

---

---

## ИССЛЕДОВАНИЕ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ АЛЮМОФОСФАТНЫХ И БОРОСИЛИКАТНЫХ СТЕКОЛ МЕТОДОМ ДСК

© 2023 г. В. А. Казаков<sup>1</sup>, \*, Н. П. Старовойтов<sup>1</sup>, В. А. Дудкин<sup>1</sup>, С. В. Коренев<sup>1</sup>,  
П. В. Козлов<sup>1</sup>, М. Б. Ремизов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Производственное объединение “Маяк”, пр. Ленина, 30, Озерск, 456783 Россия

\*e-mail: kazakov\_va89@mail.ru

Поступила в редакцию 13.02.2023 г.

После доработки 29.05.2023 г.

Принята к публикации 08.06.2023 г.

Предложена и опробована методика экспериментального определения теплофизических характеристик неактивных алюмофосфатных и боросиликатных стекол методом дифференциально сканирующей калориметрии. Показаны преимущества данной методики измерений. Для стеклоподобных матриц различного состава определены удельная теплоемкость и коэффициент теплопроводности. Полученные экспериментальные значения позволили рассчитать значения температуропроводности. Доказана применимость данного метода при работе с реальными образцами остеклованных высокоактивных отходов для изучения их свойств и формирования на их основе базы данных.

**Ключевые слова:** остеклованные высокоактивные отходы, безопасное хранение, коэффициент теплопроводности, теплоемкость, температуропроводность, дифференциально сканирующая калориметрия

**DOI:** 10.31857/S0132665123600127, **EDN:** EMUMNB

### ВВЕДЕНИЕ

Одной из сложнейших экологических проблем современной России является обращение с радиоактивными отходами, накопившимися в результате реализации оборонных программ и накапливаемыми при переработке отработавшего ядерного топлива. Перспективным решением этой проблемы по сей день остается перевод высокоактивных отходов (далее – ВАО) в безопасную форму хранения – отверждение методом остекловывания на ФГУП “ПО “Маяк”.

Для иммобилизации ВАО в настоящее время применяют два вида стекол – алюмофосфатные и боросиликатные (далее – АФС и БСС соответственно). Базовый состав АФС, как правило, представлен оксидами алюминия, фосфора и натрия, а БСС – оксидами кремния, бора и натрия. Состав стекла ограничивается, с одной стороны, растворимостью отдельных компонентов ВАО в стекле, а с другой – технологическими параметрами остекловывания. Иммобилизация отходов методом остекловывания отличается относительно простой технологией: стекла варят вместе с одновременной дозировкой на поверхность расплава радиоактивных отходов. На ФГУП “ПО “Маяк” ВАО отверждаются в АФС в электропечах прямого электрического нагрева типа ЭП-500. В перспективе предполагается дополнительно использовать малогабаритные плавители прямого электрического нагрева для отверждения в БСС.

Для оценки возможности окончательной изоляции остеклованных ВАО в рамках сотрудничества с ФГУП “НО РАО”, а также обоснования долговременной стабильности остеклованных ВАО, предназначенных для возврата за рубеж, остается актуальной задача по определению теплофизических характеристик различных видов АФС и БСС.

В настоящей работе предложена и опробована методика экспериментального определения коэффициента теплопроводности и удельной теплоемкости неактивных АФС и БСС методом дифференциально сканирующей калориметрии (далее – ДСК) на приборе синхронного термического анализа.

### АНАЛИЗ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

Теплопроводность наряду с теплоемкостью широко используется для расчетов и оценки условий безопасного хранения получаемых материалов. Теплопроводность численно равна произведению коэффициента температуропроводности вещества на его удельную теплоемкость при постоянном давлении и плотность:

$$\lambda = \alpha C_p \rho, \quad (1)$$

где  $\lambda$  – теплопроводность вещества, Вт/(см °С);  $\alpha$  – коэффициент температуропроводности, см<sup>2</sup>/с;  $C_p$  – удельная теплоемкость при постоянном давлении, Дж/(г °С);  $\rho$  – объемная плотность, г/см<sup>3</sup>.

Измерение теплопроводности затвердевших стекол является сложной экспериментальной задачей. Наиболее популярным экспериментальным методом измерения теплопроводности является метод лазерной вспышки. Измеряемой величиной в методе лазерной вспышки является температуропроводность, а теплопроводность рассчитывается по формуле (1), что требует определения других параметров в отдельных экспериментах. К прямым методам измерения теплопроводности можно, например, отнести метод нагретой нити, который используется для измерения теплопроводности расплавленных солей [1]. Однако данный метод может быть неприменим при исследовании реальных радиоактивных образцов АФС и БСС, содержащих ВАО.

Специалистами ФГУП “ПО “Маяк” накоплен большой опыт по определению термической стойкости и удельной теплоемкости АФС и БСС методом ДСК.

ДСК измеряет тепловой поток, связанный с изменениями в структуре материалов как функции от времени и температуры при контролируемой атмосфере, сопровождающимися поглощением или выделением тепла.

