilizers // AIMS Materials Science. – 2024. – Т. 11. – No. 2. – Р. 295–308.
15. Лужнов Ю. М. и др. Анализ видов изнашивания рабочих поверхностей деталей: учебно-методическое пособие // М.: Изд-во МАДИ. – 2018.
16. Преснов О. М. и др. Soil Mechanics, Bases and Foundations. – 2016.

СОҚА ТІСТЕРІН ӨНДІРУ ҮШІН ҚОЛДАНЫЛАТЫН 45 МАРКАЛЫ БОЛАТТЫҢ ЭЛЕКТРОЛИТТІК-ПЛАЗМАЛЫҚ ҚАТАЙТУДАН КЕЙІНГІ МЕХАНИКАЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІН ЗЕРТТЕУ

Қадырболат Н. Е.^{1*}, Сатбаева З. А.¹, Курманғалиев Р. Х.¹, Қусаннов Р. К.¹, Шынарбек А. Б.¹, Бақыт Ж. Ә.²

¹ «Шәкәрім Университет» КЕАҚ, Семей, Қазақстан

² «Технологиялар мен жабындарды нығайту» инженерлік орталығы, Семей, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: ersinnur44@gmail.com

Бұл жұмыста электролиттік-плазмалық қатайтудан (ЕПҚ) кейінгі 45 болаттан жасалған тырма тістерінің тозуға төзімділігінің әсері зерттеледі. ЭПҚ-дан кейінгі үлгілердің микроқаттылығы 2–2,5 есе артады, ал тозу коэффициенті үш есе азаяды. Пайдалану жағдайында тырма тістерінің мінез-құлқын бағалау үшін COMSOL Multiphysics ортасында сандық модельдеу жүргізілді. Арчард заңына сәйкес қолданылған модель тырма тісінің ауыр саздақпен әрекеттескен кездегі байланыс кернеулерін есептеуге, сондай-ақ әртүрлі жүктеме режимдеріндегі тозудың қалыңдығы мен көлемін болжауға мүмкіндік берді. Тозуды есептеу үшін байланыс кернеуінің есептелген мәндері (көлденеінен қозғалғанда $4,58 \cdot 10^7$ Н/м² және топыраққа батырылған кезде $5,31 \cdot 10^8$ Н/м²) пайдаланылды. Есептеу нәтижелері көрсеткендей, қатайтылған соқа тістері тозудың едәуір аз мөлшерін көрсетеді ($\approx 11,7$ – $11,8$ мм³/км), ал ЕПҚ жоқ бастапқы 45 маркалы болат үшін бұл көрсеткіш ≈ 79 см³/км құрайды. Зерттеу нәтижелері бойынша электролиттік-плазмалық қатайтудан кейінгі тырма тістерінің тозуы төмендегенін, олардың пайдалану ресурстарын арттыратынын және табиғи сынақтарсыз қызмет ету мерзімін болжауға мүмкіндік беретінін растайды. Ұсынылған қатайту әдісі ауылшаруашылық техникасында қолдану үшін перспективті болып табылады, өйткені соқалардың беріктігін арттырып қана қоймай, сонымен қатар пайдалану шығындарының төмендеуіне ықпал етуі мүмкін.

Түйін сөздер: электролиттік-плазмалық қатайту (ЭПҚ), микроқаттылық, тозуға төзімділік, болат 45, контактные напряжения, зубья борон.

ИЗУЧЕНИЕ ВОЗДЕЙСТВИЯ ЭЛЕКТРОЛИТНО-ПЛАЗМЕННОГО УПРОЧНЕНИЯ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТАЛИ 45, ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ЗУБЬЕВ БОРОН

Н. Е. Қадырболат^{1*}, З. А. Сатбаева¹, Р. Х. Курманғалиев¹, Р. К. Кусаинов¹, А. Б. Шынарбек¹, Ж. Ә. Бақыт²

¹ *НАО «Шәкәрім Университет», Семей, Қазақстан*

² *Инжиниринговый центр «Упрочняющие технологии и покрытия», Семей, Қазақстан*

* E-mail для контактов: ersinnur44@gmail.com

В работе исследуется влияние электролитно-плазменной обработки (ЭПО) на износостойкость зубьев борон из стали 45. Экспериментально установлено, что после ЭПО микротвёрдость увеличивается в 2–2,5 раза, а коэффициент износа уменьшается более чем на три порядка. Для оценки поведения зубьев борон в условиях эксплуатации выполнено численное моделирование в среде COMSOL Multiphysics. Применённая модель, основанная на законе Арчарда, позволила рассчитать контактные напряжения при взаимодействии зуба бороны с тяжёлым суглинком, а также спрогнозировать толщину и объём износа при различных режимах нагрузки. Вычисленные значения контактного напряжения ($4,58 \cdot 10^7$ Н/м² при движении по горизонтали и $5,31 \cdot 10^8$ Н/м² при погружении в почву) использовались для расчётов износа. Расчёты показали, что упрочнённые зубья демонстрируют значительно меньший объём износа ($\approx 11,7$ – $11,8$ мм³/км), тогда как для исходной стали 45 без ЭПУ этот показатель составляет ≈ 79 см³/км. Результаты исследования подтверждают, что электролитно-плазменное упрочнение эффективно снижает износ зубьев борон, увеличивает их эксплуатационный ресурс и позволяет прогнозировать срок службы без проведения натуральных испытаний. Представленный метод упрочнения является перспективным для применения в сельскохозяйственной технике, так как он не только повышает долговечность рабочих органов, но и может способствовать снижению эксплуатационных затрат.

Ключевые слова: электролитно-плазменная закалка (ЭПЗ), микротвёрдость, износ, сталь 45, контактные напряжения, зубья борон.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-14-24>
УДК 621.793.71

ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОКРЫТИЙ Cr_3C_2-NiCr , ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ HVOF: ОБЗОР

Ш. Р. Курбанбеков^{1,2}, Д. Э. Балтабаева^{1,2*}, Б. Ж. Сейтов¹, Ю. О. Амангельдиева¹, А. Н. Әбдімүтәліп¹

¹ *Международный казахско-турецкий университет имени Х.А. Ясави, Туркестан, Казахстан*

² *ТОО «Институт инновационных технологий и новых материалов», Туркестан, Казахстан*

* E-mail для контактов: dil.baltabaeva315@gmail.com

В данной обзорной работе проводится детальный анализ влияния параметров высокоскоростного газопламенного напыления (HVOF) на формирование микроструктуры и эксплуатационные характеристики покрытий на основе карбида хрома в связке с никель-хромом (Cr_3C_2-NiCr). Исследуются фазовые составы, включая плотность, пористость, адгезионную прочность и микротвердость, определяющие механическое поведение покрытия при интенсивных внешних нагрузках. Особое внимание уделяется механизму износостойкости, прочности сцепления с подложкой и сопротивлению усталостному разрушению, что критично для эксплуатации в условиях экстремальных механических воздействий. Рассматривается влияние различных режимов HVOF-напыления на фазовые особенности покрытий, а также их корреляция с эксплуатационными характеристиками. На основе проведенного анализа формулируются перспективные направления применения Cr_3C_2-NiCr покрытий в авиационной, энергетической и машиностроительной отраслях, требующих сочетания высокой износостойкости и термической стойкости.

Ключевые слова: метод HVOF, покрытия Cr_3C_2-NiCr , физико-механические свойства, XRD, коэффициент трения.

ВВЕДЕНИЕ

В последние десятилетия наблюдается стремительное развитие поверхностной инженерии, обусловленное возрастающими требованиями к материалам, работающим в экстремальных условиях эксплуатации – высоких температурах, агрессивных химических средах, механических нагрузках и радиационном облучении. Такие условия характерны для ключевых отраслей – авиационной, энергетической, нефтехимической и особенно ядерной промышленности, где надёжность и долговечность конструкционных материалов напрямую влияют на безопасность и эффективность технологических процессов [1].

Современные тенденции в области науки о материалах и нанотехнологий способствуют разработке новых методов обработки поверхности с целью улучшения физико-механических свойств материалов. Широко применяются физические (HVOF, плазменное и магнетронное напыление) и химическое осаждение из газовой фазы (CVD, электрохимическое осаждение, сол-гель и лазерное напыление) методы нанесения покрытий. Особое внимание уделяется композиционным металлокерамическим покрытиям на основе Cr_3C_2-NiCr , обладающим высокой адгезией, низкой пористостью, износо- и коррозионной стойкостью, а также низкой проницаемостью для водорода [2–3].

Таблица 1 содержит сравнительный анализ различных методов поверхностного осаждения, выделяя ключевые параметры, такие как температура осаждения, толщина покрытия и основные характеристики.

Методы включают физические, химические и термические методы напыления, каждый из которых предлагает уникальные преимущества с точки зрения адгезии, пористости, эффективности процесса и универсальности материала. Понимание этих различий помогает выбрать наиболее подходящий метод для конкретных промышленных применений, таких как аэрокосмическая, автомобильная и энергетическая отрасли.

Одним из наиболее эффективных методов является HVOF, который обеспечивает плотные, равномерные покрытия с минимальным окислением. По сравнению с другими методами термического напыления (APS, SPS (суспензионное плазменное напыление), плазменное напыление, дуговое напыление и др.) HVOF демонстрирует лучшие характеристики по твердости, адгезии и износостойкости. При этом температурная нагрузка на подложку снижается, что уменьшает риск её термического повреждения [26–28].

Особый интерес вызывают металлокерамические композиции на основе Cr_3C_2-NiCr , которые обладают уникальным сочетанием высокой твердости, хорошей коррозионной устойчивости и термостойкости. За счёт образования стабильной защитной фазы Cr_2O_3 при окислении такие покрытия эффективно препятствуют проникновению водорода и кислорода к подложке, снижая риск охрупчивания и деградации материала. Это делает Cr_3C_2-NiCr особенно перспективным для защиты циркониевых сплавов – одного из ключевых материалов в ядерной энергетике [29–30].

**ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОКРЫТИЙ Cr₃C₂-NiCr,
ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ HVOF: ОБЗОР**

Таблица 1. Сравнение различных методов осаждения

№	Метод нанесения	Температура нанесения (°C)	Толщина покрытия (мкм)	Преимущества	Недостатки	Примеры покрытий	Ссылки
1	D-Gun напыление	1000–1200	100–500	высокая прочность и плотность покрытия, отличная адгезия	высокая стоимость оборудования, ограниченная масштабируемость	Cr ₃ C ₂ -NiCr, WC-Co	[4–5]
2	Холодное напыление	<400	50–1000	низкая температура – нет термического повреждения подложки, высокая плотность	не подходит для всех материалов, требует высокой скорости частиц	Al-Ni, Ti-Cu, Cr-Ni	[6–7]
3	Плазменное напыление	10,000–15,000 (темп. плазмы)	50–500	универсальность, подходит для тугоплавких материалов	высокие энергозатраты, возможна пористость	ZrO ₂ -Y ₂ O ₃ , Cr ₃ C ₂ -NiCr	[8–9]
4	HVOF	1000–3000	50–500	высокая плотность и адгезия, низкая пористость, высокая твёрдость	необходимость в точном контроле параметров, шумность процесса	Cr ₃ C ₂ -NiCr, WC-Co, Al ₂ O ₃	[10–12]
5	HVAF	900–1600	30–400	меньшее окисление по сравнению с HVOF, высокая производительность	ограничения по типу газов и порошков	WC-CoCr, Cr ₃ C ₂ -NiCr	[13–14]
6	PVD	<1000	0.5–10	тонкие и плотные покрытия, высокая чистота	ограниченная толщина, требует вакуума	TiN, CrN, ZrCN	[15]
7	CVD	500–1100	1–50	хорошая адгезия, покрытие сложной формы	высокая температура, возможная диффузия в подложку	SiC, TiC, TiN	[16–17]
8	Термическое напыление	500–3000	100–500	простота и универсальность	низкая плотность, пористость покрытия	Cr ₃ C ₂ -NiCr, Al ₂ O ₃ -TiO ₂	[18–19]
9	Многодуговое ионное покрытие (MAIP)	200–1000	1–10	высокая плотность, высокая скорость осаждения	арковая нестабильность, капельные включения	TiN, ZrN, CrAlN	[20–21]
10	Микродуговое окисление (MDO)	200–1000	10–200	формирование керамических покрытий in-situ, отличная коррозионная стойкость	ограничения по материалам (алюминий, титан, магний), шероховатая поверхность	Al ₂ O ₃ , TiO ₂	[22]
11	Лазерное напыление	800–2500	100–2000	локальное управление структурой, минимальное термическое искажение	дороговизна оборудования, сложность настройки	NiCrBSi, WC-Ni, TiC-Ni	[23]
12	Золь-гелевое покрытие	комнатная – 800	0.1–10	простота процесса, наноструктурирование	низкая механическая прочность, трещинообразование	SiO ₂ , Al ₂ O ₃ , TiO ₂	[24]
13	Магнетронное напыление	комнатная – 500	0.1–5	хорошая однородность, контроль толщины, промышленное применение	требуется вакуум, низкая скорость осаждения	CrN, TiN, ZrCN	[25]

Циркониевые сплавы (в том числе циркалоиды) широко применяются в качестве оболочек твэлов благодаря их низкому сечению захвата тепловых нейтронов и высокой коррозионной стойкости в нормальных условиях. Однако при аварийных ситуациях и длительной эксплуатации в реакторе они подвергаются наводороживанию и интенсивному высокотемпературному окислению, что приводит к образованию хрупких гидридов и разрушению оксидных защитных плёнок. Всё это существенно снижает надёжность и срок службы конструктивных компонентов [31–33].

С учётом этого обеспечение эффективной защиты циркониевых сплавов от водородопроницаемости и окисления является актуальной научной и практической задачей. Металлокерамические покрытия, полученные методом HVOF, рассматриваются как одно из наиболее жизнеспособных решений, способных

обеспечить долговременную защиту при воздействии высоких температур и водяного пара [34–35].

Несмотря на большое количество публикаций, посвящённых термически напыляемым покрытиям, анализ литературы показывает, что большинство работ сосредоточены на изучении отдельных аспектов – параметров напыления, трибологических характеристик или стойкости к коррозии. Обзорные статьи, такие как Singh et al. (2020), Li et al. (2019), Zhang et al. (2021), подробно рассматривают технологии HVOF и составы порошков, но не затрагивают комплексный анализ деградационных механизмов и поведения покрытий Cr₃C₂-NiCr на циркониевых подложках в условиях, приближенных к эксплуатации в ядерных реакторах [36–38].

Кроме того, остаются недостаточно изученными такие важные аспекты, как влияние остаточных напряжений и пористости на термостойкость, цикличе-

скую стабильность и устойчивость к трещинообразованию в водородной среде. Существует также противоречие в литературных данных по поводу поведения $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$ при длительном термическом воздействии, особенно в условиях циклического нагрева и охлаждения. Это указывает на необходимость систематизации накопленного экспериментального и моделируемого материала с целью выявления ключевых факторов, определяющих эффективность защитных покрытий.

Настоящий обзор обладает научной новизной благодаря комплексному рассмотрению совокупного влияния морфологии порошка, параметров высокоскоростного газопламенного напыления (HVOF), термической обработки и механизмов деградации на прочностные характеристики покрытий на основе $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$. Впервые проанализированы как экспериментальные, так и теоретические исследования (например, [39-40]), с акцентом на различия фазового состава и функциональных свойств в зависимости от технологических режимов и состава исходного порошка. Особое внимание уделено стойкости покрытий к циклическим и термомеханическим нагрузкам, что критично для надёжной работы компонентов в авиационной и энергетической отраслях [41-42].

Таким образом, современные исследования в области инженерии поверхности (см. обзоры [43-44]) направлены на создание износо- и коррозионностойких покрытий, способных эффективно защищать материалы в условиях высоких температур и агрессивных сред, характерных для авиации, энергетики и ядерной промышленности. Металлокерамические и композиционные покрытия, в частности $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$, демонстрируют высокую устойчивость к окислению, проникновению водорода и абразивному износу [45]. Технологии термического напыления, включая HVOF, позволяют получать покрытия с высокой плотностью, низкой пористостью и прочной адгезией, что способствует увеличению срока службы и надёжности конструктивных элементов [46].

ИССЛЕДОВАНИЕ ФАЗОВОГО СОСТАВА И МИКРОСТРУКТУРНЫХ ИЗМЕНЕНИЙ ПОКРЫТИЙ $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$

Фазовый состав и микроструктура покрытий $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$, формируемых методами HVOF и HVAF (High Velocity Air-Fuel), имеют решающее значение для их эксплуатационных характеристик, особенно в условиях высокотемпературного воздействия. Параметры синтеза – такие как температура пламени, скорость охлаждения, состав газов, расход кислорода и состав порошка – определяют не только фазовый состав, но и морфологию покрытий, что напрямую влияет на их твёрдость, износостойкость и эрозионную устойчивость [47].

При температурах 700–850 °C происходят выраженные микроструктурные изменения: рост и коалесценция карбидных частиц (Cr_3C_2), релаксация

остаточных напряжений, а также рекристаллизация связующей фазы NiCr. Эти процессы могут иметь как положительное, так и отрицательное влияние на эрозионную стойкость покрытий – в зависимости от продолжительности термического воздействия и начальной структуры, определяемой технологией нанесения.

Так, в работе B.Q. Wang и соавт. [48] было показано, что при температуре 300 °C HVOF-покрытие проявляло меньшую скорость эрозии по сравнению с комнатной температурой, что связано с повышением пластичности NiCr-связки. В то же время S. Matthews и др. [49] установили, что при 800 °C стойкость к эрозии также возрастает, что объясняется лучшим перераспределением напряжений в более пластичной связке. Однако, при длительном нагреве наблюдается деградация: процессы огрубления карбидной фазы (по механизму Оствальдовского созревания) уменьшают пластичность NiCr, что приводит к снижению способности материала рассеивать энергию удара. Это подтверждается результатами Matthews [49], где длительная термообработка при 900 °C в течение 2 и 30 суток снижала эрозионную стойкость по сравнению с первоначальной.

Фазовый анализ, представленный в таблице 2, демонстрирует важность выбора технологии напыления и её параметров. В данной таблице 2. представлены результаты анализа XRD для сравнения различных методов напыления и состава покрытий, их фазы, а также структура, что может быть важным для выбора оптимальной технологии в зависимости от требуемых эксплуатационных характеристик.

Фазовый анализ, представленный в таблице 2, демонстрирует важность выбора технологии напыления и её параметров. В данной таблице 2. представлены результаты анализа XRD для сравнения различных методов напыления и состава покрытий, их фазы, а также структура, что может быть важным для выбора оптимальной технологии в зависимости от требуемых эксплуатационных характеристик.

Анализ фазового состава покрытий $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$, полученных методом высокоскоростного газопламенного напыления (HVOF), демонстрирует, что основными фазами, сохраняющимися в покрытии после напыления, являются Cr_3C_2 и связующая фаза NiCr. Xie M. и соавт. [49] показали, что спектры рентгеновской дифракции (XRD) покрытия $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$ практически идентичны спектрам исходного порошка, что свидетельствует о сохранении кристаллической структуры материала при напылении. Кроме того, в покрытии был обнаружен слабый дифракционный пик Cr_7C_3 , который исследователи объясняют частичным обезуглероживанием Cr_3C_2 в условиях высокотемпературного пламени. Образование фазы Cr_7C_3 , обладающей высокой твёрдостью и температурой плавления, дополнительно способствует износостойкости покрытия [59-60].

**ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА И ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ПОКРЫТИЙ Cr₃C₂-NiCr,
ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ HVOF: ОБЗОР**

Таблица 2. Сравнение анализа XRD покрытий полученных разными методами нанесения

№	Метод	Состав покрытия	Фазы	Структура	Период решетки, Å	Ссылки
1	HVOF	Cr ₃ C ₂ -NiCr	Cr ₃ C ₂ , Cr ₇ C ₃ , NiCr	—	—	[50]
2	HVOF	Cr ₃ C ₂ -NiCr (7102)	Cr ₂₃ C ₆ , Cr ₇ C ₃ , Cr ₃ C ₂ , Cr, Ni	—	—	[51]
		Cr ₃ C ₂ -NiCr (7305)	Cr ₂₃ C ₆ , Cr ₇ C ₃ , Cr ₃ C ₂ , Cr, Ni			
3	HVOF	Cr ₃ C ₂ -25NiCr	Cr ₃ C ₂ , Cr ₃ Ni ₂ , Cr	—	—	[52]
4	HVOF	Cr ₃ C ₂ -25NiCr	Cr ₃ C ₂ , Cr ₂ O ₃ , γ-Ni	f.c.c.	—	[53]
	HVAF		Cr ₃ C ₂ , Cr ₂ O ₃ , Cr ₇ C ₃ , γ-Ni			
5	HVOF	Cr ₃ C ₂ -NiCr	Cr ₃ C ₂ , Cr ₇ C ₃ , NiCr	—	—	[54]
		Cr ₃ C ₂ -WC-NiCoCrMo	WC, Cr ₃ C ₂ , Cr ₇ C ₃ , Ni _{ss} аморфный			
6	HVAF	Cr ₃ C ₂ -NiCr	Cr ₃ C ₂ , Cr ₇ C ₃ , Ni, Cr	—	—	[55]
7	HVOF	Cr ₃ C ₂ -NiCr	Cr ₃ C ₂ , NiCr, Cr ₇ C ₃ , Cr ₂₃ C ₆ , Ni, Cr	—	—	[56]
8	HVOF	86WC-10Co-4Cr	(A1) WC	—	a = 2,9005 c = 2,8330	[57]
			W ₂ C		a = 2,9614 c = 4,6884	
			CoO		a = 4,2507	
			(A2) WC		a = 2,9011 c = 2,8328	
			W ₂ C		a = 2,9554 c = 4,6641	
			CoO		a = 4,2451	
			(A3) WC		a = 2,9027 c = 2,8345	
			W ₂ C		a = 2,9624 c = 4,6924	
9	HVOF	Cr ₃ C ₂ -NiCr	Cr ₂₃ C ₆	кубическая решётка, Fm-3m	a = 10,6600	[58]
			Cr ₃ C ₂	орторомбическая, Pnma	a = 5,5400 b = 2,8330 c = 11,4940	
			CrNi ₃	кубическая, Fm-3m	a = 3,5400	
			NiCrO ₄	тетрагональная решетка (пространственная группа I41/amd)	a = 5,5380 b = 5,5380 c = 8,4350	
10	Supersonic atmospheric plasma spraying technology (SAPS)	Cr ₃ C ₂ -NiCr	Cr ₃ C ₂ , Cr ₂₃ C ₆ , NiCr, (Ni,Cr) ₇ C ₃ и Ni	—	—	[59]

Zhou Z. и др. [54] представили дифрактограммы покрытий до начала коррозионных испытаний. Ими был выявлен сложный фазовый состав: Cr₃C₂, NiCr, Cr₇C₃, Cr₂₃C₆, Ni и Cr. Это подтверждает возможность разложения исходных фаз и образования новых соединений в условиях высокотемпературного напыления и окислительной атмосферы [61–62].

Рентгенофазовый анализ, проведённый Rakhadilov B. и др. [56] на покрытиях, полученных из WC-Co порошков, показал наличие фаз WC, W₂C и CoO. Авторы установили, что фазы W₂C и CoO формируются при взаимодействии WC с кислородом и сопровождаются потерей углерода. Изменения скорости подачи кислорода приводят к варьированию интенсивности дифракционных пиков: в частности, усиление пиков W₂C наблюдалось при увеличении потока кислорода до 170 л/мин. Эти данные демонстрируют, что параметр подачи кислорода критически влияет на структурное состояние покрытия.

В работе Kurbanbekov S. и соавт. [57] покрытия Cr₃C₂-NiCr, напылённые методом HVOF на сплав Э110, исследовались методами XRD и СЭМ. Основными фазами были идентифицированы Cr₂₃C₆ (кубическая структура, Fm-3m), Cr₃C₂ (орторомбическая, Pnma) и CrNi₃ (кубическая, Fm-3m). При этом фаза NiCrO₄, как продукт окисления, в исходных порошках отсутствовала. Эти результаты подчёркивают значимость фазового контроля для повышения как механических, так и коррозионных характеристик покрытий.

Метод HVAF, по сравнению с HVOF, обеспечивает более щадящие термические условия: температура пламени ниже, а окислительная активность среды – слабее. Это способствует лучшему сохранению исходной кристаллической структуры порошков и предотвращает избыточное окисление. Такие покрытия характеризуются меньшим содержанием вторичных фаз и равномерной микроструктурой, что

улучшает как износостойкость, так и устойчивость к термическому старению.

Таким образом, фазовый состав покрытий Cr₃C₂-NiCr напрямую зависит от условий синтеза, в частности – от температуры пламени, скорости охлаждения, состава порошка и расхода кислорода. Высокие температуры способствуют частичной декарбидизации Cr₃C₂ с образованием фаз Cr₇C₃ и Cr₂₃C₆, что, с одной стороны, повышает твёрдость, а с другой – снижает пластичность связующего. Более высокая скорость охлаждения при напылении HVOF способствует образованию аморфных или нанокристаллических фаз, увеличивающих микротвёрдость, но снижающих вязкость разрушения. В отличие от HVOF, метод HVAF обеспечивает более мягкие термические условия и, как правило, лучше сохраняет исходную кристаллическую структуру порошка, что положительно сказывается на износостойкости.

Также установлено, что длительное воздействие высоких температур приводит к огрублению карбидной фазы (например, по механизму созревания Оствальда), что ограничивает пластичность связующего и негативно влияет на эрозионную стойкость. Таким образом, оптимизация параметров напыления –

таких как скорость подачи порошка, температура пламени и расход окислителя – играет ключевую роль в достижении баланса между твёрдостью, прочностью сцепления и коррозионной стойкостью покрытий Cr₃C₂-NiCr [63].

Трибологические характеристики покрытий Cr₃C₂-NiCr

Исследования показали, что HVOF-покрытие Cr₃C₂-NiCr на сером чугуна значительно повышает его износостойкость. При содержании 80% Cr₃C₂ и 20% NiCr твердость покрытия составила 1410 HV, что в 3,5 раза превышает твердость исходного материала (410 HV). Покрытие с 75% Cr₃C₂ и 25% NiCr также продемонстрировало высокую твердость (1350 HV). Испытания методом «штифт-на-диске» показали снижение коэффициента трения и скорости износа по сравнению с непокрытым чугуном, причём состав с 80% Cr₃C₂ оказался более эффективным за счёт высокого содержания карбидов [64].

В таблице 3 приведён сравнительный анализ коэффициента трения (CoF) покрытий при различных температурах и нагрузках, в зависимости от метода нанесения.

Таблица 3. Сравнительный анализ коэффициента трения покрытий в зависимости от температуры

№	Метод	Состав покрытия	Нагрузка (N)	Коэффициент трения (f)/T, °C	Ссылки
1	HVOF	80%Cr ₃ C ₂ +20%NiCr	10	0,2018	[65]
			20	0,2155	
			30	0,2346	
		75%Cr ₃ C ₂ +25%NiCr	10	0,2161	
			20	0,2341	
			30	0,2516	
2	APS (воздушно-плазменное напыление)	Cr ₃ C ₂ -NiCr	25	0,63 (RT)	[66]
				0,37 (400 °C)	
				0,43 (800 °C)	
			50	0,51 (RT)	
				0,36 (400 °C)	
				0,41 (800 °C)	
3	HVOF	CrN	316	0,6 (25 °C)	[67]
				0,6-0,2 (150 °C)	
				0,4 (350 °C)	
		CrN/Cr ₃ C ₂ -NiCr	316	0,3 (550 °C)	
				0,6 (25 °C)	
				0,3 (150 °C)	
				0,4 (350 °C)	
				0,3 (550 °C)	
4	HVOF	86WC-10Co-4Cr	-	0,488-0,463	[68]
5	APS	NiCr/(Cr ₃ C ₂ -BaF ₂ -CaF ₂)	-	0,8-0,25 (0-800 °C)	[69]
6	APS	Cr ₃ C ₂ -NiCr	25	0,59 (RT)	[70]
				0,39 (400 °C)	
				0,42 (400 °C)	
			50	0,58 (RT)	
				0,34 (400 °C)	
				0,38 (400 °C)	

В работах по анализу зависимости коэффициента трения (CoF) и объема износа от расстояния ак. Rakhadilov B. и соавт. установили, что при увеличении расстояния напыления от 100 до 300 мм коэффициент трения снижается с 0,488 до 0,463, а объем износа уменьшается с $0,079 \text{ мм}^3$ до $0,036 \text{ мм}^3$. Наилучшая износостойкость наблюдается при расстоянии 300 мм, а снижение износостойкости при меньшем расстоянии связано с уменьшением содержания WC-фазы [67].

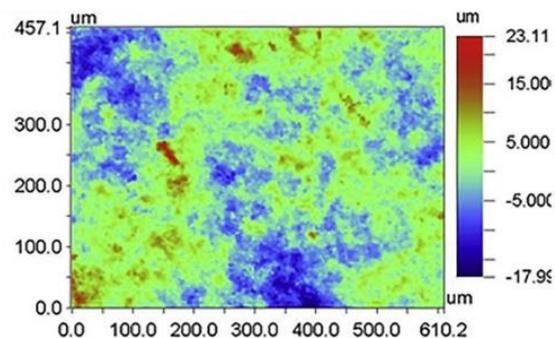
Для стали Н11 при комнатной температуре значения CoF составили примерно 0,48 и 0,40 при нагрузках 25 и 50 Н соответственно. Покрытие $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$ увеличивало эти значения до $\sim 0,63$ и $\sim 0,51$, однако обеспечивало значительное снижение удельной скорости износа: с $609,91 \pm 13$ и $487,18 \pm 10 \text{ мм}^3/\text{Нм} \cdot 10^{-6}$ (без покрытия) до $5,52 \pm 0,11$ и $9,82 \pm 0,19 \text{ мм}^3/\text{Нм} \cdot 10^{-6}$ соответственно. Это снижение объясняется высокой твердостью и прочностью сцепления покрытия [68].

Сравнение порошков 75% $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-25NiCr}$, произведенных разными способами, выявило значительные различия в морфологии и фазовом составе. Покрытия из порошка Woka 7302 имели более плотную микроструктуру, меньшее обезуглероживание, более низкое содержание оксидов и лучшую прочность по сравнению с Praxair 1375. Изменение соотношения O_2/H_2 в горелке HVOF оказывало значительное влияние на модуль Юнга и прочность покрытия, но практически не изменяло твердость по Виккерсу [69].

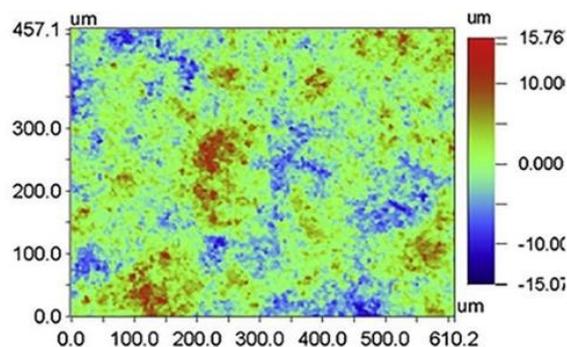
S. Mahade и др. оценивали возможность использования $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$ как экологически безопасной альтернативы токсичным покрытиям WC-Co для тормозных дисков. Покрытия наносились методами HVAF и HVOF и оценивались по микроструктуре, фазовому составу, механическим характеристикам и пористости. Износ при скольжении оценивался при нагрузках 5, 10 и 15 Н с использованием оксидно-алюминиевого шарика. Результаты показали, что HVAF-покрытия обеспечивают лучшую стойкость при высоких нагрузках, а HVOF – при более мягких условиях эксплуатации [71].

Шероховатость поверхности нанесенных покрытий была измерена с помощью оптического профилировщика, а двумерные изображения шероховатости поверхности показаны на рисунке 1. Как показано на рисунке 1, для покрытий, нанесенных методом HVAF, была измерена немного более высокая шероховатость поверхности (S_a , $\mu\text{м}$).

В работе Bobzin K. и др. $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$ покрытие, полученное методом HVOF, подвергалось циклической ударной нагрузке (от 300 до 1000 Н, до 10^6 циклов) для оценки его стойкости. При 300–800 Н происходило когезионное разрушение покрытия, тогда как при 1000 Н разрушения затрагивали также границу между покрытием и подложкой. Локальная пластическая деформация и микрорабразия приводили к постепенному увеличению объема кратера, а разрушение покрытия вызывало его отслоение при высоких нагрузках [72].



а) $S_a = 3,5 \pm 0,1 \mu\text{м}$



б) $S_a = 3 \pm 0,2 \mu\text{м}$

Рисунок 1. Двумерное изображение шероховатости поверхности покрытия $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$, нанесенного методом HVAF (а) и HVOF (б) [71]

Агломерированный порошок 75 $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-25NiCr}$, нанесенный методом HVOF на подложку из стали 304, после термообработки (700–800 °С, до 16 суток) показал формирование карбидов Cr_7C_3 и Cr_{23}C_6 , устраняющих аморфные фазы. Это способствовало росту твердости покрытия. Окисление следовало параболическому закону при активационной энергии 164 кДж/моль. Также наблюдалась взаимодиффузия компонентов покрытия и подложки, особенно углерода, что подтверждалось изменением микротвердости вдоль интерфейса [73].

Разнообразие результатов, полученных при исследовании $\text{Cr}_3\text{C}_2\text{-NiCr}$ покрытий, обусловлено множеством факторов, включая состав порошка, технологию напыления, условия термообработки и параметры испытаний. Покрытия с содержанием 80% Cr_3C_2 и 20% NiCr обеспечивают наивысшую твердость (1410 HV) и минимальный коэффициент трения. Морфология и фазовый состав порошка, а также выбор метода нанесения (HVOF или HVAF) критично влияют на конечные свойства покрытия. HVAF обеспечивает лучшую стойкость к износу при высоких нагрузках, тогда как HVOF эффективнее в мягких условиях. Изменение отношения O_2/H_2 и расстояния напыления позволяет целенаправленно регулировать механические свойства. Следовательно, для достижения оптимальных характеристик покрытия необходимо учитывать условия эксплуатации, а также параметры порошка и процесса.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты анализа подтвердили, что параметры процесса HVOF-напыления оказывают решающее влияние на структуру, фазовый состав и эксплуатационные свойства покрытий Cr₃C₂-NiCr. Повышение содержания карбидной фазы (до 80% Cr₃C₂) позволяет значительно увеличить микротвёрдость покрытия (до 1410 HV), снизить коэффициент трения и удельную скорость износа, что особенно важно для условий интенсивного механического и температурного воздействия. Такие покрытия показали улучшенные характеристики по сравнению с непокрытым материалом и покрытиями с меньшей долей карбидов.

Оптимизация технологических параметров – таких как расстояние напыления, соотношение O₂/H₂, температура и давление – позволяет контролировать плотность, пористость и адгезию покрытия к подложке, минимизируя дефекты и обезуглероживание. Установлено, что с увеличением расстояния напыления улучшается износостойкость и снижается коэффициент трения, а изменение параметров горелки увеличивает модуль упругости покрытия почти в два раза без значительного влияния на твёрдость.

Термическая обработка напылённых покрытий дополнительно повышает их прочность за счёт образования карбидных фаз Cr₇C₃ и Cr₂₃C₆, что также способствует устранению аморфных фаз и увеличивает термическую стабильность. Однако при нагрузках выше 1000 Н наблюдаются когезионные разрушения и отслоения покрытия, указывающие на необходимость дальнейшей оптимизации фазовых границ и термостойкости при экстремальных нагрузках.

Абразивный износ покрытий происходит равномерно, вовлекая как карбидные, так и металлические фазы. Несмотря на общую стойкость, выявлены зоны локального растрескивания и вырывания карбидов, что снижает долговечность при воздействии агрессивных абразивов.

Сравнительный анализ технологий HVOF и HVAF показал, что HVAF-покрытия обладают лучшей износостойкостью при высоких нагрузках, в то время как HVOF-покрытия эффективны при умеренных условиях эксплуатации. Выбор порошка также играет ключевую роль: покрытия из Woka 7302 превосходят аналоги по плотности, прочности и низкой склонности к обезуглероживанию по сравнению с порошками Praxair.

Таким образом, покрытия Cr₃C₂-NiCr, полученные методом HVOF, являются высокоэффективными для применения в машиностроении, авиации, энергетике и других отраслях, где необходимы высокая износостойкость, сопротивление окислению и термическая стабильность. Перспективными направлениями дальнейших исследований являются разработка многофазных композиционных покрытий, изучение поведения при циклических и комбинированных нагрузках, а также точная настройка параметров

напыления и последующей обработки для достижения наилучших эксплуатационных характеристик.

Благодарности

Данное исследование финансируется Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № AP19579179).

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Chong K., Zou Y., Wu D., Tang Y., Zhang Y. Pulsed laser re-melting supersonic plasma sprayed Cr₃C₂-NiCr coatings for regulating microstructure, hardness, and corrosion properties // *Surface and Coatings Technology*. – 2021. – Vol. 418. – P. 127258. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.127258>.
2. Ping X.L., Fu H.G., Sun S.T., Lin J., Guo X.Y., Lei Y.P. Microstructure and performance of Nb-bearing Ni60A-Cr₃C₂ coatings manufactured by laser cladding // *Surface Engineering*. – 2020. – Vol. 36, No. 12. – P. 1294–1306. <https://doi.org/10.1080/02670844.2019.1631510>.
3. Sadeghimeresht E., Markocsan N., Nylen P. Microstructural characteristics and corrosion behavior of HVOF- and HVOF-sprayed Fe-based coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2017. – T. 318. – P. 365–373. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.11.088>.
4. Thakare, J. G., Pandey, C., Mulik, R. S., & Mahapatra, M. M. Microstructure and mechanical properties of D-Gun sprayed Cr₃C₂-NiCr coating on P91 steel subjected to long term thermal exposure at 650 °C // *Materials Research Express*,. – 2019. – Vol. 6(11). – P. 1165h1. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ab5265>
5. Du, H., Sun, C., Hua, W., & Zhang, G. Fabrication and evaluation of D-gun sprayed WC-Co coating with self-lubricating property // *Tribology Letters*. – 2006. – Vol. 23. – P. 261–266. <https://doi.org/10.1007/s11249-006-9119-3>
6. Assadi, H., Gärtner, F., Stoltenhoff, T., & Kreyc, H. Bonding mechanisms in cold gas spraying // *Acta Materialia*. – 2003. – Vol. 51(15). – P. 4379–4394. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(03\)00274-X](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(03)00274-X)
7. Герашенков Д.А. Применение технологии холодного газодинамического напыления как аддитивного способа для получения материалов на основе алюминидов никеля и алюминидов титана // *Вопросы материаловедения*. – 2021. – № 3(107). – С. 118–127. <https://doi.org/10.22349/1994-6716-2021-107-3-118-127>
8. Li, S., Duan, Y., Gong, S., & Li, Q. Microstructure and deposition mechanism of laser-hybrid plasma spraying NiCr-Cr₃C₂ coating // *Rare Metal Materials and Engineering*. – 2013. – Vol. 42. – P. 106–109.
9. Espallargas, N. *Future Development of Thermal Spray Coatings: Types, Designs, and Applications*. Elsevier. – 2015.
10. He, J., & Lavernia, E. J. (2001). Precipitation phenomenon in nanostructured Cr₃C₂-NiCr coatings // *Materials Science and Engineering: A*. –2001. – Vol. 301(1). – P. 69–79.
11. Guilemany, J. M., Miguel, J. M., Vizcaíno, S., Lorenzana, C., Delgado, J., & Sánchez, J. Role of heat treatments in the improvement of the sliding wear properties of Cr₃C₂-NiCr coatings // *Surface and Coatings Technology*. – 2002. – Vol. 157(2). – P. 207–213. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(02\)00148-2](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(02)00148-2)

12. Chakradhar, R. P. S., Prasad, G., Venkateswarlu, K., & Rao, D. S. An investigation on the wear and corrosion behavior of HVOF-sprayed WC-12Co-Al₂O₃ cermet coating // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2018. – Vol. 27. – P. 1241–1248. <https://doi.org/10.1007/s11665-018-3240-y>
13. Scendo, M. Effect of the composition and the thermal treatment on corrosion resistance of WC-Co-Al₂O₃ ceramic coatings // *International Journal of Electrochemical Science*. – 2018. – Vol. 13(9). – P. 8745–8765. <https://doi.org/10.20964/2018.09.22>
14. Mouche, P. A., Ang, C., Koyanagi, T., Doyle, P., & Katoh, Y. Characterization of PVD Cr, CrN, and TiN coatings on SiC // *Journal of Nuclear Materials*. – 2019. – Vol. 526. – P. 151781. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.151781>
15. Gao, J., Yu, J., Lu, S., & Liang, J. Synthesis of functional ceramic nanocrystals (SiC, TiC, TiN) by arc-discharge plasma process // 2017 IEEE 17th International Conference on Nanotechnology (IEEE-NANO) (pp.). IEEE. <https://doi.org/10.1109/NANO.2017.8117328>
16. Nguyen, T. V., Nguyen, T. A., Ha, P. T., & Pham, L. T. Sealing treatment of plasma-sprayed Cr₃C₂-NiCr/Al₂O₃-TiO₂ coating by aluminum phosphate sealant containing Al₂O₃ nanoparticles // *Journal of Thermal Spray Technology*. – 2021. <https://doi.org/10.1007/s11666-021-01263-2>
17. Reardon, J. D., Mignogna, R., & Longo, F. N. (1981). Plasma- and vacuum-plasma-sprayed Cr₃C₂ composite coatings // *Thin Solid Films*. – 1981. – Vol. 83(3). – P. 345–351. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(81\)90637-4](https://doi.org/10.1016/0040-6090(81)90637-4)
18. Houck, D. L., & Cheney, R. F. (1984). Comparison of properties of Cr₃C₂-NiCr coatings thermally sprayed from pre-alloyed and mechanically mixed powders // *Thin Solid Films*. – 1984. – Vol. 118(4). – P. 507–513. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(84\)90279-7](https://doi.org/10.1016/0040-6090(84)90279-7)
19. Ulianitsky, VY; Batraev, IS; Rybin, D. K.; et al. Detonation Spraying of Cr₃C₂-NiCr Coatings and Their Properties // *J. Therm. Spray Technol.* – 2022. – Vol. 31. – P. 598–608. <https://doi.org/10.1007/s11666-021-01301-z>
20. Lih, W. C.; Yang, S.H.; Su, C.Y.; Huang, S.C.; Hsu, I. C.; Leu, MS Effects of Process Parameters on Molten Particle Speed and Surface Temperature and the Properties of HVOF CrC-NiCr Coatings // *Surf. Coat. Technol.* – 2000, – Vol. 133-134(1). – P. 54–60. [https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(00\)00873-2](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(00)00873-2)
21. Matikainen, V.; Bolelli, G.; Koivuluoto, H.; Honkanen, M.; Vippola, M.; Lusvarghi, L.; Vuoristo, P. A Study of Cr₃C₂-Based HVOF-and HVOF-Sprayed Coatings: Microstructure and Carbide Retention // *J. Therm. Spray Technol.* – 2017. – Vol. 26(6). – P. 1239–1256. <https://doi.org/10.1007/s11666-017-0578-x>
22. Zheng, J.-C., Hu, X., & Ren, Z. Solid-state reaction studies in Al₂O₃-TiO₂ system by diffusion couple method // *ISIJ International*. – 2017. – Vol. 57(10). – P. 1762–1766. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2017-042>
23. Guo, C., Zhou, J., Chen, J., & Zhao, J. High temperature wear resistance of laser cladding NiCrBSi and NiCrBSi/WC-Ni composite coatings // *Wear*. – 2011. – Vol. 270 (7–8). – P. 492–498. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2011.01.003>
24. Mendoza-Serna, R., Méndez-Vivar, J., Loyo-Arnaud, E., & Martínez-Fuentes, S. S. Sintering of SiO₂-Al₂O₃-TiO₂ and SiO₂-Al₂O₃-ZrO₂ obtained by the sol-gel process // *Key Engineering Materials*. – 2004. – Vol. 264–268. – P. 355–358. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.264-268.355>
25. Hornik, J., Krum, S., Tondl, D., & Puchnin, M. Multilayer coatings Ti/TiN, Cr/CrN and W/WN deposited by magnetron sputtering for improvement of adhesion to base materials // *Acta Polytechnica*. – 2015. – Vol. 55(6). – P. 388–392. <https://doi.org/10.14311/AP.2015.55.0388>
26. He, B., Zhang, L., Yun, X., Wang, J., Zhou, G., Chen, Z., & Yuan, X. Comparative study of HVOF Cr₃C₂-NiCr coating with different bonding layer on the interactive behavior of fatigue and corrosion // *Coatings*. – 2022. – Vol. 12(3). – P. 307. <https://doi.org/10.3390/coatings12030307>
27. Hebbale, A. M., Kumar, M., Soudagar, M. E. M., Ahamad, T., Kalam, M. A., Mubarak, N. M., & Khalid, M. A comparative study on characteristics of composite (Cr₃C₂-NiCr) clad developed through diode laser and microwave energy // *Scientific Reports*. – 2023. – Vol. 13(1). – P. 10778. <https://doi.org/10.1038/s41598-023-37991-4>
28. Liu, X., Shen, C., Hu, K., Wang, H., Li, Y., & He, J. Improvement in high-velocity air-fuel-sprayed Cr₃C₂-NiCr/(NiAl, NiCr) composite coatings by annealing heat treatment // *Journal of Materials Engineering and Performance*. – 2023. – Vol. 32. – P. 199–210. <https://doi.org/10.1007/s11665-022-06938-7>
29. Zhang Y., Wang J., Li S. High-temperature oxidation of zirconium alloys: Mechanisms and protective strategies // *Corrosion Science*. – 2019. – Vol. 157. – P. 103185. <https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.103185>
30. Sidhu T.S., Prakash S., Agrawal R.D. State of the art of HVOF coating investigations – A review // *Marine Technology Society Journal*. – 2005. – Vol. 39, No. 2. – P. 53–64. <https://doi.org/10.4031/002533205787443908>
31. Lee S., Choi J., Kim T. Development of metal-ceramic composite coatings for zirconium alloys in nuclear reactors // *Surface and Coatings Technology*. – 2020. – Vol. 402. – P. 126647. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2020.126647>
32. Kim Y., Park H. Advances in protective coating technology for zirconium alloys used in nuclear applications // *Journal of Nuclear Materials*. – 2018. – Vol. 508. – P. 7–15. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2018.05.033>
33. Bossis P., Pecheur D., Hanifi K., Thomazet J., Blat M. Comparison of the high burn-up corrosion on M5 and low tin Zircaloy-4 // *Proceedings of the 14th International Symposium on Zirconium in the Nuclear Industry*. – 2006. – Vol. 3. – P. 494–525. <https://doi.org/10.1520/JAI12404>
34. Kim J.H., Choi B.K., Baek J.H., Jeong Y.H. Effects of oxide and hydrogen on the behavior of Zircaloy-4 cladding during the loss of the coolant accident (LOCA) // *Nuclear Engineering and Design*. – 2006. – Vol. 236, No. 22. – P. 2386–2393. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2006.02.012>
35. Zieliński A., Sobieszczyk S. Hydrogen enhanced degradation and oxide effects in zirconium alloys for nuclear applications // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2011. – Vol. 36. – P. 8619–8629. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2011.04.002>
36. Charit I. Accident tolerant nuclear fuels and cladding materials // *JOM*. – 2018. – Vol. 70. – P. 173–175. <https://doi.org/10.1007/s11837-017-2701-3>
37. Motta A.T., Capolungo L., Chen L.Q., Cinbiz M.N., Daymond M.R., Koss D.A., Lacroix E., Pastore G., Simon P.-C.A., Tonks M.R., et al. Hydrogen in zirconium alloys:

- A review // *Journal of Nuclear Materials*. – 2019. – Vol. 518. – P. 440–460.
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2019.02.042>
38. Duan Z., Yang H., Satoh Y., Murakami K., Kano S., Zhao Z., Shen J., Abe H. Current status of materials development of nuclear fuel cladding tubes for light water reactors // *Nuclear Engineering and Design*. – 2017. – Vol. 316. – P. 131–150.
<https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2017.02.031>
 39. Motta A.T., Chen L.Q. Hydrogen embrittlement and high-temperature oxidation of zirconium alloys in nuclear reactors // *Progress in Materials Science*. – 2015. – Vol. 77. – P. 411–461.
<https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.04.002>
 40. eitov, B., Kurbanbekov, S., Baltabayeva, D., Kakimzhanov, D., Katpayeva, K., Temirbekov, A., Bekbayev, S., & Mussakhan, N. Review of Physical and Mechanical Properties, Morphology, and Phase Structure in Cr₃C₂-NiCr Composite Coatings Sprayed by HVOF Method // *Coatings*. – 2025. – Vol. 15(4). – P. 479.
<https://doi.org/10.3390/coatings15040479>
 41. Fotovvati, B., Namdari, N., & Dehghanghadikolaei, A. On Coating Techniques for Surface Protection: A Review // *Journal of Manufacturing and Materials Processing*. – 2019. – Vol. 3(1). – P. 28.
<https://doi.org/10.3390/jmmp3010028>
 42. Vashishtha, N.; Khatirkar, S. G.; Sapate, RK Tribological behavior of HVOF sprayed WC-12Co, WC-10Co-4Cr and Cr₃C₂-25NiCr coatings // *Tribol. Int.* – 2017. – Vol. 105. – P. 55–68. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2016.09.025>
 43. Lauzuardy, J.; Basuki, E. A.; Martides, E.; Septianissa, S.; Prawara, B.; Junianto, E.; Riyanto, E. Microstructure Characteristics of Cr₃C₂-NiCr Coatings Deposited with the High-Velocity Oxy-Fuel Thermal-Spray Technique // *Mater. Technol.* – 2024. – Vol. 58(2). – P. 137–145.
<https://doi.org/10.17222/mit.2023.869>
 44. Zhu L., Wang S., Pan H., Yuan C., Chen X. Research on remanufacturing strategy for 45 steel gear using H13 steel powder based on laser cladding technology // *Journal of Manufacturing Processes*. – 2020. – Vol. 49. – P. 344–354. <https://doi.org/10.1016/j.jmapro.2019.12.009>
 45. Janka L. Thermally sprayed Cr₃C₂-NiCr coatings: improving the abrasion resistance. – 2018.
 46. Chen T., Xu L., Liu X. Hydrogen-induced embrittlement and degradation of zirconium alloys in nuclear reactors: A review // *Journal of Nuclear Materials*. – 2021. – Vol. 543. – P. 152536.
<https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2021.152536>
 47. Wang, B.Q., Luer, L. High Erosion Temperature of Cr₃C₂-NiCr Thermal Spray Coatings – The Role of Phase Microstructure // *Wear*. – 1994. – Vol. 174, No. 1–2. – P. 177–185. [https://doi.org/10.1016/0043-1648\(94\)90100-7](https://doi.org/10.1016/0043-1648(94)90100-7)
 48. Matthews, S., James, B., Hyland, M. High Erosion Temperature of Cr₃C₂-NiCr Thermal Spray Coatings – The Role of Phase Microstructure // *Surface and Coatings Technology*. – 2009. – Vol. 203, No. 9. – P. 1144–1153.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2008.10.008>
 49. Xie, M., Lin, Y., Ke, P., Wang, S., Zhang, S., Zhen, Z., Ge, L. Influence of Process Parameters on High Velocity Oxy-Fuel Sprayed Cr₃C₂-25%NiCr Coatings // *Coatings*. – 2017. – Vol. 7, No. 7. – P. 98.
<https://doi.org/10.3390/coatings7070098>
 50. Poirier, D., Legoux, J. G., Lima, R.S. Engineering HVOF-Sprayed Cr₃C₂-NiCr Coatings: The Effect of Particle Morphology and Spraying Parameters on the Microstructure, Properties, and High Temperature Wear Performance // *Journal of Thermal Spray Technology*. – 2013. – Vol. 22. – P. 280–289. <https://doi.org/10.1007/s11666-012-9833-3>
 51. Sahraoui, T., Fenineche, N.E., Montavon, G., Coddet, C. Structure and Wear Behavior of HVOF Sprayed Cr₃C₂-NiCr and WC-Co Coatings // *Materials & Design*. – 2003. – Vol. 24, No. 5. – P. 309–313.
[https://doi.org/10.1016/S0261-3069\(03\)00059-1](https://doi.org/10.1016/S0261-3069(03)00059-1)
 52. Bolelli, G., Berger, L.M., Börner, T., Koivuluoto, H., Matikainen, V., Lusvardi, L., Lyphout, C., Markocsan, N., Nylén, P., Sassatelli, P., Trache, R., Vuoristo, P. Sliding and Abrasive Wear Behavior of HVOF- and HVOF-Sprayed Cr₃C₂-NiCr Hardmetal Coatings // *Wear* – 2016. – Vol. 358–359. – P. 32–50.
<https://doi.org/10.1016/j.wear.2016.03.034>
 53. Zhou, W., Zhou, K., Li, Y., Deng, C., Zeng, K. High Temperature Wear Performance of HVOF-Sprayed Cr₃C₂-WC-NiCoCrMo and Cr₃C₂-NiCr Hardmetal Coatings // *Applied Surface Science*. – 2017. – Vol. 416. – P. 33–44.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2017.04.132>
 54. Zhou, Z., Duan, D., Li, S., Sun, D., Yong, J., Jiang, Y., He, W., Xu, J. Microstructure and High-Temperature Properties of Cr₃C₂-NiCr Nanoceramic Coatings Prepared by HVOF // *Coatings*. – 2023. – Vol. 13, No. 10. – P. 1741.
<https://doi.org/10.3390/coatings13101741>
 55. Selvam Kevin, P., Tiwari, A., Seman, S., Beer Mohamed, S.A., Jayaganthan, R. Erosion-Corrosion Protection Due to Cr₃C₂-NiCr Cermet Coating on Stainless Steel // *Coatings*. – 2020. – Vol. 10, No. 11. – P. 1042.
<https://doi.org/10.3390/coatings10111042>
 56. Rakhadilov B., Muktanova N., Seitkhanova A., Kakimzhanov D., Dautbekov M. Investigation of the Influence of the Oxygen Flow Rate on the Mechanical, Structural and Operational Properties of 86WC-10Co-4Cr Coatings, as Determined Using the High-Velocity Oxyfuel Spraying Method // *Coatings*. – 2024. Vol. 14, No. 10. – P. 1275. <https://doi.org/10.3390/coatings14101275>
 57. Kurbanbekov S., Rakhadilov B., Kakimzhanov D., Seitov B., Katpaeva K., Kurmantayev A., Dautbekov M., Kengesbekov A. Research on the Structural-Phase and Physical-Mechanical Characteristics of the Cr₃C₂-NiCr Composite Coating Deposited by the HVOF Method on E110 Zirconium Alloy // *Coatings*. – 2024. – Vol. 14. – P. 1030. <https://doi.org/10.3390/coatings14081030>
 58. Zhang C., Ma H., Bao C. Corrosive Wear Mechanism of Supersonic Atmospheric Plasma Spray Coating of Hydraulic Supports in Industrial Environment // *J. Mater. Eng. Perform.* – 2025. – Vol. 34. – P. 520–530.
<https://doi.org/10.1007/s11665-023-09059-x>
 59. Lin L., Li G.L., Wang H.D., Kang J.J., Xu Z.L., Wang H.J. Structure and wear behavior of NiCr- Cr₃C₂ coatings sprayed by supersonic plasma spraying and high velocity oxy-fuel technologies // *Appl. Surf. Sci.* – 2015. – Vol. 356. – P. 383–390.
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.08.019>
 60. Alroy R.J., Kamaraj M., Sivakumar G. Influence of processing condition and post-spray heat treatment on the tribological performance of high velocity air-fuel sprayed Cr₃C₂-25NiCr coatings // *Surf. Coat. Technol.* – 2023. – Vol. 463. – P. 129498.
<https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2023.129498>

61. Magnani M., Suegama P.H., Espallargas N., Fugivara C.S., Dosta S., Guilemany J.M., Benedetti A.V. Corrosion and Wear Studies of Cr₃C₂-NiCr -HVOF Coatings Sprayed on AA7050 T7 Under Cooling // *J. Therm. Spray Technol.* – 2009. – Vol. 18. – P. 353–363. <https://doi.org/10.1007/s11666-009-9305-6>
62. Du J.-Y., Li F.-Y., Li Y.-L., Wang L.-M., Lu H.-Y., Ran X.-J., Zhang X.-Y. Influences of plasma arc remelting on microstructure and service performance of Cr₃C₂-NiCr/NiCrAl composite coating // *Surf. Coat. Technol.* – 2019. – Vol. 369. – P. 16–30. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.04.037>
63. Jonda, E., Łatka, L., & Pakieła, W. Microstructure and selected properties of Cr₃C₂-NiCr coatings obtained by HVOF on magnesium alloy substrates // *Materials.* – 2020. – Vol. 13(12). – P. 2775. <https://doi.org/10.3390/ma13122775>
64. Shunmuga Priyan M., Azad A., Araffath S.Y. Influence of HVOF Parameters on the Wear Resistance of Cr₃C₂-NiCr Coating // *J. Mater. Sci. Surf. Eng.* – 2016. – Vol. 4. – No. 2. – P. 355–359.
65. Chhabra P., Kaur M. Wear and Friction Characteristics of Atmospheric Plasma Sprayed Cr₃C₂-NiCr Coatings // *Tribol. Mater. Surf. Interfaces.* – 2020. – Vol. 14, No. 3. – P. 177–192. <https://doi.org/10.1080/17515831.2020.1720383>
66. Li W., Tang P., Shang L., He D., Wang L., Zhang G., Jin K. Tribological Behaviors of CrN/Cr₃C₂-NiCr Duplex Coating at Elevated Temperatures // *Surf. Coat. Technol.* – 2019. – Vol. 378. – P. 124926. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.124926>
67. Rakhadilov B., Muktanova N., Kakimzhanov D., Adilkanova M., Kurbanbekov S., Abdulina S. Influence of Varying the Spraying Distance on the Structural-Phase State and Mechanotribological Properties of 86WC-10Co-4Cr-Based Coatings Obtained by the HVOF Method // *Coatings.* – 2024. – Vol. 14, No. 3. – P. 264. <https://doi.org/10.3390/coatings14030264>
68. Huang C., Du L., Zhang W. Friction and Wear Characteristics of Plasma-Sprayed Self-Lubrication Coating with Clad Powder at Elevated Temperatures up to 800 °C // *J. Therm. Spray Technol.* – 2014. – Vol. 23. – P. 463–479. <https://doi.org/10.1007/s11666-013-9996-6>
69. Chhabra P., Kaur M., Singh S. High Temperature Tribological Performance of Atmospheric Plasma Sprayed Cr₃C₂-NiCr Coating on H13 Tool Steel // *Mater. Today: Proc.* – 2020. – Vol. 33. – P. 1518–1530. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2020.03.536>
70. Prudenziati M., Gazzadi G.C., Medici M., et al. Cr₃C₂-NiCr HVOF-Sprayed Coatings: Microstructure and Properties Versus Powder Characteristics and Process Parameters // *J. Therm. Spray Technol.* – 2010. – Vol. 19. – P. 541–550. <https://doi.org/10.1007/s11666-009-9458-3>
71. Mahade S. Investigating Load-Dependent Wear Behavior and Degradation Mechanisms in Cr₃C₂-NiCr Coatings Deposited by HVAF and HVOF // *J. Mater. Res. Technol.* – 2021. – Vol. 15. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(00\)01383-6](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(00)01383-6)
72. Bobzin, K., Zhao, L., Oete, M., Königstein, T., & Steeger, M. Impact wear of an HVOF-sprayed Cr₃C₂-NiCr coating // *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials.* – 2017. – Vol. 70. – P. 281–287. <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2017.10.011>
73. Ding, Y. Effects of elevated temperature exposure on the microstructural evolution of Ni(Cr)-Cr₃C₂ coated 304 stainless steel (Doctoral dissertation). University of Nottingham. – 2009.

**HVOF ӘДІСІМЕН ТҮНДЫРЫЛҒАН Cr_3C_2-NiCr ЖАБЫНДАРЫНЫҢ ФИЗИКАЛЫҚ-
МЕХАНИКАЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІ МЕН ФАЗАЛЫҚ ҚҰРАМЫНА ШОЛУ**

Ш. Р. Курбанбеков^{1,2}, Д. Э. Балтабаева^{1,2*}, Б. Ж. Сейтов¹, Ю. О. Амангельдиева¹, А. Н. Әбдімүтәліп¹

¹ *Х.А. Ясауи атындағы халықаралық қазақ-түрік университеті, Түркістан, Қазақстан*

² *«Инновациялық технологиялар институты және жаңа материалдар» ЖШС, Түркістан, Қазақстан*

* Байланыс үшін E-mail: dil.baltabaeva315@gmail.com

Бұл шолу мақаласында хром карбиді-никель-хром (Cr_3C_2-NiCr) жабындарының микроқұрылымының қалыптасуына және өнімділік сипаттамаларына жоғары жылдамдықты оттегі-отынды бүрку (HVOF) параметрлерінің әсерін егжей-тегжейлі талдау қарастырылған. Сыртқы қарқынды жүктемелер кезінде жабынның механикалық әрекетін анықтайтын тығыздық, кеуектілік, жабысқақ беріктік және микроқаттылықты қамтитын негізгі құрылымдық параметрлер зерттеледі. Тозуға төзімділік механизміне, субстратқа адгезияның беріктігіне және қатты механикалық әсерлер жағдайында жұмыс істеу үшін өте маңызды шаршаудың бұзылуына төзімділікке ерекше назар аударылады. Өртүрлі HVOF бүрку режимдерінің жабындардың фазалық сипаттамаларына әсері, сондай-ақ олардың пайдалану сипаттамаларымен корреляциясы қарастырылады. Жүргізілген талдаулар негізінде Cr_3C_2-NiCr жабындарын авиацияда, энергетикада және машина жасау өнеркәсібінде қолданудың перспективалы бағыттары тұжырымдалған, олар жоғары тозуға төзімділік пен термиялық тұрақтылықты үйлестіруді талап етеді.

Түйін сөздер: *HVOF әдісі, Cr_3C_2-NiCr жабыны, физикалық-механикалық қасиеттері, XRD, үйкеліс коэффициенті.*

**REVIEW OF THE PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES AND PHASE COMPOSITION OF
 Cr_3C_2-NiCr COATINGS DEPOSITED BY THE HVOF METHOD**

Sh. R. Kurbanbekov^{1,2}, D. E. Baltabaeva^{1,2*}, B. Zh. Seytov¹, Yu. O. Amangel'dieva¹, A. N. Abdimutalip¹

¹ *International Kazakh-Turkish University named after H.A. Yasawi, Turkestan, Kazakhstan*

² *“Institute of Innovative Technologies and New Materials” LLP, Turkestan, Kazakhstan*

* E-mail for contacts: dil.baltabaeva315@gmail.com

This review provides a detailed analysis of the influence of high-velocity oxygen-fuel spraying (HVOF) parameters on the microstructure formation and performance characteristics of chromium carbide-nickel-chromium (Cr_3C_2-NiCr) coatings. Key structural parameters, including density, porosity, adhesive strength, and microhardness, which determine the mechanical behavior of the coating under intense external loads, are investigated. Particular attention is paid to the mechanism of wear resistance, adhesion strength to the substrate, and resistance to fatigue failure, which is critical for operation under extreme mechanical stress. The effect of various HVOF spraying modes on the phase features of the coatings, as well as their correlation with performance characteristics, is considered. Based on the analysis, promising areas of application of Cr_3C_2-NiCr coatings in the aviation, energy and mechanical engineering industries are formulated, requiring a combination of high wear resistance and thermal stability.

Keywords: *HVOF method, Cr_3C_2-NiCr coatings, physical and mechanical properties, XRD, coefficient of friction.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-25-36>

УДК 539.2

ХИМИЧЕСКОЕ КОНТАКТНО-ОБМЕННОЕ ОСАЖДЕНИЕ МЕДИ НА ПОРИСТЫЙ КРЕМНИЙ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ НАНОКОМПОЗИТНЫХ ПЛЁНОК

**А. В. Бондаренко¹, А. К. Даулетбекова², А. А. Бурко¹, Д. Д. Лапутько¹, А. А. Шапель¹, В. М. Кошкарлова¹,
А. Т. Акилбеков², Д. А. Джунисбекова^{2*}, А. А. Абдрахметова², З. К. Баймуханов²**

¹ *Лаборатория «Прикладная плазмоника», Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники, Минск, Беларусь*

² *НАО «Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева», Астана, Казахстан*

* E-mail для контактов: diana911115@gmail.com

Исследованы закономерности химического контактно-обменного осаждения тонких плёнок меди на пористый кремний. Для осаждения меди использованы водные и водно-спиртовые растворы сернокислой меди с добавками фтористоводородной кислоты. Определено оптимальное соотношение концентраций компонентов раствора, позволяющее контролировать кинетику процесса осаждения и получать блестящие плёнки меди с хорошей адгезией к кремниевой подложке.

Установлено, что на пористый кремний медь осаждается в виде плёнки, состоящей из зёрен микро- и нанометрового размера. Плотность упаковки и размер зёрен меди определяются как временем осаждения, так и диаметром пор пористого кремния. Показано, что при пористости до 10% зарождение медных зёрен происходит только на вершинах кремниевых нанокристаллитов матрицы пористого кремния. Увеличение пористости приводит к одновременному зарождению зёрен меди на внутренней поверхности каналов пор и вершинах кремниевых нанокристаллитов. Зарегистрированы спектры отражения нанокомпозитных плёнок. Установлено, что максимальная интенсивность полосы поглощения, обусловленная поверхностным плазмонным резонансом, характерна для плёнки, осаждённой в течение 5 минут из спиртосодержащего раствора на пористый кремний, который сформирован на пластине КЭС-0,01 (111). Таким образом, варьируя размерами пор пористого слоя и условиями осаждения, можно изготавливать различные типы тонкопленочных нанокомпозитных структур из кремния и меди, перспективные для применения в качестве функциональных наноматериалов электроники и фотоники.

Ключевые слова: пористый кремний, химическое контактно-обменное осаждение, наночастицы меди, поверхностный плазмонный резонанс, нанокомпозитные плёнки.

ВВЕДЕНИЕ

Пористый кремний (ПК) является одним из перспективных функциональных наноматериалов электроники и фотоники. ПК может быть изготовлен методом электрохимического травления монокристаллического кремния в растворах на основе фтористоводородной кислоты, влекущего за собой образование многочисленных пор нанометровых размеров в кремниевой подложке [1–3].

Первоначально ПК использовался в микроэлектронике исключительно в качестве изолирующего материала [4]. Позже было обнаружено, что ПК, в отличие от монокристаллического, может вести себя как прямозонный полупроводник, демонстрируя интенсивную фото- и электролюминесценцию [5–7]. Этот эффект привлекателен с точки зрения создания светоизлучающих приборов, интегрированных с другими электронными компонентами на кремниевой подложке [8–10]. Широкие возможности применения существуют у ПК в биомедицине благодаря его биосовместимости [10, 11] и фотовольтаике в связи с его хорошо выраженными антиотражающими свойствами [13].

Кроме того, ПК часто используется в качестве матрицы для осаждения металлов с целью создания нанокompозитных структур, которые обладают

свойствами, нехарактерными для монокристаллического кремния [14, 15]. ПК при этом играет роль не только формообразующей подложки, но и частично определяет физические, электрические и оптические свойства нанокompозита. Причем структурными параметрами ПК можно легко управлять путем варьирования типа исходного монокристаллического кремния и условий электрохимического травления. Одним из наиболее интересных металлов для интеграции с кремнием является медь в силу её высокой электропроводности [16], выраженных плазмонных свойств [17, 18] и антибактериальной активности [19, 20].

Для осаждения меди на ПК можно использовать вакуумные методы: термическое испарение, катодное, магнетронное или плазменное напыление. Основным недостатком таких методов является невозможность глубокого проникновения меди в ПК. Также к недостаткам вакуумных технологий относятся их энергоёмкость, необходимость применения дорогостоящего оборудования и специальных площадей. Поэтому для формирования нанокompозитов медь/ПК больше подходят методы осаждения меди из жидких растворов, в частности, химическое контактно-обменное осаждение. Данный метод основан на реакции замещения атомов кремния атомами

осаждаемого металла. Это типичный процесс так называемого коррозионного растворения кремния под воздействием окисляющего агента в виде ионов металла с положительным окислительно-восстановительным потенциалом. При этом сопряжённая с окислением кремния реакция восстановления металла приводит к его осаждению. В качестве травителя для удаления SiO_2 , образующегося под покрытием из металла, используют фтористоводородную кислоту (HF) [21]. Принципиально важным достоинством подобного метода является возможность получения развитого и проникающего вглубь пористого слоя металлического контакта. Также среди его преимуществ следует выделить простоту и дешевизну, низкую температуру процесса и возможность селективного осаждения металлов.

В настоящей работе установлены закономерности химического контактно-обменного осаждения меди на поверхность образцов ПК, а также выполнен анализ морфологии и оптических параметров полученных нанокompозитных плёнок. Результаты исследований представляют интерес для разработки технологии формирования функциональных покрытий с плазмонными свойствами для устройств электроники и фотоники.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТОВ

Методика формирования пористого кремния

В качестве исходных подложек были использованы пластины монокристаллического кремния диаметром 100 мм, легированного сурьмой, с удельным сопротивлением $\rho = 0,01 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ и ориентациями (111) и (100). Пластины нарезались на образцы размером $3,5 \times 3,5 \text{ см}^2$. Предварительная очистка поверхности кремниевых пластин от органических загрязнений проводилась путем их выдержки в течение 5 минут в смеси из насыщенного раствора CrO_3 и концентрированной H_2SO_4 . После этого они трижды промывались дистиллированной водой в течение 60 секунд и высушивались методом центрифугирования. Формирование ПК осуществлялось методом электрохимического травления (анодной обработки) монокристаллического кремния в водно-спиртовом растворе HF при помощи потенцио/гальваностата AUTOLAB PGSTAT302. Непосредственно перед анодной обработкой каждый образец кремниевой пластины погружался на 30 секунд в водный раствор HF (4,5 %) для удаления слоя естественного оксида кремния SiO_2 . Затем образец размещался в электролитической ячейке с площадью активного отверстия 3 см^2 . Контакт к задней стороне образца кремниевой пластины служил спектрально чистый графитовый диск. Катод представлял собой спираль из платиновой проволоки. Для формирования ПК был использован электролит, состоящий из HF (45%), H_2O и $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, смешанных в объёмном соотношении 1:3:1. Анодная обработка для пластин с ориентацией (100) проводилась при плотности тока 20, 40, 53, 80 и

100 мА/см^2 в течение различных периодов времени, для пластин с ориентацией (111) – при $j = 80 \text{ мА/см}^2$ в течение 115 секунд. По завершении процесса электрохимического травления ячейка с образцом трижды промывалась в течение 60 секунд в дистиллированной воде и один раз в $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ в течение 30 секунд. Затем образец извлекался из ячейки и высушивался методом центрифугирования для дальнейшего анализа структурных параметров пористого слоя либо производилось осаждение меди на поверхность ПК.

Химическое контактно-обменное осаждение меди на пористый кремний

Как было упомянуто ранее, формирование нанокompозитных структур медь/ПК осуществлялось с использованием метода химического контактно-обменного осаждения. Для этого в ячейку с образцом ПК заливался водный раствор $0,025 \text{ М CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ и HF (45 %), смешанные в объёмном соотношении 100:1 (бесспиртовой раствор). Время выдержки образцов в бесспиртовом растворе варьировалось от 1 до 5 минут. Кроме того, была проведена серия аналогичных экспериментов по осаждению меди в ПК из раствора, состоявшего из водного раствора $0,025 \text{ М CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, HF (45 %) и $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$, смешанных в объёмном соотношении 100:1:4 (спиртовой раствор). Добавление спирта способствовало улучшению смачиваемости поверхности ПК раствором, а следовательно, более быстрому обмену реагентов в процессе химического осаждения меди. После выдержки образцов в растворе для осаждения меди они извлекались из ячейки, промывались в $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ в течение 60 секунд, а затем высушивались на воздухе при комнатной температуре.

Анализ структуры и оптических параметров экспериментальных образцов

Пористость ПК определялась гравиметрическим методом при помощи микроаналитических электронных весов Sartorius CP225D, обеспечивающих инструментальную погрешность измерений не более 10 мкг. Для расчета использовалась формула:

$$\Pi = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{Si}} \cdot S \cdot d} \cdot 100\%, \quad (1)$$

где m_1 – масса образца до анодной обработки, г; m_2 – масса образца после анодной обработки, г; S – площадь поверхности образца пластины кремния, подвергнутого анодированию, см^2 ; d – толщина ПК, см; ρ_{Si} – плотность исходного монокристаллического кремния, г/см^3 .

При этом гравиметрические измерения проводились для трех образцов, изготовленных при одинаковых условиях, что позволило определить среднее значение пористости и его девиацию.

Морфология и структура экспериментальных образцов были изучены при помощи сканирующего электронного микроскопа (СЭМ) Hitachi-4800.

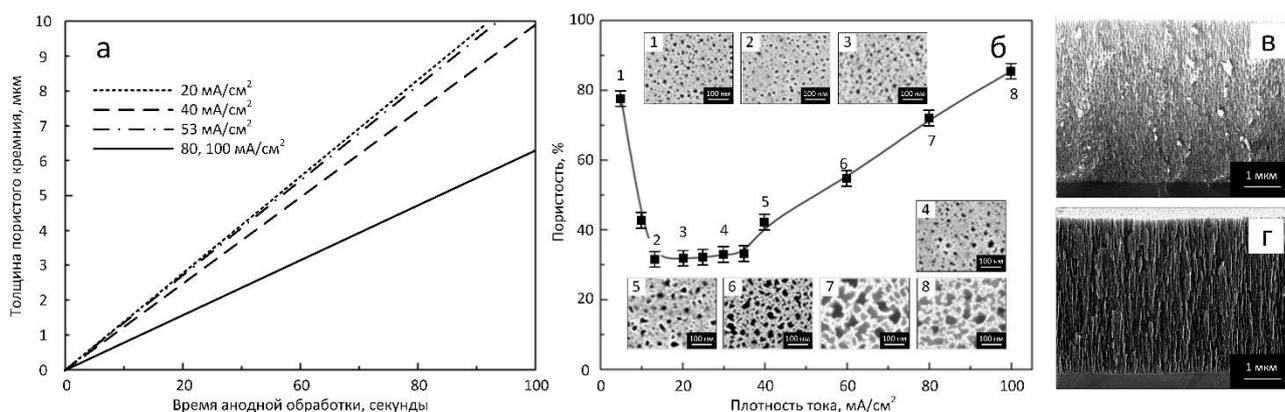


Рисунок 1. Результаты анализа кинетики роста и структурных параметров ПК: графические зависимости толщины слоя ПК/КЭС-0,01 (100) от времени анодной обработки (а); графическая зависимость пористости ПК от плотности анодного тока и СЭМ изображения поверхности соответствующих образцов (б); СЭМ изображения поперечных сколов образцов ПК/КЭС-0,01 (100) и ПК/КЭС-0,01 (111) соответственно (в, г)

Анализ структурных параметров образцов проводился по их СЭМ изображениям при помощи программного обеспечения Image J.

Фазовый и элементный составы экспериментальных образцов были определены рентгеноструктурным анализом на установке ДРОН-3.

Для анализа оптических свойств нанокompозитов медь/ПК были зарегистрированы их спектры отражения при помощи спектрофотометра МС 122. Спектральный диапазон измерений составил от 200 до 1100 нм с номинальной ступенью квантования 2 нм.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Кинетика роста и структурные параметры пористого кремния

На рисунке 1 (а) представлены зависимости толщины слоев ПК/КЭС-0,01 (100), приготовленных при различных плотностях тока, от времени анодной обработки. Все зависимости носят линейный характер, что хорошо согласуется с данными, полученными другими научными коллективами [22]. С повышением плотности анодного тока угол наклона прямых $d_{ПК} = f(t)$ по отношению к оси времени увеличивается, что указывает на ускорение процесса протравливания кремния, сопряженного с образованием ПК. Линейность графиков $d_{ПК} = f(t)$ свидетельствует о постоянстве скорости формирования ПК для любого значения j в исследованном диапазоне. Этот факт говорит об одинаковом приращении толщины слоя ПК при неизменной плотности тока за равные промежутки времени.

Для структурных исследований было изготовлено несколько кремниевых подложек с ПК, пористость слоёв которого варьировалась. Время анодной обработки подбиралось таким образом, чтобы толщина пористого слоя на всех образцах была одинаковой и составляла $4,5 \pm 0,5$ мкм. Это было необходимо для установления вероятности изменения пористости на различных глубинах ПК. Данные по влиянию j на пористость ПК, а также СЭМ изображения поверхности

соответствующих образцов представлены на рисунке 1 (б). Видно, что в диапазоне плотностей анодного тока от 3 до 100 mA/cm² формируются слои с пористостью от $32 \pm 2\%$ (образец 2) до $85 \pm 2\%$ (образец 8). Необходимо отметить, что девиация пористости по результатам гравиметрических измерений составила $\pm 2\%$ для всех образцов ПК. Интересен тот факт, что ПК с одинаковой пористостью можно получать при различных j . Например, слой с пористостью $60 \pm 2\%$ образуется при плотностях анодного тока 10 и 60 mA/cm².

При изучении внутренней структуры ПК были проанализированы СЭМ фотографии поперечных сколов экспериментальных образцов, примеры которых представлены на рисунке 1 (в, г) для случаев ПК с пористостью $72 \pm 2\%$ (плотность тока – 80 mA/cm²) и $85 \pm 2\%$ (плотность тока – 100 mA/cm²), полученных в пластинах кремния КЭС-0,01 с ориентацией (111) и (100) соответственно. Несмотря на различие кристаллографических ориентаций, слои ПК имеют похожую структуру. Таким образом, при использованных плотностях тока ориентация исходной пластины кремния не влияет значительным образом на структурные параметры ПК. Было также установлено, при низких плотностях тока (до 15 mA/cm²) ПК имеет древовидную структуру с невыраженным направлением роста каналов пор. Переход к менее разветвленной структуре происходит в диапазоне плотностей токов от 15 до 25 mA/cm². При более высоких значениях j наблюдается формирование ПК, образованного упорядоченным массивом каналов пор, направление роста которых идет перпендикулярно от поверхности в глубину пластины кремния. Причем степень разветвленности стенок пор уменьшается с повышением плотности тока. Для установления возможной причины наблюдаемых различий в структуре слоев ПК, получаемых при низких и высоких плотностях анодного тока, необходимо вернуться к рисунку 1 (б). При его анализе становится понятно, что зависи-

мость пористости ПК от j условно разделена на две составляющие. Первая – участок низких плотностей тока – обусловлена протеканием как слабого электрохимического травления кремния, так и химического растворения стенок пор, обуславливающего их разветвление. Вторая составляющая больше связана с высокими плотностями анодного тока и сопровождается преимущественно электрохимическим травлением кремния, приводящего к формированию основного канала поры, направленного вертикально в них. На втором участке скорость электрохимического травления в донной части пор существенно превышает скорость химического растворения кремния на стенках каналов пор.

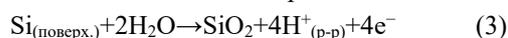
Для всех образцов ПК на низкоомных кремниевых подложках электронного типа проводимости (КЭС-0,01), полученных при плотности тока 20–100 мА/см², была характерна структура, представленная на рисунке 1 (в, г). При этом средний эквивалентный диаметр пор составил 50±40 нм. Таким образом, экспериментально установлено, что ПК, получаемый в указанных режимах, относится к мезопористому материалу.

Механизм химического контактно-обменного осаждения меди на пористый кремний

Рассмотрим механизм химического контактно-обменного осаждения меди на ПК. Известно, что восстановление катионов меди до атомарной формы происходит за счет присоединения электронов:



Источниками электронов восстановления при использовании подложек на основе кремния являются непосредственно атомы кремния. Благодаря положительному редокс-потенциалу меди, катионы этого металла способны окислять поверхность кремния, забирая у него электроны. Поэтому при погружении кремния в водные растворы солей меди происходит одновременное восстановление атомов металла (2) и образование под ними диоксида кремния:



Длительная выдержка монокристаллического кремния в водных растворах солей меди обуславливает формирование сплошного слоя диоксида кремния, который препятствует контакту реагентов из раствора и атомов кремния, что приводит к прекращению восстановления металла. Это ограничивает количество и равномерность распределения осадка на подложке даже при высокой концентрации катионов меди в исходном растворе.

В случае применения ПК значительный вклад в процесс восстановления атомов меди вносит присутствие на его развитой поверхности Si-H_x групп, которые возникают в результате гидратирования связей атомов кремния, оборванных в процессе электрохимического вытравливания пор. Si-H_x группы характеризуются повышенной реакционной активностью и

легко окисляются, также поставляя электроны для восстановления меди:



Таким образом, ПК играет роль не только одной из самых подходящих для создания нанокмозитов формообразующей подложки, но и является источником гораздо большего числа центров зарождения частиц меди по сравнению с монокристаллическим кремнием. Это позволяет равномерно осаждать медь в заданном объеме, необходимом для создания нанокмозитных структур.

Изучение поверхности экспериментальных образцов, детально описанное ниже показало, что после осаждения меди на внешнюю поверхность ПК (верхние участки кремниевых элементов) формируется плёнка, состоящая из наночастиц.

Фазовый и элементный составы нанокмозитов медь/пористый кремний

Анализ морфологии ПК после осаждения меди требовал в первую очередь исследования фазового и элементного составов экспериментальных образцов, определить которые позволяет метод рентгеновской дифрактометрии. На рисунке 2 представлены дифрактограммы, характерные для подложек ПК/КЭС-0,01, выдержанных в растворе для осаждения меди в течение различных периодов времени.

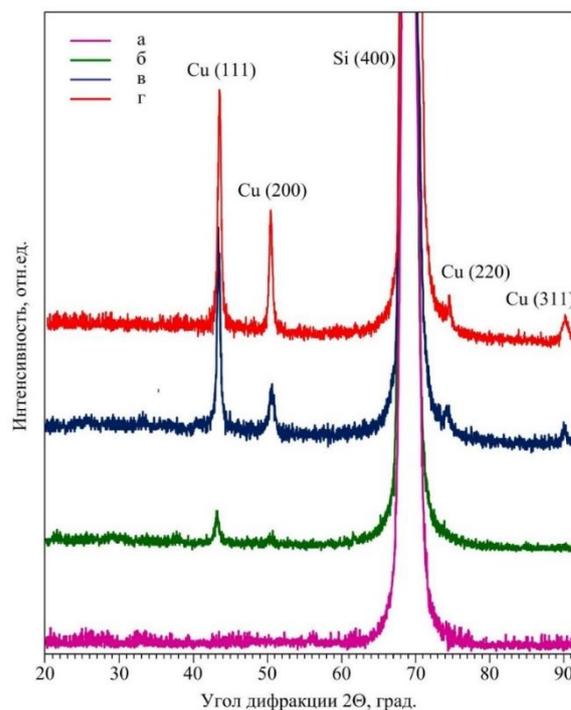


Рисунок 2. Дифрактограммы образцов ПК (а) до и после их выдержки в спиртовом растворе для химического контактно-обменного осаждения меди в течение 1 (б), 3 (в) и 5 (г) минут

В частности, рассмотрены примеры слоев ПК с пористостью 72±2% после их выдержки в спиртовом растворе для осаждения меди в течение 0, 1, 3 и 5

минут при температуре 20 °С. Ориентация пластины кремния соответствовала (100). Очевидно, что в процессе химического контактно-обменного осаждения на поверхности ПК сформировался поликристаллический осадок из меди. Это подтверждается наличием рефлексов, характерных для кристаллов меди с ориентацией (111), (200), (220), и (311). На всех дифрактограммах также присутствовали рефлексы высокой интенсивности, свидетельствующие о кристаллографической ориентации подложек монокристаллического кремния. При этом важно отметить, что анализ интенсивности рефлексов кристаллов меди показал, что они растут преимущественно с ориентацией (111) независимо от типа исходной кремниевой пластины.

Кинетика химического контактно-обменного осаждения меди и структура нанокompозитов медь/пористый кремний

Рассмотрим процесс химического контактно-обменного осаждения меди на внешнюю поверхность ПК. На рисунке 3 (а, б) представлены СЭМ изображения поверхности образцов ПК, полученных на пластинах КЭС-0,01 (100), выдержанных в спиртовом растворе. Видно, что для начальной стадии осаждения металла характерно формирование на поверхности ПК его отдельных наночастиц, которые образуют цепочки (рисунок 3 (а)). При этом формирование цепочек происходит на краях пор, что подтверждает факт повышенной реакционной активности областей нарушенной структуры кремния.

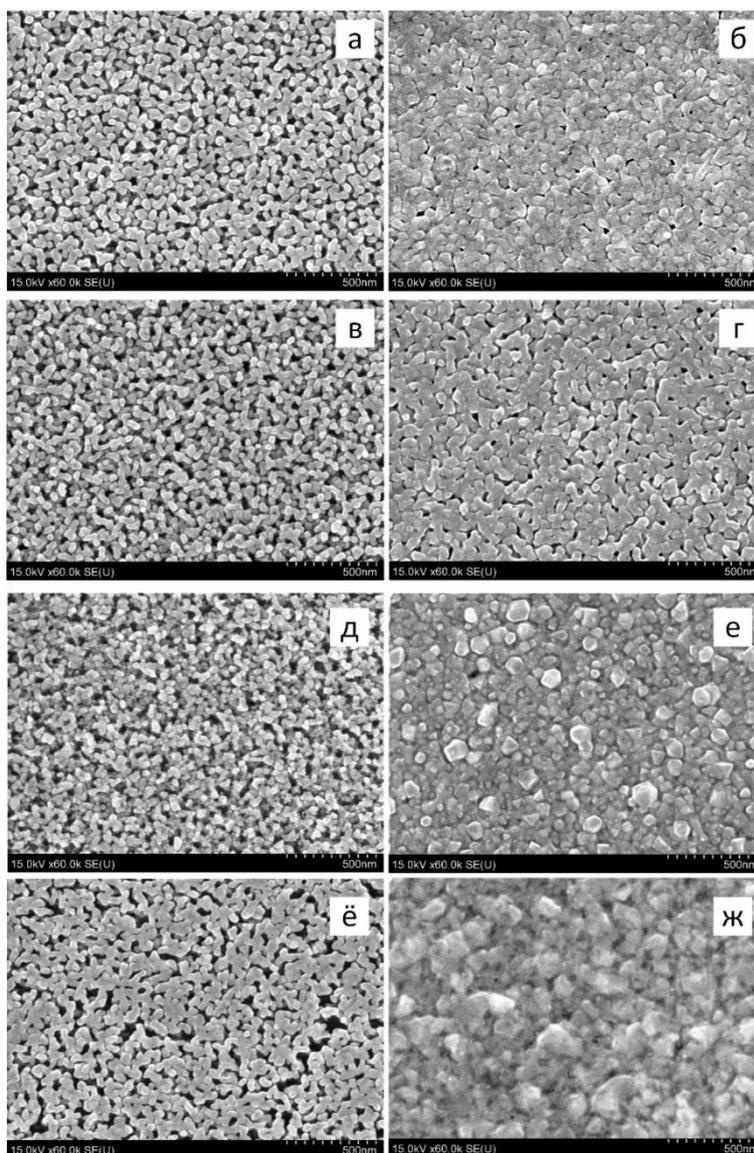


Рисунок 3. СЭМ изображения поверхности образцов ПК/КЭС-0,01 (100), выдержанных в спиртовом (а, б) и бесспиртовом (в, г) растворах для осаждения меди в течение 1 (а, в) и 4 (б, г) минут, и ПК/КЭС-0,01 (111), выдержанных в спиртовом (д, е) и бесспиртовом (ж, з) растворах для осаждения меди в течение 1 (а, в) и 5 (б, г) минут

Поперечный размер цепочек меди составляет от 10 до 30 нм (рисунок 3 (а)). Расстояние между ними колеблется в пределах от единиц до десятков нанометров.

Статистический анализ размеров наночастиц меди в цепочках показал, что их средний диаметр составил ~10 нм, а стандартное отклонение – 9 нм (рисунок 4 (а)). При дальнейшей выдержке образца в растворе, цепочки соединились между собой. Визуально структура, представленная на рисунке 3 (б), напоминает практически сплошную медную пленку, в которой не наблюдается отдельно расположенных частиц металла. Тем не менее, как видно из рисунка 4 (б), для этой структуры также был оценён средний размер составляющих её наночастиц меди, который незначительно увеличился в диаметре до ~15 нм. Стандартное отклонение также возросло до 13 нм.

Аналогичные исследования были выполнены для нанокompозитов, сформированных при использовании бесспиртового раствора. Это было сделано с целью изучить влияние спирта на морфологию покрытия из меди на ПК. СЭМ фотографии поверхности соответствующих образцов ПК представлены на рисунке 3 (в, г). Сравнительный анализ снимков структур, полученных в спиртовом и бесспиртовом растворах, показал, что на этапе образования цепочек из наночастиц меди спирт способствует увеличению их в диаметре. Как следует из гистограмм распределения наночастиц меди по размерам, в спиртовом растворе сформировались наночастицы размером 10,8 нм (рисунок 4 (а)), а в бесспиртовом – 6,7 нм (рисунок 4 (в)). Это обусловлено лучшим смачиванием поверхности образца в спиртовом растворе, которое приводит к более скорой коалесценции зародышей в наночастицы. Тем не менее, добавление спирта практически не влияет на поперечные размеры цепочек, которые остаются прежними. Следует отметить, что степень заполнения поверхности ПК наночастицами меди при малом времени осаждения сравнима для случаев со спиртовым и бесспиртовым растворами (рисунок 3 (а, в)). На следующем этапе слияния цепочек влияние спирта становится более очевидным. При сравнении СЭМ снимков поверхности образцов ПК, полученных на подложках ориентации (100), выдержанных в течении 4 минут в различных растворах (рисунок 3 (б, г)), можно сделать следующий вывод. С добавлением спирта в раствор для осаждения меди, расстояние между цепочками металла уменьшается, пленка становится более однородной, наблюдается почти полное смыкание частиц, что подтверждается описанными выше смачивающими свойствами спирта.

На следующем этапе изучения кинетики осаждения меди была рассмотрена серия образцов ПК/КЭС-0,01 (111), выдержанных в спиртовом растворе (рисунок 3 (д, е)). Видно, что на начальной стадии осаждения (рисунок 3 (д)) на поверхности ПК присутствуют наночастицы меди, размеры которых согласно оцен-

ке в программе Image J практически идентичны таковым на образцах с исходной ориентацией (100), как следует из рисунка 4 (в, г). Они также срослись между собой, но выраженных структур в виде цепочек не наблюдается. Необходимо отметить, что увеличилась степень заполнения поверхности, однако по-прежнему визуально заметно преимущественное расположение наночастиц по краям пор.

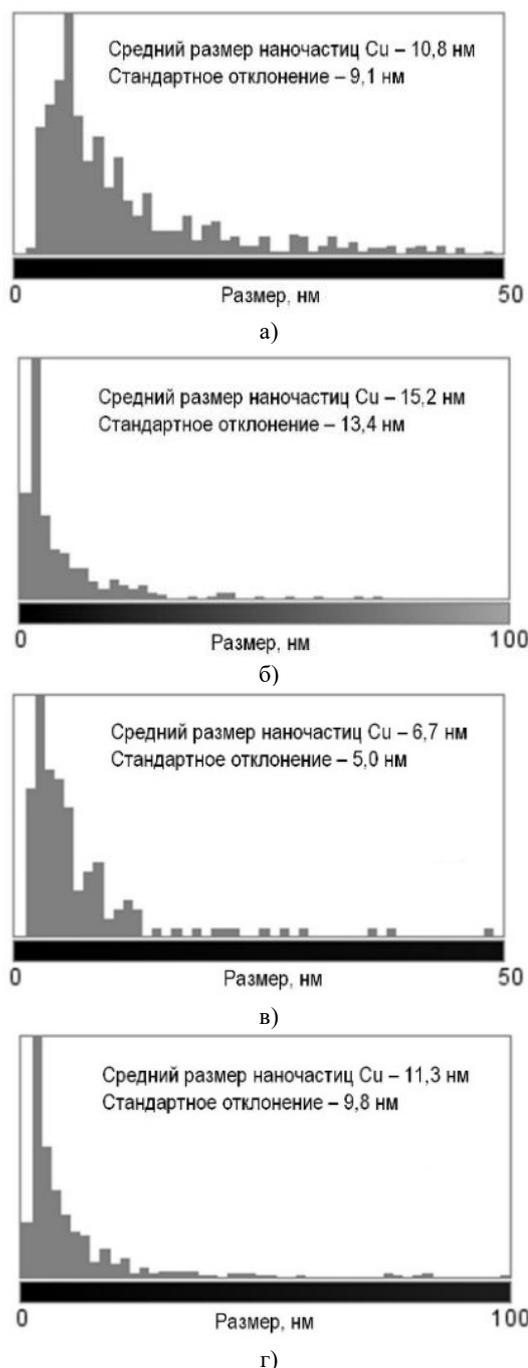


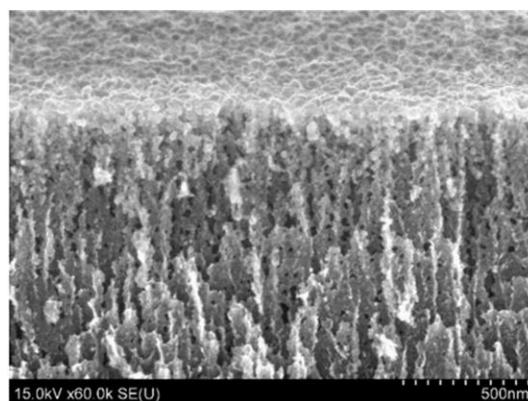
Рисунок 4. Гистограммы распределения наночастиц меди по размерам в образцах ПК/КЭС-0,01 (100), выдержанных в спиртовом (а, б) и бесспиртовом (в, г) растворах для осаждения меди в течение 1 (а, в) и 4 (б, г) минут

Рост степени заполнения наночастицами поверхности ПК можно объяснить разницей в значениях пористости для образцов с ориентациями (100) и (111) исходных подложек. Более длительный процесс осаждения обусловил срастание наночастиц меди в агломераты с достаточно ярко выраженной огранкой (рисунок 3 (е)). Ориентируясь только на СЭМ фотографию поверхности образца, трудно однозначно определить высоту агломератов, однако возможна оценка их поперечных размеров, которые варьируются в пределах от 50 до 90 нм. Размер агломератов меди в 2–3 раза больше, чем размеры сросшихся наночастиц несплошной пленки, представленной на рисунке 3 (д). Предположительно, при увеличении размеров наночастиц меди происходит их слияние между собой с образованием более крупного островка. В результате увеличения массы такого островка силы межатомного взаимодействия внутри них возрастают настолько, что позволяют им отделиться от соседних островков и частично от подложки, формируя агломерат с достаточно четкими гранями. На освободившейся поверхности ПК зарождаются и растут новые частицы меди.

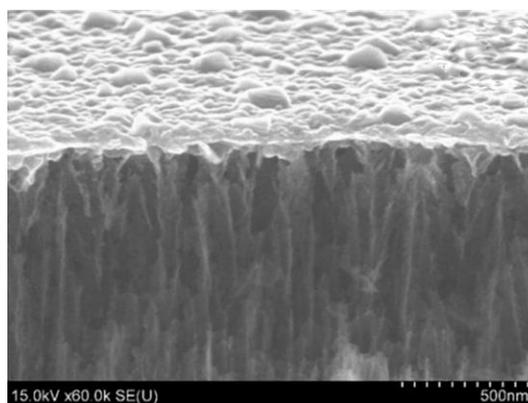
Для сравнительного анализа влияния спирта в растворе для осаждения меди на ПК, сформированный на подложках разных ориентаций, рассмотрим снимки поверхности (рисунок 3 (ё, ж)) образцов ПК/КЭС-0,01 (111), выдержанных в бесспиртовом растворе. Видно, что с увеличением времени осаждения частицы срослись, образовав агломераты, сформировавшие неоднородную пленку металла на поверхности ПК. Агломераты не имеют четких границ, их грани не выражены, средний поперечный размер составил ~100 нм. Таким образом, можно говорить о различии образцов медь/ПК, сформированных на подложках ориентацией (111) в спиртосодержащем и бесспиртовом растворах, что более явно следует из анализа рисунков 3 (е) и (ж). Добавление спирта в раствор вызывает сепарацию частиц по размерам, в результате чего образуется не сплошная пленка из крупных агломератов, характерная для бесспиртового раствора (рисунок 3 (е)), а состоящая из более мелких слившихся частиц размером 30 нм и вкрапленный агломератов с поперечным размером от 50 нм до 90 нм (рисунок 3 (ж)). Более детальному анализу следует также подвергнуть образцы наноконкомпозитных структур на основе ПК, сформированного на подложках с ориентациями (100) и (111) и выдержанного в спиртовом растворе в течение 4 минут. Снимки поверхности данных образцов, представленные на рисунке 3 (б, е) показывают следующее. На подложке ПК/КЭС-0,01 (100) формируется плёнка меди, состоящая из наночастиц, имеющих приблизительно одинаковый размер, в отличие от таковой на ПК/КЭС-0,01 (111), наночастицы меди в которой имеют больший разброс размеров. При этом в них можно выделить отдельные агломераты, которые обладают достаточно ярко выраженной огранкой.

Поперечный размер агломератов варьируется от 50 до 90 нм, а среднее значение их высоты составляет около 50 нм. Средний размер агломератов превышает размер остальных частиц, расположенных на поверхности ПК и образующих несплошную пленку, приблизительно в 3 раза.

Анализ СЭМ фотографий поверхности экспериментальных образцов не позволил выявить структурные особенности внутренней поверхности ПК после осаждения меди, а также объективно оценить форму и размеры частиц на внешней поверхности пористого слоя. В связи с этим возникла необходимость провести СЭМ анализ поперечных сколов образцов. На рисунке 5 представлены СЭМ фотографии сколов образцов медь/ПК, приготовленных в результате выдержки ПК в спиртовом растворе для осаждения меди.



а)



б)

Рисунок 5. СЭМ фотографии сколов образцов ПК, полученных в подложках с ориентацией (111), выдержанных в спиртовом растворе в течение 1 (а) и 5 (б) минут

Визуальная оценка снимком позволяет говорить о том, что медь осаждается на всю развитую поверхность ПК. Однако, на стенках пор количество частиц и их размеры значительно ниже, чем на наружной области кремниевого скелета ПК. Очевидно, это связано с диффузионными ограничениями, возникающими в результате высокого аспектного соотноше-

ния каналов пор и их наноразмерных диаметров, то есть ионы меди из раствора не проникают вглубь пор в таком количестве, которое обеспечило бы непрерывный рост частиц металла. Частицы меди на внешней поверхности ПК при выдержке 5 минут располагаются в большинстве случаев во входах в каналы пор. Высота большинства агломератов, сформированных в результате длительного осаждения, составляет 50 нм. Необходимо отметить, что в стенках пор образца на основе кремния (111) наблюдаются нанометровые отверстия в отличие от образца, изготовленного из кремния (100). Кроме того, ориентация (111), способствующая формированию более разветвленной сети пор, позволила добиться лучшего проникновения наночастиц меди в пористый слой, о чем свидетельствует анализ сколов образцов. Очевидно, что осаждение меди на стенки пор привело в свою очередь к их протравливанию, которое не было характерно для образца (100).

Оптические свойства

Плазмонные свойства обуславливаются сильными локальными электромагнитными полями, которые возникают вблизи металлических наноструктур. При этом на определенных длинах волн наблюдается поверхностный плазмонный резонанс (ППР), приводящий к существенному (резонансному) усилению поглощения/рассеяния падающего излучения.

Рассмотрим оптические свойства образцов нанокompозитных структур медь/ПК, полученных при различных условиях формирования. Максимальные времена осаждения 4 и 5 минут были выбраны, исходя из критических параметров (толщина и плотность) осаждаемых плёнок меди. Момент достижения критических параметров определялся опытным путем: при указанных временах осаждения происходило отслаивание плёнок меди от поверхности ПК. Их толщина при этом составляла около 300 нм, а плотность приближалась по значению к плотности массивной меди. Параметры плёнок при этом принимались за критические. Отслаивание было обусловлено расположением частиц в структуре ПК. По СЭМ фотографиям было видно, что практически все частицы размещаются на поверхности ПК, что связано с диффузионными ограничениями для реагентов раствора внутри узких и длинных каналов пор. С течением времени силы межатомного взаимодействия внутри частиц медной плёнки возрастают настолько, что она отделяется от подложки. Возрастание сил межатомного взаимодействия является следствием роста и смыкания островков меди (а следовательно, утолщением и уплотнением пленки меди) с увеличением времени осаждения.

На рисунке 6 показаны спектры отражения образцов нанокompозитных структур медь/ПК, изготовленных в растворе без добавления спирта.

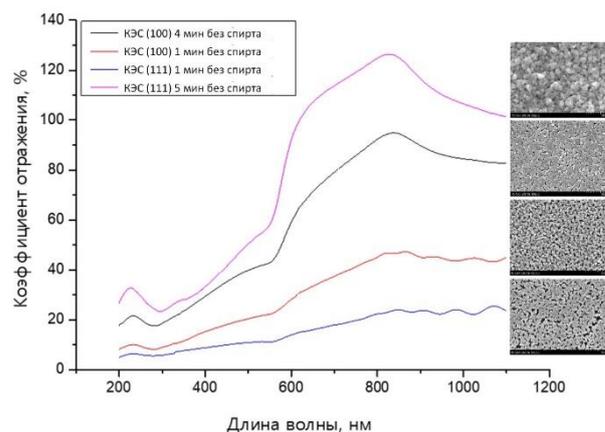


Рисунок 6. Спектры отражения и соответствующие СЭМ изображения поверхности образцов нанокompозитных структур медь/ПК, полученные путем химического осаждения меди на ПК из бесспиртового раствора

Из рисунка 6 следует, что на всех спектрах отражения присутствуют полосы поглощения на длинах волн падающего излучения 250–350 нм и 550–590 нм. Природа полосы поглощения в УФ-диапазоне может быть объяснена химическими превращениями спирта, в котором промывались образцы после осаждения меди [23]. Вторая полоса поглощения является следствием проявления ППР [24]. Причем, наиболее выражен ППР для образца нанокompозитной структуры медь/ПК/Si (100). Для образцов, полученных при малых временах осаждения характерно присутствие полос интерференции в близком ИК-диапазоне. Для того, чтобы объяснить наблюдаемые явления обратимся к СЭМ изображениям поверхности соответствующих образцов на вставке в рисунок 6. В начале процесса осаждения на поверхности ПК образуются маленькие островки, которые затем объединяются в цепочки. Несмотря на то, что размер островков в цепочках (около 50 нм) должен способствовать сильному ППР, для соответствующих образцов не наблюдается максимум поглощения в диапазоне 550–590 нм. Это обусловлено тем, что расстояние между островками меди превышает 50 нм. В то время как для максимального ППР желательно более близкое расположение островков (около 2 нм), при котором возникает эффект «горячей точки» или «светящегося острия» в местах их близкого расположения [25]. Именно поэтому для структуры медь/ПК/КЭС-0,01 (100), полученной в течение 4 минут осаждения металла из раствора без спирта, на которой присутствуют близко расположенные островки меди, характерно проявление наиболее сильного ППР. Интерференционные полосы на спектрах образцов, полученных в течение 1 минуты осаждения меди, могут быть обусловлены влиянием ниже лежащего ПК, так как островки меди не полностью его покрывают.

Далее для сравнительного анализа оценили спектры отражения образцов с временем осаждения в спиртовом растворе (рисунок 7).

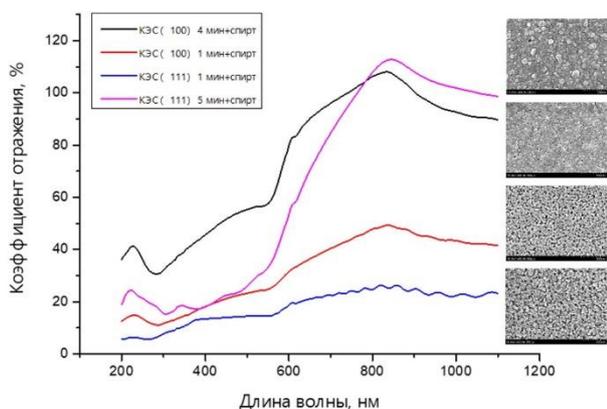


Рисунок 7. Спектры отражения и соответствующие СЭМ изображения поверхности образцов нанокompозитных структур медь/ПК, полученные путем химического осаждения меди на ПК из спиртового раствора

Рассмотрев спектры отражения образцов, выдержанных в спиртовом растворе, легко заметить, что они имеют в интервале 250–350 нм провал, который возникает по причине химической модификации остатков спирта на поверхности плёнок. Кроме того, на спектрах отражения образцов с ориентациями (100) и (111), полученных в спиртовом растворе при времени осаждения 4 и 5 минут соответственно, возникает узкая полоса поглощения в области 610–620 нм. Известно, что для оксида меди (I) характерно поглощение в диапазоне 600–700 нм, однако рентгеноструктурный анализ показал, что в полученных образцах не наблюдается присутствия этого оксида. Также следует отметить значительное уширение полосы, характерной для ППР, образца нанокompозита медь/ПК/КЭС (111). Это может быть связано с комбинацией ППР и поглощением, обусловленным межзонными электронными переходами в меди [26]. Для выяснения причин возникновения полосы поглощения на 610–620 нм, обратимся к СЭМ фотографиям на вставке в рисунок 7. Снимки свидетельствуют об изменениях структуры образцов, полученных при длительных временах осаждения меди, обусловленных добавлением спирта в раствор. Островки меди расположены более плотно. Кроме того, количественная оценка размеров островков меди в таких образцах показала их бимодальное распределение. В случае такого распределения происходит расщепление ППР, которое заключается в том, что близко с основной широкой полосой поглощения появляется очень узкая дополнительная полоса поглощения.

Следует отметить, что расщепление ППР не было обнаружено на спектрах образцов, на которые медь осаждалась в бесспиртовом растворе максимальное время, независимо от ориентации исходных подложек. На спектре образца, выдержанного в спиртовом

растворе в течение 4 минут, наблюдается узкий провал на длине волны 616 нм. Для данного образца поверхность представляла собой почти сплошную мелкозернистую пленку, а поверхность образца, выдержанного в бесспиртовом растворе, являлась более неоднородной и имела меньшую степень покрытия. Рассмотрим спектры отражения образцов, полученных на основе пластин кремния с ориентацией (111) в спиртовом и бесспиртовом растворе при времени осаждения 4 минуты. На спектре отражения образца, выдержанном в спиртовом растворе, наблюдается провал на длинах волны 616–620 нм. Поверхность данного образца характеризовалась наличием частиц двух размерных групп, условно называемых «агломераты» и «слившиеся частицы» (размер «агломератов» колеблется около 70 нм, а средний размер «слившиеся частицы» – около 30 нм), в отличие от образца, выдержанного в бесспиртовом растворе, поверхность которого представляла собой сплошную крупнозернистую пленку, состоящую из достаточно крупных агломератов, не имеющих явную огранку, средний размер которых составляет около 60 нм. Можно сказать, что структура поверхности, состоящая из групп частиц разного размера, ведет к расширению провала, вызванного ППР.

Исходя из результатов исследований по выявлению взаимосвязи формы спектров отражения с механизмом роста пленок меди, обнаружено, что наличие спирта в растворе и увеличение времени осаждения до 5 минут приводит к появлению провала на спектрах отражения в области 610–620 нм, вызванного ППР. Отмечается, что формирование крупных агломератов меди с огранкой, приводит к заметному изменению формы и глубины провала. Предположительно, в случае формирования крупных агломератов происходит локализация поверхностных плазмонов на остриях, образованных пересечением граней и направленных перпендикулярно поверхности образца. Это является дополнительной составляющей в усилении электромагнитного поля.

Исходя из описанного выше, наиболее выраженные плазмонные свойства продемонстрировали образцы нанокompозитных структур, изготовленных на подложках КЭС-0,01 с ориентацией (111), с временем осаждения 5 минут.

Выводы

Установленные закономерности химического контактно-обменного осаждения меди на ПК из водных и спиртовых растворов сернокислой меди и фтористоводородной кислоты позволили разработать методику формирования нанокompозитов медь/ПК с требуемыми структурными параметрами. Определено влияние типа исходной кремниевой подложки, состава раствора для осаждения меди и режимов осаждения меди в ПК на структурные свойства нанокompозитов. Установлено, что медь осаждается в ПК в виде поликристаллической зернистой пленки. Причем размерами островков меди и расстоянием между

ними можно управлять, варьируя условиями изготовления нанокompозитов.

Изучение оптических свойств сформированных нанокompозитов позволило определить оптимальные условия их изготовления, при которых обеспечиваются наиболее сильные плазмонные свойства. Определено, что максимальное поглощение на длинах волн, соответствующих ППП, достигается при осаждении меди на ПК, сформированный на пластине кремния КЭС-0,01 (111), из спиртосодержащего раствора в течение 4 минут.

Таким образом, полученные нанокompозитные структуры медь/ПК перспективны для использования в качестве функциональных материалов для устройств электроники и фотоники, например, антиотражающих покрытия солнечных элементов с усиленным поглощением электромагнитного излучения видимого диапазона и сенсоров, эксплуатирующих эффект ППП.

Благодарности

Исследования выполнены в рамках грантового проекта AP23487881 «Синтез и исследование адгезионно прочных многослойных наноструктур из широкозонных полупроводников на модифицированном пористом кремнии для солнечных элементов и фотодетекторов» Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Föll H., Christophersen M., Carstensen J., and Hasse G. Formation and application of porous silicon // *Materials Science and Engineering: R: Reports*. – 2002. – V. 39. – No. 4. – P. 93–141. [https://doi.org/10.1016/S0927-796X\(02\)00090-6](https://doi.org/10.1016/S0927-796X(02)00090-6)
2. Herino R., Bomchil G., Barla K., Bertrand C., and Ginoux J.L. Porosity and pore size distributions of porous silicon layers // *Journal of the electrochemical society*. – 1987. – V. 134. – No. 8. – P. 1994. <https://doi.org/10.1149/1.2100805>
3. Watanabe Y., Arita Y., Yokoyama T., and Igarashi Y. Formation and properties of porous silicon and its application // *Journal of the Electrochemical society*. – 1975. – V. 122. – No. 10. – P. 1351. <https://doi.org/10.1149/1.2134015>
4. Imai K. A new dielectric isolation method using porous silicon // *Solid-state electronics*. – 1981. – V. 24. – No. 2. – P. 159–164. [https://doi.org/10.1016/0038-1101\(81\)90012-5](https://doi.org/10.1016/0038-1101(81)90012-5)
5. Fauchet P. M. Photoluminescence and electroluminescence from porous silicon // *Journal of luminescence*. – 1996. – V. 70. – No. 1-6. – P. 294–309. [https://doi.org/10.1016/0022-2313\(96\)82860-2](https://doi.org/10.1016/0022-2313(96)82860-2)
6. Cullis A. G., Canham L. T. Visible light emission due to quantum size effects in highly porous crystalline silicon // *Nature*. – 1991. – V. 353. – No. 6342. – P. 335–338. <https://doi.org/10.1038/353335a0>
7. Bomchil G. et al. Porous silicon: material properties, visible photo- and electroluminescence // *Applied surface science*. – 1993. – V. 65. – P. 394–407. [https://doi.org/10.1016/0169-4332\(93\)90692-5](https://doi.org/10.1016/0169-4332(93)90692-5)
8. Bondarenko V.P., Dorofeev A.M., Kazuchits N.M. Optical waveguide based on oxidized porous silicon // *Microelectronic Engineering*. – 1995. – V. 28. – No. 1–4. – P. 447–450.
9. Loni A. et al. Porous silicon multilayer optical waveguides // *Thin solid films*. – 1996. – V. 276. – No. 1–2. – P. 143–146. [https://doi.org/10.1016/0040-6090\(95\)08075-9](https://doi.org/10.1016/0040-6090(95)08075-9)
10. Balucani M. et al. Porous silicon technology, a breakthrough for silicon photonics: From packaging to monolithic integration // *2014 IEEE 64th Electronic Components and Technology Conference (ECTC)*. – IEEE, 2014. – P. 194–202. <https://doi.org/10.1109/ECTC.2014.6897288>
11. Canham L. T. et al. Silicon as an active biomaterial // *MRS Online Proceedings Library (OPL)*. – 1996. – V. 452. – P. 579. <https://doi.org/10.1557/PROC-452-579>
12. Low S.P., Voelcker N.H., Canham L.T., and Williams K.A. The biocompatibility of porous silicon in tissues of the eye // *Biomaterials*. – 2009. – V. 30. – No. 15. – P. 2873–2880. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2009.02.008>
13. Menna P., Di Francia G., La Ferrara V. Porous silicon in solar cells: A review and a description of its application as an AR coating // *Solar Energy Materials and Solar Cells*. – 1995. – V. 37. – No. 1. – P. 13–24. [https://doi.org/10.1016/0927-0248\(94\)00193-6](https://doi.org/10.1016/0927-0248(94)00193-6)
14. Granitzer P., Rumpf K. Porous silicon—a versatile host material // *Materials*. – 2010. – V. 3. – No. 2. – P. 943–998. <https://doi.org/10.3390/ma3020943>
15. Dolgyi A. et al. Electrochemical deposition of Ni into mesoporous silicon // *ECS Transactions*. – 2012. – V. 41. – No. 35. – P. 111. <https://doi.org/10.1149/1.3699385>
16. Lu L., Shen Y., Chen X., Qian L., and Lu K. Ultrahigh strength and high electrical conductivity in copper // *Science*. – 2004. – V. 304. – No. 5669. – P. 422–426. <https://doi.org/10.1126/science.1092905>
17. Khinevich N., Zavatski S., Kholyavo V., and Bandarenka H. Bimetallic nanostructures on porous silicon with controllable surface plasmon resonance // *The European Physical Journal Plus*. – 2019. – V. 134. – P. 1–8. <https://doi.org/10.1140/epjp/i2019-12567-4>
18. Indhu A. R., Dharanya C., Dharmalingam G. Plasmonic copper: Ways and means of achieving, directing, and utilizing surface plasmons // *Plasmonics*. – 2024. – V. 19. – No. 3. – P. 1303–1357. <https://doi.org/10.1007/s11468-023-02034-1>
19. Hans M., Mathews S., Mücklich F., and Solioz M. Physicochemical properties of copper important for its antibacterial activity and development of a unified model // *Biointerphases*. – 2016. – V. 11. – No. 1. <https://doi.org/10.1116/1.4935853>
20. Chatterjee A. K., Chakraborty R., Basu T. Mechanism of antibacterial activity of copper nanoparticles // *Nanotechnology*. – 2014. – V. 25. – No. 13. – P. 135101. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/25/13/135101>
21. Bandarenka H., Redko S., Nenzi P., Balucani M., and Balucani M. Optimization of chemical displacement deposition of copper on porous silicon // *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*. – 2012. – V. 12. – No. 11. – P. 8725–8731. <https://doi.org/10.1166/jnn.2012.6470>
22. Lazarouk S. et al. Visual determination of thickness and porosity of porous silicon layers // *Thin Solid Films*. – 1997. – V. 297. – No. 1–2. – P. 97–101. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(96\)09430-8](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(96)09430-8)

23. Kumavat P.P., Baviskar P.K., Sankapal B.R., and Dalal D.S. Facile synthesis of D- π -A structured dyes and their applications towards the cost effective fabrication of solar cells as well as sensing of hazardous Hg (ii) // RSC Advances. – 2016. – V. 6. – No. 108. – P. 106453–106464. <https://doi.org/10.1039/C6RA18712A>
24. Liu P., Wang H., Li X., Rui M., and Zeng H. Localized surface plasmon resonance of Cu nanoparticles by laser ablation in liquid media // Rsc Advances. – 2015. – V. 5. – No. 97. – P. 79738–79745. <https://doi.org/10.1039/C5RA14933A>
25. Tugchin B. N. et al. Controlling the excitation of radially polarized conical plasmons in plasmonic tips in liquids // RSC Advances. – 2016. – V. 6. – No. 58. – P. 53273–53281. <https://doi.org/10.1039/C6RA09341H>
26. Sun M., Wang A., Zhang M., Zou S., and Wang H. Interband and Intraband Hot Carrier-Driven Photocatalysis on Plasmonic Bimetallic Nanoparticles: A Case Study of Au–Cu Alloy Nanoparticles // ACS Nanoscience Au. – 2024. – V. 4. – No. 5. – P. 360–373. <https://doi.org/10.1021/acsnanoscienceau.4c00035>

НАНОКОМПОЗИТТІК ҚАБЫҚШАЛАРДЫ ҚАЛЫПТАСТЫРУ ҮШІН КЕУЕКТІ КРЕМНИЙГЕ МЫСТЫ ХИМИЯЛЫҚ БАЙЛАНЫС-АЛМАСУ АРҚЫЛЫ ТҮНДЫРУ

**А. В. Бондаренко¹, А. К. Даулетбекова², А. А. Бурко¹, Д. Д. Лапутько¹, А. А. Шапель¹, В. М. Кошкарлова¹,
А. Т. Акилбеков², Д. А. Джунибекова^{2*}, А. А. Абдрахметова², З. К. Баймуханов²**

¹ «Қолданбалы плазмоника» зертханасы, Беларусь мемлекеттік информатика және радиоэлектроника университеті, Минск, Беларусь

² «Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті» КеАҚ, Астана, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: diana911115@gmail.com

Кеуекті кремнийге жұқа мыс қабықшаларының химиялық байланыс-алмасу тұндыру заңдылықтары зерттелді. Мысты тұндыру үшін фторсутекті қышқылы қосылған мыс күкірт қышқылының сулы және сулы-спирттік ерітінділері пайдаланылды. Тұндыру процесінің кинетикасын бақылауға және кремний төсенішінде жақсы адгезиясы бар жылтыр мыс қабықшаларын алуға мүмкіндік беретін ерітінді компоненттерінің концентрацияларының оңтайлы қатынасы анықталды.

Мыстың кеуекті кремнийге микро және нанометр өлшемді түйіршіктерден тұратын қабықша түрінде тұндырылатыны анықталды. Мыстың орау тығыздығы мен түйіршік өлшемі тұндыру уақытымен де, кеуекті кремнийдің кеуек диаметрімен де анықталады. 10%-ға дейінгі кеуектілік кезінде мыс түйіршіктерінің туындауы кеуекті кремний матрицасының кремний нанокристаллиттерінің төбесінде ғана болатыны көрсетілген. Кеуектіліктің жоғарылауы кеуек арналарының ішкі бетінде және кремний нанокристаллиттерінің төбесінде мыс түйіршіктерінің бір мезгілде туындауына әкеледі. Нанокөміршік қабықшалардың шағылысу спектрлері тіркелді. Беттік плазмондық резонанстың әсерінен болатын жұтылу жолағының максималды интенсивтілігі, құрамында спирті бар ерітіндіден, КЭС-0,01 (111) пластинасында пайда болған, кеуекті кремнийге 5 минут аралығында тұндырылған қабықшаларға тән екені анықталды. Осылайша, кеуекті қабаттың кеуек өлшемдерін және тұндыру жағдайларын өзгерту арқылы, электроника мен фотоникада функционалды наноматериалдар ретінде пайдалануға перспективті болатын, кремний және мыстан жұқа қабықшалы нанокөміршік құрылымдардың әртүрлі түрлерін алуға болады.

Түйін сөздер: кеуекті кремний, химиялық байланыс-алмасу тұндыруы, мыс нанобөлшектері, беттік плазмондық резонанс, нанокөміршік қабықшалар.

CHEMICAL CONTACT-EXCHANGE DEPOSITION OF COPPER ON POROUS SILICON TO FORM NANOCOMPOSITE FILMS

**H. Bandarenko¹, A. Dauletbekova², A. Burko¹, D. Laputsko¹, A. Shapel¹, V. Koshkarova¹,
A. Akilbekov², D. Junisbekova^{2*}, A. Abdrakhmetova², Z. Baimukhanov²**

¹ Laboratory of Applied Plasmonics, Belarusian State University of Informatics and Radioelectronics, Minsk, Belarus

² L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

* E-mail for contacts: diana911115@gmail.com

The regularities of chemical contact-exchange deposition of thin copper films on porous silicon are investigated. Aqueous and aqueous-alcoholic solutions of copper sulfate with hydrofluoric acid additives are used for copper deposition. The optimal ratio of solution component concentrations is determined, which allows controlling the kinetics of the deposition process and obtaining shiny copper films with good adhesion to the silicon substrate. It is established that copper is deposited on porous silicon in the form of a film consisting of micro- and nanometer-sized grains. The packing density and the size of copper grains are determined by both the deposition time and the pore diameter of porous silicon. It is

shown that at a porosity of up to 10%, copper grains nucleate only on the vertices of silicon nanocrystallites of the porous silicon matrix. An increase in porosity leads to the simultaneous nucleation of copper grains on the inner surface of the pore channels and the vertices of silicon nanocrystallites. Reflection spectra of nanocomposite films were recorded. It was found that the maximum intensity of the absorption band, caused by surface plasmon resonance, is characteristic of a film deposited for 5 min. from an alcohol-containing solution on porous silicon, which was formed on the silicon wafer of n-type with resistivity 0.01 and orientation (111). Thus, by varying the pore sizes of the porous layer and the deposition conditions, it is possible to manufacture various types of thin-film nanocomposite structures from silicon and copper, promising for use as functional nanomaterials in electronics and photonics.

Keywords: *porous silicon, chemical contact-exchange deposition, copper nanoparticles, surface plasmon resonance, nanocomposite films.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-37-49>

УДК 621.039.74

ОБОСНОВАНИЕ БЕЗОПАСНОСТИ ТРАНСПОРТИРОВКИ ОТРАБОТАВШЕГО ЯДЕРНОГО ТОПЛИВА РЕАКТОРА ИВГ.1М

**Г. А. Витюк, Н. Е. Мухамедов, В. А. Витюк, Р. А. Иркимбеков,
О. М. Жанболатов, А. А. Куздеубай*, А. К. Мухамедиев**

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

** E-mail для контактов: kuzdeubay@nnc.kz*

В рамках реализации проекта конверсии исследовательских реакторов Национальным ядерным центром Республики Казахстан прорабатывается вопрос дальнейшего обращения с отработавшим ядерным топливом (ОЯТ), выгружаемым из реактора ИВГ.1М. Одним из ответственных этапов является транспортировка отработавших тепловыделяющих сборок (ОТВС) к месту хранения или переработки, которая должна соответствовать «Правилам транспортировки радиоактивных веществ и радиоактивных отходов», утвержденных приказом Министра энергетики Республики Казахстан.

В данной работе определены безопасные параметры ОТВС, выгруженных из активной зоны реактора ИВГ.1М, для обеспечения безопасной транспортировки ОЯТ до пункта их хранения или переработки. Проведены нейтронно-физические расчеты в обоснование ядерной безопасности при хранении ОТВС ИВГ.1М в универсальном чехле для транспортного упаковочного комплекта (ТУК-19) в штатных условиях и при возникновении аварийной ситуации, вызванной полным затоплением чехла. Определено тепловое состояние ОТВС с учетом данных о снижении остаточного тепловыделения. Выполнена оценка теплового и радиационного состояния внешней поверхности ТУК-19 с ОТВС. Полученный при обращении с ОЯТ исследовательского реактора опыт будет востребован при выработке рекомендаций по обращению с ОЯТ энергетических реакторов будущих казахстанских АЭС.

Ключевые слова: реактор ИВГ.1М, отработавшее ядерное топливо, транспортировка, универсальный чехол, ядерная безопасность, тепловой поток.

ВВЕДЕНИЕ

В 2022 году, после проведения большого комплекса расчетно-экспериментальных исследований и подготовительных мероприятий [1–4] в Национальном ядерном центре Республики Казахстан завершена конверсия реактора ИВГ.1М. В результате конверсии ОЯТ было выгружено из реактора, осуществляется подготовка к размещению его на длительное хранение.

Обеспечение безопасной транспортировки ОЯТ к пункту длительного хранения или к пункту переработки является критически важной задачей, поскольку она связана с высокими рисками для безопасности людей и окружающей среды. Для успешной и безопасной транспортировки ОЯТ необходимо соблюдать строгие правила и стандарты, направленные на предотвращение радиационных аварий и утечек.

В данной работе предлагается рассмотреть подход к обращению с ОЯТ исследовательского реактора ИВГ.1М и определить его параметры для обеспечения безопасной транспортировки ядерных материалов до пункта их переработки.

СХЕМА ТРАНСПОРТНО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ ОПЕРАЦИЙ С ОТВС РЕАКТОРА ИВГ.1М

Транспортно-технологические операции с отработанными тепловыделяющими сборками реактора ИВГ.1М состоят из комплекса технологических мероприятий по выгрузке, транспортировке, времен-

ному хранению, разделке и загрузке ОТВС в ТУК-19 для дальнейшей транспортировки (рисунок 1).

Обобщенная процедура обращения с ОЯТ реактора ИВГ.1М состоит из нескольких этапов:

- после останова реактора ИВГ.1М, осуществляется выдержка водоохлаждаемых технологических каналов (ВОТК) в активной зоне реактора с целью снижения активности топливных стержней после их облучения. Выдержка должна составлять не менее 30 суток;

- далее ВОТК с отработавшим ядерным топливом выгружаются из активной зоны реактора ИВГ.1М и помещаются в промежуточное хранилище, находящееся на территории реакторного комплекса;

- в промежуточном хранилище ВОТК могут находиться сроком до одного года или быть перегружены в течение короткого срока в радиационно-защитную камеру (РЗК) для их разделки и извлечения ядерных материалов (ЯМ);

- в РЗК также проводится загрузка ОТВС в герметичные пеналы, которые, в свою очередь, помещаются в универсальный чехол;

- универсальный чехол с ОТВС, при наличии ТУК-19, из РЗК направляется в помещении досборки технологических каналов, в ином случае, универсальный чехол с ОТВС временно перемещается из РЗК назад в промежуточное хранилище;



Рисунок 1. Схема транспортно-технологических операций с ОТВС

– в помещении досборки технологических каналов происходит перегрузка универсальных чехлов в транспортный упаковочный комплект.

Дальнейшая транспортировка ОТВС должна соответствовать «Правилам транспортировки радиоактивных веществ и радиоактивных отходов» [5], утвержденных приказом Министра энергетики Республики Казахстан.

ОБЪЕКТ ИССЛЕДОВАНИЯ

ТВС реактора ИВГ.1М

Тепловыделяющие сборки (ТВС) реактора ИВГ.1М – это элементы, в которых размещены топливные стержни, содержащие ядерное топливо, предназначенные для работы в исследовательском реакторе ИВГ.1М. Реактор ИВГ.1М является исследовательским ядерным реактором с тепловыми нейтронами, который используется для научных исследований, облучения и испытания материалов.

Активная зона реактора ИВГ.1М сформирована из тридцати ВОТК, содержащих в себе тепловыделяющие сборки. ТВС (рисунок 2а), в свою очередь, состоит из тонкостенной обечайки, пронизываемых решеток, расположенных на торцах ТВС, и спиральных твэлов (рисунок 2б) в количестве 468 шт., уплотненных с помощью цилиндрических заполнителей. ВОТК с ТВС устанавливаются в реакторе ИВГ.1М в три ряда. Высота ТВС первого и второго рядов равна 800 мм, третьего – 600 мм. Подробное описание реактора ИВГ.1М и характеристики топлива, загружаемого в него, описаны в работе [2].

Комплект для транспортировки ОТВС реактора ИВГ.1М

В соответствии с законодательством Республики Казахстан транспортировка ОЯТ осуществляется в транспортных упаковочных комплектах, конструкция которых утверждается уполномоченным органом или действием сертификатов-разрешений на них, утвержденных уполномоченными органами других стран, действие которых распространено на территорию РК [5].

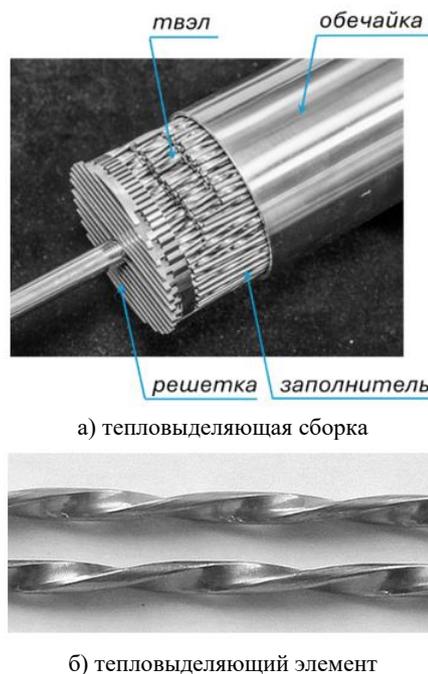


Рисунок 2. Топливо реактора ИВГ.1М

ТУК-19, имеющий массу 5 т и относящийся к типу В(U), спроектирован специально для перевозки топлива исследовательских реакторов и представляет собой, изготовленный из коррозионностойкой стали 08Х18Н10Т, толстостенный цилиндрический сосуд с крышкой, герметизируемой двумя уплотнительными прокладками. Корпус имеет диаметр 86 см и высоту 217 см. Конструктивная схема и общий вид ТУК-19 представлены на рисунке 3.

В ТУК-19 возможно размещение трех ОТВС реактора ИВГ.1М. Для этого был разработан универсальный чехол (рисунок 4), вмещающий в себя пеналы (рисунок 5) для хранения и транспортировки ОЯТ реактора ИВГ.1М.

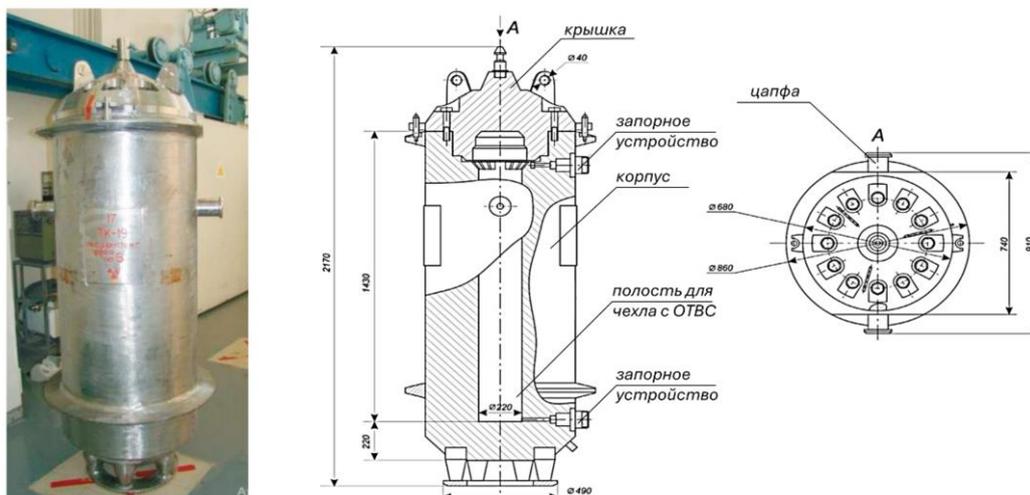


Рисунок 3. Конструктивная схема и общий вид ТУК-19

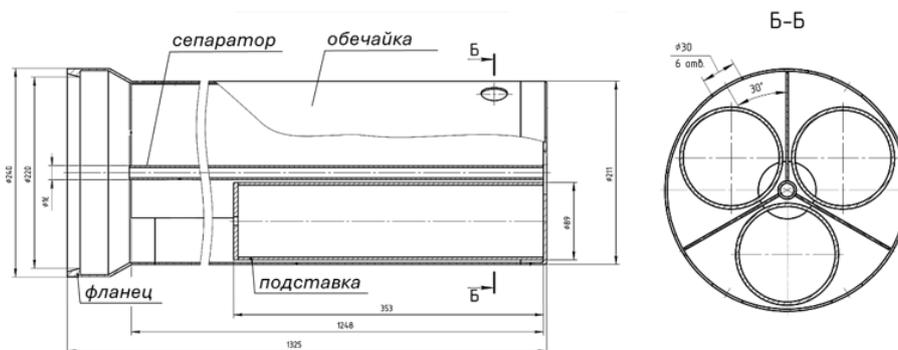


Рисунок 4. Универсальный чехол для ТУК-19

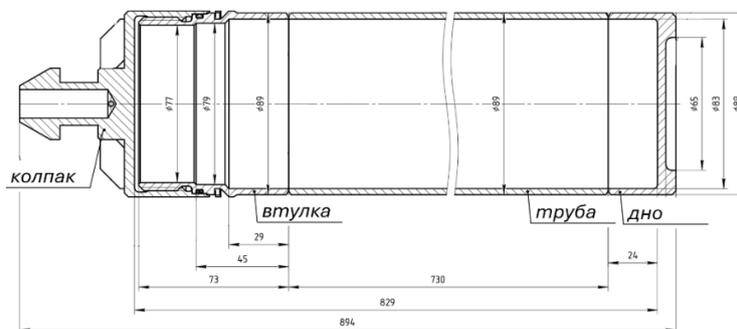


Рисунок 5. Пенал для хранения ОЯТ ИВГ.1М

ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕЙТРОННО-ФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ОТВС С ТОЧКИ ЗРЕНИЯ ЯДЕРНОЙ БЕЗОПАСНОСТИ

Ядерная безопасность при хранении и транспортировке отработавшего ядерного топлива – это комплекс организационных и технических мер, обеспечивающих исключение неконтролируемой ядерной реакции и поддержание безопасного состояния топлива на всех этапах обращения с ним, включая хранение, подготовку и транспортировку. Поскольку транспортировка ОТВС нередко осуществляется на значительные расстояния, она представляет собой важный и ответственный этап функционирования

ядерных объектов и требует строгого соблюдения установленных стандартов безопасности на всех стадиях процесса.

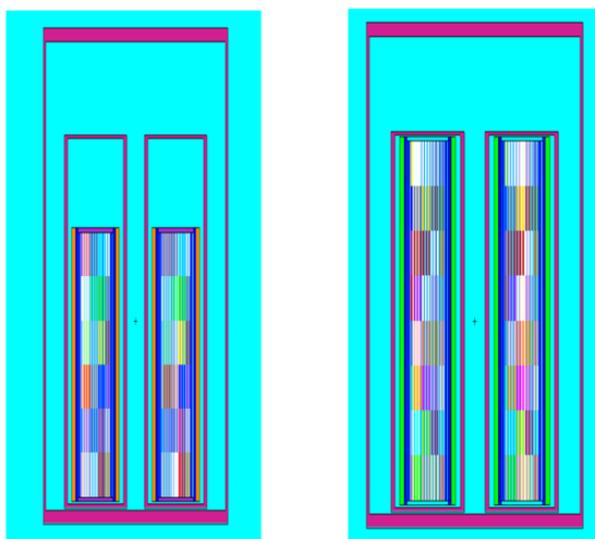
Для проведения расчетов, обосновывающих ядерную безопасность, в качестве возможных аварийных ситуаций рассматриваются: пожар, сейсмические и другие природные явления, затопление или попадание воды, сближение ТВС в универсальном чехле в случае гипотетической техногенной катастрофы (например, падение самолета).

Пожар и сейсмические явления, а также случай гипотетической техногенной катастрофы (например, падение самолета) при перевозке ОЯТ реактора

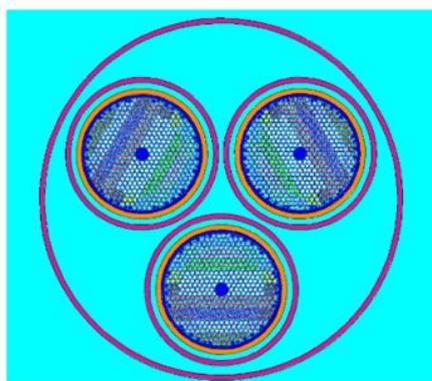
ИВГ.1М в ТУК-19 рассматривать нецелесообразно, так как рассматриваемые явления не могут привести к повышению эффективного коэффициента размножения нейтронов ($k_{эфф}$). Обычно к повышению $k_{эфф}$ приводит более компактная конфигурация топлива и наличие замедлителя. Так как пены в чехле зафиксированы и расположены максимально близко друг к другу, сближение трех ТВС также можно не рассматривать. В этой связи предметом рассмотрения являлась аварийная ситуация с полным затоплением водой чехла, пеналов и ОТВС.

