

РАФИНИРОВАНИЕ РУТЕНИЯ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННО-ЛУЧЕВОЙ ПЛАВКИ

**Ю.П. Бобров, В.Д. Вирич, А.Е. Дмитренко, Д.В. Коблик, Г.П. Ковтун, В.В. Манжос,
Н.Н. Пилипенко, И.Г. Танцюра, А.П. Щербань**

**Институт физики твёрдого тела, материаловедения и технологий ННЦ ХФТИ,
Харьков, Украина**

E-mail: trulypenko@kipt.kharkov.ua

Приведены результаты расчетных и экспериментальных исследований процесса рафинирования порошкообразного рутения методом электронно-лучевой плавки (ЭЛП). Показано, что ЭЛП является эффективным методом очистки рутения от примесей внедрения и большинства металлических примесей, в том числе от примесей, содержащих радиоактивные нуклиды. Полученные слитки рутения чистотой $> 99,99$ мас.% удовлетворяют требованиям материала, необходимого при проведении низкофоновых экспериментов по регистрации двойных β -распадов в рутении. Приведены результаты микроструктурных исследований, измерения микротвёрдости и термодесорбции из образцов рутения.

ВВЕДЕНИЕ

После того, как в 1934 г. Э. Ферми была развита теория предложенного Ф. Паули β -распада, уже через год Мария Гепперт-Майер указала на возможность существования двойного 2β -распада. Как оказалось, это очень редкий процесс, и к настоящему времени обнаружено всего несколько примеров 2β -распада. Различают два вида 2β -распада: двухнейтринный ($2\nu 2\beta$), при котором в конечном состоянии обязательно излучаются два нейтрино, и безнейтринный ($0\nu 2\beta$), в котором нейтрино не излучаются. Двухнейтринный 2β -распад разрешен всеми известными законами сохранения, в отличие от $0\nu 2\beta$ -распада, который запрещен в современной теории частиц (стандартная модель электрослабых взаимодействий). На сегодняшний день достоверно установлено наличие лишь двухнейтринного 2β -распада, допускаемого классической теорией элементарных частиц и поэтому не представляющего особого интереса. Для безнейтринной $0\nu 2\beta$ -моды распада обнаружение хотя бы одного примера будет означать необходимость пересмотра положений стандартной модели. Пока получены лишь нижние ограничения на периоды полураспада ($T_{1/2}$) безнейтринного излучения. Именно на регистрацию $0\nu 2\beta$ -распада направлены основные усилия экспериментальных групп.

Изучение 2β -распада – один из способов установления наличия или отсутствия массы покоя у нейтрино, что является весьма существенным фактором для выбора космологического сценария эволюции нашей Вселенной, тесно сопряженного с проблемой скрытой массы, вопросом гравитационной устойчивости скоплений Галактик и др. [1,2]. Регистрация безнейтринной $0\nu 2\beta$ -моды распада обеспечит дополнительную проверку закона сохранения лептонного заряда. Только через эту моду распада можно узнать природу и значение массы нейтрино, поскольку осцилляционные эксперименты не могут измерить массу нейтрино, так как они чувствительны лишь к разности квадратов массовых состояний этих частиц [3].

Экспериментальные усилия, посвященные исследованиям 2β -распадов в течение почти 75 лет, привели к обнаружению $2\nu 2\beta$ -распада только у 10 изотопов с $T_{1/2}$ в интервале $10^{18} \dots 10^{24}$ лет. В наиболее чувствительных экспериментах по $0\nu 2\beta$ -распаду установлены только нижние пределы периодов полураспада на уровне $10^{23} \dots 10^{25}$ лет. О единственном положительном наблюдении $0\nu 2\beta$ -распада ^{76}Ge с $T_{1/2} \approx 2 \cdot 10^{25}$ лет сообщено в [4]. Для 2ε , $\varepsilon\beta^+$ и $2\beta^+$ -процессов, даже разрешенных стандартной моделью, связанная с нейтрино мода распада все еще не наблюдалась.

