

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
МОСКОВСКИЙ ИНЖЕНЕРНО-ФИЗИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ
(ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ)

В.И. Сурин, Н.А. Евстюхин

**ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ
И ИССЛЕДОВАНИЯ РЕАКТОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Учебное пособие

*Рекомендовано УМО “Ядерные физика и технологии”
в качестве учебного пособия для студентов
высших учебных заведений*

Москва 2008

УДК 621.039.53: 620.179.118.7(075)
ББК 31.46я7
С90

Сурин В.И., Евстюхин Н.А. Электрофизические методы неразрушающего контроля и исследования реакторных материалов: учебное пособие. М.: МИФИ, 2008.— 168 с.

Рассмотрены вопросы создания измерительных методик и установок для электрофизического контроля и исследования материалов и изделий. Описаны методы и средства дефектоскопии и контроля легирующих элементов, анализа микроструктуры, определения толщины покрытий и отбраковки изделий по плотности.

Рассмотрены устройства и установки для исследования механических и электрофизических свойств конструкционных и топливных материалов при высокой температуре и облучении в ядерном реакторе.

Пособие рассчитано на инженеров и аспирантов, занимающихся разработкой методов неразрушающего контроля и исследованием материалов для современной техники.

Пособие подготовлено в рамках Инновационной образовательной программы.

Рецензент канд. техн. наук, с.н.с. В.Г. Баранов

ISBN 978-5-7262-1003-2

© Московский инженерно-физический институт
(государственный университет), 2008

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
1. ОСНОВНЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ.....	8
1.1. Термоэлектрические явления	8
1.2. Электропроводность и удельное электрическое сопротивление.....	13
1.3. Контактная разность потенциалов.....	16
2. МЕТОДИЧЕСКОЕ И АППАРАТУРНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ.....	19
2.1. Методические особенности измерения термоэдс.....	19
2.2. Датчики электрофизического контроля.....	20
2.3. Измерение удельного электросопротивления материалов с металлическим характером проводимости.....	23
2.4. Измерение электропроводности керамических материалов.....	26
2.5. Установки для изучения электрофизических свойств материалов.....	28
2.5.1. Установки для исследования роста трещин и неоднородной поверхностной деформации.....	28
2.5.2. Оборудование для проведения высокотемпературных исследований.....	30
2.6. Информационно–измерительные системы.....	37
3. НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ КОНСТРУКЦИОННЫХ И ТОПЛИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ.....	43
3.1. Дефектоскопия и контроль содержания легирующих элементов.....	43
3.2. Термоэлектрическая толщинометрия.....	52
3.3. Анализ микроструктуры.....	56
3.4. Отбраковка изделий по плотности.....	60
4. ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАСТИЧНОСТИ И ПРОЧНОСТИ МАТЕРИАЛОВ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ.....	62
4.1. Пластическое деформирование при низких температурах.....	62

4.2. Исследование пластичности материалов при высоких температурах.....	64
4.3. Исследование ползучести методом электросопротивления.....	69
4.4. Исследование неоднородной поверхностной деформации в металлах и сплавах.....	74
4.5. Исследование деформационного упрочнения.....	89
4.6. Применение электрофизических методов при исследовании роста усталостных трещин.....	94
4.7. Количественная оценка числа трещин и кинетики их распространения.....	102
4.8. Связь между электрическим сопротивлением и прочностью сплавов.....	106
5. ВНУТРИРЕАКТОРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ.....	108
5.1. Методические особенности проведения внутриреакторных исследований.....	108
5.2. Методика внутриреакторных измерений электрофизических свойств материалов.....	110
5.3. Погрешности электрофизических измерений, связанные с ионизирующим излучением реактора.....	111
5.4. Экспериментальный комплекс для исследования поведения материалов под облучением.....	117
5.5. Исследование кинетики накопления точечных дефектов под облучением.....	121
5.6. Внутриреакторные исследования ядерного топлива с помощью электрофизического метода.....	129
5.7. Исследование поведения точечных дефектов в реакторных материалах.....	132
5.8. Вероятность образования второй фазы и оценка влияния продуктов деления на изменение электрофизических свойств ядерного топлива.....	136
5.9. Электро- и теплопроводность карбонитридного ядерного топлива.....	138
5.10. Электропроводность диоксида урана.....	148
6. ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	152
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	154

ВВЕДЕНИЕ

Неразрушающий контроль реакторных материалов и изделий является неотъемлемым атрибутом на всех стадиях жизненного цикла современной ядерно-энергетической установки, работающей при высокой температуре, воздействии агрессивной среды, мощных радиационных полей, статических и динамических нагрузок. Рабочие элементы, узлы и устройства высокотемпературного реактора в штатных условиях должны сдерживать негативное влияние таких факторов, как ползучесть и распухание. Обладая высокой чувствительностью и информативностью, электрофизические методы неразрушающего контроля (ЭМК) материалов и изделий обеспечивают эффективную диагностику, контроль и надежность результатов измерений в указанных условиях.

Настоящее учебное пособие предлагается как источник для получения информации о широких возможностях электрофизических методов, о их роли и месте в современной науке о материалах. С применением электрофизических методов в прошлом связаны многие замечательные открытия. Достаточно вспомнить закон Г. Ома, открытый им в 1826 г., или явление сверхпроводимости, открытое Х. Камерлинг–Оннесом в 1911 г.

В настоящее время успешно зарекомендовали себя и широко применяются на практике следующие ЭМК:

- термоэлектрический;
- метод разности электрических потенциалов на участках объекта контроля, через который пропускается электрический ток (метод электросопротивления);
- метод регистрации распределения потенциалов на поверхности объекта контроля (поверхностная потенциометрия);
- метод контактной разности потенциалов (КРП);
- вихретоковый;
- электроемкостной;
- электростатический порошковый;
- электроискровой;
- трибоэлектрический;
- метод регистрации рекомбинационного излучения p – n переходов в полупроводниковых изделиях;
- метод экзoeлектронной эмиссии и ряд других.

ЭМНК чувствительны к составу и структуре материалов, относительно просты с точки зрения построения измерительных методик, обеспечивают локальность измерений, что делает их привлекательными для применения в различных областях науки и техники, а также в условиях промышленного производства. Методы базируются на теоретических представлениях о процессах взаимодействия электронов проводимости с фононами, примесями и дефектами кристаллической структуры. Для практических реализаций широко используются достижения современной измерительной техники и информационных технологий.

В первой главе даны основные определения и рассмотрены теоретические основы ЭМНК: термоэлектрического, методов электропроводности и удельного электросопротивления, контактной разности потенциалов.

Вторая глава посвящена вопросам методического и аппаратного обеспечения электрофизических измерений. Обсуждаются причины возникновения погрешностей при высокотемпературных измерениях, вопросы выбора материалов для измерительных электродов при рассортировке сталей по маркам, методические аспекты измерений при выявлении ликваций. Приводятся конструкции датчиков электрофизического контроля и описание установок для высокотемпературных испытаний реакторных материалов.

На практике наиболее часто ЭМНК применяются при контроле легирующих элементов в сталях и сплавах, при дефектоскопии изделий и анализе микроструктуры. Метод контроля на основе измерения термоэдс используется также для определения зон углеродных, медных, кремниевых ликваций и др. в зависимости от состава сплава и условий кристаллизации, а также при дефектоскопии поверхности. Эти и другие вопросы рассматриваются в третьей главе.

Четвертая и пятая главы посвящаются применению ЭМНК в материаловедении. Эта связь не случайна, поскольку электрофизические методы относятся к той немногочисленной группе методов, которые позволяют исследовать изменение свойств материалов непосредственно под облучением внутри реактора.

Заметный объем пособия занимают разработки и экспериментальные результаты авторов, полученные ими в течение двадцати пяти последних лет.

Авторы сознают, что освещены далеко не все стороны применения ЭМНК. По этой причине библиографический список книги не является полным. Вместе с тем мы надеемся, что настоящее издание будет полезным для студентов-старшекурсников и аспирантов, а также научных сотрудников, деятельность которых связана с разработкой методов неразрушающего контроля, измерительными технологиями и испытаниями материалов для новой техники.

Авторы искренне признательны доценту Владимиру Ивановичу Чебуркову за ценные замечания и исправления, сделанные им при чтении рукописи.

1. ОСНОВНЫЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1.1. Термоэлектрические явления

Явление *термоэлектричества* впервые наблюдал Зеебек в 20-е годы позапрошлого столетия, когда обнаружил, что в замкнутом контуре, состоящем из двух разнородных металлов, будет протекать электрический ток, если температура спаев этих металлов различна (рис.1.1). Напряжение $\Delta U = U_b - U_a$ и есть термоэлектродвижущая сила (термоэдс) данной пары металлов, а ее *дифференциальная*, или *удельная термоэдс* определяется как

$$\alpha_{AB} = \lim_{\Delta T \rightarrow 0} (\Delta U / \Delta T). \quad (1.1)$$

Знаки напряжения и дифференциальной термоэдс в такой цепи выбирают по-разному.

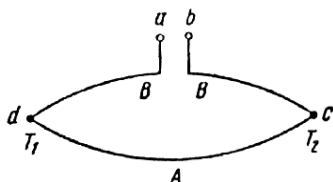


Рис.1.1 Контур, образованный металлами *A* и *B*, для наблюдения эффекта Зеебека

Предположим, что концы *a* и *b* находятся при одной и той же температуре, а спаи *c* и *d* – при температуре T_2 и T_1 соответственно. Дифференциальная термоэдс пары металлов возникает вследствие различной реакции двух разнородных металлов на наличие в них температурного градиента [1]. Понятие *абсолютной термоэдс*, или *абсолютного коэффициента термоэдс* α_i , характеризующего физические свойства данного материала, определяется выражением:

$$E_T = \alpha_{AB} \nabla T. \quad (1.2)$$

Поскольку напряженность E_T электрического поля и градиент температуры ∇T величины векторные, коэффициент α_{AB} в общем случае является тензором.

Из уравнения (1.2) следует:

$$-\nabla U = \alpha_{AB} \nabla T, \text{ или } dU = -\alpha_{AB} dT. \quad (1.3)$$

Таким образом:

$$\Delta U = U_b - U_a = (U_b - U_c) + (U_c - U_d) + (U_d - U_a) = \int_c^b dU + \int_d^c dU + \int_a^d dU =$$

$$-\int_c^b \alpha_B dT - \int_d^c \alpha_A dT - \int_a^d \alpha_B dT = \int_c^d \alpha_B dT - \int_d^c \alpha_A dT = \int_{T_1}^{T_2} (\alpha_B - \alpha_A) dT \quad (1.4)$$

С учетом уравнений (1.1) и (1.4) дифференциальную термоэдс пары металлов можно представить в виде

$$\alpha_{AB} = \alpha_B - \alpha_A. \quad (1.5)$$

Эффект Пельтье заключается в обратимом выделении (или поглощении) теплоты в спае из двух разнородных металлов, когда через него протекает постоянный электрический ток. Если теплота выделяется когда ток течет от проводника A к проводнику B , то такое же количество теплоты должно поглотиться, если направление тока изменить на обратное. Тем самым теплоту Пельтье можно отделить экспериментально от джоулевой теплоты, которая не зависит от направления электрического тока. Дифференциальный коэффициент Пельтье Π_{AB} для металлов A и B определяется по формуле

$$\Pi_{AB} = \Pi_B - \Pi_A, \quad (1.6)$$

где Π_B и Π_A – абсолютные коэффициенты Пельтье металлов B и A .

Поглощенную теплоту в единицу времени на единице площади поперечного сечения контакта при протекании тока плотностью j от проводника A к проводнику B определяют из уравнения

$$\dot{Q}_\Pi = \Pi_{AB} j. \quad (1.7)$$

Эффект Томсона заключается в обратимом выделении (или поглощении) теплоты в однородном проводнике, по которому протекает электрический ток, при одновременном наличии градиента температуры. Скорость возникновения теплоты в единице объема проводника при этом равна:

$$\dot{Q} = \rho j^2 - \mu j \nabla T, \quad (1.8)$$

где μ – коэффициент Томсона. Коэффициент Томсона положителен в случае поглощения тепла.

Термодинамика термоэлектрических явлений представляет термоэлектродвижущую силу данного металла безотносительно другого, в соответствии с уравнением

$$\alpha = \int_0^T \frac{\mu}{T} dT. \quad (1.9)$$

Коэффициент Пельтье связан с абсолютной термоэдс выражением

$$\Pi = \alpha T. \quad (1.10)$$

Термоэдс, возникающая в контуре, состоящем из двух разнородных металлов, согласно (1.10) представляет собой разность абсолютных термоэдс этих металлов, т.е. дифференциальная термоэдс

$$\alpha_{AB} = \int_0^T \frac{\mu_B}{T} dT - \int_0^T \frac{\mu_A}{T} dT. \quad (1.11)$$

Из (1.11) видно, что возникновение ее возможно только при неравенстве коэффициентов Томпсона μ_A и μ_B для данных металлов.

Таким образом, физической характеристикой, лежащей в основе метода термоэдс, является *абсолютная термоэдс* – α (В·К⁻¹) и ее зависимость от температуры измерения, химического и фазового состава материала. Как показывают эксперименты, α также зависит и от других факторов, например, от степени деформации. Результаты измерения могут быть представлены в виде относительной дифференциальной термоэдс α_{AB} или в виде относительной *интегральной термоэдс* E_{AB} между металлами A и B .

С учетом выражений (1.3) и (1.5) можно получить форму, удобную для обработки экспериментальных результатов и определения абсолютной термоэдс исследуемого материала:

$$\alpha = k_\alpha T - \frac{\Delta U}{\Delta T}, \quad (1.12)$$

где $k_\alpha = d\alpha_{Me}/dT$, α_{Me} – абсолютная термоэдс металла, относительно которого производятся измерения. Температурные зависимости α

для некоторых металлов, полученные Гусаком и Кендаллом (см. ссылку в [1]), представлены в табл.1.1.

Таблица 1.1

Абсолютная термоэдс для некоторых металлов в интервале температур от 100 до 2400 К [1]

T, K	Значения α , мкВ/К						
	Cu	Ag	Au	Pt	Pd	W	Mo
100	1,19	0,73	0,82	4,29	2,00	—	—
150	1,12	0,85	1,02	1,32	-1,63	—	—
200	1,29	1,05	1,34	-1,27	-4,85	—	—
273	1,70	1,38	1,79	-4,45	-9,00	0,13	4,71
300	1,83	1,51	1,94	-5,28	-9,99	1,07	5,57
400	2,34	2,08	2,46	-7,83	-13,00	4,44	8,52
500	2,83	2,82	2,86	-9,89	-16,03	7,53	11,12
600	3,33	3,72	3,18	-11,66	-19,06	10,29	13,27
700	3,83	4,72	3,43	-13,31	-22,09	12,66	14,94
800	4,34	5,77	3,63	-14,88	-25,12	14,65	16,13
900	4,85	6,85	3,77	-16,39	-28,15	16,28	16,86
1000	5,36	7,95	3,85	-17,86	-31,18	17,57	17,16
1100	5,88	9,06	3,88	-19,29	-34,21	18,53	17,08
1200	6,40	10,15	3,86	-20,69	-37,24	19,18	16,65
1300	6,91	—	3,78	-22,06	-40,27	19,53	15,92
1400	—	—	—	-23,41	-43,30	19,60	14,94
1600	—	—	—	-26,06	-49,36	18,97	12,42
1800	—	—	—	-28,66	-55,42	17,41	9,52
2000	—	—	—	-31,23	-61,48	15,05	6,67
2200	—	—	—	—	—	12,01	4,30
2400	—	—	—	—	—	8,39	2,87

В соответствии с теорией электронной проводимости абсолютную термоэдс металлов представляют суммой двух слагаемых:

$$\alpha = \alpha_d + \alpha_g, \quad (1.13)$$

где α_d – *диффузионная термоэдс*, связанная с электронами, взаимодействующими с беспорядочно распределенными рассеивающими центрами, которые находятся в локальном тепловом равновесии при температуре T ; α_g – вклад в термоэдс, связанный с *увлечением электронов фононами*. Диффузионная термоэдс определяется по *формуле Мотта* [1]:

$$\alpha_d = (\pi^2 k_B^2 T / 3e) \left(\frac{\partial \ln \Lambda(\varepsilon)}{\partial \varepsilon} \right)_{\varepsilon = \varepsilon_F}, \quad (1.14)$$

где k_B – постоянная Больцмана, e – заряд электрона, ε – энергия электрона, ε_F – энергия Ферми, Λ – электропроводность.

В модели свободных электронов по известной температурной зависимости термоэдс для выбранного металла можно судить о механизме рассеяния электронов.

Известно, что градиент температуры в металлах вызывает перенос тепла как с помощью электронов, так и с помощью колебаний решетки или фононов. В этих условиях распределение и тех, и других отличается от равновесного. Температурный градиент приводит к установлению результирующего потока фононов, направленного от горячего конца образца к холодному. В результате чего электроны в металле будут сталкиваться с фононами, движущимися в направлении $-\nabla T$, чаще, чем с фононами, движущимися в противоположном направлении. Следовательно, электроны будут чаще принимать импульсы фононов в направлении $-\nabla T$ и увлекаться вдоль потока фононов, как при вязком течении жидкости. Поэтому электроны должны накапливаться у холодного конца образца. Этот разбаланс заряда генерирует внутреннее электрическое поле, которое оказывает замедляющее действие на электроны. Наконец, устанавливается стационарное состояние, при котором суммарный электрический ток равен нулю в соответствии с граничными условиями при измерениях термоэдс.

1.2. Электропроводность и удельное электрическое сопротивление

Электропроводность металлов Λ обусловлена движением электронов проводимости под действием электрического поля. Обратная ей величина называется *удельным электрическим сопротивлением*

$\rho = \frac{1}{\Lambda}$, Ом·м. При своем движении электроны испытывают сопротивление, вызываемое тепловыми колебаниями решетки, дефектами и примесями.

Закон Ома в векторной форме имеет вид

$$\mathbf{J} = \Lambda \cdot \mathbf{E} \quad (1.15)$$

или

$$\mathbf{E} = \rho \mathbf{J}, \quad (1.16)$$

где $\mathbf{J}$ – вектор плотности электрического тока; $\mathbf{E}$ – напряженность электрического поля (градиент электрического потенциала).

В случае изотропной среды для каждой из трех составляющих векторов плотности тока J_x , J_y и J_z и соответствующих составляющих напряженности электрического поля E_x , E_y и E_z вне зависимости от ориентации выбранной системы координат относительно некоторого направления в среде уравнение (1.15) принимает вид: $J_x = \Lambda \cdot E_x$, $J_y = \Lambda \cdot E_y$ и $J_z = \Lambda \cdot E_z$, в которых электропроводность Λ имеет одно и то же значение. Если среда анизотропна, то (1.15) представляется в *тензорном* виде:

$$\begin{aligned} J_x &= \Lambda_{xx} \cdot E_x + \Lambda_{xy} E_y + \Lambda_{xz} \cdot E_z; \\ J_y &= \Lambda_{yx} \cdot E_x + \Lambda_{yy} E_y + \Lambda_{yz} \cdot E_z; \\ J_z &= \Lambda_{zx} \cdot E_x + \Lambda_{zy} E_y + \Lambda_{zz} \cdot E_z, \end{aligned} \quad (1.17)$$

или в сокращенной форме $J_i = \Lambda_{ik} \cdot E_k$, ($i, k = x, y, z$), где по повторяющемуся индексу подразумевается суммирование. Аналогично для второго уравнения будем иметь $E_i = \rho_{ik} J_k$. Связь между ρ_{ik} и Λ_{ik} представляется по формуле:

$$\rho_{ik} = \frac{(-1)^{i+k} \Delta_{ik}}{|\Lambda_{ik}|}, \quad (1.18)$$

где $|A_{ik}|$ – детерминант из коэффициентов A_{ik} , а числитель – алгебраическое дополнение элемента A_{ik} . Удельная электропроводимость и удельное сопротивление являются симметричными тензорами второго ранга, т.е. $\rho_{ik} = \rho_{ki}$ и $A_{ik} = A_{ki}$. Величины A_x , A_y и A_z называются главными компонентами тензора A_{ik} . Если поле направлено вдоль одной из главных осей кристалла, то компоненты тока в направлении двух других осей отсутствуют. В этом случае $A_x = 1/\rho_x$, $A_y = 1/\rho_y$ и $A_z = 1/\rho_z$.

Расчет электропроводности для произвольного направления в кристалле рассмотрен в работе [2]. В системе координат с главными осями x , y , z поле $\mathbf{E}$ в некотором направлении определяются направляющими косинусами: $\ell_x = \cos\alpha$, $\ell_y = \cos\beta$, $\ell_z = \cos\gamma$. Компоненты поля по главным осям, соответственно, будут равны: $\ell_x \cdot |\mathbf{E}| = E_x$, $\ell_y \cdot |\mathbf{E}| = E_y$, $\ell_z \cdot |\mathbf{E}| = E_z$, а составляющие плотности тока – $J_x = A_x \ell_x |\mathbf{E}|$, $J_y = A_y \ell_y |\mathbf{E}|$, $J_z = A_z \ell_z |\mathbf{E}|$. Компоненту тока в направлении поля получим, проецируя на заданное направление составляющие по главным осям: $J_E = J_x \ell_x + J_y \ell_y + J_z \ell_z = A_x \ell_x^2 |\mathbf{E}| + A_y \ell_y^2 |\mathbf{E}| + A_z \ell_z^2 |\mathbf{E}|$. Отсюда электропроводность в рассматриваемом направлении запишется в виде

$$A_E = \frac{J_E}{|\mathbf{E}|} = A_x \ell_x^2 + A_y \ell_y^2 + A_z \ell_z^2. \quad (1.19)$$

Анизотропия кристалла отражается в различии главных компонентов. Из (1.19) видно, что при $A_x = A_y = A_z = A$, $A_E = A$, поскольку $\ell_x^2 + \ell_y^2 + \ell_z^2 = 1$. Количество независимых компонентов зависит от кристаллографической симметрии металла. Для кубических решеток (изотропные среды) все три компонента тензора проводимости одинаковы.

Явление электромагнитной индукции позволяет создавать методы измерения, не требующие механического контакта образца с измерительными и токоподводящими электродами. Их развитие было предопределено необходимостью изучения химически активных и радиоактивных веществ в твердом и жидком состояниях.

Вихревой метод (или индукционный) применяют для изучения электропроводности немагнитных материалов. В его основе лежит закон Ома, записанный в форме (1.15), который связывает

плотность *вихревых токов* J , электропроводность Λ и напряженность электрической составляющей электромагнитного поля E .

Источником электромагнитного поля служат катушки индуктивности, питаемые токами высокой частоты. *Вихревые токи* создают переменное электромагнитное поле. В результате взаимодействия возбуждающего поля и поля вихревых токов изменяются электрические параметры катушки-датчика [3]: ее индуктивность L уменьшается, а активное сопротивление R возрастает.

Вихревые токи протекают лишь в поверхностном слое металла, и их плотность убывает от поверхности в глубь тела z тем интенсивнее, чем выше частота возбуждающего поля f .

Плотность вихревых токов убывает по экспоненциальному закону:

$$J = J_0 \exp(-\alpha z) \exp i(2\pi f t - \beta z + \pi/4), \quad (1.20)$$

где J_0 – амплитуда, α – постоянная, t – время. На глубине δ :

$$\delta = 1/\beta = \sqrt{\frac{1}{\pi f \mu_0 \Lambda}} = 5,03 \sqrt{\frac{1}{f \Lambda}} \text{ м}, \quad (1.21)$$

где μ_0 – магнитная постоянная вакуума; плотность вихревых токов, относительно значения на поверхности, уменьшается в e раз.

Глубина проникновения *вихревых токов* на частоте 10 кГц в медь равна 0,66; в алюминий – 0,84; в свинец – 2,3; в сплав ХН77ТЮР – 6,3 мм [3].

В *методе вращающегося магнитного поля* измерительная ячейка воспроизводит схему асинхронного двигателя, в котором роль ротора играет исследуемый образец. Вращающееся магнитное поле, однородное вблизи образца, вызывает появление в нем вихревых токов. Взаимодействие последних с магнитным полем приводит к появлению механического момента, закручивающего образец. При “нулевой” проводимости индуцированные токи практически равны нулю, вращающий момент также равен нулю.

Для измерения электропроводности вихретоковым методом применяются датчики с проходными или накладными катушками. В проходных катушках измеряется электропроводность проволоки, прутков, труб, а также деталей правильной формы. Датчики с накладными катушками пригодны для измерения электропроводно-

сти на деталях произвольной формы, имеющих площадку для установки датчика размером не менее 12–15 мм.

Использование вихретокового метода позволяет определять электропроводность образцов любой формы, контролировать структуру поверхностных слоев, режимы термической обработки, химическую чистоту, распределение легирующих элементов, качество механической обработки, сортировать материалы по маркам, обнаруживать и оценивать нарушения сплошности, следить за скоростью распространения трещин в образцах, оценивать твердость и прочность деталей и др.

1.3. Контактная разность потенциалов

Если два металла A и B привести в соприкосновение, предварительно разрядив их путем заземления (опыт Вольта), то при разности работ выхода электроны начнут двигаться через электрический контакт, стремясь занять более низкое энергетическое состояние. Однако как только электроны переместятся из одного металла в другой, появится избыточный заряд – с одной стороны положительный, с другой – отрицательный. В результате возникнет электрическое поле, которое препятствует движению электронов. Более того, поле порождает поток электронов, движущихся навстречу [1]. Когда потоки электронов, движущихся в обоих направлениях, сравняются, установится динамическое равновесие. Этому состоянию соответствует некоторая разность потенциалов, которую называют *контактной разностью потенциалов (КРП)*.

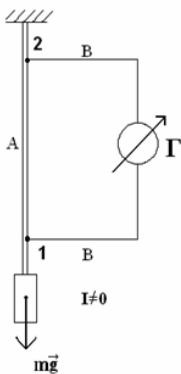


Рис.1.2 Возникновение наведенной эдс в замкнутой электрической цепи, содержащей тонкий металлический стержень, нагруженный силой mg

Рассмотрим замкнутую электрическую цепь, состоящую из тонкого металлического стержня A , закрепленного вертикально одним концом, соединительных проводников B и гальванометра Γ (рис.1.2).

В отсутствие груза гальванометр покажет значение силы тока в цепи близкое к нулю (так называемое *фоновое значение*), поскольку, под действием контактной разности потенциалов, возникающей в точках 1 и 2 , в цепи появятся примерно равные по величине, но противоположные по направлению токи. Вследствие чего результирующее значение тока в цепи будет равно нулю.

Если теперь к свободному концу стержня подвесить груз массой m , такой чтобы сила не превысила значения, соответствующего пределу прочности, то стрелка гальванометра отклонится (см.рис.1.2). При возникновении наведенной электродвижущей силы результирующий ток в цепи станет отличным от нуля. Появление наведенной деформацией эдс обусловлено различным значением *работы выхода электронов* для деформированного металла A в точках контакта 1 и 2 . Это справедливо, когда деформация не приводит к существенному изменению значения энергии Ферми: закон дисперсии для электронов проводимости будет содержать добавку, связанную с неоднородной деформацией, а в функции распределения электронов по энергиям (распределение Ферми–Дирака) появляется неравновесная составляющая [4]. Малость составляющей (как и малость возникающего электрического поля E_{def}) обуславливается малыми внешними силами по сравнению с силами внутриатомными или внутрикристаллическими. Последнее находит свое отражение в неравенстве $|\varepsilon_F - \varepsilon_k| \gg \Delta\varepsilon$, где ε_F – энергия Ферми; ε_k – значение энергии, при которой изменяется топология изоэнергетических поверхностей; $\Delta\varepsilon$ – энергия, приобретаемая электроном на длине пробега L ; $\Delta\varepsilon = e \cdot E_{def} L$; e – заряд электрона [5]. В данном случае $\Delta\varepsilon$ составляет порядка нескольких единиц микроэлектронвольт. Таким образом, главная причина возникновения наведенного тока в замкнутой цепи, когда на образец действует механическая нагрузка, – неоднородная деформация. На рис. 1.3 показано влияние упругой деформации стального стержня на контактную разность потенциалов при нормальных условиях. Расстояние между измерительными электродами составляло 180 мм, погрешность измерения ± 1 мкВ. Наибольшее изменение амплитуды *КРП* вызывает нагру-

жение с $\sigma=15$ МПа (рис.1.3, в). Со временем амплитуда, практически, восстанавливается до начального значения во всех трех случаях, а после снятия нагрузки виден скачок $KPII$ – от двух до пяти мкВ.

Работа выхода является величиной, характеризующей поверхность проводника, и зависит как от способа ее обработки, так и от чистоты поверхности. В соответствии с современными представлениями о процессах пластической деформации, на поверхности образца возникают стоячие или бегущие волны локализованной деформации, что оказывает влияние на величину и знак $KPII$ (гл. 4).

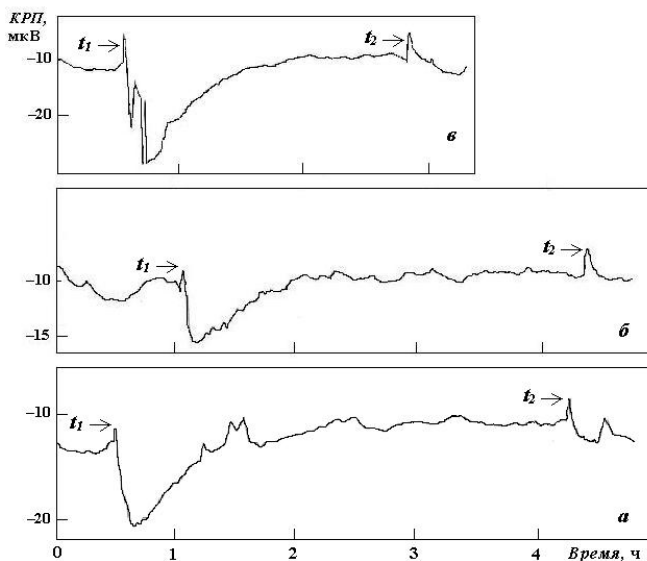


Рис.1.3. Изменение контактной разности потенциалов от времени при деформировании стержня из стали У10: а – напряжение 7,6 МПа; б – 11 МПа; в – 15 МПа. Моменты времени t_1 и t_2 , отмеченные стрелками, соответствуют приложению и снятию нагрузки

2. МЕТОДИЧЕСКОЕ И АППАРАТУРНОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. Методические особенности измерения термоэдс

При разработке новых методов высокотемпературных испытаний материалов следует стремиться к увеличению производительности экспериментов как путем определения нескольких физических характеристик за один температурный цикл испытаний, так и путем увеличения количества одновременно исследуемых образцов [6]. Перспективными методами испытаний материалов при высокой температуре следует признать неразрушающие методы, основанные на определении физических свойств без изменения целостности образца. Электрофизические методы не только позволяют исследовать одновременно несколько характеристик, но и оставляют возможность для последующих разрушающих испытаний. В результате может быть получена обширная информация на минимальном количестве образцов, что ускоряет изучение свойств материала и позволяет установить более четкую связь между различными физическими характеристиками и их зависимость от структуры и технологии изготовления материала.

Рассмотрим особенности методики электрических и термоэлектрических измерений в условиях высокой температуры [7]. Абсолютный коэффициент термоэдс α_A исследуемого материала будем определять относительно электрода сравнения известного металла (α_B) из уравнения

$$e_{AB} = (\alpha_B - \alpha_A) \cdot (T_2 - T_1), \quad (2.1)$$

где e_{AB} – термоэдс пары образец–электрод сравнения (*относительная термоэдс*); α_B – абсолютный коэффициент термоэдс электрода сравнения; T_1 и T_2 – температура холодного и горячего спаев соответственно.

Погрешность измерения α_A связана с погрешностью измерения температур T_1 и T_2 , а также зависит от разности температур ΔT . При больших значениях ΔT (порядка десятков градусов) относительная погрешность измерения α_A составляет несколько процентов. При высоких температурах в наиболее распространенной ме-

тодике измерения термоэдс проводят при помощи одноименных ветвей двух термопар, укрепляемых в разных точках на поверхности образца. При этом образуется электрическая цепь “ветвь термопары– образец– ветвь термопары”.

Использование методики, приведенной в работе [7], позволяет за один цикл измерений получить значения температуры в двух (или нескольких) точках на поверхности образца и определить значение e_{AB} для расчета абсолютного коэффициента термоэдс α_A исследуемого материала. Измерения температурных зависимостей электросопротивления и термоэдс трудоемки и длительны. Поэтому для повышения их эффективности применяются различные автоматизированные системы.

При высоких температурах, порядка 2000°C, электродами сравнения, относительно которых измеряется термоэдс пары “образец– электрод сравнения”, служат одноименные ветви *вольфрам-рениевых термопар* BP5/20 (например, ветвь BP20). Термопары прикрепляются к боковой поверхности образца тонкими проволоками из того же материала, что и электроды сравнения. Проверка состояния измерительных контактов в лабораторных условиях должна осуществляться визуально после каждого режима испытаний.

При *рассортировке сталей по маркам* приходится решать задачу выбора материала и оптимальной температуры горячего электрода, при которой достигается высокая точность и воспроизводимость результатов измерений. Кроме этого, в пределах одной марки стали необходимо учитывать влияние колебаний химического состава на величину термоэдс. В качестве горячего электрода при рассортировке сталей часто выбирают медь. При *выявлении ликваций* в сплавах электроды, как правило, устанавливаются на прямой, совпадающей с осью симметрии образца.

2.2. Датчики электрофизического контроля

Датчики электрофизического контроля являются ответственными компонентами измерительных систем, к которым предъявляются требования, зависящие как от условий работы, так и от особенностей объекта контроля. На металлургических предприятиях широко используются приборы *термоэлектрического контроля*

при рассортировке сталей по маркам. К контролируемой поверхности прикасаются горячим электродом, подключенным к миниатюрному нагревателю. В месте контакта горячего электрода с деталью возникает термоэдс, и в электрической цепи, содержащей индикаторный прибор, появляется ток. При конструировании приборов для термоэлектрического контроля большое значение имеет обеспечение температурных режимов измерений. Горячий электрод изготавливается из металла с высокой теплопроводностью, который не образует окисные пленки (или слабо окисляется) при температурах 60–100°C. На практике наиболее часто нагревающий элемент представляет собой нихромовую проволоку, навитую на электрод или каркас из теплопроводящего материала, надеваемый затем на электрод. Ток питания и параметры нагревателя рассчитываются таким образом, чтобы электрод нагревался до температуры 75–80°C. Такая температура является наиболее оптимальной для возможности регистрации индикаторным прибором термоэдс. При этом необходимо следить за тем, чтобы держатель электрода и контролируемый объект не нагревались выше допустимого значения. Некоторые конструкции рассчитаны на работу при температуре 100–120°C, и горячий электрод в них делают выносным. Более подробно данный вопрос рассмотрен в главе 3, а также в монографии А.К. Денеля [8]. Общий вид ручного измерительного прибора для термоэлектрического контроля материалов приводится на рис.2.1.

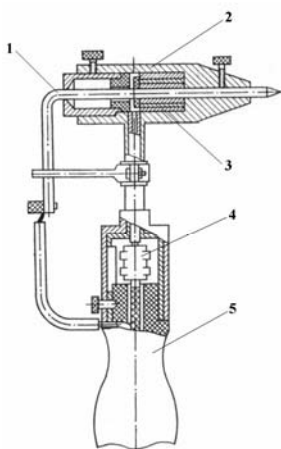


Рис.2.1. Ручной термоэлектрический измерительный прибор для контроля материалов [9]: 1 – измерительный электрод; 2 – корпус; 3 – теплоизоляция; 4 – нагревательный элемент; 5 – рукоятка

На рис. 2.2 приведена конструкция датчика для установки электрофизического контроля, разработанной авторами совместно с В.И. Пономаревым, для диагностики лопаток ГТД двигателей на Конотопском ремонтном заводе. Корпус датчика 2 закрепляется неподвижно на стенке 1 измерительного устройства. Подвижный контакт 4 имеет возможность горизонтального поступательного перемещения. С помощью упругого элемента 6 осуществляется поджим контакта к рабочей поверхности диагностируемой лопатки.

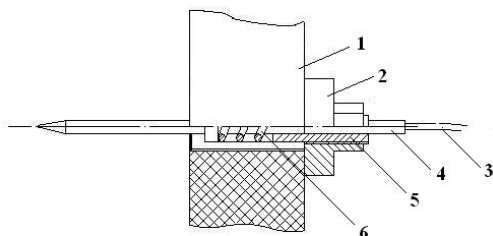


Рис. 2.2. Конструкция *одноконтактного измерительного устройства*: 1 – стенка; 2 – корпус; 3 – провод; 4 – измерительный контакт; 5 – втулка; 6 – упругий элемент

Конструкция устройства для исследования неоднородной поверхностной деформации методом контактной разности потенциалов приведена на рис. 2.3. Особенностью устройства является наличие в нем двух *взаимонезависимых измерительных электродов*, способных перемещаться в радиальном направлении. Использование опоры “конус–шар” дает возможность выбора участков контроля на поверхности образца в вертикальном направлении.

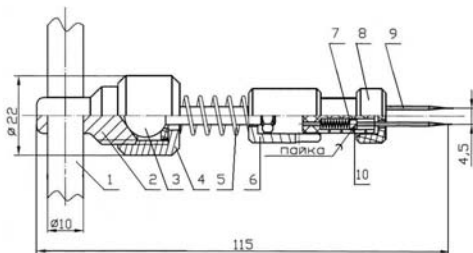


Рис. 2.3. Конструкция *двухконтактного измерительного устройства*:

1 – направляющая; 2 – подвижная опора; 3 – палец; 4 – гайка; 5 – пружина; 6 – цилиндр; 7 – упругий элемент; 8 – гайка; 9 – измерительный электрод; 10 – корпус (устройство разработано при участии А.В. Никитина)

2.3. Измерение удельного электросопротивления материалов с металлическим характером проводимости

Точное измерение электрического сопротивления материалов осуществляется с помощью различных мостовых схем, а также компенсационным методом. Малые сопротивления (точнее малые значения падения напряжения) обычно измеряют потенциометрами. Как правило, все прецизионные измерения электрических величин проводят при постоянном токе [3]. Электрическое напряжение измеряют также при помощи компараторов напряжений и современных цифровых вольтметров, имеющих выходы сопряжения с компьютером. В работе [2] описаны методики измерения электрического сопротивления в условиях нестационарной тепловой задачи, электрического взрыва проводников и ряда других случаев.

При проведении электрофизических измерений показывающий прибор должен обладать высокой чувствительностью (не хуже 1 мкВ/деление шкалы).

Для определения удельного сопротивления в векторной записи закона Ома (1.15) и (1.16) необходимо знать локальное значение плотности тока и градиент электрического потенциала на рассматриваемом участке образца. При измерениях определяется суммарный ток I , потребляемый изучаемым образцом от источника, и разность потенциалов U (падение напряжения) между выбранными точками образца, отстоящими друг от друга на конечном расстоянии.

Возможность расчета по этим данным искомой величины удельного сопротивления требует знания закона распределения в объеме образца плотности тока и потенциала. Последний может быть найден из решения уравнения $\operatorname{div} (\Lambda \cdot \operatorname{grad} \varphi) = 0$, которое в случае изотермического однородного образца переходит в уравнение Лапласа $\Delta \varphi = 0$ ($\Delta \equiv \partial^2 / \partial x^2 + \partial^2 / \partial y^2 + \partial^2 / \partial z^2$), с граничными условиями, зависящими от типа токоподвода к образцу. Если найдено решение $\varphi(x, y, z)$, то можно определить геометрические поверхности равного потенциала S_φ . Ток в цепи связан с распределением потенциала через интеграл

$$I = - \int_{S_\varphi} \Lambda \frac{d\varphi}{dn} dS_\varphi, \quad (2.2)$$

где n – направление нормали для участка dS_ϕ изопотенциальной поверхности S_ϕ .

Измерив разность потенциалов в двух точках образца $U_{1,2} = \phi_1 - \phi_2$, можно найти сопротивление на участке 1–2:

$$R = (\phi_1 - \phi_2) / I = - \Gamma^{-1} \int_1^2 \rho J dl, \quad (2.3)$$

dl – элемент длины образца. Если электрическая проводимость не зависит от координат, выражение (2.3) приводится к виду

$$R = \rho \left(- \Gamma^{-1} \right) \int_1^2 \rho J dl = \rho \Phi, \quad (2.4)$$

где $\Phi, \text{м}^{-1}$ – форм-фактор [2].

