УДК 539.3

## ИССЛЕДОВАНИЕ ДИНАМИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ДИОКСИДЦИРКОНИЕВЫХ ОГНЕУПОРОВ

## А. М. Брагов, А. К. Ломунов, В. Н. Минеев\*, Ф. А. Акопов\*, Г. П. Чернышов\*

Научно-исследовательский институт механики Нижегородского государственного университета, 603600 Нижний Новгород

 \* Научно-исследовательский центр теплофизики импульсных воздействий Объединенного института высоких температур РАН, 127412 Москва

Представлены результаты статических и динамических испытаний трех партий керамики на основе диоксида циркония ZrO<sub>2</sub> и диоксидциркониевого бетона. Статические испытания проводились по стандартной методике, динамические — по методике Кольского. Образцы из керамики имели различную начальную плотность и пористость, а также отличались технологией изготовления. В результате экспериментов получены статические и динамические диаграммы деформирования, определены прочностные характеристики. Показано, что динамические прочностные свойства керамик и бетона зависят от скорости роста напряжений. Проведено сравнение динамических диаграмм керамики с диаграммами строительного и диоксидциркониевого бетонов.

Введение. Проблема удержания расплава активной зоны является актуальной для всех стран, использующих АЭС и имеющих экспериментальные ядерные реакторы. В середине 80-х гг. были проведены многочисленные эксперименты по взаимодействию расплава активной зоны со строительным бетоном, применяющимся в шахтной системе защиты. Они показали, что существующая система защиты на основе строительных бетонов недостаточно эффективна.

Предполагается, что материал ловушки будет подвергаться воздействию различных факторов: механическому и термическому ударам, возникающим при падении расплавленной массы и элементов конструкции в ловушку, парового взрыва при контакте расплава с водой, химическому и радиационному воздействию.

Предварительные эксперименты показали, что использование керамики на основе диоксида циркония в конструкциях ловушек позволит значительно повысить их надежность и тем самым решить основную проблему обеспечения безопасности АЭС [1].

В процессе эксплуатации ловушки возможно возникновение аварийных ситуаций, например парового взрыва, сопровождающегося интенсивными динамическими воздействиями, поэтому необходимо исследование динамической прочности керамики и бетона на основе диоксида циркония в условиях высокоскоростного нагружения.

Методы испытаний. Образцы испытывались при статических (порядка  $10^{-3}$  с<sup>-1</sup>) и динамических (порядка  $10^3$  с<sup>-1</sup>) скоростях деформации. Для статических испытаний использовались гидравлическая испытательная машина УИМ-30 с предельным уровнем грузоподъемности 30 т и испытательная машина с тиристорным приводом 1958У-10-1.

Одним из наиболее обоснованных и распространенных методов динамических испытаний материалов при скоростях деформации  $10^3 c^{-1}$  является метод Кольского с исполь-

Работа выполнена при финансовой поддержке Международного научно-технического центра (грант N<sup>o</sup> 425) в рамках Программы поддержки ведущих школ России (код проекта 00-15-99029).

## Номер $\alpha$ , MM партии < 0.05 $0,1 \div 0,2$ $0,2 \div 0,315$ $0,315 \div 0,4$ $0,4 \div 0,63$ $0,63 \div 1$ $1 \div 2$ керамики 1 40 2040 225252030 3 $15^{*}$ 30 55

Массовая доля фракций в образцах из керамики, %

\* Тетрагональная фаза. Остальные фракции имеют кубическую структуру, стабилизированную оксидом иттрия  $Y_2O_3$  (молярная доля 10–11%).

зованием разрезного стержня Гопкинсона [2]. Этот метод применялся в данной работе для исследования динамических диаграмм керамики.

Испытываемые образцы. Исследовались образцы из диоксидциркониевой керамики трех партий, отличающихся фракционным составом зерен, а также циркониевоглиноземистого бетона (ЦГБ). В табл. 1 приведены характеристики фракционного состава керамики ( $\alpha$  — размер фракций). Образцы из керамики и ЦГБ изготовлены на основе электроплавленного диоксида циркония, стабилизированного оксидом иттрия Y2O3  $(87\% \text{ ZrO}_2 + 10\% \text{ Y}_2\text{O}_3)$ . В качестве вяжущего в ЦГБ используется алюминат бария (массовая доля 6%). В табл. 2 приведены физико-механические характеристики циркониевой керамики трех партий и ЦГБ при комнатной температуре ( $\rho$  — плотность,  $\eta$  пористость,  $\sigma_{\rm cr}$  — статический предел прочности при сжатии).

