Международная межправительственная организация

Объединенный институт ядерных исследований

На правах рукописи

# Булавин Максим Викторович

# Шариковый холодный замедлитель нейтронов реактора ИБР-2: некоторые аспекты создания и применения

01.04.01 – Приборы и методы экспериментальной физики

Диссертация на соискание ученой степени кандидата физико-математических наук

Научный руководитель: д.ф.-м.н., Е.П. Шабалин Научный консультант: к.ф.-м.н., С.А. Куликов

Дубна, 2017

# содержание

ВВЕДЕНИЕ4
1. ГЛАВА 1. ХОЛОДНЫЙ ЗАМЕДЛИТЕЛЬ НЕЙТРОНОВ РЕАКТОРА
ИБР-221
1.1. Проблемы материалов холодных замедлителей нейтронов
1.2. Опыт эксплуатации холодных замедлителей в ЛНФ ОИЯИ. Холодный
замедлитель на основе мезитилена27
1.3. Устройство и принцип работы шарикового холодного замедлителя
нейтронов на основе мезитилена31
ГЛАВА 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ПНЕВМОТРАНСПОРТА ШАРИКОВ ХО-
ЛОДНОГО ЗАМЕДЛИТЕЛЯ НЕЙТРОНОВ
2.1. Численное моделирование и расчет по аналитической упрощенной модели
пневмотранспорта шариков в круглой идеальной трубе
2.2. Экспериментальное моделирование пневмотранспорта стеклянных шари-
ков в стеклянной трубе47
2.3. Нерегулярность движения шара в прямой трубе с шероховатостью внут-
ренней стенки
2.4. Экспериментальное изучение пневмотранспорта шариков в длинной
стальной трубе
2.5. Моделирование загрузки камеры замедлителя замороженными шариками
на основе мезитилена на испытательном стенде74
2.6. Выводы по главе
ГЛАВА З. ОПЫТНАЯ ЭКСПЛУАТАЦИЯ ШАРИКОВОГО ХОЛОД-
НОГО ЗАМЕДЛИТЕЛЯ «КЗ202» РЕАКТОРА ИБР-2 И ЕГО
НЕЙТРОННО-ФИЗИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ92
3.1. Основные результаты опытной эксплуатации холодного замедлителя
КЗ202 реактора ИБР-292

3.2. Нейтронно-физические характеристики холодного замедлителя 1	КЗ202, по-
лученные на рефлектометре РЕМУР и спектрометре СКАТ	96

# ГЛАВА 4. АНАЛИЗ ЭФФЕКТИВНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ШАРИ-КОВОГО ХОЛОДНОГО ЗАМЕДЛИТЕЛЯ ИБР-2 ПРИ ПРОВЕДЕНИИ РЕФЛЕКТОМЕТРИЧЕСКИХ И ДИФРАКЦИОННЫХ ИССЛЕДОВА-НИЙ......102 4.1.Обоснование выбора объектов исследований......102 4.2. Получение микропучка, расщепление пучка холодных нейтронов на рефлектометре РЕМУР и нейтронографический фазовый и текстурный анализ образца сланца на спектрометре СКАТ с использованием холодного замедлителя.....105 4.2.1. Получение микропучка нейтронов......105 4.2.2. Изучение пространственного расщепления пучка холодных нейтронов......114 4.2.3. Нейтронографический фазовый и текстурный анализ......124 4.3. БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК......137

#### введение

#### Актуальность работы

Уже длительное время одним из основных экспериментальных методов исследования конденсированных сред является рассеяние медленных (тепловых или холодных) нейтронов, получаемых на стационарных или импульсных источниках. Радикальные отличия взаимодействия нейтронов с веществом от взаимодействия рентгеновских лучей или синхротронного излучения, также активно используемых для исследований конденсированных сред, включая различные типы наноструктур, определяют основные достоинства метода рассеяния нейтронов. Прежде всего, к ним относятся чувствительность к изотопам и легким элементам, наличие магнитного момента и большая глубина проникновения в материал, что делают нейтроны незаменимыми для многих современных направлений физических, биологических, химических и материаловедческих исследований.

Интенсивность нейтронного потока является важным фактором, определяющим время проведения эксперимента и его погрешность. Стационарные ядерные реакторы или ускорители (с постоянным потоком) имеют ограничения по максимально-возможному значению интенсивности, которые обусловлены технологическими причинами, связанными, в основном, с отводом тепла от активной зоны. В этом смысле наиболее эффективны импульсные источники нейтронов. Если сравнивать условия проведения экспериментов по рассеянию на стационарных и импульсных источниках, то для идеально сконструированных приборов, требующих нейтронной монохроматизации, средний по времени поток на стационарном реакторе эквивалентен пиковому потоку импульсного источника. В этом случае даже на существующих импульсных источниках условия для проведения экспериментов могут быть лучше, чем на стационарных реакторах.

На импульсных источниках разработан эффективный и универсальный метод для исследования материалов – метод по времени пролета нейтронов. В

случаях, когда необходимо проводить измерения в широком интервале длин волн, а также когда требуется фиксированная геометрия рассеяния, времяпролетная методика является более предпочтительной. Отличительная особенность метода заключается в том, что изменяемым параметром здесь является длина волны при постоянном брэгговском угле рассеяния. Важная особенность метода дифракции по времени пролета заключается в том, что на спектре одновременно могут фиксироваться рефлексы, соответствующие разным кристаллографическим плоскостям в кристалле. На стационарных реакторах подобный результат достигается применением более сложных позиционно-чувствительных детекторов. Важно и то, что дифракционная картина, получаемая при применении времяпролетной методики, позволяет получить данные о большем числе брэгговских отражений, в том числе и о перекрывающихся рефлексах, а значит – более точную и полную информацию о структуре и свойствах исследуемого объекта.

При всех своих достоинствах времяпролетная методика имеет существенный недостаток – это относительно высокая погрешность, которая отражается на точности получаемых результатов измерений. Улучшение здесь возможно за счет использования высокоинтенсивных пучков низкоэнергетических (медленных) нейтронов с плотностью потока более  $10^{12}$  н/см<sup>2</sup> с и широким диапазоном длин волн (от 0,3 до 16 Å), которые получают при помощи специальных устройств – биспектральных замедлителей. Как правило, такие замедлители состоят из тепловых и холодных (криогенных) замедлителей, работающих в совокупности друг с другом и генерирующих тепловые и холодные нейтроны для физических исследований.

На импульсном быстром реакторе ИБР-2 (рис. 1) для получения тепловых нейтронов используют замедлители на основе воды комнатной температуры. Для получения холодных нейтронов планируется использовать комплекс холодных замедлителей, окружающих активную зону ИБР-2, для обеспечения холодными нейтронами практически всех экспериментальных пучков с комплексом спектрометров.



Рис.1. Активная зона реактора ИБР-2: 1 — водяные замедлители, 2 — система аварийной защиты, 3 — стационарный отражатель, 4 — тепловыделяющие сборки, 5 — холодные замедлители, 6 — регулирующие стержни, 7 — основной подвижный отражатель, 8 — дополнительный подвижный отражатель.

На рисунке 2 изображена схема комплекса спектрометров ИБР-2, где для каждого из инструментов определен требуемый рабочий диапазон длин волн нейтронов (холодные, тепловые или и холодные и тепловые) [1]. Из рисунка 2 видно, что практически для всех спектрометров необходимы как тепловые, так и холодные нейтроны. Использование на реакторе ИБР-2 только лишь замедлителя на основе воды комнатной температуры (теплового) не позволяет решать актуальные и важные задачи по исследованию определённых биологических и полимерных объектов, наноструктур, кластерных структур в сплавах и жидкостях, многослойных плёнок, важных геологических объектов, магнитных структур и других длиннопериодических систем (т.е. систем с межатомным расстоянием более 3-4Å). В этом случае поток холодных нейтронов с поверхности холодного замедлителя в соответствующей области длин волн гораздо выше по сравнению с тепловым замедлителем и позволяет получать достаточную статистическую обеспеченность за «разумное» время и с минимальной погрешностью. Под «разумным» временем подразумевается время, отведенное на один эксперимент и не превышающее один цикл работы реактора ИБР-2 (~11 суток).



Рис. 2. Комплекс спектрометров реактора ИБР-2: Т – для эксперимента используются тепловые нейтроны, X – для эксперимента используются холодные нейтроны, T/X – для эксперимента используются тепловые и холодные нейтроны

В настоящее время на реакторе ИБР-2 из трех холодных замедлителей, входящих в планируемый комплекс, создан и введен в тестовую эксплуатацию первый замедлитель в направлении пучков №№ 7, 8, 10 и 11 (рис. 3). Холодные нейтроны в наибольшей степени востребованы на пучке №8 (рефлектометр РЕМУР) для получения микропучка при помощи слоистых волноводов и для пространственного расщепления пучка при исследовании многослойных пленок, а также на пучке №7а1 (спектрометр для количественного анализа текстуры СКАТ) при исследовании минерального состава, структуры и текстуры образцов горных пород.



Рис. 3. Комплекс замедлителей модернизированного реактора ИБР-2. К3201 – холодный замедлитель в направлении пучков №№ 1, 4-6, 9; К3202 – холодный замедлитель в направлении пучков №№ 7, 8, 10, 11; К3203 – холодный замедлитель в направлении пучков №№ 2, 3; АЗ – активная зона реактора, СО – контролирующие органы реактора, 1-11 – нейтронные пучки.

Ширина нейтронного пучка при пространственном сканировании определяет масштаб неоднородностей исследуемого материала. При исследовании магнитных структур на рефлектометрах информация об исследуемой системе усредняется по ширине нейтронного пучка, которая в обычном эксперименте составляет 0,1-10 мм. Для проведения экспериментов с высоким пространственным разрешением используют различные фокусирующие устройства (преломляющие линзы, дифракционные решетки, изогнутые кристаллы-монохроматоры и др.) [2]. Однако, существующие приборы имеют ограничения, определяемые физическими свойствами или методом обработки применяемых материалов. Эти ограничения не позволяют получить ширину нейтронного пучка менее 50 мкм. Поэтому необходимо использовать более эффективные устройства, например, слоистые волноводы, которые способны формировать микропучки нейтронов шириной 0,1-10 мкм. Магнитно-неколлинеарные слоистые структуры имеют широкое практическое применение, а также интересны для изучения физики магнетизма в системах с пониженной размерностью. Поэтому поиск новых и развитие существующих методов их исследования остаётся актуальной задачей. Одним из таких методов является пространственное расщепление пучка нейтронов. На границе раздела двух магнитно-неколлинеарных сред происходит переворот спина нейтронов, из-за чего в скользящей геометрии происходит разделение в пространстве пучков разных спиновых переходов.

Эффект пространственного расщепления растёт с увеличением длины волны, поэтому при малых длинах волн пучки сливаются в один, и расщепление не наблюдается. Кроме того, эффект пространственного расщепления увеличивается с ростом значения магнитных полей, при малых значениях магнитного поля эффект также очень мал. Для увеличения эффекта расщепления в малых магнитных полях требуются большие длины волн и высокая интенсивность потока.

Таким образом, как метод получения микропучка холодных нейтронов, так и метод пространственного расщепления пучка эффективно работает только при использовании высокоинтенсивного пучка холодных нейтронов в широком диапазоне длин волн.

Анализ кристаллографических текстур поликристаллических материалов представляет большой теоретический интерес, поскольку позволяет лучше понять механизмы пластической деформации, рекристаллизации, а также раскрыть такой важный вопрос, как изучение сейсмической (упругой) анизотропии горных пород [3]. При создании моделей литосферы Земли и её эволюции, анализе сейсмических событий и данных сейсмической разведки полезных ископаемых должны быть учтены зависимости скоростей упругих волн в породе от направления распространения. Анизотропия упругих свойств может быть охарактеризована преимущественными ориентировками зёрен минералов, слагающих породу. Эти преимущественные ориентировки называются кри-

сталлографической текстурой и формируются при седиментации, кристаллизации, рекристаллизации, при неупругих деформациях и структурных фазовых переходах. Таким образом, изучение текстуры предоставляет информацию о процессах, сформировавших горную породу.

Исследование кристаллографической текстуры горных пород эффективно проводят при помощи нейтронно-дифракционного метода. Высокая проникающая способность тепловых нейтронов позволяет исследовать текстуры в объёме материала. Совместное использование метода дифракции тепловых нейтронов и времяпролетной методики позволяет одновременно измерять все доступные полюсные фигуры всех минералов, которые входят в состав данной породы, во всем диапазоне длин волн дифрактометра. Часто минералы, входящие в состав полиминеральных пород, имеют в своем составе несколько минералов с моноклинной или триклинной симметрией. Для изучения их кристаллографических текстур важно иметь хорошее разрешение дифрактометра, чтобы разделить дифракционные пики от семейств плоскостей различных минералов. Также очень важно иметь как можно более высокий поток нейтронов на образце, в как можно более широком интервале длин волн, в особенности в длинноволновой области, позволяющий провести нейтроннотекстурный эксперимент с достаточной статистикой нейтронов за минимальное время. Такие условия может предоставить только холодный замедлитель нейтронов ИБР-2, позволяющий генерировать нейтроны с высокой плотностью потока, более  $10^{12}$  н/см<sup>2</sup> с, в широком диапазоне длин волн (от 3 до 16 Å) в зависимости от потребности экспериментатора.

Замедляющим веществом в этом случае могут служить водородосодержащие вещества, например, в виде твердых замороженных шариков, а их загрузка в камеру замедлителя, наиболее эффективно будет производиться путем пневмотранспорта газообразным гелием при криогенной температуре. Такой способ загрузки камеры замедлителя позволяет легко снимать энерговыделение от замедления быстрых нейтронов, оперативно производить загрузку

и выгрузку вещества замедлителя и избегать возникновения критического давления на стенки камеры от образования радиолитического водорода под действием облучения, что делает ресурс работы замедлителя практически неограниченным.

Поэтому, **целью диссертационной работы** является разработка холодного шарикового замедлителя нейтронов для пучков №№ 7, 8, 10 и 11 ИБР-2, на основе твердых шариков из смеси ароматических углеводородов, и демонстрация улучшений, которые он дает при работе на физический эксперимент на спектрометрах реактора.

Для достижения указанной цели в данной работе были поставлены следующие основные задачи:

1. Теоретически и экспериментально изучить пневмотранспорт твердых шариков в прямом цилиндрическом трубопроводе

2. Разработать методику проверки работоспособности пневмотранспортного принципа загрузки шариков в камеру холодного замедлителя и определить оптимальный режим загрузки на основе расчетов и эксперимента

3. Проверить параметры пневмотранспорта замороженных шариков ароматического углеводорода мезитилена по трубопроводу сложной конфигурации до камеры замедлителя реактора ИБР-2 для выведенных пучков 7, 8, 10 и 11

4. Продемонстрировать улучшения, которые предоставляет шариковый холодный замедлитель пользователю при работе на физический эксперимент на спектрометрах РЕМУР и СКАТ ИБР-2

#### Научная новизна и практическая значимость результатов

 Впервые экспериментально изучено движение одиночных твердых шариков в трубе в потоке газа, в том числе замороженных шариков из смеси ароматических углеводородов при пневмотранспорте газообразным гелием с температурой 80-85 К по криогенному трубопроводу сложной конфигурации, включающем загрузочное устройство и камеру холодного замедлителя

- Продемонстрирована возможность создания холодного замедлителя нейтронов на импульсном исследовательском реакторе ИБР-2 на основе твердых шариков мезитилена, обеспечивающего длительный режим (до 10 суток) стабильной работы
- Шариковый холодный замедлитель впервые предоставил возможность проводить экспериментальные исследования на рефлектометре РЕМУР в десять раз быстрее, чем с использованием замедлителя на основе воды комнатной температуры
- Показано, что использование шарикового холодного замедлителя позволяет в 3-4 раза сократить время эксперимента на дифрактометре СКАТ при сохранении точности получаемых результатов.

#### Положения, выносимые на защиту

1. Теоретические расчеты и эксперименты на лабораторном и полномасштабном испытательных стендах позволили выявить основные особенности и доказать возможность пневмотранспортировки замороженных шариков из смеси ароматических углеводородов в камеру холодного замедлителя потоком гелия при температуре 30 К по трубопроводу сложной конфигурации

2. Значения параметров оптимального режима загрузки шариков в камеру холодного замедлителя в направлении пучков №№ 7, 8, 10 и 11 ИБР-2: скорость потока гелия в трубе 11 - 14 м/с, средняя скорость шариков во время загрузки 2,5 - 3 м/с, темп подачи шариков из дозатора до 8 шт/сек, температура транспортирующего гелия при загрузке шариков 80-85 К. Выбранные параметры позволили обеспечить оперативную загрузку камеры замедлителя за время около 4 ч, без разрушения шариков в процессе пневмотранспорта

3. Использование холодного замедлителя привело к существенному увеличению (4-10 раз) дифференциальной плотности потока холодных нейтронов на спектрометрах реактора ИБР-2 по сравнению с водяным замедлителем, благодаря чему:

- на рефлектометре РЕМУР время измерения спектра микропучка нейтронов снизилось в 10 раз. Время измерения спектров в эксперименте по пространственному расщеплению пучка снизилось в 4-10 раз, а доступный диапазон длин волн увеличился с 8 Å до 16 Å, что позволило сократить время измерения еще как минимум в 2 раза
- время измерения дифракционных спектров горных пород, возможно либо сократить в 3-4 раза, сохранив при этом аналогичную статистику нейтронов по сравнению с водяным замедлителем, либо при том же времени измерений существенно – в 2 раза – уменьшить статистические погрешности получаемых результатов

Личное участие автора в получении результатов, изложенных в диссертации. Все результаты, приведенные в диссертации, получены самим автором или при его непосредственном участии. Автор участвовал в постановке задач, решаемых в рамках диссертационной работы, в разработке и изготовлении экспериментальных установок, введении их в эксплуатацию, проведении экспериментальных исследований, обработке, анализе и обсуждении полученных данных, формулировке научных выводов, а также в подготовке статей к публикации. В частности, автором был создан лабораторный макет прямого участка трубопровода шарикового холодного замедлителя, на котором было проведено экспериментальное исследование движения стеклянных шариков и их осколков, транспортируемых газообразным азотом комнатной температуры, и определены их средняя скорость и характер движения внутри трубы. На основании исследований на лабораторном стенде при непосредственном участии автора были проведены эксперименты на полномасштабном испытательном стенде шарикового холодного замедлителя по загрузке замороженных шариков из смеси мезитилена и м-ксилола в камеру-имитатор и определены оптимальные параметры работы замедлителя при пневмотранспорте шариков в камеру-имитатор. При непосредственном руководстве автора во время

тестовой эксплуатации холодного замедлителя было проведено несколько загрузок камеры во время работы реактора ИБР-2 на мощности 2 МВт, в результате чего получены оптимальные эксплуатационные параметры работы холодного замедлителя. В рамках тестовой эксплуатации холодного замедлителя на пучках СКАТ (№8) и РЕМУР (№7А1), на стандартных образцах, автором были получены нейтронные спектры, показывающие выигрыш в плотности потока нейтронов в более широком диапазоне длин волн по сравнению с водяным замедлителем. Автор принимал непосредственное участие в экспериментах по получению микропучка и пространственному расщеплению пучка холодных нейтронов, а также проводил дифракционный анализ структуры и текстуры образца горной породы. В результате данных экспериментов автором показаны улучшения, которые предоставляет исследователю шариковый холодный замедлитель при работе на физический эксперимент по сравнению со стандартным водяным замедлителем.

## Основные результаты диссертации опубликованы в следующих работах

- Bulavin, M.V. Thermal calculation of helium cryogenic pipeline for cold moderator of the IBR-2M reactor / M.V. Bulavin в соавторстве с V.V. Melikhov // The second joint seminar Joint Institute for Nuclear Research-Romania on neutron physics for investigations of nuclei, condensed matter and life sciences. – Baia Mare, 2007. – P.26.
- Experimental facility for verification of heat gain into the cryogenic pipeline of a cold moderator for the IBR 2M research reactor / M.V. Bulavin в соавторстве с Е. N. Kulagin, S.A. Kulikov, V.V. Melikhov, K.A. Mukhin // The second joint seminar Joint Institute for Nuclear Research-Romania on neutron physics for investigations of nuclei, condensed matter and life sciences. Baia Mare, 2007. P.27.
- Определение теплопритоков к трубопроводу мезитиленовых шариков криогенного замедлителя реактора ИБР – 2М / М.В. Булавин в соавторстве с

Е.Н. Кулагиным, С.А. Куликовым, В.В. Мелиховым, К.А. Мухиным // Сообщения Объединенного Института Ядерных Исследований. – 2008. – Р13-2008-179. – 10 с.

- Моделирование пневмотранспорта твердых шариков холодного замедлителя нейтронов: распределение скорости и времени движения / М.В. Булавин в соавторстве с Е.Н. Кулагиным, С.А. Куликовым, К.А. Мухиным, Д.Е. Шабалиным, Е.П. Шабалиным // Сообщения Объединенного Института Ядерных Исследований. – 2009. – P13-2009-72. – 16 с.
- 5. R&D of productive pelletized cold neutron moderators / M. Bulavin в соавторстве с Е. Kulagin, S. Kulikov, D. Shabalin, E. Shabalin, A. Verhoglyadov; Proceeding of the second Research coordination meeting, IAEA, Kuala Lumpur, Malaysia, p.171-175, 2009.
- 6. Recent progress in development of the pelletized cold neutron moderators for the IBR-2M reactor / M. Bulavin в соавторстве с А. Kulikov, E. Kulagin, S. Kulikov, D. Shabalin, E. Shabalin, A. Verhoglyadov // 19th meeting on collaboration of advanced neutron sources. – Grindelwald, 2010. – P. 1-8.
- Full scale model of pelletized cold neutron moderators for the IBR-2M reactor / M.V. Bulavin в соавторстве с S. A. Kulikov, V. D. Ananiev, A. A. Belyakov, A. E. Verkhoglyadov, E. N. Kulagin, A. A. Kustov, K. A. Mukhin, Fedorov, E. P. Shabalin, D. E. Shabalin // Proceedings of International Collaboration on Advanced Neutron Sources (ICANS XIX), PSI-Proceedings 10-01, ISSN 1019-6447, TO070. – PSI, Greendelvald. – p. 1-8.
- Current status of development advanced pelletized cold moderators for the IBR-2M research reactor / M. Bulavin в соавторстве с А. Beliakov, S. Kulikov, K. Mukhin, E. Shabalin, A. Verhoglyadov // Physics of particles and nuclei, letters. - 2013. - Vol. 10. - №2. - P. 230-235.
- 9. Advanced pelletized cold moderators for the IBR-2M research reactor for condense matter research / M. Bulavin в соавторстве с А. Belyakov, S. Kulikov, K.

Mukhin, E. Shabalin, A. Verhoglyadov // Proceedings of International Conference of Advanced Neutron Sources, ICANS XX. – Bariloche, Argentina, 2012. – id 341.

- Испытательный стенд шарикового криогенного замедлителя нейтронов реактора ИБР-2 / М.В. Булавин в соавторстве с В.Д. Ананьевым, А.А. Беляковым, А.А. Богдзелем, А.Е. Верхоглядовым, Е.Н. Кулагиным, С.А. Куликовым, А.А. Кустовым, А.А. Любимцевым, К.А. Мухиным, Т.Б. Петуховой, А.П. Сиротиным, А.Н. Федоровым, Д.Е. Шабалиным, Е.П. Шабалиным, В.К. Широковым // Журнал приборы и техника эксперимента. 2013. №1. С. 128-134.
- Test stand of the technological system of the cryogenic moderator with the control electronics / M.V. Bulavin в соавторстве с S. A. Kulikov, V. D. Ananiev, A. A. Belyakov, A.A. Bogdzel, A. E. Verkhoglyadov, E. N. Kulagin, A. A. Kustov, K. A. Mukhin, A.N. Fedorov, E. P. Shabalin, D. E. Shabalin, T.B. Petukhova, A.P. Sirotin, V.K. Shirokov // Romanian journal of science and arts. 2011. № 3. P. 339-346.
- 12. Обеспечение доставки рабочего материала к камере-имитатору модели криогенного замедлителя реактора ИБР – 2М. Электроника управления и контроля / М.В. Булавин в соавторстве с В.Д. Ананьевым, А.А. Беляковым, А.А. Богдзелем, А.Е. Верхоглядовым, Е.Н. Кулагиным, С.А. Куликовым, А.А. Кустовым, А.А. Любимцевым, К.А. Мухиным, Т.Б. Петуховой, А.П. Сиротиным, А.Н. Федоровым, Д.Е. Шабалиным, Е.П. Шабалиным, В.К. Широковым // Труды XV–ой научной конференции молодых учёных и специалистов. – Дубна, 2011. – С. 198.
- 13. Холодный замедлитель нейтронов на модернизированном реакторе ИБР-2 / М.В. Булавин в соавторстве с В.Д. Ананьевым, А.А. Беляковым, А.Е. Верхоглядовым, С.А. Куликовым, К.А. Мухиным, Е.П. Шабалиным // Журнал технической физики. – 2014. – Т. 84, №2. – С. 131-134.
- 14. Первый в мире шариковый холодный замедлитель нейтронов / М.В. Булавин в соавторстве с В.Д. Ананьевым, А.А. Беляковым, А.А. Богдзелем, А.Е.

Верхоглядовым, Е.Н. Кулагиным, С.А. Куликовым, А.А. Кустовым, А.А. Любимцевым, К.А. Мухиным, Т.Б. Петуховой, А.П. Сиротиным, А.Н. Федоровым, Д.Е. Шабалиным, Е.П. Шабалиным, В.К. Широковым // Сообщения Объединенного Института Ядерных Исследований. – 2012. – P13-2012-113. – 14 с.

- The world's first pelletized cold neutron moderator began its operation / M. Bulavin в соавторстве с Е. Shabalin, S. Kulikov, A. Verkhogliadov // Neutron News. – 2013. – Vol. 24, №3. – Р. 27.
- 16. The world's first pelletized cold neutron moderator at a neutron scattering facility / M.V. Bulavin в соавторстве с S. A. Kulikov, V. D. Ananiev, A. A. Belyakov, A. E. Verkhoglyadov, E. N. Kulagin, A. A. Kustov, K. A. Mukhin, E. P. Shabalin, D. E. Shabalin, T.B. Petukhova, A.P. Sirotin, V.K. Shirokov// Nuclear instruments and methods in physics – 2014. – Vol. 320. – P. 70-74.
- 17. Control system of pelletized cold neutron moderator of the IBR-2 reactor / M.V. Bulavin в соавторстве с А.А. Belyakov, A.N. Chernikov, A. Churakov, S. A. Kulikov, E. Litvinenko, A. Petrenko, A. E. Verkhoglyadov, E. N. Kulagin, K. A. Mukhin, E. P. Shabalin, T.B. Petukhova, A.P. Sirotin, V.K. Shirokov // Physics of particles and nuclei letters. 2015. Vol. 12, №6. P. 773-777.
- 18. Пат. 2492538 Российская Федерация, МПК G 21 К 001/00. Шариковый холодный замедлитель нейтронов [Текст] / М.В. Булавин в соавторстве с В.Д. Ананьевым, А.А. Беляковым, А.Е. Верхоглядовым, С.А. Куликовым, А.А. Кустовым, К.А. Мухиным, Д.Е. Шабалиным, Е.П. Шабалиным; заявитель и патентообладатель Объединенный институт ядерных исследований. Опубл. RU БИПМ № 35, 10.09.2013. С. 2.
- Pelletized cold moderator of the IBR-2 reactor: current status and future development / M. Bulavin в соавторстве с V. Ananiev, A. Beliakov, A. Verkhogliadov, E. Kulagin, S. Kulikov, K. Mukhin, E. Shabalin1 and K. Loktaev // Journal of physics: conference series (ECNS 2015). – 2016. - №746, 012031, p. 6.

- 20. Possibility of loading the chamber of the "central" pelletized cold moderator for IBR–2 reactor beams 1, 4–6, and 9 / М. V. Bulavin в соавторстве с А. А. Belyakov, A. E. Verkhoglyadov, V. A. Skuratov, I. A. Smelyansky, S. A. Kulikov, A. A. Kustov, K. A. Mukhin, A. A. Lyubimtsev, A. P. Sirotin, V. K. Shirokov and T. B. Petukhova // Physics of particles and nuclei letters. – 2016. – Vol. 13, №6. – pp. 774-781.
- 21. Использование криогенного замедлителя на нейтронном рефлектометре РЕМУР / М.В. Булавин в соавторстве с С.В. Кожевниковым, В.Д. Жакетовым, А.В. Петренко, А.Е. Верхоглядовым, С.А. Куликовым, Е.П. Шабалиным // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2016. – №1, с. 5-14.
- Использование комбинированного замедлителя на реакторе ИБР-2: преимущества для нейтронографического текстурного анализа горных пород / М.В. Булавин в соавторстве с Р.Н. Васиным, С.А. Куликовым, Т. Локаичек, Д.М. Левиным // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2016. – № 5, с. 1-10.
- 23. To theory of pneumotransport of beads of cold neutron moderator of the IBR-2 reactor / M.V. Bulavin в соавторстве с А.V. Kazakov and E.P. Shabalin // Physics of particles and nuclei letters. – 2017. – Vol. 14, №3. – 520–532.

