

# NANOSTRUCTURE OF NUCLEAR POWER PLANTS MATERIALS

**V.T.Lebedev<sup>1</sup>, Gy.Torok<sup>2</sup>, V.M.Lebedev<sup>1</sup>, A.N.Lapin<sup>3</sup>, V.A.Petrov<sup>3</sup>, B.Z.Margolin<sup>3</sup>**

<sup>1</sup> Petersburg Nuclear Physics Institute, 188300 Gatchina, Leningrad distr., Russia

<sup>2</sup> Research Institute for Solid State Physics and Optics, Budapest, Konkoly -Thege st.  
29-33, Hungary

<sup>3</sup>Central Research Institute for Materials' Design "Prometey", 193015 St.Petersburg.,  
Shpalernaya st. 49

Drug design

Materials processing

Pharmacology

Environment

Clean technology

Biotechnology

Catalysis

Energy storage

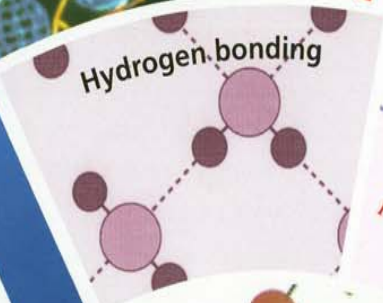
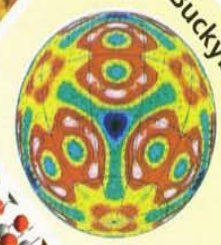
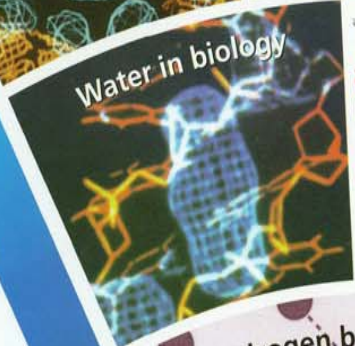
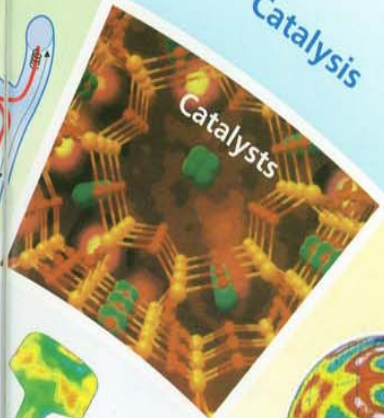
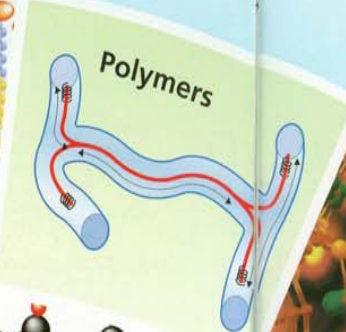
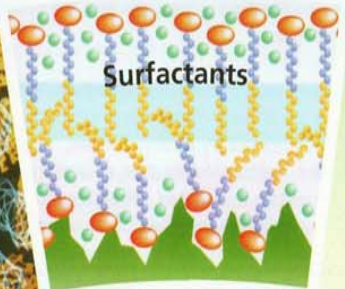
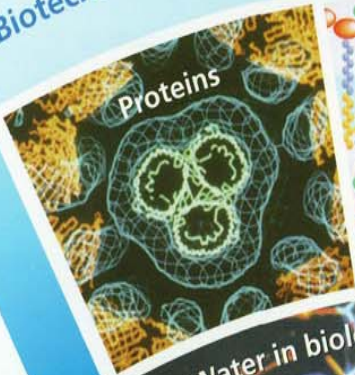
New materials

Energy transmission

Transport

Data storage

Quantum devices



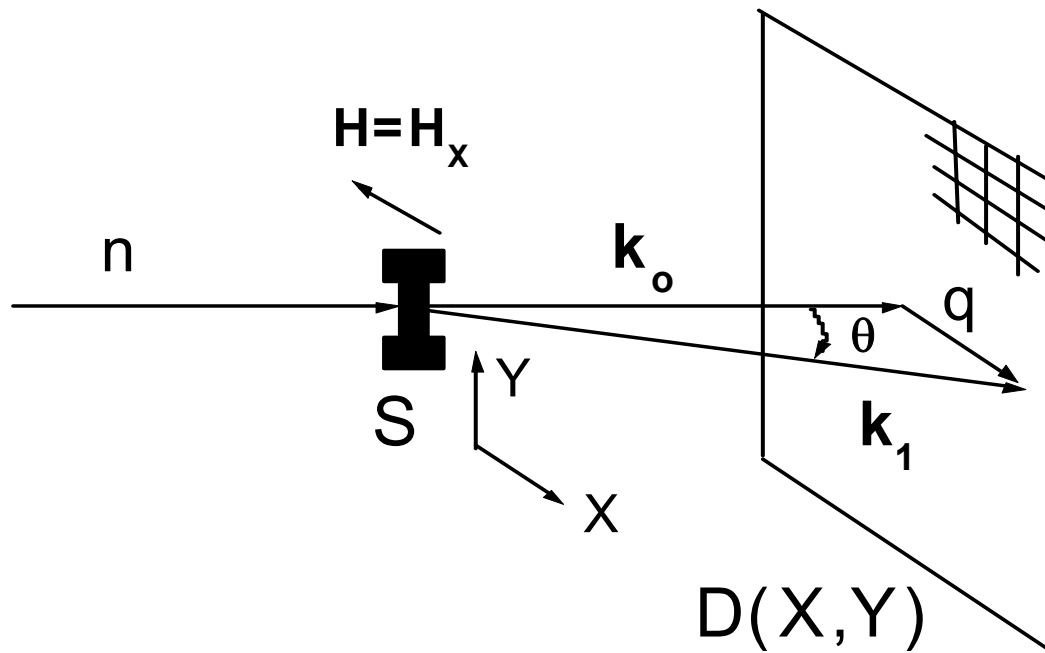
# Fractography

- Optical & electron microscopy
  - damages at surface, in thin layer - final stage of fracture
  - Volume Nanostructures - structural changes before the fracture
- 

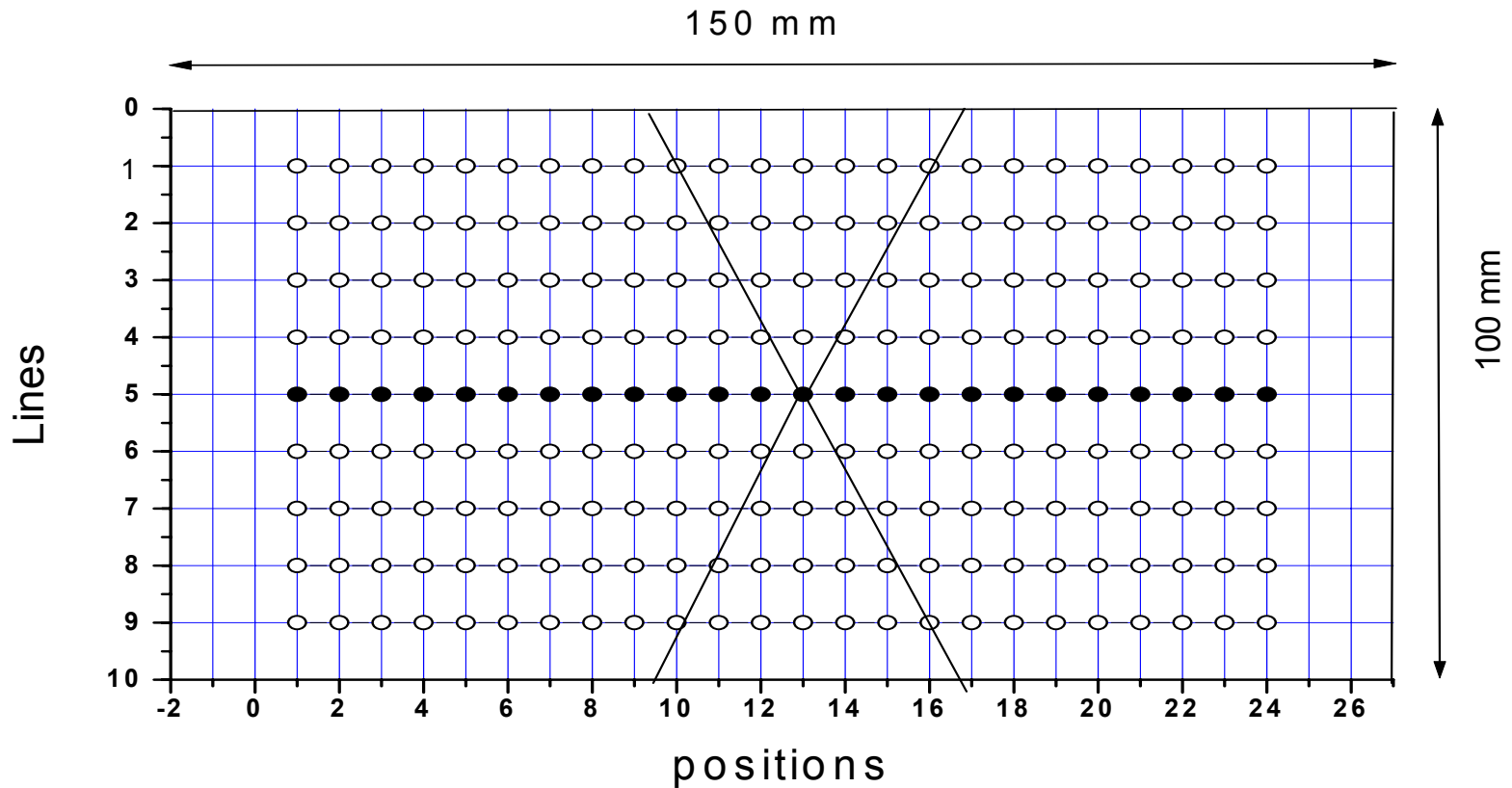
## SANS

- Metals and alloys (thick layers  $\sim$  cm)
- except of elements with high absorption (Cd, Gd, B, Li etc.)
- X-rays are strongly damped in metals
- Isotopic contrast for structural elements
- Polarized neutrons: nuclear and magnetic structures
- (magneto-elastic effects, magnetic inclusions)
- Wavelength variation:  $\lambda = 0.2-2$  nm
- Multidetectors
- scales  $\sim 1-10^3$  nm:
- point defects, dislocations, precipitates, pores and cracks

# SANS



# Welded joint scanned by neutron beam SANS on base and welded metal



# Scan over welded joint

SANS, Neutron beam diameter = 2 mm,  
 $\lambda = 0.609$  nm,  $\Delta\lambda/\lambda = 0.1$

---

Plate 150x100x3.5 mm<sup>3</sup> of stainless steel  
Central region of welded metal  
Step = 5 mm, Line - 24 positions  
Distance between lines = 10 mm (9 lines)

Steel 08H18N10T austenite stainless (100 mm) welded by the wire (3 mm in diameter, steel 04H19N18M3 (welding in electric arc using flux 48-OF-6).

## **Thermal treatment**

Cooling down in water from the temperature 1050°C  
Precipitation of carbides: TiC in base metal and TiC и Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> near the joint border and interior the joint.



# Chemical composition

**Table 1. Base metal: steel 08H18N10T (wt.%).**

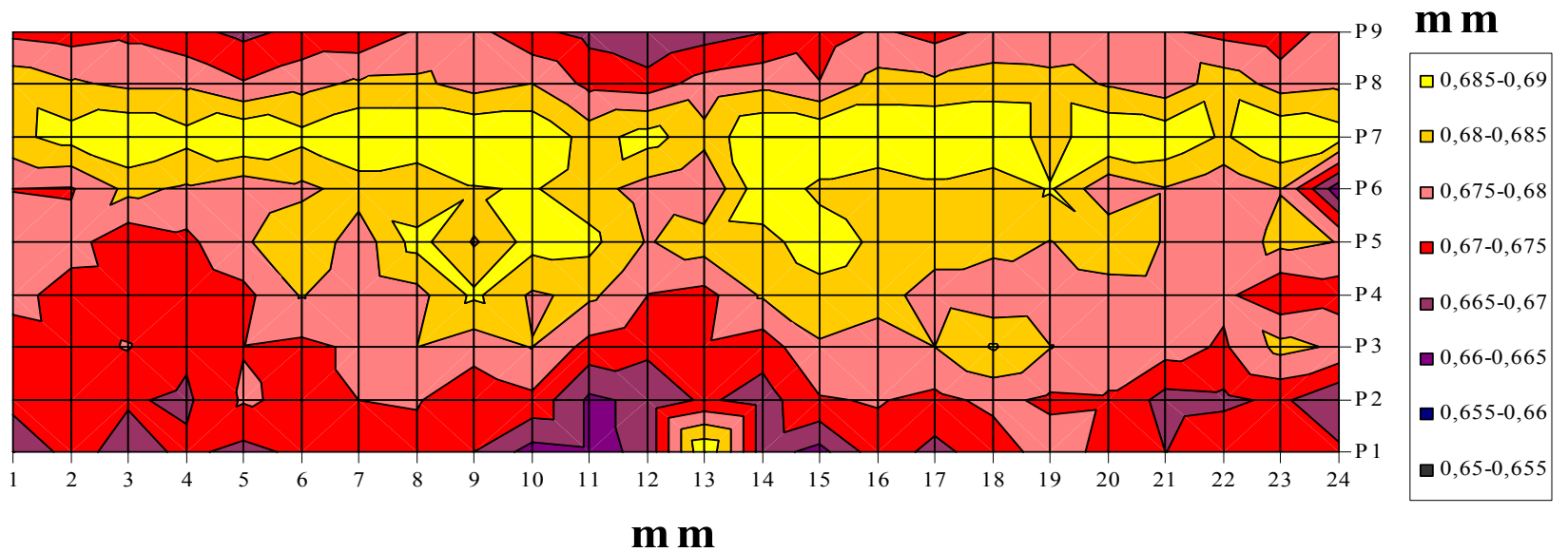
Element	C	Si	Mn	S	P	Cr	Ni	Ti
Concentration	0.07	0.45	0.94	0.015	0.020	18.04	9.97	0.61

**Table 2. Welded metal: steel 04H19N18M3 (wt.%).**

Element	C	Cr	Ni	Mn
Concentration	≤0.4	18-20	10-12	3.25-3.50

# Transmission

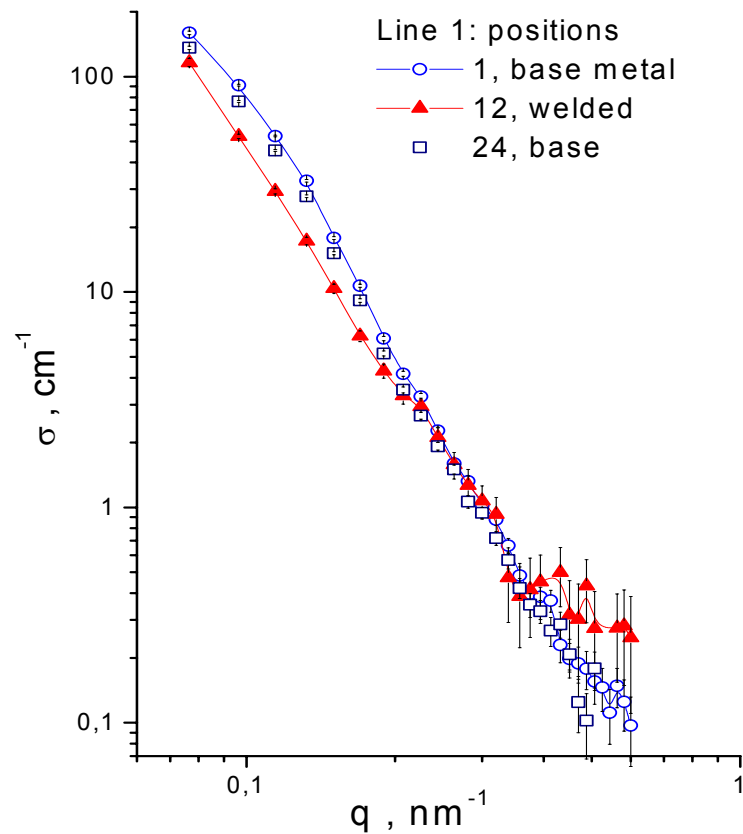
transmission





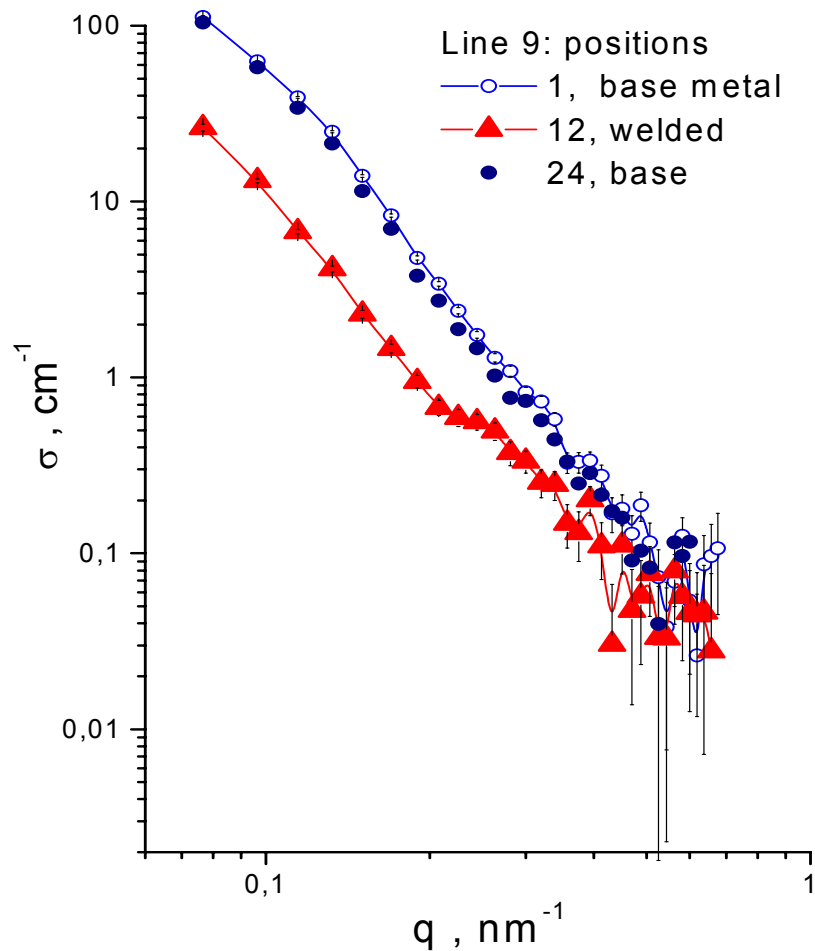
# Line 1. Cross sections

Positions: 1, 24 - base metal, 12 - middle of joint.