Нейтронно-физическая модель

В программном коде MCNP5 [6] были разработаны две расчетные модели ОТВС ИВГ.1М, расположенные в универсальном чехле для ТУК-19. Модели ОТВС (рисунок 6) отличались друг от друга высотой (600 мм и 800 мм) и массой (533 г и 637 г по урану-235 соответственно). Пластины между пеналами с ОТВС не моделировались.



а) вертикальное сечение расчетной модели с ОТВС 600 мм (слева) и 800 мм (справа)



б) горизонтальное сечение модели с ОТВС

Рисунок 6. Нейтронно-физическая модель универсального чехла с ОТВС реактора ИВГ.1М

При моделировании ситуации с полным затоплением ОТВС, окружающей средой вокруг универсального чехла рассматривался слой воды толщиной 100 мм. Плотность воды при проведении расчетов принималась равной 1000 кг/м³.

Расчеты эффективного коэффициента размножения во всех вариантах выполнены с погрешностью, не превышающей 0,0001.

При моделировании в качестве исходных данных был принят состав свежего (необлученного) топлива, что соответствует наихудшему с точки зрения реактивности сценарию и обеспечивает достаточный запас при обосновании требований к критической безопасности упаковки.

Результаты нейтронно-физических расчетов ОТВС

Нейтронно-физические расчеты выполнялись с использованием программы MCNP5 [6] с библиотекой ядерных сечений ENDF/B-VII.0 [7].

Результаты расчетов по определению эффективного коэффициента размножения при нормальных условиях хранения и транспортировке ОТВС реактора ИВГ.1М в универсальном чехле для ТУК-19 и при возникновении аварийной ситуации приведены в таблице 1.

Таблица 1. Результаты нейтронно-физических расчетов

№	Параметры модели	Масса урана-235, г	Объемная концентрация урана-235, атом/см ³	$k_{эфф}$	
				нормальные условия	заполнение водой
1	ОТВС высотой 600 мм	533	$1,6165 \times 10^{22}$	0,0096	0,3433
2	ОТВС высотой 800 мм	637	$1,4467 \times 10^{22}$	0,0088	0,3372

Таким образом, при нормальных условиях хранения и при возникновении рассмотренной аварийной ситуации выполняется требование [5], при котором эффективный коэффициент размножения $k_{эфф}$ отдельной упаковки не должен превышать 0,95 в обычных, нормальных и аварийных условиях перевозки. На основании вышеизложенного можно сделать вывод, что даже при возникновении аварийной ситуации, вызванной полным затоплением универсального чехла с ОТВС водой, хранение и транспортировка ОЯТ реактора ИВГ.1М являются безопасными с точки зрения ядерной безопасности.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ПАРАМЕТРОВ ОТВС ПРИ ИХ ХРАНЕНИИ И ТРАНСПОРТИРОВКЕ

Определение теплофизических параметров ОТВС при их хранении и транспортировке является ключевым элементом обоснования соответствия транспортной упаковки установленным требованиям. Согласно действующим нормативным документам [5], необходимо учитывать остаточное тепловыделение,

которое может приводить к повышению температуры элементов упаковки.

Корректная оценка теплофизических характеристик топлива позволяет обеспечить предотвращение перегрева ОТВС и конструктивных элементов упаковки, сохранение ее целостности и герметичности, а также соблюдение допустимого уровня теплового потока на внешней поверхности ТУК. Тем самым обеспечивается надежность конструкции при обращении с ОТВС и выполнении требований к условиям хранения и транспортировки, включая защиту персонала и окружающей среды.

Теплогидравлическая модель и граничные условия

Основными задачами теплогидравлических расчетов являлись:

- определение теплового состояния ОТВС, выгруженной из активной зоны реактора ИВГ.1М, обусловленное остаточным энерговыделением;
- определение теплового состояния универсального чехла с пенами, заполненными ОТВС;
- оценка теплового состояния внешней поверхности ТУК-19 полностью загруженного ОТВС.

Определение теплового состояния отработанных ТВС исследовательского реактора ИВГ.1М проводилось с использованием трехмерной компьютерной модели, позволяющей произвести расчет необходимых параметров с учетом распределения поля скоростей окружающего воздуха, возникающего за счет естественной конвекции, а также заданным распределениям мощности в ОТВС.

Расчетная модель (рисунок 7) включала в себя универсальный чехол, пены с ОТВС реактора ИВГ.1М, окружающую среду и бетонную подставку. Моделирование осуществлялось с соблюдением основных размерно-материальных характеристик конструкции. Твэлы ОТВС реактора ИВГ.1М смоделированы цилиндрическими стержнями с сохранением общей площади теплоотдачи с оболочек твэлов реактора ИВГ.1М. Исходя из симметричности моделируемого объекта была построена 1/6 часть универсального чехла. Теплофизические свойства материалов заимствованы из литературных источников [8–10]. Теплогидравлические расчеты проведены с помощью программного кода ANSYS Fluent [11].

Исходные данные для проведения теплогидравлических расчетов представлены в таблице 2.

Таблица 2. Исходные данные для теплогидравлических расчетов

Параметр	Значение
Окружающая среда	воздух
Температура окружающей среды, К	300
Давление окружающей среды, атм	1
Высота ОТВС, мм	800
Энерговыделение в ОТВС, Вт	рисунок 8 и 9

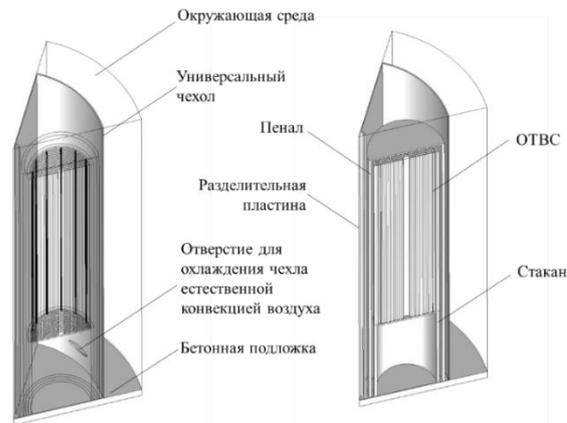


Рисунок 7. Расчетная теплогидравлическая модель универсального чехла, содержащего пены с ОТВС реактора ИВГ.1М

В ходе моделирования учитывалось перераспределение скоростей воздуха, заполняющего внутренний объем универсального чехла, возникающее вследствие естественной конвекции, обусловленной нагревом конструкционных материалов и действием гравитационных сил. Для описания пространственных гидродинамических эффектов переноса теплоты и массы применялась модель турбулентности *Realizable k-ε*. Граничные условия типа *Pressure Outlet*, обеспечивающие свободный выход воздуха из чехла, были заданы на верхней поверхности расчетной области; боковые поверхности описывались условиями симметрии. На нижней границе универсального чехла, а также на его внешней боковой стенке устанавливались условия конвективного теплообмена с окружающей средой при температуре 300 К и коэффициенте теплоотдачи 5 Вт/(м²·К).

Для оценки остаточного энерговыделения применялась формула Вигнера, позволяющая вычислять энерговыделение на достаточно продолжительный промежуток времени после останова реактора, при этом не пренебрегая особенностями изотопного состава ядерного топлива и иными параметрами, оказывающими влияние на энерговыделение:

$$\frac{W_{\beta,\gamma}}{W_0} = 6,5 \cdot 10^{-2} \cdot [\tau_c^{-0,2} - (\tau_c + T)^{-0,2}],$$

где $W_{\beta,\gamma}$ – остаточное энерговыделение реактора через время τ_c после его останова; W_0 – мощность реактора до останова, на которой он работал в течение времени T .

При определении остаточного энерговыделения в топливе реактора ИВГ.1М принималось, что до останова реактор работал на максимальной мощности, равной 10 МВт, в течение 3,6 часа. Значение остаточной мощности представлено на всю высоту ТВС.

Характер изменения остаточного энерговыделения в ОТВС реактора ИВГ.1М, зависящего от времени их выдержки после облучения, начиная с момента останова реактора, приведен на рисунке 8.

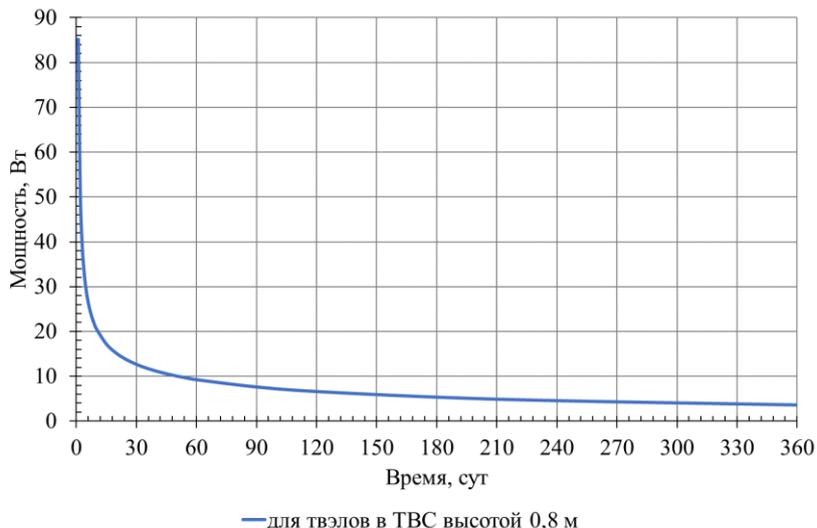


Рисунок 8. Изменение остаточного энерговыделения в ОТВС реактора ИВГ.1М после облучения

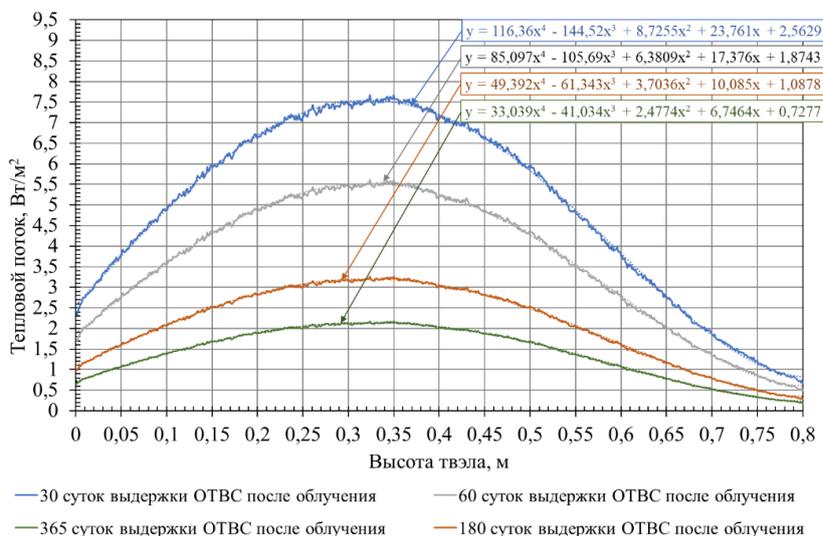


Рисунок 9. Распределение теплового потока с поверхности ОТВС по высоте в различное время после останова реактора

Используя высотное распределение энерговыделения в ТВС, полученное в программном коде MCNP, и значение остаточного энерговыделения в определенные моменты времени (рисунок 8), получено распределение теплового потока с поверхности ОТВС по высоте в различное время после останова реактора, представленное на рисунке 9. Также на рисунке 9 приведены функции для описания зависимости теплового потока в ОТВС.

Результаты расчета теплового состояния ОТВС, выгруженных из активной зоны ИВГ.1М

В результате проведения данного этапа теплофизических расчетов было определено тепловое состояние ОТВС, выгруженных из активной зоны реактора ИВГ.1М и помещенных в промежуточное хранилище через 30 суток с момента останова реактора. Также определено тепловое состояние ОТВС при хранении

их в течение 60 и 180 суток. Моделировалось свободное нахождение ОТВС в окружающей среде (воздухе) с постоянной температурой равной 300 К. Это соответствует условию сухого хранения в хорошо вентилируемом помещении

На рисунке 10 представлено температурное поле в ОТВС на 30, 60 и 180 сутки после останова реактора.

Максимальная температура в ОТВС, выгруженных из активной зоны реактора ИВГ.1М и помещенных в промежуточное хранилище на 30 суток с момента останова реактора, составляет 447 К.

Результаты расчета теплового состояния универсального чехла и пеналов с ОТВС при хранении в промежуточном хранилище

После разделки ВОТК и загрузке ОТВС в герметичные пеналы и в универсальный чехол сборки

возвращается на временное хранение в промежуточное хранилище.

Таким образом, в результате второго этапа теплофизических расчетов было определено тепловое состояние универсального чехла и пеналов с ОТВС при

остаточном энерговыделении, соответствующем 30, 60 и 180 суткам с момента останова реактора (рисунки 11–13).

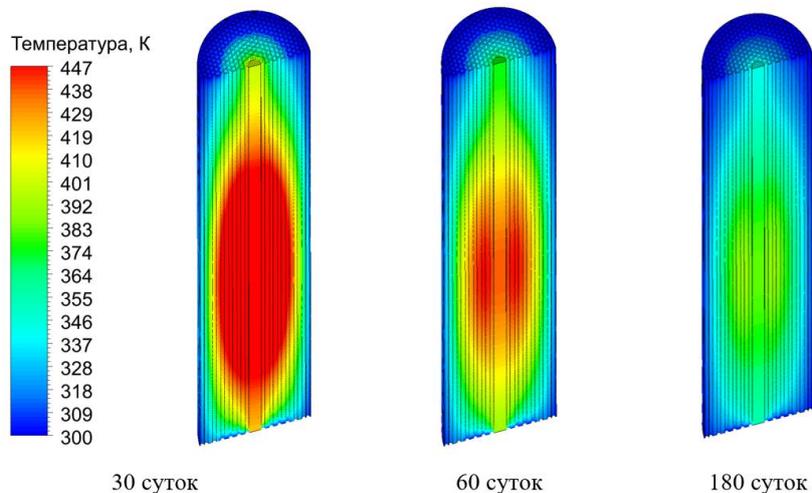


Рисунок 10. Поле температур в ОТВС реактора ИВГ.1М (30, 60 и 180 сутки после останова реактора)

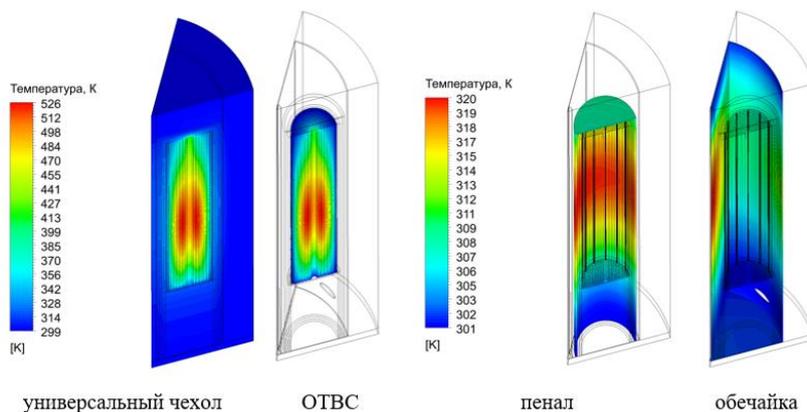


Рисунок 11. Поле температур в конструкционных материалах универсального чехла, содержащего ОТВС реактора ИВГ.1М, на 30 сутки после останова реактора

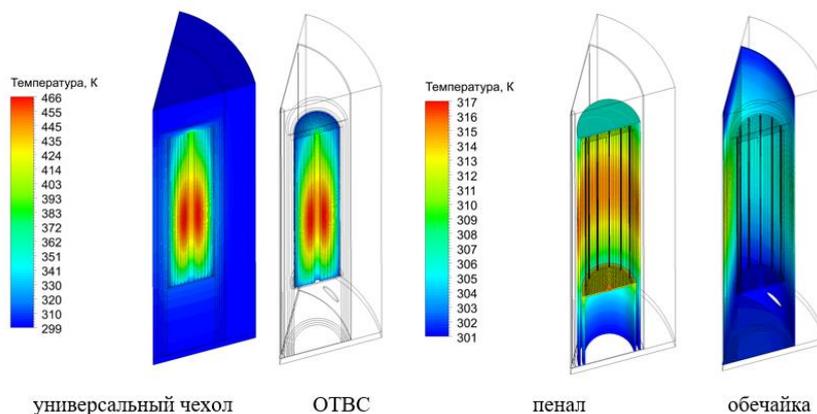


Рисунок 12. Поле температур в конструкционных материалах универсального чехла, содержащего ОТВС реактора ИВГ.1М, на 60 сутки после останова реактора

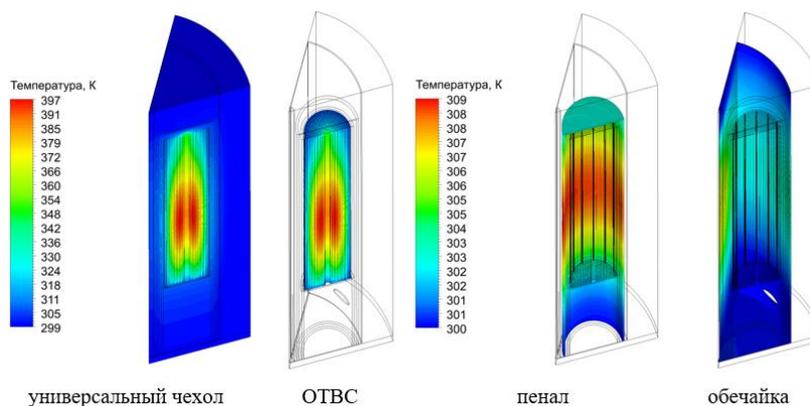


Рисунок 13. Поле температур в конструкционных материалах универсального чехла, содержащего ОТВС реактора ИВГ.1М, на 180 сутки после останова реактора

Максимальная температура в ОТВС, помещенной в универсальный чехол, при хранении в промежуточном хранилище на 30 сутки с момента останова реактора составляет 526 К, на 60 сутки – 466 К, на 180 сутки – 397 К. При этом максимальная температура конструктивных элементов универсального чехла на 30 сутки составляет 320 К, на 60 сутки – 317 К, на 180 сутки – 309 К.

Оценка теплового состояния внешней поверхности ТУК-19

Оценка теплового состояния внешней поверхности ТУК-19 важна для обеспечения безопасности хранения и транспортировки отработавшего ядерного топлива. В данном контексте важно учитывать теплоотведение, температуру внешней поверхности ТУК и соответствие установленным нормам. Согласно Правилам транспортировки радиоактивных веществ и радиоактивных отходов, утвержденных приказом Министра энергетики Республики Казахстан № 75 от 22 февраля 2016 года, одним из предъявляемых требований к перевозке является то, что средний тепловой поток у поверхности упаковки или транспортного пакета не должен превышать 15 Вт/м² [5].

Поэтому, помимо определения температуры топлива и внутренних конструктивных элементов универсального чехла и пеналов с ОТВС в различные промежутки времени, была выполнена оценка теплового состояния внешней поверхности ТУК-19, загруженного тремя ОТВС. Оценка среднего теплового потока на поверхности упаковки определялась из суммарного остаточного энерговыделения ОТВС, помещенных в транспортный комплект, и его габаритных размеров.

В таблице 3 представлены расчетные значения теплового потока с внешней поверхности ТУК-19, полностью загруженного ОТВС реактора ИВГ.1М.

Исходя из результатов расчета определено, что хранение и транспортировка ОТВС реактора ИВГ.1М в ТУК-19 возможна после снижения их активности в течение 180 суток после останова реактора.

Таблица 3. Расчетные значения теплового потока с поверхности ТУК-19

Параметр	Значение						
	30	60	90	120	180	240	365
Время после останова реактора, суток	30	60	90	120	180	240	365
Остаточное энерговыделение в одной ОТВС, Вт	12,7	9,3	7,7	6,7	5,4	4,6	3,6
Тепловой поток с поверхности ТУК-19, Вт/м ²	33,2	24,3	20,1	17,4	14,1	12,1	9,4

Однако, нужно понимать, что данная оценка является консервативной и основана на предположении о работе реактора на номинальной мощности непосредственно перед выгрузкой ВОТК. Реальное время выдержки ОТВС может быть меньше, если непосредственно перед выгрузкой пуски на реакторе ИВГ.1М не проводились.

ОЦЕНКА РАДИАЦИОННОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ТРАНСПОРТИРОВКЕ ОТВС в ТУК-19

Для оценки радиационной безопасности при транспортировке радиоактивных материалов важно учитывать мощность эффективной дозы. Этот параметр отражает потенциальное облучение персонала и населения при нахождении вблизи транспортного упаковочного комплекта и является одним из ключевых критериев соответствия нормам радиационной безопасности.

Радиационная безопасность при хранении [12] и транспортировке отработавшего топлива как исследовательских [3, 13], так и энергетических реакторов [14, 15] на начальных этапах, как правило, оценивается с учетом дозовой нагрузки от фотонного излучения. Это обусловлено тем, что при относительно коротких сроках выдержки основными источниками излучения являются гамма-кванты от короткоживущих продуктов деления, тогда как вклад нейтронного излучения в этот период остается незначительным. Однако в случае топлива с высоким выгоранием, характерного для энергетических реакторов, а также при длительном хранении, нейтронная компонента может становиться доминирующей. В таких услови-

ях методика радиационного анализа должна включать и расчет нейтронной составляющей.

В настоящем исследовании рассматривается сценарий транспортировки ОЯТ исследовательского реактора с коротким сроком выдержки, для которого расчеты радиационной обстановки целесообразно ограничить фотонной составляющей. Такой подход соответствует реальной практике и позволяет адекватно оценить дозовые нагрузки на персонал и окружающую среду на ранних этапах обращения с топливом.

Расчет радиационной безопасности при транспортировке ОТВС реактора ИВГ.1М в ТУК-19 проводился в программном коде MCNP [6] для оценки соответствия установленным требованиям радиационной безопасности при транспортировке ОЯТ [5].

На рисунке 14 представлены расчетные распределения мощности эффективной дозы внутри транспортного упаковочного комплекта в горизонтальном и вертикальном сечениях, полученные через 180 суток после останова реактора. Эти данные позволяют наглядно оценить характер формирования дозового поля внутри упаковки и служат основой для анализа радиационной безопасности при ее транспортировке.

По результатам расчетов, мощность эффективной дозы составляет:

- в центре ОТВС ≥ 6800 мЗв/ч;
- на поверхности пенала для хранения ОЯТ ИВГ.1М ≥ 3100 мЗв/ч;
- на поверхности универсального чехла для ТУК-19 ~ 1580 мЗв/ч.

В результате ранее проведенных расчетов и опубликованных в [1] известен список радионуклидов, образовавшихся при работе ТВС в реакторе ИВГ.1М: ^3H , ^{85}Kr , ^{89}Sr , ^{90}Sr , ^{90}Y , ^{91}Y , ^{95}Zr , ^{95}Nb , ^{103}Ru , ^{106}Ru , ^{131}I , ^{133}Xe , ^{137}Cs , ^{140}Ba , ^{140}La , ^{141}Ce , ^{144}Ce , ^{143}Pr , ^{147}Nd , ^{147}Pm .

Таким образом, зная мощность эффективной дозы на поверхности универсального чехла, толщину корпуса ТУК-19 (рисунок 1), состоящего из углеродистой или низколегированной стали повышенной прочности 08X18H10T, можно вычислить интенсивность дозы на поверхности ТУК для каждого радионуклида:

$$I = I_0 \cdot e^{-\mu x}$$

где I_0 – начальная интенсивность излучения, мЗв/ч; μ – линейный коэффициент ослабления, см^{-1} ; x – толщина материала, см.

В таблице 4 представлены результаты проведенного расчета.

На основании проведенных расчетов установлено, что на 180-е сутки после останова реактора мощность эффективной дозы на поверхности транспортного упаковочного комплекта соответствует требованиям категории II (желтая) в соответствии с нормативами, установленными Правилами транспортировки ядерных материалов, радиоактивных веществ и радиоактивных отходов, и составляет не более 0,5 мЗв/час [5]. Основной вклад в дозовую нагрузку на данном этапе вносят радионуклиды ^{90}Y и ^{140}La .

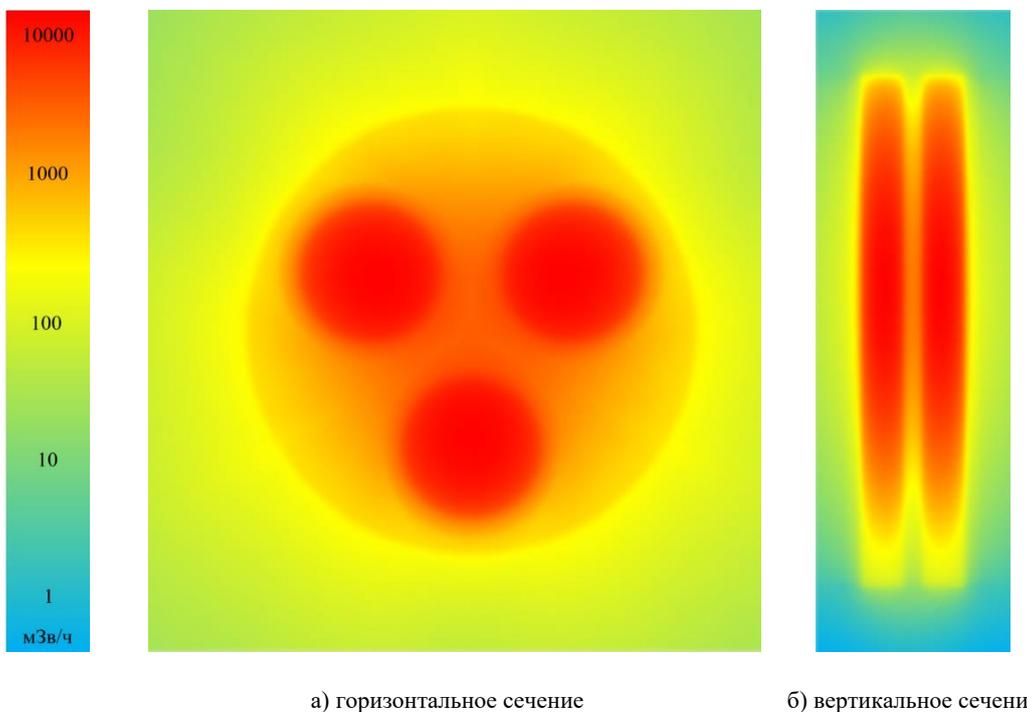


Рисунок 14. Дозовое поле внутри ТУК-19 (универсальный чехол с тремя пеналами, заполненными ОТВС ИВГ.1М)

Таблица 4. Расчет интенсивности излучения на поверхности ТУК-19 [16].

Изотоп	Тип распада	Энергия γ -излучения, МэВ	Период полураспада, сутки	μ , см ⁻¹	Доза на поверхности ТУК-19 на 180 суток, мЗв/ч
³ H	β^-	0,000	4500	—	нет
⁸⁵ Kr	$\beta^- + \gamma$	0,514	3945	0,632	0,00077
⁸⁹ Sr	$\beta^- + \gamma$	0,909	50,50	0,474	0,02911
⁹⁰ Sr	β^-	0,000	10500	—	нет
⁹⁰ Y	$\beta^- + \gamma$	1,700	2,67	0,356	0,44427
⁹¹ Y	$\beta^- + \gamma$	1,200	58,50	0,474	0,02911
⁹⁵ Zr	$\beta^- + \gamma$	0,756	64,00	0,553	0,00473
⁹⁵ Nb	$\beta^- + \gamma$	0,765	35,00	0,553	0,00473
¹⁰³ Ru	$\beta^- + \gamma$	0,497	39,30	0,632	0,00077
¹⁰⁶ Ru	β^-	0,000	373,60	—	нет
¹³¹ I	$\beta^- + \gamma$	0,364	8,02	1,106	очень мало
¹³³ Xe	$\beta^- + \gamma$	0,081	5,25	9,480	очень мало
¹³⁷ Cs	$\beta^- + \gamma$	0,662	11000	0,553	0,00473
¹⁴⁰ Ba	$\beta^- + \gamma$	0,537	12,80	0,632	0,00077
¹⁴⁰ La	$\beta^- + \gamma$	1,596	1,68	0,411	0,12453
¹⁴¹ Ce	$\beta^- + \gamma$	0,145	32,50	4,740	очень мало
¹⁴⁴ Ce	$\beta^- + \gamma$	0,134	284	4,740	очень мало
¹⁴³ Pr	$\beta^- + \gamma$	0,742	13,60	0,553	0,00473
¹⁴⁷ Nd	$\beta^- + \gamma$	0,531	3825000	0,632	0,00077
¹⁴⁷ Pm	$\beta^- + \gamma$	0,121	2,62	4,740	очень мало

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Обращение с отработавшим ядерным топливом исследовательского реактора ИВГ.1М требует особого внимания в части безопасного хранения и транспортировки ядерных материалов. С точки зрения ядерной безопасности хранение ОТВС ИВГ.1М в универсальном чехле для ТУК-19 в условиях нормальной эксплуатации и при возникновении аварийной ситуации, вызванной полным затоплением чехла водой, является безопасным. При этом эффективный коэффициент размножения отдельной упаковки не должен превышать 0,95 в обычных, нормальных и аварийных условиях перевозки.

Транспортно-технологические операции с ОТВС реактора ИВГ.1М должны состоять из комплекса технологических мероприятий, согласно проведенным расчетным прогнозам по тепловому состоянию ОТВС и данным о спаде остаточной мощности и активности тепловыделяющих сборок в условиях длительного хранения.

Поскольку спад остаточной мощности и активности тепловыделяющих сборок в условиях длительного хранения имеет экспоненциальную зависимость, то в первые сутки остаточное энерговыделение в ОТВС высотой 0,8 м составляет 85,3 Вт, на 30 суток – 12,7 Вт, а на 180 суток – 5,4 Вт. Следовательно, после останова реактора ИВГ.1М необходима выдержка ОТВС в активной зоне реактора не менее 30 суток с целью снижения активности топливных стержней после их облучения. Если технически невозможна выдержка ОТВС в активной зоне реактора в течение месяца, допускается выгрузка

ОТВС из активной зоны реактора ИВГ.1М и размещение их в промежуточном хранилище. При этом на 30 суток с момента останова реактора максимальная температура ОТВС, выгруженных из реактора, составит 447 К.

Расчетные исследования показали, что загрузка ОТВС в универсальный чехол для ТУК-19 может производиться по истечению 30 суток с момента останова реактора, так как максимальная температура конструктивных элементов универсального чехла с ОТВС на 30 суток, составляет 320 К, на 60 суток – 317 К, на 180 суток – 309 К.

Проведенная оценка радиационной безопасности при транспортировке отработавших тепловыделяющих сборок в ТУК-19 показала, что к 180-м суткам после останова реактора мощность эффективной дозы на его поверхности снижается до допустимого уровня. Основной вклад в формирование дозовой нагрузки на данном этапе вносят короткоживущие радионуклиды, в том числе ⁹⁰Y и ¹⁴⁰La.

Таким образом, согласно «Правилам транспортировки радиоактивных веществ и радиоактивных отходов», хранение и перевозка ОТВС реактора ИВГ.1М в ТУК-19 допускаются не ранее чем через 180 суток после останова реактора, что обусловлено необходимостью снижения их радиационных и тепловых характеристик. К этому моменту мощность эффективной дозы на поверхности ТУК снижается до уровня, соответствующего категории II (желтая), а тепловой поток с его поверхности находится в пределах, установленных нормативными требованиями. Таким образом, начиная с 180-х суток после остано-

ва, транспортировка ТУК-19 может осуществляться при условии строгого соблюдения всех требований, предусмотренных действующими правилами, включая контроль дозовой нагрузки, теплового излучения, экранирования и маркировки.

Полученный при обращении с ОЯТ исследовательского реактора опыт будет востребован при работе с ОЯТ энергетических реакторов будущих казахстанских АЭС [17], при этом с учетом более длительного времени выдержки и высокого уровня облучения методика оценки радиационной обстановки может быть доработана и расширена за счет учета нейтронной составляющей.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан по теме BR24993118 «НИР по обоснованию выбора и реализации технологии переработки твердых радиоактивных отходов».

ЛИТЕРАТУРА

- Ruslan A. Irkimbekov, Artur S. Surayev, Galina A. Vityuk, Olzhas M. Zhanbolatov, Zamanbek B. Kozhabayev, Sergey V. Bedenko, Nima Ghal-Eh, Alexander D. Vurim. Study on an open fuel cycle of IVG.1M research reactor operating with LEU-fuel // Nuclear Engineering and Technology. –2023. –Vol. 55, Iss. 4. –P. 1439-1447. <https://doi.org/10.1016/j.net.2022.12.012>
- Irkimbekov R., Vurim A., Vityuk G., Zhanbolatov O., Kozhabayev Z., Surayev A. Modeling of Dynamic Operation Modes of IVG.1M Reactor // Energies. – 2023. – Vol. 16, Iss. 2. – Art. no. 932. <https://doi.org/10.3390/en16020932>
- Irkimbekov R.A., Vurim A.D., Bedenko S.V., Surayev A.S., Vityuk G.A. Neutron background of composite low-enriched uranium fuel of the IVG.1M research reactor // Nuclear Energy and Technology. – 2022. – Vol. 8, Iss. 3. – P. 167–172. <https://doi.org/10.3897/nucet.8.93895>
- Sabitova R., Popov Y., Irkimbekov R., Prozorova I., Derbyshev I., Nurzhanov E., Surayev A., Gnyrya V., Azimkhanov A. Results of Experiments under the Physical Start-Up Program of the IVG.1M Reactor // Energies. – 2023. – Vol. 16, Iss. 17. – Art. no. 6263. <https://doi.org/10.3390/en16176263>
- Министерство энергетики Республики Казахстан. Об утверждении Правил транспортировки ядерных материалов, радиоактивных веществ и радиоактивных отходов: приказ от 28 мая 2021 г. № 183. Зарегистрирован в Министерстве юстиции Республики Казахстан 2 июня 2021 г. № 22905.
- Goorley T., James M., Booth T., Brown F., Bull J., Cox L.J., Durkee J., Elson J., Fensin M., Forster R.A., Hendricks J., Hughes H.G., Johns R., Kiedrowski B., Martz R., Mashnik S., McKinney G., Pelowitz D., Prael R., Sweezy J., Waters L., Wilcox T., Zukaitis T. Initial MCNP6 release overview // Nuclear Technology. – 2012. – Vol. 180, Iss. 3. – P. 298–315. <https://doi.org/10.13182/NT11-135>
- Chadwick, M. B., Herman, M., Obložinský, P., Dunn, M. E., Danon, Y., Kahler, A. C., Young, P. G. ENDF/B-VII.0: Next generation evaluated nuclear data library for nuclear science and technology // Nuclear Data Sheets. – 2006. – Vol. 107, Iss. 12. – P. 2931–3060.
- Thermophysical properties of materials for nuclear engineering: a tutorial and collection of data // IAEA. – Vienna, 2008.
- Чиркин, В.С. Теплофизические свойства материалов ядерной техники / В.С. Чиркин, – М.: Атомиздат. – 1968. – С. 121–128, 291–294, 237–239.
- Варгафтик, Н.Б. Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей / Н.Б. Варгафтик, М.: Наука, 1972. – с. 525–526, 535, 544–545, 558–561.
- ANSYS Inc. – Release 21.1.0. – USA, 2021.
- Plevaka, M.N., Bedenko, S.V., Gubaidulin, I.M. et al. Neutron-physical studies of dry storage systems of promising fuel compositions // Bull. Lebedev Phys. Inst. – 2015. –Vol. 42. –P. 240–243. <https://doi.org/10.3103/S1068335615080059>
- Ruslan A. Irkimbekov, Alexander D. Vurim, Sergey V. Bedenko, Gennady N. Vlaskin, Artur S. Surayev, Galina A. Vityuk, Hector R. Vega-Carrillo. Estimating the neutron component of radiation properties of the IVG.1M research reactor irradiated low-enriched fuel // Applied Radiation and Isotopes. –2022. –Vol. 181. –110094. <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2021.110094>
- Sergey V. Bedenko, Gennady N. Vlaskin, Sergey D. Polozkov, Dmitry G. Veretennikov, Alexey S. Demin, Nima Ghal-Eh, Faezeh Rahmani. Radiation spectroscopy of irradiated VVER-1200 fuel with burnable Am-absorber: A computational approach // Applied Radiation and Isotopes. –2025. –Vol. 218. –111674. <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2025.111674>
- Sergey V. Bedenko, Gennady N. Vlaskin, Sergey D. Polozkov, Ahmed H. Ali, Alexey A. Orlov, Hector Rene Vega-Carrillo. Computational neutron emission spectrometry and radiation assessment in VVER-1200 reactor nuclear fuel // Radiation Physics and Chemistry. –2025. – Vol. 229. –112555. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2025.112555>
- International Atomic Energy Agency – Nuclear Data Section. <https://www-nds.iaea.org/>
- Batyrbekov E., Vityuk V., Zarva D., Sharipov M. Conceptual View of the Implementation of the Nuclear Energy Program in the Republic of Kazakhstan // Energies. – 2024. – Vol. 17, Iss. 22. – Art. no. 5788. <https://doi.org/10.3390/en17225788>

REFERENCES

- Ruslan A. Irkimbekov, Artur S. Surayev, Galina A. Vityuk, Olzhas M. Zhanbolatov, Zamanbek B. Kozhabayev, Sergey V. Bedenko, Nima Ghal-Eh, Alexander D. Vurim. Study on an open fuel cycle of IVG.1M research reactor operating with LEU-fuel // Nuclear Engineering and Technology. –2023. –Vol. 55, Iss. 4. –P. 1439-1447. <https://doi.org/10.1016/j.net.2022.12.012>
- Irkimbekov R., Vurim A., Vityuk G., Zhanbolatov O., Kozhabayev Z., Surayev A. Modeling of Dynamic Operation Modes of IVG.1M Reactor // Energies. – 2023. – Vol. 16, Iss. 2. – Art. no. 932. <https://doi.org/10.3390/en16020932>
- Irkimbekov R.A., Vurim A.D., Bedenko S.V., Surayev A.S., Vityuk G.A. Neutron background of composite low-enriched uranium fuel of the IVG.1M research reactor // Nuclear Energy and Technology. – 2022. – Vol. 8, Iss. 3. – P. 167–172. <https://doi.org/10.3897/nucet.8.93895>

4. Sabitova R., Popov Y., Irkimbekov R., Prozorova I., Derbyshev I., Nurzhanov E., Surayev A., Gnyrya V., Azimkhanov A. Results of Experiments under the Physical Start-Up Program of the IVG.1M Reactor // *Energies*. – 2023. – Vol. 16, Iss. 17. – Art. no. 6263. <https://doi.org/10.3390/en16176263>
5. Ministerstvo energetiki Respubliki Kazakhstan. Ob utverzhdenii Pravil transportirovki yadernykh materialov, radioaktivnykh veshchestv i radioaktivnykh otkhodov: prikaz ot 28 maya 2021 g. No. 183. Zaregistrirovano v Ministerstve yustitsii Respubliki Kazakhstan 2 iyunya 2021 g. No. 22905.
6. Goorley T., James M., Booth T., Brown F., Bull J., Cox L.J., Durkee J., Elson J., Fensin M., Forster R.A., Hendricks J., Hughes H.G., Johns R., Kiedrowski B., Martz R., Mashnik S., McKinney G., Pelowitz D., Prael R., Sweezy J., Waters L., Wilcox T., Zukaitis T. Initial MCNP6 release overview // *Nuclear Technology*. – 2012. – Vol. 180, Iss. 3. – P. 298–315. <https://doi.org/10.13182/NT11-135>
7. Chadwick, M. B., Herman, M., Obložinský, P., Dunn, M. E., Danon, Y., Kahler, A. C., Young, P. G. ENDF/B-VII.0: Next generation evaluated nuclear data library for nuclear science and technology // *Nuclear Data Sheets*. – 2006. – Vol. 107, Iss. 12. – P. 2931–3060.
8. Thermophysical properties of materials for nuclear engineering: a tutorial and collection of data // IAEA. – Vienna, 2008.
9. Chirkin, V.S. Teplofizicheskie svoystva materialov yadernoy tekhniki / V.S. Chirkin. – Moscow: Atomizdat. – 1968. – P. 121–128, 291–294, 237–239.
10. Vargaftik, N.B. Spravochnik po teplofizicheskim svoystvam gazov i zhidkostey / N.B. Vargaftik. – Moscow: Nauka. – 1972. – P. 525–526, 535, 544–545, 558–561.
11. ANSYS Inc. – Release 21.1.0. – USA, 2021.
12. Plevaka, M.N., Bedenko, S.V., Gubaidulin, I.M. et al. Neutron-physical studies of dry storage systems of promising fuel compositions // *Bull. Lebedev Phys. Inst.* – 2015. –Vol. 42. –P. 240–243. <https://doi.org/10.3103/S1068335615080059>
13. Ruslan A. Irkimbekov, Alexander D. Vurim, Sergey V. Bedenko, Gennady N. Vlaskin, Artur S. Surayev, Galina A. Vityuk, Hector R. Vega-Carrillo. Estimating the neutron component of radiation properties of the IVG.1M research reactor irradiated low-enriched fuel // *Applied Radiation and Isotopes*. –2022. –Vol. 181. –110094. <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2021.110094>
14. Sergey V. Bedenko, Gennady N. Vlaskin, Sergey D. Polozkov, Dmitry G. Veretennikov, Alexey S. Demin, Nima Ghal-Eh, Faezeh Rahmani. Radiation spectroscopy of irradiated VVER-1200 fuel with burnable Am-absorber: A computational approach // *Applied Radiation and Isotopes*. –2025. –Vol. 218. –111674. <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2025.111674>
15. Sergey V. Bedenko, Gennady N. Vlaskin, Sergey D. Polozkov, Ahmed H. Ali, Alexey A. Orlov, Hector Rene Vega-Carrillo. Computational neutron emission spectrometry and radiation assessment in VVER-1200 reactor nuclear fuel // *Radiation Physics and Chemistry*. – 2025. –Vol. 229. –112555. <https://doi.org/10.1016/j.radphyschem.2025.112555>
16. International Atomic Energy Agency – Nuclear Data Section. <https://www-nds.iaea.org/>
17. Batyrbekov E., Vityuk V., Zarva D., Sharipov M. Conceptual View of the Implementation of the Nuclear Energy Program in the Republic of Kazakhstan // *Energies*. – 2024. – Vol. 17, Iss. 22. – Art. no. 5788. <https://doi.org/10.3390/en17225788>

ИВГ.1М РЕАКТОРЫНЫҢ ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ЯДРОЛЫҚ ОТЫНЫН ТАСЫМАЛДАУ ҚАУІПСІЗДІГІНІҢ НЕГІЗДЕМЕСІ

**Г. А. Витюк, Н. Е. Мухамедов, В. А. Витюк, Р. А. Иркимбеков,
О. М. Жанболатов, А. А. Куздеубай*, А. К. Мухамедиев**

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

* *Байланыс үшін E-mail: kuzdeubay@nnc.kz*

Зерттеу реакторларын конверсиялау жобасын іске асыру шеңберінде Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы ИВГ.1М реакторынан түсірілетін пайдаланылған ядролық отынмен (ПЯО) одан әрі жұмыс істеу мәселесін пысықтауда. Жауапты кезеңдердің бірі Қазақстан Республикасы Энергетика министрінің бұйрығымен бекітілген «Радиоактивті заттар мен радиоактивті қалдықтарды тасымалдау қағидаларына» сәйкес келетін пайдаланылған жылу бөлетін жинақтарды (ПЖБЖ) сақтау немесе қайта өңдеу орнына тасымалдау болып табылады.

Бұл жұмыста ПЯО-ны сақтау немесе қайта өңдеу пунктіне дейін қауіпсіз тасымалдауды қамтамасыз ету үшін ИВГ.1М реакторының активті аймағынан түсірілген ПЖБЖ-нің қауіпсіз параметрлері анықталды. ИВГ.1М КЖҚҚ-ны сақтау кезінде штаттық жағдайларда ТУК-19 арналған әмбебап қаптамада және қаптаманың толық су басудан туындаған авариялық жағдай туындаған кезде ядролық қауіпсіздікті негіздеуге нейтрондық-физикалық есептеулер жүргізілді. Қалдық жылу бөлудің төмендеуі туралы деректерді ескере отырып, ПЖБЖ жылу жай-күйі анықталды. ПЖБЖ бар ТУК-19-дың сыртқы бетінің жылу және радиациялық жағдайын бағалау орындалды. Зерттеу реакторының ПЯО жұмыс істеу кезінде алынған тәжірибе болашақ қазақстандық АЭС-тің энергетикалық реакторларының ПЯО-мен жұмыс істеу бойынша ұсынымдарды әзірлеу кезінде сұранысқа ие болады.

Түйін сөздер: *ИВГ.1М реакторы, пайдаланылған ядролық отын, тасымалдау, әмбебап қаптама, ядролық қауіпсіздік, жылу ағыны.*

**JUSTIFICATION OF THE SAFE TRANSPORTATION OF SPENT NUCLEAR FUEL
FROM THE IVG.1M REACTOR**

**G. A. Vityuk, N. Ye. Mukhamedov, V. A. Vityuk, R. A. Irkimbekov,
O. M. Zhanbolatov, A. A. Kuzdeubay*, A. K. Muhamediev**

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

** E-mail for contacts: kuzdeubay@nnc.kz*

Under the research reactor conversion Project, the National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan has been working on the issue of the further handling the spent nuclear fuel (SNF) unloaded from the IVG.1M reactor. One of the critical stages is the transportation of the spent fuel assemblies (SFAs) to the storage or processing place, which should comply with the "Rules for the Transportation of Radioactive Substances and Radioactive Waste", approved by the order of the Minister of Energy of the Republic of Kazakhstan.

In this work, the safe parameters of the SFAs unloaded from the IVG.1M reactor core have been determined to ensure the SNF safe transportation to the storage or processing point. The neutronic calculations have been carried out to substantiate the nuclear safety during the storage of the IVG.1M SFAs in a universal casing for TUK-19 under the normal conditions and in the case of an emergency caused by the casing complete flooding. The thermal state of the SFAs was determined, taking into account the data on the reduction of the residual heat generation. An assessment of the thermal and radiation condition of the TUK-19 external surface with the SFAs has been performed. The experience gained in handling the SNF of a research reactor will be in demand when developing recommendations for handling the SNF of power reactors at future Kazakhstani nuclear power plants.

Keywords: *IVG.1M reactor, spent nuclear fuel, transportation, universal casing, nuclear safety, heat flow.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-50-57>

УДК 519.876.5

НЕСТАНДАРТНЫЕ ПОДХОДЫ К КОНЕЧНО-ЭЛЕМЕНТНОМУ МОДЕЛИРОВАНИЮ АКТИВНОЙ ЗОНЫ ИГР

А. С. Сураев, Р. А. Иркимбеков, Н. Е. Мухамедов, Г. А. Витюк, О. М. Жанболатов, С. А. Должиков*

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

** E-mail для контактов: dolzhikov@nnc.kz*

Для моделирования тепловых процессов, которые происходят в активной зоне импульсного графитового реактора ИГР, в Институте атомной энергии РГП НЯЦ РК, применяется разработанная трехмерная теплофизическая модель. Данная модель имеет высокую степень детализации и позволяет проводить теплофизические расчеты параметров активной зоны в различных режимах ее работы, в том числе на предельных энерговыделениях и при возникновении нештатных ситуаций. Входными данными служат многомерные массивы с распределением энерговыделения по активной зоне, полученные после проведения нейтронно-физических расчетов. Результатом моделирования является массив данных, содержащий значения температуры, рассчитанные для каждого узла модели в каждый момент времени. При разработке теплофизической модели были реализованы новые нестандартные подходы, которые ранее не применялись. В данной работе показаны особенности моделирования активной зоны ИГР в среде ANSYS Mechanical APDL, которые позволили получить качественный инструмент для исследования температурных режимов реактора.

Ключевые слова: ИГР, теплофизическая модель, метод конечных элементов, многомерный массив, ANSYS.

ВВЕДЕНИЕ

Основное назначение импульсного графитового реактора ИГР – проведение испытаний облучательных устройств, содержащих ядерное топливо, которые представляют собой ТВЭЛы и отдельные элементы конструкции тепловыделяющих сборок проектируемых активных зон [1]. Уникальные конструкционные и нейтронно-физические характеристики реактора делают его востребованным инструментом для проведения исследований, направленных на безопасное развитие атомной энергетики как в Республике Казахстан, так и в мире [2].

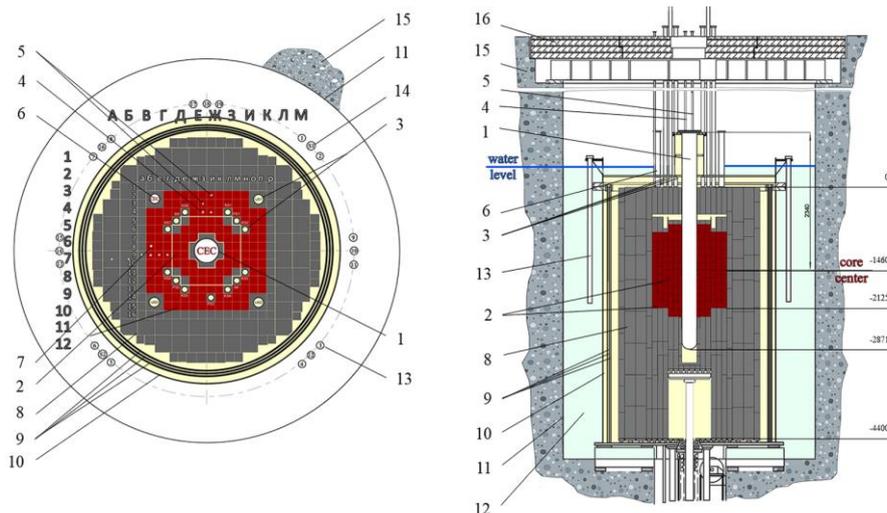
Любые реакторные испытания с ядерным топливом проводятся после расчетного обоснования безопасности таких работ [3]. Расчетное обоснование, так называемый анализ безопасности, выполняется с целью исследования нейтронно-физических и теплофизических параметров как облучательного устройства, так и реактора. Главная задача таких исследований – определение безопасных режимов работы реактора и экспериментального устройства при любом вероятном сценарии развития событий во время реакторного пуска [4, 5]. Соответственно для выполнения анализа безопасности необходимы расчетные модели как для нейтронно-физических, так и для теплофизических расчетов. Актуальность данной работы заключается в разработке и применении новых нестандартных методов создания модели активной зоны реактора ИГР для теплофизических расчетов. Объектом исследования выступает активная зона реактора ИГР. В данной работе были рассмотрены нюансы моделирования конечно-элементной сетки активной зоны реактора ИГР для теплофизических расчетов.

УПРОЩЕННАЯ МОДЕЛЬ АКТИВНОЙ ЗОНЫ РЕАКТОРА ИГР

Активная зона реактора ИГР состоит из графитовых колонн прямоугольной формы. По размеру колонны можно разделить на два вида: (1) колонны квадратного сечения размером $\sim 98 \times 98$ мм, формирующие подвижную и неподвижную часть графитовой кладки реактора и (2) колонны квадратного сечения размером $\sim 198 \times 198$ мм, из которых сформирован боковой отражатель. Некоторые колонны имеют специальные каналы для размещения источника нейтронов, органов системы управления и защиты реактора, термоэлектрических преобразователей и др. На рисунке 1 представлено горизонтальное и вертикальное сечение активной зоны ИГР.

Предыдущие теплофизические модели реактора ИГР были построены с помощью стандартного сеточного генератора ANSYS Meshing [6]. В силу ограниченности вычислительных ресурсов, было принято решение о разработке упрощенной модели [7]. Данная модель представляла собой четвертую часть активной зоны, в которой отсутствовала прорисовка отдельных графитовых блоков или втулок (рисунок 3). Результат такого построения представлен на рисунке 2.

Анализ данной сеточной модели позволяет сделать вывод о том, что колонны реактора, которые представляют собой простые геометрические формы, могут быть разбиты на хорошо структурированные гексагональные элементы с идеальным соотношением длин сторон (aspect ratio) даже с использованием базовых настроек сеточного генератора.



1 – центральный экспериментальный канал; 2 – активная зона (подвижная и неподвижная часть кладки); 3 – каналы системы управления и защиты; 4 – канал физических измерений; 5 – канал измерения температуры; 6 – боковой экспериментальный канал; 7 – канал источника нейтронов; 8 – отражатель; 9 – боковой экран; 10 – кожух; 11 – водяной бак; 12 – полость охлаждающей воды; 13 – ионизационные камеры; 14 – канал счетчика нейтронов; 15 – биологическая защита; 16 – перекрытие верхнее

Рисунок 1. Горизонтальное и вертикальное сечение активной зоны ИГР

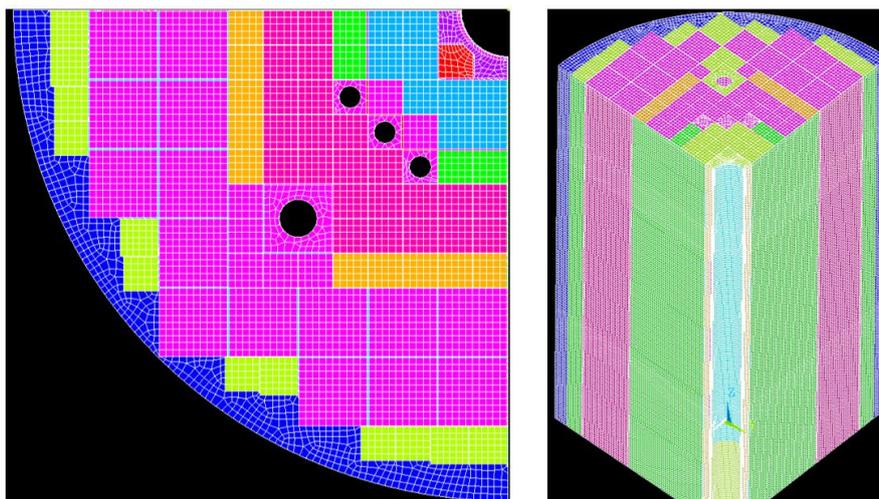


Рисунок 2. Упрощенная теплофизическая модель активной зоны ИГР

С другой стороны, в колоннах, имеющих более сложную форму (крестовина, угловая усеченная колонна, колонны с каналами, периферийная область вокруг отражателя и пр.) наблюдается наличие неструктурированной сетки, состоящей как из гексагональных, так и из тетраэдрических элементов с различной длиной сторон. Соответственно такой вариант сеточной модели имеет невысокое качество и большое количество элементов, что приводит к трудностям как во время подготовки модели (распределение энерговыделения), так и во время расчета.

Более того, в случае детального моделирования колонн с учетом графитовых элементов (блоков и втулок), показанных на рисунке 3, использование стандартного сеточного генератора не позволит получить качественную сетку из-за наличия сложных геометрических форм, таких как шип и паз.

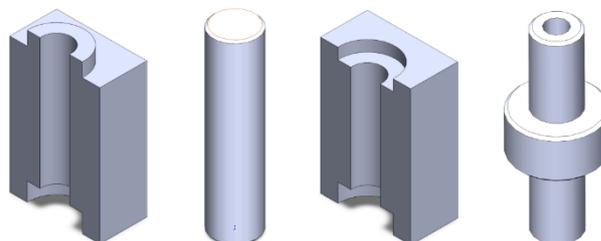


Рисунок 3. Внешний вид графитовых блоков и втулок

В реальности, решение данной задачи требует применения нестандартных подходов к моделированию, усовершенствования известных методик [8] и разработки средств автоматизации процессов. Поэтому, понимая все нюансы работы алгоритма сеточного генератора и особенности геометрии блоков и

втулок реактора ИГР, было принято решение о разработке нестандартных методов генерации сетки применительно к активной зоне реактора ИГР.

Успешное решение данной задачи позволит: (1) добиться оптимального соотношения между итоговым количеством элементов и их качеством; (2) получить полную трехмерную модель активной зоны реактора; (3) повысить уровень детализации областей активной зоны, представляющих наибольший интерес (например, каналов с термопарами, отдельных блоков или втулок и пр.); (4) иметь в распоряжении программный продукт для генерации сеточных моделей, который может быть легко адаптирован для решения других аналогичных задач.

МЕТОДЫ ПОСТРОЕНИЯ СЕТКИ КОНЕЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

Общие требования к сеточной модели

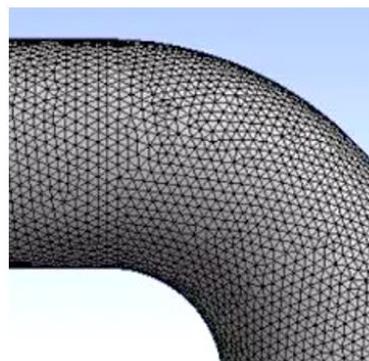
Сетка конечных элементов должна максимально точно повторять геометрию модели, иметь достаточно малый размер элемента и достаточное (минимальное) количество элементов. К форме элементов также предъявляются требования: они должны быть максимально близки к квадрату в 2D постановке или гексаэдру в 3D. Допускается наличие треугольников (2D) или тетраэдров (3D), но в этом случае следует ожидать более чем двукратное увеличение общего количества элементов. Альтернативой может служить полиэдрическая сетка, построение которой возможно только в программе Fluent Meshing [9], предназначенной для решения задач гидродинамики. Однако в рамках данной работы изучение гидродинамических процессов не планируется. Основные виды сеток конечных элементов представлены на рисунке 4.

Также возможно применение сеток различной структуры в одной модели, что в некоторых случаях может быть целесообразным. В любом случае главное то, чтобы сетка была структурирована, а большая часть ее элементов была приблизительно одного размера. В таком случае будет намного проще добиться сходимости решения и достижения достоверных результатов.

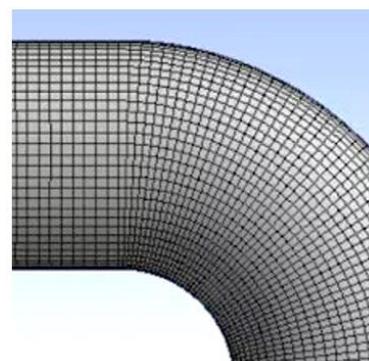
Существует два принципиально отличающихся подхода к построению сетки: (1) метод «сверху-вниз», считающийся наиболее распространенным способом и (2) метод «снизу-вверх», правильное применение которого имеет ряд преимуществ. Рассмотрим каждый из них подробнее.

Классический метод

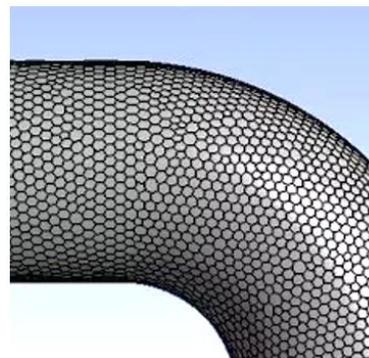
Классическим методом построения сетки является метод «сверху-вниз» (top-down approach), который заключается в том, что сетка строится путем разбиения существующей геометрии объекта на более мелкие подмножества (элементы). Соответственно, вначале необходимо построить геометрическую модель объекта моделирования, в данном случае активной зоны реактора. При этом программе необходимо сообщить настройки разбиения, выбрать предпочитаемый тип сетки, размер элемента и т.д.



тетраэдная



гексагональная



полиэдрическая

Рисунок 4. Основные виды сеток конечных элементов (3D)

Именно по этой методике строится большинство конечно-элементных сеток для моделирования в программе ANSYS. Преимущества данного метода: наличие четких геометрических границ, возможность использования имеющейся геометрии, построенной ранее в CAD программах, минимальный набор параметров для настройки. К недостаткам можно отнести трудности с получением качественной сетки с приемлемым количеством элементов. Как правило, при попытке уменьшить размер элемента для более точного описания сложной геометрии, получается достаточно большое количество элементов, а сетка, содержащая меньшее количество элементов может иметь плохое качество. Тем не менее, на ранних этапах

моделирования активной зоны реактора ИГР была построена геометрия и сетка конечных элементов с использованием классических подходов методом «сверху-вниз», показанная на рисунке 2. Данный метод построения сетки реализован во многих сеточных генераторах.

Нестандартный метод

Сам по себе метод построения сетки «снизу-вверх» (bottom-up approach) менее популярен, но может найти применение в отдельных случаях, например маломасштабных моделях, состоящих из сложных геометрических форм, где классический способ не позволяет получить требуемый результат. В данном методе сетка строится путем прямого формирования ее элементов из узлов, ребер, поверхностей и объемов. Очевидный недостаток данного метода – невозможность «ручного» построения сетки, содержащей большое количество (несколько сотен или тысяч) элементов в силу трудоемкости процесса. Преимущество метода заключается в полном контроле за параметрами сетки на уровне узлов, что позволяет добиться высокого качества сетки в требуемых областях геометрии и сократить общее количество элементов, что и стало приоритетным при разработке теплофизической модели активной зоны реактора ИГР. Реализация данного метода возможна в программе ANSYS Mechanical APDL, которая имеет текстовый интерфейс, поддерживает работу с макросами, скриптами и другими элементами программирования. Эти особенности позволяют заранее подготовить текстовый файл с набором необходимых команд (макрос), которые будут прочитаны и последовательно выполнены программой.

Рассмотрим базовые принципы построения отдельных элементов сетки в этой программе.

Генерация узлов

Для генерации одного узла (node) нужно выполнить команду вида:

$$n, N\text{-node}, x, y, z$$

где n – сокращенная запись команды (node) для генерации узла; $N\text{-node}$ – порядковый уникальный номер узла; x – координата узла на оси x ; y – координата узла на оси y ; z – координата узла на оси z .

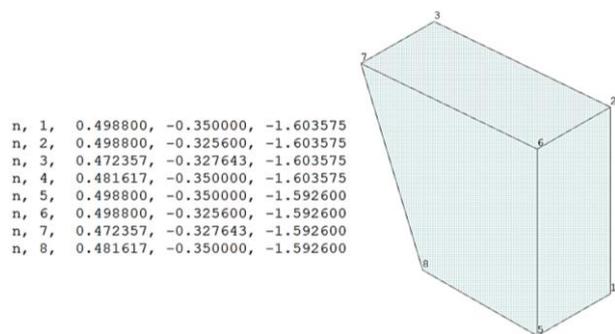


Рисунок 5. Макрос для генерации восьми узлов и их пространственное расположение

Если мы хотим построить объемный кубический элемент, то нам, с помощью данной команды, необходимо создать восемь узлов. На рисунке 5 представлены восемь узлов, которые будут использованы для генерации элемента.

Генерация элементов

Для эффективного решения задачи распределения тепла по объему активной зоны желательно использовать элементы, содержащие минимальное, но достаточное количество узлов и иметь форму близкую к кубической. Такими элементами являются (1) гексаэдры: куб или параллелепипед, имеющий 8 узлов, расположенных в его вершинах; и (2) призмы: треугольная призма, содержащая 6 узлов. Генерация элемента происходит с помощью команды, представленной ниже:

$$e, n1, n2, n3, n4, n5, n6, n7, n8$$

где e – сокращенная запись команды (element) для генерации элемента; $n1$ – $n8$ – номера узлов, ограничивающих элемент.

В результате выполнения этой команды будет создан трехмерный элемент кубической формы. На рисунке 6 представлен внешний вид элемента, сгенерированного по восьми узлам. Нумерация элементов происходит автоматически в порядке их генерации в программе. Номер элемента расположен в центре каждой из его сторон. Помимо номера каждому элементу модели можно присвоить указатель на тип и материал, что значительно упрощает дальнейшую работу с моделью.

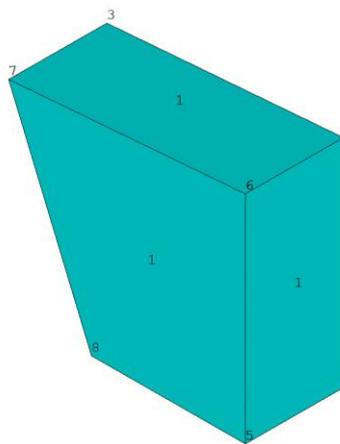


Рисунок 6. Трехмерный элемент

Особенности процесса генерации сетки конечных элементов реактора ИГР

Предлагаемый метод генерации конечно-элементной модели можно считать частным случаем метода «снизу-вверх», который отличается внедрением автоматизации процесса генерации сетки программными средствами. Благодаря чему данный метод обретает ряд новых преимуществ: (1) высокая скорость генерации сетки, несопоставимая с «ручным» вводом данных, (2) возможность генерации трехмерных

элементов произвольной формы согласно разработанным шаблонам (топологией), (3) легкая адаптация сетки конечных элементов под конкретную геометрию блока, (3) исключение человеческого фактора благодаря полной автоматизации всего процесса, (4) повторяемость алгоритма генерации сетки, (5) гибкая настройка параметров сетки и пр. На фоне очевидных преимуществ имеется и недостаток, который заключается в необходимости разработки сеточных шаблонов (топологий) для каждого типа блока.

В общих чертах алгоритм генерации сетки конечных элементов предлагаемым методом выглядит следующим образом:

- на первом этапе моделирования формируется набор необходимых входных данных, который включает в себя информацию о каждой колонне реактора (тип колонны, местоположение в активной зоне, список блоков и втулок, формирующих колонну) и графитовом блоке (геометрические размеры, материальный состав, пространственное местоположение), входящем в состав колонны;

- на втором этапе происходит обработка исходных данных разработанным на языке Visual Basic.NET [10] специализированным программным средством;

- на третьем этапе происходит запись выходного файла, который содержит набор команд, необходимых для генерации сеточной модели. Данные команды записываются в специальные макросы,

которые могут быть интерпретированы в программе ANSYS Mechanical APDL для построения сетки конечных элементов.

Принимая во внимание описанный выше подход были разработаны схемы расположения узлов (топологии), для формирования элементов графитовых блоков различной конфигурации, которые учитывают геометрические особенности каждого блока [11]. Топологии описывают расположение элементов блока на его горизонтальной плоскости, а объем элемента задается высотой слоя, которая подбирается исходя из особенностей геометрии.

На рисунке 7а показана *Топология №1*, состоящая из 24 элементов и 33 узлов. Данная топология позволяет создать конечно-элементную сетку для большинства блоков активной зоны реактора ИГР, которые имеют размер ~ 98×98 мм. У данной топологии есть частный случай, необходимый для описания геометрии графитового блока усеченной формы. Такие блоки формируют четыре угловые колонны, расположенные в пазах графитовой крестовины возле центрального экспериментального канала. Следующая *Топология №2*, предназначена для описания графитовых блоков, которые имеют размер ~98×98 мм и предназначены для размещения органов регулирования в специальных каналах. Для формирования такого канала были добавлены узлы и элементы. Данная топология показана на рисунке 7б, она имеет 32 элемента и 41 узел.

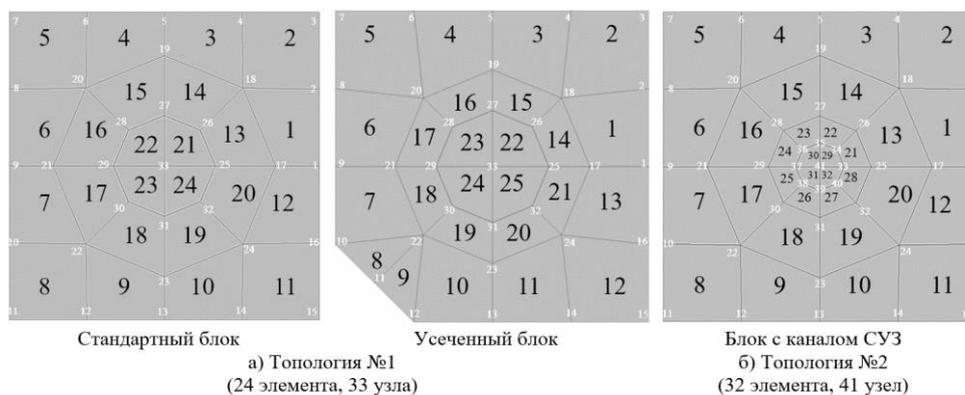


Рисунок 7. Топологии №1 и №2

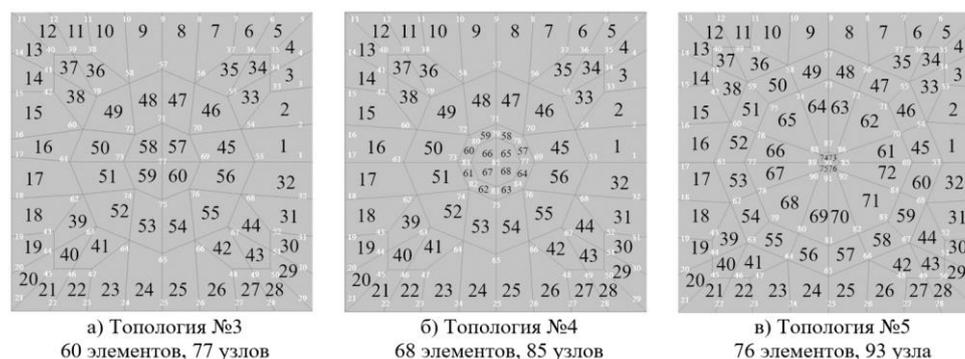


Рисунок 8. Топологии графитовых блоков отражателя

Топологии №3, №4 и №5 разработаны для описания графитовых блоков отражателя, имеющих размер ~198×198 мм. Некоторые из этих блоков имеют каналы для размещения органов регулирования и бокового экспериментального канала, что приводит к увеличению числа узлов (от 77 до 93 узлов) и элементов (от 60 до 76 элементов). Данные топологии показаны на рисунке 8.

Наиболее сложная Топология №6 у графитовой крестовины реактора ИГР (рисунок 9). Данная топология состоит из 136 элементов и 184 узлов и позволяет точно описать сложную геометрию крестовины, используя только гексаэдрические элементы.

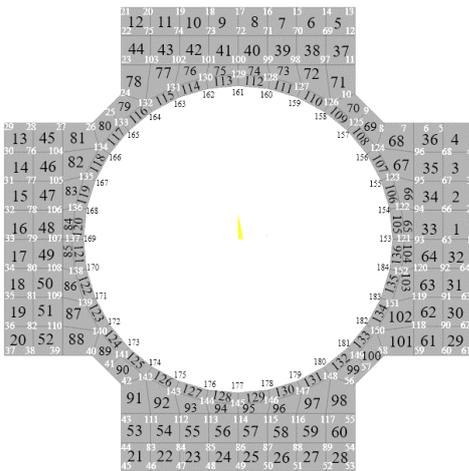


Рисунок 9. Топология №6 (136 элементов, 184 узла)

РЕЗУЛЬТАТЫ МОДЕЛИРОВАНИЯ

В результате применения нестандартного метода генерации конечно-элементной сетки и его интеграции с программным средством была разработана полноразмерная детализированная теплофизическая модель активной зоны реактора ИГР. Разработанный программный продукт позволил получить файл с

набором команд для генерации сетки конечных элементов активной зоны реактора ИГР. На рисунке 10 представлены трехмерные сеточные модели графитовых блоков и втулок, построенные на основе разработанных ранее топологий.

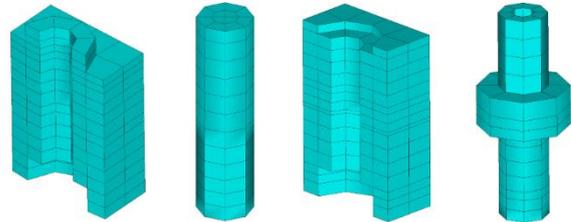
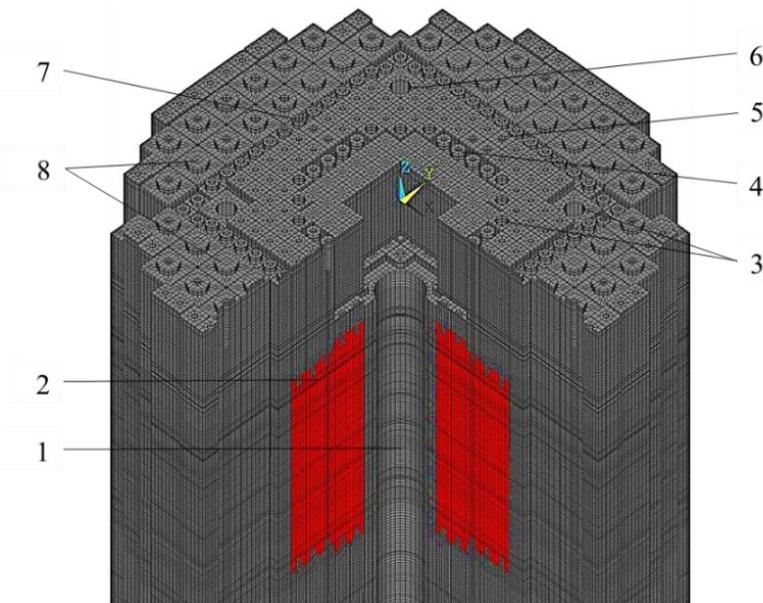


Рисунок 10. Элементная сетка моделей графитовых блоков и втулок

Созданная модель реактора ИГР описывает всю активную зону реактора ИГР, графитовый отражатель, центральный и боковой экспериментальный каналы в трехмерном представлении. Она состоит из структурированного набора конечных элементов и имеет 4 700 304 узла, 4 614 328 элементов, 8 427 типов элементов, 3 материала и 9 типов материалов. Минимальные требования для проведения расчетов с использованием программы ANSYS Mechanical APDL предъявляются как к оперативной памяти, которой требуется порядка 128 Гб (рекомендуется 256 Гб), так и к свободному объему жесткого диска (порядка 1 ТБ). Данная теплофизическая модель была верифицирована по результатам расчетных и экспериментальных работ, опубликованных в статье [11].

Теплофизическая модель активной зоны реактора ИГР представлена на рисунке 11 двумя цветами, которые соответствуют основным материалам. Графит, пропитанный ядерным топливом выделен красным цветом, графит отражателя – серым. Гелий, который находится между графитовыми колоннами, на данном рисунке не показан.



- 1 – центральный экспериментальный канал;
- 2 – активная зона;
- 3 – каналы стержней управления;
- 4 – канал физических измерений;
- 5 – канал термоэлектрических преобразователей;
- 6 – боковой экспериментальный канал;
- 7 – канал источника нейтронов;
- 8 – отражатель

Рисунок 11. Теплофизическая модель активной зоны ИГР

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Выполнена разработка теплофизической модели реактора ИГР, которая построена таким образом, чтобы сохранить важные геометрические параметры графитовых деталей. К этим параметрам отнесены внешние размеры графитовых блоков, размеры элементов, которые играют роль креплений между графитовыми деталями одной колоны (высота и диаметры пазов и выступов), внутренние отверстия, размеры графитовых втулок. Моделирование активной зоны реактора с учетом геометрических особенностей графитовых блоков позволяет точно установить положение точки, которая соответствует расположению термопары в реальной активной зоне – в полости канала графитовой колоны и позволяет учитывать неравномерность распределения энерговыделения, связанную с несимметричностью активной зоны.

Разработанная модель активной зоны ИГР имеет хороший потенциал к модернизации, так как, имея в распоряжении программный продукт для генерации сеточных моделей можно быстро перестроить модель и оценить параметры активной зоны, например при замене топлива. Это может быть актуально в рамках программы конверсии. В целом, модель позволяет рассчитать тепловое состояние активной зоны реактора ИГР в любой момент реакторного пуска. Модель построена из структурированных и оптимизированных конечных элементов, ассоциированных с нейтронно-физической моделью реактора.

Реализовано полное взаимодействие моделей на элементном уровне, что гарантирует передачу данных из одной модели в другую в явном виде. Модель создана в среде программирования VB.NET для проведения расчетов в программе ANSYS Mechanical APDL.

Разработанная модель может быть использована для решения широкого круга задач. Основные из которых: (1) анализ безопасности активной зоны реактора при проведении реакторных пусков ИГР с эксплуатационными характеристиками, близкими к предельным. К таким экспериментам можно отнести планируемые эксперименты по исследованию предельных облучательных возможностей реактора ИГР и эксперимент SAIGA; (2) конверсия реактора ИГР на низкообогащенное топливо, в рамках которого теплофизическая модель необходима для исследования характеристик производительности реактора ИГР с ВОУ и НОУ топливом.

В дальнейшем планируется продолжать развитие данного подхода с целью улучшения качества сеточной модели, оптимизации сеточной топологии, уменьшения количества конечных элементов, а также автоматизации процессов подготовки модели к теплофизическим расчетам и обработки получаемых результатов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Применение нестандартного подхода к разработке теплофизической модели активной зоны реактора ИГР позволило: 1) создать гибкие топологические схемы взаимного расположения узлов и элементов сеточной модели; 2) описать геометрию элементов активной зоны; 3) оптимизировать количество конечных элементов; 4) обеспечить сохранение качества сеточных элементов в соответствии с рекомендациями ANSYS; 5) разработать программный код, направленный на автоматизацию трудоемких процессов.

Предлагаемый подход к моделированию может быть легко адаптирован для создания новых теплофизических моделей различных конфигураций.

Благодарности

Данные исследования финансировались Министерством энергетики Республики Казахстан в рамках Научно-технической программы (BR24792713) «Развитие атомной энергетики в Республике Казахстан».

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Vityuk V., Vityuk G., Vurim A., Irkimbekov R., Kukushkin I., Surayev A., Mukhamedov N. Testing of a heterogeneous fuel rod in the research Impulse graphite reactor // Progress in Nuclear Energy. – 2023. – Vol. 164. – Art. no. 104889. ISSN 0149-1970, <https://doi.org/10.1016/j.pnucene.2023.104889>
2. Батырбеков Э.Г., Вурим А.Д., Гайдайчук В.А., Витюк В.А. Импульсный графитовый реактор: опыт эксплуатации и применения для испытаний твэлов и ТВС: монография // ООИ «Ишим». – 2023. – 208 с. [Batyrbekov E.G., Vurim A.D., Gaydaychuk V.A., Vityuk V.A. Impul'snyy grafitovyy reaktor: opyt ekspluatatsii i primeneniya dlya ispytaniy tvelov i TVS: monografiya // OOI "Ishim". – 2023. – 208 p. (In Russ.)]
3. Khafizov R.R., Poplavsky V.M., Rachkov V.I., Sorokin A.P., Ashurko Yu.M., Volkov A.V., Ivanov E.F., Privezentsev V.V. Experimental investigation of sodium boiling heat exchange in fuel subassembly mockup for perspective fast reactor safety justification // Nuclear Energy and Technology. – 2015. – Vol. 1 (2). – P. 147–152. <https://doi.org/10.26583/npe.2015.3.09>
4. Erlan Batyrbekov, Vladimir Vityuk, Alexander Vurim, Galina Vityuk. Experimental opportunities and main results of the impulse graphite reactor use for research in safety area // Annals of Nuclear Energy. – 2023. – Vol. 182. – 109582. <https://doi.org/10.1016/j.anucene.2022.109582>
5. A.S. Surayev, R.A. Irkimbekov, Z.B. Kozhabayev, V.A. Vityuk Impact assessment of the IGR graphite block uneven impregnation with uranium on thermal strength properties / Recent Contributions to Physics. – 2022. – No. 3(82). – P. 52–59. <https://doi.org/10.26577/RCPH.2022.v82.i3.08>
6. ANSYS, Inc. Products Release 2021 R1. Academic research Mechanical and CFD

7. Бекмагамбетова Б.Е., Вурим А.Д., Иркимбеков Р.А., Сураев А.С. Динамика температурного поля реактора ИГР // Вестник НЯЦ РК. – 2018. – Вып. 4(76), – С. 60–65. [Bekmagambetova B.Ye., Vurim A.D., Irkimbekov R.A., Surayev A.S. IGR reactor temperature field dynamics // NNC RK Bulletin. – 2018. – Vol. 4. – P. 60–65. (In Russ.)] <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2018-4-60-65>
8. ANSYS Mechanical APDL. Thermal Analysis Guide, Ansys Inc., November, 2013.
9. Rajashekaraiyah T. et al. Investigating Various Meshing Techniques in Computational Fluid Dynamics (CFD) for their Impact on Heat Transfer Parameters of Fins // Journal of Mines, Metals and Fuels. – 2025. – P. 117–128. <https://doi.org/10.18311/jmmf/2025/45417>
10. Vick, Paul. 2004. The Visual Basic .Net Programming Language. Addison-Wesley Professional.
11. Irkimbekov, R. A., Vityuk, V. A., Vityuk, G. A., Zhanbolatov, O. M., Surayev, A. S., Popov, Y. A., & Kotlyar, A. N. Development of a new computational support tool for experiments in the impulse graphite reactor // Nuclear Engineering and Design. – 2025. – Vol. 443. – Art. no. 114278. <https://doi.org/10.1016/j.nucengdes.2025.114278>

ИГР АКТИВТІ АЙМАҒЫН СОҒҒЫ-ЭЛЕМЕНТТІК МОДЕЛЬДЕУГЕ СТАНДАРТТЫ ЕМЕС ТӘСІЛДЕР

A. С. Сураев, Р. А. Иркимбеков, Н. Е. Мухамедов, Г. А. Витюк, О. М. Жанболатов, С. А. Должиков*

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

* Байланыс үшін E-mail: dolzhihov@nnc.kz

ҚР ҰЯО РМК Атом энергиясы институтында ИГР импульстік графиттік реакторының белсенді аймағында болатын жылу процестерін модельдеу үшін әзірленген үш өлшемді жылу физикалық модель қолданылады. Бұл модель жоғары дәрежеде нақтыланады және оның жұмысының әртүрлі режимдерінде, оның ішінде шекті энергия бөлуде және штаттан тыс жағдайлар туындаған кезде белсенді аймақ параметрлерінің жылу-физикалық есептеулерін жүргізуге мүмкіндік береді. Кіріс деректері ретінде нейтронды-физикалық есептеулер жүргізілгеннен кейін алынған белсенді аймақ бойынша энергия бөлуді бөлуден көп өлшемді массивтер қызмет етеді. Модельдеу нәтижесі әрбір уақыт сәтінде модельдің әрбір торабының температура мәндерін қамтитын деректер жиыны болып табылады. Жылу-физикалық модельді әзірлеу кезінде бұрын қолданылмаған жаңа стандартты емес тәсілдер іске асырылды. Бұл жұмыста реактордың температуралық режимдерін зерттеу үшін сапалы құрал алуға мүмкіндік берген ANSYS Mechanical APDL ортасында ИГР активті аймағын модельдеу ерекшеліктері көрсетілген.

Түйін сөздер: ИГР, жылуфизикалық модель, соңғы элементтердің әдісі, көп өлшемді массив, ANSYS.

NON-STANDARD APPROACHES TO FINITE ELEMENT MODELING OF IGR CORE

A. S. Surayev, R. A. Irkimbekov, N. Ye. Mukhamedov, G. A. Vityuk, O. M. Zhanbolatov, S. A. Dolzhihov*

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

* E-mail for contacts: dolzhihov@nnc.kz

To model thermal processes that occur in the core of the Impulse Graphite Reactor (IGR), the Institute of Atomic Energy of the RSE NNC RK uses a designed three-dimensional thermophysical model. This model has a high degree of detail and allows for thermophysical calculations of the core parameters in various modes of operation, including at maximum energy release and in the event of emergency situations. The input data are multidimensional arrays with the distribution of energy release in the core, obtained after neutronic calculations. The result of the modeling is an array of data containing the temperature values of each unit of the model at each moment in time. When designing the thermophysical model, new non-standard approaches were implemented that were not previously used. This paper shows the features of modeling the IGR core in the ANSYS Mechanical APDL environment, which made it possible to obtain a high-quality tool for studying the temperature modes of the reactor.

Keywords: IGR, thermophysical model, finite element method, multidimensional array, ANSYS.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-58-67>

УДК: 001.891.53:006.03:53.08:543.632.4

ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ

А. И. Меркель*, М. Т. Дюсембаева, А. К. Айдарханова, Ф. Ф. Жамалдинов,
В. В. Колбин, А. Ж. Ташекова, Т. В. Коровикова

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

* E-mail для контактов: merkel@nnc.kz

В статье описан процесс межлабораторных сравнительных испытаний, проводимых в соответствии с международными стандартами, включая ГОСТ ISO/IEC 17025 и ISO/IEC 17043, а также участие Испытательного центра «Центр радиоэкологических исследований» филиала «Институт радиационной безопасности и экологии» (далее ИРБЭ) РГП НЯЦ РК в таких сравнительных испытаниях. Описан опыт участия в национальных и международных программах сравнительных испытаний, организованных такими провайдерами, как ТОО «ИЦ Агростандарт – XXI век», ТОО «Экогидроконтроль» и ALMERA (МАГАТЭ), за период с 2020 по 2024 г. Представлены средства измерения, методики, нормативные документы и перечень объектов исследований и определяемых показателей в рамках межлабораторных сравнительных испытаний.

Особое внимание уделено результатам испытаний, полученным Испытательным центром, и их анализу с помощью статистического показателя $|Z|$, который позволяет определить степень соответствия результатов с установленными нормами провайдеров. Участие в межлабораторных сравнительных испытаниях позволяет Испытательному центру не только подтвердить свою компетентность, но и проверить сходимость результатов, воспроизводимость при калибровке, а также выявить проблемные области, связанные с методами измерений, квалификацией персонала или калибровкой оборудования. Результаты сличений продемонстрировали точность и надежность работы Испытательного центра, что подтверждает квалификацию и правильность применения методов испытаний в области радиозащиты и химического анализа.

Ключевые слова: межлабораторные сравнительные испытания, межлабораторные сличения, оценка качества испытаний, компетентность аккредитованной лаборатории, эффективность результатов.

ВВЕДЕНИЕ

Межлабораторные сравнительные испытания (межлабораторные сличения, МСИ) представляют собой процесс оценки функционирования лаборатории на соответствие международным требованиям, устанавливающим условия проверки квалификации. Эта процедура позволяет научно-исследовательской лаборатории провести самооценку качества своих измерений, определяющих техническую компетентность, точность измерений и сравнить их с результатами других участников сличений. Такие мероприятия регулируются законодательством в области аккредитации [1].

Участие в межлабораторных сличениях служит важным инструментом самоконтроля для лабораторий, помогая выявить и устранить проблемы, а также предотвратить погрешности. Проверки могут выявить критические отклонения в процессе освоения приборов и их калибровки, даже если лаборатория оснащена современным оборудованием и работает высококвалифицированный персонал. Если методики и средства измерений требуют специальной подготовки или учета внешних факторов, вероятность погрешностей может быть высокой. Поэтому МСИ являются эффективным инструментом проверки.

Участники сличений следуют рекомендациям провайдера МСИ, анализируя полученные данные и оценивая их значимость для дальнейшей работы

лаборатории. В некоторых случаях допустим определенный процент погрешностей, в других их наличие исключается.

Регулярное участие в сличениях позволяет лаборатории не только оценить качество измерений, но и подтвердить сходимость результатов, а также воспроизводимость при калибровке [2].

Участие в межлабораторных сличениях и, в особенности, в проверках квалификации для лаборатории является важным средством контроля надежности своих результатов по отношению к приписанным значениям (опорным или согласованным), и как внешний элемент подтверждения приводит к доверию к ее компетентности со стороны заказчиков и органов по аккредитации. Участие в проверках квалификации может быть требованием законодательства или заказчиков. Подраздел 7.7.2 ISO/IEC 17025:2019 устанавливает: «Лаборатория должна осуществлять мониторинг своей деятельности путем сравнения с результатами других лабораторий, если это возможно и применимо» [3].

Необходимость в постоянном доверии к качеству работы лаборатории важна не только для лабораторий и их заказчиков, но также и для других заинтересованных сторон, таких как инспектирующие организации, органы по аккредитации лабораторий и другие организации, которые устанавливают требования к лабораториям. ISO/IEC 17011 предъявляет к

органам по аккредитации требование принимать во внимание участие лабораторий в проверке квалификации и полученные при такой проверке характеристики функционирования.

Цель работы: оценить качество проводимых работ и технической компетентности Испытательного центра «Центра радиозоологических исследований» филиала ИРБЭ РГП НЯЦ РК по результатам межлабораторных сличительных испытаний, проведенных за период 2020–2024 гг.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

На базе лабораторий филиала ИРБЭ РГП НЯЦ РК функционирует Испытательный центр «Центр радиозоологических исследований» (далее Испытательный центр), который аккредитован в системе аккредитации Республики Казахстан на соответствие требованиям ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий» [4]. Аттестат Аккредитации зарегистрирован в реестре субъектов аккредитации под номером № KZ.T.07. E1325 [5].

Область аккредитации Испытательного центра охватывает широкую номенклатуру объектов и определяемых показателей (параметров). В область аккредитации включены следующие испытания: определение альфа-, бета-, гамма-излучающих радионуклидов в объектах окружающей среды, строительных материалах, минеральном сырье, воздушных фильтрах; а также определение элементного состава объектов окружающей среды и биосубстратах. В 2024 г. в соответствии с требованиями Закона РК «Об аккредитации в области оценки соответствия» № 61-IV от 5 июля 2008 г. успешно проведена первая плановая оценка Испытательного центра. Подтверждение правильности функционирования систем менеджмента, а именно подтверждение статуса аккредитованной лаборатории повышает доверие производителей, продавцов и заказчиков услуг к деятельности Испытательного центра в сфере санитарно-эпидемиологического благополучия населения Республики Казахстан и сфере технического регулирования Республики Казахстан и стран Таможенного союза.

Для подтверждения качества выполнения испытаний Испытательный центр участвует в проведении межлабораторных сравнительных испытаний не только с организациями-провайдерами Республики Казахстан, но и с Международным агентством по атомной энергии (МАГАТЭ).

Испытательный центр с 2020 по 2024 г. для подтверждения качества проводимых работ и технической компетентности при определении химических элементов и радионуклидов в различных объектах окружающей среды принимал участие в нескольких межлабораторных сличениях проводимых провайдерами, а именно ТОО ИЦ «Агростандарт – XXI век», ТОО «Экогидроконтроль» и ALMERA (МАГАТЭ).

Для проведения наиболее достоверной и объективной оценки квалификации Испытательный центр участвовал в МСИ проводимыми провайдерами, имеющие свидетельство об аккредитации и большой опыт в проведении межлабораторных сличений.

ТОО ИЦ «Агростандарт – XXI век» является одной из ведущих компаний в сфере подтверждения соответствия и экспертизы в области промышленной безопасности, располагает собственным испытательным центром, оснащенный большим и уникальным парком испытательного и измерительного оборудования, который постоянно дополняется и обновляется. В компании внедрена и поддерживается система менеджмента качества, соответствующая международному стандарту ISO 9001, сертифицированная Ассоциацией по сертификации «Русский Регистр» и IQNet.

Деятельность ТОО «Экогидроконтроль» направлена на обеспечение испытательных лабораторий стандартными образцами состава и свойств различных объектов, организация и проведение МСИ по различным объектам, разработка и производство стандартных образцов с внесением в реестр Республики Казахстан.

ALMERA (Analytical Laboratories for the Measurement of Environmental Radioactivity/ Аналитические лаборатории для измерения радиоактивности в окружающей среде), включающую сеть аналитических лабораторий. Система ALMERA была создана МАГАТЭ в 1995 г. В настоящее время ее участниками являются аналитические лаборатории многих стран мира.

В таблице 1 приведен перечень технических средств измерений для проведения межлабораторных сличений, а в таблице 2 – перечень нормативных документов, используемых Испытательным центром при проведении МСИ.

Статистический анализ полученных результатов осуществлялся провайдерами в соответствии с рекомендациями ГОСТ ISO/IEC 17043–2013 [24]. Определялся количественный показатель $|Z|$, который характеризует совместимость результатов с учетом установленного разброса результатов участников. Полученные значения показателя $|Z|$ сравнивались с критическими значениями следующим образом:

$|Z| \leq 2,0$ – указывает на «принято», «удовлетворительное» функционирование и не требует принятия мер;

$3,0 \geq |Z| > 2,0$ – указывает на «сомнительное» функционирование и требует предупреждающих мер;

$|Z| > 3,0$ – указывает на «неудовлетворительное» функционирование и требует принятия корректирующих и/или предупреждающих мер.

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Таблица 1. Перечень средств измерений Испытательного центра, используемых при МСИ

№ п/п	Используемые средства измерения	Наименование определяемого параметра
1	Гамма-спектрометр многоканальный для измерения рентгеновского и гамма-излучения CANBERRA с широкополосным германиевым детектором BE3830	удельная активность гамма-излучающих радионуклидов: америция-241, кобальта-60, цезия-137, калия-40, европия-152, радия-226 и его дочерних радионуклидов, тория-232 и его дочерних радионуклидов, урана-238 и его дочерних радионуклидов, урана-235 и его дочерних радионуклидов.
2	Масс-спектрометр на основе индуктивно-связанной плазмы Agilent 7700X ICP-MS	массовая концентрация химических элементов: бария, бериллия, ванадия, гадолиния, галлия, германия, гольмия, кадмия, диспрозия, европия, железа, иттрия, иттербия, золота, кобальта, лантана, лития, лютеция, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, неодима, ниобия, олова, празеодима, рубидия, самария, свинца, серебра, скандия, стронция, сурьмы, тантала, тория, урана, хрома, цезия, церия, цинка, эрбия, оксида магния, оксида алюминия, оксида калия, оксида кальция, оксида титана, оксида марганца, оксида железа III, алюминия, индия, калия, кальция, лютеция, магния, натрия, урана.
3	Спектрометр рентгенофлуоресцентный S8 TIGER	массовая концентрация химических элементов: кадмия, кобальта, кремния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, ниобия, олова, рубидия, свинца, серы, серебра, стронция, сурьмы, тантала, тория, урана, хрома, цезия, церия, цинка.
4	Радиометр альфа-бета-излучения спектрометрический Quantulus 1220	удельная активность бета-излучающих радионуклидов: трития; общая альфа-радиоактивность (суммарная альфа-активность); общая бета-радиоактивность (суммарная бета-активность).
5	Альфа-бета радиометр УМФ-2000	общая альфа-радиоактивность (суммарная альфа-активность); общая бета-радиоактивность (суммарная бета-активность).

Таблица 2. Перечень нормативных документов, применяемых Испытательным центром, при МСИ

№ п/п	Наименование продукции (объекта)	Нормативные документы [6–14]
1	Почвы, грунты, донные отложения, минеральное сырье, промышленные отходы	KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectralLine». KZ.07.00.03351-2016 «Методика количественного химического анализа «Определение элементного состава горных пород, почв, грунтов и донных отложений атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой и масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой методами». ISO 18227:2014 (E) «Качество почвы. Определение элементарного состава методом рентгеновского флуоресцентного анализа».
2	Материалы и изделия строительные	KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectralLine». ГОСТ 30108-94 «Материалы и изделия строительные. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов». СП РК 2.04-109-2013 «Радиационный контроль на объектах строительства, предприятиях стройиндустрии и строительных материалов».
3	Вода хозяйственно-питьевого назначения, природная (в т. ч. поверхностные, подземные, грунтовые, артезианские воды), сточная	KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectralLine». СТ РК ISO 9698-2022 «Качество воды. Тритий. Метод определения активности с помощью жидкостно-сцинтилляционного счета». KZ 07.00.03104-2015 «Методика радиационного контроля. Суммарная альфа-бета-активность природных вод (пресных и минерализованных). Подготовка проб и выполнение измерений».
4	Воздушные фильтры	KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectralLine».
5	Моча (урина)	KZ.06.01.00148-2020 «Методика выполнения измерений. Определение массовой концентрации урана в моче человека методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с использованием внутреннего стандарта иридия». ГОСТ ISO 17294-2-2019 «Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 2. Определение некоторых элементов, включая изотопы урана».

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В процедуре МСИ в разные годы участвовало большое количество аккредитованных лабораторий (России и Казахстана), а также более 450 лабораторий из разных стран мира в рамках международных программ ALMERA (МАГАТЭ) [15–23].

В таблице 3 представлены результаты МСИ удельной эффективной активности радионуклидов, проводимой провайдером ТОО «ИЦ Агростандарт – XXI век» за 2020 и 2023 г. участия, с использованием

цемента в качестве образца. Испытательный центр остался в допустимых пределах норм для количественного значения исследуемых радионуклидов, что говорит о правильности использования методов испытаний и показывает хорошую квалификацию лабораторий.

В таблицах 4–7 представлены результаты межлабораторного сличения, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2021-2024 гг.

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Таблица 3. Анализ удельной эффективной активности естественных радионуклидов в Бк/кг, методом гамма-спектрометрии (образец измерения – цемент, ТОО «ИЦ Агростандарт – XXI век»)

Год участия	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «ИЦ Агростандарт – XXI век»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Отклонение от установленного значения (Z)	Заключение (Z)
	Бк/кг	Бк/кг	Бк/кг	Бк/кг		
2020	49	49	49,0	48,9	0,0	принято
2023	49,6	46,8	49,6	44,0	2,8	принято

Таблица 4. Результаты МСИ, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2021 г., с использованием методов масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и титриметрии

Элемент	Контрольный образец	Ед. изм.	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «Экогидроконтроль»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Погрешность, %		Заключение (Z)
							фактическая	допустимая	
Ca ²⁺	вода	мг/дм ³	35,1	51,5	69,5	33,5	-31,9	35	принято (-1,2)
SO ₄ ²⁻	вода	мг/дм ³	310,5	280,0	364	196	10,9	30	принято (0,9)
Cl ⁻	вода	мг/дм ³	50,1	50,1	67,5	32,5	0,2	35	принято (0,0)
Fe	вода	мг/дм ³	0,9	0,8	1,1	0,6	2,3	35	принято (0,1)
Ni	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,2	0,2	0,0	30	принято (0,0)
Mn	вода	мг/дм ³	0,7	0,2	0,2	0,1	-5,9	30	принято (-0,5)
Pb	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,3	0,2	0,0	30	принято (0,0)
Zn	вода	мг/дм ³	0,3	0,3	0,4	0,2	16,0	40	принято (0,9)
Cd	руда	%	0,0	0,0	0,0	0,0	-33,3	35	принято (-1,6)
Pb	руда	%	1,3	1,7	2,2	1,2	-25,3	30	принято (-1,7)
CaO	руда	%	2,4	2,7	3,4	2,0	-10,9	25	принято (-0,8)
MgO	руда	%	1,7	1,7	2,9	1,9	-1,8	30	принято (-0,1)
MnO	руда	%	0,6	0,6	0,8	0,4	-3,4	30	принято (-0,7)

Таблица 5. Результаты МСИ, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2022 г., с использованием метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой и рентгенофлуоресцентного анализа

Элемент	Контрольный образец	Ед. изм.	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «Экогидроконтроль»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Погрешность, %		Заключение (Z)
							фактическая	допустимая	
Al ₂ O ₃	руда	%	3,8	4,2	4,6	3,8	-9,5	10	принято (-0,2)
CaO	руда	%	17,0	21,6	27,0	16,2	-21,4	25	принято (-1,7)
Fe ₂ O ₃	руда	%	5,3	5,3	5,8	4,7	1,0	10	принято (-1,1)
Ba	руда	%	0,1	0,1	0,2	0,1	-20,0	20	принято (-1,1)
Cd	руда	%	0,02	0,01	0,1	0,1	-1,8	25	принято (-0,4)
Pb	руда	%	0,7	0,8	0,9	0,6	-4,4	20	принято (-1,6)
Ag	руда	%	37,0	38,5	52,0	25,0	-3,9	35	принято (-0,5)
Zn	руда	%	3,0	3,2	3,5	2,8	-4,8	10	принято (-0,6)

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Из таблиц видно, что в большинстве случаев результаты исследований на содержание элементов в контрольных образцах разных объектов, в разные годы имеет незначительную погрешность от допустимых значений, установленных провайдером, а в некоторых случаях полностью отсутствует. Данные результаты показывают повышенную точность и пра-

вильность проведенных измерений и подтверждает высокую компетенцию Испытательного центра.

Испытательный центр также принимал участие в МСИ по программе ALMERA (МАГАТЭ) в 2020, 2022 и 2024 гг. В таблице 8 отображены результаты испытаний, с использованием методов гамма-спектрометрии и масс-спектрометрии.

Таблица 6. Результаты МСИ, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2023 г., с использованием метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Элемент	Контрольный образец	Ед. изм.	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «Экогидроконтроль»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Погрешность, %		Заключение (Z)
							фактическая	допустимая	
Bi	руда	млн ⁻¹	2,2	1,9	2,6	1,3	14	35	принято (0,6)
Fe	руда	%	2,8	2,9	2,5	2,4	-4,8	20	принято (-0,7)
Co	руда	млн ⁻¹	13	13,4	18,1	8,7	-3,0	35	принято (-3,0)
Mn	руда	млн ⁻¹	440	440	550	330	0,0	25	принято (0,0)
Cu	руда	%	0,01	0,8	0,2	0,1	-9,1	20	принято (-1,3)

Таблица 7. Результаты МСИ, проводимых провайдером ТОО «Экогидроконтроль» за 2024 г., с использованием метода масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Элемент	Контрольный образец	Ед. изм.	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Установленные значения «Экогидроконтроль»	Верхняя допустимая граница	Нижняя допустимая граница	Погрешность, %		Заключение (Z)
							фактическая	допустимая	
Al	вода	мг/дм ³	0,8	1,9	1,9	0,6	-10,9	30	принято (-0,8)
Cd	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,2	0,1	4,4	25	принято (0,5)
Co	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,3	0,2	1,9	30	принято (0,2)
Cu	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,3	0,2	-5,7	30	принято (-0,8)
As	вода	мг/дм ³	0,2	0,2	0,2	0,3	0,0	30	принято (0,0)

Таблица 8. Результаты МСИ по программе участия ALMERA (МАГАТЭ)

Элемент	Год участия	Проба		Шифр метода	Ед. изм.	Контрольные значения ALMERA	Допустимые отклонения от контрольного значения, %	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Относительные отклонения от контрольного значения, %	Заключение (Z)
		номер	шифр							
¹³⁴ Cs	2020	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	33,5	20	31,7	-5,4	принято (1,3)
	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	119,4	20	113	-5,4	принято (0,7)
	2022	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	15,9	20	11,9	-25,2	неудовлетворительно (4,0)
	2022	3	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	12,1	20	9,5	-21,5	неудовлетворительно (3,7)
	2024	5	фильтр	гамма-спектр.	Бк/кг	7,7	30	7,91	2,6	принято (0,5)
¹³⁷ Cs	2020	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	64,4	20	63,2	-1,9	принято (1,7)
	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	18,9	25	18,1	-4,2	принято (0,6)
	2022	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	24,2	20	27,5	13,6	принято (2,2)
	2022	2	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	10,1	30	10,5	3,9	принято (0,3)

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Элемент	Год участия	Проба		Шифр метода	Ед. изм.	Контрольные значения ALMERA	Допустимые отклонения от контрольного значения, %	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Относительные отклонения от контрольного значения, %	Заключение (Z)
		номер	шифр							
	2022	3	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	22,6	20	24,0	6,2	принято (1,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	2,4	30	2,6	8,2	принято (0,4)
²² Na	2020	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	76,8	20	63,2	-17,6	принято (2,7)
	2024	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	19,1	20	17,5	-8,4	принято (1,5)
⁹⁰ Sr	2020	1	вода	бета-спектр.	Бк/кг	23,9	30	25,2	5,4	принято (0,6)
	2024	1	вода	бета-спектр.	Бк/кг	23,6	30	18,7	-20,8	принято (2,8)
	2024	5	фильтр	бета-спектр.	Бк/кг	3,3	30	3,17	-3,4	принято (0,5)
²²⁸ Ac	2020	2	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	24,7	25	26,5	7,3	принято (0,9)
	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	34,9	30	37,4	7,7	принято (0,6)
	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	307,0	30	318	3,6	принято (24,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	130,0	30	141,0	8,5	принято (10,0)
²²⁴ Ra	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	11,5	30	9,7	-15,7	принято (0,3)
²²⁸ Ra	2020	2	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	24,7	25	26,5	7,3	принято (1,9)
	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	34,9	30	37,4	7,2	принято (0,6)
	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	340,0	30	352	3,5	принято (37,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	144,0	30	141	-2,1	принято (26,0)
²¹² Pb	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	11,5	60	9,7	-15,7	принято (0,3)
	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	307,0	30	314	2,3	принято (28,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	130,0	30	145	11,5	принято (19,0)
²¹⁴ Pb	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	340,0	30	338	-0,6	принято (22,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	144,0	30	147	2,1	принято (12,0)
⁴⁰ K	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	369,0	25	405	9,8	принято (1,3)
	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	873,0	30	1001	14,7	принято (88,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	35,1	30	27	-23,1	принято (-0,9)
⁶⁰ Co	2022	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	17,7	20	17,7	0,0	принято (0,0)
²¹⁰ Pb	2022	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	31,3	30	39,5	26,2	принято (4,3)
	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	306,0	30	290	-5,2	принято (28,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	140,0	30	110	-21,4	принято (9,0)
²¹² Pb	2020	4	био	гамма-спектр.	Бк/кг	11,5	30	9,7	-15,7	принято (0,4)
	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	307,0	30	323	5,2	принято (20,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	130,0	30	143	10,0	принято (9,0)

**ОЦЕНКА КАЧЕСТВА ПРОВОДИМЫХ ЛАБОРАТОРНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ
ПО РЕЗУЛЬТАТАМ МЕЖЛАБОРАТОРНЫХ СРАВНИТЕЛЬНЫХ ИСПЫТАНИЙ**

Элемент	Год участия	Проба		Шифр метода	Ед. изм.	Контрольные значения ALMERA	Допустимые отклонения от контрольного значения, %	Полученные значения ИЦ ЦРИ ИРБЭ	Относительные отклонения от контрольного значения, %	Заключение (Z)
		номер	шифр							
²¹⁴ Pb	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	340,0	30	347	2,1	принято (24,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	144,0	30	154	6,9	принято (9,0)
²⁴¹ Am	2022	2	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	10,1	30	10,5	3,9	принято (0,7)
	2022	3	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	0,9	30	0,9	2,0	принято (0,3)
²³⁴ Th	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	246,0	30	260,0	5,7	принято (17,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	143,0	30	137	-4,2	принято (11,0)
²⁰⁸ Tl	2024	3	отложения	гамма-спектр.	Бк/кг	110,0	30	112	1,8	принято (7,0)
	2024	4	боксит	гамма-спектр.	Бк/кг	46,7	30	51	9,2	принято (4,0)
¹⁵² Eu	2024	1	вода	гамма-спектр.	Бк/кг	14,8	20	15,2	2,7	принято (1,6)
³ H	2022	2	вода	бета-спектр.	Бк/кг	10,8	30	6	-44,4	неудовлетворительно (8,0)
	2024	1	вода	бета-спектр.	Бк/кг	19,5	30	22,6	15,9	принято (4,2)
U	2024	1	вода	ИСП-МС	нг/г	2,3	30	2,1	-6,0	принято (0,2)
²³⁵ U	2024	1	вода	ИСП-МС	нг/г	0,02	30	0,02	6,3	принято (0,0)
²³⁸ U	2024	1	вода	ИСП-МС	нг/г	2,2	30	2,1	-6,0	принято (0,2)

Методом гамма- и бета-спектрометрии в различных объектах (вода, биообразцы, отложения, бокситы) были проанализированы следующие радионуклиды: ¹³⁴Cs, ¹³⁷Cs, ²²Na, ⁹⁰Sr, ²²⁸Ac, ²²⁴Ra, ²²⁸Ra, ²¹²Bi, ²¹⁴Bi, ⁴⁰K, ⁶⁰Co, ²¹⁰Pb, ²¹²Pb, ²⁴¹Am, ²³⁴Th, ²⁰⁸Tl, ¹⁵²Eu, ³H. Методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой в воде определён уран (²³⁵U, ²³⁸U). В большинстве случаев испытания были успешно пройдены, относительные отклонения от контрольного значения не превышают допустимые значения это видно из сводной таблицы. Следует отметить, что анализируемые образцы и определяемые радионуклиды охватывают широкий спектр, причем большинство из них включены в область аккредитации Испытательного центра.

Таким образом, суммарный процент всех проведенных принятых результатов равен 97% (рисунок 1), процент неудовлетворительных результатов равен 3%.

Неудовлетворительные результаты по гамма-спектрометрическому анализу водных образцов (№1 и №3) показали, что заявленные значения удельной активности ¹³⁴Cs не вошли в допустимый интервал отклонений от целевого значения ($\pm 20\%$). Это обусловлено спецификой распада ¹³⁴Cs, при котором необходимо учитывать поправку на каскадное суммирование. Игнорирование данного фактора приводит к занижению результатов, что было выявлено в ходе испытаний.

В рамках тех же испытаний были отклонены результаты бета-спектрометрического анализа трития,

где отклонение от целевого значения составило -44%. Это можно объяснить низким целевым значением активности в исследуемом образце, что повышает вероятность ошибки за счет фоновых флуктуаций, а также потерь, возникающих на этапе подготовки проб к измерению.



Рисунок 1. Результаты реализации программ МСИ за 2020–2024 гг.

Во избежание получения отрицательных результатов при проведении МСИ рекомендуется проведение обучающих тренингов для персонала с разбором возможных систематических ошибок, разработка корректирующих мер, усовершенствование методов пробоподготовки, проведение контрольных испытаний, участие в следующих МСИ по неудовлетворительным показателям.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Участие в межлабораторных сличениях дает возможность для аккредитованных лабораторий Испытательного центра подтвердить свою компетентность, проверить уровень квалификации, повысить технический уровень своих специалистов, а также осуществить контроль качества применяемых методик измерений и выявить методические проблемы.

Результаты измерений, полученные при межлабораторных сличениях, могут в дальнейшем использоваться аккредитованными лабораториями Испытательного центра для внутреннего контроля показателей своей деятельности, признания технической компетентности в заявленной области и применяться при подтверждении компетентности лабораторий.

Испытательный центр имеет достаточный опыт участия в межлабораторных сличениях с целью проверки квалификации. Успешное прохождение внешнего контроля качества подтверждает правильность организации проведения исследований и позволяет Испытательному центру «Центру радиэкологических исследований» филиала ИРБЭ РГП НЯЦ РК принимать участие в национальных и международных программах и проектах.

Исследования выполнены в рамках научно-технической программы «Развитие атомной энергетики в Республике Казахстан» (ИРН BR24792713).

ЛИТЕРАТУРА

1. Закон Республики Казахстан от 5 июля 2008 года № 61-IV «Об аккредитации в области оценки соответствия» (с изменениями и дополнениями по состоянию на 08.06.2024 г.)
2. О.А. Белоус. Межлабораторные сличения как способ улучшения работы научно – исследовательской лаборатории УО «ГГАУ». // Сельское хозяйство – проблемы и перспективы, Гродно. – 2016. – Т. 35. – С. 16–20.
3. ГОСТ ISO/IEC 17025:2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».
4. ГОСТ ИСО/МЭК 17025-2019 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий».
5. Сертификат аккредитации Испытательный центр «Центр радиэкологических исследований» филиала «ИРБЭ» РГП НЯЦ РК, Информационная система технического регулирования «e-KTRM». URL: <https://techreg.gov.kz>
6. KZ.07.00.03126-2015 «Активность радионуклидов в счетных образцах. Методика измерений на гамма-спектрометрах с использованием программного обеспечения SpectraLine».
7. KZ.07.00.03351-2016 «Методика количественного химического анализа. Определение элементного состава горных пород, почв, грунтов и донных отложений атомно-эмиссионным с индуктивно связанной плазмой и масс-спектральным с индуктивно связанной плазмой методами».

8. ISO 18227:2014 (E) «Качество почвы. Определение элементарного состава методом рентгеновского флуоресцентного анализа».
9. ГОСТ 30108-94 «Материалы и изделия строительные. Определение удельной эффективной активности естественных радионуклидов».
10. СП РК 2.04-109-2013 «Радиационный контроль на объектах строительства, предприятиях стройиндустрии и строительных материалов».
11. СТ РК ISO 9698-2022 «Качество воды. Тритий. Метод определения активности с помощью жидкостно-сцинтилляционного счета».
12. KZ 07.00.03104-2015 «Методика радиационного контроля. Суммарная альфа-бета-активность природных вод (пресных и минерализованных). Подготовка проб и выполнение измерений».
13. KZ.06.01.00148-2020 «Методика выполнения измерений. Определение массовой концентрации урана в моче человека методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой с использованием внутреннего стандарта иридия».
14. ГОСТ ISO 17294-2-2019 «Качество воды. Применение масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой. Часть 2. Определение некоторых элементов, включая изотопы урана».
15. Отчет проверка квалификации по средствам межлабораторных сравнительных испытаний, ТОО «ИЦ Агро-стандарт – XXI век», код участника 25 за 2020 г.
16. Отчет проверка квалификации по средствам межлабораторных сравнительных испытаний, ТОО «ИЦ Агро-стандарт – XXI век», код участника 80 за 2023 г.
17. Отчет по результатам межлабораторных сличений по программе «Экогидроконтроль – 2021», третий этап. Код участника 232. 2021 г.
18. Отчет по результатам межлабораторных сличений по программе «Экогидроконтроль – 2022», третий этап. Код участника 110. 2022 г.
19. Отчет по результатам межлабораторных сличений по программе «Экогидроконтроль – 2023», третий этап. Код участника 96. 2023 г.
20. Отчет по результатам межлабораторных сличений по программе «Экогидроконтроль – 2024», третий этап. Код участника 56. 2024 г.
21. Индивидуальный отчет об оценке аттестационного испытания ALMERA IAEA-TEL-2020-04, код участника 47. 2020 г.
22. Индивидуальный отчет об оценке аттестационного испытания ALMERA IAEA-TERC-2022-02, код участника 26. 2022 г.
23. Индивидуальный отчет об оценке аттестационного испытания ALMERA IAEA-TERC-2024-01, код участника 313. 2024 г.
24. ГОСТ ISO/IEC 17043-2013 «Оценка соответствия. Основные требования к проведению проверки квалификации».

REFERENCES

1. Zakon Respubliki Kazakhstan ot 5 iyulya 2008 goda No. 61-IV “Ob akkreditatsii v oblasti otsenki sootvetstviya” (s izmeneniyami i dopolnениями po sostoyaniyu na 08.06.2024 g.)
2. O.A. Belous. Mezhlaboratornye slicheniya kak sposob uluchsheniya raboty nauchno-issledovatel'skoy laboratorii

1. UO "GGAU". // Sel'skoe khozyaystvo – problemy i perspektivy, Grodno. – 2016. – Т. 35. – Р. 16–20.
3. GOST ISO/IEC 17025:2019 "Obshchie trebovaniya k kompetentnosti ispytatel'nykh i kalibrovchnykh laboratoriy".
4. GOST ISO/MEK 17025-2019 "Obshchie trebovaniya k kompetentnosti ispytatel'nykh i kalibrovchnykh laboratoriy".
5. Sertifikat akkreditatsii Ispytatel'nyy tsentr "Tsentr radioekologicheskikh issledovaniy" filiala "IRBE" RGP NYaTs RK, Informatsionnaya sistema tekhnicheskogo regulirovaniya «e-KTRM». URL: <https://techreg.gov.kz>
6. KZ.07.00.03126-2015 "Aktivnost' radionuklidov v schetnykh obraztsakh. Metodika izmereniy na gamma-spektrometrakh s ispol'zovaniem programmnogo obespecheniya SpectraLine".
7. KZ.07.00.03351-2016 "Metodika kolichestvennogo khimicheskogo analiza. Opredelenie elementnogo sostava gornykh porod, pochv, gruntov i donnykh otlozheniy atomno-emissionnym s induktivno svyazannoy plazmoy i mass-spektral'nykh s induktivno svyazannoy plazmoy metodami".
8. ISO 18227:2014 (E) "Kachestvo pochvy. Opredelenie elementarnogo sostava metodom rentgenovskogo fluoretsentnogo analiza".
9. GOST 30108-94 "Materialy i izdeliya stroitel'nye. Opredelenie udel'noy effektivnoy aktivnosti estestvennykh radionuklidov".
10. SP RK 2.04-109-2013 "Radiatsionnyy kontrol' na ob'ektakh stroitel'stva, predpriyatiyakh stroyindustrii i stroitel'nykh materialov".
11. ST RK ISO 9698-2022 "Kachestvo vody. Tretiy. Metod opredeleniya aktivnosti s pomoshch'yu zhidkostno-stsintillyatsionnogo scheta".
12. KZ 07.00.03104-2015 "Metodika radiatsionnogo kontrolya. Summarnaya al'fa-beta-aktivnost' prirodnykh vod (presnykh i mineralizovannykh). Podgotovka prob i vypolnenie izmereniy".
13. KZ.06.01.00148-2020 "Metodika vypolneniya izmereniy. Opredelenie massovoy kontsentratsii urana v moche cheloveka metodom mass-spektrometrii s induktivno svyazannoy plazmoy s ispol'zovaniem vnutrennego standarta iridiya".
14. GOST ISO 17294-2-2019 "Kachestvo vody. Primenenie mass-spektrometrii s induktivno svyazannoy plazmoy. Chast' 2. Opredelenie nekotorykh elementov, vlyuchaya izotopy urana".
15. Otchet proverka kvalifikatsii po sredstvam mezhlaboratornykh sravnitel'nykh ispytaniy, TOO "ITs Agrostandart – XXI vek", kod uchastnika 25 za 2020 g.
16. Otchet proverka kvalifikatsii po sredstvam mezhlaboratornykh sravnitel'nykh ispytaniy, TOO "ITs Agrostandart – XXI vek", kod uchastnika 80 za 2023 g.
17. Otchet po rezul'tatam mezhlaboratornykh slicheniy po programme "Ekogidrokontrol' – 2021", tretiy etap. Kod uchastnika 232. 2021 g.
18. Otchet po rezul'tatam mezhlaboratornykh slicheniy po programme "Ekogidrokontrol' – 2022", tretiy etap. Kod uchastnika 110. 2022 g.
19. Otchet po rezul'tatam mezhlaboratornykh slicheniy po programme "Ekogidrokontrol' – 2023", tretiy etap. Kod uchastnika 96. 2023 g.
20. Otchet po rezul'tatam mezhlaboratornykh slicheniy po programme "Ekogidrokontrol' – 2024", tretiy etap. Kod uchastnika 56. 2024 g.
21. Individual'nyy otchet ob otsenke attestatsionnogo ispytaniya ALMERA IAEA-TEL-2020-04, kod uchastnika 47. 2020 g.
22. Individual'nyy otchet ob otsenke attestatsionnogo ispytaniya ALMERA IAEA-TERC-2022-02, kod uchastnika 26. 2022 g.
23. Individual'nyy otchet ob otsenke attestatsionnogo ispytaniya ALMERA IAEA-TERC-2024-01, kod uchastnika 313. 2024 g.
24. GOST ISO/IEC 17043-2013 "Otsenka sootvetstviya. Osnovnye trebovaniya k provedeniyu proverki kvalifikatsii".

**ЗЕРТХАНААРАЛЫҚ САЛЫСТЫРМАЛЫ СЫНАҚТАРДЫҢ НӘТИЖЕЛЕРІ НЕГІЗІНДЕ
ЖҮРГІЗІЛЕТІН ЗЕРТХАНАЛЫҚ ЗЕРТТЕУЛЕРДІҢ САПАСЫН БАҒАЛАУ**

А. И. Меркель*, М. Т. Дюсембаева, А. К. Айдарханова, Ф. Ф. Жамалдинов,
В. В. Колбин, А. Ж. Ташекова, Т. В. Коровикова

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

** Байланыс үшін E-mail: merkel@nnc.kz*

Мақалада халықаралық стандарттарға, соның ішінде МемСТ ISO/IEC 17025 және ISO/IEC 17043 сәйкес жүргізілетін зертханааралық салыстырмалы сынақтар процесі, сондай-ақ «Радиоэкологиялық зерттеулер орталығы» сынақ орталығының («Радиациялық қауіпсіздік және экология институты» филиалы, бұдан әрі – ҚР ҰЯО РМК РҚЭИ) осындай салыстырмалы сынақтарға қатысуы сипатталған. 2020–2024 жылдар аралығында «Агростандарт СО – ХХІ ғасыр» ЖШС, «Экогидроконтроль» ЖШС және ALMERA (МАГАТЭ) сияқты провайдерлер ұйымдастырған ұлттық және халықаралық салыстырмалы сынақтар бағдарламаларына қатысу тәжірибесі баяндалған. Зертханааралық салыстырмалы сынақтар шеңберіндегі өлшеу құралдары, әдістемелер, нормативтік құжаттар, зерттеу объектілері және анықталатын көрсеткіштер тізімі ұсынылған.

Ерекше назар Сынақ орталығы алған сынақ нәтижелеріне және оларды провайдерлер белгілеген нормаларға сәйкестігі дәрежесін анықтауға мүмкіндік беретін $|Z|$ статистикалық көрсеткіші арқылы талдауға аударылды. Зертханааралық салыстырмалы сынақтарға қатысу Сынақ орталығына өз құзіреттілігін растауға ғана емес, сонымен қатар нәтижелердің сәйкес келуін, калибрлеу кезіндегі қайта өндіруге қабілеттілігін тексеруге, сондай-ақ өлшеу әдістеріне, персоналдың біліктілігіне немесе жабдықты калибрлеуге қатысты мәселелі аймақтарды анықтауға мүмкіндік береді. Салыстыру нәтижелері Сынақ орталығы жұмысының дәлдігі мен сенімділігін көрсетті, бұл радиоэкология және химиялық талдау саласында сынақ әдістерін дұрыс қолдану мен біліктіліктің жоғары деңгейін растайды.

Түйін сөздер: *зертханааралық салыстырмалы сынақтар, зертханааралық салыстырулар, сынақ сапасын бағалау, аккредиттеу зертханасының құзіреттілігі, нәтижелердің тиімділігі.*

**ASSESSMENT OF IN VITRO RESEARCH QUALITY
BASED UPON INTERLABORATORY COMPARISON TESTS**

A. I. Merkel*, M. T. Dyusembayeva, A. K. Aidarkhanova, F. F. Zhamaldinov,
V. V. Kolbin, A. Zh. Tashekova, T. V. Korovikova

Branch “Institute of Radiation Safety and Ecology” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

** E-mail for contacts: merkel@nnc.kz*

The article describes the process of interlaboratory comparison tests conducted pursuant to the international quality standards including GOST ISO/IEC 17025 and ISO/IEC 17043, as well as the participation of the Test Center “Center for Radioecological Research” (branch office “Institute of Radiation Safety and Ecology” (hereinafter referred to as IRSE of RSE NNC RK) in such comparison tests. The participation experience in the national and international comparison test programs arranged by such providers as ‘TC Agrostandart – XXI century’ Ltd, ‘Ekogidrokontrol’ Ltd and ALMERA (IAEA) is also described 2020 through 2024. Measurement means, procedures, regulatory documents and a list of research objects and indicators to be determined are presented within the scope of interlaboratory comparison tests.

Particular attention was paid to measurements obtained by the Test Center and their analysis by means of a statistical $|Z|$ -score, which allows for the determination of the conformity degree of results and providers’ established standards. The participation in interlaboratory comparison tests makes it possible for the Test Center not only to prove its competence but also verify the result repeatability, calibration reproducibility and to reveal problem areas associated with measurement techniques, personnel’s qualifications or equipment calibration. The intercomparison measurements have demonstrated the accuracy and operational robustness of the Test Center, which proves the qualification and correct application of the test techniques in the field of radioecology and chemical analysis.

Keywords: *interlaboratory comparison tests, intercomparisons, assessment of the test quality, accredited laboratory’s competence, result efficiency.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-68-76>

УДК 53.08

СУ ҚҰБЫР ЖЕЛІЛЕРІНІҢ ГИДРАВЛИКАЛЫҚ ЕСЕПТЕУЛЕРІН ZULUHYDRO БАҒДАРЛАМАСЫ АРҚЫЛЫ КОМПЬЮТЕРЛІК ЖОБАЛАУ

І. Е. Алдаберген*, Г. Н. Сембаева

Ә. Сағынов атындағы Қарағанды техникалық университеті, Қарағанды, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: inkar94_kz@mail.ru

Бұл мақалада ZuluHydro бағдарламасы арқылы инженерлік коммуникациялардың гидравликалық есептеулерінің барысы мен нәтижелері көрсетілген. ZuluHydro бағдарламасы желінің есептік математикалық моделін жасауға, желіні паспорттауға, жасалған модельдер негізінде информациялық есептерді, топологиялық анализ есептерін шешуге, әр түрлі гидравликалық есептеулер жүргізуге мүмкіндік беретіні баяндалған. Бір немесе бірнеше көз арқылы жұмыс істейтін дросселдейтін құрылғылар мен көтергіш насосты станциялармен қоса тұйық және сакиналық сумен жабдықтау желілеріне есептеулер жасалу керек. ZuluHydro есептеулері геоинформациялық жүйемен тар интеграцияда да, қолданушылар қосымшаларындағы есептеулерді жүргізуге мүмкіндік беретін жеке компоненттер кітапханасы түрінде де жұмыс жасай алады. Бағдарлама қолданушыға жақын интерфейс ұсынады. Бағдарлама желі жұмысының режимдерінің түрлі өзгерістері кезінде гидравликалық желілерде ауыпалы процесстерді есептеуге мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: гидравлика, су құбыр желісі, гидросоққы, ZuluHydro бағдарламасы, пьезометриялық қысымдар, граф иіндері.

КІРІСПЕ

Толық сумен қамту жүйесі су таратуды қамтамасыз ететін желілерден ғана емес, оны меншіктеп беру немесе кәріз жүйесі желілерінен де тұрады. Екі құраушының сауатты жүзеге асуымен ғимаратты пайдалану мен оның санитарлық жағдайы байланысты болады. Сумен жабдықтау мен кәріз жүйесі орталық және жекеленген болуы мүмкін.

Орталық сумен жабдықтау жүйесіне қала немесе елді мекенде орналасқан құрылыстар қосылады. Бұл жағдайда одан су жіберу немесе бұрып жіберуді қамтамасыз ететін құбырлар төселеді.

Жекеленген сумен жабдықтау жүйесі қала сыртындағы үлкен үйлердің көбісі үшін сумен қамтамасыз етудің жалғыз жүйесі. Су алу артезиандық ұңғымалардан болады, насостар, сүзгіштер мен құбырлар арқылы ғимаратқа жіберіледі. Судың жылуына бұл жағдайда арнайы орнатылған құрылғы жауап береді. Шартты түрде айтқанда, жекеленген сумен қамту жүйесі – орталықтан жүйе кішірейтілген түрі [1].

Қазіргі заманғы ғимараттар мен құрылыстар сыртқы және ішкі коммуникациялармен жасалған инфрақұрылымды жасаусыз болмайтын күрделі инженерлік конструкцияларды ұсынады. Сумен жабдықтау, жылу беру, кәріз жүйесі – тұрғын үйлер мен өндірістік объектілердің тіршілік іс – әрекетін қамтамасыз ететін инженерлік коммуникациялардың маңызды жүйелері.

Математикалық модельдер негізінде желілер есептеулер негізінде граф жатыр. Белгілі болғандай, граф иіндермен жалғанған түйіндерден тұрады. Кез келген желіде өзінің түйіндік элементтер жинағын бөліп алуға болады. Ол сумен жабдықтауда көздер, су құбырлық құдықтар, тұтынушылар, насостық станциялар, ілмектік арматура болып табылады.

Граф иіндері желі аймағы – құбыр желілері болып табылады. Аймақ белгілі бір түйіннен басталып түйіннен аяқталу керек [2].

Желі аймағы суретін сала бастағанда, міндетті түрде аймақ бастамасын немесе бар түйіндердің біріне бекіту қажет, немесе осы аймақ басталатын түйіндер жиынтығынан түйінді таңдап алу қажет. Дәл осылай, аймақты енгізуді тоқтатып, оның аяғын немесе бар түйіндердің біріне бекіту қажет, немесе аймақ аяқталатын жаңа түйінді орнату қажет. Кез келген түйіннің орнын ауыстыру кезінде, онымен бірге осы түйінмен байланысты аймақтардың басы мен аяғы орналасады, яғни, кеңістікте түйіндердің орналасуының өзгеруі графтың топологиясының өзгеруіне алып келеді, желі «бұзылмайды».

Математикалық модель тұрғысынан аймақтардың сыну нүктелері мен түйіндер координаталары геодезиялық дәлдік координатасы бойынша белгіленген, қандай да бір төсем бойынша суреті салынған немесе жай ғана сұлбалық түрде суреттелген. Қажетті түйіндер жұптары иіндермен жалғанғаны маңызды, және «суретін салу» нәтижесінде автоматты түрде желінің математикалық графының кодировкасы алынады. Егер сурет дұрыс орындалса, онда желі графында да қателік жіберілмейді [3].

ӘДІСТЕР МЕН МАТЕРИАЛДАР

Сумен жабдықтау жүйелерін жобалау мен басқару – инженерлік қызметтің маңызды саласы. Бұл жүйелердің сенімді және тиімді жұмыс істеуі қала инфрақұрылымының тұрақты дамуына тікелей әсер етеді. Су жүйелерінің гидравликалық мінез-құлқын модельдеуде әртүрлі бағдарламалық құралдар пайдаланылады. Олардың ішінде ZuluHydro, EPANET және WaterCAD кеңінен танымал. Аталған бағдарламалар әртүрлі мақсаттарға бағытталған және функ-

**СУ ҚҰБЫР ЖЕЛІЛЕРІНІҢ ГИДРАВЛИКАЛЫҚ ЕСЕПТЕУЛЕРІН ZULUHYDRO БАҒДАРЛАМАСЫ
АРҚЫЛЫ КОМПЬЮТЕРЛІК ЖОБАЛАУ**

ционалдығы, қолдану күрделілігі мен мүмкіндіктері жағынан ерекшеленеді. Бұл мақалада осы үш бағдарламаны салыстырып, олардың артықшылықтары мен шектеулерін саралаймыз.

Бағдарламаларға қысқаша сипаттама

ZuluHydro – шағын және орта деңгейдегі су жүйелерін модельдеуге арналған бағдарлама. Қарапайым интерфейсі мен төмен бағасы оны студенттер мен зерттеушілер арасында танымал етеді. Бұл бағдарлама көбінесе Оңтүстік Африка елдері мен дамушы аймақтарда қолданылады.

EPANET – АҚШ Қоршаған ортаны қорғау агенттігі (EPA) жасаған, ашық кодты және тегін таратылатын бағдарлама. Ол уақытқа тәуелді (extended-period simulation) гидравликалық және су сапасы есептеулерін жүргізуге арналған.

WaterCAD – Bentley Systems компаниясының кәсіби инженерлерге арналған коммерциялық өнімі. Бұл бағдарлама сумен жабдықтау жүйелерін жобалау, талдау және басқару үшін кеңінен қолданылады. Оның күрделі функционалдығы мен интеграциялық мүмкіндіктері ірі жобаларда тиімділігін көрсетеді.

Функционалдық салыстыру

Критерий	ZuluHydro	EPANET	WaterCAD
Қолдану саласы	Білім беру, шағын жобалар	Зерттеу, шағын және орта жүйелер	Ірі қалалар, кәсіби инженерлік жобалар
Бағасы	Тегін немесе төмен	Тегін	Қымбат коммерциялық лицензия
Интерфейс	Интуитивті, жеңіл	Қарапайым, аздап ескірген	Күрделі, бірақ кәсіби
Құбырлар мен нүктелік элементтер	Бар, бірақ шектеулі	Барлық негізгі компоненттер	Кеңейтілген (резервуар, сорғы, клапан т.б.)
Уақытша модельдеу	Шектеулі	Иә (уақытша өзгерістерді есептейді)	Иә, күрделі сценарийлерді қолдайды
Су сапасы анализі	Жоқ	Иә (мысалы, хлор қалдығы)	Иә, кеңейтілген модельдер
Визуализация	Қарапайым	Қарапайым графика	Кәсіби визуализация, 3D
GIS/SCADA интеграциясы	Жоқ	Жоқ	Иә (AutoCAD, ArcGIS, SCADA жүйелерімен бірігеді)
Қолдау және оқыту	Шектеулі	Қоғамдық форумдар, EPA құжаттамасы	Кеңейтілген техникалық қолдау және тренингтер

Қолдану жағдайлары мен мақсатты аудитория

– *ZuluHydro* – университеттер, шағын қауымдастықтар, ауылдық су жүйелерін жоспарлауға бағытталған. Оны су жүйесі бойынша бастапқы білім алу, зерттеу жүргізу немесе қаржылық ресурстары шектеулі жобаларда қолдану тиімді.

– *EPANET* – ғылыми-зерттеу институттары, инженерлер және экологтар үшін ыңғайлы. Ашық кодты болғандықтан, бағдарламашылар оны модификациялап, өздерінің арнайы алгоритмдерін енгізе алады.

– *WaterCAD* – кәсіби инженерлер мен қалалық инфрақұрылымды басқарушылар үшін жасалған. Ол күрделі жүйелерді оңтайландыру, апаттық жағдайларды болжау және ұзақ мерзімді жоспарлау үшін өте қолайлы.

Артықшылықтар мен кемшіліктер

Бағдарлама	Артықшылықтары	Кемшіліктері
ZuluHydro	Қолдануға жеңіл, арзан, оқытуға тиімді	Шектеулі функциялар, күрделі модельдерге арналмаған
EPANET	Тегін, су сапасын есептеу, кеңінен танымал	Интерфейсі ескірген, интеграция шектеулі
WaterCAD	Кәсіби қолдау, интеграция, аналитикалық құралдар мол	Бағасы жоғары, оқуға уақыт керек

ZuluHydro, *EPANET* және *WaterCAD* – әртүрлі деңгейдегі пайдаланушылар мен жобаларға арналған қуатты құралдар. Таңдау кезінде жобаның көлемі, техникалық талаптар мен бюджеттік шектеулерді ескеру маңызды.

– Егер мақсат – оқыту немесе шағын жобаны модельдеу болса, *WaterCAD* – ыңғайлы әрі үнемді шешім.

– Ғылыми зерттеу, су сапасын бағалау немесе тегін құрал қажет болса, *EPANET* – таптырмас таңдау.

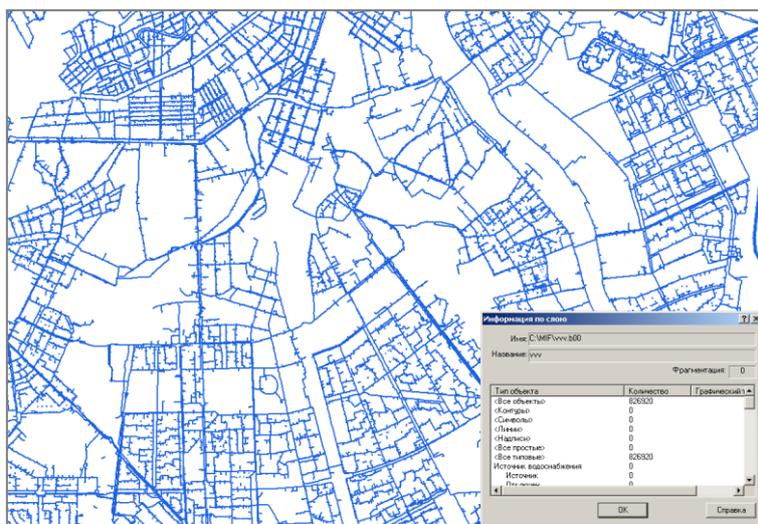
– Ал егер сізге кәсіби, интеграцияланған және толыққанды инженерлік шешім қажет болса, *ZuluHydro* – ең тиімді нұсқа.

Бұл бағдарламалар бірін-бірі толықтыра алады және әртүрлі деңгейде су жүйелерін модельдеудің үздік үлгілерін ұсынады.

