

УДК 669.286

# Технологические особенности создания новых ускорительных нейтронных трубок

**А. С. Хапов, С. В. Чеканов, А. В. Военнов**

Всероссийский НИИ Автоматики им. Н. Л. Духова, г. Москва, Россия  
vniia4@vniia.ru

*Повышение требований к качеству нейтронных трубок (НТ) требует постоянного поиска новых материалов и технологий их получения, отвечающих высокими требованиями, предъявляемым к физико-механическим и химическим свойствам. В работе проведена оценка влияния наноструктурированного состояния поликристаллической напыленной пленки титана на ее сорбционные свойства. Проведен анализ возможности использования новых сплавов в качестве сорбента и подложек мишеней НТ.*

## Введение

Современные технологии совершенствования и создания новых материалов дают широкие возможности для формирования заданной структуры и химического состава материалов. Всевозрастающие требования к качеству материалов на практике приводит к совершенствованию существующих и поиску новых методов получения и управления свойствами и структурой материалов [1].

Мишень линейного ускорителя нейтронов представляет собой сложную гетроструктуру, состоящую из нескольких функциональных слоев. Гидридообразующим (сорбирующим) покрытием мишени является титановый слой, который формируется с помощью различных методов напыления. Для получения покрытия с определенными заданными свойствами в работе использовались методы напыления, основанные на различных физических принципах, например, такие как: электроннолучевое, магнетронное и ионное напыление [2]. При этом изучалось влияние различных режимов напыления и подбирались их оптимальные варианты для получения нужного качества пленки титанового сорбента на различных подложках.

Также в работе использованы различные технологические подходы и режимы насыщения титанового сорбента изотопами водорода. В технологический процесс изготовления мишени внесены новые алгоритмы опытной обработки деталей с целью улучшения их эксплуатационных характеристик.

## Экспериментальная часть

Для изучения влияния подложки на свойства напыляемого титанового покрытия использовали поликристаллическую и монокристаллическую структуру молибденовой подложки.

Первой изучалась мишень на основе подложки из поликристаллического молибдена, которая изготавливалась штамповкой из прокатного листа, при этом поверхность подложки не подвергалась ни шлифованию, ни полировке. Исследование образцов проводили с применением двулучевой системы электронного микроскопа (ЭМ) с интегрированной ионной колонной. Шероховатость подложки «передается» титановому напылению, формируя его рельеф. При этом в местах наиболее резких перепадов высот профиля между кристаллитами титана образуются дополнительные границы, они как бы дробятся. На рис. 1 стрелками обозначены «переходящие» от подложки к напыленному слою границы.

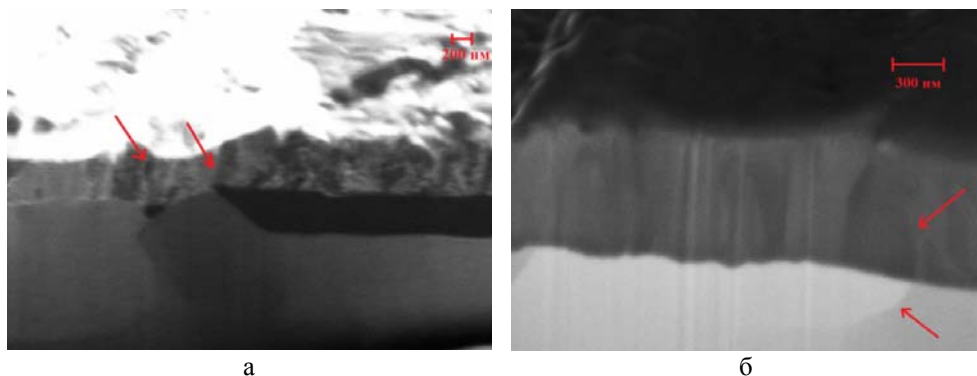


Рис. 1. Иллюстрация явления «наследования» профиля поверхности подложки слоем напыленного сорбента: а – изображение в отраженных ионах; б – изображение в отраженных электронах

По рис. 1 можно оценить величину кристаллитов молибдена в приповерхностном слое подложки, которая составляет в среднем  $\sim 5$  мкм, что меньше значения, полученного при изучении структуры собственно подложки (до напыления), которое составляло 30–40 мкм. Уменьшение размеров зерен и появление субмикронных кристаллитов (субзерен) с малой кристаллографической разориентированностью вероятно связано с рекристаллизацией молибдена в поверхностных слоях подложки при нагреве электронным лучом в процессе напыления. Области поверхности с остаточными напряжениями, а также дефектами, образованными во время изготовления подложки с использованием прокатки и штамповки, являются центрами начала рекристаллизации в приповерхностных слоях образца. На поперечном срезе также отмечается мелкозернистая структура напыленного слоя титанового сорбента. Средний размер субзерен титана составляет 185 нм.