# Line 9. Cross sections

Positions: 1, 24 - base metal, 12 - middle of joint





SANS at 20°C

$q=0.07-0.7 \text{ nm}^{-1}$ , 2D-detector (BF<sub>3</sub>, 64x64cm<sup>2</sup>)

---

Transmission Tr  $\sim 70 \%$

Isotropic scattering, averaging over circles  $|\mathbf{q}|=\text{const}$

Inhomogeneities  $r \geq 10 \text{ nm}$

**Joint metal is more homogeneous than base metal !**

**Scattering from the joint material is lower by factor 2-3 as compared to base metal,  $q \sim 0.1 \text{ nm}^{-1}$**

# Scattering from base metal and welded joint

## 3-component Guinier model

$$\sigma(q) = I_{01} \cdot \exp[-q^2 Rg_1^2/3] + I_{02} \cdot \exp[-q^2 Rg_2^2/3] + B$$

Fractions:  $Rg_1$  и  $Rg_2$  , defects  $\leq 1$  nm (nuclei, vacancies)

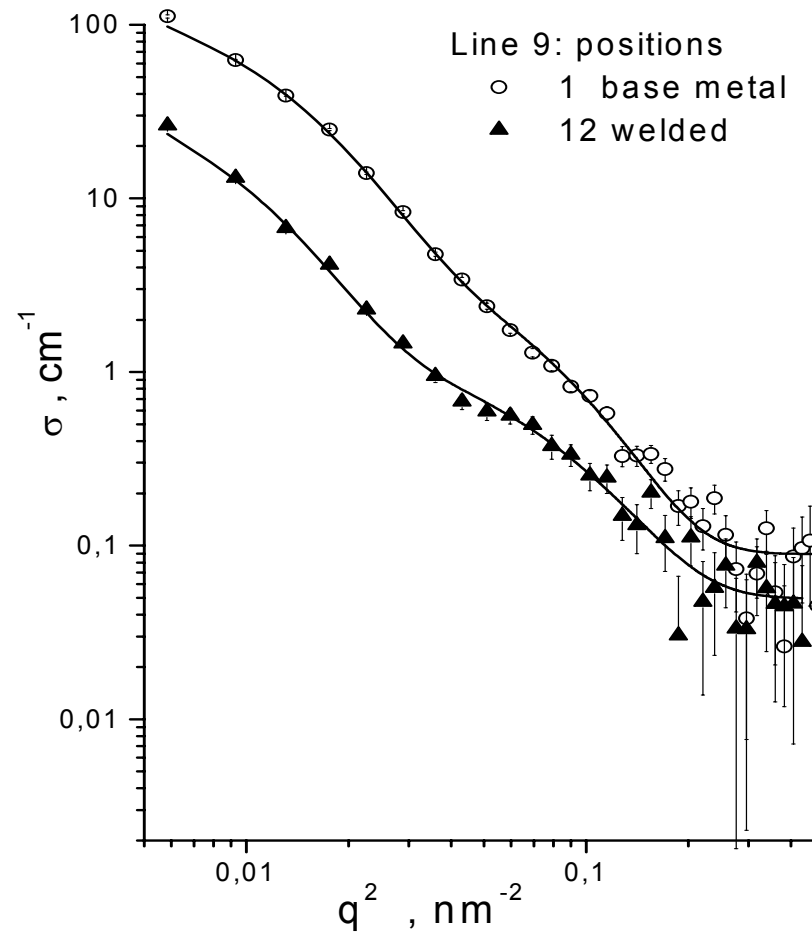
Forward cross sections  $I_{01,2} = K_{1,2}^2 N_{1,2} V_{1,2}^2$

$V_{1,2} = (4\pi/3) R_{1,2}^3$  , spherical approximation

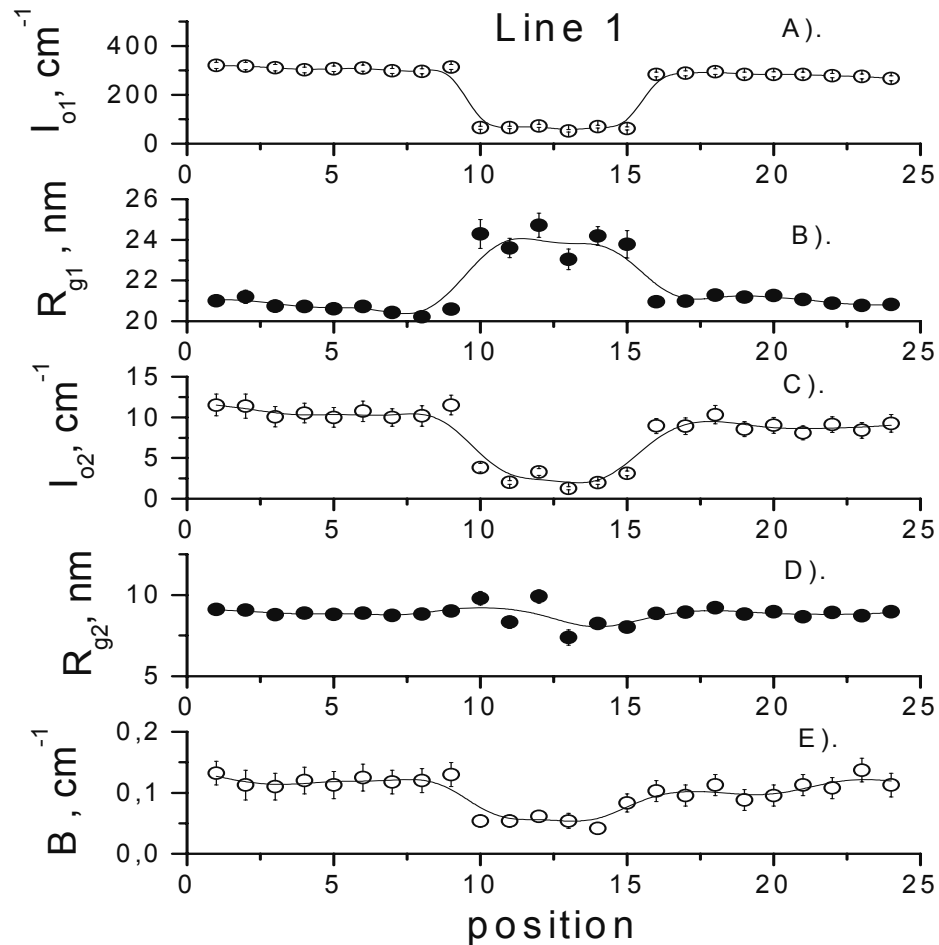
radii  $R_{1,2} = (5/3)^{1/2} Rg_{1,2}$ .

In base and joint metal defects' numbers differ strongly  
Their dimensions do not show significant deviations !

# Line 9: Guinier model

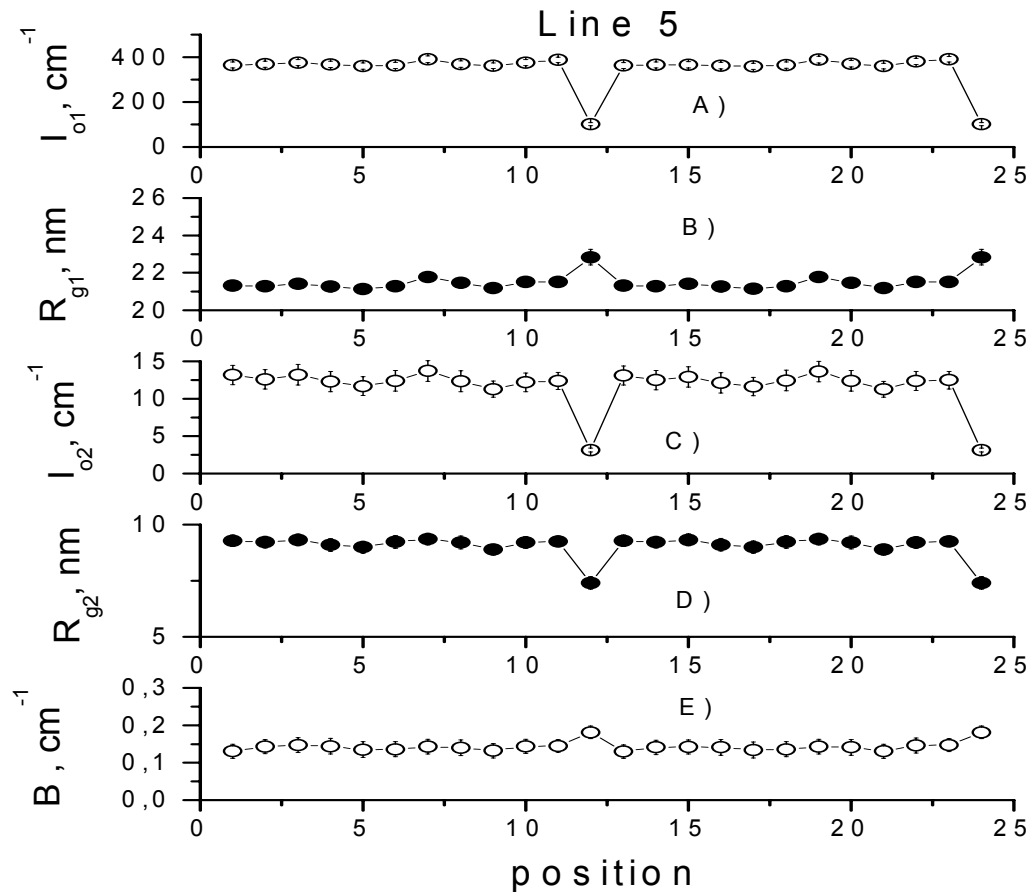


Line 1: A),B) and C),D) - forward cross sections and radii of big and middle particles  
E). "incoherent" cross section of tiny defects

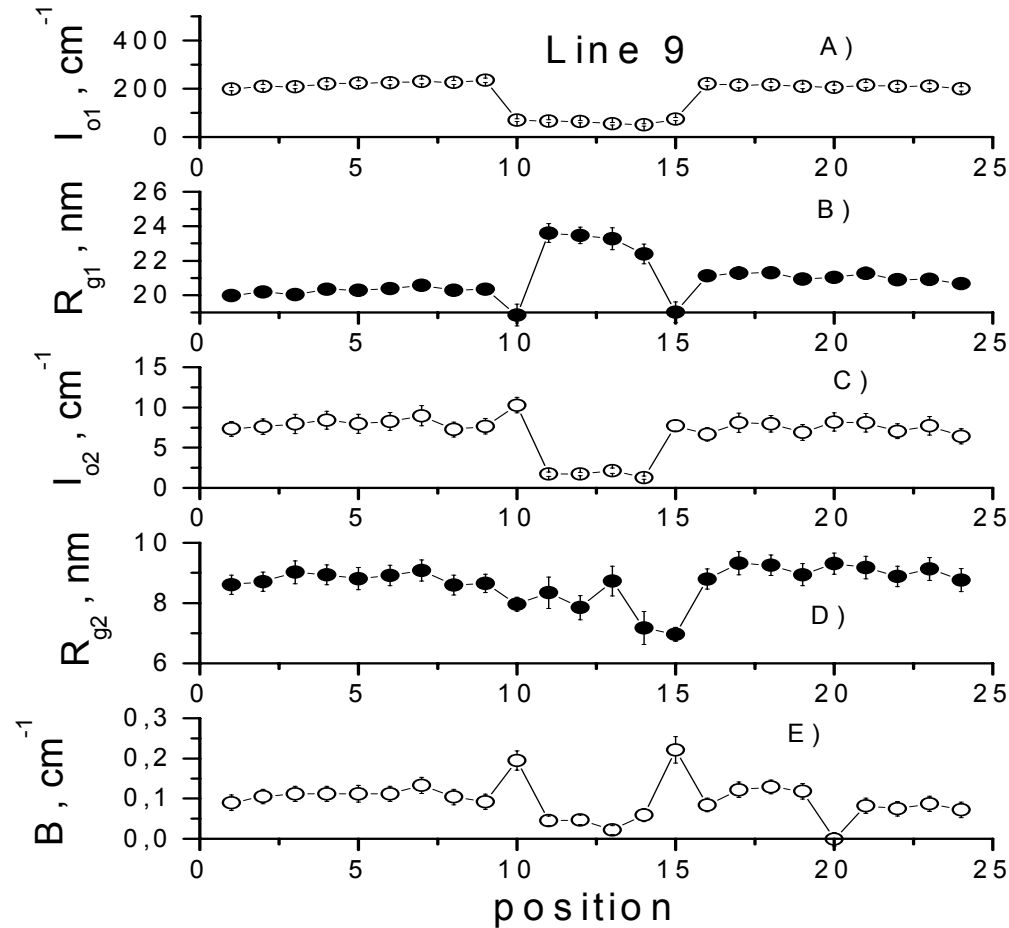


Line 5 - center of joint:

A),B) and C),D) - forward cross sections and radii of big and middle particles; E). "incoherent" cross section



Line 9: A),B) and C),D) - forward cross sections and radii of big and middle particles;  
E). "incoherent" cross section





