

Лаборатория сплавов

Лаборатория сплавов была создана в 1961 году для решения фундаментальных проблем высокотемпературной физической химии и электрохимии в конкретной области материаловедения – взаимодействие металлов в расплавленных солях – нового направления, генетически связанного с проблематикой лаборатории-прародительницы, возглавляемой профессором Михаилом Владимировичем Смирновым.

Научным руководителем этого направления долгие годы, с 1958 до 1993, был участник Великой Отечественной войны, лауреат Государственной премии, доктор химических наук, профессор, почетный соросовский профессор Николай Григорьевич Илющенко.



Доклад Н.Г. Илющенко на научном собрании Института (1979 г.)

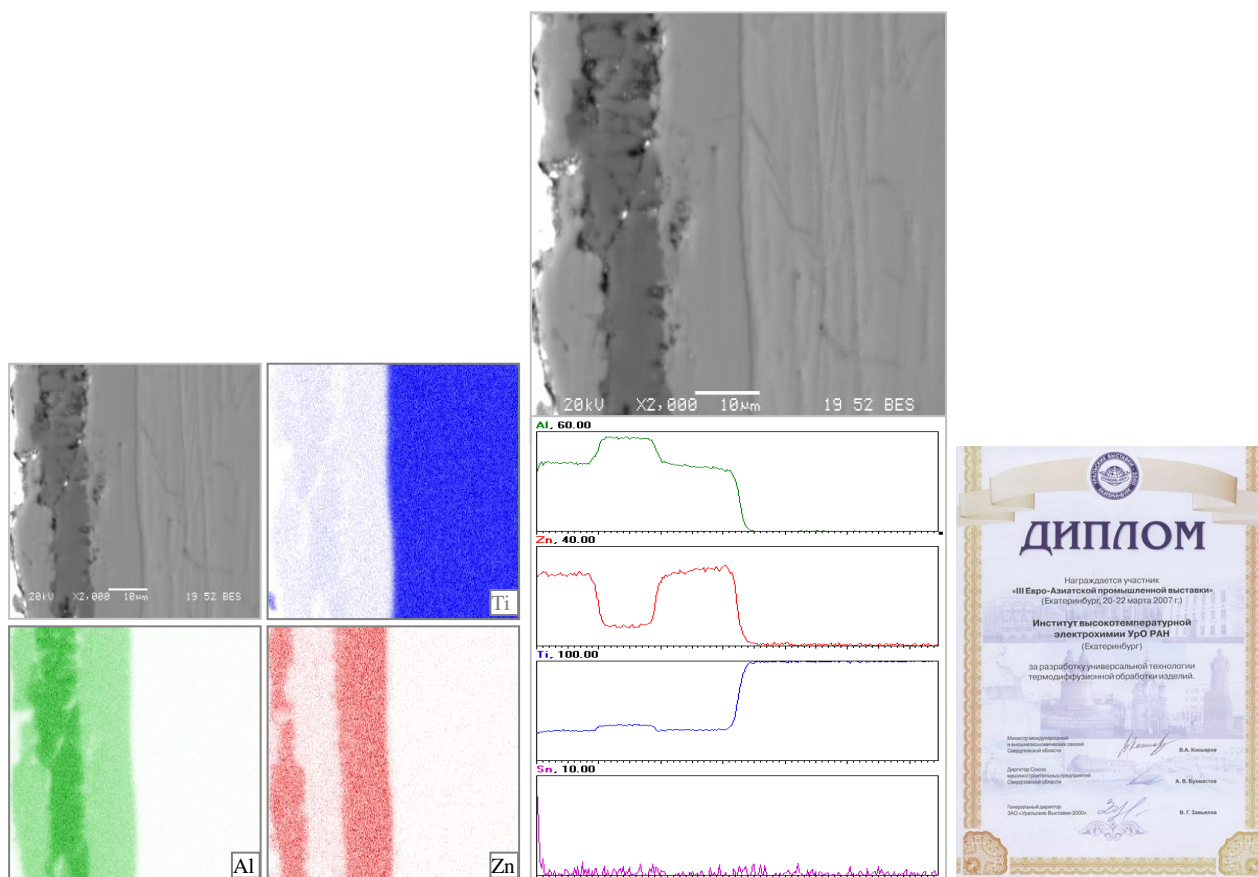
Характерной особенностью деятельности лаборатории была живая связь с практикой и как результат – первый в Институте хозяйственный договор, одно из трех первых авторских свидетельств, первый иностранный патент, первый российский патент, первая проданная за рубеж технология, первый для «расплавщиков» иностранный контракт.

