МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ

«НОВОСИБИРСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ» (НОВОСИБИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ, НГУ)

Факультет ФИЗИЧЕСКИЙ

Кафедра ФИЗИКИ ПЛАЗМЫ

Направление подготовки 03.03.02 ФИЗИКА

Образовательная программа: БАКАЛАВРИАТ

ВЫПУСКНАЯ КВАЛИФИКАЦИОННАЯ РАБОТА БАКАЛАВРА

ЛОХОНИН АНДРЕЙ ГРИГОРЬЕВИЧ___

(Фамилия, Имя, Отчество автора)

Тема работы «ИССЛЕДОВАНИЕ НАКОПЛЕНИЯ ИЗОТОПОВ ВОДОРОДА В МЕТАЛЛАХ ПРИ ИМПЛАНТАЦИИ БЫСТРЫХ ИОНОВ»

«К защите допущен»	
Заведующий кафедрой:	Научный руководитель:
д.фм.н., профессор	к.фм.н. с.н.с. лаб. 10
Иванов А.А.	Полосаткин С.В.
	//
(фамилия , И., О.) / (подпись, МП)	(фамилия , И., О.) / (подпись, МП)
«»20г.	«»

Дата защиты: «21» июня 2016г.

Содержание

нтер5
лисание и схема установки Имплантер
Подготовка установки Имплантер к проведению
ний по накоплению изотопов водорода в металлических
змерение плотности тока пучка11
змерение плотности тока пучка11 Одификация поверхности под
змерение плотности тока пучка11 одификация поверхности под ием пучков ионов дейтерия 14
змерение плотности тока пучка11 ОДИФИКАЦИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПОД ИЕМ ПУЧКОВ ИОНОВ ДЕЙТЕРИЯ14 сследование титановых нейтроногенерирующих мишеней14
змерение плотности тока пучка
змерение плотности тока пучка
змерение плотности тока пучка

1. Введение

Наращивание темпов развития термоядерной и ядерной физики в обусловило необходимость последнее время развертывания новых разработок сравнительно простых способов получения потока быстрых нейтронов и их применения в различных областях науки и техники. В настоящее время широкое распространение получили методы элементного основанные на облучении исследуемого объекта потоком анализа, быстрых нейтронов. Источниками нейтронов являются ускорительные трубки, в которых нейтроны образуются в результате столкновений ионов изотопов водорода в реакциях $T(d, n)^4$ Не и $D(d, n)^3$ Не. Улучшение эксплуатационных параметров нейтронных трубок — увеличение ресурса, расширение диапазона рабочей температуры, повышение стабильности нейтронного выхода — является актуальной задачей.

В ИЯФ также ведутся работы по созданию малогабаритного генератора нейтронов для промышленных применений. Генератор включает в себя источник высокого напряжения (умножитель Кокрофта-Уолтона) и газонаполненную нейтроногенерирующую трубку.

Проектные параметры: Нейтронный выход: 10⁶ нейтронов/с (DD режим) Постоянный/импульсный режимы работы Номинальный ток ионов: 50 мкА Рабочее напряжение: 80 кВ Изоляция: SF₆, 8 атм

наиболее Одна ИЗ сложных практических создание задач – эффективной нейтроногенерирующей мишени. Такая нейтронногенерирующая мишень должна удерживать максимальное количество атомов дейтерия В поверхностном слое В режиме динамического равновесия, при котором имплантация ионов дейтерия в мишень уравновешивается десорбцией дейтерия с поверхности. Расчеты показывают, что для достижения проектных параметров нейтронной трубки содержание дейтерия в титановой мишени должно превышать n_D/n_{Ti}=1,5. Такое высокое содержание изотопов водорода в металлах может достигаться при образовании упорядоченных растворов (гидридов), процесс образования которых зависит ОТ свойств материала (кристаллической структуры, наличия примесей и дефектов), и плохо поддается теоретическому предсказанию. В связи с этим решено провести эксперименты по сравнительному анализу нейтроногенерирующих мишеней на установке Имплантер, которая позволяет использовать разные типы мишеней и моделировать процессы в нейтронном генераторе.