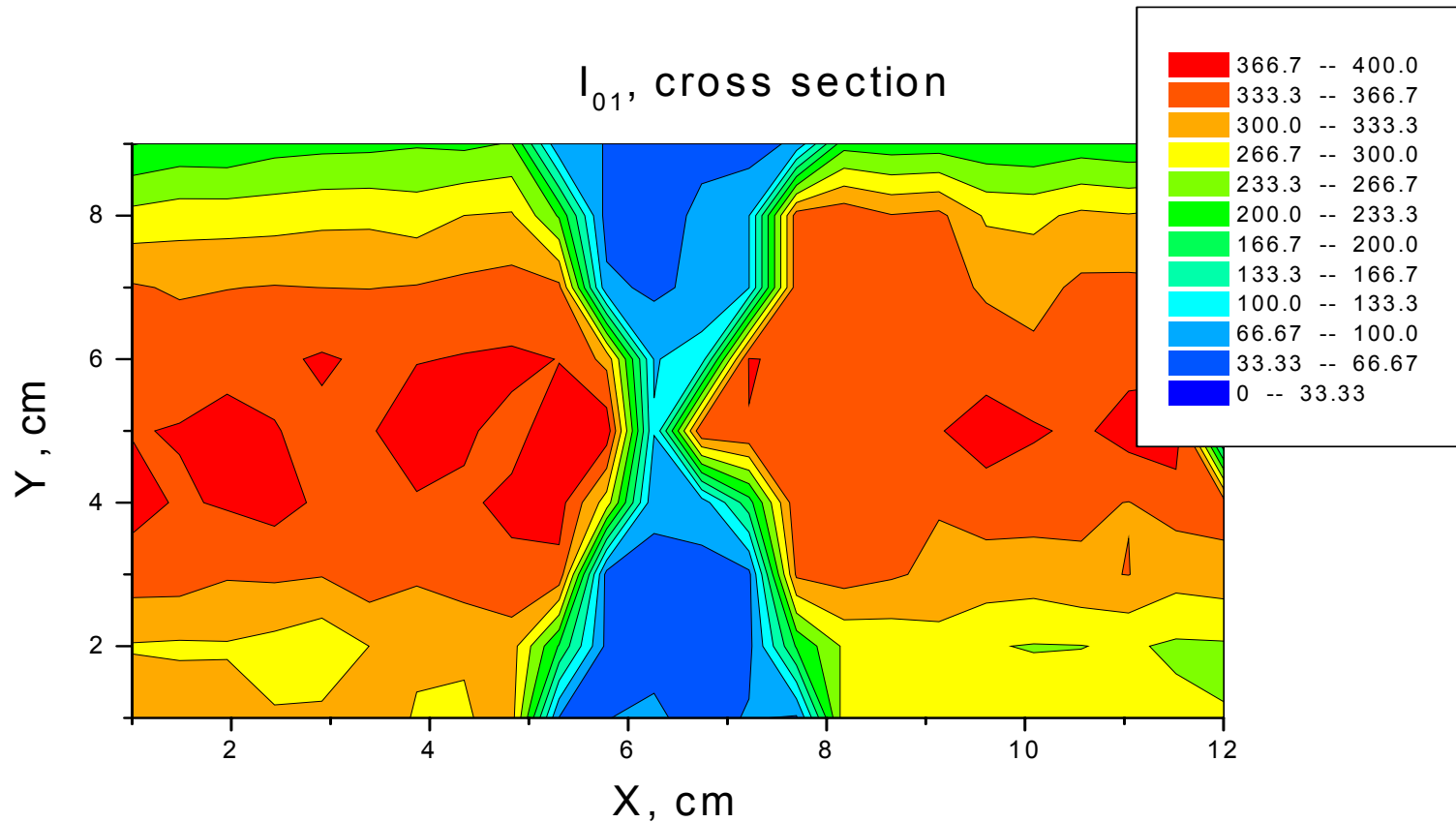


# Nanoscale structure Base and joint metal

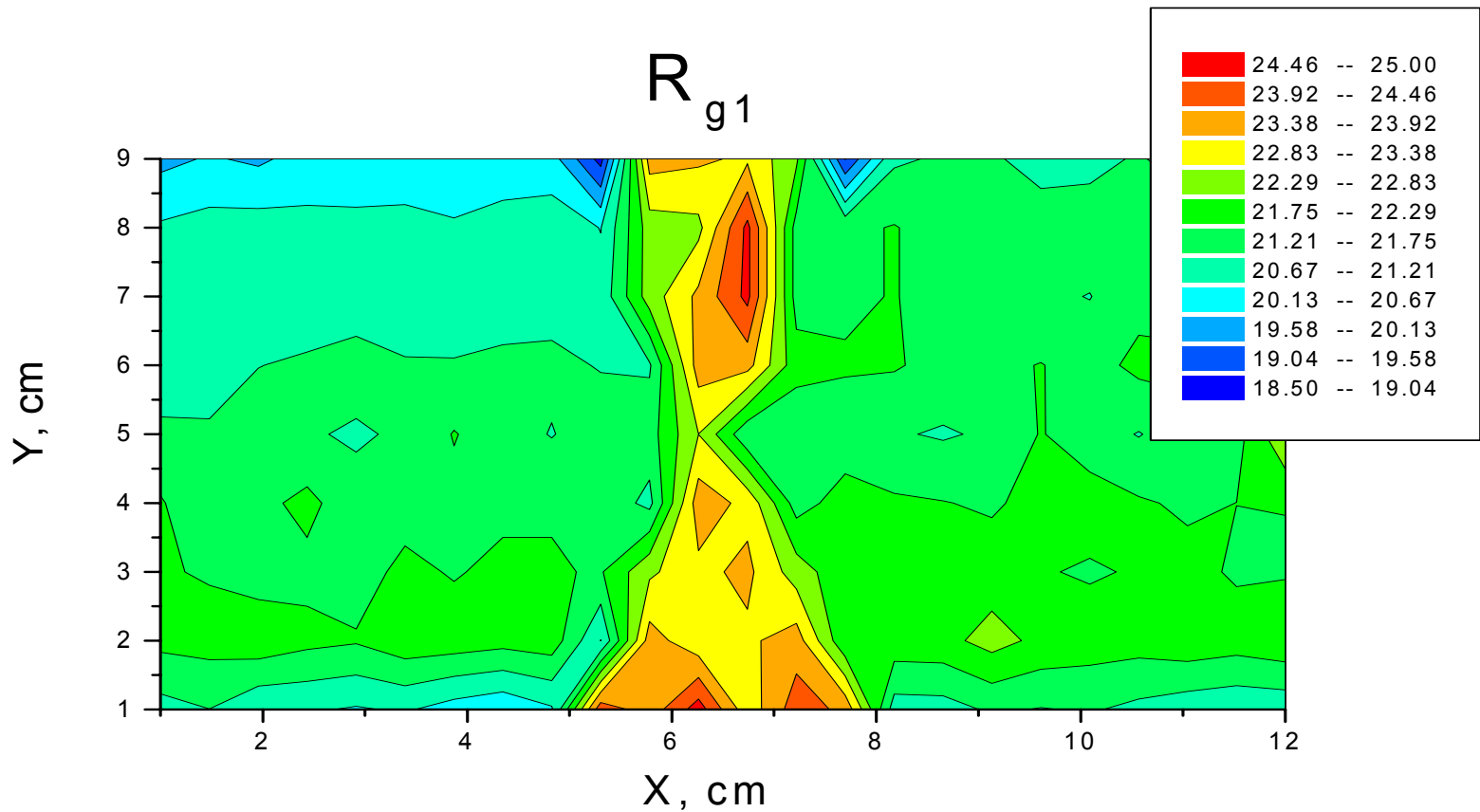
---

- Big defects in base metal,  $Rg1=20-22$  nm
- Interior the joint the radius is larger by  $\sim 10\%$
  
- Middle defects,  $Rg2 = 7-9$  nm
- Interior the joint their size is smaller by  $\sim 10\%$
  
- Cross sections for big and middle particles are lower by factor  $\sim 5$  interior the joint as compared to base metal
  
- In joint metal cross section of tiny defects  $\sim$  nuclear incoherent cross section
- Base metal: additional point defects !
- Border of joint: "islands" of high concentration of point defects !

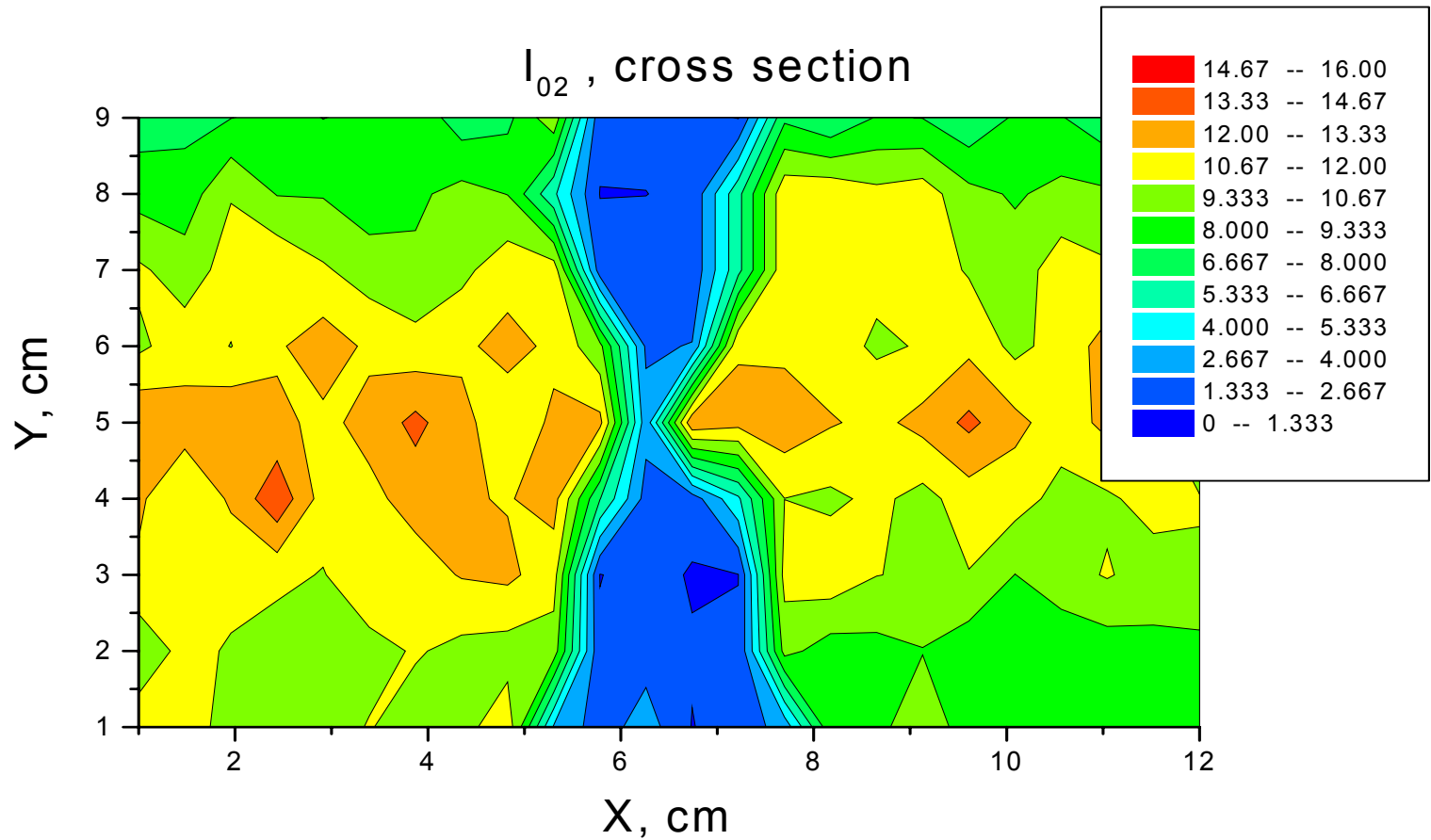
# Forward cross section $I_{01}$ for big defects



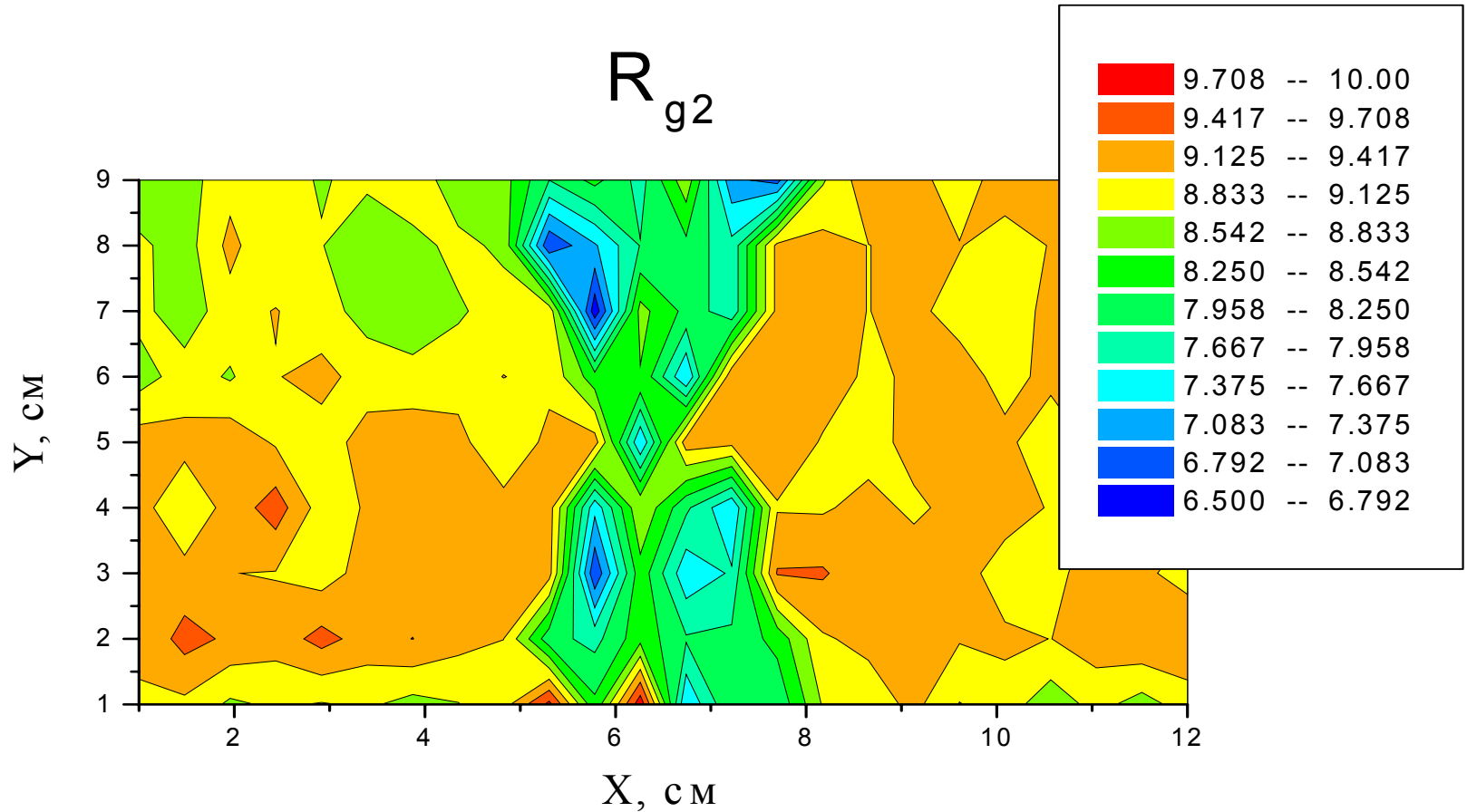
# Gyration radius of big defects



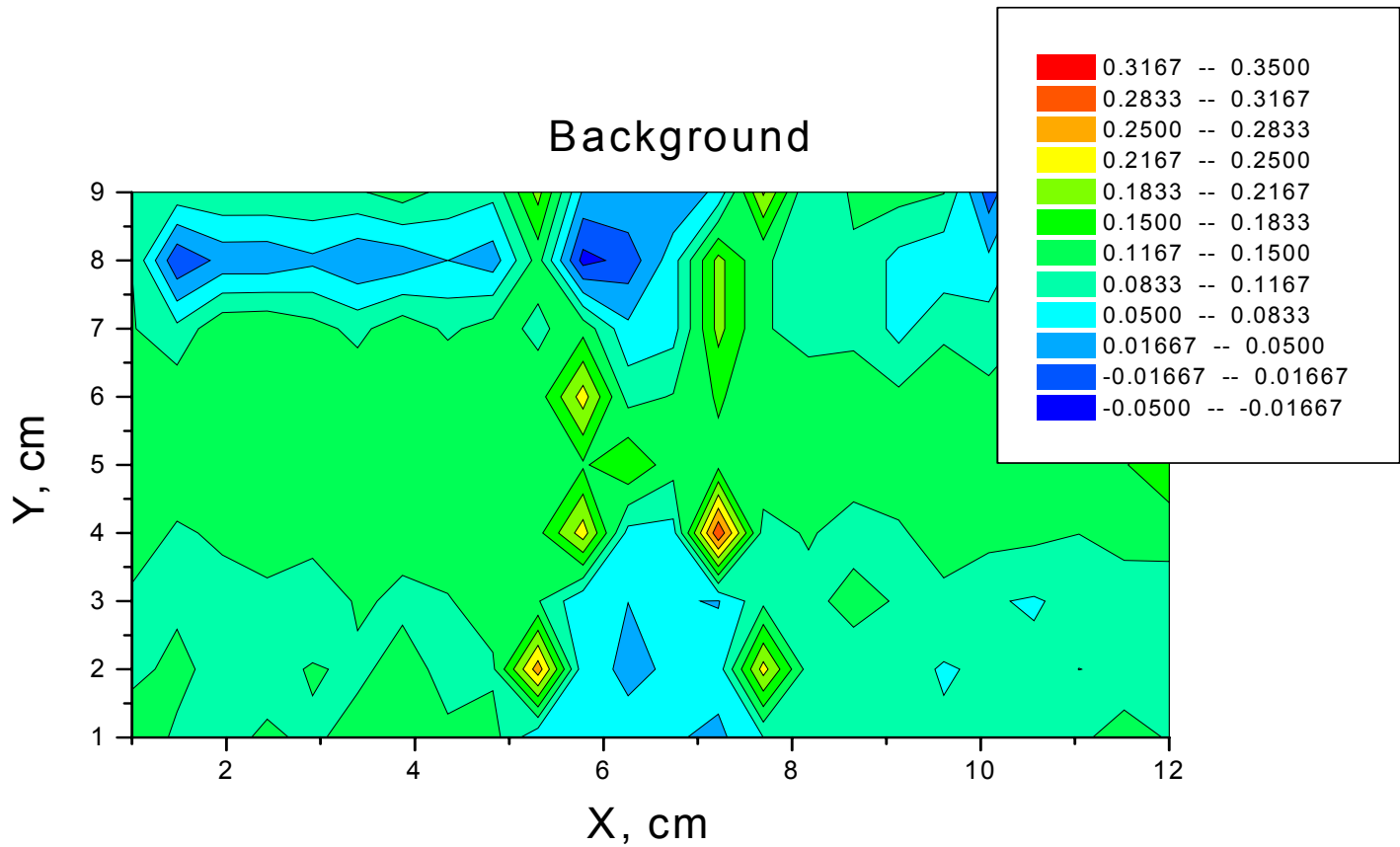
# Middle defects' cross section

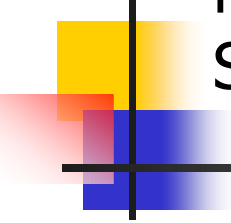


# Gyration radius of middle defects



# Cross section of "point" defects





Carbides  $C_6Cr_{23}$  can be localized at grain borders  
Monolayers at the borders of crystalline blocks  
Scattering angles  $\sim \lambda/D$

---

Layer thickness  $D = 2R_{g1}/\sqrt{3} \sim 24 \text{ nm} \sim$  middle  
particle diameter  $2R_{g2} \sim 18 \text{ nm}$

Middle particles can form layers at blocks' borders  
Number of particles in such a lamella

