

экспонента не очень заметно уменьшается, а при  $L_a < 220 \text{ \AA}$  экспонента значительно возрастает.

Уравнения (1), (2) позволяют оценить зависимость размерных изменений углеродных материалов, характеризующихся определенной величиной диаметра кристаллитов, от условий облучения — дозы и температуры. Сопоставление результатов расчета и экспериментальных данных выполнено на основании исследований радиационной размерной стабильности образцов материала марки ГМЗ, полученных путем обработки при температурах 1300—3000° С.

Коэффициент термического расширения образцов изменялся в пределах примерно 15—20% (точность определения  $\pm 0,3 \cdot 10^{-6} \text{ 1/град}$ ), при этом степень совершенства значительно изменялась (см. таблицу).

Испытания проводили при температурах 140—650° С и нейтронных дозах облучения, достигавших  $1,3 \cdot 10^{21} \text{ нейтр}/\text{см}^2 (E \geq 0,18 \text{ MeV})$ . При низких температурах, когда происходит гомогенное зарождение дефектов (в искусственных графитах до 300° С), изменения размеров по существу не зависят от степени совершенства материала, если температура его обработки превышает 1500° С: все образцы увеличиваются примерно одинаково (рис. 2). Отличительная особенность образцов после обработки при 1300° С — несколько большая величина роста при температуре облучения 140° С, причем уже при температуре облучения 200—250° С тот рост становится меньше среднего изменения раз-

меров образцов, обработанных при 1500—3000° С. С дальнейшим увеличением температуры облучения наблюдается усадка образцов, обработанных при более низких температурах.

Если температура облучения превышает 300° С, то изменения размеров существенно зависят от степени совершенства материала. При 600—650° С стабильными оказались материалы с трехмерным упорядочением кристаллической решетки, т. е. материалы, графитированные при температурах выше 2300° С.

Полученные экспериментальные результаты удовлетворительно согласуются с расчетами, выполненными в соответствии с предложенными в настоящей работе уравнениями.

Поступило в Редакцию 28/VI 1973 г.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Price J. Influence of microstructure on irradiation — Induced dimensional changes in annealed oriented pyrocarbons. Rep. NG-2. Gatlinburg, Tennessee, 1973.
- Simmons J. e.a. 3rd Intern. Conf. on Peaceful Uses of Atomic Energy. Geneva, 1964, p. 163.
- Simmons J. Proc. 3rd Conf. on Carbon, Oxford, Perg. Press, 1959, p. 559.

## Спектры поглощения тонких пленок двуокиси циркония

ШАЛИМОВА Х. В., МАРГУЛОВА Т. Х., МАЛОВА Т. И., МАЛОВ М. М., КЛИМОВА С. М.

УДК 669.296:669.018.8

Сплавы циркония с ниобием являются основным конструкционным материалом активной зоны водоохлаждаемых реакторов. Поэтому разработка методов повышения коррозионной стойкости этих сплавов имеет большое значение. К таким методам относится обработка сплавов водными растворами комплексонов в процессе их термического или радиационно-термического разложения [1].

Для установления влияния комплексона на рост окисной пленки были исследованы спектры поглощения слоев, полученных окислением в воде и растворе комплексона сплава циркония с 1% ниобия, отожженного при температуре 580° С в течение 24 ч. Образцы окислялись в автоклавах из нержавеющей стали в обескислороженной деминерализованной воде и в водном растворе комплексона (трилон Б = 0,5 г/кг) при температуре 120° С (давление 3 кгс/см<sup>2</sup>) в течение 1,5 ч, затем температура повышалась до 300° С (давление 87 кгс/см<sup>2</sup>) и окисление продолжалось в течение 2; 5 и 10 ч. Пленки окислов отделялись от металлической подложки путем растворения металла в 10%-ном растворе брома в амил-ледцете при комнатной температуре [2] и закреплялись на кварцевой пластинке. Оптическое поглощение пленок исследовалось при комнатной температуре на спектрофотометре СФ-8 в диапазоне длин волн 0,2—2,5 мкм [2].

