

Изотермы удельной электропроводности расплавов системы LiF—ThF<sub>4</sub> (а) и NaF—ThF<sub>4</sub> (б): ○ — настоящая работа; ● — данные [2]

Фториды лития и натрия марки о. с. ч. сушили в течение 3—4 ч при 300 °С под вакуумом, затем переплавляли и кристаллизовали в атмосфере аргона. В целях гомогенизации расплавов смеси солей требуемого состава выдерживали 3—4 ч при температуре, превышающей точку плавления на 50—80 °С, затем температуру поднимали до необходимой и измеряли электропроводность в процессе охлаждения расплава со скоростью 2—2,5 град/мин. После окончания эксперимента отдельные расплавы анализировали на содержание тория для контроля неизменности состава.

Удельную электропроводность расплавленных фторидов лития и тория, содержащих 20, 30, 40, 45, 55, 70, 85 и 100 мол. % ThF<sub>4</sub>, и фторидов натрия и тория, содержащих 15, 30, 45, 53, 60, 75 и 90 мол. % ThF<sub>4</sub>, а также чистых фторидов лития, натрия и тория измеряли в среде аргона, очищенного от следов воды и кислорода. Результаты измерения удельной электропроводности солевых расплавов были обработаны методом наименьших квадратов в виде уравнения

$$\kappa = a + bT + cT^2,$$

где  $\kappa$  — удельная электропроводность, Ом<sup>-1</sup>·см<sup>-1</sup>;  $T$  — температура, К;  $a$ ,  $b$ ,  $c$  — коэффициенты уравнения. В качестве показателя точности описания уравнением данного вида экспериментальных значений было рассчитано значение стандартного отклонения —  $S$  (см. таблицу).

На рисунке приведены изотермы удельной электропроводности изученных солевых расплавов, а также опубликованные [2] значения электропроводности при 1300 К. Значения удельной электропроводности, полученные при концентрации ThF<sub>4</sub> до 40 мол. %, хорошо согласуются

### Коэффициенты уравнения температурной зависимости удельной электропроводности расплавленных солевых систем

Содержание ThF <sub>4</sub> , мол. %	Коэффициент уравнения			Стандартное отклонение, $S$	Температурный интервал, К
	$-a$	$b \cdot 10^2$	$-c \cdot 10^6$		
LiF—ThF <sub>4</sub>					
0	8,1086	2,1400	6,0606	0,0034	1140—1300
20	6,3708	1,3095	3,0219	0,0018	860—1340
30	8,6232	1,3713	2,9674	0,0044	900—1400
40	6,2508	0,8504	0,8802	0,0041	980—1400
45	3,5151	0,4244	-0,5796	0,0029	1060—1400
55	6,8017	0,7696	-0,5598	0,0027	1120—1400
70	1,2523	-0,0837	-2,3639	0,0034	1240—1480
85	9,8144	1,0680	1,6071	0,0018	1340—1480
100	1,8653	-0,1064	-2,6339	0,0033	1380—1480
NaF—ThF <sub>4</sub>					
0	-0,7451	0,3900	0,3842	0,0025	1280—1440
15	5,5903	1,0517	2,6080	0,0021	1180—1400
30	4,9297	0,8530	2,0095	0,0027	960—1420
45	4,3189	0,6498	1,1118	0,0030	1020—1440
53	6,3829	0,8751	1,7888	0,0031	1080—1440
60	6,8455	0,8409	1,3858	0,0018	1140—1480
75	7,4516	0,8201	1,0664	0,0034	1280—1480
90	7,1091	0,5845	0,1191	0,0041	1360—1480

с известными [2], но с увеличением концентрации ThF<sub>4</sub> от 40 до 50 мол. % растет расхождение данных. Эксперименты показывают, что электропроводность этих расплавов монотонно уменьшается по мере увеличения содержания ThF<sub>4</sub>.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Блинкин В. Я., Новиков В. М. Жидкосолевые ядерные реакторы. М., Атомиздат, 1978, с. 111.
2. Janz G. e.a. «J. Phys. Chem. Ref. Data», 1974, v. 3, N 1, p. 1.
3. Справочник по расплавленным солям. Т. 1. Л., «Химия», 1971, с. 24.