Рутений – один из элементов, ядра которого подвержены 2β -распаду, причем одновременному исследованию этого процесса могут подвергаться как изотопы ^{96}Ru , так и ^{104}Ru , имеющие высокое изотопное содержание в природном Ru: 5,54 и 18,62 % соответственно.

Ядра ^{96}Ru могут безнейтринно захватывать электрон как из K-оболочки (β^+ -процесс), так и двух электронов из L-оболочки ($2\beta^+$ -процесс). Изотоп ^{104}Ru подвергается 2β -распаду с переходом на возбужденный уровень ядра ^{106}Pd с энергией 556 кэВ.

В работе [5] исследованию на 2β -распад подвергался Ru чистотой 99,9 %, произведенный фирмой «Heraeus» [6]. Измерения проводились в Национальной лаборатории Гран Сассо (на глубине приблизительно 3600 м) с использованием высокочистого германиевого детектора GeCris (468 см³) в течение 968 ч. Проведенные измерения установили новые пределы на $2\beta^+$ -процессы в ^{96}Ru и ^{104}Ru в интервале $T_{1/2} \approx 10^{18} \dots 10^{19}$ лет, которые повысили пределы на $T_{1/2}$, установленные авторами в предыдущих измерениях, и превысили на 1...2 порядка значения периодов полураспада, которые получены в более раннем эксперименте [7].

Поскольку оценка предельного значения скорости $0\nu 2\beta$ -распада заключается в приравнивании ее статистической точности определения средней интенсивности фона в исследуемом энергетическом диапазоне, повышение чувствительности определения $T_{1/2}$ напрямую связано со снижением уровня внутреннего фона образцов. Основными источниками

ми внутреннего фона в металле могут быть α - и β -активные изотопы природного происхождения. Это ^{40}K , а также радионуклиды урановых (^{238}U и ^{235}U) и ториевого (^{232}Th) рядов [8]. Следующая важная группа возможных радионуклидов – антропогенные, т.е. возникшие в результате человеческой деятельности: ^{90}Sr , ^{90}Y и ^{137}Cs . Возможно также присутствие таких космогенных радионуклидов, которые возникают под действием адронной компоненты космических лучей, например, радиоактивный изотоп C^{14} . Поэтому необходима дополнительная очистка Ru от этих и других элементов, что должно приводить и к снижению уровня фоновых радионуклидов. Например, снижение содержания калия на порядок величины и увеличение экспозиции до 1...2 лет должно повысить чувствительность эксперимента по определению $T_{1/2}$ примерно на 1 порядок величины.

Целью работы является исследование процесса рафинирования рутения методом вакуумной ЭЛП и получение его с пониженным уровнем примесей, содержащих радиоактивные нуклиды, необходимого для проведения низкофоновых экспериментов по регистрации 2β -распадов.

МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЙ

В качестве исходного материала использовался чистый порошкообразный рутений фирмы «Негауес» чистотой 99,9 мас.%, спрессованный в таблетки размером $\text{Ø}16 \times 5$ мм и массой $\sim 8,5$ г. Такого же сорта материал исследовался на 2β -распад в работе [6]. Очистку исходного рутения проводили методом ЭЛП в высоком вакууме на установке УПМ-1, схема которой приведена в работе [9]. Данная установка предназначена для ЭЛП в высоком вакууме тугоплавких, редких и рассеянных металлов: ниобия, циркония, ванадия, тантала и др., а также для получения сплавов на основе этих металлов. Мощность установки при ЭЛП металлов составляет 30...40 кВт. Электронно-лучевой переплав всех слитков проводили в вакууме $(1...5) \cdot 10^{-2}$ Па. Были получены 5 слитков размерами $\sim \text{Ø} 45$ мм и толщиной ~ 10 мм. Кроме этого, проведены исследования на установке «Луч-1» по влиянию высокотемпературного отжига (~ 2000 °С) в высоком вакууме ($\sim 1 \cdot 10^{-3}$ Па) в течение ~ 1 ч на возможную очистку исходного материала.