В другом аспекте внимание к этой проблеме проявляется и в связи с работами по управляемому термоядерному синтезу. При взаимодействии плазмы с материалами разрядной камеры (в проектируемом термоядерном ИТЭР плазмообращённых реакторе токамаке ДЛЯ элементов бериллий, предполагается использовать углеродные материалы И вольфрам) атомы этих материалов вместе с атомами изотопов водорода осаждаются в различных местах камеры. Такие места могут стать одним из основных аккумуляторов для накопления трития. Захват и «захоронение» в вольфраме трития создаёт большие проблемы как в плане безопасности, так в плане его наработки. Поэтому исследование закономерностей поведения и оценка количества захватываемых изотопов водорода в вольфраме является важной физической и материаловедческой проблемой.

Таким образом, целью работы являлось исследование накопления изотопов водорода в металлах при облучении потоком быстрых ионов.

Задачи работы:

- Сборка системы для измерения плотности тока на установке Имплантер
- Разработка держателя облучаемых образцов для установки Имплантер
- Подготовка установки Имплантер к проведению эксперимента
- Наблюдение эрозии мишеней при облучении пучком ионов водорода
- Исследование эффектов накопления водорода с помощью рентгеноструктурного анализа образцов на станции СИ

2. Облучение мишеней на установке Имплантер

2.1 Описание и схема установки Имплантер

Многоцелевой Имплантер ионов кислорода и водорода предназначен для обеспечения базовых операций полупроводниковых технологий и радиационного материаловедения: технологии кремний-на-изоляторе, исследования воздействия интенсивных ионных пучков на металлические мишени – приемники пучков в источниках нейтронов и гамма-квантов для медицины, систем безопасности и для термоядерного материаловедения.



Рис. 1. Многоцелевой Имплантер



 Ускорительная секция
 Узел секции с окном
 Место установки детектора
 Поворотный магнит
 Узел секции с окном
 Вакуумный узел
 Вакуумная камера с подвижной мишенью внутри

Имплантер (см. Рис. 1) позволяет проводить эксперименты с пучком ионов энергией до 150 кэВ и током на мишени до 2 мА. Пучок ионов H^+ (O^+ , C^+) формируется из плазмы ЭЦР источника с помощью четырехэлектродной ионно-оптической системы с напряжением ускорения до 40 кВ (Рис. 1). Ток пучка может достигать 2 мА в непрерывном режиме работы. При этом плотность тока может варьироваться в пределах 2-5 мА/см². Доускорение ионов до требуемой энергии (от 40 до 150 кэВ) осуществляется ускорительной секцией (Рис. 1).

После ускорения ионного пучка до полной энергии разделение изотопов и примесей производится с помощью секторного 90° магнитавыходе сепаратора (Рис. 1). Ha сепаратора установлен второй высоковакуумный откачной пост, обеспечивающий дифференциальную откачку. После откачного поста расположена вакуумная камера с мишенью (Рис. 1). Для подвижной получения сухого вакуума используются турбомолекулярные насосы без масла и форвакуумный спиральный насос. В результате в рабочем объеме достигается вакуум до 10⁻⁴Па.

В качестве примера на рис. З приведен результат модификации поверхности меди после ее облучения протонным пучком с энергией 150 кэВ. Интерес к эксперименту возник в связи с разработкой приемников протонных пучков – ПО достижению критического флюенса на поверхности материалов образуются пузыри, которые ухудшают теплопроводность и ускоряют деградацию приемника.



Рис. 2. 3Д-модель имплантера



Рис.3. СЭМ фотография поверхности медной мишени после облучения 150 кэВ протонами до флюенса 11.4*·10¹⁸ см⁻².

*Флюенсом частиц в случае пучка частиц называют отношение числа частиц dN, пересёкших перпендикулярную пучку элементарную площадку dS за данный промежуток времени, к площади этой площадки. В случае диффузного поля частиц, флюенс в точке определяется как отношение числа частиц, проникших в элементарную сферу с центром в этой точке, к площади поперечного сечения этой сферы.