Одним из основных показателей качества фосфатного стеклоподобного компаунда является термическая стойкость. Согласно НП-019-2015 к допустимым значениям относится сохранение свойств, в том числе однородности, прочности и водоустойчивости, при воздействии температур, создаваемых при хранении компаунда, в том числе за счет тепловыделения компаунда. В результате долговременного хранения остеклованных ВАО в условиях повышенной температуры возможны структурные изменения матрицы, ведущие к ее расстекловыванию и кристаллизации.

Пример результатов исследования термической стойкости АФС методом ДСК приведен на рис. 1. Процесс нарушения термической стойкости начинает заметно проявляться на его свойствах только в области температуры размягчения (или стеклования), то есть около 425°С. Начиная с температуры 581°С и выше происходит кристаллизация фосфатного стекла, которая усиливается с течением времени его хранения при повышенной температуре. Пик кристаллизации имеет максимум при температуре 610°С.

Согласно НП-019-2015 при хранении стеклоподобного компаунда предельная температура должна быть на 100°С ниже температуры стеклования.

Таким образом, практический интерес представляет определение теплофизических характеристик (в частности коэффициента теплопроводности) различных видов АФС

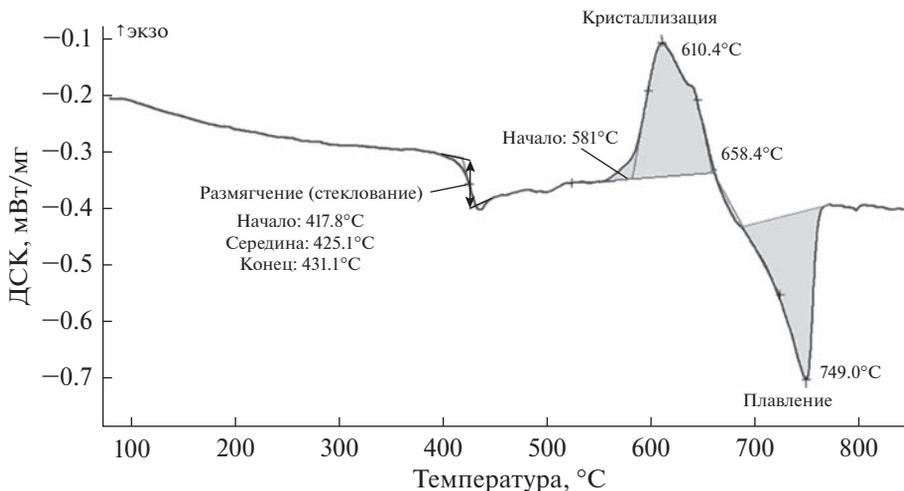


Рис. 1. ДСК-диаграмма исследования термической стойкости АФС.

и БСС, содержащих ВАО, в температурном диапазоне до 325°C. Однако теплопроводность стекол до недавнего времени на ФГУП “ПО “Маяк” методом ДСК не определялась.

Впервые практическая процедура для изучения теплопроводности методом ДСК была описана в 1985 г. Хаквортом и Ван-Райеном [2], которые предложили следить за плавлением чистого металла, находящегося на верхней поверхности цилиндра или диска из изучаемого материала. В ходе нагревания такой системы в измерительной ячейке ДСК-анализатора достигается точка плавления металла, и его температура остается постоянной, пока весь металл не расплавится. Таким образом, температура верхней поверхности диска в этот момент постоянна и известна. Температура нижней поверхности диска и подводимый к ней тепловой поток измеряются ДСК анализатором. Из известной разности температур между двумя поверхностями диска и потока тепла предлагалось вычислять теплопроводность образца.

Преимуществом ДСК-измерений является возможность измерить удельную теплоемкость материала на том же приборе и вычислить температуропроводность по формуле (1), что позволяет получить весь спектр теплофизических характеристик стеклоподобных матриц. Метод определения теплоемкости заключается в сравнении тепловых потоков базовой линии, анализируемого и стандартного образца.

## ТЕОРЕТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ

Возникновение ДСК-сигнала на примере плавления металла хорошо иллюстрирует диаграмма, приведенная на рис. 2.

Исходя из данной диаграммы, до начала плавления ( $t_1$ ) температуры образца и эталона совпадают. Во время плавления ( $t_1 - t_p$ ) температура образца не изменяется. Образец принимает тепло. Температура эталона продолжает возрастать. Разница температур возрастает до полного плавления металла ( $t_p$ ). Температура образца затем принимает значение температуры эталона ( $t_2$ ). Разница температур сокращается. От значения ( $t_2$ ) температуры образца и эталона снова совпадают. Площадь пика А пропорциональна теплоте плавления.