Толщина окисных пленок на сплаве циркония считывалась по интерференционной картине, имеющей место в отражении. Коэффициент преломления принимали равным двум, а сдвигом фаз на границе пренебрегали, так как угол падения луча на образец был близок к нормальному [3, 4]. Расчет показал, что на образцах, окис-

ленных в водном растворе комплексона и в воде при температуре 300° С в течение 2 и 5 ч, образуются пленки толщиной 0,08—0,12 и 0,17—0,21 мкм соответственно.

Спектры поглощения окисных пленок циркония представлены на рисунке. Как оказалось, спектры поглощения для пленок окиси циркония, полученных в воде и в растворе комплексона при длительности обработки 5 ч, одинаковые (кривая 1). Спектр поглощения для пленки, полученной при обработке в водном растворе комплексона в течение 10 ч, соответствует кривой 2. На этом же рисунке дан спектр поглощения пленки окисла, нанесенного на кварцевую подложку методом ионно-плазменного распыления циркония в атмосфере кислорода с аргоном (кривая 3), причем этот спектр полностью соответствует спектру поглощения моноклинной двуокиси циркония [2]. Ширина запрещенной зоны, определенная по пересечению с осью абсцисс прямой, касательной к кривой поглощения [5], равна 4,99 эв.

В спектре поглощения пленок окиси циркония, полученных в воде и в растворе комплексона (см. рисунок, кривые 1 и 2) наблюдается пять областей: I — от 200 до 225 нм; II — 225—235 нм; III — 235—255 нм; IV — 255—325 нм; V — 325—500 нм. В каждой области имеется точка перегиба; для области I она находится на 5,82 эв (213 нм), для II — 5,41 эв (229 нм), для III — 4,99 эв (248,4 нм), для IV — 4,46 эв (278 нм) и для V — 3,1 эв (400 нм).

Область поглощения 200—225 нм окисной пленки циркония, полученной в воде и в растворе комплексона, согласуется со спектром поглощения моноклинной дву-

окиси гафния [5]. Этот факт, а также наличие гафния (в количестве 0,03—0,04%) в использованном сплаве циркония дают основание полагать, что эта область поглощения окисных пленок циркония определяется присутствием двуокиси гафния, возможно твердого раствора окислов гафния и циркония.

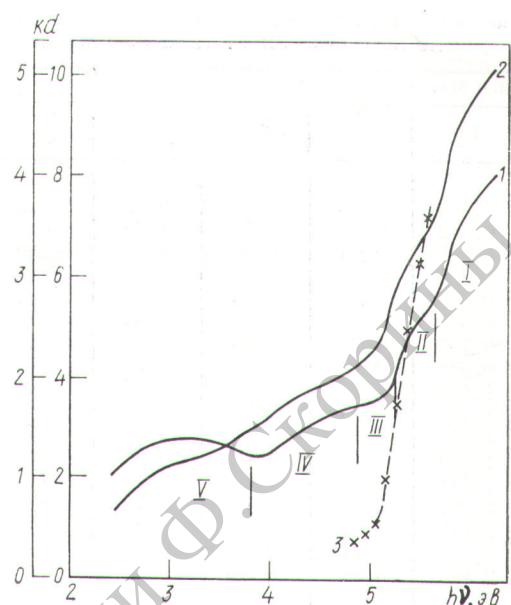
На кривых поглощения окисных пленок циркония, полученных в воде и в растворе комплексона, отчетливо проявляется максимум, который приходится на 229 нм. Такая полоса поглощения характерна для очень тонких пленок двуокиси циркония (300 Å), полученных окислением циркония в паре при температуре 500° С и давлении 1 кгс/см<sup>2</sup> [3]. Авторы указанной работы утверждают, что эта область поглощения определяется нестехиометрической окисью, находящейся в пленке ZrO<sub>2</sub>. Однако правильнее это поглощение отнести к кубической двуокиси циркония, которая, как известно [6], возникает в сплаве циркония на первых стадиях его окисления.

