

НИЗКОТЕМПЕРАТУРНЫЙ МИКРОКАЛОРИМЕТР ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗАПАСЕННОЙ ЭНЕРГИИ В ОБЛУЧЕННЫХ КРИСТАЛЛАХ

В. В. ГЕРАСИМОВ, К. А. ЕМЕЛЬЯНОВ, И. А. НАСКИДАШВИЛИ,
Л. С. ТОПЧЯН

Прохождение ядерных частиц через твердое тело вызывает возникновение различного типа дефектов кристаллической решетки. Накопление же дефектов приводит к увеличению энергии кристалла. Причем свободная энергия кристалла, содержащего $n = \sum n_i$ (i —min) дефектов, возрастает и прирост ее будет равняться $\Delta F = \sum n_i F_i - T\Delta S'$, где $\sum n_i E_i$ —прирост внутренней энергии или запасенная энергия кристалла, E_i —энергия образования i —типа дефекта, T —абсолютная температура, $\Delta S'$ —прирост энтропии [1]. Избыточная (запасенная) энергия, вызванная наличием неравновесного количества дефектов при заданной температуре облучения, может освободиться в виде тепла при отжиге кристалла, что связывается с исчезновением дефектов или их перестройкой. Экспериментальное изучение энергетического спектра запасенной энергии может послужить для выяснения существования промежуточных состояний дефектов и их комплексов [2].

Измерение выделяемой энергии связано с рядом экспериментальных трудностей, так как определяемая величина запасенной энергии очень мала. Наиболее высокая чувствительность измерения достигается дифференциально-термическим отжигом в калориметре исследуемого и контрольного образцов [3]. Используя опыт работы калориметрических систем, созданных за последние годы [4—7], нам удалось разработать низкотемпературную дифференциальную микрокалориметрическую установку повышенной чувствительности с непрерывной записью теплового эффекта.

Общий вид микрокалориметра представлен на рис. 1. Сдвоенные ампулы (5), в которые помещаются образцы (1, 2), окружены радиационными экранами (6) для устранения тепловых потерь излучением. Эта система размещена в медном блоке (8, 9), осуществляющим выравнивание внутреннего теплового поля. Кожух (7) калориметра погружен в дюар с жидким азотом и охлаждение его полости осуществляется газообразным гелием (15). Помещенные в контейнеры облученные образцы доставляются в специальных дюарах. Раскупоривание контейнеров производится в перегрузочном дюаре, а заброс облученного образца происходит по направляющей трубке (11). После такой операции направляющая трубка подтягивается, полость калориметра вакуумируется (16) и в процессе эксперимента поддерживается давление $\sim 10^{-5}$ мм рт. ст.

На рис. 2 показана блок-схема микрокалориметра. Исследуемый и контрольный образцы (1) прогреваются нагревателями, включенными

вместе с эталонными сопротивлениями и магазинами сопротивлений в цепь стабилизатора напряжения постоянного тока типа У1199. При помощи магазинов сопротивлений система балансируется таким образом, чтобы начальные скорости прогрева обоих ампул были одинаковы. Дальнейшая регулировка при малых тепловых эффектах происходит теплопроводностью термобатареи, и нет необходимости для искусственной компенсации тепловой мощностью [4].

Датчиком сигнала теплового разбаланса служит манганинконстантановая термобатарея (2). Сигнал теплового разбаланса, снимаемый с термобатареи, усиливается фотоусилителем Ф116/1 и записывается электронным потенциометром ЭПП-09. С помощью переключателя чувствительности, а также изменением сопротивления на МСР-63, возможно деление шкалы самописца ЭПП-09 на различные пределы записи измерений теплового эффекта [8].

Датчиками сигнала разбаланса между ампулами и последующими радиационными экранами (3, 4) служат дифференциальные медь-константановые термопары (5). Следящая система прогрева первого радиационного экрана собрана на базе приборов Ф116/2, ПСР1-09 и усилителя постоянного тока на лампе 6С18С. Сигнал теплового разбаланса между ампулами (1) и первым экраном (3) усиливается и поступает на ПСР1-09, который при помощи контакта K_1 , производит шунтировку сеточного сопротивления лампы Л₂6С18С, тем самым увеличивая ток в нагревателе первого радиационного экрана, включенного в катодную цепь лампы.