Для изотропного длинного проводника правильной формы и поперечного сечения выражение для форм фактора имеет простой вид. Если на боковой поверхности утечки тока отсутствуют $\partial \phi / \partial y = \partial \phi / \partial z = 0$, то задача становится одномерной и распределение потенциала зависит только от одной координаты $\partial^2 \phi / \partial x^2 = 0$. Отсюда $\partial \phi / \partial x = -\rho J$ и

$$(\phi_1 - \phi_2) = \rho J (x_2 - x_1). \quad (2.5)$$

Для однородного проводника плотность тока J постоянна по всему сечению и можно записать $I = F J$, где F – площадь поперечного сечения. Из (2.4) можно получить известную форму закона Ома:

$$R = (\phi_1 - \phi_2) / I = \rho L / F, \quad (2.6)$$

где L – длина участка, на котором измеряется разность потенциалов.

На практике часто приходится иметь дело со сравнительно короткими образцами. В этом случае для правильного размещения потенциальных зондов необходимо знать размеры области стабилизации профиля эквипотенциалей, т.е. участка проводника, в пределах которого условия токоподвода еще не оказывают заметного влияния на вид эквипотенциальной поверхности. На рис. 2.4 показано изменение формы эквипотенциалей для цилиндрического образца по мере удаления от места точечного токоподвода.

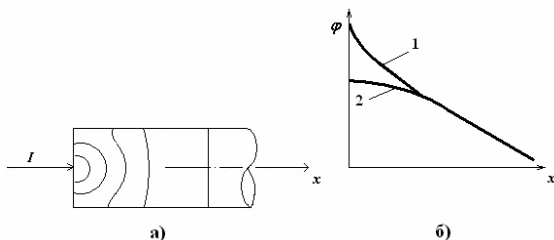


Рис.2.4 Распределение электрического потенциала в цилиндрическом проводнике с локализованным токовводом [2]: а – эквипотенциали в краевой зоне; б – распределение потенциала по длине (1 – на оси образца; 2 – на боковой поверхности)

Компенсационный (потенциометрический) метод позволяет с высокой точностью сравнивать измеряемую эдс или падение напряжения на исследуемом участке проводника с падением напряжения на эталонном сопротивлении. При этом измеряемое падение напряжения компенсируется создаваемым на эталонном сопротивлении падением напряжения и в измерительной цепи ток, практически, отсутствует. Отсутствие тока в цепи (в пределах чувствительности применяемого прибора) позволяет пренебрегать сопротивлением контактов и соединительных проводов. Принципиальная схема потенциометра представлена на рис. 2.5.

Перед измерениями в цепи потенциометра устанавливается рабочий ток I . Переключатель находится в положении НЭ (нормальный элемент). Питание цепи осуществляется от источника постоянного тока B . Рабочий ток I регулируемый переменным сопротивлением R_p , создает на установочном сопротивлении R_y падение напряжения, равное эдс нормального элемента E_n . При этом гальванометр G (показывающий прибор) должен иметь нулевое отклонение. В этом случае рабочий ток равен $I = E_n / R_y$.

Для измерения неизвестной эдс или падения напряжения U_x переключатель ставится в положение X , и при помощи подвижного контакта изменяется R участка измерительного сопротивления R_n , падение напряжения на котором, вызываемое рабочим током I , сравнивается с измеряемым.

При $U_x = I \cdot R = E_n \cdot (R / R_y)$ гальванометр имеет нулевое отклонение и ток в измерительной цепи отсутствует. Подобная схема измерения типична для многих прецизионных потенциометров.

При работе потенциометра измеряемое падение напряжения компенсируется создаваемым на эталонном сопротивлении падением напряжения, а в случае двойного моста – путем вариации со-

противлений мостовой схемы. Устранение влияния электрического сопротивления контактов и соединительных проводов на результат измерений достигается в первом случае за счет отсутствия тока в измерительной цепи (в пределах погрешности показывающего прибора), а во втором – путем подбора сопротивления большого номинального значения, которое подключается параллельно ветви с неизвестным сопротивлением.

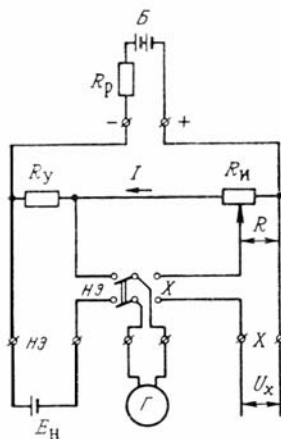


Рис.2.5. Принципиальная схема потенциометра: B – батарея, источник тока; R_p – регулировочное сопротивление; R_H – измерительное сопротивление; R_y – установочное сопротивление; $HЭ$ – нормальный элемент; $Г$ – гальванометр

2.4. Измерение электропроводности керамических материалов

Измерение электропроводности керамик может осуществляться несколькими методами. Один из них основан на использовании переменного тока. В этом случае электропроводность измеряется с помощью мостовых схем или анализаторами, например фирмы Hewlett–Packard, в частотном диапазоне от 50 до 10^4 Гц [10]. Изделие (образец) помещается между дисками из карбида кремния. Для обеспечения хорошего электрического контакта соприкасающиеся поверхности притираются с помощью мелкодисперсной алмазной пасты. Приготовленная измерительная ячейка устанавливается между платиновыми электродами в нагревательную печь и выдерживается там при температуре около 1000°C в течение суток (для материалов UO_2 и ThO_2). Измерения проводятся в атмосфере газовой смеси CO/CO_2 (рис.2.6). При проведении высокотемпературных

исследований необходим контроль за состоянием атмосферы испытаний. Для контроля парциального давления кислорода применяются сенсоры из нестехиометрического оксида кобальта или диоксида титана. Измеряя электропроводность сенсоров в рабочей камере до и после проведения экспериментов, можно контролировать парциальное давление кислорода [12]. Оксид кобальта применяется для измерения парциального давления кислорода в интервале от 10^5 до 10^{-5} Па, диоксид титана – от 10^{-5} до 10^{-11} Па и титанат бария – от 10^{-3} до 10^{-13} Па.

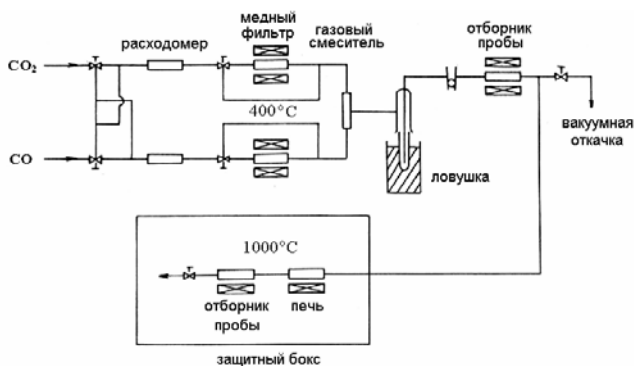


Рис. 2.6. Схема контроля состояния атмосферы испытаний [11]

Электропроводность керамик можно измерить потенциометрическим методом, рассмотренным в п.2.3. В этом случае, чтобы обеспечить надежный электрический контакт между электродами и образцом, в последнем, после стадии холодного прессования порошка, высверливаются отверстия диаметром $\sim 0,3$ мм, в которые вставляются электроды – платиновые проволоки [12]. Образец помещается в печь и спекается вместе с электродами. Данный метод не обеспечивает высокой точности измерений и абсолютного значения электропроводности, однако он достаточно чувствителен при исследовании фазовых переходов [13] и изучении влияния механических напряжений и деформаций на электрофизические свойства керамик.

2.5. Установки для изучения электрофизических свойств материалов

2.5.1. Установки для исследования роста трещин и неоднородной поверхностной деформации

На сегодняшний день задача обнаружения, локализации и прогнозирования роста зародышевой трещины в изделиях из металлов и сплавов остается актуальной. Поэтому актуальной остается и методология физико-механических испытаний на разрушение [14]. Наиболее перспективным в данном направлении является комплексный подход с использованием структурно-чувствительных методов обнаружения трещин в объеме в сочетании с оптическими методами контроля за состоянием поверхности.

В качестве примера реализации выбранного подхода на рис. 2.7, а приведена установка ХТМ, позволяющая получать равновесные трещины при сжатии и трехточечном изгибе образцов. Установка оснащена автоматизированной системой слежения за ростом трещин как по показаниям электрофизических характеристик, так и с помощью видеоизмерительной системы. Установка обеспечивает режимы плавного нагружения с переменными скоростями, надежность и заданную точность измерения деформации и нагрузки, а также наблюдение, регистрацию и измерение длины трещины. Для обеспечения плавности и безынерционности приложения нагрузки в установке используется механогидравлическая плунжерно-поршневая система [15]. Значение прикладываемой нагрузки изменяется от нуля до 2000 Н.

Устройство для получения медленных трещин при испытаниях на изгиб позволяет регистрировать нагрузку и прогиб образца во время испытаний [16]. Результаты испытаний записываются на диаграмму в координатах “нагрузка–прогиб”. По этой диаграмме определяется работа разрушения при медленном распространении трещины по сечению образца, модуль упругости, условный предел текучести и предел прочности испытуемого материала. Установка обеспечивает два вида нагружения: сжатие и трехточечный изгиб при скорости деформирования $10^{-6} - 10^{-3}$ м/мин.

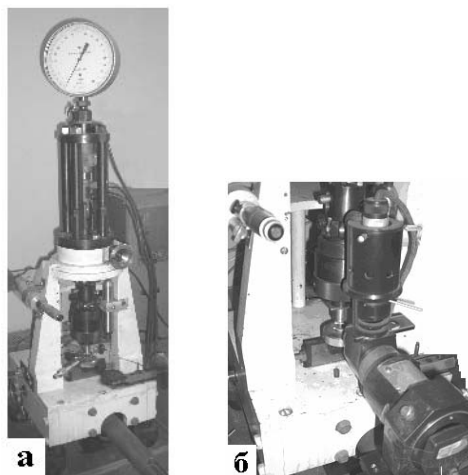


Рис.2.7. Внешний вид установки ХТМ для исследования равновесных трещин в материалах при сжатии и трехточечном изгибе (а); с установленной системой видеонаблюдения (б)

Применение микрометрической подачи дает возможность использования жесткостных рам разной высоты с различными инденторами. На установке могут быть испытаны образцы с минимальным сечением $1,5 \times 1,5$ мм и длиной от 5 до 50 мм.

Измерительное устройство (см.рис.2.3) предназначено для изучения неоднородной поверхностной деформации материалов при сжатии [17]. Измерение контактной разности потенциалов и наведенной эдс осуществляется измерительным модулем по представленной методике. Электрический сигнал постоянного тока подается через коммутирующее устройство на опорный вольтметр, который подключен к компьютеру через интерфейсную плату (п.2.6).

Металлическая проволока относится к структурно-неоднородным материалам и обладает анизотропией упругих и пластических свойств. Особенность кристаллического строения промышленно изготавливаемых проволок заключается в предпочтительном ориентировании зерен, имеющих вид вытянутых волокон, вдоль оси прикладываемой нагрузки.

Деформирование активизирует источники внутренних микро-напряжений. Под действием внешней силы происходит наложение полей внутренних упругих и остаточных напряжений. Последние присутствуют в проволоке изначально вследствие технологических особенностей ее изготовления и хранения.

Для исследования неоднородной деформации проволок при комнатной температуре методом КРП используется стенд, представленный на рис. 2.8. Стенд предназначен для испытаний на релаксацию и растяжение тонких проволок диаметром до 0,5 мм и длиной до 200 мм. Нагрузка изменяется в пределах от нуля до 200 Н. Порог чувствительности измерения деформации составляет 10 мкм для индикатора стрелочного типа и 1 мкм – для индуктивного преобразователя.

Образец 3 закрепляется в зажимах 2. Верхний зажим соединен с упругим элементом 1, который с помощью втулки 8 закрепляется на верхнем основании стенда 5. Верхнее и нижнее 6 основания на углах 16 укрепляются на опорной плите 4. Деформация образца измеряется индикатором стрелочного типа (на рисунке не показан), который соединен с упругим элементом зажимом цангового типа. Для увеличения чувствительности системы измерения деформации предусмотрена возможность подключения индуктивного преобразователя. Верхний захват при помощи гайки 15 укреплен на каретке 10, которая перемещается в вертикальном направлении по направляющим 7 при вращении маховика 13. Нагружающее устройство располагается в нижней части стенда. От электродвигателя или с помощью ручного привода вращение передается на ходовую гайку 12, которая вращается относительно неподвижной втулки 9. При этом винт 11 перемещается вверх или вниз в зависимости от направления вращения.

2.5.2. Оборудование для проведения высокотемпературных исследований

Разработка и применение новых методов исследования имеет особое значение для материалов ядерной энергетики, которые обладают специфическими свойствами – токсичностью, радиоактивностью, зависимостью свойств от технологии и пр.

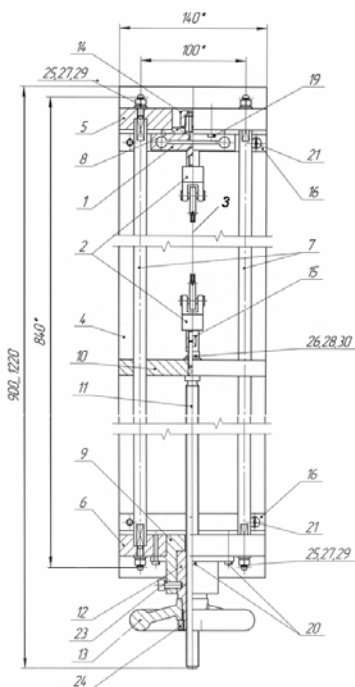


Рис. 2.8. Стенд для исследования неоднородной деформации проволок:

1 – упругий элемент в сборе; 2 – зажим в сборе; 3 – образец; 4 – плита опорная; 5 – основание верхнее; 6 – основание нижнее; 7 – направляющая; 8 – втулка верхняя; 9 – втулка нижняя; 10 – каретка; 11 – винт ходовой; 12 – гайка ходовая; 13 – маховик; 14 – гайка цанговая; 15 – гайка; 16 – уголок; 19–31 – стандартные изделия (винты, гайки, шайбы, шпонки). Стенд разработан совместно с Фирсовым Е.В и Яхонтовым Д.Е

При исследовании физических свойств таких материалов на высокотемпературных установках необходимо оценивать влияние многочисленных факторов, воздействующих в процессе испытаний как на свойства материалов, так и на точность измерений [6]. Оптимальный выбор метода измерения и проектирования испытательной установки должен основываться на достаточно четких представлениях о цели планируемого исследования и степени соответствия условий его проведения режимам эксплуатации материалов.

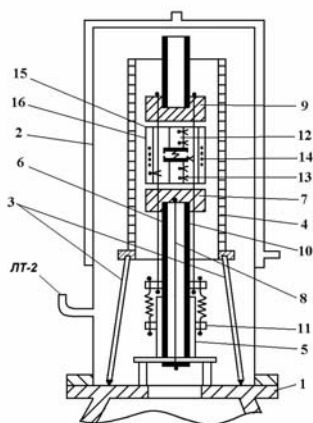


Рис.2.9. Установка для определения тепло- и электрофизических свойств металлокерамических материалов [18]

Установка, схема которой представлена на рис. 2.9 предназначена для высокотемпературных исследований тепло- и электрофизических свойств металлокерамических материалов в условиях вакуума. Особенностью данной конструкции является применение сразу трех независимых нагревательных элементов для создания требуемого температурного режима. Основанием служит стальной усеченный конус 1, на верхнем фланце которого монтируются детали установки. Цилиндрическая печь 4, создающая нагрев рабочей зоны, укреплена с помощью изоляторов на треноге 3. В качестве охлаждающей жидкости используется вода, циркулирующая внутри рубашки 2. Нагреватель изготовлен из молибденовой проволоки диаметром 1,2 мм, заключенной в алундовые бусы, которая виток к витку наматывается на цилиндр. Поверх спирали одеты два экрана из молибденовой фольги. Измерения проводятся одновременно на двух образцах 12 и 13. В нижней части установки с помощью патрубков 5 крепится алундовая трубка 6, на которой размещен холодильник нижнего образца 7. Он соединен с трубкой с помощью тяги 8, которая одновременно служит одним из токоподводов. Вторым токоподводом служат тяги 10, которые через спиральные пружины притягивают холодильник 9 верхнего образца. Холодильники представляют собой массивные молибденовые цилиндры. Стальное кольцо 11 после натяжения пружин закрепляется винтом. С помощью дополнительного нагревателя 14, электрической мощ-

ностью порядка 20 Вт, создается градиент температуры вдоль оси испытуемых образцов. Образцы размещаются внутри молибденового экрана 15 вместе с другим дополнительным проволочным нагревателем. Средняя часть внутреннего объема экрана нагревается до температуры печи, благодаря чему устраняются потери тепла с боковой поверхности печи и образцов [18]. Экран 16 обеспечивает равномерный прогрев рабочего объема установки в интервале температур 200–1200°C.

Описание конструкции установки для контроля термоэдс и электрического сопротивления электропроводных материалов в процессе спекания до температуры 1800°C можно найти также в работе [19].

Одной из основных особенностей при проведении внутриреакторных исследований является ограничение экспериментального объема. Физический объем для облучения в исследовательских реакторах редко имеет более 100 мм в диаметре. В реакторах с высоким нейтронным потоком внутренний диаметр каналов облучения не превосходит 35–60 мм [6]. Устройство для облучения и исследования свойств материалов должно размещаться в таких каналах, несмотря на достаточно сложную конструкцию и большую насыщенность датчиками для измерения контролируемых и регистрируемых величин. Для того чтобы увеличить экспериментальный объем, занимаемый образцами, приходится использовать миниатюрные датчики, гермоводы минимальных размеров, применять прочные конструкционные материалы для уменьшения толщины стенок ампул и внутриреакторных установок. Несмотря на это, экспериментальный объем в устройствах не всегда оказывается достаточным. Поэтому при проектировании облучательного устройства или установки приходится решать оптимизационную задачу, т.е. делать выбор между количеством занимающих полезный объем измерительных систем и остающимся объемом для образцов.

На кафедре конструирования приборов и установок в МИФИ разработана конструкция устройства (рис.2.10), предназначенного для совместного исследования прочностных (пластических) и электрофизических свойств тугоплавких материалов как в лабораторных условиях, так и под облучением при температурах до 2000°C [20].

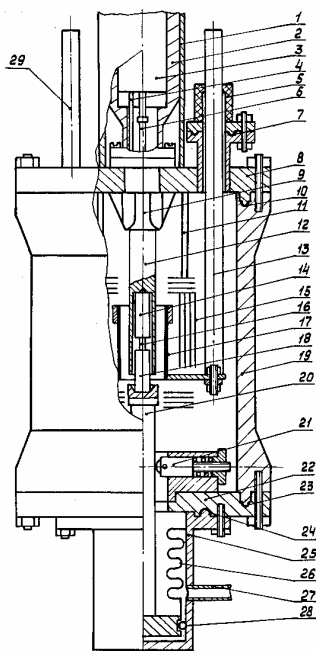


Рис.2.10. Конструкция рабочей камеры для исследования прочностных и пластических свойств материалов при высоких температурах под облучением

Устройство, обладающее указанными выше характеристиками, представляет собой цилиндрическую рабочую камеру 19, герметично закрываемую верхним 8 и нижним 22 фланцами. Исследуемый образец 16 устанавливается между вкладышами 14 и 18 рабочего участка 12 перегрузочного устройства 2.

Положение перегрузочного устройства фиксируется в загрузочной трубе 1 и верхнем фланце с помощью фигурного замка 9. Нагрев образца обеспечивается нагревателем 17, окруженным системой экранов 11 и 15. Токоподвод к нагревателю осуществляется через электрические вводы 13, которые имеют изолированные гермовводы 5 и 27. В процессе испытаний к образцу прикладывается усилие, пересчитываемое в напряжение, действующее на образец. При высокотемпературных испытаниях наиболее часто используются методы нагружения с помощью грузов и пружин, а также электромагнитное, гидравлическое и пневматическое нагружение. Приложение нагрузки к захватам осуществляется либо непосредственно, либо через разнообразные передаточные механизмы. В дан-

ной конструкции активный пуансон 20 соединен с сильфоном 26, расположенным в стакане 25 пневматического силового возбуждающего устройства. Для внутриреакторных испытаний материалов широкое распространение получило пневматическое нагружение образцов [6]. Основное его преимущество – создание нагружающего усилия непосредственно в месте приложения нагрузки, что исключает применение длинных штоков, рычагов и т.п. и делает нагружающее устройство надежным и компактным. Плавное приложение нагрузки уменьшает влияние непараллельности торцов образца, перекосов, центровки на результат измерений. В качестве рабочего газа применяется гелий, который часто используется для регулирования температуры образца или для заполнения объема рабочей камеры при проведении экспериментов.

Измерение деформации производится первичным преобразователем линейных перемещений 3 с измерительными штоками 4 и 6. В устройстве применяются уплотнения ножевого типа с полусферическими головками 7, 10, 23 и 24. Использование подшипников качения и плавающей направляющей 21 в системе нагружения улучшает равномерность хода активного пуансона и исключает возможность его заклинивания при высоких температурах. На рабочем участке 12 крепятся электроды токозадающей цепи и измерительные электроды (на рисунке не показаны) для проведения электрофизических измерений.

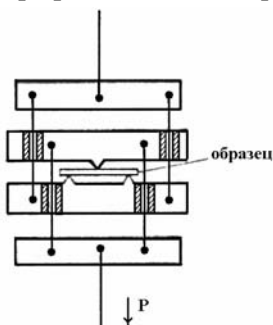


Рис.2.11. Приставка к испытательной машине для исследования электросопротивления и термоэдс материалов при высокотемпературной ползучести по схеме трехточечного изгиба

На рис. 2.11 представлена схема приставки к испытательной машине для исследования электрофизических свойств тугоплавких материалов при трехточечном изгибе [21].

При физико-механических испытаниях, как правило, используются стержневые образцы круглого или прямоугольного сечения с галтелями для закрепления в захватах испытательной машины. В этом случае для измерения электрического сопротивления в образце с двух сторон высверливают по два отверстия, в которые запрессовывают концы медных проводов [52]. Концевые поверхности образца электрически изолируют от захватов машины при помощи слюды.

Экспериментальный комплекс ПОИСК, разработанный для высокотемпературных физико-механических исследований в реакторах бассейнового типа [20], включает систему обеспечения, состоящую из блоков обеспечения (БО) и управления (БУ), а также облучательную камеру ПОИСК-К (рис. 2.12). Блок обеспечения состоит из систем нагрева, водяного охлаждения, вакуумирования, пневматического нагружения и заполнения облучательного устройства инертным газом. Блок управления служит для контроля работы блока обеспечения и регистрации результатов измерений. При лабораторных исследованиях экспериментальный комплекс полностью расположен в лаборатории. Облучательную камеру помещают в имитационный канал (ИК) с водяным охлаждением, а систему обеспечения располагают рядом с ним. Для реакторных испытаний в лаборатории оставляют только блок управления. Облучательную камеру с помощью дополнительных загрузочных труб устанавливают рядом с активной зоной, а блок обеспечения – на площадке реактора. Все коммуникации, соединяющие между собой блоки и облучательную камеру, располагаются под настилом и обеспечивают дистанционное управление экспериментом и регистрацию результатов измерений.

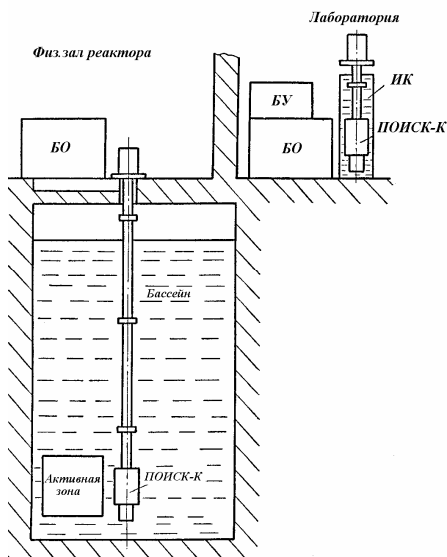


Рис.2.12. Расположение комплекса ПОИСК при реакторных и лабораторных исследованиях

2.6. Информационно-измерительные системы

Объединение измерительных приборов в комплексы, включающие элементы и узлы, используемые в вычислительной технике и автоматике, для централизованной записи, обработки и хранения информации носят название информационно-измерительных систем (ИИС). В составе любой современной ИИС имеется персональный компьютер. Для объединения отдельных приборов в комплексы необходимо предусмотреть их конструктивную и информационную совместимость. Разрабатываемые ИИС должны удовлетворять требованиям государственных и отраслевых стандартов.

При разработке ИИС для электрофизических измерений в процессе физико-механических испытаний в широком интервале температур должны быть учтены следующие технические требования:

- температурный интервал испытаний;
- величина механических нагрузок (напряжений), действующих на исследуемый образец;

- предполагаемый интервал изменения электрофизических характеристик в заданном температурно-силовом интервале;
- длительность проведения испытаний;
- точность регистрации исследуемых параметров в заданном температурно-силовом интервале;
- постоянные времени срабатывания элементов измерительной системы.

После анализа условий эксплуатации установки можно сделать обоснованный выбор структурной схемы ИИС, определить параметры дискретизации записи измеряемых характеристик и требования к конструкции измерительного устройства или узла и другое.

ИИС, обеспечивающая проведение электрофизических измерений при физико–механических испытаниях реакторных материалов, содержит следующие основные узлы (рис. 2.13):

- стабилизированный источник постоянного тока I , служит для создания и поддержания заданного значения силы тока в течение всего эксперимента. Устанавливаемое выходное напряжение источника питания изменяется от 3 до 5 В, а сила тока в цепи от 100 до 300 мА;

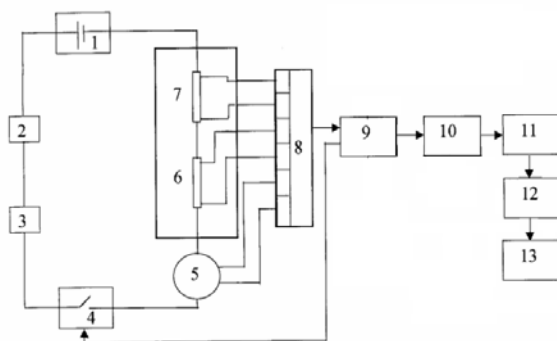


Рис. 2.13. Структурная схема ИИС для измерения малых напряжений на основе компенсационного принципа

- цифровой амперметр 2 служит для визуального контроля тока в цепи, а магазин сопротивлений 3 – для его точной подстройки в ходе эксперимента;

- ключ 4 объединяет реверсивный переключатель направления тока и выключатель тока (при измерениях термоэдс или контакт-

ной разности потенциалов). Переключение направления тока на противоположное производится при измерениях обратного напряжения в целях исключения погрешности от термоэдс, возникающей в точках контакта образца с электродами (при измерении электросопротивления). В автоматическом режиме работы ключом управляет коммутирующее устройство, либо контроллер;

– точное значение силы тока при абсолютных измерениях определяется по падению напряжения на образцовой катушке 5 (Р310) с номинальным значением сопротивления 0,001 Ом. На рисунке показано измерительное устройство с двумя образцами (6 и 7), которое включается последовательно в электрическую цепь.

Измерительные электроды выведены на общий разъем 8. При высокотемпературных испытаниях ими служат одноименные ветви термопар, укрепляемых на боковой поверхности образцов: вольфрам-рениевые или хромель-алюмелевые термопары. При комнатных температурах для измерения падения напряжения на заданной базе иногда используют медные контакты в виде плоских ножей, прижимаемых к поверхности образца с помощью грузов.

Полный цикл измеряемых напряжений для каждого образца включает термоэдс термопар, падение напряжения на поверхности образца при прямом и обратном токе, а также измерение относительной термоэдс “образец – электрод сравнения” (или контактной разности потенциалов при отсутствии градиента температуры). В данном случае, приведенная на рис. 2.13 схема соответствует режиму измерения падения напряжения на образце и его термоэдс. Последовательный опрос каналов и измерение всех напряжений цикла производится при помощи коммутатора 9. Результаты измерений отображаются на экране монитора с помощью панели виртуального прибора (рис.2.14).

С учетом (2.6) удельное электросопротивление рассчитывается по формуле:

$$\rho = \frac{\overline{U}}{I} \cdot \frac{F}{\ell} \quad , \quad (2.7)$$

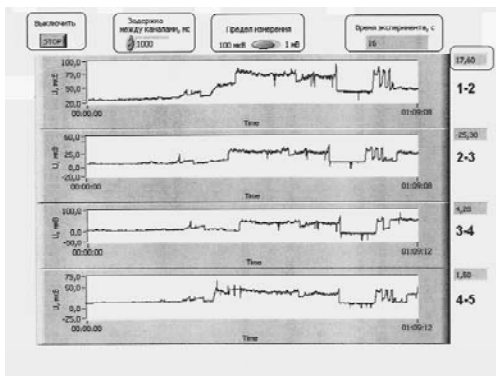


Рис. 2.14. Панель виртуального прибора

где $\bar{U} = (U_{\text{ПР}} - U_{\text{ОБР}})/2$, $U_{\text{ПР}}$ и $U_{\text{ОБР}}$ – падение напряжения на базе измерений ℓ при прохождении через образец прямого и обратного тока соответственно; I – среднее значение силы тока через образец; $U_{\text{ПР}}$ и $U_{\text{ОБР}}$ подставляются в (2.7) в соответствии со своими знаками.

Относительная погрешность определения ρ при комнатной температуре составляет менее одного процента. С повышением температуры, а также при измерениях в процессе деформирования она может увеличиться до 2–5 %, что связано с трудностью точного определения отношения F/ℓ .

Температурная зависимость электрического сопротивления металлов характеризуется термическим коэффициентом электрического сопротивления [3]:

$$\beta_{t-t_0} = \frac{R_t - R_{t_0}}{R_{t_0}} \cdot \frac{1}{t - t_0}, \quad (2.8)$$

где β_{t-t_0} – термический коэффициент электрического сопротивления в интервале температур $t - t_0$; R_t – сопротивление при температуре t ; R_{t_0} – сопротивление при температуре t_0 . В небольших интервалах температур температурная зависимость удельного электрического

сопротивления металлов (при условии отсутствия фазовых превращений) близка к линейной:

$$\rho_t = \rho_{t_0}[1 + \beta(t - t_0)], \quad (2.9)$$

ρ_{t_0} и t_0 – начальные значения сопротивления и температуры.

При исследовании фазовых превращений, а также при исследовании структурных изменений под облучением с помощью измерения электрического сопротивления обычно используют относительные изменения:

$$\frac{R_n - R_0}{R_0}, \frac{R_n}{R_0} \text{ или } \frac{R_n}{R_0} \rho_0, \quad (2.10)$$

где R_n – сопротивление, отвечающее новому состоянию; R_0 – сопротивление в исходном состоянии.

Измерение электрофизических характеристик, а также запись и хранение поступающей информации в автоматическом режиме обеспечивают приборы 10–13 (см.рис.2.13). Электрический сигнал с многопозиционного переключателя 9 поступает на вход компаратора напряжений 10. Незвестное напряжение U_x подается на один из входов дифференциального измерительного усилителя компаратора, на другой вход – напряжение U_k от внутреннего калибратора. Основная функция последнего – создание калиброванных напряжений в достаточно широком диапазоне: от сотых микровольт до 10 В. В режиме компарирования разность напряжений $\Delta U = U_x - U_k$ после усиления отсчитывается в масштабе U_x по встроенному показывающему прибору и выводится на выходные клеммы прибора. Предел допускаемой основной погрешности измерения напряжения в рабочих режимах составляет не более $\pm 0,01$ %. Чувствительность по напряжению 0,01 мкВ. Компаратор обеспечивает нормируемые технические характеристики после установления рабочего режима независимо от времени включения, что существенно при проведении длительных экспериментов.

Для отображения результатов измерений электрофизических характеристик на экране монитора и управления процессом измерений в современных ИИС используются *контроллеры* (рис.2.15).

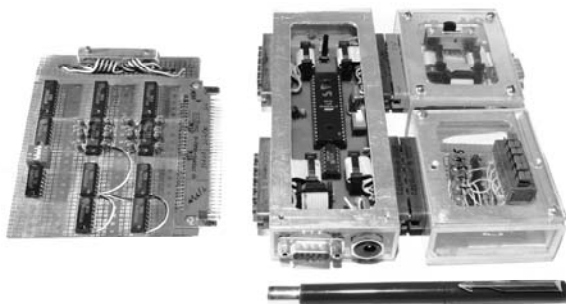


Рис.2.15. Внешний вид контроллеров для автоматизации электрофизических измерений (разработки Халфина Т.М и Иванова Э.В)

Микропроцессорный блок управления *12* (см.рис.2.13) по команде компьютера *13* переключает коммутатор *9* для измерения на соответствующем входе, запускает цифровой прибор *11* и по сигналу окончания преобразования считывает код с выхода АЦПУ прибора. После чего результат измерений поступает в ПК через *COM*- или *USB*-порт.

При этом решаются следующие задачи: производится последовательный опрос входов с заданным временным интервалом; результаты отображаются на экране монитора в виде временных зависимостей измеряемой величины; экспериментальные данные архивируются в файлы для последующей обработки.



Внешний вид ИИС, разработанной для исследования роста усталостных трещин при циклическом изгибе металлических пластин методом контактной разности потенциалов, приводится на рис. 2.16.

Рис.2.16. Внешний вид ИИС для исследования усталостных повреждений в металлических пластинах электрофизическим методом (разработана совместно с Обориным С.Б.)

3. НЕРАЗРУШАЮЩИЙ КОНТРОЛЬ КОНСТРУКЦИОННЫХ И ТОПЛИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ

3.1. Дефектоскопия и контроль содержания легирующих элементов

Применение термоэлектрического метода не имеет ограничений, связанных с формой изделий. Малое влияние остаточной деформации на величину термоэдс, а также возможность локального измерения относятся к преимуществам данного метода при контроле горячекатаного и кованого материала. Для контроля структуры и содержания легирующих элементов используют измерительные приборы, описание которых можно найти в работах [7–9].

Главный принцип дефектоскопии с использованием метода термоэдс заключается в том, что области с различным химическим или фазовым составом сравнивают с эталоном, имеющим известный химический или фазовый состав. На рис. 3.1 показан пример подключения электродов по дифференциальной схеме для контроля содержания углерода в сталях.

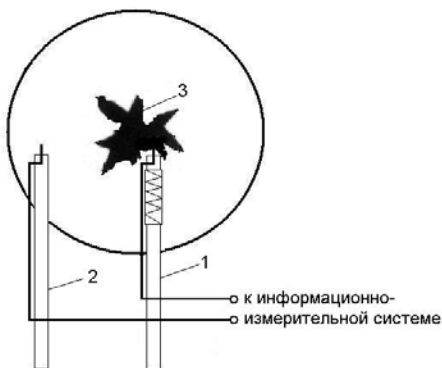


Рис 3.1. Термоэлектрическая дефектоскопия:

1 – горячий электрод; 2 – холодный электрод; 3 – зона ликвации на торцевой поверхности прутка

Термоэлектрический контроль для сталей и сплавов позволяет классифицировать их структурное состояние после термической обработки (в результате закалки, отпуска, отжига), выявлять степень растворения примесных атомов и фазовые превращения. Это представляется возможным благодаря высокой чувствительности

термоэлектрического метода к изменению состава. Опыт показывает, что существует корреляция фазового состава и величины зерна сплава, с одной стороны, с величиной и знаком термоэдс – с другой. В состоянии поставки удовлетворительно различаются стали 30ХГСА, 259ХС, Х4Н, 5ХФ, ЭИ172, ЭИ262, ЭИ290, 38ХА, ХГ, ХВГ, Х12М и др. В табл. 3.1 даны значения термоэдс для некоторых сталей.

Метод термоэдс используется также для определения зон углеродных ликваций (зон с повышенным содержанием углерода), медных, кремниевых ликваций и др. в зависимости от состава сплава и условий кристаллизации, а также зон с дефицитом углерода на поверхности (обезуглероживание). Особую важность данный вопрос приобретает для изделий активной зоны реактора и оболочек тепловыделяющих элементов, поскольку в этом случае к качеству поверхности предъявляются высокие требования. Неоднородная структура поверхности, наличие внутри- и *межкристаллитных ликвационных зон* или неоднородность фазового состава может явиться причиной снижения коррозионной стойкости изделия и выхода его из строя.

На рис. 3.2 приводится зависимость термоэдс, а также твердости по Бринеллю для стали Х5Г16 от протяженности зоны повышенного содержания углерода, выявленной на срезе образца.

Не менее эффективно выявляется *пятнистость твердости*, возникающей при закалке из-за неравномерного охлаждения поверхности или из-за недостаточной проковки изделия, а также такие трудно диагностируемые дефекты, как *прижоги*, представляющие собой локальную зону отпуска на закаленном изделии.

Таблица 3.1

Значения термоэдс для некоторых сталей при температуре 75°С относительно меди М1 [8]

Марка материала	Термоэдс, мВ	Марка материала	Термоэдс, мВ
4Х14Н14В2М	0,30–0,38	1Х17Н2	–0,15–0,27
Х18Н10Т	0,27–0,36	15ХА	–0,17–0,20
Х18Т9	0,24–0,29	ЭИ617	–0,21–0,23
30ХГСА	0,16–0,28	9Х18	–0,25–0,27
18ХВА	0,15–0,27	16ХГТА	–0,27–0,30
30ХГСА	0,12–0,18	ЭИ347	–0,28–0,30
ЭИ868	0,13–0,19	Х18	–0,27–0,30
12ХН3А	0,02–0,06	Р18	–0,30–0,32
Ст10	–0,07–0,09	2Х23	–0,31–0,33
Ст20	–0,09–0,11	Х12М	–0,37–0,41
Ст25	–0,09–0,11	Х12Ф1	–0,40–0,46
Ст45	–0,11–0,14	ЭИ929	–0,30–0,37
ЭИ437Б	–0,15–0,19	ЭИ929А	–0,32–0,38

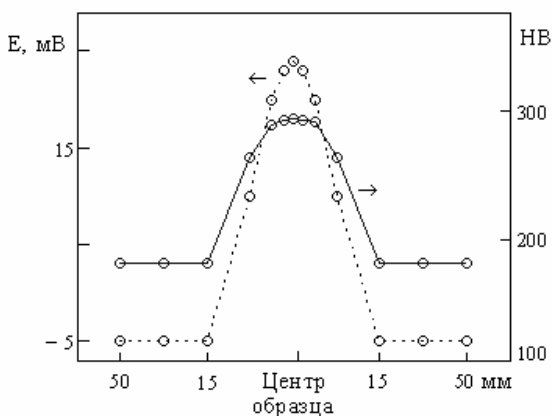


Рис.3.2. Зависимость термоэдс и твердости от протяженности ликвационной зоны на срезе образца [8]

Такая структурная неоднородность возникает чаще всего в результате нарушения режимов шлифовки или полировки и располагается в тонком поверхностном слое. Дефект данного рода может явиться причиной возникновения микро- и макротрещин, образования выработок и канавок на трущихся поверхностях.

Обезуглероживание поверхности часто происходит при нагреве в пламенных или электрических печах без необходимой степени контроля атмосферы. Термоэлектрический контроль обезуглероживания закаленных заэвтектоидных сталей позволяет полностью ликвидировать поставку в производство изделий с такого рода дефектом.

Термоэлектрический метод неразрушающего контроля находит свое применение при определении глубины проникновения закаленной зоны или *прокаливаемости изделия*. С его помощью проводится не только *рассортировка сталей по маркам*, но также определяется процентное содержание некоторых элементов в сплаве [22,23].

Особое внимание при измерениях термоэдс следует уделять методическим вопросам, касающимся влиянию каждого элемента на величину термоэдс. Необходимо учитывать также состояние поверхности объекта контроля и силу прижатия горячего электрода к контролируемой поверхности. Образование зоны контакта при различных давлениях горячего электрода на поверхность происходит следующим образом. В момент соприкосновения контакт возникает по вершинам упруго деформируемых микронеровностей. Глубина контакта при давлении электрода 20 – 30 МПа составляет 2–3 атомных слоя [8]. Если давление увеличить и превысить при этом предел текучести материала электрода или материала объекта контроля, то микронеровности начнут деформироваться, разрушится окисная пленка, если она присутствует, и количество точек контакта в зоне контакта возрастет. На поверхностях тел в обычных условиях всегда присутствуют тончайшие пленки газов, паров воды и других жидкостей, содержащихся в воздухе, а также веществ, растворенных в жидкостях и соприкасающихся с поверхностью твердого тела, – адсорбированные и хемосорбированные слои. *Оксидные пленки* быстро формируются на поверхности металлов и имеют толщину от 2 до 10 нм [24]. Для уменьшения погрешности,

связанной с контактными явлениями, следует применять дифференциальную схему измерения термоэдс (п.2.1).