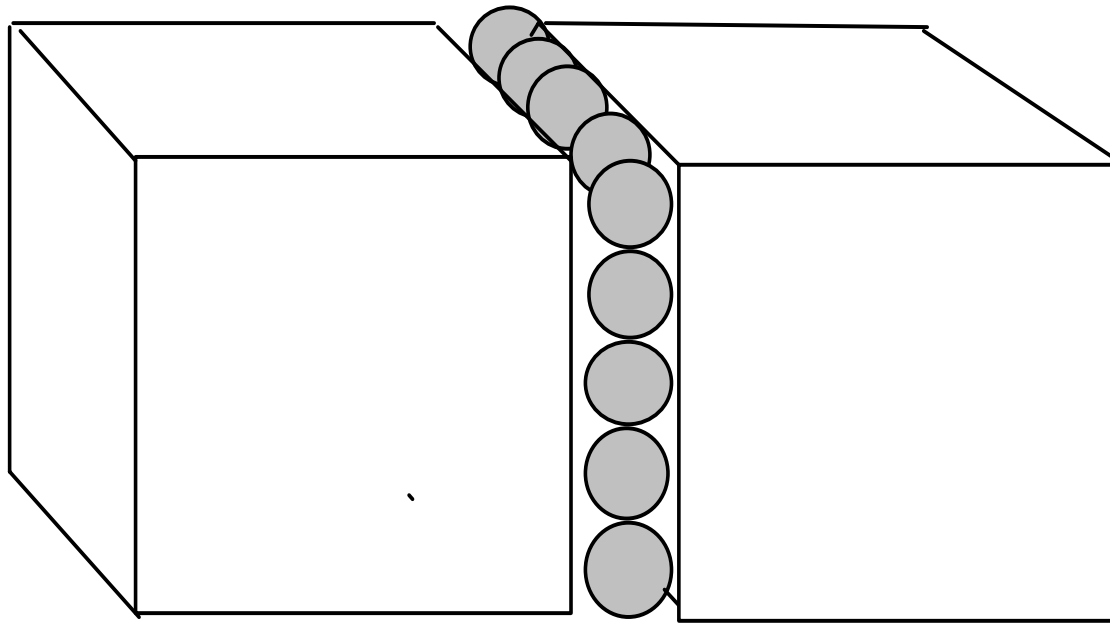
**In base metal  $nB = (I_{01}/I_{02}) = 29$**

**In joint metal  $nw = (I_{01}/I_{02}) = 35$**

Lamella size  $\sqrt{n} \cdot R_{g2} \sim 100 \text{ nm}$

$\sim$  size of crystalline block

# Carbides grouping at blocks' borders

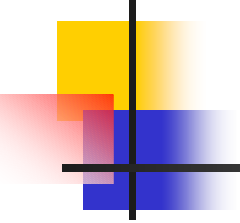




# Content of $C_6Cr_{23}$

- fcc, unit cell: 92 atoms of Cr, 24 atoms of C
- Lattice constant  $a = 1.051-1.073$  nm
- Carbide density  $\rho = 7.07$  g/cm<sup>3</sup>

- Nuclear scattering length density  $K_C = 4.15 \cdot 10^{10}$  cm<sup>-2</sup>
- Iron:  $K_{Fe} = 7.9 \cdot 10^{10}$  cm<sup>-2</sup>
- Carbides have negative contrast in metal matrix
- $\Delta K = -3.8 \cdot 10^{10}$  cm<sup>-2</sup>
  
- Carbides content:  $\varphi_B = 0.12$  % vol. in base metal
- $\varphi_W = 0.023$  % in welded metal.
  
- Mass of carbon precipitated 0.047 % wt. in base metal
- 5 times lower than the amount of precipitated carbon in welded metal, 0.0090 % wt.
  
- 70 % of carbon in base metal is precipitated
- The SANS is sensitive even to inclusions amount  $\sim 10^{-2}$  % vol.

- 
- 1. V.T.Lebedev, A.N.Lapin, V.I.Didenko, K.A.Konoplev, D.N.Orlova, Gy.Torok, E.Retfalvi, Opportunities of investigations of strength and fracture problems of constructional materials by SANS, The 7th Conference of material issues in design manufacturing and operation of nuclear power plants equipment, 17-21 June, 2002, St.Petersburg / Conference proceedings sec.1, pp.248-259.
  - 2. V.Lebedev, V.Didenko, A.Lapin, K.Konoplev, D.Orlova, Gy.Torok, E.Retfalvi, Small-angle neutron scattering investigation of plastically deformed steel, J.Appl. Cryst. (2003) v.36, pp.629-631.
  - 3. Botchvar A.A. Material Science, - Moscow: State Sci&Techn. Publishers for Metalurgy, 1956, 495 p.
  - 4. Parshin A.M., Structure and strength and plasticity of stainless and heat-resistant steels and alloys used in shipbuilding. - Leningrad: "Shipbuilding publishers", 1972, 288 p.
  - 5. Svergun D.I., Feigin L.A., X-ray and neutron small-angle scattering, Moscow: "Nauka-publishers", 1986, 279 p.



ELSEVIER

Available online at [www.sciencedirect.com](http://www.sciencedirect.com)

SCIENCE @ DIRECT®

Physica B 358 (2005) 224–231

---

---

**PHYSICA B**

---

---

[www.elsevier.com/locate/physb](http://www.elsevier.com/locate/physb)

# SANS study of the precipitates microstructural evolution in Al 4032 car engine pistons

M. Rogante<sup>a,\*</sup>, V.T. Lebedev<sup>b</sup>, F. Nicolaie<sup>c</sup>, E. Rétfalvi<sup>d</sup>, L. Rosta<sup>d</sup>

<sup>a</sup>*Rogante Engineering Office, NDT, Contrada San Michele, n. 61, P.O. Box 189, 62012 Civitanova Marche, Italy*

<sup>b</sup>*Petersburg Nuclear Physics Institute, Gatchina, St. Petersburg, Russia*

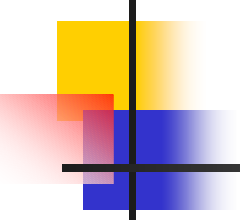
<sup>c</sup>*Ferrari Gestione Sportiva, Gruppo Metallurgia, Via Ascari, 55/57, 41053 Maranello, Italy*

<sup>d</sup>*Research Institute for Solid State Physics and Optics, Budapest, H-1525, POB.49, Hungary*

Received 30 November 2004; received in revised form 10 January 2005; accepted 11 January 2005

# Engine of tracing car

- SANS study of precipitates in piston
- AlSiCuNiMg alloy
- SANS from 5 points of new (old) piston's crown
- Center of new sample: isotropic scattering
- Lateral parts:  
anisotropic scattering (texture created by manufacturing)
- Alloy's mechanical properties are sensitive to thermal treatment
- Operating temperature is close and in certain parts of the crown exceeds the aging temperature
- Aging alters mechanical properties related to precipitates structural changes



# Long-term exploitation under thermal and mechanical stresses in cars' engine

- Al 4032 is basically a forging alloy
- SANS examination of material to find the precursors of fracture



# Scientific background

## Neutron studies

---

Plastic deformation: huge scattering (Cu, Al, Ni) [4-6]

Cracks, precipitates  $\sim 100$  nm in fracture zone [6]

**Polycrystalline Cu, Ni, Fe:  $I(q) \sim 1/q^D$ ,  $D = 2.5 - 3.5$  [2]**

**$D \sim 2$**  for dislocation loop,  **$D=3\pm 0.5$**  for groups

Grouping creates interior surfaces, voids, crystal borders, cracks

**$3 < D \leq 4$ ,  $D = 4$**  for sharp defect's border ! [4].

Electron microscopy: surface, thin slices [1]

Nuclear (magnetic) scattering on dislocations

Dislocations' densities found from cross section

# Residual hardness measurements on piston crown after operation

- Temperature of crown, exceeding the aging temperature, causes a coalescence of hardener elements: **AlCu, AlMg, AlMgCu** precipitation
- Evaluation of shape and size of precipitates:
  1. Location the areas of maximum thermal alteration
  2. Measurement of alteration rate

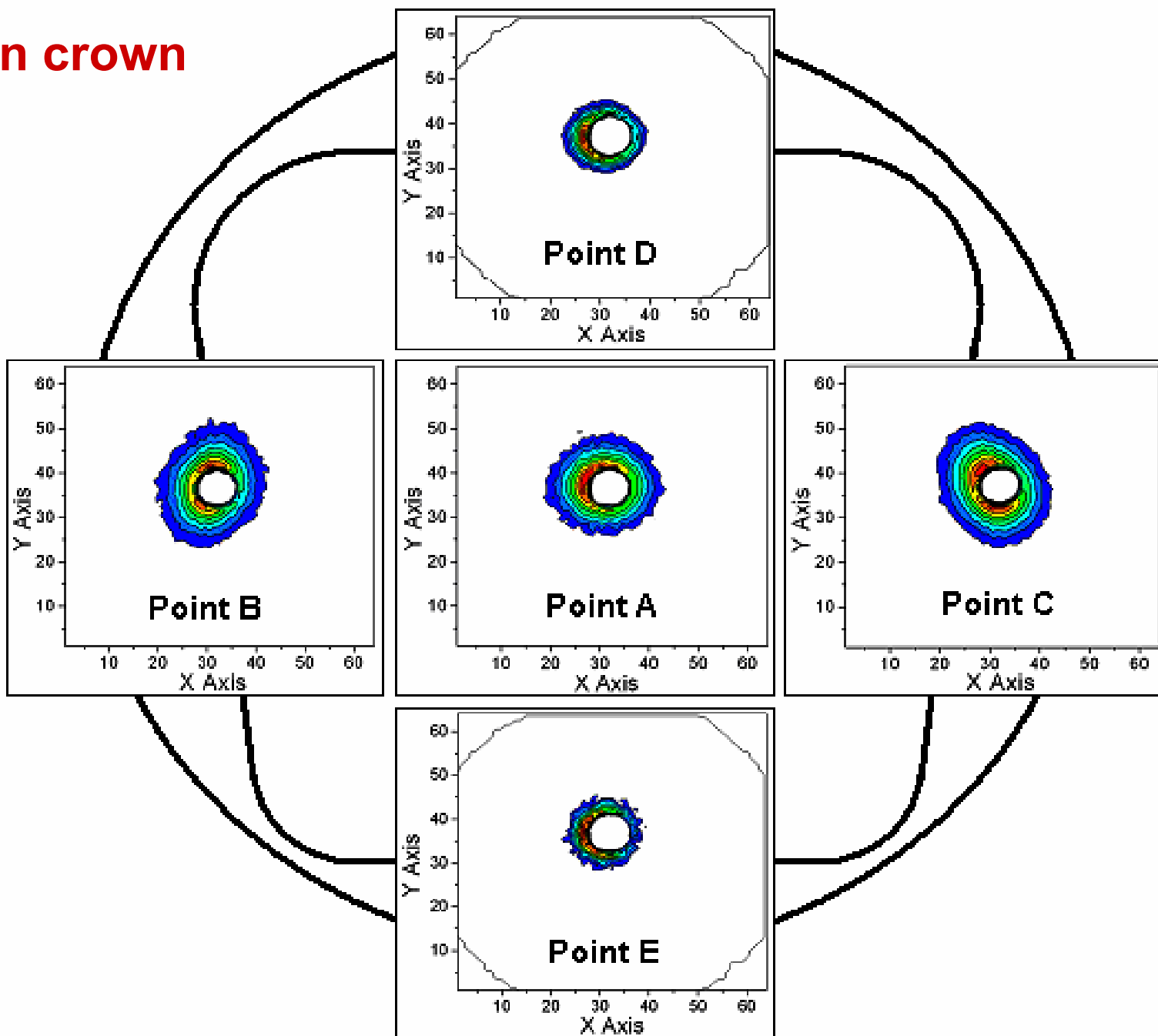
Table 1  
Composition of Al-based alloy and scattering lengths for nuclei

Element	Si	Fe	Cu	Mg	Cr	Ni	Zn
at %	11.0–13.5	≤1.0	0.5–1.3	0.8–1.3	≤0.1	0.5–1.3	≤0.25
$b$ ( $10^{-12}$ cm)	0.415	0.945	0.772	0.538	0.364	1.03	0.568

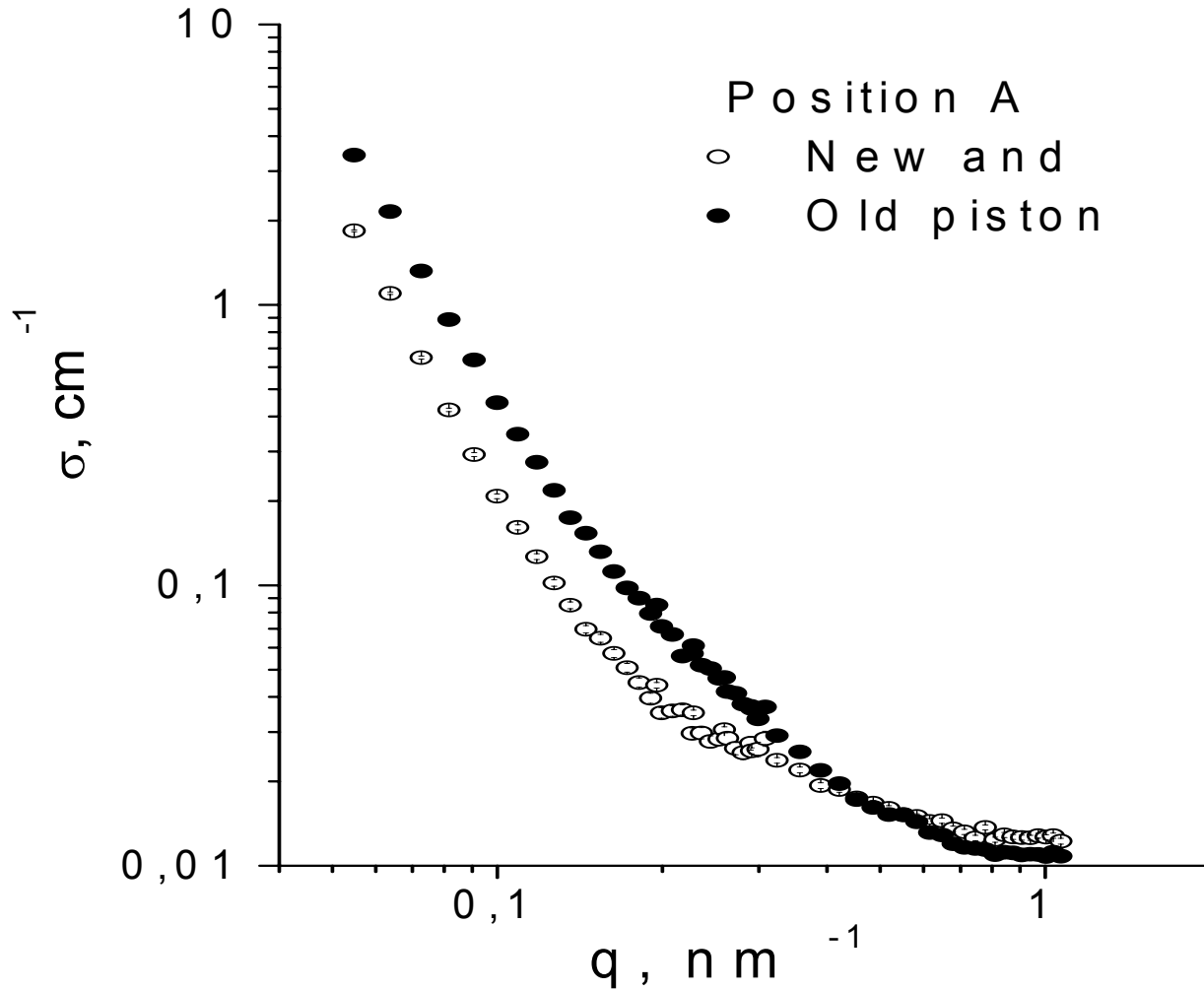
Remainder each (0.05% max.), remainder total (0.15% max.).