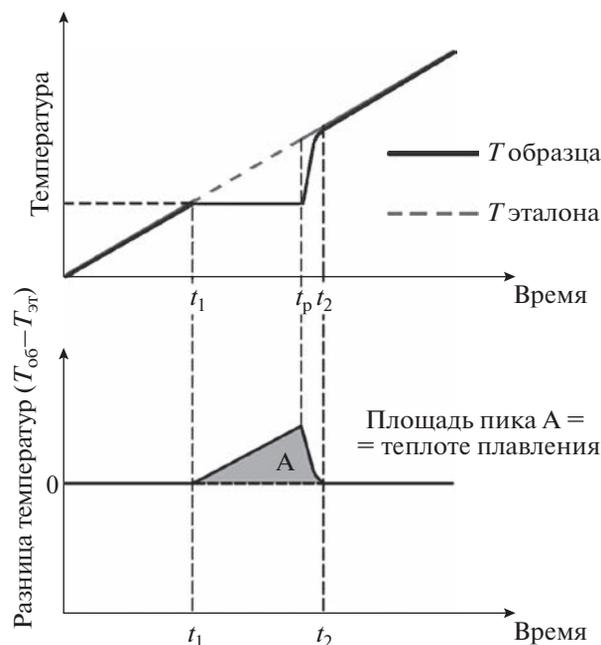


Рис. 2. Возникновение ДСК-сигнала на примере плавления металла.

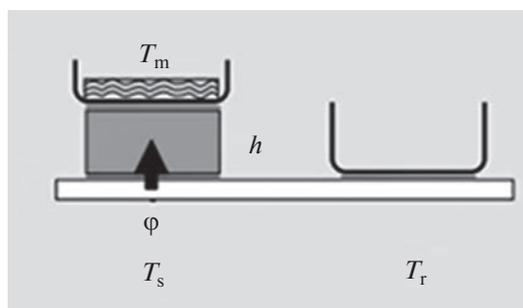


Рис. 3. Схема размещения исследуемого образца.  $h$  – высота исследуемого цилиндрического образца;  $T_m$  – температура расплавленного чистого металла;  $T_r$  – температура сенсора сравнения;  $\phi$  – измеряемый тепловой поток от датчика к образцу без тигля и к порошку в тигле;  $T_s$  – температура сенсора (температура нижней поверхности цилиндрического образца).

Далее рассмотрим теоретические и методические вопросы определения теплопроводности методом ДСК.

Схема размещения исследуемого образца на датчике ДСК-анализатора представлена на рис. 3.

В стационарных условиях поток тепла  $\phi$ , Вт, через образец с тепловым сопротивлением пропорционален разности температур между нижней и верхней границами образца и вычисляется по формуле

$$\varphi = \frac{1}{R_s} \Delta T, \quad (2)$$

где  $R_s$  – тепловое сопротивление образца, °C/Вт;  $\Delta T$  – разница температур на границе образца, °C.

Тепловое сопротивление образца определяется коэффициентом теплопроводности материала и геометрией образца и вычисляется по формуле

$$R_s = \frac{h}{\lambda A}, \quad (3)$$

где  $\lambda$  – коэффициент теплопроводности образца, Вт/(м °C);  $A$  – площадь поперечного сечения образца, м<sup>2</sup>;  $h$  – высота исследуемого образца АФС или БСС, м.

Величина потока тепла от датчика анализатора к металлу на верхней поверхности образца зависит не только от теплового сопротивления самого образца, но и от теплового сопротивления границ датчик–образец ( $R_1$ ) и образец–металл ( $R_2$ ). Поэтому формула (2) должна быть переписана в следующем виде

$$\varphi = \frac{(T_s - T_m)}{R_1 + R_s + R_2}, \quad (4)$$

где  $T_s$  – температура датчика под образцом, °C;  $T_m$  – температура расплавленного чистого металла, °C;  $R_1$  – тепловое сопротивление границ датчик–тигель–образец, °C/Вт;  $R_2$  – тепловое сопротивление границ образец–тигель–металл, °C/Вт.

В экспериментах для воспроизводимости величин  $R_1$  и  $R_2$  зазоры на границах устанавливали минимальными. В этих условиях можно считать, что при использовании образцов с одинаковым поперечным сечением величины  $R_1$  и  $R_2$  не зависят от образца, и можно ввести параметр  $R_t$

$$R_t = R_1 + R_2. \quad (5)$$

Параметр  $R_s$  и искомый коэффициент теплопроводности образца  $\lambda$  может быть определен при условии, что известны входящие в уравнения (4) и (5) величины  $\varphi$ ,  $R_t$ ,  $T_s$ ,  $T_m$ . Поскольку используется чистый металл, то величина  $T_m$  во время плавления известна. Величины  $\varphi$  и  $T_s$  определяются ДСК анализатором в ходе измерений, а величина  $R_t$  может быть найдена из серии измерений. Если  $R_t \ll R_s$ , то этой величиной можно пренебречь. В этом случае для определения коэффициента теплопроводности  $\lambda$  достаточно снять всего одну кривую плавления.

Подставив уравнение (3) в выражение (2), получим формулу

$$\lambda = \frac{\varphi h}{\Delta T A}. \quad (6)$$

Формула (6) справедлива только в ходе плавления чистого металла. В этом случае  $\Delta T$  в формуле (6) численно равна разности температуры  $T_s$  в любой момент времени  $t$  и точки плавления металла.

$$\frac{\varphi}{\Delta T} = \frac{\varphi_t - \varphi_{\text{onset}}}{T_s - T_{\text{onset}}} = S, \quad (7)$$

где  $\varphi_t$  – тепловой поток в момент времени  $t$ , Вт;  $\varphi_{\text{onset}}$  – тепловой поток в точке начала плавления металла, Вт;  $T_{\text{onset}}$  – температуры начала плавления металла, °C;  $S$  – угловой коэффициент, тангенс угла наклона кривой ДСК, Вт/°C (см. рис. 4).

