

## ОЦЕНКА КОНЦЕНТРАЦИИ ДИСЛОКАЦИОННЫХ ПЕТЕЛЬ В НЕКОТОРЫХ ОБЛУЧЕННЫХ МАТЕРИАЛАХ РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Н.А. Опарина

Полоцкий государственный университет, 211440, Новополоцк, Блохина, 29  
e-mail: polota@newmail.ru

Рентгенографическим методом путем анализа уширения дифракционных максимумов оценивается концентрация дислокационных петель в облученных при  $\sim 70^\circ\text{C}$  рекристаллизованных никеле и стали ЭИ847 (флюенс быстрых нейтронов  $4 \cdot 10^{21}$  нейтр.см $^{-2}$ ). Делается заключение, что определение концентрации дислокационных петель в сильно облученных материалах возможно рентгенографическим методом в рамках теории Кривоглаза.

### Введение

Расширение дифракционных максимумов в искаженных кристаллах, в частности, в деформированных металлах, традиционно связывается с так называемыми напряжениями второго рода и измельчением областей когерентного рассеяния. Однако такой подход является в значительной степени формальным, и в настоящее время уширение рентгеновских линий и другие их изменения можно более детально связать с видом, размерами и концентрацией дефектов кристалла.

Наличие точечных или других ограниченных по размеру дефектов приводит к сдвигу брэгговских отражений  $I_0$ , уменьшению их интегральной интенсивности за счет фактора  $\exp(-2M)$ . Существенно, что величина  $M$  зависит от миллеровских индексов отражения и типа дефектов. Например,  $M \sim \sum p_i^2$  для точечных дефектов, а также малых зародышей новой фазы и  $M \sim (\sum p_i^2)^{3/4}$  для небольшой концентрации дислокационных петель [1].

### Основная часть

Для модели дислокационной структуры, соответствующей хаотически распределенным замкнутым внутри кристалла дислокационным петлям с вектором Бюргера  $b$ , расположенным вдоль определенной системы плоскостей, можно рассмотреть распределение интенсивности рассеянных рентгеновских лучей в двух случаях:

1. для слабо искаженных кристаллов ( $M \ll 1$ ),
  2. для сильно искаженных кристаллов ( $M \gg 1$ ).
- Представляет интерес второй случай, так как в настоящей работе рассматриваются сильно облученные материалы, для которых произведение  $N_n \cdot R$  (концентрация дислокационных петель  $N_n$  с размерами  $R$ ) велико.

При  $M \gg 1$  интенсивность правильных брэгговских отражений экспоненциально мала, а интенсивность диффузного рассеяния сгущается в колокообразные максимумы, воспринимаемые как уширенные линии на рентгенограмме.

Для сильно искаженных кристаллов можно рассмотреть две возможности. Первая выполняется при

$$M \gg (q_1 b)^{3/2} \gg 1 \quad (1)$$

где  $q_1$  – длина дифракционного вектора.

Тогда интегральная ширина распределения интенсивности в угловых единицах  $\Delta\vartheta$  определяется выражением:

$$\Delta\vartheta = 2\sqrt{\pi} [g(\chi)]^{1/2} \sqrt{N_n R b^2} \operatorname{tg} \vartheta, \quad (2)$$

в котором  $[g(\chi)]^{1/2} \sim 0.1$ , а  $\vartheta$  – угол рассеяния.

Вторая возможность реализуется при

$$(q_1 b)^{3/2} \gg M \gg 1 \quad (3)$$

Соответствующая этому интегральная ширина выразится в виде:

$$\Delta\vartheta = \frac{\pi}{24} N_n b R^2 f(\chi) \operatorname{tg} \vartheta, \quad (4)$$

где  $f(\chi)$  – коэффициент, связанный с ориентацией петель и имеющий величину  $\sim 9.5$  для отражений типа  $h00$  и  $\sim 6.5$  для отражений  $hnh$ .

Исходя из выше рассмотренных соотношений между уширением рентгеновских линий и концентрацией, а также размерами дислокационных петель, проведем оценку их концентрации после облучения при  $70^\circ \pm 20^\circ\text{C}$  рекристаллизованных технически чистого никеля и стали ЭИ847 (флюенс быстрых нейтронов  $4 \cdot 10^{21}$  нейтр.см $^{-2}$ ).

Таблица

Величины  $V$ ,  $\Delta\vartheta$  рентгеновских линий никеля и стали до и после облучения.

Материал (исходная обработка)	hkl	$V_{\text{исх}}$ , мин	$V_{\text{обл}}$ , мин	$\Delta\vartheta$ , мин	$\vartheta$
Сталь ЭИ847 (отжиг $1100^\circ\text{C}$ , 30 мин.)	331	20	44	24	$69^\circ 10'$
	420	24	59	35	$73^\circ 26'$
Никель (отжиг $800^\circ\text{C}$ , 60 мин.)	331	15	51	36	$72^\circ 29'$
	420	24	78	54	$78^\circ 03'$

В таблице приводятся значения величин  $V$  (интегральная ширина, равная отношению площади дифракционного максимума к его высоте) рентгеновских линий стали и никеля до и после облучения. Там же дано положение линий облученных образцов. Следует отметить, что после облучения произошло незначительное смещение центра тяжести линий всех образцов.

Физическое интегральное уширение рентгеновских линий в таблице рассчитывалось по формуле  $\Delta\vartheta = V_{\text{обл}} - V_{\text{исх}}$ . Считалось, что ширина линии  $V_{\text{исх}}$  обусловлена лишь

инструментальными причинами, так как перед облучением образцы находились в полностью рекристаллизованном состоянии.