Для статических испытаний изготавливались образцы двух размеров: диаметром и высотой 20 мм и диаметром и высотой 30 мм. Выбор различных геометрических размеров образцов определяется необходимостью исследования влияния масштабного фактора на прочностные и деформационные характеристики керамики.

Для динамических испытаний керамики изготавливались образцы в виде таблеток диаметром 20 мм и толщиной 10 мм. Чтобы минимизировать влияние инерции и трения, геометрия образцов выбрана в соответствии с критерием Дэвиса — Хантера [3]. Образцы из диоксидциркониевого бетона изготавливались в виде дисков диаметром 50 мм и толщиной 5 мм. Перед испытаниями образцы подвергались ручной шлифовке на наждачной бумаге с размером зерна 0.01 мм. Для уменьшения трения и улучшения акустического контакта между торцами мерных стержней и образцом располагали два слоя тонкой (10 мкм) фторопластовой пленки.

Результаты статических испытаний. Проведены статические испытания образцов из керамики партии 2 в соответствии с ГОСТ 10180-90 "Бетоны. Методы определения прочности по контрольным образцам". В первой серии испытаний определена прочность

Физико-механические характеристики керамики и ЦІ Б								
Материал	$\rho$ , г/см <sup>3</sup> $\eta$ , %		$\sigma_{\rm CT},$ МПа					
Керамика:								
партия 1	4,7-4,9	20	39					
партия 2	4,82	17	45					
партия 3	4,56	16	68					
ЦГБ	$4,\!66$	13 - 16	35					

	Таолица 2
Физико-механические характе	оистики керамики и ЦГБ

Таблица 1



Рис. 1

при сжатии и получены статические диаграммы деформирования. Во второй выполнены испытания на растяжение, которое заканчивалось раскалыванием образца. Для каждого режима проведено по 4–6 испытаний, результаты которых осреднялись.

Из анализа результатов испытаний следует, что разрушающие напряжения сжатия (38 ÷ 40 МПа) и растяжения (7 ÷ 10 МПа) существенно различны, т. е. имеет место анизотропия прочностных свойств керамики. Оказалось, что прочность образцов при сжатии и растяжении слабо зависит от их размеров. Таким образом, для керамики партии 2 с максимальным размером зерна, не превышающим 2 мм (см. табл. 1), масштабный фактор при статических скоростях деформации проявляется слабо.

Диаграммы деформирования при сжатии представлены на рис. 1. Кривая 1 соответствует простому сжатию, 2 — циклическому деформированию образца. Образец вначале нагружался до некоторых напряжений (ниже предела прочности), далее происходила его полная разгрузка, а затем он вновь нагружался. Из представленных данных следует, что процесс активного нагружения имеет нелинейный характер. Разгрузочная ветвь диаграммы деформирования также нелинейна. Нагрузочные и разгрузочные ветви диаграмм деформирования значительно различаются. На начальном участке разгрузки наклон диаграммы существенно круче, чем при нагрузке. Догрузочная ветвь диаграммы, следующая после разгрузки, близка к первоначальной нагрузочной ветви. Площадь под ниспадающей частью диаграммы деформирования может быть интерпретирована как удельная энергия разрушения материала.

Результаты динамических испытаний и их обсуждение. Образцы из керамики трех партий и ЦГБ испытывались на сжатие на установке, описанной в работе [4], по методу Кольского. Мерные стержни длиной 1 м и диаметром 20 мм изготавливались из сплава Д16Т. Между торцами стержней размещался испытываемый образец. Для нагружения использовалась газовая пушка калибра 20 мм. В процессе испытаний путем варьирования скорости ударников, т. е. амплитуды нагружающей волны, подбирались такие режимы нагружения, при которых образец либо оставался целым по внешнему виду, либо разрушался.

Результаты проведенных испытаний керамики партий 1–3 представлены на рис. 2–4 соответственно. Для каждой партии керамики приведены характерные диаграммы динамического деформирования, которые являются результатом осреднения данных нескольких опытов, проведенных в одинаковых условиях. Кривые 1 соответствуют условиям, при которых после эксперимента образцы оставались целыми; кривые 2 — условиям, когда образцы либо имели небольшие (в основном периферийные) разрушения, либо, сохранив внешне целый компактный вид, потеряли связность структуры; кривые 3 соответствуют условиям полного разрушения образцов.