Структуру образцов до и после ЭЛП исследовали металлографическим методом. Для этого изготавливали шлифы путем электрополировки, которые в дальнейшем исследовали на оптическом микроскопе ММР-4 при разных увеличениях. Фотографии были сделаны цифровой фотокамерой Olympus. Микротвёрдость образцов измеряли на приборе ПМТ-3 при нагрузке 100 г.

Примесной состав образцов Ru определяли методом лазерной масс-спектрометрии на масс-спектрометре ЭМАЛ-2 с использованием лазерно-плазменного источника ионов. Погрешность результатов анализа характеризуется величиной относительного стандартного отклонения 0,15...0,30.

Исследования термодесорбции образцов рутения до и после ЭЛП при нагреве в вакууме в диапазоне

температур от комнатной до 800 °С проводили на установке с масс-спектрометром MX7203 [10].

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Процесс рафинирования рутения методом ЭЛП заключается в расплавлении и выдержке в жидком состоянии исходного материала определенное время в вакууме, в медном водоохлаждаемом кристаллизаторе. Рафинирующее действие выдержки металла в жидкой фазе в вакууме заключается в различии в составах разделяемой жидкой смеси и образующегося из нее пара. Это различие оценивается величиной относительной летучести α отделяемого компонента (применительно к процессу рафинирования эту величину называют коэффициентом разделения). Чем больше значение α отличается от единицы, тем эффективнее разделение компонентов. В случае разбавленного идеального раствора, когда коэффициенты активности основного и примесного элементов $\gamma_A = \gamma_B = 1$, идеальный коэффициент разделения α_i при молекулярном испарении определяется как [11]

$$\alpha_i = \frac{p_A^0 \sqrt{M_B}}{p_B^0 \sqrt{M_A}}, \quad (1)$$

где p_A^0 , p_B^0 – давление паров чистых компонентов А, В и M_A , M_B – молекулярный вес основного и примесного элементов соответственно.

Значения идеальных коэффициентов разделения дают оценочное представление об эффективности очистки металла при расплавлении его в вакууме. С этой целью были определены значения α_i примесных элементов в рутении при температуре проведения процесса рафинирования Ru, равной 2600 К. Полученные значения α_i приведены в табл. 1. Также в таблице приведены значения температур плавления и упругости паров примесных элементов при $T = 2600$ К [12]. Анализ этих данных показывает, что по значениям α_i спектр примесных элементов в рутении очень широкий. Он представляет легколетучие примеси с $\alpha_i \ll 1$ (верхняя часть таблицы), очистка от которых будет эффективной; труднолетучие примеси с $\alpha_i \gg 1$ (нижняя часть таблицы), очистка от которых не будет происходить, и примеси (Mo, С, Hf, Ir, Zr) с α_i близким к единице, очистка от которых будет затруднена.

Для оценки временных режимов проведения процесса эффективного рафинирования Ru методом ЭЛП использовали выражение для снижения содержания примесного компонента В от молярной концентрации N_0 до N_t следующего вида [12]:

$$t = \frac{G_0}{k b p_B^0 \gamma_B F} \ln \frac{N_0}{N_t}, \quad (2)$$

где k – коэффициент, связывающий скорость испарения вещества в вакууме с давлением пара этого вещества и температурой T ; p_B^0 – упругость пара примесного элемента, мм рт. ст.; $b = M_A/M_B$; F – поверхность испарения жидкого расплава, см^2 ; G_0 – начальная масса расплава, г; N_0 – исходная молярная доля примеси; N_t – молярная доля примеси в расплаве через время t . Из этой формулы следует, что при

$N_i \rightarrow 0$ величина $t \rightarrow \infty$, т. е. за конечное время отгонки полное удаление летучего компонента из сплава невозможно. В табл. 2 приведены расчеты временной зависимости степени очистки расплава рутения от железа, ванадия, платины при температуре выдержки расплава в вакууме $T = 2600$ К и значении $G_0/F = 9,9$ г/см² (близком к экспериментальному). Как видно из таблицы, для очистки рутения от примесей с $\alpha_i < 1 \cdot 10^{-1}$ до значений от одного до двух порядков приемлемыми будут времена выдержки расплава от 1,5 до 2 ч, что и учитывали при выборе временных режимов проведения процесса

рафинирования Ru в данном эксперименте. В табл. 3 приведены основные параметры условий рафинирования: масса слитков, количество переплавов, время плавов и потери материала.