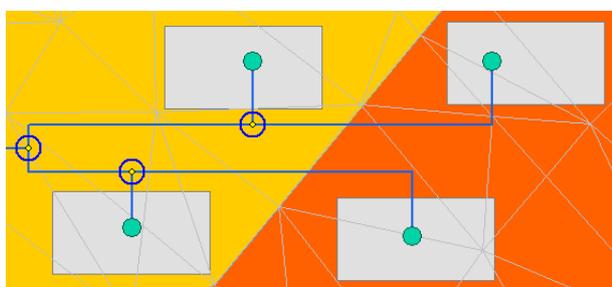
Су құбыр желісін салу үшін есептеулер үшін қажет кестелер қосылған бегілі бір құрылымның *Zulu* жүйесі қабатын қолдану қажет. Су құбыр желісі сұлбасын немесе алдын ала дайындалған астыңғы арқауға, немесе таза бетті картаға салуға болады. Сурет 1 – де су құбыр желісінің мысалы көрсетілген.

Су құбыр желісінің картадағы суреті

Су құбыр желісін аймақпен жалғастыру арқылы кескіндеуге болады. Ол келешекте гидравликалы есептеулерді жүргізіп қана қоймай, су құбыр желілерінің нақты орналасқан жерін біліп, басқа да инженерлік есептерді шешуге мүмкіндік береді. Аймаққа жалғанған су құбыр желісінің кескінің мысалы сурет 2 – де көрсетілген [4].



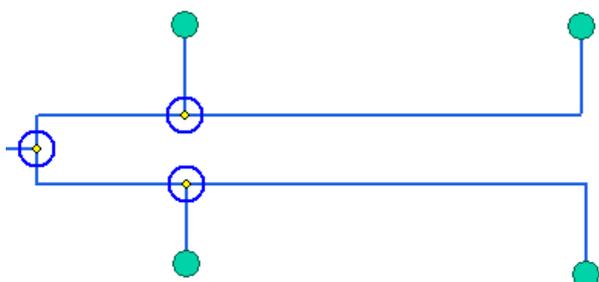
Сурет 1. Су құбыр желісінің мысалы



Сурет 2. Аймаққа жалғанған су құбыр желісінің кескіні

Су құбыр желісінің сұлбалық кескіні

Су құбыр желісінің кескіні схемалық түрде болуы мүмкін, сонымен қоса, түйіндер координаталары (су құбыр желілері объектілері) мен бұрылу бұрыштары (аймақтардың сыну нүктелері) геодезиялық дәлдікпен немесе төсем бойынша салынған координаталар бойынша енгізілетіні маңызды емес. Су құбыр желілерінің қажетті объектілері (түйіндері) аймақтармен (иіндермен) жалғанғаны маңызды. Су құбыр желілері модельдерінің сұлбалық кескіні гидравликалық есептеулерді жылдам жүргізуге мүмкіндік береді, бірақ өз желілерін анықтауға мүмкіндік бермейді. Су құбыр желілерінің сұлбалық кескінінің мысалы сурет 3-те көрсетілген [5].



Сурет 3. Желінің сұлбалық кескіні

Желінің жеңілдетілген және толық кескіні

Талдап тексеру деңгейі су құбыр желісінің аймаққа бекітумен картадағы кескініндегі тәрізді, сұлбалық кескінінде де әр түрлі болуы мүмкін. Мысалы, төмендегі суреттерде су құбыр желісінің екі эквивалентті сұлбалары кескінделген. Егер «Желінің толық кескіні» сурет 5 – ке қараса, су құбыр желілері құдықтарында тиекті құрылғылардың анығырақ етіп суретін салу арқылы толығырақ кескін көрінеді. Осындай толық кескінде объектілер саны, сәйкесінше олар бойынша мәліметтер көбейетіні түсіну керек.

Егер де тиектік құрылғылардың анығырақ етіп суретін салмаса, гидравликалық шығындарды адекваттық модельдеу үшін аймақтық кедергілер кез келген жағдайда міндетті түрді базаға енгізілуі қажет.

Осыған байланысты, желінің картада кескінделуінің дәлдігі мен нақтылығы есептеулер нәтижелеріне әсер етпейді (сурет 4).



Сурет 4. Желінің жеңілдетілген кескіні



Сурет 5. Желінің толық кескіні

Әрекеттер реттілігі

Су құбыр желісін модельдеу үшін белгілі бір әрекеттер ретін орындау керек:

1. Су құбыр желісі қабатын құру қажет. Су құбыр желісін картаға салу үшін алдын ала су құбыр желісі қабатын құру керек.
2. Қабатының құрылымын бағыттау: сыртқы келбеті, символдар өлшемдері.

3. Қолданушы қажет болған жағдайда кез келген объектінің графикалық кескінін өзгерте алады, сондай – ақ, құрылымға қалыптастырылған жаңа объектілерді қоса алады, мысалы «Кенеттен тарылу (кенею)», «Баланстық жабдықтың шекарасы» және т.б.

4. Су құбыр желісін картаға салу. Су құбыр желісі қабатын жасағаннан кейін, модельді картада кескіндеуге болады.

Қисындылығын (связность) тексеру.

Су құбыр желісінің математикалық моделін жасаудың дұрыстығын тексеру үшін желінің барлық объектілердің өзара қисындылығын тексеру қажет. Тексеруді толығымен салынған желі үшін де, оның бөліктері үшін де жүргізуге болады [7].

Су құбыр желісін тексеру есебі

Тексеру есебінің мақсаты су құбыр желісінде ағымтаратуды, белгілі құбыр диаметрлері мен түйіндік нүктелерде су өндірулер кезінде жіберу мен көздер қысымын анықтау болып табылады.

Тексеру есебінде белгілі шамалар болып табылады:

- желінің барлық аймақтары мен гидравликалық кедергілерінің диаметрлері мен ұзындықтары;
- судың белгіленген түйіндік өндірулері;
- барлық көздердің қысымдық – шығындық сипаттамалары;
- барлық түйіндік нүктелердің геодезиялық белгілері.

Тексеру есебі нәтижесінде анықталады:

- желінің барлық аймақтарында қысымның шығындары;
- көздерді жіберу;
- жүйенің барлық түйіндеріндегі пьезометриялық қысымдар.

Тексеру есептеріне сағатына ең көп су тұтыну өрт сөндіру жағдайындағы жүйелер есебі мен жеке аймақтардағы апаттарға байланысты су жіберу төмендеген кездегі желілер мен су құбырлары есептеулерін жатқызған дұрыс. Бұл есептеулер жақсы және

орташа шарттарда жүйенің жұмысқа қабілеттілігін бағалау үшін, осы жағдайларда жобаланған насостық құрылғыны қолдану мүмкіндігін анықтау үшін, сонымен қатар, еркін қысымдардың түсуі мен жіберудің шекті мәндерден төмен түсуін шектейтін шараларды өңдеу үшін қажет [6].

Су құбыр желісінің конструкциялық есебі

Тұйық және сақиналық су құбыр желісін конструкциялық есептеудің мақсаты берілген қысыммен есептік су шығындарын өткізуді қамтамасыз ететін құбыр желілерінің диаметрлерін анықтау болып табылады (Қосымша А-да көрсетілген.).

Желінің есептік режимі ретінде жүйенің, оның ішінде су құбыр желісінің жеке құрылыстары үшін ең жоғарғы жүктемелері болатын су өндіру мен оның насосты станциялармен жіберілуін түсінеді. Жүктемелерге су шығындары мен қысымдарды жатқызады.

Су құбыр желісінде, басқа да инженерлік коммуникациялар тәрізді, жіберу мен су тарату жүйелерінің барлық құрылыстарының өзара байланыстарын есептеу қажет.

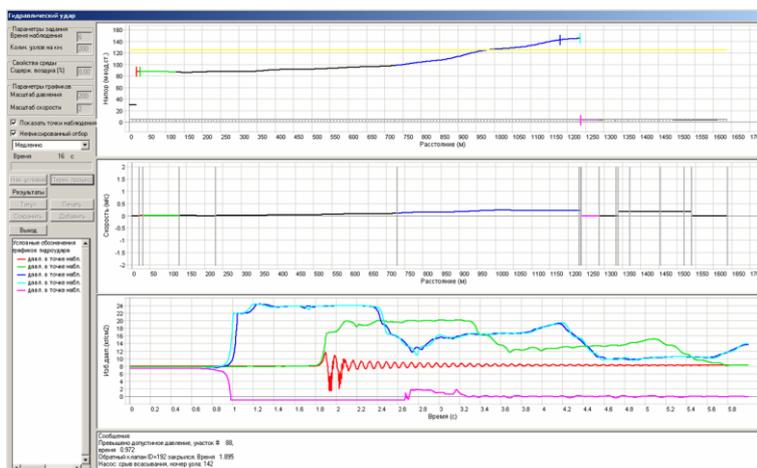
Су құбырлары желілерін есептеу сумен қамту жүйесін, соның ішінде бірнеше көздермен сипаттайтын кез келген объектілер жиынтығымен жүзеге асады [9].

Гидросоққы

- Қолданылуы;
- Мүмкіндіктері;
- Есептер нәтижелері;
- Құндылықтары;
- Интерфейс.

НӘТИЖЕЛЕР МЕН ТАЛҚЫЛАУЛАР

Сумен қамтудың әрбір желісінде күн сайын ауыспалы процестер туындайды. Аса қарқынды процестер кенеттен бұзылуларға (гидравликалық соққыларға) алып келеді, қарқынды емес процестер желі элементтерінің мезгілсіз тозуына әкеліп соғады (сурет 6).



Сурет 6. Су құбыр желісінде гидравликалық соққыны есептеу

Ауыспалы процестердің негативті әсерінің шығындарын азайту үшін:

– Алдымен, қарқынды ауыспалы процесстердің қай жерде, неге және қаншалықты туындайтынын анықтау керек;

– Осыған байланысты желіні қорғау шараларын жоспарлау, мысалы, қорғаныс құрылғыларын орнату, құбырларды ауыстыру және т.б.;

– Жоспарланатын шаралардың эффективтілігін бағалау.

Қолданылуы

ZuluHydro бағдарламалық модулі. Гидросокқы күрделі құбыржелілік гидро жүйелерде стационарлық емес процестерді есептеу үшін арналған. Есептеудің мақсаты – ауыспалы процесс уақытында жарамайтын жоғары немесе төмен қысымның әсеріне ұшырайтын желі түйіндері мен аймақтарды анықтау. Ауыспалы процестерді туғызатын оқиға ретінде насостарды қосу немесе сөндіру, тиектерді ашу немесе жабу (задвижка), сонымен қатар құбырдың жарылуы болжалады.

Мүмкіндіктері

Бағдарлама желі жұмысының режимдерінің түрлі өзгерістері кезінде гидравликалық желілерде ауыспалы процесстерді есептеуге мүмкіндік береді: насостарды қосу, сөндіру, тиектерді ашу, жабу. Желіні модельдеу үшін көптеген әр түрлі элементтер, соның ішінде қорғаныс модельдері ұсынылады. Құбырда әуелік қосу мен құбырдың жарылуы тәрізді құбылыстарды ескеруге мүмкіндік болады.

Есептеулер нәтижелері

Есептеу барысында және оның аяқталуы кезінде қолданушыға ауыспалы процестер анализі үшін бағдарлама келесі ақпаратты ұсынады:

Есептеу процедурасы уақытында қолданушы дәл қазіргі уақытта қысымның жылжыма толқындары мен кез келген бағыт бойымен жылдамдықты таратуды бақылау мүмкіндігіне ие болады. Есептеу нәтижелері бойынша осы бағыт бойымен әрбір нүктеде ең көп және ең аз қысымдар графиктерді құрастыру жүзеге асырылады. Таңдалған бақылау нүктелері қатары үшін уақытқа байланысты қысымның өзгеру графиктері келтіріледі.

ZuluHydro-ны ірі инфрақұрылымдық жобаларда қолданудың шектеулері туралы талқылау кезінде бірнеше маңызды аспектілерді ескеру қажет. Негізгі шектеулер мен қиындықтар:

1. Техникалық шектеулер

– *Қуат пен көлем шектеулері:* ZuluHydro технологиясы ірі гидроэнергетикалық жобалар үшін қажетті қуат пен су көлемін тиімді басқару мүмкіндігіне шектеулі болуы мүмкін.

– *Техникалық күрделілік:* Үлкен инфрақұрылымдық жобаларда күрделі техникалық шешімдер мен

кешенді жүйелер қажет. ZuluHydro кейбір жағдайларда интеграциялану мен масштабталуда қиындықтарға тап болуы ықтимал.

2. Қаржылық және экономикалық шектеулер

– *Жобаның жоғары құны:* Ірі жобалар көбінесе үлкен инвестицияларды талап етеді. ZuluHydro-ны енгізу бастапқы шығындарды көбейтуі мүмкін.

– *Тиімділік пен қайтарым уақыты:* Кейбір жағдайларда технологияның экономикалық тиімділігі ұзақ мерзімді перспективада ғана байқалуы ықтимал.

3. Экологиялық және әлеуметтік шектеулер

– *Экологиялық әсер:* Ірі гидроэнергетикалық жобалар қоршаған ортаға, әсіресе су экосистеміне әсер етуі мүмкін. ZuluHydro технологиясы бұл әсерді азайта ала ма деген сұрақ туындайды.

– *Жергілікті қоғамдастыққа әсері:* Үлкен жобалар жергілікті халықтың өмір салтына, жер пайдалануына және әлеуметтік құрылымына әсер етуі ықтимал.

4. Реттеуші және әкімшілік кедергілер

– *Заңнамалық талаптар:* Құқықтық нормалар мен стандарттар ZuluHydro технологиясын қолдануда қиындықтар туғызуы мүмкін.

– *Рұқсат және келісім алу:* Ірі жобалар үшін көптеген рұқсаттар мен келісімдер қажет, бұл процесті қиындатады.

5. Инфрақұрылымдық және логистикалық мәселелер

– *Тиісті инфрақұрылымның жоқтығы:* Ірі жобалар үшін жеткілікті инфрақұрылым болмауы ZuluHydro технологиясын енгізуді тежейді.

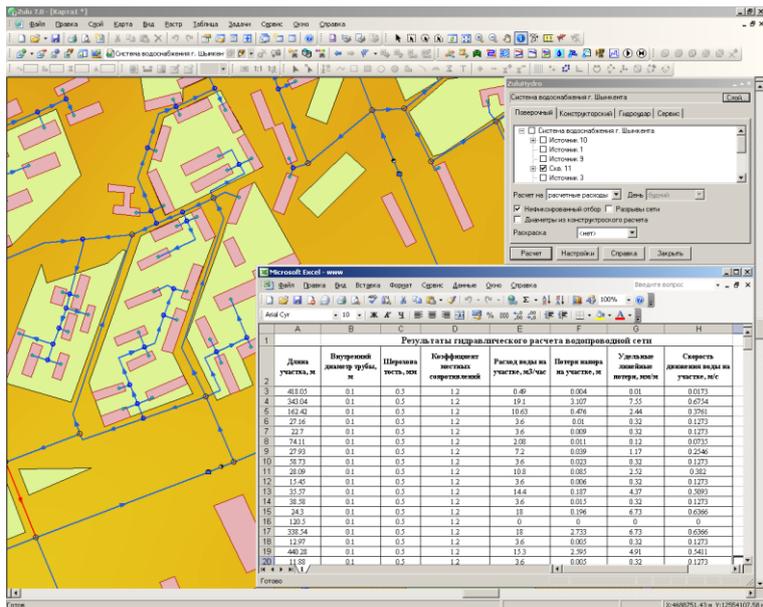
– *Логистика және техникалық қызмет көрсету:* Үлкен жүйелерді қолдау мен техникалық қызмет көрсету күрделі және қымбат болуы мүмкін.

Мәліметтер базасына ең жоғарғы және ең төмен қысымдардың мәндері әрбір аймақ пен желі түйіні үшін осы қысымдардың пайда болу уақытын нұсқаумен салынады, ал аймақ үшін сәйкес орын көрсетіледі.

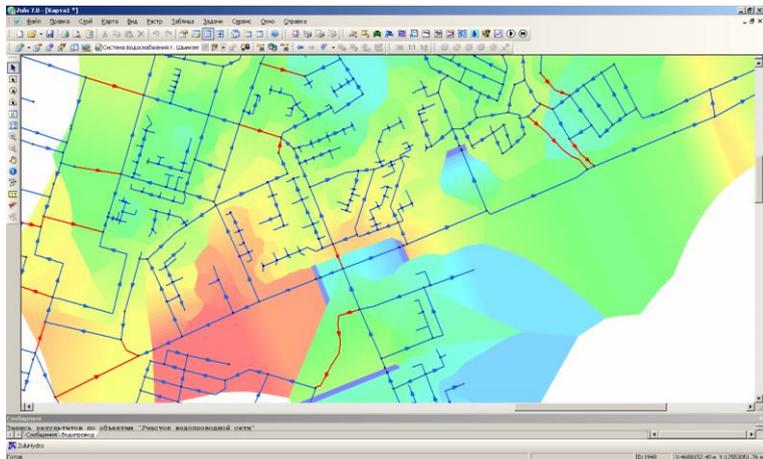
Есептеу процесінде сұйықтықты насоспен сорудың кедергісі (срыв) жайлы хабарламалар беріледі. Есептеу процессінде желінің кейбір нүктесінде соңғы ұйғарынды қысымға жеткені жайлы хабарламалар беріледі.

Zulu сұрақтардың көмегімен мәліметтер базасы бойынша қауіпті аймақтар мен түйіндерді табуға мүмкіндік береді және осы ақпарат негізінде қажет болған жағдайда өзге де бақылау нүктелерін таңдауға (қосуға) және графиктерді құру бағытын өзгертуге болады (сурет 9). Жоғарғы қысым аймақтарымен қатар төменгі қысымды аймақтар да белгілі бір қауіп туғыза алады, бұл жағдайда топырақты суларды сүмен қамту жүйесіне және кавитациямен байланысты эффектілерге сораптау мүмкін болатынын айта кету керек (сурет 7, 8) [11, 12].

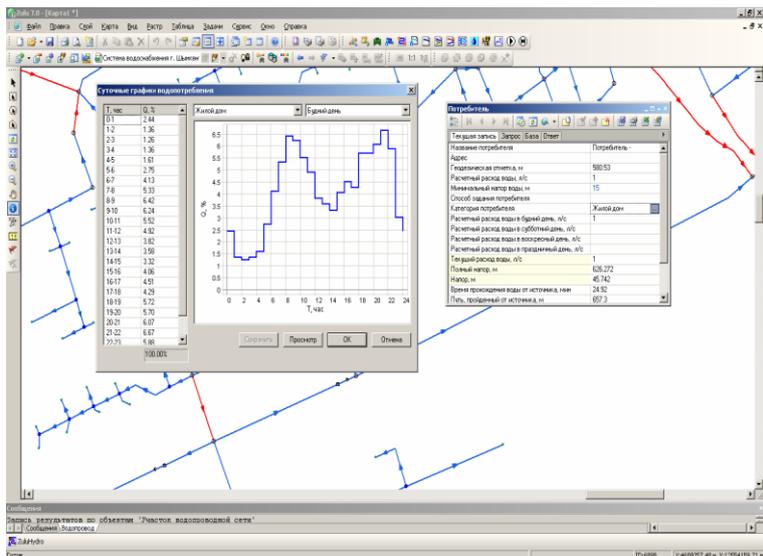
СУ ҚҰБЫР ЖЕЛІЛЕРІНІҢ ГИДРАВЛИКАЛЫҚ ЕСЕПТЕУЛЕРІН ZULUNHYDRO БАҒДАРЛАМАСЫ АРҚЫЛЫ КОМПЬЮТЕРЛІК ЖОБАЛАУ



Сурет 7. Microsoft Office Excel құжатындағы есептеулер нәтижелері



Сурет 8. Қысым бойынша су құбыр желісінің тематикалық бояуы



Сурет 9. Су тұтынудың тәуліктік графиктері

Есептеулер дәлдігін бағалау

1. Бағдарламаның математикалық моделінің дәлдігі ZuluHydro бағдарламасы гидравликалық есептерді шешу үшін белгілі бір математикалық модельдерді қолданады (мысалы, Ньютон-Рапсон әдісі, гидравликалық теңдеулер жүйесі). Модельдің физикалық үдерістерді шынайы сипаттауы есептеулердің дәлдігіне әсер етеді.

2. Енгізілетін бастапқы деректердің сапасы

– Құбырлардың диаметрі, ұзындығы, шертілу коэффициенттері, материал қасиеттері

– Судың қысымы, ағынының жылдамдығы, температурасы сияқты бастапқы параметрлер. Егер бастапқы деректер нақты және сенімді болса, есептеулердің нәтижесі соғұрлым дәл болады.

3. Сандық әдістердің тұрақтылығы мен дәлдігі

– Сандық әдістердің қадам өлшемі (мысалы, уақыт пен кеңістік қадамы)

– Итерациялық шешімдердің тоқтау критерийлері Қадамдардың тым үлкен болуы немесе тоқтау шарттарының тым еркін қойылуы қателіктерге әкелуі мүмкін.

4. Бағдарламаның параметрлерін дұрыс таңдау

– Қысым мен ағынның шекті мәндері

– Құбыр жүйесінің шынайы шарттарын ескеру (мысалы, көп салалы жүйелерде, турбулентті ағын және т.б.)

Ықтимал қателік көздері

1. Бастапқы деректердегі қателіктер

– Құбыр диаметрі, шертілу коэффициенті, материалдың қанықтылығы жөніндегі қате ақпарат

– Есептеу нүктелеріндегі қысым мен ағын жылдамдығының дұрыс алынбауы

2. Модельдік шектеулер

– Бағдарлама нақты жағдайда болатын күрделі гидравликалық құбылыстарды толық қамтымауы (мысалы, ауыспалы ағын режимдері, соққы толқындары, ауа көпіршіктері)

3. Сандық қателіктер

– Арифметикалық қателіктер, шама шамаларын дөңгелектеу

– Итерацияның жеткіліксіз саны немесе қадам өлшемінің үлкендігі

4. Параметрлерді дұрыс таңдамау

– Құбыр шертілу коэффициенттері немесе турбуленттілік параметрлерін дұрыс енгізбеу

– Бағдарламаның кейбір ішкі параметрлерін сәйкес келмейтін түрде орнату

5. Жүйелік модельдеудің қарапайымдылығы

– Нақты құбыр желісіндегі қосымша элементтерді (арналар, арматуралар, бұрылыстар) ескермеу

– Құбырлардың деформациясын немесе ұзақ мерзімді әсерлерін ескермей есептеу

ZuluHydro бағдарламасымен гидравликалық есептеулердің нәтижелері негізінен бастапқы деректердің сапасына, модельдің физикалық шынайылығына және сандық әдістердің дұрыстығына тәуелді. Есептеулердің дәлдігін арттыру үшін:

– Нақты және сапалы бастапқы деректерді жинау,

– Бағдарламаның параметрлерін мұқият таңдау,

– Қажет болса есептеу қадамдарын азайтып, итерация санын арттыру,

– Қарастырылып отырған жүйенің физикалық ерекшеліктерін ескеру қажет.

ҚОРЫТЫНДЫ

Берілген зерттеулерде су құбыр желілері мен оларда болатын дефектілер және олардың алдын алу үшін зерттеулер мен есептеулер, оның ішінде бағдарлама арқылы гидравликалық есептеу жүргізу нәтижелері көрсетілді.

Сумен қамтудың әрбір желісінде күн сайын ауыспалы процестер туындайды. Аса қарқынды процестер кенеттен бұзылуларға (гидравликалық соққыларға) алып келеді, қарқынды емес процестер желі элементтерінің мезгілсіз тозуына әкеліп соғады

Жалпы, жер асты жылу құбырлары аймақтарында жүргізілген зерттеулердің арқасында, әдіс дамуда едәуір соққы алды, жаңа заңдылықтар анықталды, бағалаудың қосымша критерийлері – магнит өрісінің ауытқуының болуы пайда болған жылулық желілері жағдайының анализі бойынша бағдарламалық комплекстер дамуға бастау алды.

Есептеу барысында және оның аяқталуы кезінде қолданушыға ауыспалы процестер анализі үшін бағдарлама келесі ақпаратты ұсынады:

Есептеу процедурасы уақытында қолданушы дәл қазіргі уақытта қысымның жылжыма толқындары мен кез келген бағыт бойымен жылдамдықты таратуды бақылау мүмкіндігіне ие болады. Есептеу нәтижелері бойынша осы бағыт бойымен әрбір нүктеде ең көп және ең аз қысымдар графиктерді құрастыру жүзеге асырылады. Тандалған бақылау нүктелері қатары үшін уақытқа байланысты қысымның өзгеру графиктері келтіріледі.

Мәліметтер базасына ең жоғарғы және ең төмен қысымдардың мәндері әрбір аймақ пен желі түйіні үшін осы қысымдардың пайда болу уақытын нұсқаумен салынады, ал аймақ үшін сәйкес орын көрсетіледі.

Есептеу процесінде сұйықтықты насоспен сорудың кедергісі (срыв) жайлы хабарламалар беріледі. Есептеу процесінде желінің кейбір нүктесінде соңғы ұйғарынды қысымға жеткені жайлы хабарламалар беріледі.

ӘДЕБИЕТТЕР

1. Федоров Н.Ф., Волков Л.Е. Гидравлический расчет канализационных сетей. Расчетные таблицы. – М.: МХК РСФСР. – 2006 г. – 253 с.
2. Оборудование водопроводно-канализационных сооружений: Справочник / Под ред. А.С. Москвитина. – М.: Стройиздат. – 2008 г. – 430 с., ил. – (Справочник монтажника).
3. Журба М.Г., Соколов Л.И., Говорова Ж.М. Водоснабжение. Проектирование систем и сооружений. Том 2. Очистка и кондиционирование природных вод. – М.: Издательство АСВ. – 2004 г. – 496 с. Прислал Софинский Геннадий, г. Новополоцк Витебской обл., респ. Беларусь.
4. Журба М.Г., Соколов Л.И., Говорова Ж.М. Водоснабжение. Проектирование систем и сооружений. Том 3. Системы распределения и подачи воды. – М.: Издательство АСВ. – 2004 г. – 256 с. Прислал Софинский Геннадий, г. Новополоцк Витебской обл., респ. Беларусь
5. Иванов В.Г. Водоснабжение промышленных предприятий. – СПб. – 2003 г. – 537 с.
6. Воронов Ю.В., Яковлев С.В. Водоотведение и очистка сточных вод./ Учебник для вузов.
7. Галдин Н.С. Основы гидравлики и гидропривода: учебное пособие / Н.С.Галдин. – Омск: Изд-во СибАДИ. – 2010 г. – 145 с.
8. Чугаев Р.Р. Гидравлика (техническая механика жидкости): учебник / Р.Р.Чугаев. – М.: Бастет. – 2008 г. – 672 с.
9. Троян Т.П. Гидравлика. Задачи и примеры расчётов по гидростатике и гидродинамике.
10. Угинчус А.А. Гидравлика и гидравлические машины: учебник / А.А. Угинчус. – М.: Аз-book. – 2009 г. – 395 с.
11. Белан А.Е. Универсальный метод гидравлического увязочного расчета водопроводных сетей. – Строительство и архитектура. – 2009 г. – 73 с.
12. Липский, В.К. Техническая гидромеханика: учеб.-метод. комплекс / В.К. Липский, Д.П. Комаровский; под. общ. ред. В.К. Липского. – Новополоцк: ПГУ. – 2011 г.

REFERENCES

1. Fedorov N.F., Volkov L.E. Gidravlicheskiy raschet kanalizatsionnykh setey. Raschetnye tablitsy. – Moscow: MKhK RSFSR. – 2006 g. – 253 p.
2. Oborudovanie vodoprovodno-kanalizatsionnykh sooruzheniy: Spravochnik / Pod red. A.S. Moskvitina. – Moscow: Stroyizdat. – 2008 g. – 430 p., il. – (Spravochnik montazhnika).
3. Zhurba M.G., Sokolov L.I., Govorova Zh.M. Vodosnabzhenie. Proektirovanie sistem i sooruzheniy. Tom 2. Ochistka i konditsionirovanie prirodnykh vod. – Moscow: Izdatel'stvo ASV. – 2004 g. – 496 p. Prislal Sofinskiy Gennadiy, g. Novopolotsk Vitebskoy obl., resp. Belarus'.
4. Zhurba M.G., Sokolov L.I., Govorova Zh.M. Vodosnabzhenie. Proektirovanie sistem i sooruzheniy. Tom 3. Sistemy raspredeleniya i podachi vody. – Moscow: Izdatel'stvo ASV. – 2004 g. – 256 p. Prislal Sofinskiy Gennadiy, g. Novopolotsk Vitebskoy obl., resp. Belarus'.
5. Ivanov V.G. Vodosnabzhenie promyshlennykh predpriyatiy. – SPb. – 2003 g. – 537 p.
6. Voronov Yu.V., Yakovlev S.V. Vodootvedenie i ochistka stochnykh vod./ Uchebnik dlya vuzov.
7. Galdin N.S. Osnovy gidravliki i gidroprivoda: uchebnoe posobie / N.S. Galdin. – Omsk: Izd-vo SibADI. – 2010 g. – 145 p.
8. Chugaev R.R. Gidravlika (tekhnicheskaya mekhanika zhidkosti): uchebnik / R.R.Chugaev. – Moscow: Bastet. – 2008 g. – 672 p.
9. Troyan T.P. Gidravlika. Zadachi i primery raschetov po gidrostatike i gidrodinamike.
10. Uginchus A.A. Gidravlika i gidravlicheskie mashiny: uchebnik / A.A. Uginchus. – Moscow: Az-book. – 2009 g. – 395 p.
11. Belan A.E. Universal'nyy metod gidravlicheskogo uvyazochnogo rascheta vodoprovodnykh setey. – Stroitel'stvo i arkhitektura. – 2009 g. – 73 p.
12. Lipskiy, V.K. Tekhnicheskaya gidromekhanika: ucheb.-metod. kompleks / V.K. Lipskiy, D.P. Komarovskiy; pod. red. V.K. Lipskogo. – Novopolotsk: PGU. – 2011 g.

КОМПЬЮТЕРНОЕ ПРОЕКТИРОВАНИЕ ГИДРАВЛИЧЕСКИХ РАСЧЕТОВ ВОДОПРОВОДНЫХ СЕТЕЙ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ПРОГРАММНОГО ОБЕСПЕЧЕНИЯ ZULUHYDRO

І. Е. Алдаберген*, Г. Н. Сембаева

Казахандинский технический университет им. А. Сагинова, Караганда, Казахстан

* E-mail для контактов: inkar94_kz@mail.ru

В данной статье показаны ход и результаты гидравлических расчетов инженерных коммуникаций с использованием программы ZuluHydro. Сообщается, что программа ZuluHydro позволяет создавать вычислительную математическую модель сети, проводить сертификацию сети, решать информационные задачи на основе созданных моделей, задачи топологического анализа, выполнять различные гидравлические расчеты. Расчеты следует производить для закрытых и кольцевых линий водоснабжения, включая дросселирующие устройства и подъемно-насосные станции, работающие от одного или нескольких источников. Расчеты ZuluHydro могут работать как в тесной интеграции с геоинформационной системой, так и в виде отдельной библиотеки компонентов, позволяющей проводить расчеты в пользовательских приложениях. Программа предлагает удобный интерфейс. Программа позволяет рассчитывать переменные процессы в гидросетях при различных изменениях режимов работы сети.

Ключевые слова: гидравлика, водопроводная сеть, гидроудар, программа ZuluHydro, пьезометрические давления, графовые рычаги.

COMPUTER DESIGN OF HYDRAULIC CALCULATIONS
OF WATER SUPPLY NETWORKS USING ZULUHYDRO SOFTWARE

I. E. Aldabergen*, G. N. Sembaeva

Saginov Technical University, Karaganda, Kazakhstan

** E-mail for contacts: inkar94_kz@mail.ru*

This article shows the progress and results of hydraulic calculations of utility lines using the ZuluHydro program. It is reported that the ZuluHydro program allows you to create a computational mathematical model of the network, conduct network certification, solve information problems based on the created models, topological analysis problems, and perform various hydraulic calculations. Calculations should be made for closed and ring water supply lines, including throttling devices and lifting and pumping stations operating from one or more sources. ZuluHydro calculations can work both in close integration with a geographic information system and as a separate component library, allowing calculations to be carried out in user applications. The program offers a user-friendly interface. The program allows you to calculate variable processes in hydro networks with various changes in network operating modes.

Keywords: *hydraulics, water supply network, water hammer, ZuluHydro program, piezometric pressures, graph levers.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-77-85>

УДК 553.611.6

ACID MODIFICATION OF BENTONITES KALZHAT AND ORTA TENTEK AND STUDY THEIR PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES

**K. Aryp^{1,2}, S. Kabdrakhmanova¹, S. Nauryzova^{1,2}, E. Shaimardan², N. Kantay^{2,3},
A. Zh. Kerimkulova^{1,2}, M. M. Beisebekov^{1,2}, A. D. Kukhareva^{1,2}, N. Berdibay¹**

¹ *Satbayev University, Almaty, Kazakhstan*

² *Scientific Center of Composite Materials, Almaty, Kazakhstan*

³ *S. Amanzholov East Kazakhstan University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan*

* *E-mail: kerimkulova07@mail.ru*

In this work was investigated the methods of acid modification of bentonite clays from the Kalzhat and Orta Tentek deposits located in the Almaty region of Republic Kazakhstan with sulfuric and nitric acid in various concentrations and determined the effective concentration. In this study, the effective concentrations of 20% H₂SO₄ and 10% HNO₃ were selected, because bentonite was modified with 10–98% H₂SO₄ and 10–65% HNO₃ acids during the study. Among these concentrations, according to the results of various studies, 20% H₂SO₄ and 10% HNO₃ acids were found to be effective, and the concentrations given in this work were considered effective. The obtained results were studied by the IR-spectroscopy FTIR, X-ray fluorescence, X-ray diffractometer and scanning electron microscope methods. Bentonite modification has a positive effect on opening the interlayer space of clay and improving its properties. After purification and modification, bentonite clay can be used in agriculture, manufacturing, medicine, and various fields such as drilling, construction and water purification.

Keywords: *bentonite, acid modification, montmorillonite, Orta Tentek, Kalzhat, clay.*

INTRODUCTION

Bentonite is a versatile clay mineral that is widely used in all industries due to its unique properties. In recent years, scientists have found many applications for bentonite clay due to its diverse physical and chemical properties. Bentonite belongs to the group of smectite minerals, characterized by the ability to swell in water. This unique property of smectite clays, such as bentonite, makes them very effective for various industrial and commercial purposes. Conventional natural bentonite clay is often unsuitable for use in its finished form and requires preliminary activation. As a result of such processing, the number of its active sites increases, porosity and surface area increase, and other useful properties are improved [1–2]. After activation, bentonite turns into a porous material with 2–4 times greater adsorption capacity and increased catalytic activity than the original natural clay. Typically, such activation is carried out using mineral acids. The structural parameters of the resulting activated bentonite (specific surface area, pore volume and pore diameter distribution) determine its adsorption properties and directly affect the selective absorption of substances and the adsorption rate [3]. Many researchers have attempted to modify bentonite to improve its adsorption properties.

This paper proposes a new, simple modification strategy combining acid activation and pillaring with iron hydroxide to improve the adsorption properties of bentonite [4]. Bentonite clay materials are heterogeneous hard clays and can be improved by acid treatment, which involves the removal of various pore-clogging ions by creating surface pores and cracks, resulting in an increase in surface area and pore volume [5–7]. In this work [8], a modification with H₂SO₄ (98%) was made, the clay/acid ratio (by

weight) was 3.6. Sulfuric acid (0.1M, 1M, 2M and 3M) was used for modification [9]. As a result of the studies, it was found that 2M is effective. Modification of bentonite clay by microwave irradiation with sulfuric acid showed changes in the surface and acidity. In addition, HCl was used to activate the acid. In this work, 0.05–0.6 M hydrochloric acid solutions were used, as a result it was found that a concentration of up to 0.1 M is effective [10]. Acid modification of bentonite clays is the most necessary method of technology for obtaining a high specific surface of clays. It is noted that there are no universal methods of acid treatment to obtain the maximum specific surface, and its values obtained during testing of bentonite samples with different chemical compositions are given [11]. Different methods are used for acid modification of bentonite, but its efficiency depends on the temperature, duration of the process, acid concentration, chemical nature and chemical composition of bentonite. Therefore, it is important to find new effective methods for modifying bentonite, searching for ways to improve these properties by optimizing the parameters of existing technology [12].

In this paper, the acid modification of bentonite clays from the Orta Tentek and Kalzhat deposits located in the Almaty region of Republic Kazakhstan was studied, and the effective concentration was determined. These deposits are poorly studied natural sources of bentonite and smectite clays in Kazakhstan, their mineral and chemical composition is not fully described in foreign scientific literature. The scientific novelty of the study is that for the first time, clays of the Kalzhat and Orta Tentek deposits in Kazakhstan were comprehensively characterized, changes in their mineralogical and physicochemical properties after acid treatment were determined.

2. MATERIALS AND METHODS

2.1 Materials

Sulfuric and nitric acids (H_2SO_4 (95–98%) and HNO_3 (63–65%) “Sigma Tech”, extra pure). Clays “Kalzhat” and “Orta Tentek” are mixtures of particles of different sizes with many additives of other minerals.

2.2 Methods

2.2.1 Acid modification of clays

Bentonite clays from the Kalzhat and Orta Tentek deposits (Almaty region, Republic of Kazakhstan) were used as the main raw material in the research work. The process of treating Kalzhat and Orta Tentek clays with various concentrations of mineral acids (H_2SO_4 , HNO_3) for chemical modification was studied in the course of the research. Before acid treatment, bentonite clay samples were ground in a ball mill (X, X) to a size of 0.08 mm. To modify bentonite, 10 g of bentonite was weighed and 10 ml of acid solution was added to it, continuously stirred for 30–60 min, and then the filter was washed with distilled water to pH = 6.0–8.0 using a “blue ribbon” of filter paper. Then the bentonite with filter paper was placed in a drying cabinet (X, X) at a temperature of 150 °C and dried for 3–5 hours. Before determining the chemical composition, the samples of acid-modified bentonite were dried to a constant weight.

The obtained results were determined using the XRF spectrometer KPB-1M. Structural and morphological characteristics of clay before and after modification were studied using a SEM JEM 1400 (JEOL, Japan). The chemical structure was investigated by FTIR FT-801. X-ray phase analysis was performed on X'PertPRO XRD.

2.2.2 Qualitative indicators of bentonites

The sorption of methylene blue (adsorption of Meth. blue) of primary and acid-treated clays was determined using the methods specified in state standard 28177-89.

2.2.3 XRF spectrometer

The elemental composition of the initial and modified clays was determined using a (KPB-1 M, Russia) X-ray fluorescence spectrometer.

2.2.4 IR analysis

IR analysis of clays was carried out on an FT-801 IR spectrometer (Simex, Russia) using a standard method with a resolution of 1 cm^{-1} in the range of 450–4700 cm^{-1} and at a temperature of 25 °C using additional equipment for measuring the coefficients of attenuated total reflection (ATR) and specular-dynamic-scattered reflection (SDR).

2.2.5 XRD analysis

The crystalline structures of the clay were studied by X-ray diffraction on an X'Pert Pro diffractometer (Malvern Panalytical Empyrean, the Netherlands), monochromatic copper radiation (CuK α) with a scanning step of 0.05, K-Alpha [Å] 1.54187. The measurement angle was 5–70°, the voltage in the X-ray tube was 45 kV, the current was 30 mA, the measurement time was 0.5 s at each step. For measurements in the reflection mode, an aluminum rectangular universal sample holder (PW 1172/01) was used.

2.2.6 SEM analysis

The clay surface morphology was studied using a JEM 1400 (JEOL, Japan). The measurements were carried out using a secondary electron detector at an accelerating voltage of 15 kV in high vacuum mode.

2.2.7 BET analysis

The specific surface area of bentonite was determined using a BSD-660 analyzer (China), which is capable of measuring surface areas starting from 0.0005 m^2/g , pore diameters in the range of 0.35–500 nm, and pore volumes from 0.0001 cm^3/g .

3. RESULTS AND DISCUSSION

3.1 Qualitative indicators of bentonites

The sorption capacity for methylene blue in the initial Kalzhat clay was 81%, and in Orta Tentek – 87%. In Kalzhat clay, after treatment with 20% H_2SO_4 , an increase in the sorption capacity to 85% was observed, and after treatment with 10% HNO_2 – up to 88%. In Orta Tentek clay, after treatment with 20% H_2SO_4 , an increase in the sorption capacity to 94% was observed, and after treatment with 10% HNO_2 – up to 89%. This acid modification is associated with the opening of the silicate layer, cleaned of large residues and water-soluble minerals in bentonite [13].

3.2 Initial and modified chemical composition of clays

The chemical composition of the initial and modified Kalzhat and Orta Tentek clays was determined using XRF analysis (Table 2).

Table 2 shows the chemical composition of the Kalzhat and Orta Tentek clays. The SiO_2 content increases due to the acid leaching of aluminum and other exchange cations (Ca^+ , Mg^+ , Fe^{3+}). The proportion of Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , MgO and other oxides decreases. As a result, the chemical composition of bentonite is associated with silicon, which ensures acid resistance and high adsorption capacity. It can be seen from the table that the main components of the clays are SiO_2 , Al_2O_3 and Fe_2O_3 , but Cr_2O_3 , CuO , ZnO , As_2O_3 , Ag_2O , PbO , SnO_2 , Sb_2O_3 are found in very small quantities. Modifications with sulfuric and nitric acids lead to changes in the elemental composition. In particular, it can be seen that the amount of silicon oxide increases in the two clays after washing with two different acids. When Kalzhat clay is modified with sulfuric and nitric acids, the content of oxides of phosphorus, sulfur, calcium, titanium, chromium, manganese, copper and zinc decreases. It is evident that some composition increases relatively when modified with nitric acid. After washing with sulfuric and nitric acid, a decrease in the amount of iron, phosphorus, calcium, vanadium, chromium, manganese, nickel, copper and zinc oxides is observed in the Orta Tentek clay. At the same time, after modification with 10% nitric acid, the concentration of aluminum, magnesium, potassium, titanium and silver increased, and the amount of other elements decreased.

**ACID MODIFICATION OF BENTONITES KALZHAT AND ORTA TENTEK
AND STUDY THEIR PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES**

Table 1. Qualitative indicators of clay samples

Methylene blue adsorption capacity %	Kalzhat clay			Orta Tentek clay		
	Initial	H ₂ SO ₄ 20% modified	HNO ₃ 10% modified	Initial	H ₂ SO ₄ 20% modified	HNO ₃ 10% modified
	81	85	88	87	94	89

Table 2. Chemical composition of clay samples

Composition %	Kalzhat clay			Orta Tentek clay		
	initial	H ₂ SO ₄ 20% modified	HNO ₃ 10% modified	initial	H ₂ SO ₄ 20% modified	HNO ₃ 10% modified
SiO ₂	67,6	70,1	69,6	66,2	72,1	69,5
Al ₂ O ₃	18,1	18,2	18,1	18,1	17,2	18,5
Fe ₂ O ₃	7,43	6,50	7,59	8,0	6,27	7,74
MgO	1,86	1,74	2,08	1,53	1,25	1,63
P ₂ O ₅	0,132	0,0847	0,0813	0,156	0,0760	0,0905
SO ₃	1,65	0,672	0,348	2,09	0,936	—
K ₂ O	0,550	0,564	0,605	0,555	0,541	0,596
CaO	1,46	0,943	0,468	2,09	0,611	0,383
TiO ₂	0,940	0,895	0,903	0,952	0,842	0,994
V ₂ O ₅	0,0321	0,0170	0,0195	0,0346	0,0156	0,0194
Cr ₂ O ₃	0,0088	0,0071	0,0077	0,0081	0,0063	0,0078
MnO	0,0435	0,0265	0,0322	0,0536	0,0245	0,0206
Co ₂ O ₃	0,0212	0,0169	0,0218	0,0235	0,0159	0,032
NiO	0,116	0,0063	0,0076	0,0120	0,0061	0,0074
CuO	0,0085	0,0039	0,0050	0,0084	0,0043	0,0051
ZnO	0,0061	0,0039	0,0048	0,0064	0,0035	0,0050
As ₂ O ₃	0,0014	0,0007	0,0009	0,0023	0,0005	0,0007
Ag ₂ O	0,0007	0,0009	0,0012	0,0009	0,0012	0,0013
BaO	0,0207	0,0189	0,0245	0,0369	0,0231	0,0207
PbO	0,0031	0,0024	0,0026	0,0033	0,0023	0,0027
SnO ₂	0,0080	0,0076	0,0097	0,0099	0,0083	0,0092
Cl	0,0084	0,0465	0,0481	0,0107	0,0032	0,0095
Sb ₂ O ₃	0,0011	0,0012	0,0014	0,0014	0,0012	—

3.3 Results of IR analysis of clays

The FTIR spectrum of initial and acid-modified Kalzhat and Orta Tentek clays in the wave number range of 500–4000 cm⁻¹ is shown in Figures 1–2. The increase in the peak intensity at 3734 cm⁻¹ indicates a decrease in the number of exchangeable cations during acid modification. These results are consistent with the XRF data, which revealed a significant decrease in the Ca content in acid modified clay compared to the initial clay due to partial dissolution of calcium ions during acid modification (see Table 1). An intense peak at 1040 cm⁻¹, a decrease in the intensity of the bands can be observed at 820 and 730 cm⁻¹, which is associated with a change in the silicon environment caused by acid exposure. Weak absorption peaks indicate that these clays belong to the montmorillonite group [14–15]. Similar results were obtained in previous studies [16–18].

The FTIR spectrum of initial and modified Orta Tentek clay is shown in Figure 2.

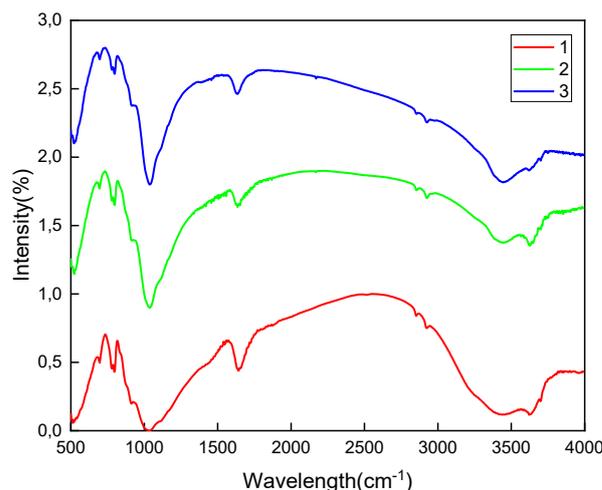


Figure 1. IR spectrum of clay Kalzhat. 1 – initial Kzh, 2 – H₂SO₄ 20% modified, 3 – HNO₃ 10% modified

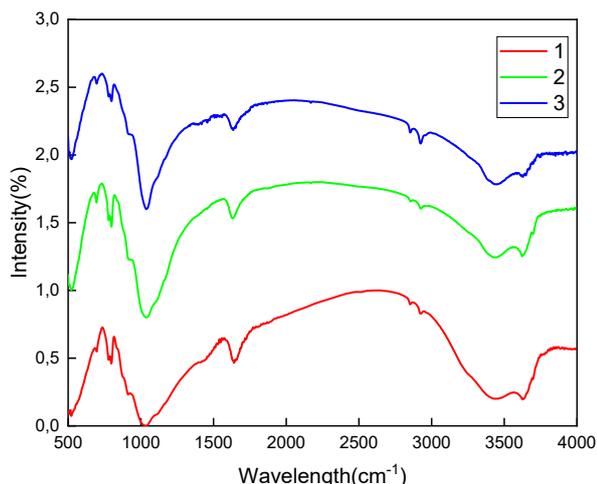


Figure 2. IR spectrum of Orta Tentek clay. 1 – initial Orta Tentek, 2 – H_2SO_4 modified 20%, 3 – HNO_3 modified 10%

3.4 XRD analysis

The results of X-ray structural analysis of the original and modified Kalzhat clay are presented in Figure 3. According to the results, the main rock-forming mineral of the initial Kalzhat clay is quartz (57%), its chemical formula corresponds to SiO_2 . The crystal lattice of the initial clay Kalzhat has a hexagonal structure. Modified with 20% H_2SO_4 , was found to be that the main constituent mineral of modified Kalzhat clay is quartz 62%, its composition corresponds to the following formula: SiO_2 . The structure of the crystal lattice of the clay mineral is hexagonal. However, the main rock-forming mineral of Kalzhat clay, modified with 10% HNO_3 , is montmorillonite, the chemical formula of which is $Si_{7.80} Al_{1.72} Cs_{0.16} Fe_{0.20} Mg_{0.28} O_{20.00}$. The crystal lattice of the modified Kalzhat clay is cubic.

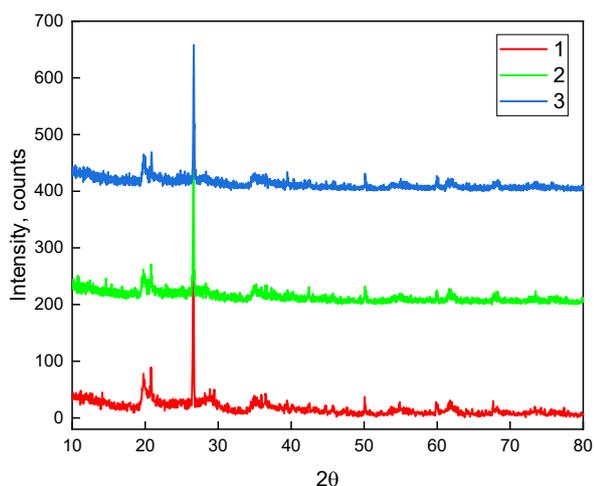


Figure 3. XRD spectrum of Kalzhat clay. 1 – initial Kzh, 2 – (20%) H_2SO_4 modified Kzh, 3 – (10%) HNO_3 modified Kzh

The results of XRD structural analysis of the initial and modified Orta Tentek clay are presented in Figure 4. It was established that the main rock-forming mineral of Orta Tentek clay is quartz SiO_2 – 66%. The crystal lattice of the primary clay is hexagonal. Modified with 20% H_2SO_4 , the main mineral constituting the Kalzhat clay is montmorillonite 60%. The crystal lattice of the clay mineral is monoclinic. The main rock-forming mineral of the Orta Tentek clay, modified with 10% HNO_3 , is quartz 59%. Its composition corresponds to the following formula: SiO_2 . The structure of the crystal lattice of the clay mineral is hexagonal.

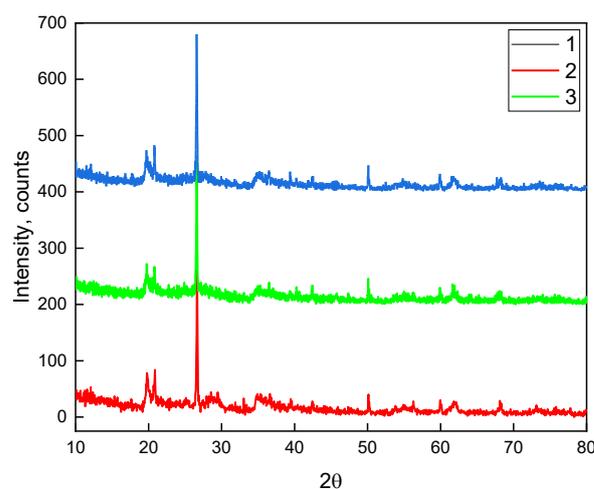


Figure 4. XRD spectral spectrum of the Orta Tentek clay. 1 – initial O.T., 2 – (20%) H_2SO_4 modified, 3 – (10%) HNO_3 modified

3.5 Results of morphological analysis

As a result of acid treatment, a significant change in the morphology of clays is observed, in particular, the exchange of interlayer cations, which leads to an increase in the pore volume and surface area. The crystal lattice is partially destroyed, new micro- and mesopores are formed. The structural stability of bentonite increases, its granules are crushed and evenly distributed.

It is evident from Figure 5B that the sizes of the initial Kalzhat clay layers are in the range of 21.2–245.7 μm . The surface of the clay layers is uniform, and the clay layers modified with 20% H_2SO_4 decrease to the range of 15.6–115.3 μm , which is clearly seen in Figure 5E. It can be seen the formation of pores on the clay surface and the opening of the interlayer space. Also, after modification with 10% HNO_3 , the sizes of the layers decrease to the range of 8.5–124.7 μm . For comparison, an increase in the specific area of bentonite is observed in bentonite clays modified with nitric and sulfuric acid.

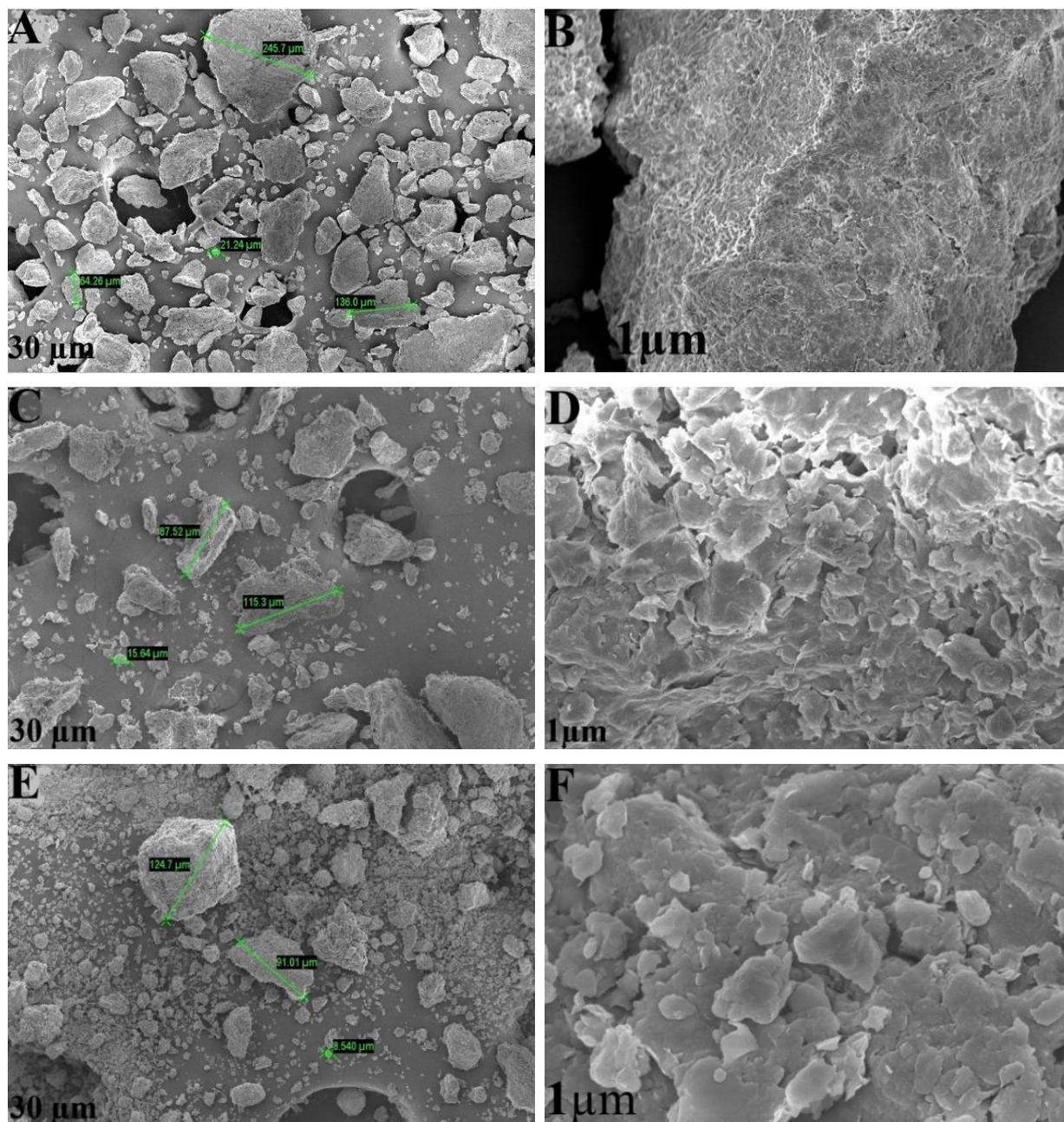


Figure 5. SEM images of Kalzhat clay. A, B – initial Kzh.; C, D – modified (20%) H₂SO₄; E, F – modified (10%) HNO₃

The morphology of the initial Orta Tentek clay is not visible on the clay surface in the 100 μm range (Figure 6A). Figure 6D clearly shows that the surface of the clay modified with 20% H₂SO₄ is smooth and pores have formed, and Figure 6G also clearly shows that pores have formed on the surface of the clay modified with 10% HNO₃. It can be seen that the particle size of the initial clay is a maximum of 177.2 μm, while in the clay

modified with 20% H₂SO₄ it decreases to 86.3 μm, and in the clay modified with 10% HNO₃ it decreases to 52.9 μm. Modification with sulfuric and nitric acids helps to improve the properties of the clay by expanding the interpacket space of mineral particles. In addition, the adsorption properties are improved, which allows for the effective sorption of heavy metals, organic molecules and dyes.

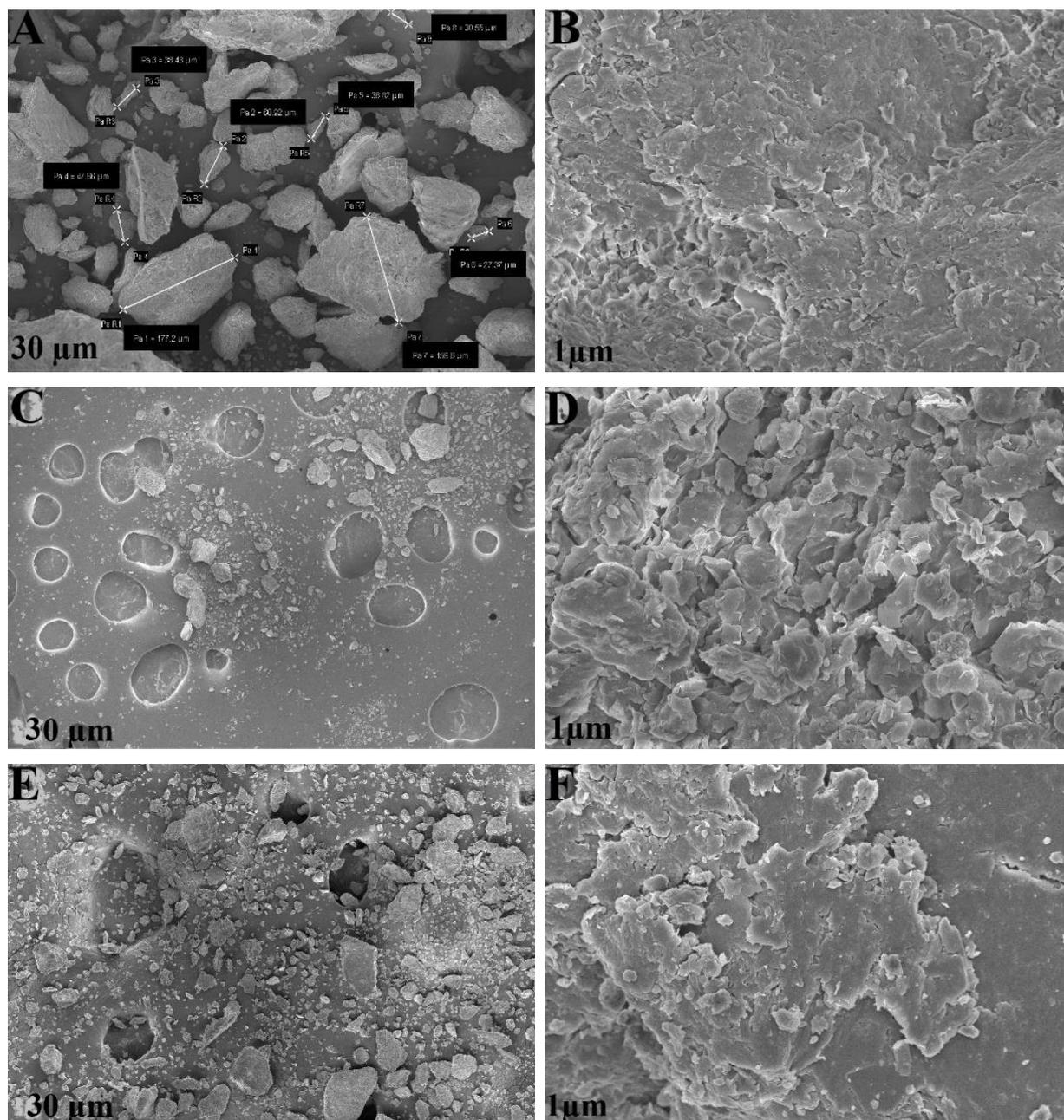


Figure 6. SEM images of Orta Tentek clay. A, B – initial O.T.; C, D – modified H_2SO_4 20%; E, F – modified HNO_3 10%

3.6 BET analysis

The adsorption/desorption isotherms and average pore sizes of the initial Kalzhat and Orta Tentek clays, as well as clays modified with sulfuric and hydrochloric acids, are presented in Tables 3–4, as well as in Figures 7 and 8. The main indicators characterizing the adsorption properties of bentonites are their specific surface area, volume and pore size. The results of the study showed that the isotherms of all samples belong to type IV according to the Brunauer classification. [19].

According to the comparative values of the textural indicators of bentonite samples, presented in Table 3, the initial Kalzhat clay had a specific surface area of $73.98 \text{ m}^2/\text{g}$, pore volume of $0.04 \text{ m}^3/\text{g}$, pore size of 3.29 nm . In clay modified with 20% H_2SO_4 , the surface area increased by 1.1 times, the pore volume by 2.25 times, and the pore size by 1.6 times. At the same time, after modification with 10% HNO_3 , the surface area was $78.16 \text{ m}^2/\text{g}$, the volume was $0.05 \text{ m}^3/\text{g}$, and the size was 4.89 nm . This may be due to the rearrangement of nanocrystals or the replacement of large cations with small ones [20].

**ACID MODIFICATION OF BENTONITES KALZHAT AND ORTA TENTEK
AND STUDY THEIR PHYSICOCHEMICAL PROPERTIES**

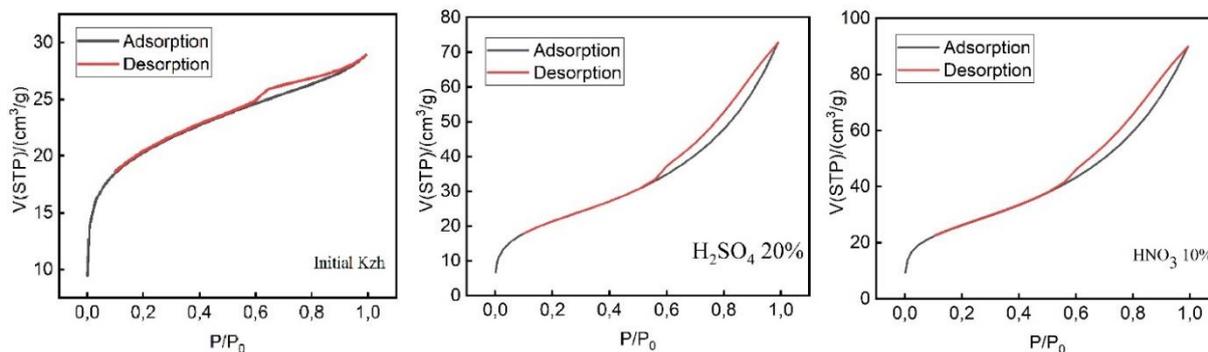


Figure 7. Initial Kalzhat; H₂SO₄ 20% modified; HNO₃ 10% modified; N₂ adsorption/desorption isotherms

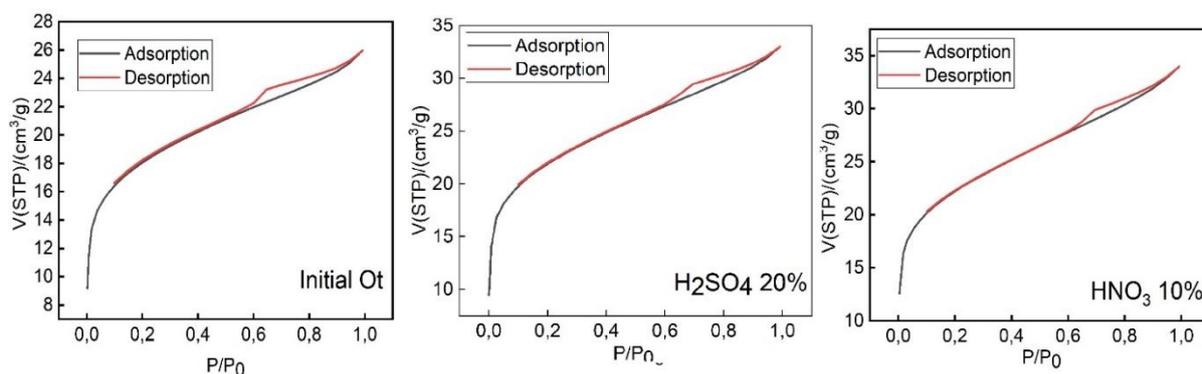


Figure 8. Initial Orta Tentek; H₂SO₄ 20% modified; HNO₃ 10% modified; N₂ adsorption/desorption isotherms

Table 3. Structural parameter values of the initial Kalzhat and clays modified with H₂SO₄ 20%, HNO₃ 10%

Parameters	Initial Kalzhat	H ₂ SO ₄ 20%	HNO ₃ 10%
Surface area, m ² /g	73,98	77,73	78,16
Pore volume, m ³ /g	0,04	0,09	0,05
Pore size, nm	3,29	5,42	4,89

Table 4 shows the adsorption/desorption isotherms and average pore sizes of the initial Orta Tentek clay and clays modified with sulfuric and hydrochloric acids. The specific surface area of the initial Orta Tentek clay was 65.62 m²/g, the pore volume was 0.04 m³/g, and the pore size was 3.24 nm. For the clay modified with 20% H₂SO₄, the surface area increased by 1 time and was 68.14 m²/g. The pore volume was 0.05 m³/g, and the pore size was 3.33 nm. Moreover, after modification with 10% HNO₃, the surface area was 70.03 m²/g, the volume was 0.05 m³/g, and the size was 3.15 nm. The results showed that bentonite has a high specific surface area and a large pore volume, which determines its high adsorption capacity and confirms its exceptional suitability for use as an adsorbent.

Table 4. Structural parameter values of the initial Orta Tentek and H₂SO₄ 20%, HNO₃ 10% modified clays

Parameters	Initial Orta Tentek	H ₂ SO ₄ 20%	HNO ₃ 10%
Surface area, m ² /g	65,62	68,14	70,03
Pore volume, m ³ /g	0,04	0,05	0,05
Pore size, nm	3,24	3,33	3,15

4. CONCLUSION

The acid modification of clays from two deposits in the Republic of Kazakhstan – Kalzhat and Orta Tentek – was studied by their structure and composition. It was established that silicon and iron are the main components of Kalzhat and Orta Tentek clays. Treatment with sulfuric and nitric acids of various concentrations leads to a change in the elemental composition of clays. Compared to the initial clays, a decrease in the amount of phosphorus, manganese, potassium, sodium and calcium is observed. A relative increase in iron content was found when modified with 10% nitric acid. In addition, modification with two acids completely destroyed the amount of vanadium, bromine and chromium. The results of X-ray structural analysis showed that the clay samples contained montmorillonite, quartz, mixed-layer clay mineral and smectite. The results of IR analysis showed that the main rock-forming minerals of these two clays are montmorillonite and quartz. The morphology of the Tentek clays of Kalzhat and Orta is characterized by a clear layered structure. With acid modification, it is clearly seen that the interlayer folds open and mesopores are formed. Acid modification increases the adsorption and catalytic efficiency of bentonite by increasing its surface area, porosity and acid sites, as its elemental composition is enriched with silicon, and its morphology acquires a fine-porous structure. Under the influence of acid, interlayer cations (Ca²⁺, Mg²⁺, Fe³⁺) are released, new vacancies and pores are formed. This increases the adsorption properties of clay. Under the influence of modification, the

surface area increases by 2–4 times, a pore structure develops, as a result of which it effectively absorbs heavy metals, dyes, and organic compounds. High sorption properties open up wide opportunities for the production of bentonite as effective sorbents for removing organic and inorganic pollutants from water, for the preparation of drilling fluids in the oil industry, and as a carrier of drugs in pharmaceuticals.

Acknowledgement

This research is funded by the Committee of Science of the Ministry of Science and Higher Education of the Republic of Kazakhstan (Grant No. AP 19680576).

REFERENCES

- Mohamed Chokri, Omar Azougagh, Imad El Bojaddayni, Ilyas Jalafi, Youssef El Ouardi, Issam Jilal, M'hamed Ahari, Amin Salhi, Abderrahmane El Idrissi, Amine Bendahhou, Mohamed Abou-Salama, Soufian El Barkany, Progress in bentonite clay modification and enhancing properties to industrial applications: A review // *Materials Chemistry and Physics*. – 2025. – Vol. 337. <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2025.130486>
- Бейсебеков М.К. Дәрілік препараттарды иммобилизациялау. – Алматы. – 2006. [Beisebekov M.K. Dәrilik preparattardy immobilizatsiyalau, Almaty 2006 (In Kaz.)]
- Selma Osmića, Amra Odobašićb, Sabina Begić, The Influence of Acid Activation on Surface Characteristics of Natural Bentonite // *Int. Res. J. of Pure and Appl. Chem.* – 2024. – Vol. 25. – P. 35–42. <https://doi.org/10.9734/irjpac/2024/v25i5873>
- Huan Xi, Qingqing Li, Yan Yang, Jianfeng Zhang, Feng Guo, Xiaogang Wang, Shikai Xu and Shiping Ruan, Synergistic modification of bentonite by acid activation and hydroxyl iron pillaring for enhanced dye adsorption capacity // *Water Sci. Technol.* – 2020. – Vol 81 (7). – P.1518–1529. <https://doi.org/10.2166/wst.2020.239>
- Zhuang, Guanzheng; Zhang, Zepeng; Fu, Meng; Ye, Xian; Liao, Libing. Comparative study on the use of cationic–nonionic-organo-montmorillonite in oilbased drilling fluids // *Applied Clay Science*. – 2015. – Vol. 116–117. – P. 257–262. <http://doi:10.1016/j.clay.2015.04.004>
- Carrado, K.A. and Komadel, P. Bentonites-Versatile Clays: Acid Activation of Bentonites and Polymer-Clay Nanocomposites // *Elements*. – 2009. – Vol. 5. – P. 111–116.
- Hajira T., Muhammad S., Zainab Q. Physiochemical Modification and Characterization of Bentonite Clay and Its Application for the Removal of Reactive Dyes // *International Journal of Chemistry*. – 2013. <https://doi.org/10.5539/ijc.v5n3p19>
- David A. D'Amico, Romina P. Ollier, Vera A. Alvarez, Walter F. Schroeder, Viviana P. Cyras. Modification of bentonite by combination of reactions of acid-activation, silylation and ionic exchange // *Applied Clay Science*. – 2014. – Vol. 99.
- Surendra B.S., Veerabhadraswamy M. Microwave Assisted Modification of Bentonite Clay: Characterization and Solvent Free Synthesis of Schiff's Bases // *Journal of Organic & Inorganic Chemistry*. – 2017. – Vol. 3. <https://doi.org/10.21767/2472-1123.100023>
- Samira Bendou, Moussa Amrani, Effect of Hydrochloric Acid on the Structural of Sodic-Bentonite Clay // *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*. – 2014. – Vol. 2. – P. 404–413. <https://doi.org/10.4236/jmmce.2014.25045>
- Г.В. Панкина, П.А. Чернавский, Е.С. Локтева, В.В. Лунин ОПТИМИЗАЦИЯ кислотной обработки бентонитовых глин отечественных месторождений // *Вестник МГУ. Серия «Химия»*. – 2010. – Т. 51. – № 2. – С. 75–80. [G.V. Pankina, P.A. Chernavskii, Ye.S. Lokteva, V.V. Lunin Optimization of acidic treatment of bentonitic clays from the national layers // *Vestnik MGU. Seriya "Khimiya"*. – 2010. – Vol. 51. – No. 2. – P. 75–80. (In Russ.)] URL: <https://www.chem.msu.ru/rus/vmgu/102/75.pdf>
- Акимбаева А.М., Ергожин Е.Е. Оценка структурных и сорбционных характеристик активированного бентонита // *Коллоид. журн.* – 2007. – Т. 69, № 4. – С. 437–443. [Akimbaeva A.M., Ergozhin E.E. Otsenka strukturnykh i sorbtionnykh kharakteristik aktivirovannogo betonita // *Kolloid. zhurn.* – 2007. – Vol. 69, – No. 4. – P. 437–443. (In Russ.)]
- Vijendra Kumar Gupta, Manisha Sharma, Raj K. Vyas. Hydrothermal modification and characterization of bentonite for reactive adsorption of methylene blue: An ESI-MS study // *Journal of Environmental Chemical Engineering*. – 2015. – Vol. 3. – P. 2172–2179. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2015.07.022>
- Madejová J., Kečkéš J., Pálková H., Komadel P. // *J. Clay Minerals*. – 2002. – Vol. 37 (2). – P. 377.
- Bishop J, Pieters C, Edwards J. // *J. Clays and Clay Minerals*. – 1994. – Vol. 42. – P. 702.
- Steudel, A., Batenburgm, L.F., Fisher, H.R., Weidler, P.G. and Emmerich, K. Alteration of Swelling Clays by Acid Treatment // *Applied Clay Science*. – 2009. – Vol. 44. – P. 105–115. <https://doi.org/10.1016/j.clay.2009.02.002>
- Vu Cong Khang et al 2016 IOP Conf. Ser.: Earth Environ. Sci. 43 012004
- Madejová J., Komadel P. // *J. Clays and Clay Minerals*. – 2001. – Vol. 49 (5). – P. 410.
- Widjaya R., Juwono A., Rinaldi N. Bentonite modification with pillarization method using metal stannum // *AIP Conference Proceedings*. – 2017. – Vol. 1904. – Article 020010. <https://doi.org/10.1063/1.5011867>.
- Satria Jaya Priatna, Yusuf Mathiinul Hakim, Sahrul Wibyan, Siti Sailah, Risfidian Mohadi. Interlayer Modification of West Java Natural Bentonite as Hazardous Dye Rhodamine B Adsorption // *Science and Technology Indonesia*. – 2023. – Vol. 8. – P. 160–169. <https://doi.org/10.26554/sti.2023.8.2.160-169>

**БЕНТОНИТТЕРДІ, ҚАЛЖАТТЫ ЖӘНЕ ОРТА ТЕНТЕКТІ ҚЫШҚЫЛДЫ ТҮРЛЕНДІРУ
ЖӘНЕ ОЛАРДЫҢ ФИЗИКАЛЫҚ ХИМИЯЛЫҚ ҚАСИЕТТЕРІН ЗЕРТТЕУ**

Қ. Арып^{1,2}, С. Қабдрахманова¹, С. Наурызова^{1,2}, Е. Шаймардан², Н. Қантай^{2,3},
А. Ж. Керімқұлова^{1*}, М. М. Бейсебеков^{1,2}, А. Д. Кухарева^{1,2}, Н. Бердібай¹

¹ «Қ.И. Сәтбаев атындағы Қазақ ұлттық техникалық зерттеу университеті» КеАҚ, Алматы, Қазақстан

² Композиттік материалдар ғылыми орталығы, Алматы, Қазақстан

³ С.Аманжолов атындағы Шығыс Қазақстан университеті, Өскемен, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: kerimkulova07@mail.ru

Бұл жұмыста Қазақстан Республикасының Алматы облысында орналасқан Қалжат және Орта Тентек кен орындарының бентонит саздарын әртүрлі концентрациядағы күкірт және азот қышқылымен қышқылдық модификациялау әдістері зерттеліп, тиімді концентрациясы анықталды. Бұл зерттеуде 20% H₂SO₄ және 10% HNO₃ тиімді концентрациясы таңдалды, өйткені зерттеу барысында бентонит 10–98% H₂SO₄ және 10–65% HNO₃ қышқылдарымен модификацияланды. Осы концентрациялардың ішінде әртүрлі зерттеулердің нәтижелері бойынша 20% H₂SO₄ және 10% HNO₃ қышқылдары тиімді деп танылып, осы жұмыста берілген концентрациялар тиімді деп танылды. Алынған нәтижелер ИҚ-спектроскопиялық FTIR, рентгендік флуоресценция, рентгендік дифрактометр және сканерлеуші электронды микроскоп әдістерімен зерттелді. Бентонит модификациясы саздың қабат аралық кеңістігін ашуға және оның қасиеттерін жақсартуға оң әсер етеді. Тазарту және модификациялаудан кейін бентонит сазын ауыл шаруашылығында, өндірісте, медицинада және бұрғылау, құрылыс және суды тазарту сияқты әртүрлі салаларда қолдануға болады.

Түйін сөздер: бентонит, қышқылдық модификация, монтмориллонит, Орта Тентек, Қалжат, саз.

**КИСЛОТНАЯ МОДИФИКАЦИЯ БЕНТОНИТОВ КАЛЖАТ И ОРТА ТЕНТЕК
И ИЗУЧЕНИЕ ИХ ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ**

Қ. Арып^{1,2}, С. Кабдрахманова¹, С. Наурызова^{1,2}, Е. Шаймардан², Н. Қантай^{2,3},
А. Ж. Керімқұлова^{1*}, М. М. Бейсебеков^{1,2}, А. Д. Кухарева^{1,2}, Н. Бердібай¹

¹ НАО «Казахский национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева»,
Алматы, Казахстан

² Научный центр композиционных материалов, Алматы, Казахстан

³ Восточно-Казахстанский университет им. С. Аманжолова, Усть-Каменогорск, Казахстан

* E-mail для контактов: kerimkulova07@mail.ru

В данной работе исследованы способы кислотной модификации бентонитовых глин месторождений Калжат и Орта Тентек, расположенных в Алматинской области Республики Казахстан, серной и азотной кислотой различных концентраций и определены эффективные концентрации. В данном исследовании были выбраны эффективные концентрации 20% H₂SO₄ и 10% HNO₃, так как в ходе исследования бентонит модифицировали кислотами 10–98% H₂SO₄ и 10–65% HNO₃. Среди этих концентраций по результатам различных исследований эффективными оказались кислоты 20% H₂SO₄ и 10% HNO₃, эффективными же считаются концентрации, приведенные в данной работе. Полученные результаты изучены методами ИК-спектроскопии FTIR, рентгеновской флуоресценции, рентгеновской дифрактометрии и сканирующей электронной микроскопии. Модификация бентонита положительно влияет на раскрытие межслоевого пространства глины и улучшение ее свойств. После очистки и модификации бентонитовая глина может использоваться в сельском хозяйстве, производстве, медицине, а также в различных областях, таких как бурение, строительство и очистка воды.

Ключевые слова: бентонит, кислотная модификация, монтмориллонит, Орта Тентек, Калжат, глина.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-86-93>

УДК 556.550.4

СОЛЁНЫЕ ВОДЫ МАНГИСТАУ КАК ОБЪЕКТ ИЗУЧЕНИЯ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЛИТИЯ: ПРИРОДНЫЕ И ТЕХНОГЕННЫЕ ИСТОЧНИКИ

А. К. Серикбаева, А. Н. Боранбаева*

Каспийский университет технологий и инжиниринга им. Ш. Есенова, Актау, Казахстан

* E-mail для контактов: assiya.boranbayeva@yu.edu.kz

В работе представлен комплексный анализ содержания лития в водных пробах различного происхождения с целью оценки перспективности их промышленного использования. Установлено, что наиболее целесообразным источником лития является рассол, образующийся при опреснении морской воды на предприятии ТОО «МАЭК», с массовой концентрацией лития 2,10 мг/л (0,0021%). Проведённые спектральные и рентгенофазовые анализы показали, что основной минеральной фазой в твёрдом осадке является сульфат кальция (гипс) с долей до 95,2%, с примесями бассанита (*Bassanite*) и галита (*Halite*). Установлено, что литий преимущественно сохраняется в жидкой фазе после упаривания, что делает целесообразным применение методов извлечения из раствора, таких как ионный обмен, мембранные технологии и сорбционные процессы. Ионно-солевой состав рассолов указывает на натрий-хлоридный тип с высокой минерализацией, наличие сульфатов, магния и других ионов, что требует предварительной подготовки раствора перед извлечением лития. Несмотря на невысокую концентрацию лития, совокупность физических и химических характеристик исследуемых рассолов позволяет рассматривать их в качестве дополнительного источника литиевого сырья.

Ключевые слова: литий, рассолы, морская вода, подземная вода, сточная вода.

ВВЕДЕНИЕ

Президент Касым-Жомарт Токаев, заявляя о больших запасах лития в недрах Казахстана, отметил, что требуются инвестиции в его разведку и разработку. Из зарубежной литературы [1] известно, что литий содержится в составе гидроминерального сырья – рассол, природная вода, а также до 3% в составе руд. Солевые отложения составляют 50–75% мирового производства лития. Литий называют металлом высоких технологий, т. е. он является сырьем для высокотехнических приложений. Существует большой спрос на литий. Хотя литий находится в достаточном количестве во всем мире, получение и извлечение его по-прежнему является сложным и неэффективным процессом.

Сведения по минерализации лития в отчетных документах геологических работ в Республике Казахстан (РК) скудны и носят фактически информационный характер. Литий встречается в трех основных типах месторождений: соленые грунтовые воды, гидротермально модифицированные глины и пегматиты – твердые породы. Основными коммерческими источниками лития являются твердые месторождения в Австралии и Китае, а также соляные месторождения в Аргентине, Чили и Китае [2], месторождения рассолов в США, но промышленное производство лития из рассолов происходит в основном в Южной Америке [3, 4].

Геотермальные жидкости признаны потенциально важными источниками рассолов для производства лития [5–7]. Литий, используемый в аккумуляторах, в основном производится стратификацией соленых озер. Около 60% запасов лития приходится на континентальные рассолы. Геотермальные жидкости –

сложные растворы [8]. Рассол содержит смесь солей, таких как хлориды и сульфаты натрия, калия, кальция, магния, бора и лития, которые извлекаются путем выпаривания в прудах. Наиболее мешающим веществом является магний, который удаляется двухступенчатым осаждением с использованием карбоната натрия (Na_2CO_3) и извести (CaO) [9]. Соотношение лития и магния важно для получения лития, пригодного для использования в батареях [10].

Щелочные металлы, кроме лития, часто встречаются в солевых растворах в концентрациях, в несколько раз превышающих концентрацию лития [8]. Однако из-за гораздо более высоких концентраций натрия и калия, чем лития, в обычных солевых растворах эти элементы могут снизить эффективность сорбции лития [11, 12]. Таким образом, основные элементы и соединения, которые могут препятствовать получению лития, включают другие щелочные металлы (Na, K), щелочноземельные металлы (Mg, Ca, Sr, Ba), железо и неметаллы (Fe, Mn, Pb, Zn) и металлоиды (B, Si, As) [13]. В морских солевых растворах литий является вспомогательным элементом в концентрированном солевом растворе, и для извлечения лития может потребоваться удаление или контроль большинства других распространенных элементов. Для достижения максимальной экономической эффективности конечный продукт лития, такой как карбонат лития, хлорид лития или гидроксид лития, должен быть практически свободным от натрия, калия и других примесей. Например, чтобы получить хлорид лития в качестве электролита, содержание натрия не должно превышать 0,006% [14].

Первоначальный состав солевого раствора обычно определяет производственный процесс, который

включает этапы предварительной обработки, процесс извлечения лития и обработку для удаления примесей из полученного лития [15, 16]. Для геотермальных солевых растворов типичными материалами, концентрация которых должна быть удалена или уменьшена перед выделением лития, являются: кремнезем, магний, кальций и другие металлы [17]. Авторами работ [18, 19] проведены исследования литиевой минерализации в солончаках Чу-Сарысуйской депрессии (Западный и Южный Казахстан). Собрано свыше 200 проб рассолов; Li концентрации в открытиях оцениваются на промышленно значимом уровне; дан обзор методики визуального дешифрирования ДЗЗ, полевых и лабораторных исследований в Чу-Сарысуйской области; выявлено повышенное содержание лития в рапе и рассолах. Аналитические методы и диапазоны Li-концентраций отражены в работах [20, 21]. Авторы применяли метод капиллярно-электрофореза к промышленным подземным водам провинции Шу-Сарысу; измеренная концентрация Li варьировалась от 0,5 до 70 мг/л. В работе [21] применен сорбционный метод для извлечения лития из гидроминеральных рассолов Казахстана; методы испытаны на реальных пробах местных рассолов.

Анализ литиевого потенциала пластовых вод нефтегазовых месторождений Мангышлака показал концентрации от 45 до 196 мг/л Li₂O в залежах Карачаганак, Колкудук, Урихтау и других геологоразведочных структурах. Описаны стратегии и проекты по оценке литиевых запасов в солёных озёрах, озерных рассолах и такырах по всей территории Казахстана [22]. Рассолы солёных озёр и подземных вод Казахстана являются важным источником лития. Наиболее перспективными считаются озёра Тузколь и Сор-Тюз (Актюбинская область), где концентрации лития достигают 10–40 мг/л при высоком содержании калия, натрия и бора. В рассолах Карагандинской и Кызылординской областей выявлено до 50 мг/л лития. Кроме того, литий обнаружен в минеральных термальных и артезианских водах южных регионов (Жамбылская и Туркестанская области), где его содержание может достигать 20 мг/л [23].

В способах извлечения лития присутствие минералов в геотермальных солевых растворах и загрязнение другими химическими веществами может быть важным фактором, ограничивающим получение чистых соединений лития. Кроме того, наличие даже незначительных примесей в растворе лития может повлиять на стоимость конечного продукта лития, полученного из геотермальных жидкостей. Поэтому изучение содержания лития, ионно-солевого и фазового состава важно для выявления рентабельных источников получения лития. Необходимость изучения солёных вод Мангистауского региона, как потенциального источника лития, обусловлена совокупностью геологических, технико-экономических и экологических факторов.

Во-первых, Мангистауский регион характеризуется широким распространением подземных и промышленных солёных вод, в том числе рассолов, сточных концентратов, промывных и упаренных растворов. Эти воды формируются в условиях аридного климата, вблизи Каспийского моря и на глубинных горизонтах с интенсивным испарением и минерализацией, что способствует естественному накоплению лития и других редких элементов.

Во-вторых, регион уже обладает развитой инфраструктурой по опреснению и переработке вод, что создаёт техническую основу для интеграции технологий извлечения лития без необходимости строительства новых водозаборных систем. Объекты, такие как ТОО «МАЭК», Опреснительный завод «Каспий» генерируют большие объёмы рассолов и концентратов, которые в настоящее время не используются как сырьё, но обладают высоким потенциалом для вторичной переработки.

В-третьих, изучение лития в солёных водах отвечает современным приоритетам ресурсосбережения и эколого-экономического развития. Извлечение лития из побочных и ранее неиспользуемых водных потоков позволяет не только увеличить сырьевую базу стратегического металла, но и снизить нагрузку на окружающую среду за счёт утилизации концентратов и сточных вод.

Таким образом, солёные воды Мангистау представляют собой техногенно-природный ресурс с перспективой комплексного освоения, обеспечивая устойчивый и локальный источник лития в условиях возрастающего мирового спроса на этот металл. Мангистау богат солевыми источниками, но данные по их содержанию в литературе отсутствуют. Поэтому изучение гидроминерального сырья Мангистауской области для выявления рентабельных источников лития, исследование ионно-солевого состава для эффективной очистки от примесей и разработки технологии его извлечения являются своевременным и актуальным.

В данной статье проведено исследование характеристик и химического состава различных типов вод Мангистауского региона — сточных, подземных и рассолов, образующихся при опреснении морской воды. Особое внимание уделено определению содержания лития в этих водах как потенциального источника стратегического металла.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

Объекты исследования. Для изучения состава на содержание лития были выбраны следующие объекты: рассол, образующийся при опреснении морской воды ТОО «МАЭК»; концентрат от опреснения ТОО «Опреснительный завод «Каспий»; сточная вода ТОО «СП CASPI BITUM»; подземная вода университета Есенова. Эти объекты в качестве источника лития ранее не изучены и являются новыми.

1 объект исследования – Мангистауский атомный энергетический комбинат (МАЭК), снабжает промышленность и население региона электрической энергией, тепловой энергией, водой различного назначения (питьевая, горячая, техническая, дистиллят). Актаускую питьевую воду можно квалифицировать как искусственную, приготовленную на базе дистиллята и минерализованной воды. Дистиллят получают выпариванием морской воды в выпарных аппаратах, а минерализованную воду добывают из местного подземного месторождения Куюлус с глубины около 500 метров. При опреснении морской воды кроме дистиллята (для питьевой воды) образуется концентрированный раствор после дистилляции, который сливается в море, тем самым создавая нагрузку на экосистему Каспия, поэтому возникает необходимость его изучения для дальнейшей утилизации. С МАЭК были отобраны 2 образца: проба №1 отобрана с десяти корпусных установок (ОП). Проба №2 отобрана из меловой заправки с отстойников (пульпа).

2 объект исследования – ТОО «Опреснительный завод «Каспий». Процесс опреснения на заводе начинается с забора воды из Каспийского моря, после чего она поступает на этап предварительной очистки. Сначала из воды удаляются крупные примеси, такие как водоросли и песок, а затем следует более тонкая очистка от микропримесей методом ультрафильтрации. Сердцем всего процесса является основной этап – обратный осмос. Здесь подготовленная морская вода под высоким давлением подается на специальные полупроницаемые мембраны, которые действуют как сверхтонкий фильтр: они пропускают молекулы воды (H_2O), но при этом задерживают до 99,5% всех растворенных солей, минералов (включая характерный для воды Каспийского моря бор) и других примесей. Поскольку после опреснения вода становится практически дистиллированной, заключительным шагом является реминерализация. На этой стадии, чтобы сделать воду пригодной и полезной для питья, в нее добавляют необходимые минералы и соли, такие как ионы кальция и фтора, доводя ее состав до установленных стандартов. С ТОО «Опреснительный завод «Каспий» были отобраны 2 образца: проба №1 отобрана из промывной осветленной воды фильтров (с верхней части песчаной загрузки). Проба №2 отобрана из каскада №2 концентрата.

3 объект исследования – ТОО «СП CASPI BITUM» – крупнейший производитель дорожного битума в РК. Производством завода являются нефтяной дорожный битум, модифицированный битум, фасованный битум. Объем водопотребления на заводе составляет 157,34 тыс.м³. Сбросы в поверхностные водные объекты или на рельеф местности (пруды-испарители, поля фильтрации). Производственные и хозяйственно-бытовые сточные воды завода ТОО «СП CASPI BITUM» транспортируются отдельно через общезаводские канализационные коллекторы.

Система очистки воды осуществляется на заводе следующим образом: все сточные воды на заводе сначала перекачиваются на очистную установку, очищенная от основного коллектора вода направляется в пруд усреднения и далее проходит сортировочное сито на механические примеси (осадок, песок), затем перекачиваются насосом во внутренний коагуляционный разрез с целью удаления нефтепродуктов. Вода, коагулянт и полимер, очищенные от нефтепродуктов, осадка и примесей, поступают в подаваемый реакционный резервуар смешивания. После смешивания реагентов вода направляется в самотечную флотационную установку, где с помощью рециркуляционных насосов насыщается поглощенным воздухом. Насыщенная воздухом вода, поступает в промежуточный резервуар, а затем подается насосами к вертикальным автоматическим фильтрам со скорлупой грецкого ореха. Фильтрованная вода в автоматическом фильтре проходит полную очистку в клеточном фильтре и направляется в резервуар очищенных сточных вод. Очищенная вода перекачивается через насосы в усредненный пруд и далее направляется в АО «Kazakhstan Petrochemical Industries» в соответствии с договором на оказание платных услуг по полной очистке воды и после очистки сбрасываются в испарительный пруд, расположенный на расстоянии 5 км. Для исследования выбрана сточная вода после комплекса очистительных сооружений. Ранее при исследовании по очистке сточных вод на гелиоустановке нами обнаружен литий в количестве 7,98 мг/дм³ [24], что вызвало интерес для его дополнительного изучения. Сточную воду упаривали до остаточного объема 500 мл раствора для концентрирования лития.

4 объект исследования – подземная вода на территории университета Есенова, расположенного в 32 мкр. г. Актау. Место отбора проб образца – скважина №1, глубина 35 м. Отобрана 1 проба объемом 1 литр. Подземную воду упаривали до остаточного объема 500 мл раствора для концентрирования лития. Характеристика подземной воды: рН 8,23; запах 1 балл при 20 °С; привкус 0 баллов при 20 °С; цветность 40,2°; окисляемость перманганатная 7,6 мг/дм³; ХПК 80 мг/дм³; сухой остаток 8600 мг/дм³; хлориды 4082,5 мг/дм³; жесткость общая 65 моль/дм³; железо 0,076 мг/дм³; сульфаты 2000 мг/дм³; азот аммиака 6,8 мг/дм³, нитритов 0,06 мг/дм³; нитратов 41,8 мг/дм³; кальций 400,8 мг/дм³; магний 547,2 мг/дм³; гидрокарбонаты 183 мг/дм³; карбонаты 3,0 мг/дм³; натрий 159,6 мг/дм³; калий 159,6 мг/дм³ [25]. Соленость подземной воды из скважины на территории университета составляет 4–6 промилле. Вода используется для орошения зеленых насаждений на территории университета.

Определение лития в водных пробах с концентрацией от 1 до 20 мг/л осуществляется атомно-абсорбционным методом (ААС) с пламенной атомизацией,

в соответствии с [26] и методическими указаниями [27]. Принцип метода основан на измерении интенсивности поглощения атомами лития резонансного излучения на длине волны 670,8 нм. Анализ проводится на атомно-абсорбционном спектрофотометре, оснащённом лампой с полым катодом лития и источником пламени ацетилен/воздух. Перед измерением готовят стандартные растворы лития (1, 5, 10, 15, 20 мг/л) из исходного раствора концентрацией 1000 мг/л, и строят градуировочный график зависимости поглощения от концентрации. Пробы фильтруют, при необходимости разбавляют и подкисляют раствором азотной кислоты (1%) для стабилизации. Измерение проводят методом прямой аспирации раствора в пламя. По полученным значениям поглощения определяют содержание лития по градуировочному графику. При разбавлении пробы итоговое значение пересчитывают с учётом коэффициента разбавления. Контроль точности обеспечивается повторными измерениями и использованием контрольных стандартов. Допустимое расхождение между параллельными определениями не должно превышать 5%. Метод позволяет точно определять литий в природных и техногенных рассолах, морской и сточной воде, с учётом возможных ионных помех со стороны натрия, калия и магния, которые при необходимости устраняются разбавлением или применением модификаторов фона.

Для изучения фазового состава исследуемых объектов применялся рентгенодифрактометрический анализ на автоматизированном дифрактометре ДРОН-3 с *CuK α* -излучением, β -фильтр. Условия съемки дифрактограмм: $U=35$ кВ; $I=20$ мА; съемка θ - 2θ ; детектор 2 град/мин. Рентгенофазовый анализ на полуколичественной основе выполнен по дифрактограммам порошковых проб с применением метода равных навесок и искусственных смесей. Определялись количественные соотношения кристаллических фаз. Интерпретация дифрактограмм проводилась с использованием данных картотеки ICDD: база порошковых дифрактометрических данных PDF2 (Powder Diffraction File) Release 2022 и дифрактограмм чистых от примесей минералов. Для основных фаз проводился расчет содержания. Возможные примеси, идентификация которых не может быть

однозначной из-за малых содержаний и присутствия только 1–2 дифракционных рефлексов или плохой кристаллизованности.

Физико-химические параметры воды определены в соответствии с [28]. Отбор проб проведен согласно [29, 30]. Для выявления элементных составов использованы спектральные методы анализа.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В таблице 1 представлены результаты анализа на содержание лития в исследуемых образцах, а именно в морской воде Опреснительного завода «Каспий», рассоле ТОО «МАЭК», подземной воде Университета имени Ш. Есенова и сточной воде ТОО «СП CASPI BITUM».

Сравнительный анализ содержания лития в представленных образцах различных предприятий Мангистауского региона показал значительные различия по концентрации элемента как в жидких, так и в твёрдых фазах. Наиболее перспективным источником лития является рассол, предоставленный ТОО «МАЭК», в котором содержание лития достигает 2,1 мг/л – это наивысший показатель среди всех исследованных жидких образцов. После упаривания данного рассола содержание лития в образце твёрдой соли возрастает до 0,0025% (25 мг/кг), что подтверждает эффективность термического концентрирования. Пульпа, образующаяся в процессе переработки, содержит 0,0012% лития (12 мг/кг), что также остаётся на приемлемом уровне.

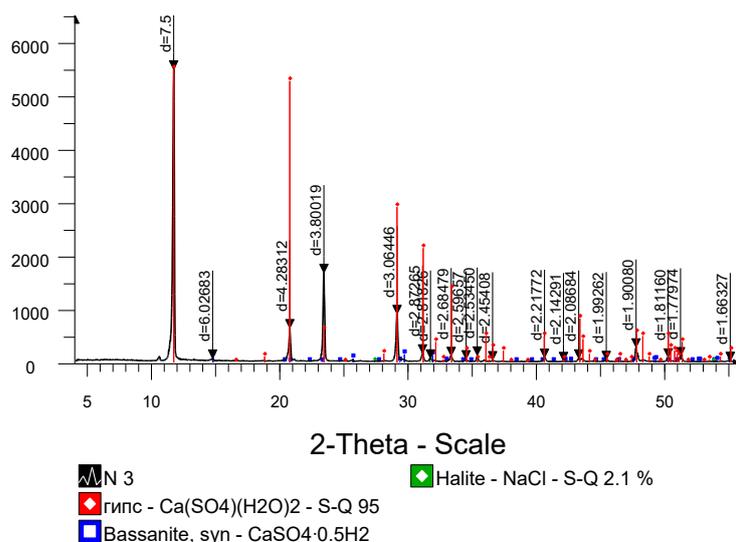
В то же время, образцы от ТОО «Опреснительный завод Каспий» и ТОО «СП CASPI BITUM» характеризуются существенно более низкими значениями. Концентрат и сточные воды содержат лишь по 0,25 мг/л лития, что в 8 раз ниже, чем в рассоле МАЭК, а промывная вода – всего 0,12 мг/л. Эти объекты можно рассматривать как дополнительные, но менее эффективные источники при условии переработки больших объёмов воды.

Соль, полученная от упаривания подземной воды, предоставленная Университетом им. Ш. Есенова, содержит 0,001% лития (10 мг/кг), что является минимальным значением среди твёрдых образцов и ограничивает её промышленную применимость без дополнительного обогащения.

Таблица 1. Содержание лития в исследуемых образцах

Объекты исследования	Типы образцов	Фаза	Содержание лития	В пересчёте на мг/л или мг/кг
ТОО «МАЭК»	рассол	жидкая	2,1 мг/л	2,1 мг/л
	соль от упаривания рассола	твёрдая	0,0025%	25 мг/кг
	пульпа	твёрдая	0,0012%	12 мг/кг
Опреснительный завод «Каспий»	промывная вода	жидкая	0,12 мг/л	0,12 мг/л
	концентрат	жидкая	0,25 мг/л	0,25 мг/л
CASPI BITUM	концентрированный раствор сточных вод	жидкая	0,25 мг/л	0,25 мг/л
Университет им. Ш. Есенова	соль от упаривания подземной воды	твёрдая	0,001%	10 мг/кг

**СОЛЁНЫЕ ВОДЫ МАНГИСТАУ КАК ОБЪЕКТ ИЗУЧЕНИЯ ДЛЯ ИЗВЛЕЧЕНИЯ ЛИТИЯ:
ПРИРОДНЫЕ И ТЕХНОГЕННЫЕ ИСТОЧНИКИ**



Примечание: Все приведенные дифракционные пики принадлежат только указанным выше фазам. Отмечены характерные дифракционные рефлексы, позволяющие провести идентификацию присутствующих фаз.

Рисунок. Дифрактограмма выкристаллизованного из рассола осадка

Таким образом, по совокупности данных, ТОО «МАЭК» выделяется как наиболее эффективный и целесообразный объект для извлечения лития как из жидкой, так и из твёрдой фазы. Остальные источники могут быть использованы как вспомогательные, в том числе в рамках комплексной переработки вод с целью утилизации и восстановления ценных компонентов.

Рассол, образующийся при опреснении морской воды (ТОО «МАЭК»), где содержание лития больше других и составляло 2,10 мг/л, упаривали до образования кристаллов соли. Фазовый состав осадка представлен в основном в виде сульфата кальция (см. рисунок).

Межплоскостные расстояния и фазовый состав

<i>d</i> , Å	<i>I</i> , %	минерал
7,59823	100,0	гипс
6,02683	1,4	бассанит
4,28312	11,7	гипс
3,80019	30,6	гипс
3,06446	16,6	гипс
2,87265	3,2	гипс
2,81826	1,4	галит
2,68479	2,3	гипс
1,90080	5,2	гипс

На основании результатов рентгенофазового и рентгеноспектрального анализа установлено, что основным кристаллическим компонентом осадка является гипс (CaSO₄·2 H₂O). Его наличие подтверждается характерными дифракционными пиками при межплоскостных расстояниях 7,60 Å, 4,28 Å, 3,80 Å, 3,06 Å и другими. Наибольшая интенсивность (100%) зарегистрирована у главного пика гипса, что свидетельствует о его доминирующем содержании в

минеральной фазе. Кроме того, зафиксированы слабые пики, соответствующие другим минеральным соединениям, таким как бассанит (CaSO₄·0,5 H₂O) – дегидратированная форма гипса, и галит (NaCl) – минеральная форма хлорида натрия, присутствующие в незначительных количествах.

С помощью рентгеноспектрального анализа установили элементный состав. Результаты полуколичественного рентгенофазового анализа кристаллических фаз представлены в таблицах 2 и 3:

Таблица 2. Элементный состав осадка, %

Спектр	O	Na	Mg	S	Cl	Ca	Итого
Спектр 1	41,23	2,95	0,87	22,36	4,31	28,28	100,00
Спектр 2	35,41	6,20	1,05	20,54	9,67	27,13	100,00
Спектр 3	34,40	4,44	1,15	23,07	6,61	30,33	100,00
Среднее	37,01	4,53	1,02	21,99	6,86	28,58	100,00

Таблица 3. Фазовый состав осадка, %

Спектр	Na ₂ O	MgO	SO ₃	Cl	CaO	Итого
Спектр 1	3,82	1,38	53,26	4,06	37,47	100,00
Спектр 2	7,85	1,61	47,27	8,76	34,51	100,00
Спектр 3	5,40	1,69	50,67	5,66	36,58	100,00
Среднее	5,69	1,56	50,40	6,16	36,19	100,00

Исходя из результатов проведенного анализа, можно предположить наличие следующих веществ в составе осадка: Na₂O, MgO, SO₃, Cl, CaO, представленных в виде минералов: гипс, Bassanite, Halite:

Минерал	Формула	Концентрация, %
гипс	CaSO ₄ ·2 H ₂ O	95,0
бассанит	CaSO ₄ ·0,5 H ₂ O	2,7
галит	NaCl	2,1

Данные элементного анализа подтверждают наличие в осадке ключевых химических элементов: кальция (Ca) и серы (S), указывающих на присутствие сульфатных соединений кальция; кислорода (O), преобладающего в водных сульфатах; а также натрия (Na) и хлора (Cl), что подтверждает присутствие NaCl. Магний (Mg) обнаружен в малых количествах и, вероятно, входит в состав примесных или аморфных фаз.

Фазовый состав по оксидам также подтверждает преобладание кальциево-сульфатных соединений: содержание оксида серы (SO₃) составляет в среднем 50,4%, оксида кальция (CaO) – 36,2%. Наличие оксида натрия (Na₂O) и хлора указывает на присутствие галита, а MgO отмечен в следовых количествах.

Таким образом, на основе совокупности данных определён минеральный состав осадка, включающий: гипс (CaSO₄·2 H₂O) – 95,0%, бассанит (CaSO₄·0,5 H₂O) – 2,7%, галит (NaCl) – 2,1%. Осадок преимущественно представлен сульфатом кальция в виде гипса, с незначительными примесями дегидратированной формы и солевых компонентов. Все полученные результаты находятся в хорошем согласии между собой и указывают на высокую степень минерализации и выраженную кристалличность исследованного образца.

В таблице 4 представлен ионно-солевой состав рассола.

Таблица 4. Ионно-солевой состав рассола, мг/дм³

Наименование показателя	Результаты			Метод испытаний
	Промывная вода	Концентрация из каскада	Опреснительная вода	
Хлориды	5631	5631	16979	ГОСТ 26449.1-85
Сульфаты	2240	2240	6940	ГОСТ 26449.1-85
Гидрокарбонат	488,0	488,0	183	ГОСТ 26449.1-85
Кальций	300	300	675	ГОСТ 26449.1-85
Магний	630	630	1815	ГОСТ 26449.1-85
Натрий	3380	3380	10244	ГОСТ 26449.1-85

Проба рассола характеризуется высокой минерализацией и натрий-хлоридным типом, что подтверждается преобладанием хлоридов (Cl⁻ – 5631 мг/л) и натрия (Na⁺ – 3380 мг/л), типичных для морской воды. Существенное содержание сульфатов (SO₄²⁻ – 2240 мг/л) может быть связано с растворением гипса или мирабилита и требует учёта из-за возможной коррозии оборудования. Гидрокарбонаты (HCO₃⁻ – 488 мг/л) обеспечивают буферную ёмкость раствора и способствуют стабилизации pH, формируясь в результате взаимодействия углекислого газа с карбонатами. Калий (K⁺ – 300 мг/л) представляет интерес как ценный компонент для производства удобрений, особенно в условиях высокой минерализации. Присутствие магния (Mg²⁺ – 630 мг/л) типично для подземных вод, однако, его высокая концентрация может

осложнять извлечение лития, требуя предварительной очистки раствора.

Из приведенных данных видно, что ведущим анионом является хлор, среди катионов доминирует натрий. Содержание натрия, магния и калия находится в соотношении Na ≥ Mg ≥ Ca, концентрация хлорида натрия значительно выше.

Выводы

На основании комплексного анализа образцов, полученных из различных водных источников, установлено, что наиболее перспективным источником лития является рассол, образующийся при опреснении морской воды на предприятии ТОО «МАЭК». Массовая доля лития в этом рассоле составляет 0,0021%, что соответствует концентрации 2,10 мг/л, значительно превышающей содержание лития в других исследованных образцах, включая подземные и сточные воды.

Анализ распределения лития в различных продуктах обработки (концентрированных растворах и солях) показал, что литий преимущественно сохраняется в жидкой фазе, а не осажается в упаренной соли. Это подтверждается низкой концентрацией лития в твёрдом остатке (0,0025%) после упаривания рассола, что имеет важное значение при выборе технологии его извлечения. Предпочтительными методами могут быть ионный обмен, мембранные процессы или сорбция из жидкой фазы, а не переработка твёрдого остатка.

Рентгенофазовый и рентгеноспектральный анализ выкристаллизованного из рассола осадка показал, что основная минеральная фаза представлена гипсом (CaSO₄·2 H₂O) с содержанием до 95,0%, с незначительными примесями бассанита (2,7%) и галита (2,1%). Это подтверждается характерными дифракционными пиками гипса и преобладанием кальция и серы в составе осадка. Анализ по оксидам также указывает на доминирование сульфатно-кальциевых соединений (SO₃ – 50,4%, CaO – 36,2%).

Дополнительно, ионно-солевой состав рассола подтверждает его натрий-хлоридный тип, характерный для морской воды, с преобладанием Cl⁻ (5631 мг/л) и Na⁺ (3380 мг/л). Существенное содержание Mg²⁺ (630 мг/л) может усложнить процессы селективного извлечения лития и требует предварительной очистки. Также присутствуют сульфаты, гидрокарбонаты, кальций и калий, что указывает на высокую минерализацию раствора.

Таким образом, рассол от опреснения морской воды (ТОО «МАЭК») является наилучшим объектом для промышленного извлечения лития среди исследованных источников. Его высокая минерализация, преобладание лития в жидкой фазе и стабильный фазовый состав упрощают дальнейшее проектирование процессов разделения и извлечения ценных компонентов. Содержание лития 2,10 мг/л (или 0,0021% по массе) само по себе считается низким, но не исключает рентабельности извлечения – особенно при

определённых условиях. Рассол ТОО «МАЭК» содержит в 10–12 раз больше лития, чем морская вода, но значительно меньше, чем богатые природные источники.

Финансирование

Данное исследование финансировалось Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № AP22686075).

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. William T. Stringfellow and Patrick F. Dobson. Technology for the Recovery of Lithium from Geothermal Brines: A review // *Energies*. – 2021. Vol. 14 (20). – Art. no. 6805. <https://doi.org/10.3390/en14206805>
2. Tadesse, B.; Makuei, F.; Albijanic, B.; Dyer, L. The beneficiation of lithium minerals from hard rock ores: A review // *Miner. Eng.* – 2019. – Vol. 131, – P. 170–184. <https://doi.org/10.1016/j.mineng.2018.11.023>
3. Meng, F.; McNeice, J.; Zadeh, S.S.; Ghahreman, A. Review of Lithium Production and Recovery from Minerals, Brines, and Lithium-Ion Batteries // *Miner. Process. Extr. Met. Rev.* – 2019. – Vol. 42. – P. 123–141. <https://doi.org/10.1080/08827508.2019.1668387>
4. Mohr, S.H.; Mudd, G.M.; Giurco, D. Lithium Resources and Production: Critical Assessment and Global Projections // *Minerals*. – 2012. – Vol. 2. – P. 65–84. <https://doi.org/10.3390/min2010065>
5. Neupane, G.; Wendt, D.S. Assessment of mineral resources in geothermal brines in the US. In *Proceedings of the 42nd Workshop on Geothermal Reservoir Engineering*, Stanford, CA, USA, 13–15 February 2017; Stanford University: Stanford, CA, USA, 2017.
6. Neupane, G.; Wendt, D.S. Potential economic values of minerals in brines of identified hydrothermal systems in the US // *Trans.-Geotherm. Resour. Counc.* – 2017. – Vol. 41, – P. 1938–1956.
7. Simmons, S.; Kirby, S.; Verplanck, P.; Kelley, K. Strategic and critical elements in produced geothermal fluids from Nevada and Utah. In *Proceedings of the 43rd Workshop on Geothermal Reservoir Engineering*, Stanford, CA, USA, 12–14 February 2018; Stanford University: Stanford, CA, USA, 2018.
8. Gallup, D.L. Geochemistry of geothermal fluids and well scales, and potential for mineral recovery // *Ore Geol. Rev.* – 1998. – Vol. 12. – P. 225–236. [https://doi.org/10.1016/S0169-1368\(98\)00004-3](https://doi.org/10.1016/S0169-1368(98)00004-3)
9. Hund, K.; Porta, D.L.; Fabregas, T.P.; Laing, T.; Drexhage, J. *Minerals for Climate Action: The Mineral Intensity of the Clean Energy Transition*; World Bank Publications: Washington, DC, USA, 2020.
10. Xu, P.; Hong, J.; Qian, X.M.; Xu, Z.W.; Xia, H.; Tao, X.C.; Xu, Z.Z.; Ni, Q.Q. Materials for lithium recovery from Salt Lake brine // *J. Mater. Sci.* – 2021. – Vol. 56. – P. 16–63. <https://doi.org/10.1007/s10853-020-05019-1>
11. Snyder, D.H.; Hegde, V.I.; Aykol, M.; Wolverton, C. Computational Discovery of Li-M-O Ion Exchange Materials for Lithium Extraction from Brines // *Chem. Mater.* – 2018. – Vol. 30, – P. 6961–6968. <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.7b03509>
12. Shi, X.C.; Zhou, D.F.; Zhang, Z.B.; Yu, L.L.; Xu, H.; Chen, B.Z.; Yang, X.Y. Synthesis and properties of $\text{Li}_{1.6}\text{Mn}_{1.6}\text{O}_4$ and its adsorption application // *Hydrometallurgy*. – 2011. – Vol. 110. – P. 99–106. <https://doi.org/10.1016/j.hydromet.2011.09.004>
13. Perez, W.; Barrientos, H.A.C.; Suarez, C.; Bravo, M. Method for the Production of Battery Grade Lithium Carbonate from Natural and Industrial Brines // U.S. Patent 8,691,169 B2, 8 April 2014.
14. Munk, L.; Hynek, S.; Bradley, D.C.; Boutt, D.; Labay, K.A.; Jochens, H. Chapter 14: Lithium brines: A global perspective // *Rev. Econ. Geol.* – 2016. – Vol. 18. – P. 339–365.
15. Mceachern, P.M.; Wong, N.; Andric, M. Method and apparatus for the treatment of water with the recovery of metals // U.S. Patent Application 2020/0299805 A1, 24 September 2020.
16. US Geological Survey // *Mineral Commodities Summary 2020*; U.S. Geological Survey: Reston, VA, USA, 2020; P. 204.
17. Grosjean, C.; Miranda, P.H.; Perrin, M.; Poggi, P. Assessment of world lithium resources and consequences of their geographic distribution on the expected development of the electric vehicle industry // *Renew. Sustain. Energy Rev.* – 2012. – Vol. 16. – P. 1735–1744. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2011.11.023>
18. Баратов Р. Т., Абишева С. Ж., Карлыгашева А. Б. Перспективы литиености приповерхностных вод солончаков Чу-Сарьсуйской впадины // *Минеральные ресурсы Казахстана*. – 2023. – №4. – С. 22–29. URL: <https://minmag.kz> [Baratov R. T., Abisheva S. Zh., Karlygasheva A. B. Perspektivy litienosti pri-poverkhnostnykh vod solonchakov Chu-Sarysuyskoy vpadiny // *Mineral'nye resursy Kazakhstana*. – 2023. – No. 4. – P. 22–29. (In Russ.)]
19. Baratov R.T., Abisheva S.Zh., Karlygasheva A.B. Lithium and Gold Content in Salt Domes and Saline Lands of Western and Southern Kazakhstan // *Applied Sciences*. – 2024. – Vol. 14(12). – Art. no. 5351. <https://doi.org/10.3390/app14125351>
20. Ченсизбаев Д.К., Аденова А. Ж., Кошпанова А.Е. Определение содержания лития в промышленных водах методом капиллярного электрофореза // *Вестник НАН РК. Серия химии и технологии*. – 2023. – №3(453). – С. 60–68. <https://journals.naukananrk.kz> [Chensizbaev D.K., Adenova A. Zh., Koshpanova A.E. Opredelenie soderzhaniya litiya v promyshlennykh vodakh metodom kapillyarnogo elektroforeza // *Vestnik NAN RK. Seriya khimii i tekhnologii*. – 2023. – No.3(453). – P. 60–68. (In Russ.)]
21. Каршигина Л.З., Абишева С. Ж., Бочевская Е.Н. и др. Сорбционные методы извлечения лития из гидроминерального сырья Казахстана // *Горный информационно-аналитический бюллетень*. – 2021. – №12. – С. 35–41. <https://journals.rcsi.science> [Karshigina L.Z., Abisheva S. Zh., Bochevskaya E.N. i dr. Sorbtionnye metody izvlecheniya litiya iz gidromineral'nogo syr'ya Kazakhstana // *Gornyy informatsionno-analiticheskiy byulleten'*. – 2021. – No.12. – P. 35–41. (In Russ.)]
22. Абсаметов М.Ш., Рябцев И. П. Литиевое сырьё гидроминерального происхождения Казахстана: состояние и перспективы // *Известия НАН РК. Серия геологии и технических наук*. – 2021. – №6(450). – С. 102–110. [Absametov M.Sh., Ryabtsev I. P. Litievoye syr'e gidromineral'nogo proiskhozhdeniya

- Kazakhstana: sostoyanie i perspektivy // Izvestiya NAN RK. Seriya geologii i tekhnicheskikh nauk. – 2021. – No.6(450). – P. 102–110. (In Russ.)]
23. Ченсизбаев Д.Б., Кан С.М. Факторы и условия формирования и освоения промышленных подземных вод южного Казахстана // Горный журнал Казахстана. – 2021. – № 6, – С. 15–20. [Chensizbaev D.B., Kan S.M. Faktory i usloviya formirovaniya i osvoeniya promyshlennykh podzemnykh vod yuzhnogo Kazakhstana // Gornyy zhurnal Kazakhstana. – 2021. – No. 6. – P. 15–20. (In Russ.)]
24. Serikbayeva, A., Taizhanova, L., Suleimenova, B., Altybayeva, Z., Seidalieva, L. Intensification of the Wastewater Treatment Process of a Bitumen Plant with the Production of Recycled Water // Journal of Ecological Engineering. – 2023. – No. 24(2). – P. 295–301. <https://doi.org/10.12911/22998993/157021>
25. Syrlybekkyzy, S., Serikbayeva, A., Suleimenova, B., ... Dzhumasheva, K., Dosymbekova, G. Study of Groundwater Characteristics in Aktau (Kazakhstan) During Joint Desalination and Decontamination Experiment // Ecologica Montenegrina. – 2024. – Vol. 76. – P. 77–84. <https://doi.org/10.37828/em.2024.76.5>
26. ГОСТ 18301–87, ГОСТ 32193.5–2013
27. МУ 08–47/081
28. ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера
29. РД 52.24.309–2016
30. СТ РК ГОСТ Р 51593–2003

МАҢҒЫСТАУДЫҢ ТҰЗДЫ СУЛАРЫ ЛИТИЙ АЛУ ҮШІН ЗЕРТТЕУ НЫСАНЫ РЕТІНДЕ: ТАБИҒИ ЖӘНЕ ТЕХНОГЕНДІК КӨЗДЕР

А. К. Серикбаева, А. Н. Боранбаева*

Ш. Есенов атындағы Каспий технологиялар және инженеринг университеті, Ақтау, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: assiya.boranbayeva@yu.edu.kz

Жұмыста өнеркәсіптік пайдалану перспективасын бағалау мақсатында шығу тегі әртүрлі су сынақтарындағы литийдің құрамына кешенді талдау ұсынылған. Литийдің ең орынды көзі литийдің массалық концентрациясы 2,10 мг/л (0,0021%) болатын «МАЭК» ЖШС кәсіпорнында теңіз суын тұщыландыру кезінде түзілетін тұзды ерітінді болып табылатыны анықталды. Жүргізілген спектрлік және рентгендік фазалық талдаулар қатты шөгіндідегі негізгі минералды фаза бассанит пен галит қоспалары бар 95,2% дейін үлесі бар кальций сульфаты (гипс) екенін көрсетті. Литий негізінен буланғаннан кейін сұйық фазада сақталатыны анықталды, бұл ион алмасу, мембраналық технологиялар және сорбциялық процестер сияқты ерітіндіден алу әдістерін қолдануды орынды етеді. Тұзды ерітінділердің иондық-тұзды құрамы жоғары минералдануы бар натрий-хлорид түрін, сульфаттардың, магнийдің және басқа иондардың болуын көрсетеді, бұл литийді алу алдында ерітіндіні алдын ала дайындауды қажет етеді. Литийдің төмен концентрациясына қарамастан, зерттелетін тұзды ерітінділердің физикалық және химиялық сипаттамаларының жиынтығы оларды литий шикізатының қосымша көзі ретінде қарастыруға мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: литий, тұзды ерітінділер, теңіз суы, жер асты суы, ағынды су.

SALT WATERS OF MANGYSTAU AS AN OBJECT OF STUDY FOR LITHIUM EXTRACTION: NATURAL AND MAN-MADE SOURCES

A. K. Serikbayeva, A. N. Boranbayeva*

Caspian University of Technology and Engineering named after Sh. Yessenov, Aktau, Kazakhstan

* E-mail for contacts: assiya.boranbayeva@yu.edu.kz

The paper presents a comprehensive analysis of the lithium content in aqueous samples of various origins in order to assess the prospects for their industrial use. It has been established that the most appropriate source of lithium is brine formed during desalination of seawater at the MAEK LLP enterprise, with a mass concentration of lithium of 2.10 mg/l (0.0021%). Spectral and X-ray phase analyses have shown that the main mineral phase in the solid sediment is calcium sulfate (gypsum) with a fraction of up to 95.2%, with admixtures of bassanite and halite. It has been established that lithium is predominantly preserved in the liquid phase after evaporation, which makes it advisable to use methods of extraction from solution, such as ion exchange, membrane technologies and sorption processes. The ionic-salt composition of the brines indicates a sodium chloride type with high mineralization, the presence of sulfates, magnesium and other ions, which requires preliminary preparation of the solution before lithium extraction. Despite the low concentration of lithium, the combination of physical and chemical characteristics of the studied brines allows them to be considered as an additional source of lithium raw materials.

Keywords: lithium, saline solutions, seawater, underground water, wastewater.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-94-102>

УДК 547.458

АУЫЛШАРУАШЫЛЫҚ ҚАЛДЫҚТАН МИКРОКРИСТАЛДЫ ЦЕЛЛЮЛОЗА АЛУ ЖӘНЕ ОНЫҢ НЕГІЗІНДЕ ГЕЛЬ-ПЛЕНКАЛАР ДАЙЫНДАУ

М. К. Шамшиденов¹, Е. А. Алтынов¹, Б. У Рахимова²,
Қ. Бексейтова^{1,3}, А. Сейтхан¹, К. К. Кудайбергенов^{1*}

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

² Қазақ ұлттық қыздар педагогикалық университеті, Алматы, Қазақстан

³ Әл-Фараби атындағы Қазақ ұлттық университеті, Алматы, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: k.kudaibergenov@satbayev.university

Бұл жұмыста биомассадан лигнинді жою арқылы микрокристалды целлюлозаны алу процесі және оның қасиеттері зерттеледі. Биомасса ретінде ауылшаруашылық қалдық болып табылатын күріш қауызы қолданылды. Микрокристалды целлюлоза (МКЦ) шығымына биомасса мен пероксидің қышқылының қатынастарының әсері анықталды. Күріш қауызынан алынған микрокристалды целлюлоза шығымы 1/14 қатынаста 70% құрады. Сонымен қатар, натрий альгинатымен бірге күріш МКЦ негізінде гель-пенкалар дайындалып, олардың гидролитикалық ыдырау қасиеттері зерттелді. Гель-пенканың қышқыл ортада (рН 4,08) 7 күн ішінде 66% дейін масса жоғалтуы тіркеліп, бұл олардың рН-сезімталдығын және биологиялық ыдырағыштығын дәлелдеді.

Үлгілердің бетінің морфологиясы, орташа бөлшек өлшемі және құрылымы зерттелді. Үлгілер бетінің морфологиясы сканерлеуші электронды микроскоп көмегімен зерттеліп, бөлшектердің орташа өлшемі 7–10 мкм екендігі анықталды. РФА материалдың аморфты-кристалдық құрылымға ие екенін көрсетті. ИҚ спектроскопиясы гидроксил, карбонил және эфирлік топтардың бар екенін растады. ТГА термоанализ нәтижелері гель-пенканың термиялық тұрақтылығын көрсетті.

Биомассадан микрокристалды целлюлозаны алу үшін ұсынылған әдіс дәстүрлі әдістермен салыстырғанда көп сатылы өңдеуді қажет етпейді және қоршаған ортаға қауіпсіз. Күкірт пен хлорды, жоғары қысымды және көп суды қажет ететін реагенттерді қолданбай, бір сатыда сапалы микрокристалды целлюлозаны алуға болатыны көрсетілді.

Микрокристалды целлюлозаға деген қызығушылық оның бірегей қасиеттеріне байланысты, яғни жеңілдігіне, ұйымшылдығына, биоүйлесімділігіне және биологиялық ыдырауына байланысты қазіргі таңда аэрогель, гель, биокомпозиттер, биологиялық ыдырайтын материалдар, пленкалар өндірісінде үлкен сұранысқа ие.

Түйін сөздер: микрокристалды целлюлоза, ауылшаруашылық қалдықтары, пероксидің қышқылы, биомасса, күріш қауызы, гель-пенка.

КІРІСПЕ

Ауыл шаруашылығы өндірісінің нәтижесінде жыл сайын үлкен көлемде өсімдік текті қалдықтар – сабан, жапырақ, қауыз түріндегі биомасса түзіледі. Бұл қалдықтардың экожүйеге шамадан тыс жиналуы ауаның ластануы мен топырақтың тозуы сияқты экологиялық мәселелерге әкеледі. Мысалы, күріш қауызы сияқты қалдықтарды өртеу барысында көміртек оксиді, аммиак, азот және күкірт оксидтері мен ұшқыш органикалық қосылыстар бөлінеді [1–2].

Аталған қалдықтар құрамы бойынша целлюлозаға бай, әрі бағалы биополимерлердің көзі бола алады. Сондықтан ауылшаруашылық биомассасынан микрокристалды целлюлоза сияқты өнімдерді алу – қалдықтарды қайта өңдеудің тиімді әрі экологиялық жолы болып табылады.

МКЦ – жоғары кристалдылыққа ие, экологиялық қауіпсіз, биоыдырайтын материал ретінде көптеген салаларда, соның ішінде фармацевтикада, тағам және биомедицинада кеңінен қолданылады. Соңғы жылдары целлюлоза және оның туындыларына негізделген гидрогельдер жаракатты емдеу материалдары ретінде ерекше қызығушылық тудырып отыр.

Мысалы, күйік жаракаттары бүкіл әлемде кең таралған проблема болып табылады. Жыл сайын 11 миллионнан астам адам ауыр күйікке шалдығып, оның 300 000-нан астамы өліммен аяқталады [3]. Мұндай жағдайда жара бетіне жұмсақ, ылғал реттейтін және биосәйкес келетін таңғыш материалдар қажет. Осы орайда, целлюлоза, альгинат, желатин, коллаген сияқты табиғи полимерлерден дайындалған гибриды-гельдік жүйелер – перспективалы шешімдердің бірі [4–5].

Алайда дәстүрлі әдістермен алынатын целлюлоза хлоры бар реагенттер мен жоғары қысымды қажет етеді, бұл процесті экологиялық және экономикалық тұрғыдан тиімсіз етеді [6–11]. Соңғы зерттеулер органикалық тотығу және органосольвентті экстракция әдістері арқылы экологиялық қауіпсіз, бір сатылы және жұмсақ өңдеу жолдарын ұсынады [12–15].

Соңғы жылдары микрокристалды целлюлозаны басқа биополимерлермен (мысалы, альгинат натриймен) біріктіру арқылы жаракаттарды емдеуге арналған гибриды-гельдік пленкалар алу бағытында зерттеулер күшейіп келеді. Мұндай гель-пенкалар биологиялық ыдырағыштығы, су сіңіру қабілеті және

АУЫЛШАРУАШЫЛЫҚ ҚАЛДЫҚТАН МИКРОКРИСТАЛДЫ ЦЕЛЛЮЛОЗА АЛУ ЖӘНЕ ОНЫҢ НЕГІЗІНДЕ ГЕЛЬ-ПЛЕНКАЛАР ДАЙЫНДАУ

құрылымдық беріктігі арқасында дәстүрлі таңғыш материалдарға қарағанда анағұрлым тиімді [16–18]. Осы орайда, ауылшаруашылық қалдықтары – күріш қауызын шикізат ретінде пайдалана отырып, пероксидірік қышқылы негізіндегі целлюлоза алу, алынған МКЦ-ны альгинатпен біріктіре отырып, биомедициналық мақсаттағы экологиялық таза гель-пенка алу. Алынған өнімдердің морфологиялық, құрылымдық, термиялық және гидролитикалық қасиеттерін кешенді зерттеу мақсаты қойылды.

НЕГІЗГІ БӨЛІК

Қолданылған материалдар: күріш қауызы, гексан (C_6H_{14}) 99%, сірке қышқылы (CH_3COOH) 58%, сутегі асқын тотығы (H_2O_2) 15%, күкірт қышқылы (H_2SO_4) 99%, сүзгі қағазы (MEM CT 12026-76), дистилденген су (MEM CT 6709-72) (H_2O), натрий альгинаты.

БМ-ды ұсақтау үшін диірмен көмегімен 20 минут механикалық түрде өңделді. Материалдың шамамен 1,8% ұнтақтау процесінде жоғалады.

Биомассаны ұнтақталғаннан кейін ол гексанның көмегімен тазартылады. Ол үшін биомасса ұнтағы фильтрлік қағазға салынып, содан кейін ол Сокслет экстракторға салынды. Экстракторлық қолбаға 200 мл гексан қойылып, қолба шамамен $150\text{ }^\circ\text{C}$ температураға дейін қыздырылды. Қолбадағы заттың араласуын қамтамасыз ету үшін магнитті араластырғыш қолданылды. Жуу процесі екі сағат бойы жүргізілді. Жуу аяқталғаннан кейін алынған материал экстрактордан алынып, кейіннен кептіру үшін кептіргіште ұсталды. (Сурет 1).

Биомасса ұнтағы пероксидірік қышқылы мен өңделіп МКЦ алынды. Сірке қышқылының қажетті көлемін цилиндрмен өлшеп, көлемі 500 мл қолбаға құйылды. Үстіне қажетті мөлшерде күрт қышқылы қосылды. Алынған қоспаға сутегі асқын тотығының

қажетті көлемі бюреткадан тамшылата отырып, қосылды. Дайын болған қоспаны араластырып, бөлме температурасында 24 сағатқа қалдырады (Сурет 2).

20 г күріш қауызына сәйкесінше 240 мл, 280 мл және 320 мл пероксидірік қышқылы ерітіндісі қосылды (1/12, 1/14, 1/16 қатынасы). Әр өңдеу $150\text{ }^\circ\text{C}$ температурада 3 сағат жүргізілді.

МКЦ шығымы келесі формуламен анықталады:

$$\text{Шығымы} = \frac{m}{m_0} \cdot 100\%, \quad (1)$$

мұндағы m_0 – биомассаның массасы, мас.%; m – МКЦ массасы, мас.%.

Күріш қауызынан алынған МКЦ пен альгинат (At) негізінде гибридігельдер дайындалады. Пленка-гель дайындау үшін алдын ала есептелген мөлшердегі альгинат 3% сірке қышқылының ерітіндісінде ерітіледі. Осы ерітіндіге белгілі көлемдегі МКЦ дисперсиясы қосылып, біртекті араласу үшін 1–2 сағат бойы орташа жылдамдықпен араластырылады. Алынған қоспа Петри табақшаларына құйылып, $60\text{--}70\text{ }^\circ\text{C}$ температурада электрлі пешінде 5–6 сағат бойы кептіріледі. Соңында пленка табақшадан алынып, әрі қарай қолдану үшін контейнерде сақталады.

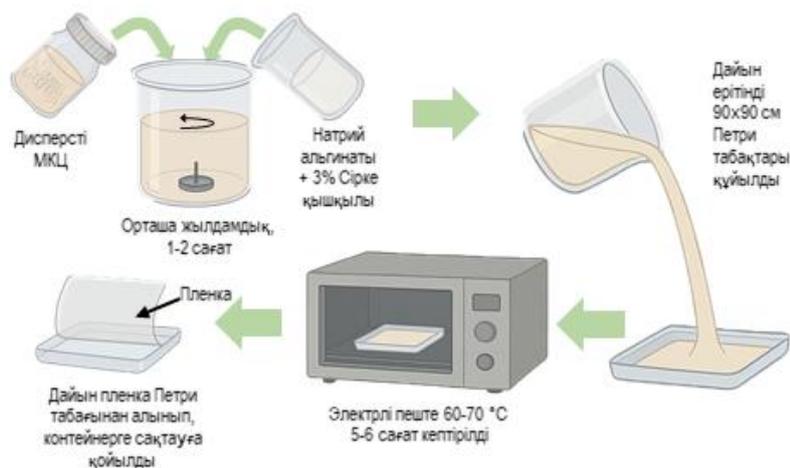
Үлгілерінің беткі морфологиясын зерттеу үдеткіш кернеуі $0,2\text{--}30\text{ кВ}$ -та 12 нм ажыратымдылығы және вольфрамдық катодты микроскопы бар энергодисперсиялық анализатор (EDAX) қосымша қондырғысы бар және электронды жинау бұрышы айнымалы, үдеткіш кернеуі 30 кВ -та екіншілік электрондарда 4 нм ажыратымдылығы бар STEM (SED, LF-GSED және GSED) детекторымен жабдықталған Quanta 3D 200i сканерлеуші электронды микроскоп (СЭМ) (Ametek Inc., АҚШ) арқылы зерттелді.



Сурет 1. БМ-ды ұнтақтау және гексанмен шаяу процесстер



Сурет 2. Биомассаны ПСҚ-мен өңдеу процесі



Сурет 3. Гель-пленка алу процесі

Рентгендік фазалық талдау DRON-3M рентгендік дифрактометрінде жүргізілді. Зерттеу 30 кВ үдеткіш кернеуінде, мыс катоды қолданылып, жүргізілді. Деректер 5–50° бұрыштық диапазонда, 2°/мин сканерлеу жылдамдығымен тіркелді. Үлгілер ұсақ ұнтақ түрінде дайындалып, вазелинмен жабылған шыны пластиналарға орналастырылды.

Күріш целлюлозасынан алынған гель-пленканың термиялық тұрақтылығы мен химиялық құрылымы термогравиметриялық талдау (ТГА) және Фурье түрлендіру инфрақызыл спектроскопиясы әдістері арқылы зерттелді. ТГА талдауы азот атмосферасында, 100–600 °C температура аралығында, 20 °C/мин жылыну жылдамдығында SII TG/DTA 6300 аспабы көмегімен жүргізілді. ИҚ спектрлері Thermo Fisher Scientific спектрометрінде 16 рет сканерлеу арқылы,

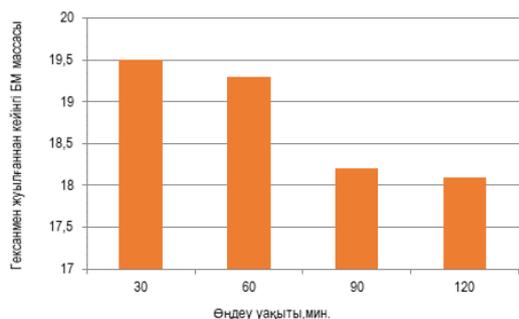
4 см⁻¹ ажыратымдылығымен, 650–4000 см⁻¹ диапазонында алынды. Бұл әдістер гель-пленканың термиялық ыдырау ерекшеліктері мен негізгі функционалдық топтарын анықтауға мүмкіндік берді.

Гидролитикалық ыдырау бойынша эксперименттік зерттеулер күріш целлюлозасынан алынған гель-пленкаларға әртүрлі рН ортада — қышқыл (рН 4,08), бейтарап (рН 6,86) және сілтілі (рН 8,86) жағдайларда жүргізілді (3-сурет). Тәжірибе барысында адам денесінің температурасына сәйкес келетін 37 °C температура сақталды. Бірдей өлшемдегі пленка үлгілері сәйкес буферлік ерітінділерге батырылып, олардың массалық өзгерістері 1, 3 және 7 күннен кейін бақылауға алынды. Әр уақыт нүктесінде масса жоғалуының пайыздық мөлшері өлшеніп, гидролитикалық тұрақтылыққа рН мәнінің әсері бағаланды.

Нәтижелер гидролиз жылдамдығының рН мәніне ай-
қын тәуелді екенін көрсетті: ыдырау ең жылдам қыш-
қыл ортада, ал ең баяу сілтілі ортада жүрді.

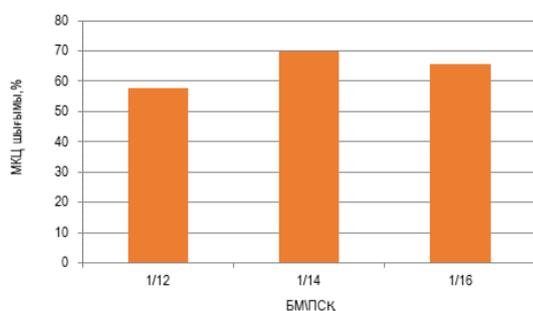
НӘТИЖЕЛЕР

Биомассаны алдымен артық заттардан тазалау мақсатында 99%-дық гексанмен шаю жұмыстары жа-
салды. Осы шаю процесі кезінде жоғалған масса мөл-
шері 3 суретте көрсетілген. Биомассаның бастапқы
массасы 20 г болды. Гексанмен шаю кезінде 2 сағат-
тан кейін күріш қауызының массасы 18 г болды.
Яғни, 2 г жоғалғанын көруге болады (Сурет 4).



