



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2011134522/28, 17.08.2011

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
17.08.2011

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 17.08.2011

(43) Дата публикации заявки: 27.02.2013 Бюл. № 6

(45) Опубликовано: 27.05.2013 Бюл. № 15

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: WO 03087784 A1, 23.10.2003. RU 2195643
C1, 27.12.2002. EP 0451567 A2, 16.10.1991. US
4440862 A, 03.04.1984.

Адрес для переписки:

456770, Челябинская обл., г. Снежинск, ул.
Васильева, 13, ФГУП "РФЯЦ-ВНИИТФ им.
академ. Е.И. Забабахина", отдел
интеллектуальной собственности, Г.В.
Бакалову

(72) Автор(ы):

**Маслов Герман Иванович (RU),
Котова Оксана Григорьевна (RU),
Салихов Сергей Галлямович (RU),
Ушков Александр Васильевич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

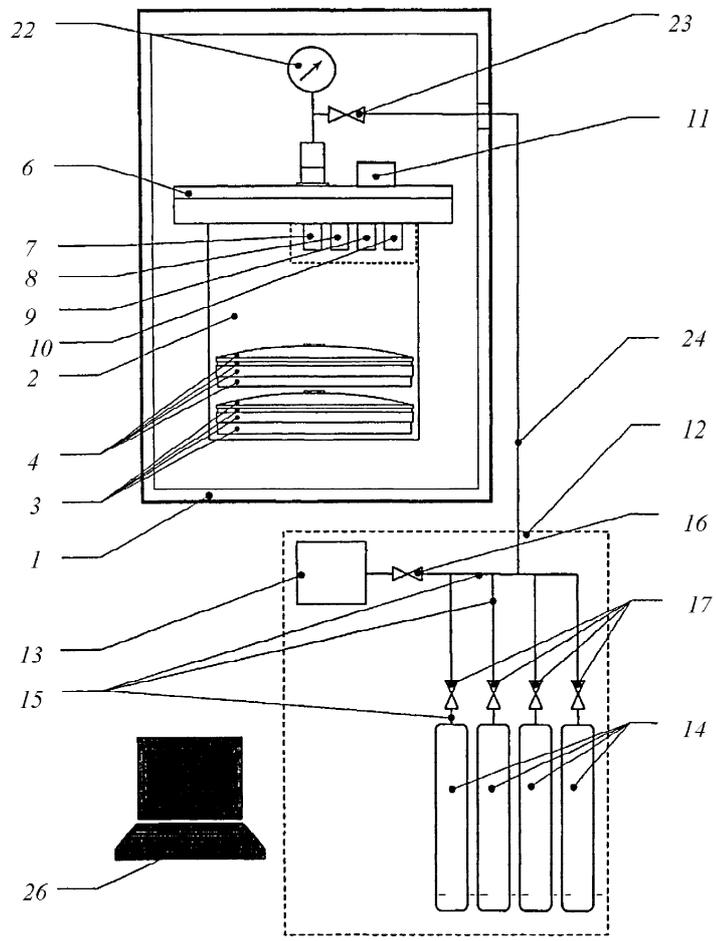
**Федеральное государственное унитарное
предприятие "РОССИЙСКИЙ
ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЯДЕРНЫЙ ЦЕНТР -
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-
ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ ИМЕНИ
АКАДЕМИКА Е.И. ЗАБАБАХИНА" (RU)**

(54) УСТАНОВКА ДЛЯ ИСПЫТАНИЙ МЕТАЛЛИЧЕСКОГО УРАНА

(57) Реферат:

Изобретение относится к области химии урана, а именно к коррозионным исследованиям металлического урана в герметичных контейнерах, и может быть использовано для определения скорости коррозии урана в газообразных средах различного химического состава в различных условиях (различных по температуре и давлению газовой среды) с целью прогнозирования коррозионного состояния урановых деталей в условиях их реального использования или хранения. Установка содержит испытательную камеру, в которой размещено регистрирующее устройство и

установлен герметичный испытательный контейнер с размещенными в нем образцами из исследуемого материала и системой контроля, устройство формирования заданных условий и компьютер, причем система контроля связана с регистрирующим устройством, соединенным с компьютером, и содержит датчики температуры и влажности. Установка снабжена датчиком давления, а система контроля - датчиком кислорода и датчиком водорода. Техническим результатом изобретения является обеспечение динамического контроля скорости коррозии металлического урана в газообразных герметизированных средах в различных условиях. 1 з.п. ф-лы, 5 ил.