Подложка из монокристаллического молибдена вырезалась из слитка (монокристалла) с помощью электроэрозионного станка. При этом готовились образцы, поверхности которых имели три основные кристаллографические ориентации:  $\{100\}$ ,  $\{110\}$  и  $\{111\}$ . Соответствие поверхностей образцов, вырезанных из слитка, основным кристаллографическим граням ОЦК решетки проверялось с помощью рентгенографического анализа. Далее проводилась подготовка поверхности подложки химическим и механическим способами, при этом отрабатывались их технологические режимы. После очистки и полировки поверхности молибденовой подложки на нее был напылен слой титана.

На рис. 2 показан поперечный срез образца мишени с напыленным слоем титана на поверхности подложки из монокристаллического молибдена. Видно, что приповерхностный слой подложки теряет свою «монокристалличность» в процессе выполнения указанных выше операций по подготовке поверхности. Следующая партия образцов изготавливалась аналогично предыдущей, но без использования операции полировки. На рис. 3 показан поперечный срез мишени, полученной без использования полировки поверхности подложки.

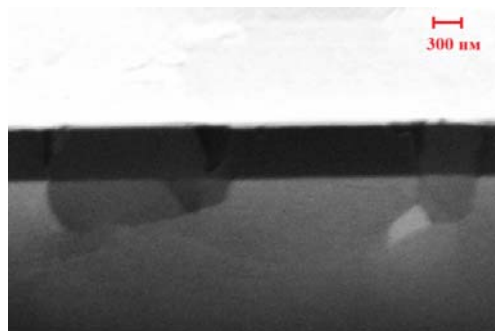


Рис. 2. Поперечное сечение образца с напыленным слоем титана на полированную поверхность монокристалла молибдена

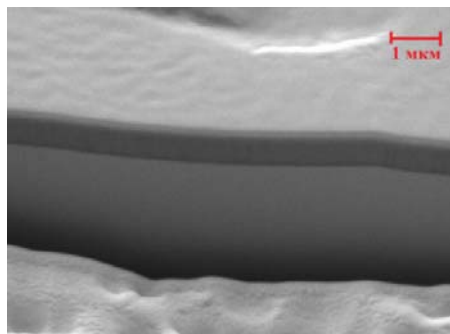
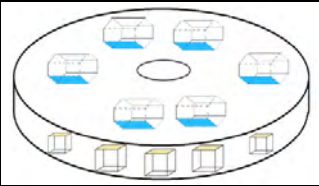
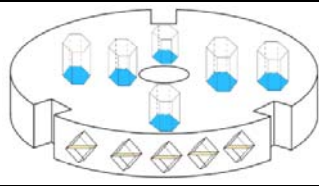
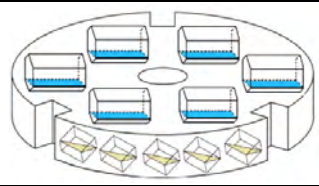


Рис. 3. Поперечное сечение образца с напыленным слоем титана на неполированную поверхность монокристалла молибдена

Как видно из рис. 3, на образце с молибденовой подложкой без механической полировки отсутствуют различимые границы зерен подложки, а напыленный слой титана выглядит более однородным, и в нем также не выражены межзеренные границы. Отсутствие изменений в характере поверхности подложки, вызываемое дополнительной механической обработкой, не приводит к изменениям в слое титанового покрытия и не оказывает влияния на структуру поверхностного слоя. Размер структурных элементов рельефа достигает величины 7 мкм, что намного больше толщины напыляемого слоя, и, следовательно, на поверхности отсутствует выбранная кристаллографическая ориентация в титановом слое. Область перехода покрытия (от ненапыленного участка подложки к напыленному слою сорбента) очень слабо выражена по сравнению с тем, что наблюдалось для образцов с поликристаллической подложкой, для которых при переходе наблюдалась визуально различимая «ступенька».