# Piston crown



# SANS from the piston crown: central position



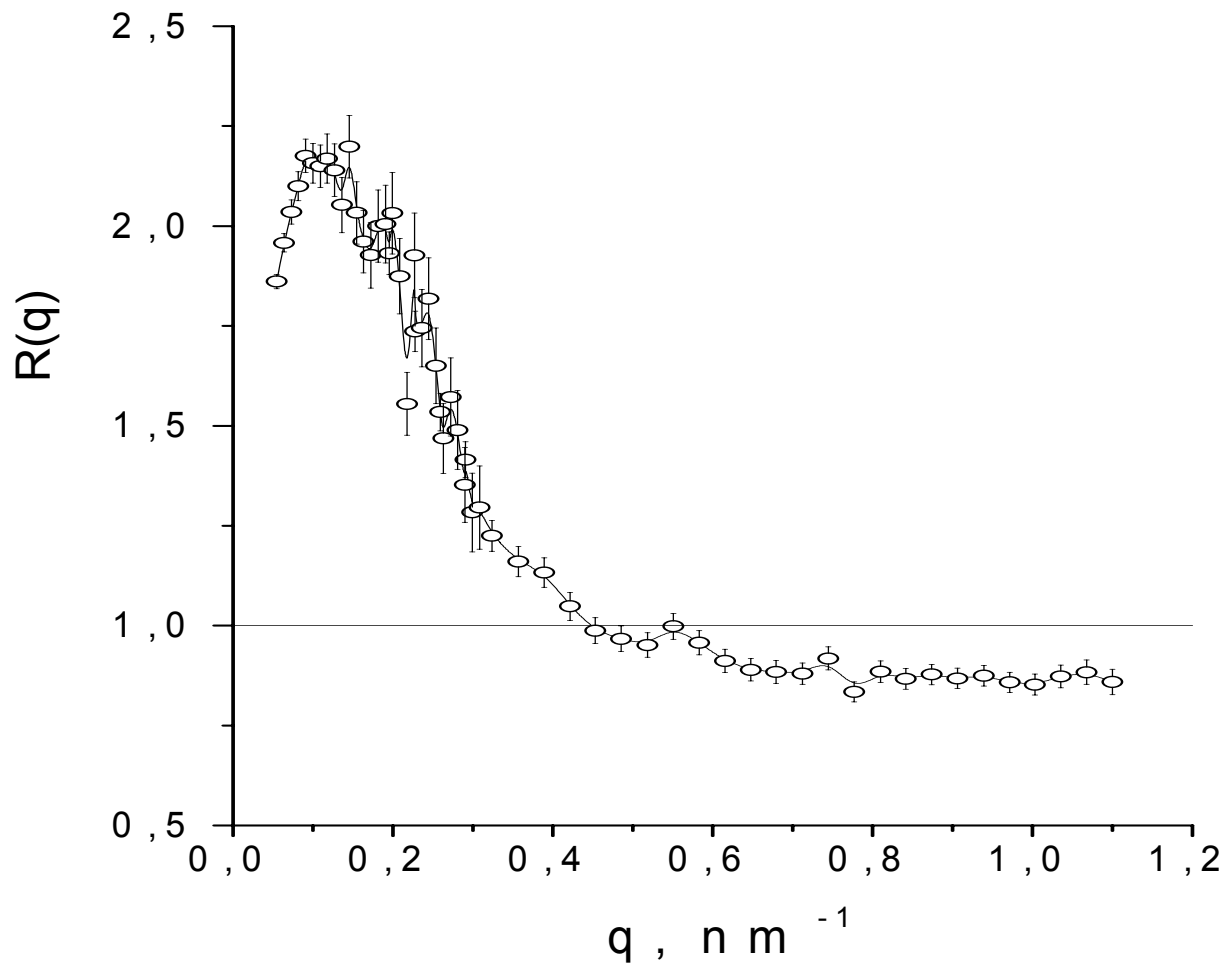
## SANS-patterns for central point

■  $\sigma(\mathbf{q}) = d\sigma/d\Omega$  per  $\text{cm}^3$ ,  $\lambda = 1.224 \text{ nm}$

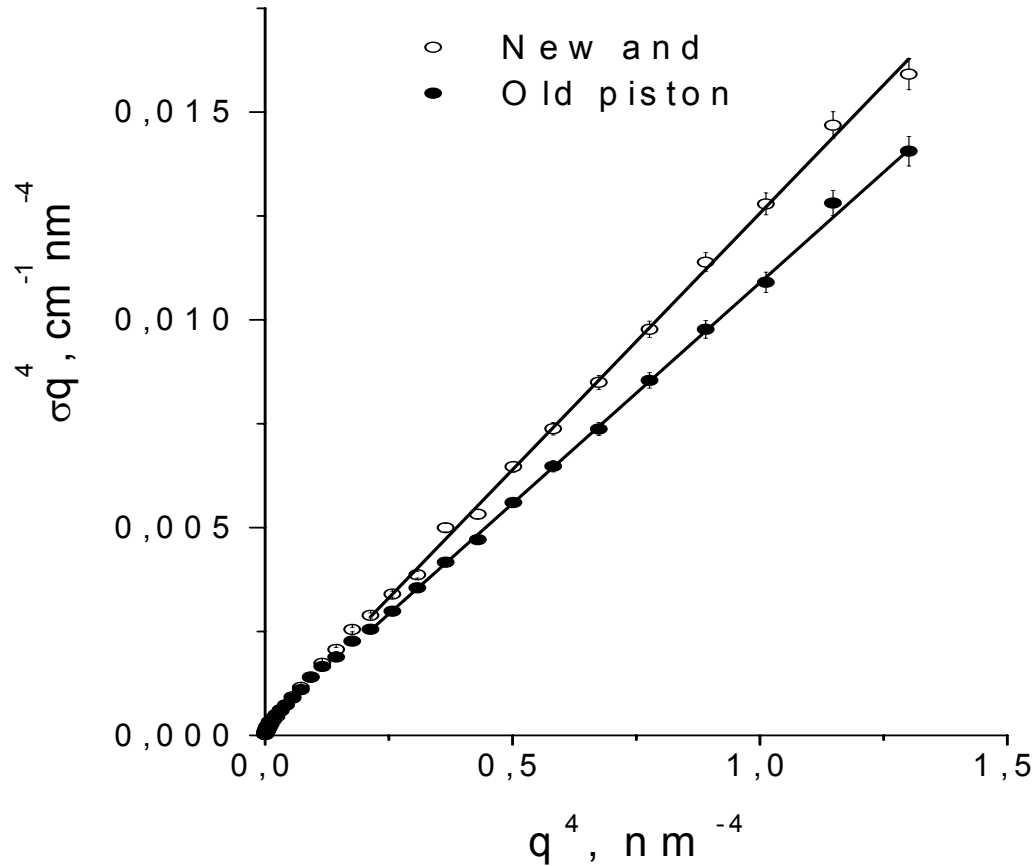
■  $\mathbf{q} = 0.05 - 1.2 \text{ nm}^{-1}$ , scale  $r \sim 1/\mathbf{q} = 1 - 20 \text{ nm}$

- $\sigma(\mathbf{q})$  increase by factor 2 after operation  
 $R(\mathbf{q}) = \mathbf{I}_{\text{OLD}}/\mathbf{I}_{\text{NEW}}$  has a maximum  
at  $\mathbf{q} = 0.05 - 0.2 \text{ nm}^{-1}$
- Thermal treatment causes the growth of defects  
 $r \sim 1/\mathbf{q} \sim 5 - 10 \text{ nm}$
- Scattering became weaker at  $\mathbf{q} \sim 1 \text{ nm}^{-1}$ :  
**annealing** of small defects (vacancies)

Gain in scattering after operation:  $R(q) = I_{\text{OLD}}/I_{\text{NEW}}$



# Porod plot for new and old piston: central position



## Porod plot $I(q) \cdot q^4$ vs. $q^4$

Separation structural effects from incoherent scattering and point defects contribution

---

- New and old piston obey the law:

$$\mathbf{I} \cdot \mathbf{q}^4 = \mathbf{A} + \mathbf{B} \cdot \mathbf{q}^4$$


- $\mathbf{A} = 2\pi(\Delta\mathbf{K})^2 \cdot \mathbf{S}_t$

Total area of particles, for spheres:

$$\mathbf{S}_t = 4\pi\mathbf{R}_p^2\mathbf{N}_p$$

$\mathbf{R}_p$  is the radius,  $\mathbf{N}_p$  is the number of particles in the sample

- Parameter  $\mathbf{B}$  - incoherent cross section

- 
- Aging increase the surface by **~20 %** (precipitates growth) and decrease incoherent background by **~15 %** (annealing of vacancies)

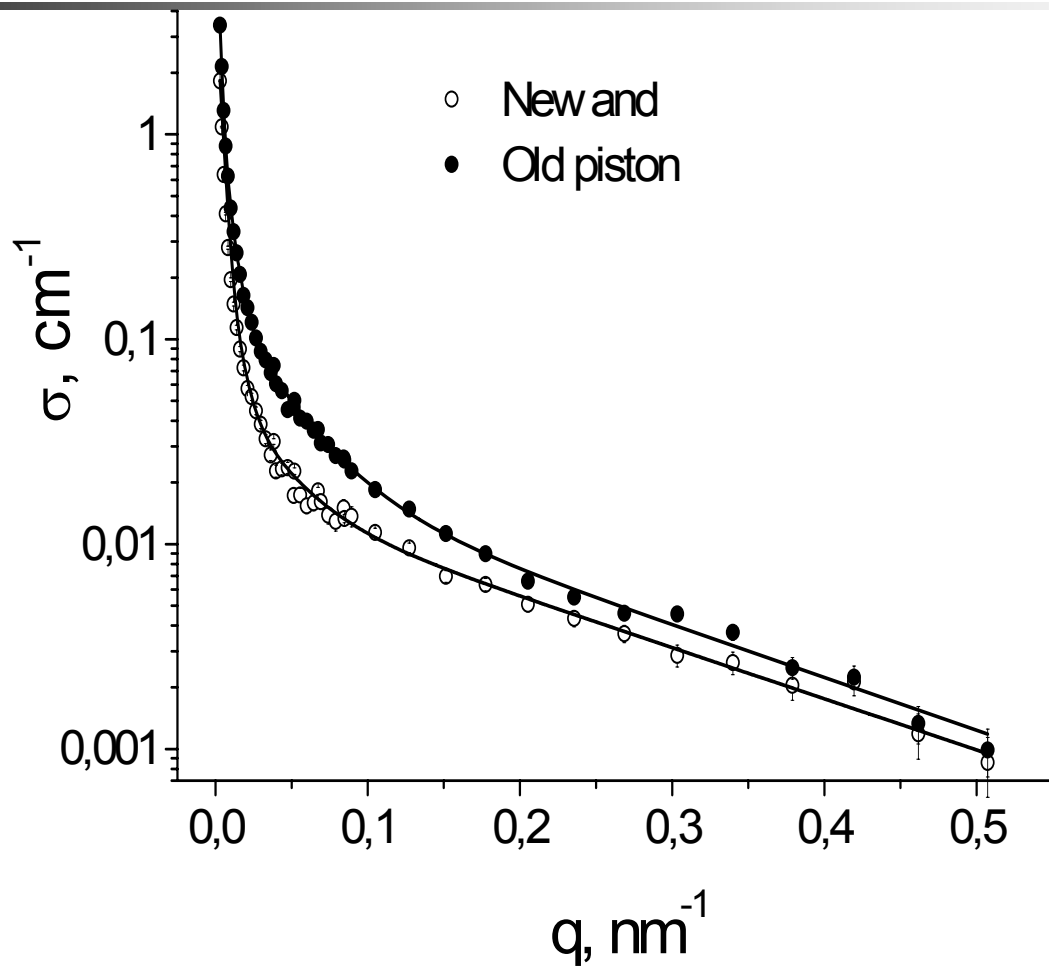
- Range of contract factors for different precipitates

$$\Delta K^2 = (0.4-1.7)10^{20} \text{cm}^{-4}$$

- Interior surface gain

$$\Delta S_t \sim (4-16) \cdot 10^2 \text{ cm}^2$$

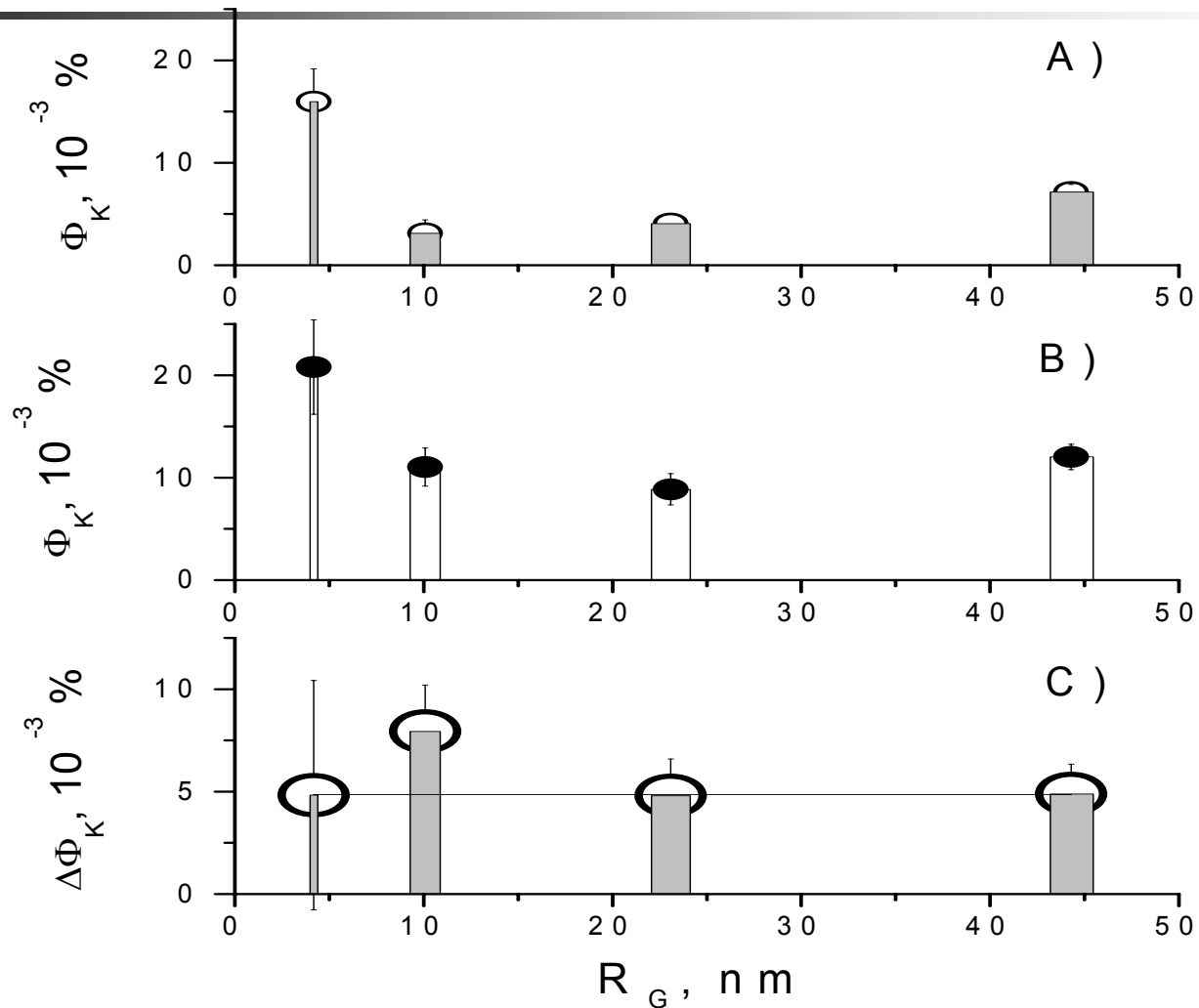
# Guinier approximation






# Volume content of precipitates vs. radius:

A). new; B) old material; C). Difference  $\Phi_{Kold} - \Phi_{Knew}$



- 
- 
- [1] D. Broek, Elementary engineering fracture mechanics, Leyden (1974).
  - [2] W. Schmatz, Neutron Small-Angle Scattering from Dislocations, Rivista del Nuovo Cimento (1975), 5, 3 398.
  - [3] A. Seeger, E. Kroner, Theorie der Kleinwinkelstreuung von Rontgen- Strahlen Und Neutronen durch innere Spannungen in festen Korpern, insbesondere durch Versetzungen, Zeitschrift für Naturforschung, (1959) A14 , 74.
  - [4] N. M. Okuneva, V. E. Zhitarev, V. N. Savelyev, S. B. Stepanov, A. I. Slutsker, Small angle scattering of cold neutrons in metals, Phys. of the Solid State, (1976), 18, 12 3682.
  - [5] V. E. Zhitarev, N. M. Okuneva, V. S. Ryskin, A. I. Slutsker, S.B.Stepanov, Small angle scattering of cold neutrons in deformed metals, Phys. of the Solid State (1981), 23, 92681.
  - [6] L. Cser, I. Kovach, N. Kroo, and G. Zsigmond, Small-angle Neutron Scattering Study of Metallic Alloys by a Double Crystal Device, Preprint FKFI 1982-35, Budapest (1982).

# СТРУКТУРА РАДИАЦИОННЫХ ДЕФЕКТОВ В КВАРЦЕ



# СИНТЕТИЧЕСКИЙ КВАРЦ

$\rho = 54 \text{ см}^{-2}$



$\rho = 570 \text{ см}^{-2}$



## ДЫМЧАТЫЙ КВАРЦ



## ГОРНЫЙ ХРУСТАЛЬ



МАСШТАБ: 1 см 

# Синтетический кварц, плотность дислокаций $\rho = 54 \text{ см}^{-2}$ , $\rho = 570 \text{ см}^{-2}$ Природные - дымчатый кв. и горный хрусталь

Нейтроны,  $E_n > 0.1 \text{ МэВ}$ :  $\Phi = 2 \cdot 10^{16} - 5.0 \cdot 10^{18} \text{ н/см}^2$   
 $\Phi = 2 \cdot 10^{16} \text{ н/см}^2$ : нет изменений структуры  
искусственного кварца !

**Природные образцы:** заметное число дефектов

- Укрупнение за счет слияния при увеличении флюенса !

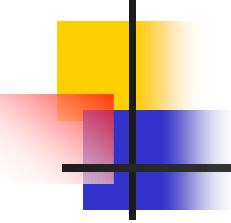
**Синтетический кварц:**  $\Phi = 8 \cdot 10^{17} - 5.0 \cdot 10^{18} \text{ н/см}^2$

Генерация дефектов,  $r_g \sim 1-2 \text{ нм}$  и  $R_G \sim 40-50 \text{ нм}$

Рост числа и объемной доли дефектов.

Крупные дефекты  $R_G \sim 40-50 \text{ нм}$  - начало аморфизации!