 $\Phi_N = \frac{dN}{dS}$

2.2 Подготовка установки Имплантер к проведению исследований по накоплению изотопов водорода в металлических мишенях.

Целью планируемых экспериментов являлось измерение динамики нейтронного выхода при облучении мишеней из различных материалов пучком ионов дейтерия на установке Имплантер. В качестве исследуемых мишеней были выбраны медные мишени с титановым покрытием, нанесенным различными способами, а также мишени из меди, титана и графита. Для проведения экспериментов был собран держатель мишеней, позволяющий устанавливать под пучок три различных мишени без нарушения вакуума. (рис.4). С помощью этого держателя были проведены эксперименты по облучению мишеней из меди, графита и титана пучком ионов дейтерия. В этих экспериментах измерялась динамика нейтронного выхода.



Рис.4. Подвижный держатель мишеней

На установке Имплантер, инжектировав дейтерий, мы измеряли количество нейтронов с помощью спектрометра быстрых нейтронов. Для определения места генерации нейтронов детектор устанавливался в две позиции (Рис.5,1), (Рис.5,2). И сравнивались скорость счета и форма амплитудного распределения.



Рис.5. Фотография установки Имплантер

Эксперименты показали, что нейтронный фон значительно превышает полезный сигнал от мишени. С помощью детектора нейтронов было обнаружено, что источником фона является область ионного источника Имплантера, в связи с этим было принято решение перенести держатель мишеней за поворотный магнит.

Для достижения данной цели была произведена юстировка установки с помощью разработанного в ходе исследований, подвижного датчика. Данные работы позволили провести пучок до рабочего объема и определить плотность тока пучка с помощью разработанной системы для измерения плотности тока.

2.3 Измерение плотности тока пучка

Измерение плотности тока пучка на мишени представляет бомбардирующие нетривиальную задачу, поскольку мишень ИОНЫ вызывают вторичную электронную эмиссию, которая существенно увеличивает полный ток через мишень. Вторичная электронная эмиссия может быть подавлена подачей положительного потенциала на мишень, однако в этом случае на мишень могут приходить электроны, эмитируемые с расположенной перед мишенью диафрагмы. В связи с этим, было решено разработать калориметрический измеритель мощности пучка на мишени. Измеритель мощности представлял собой вольфрамовую проволоку длиной 3 сантиметра и толщиной 10мкм в 3 витка, натянутую перед мишенью на керамических изоляторах.



Рис.6. Зонда для измерения мощности тока 1) Токовыводы зонда 2) Вольфрамовая проволока 3) Керамическая защита токовыводов 4) Медная подложка 5) Изолированные коннекторы для токовыводов

Мощность пучка определялась по изменению электрического сопротивления проволоки. Для калибровки датчика по нему пропускался

ток от	внешнего	источника	И	измерялась	зависимость	сопротивления	OT
мощно	сти.						

I, A	V,B	R, Om	Р, Вт
2	20,2	10,1	40,4
1,8	17,2	9,5556	30,96
1,6	14,4	9	23,04
1,4	11,9	8,5	16,66
1,2	9,5	7,9167	11,4
1	7,3	7,3	7,3
0,8	5,4	6,75	4,32
0,6	3,8	6,3333	2,28
0,4	2,3	5,75	0,92

Таб.1. Таблица расчета мощности пучка

При нагреве от источника изменение сопротивления равное изменению сопротивления при нагреве пучка соответствует переходу от 0,4 A 2,3 B (R=5,75 OM) до 1,2A 9,5 B (7,92 OM), то есть вкладываемая в проволочку дополнительная мощность равна10,5 Вт. Исходя из этого, можно определить плотность тока пучка, составившую 150 мкА/см².



Для большей достоверности была измерена температура образца во время облучения пучком с помощью пирометра, которая равна T=1223К. Приняв значения коэффициента черноты вольфрама є=0,35 далее по закону Стефана-Больцмана:

$M = \epsilon OT^4$

где б — постоянная Стефана — Больцмана, числена равная

получаем М=46 кВт/м², что соответствует плотности ток пучка 115мкА/см². Значит измерения тока через мишень с помощью разработанного датчика достоверны.