Из уравнений (4)–(7) получаем уравнение

$$\frac{1}{S} = R_t + \frac{h}{A\lambda}. \quad (8)$$

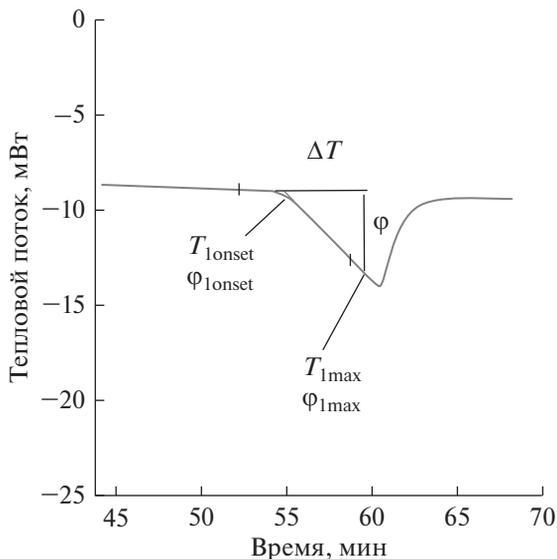


Рис. 4. Кривая плавления без образца со стандартным металлом (определение углового коэффициента  $S$ ).

Проведя два измерения (одно с образцом в тигле и металлом, а второе с пустым тиглем и металлом), можно вычислить значение коэффициента теплопроводности  $\lambda$  с учетом тепловых сопротивлений  $R_t$

$$\lambda = \frac{\Delta h}{A \left( \frac{1}{S_2} - \frac{1}{S_1} \right) R_t} = \frac{\Delta h}{A \left( \frac{T_{2\max} - T_{2\text{onset}}}{\Phi_2} - \frac{T_{1\max} - T_{1\text{onset}}}{\Phi_1} \right) R_t}, \quad (9)$$

где  $\Delta h$  — высота образца, м;  $S_1$  — угловой коэффициент наклона кривой ДСК со стандартным металлом, Вт/°С;  $S_2$  — угловой коэффициент наклона кривой ДСК для образца и металла, Вт/°С;  $T_{2\max}$  — температура в любой момент времени  $t_2$ , взятая на кривой плавления металла в алюминиевом тигле при измерении образца в тигле, °С;  $T_{1\max}$  — температура в любой момент времени  $t_1$ , взятая на кривой плавления металла в алюминиевом тигле при измерении пустого тигля без образца, °С;  $R_t$  — тепловое сопротивление, которое находится из серии измерений с образцами с известными теплофизическими характеристиками (табличное значение коэффициента теплопроводности материала), °С/Вт.

$$R_t = \left( \frac{1}{S_2} - \frac{1}{S_1} \right) - \frac{\Delta h}{A \lambda_{\text{табл}}}. \quad (10)$$

Допущение постоянства входящих в  $R_t$  контактных термических сопротивлений при переходе от стандартных образцов к образцам из исследуемого материала дает возможность определить коэффициент теплопроводности для АФС и БСС.

Погрешность данного метода составляет от  $\pm 5$  до  $\pm 10\%$  [2].

#### ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Суть наших экспериментов по определению теплопроводности АФС и БСС заключалась в следующем. Для измерения теплопроводности по изложенной выше методи-

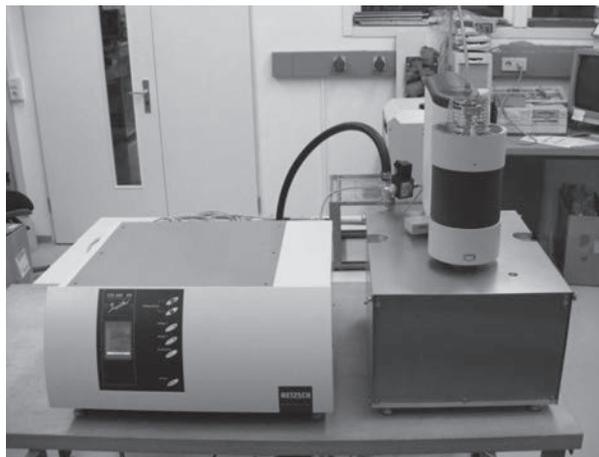


Рис. 5. Прибор синхронного термического анализа STA F3 Jupiter.

ке использовались стандартные образцы чистого металла с известной температурой плавления: индий, олово и свинец, плавящиеся при температурах 156.6, 231.9, 327.5°C, соответственно. Данные материалы являлись калибровочными стандартными образцами к STA F3 Jupiter с чистотой не менее 99,99 %.

Измерения выполнялись на приборе синхронного термического анализа STA F3 Jupiter. Данный прибор выбран не случайно, поскольку на ФГУП «ПО «Маяк» он выполнен по специальному заказу в исполнении, позволяющем разместить измерительную ячейку прибора в перчаточном боксе для работы с активными пробами отдельно от основного блока управления и электроники (рис. 5).