Поступило в Редакцию 22.10.79

УДК 621.039.531

## Влияние термообработки на блистеринг молибденового сплава ЦМ-6

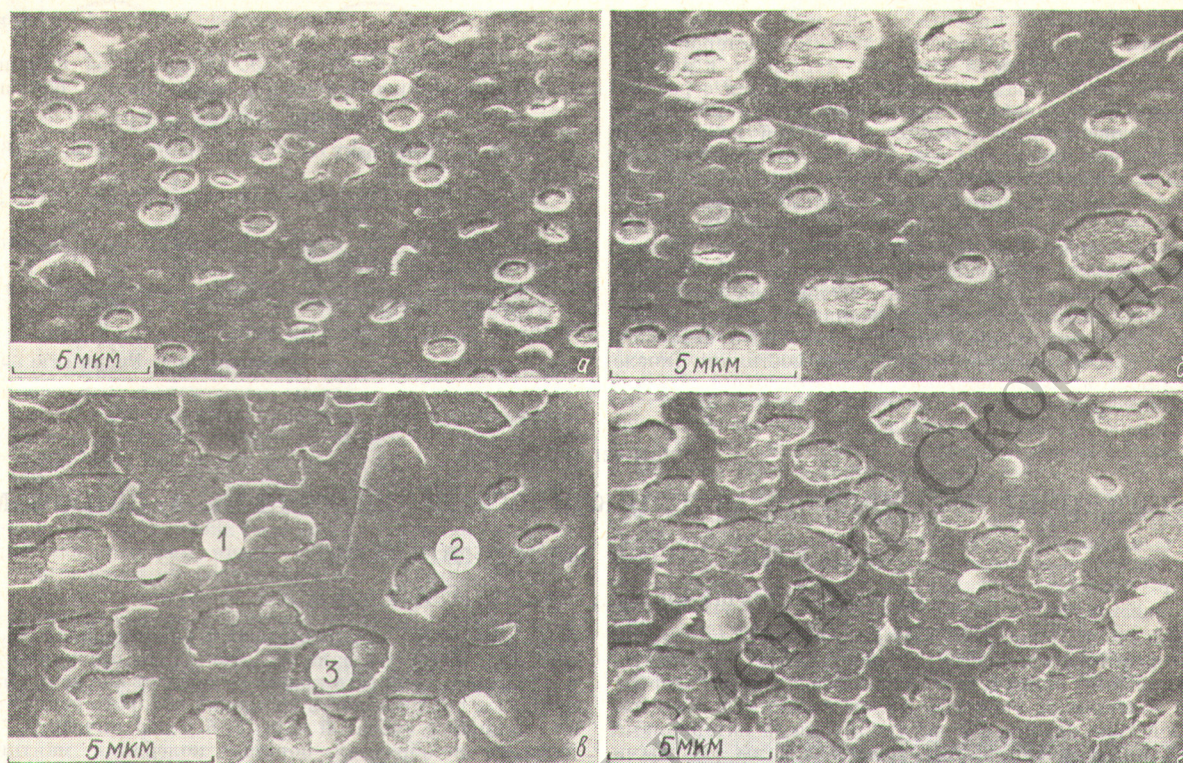
СКОРОВ Д. М., ГУСЕВА М. И., КАЛИН Б. А., ЯКУШИН В. Л.

Тугоплавкие металлы (молибден, ванадий, ниобий) и сплавы на их основе считаются перспективными конструктивными материалами для первой стенки разрядной камеры энергетических термоядерных реакторов [1]. При взаимодействии плазмы с материалом стенки наблюдается эрозия стенки вследствие распыления и блистеринга.