По диаграммам деформирования измерены средние значения модулей нагрузочных ветвей  $E_{\rm H}$ , а также значения модулей при разгрузке  $E_{\rm p}$  для случаев, когда образцы не разрушались. Кроме того, определены временное сопротивление (предел прочности) при сжатии  $\sigma_{\rm B}$  и соответствующая деформация  $\varepsilon_{\rm B}$ , а также время начала разрушения  $t_{\rm B}$  и соответствующая энергоемкость W (площадь под кривой  $\sigma$ – $\varepsilon$ ). В табл. 3 приведены значения этих параметров для каждой кривой на рис. 2–4.

Значения модулей разгрузочной ветви в 2–3 раза больше соответствующих модулей нагрузочных ветвей диаграмм деформирования. Видно, что керамика партии 3 имеет более высокую прочность и меньшую деформативность по сравнению с партиями 1, 2.

Результаты испытаний ЦГБ приведены на рис. 5 и в табл. 3. Кривая 1 соответствует условиям, при которых образцы из бетона не были разрушены, кривые 2–4 — условиям разрушения образцов. При этом первый максимум напряжений соответствует началу разрушения бетона. Однако, в отличие от диаграмм керамики, после достижения первого максимума на ниспадающей ветви диаграммы происходит небольшое приращение деформации, затем либо вновь происходит рост напряжений (кривые 2, 3), либо они остаются практически постоянными. Такой характер деформирования бетона определяется тем, что образцы в виде круговой пластины диаметром 50 мм размещались между торцами мерных стержней диаметром 20 мм. Ненагруженные части образца-пластины играли роль ограничивающей обоймы, которая препятствовала радиальной деформации центральной деформируемой зоны образца и при разрушении не позволяла фрагментам образца выпадать из этой зоны. Поскольку длительность падающего импульса в этих опытах была



Рис. 4

Таблица З

			-	-	-				
Материал	Номер кривой (рис. 2–5)	<i>Е</i> н, МПа	$E_{\rm p},$ МПа	$\dot{\varepsilon},$ $c^{-1}$	<i>ό</i> , МПа/мкс	$σ_{\rm B},$ ΜΠα	$arepsilon_{\mathbf{B}},\ \%$	$t_{ m B},$ мкс	<i>W</i> , МДж/м <sup>3</sup>
Керамика (партия 1)	1 2 3	$7700 \\ 12300 \\ 10700$	13200 24800 	180 400 1000	$2,4 \\ 6,4 \\ 10,0$	$71 \\ 80 \\ 113$	$1,5 \\ 1,5 \\ 1,4$	85 43 31	$0,459 \\ 0,553 \\ 0,698$
Керамика (партия 2)	$egin{array}{c} 1 \\ 2 \\ 3 \end{array}$	7 700 7 800 9 000	21 900 — —	$150 \\ 700 \\ 1600$	$1,8 \\ 5,2 \\ 9,5$	$48 \\ 68 \\ 101$	$1,33 \\ 3,37 \\ 1,60$	$109 \\ 64 \\ 25$	$0,360 \\ 1,700 \\ 0,974$
Керамика (партия 3)	1 2 3	$\begin{array}{c} 14000 \\ 17000 \\ 15500 \end{array}$	31 000 20 000 —	$150 \\ 400 \\ 1400$	$4,6 \\ 9,5 \\ 16,7$	97 132 183	$0,78 \\ 1,49 \\ 1,55$	80 44 24	$0,334 \\ 1,090 \\ 1,656$
ЦГБ	1 2 3 4	$     \begin{array}{r}       10100 \\       14000 \\       12100 \\       12000     \end{array} $	$     \begin{array}{r}       10300\\       23000\\       19500\\       18000     \end{array} $	$200 \\ 400 \\ 900 \\ 1600$	2,4 4,2 11,3 17,0	51 61 129 206	$     1,98 \\     0,91 \\     1,41 \\     2,78 $	$102 \\ 34 \\ 29 \\ 24$	0,754 0,388 1,018 3,727

Прочностные характеристики керамики и ЦГБ

достаточно большой, процесс деформирования сопровождался компактированием разрушенных частиц и увеличением сопротивления деформированию.

Из анализа экспериментальных данных следует, что напряжение в образце после первого максимума деформации в мерных стержнях уменьшается, а скорость деформации незначительно увеличивается. Далее наступает непродолжительная стабилизация процесса деформирования. Затем (примерно через 50 мкс) вновь наблюдаются рост напряжений в образце и уменьшение скорости деформации.

