

P13-2008-66

М. Ион¹, Ж. А. Козлов, Г. Матееску¹, И. Падуреану¹,
В. А. Семенов², Л. Крачун¹, С. Рыпеану¹, В. М. Морозов²,
А. И. Опра, К. Опра, А. В. Пучков²

**ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ ТЕРМОСТАТ TS-3000K
ДЛЯ НЕЙТРОННЫХ ИЗМЕРЕНИЙ НА СПЕКТРОМЕТРЕ
ДИН-2ПИ РЕАКТОРА ИБР-2**

¹Национальный институт физики и ядерной технологии им. Х. Хулубея,
Бухарест, Румыния

²ГНЦ РФ — Физико-энергетический институт им. А. И. Лейпунского,
Обнинск, Россия

Ион М. и др.

P13-2008-66

Высокотемпературный термостат TS-3000K для нейтронных измерений на спектрометре ДИН-2ПИ реактора ИБР-2

В ЛНФ ОИЯИ на реакторе ИБР-2 введен в строй высокотемпературный термостат TS-3000K, который в комплексе со спектрометром ДИН-2ПИ предназначен для исследований динамики атомов материалов в области температур до 3000 К. В работе обсуждаются основные характеристики термостата и результаты первых нейтронных измерений.

Работа выполнена в Лаборатории нейтронной физики им. И. М. Франка ОИЯИ.

Сообщение Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2008

Ion M. et al.

P13-2008-66

High-Temperature Thermostat TS-3000K for Neutron Investigations at the DIN-2PI Srectrometer at the IBR-2 Reactor

In FLNP JINR at the IBR-2 reactor a high-temperature thermostat TS-3000K was put into operation which along with the DIN-2PI spectrometer is intended for investigation of material atom dynamics at temperatures up to 3000 K. In paper the basic characteristics of the thermostat and the results of the first neutron measurements are discussed.

The investigation has been performed at the Frank Laboratory of Neutron Physics, JINR.

Communication of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2008

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы заметно возрос интерес к нейтронным исследованиям динамики тугоплавких материалов в области высоких температур. Так, с использованием нейтронов измерены фононные дисперсионные кривые для титана (до 1293 К) [1], хрома (до 1773 К) [2], гафния (до 2073 К) [3], циркония (до 2095 К) [4], ниобия (до 2223 К) [5]. Очевидно, что для проведения таких измерений на нейтронном спектрометре необходимо иметь специальный термостат, который бы обеспечивал стабильную высокую температуру в объеме измеряемого образца и при этом не сильно искажал поток нейтронов до и после их рассеяния. Одна из основных проблем, возникающих при создании такого термостата, связана с ограниченным выбором конструкционных материалов для изготовления нагревательного элемента и тепловых экранов, ближайших к нагревателю. Очевидно, что для конструкции термостата, в которой нейтронный поток проходит через нагревательный элемент и тепловые экраны (а именно такая конструкция рассматривается в этой работе), нужны материалы, сочетающие стойкость и совместимость при высоких температурах с приемлемыми характеристиками по отношению к нейтронам. С этой точки зрения для температур порядка 2500–3000 К из доступных тугоплавких материалов следует рассмотреть прежде всего металлы вольфрам (W), тантал (Ta) и молибден (Mo). Их характеристики приведены в табл. 1. Из анализа данных таблицы следует, что W и Ta, несмотря на их относительно высокое сечение поглощения нейтронов (~ 20 б), могут быть использованы для изготовления нагревательного элемента и ближайших к нему тепловых экранов, а Mo — для изготовления отдаленных экранов.