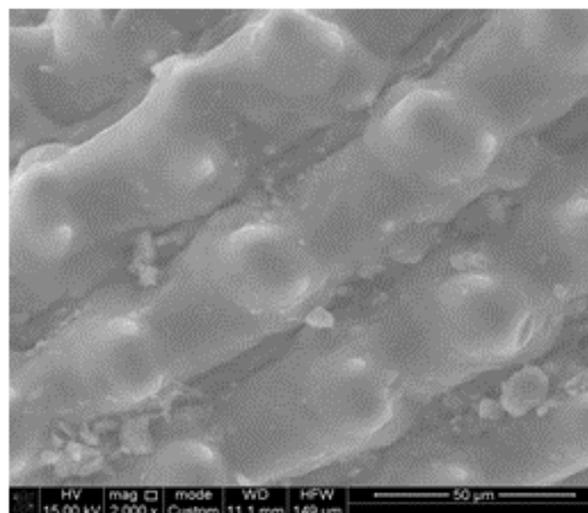
Сурет 4. Гексанмен шаю кезіндегі шикізат массаларының өзгерісі (бастапқы масса 20 г)

МКЦ шығымына (1) биомасса мен пероксисірке қышқылының (ПСК) қатынастарының әсері 4 суретте көрсетілген. 1/12, 1/14 және 1/16 қатынастары қарастырылды. Нәтижеден көргеніміздей, күріш қауызы үшін МКЦ шығымы 1/14 қатынаста жоғары мәнге (70%) ие болған байқаймыз.

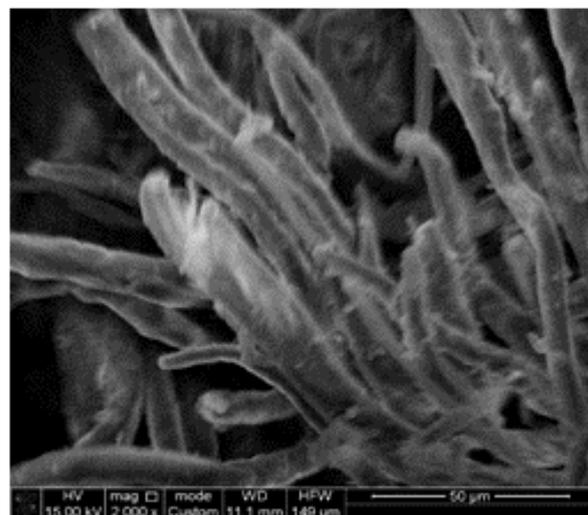


Сурет 5. МКЦ шығымына БМ/ПСК өңдеу қатынасының әсері

БМ алынған МКЦ өнімдерінің үлгілерінің беткі морфологиясы СЭМ арқылы зерттелді. 6-суретте бастапқы шикізат (а), күріш қауызынан (ә) алынған МКЦ-ның құрылымдық микросуреттері көрсетілген. БМ пероксисірке қышқылымен өңдеу барысында оңтайлы жағдайында алынған үлгілерде целлюлоза талшықтары түзілгенін байқауға болады. Талшық ені шамамен 7–10 мкм және ұзындығы бірнеше мкм болды. Пероксисірке қышқылымен өңдеу кезінде күріш қауызындағы төмпешікті құрылымның жойылып, реттелген талшықты құрылымға ауысқандығы байқалады.



а)

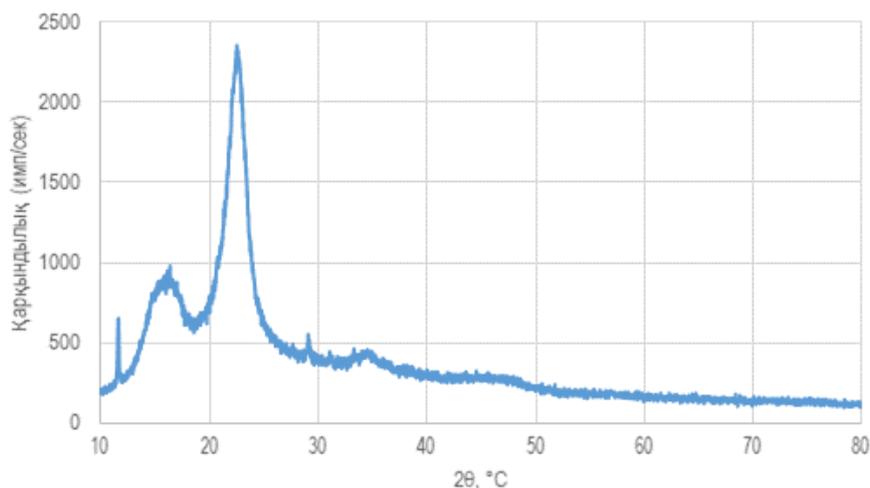


ә)

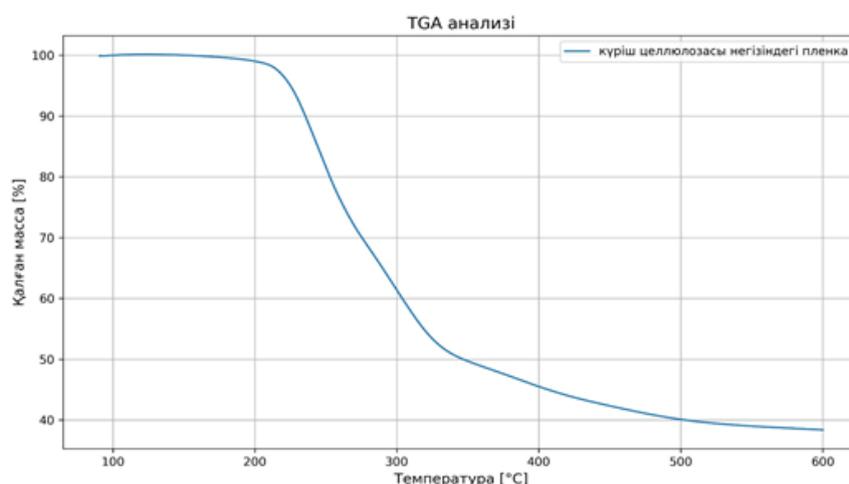
Сурет 6. Биомасса мен микрокристалды целлюлозаның құрылымдық микросуреттері: күріш қауызы (а), күріш қауызынан алынған МКЦ (ә)

МКЦ рентгендік дифракциялық үлгілерін талдау нәтижесінде (сурет 7) оның аморфты-кристалдық табиғаты анықталды. $2\theta = 16,1^\circ$ және $22,5^\circ$ бұрыштарындағы дифракциялық шындр целлюлозаның (110) және (200) кристалл жазықтықтарына сәйкес келіп, оның жоғары дәрежелі кристалдылығын көрсетеді.

МКЦ құрылымын сипаттау мақсатында молекулалық құрылымдағы реттелген аймақтардың ретсіз орналасқан аймақтарға қатынасы бағаланды. МКЦ-дағы шындрдың ені тар әрі қарқындылығы жоғары екені байқалды. Бұл аморфты компоненттер – гемицеллюлозалар мен лигниннің жойылуымен түсіндіріледі. Шындрдың ұзаруы мен тарылуы кристалдылықтың артқанын білдіреді, яғни МКЦ-дағы аморфты бөліктер азайып, кристалдық құрылымы жоғары материал алынған.



Сурет 7. Үлгінің рентгендік фаза талдауы



Сурет 8. Күріш целлюлозасы негізіндегі гель-пленканың термогравиметриялық талдауы

Күріш целлюлозасынан алынған гель-пленканың термиялық тұрақтылығы ТГА әдісі арқылы бағаланды (сурет 8). Термоанализ нәтижесінде екі негізгі масса жоғалту кезеңі анықталды. Бірінші ыдырау фазасы шамамен 180–300 °С аралығында басталып, массаның 56% жоғалуына әкеледі. Бұл кезең целлюлозаның дегидратациясы, термиялық ыдырауы және деполимеризациясымен байланысты. 500 °С дейін біртіндеп ыдырау жалғасады, әрі қарай айтарлықтай масса жоғалту байқалмайды. Бұл термогравиметриялық талдау пленканың салыстырмалы термиялық тұрақтылығын және құрылымдық біртектілігін дәлелдейді.

Әдебиет деректеріне сәйкес, таза микрокристалды целлюлозаның термогравиметриялық анализі әдетте екі сатылы масса жоғалту қисығын көрсетеді: 50–120 °С аралығында адсорбцияланған ылғалдың булануы (4–6%), 280–350 °С аралығында негізгі термиялық ыдырау жүреді, ал 600 °С жоғарыда масса тұрақтанып, қалдық мөлшері 5–8% құрайды [19]. Бұл мәндер тәжірибелік деректермен салыстыру үшін эталон ретінде қолданылды.

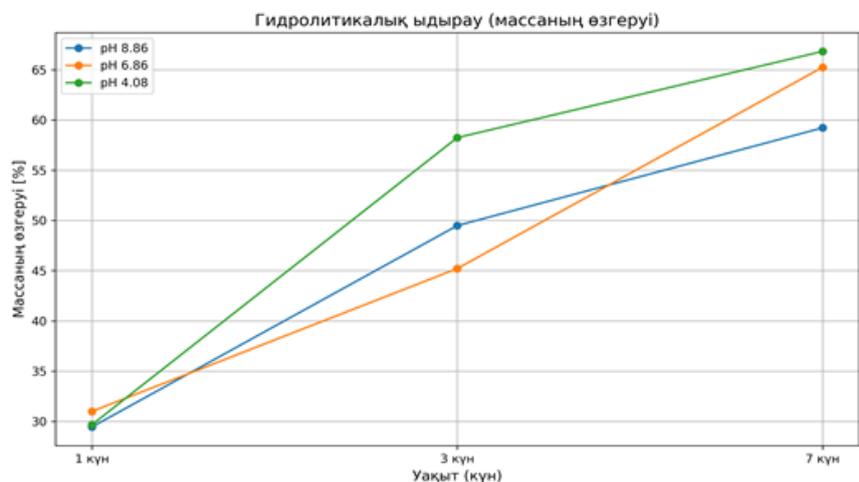
Күріш целлюлозасынан алынған гель-пленканың құрылымдық ерекшеліктері ИҚ- спектроскопия әдісімен зерттелді (сурет 9). Спектрде 3426, 3350 және 3347 см^{-1} толқын сандары аймағында О–Н созылу тербелістеріне сәйкес келетін жұтылу жолақтары байқалды, бұл целлюлозадағы гидроксил топтарының көп мөлшерде бар екенін көрсетеді. Спектрде 2894 см^{-1} – С–Н созылу, 1735 см^{-1} – карбонил (С=О) топтарына тән жұтылу, ол қалдық гемицеллюлоза немесе этерификация өнімдерінен туындауы мүмкін. 1605 см^{-1} – ароматты сақиналардағы С=С созылуы. Бұл ерекшеліктер күріш целлюлозасының бастапқы химиялық құрылымын сипаттайды және болашақ модификацияларды бағалауда эталон бола алады.

Әдебиет деректерінде таза микрокристалды целлюлозаның ИҚ спектрінде 3420–3450 см^{-1} (О–Н), 2890 см^{-1} (С–Н), 1640–1650 см^{-1} (адсорбцияланған судың иілуі), 1430 және 1370 см^{-1} (С–Н деформациясы), 1050–1030 см^{-1} (С–О–С) жолақтары тіркелген [20]. Бұл мәндер үлгінің функционалдық топтарын салыстыру үшін эталон ретінде алынды.

АУЫЛШАРУАШЫЛЫҚ ҚАЛДЫҚТАН МИКРОКРИСТАЛДЫ ЦЕЛЛЮЛОЗА АЛУ ЖӘНЕ ОНЫҢ НЕГІЗІНДЕ ГЕЛЬ-ПЛЕНКАЛАР ДАЙЫНДАУ



Сурет 9. Күріш целлюлозасы негізіндегі гель-пленканың Фурье түрлендірілген инфрақызыл спектрлері



Сурет 10. Әртүрлі pH мәндеріндегі гель-пленканың салмақ жоғалтуын салыстыру

Күріш целлюлозасынан алынған гель-пленканың гидролитикалық ыдырау қасиеттері әртүрлі pH мәндерінде зерттелді (сурет 10).

Нәтижелер көрсеткендей, ыдырау процесі pH мәніне тәуелді. Қышқыл ортада (pH 4,08) пленкалар ең жоғары масса жоғалуын көрсетті – 7 күн ішінде 66%-дан астам, бұл целлюлоза матрицасындағы сутектік байланыстардың үзілуі мен гидролитикалық ыдыраудың жылдамдағанын көрсетеді. Ал бейтарап (pH 6,86) және сілтілі (pH 8,86) орталарда ыдырау баяу жүріп, сәйкесінше 65% және 59% масса жоғалту байқалды. Бұл құбылыс целлюлоза негізіндегі пленкалардың қышқыл ортаға сезімтал екенін көрсетеді, себебі қышқыл ортада гидроксил топтарының протондануы нәтижесінде гидролиз белсендірек жүреді. Бұл мәліметтер күріш целлюлозасынан жасалған пленкалардың қоршаған орта тұрақтылығы мен бақыланатын биодеградация талап етілетін қолдану салалары үшін жарамдылығын бағалауға мүмкіндік береді.

ҚОРЫТЫНДЫ

Ауылшаруашылық қалдықтарынан микрокристалды целлюлоза алу – қалдықтарды тиімді кәдеге жарату мен экологиялық таза биоматериалдар өндірудің болашағы зор бағыты болып табылады. Бұл зерттеуде күріш қауызынан МКЦ алынып, оның негізінде пленкалар дайындау және алынған материалдарды жан-жақты зерттеу қарастырылған.

Зерттеу нәтижелеріне сәйкес, ҚҚ-дан алынған МКЦ шығымы 1/14 қатынаста 70% құрады. СЭМ арқылы алынған микрофотосуреттер МКЦ бөлшектерінің талшықты құрылымға ие екенін, ал орташа диаметрі 7–10 мкм аралығында екенін көрсетті.

РФА талдауы МКЦ үлгілерінің аморфты-кристалдық құрылымға ие екенін көрсетті, ал $2\theta = 22,8^\circ$ және $16,1^\circ$ бұрыштарында байқалған дифракциялық шыңдар кристалдылықтың жоғары деңгейін көрсетті.

ИҚ спектроскопиялық талдау МКЦ құрамында гидроксил, карбонил және эфирлік функционалдық топтардың бар екенін растады. ТГА нәтижесінде екі фазалық термиялық ыдырау байқалды, негізгі масса

жоғалту 220–450 °C аралығында жүрді. Бұл пленкаларының термиялық тұрақты екенін дәлелдейді.

Гель-пленканың гидролитикалық ыдырауы қышқыл ортада (рН 4,08) ең жылдам жүріп, 7 күн ішінде 66%-дан астам масса жоғалту тіркелді. Бұл материалдың рН-сезімталдығын көрсетеді.

Бұл зерттеу ауылшаруашылық қалдықтарын қайта өңдеу арқылы – микрокристалды целлюлоза алу мүмкіндігін дәлелдеп, оны биомедицинадағы пленкалар, экологиялық қаптамалар, сорбенттер және биокомпозиттер дайындауда пайдалануға негіз болады.

Алғыс

Жұмыс Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігі Ғылым комитетінің гранттық қаржыландыруымен жүргізілді.

ИРН АР19679937 – 2023–2025 жж.

ӘДЕБИЕТТЕР / REFERENCES

- Li S., Chen G. Agricultural waste-derived superabsorbent hydrogels: Preparation, performance, and socioeconomic impacts // *Journal of Cleaner Production*. – 2020. – Vol. 251. – Article 119669. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2019.119669>
- Cao G., Zhang X., Wang Y., et al. Estimation of emissions from field burning of crop straw in China // *Chinese Science Bulletin*. – 2008. – Vol. 53. – P. 784–790. <https://doi.org/10.1007/s11434-008-0145-4>
- Peck M.D. Epidemiology of burns throughout the world. Part I: Distribution and risk factors // *Burns*. – 2011. – Vol. 37, No. 7. – P. 1087–1100. <https://doi.org/10.1016/j.burns.2011.06.005>
- Lin N., Dufresne A. Nanocellulose in biomedicine: Current status and future prospect // *European Polymer Journal*. – 2014. – Vol. 59. – P. 302–325. <https://doi.org/10.1016/j.eurpolymj.2014.07.025>
- Jorfi M., Foster E.J. Recent advances in nanocellulose for biomedical applications // *Journal of Applied Polymer Science*. – 2014. – Vol. 132. – Article 41719. – <https://doi.org/10.1002/app.41719>
- Wang B., Sain M. Isolation of nanofibers from soybean source and their reinforcing capability on synthetic polymers // *Composites Science and Technology*. – 2007. – Vol. 67, Issues 11–12. – P. 2521–2527. – <https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2006.12.015>
- Morán J.I., Alvarez V.A., Cyras V.P., et al. Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers // *Cellulose*. – 2008. – Vol. 15. – P. 149–159. <https://doi.org/10.1007/s10570-007-9145-9>
- Fan G., Wang M., Liao C., et al. Isolation of cellulose from rice straw and its conversion into cellulose acetate catalyzed by phosphotungstic acid // *Carbohydrate Polymers*. – 2013. – Vol. 94, No. 1. – P. 71–76. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2013.01.073>
- Antony C.F.L., Sivakumar V., Gupta S. Innovative strategy for rice straw valorization into nanocellulose and nanohemicellulose and its application // *Industrial Crops and Products*. – 2022. – Vol. 179. – Article 114695. <https://doi.org/10.1016/j.indcrop.2022.114695>
- Chen Y., Wu Q., Huang B., et al. Isolation and characteristics of cellulose and nanocellulose from lotus leaf stalk agro-wastes // *BioResources*. – 2015. – Vol. 10, № 1. – P. 684–696.
- Andresen M., Stenstad P., Mørseth T., et al. Nonleaching antimicrobial films prepared from surface-modified microfibrillated cellulose // *Biomacromolecules*. – 2007. – Vol. 8, No. 7. – P. 2149–2155. <https://doi.org/10.1021/bm070304e>
- Barbash V., Poyda V., Deykun I. Peracetic acid pulp from annual plants // *Cellulose Chemistry and Technology*. – 2011. – Vol. 45, No. 9–10. – P. 613–618.
- Минакова А.Р. Получение целлюлозы окислительно-органосольвентным способом при переработке недревесного растительного сырья: дис. ... канд. техн. наук. – Архангельск, 2008. – 151 с. [Minakova A.R. Poluchenie tsellyulozy oksilitel'no-organosol'ventnym sposobom pri pererabotke nedrevesnogo rastitel'nogo syr'ya: dis. ... kand. tekhn. nauk. – Arkhangel'sk, 2008. – 151 p. (In Russ.)]
- Akatan K., Kabdrakhmanova S., Kuanyshbekov T., et al. Highly-efficient isolation of microcrystalline cellulose and nanocellulose from sunflower seed waste via environmentally benign method // *Cellulose*. – 2022. – Vol. 29. – P. 6503–6521. <https://doi.org/10.1007/s10570-022-04527-4>
- Дрикер Б.Н., Вураско А.В., Галимова А.Р. Получение и свойства окислительно-органосольвентной целлюлозы из недревесного растительного сырья // *Лесной вестник*. – 2008. – № 3. – С. 153–156. [Driker B.N., Vurasko A.V., Galimova A.R. Poluchenie i svoystva oksilitel'no-organosol'ventnoy tsellyulozy iz nedrevesnogo rastitel'nogo syr'ya // *Lesnoy vestnik*. – 2008. – No. 3. – P. 153–156. (In Russ.)]
- Gounden V., Singh M. Hydrogels and wound healing: current and future prospects // *Gels*. – 2024. – Vol. 10. – Article 43. <https://doi.org/10.3390/gels10010043>
- Chen C., Xi Y., Weng Y. Recent advances in cellulose-based hydrogels for tissue engineering applications // *Polymers*. – 2022. – Vol. 14. – Article 3335. <https://doi.org/10.3390/polym14163335>
- Deng Y., Yang N., Okoro O.V., et al. Alginate-based composite and its biomedical applications // *Properties and Applications of Alginates* // ed. by Rehm B.H.A. – IntechOpen, 2021. <https://doi.org/10.5772/intechopen.99494>
- Klemm D., Kramer F., Moritz S., Lindström T., Ankerfors M., Gray D., Dorris A. Nanocelluloses: A new family of nature-based materials // *Angewandte Chemie International Edition*. – 2011. – Vol. 50. – P. 5438–5466. <https://doi.org/10.1002/anie.201001273>
- French A.D. Idealized powder diffraction patterns for cellulose polymorphs // *Cellulose*. – 2014. – Vol. 21. – P. 885–896. <https://doi.org/10.1007/s10570-013-0030-4>

ПОЛУЧЕНИЕ МИКРОКРИСТАЛЛИЧЕСКОЙ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ ИЗ СЕЛЬСКОХОЗЯЙСТВЕННЫХ
ОТХОДОВ И РАЗРАБОТКА ГЕЛЬ-ПЛЁНОК НА ЕЁ ОСНОВЕ

М. К. Шамшиденов¹, Е.А. Алтынов¹, Б. У. Рахимова²,
К. Бексейтова^{1,3}, А. Сейтхан¹, К. К. Кудайбергенов^{1*}

¹ *Казахский национальный исследовательский технический университет им. К.И. Сатпаева, Алматы, Казахстан*

² *Казахский государственный женский педагогический университет, Алматы, Казахстан*

³ *Казахский национальный университет им. аль-Фараби, Алматы, Казахстан*

* E-mail для контактов: k.kudaibergenov@satbayev.university

В настоящей работе рассматривается процесс получения микрокристаллической целлюлозы путём удаления лигнина из биомассы и изучение её свойств. В качестве биомассы использовалась рисовая шелуха, являющаяся сельскохозяйственными отходами. Было установлено влияние соотношения биомассы и пероксиуксусной кислоты на выход микрокристаллической целлюлозы. Выход микрокристаллической целлюлозы из рисовой шелухи при соотношении 1/14 составил 70%. Кроме того, были получены гель-плёнки на основе рисовой МКЦ и альгината натрия, и исследованы их гидролитические свойства. В кислой среде (рН 4.08) за 7 дней зафиксировано снижение массы плёнки на 66%, что подтверждает её чувствительность к рН и биоразлагаемость.

Изучены морфологическая поверхность, средний размер частиц и структура образцов. Морфология поверхности образцов была исследована с помощью сканирующего электронного микроскопа, и установлено, что средний размер частиц составляет 7-10 мкм. РФА подтвердил аморфно-кристаллическую природу материала.

ИК спектроскопия Фурье-преобразования подтвердила наличие гидроксильных, карбонильных и эфирных групп. Результаты термогравиметрического анализа (ТГА) показали термическую стабильность полученных гель-плёнок.

Разработанный способ получения микрокристаллической целлюлозы из биомассы не требует многостадийной обработки по сравнению с традиционными методами и безопасен для окружающей среды. Показано, что можно получить качественную микрокристаллической целлюлозы в одну стадию без использования реагентов, содержащих серу и хлор, высокого давления и больших затрат воды.

Интерес к микрокристаллической целлюлозе обусловлен её уникальными свойствами, такими как лёгкость, нетоксичность, биосовместимость и биологическая разлагаемость. В настоящее время она пользуется большим спросом в производстве аэрогелей, гелей, биокомпозитов, биологически разлагаемых материалов и плёнок.

Ключевые слова: микрокристаллическая целлюлоза, сельскохозяйственные отходы, пероксиуксусная кислота, биомасса, рисовая шелуха, гель-плёнка.

PRODUCTION OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM AGRICULTURAL WASTE
AND PREPARATION OF GEL FILMS BASED ON IT

M. K. Shamshidenov¹, Ye. A. Altynov¹, B. U. Rakhimova²,
K. Bexeitova^{1,3}, A. Seithan¹, K. K. Kudaibergenov^{1*}

¹ *Kazakh National Research Technical University named after K. I. Satpaev, Almaty, Kazakhstan*

² *Kazakh National Women's Teacher Training University, Almaty, Kazakhstan*

³ *Kazakh National University named after Al-Farabi, Almaty, Kazakhstan*

* E-mail for contacts: k.kudaibergenov@satbayev.university

This paper discusses the process of obtaining microcrystalline cellulose by removing lignin from biomass and studying its properties. Rice husks, which are agricultural waste, were used as biomass. The effect of the ratio of biomass to peroxyacetic acid on the yield of microcrystalline cellulose was determined. The yield of microcrystalline cellulose from rice husks at a ratio of 1/14 was 70%. Additionally, gel films based on rice MCC and sodium alginate were prepared, and their hydrolytic degradation properties were studied. In an acidic medium (pH 4.08), the gel film showed a 66% mass loss within 7 days, indicating pH sensitivity and biodegradability.

The morphological surface, average particle size, and structure of the samples were studied. The surface morphology of the samples was examined using a scanning electron microscope, and it was found that the average particle size was 7–10 µm. X-ray diffraction (XRD) analysis confirmed the amorphous–crystalline nature of the material. Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) confirmed the presence of hydroxyl, carbonyl, and ether functional groups. Thermogravimetric analysis (TGA) demonstrated the thermal stability of the gel films.

**АУЫЛШАРУАШЫЛЫҚ ҚАЛДЫҚТАН МИКРОКРИСТАЛДЫ ЦЕЛЛЮЛОЗА АЛУ
ЖӘНЕ ОНЫҢ НЕГІЗІНДЕ ГЕЛЬ-ПЛЕНКАЛАР ДАЙЫНДАУ**

The developed method for producing microcrystalline cellulose from biomass requires fewer processing stages compared to traditional methods and is environmentally safe. It was shown that high-quality microcrystalline cellulose can be obtained in one stage without the use of reagents containing sulfur and chlorine, high pressure, or large amounts of water. The interest in microcrystalline cellulose is due to its unique properties, such as lightness, non-toxicity, biocompatibility, and biodegradability. Currently, it is in high demand in the production of aerogels, gels, biocomposites, biodegradable materials, and films.

Keywords: *microcrystalline cellulose, agricultural waste, peroxyacetic acid, biomass, rice husks, gel film.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-103-112>
УДК 621.039

АНАЛИЗ ТЕХНОЛОГИЙ ОБРАЩЕНИЯ С РАО И ОЯТ В КОНТЕКСТЕ РАЗВИТИЯ АТОМНОЙ ЭНЕРГЕТИКИ

М. К. Сейсенбаева*, В. А. Поспелов, Д. И. Абулгазинова, Ю. Ю. Бакланова

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

** E-mail для контактов: seysenbaeva@nnc.kz*

В статье проводится анализ проблемы обращения с радиоактивными отходами и отработавшим ядерным топливом в контексте строительства АЭС в Казахстане. Она подчеркивает отсутствие комплексной стратегии обращения с отходами в стране, несмотря на международные соглашения. В работе рассматриваются методы обращения с радиоактивными отходами и отработавшим ядерным топливом на действующих АЭС, включая очистку выбросов, переработку отходов и условия безопасного хранения топлива. Анализируются традиционные и инновационные технологии, такие как переработка отработавшего ядерного топлива и различные варианты его хранения.

Ключевые слова: радиоактивные отходы, отработавшее ядерное топливо, переработка, захоронение, геологические формации, атомная электростанция.

ВВЕДЕНИЕ

Промышленная деятельность, особенно в сфере ядерной энергетики, сопровождается образованием радиоактивных отходов (РАО) и отработавшего ядерного топлива (ОЯТ). Их безопасное обращение требует применения специализированных технологий. Накопление ОЯТ в странах с развитой ядерной промышленностью достигло значительных объемов, с ежегодным приростом около 7 тыс. тонн тяжелых металлов (тТМ), и общим объемом, превышающим 300 тыс. тонн [1]. Это создает неотложную потребность в разработке и реализации стратегий для долгосрочного безопасного хранения ОЯТ, включая строительство глубоких геологических хранилищ. Примером активных усилий в этом направлении является деятельность ряда стран: Франции, Испании, Швейцарии, Германии, Великобритании, Украины и Японии, которые проводят исследования и выполняют проектирование пунктов геологического захоронения РАО и ОЯТ.

Планируемое строительство атомной электростанции (АЭС) в Республике Казахстан (РК), делает вопрос обращения с РАО и ОЯТ особо актуальным. Несмотря на наличие нормативно-правовой базы [2–6] и участие в международных соглашениях [7–8], Казахстан пока не располагает ни инфраструктурой по переработке ОЯТ, ни пунктами окончательной изоляции отходов. Накопленные отходы, включая ОЯТ реактора БН-350, в настоящее время хранятся в долговременном режиме без принятого решения о конечной утилизации.

Целью настоящей работы является анализ возможных вариантов обращения с РАО и ОЯТ в Республике Казахстан с учётом международного опыта, технических и экономических возможностей, а также общественного восприятия, что обусловлено приоритетной задачей разработки комплексной стратегии

безопасного управления радиоактивными отходами в условиях развития ядерной энергетики.

АНАЛИЗ МЕТОДОВ ОБРАЩЕНИЯ С РАО

Основной задачей при обращении с РАО и ОЯТ, образующимися в результате эксплуатации АЭС, является исключение негативного воздействия на человека и возможности загрязнения окружающей среды радионуклидами, входящими в состав отходов, на весь период их потенциальной опасности. В связи с этим ОЯТ и РАО с момента их образования на АЭС претерпевают целый ряд процедур обращения. Основные стадии процесса обращения с РАО (рисунок 1), начиная с момента их образования и до захоронения представлены МАГАТЭ в серии учебных курсов [9–12].

Методы обращения с газообразными радиоактивными отходами (ГРО). Для минимизации локального радиоактивного загрязнения атмосферы на АЭС применяется метод рассеивания выбросов с помощью высоких труб. Этот процесс основан на разбавлении радиоактивных веществ атмосферным воздухом. Рассеивание достигается за счет первоначального разбавления кинетической энергией выброса и турбулентной диффузии, которая зависит от вертикальных потоков воздуха и внешних факторов, таких как ветер и температура. Для предотвращения «обратной тяги» необходимо, чтобы скорость выброса превышала критическое значение, зависящее от скорости ветра. Характер движения газов определяется температурными изменениями в слое воздуха, которые влияют на рассеивание. Максимальные концентрации загрязнений наблюдаются на расстоянии от 10 до 30 высот трубы по направлению ветра. Для защиты населения вокруг АЭС создаются санитарно-защитные зоны радиусом от 3 до 7 км, размеры которых определяются на основе метеорологических исследований и расчетов [10].

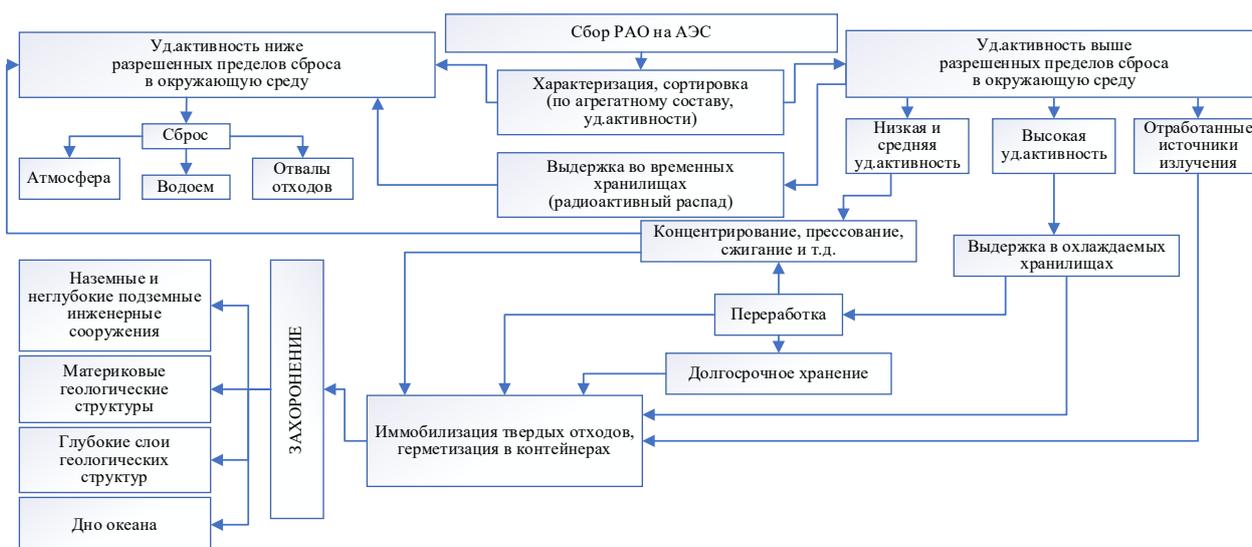


Рисунок 1. Обращение с РАО

Очистка вентиляционного воздуха на АЭС от аэрозолей обычно осуществляется методами осаждения или фильтрации. Наиболее распространенные методы осаждения частиц из газового потока включают:

– *Гравитационное осаждение*: происходит в пылеуловителях, представляющих собой камеры большого объема, где частицы оседают под действием силы тяжести (рисунок 2).

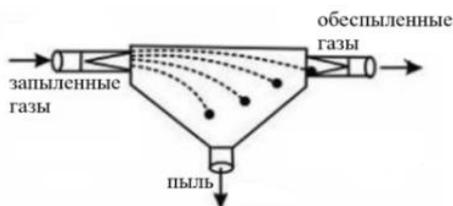


Рисунок 2. Гравитационное осаждение

– *Центробежное (рисунок 3а) и инерционное (рисунок 3б) отделение*: использует инерционные силы, возникающие при изменении направления потока воздуха или его спиральном движении в циклонах.

– *Промывка и влажная очистка*: включает различные способы контакта пыли с промывающей жидкостью, такие как впрыскивание, контакт с жидкостными поверхностями и барботаж.

– *Электростатическое осаждение*: основано на придании частицам пыли электрического заряда и их последующем сборе на заземленных пластинах.

– *Локализация и выдержка в газольдерах*: применяется для удаления короткоживущих радионуклидов, таких как аргон, криптон, ксенон, йод, кислород и азот.

– *Адсорбция радиоактивных изотопов йода*: использует различные твердые вещества, такие как активированный уголь, молекулярные сита и силикагель, для улавливания йода из газовых потоков.

– *Адсорбционный метод очистки от радиоактивных газов*: применяется для очистки отходящих газов АЭС с водо-водяными реакторами, в частности, для удаления криптона и ксенона (рисунок 4).

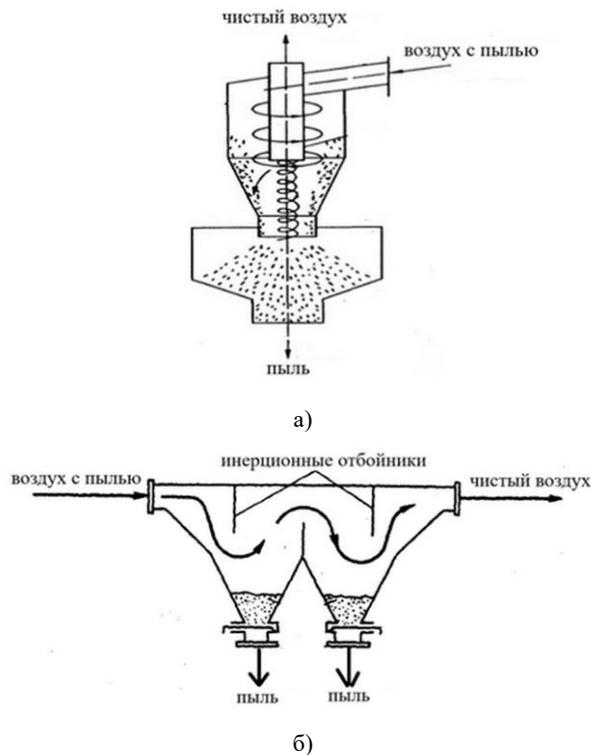
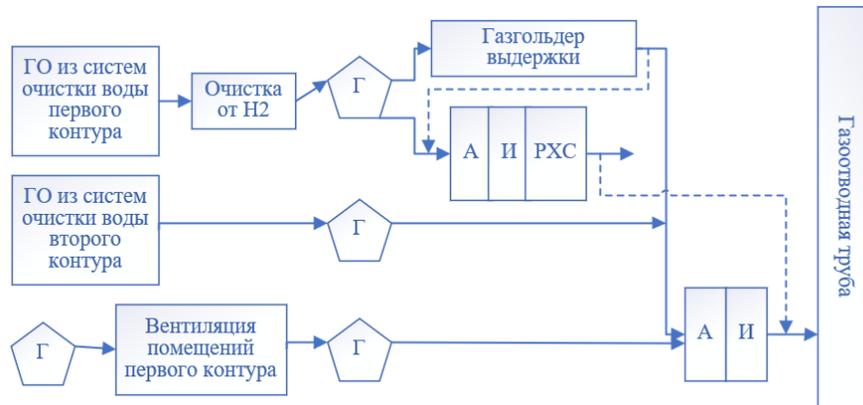


Рисунок 3. Сухое центробежное (а) и инерционное (б) осаждение



Г – фильтр грубой очистки; А (И) – аэрозольный (йодный) фильтр; РХС – радиохроматографическая система очистки газов

Рисунок 4. Схема обработки и удаления газообразных продуктов на АЭС с водо-водяным реактором

Примеры систем очистки на АЭС:

– На финской АЭС «Ловица» используется циркуляционный газовый контур с платиновым катализатором для дожигания радиолитического водорода и система газоочистки с тремя параллельными нитками.

– На Нововоронежской и Кольской АЭС применяются адсорберы большого объема для очистки от инертных газов.

Эти методы и системы обеспечивают эффективное снижение радиоактивного загрязнения воздуха на АЭС, поддерживая безопасность окружающей среды и населения.

Методы обращения с твердыми радиоактивными отходами (ТРО)

Основные методы обработки ТРО (сжигание, прессование, переплавка) существенно уменьшают объем отходов, которые затем заключаются в матрицы для безопасного хранения, транспортировки и захоронения. Сжигание наиболее эффективно для горючих ТРО, уменьшая их объем в 50-100 раз за счет высокотемпературного разрушения и окисления с последующей очисткой выбросов.

Ключевые аспекты сжигания:

– Коэффициент избытка воздуха (α): Определяет режим сжигания. При $\alpha > 1$ происходит полное сжигание, при $\alpha < 1$ – пиролиз (разложение без кислорода)

$$\alpha = M_{\text{возд.}} / M_{\text{стех.возд.}}$$

где $M_{\text{возд.}}$ – масса поставляемого воздуха в зону горения, $M_{\text{стех.возд.}}$ – расчетная стехиометрическая масса воздуха для полного окисления горючих компонентов отходов);

– Эффективность сжигания (E_C): Оценивается по содержанию углекислого газа (CO_2) и угарного газа (CO) в отходящих газах. Идеальное сжигание – полное отсутствие CO .

$$E_C = \frac{[CO_2] - [CO]}{[CO_2]} \cdot 100\%$$

– Ограничения по активности: Существуют ограничения на удельную активность отходов для сжигания (рекомендовано МАГАТЭ: до $3,7 \cdot 10^5$ Бк/кг по α -нуклидам и до $3,7 \cdot 10^6$ Бк/кг по β -излучающим нуклидам). Превышение этих значений усложняет газоочистку и делает процесс экономически невыгодным [9].

В настоящее время наиболее распространены камерные колосниковые (для сжигания на решетках) и вертикальные шахтные (для частично несортированных отходов с плазменной плавкой золы) печи. Термический метод плавления уменьшает объем ТРО и очищает металл от радиоактивных загрязнений, переводя их в шлак для возможного повторного использования металла.

Прессование ТРО является одним из наиболее продуктивных методов уменьшения объема отходов, позволяющий сократить расходы на транспортировку и затраты на строительство и эксплуатацию хранилищ РАО. Прессы низкого давления используются для сжатия мягких материалов (бумага, пластик). Суперпрессование, при давлении 10 МН или выше – сжимает более твердые материалы, включая металл и бетон. Для прессования обычно используют вертикальные и горизонтальные прессы. Широкое распространение получило прессование ТРО в кипы с постоянной площадью сечения и толщиной, определяемой количеством отходов. Такие установки используются в Нидерландах и Великобритании. В национальной лаборатории Айдахо и на заводе в Роки-Флетс ТРО прессуют в тюки. Наиболее распространено прессование ТРО, проводимое внутри стандартизованных бочек, как, например, в Сакле, Франция, и в Маундской лаборатории, США.

Однако, текущие тенденции в обращении с ТРО направлены на создание комплексных систем, интегрированных непосредственно в инфраструктуру АЭС. Современные комплексы по переработке ТРО, такие как на Ленинградской и Ново-Воронежской АЭС-2, включают в себя:

– Сортировку и разделение отходов.

- Сжигание горючих отходов.
- Прессование негорючих отходов.
- Иммобилизацию (заклучение в матрицу) обработанных отходов.

– Временное хранение.

Эти комплексы обеспечивают эффективное и безопасное обращение с ТРО, минимизируя их воздействие на окружающую среду [9, 11].

Методы обращения с жидкими радиоактивными отходами (ЖРО)

Два принципа обращения с ЖРО на АЭС: максимальный возврат очищенной воды и концентрирование радиоактивности для уменьшения объема, превосходящего объем ТРО.

Для очистки ЖРО используются различные методы: термические, сорбционные, мембранные (фильтрация, обратный осмос), ионный обмен, электролиз, упаривание. Из-за сложности эффективной очистки одним методом, они применяются комплексно, образуя последовательную систему [9, 13, 14].

На АЭС предусмотрена специальная канализация (СК) для сбора и транспортировки ЖРО на переработку или хранение, исключая их попадание во внешнюю среду. СК включает в себя, во-первых, баки-накопители и изолированные от всех других систем трубопроводы для транспортировки радиоактивных стоков в эти баки, и, во-вторых, оборудование и трубопроводы для передачи собранных ЖРО из баков-накопителей к системам спецводоочистки (СВО) или в хранилища жидких отходов. СВО делятся на:

- технологические (очистка теплоносителя реактора, бассейнов),
- для обработки ЖРО (трапные, обмывочные воды, воды спецрабочных).

Для дезактивации ЖРО применяются методы: осаждение, дистилляция, фильтрация (ионообменные смолы), мембранные технологии. Мембранная очистка включает традиционную (тупиковую) и перекрестно-поточную фильтрацию.

Ионоселективная очистка является альтернативным методом цементирования и битумирования кубовых остатков, являющихся продуктом выпарки различных ЖРО, образующихся на АЭС (рисунок 5).

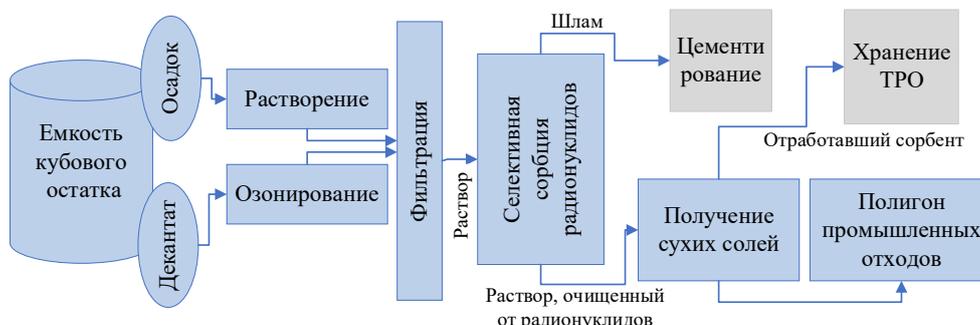


Рисунок 5. Принципиальная схема технологии ионоселективной очистки кубовых остатков

Хранение ЖРО требует строгого контроля герметичности, водно-химического режима и вентиляции. Конструкция хранилищ исключает утечки в грунт и подземные воды, предусматривая системы контроля и дублирования. В связи с трудностями хранения ЖРО, их максимально переводят в ТРО следующими методами:

– глубокое упаривание (за счет интенсивной сушки получаемые ТРО пористы, гигроскопичны и легко растворяются под действием воды, поэтому их надо хранить в герметичных контейнерах);

– цементирование (жидкие солевые концентраты перемешиваются с цементом в аппаратах типа бетономешалок в течение 15–30 минут, а затем смесь выгружают в формы или металлическую тару). Требования к отвержденным отходам достаточно высоки. Основные показатели качества матричных материалов с включенными в них РАО установлены в [6];

– битумирование (ЖРО в разогретом состоянии при температуре 120–150 °С равномерно смешиваются с битумом. В результате образуются твердые, влагостойкие блоки, содержащие радиоактивные соли до 50% общей массы);

– остекловывание (для высокоактивных отходов). Отходы поступают в установку, где нагреваются, обезвоживаются и превращаются в порошок. Этот порошок на следующем шаге обработки смешивается со стеклообразующими добавками (фосфорной кислотой или боросиликатным флюсом). Затем смесь сплавляется и сиропообразный продукт выливается в контейнер из нержавеющей стали. После охлаждения и затвердевания остеклованных отходов контейнер с этой массой закрывается и дезактивируется снаружи;

– сжигание (органические ЖРО сжигаются в специальных установках с очисткой образующихся газов от радиоактивных и других вредных веществ. Горючие ЖРО (масла), распыляемые через форсунку, сжигают в камерной колосниковой печи с избытком воздуха при температуре 850–950 °С. Затем газы охлаждают до температуры 350–400 °С и подвергают очистке от радиоактивных аэрозолей, кислых газов, высокотоксичных веществ. Зольный остаток, летучая зола и сухие соли, уловленные аппаратами газоочистки, цементируются).

Анализ методов обращения с ОЯТ

ОЯТ представляет собой материал, содержащий высокую концентрацию радиоактивных изотопов, что требует применения специализированных технологий обращения. Основные этапы обращения с ОЯТ приведены на рисунке 6 [15].

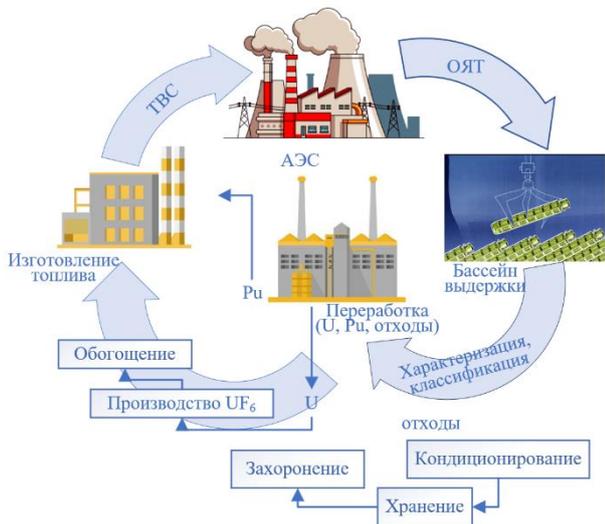


Рисунок 6. Обращение с ОЯТ

Особенности обращения с ОЯТ заключаются в высоком уровне радиоактивности и тепловыделения, что требует обеспечения долгосрочной безопасности на протяжении тысяч лет. Сложность и высокая стоимость технологий обращения, а также международный контроль, обусловленный возможностью использования ОЯТ для создания ядерного оружия, делают этот процесс особенно ответственным.

Сегодня существует два основных варианта обращения с ОЯТ, каждый из которых имеет свои преимущества и недостатки:

- переработка и регенерация с выделением урана и плутония для использования в составе свежего топлива;
- «прямое» захоронение после промежуточного хранения в течение нескольких десятилетий.

Ряд стран (например, Франция, Индия, Япония и Россия) выбрали вариант переработки и регенерации, другие (например, Финляндия, Швеция и, до не давнего времени США) решили рассматривать ОЯТ в качестве отходов и выбрали вариант «прямого» захоронения. Большинство стран, однако, еще не определились и продолжают хранить ОЯТ до выбора окончательного варианта. В таблице 1 приведены основные перерабатывающие предприятия с указанием мощности переработки и типа перерабатываемого ОЯТ [16].

Следует отметить, что более 95% перерабатываемого топлива в мире относится к ОЯТ легководных реакторов (ЛВР) и газографитных реакторов (ГТР) с остаточным обогащением по ²³⁵U не превышающим 1%. Остальная доля ОЯТ нарабатывается на таких

установках как: реактор большой мощности канальный (РБМК), тяжеловодный (ТВР), реактор на быстрых нейтронах (БН).

Таблица 1. Основные перерабатывающие мощности ОЯТ

Тип реактора	Страна	Установка по переработке	Мощность, тонн т.м./год	Примечание	
ЛВР	Великобритания	Thorp	600	прекратил работу в 2018 г.	
ГТР		Magnox	1500	прекратил работу в 2022 г.	
ТВР	Индия	Plutonium Plant	-	выведен из эксплуатации	
ТВР		PREFRE-I	100	выведен из эксплуатации	
ТВР		PREFRE-II	100		
ТВР		KARP	100		
ТВР		KARP-II	100		
ТВР		INRP	600	на стадии строительства	
ЛВР	Китай	Jiuquan	50		
ЛВР		Jinta	200/4×200	ожидается ввод в эксплуатацию в 2025 г. 1-ой очереди мощностью 200 тТМ с возможным расширением до 800 тТМ	
ЛВР	Франция	UP-1	600	прекратил работу в 1997 г.	
ЛВР		UP2-400	400	выведен из эксплуатации	
ЛВР		UP-2	800		
ЛВР		UP-3	800		
ЛВР		Токаймура	90		
ЛВР	Япония	Роккашо	800	ожидается ввод в эксплуатацию в 2025 г.	
ЛВР, РБМК, БН		РТ-1	400		
ЛВР	Россия	РТ-2	Опытно-демонстрационный центр (ОДЦ), 1-ый пусковой комплекс	5	
ЛВР			ОДЦ, 2-ой пусковой комплекс	250	ожидается ввод в эксплуатацию в 2025 г.

Опыт промышленной переработки ОЯТ реакторов БН имеется только у Российской Федерации (на регулярной основе осуществляется переработка ОЯТ БН-600, ранее – БН-350) и Франции – ОЯТ реактора Феникс, остановленного в 2010 году.

Независимо от выбранной стратегии, обращение с ОЯТ всегда будет начинаться с выдержки в приреакторных бассейнах в течение как минимум 9–12 месяцев после извлечения из активной зоны, и в большинстве случаев, включать в себя хранение от нескольких лет до нескольких десятков лет до вывоза с площадки АЭС.

«Мокрые» хранилища относятся к обоим типам хранилищ: приреакторным и внереакторным хранилищам. К основным технологическим операциям в «мокром» внереакторном хранилище относятся:

- получение контейнеров, выгрузка и размещение ОЯТ;
- хранение ОЯТ под водой (бассейн);
- эксплуатационные действия (радиационный мониторинг, охлаждение и очистка воды, обращение с твердыми РАО, вентиляция, энергообеспечение).

ОЯТ поступает в хранилище в транспортировочных контейнерах, которые могут содержать как отдельные тепловыделяющие сборки (ТВС), так и многоэлементные системы ТВС. Для выгрузки используются «мокрая» и «сухая» технологии. Бассейн-хранилище представляет собой укрепленную бетонную конструкцию, обычно расположенную на уровне поверхности грунта. Большинство бассейнов имеют внутреннее покрытие из нержавеющей стали или эпоксидной резины. Топливо в них хранится либо на дне бассейна (в чехлах или стеллажах), или подвешено на металлическом перекрытии. Вода в бассейне подвергается постоянному контролю и очистке. Для изоляции топлива применяются чехлы или контейнеры. При плотном заполнении хранилища используются нейтронные поглотители. Время хранения топлива в бассейне зависит от особенностей бассейна и требований к системе обращения, составляя около 40 лет для топлива в циркониевых оболочках [17].

В отличие от «мокрого» хранения, хранить ОЯТ «сухим» способом безопаснее и дешевле. Существуют различные типы сухого хранения:

- *Вертикальные ячейки*: невентилируемые (с 1977 г. – простые, но менее эффективные), вентилируемые (с 1993 г. – контейнеры с ОЯТ в бетонных ячейках с естественной вентиляцией).
- *Металлические контейнеры* (с 1986 г.): герметичные модули, обеспечивающие радиационную защиту и теплоотвод. Используются для хранения и транспортировки. Размещаются вертикально или горизонтально.
- *Железобетонные контейнеры* (с 1996 г.): массивные контейнеры с бетонным заполнением, обеспечивающие радиационную защиту и теплоотвод. Используются для хранения и транспортировки.
- *Вертикальные шахтные хранилища* (с начала 1980-х годов): ОЯТ размещается в шахтах, заглубленных в землю. Грунт обеспечивает радиационную защиту и теплоотвод.

– *Горизонтальные ячейки* (с начала 1990-х годов): ОЯТ упаковывается в герметичные чехлы и пены, затем размещается в бетонных модулях на поверхности. Бетон обеспечивает радиационную защиту, а естественная конвекция воздуха — пассивный теплоотвод.

Глобальное распределение технологий «сухого» хранения ОЯТ показана на рисунке 7. В настоящее время наибольшее распространение получили технологии хранения ОЯТ в вертикальных хранилищах, а также в железобетонных контейнерах, пригодных не только для хранения, но и для транспортировки ОЯТ [1].



Рисунок 7. Технологии «сухого» хранения

Параллельно совершенствованию технологий хранения ОЯТ развивается и его переработка для уменьшения объема РАО, снижения долгосрочной опасности (преобразование радионуклидов) и извлечения ценных урана и плутония для повторного использования.

В мире существует две крупных перерабатывающих установки, каждая мощностью 800 тГМ ОЯТ, которые находятся на заводе Ла Аг во Франции. Еще одна аналогичная установка находится на этапе пуска в Роккашо (Япония); меньшие мощности есть в Китае, Индии, Японии, и России. Извлеченные уран и плутоний используются в МОКС-топливе (особенно во Франции – около 15% электроэнергии). США планируют строительство промышленного завода по переработке (компания «Окло»). Россия модернизирует комплексы РТ-1 и ОДЦ на производственном объединении «Маяк» [1].

Методы переработки облученного топлива можно классифицировать как водные (висмут-фосфатный, в основе которого лежит окислительно-восстановительный процесс ацетатного осаждения уранил-триацетата урана, экстракция аминами, аква-фтор-процесс и др.) и неводные (возгонка фторидов, плавление с селективным окислением, электролиз в солевых расплавах). В промышленном масштабе реализована только гидрометаллургическая технология переработки ОЯТ тепловых реакторов – так называемый Пьюрекс-процесс (рисунок 8), в основе которого лежит жидкостная экстракция с использованием экстрагента – раствора трибутилфосфата (ТБФ).

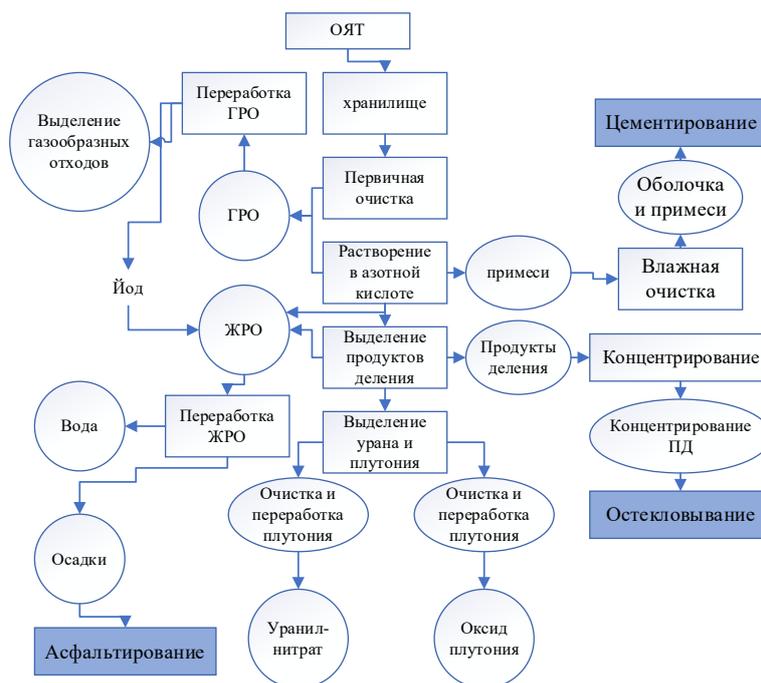


Рисунок 8. Схема Пьюрекс-процесса

Основные стадии Пьюрекс-метода: разборка отработанных тепловыделяющих сборок и резка тепловыделяющих элементов (в основном механическим методом); предварительное окисление ОЯТ (волоксидация, переход UO_2 в U_3O_8); растворение оксидного ОЯТ в азотной кислоте; экстракционная переработка (циклы «экстракция – реэкстракция»).

После растворения тепловыделяющих элементов в азотной кислоте образуется жидкость, содержащая U^{VI} , Pu^{IV} , продукты деления, которую затем экстрагируют смесью ТБФ в керосине (рисунок 9). При этом $U(VI)$, $Pu(IV)$, и частично продукты деления переходят в органическую фазу, а основная часть продуктов деления остается в водной фазе. Затем плутоний восстанавливают гидразином (NH_2OH) до Pu^{3+} , а уран – до U^{4+} . Вновь проводят экстракцию ТБФ в керосине. Уран и четырехвалентные продукты деления переходят в органическую фазу, трехвалентный плутоний экстрагируется плохо и остается в водном растворе. U^{4+} реэкстрагируют водой. Дальнейшая очистка плутония и урана проводится экстракцией ТБФ и реэкстракцией водой и, наконец, хроматографически.

Заключительным этапом обращения с ОЯТ и РАО является его захоронение. В настоящее время в мировой практике в основном рассматривается концепция захоронения в глубоких геологических формациях в пунктах захоронения (ПЗРО) с применением многочисленных взаимодополняющих инженерных барьеров [19]. В зависимости от конструкции ПЗРО делятся на два типа – шахтные и скважинные. Как правило, в шахтных хранилищах отходы размещают на глубине от 500 до 1000 м. В скважинных хранилищах интервал глубин для размещения РАО составляет 2000–4000 м.

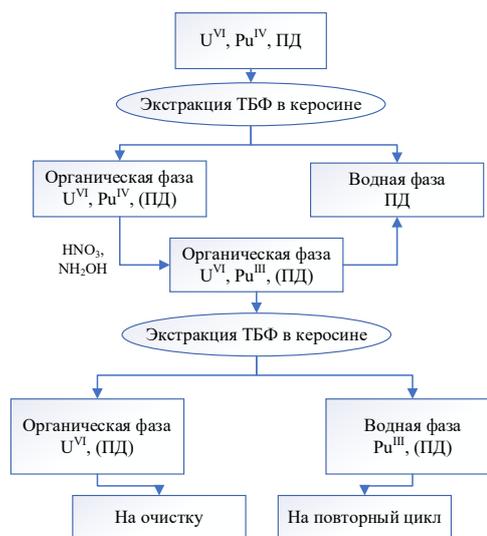


Рисунок 9. Упрощенная схема Пьюрекс-процесса

Надежная защита окружающей среды от отрицательного воздействия ОЯТ обеспечивается системой искусственных и естественных барьеров. Под искусственными (инженерными) барьерами понимают: 1) иммобилизирующую матрицу, в которую заключено радиоактивное вещество; 2) металлический контейнер и 3) искусственное заполнение пространства между контейнерами и геологической (поверхностной или подземной) средой. Для материала матрицы используют цемент, битумы, фосфатные и боросиликатные стекла. Заполнитель между контейнером и хранилищем выполняет многоцелевые задачи: снижает тепловое воздействие, затрудняет доступ воды

и водообмен, буферизует химический состав, перераспределяет напряжения и, главное, сорбирует щелочные радионуклиды, обеспечивая их удержание при коррозии. Для урана и трансурановых элементов хорошим поглотителем является бентонитовая глина и горные породы, содержащие в повышенных количествах углистые вещества.

Последним и главным барьером, обеспечивающим экологическую безопасность подземных (и приповерхностных) хранилищ для РАО, служит толща горных пород, отделяющих их от биосферы (геологический барьер).

Проекты создания хранилищ в глубоких геологических формациях в разных странах находятся на различных стадиях реализации – от выбора площадки для строительства до рассмотрения заявки на сооружение и эксплуатации установки регулирующим органом.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В аналитическом обзоре сформированы данные по возможным вариантам обращения с РАО и ОЯТ для кандидатных ядерных реакторов АЭС Республики Казахстан. Методы обращения с ОЯТ и РАО были изучены применительно к водо-водяным энергетическим реакторам поколения III и III+.

В случае наиболее распространенного на сегодняшний день открытого ядерного цикла ОЯТ не перерабатывается и после промежуточной выдержки в пристанционных бассейнах направляется на «сухое» хранение в специальные хранилища или хранилища, расположенные при АЭС, которое может длиться десятилетиями. После длительного хранения ОЯТ предполагается направлять на окончательное захоронение. Данный подход осуществляется в настоящее время в Республике Казахстан в отношении ОЯТ реакторной установки БН-350, которое после выдержки в пристанционном бассейне было упаковано в ТУК и размещено на открытой площадке длительного хранения до принятия решения о его окончательной утилизации. В связи с отсутствием в Казахстане возможностей по переработке ОЯТ, а также действующих ПЗРО для высокоактивных отходов, строительство которых является технически сложным, дорогостоящим и требующим проведения многолетних лабораторных исследований, на текущий момент длительное хранение является наиболее предпочтительной стратегией в отношении ОЯТ.

Согласно последним мировым тенденциям при проектировании и строительстве АЭС оснащаются комплексами установок по переработке образующихся РАО с хранилищами, обеспечивающие экологическую безопасность АЭС в течение всего периода эксплуатации. В состав комплекса обычно входят участок сортировки, установки измельчения и прессования, установка ионоселективной очистки ЖРО, установка сжигания, установка цементирования и другое оборудование для перевода всех образующихся РАО в кондиционированное состояние,

отвечающие требованиям для длительного хранения или захоронения. Хранилища кондиционированных РАО на АЭС обеспечивают размещения всего объема РАО за весь период эксплуатации с соблюдением безопасных условий хранения до их передачи в пункты окончательной изоляции.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Эффективное управление отработавшим топливом и отходами атомных станций представляет собой ключевой аспект развития атомной энергетики. В отношении ОЯТ существуют два основных подхода: замкнутый цикл, предполагающий переработку топлива для повторного использования урана и плутония, и открытый цикл, предусматривающий длительное «сухое» хранение с последующим захоронением. Переработка ОЯТ, осуществляемая ограниченным числом стран, сопряжена с риском распространения ядерных материалов, что требует усиления мер по нераспространению. Открытый цикл, более распространенный, предполагает длительное «сухое» хранение ОЯТ с последующим захоронением, что является предпочтительным вариантом для стран, не имеющих собственных мощностей по переработке. «Сухое» хранение не только отвечает специфическим требованиям различных видов топлива, но и оптимизирует процессы транспортировки и захоронения. Создание контейнеров двойного назначения, способных выполнять функции хранения и транспортировки без перегрузки тепловыделяющих сборок, значительно повышает эффективность и экономичность обращения с ОЯТ. В отношении РАО, помимо комплексов на АЭС, активно разрабатываются и внедряются технологии глубокого геологического захоронения, обеспечивающие надежную изоляцию отходов на длительные сроки. Также ведется работа по минимизации объемов РАО за счет переработки и повторного использования некоторых видов отходов.

Растущий интерес к ядерной энергетике в мире стимулирует развитие отрасли, но также создает серьезные проблемы, связанные с РАО и ОЯТ. По мере расширения использования ядерных технологий необходимо адаптировать соответствующие стратегии управления радиоактивными отходами. Это потребует значительных инвестиций в создание объектов по переработке, хранению и захоронению отходов, а также в подготовку квалифицированных специалистов. Финансовая поддержка, особенно для строительства пунктов захоронения, играет решающую роль в решении этих задач и обеспечении устойчивого будущего ядерной энергетики.

Работа проводилась при финансовой поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан в рамках программы BR2493104 «Проведение исследований в обоснование выбора эффективных и оптимальных способов и технологий обращения с ОЯТ реакторной установки БН-350».

ЛИТЕРАТУРА

1. Обзор ядерных технологий - 2024. Доклад генерального директора МАГАТЭ / Австрия: сентябрь 2024. – 112 с. / GC(68)/INF/4.
2. Закон РК «Об использовании атомной энергии» от 12.01.2016 года № 442-V ЗРК.
3. Технический регламент «Ядерная и радиационная безопасность атомных станций»: утв. приказом Министра энергетики РК от 20 февраля 2017 года № 60.
4. Правила организации сбора, хранения и захоронения радиоактивных отходов и отработавшего ядерного топлива: утв. приказом Министра энергетики РК от 8 февраля 2016 года № 39.
5. Правила государственного учета ядерных материалов: утв. приказом Министра энергетики РК от 9 февраля 2016 года № 44.
6. Нормативы на радиоактивные отходы: утв. приказом Министра энергетики РК от 16 июня 2021 года № 200.
7. Закон РК «О ратификации Конвенции о ядерной безопасности» от 03 февраля 2010 года № 245-IV.
8. Закон «О ратификации Объединенной конвенции о безопасности обращения с отработавшим топливом и о безопасности обращения с радиоактивными отходами» от 3 февраля 2010 года № 246-IV.
9. Технологические и организационные аспекты обращения с радиоактивными отходами / МАГАТЭ, Вена, 2005/ IAEA-TCS-27.
10. International Atomic Energy Agency, Design and Operation of Off-gas Cleaning and Ventilation Systems in Facilities Handling Low and Intermediate Level Radioactive Material, Technical Reports Series No. 292, IAEA, Vienna (1988).
11. Хвостова М.С. Обращение с радиоактивными отходами на предприятиях атомной отрасли // Вестник РУДН. Серия «Экология и безопасность жизнедеятельности». – 2013. – № 1.
12. Бекман И.Н. Ядерная индустрия. Предотвращение загрязнения окружающей среды выбросами АЭС // Курс лекций. – 25 с. <https://profbeckman.narod.ru/NIL17.pdf>
13. Герлига В.А. Очистка водных растворов от солей и радионуклидов / В.А. Герлига, В.П.. Кравченко, И.А. Пригька, Ганем Хуссам // Ядерна та радиацийна безпека. – 2018. – № 1(77). – ISSN 2073-6231
14. Эксплуатация АЭС. Ч. 1 Работа АЭС в энергосистемах. Ч. II. Обращение с радиоактивными отходами: // Учебное пособие. – М.: НИЯУ МИФИ. – 2011. – <http://engineeringssystems.ru/expluatatsiya-aes/>
15. Нормы безопасности МАГАТЭ / Проектирование систем обращения с топливом и его хранения на АЭС / № SSG-63.
16. Обзор зарубежных практик обращения с ОЯТ и РАО. – М.: Изд-во ФГУП «Национальный оператор по обращению с радиоактивными отходами». – 2022. https://www.norao.ru/upload/Свод%20обзора%20практик%20ОЯТ%20и%20РАО_2022.pdf
17. Обращение с РАО и ОЯТ на предприятиях ЯТЦ // Ядерная опасность. – М.: Эпицентр. – 2003
18. Андреев Г.Г. / Введение в химическую технологию ядерного топлива: учебное пособие / Г.Г. Андреев, А.Н. Дьяченко; Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета. – 2010. – 165 с.
19. Цебаковская Н. С. Зарубежные проекты захоронения ОЯТ и РАО. Часть II. Актуальное состояние проектов создания пунктов глубинного геологического захоронения в США, Канаде и странах азиатского региона / Н.С. Цебаковская, Уткин С. С., Коновалов В. Ю.; – Препринт ИБРАЭ № IBRAE-2017-04 – М.: ИБРАЭ РАН. – 2017. – 41 с.

REFERENCES

1. Obzor yadernykh tekhnologiy - 2024. Doklad general'nogo direktora MAGATE / Avstriya: sentyabr' 2024. – 112 p. / GC(68)/INF/4.
2. Zakon RK “Ob ispol'zovanii atomnoy energii” ot 12.01.2016 goda No. 442-V ZRK.
3. Tekhnicheskii reglament “Yadernaya i radiatsionnaya bezopasnost' atomnykh stantsiy”: utv. prikazom Ministra energetiki RK ot 20 fevralya 2017 goda No. 60.
4. Pravila organizatsii sbora, khraneniya i zakhoroneniya radioaktivnykh otkhodov i otrabotavshogo yadernogo topliva: utv. prikazom Ministra energetiki RK ot 8 fevralya 2016 goda No. 39.
5. Pravila gosudarstvennogo ucheta yadernykh materialov: utv. prikazom Ministra energetiki RK ot 9 fevralya 2016 goda No. 44.
6. Normativy na radioaktivnye otkhody: utv. prikazom Ministra energetiki RK ot 16 iyunya 2021 goda No. 200.
7. Zakon RK “O ratifikatsii Konventsii o yadernoy bezopasnosti” ot 03 fevralya 2010 goda No. 245-IV.
8. Zakon “O ratifikatsii Ob"edinennoy konventsii o bezopasnosti obrashcheniya s otrabotavshim toplivom i o bezopasnosti obrashcheniya s radioaktivnymi otkhodami” ot 3 fevralya 2010 goda No. 246-IV.
9. Tekhnologicheskie i organizatsionnye aspekty obrashcheniya s radioaktivnymi otkhodami / MAGATE, Vienna, 2005/ IAEA-TCS-27.
10. International Atomic Energy Agency, Design and Operation of Off-gas Cleaning and Ventilation Systems in Facilities Handling Low and Intermediate Level Radioactive Material // Technical Reports Series. No. 292, IAEA, Vienna (1988).
11. Khvostova M.S. Obrashchenie s radioaktivnymi otkhodami na predpriyatiyakh atomnoy otrasli // Vestnik RUDN. Seriya “Ekologiya i bezopasnost' zhiznedeyatel'nosti”. – 2013. – No. 1.
12. Bekman I.N. Yadernaya industriya. Predotvrashchenie zagryazneniya okruzhayushchey sredy vybrosami AES // Kurs lektsiy. – 25 p. <https://profbeckman.narod.ru/NIL17.pdf>
13. Gerliga V.A. Ochistka vodnykh rastvorov ot soley i radionuklidov / V.A. Gerliga, V.P.. Kravchenko, I.A. Prityka, Ganem Khussam // Yaderna ta radiatsiyna bezpeka. – 2018. – No. 1(77). – ISSN 2073-6231
14. Ekspluatatsiya AES. Ch. 1 Rabota AES v energosistemakh. Ch. II. Obrashchenie s radioaktivnymi otkhodami: // Uchebnoe posobie. – Moscow: NIYaU MIFI. – 2011. <http://engineeringssystems.ru/expluatatsiya-aes/>
15. Normy bezopasnosti MAGATE / Proektirovanie sistem obrashcheniya s toplivom i ego khraneniya na AES / No. SSG-63.
16. Obzor zarubezhnykh praktik obrashcheniya s OYaT i RAO. – Moscow: Izd-vo FGUP “Natsional'nyy operator po obrashcheniyu s radioaktivnymi otkhodami”. – 2022. https://www.norao.ru/upload/Свод%20обзора%20практик%20ОЯТ%20и%20РАО_2022.pdf

17. Obrashchenie s RAO i OYaT na predpriyatiyakh YaTTs // Yadernaya opasnost'. – Moscow: Epitsentr. – 2003.
18. Andreev G.G. / Vvedenie v khimicheskuyu tekhnologiyu yadernogo topliva: uchebnoe posobie / G.G. Andreev, A.N. D'yachenko; Tomskiy politekhnicheskii universitet. – Tomsk: Izd-vo Tomskogo politekhnicheskogo universiteta. – 2010. – 165 p.
19. Tsebakovskaya N. S. Zarubezhnye proekty zakhroneniya OYaT i RAO. Chast' II. Aktual'noe sostoyanie proektov sozdaniya punktov glubinnogo geologicheskogo zakhroneniya v SShA, Kanade i stranakh aziatskogo regiona / N.S. Tsebakovskaya, Utkin S. S., Kononov V. Yu.; – Preprint IBRAE No. IBRAE-2017-04 – Moscow: IBRAE RAN. – 2017. – 41 p.

АТОМ ЭНЕРГИЯНЫ ДАМУ ЖАҒДАЙЫНДАҒЫ РАДИОАКТИВТІ ҚАЛДЫҚТАРМЕН ЖӘНЕ ПАЙДАЛАНЫЛҒАН ЯДРОЛЫҚ ОТЫНМЕН ЖҰМЫС ЖАСАУ ТЕХНОЛОГИЯЛАРЫН ТАЛДАУ

М. К. Сейсенбаева*, В. А. Поспелов, Д. И. Абулгазинова, Ю. Ю. Бакланова

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

** Байланыс үшін E-mail: seysenbaeva@nnc.kz*

Мақалада Қазақстанда АЭС салу контексінде радиоактивті қалдықтармен және пайдаланылған ядролық отынмен жұмыс істеу мәселесі талданады. Ол халықаралық келісімдерге қарамастан, елде қалдықтармен жұмыс істеудің кешенді стратегиясының жоқтығын атап көрсетеді. Мақалада шығарындыларды тазартуды, қалдықтарды өңдеуді және отынды сақтауды қоса алғанда, қолданыстағы АЭС-те радиоактивті қалдықтармен және пайдаланылған ядролық отынмен жұмыс істеу әдістері қаралады. Пайдаланылған ядролық отынды қайта өңдеу және оны сақтаудың әртүрлі нұсқалары сияқты дәстүрлі және инновациялық технологиялар талданады.

Түйін сөздер: радиоактивті қалдықтар, пайдаланылған ядролық отын, ПЯО қайта өңдеу, РАҚ көму, геологиялық түзілімдер, атом электр станциясы.

ANALYSIS OF RADIOACTIVE WASTE AND SPENT NUCLEAR FUEL MANAGEMENT TECHNOLOGIES IN THE CONTEXT OF NUCLEAR POWER DEVELOPMENT

M. K. Seisenbaveva*, V. A. Pospelov, D. I. Abulgazina, Yu. Yu. Baclanova

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

** E-mail for contacts: seysenbaeva@nnc.kz*

The article analyzes the problem of radioactive waste and spent nuclear fuel management in the context of NPP construction in Kazakhstan. It emphasizes the absence of a comprehensive waste management strategy in the country, despite international agreements. The article reviews the methods of radioactive waste and spent nuclear fuel management at operating NPPs, including emission cleanup, waste treatment and fuel storage. Traditional and innovative technologies, such as spent nuclear fuel reprocessing and various storage options, are analyzed.

Keywords: radioactive waste, spent nuclear fuel, SNF reprocessing, RW disposal, geological formations, nuclear power plant.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-113-121>
УДК 621.793

ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ МЕХАНИЧЕСКОЙ АКТИВАЦИИ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ФУНКЦИОНАЛЬНЫХ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ ПОРОШКОВ TiSiCN

Л. С. Баймолданова^{1,2*}, Б. К. Рахадиллов^{1,2}, М. Б. Баяндинова²

¹ Plasma Science LLP, Усть-Каменогорск, Казахстан

² Восточно-Казахстанский университет им. Сарсена Аманжолова, Усть-Каменогорск, Казахстан

* E-mail для контактов: lyazbs_82@mail.ru

В данной статье представлены результаты исследования влияния параметров механической активации на морфологические, термические и фазовые характеристики многокомпонентных порошков Ti+SiC и TiCN+Si, предназначенных для формирования функциональных покрытий методом реактивно-плазменного напыления (РПН). С применением методов сканирующей электронной микроскопии (СЭМ), термогравиметрического анализа (ТГА) и рентгеновской дифракции (XRD) проведен всесторонний анализ изменений структуры и свойств порошков в зависимости от времени активации. Установлено, что оптимальное время активации составляет 60 минут, при котором достигается наилучшее сочетание характеристик: уменьшение размера частиц, снижение агломерации, повышение термической стабильности и образование фаз с высокой кристаллическостью. Обнаружено, что такие условия активации способствуют синтезу новых функциональных фаз, что повышает реакционную способность и однородность композиции. Полученные результаты имеют прикладное значение при разработке наноструктурированных износ- и термостойких покрытий для изделий, эксплуатируемых в условиях высоких температур и механических нагрузок, особенно в таких отраслях, как машиностроение, энергетика и аэрокосмическая промышленность.

Ключевые слова: механическая активация, TiSiCN, карбонитридные покрытия, наноструктурированные материалы, реактивно-плазменное напыление.

ВВЕДЕНИЕ

Реактивно-плазменное напыление (РПН) представляет собой эффективную технологию получения функциональных покрытий, применяемых в различных отраслях промышленности – от машиностроения до микроэлектроники [1–4]. При этом эффективность процесса РПН в значительной степени определяется характеристиками исходных порошковых материалов. Одним из ключевых методов модификации этих характеристик является механическая активация, обеспечивающая структурные и энергетические изменения в порошках, способствующие повышению их реакционной способности.

Механическая активация заключается в интенсивном воздействии на порошковые системы, приводящем к измельчению частиц, увеличению удельной поверхности, внедрению дефектов в кристаллическую решетку и росту внутренней энергии. Эти изменения стимулируют протекание механохимических реакций в твердой фазе. Для описания кинетики таких процессов применяется модифицированное уравнение Аррениуса, учитывающее влияние локальных напряжений и активационного объема:

$$k = A \cdot \exp\left(-\frac{E_a - \sigma V'}{RT}\right), \quad (1)$$

где k – скорость реакции; A – предэкспоненциальный множитель; E_a – энергия активации, σ – локальное напряжение, V' – активационный объем, R – универсальная газовая постоянная, T – температура. При низких температурах механический вклад становится

особенно значимым, обуславливая преимущественно атермический характер деформации и разрушения [5].

С точки зрения механохимии, разрыв даже одной ковалентной связи может высвободить энергию, значительно превышающую энергию этой связи, за счёт релаксации накопленной упругой энергии в молекулярной цепи. Прочность ковалентных связей может достигать порядка 1 ГПа, что подтверждается исследованиями в области наномеханики одиночных молекул [6].

Как показано в работах Макарова С.В. и Головнева И.Ф. [7, 8], под действием внешнего механического воздействия происходит переход системы в надбарьерное состояние, при котором наблюдается скачкообразный рост накопленной энергии и объема деформации. Это поведение связано с кооперативным перемещением атомов, сопровождаемым локальными фазовыми превращениями и нарушением упорядоченности.

Энергетическая диаграмма механохимических реакций отражает влияние внешнего напряжения на внутреннюю энергию системы: при его воздействии она возрастает до значений, превышающих энергетический барьер реакции [9, 10]. Это приводит к переходу системы в более стабильное термодинамическое состояние, сопровождаемое выделением энергии, что указывает на экзотермический характер процесса. В рамках неравновесной термодинамики, согласно концепции Берже [11], в процессе релаксации происходит адаптация межатомных расстояний к

определённому среднему значению на микроуровне, что ведёт к перестройке зеренной структуры на мезо- и макроуровне. Это явление подтверждено экспериментально при высокоэнергетическом измельчении в шаровых мельницах [12]. Таким образом, механическая активация – это не просто способ измельчения, а фундаментальный инструмент управления фазовыми превращениями, диффузией, дефектообразованием и термодинамикой порошковых систем [13–15]. Этот процесс способствует формированию аморфных и наноструктурированных состояний, улучшает параметры спекания и повышает активность твердофазных реакций. Особую актуальность механическая активация приобретает при подготовке порошков для синтеза композитных покрытий на основе нитридов и карбонитридов титана, таких как TiN, Ti(CN). Несмотря на их высокую твердость и износостойкость, такие покрытия характеризуются ограниченной окислительной стойкостью. Введение кремния в виде второй фазы (например, в TiSiN, TiSiCN) позволяет повысить термическую стабильность и сопротивление окислению [18–21].

Покрытия TiSiCN демонстрируют высокую твердость, низкий коэффициент трения, стойкость к окислению и коррозии, что делает их перспективными кандидатами для применения в агрессивных условиях аэрокосмической, автомобильной и морской промышленности [14, 22–23]. Использование механически активированных порошков Ti+SiC, TiCN+SiC и других систем позволяет существенно оптимизировать формирование покрытий в процессе РПН, улучшая их морфологические и эксплуатационные характеристики.

В данной статье рассматривается механическая активация порошков в мельнице Emax, которая отличается высокой эффективностью за счет использования центробежных сил. Целью исследования является анализ влияния параметров активации на физико-механические свойства порошков. Механическая активация – это процесс, при котором твердые вещества подвергаются интенсивному механическому воздействию, что приводит к изменению их структуры и свойств. Этот процесс часто используется для увеличения реакционной способности материалов, особенно порошков, за счет создания дефектов в кристаллической решетке, уменьшения размера частиц и увеличения удельной поверхности, происходит инициирование механо-химических реакций в твердой фазе.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В качестве материалов использовали мелкодисперсный порошок Ti (марки ПТОМ-1), размер частиц 30 мкм, мелкодисперсный шлифовальный порошок SiC размер частиц 20 мкм, порошкообразный TiCN, каждый с чистотой 99,99% производства России, также порошки производства Китая TiCN, Si, размерами частиц 15–45 мкм. Всего было подготовлено 16 образцов, различающихся по составу порошков,

стране производства и времени активации. Образцы делились на четыре группы: Ti + SiC и TiCN + Si, с временем активации 0, 30, 60 и 90 минут при скорости вращения 1500 об/мин. Образцы изготавливались с использованием порошков российского и китайского производства. Порошки взвешивали в соответствии с требуемым составом покрытия, рассчитанным из сохранения стехиометрических атомно-массовых соотношений порошков. Образцы маркируются в соответствии с их составом и временем активации, как указано в таблице 1.

Таблица 1. Состав исследуемых порошков и параметры механической активации

№	Маркировка образцов	Состав порошка	Время активации, мин	Скорость вращения, об/мин
1	TiSiCN-1-1	Ti+SiC	0	не активирован
2	TiSiCN-1-2	Ti+SiC	30	1500
3	TiSiCN-1-3	Ti+SiC	60	1500
4	TiSiCN-1-4	Ti+SiC	90	1500
5	TiSiCN-4-1	TiCN+Si	0	не активирован
6	TiSiCN-4-2	TiCN+Si	30	1500
7	TiSiCN-4-3	TiCN+Si	60	1500
8	TiSiCN-4-4	TiCN+Si	90	1500

Механическое смешивание порошков проводили на высокоэнергетической шаровой мельнице Emax (Retsch, Германия) с водяным охлаждением в течение 2 часов при температурном режиме 23–27 °С. Соотношение массы шариков к массе загрузки (порошка) составляло 10:1. Порошки смешивали при скорости шаровой мельницы 1500 об/мин в течение 30, 60, 90 минут. Производилось тонкое измельчение порошков до размера менее 80 нм. Использование водяного охлаждения позволяет поддерживать стабильный температурный режим (23–27 °С), что снижает риск перегрева оборудования и, как следствие, уменьшает его износ. Такие возможности шаровой мельницы позволяют использовать методологию, связанную с взаимодействием импульсов высокой энергии (более 100 кэВ) с материалом, подвергнутым механоактивации и применяемым для создания будущего покрытия TiSiCN. Использовали метод узкого распределения частиц по размерам благодаря особому дизайну размольных стаканов, улучшающему перемешивание образца.

Микроструктуру и элементный состав, и размер синтезированных порошков Ti, SiC, TiCN, Si, TiC исследовали на сканирующем электронном микроскопе TESCAN MIRA3.

Термогравиметрический анализ (ТГА): Исследования проводили в диапазоне температуры 20–950 °С при скорости нагрева 10 °С/мин, в качестве промышленного газа использовался азот в установке (TGA-1250). Образцы взвешивали на микровесах и обжигали в керамической чювете. Термограмма, т. е. график процентного соотношения в зависимости от температуры, был использован для изучения изменения

термостойкости порошка. Ошибка в регистрации термограмм составляла ± 2 °С.

Оценка пористости порошков проводилась на основе анализа СЭМ-изображений с использованием метода бинарной обработки изображений в программной среде ImageJ. Полученные микрофотографии были преобразованы в чёрно-белые маски, после чего рассчитывалась площадь пор и твёрдой фазы в процентном соотношении. Расчёт проводился с применением стандартной функции «Analyze Particles», учитывающей заданный порог яркости и масштаб изображения.

Фазовый анализ синтезированных порошков проводили на дифрактометре X'Per PRO. В дифрактометре обеспечивается возможность проводить измерения порошков с использованием $\text{CuK}\alpha$ -излучения.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Морфология порошков (СЭМ)

На рисунке 1 представлены СЭМ-изображения исходных порошков титана (Ti) (а, б) и карбида кремния (SiC) (в, г) в разных масштабах, а на вставках их увеличенные фрагменты. На изображении (а) видна пористая структура порошка Ti с множеством мелких частиц и фрагментов. Некоторые области выглядят гладкими, в то время как другие имеют шероховатую поверхность. На изображении вставки видна более детализированная структура материала с пористыми и неровными поверхностями. На рисунке 1б размеры указаны для различных объектов и пор, что помогает определить их масштаб и сравнить их между собой. Некоторые области выглядят как крупные поры или пустоты, которые могут быть результатом природных процессов или технологических процедур. Эти поры и неровности могут влиять на свойства материала, такие как его прочность, пористость, и способность к адсорбции.

На рисунке 1 (в, г) порошки SiC демонстрируют четкие, угловатые частицы с грубыми поверхностями. Порошки SiC характеризуются остроугольной формой частиц с чётко выраженными гранями и неровной, зернистой поверхностью. Размеры частиц варьируются в пределах от 10 до 40 мкм, что подтверждается СЭМ-изображениями. Морфология частиц отличается выраженной угловатостью, с неправильной геометрией и высокой степенью анизотропии, что указывает на неоднородный характер измельчения и возможное наличие дефектов на кромках. Несмотря на это, общая структура SiC-порошка выглядит более однородной по сравнению с порошком титана, с преобладанием частиц, близких по форме к призматическим или тетраэдрическим. Такая форма частиц способствует увеличению удельной поверхности, что может положительно повлиять на активность при последующей механообработке и реактивно-плазменном напылении.

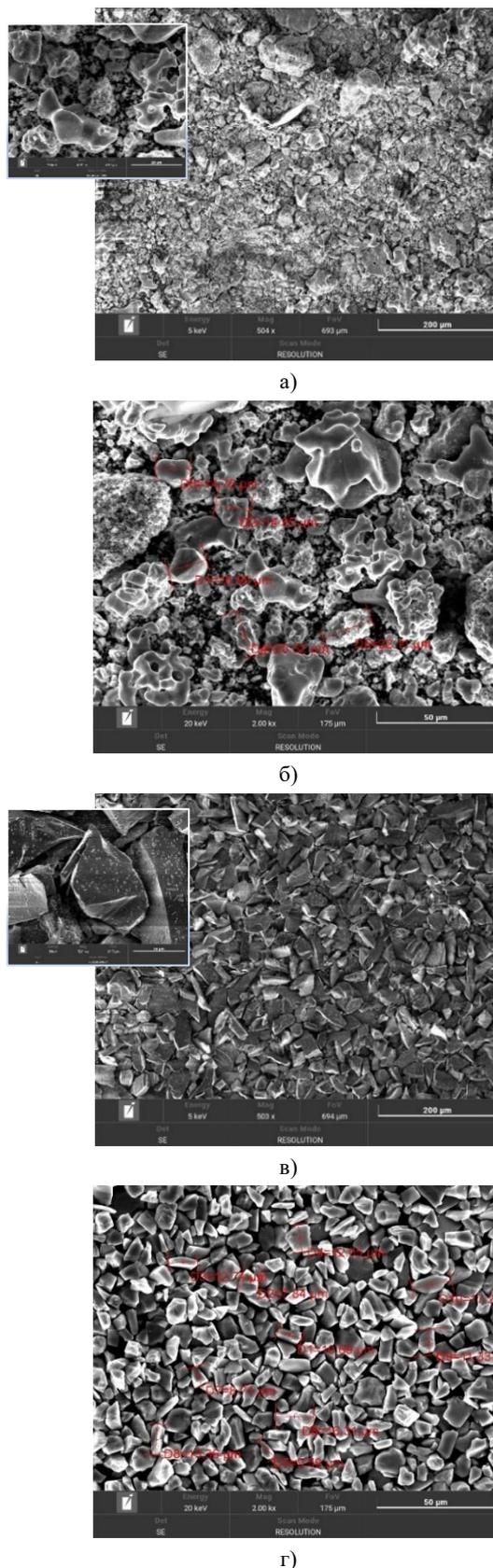
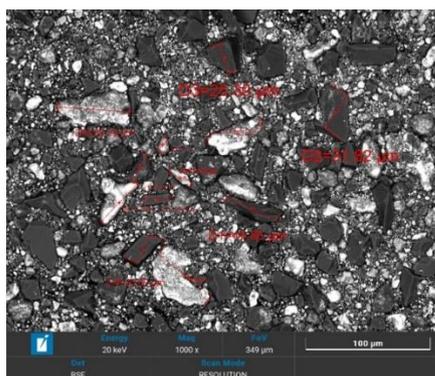
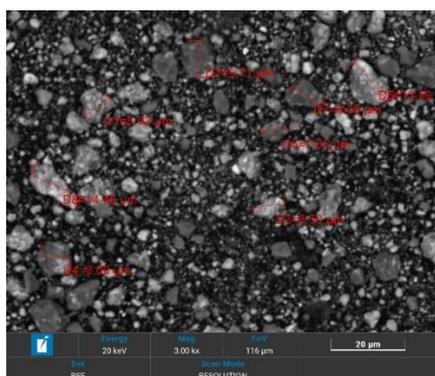


Рисунок 1. СЭМ-изображения исходных порошков титана Ti (а, б) и карбида кремния SiC (в, г) с размерами 200 и 50 мкм

На рисунке 2 представлены СЭМ-изображения порошков после активации Ti+SiC. Изображение (а) показывает аналогичную гетерогенную смесь частиц Ti и SiC с 30-минутной активацией и размером порошка Ti+SiC, где средний размер частиц составляет 31,8 мкм. Однако частицы выглядят менее спеченными и более четко отделенными друг от друга по сравнению с 60-минутной активацией. По текстуре видны более явные границы между частицами, а текстура поверхности показывает сочетание гладких и грубых областей. Изображение (б) показывает гетерогенную смесь частиц Ti и SiC после 60-минутной активации Ti+SiC, где средний размер частиц составляет 9,9 мкм. По текстуре частицы выглядят более компактными с комбинацией гладких и грубых областей, что указывает на частичное спекание или синтез во время активации. Масштабная линейка состоит из частиц меньшего размера. Масштабная линейка изображения (20 мкм) позволяет визуально оценить, что после 60 минут активации большинство частиц имеют размер менее 10 мкм, а часть из них – существенно меньше.



а)



б)

Рисунок-2. СЭМ-изображения порошков Ti+SiC после активации в течение 30 (а) и 60 минут (б)

Итак, смешанные порошки Ti+SiC демонстрируют выраженные изменения морфологии в зависимости от времени механической активации. На рисунке 3 представлены результаты бинарного анализа

СЭМ-изображений для оценки пористости порошков после 30 и 60 минут активации. При 30-минутной активации (масштаб $\times 1000$) наблюдается высокая степень пористости, составляющая $\sim 74,3\%$, с выраженными границами между частицами и значительным количеством межчастичных пустот. В то время как после 60 минут активации (масштаб $\times 3000$) наблюдается уплотнение структуры и снижение пористости до $\sim 68,9\%$. Частицы становятся более компактными, частично спеченными, с меньшими порами и более равномерным распределением твердой фазы. Эти результаты подтверждают, что увеличение времени активации способствует улучшению структурной однородности смеси и может положительно повлиять на свойства формируемого покрытия при РПН.



а)



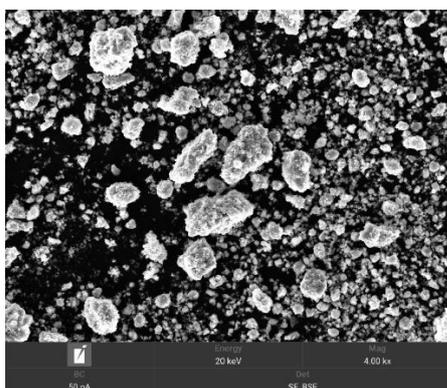
б)

Рисунок 3. Оценка пористости порошков Ti+SiC после механической активации в течение 30 (а) и 60 минут (б)

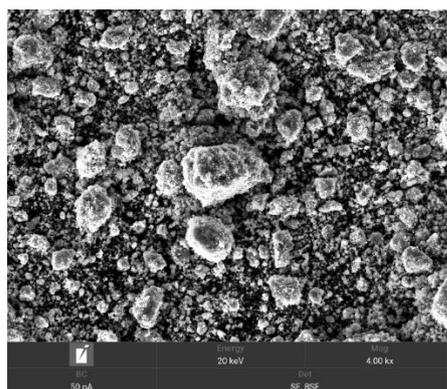
Частицы смеси Ti+SiC после активации демонстрируют гетерогенную структуру с различными размерами и формами частиц. Такая морфология может способствовать улучшению механических свойств покрытия, таких как твердость и износостойкость, но также может привести к неравномерному распределению материала при напылении.

Итак, смесь Ti+SiC может быть подходящей для реактивно-плазменного напыления благодаря ее высокой температурной устойчивости и возможности создания покрытий с хорошей адгезией и термоизоляционными свойствами. Однако, высокая пористость и гетерогенная структура могут потребовать дополнительных шагов по оптимизации параметров напыления и последующей обработки покрытия для достижения желаемых характеристик.

На рисунке 4 представлены СЭМ-изображения порошков TiCN+Si после механической активации в течение 30 (а) и 60 минут (б). Изображение (а) демонстрирует морфологию порошков после 30-минутной активации, при которой частицы TiCN приобретают относительно однородную и сглаженную форму, тогда как частицы кремния (Si) сохраняют более крупные размеры и выраженную гранулированную поверхность. Наблюдается тенденция к агломерации, преимущественно за счёт частиц Si, что может привести к неоднородности распределения компонентов при последующем формировании покрытия. Изображение (б) показывает структуру после 60-минутной активации, где наблюдается значительное уменьшение размера частиц, снижение степени агломерации и более равномерное распределение фаз TiCN и Si. Полученная морфология указывает на улучшение дисперсности системы и потенциальное повышение однородности напыляемого покрытия, а также улучшение его адгезионных и физико-химических характеристик.



а)



б)

Рисунок 4. СЭМ-изображения порошков TiCN+Si после активации в течение 30 (а) и 60 минут (б)

На изображении 4 (б) наблюдается дальнейшее измельчение частиц по сравнению с активацией в течение 30 минут. Размеры частиц становятся более однородными, уменьшается количество крупных агломератов. Частицы TiCN и Si лучше смешаны и

распределены, что способствует более равномерному нанесению покрытия при плазменном напылении. Размер частиц остается в диапазоне от 2 до 10 микрометров, что подходит для эффективного использования в реактивно-плазменном процессе.

Итак, сравнивая изображения 4 (а) и 4 (б) считаем, что активация в течение 60 минут является более оптимальной для использования порошков TiCN и Si в процессе реактивно-плазменного напыления. Продолжительная активация приводит к улучшению морфологии частиц, снижению агломерации и выравниванию их размера, что позволяет достичь более высокого качества покрытия.

На основании проведенных исследований по СЭМ можно заключить, что механическая активация в течение 60 минут является оптимальной для подготовки порошков для РПН. Более длительная активация приводит к улучшению морфологии частиц и их поверхностных свойств, что способствует формированию покрытий с высокими эксплуатационными характеристиками, такими как повышенная твердость, износостойкость и адгезия. А по составу порошков демонстрируют лучшие результаты после 60 минут активации.

Термогравиметрический анализ (ТГА)

Кривые ТГА многокомпонентной системы Ti+SiC, представлены на рисунке 5. Из рисунка было замечено, что участки плато показывают, что масса образца остаётся стабильной в определённом диапазоне температур или времени. А снижения массы (пики вниз), где происходит потеря массы образца может быть связано с дегградацией, окислением, испарением компонентов или другими термическими процессами. Также стабилизация после потери массы указывает, что процесс завершился, и масса больше не изменяется в пределах данного диапазона температуры или времени.

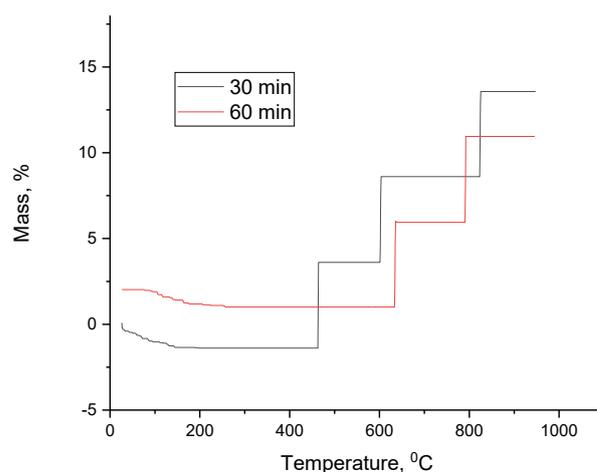


Рисунок 5. Кривые термогравиметрического анализа (ТГА) многокомпонентной системы (порошков) Ti+SiC по времени активации: 30 минут (а); 60 минут (б)

Начальная масса образцов перед термогравиметрическим анализом составляла 3,12 мг. На представленных ТГА-кривых изменения массы выражены в процентах от начальной массы образца. В первые 10 минут было незначительное изменение массы, связанное с начальной стабилизацией образца и удалением поверхностной влаги и летучих компонентов. Далее до 600 °С масса образца уменьшается из-за испарения адсорбированной влаги, в зависимости от температуры может начаться разложение легколетучих компонентов.

Образец, где активация была 60 минут, представлен красным цветом. В первые 10 минут было незначительное изменение массы, связанное с начальной стабилизацией образца и удалением поверхностной влаги и летучих компонентов. Далее с 47 минуты при температуре 670 °С образец переходит в другую фазу стабильности. Масса образца стабилизируется, указывая на завершение процесса синтеза. Температура поддерживается при 670 °С на определённом уровне, это указывает на временную стабилизацию массы.

К концу анализа образец достигает состояния стабильности, представляя остаточные продукты после термической обработки.

На рисунке 6 показаны результаты ТГА для многокомпонентной системы Ti+SiC при различной продолжительности активации: 30 минут (черная линия) и 60 минут (красная линия). В начальной стадии процесса (0–480 °С) замечено незначительное изменение массы для обеих кривых. Это связано с удалением адсорбированных газов и влаги с поверхности порошков. Черная линия показывает небольшое уменьшение массы, что связано с деградацией или окислением поверхности. Увеличение массы происходит ступенчато, что указывает на этапы реакции. Черная линия (30 минут активации) показывает более заметное увеличение массы на начальных стадиях, что может свидетельствовать о более активной реакции. Процесс синтеза наиболее активно реализуется в виде роста массы при температурах: 480 °С, 520 °С, 610 °С, 710 °С, 800 °С, 880 °С.

Красная линия (60 минут активации) показывает более плавное увеличение массы, что может свидетельствовать о более равномерной реакции или о том, что часть активных компонентов уже прореагировала на начальных стадиях. Следует отметить, что число этапов всего три: 500 °С, 610 °С, 880 °С. Важно отметить, что процессы, проходящие при температурах 500 °С, 610 °С, 880 °С характерны для обеих кривых, что свидетельствует о возможности формирования одинаковых продуктов реакций при перечисленных температурах.

По проведенному термогравиметрическому анализу для трех разных составов и времени активации, можно сделать вывод о том, что время активации существенно влияет на термическую устойчивость и реакционную способность порошков.

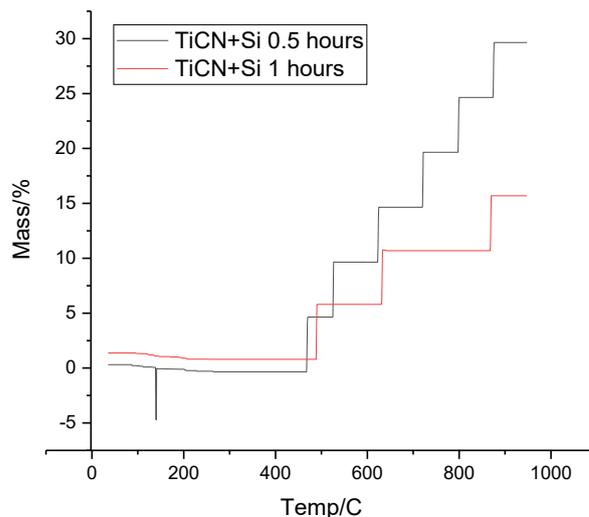


Рисунок 6. Кривые термогравиметрического анализа (ТГА) многокомпонентной системы (порошков) TiCN+Si по времени активации: 30 минут (а); 60 минут (б)

Рентгеноструктурный анализ

На основании рентгеновского анализа образцов, состоящих из систем на основе TiC, TiCN, получены важные данные о кристаллической структуре и фазовом составе.

На рисунке 7 представлена рентгенограмма порошка TiCN+Si, где интенсивности пиков отображены в зависимости от углов дифракции.

В ходе проведенного рентгеноструктурного анализа порошка TiCN+Si были получены данные, позволяющие сделать важные выводы о фазовом составе и кристаллической структуре исследуемого материала. Результаты показали, что образец состоит из нескольких фаз, каждая из которых играет свою роль в общем составе материала.

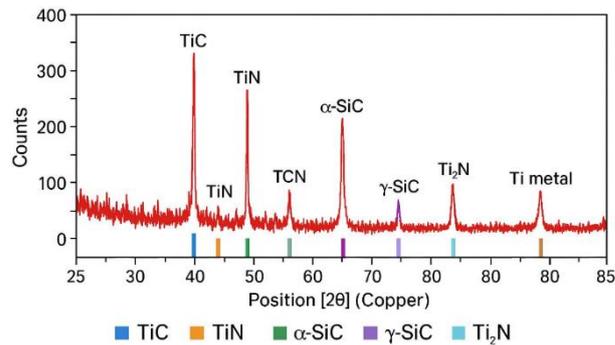


Рисунок 7. Рентгенограмма порошка TiCN+Si после 30 минут механической активации

Рентгеноструктурный анализ порошка TiCN+Si, активированного в течение 30 минут, подтвердил наличие комплекса фаз: TiC, TiN, TiCN, α-SiC, γ-SiC, Ti₂N и остаточного металлического титана. Основные фазы, такие как TiC, TiN и TiCN, обладают кубической решёткой типа NaCl (Fm-3m) и обеспечивают высокую твёрдость и химическую инертность.

Присутствие α - и γ -форм карбида кремния свидетельствует о термически стабильной и многофазной структуре, обеспечивающей термостойкость покрытия.

Высокая интенсивность дифракционных пиков, соответствующих TiC и TiN, указывает на их доминирование в составе. Фаза TiCN выявлена с высокой оценкой соответствия, что подтверждает протекание твердофазных реакций между компонентами смеси. Металлический титан и фаза Ti₂N обнаружены в умеренных количествах, но могут оказывать влияние на механические свойства – такие как пластичность, прочность и адгезия покрытия.

Представленные данные подтверждают многофазный характер материала. Комплексное наложение пиков делает интерпретацию рентгенограммы затруднённой без дополнительной расшивки, которая реализована в виде подписей на рисунке и соответствующей таблицы фаз. Полученные результаты указывают на перспективность композиции TiCN+Si для применения в условиях высоких механических и термических нагрузок – например, в режущем инструменте, защитных покрытиях и компонентах с повышенной износостойкостью.

Эти результаты получены за счет механохимической обработки, на основании которой синтезируются новые неравновесные фазы, хорошо адаптированные друг к другу благодаря высокоэнергетическим воздействиям. На картинах рентгеновской дифракции видно, как различные фазы дают дифракционные максимумы практически на одних и тех же углах дифракции, что свидетельствует о смещении атомов в соседних зернах таким образом, чтобы эти зерна были адаптированы друг к другу на различных масштабных уровнях: ангстремы, десятки ангстрем, сотни ангстрем, микроны, десятки микрон и т.д. Это так называемый эффект «затягивания частот», который обсуждается в книге Берже «Порядок в хаосе» [11]. Основным результатом нашей работы является выявление возможности создания материалов, пригодных к использованию в процессе РПН для улучшения качества поверхности изделий.

Выводы

Проведённый комплексный анализ показал, что механическая активация порошковых систем на основе Ti, SiC, TiCN и Si оказывает значительное влияние на морфологические, фазовые и термические характеристики материалов.

Оптимальным временем механической активации во всех исследуемых системах признан интервал 60 минут, при котором достигается уменьшение размера частиц, снижение агломерации и улучшение однородности распределения компонентов, что подтверждено данными СЭМ.

Термогравиметрический анализ показал, что порошки, активированные в течение 60 минут, обладают повышенной термической стабильностью и демонстрируют меньшую степень деградации.

Благодаря этим характеристикам они представляют собой перспективный материал для эксплуатации в условиях высоких температур.

Рентгеноструктурный анализ активированных композиций показал наличие нескольких кристаллических фаз, включая TiCN, TiC, TiN, SiC и Ti₂N. После механической активации наблюдается повышение интенсивности и чёткости дифракционных пиков, что может свидетельствовать об упорядочивании структуры и росте степени кристалличности по сравнению с неактивированными образцами. Формирование комплексных карбонитридных фаз указывает на протекание твердофазных реакций и перекристаллизационных процессов в порошковой системе.

Составы Ti+SiC и TiCN+Si также показали высокую реакционную способность и удовлетворительные эксплуатационные свойства, что позволяет рассматривать их в качестве альтернативных материалов при создании защитных покрытий.

Полученные результаты имеют прикладное значение для разработки наноструктурированных и износостойких покрытий, применяемых в машиностроении, энергетике и аэрокосмической отрасли.

Благодарности

Данное исследование финансируется Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (грант № AP19175967).

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Y. Cheng, T. Browne, B. Heckerman, E. Meletis, Mechanical and tribological properties of nanocomposite TiSiN coatings // Surf. Coat. Technol. – 2010. Vol. 204. – P. 2123–2129.
2. D. Ma, S. Ma, K. Xu, Influence of Si content on Nanostructured Ti–Si–N films coated by pulsed-dc plasma enhanced CVD // Surf. Coat. Technol. – 2004. – Vol. 184. – P. 182–187.
3. F. Movassagh-Alanagh, A. Abdollah-zadeh, M. Aliofkhaezrai, M. Abedi, Improving the wear and corrosion resistance of Ti–6Al–4V alloy by deposition of TiSiN nanocomposite coating with pulsed-DC PACVD // Wear. – 2017. – Vol. 390. – P. 93–103.
4. S. Abraham, E.Y. Choi, N. Kang, K.H. Kim, Microstructure and mechanical properties of Ti-Si-CN films synthesized by plasma-enhanced chemical vapor deposition // Surf. Coat. Technol. – 2007. – Vol. 202. – P. 915–919.
5. S. N. Zhurkov Kinetic Concept of the Strength of Solids // Intern. J. Fracture Mech. – 1965. – Vol. 1. – P. 311–323. <https://doi.org/10.1007/BF03545562>
6. М. К. Бейер и Х. Клаузен-Шауманн Механохимия: механическая активация ковалентных связей // Chemical Reviews. – 2005. – Vol. 105. – P. 2921. [M. K. Beyer i Kh. Klauzen-Shaumann Mekhanokhimiya: mekhanicheskaya aktivatsiya kovalentnykh svyazey // Chemical Reviews. – 2005. – Vol. 105. – P. 2921. (In Russ.)]
7. Макарова С.В. и Головнева И.Ф. Акустическая волновая корреляция элементарных деформационных актов при высокотемпературной деформации металлов и

- сплавов. Дисс. док. физ.-мат. наук.: 01.04.07. Макаров Сергей Викторович. Барнаул. 2016. [Makarova S.V., Golovneva I.F. Akusticheskaya volnovaya korrelyatsiya elementarnykh deformatsionnykh aktov pri vysokotemperaturnoy deformatsii metallov i spлавov. Diss. dok. fiz.-mat. nauk.: 01.04.07. Makarov Sergey Viktorovich. Barnaul. 2016. (In Russ.)]
8. Болдырев, В. В. Механохимия и механическая активация твердых веществ / В. В. Болдырев // Успехи химии. – 2006. – Т. 75. – № 3. – С. 203–216. [Boldyrev, V. V. Mekhanokhimiya i mekhanicheskaya aktivatsiya tverdykh veshchestv / V. V. Boldyrev // Uspekhi khimii. – 2006. – Vol. 75. – No. 3. – P. 203–216. (In Russ.)]
 9. Зельдович, Я.Б. Физика ударных волн и высокотемпературных гидродинамических явлений / Я.Б. Зельдович, Ю.П. Райзер, – М.: Физматлит. – 2008 – 656 с. [Zel'dovich, Ya.B. Fizika udarnykh voln i vysokotemperaturnykh gidrodinamicheskikh yavleniy / Ya.B. Zel'dovich, Yu.P. Rayzer. – Moscow: Fizmatlit. – 2008 – 656 p. (In Russ.)]
 10. Панин В.Е., Егорушкин В.Е. Наноструктурные состояния в твердых телах // ФММ. – 2010. – Т. 110. – № 5. – С. 487–496. [Panin V.E., Egorushkin V.E. Nanostrukturnye sostoyaniya v tverdykh telakh // FMM. – 2010. – Vol. 110. – No. 5. – P. 487–496. (In Russ.)]
 11. Берже П., Помо И., Видал К. Порядок в хаосе. О детерминистком подходе к турбулентности: Пер. с франц. – М.: Мир. – 1991. – 368 с., ил. ISBN 5-03-001804-2 [Berzhe P., Pomo I., Vidal K. Poryadok v khaose. O deterministkom podkhode k turbulentnosti: Per. s frants. – Moscow: Mir. – 1991. – 368 p., il. (In Russ.)]
 12. Л.С. Васильев, И.Л. Ломаев. Механизм аномального быстрого диффузионного массопереноса в пластически деформируемых наноструктурах металлов и сплавов // Вестник ТГУ. – 2010/ – Т.15, вып. 3. [L.S. Vasil'ev, I.L. Lomaev. Mekhanizm anomal'nogo bystrogo diffuzionnogo massoperenosa v plasticheski deformiruemyykh nanostrukturakh metallov i spлавov // Vestnik TGU. – 2010. – Vol. 15, Issue 3.]
 13. Yang, Sheng-Ming, Chang, Yin-Yu, Wang, Da-Yung, Lin, Dong-Yi and Wu, WeiTe. // Journal of Alloys and Compounds. – 2007. – Vol. 440. – P. 375–379.
 14. Pogrebnjak A., Buranich V., Ivashchenko V., Baimoldanova L., Rokosz K., Raaen S., Zukowski P., Opielak M., Rakhadilov B., Beresnev V., Erdybaevaba N. The Effect of Substrate Treatment on the Properties of TiAlSiYN/CrN Nanocomposite Coatings // Surfaces and Interfaces. – 2022. – Vol. 30. 101902.
 15. S.L. Ma, D.Y. Ma, Y. Guo, B. Xu, G.Z. Wu, K.W. Xu, P.K. Chu, Synthesis and characterization of super hard, self-lubricating Ti–Si–C–N nanocomposite coatings // Acta Mater. – 2007. – Vol. 55. – P. 6350–6355. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2007.07.046>
 16. Y. Wang, J. Li, C. Dang, Y. Wang, Y. Zhu, Influence of carbon contents on the structure and tribocorrosion properties of TiSiCN coatings on Ti6Al4V // Tribol. Int. – 2017. – Vol. 109. – P. 285–296. <https://doi.org/10.1016/j.triboint.2017.01.002>
 17. Y. Wang, J. Li, C. Dang, Y. Wang, Y. Zhu, Influence of bias voltage on structure and tribocorrosion properties of TiSiCN coating in artificial seawater // Mater. Char. – 2017. – Vol. 127. – P. 198–208. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.03.012>
 18. J. Li, Y. Wang, Y. Yao, Y. Wang, L. Wang, Structure and tribological properties of TiSiCN coating on Ti6Al4V by arc ion plating // Thin Solid Films. – 2017. – Vol. 644. – P. 115–119. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2017.09.053>
 19. L. Johnson, L. Rogstro'm, M. Johansson, M. Od'en, L. Hultman, Microstructure evolution and age hardening in (Ti, Si)(C, N) thin films deposited by cathodic arc evaporation // Thin Solid Films. – 2010. – Vol. 519. – P. 1397–1403. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2010.08.150>
 20. Dong Yanchun, Yan Dianran, He Jining, Zhang Jianxin, Xiao Lisong, and Li Xiangzhi. Studies on Nanocrystalline TiN Coatings Prepared by Reactive Plasma Spraying // Nanomechanics and Nanostructured Multifunctional Materials: Experiments, Theories, and Simulations. – Vol. 2008. – Issue 1. – Art. ID 690951. <https://doi.org/10.1155/2008/690951>
 21. Yang, Sheng-Ming, Chang, Yin-Yu, Wang, Da-Yung, Lin, Dong-Yi and Wu, WeiTe // Journal of Alloys and Compounds. – 2007. – Vol. 440. – P. 375–379.
 22. I. Endler, M. Höhn, J. Schmidt, S. Scholz, M. Herrmann, M. Knaut, Ternary and quaternary TiSiN and TiSiCN nanocomposite coatings obtained by chemical vapor deposition // Surf. Coat. Technol. – 2013. – Vol. 215. – P. 133–140.
 23. Smyrnova K.V., Bondar O.V., Borba-Pogrebnjak S.O., Kravchenko Ya.O., Beresnev V.M., Zhollybekov B., Baimoldanova L. The microstructure and mechanical properties of (TiAlSiY)N nanostructured coatings // 2017 IEEE 7th International Conference on Nanomaterials: Applications & Properties (NAP 2017). – Vol. 2. – P. 01FNC13-1-01FNC13-4.

**TiSiCN НЕГІЗІНДЕГІ ФУНКЦИОНАЛДЫ ҚАПТАМАЛАРДЫ ҚАЛЫПТАСТЫРУ ҮШІН
МЕХАНИКАЛЫҚ АКТИВАЦИЯ ПАРАМЕТРЛЕРІН ОҢТАЙЛАНДЫРУ**

Л. С. Баймолданова^{1,2*}, Б. К. Рахадиллов^{1,2}, М. Б. Баяндинова²

¹ *Plasma Science ЖШС, Өскемен, Қазақстан*

² *Сәрсен Аманжолов атындағы Шығыс Қазақстан университеті, Өскемен, Қазақстан*

* *Байланыс үшін E-mail: lyazbs_82@mail.ru*

Бұл мақалада реактивті-плазмалық бұрку (РПБ) әдісі арқылы функционалды жабындар алу мақсатында қолданылатын көпкомпонентті Ti+SiC және TiCN+Si ұнтақтарының морфологиялық, термиялық және фазалық сипаттамаларына механикалық активация параметрлерінің әсері зерттелді. Сканерлеуші электрондық микроскопия (СЭМ), термогравиметриялық талдау (ТГА) және рентгендік дифракция (XRD) әдістері арқылы активация уақытына байланысты ұнтақтардың құрылымы мен қасиеттеріндегі өзгерістер жан-жақты талданды. Зерттеу нәтижелері бойынша, ең тиімді активация уақыты 60 минут екені анықталды. Бұл уақытта бөлшек өлшемі кішірейіп, агломерация азайып, термиялық тұрақтылық артып, жоғары кристалдық фазалар түзіледі. Мұндай активация шарттары жаңа функционалды фазалардың түзілуіне ықпал етіп, композицияның реакциялық қабілетін және біртектілігін арттыратыны көрсетілді. Алынған нәтижелер жоғары температура мен механикалық жүктемелер жағдайында жұмыс істейтін бұйымдарға арналған тозуға және температураға төзімді нанокұрылымды қаптамаларды әзірлеуде практикалық мәнге ие. Бұл әсіресе машина жасау, энергетика және аэроғарыш өнеркәсібі сияқты салаларда маңызды.

Түйін сөздер: *механикалық активация, TiSiCN, карбонитридті жабындар, нанокұрылымды материалдар, реактивті-плазмалық бұрку.*

**OPTIMIZATION OF MECHANICAL ACTIVATION PARAMETERS FOR THE FORMATION
OF FUNCTIONAL COATINGS BASED ON TiSiCN POWDERS**

L. S. Baimoldanova^{1,2*}, B. K. Rakhadilov^{1,2}, M. B. Bayandinova²

¹ *Plasma Science LLP, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan*

² *Sarsen Amanzholov East Kazakhstan University, Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan*

* *E-mail for contacts: lyazbs_82@mail.ru*

This article presents the results of a study on the influence of mechanical activation parameters on the morphological, thermal, and phase characteristics of multicomponent Ti+SiC and TiCN+Si powders intended for the formation of functional coatings via reactive plasma spraying (RPS). A comprehensive analysis of the structural and property changes of the powders depending on activation time was carried out using scanning electron microscopy (SEM), thermogravimetric analysis (TGA), and X-ray diffraction (XRD). It was established that the optimal activation time is 60 minutes, at which the best combination of characteristics is achieved: reduction in particle size, decreased agglomeration, enhanced thermal stability, and formation of highly crystalline phases. These activation conditions were found to promote the synthesis of new functional phases, increasing the reactivity and homogeneity of the composite. The obtained results have practical significance for the development of nanostructured wear- and heat-resistant coatings for components operating under high temperatures and mechanical loads, particularly in industries such as mechanical engineering, energy, and aerospace.

Keywords: *mechanical activation, TiSiCN, carbonitride coatings, nanostructured materials, reactive plasma spraying.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-122-128>

УДК 504.064.36

ӨСКЕМЕН ҚАЛАСЫНЫҢ АТМОСФЕРАДАҒЫ ЛАСТАУШЫ БӨЛШЕКТЕР ДИНАМИКАСЫН САНДЫҚ МОДЕЛЬДЕУ

А. А. Жадыранова^{1*}, К. Ш. Жумадилов¹, Д. К. Аншокова¹,
Ж. А. Байгазинов², Н. Ж. Мухамедияров².

¹ Л. Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті, Астана, Қазақстан

² «Ядролық технологиялар паркі» АҚ, Курчатов, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: a.a.zhadyranova@gmail.com

Мақалада Өскемен металлургиялық зауытынан (ӨМЗ) бөлінетін PM_{2,5} бөлшектеріне баса назар аударып, Өскемен қаласының атмосферасындағы ластаушы заттардың динамикасын сандық модельдеу қарастырылған. Модельдеу метеорологиялық жағдайлардың, топографиялық ерекшеліктердің және ластанудың антропогендік көздерінің әсерін ескеретін заманауи әдістерді қолдану арқылы жүзеге асырылады. Жылдың әртүрлі маусымдарында PM_{2,5} концентрациясын бағалауға, сондай-ақ олардың атмосфера сапасы мен халықтың денсаулығына әсерін талдауға ерекше назар аударылады. Модельдеу нәтижелері негізгі ластаушы аймақтарды анықтауға және бөлінділерді азайту бойынша шаралардың тиімділігін бағалауға көмектеседі. Жылдың басқа айларының деректерімен салыстырғанда, PM_{2.5} концентрациясының графиктері ластану деңгейлерінің маусымдық өзгерістерін көрсетеді, бұл жыл мезгіліне байланысты ластаушы компоненттердің әсерін дәлірек болжауға мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: сандық модельдеу, ауаның ластануы, PM_{2.5}, Өскемен, метеорологиялық жағдайлар, ауа сапасы, Өскемен металлургиялық зауыты.

КІРІСПЕ

Атмосфераның ластануы ең өзекті экологиялық проблемалардың бірі болып табылады, әсіресе өнеркәсіптік аймақтарда. Шығыс Қазақстанда орналасқан Өскемен қаласында ауаның ластануы, әсіресе PM_{2,5} концентрациясының жоғарылауы халықтың өмір сүру сапасы мен денсаулығына айтарлықтай әсер етеді. Өскемен металлургиялық зауыты сияқты ластаушы көздер атмосфераға көп мөлшерде бөлшектерді шығаратын негізгі ластаушылар болып келеді. Осыған байланысты бұл қаланың ауасының ластану динамикасын зерттеу өзекті тақырып болып табылады, әсіресе ластаушы заттардың концентрациясына айтарлықтай әсер ететін маусымдық факторлардың өзгеруін ескере отырып [1].

Атмосфераны ластаушы заттарды сандық модельдеу ластанудың кеңістіктік-уақыттық өзгерістерін бағалау үшін нақты деректер береді. Бұл зерттеулерде метеорологиялық факторлардың ластаушы заттардың таралуына әсерін бағалау үшін кеңістік-уақыттық талдау әдістері қолданылады [2].

Негізгі назар Өскемен металлургиялық зауытынан бөлінетін PM_{2.5} компоненттерін талдауға, олардың маусымдық өзгерістеріне және атмосфераның сапасына әсеріне бағытталған. Қолданылатын әдістер қаланың әртүрлі бөліктеріндегі ластаушы заттардың шоғырлануына температура инверсиялары, жел жылдамдығы және ылғалдылық сияқты әртүрлі факторлардың әсерін дәлірек болжауға мүмкіндік береді. Модельдеу нәтижелері ауа сапасын тиімді басқару және ластануды азайту стратегияларын әзірлеу үшін маңызды деректер береді.

МАТЕРИАЛДАР ЖӘНЕ НЕГІЗГІ ӘДІСТЕР

Өскемен сияқты аудандарда PM_{2.5} ластануын дәлірек болжау үшін температура, ылғалдылық және жел жылдамдығы сияқты метеорологиялық факторлардың әсерін ескеру қажет. Осы параметрлерді ескеретін модельдер ластану деңгейін дәлірек болжауға мүмкіндік береді және қала ауасының сапасын жақсарту стратегияларын жасауға көмектеседі.

Ластануды бағалау үшін инверсиялық газ теңдеуіне негізделген ластаушы компоненттердің дисперсия моделін қолдануға болады. Атмосферадағы ластаушы заттардың концентрациясын бағалаудың негізгі теңдеуі [3]

$$C(x, y, z) = \frac{Q}{2\pi\sigma_y\sigma_z U} \exp\left(-\frac{y^2}{2\sigma_y^2} - \frac{z^2}{2\sigma_z^2}\right), \quad (1)$$

мұндағы $C(x, y, z)$ – (x, y, z) нүктесіндегі ластаушы компоненттің концентрациясы, Q – ластаушы заттың массалық бөліндісі, σ_y және σ_z – көлденең және тік таралу бағыттары бойынша ауытқулар, U – жел жылдамдығы. Атмосферадағы көпқабатты температура моделі арқылы ескерілетін температуралық инверсиялардың әсері де маңызды аспект болып табылады. Бұл жағдайда тік температура градиенттерін есепке алу ластаушы бөлшектердің таралуын дәлірек модельдеудің кілті болып табылады. Көпқабатты температура моделі мына теңдеумен сипатталады

$$T(z) = T_0 + \alpha z, \quad (2)$$

мұндағы $T(z)$ – z биіктіктегі температура, T_0 – жер деңгейіндегі температура, α – температура градиентінің коэффициенті [4].

Қосымша формула ластаушы компоненттердің концентрациясына желдің жылдамдығы мен лаस्ताушы көзден қашықтыққа байланысты әсерін сипаттайды. Осы параметрді ескере отырып, лаस्ताушы бөлшектердің концентрациясын есептеуге болады

$$C(x, y, z) = \frac{Q}{2\pi U(x^2 + y^2)^{1/2}} \exp\left(-\frac{z^2}{2\sigma_z^2}\right). \quad (3)$$

PM_{2.5} динамикасын тиімді сандық модельдеу атмосфералық стратификацияның ерекшеліктерін және метеорологиялық жағдайларды ескеруді талап етеді. Негізгі факторлардың бірі ауаның тік араласуын шектейтін және атмосфераның төменгі қабатында лаस्ताушы заттардың жиналуына ықпал ететін температура инверсиясы болып табылады [5].

Қала ортасының құрылымы бөлшектердің таралуының орналасуына және инверсиясына әсер етеді. Тығыз даму, сонымен бірге, ірі өнеркәсіптік нысандардың болуы жел бағытын өзгертеді және лаस्ताушы заттардың сақталуы мүмкін жабық аймақтарды құрайды. Бұл ерекшеліктерді компоненттердің тасымалдануы мен дисперсиясының үлгілерін құру кезінде ескеру қажет [6].

Инверсия жағдайында лаस्ताушы заттардың концентрациясын бағалау үшін қолданылатын теңдеулердің бірі:

$$C = \frac{E}{Uh_i}, \quad (4)$$

мұндағы, h_i – инверсия қабатының биіктігі. Беткі қабаттағы ластану динамикасын сипаттау үшін лаस्ताушы компоненттердің тасымалдау теңдеуі қолданылады

$$\frac{\partial C}{\partial t} = K_z \frac{\partial^2 C}{\partial z^2} - u \frac{\partial C}{\partial x}, \quad (5)$$

мұндағы, K_z – турбулентті диффузия коэффициенті. Бұл теңдеулерді қолдану ластануды болжау кезінде метеорологиялық жағдайлар мен қалалық ортаның құрылымын ескеруге мүмкіндік береді. Бұл зиянды бөлшектердің концентрациясын бағалаудың дәлдігін арттырады және ауаның сапасын жақсарту және халықтың денсаулығын қорғау бойынша тиімді шараларды әзірлеуге көмектеседі.

Ауаның ластануы маусымға байланысты жиі өзгереді. Қыс мезгілінде бөлшектердің концентрациясы жоғарылайды, әсіресе температураның инверсиясы кезінде, жер бетіне жақын суық ауа жылы ауаны жоғарырақ ұстап, тұрақты атмосфераны қалыптастырады. Бұл ауаның қалыпты араласуын болдырмайды, лаस्ताушы заттарды жер қабатында сақтайды.

НӘТИЖЕЛЕР МЕН ТАЛҚЫЛАУЫ

PM_{2.5} концентрациясын қалыптастыруда маусымдық өзгерістер де маңызды рөл атқарады. Қыс мезгіліне тән төмен температура мен әлсіз жел кезінде PM_{2.5} бөлшектері жиналуға бейім, өйткені олардың дисперсиясы және атмосферадан

шығарылуы шектеулі. Бұл қыс мезгілінде байқалатын ауаның жоғары ластануын түсіндіреді, әсіресе зауыттар мен көліктердің шығарындылары мәселені ушықтыратын өнеркәсіптік аймақтарда. Маңызды фактор желдің жылдамдығы болып табылады, ол лаस्ताушы заттардың таралуына айтарлықтай әсер етуі мүмкін.

Төмен температура жағдайында PM_{2.5} концентрациясының артуын келесі графиктер арқылы көре аламыз. Мысалы, 2022–2023 жж. қыста ластану деңгейі біршама төмендей бастады және қыстың соңына қарай бірте-бірте өсті, ал 2023–2024 жылдары жоғарырақ «бастау» бастапқыда байқалды және ең жоғары мәндерге қаңтарда ерте жетті (1 сурет).

2022–2023 жылдарға арналған маусымдық таралу диаграммасы қысқы мәндердің жазғы минимумдардан айтарлықтай асып түсетінін көрсетеді және маусымдар арасындағы салыстырмалы айырмашылық осы кезеңде ең айқын көрсетілген (2 сурет).

2023–2024 жж. қысқы «бастау нүктесі» алдыңғы маусымға қарағанда жоғары болды, ал ең жоғары концентрацияға ерте қол жеткізу суық кезеңдегі лаस्ताушы заттардың тұндыру динамикасының өзгеруі байқалады (3 сурет)

2023–2024 жылдарға арналған маусымдық үлестіру диаграммасы қыс пен жаздың айырмашылығы біршама қысқарғанымен, жалпы суретте қысқы шыңдар әлі де басым екенін көрсетеді (3 сурет).

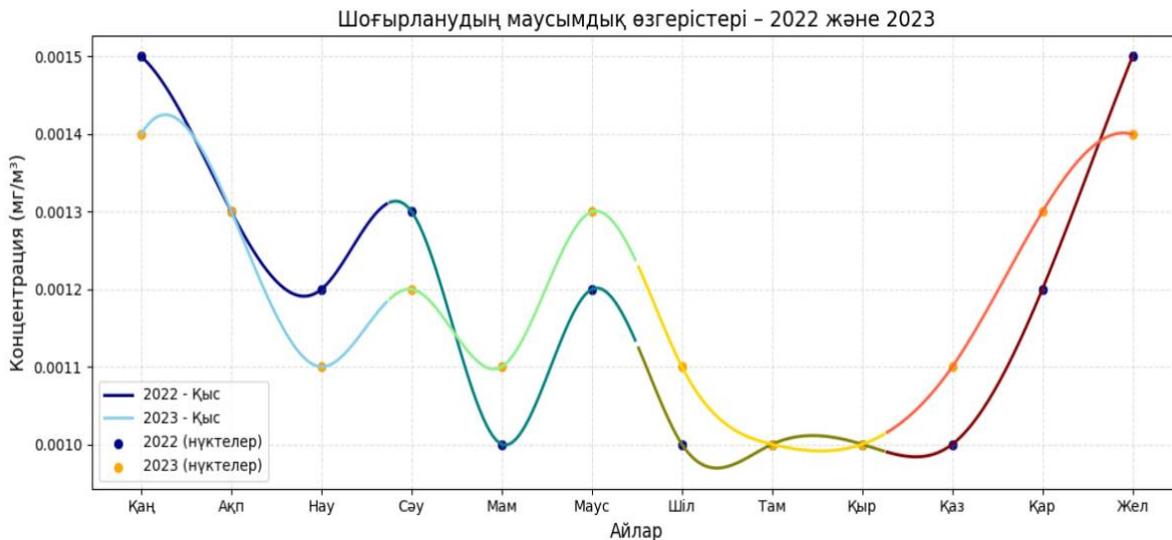
2024–2025 жылдар кезеңіне көшкенде, қысқы «бастапқы нүкте» 2023–2024 жылдармен салыстырғанда тіптен жоғары болды, ал ақпан-наурыз айларындағы өсу өткен жылғы көрсеткіштерден асып түсті (5 сурет).

Соңында, 2024–2025 маусымдық үлестіру диаграммасы жазғы минимумдардың біршама тұрақтануына қарамастан қысқы айырмашылық айтарлықтай болып қала беретінін растайды (6 сурет).

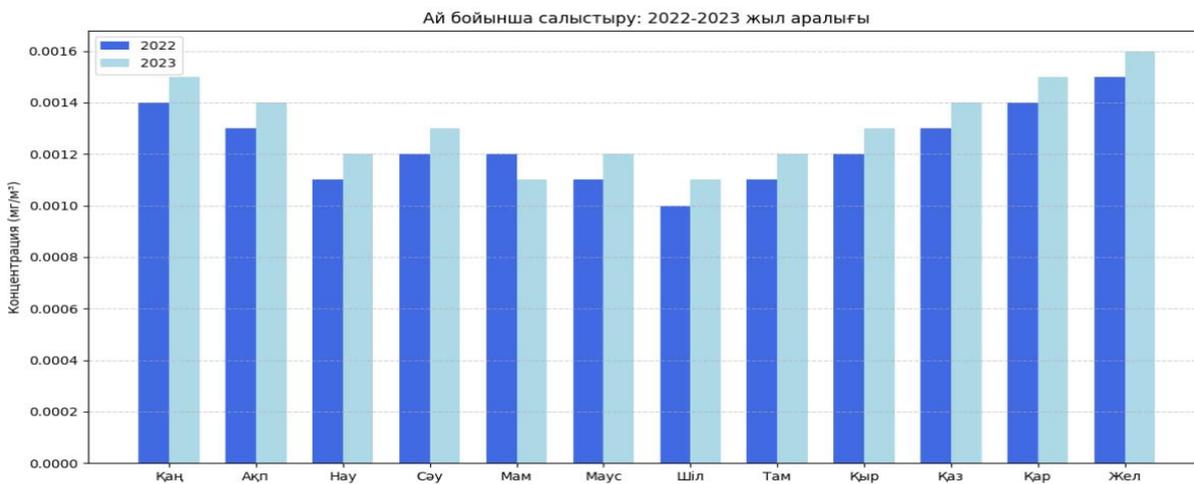
Осылайша, төрт маусымдағы деректерді талдау қысқы ең жоғары жүктемелердің басым болуымен тұрақты маусымдық динамикасын, сонымен қатар «бастапқы нүктенің» соңғы жылдардағы жоғары мәндерге өзгеруін көрсетеді. Бұл жыл бойына PM_{2.5} концентрациясын азайту және ауаның сапасын жақсарту бойынша кешенді стратегияларды әзірлеу қажеттілігін көрсетеді.

7 суретте Өскемен қаласындағы 2022–2025 жылдар аралығындағы PM_{2.5} концентрациясының маусымдық динамикасы көрсетілген. Талдау үшін қыс, көктем, жаз және күз кезеңдерін қамтитын машиналық оқыту әдістеріне негізделген қарапайым сызықтық модель пайдаланылды. Нәтижелер соңғы жылдары ауаның ластану деңгейінің төмендеуінің жалпы тенденциясын көрсетеді.

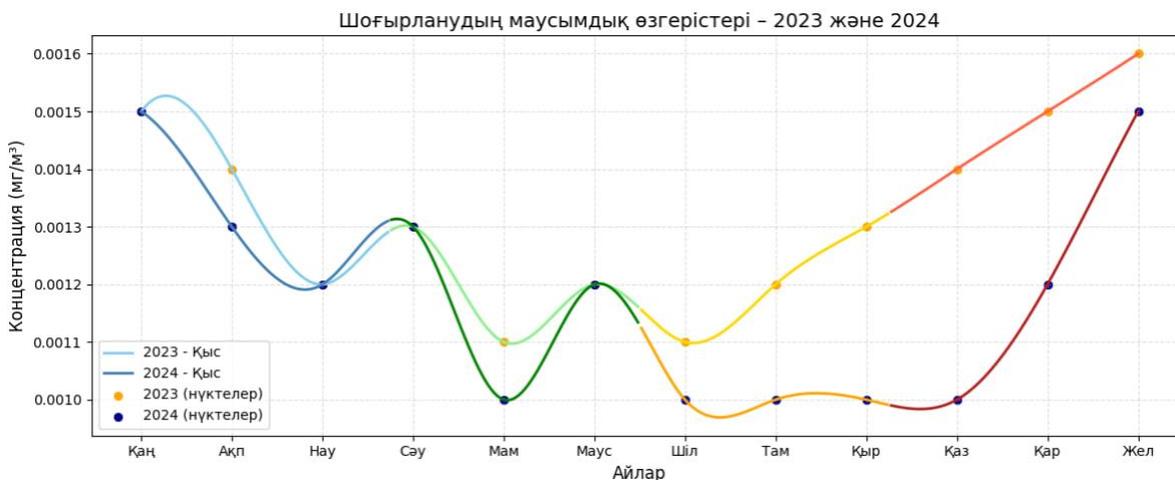
Бөлінділерді бақылау және ластану шыңдарын болжау бойынша шараларды уақтылы жүзеге асыру адамдарға зиянды әсерді барынша азайтады және қолайлы қоршаған ортаны қамтамасыз етеді.