Фиг. 1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
G01N 17/00 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21)(22) Application: **2011134522/28, 17.08.2011**

(24) Effective date for property rights:
17.08.2011

Priority:

(22) Date of filing: **17.08.2011**

(43) Application published: **27.02.2013 Bull. 6**

(45) Date of publication: **27.05.2013 Bull. 15**

Mail address:

456770, Cheljabinskaja obl., g. Snezhinsk, ul. Vasil'eva, 13, FGUP "RFJaTs-VNIITF im. akadem. E.I. Zababakhina", otdel intellektual'noj sobstvennosti, G.V. Bakalovu

(72) Inventor(s):

**Maslov German Ivanovich (RU),
Kotova Oksana Grigor'evna (RU),
Salikhov Sergej Galljamovich (RU),
Ushkov Aleksandr Vasil'evich (RU)**

(73) Proprietor(s):

Federal'noe gosudarstvennoe unitarnoe predpriyatie "ROSSIJSKIJ FEDERAL'NYJ JaDERNYJ TsENTR - VSEROSSIJSKIJ NAUChNO-ISSLEDOVATEL'SKIJ INSTITUT TEKhNICHESKOJ FIZIKI IMENI AKADEMIKA E.I. ZABABAKhINA" (RU)

(54) **APPARATUS FOR TESTING URANIUM METAL**

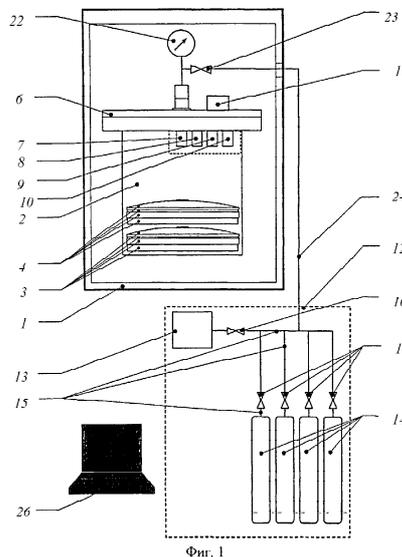
(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: apparatus has a test chamber in which there is a detecting device and a sealed test container having samples of the test material and a control system, a device for creating given conditions and a computer, the control system being connected to the detecting device which is connected to the computer and has temperature and moisture sensors. The apparatus is fitted with a pressure sensor and the control system is fitted with an oxygen sensor and a hydrogen sensor.

EFFECT: providing dynamic control of the rate of corrosion of uranium metal in gaseous sealed media in different conditions.

2 cl, 5 dwg



Фиг. 1

RU 2 483 292 C2

RU 2 483 292 C2

Изобретение относится к области химии урана, а именно к коррозионным исследованиям металлического урана в герметичных контейнерах, и может быть использовано для определения скорости коррозии урана в газообразных средах различного химического состава в различных условиях (различных по температуре и давлению газовой среды) с целью прогнозирования коррозионного состояния урановых деталей в условиях их реального использования или хранения.

Известно изобретение под названием «Способ контроля коррозии металлического урана» (патент РФ №2195643, МКИ G01N 17/00, опубл. 2002 г.), в котором описана установка для испытаний металлического урана на коррозионную стойкость, содержащая герметичный испытательный контейнер, в котором размещены образцы из исследуемого материала, устройство формирования заданных условий и регистрирующее устройство. Устройство формирования заданных условий выполнено в виде системы из поглотителя, катализатора на основе палладия, селективно поглощающих газообразные примеси из среды хранения, и устройства для продувки воздухом.

С помощью этой установки можно определять момент начала коррозии металлического урана после очередного контрольного нарушения герметичности контейнера и выявлять степень очистки поверхности урана от продуктов первичной коррозии на этапе хранения, предшествующем контрольному вскрытию контейнера, по изменению содержания вторичных продуктов его коррозии (двуокиси углерода и углеводородов).

Достоинством установки является, во-первых, то, что при определении содержания компонентов среды хранения не нарушается равновесное состояние системы и состав среды хранения. Во-вторых, данную установку можно использовать для прямого определения кинетики коррозии урана по изменению содержания компонентов газовой среды, участвующих в коррозии (кислорода, водорода, паров воды). Это возможно в условиях отсутствия системы из поглотителя и катализатора, селективно поглощающих газообразные примеси из среды хранения, а также отсутствия конструкционных материалов, выделяющих в среду хранения органические примеси и двуокись углерода, когда невозможно определение начала или степени коррозии урана по изменению содержания вторичных продуктов его коррозии (двуокиси углерода и углеводородов). В этом случае определение кинетики коррозии по изменению содержания компонентов газовой среды, непосредственно участвующих в коррозионных процессах, повышает точность и достоверность получаемых результатов экспериментов. Использование данной установки для прямой регистрации содержания компонентов газовой среды, непосредственно участвующих в коррозионных процессах, расширяет возможности использования установки и упрощает эксперимент, т.к. исключает необходимость проведения предварительного эксперимента для построения калибровочных кривых изменения содержания двуокиси углерода и углеводородов в объеме контейнера от времени в отсутствие корродирующего урана.