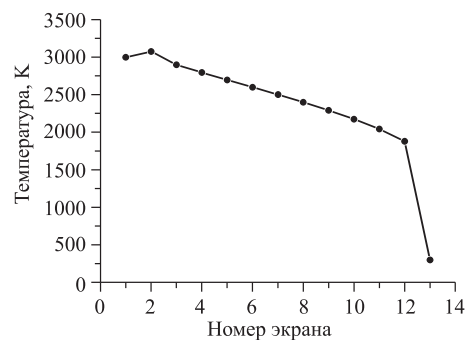


Рис. 1. Расчетная кривая распределения температуры по экранам в рабочей камере термостата TS-3000K

Таблица 1. Теплофизические и нейтронные характеристики вольфрама, тантала и молибдена

Характеристика	Единица измерения	Вольфрам	Тантал	Молибден
Температура плавления	°С	3410	3030	2630
Теплоемкость, 20°С	кал/г · °С	0,033	0,036	0,065
Коэффициент теплового расширения, 20°С	$\alpha \cdot 10^{-6}$	4,4	6,6	5,3
Скорость испарения при 1530°С	мг/см ² · ч	$1,3 \cdot 10^{-10}$	—	$3,1 \cdot 10^{-4}$
1730°С		$5,3 \cdot 10^{-8}$	$5,9 \cdot 10^{-6}$	$3,6 \cdot 10^{-2}$
1930°С		$7,5 \cdot 10^{-6}$	$3,5 \cdot 10^{-4}$	180
2130°С		$4,6 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-2}$	слишком высокая
2330°С		$1,4 \cdot 10^{-2}$	$2,0 \cdot 10^{-1}$	
2530°С		$2,7 \cdot 10^{-1}$	2,5	
Электросопротивление при 20°С	мкОм · см	5,5	12,5	5
1000°С		33	54	27
1500°С		50	72	43
2000°С		66	87	60
Нейтронные сечения (25 мэВ) поглощения (σ_a)	б	18,4	20,6	2,55
рассеяния		—	—	—
когерентного (σ_s^{coh})		2,86	6,0	6,07
некогерентного (σ_s^{inc})		2,00	0,02	0,28

На рис. 1 приведена расчетная кривая, которая показывает, как примерно в случае рассматриваемого ниже термостата спадает температура на экранах по мере удаления от нагревателя. Положениям экранов отвечают точки с номерами 3–12; 1-я точка соответствует положению образца, 2-я — нагревательного элемента, а 13-я относится к стенке рабочей камеры термостата. С учетом этой кривой и заданной температуры эксперимента для изготовления экранов, достаточно удаленных от нагревательного элемента, помимо материалов, рассмотренных выше, можно использовать ниобий ($T_{пл} = 2740$ К), ванадий (2175 К), цирконий (2125 К). Очевидно, что поскольку нагревательный элемент и тепловые экраны находятся на прямом пучке, то помимо поглощения нейтронов они будут давать вклад в измеряемые спектры за счет рассеяния нейтронов. При этом ввиду наличия когерентной составляющей сечений у всех перечисленных металлов, за исключением ванадия, вклад нейтронного рассеяния будет носить нерегулярный по углам характер. Для исследу-

дования динамики атомов тугоплавких материалов в области высоких температур с использованием метода рассеяния медленных нейтронов на реакторе ИБР-2 в Румынии был изготовлен термостат TS-3000К. Согласно техническому заданию, разработанному совместно ЛНФ ОИЯИ (Дубна) и ГНЦ РФ — ФЭИ (Обнинск), термостат TS-3000К предназначен для исследования структуры и динамики конденсированных сред в области температур 1500–3000 К методом упругого, квазиупругого и неупругого рассеяния нейтронов. По принципу работы TS-3000К аналогичен термостату, представленному в работе [6]. Особенность TS-3000К заключается в том, что он предназначен для работы с большими образцами.

При проектировании термостата TS-3000К предъявлялись следующие требования:

- диапазон температур для исследований: 1500–3000 К;
- неопределенность установления температуры плюс градиент температур по образцу, плюс люфт при поддержании температуры: $\Delta T/T \approx \pm 0,01$;
- размеры нагреваемого объема: цилиндрический объем диаметром $d \leq 80$ мм и высотой $h_1 \leq 80$ мм;
- внутри термостата поддерживается вакуум $P \leq 10^{-7}$ мм рт. ст.;
- создание условий для наполнения термостата инертным газом;
- полное пропускание термостата без образца для нейтронов с энергией $E_0 \sim 25$ мэВ должно быть не меньше $\eta \geq 0,8$;
- температура на корпусе термостата примерно равна комнатной;
- входное окно на термостате для нейтронов 80×80 мм, выходные окна: по углу рассеяния — $40^\circ \leq \theta \leq 150^\circ$, по высоте — $h_2 = h_1 + 10$ мм;
- длительность одного цикла работы нагревателя — примерно 10 сут;
- необходимость предусмотреть блокировки по вакууму, электрической сети, воде и др.