Достоверность полученных результатов подтверждается успешной эксплуатацией шарикового холодного замедлителя в направлении пучков №№ 7, 8, 10 и 11 ИБР-2. Кроме того, в диссертации продемонстрирована эффективность работы шарикового замедлителя на физический эксперимент на спектрометрах РЕМУР и СКАТ, расположенных на пучках №№ 7 и 8 реактора.

#### Связь работы с научными программами и темами

Диссертационная работа выполнялась в рамках следующих научных программ и тем:

1. Научная тема 04-4-1075-2009/2014 «Перспективные разработки и создание оборудования для спектрометров ИБР-2М». 2. Контракт с МАГАТЭ, CRP F1.20.21 «Создание перспективных источников холодных нейтронов».

3. Государственный контракт по ФЦП № 02.740.11.0533 от «15» марта 2010 г. «Установка - криогенный замедлитель на основе ароматических углеводородов для получения интенсивного потока холодных нейтронов на мощном импульсном исследовательском реакторе ИБР-2М». Шифр 2010-1.1-412-010-007.

4. Научная тема 04-4-1122-2015/2017 «Развитие экспериментальной базы для проведения исследований конденсированных сред на пучках ИЯУ ИБР-2»

#### Апробация диссертации

Результаты, вошедшие в диссертацию, были доложены и обсуждались на следующих научных конференциях:

1. 2nd Joint seminar JINR – Romania on neutron physics for investigation of nuclei condensed matter and life science (JSJR) (Baia Mare, Romania, 2007  $\Gamma$ .).

2. Конференция молодых ученых и специалистов ОМУС 2009 (Дубна, 2009 г.).

3. Конференция молодых ученых и специалистов ОМУС 2011 (Дубна, 2011 г.).

4. Научная школа «Приборы и методы экспериментальной ядерной физики» (Дубна, 2010 г.).

5. Инновационный форум «Селигер 2010» (о. Селигер, 2010 г.).

6. 45 Зимняя школа ПИЯФ РАН, Секция Физики Конденсированного состояния (Гатчина, 2011 г.).

7. XXI совещание по использованию рассеяния нейтронов в исследованиях конденсированного состояния (РНИКС–2010), РНЦ «Курчатовский институт» (Москва, 2010 г.).

8. 5th European conference on neutron scattering (ECNS) (Prague, Czech Republic, 2011 г.).

9. 3nd Joint seminar JINR – Romania on neutron physics for investigation of nuclei condensed matter and life science (JSJR) (Targoviste, Romania, 2011 г.).

10. 46th Crystallography course «The future of dynamic structural science» (Erice, Italy, 2013 г.).

11. XXI International collaboration on advanced neutron sources (Mito, Ibaraki, Japan, 2014 г.)

12. VI European conference on neutron scattering (ECNS2015) (Zaragoza, Spain, 2015)

13. 2nd Research coordination meeting related to the IAEA coordinated research project 1916 / F1.20.26 on advanced moderators for intense cold neutron beams in material research (Vienna, Austria, 2016)

#### Публикации

По теме диссертации опубликованы 23 печатных работ, из них 10 статей в журналах, входящих в перечень ВАК и 1 патент.

#### Структура и объем диссертации

Диссертация состоит из введения, 4 глав, заключения, библиографического списка. Полный объем составляет 149 страниц машинописного текста, в том числе 64 рисунка, 4 таблицы, 123 библиографические ссылки.

# ГЛАВА 1. ХОЛОДНЫЙ ЗАМЕДЛИТЕЛЬ НЕЙТРОНОВ РЕАК-ТОРА ИБР-2

#### 1.1. Проблемы материалов холодных замедлителей нейтронов

В настоящее время накоплен большой опыт получения холодных нейтронов со средней энергией менее 5 мэВ. Тенденция развития методик получения нейтронов с низкими энергиями продвигается, в основном, в одном направлении – это создание сложных систем холодных или криогенных замедлителей нейтронов, которые располагают вблизи активной зоны импульсных или стационарных источников.

Эффективность работы таких замедлителей характеризуется значением плотности потока, выходящего из замедлителя нейтронного пучка и ресурсом работы замедлителя, т.е. максимальным временем, в течение которого замедлитель позволяет непрерывно получать низкоэнергетичный пучок нейтронов со стабильными характеристиками.

Эффективность замедлителя зависит от температуры – чем она ниже, тем выше плотность потока холодных нейтронов, и от вещества, используемого в качестве замедлителя. При этом, к веществам холодных замедлителей предъявляются довольно жесткие требования, связанные с радиационной стойкостью и с радиационной безопасностью при работе на ядерных реакторах или ускорителях.

Рассмотрим основные проблемы, возникающие при эксплуатации холодных замедлителей на источниках нейтронов.

На данный момент времени в качестве материалов для холодных замедлителей нейтронов наиболее часто применяют жидкий водород, лед воды, метан, ароматические углеводороды (пропан, мезитилен) [4-14] и т.д. Кроме того, возможно применение полиэтилена, замороженных смесей метана с ненасыщенными углеводородами или инертным газом, метана в цеолитах, гидрата метана, аммиака и т.д.

Наиболее удобным в работе и чаще всего используемым материалом для холодных замедлителей, на сегодняшний день, является <u>жидкий водород</u>. Обычный водород представляет собой смесь ортоводорода и параводорода. При очень низких (криогенных) температурах в нем преобладает параводород. С повышением температуры доля ортоводорода возрастает, и при 25°C в водороде содержится приблизительно 75% ортоводорода и 25% параводорода. В холодных замедлителя используются оба состояния жидкого водорода, однако параводород по выходу холодных нейтронов лучше ортоводорода, что определяется особенностями хода нейтронного сечения рассеяния.

Основное преимущество жидкого водорода по сравнению с другими материалами холодных замедлителей – отсутствие радиолиза и радиационных эффектов. Однако термализация нейтронов в жидком водороде происходит не полностью, что приводит к снижению плотности потока холодных нейтронов. Неполная термализация нейтронов в жидком водороде является следствием отсутствия низколежащих вращательных уровней возбуждения молекулы и малой плотности ядер. Кроме того, вероятность взрыва водорода ограничивает возможность его применения, в особенности, на импульсных источниках (ИБР-2, ISIS и т.д.), которые в десятки раз более чувствительны к изменению геометрии (которое может произойти от взрыва водорода) по сравнению со стационарными реакторами.

<u>Метан</u>, по нейтронно-физическим свойствам, является лучшим из всех известных материалов холодных замедлителей (рис. 4), потому что, во-первых, его молекула имеет низколежащие вращательные (ротационные) уровни (1 мэВ), а, во-вторых, он имеет большую плотность ядер водорода.

Выход холодных нейтронов из замедлителя на основе твердого метана при температуре 20 К в примерно 3 раза выше, чем из жидкого водорода. Кроме того, метан можно использовать в более широком интервале температур. По сравнению с жидким водородом, который находится в «рабочем» (жидком) состоянии между 14 и 20 К, твердый метан находится в жидком состоянии уже при 111 К, а в твердом – ниже 90 К.



Рис. 4. Спектр нейтронов после прохождения различных материалов: 1 – метан (CH<sub>4</sub>), T = 31 K; 2 – мезитилен (C<sub>6</sub>H<sub>3</sub>(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>), T = 25 K; 3 – жидкий водород (H<sub>2</sub>), T = 18 K; 4 – Лед воды (H<sub>2</sub>O), T = 30 K [15]

При всех положительных свойствах метан имеет плохую радиационную стойкость, что является его основным и главным недостатком. Одной из проблем здесь является образование радиолитического водорода под воздействием нейтронного потока. Радиолитический водород является продуктом радиолиза всех химических соединений, в состав которых входит водород. Одна часть его образуется во внутритрековых реакциях, возникающих при прохождении нейтронов сквозь вещество замедлителя, другая часть является результатом последующей рекомбинации атомарного водорода. Радиолитический водород внутри материала замедлителя представляет собой опасность при отогреве (например, после окончания работы замедлителя). В этом случае при повышении температуры замедлителя, расширяющийся водород вызывает растрескивание или распухание тела замедлителя, что в конечном итоге может привести к деформации камеры замедлителя и даже к ее разрушению [16-17]. Выход водорода из метана начинается при температуре 75-80 К при дозе облучения до ЗМГр. Для дозы облучения выше З МГр он начинает выходить уже при температуре 60-65 К. При более низкой температуре внутри материала замедлителя расширения водорода не происходит. Кроме того, ниже критической температуры, равной 33 К, водород находится в конденсированном состоянии, и не вызывает распухания материала замедлителя [18].

Скорость накопления радиолитического водорода играет важную роль при выборе материала холодного замедлителя нейтронов. Распухание метана зависит не только от концентрации накопленного радиолитического водорода, но и от скорости его выхода из материала замедлителя, которая в свою очередь, зависит от температуры. Значение скорости выхода водорода из материала замедлителя было изучено в [19]. Для метана это значение составляет 33,3·10<sup>-8</sup> моль/Дж (при дозе облучения 10-20 МГр).

Другим эффектом, возникающим при облучении не только метана, но и практически всех водородосодержащих материалов, является *«спонтанная» реакция рекомбинации радикалов* и, как следствие, саморазогрев вещества [19-26]. Впервые этот эффект наблюдался на источнике IPNS – протонном ускорителе с метановым замедлителем [27]. При рабочей температуре метана, равной 14 К, периодически возникали всплески температуры до 40-65 К, во время которых в замедлителе выделялся радиолитический водород. «Спонтанная» реакция рекомбинации радикалов возникала и на нейтронном источнике на основе протонного ускорителя KENS с твердометановым замедлителем при температуре 23-24К (максимальный нагрев метана во время реакции доходил до 57 К) [8] и на метановом замедлителе CM1 ИБР-2.

Эксперименты с водородосодержащими материалами, проводившиеся в Лаборатории нейтронной физики ОИЯИ на установках УРАМ-1 и УРАМ-2 [18, 28] показали, что эффект спонтанной реакции рекомбинации радикалов происходит в замороженных соединениях, в которых в результате радиолиза образуются радикалы. Спонтанная рекомбинация радикалов не протекает только в ароматических углеводородах, а наиболее подвержен этим реакциям лед воды при температуре менее 40К (реакция происходит уже через 5 часов после начала облучения при мощности дозы 0,1 кГр/с).

Кроме образования водорода и реакции рекомбинации радикалов, эффективность и ресурс работы холодного замедлителя зависят от *накопления трудноудаляемых смол и высококипящих продуктов радиолиза* в камере замедлителя, *деградации нейтронного потока* вследствие выгорания вещества замедлителя и *изменения теплопроводности* материала замедлителя.

Накопление продуктов радиолиза [27] играет важную роль, когда речь идет о метановом замедлителе. В результате радиолиза метана образуются низкокипящие продукты (испаряются при комнатной температуре и давлении 1 атм), высококипящие продукты (испаряются в вакууме) и твердые смолы и полимеры, которые не удаляются из камеры даже вакуумированием.

Скорость накопления трудноудаляемых продуктов распада составляет примерно (1,5-3) ·10<sup>-7</sup> г/Дж. Поскольку смолы сами подвергаются радиолизу, они накапливаются в камере замедлителя не линейно, а до определенного насыщения. Конечный продукт радиолиза – углерод (сажа) накапливается со скоростью (1,3-2,6)·10<sup>-7</sup> г/Дж. Например, для метанового замедлителя, который работал на ИБР-2, это значение оценивалось равным около 9 г за месяц работы реактора.

Деградация нейтронного потока вследствие выгорания метана на 20-30% в результате облучения незначительна [9, 27, 29, 30]. Проблемой здесь является нестабильность нейтронного спектра, возникающая в результате отжига для выброса водорода из камеры замедлителя и во время «спонтанных» реакций рекомбинации радикалов (рис. 5), которая негативно отражается на проведении физического эксперимента.

Изменение теплопроводности материалов холодного замедлителя было изучено в [19, 31]. Для материалов с низкой теплопроводностью (метан, мезитилен, гидрат метана) этот эффект слабо выражен. Сильно выражен он для водяного льда, в котором теплопроводность после нескольких часов облучения снижается почти в 100 раз.



Рис. 5. Нестабильность спектра нейтронов замедлителя из твердого метана СМ1 ИБР-2 при облучении и отжиге водорода: точки – спектр перед первым отжигом; квадраты, кружки и крестики – после первого, второго и третьего отжигов соответственно

Ароматический углеводород <u>мезитилен</u> как материал для холодных замедлителей нейтронов проявляет себя наилучшим образом среди всех водородосодержащих веществ [31-36]. Использование мезитилена в качестве замедлителя для высокоинтенсивных нейтронных пучков основывается на следующих его положительных свойствах.

Мезитилен обладает высокой радиационной стойкостью по сравнению с метаном или льдом [19, 22, 37-39]. Выход водорода из мезитилена в 10 раз меньше, чем из метана, а из его смеси с толуолом или метаксилолом – даже в 20 раз. В отличие от метана и льда в мезитилене практически не происходит накопления радикалов, поэтому и не наблюдается «спонтанных» всплесков температуры (реакции рекомбинации радикалов), как в метане или во льде [20-25, 27]. Анализ литературных данных не выявил наличия радиационной полимеризации мезитилена под облучением [38-39], что, несомненно, повышает ресурс работы камеры замедлителя.

Наличие низких энергетических уровней молекул в мезитилене способствуют быстрой термализации нейтронов. Молекула мезитилена имеет в своем составе три комплекса CH<sub>3</sub>, которые совершают слегка заторможенное вращение вокруг оси симметрии комплекса. Энергия таких вращений для твердого мезитилена равна 7 мэВ, а для его смесей с различными производными бензола, для которых характерна структура «протонного стекла» [40-43] – 5 мэВ. Измерения спектров холодных нейтронов и экспериментальные данные по сечениям неупругого рассеяния указывают на то, что по выходу холодных нейтронов мезитилен проигрывает твердому метану, однако, он лучше, чем жидкий водород, и значительно лучше льда воды [15].

В отличие от метана мезитилен можно использовать в более широком интервале температур. В состоянии твердой фазы мезитилен находится уже при температуре ниже 228 К, а в состоянии жидкой фазы – в интервале от 228 К до 392 К. Таким образом, загрузку и выгрузку мезитилена из камеры замедлителя можно производить как при комнатной, так и при криогенной температурах, а изменение температуры в процессе проведения физического эксперимента изменяет спектр нейтронов в соответствии с требованием экспериментатора.

Что касается безопасности использования мезитилена на источнике нейтронов, то он не взрывоопасен и не так легко воспламеняем, как метан, пропан или водород.

## 1.2. Опыт эксплуатации холодных замедлителей в ЛНФ ОИЯИ. Холодный замедлитель на основе мезитилена

Начиная с 1960-х годов на реакторах ЛНФ ИБР-1 и ИБР-30 разрабатывался и эксплуатировался в течение нескольких лет холодный замедлитель нейтронов на основе полиэтилена в виде стопки тонких пленок (для обеспечения свободного выхода радиолитического водорода) с бериллиевым отражателем. Из-за плохой радиационной стойкости полиэтилена при проектировании реактора ИБР-2 предполагалось установка жидководородного замедлителя. По соображениям безопасности и благодаря разработке гребенчатого замедлителя [44], который по предварительным экспериментам давал выигрыш

всего в 2 раза меньше, чем жидководородный замедлитель, выбор был сделан именно в пользу гребенчатого замедлителя. После пуска ИБР-2 эффект от использования гребенчатого замедлителя для холодных нейтронов оказался таким же, как и для тепловых нейтронов – всего около 2, поэтому вопрос о холодном замедлителе снова оказался на повестке дня. Чернобыльская катастрофа 1986 года серьезно ужесточила вопросы ядерной безопасности, поэтому работы, связанные с созданием жидководородного замедлителя, были прекращены. Шабалиным Е.П. было предложено вместо жидководородного замедлителя на реакторе ИБР-2, использовать твердометановый замедлитель. Для решения проблем, связанных с плохой радиационной стойкостью метана, рассматривался вариант проточного замедлителя. В этом случае замороженные шарики из твердого метана, заполняющие объем камеры замедлителя и охлаждаемые холодным гелием, должны непрерывно сменяться новой порцией. В 1990 году было решено создать метановый замедлитель на реакторе ИБР-2, однако проект замедлителя проточного типа был отвергнут из-за длительных и дорогих инженерно-физических исследований. В 1994 году был создан первый замедлитель гребенчатого типа CM1 [16, 18, 29], однако, в процессе пуска и испытаний его камера лопнула при выпуске водорода. Позднее был спроектирован новый холодный замедлитель СМ2. Он имел плоскую камеру, в которой была предусмотрена щель вблизи одной из стенок камеры для более свободного выхода водорода [9, 29-30,45, рис. 6]. Наличие бериллиевого отражателя позволило повысить выход холодных нейтронов в 2 раза. Добавка нескольких процентов этилена к метану позволила уменьшить выход водорода в 2 раза. В 1999 и 2000 гг. были произведены испытания СМ2, в ходе которых были изучены следующие характеристики: влияние температуры и времени работы, количество метана в камере замедлителя, концентрация поглотителей водорода и процедуры отжига. Максимальное время работы замедлителя оказалось равным 4 суток. Несмотря на то, что 30% метана под облучением за это время превращалось в водород, этан и высокомолекулярные углеводороды,

потери в интенсивности холодных нейтронов в результате деградации установлено не было.



Рис. 6. Реактор ИБР-2 с твердометановым замедлителем, горизонтальное сечение в масштабе 1:8 [12]. 1,7 – водяные замедлители; 2,4 – средняя и крайняя лопасти дополнительного подвижного отражателя; 3 – лопасть основного подвижного отражателя (показана конструкция до 2004 г.); 5,6,9 – блоки управления в стационарном отражателе; 8 – топливная кассета; 10 – водяной предзамедлитель холодного замедлителя; 11 – бериллиевый отражатель; 12 – метановая полость холодного замедлителя; 13 – полости охлаждающего гелия; 14 – борный фильтр

Холодный замедлитель из твердого метана CM2 устанавливался на место одного из трех водяных замедлителей реактора ИБР-2. Плотность потока холодных нейтронов с поверхности CM2 не уступала самым интенсивным действующим на тот момент импульсным источникам нейтронов.

Однако холодный замедлитель CM2 требовал улучшений, в связи с нестабильностью температуры, вызванной радиационными эффектами в метане (отжигами водорода) и длительными перерывами (около суток) для смены метана. Это негативно отражалось на работе спектрометров и качественно ухудшало результаты нейтронных экспериментов.

Ресурс работы CM2 из-за накопления радикалов, смол и сажи был ограничен. Всего за 1000 часов работы камера замедлителя могла быть заполнена продуктами радиолиза на 40-50%. Для продления ресурса работы камера замедлителя была защищена от быстрых нейтронов слоем воды, равным 9см (при необходимой для предварительного замедления толщине слоя в 3 см), что снижало поток холодных нейтронов в 3 раза. В связи с этим вместе с началом модернизации реактора ИБР-2 в 2006 году была поставлена задача создания холодного замедлителя, который бы стабильно работал на физический эксперимент не менее 7 суток без изменения температуры, при более сильных дозах радиации (порядка 0,5 кГр/с) и ресурс работы которого был бы не менее 10-15 тысяч часов.

На основе результатов работ, проведенных в рамках проекта УРАМ-2, было предложено использовать в качестве замедляющего вещества для модернизированного реактора ИБР-2 мезитилен, который имеет радиационную стойкость на порядок лучше, чем у метана.

Мезитилен и, особенно, его смесь с м-ксилолом, или псевдокумолом [46], является весьма подходящим веществом для холодного замедлителя на современных источниках нейтронов средней интенсивности (исследовательских реакторов мощностью 1-5 МВт или сильноточных протонных ускорителей с мощностью пучка 0,2-1 МВт) в качестве альтернативы метановому и водородному замедлителям.

Основные преимущества мезитилена по сравнению с другими материалами холодных замедлителей (метан, водород, пропан, вода и т.д.) – высокая радиационная стойкость, широкий интервал температур использования, более высокая безопасность (в отношении взрывоопасности и воспламеняемости). Мезитиленовый замедлитель представляет собой хороший компромисс между физическими (выход холодных нейтронов) и технологическими свойствами

(радиационная стойкость, удобство в работе, безопасность). Эти соображения стали основанием для выбора мезитилена в качестве рабочего тела холодного замедлителя нейтронов на модернизированном импульсном быстром реакторе ИБР-2. Для проекта мезитиленового замедлителя предпочтение было отдано варианту с замороженными шариками [47].

## **1.3. Устройство и принцип работы шарикового холодного замедли**теля нейтронов на основе мезитилена

Холодный замедлитель нейтронов на основе мезитилена в комплексе с водяными замедлителями комнатной температуры представляет собой биспектральный замедлитель ректора ИБР-2 (рис. 7). На замедлитель под разными углами «смотрят» спектрометры на пучках №№ 7, 8, 10 и 11 ИБР-2. Обоснование расположения биспектрального замедлителя относительно активной зоны и спектрометров этих пучков приведено в [48].

Биспектральный замедлитель может работать в двух режимах. 1) Режим замедлителя на основе воды комнатной температуры (эксперименты с тепловыми нейтронами). В данном режиме камера холодного замедлителя должна быть пуста, а ее температура равна температуре окружающей среды. 2) Режим холодного замедлителя (эксперименты с холодными нейтронами). В данном режиме происходит загрузка камеры холодного замедлителя рабочим веществом – мезитиленом в смеси с метаксилолом (м-ксилолом), общим объемом около 1 л. Рабочая температура не выше 20-30 К. При этом, ряд пучков «смотрит» на водяные замедлители комнатной температуры.

Важным требованием, предъявляемым к холодному замедлителю нейтронов, является то, что он должен работать в циклическом режиме, включающем этапы загрузки «свежего» вещества перед началом цикла работы реактора и выгрузки, отработанного после его завершения.



Рис. 7. Биспектральный замедлитель нейтронов реактора ИБР-2

Циклический режим работы такого замедлителя может быть обеспечен тем, что вещество замедлителя, которое в результате предварительного охлаждения переведено в состояние твердой фазы, будет поступать в рабочую камеру в виде предварительно откалиброванных фрагментов оптимальной формы. Наиболее удобной для загрузки замороженной смеси в камеру замедлителя является сферическая форма шариков. Такой способ загрузки камеры замедлителя позволяет легко снимать энерговыделение от замедления быстрых нейтронов, а также оперативно производить загрузку и выгрузку вещества замедлителя, что делает ресурс работы замедлителя практически неограниченным. Важно и то, что шариковая структура в отличие от цельного замороженного куска материала позволяет образующемуся в результате облучения радиолитическому водороду беспрепятственно покидать камеру замедлителя, не создавая в ней избыточного давления.

Принцип работы генератора мезитиленовых шариков основан на формировании ледяного шарика из смеси мезитилена и m-ксилола на поверхности жидкого азота. В момент замерзания шарик удерживается на поверхности парами кипящего азота, и после образовании твёрдой оболочки – тонет. До момента образования твёрдой оболочки возможно слипание шариков, если на поверхности их будет больше одного. Генератор шариков представлен на рисунке 8 и состоит из внешнего криостата, внутри которого расположены так называемые «соты».



Рис. 8. Устройство для массового приготовления твердых шариков из

смеси мезитилена и м-ксилола: а – общий вид устройства сбоку, б – соты с шариками, в – металлическая емкость с капельницей

В верхней части криостата располагается металлическая емкость с отверстиями малого диаметра, в которую заливается смесь жидкого мезитилена и m-ксилола. Диаметр отверстий является регулируемым, что позволяет задавать оптимальную скорость образования капли, и, соответственно, свести к минимуму разброс значений диаметров получаемых замороженных шариков. Из жидкой смеси образуются капли диаметром 3,5-3,9 мм, которые падают в «соты» из 19 ячеек с жидким азотом – в каждую ячейку падает одна капля, время замораживания жидкой капли в азоте ~10 секунд. Охлаждаемые капли в виде сфер сначала в течение нескольких секунд находятся на поверхности жидкого азота, удерживаемые потоком испаряющегося газа, а затем тонут и попадают в общий цилиндр, который находится внутри криостата и в который вставлены соты. В цилиндре шарики хранятся, пока не закончится процесс их изготовления. Скорость изготовления составляет 80 шариков/мин. Количество шариков, необходимых для полной загрузки камеры замедлителя и для его нормальной работы в течение одного цикла работы реактора – около 30000 штук. Изготовленные шарики подвергаются селекции по размеру – необходимо отсеять шарики, размер которых не вписывается в интервал 3,5-3,9 мм. Процесс селекции производится вручную путем просеивания на сетчатом сепараторе, нижняя часть которого находится внутри сосуда с жидким азотом (рис. 9).



#### Рис. 9. Сетчатый сепаратор шариков

Сепаратор состоит из внешнего и внутреннего цилиндров, днища которых представляют собой металлические сетки с круглыми отверстиями диаметром 3,5 мм и 3,9 мм соответственно. Внутренний цилиндр с сеткой 3,9 мм является съемной частью и после просева удаляется вместе с ненужными шариками большого размера. Все мелкие шарики и осколки оседают на дне сосуда, а шарики с диаметрами из нужного интервала остаются во внешнем цилиндре на сетке с ячейками 3,5 мм. Эти шарики высыпаются в мерный объем вместе с жидким азотом, избегая, таким образом, контакта с воздухом. По мере изготовления полученные шарики (рис. 10) помещаются в сосуды Дьюара для хранения и дальнейшей транспортировки к месту расположения дозирующего устройства холодного замедлителя.



Рис. 10. Фотография шариков из смеси мезитилена с м-ксилолом в жидком азоте

Холодный замедлитель нейтронов реактора ИБР-2 (проектное название – «КЗ202»), представляет собой камеру, с габаритными размерами 180 мм · 40 мм · 180 мм, заполняемую рабочим материалом в виде замороженных шариков из смеси ароматических углеводородов мезитилена и метаксилола путем пнев-мотранспорта потоком холодного гелия с температурой около 80 К (рис. 11).



Рис. 11. Шариковый холодный замедлитель нейтронов реактора ИБР – 2: 1 – водяной замедлитель, 2 – камера холодного замедлителя, 3 – активная зона ИБР-2, 4 – пневмотранспортный трубопровод (первый контур охлаждения), 5,6 – биологическая защита, 7 – датчики движения замороженных шариков в

трубе, 8 – дозирующее устройство, 9 – теплообменник, 10 – криогенная гелиевая машина КГУ-700 и второй контур охлаждения, 11 – трубопровод для аварийного отвода водорода, 12 – газодувка, 13 – газгольдер, 14 – трубопровод отвода гелия от камеры замедлителя, 15 – датчики расхода гелия (трубка Пито), 16 – емкость для слива отработанного мезитилена и м-ксилола

Принцип работы замедлителя отчасти подобен известным предложениям проектов шарикового твердометанового замедлителя [49].

Шариковый холодный замедлитель нейтронов состоит из первого и второго контуров охлаждения. Первый контур включает в себя камеру холодного замедлителя (2), пневмотранспортный трубопровод (4), датчики движения замороженных шариков в трубе PD (7) и датчик расхода гелия G, соединенный с трубкой Пито (15), дозирующее устройство (8), газодувку (12) и трубопровод отвода гелия от камеры замедлителя (14). Второй контур охлаждения состоит из криогенной гелиевой установки КГУ 700 и трубопроводов подвода и отвода гелия к/от КГУ. Теплообменник (9) предназначен для передачи низкой температуры от гелия во втором контуре охлаждения гелию, циркулирующему в первом контуре охлаждения. Заполнение первого контура охлаждения гелием происходит после его вакуумирования до Р=10<sup>-1</sup>-10<sup>-2</sup> торр (форвакуум). Гелий подается из газгольдера (13), с избыточным давлением в 1,03 атм. Избыточное давление в пневмотранспортном трубопроводе необходимо для обеспечения нужного расхода гелия при загрузке камеры замедлителя замороженными шариками. После заполнения запускают газодувку, и гелий начинает циркулировать в первом контуре охлаждения и через теплообменник. Параллельно с этим процессом запускают КГУ и температура гелия в обоих контурах охлаждения начинает понижаться. Трубопроводы двух контуров и теплообменник заключены в вакуумные кожухи для уменьшения передачи тепла из окружающей среды. По криогенному пневмотранспортному трубопроводу (4) охлажденному до температуры 80-85 К осуществляется доставка замороженных шариков из дозирующего устройства в камеру замедлителя, расположенную
вблизи активной зоны (3) реактора. В процессе загрузки расход гелия фиксируется датчиком дифференциального давления DXLdp (обозначен на схеме как G), соединенным с трубкой Пито (15). Датчик PD, расположенный на пневмотранспортном трубопроводе, перед участком подъема (между биологической защитой 5 и 6), кроме расхода гелия фиксирует образование возможных шариковых пробок или заторов в трубе. Датчик PD, расположенный у дозирующего устройства фиксирует процесс движения шариков внутри трубопровода. Для заполнения камеры замедлителя необходимо загрузить 1 литр замороженных шариков. После окончания загрузки камера с шариками охлаждается до рабочей температуры 30 К. При этой температуре замедлитель может работать в течение всего цикла реактора ИБР-2 на мощности 2 МВт.