Если принять, что сферическая поверхность вершины горячего электрода имеет более низкую твердость, чем контролируемая поверхность (в качестве материала горячего электрода часто используется медь), то электрическое сопротивление контакта R_K определяется по формуле [8]:

$$R_K = [(R_1 + R_2)/2] \cdot \sqrt{\frac{HB}{p}}, \quad (3.1)$$

где R_1 и R_2 – сопротивление материалов горячего электрода и объекта контроля, в Ом; p – давление электрода; HB – твердость материала электрода по Бринеллю.

При контроле содержания легирующих элементов в сталях и цветных металлах термоэлектрическим методом получают одинаковую с *вихрековым методом* различимость [9]. В ряде случаев может быть произведен полуколичественный экспресс-анализ на определенные легирующие элементы (например, Si и C в работе [25]).

При рассортировке сталей по маркам используют зависимости, приведенные на рис. 3.3, из которых видно, что с повышением температуры горячего электрода возрастают абсолютные значения термоэдс, а также разница в значениях термоэдс для различных марок сталей.

Эти данные позволяют правильно выбирать оптимальную температуру горячего электрода. Наибольшие положительные значения термоэдс имеют хромистые стали и железо.

Хромистые стали типа X13 (3X13, X12M, 2X13) с различным содержанием углерода и других легирующих элементов используют в ядерной энергетике для изготовления трубопроводов, крепежных и пружинных элементов; в механизмах управления, работающих в воде, а также для таких деталей как шестерни, валы, штоки и др. [27,29].

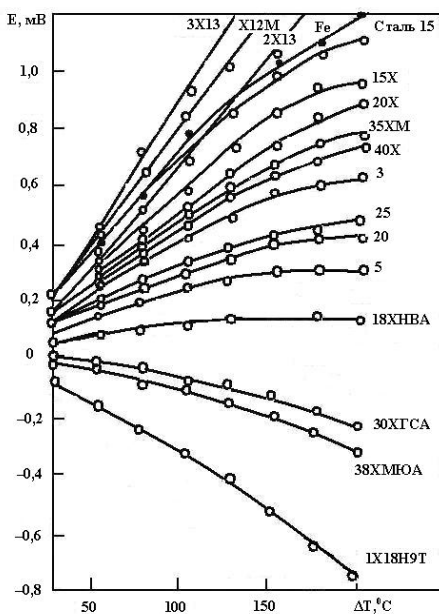


Рис. 3.3. Изменение термоэдс сталей (относительно меди) от разности температур горячего и холодного электродов [26]

Следует иметь в виду, что для некоторых марок сталей термоэдс в заданном температурном интервале от 50 до 150°C (см. рис. 3.3) имеет близкие или перекрывающиеся значения. Поэтому при рассортировке таких марок сталей, как сталь 30ХГСА и сталь 38ХМЮА, требуется привлечение дополнительных методов химического или спектрального анализа.

Перлитные стали (38ХМЮА) применяются в ядерных реакторах для изготовления трубопроводов, парогенераторов, корпусов и крышек реакторов, теплообменников и других узлов, работающих в контакте с водой, паром или жидкими металлами (Na и Na-K-теплоносители) в интервале температур 250–580°C. Особенностью данного класса сталей является их *стойкость к межкристаллитной коррозии и коррозионному растрескиванию*.

Прочность ферритной фазы сталей перлитного класса можно повысить легированием молибдена. Небольшие количества этого элемента (до 0,4–0,5 %) вызывают существенное увеличение со-

противления пластической деформации и длительной прочности [28]. Молибден, входя в α -Fe-твердый раствор (феррит), увеличивает энергию активации самодиффузии железа, повышает температуру рекристаллизации стали, затрудняет диффузионную подвижность атомов углерода. Поэтому феррит, легированный молибденом, сохраняет упрочнение до температуры 400–450°C как в отожженном, так и в закаленном состоянии. Изменения твердости феррита в зависимости от концентрации молибдена и температуры показаны на рис. 3.4.

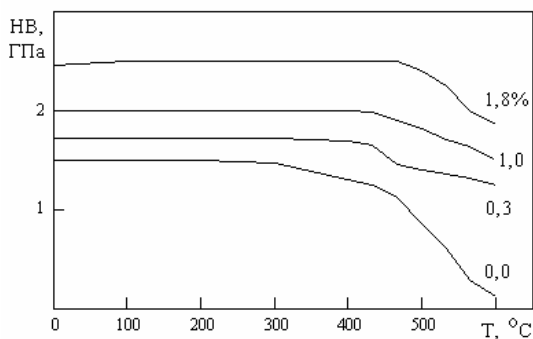


Рис.3.4. Влияние температуры испытания на твердость феррита при различной концентрации молибдена (после закалки в воду от 1200°C) [28]

Отрицательное значение термоэДС относительно меди имеют стали аустенитного класса 1X18H9T (см. рис.3.3). Аустенитные хромоникелевые нержавеющие стали являются конструкционными материалами реакторного контура, к которым предъявляются высокие требования в отношении их коррозионной стойкости. Эти стали успешно применяют для изготовления оболочек тепловыделяющих элементов, парогенераторов, теплообменников, трубопроводов, циркуляционных насосов, различной арматуры и других элементов активной зоны.

В настоящее время влияние легирования на электронную структуру топливных и конструкционных материалов изучено недостаточно. Как правило, для сталей ограничиваются рассмотрением качественного влияния на термоэДС тех или иных химических элементов. Например, при изменении содержания углерода в пределах от 0,11 до 0,42 %, марганца от 0,38 до 0,73% и кремния от 0,02 до 0,36 % в слаболегированных сталях изменение термоэДС, вызванное действием одинаковых количеств углерода и марганца,

примерно равны по величине и противоположны по знаку [30]. Взаимно компенсируют изменение термоэдс стали равные количества серы и фосфора (их содержание в сталях составляет от 0,2 до 0,5%), так же как и равные количества марганца и железа в углеродистых сталях [25].

Авторами [31] исследовано влияние количественного содержания кислорода в штатных твэльных трубах из циркониевого сплава Э110 (Zr–1% Nb) на *интегральную термоэдс*, измеренную при низких температурах. Показано, что интегральная термоэдс $E_{\text{инт}}$ связана с содержанием ниобия $C(\text{Nb})$ и кислорода $C(\text{O})$ выражением

$$E_{\text{инт}} = 0,244 C(\text{Nb}) + 6,7 C(\text{O}) - 2,126, \quad (3.2)$$

$E_{\text{инт}}$ измеряется в мВ, C – в мас. %.

Гусев и Лашко [32] методом электросопротивления исследовали структурные превращения в никелевом сплаве ХН77ТЮР и сталях Х12Н20ТЗР и Х17Н5МЗ. Нагрев сплава ХН77ТЮР, закаленного с 1080°C в воду, в интервале температур 400–600°C, сопровождается резким возрастанием электросопротивления, что связано с возникновением К-состояния в пределах твердого раствора без образования новой фазы. Как известно, К-состояние связано с перестройкой электронной структуры в решетке твердого раствора переходного металла. При возникновении К-состояния электроны проводимости 4s- оболочки переходят в 4d-состояние [3].

Процессы старения связаны с изменением концентрации углерода и азота в перенасыщенном твердом растворе и уменьшением тетрагональности мартенсита при выделении избыточных карбидов. В работе [33] исследовали старение аустенитных сталей при температурах 600–750°C. Осаждение карбидов при изотермическом старении сопровождается уменьшением электросопротивления. По мнению авторов данному процессу предшествует кластеризация атомов Ni или Cr и некоторое увеличение электросопротивления. При более высокой температуре (775–800°C) осаждение карбидов начинается в первые часы старения. Термоэдс образцов углеродистых сталей, закаленных при температуре 100–900°C, падает в интервале температур 400–600°C, что также объясняется процессами старения [8].

Осаждение полуторного карбида урана U_2C_3 из двухфазного материала $UC + UC_2$ исследовано при температурах 1370–1650°C в работе [34]. Реакция синтеза $UC + UC_2 \rightarrow U_2C_3$ представляет собой сумму двух процессов: $2UC_2 \rightarrow U_2C_3 + C$ и $C + 2 UC \rightarrow U_2C_3$, где механизм, контролирующим реакцию, является диффузия атомов углерода. Кинетика образования полуторного карбида урана исследовалась методом электросопротивления на трех температурных стадиях: стадии высокотемпературного нагрева, отжига при заданной температуре – от 4 часов при температуре 1650°C до 35 часов при температуре 1370°C, и стадии последующего охлаждения. Структурные изменения, сопровождающие выделение полуторного карбида урана, исследовали также методом металлографического анализа. На рис. 3.5 показано изменение удельного электросопротивления при замкнутом температурном цикле испытаний.

На ранней стадии отжига (в течение часа) при температуре 1500°C фаза полуторного карбида образуется преимущественно по границам зерен, а при длительной выдержке – внутри зерен монокарбида урана и имеет *видмаништитову структуру* (рис.3.6, а).

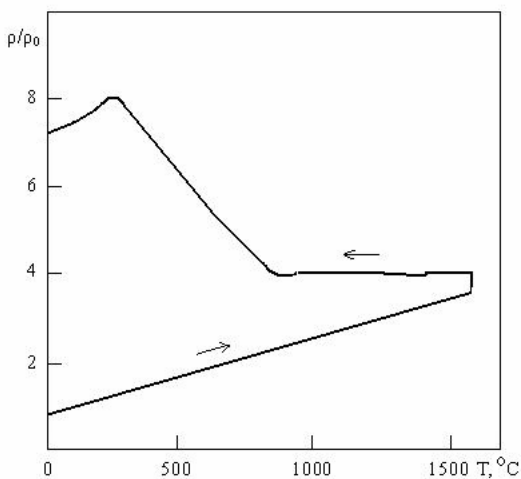


Рис.3.5. Относительное изменение удельного сопротивления $UC+UC_2$ в процессе нагрева, отжига и последующего охлаждения (показано стрелками) [34]

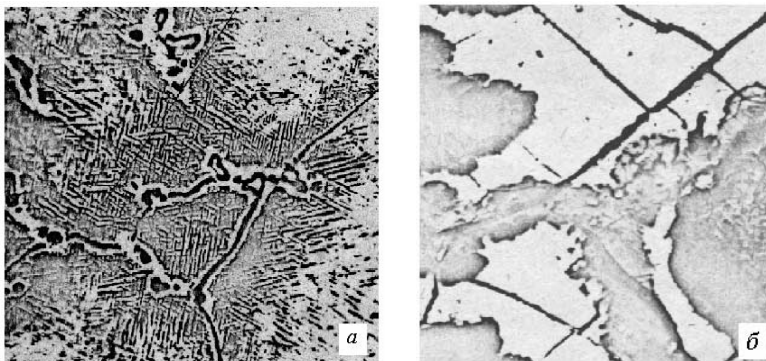


Рис.3.6. Микроструктуры UC+UC₂ (7 масс.% углерода) [34]:
а – осаждение фазы U₂C₃ вдоль границ зерен (темные линии), ×1000;
б – зарождение микротрещин при охлаждении после высокотемпературного отжига, ×200

Рост удельного электросопротивления при охлаждении ниже 1000°С связан с образованием микротрещин, которые хорошо видны на представленной микроструктуре (рис.3.6,*б*).

3.2. Термоэлектрическая толщинометрия

Для определения толщины покрытия необходимы измерения с помощью двух горячих электродов, имеющих одинаковую температуру и изготовленных из одинакового материала. В этом случае один электрод устанавливается на покрытие, а другой – на подложку (рис.3.7,*а*). Если имеются два различных по термоэлектрическим свойствам электрода, то их оба необходимо установить на покрытие (рис.3.7,*б*). На рис. 3.8 приведены зависимости показаний измерительного прибора от толщины медного покрытия на стали 38ХА.

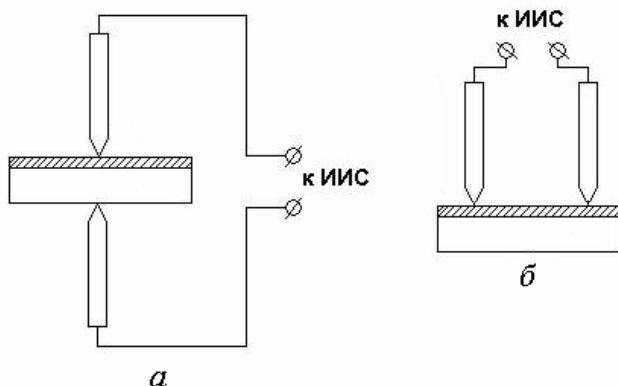


Рис.3.7. Схемы контроля толщины металлических покрытий (отмечены штриховкой) на металлах: *а* – схема с двухсторонним доступом; *б* – схема с односторонним доступом

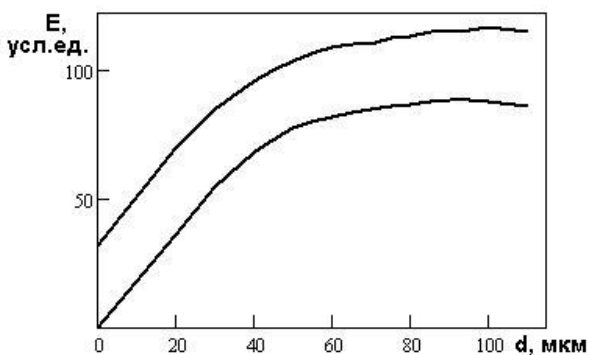


Рис.3.8. Изменение термоэДС в зависимости от толщины покрытия [8]

Две кривые соответствуют двум различным по термоэлектрическим свойствам измерительным электродам (см. схема 3.7 б). Из графика видно, что до толщины покрытия, равной 30 мкм, наблюдается линейная зависимость, а при большей его толщине эта линейность нарушается. Это объясняется тем, что в месте контакта электродов между верхней и нижней поверхностями покрытия имеет место перепад температур, величина которого зависит от толщины покрытия и его теплопроводности.

Для определения толщины слоя никеля на стали разработана методика, схема которой представлена на рис. 3.9 [9]. Как видно

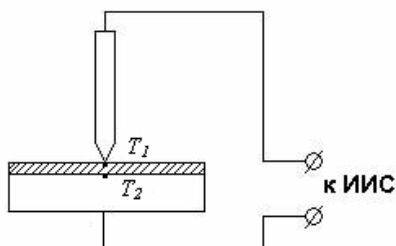


Рис.3.9. Схема термоэлектрического измерения толщины покрытий

из представленного рисунка, схема отличается от рис. 3.7, а отсутствием второго электрода, вместо которого используется прямой электрический контакт с подложкой. При контакте нагреваемого электрода с никелированной стальной поверхностью, кроме термоэдс между электродом и покрытием E_{23} , на граничной поверхности между никелевым слоем и металлом подложки возникает дополнительная термоэдс E_{12} . Последняя зависит от толщины слоя никеля, поскольку с увеличением толщины покрытия температура граничной поверхности уменьшается. Приближенное решение дифференциального уравнения для условий распределения температуры под зондом приводит к следующей зависимости между температурой граничной поверхности T_2 , температурой контакта T_1 , а также радиусом заострения электрода r и толщиной покрытия d :

$$T_2 = T_1 / [1 + (3d/2r)]. \quad (3.3)$$

При условии учета двух указанных *интегральных термоэдс* конечная формула для вычисления общей термоэдс имеет вид:

$$E = E_{12} \left(1 - \frac{1}{1 + (r^2 / 2d^2) \ln R / r} \right) + E_{23}, \quad (3.4)$$

где R – радиус нагретой зоны.

Результаты измерений показывают, что значения для градуировочной кривой при термоэлектрическом контроле толщины покрытий лежат в интервале от $E_{12}(d=0)$ до $E_{23}(d \rightarrow R)$.

Термоэлектрические приборы для измерения толщины покрытий позволяют измерять толщину слоев никеля с точностью до ± 1 мкм, контролировать глубину обезуглероженного слоя (до 0,1 мм) на деталях из средне- и высокоуглеродистых сталей, толщину упрочненных слоев на поверхности лопаток турбин (алитирование и др.).

Чтобы определить толщину *сульфидированного слоя* в сталях [25], необходимо сравнить результаты измерения термоэдс на сульфидированной и несulfидированной (очищенной) частях поверхности образца. По разности значений термоэдс можно получить градуировочную зависимость для определения толщины сульфидированного слоя.

Цементацией называется диффузионный процесс, при котором поверхностный слой стали насыщается углеродом. Необходимая твердость обеспечивается закалкой, позволяющей перевести углерод в твердый раствор. Поверхностные слои изделия из цементированной стали содержат разное количество углерода при практически одинаковом содержании других элементов. Результаты распределения углерода по толщине слоя в сталях 20Х2Н4А, 18ХГТ, 20Х2Н4А и 20ХН3А с помощью термоэлектрического метода приведена в работах [8,26,35]. Из рис.3.10 виден одинаковый характер изменения величины термоэдс и содержания углерода по глубине цементированного слоя. Из приведенного результата следует, что длительный и трудоемкий процесс послойного снятия материала при проведении химического анализа можно заменить экспрессным методом измерения термоэдс.

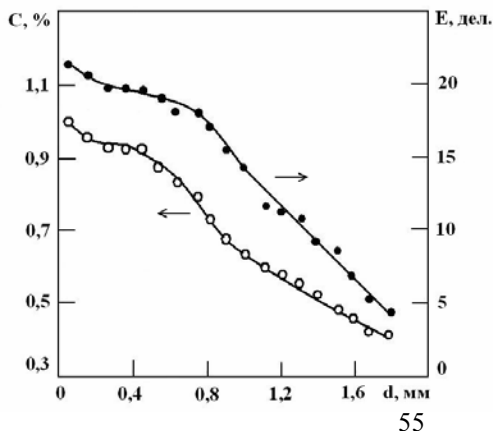


Рис. 3.10. Изменение термоэдс Е и содержания углерода С по глубине цементированного слоя в стали 20Х2Н4А [26]

Весьма перспективным, на наш взгляд, является применение термоэлектрического метода при получении тонких пленок, а также в области нанотехнологий, поскольку абсолютная термоэдс многих металлов зависит от толщины пленки [36].

3.3. Анализ микроструктуры

Фазовый физико-химический анализ сплавов позволяет получить информацию о кристаллической структуре фаз сплава, химическом составе, количестве отдельных фаз и распределении легирующих элементов между фазами. Информацию о составе сплавов получают также при исследовании методами локального рентгеноспектрального анализа [3]. Сравнительно недавно для этих целей стали применять и термоэлектрический метод неразрушающего контроля.

Термоэлектрические свойства отдельных структурных составляющих можно определить, если одновременно с измерениями термоэдс проводить измерения микротвердости [9].

В табл. 3.2 приведены значения абсолютной термоэдс для структурных составляющих стали или чугуна (мкВ/К) при комнатной температуре.

Таблица 3.2

Значения абсолютной термоэдс для структурных составляющих стали и чугуна (мкВ/К) при комнатной температуре

Структурная составляющая	Термоэдс, мкВ/К
Графит	–1,55
Остаточный аустенит	–1,55
Цементит	1,6
Мартенсит	от –0,6 до 6,6
Перлит	4,7
Феррит*	от 5,5 до 9

* В зависимости от содержания С.

Практически все железоуглеродистые сплавы после быстрого охлаждения до комнатной температуры содержат неравновесный *остаточный аустенит*, который при охлаждении до более низких температур может превратиться также в неравновесную фазу –

мартенсит, а при нагреве – в более или полностью равновесные фазы.

При использовании дифференциального метода измерения термоэдс количество остаточного аустенита рассчитывается по формуле [26]:

$$A = aE_{\text{диф}}, \%, \quad (3.5)$$

где $E_{\text{диф}}$ – дифференциальная термоэдс от стандартного и контролируемого изделия, a – постоянная для контролируемой стали.

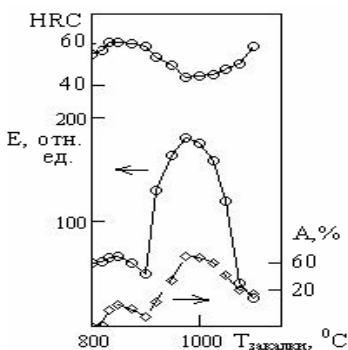


Рис.3.11. Зависимость термоэдс E , твердости HRC и содержания аустенита A в стали 18X2H4MA от температуры закалки [8]

На рис. 3.11 показано изменение твердости и термоэдс стали 18X2H4MA при изменении содержания остаточного аустенита для различных температур закалки.

Наряду с определением термоэлектрических свойств структурных составляющих стали и чугуна данный метод можно применять для измерения свойств структурных составляющих других сплавов и поверхностных слоев, полученных с помощью термохимической обработки. Исключение составляют примеси и включения элементов некоторых полупроводников и изоляторов.

Карбиды, нитриды и бориды переходных металлов относятся к группе металлоподобных соединений, для которых практически всегда имеет место сочетание двух или трех типов химической связи – ионной, ковалентной и металлической – с более или менее выраженным преобладанием одного из них [37]. По этой причине концентрационные зависимости многих физико-механических свойств (температура плавления, упругие модули, микротвердость, теплопроводность, термоэдс) отличаются от линейных. Данный факт хорошо подтверждает изменение термоэдс твердых растворов UN–UC. В этом случае использование термоэлектрического контроля для определения фазового состава твердых растворов UN–

UC возможно до значений $UN/UC \approx 3/1$ (рис. 3.12), при котором наблюдается максимум α . Сопоставление концентрационной зависимости термоэда с другими характеристиками показывает, что составу $UC_{0,25}N_{0,75}$ должен соответствовать наибольший вклад ковалентной составляющей межатомной связи [38].

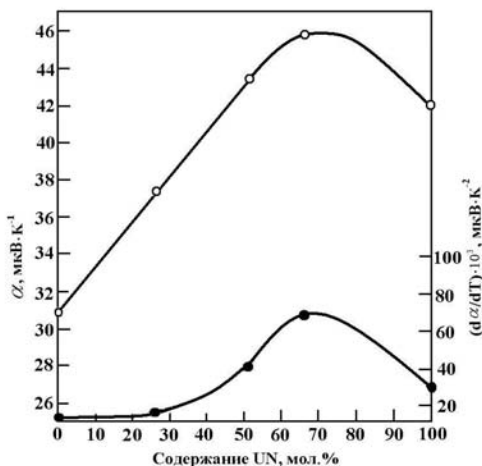


Рис.3.12. Изменение абсолютной термоэдс и его температурной зависимости для твердых растворов UN–UC [38]

Как известно, особенностью диоксида урана является наличие широкой области гомогенности, которая простирается от стехиометрических до сверхстехиометричных фаз. Винтером [39] разработана модель, связывающая изменение коэффициента стехиометрии x в $UO_{2 \pm x}$ и термоэдс, на основе теории поляронов. Собственная проводимость диоксида урана зависит от термически активируемой реакции



в результате которой образуются *поляроны* (электрон на ионе U^{3+} и дырка на U^{5+}). Соотношение электронов и дырок определяется свободной энергией Гельмгольца:

$$F = U + TS, \quad (3.7)$$

на основе уравнения

$$\exp(-F/k_B T) = np/(1-n-p)^2, \quad (3.8)$$

где U – внутренняя энергия, необходимая для протекания реакции, $U = E_u - E_l$ и энтропия $S = S_u + S_l$; E_u и E_l – верхнее и нижнее значение энергии для зоны Мотта–Хуббарда; S_u и S_l – соответствующие значения энтропии; n и p – молярные концентрации электронов и дырок; k_B – постоянная Больцмана; T – температура.

Электронная α_n и дырочная α_p составляющие и полная термоэдс α двуокиси урана связаны известным соотношением:

$$\alpha = \frac{\alpha_n \sigma_n + \alpha_p \sigma_p}{\sigma_n + \sigma_p}, \quad (3.9)$$

где σ_n и σ_p – электропроводность электронов и дырок. При равенстве подвижностей электронов и дырок в предельном случае можно получить следующие соотношения:

$$\text{при } x \gg \exp(-F/2k_B T) \quad \frac{e\alpha}{k_B} \sim -\ln \frac{2x}{1-2x} + \frac{S_l}{k_B};$$

$$\text{и для } x \ll \exp(-F/2k_B T) \quad \frac{e\alpha}{k_B} \sim \frac{S_l - S_u}{2k_B}.$$

На рис. 3.13 изображены температурные кривые термоэдс для различных значений коэффициента x .

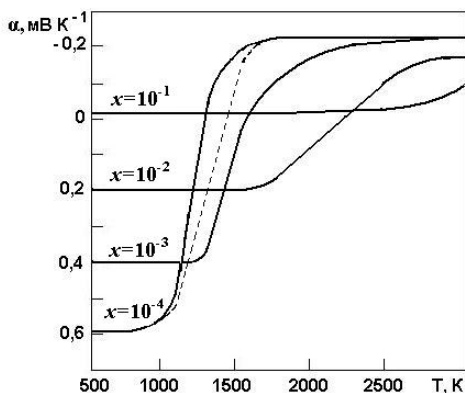


Рис.3.13. Изменение абсолютной термоэдс UO_{2+x} от температуры для различных значений x [39]. Пунктиром обозначены экспериментальные данные [40]

Современные приборы термоэлектрического контроля обеспечивают контроль структурной неоднородности в сварных швах аустенитных и ферромагнитных сталей с разрешением при измерении термоэдс 5 мкВ и выше. Локальность контролируемого участка составляет $1,5 \times 1,5$ мм при практически полном отсутствии влияния на результат контроля геометрии изделия.

3.4. Отбраковка изделий по плотности

Существенное влияние на физические свойства карбидов и нитридов переходных металлов оказывают особенности технологии их получения. У карбидов и карбонитридов, полученных дуговой плавкой, значение удельного сопротивления ρ ниже примерно в два раза, чем у образцов, изготовленных методами порошковой металлургии. Это отличие связано с неодинаковой пористостью образцов и на нем основана методика отбраковки изделий по плотности.

Известно, что фактором, контролирующим кинетику процесса спекания, является самодиффузия наиболее медленных атомов. Такими атомами в карбидах и карбонитридах урана являются атомы урана.

Для них коэффициент самодиффузии при температуре 1700°C , при которой обычно спекают эти соединения, равен $\sim 10^{-10}$ см²/с [41]. Сопоставляя этот результат с коэффициентом самодиффузии для UO_2 ($\sim 10^{-13}$ см²/с), учитывая что при указанной температуре диоксид урана спекается до плотности близкой к теоретической, можно предположить получение подобного результата и для монокарбида урана. Однако данные большинства работ показывают, что порошок УС независимо от способа получения редко спекается до плотности выше 90 % от теоретической даже при температурах $1900\text{--}2100^\circ\text{C}$, если при этом не прибегают к дополнительным методам активации. Главные причины низкой плотности изделий из карбидов урана обусловлены наличием окисных пленок на частицах порошка и относительно малой величиной поверхностной энергии.

Для описания *влияния пористости* на ρ предложено несколько аналитических зависимостей:

$$\rho = \rho_0 \frac{2(1+p)}{2-p} - \text{формула Оделевского},$$

$$\rho = \rho_0 \frac{1}{(1 - 0,015p)} \quad \text{работа [42]},$$

$$\rho = \rho_0 \frac{(1 + 6p^2)}{1 - p} \quad \text{работа [43]},$$

где p – значение пористости, ρ_0 – значение удельного сопротивления, соответствующее беспористому материалу. Эти формулы удовлетворительно описывают экспериментальные результаты, если p изменяется в интервале 0,02–0,1. Однако кроме пористости на ρ оказывает влияние и фактор изменения структуры. Для учета структурных изменений при отбраковке образцов карбонитрида урана, легированного цирконием ($U_{0,8}Zr_{0,2}$) ($C_{0,48}N_{0,52}$), нами дополнительно применен термоэлектрический метод контроля [44]. Как показывают результаты работ [38, 45–49], пористость не оказывает влияния на термоэдс карбонитридов переходных металлов, если она не превышает значения 0,1–0,15.

Измерения электросопротивления и термоэдс проводили в режиме нестационарного теплового потока на установке ПОИСК–Р, являющейся составной частью внутриреакторного комплекса [50]. Температура испытаний изменялась от комнатной до 380 К. Остаточное разрежение в объеме рабочей камеры составляло 0,01–0,1 Па. Погрешность измерения электросопротивления составляла 5 %, термоэдс – 10 %.

Реальная плотность образцов определялась гидростатическим взвешиванием. По значению периода решетки, определенного с помощью рентгеноструктурного анализа, вычислялась теоретическая плотность материала.

На рис. 3.14 приведена градуировочная кривая для определения плотности образцов ($U_{0,8}Zr_{0,2}$) ($C_{0,48}N_{0,52}$) по измеренному значению электрического сопротивления.

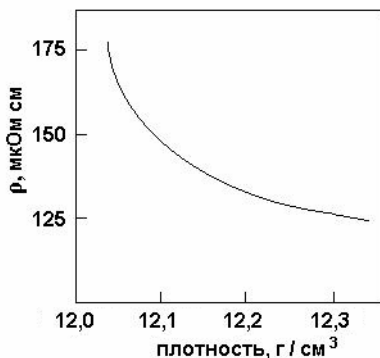


Рис.3.15. Зависимость удельного электросопротивления ($U_{0,8}Zr_{0,2}$) ($C_{0,48}N_{0,52}$) от плотности

4. ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАСТИЧНОСТИ И ПРОЧНОСТИ МАТЕРИАЛОВ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИМИ МЕТОДАМИ

4.1. Пластическое деформирование при низких температурах

Исследование низкотемпературной пластической деформации алюминия высокой чистоты методом электросопротивления показывает [51], что в области низких температур 4,2– 25 К при отношении $d/D \approx 1$, где d – размер зерна, D – размер поперечного сечения образца, одноосное растяжение (при $\varepsilon < 0,2$) сопровождается скачками электросопротивления, которые достигают двадцатикратного превышения над монотонной составляющей (рис.4.1).

Алюминий высокой чистоты при низких температурах обладает высокой пластичностью (деформация может возрастать до ~300% при растяжении). Природа этого явления связана с малым значением напряжения *Набарро–Пайерлса* или слабым сопротивлением сдвигу.

Образование неоднородной деформации при растяжении алюминия характеризуется появлением грубых полос скольжения, что подтверждают исследования микроструктуры [75]. При общей деформации ~0,12 сдвиговая микродеформация в отдельных зернах может достигать значения ~0,5. Образование неоднородной дефор-

мации, протекающее по всему объему образца, приводит к волнообразным скачкам электрического сопротивления (см.рис.4.1). Области концентрации внутренних напряжений служат микрообъемами, непосредственно примыкающие к межзеренным границам.

Глубина скопления квазиподвижных дислокаций в источниковой области (протяженностью 2δ по фронту препятствия) связана с внутренним напряжением σ_{int} зависимостью

$$\delta = \frac{n \cdot b \cdot G}{2\pi \cdot \sigma_{int}},$$

где n – число дислокаций в скоплении, b – вектор Бюргерса, G – модуль сдвига.

В соответствии с теорией деформационного упрочнения Зегера [53], в области низкотемпературной ползучести при скорости скольжения $v \ll v_s$ (v_s – скорость звука в металлах) дислокации не могут преодолеть границу зерна атермически. В этом случае скорость дислокаций в поле напряжений до ~ 100 МПа составляет около 0,5–1 м/с.

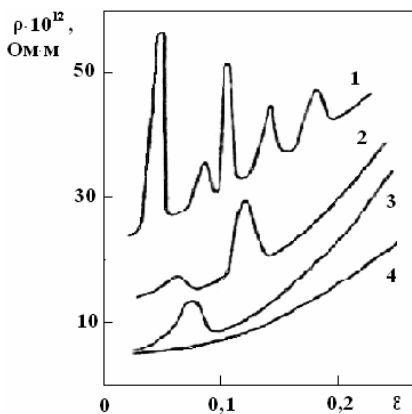


Рис.4.1. Зависимость удельного электросопротивления поликристаллического алюминия от деформации при температурах: 1–4,2 К; 2–10 К; 3– 17 К; 4– зависимость удельного электросопротивления для монокристаллического образца. Кривые 1 и 2 смещены выше оси абсцисс на 20 и 10 единиц соответственно

4.2. Исследование пластичности материалов при высоких температурах

Как известно, пластичность характеризует свойство кристаллических материалов необратимо изменять свои размеры и форму под действием механических нагрузок. Применительно к исследованию пластичности материалов при высоких температурах методы должны удовлетворять следующим основным требованиям:

- обеспечивать исследование в широком интервале температур и нагрузок;

- иметь простую схему закрепления образца в нагружающем устройстве и вывод получаемой информации из высокотемпературной зоны рабочей камеры;

- предусматривать возможность измерений на образцах простой формы и малых размеров, что особенно важно при разработке новых материалов;

- обеспечивать комплексный подход для одновременного исследования нескольких физических свойств.

На рис. 4.2 приведены результаты, полученные при пластическом деформировании медного образца по методике, описанной в работе [54]. Наведенная деформацией термоэдс измерялась дискретно, непосредственно после каждого режима испытаний (деформация изменялась на $\sim 0,05$). В начальной области деформирования с увеличением степени деформации наведенная термоэдс возрастает, практически, линейно (участок ОА). При $\varepsilon > 0,2$, по мере нарастания макронеоднородной деформации, наблюдается отклонение от линейного закона.

Влияние упругой деформации на термоэдс металлов и сплавов обусловлено, в основном, изменением формы и размеров элементарной ячейки, определяющим площадь и форму поверхности Ферми.

Исследование пластической деформации при изгибе образцов из карбидов циркония и ниобия (ZrC и NbC) и нитрида циркония (ZrN) методом измерения термоэдс и электросопротивления проводилось в работе [55] при температурах $0,52\text{--}0,61\text{ Тпл}$. Прирост удельного электросопротивления в зависимости от степени деформации объясняется увеличением концентрации точечных дефектов

в металлической подрешетке, образующихся при высокотемпературном деформировании (рис. 4.3).

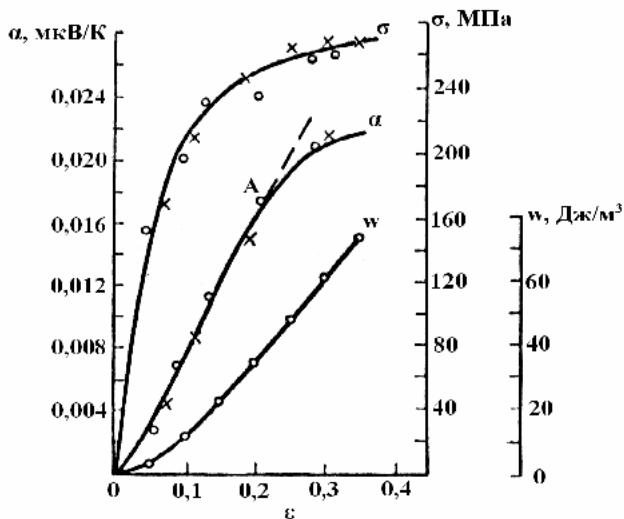


Рис.4.2. Зависимость наведенной термоэдс α , приложенного напряжения σ и удельной работы деформации w от степени деформации ϵ для меди

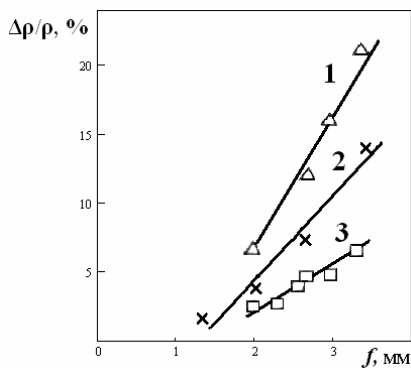


Рис.4.3. Зависимость относительного увеличения удельного электросопротивления тугоплавких карбидов и нитридов от степени пластической деформации, характеризующейся текущей стрелой прогиба f :

1— $\text{ZrN}_{0,91}$; 2— $\text{ZrC}_{0,96}$; 3— $\text{NbC}_{0,98}$

Образующиеся вакансии, а также линейные дефекты - дислокации существенно влияют на термоэлектрические свойства. Вакансии, например, уменьшают термоэдс нихрома, а дислокации – повышают ее [55].

Электронное строение рассматриваемых соединений влияет на темп увеличения электросопротивления в зависимости от степени пластической деформации: наблюдаемое различие связано с экранированием рассеивающих потенциалов точечных дефектов коллективизированными электронами. Наименьшая скорость роста электросопротивления $\Delta\rho/\rho$ наблюдается у карбида ниобия $\text{NbC}_{0,98}$, поскольку у него самая высокая концентрация электронов. Результаты увеличения электросопротивления в последовательности $\text{NbC} \rightarrow \text{ZrC} \rightarrow \text{ZrN}$ коррелируют с изменением абсолютной дифференциальной термоэдс для данных материалов.

Влияние наклепа иллюстрируют температурные зависимости термоэдс молибденовых образцов, предварительно деформированных с различной степенью обжатия (рис.4.4). Более деформированный образец характеризуется большим изменением термоэдс, и релаксация внутренних напряжений при последующем нагреве происходит в нем с большей скоростью и при более низких температурах, чем в менее деформированном [56].

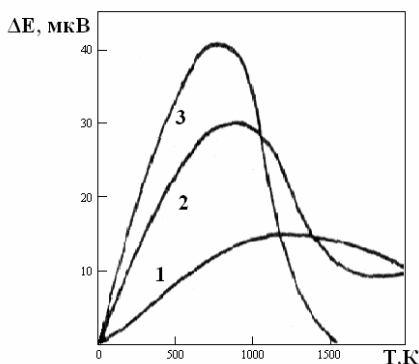


Рис.4.4. Температурная зависимость наведенной деформацией термоэдс молибденовых образцов при обжатии:

1–7,8%; 2– 15,4%; 3–26%

Если в процессе изотермической выдержки резко повысить температуру образца (например, в сплаве $\text{Ni}-10$ и 15 ат.% Mo) и сразу же вернуть ее к исходному значению, то значения термоэдс

будут изменяться со временем по осциллирующей кривой. При этом амплитуда осцилляций постепенно уменьшается до нуля, а затем термоэдс плавно спадает [57].

При быстром нагреве образцов из сплава Ni – 33 ат.% Cr от комнатных температур до 200–400°C появляются *волнообразные колебания термоэдс*, которые постепенно затухают (рис.4.5). Явление воспроизводится для каждого значения температуры в указанном интервале, что подтверждает появление термоупругих напряжений и деформаций.

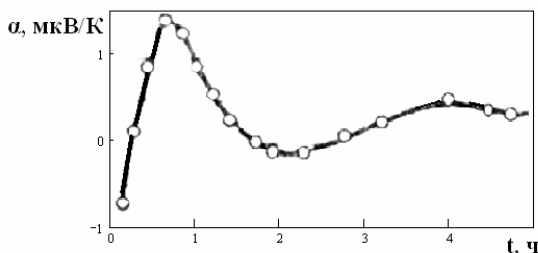


Рис.4.5. Зависимость термоэдс для сплава Ni–33 ат.% Cr от времени выдержки образца при 420°C (после быстрого нагрева образца со скоростью 80 град/мин от комнатной температуры [58])

Анализ этих и других экспериментальных результатов позволяет заключить, что в данном случае определяющим фактором изменения термоэлектрических характеристик при деформировании металлов являются внутренние напряжения.

Динамика релаксации внутренних напряжений в процессе высокотемпературного нагрева монокристаллов карбидов титана, циркония и ниобия исследовалась методом электросопротивления и термоэдс в работе [59].

Образцы, полученные методом плазменно-дуговой плавки, нагревали в высокотемпературной печи. Микроструктура образцов имела типично блочное строение, образованное границами субзерен. На рис.4.6 видно различие в скорости нарастания и скорости спада внутренних напряжений при высокотемпературной выдержке указанных соединений. Несколько смещены друг относительно друга и временные интервалы происходящих процессов.

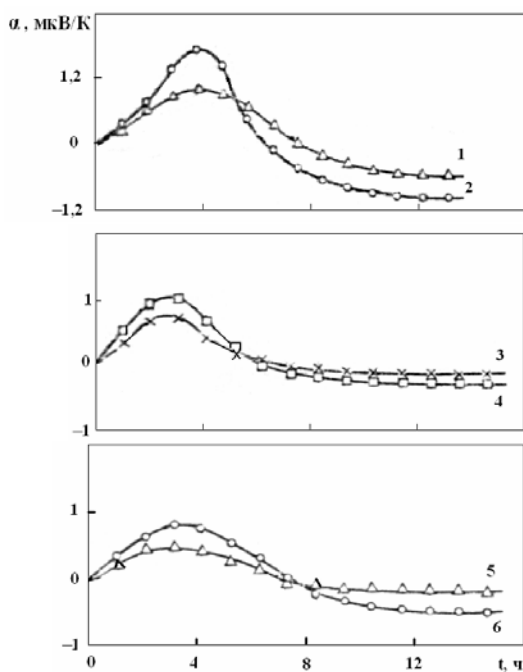


Рис.4.6. Влияние выдержки при температуре $T=2500^{\circ}\text{C}$ на абсолютную термоэдс монокристаллов титана (1– $\text{TiC}_{0.98}$; 2– $\text{TiC}_{0.90}$), циркония (3– $\text{ZrC}_{0.95}$; 4– $\text{ZrC}_{0.87}$) и ниобия (5– $\text{NbC}_{0.97}$; 6– $\text{NbC}_{0.91}$)

Исследование дислокационных картин показывает, что после нагрева в течение 4 ч плотность дислокаций увеличивается в 3–5 раз, а после 10 ч выдержки – она заметно уменьшается для всех исследованных монокристаллов [59]. Удельное электросопротивление в процессе нагрева также уменьшается, примерно, по экспоненциальному закону (рис.4.7), а микротвердость при этом линейно увеличивается.