Уникальная особенность разрабатываемых в лаборатории научных проблем – ее экологическая ниша – это электрохимия без тока, другими словами, – изучаемые процессы окисления и восстановления химических элементов и/или их соединений пространственно разделены, а компенсирующие заряды (ионы различных степеней окисления и/или электроны) поставляются (транспортируются) к продукту реакции ионной или ионно-электронной средой.

Именно в лаборатории сплавов была разработана концепция взаимодействия металлов в расплавленных солях, которая стала одним из основных кирпичиков общих представлений о расплавленных солях и их свойствах, авторам которых в 1988 году была присуждена Государственная премия СССР.

Вот история важнейших результатов деятельности лаборатории, за каждым из которых лежит или оригинальное техническое решение, или практическая реализация на предприятиях страны, или новое научное понимание природы явлений:

- ❖ Изучены основные закономерности алитирования титана и его сплавов термодиффузионным способом с механической активацией поверхности. Экспериментально показана существенная роль цинка в качестве «активатора» процесса диффузионного насыщения. Введение порошка цинка увеличивает скорость процесса алитирования в 2-3 раза. (2007)



- ❖ Разработан способ растворения оболочки твэла. (2006)

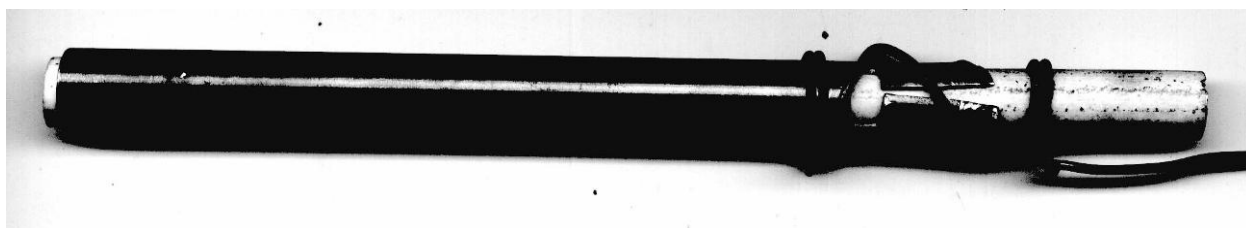
Для удаления оболочки отработавшего тепловыделяющего элемента реакторных установок наиболее распространенных типов (ВВЭР и БН) используется в настоящее время чрезвычайно сложное и дорогое оборудование (аппараты рубки с последующим кислотным растворением топлива).

Нами, совместно с ОАО СвердловНИИхиммаш и ФГУП НИКИЭТ, был предложен и экспериментально проверен в лабораторных условиях новый способ удаления оболочки твэла, изготовленной как на основе специальных сталей, так и циркониевых сплавов. Он заключается во вскрытии оболочки тепловыделяющего элемента путем использования в качестве растворителя жидкого металла, отличающийся тем, что процесс растворения ведут в расплавленном цинке при температуре 600-900 °С в течение 1-10 часов при соотношении массы оболочки к массе растворителя как 1:10 – 1:43 с последующей возгонкой растворителя.

Ниже приведены фотографии исходных и выдержанных указанное время в жидком цинке полупогруженных экспериментальных образцов из стали и циркониевого сплава, применяемых для изготовления промышленных твэлов.



