

változást, valamint meghatározták a sejtek alsó, vékony rétegének mechanikai paramétereit. A mérés során optikai mikroszkóppal – amelynek felvételén látható sejtes morfológiai változások időben jól korreláltak a QCM műszerrel mért mennyiségek változásaival – folyamatosan nyomon követték a változásokat [7].

A QCM adatok kombinációja optikai bioszenzoros mérések eredményeivel

Számos alkalmazási területen (például a szövetmérnökségben felhasznált hidrogélek fejlesztései) kiemelten fontos a biológiai vagy kémiai réteg hidratáltságának meghatározása. A kötött víz egyértelmű jelet ad a QCM műszerben, mivel a víztömeg együtt rezeg a biológiai réteggel. Ezzel szemben az optikai technikák érzéketlenek a kötött vízre, mert ezek az oldószerhez (vízhez) viszonyított törésmutató-eltérést detektálják. Így egy optikai technika és a QCM technika kombinálása lehetőséget nyújt a kötött víz mennyiségének pontos meghatározására (5. ábra). Ilyen mérési módszer például az optikai hullámvezető fénymódus-spektroszkópia (angolul: Optical Waveguide Lightmode Spectroscopy, OWLS), amely szintén széles körben elterjedt, jelölésmentes bioszenzor.

A QCM-I mérőműszer OWLS berendezéssel kombinált változata napjainkban már kereskedelmi forgalomban is elérhető [8] és felhasználásra került hidrogél alapú biomimetikus rétegek fejlesztéseiben [9].

Összefoglalás

A fenti eredmények jól mutatják a QCM technológia 30 évre visszatekintő történetének és felhasználásának sokszínűségét. Jelenleg több, különböző típusú, kereskedelmi forgalomban kapható QCM műszer létezik, a modernebb eszközök többcsatornás méréseket is lehetővé tesznek, illetve már integrált mikrofluidikai rendszerrel is rendelkeznek.

Irodalom

1. M. S. Thakur, K. V. Ragavan: Biosensors in food processing. *J. Food Sci. Technol.* 50 (2013) 625–641.
2. <https://www.biolinscientific.com/faq/interpreting-f-and-d>
3. N. E. Weckman, C. McRae, P. Ko Ferrigno, A. A. Seshia: Comparison of the specificity and affinity of surface immobilised Affimer binders using the quartz crystal microbalance. *Analyst* 141 (2016) 6278–6286.
4. A. Monkawa et al.: Fabrication of hydroxyapatite ultra-thin layer on gold surface and its application for quartz crystal microbalance technique. *Biomaterials* 27 (2006) 5748–5754.
5. M. P. Neyra: *Interactions between titanium surfaces and biological components*. PhD thesis Dissertation 3. *Kinetics and two-step competitive protein adsorption characterization on TiO₂ crystals using QCM-D*. Diss. Univ. Politècnica Catalunya, Barcelona, July, 2009.
6. N. Orgován, B. Péter, S. Bősze, J. J. Ramsden, B. Szabó, R. Horváth: Dependence of cancer cell adhesion kinetics on integrin ligand surface density measured by a high-throughput label-free resonant waveguide grating biosensor. *Sci. Rep.* (2014) 4034, doi: 10.1038/srep04034.
7. N. Tymchenko, E. Nileba, M. V. Voinova, J. Gold, B. Kasemo, S. Svedhem: Reversible changes in cell morphology due to cytoskeletal rearrangements measured in real-time by QCM-D. *Bio-interphases* 7 (2012) 1–9.
8. <http://www.owls-sensors.com>
9. <https://www.nature.com/articles/s41598-018-30201-6>

ATOMREAKTOROKBAN HASZNÁLHATÓ CIRKÓNÍUMÖTVÖZETEK MIKROSZERKEZETÉNEK MEGHATÁROZÁSA RÖNTGENVONALPROFIL-ANALÍZISSSEL

Groma István,¹ Szenthe Ildikó,² Ribárik Gábor,¹ Ódor Éva,¹
Jóni Bertalan,¹ Zilahi Gyula,¹ Dankházi Zoltán¹

¹ELTE TTK Anyagfizikai Tanszék

²MTA Energiatudományi Kutatóközpont

Az anyagok mechanikai és termikus tulajdonságait alapvetően a különböző típusú kristályhibák határozzák meg. A vonal- és térfogati hibákhoz rendelhető karakterisztikus hosszúságskála a néhány nm-től a μm nagyságig változik. Ezért a kristályhibák által kialakított komplex struktúrát mikroszerkezetnek nevezzük.

A szerzők megköszönik a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal által támogatott NVKP-16-1-2016-0014 számú CAK-projekt keretében kapott anyagi támogatást, valamint a Budapesti Kutatóreaktor munkatársainak segítségét a mérések kivitelezésében.