Предварительные эксперименты по отжигу образцов рутения без их оплавления показали, что снижение содержания примесных элементов по сравнению с содержанием их в исходном материале после термической обработки незначительно. Более эффективной, как и ожидалось, оказалась очистка рутения методом ЭЛП (табл. 4).

Таблица 1

Расчетные значения идеальных коэффициентов разделения примесей α_i при температуре 2600 К

Элемент Na, K, Mg, Ag, Zn, Cd, Hg, Ga, S, Te	T _{пл} , К	Упругость пара, мм рт. ст.	Коэффициент раз- деления, α_i
		>> 1000	<< $1 \cdot 10^{-6}$
Sc	1673	452	$5,1 \cdot 10^{-6}$
Co	1768	658	$4,1 \cdot 10^{-6}$
Be	1556	381	$2,7 \cdot 10^{-6}$
Al	700	26,98	$2,6 \cdot 10^{-6}$
Ge	1210	52,3	$5,8 \cdot 10^{-5}$
Y	1773	70	$4,8 \cdot 10^{-5}$
Fe	1812	73,7	$3,6 \cdot 10^{-5}$
Sn	505	153	$2,5 \cdot 10^{-5}$
Cu	1356	224	$1,3 \cdot 10^{-5}$
Ti	1980	3,06	$8,3 \cdot 10^{-4}$
Pd	1823	14,5	$2,5 \cdot 10^{-4}$
Nd	1297	37,8	$1,1 \cdot 10^{-4}$
Si	1683	171	$3,1 \cdot 10^{-3}$
V	2190	1,47	$1,7 \cdot 10^{-3}$
La	1193	3,7	$1,1 \cdot 10^{-3}$
Pt	2043	$1,77 \cdot 10^{-1}$	$3,9 \cdot 10^{-2}$
B	2300	$7,49 \cdot 10^{-2}$	$1,6 \cdot 10^{-2}$
Rh	2239	$2,61 \cdot 10^{-1}$	$1,4 \cdot 10^{-2}$
Zr	2125	$5,37 \cdot 10^{-3}$	$6,2 \cdot 10^{-1}$
Ir	2727	$1,4 \cdot 10^{-2}$	$4,8 \cdot 10^{-1}$
Ru	2520	$3,54 \cdot 10^{-3}$	1
Mo	2890	$1,38 \cdot 10^{-3}$	2,4
C	—	$4,25 \cdot 10^{-4}$	2,8
Hf	2250	$7,14 \cdot 10^{-4}$	6,5
Nb	2770	$1,74 \cdot 10^{-4}$	19,5
Os	3000	$2,32 \cdot 10^{-4}$	20,9
Re	3453	$5,07 \cdot 10^{-6}$	963
Ta	2270	$3,6 \cdot 10^{-6}$	1308
W	3650	$3,67 \cdot 10^{-7}$	$1,5 \cdot 10^4$

Таблица 2

Временная зависимость степени очистки расплава рутения

Кратность очистки N_0/N_t	Удаление Fe $\alpha_i = 3,6 \cdot 10^{-5}$	Удаление V $\alpha_i = 1,7 \cdot 10^{-3}$	Удаление Pt $\alpha_i = 3,9 \cdot 10^{-2}$
	Время выдержки расплава t, мин		
5	0,5	44	50
10	0,8	63	71
100	1,2	126	143