С помощью процедуры съемки неполных прямых полюсных фигур (ППФ) монокристаллических молибденовых подложек до и после напыления были получены ориентационные соотношения сопрягаемых слоев. Результаты представлены в таблице.

#### Ориентационные соотношения «подложка-напыленный слой»

		
Mo  Ti {100}  {10-10}	Mo  Ti {110}  {0002}	Mo  Ti {111}  {11-20}

С целью дополнительного подтверждения «наследования» напыленным слоем сорбента структуры поверхности подложки проведено локальное послойное стравливание участка покрытия ионным пучком. На рис. 4 хорошо видна идентичность (преемственность) поверхностной и внутренней структур напыленного покрытия, полученных травлением с различной глубиной.

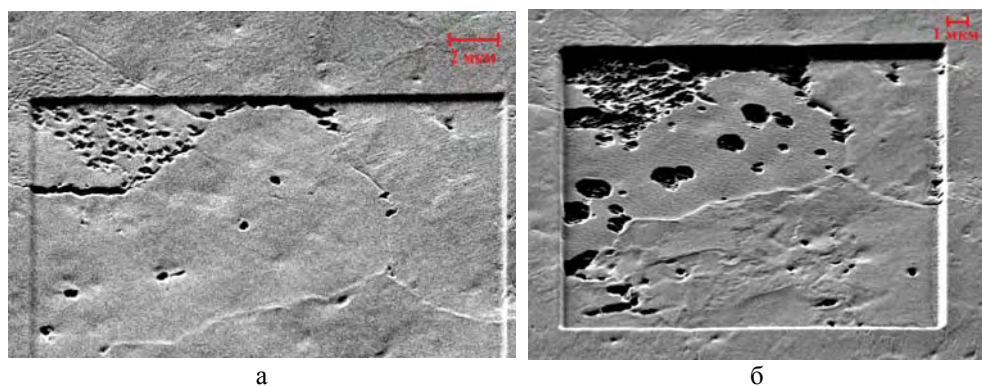


Рис. 4. Электронно-микроскопические изображения областей локального ионного травления образца: а – поверхностная структура пленки (неглубокое травление); б – внутренняя структура пленки и частичная структура подложки (глубокое травление)

Из анализа изображений на рис. 4 следует, что ионного травление соседних кристаллитов, различающейся друг от друга ориентацией, как в материале сорбента, так и в материале подложки, протекает по-разному при одинаковых режимах ионного пучка. В некоторых участках процесс травления достиг подложки и видны зерна молибдена, а в других участках поверхности травления еще присутствуют фрагменты слоя напыленного титана. Данный эффект может быть связан с различной скоростью травления и диспергирования вещества от воздействия сфокусированного ионного пучка по-разному ориентированных кристаллитов. Дальнейшее травление позволяет визуализи-

ровать поверхность подложки, что показано на рис. 4,б, которая идентична по структуре поверхности покрытия, которая, как было отмечено ранее (см. рис. 4,а), наследует ее рельеф.

В работе проведен эксперимент по качественной оценке различия скорости локального травления материала у вышеописанных образцов, различающихся по трем кристаллографическим ориентациям монокристаллической подложки. С целью подтверждения гипотезы о разной скорости травления и диспергирования вещества с поверхности для каждой из ориентаций использовались одинаковые условия травления, а наблюдения проводились при одинаковых установках электронного микроскопа. На рис. 5 представлены ЭМ изображения при разных углах наклона предметного столика с образцом, иллюстрирующие результаты эксперимента по ионному травлению по-разному ориентированных поверхностей монокристаллической подложки.

По представленным на рис. 5 ЭМ изображениям видно, что наблюдаются различные особенности рельефа травленных поверхностей. Причиной могут быть выходы дислокаций на поверхность, которые при травлении образуют своеобразные углубления (см. рис. 5,а,б). При этом характерных углублений больше всего в образце  $\{100\}$  (см. рис. 5,б), в то время как в  $\{111\}$  они практически отсутствуют. Различие в характере углублений на дне выемок образцов с ориентацией  $\{110\}$  и  $\{100\}$  может быть связано с геометрическим расположением дислокаций (параллельно или перпендикулярно поверхности).

