

вая зависимости относительного изменения плотности ( $\Delta d/d$ ) от температуры отжига. Как видно из рисунка, восстановление плотности идет во всем исследуемом интервале температур. После отжига при температуре  $2200^\circ\text{C}$  плотности необлученного и облученного образцов отличаются на  $0,12\%$ .

Однозначная интерпретация снижения плотности металла в результате облучения тока отсутствует. Проведенные нами на этих же образцах исследования стадий отжига радиационных дефектов по кривым удельного электросопротивления показывают, что в вольфраме при облучении накапливается три типа радиационных дефектов с энергиями активации  $0,70 \pm 0,03 \text{ эв}$ ;  $3,2 \pm 0,3 \text{ эв}$ ;  $6,4 \pm 0,5 \text{ эв}$ , максимумы скорости отжига которых лежат при  $0,24$ ;  $0,35$  и  $0,45 T_{\text{пл}}$ . Восстановление плотности в температурных интервалах устойчивости этих дефектов составляет:  $28\%$  в диапазоне температур  $500\text{--}800^\circ\text{C}$ ;  $15\%$ — $960\text{--}1200^\circ\text{C}$ ;  $57\%$ — $1200\text{--}2200^\circ\text{C}$ , т. е. в основном за уменьшение плотности ответственны комплексные дефекты, отжигающиеся с энергией активации самодиффузии: поры, дислокационные петли. Изменение плотности металлов и образование пор, как правило, наблюдают после облучения при температуре  $0,3 T_{\text{пл}}$  и более [3—5]. В нашем случае температура облучения составляла  $0,21 T_{\text{пл}}$ , однако доза облучения на порядок превышала дозы

облучения в известных экспериментах на поликристаллических образцах. Это, а также отсутствие границ зерен в монокристаллах может приводить к образованию комплексных дефектов типа пор при температурах ниже  $0,3 T_{\text{пл}}$ .

Таким образом, данные этой работы указывают на то, что уменьшение плотности металлов может возникать при облучении нейтронами при температуре ниже  $0,3 T_{\text{пл}}$ .

Поступило в Редакцию 7/V 1971 г.

## ЛИТЕРАТУРА

1. В. Н. Бывков, М. И. Захарова. В сб. «Физико-химические основы кристаллизационных процессов глубокой очистки металлов». М., «Наука», 1970, стр. 128.
2. В. Г. Лившиц. Физические свойства металлов и сплавов. М., Магиз, 1959, стр. 276.
3. R. Rau, F. Secco, D' Aragona, R. Ladd. Philos. Mag., 21, 441 (1970).
4. R. Rau, R. Ladd, J. M'oteff. Nucl. Mat., 33, 324 (1969).
5. J. Calligan, T. Oku. Phys. Stat. Sol., 36, K79 (1969).

## Некоторые закономерности окисления реакторного графита

Н. С. БУРДАКОВ, В. Н. ТУРДАКОВ

УДК 621.039.524.2

При разработке более экономичных режимов работы атомных электростанций с графитовыми замедлителями возникает проблема предохранения кладки от окислительного разрушения.

Исследования окисления проводились на отечественном реакторном графите, имевшем плотность  $1,6\text{--}1,7 \text{ г/см}^3$ , пористость  $15\text{--}20\%$ , общее содержание примесей  $3 \cdot 10^{-3}\%$  [1].