Основные параметры рафинирования рутения

Номер слитка	Вес исходной загрузки, г	Количество плавок	Время плавки, мин	Вес конечного слитка, г	Потери металла, %
1	199,93	3	~ 75	151,57±0,03	21,3
2	196,23	3	~ 75	158,22±0,03	19,3
3	188,24	5	~ 125	141,53±0,03	24,58
4	195,23	5	~ 125	154,57±0,03	20,75
5	120,49	3	~ 75	113,98±0,03	17,2
Суммарно	900,14	19	475	719,87±0,15	20,03

Как показывает опыт ЭЛП порошкообразных образцов, при больших скоростях плавки на этапе оплавления образцов значительное содержание газообразующих примесей в исходных образцах приводит к интенсивному разбрызгиванию материала и к его нежелательным потерям. Это обстоятельство

требовало проведения постепенного оплавления образцов, что увеличивало длительность плавки и, как следствие, потерю металла за счёт его испарения. Поэтому потери металла составляли ~ 20 %. На рис. 1 показаны образцы рутения на разных стадиях экспериментов.



а



б



в



г

Рис. 1. Внешний вид образцов рутения на разных стадиях экспериментов:

а – исходные образцы; б – после прогрева и спекания; в – после оплавления, г – слиток после ЭЛП

В результате рафинирования методом ЭЛП получены образцы высокочистого рутения. Содержание основных примесных элементов в образцах рутения до и после ЭЛП приведено в табл. 4. Многократный метод ЭЛП позволил получить рутений чистотой > 99,99 мас.%, в первую очередь за счёт очистки от примесей внедрения и большинства металлических примесей, в том числе от калия. При

сравнении с примесным составом исходного металла подтверждается высокая эффективность использования данного метода для рафинирования рутения. Как видно из табл. 4, в результате рафинирования происходит очистка от всех анализируемых примесей в среднем на два-три порядка, в том числе и от калия – более чем в 50 раз. Микротвёрдость рутения после ЭЛП составляет 6420 МПа.

Содержание примесей в образцах рутения, мас.%

Элемент	Исходный образец	Образец после прогрева	Образец после ЭЛП
B	0,00004	0,00002	< 0,000002
C	0,12	0,05	0,005
N	0,0001	0,0001	0,00008
O	0,004	0,0007	0,0006
F	0,00001	0,00001	< 0,000003
Na	0,00006	0,00004	0,000005
Al	0,0004	0,00006	0,000001
Si	0,0005	0,0003	0,00003
P	0,00002	0,00003	< 0,000003
Cl	0,0002	0,0001	< 0,000005
K	0,0008	0,0006	0,000015
Ca	0,0003	0,0001	0,00002
Mn	0,00003	0,00002	< 0,000008
Fe	0,004	0,001	0,0003
Ni	0,0002	0,0001	0,00005
Co	0,0003	0,0002	< 0,000009
Cu	0,001	0,0008	0,0004
Ga	0,0002	0,00005	< 0,00002
W	0,012	0,007	0,0005
Re	0,007	0,006	0,0008
Os	0,002	0,001	< 0,001
Ru, %	99,85	99,93	> 99,99

О значительной очистке рутения от газообразующих примесей также свидетельствуют данные по исследованию термодесорбции из исходных образцов и образцов после ЭЛП. На рис. 2 приведены зависимости изменения общего давления при нагреве в вакууме образцов рутения в диапазоне температур 25...800 °С. Из графиков видно, что интенсивность газовой выделения из образцов после ЭЛП почти на порядок меньше значений исходных образцов. Спектры газов, выделившихся из рутения в процессе термодесорбции, приведены на рис. 3. Из рисунка видно, что в процессе термодесорбции происходит выделение ряда газов, таких как: CH_4 (массовое число 16), $\text{OH}+\text{NH}_3$ (массо-

вое число 17), H_2O (массовое число 18), $\text{CO}+\text{N}_2$ (массовое число 28) и др. Однако интенсивность выделения большинства из этих примесей очень мала по сравнению с интенсивностью выделения газов с массовым числом 28 и 43. Присутствие в спектре газовой компоненты с массовым числом 43, очевидно, связано с процессом получения порошкообразного рутения или процессом его компактирования в таблетки. Основные газовые составляющие, выделяются в области температур 300...600 °С, достигая максимума при 500 °С для исходного образца и 550 °С для образцов после ЭЛП.