В качестве прочностных характеристик керамики и ЦГБ при сжатии были выбраны максимальные значения напряжений и соответствующие значения деформаций на диаграммах деформирования в тех опытах, в которых образцы после испытания не разрушались. Однако в процессе динамического нагружения получены и более высокие значения предела прочности материалов, о чем свидетельствуют результаты, представленные на рис. 2–5. Такое поведение материалов обусловлено динамическим характером нагрузки



Рис. 5



и определяется двумя конкурирующими процессами, происходящими в образце: с одной стороны, процессом образования, роста и слияния микротрещин и микропор в макропоры и трещины, с другой — волновым характером нарастания нагрузки в материале. Если скорость роста напряжений превышает интенсивность процесса разрушения, то образец с уже образовавшимися и развивающимися очагами разрушения может быть "перегружен", т. е. может выдерживать в течение некоторого времени увеличивающиеся нагрузки. Аналогичные явления обсуждались в работе [5] при анализе временной зависимости прочности при отколе.

При обработке экспериментальных данных в каждом испытании кроме средних значений скорости деформации  $\dot{\varepsilon}$  определялись максимальные значения скорости роста напряжений в образце  $\dot{\sigma}$  (табл. 3). Отметим, что с увеличением скорости роста напряжений разрушающие напряжения растут, и эта зависимость может быть аппроксимирована линейной функцией.

На рис. 6 представлены динамические диаграммы для керамики партии 3 (кривые 2, 5, 8), ЦГБ (кривые 1, 4, 7) и строительного микробетона (кривые 3, 6, 9). Микробетон изготовлен из цемента M400 и песка в массовом соотношении 1 : 2 (массовое соотношение воды и цемента 1 : 2). Размер зерен песка менее 1 мм. Для каждого материала приведены три характерные диаграммы в случаях сохранения целостности образцов (рис. 6, a), частичного разрушения образцов (рис. 6,  $\delta$ ) и полного разрушения образцов (рис. 6, e). В таблице на рис. 6 приведены средние скорости деформации  $\dot{\varepsilon}$  и скорости роста напряжений  $\dot{\sigma}$ . Видно, что значения модулей разгрузки всех исследованных материалов больше соответствующих значений модулей нагрузочных ветвей диаграмм деформирования. Керамика по сравнению с ЦГБ и обычным бетоном имеет более высокую прочность и меньшую деформативность.

Заключение. Проведены динамические испытания и получены динамические диаграммы деформирования трех партий керамики на основе диоксида циркония, отличаюцихся исходными физико-механическими свойствами, а также диоксидциркониевого бетона. Существенное влияние на прочностные свойства керамик и бетона оказывает скорость роста напряжений. Наиболее высокую прочность и меньшую деформативность имеет керамика партии 3. Керамика относительно инертна, а ее температура плавления примерно равна 3000 К. Теплопроводность материалов на основе диоксида циркония в 1,5–2 раза ниже, чем материалов на основе других высокоогнеупорных оксидов. Таким образом, керамика на основе диоксида циркония является наиболее подходящим материалом для изготовления ловушки. Использование ее в конструкциях ловушек позволит значительно повысить их надежность и тем самым решить основную проблему обеспечения безопасности АЭС.

Авторы выражают благодарность Л. Н. Крамареву за проведение статических ис-

пытаний, А. С. Власову и С. С. Лукину за помощь при определении исходных физикомеханических свойств исследуемых материалов.

## ЛИТЕРАТУРА

- 1. Минеев В. Н., Боровкова Л. Б., Акопов Ф. А. и др. Внешняя ловушка из керамики и бетона на основе диоксида циркония // Атом. энергия. 1998. Т. 85. С. 119–125.
- 2. Кольский Г. Исследование механических свойств материалов при больших скоростях нагружения // Механика. 1950. Вып. 4. С. 108–119.
- 3. Davies E. D. H., Hunter S. C. The dynamic compression testing of solids by the method of the split Hopkinson pressure bar // J. Mech. Phys. Solids. 1963. V. 11. P. 155–179.
- 4. Bragov A. M., Lomunov A. K. Methodological aspects of studying dynamic material properties using the Kolsky method // Intern. J. Impact Engng. 1995. V. 16, N 2. P. 321–330.
- 5. Златин Н. А., Пугачев Г. С., Степанов В. А. О разрушающих напряжениях при коротком ударе // Журн. техн. физики. 1979. Т. 49, № 8. С. 1786–1788.

Поступила в редакцию 19/IV 2000 г., в окончательном варианте — 20/VII 2000 г.