

трубных каналов шахматное, шаг по вертикали 38 мм, угол по горизонтали 3°, диаметр каналов 16,25 мм.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. **Панасюк В.В.** Предельное равновесие хрупких тел с трещинами. Киев: Наукова думка, 1968.

2. **Стекольников В.В., Титов В.Ф.** Причины повреждения коллекторов теплоносителя и меры повышения надежности парогенераторов ПГВ-1000. — Атомная энергия, 1991, т. 71, вып. 4, с. 312—320.

3. **Бронштейн И.Н., Семендяев К.А.** Справочник по математике для инженеров и учащихся втузов. М.: Наука, 1981.

Поступила в Редакцию 29.10.10

УДК 537.868.3

ПОЛУЧЕНИЕ НАНОКРИСТАЛЛОВ ОКСИДОВ МЕТАЛЛОВ НА СВЧ-УСТАНОВКЕ

Дмитриев М.С., Коляскин А.Д., Петрунин В.Ф., Попов В.В. (НИЯУ МИФИ, г. Москва)

Привлекательность использования микроволновой энергии в технологии обработки оксидных и других керамических материалов и получении из них изделий основана на особенностях поглощения электромагнитного поля СВЧ-диапазона несовершенными диэлектриками и полупроводниками. В основе высокотемпературного СВЧ-нагрева материалов лежит их способность к непосредственному поглощению электромагнитной энергии [1]. Нагреваемый объект размещается в максимуме электрического поля СВЧ-резонатора, который является основной частью рабочей камеры.

Резонатор изготовлен из хорошо проводящего металла (медь, алюминий, коррозионно-стойкая сталь), имеет малые омические потери, поэтому система резонатор, при необходимости резонатор охлаждаемый—нагреваемый объект в температурном плане не является равновесной. Все это существенно отличает СВЧ-нагреватели от традиционных, например, муфельных.

Усредненные за период колебаний потери СВЧ-мощности P_d в диэлектрике определяются выражением

$$P_d = \frac{1}{2} \omega \varepsilon_0 \varepsilon_1 \operatorname{tg} \delta \int_V |E_d|^2 dV,$$

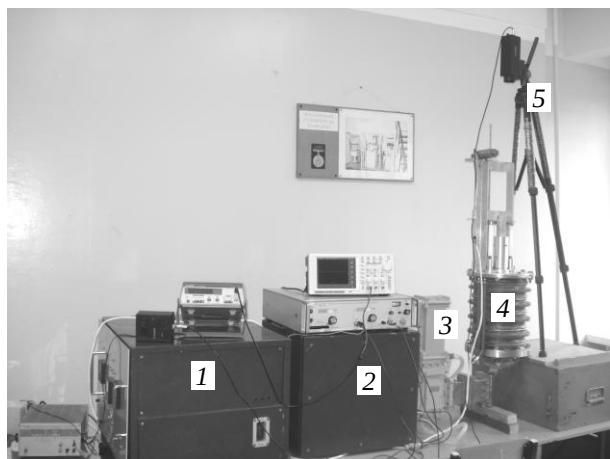
где ω — циклическая частота СВЧ-излучения; ε_1 , ε_2 — действительная и мнимая составляющая комплексной диэлектрической проницаемости нагреваемого тела соответственно, мнимая часть диэлектрической проницаемости пропорциональна эффективной электрической проводимости материала, учитывающей ток как проводимости, так и смещения; $\operatorname{tg} \delta = \varepsilon_2 / \varepsilon_1$ — тангенс угла диэлектрических потерь; E_d — ам-

плитуда электрического поля в диэлектрике; V — объем диэлектрика. Тепловые потери сосредоточены в пределах толщины скин-слоя нагреваемого объекта.

Отсюда следуют главные особенности СВЧ-нагрева. Во-первых, при соответствующем выборе размера объекта и длины волны генератора можно добиться высокой степени однородности по объему поглощения СВЧ-мощности и, как следствие, гомогенной внутренней структуры изделия. Во-вторых, нагрев носит объемный характер и является безынерционным, так как роль процессов теплопередачи в пределах объекта сведена к минимуму.

Использование нанопорошков и нанокристаллов улучшает характеристики керамики [2—4]. Использование наноматериалов, СВЧ-технологии обработки несовершенных диэлектриков могут быть полезными, например, при изготовлении топливных таблеток и керамических изделий с большим сечением поглощения нейтронов, а также при переработке радиоактивных отходов.