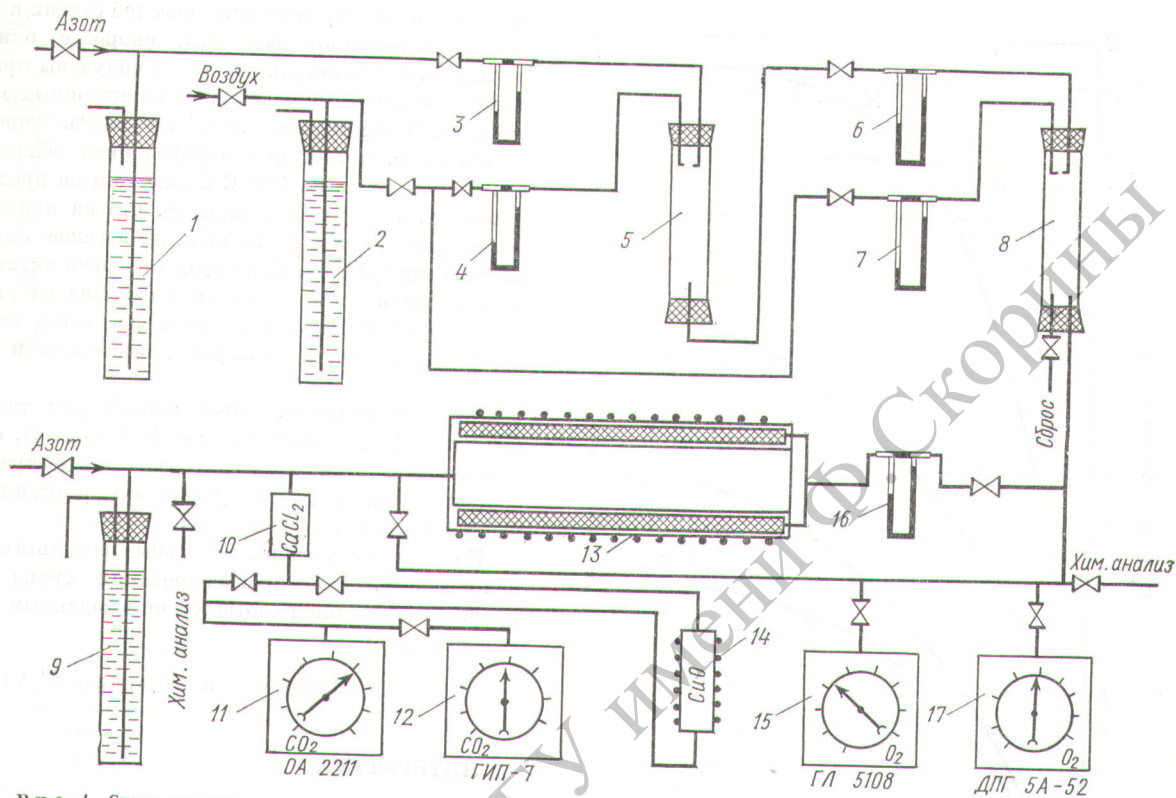
Особое внимание уделялось исследованиям окислительных характеристик графита при микроконцентрациях  $\text{O}_2$ . Скорость окисления определялась по концентрации продуктов окисления ( $\text{CO} + \text{CO}_2$ ) или по убыли веса. В первом случае (рис. 1) в трубчатую электропечь 13 помещалась графитовая втулка длиной  $1 \text{ м}$  и диаметром  $84 \times 70 \text{ мм}$ . Температура графита измерялась хромель-алюмелевой термопарой. В печь подавалась азот-кислородная смесь в количестве  $1\text{--}5 \text{ л/мин}$  ( $7\text{--}40 \text{ см/сек}$ ). Газовая смесь готовилась динамическим способом в двух смесителях 5 и 8. Давление газа стабилизировалось моностадами 1, 2, 9. Расход газа измерялся с помощью капиллярных реометров 3, 4, 6, 7, 16. Содержание  $\text{CO}_2$  измерялось автоматическими газоанализаторами 11 и 12 типа ОА-2211 (шкала  $0\text{--}0,01\%$   $\text{CO}_2$ ) и ГИП-7 (шкала  $0\text{--}0,1\%$   $\text{CO}_2$ ), работающими на принципе избирательного поглощения инфракрасной радиации [2]. Содержание  $\text{O}_2$  измерялось автоматическими газоанализаторами 15, 17 типа ГЛ 5108 (шкала  $0\text{--}0,01\%$   $\text{O}_2$ ) и ДПГ-5А-52 (шкала  $0\text{--}1,0\%$   $\text{O}_2$ ), работающими по электрохимическому принципу. Частично

образующаяся при реакции  $\text{CO}$  окислялась до образования  $\text{CO}_2$  в печи 14 при  $300^\circ\text{C}$  на гранулированной окиси меди. Перед газоанализаторами 11, 12 устанавливался влагопоглотитель 10.