A felhasznált szerkezeti anyagok tulajdonságai legtöbbször azért változnak, mert a benne levő mikroszerkezet átalakul. Ezért a mikroszerkezet feltárása alapvető fontosságú. Erre számos kísérleti technika áll rendelkezésre, csak néhány fontosat említve: transzmissziós elektronmikroszkópia, pásztázó elektronmikroszkópia, atomierő-mikroszkópia, valamint a különböző diffrakciós módszerek.

Ebben a cikkben a röntgendiffrakció egy speciális változatát a röntgenvonalprofil-analízist ismertetjük részletesen. Röviden összefoglalva ez azt jelenti, hogy

a mintában a szabályos periodikus rendet megbontó hibák hatására a teljesen szabályos szerkezetnek megfelelő éles diffrakciós Bragg-csúcsok kiszélesednek. A vonalprofilmérés során nagy pontossággal megmérjük az egyes Bragg-csúcsok alakját. A profil alakjából következtetni tudunk a mintában jelenlevő hibák jellegére és mennyiségére. A következőkben először a mérési metodikát és a kiértékelés módját ismertetjük. Ezután megmutatjuk, hogy a vonalprofil-analízis hatékony módszer a neutronokkal besugárzott cirkónium-ötvözetekben lejátszódó sugárkárosodási folyamatok feltárására.

A közelmúltban a Nemzeti Kutatási, Fejlesztési és Innovációs Hivatal által támogatott NVKP-16-1-2016-0014 számú CAK projekt keretében az MTA EK Budapesti Kutatóreaktorában neutronokkal besugárzott Zr-mintákon végeztünk röntgenvonalprofil-méréseket. A cikk második felében a kapott eredményeket ismertetjük.



Groma István fizikus, egyetemi tanár, az ELTE Anyagfizikai Tanszékének vezetője. Kutatási területe a diszlokációs szerkezet változásainak kísérleti vizsgálata és elméleti értelmezése. Az ELFT főtitkára.



Szenthe Ildikó okleveles gépészmérnök az MTA Energiatudományi Kutatóintézet Fűtőelem és Reaktoranyagok Laboratóriumának mérnöke. Kutatási területe a nukleáris és fúziós reaktorok anyagtulajdonságai neutron-sugárzás által okozott változásainak kutatása.



Ribárik Gábor az ELTE TTK Anyagfizikai Tanszékén adjunktusként röntgenvonalprofil-analízissel foglalkozik, azaz olyan kísérleti módszerek kidolgozásával, mely röntgendiffrakciós mérések során felvett vonalprofilok, illetve diffrakciós spektrumok kiértékelésével az anyag mikroszerkezeti tulajdonságait adja meg, illetve háromdimenziós mikroszerkezetek számítógépes modellezésével kapott vonalprofilokat szinkrotronos mérések eredményével hasonlítja össze.



Ódor Éva anyagtudomány mesterszakon végzett az Eötvös Loránd Tudományegyetemen 2017-ben. Jelenleg PhD-hallgató az ELTE fizika doktori iskolájában. Az ELTE Anyagfizikai Tanszékén Ungár Tamás témavezetése alatt 2014-ben kezdett a röntgendiffrakciós vonalprofil-analízis területén dolgozni. Kutatási tevékenységét jelenleg is e területen végzi, valamint a mikroszerkezet és vonalprofilok gyors Fourier-transzformáció alapú modellezésével foglalkozik Ribárik Gábor témavezetésével.

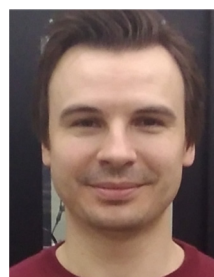
Arról, hogy miért a Zr-ötvözeteket használják kiterjedten a reaktorokban a *Fizikai Szemle* előző számában *Griger Ágnes* részletes ismertetést adott [1].

Röntgenvonalprofil-analízis

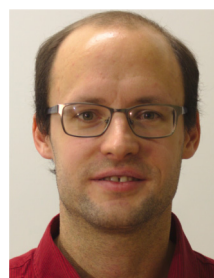
Mérési metodika

A vonalprofil mérésére szolgáló berendezés egy nagyobb teljesítményű (minimum 2 kW) röntgenforrásból áll, amelynek egyik erős karakterisztikus vonalát használjuk. Mivel a karakterisztikus vonal viszonylag széles, gyakran több csúcsból áll, az ebből adódó, úgynevezett instrumentális vonalszélesedést egy megfelelő monokromátorral csökkenteni kell. Monokromátorként leggyakrabban egy Ge egykristályt használunk, amelynek egyik Bragg-reflexiójában szóródó sugárzást megfelelő résekkel ellátva már kellően monokromatikus röntgensugárzást kapunk. Megjegyezzük, hogy az intenzitás növelése érdekében az utóbbi időben számos új megoldás született, de ezekkel itt nem foglalkozunk. Fontos megemlíteni, hogy napjainkban röntgenforrásként mind több szinkrotron is rendelkezésre áll, amelyek új lehetőségeket nyitottak a vonalprofil-analízis területén.