В работе [2] показано, что исходная структура мишени оказывает значительное влияние на параметры блистерообразования и эрозию материалов. Так, холоднокатаные образцы ванадия и ниобия, облученные при комнатной температуре ионами гелия энергией 500 кэВ, имеют гораздо меньшие размеры блистеров и коэффициенты эрозии вследствие их разрушения по сравнению с рекристаллизованными образцами. Известно, что термообработка является одним из способов изменения структуры и свойств

металлов и сплавов, поэтому для практического использования материалов в термоядерном реакторе важно знать, как влияет термообработка на их эрозию при ионном облучении.

В настоящей работе изучали гелиевый блистеринг молибденового сплава ЦМ-6 (Mo — 0,13 мас. % Zr — 0,002 мас. % С — 0,0015 мас. % В) в зависимости от термообработки образцов. Были исследованы материалы в следующих состояниях: исходное состояние (теплая прокатка), рекристаллизованное, закаленное и состаренное. Закалку образцов проводили в жидкий галлий после выдержки в вакууме  $2,6 \cdot 10^{-3}$  Па при температуре 2000° С в течение 1 ч. Согласно [3], закалка в жидкий галлий обеспечивает высокую скорость охлаждения материала, что приводит к наиболее полной фиксации пересыщенного



Электронная микроскопия поверхности сплава ЦМ-6, облученного ионами гелия энергией 40 кэВ при температуре 120° С дозой  $2 \cdot 10^{18}$  ион/см<sup>2</sup>: а — исходное состояние; б — закаленное; в — состаренное; г — рекристаллизованное

твердого раствора. Рекристаллизация и старение закаленных образцов проведены в печи ТВВ-4 в вакууме  $6,6 \cdot 10^{-3}$  Па при температуре 1600° С и выдержке 1 ч. Такой режим отпуска фиксирует максимальное старение сплавов системы молибден — цирконий — углерод [4]. После термообработки образцы полировались сначала механически, а затем электролитически. Готовые образцы облучали в ускорителе ИЛУ-3 перпендикулярно к поверхности мишени сканирующим по горизонтали ионным пучком. После ионной бомбардировки поверхность исследовали на сканирующем электронном микроскопе «Квизксан». По полученным электронно-микроскопическим снимкам вычисляли коэффициенты эрозии материалов путем определения геометрических размеров разрушенных участков и расчета числа атомов в них.

При анализе электронно-микроскопических снимков поверхности облученных образцов обнаружено, что термообработка значительно влияет на характер разрушения сплава и коэффициенты эрозии (см. рисунок). Видно, что все материалы независимо от их предварительной обработки подвержены радиационной эрозии, однако характер и степень эрозии существенно зависят от вида термообработки сплава перед облучением. Если эрозия исходного катаного сплава происходит в основном вследствие разрушения отдельных блистеров (см. рис. а), то на термообработанных образцах наблюдаются как блистеринг, так и шелушение (см. рис. б), либо преимущественное шелушение одного слоя (см. рис. в), а на закаленных и состаренных образцах можно видеть шелушение одного слоя и разрушенные блистеры второго поколения (см. рис. б, в). Коэффициенты эрозии, рассчитанные по электронно-микроскопическим снимкам, равны  $(5,5 \pm 1,6) \cdot 10^{-2}$ ;  $(7,6 \pm 2,3) \times 10^{-2}$ ;  $(0,16 \pm 0,05)$  и  $(0,18 \pm 0,05)$  атом/ион для исходного, закаленного, состаренного и рекристаллизованного состояний соответственно. Следовательно, наибольшую

радиационную стойкость при ионном облучении имеют исходные деформированные и закаленные образцы, а максимальной эрозии сплав подвержен в рекристаллизованном состоянии.