Образование линейных дефектов – каналов  
радиусом  $\sim 2 \text{ нм}$  в синтетическом кварце

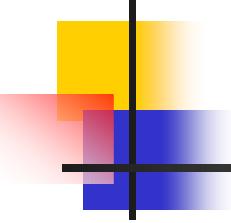


# Кварциты - основная часть земной коры

## Роль дефектов в миграции газовых потоков (гелия, трития) к поверхности Земли

---

- Дефекты, исходные и индуцированные радиационными, термическими, механическими нагрузками - ловушки элементов, в т. ч. радиоактивных (радон)
- Модификация кварцев облучением протонами, нейтронами, электронами,  $\gamma$ -квантами для получения функциональных материалов с необходимыми характеристиками (проблема захоронения отходов в глубинных кварцевых породах при условии выяснения их радиационной стойкости)
- Для модификации вещества в объеме наиболее эффективны быстрые нейтроны, способные создать нужную дефектную структуру в объеме кварца



Кварц – одна из кристаллических модификаций двуокиси кремния  $\text{SiO}_2$  (кремнезема), имеющего несколько разновидностей

Разновидность кремнезема	Температурная область устойчивости
$\alpha$ -кварц (низкотемпературный) .	$T < 573^\circ \text{C}$ при нормальном давлении
$\beta$ – кварц (высокотемпературный)	$573^\circ \text{C} < T < 880^\circ \text{C}$
Тридимит	$880^\circ \text{C} < T < 1470^\circ \text{C}$
Кристобалит	$1470^\circ \text{C} < T < 1710^\circ \text{C}$

Плотность  $\alpha$ -кварца  $\rho = 2.649 \text{ г/см}^3$

Твердость по десятибальной шкале равна 7

Кварц прозрачен для УФ и частично ИК-излучений !

## Основные прозрачные разновидности $\alpha$ -кварца

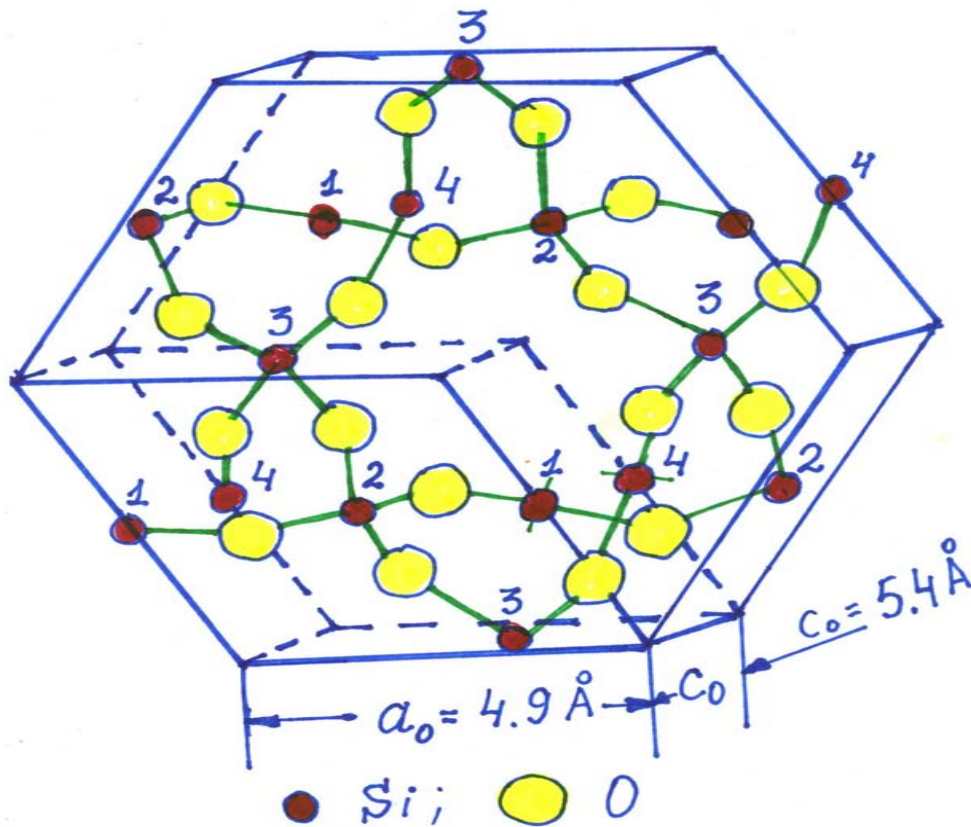
Вид	Цвет	Примеси
Синтетический	Бесцветный	Обычно Al
Горный хрусталь	Бесцветный	Если отсутствуют примеси Ti, Fe и центры окраски.
Раухтопаз (дымчатый)	Дымчатый	Замена атомов Si на атомы Al
Аметист	Фиолетовый	$Fe^{3+}$ (желто-образующий) , $Fe^{2+}$ (зелено-образующий)
Морион	От черного до зеленовато- желтого	Al
Цитрин	Красноватый	$Fe^{3+}$



Quartz has two polymorphs

Alpha quartz is trigonal and stable below 573 C

Above 573 C the structure inverts to beta quartz, which is hexagonal



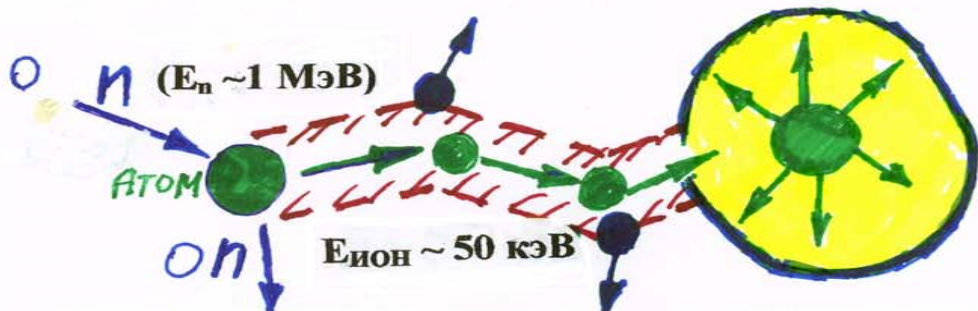
$\alpha$ -кварц

$$c_0 = 5.393 \text{ \AA}$$

$$a_0 = 4.903 \text{ \AA}$$

1, 2, 3, 4 – положения Si

# СХЕМА КАСКАДНОГО ПРОЦЕССА ПРИ ОБЛУЧЕНИИ НЕЙТРОНАМИ



Максимум распределения смещенных атомов вдоль пробега в кварце находится на расстоянии 36 -130 нм для выбитых ионов кислорода с энергиями от 20-100 кэВ и 18-80 нм для ионов кремния с энергиями от 20-100 кэВ [19].

## СТРУКТУРНЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ



Точечные  
Дефекты  
(френкелевские пары)



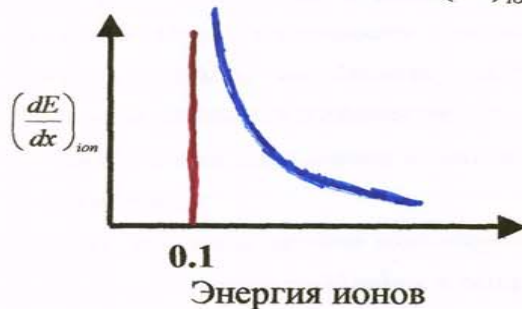
Протяженные  
дефекты

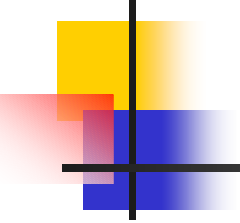


Глобулы  
(пики смещения)

## ТОРМОЖЕНИЕ ИОНОВ В ВЕЩЕСТВЕ

Ионизационные потери ионов  $\left(\frac{dE}{dx}\right)_{ION} \approx \frac{1}{E_{ION}}$





Нейтрон может выбить атом из узла в междоузлие  
Образуется *френкелевская пара*  
*«междоузельный атом-вакансия»*

---


Выбитые атомы O и Si, получив большую энергию, вызывают локальные повреждения решетки, генерируют крупные дефекты

Максимум распределения смещенных атомов вдоль пробега  
- на расстоянии **36 -130 нм** для выбитых ионов кислорода с энергиями от **20-100 кэВ**

- **18-80 нм** для ионов кремния с энергиями от **20-100 кэВ**

Расстояния между смещенными атомами малы  
Создается область разупорядоченной решетки  
- *«пики смещения»*

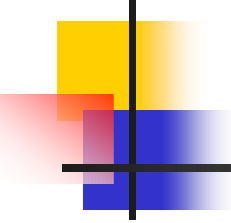
При облучении кристаллов нейтронами возникают точечные дефекты («выбитый атом - вакансия») и «пики смещения»



Нейтронное облучение ведет к образованию смещенных атомов числом на 2-3 порядка больше количества смещений, вызванных  $\gamma$ -лучами

$\gamma$ -излучение - стимулированная диффузия точечных дефектов, отжиг и коагуляции точечных дефектов

- Облучение  $\alpha$ -кварца быстрыми нейтронами ( $> 10^{19}$  н/см<sup>2</sup>)
- Радиационный  $\alpha \rightarrow \beta$  переход  
Области плавления - «пики смещения» - зародыши другой фазы  $\sim 1.5-3.0$  нм остывают до средней температуры мишени за  $10^{-10} - 10^{-11}$  с
- Вокруг расплавленного объема  
- области механических напряжений



**Полная аморфизация,  $\Phi = 1 \cdot 10^{20} - 2 \cdot 10^{20} \text{ н/см}^2$**   
**Большое количество разорванных Si-O -связей**

---

**Фазовый переход  $\alpha \rightarrow \beta$  - начало аморфизации**

- Индукционный периодом формирования зародыша  $10^{-4} - 10^{-8} \text{ с}$
- Объем «пика смещения»
- Критический флюенс зависит от структуры и состава кристалла (разные типы кварца имеют различные примеси)

**Механизм образования зародышей аморфизации при малых флюенсах ?**

Образцы кварца  $1 \times 1 \times 1 \text{ см}^3$  с разной плотностью дефектов:

**Синтетические кристаллы**

- низкая плотностью дислокаций  $\rho = 54 \text{ см}^{-2}$ ,  $\rho = 570 \text{ см}^{-2}$

**Горный хрусталь и дымчатый кварц**

- различные дефекты - вакансии, дислокации, границы кристаллитов

Канал В1 реактора ВВРМ, 60°C

Плотность потока быстрых нейтронов  $\phi = 2 \cdot 10^{10}$  н/см<sup>2</sup>

**Флюенсы:**

---

$$D_1 = 2 \cdot 10^{16} \text{ н/см}^2, D_2 = 8 \cdot 10^{17} \text{ н/см}^2,$$

$$D_3 = 2 \cdot 10^{18} \text{ н/см}^2, D_4 = 5 \cdot 10^{18} \text{ н/см}^2$$

**Надатомная структура**

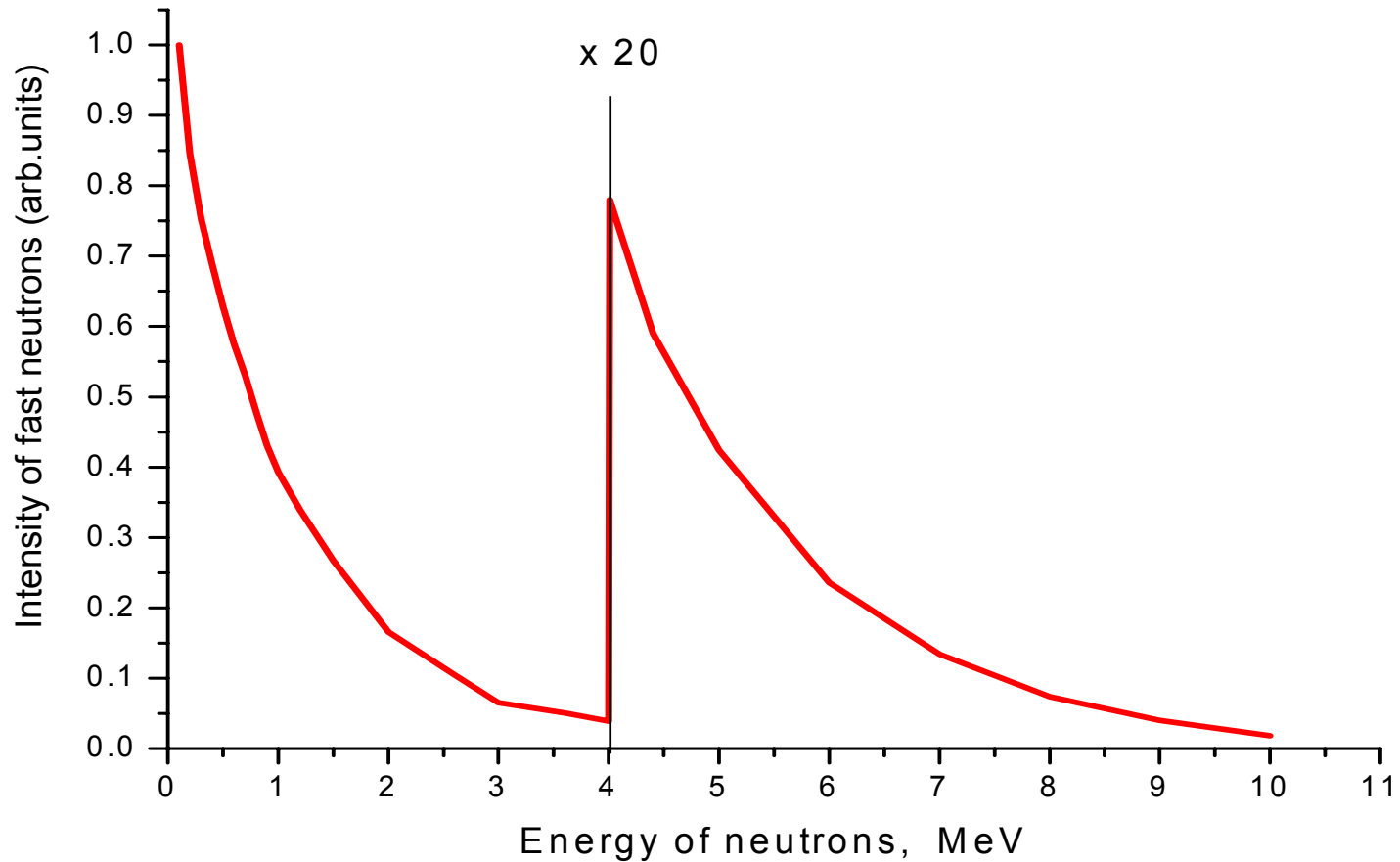
«МЕМБРАНА-2», метод малоуглового рассеяния нейтронов

$$\lambda = 0.3 \text{ нм}, \Delta\lambda/\lambda = 0.3$$

$$\text{диапазон импульсов } q = (4\pi/\lambda)\sin(\theta/2) = 0.03 - 0.8 \text{ нм}^{-1}$$