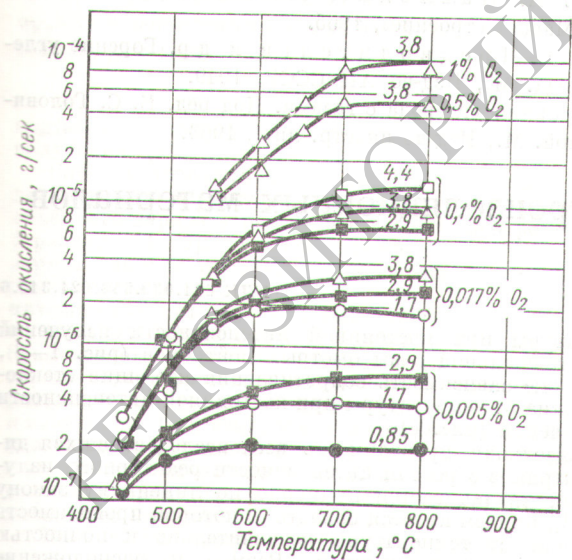
Второй метод измерения скорости окисления применялся при работе на малых образцах весом  $2\text{--}3 \text{ г}$ . Изменение веса в этом случае фиксировалось с помощью электронных микровесов типа ЭМ-1-3МП, смонтированных над трубчатой электропечью, в которую подвешивались образцы. Стабилизация температуры на заданном уровне осуществлялась фотоэлектрическим позиционным регулирующим устройством, объединенным с милливольтметром МР-1-02 и реле типа ПБ-121. Чувствительность весов  $0,1 \text{ мг}$ . Погрешность определения скорости окисления в обоих случаях составляла  $\pm 10\%$ , но значения для разных образцов отличались в  $2\text{--}3$  раза. Вероятно, это связано с неравномерностью распределения свойств графита по заготовке (пористость, примеси, текстура и т. д.).

С повышением температуры с чисто химическим процессом окисления начинает конкурировать процесс диффузии кислорода к активным центрам на поверхности графита. Вследствие этого температурная кривая окисления имеет характерный S-образный вид. Из рис. 2, полученного на установке с использованием методов газового анализа, видно, что понижение концентрации  $\text{O}_2$  с 1 до  $0,005\%$  приводит к расширению диффузионной стадии окисления в сторону более низких температур. В то же время увеличение скорости потока газа



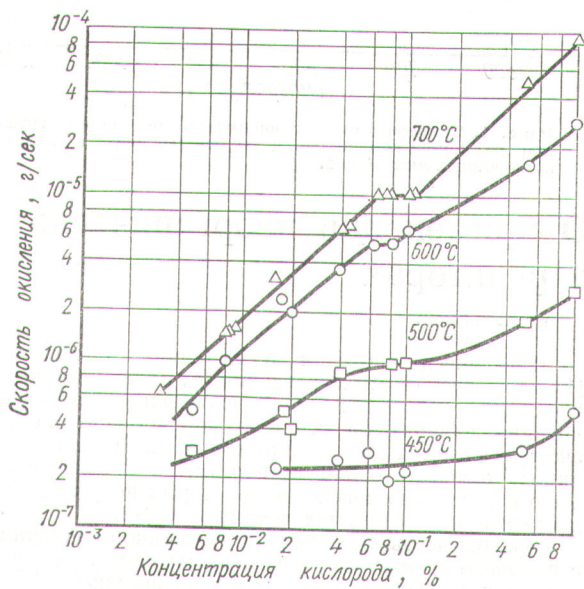


Р и с. 1. Схема установки для исследования окисления графита с использованием метода газового анализа.