A mintát a monokromatikus nyalábbal megvilágítva egy helyzetérzékeny röntgendetektorral felvesszük a kiválasztott Bragg-csúcs alakját. A szórt intenzitás a



Jóni Bertalan 2012-ben szerezte diplomáját az Eötvös Loránd Tudományegyetemen szilárdtestfizika szakirányon. Jelenleg doktorjelölt az ELTE fizika doktori iskola anyagtudomány és szilárdtestfizika programjában Ungár Tamás témavezetésével. Kutatási területe a texturált anyagok röntgen- és neutronvonalprofil-analízise. 2017 óta tudományos segédmunkatárs az ELTE-n.



Zilahi Gyula 2018-ban az Eötvös Loránd Tudományegyetemen szerezte doktori fokozatát háromdimenziós röntgendiffrakció témakörében, amely a röntgendiffrakciós anyagszerkezet-vizsgálati módszerek egy a 2000-es években kialakult, ma is fejlődő, új területe. Doktori tanulmányai során vendégkutatóként dolgozott a City University of Hong Kong és a franciaországi Université de Lille egyetemeken is. 2017 óta az ELTE Anyagfizikai Tanszékének tudományos segédmunkatársa.



Dankházi Zoltán matematika-fizika szakos tanár, a fizikai tudományok kandidátusa, az ELTE Anyagfizikai Tanszék docense, a TTK Központi Kutató és Műszer Centrum SEM/FIB laboratóriumának vezetője. Sok éves röntgenspektroszkópiai kutatás után 2010-től a centrum Quanta3D elektronmikroszkópjával dolgozik. Számos anyagtudományi és geológia projekt résztvevője. Fő kutatási területe a visszaszórtelektron-diffrakció és annak alkalmazása a fémek deformációs tulajdonságainak vizsgálatában.

beeső és kimenő hullámszámvektorok különbségének háromváltozós függvénye. A hagyományos mérési elrendezésben ezt a háromváltozós intenzitáseloszlást a minta lengetésével és a megfelelő detektor alkalmazásával a csúcshoz megfelelő \mathbf{g} diffrakciós vektorra merőleges síkban kiintegráljuk (strain broadening). Így egy egyváltozós $I(q)$ intenzitáseloszlást mérünk, ahol

$$q = \frac{2}{\lambda} (\sin \Theta - \sin \Theta_0), \quad (1)$$

amelyben λ a röntgensugárzás hullámhossza, Θ a szórási szög és Θ_0 a Bragg-csúshoz megfelelő szórási szög. A vonalak félértékességére tipikusan a $0,1^\circ$ nagyságrendjébe esik. A napjainkban elérhető 1D félvezető röntgendetektorok néhány ezer csatornát tartalmaznak, amelyek $10\text{--}50\ \mu\text{m}$ távolságra helyezkednek el egymástól. Ezért a detektort a megfelelő profil felbontáshoz a mintától $1\ \text{m}$ nagyságrendű távolságra kell elhelyezni. Egy deformált Cu egykristályon mért vonalprofil látható az 1. ábrán [2].

Vonalszélesedés okai

A vonalszélesedés egyik meghatározó oka a véges kristallit (koherensen szóró domén) méret. Az ennek következtében létrejövő vonalprofil egy Lorentz-görbével – amelynek félértékességére fordítottan arányos a kristallit méretével – általában jól leírható [3]. A későbbiekben látni fogjuk, hogy a profil aszimptotikus lecsengése a vonalprofil kiértékelése szempontjából alapvető szerepet játszik. Azt mondhatjuk, hogy a profil – a véges szemcseméret következtében – az aszimptotikus tartományban a Lorentz-görbének megfelelően az

$$I(q) = \frac{1}{\pi^2 d} \frac{1}{q^2} \quad (2)$$

négyzetes lecsengést mutatja, ahol d a szemcseméret. Megjegyezzük, hogy a fenti kifejezés akkor érvényes ha $I(q)$ 1-re normált, azaz

$$\int_{-\infty}^{\infty} I(q) dq = 1, \quad (3)$$

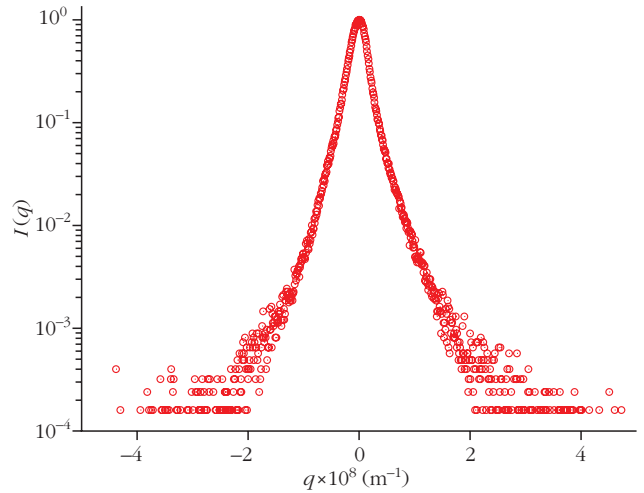
továbbá, az (1) egyenlet szerint a profil súlypontja

$$\int_{-\infty}^{\infty} q I(q) dq = 0 \quad (4)$$

az origóban van. Ezt a továbbiakban is feltesszük.

