

УДК 621.039.51

Дозовая зависимость пористости в никеле при облучении его ионами никеля

ЛЕБЕДЕВ С. Я., ПАНИН С. Д., РУДНЕВ С. И.

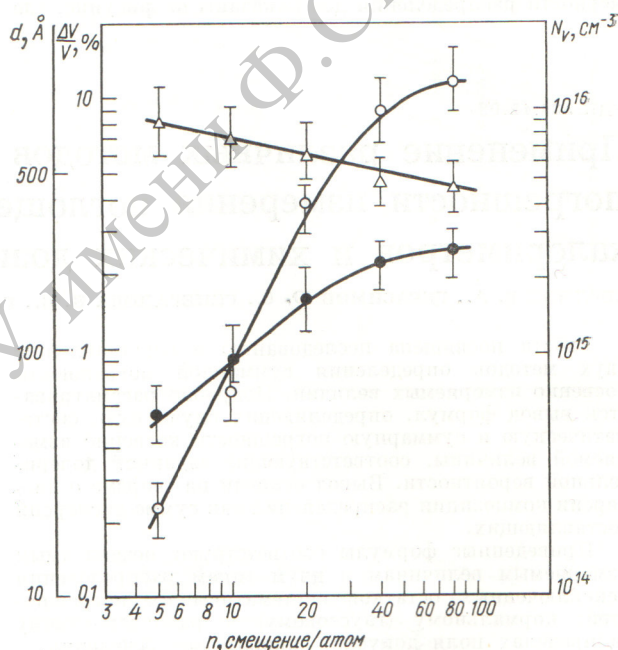
Ранее [1—3] сообщалось о наблюдении вакансионной пористости на ускорителе ИЛУ-100 [4] и о влиянии предварительно внедренного гелия на процесс образования пор в никеле при облучении ионами никеля. В настоящей работе исследовалась зависимость пористости от дозы облучения. Образцы из технической чистого никеля толщиной 0,15 мм, предварительно отожженные и утоненные для просмотра в электронном микроскопе, облучались ионами никеля с энергией 46 кэВ при температуре 550° С дозами $2 \cdot 10^{16}$ — $3,2 \cdot 10^{17}$ ион/см² при плотности тока 3 мкА/см².

Электронно-микроскопические исследования показали значительное количество пор, статистически равномерно распределенных по просматриваемой площади, во всех облученных образцах. Начиная с дозы $8 \cdot 10^{16}$ ион/см² поры имеют форму куба с усеченными вершинами. При дозах облучения $2 \cdot 10^{16}$ и $4 \cdot 10^{16}$ ион/см² (см. таблицу) определить точно форму пор затруднительно из-за малых размеров пор.

На рис. 1 представлены зависимости среднего размера пор, концентрации пор и распухания от интегральной дозы облучения.

При расчете концентрации пор и распухания слой, в котором образуется пористость, принимался равным 400 Å [6]. Из графиков видно, что с увеличением дозы облучения средний размер пор постепенно увеличивается и при дозе $3,2 \cdot 10^{17}$ ион/см² составляет ~ 250 Å (размер отдельных пор достигает ~ 500 Å). При дозе $2 \cdot 10^{16}$ ион/см² минимальный размер пор равен ~ 20 Å.

Следует заметить, что с ростом дозы облучения в пределах до $8 \cdot 10^{16}$ ион/см² размер пор увеличивается по закону $\langle d_v \rangle \sim (\Phi t)^{0,74}$, где Φt — доза облучения. При



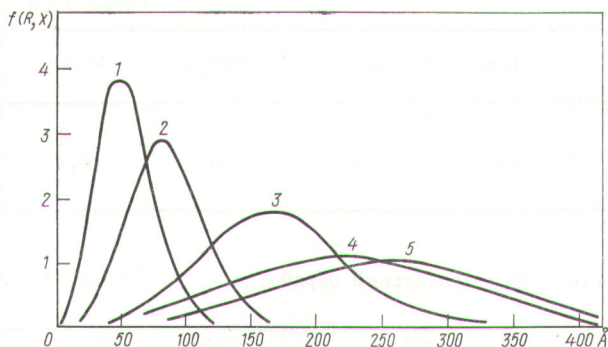
Р и с. 1. Зависимость $\langle d_v \rangle$ (●), N_v (Δ) и $\Delta V/V$ (○) от дозы облучения никеля при 550° С

Результаты обработки облученных образцов

Доза облучения, 10^{16} ион/см ²	Число смещений на атом *	N_v , 10^{15} см ⁻³	$\langle d_v \rangle$, Å	$\Delta V/V$, %
2	5	8,5	55	0,23
4	10	7,5	85	0,7
8	20	6,5	160	4,0
1	40	5	230	9,3
32	80	4,6	250	12,3

* Данные для каждой дозы облучения взяты согласно [5].