Внешний вид «модельной сборки» реакторов типа БРЕСТ и БН из 4-х трубок (сталь) с графитовыми сердечниками (имитатор топлива).
Температура 750 °С. Время выдержки 2 часа. а) до опыта; б, в) после опыта.



а)



б)

Растворение оболочки модели циркониевого твэла реакторов типа ВВЭР в жидком цинке (ИВ-ТЭ УрО РАН).

Температура ~ 830 °С. Время выдержки 15 мин. а) до опыта; б) после опыта.

Предложенный способ позволяет отделить топливо от конструкционных материалов сборки без ее разделки, что существенно упрощает процесс переработки.

Данное решение принято в качестве головного передела в Техническом проекте пристанционного ядерного топливного цикла реакторной опытно-демонстрационной установки БРЕСТ (ПЯТЦ РУ БРЕСТ-ОД-300) (Имеется официальный протокол).

Работа выполнена за счет средств по договорам с предприятиями Минатома РФ. «Способ вскрытия оболочки тепловыделяющего элемента». Патент РФ № 2296381 от 27.03.2007 г. Положительное решение № 2004138958/06(042356) от 24.08.2006. Приоритет от 30.12.2004 г.

Патентообладатели: ИВТЭ УрО РАН (50 %), ОАО СвердНИИхиммаш (50 %).

Авторы: Чебыкин В.В., Кудяков В.Я., Афоничкин В.К., Чернов Я.Б., Перин С.М., *Каримов Р.С., *Гузанов В.Н., *Панов Г.А., **Филин А.И., **Глазов А.Г., **Орлов В.В., **Лопаткин А.В.

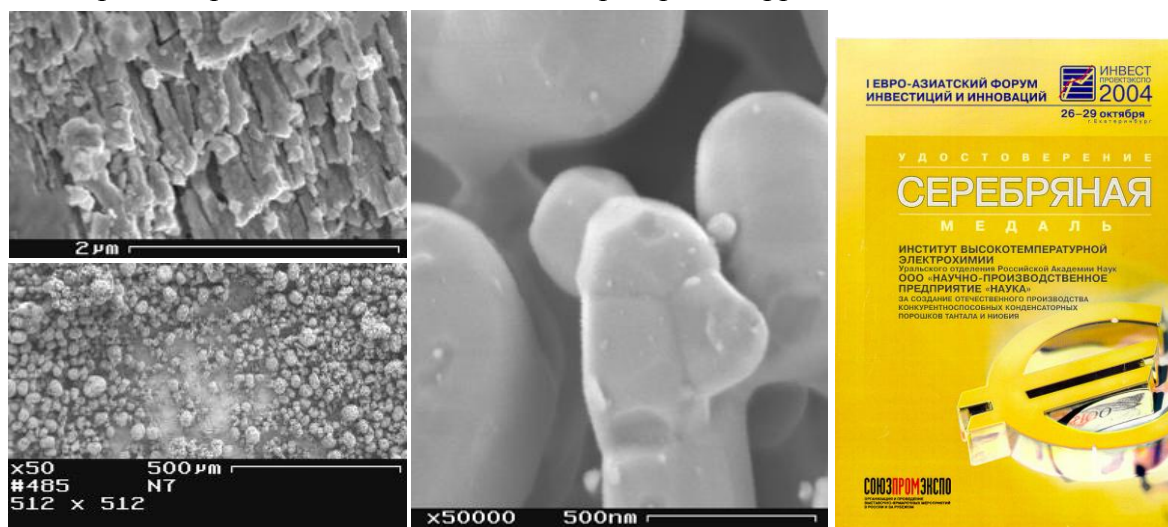
* – ОАО СвердНИИхиммаш (Екатеринбург)

** – ФГУП НИКИЭТ им. Доллежала (Москва)

- ❖ Впервые исследованы основные закономерности и найдены условия устойчивого формирования двойных алюмоцинковых покрытий на железе и сплавах, обладающие, как известно, существенно более высоко коррозионно стойкими свойствами, термодиффузионным способом с механической активацией поверхности подложки. (2005).
- ❖ Разработана новая технология получения жаро-, износо- и коррозионно-стойких алюминидных покрытий на сталях и сплавах никеля термодиффузионным способом с механической активацией поверхности. Совместно с ООО НПП «Теплоприбор» разработана и изготовлена установка термодиффузионного алитирования. Выполнены пуско-наладочные работы. (2005).