После остановки реактора (снижение мощности до нуля), расплавленный рабочий материал удаляется в специальную емкость для слива и утилизации (16), после чего замедлитель готовят к следующему циклу.

Шариковый холодный замедлитель представляет собой весьма сложную систему, создание которой требовало поэтапного решения конкретных методических и конструкторских задач [50]. К первостепенным задачам относилось обеспечение загрузки замороженных шариков в камеру замедлителя. Сложность в решении проблемы транспортировки шариков по криогенной транспортной линии замедлителя состоит в отсутствии теоретических и экспериментальных данных об адгезионных, трибологических и упругопластических свойствах твердого аморфного мезитилена и его 70% смеси с м-ксилолом. Данные о движении одиночного шарика по цилиндрической широкой трубе с учетом трения качения и скольжения, влиянии на этот процесс отклонений реальной формы шариков от идеальной сферической, закономерностях движения потока шариков с механическими свойствами мезитилена при преодолении подъемов различной конфигурации, влиянии шероховатости и турбулентности потока, влиянии теплопритоков из окружающей среды газа также отсутствовало.

Поэтому на первом этапе была проведена экспериментальная и теоретическая оценка теплопритоков из окружающей среды к пневмотранспортной трубе [51-53]. На втором этапе проводили теоретическую оценку параметров пневмотранспорта шариков в круглой идеальной трубе и в трубе с шероховатостью поверхности. Результаты этой оценки сравнивали с результатами экспериментального моделирования движения стеклянного шарика в стеклянной [54] и длинной стальной трубе [55]. И, наконец, на последнем этапе, перед проектированием и созданием шарикового холодного замедлителя на реакторе ИБР-2, движение шариков исследовали с использованием испытательного стенда, представляющего собой прототип реального холодного замедлителя нейтронов [56-59].

Создание холодных замедлителей для нейтронных источников является актуальной и важной задачей, поскольку обеспечивает значительное увеличение потока нейтронов в области больших длин волн, так необходимой экспериментаторам. Вещества, которые обычно используют в качестве холодных замедлителей обладают рядом недостатков, которых нет у ароматического углеводорода мезитилена. Предложена оригинальная конструкция шарикового холодного замедлителя для реактора ИБР-2 на основе смеси ароматических углеводородов – мезитилена и метаксилола. Для практической реализации такого проекта требуется проведение большой научно-исследовательской и опытно-конструкторской работы.

## ГЛАВА 2. ИССЛЕДОВАНИЕ ПНЕВМОТРАНСПОРТА ШАРИКОВ ХОЛОДНОГО ЗАМЕДЛИТЕЛЯ НЕЙТРОНОВ

При заполнении камеры замедлителя скорость пневмотранспортировки шариков, из-за их малой ударной прочности, не должна превосходить определенного предела, который был определен экспериментально и составляет 4 м/с. В то же время она не может быть очень малой в силу ограничений на время загрузки камеры замедлителя и из-за возможного образования заторов у подъемов трассы. Поэтому одним из критических моментов при разработке и проектировании системы пневматической транспортировки шариков является определение характера и скорости их движения по пневмотрассе, начиная с этапа разгона после их введения в трассу через специальный шлюз, используемый в качестве дозирующего устройства. Реальный характер движения шарика в трубе достаточно сложен в силу возможности отклонения его траектории от вертикальной плоскости и нерегулярности самого движения (прыжки), которая обусловлена неровностями трубы (в т.ч. ее шероховатостью), отклонением формы шарика от сферы и другими неконтролируемыми факторами. Однако большая протяженность пневмотрассы позволяет надеяться, что влияние перечисленных случайных факторов на усредненные параметры движения большого количества шариков будет незначительно. Оценить величину такого влияния можно путем сопоставления результатов численного моделирования простейшей формы регулярного движения шарика с экспериментом.

## 2.1. Численное моделирование и расчет по аналитической упрощенной модели пневмотранспорта шариков в круглой идеальной трубе

Рассмотрим движение (скольжение) идеального шарика в наклонной трубе круглого сечения <u>при отсутствии его вращения</u>. На рис. 12 указаны оси координат и направление сил, действующих на шарик в потоке газа.



Рис.12. Направление аэродинамических сил и осей в используемой декартовой системе координат.  $F_x$  и  $F_y$  – продольная и ортогональная составляющие аэродинамической силы, действующей на шарик,  $F_{mp.ck.}$  – сила трения скольжения,  $v_{gas}$  – скорость газа,  $m_{ball}g$  – сила тяжести, действующая на шарик,  $\alpha$  – угол наклона

Аэродинамические силы, действующие на шарик, пропорциональны кинетическому напору газа ( $\rho_{gas}v_{gas}^2$ )/2 и безразмерным аэродинамическим коэффициентам, зависящим от относительной скорости шарика  $v_{ball}/v_{gas}$ , характерного числа Рейнольдса  $Re_{pipe}$ , рассчитанного по средней скорости газа и диаметру трубы  $D_{pipe}$ , и от отношения диаметра шарика  $d_{ball}$  к диаметру трубы (см., например, [60]). Тогда движение шарика (его скорость  $v_{ball}$  и ускорение *а*) при отсутствии вращения описываются следующим уравнением:

$$\frac{dv_{ball}}{dt} = -g(\sin\alpha + k\cos\alpha) + \frac{F_x}{m_{ball}g} + \frac{kF_y}{m_{ball}},$$

или, после подстановки выражений для сил и массы:

$$\frac{dv_{ball}}{dt} = -g(sin\alpha + kcos\alpha) + 0.75 \left(\frac{\rho_{gas}}{\rho_{ball}d}\right) v_{gas}^2 C_x + 0.75k \left(\frac{\rho_{gas}}{\rho_{ball}d}\right) v_{gas}^2 C_y, \quad (1)$$

здесь и на рис. 12,  $m_{ball}$  – масса шарика, g – ускорение силы тяжести,  $F_x$  и  $F_y$  – составляющие аэродинамической силы,  $\alpha$  – угол наклона, k – коэффициент трения скольжения,  $v_{gas}$  – среднее значение скорости потока газа по сечению трубы,  $\rho_{gas}$  и  $\rho_{ball}$  – плотности газа и шарика,  $C_x$  и  $C_y$  – безразмерные аэродина-мические коэффициенты.

Вводя параметр C<sub>1</sub> = 0,75 
$$\left(\frac{\rho_{gas} v_{gas}^2}{\rho_{ball} d}\right)$$
, приводим уравнение (1) к виду

$$\frac{dv_{ball}}{d\bar{t}} = -g(\sin\alpha + k\cos\alpha) + C_1 C_x \left( \frac{v}{v_{gas}}, Re_{pipe} \right) + k C_1 C_y \left( \frac{v}{v_{gas}}, Re_{pipe} \right)$$
(2)

Аналогично, <u>при качении шарика и при полном отсутствии скольжения</u>, уравнение движения центра масс может быть записано в виде

$$m_{ball} \frac{dv_{ball}}{dt} = -m_{ball}gsin\alpha + F_x + F_{TK}$$
, где  $F_{TK}$  – сила трения качения (3)

Момент силы, действующей на шар относительно его центра, определяется равенством

$$J\frac{d\omega}{dt} = M_z + F_{\rm TK}R_{ball},\tag{4}$$

где M<sub>z</sub> – момент, действующий на шарик со стороны потока газа, *R<sub>ball</sub>* – радиус шара, а момент инерции шара

$$J = \frac{2}{5}m_{ball}R_{ball}^2, \quad \omega = -\frac{v_{ball}}{R_{ball}}$$

Исключая *F*<sub>тк</sub> из уравнений (3) и (4), получим в итоге

$$\frac{dv_{ball}}{dt} = \frac{5}{7} \left[ C_1 C_x - g \sin \alpha - C_1 C_m \right]$$
(5)

где введено обозначение  $C_m = \frac{16M_z}{\rho_{gas} v_{gas}^2 \pi d_{ball}^3}$ . Следует иметь в виду, что в уравнениях (2) и (5)  $C_x$ ,  $C_y$  и  $C_m$  есть функции относительной скорости шариков.

Итак, как видно из уравнений (2) и (5), для расчета движения шарика в прямой трубе без учета влияния неидеальности стенок трубы и шариков достаточно определить зависимость безразмерных коэффициентов сил и момента от скорости шарика в широком диапазоне скоростей шарика. Эта задача решалась на основе численного моделирования.

Численное моделирование движения шарика по трубе проводилось для двух предельных случаев: 1) движение шарика без вращения (скольжение с малым коэффициентом трения) и 2) вращение шарика в случае качения без проскальзывания. Считалось, что в трубе шарик начинает двигаться из состояния полного покоя.

Расчеты аэродинамических сил и моментов, действующих на шарик, проводились в системе координат, связанной с центром шарика, при его установившемся движении вдоль трубы с заданной скоростью при двух значениях средней по сечению скорости газа в пневмотрассе  $v_{gas} = 8$  и 11 м/с. Геометрические параметры и параметры потока имели следующие значения: диаметр трубы  $D_{pipe} = 17$  мм, диаметр шарика  $d_{ball} = 5$  мм, температура несущего газа азота на входе в пневмотрассу Т=300 К, давление газа Р=1,01325 бар с постоянным объемным расходом Q=1,8 л/с (скорость газа  $v_{gas}=8$  м/с) или Q=2,5 л/с  $(v_{gas} = 11 \text{ м/c})$ . Скорость движения шарика задавалась в диапазоне  $0 \le v_{ball} \le$ v<sub>gas</sub>. Поскольку плотность материала шарика много больше плотности газа, нестационарный характер обтекания в процессе разгона мало влияет на аэродинамические силы и моменты из-за того, что характерное время изменения скорости шарика значительно превосходит время установления обтекания и аэродинамических сил. Полученные значения сил и моментов при  $v_{hall} = \text{const}$ были использованы для расчета движения шарика по трубе, начиная с момента его старта и до выхода на максимальную скорость.

Согласно результатам расчетов, аэродинамические силы и момент, действующие на шарик со стороны газа, изменяются в зависимости от скорости движения шарика вдоль трубы, так как показано на рис. 13 и 14, где представлены зависимости  $C_x$ ,  $C_y$  и  $C_m$  от скорости шарика для  $v_{gas} = 8$  м/с.



Рис. 13. Зависимости коэффициентов продольной  $C_x$  (кружки) и нормальной  $C_y$  (треугольники) составляющей аэродинамических сил, действующих на шарик, от скорости его движения при скорости газа 8 м/с; темные символы соответствуют качению шарика без проскальзывания, светлые – полному отсутствию вращения и только скольжению



Рис. 14. Коэффициент момента аэродинамических сил С<sub>т</sub>, действующих на шарик в направлении по нормали к плоскости симметрии, проходящей через центр шарика и продольную ось трубы, в зависимости от скорости движения шарика при скорости газа 8 м/с; темные символы соответствуют ка-

чению шарика без проскальзывания, светлые – полному отсутствию вращения и только скольжению.

В начальный момент времени на шарик, покоящийся относительно потока, действует со стороны газового потока максимальная продольная сила, обеспечивающая ускорение шарика вдоль оси трубы. Наличие трения о стенку трубы и момента сил, действующего со стороны газа, приводит к появлению вращения шарика; при реальных значениях коэффициента трения шарик проскальзывает только на небольшом отрезке времени в начале своей траектории. Поэтому *случай качения шарика* по идеально ровной трубе без проскальзывания *представляет наибольший интерес*, поэтому далее случай скольжения шара без его вращения рассматриваться не будет.

Полученные коэффициенты аэродинамических сил и момента использовались при расчете скорости движения сферически симметричного шарика и пройденного им расстояния вдоль прямой, цилиндрической и гладкой трубы (под «гладкой» понимаем трубу, размер шероховатости стенок которой на 3-4 порядка меньше диаметра шарика). Результаты интегрирования уравнений движения шарика при его качении вдоль горизонтальной трубы приведены на рис. 15.



Рис. 15. Зависимость скорости шарика от времени его движения в трубе при качении без проскальзывания: а – при скорости газа 8 м/с, б – при скорости газа 11 м/с.



Рис. 16. Коэффициент  $C_x$  продольной силы, действующей на шарик при скорости газа  $v_{gas} = 8 \text{ м/с} - сплошная линия и светлые квадраты и <math>v_{gas} = 11 \text{ м/c}$ – пунктир и темные квадраты, в зависимости от относительной скорости шарика  $v_{ball}/v_{gas}$ 

Из рисунка 16 видно, что зависимость коэффициента  $C_x$  примерно одинакова для скоростей газа 8 и 11 м/с и соответствующих им скоростей шариков. То же самое справедливо и для коэффициентов  $C_y$  и  $C_m$ . Слабое отличие зависимостей коэффициентов сил и момента от скорости движения шарика вдоль трубы при различном объёмном расходе газа позволяет разработать упрощенную модель движения шарика по трубе, в которой коэффициенты сил и момента задаются приближенными аналитическими зависимостями от относительной скорости шарика.

С целью получения возможности аналитического решения уравнений, функции  $C_x$ ,  $C_y$  и  $C_m$  от отношения скорости шарика к скорости газа можно аппроксимировать параболической зависимостью. Тогда уравнение движения при «чистом» качении будет иметь легко интегрируемый вид:

$$\frac{dv_{ball}}{dt} + 0.714gsin\alpha = 0.525 \left(\frac{\rho_{gas}}{\rho_{ball}d_{ball}}\right) v_{gas}^2 C_{x0} \left(Re, \frac{d_{ball}}{D_{pipe}}\right) \cdot \Phi\left(\frac{v_{ball}}{v_{gas}}\right)$$
(6)

где 
$$\Phi\left(\frac{v_{ball}}{v_{gas}}\right) = \left(1 - \bar{a} \cdot \frac{v_{ball}}{v_{gas}} + b \cdot \left(\frac{v_{ball}}{v_{gas}}\right)^2\right)$$
, а  $C_{x0} = C_x(0) + C_m(0)$  – коэффициент

сопротивления покоящегося шарика, находящегося в наклонной трубе (до 40<sup>0</sup>) и удерживаемого в фиксированном положении потоком газа.

Константы  $\bar{a}$  и *b* могут быть определены либо из конкретного вида зависимостей  $C_x$  и  $C_m$ , полученных по результатам численного моделирования обтекания шарика в трубе, либо из экспериментальной зависимости ускорения от скорости. В сделанных приближениях решение уравнения (6) при b  $\neq$  0 выглядит так:

$$\bar{v}_{ball} = \frac{Y_{-} \cdot (\bar{v}_{ball \, 0} - Y_{+}) - Y_{+} \cdot (\bar{v}_{ball \, 0} - Y_{-}) \cdot exp(\gamma t)}{(\bar{v}_{ball \, 0} - Y_{+}) - (\bar{v}_{ball \, 0} - Y_{-}) \cdot exp(\gamma t)}$$
(7)

Здесь приняты следующие обозначения:

$$ar{v}_{ball} = rac{v_{ball}}{v_{gas}}$$
 - относительная скорость шарика,  $ar{v}_{ball \, 0} = rac{v_{ball}(t=0)}{v_{gas}}$ 
 $\gamma = -rac{f_{x0}}{v_{gas}} \sqrt{\overline{a^2} + 4b \left(rac{gsin\alpha}{1,4f_{x0}} - 1
ight)}$ 
 $f_{x0} = 0,525 \cdot \left(rac{
ho_{gas}}{
ho_{ball} d_{ball}}\right) v_{gas}^2 C_{x0}$ 
 $Y_{\pm} = rac{ar{a} \pm \sqrt{\overline{a^2} + 4b \left(rac{gsin\alpha}{1,4f_{x0}} - 1
ight)}}{2b}$ 

Для пройденного пути получим выражение:

$$x(t) = \left(\frac{v_{gas}}{\gamma}\right) \cdot \left(Y_{+} - Y_{-}\right) \cdot ln\left(\frac{(\bar{v}_{ball 0} - Y_{-}) \cdot exp(\gamma t) + Y_{+} - \bar{v}_{ball 0}}{Y_{+} - Y_{-}}\right) + Y_{-} \cdot v_{gas}t \tag{8}$$

Если b = 0 (такое приближение можно использовать в любом узком интервале скоростей шарика), то решение уравнения (6) имеет простой вид:

$$v_{ball} = v_{ass} + (v_{ball}(0) - v_{ass}) \cdot exp(\gamma_0 t), \tag{9}$$
  
где  $\gamma_0 = -\frac{\bar{a}f_{x0}}{v_{gas}}, v_{ass} = \frac{v_{gas}}{\bar{a}} \left(1 - \frac{gsina}{1,4f_{x0}}\right).$ 

Путь, пройденный шариком, выразится теперь, как

$$x(t) = v_{ass}t - \frac{(v_{ball}(0) - v_{ass})(1 - exp(\gamma_0 t))}{\gamma_0}$$
(10)

Сравнение приближенных аналитических решений с численными для нулевого угла наклона трубы к горизонту дано на рис. 17. В приближенных расчетах константы  $\bar{a}$  и *b* в функции  $\Phi\left(\frac{v_{ball}}{v_{gas}}\right)$  определены из численной зависимости коэффициентов  $C_x$  и  $C_m$  для катящегося шарика (рис. 13, 14 и 16). Видно, что аналитический и численный расчеты показывают хорошее совпадение.



Рис. 17. Сравнение зависимостей скорости шарика (в размерных величинах) от времени при его качении в трубе без проскальзывания (кривая отмечена кружочками) при скоростях газа 8 и 11 м/с. Кружки – численное моделирование, квадраты – аналитическое решение уравнения (6).

Аналитические решения уравнений движения шарика могут быть использованы только для случая идеально-сферического шарика и прямой, цилиндрической и гладкой трубы.

# **2.2.** Экспериментальное моделирование пневмотранспорта стеклянных шариков в стеклянной трубе

Представленная выше модель движения шарика требовала экспериментальной проверки для оценки влияния неучтенных факторов: нерегулярности движения шарика, его колебаний и хаотических отклонений от движения вдоль оси трубы, шероховатости стенок трубы, отклонения от шарообразной формы и т.д. Исходными данными для определения скорости и координаты от

времени являются зависимости ускорения шарика от параметров его движения в потоке газа. Поэтому в экспериментальных исследованиях основная задача состояла в определении зависимости ускорения шарика от его скорости при движении по трубе.

Характер движения шарика и его скорость относительно потока газа будут в основном определяться отношением  $\frac{d_{ball}}{D_{nine}}$ , числом Рейнольдса, рассчитанным по диаметру шарика (или диаметру трубы) и величиной безразмерного комплекса  $\left(\frac{\rho_{gas}v_{gas}^2}{\rho_{baudbaua}}\right)$ . Равенство этих трех комплексов для модели и пневмотранспорта мезитиленовых шариков есть условие газодинамического и кинематического подобия. Поэтому все лабораторные исследования проводились для стеклянных шариков в стеклянной трубе, диаметры которых были равны 5 и 17 мм соответственно, при транспортировке потоком газообразного азота комнатной температуры. В этом случае числа Фрода  $\frac{\rho_{gas}}{\rho_{ball} d_{ball}}$  и числа Рейнольдса близки для случая транспортировки шариков из стекла азотом комнатной температуры и для практически важного случая движения шариков из твердого мезитилена потоком гелия с температурой 80К: для азота  $\rho_{gas} =$ 1,25  $\frac{\kappa\Gamma}{M^3}$  (при давлении 1,1 бар),  $\frac{\rho_{gas}}{\rho_{hall}d_{hall}} = 0,11 \left(\frac{1}{M}\right)$ ; для гелия  $\rho_{gas} = 0,55 \frac{\Gamma}{CM^3}$ ,  $\frac{\rho_{gas}}{\rho_{ball}d_{ball}} = 0,11 \left(\frac{1}{M}\right)$ . Небольшое, около 10%, отличие в числах Рейнольдса (Re ~ 5000÷10000 при скорости газа 6-12 м/с) не существенно, так как для слабо турбулентного потока аэродинамические коэффициенты имеют минимум в этом диапазоне чисел Рейнольдса [61].

Для определения искомой зависимости «скорость - ускорение» использовали метод визуализации движения шарика. Схема экспериментальной установки приведена на рис. 18. Продольные координаты шарика на всем пути движения в стеклянной трубе длиной 3,6 м регистрировались путем одновременной видеосъемки несколькими цифровыми фотокамерами с частотой кадров 30 Гц и временем экспозиции 1/2000 с. Так как длина экспериментальной трубы была недостаточна для набора шариком скорости более 1/3 от скорости газа, то диапазон скоростей в ряде опытов был расширен за счет наклона трубы вниз к горизонту на 9-15<sup>0</sup>. Всего было сделано более сотни пусков, получено более 3000 снимков.



Рис. 18. Упрощенная схема стенда для измерения параметров движения шарика в стеклянной трубе в потоке газа: 1 – стеклянная трубка диаметром 17.3 мм и длиной – 3,6 м; 2,3 – шлюз загрузки шарика с шаровым вентилем; 4 – гибкий участок подающего газопровода с малым давлением, диаметром 14 мм и длиной 5м; 5 – ротаметр; 6 – участок газопровода с большим гидравлическим сопротивлением; 7 – накопительная емкость объемом 63 л (совместно с нагрузкой 6 служит фильтром колебаний расхода газа); 8 – редукторы, понижающие расход; 9 – участок подающего газопровода большого давления (около 10 бар); 10 – баллон со сжатым воздухом (до 60 бар); 11 – осветительные прожекторы; 12 – видеокамера; 13 – измерительная линейка

Путем компьютерной обработки отснятых видеоклипов определялись средние значения скорости шарика как за время 1/30 с (погрешность  $\pm 0,03$  м/с), так и на любом отрезке пути. На отрезке 0,5 метра погрешность измерения скорости не превышала 1%, а погрешность среднего значения ускорения 0,1 - 0,2 м/с<sup>2</sup>. Однако, в действительности разброс значений ускорения в одинаковых условиях опыта достигал 0,5-0,6 м/с<sup>2</sup> (см. рис. 19), что наиболее характерно для скоростей шарика более 2-3 м/с. Большой разброс оценки ускорения ускорения связан с возникающими при значительной скорости шарика нерегуляр-

ными колебаниями скорости из-за его «рысканий», то есть отклонения направления скорости шарика от оси трубы в горизонтальной плоскости, прыжков (нерегулярных движений шарика в вертикальной плоскости и потери скорости при последующих ударах о поверхность трубы (см. гл. 2.3)). Этот эффект ограничил диапазон значений скорости шарика для нахождения связи «скоростьускорение» величиной ~ 50% от скорости газа.

Параметры движения шарика диаметром 5 мм в стеклянной трубе были измерены при трех значениях средней скорости газа 6, 8 и 11 м/с. Скорость газа контролировалась с помощью ротаметра с точностью около 5%. Ротаметр градуировался как по скорости снижения давления газа в накопительной емкости, так и дифференциальным манометром с трубкой Пито.

Были также проведены опыты по определению коэффициента сопротивления покоящегося шарика  $C_{x0}$  (табл. 1). Значение скорости газа, при котором шарик находится в покое при заданном угле наклона трубы, оценивалось как среднее между значением скорости, когда шарик начинает скатываться вниз, и скоростью, когда шарик начинает катиться вверх. Эта разность определяется трением покоя.

Таблица 1. Коэффициенты сопротивления покоящегося шарика ${\it C}_{x0}$	(диаметр
шарика 5 мм, трубы — 17,3 мм) при скорости газа 6 м/с — 8 м/с.	

	Теория для гладкой трубы	Эксперимент
Стеклянный шарик, чистый скорость газа 6 м/с	0,715	0,795±0.025
Стеклянный шарик, чистый, скорость газа 8 м/с	0,70	0,795±0.025
Стеклянный шарик, покрашенный сажей	-	0,857±0.025

По результатам опытов с покоящимся шариком, когда скорость потока подбиралась таковой, чтобы обеспечить висение шарика в наклонной трубе,

газодинамические силы оказались несколько выше, чем предсказывает теория. Причем это превышение составляет около 10-15%. Это связано с тем, что покоящийся в круглой трубе шарик на самом деле колеблется в потоке газа, совершая маятниковые движения «вверх-вниз» по окружности трубы. В результате эффективное трение «качения» в покое оказывается много больше «настоящего» (которое равно примерно 0,003) и лежит в интервале 0,1 – 0,01. Шарики, покрытые тонким слоем сажи, имеют еще большее газодинамическое сопротивление из-за шероховатости поверхности.

На отдельных установках измерялись коэффициенты трения скольжения k стекла по стеклу, стекла по стали, твердого мезитилена по стали (обычным методом скатывания с наклонной плоскости), а также коэффициенты восстановления скорости (отношение скорости шарика, после его отскока при ударе о твердую стенку под углом 90°, к начальной скорости шарика) при ударе  $k_v$  о стальной лист и стеклянную пластинку толщиной, равной толщине стенок труб (2 мм), используемых для транспорта шариков (табл. 2).

Таблица 2. Коэффициенты трения скольжения k и восстановления скорости при ударе k<sub>v</sub>

	k	$k_{v}$
Стекло по стеклу (300К)	0,33 ±0,01	0,93±0,02
Стекло по стали (300К)	0,404 ±0,01	0,775±0,015
Мезитилен по стали (100К)	0,49 ±0,04	0,63±0,02

Измеренные значения коэффициентов трения скольжения стекла по стеклу (0,33) и твердого мезитилена по стали (0,5) таковы, что проскальзывание шарика при его движении в прямой трубе в вертикальной плоскости симметрии практически невозможно, и на большей части траектории шарик будет катиться или совершать отскоки от стенок трубы и прыжки. При движении в криволинейных участках трубы, когда коэффициент трения качения вследствие центробежной силы может оказаться близким или даже выше коэффициента трения скольжения, а также при движении шарика с «рысканием», возможно проскальзывание шарика.

#### Обсуждение теоретических и экспериментальных результатов

Главные результаты опытов по пневмотранспорту стеклянных шариков на установке со стеклянной трубой представлены на рис. 19а-19в. На этих же рисунках показаны теоретические данные, полученные по аналитической упрощенной модели движения шарика в гл. 2.1.

Как видно из рис. 19, расчетные ускорения шарика (и, соответственно, действующие на шарик силы), усредненные по многим пускам, при заданной его скорости согласуются с экспериментом (в пределах погрешности измерений) только в узком диапазоне 20-40% от скорости газа, если предположить качение шарика. При скорости шарика в районе 40-50% от скорости газа ускорение падает быстрее, чем предсказывает теория, и уже при скорости около 50 % становится даже отрицательным. Следует отметить, что разброс экспериментальных точек на рисунках связан не столько с погрешностью измерений, сколько с нерегулярностью движения шариков.

Практически во всем диапазоне скоростей движение шарика нерегулярно, подвержено то замедлению, то ускорению (рис. 20). Кроме того, пьезоэлектрические датчики, установленные на стеклянной трубе, показали наличие ударных импульсов как раз в такие моменты, когда шарик терял скорость.

Наиболее вероятной причиной потери скорости шарика является шероховатость трубы (и шарика). Наличие отдельных, даже небольших неровностей (порядка 10 мкм), вызывает подскоки шарика и потерю скорости при последующих прыжках. Безусловно, эти события случайны, и в результате скорость шарика, измеренная на выходе из трубы, испытывает флуктуации. Так как удары шарика при отскоках могут привести к его *разрушению*, то важно было количественно исследовать флуктуации скорости шарика и частоту их ударов о стенки стальной трубы, поэтому была проведена теоретическая оценка нерегулярного движения шара внутри трубы.



Рис. 19. Зависимость ускорения стеклянного шарика диаметром 5 мм от его скорости при качении в стеклянной трубе диаметром 17,3 мм при скорости газа азота 6 м/с (а), 8 м/с (б) и 11 м/с (в). Кружки и квадраты – эксперимент (размер квадратов примерно соответствует погрешности измерений), сплошные линии – расчет для гладкой трубы, пунктирные линии и уравнения на графиках – линейная аппроксимация экспериментальных данных (для 6 м/с линии расчетная и экспериментальная почти совпадают)



Рис. 20. Два примера (а, б) нерегулярного поведения скорости шарика на небольшом отрезке пути; скорость газа – 8 м/с. Аппроксимирующая кривая – экспонента.