Однако при использовании этой установки невозможно определить кинетику окисления урана кислородом воздуха, находящегося в объеме контейнера после герметизации. Данная установка позволяет определять только момент расходования кислорода и момент начала и контроля последующей коррозии урана, протекающей с выделением, или поглощением водорода, который, в свою очередь, связывается с двуокисью углерода, приводя к образованию вторичных продуктов коррозии.

Также в этой установке невозможно изменение состава газовой среды как

первоначального перед герметизацией контейнера, так и в процессе испытаний (хранения). Единственно возможный первоначальный состав газовой среды, которая формируется после продувки контейнера воздухом и герметизации и в которой проводится контроль коррозии урана, - атмосферный воздух, влажность которого

5 определяется условиями окружающей среды.
Наиболее близким аналогом заявляемого изобретения, выбранным в качестве прототипа, является известная из заявки ВОИС №3087784, G01N 17/00, опубл. 2004 г., установка для испытаний, содержащая испытательную камеру, в которой размещено

10 регистрирующее устройство и установлен герметичный испытательный контейнер с размещенными в нем образцами из исследуемого материала и системой контроля, устройство формирования заданных условий и компьютер, причем система контроля связана с регистрирующим устройством, соединенным с компьютером, и содержит

15 датчики температуры и влажности.
Данная установка позволяет создавать требуемые климатические условия внутри испытательного контейнера и проводить непрерывный длительный мониторинг климатических условий в процессе испытаний без влияния на условия испытаний и определять степень коррозии визуально в процессе испытаний или количественно по

20 окончании испытаний.
Однако в данной установке возможно регулировать условия испытаний в естественной атмосфере только по влажности, т.к. среда, формируемая в контейнере перед испытаниями, - естественная атмосфера, в которой происходит герметизация контейнера. Прототип не позволяет при необходимости изменять условия внутри

25 контейнера перед испытаниями и в процессе испытаний (состав газовой среды, ее давление, величину свободного объема газовой среды внутри контейнера) и таким образом регулировать условия испытаний по составу и давлению газовой среды в герметичной испытательной камере. Данная установка не позволяет количественно

30 определять скорость коррозии исследуемого материала в процессе испытаний в различных условиях в любой момент времени.
Технический результат, получаемый при использовании предлагаемого

35 технического решения, - динамический контроль скорости коррозии металлического урана в газообразных герметизированных средах в различных условиях.
Задача, на решение которой направлено изобретение, - определение кинетики коррозии урана (скорости коррозии урана) в любой момент времени в присутствии

40 кислорода и (или) водорода и (или) паров воды при различной их концентрации, различных давлениях газовой среды, различных температурах.
Указанный технический результат достигается тем, что в установке для испытаний металлического урана на коррозионную стойкость, содержащей испытательную

45 камеру, в которой размещено регистрирующее устройство и установлен герметичный испытательный контейнер с размещенными в нем образцами из исследуемого материала и системой контроля, устройство формирования заданных условий и компьютер, причем система контроля связана с регистрирующим устройством,

50 соединенным с компьютером, и содержит датчики температуры и влажности, особенностью является то, что установка снабжена датчиком давления, размещенным в испытательной камере и связанным с компьютером и внутренним объемом контейнера, система контроля снабжена датчиком кислорода и датчиком водорода, а

устройство формирования заданных условий соединено с внутренним объемом испытательного контейнера и содержит вакуумный насос и регулируемые устройства подачи газа, связанные между собой и с испытательным контейнером системой трубопроводов с вентилями.

5 Для расширения эксплуатационных возможностей испытательной установки и повышения достоверности испытаний контейнер содержит вкладыши из коррозионно-стойкого сплава, конструкция и форма которых повторяют конструкцию и форму образцов из исследуемого материала. Установка вкладышей позволяет изменять
10 свободный объем контейнера и обеспечить свободный доступ газовой среды к поверхности образцов.