Целесообразность использования электрофизических методов в технологических процессах на производстве основана на относительной простоте и дешевизне их практической реализации в условиях, когда необходимо контролировать изменение физических свойств непосредственно в процессе изготовления или обработки материалов.

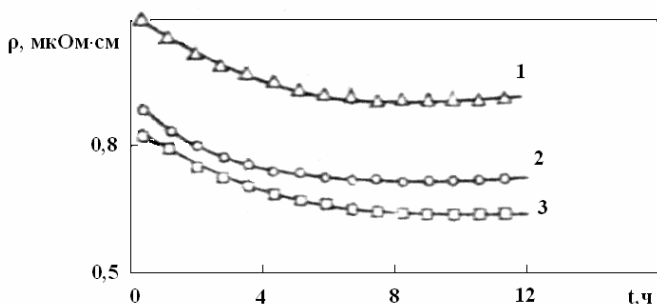


Рис.4.7. Изменение удельного электросопротивления монокристаллов титана (1– $\text{TiC}_{0,98}$), ниобия (2– $\text{NbC}_{0,97}$) и циркония (3– $\text{ZrC}_{0,95}$) при высокотемпературной выдержке ($T=2500^\circ\text{C}$)

4.3. Исследование ползучести методом электросопротивления

С увеличением нагрузки (выше предела текучести) в металлах и сплавах интенсифицируются процессы образования точечных, линейных и объемных дефектов структуры, возрастает плотность дислокаций. Каждый из этих типов дефектов, как уже отмечалось выше, влияет на электрические свойства материалов. Однако при высокотемпературных испытаниях на ползучесть наиболее существенное влияние оказывают внутренние (термоупругие) напряжения, поскольку в этом случае, практически всегда, имеет место неравномерность нагрева образца по высоте (или по длине). Образование неоднородной по объему пластической деформации усиливает это влияние. Деформационное упрочнение, неоднородность пластических сдвигов создают условия для возникновения локальных пиковых значений микро- и макронапряжений.

При растяжении или сжатии относительную деформацию определяют по изменению размеров образца в направлении действующей нагрузки. Относительная деформация ε определяется как отношение изменения длины образца $\Delta \ell$ к первоначальной длине ℓ_0 :

$$\varepsilon = \int_{\ell_0}^{\ell} \frac{d\ell}{\ell_0} = \frac{\ell - \ell_0}{\ell_0}. \quad (4.1)$$

Изменение длины может быть преобразовано также в истинную относительную деформацию e [60]:

$$e = \int_{\ell_0}^{\ell} \frac{d\ell}{\ell} = \ln \frac{\ell}{\ell_0}. \quad (4.2)$$

Деформация при сдвиге определяется следующим образом. Относительный сдвиг определяется как отношение смещения элемента dx в направлении силы, вызывающей сдвиг, к толщине элемента y_0 и выражается формулой:

$$\gamma = \int_0^x \frac{dx}{y_0} = \frac{x}{y_0}, \quad (4.3)$$

где y_0 – постоянная величина. Математические определения (4.1)–(4.3) справедливы для однородных деформаций.

Введем по аналогии с (4.2) относительное изменение электросопротивления r металлического стержня [52]:

$$r = \ln \frac{R}{R_0}, \quad (4.4)$$

где R_0 – электросопротивление недеформированного стержня длиной ℓ_0 ; R – электросопротивление стержня, достигшего в результате деформирования длины ℓ .

Предположив постоянство объема материала стержня и неизменность его удельного сопротивления в процессе однородного деформирования (предполагается также, что до образования шейки структурное состояние изменяется слабо) и учитывая, что электросопротивление стержня прямо пропорционально его длине и обратно пропорционально площади поперечного сечения, несложно установить соотношение между e и r :

$$r = 2e. \quad (4.5)$$

Откуда можно получить характеристику для определения деформации образца по измеренному значению электросопротивления:

$$e = 0,5r = 0,5 \cdot \ln \frac{R}{R_0}. \quad (4.6)$$

Экспериментальную проверку справедливости соотношения (4.6) и возможности использования метода электросопротивления при исследовании ползучести проводили на медных стержневых образцах круглого сечения с галтелями для закрепления в захватах испытательной машины [52]. Образцы испытывали на высокотемпературную прочность и ползучесть при одноосном растяжении.

На рис. 4.8 представлена диаграмма деформирования медного образца, построенная по указанной методике.

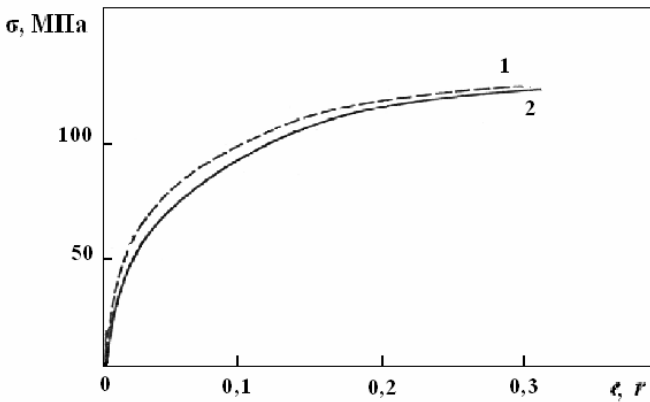


Рис.4.8. Кривые $\sigma-r$ (1) и $\sigma-\epsilon$ (2), построенные для одного и того же медного образца, испытанного на прочность при растяжении

Нагружение производили со ступенчатым увеличением растягивающего напряжения на ~ 10 МПа. До начала испытаний и перед каждым новым этапом нагружения определяли деформацию образца по формуле (4.2) и относительное изменение электросопротив-

ления по формуле (4.4). Как видно из рисунка обе зависимости близки друг другу.

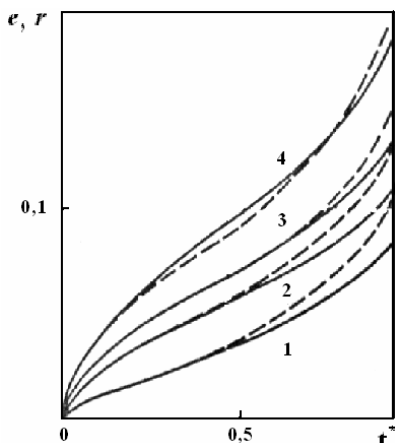


Рис.4.9. Кривые ползучести в безразмерном масштабе времени t^* при разных значениях растягивающего напряжения: 1 – 40 МПа; 2 – 50 МПа; 3 – 60 МПа; 4 – 70 МПа. Сплошные кривые построены обычным способом, штриховые – по измерению электросопротивления

На рис. 4.9 приводятся результаты, полученные в процессе ползучести медных образцов при различных значениях растягивающего напряжения.

Данную методику можно использовать для определения ускоренной (предшествующей разрушению) стадии ползучести. В работе [61] по величине удельного сопротивления определяли начало разрушения жаропрочного сплава на основе никеля ЭИ826. Для измерения электросопротивления испытания периодически прерывали и образцы снимали с установки. Результаты эксперимента показывают (рис.4.10), что на стадии квазистационарной ползучести электросопротивление падает и достигает минимума при $t = 6 \cdot 10^3$ ч, а затем начинает расти. На рисунке отчетливо видны скачки электрического сопротивления, связанные с неоднородностью образующейся деформации в процессе ползучести (темные точки, кривая 2). Монотонный рост электросопротивления при $t > 6 \cdot 10^3$ ч объясняется увеличением плотности дислокаций и числа микротрещин.

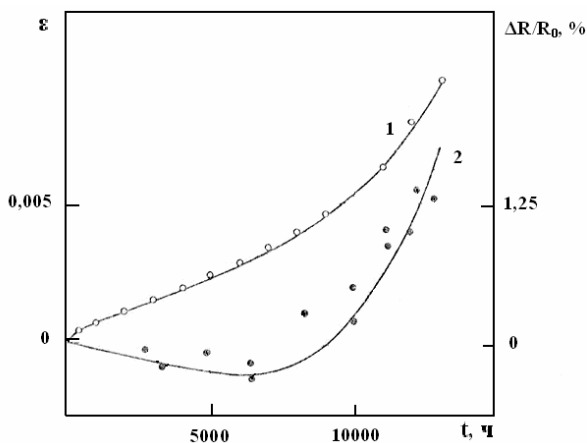


Рис. 4.10. Кривая ползучести (1) и относительное изменение электросопротивления (2) сплава ЭИ826 при температуре 750°C и напряжении 220 МПа

Для оценки качества штатных изделий из диоксида урана, влияния технологических и структурных факторов при выборе оптимального состава нами разработана экспериментальная установка ПОИСК-Р, на которой проведены исследования электрофизических и механических свойств диоксидного ядерного топлива при высокотемпературном спекании (до 1800 К) в процессе изготовления пробной партии изделий, а также в условиях деформирования и ползучести при сжатии (при напряжениях до 80 МПа).

Исследования проводились по методике, описанной в п. 2.4, на изделиях с низким значением плотности. Получены результаты, из которых следует, что температурные зависимости термоэдс E и падения электрического напряжения на боковой поверхности изделия ΔU при различных значениях остаточной деформации отличаются характером изменения. В режиме ползучести прослеживаются корреляция между деформацией и скоростью ползучести, с одной стороны, и электрофизическими характеристиками, с другой. В частности, при замедлении скорости ползучести при температуре 1700 К и напряжении 30 МПа указанные изменения электрофизических характеристик принимали экстремальные значения. На рис. 4.11 показано изменение характеристик E и ΔU , а также относительной деформации ϵ диоксида урана в режиме ползучести при напряжении 10 МПа и температуре 1770 К. Более подробно вопрос

об изменении электрофизических характеристик материалов в процессе ползучести рассматривается в следующем параграфе.

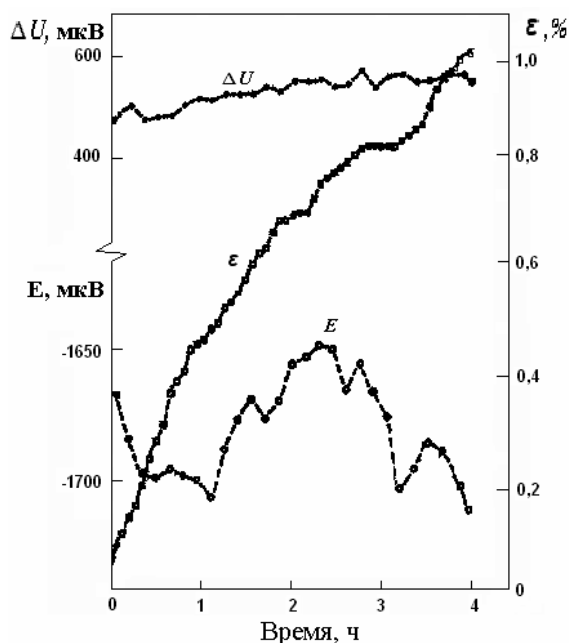


Рис.4.11 Скачкообразное изменение термоэдс E (относительно сплава ВР20) и падения электрического напряжения ΔU для диоксида урана при напряжении 10 МПа и температуре 1770 К. Показана также кривая ползучести ϵ

4.4. Исследование неоднородной поверхностной деформации в металлах и сплавах

Пластическая деформация материалов локализуется в поверхностных слоях деформируемого изделия в виде отдельных очагов с различной степенью ее проявления. Начальные стадии характеризуются одиночными линиями скольжения, переходящими в плотный набор параллельных линий (пачек скольжения). При увеличении деформации на поверхности образуются полосы скольжения, характерные для микроструктуры объема, а также волны поверхностной деформации, что проявляется в целом как *деформационная активность поверхности* материалов. Это приводит к изменению свойств поверхности: механических, оптических и электрических. Изменение последних можно изучать, используя структурно-чувствительные контактные методы – методы измерения электрического сопротивления, термоэлектродвижущей силы и контактной

разности потенциалов [62–64]. Первые два метода применяются для исследования структурных нарушений в объеме, а контактная разность потенциалов зависит, прежде всего, от состояния поверхности материала. Деформационная активность поверхности связана с процессом течения в приповерхностных слоях, даже если прикладываемое напряжение значительно меньше предела текучести, вследствие наличия на поверхности концентраторов напряжений технологического происхождения [65].

Локализация пластической деформации на поверхности образцов в результате ползучести была исследована методами контактной разности потенциалов и оптической микроскопии. Определялись закономерности локализации пластической деформации на поверхности изделия и роль деформационной активности поверхности в процессах макродеформации и разрушения.

Исследования электрофизических свойств при деформировании поликристаллических материалов были выполнены в условиях действия статических нагрузок [62], при высокотемпературных испытаниях на ползучесть [63,64], а также в условиях малоцикловых усталостных испытаний на изгиб. Установки, специально разработанные для измерения электрофизических характеристик в условиях деформирования материалов (гл.2), позволяют расширить возможности метода и повысить точность измерений.

В качестве объектов исследования использовались металлы технической чистоты Al, Cu, Mo, Pb; сплавы ВР20 (W– 80 %, Re– 20 %), НМцАК2–2–1 (Ni– 94 %, Al– 2 %, Mn– 2 %, Co– 1 %, Si– 1%), НХ10 (Ni– 90 %, Cr– 10 %), ПОС– 76 (Sn– 76 %, Pb– 24 %), а также сталь 30 и сталь У10. Выбор материалов обусловлен тем, что их прочностные и пластические свойства изменяются в широких пределах (σ_B для свинца равен 40 МПа, для меди –220 МПа, для сплава ВР20– 1300 МПа; σ_B – предел прочности).

При испытаниях на растяжение использовали проволоки диаметром 0,1–0,5 мм, длина рабочей части от 100 до 450 мм (медь марки ПЭВ–1, Mo, ВР20, НМцАК2–2–1, НХ10); стержни круглого (У10) и прямоугольного сечения (Pb), и образцы из листовой полосы (Cu). На сжатие испытаны образцы цилиндрической формы с начальным диаметром 5–7 мм и высотой 8–12 мм (алюминий, ПОС–76), а при усталостных испытаниях на трехточечный изгиб

(сталь 30) использовали образцы в виде балок прямоугольного сечения (4,5×4,5×36 мм). В процессе экспериментов измеряется деформация образца ε с помощью индуктивного преобразователя и дифференциальная контактная разность потенциалов $\Delta\varphi$ на поверхности. Частота дискретизации измерений КРП при испытаниях меди, алюминия, сплавов ПОС–76 и НХ–10 составляла 1 измерение/с. Исследование поверхности образцов производилось на сканере фирмы Hewlett Packard с помощью разработанного приспособления, а также с помощью оптического микроскопа МБС–1.

Электрические потенциалы φ_A и φ_B в точке контакта образца A и измерительного электрода B можно определить из уравнений [66]:

$$\varphi_A = -\left(\frac{w_A}{e} + \frac{\mu}{e}\right) \quad \text{и} \quad \varphi_B = -\left(\frac{w_B}{e} + \frac{\mu}{e}\right), \quad (4.7)$$

где e и μ – заряд и химический потенциал электрона, w_A и w_B – работа выхода для материалов образца и электрода, а контактная разность потенциалов

$$\text{КРП} = \varphi_A - \varphi_B = (w_B - w_A) / e. \quad (4.8)$$

В качестве измерительных электродов в испытаниях при комнатной температуре использовалась проводниковая медь диаметром 0,07 и 0,23 мм. *Дифференциальная КРП $\Delta\varphi$* в точках контакта 1 и 2 образца и измерительных электродов при условии *изотермичности контактов*, а также при условии, что $(w_B)_1 = (w_B)_2$ будет зависеть от разности *работ выхода* Δw_A , наведенной неоднородной деформацией в проводнике A , равна:

$$\Delta\varphi = (\varphi_A - \varphi_B)_1 - (\varphi_A - \varphi_B)_2 = \frac{1}{e} \cdot (\Delta w_A)_{1-2}. \quad (4.9)$$

Смещения среды $\mathbf{u}(\mathbf{r}, t)$ представим волновым процессом с длиной волны λ

$$\mathbf{u}(\mathbf{r}, t) = \sum_k \mathbf{u}_k \cdot \exp[i\mathbf{k} \cdot \mathbf{r} - \mathbf{v}_k t], \quad (4.10)$$

где $\mathbf{k}$ и $\mathbf{v}_k$ – волновой вектор и скорость распространения волны; $\mathbf{r}$ – радиус-вектор рассматриваемой точки; t – время; u_k – фурье-коэффициенты. Как следует из (4.10), деформация, создаваемая источниками внутренних напряжений в точке $\mathbf{r}$, представляется суперпозицией волн типа $u_k \cdot \exp[i\mathbf{k} \cdot (\mathbf{r} - \mathbf{v}_k t)]$.

Неоднородная деформация, наличие локальных полей внутренних напряжений искажают закон дисперсии электронов $\varepsilon_0(\mathbf{p})$ ($\mathbf{p}$ – импульс электрона) для идеальной решетки без структурных нарушений. Под действием каждой волны энергия $\varepsilon_0(\mathbf{p})$ и химический потенциал μ_0 электронов проводимости изменяются. В линейном по деформации u_{ik} приближении главные части этих изменений имеют вид [67]:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 + \varepsilon_1; \quad \varepsilon_1 = D_{ik} u_{ik}; \quad \mu = \mu_0 + \bar{\varepsilon}_1; \quad (4.11)$$

где D_{ik} – тензор деформационного потенциала, зависящий как от величины, так и от направления квазиимпульса электрона $\mathbf{p}$. Деформационный потенциал D_{ik} характеризует эффективность поглощения механической энергии электронами. Величина $\bar{\varepsilon}_1$ представляет собой усредненную по поверхности Ферми деформационную добавку энергии электрона, ε – энергия электрона в деформированной решетке.

Если *распределение электрического потенциала* на поверхности деформированного образца подчиняется волновому уравнению Максвелла для векторного потенциала $\varphi(\mathbf{r}, t)$ [68]:

$$\frac{\partial^2 \varphi}{\partial r^2} - \frac{\partial^2 \varphi}{\partial t^2} = 0, \quad (4.12)$$

то в соответствии с (4.10), в конечном объеме $\varphi(t)$ может быть разложен в ряд Фурье на бегущие плоские волны:

$$\varphi(t) = \varphi_0/2 + \sum_{n=1}^N (a_n \cos n\pi t/T + b_n \sin n\pi t/T), \quad (4.13)$$

где T – период колебаний волнового процесса; a_n и b_n коэффициенты, определяемые расчетным путем; φ_0 – среднее значение $\varphi(t)$ на заданном временном интервале.

Процесс пластического течения металлов и сплавов представляет собой низкочастотный волновой процесс с характерной частотой

той $\sim 10^{-3}$ Гц [69,70]. Скорость перемещения волн по поверхности образца, определенная оптическими методами, составляет 10–5 м/с, длина волны сопоставима с размерами образца. Нетрудно определить, что в данном случае период колебаний составляет около одного часа.

Остановимся на новом методе исследования неоднородной поверхностной деформации. Экспериментальная зависимость $\Delta\varphi$ представляет собой чередующиеся во времени скачки и провалы. Амплитудно-временная зависимость контактной разности потенциалов исследуется методом гармонического анализа. Физическая сущность метода заключается в следующем. Волны неоднородной поверхностной деформации влияют на состояние двойного электрического слоя [79], приводя к изменению работы выхода электронов и контактной разности потенциалов в соответствии с уравнениями (4.8)–(4.9). Можно также сказать, что изменение контактной разности потенциалов отражает динамику изменений электрического потенциала на поверхности. Спектральная плотность КРП зависит от числа источников волн деформации, которые определяются с помощью фурье-анализа. Критерием правильного определения степени полинома Фурье N_{MAX} служит сходимость ряда (4.13) при некотором предельном значении N (при $N = N_{\text{MAX}}$).

Если электрические потенциалы φ_1 и φ_2 являются решением уравнения (4.12), легко показать, что и разность потенциалов $\Delta\varphi = \varphi_1 - \varphi_2$ также является решением уравнения (4.12).

На рис. 4.12 представлены амплитудно-временные зависимости КРП, полученные для испытанных металлов и сплавов при комнатной температуре, которые подчиняются следующим закономерностям:

- на временных диаграммах, преимущественно в тех случаях, когда среднее значение КРП слабо изменяется во времени, имеют место скачки амплитуды электрического сигнала (одного или обоих знаков);
- в большинстве полученных результатов присутствует *тренд* – тенденции увеличения или уменьшения среднего значения КРП во времени;

- в отдельных случаях наблюдаются изменения амплитуды, в десятки и более число раз превосходящие среднее значение КРП на рассматриваемом временном интервале.

Из рис. 4.12 видно, что амплитудно-временная зависимость КРП для алюминия “размыта”, что связано с высокой спектральной плотностью электрического сигнала.

Кривые деформирования для алюминия, а также для сплавов ПОС–76 и НХ–10 показаны на рис. 4.13. Ползучесть алюминия в данной температурно-силовой области испытаний (при $T/T_{пл} \sim 0,3$ и $\tau/G \sim 10^{-3}$) контролируется скольжением дислокаций [71]. Уже на ранних стадиях деформирования при комнатной температуре в алюминии возникает качественно новая разновидность микроструктуры, характеризующаяся образованием отдельных сильно разориентированных фрагментов *ячейкистой субструктуры*, размерами около 0,1–0,3 мкм с резко выраженными границами [72]. В такой структуре пластическое течение до момента разрушения осуществляется не только сдвигами, но и нарастающими поворотами фрагментов друг относительно друга. Ротационные моды деформации усиливают вихревую составляющую возникающих электрических полей и, таким образом, влияют на распределение электрического потенциала на поверхности. С увеличением степени деформации фактор, контролирующий пластичность, переходит к мезоструктурным элементам – *полосам скольжения*. Последние локализуются на поверхности образца, имея достаточную упругую энергию для преодоления как внутризеренных, так и межзеренных барьеров.

Результаты исследования поверхностной деформации поликристаллического алюминия с помощью оптической микроскопии, а также методом измерения микротвердости [73] подтверждают тенденцию закрепления на поверхности очагов повышенной и уменьшенной деформации.

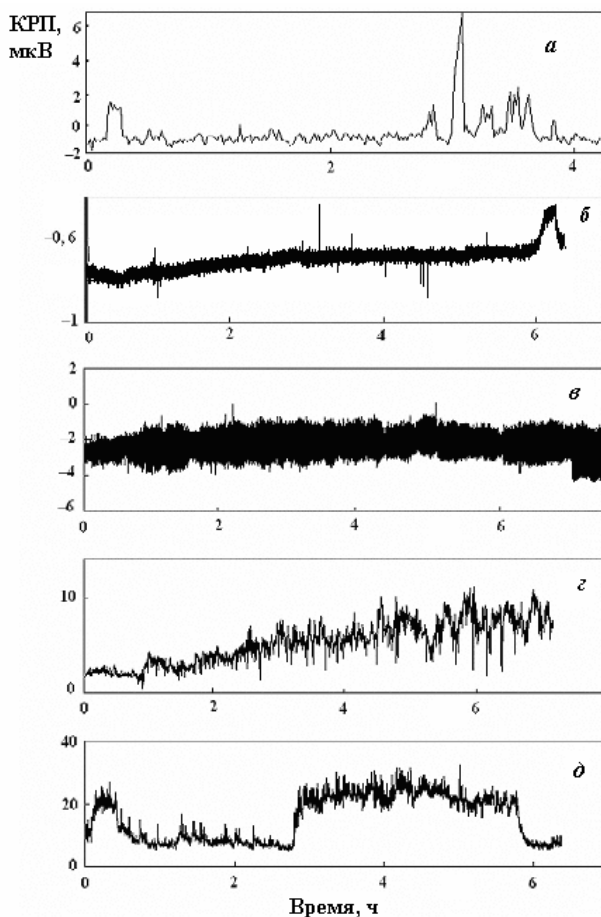


Рис.4.12. Амплитудно-временные зависимости КРП, полученные при физико-механических испытаниях материалов: *а* – молибден, ползучесть при $\sigma=100$ МПа, дискретизация измерений – 1 изм./мин; *б* – медь ПЭВ-1, релаксация напряжений, $\sigma=100$ МПа; *в* – алюминий, ползучесть при $\sigma=40$ МПа; *г* – сплав ПОС-76, ползучесть при переменной нагрузке, от 320 до 240 МПа; *д* – сплав НХ10, ползучесть при переменной нагрузке, от 64 до 70 МПа

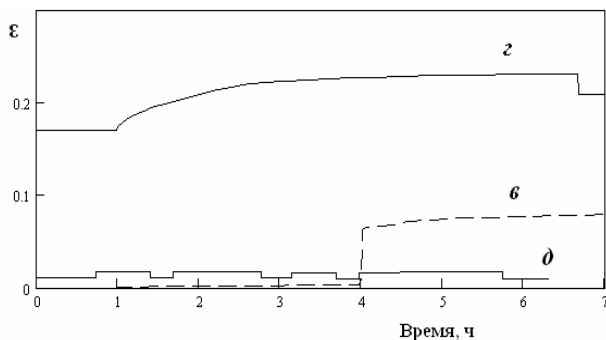


Рис.4.13.
Кривые деформирования $\varepsilon(t)$ для сплавов ПОС-76, НХ10 и алюминия. Буквенные обозначения соответствуют рис. 4.12

На рис. 4.14 приведены результаты расчета числа гармоник N по представленной выше методике. Для алюминия оно периодически изменяется во времени (рис.4.14, δ , пунктирная синусоида). Противоборство процессов деформационного упрочнения и динамического возврата при холодной пластической деформации приводит к периодичности срабатывания источников волн деформации.

Неоднородность деформации наиболее заметно проявляется при испытаниях проволоочных образцов. По этой причине для проволоочных образцов наблюдаются наиболее высокие абсолютные значения КРП (особенно для сплава НХ-10). На рис. 4.15 показано распределение деформации вдоль оси проволоочного образца монокристаллического олова [74]. По оси абсцисс отложен номер участка (всего 14 участков), а по оси ординат — деформация, отнесенная к длине каждого участка. Пунктиром показана средняя по образцу деформация.

Наибольшие значения коэффициента корреляции $corr$ для экспериментальной и расчетной зависимости КРП были получены при испытаниях проволоочных образцов из меди. В отдельных случаях значения $corr$ составляли 0,997–0,999.

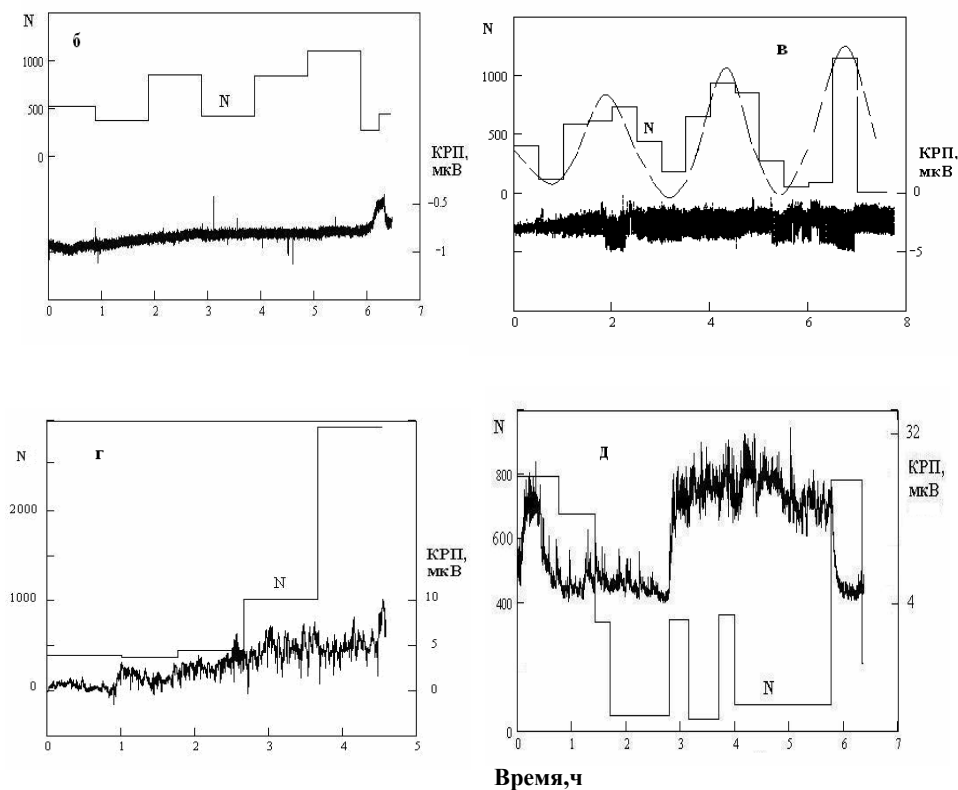


Рис.4.14. Амплитудно-временные зависимости КРП и рассчитанные значения числа гармоник (ступенчатая функция). Буквенные обозначения на рисунках соответствуют обозначениям рис. 4.12

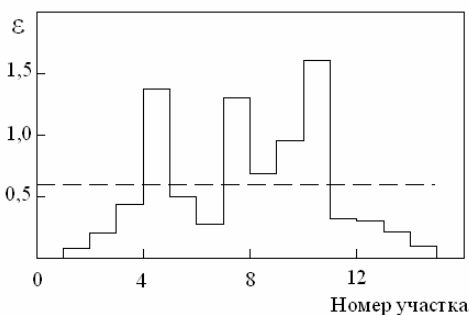


Рис. 4.15. Гистограмма распределения деформации вдоль оси проволоочного образца. Пунктиром указана средняя деформация растяжения [74]

Метод оценки величины внутренних напряжений состоит в следующем. При испытаниях на ползучесть производится последовательный ступенчатый сброс нагрузки с целью замедления скорости ползучести за счет частичной, а затем и полной компенсации внешних напряжений внутренними напряжениями. В момент равновесия внешние напряжения уравниваются внутренними. Соответствующие результаты для сплава ПОС–76 приведены на рис. (рис. 4.14, з). Следует отметить существенное увеличение гармоник при сбросе нагрузки. К концу эксперимента число N возросло до ~ 3000 . На образцах этой серии отмечалась тенденция увеличения числа гармоник в середине испытаний, а в конце N вновь возвращалось к исходному значению (~ 100 – 200 в начале эксперимента). Повторение наблюдаемой закономерности для одного и того же образца свидетельствует о том, что число “основных” источников остается неизменным в течение всего эксперимента. Если в качестве основных источников рассматривать активно-деформируемые зерна или их конгломераты, то после снятия нагрузки за счет накопленной упругой энергии, в них продолжают сдвигоротационные процессы, что и отражается на характере изменения КРП.

В ряде случаев значительное увеличение числа гармоник происходило сразу же после нагружения образца. Согласно теории Орована [75], концентраторы напряжений (КН) с низкими напряжениями активации истощаются быстро, приводя к высокой начальной скорости деформации. В связи с наличием большого числа таких КН, распределенных стохастически в объеме образца, де-

формация на этой стадии протекает по всему объему квазиравномерно. В результате истощения одних и появления других КН число их во времени непрерывно изменяется.

Существенное уменьшение числа гармоник в спектре КРП в процессе эксперимента было обнаружено при испытаниях хромели (см.рис.4.14, *д*). Увеличение N в середине эксперимента (период трех и четырех часов) связан с полной разгрузкой образца после очередного режима ползучести (рис.4.16).

Приведенные примеры не исчерпывают всего многообразия спектров КРП, наблюдаемых при деформировании материалов.

Изменение внутренних напряжений в образце, связанное с препятствиями ближнего и дальнего действия, показано на рис. 4.17. Общее сопротивление деформации выражается суммой двух составляющих [76]: *атермического напряжения* и термически активируемого напряжения. Термически активируемая составляющая напряжения зависит как от скорости деформации и температуры, так и от содержания легирующих элементов и примесей. На величину атермической составляющей влияют, прежде всего, величина зерна, модуль сдвига, содержание легирующих элементов и примесей, а также степень деформации.

Деформационная активность поверхности сплава ПОС–76 приводит к “залечиванию” следов накатки, оставленных на поверхности образца перед проведением испытаний. При испытании образцов сплава ПОС–76 на сжатие при температуре $0,6 T_{\text{пл}}$ наблюдается заметное изменение рельефа поверхности образца и появляются отдельные участки с четко наблюдаемыми выпуклостями и впадинами (рис.4.18).

Для металлических материалов процесс локализации микронеднородной деформации, формирующийся на ранней стадии деформирования ($\epsilon \sim 10^{-4}$), закрепляется как энергетически наиболее выгодный и обеспечивающий неразрывность деформируемой матрицы как целого. В ходе дальнейшего деформирования очаги локализации пластической деформации на поверхности не получают существенного перераспределения [78]. Сказанное в полной мере относится к полученным результатам для сплава ПОС–76. Однако в ряде случаев, не только высота образующихся выпуклостей и впадин, но и месторасположение самих микроочагов претерпевали заметные изменения.

Рис.4.16. Изменение числа гармоник N и приложенного напряжения σ от времени при испытаниях на ползучесть сплава НХ10

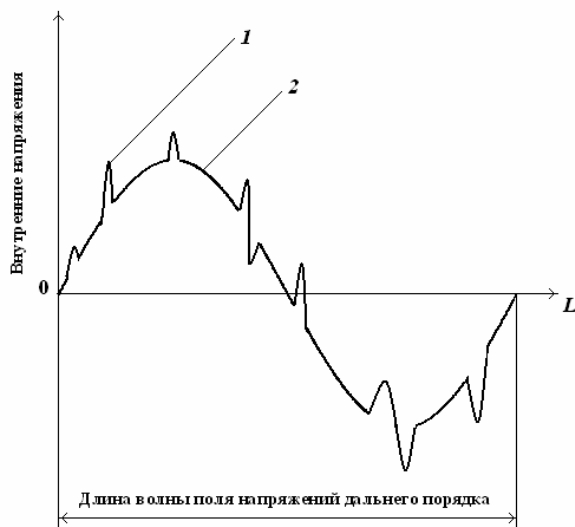
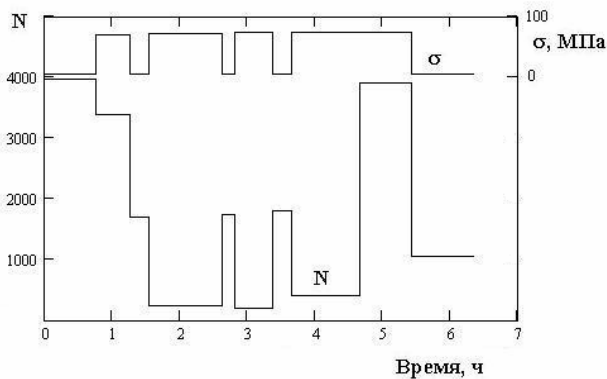


Рис.4.17. Характер изменения поля внутренних напряжений в нагруженном образце по Олквисту–Никсу [77] и Колачеву [76]: 1—напряжения ближнего порядка; 2—напряжения дальнего порядка

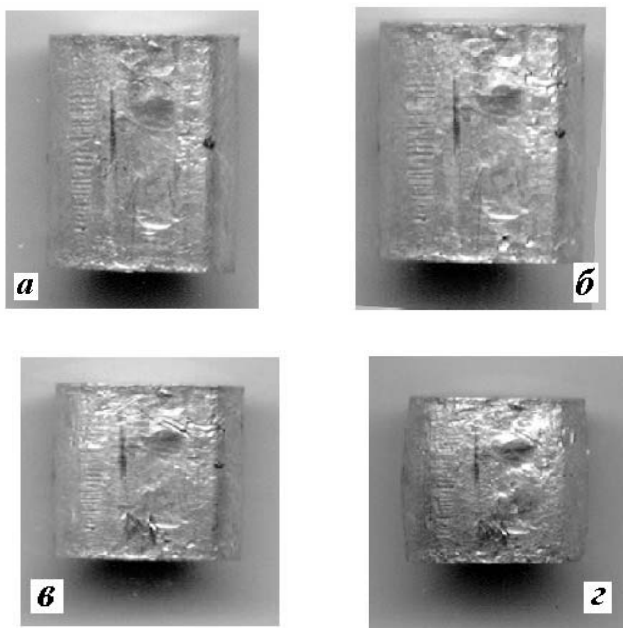


Рис. 4.18. Изображение деформированного сжатием образца сплава ПОС–76: *а* – деформация ε менее 0,01; *б* – $\varepsilon = 0,095$; *в* – 0,11; *з* – 0,22.

С левой стороны на поверхности образца (*а, б*) видны следы накатки, которые с увеличением деформации постепенно исчезают (*в, з*)

Поверхностная *деформация локализуется* прежде всего на макронесовершенствах поверхности, таких как вмятины, царапины, а также на следах накатки.

При изучении амплитудно-временных зависимостей контактной разности потенциалов возникает вопрос о том, какими функциями описывается распределение амплитуды КРП. Это важно знать, поскольку, как показано выше, существует тесная связь между деформационной активностью поверхности и изменениями КРП. Построение и анализ гистограмм распределения КРП по амплитуде позволяет лучше понять природу процессов деформационной активности поверхности, поскольку непосредственно амплитуда КРП содержит информацию об энергии источников волн, а амплитудное распределение – об их энергетическом распределении.

На рис. 4.19 показаны *гистограммы распределения* скачков КРП для меди и оловянно-свинцового сплава. Предварительно из спектров, представленных на рис.4.12, *б* и *г*, была алгебраически вычтена атермическая составляющая. Аппроксимация кривых стандартными функциями распределения показала, что наилучшее совпадение достигается при использовании функции нормального распределения. В обоих случаях центр группирования лежит в интервале около нуля микровольт.

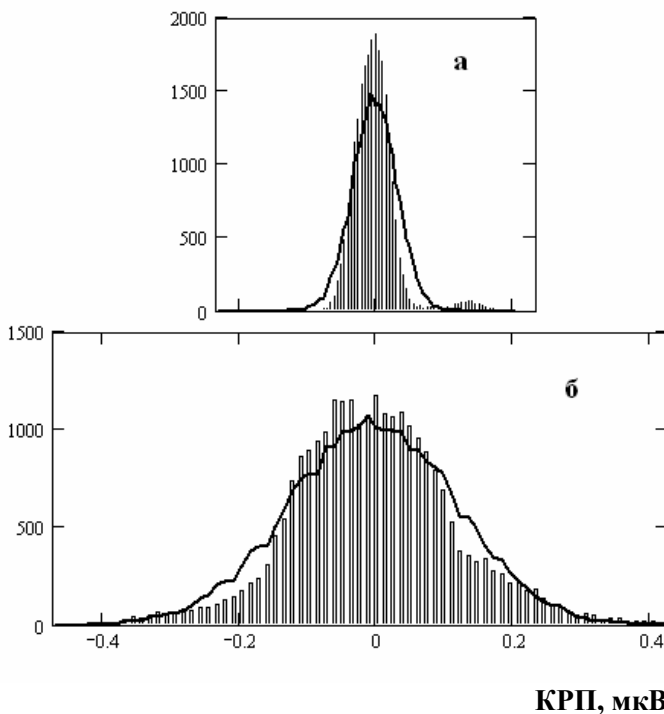


Рис.4.19. Гистограммы распределения по амплитуде скачков КРП для меди ПЭВ-1 (*а*) и сплава ПОС-76 (*б*). Ломаная кривая – профиль нормального распределения

Для спектра КРП сплава характерно наличие меньшего числа скачков, попадающих в указанный интервал значений, и одновременно большее значение дисперсии. Дисперсия в данном случае

характеризует разброс энергии источников деформации. Таким образом, для обоих случаев деформационная активность поверхности связана с низкоэнергетическими источниками, с незначительной составляющей более мощных источников для сплава.

Характер изменения атермических составляющих (трендов), выделенных из экспериментальных спектров показан на рис. 4.20. Как уже отмечалось, они зависят от степени деформации и, таким образом, связаны с внутренними напряжениями первого рода.

