

НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ СООБЩЕНИЯ

УДК 621.039.548

РАЗРУШЕНИЕ ДЕТАЛЕЙ ЯДЕРНЫХ УСТАНОВОК И ИЗМЕРИТЕЛЬНЫХ СИСТЕМ ИЗ ПИРОГРАФИТА

*Доровской В.М., Тутнов И.А. (НИЦ «Курчатовский ин-т», г. Москва),
Берестов А.В., Родионов В.Я. (НИЯУ МИФИ, г. Москва)*

В настоящем сообщении приведены результаты исследования методом трансмиссионной электронной микроскопии процессов зарождения и распространения микротрещин в изделиях из графитовых материалов, в частности, из пироуглерода [1—3].

Пирографит является слоистым материалом. Поэтому для получения слоя пирографита, пригодного для исследования в электронном микроскопе, необходимо первоначально получить отдельный слой или слои, прозрачные для электронов. С этой целью на массивный кусок пирографита наклеивали специальную липкую пленку. После отрыва от поверхности на ней оставался след из нескольких слоев пирографита. На этот след или следы вновь наклеивали липкую пленку и отрывали далее третью, четвертую пленку. Таким образом выполняли в рамках исследования технологическую процедуру расслоения пирографита. Повторяя подобные процедуры много раз, можно получить на липкой основе пленки слои пирографита, прозрачные для потока электронов энергией ~100 кэВ.

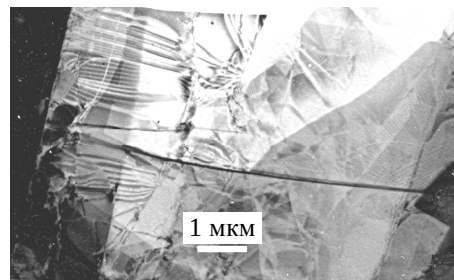
После получения необходимого по толщине слоя пирографита под микроскопом при увеличении 200× вырезали образец размером 1×1,5 мм, который помещали в ванну с четыреххлористым углеродом CCl_4 , где пленочная основа ленты растворялась, слои пирографита отделялись. По методике [3] приготавливали образец из расслоенного пирографита для дальнейшего исследования при деформировании путем одноосного растяжения в электронном микроскопе TEMSCAN-100CX (Япония).

Образцы деформировали растяжением с помощью стандартной приставки в колонне электронного микроскопа со скоростью 0,05 мкм/мин при непосредственном наблюдении за происходящими изменениями в структуре материала. При малой форме и размере снять кривую растяжения образца невозможно. На начальных этапах нагружения всех образцов, когда структура изменялась быстро, использовали видеозапись. В периоды прекращения нагружения и

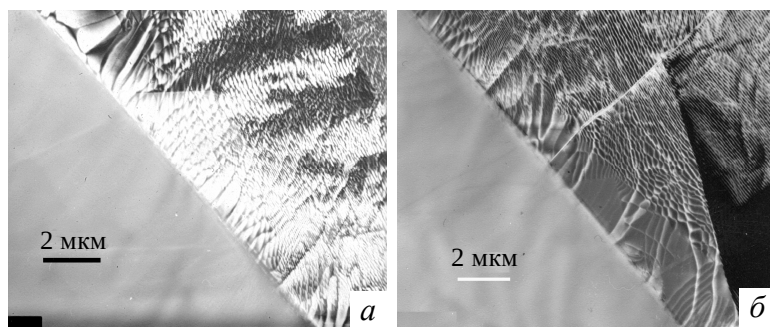
выдержки исследовали процессы релаксации, при этом структуру материала в вершине микротрещины фотографировали. Все фотографии были сделаны в темном поле.

На рис. 1 показана микротрещина, распространяющаяся в направлении, перпендикулярном вектору приложенной нагрузки после деформации 0,8%. Исследования с помощью стереопар показали, что канал, в котором распространяется микротрещина, представляет собой углубление в поверхности образца. Трещина не сквозная, а закрытая несколькими слоями пирографита. Ее края ровные, что характерно для хрупкого разрушения, вершина закрыта остатками другого разрушенного слоя. Можно предположить, что слои пирографита разрушаются не одновременно, одни полностью, другие частично. При этом ближе к поверхности образца можно видеть не до конца разрушенные слои пирографита. Они перекрывают основное русло микротрещины или, как в данном случае, ее вершину. На расстоянии 1—3 мкм от сторон микротрещины можно наблюдать муаровый узор, который свидетельствует о наличии двух или более слоев пирографита. На самих краях микротрещины наблюдаются остатки разрушенного слоя, в структуре которого просматриваются отдельные границы зерен, двойники и изгибные контуры, что свидетельствует об их кристалличности.