Выполнив устройство для формирования газовой среды, содержащим вакуумный насос и регулируемые устройства подачи газа, которые связаны между собой и с герметичным испытательным контейнером системой трубопроводов с вентилями,
15 получили возможность формировать газовую среду (ее состав и давление) внутри контейнера перед испытаниями и изменять ее при необходимости в процессе испытаний. Необходимость может возникнуть, например, в случае образования большого количества гидридов урана, являющихся пирофорными, во избежание их
20 самовозгорания при вскрытии контейнера. Снабдив установку датчиком давления, а систему регистрации датчиками кислорода и водорода, обеспечили возможность постоянно и непрерывно (динамично) контролировать давление в испытательном контейнере и изменение содержания компонентов газовой среды (их расходование или выделение), непосредственно принимающих участие в коррозии урана. Таким
25 образом, получили возможность получать непрерывно данные обо всех изменениях, происходящих в контейнере. Это дает возможность определять скорость коррозионных процессов с участием урана в любой момент времени (кинетику коррозии урана) в заданных условиях (при заданном составе газовой среды, заданной
30 температуре и заданном соотношении свободного объема и площади урановой поверхности). Тем самым решили задачу определения кинетики коррозии урана в любой момент времени.

При проведении анализа уровня техники, включающего поиск по патентным и научно-техническим источникам информации, и выявление источников, содержащих
35 сведения об аналогах заявленного изобретения, не обнаружено аналогов, характеризующихся признаками, тождественными всем существенным признакам данного изобретения. Определение из перечня выявленных аналогов прототипа как наиболее близкого по совокупности существенных признаков аналога позволило
40 выявить совокупность существенных отличительных признаков от прототипа, изложенных в формуле изобретения.

Следовательно, заявленное изобретение соответствует условию «новизна».

Для проверки соответствия заявленного изобретения условию «изобретательский уровень» заявитель провел дополнительный поиск известных решений, чтобы выявить
45 признаки, совпадающие с отличительными от прототипа признаками заявленного устройства. В результате поиска не выявлены технические решения с этими признаками. На этом основании можно сделать выводы о соответствии заявляемого изобретения условию «изобретательский уровень».

50 На фиг.1 изображена общая схема установки для испытаний.

На фиг.2 изображен испытательный контейнер.

На фиг.3 изображена зависимость давления водорода от времени.

На фиг.4 изображена зависимость удельного объема израсходованного кислорода

от времени.

На фиг.5 изображена зависимость удельного объема выделившегося водорода от времени.

Установка для испытаний металлического урана на коррозионную стойкость содержит испытательную камеру 1, в которой установлен герметичный испытательный контейнер 2 с образцами 3 из исследуемого материала - урана и вкладышами 4 из коррозионно-стойкого сплава, конструкция и форма которых повторяет конструкцию и форму образцов 3. Испытательный контейнер 2 выполнен из коррозионно-стойкой стали и содержит корпус 5 и крышку 6, на внутренней стороне которой установлена система контроля, состоящая из первичных датчиков: датчик температуры 7, датчик влажности 8, датчик кислорода 9 и датчик водорода 10. В испытательной камере 1 на внешней стороне крышки 6 установлено регистрирующее устройство 11, связанное с системой контроля. Регистрирующее устройство 11 служит для преобразования и регистрации показаний первичных датчиков 7-10 и связано с ними проводной связью. Корпус 5 выполнен в виде стакана, крышка 6 крепится к нему с помощью болтовых соединений. Сталь, из которой выполнены детали испытательного контейнера 2, должна быть устойчива к воздействию компонентов газообразной среды, в которой проводятся испытания образцов из металлического урана. Герметичность соединения крышки 6 и корпуса 5 обеспечивается резиновым уплотнительным кольцом и прокладкой из алюминиевого сплава. Габаритные размеры испытательного контейнера 2 определяются размерами объектов испытаний и ограничены внутренними размерами используемой испытательной камеры 1 (фиг.1, 2).

Установка содержит устройство формирования заданных условий 12 (газовой среды), состоящее из вакуумного насоса 13 и регулируемых устройств подачи газа, выполненных в виде четырех баллонов с газами 14 (CO_2 , O_2 , N_2 , H_2) и связанных между собой системой трубопроводов 15 с вентилями 16 и 17 с возможностью поочередного подсоединения насоса 13 и баллонов 14 к испытательному контейнеру 2.

Крышка 6 снабжена штуцером 18, на который с помощью муфты 19 установлен переходник 20, соединенный с герметичным объемом испытательного контейнера 2 через сквозное отверстие в крышке контейнера 6. Переходник 20 также содержит штуцер 21 для установки датчика давления 22 и штуцер 23 для подсоединения испытательного контейнера 2 к трубопроводу 24, соединяющему испытательный контейнер 2 с устройством 12 формирования заданных условий.