Следящая система прогрева второго радиационного экрана работает аналогичным образом. Однако из-за повышения тепловых потерь с ростом температуры на внешний кожух калориметра необходимо повышать подводимую тепловую мощность. Приближение к условиям адиабатности в данном случае осуществляется следующим образом: сигнал теплового разбаланса между первым и вторым экранами, снимаемый

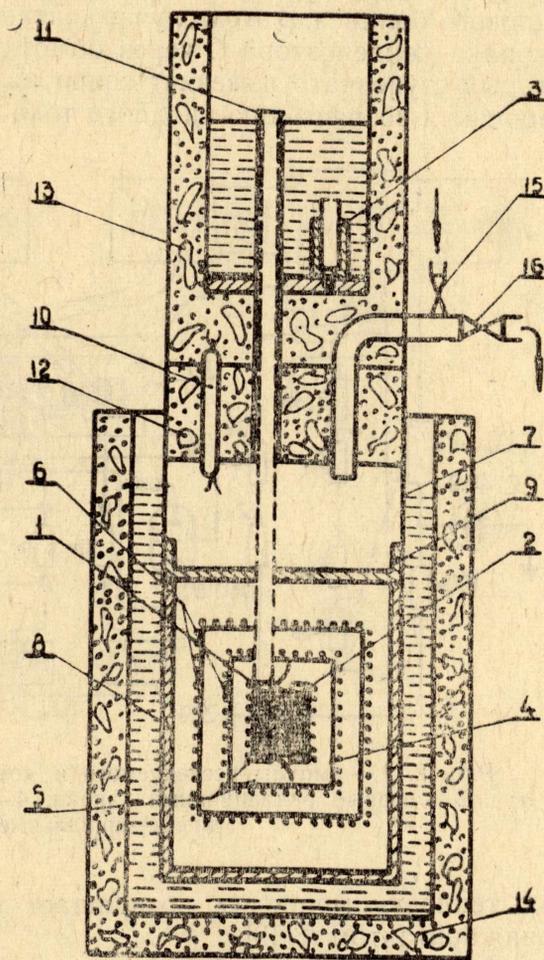


Рис. 1. 1 — исследуемый образец, 2 — контрольный образец, 3 — контейнер облучаемого образца, 4 — термобатарея, 5 — двойная ампула с нагревателями, 6 — радиационные экраны с нагревателями, 7 — вакуумный кожух, 8 — медный стакан, 9 — медная крышка, 10 — ввод проводов, 11 — трубка для сброса образцов, 12 — изолирующая пробка, 13 — перегрузочный дюар, 14 — охлаждающий дюар, 15 — вентиль для напуска газообразного гелия, 16 — вакуумный вентиль

с дифференциальной термопары, поступает на вход прибора Ф116/2, усиливается и подается на ПСР1-09, который выполняет регулировку теплового баланса за счет шунтировки сопротивлений, включенных в сетку лампы Л16С18С. Контакт K_2 служит для подачи дополнительной тепловой мощности, регулируемой контактом K_2 , недостаточно для сохранения теплового баланса. В этом случае контакт K_3 замыкается и включает цепь разрядки конденсатора C через обмотку шагового искателя Ши-25, который ступенчато изменяет сопротивление сеточной цепи лампы. Это приводит к возрастанию анодного тока и система, получив дополнитель-