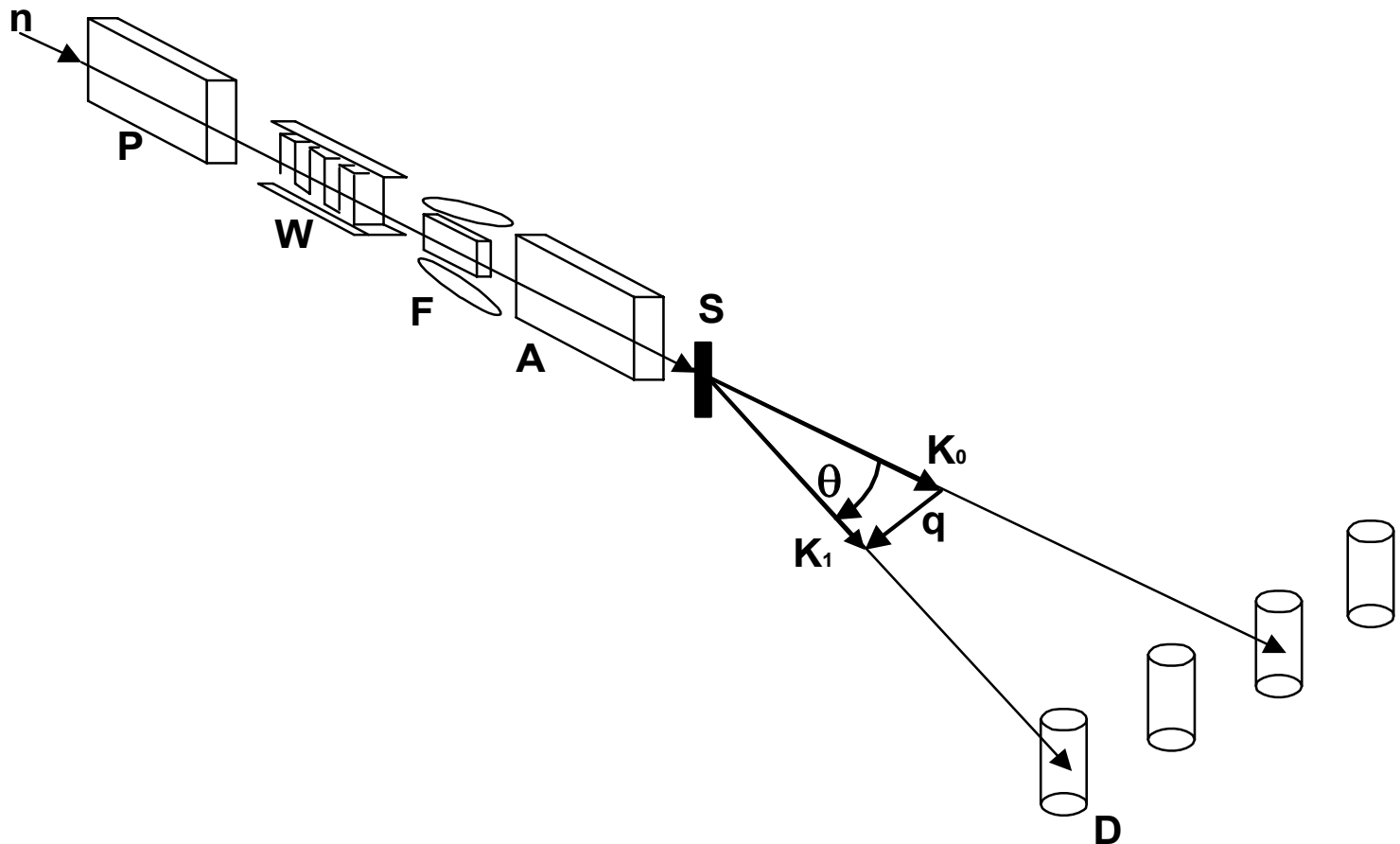
$\theta$  - угол рассеяния нейтронов

# Спектр быстрых ( $E_n > 0.1$ МэВ) нейтронов в канале В1 реактора ВВРМ



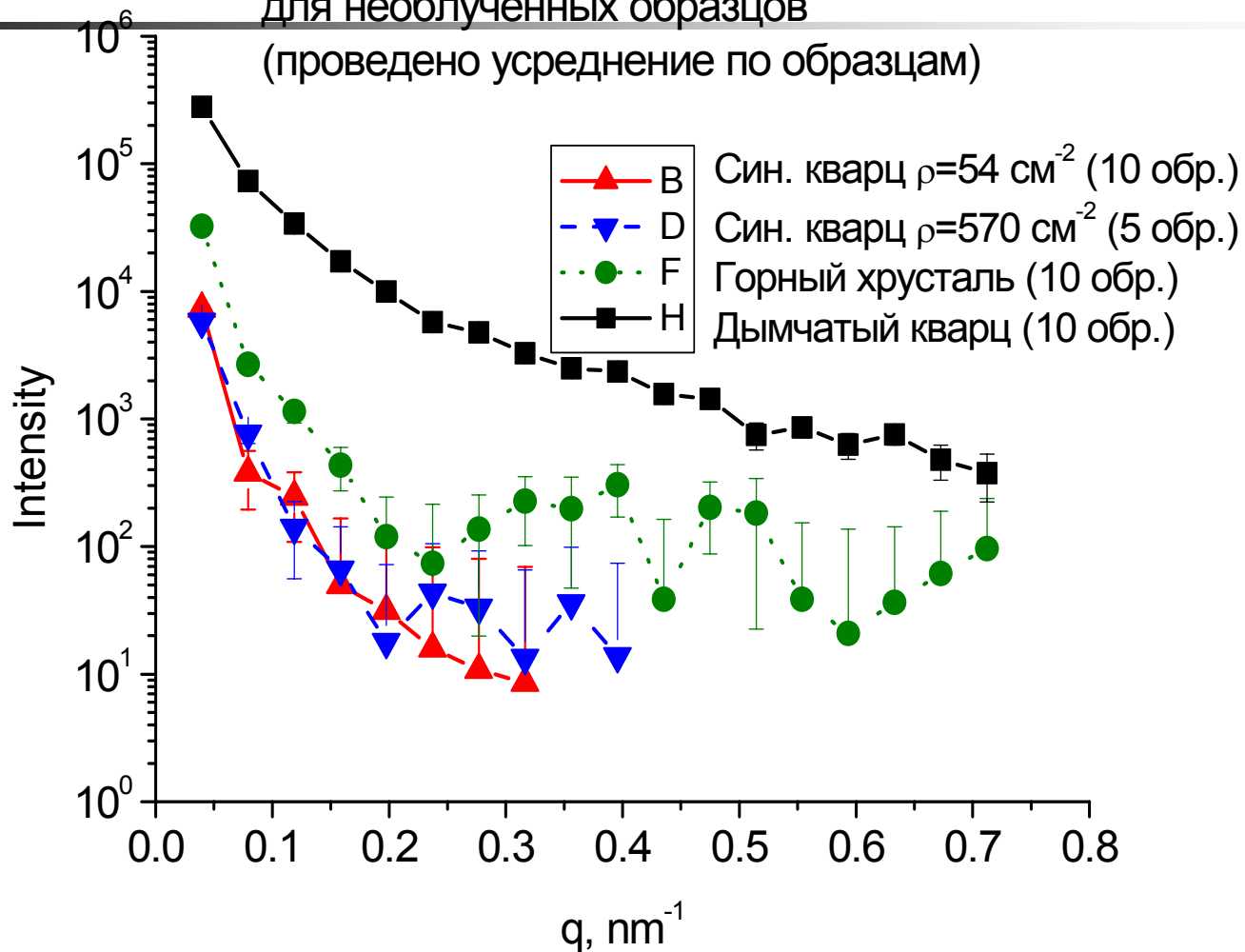
# МЕМБРАНА-2

P – поляризатор, W – магнитный монохроматор, F – флиппер,  
A – анализатор, S – образец, D – детектор (41 He<sup>3</sup>-счетчик)



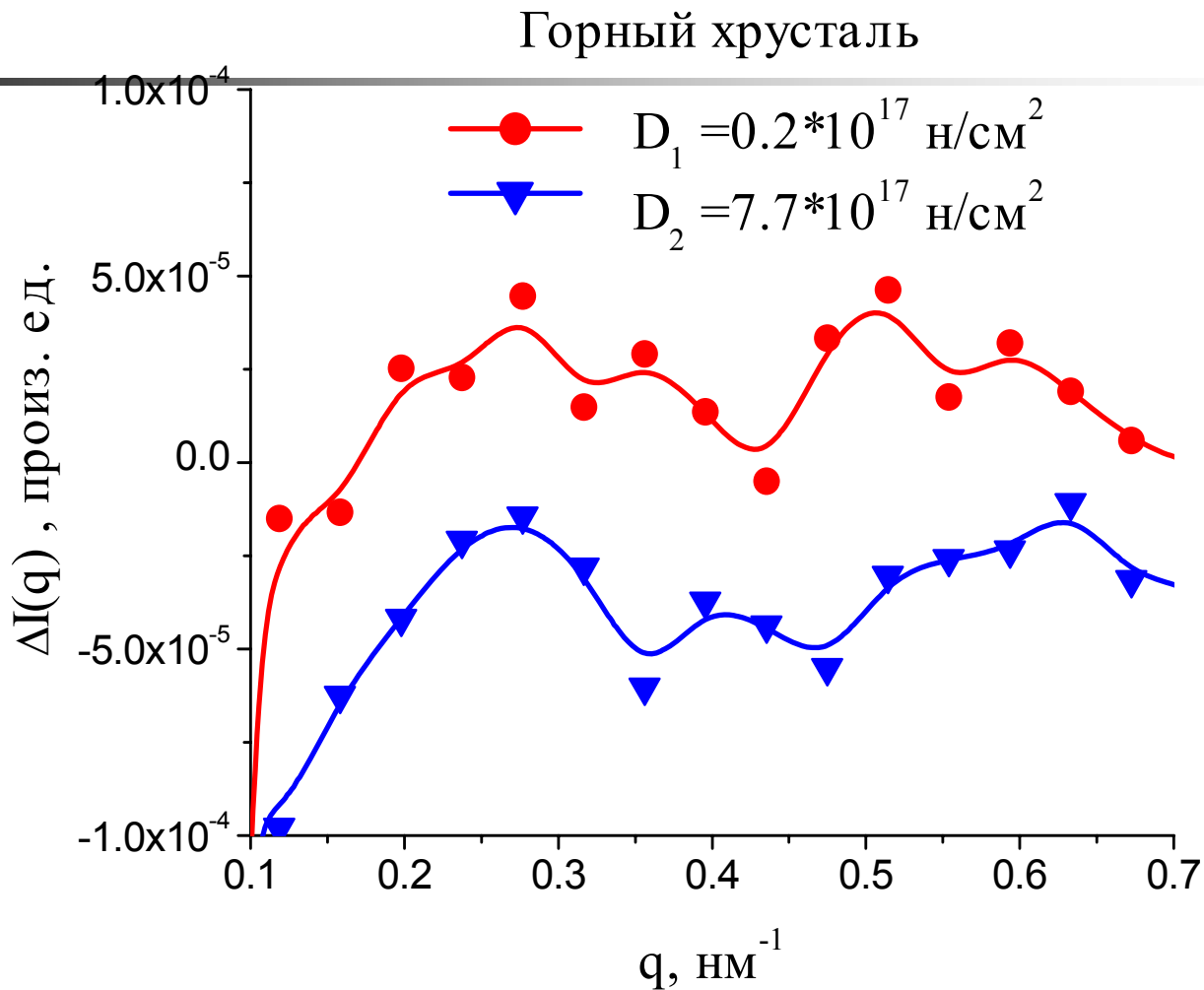


Сравнение спектров рассеянных нейтронов  
для необлученных образцов  
(проведено усреднение по образцам)

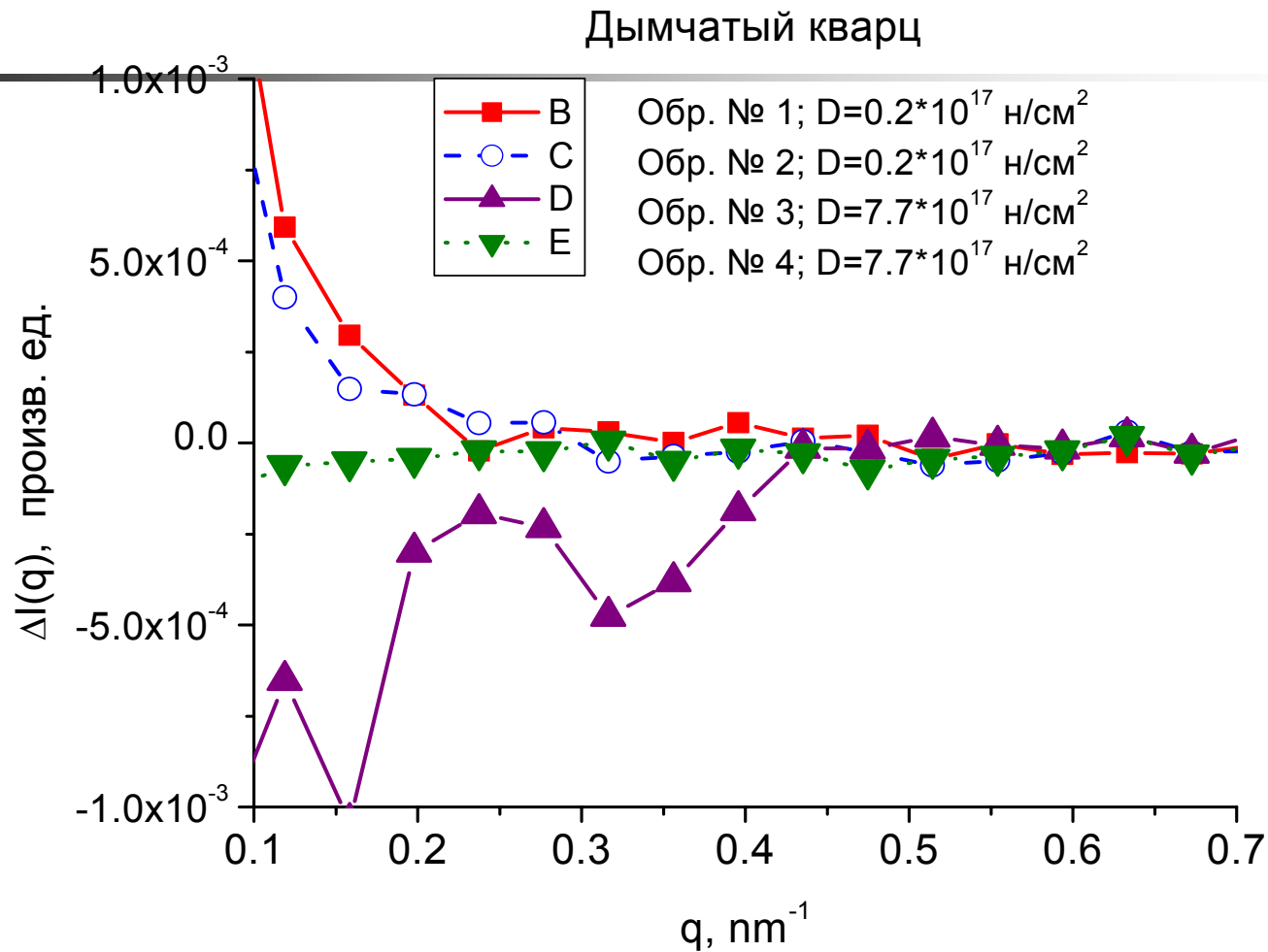


# Горный хрусталь

## Разностные спектры

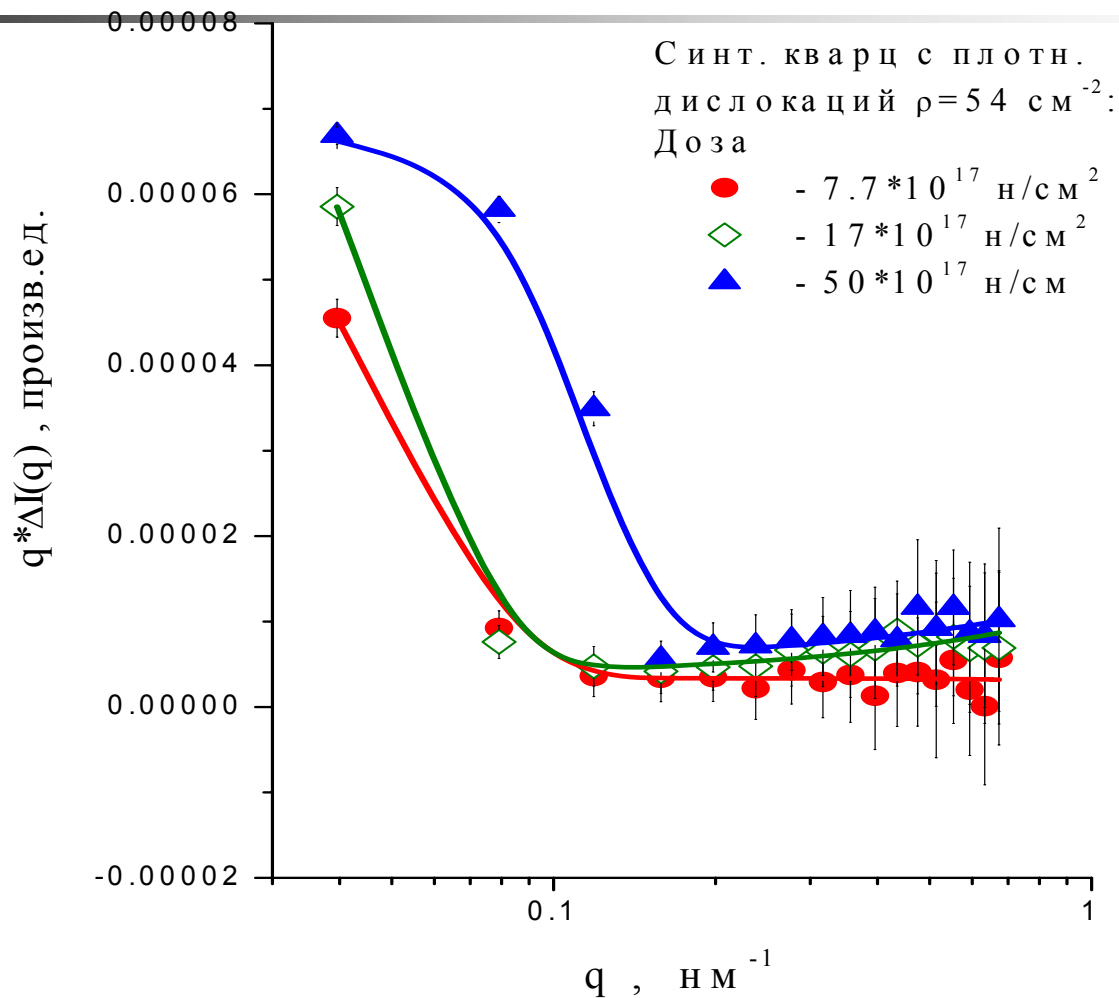


# Дымчатый кварц - разностные спектры



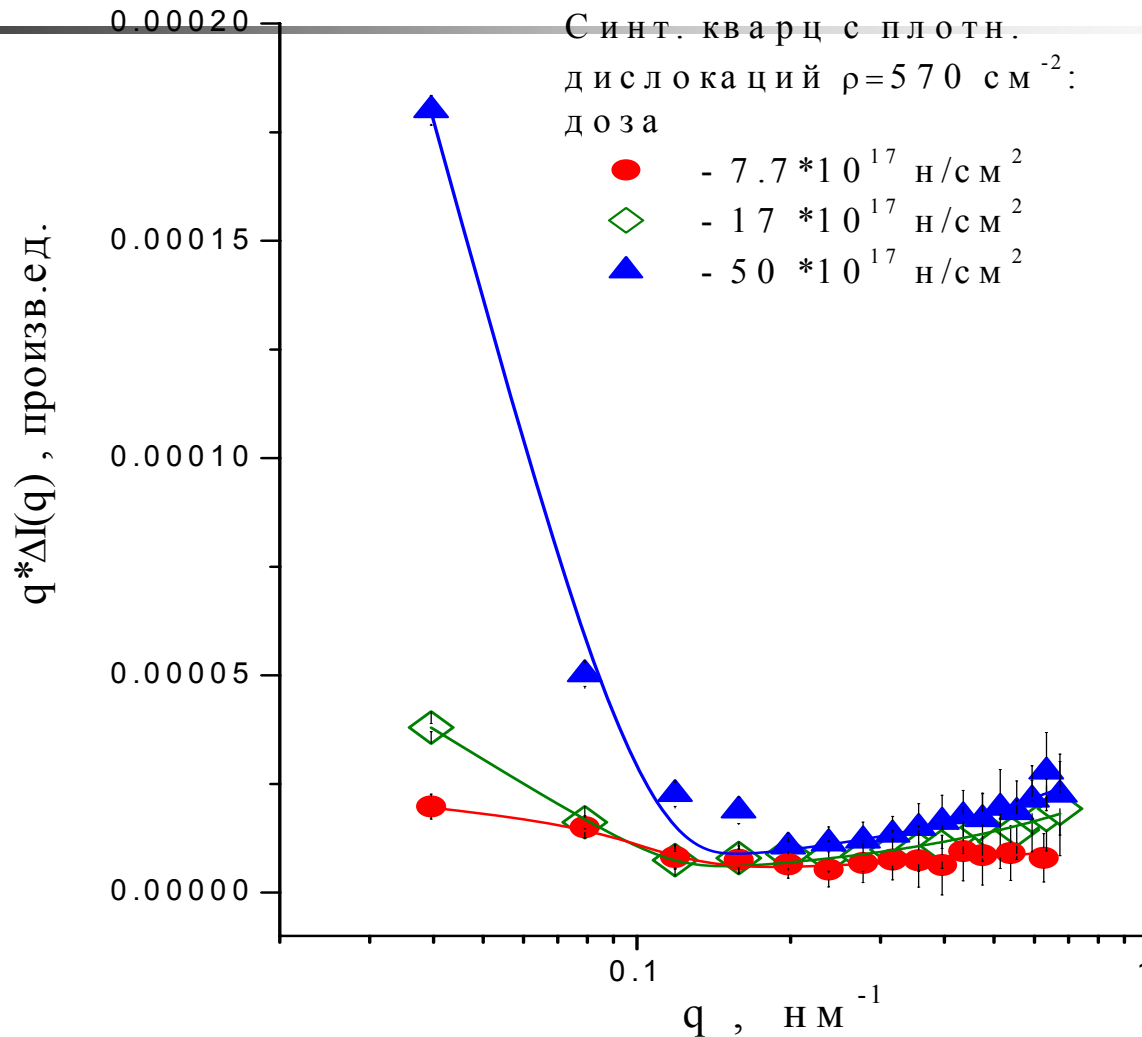
# Синтетический кварц, $\rho=54 \text{ см}^{-2}$

$$\Delta I(q) = I_0 \cdot \exp[-(q \cdot R_g)^2/3] + q^{-1} A \cdot \exp[-(q \cdot r_g)^2/2] + B$$