Датчик давления 22 связан с внутренним объемом контейнера и служит для постоянного непрерывного контроля давления в объеме контейнера 2. На переходнике 20 установлен вентиль 25, перекрывающий отверстие в штуцере 23 для возможности подсоединения к герметизированному объему испытательного контейнера 2 устройства 12 формирования заданных условий. Герметичность соединений: переходник 20 - крышка 6, переходник 20 - датчик давления 22, переходник 20 - трубопровод 24, обеспечивается алюминиевыми или медными прокладками.

Установка снабжена компьютером 26, соединенным проводной или беспроводной связью с регистрирующим устройством 11 и датчиком давления 22. Компьютер 26 осуществляет запись и хранение показаний датчика давления 22 и регистрирующего устройства 11 через определенные заданные промежутки времени.

Установка работает следующим образом. Перед началом работы предварительно рассчитывают необходимое количество образцов 3 и вкладышей 4 для создания

требуемого соотношения свободного объема испытательного контейнера 2 и площади поверхности образцов 3.

Размер и форма образцов 3, а также их количество в испытательном контейнере 2 определяются конструктивными особенностями реальных элементов, включающих детали из металлического урана. Конструкция образцов 3 обеспечивает свободный доступ газовой среды к их поверхности в контейнере 2 при максимальной плотности сборки за счет сквозных отверстий по центральной оси образцов, пазов на цилиндрических выступах выпуклых поверхностей всех образцов и различия диаметров образцов (деталей).

При необходимости минимизации свободного объема без увеличения количества урановых образцов наряду с ними в испытательный контейнер 2 устанавливаются вкладыши 4 из коррозионно-стойкого сплава той же конструкции и формы, что и образцы 3. Это позволяет расширить эксплуатационные возможности установки для испытаний металлического урана на коррозионную стойкость и повысить достоверность испытаний. Соотношение свободного объема испытательного контейнера 2 и площади поверхности урановых образцов 3 регулируется количеством образцов и вкладышей, установленных в контейнер, и определяется реальными условиями хранения деталей из металлического урана. Использование вкладышей 4 и различного количества образцов 3 позволяет реализовать большое количество вариантов плотности упаковки в одном испытательном контейнере. Если необходимо исключить контакт образцов из металлического урана друг с другом, при установке в контейнер их чередуют с вкладышами.

Возможно использование в испытаниях урановых крупногабаритных деталей сложной конфигурации, применяемых в реальных конструкциях, и соответствующих вкладышей, позволяющих при необходимости минимизировать свободный объем внутри испытательного контейнера и исключить контакт образцов (деталей) друг с другом.

В испытательный контейнер 2 устанавливают заданное количество образцов 3 из исследуемого материала, при необходимости уменьшения свободного объема контейнера устанавливают вкладыши 4. Формируют начальные условия в испытательном контейнере 2. Создают вакуум в испытательном контейнере 2, открыв вентили 16, 25 при помощи вакуумного насоса 13, после чего запускают один или несколько газов из баллонов 14 (закрыв вентиль 16 и открывая последовательно каждый из необходимых вентилях 17) до требуемого давления, которое контролируют датчиком давления 22. После этого закрывают вентили 17 и 25.

Устанавливают проводную или беспроводную связь между компьютером 26 и датчиком давления 22 и регистрирующим устройством 11. Задают промежутки времени для записи экспериментальных данных в память компьютера 26. Выдерживают испытательный контейнер 2 при заданной температуре в испытательной камере 1 в течение заданного промежутка времени. При этом непрерывно через заданные промежутки времени компьютер 26 записывает контролируемые параметры: значения температуры, давления, относительной влажности и состава газовой среды (концентрации кислорода и/или водорода) в герметичном объеме испытательного контейнера 2.

После окончания цикла выдержки контейнер 2 вскрывают и контролируют внешний вид образцов 3 после испытаний. На основании полученных показаний датчика давления 22 строят график изменения давления в испытательном контейнере 2 в процессе испытаний в заданных условиях (фиг.3).

Данные, полученные с использованием внутренних первичных датчиков 7-10 и датчика давления 22, используют при расчете объема одного компонента газовой фазы (водорода, кислорода, водяного пара) в герметичном объеме контейнера в каждый конкретный момент времени τ по формуле:

$$V_{\tau} = \frac{C \cdot V}{100} \quad (1);$$

где:

V_{τ} - объем анализируемого газа в объеме испытательного контейнера в момент времени τ ;

C - концентрация анализируемого газа в объеме испытательного контейнера в момент времени τ , % (показания датчика влажности 8, или датчика кислорода 9, или датчика водорода 10);

V - свободный объем испытательного контейнера с установленными образцами.