A vonalszélesedés szempontjából a vonaltípusú kristályhibák, a diszlokációk alapvető fontosságúak. A diszlokáció úgy keletkezik, hogy a 2. ábrán látható módon egy extra atomi félsíkot adunk a szabályos kristályhoz.

Az így keltett hiba mozgóképes, elmozdulása marandó alakváltozást okoz. A diszlokáció több mint 80 évvel ezelőtti bevezetésével [4] megoldódott az a probléma, hogy a kristályos anyagok miért olyan „pu-

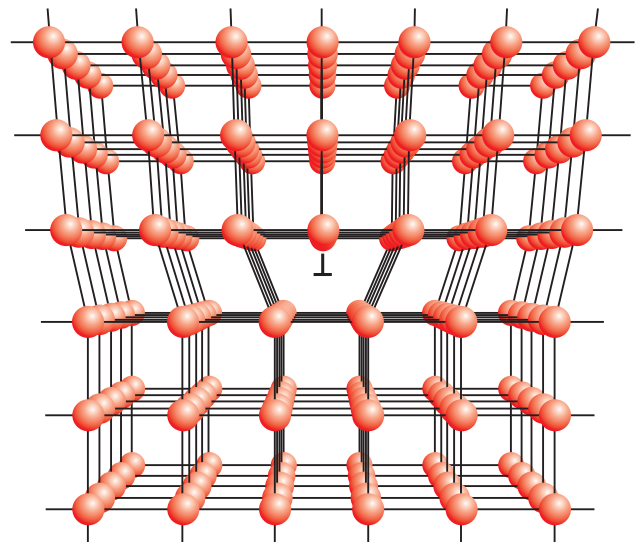


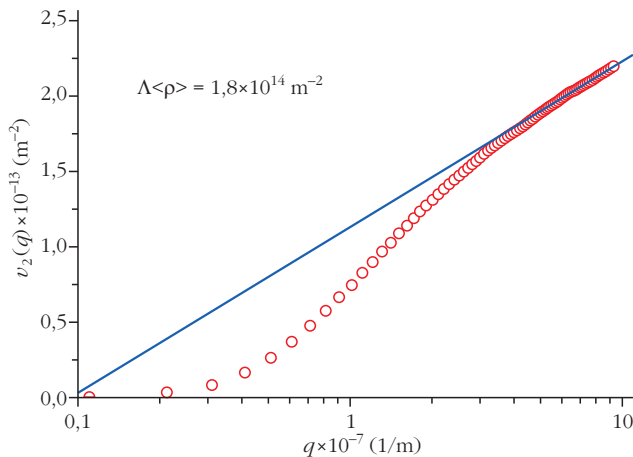
1. ábra. Húzással deformált Cu egykristályon mért (200) vonalprofil [2].

hák”. Ahhoz ugyanis, hogy egy diszlokációt nem tartalmazó egykristályban, annak felső felének egy rácsállandónyi elmozdításával plasztikus deformációt hozunk létre, elméleti számítások szerint 2 nagyságrenddel nagyobb feszültség kellene, mint amit kísérletileg tapasztalunk. A diszlokáció már kis feszültség hatására is el tud mozdulni.

A diszlokáció sok szempontból hasonlít a folyadékokban levő örvényekhez, azonban egy deformált kristályban nagyon „sűrűn” fordul elő. A diszlokációk tipikus távolsága $100\ \text{nm}$ nagyságrendjébe esik. Fontos tulajdonsága, hogy egy egyenes diszlokáció körül a diszlokáció vonalától (a betoldott félsík vége) mért távolsággal fordítottan arányos feszültség jön létre [4]. Ennek következtében az áram által átjárt egyenes vezetékhez hasonlóan két diszlokáció kölcsönhatása is fordítottan arányos távolságukkal. Ezért a diszlokációk kölcsönhatása hosszú hatótávolságú, amely alapvetően határozza meg kollektív mozgásukat [5].

2. ábra. Kristályban létrehozott diszlokáció (Polányi, Orován, Taylor 1934).





3. ábra. Húzással deformált Cu egykristályon mért $v_2(q)$ görbe.