В отличие от первоначального варианта методики [2], когда чистый металл помещался на цилиндрический образец (в нашем случае, стекло), мы использовали алюминиевый тигель объемом 20 мкл без крышки. В тигель помещалась навеска (около 80 мг) чистого металла с таким расчетом, чтобы при плавлении металл полностью покрыл дно тигля. Подготовленный таким образом тигель можно использовать несколько раз. Кроме того, после проведения двух экспериментов проверяли, что температура плавления и энтальпия плавления металла в тигле не изменились, т.к. любые отклонения от исходных значений означают либо образование сплава (возможно появление второго пика), либо окисление. Для этого проводили отдельный эксперимент без стекла. Исследования проводились в атмосфере аргона со скоростью нагрева 10°C/мин.

Предварительно для учета тепловых сопротивлений  $R_T$  по формуле (10) и получения коэффициента пропорциональности была проведена серия экспериментов с эталонными образцами с известным значением теплопроводности. Аналогичный подход к вычислению коэффициента пропорциональности был использован специалистами Нижегородского госуниверситета им. Н.И. Лобачевского при измерении теплопроводности теллуридных стекол методом ДСК [3]. Полученные в их исследованиях коэффициенты пропорциональности позволили получить значения коэффициента теплопроводности исследуемых образцов с погрешностью не более 4%.

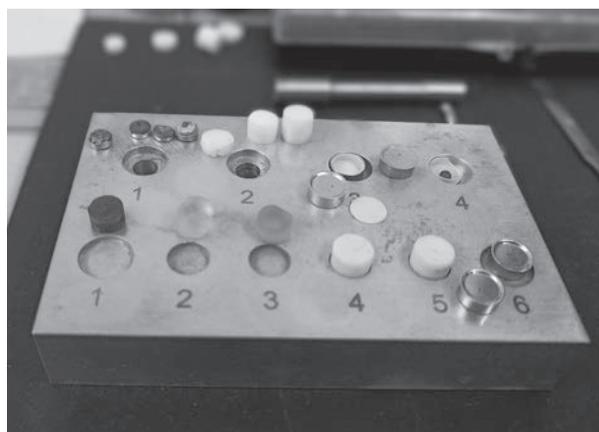
В наших экспериментах в качестве эталонных образцов использовались образцы тефлона (фторопласта-4) с известным значением теплопроводности  $\lambda_{\text{табл}}$  (0.25 Вт/м К), которые удобны при пропеподготовке образцов различной высоты. Объектами исследования настоящей работы являлись неактивные образцы АФС и БСС, состав которых приведен в табл. 1. Данные стекла были синтезированы специалистами

**Таблица 1.** Характеристики исследуемых образцов АФС и БСС

Оксиды	Состав исследуемых стекол, мас. %		
	АФС № Ф1 (темно-зеленое)	БСС № Б1 (прозрачное)	БСС № Б2 (желтое)
Na <sub>2</sub> O	23.5	10.6	17.0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15.8	4.8	3.7
P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	53.3	–	–
B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	–	19.4	14.9
SiO <sub>2</sub>	–	59.0	45.5
MgO	–	0.7	0.6
CaO	1.0	5.4	4.2
SrO	1.0	–	1.6
Cs <sub>2</sub> O	0.5	–	1.0
ZrO <sub>2</sub>	0.5	–	2.2
MoO <sub>3</sub>	0.5	–	2.0
Ce <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.6	–	2.5
Nd <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0.6	–	2.1
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	1.6	–	1.3
	2.51	Плотность, г/см <sup>3</sup> 2.49	2.55

центральной заводской лаборатории ФГУП “ПО “Маяк” в 2021 году и соответствуют составам расплавов, используемых или планирующих к использованию для иммобилизации ВАО.

На рис. 6 приведено фото столика пробоподготовки, где видны исследуемые стекла, образцы тефлона (фторопласта-4), керамические и алюминиевые тигли со стандартными образцами.

**Рис. 6.** Столик пробоподготовки с исследуемыми и стандартными образцами.

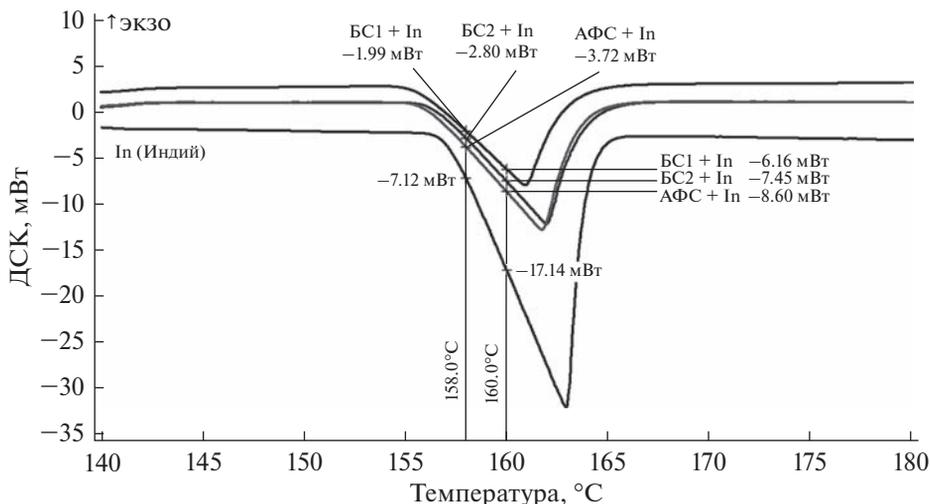


Рис. 7. ДСК-диаграммы в диапазоне плавления стандартного образца (индия) для определения углового коэффициента  $S$  для каждого исследуемого образца стекла.