Технологический процесс изготовления НТ включает в себя этап нагрева с откачкой с целью вакуумирования колбы. Условия этой операции, и прежде всего температура прогрева, при которой выполняется эта процедура, влияют на конечное значение остаточного давления (вакуума) внутри НТ [3]. Одной из важных характеристик мишени НТ является ее термическая стабильность. В данном случае под термической стабильностью следует понимать способность сорбента сохранять химический состав (стехиометрическое соотношение газ-металл/сплав) при изменении температуры.

В целях изучения влияния технологических режимов подготовки на качество мишеней проводилось сначала их насыщение, а затем нагрев в условиях, максимально приближенных к условиям операции вакуумирования с прогревом трубки, с целью оценить количество термодесорбирующегося в этой операции водорода. В результате данного исследования установлено, что образцы с монокристаллической подложкой имеют более высокую термическую стабильность. При прогреве с вакуумированием образцы с поликристаллической подложкой теряют до 30 % водорода, в то время как мишени на монокристаллической подложке сохраняют исходную стехиометрию.

Кроме того, в ходе работы установлено, что дополнительный отжиг подложки с напыленным слоем благоприятно влияет на термическую стабильность мишени. Вероятнее всего это связано с ростом кристаллитов материала сорбента. Уменьшение количества границ зерен титана замедляет диффузию по границам зерен и поверхностную диффузию, что в целом тормозит диффузионную составляющую скорости термодесорбции водорода из металла.