A diszlokációk következtében létrejövő vonalszéledés első elméletét *Wilkins* [6] dolgozta ki egy speciális diszlokációelrendezésre. Ezután az 1980-as években *Groma* és munkatársai kidolgozták a diszlokációk vonalszéledésének egy általános aszimptotikus elméletét, amely a ma is használt egyik kiértékelési módszer alapját jelenti [2]. A kapott eredmény egyik legfontosabb következménye, hogy diszlokációk okozta deformáció következtében az $I(q)$ intenzitáseloszlás köbös lecsengést mutat:

$$I(q) = \frac{\Lambda}{4\pi^2} \langle \rho \rangle \frac{1}{q^3}, \quad (5)$$

ahol $\langle \rho \rangle$ a diszlokációsűrűség (diszlokációvonalhossz per térfogat), Λ pedig egy a diffrakciós vektortól és a diszlokáció típusától, illetve irányától függő állandó. A köbös lecsengés a diszlokáció $1/r$ -es feszültségterének következménye. Fontos megemlíteni azt az érdekes tulajdonságot, hogy az aszimptotikus lecsengés nem függ attól, hogy a diszlokációk miként helyezkednek el, csak a diszlokációvonal-hossz számít. Tehát, ha úgy rendezzük át a diszlokációkat, hogy a vonalhossz nem változik, a vonalprofil aszimptotája változatlan marad [2], miközben a központi rész természetesen módosul. Ez a tulajdonság teszi lehetővé a diszlokációsűrűség meghatározását.

Megjegyezzük, hogy a pontszerű hibák, illetve kis kiválások szintén okoznak vonalszéledést, de ez csak igen nehezen kimérhető mértékű, külön erre a célra kifejlesztett berendezést igényel. A hagyományos elrendezésben nem okoznak mérhető effektust.

A korlátozott momentumok módszere

Amint az 1. ábrán látható, a mért profilok zaja az aszimptotikus tartományban általában elég nagy, így közvetlenül függvényt illeszteni e tartományra nagyon nehéz, főleg ha nem tudjuk, hogy az előzőekben ismertetett elméleti aszimptotikus kifejezések mennyire érvényesek. A probléma kezelésére a „korlátozott momentumok” módszere ad megoldást (lásd *Groma* [2]).

Tekintsük a

$$v_k(q) = \int_{-q}^q q'^k I(q') dq' \quad (6)$$

mennyiséget, amelyet k -ad rendű korlátozott momentumnak hívunk. Ha az integrálást a végtelenig végezzük el, a mennyiség a k -ad rendű momentumot adná. Azonban diszlokációk esetén, $I(q)$ köbös lecsengése következtében már a másodrendű momentum is végtelent ad. Ugyanez adódik a véges szemcseméret okozta esetben is. A korlátozott momentum nem más, mint a súlypontra szimmetrikus határokig kiintegrált momentum integrálási határtól való függése.

A (2, 5) egyenletek alapján könnyen látható, hogy elegendően nagy q esetén

$$v_2(q) = \frac{\Lambda}{2\pi^2} \langle \rho \rangle \ln\left(\frac{q}{q_0}\right) + \frac{2}{\pi^2 d} q, \quad (7)$$

ahol q_0 egy a diszlokáció-diszlokáció korreláció által meghatározott állandó. A módszer „hasznát” az 1. ábrán látható $I(q)$ -hoz tartozó $v_2(q)$ jól szemlélteti (3. ábra). Itt, mivel a mérés egykristályon készült, a végesméréthatás nem jelenik meg. Ezért a nagy q tartományban a görbe az $\ln(q)$ függvényében egyenes kell legyen [2, 3]. Látható, hogy az aszimptotikus tartományban is kicsi a görbe szórása. Az egyenes illesztése erre a tartományra igen jól elvégezhető. Az illesztett egyenes meredekségéből a diszlokációsűrűség általában néhány százalék pontossággal meghatározható.

Gyakran a 4-ed rendű korlátozott momentumot is érdemes kiértékelni. Azonban célszerűbb az

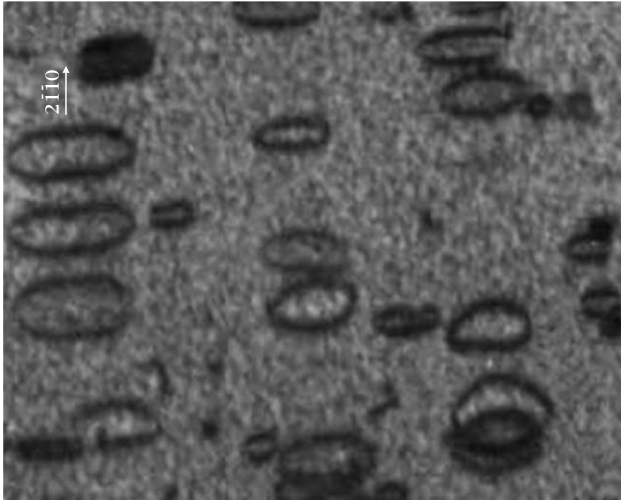
$$f(q) = \frac{1}{q^2} \int_{-q}^q q'^4 I(q') dq' \quad (8)$$

mennyiséget tekinteni. Ez elegendően nagy q esetén

$$f(q) = \frac{\Lambda}{4\pi^2} \langle \rho \rangle + \frac{2}{3\pi^2 d} q. \quad (9)$$

Látható, hogy a görbe q -ban lineáris. Az aszimptotikus részre egyenest illesztve mind a szemcseméret, mind a diszlokációsűrűség jól meghatározható [3]. Egykristályon végzett mérésnél a görbe egy $-\rho$ -val arányos $-\ln(q)$ -hoz tart. Tapasztalat szerint a szokásos mérés eléréséhez q tartományban $1 \mu\text{m}$ -nél nagyobb szemcseméret esetén a mérettől függő széledés alig észlelhető, az $f(q)$ görbe egy $-\ln(q)$ -val a mérési hibán belüli $-\ln(q)$ -szintes egyeneshez tart.