## 2.3. Нерегулярность движения шара в прямой трубе с шероховатостью внутренней стенки

При качении шара в круглой трубе в потоке газа на него, помимо постоянно действующих сил (продольной силы, подъемной силы Магнуса и момента сил относительно оси вращения) действуют переменные силы стохастического характера, обусловленные в основном турбулентностью потока газа, шероховатостью внутренней стенки и несферичностью шара. В турбулентном потоке флуктуации скорости газа в поперечном направлении вызывают прецессию оси вращения, что приводит к колебательному движению шара поперек оси круглой трубы – «рысканию». Частота этих колебаний при малой амплитуде порядка  $\sqrt{0,25} (g/D_{pipe})$ , для трубы диаметром 17 мм, около 6 Гц. При рыскании невозможно чистое качение; шарик будет проскальзывать с уменьшением скорости пневмотранспорта, что и подтверждается экспериментально. Однако часто наблюдалось, что шарик за короткие промежутки времени (0,03 с) переходил вверх-вниз-вверх по диаметру трубы, при этом значительно теряя продольную скорость (рис. 20 б). Если бы это было развитое рыскание, т.е. винтовое движение без скольжения, то потери скорости не происходило бы. Вероятно, рыскание не может быть главной причиной случайных флуктуаций скорости шарика. Кроме рысканий, шар испытывает *прыжки и отскоки* в процессе движения из-за шероховатости стенок. При попадании шарика на какоелибо препятствие (назовем его «порогом») он может приобрести составляющую скорости, направленную по нормали к стенке трубы. Наличие этой компоненты скорости приводит к отскокам шарика от стенок трубы. При отскоках шарик теряет не только нормальную составляющую скорости, но и продольную. Причина в том, что время нахождения шарика в контакте со стенкой  $t_c$ при ударе является конечной величиной. В это время шарик проскальзывает из-за одновременного его движения вдоль трубы, что ведет к потере кинетической энергии на преодоление трения скольжения (см. рис. 21).



#### Рис. 21. Потеря скорости шарика при косом ударе о стенку

Величину этой потери нетрудно оценить. Она равна  $dE = F \cdot L = (m_{ball}v_y/t_c)$  ( $v_x t_c$ )  $\mu = m_{ball}v_xv_y\mu$ , где F – реакция стенки при ударе,  $v_x$  и  $v_y$  – продольная (вдоль стенки) и ортогональная (поперечная) составляющие скорости, L – длина пути шарика в состоянии скольжения и  $\mu$  – динамический коэффициент трения скольжения, действующий во время контакта со стенкой при столкновении [54-55]. Время соударения  $t_c$  сокращается. И так при каждом отскоке, пока не погасится ортогональная скорость. Суммарная потеря кинетической энергии может достигнуть большой величины, сравнимой с начальным значением  $0,5m_{ball}(v_x)^2$ . В экспериментах наблюдалось по несколько отскоков на пути шарика 0,5 – 1 м. Оценки, приведенные ниже показывают, что даже неровности в 10-15 мкм на длине порядка 200-300 мкм (а именно такой профиль

имеет обычная стальная труба [64-67]) придают шару диаметром 5 мм поперечную составляющую скорости, равную 10-20% от его продольной скорости.

#### Отскок шарика от плоской стенки

Имеется значительное количество литературы, касательно кинематики и динамики косого соударения упругого шара с плоской стенкой [62-67], из которой видно, что универсального подхода к решению этой задачи не существует. В зависимости от угла соударения  $\alpha$  (угол между направлением движения шара и плоскостью; в литературе углом соударения часто называют угол  $\pi/2-\alpha$ ) используется одно из двух приближений:

- при некотором, достаточно большом α пользуются приближением "gripslip" (шар не движется в течение времени контакта);
- при меньших α лучшее приближение к практике дает принцип скольжения шара вдоль плоскости в течение времени контакта "gross slip".

Применение последнего принципа хорошо подтверждается на практике при  $\alpha < 30^{\circ}$ . Из экспериментов [65] значение предельного угла для стальных шаров и стальной стенки – около  $30^{\circ}$ , по теории Кориолиса [62]  $tg\alpha = \frac{2}{7\chi}$ , что дает для стеклянных шариков в стальной трубе критический угол соударения около  $22^{\circ}$ . Здесь величина  $\chi = (1+k_v) \cdot \mu$ , где  $k_v$  есть коэффициент восстановления скорости при ударе (зависит от механических свойств материала шарика и стенки и толщины стенки).

Максимальный угол отскока стеклянных шариков при движении в стеклянной трубе с параметрами шариков, трубы и газа, характерных для описываемых экспериментов не превышал 11<sup>0</sup>-12<sup>0</sup>, поэтому можно применить принцип "gross slip".

Ввиду условия рассматривать движение шара только в вертикальной плоскости, проходящей через ось трубы, достаточно использовать только три уравнения: два – для нормальной и продольной проекций импульса, и одно – для момента импульса относительно оси, проходящей через точку соударения и параллельной оси вращения шара. Обозначим угловую скорость вращения

шара через  $\omega$  ( $\omega$  считаем положительной величиной, если шарик вращается в направлении, когда его окружная скорость в точке удара противоположна продольной скорости), а дополнительными индексами «0» и «1» обозначим соответственно эти величины до и после столкновения со стенкой. Приведем конечные результаты (вывод см. в [64-66]):

$$v_{y1} = -v_{y1} \cdot k_v \tag{11.1}$$

$$\boldsymbol{v}_{\boldsymbol{x}\boldsymbol{1}} = \boldsymbol{v}_{\boldsymbol{x}\boldsymbol{0}} \cdot (\boldsymbol{1} - \boldsymbol{\chi}\boldsymbol{t}\boldsymbol{g}\boldsymbol{\alpha})$$
 11.2

$$\omega_1 = \omega_0 \pm \frac{5}{2R_{ball}} \nu_{x0} \chi \, tg\alpha \qquad \qquad 11.3$$

Здесь tg $\alpha = v_{y0}/v_{x0}$ . Знак «+» в (11.3) используется в случае, когда вектор суммарной скорости шарика в точке удара направлен в сторону продольного движения шарика, а «-» – в противном случае. Здесь важно отметить, что выражение для угловой скорости (11.3) заведомо справедливо только для значений  $|\omega_0 r| \le v_{x0}$ ; иначе расчетная полная кинетическая энергия шара после удара может оказаться больше его начальной кинетической энергии. Это связано с несовершенством упрощенной модели "gross slip". Так как изменение угловой скорости при ударе шарика о стенку всегда идет в сторону сближения с продольной состоянии шарик предполагается катящимся, и эти скорости первоначально равны, то при дальнейшем движении шара примерное равенство этих скоростей будет сохраняться. *Поэтому далее вращение шара не рассматривается*.

#### Изменение скорости шарика при прохождении порога

Ограничим траекторию шарика вертикальной плоскостью, проходящей через ось трубы. Нетрудно понять, что при отклонении шарика от этой плоскости угол соударения со стенкой уменьшается, и сила удара и потеря скорости шарика будут меньше, чем при движении в вертикальной диаметральной плоскости. Иначе говоря, принятое приближение завышает эффекты взаимодействия шарика с неровностями стенок трубы. Схема движения шарика диаметром  $d_{ball}$  при столкновении с порогом высотой h (неровность поверхности, шарика, пылинка) дана на рис. 22.



Рис.22. Траектория шарика в трубе после столкновения с порогом Далее будет рассматриваться в основном случай h <<db/>dball (характерно для нашей задачи). Для расчета кинематики движения шара после столкновения с порогом можно применить тот же подход, что и для косого столкновения шара с плоской стенкой, когда вектор скорости шара составляет с плоскостью

угол а и 
$$sin \alpha = 2 \sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}$$
 .

Тогда значения ортогональной и продольной составляющих скорости  $v_y$ *u*  $v_x$  (положительное направление оси у – в сторону стенки, положительное направление оси х – вдоль плоскости удара) до столкновения с порогом будут:

$$v_{y0} = v_0 \sin\alpha = 2v_0 \sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}$$
$$v_{x0} = v_0 \cos\alpha \cong v_0 \left(1 - 2\frac{h}{d_{ball}}\right)$$

а после столкновения, в соответствии с уравнениями (11),

$$v_{y1} = -v_{y0}k_v = -2v_0k_v\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}$$
$$v_{x1} = v_{x0}(1 - \chi tg\alpha) = v_0(1 - \chi tg\alpha)\left(1 - 2\frac{h}{d_{ball}}\right) \cong v_0\left(1 - 2\chi\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}\right)$$

Переходя к координатам, в которых ось *х* параллельна оси трубы, а ось *у* направлена вверх, получим для соответствующих проекций скоростей шара после столкновения с порогом:

$$v_{y} = -v_{y1}\cos\alpha + v_{x1}\sin\alpha \approx 2k_{v}v_{0}\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}} + 2v_{0}\left(1 - 2\chi\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}\right)\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}} \approx 2v_{0}\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}\left(1 + k_{v} - 2\chi\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}\right) = 2v_{0}\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}\left(1 + k_{v}\right)$$
(12)

$$v_x = v_{x1} \cos \alpha + v_{y1} \sin \alpha \approx v_0 \left( 1 - 2\chi \sqrt{\frac{h}{d_{ball}}} \right).$$

Таким образом, после столкновения с порогом высотой *h* составляющая скорости, ортогональная оси трубы, увеличивается на  $2v_0\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}(1+k_v)$ , а продольная скорость уменьшается на  $2\chi v_0\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}$ . Например, при h = 20 мкм и  $d_{ball} = 5$  мм ортогональная скорость составит 0,22 от начальной скорости шарика, а его продольная скорость – 0,91 от начальной скорости.

## <u>Последовательные отскоки шарика и суммарная потеря продольной</u> <u>скорости после соударения с порогом</u>

Кинематика шара после соударения с порогом зависит от того, состоится ли последующий отскок от стенки трубы в нижней или верхней ее части. Очевидно, что в случае «низкого» порога шарик будет многократно отскакивать только от нижней части трубы. Назовем этот случай «прыжками». В случае «высокого» порога после одного-двух отскоков от верхней стенки шарик также перейдет в режим «прыжков» (рис.22).

Рассмотрим кинематику шарика <u>в случае «низкого» порога</u> при следующих условиях:

- Шарик не встречает другие пороги, помимо исходного;
- Движущая сила со стороны транспортирующего газа постоянна и равна той, которая была до встречи с порогом;
- Труба расположена горизонтально, земное тяготение учитывается.

Уравнение движения шарика в интервале между двумя последовательными отскоками тривиально и не приводится. Порог будет «низким», если выполняется условие

$$\frac{v_y^2}{2g} \le D_{pipe} - d_{ball}$$
, или  $h \le \frac{g(D_{pipe} - d_{ball})d_{ball}}{2v_0^2(1+k_y)^2}$  (13)

Например, для начальной скорости стеклянного шарика 3 м/с в стальной трубе диаметром  $D_{pipe} = 17$  мм, высота «низкого» порога ограничивается 12

мкм. Это соизмеримо с неровностями поверхности трубы, что означает неизбежность прыжков шарика при его движении со скоростью более 1,5-2 м/с и подтверждается экспериментально. При каждом отскоке модуль ортогональной составляющей скорости уменьшается в  $k_n$  раз:

$$v_{y1,n} = k_v v_{y1,n-1}.$$

Здесь n – порядковый номер отскока; первым считаем отскок после прохождения порога, т.е.  $v_{y1,0} \equiv v_y$  из формулы (12). Очевидно, что

$$v_{y1,n} = k_v^n v_y$$

Рекуррентная формула для продольной скорости после *n*-го отскока такова:

$$v_{x,n} = v_{x,n-1} + 2\frac{a}{g}v_{y1,n-1} - \chi v_{y1,n-1}$$

Здесь *а* и *g* – ускорение шарика и ускорение свободного падения, соответственно. Явное выражение для продольной скорости после *n* прыжков будет:

$$v_{x,n} = v_x + v_y \left(2\frac{a}{g} - \chi\right) \frac{1 - k_v^{n+1}}{1 - k_v}$$
(14)

Из (14) следует, что продольная составляющая скорости шарика при  $n \to \infty$ 

$$v_{x,\infty} = v_x + \frac{v_y}{1 - k_v} \left( 2\frac{a}{g} - \chi \right) \tag{15}$$

Подставляя значения  $v_x$  и  $v_y$  из (11), получим конечную скорость шарика после столкновения с «низким» порогом высотой h и ряда последовательных отско-ков:

$$v_{\chi,\infty} = v_0 \left( 1 - 2\chi \sqrt{\frac{h}{d_{ball}}} + \frac{2\sqrt{\frac{h}{d_{ball}}}(1+k_v)}{1-k_v} \left(2\frac{a}{g} - \chi\right) \right)$$
(16)

Если условие (13) не выполняется («высокий» порог), то первый отскок после прохождения порога произойдет от стенки трубы в верхней части. Используя то же приближение "gross slip", получим скорости шарика после двух первых отскоков – сначала в верхней части, потом внизу. Они будут:

$$v_{y1,2} = k_v \sqrt{B}; \ v_{x1,2} = v_x + \frac{a}{g} \left( v_y - (1+k_v) \sqrt{v_y^2 - 2g(D_{pipe} - d_{ball})} + (1-\chi) \sqrt{B} \right) - \chi \sqrt{v_y^2 - 2g(D_{pipe} - d_{ball})},$$
где  $B = k_v^2 v_y^2 + 2g(D_{pipe} - d_{ball})(1-k_v^2).$ 

Напомним, что  $v_x$  и  $v_y$  в формулах для  $v_{x1,2}$  и  $v_{y1,2}$  определяются выражениями (12). Если  $\frac{v_{y1,2}^2}{2g} \leq D_{pipe} - d_{ball}$ , то дальнейшее движение шарика продолжится уже рассмотренными выше прыжками. Конечная скорость шарика при этом определяется формулой (14), где вместо  $v_x$  и  $v_y$  нужно подставить  $v_{x1,2}$  и  $v_{y1,2}$ . При начальной скорости шарика до 4 м/с и разности диаметров трубы и шарика более 1 см второго отскока практически быть не может (для этого высота порога должна быть более 0,01 диаметра шарика).

### <u>Конечная скорость шарика при наличии регулярно расположенных по-</u> рогов

Очевидно, что при наличии ряда порогов на пути движения шарика нельзя ожидать установившейся скорости. Конечная скорость шарика будет случайной величиной, распределение которой зависит от длины пути, скорости газа и расположения и величины порогов. Можно сделать оценку максимальной и минимальной величины конечной скорости шарика, если ограничиться случаем равномерно распределенных и одинаковых порогов.

Обозначим расстояние между порогами L, а длину пробега шарика от порога до окончания прыжков – l. Положим, что L> l. Тогда длина пробега равна сумме расстояний между всеми отскоками:

$$l=\sum_{n=0}^{\infty}l_n=\sum_{n=0}^{\infty}\nu_{x,n}t_n.$$

Здесь  $v_{x,n}$  определяется формулой (14), а время одного прыжка  $t_n = \frac{2}{g} v_y k_v^n$ . В результате для  $l_n$  получим выражение

$$l_n = \frac{2}{g} v_x v_y k_v^n + \frac{2}{g} \left( \frac{2a}{g} - \chi \right) v_y^2 \frac{k_v^n (1 - k_v^{n+1})}{1 - k_v^n},$$

а для *l* 

$$l = \sum l_n = \frac{2}{g} v_x v_y \frac{1}{1 - k_v} + \frac{2}{g} \left(\frac{2a}{g} - \chi\right) v_y^2 \frac{k_v^n (1 - 2k_v)}{1 - k_v^2}$$
(17)

Второе слагаемое в выражении (17) составляет не более 1-2% от первого (для случая прыжков), и можно принять

$$l = \sum l_n \cong \frac{2}{g} v_x v_y \frac{1}{1 - k_v}$$
(18)

Теперь уравнением установившегося периодического движения будет:

$$\Delta v_x = v_0 - v_{x,\infty} \tag{19}$$

где левая часть уравнения – приращение скорости катящегося шарика на гладкой части трубы длиной (*L-l*) при начальной скорости  $v_{x,\infty}$ ; величины в правой части определены ранее. Уравнение движения катящегося шарика (6) при *b*=0 имеет вид  $a = a_0 - fv$ , где  $a_0$  – начальное ускорение, а *f* - размерная константа при неизменной скорости газа. Используя его решение, которое дается формулами (9) и (10), получим систему уравнений для установившихся максимального  $v_0$  и минимального  $v_{x,\infty}$  значений скорости шарика при периодическом расположении «низких» порогов (заметим, что  $v_0$  и  $v_{x,\infty}$  связаны однозначно формулой (16)):

$$\Delta v_{x} = v_{0} - v_{x,\infty} = (v_{ass} - v_{x,\infty})(1 - \exp(\gamma_{0}t))$$
(20)

$$L - l = v_{ass}t - \frac{(v_{x,\infty} - v_{ass})(1 - \exp(\gamma_0 t))}{\gamma_0}$$
(21)

Здесь  $\gamma_0 = -f a_0, v_{ass} = \frac{1}{f} \left( 1 - \frac{gsin \alpha}{1,4a_0} \right)$ . Решение системы (20-21) сводится к одному трансцендентному уравнению относительно  $v_0$ :

$$Gv_{0}^{2} + \frac{1-\delta}{\gamma}v_{0} = L - \frac{v_{ass}}{\gamma}ln\left(1 - \frac{v_{0}(1-\delta)}{v_{ass} - v_{0}\delta}\right),$$

где обозначено  $G \equiv \frac{v_x}{v_0} \frac{2}{g} \frac{v_y}{v_0} \frac{1}{(1-k_v)}$ ,  $\delta \equiv \frac{v_{x,\infty}}{v_0}/(1-k_v)$  (см. формулы 12 и 16). Расчет при значениях  $h/d_{ball} = 0,001$ , L = 9 м и значениях параметров  $a_0$ ,  $k_v$ ,  $\chi$  и f, характерных для транспорта стеклянного шарика диаметром 5 мм по стальной трубе диаметром 16 мм потоком газа азота со скоростью 6 м/с, дал следующий результат:  $v_0 = v_{max} = 3,1$  м/с,  $v_{min} = 1,97$  м/с.

Сравним полученные теоретические оценки с экспериментальными, для чего опытным путем определим разброс (минимальное и максимальное значение) скорости и времени движения стеклянного шарика в длинном стальном трубопроводе с шероховатостью поверхности.

## 2.4. Экспериментальное изучение пневмотранспорта шариков в длинной стальной трубе

#### Постановка эксперимента

Эксперименты проводили со стеклянными шариками, которые двигались в стальной круглой трубе под действием потока газа азота при комнатной температуре. Результаты такого моделирования, как и для случая со стеклянной трубой, легко переносятся на случай движения шариков из мезитилена потоком холодного гелия вследствие идентичности или близости параметров, определяющих характер их движения.

Схема экспериментальной установки и ее модификация с наклонным участком трубы представлены на рис. 23. Стальная транспортная труба имеет длину 11,4 м, внутренний диаметр 16 мм и составлена из двух равных отрезков, соединенных без порога (рис. 23а). Для того, чтобы минимизировать колебания расхода в транспортной трубе, газ из баллона большого давления (1) с понижающим регулируемым редуктором сначала проходит через узкий трубопровод (4) и промежуточный баллон (2). Нужную скорость газа (расход) контролировали с помощью расходомера, проградуированного с использованием дифференциального манометра с трубкой Пито.



Рис. 23. Экспериментальная установка с прямым (а) и наклонным (б) участком стальной трубы: 1 - баллон со сжатым азотом, 2 - промежуточный баллон, 3 - поплавковый расходомер, 4 - узкий трубопровод, 5 - загрузочное

устройство, 6 - осциллограф с пьезокристаллом, 7 - прямой участок стальной трубы, 8 - стеклянная труба, 9 - лампы, 10 - участок подъема стальной трубы

В транспортную трубу шарики поступают из загрузочного устройства (5). Старт одиночного шарика синхронизируется по времени с запуском осциллографа, который регистрирует импульсы пьезокристалла, прикрепленного к трубе. Они возникают вследствие трения и ударов шарика о стенки во время его движения в трубе. Практически одновременно со стартом шарика включается режим видеосъемки на видеокамере (9). Видеокамера регистрирует движение шарика по стеклянной трубе диаметром 17 мм, которая является продолжением стальной трубы. Данные с видеокамеры переносятся в компьютер и обрабатываются. Итогом обработки является получение значения конечной скорости шарика. Таким образом, были получены распределения скоростей и времени движения стеклянных шариков и осколков шариков различного размера по прямой трубе при разном расходе газа.

Реальный шариковый трубопровод имеет наклонные участки, в частности, подъемы, поэтому необходимо было определить предельную скорость газа, при которой шарик будет преодолевать подъем. Наибольшим подъемом трубопровода замедлителя является подъем на проектную высоту в 70 см, который идет под углом 30° к горизонту с закругленным заходом и выходом из подъема радиусом 40 см. Подъем такой же геометрии моделировали изогнутой стальной трубой, которая устанавливалась вместо прямой стеклянной трубы (рис. 236). В экспериментах по прохождению шариками подъема фиксировался только факт выхода шарика из трубы. Скорость и время движения шарика в этом случае не определяли.

#### Результаты экспериментов и их обсуждение

Результаты экспериментов по измерению распределения конечных скоростей и времени движения круглых стеклянных шариков диаметром 5 мм и их осколков после прохождения по прямой стальной трубе диаметром 16 мм и длиной 11,4 м при разных скоростях транспортирующего газа азота представлены на рисунках 24-32 и в табл. 3. Здесь и далее приняты обозначения  $v_{gas}$  – скорость газа,  $v_{min}$ ,  $v_{ave}$ ,  $v_{max}$  – минимальная, средняя и максимальная скорости шариков соответственно.

Проведенные эксперименты подтверждают вывод результатов эксперимента по пневмотранспорту шариков в коротком стеклянном трубопроводе о хаотичном и нерегулярном движении шариков в цилиндрической трубе. Минимальное и максимальное экспериментальное значение установившейся скорости ( $v_{\text{max}}$  = 3,26 м/с,  $v_{\text{min}}$  = 1,62 м/с), например, для скорости газа 6 м/с (см. табл. 3 и рис. 24) хорошо согласуется с теоретическими расчетами скорости и времени нерегулярного движения шарика, приведенными в гл. 2.3 ( $v_0 = v_{max} =$ 3,1 м/с, v<sub>min</sub> = 1,97 м/с) и в 1,5 раза отличается от значений конечной скорости для идеально гладкой трубы. Тоже самое справедливо и для скоростей газа 8 и 11 м/с. Разброс значений конечных скоростей движения по трубе длиной 11,4 м довольно большой и составляет 54-64 % от среднего значения скорости шарика при скорости газа 6-8 м/с (табл. 3 и рис. 24 - 25). Разброс времени движения оказался на уровне 43 %, что говорит о немонотонности движении единичного шарика. На рис. 33 видно явное отсутствие зависимости конечной скорости от времени движения, в отличие от зависимости, изображенной на рисунке треугольниками.

Таблица 3. Зависимость скорости шарика (осколка шарика) от габаритных размеров шарика (осколка шарика) и от скорости газа

Габаритные	Скорость	Скорость шарика,					
размеры, мм	газа <i>v<sub>gas</sub></i> ,	м/с		$v_{min}/v_{gas}$	$v_{ave}/v_{gas}$	$v_{max}/v_{gas}$	
	м/с	<i>v<sub>min</sub>,</i> м/с	<i>v<sub>ave</sub></i> , м/с	<i>v<sub>max</sub>,</i> м/с			
	6	1,62	2,69	3,26	0,27	0,45	0,54
5 (круглый шарик)	8	2,01	3,34	4,14	0,25	0,42	0,52
	10	2,88	3,88	4,95	0,29	0,39	0,50
	13	3,48	5,29	6,3	0,27	0,41	0,48
4,5x5x5 (срезанный шарик)	8	1,14	2,49	3,69	0,14	0,31	0,46
3,5x4x3,5	8	1,2	2,3	3,36	0,15	0,29	0,42
1,5x4x1,5	8	1,05	1,53	2,01	0,13	0,19	0,25
	13	1,95	3,46	4,92	0,15	0,27	0,38
1x2x1	8	1,41	1,94	2,49	0,18	0,24	0,31
	13	2,4	3,73	5,76	0,18	0,29	0,44

Полученная экспериментально линейная зависимость конечной скорости (как минимальной, так и максимальной) от скорости газа (см. первые четыре строки в табл. 3) имеет большое значение для построения стохастической теории движения шарика. Такая зависимость может быть только в том случае, если эффективный (то есть учитывающий потери скорости на шероховатостях трубы и отличной от сферической формы шарика) динамический коэффициент трения пропорционален квадрату текущей скорости шарика

$$0,525 \cdot \frac{\rho_{gas}}{\rho_{ball}d_{ball}} \cdot v_{gas}^2 \cdot (1 - \bar{a}x + bx^2) = \mu \cdot g \tag{22}$$



Рис. 24. Распределение конечной скорости движения круглых шариков по трубе длиной 11,4 м при скорости транспортирующего газа 6 м/с (п – количество шариков в интервале скоростей 0,2 м/с; полное число шариков – 164)



*Рис. 25. Распределение конечной скорости движения круглых шариков при скорости транспортирующего газа 8 м/с (полное число шариков – 146)* 



*Рис. 26. Распределение времени движения круглых шариков по трубе длиной 11,4 м при скорости газа 8 м/с (полное число шариков – 113)* 



Рис. 27. Распределение конечной скорости движения осколков круглых шариков с габаритными размерами 4,5 мм · 5 мм · 5 мм (шар со срезанной верхушкой) при скорости газа 8 м/с (полное число шариков – 100)



Рис. 28. Распределение конечной скорости движения осколков круглых шариков неправильной формы с габаритными размерами 3,5 мм · 4 мм · 3,5 мм при скорости транспортирующего газа 8 м/с (полное число шариков – 44)



Рис. 29. Распределение конечной скорости движения осколков круглых шариков неправильной формы с габаритными размерами 1,5 мм · 4 мм · 1,5 мм при скорости газа 8 м/с (полное число шариков – 51)



Рис. 30. Распределение конечной скорости движения осколков круглых шариков неправильной формы с габаритными размерами 1,5 мм · 4 мм · 1,5 мм при скорости газа 13 м/с (полное число шариков – 49)



Рис. 31. Распределение конечной скорости движения осколков круглых шариков неправильной формы с габаритными размерами 1 мм · 2 мм · 1 мм при скорости газа 8 м/с (полное число шариков – 48)



Рис. 32. Распределение конечной скорости движения осколков круглых шариков неправильной формы с габаритными размерами 1 мм · 2 мм · 1 мм при скорости газа 13 м/с (полное число шариков – 50)



Рис. 33. Диаграмма конечных скоростей (v, м/c) и времени движения шариков (T, c) на пути 11,4 м. Крестики – эксперимент, треугольники – расчет для идеального трубопровода

В этом уравнении  $x = v_{min}/v_{gas}$ , коэффициенты  $\bar{a} = 1,8, b = 0,708$  (для стеклянных шариков с транспортирующим газом – азотом). Как следует из экспериментальных данных, величина x не зависит от  $v_{gas}$ . Это возможно только в том, случае если динамический коэффициент трения  $\mu$  прямопропорционален выражению  $\mu_0 \cdot (v_{ball})^2$ . В этом случае уравнение (22) может быть записано как

$$0,525 \cdot \frac{\rho_{gas}}{\rho_{ball}d_{ball}} \cdot (1 - 1,8x + 0,708x^2) = \mu_0 \cdot x^2 \cdot g \tag{23}$$

Подставляя полученные экспериментальным путем значения параметров ( $x_{\min}$ = 0,27, плотность шариков 2600 кг/м<sup>3</sup>, диаметр шариков 5 мм), из уравнения (23) получим оценку коэффициента  $\mu_0 = (4,3\pm0,4)10^{-2} \text{ c}^2/\text{M}^2$  и, соответственно, величины динамического коэффициента трения  $\mu = 0,043 \cdot (v_{\text{ball}})^2$  для стеклянных шариков в стальной трубе (статический коэффициент трения скольжения *k* из табл. 2 равен 0,404). Таким образом, из полученных результатов следует, что при скоростях шариков  $V_{\text{ball}} \leq 3$  м/с он имеет величину, превышающую динамический коэффициент трения стекла по стали. Объяснение этого эффекта заключается в том, что во время своего движения шарик некоторую часть своего пути *проводит в воздухе, а не скользит по трубе*. На большее значение статического коэффициента трения по сравнению с динамическим указано и в работе [63].

В процессе движения шарика значение параметра  $\mu_0$  не может быть постоянной величиной, это скорее случайная величина. Проведенные эксперименты позволяют определить только одну характеристику случайного процесса изменения  $\mu_0$  – это тот факт, что его значение может изменяться примерно в 15-16 раз от указанного выше максимального значения 4,3·10<sup>-3</sup> до  $\approx$ 2,6 ÷ 3·10<sup>-3</sup>. Последний результат получен путем подбора значения  $\mu_0$  в уравнении движения шарика, чтобы получить максимально наблюдаемую конечную скорость шарика.

Минимум скоростей при промежуточных размерах осколков шариков 1,5 мм × 4 мм × 1,5 мм (числа в табл. 3, выделенные жирным шрифтом) можно объяснить тем, что большие осколки движутся медленнее целого шарика
вследствие преимущественного скольжения вместо качения целого шарика. С уменьшением размера осколка подъемная газодинамическая сила действует на него все сильнее, и трение о стенки трубы уменьшается. При очень малых размерах осколок уже «витает» в газе, и в этом случае скорость целого шарика будет меньше скорости осколка. Скорость газа *v*, выше которой тело уже редко касается стенок («скорость витания»), описывается приближенным уравнением [68]

$$v = c \sqrt{\frac{\rho_b}{\rho_g} d} \tag{24}$$

где  $\rho_b$  и  $\rho_g$  – плотности тела и газа, d – размер тела, в мм. Коэффициент c зависит от формы и размера тела и для шара диаметром 1 ÷ 10 мм равен ≈ 5. Размер «витающего» шарика для  $v \approx 9$  м/с (скорость газа в 1 мм от стенки трубы при средней скорости 13 м/с) можно оценить по формуле (24). Он равен ≈ 1,3 мм (объем ≈ 1,1 мм<sup>3</sup>), а это значит, что минимальный размер исследованных осколков уже ненамного больше, чем размер «витающего» тела при средней скорости газа 13 м/с.