В НИЯУ МИФИ создана экспериментальная СВЧ-установка теплового воздействия на несовершенные диэлектрики и полупроводниковые материалы. Ее основными элементами являются СВЧ-генератор магнетронного типа с непрерывной выходной мощностью, ферритовый вентиль и рабочая камера (рис. 1). В установке используется генератор непрерывного действия мощностью 5 кВт, выполненный на базе магнетрона М-168 с рабочей частотой 2450 МГц. Он состоит из выпрямителя, формирующего постоянное анодное напряжение магнетрона и содержащего систему управления, и генерирующего СВЧ-мощность блока. Положительным качеством



Р и с. 1. Экспериментальная СВЧ-установка теплового воздействия на полупроводниковые материалы и несовершенные диэлектрики: 1 — выпрямитель СВЧ-генератора; 2 — генерирующий блок; 3 — ферритовый вентиль; 4 — рабочая камера; 5 — пирометр «Кельвин»

магнетрона является низкий 200—300 Вт уровень начала устойчивой генерации СВЧ-колебаний, что является полезным при проведении экспериментов.

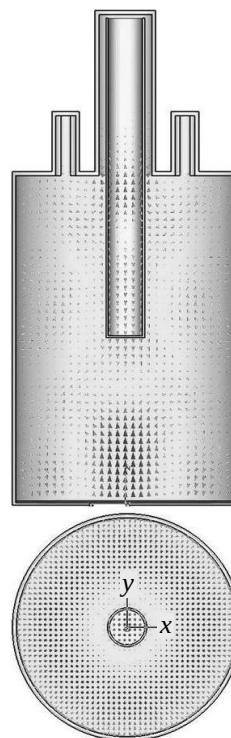
Допустимый коэффициент стоячей волны магнетрона М-168 равен 1,5. Такое небольшое значение в экспериментальной установке обеспечить затруднительно или нецелесообразно в силу неопределенности волнового сопротивления нагруженной рабочей камеры, например, из-за изменения электрофизических свойств нагреваемого объекта, неопределенности его исходных электродинамических характеристик и др. Поэтому для защиты магнетрона от действия обратной волны на выходе второго блока установлен ферритовый вентиль отечественного производства WFHI 2-24/1. Падающая волна проходит через вентиль напрямую, отраженная под действием поляризованных магнитов вентилля поворачивается на 90° и рассеивается в водяной нагрузке. Это делает магнетрон всегда согласованным с волноводным трактом.

Выбор типа, размера и конструкции рабочей камеры определяется постановкой задачи при проведении экспериментов или условиями эксплуатации. В работе использовали выполненный из меди высокочастотный цилиндрический СВЧ-резонатор диаметром 225, высотой 331 мм. В нижнем фланце резонатора имеется окно связи прямоугольной формы. В центре верхнего фланца находится отверстие диаметром 54 мм, предназначенное для введения в рабочую камеру керамического тигля, в котором находится

предназначенное для нагрева вещество. На верхнем фланце также смонтировано специальное устройство подстройки частоты резонатора. Подстройка осуществляется путем погружения в резонатор с помощью электропривода двух керамических стержней длиной 120, диаметром 12 мм. Диэлектрическая проницаемость керамики $\epsilon = 9,5$, тангенс угла диэлектрических потерь мал и составляет $\sim 10^{-4}$, стержни под действием вводимой в резонатор СВЧ-мощности не нагреваются.

Выполнен комплекс расчетов распределения СВЧ-полей, возбуждаемых в резонаторе, потерь СВЧ-мощности в нагреваемом объекте. В результате анализа результатов численного моделирования в качестве рабочего выбран вид колебаний E_{022} с азимутально-симметричным распределением электрического поля с максимумом в центре резонатора, что удобно при размещении нагреваемого объекта (рис. 2). Область периферийного максимума продольной составляющей электрического поля используется для частотной подстройки керамическими стержнями. Достигнутый диапазон составил около 5 МГц.

Все отверстия для ввода тигля и стержней защищены специально установленными отрезками запредельных волноводов. СВЧ-установку



Р и с. 2. Распределение электрического поля в резонаторе с видом колебаний E_{022}

детально исследовали во всем диапазоне генерируемой мощности. Контроль за выходом СВЧ-излучения в окружающее пространство с помощью измерителя ПЗ-19 показал, что уровень излучения находится в пределах, установленных нормами СанПиН 2.2.4.1191-03.