3. Модификация поверхности под действием пучков ионов дейтерия

3.1 Исследование титановых

нейтроногенерирующих мишеней

Хорошо известно, что накопление большого количества водорода в металле может приводить к значительной эрозии поверхности. Примером такой эрозии является блистеринг (образование пузырей) и флекинг (отшелушивание), наблюдавшиеся ранее при облучении медных мишеней на установке Имплантер [1]. В этих экспериментах эффекты эрозии для медных мишеней наблюдались при флюенсах выше 10¹⁷ см⁻².

Нами были проведены исследования образцов из титана. Мишени облучались пучком ионов дейтерия с энергией 37 кэВ и плотностью тока 150 мкА/см² в течение 12 часов. Набранный флюенс на мишени составил порядка 10¹⁹ см⁻².

Облученные мишени исследовались на сканирующем электронном микроскопе (рис.8-11). В результате было обнаружено, что поверхность мишени была очищена от сопутствующих загрязнений, при этом никаких эффектов эрозии мишеней обнаружено не было.



Рис.8. Образец Титановая мишень при увеличении x35 до облучения пучком



Рис.9. Образец Титановая мишень при увеличении x30 после облучения пучком



Рис.10. Образец Титановая мишень при увеличении x300 до облучения пучком



Рис.11. Образец Титановая мишень при увеличении x230 после облучения пучком

3.2 Исследования мишеней из нейтроногенерирующих трубок

Как говорилось ранее, в ИЯФ ведутся работы по созданию малогабаритного генератора нейтронов для промышленных применений. Генератор включает в себя источник высокого напряжения (умножитель Кокрофта-Уолтона) и газонаполненную нейтроногенерирующую трубку с рабочим током ионов D_2^+ 50 мкА и ускоряющим напряжением 80 кВ.





Рис. 12. Исходная конфигурация нейтроногенерирующей трубки

В работе были проведены исследования нейтроногенерирующей мишени, извлеченной из прототипа нейтронной трубки после 50 часов работы (флюенс около 0,5*10²⁰). Мишени были изготовлены в АО "Микросплав" (г.Томск) по следующей технологии: на медную подложку методом магнетронного напыления наносился слой титана, после чего поверхность переплавлялась под действием импульсного электронного пучка. Операция повторялась до получения слоя титана толщиной 5 мкм. Целью применения данной технологии было получение слоя титана, имеющего высокую адгезию к поверхности меди.

Мишень, извлеченная из трубки, а также необлученная мишень, изготовленная по той же технологии, исследовались с помощью

электронного сканирующего микроскопа, а также на станции рентгеновского дифракционного анализа на ускорителе ВЭПП-3.

При обработке результатов по исследованию мишени, извлеченной из нейтроногенерирующей трубки, и сравнении ее с необлученной мишенью были обнаружены явные модификации поверхностного слоя. Следы флекинга видны ближе к центру мишени – центру падения пучка уже при увеличении в 35 раз(рис.14). Также присутствует значительный блистеринг в периферийной зоне между центром и краем мишени. Также появления многочисленных микротрещин по всей поверхности мишени может указывать на эффекты, связанные с насыщением поверхностного мишенного слоя водородом.



Рис.13. Образец Титановая мишень при увеличении х40 до облучения пучком



Рис.14. Образец Титановая мишень при увеличении x35 после облучения пучком



Puc.15. Образец Титановая мишень при увеличении x300 до облучения пучком



Рис.16. Образец Титановая мишень при увеличении х300 после облучения пучком

Результаты исследования компонентного состава мишени с медной подложкой и титановым напылением в 5 мкм выявили наличие дополнительных элементов по сравнению с необлученной мишенью. Повышение количества углерода свидетельствует о частичном загрязнении поверхности во время транспортировки, также, как и повышенное содержание кислорода по отношению к необлученной мишени. Такие элементы как сера и фтор появляются на мишени из-за продуктов распада гексафторида серы (также известного как элегаз). Малое количество железа появляется из-за распыления защитного слоя удерживающей ее конструкции.