- ❖ Электрохимический способ получения нанодисперсных порошков ниобия и тантала в ионно-электронных расплавах (совместно с лабораторией коррозии и НПП «НАУКА») (2004)



Примеры порошков тантала, полученных по нетрадиционной электрохимической технологии – восстановление в объеме расплава пентахлоридов ниобия или тантала. (крупно-лабораторная установка)

- ❖ Закончен десятилетний цикл работ по исследованию основных закономерностей (кинетика массопереноса и растворимость) самопроизвольного массопереноса *p*-элементов (В, С, Si, N, Al) и *d*-металлов (Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Mo) в ионно-электронных расплавах на основе насыщенных растворов щелочных и щелочноземельных металлов в их хлоридах. На этой основе предложены новые технологии получения защитных и функциональных покрытий (TiC->Ti, Mn->Ti и др.) и тугоплавких соединений (TaC, NbC, TiC, TiN). (2002).
- ❖ Закончен цикл работ по исследованию основных закономерностей и разработке новых технологий борирования сталей и стальных изделий в ионных расплавах (оксидные, оксихлоридные и хлоридные) по классическому методу Н.Г.Илющенко. На этой основе предложены технологии получения упрочняющих покрытий на сталях, в том числе и сталях США, (фирма Sandia) и изделиях из них. Результаты обобщены в **монографии** Я.Б.Чернов, А.И.Анфиногенов, Н.И.Шуров. Борирование сталей в ионных расплавах. Екатеринбург: УрО РАН, 2001. 224 с. (2002).
- ❖ Предложена технология фракционирования электроотрицательных продуктов деления и иода отработавшего смешанного уран-плутониевого ядерного топлива реакторов на быстрых нейтронах БРЕСТ-ОД-300 и БН-800 и регенерации электролита. Данная технология включена в Технический проект РУ БРЕСТ-ОД-300. (Совместно с лабораториями коррозии и радиохимии) (2002).
- ❖ Разработана и обоснована технологическая схема получения высокочистого свинца реакторного качества с содержанием контролируемых примесей менее 10^{-4} – 10^{-6} мас. % для применения в опытном реакторе БРЕСТ-ОД-300. Технология включает три основных передела: первичный электролиз хлорида свинца, электролитическое рафинирование в расплавленных солях и направленная кристаллизация (очистка металлического свинца, главным образом, от компонентов электролита). (Совместно с лабораторией коррозии) (2001).
- ❖ Исследована кинетика транспортных реакций алюминия с железом и нержавеющей сталью в расплавах кальция – хлорид кальция. Полученные результаты указывают на образование в ионно-электронных расплавах отрицательных ионов алюминия, конвективная диффузия которых является лимитирующей стадией процесса в широкой области окислительно-восстановительного потенциала среды. (2000).
- ❖ Впервые сформулированы принципы существования отрицательных ионов большинства металлов в ионно-электронных расплавах и заложены основы для создания новых технологий получения новых функциональных материалов. (2000 год).