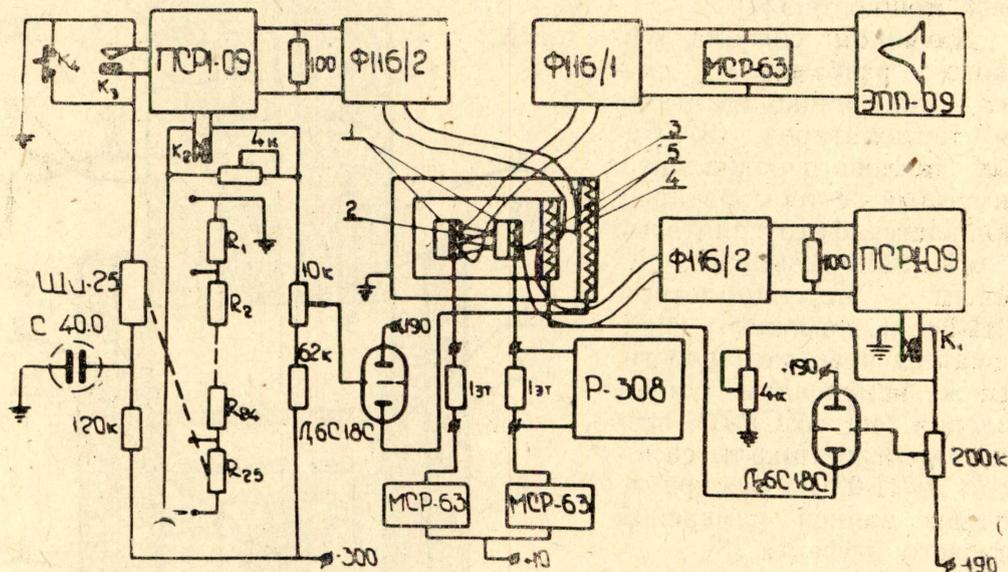


Рис. 2. 1 — ампулы исследуемого и контрольного образцов, 2 — термобатарея, 3 — первый радиационный экран, 4 — второй радиационный экран, 5 — дифференциальные термопары

ную тепловую мощность, возвращает движок ПСР1-09 в зону регулирования контактом K_2 [9].

Для вычисления наблюдаемых тепловых эффектов используется следующий принцип градуировки термограмм: при полном тепловом балансе системы в одном из нагревателей ампул искусственно увеличивается ток. Изменение тока нагрева определяется измерением потенциала на эталонном сопротивлении. Зная первоначально проходящий ток I_0 и ток I_1 после изменения сопротивления цепи нагревателя, можно вычислить ту выделенную тепловую мощность ΔQ , которая была вызвана изменением тока в нагревателе $\Delta Q = (I_1^2 - I_0^2) R$, где R — сопротивление нагревателя. Отношение градуировочной метки к средней флуктуации записи определяет чувствительность прибора. На рис. 3 показана термограмма плавления сплава Вуда весом 0,002 г (острый пик при 72°C) и чистого индия весом 0,003 г (острый пик при 156°C). После каждого пика даны искусственные метки, полученные выделением джоулева тепла в одной из ампул. Рассчитанная по этим двум различного типа калибровочным меткам чувствительность измерения теплового эффекта составила $6 \cdot 10^{-6}$ вт.

С помощью описанной установки были определены запасенная энергия и энергия образования в LiF, облученного γ -лучами (доза 1,5 мрад) при 77°K. На рис. 4 представлены 2 термограммы (а и б) облученных кристаллов LiF одинаковыми дозами, но отожженных различными скоростями (а— $V_1 = 2^\circ/\text{мин}$, б— $V_2 = 1^\circ/\text{мин}$).

Выделенная запасенная энергия в температурной области 113—153°K составила $\Delta Q = 0,13$ кал/г, а энергия активации образованного дефекта, определенная по формуле.