Управление термостатом и контроль за его параметрами должны обеспечиваться с использованием персонального компьютера.

Термостат, изготовленный в Румынии и поступивший в Дубну в 2003 г., в последующие два года был испытан и доработан. В частности, была изготовлена новая обечайка из алюминиевого сплава АМГ6 с выносным входным окном; внутри рабочей камеры установлены нейтронопоглощающие защитные экраны для уменьшения фонового рассеяния нейтронов прямого пучка; модернизирована система тепловых экранов; отестирована система измерения температуры в объеме образца; отработана технология изготовления нагревательных элементов и тепловых экранов. Это позволило улучшить пропускание для падающих и рассеянных нейтронов, снизить температуру на входных и выходных окнах обечайки, уменьшить фоновое рассеяние нейтронов от прямого пучка в рабочей камере. В 2005 г. был осуществлен физический пуск термостата на времяпролетном спектрометре ДИН-2ПИ [7], расположенном на втором канале реактора ИБР-2. В последующий период, вплоть

до остановки реактора в декабре 2006 г., термостат TS-3000K в комплексе с ДИН-2ПИ использовался при проведении высокотемпературных нейтронных измерений. В данной работе рассматриваются общее устройство, системы обеспечения работы и физико-технические характеристики запущенного термостата. В качестве иллюстраций приведены предварительные результаты первых нейтронных измерений при высоких температурах, выполненных с использованием TS-3000K.

1. ОБЩЕЕ УСТРОЙСТВО ТЕРМОСТАТА TS-3000K

На рис. 2 приведена блок-схема термостата TS-3000K, а на рис. 3 показан его внешний вид. Как видно из рис. 2, образец (6) в таком термостате находится внутри нагревателя (5), через который протекает ток, подводимый

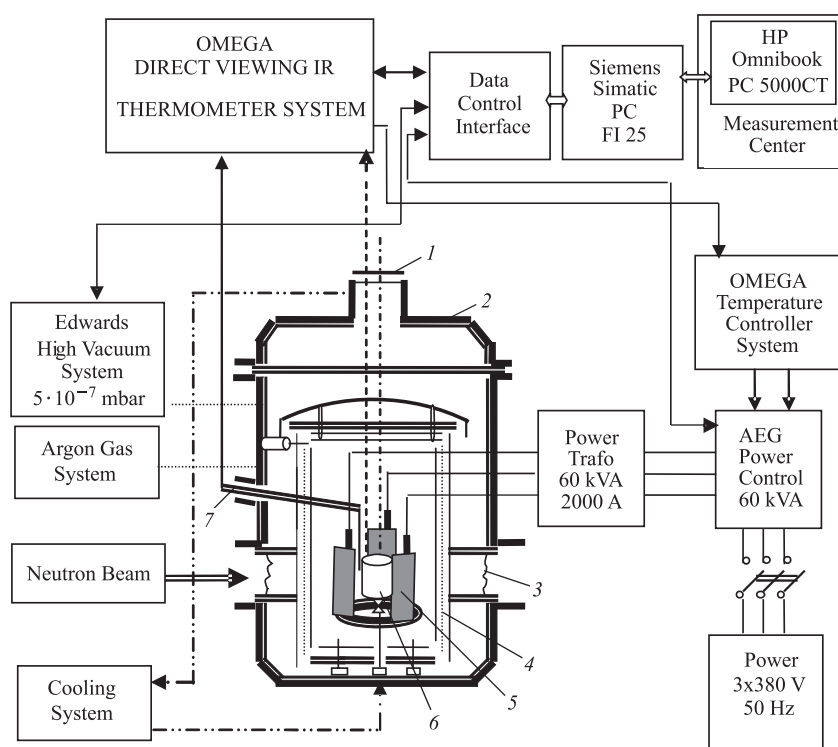


Рис. 2. Блок-схема термостата TS-3000K: 1 — шторка; 2 — верхняя крышка; 3 — обечайка; 4 — тепловые экраны; 5 — нагревательный элемент; 6 — образец; 7 — термопара