Эксперименты по подъему шариков в наклонной трубе позволяют сделать вывод о том, что минимальная скорость газа, выше которой шарик может преодолеть подъем в 30° (скорость у основания подъема равна 0), равна 11,4 м/с. Это точно соответствует значению, получающемуся теоретически согласно работе [54], гл. 2.3. Во время пуска шариков парами (6 пусков по два шарика), при скорости газа выше 8,2 м/с, подъем преодолевали пять пар, а из шестой пары, выпущенной при скорости газа 7,4 м/с, подъем преодолел только один шарик. Три шарика одновременно преодолевали подъем при скорости газа 7,72 м/с; только один шарик вылетел при скорости газа 7,4 м/с, а два других вышли только при скорости газа 16 м/с, в  $\sqrt{2}$  раз больше, чем требуется для подъема одного шарика. Это значит, что сила, необходимая для одновременном движении двух шариков они катятся, не касаясь друг друга. В противном случае требовалась бы большая скорость газа для преодоления силы трения

между шариками. При подъеме наверх шарик, находящийся ниже («ведущий») время от времени толкает передний («ведомый») шарик, вследствие чего ведомый шарик временно движется быстрее ведущего. Затем он теряет скорость, так как находится в газодинамической «тени» ведущего, и тот его догоняет. Скольжение шариков также исключается, так как по расчету, с учетом коэффициента трения скольжения стекла по стали k = 0,404, для этого требуется скорость газа 17,6 м/с.

Полученные экспериментальные данные дополняют результаты по пневмотранспорту стеклянных шариков в стеклянной трубе и, в совокупности с теоретическими и аналитическими расчетами, позволили оценить разброс скоростей и времени пневмотранспорта твердых шариков и их осколков из смеси мезитилена и м-ксилола в камеру холодного замедлителя реактора ИБР-2 по прямой цилиндрической трубе. Для окончательного вывода о времени загрузки шариков в камеру замедлителя, используя полученные результаты, необходимо было провести исследование пневмотранспорта замороженных шариков на специально изготовленном для этой цели полномасштабном испытательном стенде, имеющем сложную геометрию реального замедлителя, с участками поворотов и подъемов.

# 2.5. Моделирование загрузки камеры замедлителя замороженными шариками на основе мезитилена на испытательном стенде

Результаты теоретических расчётов и лабораторных экспериментов позволили предварительно определить такие параметры пневмотранспорта шариков в прямой круглой трубе как зависимость скорости шарика от скорости газа, зависимость скорости шарика от времени его движения, разброс скоростей и времени движения, коэффициенты сопротивления покоящегося шарика, коэффициенты трения скольжения k и восстановления скорости при ударе  $k_v$ , зависимость ускорения шарика от скорости, среднюю и конечную скорости шарика, скорость газа необходимую для подъема шарика по наклонной трубе и т.д. Однако, полученные предварительные результаты не давали

точного ответа на вопрос о том, как движется шарик по трубопроводу сложной конфигурации, с крутыми поворотами или участками подъемов и спусков, которые имеет пневмотранспортный трубопровод реального шарикового холодного замедлителя.

Поэтому целью экспериментов по моделированию загрузки шариков на испытательном стенде [56-59] являлось обоснование принятого принципа доставки и загрузки рабочего вещества в камеру по трубопроводу сложной конфигурации, а также проверка работоспособности систем контроля, накопления и визуализации данных. В соответствии с данными требованиями на стенде были проведены эксперименты по моделированию загрузки материала в камеру с отработкой различных режимов. Ниже представлены методика проведения экспериментов и полученные результаты.

### Принцип работы стенда

Испытательный стенд холодного шарикового замедлителя был смонтирован в экспериментальном зале реактора ИБР-2, на пучке №3. Принципиально и функционально он повторяет основные узлы и системы холодного замедлителя в масштабе 1:1. Отличия касаются только ориентации трубопровода в пространстве. Принцип работы стенда идентичен принципу работы замедлителя, описанному в главе 1.3. Стенд состоит из криогенной гелиевой установки (КГУ) с трубопроводами подвода/отвода гелия, криостата со встроенным в него теплообменником, криогенного гелиевого насоса (газодувки) с криогенными вентилями, криогенного пневмотранспортного трубопровода шариков (пневмотрассы), дозатора, камеры-имитатора замедлителя и т.д. (рис. 34).



Рис. 34. Принципиальная схема стенда шарикового криогенного замедлителя нейтронов: ТМН – турбомолекулярные насосы, SDP – датчики дифференциального давления (типа DXLdp), TXA и T<sub>9</sub> – термопары типа хромель-алюмель, T<sub>1</sub>-T<sub>8</sub> – датчики температуры типа TBO, 201-204 – вентили, регулирующие движение гелия в криостате

Полная длина пневмотрассы от дозатора до камеры равна 18 метров (рис. 35). Пневмотрасса с трубопроводом внутренним диаметром 16 мм имеет экранно-вакуумную изоляцию, обеспечивающую теплоприток на уровне 3 Вт/м при вакууме в изолирующем кожухе порядка 10<sup>-5</sup> Тор.

Циркуляция гелия по контуру осуществляется криогенным гелиевым насосом (газодувкой), дающим максимальный массовый расход гелия с температурой 30 К до 6 г/с при сопротивлении контура не выше 7-8 кПа. Значения температуры стенок труб и дозатора регистрируются резистивными датчиками типа ТВО (Т1-Т9) и термопарами типа ТХА (хромель-алюмель) (рис. 34). Расход гелия измеряется трубкой Пито и дифференциальными манометрами как мембранного, так и калориметрического типа.



Рис. 35. Испытательный стенд в экспериментальном зале ИБР – 2: 1) трубопровод отвода гелия от КГУ к криостату, 2) трубопровод подвода гелия к КГУ от криостата, 3) место расположения дозатора, 4) трубка Пито, 5) пневмотранспортный трубопровод, 6) камера-имитатор, 7) криостат с теплообменником, криогенным гелиевым насосом (газодувка) и криогенными вентилями

После достижения температур во всех основных узлах и системах первого и второго контуров охлаждения  $T \approx 80-85$  К начинается процесс загрузки шариков в камеру-имитатор. Значение температуры, при которой происходит загрузка, должна быть немного выше, чем температура замерзания жидкого азота (~78 K), который попадает в пневмотрассу вместе с шариками. Загрузка при более низкой температуре может привести к его замерзанию в теплообменнике, которым связаны первый и второй контура охлаждения, потере расхода в пневмотранспортном трубопроводе и, как следствие, прекращению работ. Охлаждение второго контура до низких температур обеспечивается циркуляцией гелия по трубопроводам от КГУ к теплообменнику и обратно. Охлаждение первого контура происходит за счет циркуляции в нем гелия и прохождении его через теплообменник, находящийся в криостате с вакуумной изоляцией.

Заранее приготовленные замороженные шарики порциями по 350 мл помещают в дозатор (рис. 36).

Дозатор представляет собой устройство для порционного дозирования шариков при помощи вращающегося диска с несколькими отверстиями диаметром 4 мм, расположенный на дне медного стакана (рис. 37). Поступление шариков в трубопровод через отверстия обеспечивается прерывистым вращением диска. Медный стакан соединен с криогенным пневмотранспортным трубопроводом, что обеспечивает низкую температуру шариков во время загрузки.



Рис. 36. Дозатор: а) медный стакан с шариками, б) чертежное исполнение



Рис. 37. Диск с отверстиями внутри медного стакана дозатора

По пневмотранспортному трубопроводу шарики потоком холодного гелия транспортируются к камере-имитатору (18 х 18 х 4 см<sup>3</sup>), установленной в вакуумном кожухе (рис. 38, 39). Ее габаритные размеры в точности повторяют проектные размеры камеры холодного замедлителя реактора ИБР-2.



Рис. 38. Трехмерное изображение камеры-имитатора (разрез): 1 – стеклянные вставки, 2 – дренажная система, 3 – решетка, 4 – камера-имитатор, 5 –трубопровод подвода гелия и шариков, 6 – трубопровод отвода гелия, 7 – стеклянная стенка камеры-имитатора



Рис. 39. Камера-имитатор в сборе с вакуумным кожухом

Замороженные шарики поступают в камеру-имитатор и, задерживаясь на ее решетке, на дне, постепенно заполняют камеру. При этом процесс загрузки можно наблюдать при помощи установленной снаружи видеокамеры через специальные окна, состоящие их трех стекол, два из которых – кварцевые толщиной 10 мм.

Движение шариков по трассе фиксируется датчиками дифференциального давления (обозначены на схеме рис. 34 как SDP).

После окончания загрузки камеры-имитатора останавливают криогенную гелиевую установку (КГУ), выключают газодувку и вакуумные насосы, что приводит к отогреву первого и второго контуров охлаждения и расплавлению шариков.

Расплавленная смесь удаляется из камеры через специальную дренажную систему, после чего стенд подготавливают к повторному проведению экспериментов.

### Технологические системы управления и контроля стенда

Системы управления и контроля работы стенда замедлителя были разработаны с учетом возможности их дальнейшего использования при работе со штатным замедлителем [58-59, 69]. Все модули системы объединены в единый блок управления (рис. 40), расположенный в экспериментальном зале ИБР-2, а управление и сбор данных осуществляются дистанционно с помощью ПК и специально созданного программного обеспечения (программа «CM\_202»). В процессе исследований, проведенных на стенде, ряд элементов систем управления и контроля модифицировались.

Система управления и контроля включает в себя:

- модуль контроля вакуума
- модуль контроля температуры,
- модуль управления двигателем газодувки
- модуль управления двигателем дозирующего устройства,
- модуль контроля движения шариков и расхода гелия



• модуль управления видеокамерой.

Рис. 40. Архитектура системы управления и контроля испытательного стенда криогенного замедлителя

## Модуль контроля вакуума

Контроль вакуума в криостате и вакуумных кожухах трубопроводов стенда осуществляются при помощи датчиков MicroPirani в диапазоне давления от 10<sup>-5</sup> мбар до 1 бар в 8 точках стенда. Связь с внешними устройствами

осуществляется при помощи интерфейса RS232 или RS485. Измерение давления гелия внутри транспортного трубопровода осуществляется датчиком MicroPirani/Piezo (P1), работающим в диапазоне давлений от 10<sup>-5</sup> мбар до 1,3 бар при рабочем давлении транспортирующего гелия 1,01 бар.

#### Модуль контроля температуры

Для контроля температуры использовали комплекс из 8 датчиков типа TBO и трех термопар типа TXA (см. рис. 34). На холодном замедлителе K3202 датчики типа TBO были заменены на более точные термодиоды DT670. Кроме того, вблизи активной зоны и в местах с высокой радиационной нагрузкой на холодный замедлитель термодиоды были заменены на термопары TXA. Диапазон измеряемых температур датчиков температуры составляет 15-273 К. Данный диапазон температур соответствует изменению сопротивления датчиков TBO в диапазоне 1800-800 Ом. При повышении температуры сопротивление уменьшается. Требуемая точность измерения температуры 0,1 град. Датчики подключены по 4-х проводной схеме, т.е. по 2-м проводам подводится постоянный ток, а через два других осуществляется съем напряжения, пропорционального измеряемой величине – сопротивлению датчика. Для регистрации напряжений с датчиков был выбран 8-ми канальный измеритель аналоговых сигналов TM 5103 (термометр многоканальный), который используется в режиме циклического просмотра измерений по всем каналам.

Измеритель ТМ 5103 имеет интерфейс связи с ПК – RS232, что делает возможным его подключение к ПК по линии связи длиной до 15 м. Благодаря этому пользователь может удаленно отслеживать и контролировать температурные режимы во внутренней трубе пневмотрассы.

Термопары типа ТХА подключены к двадцатиканальному мультиметру фирмы «Kethly». Погрешность измерения постоянного напряжения в милливольтовом диапазоне составляет 0,005%. Мультиметр имеет возможность измерения сопротивления по 4-х проводной схеме, кроме того, имеется интерфейс связи с ПК.

#### Модуль управления криогенным гелиевым насосом (газодувкой)

Скорость движения газа в трубе определяется частотой вращения вала насоса (до 24000 об/мин), плотностью и температурой газа. Приводом вала насоса BNHeP фирмы Barber Nicols (США) управляет шаговый двигатель с контроллером «VF-S11» фирмы Toshiba для двигателей мощностью до 400 Вт. Газодувка обеспечивает массовый расход гелия во внутренней трубе пневмотрассы до 6 г/с при T=30-40К и гидравлическом сопротивлении контура 0,07-0,08 бар (7-8 кПа).

#### Модуль управления двигателем дозатора

Программа управления вращением шагового двигателя диска дозатора была оптимизирована таким образом, чтобы обеспечить нужную скорость выброса шариков и избежать заторов перед подъемом трассы. Для системы управления шаговым двигателем дозатора шариков был выбран контроллер управления фирмы Standa: 8SMC1 – USBh – B1. Он обеспечивает работу двигателя как в режиме непрерывного, так и в режиме прерывистого вращательного движения с определенным выбранным шагом и интервалом простоя между шагами. Управление и контроль параметров работы, таких как положение, ускорение/замедление, скорость и направление движения осуществляется с персонального компьютера через USB интерфейс.

#### Модуль управления видеокамерой

Для контроля заполнения камеры испытательного стенда использовали видеокамеру Philips SPC2050NC с максимальной частотой кадров 90 Гц и внешней светодиодной подсветкой. Видеокамера была установлена перед окном вакуумного кожуха и фиксировала попадание шариков внутрь камерыимитатора (рис. 41). Изображение передавалось на компьютер через USB удлинитель, благодаря чему можно было наблюдать за процессом загрузки шариков в режиме реального времени.

Визуальное наблюдение за заполнением камеры шариками в замедлителе, установленном возле активной зоны реактора, в процессе его эксплуатации невозможно. Этот факт еще раз говорит о несомненной важности отработки основных режимов загрузки камеры-имитатора холодного замедлителя на испытательном стенде.



Рис. 41. Снимок камеры-имитатора во время проведения эксперимента. Температура внутри камеры T = 80 K. Загружено ~ 15000 шариков (0,5 л).

Модуль контроля движения шариков и расхода гелия

Принцип регистрации движения шариков основан на изменении разности статических давлений газа на концах измеряемого промежутка при нахождении в нем шарика (рис. 42).



Рис. 42. Принцип регистрации движения шариков по пневмотранспортному трубопроводу. DM – датчик дифференциального давления

Технически система основана на трех мембранных датчиках низкого дифференциального давления DXLdp фирмы ASHCROFT (США) (на схеме рис. 34 обозначены как SDP) с диапазоном измерения 0-25 Па и 0-100 Па, погрешностью 0,5 % и временем отклика 10 мс и 200 мс. Два датчика (0-25 Па) используются для регистрации движения шариков и определения возможных заторов в трубе, а третий датчик (0-100 Па) – для определения расхода гелия. Мембранные датчики соединены с АЦП LA-20USB последовательного приближения, который поддерживает режимы передачи данных USB 2.0 для связи с ПК. Для сбора и обработки данных на ПК установлена специально разработанная программа «Balls movement control» (BMC), отображающая движение шариков по пневмотрассе в виде графических максимумов, обеспечивающая визуализацию текущих параметров на дисплее, генерацию предупреждающих сигналов и запись информации в файлы.

Движение шариков по трассе регистрировалось в трех местах: сразу при попадании шарика в пневмотракт из дозатора, перед началом подъема трассы вверх под углом 30° и на горизонтальном участке, на расстоянии 10 м от дозатора. На первом участке измерения дифференциального давления длиной 5 см, когда скорость шариков еще мала (меньше 1 м/с), регистрируется как отрицательный короткий (10 мс) импульс низкого давления за шариком по ходу его движения амплитудой порядка 2-3 Па, так и положительный длинный (50 мс, рис. 43.



Рис. 43. Отклик датчика дифференциального давления на проход одиночного шарика. Ось X – время в миллисекундах, ось Y – сигнал датчика (отн. ед.).

Короткие ~1 мс пики – наводки на датчик от шагового двигателя (аналоговый сигнал датчика оцифрован платой LA-20USB с частотой 1000 Гц)

Наличие короткого отрицательного импульса дает возможность подсчитывать приблизительное число шариков, выброшенных в тракт (заниженное примерно на 5%, поскольку выброс шариков из дозатора не строго периодический и некоторые шарики выпадают с интервалом менее 10 мс при средней скорости выброса 6-8 штук/с). Измерение отношения перепадов статического давления на участках по 0,6 м в двух других местах трассы позволяет определить, помимо факта прохождения шариков по этим участкам, образование затора шариков на подъеме трассы. Необходимость измерения дифференциального давления в двух удаленных точках диктуется наличием значительного (порядка 1 Па) шума из-за флуктуаций скорости газа.

Расход гелия в трубе измеряется трубкой Пито, соединенной с датчиком DXLdp (0-100 Па), и отображается на ПК как в программе «CM\_202», так и в программе «BMC». Во время загрузки шариков в камеру стенда замедлителя  $(T_{He} \sim 80 \text{ K}, \rho_{He} = 54/T_{He} = 0,675 \text{ кг/м}^3)$  массовый расход гелия составлял  $Q \sim 1,5$  г/с, что соответствует скорости гелия (для трубы диаметром 16 мм)  $v_{He} = \frac{Q}{\rho \pi R^2} = 11 \text{ м/c}$ , где  $\rho_{He}$  – плотность газа при температуре гелия  $T_{He}$  в кг/м<sup>3</sup>, а  $v_{He}$  – средняя по сечению трубы скорость гелия, м/с.

#### Анализ результатов исследований на стенде

На испытательном стенде криогенного замедлителя нейтронов реактора ИБР-2 было проведено более 40 экспериментов, в которых продемонстрирована возможность надежной и быстрой загрузки шариков из ароматических углеводородов в камеру-имитатор по протяженному трубопроводу сложной геометрии, выработан оптимальный режим загрузки, отработаны технологические и измерительные системы. Произведено шесть полных загрузок камеры-имитатора за время около трех часов каждое.

В ходе экспериментов на стенде был выбран оптимальный режим работы замедлителя, который имеет следующие параметры:

1. Скорость потока гелия в пневмотранспортном трубопроводе во время загрузки камеры не должна превышать 11-14 м/с, при этом средняя скорость шариков составляет 2,5-3 м/с. Массовый расход гелия во время загрузки камеры стенда составляет 1,5-2 г/с, а максимальный расход при охлаждении после загрузки – 6 г/с. Превышение максимально допустимой скорости гелия приводит к разрушению шариков на крутых поворотах трассы при контакте с трубой под углом, близким к 90°. Образующиеся при этом мелкие частицы и пыль могут попадать в камеру замедлителя. Это может приводить к увеличению гидравлического сопротивления потока гелия, которое обратно пропорционально размеру шариков, что в свою очередь приводит к понижению расхода и повышению температуры транспортирующего гелия. В результате растет и температура шариков, что в конечном итоге приводит к повышению температуры замедлителя и уменьшению выхода холодных нейтронов с его поверхности [70].

2. Максимально допустимая скорость подачи шариков из дозатора не должна превышать 8 шариков в секунду.

Превышение максимально допустимой скорости будет приводить к образованию неустранимых заторов во внутренней транспортной трубе, перед имеющимся подъёмом трассы под углом 30°. При этом, дальнейшая загрузка камеры замедлителя будет возможна лишь после полного отогрева системы и подготовки ее к работе (процедура занимает от 3 до 5 дней) при неработающем реакторе, что недопустимо на практике.

3. Температура транспортирующего гелия при загрузке шариков должна быть в пределах 80-85 К.

При более высокой температуре в случае загрузки замедлителя при работающем реакторе нельзя исключить процесс слипания шариков в камере, что может значительно снизить гидравлическое сопротивление гелия. При более низкой температуре азот, который может попасть в пневмотракт вместе с

шариками, конденсируется и забивает медные трубки малого сечения, из которых состоит теплообменник в криостате. В результате происходит снижение расхода гелия и отогрев системы.

Скоростной режим газа должен соответствовать выбранной температуре для сохранения газодинамической силы, действующей на шарик, т.е. необходимо придерживаться эмпирического соотношения  $\rho_{He} (T_{He}) \cdot v_{He}^2 \approx 100 - 120$  Па.

Кроме того, было определено важное для эксплуатационных процедур свойство шариков – температура прилипания к стальной трубе, которая составляет 150 ÷ 160 К. Ранее из лабораторных опытов был получен результат, что пластические свойства мезитилена начинают проявляться от температур  $T = 120 \div 130$  К, что соответствует общепринятой концепции для молекулярных кристаллов  $T_{плает} \approx 0,6 T_{плав}$ .

После окончания загрузки камеры криогенная гелиевая машина КГУ-700 обеспечивает охлаждение камеры замедлителя до рабочей температуры 30 К.

Эксперименты по моделированию на испытательном стенде холодного замедлителя реактора ИБР-2 позволили решить проблему обеспечения загрузки шариков в камеру по сложной системе трубопроводов, а также отработать методику проведения таких экспериментов. На полномасштабном стенде доказана работоспособность принятого пневматического способа загрузки шариков в замедлитель. Выбран и обоснован режим загрузки камеры холодного замедлителя, который позволяет производить полную загрузку камеры замедлителя за время около 3-4 ч при скорости и температуре гелия 11-14 м/с и 80-85 К соответственно. Скорость подачи шариков из дозатора 8 шт/сек.

#### 2.6. Выводы по главе

- Выведены уравнения движения шарика в прямой трубе без учета влияния неидеальности стенок трубы и шариков, установлена зависимость безразмерных коэффициентов сил и момента сил от скорости шарика в широком диапазоне его скоростей для двух случаев: движение шарика без вращения (скольжение с малым коэффициентом трения) и вращение шарика в случае его качения без проскальзывания.
- 2. На основании выведенных уравнений проведено численное моделирование движения шарика в прямой трубе для скоростей газа 8 и 11 м/с, как наиболее характерных для экспериментальных исследований. Установлено, что зависимости коэффициентов сил и момента сил от скорости движения шарика вдоль трубы при различном объёмном расходе газа отличаются слабо, что позволило разработать упрощенную модель движения шарика по трубе, в которой эти коэффициенты можно аппроксимировать параболической зависимостью от отношения скорости шарика к скорости газа.
- 3. С учетом аппроксимации коэффициентов сил и момента сил параболической зависимостью выведено уравнение движение шарика в случае его качения и получены аналитические решения этого уравнения для относительной скорости шарика и пройденного им пути и константы a и b, определяющие зависимость ускорения шарика от его относительной скорости. Полученные аналитические решения очень слабо отличаются от результатов численного моделирования и могут быть использованы для анализа движения шарика, как в модельных экспериментах, так и в реальных условиях.
- 4. В случае качения шарика экспериментальные значения ускорения, полученные по результатам обработки пусков шариков в стеклянной трубе при различном расходе транспортирующего газа азота комнатной температуры (6, 8 и 11 м/с), согласуются с расчетными значениями ускорения только в узком диапазоне 20-40% от v<sub>gas</sub>. При скорости шарика 40-50% от v<sub>gas</sub> ускорение падает быстрее, чем предсказывает теория, а при скорости около 50 % становится даже отрицательным. Установлено, что практически во всем

диапазоне скоростей движение шарика нерегулярно, подвержено то замедлению, то ускорению, скорее всего, из-за наличия шероховатости трубы и неидеальной формы самого шарика.

- 5. Определен характер движения шарика в трубе, которое в основном происходит в виде прыжков после столкновения с порогом, наличие которого обусловлено шероховатостью трубы, и отскоков от стенок трубы. Максимальный угол отскока шариков не превышает 11°-12°. Выведены уравнения изменения ортогональной и продольной составляющих скорости шарика после столкновения его с порогом. При высоте порога 20 мкм и диаметре шарика 5 мм ортогональная скорость составит 0,22 от начальной скорости шарика, а его продольная скорость – 0,91 от начальной скорости.
- 6. Выведены уравнения для конечной скорости шарика после столкновения с порогом произвольной высоты и ряда последовательных отскоков от стенки трубы в вертикальной плоскости. Получено выражение для максимального v<sub>0</sub> и минимального v<sub>x,∞</sub> значений скорости шарика при периодическом расположении «низких» порогов, согласующееся с экспериментом.
- 7. Эксперименты, проведенные со стеклянным шариком в длинной стальной трубе, подтверждают вывод результатов эксперимента по пневмотранспорту шариков в коротком стеклянном трубопроводе о хаотичном и нерегулярном движении шариков в цилиндрической трубе. Минимальное и максимальное экспериментальное значение установившейся скорости (*v*<sub>max</sub>= 3,26 м/с, *v*<sub>min</sub> = 1,62 м/с), например, для скорости газа 6 м/с хорошо согласуется с теоретическими расчетами скорости и времени нерегулярного движения шарика (*v*<sub>0</sub> = *v*<sub>max</sub>= 3,1 м/с, *v*<sub>min</sub> = 1,97 м/с) и в 1,5 раза отличается от значений конечной скорости для идеально гладкой трубы. Разброс значений конечных скоростей движения по трубе длиной 11,4 м довольно большой и составляет 54-64 % от среднего значения скорости шарика при скорости газа 6-10 м/с. Разброс времени движения оказался на уровне 43 %, что говорит о немонотонности движения единичного шарика.

- 8. Эксперименты по моделированию на испытательном стенде холодного замедлителя реактора ИБР-2 позволили решить проблему обеспечения загрузки шариков в камеру по сложной системе трубопроводов, а также отработать методику проведения таких экспериментов. На полномасштабном стенде доказана работоспособность принятого пневматического способа загрузки шариков в замедлитель. Выбран и обоснован режим загрузки камеры холодного замедлителя, который позволяет производить полную загрузку камеры замедлителя за время около 3-4 ч при скорости и температуре гелия 11-14 м/с и 80-85 К соответственно. Скорость подачи шариков из дозатора 8 шт/сек.
- 9. Теоретическое и экспериментальное изучение пневмотранспорта шарика в трубе позволило определить оптимальные параметры, позволяющие безопасно и бесперебойно производить загрузку камеры холодного замедлителя на испытательном стенде, а также обосновать конструкцию реального шарикового холодного замедлителя и основные параметры его эксплуатации. Все это позволило завершить создание шарикового холодного замедлителя и приступить к его тестовой эксплуатации на реакторе ИБР-2.

# ГЛАВА 3. ОПЫТНАЯ ЭКСПЛУАТАЦИЯ ШАРИКОВОГО ХО-ЛОДНОГО ЗАМЕДЛИТЕЛЯ КЗ202 РЕАКТОРА ИБР-2 И ЕГО НЕЙТРОННО-ФИЗИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

# 3.1. Основные результаты опытной эксплуатации холодного замедлителя КЗ202 реактора ИБР-2

После создания и ввода в тестовую эксплуатацию замедлителя K3202, биспектральный замедлитель ИБР-2 может работать как в режиме замедлителя с водой комнатной температуры, так и в режиме холодного замедлителя нейтронов [71-74]. Технологическая схема замедлителя K3202 представлена на рисунке 44. Система управления и контроля испытательного стенда была доработана и используется при эксплуатации холодного замедлителя K3202 [75]. На протяжении всего времени опытной эксплуатации замедлителя K3202 система работает в штатном безаварийном режиме.

Всего за время опытной эксплуатации осуществлено 15 циклов работы (загрузок камеры) замедлителя на мощности реактора. Из них 14 циклов – на номинальной мощности 2 МВт. Длительность циклов составляла от нескольких часов до ~10,6 суток (~509 МВт·ч).



Рис. 44. Технологическая схема систем управления и контроля холодного замедлителя К3202. P1-P9 – датчики вакуума; T1-T12 – датчики температуры; 92

102-104 — вентили газгольдерной линии, 105-109 — вентили высоковакуумных линии; К102, К104, К106, К108 — вентили криостата для регулирования потока гелия; ВВП1 — ВВП3 — высоковакуумные насосы; ФВН — форвакуумный насос.

За время работы удалось достигнуть следующих параметров:

- Время загрузки шариков в камеру замедлителя минимум 4 часа (по проекту допускалось 8-10 часов, а эксперименты на стенде показали время загрузки максимум 3-4 часа). Загрузка проходит без заторов и без заметной дефрагментации шариков при расходе газа 1,5-2 г/с и температуре 80-85К.
- Гидравлическое сопротивление контура и параметры газодувки позволяют достигнуть значения массового расхода гелия 5,5-6 г/с (близко к проектному 7г/с).
- Криорефрижератор КГУ700/15 обеспечивает охлаждение шариков в камере КЗ202 при мощности реактора 2 МВт при средней температуре 32-33 К (проектное значение – 23-25 К).
- Время работы замедлителя на физический эксперимент ограничено десятью сутками в связи с критическим возрастанием вязкости смеси мезитилена и метаксилола после облучения.