После увеличения деформации до 0,9% ширина канала микротрещин также возрастает. В процессе релаксации за счет выдержки образца при постоян-



Р и с. 1. Электронная микрофотография вершины микротрещины в образце пирографита после деформации 0,8%



Р и с. 2. Электронная микрофотография канала распространения микротрещины в образце пирогرافита после деформации 1% (а), деформации 1% и выдержки 10 мин (б)

ной деформации в течение 20 мин зародышевая микротрещина увеличивается в направлении к вершине основной трещины, затем объединяется с ее вершиной. Таким образом, основная и более крупная микротрещины при слиянии с зародышевой скачком увеличивают свою длину. Зародышевая микротрещина, которая находится в ближнем к поверхности слое, при этом почти не изменяет своих размеров.

На рис. 2, а показана электронная микрофотография канала распространения микротрещины после деформации 1%. Канал имеет ширину ~ 12 мкм и закрыт минимально двумя слоями пирогرافита, о чем свидетельствует муаровый узор, возникающий при наложении двух линейных решеток. Явление обусловлено тем, что повторяющиеся элементы двух решеток с немного разной частотой при наложении образуют промежутки. Как видно из сравнения с рис. 1, при увеличении деформации ширина канала распространения трещины существенно увеличивается. В канале распространения наблюдаются границы зерен, дислокации и изгибные контуры. Наблюдается и муаровый узор. После выдержки образца при деформации 1% в течение 10 мин в канале образуется микротрещина, которая распространяется по границе зерна и имеет острую форму в своей вершине (рис. 2, б).

Микротрещина тормозится на границе зерна. Ее вершина острая, т.е. в вершине еще не прошли процессы релаксации. Стороны трещины около вершины не закрыты слоями пирогرافита. На краях микротрещины наблюдаются остатки разрушенных слоев, в которых виден муаровый узор. Это может указывать на то, что произошло разрушение не одного слоя пирогرافита, а двух или более. Далее в процессе выдержки образца трещина затупляется, что свидетельствует об окончании релаксации.

Распространение микротрещин при деформации растяжением в узких каналах конструкционных материалов ранее наблюдали в образцах сплава циркония с 1% ниобия и аустенитной коррозионно-стойкой стали [3, 4]. Это объясняли тем, что при определенной степени деформации напряжения концентрируются в узком канале распространения трещин вдоль

структурных элементов, таких, как границы зерен или двойников. С помощью съемки стереопар показано, что материал в каналах претерпевает утонение до 99,97%. В настоящей работе также применяли съемку стереопар и обнаружили при деформировании пирогرافита утонение в каналах, в основном, за счет уменьшения расстояния между слоями. Доказательством этого могут служить два или более оставшихся слоев пирогرافита поверх канала распространения микротрещины при увеличении деформации, о чем свидетельствует муаровый узор.

Важным для построения имитационных моделей разрушения и прогнозирования ресурса деталей и изделий ядерных установок из пирогرافита является хрупкое и неодновременное разрушение слоев пирогرافита. При достижении определенной деформации один из слоев с механическим напряжением, достаточным для начала разрушения образца, растрескивается, другие слои скользят относительно разрушаемого. В результате по данным многих испытанных образцов можно видеть, что в каком-то слое образуется микротрещина, но выше разрушенного слоя имеет место неразрушенный слой пирогرافита или слои. При скольжении слоев пирогرافита может происходить торможение развития микротрещин на дефектах, таких, как, например, выделения. Это может привести к сдвигу слоев пирогرافита, находящихся вблизи разрушаемого слоя, затем и к разрушению. После облучения пирогرافита нейтронами слои могут упрочниться, стать более хрупкими, а скольжение между слоями будет затруднено, поэтому картина разрушения может существенно измениться.

По результатам исследований образцов можно предположить, что вид и формы развивающихся микротрещин в пирогرافите в большей степени характерны для трещин, которые развиваются по хрупкому механизму разрушения, так как стороны микротрещин ровные, а их вершины острые.

Пирографит является сильно анизотропным материалом. В силу этого отдельные слои испытанных образцов могут по-разному разрушаться в зависимости от кристаллографического направления и вектора приложения нагрузки. Поэтому в экспериментах можно было наблюдать, что одни слои образцов пирогرافита уже разрушены, другие еще нет. Но при достижении достаточной накопленной энергии для разрушения, например, в случае деформации образцов свыше 1% может произойти хрупкое разрушение многих слоев с образованием сквозной микротрещины.