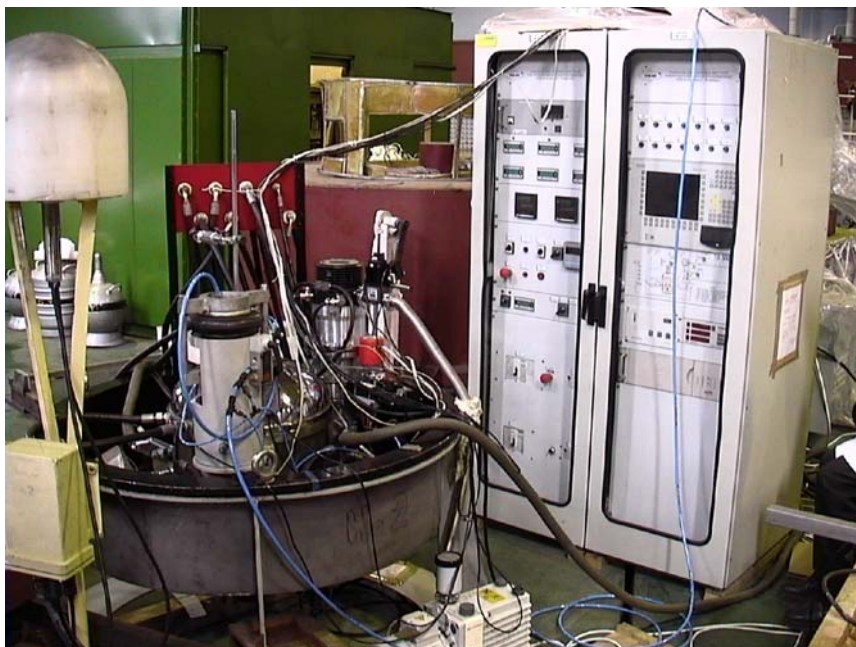


Рис. 3. Общий вид термостата TS-3000K

от низковольтного выхода 60-kVA-го трехфазного понижающего трансформатора. Величина тока, которая может достигать 2000 А, а следовательно, и температура в месте нахождения образца зависят от величины фазного напряжения во входной цепи трансформатора, которое задается измерительным модулем, реагирующим на показания термопары (7) (или пирометра), измеряющей температуру в месте нахождения образца. Нагревательный элемент (5) и образец (6) диаметром 80 мм и высотой 80 мм располагаются внутри цилиндрической вакуумной камеры по ее оси в области обечайки (3) из алюминиевого сплава АМГ6 с тонкими окнами, через которые проходит нейтронный пучок при нахождении термостата в рабочей камере спектрометра ДИН-2ПИ. Нагревательный элемент окружен системой концентрично расположенных тепловых экранов (4) (до 10 шт.), изготовленных из фольги тугоплавких материалов. Проектная толщина фольги Та составляет 0,1 мм. Система экранов выполнена в виде единого съемного блока. Материал и толщина каждого из экранов и их количество могут изменяться в зависимости от параметров эксперимента.

В объем рабочей камеры термостата заведены две термопары типа W5/W26 Re, которые подходят к образцу с разных сторон через имеющи-

еся прорезы в экранах и нагревательном элементе. Эти термопары позволяют измерять температуру в интервале до ~ 2400 К. Для измерения более высоких температур (до 3000 К) предназначен инфракрасный пирометр. В этом случае через специальное кварцевое окно в верхней крышке термостата (2) и гибкий световод при открытой заслонке (1) свечение от образца попадает в объектив пирометра, с помощью которого и определяется соответствующая этому свечению температура.