Сурет 1. PM 2.5 концентрациясының 2022–2023 жылдары шоғырлану графигі

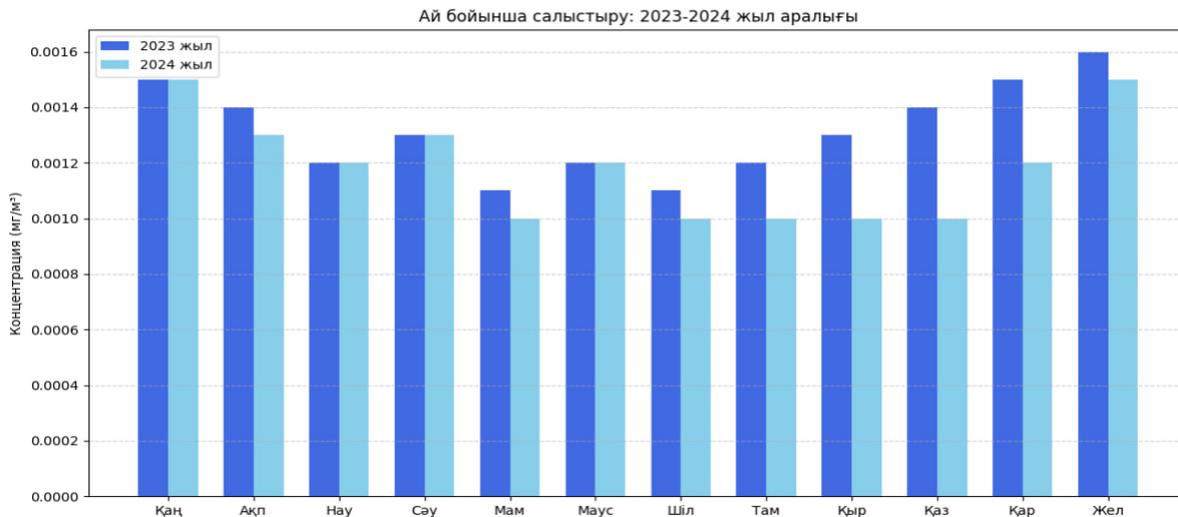


Сурет 2. PM 2.5 концентрациясының 2022–2023 жылдарындағы маусымдық таралу диаграммасы



Сурет 3. PM 2.5 концентрациясының 2023–2024 жылдары шоғырлану графигі

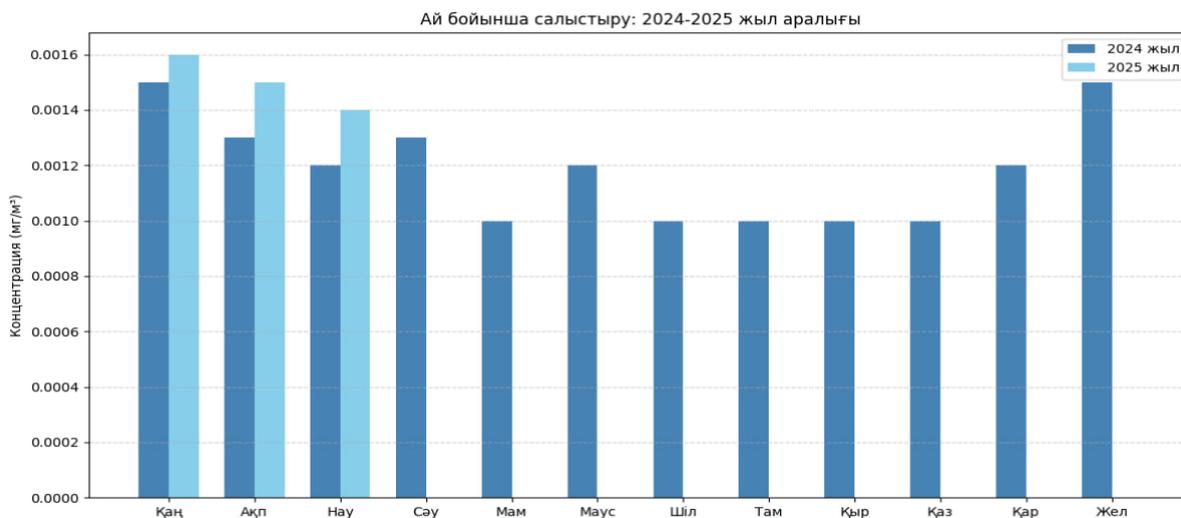
ӨСКЕМЕН ҚАЛАСЫНЫҢ АТМОСФЕРАДАҒЫ ЛАСТАУШЫ БӨЛШЕКТЕР ДИНАМИКАСЫН САНДЫҚ МОДЕЛЬДЕУ



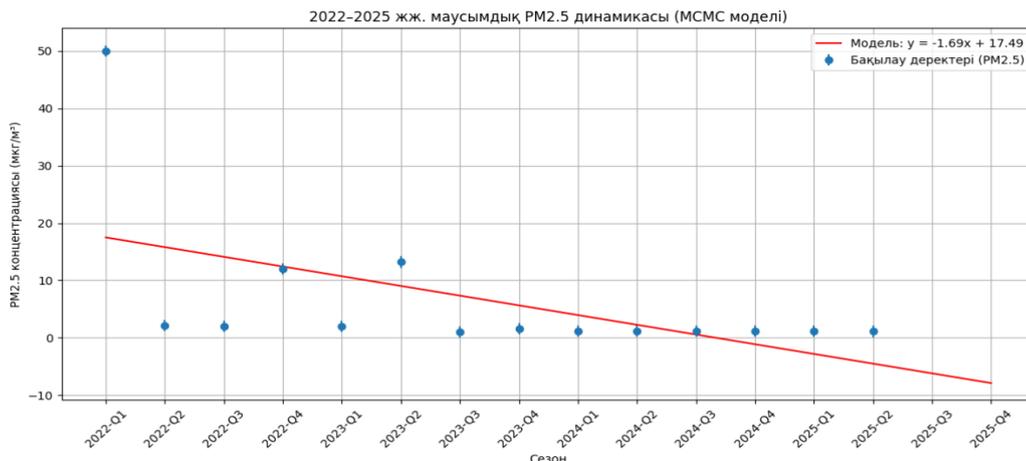
Сурет 4. РМ 2.5 концентрациясының 2023–2024 жылдарындағы маусымдық таралу диаграммасы



Сурет 5. РМ 2.5 концентрациясының 2024–2025 жылдары шоғырлану графигі



Сурет 6. РМ 2.5 концентрациясының 2024–2025 жылдарындағы маусымдық таралу диаграммасы



Сурет 7. Өскемен қаласындағы PM2,5 концентрациясының маусымдық динамикасы (2022–2025 жж.)

ҚОРЫТЫНДЫ

Өскемен қаласының атмосферасындағы PM2.5 концентрациясының маусымдық динамикасын үш жылдық цикл бойынша талдау тұрақты үрдісті көрсетті: суық кезеңде ластану деңгейі жазғы маусымға қарағанда бірнеше есе жоғары болады, ал қысқы шырлардың «бастапқы нүктесі» жыл сайын жоғары мәндерге ие [3–7]. Ұсақ бөлшектердің ең жоғары концентрациясы халықтың денсаулығына үлкен қауіп төндіреді: олар тыныс алу органдарының ауруларының дамуына ықпал етеді және жүрек-қан тамырлары асқынуларының, соның ішінде гипертония және басқа патологиялардың қауіпін арттырады [8, 9].

PM2.5 деңгейін төмендету және адамға зиянды әсерді барынша азайту үшін озық тәжірибелер мен соңғы зерттеу нәтижелеріне негізделген стратегиялық шаралар кешенін жүзеге асыру қажет. Біріншіден, жоғары тиімді сүзгілерді пайдалана отырып, өнеркәсіптік эмиссия көздерін жаңарту және таза технологияларға ауысу қатты бөлшектердің бөлінділердің көлемін айтарлықтай азайтады [10]. Екіншіден, қалалық ортада жасыл аудандарды құру және кеңейту ауаның табиғи фильтрациясын күшейтеді [9].

Жергілікті метеорологиялық жағдайларға бейімделген қазіргі заманғы сандық модельдер мен машиналық оқыту әдістерін пайдалана отырып, ауа сапасын бақылау және болжау жүйесін жасау да маңызды болып табылады. Халықты PM2.5 концентрациясының шыңына жақындау туралы ескерту жеке қорғаныс шараларын алдын ала қабылдауға және созылмалы аурулардың өршу қаупін азайтуға мүмкіндік береді.

Алғыс

Бұл жұмыс Қазақстан Республикасы Ғылым және жоғары білім министрлігінің бағдарламалық-нысаналы қаржыландыруы аясында жүзеге асырылды (ЖТН №BR27101493) – «Ластау көздерінің таралуын анықтау негізінде Қазақстанның өнеркәсіптік қалаларында ауаның ластануын азайту стратегиясын жасау» жобасы бойынша.

ӘДЕБИЕТТЕР

1. Асанов, Д., және басқалар. Өнеркәсіптік қаланың атмосфералық ластануын кеңістіктік және уақытша талдау — Усть-Каменогорск қаласындағы жағдайды зерттеу / Д. Асанов, М. К. Қожахметов, А. Р. Қасымов, т.б. // Атмосфера журналы. – 2022. – Т. 13, мақала 1956.
2. Темірбеков, Н., және басқалар. Ластаушы заттардың фотохимиялық трансформациясын атмосфералық модельдеу: Усть-Каменогорск қаласындағы метеорологиялық жағдайлар мен тәуліктік циклдің әсері / Н. Темірбеков, Е. Молғаждаров, Д. Тамабай, А. Темірбеков. // Инженерлік мәселелерді математикалық модельдеу журналы. – 2023. – Т. 10, № 5, 1699–1705 б.
3. Луши Е. Бірнеше нүктелік көздерден атмосфераға ластанушы заттардың шығарылымын бағалау үшін кері Гаусс шлейф әдісі / Е. Луши, Дж. М. Стоки // Атмосфералық орта. – 2010. – Т. 44, № 8. – Б. 1097–1107. <https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2009.12.024>
4. Сюй Ц. Көпқабатты температуралық инверсия құрылымдары және олардың ауа сапасына ықтимал әсері / Ц. Сюй, Ц. Ли, С. Ли, Ы. Чжан // Жалпы ортаның ғылымы. – 2020. – Т. 730. – Б. 139065. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139065>
5. Фэн С. Атмосфералық шекаралық қабаттағы температуралық инверсиялар және олардың Сычуань бассейніндегі ауа ластануына әсері / С. Фэн, С. Вэй, С. Ван // Жалпы ортаның ғылымы. – 2020. – Т. 730. – Б. 139065. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139065>
6. Хан Ж. Қалалық ауа сапасын талдау үшін машиналық оқыту: шолу / Ж. Хан, У. Чжан, Х. Лиу, Х. Сюн // arXiv препринті arXiv:2310.09620. – 2023. – Б. 44. <https://doi.org/10.48550/arXiv.2310.09620>
7. Чо Э. Қалалық орталарда PM2.5 концентрациясына метеорологиялық факторлардың әсері / Э. Чо, С. Ким // Қоршаған ортаны зерттеу және қоғамдық денсаулық халықаралық журналы. – 2021. – Т. 18, № 14. – Б. 7504. <https://doi.org/10.3390/ijerph18147504>
8. Лин Х. Жұқа бөлшекті ауа ластануы және артериалдық қысым / Х. Лин және басқалар // Hypertension. – 2017. – Т. 69, № 5. – Б. 806–812. <https://doi.org/10.1161/hypertensionaha.116.08834>
9. Лелиевелд Ж. Амбиенттік ауа ластануынан дәрігерлік аурулардың ауыртпалығы: жаңа қауіп коэффициентте-

рі арқылы қайта бағалау / Ж. Лелиевелд және басқалар // Nature. – 2015. – Т. 525, № 7569. – Б. 367–371. – <https://doi.org/10.1038/nature15371>.

- 10 Мухопадхъяй А. Өнеркәсіптік аймақтарда бөлшектік ластануды азайтудың тұрақты стратегиялары / А. Мухопадхъяй және басқалар // Environmental Development and Sustainability. – 2014. – Т. 16, № 1. – Б. 35–48. <https://doi.org/10.1007/s10668-013-9477-y>

REFERENCES

1. Assanov, D., et al. Spatiotemporal Patterns of Air Pollution in an Industrialised City—A Case Study of Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan / D. Assanov, M. K. Kozhakhmetov, A. R. Kasyma, et al. // Atmosphere. – 2022. – Vol. 13, Article 1956. – [MDPI].
2. Temirbekov, N., et al. Atmospheric Modelling of Photochemical Transformations of Pollutants: Impact of Weather Conditions and Diurnal Cycle (Case Study: Ust-Kamenogorsk, Kazakhstan) / N. Temirbekov, Y. Malgazhdarov, D. Tamabay, A. Temirbekov // Mathematical Modelling of Engineering Problems. – 2023. – Vol. 10, Issue 5, P. 1699–1705.
3. Lushi E. An inverse Gaussian plume approach for estimating atmospheric pollutant emissions from multiple point sources / E. Lushi, J. M. Stockie // Atmospheric Environment. – 2010. – Vol. 44, No. 8. – P. 1097–1107. <https://doi.org/10.1016/j.atmosenv.2009.12.024>
4. Xu X. Multilayer temperature inversion structures and their potential impact on air quality / X. Xu, Q. Li, C. Li, Y. Zhang // Science of the Total Environment. – 2020. – Vol. 730. – Art. 139065. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139065>
5. Feng X. Temperature inversions in the atmospheric boundary layer and their impact on air pollution in the Sichuan Basin / X. Feng, S. Wei, S. Wang // Science of the Total Environment. – 2020. – Vol. 730. – Art. 139065. <https://doi.org/10.1016/j.scitotenv.2020.139065>
6. Han J. Machine Learning for Urban Air Quality Analytics: A Survey / J. Han, W. Zhang, H. Liu, H. Xiong // arXiv preprint arXiv:2310.09620. – 2023. – P. 44. <https://doi.org/10.48550/arXiv.2310.09620>
7. Cho E. Impact of Meteorological Factors on PM2.5 Concentrations in Urban Environments / E. Cho, S. Kim // International Journal of Environmental Research and Public Health. – 2021. – Vol. 18, No. 14. – Art. 7504. <https://doi.org/10.3390/ijerph18147504>
8. Lin H. Fine particulate air pollution and hypertension / H. Lin et al. // Hypertension. – 2017. – Vol. 69, No. 5. – P. 806–812. <https://doi.org/10.1161/hypertensionaha.116.08834>
9. Lelieveld J. Cardiovascular disease burden from ambient air pollution in Europe reassessed using novel hazard ratio functions / J. Lelieveld et al. // Nature. – 2015. – Vol. 525, No. 7569. – P. 367–371. <https://doi.org/10.1038/nature15371>
10. Mukhopadhyay A. Sustainable strategies for particulate pollution mitigation in industrial regions / A. Mukhopadhyay et al. // Environmental Development and Sustainability. – 2014. – Vol. 16, No. 1. – P. 35–48. <https://doi.org/10.1007/s10668-013-9477-y>

ЧИСЛЕННОЕ МОДЕЛИРОВАНИЕ ДИНАМИКИ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ЧАСТИЦ В АТМОСФЕРЕ ГОРОДА УСТЬ-КАМЕНОГОРСКА

А. А. Жадыранова^{1*}, К. Ш. Жумадилов¹, Д. К. Аншокова¹,
Ж. А. Байгазинов², Н. Ж. Мухамедияров²

¹ Евразийский национальный университет им. Л. Н. Гумилёва, Астана, Казахстан

² АО «Парк ядерных технологий», Курчатов, Казахстан

* E-mail для контактов: a.a.zhadyranova@gmail.com

В статье рассматривается численное моделирование динамики загрязняющих веществ в атмосфере города Усть-Каменогорска с акцентом на частицы PM_{2.5}, выделяемые Усть-Каменогорским металлургическим заводом (УМЗ). Моделирование проводится с использованием современных методов, учитывающих влияние метеорологических условий, топографических особенностей и антропогенных источников загрязнения. Особое внимание уделяется оценке концентраций PM_{2.5} в различные сезоны года, а также анализу их влияния на качество воздуха и здоровье населения. Результаты моделирования помогают выявить ключевые зоны загрязнения и оценить эффективность мер по снижению эмиссии. Сравнение с данными других месяцев года показывает сезонные колебания концентраций PM_{2.5}, что позволяет точнее прогнозировать воздействие загрязняющих компонентов в зависимости от времени года.

Ключевые слова: численное моделирование, загрязнение воздуха, PM_{2.5}, Усть-Каменогорск, метеорологические условия, качество воздуха, УМЗ.

NUMERICAL MODELING OF THE DYNAMICS OF POLLUTANT PARTICLES
IN THE ATMOSPHERE OF UST-KAMENOGORSK

A. A. Zhadyranova^{1*}, K. Sh. Zhumadilov¹, Д. К. Anshokova¹,
Zh. A. Baigazinov², N. Zh. Mukhamediarov²

¹ L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

² JSC “Park of Nuclear Technologies”, Kurchatov, Kazakhstan

* E-mail for contacts: a.a.zhadyranova@gmail.com

The article presents a numerical modeling study of the dynamics of pollutant particles in the atmosphere of Ust-Kamenogorsk, with a focus on PM_{2.5} emissions from the Ust-Kamenogorsk Metallurgical Plant (UKMP). The modeling employs advanced techniques that account for meteorological conditions, topographical features, and anthropogenic pollution sources. Special attention is given to estimating PM_{2.5} concentrations across different seasons and analyzing their impact on air quality and public health. The modeling results aid in identifying key pollution hotspots and evaluating the effectiveness of emission reduction measures. Comparison with data from other months reveals seasonal variations in PM_{2.5} levels, enabling more accurate forecasts of pollutant impacts depending on the time of year.

Keywords: numerical modeling, air pollution, PM_{2.5}, Ust-Kamenogorsk, meteorological conditions, air quality, UKMP.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-129-135>

УДК 621.6; 629.039.58

ОБОСНОВАНИЕ БЕЗОПАСНОСТИ ТРАНСПОРТИРОВКИ ЖИДКИХ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ

Д. И. Абулгазиева*, А. К. Мухамедиев, М. К. Сейсенбаева, В. А. Поспелов,
В. В. Яковлев, Ю. Ю. Бакланова, А. Г. Коровиков

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

*E-mail для контактов: davydenko@nnc.kz

В статье представлены результаты работ по обоснованию безопасности транспортировки проб жидких радиоактивных отходов (ЖРО) из ТОО «МАЭК», г. Актау в РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан», г. Курчатов. На начальном этапе работ, на основании исходных данных о свойствах ЖРО (активность, нуклидный состав), для транспортировки проб был спроектирован и изготовлен специальный транспортный упаковочный комплект (ТУК), отвечающий требованиям нормативных документов Республики Казахстан в области использования атомной энергии. Для обоснования радиационной безопасности выполнены радиационные расчеты по оценке мощности эффективной дозы гамма-излучения на поверхности ТУК и подтверждена безопасность транспортировки проб ЖРО.

Ключевые слова: РУ БН-350, радиоактивные отходы, транспортировка, освобожденная упаковка, транспортный упаковочный комплект, радиационная безопасность.

ВВЕДЕНИЕ

В результате эксплуатации опытно-промышленной реакторной установки (РУ) БН-350 с реактором на быстрых нейтронах и жидкотеплоносителем, в период с 1973 года по 1999 год, и при проведении мероприятий по выводу РУ из эксплуатации, было накоплено достаточно большое количество ЖРО. На сегодняшний день все накопленные ЖРО РУ БН-350 представляют собой, в основном, солевые растворы, а также пульпы ионообменных материалов и органические (маслосодержащие) радиоактивные отходы. Химический состав ЖРО представлен в таблице 1 [1].

Для обоснования выбора оптимальной технологии переработки ЖРО РУ БН-350 необходимо выполнить комплекс научно-исследовательских работ,

а для этого необходимо осуществить доставку проб различных типов ЖРО на комплекс исследовательских реакторов «Байкал-1» РГП НЯЦ РК. С целью соблюдения требований нормативно-правовых актов Республики Казахстан в области использования атомной энергии при транспортировке, выполнены работы по обоснованию безопасности.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Транспортировка радиоактивных отходов (РАО) является ответственным мероприятием, требующим соблюдения целого ряда требований безопасности. Для этого используются специальные ТУК и специализированные автомобили, которые надежно защищают персонал и окружающую среду от вредного воздействия РАО.

Таблица 1. Химический состав ЖРО

Емкость и место отбора		Сухой остаток	Хлориды	Жесткость	Щелочность	Сульфаты	Нитраты	Нитриты	Кремнекислота	Тип ЖРО
		г/л	г/л	г-экв/л	гэкв/л	г/л	г/л	г/л	г/л	
Б-02/1	верхний уровень	400,0	38,99	0,025	0,18	30,38	51,78	0,79	0,45	кубовый остаток
	средний уровень	430,0	35,45	0,02	0,26	36,26	41,43	0,89	0,49	
	нижний уровень	530,0	42,54	0,018	0,28	29,4	44,9	0,84	0,7	
Б-02/2	верхний уровень	170,0	18,07	0,035	0,07	11,76	31,07	0,49	0,74	кубовый остаток
	средний уровень	190,0	17,9	0,025	0,06	18,68	35,06	0,44	0,39	
	нижний уровень	200,0	17,72	0,065	0,09	13,23	30,5	0,69	0,71	
Б-02/5	верхний уровень	180,0	28,36	0,022	0,04	9,31	41,63	0,59	0,34	кубовый остаток
	средний уровень	170,0	18,25	0,024	0,05	6,86	21,3	0,66	0,36	
	нижний уровень	180,0	17,91	0,023	0,041	5,88	20,52	0,68	0,45	
Б-02/6	верхний уровень	масло								масло, полифенил-метилсилоксаны Na-K
	средний уровень	150,0	10,6	0,011	2,1	4,9	2,35	1,33	1,18	
	нижний уровень	160,0	1,40	0,037	2,4	8,57	71,88	0,44	0,63	

В мире разработаны и достаточно широко используются контейнеры для транспортировки и хранения твердых РАО. Сложнее дело обстоит с транспортировкой ЖРО. В основном для их транспортировки используются специальные цистерны или специализированные автомобили, оснащенные системами контроля уровня жидкости, подачи и слива жидкости, а также системой контрольно-измерительных приборов и автоматики для отслеживания состояния функциональных систем защитного контейнера, клапанов и других элементов. В целом, необходимо отметить, что РАО редко транспортируют в жидком виде, ввиду необходимости обеспечения более высоких требований безопасности и технических особенностей процесса [2, 3]. ТУКи для транспортировки ЖРО широко не представлены на внутреннем рынке Казахстана. Кроме того, для выполнения научно-исследовательской работы не требуются большие объемы ЖРО, поэтому, РГП НЯЦ РК самостоятельно разработал конструкторскую документацию упаковки для транспортировки ЖРО.

ЖРО РУ БН-350

Все ЖРО РУ БН-350 представляют собой жидкости с щелочной средой $\text{pH} > 12$, с высоким содержанием солей, имеющие желто-коричневую окраску. Соли обусловлены высоким содержанием хлоридов, сульфатов, нитратов. Соли, входящие в состав ЖРО, представлены катионами щелочных металлов (Na, K). Маслосодержащие ЖРО (емкость Б-02/6) представляют собой вязкие жидкости с щелочной реакцией среды $\text{pH} > 10,8$.

Соотношение компонентов в ЖРО существенно варьируется. При этом диапазон солесодержания в отходах составляет от 150 до 530 г/л [1].

Требования к упаковке

Транспортировка РАО в Казахстане осуществляется в ТУК в соответствии с требованиями правил [4]. Существует несколько типов ТУК в зависимости от находящегося в них радиоактивного содержимого. Согласно правилам, все упаковки должны соответствовать общим требованиям. К ним относятся требования к конструкции упаковки, размеру, элементам крепления, клапанам и запорным устройствам и т.п. К упаковкам с жидким содержимым предъявляются дополнительные требования:

- конструкция упаковки должна предусматривать наличие дополнительного не заполняемого объема для компенсации температурных изменений содержимого, динамических эффектов и динамики заполнения;

- упаковка должна иметь достаточное количество абсорбирующего материала для поглощения удвоенного объема жидкого радиоактивного содержимого, расположенного так, чтобы в случае утечки осуществлялся его непосредственный контакт с жидкостью;

- упаковка должна иметь систему герметизации, состоящую из первичной внутренней и вторичной

наружной изолирующих частей, сконструированных так, чтобы обеспечивалось удержание жидкого радиоактивного содержимого внутри вторичной наружной изолирующей части даже в случае утечки из первичной внутренней изолирующей части.

Ввиду необходимости небольшого объема ЖРО, было принято решение рассмотреть в качестве ТУК освобожденную упаковку. Как и другие типы упаковок, освобожденная упаковка должна содержать только те материалы, которые разрешены для данной конструкции упаковки. В частности, для освобожденной упаковки установлены следующие требования к количеству и параметрам, загружаемого материала:

- активность содержимого не должна превышать значений пределов активности, указанных в правилах [4];

- уровень излучения в любой точке внешней поверхности освобожденной упаковки не должен превышать 5 мкЗв/час над естественным фоном местности.

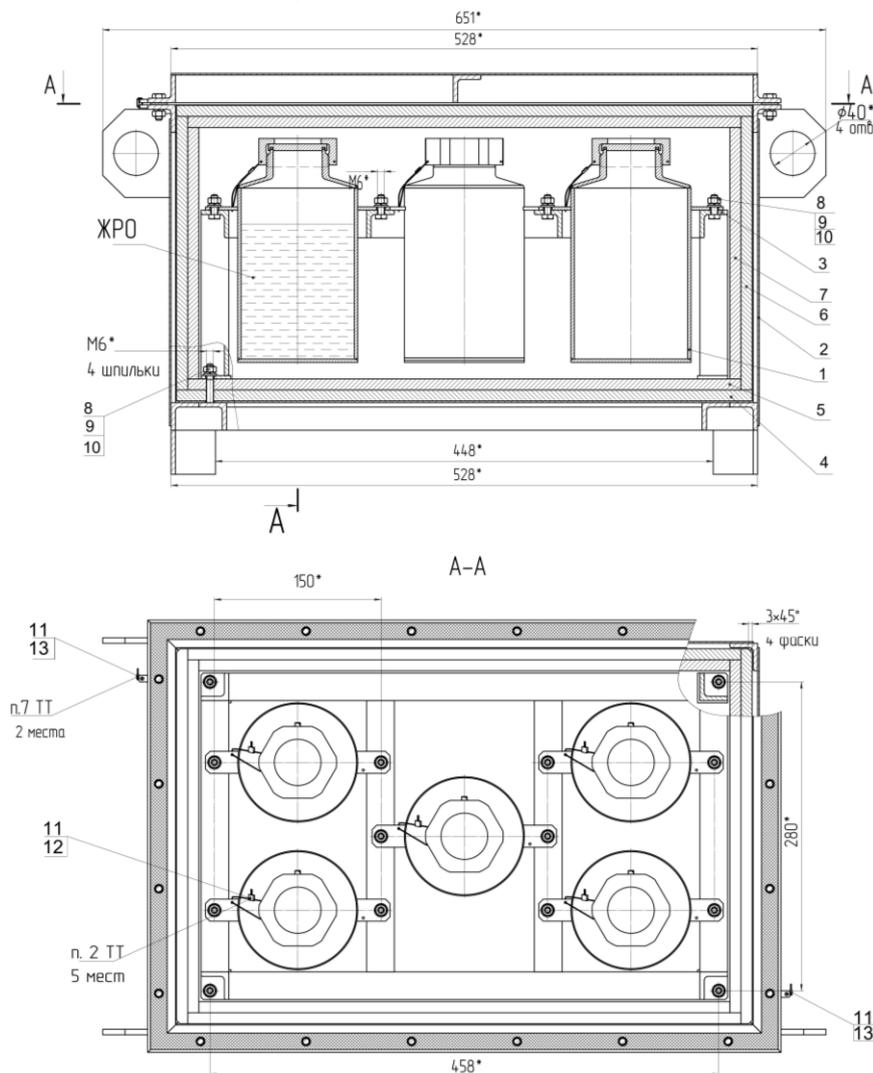
Предел активности для освобожденной упаковки с жидким содержимым в качестве «материала» составляет значение $10^{-4}A_2$, где A_2 – табличное значение активности какого-либо радионуклида, за исключением радиоактивного материала особого вида, используемое для определения пределов активности.

Разработка упаковки

В соответствии с предъявляемыми к освобожденным упаковкам требованиями была разработана конструкторская документация на контейнер (рисунок 1). Корпус освобожденной упаковки представляет собой сварную конструкцию в форме параллелепипеда. Крышка защитного корпуса крепится с помощью болтовых соединений и уплотняется прокладкой из тепломорозокислотощелочестойкой техпластины марки 1-1-ТМКЩ-С-2 ГОСТ 7338-90. Основной конструкционный материал корпуса и крышки – сталь Ст.3. Внутренняя и внешняя поверхности корпуса и крышки покрыты эмалью ПФ-115.

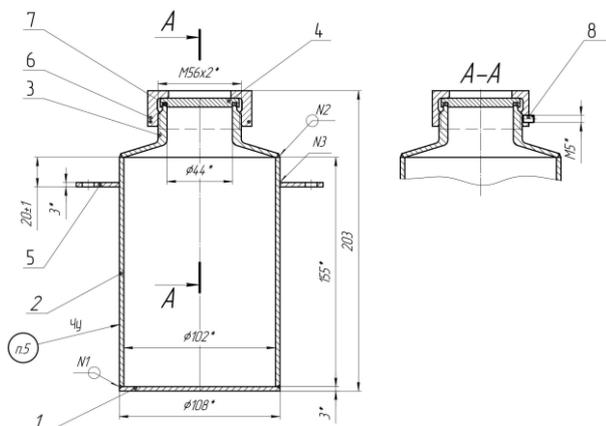
Во внутренней полости контейнера установлена радиационная защита, обеспечивающая снижение уровня излучения от ее радиоактивного содержимого на внешней поверхности упаковки до установленного значения для освобожденных упаковок – все поверхности защищены двумя свинцовыми пластинами толщиной 1 см каждая.

Пробы ЖРО помещаются в специальные емкости в количестве 5 штук, которые с помощью болтов крепятся внутри упаковки на установленном каркасе (рисунок 2). Объем емкости составляет 1,3 л, допустимое заполнение – не более 1 л. Максимальный вес заполненной емкости – 3,2 кг. Содержимое емкости надежно герметизируется крышкой с прокладкой, которые фиксируются на горловине гайкой. Материалом основных деталей емкости является сталь 12Х18Н10Т ГОСТ 9941-81.



1 – емкость; 2 – контейнер; 3 – каркас; 4, 5 – плата нижняя; 6, 7 – плата боковая; 8 – гайка; 9 – шайба; 10 – болт; 11 – прокладка; 12, 13 – проволока

Рисунок 1. Сборочный чертеж освобожденной упаковки



1 – днище; 2 – обечайка; 3 – горловина; 4 – крышка; 5 – кронштейн; 6 – гайка; 7 – прокладка; 8 – винт

Рисунок 2. Емкость под ЖРО

После установки емкостей с пробками ЖРО, свободный объем упаковки, составляющий 24 литра, заполняется сорбирующим материалом, который в случае протечек полностью поглотит жидкость и предотвратит выход радиоактивного материала за пределы упаковки. При максимальном объеме перевозимых ЖРО – 5 л, объем сорбирующего материала составляет в 5 раз больше объема ЖРО.

Максимальный вес заполненного контейнера – 205 кг. Для осуществления строповки контейнера на его боковых стенках имеются петли, рассчитанные на грузоподъемность 262,5 кгс.

РЕЗУЛЬТАТЫ РАСЧЕТОВ

Для проведения научно-исследовательской работы определены места отбора необходимых проб из емкостей хранилища ЖРО РУ БН-350. Отбор проб осуществлялся с применением штатной системы, включающей вакуумный насос, пробоотборный мон-

жус и арматуру. В результате проведенного отбора проб из мест хранения специалистами ТОО «МАЭК» были представлены следующие данные (таблице 2).

Таблица 2. Результаты отбора проб [5]

№ п/п	Место отбора	Точка отбора	Радионуклид	Текущая активность, МБк/л
1	Емкость Б-02/01	верхний уровень	^{137}Cs	17,4
2		средний уровень	^{137}Cs	13,0
3		нижний уровень	^{137}Cs	21,1
4	Емкость Б-02/02	верхний уровень	^{137}Cs	10,7
5		средний уровень	^{137}Cs	10,4
6		нижний уровень	^{137}Cs	11,0
7	Емкость Б-02/05	верхний уровень	^{137}Cs	11,5
8		средний уровень	^{137}Cs	10,4
9		нижний уровень	^{137}Cs	10,0
10	Емкость Б-02/06	верхний уровень	^{137}Cs	0,4
11		средний уровень	^{137}Cs	0,7
12		нижний уровень	^{137}Cs	15,5

Таблица 3. Распределение проб в освобожденных упаковках

Контейнер	Место отбора пробы	Объем пробы, л	Активность пробы, МБк
Освобожденная упаковка №1	Емкость Б-02/1 (верхний уровень)	1,0	17,4
	Емкость Б-02/1 (средний уровень)	1,0	13,0
	Емкость Б-02/2 (верхний уровень)	1,0	10,7
	Емкость Б-02/2 (средний уровень)	1,0	10,4
	Емкость Б-02/6 (верхний уровень)	1,0	0,4
Активность освобожденной упаковки №1			41,5
Освобожденная упаковка №2	Емкость Б-02/1 (нижний уровень)	1,0	21,1
	Емкость Б-02/2 (нижний уровень)	1,0	11,0
	Емкость Б-02/5 (верхний уровень)	1,0	11,5
	Емкость Б-02/5 (средний уровень)	1,0	10,4
	Емкость Б-02/6 (средний уровень)	1,0	0,7
Активность освобожденной упаковки №2			54,7
Освобожденная упаковка №3	Емкость Б-02/5 (нижний уровень)	1,0	10,0
	Емкость Б-02/6 (нижний уровень)	1,0	15,5
	Емкость Б-02/6 (верхний уровень)	1,0	0,4
	Емкость Б-02/6 (средний уровень)	1,0	0,7
	Емкость Б-02/6 (нижний уровень)	1,0	15,5
Активность освобожденной упаковки №3			42,1



а)



б)

Рисунок 3. Изготовленные контейнеры

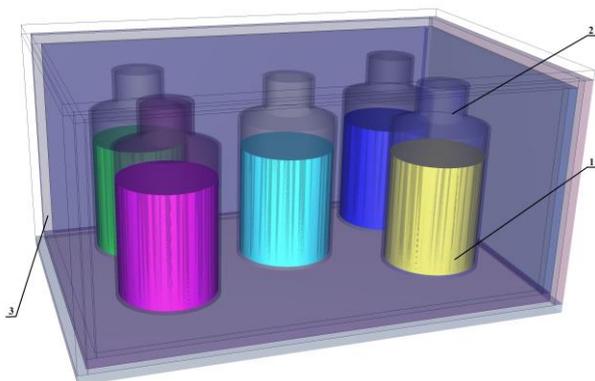
Радионуклидный состав ЖРО представлен в основном ^{137}Cs , наличие других радионуклидов незначительное и составляет менее 0,01 %. Поэтому, предел активности для освобожденной упаковки с ЖРО РУ БН-350 был рассчитан по нуклиду ^{137}Cs .

Согласно правилам [4] значение коэффициента A_2 для ^{137}Cs составляет 0,6 ТБк, а предел активности для освобожденной упаковки составляет 60 МБк.

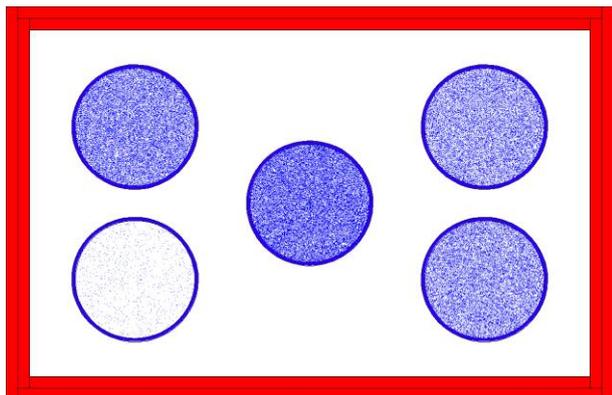
Для транспортировки проб ЖРО были изготовлены три контейнера с максимальным объемом перевозимых проб – 15 л (рисунок 3). На основании объемов и свойств ЖРО определена схема распределения проб в контейнерах (таблица 3).

Как видно из таблицы 2, суммарная активность содержимого каждой отдельной упаковки не превышает значения предела активности для освобожденной упаковки, рассчитанного для ЖРО РУ БН-350.

Для обоснования безопасности транспортировки проведены радиационные расчеты. Радиационные расчеты были выполнены в 3D геометрии с помощью кода MCNP5 [6]. Код основан на использовании метода Монте-Карло, с непрерывными по энергии сечениями и библиотеками констант ENDF/B-5,6 [7]. Расчетная модель MCNP контейнера с ЖРО представлена на рисунке 4 (а). Граничные условия в MCNP задаются через описание геометрии (например, ячеек).



1 – ЖРО, 2 – емкости для проб, 3 – свинцовая защита
а) общий вид 3D-модели



б) схема распределения источника ионизирующего излучения в упаковке №1

Рисунок 4. Расчетная модель

Для каждой из упаковок были заданы равномерные распределения источника ионизирующего излучения, пример для упаковки №1 представлен на рисунке 4 (б). Для достоверности результатов, количество историй (трэков частиц) составило 10^{10} частиц (фотонов) в каждом расчете.

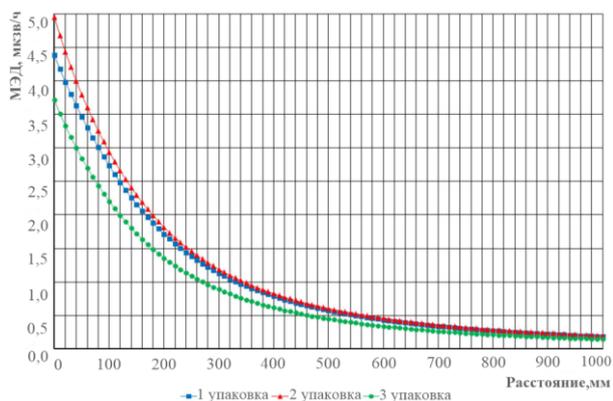
Для консервативности расчета радиационной безопасности за материал ЖРО была принята жидкость с плотностью в $1,0 \text{ г/см}^3$, которая имеет наименьшую способность к поглощению фотонов, а упаковка заполнена воздухом с плотностью $0,0012 \text{ г/см}^3$. Материальный состав упаковки соответствует исходным данным.

Итоговые значения мощности эквивалентной дозы (МЭД) [8] для всех трех освобожденных упаковок представлены в таблице 4, а диаграммы зависи-

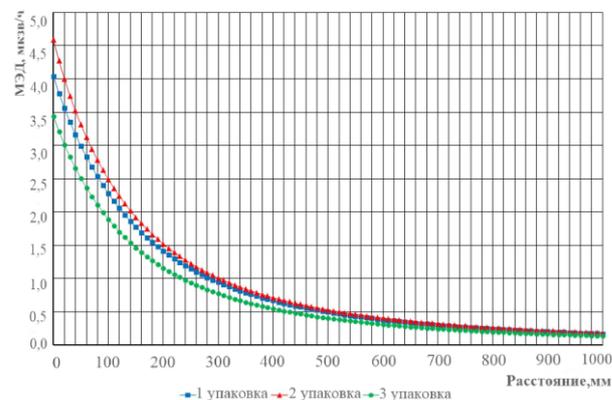
мости МЭД от расстояния до поверхности упаковки на рисунке 5. Для всех расчетов погрешность σ составляет менее 0,0011 в относительном значении.

Таблица 4. Значения МЭД на различном удалении от поверхности упаковки

Расстояние, мм	МЭД, мкЗв/ч, $\sigma < 0,0011$					
	Освобожденная упаковка №1		Освобожденная упаковка №2		Освобожденная упаковка №3	
	сбоку	сверху	сбоку	сверху	сбоку	сверху
20 (вплотную)	3,98	3,56	4,44	4,00	3,33	3,01
100	2,74	2,28	2,94	2,49	2,20	1,89
1000	0,19	0,17	0,20	0,18	0,15	0,14



а) сбоку от поверхности освобожденной упаковки



б) сверху от поверхности освобожденной упаковки

Рисунок 5. Диаграммы зависимости МЭД от расстояния до поверхности упаковки

Результаты расчета показали, что максимальное значение МЭД на поверхности освобожденных упаковок с пробами ЖРО РУ БН-350 не превышает значения 5 мкЗв/ч .

Таким образом, основные критерии безопасности при транспортировке ЖРО РУ БН-350 в освобожденной упаковке выполнены:

– активность содержимого не превышает 60 МБк по нуклиду ^{137}Cs

– уровень излучения в любой точке внешней поверхности освобожденной упаковки не превышает 5 мкЗв/час над естественным фоном местности;

– конструкция упаковки обеспечивает удержание жидкого радиоактивного содержимого внутри вторичной наружной изолирующей части даже в случае утечки из первичной внутренней изолирующей части, за счет наличие свободного объема для заполнения абсорбирующим материалом.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Безопасность при транспортировке радиоактивных материалов обеспечивается соблюдением ряда требований, обозначенных в нормативно-технических документах в области перевозок радиоактивных грузов. Транспортировка радиоактивных материалов в освобожденных упаковках ограничивается пределом активности ее содержимого, а также значением мощности излучения на поверхности контейнера. Перевозка пятнадцати проб ЖРО РУ БН-350 в освобожденных упаковках из емкостей хранилища ТОО «МАЭК» по маршруту город Актау – город Курчатов была выполнена в соответствии с установленными требованиями и выполнением всех условий безопасности при транспортировке радиоактивных материалов.

Работа проводилась при финансовой поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан в рамках программы BR24993140 «НИР по обоснованию выбора и реализации технологии переработки жидких радиоактивных отходов».

ЛИТЕРАТУРА

1. «Разработка технико-экономического обоснования (ТЭО) проекта вывода из эксплуатации РУ БН-350», Книга 2, Техничко-технологические решения, P01.2020.000.02.ТЭО, ОО «МЭТР» Москва, 2020 г.
2. Иванов, А.Б. Актуализация методов оценки рисков при транспортировании жидких радиоактивных отходов с учетом новейших технологий упаковывания / А.Б. Иванов, С.В. Петров // Атомная энергия. – 2022. – Т. 132, № 5. – С. 305–312.
3. Смирнов, П.И. Разработка и применение новых материалов для транспортных упаковочных комплектов для высокоактивных жидких радиоактивных отходов /

П.И. Смирнов, М.В. Орлов // Вопросы радиационной безопасности. – 2023.

4. Правила транспортировки ядерных материалов, радиоактивных веществ и радиоактивных отходов от 28 мая 2021 года №183.
5. Протокол отбора проб ЖРО из мест хранения в количестве 15 штук, №02-09-01/1 от 30.12.2024 г.
6. Briesmeister, J.F. MCNP - a general Monte-Carlo Code for neutron and photon Transport / J.F. Briesmeister [et al.] – Los Alamos. – 1997. – LA-7396M.
7. MCNP: Neutron Benchmark / Problems Daniel J., Whalen David A., Cardon Jennifer L., Uhle John S., Hendricks.- LA-12212, DE92 004710. – November 1991. – 87 p.
8. Гигиенические нормативы. Санитарно-эпидемиологические требования к обеспечению радиационной безопасности, утвержденные приказом Министра национальной экономики Республики Казахстан № 155 от 27.02.2015.

REFERENCES

1. “Razrabotka tekhniko-ekonomicheskogo obosnovaniya (TEO) proekta vyvoda iz ekspluatatsii RU BN-350”, Kniga 2, Tekhniko-tekhnologicheskie resheniya, R01.2020.000.02.TEO, “METR” Ltd. Moscow, 2020 g.
2. Ivanov, A.B. Aktualizatsiya metodov otsenki riskov pri transportirovani zhidkikh radioaktivnykh otkhodov s uchetom noveyshikh tekhnologiy upakovvaniya / A.B. Ivanov, S.V. Petrov // Atomnaya energiya. – 2022. – Vol. 132, No. 5. – P. 305–312.
3. Smirnov, P.I. Razrabotka i primeneniye novykh materialov dlya transportnykh upakovochnykh komplektov dlya vysokoaktivnykh zhidkikh radioaktivnykh otkhodov / P.I. Smirnov, M.V. Orlov // Voprosy radiatsionnoy bezopasnosti. – 2023.
4. Pravila transportirovki yadernykh materialov, radioaktivnykh veshchestv i radioaktivnykh otkhodov ot 28 maya 2021 goda No.183.
5. Protokol otbora prob ZhRO iz mest khraneniya v kolichestve 15 shtuk, No. 02-09-01/1 ot 30.12.2024 g.
6. Briesmeister, J.F. MCNP - a general Monte-Carlo Code for neutron and photon Transport / J.F. Briesmeister [et al.] – Los Alamos. – 1997. – LA-7396M.
7. MCNP: Neutron Benchmark / Problems Daniel J., Whalen David A., Cardon Jennifer L., Uhle John S., Hendricks.- LA-12212, DE92 004710. – November 1991. – 87 p.
8. Gigienicheskie normativy. Sanitarно-epidemiologicheskie trebovaniya k obespecheniyu radiatsionnoy bezopasnosti, utverzhdennye prikazom Ministra natsional'noy ekonomiki Respubliki Kazakhstan No. 155 ot 27.02.2015.

СҰЙЫҚ РАДИОАКТИВТІ ҚАЛДЫҚТАРДЫ ТАСЫМАЛДАУ ҚАУІПСІЗДІГІНІҢ НЕГІЗДЕМЕСІ

Д. И. Абулгазинова*, А. К. Мухамедиев, М. К. Сейсенбаева, В. А. Поспелов,
В. В. Яковлев, Ю. Ю. Бакланова, А. Г. Коровиков

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

** Байланыс үшін E-mail: davydenko@nnc.kz*

Мақалада Ақтау қаласының «МАЭК» ЖШС-дан Курчатов қаласының «Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы» РМК-ға сұйық радиоактивті қалдықтардың (СРҚ) сынамаларын тасымалдау қауіпсіздігін негіздеу жұмыстарының нәтижелері көрсетілген. Жұмыстың бастапқы кезеңінде СРҚ қасиеттері (белсенділігі, нуклидтік құрамы) туралы шығыс деректер негізінде сынамаларды тасымалдау үшін Қазақстан Республикасының атом энергиясын пайдалану саласындағы нормативтік құжаттарының талаптарына сай келетін арнайы көліктік-қаптама комплектісі (КҚК) жобаланып, дайындалды. Қауіпсіздікті негіздеу үшін КҚК бетіндегі гамма-сәулеленудің тиімді дозасының қуатын бағалау үшін нейтрондық-физикалық есептеулер жүргізілді және СРҚ сынамаларын тасымалдау қауіпсіздігі расталды.

Түйін сөздер: *БН-350 РҚ, радиоактивті қалдықтар, тасымалдау, босатылған қаптама, көліктік-қаптама комплектісі, қауіпсіздік.*

JUSTIFICATION OF THE SAFETY OF TRANSPORTING LIQUID RADIOACTIVE WASTE

D. I. Abulgazinoва*, A. K. Mukhamediyev, M. K. Seisenbayeva, V. A. Pospelov,
V. V. Yakovlev, Yu. Yu. Baklanova, A. G. Korovikov

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

** E-mail for contacts: davydenko@nnc.kz*

This paper presents the results of the work carried out to justify the safe transport of liquid radioactive waste (LRW) samples from MAEK LLP in Aktau to the RSE “National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan” in Kurchatov. Initially, a special transport and packaging kit (TUK) was designed and manufactured for the samples, based on preliminary data on the properties of the LRW (activity and nuclide composition). The TUK meets the requirements of Kazakhstan's regulatory documents on the use of atomic energy. Neutronic calculations were performed to evaluate the effective dose rate of gamma radiation on the surface of the TUK, thereby confirming the safety of transporting LRW samples.

Keywords: *BN-350 RF, radioactive waste, transportation, excepted packaging, transport packaging kit, safety.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-136-146>
УДК 538.971

ОЦЕНКА ПРИМЕНИМОСТИ ИОННОЙ МОДИФИКАЦИИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СОПРОТИВЛЯЕМОСТИ К ВНЕШНИМ ВОЗДЕЙСТВИЯМ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ

А. Л. Козловский^{1,2*}, Д. И. Шлимас^{1,2}, М. Е. Калиекперов^{1,2}, К. К. Мунасбаева², Д. Б. Боргеков^{1,2}

¹ *НАО Евразийский национальный университет им. Л.Н. Гумилева, Астана, Казахстан*

² *РГП «Институт ядерной физики» МЭ РК, Алматы, Казахстан*

* E-mail для контактов: kozlovskiy.a@inp.kz

Ключевая цель представленных результатов исследования заключается в определении влияния ионной модификации на повышение сопротивляемости многослойных покрытий к внешним воздействиям, включая высокотемпературное окисление, воздействие агрессивных сред и механических нагрузок. В качестве метода ионной модификации был выбран метод облучения низкоэнергетическими ионами N^+ , C^+ , O^+ с энергиями 40 кэВ и флюенсами 10^{13} , 10^{14} и 10^{15} $см^{-2}$, выбор которых основан на схожести их массы, а также возможности ускорения их с одинаковой энергией, что позволяет исключить энергетический фактор при оценке эффективности модификации. В ходе проведенных исследований было установлено, что эффект упрочнения, наблюдаемый при облучении низкоэнергетическими ионами имеет прямую зависимость от флюенса облучения, вариация которого приводит к формированию большей плотности структурных дефектов в поврежденном слое, а также практически не зависит от типа ионов используемых для модификации. При этом установлено, что максимальный эффект упрочнения достигается при флюенсах облучения 10^{15} $см^{-2}$, при которых упрочнение приповерхностного слоя составляет порядка 10–15% по сравнению с немодифицированными покрытиями. Результаты оценки эффективности устойчивости к внешним механическим воздействиям, в частности, к трению, показали, что формирование деформационного слоя за счет ионной модификации приводит к увеличению сопротивляемости к износу при трении, а также увеличению стабильности поверхности покрытий к процессам деградации.

Ключевые слова: многослойные покрытия, антикоррозионные покрытия, упрочнение, сопротивление деградации, ионная модификация.

ВВЕДЕНИЕ

Повышение сопротивляемости к внешним воздействиям, связанным с процессами коррозии и окисления, а также механических нагрузок для стальных конструкций является одной из ключевых задач современного материаловедения [1, 2]. Увеличение сопротивляемости к процессам коррозии позволяет повысить сроки эксплуатации, а также снизить затраты на замену металлических конструкций, используемых в условиях агрессивных сред, включая высокотемпературное воздействие. При этом большое внимание в последние годы уделяется поиску возможностей применения различных защитных покрытий, в том числе и многослойных покрытий на основе нитридных и оксидных соединений, использование которых позволяет увеличить сопротивляемость к процессам деструкции при коррозионном воздействии, а также увеличить устойчивость к внешним механическим воздействиям [3–5]. В основе данных исследований лежат следующие гипотезы, основанные на ряде экспериментальных данных, включающих в себя оценку применимости использования тонкопленочных покрытий в качестве так называемых «жертвенных» покрытий, которые наносятся на металлические конструкции, тем самым сдерживают внешние воздействия, замедляя процессы деградации [6–9]. В данном случае структура тонкопленочных покрытий, имеющая отличия от стали позволяет сдерживать процессы диффузии кислорода, водорода, суль-

фидов, карбонатов в сталь, тем самым замедляя процессы окисления, которые, как правило, приводят к формированию оксидных включений, пирротинов или пиритов и т.д. [10, 11]. Замедление процессов деградации способствует увеличению сопротивляемости стали к процессам окисления приповерхностного слоя, а повышение устойчивости к механическим воздействиям за счет уменьшения скорости износа поверхности при трении позволяет увеличить сроки эксплуатации стальных и металлических конструкций, что снижает затраты на их эксплуатацию и вынужденную замену [12–15].

Основная цель данного исследования заключается в определении влияния воздействия низкоэнергетического ионного облучения на повышение сопротивляемости покрытий к внешним воздействиям [16–18], включая высокотемпературное воздействие, агрессивные среды, а также механическое воздействие в виде трения. Основная гипотеза, лежащая в основе данного исследования, заключается в создании деформационного буферного слоя в многослойных покрытиях путем ионного облучения, повышающего сопротивляемость к внешним воздействиям за счет перемешивания слоев, а также формирования большого количества дислокаций, скопление которых на границах слоев приводит к увеличению сопротивляемости и препятствию процессов окисления при высокотемпературном воздействии. Формирование подобно деформационного слоя в покрытиях позво-

ляет увеличить сопротивляемость к внешним воздействиям, за счет сдерживания процессов деградации и окисления, которое связано с изменением дислокационной плотности вблизи границ слоев, препятствующих распространению микротрещин, возникающих в результате внешних воздействий, а также процессам диффузионного проникновения кислорода и продуктов коррозии при взаимодействии с агрессивными средами. Выбор низкоэнергетического ионного облучения в данном случае обусловлен возможностями создания деформированного слоя заданной толщины в покрытиях без прямого воздействия на поверхность металла с целью избегания прямой деструкции поверхности стали в результате облучения. Для этого были выбраны ионы N^+ , C^+ , O^+ с энергиями 40 кэВ, максимальная глубина пробега которых составляет порядка 350 нм, что при толщине наносимых покрытий порядка 1 мкм свидетельствует о том, что основные изменения, вызванные облучением будут происходить только в приповерхностном слое нанесенных покрытий. При этом использование ионов N^+ , C^+ , O^+ при достаточно больших флюенсах облучения может привести к формированию дополнительных деформационных сжимающих напряжений в поврежденном слое, что приводит к подавлению зародышей трещин при внешних нагрузках, тем самым сдерживания процессы деструкции поврежденного слоя при внешних воздействиях и процессах коррозии. В свою очередь ионное перемешивание в случае высокодозного облучения может привести к «размытию» границ слоев, что повышает адгезионную прочность и сопротивляемость покрытий к отслаиванию при механических нагрузках, а также увеличению устойчивости к процессам термического расширения и деструкции в случае высокотемпературного воздействия. Совокупность данных факторов позволяет рассматривать метод ионной модификации многослойных покрытий как один из перспективных способов повышения устойчивости к адгезивному и абразивному износу, циклических термических воздействиях и процессов коррозии, связанных с воздействием высоких температур или агрессивных сред. Одним из потенциальных способов повышения прочностных характеристик покрытий и пленок является использование метода дисперсионного упрочнения, в основе которого лежит размерный эффект, связанный с уменьшением размеров зерен и созданием большого количества границ зерен, препятствующих распространению микротрещин и сколов. Однако данный метод требует высокого уровня контроля за размерами зерен, так как при очень малых размерах, может инициироваться обратный эффект, приводящий к дестабилизации и разупрочнению.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В качестве объектов исследования были выбраны многослойные тонкопленочные покрытия на основе Nb_2O_5 – MoN – AlN , полученных методом магнетронного напыления на поверхности стали марки 316L.

Нанесение покрытий было осуществлено путем послойного напыления слоев оксида ниобия и нитридов молибдена или алюминия, толщиной порядка 150–170 нм. Контроль толщины напыляемых слоев в покрытиях осуществлялся с применением метода эллипсометрии, использование которого позволяет определить равномерность толщины покрытия, а также само значение толщины напыляемого слоя. При этом варьирование соотношением компонент позволило получить двух и трехкомпонентные покрытия. В случае двухкомпонентных покрытий количество слоев составляло по три каждого из компонент, в случае трехкомпонентных покрытий количество каждого выбранного слоя также составляло по три. Контроль за толщиной слоя осуществлялся на основе априорных данных об условиях напыления, путем соблюдения всех требований к параметру нанесения слоев и последующей смене катодов. Согласно данным рентгенофазового анализа получаемые покрытия обладают аморфной или аморфноподобной природой, в виду явного отсутствия дифракционных рефлексов на дифрактограммах. Также данный эффект может быть обусловлен тем, что в процессе напыления формирование зерен покрытий происходит путем их слияния из малых зерен, размеры которых не позволяют зафиксировать явную дифракционную картину от исследуемых образцов. Согласно проведенным исследованиям было установлено, что вариация слоев в двухкомпонентных покрытиях приводит к незначительному изменению твердости поверхности стали 316L с 1,55 ГПа до 1,73–1,84 ГПа в случае двухкомпонентных покрытий, однако формирование трехкомпонентных покрытий приводит к увеличению твердости до 2,45 ГПа. Таким образом, можно сделать вывод о том, что увеличение количества слоев позволяет увеличить устойчивость к внешним воздействиям за счет межслойных границ, которые в данном случае выступают в качестве сдерживающих факторов при механическом внешнем воздействии в случае индентирования.

Согласно предварительным исследованиям варьирование количеством компонент в составе покрытий приводит к изменению твердости и износостойкости, однако данные параметры можно увеличить за счет создания в приповерхностном слое покрытий деформационно-индуцированного упрочнения за счет облучения низкоэнергетическими ионами N^+ , C^+ , O^+ с энергиями 40 кэВ и флюенсами 10^{13} , 10^{14} и 10^{15} см⁻². Ионная модификация проводилась на ускорителе тяжелых ионов ДЦ-60, облучение выбранными ионами осуществлялось в вакууме, образцы размещались на специальном водоохлаждаемом держателе, исключая эффект термического перегрева образцов в процессе облучения. В виду аморфной природы полученных покрытий оценки влияния облучения на изменение свойств покрытий проводилась с применением методов оценки механических характеристик, в частности, определения твердости,

износостойкости при испытаниях на сухое трение, а также определения адгезионной прочности на отрыв от поверхности стали 316L. Глубина модификации приповерхностного слоя с использованием ионного облучения, согласно оценке длин пробегов низкоэнергетических ионов N^+ , C^+ , O^+ в материале мишени составляет порядка 250–350 нм. Выбор флюенсов облучения подразумевал формирование в структуре модифицируемого слоя покрытия эффекта перекрытия дефектных включений. При этом выбор ионов позволил исключить эффект распыления покрытия в процессе облучения. Выбор тяжелых ионов для направленной модификации тонких пленок и покрытий не рассматривался, так как при облучении тяжелыми ионами в виду их большой массы и энергии в структуре доминируют деградиационные процессы, возникающие в результате взаимодействия ионов с кристаллической структурой. При этом доминирование в результате взаимодействий процессов ионизации приводит к более выраженной дестабилизации приповерхностных слоев, что в свою очередь приводит к распылению приповерхностных слоев.

Определение твердости покрытий, а также динамики изменения величины твердости, отражающей фактор упрочнения, связанный с ионной модификацией, было проведено методом индентирования с использованием микротвердомера Durolin M1 (Metkon, Бурса, Турция).

Определение сцепляемости покрытия с поверхностью, а также влияние на устойчивость к отрыву ионной модификации было проведено с применением метода определения адгезионной прочности. Эксперименты связанные с определением максимальной нагрузки, способной выдержать покрытием до отрыва были проведены на установке Unitest framework SKU UT-750 (Unitest, США).

Для определения износостойкости поверхности покрытия были проведены эксперименты по определению зависимости изменения величины коэффициента сухого трения до и после ионной модификации в зависимости от количества циклов испытаний. Измерения проводились на трибометре UNITEST 750 (Ducum Instruments, Бенгалуру, Индия). При определении коэффициента трения использовалась стандартная схема «шарик на диске».

Определение влияния ионной модификации на устойчивость к процессам высокотемпературной деградации было осуществлено в ходе проведенных экспериментов, моделирующих воздействие высоких температур на исследуемые образцы. Моделирование осуществлялось путем термического нагрева образцов до температур порядка 1000 °C и выдержке их при заданной температуре в течение 500 часов. По достижению данного времени были проведены измерения твердости покрытий и адгезионной прочности. Контроль за температурой образцов осуществлялся путем размещения термодпар в камере нагрева, позволяющих с высокой точностью контролировать лю-

бые колебания температуры внутри камеры. Выбор условий проведения экспериментов по термической деградации основывался на возможностях имитации процессов термического старения в условиях максимально приближенных к реальным условиям эксплуатации. Результаты сравнительного анализа показали устойчивость покрытий к процессам высокотемпературной коррозии, а также позволили оценить влияние формирования деформационного слоя, вызванного ионным облучением на сопротивляемость к внешним воздействиям.

Определение устойчивости к процессам деградации прочностных свойств при взаимодействии с агрессивными средами было осуществлено путем размещения исследуемых образцов в модельном растворе 0,1 M NaCl в течение 10 дней, по истечению которых были измерены прочностные характеристики (твердость, адгезионная прочность), изменение которых отражает процессы деструкции поверхности, а также возможности применения модифицированных покрытий в качестве защитных антикоррозионных материалов, выступающих в качестве «жертвенных» покрытий снижающих скорость деградации металлических конструкций. Использование модельного раствора 0,1 M NaCl основывалось на методике стандартных испытаний на воздействие агрессивных сред на металлические конструкции, позволяющие моделировать естественные условия коррозии при контакте со средой.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

На рисунке 1 приведены результаты оценки изменения значений твердости покрытий в зависимости от флюенса облучения низкоэнергетическими ионами N^+ , C^+ , O^+ , отражающими изменение механических свойств покрытий. Данные представлены в виде зависимостей изменения значений твердости, измеренных методом индентирования в зависимости от флюенса облучения низкоэнергетическими ионами. Как видно из представленных данных, для исходных образцов, наибольшими значениями твердости обладают трехкомпонентные покрытия, для которых значение твердости превышает 2,4 ГПа, в то время как для двух компонентных покрытий значение твердости в исходном состоянии составляет от 1,73 ГПа до 1,84 ГПа, при этом увеличение твердости обусловлено заменой оксида ниобия на нитрид алюминия, а также нитрид молибдена на нитрид алюминия. Из этого можно сделать вывод о том, что увеличение твердости покрытий обусловлено свойствами нитрида алюминия. В данном случае увеличение твердости для исследуемых трехкомпонентных покрытий также может быть объяснено фактом большего количества межслойных границ, что приводит к созданию дополнительных барьерных включений для распространения микротрещин, возникающих при внешних механических нагрузках.

**ОЦЕНКА ПРИМЕНИМОСТИ ИОННОЙ МОДИФИКАЦИИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СОПРОТИВЛЯЕМОСТИ
К ВНЕШНИМ ВОЗДЕЙСТВИЯМ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ**

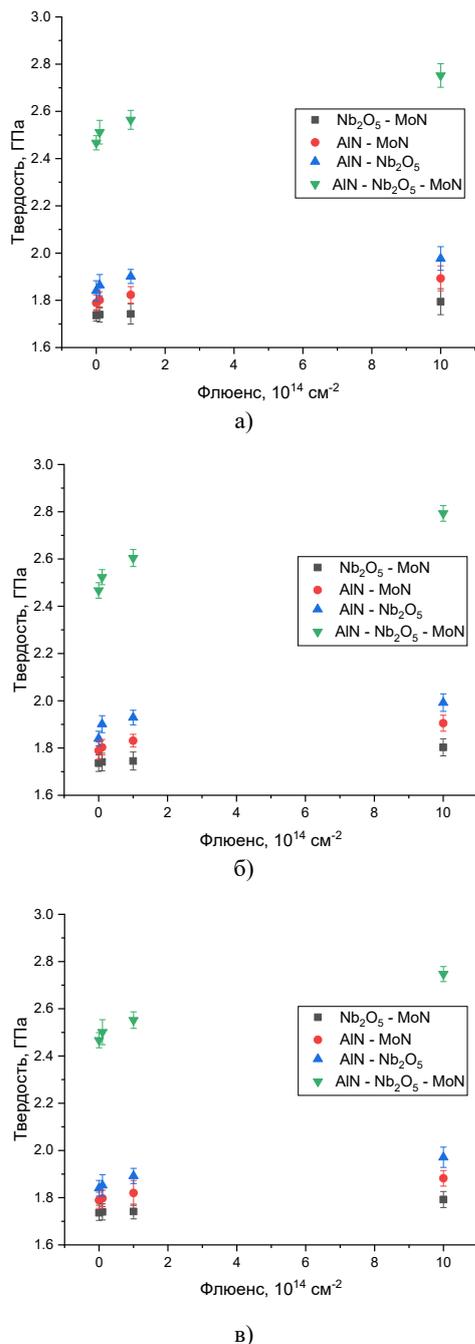


Рисунок 1. Результаты оценки механических свойств:
а) облучение ионами N^+ ; б) облучение ионами C^+ ;
в) облучение ионами O^+

Общий вид представленных зависимостей изменения твердости образцов покрытий в случае вариации флюенса облучения свидетельствует об увеличении твердости при изменении флюенса облучения, что свидетельствует о формировании в структуре покрытий деформационно-индуцированного упрочняющего слоя, обусловленного воздействием ионного облучения [19, 20]. При этом следует отметить, что изменение типа ионов не приводит к существенным различиям в изменении значений твердости, в то

время как основные изменения обусловлены эффектами, связанными с увеличением флюенса облучения, и как следствие, процессами, обусловленными увеличением плотности структурных изменений, вызванных взаимодействием налетающих ионов с кристаллической структурой [21, 22]. В данном случае, увеличение флюенса облучения приводит к увеличению плотности структурно-деформированных областей, возникающих вдоль траектории движения ионов в материале. Чем выше флюенс облучения, тем больше плотность данных включений, и как следствие, увеличивается плотность их перекрытия, что приводит в свою очередь к формированию дислокационных включений, в виде отдельных дислокаций или дислокационных петель, наличие которых в данном случае создает дополнительные барьерные эффекты, обуславливающие упрочнение приповерхностного слоя, а также увеличивая сопротивляемость к внешним воздействиям [23–25]. Таким образом, наблюдаемые изменения твердости в зависимости от флюенса облучения свидетельствуют о положительном влиянии ионной модификации на упрочнение покрытий за счет формирования деформационного слоя в приповерхностном слое, препятствующем внешним воздействиям. В случае трехкомпонентных покрытий, увеличение устойчивости к внешним воздействиям и повышение твердости может быть также обусловлено тем, что ионное облучение приводит к размытию границ слоев, тем самым формируя дополнительные дефекты, сочетание которые с мелкодисперсной фракцией из которой состоят покрытия приводит к увеличению сопротивляемости внешним воздействиям.

На рисунке 2 представлены результаты оценки изменения фактора упрочнения, отражающего увеличение механических свойств, обусловленных влиянием ионной модификации. Данные были рассчитаны путем сравнения величин твердости образцов в исходном необлученном состоянии с результатами величин твердости после облучения низкоэнергетическими ионами. Общий тренд изменения величины фактора упрочнения отражает положительное воздействие ионного облучения по увеличению сопротивляемости механическим воздействиям. При этом общий вид представленных данных свидетельствует о том, что наиболее оптимальными флюенсами облучения, используемыми для модификации, являются флюенсы 10^{15} см^{-2} , при которых упрочнение составляет более 3–10% в зависимости от типа покрытий, а самые высокие показатели упрочнения наблюдаются для трехкомпонентных покрытий. Также следует отметить, что облучение флюенсами ниже 10^{15} см^{-2} приводит к менее выраженному упрочнению, обусловленному малой концентрацией структурных дефектов, вызванных воздействием тяжелых ионов. При этом, сравнивая наблюдаемые изменения величин твердости и рассчитанных на их основе факторов упрочнения, можно сделать вывод о том, что измене-

ние типа низкоэнергетических ионов не приводит к существенным различиям в упрочнении, величина которого при максимальном флюенсе составляет порядка 10–13% по сравнению с исходными значениями. Из полученных результатов можно сделать вывод, что в случае низкоэнергетических ионов имеющих близкие массы и энергию, структурные изменения, возникающие в результате облучения имеют схожий характер и не имеют прямой зависимости от типа ионов.

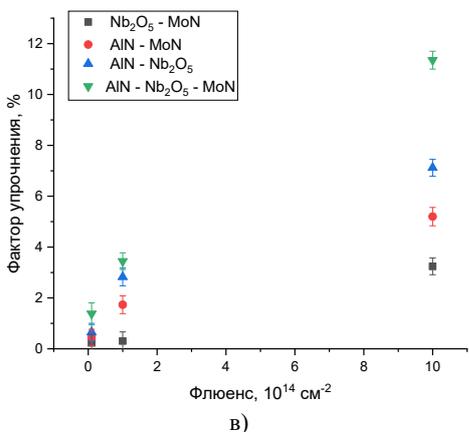
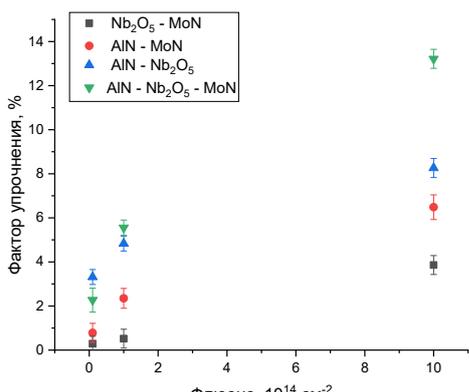
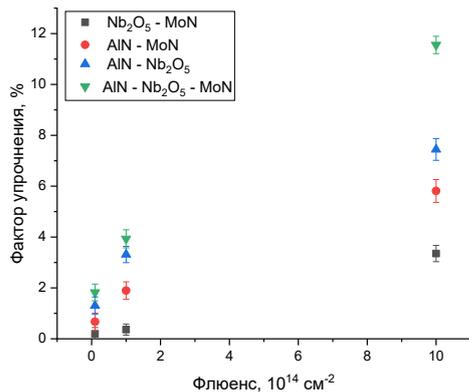


Рисунок 2. Результаты оценки фактора упрочнения в зависимости от типа ионов и флюенса облучения: а) облучение ионами N^+ ; б) облучение ионами C^+ ; в) облучение ионами O^+

На рисунке 3 приведены результаты оценки изменений величины адгезионной прочности покрытий, отражающие устойчивость покрытий к отрыву от поверхности при механических воздействиях. Данные представляют собой величину критической нагрузки, при которой происходит отслаивание покрытия от поверхности стали при механическом воздействии индентора.

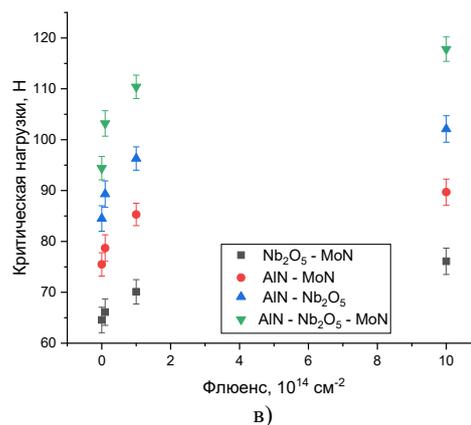
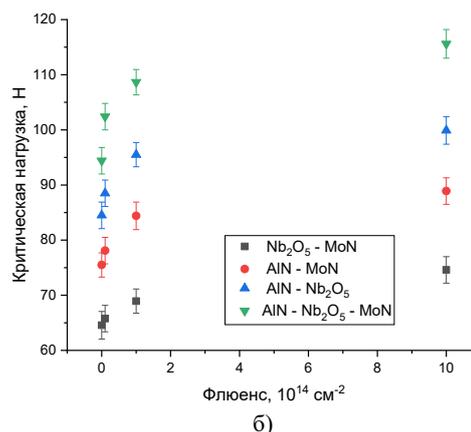
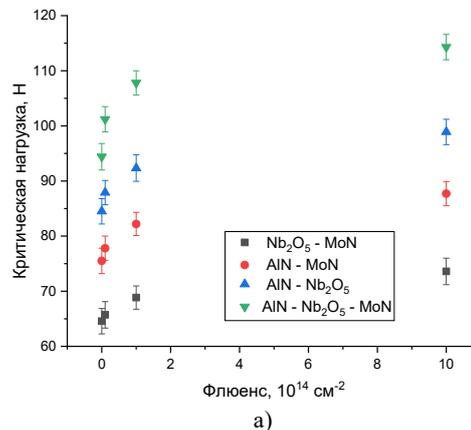


Рисунок 3. Результаты оценки изменений величины адгезионной прочности в зависимости от типа ионов и флюенса облучения: а) облучение ионами N^+ ; б) облучение ионами C^+ ; в) облучение ионами O^+

Общий анализ изменений величины адгезионной прочности, определяемой как величина максимальной нагрузки на индентор, при которой происходит отрыв покрытия от поверхности стали на которую он нанесен, показал, что использование в составе покрытий нитрида алюминия приводит к увеличению стабильности покрытий к внешним механическим воздействиям прямого действия (на отрыв, трение), а в случае трехкомпонентных покрытий, чередование слоев приводит к увеличению устойчивости к отрыву в исходном состоянии более чем в 1,5 раза в сравнении с двухкомпонентными покрытиями $\text{Nb}_2\text{O}_5\text{-MoN}$. Изменение величины адгезионной прочности в зависимости от флюенса облучения низкоэнергетическими ионами показало схожий тренд увеличения устойчивости материалов покрытий, как и в случае изменений твердости. При этом наиболее выраженные изменения наблюдаются при максимальном флюенсе облучения – 10^{15} см^{-2} .

На рисунке 4 приведены результаты оценки эффективности упрочнения, приводящие к повышению сопротивляемости к отрыву, полученные на основе измерений величин адгезионной прочности покрытий. Расчеты проводились путем сравнения величин критических нагрузок полученных для исходных образцов покрытий с результатами, полученными для образцов, подверженных ионной модификации.

Как видно из представленных данных, увеличение флюенса облучения приводит к повышению сопротивляемости к отслаиванию от поверхности, что в свою очередь обусловлено эффектом деформационно-индуцированного упрочнения, которое возникает в результате накопления дислокационной плотности, а также возможному перемешиванию слоев за счет эффектов «термо-пиков», возникающих в результате взаимодействия налетающих ионов с кристаллической структурой покрытий. В случае низкоэнергетического облучения, вероятность структурных изменений, связанных с процессами ионизации, а также атомными смещениями, имеют равновероятный характер, так как величины ионизационных потерь при взаимодействии ионов с электронной и ядерной подсистемами сравнимы друг с другом. В данном случае чередование слоев может способствовать ускорению процессов перемешивания, тем самым размывая границы слоев, что создает дополнительные дефектные включения, препятствующие к расслоению покрытий при внешних воздействиях.

При этом, как и в случае результатов оценки твердости и упрочнения (сопротивляемости к внешним механическим нагрузкам), наибольшая эффективность достигается при облучении флюенсом 10^{15} см^{-2} , а сам характер изменений устойчивости к сопротивлению на отрыв (адгезионная прочность) имеет схожий характер с результатами оценки упрочнения (изменения твердости), и также как и в случае с изменениями твердости результаты адгезионной прочности не имеют прямой зависимости от типа об-

лучаемых ионов, так как характер трендов изменений практически идентичен для всех типов ионов.

Таким образом, наблюдаемое упрочнение и увеличение устойчивости к отслаиванию покрытий за счет изменений, вызванных облучением можно рассматривать как один из положительных эффектов, позволяющих увеличить сопротивляемость материала к внешним воздействиям.

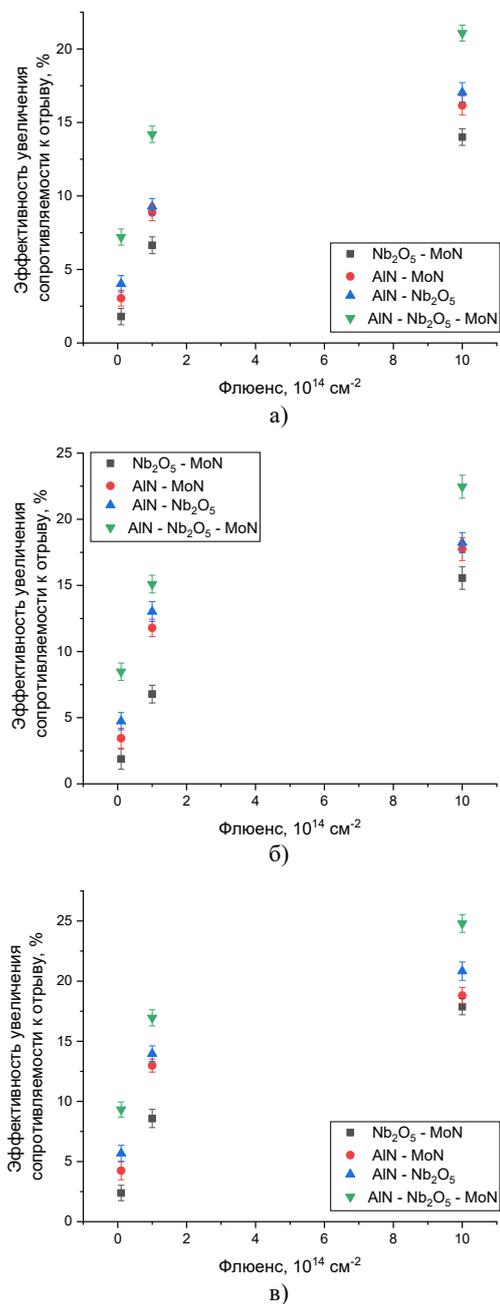


Рисунок 4. Результаты оценки эффективности упрочнения, основанные на измерениях величины адгезионной прочности в зависимости от типа ионов и флюенса облучения: а) облучение ионами N^+ ; б) облучение ионами C^+ ; в) облучение ионами O^+

**ОЦЕНКА ПРИМЕНИМОСТИ ИОННОЙ МОДИФИКАЦИИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СОПРОТИВЛЯЕМОСТИ
К ВНЕШНИМ ВОЗДЕЙСТВИЯМ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ**

На рисунке 5 представлены результаты трибологических исследований, направленных на изучение влияния ионного облучения на увеличение устойчивости покрытий к внешним механическим воздействиям. Данные представлены в виде зависимости изменения коэффициента сухого трения от количества циклов для всех исследуемых покрытий подвергнутых облучению низкоэнергетическими ионами с различным флюенсом. Также приведены результаты сравнительного анализа изменений коэффициента сухого трения для исходных (необлученных) образцов.

Как видно из представленных данных, сравнивая зависимости изменений коэффициента сухого трения от количества циклов испытаний можно сделать вывод о том, что переход от двухкомпонентных покрытий к трехкомпонентным покрытиям приводит к увеличению сопротивляемости к износу, которое выражается в изменениях трендов износа, рост которых свидетельствует о деструкции поверхности и потере устойчивости к внешним воздействиям.

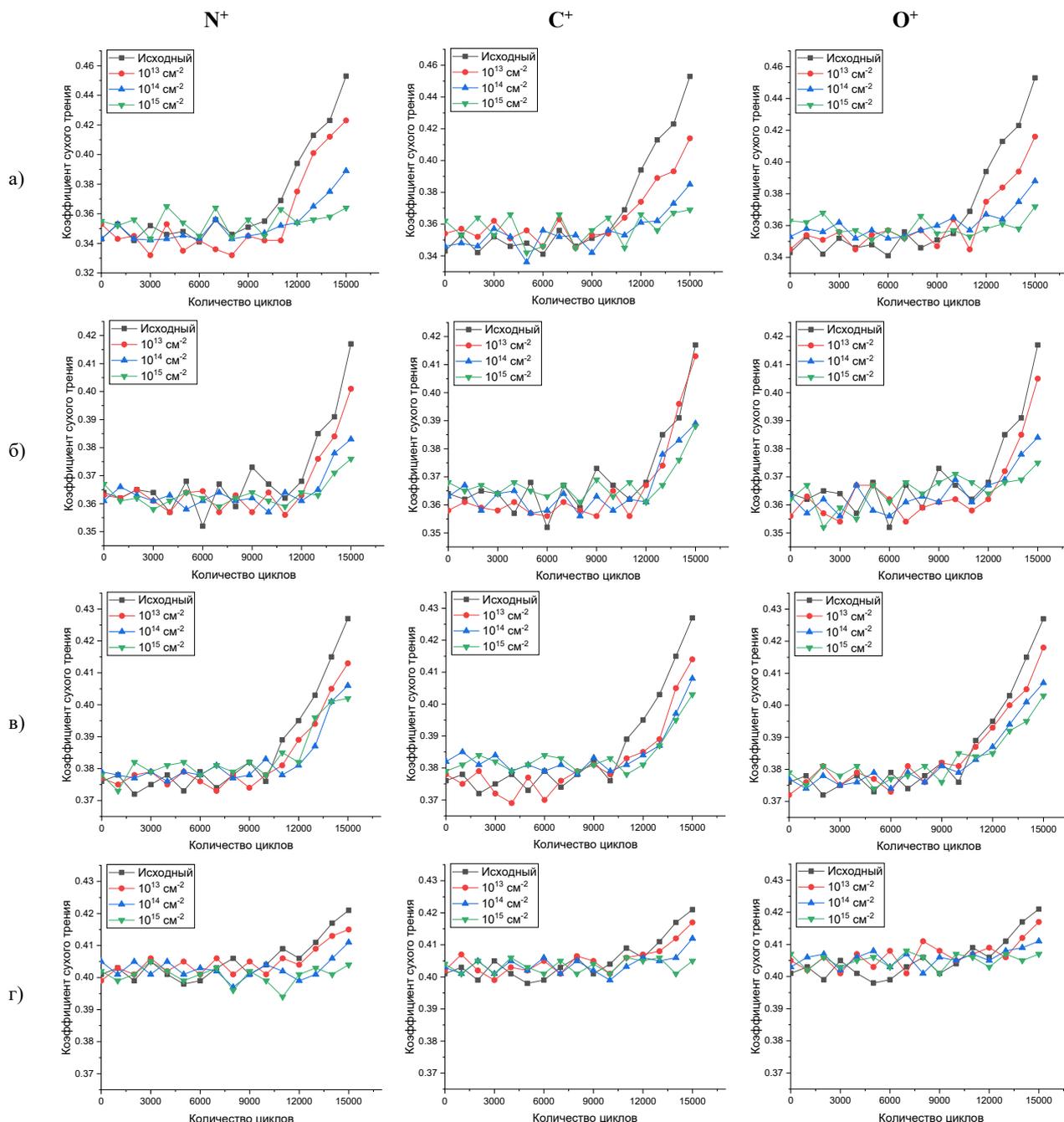


Рисунок 5. Результаты оценки изменения коэффициента сухого трения в зависимости от условий модификации:
а) Nb_2O_5-MoN ; б) $AlN-MoN$; в) $AlN-Nb_2O_5$; г) $AlN-Nb_2O_5-MoN$

**ОЦЕНКА ПРИМЕНИМОСТИ ИОННОЙ МОДИФИКАЦИИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СОПРОТИВЛЯЕМОСТИ
К ВНЕШНИМ ВОЗДЕЙСТВИЯМ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ**

Анализируя зависимости изменения коэффициента сухого трения в зависимости от типа ионов и флюенса облучения можно сделать вывод о том, что создаваемое деформационно-индуцированное упрочнение за счет ионной модификации увеличивает устойчивость к износу, которое выражается в более низких изменениях коэффициента трения при длительном количестве испытаний (более 10 000 циклов). Согласно полученным данным, в случае трехкомпонентных покрытий наблюдается наибольшая эффективность повышения сопротивляемости к износу при облучении низкоэнергетическими ионами, из чего можно сделать вывод о том, что вызванные облучением структурные изменения, связанные с увеличением дислокаций и дефектов в поврежденном слое, повышают устойчивость к износу. В данном случае увеличение дозы облучения в случае трехкомпонентных покрытий приводит не только к замедлению износа в сравнении с другими типами покрытий, но и увеличению циклов испытаний, при котором не наблюдается каких-либо значимых изменений, вызванных внешними воздействиями.

Одним из ключевых параметров определяющих перспективы использования покрытий в качестве защитных антикоррозионных материалов является определение их устойчивости к внешним воздействиям, не только к механическим, но и высокотемпературному нагреву в течение длительного времени, агрессивным средам, способным привести к деструкции за счет процессов окисления. Как правило, использование защитных покрытий направлено на сдерживание процессов диффузии химических реакций окисления, возникающих при взаимодействии поверхности материала с агрессивными средами или подверженными температурным воздействиям. В данном случае, покрытия выступают в роли так называемых «жерт-

венных» слоев которые подвергаются интенсивному воздействию агрессивных сред и высоких температур, что приводит к замедлению деградации стальных конструкций.

В таблице 1 приведены результаты оценки показателей твердости и адгезионной прочности образцов покрытий после моделирования высокотемпературной деградации, вызванной длительным воздействием высокой температуры (порядка 1000 °С в течение 500 часов). В качестве тестируемых образцов были выбраны покрытия, подвергнутые облучению низкоэнергетическими ионами N⁺, C⁺, O⁺ с флюенсами 10¹⁵ ион/см².

Как видно из представленных данных, изменений прочностных характеристик (твердости и адгезионной прочности) длительное термическое воздействие (порядка 500 часов) в случае исходных (немодифицированных ионным облучением) образцов приводит к снижению показателей приблизительно на 5,2–4,7%, в зависимости от типа покрытий. В данном случае для AlN–Nb₂O₅–MoN покрытий снижение прочностных параметров ниже примерно на 0,5%, из чего можно сделать вывод о том, что наличие трех типов слоев приводит к замедлению процессов высокотемпературного окисления более интенсивно, чем двухкомпонентные покрытия, для которых изменения прочностных параметров составляет порядка 5,1–5,2%. Для модифицированных покрытий, согласно сравнительной оценке изменений величин твердости и адгезионной прочности наблюдается заметное уменьшение степени разупрочнения, которое составляет порядка 2,8–2,1% для твердости, и 2,8–1,8% для адгезионной прочности в зависимости от типа покрытий (для AlN–Nb₂O₅–MoN покрытий степень деградации прочностных свойств значительно меньше).

Таблица 1. Данные экспериментов, направленных на моделирование высокотемпературной деградации образцов покрытий

Образец	Параметр	Твердость, ГПа			
		исходный	облучение ионами N ⁺	облучение ионами C ⁺	облучение ионами O ⁺
Nb ₂ O ₅ –MoN	до испытаний	1,74±0,05	1,79±0,04	1,80±0,05	1,79±0,04
	после испытаний	1,64±0,06	1,74±0,05	1,75±0,04	1,74±0,03
AlN–MoN	до испытаний	1,79±0,03	1,89±0,05	1,90±0,05	1,88±0,07
	после испытаний	1,70±0,04	1,85±0,06	1,86±0,06	1,83±0,05
AlN–Nb ₂ O ₅	до испытаний	1,84±0,07	1,98±0,06	1,99±0,07	1,97±0,06
	после испытаний	1,75±0,06	1,93±0,07	1,94±0,08	1,92±0,06
AlN–Nb ₂ O ₅ –MoN	до испытаний	2,47±0,11	2,75±0,09	2,79±0,10	2,74±0,09
	после испытаний	2,35±0,09	2,69±0,10	2,73±0,11	2,69±0,09
Образец	Параметр	Величина критической нагрузки, Н (адгезионная прочность)			
Nb ₂ O ₅ –MoN	до испытаний	64,6±2,1	73,6±2,5	74,6±2,2	76,1±2,1
	после испытаний	61,2±1,7	71,5±2,2	72,5±2,1	73,9±2,2
AlN–MoN	до испытаний	75,5±2,4	87,7±3,1	88,9±2,1	89,7±2,5
	после испытаний	71,6±2,2	85,3±2,3	86,7±2,6	87,4±2,2
AlN–Nb ₂ O ₅	до испытаний	84,6±2,6	98,9±3,2	99,9±2,5	102,1±3,2
	после испытаний	80,3±2,5	96,5±3,1	97,6±2,3	99,8±2,1
AlN–Nb ₂ O ₅ –MoN	до испытаний	94,4±3,6	114,3±3,8	115,6±3,9	117,8±4,3
	после испытаний	90,1±3,1	111,7±2,9	113,3±2,7	115,7±2,5

**ОЦЕНКА ПРИМЕНИМОСТИ ИОННОЙ МОДИФИКАЦИИ ДЛЯ ПОВЫШЕНИЯ СОПРОТИВЛЯЕМОСТИ
К ВНЕШНИМ ВОЗДЕЙСТВИЯМ МНОГОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ**

Таблица 2. Данные экспериментов, направленных на моделирование воздействия агрессивной среды на покрытия

Образец	Параметр	Твердость, ГПа			
		исходный	облучение ионами N ⁺	облучение ионами С ⁺	облучение ионами O ⁺
Nb ₂ O ₅ -MoN	до испытаний	1,74±0,05	1,79±0,04	1,80±0,05	1,79±0,04
	после испытаний	1,58±0,04	1,70±0,06	1,71±0,05	1,70±0,04
AlN-MoN	до испытаний	1,79±0,03	1,89±0,05	1,90±0,05	1,88±0,07
	после испытаний	1,63±0,05	1,80±0,05	1,82±0,06	1,79±0,06
AlN-Nb ₂ O ₅	до испытаний	1,84±0,07	1,98±0,06	1,99±0,07	1,97±0,06
	после испытаний	1,69±0,06	1,89±0,04	1,90±0,05	1,88±0,05
AlN-Nb ₂ O ₅ -MoN	до испытаний	2,47±0,11	2,75±0,09	2,79±0,10	2,74±0,09
	после испытаний	2,78±0,09	2,65±0,08	2,69±0,09	2,64±0,11
Образец	Параметр	Величина критической нагрузки, Н (адгезионная прочность)			
		исходный	облучение ионами N ⁺	облучение ионами С ⁺	облучение ионами O ⁺
Nb ₂ O ₅ -MoN	до испытаний	64,6±2,1	73,6±2,5	74,6±2,2	76,1±2,1
	после испытаний	57,4±2,2	69,7±2,2	70,8±2,3	72,1±2,3
AlN-MoN	до испытаний	75,5±2,4	87,7±3,1	88,9±2,1	89,7±2,5
	после испытаний	67,8±2,3	83,2±2,2	84,4±2,2	85,2±2,3
AlN-Nb ₂ O ₅	до испытаний	84,6±2,6	98,9±3,2	99,9±2,5	102,1±3,2
	после испытаний	76,3±2,4	93,8±2,5	95,1±2,7	97,2±2,6
AlN-Nb ₂ O ₅ -MoN	до испытаний	94,4±3,6	114,3±3,8	115,6±3,9	117,8±4,3
	после испытаний	85,6±2,8	110,3±3,3	111,7±2,6	113,9±3,2

Из полученных результатов можно сделать вывод о том, что создание структурно-деформированного слоя в покрытиях за счет ионного воздействия приводит к сдерживанию процессов высокотемпературной коррозии, приводящей к деструкции и разупрочнению покрытий. Таким образом, можно сделать вывод о том, что использование ионного облучения позволяет значительно (более чем в два раза) повысить устойчивость к внешним высокотемпературным воздействиям, что увеличивает срок эксплуатации покрытий, используемых в качестве «жертвенных» покрытий для защиты металлических конструкций от процессов высокотемпературного окисления.

В таблице 2 приведены результаты оценки изменений прочностных параметров исследуемых покрытий после испытаний на коррозионную стойкость при длительном нахождении их в модельном растворе 0,1 М NaCl, имитирующем воздействие агрессивной среды. Данные приведены в виде сравнительной таблицы величин твердости и адгезионной прочности до и после испытаний.

Результаты коррозионных испытаний показали, что использование ионной модификации более чем в 2,5–3,0 раза снижает негативное воздействие агрессивной среды на покрытия за счет сдерживания процессов диффузии ионов в приповерхностный слой, тем самым замедляя процессы разупрочнения приповерхностного слоя покрытия. Наблюдаемый эффект сдерживания процессов коррозии свидетельствует о положительном влиянии структурно-деформированного слоя, возникающего при облучении низкоэнергетическими ионами в приповерхностном слое покрытий, что приводит к явно выраженному увеличению устойчивости покрытий к процессам деструкции, свя-

занным с окислением при длительном контакте с агрессивной средой. Увеличение устойчивости к окислению в случае модифицированных покрытий обусловлено эффектом перемешивания атомов и стиранию границ между слоями, а также наличием дополнительных дислокационных дефектов, препятствующих диффузии кислорода, а также ионов хлора вглубь образцов, не давая возможности образовывать метастабильные включения на поверхности, тем самым сдерживая процессы деградации и разупрочнения.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе проведенных исследований было установлено, что основной вклад в упрочнение, вызванное воздействием ионизирующего излучения, оказывает флюенс облучения, а не тип низкоэнергетического иона, используемых для модификации. В данном случае, увеличение флюенса облучения приводит к увеличению плотности структурных дефектов в поврежденном слое, что приводит к увеличению сопротивляемости к внешним воздействиям. Согласно результатам испытаний на износостойкость было установлено, что модификация ионным облучением приповерхностного слоя покрытий приводит к сдерживанию процессов износа и потери массы за счет увеличения сопротивляемости к трению при длительном воздействии. При этом наибольшей устойчивостью к износу обладают трехкомпонентные покрытия, полученные путем послойного напыления слоев AlN-Nb₂O₅-MoN. Анализ результатов экспериментов направленных на выявление устойчивости покрытий к высокотемпературной коррозии и процессам окисления в агрессивной среде показал положительное влияние формирования структурно-деформированного слоя в покрытиях на сдерживание процессов де-

струкции и разупрочнения. Полученные зависимости свидетельствуют о положительном влиянии ионной модификации с применением низкоэнергетического облучения ионами N^+ , C^+ , O^+ на упрочнение покрытий, а также увеличению их устойчивости к внешним воздействиям, включая высокотемпературную деградацию и агрессивные среды.

Данная работа выполнена в рамках программно-целевого финансирования BR21882390 «Разработка технологии решений создания и модификации высокопрочных, тугоплавких, жаропрочных композитных керамик и ТОТЭ элементов для альтернативной энергетики и приборостроения», реализуемого при поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Szindler M. M. et al. Al₂O₃/ZnO Multilayer Coatings for Improvement in Functional Properties of Surgical Scalpel Blades // *Coatings*. – 2025. – Vol. 15, No. 4. – P. 436.
2. Zhao X. et al. Enhanced corrosion protection of steel strip through advanced Zn-Mg alloy coatings manufactured by Continuous Physical Vapor Deposition: A review // *Materials Chemistry and Physics*. – 2024. – P. 129884.
3. Yan J. et al. Wear and corrosion resistance of textured and functionally particle-enhanced multilayer dual-biomimetic polymer coatings // *Tribology International*. – 2025. – Vol. 202. – P. 110335.
4. Johar M. et al. Development of novel Nb and Ta multilayer coatings for corrosion protection of Ti-based bipolar plates for proton exchange membrane fuel cells // *Corrosion Science*. – 2025. – Vol. 245. – P. 112707.
5. Zhang J. et al. Alternating multilayer structural epoxy composite coating for corrosion protection of steel // *Macromolecular Materials and Engineering*. – 2019. – Vol. 304, No. 12. – P. 1900374.
6. Fenker M., Balzer M., Kappl H. Corrosion protection with hard coatings on steel: Past approaches and current research efforts // *Surface and Coatings Technology*. – 2014. – Vol. 257. – P. 182–205.
7. Tan A. L. K. et al. Multilayer sol-gel coatings for corrosion protection of magnesium // *Surface and coatings technology*. – 2005. – Vol. 198, No. 1–3. – P. 478–482.
8. Khelifa F. et al. A multilayer coating with optimized properties for corrosion protection of Al // *Journal of Materials Chemistry A*. – 2015. – Vol. 3, No. 31. – P. 15977–15985.
9. Dobrzański L. A. et al. Structure and corrosion resistance of gradient and multilayer coatings // *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*. – 2006. – Vol. 18, No. 1–2. – P. 75–78.
10. Song Z. et al. Progress in superhydrophobic surfaces for corrosion protection of Mg alloys—a mini-review // *Anti-Corrosion Methods and Materials*. – 2024. – Vol. 71, No. 2. – P. 124–131.
11. Ortíz C. H., Hernandez-Renjifo E., Caicedo J. C. Study of corrosion protection through the implementation of TiC/TiSiCN multilayer coatings // *Materials Chemistry and Physics*. – 2024. – Vol. 315. – P. 128821.
12. Kasi V. et al. Improved Corrosion Protection of Copper in Electronic Devices via CAP-Assisted Multilayer SiO_x Coatings // *Applied Materials Today*. – 2024. – Vol. 41. – P. 102517.
13. Gergely A. A review on corrosion protection with single-layer, multilayer, and composites of graphene // *Corrosion Reviews*. – 2018. – Vol. 36, No. 2. – P. 155–225.
14. Zhang X. et al. Multi-layer structure improves wear and corrosion resistance of chromium // *Surface and Coatings Technology*. – 2025. – P. 132165.
15. Wan Q. et al. Irradiation-decelerated corrosion behavior of CrN/TiSiN multilayer coating in liquid Pb–Bi eutectic alloy // *Ceramics International*. – 2024. – Vol. 50, No. 16. – P. 28209–28219.
16. Sun W. et al. Enhanced corrosion resistance and electrical conductivity of Nb/NbN multilayer coatings prepared by the combination methods of magnetron sputtering and pulse laser deposition // *International Journal of Hydrogen Energy*. – 2025. – Vol. 127. – P. 160–168.
17. Chen Q. et al. Improving the corrosion resistance and conductivity of 316L bipolar plates used for PEMFCs by applying Cr/CrN multilayer coating // *Applied Surface Science*. – 2025. – P. 162573.
18. Jeevitha M. et al. High temperature erosion-corrosion behaviour of magnetron sputtered TiCr/TiCrN ultrathin multilayer thin films for gas turbine engine applications // *Surface and Coatings Technology*. – 2025. – P. 131869.
19. Daghbousj N. et al. Revealing nanoscale strain mechanisms in ion-irradiated multilayers // *Acta Materialia*. – 2022. – Vol. 229. – P. 117807.
20. An B. et al. Interface-controlled mechanical properties and irradiation hardening in nanostructured Cr₇₅Al₂₅/Zr multilayers // *Materials Science and Engineering: A*. – 2022. – Vol. 850. – P. 143558.
21. Ni J. et al. Recent studies on the fabrication of multilayer films by magnetron sputtering and their irradiation behaviors // *Coatings*. – 2021. – Vol. 11, No. 12. – P. 1468.
22. Callisti M., Polcar T. Combined size and texture-dependent deformation and strengthening mechanisms in Zr/Nb nano-multilayers // *Acta Materialia*. – 2017. – Vol. 124. – P. 247–260.
23. Seita M. et al. Direct evidence for stress-induced texture evolution and grain growth of silver thin films upon thermal treatment and self-ion bombardment // *Acta materialia*. – 2010. – Vol. 58, No. 19. – P. 6513–6525.
24. Wang L. et al. Modulation-ratio-dependent deformation mechanisms in Cr/CrN/Cr-DLC multilayer triggered by nanoindentation // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2024. – Vol. 1004. – P. 175922.
25. Bykov P. V. et al. Effect of Aluminum Ion Irradiation on Chemical and Phase Composition of Surface Layers of Rolled AISI 321 Stainless Steel // *Metals*. – 2021. – Vol. 11, No. 11. – P. 1706.

КӨП ҚАБАТТЫ ЖАБЫНДАРДЫҢ СЫРТҚЫ ӘСЕРЛЕРГЕ ТӨЗІМДІЛІКТІ АРТТЫРУ ҮШІН ИОНДЫҚ МОДИФИКАЦИЯНЫҢ ҚОЛДАНЫЛУЫН БАҒАЛАУ

А. Л. Козловский^{1,2*}, Д. И. Шлимас^{1,2}, М. Е. Калиекперов^{1,2}, К. К. Мунасбаева², Д. Б. Боргеков^{1,2}

¹ КЕАҚ «Л.Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті», Астана, Қазақстан

² ҚР ЭМ «Ядролық физика институты» РМК, Алматы, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: kozlovskiy.a@inp.kz

Ұсынылған зерттеу нәтижелерінің негізгі мақсаты иондық модификацияның көп қабатты жабындардың сыртқы әсерлерге, соның ішінде жоғары температуралық тотығуға, агрессивтік ортаға және механикалық жүктемелерге төзімділігін арттыруға әсерін анықтау болып табылады. Иондық модификация әдісі ретінде 40 кэВ энергиясы бар төмен энергиялы N^+ , C^+ , O^+ иондарымен және 10^{13} , 10^{14} және 10^{15} см⁻² флюенсімен сәулелену әдісі таңдалды, бұл таңдау олардың массасының ұқсастығына, сондай-ақ оларды бірдей энергиямен жеделдету мүмкіндігіне негізделген, бұл модификацияның тиімділігін бағалау кезінде энергия факторын жоққа шығаруға мүмкіндік береді. Зерттеулер барысында төмен энергиялы иондармен сәулелену кезінде байқалатын беріктену әсері сәулелену флюенсіне тікелей тәуелді екендігі анықталды, оның өзгеруі зақымдалған қабатта құрылымдық ақаулардың үлкен тығыздығының пайда болуына әкеледі, сонымен қатар модификация үшін қолданылатын иондардың түріне байланысты емес. Бұл ретте беріктенудің максималды әсеріне 10^{15} см⁻² сәулелену флюенстері кезінде қол жеткізілетіні анықталды, бұл кезде модификацияланбаған жабындармен салыстырғанда беткі қабаттың беріктенуі шамамен 10–15% құрайды. Сыртқы механикалық кернеулерге, атап айтқанда үйкеліске төзімділіктің тиімділігін бағалау нәтижелері иондық модификация арқылы деформациялық қабаттың пайда болуы үйкеліс кезінде тозуға төзімділіктің жоғарылауына, сондай-ақ тозу процестеріне жабын бетінің тұрақтылығының жоғарылауына әкелетінін көрсетті. Жабындардың термотосқауыл қасиеттерін тестілік сынау, иондық модификация әдісін қолдану жабындардағы жылу тасымалдау процестерін тежеу арқылы жабындардың жылу окшаулау қасиеттерінің жоғарылауына әкелетінін көрсетті.

Түйін сөздер: көп қабатты жабындар, антикоррозиялық жабындар, беріктену, деградацияға қарсыластық, иондық модификация.

EVALUATION OF THE APPLICABILITY OF IONIC MODIFICATION TO ENHANCE THE RESISTANCE TO EXTERNAL INFLUENCES OF MULTILAYER COATINGS

A. L. Kozlovskiy^{1,2*}, D. I. Shlimas^{1,2}, M. E. Kaliekperov^{1,2}, K. K. Munasbayeva², D. B. Borgekov^{1,2}

¹ NJSC L.N. Gumilyov Eurasian National University, Astana, Kazakhstan

² RSE “Institute of Nuclear Physics” ME RK, Almaty, Kazakhstan

* E-mail for contacts: kozlovskiy.a@inp.kz

The key aim of the presented research results is to determine the effect of ionic modification on enhancement of the resistance of multilayer coatings to external influences, including high-temperature oxidation, exposure to aggressive environments and mechanical loads. The method of irradiation with low-energy N^+ , C^+ , O^+ ions with energies of 40 keV and fluences of 10^{13} , 10^{14} and 10^{15} cm⁻² was chosen as the ion modification method. The choice of these ions is based on the similarity of their masses, alongside the possibility of their acceleration with the same energy, which makes it possible to exclude the energy factor during the modification efficiency assessment. During the studies conducted it was established that the strengthening effect observed during irradiation with low-energy ions has a direct dependence on the irradiation fluence, the variation of which leads to the formation of a higher density of structural defects in the damaged layer, and is also practically independent of the type of ions used for modification. Moreover, it has been established that the maximum hardening effect is achieved at irradiation fluences of 10^{15} cm⁻², at which the hardening of the near-surface layer is about 10–15% compared to unmodified coatings. The results of the assessment of the efficiency of resistance to external mechanical influences, in particular, to friction, showed that the formation of a deformation layer due to ionic modification leads to an increase in resistance to wear during friction, as well as an increase in the stability of the coating surface to degradation processes. Tests of thermal barrier properties of coatings have shown that the use of the ion modification method leads to an increase in the thermal insulation properties of coatings by inhibiting heat transfer processes in the coatings.

Keywords: multilayer coatings, anticorrosive coatings, hardening, degradation resistance, ion modification.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-147-155>

УДК 519.876.5

МОДЕЛИРОВАНИЕ ОМИЧЕСКОГО НАГРЕВА ЭЛЕКТРОДА УСТАНОВКИ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА В ПРОГРАММНОМ ПАКЕТЕ ANSYS

Е. А. Кабдылкаков*, А. С. Сураев, Н. Е. Мухамедов, С. А. Должиков, А. В. Пахниц

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

* E-mail для контактов: kabdyllakov@nnc.kz

В работе представлены результаты моделирования омического нагрева электрода установки для электрошлакового переплава (ЭШП) в программном пакете ANSYS. Приводится описание установки ЭШП, которая предназначена для переплавки металлов с целью их очистки от радионуклидов. Предложен метод моделирования данного процесса, который заключается в проведении междисциплинарного расчета в программных модулях *Electric* и *Transient Thermal* пакета ANSYS. Полученные результаты показывают, что данный метод проведения расчета позволяет рассчитывать энерговыделение и получать соответствующее распределение температуры в электроде. Эти результаты могут быть использованы для подбора электродов различной геометрической формы и материалов, а также для отработки режимов работы установки электрошлакового переплава.

Ключевые слова: электрошлаковый переплав, электрод, ANSYS, программный пакет, Омический нагрев, моделирование, температура.

ВВЕДЕНИЕ

Вывод из эксплуатации ядерных исследовательских и энергетических установок и очистка загрязненных площадок ведут к образованию радиоактивных отходов, которые требуют специального обращения и, в конечном итоге, захоронения. В этой деятельности используется множество разных методов для минимизации объема радиоактивных отходов, но она все же приводит к накоплению больших количеств радиоактивных отходов (РАО), к которым относятся как жидкие отходы (ЖРО), так и твердые (ТРО). Наибольший вклад в общее количество накопленных ТРО вносят изделия из металлов и сплавов [1]. В современном мире ликвидация радиоактивных отходов осуществляется методом их захоронения, которое варьируется от приповерхностных хранилищ до специально оборудованных инженерных геологических хранилищ. В странах-членах МАГАТЭ существует уже более ста таких захоронений, некоторые из них еще продолжают принимать отходы, а также многие находятся на различных стадиях разработки и строительства [2].

В Казахстане, как и во всем мире, существует проблема, связанная с хранением и обращением металла, имеющего радиоактивное загрязнение, оставшегося после производств по добыче и переработке урановой руды, а также металла, использовавшегося ранее в конструкциях технологического оборудования исследовательских ядерных реакторов НЯЦ РК и реактора БН-350. Поэтому перед специалистами стоит задача переработки данных радиоактивных отходов. Одним из методов переработки металлических радиоактивных отходов является электрошлаковый переплав (ЭШП).

ЭШП сталей и сплавов является активным металлургическим процессом, в результате которого переплавляемый металл в значительной степени

очищается от вредных примесей, газов и неметаллических включений. Сравнительно небольшой объем жидкой металлической ванны и направленная кристаллизация при ЭШП обеспечивают получение плотной и однородной структуры металла. Электрошлаковый переплав значительно улучшает качество сталей и сплавов практически всех групп.

В филиале ИАЭ НЯЦ РК проводятся исследования по применению электрошлакового переплава как метода очистки нержавеющей стали от трансураниевых элементов. Для электрошлакового переплава используется установка ЭШП, которая была создана на базе аппарата электрошлаковой сварки А-550У [3].

Ранее на установке ЭШП были проведены эксперименты, в которых осуществлялся переплав радиоактивных нержавеющей стальных труб. Результаты данных экспериментов качественно подтвердили принципиальную возможность применения электрошлакового переплава для очистки нержавеющей стали от радиационного загрязнения [3–4].

Металлические радиоактивные отходы, которые служат электродом при электрошлаковом переплаве, имеют различную конструкцию, форму и выполнены из разных материалов, что влияет на распределение тока в них, а значит и на энерговыделение. Для проведения исследований по переплаву различных конструкционных сталей установкой ЭШП, необходимо иметь возможность расчетного прогнозирования процесса переплава стали, что позволит оценить время нагрева электрода до точки плавления, определить область начала образования расплава и установить зависимость этих параметров от геометрических особенностей переплавляемых образцов и их материала.

Для проведения прогноза следует использовать специальное программное обеспечение, предназначенное для моделирования электрофизических и

теплофизических процессов. Данным программным обеспечением служит ANSYS – программный пакет для проведения инженерного анализа, который располагает модулями для моделирования электродинамических и теплофизических процессов [5].

Таким образом, целью данной работы является проведение моделирования процесса омического нагрева электрода установки ЭШП в программном пакете ANSYS.

ПРИМЕНЕНИЯ ЭЛЕКТРОШЛАКОВОГО ПЕРЕПЛАВА ДЛЯ ОЧИСТКИ РАДИОАКТИВНЫХ МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ

Основным узлом любых установок для электрошлакового переплава является электрошлаковая печь. В данной печи происходит переплав радиоактивных металлических элементов, которыми служат электроды, при этом, разогрев и плавление электродов, осуществляется омическим нагревом. Расплавленный металл опускается к бассейну расплава сквозь расплавленный флюс, при этом в ходе процессов электрохимического взаимодействия металла с компонентами флюса происходит выборочное извлечение одних или внесение других элементов в состав металла (рисунок 1).

Процесс электрошлакового переплава сопровождается следующими физическими процессами:

- 1) протекание электрического тока через стальной электрод установки;
- 2) нагрев электрода за счет выделения тепла по закону Джоуля-Ленца;
- 3) процесс плавления электрода;
- 4) нагрев кристаллизатора и поддона;
- 5) охлаждение кристаллизатора, поддона и расплава за счет подачи воды.

При начале процесса электрошлакового переплава в кристаллизаторе происходит плавление флюса и нижнего торца электрода, тем самым образуя ванну расплава. Далее электрод непрерывно подается в ванну расплавленного флюса, где электрическое сопротивление флюса выше, за счет выделяемого во флюсе тепла заготовка оплавляется и капли металла стекают вниз, образуя слиток.

Сама установка ЭШП филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК состоит из следующих элементов (рисунок 2):

- 1) лабораторная электрошлаковая печь;
- 2) кристаллизатор,
- 3) поддон;
- 4) трансформатор ТШС-3000;
- 5) система водяного охлаждения и сбора сточных вод;
- 6) система автономной вентиляции.

Кристаллизатор и поддон установки предназначены для формирования и получения застывших цилиндрических слитков очищенного металла, полученных в процессе электрошлакового переплава. В кристаллизаторе происходит плавление электродного металла, рабочего флюса и формирование слитка в процессе принудительного охлаждения жидкого металла.

Кристаллизатор состоит из двух основных деталей – наружного кожуха и кокиля. Кожух кристаллизатора представляет собой отрезок трубы, к которой приварены нижний и верхний фланцы. В боковой поверхности трубы устроены отверстия, снабженные подводными и сливными патрубками. На кожухе устанавливают кронштейны для крепления кристаллизатора к поддону. Крепление кожуха кристаллизатора к кокилю осуществляется с помощью фланцевых соединений (рисунок 3 а, б).

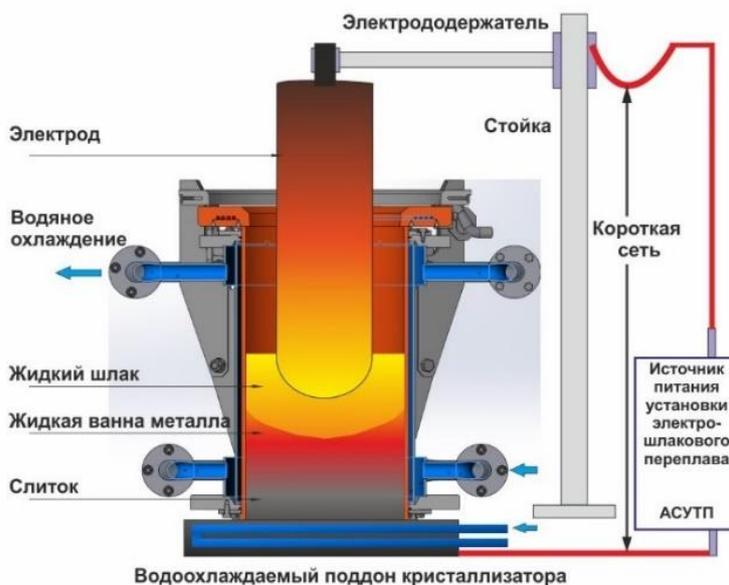


Рисунок 1. Схема электрошлакового переплава



1 – электрошлаковая печь; 2 – кристаллизатор; 3 – поддон; 4 – трансформатор; 5 – система водяного охлаждения и сбора сточных вод; 6 – система автономной вентиляции

Рисунок 2. Внешний вид установки ЭШП



а) кристаллизатор и поддон



б) медный кокиль

Рисунок 3. Кристаллизатор на поддоне и медный кокиль

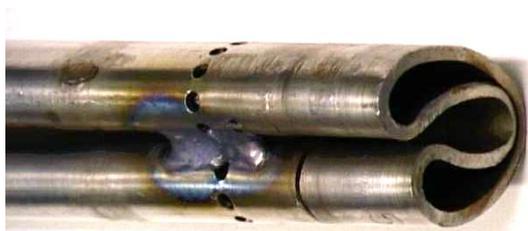
Кристаллизатор и поддон установки охлаждается водой. Система автономной вентиляции обеспечивает безопасность проведения работ, удаляя радиоактивно опасные элементы из окружающего пространства.

На установке проведены эксперименты для обоснования возможности применения метода электрошлакового переплава для очистки от радиоактивных металлов, применяющихся в составе технологического оборудования исследовательских реакторов РГП НЯЦ РК, от изотопов урана (рисунок 3 а). Объектом переплава служили радиоактивно загрязненные стальные трубы, которые применялись в высокотемпературном газоохлаждаемом реакторе (ныне реактор ИВГ.1М).

Стальные трубы для очистки выполняли роль электродов и были сплюснены (рисунок 4 б). К сплюсненным жаровым трубам приваривался наконечник – инвентарная головка, предназначенная для крепления электрода в держателе электрошлаковой печи (рисунок 4 в).



а) жаровая труба в исходном состоянии



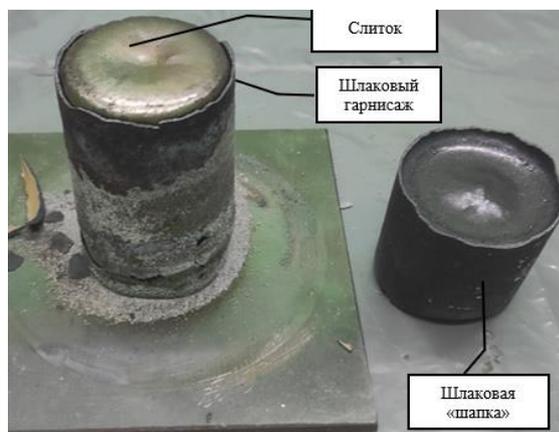
б) жаровая труба после сплющивания



в) жаровые трубы с приваренными инвентарными головками (слева)

Рисунок 4. Этапы изготовления электродов из жаровых труб

Всего проведено 2 эксперимента по переплаву жаровых труб. В результате эксперимента получены слитки жаровых труб (рисунок 5) и установлено снижение количества U-235 в металле до значений минимально детектируемой активности и значительное снижение Cs-137. Обнаружено наличие U-235 и Cs-137 в шлаке и фильтрующих элементах системы автономной вентиляции.



а) слиток после переплава электрода



б) результат разделки слитка

Рисунок 5. Слиток, полученный в результате переплава стальных труб

Эксперименты по очистке радиоактивных жаровых труб проводились без контроля температуры электрода, поэтому результаты расчетного моделирования необходимы для оценки распределения температурного поля электрода.

МЕТОДИКА МОДЕЛИРОВАНИЯ ОМИЧЕСКОГО НАГРЕВА В ПРОГРАММНОМ ПАКЕТЕ ANSYS

Программный пакет ANSYS предоставляет возможность проведения междисциплинарных расчетов за счет взаимодействия различных модулей через платформу ANSYS Workbench.

В работе [6] в программном пакете ANSYS проведены междисциплинарные расчеты по моделированию термомеханических напряжений в реакторном экспериментальном устройстве. В данной работе проводится расчет теплового состояния экспериментального устройства в программе ANSYS FLUENT, далее результаты расчета передаются в программный модуль Static Structural, где происходит расчет механических напряжений (рисунок 5).

ANSYS Workbench – это интегрированная платформа для численного моделирования, разработанная компанией ANSYS, Inc. Данная платформа представляет единое рабочее пространство для проведения анализа через различные программные продукты и модули. Данная программа объединяет все этапы моделирования в едином интерфейсе, включая создание геометрии, построение сетки, настройку физических параметров, проведение расчетов и обработку результатов. Модульный подход позволяет пользователям легко переключаться между различными этапами анализа и каждый модуль отвечает за определенный этап моделирования.

При работе в среде ANSYS Workbench различные модули составляют схему проекта (Project Schematic). Схема проекта позволяет пользователям настраивать свои процессы моделирования, оптимизировать исследование с помощью параметрического управления. Связь между различными модулями устанавливается с помощью курсора мыши и визуально отражается линией между ними (рисунок 6).

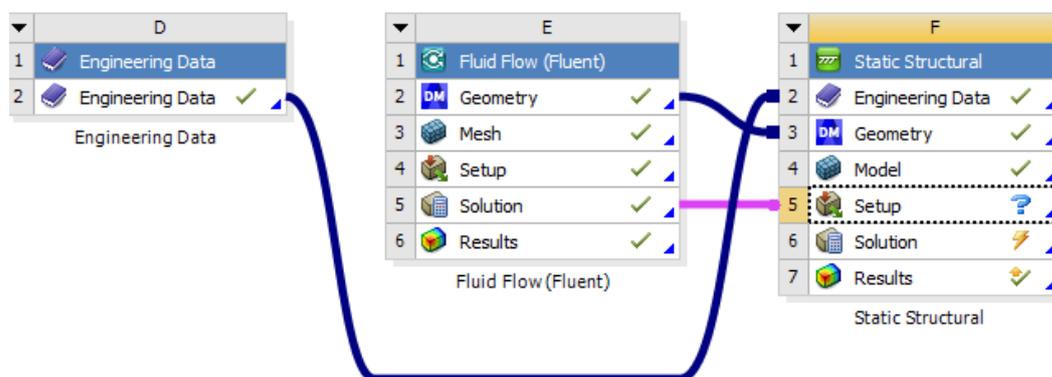


Рисунок 6. Пример взаимодействия различных программных модулей пакета ANSYS через платформу ANSYS Workbench [6]

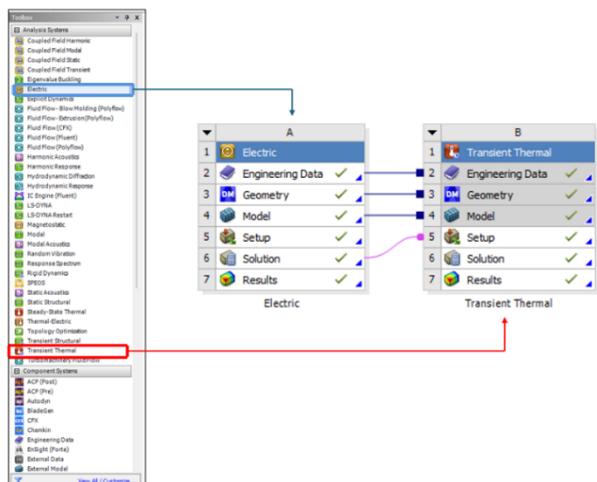


Рисунок 7. Проектная схема взаимодействия модулей *Electric* и *Transient Thermal* для расчета омического нагрева

Для моделирования процесса омического нагрева необходимо использовать программные модули, которые позволяют моделировать электрофизические и теплофизические процессы. Также, данные программные модули должны иметь возможность взаимодействовать между собой и передавать результаты расчета электрофизических процессов в программу для расчета теплофизического состояния объекта исследования. Вышеперечисленным требованиям удовлетворяют программы *Electric* и *Transient Thermal* (рисунок 7).

Модуль *Electric* позволяет выполнять моделирование стационарных электрических полей с возможностью задания тока и электрического напряжения. Он используется для определения распределения плотности тока, электрического поля и выделения Джоулева тепла.

Модуль *Thermal Transient* позволяет проводить нестационарные расчеты теплового состояния. В данном программном модуле имеется возможность задавать на объект исследования температуру, внутреннее энерговыделение, внешнюю подачу и отдачу тепла, конвективную теплопередачу, загружать результаты расчетов из других программных модулей пакета ANSYS.

На рисунке 8 показано дерево проекта по расчету омического нагрева через модули *Electric* и *Transient Thermal*. При передаче результатов расчетов из программы *Electric* в программу *Transient Thermal* осуществляется автоматическое построение единого дерева проекта для междисциплинарного расчета.

Для проведения инженерно-физического моделирования в программном пакете ANSYS необходимо осуществить построения геометрии исследуемого объекта и конечно-элементной сетки с использованием программ *Design Modeler*, *Space Claim* и модуля *Meshing*.

ПОСТАНОВКА ЗАДАЧИ

Электрод установки ЭШП представляет собой сварную конструкцию из наконечника – стального прутка диаметром 60 мм и длиной 400 мм, к которому приваривается переплавляемая стальная труба. Перед началом переплава наконечник крепится в электродержатель установки ЭШП, клеммы которого подключаются к трансформатору ТШС.

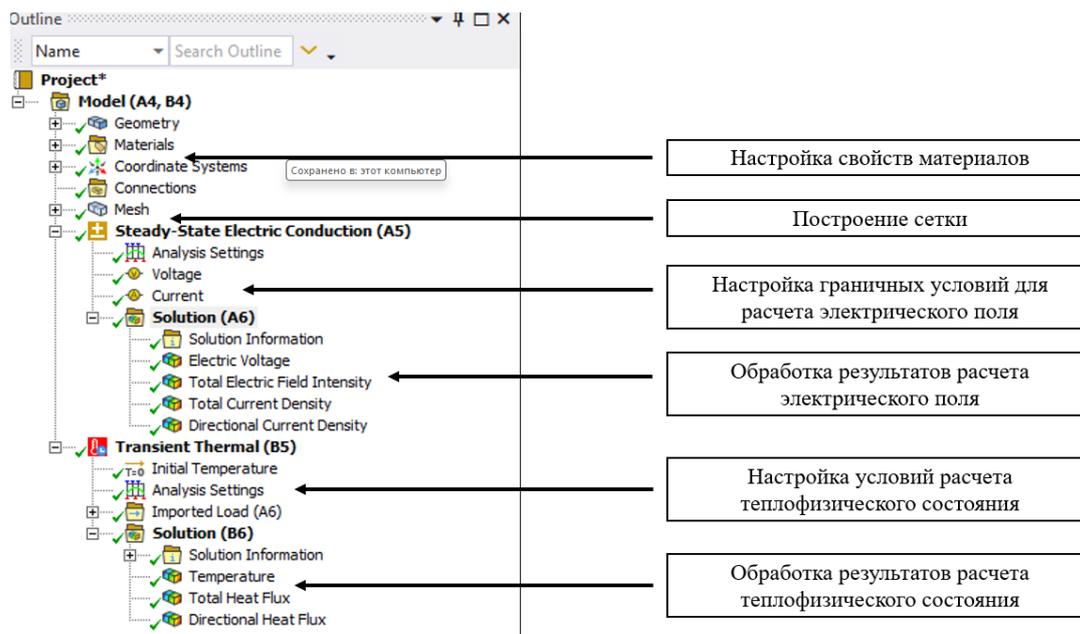


Рисунок 8. Дерево проекта по расчету омического нагрева

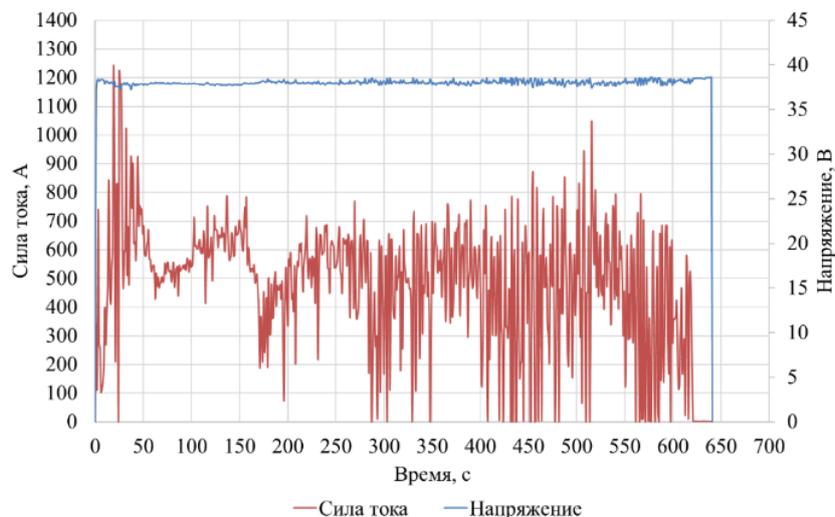


Рисунок 9. Диаграмма изменения напряжения и силы тока, зарегистрированные в эксперименте по электрошлаковому переплаву при напряжении 38 В

Переplав электродов выполнялся по методу «холодного» старта с использованием заправки (металлической пластины толщиной 8–10 мм) и «жучка» (плотного пучка металлической стружки диаметром около 40 мм, установленного между электродом и заправкой), необходимых для обеспечения начала плавления флюса и электрода.

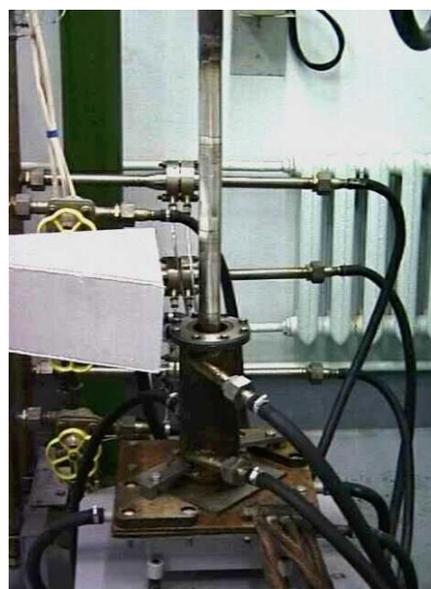
Эксперименты по переplаву жаровых труб проводились при напряжениях 32 В и 38 В. При этом сила тока во время экспериментов достигала максимального значения 1240 А (рисунок 9).

Для проведения расчетов необходимо построить расчетную модель переplавляемого электрода и задать граничные условия аналогичные эксперименту по переplаву. Моделируемый процесс омического нагрева и функциональные возможности программных модулей *Electric* и *Transient Thermal* не позволяют моделировать процесс образования расплава. Поэтому, задавая граничные условия аналогичные эксперименту, необходимо смоделировать распределение поля температуры в электроде при омическом нагреве.

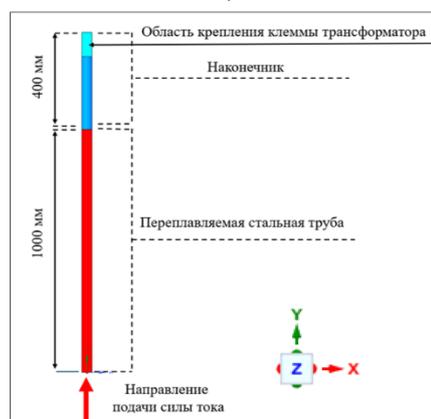
При моделировании «холодного» старта процесса электрошлакового переplаву учитывается наличие в кристаллизаторе расплавленного флюса в количестве 500 грамм, которое обеспечивает начало плавления электрода. Поэтому нижний торец электрода в самом начале расчета имеет значение температуры выше точки фазового перехода стали 1400 °С (1673 К).

ПОСТРОЕНИЕ РАСЧЕТНОЙ МОДЕЛИ ЭЛЕКТРОДА УСТАНОВКИ ЭШП

Для моделирования омического нагрева построена геометрическая модель стального электрода, который состоит из наконечника и стальной трубы длиной 400 мм и 1000 мм соответственно. Диаметр электрода равен 40 мм (рисунок 10).



а)



б)

Рисунок 10. Электрод установки ЭШП, установленный в кристаллизатор (а) и его геометрическая модель (б)

Данная модель была загружена в программу *Electric*, где построена конечно-элементная сетка и заданы начальные и граничные условия расчета электрического поля. При расчете протекания электрического тока через электрод заданы следующие начальные условия:

- постоянная температура нижнего торца электрода, К..... 1800
- начальная температура электрода, К..... 295
- заданное напряжение, В..... 38
- сила тока, А..... 800
- коэффициент теплоотдачи, Вт/(м²·К)..... 5
- излучательная способность стали..... 0,5

Электрофизические и теплофизические свойства материалов заданы согласно справочной литературе [6–8].

Стационарный расчет электрического поля в программном модуле *Electric* проводится при постоянных значениях напряжения и силы тока. Поскольку в экспериментах сила тока изменяется в процесс переплава, необходимо провести серию расчетов с несколькими значениями силы тока, при этом напряжение является постоянным.

Далее, после проведения расчета в программе *Electric*, результаты расчета загружаются в программу *Transient Thermal*, где выполняется нестационарный расчет теплового состояния с учетом конвективного и лучистого теплообмена. Расчет теплового состояния проводится в течение 640 с, что соответствует длительности эксперимента по переплаву жаровых труб.

РЕЗУЛЬТАТЫ РАСЧЕТА

Модуль *Electric* позволяет проводить оценку выделенного Джоулевого тепла (рисунок 11).

Максимальное значение выделенного Джоулевого тепла в переплавляемой стальной трубе составляет 8,55 МВт/м². В наконечнике электрода значение Джоулевого тепла в максимуме составляет 0,3 МВт/м².

По результатам расчета получены распределения температуры электрода для различных значений времени (рисунок 12). Полученные распределения

показывают динамическую картину изменения температуры в электроде.

Согласно полученным распределениям, температура электрода начинает увеличиваться в торцевой части электрода со стороны расположения флюса и направления приложения силы тока. По мере увеличения времени приложения напряжения температура переплавляемой стальной трубы увеличивается. Температура электрода в области наконечника электрода ниже относительно области стальной трубы и не превышает значения 400 К в течение всего расчета. Средняя температура в области стальной трубы при расчетном времени 600 с составляет 820 К.

На рисунке 13 представлены распределения температуры электрода при различных значениях силы тока при времени расчета 600 с и напряжении 38 В.

Результаты расчетов, представленные на рисунках 12–13 показывают, что температура стальной трубы под действием электрического тока не превышает точку фазового перехода, т. е. плавление электрода происходит в ванне расплава за счет его более высокого электрического сопротивления. В таблице 1 представлены средние значения температуры в области переплавляемой части электрода в зависимости от приведенной силы тока на 600-й секунде.

Таблица 1. Среднее значение температуры электрода в зависимости от силы тока на 600-й секунде

Сила тока, А	Температура, К
600	674
700	752
800	820
900	881
1000	936
1100	987
1200	1034

Согласно рисунку 13 и таблице 1, с увеличением силы тока увеличивается температура в области переплавляемой стальной трубы, что связано с общим увеличением энергонапряжения.

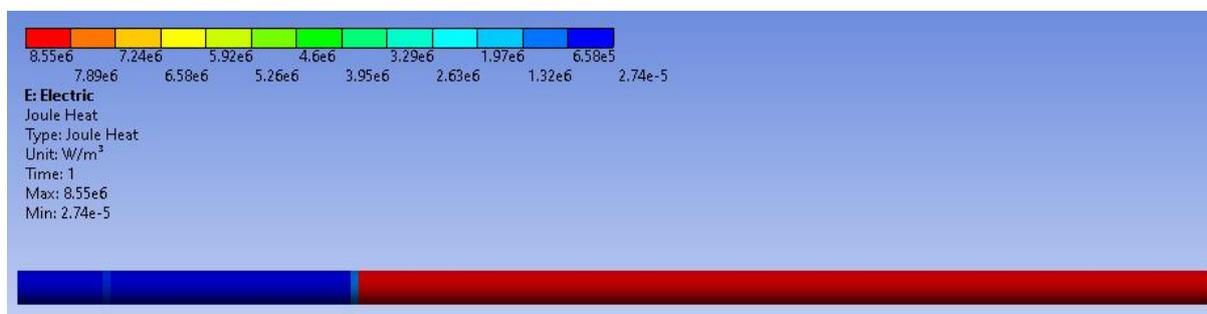


Рисунок 11. Распределение Джоулевого тепла в электроде

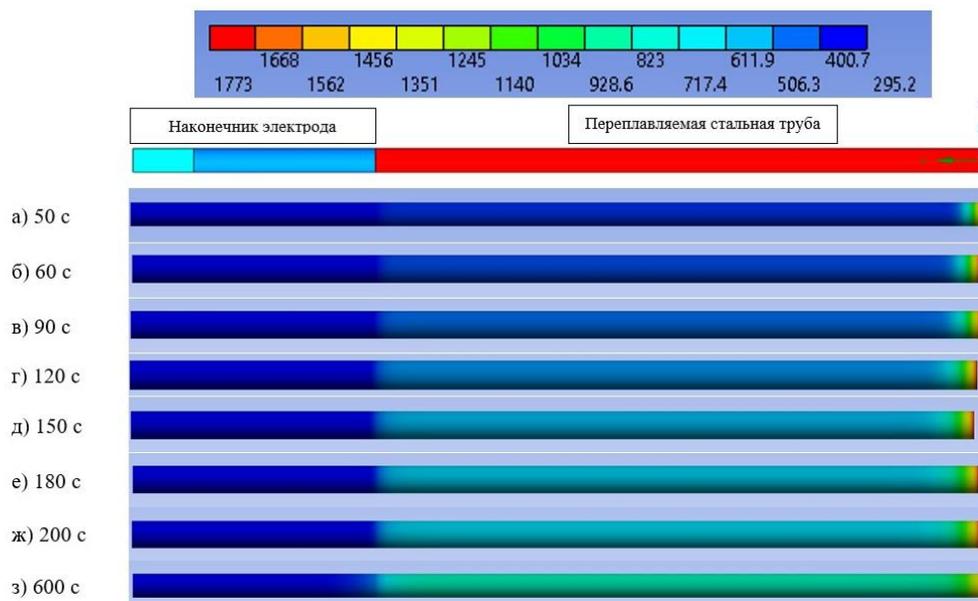


Рисунок 12. Распределение температуры в электроде при силе тока 800 А

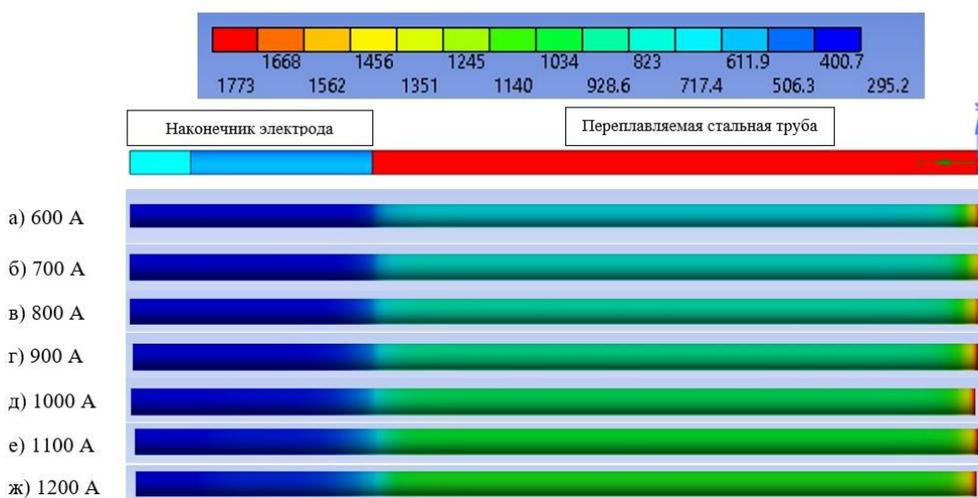


Рисунок 13. Распределения температуры электрода при различных значениях силы тока и времени 600 с

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты моделирования показывают, что программный пакет ANSYS позволяет проводить оценку теплового состояния переплавляемого электрода установки для электрошлакового переплава. Метод проведения междисциплинарных расчетов омического нагрева заключается в использовании связанных программных модулей *Electric* и *Thermal Transient*. Результаты проведенных расчетов позволяют определить распределение температуры в электроде на протяжении всего процесса переплава и при различных значениях силы тока, оценивать область наибольшего выделения Джоулевого тепла в электроде. Этот расчетный метод может быть использован при выборе и обосновании режимов электрошлакового переплава.

Работа выполнена в рамках проекта программно-целевого финансирования BR24993118-ОТ-24 «НИИ по обоснованию выбора и реализации технологии переработки твердых радиоактивных отходов».

ЛИТЕРАТУРА

1. Что такое радиоактивные отходы? / Юкия Аmano [и др.] // Журн. IAEA Bulletin. – 2014. – № 55/3. – С. 3-4.
2. Радиационная безопасность и безопасность отходов: укрепление национального потенциала / Пауло Барретто, Джеффри Уэбб, Хаммар Мрабит // Журн. IAEA Bulletin. – 1997. – No. 1. – 29 с.
3. Вурим А.Д., Алейников Ю.В., Жданов В.С., Логачев Ю.В., Пахниц А.В., Трухачев А.Г., Ишанов Е.О., Носов С.Ю. Очистка стали от радиоактивного загрязнения методом электрошлакового переплава // Вестник НЯЦ РК. – 2002. – № 1. – С. 34–39.