Такие различия в поведении молибденового сплава при ионном облучении в зависимости от термообработки могут быть обусловлены рядом факторов. Во-первых, деформированные и закаленные образцы низкоуглеродистого сплава ЦМ-6 имеют более высокие прочностные характеристики по сравнению с рекристаллизованными и состаренными материалами. Это приводит к снижению числа блистеров с разрушенными крышками и уменьшению эрозии поверхности. Кроме того, в исходном деформированном материале в процессе прокатки образуется большое число дислокаций, разрушенных границ зерен и субзерен. Повышенная плотность дислокаций и границ может явиться эффективным стоком вакансий и внедренных атомов гелия, что способствует замедлению процесса образования мелких гелиевых пузырьков и более равномерному распределению их в металле при облучении. Это затрудняет коалесценцию пузырьков в газовые полости, являющиеся зародышами блистеров, и препятствует блистерообразованию.

Известно также, что в листовом молибдене, как и в других металлах с о. ц. к.-решеткой, образуется текстура прокатки, причем доминирующей является текстура {001} {110} [4], т. е. в катаном сплаве большинство кристаллитов параллельно поверхности имеет плоскости с ориентацией {001}. Механические свойства молибдена зависят от направления кристаллографической ориентации, причем наиболее прочными являются связи в направлении [100] [4]. Таким образом, текстура прокатки способствует выстраиванию большинства кристаллитов так, что их наиболее прочные связи располагаются перпендикулярно к поверхности мишени, что также приводит к увеличению радиационной стойкости деформированного сплава при ионном

облучении. Влияние кристаллографической ориентации поверхности монокристаллов на степень блистерообразования и эрозию материала отмечено, например, в работах [2, 5]. Анизотропия радиационной эрозии зерен с различной кристаллографической ориентацией также наблюдается при анализе микроструктур облученной поверхности в тройной точке (см. рис. б и в). Видно, что характер разрушения и эрозия существенно изменяются при переходе от одного зерна к другому. Рассчитанные коэффициенты эрозии равны  $(0,31 \pm 0,09)$ ,  $(0,07 \pm 0,02)$  и  $(0,24 \pm 0,07)$  атом/ион для зерен 1, 2 и 3 соответственно (см. рис. в).

Таким образом, исследования настоящей работы показывают, что с практической точки зрения для изготовления конструктивных элементов разрядных камер термоядерных реакторов молибденовый сплав ЦМ-6 целесообразно использовать в деформированном состоянии (после

теплой прокатки) с доминирующей текстурой в плоскости {001}.

Авторы благодарят А. Ф. Сорокина за помощь при электронно-микроскопическом исследовании образцов.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Davis J., Kulcinsky G. «Nucl. Fusion», 1976, v. 16, № 2, p. 355.
2. Das S., Kaminsky M. «Advances Chem.», 1976, N 158, p. 112.
3. Евстюхин А. И. и др. «Физика и химия обработки материалов», 1976, № 3, с. 149.
4. Моргунова Н. Н. и др. Сплавы молибдена. М., «Металлургия», 1975.
5. Гусев В. М. и др. [3], 1978, № 3, с. 9.

Поступило в Редакцию 29.10.79

УДК 621.039.531

## Блистеринг материалов при циклическом облучении в широком спектре углов падения ионов

КАЛИН Б. А., КОРШУНОВ С. Н., СКОРОВ Д. М., ЯКУШИН В. Л.

Первая стенка разрядной камеры и другие узлы термоядерного реактора в процессе его работы будут подвергаться интенсивному облучению ионами изотопов водорода и гелия с широким спектром углов падения и энергии. Взаимодействие плазмы с конструктивными материалами приводит к их эрозии и загрязнению плазмы тяжелыми примесями вследствие катодного распыления и блистеринга. В настоящее время широко изучается блистеринг материалов, перспективных для использования в таком реакторе. Однако большинство исследований выполнено при облучении мишеней моноэнергетическими пучками при нормальном падении ионов. Только в работах [1] и [2] изучено блистерообразование при моделировании энергетического спектра ионов гелия, близкого к ожидаемому в термоядерном реакторе. Целью настоящей работы является исследование блистеринга при циклическом облучении мишеней в широком спектре углов падения ионов — от нормальных к поверхности до скользящих.