дальнейшем увеличении дозы облучения рост среднего размера пор замедляется. Наряду с порами на многих микрофотографиях видны дислокации и другие дефекты в виде темных пятен. С увеличением дозы облучения наблюдается уменьшение концентрации пор. Эту зависимость можно представить в виде $N_v \sim (\Phi t)^{-0,23}$. По-видимому, уменьшение концентрации пор связано с тем, что при достаточно высоких дозах облучения продолжают расти только ранее образовавшиеся поры, а новые не зарождаются. Так как температура облучения достаточно высока (~ 0,45 $T_{пл}$ К), можно предполагать, что образование новых пор прекращается уже при дозах облучения $2 \cdot 10^{16}$ — $4 \cdot 10^{16}$ ион/см² и в дальнейшем происходит только рост ранее образовавшихся пор. С увеличением дозы облучения рост зародышей пор прекращается вследствие уменьшения пересыщения материала точечными дефектами (вакансиями и между-



Р и с. 2. Распределение пор по размерам в никеле для различных доз облучения при 550° С:

1— $2 \cdot 10^{16}$; 2— $4 \cdot 10^{16}$; 3— $8 \cdot 10^{16}$; 4— $1,6 \cdot 10^{17}$; 5— $3,2 \cdot 10^{17}$ ион/см²

зельными атомами). Рост пор и дислокационных петель вызывает, по-видимому, растворение мелких пор. Распухание $\Delta V/V$ по мере увеличения дозы облучения до $8 \cdot 10^{16}$ ион/см² меняется по закону $(\Phi t)^2$, затем растет более медленно и при дозе $3,2 \cdot 10^{17}$ ион/см² достигает 12,3%.

Полученная зависимость распухания от дозы облучения достаточно хорошо согласуется с опубликованными данными [5, 7—9]. При дозе 25 смещений/атом [5] величина распухания составляла 6,0%, а при 30—50 смещений/атом [7—9] распухание достигает насыще-

ния на уровне 7—10%. Согласно полученным данным, для никеля при дозе 25 смещений/атом распухание составляет 6%, а при дозах 40 смещений/атом и более появляется тенденция к насыщению.

На рис. 2 представлены функции распределения пор по размерам для различных доз облучения. Видно, что по мере роста дозы облучения увеличиваются как минимальные, так и максимальные размеры пор, а концентрация становится меньше. Это подтверждает предположение о том, что не происходит зарождения новых пор, а продолжается рост ранее образовавшихся.

Поступило в Редакцию 28/1 1975 г.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Быков В. Н. и др. «Физика твердого тела», 1973, т. 15, вып. 3, с. 910.
2. Лебедев С. Я., Панин С. Д., Руднев С. И. «Атомная энергия», 1975, т. 38, вып. 6, с. 426.
3. Кротов В. М., Лебедев С. Я., Быков В. Н. «Атомная энергия», 1974, т. 37, вып. 4, с. 343.
4. Лебедев С. Я., Панин С. Д. «Приборы и техника эксперимента», 1973, т. 3, с. 179.
5. Delaplace J., Azam N., Le Naour L. «J. Nucl. Mater.», 1973, v. 47, N 3, p. 278.
6. Chen C., Mastenbroek A., Elen J. «Radiation effects», 1972, v. 16, p. 127.
7. Nelson R., Mazey D., Hudson J. «J. Nucl. Mater.», 1971, v. 41, p. 241.
8. Norris D. «J. Nucl. Mater.», 1971, v. 40, p. 66.
9. Kulcinsky G. e.a. Ibid., p. 166.

УДК 621.039.534:543.343

Определение Zr, Nb, Tc и Te в водном теплоносителе ядерных энергетических установок

МОСКВИН Л. Н., ЛЕОНТЬЕВ Г. Г., МЕЛЬНИКОВ В. А., МИРОШНИКОВ В. С., ОРЛЕНКОВ И. С., СОСНОВСКАЯ Е. В.

Появление в теплоносителе ядерного реактора летучих продуктов деления — Zr, Nb, Tc и Te — свидетельствует о дефектах оболочек твэлов. Определение концентрации этих элементов осложнено неопределенностью форм их существования в водных растворах и незначительным вкладом в общую активность теплоносителя [1]. Новые поиски в этом направлении начаты после успешного применения на ряде ядерных реакторов методики радиохимического анализа I, Cs, Ba и Sr [2], обеспечивающей выделение элементов из одной пробы на последовательно расположенных селективных блочных сорбентах фиксированной геометрической формы и размеров, которые одновременно служат источниками для γ-спектрометрических измерений.

В настоящей работе рассматривается возможность применения экспрессного хроматографического радиохимического анализа для определения других продуктов деления. Для необходимой стабилизации перевода в одну доминирующую ионную форму Zr, Nb, Tc и Te в пробах водного теплоносителя выбрана соляная кислота. В качестве экстрагентов — ди-2-этилгексилортофосфорная кислота (Д2ЭГФК) для извлечения Zr [3] и трибутилфосфат (ТБФ) для Nb, Te и Tc [4, 5].

Как правило, основную роль активности продуктов деления в водном теплоносителе составляют изотопы

иода. Учитывая многообразие форм существования иода, необходимо предусмотреть предварительное удаление его из анализируемого раствора без заметных потерь рассматриваемых элементов. Известен метод селективного выделения иода на сульфокатионитах из концентрированных солянокислых растворов, насыщенных хлором [6]. Этот метод используют для получения радиоактивного иода с высокой степенью очистки от сопутствующих элементов. Экспериментальная проверка применимости метода для удаления иода из раствора показала, что достаточно высокие значения коэффициентов не гарантировали полноты его поглощения катионитом из растворов HCl или LiCl, насыщенных хлором. Поиск и сопоставление различных способов выделения иода из концентрированных солянокислых растворов позволили выбрать два типа экстрагентов — соли четвертичных аммониевых оснований, например хлорид тетрадециламмония (ТДА), и алифатические спирты, например n-гептиловый спирт. Последние эффективны только для хлоридных комплексов иода, образующихся в концентрированных солянокислых растворах в присутствии растворенного хлора (табл. 1).

Хроматографическая колонка для выделения анализируемых компонентов аналогична описанной ранее [2] и рассчитана на три слоя сорбента. Сорбенты фиксиро-