Megjegyezzük, hogy a vonalprofilok kiértékelésére egy másik lehetőség az úgynevezett teljesvonalprofil-illesztés [7]. Ez azt jelenti, hogy a mért csúcsra vagy csúcsokra egy mikroszerkezeti modell alapján felállított elméleti profilt illesztünk, amelyben szabad mikroszerkezeti paraméterek annak. A korlátozottmomentum-módszer és a teljesvonalprofil-illesztés között az a lényeges különbség, hogy előbbinél a kiértékeléshez nincs szükség előzetes mikroszerkezeti mo-



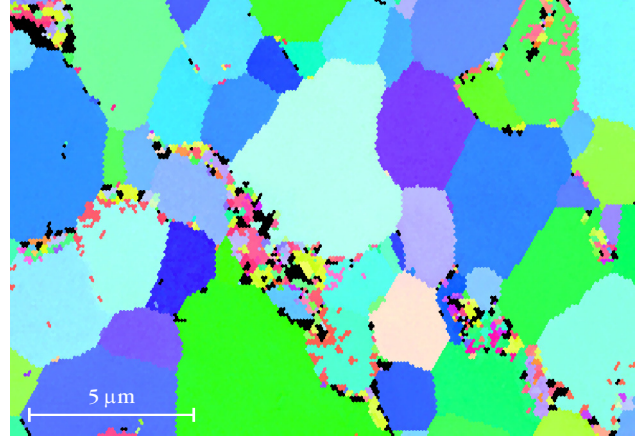
4. ábra. Besugárzás hatására keletkező $\langle c \rangle$ típusú diszlokáció-hurkok [8].

dellre. Már a különböző rendű korlátozottmomentum-görbék alakjából következtetni tudunk számos mikroszerkezeti tulajdonságra [2]. A kapott paraméterekből azután egy mikroszerkezeti modellt tudunk felállítani. Ugyanakkor előfordul, hogy az egyes Bragg-reflexiókhoz tartozó csúcsok összeérnek. Ekkor a korlátozottmomentum-módszer nem használható.

Besugárzott Zr-mintákon mért vonalprofilok

A CAK projekt keretében cirkónium-ötvözésű mintákat vizsgáltunk. A röntgenvonallprofil-mérések a Paksi Atomerőműben fűtőelem-burkolatnak használt E110 és E110G kódjelű Zr-ötvözetű csövekből vett mintákon készültek. A mérések egy részét az MTA EK Budapesti Kutatóreaktorában neutronokkal besugárzott mintákon végeztük. Ezeket a reaktorban 1675,5 órán át, két különböző neutronfluxusú helyen gyors neutronokkal besugárzták. A teljes besugárzási idő alatt az egyik mintasorozat $1,99 \cdot 10^{20}$ n/cm², a másik $3,2 \cdot 10^{20}$ n/cm² ($E > 1,5$ MeV) gyorsneutron-fluenciát kapott. Tekintettel arra, hogy a minták aktivitásuk következtében nem hozhatók ki a reaktor épületéből, egy speciálisan erre a célra felépített diffraktométert telepítettünk a Kutatóreaktor radioaktív anyagokkal végzendő tevékenységekre engedéllyel rendelkező területére.

Ebben a cikkben azzal, hogy a reaktorokban miért Zr-ötvözeteket használnak kiterjedten nem foglalkozunk, csak utalunk arra, hogy a *Fizikai Szemle* előző számában Griger Ágnes részletesen [1] ismertette a Zr használatának előnyeit. Itt csak arra térünk ki röviden, hogy neutronokkal történő besugárzás hatására mi történik a Zr-ötvözetben. Korábbi transzmissziós elektronmikroszkópos (TEM) vizsgálatok tanúsága szerint a neutronok hatására kilökött atomok és a visszamaradó vakanciák a kristálytani síkokban klaszterekbe rendeződnek és úgynevezett prizmatikus diszlokációhurkokat hoznak létre. Ilyen hurkok láthatók a 4. ábrán. Két típusú hurkot lehet megkülönböztetni. Az egyik, amit $\langle a \rangle$ típusúnak neveznek intersticiális atomokból épül