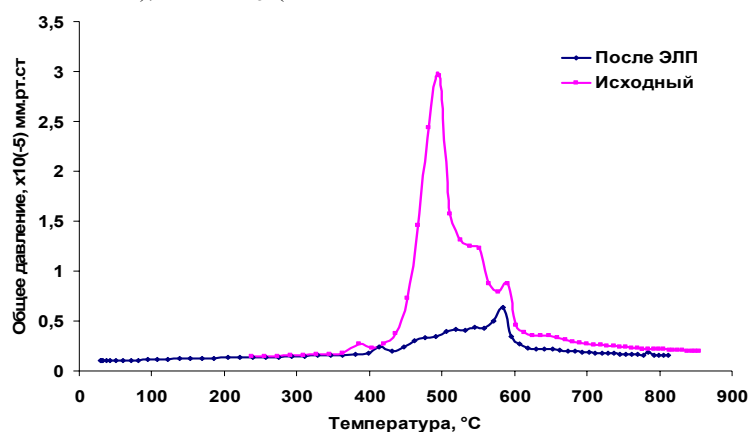


Рис. 2. Изменения общего давления при нагреве в вакууме образцов рутения в диапазоне температур 25...800 °С

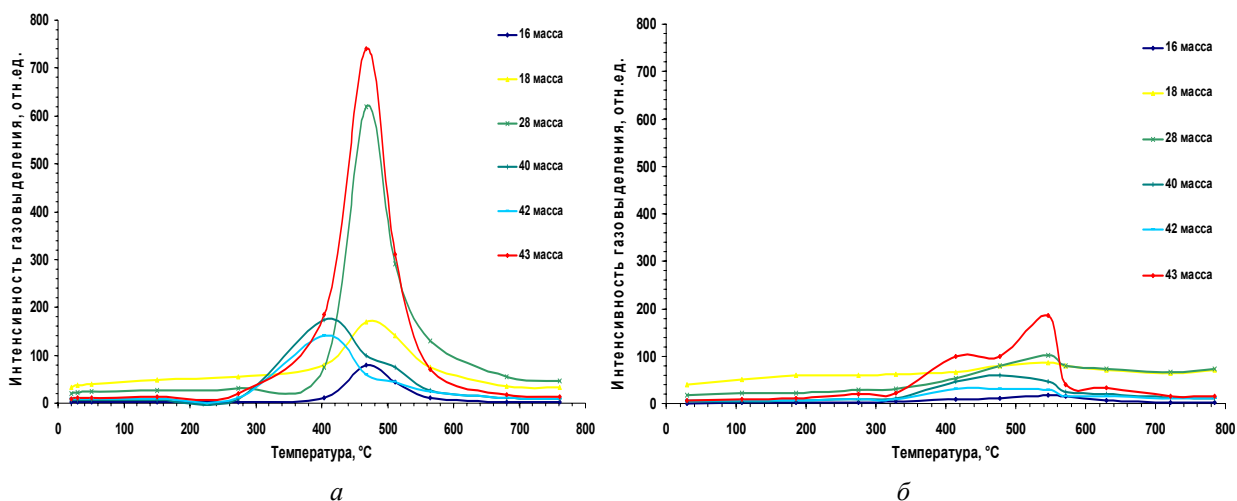
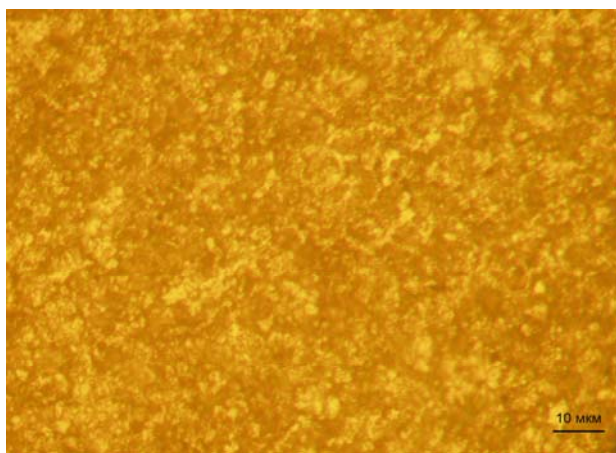