Система откачки, включающая в себя форвакуумный (типа E2M18) и турбомолекулярный (типа РТМ500, Румыния) насосы, позволяет получить в рабочей камере термостата вакуум лучше 10^{-6} мм рт.ст. При выходе на температуру в процессе отгаживания деталей установки вакуум колеблется в пределах (10^{-4} – 10^{-5}) мм рт.ст. Доступ в вакуумную камеру термостата осуществляется через верхнюю крышку (2), которая открывается с помощью пневматической системы, работающей на сжатом воздухе при давлении 2–6 атм. Предусмотрена подача в объем термостата инертных газов. Электропитание термостата TS-3000К осуществляется трехфазным током напряжением 3×380 В и частотой 50 Гц. Требуемая электрическая мощность составляет примерно 60 кВт.

Для охлаждения термостата используется проточная вода. Она подается для охлаждения стенок вакуумной камеры, трех электроподводов (по числу фаз), турбомолекулярного насоса (ТМН) и отражателя горячих газов, поступающих из объема рабочей камеры в ТМН. Контроль за температурой и расходом воды проводится отдельно для каждого охлаждаемого узла.

Конструктивно термостат TS-3000К выполнен в едином блоке с поддоном-переходником, с помощью которого при установке на нейтронный пучок он стыкуется с рабочей вакуумной камерой спектрометра ДИН-2ПИ. Общий вес термостата с поддоном составляет примерно 300 кг. Для установки его в камеру ДИН-2ПИ используется подъемное устройство.

Более детально устройство и принцип работы термостата изложены в «Техническом описании термостата TS-3000К», входящем в комплект технической документации.

2. СИСТЕМЫ ОБЕСПЕЧЕНИЯ РАБОТЫ ТЕРМОСТАТА

По проектам, разработанным в КБ ЛНФ, в экспериментальном зале ИБР-2 в 2003 г. были смонтированы три системы обеспечения работы термостата TS-3000К на спектрометре ДИН-2ПИ: система снабжения водой, система снабжения сжатым воздухом и система электропитания. На рис. 4 показана общая схема подключения систем обеспечения к термостату. Кроме того, проложена линия связи между находящимся в экспериментальном зале

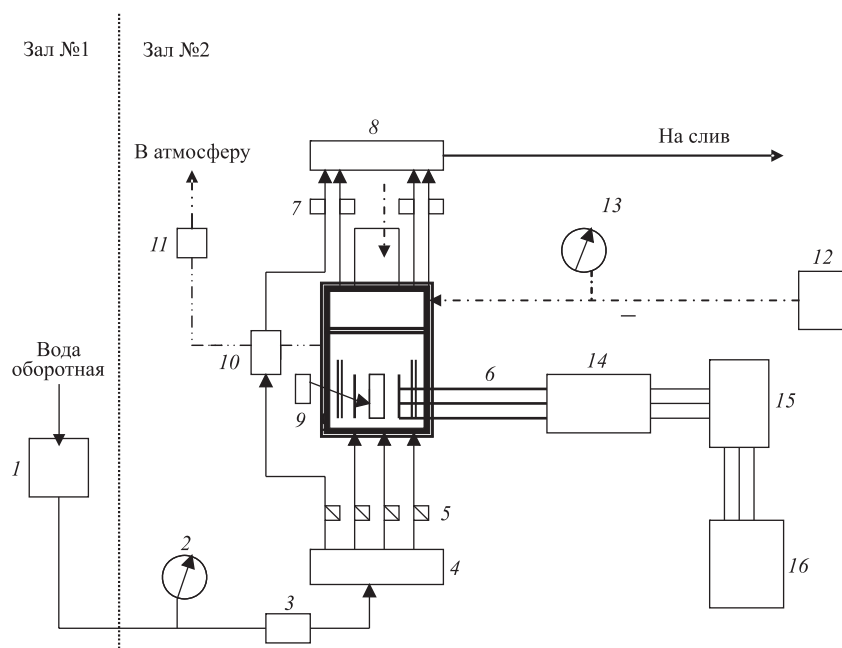


Рис. 4. Блок-схема систем обеспечения работы термостата TS-3000K: 1 — фильтр грубой очистки воды; 2 — манометр (вода); 3 — ионизатор; 4 — распределитель; 5 — расходомер; 6 — вакуумная камера; 7 — датчик температуры воды; 8 — коллектор; 9 — термопара; 10 — турбомолекулярный насос; 11 — форвакуумный насос; 12 — ресивер; 13 — манометр (воздух); 14 — трансформатор; 15 — стойка приборная; 16 — щит электрический

ИБР-2 компьютером, управляющим TS-3000K, и пультом управления спектрометром ДИН-2ПИ, расположенным в здании 117/1.