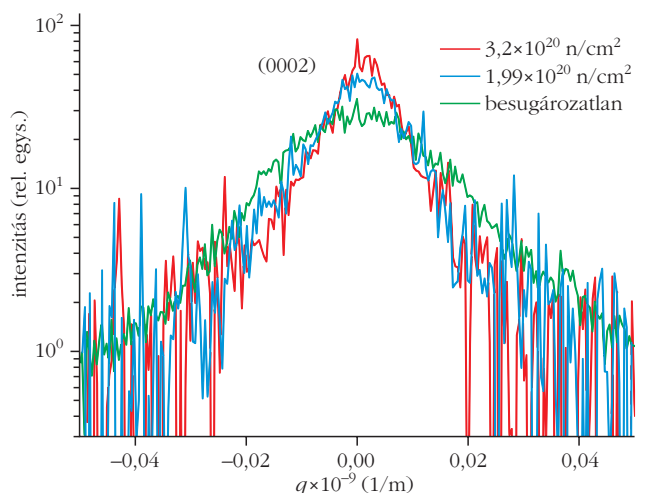
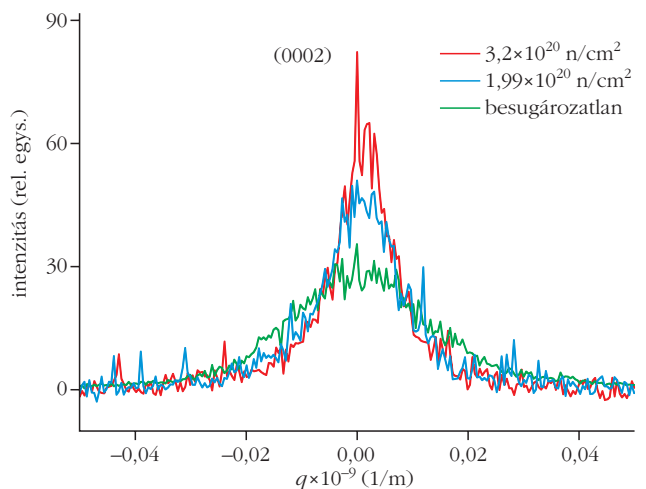


5. ábra. A besugárzás nélküli E110 kódjelű mintáról készült EBSD kép.

fel és a hurok síkja merőleges egy, a hexagonális Zr bazális síkban fekvő vektorra. A másik a $\langle c \rangle$ típusú, vakanciákból álló hurok, amelynek normálisa a rács $\langle c \rangle$ irányába mutat, tehát síkja a bazális síkban van.

A hurkok tipikus mérete az 5 nm nagyságrendjébe esik, ami eléggé nehézé teszi a hurkok TEM vizsgálá-

6. ábra. A besugárzatlan és két különböző mértékig besugárzott E110 jelű mintán mért (0002) reflexióhoz tartozó röntgenvonallprofilok lineáris és logaritmikus skálán.



1. táblázat		
A v_2 és v_4 korlátozott momentumokból számolt ρ diszlokációsűrűségek – (10^{14} m^{-2}) egységben – az E110 jelű Zr-ötvözet esetén		
neutronfluens ($E > 1,5 \text{ MeV}$)	v_2	v_4
besugározatlan	23,0	23,1
$1,99 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$	8,5	8,1
$3,2 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$	6,7	6,5

tát. A röntgenprofil-analízis egy viszonylag könnyen kivitelezhető eljárás a hurkok mennyiségének meghatározására.

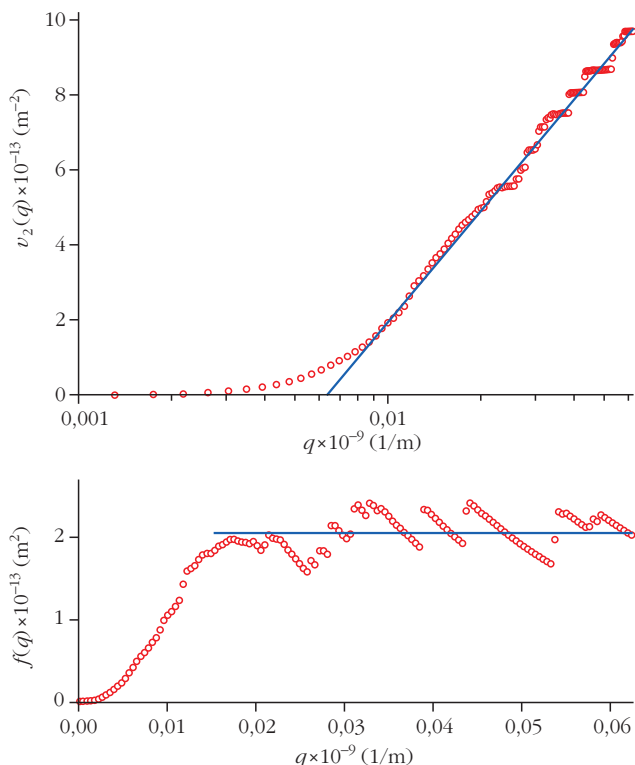
Amint az a vizsgált kiindulási mintáról készült visszaszórtelektron-diffrakciós (EBSD) képen (5. ábra) – valamint a 14 000-szeres nagyítású címlapképen – látható a minta szemcsemérete $5 \mu\text{m}$ (a címlapon ennek 7 cm felel meg) körüli. Ezért, ahogy azt az előbbiekben megmutattuk, ennél a mintasorozatnál a véges méretből adódó vonalszélesedés nem jelenik meg. A kiindulási és a két különböző fluenssel besugárzott E110 mintán mért (0002) reflexióhoz tartozó vonalprofilok a 6. ábrán láthatók.