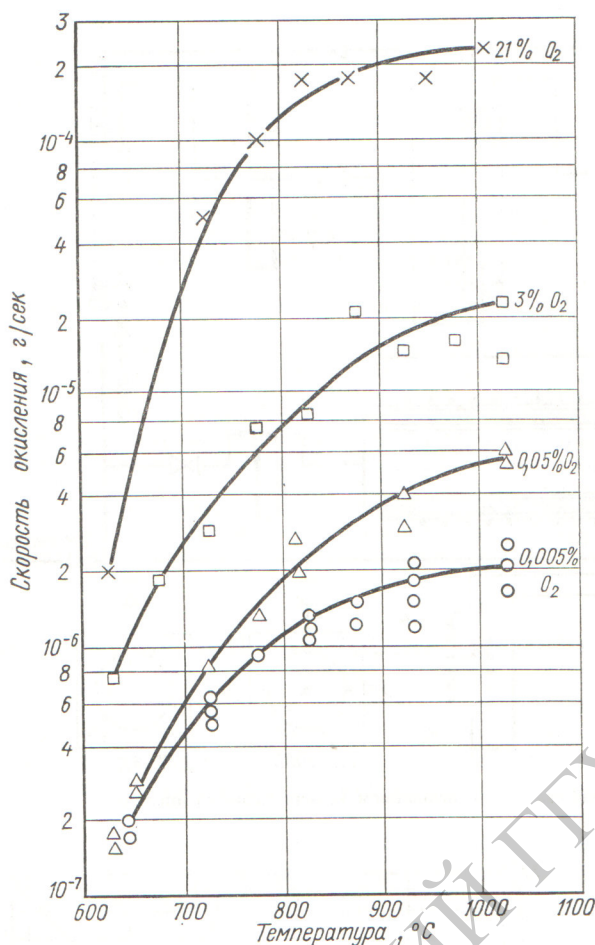


Р и с. 2. Температурная зависимость окисления графита при различных скоростях потока газа (♢) и концентрациях O<sub>2</sub>, полученная с помощью метода газового анализа.

Реакционная поверхность 4850 см<sup>2</sup>.



Р и с. 3. Влияние концентрации кислорода на скорость окисления графита в интервале температур 450—700°С.



Р и с. 4. Температурная зависимость окисления графита при различной концентрации O<sub>2</sub>, полученная с помощью электронных микровесов.

приводит к расширению кинетической стадии и к возрастанию абсолютной величины скорости окисления.

Аналогичные результаты были получены при исследовании скорости окисления на электронных микровесах (рис. 4) при скорости газа 3 см/сек. Различие заключается лишь в том, что диффузионная область здесь начинается почти на 100° С позже, чем на предыдущих рисунках. Возможно, влияет то, что на кривой окисления фиксируется не только химическое окисление, но и эрозия графита. Кажущаяся энергия активации  $E$ , определенная по тангенсу угла наклона из рис. 2, 4, меняется от 0 до 30 ккал/моль. Характер изменения величины  $E$  хорошо согласуется с известными данными [3, 4].

Порядок реакции, определенный для температур 450—700° С из графиков  $\lg v - \lg C$  (рис. 3), оказался переменным. При этом интервал концентраций O<sub>2</sub>, соответствующий нулевому порядку реакции, уменьшается с ростом температуры.

Полученные экспериментальные результаты можно использовать для прогнозирования срока службы графитовой вкладки в соответствии с заданным режимом газовой продувки.

Поступило в Редакцию 14/VI 1971 г.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. В. В. Гончаров. «Атомная энергия», 3, 398 (1957).
2. В. А. Павленко. Газоанализаторы. М.—Л., «Машиностроение», 1965.
3. А. С. Предводителев и др. Горение углерода. М., Изд-во АН СССР, 1949.
4. Реакции углерода с газами. Под ред. Е. С. Головиной. М., Изд-во иностр. лит., 1963.

## О применении неорганических электроизоляционных материалов в реакторах

Н. А. АСЕЕВ

УДК 621.039.553:621.315.6

Имеющиеся сведения о величине проводимости [1—3] и особенностях поведения [4, 5] неорганических изоляторов под облучением недостаточны для проектирования измерительных систем при внутриканальных экспериментах и для оценки точности различных датчиков, которыми оснащается реактор. В связи с этим было исследовано поведение некоторых неорганических диэлектриков в каналах реактора СМ-2.

Проводимость твердых диэлектриков измерялась с помощью схемы с охранном электродом на дисковых образцах диаметром 32—35 мм и толщиной 1—2,5 мм. Образцы закладывались в специальные измерительные ячейки. Проводимость стекловолокна измерялась на кабеле с толщиной изоляции 1,5 мм. В результате получены зависимости удельной проводимости ( $\sigma_v$ ) керамик от интенсивности реакторного излучения, тем-

пературы при постоянной интенсивности излучений и интегральной дозы быстрых нейтронов (рис. 1—3), а также зависимость сопротивления изоляции стекловолокна от температуры при постоянной интенсивности излучений (рис. 4).

Удельная проводимость всех исследовавшихся диэлектриков с ростом интенсивности реакторного излучения увеличивается примерно по линейному закону [1, 3], причем имеется область, в которой проводимость зависит от температуры незначительно и полностью определяется ионизацией. Размер и расположение этой области по шкале температур зависят от энергии активации носителей при термической ионизации. С повышением температуры вклад ионизации снижается. Характер зависимости удельной проводимости керамик MgO и MgF<sub>2</sub> от интегральной дозы быстрых нейтронов