Вода для охлаждения термостата TS-3000K отбирается из системы оборотного водоснабжения экспериментального зала ИБР-2. Из зала № 1 по трубопроводу длиной около 80 м через фильтр грубой очистки (1) и ионизатор (3) она поступает к распределителю (4), разводится по охлаждаемым узлам термостата и сливается обратно в систему оборотного водоснабжения. Давление на входе трубы, измеряемое манометром (2), ~ 6 атм. Полный расход воды — до 90 л/мин. На входе в термостат вода пропускается через систему ионизации, задача которой уменьшить осаждение соединений кальция на деталях термостата.

Сжатый воздух, необходимый для работы пневматической системы, обеспечивающей поднятие крышки термостата и открытие затворов вакуумной

системы, по газовым трубам поступает из ресивера (12). Давление воздуха в подводящей системе (2–6 атм) контролируется с помощью манометра (13).

Трехфазный ток напряжением 3×380 В и частотой 50 Гц для электропитания термостата подается на входную приборную стойку (15) TS-3000К из электрощитовой ИБР-2 (16) по специальному электрическому кабелю длиной ~ 120 м, проложенному в экспериментальном зале ИБР-2. Требуемая электрическая мощность составляет примерно 60 кВт.

3. ФИЗИКО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ TS-3000К

После запуска и контрольных испытаний систем, обеспечивающих работоспособность термостата (система электропитания, система охлаждения, пневматическая система, вакуумная система, системы ручного и автоматического выхода на температуру), TS-3000К был поэтапно выведен на температуру сначала 1500 К, а затем — 2400 К. О характере изменения основных параметров термостата с ростом задаваемой температуры в интервале до 2400 К можно судить по данным, приведенным в табл. 2. Отметим, что величины, приведенные в таблице, следует рассматривать как ориентировочные,

Таблица 2. Технические характеристики термостата TS-3000К при разных температурах

Время суток	T_0 , °C	T_3 , °C	U_1 , В	U_2 , В	U_3 , В	I_1 , А	I_2 , А	I_3 , А	T_1 , °C	T_2 , °C	T_3 , °C	P , мбар
8.35	1474	214	4,24	3,97	3,79	525	547	584	21	30	98	4,2 E-5
10.45	1701	290	5,27	5,05	4,81	680	653	722	21	36	124	1,1 E-5
11.11	1816	260	5,83	5,62	5,38	739	710	792	20	40	127	2,1 E-5
11.22	1899	270	6,31	6,13	5,87	770	755	840	20	43	129	2,9 E-5
11.32	1974	305	6,79	6,64	6,37	828	806	907	21	47	130	2,9 E-5
11.47	2050	345	7,24	7,12	6,84	883	859	980	21	53	132	3,0 E-5
11.58	2123	365	7,71	7,65	7,34	985	903	1047	21	58	135	3,4 E-5
15.40	2020	—	7,26	7,15	6,67	873	823	971	20	58	—	1,9 E-5
18.06	2013	—	7,20	7,13	6,60	871	815	959	20	58	—	8,0 E-6
23.00	2031	—	7,34	7,27	6,75	896	821	970	20	59	—	8,0 E-6
8.00	2010	—	7,20	7,17	6,63	857	803	949	20	59	—	8,0 E-6

T_0 — температура на образце; T_3 — температура на последнем, 8-м экране;
 T_1, T_2 — температура охлаждающей воды на входе и на выходе термостата соответственно;
 T_3 — температура в центре нейтронопоглощающей пластины;
 U_1, U_2, U_3 и I_1, I_2, I_3 — напряжение (В) и ток (А) на фазах нагревателя соответственно;
 P — давление в рабочей камере термостата