- ❖ Разработана новая технология нанесения коррозионно-стойких цинковых покрытий на стальные изделия термодиффузионным способом. Процесс нанесения покрытия является экологически чистым, практически безотходным, не требует использования сложного оборудования. (1998).
- ❖ Разработан алгоритм и создана на его основе программа для сбора экспериментальных данных гравиметрическим методом и дальнейшей обработки в ряде научных исследований, в частности: седиментационный анализ порошков, формирование покрытий, гальванопластика, перенос реагирующих газов расплавами и др. (1997).
- ❖ Разработан новый способ получения активных щелочных металлов первичным электролизом расплавленных солевых галогенидных систем, характеризующихся полной смешиваемостью компонентов (металл-соль) в жидком состоянии и обладающих электронной проводимостью. (1996).
- ❖ Впервые установлено явление самопроизвольного переноса марганца на более электроотрицательные металлы в ионно-электронных расплавах на основе растворов щелочных и щелочноземельных металлов в их расплавленных галогенидах. На базе проведенных исследований разработана технология изготовления титановых анодов с диффузионным марганцевым покрытием для промышленного электролизера по получению диоксида марганца для химических источников тока. (1995).
- ❖ Установлена принципиальная возможность использования ионно-электронных расплавов на основе растворов щелочных и щелочноземельных металлов в их галогенидах для «мягкого» управляемого низкотемпературного металлотермического восстановления оксидов тугоплавких металлов с образованием мелкодисперсных порошков субмикронных размеров. (1993).
- ❖ Впервые установлен самопроизвольный перенос углерода в бескислородных расплавах на карбидообразующие металлы (!). На основе установленных закономерностей самопроизвольного переноса углерода в расплавленных галогенидах щелочных и щелочноземельных металлов предложен новый способ низкотемпературного синтеза карбидов тугоплавких металлов – тантала, ниобия, титана – с дисперсностью от 50 до 0,1 микрон из чистых металлов и их соединений (оксидов, хлоридов). (1992).
- ❖ Предложена новая энергосберегающая экологически чистая безотходная технология борирования стальных деталей машин и инструмента в расплавленных солях, обеспечивающая увеличение срока службы изделий в 2 - 4 и более раз. (1992).
- ❖ Проведены систематические исследования эффективного массопереноса растворов всех щелочных металлов в их расплавленных индивидуальных хлоридах на специально созданном электрохимическом комплексе. Получены количественные зависимости максимальных потоков щелочных металлов, позволяющие рассчитать вклад растворителя в процессах бестокового переноса и снижения выхода по току при электролизе. Установлено, что не только эффективный коэффициент диффузии растворенного щелочного металла, но и эффективная толщина диффузионного слоя, существенно превышают (на 2 и 1 порядок, соответственно) соответствующие характеристики для обычных ионов в этих расплавах. (1991).
- ❖ Обнаружен (открыт) новый тип бестокового переноса металлов в ионно-электронных расплавах, движущей силой которого также является энергия сплавообразования металлов, но направление переноса не определяется электрохимической активностью металла (!). Это позволяет без наложения внешнего тока получать покрытия в виде диффузионных сплавов более электроположительных металлов на подложках из более отрицательных металлов, что в значительной степени расширяет технологические возможности процесса. (1991).
- ❖ Разработан способ получения изделий из композиционного материала «Палладин» для аурikulотерапии. Выпущена опытная партия игл, проведены испытания, получено положительное заключение специалистов-медиков. (1990).
- ❖ Прямыми и косвенными методами установлено существование каркасной структуры боридов лития в двухфазных сплавах литий-бор в области богатой литием. Разработаны научные ос-

новы технологии получения сплавов системы литий–бор в лабораторном масштабе, которые могут быть использованы в литиевых источниках тока. (1990)