Уровень шариков в камере замедлителя при работе ИБР-2 на мощности определяли при помощи метода нейтронной «камеры-обскура». Данный метод представляет собой снятие двумерной картины распределения потока холодных и тепловых нейтронов по внешней вертикальной плоскости камеры замедлителя ПЧД детектором [75, 76]. Изображения распределения нейтронного потока до и после загрузки шариков приведены на рис. 45.



Рис.45. Изображения распределения нейтронного потока (идентичного наличию шариков в камере замедлителя) до загрузки шариков (слева) и после заполнения камеры (справа). Мощность реактора ИБР-2 – 400 кВт.

Анализ расплавленной облученной смеси мезитилена и м-ксилола (рис. 46) проводился после каждого цикла работы реактора по четырем параметрам: цвет, спектр рамановского рассеяния, плотность, вязкость. Цвет определялся только качественно. По сравнению с бесцветной (прозрачной) необлученной смесью, облученная смесь мезитилена и м-ксилола имеет темно-коричневый цвет с красноватым оттенком. Спектр рамановского рассеяния позволил предварительно идентифицировать состав вязкой фракции облученной смеси, вещества которой содержат двойные и тройные связи углеродных атомов и имеют очень высокую вязкость.

Плотность раствора увеличивается почти линейно в зависимости от времени облучения, рис. 47.



Рис. 46. Расплавленная облученная смесь мезитилена и м-ксилола



*Рис. 47. Плотность облученной смеси мезитилена и м-ксилола в зависимости от времени облучения* 

Это увеличение объясняется накоплением плотного и вязкого вещества – смолы-сополимера. Накопление этого вещества определяет и вязкость облученного раствора, которая нарастает с увеличением времени работы реактора (времени облучения) (рис. 48)



Рис. 48. Вязкость облученной смеси мезитилена и м-ксилола в зависимости от времени облучения

Нарастание вязкости является критическим при работе реактора в течение 509 МВт·ч (156 МГр) или 10,6 суток, в то время как обычный цикл работы ИБР-2 составляет 11 суток. Как видно из рисунка 48, вязкость смеси после облучения в течение 509 МВт·ч возрастает в 23 раза по сравнению с необлученной смесью. Длительная эксплуатации камеры замедлителя в таком режиме может привести к постепенному ее загрязнению смолами-сополимерами и выходу замедлителя из строя.

# 3.2. Нейтронно-физические характеристики холодного замедлителя КЗ202, полученные на рефлектометре РЕМУР и спектрометре СКАТ

#### Измерения на РЕМУРе

Максимум максвеловского спектра нейтронов зависит от температуры замедлителя. Холодный шариковый замедлитель на основе смеси мезитилена и метаксилола находится при температуре 30К, а замедлитель с водой комнатной температуры 300К. Две составные части биспектрального замедлителя разнесены по высоте пучка, что позволяет получать спектр в широком диапазоне длин волн (тепловые и холодные нейтроны).

На рефлектометре РЕМУР [77] нейтроны являются поляризованными. Поляризация пучка возникает при отражении нейтронов от поляризатора при малых углах скольжения. Поляризатор представляет собой длинное намагниченное зеркало высотой 100 мм и длиной 800 мм. На выходе из поляризатора нейтронный пучок имеет форму вытянутой узкой вертикальной щели размерами 3.8(ширина) х 100(высота) мм. Экспериментальные спектры нейтронов, нормированные на максимум интенсивности, в водяном замедлителе комнатной температуры приведены на рис. 49а. Из рисунка видно, что диапазон длин волн для спектра нейтронов замедлителя на основе воды комнатной температуры доходит до 8 Å, а для спектра нейтронов от разработанного холодного замедлителя [78] – до 16 Å. Максимум теплового спектра соответствует длине волны 1,1 Å, а максимум спектра нейтронов холодного замедлителя -2,6 Å. Интенсивность излучения тепловых нейтронов с поверхности холодного замедлителя в области 1-2 Å меньше интенсивности с поверхности замедлителя на основе воды комнатной температуры в этой же области всего в три раза. Однако, в диапазоне длин волн от 2 до 4 Å коэффициент выигрыша по интенсивности для холодного замедлителя (рис. 49 б) резко увеличивается (до восьми раз) и примерно равен десяти в диапазоне от 6 до 8 Å. Далее 8 Å сравнение невозможно из-за практически полного отсутствия длинноволновых нейтронов в спектре теплового замедлителя.



Рис. 49. Спектры нейтронов (а) в замедлителе на основе воды комнатной температуры (светлые точки) и холодном замедлителях (черные точки). Точки соответствуют длинам волн, при которых проведен эксперимент с микропучком. Вертикальная штриховая линия показывает длину волны, при которой сравниваются данные эксперимента по пространственному расщеплению пучка. Отношение интенсивностей излучения нейтронов в случаях холодного замедлителя и замедлителя на основе воды комнатной температуры в зависимости от длины волны нейтронов (б).

#### Измерения на СКАТе

На СКАТе были измерены стандартные образцы, использующиеся для его калибровки: ванадий и порошок кальцита. Некоторые дифракционные спектры от *стандартных образцов* и от образца сланца, измеренных как с использованием замедлителя на основе воды комнатной температуры, так и с холодным замедлителем, приведены на рис. 50. Спектры, измеренные на порошке кальцита (рис. 50 а) и поликристаллическом ванадии (рис. 50 б), указывают на то, что при использовании холодного замедлителя интенсивность рассеянных образцом нейтронов в диапазоне межплоскостных расстояний d > 1,33 Å (или для длин волн нейтронов  $\lambda > 1,33 \cdot \sqrt{2} \approx 1,88$  Å) заметно увеличивается. Количество рассеянных нейтронов растет в этом диапазоне с ростом длины волны нейтронов, и при d > 3,05 Å ( $\lambda > 4,31$  Å) преимущество холодного замедлителя над замедлителем на основе воды комнатной температуры становится четырехкратным.



Рис. 50. Экспериментальные нейтронные спектры от стандартных образцов использующихся для калибровки спектрометра СКАТ: (a) – порошок кальцита, (б) – поликристаллический ванадий. 1 – холодный замедлитель, 2 – водяной замедлитель

Кроме того, для холодного замедлителя КЗ202 была проведена предварительная оценка плотности потока холодных нейтронов (2π-эквивалент с λ > 4Å) с его поверхности. Она оказалась равной 1,2·10<sup>12</sup> н/см<sup>2</sup>·с. Данная оценка основана на измерении плотности потока тепловых нейтронов на реакторе ИБР-2 [79] и измерении спектра нейтронов утечки из холодного шарикового замедлителя КЗ202, проведенном на выведенном пучке №8 спектрометра РЕ-МУР. Оценка плотности потока нейтронов с поверхности холодного замедлителя КЗ202, при мощности ИБР-2 2 МВт, по своей величине сравнима с плотностью потока холодных нейтронов на самом высокоинтенсивном импульсном источнике в мире SNS, (Оак-Ридж, США, https://www.ornl.gov/).

Характер изменения спектра нейтронов к концу цикла работы холодного замедлителя ИБР-2 представлен на рис.51. При длинах волн более 6 Å плотность потока нейтронов в концу цикла работы замедлителя  $\Phi_{\rm k}$  на 7% меньше, чем плотность потока в начале цикла  $\Phi_{\rm h}$  при погрешности измерений ±4%.



Рис. 51. Кривая изменения отношения плотности потока нейтронов в начале цикла работы холодного замедлителя к плотности потока в конце цикла Фн/Фк в зависимости от длины волны  $\lambda$ .

Уменьшение плотности потока нейтронов происходит по причине уменьшения количества CH<sub>3</sub> групп в мезитилене, на которых происходит замедление нейтронов. Уменьшение CH<sub>3</sub> групп происходит за счет образования и выхода радиолитического водорода из смеси мезитилена и метаксилола под облучением. Экспериментально установлено, что значительная часть водорода выходит во время облучения при низкой (32 K) температуре. Из 48-57 л водорода, образующегося за весь цикл работы реактора, во время отогрева и расплавления смеси, выходит лишь около 20 л водорода. Тестовая эксплуатация шарикового холодного замедлителя на реакторе ИБР-2 позволила установить параметры его надёжной работы. Также были проведены измерения характеристик нейтронного потока с поверхности замедлителя и сравнение с тепловодным для нейтронных пучков спектрометров СКАТ и РЕМУР. Как и следовало ожидать, наблюдается значительный (от 4 до 10 раз) выигрыш в количестве длинноволновых нейтронов. В два раза – с 8 до 16 Å – увеличился и сам диапазон длин волн нейтронов, получаемых при помощи холодного замедлителя. Этот факт должен положительно сказаться при изучении свойств конденсированных сред с помощью различных методов нейтронного рассеяния.

# ГЛАВА 4. АНАЛИЗ ЭФФЕКТИВНОСТИ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ ША-РИКОВОГО ХОЛОДНОГО ЗАМЕДЛИТЕЛЯ ИБР-2 ПРИ ПРОВЕДЕ-НИИ РЕФЛЕКТОМЕТРИЧЕСКИХ И ДИФРАКЦИОННЫХ ИССЛЕДО-ВАНИЙ

### 4.1. Обоснование выбора объектов исследования

Выбор объектов исследований в диссертационной работе был обусловлен наличием действующих спектрометров и дифрактометров реактора ИБР-2, которые имеют в своем распоряжении холодные нейтроны. Холодный замедлитель «производит» холодные нейтроны для пучков реактора ИБР-2 №7 (спектрометр неупругого рассеяния НЕРА, спектрометр для количественного анализа текстуры СКАТ и спектрометр для измерения внутренних напряжений ЭПСИЛОН), №8 (рефлектометр РЕМУР), №10 (рефлектометр ГРЭЙНС) и №11 (дифрактометр для определения внутренних напряжений ФСД). Эксперименты в рамках диссертационной работы проводили на рефлектометре РЕ-МУР и спектрометре СКАТ. Это обусловлено тем, что для одних инструментов, таких как ЭПСИЛОН и ФСД для исследований внутренних напряжений используется в основном область тепловых нейтронов (1,5-3 Å) и холодный замедлитель здесь не интересен. Другие же (например, ГРЭЙНС) в настоящее время находятся в стадии модернизации и на них не проводят физических исследований с холодными нейтронами.

<u>Первым объектом</u> исследования в диссертационной работе является *микропучок нейтронов*. Микропучок нейтронов используют при изучении уникальных магнитных свойств новых материалов, например, магнитных микропроволок. К этим свойствам относят магнитную бистабильность и гигантское магнито-сопротивление. Уникальность этих свойств определяет высокий технологический потенциал от использования магнитных проволок в качестве магнитных сенсоров. В такой проволоке диаметром 30-200 мкм образуется магнитно-неколлинеарная структура [80]. В компактном ядре диаметром около 10 мкм возникают осевые домены с намагниченностью, направленной

вдоль оси проволоки, а в оболочке образуются круговые домены с намагниченностью, направленной по окружности проволоки. Эти области в проволоке могут быть исследованы только с применением микропучка нейтронов шириной не более 10 мкм и высокой интенсивностью в области длин волн более 4 Å.

Обязательным условием для получения микропучка нейтронов является использование коллиматорной щели, зеркальной подложки или нейтронного волновода. На данный момент пучок, получаемый при помощи нейтронного волновода является самым узким. На рефлектометре РЕМУР ИБР-2 имеется волновод, представляющий собой трехслойную немагнитную пленку Ni<sub>0.67</sub>Cu<sub>0.33</sub> (15 нм) / Cu (142 нм) / Ni<sub>0.67</sub>Cu<sub>0.33</sub> (53 нм) на Si подложке. Микропучок холодных нейтронов, исследованный в данной работе был получен именно на этом волноводе.

<u>Вторым объектом</u> исследования на рефлектометре РЕМУР является *образец магнитной плёнки Gd(5 нм)/Fe(100 нм)//стекло (подложка)*, который относится к магнитно-неколлинеарным слоистым структурам. Такие структуры имеют широкое практическое применение в устройствах для магнитной записи, а также интересны для изучения физики магнетизма в системах с пониженной размерностью. Поэтому поиск новых и развитие существующих методов их исследования остаётся актуальной задачей.

На границе раздела двух магнитно-неколлинеарных сред происходит переворот спина нейтронов, что в скользящей геометрии приводит к разделению в пространстве пучков разных спиновых переходов – это называется пространственным расщеплением пучка [81-82]. Из экспериментальных значений углов скольжения отраженных пучков с переворотом спина можно определить такие параметры как напряженность внешнего магнитного поля или вектор магнитной индукции образца. При этом угол между зеркально отраженным пучком (без переворота спина) и отраженным пучком с переворотом спина увеличивается с ростом магнитного поля и длины волны нейтрона, соответственно

растет и эффект расщепления. В малых магнитных полях решающим фактором, определяющим увеличение эффекта расщепления пучка является большая длина волны нейтронов. Использование высокоинтенсивного пучка холодных нейтронов в широком диапазоне длин волн позволяет расширить диапазон регистрации углов рассеяния и улучшить качество получаемых результатов.

<u>Третьим объектом</u> является образец полиминеральной горной породы – сланца. Минералы, входящие в его состав, имеют определенные ориентировки зерен, что обуславливает анизотропию свойств сланца. Зависимость скорости упругих волн в породе от направления распространения должна быть учтена в моделях литосферы Земли и ее эволюции, при анализе сейсмических событий и данных сейсмической разведки полезных ископаемых.

Особый интерес при исследовании данного материла представляют текстуры слоистых силикатов, входящих в состав сланца. Точное определение их текстур может иметь исключительную важность при моделировании упругих свойств содержащих их пористых пород. В таких породах огромное влияние на упругие свойства оказывают микропоры, как правило, параллельные зернам слоистых силикатов [83-84]. Неточное определение минерального состава породы и остроты текстуры, приведет к значительным ошибкам в упругих постоянных породы, рассчитанных на основе текстурных и микроструктурных данных.

4.2. Получение микропучка, расщепление пучка холодных нейтронов на рефлектометре РЕМУР и нейтронографический фазовый и текстурный анализ образца сланца на спектрометре СКАТ с использованием холодного замедлителя

4.2.1. Получение микропучка нейтронов

<u>Метод получения микропучка нейтронов при помощи слоистого волно-</u> вода

На рис. 52а изображен плоский волновод, который представляет собой трёхслойную тонкоплёночную структуру. В этой структуре средний слой с низким нейтронно-оптическим потенциалом окружён слоями с высоким потенциалом (рис. 526).



Рис. 52. (а) Схема эксперимента с микропучком нейтронов. (б) Нейтроннооптический потенциал волноводной структуры в зависимости от координаты z, перпендикулярной слоям образца.

Из вакуума (среда 0) на поверхность плёнки под малым углом скольжения θ<sub>і</sub> падает коллимированный пучок нейтронов. В тонком слое (1) пучок туннелирует и проходит через средний слой (2) шириной d, после чего полностью отражается от толстого слоя (3). В слое (2) происходит резонансное усиление плотности потока нейтронов при выполнении условий резонанса порядков n = 0, 1, 2...[85]. Далее нейтронная волна распространяется в среде (2) вдоль слоёв плёнки по аналогии с каналом. Поэтому слой (2) называют волноводным слоем или каналом, а процесс распространения в нём нейтронной волны – каналированием. Если закрыть часть поверхности волновода поглотителем, то плотность потока нейтронов под неосвещённой частью экспоненциально затухает вдоль канала на некотором расстоянии x<sub>e</sub>. Это связано с туннелированием и выбыванием нейтронов обратно в вакуум через верхний слой (1). Параметр затухания x<sub>e</sub> называют длиной каналирования. Теория каналирования нейтронов в слоистых волноводах описана в работе [86]. Экспериментально длина каналирования была определена в работах [87-88] и составила порядка нескольких миллиметров. После каналирования в волноводе нейтронный пучок выходит из торца канала в виде узкой полосы и имеет начальную ширину, равную ширине канала d. Интенсивность нейтронного пучка на выходе из канала, который является узкой щелью, подчиняется условию дифракции Фраунгофера для этой щели

$$I_{\theta} = I_0 (\sin \beta / \beta)^2 \tag{25}$$

$$\beta = 1/2 k d\sin\theta \approx \pi d\theta / \lambda \tag{26}$$

где  $I_0$  – интенсивность нейтронов на выходе из канала,  $k = 2\pi/\lambda$  – волновой вектор нейтронов,  $\lambda$  – длина волны нейтронов,  $\theta$  – угол скольжения рассеянного пучка. Для центрального пика параметр  $\beta$  равен некой конечной величине в диапазоне  $0 \le |\beta| \le \pi$ , тогда из (26) следует, что угловая ширина микропучка растёт прямо пропорционально длине волны нейтронов  $\lambda$ :

$$\delta\theta \sim \lambda/d$$
 (27)

Эксперименты по определению угловой ширины (угловой расходимости) микропучка нейтронов в зависимости от длины волны нейтронов подробно описаны в работе [89].

#### Результаты эксперимента

Эксперимент по получению микропучка холодных нейтронов был впервые проведен на импульсном реакторе ИБР-2 по методу времени пролета [89-90] на рефлектометре РЕМУР при помощи шарикового холодного замедлителя нейтронов.

Образец Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(20 нм)/Cu(150 нм)/Ni<sub>67</sub>Cu<sub>33</sub>(50 нм)//Si(подложка) имеет размеры подложки  $25 \times 25 \times 1$  мм. Падающий поляризованный пучок нейтронов не испытывал магнитного взаимодействия с волноводом, так как сплав Ni(67 ат. %)Cu(33 ат. %) является немагнитным при комнатной температуре. Полученный микропучок регистрировался двумерным позиционно-чувствительным газовым <sup>3</sup>He детектором. Пространственное разрешение детектора составляет от 1,5 мм в центре до 2 мм на краях. Ширина канала по времени пролета равна 128 мкс, ширина пространственных каналов 0,9 мм. Расстояние от замедлителя до образца равно 29,0 м, расстояние от образца до детектора составляет 4,94 м.

Информацию о прохождении микропучка нейтронов через позиционночувствительный <sup>3</sup>Не детектор оцифровывали при помощи амплитудно-цифрового преобразователя. Полученный набор числовых данных загружали в программу MatLab для получения двумерного изображения. На рис. 53 представлено двумерное распределение интенсивности излучения нейтронов в зависимости от длины волны и угла скольжения рассеянного пучка при угле скольжения начального пучка  $\theta_i = 7,68$  мрад. Горизонтальные линии соответствуют направлениям прямого пучка, плоскости образца и зеркально отраженного пучка. Прямой и отраженный пучки перекрыты поглощающими нейтроны пластинками из Cd. Внизу виден интенсивный преломленный пучок, который

при малых длинах волн стремится к направлению прямого пучка, а при увеличении длины волны приближается к направлению плоскости. В области 5 Å можно видеть три вертикально вытянутых пучка, положение которых обозначено эллипсами и стрелками с индексами n = 0, 1, 2. Это – микропучки резонансов соответствующих порядков n.



Рис. 53. Двумерное распределение интенсивности нейтронов в зависимости от длины волны и угла скольжения рассеянного пучка. Угол скольжения начального пучка равен θ<sub>i</sub> = 7,68 мрад. Овалами и стрелками обозначены микропучки резонансов порядков n = 0, 1, 2. Прямой и зеркально отраженный пучки блокированы поглощающими пластинами. Пунктирная линия при θ = 0 соответствует ориентации плоскости образца. Интенсивный пучок вблизи прямого пучка – это преломленный пучок.

На рис. 54 представлена зависимость интенсивности микропучков от длины волны нейтронов при углах скольжения начального пучка 7,68, 6,46, 3,63 и 2,93 мрад. Зависимости для  $\theta_i = 2,93$  мрад получены с использованием замедлителя с водой комнатной температуры, а  $\theta_i = 3,63, 6,46$  и 7,68 мрад – при помощи холодного замедлителя. Интенсивность просуммирована по углу скольжения рассеянного пучка  $\theta$  в области между зеркально отраженным и
преломленным пучками. Индексами n = 0, 1, 2 обозначены пики резонансов соответствующих порядков. Стрелками дополнительно показаны пики резонансов второго порядка (n = 2). Можно заметить, что положения резонансных пиков сдвигаются в область меньших значений длин волн при уменьшении угла скольжения θ<sub>i</sub> и увеличении резонансного порядка n.

На рис. 55а–в показана интенсивность микропучка резонансов порядков n = 0, 1, 2 в зависимости от угла скольжения рассеянного пучка  $\theta$  при фиксированном угле скольжения начального пучка  $\theta_i = 7,68$  мрад. Можно видеть, что в случае резонанса нулевого порядка (n = 0) микропучок имеет один максимум в центре в направлении  $\theta = 0$ . Микропучок резонанса первого порядка (n = 1) имеет минимум в центре около  $\theta = 0$  и два максимума по бокам. А микропучок резонанса второго порядка (n = 2) по теории должен иметь два относительно больших максимума интенсивности около прямого и отраженного пучков и один маленький максимум в центре.



Рис. 54. Зависимость интенсивности микропучков порядков n = 0, 1, 2 от длины волны нейтронов при разных углах скольжения начального пучка: a - 7,68; 6 - 6,46; 8 - 3,63; г - 2,93 мрад. Интенсивность просуммирована по углу рассеяния между отраженным и прямым пучками. Интенсивность при углах  $\theta_i$ , равных 6,46 и 7,68 мрад (a, 6), просуммирована по двум соседним каналам по длине волны для уменьшения статистической ошибки счета нейтронов.



Рис. 55. Зависимость интенсивности микропучков от угла скольжения рассеянного пучка  $\theta$  при фиксированных углах скольжения начального пучка  $\theta_i$  для резонанса порядков n=0, 1, 2. Интенсивность просуммирована по двум пространственным каналам на детекторе для улучшения статистики и по узкому интервалу длин волн, который соответствует микропучкам: (a)  $\theta_i$ =7,68 мрад, n=0 и 5,16÷5,31 Å; (b)  $\theta_i$ =7,68 мрад, n=1 и 4,93÷5,08 Å; (c)  $\theta_i$ =7,68 мрад, n=2 и 4,65÷4,80 Å; (c)  $\theta_i$ =6,46 мрад, n=0 и 4,34÷4,49 Å; (d)  $\theta_i$ =3,63 мрад, n=0 и 2,47÷3,27 Å.

На краях интервалов хорошо видно увеличение интенсивности, а для четкой регистрации слабого максимума в центре не хватает статистической обеспеченности. На рис. 55г, д представлено распределение интенсивности микропучка резонанса нулевого порядка (n = 0) в зависимости от угла скольжения рассеянного пучка при угле скольжения начального пучка 6,46 и 3,63 мрад соответственно. Полностью измерить профиль микропучка с углом скольжения  $\theta_i = 2,93$  мрад оказалось невозможным, т.к. он был ограничен узкой диафрагмой в центре.

Из экспериментальных данных для нулевого резонанса n=0 (рис. 55a, 55г, 55д) была определена угловая ширина микропучка – полная ширина пика на половине высоты (FWHM). На рис. 56 изображена зависимость ширины (FWHM) микропучка от длины волны. Светлыми точками показаны экспериментальные значения. Величина ошибок была получена с учетом статистической ошибки интенсивности нейтронов. Темными точками показан вклад в угловую ширину пучка от дифракции Фраунгофера на узкой щели, представляющей собой канал волновода. Здесь вычтен вклад угловой расходимости начального пучка 1,0 мрад, угловое разрешение детектора 0,36 мрад и угловое разрешение двух пространственных каналов позиционно-чувствительного детектора 0,36 мрад, по которым проходило суммирование интенсивности на рис. 55. Сплошной линией показан расчет вклада от дифракции Фраунгофера по формулам (25) и (26) с учетом ширины канала d = 141,7 нм, которая была определена из подгонки данных рефлектометрии: CuO(2.5 нм)/Ni67Cu33(14,9 нм)/Сu(141,7 нм)/ Ni67Cu33(53,3 нм)//Si(подложка). Можно видеть, что экспериментальные результаты (темные точки) совпадают с расчетом в пределах ошибок и подтверждают линейную зависимость  $\delta\theta \sim \lambda/d$ .



Рис. 56. Угловая ширина (FWHM) микропучка порядка n=0 в зависимости от длины волны нейтронов при фиксированной ширине волноводного слоя d=141,7 нм. Светлыми символами показаны экспериментальные значения ширины пучка. Тёмными символами показан вклад от фраунгоферовской дифракции на узкой щели с учётом угловой расходимости начального пучка, шириной пространственного канала детектора и пространственного разрешения самого детектора. Сплошная линия - графическое решение уравнения  $I_{\theta}=I_0(sin\beta/\beta)^2$ .

Важно отметить, что данные для измерения спектра микропучков нейтронов, впервые полученные при помощи холодного замедлителя (рис. 53) были накоплены всего за трое суток (один спектр измеряли за одни сутки), т.е. в десять раз быстрее по сравнению с тепловым замедлителем. Весь цикл работы реактора ИБР-2 составляет 11 суток. Для измерения данных спектров при помощи замедлителя на основе воды комнатной температуры требуется время в десять раз больше, т.е. примерно 10 суток на один спектр и три цикла работы реактора на весь эксперимент. Учитывая, что ИБР-2 работает в год 9 циклов, тратить 1/3 всего времени работы ИБР-2 в год на проведение одного эксперимента является совершенно неприемлемыми временными затратами, поскольку на ИБР-2 действует политика пользователей, распределяющая реакторное время между потребителями на различные научные задачи. Поэтому, применение холодного замедлителя позволило измерять спектр микропучка холодных нейтронов за рациональное время, благодаря сокращению времени экспозиции образца в десять раз.

4.2.2. Изучение пространственного расщепления пучка холодных нейтронов

## Метод пространственного расщепления пучка

Эффект пространственного расщепления пучка был предсказан теоретически В.К. Игнатовичем в [91], а экспериментально данное явление наблюдалось в геометрии отражения и геометрии преломления в [92-96]. Обзор экспериментальных результатов приведен в [97]. В [98] проведено комплексное исследование пространственного расщепления пучка и разработан метод рефрактометрии, описание которого можно найти также в [82, 96]. В [99-101] наблюдалось пространственное расщепление пучка в магнитно-неколлинеарных доменных и кластерных структурах.

Рассмотрим геометрию рассеяния нейтронов на магнитно-неколлинеарной пленке (рис. 57а).



Рис. 57. Схема эксперимента по пространственному расщеплению пучка. (а) Внешнее магнитное поле приложено под углом а к плоскости тонкой плёнки. Вероятность переворота спина нейтронов на границе раздела зависит от угла  $\chi$  между векторами внешнего магнитного поля и магнитной индукции в плёнке. (б) При отражении поляризованного пучка нейтронов от магнитной плёнки происходит расщепление пучка на два - без переворота спина (зеркальный пучок) и с переворотом спина (незеркальный пучок). (в) При отражении и пропускании неполяризованного пучка нейтронов через магнитную плёнку на немагнитной подложке с ядерным потенциалом U происходит расщепление на три пучка. (г) При преломлении неполяризованного пучка в толстой магнитной плёнке с магнитной индукцией В и ядерным потенциалом V происходит расщепление на четыре пучка.

На образец действует внешнее магнитное поле напряженностью H, которое приложено к поверхности образца под углом α. Так как пленка является тонкой и однородной, то вектор намагниченности пленки направлен параллельно ее плоскости. Пленка имеет анизотропию формы, из-за чего между вектором внешнего магнитного поля H и вектором магнитной индукции в пленке B возникает угол χ. Переворот спина нейтронов при падении пучка на поверхность пленки происходит с вероятностью W ~ sin<sup>2</sup>χ. Поведение нейтронов на границе раздела магнитно-неколлинеарных сред описано в [102].

На рис. 576 представлен полностью поляризованный пучок со спином, направленным параллельно внешнему магнитному полю. Обозначим такой спин как «+». Часть нейтронов при прохождении через пленку отразится без переворота с тем же спином «+». Другая часть нейтронов отразится со спином, направленным антипараллельно магнитному полю Н. Обозначим такой спин как «-». Тогда обозначим спиновый переход с переворотом как «+-», где первый индекс «+» соответствует начальному спину падающего пучка, а второй индекс «-» соответствует конечному спину рассеянного отраженного пучка.