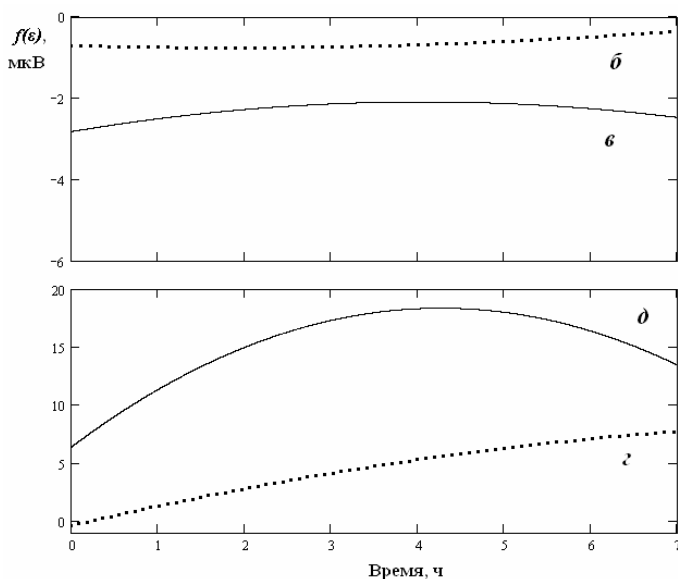


Рис.4.20. Изменение атермических составляющих спектров КРП $f(\epsilon)$ в зависимости от времени эксперимента. Буквенные обозначения у кривых соответствуют рис. 4.12

Волны поверхностной деформации обусловлены, главным образом, поверхностными напряжениями, многократно превышающими значение приложенного напряжения.

Применение метода КРП для изучения неоднородной поверхностной деформации металлических материалов позволяет сделать

выводы о макродеформации, которая образуется следующими путями:

- за счет увеличения неоднородности поверхностной деформации в действующих очагах локализации;
- путем переброса деформации на соседние участки поверхности;
- за счет образования новых очагов на поверхности.

Как показывают результаты многоцикловых усталостных испытаний на разрушение металлических пластин из сплава Д16Т [80], образование и рост усталостных трещин эффективно отслеживается как на амплитудно-временных зависимостях, так и на спектрах контактной разности потенциалов.

Описанный метод является весьма чувствительным и информативным. Одно из перспективных направлений его использования – контроль за состоянием конструкционных и топливных материалов работающего реактора.

4.5. Исследование деформационного упрочнения

Исследование *деформационного упрочнения* алюминия, упрочненного холодной деформацией волочением при температуре 20°C, горячей деформацией волочением выше температуры рекристаллизации при температуре 450°C (диапазон деформаций 0–0,3), с последующей закалкой проволоки при выходе из волоки, и кристаллизацией под давлением в интервале напряжений 0–400 МПа изучалось по температурной зависимости термоэдс в работе [81]. Результаты демонстрируют однотипный характер изменения температурных зависимостей термоэдс для указанных режимов испытаний с некоторыми отличиями по амплитуде термоэдс и углу наклона представленных зависимостей (рис.4.21). Вблизи точки плавления ($T > 600$ °C) во всех указанных случаях наблюдался значительный рост термоэдс.

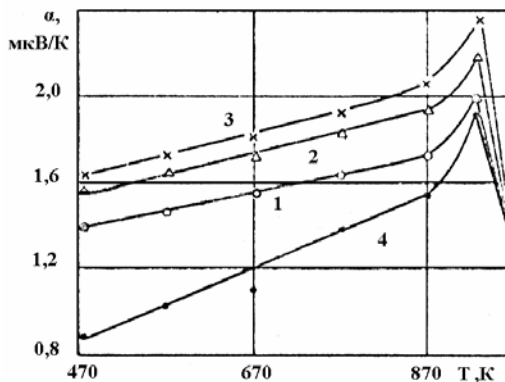


Рис.4.21. Влияние температуры на термоэдс алюминия, упрочненного горячей деформацией: 1— $\epsilon = 0,14$; 2— $\epsilon = 0,2$; 3— $\epsilon = 0,3$; 4— для отожженного образца

Различный угол наклона линейных участков температурной зависимости термоэдс алюминия, упрочненного различными методами, связан с различной скоростью роста внутренних напряжений неоднородно деформированного металла.

Принципиальным отличием измерений электрофизических характеристик в процессе испытаний от измерений, проводимых после испытаний, является их скачкообразный характер, связанный с динамикой происходящих процессов.

При исследовании деформационного упрочнения сплава ВР-20 в интервале напряжений от 0 до 2700 МПа методом контактной разности потенциалов, а также при испытаниях медной проволоки на разрыв при напряжении 220 МПа наблюдались броски КРП, показанные на рис. 4.22–4.24.

В первом случае, в ходе эксперимента производилось циклическое изменение нагрузки по ступенчатому циклу с последующей частичной, либо полной разгрузкой образца.

И в том, и в другом случае имело место чередование стоячих и бегущих волн деформации. При испытаниях сплава волна дефор-

мации постепенно “охватывает” области расположения обоих измерительных электродов— о чем свидетельствует инверсия знака КРП. Такой же эффект наблюдался и при испытаниях на разрыв медной проволоки вблизи значения условного предела текучести.

Высокоскоростные процессы сброса внутренних напряжений характеризуются изменением значений КРП на десятки или даже сотни процентов за интервал времени, равный от одной до нескольких секунд, иногда минут. Например, для сплава ВР–20: при $t \sim 27, 45\text{--}58, 70$ и особенно при $t \sim 72$ ч, с увеличением σ до ~ 2500 МПа (рис.4.22).

Знак и величина наведенной термоэдс у меди не зависят от условий деформирования при деформациях растяжения, кручения и прокатки: при равных удельных работах возникают приблизительно равные по величине наведенные термоэдс [54]. Исследования на меди показали, что пластическая деформация сопровождается глубокими изменениями электронной структуры металла, приводя к изменению его гальваномагнитных свойств.

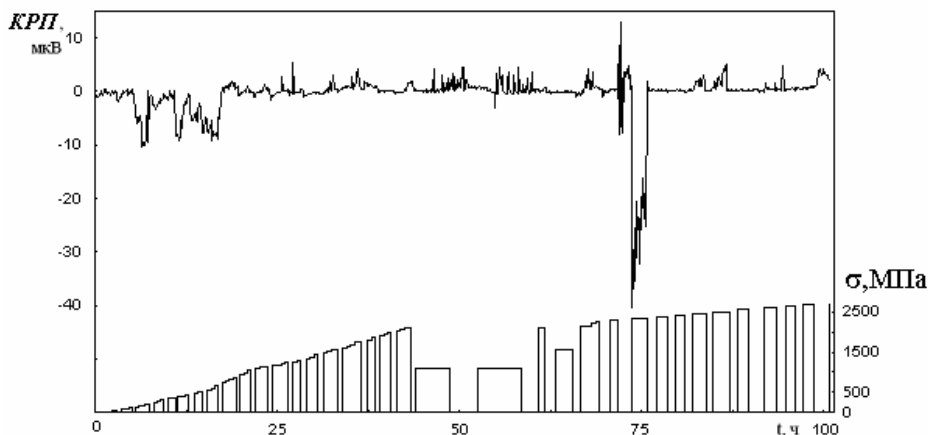


Рис.4.22. Изменение КРП при деформировании сплава ВР–20 в интервале напряжений 0–2700 МПа при температуре 300 К

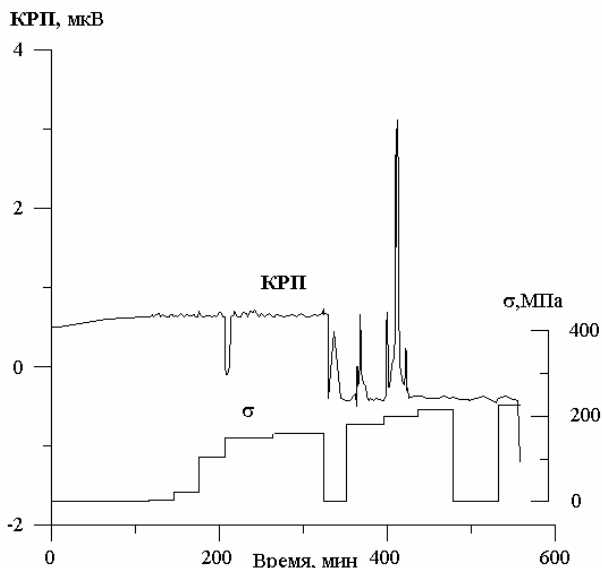


Рис.4.23 Изменение КРП от времени при испытаниях медной проволоки на разрыв при комнатной температуре: $\sigma \geq \sigma_{0,2}$

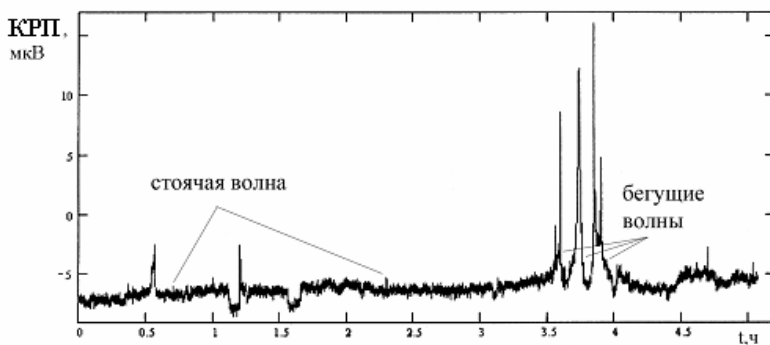


Рис.4.24. Влияние бегущих и стоячих волн поверхностной деформации на контактную разность потенциалов в процессе ползучести меди при напряжении $\sigma = 220$ МПа и температуре 290 К

Согласно синергетическим представлениям, пластическая деформация есть результат формирования и распространения *автоволн деформации* в материале, находящемся под нагрузкой.

Локализация пластической деформации возникает в исходно макроскопически однородном материале и приводит к спонтанному сосредоточению пластического течения в одной или нескольких зонах образца, которые могут свободно перемещаться по объему деформируемого материала [94].

На рис. 4.25 представлены результаты, полученные при испытаниях на ползучесть поликристаллического алюминия. Видны характерные броски КРП, которые по времени совпадают с максимальными изменениями на кривой скорости ползучести $d\varepsilon/dt$ (при $t > 3,5$ ч). Наблюдаемую зависимость можно объяснить следующими причинами. Величина механической работы в процессе ползучести при постоянном напряжении σ определяется как $\sigma d\varepsilon$, а механическая мощность, соответственно – $\sigma d\varepsilon/dt$. Величина электрической мощности $W_{эл}$ пропорциональна амплитуде КРП в квадрате: $W_{эл} \sim (КРП)^2$. Таким образом, рост механической мощности, связанный с увеличением скорости ползучести, сопровождается увеличением электрической мощности регистрируемого сигнала КРП (см.рис.4.25). Одной из возможных причин наблюдаемого явления может быть образование резонансных электронных состояний на поверхности деформируемого металла [82-84].

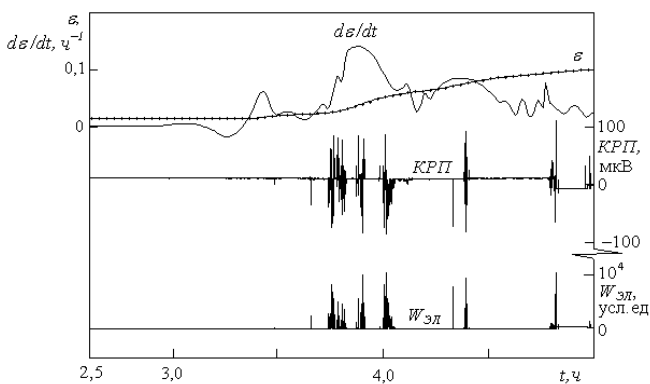


Рис.4.25. Изменение контактной разности потенциалов при ползучести поликристаллического алюминия: ε – деформация образца; $d\varepsilon/dt$ – скорость ползучести; $W_{эл}$ – электрическая мощность.

4.6. Применение электрофизических методов при исследовании роста усталостных трещин

Разработка методов неразрушающего контроля для обнаружения усталостных трещин (трещины), изучения кинетики их распространения является важной задачей при оценке длительной прочности деталей механизмов или оборудования, а также для определения степени критичности их эксплуатации при наличии подобного рода дефектов.

Применение оптического метода для решения данной задачи имеет ряд существенных недостатков, хотя он часто используется для измерения длины усталостной трещины. Главный недостаток оптического метода – невозможность определить поле неоднородных напряжений или деформаций, окружающих вершину трещины. Этому недостатка лишены методы голографического анализа, акустической эмиссии, *разности электрических потенциалов* (РЭП), контактной разности потенциалов (КРП) и некоторые другие методы.

Метод РЭП основан на использовании закона Ома для участка электрической цепи или участка образца, на котором присутствует усталостная трещина. Поскольку размеры трещины влияют на электрическое сопротивление этого участка, измеряя разность потенциалов, можно следить за изменением параметров трещины.

В общем случае зависимость между длиной трещины и измеряемым напряжением носит нелинейный характер, определяемый геометрией объекта, расстоянием между электродами, частотой электрического тока (если используется переменный ток), а также электрическими и магнитными свойствами объекта [85].

Для оценки физической *длины трещины* по величине РЭП часто используют формулу Джонсона [86]:

$$l = \frac{W}{\pi} \arccos \frac{\cos\left(\frac{\pi y}{W}\right)}{\cosh \left[\frac{U}{U_0} \arccos h \frac{\cosh\left(\frac{\pi y}{W}\right)}{\cos\left(\frac{\pi l_0}{W}\right)} \right]}, \quad (4.14)$$

где W – ширина образца; $2y$ – расстояние между измерительными электродами, расположенными по разные стороны от трещины; U_0 и U – начальное и текущее значение РЭП, соответствующее длине трещины l_0 и l . Погрешность определения длины трещины данным методом составляет не более 0,5 мм.

На рис. 4.26 представлена схема измерения длины усталостной трещины методом РЭП. Образец 1 в виде пластины, имеющей центральный сквозной надрез, закрепляется в захватах испытательной машины. Постоянный электрический ток (сила тока 7,6; 9 и 10 А) от источника 2 пропускается через образец в процессе циклических испытаний. Образец электрически изолирован от испытательной машины с помощью специальных втулок и шайб из текстолита. Измерение длины усталостной трещины 3 проводили как оптическим методом, с помощью микроскопа МПБ–2, так и по формуле (4.14) на основе измерений разности потенциалов. Измеренный сигнал амплитудой $\sim 0,3$ мВ подавался на усилитель 4 , а затем – на регистрирующий прибор 5 .

Результаты испытаний показали, что различие между длинами трещин, определенных методом РЭП и оптическим методом (при изменении длины трещины в сплаве 1163Т от 10 до 260 мм) не превышало 5%.

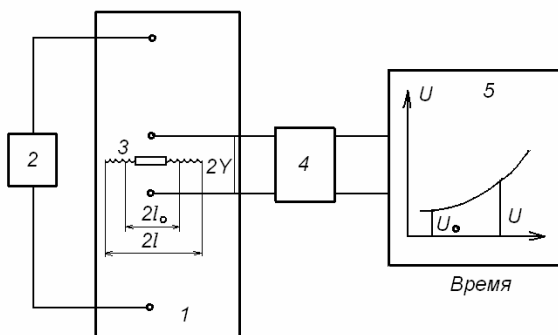


Рис.4.26. Схема измерения длины трещины методом РЭП [86]

Главным недостатком метода РЭП, ограничивающим его применение в реальных условиях, является необходимость пропуска-

ния электрического тока (сила тока изменяется от единиц до десятков ампер) через элемент конструкции или оборудования при измерениях разности потенциалов.

При использовании переменного или импульсного тока плотность тока убывает от поверхности в глубь тела тем интенсивнее, чем выше частота возбуждающего поля (п.1.2). Линии тока концентрируются также у берегов трещины.

В работе [85] рост трещин исследовали при испытаниях на трехточечный изгиб образцов из стали 09Г2ФБ и 18ХНВА (размеры $130 \times 16 \times 4,5$ мм). В средней части образца на нижней его грани (рис.4.27) наносили концентратор напряжений. Образцы нагружали со скоростью 2 мм/мин. Для измерения длины трещины *1* на поверхность образца *4* припоем (ПОС-40) наносили площадки *3*, к которым припаивали концы проводников *2*, идущие к измерительной схеме. На рисунке показаны также генератор Г и вольтметр В.

Переменный электрический ток частотой 2 кГц подвели от генератора *2* (рис.4.28). Глубина проникновения вихревых токов составляла около 0,5 мм. С тех же электродов напряжение поступало на резонансный усилитель *3*. Усиленный сигнал выпрямлялся детектором *4* и поступал в блок фильтра низкой частоты *5*. Результаты эксперимента записывались с помощью одноканального самописца *6* и пятиканального самописца *7*. В эксперименте выявлялись моменты *страгивания трещины* и величина скачка трещины при страгивании.

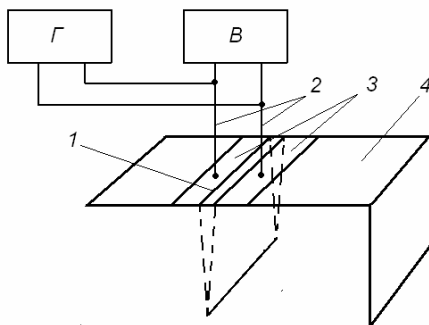


Рис.4.27. Применение электропотенциального метода для исследования роста трещин при изгибе [85]

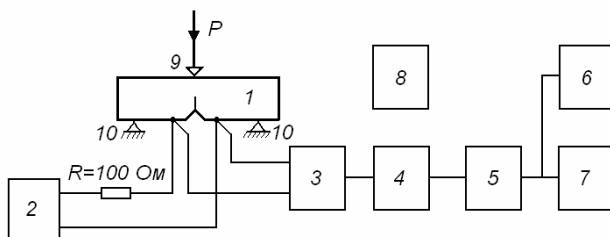


Рис.4.28. Схема измерения электропотенциалов [85]

Метод электропотенциалов применяется при испытаниях образцов с развивающейся трещиной с целью получения следующей информации:

- для изучения механизмов распространения трещин;
- оценки роли пластической деформации и скачкообразного продвижения трещины;
- количественной оценки скачков трещины (в работе [85] разрешающая способность величины скачка трещины составляла $2 \cdot 10^{-3}$ мм по фронту трещины или 10^{-2} мм² по площади скачка);
- определения площади поверхности трещины (при этом для материалов с низким значением предела текучести необходимо учитывать вклад пластической деформации в изменение величины электропотенциалов на участке с трещиной);
- определения средней длины трещины;
- определение кинетических параметров процесса разрушения.

Выход из строя элементов конструкций или оборудования – резервуаров, сосудов, трубопроводов и пр., работающих при нестационарном внутреннем давлении, во многих случаях происходит в результате возникновения и развития в стенке оболочки несквозной усталостной трещины.

Результаты исследования прорастания усталостных трещин через стенку оболочки методом РЭП представлены в работе [87]. Для изучения *усталостной трещиностойкости* использовали кольцевые образцы. Концентратор напряжений (надрез) наносили как на наружной, так и на внутренней поверхности кольца. Испытывали кольца из сплава Д16Т внутренним диаметром 80 и толщиной стенки 4 мм. Начальный надрез имел полуэллиптическую форму глубиной 0,8 и длиной 4 мм.

Для нагружения образца 2 использовали приспособление (рис.4.29), состоящее из цилиндра-фланца 3, основания 1, соединенных болтами, уплотняющих мембран 5 и поршня 4. Приспособление крепилось к траверсе гидропульсатора ГРМ-1. Частота нагружения составляла 5 Гц, амплитуда тангенциальных напряжений – 109, 123, 150 и 164 МПа.

В процессе испытаний измеряли напряжение U_{Π} непосредственно вблизи трещины и базовое напряжение U_6 (рис.4.30). Прижатие электрических контактов к образцу осуществлялось с помощью специальной колодки в плоскости, перпендикулярной к оси образца и проходящей через середину трещины. Момент прорастания усталостной трещины через стенку определяли как по резкому увеличению значения U_{Π} , так и по началу утечки жидкости из объема, ограниченного цилиндрической поверхностью образца.

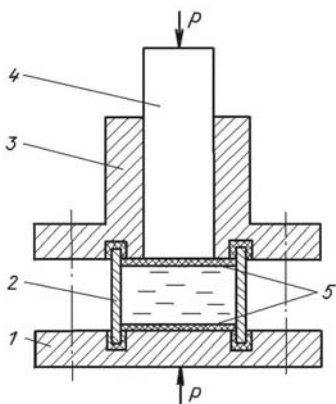


Рис.4.29. Схема устройства для нагружения колец внутренним циклическим давлением [87]

Результаты испытаний показали, что между изменением глубины трещины и величиной отношения U_{Π}/U_6 существует практически линейная зависимость [87], а время, необходимое для прорастания наружной трещины через стенку оболочки, заметно больше, чем для внутренней.

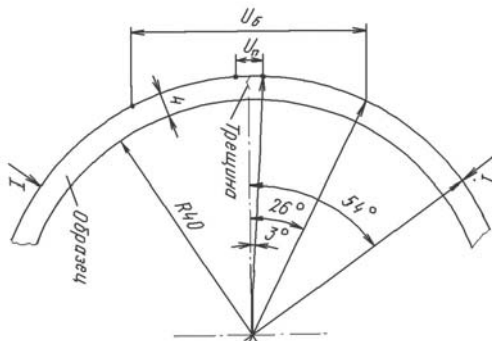


Рис.4.30. Крепление измерительных контактов на поверхности образца

Метод РЭП успешно может быть использован для контроля за ростом трещин в элементах конструкций и оборудования в условиях ползучести, например для паропроводов атомных и электростанций [88]. Были испытаны образцы из листовой стали 09Х16Н15МЗБ с размерами $106 \times 12 \times 1$ мм и $106 \times 20 \times 0,8$ мм в условиях ползучести при постоянной нагрузке и двух значениях температуры 873 и 923 К. В средней части образца электроэрозионным методом наносили концентратор напряжений в виде острого надреза с радиусом вершины $r < 100$ мкм. РЭП измеряли непосредственно вблизи вершины трещины и помощью проводников, приваренных к поверхности образца.

По результатам измерений строили кривые в координатах $\Phi - l / (W - l_0)$, где l – текущая длина трещины; W – ширина образца; l_0 – длина начального надреза; $\Phi = \varphi(l) - \varphi(l_0)$; $\varphi(l)$ и $\varphi(l_0)$ – соответствующие значения РЭП. Выбранное значение силы тока, равное 5А, позволило регистрировать длину трещины с точностью 0,04 мм на начальной стадии и 0,02 мм – в случае более развитой трещины. Испытывались стальные образцы двух видов: имеющие предварительную 20%-ную холодную деформацию и образцы в аустенизированном состоянии. Полученные результаты представлены на рис. 4.31.

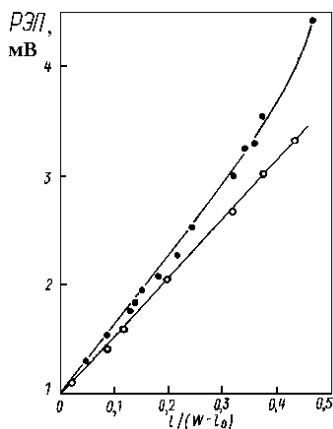


Рис.4.31. Измерение РЭП на образцах с надрезом из стали 09Х16Н15МЗБ [88]. Темные и светлые точки — материал в холоднодеформированном и аустенизированном состояниях

Кинетику роста трещины можно исследовать методом РЭП с помощью контактов, расположенных определенным образом на поверхности образца. Сущность метода поясняется рис. 4.32.

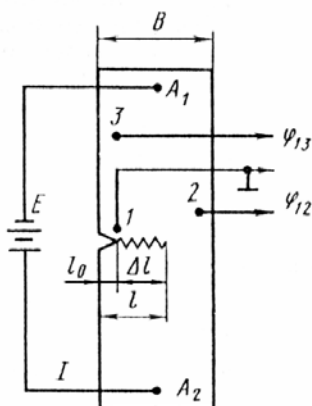


Рис. 4.32. Схема измерения роста трещины при испытаниях на растяжение или изгиб [89]

Постоянный ток силой I от источника тока E подводится к образцу через токовые контакты A_1 и A_2 . Измерительные контакты располагают у вершины исходной трещины (точка 1), у противоположной кромки образца (точка 2) и точка 3 находится с той же стороны, что и точка 1. Расстояние между ними (1–3) примерно равно половине ширины образца B .

До начала испытаний, когда длина трещины $l=l_0$, напряжение φ_{12} между точками 1 и 2 равно нулю, а напряжение φ_{13} (между точками 1 и 3) – некоторому значению φ_{13}^0 , зависящему от размеров образца, силы тока I , материала образца и расстояния между точками 1 и 3.

Рост трещины l приводит к изменению напряжений φ_{12} и φ_{13} : происходит постепенное увеличение φ_{12} до значения φ_{12}^* и последующий спад. В момент разделения образца на две части ($l=B$) φ_{12} становится равным нулю (рис.4.33, а). Напряжение φ_{13} с ростом трещины сначала медленно, а затем более быстро падает до нуля (рис.4.33, б). При использовании данного метода исследования роста трещин напряжения φ_{12} и φ_{13} можно использовать в качестве меры длины трещины l , а кривые на рис. 4.33 как соответствующие градуировочные кривые.

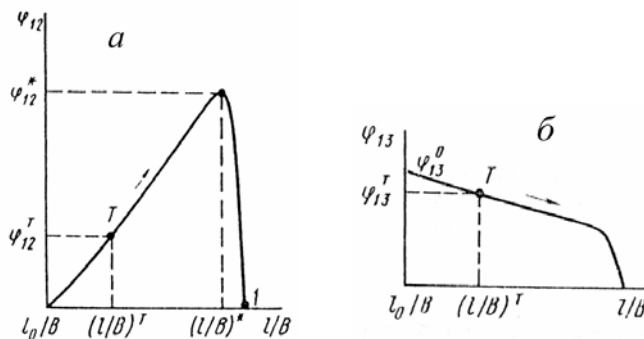


Рис. 4.33. Зависимости измеряемого напряжения φ_{12} и φ_{13} от отношения l/B

Проблема определения глубины дефектов по РЭП на дефектном участке изделия при бесконтактном намагничивании в переменном поле рассмотрена в работе [90]. Глубину трещин можно определять по РЭП на участке изделия с трещиной при бескон-

тактном намагничивании этого участка в переменном магнитном поле. Метод позволяет исследовать зависимость изменения РЭП от глубины дефектов при ширине дефекта около 0,8 мм. Локальное намагничивание участка образца с дефектом в направлении дефекта осуществляется специальным электромагнитом с П-образным ферритовым магнитопроводом. База измерений РЭП составляет 4,5 мм. На рис. 4.34 показана зависимость РЭП от глубины дефектов h в образце $40 \times 55 \times 350$ мм из стали Ст3 при разной частоте f магнитного поля. С увеличением глубины дефекта РЭП увеличивается тем больше, чем выше частота намагничивающего поля.

Некоторые методические особенности использования метода РЭП для исследования роста усталостных трещин в металлических материалах рассмотрены также в работах [91–93].

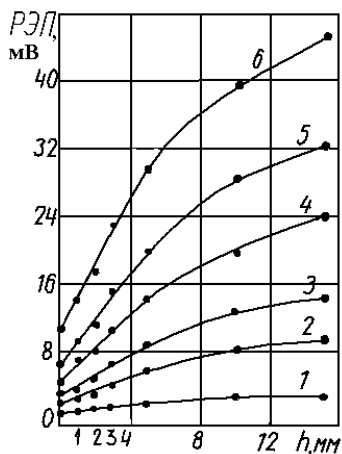


Рис.4.34. Зависимость РЭП от глубины дефекта при разной частоте магнитного поля [90]: 1– 0,1; 2–0,5; 3– 1; 4– 2,5; 5– 5; 6– 10 кГц

4.7. Количественная оценка числа трещин и кинетики их распространения

Существует ряд математических моделей для количественной оценки числа микротрещин в металлах и кинетики их распространения по изменению величины остаточного электрического сопротивления (ОЭС).

В общем случае величина ОЭС, связанная с наличием трещин ($\Delta \rho_T = \rho_T - \rho_0$, ρ_T и ρ_0 – удельное сопротивление материала с трещинами и без), определяется как их геометрическими параметрами –

размерами, формой, ориентацией, так и их коллективными характеристиками – концентрацией, пространственным распределением трещин и др.

Рассмотрим металл, находящийся в ненагруженном состоянии, с незначительной концентрацией трещин, в котором последние представлены эллиптическими включениями с малой электропроводностью [95]. В этом случае рассеянием электронов на упругих полях трещин можно пренебречь и рассматривать ОЭС, главным образом, как результат рассеяния электронов на внутренней полости трещин. Будем считать, что оси эллипсоидов ориентированы вдоль координатных осей (x, y, z) , а расстояние между трещинами значительно превышает их размеры.

Размеры трещин (a) и размеры осей эллипсоидов $(a_i=b_i>c_i)$ должны удовлетворять следующим условиям:

$$(2P \cdot a / \lambda_B) \gg 1,$$

$$(D \cdot a / \hbar v_F) \gg 1,$$

где P – ориентационный коэффициент; λ_B – дебройлевская длина волны электрона; v_F – скорость электрона на поверхности Ферми, $\hbar$ – постоянная Планка, D – потенциал рассеяния электронов (принимается равным потенциалу рассеяния электронов на внешней поверхности эллипсоида). При комнатной температуре $D \approx 10$ эВ и $a \sim 10 \text{ \AA}$.

Если эти условия выполнены, тогда на основе теории обобщенной проводимости (п.2.1) можно получить выражение для компонент *тензора проводимости* A_{xx} , A_{yy} и A_{zz} :

$$A_{zz} = \left\{ 1 + \frac{\xi \cdot (A_T - A_0)}{A_0 + (1 - \xi) \cdot n_z \cdot (A_T - A_0)} \right\}, \quad (4.15)$$

$$A_{xx} = A_{yy} = \left\{ 1 + \frac{\xi \cdot (A_T - A_0)}{A_0 + \frac{1}{2}(1 - \xi) \cdot (1 - n_z) \cdot (A_T - A_0)} \right\}, \quad (4.16)$$

где $n_z = \frac{1 - m^2}{m^3} \cdot (m - \arctg m)$; $m = \sqrt{\left(\frac{b}{c}\right)^2 - 1}$; $A_0 \equiv l/\rho_0$; $A_T \equiv 1/\rho_T$; ρ_0 –

удельное электросопротивление проводника, ξ – экспериментально наблюдаемая дилатация, $\xi \leq (10^{-5} - 10^{-3})$.

При условиях $\rho_T > \rho_0$, $\xi < 1$, $c/b < 1$ для компонент ОЭС имеем:

$$\Delta \rho_{xx} = \frac{1}{\Delta A_{xx}} = \Delta \rho_{yy} = \frac{\rho_0 \xi}{1 - (1 - \xi)\alpha} \approx \frac{\rho_0 \xi}{1 - \alpha} \approx \rho_0 \xi,$$

α – параметр анизотрии трещины, $\alpha = (\pi c/4b)$.

При малой концентрации трещин ($\xi < 2\alpha$) упругие поля, создаваемые отдельными трещинами, не перекрываются. В этом случае $\Delta \rho_{zz} = (\rho_0 \xi / 2\alpha) \gg \Delta \rho_{xx} \approx \rho_0 \xi$. При высокой концентрации трещин ($\xi > 2\alpha$) наблюдается высокая анизотропия добавки электросопротивления, а сама добавка по величине становится примерно равной ρ_0 .

Если в деформируемом металле присутствует ансамбль микро-трещин, то о его существовании можно судить по температурным зависимостям удельного электросопротивления деформированного и недеформированного образцов [95]. Сопоставление расчетных и экспериментальных данных для серебра показывают (рис. 4.35), что наиболее отчетливо это различие проявляется при низких температурах, при малых и средних деформациях (до $\varepsilon \sim 0,1$).

Теоретические соображения о влиянии поля напряжений дислокации на длину свободного пробега электрона проанализированы в работе [96]. По мнению авторов отношение изменения термоэдс $\Delta \alpha_{dis}$ к плотности дислокаций N_{dis} может быть представлена следующей зависимостью:

$$\Delta \alpha_{dis} / N_{dis} = \pi (\Delta \alpha_{\sigma} / \sigma) K A_0^2 (P + 2u) \ln(R/r_0),$$

где $\Delta \alpha_{\sigma} / \sigma$ – изменение термоэдс $\Delta \alpha_{\sigma}$ под действием напряжения σ , K – модуль сжимаемости; A_0^2 – напряжение поля дислокации; P, u – функции упругих констант кристаллической решетки; R – радиус образца; r_0 – размер ядра дислокации.

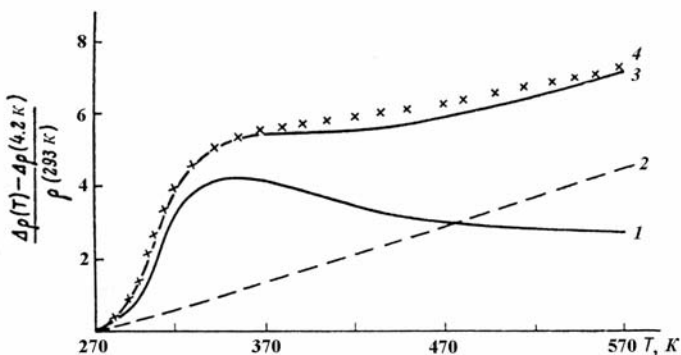


Рис. 4.35. Температурная зависимость относительного изменения $\Delta\rho$ серебра: 1 – вклад в удельное электросопротивление $\Delta\rho$ за счет присутствия микротрещин; 2 – вклад от смещения дебаевской температуры; 3 – суммарное изменение $\Delta\rho$; 4 – экспериментальные данные

Как показывают результаты физико-механических испытаний среднеуглеродистой стали 30 (размеры образцов $4,5 \times 4,5 \times 36$ мм) на трехточечный изгиб с концентратором напряжений в виде центрального поперечного надреза прямоугольной формы шириной 0,57 мм, величина термоэдс чувствительна к росту усталостных трещин. Образцы испытывали на установке ХТМ по следующим программам:

- циклирование с переменной скоростью нагружения образца (разгружения);
- изгиб с постоянной скоростью нагружения (разгружения);
- циклирование с постоянной скоростью нагружения (разгружения).

Применялась наиболее распространенная схема испытаний на изгиб– деформирование образца, лежащего на двух опорах, сосредоточенной нагрузкой. Стрела прогиба измерялась в центральной части образца с помощью микроскопа от твердомера ПМТ–3 с насадкой для видеокамеры, а также с помощью индуктивного преобразователя. Измерение *дифференциальной термоэдс* производилось с торцевых поверхностей образца при помощи медных проводников. Градиент температуры вдоль оси образца задавался по-

дачей тепла от электронагревателя к одной из опор и был равен $\sim 1,2$ град/мм. Средняя температура образца составляла $50\text{--}60^\circ\text{C}$. На рис. 4.36 показано изменение термоэдс при циклировании с нагрузкой в цикле 875 Н в режиме с постоянной скоростью нагружения. Виден скачок термоэдс около трех часов испытаний. Одновременно с этим на экране монитора в области пересечения граней прямоугольного надреза наблюдалось раскрытие ветвящихся трещин размерами от 30 до 60 мкм.

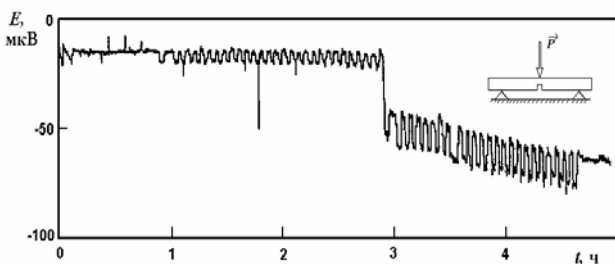


Рис.4.36. Изменение термоэдс E при испытаниях стали 30 на циклический изгиб. В правом верхнем углу рисунка приведена схема испытаний (в работе принимала участие Желнова О.Е.)

4.8. Связь между электрическим сопротивлением и прочностью сплавов

Экспериментальное направление, в котором при изучении прочности металлов использовались электрические характеристики, возникло еще в 60-е годы прошлого века. При этом неоднократно указывалось на возможность существования корреляционной связи между прочностью и электрическим сопротивлением [97].

В работе [98] исследовалось влияние технологических параметров на предел прочности при сжатии σ_B , относительную продольную деформацию ε , соответствующую значениям прочности, и удельное электросопротивление ρ образцов из стали Х20Н80.

На рис. 4.37 показаны соответствующие зависимости. Образцы были приготовлены спеканием из порошков. Как видно из рисунка три представленные кривые имеют одинаковую закономерность изменения в зависимости от размера фракций, что позволяет предполагать о существовании корреляционной связи между ними. Коэффициент корреляции между ρ и σ_B в данном случае равен 0,91.

Исследование прочности латуни с различным содержанием меди, кремния и железа показывает, что между пределом прочности и удельным электросопротивлением существует линейная зависимость, которая описывается уравнением [99]:

$$\rho = a + b\sigma_B,$$

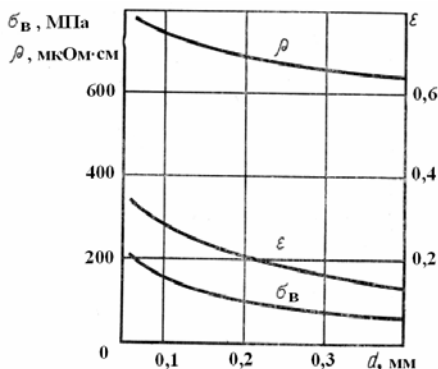


Рис. 4.37. Зависимость удельного электросопротивления ρ , предела прочности при сжатии σ_B и относительной продольной деформации ε от размера спекаемых частиц d

где a и b – коэффициенты, зависящие от концентрации легирующих добавок. Деформационное упрочнение холоднодеформированной латуни (повышение значений σ_B) сопровождается перестройкой дислокационной структуры, ростом разориентировки зерен, их измельчением (о чем свидетельствует проведенный микроструктурный анализ), образованием микро- и макронеоднородной деформации. Все это приводит к росту удельного электросопротивления (рис.4.38).

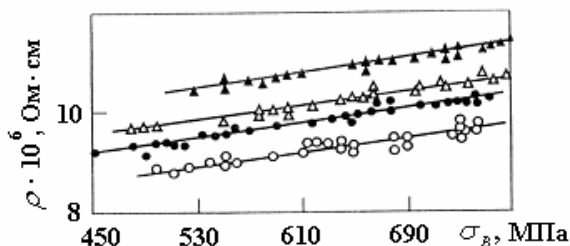


Рис.4.38. Связь удельного электросопротивления с пределом прочности холоднодеформированной латуни ЛК75-05 [99]

На рис. 4.38 зависимости, обозначенные значками ($\blacktriangle$ и $\circ$), соответствуют сплавам с максимальным (0,63 вес.%) и минимальным (0,36 вес.%) содержанием кремния. Коэффициент корреляции равен $\sim 0,96$.

5. ВНУТРИРЕАКТОРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛОВ

5.1. Методические особенности проведения внутриреакторных исследований

Исследование электрофизических характеристик материалов под облучением осложняется тем, что реакторное излучение, оказывающее влияние на исследуемый материал, одновременно влияет и на свойства окружающей среды, а также на конструкционные материалы измерительных и облучательных устройств. Это может косвенным образом отражаться на результатах измерений и в ряде случаев вносить в них существенную погрешность.

При проведении *внутриреакторных измерений* определяющим фактором для экспериментатора является ограничение объема. Как правило, в качестве облучательных устройств используются каналы диаметром от 40 до 50 мм и длиной 8–10 м. В реакторах бассейнового типа используются внутриреакторные установки, располагаемые в непосредственной близости от активной зоны, при этом неравномерность распределения потоков нейтронов и γ -квантов по высоте канала может достигать значения 1,4. Высокие требования предъявляются к измерительным коммуникациям. Измерительные провода должны быть экранированы, а облучательный канал или установка надежно заземлены. Кроме этого, для исключения высокой емкости линии используются симметричные экранированные линии, а для уменьшения влияния электромагнитных наводок – дифференциальные схемы измерений электрофизических параметров.

При температурно-силовом циклическом воздействии в материале создается периодически изменяющееся во времени поле *термоупругих напряжений*. Уровень напряжений зависит как от свойств материала, таких, например, как температуропроводность

и теплопроводность, так и от выбранных режимов испытаний – разности между максимальной и минимальной температурами термического цикла, скорости нагрева и охлаждения, и др.