Рис. 3. Спектры газов, выделившихся из образцов рутения (а) и образцов и после ЭЛП (б)

Металлография образцов рутения до и после ЭЛП показана на рис. 4. Исходный образец представлен в виде таблетки, спрессованной из очень мелкого порошка Ru (см. рис. 4,а). Переплавленный образец имеет довольно крупные зёрна размером примерно 1...5 мм, которые можно наблюдать визуально (см. рис. 4,б). Для Ru после ЭЛП характерна ступенчатая (слоистая) структура. Также наблюдаются фигуры травления различной формы и размеров (см. рис 4,в и г). Можно отметить наличие геометрически правильных фигур травления: треугольной, прямоугольной и гексагональной форм, имею-

щих чёткую огранку. Наблюдаются как единичные фигуры, так и их скопления, цепочки, расположение которых по образцу носит неравномерный характер. В некоторых зёрнах, преимущественно меньшего размера, количество их мало, вплоть до полного отсутствия. Фигуры травления являются, по-видимому, местами выхода дислокаций. Форма фигур травления объясняется декорирующим эффектом дислокаций, наклонённых к поверхности шлифа. Дислокационный характер фигур травления отражает ростовую структуру зёрен.



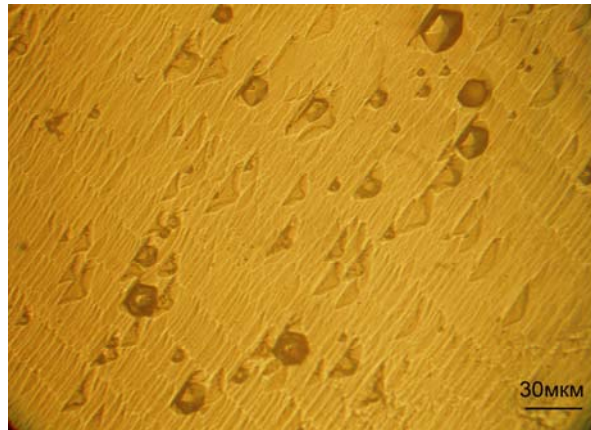
а



б



в



г

Рис. 4. Структура образцов рутения до и после ЭЛП: а – исходного (таблетка); б, в и г – после ЭЛП

ВЫВОДЫ

Рассчитаны значения идеальных коэффициентов разделения примесей α_i в рутении и определены эффективность рафинирования методом ЭЛП в вакууме.

Экспериментально исследован процесс глубокого рафинирования рутения методом ЭЛП. Показана высокая эффективность использования данного метода для рафинирования рутения как от примесей внедрения, так и от большинства металлических примесей, в том числе от калия. Получена опытная партия слитков Ru чистотой > 99,99 мас. % для проведения низкофонового эксперимента по регистрации двойных β -распадов в рутении.

Результаты исследований термодесорбции газов из образцов рутения показали существенное уменьшение интенсивности газовой выделенности их очищенного металла в сравнении с исходным. Металлографические исследования показывают высокую чистоту полученных образцов.

Работа выполнена в рамках целевого договора №30/11-2010 между ННЦ ХФТИ и ИЯИ (г. Киев) «Исследование вакуумного электронно-лучевого прогрева и плавки рутения» от 09.11.2010 г.