Для того чтобы иметь возможность проводить стехиометрические расчеты для соответствующих уравнений химических реакций, полученное значение V_{τ} переводится в значение $V_{\tau}^{\text{прив.}}$, приведенное к нормальным условиям (давление 760 мм рт.ст. (101,325 кПа), температура 0°C (273 К)) с использованием значений температуры испытаний и давления в объеме испытательного контейнера в момент времени τ по формуле:

$$V_{\tau}^{\text{прив.}} = V_{\tau} \cdot \frac{273}{(T_{\tau})} \cdot \frac{P_{\tau}}{101,325} \quad (2);$$

где:

$V_{\tau}^{\text{прив.}}$ - объем анализируемого газа в объеме испытательного контейнера в нормальных условиях в момент времени τ ;

T_{τ} - контролируемая температура испытаний в момент времени τ (показания датчика температуры 7);

P_{τ} - контролируемое давление в объеме испытательного контейнера в момент времени τ (показания датчика давления 22).

На основании полученных расчетных данных строят графики изменения удельного объема газа в испытательном контейнере 2 в процессе испытаний в заданных условиях (фиг.4, 5).

Коррозия урана существенным образом зависит от присутствия в газовой среде, формируемой в герметичном объеме в процессе длительного хранения, таких компонентов, как кислород, водород и пары воды. Изменение их содержания в герметичном объеме характеризует кинетику следующих процессов: окисление урана, сопровождаемое расходом кислорода, окисление урана парами воды, сопровождаемое расходом паров воды и выделением водорода, гидрирование урана, сопровождаемое расходом водорода. Все эти процессы сопровождаются ростом или падением давления в герметичном объеме.

Для количественного выражения скорости коррозии образцов в процессе испытаний принимается объемный показатель коррозии K , т.е. удельный объема газа, прореагировавшего с металлом в единицу времени, определяемый по формуле:

$$K = \frac{1}{S} \cdot \frac{\Delta V}{\Delta \tau} \quad (3);$$

где:

ΔV - объем поглощенного (выделившегося) в процессе испытаний газа (водорода,

кислорода, паров воды);

Δt - промежуток времени;

S - площадь поверхности исследуемого металла.

5 Таким образом, полученные на графике кривые позволяют определять скорости расходования компонентов газовой среды в герметичном объеме на взаимодействие с ураном (кислорода, водорода, паров воды) или скорости выделения газообразных продуктов коррозии урана (водорода), получать кинетические закономерности коррозии урана в заданных условиях (фиг.4, 5).

10 Таким образом, представленные данные свидетельствуют о выполнении при использовании заявляемого изобретения следующей совокупности условий:

- средство, воплощающее заявленное устройство при его осуществлении, предназначено для использования в различных отраслях промышленности (в испытательных комплексах машиностроительных, автомобилестроительных, приборостроительных предприятий);

15 - для заявляемого устройства в том виде, в котором оно охарактеризовано в формуле изобретения, подтверждена возможность его осуществления.

20 Следовательно, заявляемое изобретение соответствует условию «промышленная применимость».