Для начала будем полагать, что для приведенных выше результатов опыта выполняется критерий (3), тогда при  $b=1.5 \cdot 10^{-10}$  м,  $R=20 \cdot 10^{-10}$  м (из данных работы [2]), получим с помощью формулы (4), что в стали и никеле концентрация дислокационных петель  $N_n$  составляет  $4.6 \cdot 10^{18}$  и  $5.3 \cdot 10^{18}$  петель  $\text{см}^{-3}$  соответственно. На создание дислокационной петли радиусом  $20 \cdot 10^{-10}$  м необходимо около 150 точечных дефектов одного типа. Общее же число таких дефектов, требующихся для создания  $N_n$  дислокационных петель в стали и никеле составляет  $N_n \cdot n \sim 6 \cdot 10^{20} \delta \text{ см}^{-3}$ , где  $n=0.74 \cdot R^2/r^2$  ( $r$  - атомный радиус).

Как известно, общее количество смещенных атомов, появляющихся при нейтронном облучении в  $1 \text{ см}^3$  кристалла, выражается формулой

$$N_c = \phi \sigma v \frac{\rho}{A}, \quad (5)$$

где  $\sigma$  - сечение рассеяния быстрых нейтронов,  $v$  - коэффициент размножения,  $\rho$  - плотность,  $A$  - атомный вес материала,  $\phi$  - интегральный флюенс.

Тогда отношение числа точечных дефектов, образовавших дислокационные петли, к общей концентрации возникающих при облучении единичных дефектов составит примерно 0.3% при  $N_c \approx 2 \cdot 10^{23} \text{ а} \cdot \text{см}^{-3}$ , рассчитанной по формуле (5). Такая величина представляется достаточно разумной, ибо температура облучения довольно велика (примерно  $70^\circ\text{C}$ ) и в стали, а также в никеле, в основном, должна происходить аннигиляция дефектов. Отсюда следует, что подавляющее большинство генерированных облучением первичных точечных дефектов аннигилирует и лишь незначительная часть ( $\sim 0.3\%$ ) образует комплексы в виде дислокационных петель.

Расчет по формуле (2), соответствующей сильно искаженным кристаллам, когда выполняется критерий (1), для дислокационных петель, имеющих радиус  $20 \cdot 10^{-10}$  м, и вектор Бюргерса  $1.5 \cdot 10^{-10}$  м, дает значения концентрации дислокационных петель  $1.4 \cdot 10^{18}$ ,  $2 \cdot 10^{18}$  петель  $\cdot \text{см}^{-3}$  соответственно в стали и никеле. Тогда в этом случае число точечных дефектов, образовавших

дислокационные петли, составляет около 0.1% от всех генерированных облучением первичных точечных дефектов.

По литературным данным [3] облучение никеля и стали ЭИ847 ионами гелия флюенсом  $3 \cdot 10^{16}$  ион  $\cdot \text{см}^{-2}$  при  $100^\circ\text{C}$ , что соответствует по концентрации смещенных атомов флюенсу быстрых нейтронов  $\sim 2 \cdot 10^{21}$  нейтр  $\cdot \text{см}^{-2}$ , вызвало появление большой концентрации дислокационных петель ( $> 10^{17}$  петель  $\cdot \text{см}^{-3}$ ) размерами  $\sim 5 \cdot 10$  нм. Высокая концентрация дислокационных петель ( $\sim 10^{17}$  петель  $\cdot \text{см}^{-3}$ ) в сильно облученных образцах никеля и стали ( $\sim 10^{21}$  нейтр  $\cdot \text{см}^{-2}$ ,  $70^\circ\text{C}$ ) наблюдалось при электронно-микроскопическом исследовании в работе [4].

### Заключение

Хорошее согласование расчетных данных с электронно-микроскопическими исследованиями позволяет сделать заключение, что определение концентрации дислокационных петель в облученных быстрыми частицами веществах возможно рентгенографическим методом путем анализа уширения рентгеновских дифракционных максимумов. Рентгеновский метод имеет определенные преимущества перед электронно-микроскопическим методом. Во-первых, он является интегральным методом, и, следовательно, более надежно оценивает среднюю концентрацию петель во всем объеме. Во-вторых, приготовление образцов для электронной микроскопии более трудоемко, чем для рентгеновского исследования, и нежелательно, так как исследуемые образцы могут иметь значительную остаточную радиоактивность.

### Список литературы

1. *Кривоглаз М.А.* Теория рассеяния рентгеновских лучей и тепловых нейтронов реальными кристаллами. - М.: Наука, 1967. - 336 с.
2. *Вотинов С.Н. и др.* // Радиационная физика твердого тела и реакторное материаловедение. - М., 1970. - С.66-82.
3. *Агапова Н.П. и др.* // Вопросы атомной науки и техники. - М., 1979. - вып.1. - С.14-27.
4. *Островский Э.Е. и др.* // Вопросы атомной науки и техники. - М., 1985. - вып.2. - С.15-20.

## CALCULATION OF CONCENTRATION OF DISPOSITION LOOPS IN SOME IRRADIATED MATERIALS BY X-RAY METHOD

N.A. Oparina

Polotsk State University, 211440, Novopolotsk, Blokhina, 29, e-mail: polota@newmail.ru

Concentration of disposition loops in irradiated at  $70^\circ\text{C}$  recrystallized nickel and steel (fast neutrons fluence  $4 \cdot 10^{21} \text{ n} \cdot \text{см}^{-2}$ ) is estimated by the X-ray method by means of the analysis of wider diffraction maxima. It is concluded, that definition of concentration of disposition loops in strongly irradiated materials is probably by X-ray method within the Krivoglaz's theory.