Под действием циклической термообработки в топливных материалах происходят заметные изменения структуры: обнаружены значительные (до 10 %) изменения деформации карбонитридов урана на ранних стадиях облучения [100,101].

Задача моделирования поведения сердечника в условиях эксплуатации является сложной, однако, выбором режимов испытаний можно в определенной мере создавать условия, приближающиеся к штатным.

Для этих целей нами разработана радиационная температурно-силовая обработка (РТСО) ядерного топлива на ранних стадиях облучения, режимы которой соответствуют требованиям, предъявляемым к экспериментальным средствам и основным параметрам испытаний ядерного топлива (ОСТ 95 10261–87 и ОСТ 95 912–81) в условиях линейного одноосного напряженного состояния. РТСО представляет собой технологический процесс, направленный на изменение структуры материала путем температурно-силового воздействия и реакторного излучения. Длительность отдельного внутриреакторного эксперимента при этом может изменяться от нескольких часов до нескольких недель.

Высокая хрупкость топливных образцов и связанная с этим вероятность их разрушения в начале внутриканальных испытаний предъявляет жесткие требования к методике проведения испытаний.

Количество температурно-силовых циклов, а также предельные значения параметров РТСО следует выбирать таким образом, чтобы при выходе на заданный режим испытаний изменения контролируемого (исследуемого) параметра не превышали 5-10 %. В отдельных случаях они могут достигать более высоких значений. Ниже приводятся параметры РТСО для карбонитридного ядерного топлива и виды испытаний.

Параметры радиационной температурно-силовой обработки карбонитридного ядерного топлива

Минимальная температура испытаний, К.....	450-600
Максимальная температура испытаний, К.....	2000
Скорость нагрева-охлаждения, град/с.....	до 50
Время выдержки на заданном режиме, ч.....	10^{-1} - 10^3
Нагрузка на образце, Н.....	200-1000
Скорость нагружения, Н/с.....	20 – 50
Количество теплосмен для одного образца.....	до 10

Виды испытаний:

- ступенчатое увеличение температуры;
- термоциклирование;
- термоудар;
- силовое нагружение по прямоугольному профилю;
- температурно-силовое циклирование;
- пострadiационный отжиг.

5.2. Методика внутриреакторных измерений электрофизических свойств материалов

В большинстве случаев для внутриреакторных измерений электрофизических свойств материалов используется компенсационный принцип измерения неизвестного напряжения. Методика измерений должна удовлетворять требованиям отраслевого стандарта на аппаратуру, применяемую при реакторных испытаниях ядерного топлива по ОСТ 9510261–87 и ГОСТ 8478–82 (Потенциометры постоянного тока измерительные. Методы и средства поверки). При использовании контактных методов замеры электросопротивления выполняются на постоянном токе по четырехточечной схеме, термоэдс – по дифференциальной схеме.

Для измерения деформации используются радиационно-стойкие индуктивные преобразователи. При низких нагрузках на каждом уровне нагрузки образец, как правило, выдерживается в течение 10-15 мин для фиксации устойчивых показаний измере-

мого напряжения, после чего производится плавное изменение нагрузки.

Расчетная погрешность измерения удельного электрического сопротивления и абсолютной термоэдс во вне реакторных условиях не должна превышать 2 и 10 % соответственно, а величины электрического сопротивления и относительной термоэдс – одного процента.

5.3. Погрешности электрофизических измерений, связанные с ионизирующим излучением реактора

Показания термопар, используемых при внутриреакторном измерении температуры, требуют учета погрешности, связанной с влиянием интенсивности нейтронного потока и гамма-облучения на термоэлектроды, а также с интегральными эффектами. Величина дополнительной погрешности зависит как от спектра излучения реактора, так и от конструктивного исполнения термопары [102-104].

На рис. 5.1 приведены конструкции широко применяемых хромель-копелевых, хромель-алюмелевых и вольфрам-ренийевых термопар (ВР 5/20). Рабочий спай термопар выполняется совместно с чехлом (*a-d*), изолированно от чехла (*e-z*), при помощи пробки с профилированными пазами (*u*), а также открытым способом без чехла (*к*). В качестве изолятора в них применяются спрессованные порошки из алунда, окиси магния, термопарные "бусы" или "соломка" из BeO . Защитный чехол для высокотемпературных вольфрам-ренийевых термопар выполнен из молибдена и имеет диаметр от 0,2 до 3 мм.

Выбор конструкции термопары определяется особенностями условий ее установки в объект и эксплуатации, а также требуемой точностью измерения температуры. Термопары с рабочим спаем типа "*a*" или "*б*" (см.рис.5.1) характеризуются малым термическим сопротивлением между электрическим контактом термоэлектродов и защитным чехлом. Они имеют отрицательное по величине значение термоэдс (для ВР5/20), наведенное излучением реактора при температуре плавления серебра [102], соответствующее температуре около шести градусов.

Электрический контакт термоэлектродов для термопар со скруткой (рис.5.1, *в* и *г*) удален от места сварки с чехлом и находится в непосредственной близости от изолятора, что обеспечивает незначительное термическое сопротивление. Переходные изменения термоэдс вольфрам-рениевых термопар за счет радиационного разогрева в данном случае незначительны (3-5 К). Они несколько возрастают (до 10 К при температуре плавления серебра и меди) для термопар с защитной втулкой из ZrC (рис.5.1, *д*).

Наличие воздушных зазоров в термопарах типа (рис.5.1, *е-з*) с малым значением коэффициента теплопроводности увеличивает термическое сопротивление, что приводит в реакторных условиях к значительному превышению температуры (на 20-30 К для хромель-алюмелевых термопар) чувствительного элемента над температурой исследуемого объекта.

Повышенной надежностью отличаются термопары типа "и", в которых рабочий спай смещен внутрь чехла за счет контакта термоэлектродов по поверхности чехла и пробки. Этот вид спая аналогичен вариантам "в" и "г". В отдельных случаях, например при измерении абсолютных значений термоэдс, когда необходим прямой контакт, используются термопары открытого типа "к" с минимальным термическим сопротивлением между чувствительным элементом и объектом. Испытания хромель-алюмелевых термопар с открытыми рабочими спаями и сваренными с чехлом, проведенные при температуре плавления цинка показали, что изменения термоэдс, связанные с энерговыделением в материале защитного чехла в области горячего спая, лежат в пределах погрешности измерительного прибора и не превышают 0,5 К [103].

Погрешность термопары, вызванная воздействием ионизирующего излучения, связана со следующими причинами:

- с локальным γ -разогревом рабочих спаев;
- со структурными изменениями в материалах термоэлектродов;
- с появлением наведенных токов в термопарных цепях.

Действие γ -разогрева на чувствительный элемент обуславливает появление погрешности, которая зависит от интенсивности нейтронного потока и мощности γ -излучения. На рис. 5.2 приведены данные зависимости для хромель-алюмелевых и вольфрам-рениевых термопар [105].

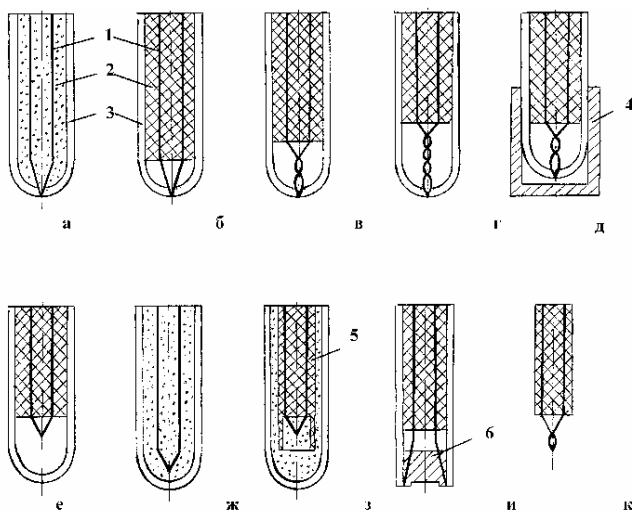


Рис. 5.1. Способы выполнения рабочих спаев термопар:

а, б, в и г – спай термопары сварен с чехлом; *в, г* – спай со скруткой двух и четырех витков соответственно; *д* – термопара установлена во втулку из ZrC; *е, ж* – термоэлектроды изолированы от чехла; *з* – термопара с двойной изоляцией; *и* – пробка с профилированными пазами; *к* – термопара открытого типа;

1 – термоэлектроды; *2* – изолятор; *3* – чехол; *4* – втулка; *5* – бусы Al_2O_3 ; *6* – пробка

Как видно из рисунка, при высоких значениях плотности нейтронного потока и мощности γ -излучения погрешности измерения температуры для ХА и ВР-термопар имеют разные знаки и составляют 15 и 25 К соответственно.

В экспериментах по определению переходных изменений термоэдс градуировка термопар, как правило, производится непосредственно в момент облучения при температуре интенсивного отжига образующихся радиационных дефектов (флюенс $10^{17} - 10^{18} \text{ см}^{-2}$). Количество образующихся при этом дефектов кристаллической структуры термоэлектродов незначительно (атомное содержание менее 0,01%) и не может служить источником переходных изменений термоэдс.

Однако при флюенсе $10^{19} - 10^{20} \text{ см}^{-2}$ погрешность может достигать нескольких процентов (табл. 5.1), а при измерении темпера-

туры на поверхности делящихся материалов она еще более возрастает [101].

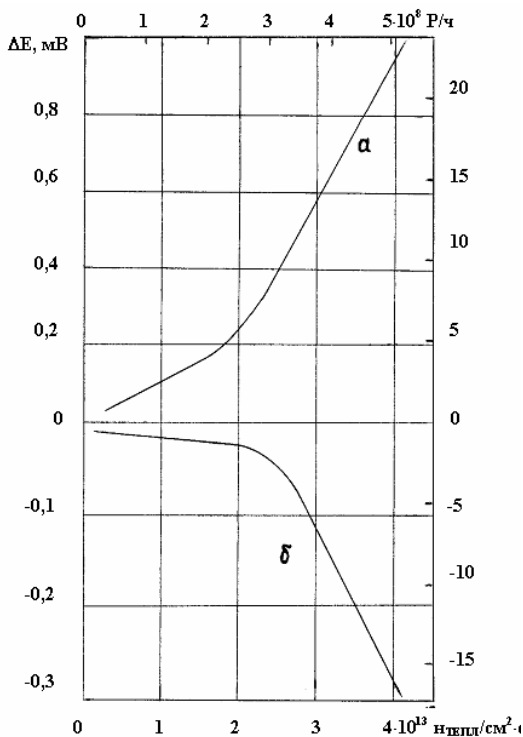


Рис.5.2. Экспериментальные зависимости изменения термоэдс хромель-алюмелевого (*а*) и вольфрам-рениевого сплавов (*б*) от интенсивности нейтронного потока и гамма-излучения [105]

Источником переходных изменений термоэдс являются также наведенные токи в термопарных цепях [106], появляющиеся вследствие образования свободных зарядов на электродах и измерительных линиях. Наведенный ток не зависит от времени облучения и пропорционален мощности γ -излучения (рис 5.3). Для хромель-алюмелевых термопар с изолированным рабочим спаем наведенная э.д.с может достигать значения 50 мкВ.

Таблица 5.1

Влияние тепловых и быстрых нейтронов на погрешность измерения температуры ХА - и ВР - термопарами

Термопара	Реактор	Реперный металл	Температура плавления, К	Флюенс тепловых (быстр.) нейтр., см ²	Погрешность			Ис-точ-ник
					мкВ	К	отн %	
Хромель-алюмель	СМ-2	Алюми-ний	933	$5 \cdot 10^{19}$	-250	-8	1	[105]
Вольфрам-рений ВР5/20	ИГР	Медь	1156	$5,2 \cdot 10^{17}$ ($6,3 \cdot 10^{16}$)	45	3	<1	[106]
				$1,4 \cdot 10^{18}$ ($1,3 \cdot 10^{17}$)	-90	-6	<1	[106]
				$1,6 \cdot 10^{18}$ ($1,9 \cdot 10^{17}$)	-16	-1	<1	[106]
				$2,1 \cdot 10^{18}$ ($2,5 \cdot 10^{18}$)	45	3	<1	[106]
				$5 \cdot 10^{19}$	320	25	3	[105]
	СМ-2	Алюми-ний	933	$5 \cdot 10^{19}$	320	25	3	[105]

Необходимо принимать во внимание также и изменение электроизоляционных свойств используемых алундовых изоляторов из-за их распухания и связанную с этим утечку тока из токозадающей цепи. Заметное увеличение объема $\Delta V/V$ наблюдается лишь при флюенсах порядка 10^{21} см^{-2} (рис. 5.4). Учитывая это, можно пренебречь распуханием электроизоляторов, если флюенс при исследованиях составляет $10^{18} - 10^{19} \text{ см}^{-2}$ [107].

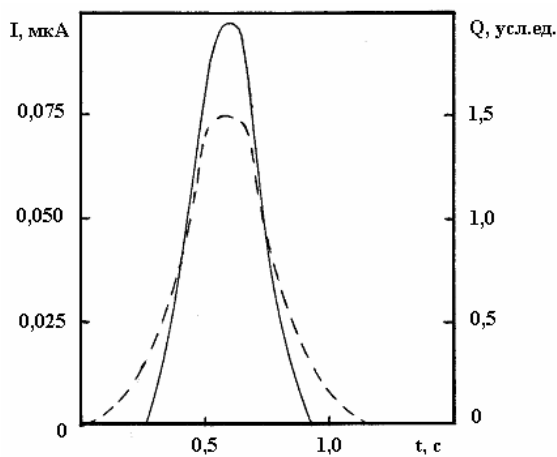
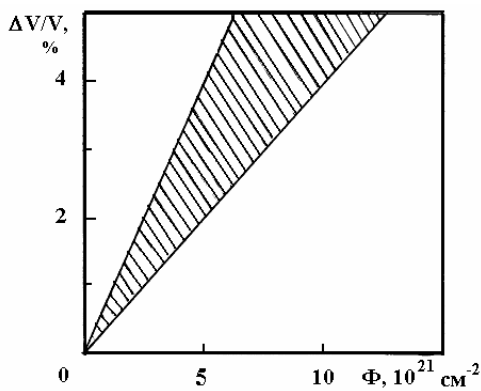


Рис.5.3. Наведенный ток в термопарном кабеле КТМС — 2х0,02 (ХА). Пунктирная кривая — профиль мощности реактора (Q) [106]



5.4. Зависимость распухания изделий из Al_2O_3 от флюенса быстрых нейтронов [107]

5.4. Экспериментальный комплекс для исследования поведения материалов под облучением

Изменения свойств материалов, вызванные воздействием излучения реактора могут быть разделены на две группы [108]:

- мгновенно исчезающие после прекращения воздействия излучений;
- сохраняющиеся после воздействия излучения.

В качестве примера на рис. 5.5 приведена зависимость проводимости электрофарфора от дозы облучения, полученная на одном и том же образце во время и после прекращения работы реактора СМ-2 [109]. Легко видеть, что послереакторные измерения дают не только заниженные значения проводимости, но и принципиально иную зависимость этой характеристики от дозы облучения. Именно поэтому более достоверными считаются результаты внутриреакторных исследований.

Повышение эффективности внутриреакторных исследований материалов связано с дальнейшим совершенствованием методического и экспериментального обеспечения, с увеличением срока службы облучательных устройств и увеличением объема полезной информации, получаемой в ходе эксперимента, а также с обеспечением безопасности проведения исследований [20].

Наиболее сложные задачи приходится решать при разработке активных устройств, в которых объединены измерительная система и система, обеспечивающая поддержание заданных условий эксперимента. При этом особое внимание уделяется повышению надежности вакуумных уплотнений и гермовводов, увеличению срока службы системы нагрева, а также усовершенствованию конструкции перегрузочных устройств. Эксплуатация экспериментального комплекса ПОИСК (гл.2) при высокотемпературных испытаниях реакторных материалов в течение длительного времени показала ее высокую надежность.

В основе методики измерения электрофизических параметров лежит компенсационный принцип. Комплекс обеспечивает условия проведения экспериментов, главными из которых являются высокая температура испытаний (до 2000 К) и нагрузка (до 1000 Н) при воздействии нейтронного потока (флюенс до 10^{24} м⁻²), для изучения размерной нестабильности материалов.

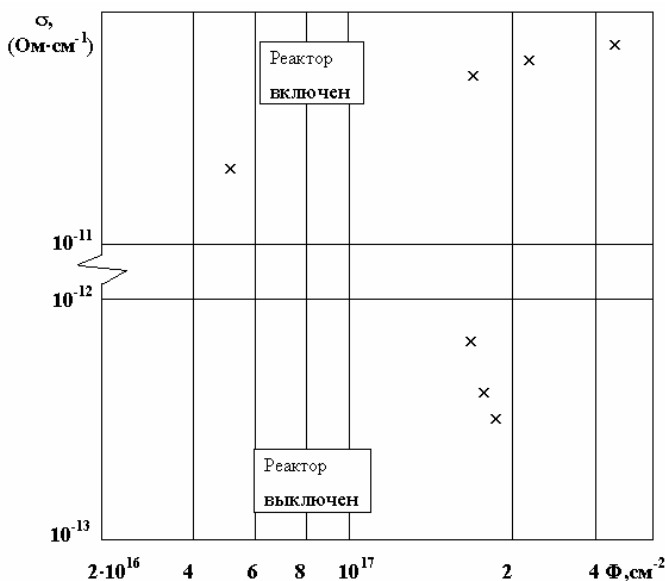


Рис.5.5. Зависимость проводимости электрофарфора от дозы облучения [109]

С последней связаны определенные трудности метрологического и методического характера ввиду того, что форма образца, размеры которого малы, в ходе эксперимента заметно изменяется. В работах [110,111] при исследовании напряженно-деформированного состояния стеклопластика термоэлектрическим методом производилось непосредственное измерение температуры поверхности образца, а в работе [112] для этой цели использовались две последовательно соединенные термопары. Использование дифференциальной схемы измерений, в которой измерительные электроды и образец представляют собой дифференциальную термопару [1], позволяет, во-первых, повысить точность измерений, во-вторых, производить оценку значений внутренних напряжений в объеме образца [113,114].

Для использования электрофизического метода в задаче, связанной с исследованием сопротивления радиационному формоизменению карбонитридного ядерного топлива, используются измерительные устройства, показанные на рис. 5.6 - 5.8.

Корпус измерительного устройства, предназначенного для работы при температурах 450 – 600 К представляет собой полый алюминиевый пенал 1 (рис.5.6), закрывающийся с обеих сторон крышками 2, внутри которого находится цилиндрический образец 3. Образец устанавливается вертикально на основании 4, являющимся нижним токоподводящим электродом. Основание изолируется от корпуса устройства текстолитовой втулкой 5. К боковой поверхности образца с двух сторон прикрепляются потенциометрические зонды. Ими служат четыре хромель-алюмелевых термопары 6, запрессованные попарно в разрезную текстолитовую втулку 7. Токосвод осуществляется через верхнее и нижнее основания (верхний электрод – шток 8). Сверху с помощью пружины 9 образец поджимается штоком 8 для создания устойчивого положения в устройстве. Концы термопар выведены наружу через крышку 10.

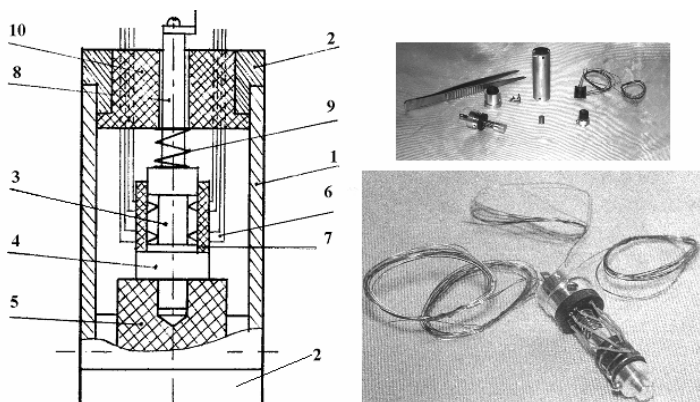


Рис.5.6. Устройство для внутриреакторного измерения электрофизических характеристик материалов при температурах 450–600 К

На рис. 5.7 представлен эскиз внутриканального устройства для измерения электросопротивления и термоэдс в условиях облучения при температурах до 2000 К. Исследуемый образец 1 в виде стержня прямоугольного или круглого сечения вставляется концами в отверстия цилиндрических головок винтов 2, которые фиксируют образец в вертикальном положении и одновременно служат токоподводами. Винты притягиваются гайками 3 к керамическому дис-

ку 4, изготовленному методом холодного прессования порошка Al_2O_3 с последующим спеканием при температуре около $0,6 T_{\text{пл}}$. Размеры пресс-формы выбираются с расчетом усадки порошка, происходящей при спекании, на заданный технологический размер. Диски с помощью гаек 5 крепятся на центрирующем стержне 6, который ввинчивается в пробку 7.

Токоподводящие провода 8 и измерительные термопары 9, укрепленные к боковой поверхности образца, проходят через отверстия в дисках и через пробку выводятся наружу из зоны нагрева. Все детали металлического крепежа изготавливаются из молибдена, пробка 7 – из сплава Д16Т. Для контроля показаний измерительной системы под облучением при исследовании очередного образца используется образец-свидетель 10 с известной дозовой зависимостью электрического сопротивления. Размещение в устройстве образца-свидетеля аналогично приведенному.

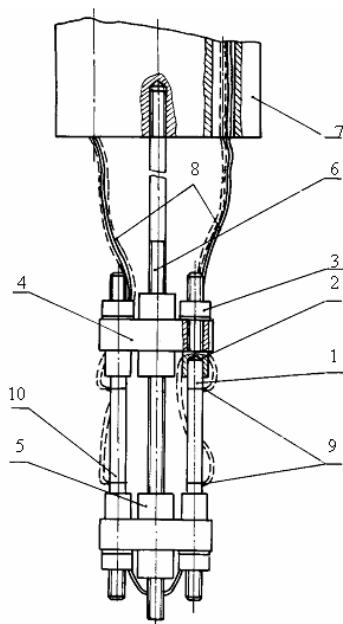


Рис.5.7. Экспериментальное устройство для измерения электрофизических характеристик материалов при температурах до 2000 К

Использование *перегрузочных приспособлений* значительно повышает эксплуатационную эффективность облучательных устройств. Они существенно снижают стоимость экспериментов и уп-

рощают исследования, а также позволяют проводить различные серии испытаний на одном устройстве, что повышает сопоставимость и достоверность результатов измерений. При этом эффективность исследований может быть существенно увеличена, если конструкция перегрузочных приспособлений предусматривает возможность проведения комплексных измерений, например, ползучести, электросопротивления и термоэдс, акустической эмиссии, выхода газообразных продуктов деления и др.[20].

На рис. 5.8 представлена схема усовершенствованного перегрузочного приспособления, предназначенного для проведения исследований механических и электрофизических характеристик материалов. Исследуемый образец 1 устанавливают между вкладышами 2 и 3 рабочего участка 4, соединенными гильзой 5. Деформация образца измеряется первичным преобразователем 7 при помощи штока 6. Приспособление перемещают в загрузочных трубах на гибкой подвеске 8 и фиксируют в верхнем фланце облучательной камеры путем поворота в фигурном замке 9 дистанционирующими штангами. Измерение электрических характеристик производится относительно одноименных ветвей термопар 10. Токоподводящие электроды (на рисунке не показаны) присоединяются к пуансонам 11 и 12. Данное устройство показало высокоэффективную и надежную работу при температурах до 2100 К, нагрузках до 2000 Н, при длительности одного эксперимента до 400 ч в потоке тепловых нейтронов с плотностью $10^{13} \text{ с}^{-1} \cdot \text{см}^{-2}$.

5.5. Исследование кинетики накопления точечных дефектов под облучением

Большинство материалов, используемых в ядерной энергетике, обладают физическими свойствами металлов или свойствами близкими к металлам. Из металлов и сплавов изготовлены основные конструкции узлов и деталей ядерных реакторов, оболочки твэлов и тепловыделяющих сборок. Электрические свойства карбонитридов урана при нормальных условиях близки к таковым для некоторых сплавов.

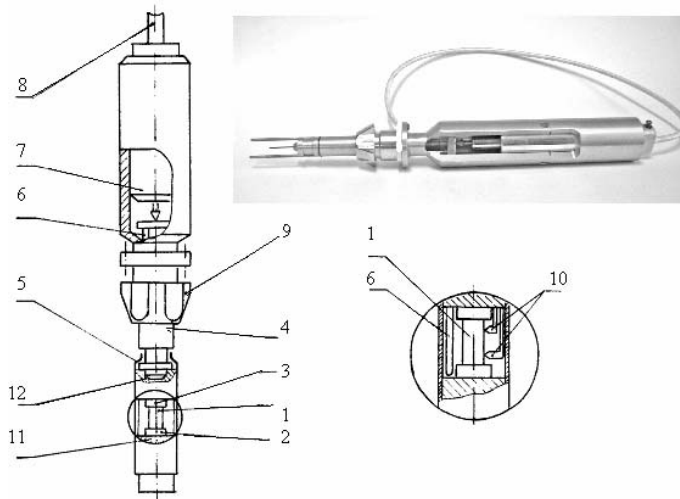


Рис. 5.8. Устройство для проведения внутриреакторных исследований механических и электрофизических свойств материалов

В процессе эксплуатации ядерной энергетической установки под облучением изменяются физико-механические свойства материалов: наблюдается их формоизменение (распухание, ползучесть), выход газообразных продуктов деления и другие нежелательные явления. Правильное понимание и описание макроскопических явлений, основанных на образовании элементарных дефектов структуры и их последующего объединения и перераспределения за счет диффузии, требует знаний о свойствах этих дефектов [115,116]. Очевидно, такие исследования должны проводиться на металлах, имеющих сравнительно простую кристаллическую решетку с тщательно изученными свойствами (например, на меди).

На рис. 5.9 показаны результаты изменения удельного электрического сопротивления в зависимости от флюенса для различных материалов. При комнатной температуре для меди ρ составляет 1,7 мкОм·см, для карбида тантала 22 мкОм·см и карбида титана 61 мкОм·см [117]. Можно видеть насколько различно влияние видов облучения (осколков деления – кривые 1 и 2, и быстрых нейтронов – кривая 4). Облучение карбонитрида урана $UC_{0.7}N_{0.3}$ осколками деления с более высокой интенсивностью, чем меди, дает

меньший прирост электросопротивления, что связано с более высокой температурой облучения карбонитрида, при которой интенсифицируются процессы рекомбинации точечных дефектов.

Уменьшение плотности делений с $1,3 \cdot 10^{13}$ до $2,2 \cdot 10^{12} \text{ см}^{-2} \cdot \text{с}^{-1}$ и увеличение пористости с 7 до 15% (поры являются эффективным стоком для дефектов) приводит к уменьшению повреждаемости $\text{UC}_{0,06}\text{N}_{0,93}$. Относительная погрешность измерения ρ во всех случаях не превышала 2 %. Рассмотрим в отдельности влияние быстрых нейтронов и осколков деления на процессы дефектообразования.

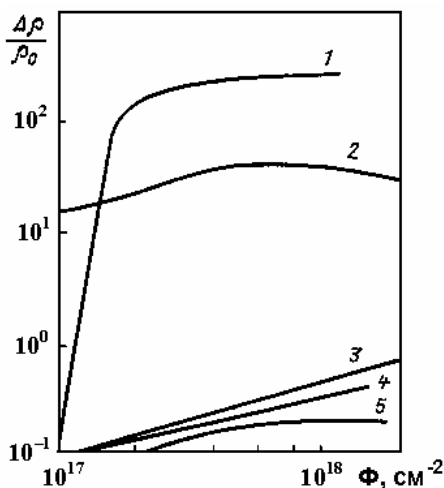


Рис. 5.9. Зависимость относительного изменения удельного электросопротивления $\Delta\rho/\rho_0$ от флюенса тепловых нейтронов:

1 – $\text{Cu} + 0,1\% \text{U}^{235}$, $T_{\text{обл}} = 7 \text{ К}$ [124]; 2 – $\text{UC}_{0,7}\text{N}_{0,3} + 4,8\% \text{U}^{235}$, $T_{\text{обл}} = 510 \text{ К}$ [101]; 3 – $\text{TaC}_{0,99}$, $T_{\text{обл}} = 40 \text{ К}$; 4 – $\text{TiC}_{0,97}$, $T_{\text{обл}} = 21 \text{ К}$ (облучены нейтронами с энергией $E_n > 1 \text{ МэВ}$ [118]; 5 – $\text{UC}_{0,06}\text{N}_{0,93}$, $T_{\text{обл}} = 400 \text{ К}$

Облучение быстрыми нейтронами ($E_n > 1 \text{ МэВ}$). При низких температурах, когда подвижность точечных дефектов, практически, отсутствует, на начальной стадии облучения образуются изолированные друг от друга дефекты типа пар Френкеля, которые дают аддитивный вклад в изменение удельного электросопротивления $\Delta\rho$. Для малых содержаний c , когда можно применять законы разбавленных растворов, справедливо выражение, определяющее результат упругих столкновений нейтронов с атомами кристаллической решетки:

$$c = \sigma_d(E_n, E_d) \cdot \Phi(E_n), \quad (5.1)$$

где $\sigma_d(E_n, E_d)$ – сечение смещения атома решетки нейтронами с энергией E_n , см²; E_d – пороговая энергия смещения атома, эВ; $\Phi(E_n)$ – флюенс нейтронов, см⁻².

Если прирост $\Delta\rho$ за счет концентрации дефектов в 1 ат.% есть ρ_F , то полное изменение электросопротивления $\Delta\rho$ в результате облучения материала флюенсом нейтронов $\Phi(E_n)$ до концентрации c можно представить в виде:

$$\Delta\rho = \rho_F \cdot c = \rho_F \cdot \sigma_d(E_n, E_d) \cdot \Phi(E_n). \quad (5.2)$$

Кристаллическая решетка фаз внедрения, например, таких соединений, как TaC или TiC, представляет собой встроенные друг в друга подрешетки металла и металлоида. При облучении возникают дефекты (пары Френкеля) в обеих подрешетках, которые дают каждый свой вклад в $\Delta\rho$ [118]:

$$\Delta\rho = [\sigma_d^M \cdot \rho_F^M + \sigma_d^C \cdot \rho_F^C] \cdot \Phi(E_n), \quad (5.3)$$

где индекс “М” относится к атомам металла, а “С” – к атомам углерода.

Для карбида тантала $\text{TaC}_{0.99}$ ρ_F^{Ta} равно 1-10 мкОм·см и $\rho_F^{\text{C}} = 6$ мкОм·см; $\sigma_d^{\text{Ta}} = 2,84 \cdot 10^{-21}$ см², $\sigma_d^{\text{C}} = 4,6 \cdot 10^{-21}$ см²; для карбида титана $\text{TiC}_{0.97}$ $\rho_F^{\text{Ti}} = 100-500$ и $\rho_F^{\text{C}} = 24$ мкОм·см на 1 ат.% дефектов, $\sigma_d^{\text{Ti}} = 1,31 \cdot 10^{-21}$ и $\sigma_d^{\text{C}} = 8,7 \cdot 10^{-21}$ см². Сечения смещения приведены для энергии нейтронов 1 МэВ.

Оценка содержания точечных дефектов по (5.3) для карбидов тантала и титана, облученных при низких температурах до флюенса $2 \cdot 10^{18}$ см⁻², дает значения 0,001 и 0,01 соответственно. Следовательно, содержание структурных вакансий в подрешетке углерода (0,01 и 0,03) намного выше рассчитанных.

Пострадиационные отжиги карбида титана показывают в спектре восстановления удельного электросопротивления один пик при температуре 270 К, связанный с миграцией междоузельных атомов титана. Для карбида тантала обнаружены два пика: первый при температуре 100 К относят к миграции атомов углерода, второй – при более высокой температуре – к миграции междоузельных атомов тантала.

Электросопротивление $\text{TiC}_{0.94}$ (рис.5.10) начинает активно изменяться только при флюенсах выше 10^{19} см^{-2} , что свидетельствует о возможности протекания процессов рекомбинации образующихся дефектов со структурными вакансиями углерода. Увеличение электросопротивления происходит по мере заполнения дефектами свободных мест в подрешетке металлоида. Наблюдается также значительное уменьшение электросопротивления карбида титана в зависимости от степени отклонения от стехиометрии.

В общем случае облучение быстрыми нейтронами металлов и карбидов переходных металлов при низких температурах приводит к образованию изолированных пар Френкеля, а также малых скоплений диаметром нескольких десятков ангстрем [119]. Их содержание при данных условиях есть линейная функция флюенса. О скорости накопления дефектов можно судить по относительному изменению удельного электросопротивления, которое также линейно зависит от флюенса. Оценка малых содержаний дефектов производится по формулам (5.1)–(5.3).

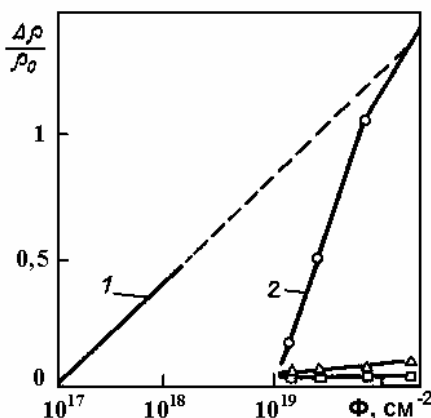


Рис.5.10. Зависимость относительного изменения удельного электросопротивления $\Delta\rho/\rho_0$ карбидов титана от флюенса быстрых нейтронов при температуре облучения 21 К [118] и 320 К [142].

- 1— $\text{TiC}_{0.97}$, $T=21 \text{ К}$;
- 2— $\text{TiC}_{0.94}$, $T=320 \text{ К}$;
- Δ — $\text{TiC}_{0.83}$;
- $\square$ — $\text{TiC}_{0.64}$

Облучение осколками деления. Рассмотрим процесс облучения материалов осколками деления урана-235 в реакторах на тепловых нейтронах. В результате упругого соударения нейтрона с энергией $E_n = 2 \text{ МэВ}$ с атомом урана последнему передается кинетическая энергия около 17 кэВ, что, в свою очередь, приводит к образова-

нию нескольких сотен смещенных атомов в узлах кристаллической решетки. Осколки деления, кинетическая энергия которых составляет около 70 и 100 МэВ соответственно, создают в решетке $10^4 - 10^5$ смещенных атомов на каждый акт деления. Энергия, передаваемая осколками атомам кристаллической решетки в конце трека, определяется законом взаимодействующих масс (рис.5.11). Для тяжелых осколков (ТО) в монокарбиде и диоксиде урана энергия равна 4 – 4,5 МэВ, а для легких – 2,3 – 2,7 МэВ. Высокое количество образующихся первичных дефектов при плотности делений $10^{12} - 10^{13} \text{ см}^{-3} \cdot \text{с}^{-1}$ приводит за достаточно короткий промежуток времени к накоплению высоких концентраций. Линейное изменение $\Delta\rho$, наблюдаемое на начальном участке облучения быстрыми нейтронами, сменяется выходом на насыщение (см.рис.5.9, кривые 1,2 и 5 при флюенсе $6 \cdot 10^{17} \text{ см}^{-2}$). С выходом на насыщение производная относительного изменения электросопротивления по флюенсу $d(\Delta\rho/\rho_0)/d\Phi$, характеризующая скорость результирующей повреждаемости структуры, начинает быстро уменьшаться (рис.5.12). При этом с понижением температуры отношение $\Delta\rho/\rho_0$ при насыщении характеризуется большими значениями.

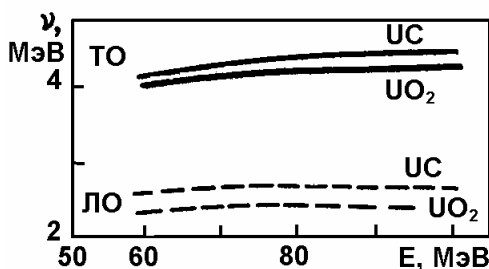


Рис.5.11. Энергия ν , переданная решетке тяжелым (ТО) и легким (ЛО) осколками деления в UC и UO₂ как функция первоначальной энергии осколков E [115]

Для меди уменьшение скорости результирующей повреждаемости связано с образованием кластерных скоплений как междоузельного, так и вакансионного типов, влияние которых сказывается на изменении электросопротивления и параметра решетки.

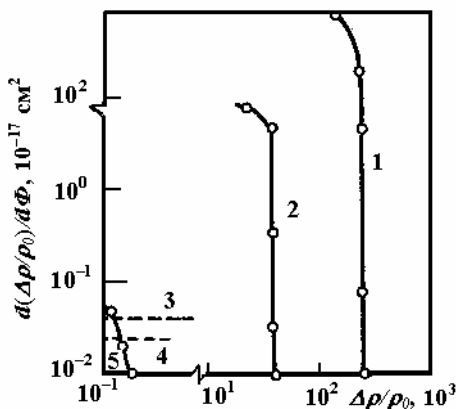


Рис.5.12 Зависимость скорости повреждаемости структуры

материала $\frac{d(\rho / \rho_0)}{d\Phi}$ от относительного изменения удельного электросопротивления $\Delta\rho/\rho_0$. Обозначения те же, что и на рис. 5.9

Расчеты показывают [120], что кластеры в меди, содержащие более шести вакансий, должны разрушаться с образованием дислокационных петель. Конденсация вакансий в петли в значительной степени уменьшает суммарный вклад дефектов в электросопротивление.

Насыщение, наблюдаемое при облучении карбидов урана [121], означает, что в объеме образца в единицу времени возникает столько же дефектов, сколько их и исчезает. Тогда в соответствии с моделью теплового пика, изменение числа дефектов $dN(t)$ за время dt в единичном объеме можно записать в виде:

$$\frac{dN(t)}{dt} = n_f \cdot \kappa - n_f V_f N(t), \quad (5.4)$$

где $N(t)$ – число дефектов в момент времени t в единичном объеме, см^{-3} ; n_f – плотность делений, $\text{дел}/(\text{см}^3 \cdot \text{с})$; κ – число дефектов, образующихся в результате одного деления; V_f – активационный объем деления ($\sim 7 \cdot 10^{-17} \text{ см}^3$ для UC и $2 \cdot 10^{-17} \text{ см}^3$ для UO_2 [122]).

Решение уравнения (5.4) дает экспоненциальную зависимость для $N(t)$:

$$N(t) = N_0 \cdot [1 - \exp(-n_f V_f t)], \quad (5.5)$$

$N_0 = \kappa/V_f$ есть концентрация дефектов при насыщении и для UC имеет значение $14 \cdot 10^{20} \text{ ат}/\text{см}^3$.

Решение (5.5) описывает кинетику накопления дефектов одного типа и не может в точности описать кривые изменения электросопротивления и периода решетки. Результаты электронной микроскопии [115,123] подтверждают образование малых скоплений (размером около 20 нм) в UO_2 при температуре 350 К выше дозы $4,3 \cdot 10^{15}$ дел/см³. Эти скопления растут и трансформируются в дислокационные петли междоузельного типа. Начиная с выгорания 10^{18} дел/см³, скопления объединяются и образуют плотную сетку дислокаций, распространяясь на обширные области порядка 1 мкм.

Наблюдаемое насыщение $\Delta\rho/\rho_0$ облученных карбонитридов урана (кривые 2 и 5, рис. 5.1) есть результат установления равновесия процессов образования дефектов и их объединения в результате диффузии.

Результаты *пострадиационных отжигов* медных образцов [124] обнаруживают три стадии восстановления электросопротивления:

- низкотемпературная стадия (до 60 К) сопровождается 20 %- ным возвратом;
- стадия средних температур (170 К) характеризуется 80%-ным возвратом. В этом случае рентгеноструктурный анализ показывает образование кластеров междоузельного типа. Полное восстановление структурных нарушений в меди происходит при температуре около 600 К.

Три стадии восстановления электросопротивления и периода решетки характерны также и для облученных карбидов урана [121]. Температура полного восстановления – выше 1300 К, а энергия активации процессов миграции дефектов изменяется в пределах 0,4 – 1,9 эВ/атом [115].

Таким образом, при низкотемпературном облучении металлических материалов осколками деления число дефектов является линейной функцией флюенса только при малых дозах облучения – $10^{15} - 10^{16}$ дел/см³. При температурах облучения выше 300 К, когда образующиеся дефекты достаточно подвижны, линейный участок электросопротивления наблюдается в узкой области значений флюенсов. Дальнейшее облучение приводит к насыщению. Оценка концентрации насыщения N_0 в $\text{UC}_{0,06}\text{N}_{0,93}$ дает значение

$$N_0 = N \cdot (\Delta\rho/\rho_0) = 0,7 \cdot 10^{20} \text{ ат/см}^3, \quad (5.6)$$

где N – число молекул в 1 см^3 ; ρ_F – прирост удельного сопротивления (около $148 \text{ мкОм}\cdot\text{см}$ в УС [125]), вносимого содержанием дефектов в 1 ат. %.