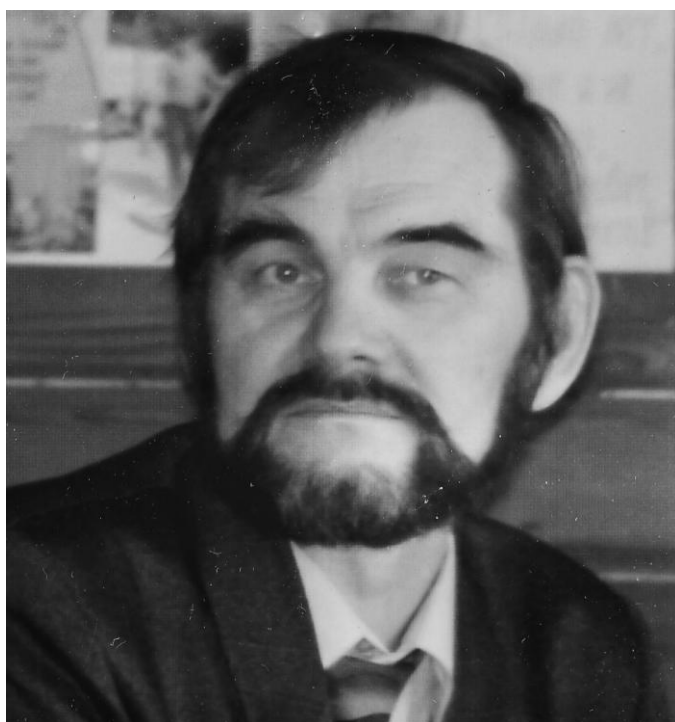
- ❖ Закончен цикл систематических исследований по электрохимическому получению высокоэмиссионных материалов. Доказана возможность использования мишметалла для формирования эмиссионно-активного слоя на иридии. Показана принципиальная возможность получения слоистых композитов: тугоплавкий металл – иридий - сплав иридия с редкоземельными металлами, обеспечивающих ресурс работы эмиттера до 10000 часов. (1989)
- ❖ Исследованиями переноса *p*-металлов III и IV групп (In, Ga, Ge, Sn) на *d*- металлы (Ni, Cu, Pd, Ag) в паровой фазе с участием кислородных соединений *p*-металлов установлено, что перенос In и Ga на *d*-металлы протекает не по реакции диспропорционирования низших оксидов, как объяснялось ранее, а по реакции диссоциации низших оксидов, сопряженной со сплавообразованием. Об этом, в частности, говорит такой факт, что в отсутствии O₂ или высших оксидов процессы переноса не идут. (1989).
- ❖ Завершен цикл исследований термодинамики и кинетики процесса получения диффузионных индиевых покрытий на ряде металлов Pd, Ag, Cu, Ni в хлоридных и оксидных электролитах. Вскрыты механизмы транспортных процессов и степень окисления ионов индия в изученных расплавах. Показана значительная роль работы коротко-замкнутого элемента при получении индиевых покрытий заданного состава на палладии в натрий-боратном электролите. (1988).
- ❖ Теоретически предсказан и экспериментально осуществлен новый метод газофазного химического осаждения диффузионных покрытий на металлы с использованием расплава солей в качестве источника насыщающего реагента. Выведены критериальные уравнения, определяющие условия получения беспористых диффузионных покрытий более благородных металлов на менее благородных. Практически получены в лабораторных условиях качественные диффузионные покрытия меди, никеля и серебра на конструкционных сталях, повышающие их коррозионную стойкость. Новый метод существенно расширяет возможности создания новых видов металлопокрытий. (1987).
- ❖ Огромный объем экспериментальных и аналитических результатов лаборатории, полученных с конца пятидесятых годов до 1987 года, обобщен в **монографии**: Н.Г.Илющенко, А.И.Анфиногенов, Н.И.Шуров. Взаимодействие металлов в ионных расплавах. М.: Наука, 1991, 176 с.



Приведенная ниже таблица демонстрирует возможности процессов, изученных коллективом лаборатории сплавов ИВТЭ УрО РАН за время ее существования.