Закон сохранения полной энергии нейтронов во внешнем магнитном поле Н до и после отражения можно записать в виде

$$\frac{\hbar^2 k_i^2}{2m} + \mu H = \frac{\hbar^2 (k^{+-})^2}{2m} - \mu H$$
(28)

где  $\hbar$  – постоянная Планка ( $h=2\pi\hbar$ ),  $\mu$  – магнитный момент нейтрона, m – масса нейтрона, k – волновой вектор нейтрона. Волновой вектор нейтрона можно разложить по трём координатам  $k^2 = k_x^2 + k_y^2 + k_z^2$ . Свойства пленки остаются неизменными в плоскости пленки, поэтому в направлении х и у волновой вектор  $k_x$  = const и  $k_y$  = const. Волновой вектор изменяется только в направлении z, перпендикулярном плоскости образца:

$$k_{i} = \frac{2\pi}{\lambda} \sin \theta_{i} \approx \frac{2\pi}{\lambda} \theta_{i}, \ k^{+-} \approx \frac{2\pi}{\lambda} \theta^{+-}$$
(29)

Подставив (29) в уравнение (28) получим выражения для углов скольжения отраженных пучков с переворотом спина:

$$\theta^{+-} = \sqrt{\theta_i^2 + 2\mu H \lambda^2 \frac{2m}{h^2}}$$
(30)

$$\theta^{-+} = \sqrt{\theta_i^2 - 2\mu H \lambda^2 \frac{2m}{h^2}}$$
(31)

Пучки нейтронов без переворота спина испытывают зеркальное отражение:  $\theta^{++} = \theta^{--} = \theta_i$ . Пучки с переворотом спина отклоняются на некоторый угол от зеркально отраженного пучка (и поверхности пленки), образуя тем самым расщепление падающего пучка в пространстве после прохождения через пленку. Угловое расщепление увеличивается квадратично с ростом длины волны и линейно с ростом напряжённости магнитного поля. Спиновый переход «-+» имеет критическую длину волны, больше которой отраженный пучок с переворотом спина «-+» исчезает. Для перехода «+-» такой критической длины волны не существует. Используя формулу разности квадратов из уравнения (30) можно определить величину магнитного поля, при котором произошёл переворот спина нейтронов:

$$H \sim \left(\theta^{+-} - \theta_i\right) \left(\theta^{+-} + \theta_i\right) / \lambda^2 \tag{32}$$

Из выражения (32) видно, что при фиксированном угловом разрешении (θ<sup>+-</sup> – θ<sub>i</sub>) = const величина поля Н квадратично уменьшается с ростом длины волны нейтронов.

Для того, чтобы наблюдать эффект расщепления в области малых длин волн необходимо создавать вокруг образца сильное внешнее магнитное поле с величиной несколько кЭ. Однако, если условия эксперимента требуют проведения измерений напряженности малых магнитных полей, то в этом случае для расщепления падающего пучка необходимо иметь высокую плотность потока нейтронов с длиной волны более 4Å на образце.

На рис. 57в на образец тонкой магнитной пленки на немагнитной подложке с ядерным потенциалом U падает неполяризованный пучок нейтронов (содержащий параллельные и антипараллельные спины). При отражении и преломлении (пропускании) нейтронов во время прохождении пучка через образец происходит его расщепление на три пучка. Для пропускания выполняются следующие соотношения:

$$\theta^{+-} = \sqrt{\theta_i^2 + (2\mu H - U)\lambda^2 \frac{2m}{h^2}}$$
(33)

$$\theta^{-+} = \sqrt{\theta_i^2 - (U + 2\mu H)\lambda^2 \frac{2m}{h^2}}$$
(34)

$$\theta^{++} = \theta^{--} = \sqrt{\theta_i^2 - U\lambda^2 \frac{2m}{h^2}}$$
(35)

Можно видеть, что для всех пучков в малых магнитных полях существует граничная длина волны, кроме случая больших магнитных полей для пучка «+-» в уравнении (33): 2<sub>µH</sub> > U. В случае, если ядерный потенциал немагнитного слоя (подложки) становится равным удвоенному значению магнитного потенциала  $U = 2\mu H^*$ , нейтронный пучок «+-» не испытывает преломления и наблюдают только расщепление отраженных пучков. Измеряя величину приложенного внешнего магнитного поля Н\*, можно просто определить величину ядерного потенциала подложки. Метод напоминает процедуру взвешивания. В работе [103] предложен метод "нейтронных весов", с помощью которого определен ядерный потенциал стеклянной подложки: H\*=7,9±0,2 кЭ и U=95,3±2,4 нэВ. Точность определения ядерного потенциала определяется угловым разрешением спектрометра, точностью определения внешнего магнитного поля и статистической ошибкой счёта нейтронов. Использование холодных нейтронов с большими длинами волн позволяет увеличить пространственное расщепление вблизи значений поля Н\* и таким образом улучшить чувствительность и точность метода нейтронных весов.

В случае преломления нейтронов в толстой магнитно-неколлинеарной плёнке с индукцией В и ядерным потенциалом V (рис. 57 г), помещённой во внешнее магнитное поле H, неполяризованный пучок нейтронов расщепляется на четыре пучка. Из экспериментальных значений углов скольжения можно определить параметры H, B и V.

Рассмотрим случай отражения и пропускания нейтронов через тонкую магнитную плёнку на немагнитной подложке как на рис. 57 в. На рис. 58 показан расчёт углов скольжения рассеянного пучка  $\theta$  в зависимости от длины волны нейтронов во внешнем магнитном поле H=3,5 кЭ при фиксированном угле скольжения начального пучка  $\theta_i = 3,1$  мрад и ядерном потенциале стеклянной подложки U=95,3 нэВ. Положительные значения углов  $\theta > 0$  соответствуют отражению, а отрицательные  $\theta < 0$  значения – преломлению. Горизонтальная линия  $\theta$ =3,1 мрад соответствует зеркальным пучкам без переворота спина «++» и «--». Горизонтальная линия  $\theta = 0$  показывает направление плоскости образца (horizon). Горизонтальная линия  $\theta$ =-3,1 мрад соответствует направлению прямого пучка. Можно видеть, что большинство пучков имеют граничные длины волн, кроме отражённого пучка «+-» (с переворотом спина, первоначальное направление спина параллельно внешнему магнитному полю) в поле 3,5 кЭ (пунктирная линия выше θ=3,1 мрад) и преломлённого пучка «+-» в поле 9,0 кЭ (пунктирная линия ниже  $\theta$ =-3,1 мрад). Для демонстрации увеличения эффекта расщепления при использования холодных нейтронов с поверхности холодного замедлителя ИБР-2 были выбраны отражённые пучки «++» и «+-» в поле 3,5 кЭ.



Рис. 58. Расчёт углов рассеяния отражённых и преломлённых пучков в зависимости от длины волны нейтронов. Внешнее магнитное поле H=3,5 кЭ

приложено под углом 80° к плоскости образца. Толстой сплошной линией показаны пучки без переворота спина «++» и «- –». Тонкой сплошной линией показаны пучки с переворотом спина «-+», а штриховой линий – пучки с переворотом спина «+–». Ниже линии прямого пучка показан пучок с переворотом спина «+–» в магнитном поле 9,0 кЭ.

#### Эксперимент

Рассмотрим экспериментальные данные. Эксперимент был проведён на рефлектометре поляризованных нейтронов РЕМУР. Магнитная плёнка Gd (5 нм)/Fe (100 нм)//стекло (подложка) была помещена во внешнее магнитное поле H=3,5 кЭ, приложенное под углом  $\alpha$ =80° к плоскости образца (рис. 57а). Размеры подложки равны 60×60×5 мм<sup>3</sup>. Угол скольжения начального пучка составлял  $\theta_i$ =3,1 мрад (рис. 57б). Угловая расходимость начального пучка равна 1.0 мрад, угловое разрешение детектора равно 0,36 мрад и угловая ширина пространственного канала детектора равна 0,18 мрад. Использовалась только одна поляризация входного пучка «+», параллельная внешнему ведущему магнитному полю. Анализатор поляризации не применялся, поэтому после образца одновременно регистрировались отражённые пучки «++» и «+-». Измерения проводились с использованием замедлителя на основе воды комнатной температуре и холодного замедлителя.

На рис. 59 представлено двумерное распределение интенсивности отражённых нейтронов в зависимости от длины волны нейтронов и угла скольжения отражённого пучка  $\theta$ . На рис. 59а показаны экспериментальные данные, полученные на тепловом замедлителе. Можно видеть большую интенсивность зеркально отражённого пучка «++» (specular) без переворота спина в интервале 1-3 Å. Стрелкой показан слабый незеркально отражённый пучок «+-» с переворотом спина. На рис. 59б представлены экспериментальные данные, полученные на холодном замедлителе. Можно заметить, что зеркально отражённый пучок «++» (specular) является более интенсивным при больших длинах волн. Стрелкой показан отражённый пучок «+-», который хорошо виден в интервале длин волн 4-7 Å.



Рис. 59. Двумерное распределение интенсивности отражённых нейтронов в зависимости от длины нейтронов и угла скольжения рассеянного пучка. (а) Тепловой замедлитель. (б) Холодный замедлитель. Вертикальная штриховая линия проведена по длине волны нейтронов 3.40 Å, при которой сравниваются результаты теплового и холодного замедлителей.

На рис. 60 а, б приведено угловое распределение интенсивности отражённых нейтронов в узком интервале длин волн со средним значением 3,40 Å (горизонтальная штриховая линия на рис. 49 и 59).



Рис.60. Распределение интенсивности отражённых нейтронов в зависимости от угла скольжения рассеянного пучка при различных длинах волн нейтронов при тепловом и криогенном замедлителях. (а) Тепловой замедлитель, длина волны 3,40 Å. (б) Холодный замедлитель, 3,40 Å. (в) Холодный замедлитель, 6,62 Å. (г) Холодный замедлитель, 7,70 Å.

Тепловому замедлителю соответствует рис. 60 а, холодному – рис. 60 бг. Стрелкой и толстой линий показан пик нейтронов с переворотом спина «+– », а индексом «++» отмечен зеркальный пучок без переворота спина. Можно видеть, что пучки частично перекрываются из-за большой угловой расходимости начального пучка. Вероятность переворота спина составляет около 10 % для данной длины волны. Интенсивность нейтронов от холодного замедлителя при данной длине волны в 4 раза больше, чем от замедлителя на основе воды комнатной температуры. На рис. 60 в показано угловое распределение интенсивности отражённых нейтронов для длины волны 6,62 Å. Вероятность переворота спина для этой длины волны равна 1,3 %. Для длины волны 7,70 Å угловое расщепление растёт, а вероятность переворота спина уменьшается до 1,0 % (рис. 60 г). При этих длинах волн интенсивность нейтронов от холодного замедлителя в 10 раз больше, чем от теплового (рис. 49 а). Измерения проведены без анализатора, поэтому существует дополнительный фон от зеркально отражённого пучка. Тем не менее, интенсивности нейтронов при больших длинах волн достаточно, чтобы наблюдать пучки нейтронов с переворотом спина. Одновременная регистрация двух пучков «++» и «+–» позволяет экономить время измерения еще как минимум в 2 раза. Увеличение угловой расходимости начального пучка с целью увеличения интенсивности нейтронов также уменьшает время измерения.

Перечислим основные особенности эффекта пространственного расщепления пучка.

- Эффект пространственного расщепления растёт с увеличением длины волны. При малых длинах волн пучки сливаются в один, и расщепление не наблюдается.
- Пространственное расщепление увеличивается с ростом значения магнитных полей. В малых магнитных полях пространственное расщепление мало, поэтому для увеличения эффекта расщепления требуются большие длины волн
- Вероятность переворота спина нейтронов составляет порядка 1-10 %, поэтому для уменьшения фона от зеркального пучка необходимо использовать анализ поляризации для отдельной регистрации пучков с переворотом и без переворота спина. Это увеличивает время измерения.
- 4) Точность определения значения магнитного поля с помощью эффекта расщепления зависит от угловой коллимации пучка. Для улучшения точности необходимо хорошо коллимировать пучок, что в свою очередь приводит к снижению интенсивности и увеличению времени измерения.

Основные особенности спектра нейтронов от холодного замедлителя на рефлектометре PEMУP состоят в следующем.

- Уменьшается интенсивность нейтронов в тепловой части (интервал длин волн 1-3 Å) в три раза. Форма спектра является плоской.
- В средней части спектра, начиная с длин волн 3 Å, спадание спектра не такое резкое, как у теплового замедлителя. Начинает расти фактор выигрыша в интенсивности по сравнению с тепловым замедлителем и доходит до 10.
- Максимальная длина волны в спектре составляет 16 Å.
   Теперь перечислим особенности спектра от теплового замедлителя.
- Узкий максимум в тепловой части 1-3 Å, фактор выигрыша по сравнению с комбинированным замедлителем равен 3.
- Резкое спадание спектра в средней части (длины волн больше 3 Å). Проигрыш по сравнению с холодным замедлителем составляет до 10 раз.
- Максимальная длина волны равна 8 Å, что в 2 раза меньше максимальной длины волны для холодного замедлителя.

Сравнивая особенности эффекта пространственного расщепления пучка и свойства замедлителей, можно ясно видеть, что для экспериментов с расщеплением пучка идеально подходит именно спектр от холодного замедлителя.

4.2.3. Нейтронографический фазовый и текстурный анализ

## Постановка эксперимента

Уточняющий текстурный анализ был проведен с использованием замедлителя с водой комнатной температуры и холодного замедлителя на дифрактометре СКАТ [104-105, 110]. В настоящее время для обработки полученных данных с дифрактометра СКАТ используют модифицированный ритвельдовский текстурный анализ. Используемая модификация стандартного метода Ритвельда [106] реализована в программном комплексе MAUD [107, 108] и позволяет учитывать функции распределения кристаллитов по ориентациям. Предварительная обработка экспериментальных данных производилась с помощью программы SKAT2MAUD, доступной в библиотеке программного обеспечения ОИЯИ. Программа нормирует дифракционные спектры на эффективное распределение нейтронов по энергиям, конвертирует их в стандартный GSAS-формат [109], совместимый с MAUD, и создает файл сценария для загрузки данных в MAUD, в котором учитываются углы на полюсных фигурах и отсчеты монитора падающего пучка нейтронов.

Шарообразный образец мелкозернистого метаморфизированного сланца из Богемии (Чешская республика) имеет диаметр 5 см. Сланец консолидированный (его пористость невысока), с очевидной фолиацией (рис. 61).



Рис.61. Образец сланца, установленный в гониометре дифрактометра СКАТ.

Во время измерения на каждом из замедлителей образец вращался в гониометре СКАТа с шагом 15° для того, чтобы измерить полные полюсные фигуры. Время измерений в каждой позиции образца составляло 2 часа. Всего измерения проводили в 24 позициях образца с 19 детекторами. В результате от образца было накоплено 24·19=456 дифракционных спектра для каждого замедлителя.

При всех измерениях использовалась стандартная конфигурация дифрактометра СКАТ и набор 45° коллиматоров на детекторах.

#### Результаты эксперимента

Измерения на *образце сланца* (рис. 62 а, 62 б) аналогичны результатам экспериментов на стандартных образцах (рис. 50). В диапазоне межплоскостных расстояний 1,4 < d < 5,1 Å, в котором проводился анализ дифракционных данных с помощью MAUD, использование холодного замедлителя позволило увеличить интенсивность и, соответственно, сократить время измерения в 4 раза.



Рис. 62. Нейтронные дифракционные спектры – интенсивность I в зависимости от номера времяпролетного канала и межплоскостного расстояния d, измеренные на дифрактометре СКАТ с холодным и тепловодным замедлителем. Образец сланца (показан только интервал спектра, использовавшийся для обработки), вектор рассеяния нейтронов направлен перпендикулярно фолиации (а, б) и в плоскости фолиации (в, г). Спектры (б) и (г) представляют

собой нормированные на эффективное распределение нейтронов по энергиям и эффективность детекторов спектры (а) и (в) соответственно. Кроме того, спектры (б) и (г), полученные с холодным замедлителем, смещены на 0,15 по шкале ординат. Спектры на каждом из рисунков нормированы на время измерения.

Из рисунков 62 б, 62 г, видно, что спектры в длинноволновой области (начиная с d=2,5 Å), полученные с холодного замедлителя имеют гораздо лучшее разрешение, в то время как спектры с водяного замедлителя выглядят размытыми. В отличие от замедлителя на основе воды комнатной температуры использование холодного замедлителя позволяет накопить достаточную статистику за 2 часа измерений в одной позиции образца и уверенно идентифицировать на дифракционном спектре слабо рассеивающие или содержащиеся в породе в небольшом количестве минералы из общего фона пиков. Это относится к альбиту и хлориту, имеющих ряд характерных дифракционных пиков в диапазоне 3,5 < d < 3,9 Å, и кальциту, имеющему единственный достаточно интенсивный дифракционный пик (104), расположенный на d  $\approx$  3,03 Å (рис. 63) и не перекрываемый более интенсивными пиками других минералов.

Отметим, что информация о минеральном составе сланца и о кристаллографических текстурах слагающих его минералов содержится в отношениях интегральных интенсивностей дифракционных пиков. Для их точного определения необходимо не только правильно определить площадь измеренных дифракционных пиков, но и вычесть некогерентный фон. Очевидно, что при измерениях с замедлителем на основе воды комнатной температуры сделать это сложнее из-за более низкой статистики, накопленной за 2 часа измерений в одной позиции образца. Как следствие можно ожидать, что погрешности результатов измерений, полученные с использованием замедлителя на основе воды комнатной температуры, будут выше.



Рис. 63. Сумма всех дифракционных спектров образца сланца, измеренных с холодным замедлителем в каждой угловой позиции. Точки – измеренные данные, сплошная линия – уточненная модель, вертикальные штрихи под спектром – рассчитанные положения дифракционных пиков минералов. Также показана разностная кривая.

Для использования метода Ритвельда при проведении уточняющего текстурного анализа необходимо задать структурные модели кристаллических фаз (минералов), содержащихся в образце. По спектрам, полученным с использованием холодного замедлителя, были определены минералы, из которых состоит сланец, и использованы их структуры, известные из литературы: альбит [111], кальцит [112], кварц [113], клинохлор [114] и мусковит [115]. Структура кварца была изменена, чтобы соответствовать правой пространственной группе P3<sub>1</sub>21. Структура мусковита была переведена в первую моноклинную установку, что необходимо по правилам установки систем координат при текстурном анализе [116]. В программе MAUD уточнялись фоны для каждого дифракционного спектра, объемные доли минералов, параметры элементарной ячейки каждой фазы, изотропный тепловой фактор (один для всех атомов всех фаз образца). Для всех минералов, кроме кальцита, уточнялись размер когерентно рассеивающих кристаллитов и среднеквадратичная микродеформация (в изотропном приближении). Одновременно для всех минералов, кроме кальцита, с помощью прямого дискретного алгоритма E-WIMV рассчитывались функции распределения зерен по ориентациям (ФРО) с разрешением 7,5° в ориентационном пространстве. Распределение по ориентациям зерен кальцита, содержание которого в образце очень мало, считалось изотропным. Основные количественные результаты обработки дифракционных спектров приведены в таблице 4. Рассчитанные ФРО были экспортированы из MAUD в программу BEARTEX [117], где они были сглажены с использованием 7,5° Гауссова фильтра, а из сглаженных ФРО были рассчитаны полюсные фигуры главных направлений всех минералов. Они приведены на рис. 64.

В результате значения  $R_{wp}$  фактора, определяющего общее качество соответствия структурной модели образца экспериментальным данным [118], составили 4,3% для случая холодного и 8,7% при использовании замедлителя на основе воды комнатной температуры. Значения  $R_{P0}$  факторов [119], определяющих соответствие рассчитанных ФРО экспериментальным полюсным фигурам, составили 3,6; 4,1; 5,5; и 3,7% для случая холодного замедлителя и 4,7; 4,9; 6,1; и 4,7% при использовании замедлителя на основе воды комнатной температуры для альбита, кварца, клинохлора и мусковита соответственно.

Несмотря на заметный рост значений R-факторов в случае замедлителя на основе воды комнатной температуры в сравнении с холодным, они остаются на уровне, показывающем хорошее согласие между экспериментом и структурной моделью. Однако экспериментальные погрешности структурных параметров, уточненных в программе MAUD данных, полученных при использовании замедлителя на основе воды комнатной температуры, как правило, в 2 раза выше, чем погрешности, определенные в эксперименте с холодным замедлителем.

Уточненные по результатам экспериментов с использованием двух типов замедлителей, параметры элементарной ячейки минералов в основном отличаются менее, чем на 0,1%. Это сопоставимо с разрешением дифрактометра СКАТ. Объёмные и массовые доли минералов отличаются намного сильнее: до 7,5% в относительном и до 1,5 об.% в абсолютном выражении для минералов, содержание которых в сланце достаточно велико. Для кальцита, содержа-

ние которого в сланце по результатам эксперимента с биспектральным замедлителем определено всего в 1,5 об.%, относительная разница по сравнению с замедлителем на основе воды комнатной температуры составляет более 26%, что означает абсолютную разницу всего 0,4 об.%.

Таблица 4. Некоторые уточненные параметры минералов, слагающих образец сланца: объемное и весовое содержание (об.%, вес.%), параметры элементарной ячейки (a, b, c, a,  $\beta$ ,  $\gamma$ ), минимальное и максимальное значение ФРО (ФРО min., ФРО max.) и текстурный индекс F2. Указаны данные по результатам обработки спектров, полученных с использованием холодного замедлителя, их погрешности (в скобках), а также относительное изменение этих параметров в эксперименте замедлителем на основе воды комнатной температуры (нижние строчки).

Минерал	Альбит	Кальцит	Кварц	Клинохлор	Мусковит
Простран-	P-1	R-3c	P3 <sub>1</sub> 21	P-1	C2/c
ственная					
группа					
Об.%	18,8(0.5)	1,5(0.1)	29,4(0.9)	20,0(0.6)	30,3(0.9)
	+4,3%	+26,7%	-4,4%	+7,5%	-4,6%
Bec.%	18,2(0.5)	1,5(0.1)	28,7(0.8)	19,7(0.6)	31,9(1.0)
	+4,4%	+26,7%	-4,2%	+7,6%	-4,7%
a, Å	8,1247(2)	4,9802(6)	4,90761(4)	5,3620(2)	20,0370(3)
	<0,1%	+0,2%	<0,1%	<0,1%	<0,1%
b, Å	12,7726(5)	4,9802(6)	4,90761(4)	9,2900(5)	5,2073(1)
	<0,1%	+0,2%	<0,1%	-0,2%	<0,1%
c, Å	7,1548(3)	17,0157(21)	5,40316(6)	14,2485(2)	9,0118(2)
	<0,1%	<0,1%	<0,1%	<0,1%	<0,1%
α, °	94,050(9)	90	90	91,024(4)	90
	-0,1%	-	-	+0,1%	-
β, °	116,625(4)	90	90	97,191(5)	90
	+0,1%	-	-	<0,1%	-
γ, °	87,805(7)	120	120	89,645(4)	95,757(3)
	<0,1%	-	-	+0,1%	<0,1%
ΦPO min.	0,52	1,00	0,71	0,29	0,25
	-1,9%	-	-2,8%	-3,4%	-28,0%
ΦPO max.	1,89	1,00	1,44	8,07	8,18
	+18,0%	-	+6,3%	-10,9%	+4,6%
F2	1,03	1,00	1,01	1,71	2,07
	<0,1%	-	<0,1%	-9,9%	-4,3%



Рис. 64. Полюсные фигуры альбита (а), кварца (б), клинохлора (в) и мусковита (г) в образце сланца. Равноплощадные проекции, линейный масштаб для альбита и кварца, логарифмический для клинохлора и мусковита. Нормаль к фолиации образца направлена вертикально. Холодный – результаты, полученные с использованием шарикового холодного замедлителя; Тепловой – замедлителя на основе воды комнатной температуры

Полученные полюсные фигуры, позволяют сделать вывод о том, что текстуры кварца и альбита близки к случайным (рис. 64 а, б), однако, есть слабая преимущественная ориентировка плоскостей (001) альбита параллельно фолиации, а ориентировка кварца близка к описанному типу 4 в работе [120]. Слоистые силикаты – клинохлор и мусковит – демонстрируют характерную текстуру седиментации. Плоскости (001) хлорита и (100) мусковита (для него использовалась первая моноклинная установка) преимущественно ориентированы параллельно плоскости фолиации сланца (рис. 64 в, г). Симметрия текстуры, минимальное и максимальное значения ФРО, а также текстурный индекс F2 [121] клинохлора и мусковита (таблица 4) сравнимы с измеренными для мусковита в осадочной породе – Киммериджском сланце [84].

Обращает на себя внимание, что на полюсных фигурах минералов, измеренных с использованием замедлителя с водой комнатной температуры, больше локальных минимумов и максимумов полюсной плотности. Полюсные фигуры, измеренные с использованием холодного замедлителя, наоборот, выглядят более «сглаженными» за счет большей интенсивности и лучшего вычитания фона. Минимальные значения ФРО минералов, измеренные с использованием замедлителя на основе воды комнатной температуры, всегда меньше значений, полученных в эксперименте с использованием холодного замедлителя. И наоборот, максимальные значения ФРО практически всегда больше. Несмотря на это, текстурный индекс F2, характеризующий остроту текстуры, для ФРО, измеренных с использованием замедлителя на основе воды комнатной температуры, всегда ниже. Для практически хаотически распределенных по ориентациям альбита и кварца, разница в значениях F2 мала. Для сравнительно острых текстур клинохлора и мусковита отличия в значениях F2 становятся заметными. Это дополнительно подтверждает наблюдения, сделанные в работе [122]: текстуры слоистых силикатов, измеренные на намного более светосильном дифрактометре НІРРО [123], острее, чем текстуры, определенные на СКАТе, несмотря на лучшее угловое разрешение СКАТа в ориентационном пространстве. Поток нейтронов в позиции образца нейтронного текстурного дифрактометра играет важную роль при исследовании особенно острых текстур.

### 4.3. Выводы по главе

1. Установлено, что основным преимуществом холодного замедлителя по сравнению с тепловым замедлителем является увеличение интенсивности нейтронов в 10 раз в холодной части спектра и увеличение максимальной длины волны в спектре с 8 до 16 Å (для рефлектометра РЕМУР). Поэтому время измерения спектра микропучка благодаря холодному замедлителю снизилось в десять раз. Использование холодного замедлителя для исследования магнитно-неколлинеарных структур методом пространственного расщепления пучка позволило сократить время измерения в 4-10 раз по сравнению с водяным замедлителем. Десятикратное увеличение интенсивности обеспечило рост фактора сигнал/фон, что привело к улучшению качества получаемых данных, а увеличение доступного диапазона длин волн увеличило угол между отраженным и расщепленным пучком, благодаря чему эффект расщепления пучка стало возможно наблюдать без применения анализа поляризации, что сократило время измерения еще как минимум в 2 раза. Согласно теории, увеличение максимально доступной длины волны нейтронов в 2 раза при использовании холодного замедлителя уменьшает минимально возможную величину определяемого магнитного поля в 4 раза.

2. Для дифрактометра СКАТ плотность потока нейтронов с холодного замедлителя по сравнению с водяным замедлителем при  $\lambda$ > 4,31 Å больше в 4 раза, благодаря чему время измерения спектра с одного образца сокращается также в 4 раза. Полученные спектры позволили определить минералы, из которых состоит оливит: альбит, кальцит, кварц, клинохлор и мусковит. При помощи холодного замедлителя удалось идентифицировать единственный дифракционный пик кальцита (104), не перекрывающийся с достаточно интенсивными пиками других минералов и расположенный на d  $\approx$  3,03 Å ( $\lambda$  = 4,29 Å).

3. По полученным при помощи холодного замедлителя дифракционным спектрам в программах MAUD и BEARTEX рассчитаны функции распределе-

ния зерен по ориентациям и получены полюсные фигуры для минералов альбита, кварца, клинохлора и мусковита. Экспериментальные погрешности уточненных в программе MAUD данных при использовании холодного замедлителя в 2 раза ниже, чем погрешности, определенные в эксперименте с замедлителям на основе воды комнатной температуры. В случае холодного замедлителя, значения объёмных и массовых долей минералов, содержание которых в сланце достаточно велико, на 7,5% точнее, чем в случае замедлителя на основе воды комнатной температуры. Для кальцита, содержание которого в сланце по результатам эксперимента с холодным замедлителем определено всего в 1,5 об.%, значения объемных и массовых долей точнее на 26%. Улучшение точности полученных текстурных индексов, рассчитанных при помощи MAUD с использованием данных от холодного замедлителя составляет для клинохлора 10%, для мусковита – 4,3%.

4. Наличие замедлителя на основе воды комнатной температуры в составе биспектрального замедлителя позволяет не терять информацию в экспериментах по рассеянию нейтронов с длиной волны до 4 Å.

Итак, созданный шариковый холодный замедлитель нейтронов существенно улучшил экспериментальные условия для дифракционных и рефлектометрических экспериментов на ИБР-2. В частности, благодаря значительному увеличению потока холодных нейтронов удалось создать микропучок, наблюдать пространственное расщепление пучка, провести точный анализ минерального состава и преимущественных ориентировок зёрен в многофазной горной породе, в т.ч. выделить новые дифракционные пики (т.е. получить новую информацию) слаборассеивающих минералов (альбит, хлорит, кальцит), которые содержатся в породе в небольшом количестве и которые нельзя идентифицировать при помощи теплового замедлителя. Кроме того, все эти эксперименты могут быть проведены за значительно меньшее время.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Теоретически и экспериментально исследован характер движения одиночного шарика в прямой цилиндрической трубе, в том числе нерегулярность его движения, обусловленная шероховатостью стенок трубы. Результаты использованы при разработке полномасштабного испытательного стенда для проверки работоспособности пневмотранспортного принципа загрузки замороженных шариков в камеру холодного замедлителя.