4. Должиков С.А., Мухамедов Н.Е., Пахниц А.В., Попов Ю.А. Применение электрошлакового переплава для очистки радиоактивно-загрязненного металла. X Международная конференция. Семипалатинский испытательный полигон: наследие и перспективы развития научно-технического потенциала г. Курчатова, Республика Казахстан, 12–14 сентября 2023.
5. ANSYS, Inc. Products Release 2021 R1. Academic research Mechanical and CFD.
6. Кабдылкаков Е.А., Сураев А.С. Моделирование тепло-прочностного взаимодействия топливных и конструкционных материалов облучательного устройства в программе ANSYS // Вестник НЯЦ РК. – 2023. № 3. – С. 63–71. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2023-3-63-71>
3. Vurim A.D., Aleynikov Yu.V., Zhdanov V.S., Logachev Yu.V., Pahnits A.V., Truhachev A.G., Ishanov E.O., Nosov S.Yu. Decontamination of radioactive steel by the method of electroslag remelting // NNC RK Bulletin. – 2002. – No. 1. – P. 34–39. (In Russ.)
4. Dolzhikov S.A., Mukhamedov N.E., Pakhnits A.V., Popov Yu.A. Primenenie elektroshlakovogo pereplava dlya ochildki radioaktivno-zagryaznennogo metalla. X Mezhdunarodnaya konferentsiya. Semipalatinskiy ispytatel'nyy poligon: nasledie i perspektivy razvitiya nauchno-tehnicheskogo potentsiala g. Kurchatov, Respublika Kazakhstan, 12–14 sentyabrya 2023.
5. ANSYS, Inc. Products Release 2021 R1. Academic research Mechanical and CFD.
6. Kabdylkakov Y.A., Suraev A.S. Modeling of heat-strength interaction of fuel and structural materials of an irradiating device in the ANSYS software // NNC RK Bulletin. – 2023. – No. 3. – P. 63–71. (In Russ.) <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2023-3-63-71>

REFERENCES

1. Chto takoe radioaktivnye otkhody? / Yukiya Amano [et all.] // IAEA Bulletin. – 2014. No. 55/3. – P. 3–4.
2. Radiatsionnaya bezopasnost' i bezopasnost' otkhodov: ukreplenie natsional'nogo potentsiala / Paulo Barretto,

ANSYS БАҒДАРЛАМАЛЫҚ ПАКЕТІНДЕ ЭЛЕКТРОШЛАКТЫҚ ҚАЙТА БАЛҚЫТУ ҚОНДЫРҒЫСЫ ЭЛЕКТРОДЫҢ ОМДЫҚ ҚЫЗУЫН МОДЕЛЬДЕУ

Е. А. Кабдылкаков*, А. С. Сураев, Н. Е. Мухамедов, С. А. Должиков, А. В. Пахниц

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

** Байланыс үшін E-mail: kabdylkakov@nnc.kz*

Бұл жұмыста ANSYS бағдарламалық кешенінде электрошлақтық қайта балқыту (ЭШП) қондырғысы электродының омдық қызуын модельдеу нәтижелері ұсынылған. Радионуклидтерден тазарту мақсатында металдарды қайта балқытуға арналған ЭШП қондырғысының сипаттамасы берілген. Процесті модельдеу әдісі ұсынылып, ол ANSYS бағдарламасының Electric және Transient Thermal модульдерінде пәнаралық есептеулер жүргізуге негізделген. Алынған нәтижелер бұл әдістің энергия бөлуін есептеуге және электродтағы температураның таралуын анықтауға мүмкіндік беретінін көрсетті. Бұл нәтижелер әртүрлі геометриялық пішіндер мен материалдардан жасалған электродтарды таңдау үшін, сондай-ақ электрошлақтық қайта балқыту қондырғысының жұмыс режимдерін пысықтау үшін қолданылуы мүмкін.

Түйін сөздер: *электрошлақтық қайта балқыту, электрод, ANSYS, бағдарламалық пакет, омдық қызу, модельдеу, температура.*

SIMULATION OF OHMIC HEATING OF THE ELECTRODE IN AN ELECTROSLAG REMELTING SYSTEM USING THE ANSYS SOFTWARE PACKAGE

Ye. A. Kabdylkakov*, A. S. Suraev, N. E. Mukhamedov, S. A. Dolzhikov, A. V. Pakhnits

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

** E-mail for contacts: kabdylkakov@nnc.kz*

This paper presents the results of modeling the ohmic heating of the electrode in an electroslag remelting system using the ANSYS software package. A description of the electroslag remelting installation designed for remelting metals to remove radionuclides is provided. A modeling method is proposed that involves an interdisciplinary simulation using the Electric and Transient Thermal modules of ANSYS. The results demonstrate that this approach enables the calculation of energy release and the corresponding temperature distribution within the electrode. These findings can be used for selecting electrodes of various geometries and materials, as well as for optimizing the operating modes of the electroslag remelting system

Keywords: *electroslag remelting, electrode, ANSYS, software package, ohmic heating, modeling, temperature.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-156-163>
УДК 537.8

**MODELING AND SOLVING EQUATIONS OF THE WAVE PROCESS
USING THE RECURRENT OPERATOR METHOD**

P. M. Pirniyazova*

Almaty Technological University, Almaty, Kazakhstan

* E-mail for contacts: pirniyazova1974@gmail.com

This article is a review, which provides a solution to the one-dimensional and three-dimensional problem of the wave process. The equation in question is a hyperbolic equation that can be derived only for the one-dimensional case and describes the process of river flow, matter transfer, diffusive mass transfer, and flow through a porous medium. The solution of the equation is sought in the form of integro-differential operators, represented as a special series with constant coefficients determined from the recurrence relation. With this approach, general solutions are expressed in terms of arbitrary functions and are not related to solving another equation. The resulting form of general solutions makes it possible to apply the method of initial functions to solve boundary value problems, since arbitrary analytical functions included in general solutions can be expressed in terms of initial functions specified by the problem condition. From these formulas of general solutions, it is easy to find all particular solutions in various classes of analytical functions. Next, the solution of a special case of the Lamé equation describing the wave process is considered. The solution of a special case of the Lamé equation is also sought in the form of a series, using the recurrent operator method. The algorithm for solving the three-dimensional problem of the wave process is similar to that for the one-dimensional problem. This approach is very effective for constructing solutions to the equations of the theory of thermal conductivity and the theory of elasticity. The results obtained are illustrated graphically and shown in the tables.

Keywords: wave process, special case of the Lamé equation, recurrent operator method.

INTRODUCTION

In this article, we will consider the general solution of the differential equation of the wave process, which determines the physical processes of interest to us, and a number of other physical processes are determined by similar equations, among them potential flow, diffusive mass transfer [1, 2], flow through a porous medium and some fully developed flows in channels. Let us consider the process of river flow and transfer of substance by a one-dimensional differential equation, a hyperbolic type deduced only for the one-dimensional case [1], based on the theory of collision of solid particles, is also only some approximation to an adequate description of turbulent motion.

$$\frac{\partial^2 q}{\partial t^2} + a \frac{\partial q}{\partial t} + D_x \frac{\partial^2 q}{\partial t^2} - U_x \frac{\partial q}{\partial x} + \gamma q = f(x, t) \quad (1)$$

where $\partial_x^2 = \frac{\partial^k}{\partial s^k}$; $a_1 = -\frac{1}{D_x}$; $a_2 = -\frac{U_x}{D_x}$; $a_3 = -\frac{a}{D_x}$;

$a_4 = -\frac{\gamma}{D_x}$; $f = \frac{f^*}{D_x}$; $q(x, t)$ – diffusion intensity, U_x –

the rate of propagation of the substance along the axis, a – the porosity coefficient of the liquid, D_x – the diffusion coefficient along the axis ox , γ – the rate of destruction of the substance, $f(x, t)$ – the source member.

Let's write this equation in the operator form

$$(\partial_x^2 + a_1 \partial_t^2 + a_2 \partial_x + a_3 \partial_t + a_4)q(x, t) = f(x, t) \quad (2)$$

In accordance with the recurrent operator method [3, 4], we are looking for a solution to the homogeneous equation of the equation at $f = 0$, in the form of a series

$$q_r(x, g_r) = \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j} \frac{x^{(i+j+r)!}}{(i+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial t^j} g_r(t); r=0,1 \quad (3)$$

where $Q_{i,j}$ – constant coefficients of the series determined from the condition for $i < 0$, or $j < 0$, then $Q_{i,j} = 0$ and when $i = 0, j = 0$; then $Q_{i,j} = 1$.

Substituting the series (3) into equation (1) we obtain

$$\begin{aligned} & \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j} \frac{x^{i-2+j+r!}}{(i-2+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial t^j} g_r(t) + \\ & + a_1 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j} \frac{x^{i+j+r!}}{(i+j+r)!} \frac{\partial^{j+2}}{\partial t^{j+2}} g_r(t) + \\ & + a_2 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j} \frac{x^{i-1+j+r!}}{(i-1+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial t^j} g_r(t) + \\ & + a_3 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j} \frac{x^{i+j+r!}}{(i+j+r)!} \frac{\partial^{j+1}}{\partial t^{j+1}} g_r(t) + \\ & + a_4 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j} \frac{x^{i+j+r!}}{(i+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial t^j} g_r(t) = 0 \end{aligned} \quad (4)$$

Making the indices offset in the second sum $j \rightarrow j-2$ in the third $i \rightarrow i-1, j \rightarrow j-1$, in the fourth amount third $i \rightarrow i-1$, in the fifth sum of the series third

$i \rightarrow i-2$, and taking out the total multiplier $\frac{x^{i-2+j+r!}}{(i-2+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial t^j} g_r(t)$ we get the parentheses

$$\sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} [\mathcal{Q}_{i,j} + a_1 \mathcal{Q}_{i,j-2} + a_2 \mathcal{Q}_{i-1,j} + a_3 \mathcal{Q}_{i-1,j-1} + a_4 \mathcal{Q}_{i-2,j}] \cdot \frac{x^{i-2+j+r!}}{(i-2+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial t^j} g_r(t) = 0 \quad (5)$$

Equating the expressions in square brackets to zero, we obtain the following recurrence relation

$$\mathcal{Q}_{i,j} = -a_1 \mathcal{Q}_{i,j-2} - a_2 \mathcal{Q}_{i-1,j} - a_3 \mathcal{Q}_{i-1,j-1} - a_4 \mathcal{Q}_{i-2,j} \quad (6)$$

under the conditions $i < 0$, or $j < 0$, then $\mathcal{Q}_{i,j} = 0$, when $i = 0, j = 0$; then $\mathcal{Q}_{i,j} = 1$.

Let's write out the first few expressions for the coefficients $\mathcal{Q}_{i,j}$

$$\begin{aligned} \mathcal{Q}_{0,0} &= 1; \mathcal{Q}_{0,1} = 0; \mathcal{Q}_{0,2} = -a_1; \mathcal{Q}_{0,3} = 0; \mathcal{Q}_{0,4} = a_1^2; \\ \mathcal{Q}_{1,0} &= -a_2; \mathcal{Q}_{1,1} = -a_3; \mathcal{Q}_{1,2} = 2a_1 a_2; \mathcal{Q}_{1,3} = 2a_1 a_3; \\ \mathcal{Q}_{2,0} &= a_2^2 - a_4; \mathcal{Q}_{2,1} = 2a_1 a_3; \mathcal{Q}_{2,2} = -3a_1 a_2^2 + 2a_1 a_4 + a_3^2; \\ \mathcal{Q}_{3,0} &= -2a_2^2 a_3 + a_2 a_4; \mathcal{Q}_{3,1} = -3a_2^2 a_3 + 2a_1 a_4 + a_3^2; \\ \mathcal{Q}_{4,0} &= -2a_2^3 a_3 - 2a_2^2 a_4 + a_4^2. \end{aligned}$$

By the method of full induction, it can be shown that the solution of the recurrent equation (6) has the form

$$\begin{aligned} \mathcal{Q}_{i,j} &= \sum_{i=0}^{\lfloor \frac{i}{2} \rfloor} \sum_{m=0}^{\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - i} \binom{i-l}{l, 2m+\tau_b} \binom{i+\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - l - m}{\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - m} \cdot (-a_1)^{\lfloor \frac{j}{2} \rfloor - m} \cdot (-a_2)^{i-2l-2m-\tau_b} \cdot (-a_3)^{2m+\tau_b} \cdot (-a_3)^{2m+\tau_b} \cdot (-a_3)^{2m+\tau_b} \cdot (-a_4)^j; \quad (7) \end{aligned}$$

here $\tau_b = j - 2 \cdot \lfloor \frac{j}{2} \rfloor$.

We presented the recurrent equation (6) for the general form in the form of complete mathematical induction (7), and here we introduced notation such as τ_b – this is the calculation of the index value by j of formula (6).

In the formula (7), $\tau_b = j - 2 \cdot \lfloor \frac{j}{2} \rfloor$, where $\lfloor \frac{j}{2} \rfloor$ – entier ($j \bmod 2$) – taking into account the whole part of the division by 2.

$\binom{a}{b} = \frac{a!}{b!(a-b)!}$ – binomial calculation using the formula [5, 6],

$$\binom{i+\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - l - m}{\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - m} = \frac{\left(i+\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - l - m\right)!}{\left(\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - m\right)!(i-l)!} - \text{binomial calculation of the coefficients of the rhaa using the formula,}$$

$\binom{a}{b,c} = \frac{a!}{b!c!(a-b-c)!}$ – the trinomial calculation by the formula [5, 6],

$$\binom{i-l}{l, 2m+\tau_b} = \frac{(i-l)!}{l!(2m+\tau_b)!(i-2l-2m-\tau_b)!} - \text{the trinomial calculation of the coefficients of a series using the formula,}$$

To calculate this induction, we have developed a software procedure in the Maple software environment.

By changing the summation order in (3), we obtain the solution of equation (1) in the form

$$q_r(x, g_r) = \sum_{i=0}^{\infty} x^{(i+r)!} \left(\sum_{j=0}^{\infty} \mathcal{Q}_{i,j-1} \right) \frac{\partial^{i-j}}{\partial t^j} g_r(t). \quad (8)$$

Let's write out the first few terms of the series (8) for $r=0, r=1$

$$\begin{aligned} q_0 &= g_0 - a_2 g_0 x + \left[-a_1 g_{0,t}'' - a_3 g_{0,t} + (a_2^2 - a_4) g_0 \right] \frac{x^2}{2!} + \\ &+ \left[2a_1 a_2 g_{0,t}'' + 2a_2 a_3 g_{0,t} + (-a_2^3 + 2a_2 a_4) g_0 \right] \frac{x^3}{3!} + \dots \\ q_1 &= g_1 - a_2 g_1 \frac{x^2}{2!} + \left[-a_1 g_{1,t}'' - a_3 g_{1,t} + (a_2^2 - a_4) g_1 \right] \frac{x^3}{3!} + \\ &+ \left[2a_1 a_2 g_{1,t}'' + 2a_2 a_3 g_{1,t} + (-a_2^3 + 2a_2 a_4) g_1 \right] \frac{x^4}{4!} + \dots \quad (9) \end{aligned}$$

The partial solution of the inhomogeneous equation (1) in accordance with the recurrent operator method has the form

$$q^*(f) = \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} \mathcal{Q}_{i,j} \frac{\partial^{-(i+j+r)!}}{\partial x^{-(i+j+r)!}} \frac{\partial^j}{\partial t^j} f(x, t) \quad (10)$$

where $\mathcal{Q}_{i,j}$ – determined from the condition (2) and (3).

The designation is introduced here

$$\frac{\partial^{-k!}}{\partial x^k} f(x, t) = \int \dots \int_{k\text{-times}} f(x, t) dx^k$$

The particular solution (9) satisfies zero initial conditions for $x=0$. Thus, the general solution of equation (1) will be

$$q(x, t) = q_0(x, g_0) + q_1(x, g_1) + q^*(f) \quad (11)$$

Let's solve the Cauchy problem for equation (1) with initial conditions

$$\begin{cases} q|_{x=0} = \varphi(t) \\ \frac{\partial q}{\partial x}|_{x=0} = \psi(t) \end{cases} \quad (12)$$

where $\varphi(t), \psi(t)$ – set functions. Substituting (11) with (8) and (10) into (11) we get

$$\begin{cases} g_0(t) = \varphi(t) \\ \left. \frac{\partial q}{\partial x} \right|_{x=0} = a_2 g_0(t) + g_0(t) = \psi(t) \end{cases} \quad (13)$$

where $g_1(t) = \psi(t) + a_2 \varphi(t)$.

Substituting the found q_0, q_1 into (10), we obtain the solution of the Cauchy problem (1, 2), (11) in the form

$$\begin{aligned} q(x, t) &= (q_0, \varphi(t)) + q_1(x, \psi(t)) + a_2 \varphi(t) + q^*(f) \\ &= (q_0 + a_2 q_1)(\varphi(t) + q_1 \psi(t)) \end{aligned}$$

If it is required to satisfy the correctly set initial conditions at $t=0$ (consistent with the boundary conditions), then equation (1) should be represented as

$$(\partial_x^2 + a_1 \partial_t^2 + a_2 \partial_x + a_3 \partial_t + a_4) q^*(t, x) = f^*(t, x) \quad (14)$$

In accordance with the recurrent operator method [7], we are looking for a solution to the homogeneous equation (for $f^* = 0$) of equation (10) in the form

$$q_r^*(t, g_r) = \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j}^* \frac{t^{i+j+r!}}{(i+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial x^j} g_r^*(x), \quad r=0,1 \quad (15)$$

where $Q_{i,j}^*$ – constant coefficients determined from condition (4), $g_r^*(x)$ – arbitrary differentiable functions determined from initial and boundary conditions. Substituting (15) into (14) we get

$$\begin{aligned} &\sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j}^* \frac{t^{i-2+j+r!}}{(i-2+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial x^j} g_r^*(x) + \\ &+ a_1 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j}^* \frac{t^{i+j+r!}}{(i+j+r)!} \frac{\partial^{j+2}}{\partial x^{j+2}} g_r^*(x) + \\ &+ a_2 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j}^* \frac{t^{i-1+j+r!}}{(i-1+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial t^j} g_r^*(x) + \\ &+ a_3 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j}^* \frac{t^{i+j+r!}}{(i+j+r)!} \frac{\partial^{j+1}}{\partial t^{j+1}} g_r^*(x) + \\ &+ a_4 \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j}^* \frac{t^{i+j+r!}}{(i+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial x^j} g_r^*(x) = 0 \end{aligned} \quad (16)$$

By shifting the indices in such a way that the total multiplier $\frac{t^{i-2+j+r!}}{(i-2+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial x^j} g_r^*(x)$ can be taken out of the bracket, we get

$$\begin{aligned} &\sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} [Q_{i,j}^* + a_1 Q_{i,j-2}^* + a_2 Q_{i-1,j-1}^* + a_3 Q_{i-1,j}^* + a_4 Q_{i-2,j}^*] \cdot \\ &\cdot \frac{t^{i-2+j+r!}}{(i-2+j+r)!} \frac{\partial^j}{\partial x^j} g_r^*(x) = 0 \end{aligned}$$

Equating the expression in square brackets to zero, we obtain the following recurrence relation.

$$Q_{i,j}^* = -a_1 Q_{i,j-2}^* - a_2 Q_{i-1,j-1}^* - a_3 Q_{i-1,j}^* - a_4 Q_{i-2,j}^* \quad (17)$$

On condition [8, 9]:

$$Q_{i,j}^* = 1, \quad Q_{i,j}^* = 0 \text{ by } i > 0 \text{ or } j < 0 \quad (18)$$

$$Q_{0,0}^* = 1; \quad Q_{0,1}^* = 0; \quad Q_{0,2}^* = -a_1; \quad Q_{0,3}^* = 0; \quad Q_{0,4}^* = a_1^2; \quad Q_{0,5}^* = 0;$$

$$Q_{1,0}^* = -a_3; \quad Q_{1,1}^* = -a_2; \quad Q_{1,2}^* = 2a_1 a_3; \quad Q_{1,3}^* = 2a_1 a_2;$$

$$Q_{2,0}^* = a_2^2 - a_4; \quad Q_{2,1}^* = 2a_1 a_3; \quad Q_{2,2}^* = -3a_1 a_2^2 + 2a_1 a_4 + a_2^2;$$

$$Q_{3,0}^* = -a_3^2 + 2a_3 a_4; \quad Q_{3,1}^* = -3a_1 a_3^2 + 2a_1 a_4 + a_2^2.$$

$$\begin{aligned} Q_{i,j}^* &= \sum_{i=0}^{\lfloor \frac{i}{2} \rfloor} \sum_{m=0}^{\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - i} \binom{i-l}{l, 2m+\tau_b} \binom{i + \lfloor \frac{i}{2} \rfloor - l - m}{\lfloor \frac{i}{2} \rfloor - m} \cdot \\ &\cdot (-a_1)^{\lfloor \frac{j}{2} \rfloor - m} \cdot (-a_2)^{i-2l-2m-\tau_b} \cdot (-a_3)^{2m+\tau_b} \cdot \\ &\cdot (-a_3)^{2m+\tau_b} \cdot (-a_3)^{2m+\tau_b} \cdot (-a_4)^j, \end{aligned} \quad (19)$$

here $\tau_b = j - 2 \cdot \lfloor \frac{j}{2} \rfloor$.

By changing the summation order in (17), we obtain the solution of equation (18) in the form

$$q_r^*(x, g_r) = \sum_{i=0}^{\infty} t^{(j+r)!} \left(\sum_{j=0}^i Q_{i,j-1}^* \right) \frac{\partial^{i-j}}{\partial t^j} g_r(t), \quad r=0,1 \quad (20)$$

Let's write out the first few members of the series

$$\begin{aligned} q_0^* &= g_0^* + (-a_3) g_0''' t + \left[-a_1 g_{0,x}'' - a_2 g_{0,x}'' + (a_3^2 - a_4) g_0' \right] \frac{t^2}{2!} + \\ &+ \left[2a_1 a_3 g_{0,x}''' + 2a_2 a_3 g_{0,x}''' + (-a_2^3 + 2a_2 a_4) g_0 \right] \frac{t^3}{3!} + \dots \\ q_1^* &= g_0' - a_3 g_1 \frac{t^2}{2!} + \left[-a_1 g_{1,x}'' - a_2 g_{1,x}'' + (a_2^2 - a_4) g_1 \right] \frac{t^3}{3!} + \\ &+ \left[2a_1 a_2 g_{1,x}'' + 2a_2 a_3 g_{1,x}'' + (-a_2^3 + 2a_2 a_4) g_{1,x} \right] \frac{t^4}{4!} \end{aligned} \quad (21)$$

The partial solution of the inhomogeneous equation (12) in accordance with the recurrent operator method [1, 2] has the form

$$q^*(f) = \sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} Q_{i,j}^* \frac{\partial^{-(i+j+2)!}}{\partial x^{-(i+j+2)!}} \frac{\partial^{2j}}{\partial x^{2j}} f(x, t) \quad (22)$$

where $Q_{i,j}^*$ – determined from the condition (18) and (4). The designation is introduced here

$$\frac{\partial^{-k!}}{\partial x^k} f(t, x) = \int_{k\text{-times}} \dots \int f(t, x) dt^k$$

The particular solution (18) satisfies zero initial conditions for $x=0$. Thus, the general solution of equation (12) will be

$$q^*(x,t) = \sum_{r=0}^1 q_r^*(t, g_r) + q^*(f)$$

Let's solve the Cauchy problem for equation (12) with initial conditions:

$$\begin{cases} q^*(x,t)|_{t=0} = \xi(x) \\ \frac{\partial q^*}{\partial t}|_{t=0} = \lambda(x) \end{cases}$$

where from $q_0^*(x) = \xi(x)$, substituting the found functions q_0^* , q_1^* in (20) with the initial conditions (21) in the form

$$q^* = q_0^*(x, \xi(t)) + q_1^*(\lambda(t)) - a_1 \xi(t) + q^*(f) \quad (23)$$

The following data were taken for the computational experiment of the river flow [10]:

$k = D_x = 0.18350$, $v = U_x = 0.68429$, $\gamma = a = 0.991$, $l = 7m$, $m = 3m$; $s = 21m^2$ – the cross-sectional area of the site in question.

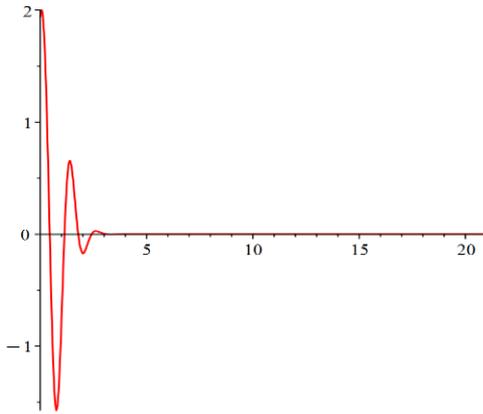


Figure 1. The wave process of the river flow at the initial moment of time at the $t=1$ s

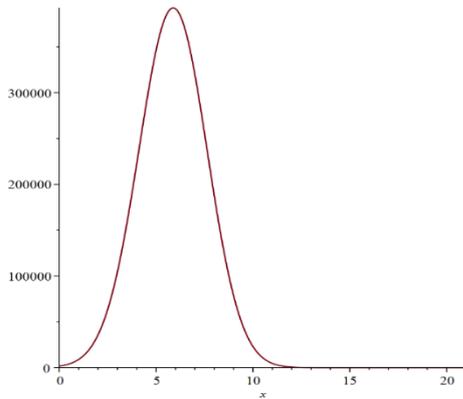


Figure 2. The wave process of flow propagation at the time $t=10$ s

Also below we will consider the solution of the three-dimensional problem of the wave process, which is a special equation of the Lamé equation.

Consider the vector wave equation for a homogeneous isotropic medium called the Lamé equation. For a homogeneous isotropic medium in which there are no sources of seismic vibrations, the generalized vector wave equation of Lamé is valid.

$$\mu \nabla^2 U + (\lambda + \mu) \text{grad} U = \rho \frac{\partial^2 U}{\partial t^2} \quad (1')$$

Let us consider a special case of the Lamé equation presented in an operator form.

$$\begin{aligned} &(\partial_x^2 + \partial_y^2 + \partial_z^2 - a_1 \partial_t^2 + \\ &+ a_2 (\partial_x + \partial_y + \partial_z) U(x, y, z, t) = 0 \end{aligned} \quad (2')$$

A recurrent operator method for a homogeneous isotropic medium is chosen to solve the Lamé equation. In accordance with the recurrent operator method, we search for the solution of the equation of the wave process in the form of a series. Where R is the function describing the seismic process, t is the space-time coordinate in time, and x is the time of passage of the wave.

Here $a_1 = \frac{\rho}{\mu}$, $a_2 = \lambda$. The decision equation (2) we search in the form of a row

$$\begin{aligned} U_r(x, y, z, g_r) = &\sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} \sum_{k=0}^{\infty} \sum_{p=0}^{\infty} U_{i,j,k,p} \cdot \\ &\cdot \frac{x^{(i+j+k+r)!}}{(i+j+k+r)!} \cdot \partial_y^i \partial_z^k \partial_t^p g(x, y, z, t); r=0,1 \end{aligned} \quad (3')$$

here $U_{i,j,k,p}$ – constant coefficients determined from equation (3'), $g(x, y, z, t)$ – arbitrary differentiable functions determined from initial and boundary conditions. Substituting the series (3') into equation (2') in accordance with the recurrent operator, shifting the indices and taking the common multiplier out of the bracket, we have the following recurrent equation

$$\begin{aligned} &\sum_{i=0}^{\infty} \sum_{j=0}^{\infty} \sum_{k=0}^{\infty} \sum_{p=0}^{\infty} [U_{i,j,k,p} + U_{i,j-2,k,p} - U_{i,j,k-2,p} - \\ &- a_1 U_{i,j,k,p-2} + a_2 (U_{i-1,j,k,p} + U_{i-1,j-1,k,p} + U_{i-1,j,k-2,p})] \cdot \\ &\cdot \frac{x^{i-2+j+k+r}}{i-2+j+k+r} = 0 \end{aligned} \quad (4')$$

Equating the expression inside the square bracket to zero, we have a recurrent equation with respect to the series

$$\begin{aligned} U_{i,j,k,p} = &-U_{i,j-2,k,p} - U_{i,j,k-2,p} + a_1 U_{i,j,k,p-2} - \\ &- a_2 U_{i-1,j-1,k,p} - a_2 U_{i-1,j,k-1,p} - a_2 U_{i-1,j,k,p-1} \end{aligned} \quad (5')$$

We solve this equation under the initial conditions [1, 7]:

$U_{0,0,0,0} = 1$, when $i = 0$, or $j < 0$, or $k < 0$, or $p = 0$ and $U_{i,j,k,p} = 0$, when $i < 0$, or $j < 0$, or $k < 0$, or $p < 0$. (6')

By changing the order (4') of summation, we obtain the solution (3') of the equation in the form [11, 12]

$$U_r(x, y, z, g_r) = \sum_{i=0}^{\infty} x^{(i+j+k+p+r)!} \left(\sum_{j=0}^{\infty} \sum_{k=0}^{\infty} \sum_{p=0}^{\infty} U_{i,i-j,j-k,k-p} \right) \cdot \partial_y^{i-j} \partial_z^{j-k} \partial_t^{k-p} (g(x, y, z, t)); r = 0, 1 \quad (7')$$

Further, performing calculations in the Maple application software package, the following results are obtained. So, by entering the designation of the coefficients, we calculate the equation in the following values

$$\begin{aligned} \partial_x^k &= \frac{\partial^k}{\partial x^k}; a_1 = \frac{\rho}{\mu}; \\ a_2 &= \lambda, \mu = \lambda = 1 \text{ m}, E = 0.5 \cdot \frac{10^{10} \text{ N}}{\text{m}^2}; \\ \omega &= 2 \cdot \pi \cdot \nu = 25.12, \nu = 1 \text{ Herz}, \\ \rho &= 9 \cdot \frac{10^{10} \text{ N}}{\text{m}^2}; A = 1 \text{ m}. \end{aligned}$$

For example, consider the process of propagation of seismic waves at a distance of 733 km from the city of Almaty, the process occurs in longitude 70°33'10", lati-

tude 38°46'33", and depth of 36 km 95 m, these data are illustrated in Figure 3.

By converting longitude and latitude to spherical coordinates, we obtained the following values for the longitudinal oscillation, that is, denoting for $x = 1.23137826 \text{ m}$, for cross-section for $y = 0.67630884324 \text{ m}$, for depth for $z = 36.1038736082 \cdot 10^3 \text{ m}$, this process is considered in a parallelepiped, the length of which is equal to $l = 7 \text{ m}$, the width of the parallelepiped $m = 3 \text{ m}$,

Parallelepiped height $h = 36 \text{ 095 m}$. The volume of the considered section of the seismic zone is 757.995 km^3 .

The data on the seismic zone are shown in Table 1 ("Satellite maps of the earthquake in Almaty" [13]).

Table 1. Data on the seismic zone of the Almaty region [13]

733 km southwest of Almaty				
Magnitude, points	Depth, km	Latitude	Longitude	Date, time
4.2	36.95	38°45'43"	70°33'10"	12.08.23, 06:29

According to a source from the Institute of Seismology (Figure 4), it was noted that the zones located north (below) Rayymbek Avenue, where there is an increased groundwater level, are considered the most unfavorable from the point of view of seismics in Almaty. The foothill territories of the city in the area of Kok-Tobe Mountain and east of Dostyk Avenue are also unfavorable in terms of seismicity [10].



Figure 3. Almaty, 733 km south-west of Almaty. Magnitude 4.2, 08/12/2023, time 06:29

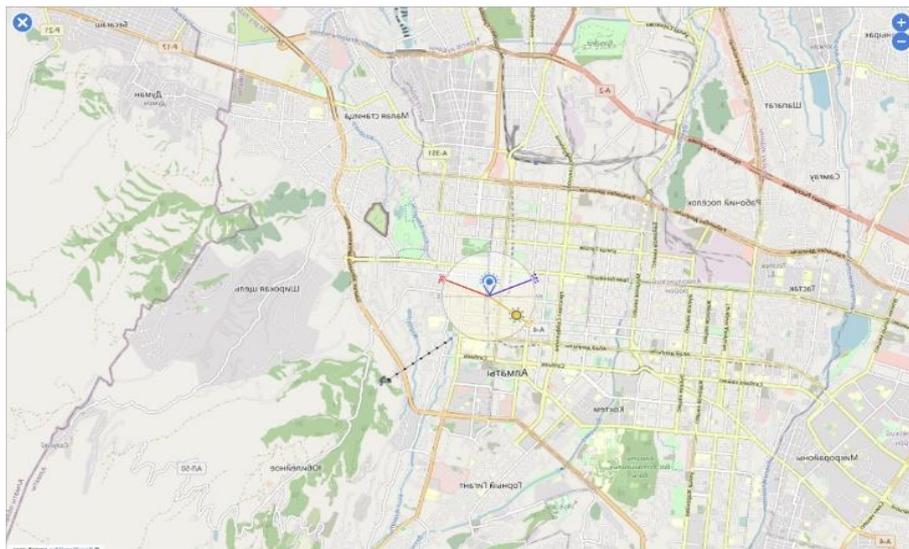


Figure 4. Location of Almaty city in terms of seismic zones

THE RESULTS AND DISCUSSION

Table 2 shows the simulation results obtained in the Maple system, where at the initial moment of time, at $t=0.1 s$, $t=1 s$, at a depth of $36 km$ $95 m$, it is shown that the process of observing seismic waves is just beginning, Figure 2. Solving the Cauchy problem, the results obtained are shown in this table. Also, taking the values $x=0.0012 \cdot 10^3 m$, $y=0.001 \cdot 10^3 m$, $z=0.003 \cdot 10^3 m$ equal, we get the result of modeling the process of seismic wave propagation.

Table 2. Simulation Results of Seismic Wave Propagation

t, s	x·10 ³ , m	y·10 ³ , m	z·10 ³ , m	u, m/s ²
<i>Study of the process at the initial moment of time</i>				
0.1	0.0012	0.001	0.03	0.9947672305
1	0.007	0.003	0.036095	0.9540476881
<i>Study of a process with boundary conditions along the x-axis</i>				
1	0	0.001	0.003	0.9959709018
20	0	0.0012	0.0184	0.9804607266
30	0	0.003	0.036095	0.9610521864
1	0.00123	0.001	0.00128	0.9964511166
20	0.00326	0.0018	0.018000	0.9929817243
30	0.00700	0.003	0.036095	0.9540472240
<i>Study of a process with boundary conditions along the y-axis</i>				
1	0.00123	0	0.0128	0.9860192323
20	0.00326	0	0.0182	0.9786229332
30	0.00700	0	0.036095	0.9572161210
1	0.00123	0.003	0.012800	0.9807049297
20	0.00326	0.003	0.025600	0.9681164460
30	0.00700	0.003	0.036095	0.9540472240
<i>Study of a process with boundary conditions along the z-axis</i>				
1	0.00123	0.00128	0	0.9974261388
20	0.00326	0.00282	0	0.9935931559
30	0.00700	0.00300	0	0.9894247481
1	0.00123	0.00128	0.036095	0.9617625198
10	0.00326	0.00282	0.036095	0.9580667429
20	0.00700	0.00300	0.036095	0.9540474818
30	0.00700	0.00300	0.036095	0.9540472240

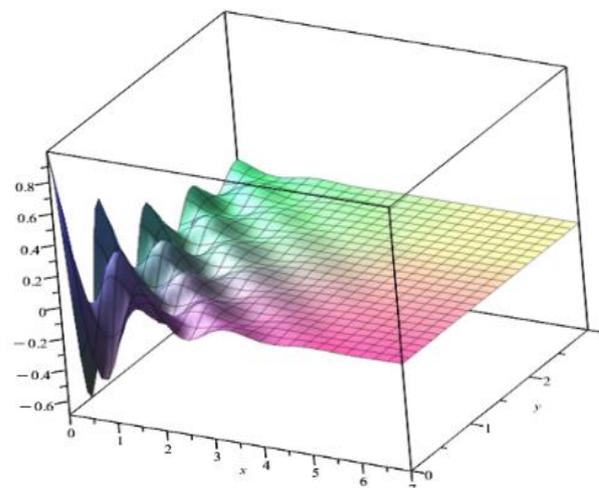


Figure 5. The results of modeling the process of seismic wave propagation at the initial moment of time at $t=0.1 s$

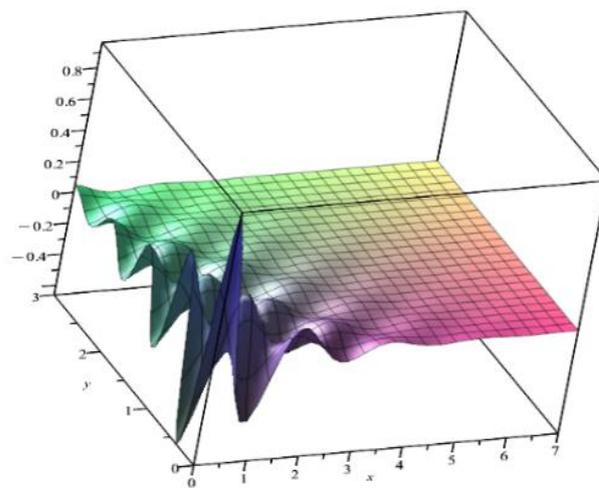


Figure 6. The results of modeling the process of seismic waves at the initial moment of observation time at $t=1 s$

Table 2 also shows the results of modeling seismic waves under initial and boundary conditions along the ox coordinate axis. This process shows that the earth at a depth of $z=0.003 \cdot 10^3 \text{ m}$, up to $z=0.036095 \cdot 10^3 \text{ meters}$, at $t=1 \text{ s}$, in the initial boundary condition on the ox axis at $x=0$, also on the oy axis the value of $y=0.001 \text{ m}$, the earth begins to move away from the elasticity of the earth, that is The process of compression and expansion represents tensor values of the elasticity of the Earth's crust. The result of wave distribution simulation is $0.9959709018 \text{ m/s}^2$. This process was also investigated under the finite boundary condition of x at points $x=0.00123 \cdot 10^3 \text{ m}$, $x=0.00326 \cdot 10^3 \text{ m}$, $x=0.00700 \cdot 10^3 \text{ m}$, respectively, at time values $t=1 \text{ s}$, $t=20 \text{ s}$, and also at $t=30 \text{ s}$, at a depth corresponding to $z=0.00128 \cdot 10^3 \text{ m}$, $z=0.018000 \cdot 10^3 \text{ m}$, $z=0.036095 \cdot 10^3 \text{ m}$, the results are given in the Table 2. The simulation results under the initial boundary conditions are illustrated in Figures 5 and 6. Further, the results of modeling the propagation of seismic waves under initial boundary conditions along the oy coordinate axis are presented below. The results of modeling seismic waves under initial and boundary conditions along the oy coordinate axis are also shown in Table 2. In simulations under initial and boundary conditions along the oy coordinate axis, at $y=0$ and $y=0.003 \cdot 10^3 \text{ m}$ values, the results obtained are also shown in Table 2. The simulation results obtained along the transverse coordinate of the oy axis in the slice show the clearest picture of the wave process than along the ox coordinate axis. The simulation results along the oy coordinate axis are shown in Figures 5 and 6, where the graph shows the process of wave passage along the oy coordinate axis in a slice. The graph here shows the process of wave passage along the transverse coordinate of the axis. According to the transverse coordinate, the directions of wave vibrations of the particle are perpendicular to the direction of wave propagation. The pattern of wave passage is clearly outlined here, and shows how the earth in the transverse coordinate at a depth of 3 and 5 meters also begins to shift along the elasticity of the earth, that is, the process of compression and expansion across gives a clear picture of the passage of the wave.

CONCLUSION

Solutions of the one-dimensional differential equation of the wave process of the river flow are presented. The solution of the equation by this method refers to analytical methods of solution. In many monographs, solutions to this equation are given by numerical methods using difference schemes, while a number of questions arise related to the choice of solution methods, on which the practical feasibility, accuracy and duration of obtaining a solution on a computer depend. In particular: a) an analytical description of a flat or spatial area for which the equation of the wave process and boundary conditions are studied, that is, an analytical description of the coastlines and the river bottom; b) an analytical description of the dependence of the coefficients of the equation on spatial coordinates; c) an analytical description of the dependence

on the spatial coordinates of time of the inhomogeneous parts of the equations of the wave process being solved; d) the correct choice in the difference scheme of the relationship between the spatial steps of the grid, as well as between them and the time sampling step.

The recurrent operator method used in solving problems of the wave process is very effective. Since the solution uses integro-differential operators in the form of a special series with constant coefficients, determined from the recurrent relations associated with the differential equation in question. The particular solutions obtained in this case have a simpler appearance than in other works. With this approach, the general solutions are expressed in terms of arbitrary functions and are not related to the solution of another equation.

REFERENCES

1. P.M. Pirniyazova. Mathematical modelling of ecologically unfavourable pollution hotspots. Monography. – Almaty, 2020. – 101 p.
2. Pirniyazova, P. M. Modelling of a three-dimensional problem of distribution of harmful impurity in the river a recurrently-operational method / P. M. Pirniyazova // Евразийский союз ученых. – 2020. – No. 6–1 (75). – P. 8–12.
3. V. N. Frolov. Specialnye klassi funciy v anizotropnoy teorii uprugosti. Monography. – Tashkent, 1981. – 223 p.
4. Spivakov Y.L. Special classes of solutions of linear differential equations and their application in anisotropic and heterogeneous elastic theory. Monography. – Tashkent: Fan, 1987. – 296 p.
5. B.A. Bondarenko. Operator algorithms in differential equations. «FAN» Publishing House. 1984r.
6. B.A. Bondarenko, P. M. Pirniyazova. Normalized systems of functions and their application to the solution of problems of diffusion equations. <https://zbmath.org/pdf/05873058.pdf>
7. Xu, D. An accurate and efficient series solution for the longitudinal vibration of elastically restrained rods with arbitrarily variable cross sections / D. Xu, J. Du, Z. Liu // Journal of Low Frequency Noise, Vibration and Active Control. – 2019. – Vol. 38, No. 2. – P. 403–414.
8. P.M. Pirniyazova, D. Koshanova. Mathematical Modeling to Estimate the Diffusion of Traffic-Related Air Pollutants in Almaty City. 2023 IEEE Smart Information Systems and Technologies (SIST) 4-6 May, 2023, Astana, Kazakhstan.
9. E.V. Rojkova. Longitudinal vibrations of the rod in a generalized elastic medium // Mechanics. Research and innovation. – Gomel, 2022. – Issue 15. ISSN 2519-8742.
10. Kachiashvili K.I., Gordeziani D.G., Melikjanyan D. I. Modern modeling and computer technologies for research and quality control of river water. – Tbilisi: GTU, 2007 – 251 p.
11. Rozhkova, E. V. Recurrent operator method in problems of oscillations of rod systems / E. V. Rozhkova // News of the Russian Academy of Sciences. Solid state mechanics. – 2009. – No. 6. – P. 124–138.
12. Rozhkova, E. V. Solution of the generalized equation of oscillation of rods by the recurrent operator method / E. V. Rozhkova // News of the Russian Academy of Sciences. Solid state mechanics. – 2018. – No. 5. – P. 90–105.
13. Map of earthquakes in Almaty, Kazakhstan City of Almaty (www.gov.kz).

**РЕКУРРЕНТ-ОПЕРАТОР ӘДІСІН ҚОЛДАНА ОТЫРЫП,
ТОЛҚЫНДЫҚ ПРОЦЕСС ТЕНДЕУЛЕРІН МОДЕЛЬДЕУ ЖӘНЕ ШЕШУ****П. М. Пирниязова****Алматы технологиялық университеті, Алматы, Қазақстан*** Байланыс үшін E-mail: pirniyazova1974@gmail.com*

Бұл мақала толқындық процестің бір өлшемді және үш өлшемді мәселесін шешуді қамтамасыз ететін толқындық процеске шолу мақаласы болып табылады. Қарастырылып отырған теңдеу гиперболалық теңдеу болып табылады, оны тек бір өлшемді жағдай үшін алуға болады және өзен ағынының, заттардың тасымалдануының, диффузиялық массаның тасымалдануының және кеуекті орта арқылы ағу процесін сипаттайды. Теңдеудің шешімі қайталану қатынасынан анықталатын тұрақты коэффициенттері бар арнайы қатар түрінде ұсынылған интегралдық-дифференциалдық операторлар түрінде ізделеді. Бұл тәсілмен жалпы шешімдер ерікті функциялар тұрғысынан өрнектеледі және басқа теңдеуді шешумен байланысты емес. Жалпы шешімдердің алынған формасы шекаралық есептерді шешу үшін бастапқы функциялар әдісін қолдануға мүмкіндік береді, өйткені жалпы шешімдерге кіретін ерікті аналитикалық функциялар проблемалық жағдайда көрсетілген бастапқы функциялар тұрғысынан көрсетілуі мүмкін. Жалпы шешімдердің осы формулаларынан аналитикалық функциялардың әр түрлі кластарындағы барлық нақты шешімдерді табу оңай. Әрі қарай, толқындық процесті сипаттайтын Ақсақ теңдеудің ерекше жағдайының шешімі қарастырылады. Ақсақ теңдеудің ерекше жағдайының шешімі қайталанатын оператор әдісін қолдана отырып, қатар түрінде де ізделеді. Толқындық процестің үш өлшемді есебін шешудің алгоритмі бір өлшемді есептің алгоритміне ұқсас. Бұл тәсіл жылу өткізгіштік теориясы мен серпімділік теориясының теңдеулерінің шешімдерін құруда өте тиімді. Алынған нәтижелер графикалық түрде суреттелген.

Түйін сөздер: толқындық процестің теңдеуі, өзен ағыны, қайталанатын оператор әдісі, интегралдық-дифференциалдық оператор, рекурренттік теңдеу.

**МОДЕЛИРОВАНИЕ И РЕШЕНИЕ УРАВНЕНИЙ ВОЛНОВОГО ПРОЦЕССА
С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ РЕКУРРЕНТНО-ОПЕРАТОРНОГО МЕТОДА****П. М. Пирниязова****Алматинский технологический университет, Алматы, Казахстан*** E-mail для контактов: pirniyazova1974@gmail.com*

Эта обзорная статья, в которой дается решение одномерной и трехмерной задачи о волновом процессе. Рассматриваемое уравнение является гиперболическим уравнением, которое может быть получено только для одномерного случая и описывает процесс речного стока, переноса вещества, диффузионного массопереноса и течения через пористую среду. Решение уравнения ищется в виде интегро-дифференциальных операторов, представленных в виде специального ряда с постоянными коэффициентами, определяемыми из рекуррентного соотношения. При таком подходе общие решения выражаются в терминах произвольных функций и не связаны с решением другого уравнения. Результирующий вид общих решений позволяет применять метод начальных функций для решения краевых задач, поскольку произвольные аналитические функции, входящие в общие решения, могут быть выражены в терминах начальных функций, заданных условием задачи. Из этих формул общих решений легко найти все частные решения в различных классах аналитических функций. Далее, рассматривается решение частного случая уравнения Ламе, описывающего волновой процесс. Решение частного случая уравнения Ламе также ищется в виде ряда с использованием рекуррентно-операторного метода. Алгоритм решения трехмерной задачи о волновом процессе аналогичен алгоритму решения одномерной задачи. Такой подход очень эффективен для построения решений уравнений теории теплопроводности и теории упругости. Полученные результаты проиллюстрированы графически и представлены в таблицах.

Ключевые слова: волновой процесс, частный случай уравнения Ламе, рекуррентный операторный метод.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-164-175>

УДК 551.510.535

ИОНОСФЕРНАЯ БУРЯ 25/26 МАЯ 1967 Г. КАК МОДЕЛЬ ОТКЛИКА ИОНОСФЕРЫ НА ЭКСТРЕМАЛЬНОЕ ВОЗМУЩЕНИЕ МАГНИТНОГО ПОЛЯ ЗЕМЛИ

Г. И. Гордиенко, Ю. Г. Литвинов, М. Ю. Жиганбаев*

ТОО «Институт ионосферы», Алматы, Казахстан

* E-mail для контактов: zhiganbayev@ionos.kz

Представлены результаты исследования ионосферных эффектов экстремальной геомагнитной бури 25/26 мая 1967 г. ($Dst = -387$ нТ), полученные с использованием ионосферных данных, измеренных на пяти ионосферных станциях, расположенных в регионе Средней Азии. Геомагнитная буря с начальной фазой продолжительностью примерно 9 часов, началась в ~ 20 UT 25 мая, что для рассматриваемого региона соответствует ночному времени (в 00:01 LT) 26 мая.

Отрицательное ионосферное возмущение продолжительностью порядка 28 часов, начавшееся на всех рассматриваемых станциях во время начала главной фазы геомагнитной бури, характеризовалось понижением критических частот слоя F2 ионосферы $foF2$ в $\sim 2,2$ раза по сравнению с уровнем $foF2$ в спокойных геомагнитных условиях. Наблюдавшееся во время отрицательной фазы ионосферной бури «условие G», когда $foF2 \leq foF1$, продолжалось порядка 11 часов и указывало на значительные изменения в параметрах термосферы, ответственных за формирование F-области в средних широтах.

Аномальное образование ночного E-слоя, наблюдаемое на всех ионосферных станциях, обсуждается в рамках физического механизма высыпания энергичных частиц на средних и низких широтах.

Повышенные значения и wave-like вариации критических частот $foF2$, наблюдаемые во время фазы восстановления геомагнитной бури, интерпретируются с точки зрения обусловленности их перемещающимися атмосферными возмущениями.

Событие *black out*, связанное с полным поглощением зондирующего сигнала, наблюдаемое на станциях в регионе Средней Азии и Дальнего Востока 28 мая, ассоциируется с воздействием на нижнюю ионосферу потока солнечных космических лучей высокой интенсивности, зарегистрированных в этот период.

Ионосферная буря 25/26 мая может служить моделью отклика ионосферы на экстремальное возмущение магнитного поля Земли.

Ключевые слова: ионосфера, ионосферная буря, экстремальная геомагнитная буря.

ВВЕДЕНИЕ

Влияние солнечной радиации, активных процессов на Солнце на состояние околоземного космического пространства уже несколько десятилетий является предметом интенсивных исследований с целью понимания механизмов воздействия Солнца на процессы в атмосфере Земли [1, 2], которая в настоящее время является средой обитания не только космических аппаратов различного назначения (обеспечение радиосвязи, навигации и т.п.), но и человека. Особое место в этих исследованиях занимает изучение явлений, связанных с экстремальными событиями на Солнце, такими как солнечные вспышки, выбросы корональных масс, сопровождающиеся длительными периодами повышенной геомагнитной активности, высыпаниями энергичных частиц, что, в свою очередь, вызывает «драматические» изменения в термосфере/ионосфере и оказывает влияние на высокотехнологичные наземные и космические системы [3, 4]. Известны случаи, когда мощной вспышкой, направленной в сторону Земли, вполне достаточно, чтобы устроить настоящий коллапс на планете: ухудшение работы навигационной системы GPS в условиях геомагнитных возмущений [5, 6], отключение электроэнергии в Квебеке (Канада) во время шторма 13–15

марта 1989 г. [7], отключение электроэнергии 30 октября 2003 г. на юге Швеции [8], уничтожение тридцати восьми спутников Starlink во время геомагнитной бури 4 февраля 2022 г. со значительными финансовыми и другими последствиями [9]. Эти случаи требуют дальнейшего изучения экстремальных событий с целью лучшего понимания особенностей их развития на разных стадиях.

В этом исследовании сделана попытка обратиться к событию 55-летней давности, которое едва не привело к ядерной войне [10], к солнечным вспышкам в мае 1967 года, и описать их геомагнитные и ионосферные эффекты в регионе Средней Азии, которые ранее не изучались. Вспышки были вызваны процессами в активной области № 8818, которая появилась на восточном лимбе Солнца 18 мая, прошла через центральный меридиан 25 мая и исчезла на западном лимбе 31 мая. Как результат, серия геомагнитных возмущений была зарегистрирована во второй половине мая, наиболее интенсивной из которых была геомагнитная буря 25–26 мая [11].

В работе [12] авторами представлены результаты подробного анализа особенностей космической погоды, связанных с эффектами солнечных вспышек 23 мая 1967 года. Первая вспышка (вспышка класса M3)

произошла в 18:17 UT, вторая рентгеновская вспышка в 18:46 UT (вспышка класса X6), третья вспышка из той же активной области (вспышка класса X2) в 19:53 UT. Сообщалось об увеличении интенсивности потока энергичных протонов (>12 МэВ), наблюдавшегося после 21 UT на OGO-3, что привело к заключению, что все вспышки были длительными рентгеновскими событиями и связаны с выбросами корональных масс, которые спровоцировали серию геомагнитных возмущений, наиболее интенсивной из которых была геомагнитная буря, начавшаяся 25 мая ($DST = -387$ нТ), что нарушило американскую радиосвязь почти на неделю и работу радаров в полярных широтах северного полушария [10].

Целью данной работы является исследование отклика среднеширотной F-, E- и D-области ионосферы на воздействие процессов, связанных с возмущением геомагнитного поля в период 25–26 мая 1967 года. Работа выполняется с использованием данных вертикального радиозондирования ионосферы на станциях среднеазиатского региона.

1. ДАННЫЕ И ИЗМЕРЕНИЯ

Влияние солнечного события в мае 1967 года на ионосферу средних широт изучается по данным наземных измерений, проведенных сетью ионосферных станций Средней Азии (таблица 1, $n = 1-5$).

Таблица 1. Координаты ионосферных станций

n	Станция		Географическая широта (N)	Географическая долгота (E)	Геомагнитная широта (N)	Геомагнитная долгота (E)	Меридиан часового пояса
	код	название					
1	KR250	Karaganda	49,82	73,08	40,34	149,76	75E/05
2	NK246	Novokazalinsk	45,76	62,12	37,58	139,55	60E/04
3	AA343	Alma-Ata	43,25	76,92	33,47	151,88	75E/05
4	TQ241	Tashkent	41,33	69,62	32,32	145,19	75E/05
5	AS237	Ashkhabad	37,90	58,30	30,36	134,47	60E/04
6	SD266	Salekhard	66,50	66,50	57,36	149,67	60E/04
7	TK356	Tomsk	56,50	84,90	45,99	160,62	90E/06
8	IR352	Irkutsk	52,50	104,00	41,22	175,48	105E/07

Для каждой станции в таблице 1 приведены код станции, географические и дипольные координаты (северная широта и восточная долгота), меридиан часового пояса и разница во времени между UT и LT в местах расположения станций ($\lambda/\Delta T$) [13]. Для исследования используются данные наземного радиозондирования ионосферы foF2, foF1, foE, foEs (часовые значения критических частот F2-, F1-, E- и Es-слоев), h'F (минимальная высота F-слоя), fmin (самая низкая частота, на которой начинают наблюдаться отражения от ионосферы и значения которой зависят от уровня поглощения зондирующего сигнала в области D (высоты 60–90 км)). Следует отметить, что данные для области D (т. е. fmin) очень ограничены, что связано с тем, что отражения от слоя D при

вертикальном зондировании регистрируются редко из-за большого поглощения, вызванного высокой частотой столкновений ионов с нейтральными частицами на данных высотах. Тем не менее, эффект поглощения проявляется на ионограмме, и проявляется как увеличение значений fmin. Сложная зависимость fmin от технических характеристик ионозонда делает невозможным использование этого параметра ионосферы для измерения абсолютных значений поглощения радиоволн, но как качественная характеристика, как индикатор поглощения радиоволн, параметр fmin широко применяется [14–16].

Для Казахских станций (AA, НК, КР) используется архив ионосферных данных Института ионосферы (Алматы, Казахстан), для других станций данные получены через сайт https://www.sws.bom.gov.au/World_Data_Centre/1/3/.

Особенности геомагнитных вариаций, наблюдаемые в период мая 1967 года, оценивались по вариациям H-составляющей геомагнитного поля (данные геомагнитной обсерватории «Алма-Ата») и Dst-индекса, представленного на сайте <http://wdc.kugi.kyoto-u.ac.jp/>.

2. РЕЗУЛЬТАТЫ

2.1 Геомагнитная буря 25/26 мая 1967 г.

Рисунок 1 представляет вариации горизонтальной компоненты геомагнитного поля H и Dst-индекса за период 21–31 мая 1967 г. включая геомагнитную бурю 25/26 мая. Для удобства обсуждения период возмущения магнитного поля разделим на три периода, на фазы 1, 2 и 3 (см. рис. 1, верхняя панель).

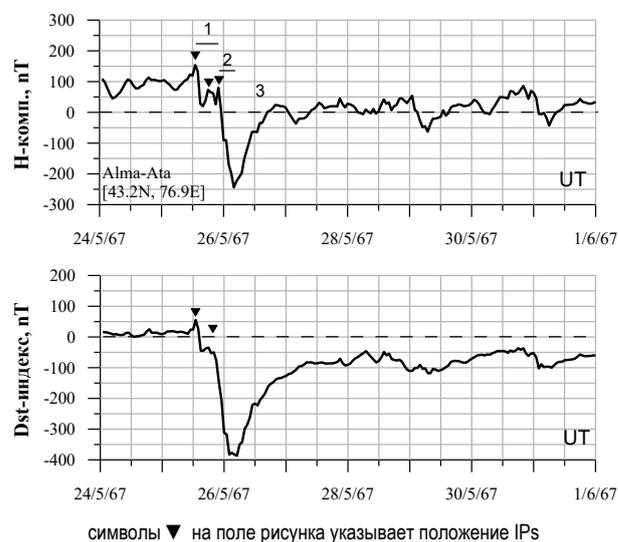


Рисунок 1. Вариации H, Dst-индекса, в период 24–31 мая 1967 г.

Первая (1) начальная фаза IP (Initial Phase) или SSC (Sudden Storm Commencement) характеризуется всплесками (осциллирующими вариациями) H-составляющей (IP1, IP2, IP3) с пиковыми значениями H между 75–155 нТ, относится ко времени между IP1 и IP3 и длится порядка 9-ти часов, то есть с 13:00 UT

(18:00 LT) до 22:00 UT (03:00 LT) 25-го мая. Фаза (2), главная фаза, начинается в 22:00 UT 25-го мая (03:00 LT, 26-го мая), характеризуется резким понижением значений Dst-индекса и H -составляющей, пиковые значения которых (-387 nT и -250 nT соответственно) наблюдаются между 02:00 UT и 04:00 UT (07:00–09:00 LT) 26-го мая. То есть, главная фаза геомагнитной бури длится порядка шести часов, после чего начинается фаза восстановления состояния геомагнитного поля (фаза 3). Рисунок 1 показывает, что на фазах развития геомагнитной бури вариации H -составляющей и Dst-индекса, практически, синхронны. Однако восстановление спокойного уровня Dst-индекса происходит гораздо медленнее относительно H -составляющей.

Следует сказать, что ещё два геомагнитных возмущения отмечаются в последнюю неделю мая, которые являются результатом активности той же области № 8818 на Солнце [11]. Первое началось во время восстановления бури 25–26 мая, по этой причине время начала бури установить не представляется возможным, но заметны внезапные всплески активности с 27-го до конца 28-го мая, после чего развилась главная фаза умеренной геомагнитной бури с пиковым значением H -составляющей порядка -70 nT (рисунок 1, верхняя панель), значение Dst-индекса в это время составляли порядка -120 nT (рисунок 1, нижняя панель). Как следует из рисунка 1, аналогичная ситуация сложилась и на период 30–31 мая.

2.2 Ионосферные эффекты геомагнитной бури 25–26 мая 1967 г.

2.2.1 Ионосферные эффекты в области F2

Рисунок 2 показывает ионосферные эффекты геомагнитной бури 25–26 мая, представленные вариациями часовых значений критических частот области F2 (сплошная линия) и F1 (символ ⊕) ионосферы, наблюдаемых на рассматриваемых ионосферных станциях (таблица 1) в период 21–31 мая 1967 г. Штриховая линия на рисунке указывает спокойные ионосферные условия, представленные медианными значениями foF2med. Стрелки на поле рисунка указывают положение внезапных всплесков геомагнитной активности (IPs) на временной оси (ось X).

Первый ионосферный эффект это повышение критических частот foF2 на ~ 2 МГц (30%) относительно уровня медианных значений на начальной фазе развития геомагнитной бури (выделено кружком), что указывает на увеличение электронной концентрации в максимуме F2-слоя в это время, которая пропорционально связана с критическими частотами как $NmF2 = 1,24 \cdot 10^4 \cdot f^2$ (эл/см³). Повышенные значения foF2 наблюдались, практически, одновременно

на всех станциях с $\sim 14:00$ UT до $\sim 18:00$ UT ($\sim 19:00$ – $23:00$ LT) 25 мая и могут считаться аномальными, поскольку время их появления не предполагает воздействия ионизирующего воздействия Солнца.

Следующая особенность это, практически, одновременно пониженные значения критических частот foF2 между примерно 20:00 UT 25 мая и 24:00 UT 26 мая на всех станциях, что указывало на эффект отрицательной ионосферной бури. Продолжительность ионосферной бури составляет порядка 28 часов, начало бури ассоциируется с началом главной фазы геомагнитной бури и резким уменьшением значений Dst-индекса и H составляющей. Максимальный эффект ионосферной бури, составляющий примерно 2,5–2,7 МГц ($\sim 50\%$) в утренние часы (по местному времени) и примерно 4–5 МГц ($\geq 50\%$) в дневное время 26 мая, наблюдался примерно через 3 часа после начала резкого падения значений foF2. Таким образом, во время главной фазы геомагнитной бури дневные значения foF2 были примерно в два раза меньше дневных медианных значений foF2med, и были, практически, на уровне ночных значений foF2 для этого дня и значительно ниже фонового ночного уровня. Рисунок 2 показывает, что понижение значений foF2 привело к тому, что в максимуме развития отрицательной фазы ионосферной бури значения foF2 сравнялись с foF1 или, возможно, стали меньше. Таким образом, сформировались условия, которые согласно руководству URSI классифицируются как «условие G», когда вышележащий слой F2 экранируется нижележащим слоем F1, при этом на ионограммах вертикального зондирования ионосферы слой F2 «пропадает». В данном случае, в случае ионосферного возмущения 25/26 мая 1967 г., такие условия наблюдались в дневное время, продолжительность которых составляла порядка 11 часов, в частности для ст. Алма-Ата это период с 01:00 до 12:00 UT или с 06:00 до 17:00 LT (см. рисунок 2).

Расчёты возмущённой составляющей $\Delta foF2$, то есть разницы между возмущёнными и медианными значениями foF2, ещё раз показали, что отрицательная ионосферная буря наблюдалась, практически, одновременно на всех станциях, включая и более высокоширотные (Салехард, Томск, Иркутск), рассмотренные дополнительно (см. табл. 1, $n=6-8$), рисунок 3. Интенсивность возмущения составляла порядка 50–55%.

На фазе восстановления геомагнитной бури, в ионосфере наблюдается положительное возмущение 27 мая с foF2 до 30–40% и флуктуации критической частоты foF2 в последующие дни, что возможно связано с повышенной активностью геомагнитного поля в эти дни (см. раздел 2.1).

ИОНОСФЕРНАЯ БУРЯ 25/26 МАЯ 1967 Г. КАК МОДЕЛЬ ОТКЛИКА ИОНОСФЕРЫ
НА ЭКСТРЕМАЛЬНОЕ ВОЗМУЩЕНИЕ МАГНИТНОГО ПОЛЯ ЗЕМЛИ

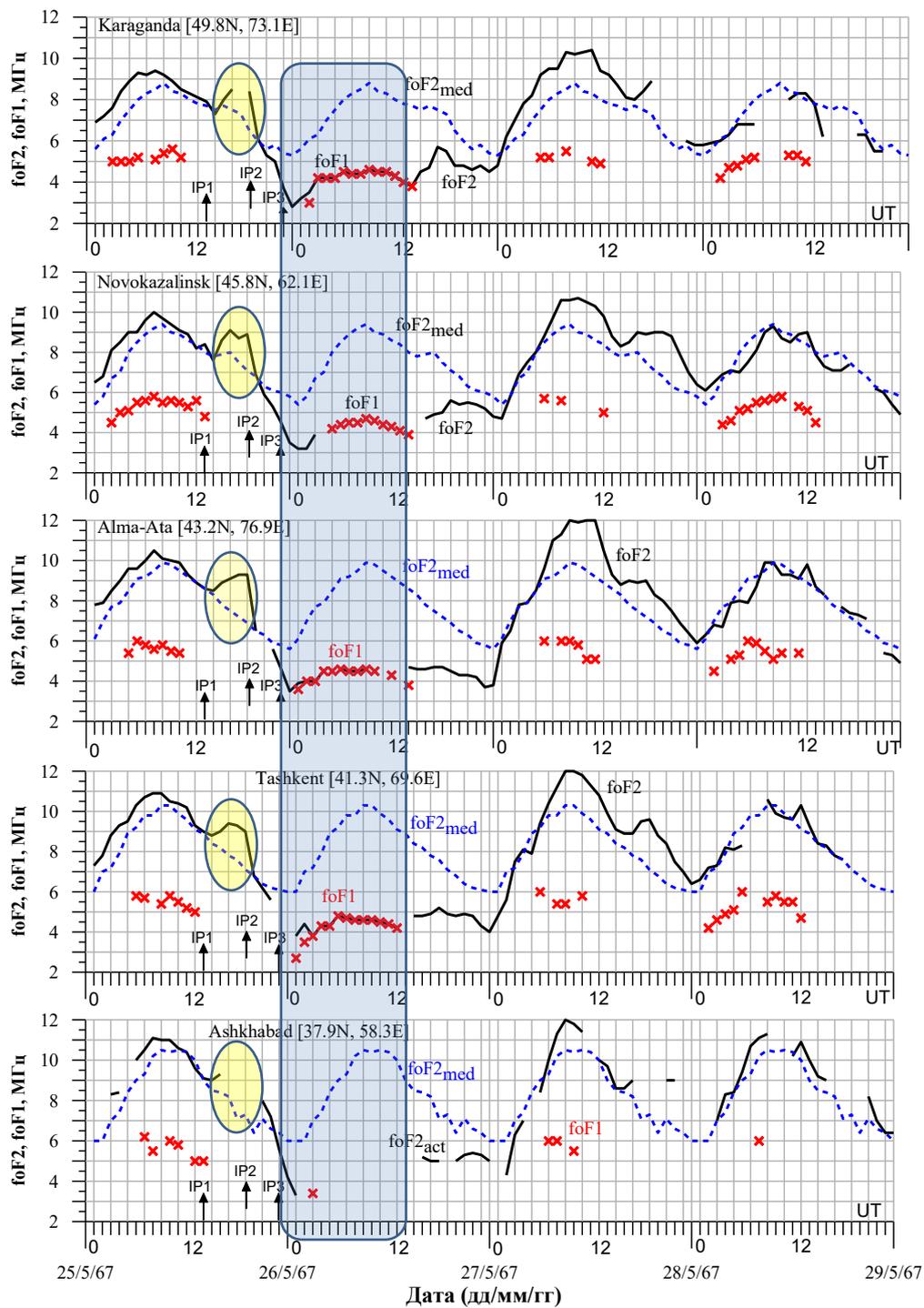


Рисунок 2. Вариации foF2, foF2med, и foF1 для станций KR, NK, AA, TQ и AS за период 25-28 мая 1967 г. (стрелки указывают время IPs)

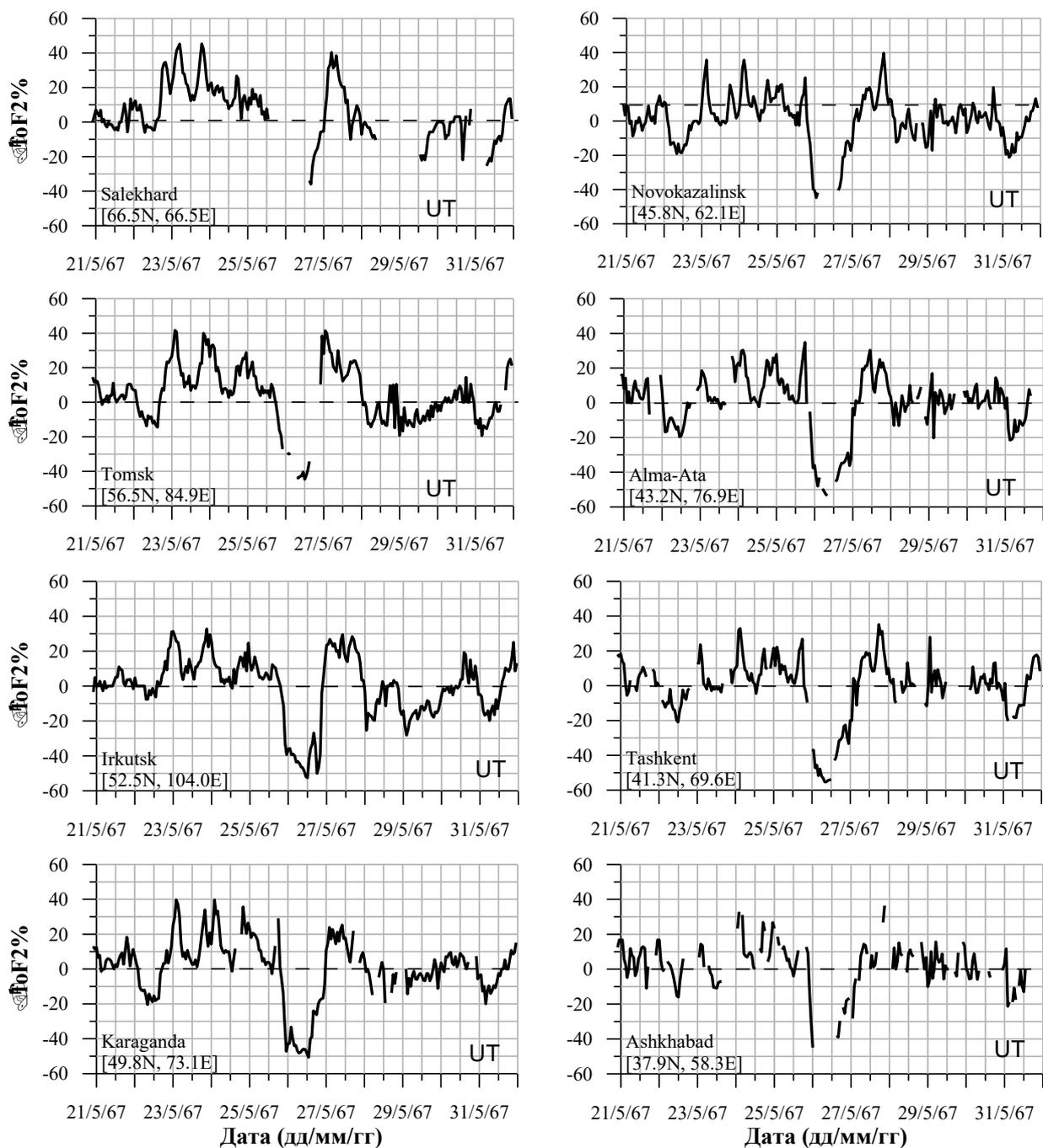


Рисунок 3. Вариации $\Delta foF2$ для станций SD, TK, IR, KR, NK, AA, TQ и AS за период 21–31 мая 1967

2.2.2 Ионосферные эффекты в D- и E-областях:

1. На всех рассматриваемых станциях 25 мая в одно и то же время наблюдались события внезапного увеличения минимальных частот отражения f_{min} (в 2 и более раз в дневное время, не показано здесь) что, скорее всего, связано с повышенным поглощением в области D ионосферы. Наибольшие значения f_{min} наблюдались в период максимальной интенсивности солнечных космических лучей в период между 08:00 UT и 14:00 UT 25 мая ([17], рисунок 1).

2. Увеличение критических частот слоя Es ионосферы 23–24 мая до 9–11 МГц, что ассоциируется с усилением потока рентгеновского излучения в этот период ([18], рисунок 1).

3. Появление аномального E-слоя с критической частотой $foE = 1,1–1,6$ МГц на всех станциях в ночное время (в 23:03 LT) 25–26 мая. Оценка ночных значений критической частоты слоя E с использованием Международной справочной ионосферной IRIPlas-2017 (<http://www.ionolab.org/>) показала, что для рассматриваемого региона в спокойных геомаг-

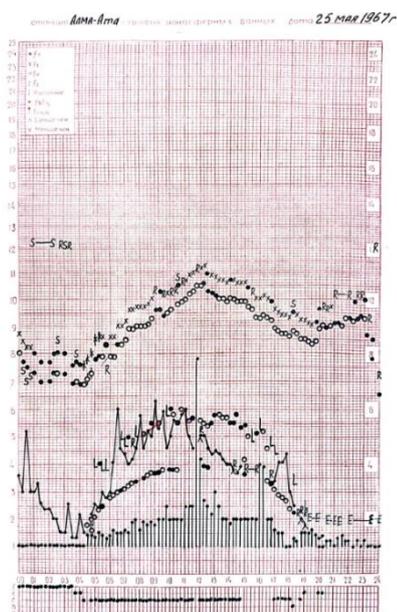
**ИОНОСФЕРНАЯ БУРЯ 25/26 МАЯ 1967 Г. КАК МОДЕЛЬ ОТКЛИКА ИОНОСФЕРЫ
НА ЭКСТРЕМАЛЬНОЕ ВОЗМУЩЕНИЕ МАГНИТНОГО ПОЛЯ ЗЕМЛИ**

нитных условиях ночные значения foE составляют порядка 0,48 МГц, которые лежат за пределами регистрации ионозондом.

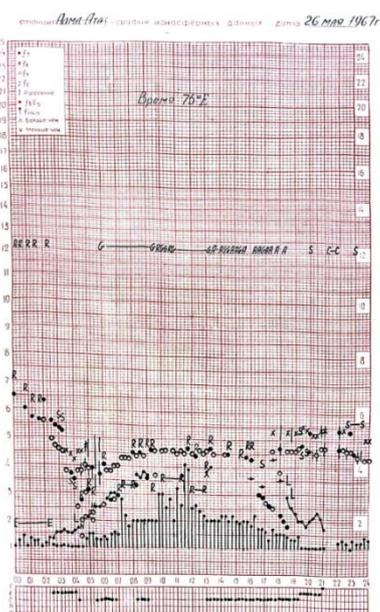
2.2.3 Вертикальное развитие ионосферной бури

Более детальный анализ ионосферного возмущения выполнен с использованием 15-минутных ионосферных данных, полученных на станции Алма-Ата и представленных в виде, так называемых, оригинальных f- и h-графиков, которые являются одним из эффективных видов отображения ионосферных параметров, полученных при обработке ионограмм вертикального зондирования ионосферы, рисунок 4.

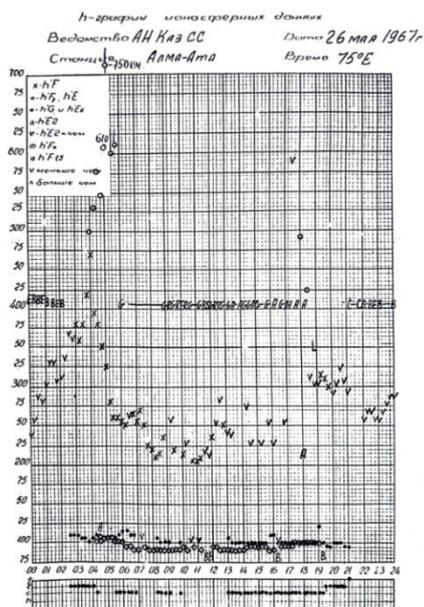
На f-графиках (рисунки 4а, б) указаны значения критических частот всех регулярно наблюдаемых слоев E, F1, F2: foF2(○), fxF2(×), foF1(○), foE(○), где символ "○" относится к обыкновенной компоненте, символ "×" к необыкновенной. Значения частоты экранирования спорадическим слоем Es вышележащих слоёв (fbEs) представлены заполненными кружками с горизонтальной линией через них, значения минимальной частоты отражения fmin нанесены в виде заполненного кружка с вертикальной линией.



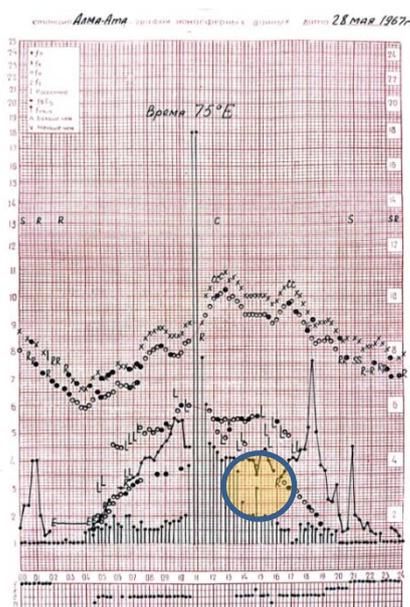
а)



б)



в)



г)

Рисунок 4. f- и h-графики для 25–26 мая (а–в) и f-график для 28 мая (г) 1967 г.

Характеристики, нанесенные на h-графики (рисунок 4в), включают минимальные действующие высоты для обыкновенной компоненты всех регулярных слоев: h'F2 (○), h'F (×), h'E (○), h'Es (•). Стандартные f- и h-графики также имеют специальную панель, где указываются типы спорадических слоев Es (нижняя панель). Символ (●) на графиках относится к сомнительным (неопределенным) значениям, которые рассматриваются как «больше чем» (символ Λ) или «меньше чем» (символ V), описательные буквы указывают основную причину неопределенности или отсутствия числового значения из-за экранирующего спорадического слоя E (A), поглощения вблизи fmin (B), любой не ионосферной причины (C), помех (S), затухания вблизи критической частоты (R) и др.

Рисунки 4а, б демонстрируют наличие ночного E-слоя 25–26 мая (символ E), на что на ионограммах указывало групповое запаздывание на низкочастотном участке вышележащего слоя F. Показано, что ночной слой E появился в 19:00 LT 25 мая (в период начальной фазы геомагнитной бури) и наблюдался до 02:15 LT 26-го мая, в течение примерно 7 часов.

С 22:00 LT 25 мая, на фазе развития геомагнитной и ионосферной бури, наблюдается резкое понижение значений критической частоты слоя F с 8,8 МГц до 3,5 МГц в 04:00 LT 26 мая, сопровождавшееся появлением на короткое время отражений от регулярных слоев (E, F1, F2) и ростом действующих высот отражения h'F2 до 750 км в 05:15 LT и последующим (с 06:00 LT) «исчезновением» слоя F2 на ионограммах (символ “G” на f- и h'-графиках), рисунки 4б, в. Как упоминалось выше, это означает, что значения $foF2 \leq foF1$, что классифицируется как «условие G», которое в данном случае продлилось порядка 11 часов. Слой F2 появился в 17:30 местного времени на высоте h'F2 = 580 км с частотой foF2 = 4,6 МГц.

Рисунок 4в иллюстрирует пример повышенного поглощения зондирующего сигнала (увеличение значений fmin) 28 мая до полного поглощения и исчезновения отражений на ионограммах с 10:45 LT до 11:00 LT, что классифицируется как событие *black out*.

3. ОБСУЖДЕНИЕ

Исследовано влияние геомагнитной бури 25/26 мая 1967 г. на среднеширотную ионосферу с использованием данных наземного вертикального радиозондирования на пяти ионосферных станциях Среднеазиатского региона: Караганда, Новоказалинск, Алма-Ата, Ташкент и Ашхабад. Показано, что одной из особенностей состояния ионосферы в период бури, является хорошо выраженный рост foF2 (так называемый *pre-storm effect*), наблюдаемый в начальную фазу магнитной бури между 14 UT и 18 UT (между 19 LT и 23 LT) 25 мая, практически, одновременно на всех пяти станциях. Время наблюдения данной особенности исключает возможность воздействия усиления ионизирующего воздействия солнечного излучения, характеризуется значительным

ростом значений ар-индекса (с 56 nT в 12:00 UT до 226 nT в 15:00 UT) и положительными возмущениями в геомагнитном поле со всплесками ~80–150 nT в H-компоненте и 55 nT в Dst-индексе (рисунок 1).

Для ионосферного слоя F2 главной особенностью бури 25/26 мая является большая продолжительная (~28 ч) отрицательная буря, начавшаяся, практически, одновременно на всех пяти станциях во время начала развития главной фазы магнитной бури. Так уменьшение foF2 в ~2,2 раза (отношение дневных медианных значений foF2 (~10 МГц) к фактически наблюдаемым foF2 (~4,5 МГц)) на станции Алма-Ата 26 мая указывало на уменьшение NmF2 в ~5 раз.

Реакция ионосферы на изменения геомагнитной активности является предметом интенсивных исследований на протяжении многих лет. Прогресс и понимание этой темы представлены в ряде исследований [19–26]. Общеизвестно, что большое количество энергии, выделяемой в термосфере на высоких широтах во время геомагнитных возмущений, приводит к нагреву нижней части термосферы в зоне полярных сияний, повышению температуры нейтрального газа T и изменению нейтрального состава (уменьшению атомно-молекулярного отношения [O]/[N₂]). Оба эти фактора являются основной причиной уменьшения электронной концентрации (отрицательная фаза ионосферной бури) в высокоширотной ионосфере. Нагревание, в свою очередь, вызывает собственную циркуляцию, которая имеет тенденцию перемещать воздух по направлению к экватору в более низкие широты. Однако эта циркуляция может совпасть по направлению или быть обратной по отношению к фоновой циркуляции, которая определяется временем суток и сезоном. И в результате интерференция циркуляции, связанной с бурей (“*storm-time*”), и регулярной циркуляции определяет пространственное распределение отрицательной или положительной фазы в различные сезоны. Главная фаза геомагнитной бури мая 1967 г., наблюдаемая в регионе Средней Азии, произошла в ~03:00 LT 26 мая. Это соответствует летним ночным условиям для этого региона. Летом фоновая циркуляция большую часть дня направлена к экватору и, таким образом, совпадает с возмущенной составляющей циркуляцией, что благоприятствует проникновению воздуха с обедненным уровнем [O]/[N₂] и повышенной температурой (и, следовательно, отрицательной фазой ионосферной бури) в более низкие широты [19]. Более того, ночью фоновая и “*storm-time*” циркуляции направлены к экватору, поэтому обедненное отношение [O]/[N₂] может проникать в гораздо более низкие широты, чем днем. В целом представленная выше картина реакции ионосферы на геомагнитную бурю 25/26 мая 1967 г. (отрицательная фаза ионосферной бури в ночных и дневных условиях; высокие значения h'F и h'F2; существенное уменьшение значений foF2 (условие G)) соответствует схеме развития ионосферной

бури в летних дневных и ночных условиях, описанной выше.

Следующая аномалия – это появление на всех станциях ночного слоя E с критической частотой $f_oE = (1,1 \div 1,5)$ МГц, что соответствует $NmE = (1,5 \div 2,8) \cdot 10^4$ эл/см³. Используя модель IRI-Plus (www.ionolab.org/iriplasonline/), была оценена электронная концентрация в ночном слое E для спокойных геомагнитных условий, местоположения Алма-Аты и эпохи мая 1967 года. Расчет показал, что значение NmE составляет $\sim 3 \cdot 10^3$ эл/см³, что существенно ниже наблюдаемых значений. Ранние наблюдения [27] показали, что электронная плотность в нижней ионосфере увеличивается во время геомагнитных бурь по сравнению со спокойными условиями. Авторы [28–29] предположили, что возможной причиной этих повышений плотности является выпадение энергичных нейтральных атомов с энергиями 1–100 кэВ из зоны кольцевого тока во время магнитной бури, когда значительное количество энергии поступает в кольцевой ток из внутренней магнитосферы. Эти энергичные нейтральные частицы образуются в результате зарядообменного взаимодействия ионов кольцевого тока с нейтральным водородом геокороны. В результате взаимодействия образуются холодный протон и энергичный нейтральный атом. Магнитное поле не влияет на траекторию движения энергичных нейтралов, и последние способны покинуть зону кольцевого тока. Движущиеся к Земле частицы попадают в плотную атмосферу и взаимодействуют с частицами газа в ходе упругих и неупругих столкновений. Во время каждого из этих столкновений эти частицы теряют часть своей энергии, которая тратится на ионизацию и нагрев. Сложные процессы взаимодействия энергичных нейтралов, высыпаящихся из зоны кольцевого тока, с нейтральными частицами на высотах нижней ионосферы были смоделированы Vauske et al. [33]. Авторы показали, что уровень ионизации максимален в протяженной области между 25° и 50° магнитной широты и в диапазоне высот между 115 и 135 км. Результаты этой работы (появление аномального ночного повышения электронной плотности в слое E) согласуются с нашими предыдущими наблюдениями [30–32] и соответствуют физическому механизму выпадения энергичных частиц на средних широтах, представленному моделированием [33].

Наблюдаемые на всех станциях положительные отклонения критических частот f_oF2 27-го мая на фазе восстановления магнитной бури и последующая

возмущенная структура вариаций f_oF2 28 мая могут быть обусловлены, так называемыми, перемещающимися атмосферными возмущениями ПАВ (Travelling Atmospheric Disturbances, TAD) [25]. На средних широтах ПАВ-ы могут вызывать увеличение вертикального дрейфа и, таким образом, вызывать положительный эффект в f_oF2 . Особенности вариаций f_oF2 и $h'F2$ 27–28 мая могут служить подтверждением данного механизма формирования наблюдаемых явлений в условиях летнего сезона, при котором произошла рассматриваемая ионосферная буря.

И наконец, особое внимание привлекает к себе период повышенных значений f_{min} 28 мая длительностью порядка 3-х часов, с 10:30 LT до 13:30 LT или с 05:30 UT до 08:30 UT, то есть период повышенного поглощения зондирующего сигнала в области D и E до полного поглощения и исчезновения отражений от ионосферы с 10:45 LT до 11:00 LT (05:45–06:00 UT), рисунок 4в. Анализ дополнительных данных, полученных на станциях близких широт, но разнесенных по долготе (координаты японских станций: Wakkanai [45.39N, 141.69E; 135E], Akita [39.73N, 140.13E; 135E], Kokubunji [37.71N, 139.48E; 135E], Yamagawa [31.20N, 130.61E; 135E], где третья координата – меридиан часового пояса станции), показал аналогичный эффект полного поглощения зондирующего сигнала в то же самое время, что и на ст. Алма-Ата (рисунок 5), в 14:45–15:00 LT или в 05:45–06:00 UT. То есть, данное событие наблюдалось в интервале долгот 75–135E и для рассматриваемых станций началось одновременно. Поглощения такого типа обычно наблюдаются в высоких широтах и появляются вследствие образования повышенной ионизации на низких высотах (D–области), где высокая температура и частота столкновения частиц. На рисунках 4 и 5 заметны признаки повышенной электронной концентрации и в E–области (повышенные значения f_oE) как для ст. Алма-Ата так и для ст. Wakkanai (выделено кружками). Здесь ещё раз заметим, что в день 28 мая 1967 г. наблюдался интенсивный поток солнечных космических лучей (потоков заряженных частиц высокой энергии, которые генерируются на Солнце или вблизи него во время солнечных вспышек и выбросов корональных масс), где максимальная интенсивность протонов составляла ≥ 60 Mev [17], рисунок 6 (выделенный фрагмент), что могло стать причиной наблюдаемого эффекта в ионосфере.

ИОНОСФЕРНАЯ БУРЯ 25/26 МАЯ 1967 Г. КАК МОДЕЛЬ ОТКЛИКА ИОНОСФЕРЫ
НА ЭКСТРЕМАЛЬНОЕ ВОЗМУЩЕНИЕ МАГНИТНОГО ПОЛЯ ЗЕМЛИ

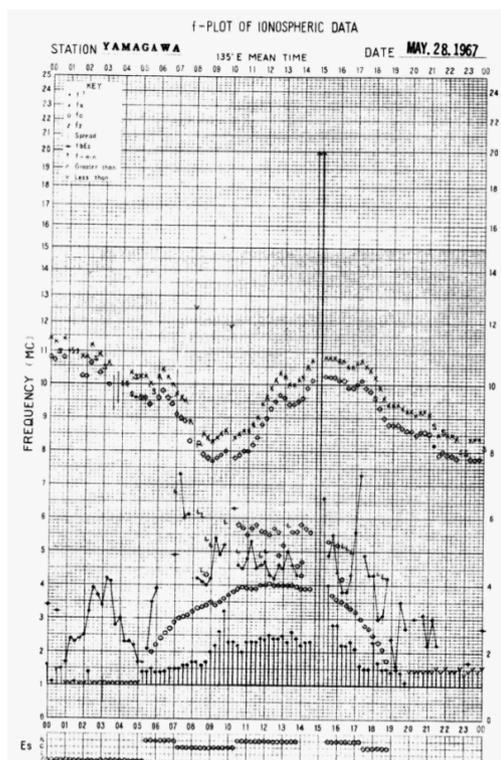
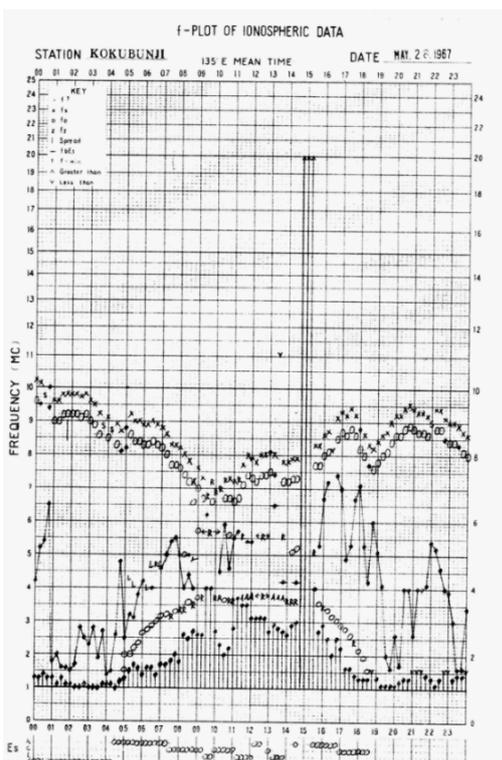
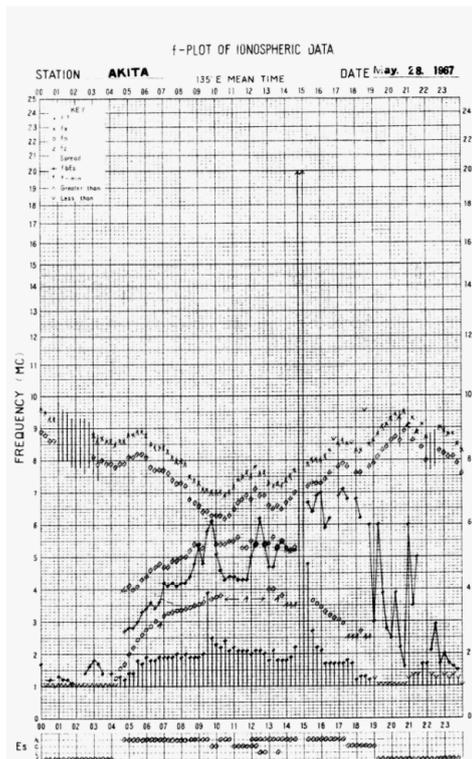
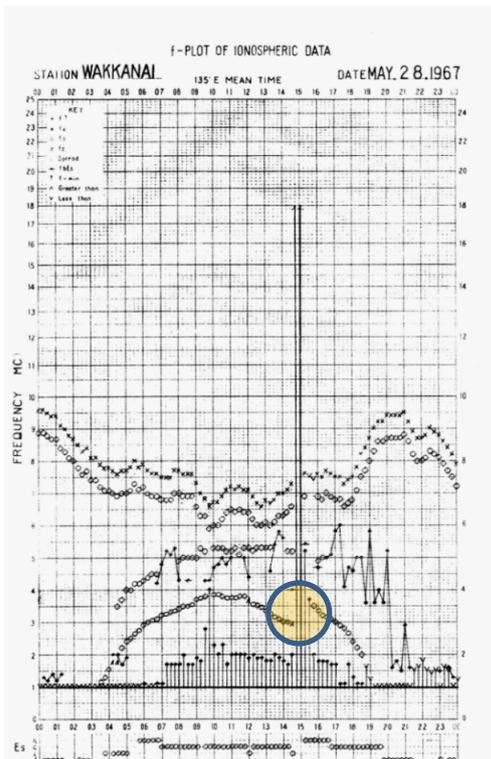


Рисунок 5. f-графики для станций Wakkanai, Akita, Kokubunji, Yamagawa за 28 мая 1967 г.

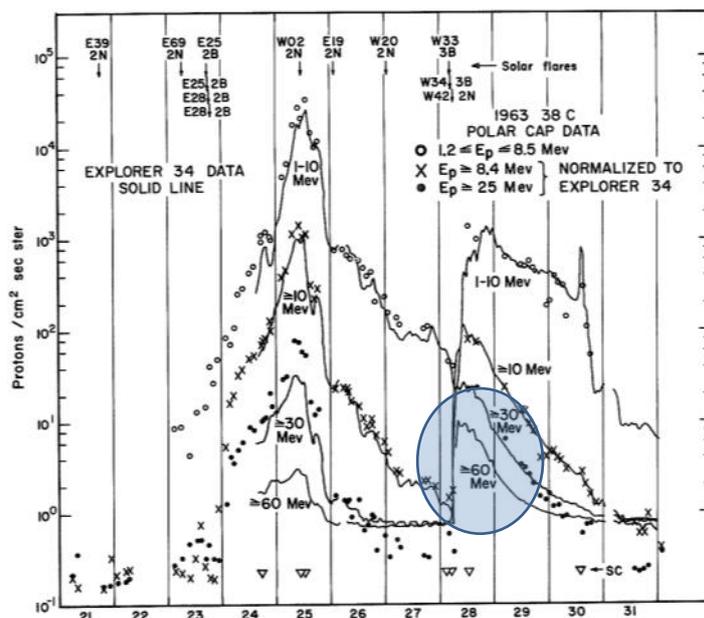


Рисунок 6. Вариации интенсивности потоков протонов разных энергий в период 21–31 мая 1967 года [17]

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Представлены результаты исследования ионосферных эффектов экстремальной геомагнитной бури 25/26 мая 1967 г. ($Dst = -387$ nT), полученные с использованием ионосферных данных, измеренных на пяти ионосферных станциях, расположенных в регионе Средней Азии. Геомагнитная буря с начальной фазой продолжительностью примерно 9 часов, наблюдалась с $\sim 13:00$ UT до $22:00$ UT 25-го мая, что для рассматриваемого региона соответствует ночному времени ($18:00$ LT – $03:00$ LT).

Отрицательное ионосферное возмущение продолжительностью порядка 28 часов, начавшееся на всех рассматриваемых станциях во время начала главной фазы геомагнитной бури, характеризовалось понижением критических частот слоя F2 ионосферы $foF2$ в $\sim 2,2$ раза по сравнению с уровнем $foF2$ в спокойных геомагнитных условиях. Наблюдавшееся во время отрицательной фазы ионосферной бури «условие G», когда $foF2 \leq foF1$, продолжалось порядка 11 часов и указывало на значительные изменения в параметрах термосферы, ответственных за формирование F-области в средних широтах.

Аномальное образование ночного E-слоя, наблюдаемое на всех ионосферных станциях, обсуждается в рамках физического механизма высыпания энергичных частиц на средних и низких широтах.

Повышенные значения и *wave-like* вариации критических частот $foF2$, наблюдаемые во время фазы восстановления геомагнитной бури, интерпретируются с точки зрения обусловленности их перемежающимися атмосферными возмущениями (TAD).

Событие *black out*, связанное с полным поглощением зондирующего сигнала, наблюдаемое на станциях

в регионе Средней Азии и Дальнего Востока 28 мая, ассоциируется с воздействием на нижнюю ионосферу потока солнечных космических лучей высокой интенсивности, зарегистрированных в этот период [17].

Ионосферная буря 25/26 мая может быть служить моделью отклика ионосферы на экстремальное возмущение магнитного поля Земли.

Благодарности

Данное исследование спонсировано Комитетом науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан (Грант № BR21882375 «Создание и модернизация изделий космической техники повышенной надежности наземного и космического сегментов и исследование ионосферы»). Особенности локальных геомагнитных вариаций оценивались по данным геомагнитной обсерватории Алма-Ата. Данные по F10.7 загружены с сайта <http://www.swrsc.noaa.gov>.

Автор выражает благодарность О. Шкрамада за помощь в обработке материалов архивных ионосферных данных.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

- Gopalswamy, N., Yashiro, S., Michalek, G., Xie, H., Lepping, R. P., and Howard, R. A. Solar source of the largest geomagnetic storm of cycle 23 // *Geophys. Res. Lett.* – 2005. – Vol. 32. – At. no. L12S09. <https://doi.org/10.1029/2004GL021639>
- Daglis, I. A., Chang, L. C., Dasso, S., Gopalswamy, N., Khabarova, O. V., Kilpua, E., Lopez, R., Marsh, D., Matthes, K., Nandy, D., Seppälä, A., Shiokawa, K., Thiéblemont, R., and Zong, Q. Predictability of variable solar–terrestrial coupling // *Ann. Geophys.* – 2021. – Vol. 39. – P. 1013–1035. <https://doi.org/10.5194/angeo-39-1013-2021>

3. Lam, H.-L., Boteler, D. H., and Trichtchenko, L. Case studies of space weather events from their launching on the Sun to their impacts on power systems on the Earth // *Annales Geophysicae*. – 2002. – Vol. 20. – P. 1073–1079.
4. Lanzerotti, L. J., 2001. Space weather effects on technologies // *Space Weather*. – 2001. – Vol. 125. – 11.
5. Basu, Su., Basu, S., Makela, J. J., MacKenzie, E., Doherty, P., Wright, J. W., Rich, F., Keskinen, M. J., Sheehan, R. E., and Coster, A. J. Large magnetic storm-induced nighttime ionospheric flows at midlatitudes and their impacts on GPS-based navigation systems // *J. Geophys. Res.* – 2008. – Vol. 113. – Art. no. A00A06. <https://doi.org/10.1029/2008JA013076>
6. Afraimovich, E.L., Demyanov, V.V., Kondakova, T.N. Degradation of performance of the navigation GPS system in geomagnetically disturbed conditions // *GPS Solutions*. – 2003. – Vol. 7(2). – P. 109–119.
7. Bolduc, L. GIC observations and studies in the Hydro-Quebec power system // *J Atmos. Sol. Terr. Phys.* – 2002. – Vol. 64. – P. 1793–1802.
8. Gaunt, C. T., and Coetzee, G. Transformer failures in regions incorrectly considered to have low GIC-risk // *In Power Tech, 2007 IEEE Lausanne, Switzerland*. – P. 807–812.
9. Dang, T., Li, X., Luo, B., Li, R., Zhang, B., Pham, K., et al. Unveiling the space weather during the Starlink satellites destruction event on 4 February 2022 // *Space Weather*. – 2022. – Vol. 20, e2022SW003152. <https://doi.org/10.1029/2022SW003152>
10. Mike Wall, 2016. How a 1967 Solar Storm Nearly Led to Nuclear War, <https://www.space.com/33687-solar-storm-cold-war-false-alarm.html>.
11. Akasofu S.I. and Perreault P.D. The geomagnetic storm of May 25-26, 1967. // *WDC-A, Upper Atmosphere Geophysics, ESSA, Boulder, Colorado*. – P. 92–101.
12. Knipp, D. J., Ramsay, A.C., Beard, E. D. et al. The May 1967 great storm and radio disruption event: Extreme space weather and extraordinary responses // *Space Weather*. – 2016. – Vol. 14. – P. 614–633. <https://doi.org/10.1002/2016SW001423>
13. Report UAG-91 “Combined Catalog of Ionosphere Vertical Soundings”, World Data Centers for Solar-Terrestrial Physics, NGDC, Boulder, Colorado, December 1984.
14. Lauter, E. A., Entzian, G. Winter anomaly 1980/81 as an example of stratomesospheric coupling // *Phys. Solariterr.* – 1982. – Vol. 18. – P. 83–90.
15. Kokourov, V. D., 2003. Minimum frequency of reflections as a climatic characteristic of the upper atmosphere // *Geomagnetism and Aeronomy*. – 2003. – Vol. 43(2). – P. 274–276 (In Russ.).
16. Barta, V., Satori, G., Berényi, K.A., Kis, Á. and Williams, E. Effects of solar flares on the ionosphere as shown by the dynamics of ionograms recorded in Europe and South Africa // *Ann. Geophys.* – 2019. – Vol. 37. – P. 747–761. <https://doi.org/10.5194/angeo-37-747-2019>
17. Bostrom, C. O., Kohl, J. W., Williams, D. J. and Arens, J. F., 1969. The solar cosmic ray events in May, 1967. Report UAG-5 “Data on Solar Event of May 23, 1967 and its Geophysical Effects”, WDC-A, Upper Atmosphere Geophysics, ESSA, Boulder, Colorado, 68–70.
18. Van Allen, J.A., 1969. Solar X-ray flares on 23 May 1967. Report UAG-5 “Data on Solar Event of May 23, 1967 and its Geophysical Effects”, WDC-A, Upper Atmosphere Geophysics, ESSA, Boulder, Colorado, 46–47.
19. Danilov, A.D. and Morozova, L.D. Ionospheric storms in the F2 region: Morphology and physics (Review) // *Geomagn. Aeron.* – 1985. – Vol. 25. – P. 593–605.
20. Buonsanto, M.J. Ionospheric Storms – A Review // *Space Science Reviews*. – 1999. – Vol. 88. – P. 563–601.
21. Mikhailov, A.V. Ionospheric F2-layer storms // *Fisica de la Tierra*. – 2000. – Vol. 12. – P. 223–262.
22. Echer, E., Gonzalez, W. D., and Tsurutani, B. T. Interplanetary conditions leading to superintense geomagnetic storms (Dst 250 nT) during solar cycle 23 // *Geophysical Research Letters*. – 2008. – Vol. 35. – L06S03. <https://doi.org/10.1029/2007GL031755>
23. Echer, E., Gonzalez, W.D., Tsurutani, B.T. Statistical studies of geomagnetic storms with peak Dst 50 nT from 1957 to 2008 // *Journal of Atmospheric and Solar-Terrestrial Physics*. – 2011. – Vol. 73. – P. 1454–1459.
24. Paznukhov, V. V., Altadill, D., and Reinisch, B. W. Experimental evidence for the role of the neutral wind in the development of ionospheric storms in midlatitudes // *J. Geophys. Res.* – 2009. – Vol. 114. – A12319. <https://doi.org/10.1029/2009JA014479>
25. Danilov, A.D. Ionospheric F-region response to geomagnetic disturbances // *Advances in Space Research*. – 2013. – Vol. 52. – P. 343–366.
26. Perrone, L., Mikhailov, A.V., Sabbagh, D. Thermospheric Parameters during Ionospheric G-Conditions // *Remote Sens.* – 2021. – Vol. 13. – 3440. <https://doi.org/10.3390/rs13173440>.
27. Wakai, Noboru Quiet and Disturbed Structure and Variations of the Nighttime E Region // *J. Geophys. Res.* – 1967. – Vol. 72. – P. 4507–4517.
28. Lyons, L. R., and Richmond, A. D. Low-latitude E region ionization by energetic ring current particles // *J. Geophys. Res.* – 1978. – Vol. 83. – P. 2201–2204.
29. Tinsley, B. A. Energetic neutral atom precipitation during magnetic storms: Optical emission, ionization, and energy deposition at low and middle latitudes // *J. Geophys. Res.* – 1979. – Vol. 84. – P. 1855–1864.
30. Gordienko, G. I. Mid-latitude ionospheric effects of the March 13, 1989 magnetic storm // *Geomagnetism and Aeronomy*. – 1997. – Vol. 37(5), – P. 180–183 (in Rus.).
31. Gordienko, G.I., Vodyannikov, V.V. and Yakovets A.F. Ionospheric disturbances over Alma-Ata during the October-November 2003 magnetic storms // *Journal of Geophysical Research*. – 2005. – Vol. 110, A09S35. – P. 1–13. <https://doi.org/10.1029/2004JA010945>
32. Gordienko, G.I., Vodyannikov, V.V., Yakovets A.F. Geomagnetic storm effects in the ionospheric E- and F-regions // *Journal of Atmospheric and Solar-Terrestrial Physics*. – 2011. – Vol. 73. – P. 1818–1830.
33. Bauske, R., Noel, S. and Proß G. W., 1997. Ionospheric storm effects in the nighttime E region caused by neutralized ring current particles // *Ann. Geophys.* – 1997. – Vol. 15. – P. 300–305.

**1967 ЖЫЛДЫҢ 25/26 МАМЫРЫНДА ИОНОСФЕРАЛЫҚ ДАУЫЛ КЕЗІНДЕГІ ЖЕРДІҢ
МАГНИТ ӨРІСІНІҢ ҚАТТЫ БҰЗЫЛУЫНА ИОНОСФЕРАНЫҢ ЖАУАП БЕРУ МОДЕЛІ**

Г. И. Гордиенко, Ю. Г. Литвинов, М. Ю. Жиганбаев*

«Ионосфера институты» ЖШС, Алматы, Қазақстан

** Байланыс үшін E-mail: zhiganbayev@ionos.kz*

1967 жылғы 25/26 мамырдағы экстремалды геомагниттік дауылдың ионосфералық әсерін зерттеу нәтижелері ($Dst = -387$ nT) Орта Азия аймағында орналасқан бес ионосфералық станцияда өлшенген ионосфералық деректерді қолдану арқылы алынған. Бастапқы фазасы шамамен 9 сағатқа созылатын геомагниттік дауыл ~20 UT 25 мамырда басталды, бұл аймақ үшін 26 мамырда түнгі уақытқа (00:01 LT) сәйкес келеді.

Геомагниттік дауылдың негізгі фазасы басталған кезде барлық қарастырылған станцияларда басталған шамамен 28 сағаттық теріс ионосфералық бұзылыс foF2 ионосферасының F2 қабатының критикалық жиіліктерінің тыныш геомагниттік жағдайларда foF2 деңгейімен салыстырғанда 2,2 есе төмендеуімен сипатталды. Ионосфералық дауылдың теріс фазасы кезінде байқалған «G шарты», foF2 foF1, шамамен 11 сағатқа созылды және орта ендіктерде F-аймағының қалыптасуына жауап беретін термосфера параметрлерінде айтарлықтай өзгерістерді көрсетті.

Барлық ионосфералық станцияларда байқалатын түнгі E қабатының қалыптан тыс түзілуі орта және төменгі ендіктердегі энергетикалық бөлшектердің атқылауының физикалық механизмі аясында талқыланады.

Геомагниттік дауылдың қалпына келу кезеңінде байқалған foF2 критикалық жиіліктерінің жоғарылаған мәндері мен толқын тәрізді вариациялары олардың қозғалатын атмосфералық бұзылыстарымен кондиционерлеу тұрғысынан түсіндіріледі.

28 мамырда Орталық Азия мен Қиыр Шығыс аймағындағы станцияларда байқалған зондтау сигналының толық жұтылуына байланысты *black out* оқиғасы осы кезеңде тіркелген жоғары қарқынды күн ғарыштық сәулелерінің төменгі ионосфералық ағынының әсерімен байланысты.

25/26 мамырдағы ионосфералық дауыл болуы мүмкін ионосфераның Жердің магнит өрісінің қатты бұзылуына жауап беру моделі ретінде қызмет етеді.

Түйін сөздер: *ионосфера, ионосфералық дауыл, экстремалды геомагниттік дауыл.*

**IONOSPHERIC STORM OF MAY 25/26, 1967 AS A MODEL OF IONOSPHERIC RESPONSE
TO EXTREME DISTURBANCE OF THE EARTH'S MAGNETIC FIELD**

G. I. Gordienko, Yu. G. Litvinov, M. Yu. Zhiganbayev*

“Institute of Ionosphere” LLP, Almaty, Kazakhstan

** E-mail for contacts: zhiganbayev@ionos.kz*

The article presents the results of the study of ionospheric effects of the extreme geomagnetic storm of May 25/26, 1967 ($Dst = -387$ nT) obtained using ionospheric data measured at five ionospheric stations located in the Central Asian region. The geomagnetic storm with an initial phase lasting approximately 9 hours began at ~20 UT on May 25, which for the region under consideration corresponds to nighttime (at 00:01 LT) on May 26.

The negative ionospheric disturbance lasting about 28 hours, which began at all stations under consideration during the onset of the main phase of the geomagnetic storm, was characterized by a decrease in the critical frequencies of the ionospheric F2 layer foF2 by 2.2 times compared to the foF2 level under quiet geomagnetic conditions. The “G condition” observed during the negative phase of the ionospheric storm, when foF2 foF1, lasted for about 11 hours and indicated significant changes in the thermospheric parameters responsible for the formation of the F-region in the middle latitudes. The anomalous formation of the nighttime E-layer observed at all ionospheric stations is discussed in the context of the physical mechanism of energetic particle precipitation at middle and low latitudes.

The increased values and wave-like variations of the critical frequencies of foF2 observed during the recovery phase of the geomagnetic storm are interpreted in terms of their being caused by traveling atmospheric disturbances (TAD).

The *black out* event associated with the complete absorption of the sounding signal observed at stations in the Central Asian and Far Eastern regions on May 28 is associated with the impact of the high-intensity solar cosmic ray flux recorded during this period on the lower ionosphere.

The ionospheric storm of May 25/26 can serve as a model of the ionospheric response to an extreme disturbance of the Earth's magnetic field.

Keywords: *ionosphere, ionospheric storm, extreme geomagnetic storm.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-176-182>
УДК 629.039.58

НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ И ОЦЕНКИ ЭФФЕКТИВНОСТИ ЯДЕРНОЙ ФИЗИЧЕСКОЙ БЕЗОПАСНОСТИ ДЛЯ АТОМНЫХ ЭЛЕКТРОСТАНЦИЙ НА БАЗЕ МАЛЫХ МОДУЛЬНЫХ РЕАКТОРОВ

А. В. Сысалетин^{1*}, В. В. Бакланов², В. А. Поспелов²

¹ РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан», Курчатов, Казахстан

² Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

* E-mail для контактов: syssaletin@nnc.kz

В статье приводится рассмотрение подходов к обеспечению ядерной физической безопасности ядерных установок на базе малых модульных реакторов, а также методологии оценки эффективности систем физической защиты. Данные подходы основываются на принципах МАГАТЭ, учитывают законодательство Республики Казахстан и международный опыт по обеспечению безопасного функционирования ядерных установок на базе малых модульных реакторов.

Ключевые слова: ядерная физическая безопасность, малые модульные реакторы, оценка эффективности, физическая защита, вероятность обнаружения, ядерная установка.

ВВЕДЕНИЕ

При проектировании и строительстве ядерных установок, таких, как атомные электростанции, необходимо выполнить очень жесткие требования по безопасности, в частности, ядерной физической безопасности ядерной установки. Причиной существования данных требований является наличие угроз, характерных для объектов, представляющих собой ядерные установки, в частности, связанных с потенциальной возможностью хищений ядерного материала и саботажа, связанного с указанным материалом и ядерной установкой в целом.

Наличие глубокоэшелонированной защиты ядерной установки обуславливает необходимость значительных первоначальных капитальных затрат на ее проектирование и строительство, а также поддержание системы ядерной физической безопасности в постоянном работоспособном состоянии. Это негативно сказывается на стоимости конечного продукта – цене на киловатт-час электроэнергии, которая вырабатывается атомной генерирующей станцией. Таким образом, данные затраты ухудшают экономическую эффективность атомной генерации, особенно на первоначальном этапе, когда издержки на все стадии проектирования и строительства станции изначально высоки.

Неким компромиссом в данной ситуации может являться рассмотрение вопроса проектирования и строительства атомной электростанции в Казахстане на основе технологии малых модульных станций (далее – ММР).

При этом представляется, что подходы к реализации проектных решений для систем физической защиты (СФЗ) для ММР и традиционных крупных ядерных станций (например, с реакторами ВВЭР-1200) имеют значительные отличия, обусловленные различиями в конструкции, объеме ядерного материала, размещении и эксплуатационных характеристиках.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

По информации МАГАТЭ, в мире существует более 80 проектов и концепций генерирующих станций на основе технологии ММР [1]. Большинство из них находятся на разных стадиях разработки, а некоторые, как утверждается, готовы к развертыванию в ближайшее время. В настоящее время четыре ММР находятся на продвинутых стадиях строительства в Аргентине, Китае и России, а несколько существующих и новых стран с ядерной энергетикой проводят исследования и разработки ММР [2].

Некоторые компании-разработчики атомных электростанций на базе ММР утверждают, что из-за надежных пассивных систем безопасности ядерных реакторов, нет необходимости в создании высокозатратной системы физической защиты и развертывания сил быстрого реагирования в непосредственной близости к ядерной установке.

В частности, разработчик ММР NuScale (США), подчеркивает, что их дизайн включает пассивные системы безопасности, которые обеспечивают выключение и самоохладение реактора на неограниченное время без необходимости в действиях оператора, использования компьютера, электроэнергии или добавления воды, что минимизирует риски аварий и потребность в активном вмешательстве. Это косвенно влияет на требования, предъявляемые к системе физической безопасности, уменьшая потребность в ней [3].

Тот же разработчик технологии атомной станции на базе ММР отмечает, что патентованная конструкция «Triple Crown for Nuclear Plant Safety» имеет систему отключения и самоохладения без каких-либо действий оператора, без питания переменного или постоянного тока и без дополнительной воды, что является первым примером в практике использования технологического решения для коммерческой ядерной энергетики. Для реактора технологии NuScale

специально разработаны защитный корпус высокого давления, избыточный пассивный отвод остаточного тепла, а также системы отвода тепла от защитного кожуха. Использование этой конструкции и обеспечивает работу пассивных систем безопасности, снижает вероятность возникновения аварий и уменьшает необходимость в большом штате сил охраны и реагирования. Подземное размещение модулей и компактный дизайн (реактор в бассейне глубиной 10 м) дополнительно затрудняют несанкционированный доступ, потенциально снижая потребность в вооруженных силах на месте [4].

Другой разработчик электростанции на базе ММР, Holtec International (SMR-300, США) описывает перспективную технологию на базе ММР SMR-300 с полностью пассивными системами, использующими естественную циркуляцию без насосов. При этом, разработчик указывает на то, что такая конструкция повышает безопасность и снижает уязвимость к саботажу, поскольку полностью пассивный дизайн обеспечивает безопасность реактора без внешнего питания или действий оператора [5]. При этом Holtec подчеркивает, что отсутствие активных компонентов (насосов, клапанов) и компактный дизайн снижают риски аварий и упрощают защиту. Подземное размещение (например, в проекте на Palisades, Мичиган) усиливает физические барьеры, что может уменьшить потребность в постоянных силах охраны. В то же время, Holtec не заявляет напрямую об исключении необходимости развертывания систем ядерной физической безопасности и сил охраны, говоря скорее о возможности уменьшения затрат на безопасность [6].

Корейский разработчик АЭС на базе ММР SMART (100 МВт) использует интегральную компоновку, исключая крупные трубопроводы, и пассивные системы охлаждения, что снижает риск аварий типа LBLOCA (потеря теплоносителя). Как отмечает Lee, J.I. и другие в статье «Review of Small Modular Reactors: Challenges in Safety and Economy to Success», интегральная конструкция SMART исключает трубопроводы между основными компонентами, что делает систему компактной и исключает крупные аварии с потерей теплоносителя, значительно повышая безопасность [5].

Другой разработчик технологии станций на базе ММР, Rolls-Royce SMR (470 МВт) использует технологию легководных реакторов с пассивными и активными системами безопасности, а также железобетонной оболочкой (толщина 1,5 м) для защиты от внешних воздействий, включая ракетные удары. Предполагается, что ММР дизайна Rolls-Royce SMR будет включать в себя пассивные и активные системы безопасности, обеспечивая устойчивость к внешним угрозам, таким как авиакатастрофы, и минимизируя риски аварий [7]. Rolls-Royce подчеркивает, что дизайн реактора от этой компании снижает уязвимость благодаря стандартизированному подходу к проекти-

рованию и прочной оболочке. Пассивные системы (естественное охлаждение и другие) уменьшают зависимость от активных компонентов, что может сократить потребность в системах безопасности и минимизировать штат охраны. Однако прямых заявлений об исключении сил безопасности эта компания – разработчик не делает, подчеркивается, что оптимизация достигается путем интеграции безопасности в дизайн («security by design»).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

В октябре 1979 года ООН принята Конвенция о физической защите ядерного материала и ядерных установок [8], ратифицированная Законом Республики Казахстан в 2011 году [9]. Согласно данным документам, требования к физической защите следует основывать на дифференцированном подходе, учитывая результаты текущей оценки угрозы, относительную привлекательность, характер материала и возможные последствия, связанные с несанкционированным изъятием ядерного материала и с саботажем против ядерного материала или ядерных установок. Это общепринятый принцип МАГАТЭ, заложенный как в нормативно-обязывающих документах (Конвенция о ФЗ, см. [8]), так и в многочисленных документах МАГАТЭ, который содержит рекомендации странам-участникам по организации систем физической защиты на ядерных установках (к примеру, данный тезис находит отражение в Рекомендациях по физической ядерной безопасности, касающиеся физической защиты ядерных материалов и ядерных установок (INFCIRC/225/REVISION 5), при этом в данном документе подробно раскрывается смысл и содержание данного тезиса) [10].

Действующее законодательство Республики Казахстан устанавливает перечень требований по физической защите ядерных материалов и ядерных установок. Так, согласно ст. 13 Закона РК «Об использовании атомной энергии», при осуществлении деятельности в области использования атомной энергии, эксплуатирующая организация должна обеспечивать ядерную физическую безопасность [11]. В целях обеспечения ядерной физической безопасности, осуществляется физическая защита объектов использования атомной энергии, которая должна обеспечивать защиту объекта использования атомной энергии от:

- несанкционированного изъятия,
- хищения ядерных материалов,
- незаконного захвата ядерной установки,
- диверсии,

а также смягчение или сведение к минимуму радиологических последствий возможной диверсии.

При этом нормой закона определено, что охрана ядерных установок 1 и 2 категорий радиационной опасности (к указанным категориям будет относиться планируемая атомная электростанция в РК) осуществляется специализированными охранными подразделениями органов внутренних дел.

Кроме того, в соответствии с подпунктом 6 статьи 6 Закона РК «Об использовании атомной энергии», в Казахстане приняты и действуют Правила физической защиты ядерных материалов и ядерных установок. Данные Правила детализируют требования указанного выше Закона и устанавливают порядок организации физической защиты ядерных материалов и ядерных установок в Республике Казахстан [12].

Таким образом, в Казахстане приняты и действуют нормативные регуляторные механизмы, обязывающие проектировать и эксплуатировать ядерные установки, к которым относятся и атомные электростанции на основе технологии ММР с эффективными системами ядерной физической безопасности (ЯФБ), которые обеспечивают глубокоэшелонированную защиту.

При рассмотрении подходов к проектированию систем ЯФБ любых ядерных установок в Казахстане, в частности, атомных станций на базе ММР, следует учитывать необходимость проведения оценки состояния ЯФБ [12]. Данный подход отвечает тенденциям и методам оценки эффективности ЯФБ, принятым МАГАТЭ. К примеру, документ МАГАТЭ «National Nuclear Security Threat Assessment, Design Basis Threats and Representative Threat Statements. Implementing Guide» рекомендует проводить регулируемому органу оценку эффективности проекта системы ядерной безопасности каждого оператора на основе представленного плана безопасности [13].

В литературе описано довольно много подходов к количественной и качественной оценке эффективности систем физической защиты. Имеются исследования по данному направлению различных авторов и авторских коллективов, представляющих, как правило, страны, имеющие хорошо развитую атомную отрасль [14–17] и др.

Одной из количественных оценок эффективности ЯФБ является методология EASI (Estimate of Adversary Sequence Interruption) [15, 16], в которой мера общей эффективности системы физической защиты выражается как вероятность P_E . P_E определяется с использованием двух переменных: вероятность обнаружения действий нарушителя (P_I) и вероятность нейтрализации нарушителя (P_N). Методы анализа эффективности ЯФБ основаны на изучении вектора атаки нарушителя системы и предположениях о том, что для успешного осуществления атаки на ядерную установку нарушителю потребуется определенная последовательность действий. Путь нарушителя может начинаться и заканчиваться за пределами объекта (внешняя угроза, цель кражи), он может начинаться снаружи и заканчиваться внутри объекта (внешний, саботаж) или он может начинаться внутри и заканчиваться внутри или снаружи (внутренний, саботаж или кража). Важно отметить, что P_E меняется в зависимости от угрозы и рассчитывается по формуле:

$$P_E = P_I \cdot P_N. \quad (1)$$

Как в документах МАГАТЭ, так и в других источниках отмечается, что приемлемым уровнем эффективной системы физической защиты является оценка, при которой вероятность $P_E \geq 0,9$.

Одним из самых критических показателей при оценке эффективности систем физической защиты ядерных установок является оценка времени задержки, то есть времени, в течение которого потенциальный нарушитель будет преодолевать физические барьеры для достижения цели на объекте.

Расчет времени задержки определяется по формуле:

$$T_d = \sum \frac{d_i}{V_i}, \quad (2)$$

где T_d – время задержки, d_i – характеристика физического барьера (к примеру, толщина забора, толщина железобетонной оболочки и т.д.), а V_i – скорость преодоления физического барьера.

Из формулы (2) можно видеть, что время задержки – интегральная величина и определяется суммой показателей времени задержки для всех барьеров, которые встречаются на пути нарушителя. В данном случае, чем больше таких барьеров и чем меньше скорость их преодоления, тем больше требуемая для сил охраны и реагирования величина – T_d .

Успешность достижения цели противником измеряется величиной, определенной как вероятность прерывания злонамеренных действий (P_i), см. рисунок 1. Данная переменная определяет вероятность того, что система безопасности вовремя обнаружит противника, чтобы отреагировать/прервать его до того, как он завершит свою задачу. Модель своевременного обнаружения фокусируется на показателе P_i как на показателе эффективности пути.

Такой подход применяется для определения эффективности систем физической защиты ядерной установки [18]. На рисунке 1 ниже показана диаграмма, описывающая путь нарушителя и реагирования сил охраны объекта на его действия. Линейка в верхней части диаграммы указывает на временные отрезки пути нарушителя, то есть на время выполнения задачи, которое требуется противнику для преодоления физических барьеров, а также возможности обнаружения силами реагирования вдоль пути, которые являются триггером для задействования сил реагирования. Ниже временной шкалы противника указаны временные отрезки, показывающие разницу между временем, когда силы реагирования готовы прервать действия нарушителя и временем выполнения задачи противника, оставшимся до успешного завершения атаки после первого обнаружения, при каждой следующей возможности обнаружения.

На диаграмме видно, что если время ответа меньше, чем время, которое требуется противнику для завершения атаки после первого обнаружения, то система СФЗ эффективна, силы реагирования успевают пресечь действия нарушителя. Если время

отклика СФЗ больше, чем время, которое требуется силам реагирования, чтобы пресечь действия нарушителя, то системы СФЗ не эффективна (самая нижняя часть диаграммы).

Для каждой точки обнаружения характерен свой показатель вероятности прерывания действий нарушителя (обычно обозначается P_i – Probability of Interruption). Чем раньше будет обнаружен противник, тем выше показатель P_i . Для примера на рисунке 1 первые две возможности обнаружения (точка 1 и 2 диаграммы) своевременны, поэтому $P_i = P$ (обнаружение при возможности обнаружения в точках 1 или 2). Точка 2 является критической точкой первого обнаружения, все точки, находящиеся правее по оси,

указывают на то, что нарушитель успешно завершит злонамеренное действие.

МАГАТЭ придерживается методологии оценки эффективности СФЗ, предлагая оценивать вероятность обнаружения нарушителя и прерывания его действий по пути следования к цели [19]. На рисунке 2 вверху показана временная шкала, указывающая на время, которое требуется противнику для выполнения всех задач злоумышленника по объекту, а также возможности обнаружения его действий средствами детектирования СФЗ на этой временной шкале. Каждая возможность обнаружения СФЗ имеет вероятность обнаружения, которую можно оценить на основе имеющихся расчетных данных, а также тестов на реальном объекте.

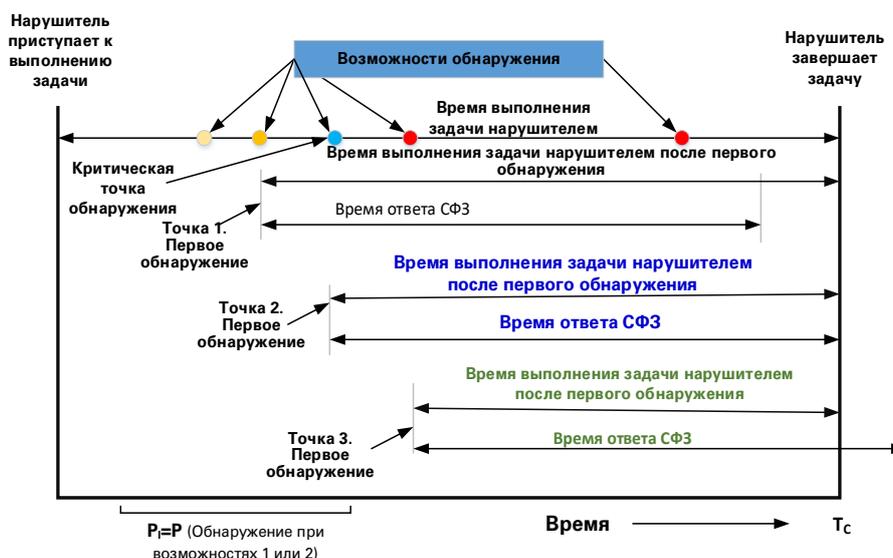


Рисунок 1. Соотношение времени, требуемого противнику и силам охраны для завершения атаки злоумышленником

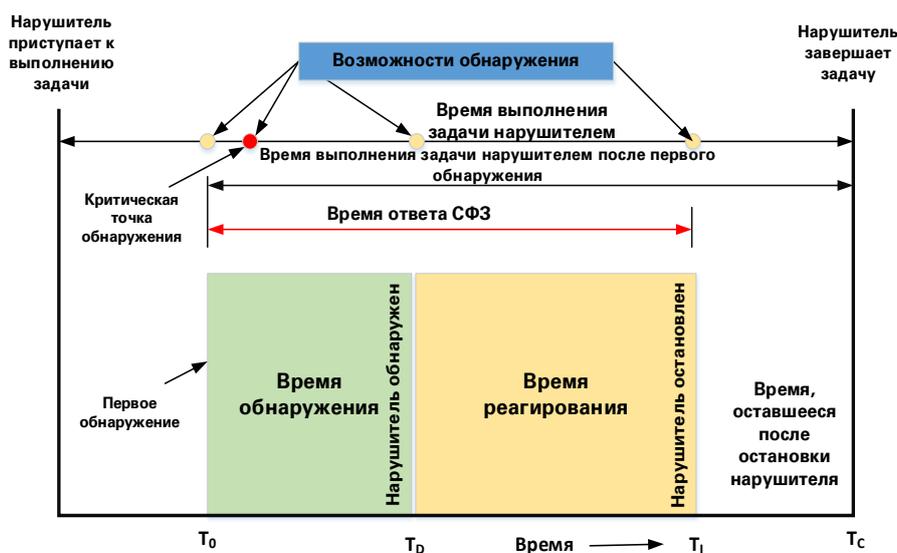


Рисунок 2. Сравнение времени действий противника и сил реагирования

Последняя возможность обнаружения, которая обеспечит обнаружение вовремя, чтобы позволить своевременно прервать противника, является критической точкой обнаружения. Под временной шкалой противника на рисунке 2 показано время отклика СФЗ и время до достижения целей противника, оставшееся на пути после первого обнаружения для каждого возможного обнаружения.

Следует отметить, что в случае с обеспечением безопасности ММР представляется необходимым учесть следующие конструктивные особенности этой технологии. Станции на базе ММР характеризуются компактностью модулей, что означает меньше потенциальных путей атаки нарушителем, в то же время увеличивается важность защиты каждого из них. Уменьшенное количество персонала, по сравнению с традиционной станцией, обуславливает значительно более высокий уровень автоматизации и возможности удаленного управления критически важной информационной инфраструктурой станции, что потребует интеграции кибербезопасности в создаваемые модели ЯФБ. Модульная конструкция ММР позволяет собирать системы ЯФБ удаленно, на заводе-изготовителе данного оборудования, что – с одной стороны снижает риски на этапе строительства, в то же время данное обстоятельство вводит новые сценарии угроз на этапах транспортировки готовых модулей, содержащих ядерные материалы, и их монтажа. Также требует отдельного рассмотрения вопрос оценки ЯФБ таких станций при совместном размещении модулей, которые на традиционных объектах должны находиться в особо охраняемой зоне, а на объектах ММР размещаются в зонах с меньшими требованиями по обеспечению безопасности. Также высока важность изучения специфических систем ММР, к примеру, таких пассивных систем как естественная циркуляция в NuScale, которые снижают вероятность возникновения аварий, однако, требуют усиленного контроля доступа к активной зоне, герметизированной заводом-изготовителем.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Малые модульные реакторы представляют перспективное направление ядерной энергетики благодаря компактности, модульности и пассивным системам безопасности. В настоящей статье, в качестве примера, приведены перспективные решения дизайнов ММР американского NuScale, корейского SMART и британского Rolls-Royce. Однако, потенциальных разработчиков атомных электростанций на базе данной технологии в мире с каждым днем становится все больше. Страны, которые ранее не имели собственной мирной атомной программы, активно вовлекаются в этот процесс и, по оценкам МАГАТЭ, данный тренд будет только возрастать. Как отмечено в докладе МАГАТЭ на международной конференции по ММР и их применению 21–25 октября 2024 года, рынок ММР быстро развивается, подпитываемый технологическими инновациями, растущим спросом

на энергию и растущим вниманием к чистой и надежной энергии [20]. На этот рынок приходят новые конечные пользователи, такие как технологические компании, стремящиеся к чистой электроэнергии для питания своих центров обработки данных и приложений искусственного интеллекта, что оказывает большое позитивное влияние на будущее направление ММР. Понимание и управление затратами и рисками, обеспечение доступного финансирования, создание местной инфраструктуры, улучшение глобальных цепочек поставок и эффективное информирование о преимуществах ММР будут иметь важное значение для успешного развертывания и вклада ММР в достижение глобальных целей в области энергетики, климата и развития в ближайшие годы.

Однако, несмотря на модульность, компактность решений на базе ММР, нельзя обходить стороной вопросы обеспечения ядерной физической безопасности ядерных установок, проектируемых на основе данной технологии. При этом, наряду с существующими рисками, следует рассматривать весь технологический путь установки на базе ММР в силу модульного принципа ее построения и переноса значительного объема строительных работ на завод-изготовитель модуля и его последующую транспортировку к месту использования. При проектировании систем ядерной физической безопасности вполне применимы подходы, принятые МАГАТЭ, с учетом риск-ориентированного подхода построения глубокоэшелонированной защиты, с учетом особенностей технологии ММР. Также следует отметить, что планирование финансовых затрат на проектирование и создание СФЗ для станций на базе ММР следует осуществлять с учетом того, что эффективность СФЗ будет в состоянии покрывать все риски и обеспечивать уверенную равнопрочную защиту атомной станции в целом.

ЛИТЕРАТУРА

1. Вывод из эксплуатации ядерных объектов. Бюллетень МАГАТЭ, 2023. <https://www.iaea.org/sites/default/files/23-01076bulletinmarchdecommissioning.pdf>
2. Small modular reactors: flexible and affordable power generation <https://www.iaea.org/topics/small-modular-reactors>.
3. Welter Kent, Reyes José N., Brigantic Adam, Unique safety features and licensing requirements of the NuScale small modular reactor // *Frontiers in Energy Research*. – 2023. – Vol. 11. – ISSN 2296-598X. <https://doi.org/10.3389/fenrg.2023.1160150>
4. What Should I Do if a Small Modular Reactor Loses Off-Site Power? Office of Nuclear Energy September 2, 2020 <https://www.energy.gov/nc/articles/what-should-i-do-if-small-modular-reactor-loses-site-power>
5. Lee, J.I. Review of Small Modular Reactors: Challenges in Safety and Economy to Success // *Korean J. Chem. Eng.* – 2024. – Vol. 41. – P. 2761–2780. <https://doi.org/10.1007/s11814-024-00207-0>
6. Jennifer L. What is SMR? The Ultimate Guide to Small Modular Reactors February 18, 2025, Updated: March 3,

2025. <https://carboncredits.com/the-ultimate-guide-to-small-modular-reactors/>
7. Clean, affordable energy for all. Rolls-Royce SMR. <https://www.rolls-royce-smr.com/>
8. Конвенция о физической защите ядерного материала и ядерных установок. https://www.un.org/ru/documents/decl_conv/conventions/nucmat_protection.shtml#a1
9. О ратификации Поправки к Конвенции о физической защите ядерного материала Закон Республики Казахстан от 19 марта 2011 года № 416-IV. <https://adilet.zan.kz/rus/docs/Z1100000416>
10. Рекомендации по физической ядерной безопасности, касающиеся физической защиты ядерных материалов и ядерных установок (INFCIRC/225/REVISION 5), МААТЭ, Вена, 2012.
11. Об использовании атомной энергии Закон Республики Казахстан от 12 января 2016 года № 442-V ЗРК.
12. Правила физической защиты ядерных материалов и ядерных установок. Утверждены приказом Министра энергетики Республики Казахстан от 8 февраля 2016 года № 40.
13. National Nuclear Security Threat Assessment, Design Basis Threats and Representative Threat Statements Implementing Guide // IAEA Nuclear Security Series No. 10-G (Rev. 1).
14. Степанов Б.П. Основы проектирования систем физической защиты ядерных объектов: учебное пособие / Б.П. Степанов, А.В. Годовых // Томский политехнический университет. – Томск: Изд-во Томского политехнического университета. – 2009 – 118 с.
15. Garcia, Mary Lynn. Vulnerability assessment of physical protection systems / Sandia National Laboratories, 2006.
16. Garcia, Mary Lynn. The design and evaluation of physical protection systems // Elsevier Science (USA), 2001.
17. Оценка состояния системы физической защиты на радиационно-опасном объекте / Петровский Н.П., Телков С.Н., Пинчук Г.Н., Радченко В.Е., Смирнов В.В., Егоров А.А., Киртаев А.Е. (ФБУ «НТЦ ЯРБ»), Кузин В.В., Стешенко М.С., Иванов М.В., Ковалев К.В. (Ростехнадзор), Москва, 2016 г.
18. Sung Soon Jang. The path analysis algorithm for a 2D map configuration of Physical Protection System. Transactions of the Korean Nuclear Society Spring Meeting Jeju, Korea, May 18-19, 2017 Korea Institute of Nuclear Nonproliferation and Control. <https://www.kns.org/>
19. Handbook on the Design of Physical Protection Systems for Nuclear Material and Nuclear Facilities. IAEA, IAEA Nuclear Security Series No. 40-T, Vienna, 2021.
20. Small modular reactors. Advances in SMR Developments. International Conference on SMR and their Applications 21-25 October 2024. https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/p15790-PUB9062_web.pdf
2023. – Vol. 11. – ISSN 2296-598X. <https://doi.org/10.3389/fenrg.2023.1160150>
4. What Should I Do if a Small Modular Reactor Loses Off-Site Power? Office of Nuclear Energy September 2, 2020. <https://www.energy.gov/ne/articles/what-should-i-do-if-small-modular-reactor-loses-site-power>
5. Lee, J.I. Review of Small Modular Reactors: Challenges in Safety and Economy to Success // Korean J. Chem. Eng. – 2024. – Vol. 41. – P. 2761–2780. <https://doi.org/10.1007/s11814-024-00207-0>
6. Jennifer L. What is SMR? The Ultimate Guide to Small Modular Reactors February 18, 2025, Updated: March 3, 2025. <https://carboncredits.com/the-ultimate-guide-to-small-modular-reactors/>
7. Clean, affordable energy for all. Rolls-Royce SMR. <https://www.rolls-royce-smr.com/>
8. Konventsiya o fizicheskoy zashchite yadernogo materiala i yadernykh ustanovok https://www.un.org/ru/documents/decl_conv/conventions/nucmat_protection.shtml#a1
9. O ratifikatsii Popravki k Konventsii o fizicheskoy zashchite yadernogo materiala Zakon Respubliki Kazakhstan ot 19 marta 2011 goda No. 416-IV. <https://adilet.zan.kz/rus/docs/Z1100000416>
10. Rekomendatsii po fizicheskoy yadernoy bezopasnosti, kasayushchiesya fizicheskoy zashchity yadernykh materialov i yadernykh ustanovok (INFCIRC/225/REVISION 5), MAATE, Vena, 2012.
11. Ob ispol'zovanii atomnoy energii Zakon Respubliki Kazakhstan ot 12 yanvarya 2016 goda No. 442-V ZRK.
12. Pravila fizicheskoy zashchity yadernykh materialov i yadernykh ustanovok. Utverzhdeny prikazom Ministra energetiki Respubliki Kazakhstan ot 8 fevralya 2016 goda No. 40.
13. National Nuclear Security Threat Assessment, Design Basis Threats and Representative Threat Statements Implementing Guide. IAEA Nuclear Security Series No. 10-G (Rev. 1).
14. Stepanov B.P. Osnovy proektirovaniya sistem fizicheskoy zashchity yadernykh ob'ektov: uchebnoe posobie / B.P. Stepanov, A.V. Godovykh // Tomskiy politekhnicheskii universitet. – Tomsk: Izd-vo Tomskogo politekhnicheskogo universiteta, 2009 – 118 p.
15. Garcia, Mary Lynn. Vulnerability assessment of physical protection systems // Sandia National Laboratories, 2006
16. Garcia, Mary Lynn. The design and evaluation of physical protection systems // Elsevier Science (USA), 2001
17. Otsenka sostoyaniya sistemy fizicheskoy zashchity na radiatsionno-opasnom ob'ekte / Petrovskiy N.P., Telkov S.N., Pinchuk G.N., Radchenko V.E., Smirnov V.V., Egorov A.A., Kirtaev A.E. (FBU «NTTs YaRB»), Kuzin V.V., Steshenko M.S., Ivanov M.V., Kovalev K.V. (Rostekhnadzor), Moscow, 2016 g.
18. Sung Soon Jang. The path analysis algorithm for a 2D map configuration of Physical Protection System. Transactions of the Korean Nuclear Society Spring Meeting Jeju, Korea, May 18-19, 2017 Korea Institute of Nuclear Nonproliferation and Control. <https://www.kns.org/>
19. Handbook on the Design of Physical Protection Systems for Nuclear Material and Nuclear Facilities // IAEA, IAEA Nuclear Security Series, Vienna – 2021. – No. 40-T.
20. Small modular reactors. Advances in SMR Developments. International Conference on SMR and their Applications 21-25 October 2024. https://www-pub.iaea.org/MTCD/Publications/PDF/p15790-PUB9062_web.pdf

REFERENCES

1. Vyvod iz ekspluatatsii yadernykh ob'ektov. Byulleten' MAGATE, 2023. <https://www.iaea.org/sites/default/files/23-01076rbulletinmarchdecommissioning.pdf>
2. Small modular reactors: flexible and affordable power generation. <https://www.iaea.org/topics/small-modular-reactors>.
3. Welter Kent, Reyes José N., Brigantic Adam, Unique safety features and licensing requirements of the NuScale small modular reactor // Frontiers in Energy Research. –

**ШАҒЫН МОДУЛЬДІ РЕАКТОРЛАРҒА НЕГІЗДЕЛГЕН АТОМ ЭЛЕКТР СТАНЦИЯЛАРЫ ҮШІН
ЯДРОЛЫҚ ФИЗИКАЛЫҚ ҚАУІПСІЗДІКТІ ҚАМТАМАСЫЗ ЕТУДІҢ ЖӘНЕ ТИІМДІЛІГІН
БАҒАЛАУДЫҢ КЕЙБІР МӘСЕЛЕЛЕРІ**

А. В. Сысәлетин^{1*}, В. В. Бакланов², В. А. Поспелов²

¹ «Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы» РМК, Курчатов, Қазақстан

² ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: syssaletin@nnc.kz

Мақалада шағын модульді реакторлар негізінде ядролық қондырғылардың ядролық физикалық қауіпсіздігін қамтамасыз ету тәсілдері, сондай-ақ физикалық қорғау жүйелерінің тиімділігін бағалау әдістемесі қарастырылған. Бұл тәсілдер МАГАТЭ қағидаттарына негізделеді, Қазақстан Республикасының заңнамасы және шағын модульді реакторлар негізіндегі ядролық қондырғылардың қауіпсіз жұмыс істеуін қамтамасыз ету жөніндегі халықаралық тәжірибе ескеріледі.