Была проведена серия экспериментов с оксидами нескольких металлов. В качестве исходных веществ были синтезированы оксигидроксид циркония (мольное отношение $Zr:Y = 94:6$), смешанные гидроксиды/оксигидроксиды $Du-Zr$ (мольное отношение $Du:Zr = 1:1$) и $Du-Hf$ (мольное отношение $Du:Hf = 1:1$), полученные методом соосаждения соответствующих растворов солей металлов водным раствором аммиака [5]. В качестве прекурсоров для синтеза порошков нанокристаллических оксидов путем СВЧ-нагрева использовали влажные пасты промытых осадков гидроксидов/оксигидроксидов металлов. За один раз в рабочую камеру вводили примерно 100 мл вещества.

В первых экспериментах исходное вещество гидроксид циркония размещали в алуновом ($\epsilon \approx 9$) тигле в виде стакана диаметром 40, высотой 300 мм в центре резонатора. В процессе СВЧ-нагрева (температуру измеряли с помощью отечественного пирометра «Кельвин») наблюдали интенсивное испарение воды. В итоге после выдержки при стационарной температуре 130—150 °С был получен сухой остаток массой 6—7 г аморфного диоксида циркония с низкими диэлектрическими потерями. Это приводило к малому поглощению СВЧ-мощности исследуемым образцом, что проявлялось в невозможности его нагрева до температуры начала кристаллизации. Аналогичная картина наблюдалась и для других исследуемых соединений.

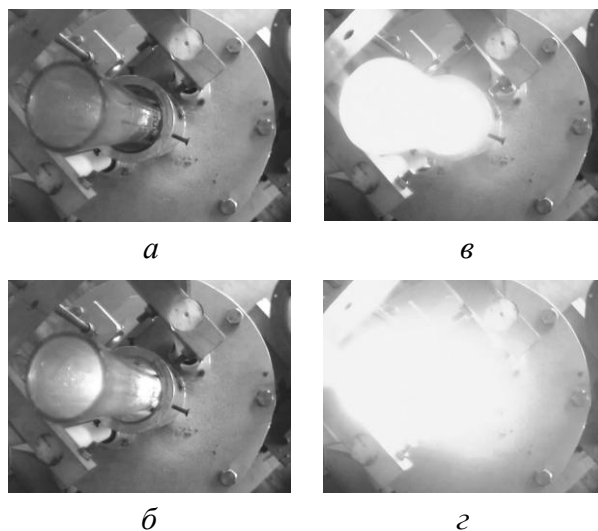
При повышенной температуре микроволновое поглощение в большинстве материалов резко возрастает [6]. Это характерно для твердых веществ как с ионным, так и с ковалентным типом связи. Резкий рост микроволнового поглощения с температурой может вызвать тепловую неустойчивость, известную как «убегание» температуры. Она характерна не только для высокотемпературных процессов. Для исследуемых образцов существенное увеличение поглощения СВЧ-мощности по причине резкого роста тангенса угла диэлектрических потерь начинается с температуры выше 300—400 °С.



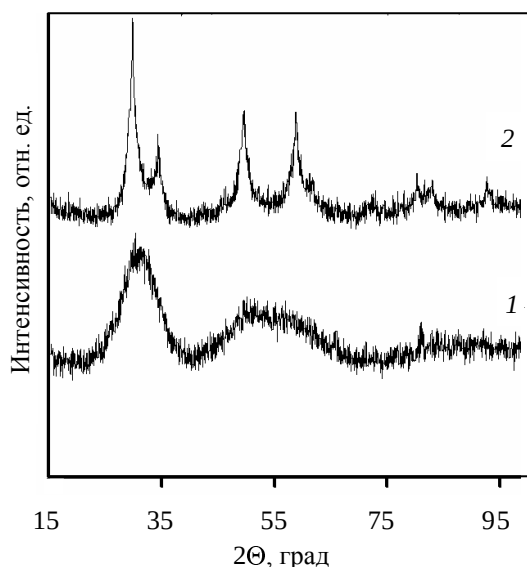
Р и с. 3. Двойной кварцевый тигель, зафиксированный в запердельном волноводе

Для преодоления интервала температуры, характеризующегося низким поглощением СВЧ-мощности обрабатываемым материалом, была разработана новая оригинальная конструкция двойного тигля, который на настоящем этапе работ был выполнен из кварца (рис. 3). Тигель состоит из двух вложенных один в другой стаканов. Внутренний объем такого тигля (стакан диаметром 30, высотой 440 мм) предназначен для размещения обрабатываемого материала. Во внешнем объеме (стакан диаметром 54, высотой 300 мм) размещается промежуточная среда: несовершенный диэлектрик, хорошо поглощающий СВЧ-энергию в широком диапазоне температуры, например, от 100 до 300—500 °С. В качестве такого вещества использовали речной песок. В указанном температурном диапазоне песок являлся основным поглотителем СВЧ-энергии. Начиная с температуры тепловой неустойчивости, основным поглотителем становился обрабатываемый материал.