2. Разработанная методика проверки работоспособности пневмотранспортного принципа загрузки позволила определить оптимальный режим загрузки камеры холодного замедлителя шариками, обеспечивающий быструю загрузку с сохранением их целостности: скорость потока гелия в трубе 11-14 м/с, что обеспечивает среднюю скорость шариков вещества замедлителя 2,5 -3 м/с; темп подачи шариков из дозатора - до 8 шариков в секунду; температура транспортирующего гелия при загрузке шариков 80-85 К. Установлено, что максимальное время работы холодного замедлителя на физический эксперимент на мощности реактора 2 МВт составляет 10 суток.

3. Эксперименты на выведенных пучках нейтронов ИБР-2 показали, что использование разработанного холодного замедлителя, на основе шариков из смеси ароматических углеводородов позволяет на порядок сократить время эксперимента и расширить диапазон изучаемых длин волн. Для спектрометра РЕМУР выигрыш в интенсивности по сравнению с тепловым замедлителем доходит до 10 раз, а доступный диапазон длин волн увеличивается в 2 раза и доходит до 16Å. Для спектрометра СКАТ выигрыш в интенсивности по сравнению с тепловым замедлителем нению с тепловым замедлителем доходит до 16Å.

В заключении автор выражает благодарность коллегам, при участии которых реализовывался проект шарикового холодного замедлителя реактора ИБР-2 в направлении пучков №№ 7, 8, 10 и 11 и которые давали ценные замечания и оказывали помощь и поддержку во время написания диссертационной работы: Е.П. Шабалину, С.А. Куликову, Д.М. Левину, А.Н. Никитину, С.В.

Кожевникову, Р.Н. Васину, А.М. Балагурову, А.В. Белушкину, К.А. Мухину, А.А. Белякову, В.Д. Ананьеву, Е.Н. Кулагину, А.А. Кустову, А.А. Любимцеву, А.П. Сиротину, А.Н. Федорову, В.К. Широкову, А.Н. Черникову.

# БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

- 1. Научные установки реактора ИБР-2 [Электронный ресурс], Режим доступа: http://flnp.jinr.ru/558, свободный.
- Ott, F. Focusing optics for neutrons / F. Ott // Modern developments in x-ray and neutron optics, springer series in optical sciences / ed. by A. Erko [et al.]. – 2008.
   Vol. 137. – P. 113-134.
- Никитин, А.Н. Текстуры и анизотропия материалов. Учебное пособие. Курс лекций / А.Н. Никитин. – М.: Изд-во МГУ, 2000. – 267 с.
- Gobrecht, K. World directory of cold and ultra-cold neutron sources [Electronic resource] / K. Gobrecht. – Hyeres: OTTOSIX, 2007. - . – Режим доступа: http://www.ottosix.com, свободный. – Загл. с экрана.
- The IPNS grooved solid methane moderator / J.M. Carpenter [et al.] // Proceedings of the 8th international collaboration of advanced neutron sources / ed. by George C. Stirling. – Oxford, 1985. – Vol. 1. – P. 311-318.
- Utsuro, M. Pulsed cold neutron source of solid methylbenzene / M. Utsuro, M. Sugimoto // Journal of nuclear science and technology. 1977. Vol. 14. P. 390-392.
- On the design of a cold neutron source / D. Clark David [et al.] // Nuclear science and engineering. – 1992. – Vol. 110, №4. – P. 445-454.
- Cold neutron moderator at KENS-I / S. Ikeda [et al.] // Proceedings of the 9th international collaboration on advanced neutron sources / ed. by F. Atchison [et al.]. Villingen, 1986. Vol. II. P. 18-26.
- 9. Solid methane cold moderator for the IBR-2 reactor / A.A. Beliakov [et al.] // Proceedings of the international workshop on cold moderators for pulsed neutron sources. – Argonne, 1997. – P. 73-78.
- Gobrecht, K. The ILL Cold Sources / K. Gobrecht // Proceedings of the international workshop on cold neutron sources. – Los Alamos, 1990. – P. 19.
- Cryogenic propane source of cold neutrons / M. G. Zemlyanov [et al.] // Nuclear instruments and methods. – 1976. – Vol. 136. – P. 425-431.

- 12. Шабалин, Е.П. Холодный замедлитель нейтронов / Е.П. Шабалин // Физика элементарных частиц и атомного ядра. 2005. Т. 36, № 6. С. 1425-1442.
- Wehring, B.W. The University of Texas cold neutron source / B.W. Wehring,
   K. Unlu // Proceedings of the 2nd international seminar on advanced pulsed neutron sources. Dubna, 1994. P. 285-301.
- 14. Unlu, K. Prompt gamma activation analysis with the Texas cold neutron source
  / K. Unlu, C. Rios-Martinez, B.W. Wehring // Journal of radioanalytic and nuclear chemistry. 1995. Vol. 193, №1. P. 145-154.
- 15. Utsuro, M. Experimental study on a cold neutron source of solid methylbenzene
  / M.Utsuro, M Sugimoto, Y.Fujita // Annual report research reactor institute, Kyoto University. – 1975. – Report 8. – P. 17-25.
- 16. Solid methane cold moderator at the IBR-2 reactor: test operation at 2 MW / E.P. Shabalin [et al.] // Proceedings of the 2nd international meeting on pulsed advanced neutron sources. – Dubna, 1994. – P. 217-234.
- Scott, T.L. The development of solid methane neutron moderators at the intense pulsed neutron source facility of Argonne National Laboratory / T.L. Scott, J.M. Carpenter, M.E. Miller // Proceedings of the Argonne National Laboratory. –Argonne, 1998. – P. 299-304.
- 18. First experience of cold moderator operation and solid methane irradiation at the IBR-2 pulsed reactor / A.A. Beljakov [et al.] // Proceedings of the 16th meeting of the international collaboration on advanced neutron sources (ICANS-XII). – Abingdon, 1993. – RAL Report 94-025, Vol. 2. – P. T144-155.
- Some radiation effects in cold moderator materials: experimental study / E.N. Kulagin [et al.] // Proceedings of 16th meeting of the international collaboration on advanced neutron sources. – Dusseldorf, 2003. – Vol. 2. – P. 911-919.
- Carpenter, J. Thermally activated release of stored chemical energy in cryogenic media / J. Carpenter // Nature. – 1987. – Vol. 330. – P. 358-360.
- 21. Shabalin, E.P. On the phenomenon of the fast release of energy in irradiated solid methane: discussion of models considering the local space distribution of

energy / E.P. Shabalin // Joint Institute for Nuclear Research communications. – 1995. – E17-95-142. – 14 p.

- 22. Experimental study of spontaneous release of accumulated energy in irradiated ices / E.P. Shabalin [et al.] // Radiation physics and chemistry. 2003. Vol. 67. P. 315-319.
- 23. Radiation effects in cold moderator materials: experimental study of accumulation and release of chemical energy / E.N. Kulagin [et al.] // Nuclear instruments and methods in physics research, section B. – 2004. – Vol. 215, Issues 1-2. – P. 181-186.
- 24. Shabalin, E.P. Consideration of the "burp" phenomenon in solid methane accounting for nonuniform distribution of irradiation defects / E.P. Shabalin // Proceedings of the Argonne National Laboratory. –Argonne, 1997. – P. 245-249.
- 25. Гольданский, В.И. Пределы распространения волн рекомбинации радикалов / В.И. Гольданский, Э.Н. Руманов, Е.П.Шабалин // Химическая физика.
   1999. № 18. Р. 16-20.
- 26. Kulikov, S. Study of fast neutron irradiation effects in cold moderator materials
  / S. Kulikov, V. Melikhov, E. Shabalin // Physics of particles and nuclei letters.
   2003. №1. P. 82-88.
- Carpenter, J. Cold moderator for pulsed neutron sources / J. Carpenter // Proceedings of the Los Alamos Neutron Science Center. Los-Alamos, 1990. P. 131-153.
- 28. Shabalin, E. P. The URAM-2 cryogenic irradiation facility / E. P. Shabalin // Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. – 2002. – E13-2002-143. – P. 12.
- 29. Solid methane cold moderator at the IBR-2 reactor / A.A. Belyakov [et al.] // Journal of neutron research. 1996. Vol. 3. P. 209-221.
- 30. Belyakov, A.A. First experience with the new solid methane moderator at the IBR-2 reactor / A.A. Belyakov, I.T. Tretiakov, E.P. Shabalin // Proceedings of the 15th meeting of the international collaboration on advanced neutron sources / ed. by S. Itoh [et al.]. Tsukuba, 2000. Vol. 1. P. 1026-1036.

- Taylor, R.D. Entropy, heat capacity, and heats of transition of 1, 3, 5-trimethylbenzene / R.D. Taylor, J.E. Kilpatrick // The journal of chemical physics. – 1955. – Vol. 23, Issue 7. – P. 1232-1235.
- Bauer, T. L. Safety aspects of the Texas cold neutron source / T. L. Bauer, B. W. Wehring, K. Unlu // Transactions of the American Nuclear Society. 1992. Vol. 65. P. 135.
- Wehring, B. W. The university of Texas cold neutron source / B. W. Wehring,
   K. Unlu // Proceedings of the second international seminar of advanced pulsed neutron sources PANS-II. Dubna, 1994. P. 285-301.
- 34. Clark, David D. On the design of a cold neutron source / David D. Clark, C. G. Ouellet, J. S. Berg // Nuclear science and engineering. 1992. Vol. 110. P. 445-454.
- 35. The Cornell University cold neutron beam facility: design features / David D. Clark [et al.] // Proceedings of the international workshop on cold neutron sources. – Los-Alamos, 1990. – P. 559-563.
- 36. LENS: A new pulsed neutron source for research and education / M. Leuschner [et al.] // Journal of research of the National Institute of Standards and Technology. – 2005. – Vol. 110. – P. 153-155.
- 37. Shabalin, E. Cold moderator materials: comparative feasibility, engineering aspects [Electronic resource] / E. Shabalin // Proceedings of the international conference on physics of ultra-cold and cold neutrons and sources. 2003 . Режим доступа: http://nrd.pnpi.spb.ru/UCN\_CNS/cn/shabalin.pdf. Загл. с экрана.
- Cher, L. Organic compounds for cold moderators / L. Cher // Proceedings of the 14th international conference on advanced neutron sources. – Starved Rock, Illinois, 1998. – Vol. 2. – P. 241-244.
- 39. Пшежецкий, С.Я. Механизм и кинетика радиационно-химических реакций / С.Я. Пшежецкий. – М. : Изд-во Химия, 1968. – 368 с.

- 40. Inoue, K. Accelerator-based pulsed cold neutron source / K. Inoue, H. Iwasa, Y. Kiyanagi // Journal of the Atomic Energy Society of Japan. 1979. Vol. 21, issue 11. P. 865-875.
- 41. Utsuro, M. A simple neutron scattering study of proton motion in methyl compounds / M. Utsuro // Journal of physics C: solid state physics. 1976. Vol. 9. P. 171-175.
- 42. Natkaniec, I. Structural phase transitions and dynamics of solid mesitylene investigated by diffraction and inelastic incoherent neutron scattering methods / I. Natkaniec, K. Holderna-Natkaniec // Proceedings of 6th international workshop on advanced cold moderators, Matter and Materials / ed. by H. Conrad. Julich, 2004. Vol. 20. P. 103-111.
- Natkaniec, I. Neutron scattering studies of methyl derivatives of benzene selected as potential materials for cold neutron moderators / I. Natkaniec, K. Holderna-Natkaniec, J. Kalus // Physica B. – 2004. – Vol. 350. – P. 651-653.
- 44. Гундорин, Н.А. Гребенчатый замедлитель / Н.А. Гундорин, В.М. Назаров
  // Сообщения Объединенного Института Ядерных Исследований. 1980. –
  РЗ-80-721. 10 с.
- 45. Shabalin, E.P. Solid methane cold moderator for the IBR-2 reactor: present status / E.P. Shabalin, A.A. Beliakov // Proceedings of German-Russian user meeting «Condensed matter physics with neutrons at IBR-2». 1998, Dubna. P. 25-32.
- 46. Cher, L. Organic compounds for cold moderators / L. Cher // Proceedings of the 14th international conference on advanced neutron sources. – Starved Rock, Illinois, 1998. – Vol. 2. – P. 241-244.
- 47. Shabalin, E.P. Complex of neutron moderators for the IBR-2M reactor / E.P. Shabalin, S.A. Kulikov // Proceedings of 17th meeting of the international collaboration on advanced neutron sources (ICANS-XVII). New Mexico, 2005.
- 48. Куликов, С.А. Оптимизация замедлителей нейтронов для высокопоточных источников : дис. ... канд. физ.-мат. наук : 01.04.07 / Сергей Александрович

Куликов ; Объединенный институт ядерных исследований. – Дубна, 2006. – 97 л.

- 49. Bauer, G.S. A pelletized solid methane moderator for a medium-to-high power neutron source / G.S. Bauer, A.T. Lucas, C.D. Sulfredge // Proceedings of the 13th meeting of the international collaboration on advanced neutron sources / ed. by G.S. Bauer [et al.]. Villigen, 1995. Vol. 2. P. 644-652.
- 50. Research and development of productive pelletized cold neutron moderators / Bulavin, M. [et al.] // International Atomic Energy Agency second research coordination meeting. – Kuala Lumpur, 2009. – F1-RC-1056.2. – P. 71-75.
- 51. Bulavin, M.V. Thermal calculation of helium cryogenic pipeline for cold moderator of the IBR-2M reactor / M.V. Bulavin, V.V. Melikhov // The second joint seminar Joint Institute for Nuclear Research-Romania on neutron physics for investigations of nuclei, condensed matter and life sciences. – Baia Mare, 2007. – P.26.
- 52. Experimental facility for verification of heat gain into the cryogenic pipeline of a cold moderator for the IBR – 2M research reactor / M.V. Bulavin [et al.] // The second joint seminar Joint Institute for Nuclear Research-Romania on neutron physics for investigations of nuclei, condensed matter and life sciences. – Baia Mare, 2007. – P.27.
- 53. Определение теплопритоков к трубопроводу мезитиленовых шариков криогенного замедлителя реактора ИБР – 2М / М.В. Булавин [и др.] // Сообщения Объединенного Института Ядерных Исследований. – 2008. – Р13-2008-179. – 10 с.
- 54. To theory of pneumotransport of beads of cold neutron moderator of the IBR-2 reactor / M.V. Bulavin, A.V. Kazakov and E.P. Shabalin // Physics of particles and nuclei letters. – 2017. – Vol. 14, №3. – pp. 520–532.
- 55. Моделирование пневмотранспорта твердых шариков холодного замедлителя нейтронов: распределение скорости и времени движения / М.В. Булавин [и др.] // Сообщения Объединенного Института Ядерных Исследований. – 2009. – P13-2009-72. – 16 с.

- 56. Recent progress in development of the pelletized cold neutron moderators for the IBR-2M reactor / M. Bulavin [et al.] // 19th meeting on collaboration of advanced neutron sources. – Grindelwald, 2010. – P. 1-8.
- 57. Current status of development advanced pelletized cold moderators for the IBR-2M research reactor / M. Bulavin [et al.] // Physics of particles and nuclei, letters.
  - 2013. - Vol. 10. - №2. - P. 230-235.
- 58. Испытательный стенд шарикового криогенного замедлителя нейтронов реактора ИБР-2 / М.В. Булавин [и др.] // Журнал приборы и техника эксперимента. – 2013. – №1. – С. 128-134.
- 59. Test stand of the technological system of the cryogenic moderator with the control electronics / M. Bulavin [et al.] // Romanian journal of science and arts. 2011. № 3. P. 339-346.
- И.Е. Идельчик. Гидравлическое сопротивление (физико-механические основы). М.-Л., Гидроэнергоиздат, 1954 г., 316 с.
- 61. И.Е. Идельчик. Справочник по гидравлическим сопротивлениям. М., «Машиностроение», 1975 г., 559 с.
- 62. Г. Кориолис. Математическая теория явлений бильярдной игры. Пер. с фр. М.: Гос. Изд-во техн. -теор. лит., 1956.
- 63. Domenech, A. A classical experiment revisited: the bounce of balls and superballs in three dimensions / American journal of physics. 2005. Vol. 73, №. 1. P. 28-36.
- 64. Пановко Я.Г. Введение в теорию механического удара. М: Наука, 1977.
- Chaplin R.L. and Miller M.G. Coefficient of friction for a sphere // Am. J. Phys. 1984. V. 52 (12). P. 1108-1111.
- 66. Maw N., Barber J. R., and Fawcett J. N. The role of elastic tangential compliance in oblique impact. // J. Lubr. Technol. 1981. V.103. P.74–80.
- 67. Keller J. B. Impact with friction // J. Appl. Mech. 1986. V.53. P. 1–3.
- 68. Оборудование для переработки сыпучих материалов / В.Я. Борщев [и др.].
   М.: Изд-во Машиностроение-1, 2006. 149 с.

- 69. Обеспечение доставки рабочего материала к камере-имитатору модели криогенного замедлителя реактора ИБР – 2М. Электроника управления и контроля / М.В. Булавин [и др.] // Труды XV–ой научной конференции молодых учёных и специалистов. – Дубна, 2011. – С. 198.
- Inoue, K. An accelerator-based cold neutron source / K. Inoue, Y. Kiyanagi, H. Iwasa // Nuclear instruments and methods. 1982. Vol. 192. P. 129-136.
- 71. Холодный замедлитель нейтронов на модернизированном реакторе ИБР-2
  / М.В. Булавин [и др.] // Журнал технической физики. 2014. Т. 84, №2. С. 131-134.
- 72. Первый в мире шариковый холодный замедлитель нейтронов / М.В. Булавин [и др.] // Сообщения Объединенного Института Ядерных Исследований. – 2012. – P13-2012-113. – 14 с.
- 73. The world's first pelletized cold neutron moderator began its operation / M. Bulavin [et al.] // Neutron News. – 2013. – Vol. 24, №3. – P. 27.
- 74. The world's first pelletized cold neutron moderator at a neutron scattering facility / M. Bulavin [et al.] // Nuclear instruments and methods in physics – 2014. – Vol. 320. – P. 70-74.
- 75. Control system of pelletized cold neutron moderator of the IBR-2 reactor / A. Belyakov [et al.] // Physics of particles and nuclei letters. 2015. Vol. 12, №6. P. 773-777.
- 76. Двухкоординатный мониторный позиционно-чувствительный детектор тепловых нейтронов / А.В. Белушкин [и др.] // Журнал технической физики. – 2008. – т. 78, №1. – с. 121-125.
- 77. Спектрометр поляризованных нейтронов РЕМУР на импульсном реакторе ИБР-2 / В.Л. Аксенов [и др.] // Сообщения Объединенного Института Ядерных Исследований. – 2004. – Д13-2004-47. – Р. 37
- 78. Пат. 2492538 Российская Федерация, МПК G 21 К 001/00. Шариковый холодный замедлитель нейтронов [Текст] / М.В. Булавин [и др.]; заявитель и патентообладатель Объединенный институт ядерных исследований. – Опубл. RU БИПМ № 35, 10.09.2013. – С. 2.
- 79. Golikov, V.V. Dose rates near water moderator of the IBR-2 reactor: experiment and analysis / V.V. Golikov, E.N. Kulagin, E.P. Shabalin // JINR communications. – 2002. – E16-2002-79. – p.14.
- 80. Применение поляризованного микропучка нейтронов для исследования магнитной микроструктуры / С.В. Кожевников [и др.] // Физика твердого тела. – 2014. – т. 56, вып.1. – С. 63-67
- Aksenov, V.L. Spin-flip spatial neutron beam splitting in magnetic media / V.L. Aksenov, Yu.V. Nikitenko, S.V. Kozhevnikov // Physica B. – 2001. – Vol. 297, №1-4. – P. 94-100.
- Kozhevnikov, S.V. Data representations of Zeeman spatial beam splitting in polarized neutron reflectometry / S.V. Kozhevnikov, F. Ott, F. Radu // Journal of applied crystallography. – 2012. – Vol. 45. – P. 814-825.
- 83. Revisiting elastic anisotropy of biotite gneiss from the Outokumpu scientific drill hole based on new texture measurements and texture-based velocity calculations / H.-R. Wenk [et al.] // Tectonophysics. – 2012. – Vol. 570-571. – P. 123-134.
- 84. Vasin, R.N. Elastic anisotropy modeling of Kimmeridge shale / R.N. Vasin [et al.] // Journal of geophysical research: solid earth. 2013. Vol. 118. P. 3931-3956.
- 85. Radu, F. Theoretical description of neutron resonances in multilayer systems /
  F. Radu and V.K. Ignatovich // Physica B: condensed matter. 2000. Vol. 292,
  Vol. 64, № 205408. P. 1-5.
- 86. Radu, F. Theory of neutron channeling in the resonant layer of multilayer systems / F. Radu and V.K. Ignatovich // Physical review B: condensed matter and materials physics. – 2001. – Vol. 64, issues 20. – P. 1-6.
- Nikitenko, Yu.V. Neutron channeling in layered Cu/Ti/Cu structures / Yu.V. Nikitenko, V.V. Proglyado, V.L. Aksenov // Journal of surface investigation: x-ray, synchrotron and neutron techniques. – 2014. – Vol. 8, issue 5. – P. 961-966.
- 88. Experimental determination of the neutron channeling length in a planar wave-

guide / S.V. Kozhevnikov [et al.] // Journal of experimental and theoretical physics. – 2013. – Vol. 117, issue 4. – P. 636-640.

- 89. System of neutron microbeams from a planar waveguide / S.V. Kozhevnikov [et al.] // Pis'ma v ZhETF. 2015. Vol. 102, №1. P. 3-9.
- 90. Использование криогенного замедлителя на нейтронном рефлектометре РЕМУР / С. В. Кожевников [и др.] // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2016. – №1, с. 5-14.
- 91. Ignatovich, V.K. Depolarization of ultracold neutrons in refraction and reflection by magnetic-film surfaces / V.K. Ignatovich // Journal of experimental and theoretical physics letters. – 1978. – Vol. 28, №5. – P. 311-314.
- 92. Zeeman splitting of surface-scattered neutrons / G.P. Felcher [et al.] // Nature letters. 1995. 377, №6548. P. 409-410.
- 93. Observation of the Zeeman splitting for neutrons reflected by magnetic layers / G.P. Felcher [et al.] // Physica B. 1996. Vol. 221, №1-4. P. 494-499.
- 94. Korneev, D.A. Off specular neutron reflection from magnetic media / D.A. Korneev, V.I. Bodnarchuk, V.K. Ignatovich // Journal of the physical society of Japan. – 1996. – Vol. 65, № Suppl. A. – p. 7-12.
- 95. Refraction of polarized neutrons in a magnetically non-collinear layer / V.L. Aksenov [et al.] // Physica B. 1997. Vol. 234-236. P. 513-515.
- 96. Aksenov, V.L. Refraction of polarized neutrons on boundaries of a magnetic film / V.L Aksenov, S.V Kozhevnikov, Yu.V Nikitenko // Physica B: condensed matter. – 2000. – Vol. 276–278. – p. 958–959
- 97. Aksenov, V.L. Spin-flip spatial neutron beam splitting in magnetic media / V.L. Aksenov, Yu.V. Nikitenko, S.V. Kozhevnikov // Physica B. – 2001. – Vol. 297, №1-4. – P. 94-100.
- 98. Кожевников, С.В. Исследование и применение эффекта пространственного расщепления нейтронного пучка в магнитных средах : Дис. ... канд. физ.-мат. наук : 01.04.07 / Сергей Васильевич Кожевников ; Объединенный институт ядерных исследований. – Дубна, 2002. – 94 с.
- 99. Krist, Th. Non-specular reflectivity of spin flipped neutrons / Th. Krist, D.J.

Müller, F. Mezei // Physica B. - 1999. - Vol. 267-268. - P. 194-197.

- 100. Magnetic induction and domain walls in magnetic thin films at remanence / F.
  Radu [et al.] // Journal of physics: condensed matter. 2005. Vol. 17, №10. –
  P. 1711-1718.
- 101. Reflection and refraction of spin-flip neutrons in a Fe-Gd structure / V.L. Aksenov // Physica B. 2000. Vol. 276-278. P. 179-180.
- 102. Pleshanov, N.K. Neutrons at the boundary of magnetic media / N.K. Pleshanov
  // Zeitschrift f
  ür physik B condensed matter. 1994. Vol. 94, issue 3. P. 233-243.
- 103. Aksenov, V.L. Spin-flipped transmission of polarized neutrons through Co film on glass / V.L. Aksenov, S.V. Kozhevnikov, Yu.V. Nikitenko // Physica B: condensed matter. – 2000. – Vol. 276–278. – p. 956–957.
- 104. The SKAT texture diffractometer at the pulsed reactor IBR-2 at Dubna: experimental layout and first measurements / K. Ullemeyer [et al.] // Nuclear instruments and methods in physics research, section A. – 1998. – V. 412, №1. – P. 80-88.
- 105. Potential of full pattern fit methods for the texture analysis of geological materials: implications from texture measurements at the recently upgraded neutron time-of-flight diffractometer SKAT / R. Keppler [et al.] // Journal of applied crystallography. – 2014. – Vol. 47, №5. – P. 1520-1534.
- 106. Rietveld, H.M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures
  / H.M. Rietveld [et al.] // Journal of applied crystallography. 1969. Vol. 2,
  №2. P. 65-71.
- 107. Wenk, H.-R. Rietveld texture analysis from TOF neutron diffraction data / H.-R. Wenk, L. Lutterotti, S.C. Vogel // Powder diffraction. 2010. Vol. 25, №3. P. 283-296.
- 108. Combined texture and structure analysis of deformed limestone from time-offlight neutron diffraction spectra / L. Lutterotti [et al.] // Journal of applied physics. – 1997. – Vol. 81, №2. – p. 594-600.

- 109. Larson, A.C. General structure analysis system (GSAS) / A.C. Larson, R.B.
  Von Dreele // Los Alamos National Laboratory report LAUR 86-748. 2004. 221 p.
- 110. Использование комбинированного замедлителя на реакторе ИБР-2: преимущества для нейтронографического текстурного анализа горных пород / М.В. Булавин [и др.] // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. – 2016. – № 7, с. 3-12.
- 111. Downs, R.T. The high-pressure crystal chemistry of low albite and the origin of the pressure dependency of Al-Si ordering / R.T. Downs, R.M. Hazen, L.W. Finger // American mineralogist. – 1994. – Vol. 79. – P. 1042-1052.
- 112. Markgraf, S.A. High-temperature structure refinements of calcite and magnesite / S.A. Markgraf, R.J. Reeder // American mineralogist. – 1985. – V. 70. – P. 590-600.
- 113. State-of-the-art high-resolution powder x-ray diffraction (HRPXRD) illustrated with Rietveld structure refinement of quartz, sodalite, tremolite, and meionite / S.M. Antao [et al.] // The Canadian mineralogist. – 2008. – Vol. 46. – P. 1501-1509.
- 114. Thermal behaviour of chlorite: an in situ single-crystal and powder diffraction study / P.F. Zanazzi [et al.] // European journal of mineralogy. 2000. Vol. 21. P. 581-589.
- 115. Powder neutron diffraction study of 2M1 muscovite at room pressure and at 2 GPa / M. Catti [et al.] // European journal of mineralogy. 1994. Vol. 6. P. 171-178.
- 116. Matthies, S. Transformations for monoclinic crystal symmetry in texture analysis / S. Matthies, H.-R. Wenk // Journal of applied crystallography. – 2009. – V. 42. – P. 564-571.
- 117. BEARTEX: a Windows-based program system for quantitative texture analysis
  / H.-R. Wenk [et al.] // Journal of applied crystallography. 1998. Vol. 31, №2.
   P. 262-269.

- 118. Toby, B. R factors in Rietveld analysis: How good is good enough? / B. R.
  Toby // Powder diffraction. 2006. Vol. 21, №1. P. 67-70.
- 119. Matthies, S. Some basic concepts of texture analysis and comparison of three methods to calculate orientation distributions from pole figures / S. Matthies, H.-R. Wenk, G.W. Vinel // Journal of applied crystallography. 1988. Vol. 21. P. 285-304.
- 120. Аналогичные кристаллографические текстуры кварца в горных породах континентальной земной коры по данным нейтронографии. І. Типизация текстур в мономинеральных горных породах / А.Н. Никитин [и др.] // Кристаллография. 2008. Т. 53, №5. С. 859-866.
- 121. Bunge, H.J. Texture analysis in material science. Mathematical methods / H.J.Bunge. London: Butterworth, 1982. 330 p.
- 122. Revisiting elastic anisotropy of biotite gneiss from the Outokumpu scientific drill hole based on new texture measurements and texture-based velocity calculations / H.-R. Wenk [et al.] // Tectonophysics. – 2012. – Vol. 570-571. – P. 123-134.
- 123. Wenk, H.-R. Texture analysis with the new HIPPO TOF diffractometer / H.-R. Wenk, L. Lutterotti, S. Vogel // Nuclear instruments and methods in physics research section A. – 2003. – Vol. 515, №3. – P. 575-588.