ЛИТЕРАТУРА

1. H.V. Klapdor-Kleingrothaus. Lessons after the Evidence for Neutrinoless Double Beta Decay - The Next Step // *Int. J. Mod. Phys. E*. 2008, v.17, p. 505-515.
2. U. Dore, D. Orestano. Experimental results on neutrino oscillations // *Rep. Prog. Phys.* 2008, v.71, p.106-201.

3. R.N. Mohapatra, S. Autach, K.S. Babu, et al. Theory of neutrinos: a white paper // *Rep. Prog. Phys.* 2007, v.70, p.1757-1763.
4. H.V. Klapdor-Kleingrothaus and I.V. Krivosheina. The evidence for the observation of 0ν beta decay: The identification of 0ν beta events from the full spectra // *Mod. Phys. Lett.* 2006, v.A21, p.1547-1566.
5. P. Belli, R. Bernabei, F. Cappella, et al. Search for double β decay of ^{96}Ru and ^{108}Ru with HP Ge γ -spectrometry // *Nucl. Phys. and At. Eneq.* 2010, v. 11, №4, p.362-365.
6. W. Wrzesniok-Rosbach. Ruthenium: Precious White Cinderella // *Heraeus*, www.heraeus.com.
7. E.V. Norman // *Phys. Rev. C*. 1985, v.31, p.1937.
8. Ф.А. Даневич. *Сцинтилляционные материалы. Инженерия, устройства, применение*. Харьков: ИСМА, 2009, 332 с.
9. В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов, С.Д. Лавриненко и др. Электронно-лучевая плавка циркония // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2000, №5, с. 3-11.
10. В.М. Ажажа, Ю.П. Бобров, А.М. Бовда и др. Исследование газовой выделенности при нагреве в вакууме гидрированного сплава Nd-Fe-B // *ВАНТ. Серия «Вакуум, чистые материалы, сверхпроводники»*. 2006, №1, с.156-159.
11. В.А. Пазухин, А.Я. Фишер. *Разделение и рафинирование металлов в вакууме*. М.: «Металлургия», 1969, 204 с.
12. А.Н. Несмеянов. *Давление пара химических элементов*. М.: Изд-во АН СССР, 1961, 396 с.

Статья поступила в редакцию 21.09.2011 г.

РАФІНУВАННЯ РУТЕНІЮ МЕТОДОМ ЕЛЕКТРОННО-ПРОМЕНЕВОЇ ПЛАВКИ

Ю.П. Бобров, В.Д. Вірич, О.Є. Дмитренко, Д.В. Коблік, Г.П. Ковтун, В.В. Манжос, М.М. Пилипенко, І.Г. Танцюра, О.П. Шербань

Наведено результати розрахункових і експериментальних досліджень процесу рафінювання порошкоподібного рутенію методом електронно-променевої плавки (ЕПП). Показано, що ЕПП є ефективним методом очищення рутенію від домішок втиснення і більшості металевих домішок, у тому числі від домішок, що містять радіоактивні нукліди. Отримані злитки рутенію чистотою > 99,99 мас. % задовольняють вимогам для матеріалу, необхідного при проведенні низкофонового експериментів з реєстрації подвійних β -розпадів у рутенії. Наведено результати мікроструктурних досліджень, вимірювання мікротвердості і термодесорбції із зразків рутенію.

REFINING Ru BY ELECTRON-BEAM MELTING

Yu.P. Bobrov, V.D. Virich, A.E. Dmitrenko, D.V. Koblik, G.P. Kovtun, V.V. Manzhos, M.M. Pylypenko, I.G. Tantsyura, A.P. Scherban`

The paper presents the results of theoretical and experimental studies of powdered ruthenium refining process by electron-beam melting (EBM). Shown that the EBM is an effective method of purification of ruthenium from interstitial impurities and most of the metallic impurities, including impurities from containing radioactive nuclides. The resulting ingots ruthenium purity > 99.99 wt.% meet the requirements for the material necessary for carrying out low-background experiments for recording double β -decay to ruthenium. The results of microstructural studies, microhardness and thermal desorption of the samples are given.