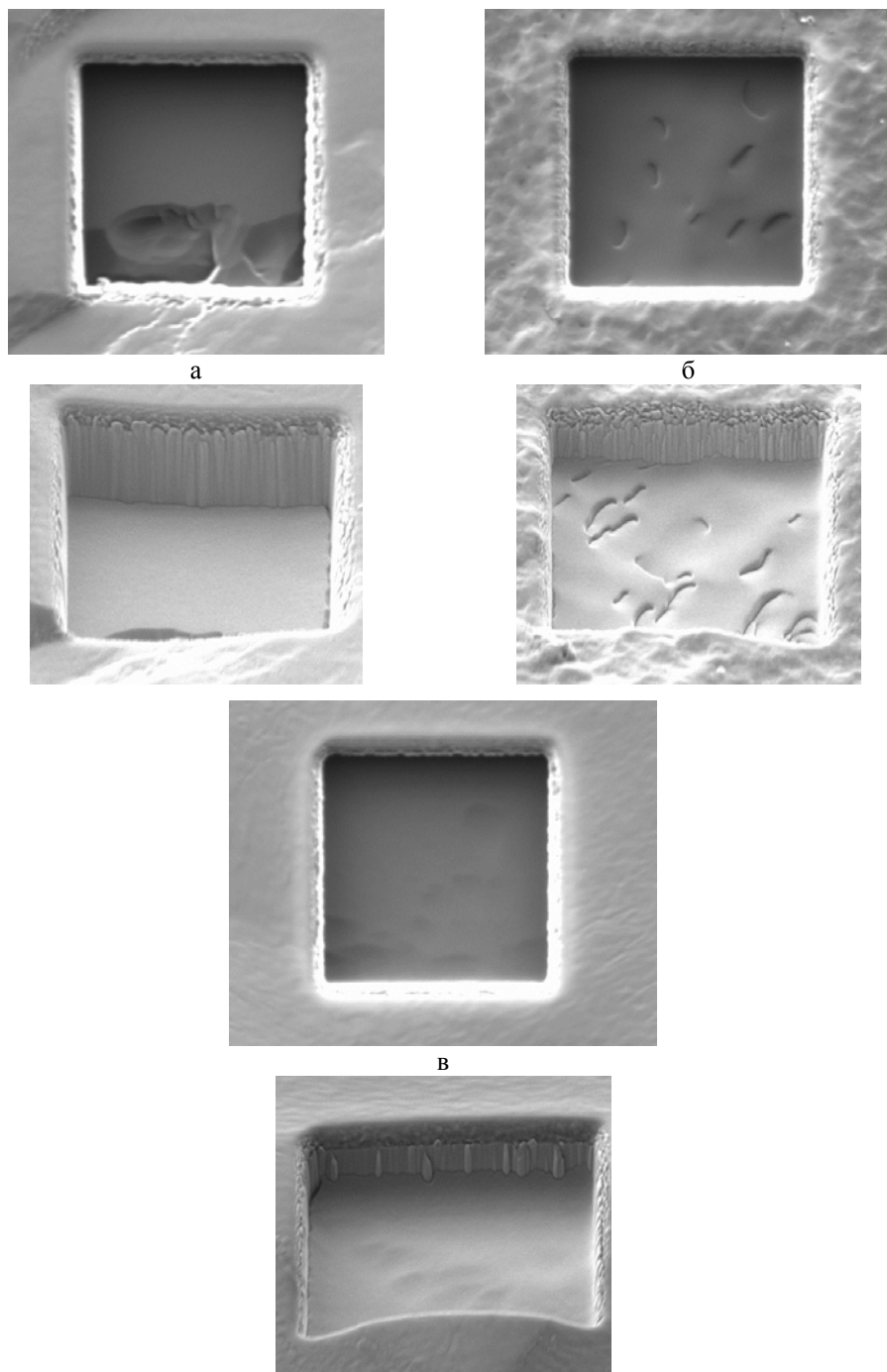


Рис. 5. ЭМ изображения, иллюстрирующие результаты эксперимента по ионному травлению по-разному ориентированных поверхностей монокристаллической подложки: а –  $\{110\}$   $h = 3,650$  мкм; б –  $\{100\}$   $h = 2,186$  мкм; в –  $\{111\}$   $h = 2,047$  мкм, где  $h$  – глубина выемки в области травления. Вверху изображения получены без наклона образца, внизу – с наклоном предметного столика и образца в камере ЭМ

Дополнительная термическая вакуумная обработка позволяет также очистить поверхность мишеней от осажденных сорбированных газов, включая остаточный водород (третий). Особенность влияния дополнительного нагрева в вакууме заключается в снижении содержания изотопов водорода (дейтерия, трития) в поверхностных слоях сорбента мишени, и в снижении содержания поверхностных адсорбированных примесей, что в операции вакуумирования трубки при высокотемпературном нагреве и последующей герметизации НТ приводит к снижению остаточного газовыделения внутри колбы.

## Выводы

В процессе выполнения работы установлено: механическая полировка подложки перед технологическим процессом напыления приводит к рекристаллизации приповерхностного слоя; дефекты подложки, а именно границы зерен, полностью наследуются напыленным слоем сорбента; кристаллографические ориентации при химическом травлении влияют на морфологию поверхности образца.

Получены ориентационные соотношения между сопрягаемыми слоями подложки и напыленного слоя. Предложена технология получения подложек из монокристаллического молибдена с различными значениями шероховатостей и ориентациями  $\{100\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{111\}$ . Кроме того, показано, что кристаллографические плоскости имеют разные коэффициенты диспергирования при ионном травлении вследствие различной плотности их упаковки и плоскость  $\{100\}$  для данного технологического процесса является основной плоскостью выхода дислокаций.

Проведено исследование термической стабильности мишени на поли- и монокристаллических образцах подложек, в результате которого установлена более высокая термическая стабильность мишеней на подложках из монокристаллического молибдена.

## Список литературы

1. Физическое материаловедение: Учебник для вузов. В 7 т. / Под общей ред. Б. А. Калина / 2-е изд. перераб. – М.: НИЯУ МИФИ, 2012. Т. 5. Материалы с заданными свойствами / М. И. Алымов, Г. Н. Елманов, Б. А. Калин, А. Н. Калашников, А. А. Полянский, А. В. Шульга. – М.: НИЯУ МИФИ, 2012. 672 с.
2. Иванов. А., Смирнов. Б. Электронно – лучевое напыление: технология и оборудование // Наноиндустрия. 2012, № 6, с. 28–34.

З. Александрович Э.-Г. В., Соковишин В. А. Низковольтные нейтронные генераторы // ПТЭ. 1961, № 5, с. 7–25.

## **Technological features of creating new accelerator neutron tubes**

A. S. Khapov, S. V. Chekanov, A. V. Voennov

All Russian Research Institute of Automatics named  
after N. L. Dukhov  
vniia4@vniia.ru

*Raising demands for quality of neutron tubes (NT) requires constant search for technologies and new materials for their production, which should meet high requirements for physical, mechanical and chemical properties. The influence of nanostructured state of polycrystalline titanium film on its sorption properties has been assessed in this paper. Possibility of using new alloys as sorbent and substrates for NT targets has been analyzed.*