Spontaneous electrochemical transport processes in ionic and ionic-electronic melts Самопроизвольные электрохимические транспортные процессы в ионных и ионно-электронных расплавах	
The coating element / Элемент покрытия	Material of the base (the substrate) / Материал подложки
<i>Ionic melts / Ионные расплавы</i>	
<i>** The diffusion alloys / Диффузионные сплавы **</i>	
<i>Li</i>	Cu, Al, Ag
<i>Be</i>	Zr, Ti, V, Nb, Ta, Cr, Mo, W, Fe, Co, Ni, Cu, Ag
<i>B</i>	Be, Ti, Nb, Mo, W, Fe, Co, Ni, Steels
<i>N</i>	Ti, (Ti)Stainless steels, (Ti)Steels
<i>Mg</i>	Cu, Ni
<i>Al</i>	Ti, Mn, Nb, Mo, W, Fe, Ni, Cu, Steels
<i>Si</i>	Ti, V, Nb, Mo, W, Fe, Re
<i>Ca</i>	Cu, Pb
<i>Sc</i>	Al
<i>Ti</i>	Zr, V, Nb, Ta, Mo, W, Cr, Fe, Co, Ni, Cu, C
<i>V</i>	Nb, Fe, Co, Steels, (C)Steels
<i>Cr</i>	Nb, Mo, Fe, Co, Ni, Steels
<i>Mn</i>	Nb, Mo, W, Fe, Co, Ni
<i>Fe</i>	Co, Ni, Pd, Pt
<i>Co</i>	Pd, Pt
<i>Ni</i>	Mo, W
<i>Cu</i>	Ni
<i>Zn</i>	Fe, Steels, (Cu)Steels
<i>Y</i>	Re
<i>Zr</i>	V, Nb, Ta, Mo, W, Cr, Fe, Co, Ni, Cu, Stainless steels
<i>Mo</i>	Ni
<i>Cd</i>	Ag
<i>In</i>	Pd, Ni, Cu, Ag
<i>La</i>	Ir, Ni, Stainless steels
<i>La-Ce</i>	Ir
<i>Nd</i>	Ir
<i>Sm</i>	Co
<i>Eu</i>	Ir
<i>W</i>	Ni
<i>B-Al</i>	Fe
<i>B-Si</i>	Mo, W, Ni, Alloys of Ni, Steels
<i>Al-Si</i>	Mo
<i>Al-Cr</i>	Mo, Nd, Ni, Alloys of Ni
<i>Al-Ti</i>	Nb, Fe, Cu, Alloys of Ni
<i>Zr-Si</i>	Ni, Alloys of Ni, Fe, Steels
<i>W-Si</i>	Ni, Alloys of Ni, Fe, Steels
<i>B-C-Si-Cr-Fe</i>	Ni

<i>Vapours ionic melts / Пар ионных расплавов</i>	
<i>** The pure metal and/or the diffusion alloys **</i>	
<i>Ni</i>	Fe, Steels
<i>Ga</i>	Ni, Cu, Ag, Pd
<i>Ge</i>	Ni, Cu, Ag, Pd
<i>Ag</i>	Cu, Cu-Zn, (Zn)Steels
<i>In</i>	Ni, Cu, Ag, Pd
<i>Sn</i>	Ni, Cu, Ag, Pd
<i>Cu</i>	Al, (Al)Steels, (Zn)Steels
<i>Ion-electronic melts / Ионно-электронные расплавы</i>	
<i>** The diffusion alloys / Диффузионные сплавы **</i>	
<i>B</i>	Fe, Ti, Zr
<i>C</i>	Nb, Ta, Ti, Zr
<i>N</i>	Ti, Ta
<i>Al</i>	Fe, Stainless steels
<i>Si</i>	Fe, Ni, Ti, Zr, Nb, Mo, W
<i>V</i>	Fe, Steels
<i>Cr</i>	Fe, Steels
<i>Mn</i>	Ti
<i>Co</i>	Fe, Steels
<i>Ni</i>	Fe, Steels
<i>Cu</i>	Ni
<i>Mo</i>	Fe, Steels
<i>Ni-Cr</i>	Fe, Steels
<i>Thermomechanical active process (new) / Термодиффузионные механически активированные процессы (новое направление)</i>	
<i>** The diffusion alloys / Диффузионные сплавы **</i>	
<i>Zn</i>	Fe, Steels, Cu, Ni
<i>Al</i>	Fe, Steels, Ti
<i>Zn-Al</i>	Fe, Steels, Ti



Заведующий лабораторией сплавов
В 1993-2007 г. к.х.н. В.В.Чебыкин