Megállapítható, hogy a mért profilokból mind a $v_2(q)$, mind az $f(q)$ görbék analízisével a diszlokációsűrűség nagy pontossággal meghatározható. A két korlátozott momentum 5%-on belül azonos diszlokációsűrűséget ad. Így tehát a módszer alkalmas a besugárzott Zr-mintákban keletkező diszlokációsűrűség meghatározására.

A három E110-es mintában mért diszlokációsűrűségeket az 1. táblázat foglalja össze.

A kapott diszlokációsűrűség-adatokból arra következtethetünk, hogy a cső gyártásakor keletkező nagy diszlokációsűrűség a besugárzás hatására jelentősen lecsökken. Fontos kiemelni, hogy a besugározatlan mintában nem mozgásképtelen prizmatikus diszlokáció-hurkok vannak, hanem a gyártás közben alkalmazott deformáció során keletkező mozgóképes diszlokációk. Ezek a besugárzás hatására keletkező, még nem klaszterekbe rendeződő vakanciák és intersticiális atomok jelenléte következtében képesek a betoldott sík irányában (diszlokációmászás) is – a normál esetenél sokkal gyorsabban – elmozdulni. Tehát a ponthibák felgyorsítják a kezdeti diszlokációk annihilációját. Ezt segíti még az a körülbelül $250 \text{ }^\circ\text{C}$ -os hőmérséklet is, amiben a minta a besugárzás közben van.

Elsőre talán meglepő jelenség, hogy a nagyobb fluxussal besugárzott mintában kisebb diszlokációsűrűséget kaptunk, mint a másokban. Ez a tendencia minden vizsgált esetben megfigyelhető és korábbi irodalmi eredmények is hasonlóra utalnak [9]. Egy lehetséges magyarázatot a kialakuló hurkok összeolvadása adja. Ez egy, az ötvözetekben közismert Ostwald-éréshez hasonló folyamat, amikor a kisebb kiválások eltűnnek, növelve a nagyobbak méretét. A folyamat hajtóereje a felületi energia csökkenése. A prizmatikus hurkok összeolvadása szintén csökkenti a rendszer energiáját.



7. ábra. Az $1,99 \cdot 10^{20} \text{ n/cm}^2$ fluenssel besugárzott E110 mintán mért $\ln(q) - v_2(q)$ és $q - f(q)$ görbék.

Azonban e magyarázat alátámasztása további vizsgálatokat igényel.



Összefoglalva, megállapíthatjuk, hogy a röntgenprofil-analízis igen hatékony módszer a besugárzás hatásainak vizsgálatára. Az ismertett korlátozott momentumokon alapuló kiértékelési módszer a neutronokkal besugárzott mintákon mért vonalprofilokra is jól használható.

Irodalom

- Griger Ágnes: Cirkónium mint az atomerőművek szerkezeti anyaga. *Fizikai Szemle* 58/11 (2018) 371–375.
- I. Groma: X-ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution. *Physical Review B* 57(1998) 7535.
- A. Borbély, I. Groma: Variance method for the evaluation of particle size and dislocation density from X-ray Bragg peaks. *Applied Physics Letters* 79(2001) 1772–1774.
- Kovács I. Zsoldos L.: *Diszlokációk és képlékeny alakváltozás*. Műszaki Kiadó, Budapest (1965)
- I. Groma, F. F. Csikor, M. Zaiser: Spatial correlations and higher-order gradient terms in a continuum description of dislocation dynamics. *Acta Mater.* 51 (2003) 1271–1281.
- M. Wilkens: The determination of density and distribution of dislocations in deformed single crystals from broadened X-ray diffraction profiles. *Phys Status Solidi A* 2 (1970) 359–370.
- T. Ungár, L. Balogh, G. Ribárik: Defect-Related Physical-Profile-Based X-Ray and Neutron Line Profile Analysis. *Metal. Mater. Trans.* 41A (2010) 1202–1209.
- A. Jostsons, P. M. Kelly, R. G. Blake: The nature of dislocation loops in neutron irradiated zirconium. *J. Nuclear Mater.* 66 (1977) 236–250.
- T. Seymour, P. Frankel, L. Balogh, T. Ungár, S. P. Thompson, D. Jädernäs, J. Romero, L. Hallstadius, M. R. Daymond, G. Ribárik, M. Preuss: Evolution of dislocation structure in neutron irradiated Zircaloy-2 studied by synchrotron X-ray diffraction peak profile analysis. *Acta Mat.* 126 (2017) 102–113.