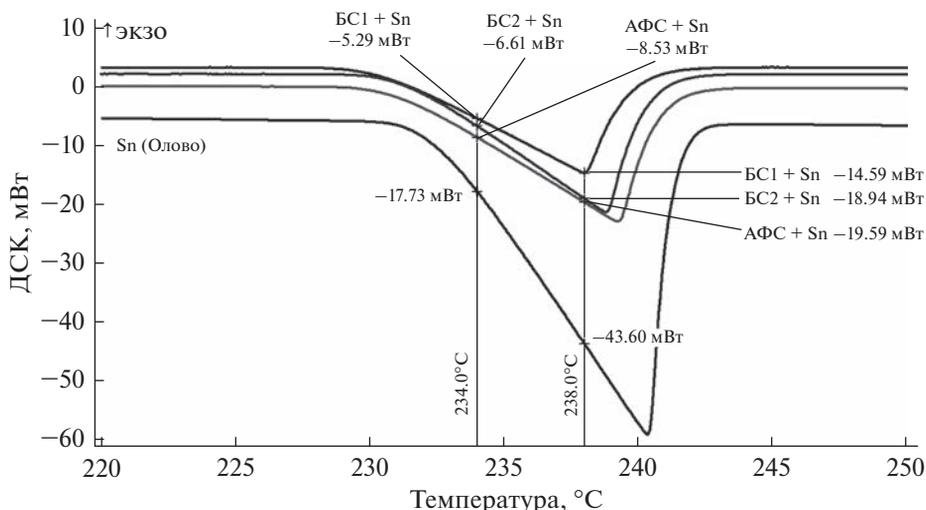
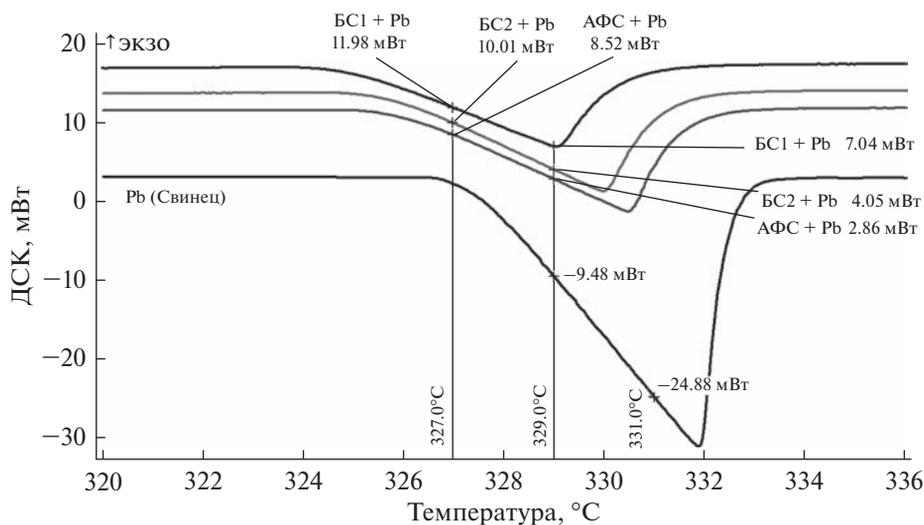


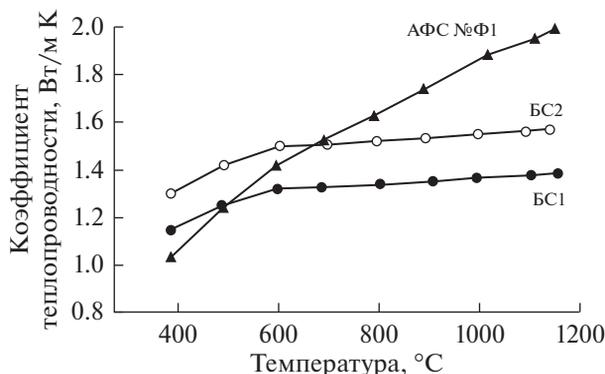
Рис. 8. ДСК-диаграммы в диапазоне плавления стандартного образца (олова) для определения углового коэффициента  $S$  для каждого исследуемого образца стекла.

Полученные экспериментальные ДСК-диаграммы для определения углового коэффициента  $S$  приведены на рис. 7–9.

По вычисленным значениям угловых коэффициентов далее вычисляется коэффициент теплопроводности по формуле (9). Для оценки достоверности получаемых значений, были проанализированы результаты исследований измерения теплопроводности стекол схожего состава по другим методикам.