Отдельные слои пирогرافита разрушаются по механизму хрупкого разрушения, хотя перед вершиной распространяющейся микротрещины могут наблюдаться зародышевые микротрещины. Наличие

зародышевых микротрещин в определенной мере может свидетельствовать о некоторой пластичности испытуемого материала. Поэтому в феноменологические имитационные модели разрушения изделий из пирогرافита может быть заложен и механизм вязкопластического разрушения материалов.

В заключение можно сделать вывод, что метод исследования с помощью трансмиссионной электронной микроскопии может успешно применяться для изучения процессов зарождения и кинетики распространения микротрещин в слоистых материалах. Экспериментальные данные будут полезны при совершенствовании имитационных моделей и методик, которые составляют основу для расчета на длительную прочность изделий и конструкций ядерных энергетических установок.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Доровской В.М., Тутнов И.А., Козлов В.В., Кудрявцев Е.М. Учет и контроль зарождения и распространения

микротрещин методами электронной микроскопии в конструкционных материалах объектов использования атомной энергии. — Атомная энергия, 2009, т. 106, вып. 2, с. 88—94.

2. Доровской В.М., Елесин Л.А., Платонов П.А., Тутнов А.А. Исследование микропроцессов разрушения при деформировании тонких пленок в колонне электронного микроскопа. — Вопросы атомной науки и техники. Сер. Атомное материаловедение, 1983, вып. 1(17), с. 27—30.
3. Доровской В.М., Тутнов И.А., Кудрявцев Е.М., Родионов В.Я. Моделирование разрушения пленочных материалов по данным электронной микроскопии. — Атомная энергия, 2010, т. 108, вып. 2, с. 91—95.
4. Доровской В.М., Елесин Л.А., Тутнов А.А. Образование и рост субмикроскопических и микроскопических трещин в нержавеющей аустенитной стали после облучения нейтронами. — Вопросы атомной науки и техники. Сер. Атомное материаловедение, 1984, вып. 1(19), с. 20—23.

Поступило в Редакцию 21.05.12

УДК 621.039.014

МИКРОБИОЛОГИЧЕСКИЙ ПОДХОД К ОЧИСТКЕ ЖИДКИХ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ

Сафонов А.В., Трегубова В.Е., Захарова Е.В., Константинова Л.И., Прошин И.М.

(Ин-т физхимии и электрохимии им. А.Н. Фрумкина РАН, г. Москва)

Большая часть образующихся жидких радиоактивных отходов относится к категории низкоактивных, которые характеризуются разнообразным химическим составом. Кроме радионуклидов суммарной активностью до 10 кБк/см³, в макроколичествах в них присутствуют нитратные и сульфатные натриевые соли концентрацией 10 г/дм³, трибутилфосфат, ацетаты и оксалаты, нефтепродукты (керосин, синтин, минеральные вакуумные и трансформаторные масла), дезактивирующие растворы, комплексоны (этилендиаминтетрауксусная кислота) [1]. При реализации основной концепции хранения радиоактивных отходов в сухих хранилищах в виде цементных матриц наличие нитрат-ионов и органических компонентов, в первую очередь, нефтепродуктов интенсифицирует процессы биогенной деструкции цемента за счет образования газов и органических кислот [2]. Нитратные соли и органические вещества снижают коэффициент очистки при использовании мембранных и ионообменных технологий. Следует отметить, что при глубинном захоронении жидких отходов в пласты-коллекторы токсичность нитратных солей превышает предельно допустимые значения более чем в 100 раз и их мобильность в подземных экосистемах трудно контролируется.

Известен опыт очистки водоемов и почвы, загрязненных нефтепродуктами, пестицидами, отхода-

ми различных химических производств, как *in situ*, так и в специальных устройствах — биореакторах [3, 4]. Отмечены относительно низкая себестоимость проводимых работ по сравнению с традиционными методами очистки и безопасность биологического метода для окружающей среды ввиду отсутствия агрессивных реагентов. Использование микробиологических методов очистки радиоактивных отходов низкого уровня активности упростит физико-химические способы выделения радионуклидов из растворов, что приведет к значительному сокращению объемов и снижению расходов на их захоронение.

Цель настоящей работы — оценить перспективность использования микрофлоры для биологического разрушения основных макрокомпонентов радиоактивных отходов низкого уровня активности.

Ранее были изучены особенности деструкции вакуумных и трансформаторных масел микроорганизмами, выделенными из пластовых вод второго горизонта хранилища «Северный» Горно-химического комбината и нефтяного месторождения «Ромашкинское» [5]. Отмечено, что, кроме ферментных систем, ответственных за разрушение различных фракций нефти, важную роль играют биогенные гликолипиды, обладающие поверхностно-активными свойствами. Целью работ была разработка научных основ для создания биологического модуля, позволяющего