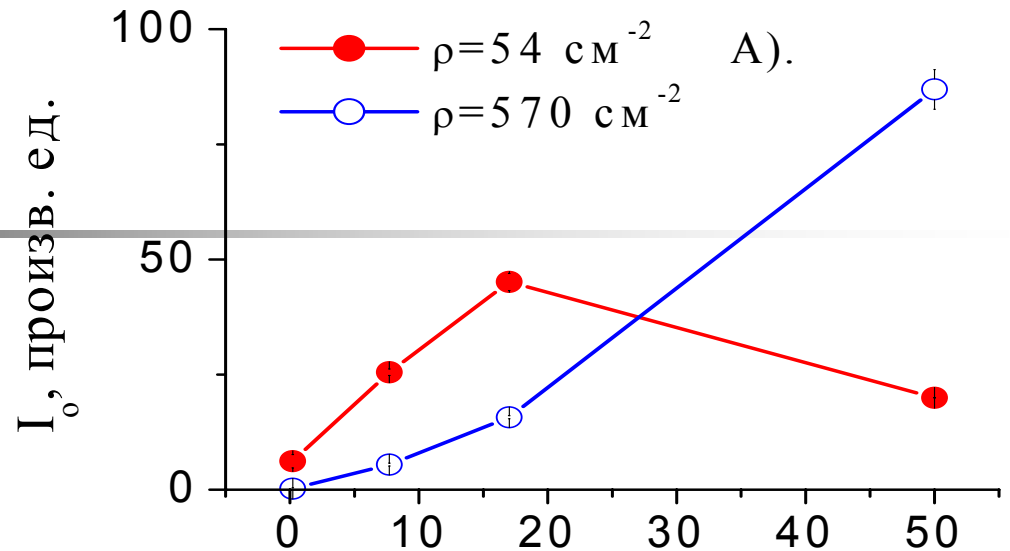


Синтетический кварц,  $\rho = 570 \text{ см}^{-2}$

$$\Delta I(q) = I_0 \cdot \exp[-(q \cdot R_g)^2/3] + q^{-1} A \cdot \exp[-(q \cdot r_g)^2/2] + B$$

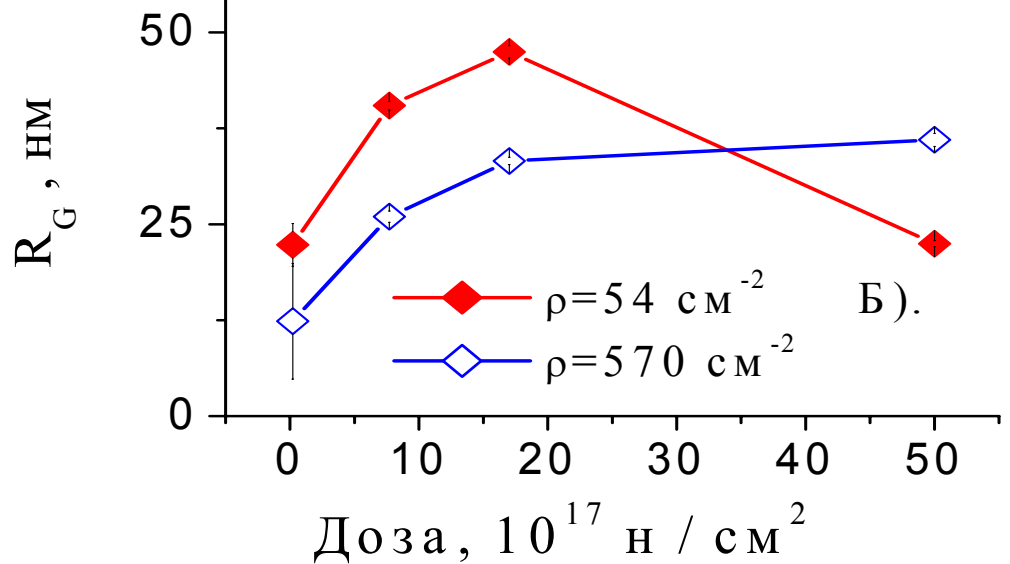


Интенсивность рассеяния  $I_0$  на крупных дефектах



**Сравнение  
параметров  
глобулярных  
дефектов**

Радиус инерции  $R_G$  для крупных дефектов





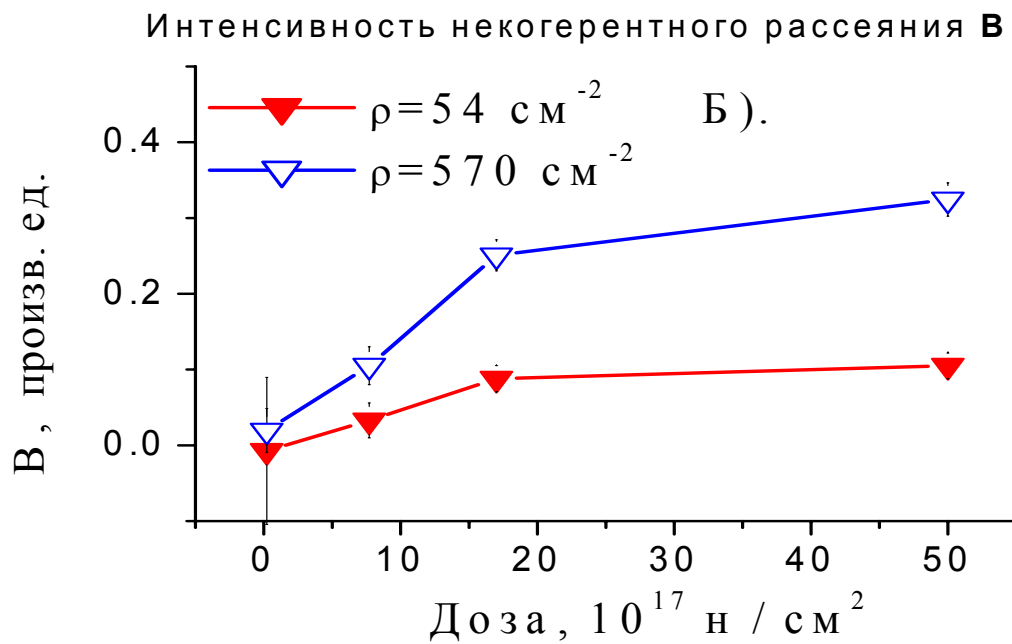
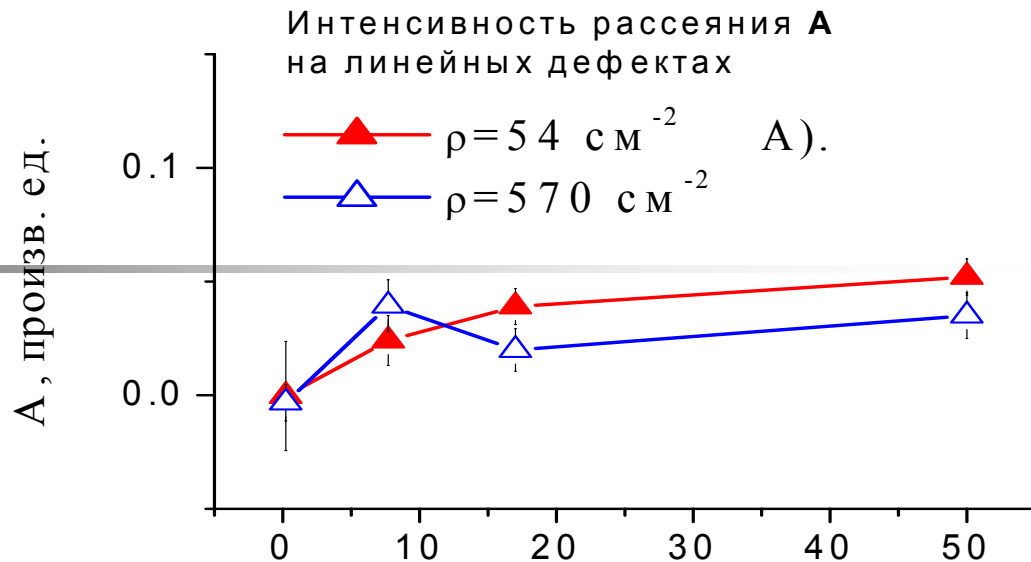
**Параметры  
линейных  
и точечных  
дефектов**

**Радиус каналов**

$r_g = 1.4 - 1.6$  нм

не меняется

с ростом фл.



# Концентрации и объемные доли дефектов в зависимости от флюенса ( $N$ , $\varphi$ )

Плотность длины когерентного ядерного рассеяния

$$\alpha\text{-кварца } (d = 2.65 \text{ г/см}^3): K = N_m b_m = 4.19 \cdot 10^{10} \text{ см}^{-2}$$

$$N_m = 2.66 \cdot 10^{22} \text{ см}^{-3} - \text{число молекул SiO}_2 \text{ в см}^3$$

$$b_m = 1.58 \cdot 10^{-12} \text{ см} - \text{когерентная длина молекулы}$$

Контраст для крупных дефектов  $\Delta K = (\Delta d/d) \cdot K$

$\Delta d/d = 10\%$  - изменение плотности из-за радиационных повреждений

$$\sigma = (\Delta K)^2 \cdot N \cdot V^2 = (\Delta K)^2 \cdot \varphi \cdot V$$

$$V = (4\pi/3)R^3 - \text{объем дефекта}$$

Отсюда найдены концентрации и объемные доли дефектов



Характеристики крупных дефектов в облученном кварце  
с начальной плотностью дислокаций  $\rho = 54 \text{ см}^{-2}$

Флюенс, $\times 10^{17}$ $\text{н/см}^2$	Сечение $\sigma, \text{см}^{-1}$	Радиус кластеров, $R, \text{нм}$	Концентрация кластеров $N, 10^{12} \text{см}^{-3}$	Объемная доля $\varphi, \%$
0.2	$1.39 \pm 0.33$	<b><math>28.8 \pm 3.6</math></b>	7.9	<b>0.079</b>
7.7	$5.74 \pm 0.16$	<b><math>52.2 \pm 0.7</math></b>	0.92	<b>0.055</b>
18	$10.15 \pm 0.42$	<b><math>61.6 \pm 1.0</math></b>	0.60	<b>0.059</b>
50	$4.49 \pm 0.12$	<b><math>29.0 \pm 0.5</math></b>	24.5	<b>0.25</b>

## Характеристики крупных дефектов в облученном кварце с начальной плотностью дислокаций $\rho = 570 \text{ см}^{-2}$

Доза, $\times 10^{17}$ н/см <sup>2</sup>	Сечение $\sigma$ , см <sup>-1</sup>	Радиус кластеров R, нм	Концентрация кластеров N, $10^{12}$ см <sup>-3</sup>	Объемная доля $\phi$ , %
0.2	$0.043 \pm 0.040$	<b><math>16.0 \pm 9.7</math></b>	8.3	<b>0.014</b>
7.7	$1.23 \pm 0.07$	<b><math>33.6 \pm 0.9</math></b>	2.8	<b>0.044</b>
18	$3.54 \pm 0.08$	<b><math>42.9 \pm 0.6</math></b>	1.8	<b>0.061</b>
50	$19.6 \pm 1.0$	<b><math>46.6 \pm 1.1</math></b>	6.3	<b>0.26</b>

**Дефекты локализуются на дислокациях и не коагулируют**  
**При большем числе дислокаций дефекты более мелкие**  
**Сохраняется суммарный объем дефектов**

# Характеристики точечных дефектов в облученном искусственном кварце

Флюенс, $10^{17}$ н/см <sup>2</sup>	Сечение $\sigma_p$ , см <sup>-1</sup> ,		Объемная доля «точечных» дефектов $\varphi$ , %	
	$\rho = 54$ см <sup>-2</sup>	$\rho = 570$ см <sup>-2</sup>	$\rho = 54$ см <sup>-2</sup>	$\rho = 570$ см <sup>-2</sup>
0.2	-	$0.0044 \pm 0.0040$	-	<b>0.3</b>
7.7	$0.007 \pm 0.005$	$0.024 \pm 0.006$	<b>0.4</b>	<b>1</b>
18	$0.020 \pm 0.004$	$0.056 \pm 0.004$	<b>1</b>	<b>3</b>
50	$0.024 \pm 0.004$	$0.073 \pm 0.005$	<b>1</b>	<b>4</b>

# Линейные радиационные повреждения

$$A = \pi \cdot \Delta K_L^2 \cdot V_L^2 N_L / L, \Delta K_L = 0.1 \cdot K - \text{контраст,}$$

$L$  – длина,  $V_L = \pi r^2 L$  – объем,  $N_L$  – число каналов в  $\text{см}^3$

$\rho = 54 \text{ см}^{-2}$

Флюенс, $10^{17} \text{ н/см}^{-2}$	Параметр $A, 10^4 \text{ см}^{-2}$	Суммарная длина, $L_T, 10^{10} \text{ см/см}^3$	Объемная доля каналов $\varphi_L, \%$
0.2	-	-	-
7.7	$5.4 \pm 2.5$	$6.2 \pm 2.8$	<b><math>0.8 \pm 0.4</math></b>
18	$8.8 \pm 1.8$	$10.1 \pm 2.1$	<b><math>1.3 \pm 0.3</math></b>
50	$11.7 \pm 1.8$	$13.4 \pm 2.1$	<b><math>1.7 \pm 0.3</math></b>

$\rho = 570 \text{ см}^{-2}$

Флюенс, $10^{17} \text{ н/см}^{-2}$	$A, 10^4 \text{ см}^{-2}$	Суммарная длина, $L_T, 10^{10} \text{ см/см}^3$	Объемная доля каналов $\varphi_L, \%$
0.2	-	-	-
7.7	$8.9 \pm 2.5$	$10.2 \pm 2.9$	<b><math>1.3 \pm 0.4</math></b>
18	$4.5 \pm 2.0$	$5.1 \pm 2.3$	<b><math>0.6 \pm 0.3</math></b>
50	$7.9 \pm 2.3$	$9.0 \pm 2.6$	<b><math>1.1 \pm 0.3</math></b>

# Заключение

1. Крупные дефекты размером 40-50 нм занимают объем  $\sim 0.3 \%$  при флюенсе  $5 \cdot 10^{18}$  н/см<sup>2</sup>
2. Основной объем повреждений  $\sim 5 \%$  приходится на точечные и линейные дефекты (вклады 1-4 %)
3. Радиационные каналы радиусом  $\sim 2$  нм имеют интегральную длину  $L_T \sim 10^{11}$  см/см<sup>3</sup> при умеренном флюенсе  $8 \cdot 10^{17}$  н/см<sup>2</sup>
4. Каналы длиной  $L_1$  могут образовать «протекаемую» сетку (на связь приходится объем  $L_1^3$ ) суммарной длиной  $L_T \sim 10^{11}$  см/см<sup>3</sup> =  $L_1 / L_1^3$ , где длина связи равна  $L_1 \sim 1/\sqrt{L_T} \sim 30$  нм
5. Максимум распределения смещенных атомов вдоль пробега в кварце находится на расстоянии 36 -130 нм для выбитых ионов кислорода и 18-80 нм для ионов кремния, поэтому образование связной сетки с длиной шага  $\sim 30$  нм реально !



MERRY CHRISTMAS & HAPPY NEW YEAR!

I MIGLIORI AUGURI DI BUONE FESTE!



STUDIO D'INGEGNERIA ROGANTE