поскольку при выходе на температуру 2400 К не ставилась задача стабилизировать температуру на промежуточных этапах. После измерения параметров при 2400 К температура была снижена до ~ 2300 К и выдерживалась на этом уровне в течение 16 ч. Средняя измеренная за этот период температура оказалась равной (2292 ± 7) К, что соответствует $\Delta T/T \approx 0,0035$. Основные параметры термостата при этой температуре составляли: потребляемая электрическая мощность ~ 20 кВт, средний ток на одну фазу ~ 900 А, температура на последнем (восьмом) экране — 345°C , на поглощающей пластине из $\text{Al}+10\% \text{Gd}$, закрепленной на задней стенке обечайки, — 132°C ; температура воды, охлаждающей рабочую камеру, на выходе составляла $\sim 53^\circ\text{C}$ при температуре на входе 21°C и расходе воды, в два раза меньшем проектного.

При установке TS-3000К на ДИН-2ПИ были выполнены нейтронные измерения по уточнению соответствия геометрических параметров рабочих камер термостата и спектрометра. Анализ спектров упругого рассеяния нейтронов на ванадиевом образце для всех углов спектрометра показал, что размеры и положение окон, через которые проходят падающие на образец и рассеянные им нейтроны, удовлетворяют техническому заданию. Были проведены оценки эффектов рассеяния нейтронов на деталях термостата. Измерения проводились для «пустого» (без образца) термостата при наличии в рабочей камере восьми тепловых экранов из танталовой фольги толщиной по 0,1 мм и нагревателя, изготовленного из тантала толщиной 0,3 мм. Начальная энергия нейтронов $E_0 = 18,6$ мэВ, диапазон углов рассеяния — от 28 до 134° . Просуммированные по всем углам спектры нейтронов, рассеянных

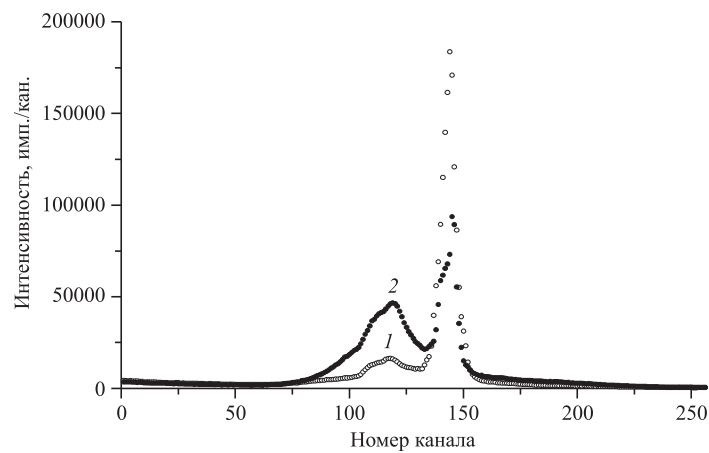


Рис. 5. Спектры нейтронов, рассеянных пустым термостатом при температурах 293 К (1) и 2300 К (2)

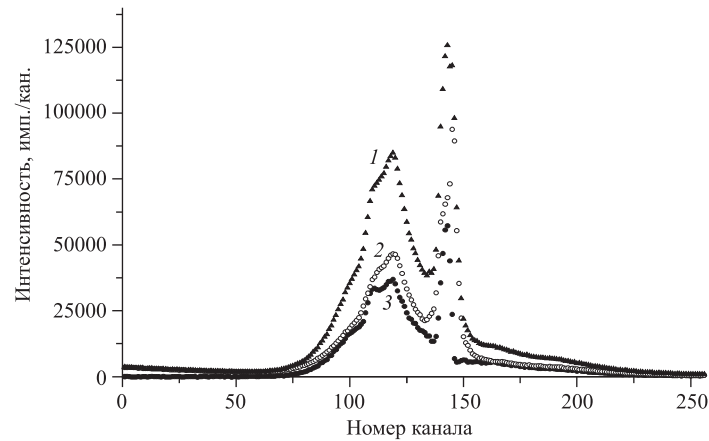


Рис. 6. Экспериментальные спектры рассеянных нейтронов для измерения с Ta при температуре 2300 К: 1 — образец в термостате; 2 — термостат без образца; 3 — образец