**Рис. 9.** ДСК-диаграммы в диапазоне плавления стандартного образца (свинца) для определения углового коэффициента  $S$  для каждого исследуемого образца стекла.



**Рис. 10.** Температурная зависимость коэффициента теплопроводности интересующих нас образцов боросиликатных № Б1 и БС2 и фосфатного № Ф1 стекла.

В 2019 г. специалисты ФГУП «ПО «Маяк» совместно с Институтом высокотемпературной электрохимии УрО РАН проводили измерения теплопроводности образцов АФС и БСС методом коаксиальных цилиндров в интервале температур от 300 до 1150°C [4]. В данной работе исследовались изменения в диапазоне температур стеклования и выше в зависимости от состава стекол и расплавов.

Температурная зависимость коэффициента теплопроводности стекол схожего с нашими образцами состава представлена на рис. 10.

Экспериментальные значения коэффициента теплопроводности для АФС и БСС методом ДСК, полученные в нашей работе при обработке ДСК-диаграмм на рис. 7–9 и значения теплопроводности при высоких температурах, опубликованные в работе [4], приведены в табл. 2. Линейная зависимость, подстроенная по четырем точкам с

**Таблица 2.** Экспериментальные значения коэффициента теплопроводности для АФС и БСС

Тип стекла	Коэффициент теплопроводности, Вт/м К			
	Стандарт – In	Стандарт – Sn	Стандарт – Pb	Данные [4]
	156.6°C	231.9°C	327.5°C	388°C
АФС № Ф1	0.76 (± 5–10%)	0.77 (± 5–10%)	0.88 (± 5–10%)	1.03
БСС № Б1	0.81 (± 5–10%)	0.91 (± 5–10%)	1.05 (± 5–10%)	1.14
БСС № Б2	0.90 (± 5–10%)	1.10 (± 5–10%)	1.19 (± 5–10%)	1.30

известной температурой определения теплопроводности, приведена на рис. 11. Отклонение от линейного поведения температурной зависимости коэффициента теплопроводности для АФС при температурах около 400°C можно объяснить нарушением термической стойкости стекла в связи с приближением к фазе размягчения. Для БСС данная фаза начинается при температурах на 50–70°C выше, чем у АФС.

Затем приступали к определению теплоемкости. Как отмечалось выше, определение теплоемкости с помощью ДСК заключается в сравнении тепловых потоков анализируемого и калибровочного образцов (в наших экспериментах в качестве стандарта использовался сапфир). Погрешность данного метода составляет 2.5%.

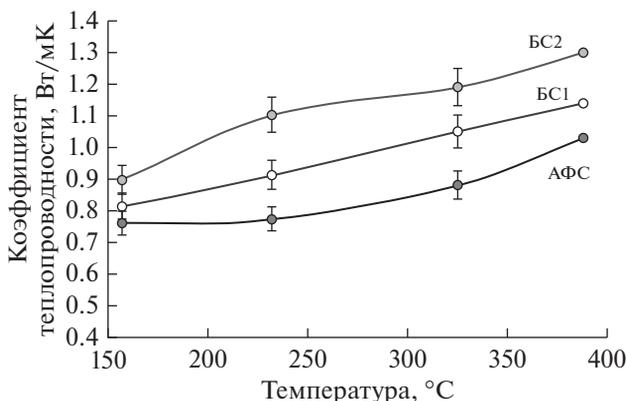
Выполнение всех экспериментов проводили по одной программе:

- установление начальной температуры 40°C,
- изотермическая выдержка в течение 20 мин,
- нагрев со скоростью 10°C/мин до температуры 450°C,
- изотермическая выдержка в течение 20 мин,
- охлаждение до комнатной температуры.

Теплоемкость образцов  $C_{p, \text{обр}}$ , Дж/(кг °С), вычисляли по формуле

$$C_{p, \text{обр}} = \frac{Q_{\text{обр}} - Q_{\text{нул}}}{Q_{\text{стд}} - Q_{\text{нул}}} \frac{m_{\text{стд}}}{m_{\text{обр}}} C_{p, \text{стд}}, \quad (11)$$

где  $Q_{\text{обр}}$ ,  $Q_{\text{стд}}$ ,  $Q_{\text{нул}}$  – тепловые потоки образца, стандарта и пустого тигля соответственно, Дж;  $m_{\text{стд}}$  – масса образца и стандарта соответственно, кг;  $C_{p, \text{стд}}$  – теплоемкость стандарта (сапфира), Дж/(кг °С).

**Рис. 11.** Температурная зависимость коэффициента теплопроводности исследуемых стекол.

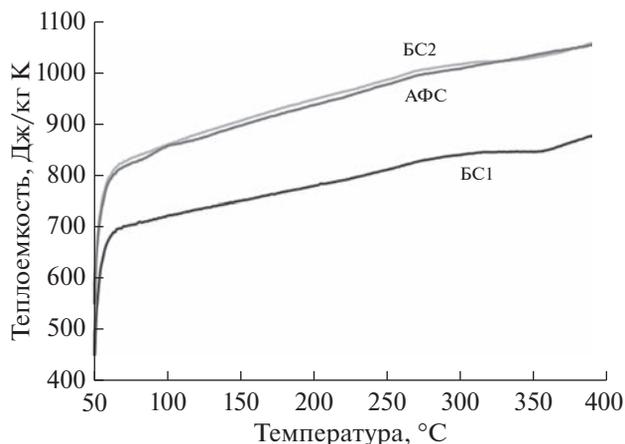


Рис. 12. Полученная температурная зависимость удельной теплоемкости исследуемых стекол.