5.6. Внутриреакторные исследования ядерного топлива с помощью электрофизического метода

Исследования радиационной стойкости ядерного топлива требуют разработки специального оборудования и методического обеспечения экспериментов на высоком научно-техническом уровне. Рассмотрим результаты исследования радиационной стойкости карбонитридов и циркониевых карбонитридов урана (U,Zr) ($\text{C}_{0,28}\text{N}_{0,66}\text{O}_{0,06}$) и (U,Zr)($\text{C}_{0,46}\text{N}_{0,48}\text{O}_{0,06}$) с добавками циркония около 20 ат. % под облучением до выгорания 0,14 % тяжелых атомов (рис.5.13). Образцы с различным размером зерна (8-15 мкм) и пористости (8-11 %) были приготовлены методами порошковой металлургии. Деформирование цилиндрических образцов высотой 10-13 мм и диаметром 5-7 мм проводили сжатием до $\varepsilon \sim 0,3$ по разработанной методике (п.5.1).

Осуществляя в разных циклах изотермическую выдержку образца при различных нагрузках и длительностях испытаний, можно добиться изменений электрофизических характеристик в достаточно широких пределах.

Длительное ступенчатое повышение температуры на 100-150 К со скоростью нагрева $50 \text{ К}\cdot\text{с}^{-1}$, от температуры саморазогрева до 750 К в течение 30 ч, при постоянной нагрузке ($\sigma = 5 \text{ МПа}$) приводит к заметному формоизменению, при котором значение параметра контроля может возрасти до 3% и более. Еще большее изменение (до 30%) наблюдается при температуре испытаний около 2100 К при флюенсе $8,4 \cdot 10^{21} \text{ м}^{-2}$ после 4-часового отжига при температуре $\sim 0,3 T_{\text{пл}}$.

Проведенные исследования позволили выявить закономерность экстремальных изменений термоэДС, предшествующих деформации высокой степени. Накопление пластической деформации приводит к росту внутренних напряжений до определенного критического значения, выше которого происходит их релаксация, сопровождаемая скачками термоэДС спонтанного характера до зна-

чений, превышающих 10^3 мкВ. Другой экспериментально установленный факт заключается в том, что термоэдс, соответствующая заданному значению деформации, для уран-циркониевых карбонитридов по абсолютной величине в 1,5-2 раза выше, чем термоэдс карбонитридов урана, не легированных цирконием.

Чтобы выявить влияние реакторного излучения на механические свойства исследуемого топлива необходимы данные для вне- и внутриреакторных испытаний. Для этого образцы обогащенного уран-циркониевого карбонитрида ($U_{0.91}Zr_{0.19}$)($C_{0.28}N_{0.66}O_{0.06}$), взятые из одной партии, были продеформированы по единой программе испытаний.

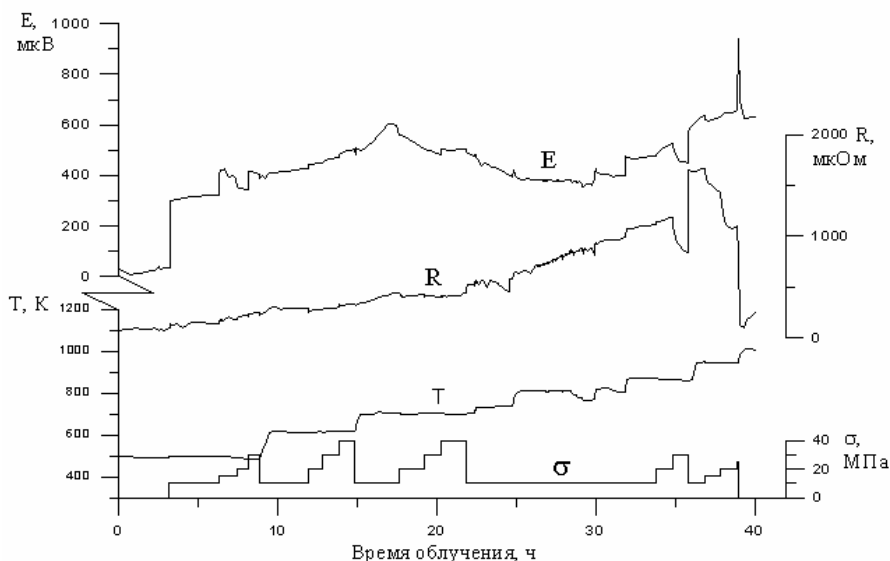


Рис.5.13. Изменение электрофизических характеристик уран-циркониевого карбонитрида ($U_{0,81}Zr_{0,19}$)($C_{0,28}N_{0,66}O_{0,06}$) во внутриреакторных условиях:

E – термоэдс, R – электросопротивление, T –температура, σ – напряжение

Было установлено, что без облучения величина внутренних напряжений при постоянной нагрузке пропорциональна температуре (рис.5.14). Рассчитанные значения внутреннего напряжения, основанные на методике, описанной в работе [126], при температуре 700 К под облучением (после первых 20 ч) примерно в пять

раз превышают соответствующее значение без облучения. При заданных значениях температуры и нагрузки величина внутренних напряжений под облучением может изменяться в десятки раз. Увеличение циклов температурно-силовой обработки приводит к росту внутренних напряжений до критического значения, после которого с большой вероятностью прогнозируется деформация высокой степени.

Сравнивая зависимости внутреннего напряжения как функции приложенного напряжения, при низких температурах, приходим к выводу, что и в этом случае под облучением внутренние напряжения имеют более высокие значения (рис.5.15).

Использование ЭМНК (в данном случае термоэлектрического метода) позволяет получать информацию о состоянии сердечника внутри реактора.

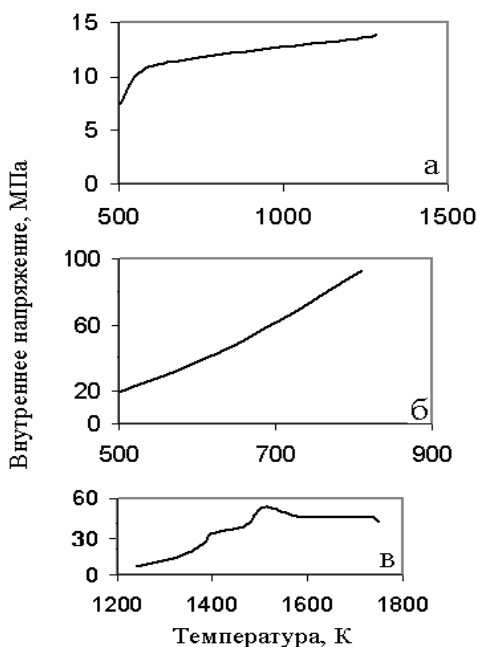


Рис.5.14. Изменение внутреннего напряжения карбонитридов урана в зависимости от температуры испытаний:

a – $(U_{0.81}Zr_{0.19})(C_{0.28}N_{0.66}O_{0.06})$, $\sigma = 10$ МПа, без облучения;

б – $(U_{0.81}Zr_{0.19})(C_{0.28}N_{0.66}O_{0.06})$, $\sigma = 10$ МПа, первые 20 ч облучения;

в – $UC_{0.47}N_{0.50}O_{0.03}$, $\sigma = 5$ МПа, 200 ч облучения

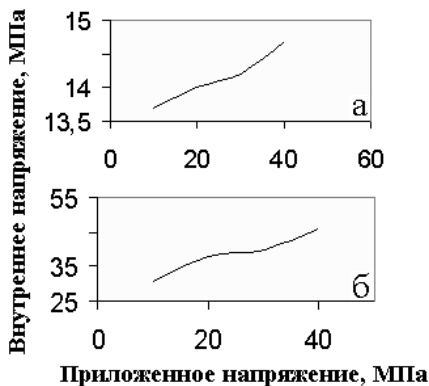


Рис.5.15. Изменение внутреннего напряжения карбонитридов урана в зависимости от приложенного напряжения:

a – $(U_{0.81}Zr_{0.19})(C_{0.28}N_{0.66}O_{0.06})$,
 $T=720$ К, без облучения;

б – $(U_{0.81}Zr_{0.19})(C_{0.28}N_{0.66}O_{0.06})$,
 $T=620$ К, первые 15 ч облучения

5.7. Исследование поведения точечных дефектов в реакторных материалах

Фундаментальные свойства точечных дефектов – энергии образования и миграции – играют первостепенную роль в понимании физики процессов радиационного повреждения твердых тел. В ядерных материалах на ранних стадиях облучения преобладающими являются простые дефекты типа вакансий и междоузельных атомов (дефекты Френкеля), которые конденсируются в кластеры и дислокационные петли при более высоких дозах.

Мацке и Мацуи [131] получили значения для энергетических параметров точечных дефектов, проведя серию экспериментов по закалке в интервале температур 950-1640°C. Образец изохронно отжигался при заданной температуре, а затем опускался в медный порошок, охлаждаемый жидким азотом. Для УС обнаружены две стадии восстановления удельного электросопротивления при 200°C и 700°C, которые связаны с отжигом изолированных углеродных вакансий и вакансий атомов урана соответственно. Энергии образования дефектов рассчитаны из диаграммы Аррениуса, а энергии миграции – по скоростям изменения удельного электросопротивления для двух экспериментальных изотерм.

Для нитрида урана, облученного дозой $1,5 \cdot 10^{23}$ дел/м³, обнаружены четыре стадии восстановления удельного электросопротив-

ления с температурами 290, 400, 570 и 730 °С [129]. Соответствующие значения энергии активации дефектов структуры равны 19, 29, 86 и 202 кДж/моль.

Сведения о радиационных эффектах для трех карбидов урана UC, UC₂ и U₂C₃, облученных до $3,3 \cdot 10^{24}$ дел/м³ приводятся в работе [121].

Проведение пострadiaционных отжигов слабодеформированных (деформация ~ нескольких десятых процента) облученных уран-циркониевых карбонитридов (выгорание до 0,1%) в среде гелия показало, что электросопротивление и термоэдс практически полностью восстанавливаются при температурах (0,3-0,5)T_{пл} в течение 3-4 ч. При более высокой степени деформации (≥10 %) признаки восстановления термоэдс отсутствуют, а электросопротивление возрастает на один-два порядка.

В табл. 5.3 даны расчетные значения внутренних напряжений для различных режимов температурно-силовой обработки карбонитридов урана под облучением, а в табл. 5.4— энергии дефектов для стадий восстановления электрического сопротивления.

Связь между электрофизическими и механическими свойствами, о которой говорилось в п.4.8, подтверждается и для результатов внутриреакторных исследований.

Коэффициент корреляции между деформацией ε и термоэдс E (на рис.5.16 в выделенном квадрате) для карбонитрида урана под облучением равен ~ 0,8. Расчет произведен по 69 точкам.

Таблица 5.2

Расчетные значения внутренних напряжений при радиационной температурно-силовой обработке карбонитридов урана

Режим РТСО	Формула состава	Временной интервал (время) облучения, ч	Интервал температур, К	Приложенное напряжение, МПа		Относительная деформация, %		Внутреннее напряжение, МПа	
				Среднее	Текущее	Максим.	Текущая	Среднее	Текущее
Термоциклическое нагружение	$(U,Zr) C_{0,28} N_{0,66} O_{0,06}$	5-18	500-1800	0,1	–	0,1	–	3,8	–
Скачок по температуре	$U C_{0,87} N_{0,50} O_{0,03}$	(20)	450–700	–	4,0	–	0,1	–	5,7
Температурно-силовое циклирование	$(U,Zr) C_{0,28} N_{0,66} O_{0,06}$	0-40	500-1000	14	–	32	–	6,2	–
	–	Без облучения	500-1000	14	–	0,5	–	12	–
	$U C_{0,83} N_{0,53} O_{0,04}$	2-70	300-1300	20	–	1,5	–	7,2	–
Пострадиационный отжиг	$(U,Zr) C_{0,28} N_{0,66} O_{0,06}$	В течение 3-х часов после 120 ч облучения	550-1000	0,1	–	0,3	–	8,5	–
Силовое нагружение по прямоугол. профилю	$(U,Zr) C_{0,28} N_{0,66} O_{0,06}$	285-300	1650	27	–	15	–	11	–
Температурный нагрев	$U C_{0,87} N_{0,50} O_{0,03}$	170-210	1000-2200	5	–	–	0,2	19	–
Термоудар	$(U,Zr) C_{0,28} N_{0,66} O_{0,06}$	500	1800-400	5	–	20	–	–	86
	–	525	2000-500	5	–	20	–	–	257

Таблица 5.3

Энергия образования E_f и миграции E_m дефектов для двух стадий восстановления удельного электросопротивления в карбиде, нитриде и карбонитриде урана, кДж/моль

Соединение	Стадия 1			Стадия 2			Литература
	E_f	E_m	$E_f + E_m$	E_f	E_m	$E_f + E_m$	
UC	77±10	86±19	163	149±19	230±38	379	[121]
	96±10	139±29	235	163±29	211±38	374	[127,128]
	—	—	—	269	106	375	[129]
	—	96±10	—	—	182±10	—	[130]
UCN	106±29	116±19	222	173±29	317±48	490	[121]
UN	~125	—	—	~211	—	—	[121]

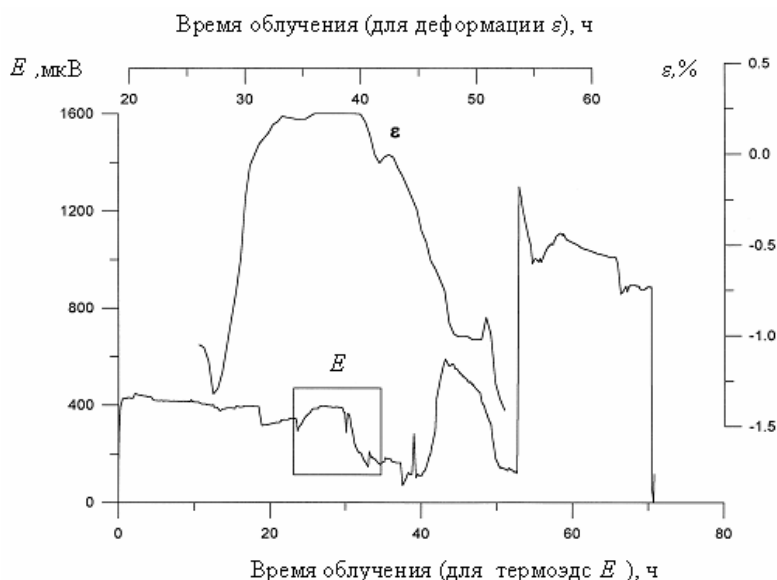


Рис.5.16. Корреляция между относительной деформацией ε и термоэдс E для карбонитрида урана $UC_{0,43}N_{0,53}O_{0,04}$ (доза 0,14% выгорания т.а.)

5.8. Вероятность образования второй фазы и оценка влияния продуктов деления на изменение электрофизических свойств ядерного топлива

Рассмотрим другой аспект проблемы внутриреакторных исследований карбонитридов урана. Причиной, приводящей к увеличению их электрического сопротивления, могут быть образующиеся карбидные и нитридные фазы.

В этой связи важно исследовать вероятность осаждения полуторного карбида U_2C_3 в основной матрице, появление которого, как известно, приводит к образованию микроскопических трещин [34,121].

В [34] последствия процесса термического осаждения U_2C_3 – фазы из смеси твердых растворов UC и UC_2 – исследовали по изменению электросопротивления (см. п. 3.1). Теоретически существует вероятность того, что избыток атомов углерода, образовавшийся в результате ядерной реакции деления атомов урана и разрыва связей “уран-углерод” при температурах выше $0,5 T_{пл}$, образует фазу полуторного карбида.

В соответствии с общей классификацией фазовых превращений в твердом состоянии различают два типа зародышеобразования [133]: гомогенное и гетерогенное зарождения. Под гомогенным зарождением понимают образование зародышей в результате флуктуаций случайных и локальных отклонений концентрации избыточного компонента или концентрации точечных дефектов (вакансий или междоузельных атомов), образование комплексов из этих дефектов или малых группировок атомов в координациях, совпадающих с координацией атомов в решетке стабильной фазы.

При гетерогенном зарождении происходит преимущественное образование зародышей в местах с дефектной структурой, которые из-за тех или иных особенностей новой фазы понижают работу образования зародыша и потому могут рассматриваться как потенциальные места зарождения: поверхность кристалла, границы зерен, границы двойников, границы антифазных доменов, дефекты упаковки и дислокации. Сюда же, по-видимому, следует отнести и приповерхностные слои делящегося материала в условиях интенсивного облучения. Опираясь на данные диаграммы состояния системы “уран-углерод” [134], рассмотрим поведение под облучением

стехиометрического монокарбида урана. Очевидно, в этом случае отношение $N/(N+C)$ равно нулю, где N и C – атомные концентрации азота и углерода соответственно. В начале эксперимента (эксперимент проводится в среде инертного газа при температуре саморазогрева) число атомов углерода и урана одинаково, по определению. При выгорании, предположим пяти процентов тяжелых атомов, количество атомов углерода в решетке останется примерно прежним, а количество атомов урана уменьшится. В результате отношение C/U станет равным около 1,05, т.е. $C/U > 1$ и вероятность образования полуторного карбида действительно существует [134]. Однако при низких значениях выгорания ($\ll 1$ ат.%) в карбонитридах урана, содержащих углеродную компоненту по количеству в полтора–два раза меньшую, чем в UC (отношение C/U значительно меньше единицы), образование полуторного карбида маловероятно. Проведя аналогичные рассуждения можно показать, что и нитридосодержащих фаз, существенно влияющих на электрофизические характеристики карбонитридов урана в рассматриваемом интервале доз, нет.

При оценке влияния продуктов деления (ПД) на исследуемые свойства необходима информация по химическому состоянию ПД в $UC_{1-x}N_x$, которая в литературе ограничена. В работе [135] прогнозируется поведение под облучением мультикомпонентной системы ПД в условиях термодинамического равновесия на основе расчетного метода. В качестве основных выбраны следующие компоненты:

- матричные фазы UC и U_2C_3 ;
- тройные соединения типа $UMoC_2$ и $URuC_2$;
- карбиды, образующиеся в результате реакций углерода с продуктами деления (BaC_2 , SrC_2 , Mo_2C и др.);
- интерметаллические соединения со структурой типа $MgCu_2$.

На рис. 5.17 приведены данные относительного содержания различных соединений и элементов, образующихся в одном грамме вещества ($U + ПД$) при выгорании 2 % т.а. и температуре 1500 К.

Как следует из приведенных данных, количественное содержание твердых ПД при низких дозах (менее 1 % т.а.) настолько мало, что не может оказывать существенного влияния на изменение

электрофизических характеристик топлива. Более того, большинство образующихся под облучением соединений (типа MoC_2 , ZrC , MoC , LnPt_2 и др.) представляют собой либо металлические фазы, либо соединения с низким удельным электрическим сопротивлением.

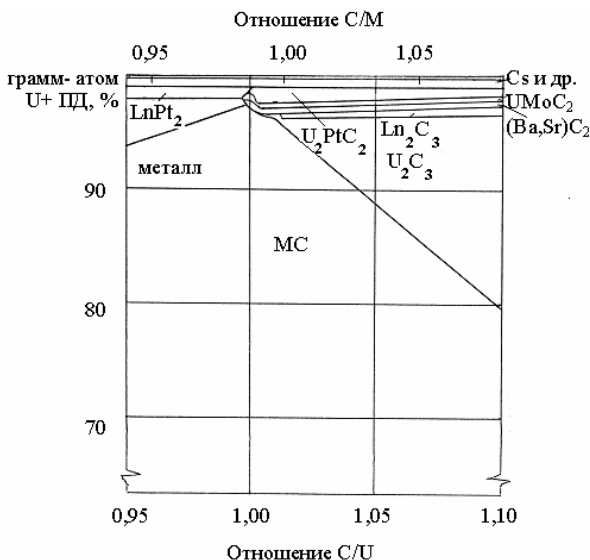


Рис.5.17. Влияние отношения C/U на образование твердых продуктов деления в монокарбиде урана при выгорании 2 % и температуре 1500 К [135]

5.9. Электро- и теплопроводность карбонитридного ядерного топлива

Результаты исследования карбонитридного ядерного топлива во внутриреакторных условиях указывают на неоднозначный характер изменения их характеристик в зависимости от дозы облучения. Увеличение численных значений на начальной стадии периода решетки [132], удельного сопротивления [101, 132], относительной деформации при сжатии [20,101], твердости по Кнупу [132]), после прохождения экстремума в интервале доз $10^{23} - 10^{24}$ дел/ м^3 сменяется их спадом с ростом дозы (рис.5.18).

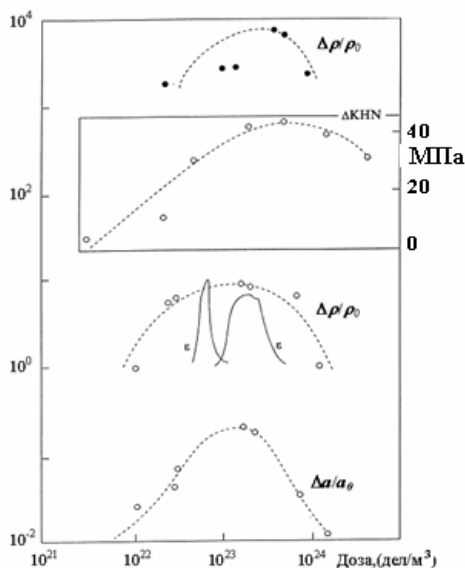


Рис.5.18. Изменение параметра решетки $\Delta a/a_0$, удельного электросопротивления $\Delta\rho/\rho_0$, относительной деформации сжатия ε и твердости по Кнупу ΔKHN для UN и $UC_{0.7}N_{0.3}$ в процессе (•, ε) и после облучения (○)

Поведение указанных свойств для материалов, имеющих кристаллическую структуру типа NaCl, связано с накоплением значительного количества вакансий в металлической подрешетке [132]. Оценка их концентрации при дозе, соответствующей экстремальным изменениям свойств, достигает атомного процента, после чего идет на убыль.

В этом случае исследование механизма электропроводности имеет фундаментальное значение, поскольку, как известно, электрическая проводимость материалов определяется строением электронной структуры. Электропроводность горячепрессованного нитрида урана UN плотностью 90 % от теоретической была исследована на комплексе ПОИСК [20,100] реактора ИРТ МИФИ в потоке тепловых нейтронов с плотностью делений $3 \cdot 10^{12}$ дел/см³·с.

За основу была взята модель *двухзонной полосы проводимости* нитрида урана и в качестве носителей заряда, наряду с электронами, рассматривались дырки [136,137]. Основанием для этого является экспериментально установленный факт перекрытия полос энергетических уровней электронов внешних оболочек атомов металла и металлоида. Переход от карбида к нитриду сопровождается

увеличением количества валентных электронов и уровень Ферми смещается из полностью или почти полностью заселенной $\{d(\text{Me}) + p(\text{C/N})\}$ – полосы в следующую малозаполненную полосу связи “металл-металл”. Тогда кинетические свойства будут определяться соотношением концентраций электронов и дырок [136].

По аналогии с карбидами $3d$ - и $4d$ - металлов полагаем, что полное число носителей заряда N_s в нитриде урана есть сумма числа электронов n_1 и дырок n_2 , образовавшихся вследствие изменения электронной плотности за счет перехода электронов с $7s$ -атомных орбиталей урана на $2p$ -орбитали азота и частично на $5f$ -орбитали урана [138]. Тогда, считая, что $7s$ – полоса намного шире узкой области перекрытия, можно определить N_s :

$$N_s = \frac{2n_s \cdot N_A}{M}, \quad (5.7)$$

где n_s – плотность $7s$ - электронов; N_A – число Авогадро; M – молярная масса химического соединения. Двойка в числителе учитывает электроны s -состояния с различной ориентацией спина.

Для системы с несколькими типами носителей справедливы следующие уравнения [139]:

$$A = \Sigma A_i, \quad (5.8)$$

$$\alpha \cdot A = \Sigma \alpha_i \cdot A_i, \quad (5.9)$$

$$R = \frac{\Sigma R_i \cdot \Lambda_i}{(\Sigma \Lambda_i)^2}, \quad (5.10)$$

$$R_i = 1/n_i \cdot e, \quad (5.11)$$

$$\alpha_i = k_B/e \cdot [(5/2 + q_i) - \varepsilon_{Fi}/k_B \cdot T], \quad (5.12)$$

$$u_i = \Lambda_i/n_i \cdot e, \quad (5.13)$$

где $i = 1$ и 2 – индекс для электронов и дырок соответственно; A – электропроводность; α – термоэдс; R – коэффициент Холла; n – число носителей в 1 см^3 ; e – заряд электрона; k_B – постоянная Больцмана; q – параметр рассеяния; T – температура; u – подвиж-

ность носителей; ε_{Fi} – энергия Ферми. Изменение концентрации носителей под облучением определяется выражением [140]:

$$n_i = \text{const} \cdot F_{1/2}(\mu^*) \cdot (T/T_0)^{3/2}, \quad (5.14)$$

где $F_{1/2}(\mu^*)$ – интеграл Ферми; $\mu^* = \varepsilon_{Fi}/k_B \cdot T$; T_0 – начальная температура.

Константа в (5.14) принимает значение $8,7 \cdot 10^{21}$ для электронов и $6,5 \cdot 10^{21}$ – для дырок. Временная зависимость $q_i(t)$, связанная с рассеянием носителей на точечных дефектах, задана априори.

Результаты расчета проводимости и термоэдс представлены на рис. 5.19 и 5.20, из которых видно, что высокие начальные значения Λ_2 подтверждают превалирующую роль дырочной проводимости в нитриде урана [141]. Вышесказанное справедливо и по отношению к другим твердым растворам системы “уран-углерод-азот”, поскольку они имеют близкие с нитридом урана электрофизические свойства.

Быстрое заполнение электронной полосы проводимости усиливается с ростом дозы и увеличением числа вакансий. Об этом можно судить по монотонному возрастанию Λ_1 (рис.5.19): освободившиеся электроны нарушенных валентных связей пополняют полосу проводимости. Одновременно с этим заметно увеличивается и количество дырок, причем отношение n_1/n_2 на протяжении всего эксперимента практически не меняется.

Таким образом, накопление вакансий в металлической подрешетке приводит к тому, что дырочная проводимость, уменьшаясь в начальный период, катастрофически быстро падает при дозах порядка 10^{24} дел/м³. Однако смены механизма проводимости, равно как и инверсии знака термоэдс, не наблюдается из-за высокой подвижности дырок – порядка 10^4 м²/В·с, что более чем на два порядка выше подвижности электронов.

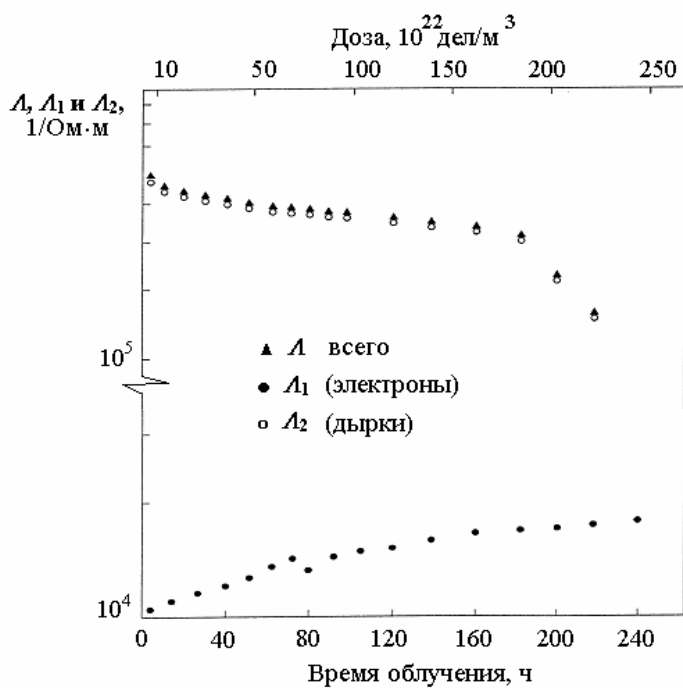


Рис.5.19. Изменение общей (A) и парциальной проводимости (A_1 и A_2) в зависимости от времени и дозы облучения нитрида урана

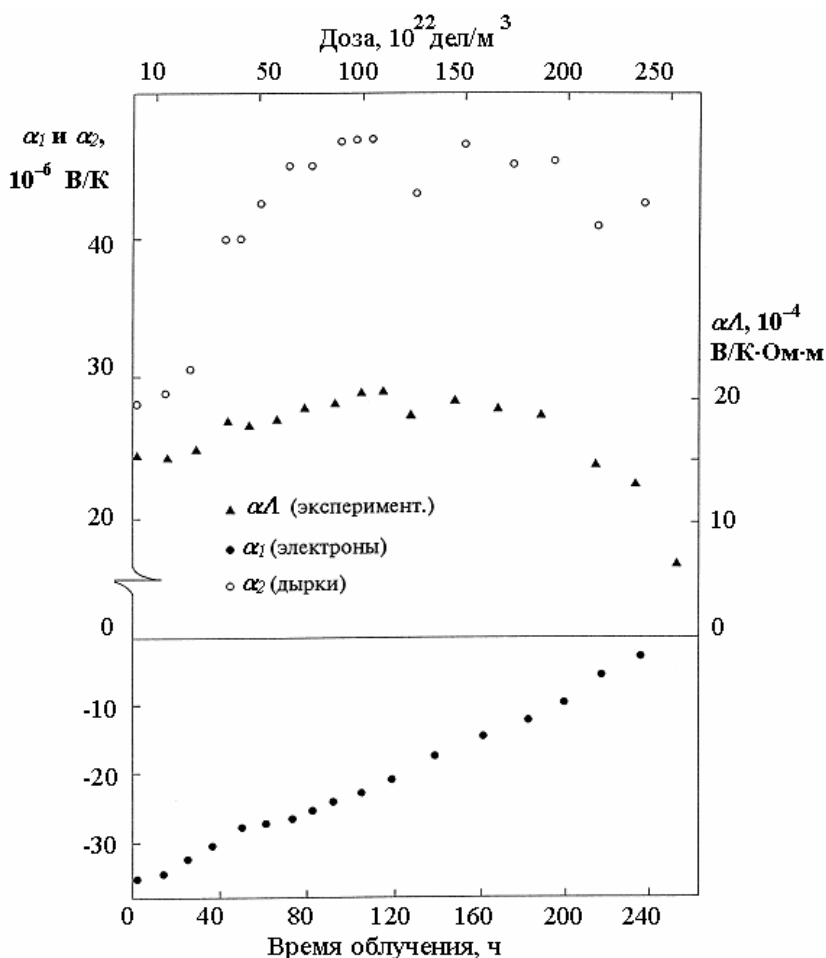


Рис.5.20. Изменение парциальной термоэдс α_1 и α_2 в зависимости от времени облучения и дозы; α и A – экспериментальные значения

Относительно низкие температуры облучения, не превышающие значения $0,2 T_{пл}$, затрудняют протекание диффузионных процессов и рекомбинации дефектов. Выше дозы 10^{23} дел/м³ концентрация вакансий во много раз превышает равновесную, что приводит к термодинамическому дисбалансу. Понижение свободной энергии системы связано с упорядочением точечных дефектов, об-

разования кластерных скоплений и в конечном итоге приводит к *вакансионному распуханию*. Увеличение числа вакансий вблизи пор ускоряет миграцию вакансий к границам и способствует доспекаанию топлива [107].

Теплопроводность α карбонитридов урана в лабораторных условиях изучена достаточно хорошо [143,144]. Однако, как уже отмечалось, пострadiaционные измерения параметра решетки и удельного электросопротивления претерпевают значительные изменения в зависимости от набранного флюенса. Это же относится и к теплопроводности, которая в процессе облучения может изменяться в десятки раз [101].

Отсутствие методов, позволяющих получить надежные результаты по теплопроводности топлива в процессе облучения и, как следствие этого, недостаточное число публикаций в литературе, вынуждает разрабатывать новые экспериментальные методики оценки этой важной физической характеристики [145]. Следует отметить, что знание теплопроводности топлива в реальных условиях работы является основополагающим при проектировании ядерно-энергетических установок.

В связи с этим в настоящей работе предложен расчетный метод оценки теплопроводности по данным измерения *удельного сопротивления и абсолютной термоэдс*.

В общем случае теплопроводность материалов с металлическим характером проводимости записывается в виде [146]

$$\alpha_{\text{общ}} = \alpha_{\text{р}} + \alpha_{\text{эл}}, \quad (5.15)$$

где $\alpha_{\text{р}}$ – решеточная и $\alpha_{\text{эл}}$ – электронная составляющие теплопроводности. Электронную теплопроводность $\alpha_{\text{эл}}$ можно рассчитать, используя закон Видемана–Франца:

$$\alpha_{\text{эл}} = L_0 \cdot A \cdot T, \quad (5.16)$$

L_0 – число Лоренца, A – электропроводность, T – температура.

Исследование $\alpha_{\text{эл}}$ карбонитридов переходных металлов в широком диапазоне температур показывает [147], что число Лоренца в них отличается от своего зоммерфельдовского значения $L_0 = = 2,45 \cdot 10^{-8} \text{ В}^2/\text{К}^2$. Поэтому, в каждом конкретном случае необходимо знать зависимость $L(T)$. Для этого можно использовать известное

уравнение, справедливое для произвольной степени вырождения электронного газа:

$$L = \left[\frac{(r + 7/2) \cdot F_{r+5/2}(\mu^*)}{(r + 3/2) \cdot F_{r+1/2}(\mu^*)} - \frac{(r + 5/2) \cdot F_{r+3/2}^2(\mu^*)}{(r + 3/2) \cdot F_{r+1/2}^2(\mu^*)} \right] \cdot \frac{k^2}{e^2}, \quad (5.17)$$

где F – интегралы Ферми, значения которых табулированы в зависимости от приведенного химического потенциала μ и параметра рассеяния r . В температурном интервале 300-800 К (выше характеристической температуры Дебая для карбонитридов урана) $r = 0,5$. При более строгом подходе необходимо учитывать также и дырочную составляющую теплопроводности.

Используя экспериментальные данные по термоэдс, определяются значения μ^* на основе уравнения

$$\mu^* = \frac{3}{2} \cdot \frac{F_2(\mu^*)}{F_1(\mu^*)} - \frac{\alpha \cdot k_B}{e}, \quad (5.18)$$

где k_B – постоянная Больцмана, e – заряд электрона, а затем рассчитывается зависимость $L(T)$.

Температурные зависимости числа Лоренца для карбонитридов урана (рис. 5.21) близки к значению Lo (кривые 1-4), а для состава $UC_{0,5}N_{0,5}$ $L(T)$ практически не изменяется при $T > 480$ К.

В соответствии с теорией электронной проводимости, изменение L от температуры свидетельствует о неупругих процессах рассеяния носителей. В карбонитридах урана при наличии перекрывающихся s - d -зон возможны следующие процессы рассеяния [148]: s - d -рассеяние при переходе s -электронов в d -зону; прямое кулоновское s - d -рассеяние; парное рассеяние электронов на флуктуациях магнитного поля.

Известно другое уравнение для расчета числа Лоренца [143]

$$L = \eta_0 \cdot Lo \cdot [1 - \exp(-T/\Delta + 0,2138)], \quad (5.19)$$

где η_0 указывает на отношение $L(T=\infty)/Lo$; Δ – функция температуры Дебая и числа свободных электронов на атом. Соответствующие кривые для UC ($\Delta=80$ К, $\eta_0 = 0,94$) и UN ($\Delta=190$ К, $\eta_0 = 1,08$) приведены на рис. 5.21.

Электронная теплопроводность (рис. 5.22) получена из уравнения (5.16) и рассчитанной зависимости $L(T)$.

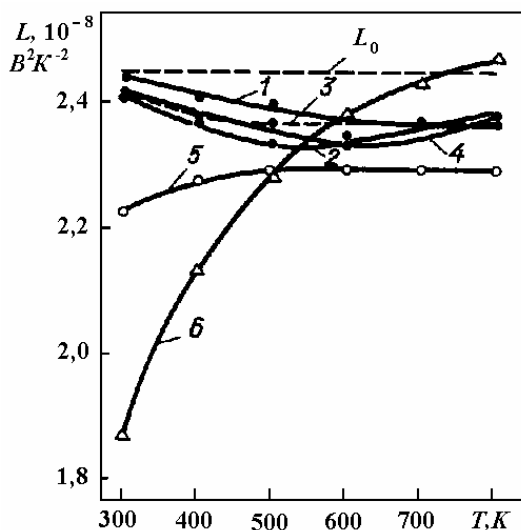


Рис.5.21. Температурные зависимости числа Лоренца для карбонитридов урана ($L_0 = 2,45 \cdot 10^{-8} \text{ B}^2/\text{K}^2$): 1 – UC; 2 – $\text{UC}_{0,3}\text{N}_{0,7}$; 3 – $\text{UC}_{0,5}\text{N}_{0,5}$; 4 – UN; 5 – UC [143]; 6 – UN[143]

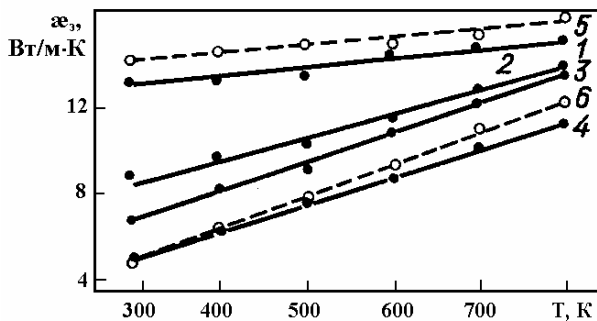


Рис.5.22. Зависимость электронной составляющей теплопроводности $\kappa_{\text{эл}}$ карбонитридов урана от температуры: 1 – UC; 2 – $\text{UC}_{0,3}\text{N}_{0,7}$; 3 – $\text{UC}_{0,5}\text{N}_{0,5}$; 4 – UN; 5 – UC [143]; 6 – UN[143]

В металлах зависимость теплопроводности от температуры определяется уравнением:

$$\kappa_{\text{эл}} = \frac{\pi^2 \cdot n \cdot k^2 \cdot \tau}{3 \cdot m^*} \cdot T, \quad (5.20)$$

где n – плотность и m^* – эффективная масса электронов, τ – время релаксации относительно температурного воздействия. В этом случае при высоких температурах эффективность рассеяния носителей определяется электрон-фононным взаимодействием, $\tau \sim 1/T$ и, таким образом, $\kappa_{\text{эл}}$ не зависит от T [139].

Для карбонитридов урана $\kappa_{\text{эл}}$ линейно возрастает с увеличением T [143]. Дифференцируя (5.20) по температуре, получим производную

$$\frac{d}{dT} \kappa_{\text{эл}} = \frac{\pi^2 \cdot n \cdot k^2 \cdot \tau}{3 \cdot m^*}, \quad (5.21)$$

которая в рассматриваемом интервале температур не зависит от T (рис.5.22), что, вероятно, связано с наличием двух конкурирующих температурно-зависимых процессов:

- взаимодействие электронов с фононами, число которых пропорционально T , и соответственно уменьшением $\kappa_{\text{эл}}$ (через τ);
- увеличение числа носителей в зоне проводимости из области перекрытия $5f-6d-7s$ – зон, которая отличается высокой плотностью состояний на уровне Ферми и, таким образом, увеличением $\kappa_{\text{эл}}$.

Температурная зависимость решеточной составляющей теплопроводности $\kappa_{\text{р}}$ рассмотрена в работе [149]:

$$\kappa_{\text{р}} / \kappa_{\text{р}0} = f(\theta/T) / f(\theta/T_0), \quad (5.22)$$

где функция $f(\theta/T)$ определяется из уравнения

$$f\left(\frac{\theta}{T}\right) = \frac{\theta}{T} \cdot \left\{ 1 + 3 \cdot \frac{(\theta/T)^{3/2}}{1 + (\theta/T)^{3/2}} \right\}, \quad (5.23)$$

$\kappa_{\text{р}0}$ – теплопроводность решетки при $T_0 = 300\text{K}$; $\kappa_{\text{р}0} = \kappa_{\text{общ}}(T_0) - \kappa_{\text{эл}}(T_0)$; θ – температура Дебая.

На рис. 5.23 приводятся результаты расчетов решеточной составляющей теплопроводности (кривые 1-4) совместно с результатами работы [143] (кривые 5 и 6).

