

# ЭКСПЕРИМЕНТЫ ПО НАМОРАЖИВАНИЮ ПРОТИЙ-ДЕЙТЕРИЕВОЙ СМЕСИ, ГЕНЕРИРУЕМОЙ МЕТАЛЛОГИДРИДНЫМ ИСТОЧНИКОМ

*В. М. Изгородин, Е. И. Осетров, А. П. Пепеляев, М. А. Рогожина, Е. Ю. Соломатина*

ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ» ИЛФИ, г. Саров Нижегородской обл.

Стеклянные или полистирольные микрооболочки, заполненные газообразной дейтерий-тритиевой (Д-Т) смесью, применяются в экспериментах на лазерных установках. Наиболее эффективным методом наполнения микрооболочки смесью изотопов водорода на данный момент является метод низкотемпературной перегонки через капилляр [1].

При разработке системы наполнения полых оболочек смесью изотопов водорода основная роль отводится источнику смеси изотопов водорода. Самым предпочтительным способом хранения тяжелых изотопов водорода является использование гидридов интерметаллических соединений [2]. Основные преимущества такого способа – это обратимость выделения и радиационная безопасность из-за достаточно низкого давления газовой смеси над поверхностью при хранении [3].

## Описание экспериментального стенда

Стенд для исследования мишеней при низких температурах состоит из исследовательского криостата, системы одновременной откачки газовых магистралей, систем напуска гелия и изотопов водорода, оборудования для измерения и контроля температуры, экспериментальных боксов и оптической системы визуального контроля. Схема газовакуумной системы стенда представлена на рис. 1 [4].

Для проведения исследований используется оптический криостат с системой охлаждения на основе двухступенчатого криорефрижератора замкнутого цикла, работающего по принципу пульсационной трубы с холодопроизводительностью 1 Ватт при 4,2 К. Основными элементами исследовательского криостата являются криорефрижератор, гелиевый компрессор, линии подачи гелия.

Криорефрижератор имеет две ступени охлаждения: до 45 К на первой ступени и до 4,2 К на второй. Необходимая температура для исследования процесса ожижения с последующим замораживанием изотопов водорода в сферической оболочке (от 10 К до 20 К) достигается на терморегулируемом столике объектов, установленном на второй ступени.

Контроль температуры осуществляется с помощью двух датчиков. Датчик ДТ1 установлен в терморегулируемом столике на расстоянии 11 мм от центра оболочки (его показания обозначены  $T_A$ ). Второй датчик ДТ2 установлен непосредственно на корпусе экспериментального бокса ( $T_B$ ). Датчики работают в диапазоне температур от 1,4 К до 325 К с точностью  $\pm 0,009$  К и  $\pm 0,001$  К при  $T = 20$  К соответственно. Показания датчиков регистрируются контроллером с шагом по времени 0,5 с и выводятся на ПК.

Для проведения экспериментов необходимо поддерживать длительное время заданную температуру в зоне объекта исследования. Эту функцию выполняет нагреватель, установленный на расстоянии 11 мм от центра оболочки. Управление осуществляется с контроллера (непосредственно с панели управления или удаленно с ПК), средний разброс значений при этом не превышает 0,002 К.

Полистирольная оболочка закреплена в боксе – контейнере, который установлен в рабочей зоне криостата, откачиваемой до высокого вакуума. В бокс напускается гелий, который выполняет функцию теплообменного газа для выравнивания температуры поверхности полистирольной оболочки. Оболочка, в свою очередь, наполняется изотопами водорода в газовой фазе до давлений порядка  $10^5$  Па. Основной задачей при сборке является обеспечение герметичности бокса и капилляров для напуска газов (гелий, изотопы водорода) с учетом их использования при криогенных температурах. При этом должна также обеспечиваться простота монтажа бокса и надежность его соединений, так как размер экспериментальныхборок составляет примерно  $30 \times 20 \times 10$  мм<sup>3</sup>.