«пустым» термостатом при комнатной температуре и при 2300 К, показаны на рис. 5. Поскольку детекторы, расположенные под углами в диапазоне $28\text{--}134^\circ$, «видят» нагреватель и какую-то часть тепловых экранов, то очевидно, что наблюдаемые спектры представляют собой преимущественно спектры, характерные для танталового образца, имеющего размеры и геометрию, отличающиеся от стандартных (цилиндр диаметром 80 мм и высотой 80 мм). Об этом же свидетельствует и выраженная температурная зависимость упругого (каналы $\sim 132\text{--}150$) и неупругого (каналы $\sim 75\text{--}132$) рассеяния. Относительный вклад рассеяния от термостата в реальном эксперименте будет показан ниже на примере измерений со стандартным образцом тантала.

С использованием термостата TS-3000K в 2005–2006 гг. на спектрометре ДИН-2ПИ были выполнены эксперименты по исследованию динамики атомов ряда тугоплавких материалов, таких как ванадий [8], тантал и др. Для иллюстрации на рис. 6 показаны спектры рассеянных нейтронов (просуммированные по всем углам), полученные в измерениях с Ta при температуре 2300 К. Параметры эксперимента, включая конфигурацию элементов (экраны и нагревательный элемент) в рабочей камере, были те же, что и при измерении с «пустым» термостатом, рассмотренным выше. Образец из Ta представлял собой полый цилиндр диаметром 80 мм и высотой 100 мм с толщиной стенки ~ 1 мм. Среднее пропускание образца для нейтронов с начальной энергией 18,6 мэВ составляло $\sim 0,7$. Видно, что при данной конфигурации рабочей камеры и параметрах исследуемого образца, несмотря на существенный (соизмеримый с рассеянием на образце) вклад в измеряемый спектр рассеяния

нейтронов на экранах, нагревателе и прочих деталях, нейтронный спектр для образца Та, полученный после вычитания вклада от термостата, не изменил заметным образом детальной структуры и пригоден для дальнейшей обработки. Таким образом, проведенные измерения показали, что уже при этих параметрах термостат TS-3000К дает возможность исследовать динамику атомов тугоплавких материалов при высоких температурах, по крайней мере, вплоть до 2400 К. Кроме того, они указывают пути дальнейшего совершенствования конструкции рабочей камеры и оптимизации параметров эксперимента, которые способны привести к заметному улучшению качества получаемых результатов.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Petry W. et al. // Phys. Rev. B. 1991. V. 43. P. 10933–10947.*
2. *Trampenau J., Petry W., Herzig C. // Phys. Rev. B. 1993. V. 47. P. 3132–3137.*
3. *Trampenau J. et al. // Phys. Rev. B. 1991. V. 43. P. 10963–10969.*
4. *Heiming A. et al. // Phys. Rev. B. 1991. V. 43. P. 10948–10962.*
5. *Guthhoff F. et al. // J. Phys.: Condens. Matter. 1994. V. 6. P. 6211–6220.*
6. *Clausen K. et al. // Phys. Appl. 1984. V. 19. P. 719–722.*
7. *User guide/ Ed. V.P.Sikolenko, Dubna: Joint Institute for Nuclear Research, 1997. P. 31.*
8. *Семенов В. А. и др. Препринт ФЭИ-3098, 2007. С. 17.*

Получено 7 мая 2008 г.

Редактор *М. И. Зарубина*

Подписано в печать 24.06.2008.

Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная.

Усл. печ. л. 0,87. Уч.-изд. л. 1,06. Тираж 325 экз. Заказ № 56207.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований
141980, г. Дубна, Московская обл., ул. Жолио-Кюри, 6.

E-mail: publish@jinr.ru

www.jinr.ru/publish/