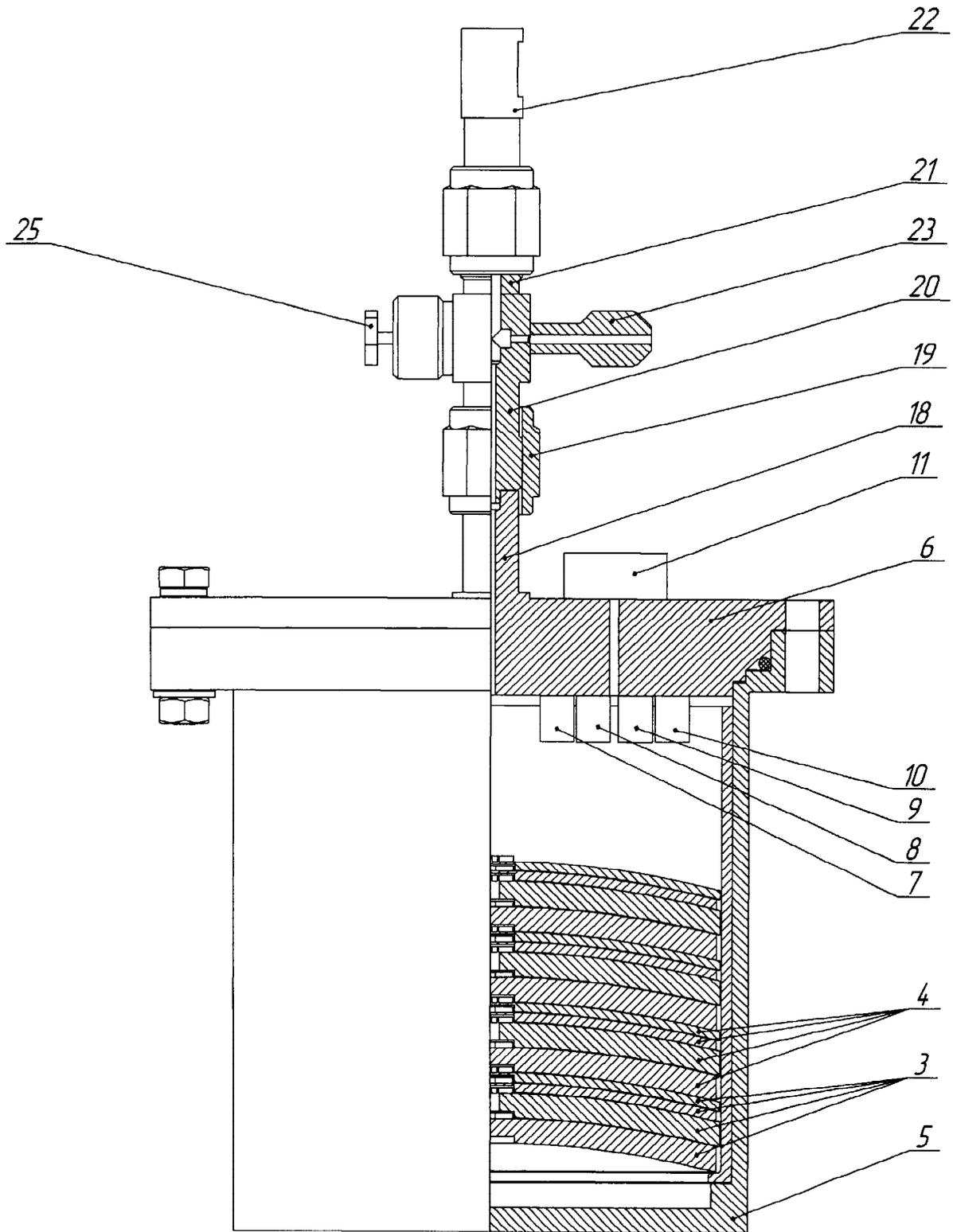
Формула изобретения

1. Установка для испытаний металлического урана на коррозионную стойкость, содержащая испытательную камеру, в которой размещено регистрирующее устройство и установлен герметичный испытательный контейнер с размещенными в нем образцами из исследуемого материала и системой контроля, устройство формирования заданных условий и компьютер, причем система контроля связана с регистрирующим устройством, соединенным с компьютером, и содержит датчики температуры и влажности, отличающаяся тем, что установка снабжена датчиком давления, размещенным в испытательной камере и связанным с компьютером и внутренним объемом контейнера, система контроля снабжена датчиком кислорода и датчиком водорода, а устройство формирования заданных условий соединено с внутренним объемом испытательного контейнера и содержит вакуумный насос и регулируемые устройства подачи газа, связанные между собой и с испытательным контейнером системой трубопроводов с вентилями.

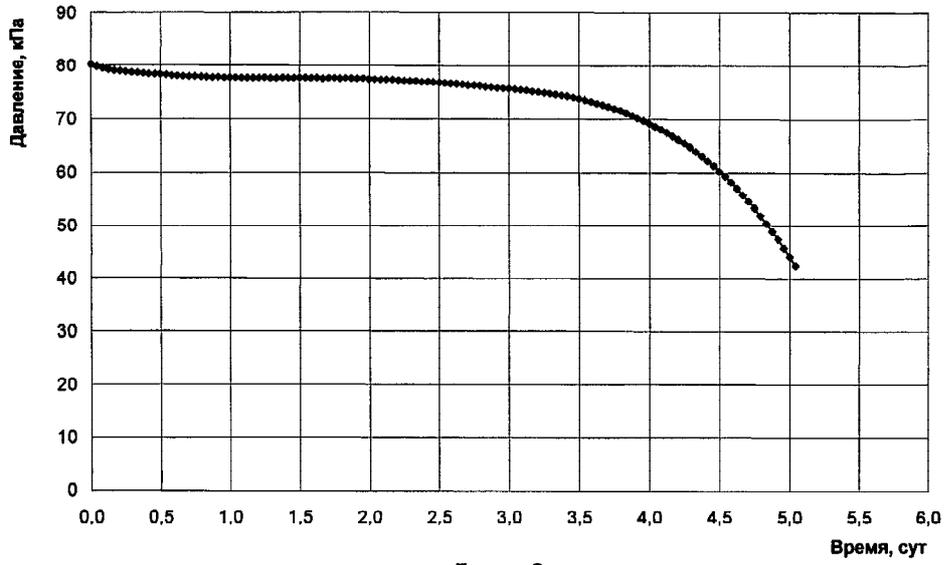
2. Установка по п.1, отличающаяся тем, что контейнер содержит вкладыши из коррозионно-стойкого сплава, конструкция и форма которых повторяет конструкцию и форму образцов из исследуемого материала.