Таблица 3. Результаты экспериментов и расчетов

Вид стекла	Температура, °С	Плотность, г/см <sup>3</sup>	Экспериментальное значение		Расчетное значение температуро-проводности, см <sup>2</sup> /с
			удельная теплоемкость, Дж/кг К	теплопроводность, мВт/м К	
АФС № Ф1	156.6	2.51	903 ± 23	0.76 ± 0.08	3.35 × 10 <sup>-3</sup>
	231.9		963 ± 24	0.77 ± 0.08	3.19 × 10 <sup>-3</sup>
	327.5		1021 ± 26	0.88 ± 0.09	3.43 × 10 <sup>-3</sup>
	388.0		1054 ± 26	1.03 [4]	3.89 × 10 <sup>-3</sup>
БСС № Б1	156.6	2.49	754 ± 19	0.81 ± 0.08	4.32 × 10 <sup>-3</sup>
	231.9		798 ± 20	0.91 ± 0.09	4.59 × 10 <sup>-3</sup>
	327.5		845 ± 21	1.05 ± 0.11	4.99 × 10 <sup>-3</sup>
	388.0		877 ± 22	1.14 [4]	5.22 × 10 <sup>-3</sup>
БСС № Б2	156.6	2.55	913 ± 23	0.90 ± 0.09	3.85 × 10 <sup>-3</sup>
	231.9		972 ± 24	1.10 ± 0.11	4.45 × 10 <sup>-3</sup>
	327.5		1022 ± 26	1.19 ± 0.12	4.57 × 10 <sup>-3</sup>
	388.0		1057 ± 26	1.30 [4]	4.82 × 10 <sup>-3</sup>

Результаты определения теплоемкости приведены на рис. 12.

Стоит отметить, что используя ДСК-измерения, теплоемкость образца определяется во всем температурном диапазоне, а теплопроводность в предложенной методике определялась для нескольких точных значений температур, равных температурам плавления стандартных образцов, по которым, при необходимости, строится кривая изменения теплопроводности от температуры.

Результаты определения теплофизических характеристик неактивных образцов АФС и БСС различного состава представлены в табл. 3.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В настоящей работе опробована методика экспериментального определения коэффициента теплопроводности неактивных АФС и БСС методом ДСК.

Полученные экспериментальные значения коэффициента теплопроводности и удельной теплоемкости неактивных АФС и БСС согласуются с характеристиками стекл схожего состава, опубликованными в научных изданиях.

Главными преимуществами ДСК-измерений теплопроводности являются: измерение удельной теплоемкости материала на том же приборе и вычисление температуропроводности, что позволяет получить весь спектр теплофизических характеристик; небольшие размеры образцов, что является важным критерием для последующей работы с высокоактивными образцами для создания базы данных по характеристикам накопленных и вновь образуемых АФС и БСС.

К недостаткам данного метода относится сложная пробоподготовка, которая может повлиять на погрешность получаемых результатов. Для уменьшения погрешности измерения теплопроводности и достижения наилучшей воспроизводимости тепловых сопротивлений воздушные зазоры между датчиком и образцом и образцом и тиглем рекомендуется заполнять теплопроводящим маслом, а исследуемый цилиндрический образец должен иметь диаметр, равный диаметру дна алюминиевого тигля с чистым металлом.

Следовательно, предлагаемая методика может быть использована для определения теплофизических характеристик реальных образцов остеклованных ВАО любого состава.

Полученные в ходе экспериментов результаты могут быть в дальнейшем использованы для внесения предложений по целевым показателям качества стеклоподобного компаунда, используемого в технологии кондиционирования жидких ВАО.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Smirnov M.V., Khokhlov V.A., Filatov E.S.* Thermal conductivity of molten alkali halides and their mixtures // *Electrochimica Acta*. 1987. V. 32. № 7. P. 1019–1026.
2. *Hakvoort G., Van Reijen L.L.* Measurement of the conductivity of solid substances by DSC // *Thermochimica Acta*. 1985. № 93. P. 317–320.
3. *Плехович А.Д., Кутыин А.М., Дорофеев В.В.* Измерение теплопроводности стекла  $(\text{TeO}_2)_{0.72}(\text{WO}_3)_{0.24}(\text{La}_2\text{O}_3)_{0.04}$  методом ДСК // *Вестник Нижегородского университета им. Н.И. Лобачевского*, 2012. № 5 (1). С. 99–102.
4. *Ремизов М.Б., Козлов П.В.* Тепло- и электропроводность расплавов алюмофосфатных и боросиликатных стекол, содержащих имитаторы высокоактивных отходов от переработки ОЯТ // *Физика и химия стекла*. 2019. Т. 45. № 2. С. 120.