Развитие нагрева, начиная с температуры убегания, показано на рис. 4. Камеру размещали над кварцевым тиглем. Временной интервал между кадрами при 4—4,5 кВт введенной СВЧ-мощности составлял около 3 с. Рис. 4, *а* соответствует началу нагрева, рис. 4, *б, в* —



Р и с. 4. Нагрев рабочего тела и развитие СВЧ-разряда



Р и с. 5. Рентгенограмма порошков, полученных в результате СВЧ-нагрева смешанного гидратированного осадка с содержанием катионов диспрозия и гафния в мольном отношении 1:1

промежуточным моментам роста температуры, рис. 4, z — началу развития СВЧ-разряда. Развитие СВЧ-разряда на термоэмиссионных электродах начиналось при достижении 650—800 °С (в зависимости от нагреваемого материала).

На рис. 5 представлены рентгенограммы порошков, которые получены в результате СВЧ-нагрева смешанного гидратированного осадка, содержащего катионы Dy и Hf (мольное отношение 1:1). В случае проведения процесса в однообъемном алундовом тигле при температуре около 150 °С образуется рентгеноаморфный порошок с содержанием влаги 13,12% по массе, как видно на рис. 5 (кривая 1). Использование двойного кварцевого тигля позволило существенно до 650—700 °С увеличить температуру, что, в свою очередь, привело не только к дегидратации исходной пасты прекурсора, но и химической реакции между исходными компонентами с образованием нового соединения — гафната диспрозия $Dy_2Hf_2O_7$ в виде нано-

кристаллического порошка с размером кристаллитов 8 нм (кривая 2) и содержанием влаги 4,96% по массе. Эксперименты с другими прекурсорами показали аналогичные результаты.

Процессы кристаллизации протекали на грани развития СВЧ-разряда на термоэмиссионных электродах. Следует отметить, что необходимая температура достигалась при 0,3—0,5 кВт СВЧ-мощности генератора, что значительно меньше уровня СВЧ-мощности, задействованной до достижения температуры тепловой неустойчивости.

СВЧ-мощность во время экспериментов регулировали вручную. Однако для более надежного получения нанокристаллов эта процедура должна быть автоматической.

Работа выполнена в рамках реализации ФЦП «Научные и научно-педагогические кадры инновационной России» на 2009—2013 годы.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Диденко А.Н. СВЧ-энергетика. Теория и практика. М.: Наука, 2003.
2. Рагуля А.В. Успехи консолидации наноструктурной тугоплавкой керамики. Тезисы докл. 2-й Всерос. конф. по наноматериалам «НАНО 2007». Новосибирск, 2007, с. 42.
3. Зырянов В.В. Наноструктурированная керамика для многослойных керамических мембран. — Там же, с. 332.
4. Иванов В.В., Хрустов В.Р., Кайгородов А.С. и др. Применение нанотехнологий для синтеза керамик на основе оксида алюминия с улучшенными механическими свойствами. — Там же, с. 333.
5. Попов В.В., Петрунин В.Ф., Коровин С.А. Закономерности образования нанокристаллических частиц в диоксидах металлов подгруппы IVB. — Журн. неорганич. химии, 2010, т. 55, № 10, с. 1604—1610.
6. Быков Ю.В., Рыбаков К.И., Семенов В.Е. Микроволновая высокотемпературная обработка материалов. — В сб.: Вакуумная СВЧ-электроника. Нижний Новгород, Ин-т прикладной физики РАН, 2002, с. 26—35.

Поступила в Редакцию 19.10.10

УДК 621.039.73

РАЗРАБОТКА УНИФИЦИРОВАННОГО ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ЦЕМЕНТИРОВАНИЯ ТВЕРДЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ

Варлаков А.П. (МосНПО «Радон», г. Москва)

Переработка твердых радиоактивных отходов направлена на уменьшение их объема за счет фрагментации, сжигания, прессования, дез-

активации и переплавки металла. Кондиционирование продуктов переработки, а также твердых отходов, не подлежащих переработке, пред-