Түйін сөздер: ядролық физикалық қауіпсіздік, шағын модульді реакторлар, тиімділікті бағалау, физикалық қорғау, анықтау ықтималдығы, ядролық қондырғы.

**ABOUT SOME ISSUES OF ENSURING AND EFFECTIVENESS EVALUATION OF NUCLEAR SECURITY
FOR NUCLEAR POWER PLANTS BASED ON SMALL MODULAR REACTORS**

A. V. Syssaletin^{1*}, V. V. Baklanov², V. A. Pospelov²

¹ RSE “National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan”, Kurchatov, Kazakhstan

² Branch “Institute of Atomic Energy” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

* E-mail for contacts: syssaletin@nnc.kz

The paper provides an examination of approaches to ensuring Nuclear Security of nuclear facilities based on small modular reactors, as well as a methodology for assessing the effectiveness of physical protection systems. These approaches are based on the principles of the IAEA, taking into account the legislation of the Republic of Kazakhstan and international experience in ensuring the safe and secure operation of nuclear facilities based on small modular reactors.

Keywords: nuclear security, small modular reactors, effectiveness evaluation, physical protection, probability of detection, nuclear facility.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-183-191>
УДК 621.039.643

ИСПЫТАНИЕ ВЧ-ГЕНЕРАТОРА СИСТЕМЫ ИЦР НАГРЕВА ПЛАЗМЫ ТОКАМАКА КТМ НА ЭКВИВАЛЕНТ АКТИВНОЙ НАГРУЗКИ

А. В. Гүлкин^{1*}, К. Женис², Б. Ж. Чектыбаев², А. Т. Кусаннов², В. И. Савкин², С. В. Котов²,
Д. Б. Зарва¹, С. А. Мукенева¹, Е. А. Кашикбаев², Д. А. Ольховик², А. М. Губин³, Д. В. Гетман³

¹ РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан», Курчатов, Казахстан

² Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

³ Научно-исследовательский институт электрофизической аппаратуры им. Д.В. Ефремова,
Санкт Петербург, Россия

* E-mail для контактов: gulkin@nnc.kz

На большинстве токамаков для получения необходимых параметров плазмы таких как температура, время удержания и т.д. применяется дополнительный нагрев или дополнительный ввод мощности. Это позволяет решать актуальные научные задачи и проводить современные исследования. На токамаке КТМ дополнительный ввод мощности в плазму проектом предусмотрено реализовать с помощью ионно-циклотронного нагрева. Система дополнительного нагрева плазмы на КТМ состоит из четырех одинаковых высокочастотных генераторов по 2 МВт каждый. Других систем ввода дополнительной мощности и нагрева плазмы на токамаке КТМ не предусмотрено. Перед использованием таких систем в штатном режиме проводят отладочные работы и испытания с подключением эквивалентов нагрузки. В статье представлен расчет эквивалента активной нагрузки. По результатам расчёта определены форма и геометрические размеры, при которых обеспечивается поглощение до 300 кВт высокочастотной мощности. Определены габариты и основные параметры конструкции эквивалента нагрузки для системы дополнительного ВЧ нагрева плазмы токамака КТМ. Расчёты проводились исходя из допущения, что наиболее предпочтительным является создание эквивалента нагрузки в виде резонатора с поглотителем из солевого водного раствора. Также представлены экспериментальные результаты отладочных работ с использованием разработанного эквивалента активной нагрузки. Показано, что с разработанным эквивалентом нагрузки можно успешно выполнить необходимые испытания и настройки мощного генератора, подготовить систему ввода дополнительной мощности на токамаке КТМ к дальнейшим отладочным работам и включению на плазменную нагрузку.

Ключевые слова: токамак, КТМ, ионно-циклотронный нагрев, модуль антенный, эквивалент плазменной нагрузки.

ВВЕДЕНИЕ

Одним из важных направлений исследований в реализации сценария управляемого термоядерного синтеза остаётся выбор материалов первой стенки токамака, и их испытание в условиях воздействия тепловых нагрузок. Токамак КТМ специально создан для таких исследований [1–3] и успешно запущен в Республике Казахстан.

Исследования поведения кандидатных материалов первой стенки и дивертора на токамаке КТМ возможны при достижении номинальных параметров плазмы – температуры, длительности и т.д. Сценарий получения плазмы на токамаке КТМ для изучения поведения материалов включает этапы пробоя, омического и дополнительного нагрева. Дополнительный нагрев позволит получить высокотемпературную плазму с необходимыми параметрами для изучения поведения материалов: ток плазмы 750 кА, длительность 5 с. На токамаке КТМ дополнительный нагрев плазмы предусмотрен через ввод мощности в диапазоне частот ионно-циклотронного резонанса с помощью четырёх генераторов на мощных триодах ГУ-98АМ. В каждую такую систему входят: модуль антенный, работающий на базовой частоте

13,0±0,5 МГц, канал транспортировки ВЧ мощности (фидер) и ВЧ генератор мощностью 2 МВт [4]. В настоящее время ведутся работы по испытаниям и подготовке к вводу в эксплуатацию этой системы на токамаке КТМ [5].

Высокочастотные генераторы на мощных триодах давно известны и успешно эксплуатируются. Триоды ГУ-98АМ специально разработаны для работы в системе дополнительного нагрева плазмы токамака КТМ и по ряду важных характеристик аналогов не имеют. На сегодняшний день опыта ввода в эксплуатацию генераторов на триодах ГУ-98АМ нет. Известны общие подходы, суть которых сводится к испытаниям на эквивалентную нагрузку (плазменную, активную и т.д.). Использование эквивалентов нагрузки для отладочных работ является стандартной процедурой. Такие работы проводились для макетирования систем ионно-циклотронного нагрева токамаков [6–10]. В каждом случае с учетом особенностей системы ионно-циклотронного нагрева выбиралась или изготавливалась соответствующая нагрузка. Последовательность макетирования обычно включает испытания генератора на холостом ходу, на эквивалент активной нагрузки и на эквивалент

плазменной нагрузки. Один из важных этапов в макетировании и наладке генератора это испытание на эквивалент активной нагрузки, поскольку оно позволяет проверить и подтвердить работоспособность системы с генерацией и передачей полезной мощности. Испытания на активную нагрузку обычно проводят не на полной мощности, а ограничиваются примерно 30% от неё. Конструкция такой нагрузки представляет собой устройство, присоединяемое к фидеру в качестве его продолжения. Это может быть сосуд объёмом в несколько литров, охлаждаемый водным раствором и монтируемый непосредственно на фидер. Поэтому целью настоящей работы является подготовка и испытание высокочастотного генератора системы ВЧ-нагрева плазмы токамака КТМ на активную нагрузку. Для достижения поставленной цели необходимо решить задачи по расчёту, разработке, изготовлению конструкции эквивалента активной нагрузки и испытанию на этот эквивалент генератора. В ходе испытаний необходимо определить возможность работы генератора на базовой или близкой к базовой частоте генерации, мощность, передаваемую в эквивалент нагрузки, а также коэффициент полезного действия (КПД) генератора нагруженного на эквивалент активной нагрузки.

РАСЧЁТ И РАЗРАБОТКА КОНСТРУКЦИИ ЭКВИВАЛЕНТА АКТИВНОЙ НАГРУЗКИ

Высокочастотная система токамака КТМ предназначена для дополнительного нагрева плазмы. ВЧ система токамака КТМ основана на применении автогенераторов с симметричным противофазным выводом и сложного распределенного колебательного контура, настроенного на рабочую частоту и состоящего из вносимого плазмой импеданса, контура модуля антенного, соединенного посредством двух четвертьволновых резонансных вакуумных фидеров последовательно с анодными контурами автогенератора [11]. Система ВЧ нагрева плазмы токамака КТМ содержит четыре одинаковых независимых устройства, каждое из которых включает ВЧ автогенератор мощностью 2 МВт, фидер и модуль антенный, с базовой частотой 13 МГц.

Модуль антенный ВЧ системы представляет собой симметричный колебательный контур, состоящий из излучающей петли и плоского вакуумного малоиндуктивного конденсатора. Противоположные концы петли возбуждаются противофазно. Контур антенного модуля настроен на рабочую частоту и имеет симметричный ввод. Также предусмотрена возможность изменения частоты с помощью подстроечных ёмкостей без нарушения вакуума на $\pm 0,5$ МГц. Антенные модули располагаются в радиальных патрубках вакуумной камеры токамака.

Модуль антенный имеет следующие технические характеристики:

- максимальное напряжение на каждом плече, кВ.....20÷25
- максимальная излучаемая мощность, МВт.... 2

- максимальная длительность ВЧ импульса, с. 5
- собственная частота, МГц 13,0±0,5
- расстояние от лимитера антенного модуля до границы плазмы, см 2,5
- индуктивность, нГн..... 356
- ёмкость, пФ..... 400 ÷456
- волновое сопротивление, Ом 27,9÷29,8

Фидер предназначен для транспортировки ВЧ мощности от ВЧ автогенератора к модулю антенному системы ВЧ нагрева плазмы токамака КТМ. В качестве фидера используется жесткая вакуумная коаксиальная передающая линия, подключенная последовательно к анодному контуру ВЧ автогенератора. Длина четвертьволнового коаксиальный фидера $l_f = 5769$ мм, волновое сопротивление фидера $\rho_f = 20,73$ Ом, внешний диаметр 178 мм и внутренний диаметр 126 мм. Наружная оболочка и внутренняя жила коаксиального фидера гальванически развязаны от вакуумной камеры токамака, поскольку токамак находится под плавающим напряжением около 1 кВ. При испытаниях автогенератора на эквивалент активной нагрузки эта гальваническая изоляция не требуется. Поэтому фидер собирается без нее так, чтобы его параметры удовлетворяли условиям работы автогенератора и передачи энергии в эквивалент нагрузки.

Рабочие параметры фидера рассчитаны из предположения, что ВЧ автогенератор нагружен на эквивалентное сопротивление нагрузки 2 Ом, при которой имеет место максимальная мощность генерации, сопротивление излучения модуля антенного в плазму 2 Ом, волновое сопротивления контура антенного модуля 29 Ом.

Расчёты, проведенные при разработке ВЧ автогенератора, показали, что для получения сопротивления нагрузки 2 Ом необходимое волновое сопротивление четвертьволнового фидера, для рабочих параметров антенного модуля, должно быть порядка 20 Ом.

Напряжение в четвертьволновом фидере, соединенном последовательно с анодным контуром автогенератора минимально на входе в фидер и максимально на входе в контур модуля антенного. Зная максимальное и минимальное напряжения, не учитывая потерь можно оценить передаваемую мощность по формуле:

$$P = \frac{U_{max} \cdot U_{min}}{2 \cdot Z_0},$$

где: P – передаваемая мощность, U_{min} – минимальное (на входе в фидер) напряжение, U_{max} – максимальное (на выходе из фидера) напряжение, Z_0 – волновое сопротивление фидера.

Технические характеристики фидера:

- рабочее давление, торр10⁻⁵
- волновое сопротивление, Ом..... 20
- рабочая частота, МГц..... 13±0,5
- геометрическая длина фидера от длины волны в нем 1/4

Высокочастотный автогенератор выполнен по двухтактной схеме, поэтому при расчёте эквивалента нагрузки, в силу симметричности рассматривается одно из плеч. Также, для возможной гибкости настроек генератора и по причине не идеальности и не возможности создания абсолютно активного эквивалента нагрузки в расчётах учитываются реактивные составляющие схемы. Тогда электрическая схема для расчёта эквивалента нагрузки будет иметь следующий вид (рисунок 1):

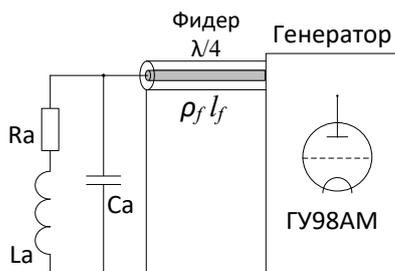


Рисунок 1. Электрическая схема для расчёта эквивалента нагрузки

Исходя из вышеизложенного, для дальнейших расчётов приняты следующие исходные данные:

- рабочая частота $f = 13 \cdot 10^6$ Гц;
- круговая частота $\omega = 2\pi f$;
- длина волны $\lambda = \frac{c}{f} = 23,077$ м;
- волновое число $\beta = 0,272$;
- волновое сопротивление контура антенного модуля $\rho_a = 29$ Ом;
- сопротивление излучения R_a на плечо принимается равным 1 Ом [11].

Индуктивность плеча антенного контура равна:

$$L_a = \frac{\rho_a}{2\omega} = 177,5 \cdot 10^{-9} \text{ Гн.}$$

Емкость плеча антенного контура равна:

$$C_a = \frac{2}{\omega \rho_a} = 844,3 \text{ пФ.}$$

Эквивалентное сопротивление плеча контура антенного модуля вычисляется по следующей формуле [12]:

$$Z_s = \frac{(R_a + j\omega L_a) \frac{1}{j\omega C_a}}{R_a - j\omega L_a - \frac{1}{\omega C_a}},$$

введя параметр $X_a = \omega L_a - \frac{1}{\omega C_a}$, получим:

$$Z_s = \frac{(R_a + j\omega L_a) \frac{1}{j\omega C_a}}{R_a - jX_a} = \frac{\left(\frac{L_a}{C_a} - j \frac{R_a}{\omega C_a}\right)(R_a - jX_a)}{R_a^2 - X_a^2} =$$

$$\frac{\frac{L_a R_a}{C_a} - \frac{R_a X_a}{\omega C_a} - j \left(\frac{L_a X_a}{C_a} + \frac{R_a^2}{\omega C_a} \right)}{R_a^2 - X_a^2}.$$

Поскольку $Z_s = R_s + jX_s$, соответственно, активная составляющая эквивалентного сопротивления:

$$R_s = \frac{\frac{L_a R_a}{C_a} - \frac{R_a X_a}{\omega C_a}}{R_a^2 - X_a^2},$$

реактивная:

$$X_s = \frac{-\frac{L_a X_a}{C_a} - \frac{R_a^2}{\omega C_a}}{R_a^2 - X_a^2}.$$

Резонансная частота параллельного контура с сопротивлением R_a и индуктивностью L_a в одном плече и с емкостью C_a в другом плече определяется согласно следующему выражению:

$$\omega = \frac{1}{\sqrt{L_a C_a}} \sqrt{1 - \left(\frac{R_a}{\rho_a}\right)^2} = \omega_0 \sqrt{1 - \left(\frac{R_a}{\rho_a}\right)^2},$$

где $\rho_a = \sqrt{\frac{L_a}{C_a}}$, $\omega_0 = \frac{1}{\sqrt{L_a C_a}}$.

Подставляя исходные данные в уравнения, находим для $R_s = 210,25$ Ом, $X_s = 0$.

Исходя из этого, для проверки работоспособности ВЧ автогенератора системы дополнительного нагрева плазмы токамака КТМ, с учётом возможности перенастроек, решили использовать эквивалент активной нагрузки величиной $R = 210$ Ом в виде водного соляного раствора объемом $\sim 4,0$ дм³ между системой плоских электродов.

При выборе профиля изолятора нагрузки, исходя из условия идеальности согласования сопротивления раствора и волнового сопротивления лабораторного фидера $Z_0 = 21$ Ом ($Z_0 = 60 \cdot \ln(D_2/D_1) = 21$ Ом, где D_1, D_2 соответственно внутренний и внешний диаметр). При малой радиальной утечке заряда будем иметь равенства [13, 14]

$$\gamma_0 \cdot \int_0^l \frac{dz}{\pi \cdot r^2(z)} = \frac{60}{\sqrt{\epsilon}} \cdot \ln(D_2 / D_1(l)), \quad D_1(z) = 2 \cdot r(z),$$

где γ_0 – удельное сопротивление раствора, ϵ – диэлектрическая проницаемость материала изоляции, $r(z)$ – текущий радиус изолятора в зависимости от координаты z , отсчитываемой от плоскости наружного фланца. Отсюда для идеального согласования имеем форму профиля изолятора и требуемую сопротивленность раствора,

$$r(z) = (D_2 / 2) \cdot \sqrt{1 - (4 \cdot \gamma_0 \cdot \sqrt{\epsilon} \cdot z / 30 \cdot \pi \cdot D_2^2)}$$

при $r(l) = D_1/2$, $\gamma_0 \approx \left(\frac{30 \cdot \pi}{\sqrt{\epsilon}}\right) \cdot \frac{(D_2 - D_1) \cdot (D_2 + D_1)}{4 \cdot l}$,

где l – протяженность участка активной нагрузки. Таким образом, для идеального согласования на длине $l = 25$ см нагрузки $Z_0 = 21$ Ом потребуется соляной раствор с удельным сопротивлением $\gamma_0 \approx 100$ Ом·см. Для обеспечения же нагрузки порядка 210 Ом требуется раствор с удельным сопротивлением порядка 1 кОм·см. Обычно очищенная дистиллированная вода имеет удельное сопротивление на уровне 1 МОм·см. В качестве солей возможно использование поваренной соли (NaCl), медного купороса (CuSO₄), теосульфат натрия (фотозакрепитель). Для измерения общего сопротивления эквивалента нагрузки на постоянном токе необходимо предусмотреть в конструкции лабораторного фидера технологические лючки. Соблюдение нужного профиля сеченного изолятора можно произвести приближенно

$$R_n \approx (D_2 / 2) \cdot \sqrt{1 - \text{const} \cdot n \cdot \Delta Z}$$

с допустимой константой пересчета и фиксированной шириной каждой секции сборного изолятора ΔZ . Глубина проникновения поля в проводящую среду с удельным сопротивлением $\gamma_0 \approx 1$ кОм·см при частоте поля $f = (\omega/2\pi) = 13$ МГц составит порядка 0,4 м = $\Delta s = (2 \cdot \gamma_0 / (\mu_0 \cdot \omega))^{1/2}$, что значительно превышает габариты нагрузки.

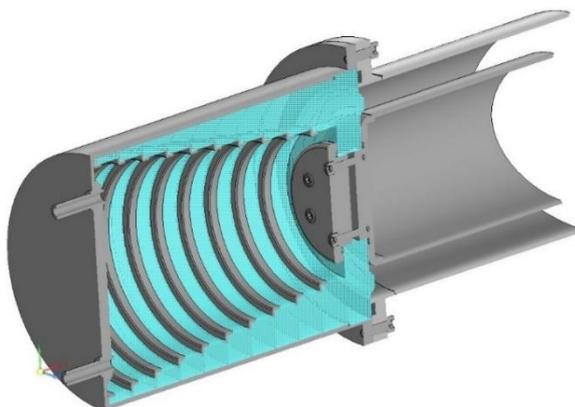


Рисунок 2. 3D модель эквивалента нагрузки, подключенного к выходу фидера (голубым цветом показан изолятор)

На рисунке 2 представлена 3D модель эквивалента нагрузки с выходом лабораторного фидера, который при рассеянии 150 кВт ВЧ мощности в течение 5 с, обеспечит требуемый режим работы четвертьволнового трансформатора (2 Ом → 210 Ом) с удержанием температуры раствора не более 50 градусов. Общее комплексное сопротивление эквивалента нагрузки будет ($\epsilon_w = 81$):

$$Z = R_0 / (1 + j \cdot \omega \cdot R_0 \cdot C_0) = \frac{R_0 \cdot (1 - j \cdot \omega \cdot \tau)}{(1 + \omega^2 \cdot \tau^2)},$$

$$\tau = \gamma_0 \cdot \epsilon_0 \cdot \epsilon_w = R_0 \cdot C_0,$$

где R_0 – измеренное сопротивление на постоянном токе солевого раствора, C_0 – емкость конструкции на рабочей частоте заполненная очищенной водой.

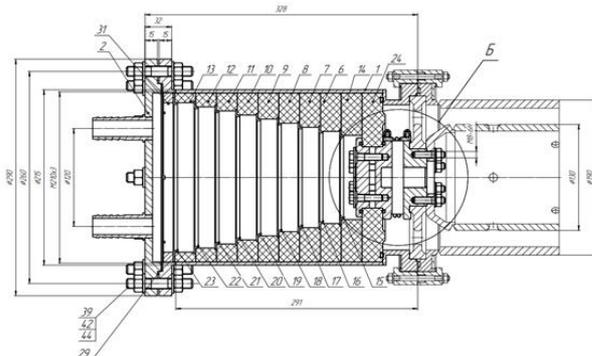
Легко оценить, что при удельном сопротивлении 1 кОм·см постоянная релаксации раствора τ составит порядка 4 нс, в то время как период поля при 13 МГц составляет $T = 1/f = 77$ нс. Таким образом, следует ожидать полный импеданс $Z \approx 200 \cdot (1 - j \cdot 0,3)$ Ом.

Изменяя концентрацию соляного раствора можно менять сопротивление эквивалента нагрузки при проведении испытаний ВЧ автогенератора.

В ходе настройки ВЧ-автогенератора, при необходимости, потребуется компенсировать емкостную составляющую сопротивления эквивалента нагрузки в том числе экспериментально подбирая концентрацию раствора.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЯ ВЧ-ГЕНЕРАТОРА СИСТЕМЫ ИЦР НАГРЕВА ПЛАЗМЫ ТОКАМАКА КТМ НА ЭКВИВАЛЕНТ АКТИВНОЙ НАГРУЗКИ

Для испытаний ВЧ-генератора разработан и изготовлен эквивалент нагрузки (рисунок 3), в виде цилиндра объёмом около 4,0 литров, заполняемого водным солевым раствором. Для обеспечения надёжной работы генератора сопротивление эквивалента, включая ёмкостную составляющую, подбирали путём регулирования концентрации соляного раствора.



а) чертеж эквивалента активной нагрузки



б) изготовленный эквивалент активной нагрузки

Рисунок 3. Эквивалент активной нагрузки

Испытания проводились на одном плече генератора с лампой VL2, в то время как плечо с лампой VL1 отключалось. Настройка электрических цепей и

ИСПЫТАНИЕ ВЧ-ГЕНЕРАТОРА СИСТЕМЫ ИЦР НАГРЕВА ПЛАЗМЫ ТОКАМАКА КТМ НА ЭКВИВАЛЕНТ АКТИВНОЙ НАГРУЗКИ

режимов работы осуществлялась на частоте, близкой к рабочей (~12–14 МГц).

Для реализации испытаний ВЧ-генератора на эквиваленте активной нагрузки (ЭАН) были внесены следующие изменения в схему, представленные на рисунке 4:

- общая шина, на которой собраны конденсаторы C18, C19, C20 и C21, соединяется с корпусом генератора вспомогательной шиной с минимальной индуктивностью;
- конденсаторы C18, C19 демонтируются;
- индуктивность L6 присоединяется к корпусу;
- индуктивность L7 соединяется с внутренним токопроводом фидера № 2;
- индуктивность L3 отсоединяется от бачка лампы.

Испытания ВЧ-генератора на эквивалент активной нагрузки проводили по структурной схеме, представленной на рисунке 5.

Управление генератором и контроль параметров осуществлялись с помощью штатного пульта управления ВЧ-генератором и дополнительной системы регистрации. Оборудование располагалось в отдельном помещении лабораторного корпуса КТМ. При помощи дополнительной системы на ЭВМ регистрировались следующие параметры:

- анодное напряжение;
- напряжение и ток накала;
- ток анода и сетки;
- частота генерации;
- температура нагрева солевого раствора внутри эквивалента активной нагрузки.

Перед испытаниями устанавливалась минимальная обратная связь:

- ползунок переменной индуктивности (сеточной) L9 выставлен в начальное положение слева от максимального значения;
- значения ёмкости сеточной и анодной цепи установлены на минимальные значения;
- в сеточном контуре использован гридлик с активным сопротивлением 62 Ом;
- ёмкость анодного контура (C20+C21) – $238 \cdot 10^{-9}$ Ф;
- ёмкость сеточного контура (C22+C23) – $503 \cdot 10^{-9}$ Ф;
- давление внутри фидера, заполненного азотом – $0,2 \cdot 10^5$ Па;
- внутренний объём ЭАН заполнен водным солевым раствором с сопротивлением ~210 Ом;
- контроль температуры осуществлялся термометром сопротивления (ТСП), начальная температура раствора – 18–19 °С.

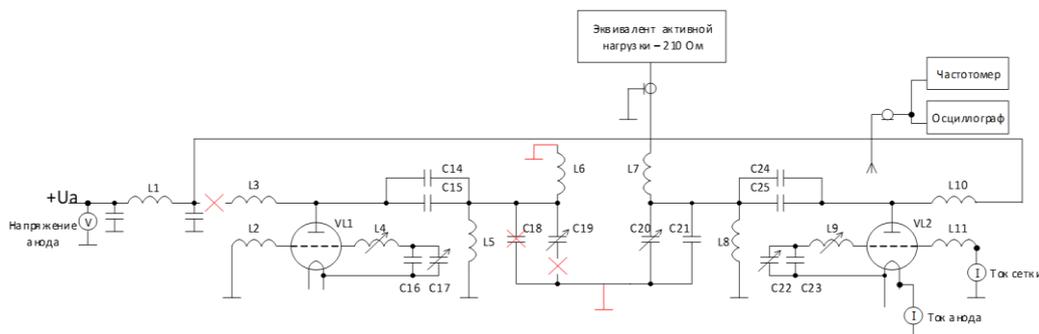


Рисунок 4. Принципиальная электрическая схема проведения испытания второго плеча ВЧ-генератора на эквивалент активной нагрузки

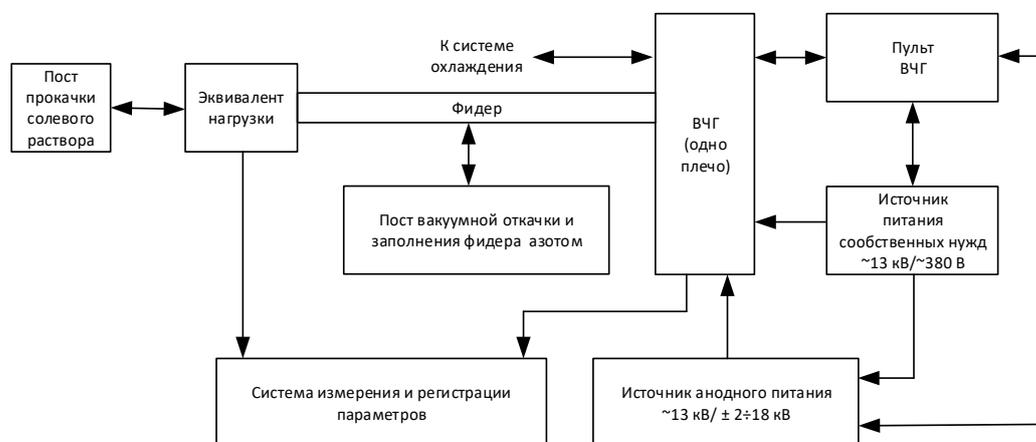


Рисунок 5. Структурная схема испытания ВЧ-генератора на эквивалент активной нагрузки

Испытания проводились с длительностью включения ВЧ-генератора 1–2 секунды. Осуществлялись тесты без циркуляции и с циркуляцией раствора в ЭАН. Контур бака с солевым раствором на время экспериментов развязывался посредством перекрытия диэлектрического вентиля циркуляции солевого раствора.

На всех этапах испытаний анодное напряжение (U_a) с пульта управления ВЧ-генератора не превышало 6 кВ. Частота генерации измерялась частотомером VC3165.

Мощность в эквиваленте активной нагрузки определялась по сигналам с ёмкостных датчиков ВЧ-напряжения, установленных в начале и конце фидера, по следующей формуле:

$$P_{\text{ЭАН}} = \frac{K_{\text{д1}} \cdot K_{\text{д2}} \cdot U_{\text{д1}} \cdot U_{\text{д2}}}{2 \cdot Z_{\text{вф}}},$$

где: $K_{\text{д1}}$ – коэффициент деления (675) первого датчика ВЧ-напряжения; $K_{\text{д2}}$ – коэффициент деления (996,5) второго датчика ВЧ-напряжения; $U_{\text{д1}}$ – напряжение первого датчика (начало фидера); $U_{\text{д2}}$ – напряжение второго датчика (конец фидера); $Z_{\text{вф}}$ – волновое сопротивление фидера (20,73 Ом).

Сигналы с датчиков ВЧ-напряжения регистрировались осциллографом.

КПД ВЧ-генератора определялся по формуле:

$$\eta = \frac{P_{\text{ЭАН}}}{E_a \cdot I_a},$$

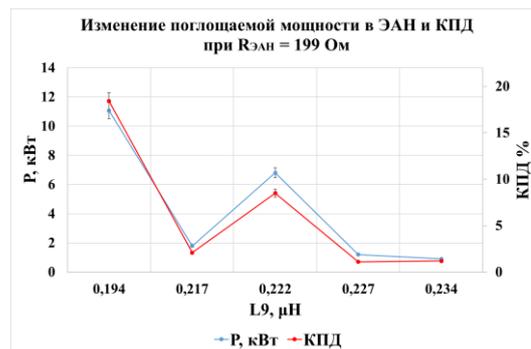
где E_a – анодное напряжение; I_a – анодный ток.

В ходе проведения испытаний, на начальном этапе, определены электрические цепи генератора, изменение параметров в которых оказывает наибольшее влияние на режимы работы в целом. Как и предполагалось изначально, это цепи сеточного контура, а именно индуктивность L_9 . В дальнейшем, перестройкой номинала этой индуктивности проводились основные изменения в работе генератора. Сопротивление эквивалента нагрузки также изменялось и контролировалось для условий устойчивой генерации на частоте близкой к базовой и достижения наибольшего КПД. Величина индуктивности L_9 менялась перемещением ползунка-перемычки от 60 мм до 130 мм. В таблице 1 показано соответствие положения ползунка-перемычки и величины индуктивности.

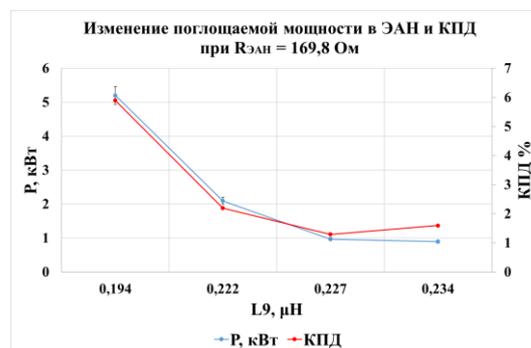
Таблица 1. Соответствие положения ползунка-перемычки от начальной точки регулятора величине индуктивности

	Положение ползунка-перемычки						
	60	70	80	90	100	110	130
Начальная точка регулятора мм	60	70	80	90	100	110	130
Индуктивность, мкГн	0,24	0,234	0,227	0,222	0,217	0,21	0,194

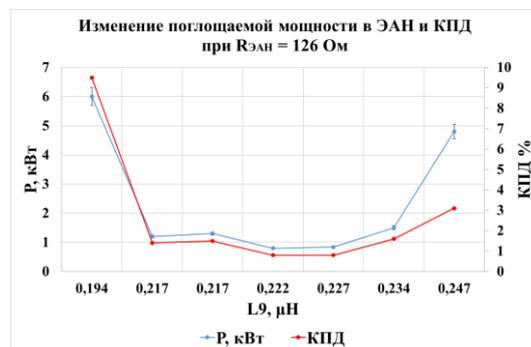
На рисунке 6 показаны зависимость поглощаемой мощности в ЭАН и КПД от индуктивности L_9 при различных сопротивлениях ЭАН.



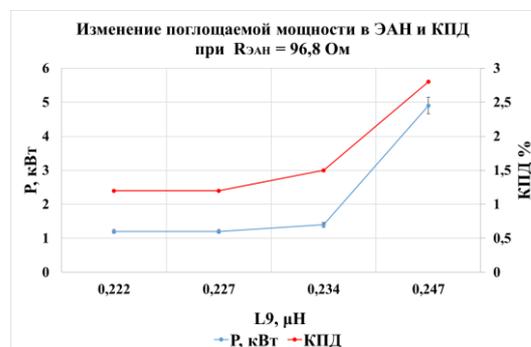
а) изменение поглощаемой мощности в ЭАН и КПД при $L_9 = 70 \div 130$ мм, $R = 199$ Ом



б) изменение поглощаемой мощности в ЭАН и КПД при $L_9 = 70 \div 130$ мм, $R = 169,8$ Ом



в) изменение поглощаемой мощности в ЭАН и КПД при $L_9 = 60 \div 130$ мм, $R = 126$ Ом



г) изменение поглощаемой мощности в ЭАН и КПД при $L_9 = 60 \div 90$ мм, $R = 96,8$ Ом

Рисунок 6. Зависимость поглощаемой мощности и КПД от индуктивности L_9 при различных сопротивлениях ЭАН

Из представленных результатов видно, что при значении индуктивности L_9 в 0,194 мкГн достигаются максимальные значения как мощности (более 11 кВт), так и КПД (до 19%). Это указывает на резонансный и согласованный режим работы генератора и нагрузки, при котором энергия эффективно передаётся. При дальнейшем увеличении индуктивности происходит резкий спад, а затем на 0,222 мкГн наблюдается вторичный максимум, что может быть связано с дополнительными резонансными эффектами. Поведение системы при этом сопротивлении демонстрирует высокую чувствительность к точной настройке L_9 .

Во втором случае с меньшим сопротивлением и более высокой температурой максимум мощности и КПД также приходится на 0,194 мкГн, но его значение значительно ниже (до 5,5 кВт и 6% соответственно). При увеличении индуктивности наблюдается снижение мощности и КПД. Это может свидетельствовать о затухании резонансных явлений или их менее выраженном проявлении на фоне изменений температуры и импеданса.

Третий график демонстрирует двойной резонансный пик: на 0,194 мкГн и 0,247 мкГн зафиксированы наибольшие значения мощности (до 6,5 кВт) и КПД (до 10%). В центральной части диапазона индуктивностей наблюдается минимум, что говорит о существенном влиянии настройки L_9 . Это может быть результатом резонансных провалов или несогласования фазовых условий такой конфигурации.

При самом низком сопротивлении ЭАН и высокой температуре эффективность ВЧ-нагрева находится на минимуме: мощность не превышает 2,5–3,5 кВт, а КПД – 2,5%. Резонансный пик не наблюдается, кривая мощности растёт с увеличением L_9 , но без чётко выраженного максимума. Это говорит о потере резонансной настройки генератора и нагрузки и значительном ухудшении эффективности системы в условиях низкого сопротивления и сильного нагрева.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассчитана конструкция, разработан чертёж и изготовлен эквивалент активной нагрузки. Проведены испытания ВЧ-генератора системы дополнительного нагрева плазмы токамака КТМ на этот эквивалент. В ходе испытаний определена возможность работы генератора на базовой или близкой к базовой частоте генерации, мощность, передаваемая в эквивалент нагрузки, коэффициент полезного действия (КПД) генератора, нагруженного на эквивалент активной нагрузки. Подготовлен и испытан высокочастотный генератор системы ВЧ-нагрева плазмы токамака КТМ на активную нагрузку.

В результате экспериментов:

- определены коэффициент полезного действия (КПД) системы;
- выявлена оптимальная рабочая частота для эффективной передачи мощности;

– успешно протестирован ВЧ-генератор с ЭАН, подтверждена его работоспособность и оптимальные параметры электрических цепей.

Анализ экспериментальных данных позволил опделить параметры, при которых система достигает максимальной эффективности передачи ВЧ-мощности.

Проведённые исследования дают возможность более точно оценить рабочие характеристики оборудования и внести необходимые корректировки до ввода системы в полномасштабную эксплуатацию на плазменную нагрузку.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке научно-технической программы «Научно-техническое обеспечение экспериментальных исследований на казахстанском материаловедческом токамаке КТМ» ИРН № BR23891779 Министерства энергетики Республики Казахстан, а также при поддержке гранта Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (Договор №112 от 24 июня 2024 года).

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. B. Chektybayev, I. Tazhibayeva, E. Batyrbekov, E. Kashykbayev, D. Olkhovik, D. Zarva, S. Zhunisbek, A. Duisen, A. Zhaksybayeva, A. Lee, V. Pavlov, V. Dokuka, R. Khayrutdinov Improvement of plasma discharge performance at KTM tokamak // Fusion Engineering and Design. – 2024. – Vol. 208. – Art. no.114684.
2. B. Chektybayev, S. Zhunisbek, I. Tazhibayeva, D. Olkhovik, E. Batyrbekov, D. Zarva, A. Korovikov, A. Lee, V. Pavlov, E. Kashykbayev, A. Zhaksybayeva, A. Duisen Overview of the first experiments at KTM tokamak to obtain plasma discharges // Fusion Engineering and Design. – 2023. – Vol. 194. – Art. no. 113847. ISSN 0920-3796, <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2023.113847>
3. B. Chektybayev, A. Sadykov, E. Batyrbekov, A. Lee, V. Pavlov Study of breakdown and plasma formation in the KTM tokamak with the massive conductive vacuum chamber // Fusion Engineering and Design. – 2021. – Vol. 163. – Art. no. 112167.
4. A.V. Gulkin et al. Optimization and preparation for the start-up of the plasma ICR heating system at the KTM tokamak // Fusion Engineering and Design Vol.206, (2024), 114596. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2024.114596>
5. А. Н. Сатибеков и др. // Вестник. Серия физическая. – 2022. – Том 82. – № 3. [A. N. Satibekov i dr. // Vestnik. Seriya fizicheskaya. – 2022. – Vol. 82. – No. 3. (In Russ.)]
6. M. J. Mantsinen et. al. // Nucl. Fusion, 2023. – Vol. 63. – P. 43–54. <https://doi.org/10.1088/1741-4326/aceb08>
7. E. Lerche et al. // Nucl. Fusion, 2016. – Vol. 56. – P. 134–141. <http://doi.org/10.1088/0029-5515/56/3/036022>
8. A. Messiaen et al. // Fusion Engineering and Design. – 2005. – Vol. 74. – P. 367–375. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2005.06.201>
9. QIN Chengming et. Al. // Plasma Science and Technology, 2015. – Vol. 17. – No. 2. – P. 1088–1100.

10. Gian Luca Ravera et. al. // Proceedings of the 42nd European Microwave Conference, 2012. – Vol. 3. – No. 1. – P. 18–27.
11. Азизов Э.А., Гостев А.А., Брыков С.И., Гурьевич С.Г., Иванов В.Н., Подымов А.Н., Требич В.Д., Фрумкин Г.А., Губин А.М., Демидов В.Л., Середенко Е.В., Энгелько В.И., Шаповалов Г.В. ВЧ система дополнительного нагрева плазмы токамака КТМ // Индукционный нагрев. –2011. – № 1(15). – С. 28–31. [Azizov E.A., Gostev A.A., Brykov S.I., Gur'evich S.G., Ivanov V.N., Podymov A.N., Trebich V.D., Frumkin G.A., Gubin A.M., Demidov V.L., Seredenko E.V., Engel'ko V.I., Shapovalov G.V. VCh sistema dopolnitel'nogo nagreva plazmy tokamaka KTM // Induktsionnyy nagrev. –2011. – No. 1(15). – P. 28–31. (In Russ.)]
12. Атабеков Г.И., Основы теории цепей / Учебник для вузов. – М.: «Энергия», 1969, 424 стр. [Atabekov G.I., Osnovy teorii tsepey / Uchebnik dlya vuzov. – Moscow: “Energiya”, 1969, 424 p.]
13. Ye. O. Kazakov, I. V. Pavlenko, D. VanEester, B. Weysow, I. O. Girka // Plasma Phys. Control. Fusion. – 2010. – Vol. 52. – Art. no. 115006. <https://doi.org/10.1088/0741-3335/52/11/115006>
14. Сазонов Д.М., Гридин А.Н., Мишустин Б.А., Устройства СВЧ, М.: «Высшая школа», 1981, 295 стр. [Sazonov D.M., Gridin A.N., Mishustin B.A., Ustroystva SVCh, Moscow: “Vysshaya shkola”, 1981, 295 p. (In Russ.)]

КТМ ТОКАМАГЫНЫҢ ПЛАЗМАСЫН ИЦР ҚЫЗДЫРУ ЖҮЙЕСІНІҢ ЖЖ-ГЕНЕРАТОРЫН БЕЛСЕНДІ БАЛАМА ЖҮКТЕМЕСІ БОЙЫНША СЫНАУ

**А. В. Гулькин^{1*}, Қ. Жеңіс², Б. Ж. Чектыбаев², А. Т. Қусайнов², В. И. Савкин², С. В. Котов²,
Д.Б. Зарва¹, С.А. Мукенева¹, Е.А. Кашикбаев², Д. А. Ольховик², А. М. Губин³, Д. В. Гетман³**

¹ «Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы» РМК, Курчатова, Қазақстан
² ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатова, Қазақстан
³ Д. В. Ефремов атындағы электрфизикалық аппаратура бойынша ғылыми-зерттеу институты,
Санкт-Петербург, Ресей

* Байланыс үшін E-mail: gulkin@nnc.kz

Токамактардың көбінде плазманың қажетті параметрлерін алу үшін температура, ұстау уақыты және т. б. сияқты қосымша қыздыру немесе қосымша қуат енгізу қолданылады. Бұл өзекті ғылыми міндеттерді шешуге және заманауи зерттеулер жүргізуге мүмкіндік береді. Жоба бойынша КТМ токамагында иондық-циклотрондық қыздыру көмегімен плазмаға қосымша қуат енгізу көзделген. КТМ плазмасын қосымша қыздыру жүйесі әрқайсысы 2 МВт болатын жоғары жиілікті бірдей төрт генератордан тұрады. КТМ токамагында қосымша қуатты енгізу және плазманы қыздырудың басқа жүйелері қарастырылмаған. Мұндай жүйелерді қолданар алдында штаттық режимде балама жүктемені қосу арқылы жөндеу жұмыстары мен сынақтар жүргізіледі. Мақалада белсенді балама жүктеменің есептемесі берілген. Есептеу нәтижесінде 300 кВт жоғары жиілікті қуатты сініру қамтамасыз етілетін пішін мен геометриялық өлшемдер анықталды. КТМ токамагының плазмасын қосымша ЖЖ қыздыру жүйесі үшін балама жүктеменің габариттері мен конструкциясының негізгі параметрлері анықталды. Есептеу тұзды су ерітіндісінен жасалған сініргіші бар резонатор түріндегі балама жүктемені жасау аса қолайлы болады деген болжаммен жүргізілді. Сондай-ақ әзірленген белсенді балама жүктемені пайдалана отырып жөндеу жұмыстарының эксперименттік нәтижесі ұсынылды. Әзірленген балама жүктемемен КТМ токамагында қуатты генераторды қажетті сынақтан өткізіп, ойдағыдай теңшеуге болатыны, қосымша қуатты енгізу жүйесін одан әрі баптау жұмыстарына және плазмалық жүктемеге қосуға дайындауға болатыны көрсетілді.

Түйін сөздер: токамак, КТМ, иондық-циклотрондық қыздыру, антенналық модуль, жүктемесінің баламасы.

**TESTING OF THE HF GENERATOR OF THE ICR PLASMA HEATING SYSTEM
OF THE KTM TOKAMAK FOR AN EQUIVALENT ACTIVE LOAD**

**A. V. Gulkin¹, K. Zhenis², B. Zh. Chektybaeyev², A. T. Kussainov², V. I. Savkin², S. V. Kotov²,
D. B. Zarva¹, S. A. Mukeneva¹, E.A.Kashikbayev², D. A. Olkhovik², A. M. Gubin³, D. V. Getman³**

¹ RSE “National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan”, Kurchatov, Kazakhstan

² Branch “Institute of Atomic Energy” RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

³ JSC “NII-EFA”, Saint Petersburg, Russia

* E-mail for contacts: gulkin@nnc.kz

In most tokamaks, additional heating or extra power input is used to achieve the necessary plasma parameters such as temperature, confinement time, etc. This makes it possible to address current scientific challenges and conduct advanced research. The KTM tokamak will implement additional power input into the plasma using ion-cyclotron heating, as specified in the design. The additional plasma heating system on the KTM consists of four identical high-frequency generators, each with a capacity of 2 MW. No other systems for additional power input and plasma heating are provided on the KTM tokamak. Before operating such systems in normal mode, debugging and testing are conducted using load equivalents. This article presents the calculation of an active load equivalent. Based on the calculation results, the shape and geometric dimensions that ensure the absorption of up to 300 kW of high-frequency power are determined. The dimensions and main parameters of the load equivalent design for the additional high-frequency plasma heating system of the KTM tokamak have been determined. The calculations were carried out based on the assumption that the most preferable option is to create the load equivalent in the form of a resonator with an absorber made of saline aqueous solution. Experimental results from debugging using the developed active load equivalent are also presented. It has been demonstrated that with the developed load equivalent, it is possible to successfully carry out the necessary tests and adjustments of a high-power generator, and to prepare the additional power input system on the KTM tokamak for further debugging and switching to operation under plasma load.

Keywords: tokamak, KTM, ion-cyclotron heating, antenna module, load equivalent.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-192-200>

УДК 537.533.72; 537.632/.636; 533.9.07

РАЗРАБОТКА И ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОЙ СИСТЕМЫ ОТКЛОНЕНИЯ ПЕРВИЧНОГО ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА НА ПЛАЗМЕННО-ПУЧКОВОЙ УСТАНОВКЕ

А. Ж. Миниязов^{1,2}, М. К. Скаков³, Т. Р. Туленбергенов^{1,2,4*}, Б. Ж. Чектыбаев², И. А. Соколов^{1,2,4}, А. В. Градобоев⁵

¹ «Центр технологических компетенций в сфере водородной энергетики» филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

² Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

³ РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан», Курчатов, Казахстан

⁴ НАО «Шәкәрім Университеті», Семей, Казахстан

⁵ Томский политехнический университет, Томск, Россия

* E-mail для контактов: tulenbergenov@nnc.kz

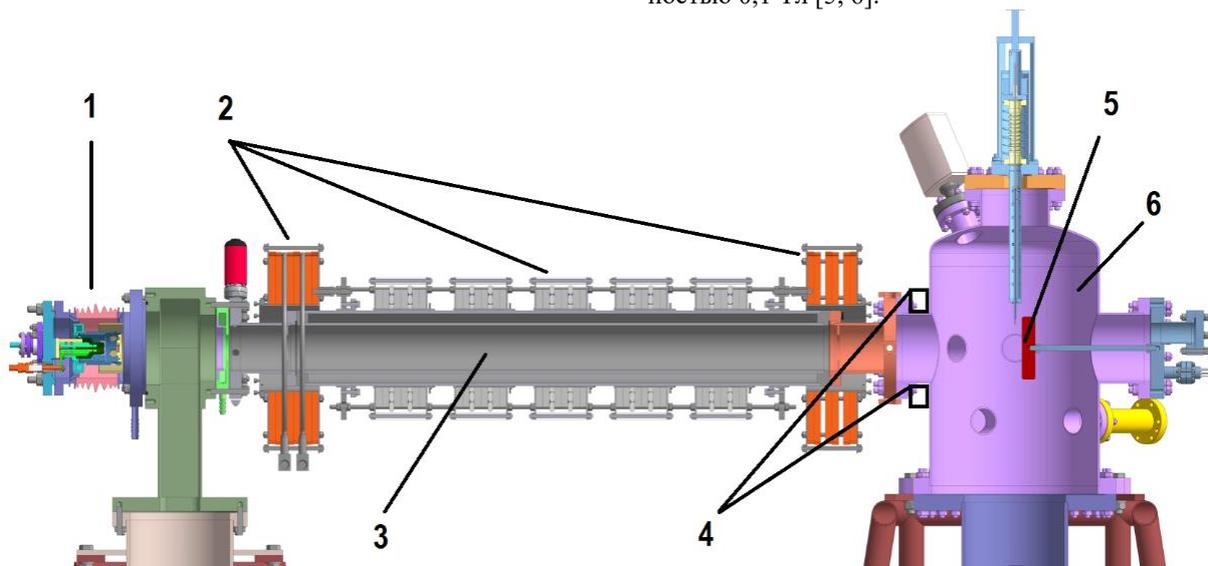
Работа посвящена разработке электромагнитной системы отклонения первичного электронного пучка на плазменно-пучковой установке (ППУ). Система, состоящая из двух пар взаимно перпендикулярных катушек, обеспечивает двухмерное управление положением пучка, что позволяет снизить удельную тепловую мощность, увеличить общую мощность пучково-плазменного разряда (ППР), проводить нагрев и рекристаллизационный отжиг с минимальным градиентом температуры. Рассчитаны параметры катушек для создания магнитной индукции до 62,66 мТл. Визуально подтверждено отклонение электронного пучка на поверхности металлической пластины, подтверждающее работоспособность и функциональную гибкость электромагнитной системы при управлении. Эксперименты в режиме ППР с применением метода дифференциального коллектора (апертурный зонд) показали увеличение ионного тока с 9 мА до 12 мА при ускоряющем напряжении электронного пучка 5 кВ, давлении дейтерия 1 мТорр и амплитуде развертки 27,95 дБ.

Ключевые слова: КТМ, ППУ, ППР, электромагнитная система, электронный пучок, развертка.

ВВЕДЕНИЕ

В поддержку исследований на токамаке КТМ для проведения маломасштабных экспериментальных работ в области взаимодействия плазмы с поверхностью кандидатных материалов, а также тестирования диагностического оборудования в НЯЦ РК создана специализированная плазменно-пучковая установка (ППУ), схема которой показана на рисунке 1 [1–4].

ППУ является универсальным инструментом, который позволяет проводить испытание материалов в условиях комплексного воздействия на них как плазменного потока, так и мощной тепловой нагрузки, создаваемой с помощью электронного пучка. ППУ состоит из трех основных узлов: электронной пушки, разрядной камеры и электромагнитной системы для создания продольного магнитного поля с напряженностью 0,1 Тл [5, 6].



1 – электронная пушка; 2 – электромагнитная система; 3 – разрядная камера; 4 – расположение системы отклонения электронного пучка; 5 – коллектор; 6 – камера взаимодействия.

Рисунок 1. Схема плазменно-пучковой установки

В вакуумном режиме, без напуска газа на мишень, в продольном магнитном поле транспортируется компенсированный электронный пучок. С его помощью можно изменять в широких пределах как общую мощность до 10 кВт, так и удельный тепловой поток на поверхность испытываемых материалов до 1 ГВт/м² при диаметре электронного пучка 3 мм. Это обеспечивает проведение широкого спектра теплофизических экспериментов, а также возможность проведения отжига материалов в контролируемых условиях.

В режиме пучково-плазменного разряда (ППР), при напуске рабочего газа в камеру взаимодействия, можно варьировать параметры генерируемой плазмы за счет изменения рабочего давления, тока и энергии электронов в первичном пучке, а также индукции магнитного поля электромагнитной системы. Общий ионный выход на мишень в режиме ППР может достигать 2 А.

ППР генерирует неравновесную плазму с выраженным надтепловым «хвостом» в энергетическом распределении электронов. Подобные высокоэнергетические группы электронов в силу особенностей работы токамака появляются и в периферийной плазме. Они могут приводить к появлению нестационарных, динамических дебаевских слоев с большой амплитудой изменения приэлектродных полей и токов, что кардинальным образом изменяет характер плазменно-поверхностного взаимодействия и переносов в периферии. ППР по своим специфическим свойствам позволяет достаточно просто проводить моделирование таких эффектов [7–10].

Для реализации методик проведения многих имитационных экспериментов необходимо перемещать по поверхности коллектора первичный электронный пучок. Это может быть удобно для управления плотностью потока энергии на поверхности коллектора при форсировании мощности ППР. Снижение удельной тепловой нагрузки на поверхности коллектора в результате бомбардировки первичными электронами, позволит значительно увеличить общую мощность ППР, а следовательно, плотность плазмы, степень ионизации и плотность ионного тока. Также отклонение электронного пучка позволит проводить рекристаллизационный отжиг образцов с минимальным градиентом температуры на поверхности. Для этих целей необходимо разработать, смонтировать, настроить и испытать электромагнитную систему отклонения первичного электронного пучка на ППУ.

Системы отклонения электронного пучка являются ключевыми компонентами в широком спектре технологий, включая электронно-лучевую обработку, ускорителей заряженных частиц и электронную микроскопию. Эти системы обеспечивают управление траекторией электронного пучка за счет электромагнитных или электростатических полей, что позволяет точно позиционировать пучок для конкретных задач. Они используют электромагниты для создания направленного магнитного поля, которое отклоняет

пучок за счет силы Лоренца. Современные исследования, например, представленные в [11], посвящены оптимизации геометрии и токовых параметров электромагнитных катушек с целью минимизации аберраций. В ускорительных установках, таких как проект NICA, магнитные отклоняющие устройства применяются для управления пучками в системах электронного охлаждения, как описано в работе [12].

Применение в современных технологиях охватывает электронно-лучевую сварку и наплавку, где точное управление положением пучка важно для формирования функциональных покрытий. В статье [13] подчеркивается значимость отклоняющих систем при нанесении износостойких слоев. В электронных микроскопах улучшение разрешающей способности связано с развитием точных отклоняющих устройств, как показано в [14].

Современные достижения включают интеграцию с цифровыми управляющими системами. Так, [15] сообщает об использовании алгоритмов машинного обучения для адаптивного управления в ускорителях. Кроме того, работы, опубликованные в [16, 17], фокусируются на миниатюризации отклоняющих систем для компактных электронно-лучевых устройств.

Учитывая вышеизложенное, можно выделить несколько задач, которые решаются разработкой электромагнитных систем в плазменно-пучковых установках. Эти задачи связаны с высокими тепловыми нагрузками, сложностью отклонения пучка, автоматизации управления и т.д.

Таким образом целью работы является разработка и экспериментальная валидация электромагнитной системы отклонения первичного электронного пучка на ППУ, предназначенной для моделирования взаимодействия плазмы с поверхностью, повышения плотности ионного тока, снижения локальной тепловой нагрузки и обеспечения равномерного нагрева для условий, приближенных к периферии плазмы токамака КТМ.

РАЗРАБОТКА СИСТЕМЫ ОТКЛОНЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА НА ППУ

Для реализации пространственного (двухмерного) управления положением пучка в плоскости мишени отклоняющая система должна состоять из двух пар катушек, расположенных взаимно перпендикулярно. Это позволяет формировать управляемые магнитные поля по горизонтальной (X) и вертикальной (Y) осям, каждое из которых воздействует на пучок в своей плоскости и обеспечивает его отклонение в заданном направлении.

Схема размещения отклоняющих катушек на камере взаимодействия, а также геометрические параметры траектории электронного пучка (радиус R , угол отклонения θ , расстояние до мишени L , ширина магнитного поля катушек z и высота отклонения h) приведены на рисунке 2.

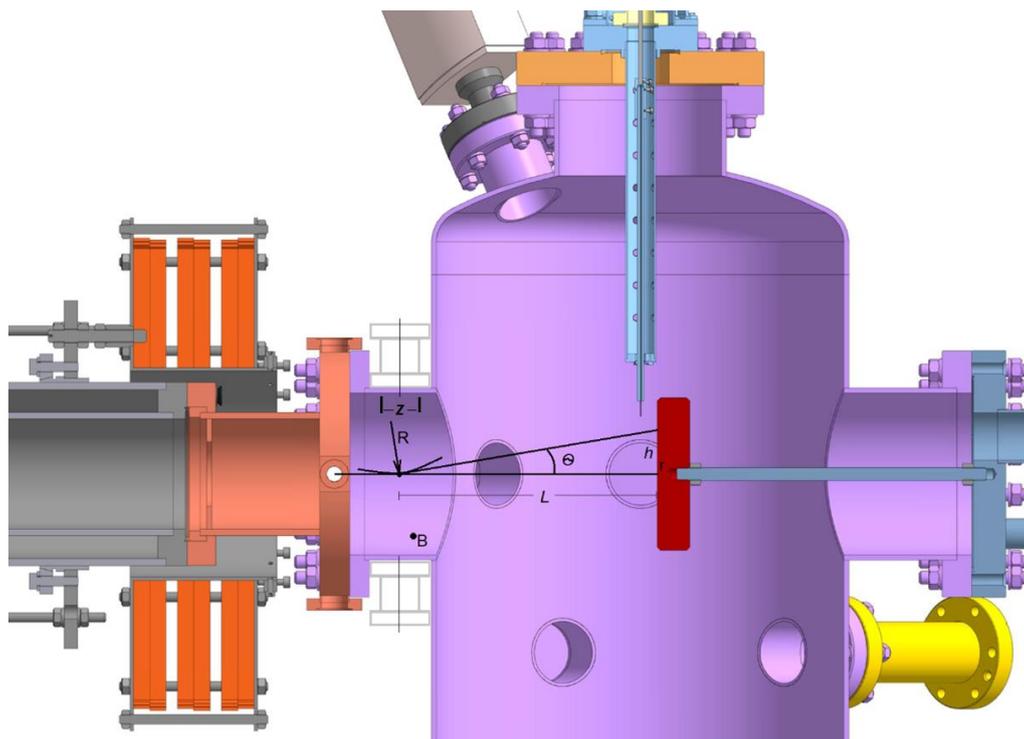


Рисунок 2. Схема размещения отклоняющих катушек и геометрия отклонения электронного пучка

В данных условиях траектория электрона представляет собой дугу окружности с радиусом R . Радиус окружности определяется по известному выражению (1), полученному из формулы силы Лоренца [8],

$$R = \frac{m_e \cdot v_e}{eB}, \quad (1)$$

где B – величина индукции отклоняющего поля, имеющая постоянное значение на всей протяженности поля, v_e – скорость движения электрона, ускоренного под действием разности потенциалов U и движущегося по инерции:

$$v_e = \sqrt{\frac{2eU}{m_e}}.$$

Подставляя в (1), получаем выражение для радиуса кривизны траектории электрона:

$$R = \frac{m_e}{eB} \cdot \sqrt{\frac{2eU}{m_e}} = \frac{\sqrt{2m_e U / e}}{B}.$$

Для оценки линейного отклонения электрона h после прохождения области с магнитным полем шириной z и дальнейшего дрейфа на расстоянии L , можно воспользоваться приближением малых углов. При этом траектория электрона приближённо описывается параболой, а высота отклонения выражается через:

$$h \approx \frac{eBzL}{2m_e v_e} = \frac{BzL}{2} \cdot \sqrt{\frac{m_e}{2eU}}.$$

Отсюда выражение для магнитной индукции, необходимой для отклонения электрона на заданную величину h , принимает вид:

$$B = \frac{2h}{zL} \cdot \sqrt{\frac{2m_e U}{e}}. \quad (2)$$

При заданных значениях ускоряющего напряжения $U \in [100 \text{ В}, 10000 \text{ В}]$, из выражения (2) можно определить требуемую величину магнитной индукции B . В таблице 1 приведены результаты расчета магнитной индукции для различных ускоряющих напряжений, при отклонении электронного пучка на $h = 5 \text{ мм}$, эффективной ширине поля $z = 15 \text{ мм}$ и расстоянии до мишени $L = 155 \text{ мм}$.

Таблица 1. Результаты расчета магнитной индукции для различных ускоряющих напряжений

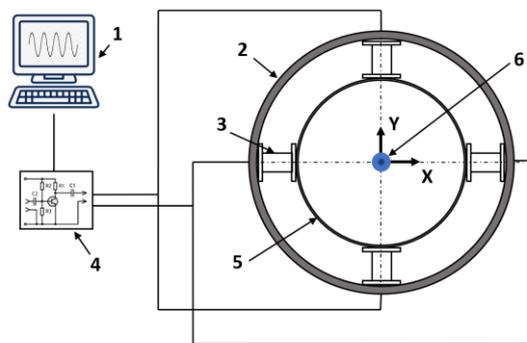
Ускоряющее напряжение U , В	Необходимая индукция B , мТл
100	6,27
500	14,01
1 000	19,81
2 000	28,01
5 000	44,31
10 000	62,66

Полученные значения будут использоваться в дальнейшем для расчета параметров катушки. Отметим, что даже при ускоряющем напряжении 10 кВ необходимая индукция не превышает $\sim 62,7 \text{ мТл}$, что упрощает конструкцию катушек и снижает требования к току и системе охлаждения. При проектировании системы важно учитывать, что увеличение

напряжения требует более пологой траектории и большего радиуса отклонения.

Поскольку для управления пучком требуется пара катушек, расчет следует вести для одной катушки, а затем учесть конфигурацию пары. Каждая пара катушек функционирует по принципу диполя, создавая почти однородное магнитное поле в центральной зоне, через которую проходит пучок.

С целью реализации пространственного управления положением электронного пучка на мишени была спроектирована система, показанная на рисунке 3, из двух пар взаимно перпендикулярных электромагнитных катушек, формирующих магнитные поля в направлениях X и Y.



1 – персональный компьютер; 2 – магнитопровод; 3 – катушка; 4 – усилитель сигнала; 5 – входной фланец камеры взаимодействия; 6 – электронный пучок.

Рисунок 3. Схема электромагнитной системы отклонения первичного электронного пучка на ППУ

Конструкция каждой катушки представляет собой соленоид с сердечником из шихтованных металлических пластин, размещенный в непосредственной близости мишенного узла.

Задача состоит в определении параметров соленоида (диаметра провода и количества витков), обеспечивающего требуемую индукцию $B_{\text{макс}} = 62,7$ мТл в заданных габаритах, обусловленных конструкцией камеры взаимодействия ППУ. Каждая катушка имеет длину $l = 50$ мм, внутренний радиус $r_{\text{вн}} = 16$ мм и внешний радиус $r_{\text{внеш}} = 32$ мм. Расстояние между катушками в одной паре составляет 100 мм, что обеспечивает условие формирования магнитного поля, близкого к однородному, в центральной части между катушками.

Индукция в центре соленоида с ферромагнитным сердечником из трансформаторной стали приближенно выражается как:

$$B = \mu_0 \cdot \mu_r \cdot \frac{N}{l} \cdot I,$$

где μ_0 – магнитная постоянная $\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Гн/м; μ_r – относительная магнитная проницаемость сердечника (≈ 500); N – число витков; I – ток через катушку.

Подставим данные в выражение для магнитодвижущей силы и выразим произведение $N \cdot I$:

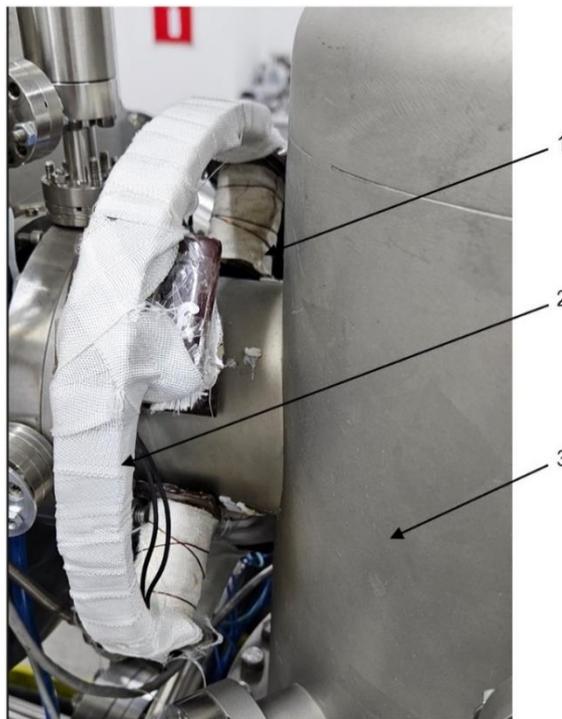
$$N \cdot I = \frac{B \cdot l}{\mu_0 \cdot \mu_r} = \frac{62,7 \cdot 10^{-3} \cdot 0,05}{4\pi \cdot 10^{-7} \cdot 500} \approx 4,99 \text{ А-витков}.$$

Таким образом, для создания требуемого магнитного поля необходимо обеспечить магнитодвижущую силу порядка 4,99 ампер-витков. Эта величина соответствует общей магнитодвижущей силе, необходимой для создания заданной магнитной индукции в центральной зоне. Если в системе работают две одинаковые катушки, каждая из которых вносит одинаковый вклад в общее магнитное поле, то:

$$N \cdot I_{\text{одной катушки}} = \frac{4,99}{2} = 2,49 \text{ А-витков}.$$

При заданных габаритных ограничениях (внутренний радиус катушки – 16 мм, внешний – 32 мм, толщина намотки – 5 мм, длина катушки по оси – 50 мм) и использовании эмалированного провода диаметром 0,65 мм, доступная намотка допускает размещение до 7 слоев по толщине и до 77 витков в каждом слое вдоль оси катушки, поэтому максимально возможное число витков составляет порядка 539.

После определения ключевых параметров отклоняющей электромагнитной катушки были изготовлены и установлены две пары катушек, которые впоследствии были смонтированы на камере взаимодействия. Внешний вид отклоняющей электромагнитной системы для ППУ представлен на рисунке 4.



1 – катушки; 2 – магнитопровод; 3 – камера взаимодействия

Рисунок 4. Внешний вид электромагнитной системы отклонения первичного электронного пучка

Для управления системой используется специальный двухканальный усилитель тока, питающий попарно электромагнитные катушки отклонения и программное обеспечение, задающее закон отклонения пучка во времени, путем изменения амплитуды, частоты и сдвига сигнала по фазам.

В ходе наладочных работ была проведена серия измерений магнитной индукции одной катушки системы в зависимости от амплитуды управляющего сигнала. Результаты приведены в таблице 2.

Таблица 2. Результаты измерения магнитной индукции для различных значений амплитуды

Амплитуда, дБ	$U_{кат}$, В	$B_{кат}$, мТл
0	0	0
9,5	1,3	4,5
19	3,7	11,7
27,95	9,8	30,6

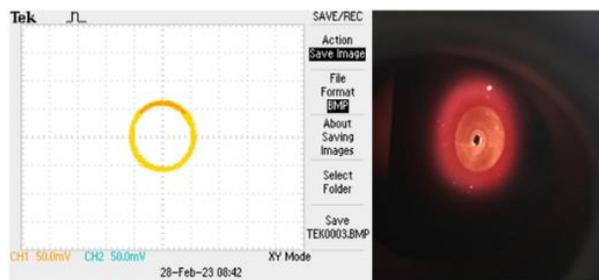
Установлено, что с увеличением амплитуды сигнала наблюдается рост как напряжения на катушке, так и создаваемой ею магнитной индукции. Расчет показывает, что при достижении экспериментальной индукции порядка 30,6 мТл, возможно эффективное отклонение электрона на 5 мм при ускоряющем напряжении до ~2000 В.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В рамках экспериментальных работ была выполнена проверка работоспособности разработанной электромагнитной системы отклонения первичного электронного пучка. Испытания проводились в режиме электронного нагрева ППУ при постоянном ускоряющем напряжении. Такой режим был выбран для оценки эффективности системы развертки и ее точности в управлении положением пучка на поверхности мишени путем изменения параметров тока в катушках.

На рисунке 5 представлено визуальное подтверждение отклонения пучка на поверхности металлической пластины, а также соответствующие осциллограммы сигналов управления в режиме XY. В данном режиме сигнал одного канала подается на горизонтальное отклонение (ось X), а второго – на вертикальное (ось Y), что позволяет реализовать различные траектории движения пучка в зависимости от формы и параметров управляющих сигналов.

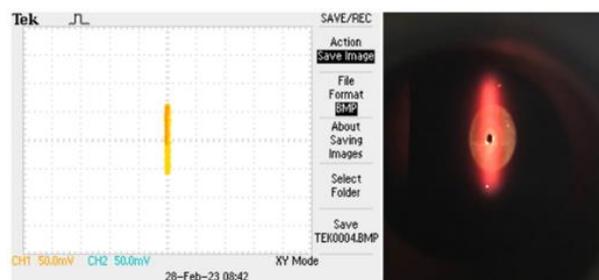
При подаче на оба канала синусоидальных сигналов одинаковой амплитуды и частоты, но со сдвигом фаз на 90° , система формирует круговую траекторию движения электронного пучка, как показано на рисунке 5а. В случае, если амплитуда одного из сигналов равна нулю, отклонение пучка происходит строго по одной координате – горизонтальной или вертикальной, в зависимости от активного канала, что проиллюстрировано на рисунках 5б и 5в соответственно. Таким образом, варьируя значениями амплитуды, частоты и сдвигом фаз, можно задавать различные формы воздействия электронным пучком.



а) отклонение по окружности



б) отклонение по горизонтали



в) отклонение по вертикали



г) отклонение по прямоугольному сечению

Рисунок 5. Отклонение первичного электронного пучка электромагнитной системы ППУ

При подаче сигналов различной частоты или формы на управляющие каналы формируются более сложные траектории, включая прямоугольные и эллиптические формы сканирования, как показано на рисунке 5г, которые можно использовать для реализации пространственной модуляции пучка при различных технологических задачах. Проведенные испытания подтвердили работоспособность и функциональную гибкость электромагнитной системы в условиях эксперимента.

Экспериментальные исследования были проведены на ППУ с целью оценки эффективности разра-

ботанной электромагнитной системы отклонения первичного электронного пучка в режиме ППР. Основной задачей являлось изучение влияния отклонения пучка на ионный ток и удельную тепловую мощность, создаваемую на мишени, при различных значениях ускоряющего напряжения и амплитуды сигнала развертки.

Для определения плотности ионного потока использовался метод дифференциального коллектора (апертурный зонд), путем измерения тока при подаче отрицательного напряжения на мишень. Дифференциальный коллектор во время проведения измерений показан на рисунке 6. Отверстие дифференциального коллектора имеет площадь сечения 6,54 мм².

Эксперимент проводился при давлении рабочего газа (дейтерия) 1 мТорр, разных значениях амплитуды сигнала развертки: без отклонения (0 дБ), с отклонением (9,5 дБ, 19 дБ и 27,95 дБ) и разных значениях ускоряющего напряжения в диапазоне от 1000 В до 5000 В с шагом 1000 В. На мишень подавалось напряжение смещения минус 100 В. Результаты измерений электронного (I_e) и ионного (I_i)

токов, а также плотность ионного потока (j_i) в зависимости от ускоряющего напряжения и амплитуды сигнала развертки приведены в таблице 3. Погрешность измерений электронного и ионного токов обусловлена характеристиками измерительного прибора, при этом максимальная относительная погрешность составило не более $\pm 5\%$.

Таким образом, установлено, что электронный ток I_e монотонно возрастает с увеличением ускоряющего напряжения от 7 мА при 1000 В до 62 мА при 5000 В. Это соответствует увеличению энергии электронов, что усиливает интенсивность разряда и генерацию плазмы в режиме ППР. Ионный ток без отклонения (0 дБ) увеличивается с ростом ускоряющего напряжения от 1 мА при 1000 В до 9 мА при 5000 В. Это связано с увеличением энергии электронов, что усиливает ионизацию водорода в разрядной камере. Значительный рост ионного тока наблюдается при напряжениях выше 3000 В (с 3 мА до 8–9 мА), что указывает на переход к более интенсивному режиму ионизации.

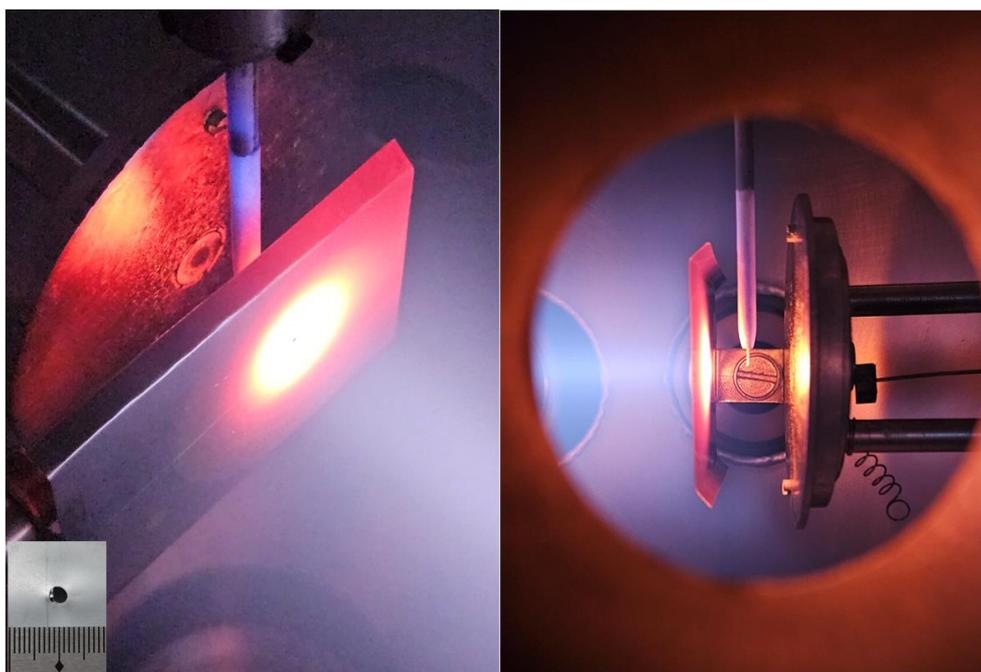


Рисунок 6. Дифференциальный коллектор в камере взаимодействия ППУ

Таблица 3. Результаты измерений электронного, ионного токов и расчет плотности ионного потока в зависимости от ускоряющего напряжения и амплитуды сигнала развертки

Ускоряющее напряжение U , В	Электронный ток I_e , мА	без отклонения (0 дБ)		с отклонением (9,5 дБ)		с отклонением (19 дБ)		с отклонением (27,95 дБ)	
		I_i , мА	j_i , А/м ²	I_i , мА	j_i , А/м ²	I_i , мА	j_i , А/м ²	I_i , мА	j_i , А/м ²
1 000	7	1	152,91	1	152,91	1	152,91	1	152,91
2 000	17	2	305,81	2	305,81	2	305,81	2	305,81
3 000	28	3	458,72	3	458,72	3	458,72	3	458,72
4 000	43	8	1223,24	7	1070,34	9	1376,15	9	1376,15
5 000	62	9	1376,15	9	1376,15	11	1681,96	12	1834,86

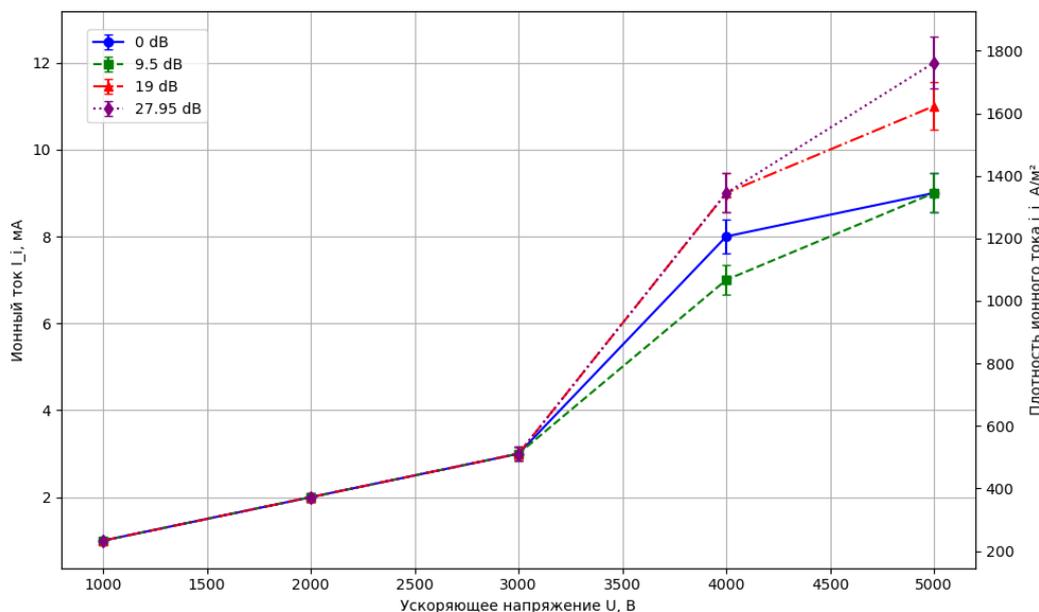


Рисунок 7. Зависимость ионного тока и плотности ионного тока от ускоряющего напряжения при разных амплитудах сигнала развертки

Зависимость ионного тока и плотности ионного тока от ускоряющего напряжения при различных амплитудах сигнала развертки представлена на графике, показанного на рисунке 7.

При низких напряжениях (1000–3000 В) включение системы отклонения (9,5 дБ, 19 дБ, 27,95 дБ) не приводит к изменению ионного тока, который остается на уровне 1–3 мА. Это может быть связано с тем, что при низких энергиях электронов влияние отклонения пучка на ионизацию отсутствует, либо слишком мала и скорее всего обусловлена погрешностью измерения прибором. При напряжениях 4000 В и выше влияние развертки становится заметным. Например, при 5000 В ионный ток увеличивается с 9 мА (без развертки) до 12 мА (при 27,95 дБ). Повышение ускоряющего напряжения выше 5000 В было ограничено температурой плавления материала дифференциального коллектора.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Распределение энергии пучка по большей площади мишени снижает локальный нагрев, что позволяет увеличить общую мощность разряда без риска термического повреждения мишени. Это особенно важно для моделирования экстремальных тепловых нагрузок, характерных для токамака КТМ или проведения рекристаллизационного отжига с минимальным градиентом температуры.

Полученные результаты подтверждают, что разработанная авторами электромагнитная система отклонения эффективно влияет на характеристики ППР. Увеличение ионного тока при включении развертки (например, с 9 мА до 12 мА при 5000 В и 27,95 дБ) свидетельствует об усилении ионной составляющей разряда. Это связано с тем, что

отклонение пучка увеличивает эффективную площадь взаимодействия электронов с рабочим газом (дейтерием), что способствует более интенсивной ионизации. Данный эффект особенно выражен при высоких ускоряющих напряжениях (4000–5000 В), где энергия электронов достаточна для значительного увеличения плотности плазмы.

В заключение следует отметить, что повышение ускоряющего напряжения свыше 5000 В было ограничено температурой плавления материала дифференциального коллектора, дальнейшая модернизация коллектора с применением системы охлаждения в сочетании с системой отклонения электронного пучка позволит существенно увеличить мощность плазменного пучкового разряда и, соответственно, ионную составляющую.

Результаты данной работы направлены на развитие электромагнитных систем отклонения, включая их оптимизацию и интеграцию с цифровыми технологиями, что значительно расширяет возможности прецизионного управления электронными пучками в различных научных и промышленных направлениях.

Работа выполнена в Национальном ядерном центре Республики Казахстан в рамках научно-технической программы № BR23891779 по теме «Научно-техническое обеспечение экспериментальных исследований на Казахстанском материаловедческом токамаке КТМ».

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Kazakhstan Material Testing Tokamak KTM Construction [Электронный ресурс]. – 2022. – Режим доступа: <https://www.nnc.kz/ru/news/show/348> (дата обращения: 22.03.2025 г.).
2. Патент РК на полезную модель № 2080. Имитационный стенд с плазменно-пучковой установкой / Колодешников А.А., Зуев В.А., Гановичев Д.А., Туленберген Т.Р. и др. – опублик. 15.03.2017. – Бюл. № 5. [Patent RK na poleznuuyu model' No. 2080. Imitatsionnyy stend s plazmenno-puchkovoy ustanovkoy / Kolodeshnikov A.A., Zuev V.A., Ganovichev D.A., Tulenbergenov T.R. i dr. – opubl. 15.03.2017. – Byul. No. 5. (In Russ.)]
3. Chektybayev B.Zh., Skakov M.K., Tulenbergenov T.R., Sokolov I.A., Miniyaev A.Zh., Zhanbolatova G.K., Naurzybayev R.Zh. Measurement of plasma parameters in the PBI using the Langmuir probe // Fusion Engineering and Design. – August 2024. – Vol. 205. – 114546. <https://doi.org/10.1016/j.fusengdes.2024.114546>
4. Chektybayev B., Zhunisbek S., Kashikbayev Ye, Duisen A., Sokolov I., Tulenbergenov T. First spectroscopic studies in the plasma-beam installation // AIP Advances. – 2024. – Vol. 14. – 095218. <https://doi.org/10.1063/5.0224254>
5. Kurnaev V., Vizgalov I., Gutorov K., Tulenbergenov T., Sokolov I., Kolodeshnikov A., Ignashev V., Zuev V., Bogomolova I., Klimov N. Investigation of plasma-surface interaction at plasma beam facilities // Journal of Nuclear Materials. – 2015. – Vol. 463. – P. 228–232. <https://doi.org/10.1016/j.jnucmat.2014.12.076>
6. Tulenbergenov T.R., Skakov M.K., Miniyaev A.Zh., Sokolov I.A., Kaiyrdy G.K. The role of a simulation stand with a plasma-beam installation in studies of plasma-surface interaction // NNC RK Bulletin. – 2019. – Issue 4(80). – P. 51–58.
7. Coda, S. Diagnostic techniques for measuring suprathermal electron dynamics in plasmas // Review of Scientific Instruments. – 2008. – Vol. 79. – 10F501. <https://doi.org/10.1063/1.2966599>
8. Dadyka, D. I., & Anisimov, I. O. Ignition of the beam-plasma discharge in the initially neutral gas // Problems of Atomic Science and Technology. – 2018. – Vol. 116(4). – P. 204–207.
9. Savinov, V. P., Kruglov, M. S., Riaby, V. A., Chervyakov, A. V., & Yakunin, V. G. Plasma Interaction with Boundary Surfaces in Low-Pressure Radio-Frequency Capacitive Discharge // Physics of Atomic Nuclei. – 2019. – Vol. 82(10). – P. 1433–1436. <https://doi.org/10.1134/S106377881910017X>
10. Dadyka, D. I., & Anisimov, I. O. Quasi-stationary mode of the beam-plasma discharge // Problems of Atomic Science and Technology. – 2018. – Vol. 118(6). – P. 164–167.
11. A. A. Kaptanoglu, G. P. Langlois, M. Landreman, Topology optimization for inverse magnetostatics as sparse regression: Application to electromagnetic coils for stellarators // Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering. – 2024. – Vol. 418. <https://doi.org/10.1016/j.cma.2023.116504>
12. L. V. Zinovyev et al., Start of Electron Cooling System for the NICA Booster // Physics of Particles and Nuclei Letters. – 2018. – Vol. 15. – P. 745–748. <https://doi.org/10.1134/S1547477118070737>
13. Zenker, R. Modern electron beam technologies for soldering and surface treatment / R. Zenker, A. Buchwalder, N. Frenkler, S. Thiemer // Vakuuum in Forschung und Praxis. – 2005. – Vol. 17. – P. 66–72. <https://doi.org/10.1002/vipr.200500247>
14. Momoyo Enyama, Ryuji Nishi, Hiroyuki Ito, Jun Yamasaki, Low-aberration ExB deflector optics for scanning electron microscopy // Microscopy. – 2023. – Vol. 72. – Issue 5. – P. 399–407. <https://doi.org/10.1093/jmicro/dfad001>
15. A. Scheinker, Adaptive machine learning for robust diagnostics and control of time-varying particle accelerator components and beams // Information (Switzerland). – 2021. – Vol. 12(4). – 181. <https://doi.org/10.3390/info12040161>
16. M. A. R. Krielaart, D. J. Maas, S. V. Loginov, P. Kruit, Miniature electron beam separator based on three stacked dipoles // Journal of Applied Physics. – 2020. – Vol. 127. <https://doi.org/10.1063/5.0008089>
17. R. Zenker, A. Buchwalder, N. Frenkler, S. Thiemer, Moderne Elektronenstrahltechnologien zum Fügen und zur Randschichtbehandlung. Modern Electron Beam Technologies for Soldering and Surface Treatment // Vakuuum in Forschung und Praxis. – 2005. – Vol. 17. – Issue 2. – P. 66–72. <https://doi.org/10.1002/vipr.200500247>

ПСҚ БАСТАПҚЫ ЭЛЕКТРОНДЫ СӘУЛЕНІ АУЫТҚЫТУДЫҢ
ЭЛЕКТРОМАГНИТТІК ЖҮЙЕСІН ӘЗІРЛЕУ

А. Ж. Миниязов^{1,2}, М. Қ. Скаков³, Т. Р. Төленбергенов^{1,2,4*}, Б. Ж. Чектыбаев², И. А. Соколов^{1,2,4}, А. В. Градобоев⁵

¹ «Сутегі энергетикасындағы технологиялық құзыреттілік орталығы» ҚР ҰЯО РМК АЭИ филиалы,
Курчатов, Қазақстан

² ҚР ҰЯО РМК «Атом энергиясы институты» филиалы, Курчатов, Қазақстан

³ «Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы» РМК, Курчатов, Қазақстан

⁴ «Шәкәрім университет» КЕАҚ, Семей, Қазақстан

⁵ Томск политехникалық университеті, Томск, Ресей

* Байланыс үшін E-mail: tulenbergenov@nnc.kz

Жұмыс плазмалық-сәулелік қондырғыда (ПСҚ) бастапқы электронды сәулені ауытқытатын электромагниттік жүйені әзірлеуге арналған. Өзара перпендикуляр орналасқан екі жұп катушкадан тұратын бұл жүйе сәуленің орнын екі өлшемде басқаруға мүмкіндік береді. Бұл меншікті жылу қуатын төмендетуге, пучок-плазмалық разрядтың (ППР) жалпы қуатын арттыруға, сондай-ақ температура градиенті аз болатын қыздыру мен рекристаллизациялық күйдіруді жүзеге асыруға мүмкіндік береді. Магниттік индукциясы 62,66 мТл-ге дейін жететін катушкалардың параметрлері есептелді. Электронды сәуленің металл пластина бетінде ауытқуы визуалды түрде расталып, электромагниттік басқару жүйесінің жұмысқа қабілеттілігі мен функционалдық икемділігін дәлелдеді. ППР режимінде апертуралық зонд (дифференциалды коллектор) әдісін қолдана отырып жүргізілген эксперименттер электронды сәуле үшін 5000 В үдеткіш кернеуде, дейтерий қысымы 1 мТорр және развртка амплитудасы 27,95 дБ болған кезде иондық токтың 9 мА-дан 12 мА-ға дейін артқанын көрсетті.

Түйін сөздер: KTM, ПСҚ, ППР, электромагниттік жүйе, электронды сәуле, ауытқу.

DEVELOPMENT OF AN ELECTROMAGNETIC SYSTEM
FOR DEFLECTING THE PRIMARY ELECTRON BEAM IN A PBI

A. Zh. Miniyazov^{1,2}, M. K. Skakov³, T. R. Tulenbergenov^{1,2,4*}, B. Zh. Chektybayev², I. A. Sokolov^{1,2,4}, A. V. Gradoboev⁵

¹ "Center for Technological Competence in Hydrogen Energy" branch IAE RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

² Branch "Institute of Atomic Energy" RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

³ RSE "National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan", Kurchatov, Kazakhstan

⁴ NP JSC "Shakarim University", Semey, Kazakhstan

⁵ Tomsk Polytechnic University, Tomsk, Russia

* E-mail for contacts: tulenbergenov@nnc.kz

The work is dedicated to the development of an electromagnetic system for deflecting the primary electron beam in a plasma-beam installation (PBI). The system, consisting of two pairs of mutually perpendicular coils, enables two-dimensional control of the beam position, which allows for a reduction in specific thermal power, an increase in the total power of the beam-plasma discharge (BPD), and the implementation of heating and recrystallization annealing with a minimal temperature gradient. The coil parameters were calculated to generate a magnetic induction of up to 62.66 mT. The deflection of the electron beam on the surface of a metal plate was visually confirmed, demonstrating the operability and functional flexibility of the electromagnetic control system. Experiments in BPD mode using the differential collector method (aperture probe) showed an increase in ion current from 9 mA to 12 mA at an electron beam accelerating voltage of 5000 V, a deuterium pressure of 1 mTorr, and a deflection amplitude of 27.95 dB.

Keywords: KTM, PBI, BPD, electromagnetic system, electron beam, deflection.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-201-210>

УДК 577.4: 577.391: 539.16: 539.12.04

ОЦЕНКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКИХ РИСКОВ ДЛЯ КОСУЛИ СИБИРСКОЙ (*CAPREOLUS PYGARGUS* PAL., 1771) ОБИТАЮЩЕЙ В ЕСТЕСТВЕННЫХ УСЛОВИЯХ НА ТЕРРИТОРИИ СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА

А. В. Паницкий*, С. А. Байгазы, И. А. Александрович

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

* E-mail для контактов: panitskiy@nnc.kz

В статье представлены результаты оценки дозовых нагрузок у природной популяции косулы сибирской (*Capreolus pygargus* Pal., 1771), обитающих на территории Семипалатинского испытательного полигона. Рассчитанная ожидаемая мощность дозы для косуль, обитающих на «условно-фоновой» территории СИП не превысит 3,7 мкГр/сут, а для косуль, обитающих на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП, не превысит 150 мкГр/сут. Основная часть дозы формируется, в основном, за счет внутреннего облучения от ^{90}Sr . Согласно шкалы радиационных эффектов на биоту в зависимости от мощности дозы хронического облучения представителей различных видов животных, рассчитанная доза для «условно-фоновых» территорий СИП соответствует естественному радиационному фону. Ожидаемая доза на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП, может достигать порог возникновения небольшого увеличения цитогенетических эффектов и стимуляции чувствительных позвоночных видов. Согласно набору выведенных референтных уровней, рассчитанная доза на косуль, обитающих на «условно-фоновых» территориях СИП соответствуют естественному радиационному фону, а при дозах, рассчитанных для косуль, обитающих на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП имеется крайне низкая вероятность возникновения эффектов. В свою очередь, на территории технических площадок СИП, при самом консервативном сценарии, максимально возможные дозы могут изменяться в пределах $1,6 \cdot 10^4$ – $1,7 \cdot 10^7$ мкГр/сут. Имеются риски возникновения довольно широкого диапазона эффектов, вплоть до возникновения лучевой болезни с летальным исходом (на технических площадках «Опытное поле», «4» и «4А»). По опасности рисков возникновения различных эффектов исследуемые территории можно расположить в следующий убывающий ряд: площадки испытания БРВ («4» и «4А») > пл. «Опытное поле» > пл. «Дегелен» > пл. «Балапан» > пл. «Сары-Узень» > территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП > территории СИП без радиоактивных выпадений в виде следов и испытательных площадок.

Ключевые слова: радиоэкология, радиобиология, косулы, дозовые нагрузки, Семипалатинский испытательный полигон.

ВВЕДЕНИЕ

Семипалатинский испытательный полигон (СИП) долгое время являлся местом проведения испытаний ядерного оружия и поражающего действия боевых радиоактивных веществ (БРВ). Испытания проводились на технических площадках, расположенных в разных частях СИП [1]. Наиболее крупными техническими площадками, имеющими значительные участки поверхностного загрязнения техногенными радионуклидами, являются площадки «Опытное поле», «Дегелен», «Балапан», «Сары-Узень» и площадки испытания БРВ – «4» и «4А». Также, радиоактивное загрязнение природной среды отмечается и за пределами технических площадок, на радиоактивных выпадениях в виде следов от ядерных испытаний. После закрытия полигона был сделан большой упор на оценку радиоэкологической ситуации на территории СИП – оценку площадного распределения радионуклидов в почве, оценку особенностей перераспределения радионуклидов между различными компонентами природной среды [2–10]. Были выявлены основные участки с повышенными значениями удельной активности радионуклидов в природной среде и оценена их степень опасности для человека. В период с

2008 по 2021 г. проведено комплексное радиоэкологическое обследование территории СИП, в ходе которого было установлено, что на значительной части территории СИП удельная активность техногенных радионуклидов в почвенном покрове не превышает уровень глобальных выпадений для северного полушария [11]. Такие территории СИП можно назвать «условно-фоновыми». Также проведен большой пласт работ по приведению в безопасное состояние наиболее опасных участков СИП [12]. Однако полная рекультивация таких участков требует больших финансовых и трудовых затрат не может быть решена полностью в кратчайшие сроки. Поэтому необходимо определение приоритетов в проведении таких работ. Исследования, направленные на оценку воздействия последствий испытаний, проведенных на СИП, позволяют оценить наиболее опасные участки полигона и сконцентрировать на них особые усилия. Исследования влияния последствий испытаний, проведенных на СИП, на биологические системы и окружающую среду в целом, находятся в ряду наиболее актуальных проблем и приобретают свое рациональное решение. Ранее на СИП проводилась оценка воздействия ионизирующего излучения на растительные сообщества

[13–17] и на отдельные виды насекомых и позвоночных животных [16, 18, 19] (рептилии или мышевидные грызуны). Особый интерес представляют крупные копытные животные, обитающие на территории СИП. Отдельные виды являются объектами любительской и промысловой охоты, употребляются в пищу человеком и распространены по всей территории полигона. Исследователями ранее проводились оценки содержания радионуклидов в организме копытных животных [10, 20], обитающих на СИП, но оценка возможных дозовых нагрузок, которые они могут получить, обитая на СИП, ранее не проводилась, хотя расчет дозовых нагрузок на биоту довольно широко применяется в мире как метод оценки вероятности возникновения рисков появления различных эффектов [21–24] у представителей биоты. Одним из распространенных видов крупных копытных животных на СИП является косуля сибирская (*Capreolus pygargus* Pal., 1771). Расчет дозовой нагрузки на этот вид может отражать возможную дозовую нагрузку на другие виды копытных животных, обитающих на СИП.

Цель данных исследований – определение возможных рисков для природной популяции косулы сибирской (*Capreolus pygargus* Pal., 1771), обитающих на различных участках территории СИП.

1 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

1.1 Объект исследования

Объект исследования: природные популяции косулы сибирской (*Capreolus pygargus* Pal., 1771) (далее косулы), обитающей на территории СИП. Данный вид животных фиксировался в ходе проведения полевых работ по всей территории СИП, включая испытательные площадки полигона. Косулы круглый год живут на подножном корме. Наибольшее количество косуль отмечается на испытательной площадке «Дегелен».

1.2 Территории исследования

Оценка дозовой нагрузки проводилась на следующих участках СИП:

- «условно-фоновые» территории, расположенные на территории СИП вне территории радиоактивных выпадений в виде следов и испытательных площадок полигона. Удельная активность радионуклидов в верхнем слое почвы на таких участках не превышает фон глобальных выпадений для северного полушария [11];

- границы радиоактивных выпадений в виде следов, образовавшихся после проведения испытаний на пл. «Опытное поле» [11].

- испытательная площадка «Опытное поле», где проводились наземные и воздушные испытания ядерного оружия. Как правило основное загрязнение на этой площадке приурочено к эпицентрам проведения ядерных испытаний или к радиоактивным выпадениям от этих испытаний в виде следов. Границы отдельных радиоактивных «следов» выходили за пределы данной площадки [1, 11].

- испытательная площадка «Дегелен», где проводились подземные испытания ядерного оружия в горизонтальных горных выработках – штольнях. На данной площадке загрязнение компонентов природной среды отмечается в экосистемах водотоков из испытательных штолен [1, 11];

- испытательная площадка «Балапан», где проводились испытания ядерного оружия в вертикальных скважинах. Радиоактивное загрязнение в пределах данной площадки отмечается у оголовков скважин, на которых произошли внештатные ситуации при проведении испытаний, а также в месте проведения экскавационного ядерного взрыва на скважине 1004 («Атомное озеро») [1, 11];

- испытательная площадка «Сары-Узень», где, как и на площадке «Балапан», проводились испытания ядерного оружия в вертикальных скважинах. Радиоактивное загрязнение в пределах данной площадки также отмечается у оголовков скважин, на которых произошли внештатные ситуации при проведении испытаний, либо на образовавшихся при этих внештатных ситуациях воронках [1].

- технические площадки «4» и «4А» на которых испытывали боевые радиоактивные вещества путем диспергирования радиоактивных растворов или бомбометания бомб, начиненных радиоактивными растворами. Здесь основное радиоактивное загрязнение фиксируется на участках проведения испытаний в виде локальных пятен [1, 26].

1.3 Оценка дозовых нагрузок

Оценка дозовых нагрузок на животных проводилась по [22–24]. Использована методика оценки дозовых нагрузок у различных видов животных природной популяции.

Суммарная мощность дозы облучения косуль определялась путем суммирования мощностей дозы внешнего и внутреннего облучения от радионуклидов ^{137}Cs , ^{90}Sr , $^{239+240}\text{Pu}$ и ^{241}Am (как основных дозобразующих изотопов на СИП [11] по формуле [22]:

$$D_j = \sum_i D_{i,j}^{\text{внутр}} + D_{i,j}^{\text{внеш}} \quad (1)$$

где D_j – суммарная мощность дозы облучения j -го референтного объекта, мГр/сут; $D_{i,j}^{\text{внутр}}$ – мощность дозы внутреннего облучения объекта наземной биоты $D_{i,j}$ от всех рассматриваемых радионуклидов i , мГр/сут; $D_{i,j}^{\text{внеш}}$ – мощность дозы внешнего облучения объекта наземной биоты $D_{i,j}$ от всех рассматриваемых радионуклидов i , мГр/сут.

Дозовая нагрузка на j -референтный вид биоты (D_j), полученная в единицу времени (сутки), измерялась в мкГр/сут, и алгоритм ее вычисления, в общем виде, следующий:

$$D_{i,j}^{\text{внеш}} = \sum_i (DCF_{ji}^{\text{soil-pl}} \cdot f_j^{\text{soil-pl}} \cdot \sigma_i) \quad (2)$$

$$D_{i,j}^{\text{внутр}} = \sum_i (CR_{ji}^{\text{soil}} \cdot f_j^{\text{soil-pl}} \cdot C_i^{\text{soil}}) \cdot DC_{ji} \quad (3)$$

где DCF_{ji}^{soil} – коэффициент перехода от удельной активности в почве i -го радионуклида к дозе внешнего облучения j -го вида биоты, (мкГр/сут)/(Бк/кг); C_i^{soil} – удельная активность i -го радионуклида в почве, Бк/кг; $DCF_{ji}^{soil-pl}$ – коэффициент перехода от плотности i -го радионуклида на поверхности почвы (глубина до 5 см) к дозе внешнего облучения j -го вида биоты, (мкГр/сут)/(Бк/м²); $f_j^{soil-pl}$ – доля времени, проводимая j -м видом биоты на поверхности земли, отн. единицы; σ_i – плотность i -го радионуклида на поверхности почвы, Бк/м²; CR_{ji}^{soil} – коэффициент перехода i -го радионуклида из почвы в организм j -го вида биоты, (Бк/кг живого веса организма)/(Бк/кг сух. веса почвы); DC_{ji} – дозовый коэффициент перехода от активности в теле j -го организма к дозе внутреннего облучения от i -го радионуклида, (мкГр/сут)/(Бк/кг живого веса организма).

1.4 Расчет плотности радионуклидов на поверхности почвы

Плотность радионуклидов на поверхности почвы (σ_i) (площадная активность) определялась для слоя почвы 0–5 см по формуле:

$$\sigma_i = (A_{mi,j} \cdot \frac{P}{1000} \cdot (S_{sm} \cdot h) / S_m) \quad (4)$$

где σ_i – площадная активность i -го радионуклида, Бк/м²; $A_{mi,j}$ – удельная активность i -го радионуклида в j -ом слое почвы, Бк/кг; P – плотность почвы, кг/дм³; 1000 – коэффициент перевода значения плотности почвы из кг/дм³ в кг/см³; S_{sm} – площадь, с которой отобрана проба почвы, см² (определялась в процессе отбора и составляла 100 см²); h – высота слоя почвы, см; S_m – площадь отбора проб верхнего слоя почвы, м² (определялась в процессе отбора и составляла 100 см²).

2 РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Прежде всего, для оценки дозовых нагрузок, получаемых представителями биоты, необходимо иметь четкое представление о текущем радиоактивном загрязнении изучаемой местности. Поэтому, одной из основных задач является определение уровней содержания основных техногенных загрязнителей местности – радионуклидов ¹³⁷Cs, ⁹⁰Sr, ²³⁹⁺²⁴⁰Pu и ²⁴¹Am в компонентах природной среды. Приведенные ниже значения, характеризующие уровни загрязнения природной среды рассматриваемы ми изотопами получены в ходе ранее проведенных исследований на СИП.

2.1 Удельная и площадная активность радионуклидов ¹³⁷Cs, ⁹⁰Sr, ²³⁹⁺²⁴⁰Pu и ²⁴¹Am в почве

В период с 2008 по 2021 гг. проведено комплексное радиоэкологическое обследование территории СИП. В результате были установлены диапазоны значений удельной активности изотопов ¹³⁷Cs, ⁹⁰Sr, ²³⁹⁺²⁴⁰Pu и ²⁴¹Am в почве и рассчитаны значения

площадной активности этих радионуклидов. На основании этих исследований были подготовлены Материалы комплексного экологического обследования территории СИП за период 2008–2021 гг. [26] и монография «Комплексное радиоэкологическое обследование Семипалатинского испытательного полигона» [11]. Приведенные ниже значения удельной активности, используемые для оценки поглощенной дозы косулями, взяты из данных источников.

Удельная и площадная активность радионуклида ¹³⁷Cs

Исследованиями [26] установлено, что на большей части территории СИП («условно-фоновые территории») удельная активность изотопа ¹³⁷Cs не превышает значение 200 Бк/кг. Площадная активность этого радионуклида здесь не превышает 7,5·10³ Бк/м² [11]. Однако были выделены участки в виде следов от радиоактивных выпадений, протянувшиеся от пл. «Опытное поле» в юго-восточном и южном направлениях до границы СИП, где зафиксированы повышенные, относительно всей территории, значения удельной активности радионуклида ¹³⁷Cs, изменяющиеся в диапазоне от 200 до 1510 Бк/кг. Диапазон площадной активности изотопа ¹³⁷Cs здесь составил от 7,5·10³ до 1,04·10⁴ Бк/м² [11]. Данные области повышенных значений удельной активности ¹³⁷Cs образованы радиоактивными выпадениями от ядерных испытаний, проведенных на пл. «Опытное поле».

На испытательной площадке «Опытное поле» диапазоны значений удельной активности радионуклида ¹³⁷Cs изменялись в пределах <1–3,4·10⁵ Бк/кг, на испытательной площадке «Дегелен» в пределах <0,1–3,1·10⁶ Бк/кг, на испытательной площадке «Балапан» в пределах <0,1–1,9·10⁶ Бк/кг, на испытательной площадке «Сары-Узень» в пределах <0,1–4,8·10⁵ Бк/кг, на испытательных площадках «4» и «4А» в пределах <0,2–3,8·10⁵ Бк/кг [11].

Удельная и площадная активность радионуклида ⁹⁰Sr

Исследованиями [26] установлено, что на большей части территории СИП удельная активность изотопа ⁹⁰Sr не превышает значение 60 Бк/кг. Площадная активность этого радионуклида в слое почвы 0–30 см здесь не превышает 1,2·10⁴ Бк/м² [11]. На участках в виде следов от радиоактивных выпадений значения удельной активности радионуклида ⁹⁰Sr, изменяется в диапазоне от 60 до 5012 Бк/кг. Диапазон площадной активности изотопа ⁹⁰Sr в слое почвы 0–30 см здесь изменялся в пределах от 1,2·10⁴ до 3,44·10⁴ Бк/м² [11]. На испытательной площадке «Опытное поле» диапазоны значений удельной активности радионуклида ⁹⁰Sr изменялись в пределах <2–4,3·10⁶ Бк/кг, на испытательной площадке «Дегелен» в пределах <0,2–3,7·10⁶ Бк/кг, на испытательной площадке «Балапан» в пределах <2–2,4·10⁵ Бк/кг, на испытательной площадке «Сары-Узень» в пределах <2–2,4·10⁵ Бк/кг, на испытательных площадках «4» и «4А» в пределах <1–5,9·10⁸ Бк/кг [11].

Удельная и площадная активность изотопов $^{239+240}\text{Pu}$

Исследованиями [26] установлено, что на большей части территории СИП «условно-фоновые территории» удельная активность изотопов $^{239+240}\text{Pu}$ не превышает значение 50 Бк/кг. Площадная активность этого радионуклида в слое почвы 0–30 см здесь не превышает $1,2 \cdot 10^4$ Бк/м² [11]. На участках в виде следов от радиоактивных выпадений значения удельной активности изотопов $^{239+240}\text{Pu}$, изменяется в диапазоне от 50 до 12700 Бк/кг. Диапазон площадной активности изотопов $^{239+240}\text{Pu}$ в слое почвы 0–30 см здесь изменялся в пределах от $1,2 \cdot 10^4$ до $7,75 \cdot 10^5$ Бк/м² [11]. На испытательной площадке «Опытное поле» диапазоны значений удельной активности изотопов $^{239+240}\text{Pu}$ изменялись в пределах $<1-1,5 \cdot 10^8$ Бк/кг, на испытательной площадке «Дегелен» в пределах $<1-4,8 \cdot 10^5$ Бк/кг, на испытательной площадке «Балапан» в пределах $<0,1-3,9 \cdot 10^4$ Бк/кг, на испытательной площадке «Сары-Узень» в пределах $<0,1-6,9 \cdot 10^6$ Бк/кг, на испытательных площадках «4» и «4А» в пределах $<1-7,9 \cdot 10^5$ Бк/кг [11].

Удельная и площадная активность радионуклида ^{241}Am

Исследованиями [26] установлено, что на большей части территории СИП «условно-фоновые территории» удельная активность изотопа ^{241}Am не превышает значение 30 Бк/кг. Площадная активность этого радионуклида в слое почвы 0–30 см здесь не превышает $1,0 \cdot 10^3$ Бк/м² [11]. На участках в виде следов от радиоактивных выпадений значения удельной активности радионуклида ^{241}Am , изменяется в диапазоне от 30 до 1195 Бк/кг. Диапазон площадной активности изотопа ^{241}Am в слое почвы 0–30 см здесь изменялся в пределах от $1,0 \cdot 10^3$ до $7,8 \cdot 10^4$ Бк/м² [11]. На испытательной площадке «Опытное поле» диапазоны значений удельной активности радионуклида ^{241}Am изменялись в пределах $<1-7,9 \cdot 10^7$ Бк/кг, на испытательной площадке «Дегелен» в пределах $<0,3-5,4 \cdot 10^6$ Бк/кг, на испытательной площадке «Балапан» в пределах $<0,1-9,4 \cdot 10^4$ Бк/кг, на испытательной площадке «Сары-Узень» в пределах $<0,3-1,6 \cdot 10^5$ Бк/кг, на испытательных площадках «4» и «4А» в пределах $<0,3-3,0 \cdot 10^4$ Бк/кг [11].

2.2 Объемная активность радионуклидов ^{137}Cs , ^{90}Sr , $^{239+240}\text{Pu}$ и ^{241}Am в воздухе

Исследованиями [11] численных значений объемной активности радионуклидов ^{90}Sr и ^{241}Am на территории радиоактивных выпадений в виде следов и территории СИП вне испытательных площадок не установлено. Их значения не превысили минимальную детектируемую активность, которая при исполь-

зующем аппаратурно-методическом комплексе составляла $<5,1 \cdot 10^{-5}$ и $<4,6 \cdot 10^{-5}$ Бк/м³ соответственно. На участках радиоактивного загрязнения в виде следов диапазон максимальных значений объемной активности радионуклида ^{137}Cs составил от $1,5 \cdot 10^{-6}$ до $9,0 \cdot 10^{-6}$ Бк/м³, изотопов $^{239+240}\text{Pu}$ – от $5,1 \cdot 10^{-6}$ до $3,3 \cdot 10^{-5}$ Бк/м³. На испытательных площадках ситуация аналогичная, и только лишь на испытательной площадке «Опытное поле» концентрация изотопов $^{239+240}\text{Pu}$ в атмосферном воздухе отмечалась на уровне $1,6 \cdot 10^{-2}$ Бк/м³. Таким образом, объемная активность радионуклидов в атмосферном воздухе на территории СИП либо ниже МДА, либо на его уровне. Поэтому данный параметр окружающей среды можно не учитывать при расчете мощности доз.

2.3 Расчет дозовых нагрузок

Для расчета дозовых нагрузок значения всех необходимых дозовых коэффициентов заимствованы из литературных источников [22, 27]. Входными параметрами также являются время пребывания в среде обитания и уровни концентрации радионуклидов в почве и организме животных.

Значения дозовых коэффициентов для расчета доз внутреннего и внешнего облучения животных представлены в таблице 1 [22]. Используются дозовые коэффициенты, приведенные для косули европейской (*Capreolus capreolus*).

Доля времени (в относительных единицах), проводимая косулями на поверхности земли, принята за 1.

Значения параметра CR для косули сибирской (CR – concentration ratios) взяты как средние геометрические значения CR, приведенные для травоядных млекопитающих в отчете МАГАТЭ [27]. Средние геометрические значения CR (таблица 2) использованы в связи с большим разбросом значений CR, приведенных в этом документе.

В таблице 3 приведены значения удельной активности и площадной активности радионуклидов (плотность радионуклидов на поверхности почвы (σ)) рассчитанные для слоя почвы 0–5 см на основании данных об удельных активностях радионуклидов в почве, приведенных выше. Расчет произведен для максимальных значений диапазонов удельной активности радионуклидов, зафиксированных на рассматриваемых территориях.

Результаты расчетов мощности дозы внешнего и внутреннего облучения от техногенных радионуклидов ^{137}Cs , ^{90}Sr , $^{239+240}\text{Pu}$ и ^{241}Am на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП и на «условно-фоновой» территории СИП представлены в таблице 4.

Таблица 1. Значения коэффициентов для расчета дозовой нагрузки косули сибирской (*Capreolus capreolus*)

DC, (мкГр/сут)/(Бк/кг живого веса организма)				$DCF_{ji}^{soil-pi}$, (мкГр/сут)/(Бк/м ²)			
^{137}Cs	^{90}Sr	$^{239+240}\text{Pu}$	^{241}Am	^{137}Cs	^{90}Sr	$^{239+240}\text{Pu}$	^{241}Am
$6,0 \cdot 10^{-3}$	$1,56 \cdot 10^{-2}$	$7,2 \cdot 10^{-2}$	$7,68 \cdot 10^{-2}$	$2,88 \cdot 10^{-5}$	$2,11 \cdot 10^{-11}$	$1,32 \cdot 10^{-8}$	$1,08 \cdot 10^{-6}$

**ОЦЕНКА РАДИОЭКОЛОГИЧЕСКИХ РИСКОВ ДЛЯ КОСУЛИ СИБИРСКОЙ (*CAPREOLUS PYGARGUS* PAL., 1771)
ОБИТАЮЩЕЙ В ЕСТЕСТВЕННЫХ УСЛОВИЯХ НА ТЕРРИТОРИИ СЕМИПАЛАТИНСКОГО ИСПЫТАТЕЛЬНОГО ПОЛИГОНА**

Таблица 2. Значения CR для расчета дозовой нагрузки косули сибирской

CR, (Бк/кг живого веса организма)/(Бк/кг сух. веса почвы)			
¹³⁷ Cs	⁹⁰ Sr	²⁴¹ Am	²³⁹⁺²⁴⁰ Pu
1,5	1,6	$1,4 \cdot 10^{-2}$	$9,2 \cdot 10^{-3}$

Таблица 3. Границы диапазонов значений удельной и площадной активности радионуклидов

Оцениваемая территория	Радиоэкологический параметр	Вид изотопа			
		¹³⁷ Cs	⁹⁰ Sr	²⁴¹ Am	²³⁹⁺²⁴⁰ Pu
«условно-фоновые» территории СИП	удельная активность, Бк/кг	200	60	30	50
	площадная активность, Бк/м ²	$1,3 \cdot 10^4$	$3,9 \cdot 10^3$	$1,9 \cdot 10^3$	$3,2 \cdot 10^3$
радиоактивные выпадения в виде следов на СИП	удельная активность, Бк/кг	$1,5 \cdot 10^3$	$5,0 \cdot 10^3$	$1,2 \cdot 10^3$	$1,3 \cdot 10^4$
	площадная активность, Бк/м ²	$8,3 \cdot 10^5$	$3,3 \cdot 10^5$	$7,8 \cdot 10^4$	$8,3 \cdot 10^5$
пл. «Опытное поле»	удельная активность, Бк/кг	$3,4 \cdot 10^5$	$4,3 \cdot 10^6$	$7,9 \cdot 10^7$	$1,5 \cdot 10^8$
	площадная активность, Бк/м ²	$2,2 \cdot 10^7$	$2,8 \cdot 10^8$	$5,1 \cdot 10^9$	$9,8 \cdot 10^{10}$
пл. «Дегелен»	удельная активность, Бк/кг	$3,1 \cdot 10^6$	$3,7 \cdot 10^6$	$5,4 \cdot 10^6$	$4,8 \cdot 10^5$
	площадная активность, Бк/м ²	$2,0 \cdot 10^8$	$2,4 \cdot 10^8$	$3,5 \cdot 10^8$	$3,1 \cdot 10^7$
пл. «Балапан»	удельная активность, Бк/кг	$1,9 \cdot 10^6$	$2,4 \cdot 10^5$	$9,4 \cdot 10^4$	$3,9 \cdot 10^4$
	площадная активность, Бк/м ²	$1,2 \cdot 10^8$	$1,6 \cdot 10^7$	$6,1 \cdot 10^6$	$2,5 \cdot 10^6$
пл. «Сары-Узень»	удельная активность, Бк/кг	$4,8 \cdot 10^5$	$2,4 \cdot 10^5$	$1,6 \cdot 10^5$	$6,9 \cdot 10^6$
	площадная активность, Бк/м ²	$3,1 \cdot 10^7$	$1,6 \cdot 10^7$	$1,0 \cdot 10^7$	$4,5 \cdot 10^8$
пл. испытания БРВ «4» и «4А»	удельная активность, Бк/кг	$3,8 \cdot 10^5$	$5,9 \cdot 10^8$	$3,0 \cdot 10^4$	$7,9 \cdot 10^5$
	площадная активность, Бк/м ²	$2,5 \cdot 10^7$	$3,8 \cdot 10^{10}$	$1,9 \cdot 10^6$	$5,1 \cdot 10^7$

Таблица 4. Результаты расчетов мощности дозы облучения косуль на территории СИП

Испытательная площадка	Мощность дозы облучения, мкГр/сут								суммарная
	внешнего				внутреннего				
	¹³⁷ Cs	⁹⁰ Sr	²⁴¹ Am	²³⁹⁺²⁴⁰ Pu	¹³⁷ Cs	⁹⁰ Sr	²⁴¹ Am	²³⁹⁺²⁴⁰ Pu	
радиоактивные выпадения в виде следов на СИП	2,8	$6,9 \cdot 10^{-6}$	$8,4 \cdot 10^{-2}$	$1,1 \cdot 10^{-2}$	13,6	120	1,28	8,41	150
«условно-фоновые» территории СИП	$3,7 \cdot 10^{-1}$	$8,2 \cdot 10^{-8}$	$2,1 \cdot 10^{-3}$	$4,3 \cdot 10^{-5}$	1,8	1,44	$3,23 \cdot 10^{-2}$	$3,31 \cdot 10^{-2}$	3,7
пл. «Опытное поле»	$6,4 \cdot 10^2$	$5,9 \cdot 10^{-3}$	$5,6 \cdot 10^3$	$1,3 \cdot 10^3$	$3,1 \cdot 10^3$	$1,0 \cdot 10^5$	$8,5 \cdot 10^4$	$9,9 \cdot 10^5$	$1,2 \cdot 10^6$
пл. «Дегелен»	$5,8 \cdot 10^3$	$5,1 \cdot 10^{-3}$	$3,8 \cdot 10^2$	$4,1 \cdot 10^{-1}$	$2,8 \cdot 10^4$	$8,9 \cdot 10^4$	$5,8 \cdot 10^3$	$3,2 \cdot 10^2$	$1,3 \cdot 10^5$
пл. «Балапан»	$3,6 \cdot 10^3$	$3,3 \cdot 10^{-4}$	6,6	$3,4 \cdot 10^{-2}$	$1,7 \cdot 10^4$	$5,7 \cdot 10^3$	$1,0 \cdot 10^2$	$2,6 \cdot 10^1$	$2,7 \cdot 10^4$
пл. «Сары-Узень»	$9,0 \cdot 10^2$	$3,3 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^1$	5,9	$4,3 \cdot 10^3$	$5,8 \cdot 10^3$	$1,7 \cdot 10^2$	$4,6 \cdot 10^3$	$1,6 \cdot 10^4$
пл. испытания БРВ «4» и «4А»	$7,1 \cdot 10^2$	$8,1 \cdot 10^{-1}$	2,1	$6,9 \cdot 10^{-1}$	$3,4 \cdot 10^3$	$1,4 \cdot 10^7$	$3,2 \cdot 10^1$	$5,2 \cdot 10^2$	$1,4 \cdot 10^7$

Из полученных данных (таблица 4), видно, что ожидаемая доза для косуль на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП может изменяться в пределах от 3,7 до 150 мкГр/сут. Основная часть дозы формируется, в основном, за счет внутреннего облучения от изотопа ⁹⁰Sr. Ожидаемая доза для косуль на «условно-фоновой» территории СИП не превысит 3,7 мкГр/сут. Необходимо отметить, что полученные данные весьма консервативны, поскольку животные при кормлении постоянно перемещаются по территории СИП. Но результаты отражают, какую дозу животные могут получить если они будут длительное время выпасаться на участках с наибольшим содержанием радионуклидов в компонентах природной среды. На территориях испытательных площадок максимальная ожидаемая доза для косуль может изменяться в пределах от $1,6 \cdot 10^4$ мкГр/сут до $1,4 \cdot 10^7$ мкГр/сут. Максимальные дозы ожидаются на территориях испытания БРВ – испытательных площадках «4» и «4А».

В работах [23, 24] предложены критерии в регламентации радиационного воздействия на биоту. Согласно шкалы радиационных эффектов на биоту в зависимости от мощности дозы хронического облучения представителей различных видов животных [24], рассчитанная доза для «условно-фоновой» территории СИП соответствует естественному радиационному фону (10^{-6} – 10^{-5} Гр/сут). Мощность дозы на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП достигает порог возникновения небольшого увеличения цитогенетических эффектов и стимуляции чувствительных позвоночных видов (10^{-4} – $5 \cdot 10^{-4}$ Гр/сут). Рассчитанные мощности дозы хронического облучения косуль на территории испытательных площадок «Опытное поле», «4» и «4А» демонстрируют риски возникновения у них таких эффектов как острая лучевая болезнь с летальным исходом в течение нескольких дней (>1 Гр/сут). Соответственно, в диапазоне доз от естественного фона до

максимально полученной дозы на этих участках можно ожидать возникновения и более слабых эффектов, а именно, небольшого увеличения цитогенетических эффектов и стимуляции чувствительных позвоночных видов (10^{-4} – $5 \cdot 10^{-4}$ Гр/сут), появления слабых эффектов на заболеваемость ($5 \cdot 10^{-4}$ – $2 \cdot 10^{-3}$ Гр/сут), появление эффектов на репродуктивные органы позвоночных организмов, снижение выживаемости эмбрионов ($2 \cdot 10^{-3}$ – $5 \cdot 10^{-3}$ Гр/сут), появление эффектов сокращения жизни позвоночных животных ($5 \cdot 10^{-3}$ – $1 \cdot 10^{-2}$ Гр/сут), сокращение жизни позвоночных животных и симптомы хронической лучевой болезни ($1 \cdot 10^{-2}$ – $1 \cdot 10^{-1}$ Гр/сут) и риск появления острой лучевой болезни ($1 \cdot 10^{-1}$ – 1 Гр/сут). Рассчитанные мощности дозы хронического облучения косуль на территории испытательной площадки «Дегелен» показывают риск возникновения острой лучевой болезни ($1 \cdot 10^{-1}$ – 1 Гр/сут) и риск возникновения промежуточных эффектов, перечисленных выше. На территории испытательных площадок «Балапан» и «Сары-Узень» ожидаемая доза может привести к сокращению жизни и появлению симптомов хронической лучевой болезни ($1 \cdot 10^{-2}$ – $1 \cdot 10^{-1}$ Гр/сут). Также не исключены промежуточные эффекты.

Согласно набору выведенных референтных уровней – DCRL («derived consideration reference level»), приведенному в публикации МКРЗ № 108 [23] для оленей (как близкого для косуль вида) рассчитанная доза на косуль для «условно-фоновых» территорий СИП соответствуют естественному радиационному фону, а на косуль, обитающих на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП имеет крайне низкую вероятность возникновения эффектов. На территории испытательных площадок «Опытное поле», «4» и «4А» при хроническом облучении максимально-возможной ожидаемой мощностью дозы имеется риск смертности от гемопоэтического синдрома, площадке «Дегелен» – риск сокращения продолжительности жизни по разным причинам, испытательных площадках «Балапан» и «Сары-Узень» – риски роста заболеваемости, сокращения продолжительности жизни и снижение репродуктивности.

В целом, несмотря на консервативный подход к расчету доз полученные значения мощности дозы внешнего облучения на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП и на «условно-фоновой» территории СИП лежат в области рассчитанных «фоновых» доз для оленей ($0,6$ мГр/сут) [28]. В совокупности с мощностью дозы внутреннего облучения суммарная мощность дозы не представляет опасности для популяций косуль, обитающих на этих участках. В свою очередь на территории отдельных площадок («Опытное поле», «4» и «4А») существуют риски возникновения довольно серьезных эффектов, вплоть до возникновения лучевой болезни с летальным исходом. Такие участки, с максимальными значениями радиационных параметров достаточно огра-

ниченны по площади, и вероятность длительного нахождения животных на таких участках низкая, но существует, при определенных обстоятельствах. Поэтому данные участки должны быть первоочередны к приведению их в безопасное состояние. В целом, по опасности рисков возникновения различных эффектов исследуемые территории можно расположить в следующий убывающий ряд: площадки испытания БРВ (4 и «4А») > пл. «Опытное поле» > пл. «Дегелен» > пл. «Балапан» > пл. «Сары-Узень» > территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП > территории СИП без радиоактивных выпадений в виде следов и испытательных площадок.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Рассчитанная мощность дозы для косуль, обитающих на «условно-фоновой» территории СИП не превысит $3,7$ мГр/сут, а для косуль, обитающих на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП не превысит 150 мГр/сут. Основная часть дозы формируется, в основном, за счет внутреннего облучения от изотопа ^{90}Sr . Согласно шкале радиационных эффектов на биоту в зависимости от мощности дозы хронического облучения представителей различных видов животных, рассчитанная доза для «условно-фоновых» территорий СИП соответствует естественному радиационному фону. Доза, рассчитанная для территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП, достигает порог возникновения небольшого увеличения цитогенетических эффектов и стимуляции чувствительных позвоночных видов. Согласно набору выведенных референтных уровней, рассчитанная доза на косуль, обитающих на «условно-фоновых» территориях СИП соответствуют естественному радиационному фону, а при дозах, рассчитанных для косуль, обитающих на территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП имеется крайне низкая вероятность возникновения эффектов. В свою очередь, на территории испытательных площадок, при самом консервативном сценарии, максимально возможные дозы могут изменяться в пределах $1,6 \cdot 10^4$ – $1,7 \cdot 10^7$ мГр/сут. Имеются риски возникновения довольно широкого диапазона эффектов, вплоть до возникновения лучевой болезни с летальным исходом (на площадках «Опытное поле», «4» и «4А»). По опасности рисков возникновения различных эффектов исследуемые территории можно расположить в следующий убывающий ряд: площадки испытания БРВ (4 и «4А») > пл. «Опытное поле» > пл. «Дегелен» > пл. «Балапан» > пл. «Сары-Узень» > территории радиоактивных выпадений в виде следов на СИП > территории СИП без радиоактивных выпадений в виде следов и испытательных площадок.

Исследования выполнены в рамках гранта № AP19675376 Министерства образования и науки Республики Казахстан.

ЛИТЕРАТУРА

1. Matuschenko, A.M. Chronological List of Nuclear Tests at the Semipalatinsk Test Site and Their Radiation Effects / A.M. Matuschenko, G.A. Tsyrvkov, A.K. Chernyshov and [et al]. // Nuclear Tests. – 1998. – P. 89–97.
2. Larionova, N.V. Transfer of radionuclides to plants of natural ecosystems at the Semipalatinsk Test Site / N.V. Larionova, S.N. Lukashenko, A.M. Kabdyrakova, A.Ye. Kunduzbayeva, A.V. Panitskiy, A.R. Ivanova // Journal of Environmental Radioactivity. – 2018. – Vol. 186. – P. 163–70. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2017.09.006>
3. Ларионова Н. В. Оценка влияния индивидуальных биологических особенностей растений на содержание отдельных химических элементов и радионуклидов / Н. В. Ларионова, Т. Е. Кожаханов, А. Р. Иванова // Вестник НЯЦ РК. – 2020. – Вып. 2 (82). – С. 160–166. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2020-2-160-166>
4. Panitskiy A.V. Nature of radioactive contamination of components of ecosystems of streamflows from tunnels of Degelen massif / Panitskiy A.V., Lukashenko S.N. // Journal of Environmental Radioactivity. – 2015. – P. 32–40. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2015.02.021>
5. Кабдыракова А.М. Распределение искусственных радионуклидов по агрегатным фракциям почв в районе проведения подземных ядерных испытаний в скважинах на площадке «Балапан» / А.М. Кабдыракова, А.Т. Меньдубаев // Вестник НЯЦ РК. – 2019. – №4. – С. 131–141. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2019-4-131-141>
6. Kabdyrakova A.M. Distribution of artificial radionuclides in particle-size fractions of soil on fallout plumes of nuclear explosions / A.M. Kabdyrakova, S.N. Lukashenko, A.T. Mendubaev, A.E. Kunduzbayeva, A.V. Panitskiy, N.V. Larionova // Journal of Environmental Radioactivity. – 2018. – Vol. 186. – P. 45–53. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2017.09.022>
7. Panitskiy A.V. ¹³⁷Cs and ⁹⁰Sr in lizards of Semipalatinsk test site / A.V. Panitskiy, S.N. Lukashenko, N.Zh. Kadyrova // Journal of Environmental Radioactivity. – 2017. – Vol. 166 P1. – P. 91–96. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2016.04.034>
8. Panitskiy, A.V. Vertical distribution of radionuclides in soils of Semipalatinsk test site / A.V. Panitskiy, A.E. Kunduzbayeva, S.A. Baygazy // NNC RK Bulletin. – 2022. – Issue3 (91). – P. 31–38. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2022-3-31-38>
9. Panitskiy, A.V. ¹³⁷Cs in the organisms of mouse-like rodents inhabited the area of nuclear weapon testing / A.V. Panitskiy, N.Zh. Kadyrova, A.B. Bazarbaeva, T.N. Tuleubaeva // NNC RK Bulletin. – 2022. – No. 4 (92). – P. 51–55. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2022-4-51-55>
10. Panitskiy A., Bazarbaeva A., Baigazy S., Alexandrovich I., Larionova N. Radioecological characteristics of Siberian roe deer (*Capreolus pygargus* Pal., 1771) inhabiting locations of nuclear weapon tests // PLoS ONE. – 2024. – Vol. 19(9): e0308518. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0308518>
11. Комплексное радиоэкологическое обследование Семипалатинского испытательного полигона: / Э.Г. Батырбеков, А.О. Айдарханов, В.А. Витюк и др. – Курчатоб: Институт радиационной безопасности и экологии РГП НЯЦ РК, 2021. – 340 с.
12. Nazarbayev NA, Shkolnik VS, Batyrbekov et al. Scientific, Technical and Engineering Work to Ensure the Safety of the Former Semipalatinsk Test Site London, 2017 304 p. III 290 ISBN 978-90-827148-1-4
13. Бахтин М.М. О некоторых признаках индикации состояния природной среды Семипалатинского полигона // Вестник НЯЦ РК. – 2002. – Вып. 3. – С. 68,
14. Сейсебаев А.Т. Хиროномиды (Diptera, chironomidae) как возможные биоиндикаторы экологического состояния водоемов / Сейсебаев А.Т., Бахтин М.М. // Вестник НЯЦ РК. – 2002. – Вып. 3. – С. 72.
15. Минкенова, К. С. Цитогенетические изменения тонконога (*koeleriagracilis*pers), произрастающего в местах испытания боевых радиоактивных веществ на Семипалатинском испытательном полигоне / К. С. Минкенова, Ж. А. Байгазинов, С. Н. Лукашенко, А. Н. Мамырбаева, К. С. Каримбаева. // Радиоэкология. Радиобиология. – М.: 2017.
16. Кадырова Н.Ж., Жапбасов Р.Ж. Радиобиологические и цитогенетические аспекты последствий хронического воздействия ионизирующих излучений Семипалатинского испытательного полигона на природные популяции растений и животных // Монография, Павлодар, 2019, 312 с.
17. Минкенова К.С. Цитогенетические эффекты у тонконога тонкого с площадки, где проводили испытания боевых радиоактивных веществ на Семипалатинском испытательном полигоне / К.С. Минкенова, Ж.А. Байгазинов, С.А. Гераськин, А.Н. Переволоцкий // Радиационная биология. Радиоэкология. Москва. – 2020. – Т. 60. – № 3. – С. 249–264. <https://doi.org/10.31857/S0869803120030078>
18. Бахтин М.М. Цитогенетическое изучение природных популяций хиროномид (*Diptera, Chironomidae*) открытых водоемов бывшего СИП. Автореферат диссертации на соискание ученой степени кандидата биологических наук, Радиобиология, Гидробиология, № 6-179, 2002 год, Алматы.
19. Шатров, А.Н. Оценка дозовых нагрузок у природных популяций животных Семипалатинского полигона / А.Н. Шатров, А.В. Топорова, Н.Ж. Кадырова, А.В. Паницкий, Р.Ж. Жапбасов // Астана медициналык журналы. – 2019. – № 2 (100). – С. 656-661.
20. Panitskiy, A. Bioaccumulation of radionuclides in hoofed animals inhabiting the Semipalatinsk Test Site / Andrey Panitskiy, Asem Bazarbaeva, Symbat Baigazy, Yelena Polivkina, Ivan Alexandrovich, Mariya Abisheva // PLOS ONE. – 2023. – 16 p. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0294632>
21. Beresford, N.A., M. Balonov, K. Beaugelin-Seiller, J. Brown, D. Copplestone, J.L. Hingston, J. Horyna, A. Hosseini, B.J. Howard, S. Kamboj, T. Nedveckaite, G. Olyslaegers, T. Sazykina, J. Vives i Batlle, T.L. Yankovich and C. Yu. An international comparison of models and approaches for the estimation of the radiological exposure of non-human biota // Appl. Radiat. Isot. – 2008. – Vol. 66(11). – P. 1745–1749. <https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2008.04.009>
22. Практические рекомендации по вопросам оценки радиационного воздействия на человека и биоту. Под общей редакцией И.И. Линге и И.И. Крышева. – Москва. – 2015. – 265 с.
23. Environmental protection: the concept and use of Reference Animals and Plants // ICRP Publication 108, Annals of the ICRP. – 2008. – Vol. 38. – P. 4–6.