Элемент	Весовой %	Атомный%	Элемент	Весовой %	Атомный%
СК	1.23	5.66	СК	1.31	3.65
Ti K	30.89	35.51	O K	18.18	37.99
Cu L	67.88	58.83	F K	12.72	22.39
			S K	0.22	0.23
			Ti K	28.22	19.70
			Fe K	0.21	0.13
			Cu K	25.56	13.45
			W M	13.57	2.47

Таб.2. Компонентный состав необлученной мишени Таб.3.Компонентный состав облученной мишени

3.3 Измерения зависимости интенсивности дифракционных пиков

На станции «Аномальное Рассеяние» центра синхротронного излучения ИЯФ СО РАН была исследована кристаллическая структура нейтроногенерирующих мишеней.

Станция «Аномальное Рассеяние» (рис.17) предназначена для прецизионных исследований структуры поликристаллических материалов методами рентгеновской дифрактометрии.



Рис. 17. Общий вид станции «Аномальное рассеяние»



Рис.18. Схема станции «Аномальное Рассеяние». 1 – «белый» пучок СИ; 2 – входные щели монохроматора; 3 – кристалл-монохроматор Si(111); 4 – шаговые двигатели гониометров монохроматора и детектора; 5 – ловушка прямого пучка (Та); 6, 7 – входные щели дифрактометра; 8 – рассеиватель; 9 – фрагмент вакумного канала; 10 – выходное окно монохроматора (Be); 11 – образец; 12 – фоновая щель; 13 – кристалл-анализатор Ge(111); 14 – детектор; 15 – шаговый двигатель

анализатора; 16 – монитор входной интенсивности; 17 – вертикальная подвижка.

Для монохроматизации первичного «белого» пучка СИ используется кристалл кремния Si(111) с двукратным отражением в симметричной схеме. Степень монохроматизации определяется главным образом

расходимостью пучка СИ в вертикальной плоскости $\frac{\Delta\lambda}{\lambda}$ ~Δθctgθ и

составляет при 40~10⁻⁴ мрад и ⁹~6 + 15° в рабочем диапазоне энергий фотонов приблизительно (3...7)*10⁻⁴. Для данного исследования был использован сцинтилляционный детектор для пошагового сканирования в режиме высокого пространственного разрешения и беспараллаксного однокоординатного детектора ОД-3-350 для быстрой регистрации рентгенограмм.

Станция позволяет снимать дифрактограммы исследуемых образцов с угловым разрешением выше 0,05 градуса. Дифрактограммы облученной и необлученной мишеней, а также дифрактограмма медного образца приведены на рис.19. В увеличенном масштабе дифрактограммы показаны на рис.20-21.



Рис.19. Сравнение дифракционных пиков мишеней



Рис.20. Необлученная мишень



Рис. 21. Облученная мишень

Обнаружено, что в дифрактограммах мишеней доминируют рефлексы, соответствующие кристаллической решетке меди, при этом дифракционных пиков, соответствующих титану, не наблюдается.

Анализ интенсивностей показывает, что интенсивность дифракционных пиков мишеней существенно (более чем в 20 раз) превосходит интенсивность пиков медного образца при одинаковых условиях съемки дифрактограммы. Это обстоятельство указывает на возможность существования выраженного направления кристаллических плоскостей в нейтроногенерирующих мишенях.

Для проверки этого предположения были проведены измерения зависимости интенсивности дифракционных пиков (111 и 200) от угла относительно поверхности мишени. Для этого при фиксированном угле между падающим и рассеянным излучением 20 проводилось сканирование

по углу поворота поверхности относительно падающего луча (угол θ) (рис.22).



Рис. 22. Дифракция на поликристаллическом вольфраме (возможная схема эксперимента)

Условие Вульфа — Брэгга:

Сканирование велось по углу относительно поверхности мишени при постоянном угле 20.