Для получения широкого спектра углов падения ионов было изготовлено устройство к приемнику масс-монохроматора, позволяющее в процессе бомбардировки вращать мишень с постоянной скоростью вокруг оси, перпендикулярной к падающему пучку ионов (рис. 1). Устройство состоит из корпуса 4, лапок 1 и 13 с держателями для образцов 9, 11; двигателя 12, системы зубчатых колес 2, 3,

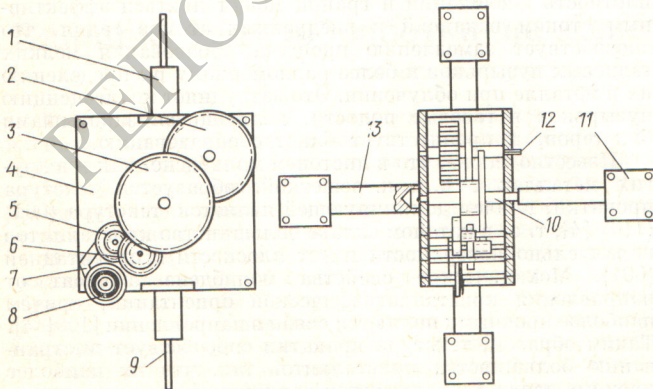
5, 6 и системы, обеспечивающей равномерность и заданный ход вращения вала 10. Двигатель пружинного типа посредством зубчатого колеса 2 передает вращение на основную вал, равномерность вращения которого осуществляется с помощью зубчатой пары 5, 6 и ограничителя 7, передающего в обратном порядке колебания маятника 8, закрученного в виде спирали. Весь механизм смонтирован внутри корпуса, прикрепленного к вводу вращения приемника масс-монохроматора, что позволяет вводить под пучок ионов поочередно образцы, закрепленные на держателях.

При непрерывном вращении мишени материалы облучаются в циклическом режиме и в широком интервале углов падения ионов, что обеспечивает плавное изменение проекции средней длины пробега ионов  $R_p$  в мишени от нуля до максимального значения, соответствующего глубине проникновения ионов при данной энергии. В течение первого полупериода цикла ( $T = 40$  с) облучается образец, закрепленный на одной стороне вращающегося держателя 9, во время второго полупериода бомбардируется мишень на другой стороне держателя. За время одного полупериода угол падения ионов  $\alpha$  (угол между плоскостью образца и падающим пучком) изменяется от 0 до  $180^\circ$ . На рис. 2 приведен график, описывающий характер и параметры циклического облучения. Распределение падающих ионов гелия по углам может быть выражено формулой

$$\Phi = \Phi_0 \sin \alpha.$$

В работе был исследован блистеринг вакуумно-плавной молибдена марки МЧВП и ванадия электронно-лучевой плавки марки ВЭЛ-2. Материалы облучали ионами гелия энергией 20 кэВ при температуре мишеней, близкой к комнатной, дозой  $2 \cdot 10^{18}$  ион/см<sup>2</sup>. Более детально условия ионной бомбардировки описаны в работе [3]. Поверхность образцов после ионной имплантации исследовали на электронном микроскопе ЭВМ-100Л при помощи угловых реплик, оттененных хромом. По результатам электронно-микроскопического изучения определяли параметры блистеров и коэффициенты эрозии вследствие их разрушения.

Результаты исследования поверхности материалов, облученных ионами гелия в стационарном положении (бомбардировка ионным пучком, перпендикулярным к поверхности) и при вращении мишени, показали, что при одинаковых условиях ионной бомбардировки вращение образцов приводит к изменению параметров блистеров



Р и с. 1. Устройство для циклического облучения образцов в широком спектре углов падения ионов