24. Крышев И.И., Сазыкина Т.Г. Радиационная безопасность окружающей среды: необходимость гармонизации российских и международных нормативно-методических документов с учетом требований федерального законодательства и новых международных основных норм безопасности ОНБ-2011. // Радиация и риск. – 2013. – Т. 22. – №1. – С. 47-61.
 25. Кундузбаева А.Е., Осинцев А.Ю., Лукашенко С.Н., Магашева Р.Ю. Формы нахождения искусственных радионуклидов в почвах испытательной площадки боевых радиоактивных веществ // Актуальные вопросы радиоэкологии Казахстана [Сб. тр. Национального ядерного центра РК за 2011-2012 г.] / под рук. Лукашенко С.Н. – Павлодар: Дом печати, 2013. – Т. 2. – Вып. 4. – С. 167-180. – ISBN 978-601-7112-74-5.
 26. Отчет по Республиканской бюджетной программе 036 «Развитие атомных и энергетических проектов», подпрограмма 101 «Обеспечение радиационной безопасности на территории Республики Казахстан», мероприятия 1 «Обеспечение безопасности бывшего Семипалатинского испытательного полигона» за 2021 год: Отчет (информационный) / Филиал «институт радиационной безопасности и экологии» РГП НЯЦ РК: рук. Работ Умаров М.А. – Курчатов, – Прил.: А, Б, В. – 5313 с.
 27. Handbook of parameter values for the prediction of radionuclide transfer to wildlife. – Vienna: International Atomic Energy Agency, 2014. p.; 24 cm. – (Technical reports series, ISSN 0074-1914; no. 479) STI/DOC/010/479 ISBN 978-92-0-100714-8
 28. Gomez-Ros, J.M., Prohl, G., Taranenko, V. Estimation of internal and external exposures of terrestrial reference organisms to natural radionuclides in the environment // J. Radiol. Prot. – 2004. – Vol. 24. – A79–A88.
- REFERENCES**
1. Matuschenko, A.M. Chronological List of Nuclear Tests at the Semipalatinsk Test Site and Their Radiation Effects / A.M. Matuschenko, G.A. Tsyrov, A.K. Chernyshov and [et al.]. // Nuclear Tests. – 1998. – P. 89–97.
 2. Larionova, N.V. Transfer of radionuclides to plants of natural ecosystems at the Semipalatinsk Test Site / N.V. Larionova, S.N. Lukashenko, A.M. Kabdyrakova, A.Ye. Kunduzbayeva, A.V. Panitskiy, A.R. Ivanova // Journal of Environmental Radioactivity. – 2018. – Vol. 186. – P. 163–70. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2017.09.006>
 3. Larionova N. V. Otsenka vliyaniya individual'nykh biologicheskikh osobennostey rasteniy na sodержание ot del'nykh khimicheskikh elementov i radionuklidov / N. V. Larionova, T. E. Kozhakhhanov, A. R. Ivanova // Vestnik NYaTs RK. – 2020. – No. 2 (82). – P. 160–166. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2020-2-160-166>
 4. Panitskiy A.V. Nature of radioactive contamination of components of ecosystems of streamflows from tunnels of Degelen massif / Panitskiy A.V., Lukashenko S.N. // Journal of Environmental Radioactivity. – 2015. – P. 32–40. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2015.02.021>
 5. Kabdyrakova A.M. Raspre delenie iskusstvennykh radionuklidov po agregatnym fraktsiyam pochv v rayone provedeniya podzemnykh yadernykh ispytaniy v skvazhinakh na ploshchadke «Balapan» / A.M. Kabdyrakova, A.T. Men'dubaev // Vestnik NYaTs RK. – 2019. – No. 4. – P. 131–141. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2019-4-131-141>
 6. Kabdyrakova A.M. Distribution of artificial radionuclides in particle-size fractions of soil on fallout plumes of nuclear explosions / A.M. Kabdyrakova, S.N. Lukashenko, A.T. Mendubaev, A.E. Kunduzbayeva, A.V. Panitskiy, N.V. Larionova // Journal of Environmental Radioactivity. – 2018. – Vol. 186. – P. 45–53. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2017.09.022>
 7. Panitskiy A.V. 137Cs and 90Sr in lizards of Semipalatinsk test site / A.V. Panitskiy, S.N. Lukashenko, N.Zh. Kadyrova // Journal of Environmental Radioactivity. – 2017. – Vol. 166 P1. – P. 91–96. <https://doi.org/10.1016/j.jenvrad.2016.04.034>
 8. Panitskiy, A.V. Vertical distribution of radionuclides in soils of Semipalatinsk test site / A.V. Panitskiy, A.E. Kunduzbayeva, S.A. Baygazy // NNC RK Bulletin. – 2022. – No. 3 (91). – P. 31–38. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2022-3-31-38>
 9. Panitskiy, A.V. 137Cs in the organisms of mouse-like rodents inhabited the area of nuclear weapon testing / A.V. Panitskiy, N.Zh. Kadyrova, A.B. Bazarbaeva, T.N. Tuleubaeva // NNC RK Bulletin. – 2022. – No. 4 (92). – P. 51–55. <https://doi.org/10.52676/1729-7885-2022-4-51-55>
 10. Panitskiy A., Bazarbaeva A., Baigazy S., Alexandrovich I., Larionova N. Radioecological characteristics of Siberian roe deer (*Capreolus pygargus* Pal., 1771) inhabiting locations of nuclear weapon tests // PLoS ONE. – 2024. – Vol. 19(9): e0308518. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0308518>
 11. Kompleksnoe radioekologicheskoe obsledovanie Semipalatinskogo ispytatel'nogo poligona: / E.G. Batyrbekov, A.O. Aydarkhanov, V.A. Vityuk i dr. – Kurchatov: Institut radiatsionnoy bezopasnosti i ekologii RGP NYaTs RK, 2021. – 340 p.
 12. Nazarbayev NA, Shkolnik VS, Batyrbekov et al. Scientific, Technical and Engineering Work to Ensure the Safety of the Former Semipalatinsk Test Site London, 2017 304 p. III 290 ISBN 978-90-827148-1-4
 13. Bakhtin M.M. O nekotorykh priznakakh indikatsii sostoyaniya prirodnoy sredy Semipalatinskogo poligona // Vestnik NYaTs RK. – 2002. – No. 3. – P. 68,
 14. Seysebaev A.T. Khironomidy (Diptera, chironomidae) kak vozmozhnye bioindikatory ekologicheskogo sostoyaniya vodoemov / Seysebaev A.T., Bakhtin M.M. // Vestnik NYaTs RK. – 2002. – No. 3. – P. 72.
 15. Minkenova, K. S. Tsitogeneticheskie izmeneniya tonkonoga (koeleriagracilis pers), proizrastayushchego v mestakh ispytaniya boevykh radioaktivnykh veshchestv na Semipalatinskom ispytatel'nom poligone / K. S. Minkenova, Zh. A. Baygazinov, S. N. Lukashenko, A. N. Mamyrbayeva, K. S. Karimbaeva. // Radioekologiya. Radiobiologiya. – Moscow: 2017.
 16. Kadyrova N.Zh., Zhabbasov R.Zh. Radiobiologicheskie i tsitogeneticheskie aspekty posledstviy khronicheskogo vozdeystviya ioniziruyushchikh izlucheniy Semipalatinskogo ispytatel'nogo poligona na prirodnye populyatsii rasteniy i zhivotnykh // Monografiya, Pavlodar, 2019, 312 p.
 17. Minkenova K.S. Tsitogeneticheskie efekty u tonkonoga tonkogo s ploshchadki, gde provodili ispytaniya boevykh radioaktivnykh veshchestv na Semipalatinskom ispytatel'nom poligone / K.S. Minkenova, Zh.A. Baygazinov, S.A. Geras'kin, A.N. Perevolotskiy // Radiatsionnaya biologiya. Radioekologiya. Moskva. – 2020. – T. 60. –

- No. 3. – P. 249–264.
<https://doi.org/10.31857/S0869803120030078>
18. Bakhtin M.M. Tsitogeneticheskoe izuchenie prirodnykh populyatsiy khironomid (Diptera, Chironomidae) otkrytykh vodoemov byvshego SIP. Avtoreferat dissertatsii na soiskanie uchenoy stepeni kandidata biologicheskikh nauk, Radiobiologiya, Gidrobiologiya, No. b-179, 2002 god, Almaty.
 19. Shatrov, A.N. Otsenka dozovykh nagruzok u prirodnykh populyatsiy zhivotnykh Semipalatinskogo poligona / A.N. Shatrov, A.V. Toporova, N.Zh. Kadyrova, A.V. Panitskiy, R.Zh. Zhabbasov // Astana meditsinalyк zhurnaly. – 2019. – No. 2 (100). – P. 656–661.
 20. Panitskiy, A. Bioaccumulation of radionuclides in hoofed animals inhabiting the Semipalatinsk Test Site / Andrey Panitskiy, Asem Bazarbaeva, Symbat Baigazy, Yelena Polivkina, Ivan Alexandrovich, Mariya Abisheva // PLOS ONE. – 2023. – 16 p. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0294632>
 21. Beresford, N.A., M. Balonov, K. Beaugelin-Seiller, J. Brown, D. Copplestone, J.L. Hingston, J. Horyna, A. Hosseini, B.J. Howard, S. Kamboj, T. Nedveckaite, G. Olyslaegers, T. Sazykina, J. Vives i Batlle, T.L. Yankovich and C. Yu. An international comparison of models and approaches for the estimation of the radiological exposure of non-human biota // Appl. Radiat. Isot. – 2008. – Vol. 66(11). – P. 1745–1749.
<https://doi.org/10.1016/j.apradiso.2008.04.009>
 22. Prakticheskie rekomendatsii po voprosam otsenki radiatsionnogo vozdeystviya na cheloveka i biotu. Pod obshchey redaktsiey I.I. Linge i I.I. Krysheva. – Moscow. – 2015. – 265 p.
 23. Environmental protection: the concept and use of Reference Animals and Plants // ICRP Publication 108, Annals of the ICRP. – 2008. – Vol. 38. – P. 4–6.
 24. Kryshev I.I., Sazykina T.G. Radiatsionnaya bezopasnost' okruzhayushchey sredy: neobkhodimost' garmonizatsii rossiyskikh i mezhdunarodnykh normativno-metodicheskikh dokumentov s uchedom trebovaniy federal'nogo zakonodatel'stva i novykh mezhdunarodnykh osnovnykh norm bezopasnosti ONB-2011. // Radiatsiya i risk. – 2013. – Vol. 22. – No. 1. – P. 47–61.
 25. Kunduzbaeva A.E., Osintsev A.Yu., Lukashenko S.N., Magasheva R.Yu. Formy nakhozhdeniya iskusstvennykh radionuklidov v pochvakh ispytatel'noy ploshchadki boevykh radioaktivnykh veshchestv // Aktual'nye voprosy radioekologii Kazakhstana [Sb. tr. Natsional'nogo yadernogo tsentra RK za 2011–2012 g.] / pod ruk. Lukashenko S.N. – Pavlodar: Dom pečhati, 2013. – Vol. 2. – No. 4. – P. 167–180. ISBN 978-601-7112-74-5
 26. Otchet po Respublikanskoy byudzhetnoy programme 036 «Razvitie atomnykh i energeticheskikh proektov», podprogramma 101 «Obespechenie radiatsionnoy bezopasnosti na territorii Respubliki Kazakhstan», meropriyatie 1 «Obespechenie bezopasnosti byvshego Semipalatinskogo ispytatel'nogo poligona» za 2021 god: Otchet (informativnyy) / Filial «institut radiatsionnoy bezopasnosti i ekologii» RGP NYaTs RK: ruk. Rabot Umarov M.A. – Kurchatov, – Pril.: A, B, V. – 5313 p.
 27. Handbook of parameter values for the prediction of radionuclide transfer to wildlife. – Vienna: International Atomic Energy Agency, 2014. p.: 24 cm. – (Technical reports series, ISSN 0074–1914; No. 479) STI/DOC/010/479 ISBN 978–92–0–100714–8
 28. Gomez-Ros, J.M., Prohl, G., Taranenko, V. Estimation of internal and external exposures of terrestrial reference organisms to natural radionuclides in the environment // J. Radiol. Prot. – 2004. – Vol 24. – A79– A88.
-

СЕМЕЙ СЫНАҚ ПОЛИГОНЫНЫҢ АУМАҒЫНДА ТАБИҒИ ЖАҒДАЙДА ӨМІР СҮРЕТІН СІБІР ЕЛІГІ ҮШІН (*CAPREOLUS PYGARGUS* PAL., 1771) РАДИОЭКОЛОГИЯЛЫҚ ҚАТЕРДІ БАҒАЛАУ

А. В. Паницкий*, С. А. Байгазы, И. А. Александрович

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

* Байланыс үшін E-mail: panitskiy@nnc.kz

Мақалада Сібір еліктерінің табиғи популяциясындағы дозалық жүктемелерді бағалау нәтижелері келтірілген (*Capreolus pygargus* Pal., 1771), Семей сынақ полигонының аумағында тұрады. ССП-ның «шартты-фондық» аумағында мекендейтін еліктер үшін дозаның есептелген күтілетін қуаты тәулігіне 3,7 мкГр-ден аспайды, ал ССП-дағы іздер түріндегі радиоактивті түсулер орын алған аумақта мекендейтін еліктер үшін тәулігіне 150 мкГр-ден аспайды. Дозаның негізгі бөлігі ^{90}Sr изотопынан ішкі сәулелену арқылы қалыптасады. Жануарлардың әртүрлі түрлерінің өкілдерінің созылмалы сәулелену дозасының қуатына байланысты биотадағы радиациялық әсерлер шкаласына сәйкес ССП «шартты-фондық» аумақтары үшін есептелген дозасы табиғи радиациялық фонға сәйкес келеді. ССП-дағы іздер түрінде радиоактивті түсулер орын алған аумақта күтілетін доза цитогенетикалық әсерлердің шамалы ұлғаюының және сезімтал омыртқалылардың түрлерін ынталандырудың пайда болу шегіне жетуі мүмкін. Шығарылған референттік деңгейлер жиынтығына сәйкес, ССП-ның «шартты-фондық» аумақтарында мекендейтін еліктерге есептелген доза табиғи радиациялық фонға сәйкес келеді, ал ССП-да іздер түрінде радиоактивті түсу орын алған аумақта мекендейтін еліктерге есептелген дозаларда әсерлердің пайда болу ықтималдығы өте төмен. Өз кезегінде, ССП техникалық алаңдарының аумағында, ең консервативті сценариймен, мүмкін болатын ең жоғары дозалар тәулігіне $1,6 \cdot 10^4 - 1,7 \cdot 10^7$ мкГр шегінде өзгеруі мүмкін. Өлімге алып келетін сәуле ауруының пайда болуына дейін әсерлердің кең ауқымының пайда болу («Тәжірибе даласы», «4» және «4А» техникалық алаңдарында) қаупі бар. Түрлі әсерлердің туындау қатерінің қауіптілігі бойынша зерттелетін аумақтарды келесі кему қатарында орналастыруға болады: ӨРЗ («4» және «4А») сынақ алаңдары > «Тәжірибе даласы» алаңы > «Дегелең» алаңы > «Балапан» алаңы > «Сары-Өзен» алаңы > ССП-дағы іздер түріндегі радиоактивті түсу орын алған аумақтар > ССП-дағы іздер мен сынақ алаңдары түріндегі радиоактивті түсулер болмаған аумақтар.

Түйін сөздер: радиэкология, радиобиология, еліктер, дозалық жүктемелер, Семей сынақ полигоны.

ASSESSMENT OF RADIOECOLOGICAL RISKS FOR SIBERIAN ROE DEER (*CAPREOLUS PYGARGUS* PAL., 1771) LIVING IN NATURAL CONDITIONS IN THE SEMIPALATINSK TEST SITE AREA

A. V. Panitskiy*, S. A. Baigazy, I. A. Alexandrovich

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

* E-mail for contacts: panitskiy@nnc.kz

The article presents the findings on assessment of dose loads in the natural population of Siberian roe deer (*Capreolus pygargus* Pal., 1771) living in the Semipalatinsk Test Site area. The calculated expected dose rate for roe deer living in the "conditionally background" area of the STS will not exceed 3.7 $\mu\text{Gy/day}$, while for those in areas affected by radioactive fallout plumes, it will not exceed 150 $\mu\text{Gy/day}$. The main contribution to the dose comes from internal exposure to ^{90}Sr . According to radiation effect scales for biota, depending on the dose rate of chronic exposure in various animal species, the calculated dose for the "conditionally background" areas of the STS correspond to natural background radiation. In areas with radioactive fallout plumes at the STS, the expected dose may reach the threshold for minor cytogenetic effects and stimulation in sensitive vertebrate species. According to the set of derived reference levels, the calculated dose for roe deer living in the "conditionally background" areas of the STS correspond to natural background radiation. In contrast, the doses calculated for roe deer living in areas with radioactive fallout plumes at the STS indicate an extremely low probability of any biological effects. At the technical sites of the STS, under the most conservative exposure scenario, the maximum possible dose rates may range from $1.6 \cdot 10^4 - 1.7 \cdot 10^7$ $\mu\text{Gy/day}$. There are risks of a fairly wide range of effects, up to the occurrence of fatal radiation sickness (at the "Experimental Field", "4" and "4A" technical sites). According to the risk of various effects, the studied areas can be arranged in the following decreasing order: RWA test sites ("4" and "4A") > Experimental Field test locations > Degelen test locations > Balapan test locations > Sary-Uzen test locations > area of radioactive fallout plumes at the STS > areas of the STS without radioactive fallout plumes and test locations.

Keywords: radioecology, radiobiology, roe deer, dose loads, Semipalatinsk Test Site.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-211-218>

УДК: 620.92, 620.93, 662.769

ОПТИМИЗАЦИЯ УСЛОВИЙ СПЕКАНИЯ СИСТЕМЫ LaNi₅-Al ДЛЯ ВОДОРОДО-АККУМУЛИРУЮЩИХ СИСТЕМ ПУТЕМ ТЕРМОДИНАМИЧЕСКОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ

А. Ж. Миниязов^{1,2}, М. К. Скаков¹, Н. М. Мухамедова^{2*}, Ж. Н. Оспанова², Б. Е. Бекмагамбетова²

¹ РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан», Курчатов, Казахстан

² «Центр технологических компетенций в сфере водородной энергетики» филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан

* E-mail для контактов: bakayeva@nnc.kz

В данной работе представлены результаты моделирования фазовых равновесий в системе La-Ni-Al с использованием программного обеспечения Thermo-Calc. Целью расчетов являлась оптимизация состава и режимов спекания материалов, легированных алюминием, с целью сохранения структуры типа CaCu₅ и обеспечения стабильных гидридообразующих свойств. Были построены сечения фазовых диаграмм при температурах 750–950 °С для содержаний 5–20 мас.% Al, а также рассчитаны соответствующие термодинамические параметры, включая энергию Гиббса и энтальпию. Результаты показали, что при содержании 5–10 мас.% Al сохраняется фазовое поле LaNi₅ с минимальным количеством вторичных фаз, тогда как при 15–20 мас.% наблюдается формирование интерметаллидов NiAl (ОЦК_B2) и редкоземельных соединений La₂Ni₇, а также появление жидкой фазы. Проведенный расчет по правилу Шайле показал перераспределение алюминия в жидкой фазе при превышении критического порога – 10 мас.%, что приводит к разрушению исходной структуры и ухудшению водородных характеристик материала. Полученные данные позволяют определить оптимальные условия синтеза и легирования для создания эффективных металлгидридных накопителей водорода нового поколения.

Ключевые слова: материалы для хранения водорода, термодинамическое моделирование, LaNi₅, легирование алюминием, фазы ОЦК_B2, метод CALPHAD, Thermo-Calc.

ВВЕДЕНИЕ

Состояние мировой энергетики, основанной на традиционных углеводородных источниках, оценивается как предкризисное, даже по оптимистичным прогнозам. Это связано с исчерпаемостью этих ресурсов и растущим негативным воздействием на окружающую среду, что подчеркивает необходимость перехода к возобновляемым источникам энергии [1, 2]. Водородная энергия наряду с другими альтернативными источниками энергии имеет высокие перспективы применения. Развитие водородной энергетики также способствует решению главных задач по снижению выброса парниковых газов, повышению энергетической и экологической безопасности [3, 4]. Для стран, имеющих компетенции и инфраструктуру в этой области, водородная энергетика может стать одним из ключевых основ обеспечения энергетической безопасности. Активный темп развития водородной энергетики образует новый мировой рынок в энергетике.

Получение, хранение и дальнейшее использование водорода в качестве топлива – это ключевые проблемы в развитии водородной экономики в целом. Основная причина, связанная с получением водорода, заключается в его экологически чистой генерации без углеродного следа. В случае мобильного хранения и транспортировки полученного сырья возрастает интерес к новым многокомпонентным сплавам, позволяющим накапливать водород в себе в химически связанном состоянии [5–9].

В настоящее время в Национальном ядерном центре РК ведутся работы в области развития водородной энергетики, в том числе разработка технологий и материалов для хранения водорода [10–12].

Среди многочисленных металлгидридных материалов особое внимание уделяется интерметаллидам с гексагональной структурой типа CaCu₅, в частности системе LaNi₅, благодаря ее высокой обратимой водородной емкости (до 1,5 мас.%), приемлемому рабочему давлению (2 атм при 25 °С) и стабильному температурному диапазону эксплуатации [13–15].

Однако эксплуатация LaNi₅ сопровождается рядом ограничений: деградацией сорбционной емкости при многократном циклировании, образованием поверхностных оксидов, ухудшением теплопередачи и повышенной чувствительностью к загрязнению газовой среды [16–18]. Кроме того, термодинамические параметры гидрирования, такие как энтальпия образования гидрида и равновесное давление, требуют дополнительной коррекции для повышения эффективности материала [19].

Одним из перспективных путей улучшения характеристик LaNi₅ является частичное замещение атомов никеля алюминием. Исследования последних лет показывают, что легирование алюминием ($x=0,1-0,5$ в LaNi_{5-x}Al_x) приводит к снижению равновесного давления десорбции [20–22]. В работе [21] авторы показали, что введение 0,3 ат.% Al снижает гистерезис и ускоряет кинетику первого гидрирования, а авторы в работе [22] отметили улучшение микроструктурной стабильности. Исследования в работе [23]

подтвердили положительное влияние алюминия на активацию материала при низких давлениях.

Тем не менее оптимальное содержание алюминия и режимы синтеза (температура и давление спекания, скорость охлаждения, параметры микроструктуры) остаются недостаточно изученными [24]. Для их обоснования требуется комплексный подход, включающий экспериментальные исследования и термодинамическое моделирование.

Методы CALPHAD позволяют прогнозировать фазовый состав системы La-Ni-Al при различных технологических параметрах, выявлять термодинамически стабильные фазы и минимизировать образование нежелательных соединений [25–28].

Целью настоящего исследования является термодинамическое моделирование системы La-Ni-Al с последующей оптимизацией режимов синтеза интерметаллидов типа LaNi₅, легированных алюминием, для создания металлгидридных материалов с улучшенными эксплуатационными характеристиками для хранения водорода.

Научная новизна работы заключается в комплексном применении CALPHAD-моделирования и анализа фазовых превращений в системе La-Ni-Al для целенаправленной оптимизации состава и технологических режимов спекания, что позволяет прогнозировать и управлять свойствами материала еще на этапе проектирования.

МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

В данном исследовании использовалось термодинамическое моделирование системы La-Ni-Al с помощью программного обеспечения Thermo-Calc 2025a для расчета фазовых равновесий, термодинамических функций и диаграмм состояния. Расчеты проводились в рамках CALPHAD-подхода, основанного на минимизации полной энергии Гиббса многокомпонентной системы:

$$G^{tot} = \sum_i x_i G_i^0 + RT \sum_i x_i \ln x_i + G^{excess}, \quad (1)$$

где x_i – мольная доля компонента i ; G_i^0 – стандартная молярная энергия Гиббса; $RT \sum_i x_i \ln x_i$ – идеальный вклад смешения; G^{excess} – избыточная энергия, учитывающая взаимодействия между компонентами.

Для каждой фазы использовалась подрешеточная модель, описывающая распределение атомов La, Ni и Al в кристаллической решетке. Минимизация энергии Гиббса позволяет определить стабильный фазовый состав при заданных температуре (T), давлении (P) и общем составе системы.

Температурные зависимости фазовых долей ($\varphi_i(T)$) по формуле:

$$\varphi_i = \frac{n_i}{\sum_j n_j}, \quad (2)$$

где n_i – количество вещества i -й фазы.

Для анализа начала и конца плавления в сплавах используется критерий равновесного состояния фаз, получаемый из условия минимизации Гиббса:

$$\sum \mu_i^{жидк.} = \sum \mu_i^{тверд.}, \quad (3)$$

где химический потенциал каждой фазы:

$$\mu_i = \left(\frac{\partial G^{tot}}{\partial n_i} \right)_{T,P,n_{j \neq i}}. \quad (4)$$

По этим условиям Thermo-Calc рассчитывает линию ликвидус (начало плавления) и линию солидус (окончание плавления) при изменении содержания Al. При расчете фазового состава определяется доля каждой фазы по формуле:

$$\varphi_i(T) = \frac{n_i(T)}{\sum_j n_j(T)}, \quad (5)$$

где $n_j(T)$ – количество вещества i -й фазы при температуре T . Это позволяет построить кривые фазовых превращений при спекании.

При моделировании неравновесного затвердевания использовалось уравнение Шайля:

$$C_L = C_0 (1 - f_S)^{k-1}, \quad C_S = k C_L, \quad (6)$$

где C_L – концентрация элемента в жидкой фазе; C_S – концентрация элемента в твердой фазе; C_0 – начальная концентрация; f_S – доля затвердевшей фазы; k – коэффициент распределения (partition coefficient).

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

1. Расчет равновесного состояния с использованием функции Гиббса

Для оценки влияния алюминия на фазовый состав и стабильность системы La-Ni-Al были построены равновесные диаграммы состояния. Расчеты выполнены в диапазоне температур от 300 до 1500 К [29–31], что позволяет охватить как режимы спекания, так и возможные эксплуатационные условия материала. В упомянутых ранее работах рассматривались аналогичные температурные области, однако фазовые границы не были детально определены, а выводы основывались преимущественно на экспериментальных данных. Особое внимание на термодинамической диаграмме рисунка 1 уделено области, соответствующей составам, близким к стехиометрии LaNi₅, где формируются целевые водородоаккумулирующие фазы: Al + LaNi₅, ОЦК_B2-типа фазы [32].

В нижней части диаграммы, где содержание алюминия минимально, отчетливо выделяется область двухфазного равновесия Al + LaNi₅, что соответствует составам, близким к стехиометрии LaNi₅. Эта зона является первой целевой, так как именно здесь формируется фаза LaNi₅ с минимальным количеством сопутствующих фаз.

С увеличением доли алюминия (до 5–10 мас.% Al) фазовое поле LaNi₅ постепенно сужается, а в

равновесии начинают появляться ОЦК В2-типа фазы и интерметаллиды Laves-типа (C15_Laves). При содержании алюминия является второй целевой зоной около 15–20 мас.% формируется тройное равновесие ОЦК В2 + LaNi_5 + L12_ГЦК, что свидетельствует о перераспределении Ni и La в сторону более стабильных соединений с участием алюминия.

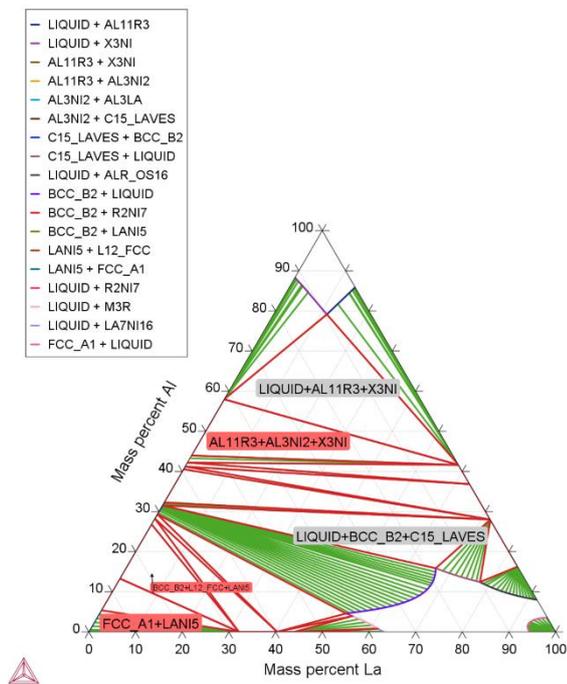


Рисунок 1. Термодинамическая диаграмма фазового равновесия системы La-Ni-Al

В центральной части диаграммы (30–50 мас.% Al) появляются многокомпонентные области, содержащие жидкую фазу (LIQUID), соединения типа $\text{Al}_{11}\text{Ni}_3$, Al_3Ni_2 и сложные никелидные фазы La_3Ni , AlNi_3 , $(\text{Al,La})_3\text{Ni}$. Эти зоны указывают на то, что при избыточном алюминии стабильность решетки LaNi_5 резко снижается, и формируются новые алюминиевые интерметаллиды.

Таким образом, из анализа фазовой диаграммы видно, что допустимое количество алюминия, при котором сохраняется стабильность LaNi_5 -подобной фазы, ограничено узким диапазоном (от 5 до 20 мас.% Al). При большем легировании начинается образование вторичных фаз, которые могут ухудшить водородоаккумулирующие свойства [33].

Таблица 2. Равновесный фазовый состав и термодинамические параметры системы La-Ni-Al при 1000 K в зависимости от содержания Al

Al, мас.%	Основные стабильные фазы	Доля фаз, об. %	Энергия Гиббса, Дж	Энтальпия, Дж	Ключевые особенности
5	LaNi_5 (58%), L12_ГЦК (37%), ГЦК_A1 (4%)	58 / 37 / 4	-75 945	-13 229	целевая фаза LaNi_5 преобладает, структура стабильна
10	LaNi_5 (53%), ОЦК_B2 (42%), L12_ГЦК (5%)	53 / 42 / 5	-84 920	-23 650	появляется Ni-Al (ОЦК_B2), но LaNi_5 сохраняется
15	ОЦК_B2 (62%), La_2Ni_7 (38%)	62 / 38	-92 274	-32 295	LaNi_5 исчезает, формируются Ni-Al и La_2Ni_7
20	ОЦК_B2 (68%), LIQUID (32%)	68 / 32	-98 514	-36 346	появляется жидкая фаза, разрушение фазового поля LaNi_5

2. Термодинамическое моделирование равновесия для отдельных стехиометрических диапазонов

Для уточнения влияния алюминия на фазовый состав вблизи технологически значимых температур был проведен расчет равновесий в диапазоне 750–950 °C, который соответствует рекомендуемым режимам спекания системы La-Ni-Al . Такой температурный интервал выбран с учетом того, что при более низких температурах кинетика диффузии, как видно из рисунка 1 становится ограничивающей, а при превышении 950 °C возрастает риск появления жидкой фазы и образования нежелательных соединений.

Для каждого рассчитанного нами состава 5, 10, 15 и 20 мас.% Al, указанных в таблице 1, были построены температурные сечения фазовых диаграмм, отражающие стабильность целевой фазы LaNi_5 и возможное формирование дополнительных интерметаллидных фаз (ОЦК_B2, C15_Laves, L12_ГЦК).

Таблица 1. Доля содержания каждого элемента в системе La-Ni-Al

Содержание, мас. %			Описание состояния системы
La	Ni	Al	
19,2	75,8	5,0	минимальное легирование, ожидается сохранение LaNi_5 -подобной фазы
19,2	70,8	10,0	начало сужения области стабильности LaNi_5
19,2	65,8	15,0	появление ОЦК_B2 и Laves фаз
19,2	60,8	20,0	образование многокомпонентных алюминиевых интерметаллидов

Далее для анализа термодинамических характеристик системы La-Ni-Al при различных концентрациях алюминия были выполнены расчеты с использованием модуля Equilibrium Calculator в программном комплексе Thermo-Calc. В каждом случае задавался общий состав системы (согласно таблице 1) по формулам (2)–(5), количество вещества 1 моль и фиксированная температура в выбранном диапазоне (750–950 °C). В таблице ниже представлены результаты термодинамических расчетов системы La-Ni-Al при содержании алюминия от 5 до 20 мас.% и температуре 1000 K (≈ 727 °C).

Проведенные расчеты показали, что при легировании алюминием до 5–10 мас.% в системе La-Ni-Al сохраняется стабильность целевой фазы LaNi_5 , которая составляет более половины фазового объема (58% при 5 мас.% Al и 53% при 10 мас.% Al).

Это согласуется с данными [13], где отмечено, что малое количество алюминия способствует частичному замещению никеля без разрушения гексагональной структуры интерметаллида и лишь незначительно изменяет водородоаккумулирующие свойства.

При дальнейшем увеличении содержания алюминия до 15 мас.% происходит исчезновение фазы LaNi₅ и образование новых равновесных соединений Ni-Al интерметаллида ОЦК_B2 (62%) и редкоземельного интерметаллида La₂Ni₇ (38%). Аналогичные тенденции наблюдались в работах [34, 35], где показано, что чрезмерное замещение никеля алюминием снижает стабильность LaNi₅, увеличивает долю фаз Laves-типа и ухудшает водородопоглощение.

При 20 мас.% Al структура полностью разрушается – появляется жидкая фаза (32%), что указывает на потерю стабильности интерметаллида и переход системы в область Ni-Al расплавов. Подобные выводы делали [36], где отмечено, что критический предел легирования алюминием для сохранения гидридообразующих свойств не превышает 10 мас.%.

Дополнительно анализ термодинамических параметров (энергии Гиббса и энтальпии) показывает, что с ростом содержания алюминия система становится термодинамически более стабильной, однако эта стабильность связана с образованием фаз, не обладающих требуемыми водородоаккумулирующими характеристиками. Таким образом, оптимальный диапазон легирования алюминием ограничен 5–10 мас.%, при котором достигается баланс между повышением термической стабильности и сохранением фазового поля LaNi₅. Для наглядного представления полученные данные по фазовому составу при различном содержании алюминия отражены на диаграмме зависимости фазового состава от легирования на рисунке 2, где показана эволюция фаз LaNi₅, ОЦК_B2 и вторичных соединений.

Таким образом, достигнув порога в 10 мас.% Al, система La-Ni-Al начинает претерпевать качественные фазовые перестройки. Это связано с тем, что алюминий, имеющий меньший атомный радиус и более высокую химическую активность к никелю, вытесняет никель из гексагональной решетки LaNi₅, нарушая ее упорядоченность и приводя к зарождению фаз с иной симметрией – в первую очередь ОЦК_B2 и соединений Laves-типа [37].

Кроме того, увеличение доли алюминия изменяет термодинамическую кривую Гиббса, смещая энергетический минимум в область Ni-Al фаз. В результате энергетически выгоднее формировать алюминиды никеля, а не редкоземельные интерметаллиды типа LaNi₅. Важно отметить, что подобное разрушение фазового поля наблюдается и в ряде других редкоземельных систем (например, La-Ni-Si, La-Ni-Fe), где превышение оптимальной концентрации легирующего элемента приводит к потере гидридообразующей способности [38]. В нашем случае превышение 10 мас.% Al является критическим, так как алюминий не только изменяет электронную концентрацию решетки, но и существенно снижает содержание никеля, необходимого для стабилизации структуры типа CaCu₅.

С учетом выявленного критического предела легирования алюминием, особое значение приобретает температурный режим спекания, поскольку именно он определяет, какие фазы будут стабилизированы при охлаждении. Диапазон 750–950 °С (1023–1223 K) является наиболее технологически значимым: с одной стороны, он достаточно высок для активного диффузионного перераспределения атомов, но с другой – ниже области интенсивного плавления, что позволяет формировать более однородную микроструктуру без образования избытка жидкой фазы.

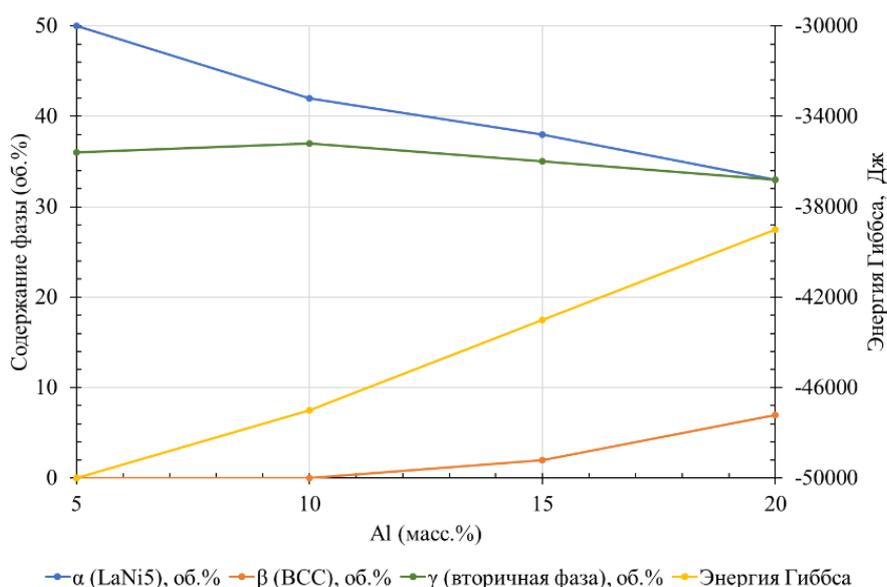


Рисунок 2. Диаграмма изменения фаз LaNi₅, B2 и вторичных фаз в зависимости от содержания Al

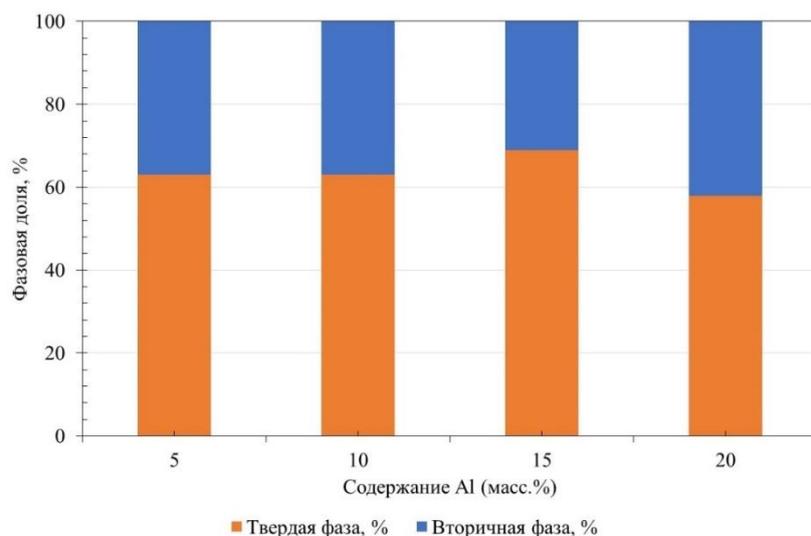


Рисунок 3. Диаграмма распределения фаз при затвердевании сплавов $\text{LaNi}_5\text{-Al}$ по модели Шайле

В этом температурном интервале возможен переход через двухфазные области диаграммы, где сосуществуют целевая фаза LaNi_5 и вторичные соединения (ОЦК_В2, Laves). При медленном охлаждении сплава из области высоких температур фазовое равновесие стремится к термодинамически стабильному состоянию, что ведет к постепенному вытеснению LaNi_5 алюминидными фазами. Напротив, при ускоренном охлаждении (квазиквазиравновесные условия) сохраняется метастабильная структура, более богатая LaNi_5 .

Такой эффект был отмечен в экспериментальных исследованиях [39], где показано, что режим спекания и скорость охлаждения напрямую влияют на долю LaNi_5 и кинетику гидридообразования. Наши расчеты позволяют уточнить эти зависимости: при содержании до 10 мас.% Al возможно сохранение целевого фазового поля даже при равновесном охлаждении, тогда как при 15–20 мас.% Al система неизбежно входит в область затвердевания с жидкой фазой, что приводит к полной перестройке микроструктуры.

3. Расчет распределения фаз при затвердевании по приближенной модели Шайле

Для количественного анализа процесса затвердевания в выбранном температурном диапазоне было применено правило рычага Шайле и рассчитана доля жидкой и твердой фаз по формуле (6) в зависимости от температуры и содержания алюминия. Изменение твердой и вторичной фазы при легировании алюминием изображены на диаграмме рисунка 3.

Понимание физики затвердевания по правилу Шайле позволяет интерпретировать поведение системы La-Ni-Al при различном содержании алюминия. В двухфазной области диаграммы фазового равновесия кристаллизация происходит с постепенным изменением состава остаточной фазы, по мере роста доли вторичной фазы ОЦК_В2 алюминий концентрируется в оставшемся расплаве, тогда как LaNi_5

сохраняет практически постоянный состав [40]. Это объясняет плавное уменьшение доли целевой фазы при увеличении общего содержания алюминия. При превышении критического порога (10 мас.%) объем вторичной фазы возрастает настолько, что термодинамически выгоднее полностью вытеснить LaNi_5 , формируя алюминидные соединения с более низкой энергией Гиббса.

На диаграмме это отражается изменением наклона кривых фазового равновесия и появлением областей, где фазовый переход сопровождается выделением жидкой фазы. Таким образом, модель затвердевания по Шайле наглядно описывает, почему даже небольшое изменение состава способно вызвать резкую перестройку фазового поля и деградацию гидридообразующих свойств [41], что согласуется с термодинамическим расчетом.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате проведенного термодинамического моделирования системы La-Ni-Al методом CALPHAD установлено, что оптимальный диапазон содержания алюминия составляет 5–10 мас.%, при котором сохраняется фазовое поле LaNi_5 в объеме ~53–62%, а образование вторичных интерметаллидов ограничено не более чем 35–40%. При дальнейшем увеличении концентрации Al до 15–20 мас.% происходит разрушение структуры типа CaCu_5 : доля целевой фазы снижается до нуля, формируются алюминидные соединения ОЦК_В2 в объеме 62–68%, а также редкоземельные интерметаллиды La_2Ni_7 (~32%). При 20 мас.% Al появляется жидкая фаза в количестве до 43%, что свидетельствует о переходе системы в область расплава и полной деградации исходного фазового поля.

Расчеты энергии Гиббса показали ее снижение с –75945 Дж при 5 мас.% Al до –98514 Дж при 20 мас.% Al, что отражает возрастание термодинамической стабильности системы за счет образования

алюминидов никеля. Однако эта устойчивость достигается ценой потери гидридообразующих свойств, так как фазы OЦК_B2 и La_2Ni_7 обладают низкой водородной емкостью и плохой циклической стабильностью. Анализ затвердевания по правилу Шайле подтвердил, что при содержании алюминия свыше 10 мас.% происходит перераспределение Al в жидкой фазе, увеличивая объем вторичных соединений и препятствуя формированию однородной микроструктуры.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан в рамках программно-целевого финансирования проекта BR21882200 «Разработка и исследование инновационных технологий, материалов и устройств для производства, хранения водорода и генерации электроэнергии».

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Умирзаков С. А., Баймуратов А. С. Перспективы развития водородной энергетики в Республике Казахстан // Вестник НИЯУ МИФИ. Казахстанское издание. – 2021. – № 3(11). – С. 57–63. [Umirzakov S. A., Baymuratov A. S. Perspektivy razvitiya vodorodnoy energetiki v Respublike Kazakhstan // Vestnik NIYaU MIFI. Kazakhstanskoe izdanie. – 2021. – No. 3(11). – P. 57–63. (In Russ.)]
2. Сарсембаев А. Е., Мукашева А. К. Развитие возобновляемых источников энергии как приоритетное направление энергетической политики Казахстана // Известия КазННТУ. Серия энергетика и энергосбережение. – 2022. – № 1(25). – С. 29–35. [Sarsembaev A. E., Mukasheva A. K. Razvitiye vobnovlyayemykh istochnikov energii kak prioritetnoye napravleniye energeticheskoy politiki Kazakhstana // Izvestiya KazNITU. Seriya energetika i energosberezhenie. – 2022. – No. 1(25). – P. 29–35. (In Russ.)]
3. Бухарбаев А. Ж., Искаков Н. Б. Потенциал водородной энергетики в Республике Казахстан: экологические и экономические аспекты // Известия НАН РК. Серия энергетика. – 2022. – № 4. – С. 35–42. [Bukharbaev A. Zh., Isakov N. B. Potentsial vodorodnoy energetiki v Respublike Kazakhstan: ekologicheskie i ekonomicheskie aspekty // Izvestiya NAN RK. Seriya energetika. – 2022. – No. 4. – P. 35–42. (In Russ.)]
4. International Renewable Energy Agency (IRENA). Hydrogen: A Renewable Energy Perspective. – Abu Dhabi: IRENA, 2019. – 52 p.
5. Жантасов М. Ж., Абдрахманов К. А. Энергетическая стратегия Республики Казахстан: переход к «зеленой» экономике // Вестник КазНТУ им. К. И. Сатпаева. – 2021. – № 2(148). – С. 45–52. [Zhantassov M. Zh., Abdrahmanov K. A. Energeticheskaya strategiya Respubliki Kazakhstan: perekhod k “zelenoy” ekonomike // Vestnik KazNTU im. K. I. Satpaeva. – 2021. – No. 2(148). – P. 45–52. (In Russ.)]
6. Тулегенов Б. Т., Ашимов А. С. Развитие альтернативной энергетики в Республике Казахстан // Известия НАН РК. Серия энергетика. – 2020. – № 3. – С. 21–28. [Tulegenov B. T., Ashimov A. S. Razvitiye al'ternativnoy energetiki v Respublike Kazakhstan // Izvestiya NAN RK. Seriya energetika. – 2020. – No. 3. – P. 21–28. (In Russ.)]
7. Калдыгулова Г. К., Абдуллина А. М. Потенциал возобновляемых источников энергии в Казахстане и пути его реализации // Энергетика Казахстана. – 2019. – № 4. – С. 14–20. [Kaldygulova G. K., Abdullina A. M. Potentsial vobnovlyayemykh istochnikov energii v Kazakhstane i puti ego realizatsii // Energetika Kazakhstana. – 2019. – No. 4. – P. 14–20. (In Russ.)]
8. Айтмуратов Е. М., Ахметов Б. М. Анализ энергетического баланса Казахстана в условиях модернизации топливно-энергетического комплекса // Вестник Карагандинского университета. Серия: Техническая физика. – 2022. – № 1(105). – С. 33–40. [Aytmuratov E. M., Akhmetov B. M. Analiz energeticheskogo balansa Kazakhstana v usloviyakh modernizatsii toplivno-energeticheskogo kompleksa // Vestnik Karagandinskogo universiteta. Seriya: Tekhnicheskaya fizika. – 2022. – No. 1(105). – P. 33–40. (In Russ.)]
9. Министерство энергетики Республики Казахстан. Национальный доклад о состоянии и перспективах развития энергетики в РК. – Астана: МЭ РК, 2023. – 84 с. [Ministerstvo energetiki Respubliki Kazakhstan. Natsional'nyy doklad o sostoyanii i perspektivakh razvitiya energetiki v RK. – Astana: ME RK, 2023. – 84 p.]
10. Baklanov, V., Zhanbolatova, G., Skakov, M., Miniyazov, A., Sokolov, I., Tulenbergenov, T., Kozhakhmetov, Y., Bukina, O., & Orazgaliev, N. Study of the temperature dependence of a carbided layer formation on the tungsten surface under plasma irradiation // Materials Research Express. – 2022. – Vol. 9(1), 016403. <https://doi.org/10.1088/2053-1591/ac4626>
11. Mukhamedova N. M. et al. Evolution of Phase Transformations in the Mg-Ni-Ce System After Mechanical Synthesis and Spark Plasma Sintering // Materials. – 2025. – Vol. 18. – No. 9. – P. 2131. <https://doi.org/10.3390/ma18092131>
12. Skakov, M., Kozhakhmetov, Y., Mukhamedova, N., Miniyazov, A., Sokolov, I., Urkunbay, A., Zhanbolatova, G., Tulenbergenov, T. Effect of a High-Temperature Treatment on Structural-Phase State and Mechanical Properties of IMC of the Ti-25Al-25Nb at.% System // Materials. – 2022. – Vol. 15. – No. 16. – P. 5560. <https://doi.org/10.3390/ma15165560>
13. Todorova S., Abrashev B., Rangelova V., Vassileva E., Spassov T. Effect of low Al content on the electrode performance of $\text{LaNi}_{5-x}\text{Al}_x$ hydrogen storage alloys // J. Chem. Technol. Metallurgy. – 2023. – Vol. 58. – No. 1. – P. 200–207.
14. Briki C., et al. Experimental investigation of microstructures and hydrogen properties in Al substituted LaNi_5 alloys // Int. J. Hydrogen Energy. – 2023.
15. Liu Y., et al. Optimization of LaNi_5 hydrogen storage properties by mechanical alloying and Al substitution // Int. J. Hydrogen Energy. – 2024. – Vol. 53. – P. 394–402.
16. Sleiman S., et al. Mechanism of hydrogen absorption by LaNi_5 // Materials Today Energy. – 2024. – Vol. 5. – Art. 021.
17. Sato T., et al. Hydrogen absorption reactions of LaNi_5 under various pressures // Molecules. – 2023. – Vol. 28(3). – Art. 1256.
18. Liao X., et al. CALPHAD analysis of La-Ni-Al system and Al solubility in LaNi_5 // Materials Sci. – 2020.

19. Palumbo M., Dematteis E., Fenocchio L., Cacciamani G., Baricco M. Advances in CALPHAD methodology for modeling hydrides: a comprehensive review // CALPHAD. – 2024.
20. Hannappel P., et al. Predicting hydrogen-storage properties of multicomponent metal hydrides: modeling of pressure capacity hysteresis and slope // Comput. Mater. Sci. – 2025.
21. Hannappel P., et al. Advanced thermodynamic modeling of metal hydrides within CALPHAD framework // CALPHAD. – 2025.
22. Nemukula E., Mtshali C. B., Nemangwele F. Metal hydrides for sustainable hydrogen storage: a review // Int. J. Energy Res. – 2025. – Art. 6300225.
23. Yartys V. A., et al. Effects of Al partial substitution for Ni on properties of LaNi_{5-x}Al_x alloys // Int. J. Hydrogen Energy. – 2020.
24. Liu C., et al. Effect of Al and Mn substitution on hydrogen activation and surface stability of LaNi₅ // Int. J. Hydrogen Energy. – 2024.
25. Singh A., Maiya M. P., Murthy S. S. Heat exchanger design in solid state hydrogen storage devices (LaNi_{4.7}Al_{0.3} etc.) // Int. J. Hydrogen Energy. – 2019.
26. Todorova S., Abrashev B. Influence of very low Al substitution (x<0.1) on hydrogen capacity and cycling life of LaNi_{5-x}Al_x electrodes // J. Chem. Technol. Metall. – 2023. – Vol. 58. – No. 1. – P. 200–207.
27. Liao X., Wang X., et al. Effects of Al partial substitution for Ni on structure and volume expansion of LaNi₅ alloys // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. – 2020. – Vol. 30, S1. – P. S967–S971.
28. Kunselman C., Bocklund B., Otis R., Arroyave R. Analytical gradient based optimization of CALPHAD model parameters // arXiv. – 2025.
29. Zhang D., Prasad A., Birmingham M. J., et al. Grain refinement in LaNi₅-based alloys via additive manufacturing and Al doping // Acta Materialia. – 2020.
30. Dematteis E., Palumbo M., et al. CALPHAD modeling of metal hydrogen systems: a review // CALPHAD. – 2014.
31. Delsante S., Parodi N., Novakovic R., Borzone G. Phase relations of the Sm–Ni–Al ternary system at 800 °C // J. Phase Equilib. Diffus. – 2024.
32. Sleiman, S.; Shahgaldi, S.; Huot, J. Investigation of the First Hydrogenation of LaNi₅ // Reactions. – 2024. – Vol. 5. – P 419-428. <https://doi.org/10.3390/reactions5030021>
33. Chen B., Chen Y., Ren H., Hu R., Zhang J. Effect of Al substitution on the microstructure and hydrogen storage properties of LaNi₅-based alloys // International Journal of Hydrogen Energy. – 2021. – Vol. 46, Issue 62. – P. 31786–31796. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2021.07.171>
34. Liu Y., Chabane D., El-Kedim O., Bouzabata B., Liu Z., Zhang X., Liu X. Optimization of LaNi₅ hydrogen storage properties by the combination of mechanical alloying and element substitution // International Journal of Hydrogen Energy. – 2024. – Vol. 53. – P. 394–402. – <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.12.038>
35. Cao D.L., Yang X.G., Zhu Y.J., Zhang M. Effects of Al partial substitution for Ni on properties of LaNi_{5-x}Al_x // Transactions of Nonferrous Metals Society of China.
36. Ye R., Wang J., Liu S., Zhang J. Effects of Al and Mn substitution on the hydrogen storage performance of LaNi₅ alloys // International Journal of Hydrogen Energy. – 2021. – Vol. 46, Issue 4. – P. 3767–3777. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.10.099>
37. Available at: <https://materialsproject.org> (accessed: July 28, 2025)
38. Xie, L., Cheng, N., Yang, X., Lin, W., Xie, L., Li, X., Zheng, J. Pd-modified LaNi₅ nanoparticles for efficient hydrogen storage in a carbazole type liquid organic hydrogen carrier. – 2022.
39. Patel R., Patel K., Upadhyay R.V., Mehta R.V. Effect of cooling rate on structural and hydrogen storage properties of LaNi_{5-x}Al_x intermetallics // Materials Today: Proceedings. – 2019. – Vol. 18. – P. 5374–5379. URL: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S223878541930465X>
40. Faghihi D., Ziaei-Rad S., Shodja H.M. A coupled thermoelastic–plastic damage model for ductile failure // Computational Mechanics. – 2015. –Vol. 56, No. 4. – P. 613–632. <https://doi.org/10.1007/s00466-015-1243-1>
41. Zhou W., Zhang Y., Wang D., Sun Q., Li W., Chen Y. Hydrogen storage performances and mechanisms of LaNi₅ alloy with hollow structure // Journal of Materials Science & Technology. – 2023. – Vol. 142. – P. 125–134. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2022.03.038>

СУТЕК САҚТАУ ЖҮЙЕЛЕРІНЕ АРНАЛҒАН LaNi₅-Al ЖҮЙЕСІН
ТЕРМОДИНАМИЯЛЫҚ МОДЕЛЬДЕУ АРҚЫЛЫ ОҢТАМАЛАНДЫРУ

А. Ж. Миниязов^{1,2}, М. К. Сқақов¹, Н. М. Мұхамедова^{2*}, Ж. Н. Оспанова², Б. Е. Бекмағамбетова²

¹ «Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы» РМК, Курчатов, Қазақстан
² «Сутегі энергетикасындағы технологиялық құзыреттілік орталығы» ҚР ҰЯО РМК АЭИ филиалы,
Курчатов, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: bakayeva@nnc.kz

Бұл жұмыста Thermo-Calc бағдарламалық қамтамасын қолдану арқылы La-Ni-Al жүйесіндегі фазалық тепе-теңдікті термодинамикалық модельдеу нәтижелері ұсынылған. Зерттеу мақсаты - алюминиймен легирленген материалдардың құрамын және синтерлеу режимдерін оңтайландыру арқылы CaCu₅ құрылымын сақтау және тұрақты гидридтік қасиеттерге қол жеткізу. Температурасы 750–950 °C аралығында болатын жағдайда, алюминийдің массалық үлесі 5–20% болған кездегі фазалық диаграмма қималары салынды және Гиббс энергиясы мен энтальпиясы секілді термодинамикалық параметрлер есептелді. Нәтижелер көрсеткендей, егер алюминийдің мөлшері 5–10 масс.% аралығында болса, LaNi₅ фазалық аймағы сақталады және екінші реттік фазалар өте аз түзіледі. Ал 15–20 масс.% деңгейінде болса, NiAl (ОЦК_B2) интерметалликтері мен La₂Ni₇ сияқты сирек жер элементтері қосылыстары түзіледі және сұйық фаза пайда болады. Шайле ережесі бойынша жүргізілген есептеулер көрсеткендей, алюминийдің 10 масс.% шегінен асқан кезде ол сұйық фазаға ауысады, бұл бастапқы құрылымның бұзылуына және материалдың сутегімен жұмыс істеу қасиеттерінің нашарлауына алып келеді. Алынған нәтижелер жаңа буынға арналған металлгидридті сутегі сақтау жүйелерін жасау үшін тиімді синтез және легирлеу жағдайларын анықтауға мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: сутегі сақтау материалдары, термодинамикалық модельдеу, LaNi₅, алюминиймен легирлеу, ОЦК_B2 фазалары, CALPHAD әдісі, Thermo-Calc.

OPTIMIZATION OF SINTERING CONDITIONS OF LaNi₅-Al SYSTEM
FOR HYDROGEN STORAGE SYSTEMS BY THERMODYNAMIC MODELLING

A. Zh. Miniyazov^{1,2}, M. K. Skakov¹, N. M. Mukhamedova^{2*}, Zh. N. Ospanova², B. E. Bekmagambetova²

¹ RSE “National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan”, Kurchatov, Kazakhstan
² “Center for Technological Competence in Hydrogen Energy” branch IAE RSE NNC RK, Kurchatov, Kazakhstan

* E-mail for contacts: bakayeva@nnc.kz

This work presents the results of phase equilibrium modeling in the La-Ni-Al system using the Thermo-Calc software. The aim of the calculations was to optimize the composition and sintering parameters of aluminum-alloyed materials to preserve the CaCu₅-type structure and ensure stable hydride-forming properties. Phase diagram sections were constructed for temperatures of 750–950 °C at aluminum concentrations ranging from 5 to 20 wt.%, and corresponding thermodynamic parameters such as Gibbs free energy and enthalpy were calculated. The results showed that at 5–10 wt.% Al, the LaNi₅ phase field is preserved with a minimal amount of secondary phases, while at 15–20 wt.% Al, the formation of NiAl (BCC_B2) intermetallics and rare-earth compounds such as La₂Ni₇ occurs, along with the appearance of a liquid phase. The Scheil solidification calculation revealed that when the critical aluminum threshold of 10 wt.% is exceeded, aluminum redistributes into the liquid phase, leading to the breakdown of the original structure and degradation of the material’s hydrogen storage properties. The obtained data enable the determination of optimal synthesis and alloying conditions for developing efficient next-generation metal hydride hydrogen storage systems.

Keywords: hydrogen storage materials, thermodynamic modeling, LaNi₅, aluminum alloying, BCC_B2 phases, CALPHAD method, Thermo-Calc.

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-219-227>

УДК 661.968

ВЛИЯНИЕ ТИТАНА НА ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ МАТЕРИАЛОВ ДЛЯ ХРАНЕНИЯ ВОДОРОДА НА ОСНОВЕ LaNi_5

А. Ж. Миниязов¹, М. К. Скаков², Н. М. Мухамедова¹, Ф. Қ. Жанболатова¹,
Р. Е. Жакия^{1*}, А. А. Сабыртаева¹, О. Өкен¹

¹ Филиал «Институт атомной энергии» РГП НЯЦ РК, Курчатов, Казахстан
² РГП «Национальный ядерный центр Республики Казахстан», Курчатов, Казахстан

* E-mail для контактов: zhakiya@nnc.kz

Водород является перспективным источником энергии, в связи с чем требуется разработка надежных и эффективных методов его хранения. Наиболее перспективным является технология хранения водорода в интерметаллидных соединениях. Этот метод является одним из самых безопасных и позволяет хранить водород с большей объемной плотностью. В настоящей работе изучено влияние легирования титаном на фазовый и структурный состав сплавов на основе LaNi_5 , синтезированных методами механосинтеза и искроплазменного спекания. С помощью рентгенофазового анализа установлено, что основной матричной фазой является LaNi_5 , а также формируется интерметаллид TiNi . В ряде образцов обнаружены оксидные фазы La_2O_3 и TiO_2 , возникшие вследствие локального окисления. Оптимальные характеристики по кристалличности и фазовой однородности выявлены у образца LNT-1, что подтверждает высокую эффективность выбранных условий обработки. Оптимальными условиями получения интерметаллидного соединения на основе LaNi_5 , легированного титаном, являются: соотношение масса шаров к массе порошка (BPR) 20:1 при длительности 8 часов со скоростью вращения 350 об/мин и ИПС при давлении 2 МПа, температуре 1300 °С и времени выдержки 5 минут. Полученные результаты позволяют рекомендовать этот подход для создания материалов с улучшенными характеристиками для твердотельного хранения водорода.

Ключевые слова: хранение водорода, интерметаллидные соединения, механосинтез, искроплазменное спекание, рентгенофазовый анализ.

ВВЕДЕНИЕ

В последние десятилетия водородная энергетика приобретает все большее значение в глобальном контексте перехода к устойчивому развитию и низкоуглеродным технологиям. В условиях изменений климата и необходимости снижения выбросов парниковых газов, водород рассматривается как один из ключевых элементов энергетической трансформации, который поможет достичь углеродной нейтральности [1]. В связи с этим была принята Концепция по развитию водородной энергетике в Казахстане до 2030 года. Концепция задает направления для создания инфраструктуры для производства и использования водорода, разработки пилотных проектов и внедрения новых технологий, а также для привлечения инвестиций в водородный сектор [2]. Реализация этой концепции также потребует создания системы поддержки и стимулов для инвесторов, что поможет ускорить переход к водородной энергетике.

Тем не менее, несмотря на растущий интерес к водородной энергетике, водород в свободном состоянии встречается в малых количествах [3]. Хранение и транспортировка водорода является одной из самых актуальных проблем. Водород можно хранить в нескольких формах: в виде сжатого газа, сжиженной криогенной жидкости, либо в твердом состоянии - в химически или физически связанной форме с интерметаллидными соединениями. Газообразное хранение требует высоких давлений (до 700 бар), и связано

с рисками утечек и высокой массой баллонов. Жидкий водород хранится при сверхнизких температурах (около минус 253 °С), что требует криогенной инфраструктуры и приводит к значительным потерям энергии (~40%). В то время, как твердое состояние, например в виде интерметаллидных соединений, позволяет безопасно хранить водород при умеренных температурах и давлениях. Это более компактный и безопасный способ хранения, особенно для транспорта [4–6]. Однако, несмотря на перечисленные преимущества, интерметаллидные соединения также имеют ряд ограничений, такие как низкая сорбционная емкость

Среди всех интерметаллидов предпочтение отдают сплавам на основе LaNi_5 , так как его основным достоинством является способность к обратимой абсорбции и десорбции водорода начинается при температуре от 20 °С и давлении ниже 100 бар. LaNi_5 сохраняет свою кристаллическую структуру при абсорбции водорода, что повышает его долговечность и эффективность в качестве материала для хранения водорода [7]. Несмотря на все преимущества сорбционная емкость данного интерметаллидного соединения остается невысокой, в среднем 1,5%. Это не соответствует мировым стандартам, так как в материалах накопителях водорода сорбционная емкость должна составлять не менее 3% [8]. Также следует отметить, что La является редкоземельным металлом, это существенно повышает стоимость

производства накопителей водорода на основе интерметаллидов данного типа [9]. В связи с этим ведется поиск альтернативных решений, которые могли бы снизить стоимость материалов накопителей данного типа без вреда для имеющихся характеристик.

Одним из способов является легирование тяжелыми металлами, которые могут входить в многокомпонентную систему только как малообильная добавка, для изменения свойств или в качестве катализатора [10]. Среди множества различных интерметаллидных систем сплавы твердого раствора с объемно-центрированной кубической решеткой (ОЦК) на основе Ti считаются хорошими кандидатами для хранения водорода из-за их регулируемого плато давления и безопасности [11]. Следует учитывать, что легирование несколькими мольными % Ti в интерметаллид снижает температуру разложения, улучшает кинетику и, что важно, позволяет повторно гидрогенизировать продукты разложения [12].

На ранних этапах развития технологии материалы на основе LaNi₅ получали преимущественно традиционными методами, такими как дуговая плавка и литейные технологии. Дуговая плавка предполагает расплавление компонентов в инертной атмосфере с последующим охлаждением, измельчением и термообработкой. Литейные методы также включают высокотемпературное плавление с последующей кристаллизацией. Однако подобные подходы имеют много недостатков: формирование крупнозернистой структуры, неоднородность фазового состава, испарение легкоплавких элементов при высокой температуре (выше 1500 °C), а также образование нежелательных вторичных фаз. Эти факторы негативно сказываются на термодинамике и кинетике сорбции и десорбции водорода [13–14].

Современные методы, такие как механосинтез (МС) и искровое плазменное спекание (ИПС), позволяют значительно усовершенствовать структуру и свойства водородных накопителей. МС, основанный на высокоэнергетическом измельчении порошков в шаровых мельницах, способствует формированию аморфных или нанокристаллических фаз, активирует твердофазные реакции и обеспечивает высокую дисперсность. За счет этого возможно получение высокореакционноспособных порошков с большой удельной поверхностью и улучшенной кинетикой водородопоглощения [15, 16].

ИПС, в отличие от традиционного прессования или термического спекания, использует импульсный

ток высокой плотности, который способствует быстрому нагреву (до 1000 °C/мин) и снижает общее время синтеза до нескольких минут. Это позволяет избежать агломерации частиц и сохранить мелкозернистую структуру материала, обеспечивая высокую плотность спеченных тел и минимизацию образования вторичных фаз [17–19].

В работе исследовано влияние легирования Ti на структурно-фазовое состояние интерметаллидов на основе LaNi₅, полученных с применением технологий МС и ИПС. Полученные результаты могут быть использованы для разработки более высокоэффективных и долговечных материалов для водородной энергетики, а также для создания новых технологий в области накопителей водорода.

Предполагается, что легирование LaNi₅ титаном в сочетании с методами МС и ИПС позволит улучшить его фазовые характеристики, способность к сорбции и десорбции водорода. Следовательно, целью работы является изучение влияния легирования титаном на фазовое состояние материалов для хранения водорода на основе LaNi₅.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Объектом исследования являются порошковые смеси на основе стехиометрического состава LaNi₅, легированные Ti в соотношении 24%La-51%Ni-25%Ti. Данные порошки были предварительно мехаклаktivированы (МА), после чего были смешаны в заданной пропорции и подвергнуты МС в планетарной мельнице.

Подготовка и взвешивание порошковых смесей осуществлялась на аналитических весах. Загрузка смеси порошка и размольных шаров в стакан для измельчения осуществлялась в вакуумном перчаточном боксе в атмосфере аргона, в целях избегания окисления. Расчет количества порошка, включая добавку титана, осуществлялся, согласно рекомендациям производителя планетарной мельницы: заполнение 1/3 объема размольного стакана, масса порошка определялась с учетом количества используемых размольных шаров. Расчет порошковой смеси определялся в зависимости от выбранного соотношения размольных шаров к смеси. Характеристики размольной гарнитуры приведены в таблице 1.

Были подготовлены 4 вида порошковых смесей, каждая из которых делилась по величине ускорения и длительности воздействия. Детальные параметры экспериментов представлены в таблице 2.

Таблица 1. Характеристики размольной гарнитуры

Наименование позиции	Характеристика	Твердость материала по Роквеллу	Материал изм. гарнитуры	Химический состав, %
Размольный стакан	объем – 250 мл	48–50 HRC	нержавеющая сталь	Fe (82,925), Cr (14,5), C (0,5), Mn (1), Si (1), P (0,045), S (0,03)
Мелющие шары	диаметр – 5 мм			

Таблица 2. Параметры (МС)

Соотношение порошков по массе, %	Условное обозначение	BPR	Длительность МС, ч	Скорость вращения, об/мин	Среда
24%La-51%Ni-25%Ti	LNT-1	20:1	8	350	аргон
	LNT-2	30:1		350	
	LNT-3	20:1		400	
	LNT-4	30:1		400	

После МС полученные порошковые смеси направлялись на ИПС. Эксперименты по искровому плазменному спеканию проводились в вакуумной среде при приложении внешнего давления 2 МПа; время выдержки составляло 5 минут при температуре 1300 °С, для получения образца диаметром 20 мм. Данные параметры были определены на основе анализа литературных источников.

После МС и ИПС проводился рентгенофазовый анализ на дифрактометре с использованием излучения Cu-Kα (λ = 1.5406 Å). Съемка осуществлялась в диапазоне углов 2θ от 20° до 100° с шагом 0,013° и временем накопления 0,3 с на шаг. Значения напряжения и тока во время съемки составляли 40 кВ и 30 мА соответственно. Для обеспечения стабильного пространственного разрешения применялась фиксированная дивергентная щель с угловым расхождением 1°. Обработка полученных данных осуществлялась с использованием программного обеспечения, при этом идентификация фазового состава проводилась с применением базы данных PDF-4 Axiom 2025. С целью оценки изменений в кристаллической структуре при легировании Ti были параметры гексагональной (a, c) и триклинной (a, b, c) решеток методом наименьших квадратов, по формулам:

$$\frac{1}{d^2} = A(h^2 + k^2 + hk) + Bl^2, \quad (1)$$

где $A = \frac{4}{3a^2}$; $B = \frac{1}{c^2}$; a, c – параметры гексагональной решетки; h, k, l – индексы Миллера; d – межплоскостное расстояние, Å.

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = h \rightarrow l^T \cdot G^{-1} \cdot h \rightarrow l, \quad (2)$$

где d – межплоскостное расстояние, Å; h → l – вектор индексов Миллера; G⁻¹ – обратная метрическая матрица.

Для определения микродеформации:

$$\varepsilon = \frac{\beta}{4 \tan \theta}, \quad (3)$$

где ε – микродеформация; β – полуширина пика, радианы; θ – половина угла 2θ, радианы.

Для оценки размера кристаллитов используется формула Шеррера:

$$D = \frac{K\lambda}{\beta \cos \theta}, \quad (4)$$

где D – средний размер кристаллитов, нм; K – коэффициент формы, K = 0,9; λ – длина волны рентгеновского излучения (например, CuKα = 1,5406 Å); β – полуширина пика, радианы; θ – половина угла 2θ, радианы.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

При рентгенофазовом анализе (РФА) образцы матрицы LaNi₅ легированные титаном (Ti), после МС демонстрируют схожий фазовый состав. Наложение дифрактограмм образцов LNT-1, LNT-2, LNT-3 и LNT-4 представлено на рисунке 1. Идентифицированный фазовый состав образцов состоит из следующих фаз: LaNi₅ (PDF 04-008-6308), Ni (PDF 04-010-6148), Ti (PDF 04-003-5042), La₂O₃ (PDF 04-015-4999), TiO₂ (PDF 04-007-0758), Ti₄O₅ (PDF 04-003-2932).

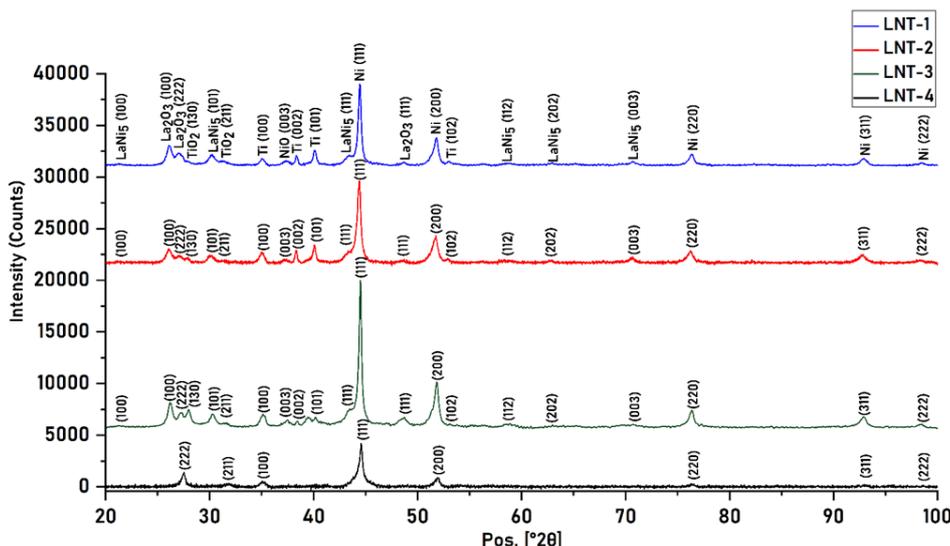


Рисунок 1. Наложение дифрактограмм образцов LNT-1, LNT-2, LNT-3 и LNT-4 после МС

Для более детального анализа по экспериментальным данным были рассчитаны параметры решетки, микродеформация (ϵ) методом Вильямсона-Холла и средний размер кристаллитов (D) по формулам (1)–(4). Полученные данные указаны в таблице 3.

Таблица 3. Параметры фаз для образцов по экспериментальным данным

Образец	Фаза	Параметр решетки (a, Å)	Параметр решетки (c, Å)	ϵ	D , Å
LNT-1	LaNi ₅	5,024	3,961	0,0009	136,70
	Ni	3,525	–	0,0009	610,15
	Ti	2,857	4,554	0,0034	446,27
LNT-2	LaNi ₅	4,998	3,961	0,0009	731,61
	Ni	3,531	–	0,0012	239,73
	Ti	2,883	4,611	0,0023	217,44
LNT-3	LaNi ₅	4,977	3,961	0,0013	853,05
	Ni	3,528	–	0,0012	195,25
	Ti	2,809	4,502	0,0012	920,23
LNT-4	Ni	4,091	–	0,0006	659,88

На дифрактограммах всех образцов наблюдаются интенсивные рефлексы металлического Ni, который характеризуется кубической кристаллической решеткой пространственной группы Fm-3m. Параметры кубической решетки (a), рассчитанные по результатам рентгенофазового анализа, оказались выше эталонных значений (3,524 Å). По результатам расчетов установлено, что уширение дифракционных линий обусловлено нанокристаллической структурой материала. Об этом свидетельствуют малые значения среднего размера кристаллитов и микродеформации [20–22].

Как видно, фаза никеля проявляется с различной интенсивностью в каждом образце. Самые интенсивные пики зарегистрированы на дифрактограмме образца LNT-3, где средний размер кристаллитов составляет 195,25 Å. Такой размер кристаллитов и интенсивные пики указывают на высокий степень кристаллическости материала, также о высокой концентрации данного элемента в составе образца. Это может свидетельствовать о фазовой нестабильности и неполном формировании интерметаллида LaNi₅. Это подтверждает, что титан оказывает влияние на фазовое равновесие в системе, способствуя либо стабилизации вторичных фаз, либо препятствуя полному взаимодействию Ni с La. Образец LNT-4 же демонстрирует противоположную картину, тем что пики, принадлежащие фазе Ni, имеют самые низкие интенсивности. Несоответствие эталонным значениям ($a \approx 3,52$ Å) указывает на то, что выбранные условия проведения эксперимента оказались неподходящими для стабильного формирования фазы Ni. Средний размер кристаллитов данного образца составляет 659,88 Å. Это объясняется интенсивными условиями МС, такая механообработка могла привести к сильному измельчению частиц и увеличению дефектности.

Фаза LaNi₅, которая характеризуется гексагональной решеткой, была обнаружена в составе 3 образцов. По результатам рентгеноструктурного анализа установлено уменьшение параметров решетки по сравнению с табличными значениями для идеальной фазы LaNi₅ ($a = 5,01430$ Å, $c = 3,97987$ Å). Значения микродеформации (0,0009; 0,0009 и 0,0013) свидетельствуют о наличии умеренных упругих искажений кристаллической решетки, возникающих вследствие механических воздействий при получении порошков или их последующей обработке [23].

Уменьшение размеров кристаллитов до нанометрового диапазона дополнительно способствует росту уровня микродеформаций, так как при снижении размеров зерен увеличивается доля границ и дефектов в объеме материала. Границы кристаллитов и дефектные области способны удерживать внутренние напряжения, что приводит к сжатию решетки и снижению измеряемых параметров элементарной ячейки [24].

В составе исследуемых образцов зафиксированы дифракционные пики, соответствующие металлическому титану с гексагональной кристаллической решеткой (структура α -Ti). На основе сравнения экспериментальных и табличных данных ($a = 2,94$ Å, $c = 4,72$ Å) можно сделать вывод о некотором отклонении параметров решетки от эталонных значений во всех исследованных образцах. Уменьшение параметров решетки говорит о дефектах решетки, такие искажения могут быть обусловлены механической активацией.

Образец LNT-4 содержит единственный дифракционный пик полученной фазы, соответствующий плоскости (100), на основании которого был определен только параметр $a = 2,95$ Å. Таким образом, образец продемонстрировал наличие практически неизменных параметров гексагональной решетки металлического титана, совпадающих с эталонными значениями. Это указывает на то, что реакция в данном образце практически не произошла – титан остался в исходном металлическом состоянии. Образец LNT-4 можно считать несформировавшимся, поскольку в нем не наблюдается образования целевой фазы.

Анализ фазового состава показал наличие оксидных соединений, таких как La₂O₃, Ti₄O₅ и TiO₂. Их образование, вероятно, связано с частичным окислением металлических компонентов (La и Ti) в процессе подготовки порошков, загрузки или МС. Несмотря на использование инертной атмосферы аргона, возможно кратковременное воздействие кислорода при переносе или недостаточная герметичность оборудования. Кроме того, лантан и титан обладают высокой химической активностью и склонны к окислению даже при минимальном контакте с остаточным кислородом или влагой.

Фаза La₂O₃, зафиксированная на дифрактограммах в области низких углов – 26,16° и 27,04°, соответствует рефлексам от плоскостей (100) и (222) гексагональной структуры оксида лантана. Эти пики однозначно указывают на образование La₂O₃ в резуль-

тате окисления металлического лантана, произошедшего в процессе МС.

Результаты РФА свидетельствуют о зависимости фазового состава полученных образцов от условий МС. В образцах LNT-1 и LNT-2 наблюдается формирование целевой фазы LaNi₅ наряду с металлическими фазами Ni и Ti, что указывает на протекание реакций между компонентами. Однако, в образце LNT-4, подвергнутому более интенсивной обработке, зафиксировано преимущественное присутствие фазы Ni без образования LaNi₅, что может быть связано с чрезмерной энергией импульсов, нарушающей фазовое равновесие и препятствующей завершению реакции. Влияние титана также проявляется в его участии в формировании побочных фаз и склонности к окислению (TiO₂, Ti₄O₅).

Результаты РФА показали, что условия МС напрямую влияют на фазовый состав и структуру образцов. Интенсивность пиков Ni и варьирующий размер кристаллитов указывают на перераспределение фаз при механическом воздействии. Уменьшение параметров решётки LaNi₅ и наличие микродеформаций связаны с накоплением внутренних напряжений в результате интенсивного помола. Обнаружение оксидов La₂O₃, TiO₂ и Ti₄O₅ обусловлено частичным окислением компонентов, вызванным локальным нагревом и остаточным кислородом в процессе механообработки. Образец LNT-4, где не сформировалась целевая фаза, демонстрирует недостаточную реакционную способность при выбранных условиях МС.

Результаты рентгенофазового анализа спеченных образцов, полученных методом искроплазменного спекания (ИПС), свидетельствуют о схожем фазовом составе. Все образцы были спечены при идентичных параметрах, что обусловило их фазовую однородность, которая подтверждается совпадением основных дифракционных пиков, соответствующих фазам LaNi₅, TiNi. Наложение дифрактограмм образцов

LNT-1, LNT-2, LNT-3 и LNT-4 представлено на рисунке 2. Идентифицированный фазовый состав образцов состоит из следующих фаз: LaNi₅ (PDF 04-008-6308), TiNi (PDF 04-016-6958), La₂O₃ (PDF 04-015-4999), TiO₂ (PDF 04-015-5320).

По результатам рентгенофазового анализа основной фазовый состав данных спеченных образцов состоит из фаз LaNi₅, TiNi. Для более детального анализа по экспериментальным данным были рассчитаны параметры решетки, микродеформация (ε) методом Вильямсона–Холла и средний размер кристаллитов (D) по формулам (1)–(4). Полученные данные указаны в таблице 4.

Таблица 4. Параметры фаз для образцов по экспериментальным данным

Образец	Фаза	Параметр решетки (a, Å)	Параметр решетки (b, Å)	Параметр решетки (c, Å)	ε	D, Å
LNT-1	LaNi ₅	5,015	–	3,983	0,0014	863,01
	TiNi	3,499	3,129	12,764	0,0018	632,75
LNT-2	LaNi ₅	5,040	–	4,021	0,0019	577,86
	TiNi	3,151	3,278	12,331	0,0025	493,54
LNT-3	LaNi ₅	4,996	–	3,934	0,0014	790,58
	TiNi	3,775	2,731	11,563	0,0209	850,69
LNT-4	LaNi ₅	5,034	–	3,946	0,0019	646,11
	TiNi	3,694	2,759	11,675	0,0190	557,79

Сравнительный анализ дифрактограмм образцов LNT-1, LNT-2, LNT-3 и LNT-4 показывает, что наибольшая интенсивность рефлексов наблюдается у образца LNT-1. В его фазовом составе доминирует интерметаллид TiNi с характерной триклинной кристаллической решеткой (пространственная группа P1). Этот пик является наиболее интенсивным в указанной дифрактограмме, что свидетельствует о высокой концентрации TiNi-фазы.

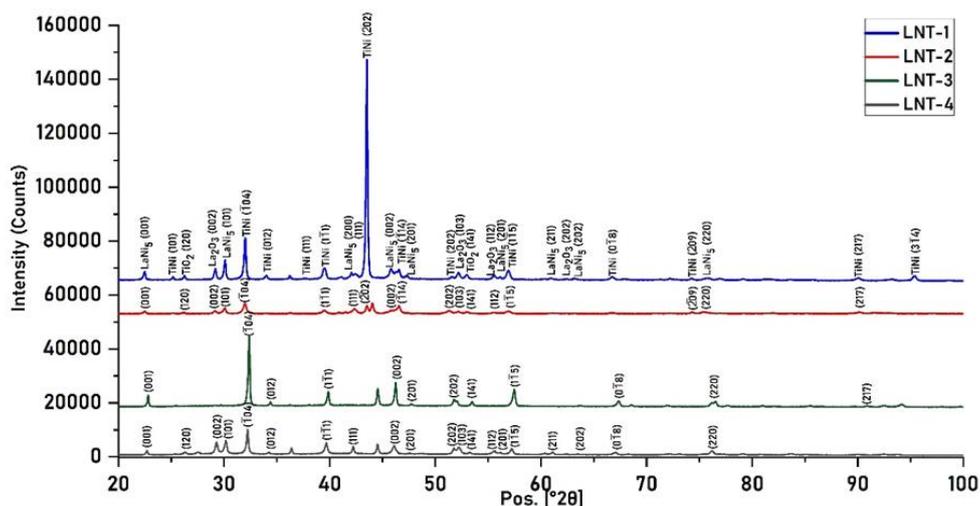


Рисунок 2. Наложение дифрактограмм образцов LNT-1, LNT-2, LNT-3, LNT-4 после ИПС

На дифрактограмме образца LNT-2 интенсивность соответствующего рефлекса значительно снижена, а на дифрактограммах LNT-3 и LNT-4 он отсутствует.

Таким образом, на основании сравнительного анализа можно заключить, что целевая TiNi -фаза в наибольшем количестве присутствует в образце LNT-1, тогда как в остальных образцах ее содержание существенно ниже. Дополнительно, по расчетам средний размер кристаллитов фазы TiNi в образце LNT-1 составил $632,75 \text{ \AA}$. Это значение может указывать на умеренную степень кристалличности, характерную для образцов, полученных в условиях ИПС. Параметры экспериментально полученной триклинной фазы TiNi ($a = 3,499 \text{ \AA}$, $b = 3,129 \text{ \AA}$, $c = 12,764 \text{ \AA}$) незначительно отличаются от эталонных значений ($a = 4,17 \text{ \AA}$, $b = 3,11 \text{ \AA}$, $c = 12,55 \text{ \AA}$). Это указывает на сохранение исходной кристаллической структуры материала, отсутствие фазовых превращений и примесных образований, а также свидетельствует о высокой степени структурной однородности и стабильности исследуемого образца [25–26]. Данные результаты напрямую связаны с оптимальными параметрами МС, которые обеспечили равномерное смешивание компонентов и зарождение целевых интерметаллидных фаз на раннем этапе.

Во всех полученных дифрактограммах идентифицированы выраженные рефлексы, соответствующие гексагональной интерметаллидной фазе типа CaCu_5 (LaNi_5). Данная фаза кристаллизуется в гексагональной сингонии с пространственной группой $P6/mmm$. Наибольшее количество дифракционных рефлексов, соответствующих фазе LaNi_5 , зафиксировано в образце LNT-1, что указывает на более полное формирование интерметаллидной фазы в этом материале. При этом средний размер кристаллитов полученной фазы в образце LNT-1 составил $863,01 \text{ \AA}$, что свидетельствует о высокой степени кристалличности. Сравнение параметров решетки экспериментально полученной фазы LaNi_5 ($a = 5,015 \text{ \AA}$, $c = 3,983 \text{ \AA}$) с табличными данными ($a = 5,014 \text{ \AA}$, $c = 3,978 \text{ \AA}$) показывает минимальное отклонение, что свидетельствует о сохранении кристаллической структуры соединения и отсутствии значимых структурных и фазовых изменений.

Дифрактограмма LNT-2 свидетельствует о низкой степени формирования интерметаллидных фаз в целом. Даже при их наличии интенсивность соответствующих рефлексов остается крайне низкой, что указывает на их малое количество и слабую кристаллическую упорядоченность.

В данных дифрактограммах также идентифицированы фазы – La_2O_3 с гексагональной кристаллической решеткой (пространственная группа $P63/mmc$) и TiO_2 с орторомбической кристаллической решеткой (пространственная группа $Pbnm$), которые указывают на присутствие побочных оксидных соединений, не входящих в состав целевых интерметаллидных

фаз. Их появление свидетельствует о локальном окислении компонентов в процессе синтеза, и подчеркивает необходимость более строгого контроля атмосферных условий на стадиях подготовки и спекания порошков. Тем не менее, оксиды могут положительно влиять на процессы сорбции и десорбции водорода. Это связано с тем, что они создают кислородные вакансии и увеличивают площадь поверхности материала, за счет чего водород легче адсорбируется и активируется. [27–30].

Несмотря на идентичные параметры ИПС, в образцах LNT-3 и LNT-4 наблюдается смещение дифракционных пиков в область больших углов. Подобное смещение рефлексов указывает на наличие остаточных внутренних напряжений, возникающих в результате термомеханического воздействия, сопровождающего процесс спекания. Уже на стадии МС сформировались различия в фазовом составе, степени кристалличности, размере кристаллитов и микродоформации. Эти особенности напрямую влияют на характер фазовых превращений и механические напряжения, возникающие при дальнейшем термическом воздействии. В частности, если в порошке до спекания преобладают аморфные или сильно дефектные участки, это может привести к неравномерному фазообразованию и повышенным остаточным напряжениям после спекания, отражающимся в виде смещений пиков на дифрактограмме. Отсутствие аналогичного смещения в образцах LNT-1 и LNT-2 может указывать на более равномерное фазообразование и меньшую степень внутренних деформаций.

Рентгенофазовый анализ образцов на основе LaNi_5 , легированных титаном, показал, что их фазовый состав преимущественно представлен интерметаллидными соединениями LaNi_5 и TiNi . Среди исследованных образцов наиболее высокую степень кристалличности и оптимальную интенсивность рефлексов, соответствующих целевым фазам, демонстрирует образец LNT-1. В данном образце наблюдается наиболее полное и отчетливое формирование фазового состава, что свидетельствует об эффективном протекании фазовых превращений и высокой степени структурной упорядоченности кристаллической решетки по сравнению с остальными образцами.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Результаты показали, что при легировании титана в интерметаллидное соединение на основе LaNi_5 достигаются положительные изменения в фазовом составе конечного материала. В частности происходит формирование интерметаллидных фаз LaNi_5 и TiNi , обладающих высокой степенью кристалличности и минимальными отклонениями параметров решетки от табличных значений.

Предварительные процессы МА и МС позволили получить частицы со средним размером $136,70 \text{ \AA}$, $731,61 \text{ \AA}$, $853,05 \text{ \AA}$ и способствовали образованию фазы LaNi_5 , а МА снижению температуры спекания до $1300 \text{ }^\circ\text{C}$.

Последующее ИПС увеличило содержание фаз LaNi₅ и привело к образованию интерметаллидной фазы TiNi, которая способна к обратимой сорбции и десорбции водорода и обладает структурной и термической стабильностью. Также были обнаружены оксидные фазы TiO₂, Ti₄O₅ и La₂O₃. Эти соединения могут как снижать чистоту целевых фаз, так и оказывать положительное влияние на свойства сорбции и десорбции водорода за счет увеличения активной поверхности и наличия кислородных вакансий. Оптимальными условиями получения интерметаллидного соединения на основе LaNi₅, легированного титаном, являются: соотношение масса шаров к массе порошка (BPR) 20:1 при длительности 8 часов со скоростью вращения 350 об/мин и ИПС при давлении 2 МПа, температуре 1300 °C и времени выдержки 5 минут.

Таким образом, проведенное исследование подтверждает перспективность применения легирования титаном интерметаллидных соединений на основе LaNi₅ и использования МС и ИПС для получения материалов для хранения водорода. Результаты могут быть использованы в дальнейшем для разработки эффективных и экономически обоснованных накопителей водорода в рамках водородной энергетики.

Благодарности

Работа выполнена при финансовой поддержке Комитета науки Министерства науки и высшего образования Республики Казахстан в рамках проекта программно-целевого финансирования по теме BR21882200 «Разработка и исследование инновационных технологий, материалов и устройств для получения, хранения водорода и генерации электроэнергии».

Авторы выражают благодарность коллективу Центра технологических компетенций в сфере водородной энергетики филиала ИАЭ РГП НЯЦ РК за ценные советы и методическую помощь при выполнении работы.

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

- Hu T. et al. A mini review for hydrogen production routes toward carbon neutrality // Propulsion and Energy. – 2025. – Vol. 1. – No. 1. – P. 1–20. <https://doi.org/10.1007/s44270-024-00004-4>
- Opakhai S., Kuterbekov K., Zhumadilova Z. Hydrogen energy in Kazakhstan: prospects for development and potential // Polityka Energetyczna. – 2024. – Т. 27. – No. 2. – P. 141–194. <https://doi.org/10.33223/epj/188475>
- Blay-Roger R. et al. Natural hydrogen in the energy transition: Fundamentals, promise, and enigmas // Renewable and Sustainable Energy Reviews. – 2024. – Vol. 189. – P. 113888. <https://doi.org/10.1016/j.rser.2023.113888>
- Sakintuna B., Lamari-Darkrim F., Hirscher M. Metal hydride materials for solid hydrogen storage: a review // International journal of hydrogen energy. – 2007. – Vol. 32. – No. 9. – P. 1121–1140. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2006.11.022>
- Moradi R., Groth K. M. Hydrogen storage and delivery: Review of the state of the art technologies and risk and reliability analysis // International journal of hydrogen energy. – 2019. – Vol. 44. – No. 23. – P. 12254–12269. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.03.041>
- Skakov M. et al. Effect of a High-Temperature Treatment on Structural-Phase State and Mechanical Properties of IMC of the Ti-25Al-25Nb at.% System // Materials. – 2022. – Т. 15. – No. 16. – P. 5560. <https://doi.org/10.3390/ma15165560>
- Liang G., Huot J., Schulz R. Hydrogen storage properties of the mechanically alloyed LaNi₅-based materials // Journal of alloys and compounds. – 2001. – Vol. 320. – No. 1. – P. 133–139. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(01\)00929-X](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(01)00929-X)
- Salma Sleiman, Samaneh Shahgaldi, Jacques Huot. Investigation of the First Hydrogenation of LaNi₅ // Reactions. – 2024. – Vol. 5. – Iss. 3. – P. 419–428. <https://doi.org/10.3390/reactions5030021>
- Aaron Keith, Claudia Zlotea, Petra Agota Szilagy. Perspective of interstitial hydrides of high-entropy alloys for vehicular hydrogen storage // International Journal of Hydrogen Energy. – 2024. – Vol. 52. – P. 531–546. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.01.141>
- Zacharia R., Rather S. U. Review of solid state hydrogen storage methods adopting different kinds of novel materials // Journal of Nanomaterials. – 2015. – Vol. 2015. – No. 1. – P. 914845. <https://doi.org/10.1155/2015/914845>
- Sleiman S., Huot J. Microstructure and Hydrogen Storage Properties of Ti1V0.9Cr1.1 Alloy with Addition of x wt% Zr (x= 0, 2, 4, 8, and 12) // Inorganics. – 2017. – Vol. 5. – No. 4. – P. 86. <https://doi.org/10.3390/inorganics5040086>
- Frankcombe T. J. Proposed mechanisms for the catalytic activity of Ti in NaAlH₄ // Chemical reviews. – 2012. – Vol. 112. – No. 4. – P. 2164–2178. <https://doi.org/10.1021/cr2001838>
- Sandrock G. A panoramic overview of hydrogen storage alloys from a gas reaction point of view // Journal of alloys and compounds. – 1999. – Т. 293. – P. 877–888. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(99\)00384-9](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(99)00384-9)
- Wang L. et al. Insights into the structure–performance relationship in La–Y–Ni-based hydrogen storage alloys // International Journal of Hydrogen Energy. – 2023. – Т. 48. – No. 66. – P. 25797–25807. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2023.03.329>
- Konik P. et al. Structure and hydrogenation features of mechanically activated LaNi₅-type alloys // International Journal of Hydrogen Energy. – 2021. – Т. 46. – No. 25. – P. 13638–13646. <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2020.07.163>
- N.M. Mukhamedova, M.K. Skakov, W. Wieleba. Determination of phase composition and mechanical properties of surface of the material obtained on the basis of silicon and carbon by spark-plasma sintering method // J. AIMS Materials Science. – 2018. – Vol. 6(1). – P. 1–9. <https://doi.org/10.3934/mat.2019.1.1>
- Tokita M. Mechanism of spark plasma sintering // Proceeding of the International Symposium on Microwave, Plasma and Thermochemical Processing of Advanced Materials. – 1997. – P. 69–76. <https://doi.org/10.2497/jjspm.49.915>
- Orrù R. et al. Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering // Materials

- Science and Engineering: R: Reports. – 2009. – Т. 63. – No. 4–6. – P. 127–287. <https://doi.org/10.1016/j.msere.2008.09.003>
19. Kozhakhmetov Y., Skakov M., Wieleba W., Kurbanbekov Sh., Mukhamedova N. Evolution of intermetallic compounds in Ti-Al-Nb system by the action of mechano-activation and spark plasma sintering // J. AIMS Materials Science. – 2020. – Vol. 7. – No. 2. – P. 182–191. <https://doi.org/10.3934/MATERSCI.2020.2.182>
 20. Wang H. et al. Large scale synthesis and characterization of Ni nanoparticles by solution reduction method // Bulletin of Materials Science. – 2008. – Vol. 31. – P. 97–100. <https://sci-hub.ru/10.1007/s12034-008-0017-1>
 21. Ali Z. et al. Catalytic growth of CNTs and carbon onions by chemical vapor deposition on nickel-silica nanocomposite and its electrochemical catalytic study towards OER // Journal of Porous Materials. – 2020. – Vol. 27. – P. 1571–1581. <https://doi.org/10.1007/s10934-020-00934-9>
 22. Zhao Y., Zhang J. Microstrain and grain-size analysis from diffraction peak width and graphical derivation of high-pressure thermomechanics // Applied Crystallography. – 2008. – Vol. 41. – No. 6. – P. 1095–1108. <https://doi.org/10.1107/S0021889808031762>
 23. Mattern N. et al. Experimental and thermodynamic assessment of the La–Ti and La–Zr systems // Calphad. – 2016. – Vol. 52. – P. 8–20. <https://doi.org/10.1016/j.calphad.2015.10.015>
 24. Jingqi L., Ke G. The isothermal section of the phase diagram of the La–Ni–Ti ternary system at 673 K // Journal of alloys and compounds. – 2000. – Vol. 312. – No. 1–2. – P. 121–123. [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(00\)01072-0](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(00)01072-0)
 25. Ali A., Chiang Y. W., Santos R. M. X-ray diffraction techniques for mineral characterization: A review for engineers of the fundamentals, applications, and research directions // Minerals. – 2022. – Т. 12. – No. 2. – P. 205. <https://doi.org/10.3390/min12020205>
 26. Lima E. F., Bredow T. Extended benchmark set for lattice parameters of inorganic solids // Journal of Computational Chemistry. – 2024. – Т. 45. – No. 32. – P. 2702–2709. <https://doi.org/10.1002/jcc.27479>
 27. Zhong C. et al. Insights into the enhanced hydrogen adsorption on $\text{M/La}_2\text{O}_3$ (M= Ni, Co, Fe) // Physical Chemistry Chemical Physics. – 2023. – Т. 25. – No. 22. – P. 15547–15554. <https://doi.org/10.1039/D3CP00735A>
 28. He P. et al. La_2O_3 -Modified Nickel-Cobalt Composite Coating as Cathode Materials for Hydrogen Evolution Reaction // ECS Transactions. – 2010. – Т. 28. – No. 26. – P. 3. <http://doi.org/10.1149/1.3501091>
 29. Zhang J. et al. Remarkable synergistic catalysis of Ni-doped ultrafine TiO_2 on hydrogen sorption kinetics of MgH_2 // ACS Applied Materials & Interfaces. – 2018. – Т. 10. – No. 30. – P. 24975–24980. <https://doi.org/10.1021/acsami.8b06865>
 30. Uchida H. et al. Reaction kinetics of H_2 absorption by lanthanum with and without surface oxide layers // Journal of the Less Common Metals. – 1991. – Т. 172. – P. 832–840. [https://doi.org/10.1016/0022-5088\(91\)90210-U](https://doi.org/10.1016/0022-5088(91)90210-U)

ТИТАННЫҢ LaNi_5 НЕГІЗІНДЕГІ СУТЕКТІ САҚТАУ МАТЕРИАЛДАРЫНЫҢ ФАЗАЛЫҚ КҮЙІНЕ ӘСЕРІ

**А. Ж. Миниязов¹, М. Қ. Сқақов², Н. М. Мухамедова¹, Ф. Қ. Жанболатова¹,
Р. Е. Жақия^{1*}, А. А. Сабыртаева¹, О. Өкен¹**

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

² «Қазақстан Республикасының Ұлттық ядролық орталығы» РМК, Курчатова, Қазақстан

* Байланыс үшін E-mail: zhakiya@nnc.kz

Сутегі энергияның перспективалы көзі болып табылады, сондықтан оны сақтаудың сенімді және тиімді әдістерін әзірлеу қажет. Интерметаллидті қосылыстарда сутекті сақтау технологиясы ең перспективалы болып табылады. Бұл әдіс ең қауіпсіз әдістердің бірі болып табылады және сутекті үлкен көлемдік тығыздықта сақтауға мүмкіндік береді. Бұл жұмыста механосинтез және ұшқын-плазмалық агломерация әдістерімен синтезделген LaNi_5 негізіндегі қорытпалардың фазалық және құрылымдық құрамына титанмен легирлеудің әсері зерттелді. Рентгендік фазалық талдаудың көмегімен негізгі матрицалық фазаның LaNi_5 екендігі анықталды, сонымен қатар TiNi интерметаллидті пайда болады. Бірқатар үлгілерде жергілікті тотығу нәтижесінде пайда болған La_2O_3 және TiO_2 оксидтік фазалары табылды. LNT-1 үлгісінде кристалдылық пен фазалық біртектіліктің оңтайлы сипаттамалары анықталды, бұл таңдалған өңдеу жағдайларының жоғары тиімділігін растайды. Титанмен легирленген LaNi_5 негізіндегі металлидті қосылысты алудың оңтайлы шарттары мыналар болып табылады: шарлардың массасы мен ұнтақ массасының арақатынасы (BPR) 20:1 ұзақтығы 8 сағат, айналу жылдамдығы 350 айн/мин және ҰПА 2 МПа, температура 1300 °С және экспозиция уақыты 5 минут. Нәтижелер сутекті қатты күйінде сақтау үшін жақсартылған сипаттамалары бар материалдарды жасау үшін осы тәсілді ұсынуға мүмкіндік береді.

Түйін сөздер: сутекті сақтау, интерметалдық қосылыстар, механосинтез, ұшқын-плазмалық пісіру, рентгено-фазалық талдау.

**EFFECT OF TITANIUM ON THE PHASE STATE
OF LaNi₅-BASED HYDROGEN STORAGE MATERIALS**

**A. Zh. Miniyazov¹, M. K. Skakov², N. M. Mukhamedova¹, G. K. Zhanbolatova¹,
R. E. Zhakiya^{1*}, A. A. Sabyrtaeva¹, O. Oken¹**

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

² RSE “National Nuclear Center of the Republic of Kazakhstan”, Kurchatov, Kazakhstan

* E-mail for contacts: zhakiya@nnc.kz

Hydrogen is a promising source of energy, which requires the development of reliable and efficient methods of its storage. The most promising technology is the storage of hydrogen in intermetallic compounds. This method is one of the safest and allows you to store hydrogen with a higher volume density. In this work, the effect of titanium alloying on the phase and structural composition of LaNi₅-based alloys synthesized by mechanosynthesis and spark plasma sintering is studied. X-ray phase analysis revealed that LaNi₅ is the main matrix phase, and TiNi intermetallic compound is also formed. The oxide phases La₂O₃ and TiO₂, which arose as a result of local oxidation, were found in a number of samples. Optimal crystallinity and phase uniformity characteristics were found in the LNT-1 sample, which confirms the high efficiency of the selected processing conditions. The optimal conditions for obtaining an intermetallic compound based on LaNi₅ doped with titanium are: The ratio of the mass of the balls to the mass of the powder (BPR) is 20:1 for a duration of 8 hours with a rotation speed of 350 rpm and IPS at a pressure of 2 MPa, a temperature of 1300 °C and a holding time of 5 minutes. The results obtained allow us to recommend this approach for creating materials with improved characteristics for solid-state hydrogen storage.

Keywords: *hydrogen storage, intermetallic compounds, mechanosynthesis, spark plasma sintering (SPS), X-ray phase analysis.*

<https://doi.org/10.52676/1729-7885-2025-3-228-232>

УДК 621.039.64

РАЗРАБОТКА И СОЗДАНИЕ ЭЛЕКТРОЛИТА YSZ МЕТОДОМ МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ ДЛЯ ПРОМЕЖУТОЧНОТЕМПЕРАТУРНЫХ ТВЕРДООКСИДНЫХ ТОПЛИВНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ

С. Опахай*, К. А. Кутербек, К. Ж. Бекмырза, А. М. Кабышев,
М. М. Кубенова, Ж. С. Зейнулла, Н. К. Айдарбеков

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

* E-mail для контактов: serikzhan.opakhai07@gmail.com

В работе представлена разработка технологии формирования тонкопленочного электролита на основе стабилизированного диоксида циркония (YSZ) методом реактивного магнетронного распыления для промежуточнотемпературных твердооксидных топливных элементов (IT-SOFC). Полученные покрытия исследованы с использованием электронной микроскопии (SEM), рентгенофазового анализа (XRD), вольт-амперной характеристики (ВАХ) и электрохимической импедансной спектроскопии (EIS). Показано, что сформированные пленки YSZ обладают плотной структурой, высокой адгезией к анодной подложке и кубической фазой с преобладанием ориентации (111). Размер кристаллитов составляет 10–12 нм. Экспериментальные ВАХ демонстрируют повышение пиковой мощности от ~0,2 Вт/см² при 600 °С до ~1,1 Вт/см² при 800 °С, а результаты EIS показывают снижение суммарного сопротивления с 2,2 до 0,9 Ом·см² в том же температурном диапазоне. Полученные данные подтверждают высокую ионную проводимость, термостабильность и герметичность тонкопленочного YSZ-электролита, что свидетельствует о его перспективности для применения в энергоэффективных IT-SOFC нового поколения.

Ключевые слова: *промежуточнотемпературный твердооксидный топливный элемент (IT-SOFC), YSZ электролит, магнетронное распыление, тонкопленочные покрытия, ионная проводимость, электронно-пучковая обработка, фазовый анализ, структура электролита, электрохимические характеристики.*

ВВЕДЕНИЕ

Водородная энергетика в настоящее время рассматривается в качестве одного из ключевых направлений в стратегии глобального перехода к низкоуглеродной экономике. В условиях нарастающей климатической угрозы, роста цен на ископаемое топливо и стремления к повышению энергоэффективности, широкое внедрение водородных технологий становится важной задачей для научного и промышленного сообществ. Особое место среди водородных энергетических систем занимают твердооксидные топливные элементы (ТОТЭ), отличающиеся высоким коэффициентом полезного действия, универсальностью по типу топлива и возможностью интеграции в комбинированные тепло- и электроснабжающие установки [1, 2]. ТОТЭ представляют собой перспективные электрохимические устройства прямого преобразования химической энергии топлива в электрическую энергию с высокой эффективностью и экологической чистотой. Основным элементом конструкции ТОТЭ – это твердый электролит, обеспечивающий транспорт кислородных ионов от катода к аноду, где происходит электрохимическое окисление топлива. Эффективность и долговечность всей ячейки во многом определяются свойствами и качеством электролитного слоя [3].

Наиболее распространенным материалом электролита является стабилизированный иттрием диоксид циркония (YSZ), обладающий высокой кислородно-ионной проводимостью, хорошей химической стабильностью в восстановительной и окислительной атмосферах, а также совместимостью с анодными

и катодными материалами [4]. Однако для обеспечения достаточной проводимости традиционные керамические электролиты на основе YSZ требуют температур эксплуатации, превышающих 800 °С. Такие высокие температуры способствуют деградации материалов, термомеханическим напряжениям на границах раздела, взаимодействию катод-электролит (например, LSCF/YSZ) с образованием фаз La₂Zr₂O₇ и SrZrO₃ [5], а также увеличивают требования к герметизации и стоимости системы в целом.

Современные тенденции направлены на снижение рабочих температур до промежуточного диапазона (600–800 °С), где возможно сочетание высокой эффективности и длительного срока службы. Однако снижение температуры приводит к экспоненциальному росту сопротивления электролита, что ограничивает выходную мощность и энергетическую эффективность ТОТЭ. Одним из наиболее эффективных решений данной проблемы является уменьшение толщины электролита до микрометрового и субмикронного уровней. Это позволяет существенно снизить общее сопротивление и обеспечить необходимую ионную проводимость даже при пониженных температурах [6].

Среди различных методов формирования тонких электролитных слоев (PLD, CVD, ALD, EPD, печатные технологии) особое внимание уделяется реактивному магнетронному распылению. Этот метод обладает рядом преимуществ: возможностью точного контроля состава и толщины покрытия, высокой плотностью осажденных пленок, хорошей адгезией к подложке, масштабируемостью процесса и возмож-

ностью интеграции в промышленные производственные линии [7]. В то же время, достижение высокой плотности и фазовой чистоты при низких температурах осаждения требует оптимизации параметров процесса и в ряде случаев применения дополнительных методов уплотнения, таких как импульсная электронно-пучковая обработка (ПЭБО) [8].

Важной задачей при создании тонкопленочных электролитов является обеспечение высокой плотности пленки, исключающей проникновение газов и электронов, а также достижение однородной микроструктуры и стабильной кубической фазы YSZ. Кроме того, критически важным является формирование прочного и термостабильного интерфейса между электролитом и пористой анодной подложкой на основе NiO/YSZ, способного выдерживать тепловые и механические циклы без деградации [9].

В данной работе рассматривается разработка технологии нанесения тонкопленочного электролита YSZ методом реактивного магнетронного распыления на пористую анодную подложку NiO/YSZ, исследуется влияние параметров осаждения на морфологические и структурные характеристики покрытия, а также проводится оценка электрохимических характеристик единичных ТОТЭ с целью определения потенциала применения разработанной технологии в составе ИТ-SOFC нового поколения.

ОБЪЕКТЫ И МЕТОДЫ

Методика эксперимента

Подложками для осаждения тонкопленочных слоев электролита YSZ служили коммерческие пористые аноды на основе NiO–YSZ для твердооксидных топливных элементов (производства Fuel Cell Materials, США) толщиной 0,5 мм и диаметром 25 мм. Осаждение однослойной тонкой пленки электролита YSZ осуществлялось методом реактивного магнетронного распыления с использованием композитной мишени состава $Zr_{0.86}Y_{0.14}$ диаметром 75 мм. Распыление проводилось в атмосфере кислорода и аргона при рабочем давлении 0,25 Па. Для распыления использовался импульсный биполярный источник питания (Advanced Energy Industries, Inc., США) с частотой импульсов 100 кГц и обратными импульсами напряжения длительностью 5 мкс и амплитудой 20% от номинального отрицательного напряжения распыления. Средняя мощность при распылении составляла 2,5–3 кВт. Расстояние между мишенью магнетрона и подложкой составляло 90 мм. Перед распылением подложку нагревали до температуры 450 °С.

РЕЗУЛЬТАТЫ И ОБСУЖДЕНИЕ

Анализ поперечного сечения топливных элементов с осажденным электролитом YSZ, выполненный методом растровой электронной микроскопии (SEM), показал формирование плотного, однородного слоя толщиной ~4,2 мкм. Покрытие надежно перекрывает пористую анодную подложку на основе

NiO–YSZ без трещин и пустот, демонстрируя хорошую адгезию к подложке. Компактность и сплошность пленки указывают на успешное подавление дефектов в процессе осаждения, что критично для предотвращения утечек и достижения высокого открытого напряжения (рисунок 1).

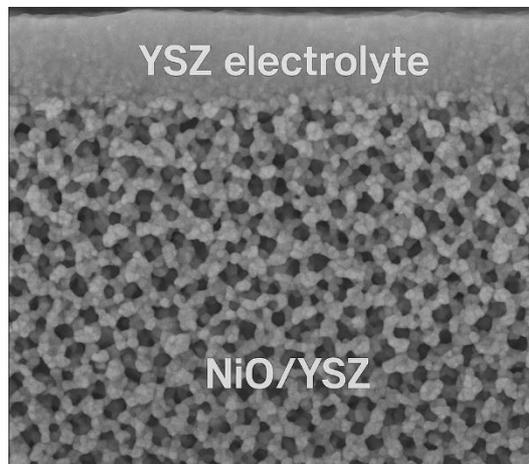


Рисунок 1. SEM-изображение поперечного сечения ИТ-SOFC с тонкопленочным электролитом YSZ, осажденным на пористую подложку NiO/YSZ

Рентгенофазовый анализ (XRD) показал формирование кристаллической кубической фазы стабилизированного диоксида циркония (YSZ), что подтверждается наличием характерных пиков при $2\theta \approx 30,2^\circ, 34,8^\circ, 50,1^\circ, 59,9^\circ$ и $73,2^\circ$, соответствующих плоскостям (111), (200), (220), (311) и (400) (рисунок 2). Наиболее интенсивный пик (111) свидетельствует о преимущественной текстуре покрытия. Отсутствие посторонних фаз указывает на высокую чистоту и фазовую однородность образца. Расчетный размер кристаллитов составляет 10–12 нм, что соответствует нанокристаллической структуре. Результаты XRD подтверждают, что метод реактивного магнетронного распыления обеспечивает получение плотной, стабильной и высокоупорядоченной YSZ-пленки, пригодной для применения в ИТ-SOFC.

На графике представлены вольт-амперные и мощностные характеристики твердооксидного топливного элемента с тонкопленочным электролитом YSZ при температурах 600–800 °С. С ростом температуры наблюдается увеличение выходного напряжения и плотности тока, а также значительное повышение пиковой мощности – от ~0,2 Вт/см² при 600 °С до ~1,1 Вт/см² при 800 °С. Улучшение характеристик с повышением температуры обусловлено снижением поляризационного и омического сопротивления за счет повышения ионной проводимости YSZ и ускорения электрохимических процессов на электродах. Наиболее стабильные и эффективные параметры зафиксированы при 750–800 °С, что подтверждает применимость полученного электролита для работы в режиме промежуточных температур (рисунок 3).

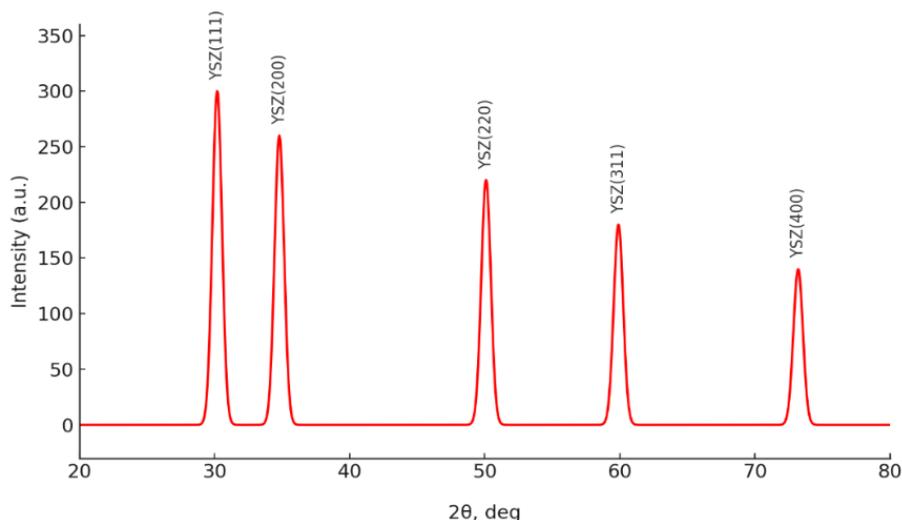


Рисунок 2. Дифрактограмма тонкопленочного электролита YSZ, полученного методом реактивного магнетронного распыления

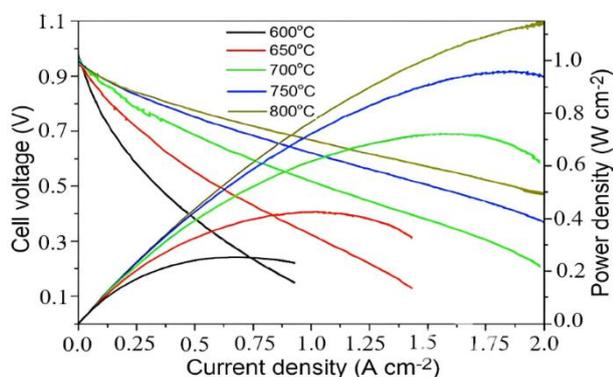


Рисунок 3. Вольт-амперные и мощностные характеристики IT-SOFC с тонкопленочным электролитом YSZ при различных температурах (600–800 °C)

Полученные данные подтверждают эффективность метода реактивного магнетронного распыления для формирования плотных, однородных и газонепроницаемых слоев электролита YSZ. Высокие значения OCV, плотности тока и пиковой мощности, а также стабильность фазового состава и микроструктуры указывают на перспективность данной технологии для применения в энергоэффективных IT-SOFC. Использование тонкопленочного электролита позволяет существенно снизить омические потери и обеспечить стабильную работу ячейки в диапазоне 700–800 °C.

На представленном графике (рисунок 4) показана диаграмма Найквиста, полученная методом электрохимической импедансной спектроскопии (EIS) для IT-SOFC с тонкопленочным электролитом YSZ при температурах 600 °C, 700 °C и 800 °C. Каждая дуга отражает совокупное сопротивление ячейки, включающее омическое (R_{ohm}) и поляризационное (R_{pol}) сопротивления. При температуре 600 °C общее сопротивление составляло около 2,2 Ом·см², из кото-

рых 1,2 Ом·см² приходится на R_{ohm} , а 1,0 Ом·см² – на R_{pol} . При 700 °C наблюдалось снижение значений R_{ohm} до 0,9 Ом·см² и R_{pol} до 0,7 Ом·см², а при 800 °C – до 0,5 Ом·см² и 0,4 Ом·см² соответственно. Снижение сопротивлений с ростом температуры обусловлено увеличением подвижности кислородных ионов в структуре YSZ и улучшением межфазной проводимости на границах электродов.

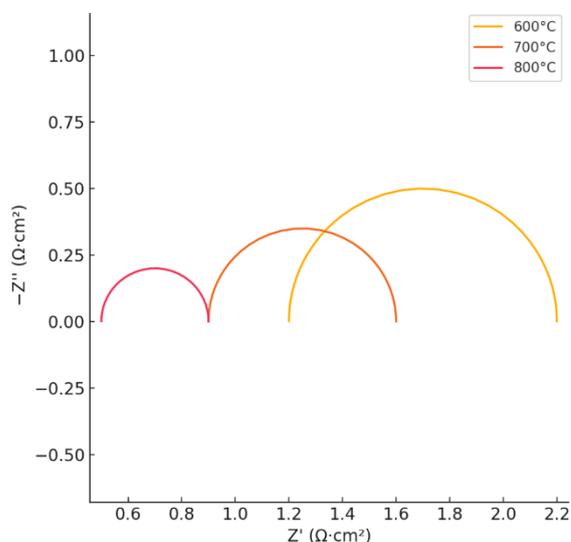


Рисунок 4. EIS диаграмма IT-SOFC с тонкопленочным электролитом YSZ при различных температурах (600–800 °C)

Таким образом, результаты EIS демонстрируют значительное снижение сопротивления с ростом температуры и подтверждают высокую ионную проводимость и стабильную межфазную активность тонкопленочного YSZ-электролита в диапазоне 700–800 °C, что делает его перспективным материалом для IT-SOFC.

ВЫВОДЫ

Разработан эффективный метод формирования тонкопленочного электролита на основе YSZ методом реактивного магнетронного распыления, обеспечивающий получение плотных, однородных и кристаллически стабильных покрытий на анодной подложке NiO–YSZ. Морфологический анализ (SEM) показал, что толщина сформированной пленки составляет около 4,2 мкм, а структура покрытия не содержит трещин или пор, что гарантирует газонепроницаемость и надежную работу ячейки. Рентгенофазовый анализ (XRD) подтвердил формирование кубической фазы стабилизированного диоксида циркония с преобладанием ориентации (111) и размером кристаллитов 10–12 нм, что соответствует нанокристаллической упорядоченной структуре. Электрохимические испытания показали повышение пиковой мощности с 0,2 до 1,1 Вт/см² в температурном диапазоне 600–800 °С, что подтверждает снижение поляризационных и омических потерь при повышении температуры. Импедансная спектроскопия (EIS) продемонстрировала значительное снижение суммарного сопротивления ячейки – от 2,2 Ом·см² при 600 °С до 0,9 Ом·см² при 800 °С, что связано с повышением ионной проводимости электролита и улучшением межфазных процессов. Представленные результаты подтверждают, что полученный тонкопленочный YSZ-электролит обладает необходимыми структурными и электрохимическими свойствами для применения в IT-SOFC и может быть использован в качестве базовой технологии в следующем поколении энергоэффективных топливных элементов.

Финансирование

Исследования выполнены при финансовой поддержке МНВО РК (BR21882359 «Развитие и применение наукоемких технологий производства, хранения, транспортировки водорода и электрогенерирующих устройств для высокоэффективного внедрения водородной энергетики в Казахстане»).

ЛИТЕРАТУРА / REFERENCES

1. Le P. A., Trung V. D., Nguyen P. L., Phung T. V. B., Natsuki J., Natsuki T. The current status of hydrogen energy: an overview // RSC Advances. – 2023. – Vol. 13, No. 40. – P. 28262–28287.
2. Zou C., Li J., Zhang X., Jin X., Xiong B., Yu H., Pan S. Industrial status, technological progress, challenges, and prospects of hydrogen energy // Natural Gas Industry B. – 2022. – Vol. 9, No. 5. – P. 427–447.
3. Singh M., Zappa D., Comini E. Solid oxide fuel cell: Decade of progress, future perspectives and challenges // International Journal of Hydrogen Energy. – 2021. – Vol. 46, No. 54. – P. 27643–27674.
4. Jaiswal N., Tanwar K., Suman R., Kumar D., Upadhyay S., Parkash O. A brief review on ceria based solid electrolytes for solid oxide fuel cells // Journal of Alloys and Compounds. – 2019. – Vol. 781. – P. 984–1005.
5. Dwivedi S. Solid oxide fuel cell: Materials for anode, cathode and electrolyte // International Journal of Hydrogen Energy. – 2020. – Vol. 45, No. 44. – P. 23988–24013.
6. Golkhatmi S. Z., Asghar M. I., Lund P. D. A review on solid oxide fuel cell durability: Latest progress, mechanisms, and study tools // Renewable and Sustainable Energy Reviews. – 2022. – Vol. 161. – P. 1–34.
7. Liang F., Yang J., Zhao Y., Zhou Y., Yan Z., He J., Han M. A review of thin film electrolytes fabricated by physical vapor deposition for solid oxide fuel cells // International Journal of Hydrogen Energy. – 2022. – Vol. 47, No. 87. – P. 36926–36952.
8. Zakaria Z., Awang Mat Z., Abu Hassan S. H., Boon Kar Y. A review of solid oxide fuel cell component fabrication methods toward lowering temperature // International Journal of Energy Research. – 2020. – Vol. 44, No. 2. – P. 594–611.
9. Lee Y. H., Chang I., Cho G. Y., Park J., Yu W., Tanveer W. H., Cha S. W. Thin film solid oxide fuel cells operating below 600 °C: a review // International Journal of Precision Engineering and Manufacturing-Green Technology. – 2018. – Vol. 5. – P. 441–453.

АРАЛЫҚ ТЕМПЕРАТУРАДАҒЫ ҚАТТЫ ОКСИДТІ ОТЫН ЭЛЕМЕНТТЕРІ ҮШІН МАГНЕТРОНДЫ
ШАШЫРАТУ ӘДІСІМЕН YSZ ЭЛЕКТРОЛИТІН ӘЗІРЛЕУ ЖӘНЕ ӨНДІРУ

С. Опахай*, К. А. Кутербек, К. Ж. Бекмырза, А. М. Кабышев,
М. М. Кубенова, Ж. С. Зейнулла, Н. К. Айдарбеков

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

** Байланыс үшін E-mail: serikzhan.opakhai07@gmail.com*

Бұл жұмыста аралық температуралы қатты оксидті отын элементтері (IT-SOFC) үшін реактивті магнетрондық бүрку әдісімен тұрақтандырылған цирконий диоксиді (YSZ) негізіндегі жұқа қабықты электролитті қалыптастыру технологиясы ұсынылған. Алынған жабындар сканерлеуші электрондық микроскопия (SEM), рентгендік фазалық талдау (XRD), вольт-амперлік сипаттамалар (BAC) және электрохимиялық импеданстық спектроскопия (EIS) әдістерімен зерттелді. YSZ қабықшалары тығыз құрылымға, анодтық негізге жоғары адгезияға және (111) бағдарлануымен басым болатын кубтық фазаға ие екені көрсетілді. Кристаллиттердің өлшемі 10–12 нм құрайды. Эксперименттік BAC нәтижелері 600 °C температурада ~0,2 Вт/см²-тан бастап 800 °C температурада ~1,1 Вт/см²-қа дейінгі қуат тығыздығының артуын көрсетеді, ал EIS нәтижелері осы температуралық диапазонда жалпы кедергінің 2,2-ден 0,9 Ом·см²-ге дейін төмендеуін көрсетті. Алынған мәліметтер жұқа қабықты YSZ-электролиттің жоғары иондық өткізгіштігін, термиялық тұрақтылығын және тығыздығын растайды, бұл оны жаңа буындағы энергия үнемдеуші IT-SOFC үшін тиімді етеді.

Түйін сөздер: *аралық температуралы қатты оксидті отын элементі (IT-SOFC), YSZ электролиті, магнетрондық бүрку, жұқа қабықты жабындар, иондық өткізгіштік, электрон-сәулелік өңдеу, фазалық талдау, электролит құрылымы, электрохимиялық сипаттамалар.*

DEVELOPMENT AND FABRICATION OF A YSZ ELECTROLYTE BY MAGNETRON SPUTTERING
FOR INTERMEDIATE-TEMPERATURE SOLID OXIDE FUEL CELLS

S. Opakhai*, K. A. Kuterbekov, K. Zh. Bekmyrza, A. M. Kabyshev,
M. M. Kubenova, Zh. S. Zeinulla, N. K. Aidarbekov

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

** E-mail for contacts: serikzhan.opakhai07@gmail.com*

This work presents the development of a technology for forming a thin-film electrolyte based on yttria-stabilized zirconia (YSZ) using reactive magnetron sputtering for intermediate-temperature solid oxide fuel cells (IT-SOFCs). The resulting coatings were characterized by scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD), current–voltage (I–V) measurements, and electrochemical impedance spectroscopy (EIS). The fabricated YSZ films exhibited a dense structure, strong adhesion to the anode substrate, and a cubic phase with predominant (111) orientation. The crystallite size was found to be 10–12 nm. Experimental I–V curves showed an increase in peak power density from ~0.2 W/cm² at 600 °C to ~1.1 W/cm² at 800 °C, while EIS results indicated a decrease in total resistance from 2.2 to 0.9 Ω·cm² over the same temperature range. These results confirm the high ionic conductivity, thermal stability, and gas-tightness of the thin-film YSZ electrolyte, highlighting its potential for use in next-generation energy-efficient IT-SOFCs.

Keywords: *intermediate-temperature solid oxide fuel cell (IT-SOFC), YSZ electrolyte, magnetron sputtering, thin-film coatings, ionic conductivity, electron beam treatment, phase analysis, electrolyte structure, electrochemical properties.*

СПИСОК АВТОРОВ

- Агуп К., 77
Bakhyt Zh. A., 5
Beisebekov M. M., 77
Berdibay N., 77
Kabdrakhmanova S., 77
Kadyrbolat N. Ye., 5
Kantay N., 77
Kerimkulova A. Zh., 77
Kukhareva A. D., 77
Kurmangaliev R. Kh., 5
Kusainov R. K., 5
Nauryzova S., 77
Pirniyazova P. M., 156
Satbayeva Z. A., 5
Shaimardan E., 77
Shynarbek A. B., 5
Абдрахметова А. А., 25
Абулгазинова Д. И., 103, 129
Айдарбеков Н. К., 228
Айдарханова А. К., 58
Акилбеков А. Т., 25
Алдаберген І. Е., 68
Александрович И. А., 201
Алтынов Е. А., 94
Амангельдиева Ю. О., 14
Аншокова Д. К., 122
Байгазинов Ж. А., 122
Байгазы С. А., 201
Баймолданова Л. С., 113
Баймуханов З. К., 25
Бакланов В. В., 176
Бакланова Ю. Ю., 103, 129
Балтабаева Д. Э., 14
Баяндинова М.Б., 113
Бекмагамбетова Б. Е., 211
Бекмырза К. Ж., 228
Бексейтова Қ., 94
Бондаренко А. В., 25
Боранбаева А. Н., 86
Боргеков Д. Б., 136
Бурко А. А., 25
Витюк В. А., 37
Витюк Г. А., 37, 50
Гетман Д. В., 183
Гордиенко Г. И., 164
Градобоев А. В., 192
Губин А. М., 183
Гулькин А. В., 183
Даулетбекова А. К., 25
Джунисбекова Д. А., 25
Должиков С. А., 50, 147
Дюсембаева М. Т., 58
Әбдімүтәліп А. Н., 14
Жадыранова А. А., 122
Жакия Р. Е., 219
Жамалдинов Ф. Ф., 58
Жанболатов О. М., 37, 50
Жанболатова Ғ. Қ., 219
Женис К., 183
Жиганбаев М. Ю., 164
Жумадилов К. Ш., 122
Зарва Д. Б., 183
Зейнулла Ж. С., 228
Иркимбеков Р. А., 37, 50
Кабышев А. М., 228
Калиекперов М. Е., 136
Кашикбаев Е. А., 183
Козловский А. Л., 136
Колбин В. В., 58
Коровиков А. Г., 129
Коровикова Т. В., 58
Котов С. В., 183
Кошкарлова В. М., 25
Кубенова М. М., 228
Кудайбергенов К. К., 94
Куздеубай А. А., 37
Курбанбеков Ш. Р., 14
Кусаинов А. Т., 183
Кутербеков К. А., 228
Қабдылқақов Е. А., 147
Лапутько Д. Д., 25
Литвинов Ю. Г., 164
Меркель А. И., 58
Миниязов А. Ж., 192, 211, 219
Мукенева С. А., 183
Мунасбаева К. К., 136
Мухамедиев А. К., 37, 129
Мухамедияров Н. Ж., 122
Мухамедов Н. Е., 37, 50, 147
Мухамедова Н. М., 211, 219
Ольховик Д. А., 183
Опахай С., 228
Оспанова Ж. Н., 211
Өкен О., 219
Паницкий А. В., 201
Пахниц А. В., 147
Поспелов В. А., 103, 129, 176
Рахадиллов Б. К., 113
Рахимова Б. У., 94
Сабыртаева А. А., 219
Савкин В. И., 183
Сейсенбаева М. К., 103, 129
Сейтов Б. Ж., 14
Сейтхан А., 94
Сембаева Г. Н., 68
Серикбаева А. К., 86
Скаков М. К., 192, 211, 219
Соколов И. А., 192
Сураев А. С., 50, 147
Сысалетин А. В., 176
Ташекова А. Ж., 58
Туленбергенов Т. Р., 192
Чектыбаев Б. Ж., 183, 192
Шамшиденов М. К., 94
Шапель А. А., 25
Шлимас Д. И., 136
Яковлев В. В., 129

ТРЕБОВАНИЯ К ОФОРМЛЕНИЮ СТАТЕЙ

Статьи для публикации в журнале отправляются авторами после регистрации на веб-сайте журнала в электронном виде в формате MS WORD (.docx).

Текст печатается **в одну колонку** 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 (600–2400 dpi). Горизонтальное расположение листов не допускается.

Используйте шрифт Times New Roman высотой 10 пунктов. Пожалуйста, используйте встроенные стили заголовков (Заголовков 1, 2...) только для названия статьи и заголовков подразделов, и не используйте их для обычного текста, таблиц и подрисовочных подписей.

В левом верхнем углу первой страницы **должен быть указан индекс УДК**. Название статьи печатается ниже заглавными буквами, в одном абзаце. После этого печатается текст краткой аннотации на языке статьи (100–3000 символов), и отдельной строкой (после фразы Ключевые слова) – ключевые слова (5–10). Далее, со следующего абзаца – основной текст, содержащий разделы: Введение, Основную часть, Результаты (возможно, с подразделами) и Заключение. После текста статьи приводится список литературы (на языках оригиналов) и блоки «название статьи, аннотация, ключевые слова» на двух оставшихся языках.

Обратите внимание, что ФИО авторов и представляемые организации в статье указывать не нужно, т.к. статьи проходят двойное «слепое» рецензирование. **Эту информацию НЕОБХОДИМО заполнить на трех языках (русском, казахском, английском) в форме на веб-сайте журнала при подаче статьи. Рекомендуем заранее подготовить ее в виде отдельного документа с таблицами по образцу (см. ОБРАЗЕЦ на следующей странице) и приложить к статье.**

Для текста статьи используйте одинарный межстрочный интервал, между абзацами не нужно вставлять пустые абзацы и строки.

Не используйте таблицы для расположения иллюстраций и подрисовочных подписей, а также средства рисования MS Word поверх иллюстраций.

Максимально допустимый объем статьи – 10 страниц.

При написании статей необходимо придерживаться следующих требований:

- Окончательная редакция статьи, прошедшая рецензирование и допущенная к публикации, должна содержать блоки на трех языках – казахском, английском и русском, с указанием названия статьи, фамилий, имен, отчеств авторов, полного названия организаций, городов и стран местонахождения, которые они представляют, аннотации (объемом 100–3000 символов, включая знаки препинания и пробелы), и ключевых слов (5–10).
- Ссылки на литературные источники даются в тексте статьи цифрами в квадратных [...] скобках по мере упоминания. Список литературы приводится по ГОСТ 7.1-2003.
- Пожалуйста, не используйте механизм автоматической нумерации (поля) MS Word для нумерации ссылок на литературу, списков, рисунков и таблиц – используйте обычный текст;
- Иллюстрации (графики, схемы, диаграммы) должны быть выполнены на компьютере (ширина рисунка 8 или 14 см). Особое внимание обратите на надписи на рисунке – они должны быть различимы при уменьшении до указанных выше размеров. Файлы рисунков должны быть представлены отдельно в одном из растровых – .tif, .png (для схем и рисунков с надписями), .jpg (для фото) с разрешением 300 dpi (~1000 px для рисунков шириной 8 см и ~1800 px для рисунков шириной 14 см) или векторных – .svg, .wmf, .emf форматах. Названия файлов должны соответствовать положению в статье (напр. Рисунок 1-a.tif). Для надписей на рисунках предпочтительно использовать шрифт Arial Narrow или аналогичный (узкий шрифт без засечек).
- Математические формулы в тексте должны быть набраны как уравнения MS Word или формулы MathType. Следует нумеровать лишь те формулы, на которые имеются ссылки в тексте.
- Текст должен быть тщательным образом выверен и отредактирован. Бумажная версия статьи должна быть в конце подписана авторами.

К статье прилагаются следующие документы:

- 1) *Сопроводительное письмо от авторов*, в котором должны содержаться сведения о том, что статья может быть опубликована в открытой печати, ранее не была опубликована, не находится на рассмотрении на предмет публикации в других изданиях, статья не содержит информации, способной привести к конфликту интересов.
- 2) *Файлы рисунков*.

Название статьи, аннотация, ключевые слова, а также сведения обо всех авторах статьи и представляемых организациях заполняются **на 3-х языках (русском, казахском, английском) в форме на сайте при подаче статьи** (эту информацию также желательно приложить к статье в виде отдельного файла – см. ОБРАЗЕЦ на следующей странице).

Дополнительную актуальную информацию по оформлению, подготовке статей, авторским правам, регистрации можно получить на веб-сайте журнала в разделе **Правила для авторов** (<https://journals.nnc.kz/jour/about/submissions>).

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

ОБРАЗЕЦ

Название статьи (на русском языке)

Таблица 1. Авторы (на русском языке)

Порядковый номер автора статьи	Фамилия	Имя полностью	Отчество полностью (если имеется)	Должность	Ученая степень	Телефон (без скобок, пробелов и дефисов)	Электронная почта	Номера организаций, которые представляет автор (из таблицы 2)
1	Иванов	Иван	Иванович	доцент	PhD	+57771114455	my_mail@mail.ru	1, 2
2	Петров	Петр	Петрович	зав. лаб.	к.ф.-м.н.	+69992223366	my_mail@google.com	1

Таблица 2. Организации (на русском языке)

Порядковый номер организации	Наименование	Полный почтовый адрес (индекс, страна, город, улица, дом)	Официальный веб-сайт (если имеется)
1	Евразийский национальный университет им. Л. Н. Гумилева	010008, Республика Казахстан, г. Нур-Султан, ул. Сатпаева, 2	www.enu.kz
2	Астанинский филиал Института ядерной физики МЭ РК	010008, Республика Казахстан, г. Нур-Султан, пр. Абылай хана, 2/1	www.inp.kz

Название статьи (на казахском языке)

Таблица 1. Авторы (на казахском языке)

Мақала авторының реттік нөмірі	Тегі	Толық аты	Әкесінің толық аты (болса)	Лауазымы	Ғылыми дәрежесі	Телефоны (жақшасыз, бос орынсыз және дефиссіз)	Электрондық поштасы	Автор ұйымдарының нөмірлері (2-кестеден)
1	Иванов	Иван	Иванович	доцент	PhD	+57771114455	my_mail@mail.ru	1, 2
2	Петров	Петр	Петрович	зертхана меңгерушісі	ф.-м.ғ.к.	+69992223366	my_mail@google.com	1

Таблица 2. Организации (на казахском языке)

Ұйымның реттік нөмірі	Атауы	Толық пошталық мекенжайы (индекс, ел, қала, көше, үй)	Ресми веб-сайт (болса)
1	Л. Н. Гумилев атындағы Еуразия ұлттық университеті	010008, Қазақстан Республикасы, Нұр-Сұлтан қ., Сәтпаев көшесі, 2	www.enu.kz
2	ҚР ЭМ Ядролық физика институтының Астана филиалы	010008, Қазақстан Республикасы, Нұр-Сұлтан қ., Абылай хан даңғылы, 2/1	www.inp.kz

Название статьи (на английском языке)

Таблица 1. Авторы (на английском языке)

Order number of author's article	Surname	Full Name	Full Middle Name (if any)	Position	Academic degree	Telephone (free of brackets, gaps and hyphens)	E-mail	Numbers of organizations representing by author (from Table 2)
1	Ivanov	Ivan	Ivanovich	Associate professor	PhD	+57771114455	my_mail@mail.ru	1, 2
2	Petrov	Peter	Petrovich	Chief of laboratory	Cand. of Phys. and Math. Sc.	+69992223366	my_mail@google.com	1

Таблица 2. Организации (на английском языке)

Order number of organization	Title	Full post address (zip code, country, city, street, house)	Official web-site (if any)
1	L.N. Eurasian National University	010008, Republic of Kazakhstan, Nur-Sultan, Satpaev st. 2	www.enu.kz
2	Astana Branch of the Institute of Nuclear Physics ME RK	010008, Republic of Kazakhstan, Nur-Sultan, ave. Abylai Khan, 2/1	www.inp.kz

Примечание: если информация отсутствует – оставляйте соответствующие ячейки таблицы пустыми.

Ответственный секретарь к.ф.-м.н. В.А. Витюк
тел. +7 (722-51) 3-33-35, E-mail: VITYUK@NNC.KZ

Технический редактор И.Г. Перепелкин
тел. +7 (722-51) 3-33-33, E-mail: IGOR@NNC.KZ

Адрес редакции: 180010, Казахстан, г. Курчатов, ул. Бейбіт атом, 2Б
<https://journals.nnc.kz/jour>

© Редакция журнала «Вестник НЯЦ РК», 2025

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