При измерении динамики положения И интенсивности дифракционных сканировании пиков при углу относительно ПО поверхности мишени при постоянном угле 20 была обнаружена выраженная направленность кристаллической структуры поверхности, что видно на рис. 24-25, которая отсутствует на контрольном медном образце. Вероятно, выделенное направление на кристаллической структуре в образцах из отпаянной нейтронной трубки может появляться в результате переплавления медной подложки при нанесении покрытия.



Рис 23. Сканирование по углу относительно поверхности мишени при постоянном угле 20 синий – нейтроноегенерирующая мишень, рефлекс (2,0,0), угол 2q =43,28 градусов;



рефлекс (1,1,1), угол 2q =50,46 градусов;



Рис 24. Сканирование по углу относительно поверхности мишени при постоянном угле 20, амплитуда нормирована на единицу, по оси x – угол относительно поверхности

4. Заключение

В результате работы установка Имплантер подготовлена для проведения экспериментов по сравнительному измерению нейтронного выхода нейтроногенерирующих мишеней. Для измерения плотности тока на мишень разработан калориметрический измеритель и проведена серия экспериментов по определению тока пучка.

С помощью сканирующего электронного микроскопа были проведены исследования модификация поверхности титановых мишеней под действием пучков ионов дейтерия. При облучении потоком ионов с флюенсом 0,5*10²⁰ см⁻² эффектов модификации поверхности и различий с контрольными образцами обнаружено не было.

В результате измерения зависимости интенсивности дифракционных пиков, исследованных нейтроногенерирующих мишеней с нанесенным на поверхность меди слоем титана было обнаружено, что кристаллическая структура поверхности имеет выраженную направленность вдоль поверхности.

Список использованной литературы

- 1 Blistering of the selected materials irradiated by intense 200 keV proton beam V.T. Astrelin et al.// Journal of Nuclear Materials. 396 (2010) 43–48
- 2 Progress in the ITER Physics Basis. FE, 2007, vol. 47, № 6
- 3 Guseva M.I., Gureev V.M., Kolbasov B.N. et al. Subthreshold sputtering at high temperatures. JETP Letters, 2003, vol. 77, № 7, p. 362—365.
- Guseva M.I., Gureev V.M., Khripunov B.I., Kolbasov B.N., Korshunov S.N., Martynenko Yu.V., Petrov V.B., Stolyarova V.G., Strunnikov V.M., Vasiliev V.I. Tungsten erosion under simulation of ITER divertor operation.— Plasma Devices and Operations, 2003, vol. 11, № 3, p. 141—153.
- Кирьянов Г.И. Генераторы быстрых нейтронов. М.:Энергоатомиздат. 1990.
- Burdakov A.V. et al. // Fusion Science and Technology. 2007. V.51. N.2T.
 P.106.
- 7 Astrelin V.T. et al. // Nuclear Fusion. 1997. V.37. P.1541.
- 8 Аржанников А.В. и др. // Тезисы докладов XXIX Звенигородской конференции по физике плазмы и УТС, М., 2001, С.241.
- Burdakov A.V. et al. // Fusion Science and Technology. 2007. V.51. N.2T.
 P.355.
- 10 Астрелин и др. // ПТЭ. 2004. N2. С.66.
- 11 Таюрский В.А., Препринт ИЯФ СО РАН 89-16, Новосибирск, 1989.
- 12 П.З. Чеботаев, Препринт ИЯФ СО РАН 2000-95, Новосибирск, 2000.
- 13 Arzhannikov A.V. et al. // Fusion Technology. 1999. V.35. N.1T. P.146
- 14 Selivanov A.N. and Fedotov M.G. // Proc. of the IASTED Int. Conf. ACIT2002, ACTA Press, Anaheim-Calgary-Zurich, 2002. P.14.
- 15 Kallenbach A. et al. // // J. Nucl. Mat. 2005. V.337-339. P.985.
- 16 Pospieszczyk A. et al. // Physica scripta T. 1999. V.81. P.48.