Область поглощения 235—255 нм пленок окиси циркония, полученных в воде и в растворе комплексона, соответствует длинноволновой области поглощения для слоя, напыленного ионно-плазменным методом (см. рисунок), что дает основание рассматривать эту область как связанную с поглощением моноклинной двуокисью циркония.

Тонкие пленки окиси ниобия, полученные анодированием, характеризуются поглощением в области длин волн менее 350 нм [7]. Исследованные нами образцы сплава циркония содержали 1% ниobia. Поэтому область поглощения 255—325 нм для тонких пленок двуокиси циркония, полученных в воде и в растворе комплексона, можно отнести к поглощению окиси ниobia, возможно твердому раствору окислов ниobia и циркония при ширине запрещенной зоны 4,46 эВ.

Область поглощения 325—500 нм пленок окиси циркония, полученных в воде и в растворе комплексона, следует отнести к поглощению окисью хрома, так как при исследовании этих пленок на МАР-1 установлено присутствие в них хрома, что связано с использованием автоклава из нержавеющей стали.

Поступило в Редакцию 29/VI 1973 г.  
В окончательной редакции 3/I 1974 г.



Спектры поглощения пленок, полученных окислением сплава циркония с 1% ниобия в воде и в растворе комплексона при длительности окисления 5 и 10 ч, а также напыленными ионно-плазменным методом (правая шкала для кривой 3).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Маргурова Т. Х., Рябова Л. В., Малова Т. И. «Теплоэнергетика», 1973, № 7, с. 83.
- Salomon R. e.a. «J. Chem. Phys.», 1960, v. 32, p. 310.
- Wilkins N. «Corr. Sci.», 1965, v. 5, p. 3.
- Wilkins N. «Corr. Sci.», 1964, v. 4, p. 17.
- Bendoraitis J., Salomon R. «J. Phys. Chem.», 1965, v. 69, p. 3666.
- Саркисов Э. С. и др. «Атомная энергия», 1958, т. 5, с. 550.
- Graven W. e.a. «J. Chem. Phys.», 1961, v. 33, p. 954.

## О перспективах изучения гамма- поля горных пород и почв на поверхности Земли с использованием полупроводниковых детекторов

ИОНОВ В. А., КАЗАКОВ Ю. Е., НАЗАРОВ И. М., ПАТРАКЕЕВ С. И., СОРОКИН В. Н., ФРИДМАН Ш. Д.

УДК 550.835

В настоящей работе рассмотрена возможность полупроводниковой  $\gamma$ -спектрометрии на основании анализа результатов как модельных измерений, имитирующих объемные и пленочные источники, так и натурных измерений радиоактивности почв [1]. Измерения проводились коаксиальным Ge(Li)-детектором объемом 56 см<sup>3</sup>, установленным в экране с углом полураспространения 70°. Импульсы регистрировались 800-канальным амплитудным анализатором. Энергетическое разрешение детектора при измерении точечным источником, который поменялся вплотную к кожуху детектора на расстоянии 100 мм от поверхности последнего, на линии 1,33 МэВ  $^{60}\text{Co}$  составляло 4,8 кэВ; отношение фотопика к комптоновскому пику—12.

При измерениях  $\gamma$ - поля объемных источников «кажущееся» разрешение детектора несколько ухудшается за счет влияния рассеянного излучения [1].

Для моделирования самолетных  $\gamma$ -спектральных определений объемные и пленочные источники перекрывались алюминиевыми листами толщиной 3,8 и 7,3 г/см<sup>2</sup>, что соответствует высотам самолета  $H=30$  и 57 м [2].

В табл. 1 для большой группы монохроматических составляющих уранового семейства, четко проявляющихся на приборных спектрах, для  $H=0$  приведены скорости счета в фотоаппаратах  $n_0^U$ , а также скорости счета мешающих излучений (подставки) в области фотопиков,