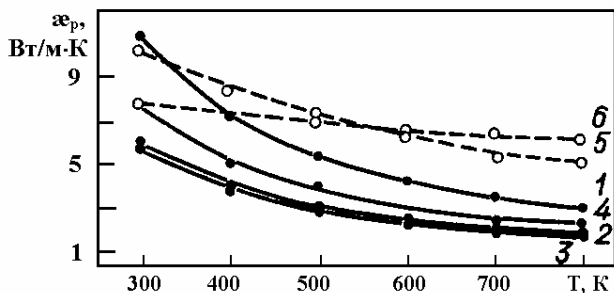


Рис.5.23. Зависимость решеточной составляющей теплопроводности κ_r карбонитридов урана от температуры: 1 – UC; 2 – $\text{UC}_{0,3}\text{N}_{0,7}$; 3 – $\text{UC}_{0,5}\text{N}_{0,5}$; 4 – UN; 5 – UC [143]; 6 – UN[143]

5.10. Электропроводность диоксида урана

Диоксид урана, соответствующий стехиометрическому составу, обладает электропроводностью n-типа с относительно высоким значением подвижности электронов. Результаты измерения электропроводности UO_{2+x} Аронсоном и сотрудниками позволили предложить [153] в качестве основного механизма электропроводности механизм локализованных скачущих дырок между ионами урана U^{4+} и U^{5+} . Ранее отмечалось (п.3.3), что собственная проводимость нестехиометрического диоксида урана $\text{UO}_{2 \pm x}$ определяется интенсивностью электронно-дырочного переноса между ионами U^{4+} и U^{5+} и подчиняется уравнению Хейкина–Джонсона [150]:

$$A = Ce^2 \cdot \lambda^2 \cdot N \cdot w \exp(-E/RT), \quad (5.24)$$

где C – константа, e – заряд дырки, λ – длина перескока дырки, E – энергия активации перескока. Число дырок N равно числу ионов U^{5+} и, следовательно, пропорционально $2x$. Вероятность перескока w равна относительному числу ионов U^{4+} , т.е. $w = (1-2x)$. На рис. 5.24 представлена электропроводность $\text{UO}_{2 \pm x}$ как функция x при температуре 1000°C , а также показана кривая, построенная с помощью уравнения

$$A = Cx(1-2x) \cdot \exp(-E/RT). \quad (5.25)$$

При избыточной концентрации кислорода механизм электропроводности в двуокиси урана будет зависеть от образования сложных структурных комплексов. Эксперименты по дифракции нейтронов показывают [150], что избыточные атомы кислорода не просто занимают междоузельные позиции, но и являются центрами

образования структурных комплексов, объединяющих два междоузельных атома кислорода и одну вакансию ($O_i V_o O_i$).

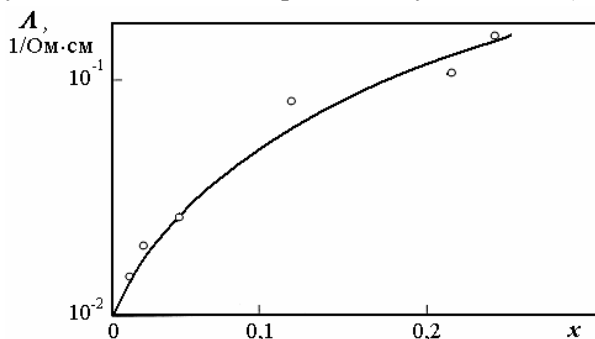
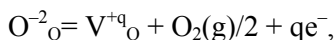
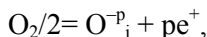
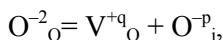


Рис.5.24. Электропроводность UO_{2+x} как функция x при температуре 1000°C . Сплошная кривая – расчет по уравнению (5.25)

Образование дефектов в оксидах со структурой флюорита можно представить моделью антифренкелевского разупорядочения, в которой присутствуют кислородные вакансии и междоузельные атомы [154]. При высоких температурах в условиях равенства концентраций дефектов ионного типа и электронов процесс электропроводности контролируется следующими реакциями:



где O^{-2}_O – ион кислорода, занимающий свое место в кристаллической решетке; V^{+q}_O – вакансия кислорода с зарядом $+q$; O^{-p}_i – междоузельный атом кислорода с зарядом $-p$; e^- – электрон в зоне проводимости; e^+ – дырка в валентной зоне. Каждая реакция характеризуется своей постоянной равновесия K_i .

Кроме этого должно выполняться условие электрической нейтральности [154]:

$$p \cdot [O^{-p}_i] + e^- = q \cdot [V^{+q}_O] + e^+.$$

На рис. 5.25 представлены кривые электропроводности для UO_{2+x} и твердых растворов $UO_2 - ThO_2$ в зависимости от x при температуре 1000°C . Измерения проводились на переменном токе с

частотой 1592 Гц [154]. Образец удерживался между двумя платиновыми электродами с помощью кольцевых захватов. Для обеспечения хорошего электрического контакта с электродами образец помещался в печь и обдувался струей аргона в течение нескольких часов при температуре 1000°C. Показаны также результаты расчета электропроводности с помощью уравнения:

$$A = Cx(1-y-2x) \cdot \exp(-E/RT), \quad (5.26)$$

где y – переменная в $(Th_y U_{1-y})O_{2+x}$.

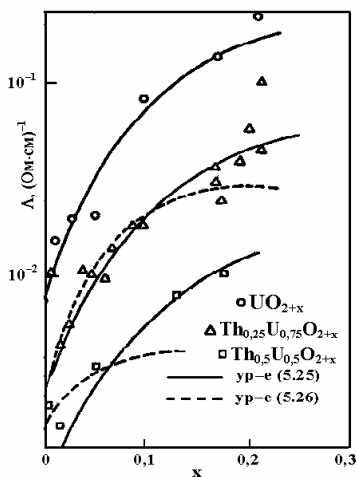


Рис.5.25. Изменение электропроводности UO_{2+x} и $(Th_y U_{1-y})O_{2+x}$ в зависимости от x при температуре 1000°C

При наличии в металлической решетке ионов плутония в соединениях $(U,Pu)O_{2-x}$ электроны валентной зоны урана будут заполнять акцепторные уровни плутония, создавая в валентной зоне подвижные дырки (рис.5.26). При высокой температуре проводимость n -типа будет усиливаться, поскольку за счет тепловой ионизации электроны с энергетических уровней плутония будут попадать в зону проводимости. Таким образом, тип проводимости в данных соединениях зависит от соотношения атомов металлов U/Pu .

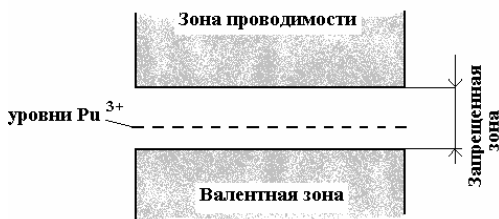


Рис.5.26. Схема энергетических зон урана и акцепторные уровни плутония в соединениях (U,Pu)O₂. Ширина запрещенной зоны составляет 2–3 эВ [151]

Концентрация электронов и дырок в зоне проводимости определяется следующими уравнениями [152]:

$$n_e = D \exp[(\varepsilon_F - \varepsilon_g)/k_B T],$$

$$n_p = D \exp(-\varepsilon_F/k_B T),$$

ε_F – энергия Ферми, ε_g – ширина запрещенной зоны. Отсчет энергии ведется от верхнего уровня валентной зоны. Предэкспоненциальный множитель D зависит от плотности состояний электронов как в валентной зоне, так и в зоне проводимости. Концентрацию электронов на акцепторных уровнях n_{ac} можно определить, применяя статистику Ферми–Дирака [151]:

$$n_{ac} = \frac{D' z}{\exp[(\varepsilon_T - \varepsilon_F)/k_B T] + 1},$$

константа D' примерно равна D , ε_T – энергия электрона, находящегося на акцепторном уровне, z – молярная часть плутония в смешанном уран–плутониевом топливе.

Импеданс (полное электрическое сопротивление) поликристаллической двуокиси урана UO₂ измерен в частотном диапазоне от 10 Гц до 10 МГц при температуре от 108 до 380 К [155]. Установлены частотные границы действия механизмов электропроводности:

- в низкочастотной области механизм электропроводности связан с электродным поляризационным эффектом;
- в высокочастотной области проводимость зависит от состояния материала в объеме образца;
- в диапазоне средних частот электропроводность определяется эффективной шириной границ зерен.

Определена диэлектрическая константа, связанная с эффективной шириной границ зерен d в интервале от 0,04 до 0,17 мкм.

6. Заключение

Электрофизические методы неразрушающего контроля и исследования материалов на практике применяются давно, поэтому накоплен значительный опыт их использования при решении конкретных материаловедческих задач.

С помощью метода термоэдс надежно сортируются стали в зависимости от содержания углерода и легирующих элементов, определяется толщина покрытий, проводится фазовый анализ сплавов. Применение метода электросопротивления позволяет проводить отбраковку изделий по плотности, исследовать фазовые превращения, проводить оценку концентрации точечных дефектов при облучении металлических материалов и многое другое. Объектами применения электрофизических методов являются образцы различной формы и размеров при механических испытаниях материалов, образцы плавок на сталелитейных предприятиях, сосуды давления, элементы конструкций или оборудования – резервуаров, трубопроводов, работающих при нестационарном внутреннем давлении, сварные швы, а также элементы зубчатых, червячных и других механизмов. Достоинствами электрофизических методов неразрушающих испытаний являются высокая чувствительность и информативность, возможность обнаружения и оценки степени опасности скрытого дефекта на достаточно большом удалении от места расположения датчиков. Аппаратура и методики для измерения электрофизических характеристик сравнительно просты. Электрофизические методы, практически, не имеют конкурентов в условиях мощных радиационных полей и высокой температуры, т.е. при внутриреакторных испытаниях или эксплуатации. В некоторых случаях они являются ценным дополнением к существующим методам контроля, как, например, это было показано при использовании методов термоэдс и твердости. Эти методы лишены влияния акустических шумов, что составляет проблему при использовании акустико–эмиссионных методов диагностики и контроля.

К числу недостатков электрофизических методов относится необходимость нагружения объектов контроля (силового или темпе-

ратурного). Однако данный недостаток часто является естественным рабочим условием объекта контроля и необходимость дополнительного нагружения при этом отсутствует. При использовании метода электросопротивления или разности электрических потенциалов через образец или объект контроля приходится пропускать постоянный электрический ток силой тока от одного до нескольких ампер, что, в ряде случаев, является нежелательным условием.

В этой связи наиболее перспективным, на наш взгляд, является метод дифференциальной контактной разности потенциалов, который лишен необходимости пропускания через образец электрического тока и основан на изменении работы выхода электронов с поверхности диагностируемого изделия. С помощью метода контактной разности потенциалов может быть решена задача локализации источников внутренних напряжений и обнаружение зародышевых трещин. Полученные результаты исследования ползучести металлов, волн поверхностной деформации, а также применение метода в условиях циклических усталостных испытаний говорят о широких возможностях данного метода и необходимости его дальнейшего развития и совершенствования.

Список литературы

1. Блатт Ф.Дж., Шредер П.А., Фойлз К.Л., Грейг Д. Термоэлектродвижущая сила металлов/ Пер. с англ; Под ред. Д.К. Белашенко. М.: Металлургия, 1980.
2. Пелецкий В.Э., Бельская Э.А. Электрическое сопротивление тугоплавких металлов. Справочник. М: Энергоиздат, 1981.
3. Методы испытания, контроля и исследования машиностроительных материалов/ Под ред. А.Т.Туманова. М.: Машиностроение, 1971. Т.1.
4. Кравченко В.Я. К теории электросопротивления металлов, обусловленного дислокациями//Физика твердого тела. 1967. Т.9. Вып.3. С.836–841.
- 5.Каганов М.И., Лифшиц И.М. Электронная теория металлов и геометрия//Успехи физических наук.1979. Т.129. Вып.2. С.487–529.
6. Милосердин Ю.В., Баранов В.М. Высокотемпературные испытания реакторных материалов. М.: Атомиздат, 1978.
7. Методика для изучения электрофизических свойств материалов с металлическим характером проводимости/ В.И.Сурин, Н.А.Евстюхин, В.И.Князев, В.И.Чебурков // Экспериментальное обеспечение реакторных исследований материалов. М.: Энергоатомиздат, 1990. С.6-12.
8. Денель А.К. Метод и средства термоэлектрического контроля. М: Машиностроение, 1979.
9. Испытание материалов/ Под ред. Х. Блюменауэра; пер. с нем. под ред. М.Л.Бернштейна. М: Металлургия, 1979.
10. Lee H.M. Electrical conductivity of $\text{UO}_2\text{--ThO}_2$ solid solutions//J.of Nucl.Mater., 1973, v.48, pp.107–117.
11. Naito K., Tsuji T., Fujino T., Yamashita T. Electrical conductivity and defect structure of $(\text{U,Pu})\text{O}_{2+x}$ //J.of Nucl.Mater., 1989, v.169, pp.329–335.
12. Naito K., Tsuji T., Ouchi K., Yahata T., Yamashita T., Tagawa H. Electrical conductivity anomaly in near stoichiometric plutonium dioxide//J.of Nucl.Mater., 1980, v.95, pp.181–184.
13. Naito K., Tsuji T., Ohya F. Phase transitions in U_3O_{8-z} : electrical conductivity measurement//J.of Nucl.Mater., 1983, v.114, pp.136–142.

14. Методологический аспект испытаний материалов на разрушение/Евстюхин Н.А., Кульбах А.А., Сурин В.И., Уваров А.А. // Сб. научных трудов. Научная сессия МИФИ-2002. М.: МИФИ, 2002. Т.9.С.113.

15. Установка для получения и исследования равновесных трещин/ А.А.Кульбах, Б.А.Макарычев, Н.А.Евстюхин, Ю.А.Капралов//Методы и средства исследования материалов и конструкций, работающих под воздействием радиации. М.: Атомиздат, 1973. Вып.1. С.81–84.

16. О получении медленных трещин/ А.А.Кульбах, Ю.А.Капралов, С.А.Волобуев, Н.А.Евстюхин, Г.Г.Травушкин// Техника радиационного эксперимента. М.: Атомиздат, 1976. Вып.4. С.21–24.

17. Мониторинговая система контроля роста трещин в хрупких материалах/ В.М.Баранов, Н.А.Евстюхин, Ю.А.Капралов, А.А.Кульбах, В.И.Сурин, С.А.Чугунов// Сб. научных трудов. Научная сессия МИФИ-2000. М.: МИФИ, 2000. Т.10. С.69-70.

18. Львов С.Н., Малько П.И., Немченко В.Ф. Установка для определения температурной зависимости коэффициента теплопроводности, термоэдс и удельного электросопротивления металлокерамических материалов// Порошковая металлургия. 1966. №9(45). С. 89–91.

19. Кодаш В.Ю. Установка для изучения спекания проводящих материалов методами электросопротивления и термоэдс// Порошковая металлургия. 1984. №11. С. 70–73.

20. Экспериментальный комплекс ПОИСК для высокотемпературных физико-механических исследований /Н.А.Евстюхин, В.И.Князев, В.И.Сурин, С.Н.Тарасов, Ю.Д.Фурсов // Экспериментальное обеспечение реакторных исследований материалов. М.: Энергоатомиздат, 1990. С.60-67.

21.Изменение электрических свойств твердых тугоплавких соединений при высокотемпературной пластической деформации/В.С.Нешпор, А.Х.Бычков, С.С.Орданьян, С.С.Семенов// Порошковая металлургия. 1976. №5(161). С. 40–44.

22. Гиниятуллин И.Н., Корж П.Д. Определение углерода и кремния в сталях термоэлектрическим методом// Заводская лаборатория. 1966. № 11. С. 1377–1380.

23. Гиниятуллин И.Н., Якушова М.А., Штутман М.Н. и др. Термоэлектрическое определение содержания углерода в маргеновской стали по ходу плавки, исключющее влияние легирующих примесей // Заводская лаборатория. 1976. № 5. С. 620–621.

24. Тейбор Д. Современное состояние представлений о механизме трения // Проблемы трения и смазки. 1981. Т. 103. №2. С. 1–19.

25. Зайцев Д.Г. Термоэлектрический анализ металлов с применением эталонного прибора // Методы и средства для термоэлектрического и спектрального анализов металлов, ВИНТИ. № 2-64-710/17. 1964. С. 1–7.

26. Горкунов Э.С., Сомова В.М., Царькова Т.П., Кузнецов И.А. Экспресс-анализ химического и фазового состава сталей термоэлектрическим методом // Дефектоскопия. 1998. №3. С. 3–16.

27. Герасимов В.В., Монахов А.С. Материалы ядерной техники. М.: Атомиздат, 1973.

28. Бескоровайный Н.М., Беломытцев Ю.С., Абрамович М.Д., Иванов В.К., Шулепов В.И. Конструкционные материалы ядерных реакторов. Ч.2/ Под ред. Н.М.Бескоровайного. М.: Атомиздат, 1977.

29. Конструкционные материалы ядерных реакторов/ Бескоровайный Н.М., Калинин Б.А., Платонов П.А., Чернов И.И. М.: Энергоатомиздат, 1995.

30. Корж П.Д., Ершова А.П. Термоэлектрический метод определения кремния в слаболегированных сталях // Заводская лаборатория, 1952. №4. С. 441–445.

31. Зуев М.Т., Калинин Б.А. Термоэлектрический метод исследования и неразрушающего экспресс-контроля труб из сплава Э110 // Научная сессия МИФИ–2002. Сборник научных трудов. М.: МИФИ. Т.9. С. 65–66.

32. Гусев Е.В., Лашко Н.Ф. Фазовый состав, структура и свойства легированных сталей и сплавов. М.: Машиностроение, 1965.

33. Barford J., Knight H.I., Silcock I.H. // J. of Iron and Steel Institute, 1966, v.204, №2, p.72.

34. Kirihaara T., Kuno I., Matsui H. The deposition of uranium sesquicarbide. // J. Nucl. Mat., 1974, Vol. 51, p. 69–77.

35. Молодан А.Д., Ершов В.М., Мизонов Ю.М. Применение метода тэдс для контроля цементированного слоя в стали. // МИТОМ. 1994. №3. С. 12–15.

36. Чопра К.Л. Электрические явления в тонких пленках. М.: Мир, 1972.

37. Андриевский Р.А., Спивак И.И. Прочность тугоплавких соединений и материалов на их основе. Челябинск: Metallurgy, Челябинское отделение, 1989.

38. Гомозов Л.И., Ахмедзянов И.Ш. Термoeлектрические свойства ZrC , $UC-ZrC$ и $UC-UN$ при 285–450K// Атомная энергия. 1980. Т.48. Вып. 6. С.399-400.

39. Winter P.W. The electronic transport properties of UO_2 // J.Nucl. Mater., 1989, Vol.161, p.38-43.

40. Killen J.C. J.Nucl. Mater., 1980, Vol.88, p.185.

41. Котельников Р.Б., Башлыков С.Н., Каштанов А.И., Меньшикова Т.С. Высокотемпературное ядерное топливо.М.: Атомиздат, 1978.

42. Иванов Н.А., Андреева Л.П., Гельд П.В. Теплопроводность, электросопротивление и термическое расширение карбонитридов и оксикаридов титана// Порошковая металлургия. 1978. №8. С.54–58.

43. Айвазов М.И., Домашнев И.А. Зависимость проводимости горячепрессованных образцов нитрида титана от пористости// Порошковая металлургия. 1968. №9. С.51–54.

44. Сурин В.И., Евстюхин Н.А., Тарасов М, Чебуриков В.И. Структурный анализ пористых материалов методом измерения электросопротивления и термоэдс //Испытания реакторных материалов. М.: Энергоатомиздат, 1988. С.37-43.

45. Самсонов Г.В., Упадхья Г.Ш. Физические свойства монокридов переходных металлов в области их гомогенности// Порошковая металлургия. 1969. №5. С.69–74.

46. Гребенкина В.Г., Лесная М.И. Электро- и теплофизические свойства сплавов системы $ZrC-ZrN$ // Порошковая металлургия. 1977. №6. С.51–55.

48. Термоэдс высокодисперсионного нитрида титана/ И.А.Домашнев, В.Н.Троицкий, Б.М.Гребцов и др. // Неорганические материалы. 1977. Т.13. №6. С.1025–1026.

49. Электро- и теплофизические свойства сплавов системы $TiC-TiN$ / М.Д. Смолин, В.Г. Гребенкина, М.И. Лесная и др. // Неорганические материалы. 1978. Т.14. №12. С.2194–2197.

50. Тарасов С.Н., Евстюхин Н.А., Писаренко К.Л., Фурсов Ю.Д. Система обеспечения установок для высокотемпературных исследований/ // Реакторные испытания материалов. М.: Энергоатомиздат, 1983. С.54–57.

51. Гостищев В.И. Влияние низкотемпературной пластической деформации на электропроводность алюминия // Физика металлов и металловедение. 1986. Т.62. Вып. 3. С.474-481.

52. Шестериков А.С., Локощенко А.М., Мякотин Е.А. О применении метода измерения электросопротивления при исследовании прочности и ползучести металлов//Проблемы прочности. 1984. №10. С.32–35.

53. Mader S., Seeger A. Untersuchung des Gleitlinien bildes kubischflächenzentrierter Einkristalle.– Acta Met. 1960, №8, p.513–522.

54. Кунин Н.Ф. Изменение термоэлектродвижущей силы металлов при пластической деформации //Физика металлов и металловедение. 1956. Т.11. Вып.2. С.237- 243.

55. Изменение электрических свойств твердых тугоплавких соединений при высокотемпературной пластической деформации/ В.С.Нешпор, А.Х.Бычков, С.С.Орданьян, .С.Семенов//Порошковая металлургия.1976.5(161). С.40-44.

56. Влияние температуры, деформации и примесей на термоэлектрические свойства молибдена/ Б.И. Стадник, И.П. Куритных, В.В. Попович, П.Р. Гамула// Физика, химия и механика материалов. 1986. Т.22. №5. С.59–63.

57. Влияние циклического изменения температуры на термоэдс некоторых сплавов/ Д.Ф. Калинович, И.И. Ковенский, М.Д. Смолин, В.М. Стаценко// Изв.вузов Физика. 1976. №6. С.127-128.

58. Механические напряжения и стабильность термоэдс/ А.Н.Гордов, И.И.Новиков, Б.И.Стадник, И.И.Федик// Теплофизика высоких температур.1982. Т.20. №6. С.1176-1181.

59. Механические напряжения и термоэдс монокристаллов карбидов титана, циркония и ниобия / Г.С.Бурханов, В.А.Кузьмищев, В.Я.Мандзюк, И.И.Федик// Металлы. 1985. №5. С.142-144.

60. Ван Флек Л. Теоретическое и прикладное материаловедение. М.: Атомиздат, 1970.

61. Олисов А.Н., Степаненко В.А. К вопросу об изменении электросопротивления жаропрочного сплава ЭИ 826 при ползучести// Проблемы прочности . 1972. №10. С.115-117.

62. Сурин В.И., Евстюхин Н.А., Чебурков В.И. Особенности поверхностной деформации материалов/ Сб. научных трудов. Научная сессия МИФИ-2005. М.: МИФИ, 2005. Т.9. С.90–91.

63. Surin V.I., Evstjukhin N.A., Grisha S.G. Electrical resistance and thermoelectric power of sintered uranium carbonitride during primary creep// J.Nucl. Mat., 1996, Vol.232, p.69-74.

64. Евстюхин Н.А., Сурин В.И., Чебурков В.И. Влияние упругой деформации и ползучести на электрофизические свойства карбонитридов урана// Вопросы атомной науки и техники, Сер.: Материаловедение и новые материалы. 1993. Вып.2(49). С.11-18.

65. Штремель М.А. Прочность сплавов. Часть II.– М.: МИСИС, 1997.

66. Поверхностные свойства твердых тел/ Под редакцией М.Грина.; Пер. с англ. М.: Мир, 1972.

67. Кравченко В.Я. О возможности наблюдения движения дислокаций в проводящих кристаллах по электрическим эффектам// Физика твердого тела. 1967. Т.9. Вып.4. С.1050–1057.

68. Берестецкий Е.М., Лифшиц Л.П., Питаевский Л.П. Квантовая электродинамика. М.: Наука.1989.

69. Зуев Л.Б., Баранникова С.А., Заводчиков С.Ю. Локализация деформации растяжения в поликристаллическом сплаве на основе Zr// Физика металлов и материаловедение.1999. Т.87. №3. С.77–79.

70. Мезоскопические механизмы локализации деформации низкоуглеродистой стали, деформированной прокаткой/ В.Е. Панин, В.С. Плешанов, С.А. Буркова, С.А. Кобзева// Материаловедение, 1991, С.22–27.

71. Фрост Г.Дж., Эшби М.Ф. Карты механизмов деформации/ Пер. с англ. Челябинск: Металлургия, 1989.

72. Лихачев В.А., Мышляев М.М., Сеньков О.Н. и др. О природе сверхпластичности алюминия// Физика металлов и материаловедение, 1979. Т.47. №6. С.1271–1277.

73. Кукса Л.В. Общие закономерности и особенности микронеродной деформации в поликристаллах при различных видах напряженного состояния и температурах испытания// Проблемы прочности. 1990. №8. С.58–64.

74. Кириченко Г.И., Солдатов В.П., Чайковская Н.М. Влияние температуры на механические свойства монокристаллов олова и характер скольжения при растяжении// Физика металлов и металлосложение. 1984. Т.58. №1. С.169–176.

75. Гарофало Ф. Законы ползучести и длительной прочности металлов. Пер. с англ. М: Металлургия, 1968.

76. Колачев Б.А. Физические основы пластической деформации металлов. М: МФТИ, 1978.

77. Ahlquist C.N., Nix W.D. The measurement of internal stresses during creep of Al and Al–Mg alloys// Acta Metallurgica. 1971, vol.19, p.373–385.

78. Гурьев А.В., Карпов А.П. Роль микропластических деформаций в формировании частотной зависимости циклической прочности конструкционных материалов// Проблемы прочности. 1986. №4. С.24–27.

79. Smoluchowski R. Anisotropy of the electronic work function of metals// Physical review. 1941, v.60, 1, p.661–674.

80. Сурин В.И., Оборин С.Б. Обнаружение усталостных повреждений при многоцикловых испытаниях материалов// Динамика систем, механизмов и машин: Материалы VI Международной научно-технической конференции. Омск: ОмГТУ, 2007. Кн.1. С.345–348.

81. Липчин Т.Н., Ништа А.П., Томсинская М.А. Исследование термоэда алюминия, упрочненного различными методами// Металлы. 1980. №1. С.51–54.

82. Caruthers E., Kleinman L., Alldredge G.P. Energy bands for the (001) surface of aluminum// Physical review B. 1973, v.8, 10, pp.4570–4577.

83. Caruthers E., Kleinman L. Projected surface energy bands of bcc iron// Physical review B. 1974, v.10, 2, pp.376–381.

84. Smith J.R., Gay J.G., Arlinghaus F.J. Self-consistent local-orbital method for calculating surface electronic structure: Application to Cu (100)// Physical review B. 1980, v.21, 6, pp.2201–2221.

85. Применение электропотенциального метода для определения характера развития трещины/ В.Л.Сорокин, В.Ф.Змитрук, Г.В.Щербинский, В.С.Урусов, В.И.Саррак// Заводская лаборатория. 1981. №12. С.60–62.

86. Нешпор Г.С., Армягов А.А., Жукова М.И. Об определении длины усталостной трещины методом разности электрических потенциалов// Заводская лаборатория. 1989. №3. С.58–60.

87. Иванов В.В., Маркочев В.М., Стешиц И.А. Методика исследования роста несквозных усталостных трещин в кольцевых образцах//Заводская лаборатория. 1984. №2. С.72–74.

88. Сушок В.В., Соболев Н.Д. Применение метода разности электрических потенциалов для регистрации трещин при ползучести// Заводская лаборатория. 1985. №11. С.81–83.

89. Маркочев В.М., Житенев В.В., Бобринский А.П. Измерение скорости роста закритических трещин методом разности электрических потенциалов// Заводская лаборатория. 1976. №2. С.221–224.

90. Дубров В.А. Электропотенциальный метод определения глубины трещин при бесконтактном намагничивании//Дефектоскопия. 1984. №8. С.21–25.

91. Маркочев В.М., Гольцев В.Ю., Бобринский А.П. Упрощенная схема измерения длины трещины в образцах из листовых материалов методом электрического потенциала// Заводская лаборатория. 1971. №5. С.598–600.

92. Маркочев В.М., Гольцев В.Ю., Бобринский А.П. Применение электроинтегратора ЭГДА для получения градуировочной кривой и оценки погрешностей измерения трещины методом электросопротивления// Заводская лаборатория. 1971. №7. С.837–839.

93. Файвисович А.В., Качикьян А.А. Некоторые особенности электропотенциального метода при изучении роста трещин в металлах// Новороссийское высшее инженерное морское училище.– Новороссийск: 1988. С.1–13.

94. Зуев Л.Б., Данилов В.И. О природе крупномасштабных корреляций при пластическом течении//Физика твердого тела. 1997. Т. 39. №8. С.1399–1403.

95. Владимиров В.И., Лупашку Р.Г. Исследование трещин методом электросопротивления// Проблемы прочности. 1973. №4. С.70–74.

96. Адаменко А.А., Дехтяр И.Я., Михаленко В.С. Влияние деформации на электродвижущую силу сплавов системы Ni–Cu. Киев: Наукова думка, 1966.

97. Кращенко В.П., Троянский А.И. О связи электросопротивления металлов с их прочностью при нагреве// Проблемы прочности. 1990. №8. С.89–92.

98. Занько В.И., Лакин Ю.Г., Лев М.Б. Исследование электросопротивления металлокерамических изделий на основе Х20Н80. В кн. Методы исследования тугоплавких материалов. М.: Атомиздат, 1970. С. 130–135.

99. Родионова С. С., Кузнецов И. А., Горкунов Э. С. Влияние холодной пластической деформации на физические свойства латуни// Дефектоскопия. 1998. №3. С. 25-31.

100. Surin V.I., Evstyukhin N.A., Cheburkov V.I. Conductivity of fission-damaged uranium nitride// J.Nucl. Mater., 1995, Vol.218, p.268-272.

101. Об использовании метода электросопротивления и термоэдс в реакторных условиях /В.И. Сурин, Н.А.Евстюхин, В.И.Князев, С.Н.Тарасов, К.Л.Писаренко // Техника реакторного эксперимента. М.: Энергоатомиздат, 1987. С.80-85.

102. Исследование термоэдс термопар ВР5/20 различной конструкции / Е.П.Волков, В.И.Наливаев, С.В.Приймак и др.//Атомная энергия. 1982. Т.53. Вып.1. С.47-48.

103. Исследование стабильности показаний термоэлектрических термометров в реакторе ИВВ-2/ В.И.Власов, Е.П.Волков, В.П.Денискин и др. // Атомная энергия. 1977. Т.43. Вып.4. С.293-294.

104. Коротенко М.Н., Слесаревский С.О. Влияние конструкции термометра на погрешность внутриреакторного измерения температур // Атомная энергия. 1977. Т.43. Вып.1. С.47-48.

105. Изменение термоэлектродвижущей силы некоторых сплавов при облучении в реакторе / Н.А.Маркина, В.М.Раецкий, В.В.Самсонов и др. // Физика металлов и металловедение. 1971. Т.32. Вып.6. С.1316-1318.

106. Корнилов В.П., Переславцев Э.Б. Переходные изменения термоэлектрических характеристик термопар под воздействием реакторного облучения // Атомная энергия. 1975. Т.38. Вып.6. С.420-422.

107. Дегальцев Ю.Г., Пономарев-Степной Н.Н., Кузнецов В.Ф. Поведение высокотемпературного ядерного топлива при облучении. М.: Энергоатомиздат, 1987.

108. Самсонов Б.В., Цыканов В.А. Реакторные методы материаловедения. М.: Энергоатомиздат, 1991.
109. Асеев Н.А., Самсонов Б.В., Цыканов В.А. Внутрореакторные измерения параметров диэлектриков // Вопросы атомной науки и техники. Сер. Радиационное материаловедение, методика и техника облучения. 1974. Вып.2. С.3-20.
110. Ищенко И.И., Малиновская И.А., Куюн А.И. Исследование деформаций в пластинах из стеклопластика при растяжении // Прикладная механика. 1968. №1. С.123-125.
111. Малиновская И.А., Куюн А.И., Ищенко И.И. К вопросу определения упругой и пластической деформации термоэлектрическим методом // Там же, 1971. №4. С.89-97.
112. Баш В.Я. Исследование напряжений и деформаций термоэлектрическим методом. Киев: Наукова думка, 1984.
113. Сурин В.И., Евстюхин Н.А., Князев В.И. Сборник трудов 32 научной конференции МИФИ "Исследование материалов атомной техники". Деп. ВИНТИ. № 9085-В87, 1987. С.12.
114. Информационно-измерительная система для исследований электрофизических характеристик металлов и сплавов в условиях воздействия температурных и радиационных полей./ Н.А Евстюхин, В.И. Сурин, С.Г. Гриша, С.А. Чугунов// Восьмая научно-техническая конференция с участием зарубежных специалистов, Датчик-96. Гурзуф, 1996. Т.2. С.31.
115. Morillo J. Defauts d'irradiation dans les carbures et oxydes d'uranium// Ann.Chim. Fr., 1985, Vol.10, p.425-444.
116. Евстюхин Н.А., Сурин В.И., Чебурков В.И. Кинетика накопления радиационных дефектов в электропроводящих материалах (начальные стадии облучения)//Методическое и аппаратное обеспечение испытаний реакторных материалов и компонентов. М.: Энергоатомиздат, 1991. С.74-83.
117. Самсонов Г.В., Виницкий И.М. Тугоплавкие соединения (справочник).М.: Металлургия, 1976.
118. Morillo J., Novion C.H., Dural J. Neutron and electron radiation defects in titanium and tantalum monocarbides: on electric resistivity study// Radiation Effects, 1981, Vol.55, p.67-78.
119. Томпсон М. Дефекты и радиационные повреждения в металлах.М.: Мир, 1971.

120. Crocker A.G., Doneghan M., Ingle K.W. The structure of small vacancy clusters in face-centred-cubic metals//Phil.Mag., 1980, A41, p.21-30.
121. Matsui H., Horiki M., Kiriara T. Irradiation of uranium carbides in JMTR// J.Nucl. Sci.Tech.,1981, Vol.18(12), p.922-929.
122. Matzke HJ. Radiation damage in crystalline insulators, oxide and ceramic nuclear fuels//Radiation Effects, 1982, Vol.64, p.3-8.
123. Whapham A.D., Sheldon B.E. Transmission electron microscope study of irradiation effects in sintered uranium dioxide// J.Nucl. Mat., 1963, Vol.10, p.157-165.
124. Birtcher R.C., Blewitt T.H. Damage saturation effects on volume and resistivity changes induced by fission-fragment irradiation of copper// J.Nucl. Mat., 1981, Vol.98, p.63-70.
125. Конобеевский С.Т. Действие облучения на материалы. М.: Атомиздат, 1967.
126. Баранов В.М., Евстюхин Н.А., Сурин В.И. К теории эдс, наведенной деформацией металлов и сплавов.// Сб.научных трудов. Научная сессия МИФИ-2003. М.: МИФИ, 2003. Т.9. С.122–124.
127. Schule W., Spindler P.// J.Nucl. Mat., 1969, Vol.32, p.20.
128. Donner D., Schule W.// J.Nucl. Mat., 1972/73, Vol.45, p.293.
129. Griffiths L.B.// Phil.Mag., 1962, Vol.7, p.1827.
130. Matsui H. // J.Nucl. Mat., 1975, Vol.56, p.161.
131. Matsui H., Matzke HJ. Quenched-in defects in UC and UCN// J.Nucl. Mat., 1980, Vol.89, p.41-52.
132. Physical and mechanical properties of fission-damaged UN/ M.Tamaki, S.Matsumoto, G. Matsumoto, T.Kiriara// J.Nucl. Mat., 1982, Vol.108/109, p.671-677.
133. Уманский Я.С., Скаков Ю.А. Физика металлов. М.: Атомиздат, 1978.
134. Высокотемпературное ядерное топливо/ Р.Б.Котельников, С.Н.Башлыков, А.И. Каштанов, Т.С.Меньшикова// М.: Атомиздат,1978.
135. Aray Y., Iwai T., Ohmichi T. Chemical state of fission products in irradiated uranium carbide fuel// J.Nucl. Mat., 1987, Vol.151, p.63-71.
136. Лесная М.И. Расчет параметров электронной структуры карбонитридов циркония// Известия АН СССР, Сер. Неорг.мат. 1981. Т.17. №3. С.439-442.

137. Лесная М.И., Жураковский Е.А., Кучма А.Я. Некоторые параметры электронной структуры, рассчитанные в двухзонном приближении для карбонитридов циркония// Порошковая металлургия. 1983. №5. С.96-100.

138. Жуков В.П., Губанов В.А., Вебер Дж. Исследование электронного строения и химической связи в карбиде и нитриде урана методом X_α РВ и ДВ //Журнал неорг.химии. 1980. Т.25. С. 2043-2049.

139. Блатт Ф. Физика электронной проводимости в твердых телах. М.: Мир, 1971.

140. Мурзин Л.М., Горячев Ю.М. Прогнозирование изменения электрофизических свойств и зонной структуры при облучении карбида титана// Порошковая металлургия.1985. №5. С.66-70.

141. Holleck H., Kleykamp H. // Gmelin Handbook of inorganic chemistry 8 th edition. Uranium carbides. 1987.

142. Радиационное повреждение тугоплавких соединений/ М.С. Ковальченко, В.В. Огородников, Ю.И. Роговой, А.Г. Крайний. М.: Атомиздат, 1979.

143. Kamimoto M., Takahashi Y., Mukaibo T. Thermal conductivity of NaCl-type uranium compounds// J.Nucl. Mat., 1976, Vol.59, p.149-157.

144. Kamimoto M., Takahashi Y., Mukaibo T. Thermal conductivity of $UC_{1+x}N_x$ from 100 to 1000K// J.Phys.Chem.Sol.1974, Vol.35, p.393-399.

145. Сурин В.И., Евстюхин Н.А., Князев В.И. Оценка теплопроводности карбонитридов урана по данным электрофизических измерений// Испытания реакторных материалов. М.: Энергоатомиздат, 1988. С.94-99.

146. Смирнов И.А., Тамарченко В.И. Электронная теплопроводность в металлах и полупроводниках. Л.: Наука, 1977.

147. Немченко В.Ф. Особенности тепло- и электропроводности нитридных фаз внедрения// Порошковая металлургия. 1981. №7. С.87-91.

148. Брюшкова Т.И., Мкртчян В.С., Мерисов Б.А. Процессы неупругого межэлектронного рассеяния в моонитридах переходных металлов// Теплофизика высоких температур. 1984. Т.22. №3. С.614-617.

149. Tsivinsky S.V. On the temperature of the lattice thermal conductivity// Mat.Sci. Eng. 1983, Vol.60, p.L1-L2.
150. Lee H.M. Electrical conductivity of $\text{UO}_2\text{--ThO}_2$ solid solutions// J.Nucl. Mat., 1973, Vol.48, p.107-117.
151. Catlow C.R.A., Pyper N.C. A theoretical study of electronic and valence properties of U/PuO_2 // J.Nucl. Mat., 1979, Vol.80, p.110-114.
152. Кителъ Ч. Введение в физику твердого тела/ Пер. с англ. А.А.Гусева и А.В.Пахнева.М.: Наука, 1978.
153. Aronson S., Rulli J.E., Schaner B.E. // J. Chem.Phys. 1961, Vol.35, p.1382.
154. Lee H.M. Electrical conductivity of $\text{UO}_2 + x$. // J.Nucl. Mat., 1974, Vol.50, p.25-30.
155. Electrical conductivity of polycrystalline uranium dioxide/ I.T. Collier, R.N. Hampton, G.A. Saunders, A.M. Stoneham// J.Nucl. Mat., 1989, Vol.168, p.268-279.

Виталий Иванович Сурин
Николай Александрович Евстюхин

**ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ
НЕРАЗРУШАЮЩЕГО КОНТРОЛЯ
И ИССЛЕДОВАНИЯ РЕАКТОРНЫХ МАТЕРИАЛОВ**

Учебное пособие

Редактор *Н.В. Шумакова*

Оригинал-макет изготовлен *В.И. Суриным*

Подписано в печать 20.11.2008. Формат 60×84 1/16

Печ. л. 10,5. Уч.-изд. л. 10,5. Тираж 150 экз.

Изд. №1/19.

Заказ №

*Московский инженерно-физический институт
(государственный университет),
115409, Москва, Каширское шоссе, 31.
Типография издательства «Тровант»
г. Троицк Московской области*