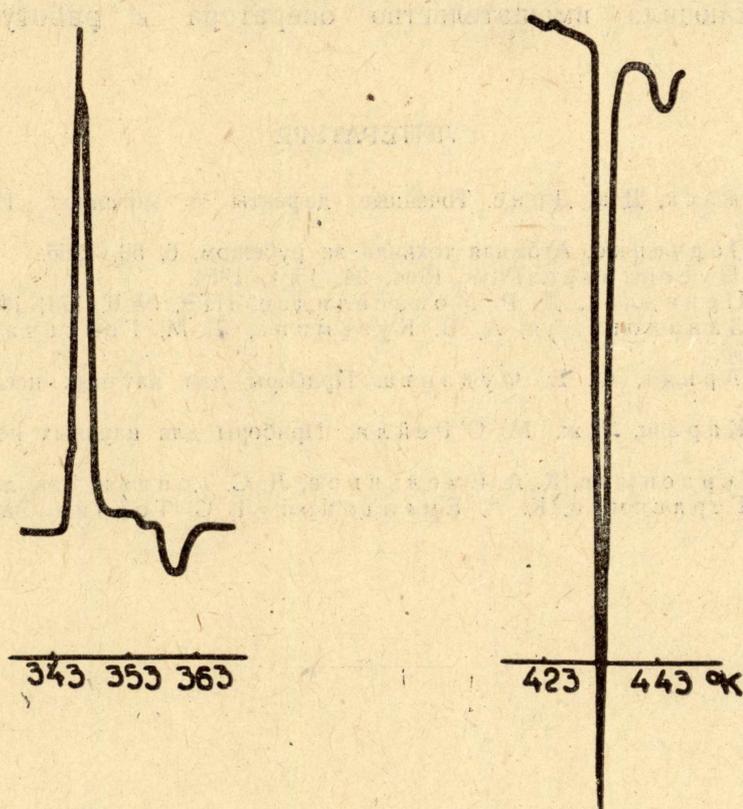


Рис. 3. Термограммы калибровочных маток

$$\ln \left(\frac{V_2 T_2^2}{V_1 T_1^2} \right) = \frac{E}{K} \left(\frac{1}{T_1} - \frac{1}{T_2} \right),$$

где T_1 и T_2 — температуры, которым соответствует одна и та же концентрация n при двух разных скоростях нагрева [1], равняется 0,065 эв.

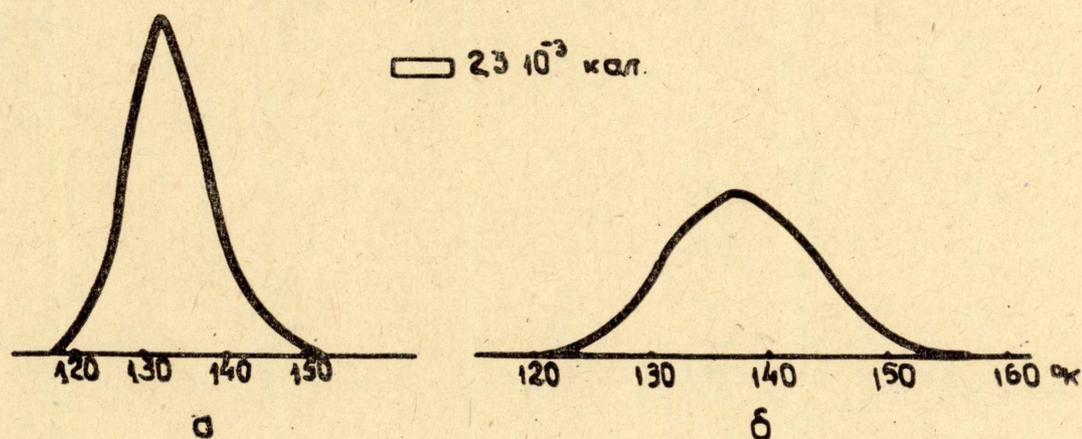


Рис. 4. Термограммы облученных кристаллов

Описанная калориметрическая система хорошо зарекомендовала себя в процессе эксплуатации с заданной скоростью прогрева образцов ($5-50^\circ$ за час) в широком диапазоне температур ($80-600^\circ\text{K}$) при высокой чувствительности измерения теплового эффекта ($6 \cdot 10^{-7}$ вт) и полностью исключила вмешательство оператора в работу следящих систем.

ЛИТЕРАТУРА

1. А. Дамаск, Дж. Динс. Точечные дефекты в металлах. Изд-во «Мир», М., 1966.
2. К. С. Педченко. Атомная техника за рубежом, 6, 50, 1966.
3. A. W. Overhauser. Phys. Rev., 94, 1551, 1954.
4. П. А. Привалов, Д. Р. Монаселидзе. ПТЭ, № 6, 174, 1965.
5. Е. К. Завадовская, А. В. Кузьмина, Е. М. Головчанский. ПТЭ, № 5, 217, 1966.
6. Р. А. Арндт, Ф. Е. Фудзита. Приборы для научных исследований, 34, 8, 32, 1963.
7. Р. Е. Караш, Дж. М. О'Рейли. Приборы для научных исследований, 3, 3, 1966.
8. В. В. Герасимов, К. А. Емельянов, Л. С. Топчян. Зав. лаб., № 6, 1968.
9. В. В. Герасимов, К. А. Емельянов, Л. С. Топчян. Зав. лаб. (печатается).