45

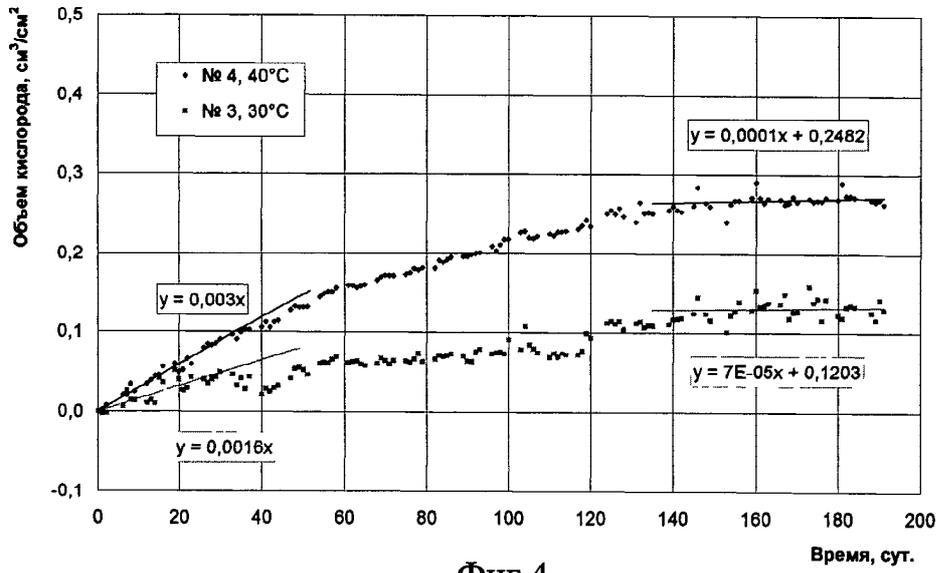
50



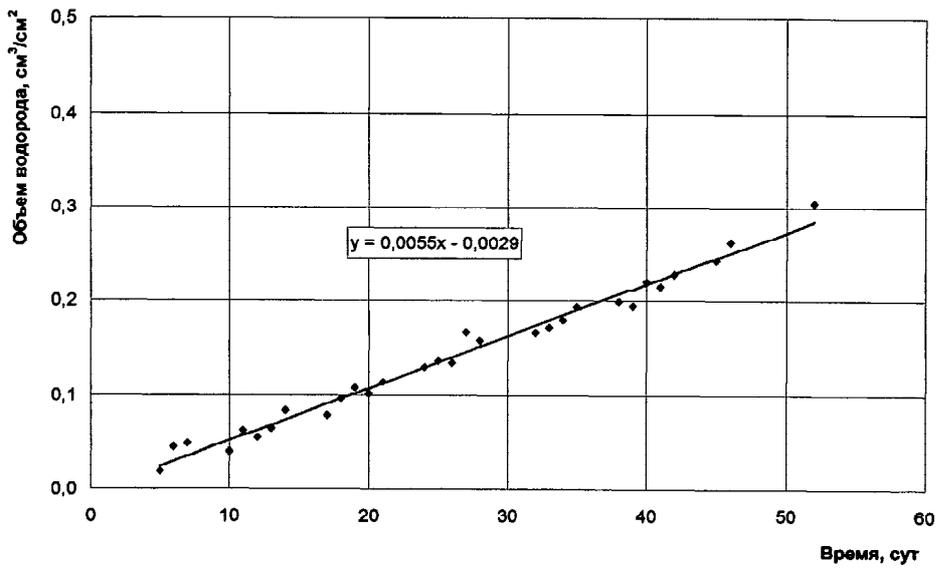
Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг.4



Фиг.5