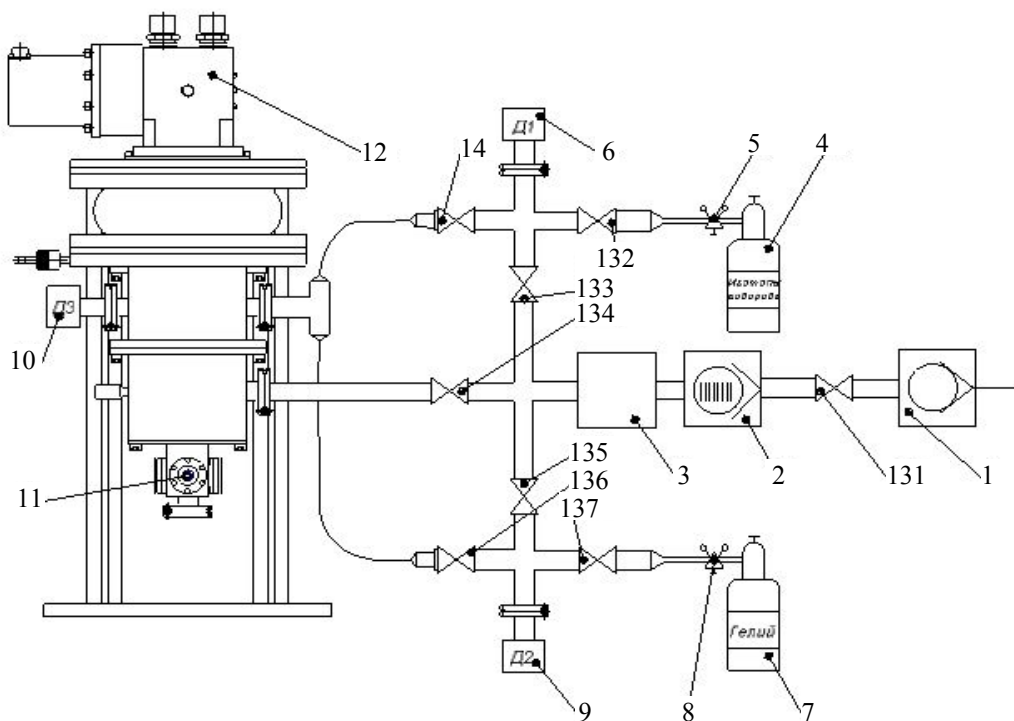


Рис. 1. Принципиальная схема газовакуумной системы стенда: 1 – форвакуумный насос; 2 – турбомолекулярный насос; 3 – буферный объем насоса; 4 – баллон с изотопами водорода; 5 – редуктор P1; 6 – датчик давления Д1; 7 – баллон с гелием; 8 – редуктор P2; 9 – датчик давления Д2; 10 – датчик давления Д3; 11 – бокс с полистирольной оболочкой; 12 – криостат; 13.1–13.7 – вакуумный клапан; 14 – натекатель

Были разработаны и реализованы несколько способов изготовления и сборки экспериментальных боксов. В настоящее время используется наиболее технологичный вариант – бокс-кювета, представленный на рис. 2 [5].

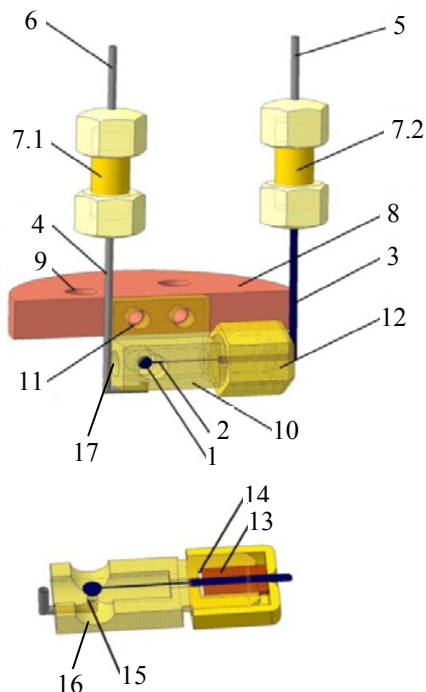


Рис. 2. Компоненты сборки бокса-кюветы (слева) и сборка в разрезе (справа): 1 – полистирольная оболочка диаметром 1–2 мм; 2 – капилляр  $\varnothing 60\text{--}100$  мкм, стекло; 3 – капилляр подачи изотопов водорода  $\varnothing 1$  мм,  $L = 70$  мм, сталь; 4 – капилляр подачи теплообменного газа  $\varnothing 1$  мм,  $L = 70$  мм, сталь; 5 – капилляр подачи изотопов водорода основной  $\varnothing 1$  мм,  $L = 1000$  мм, сталь; 6 – капилляр подачи теплообменного газа основной  $\varnothing 1$  мм,  $L = 1000$  мм, сталь; 7.1–7.2 – муфта, герметично соединяющая выводы капилляров на линиях подачи рабочих газов, латунь; 8 – держатель сборки, медь; 9 – отверстия в держателе для крепления на столике 2-й ступени; 10 – кювета, медь; 11 – 2 отверстия для крепления бокса; 12 – накидная гайка, латунь; 13 – втулка, латунь; 14 – кольцо из индиевой проволоки; 15 – отверстие для ввода теплообменного газа; 16 – 2 отверстия для визуального наблюдения оболочки; 17 – вспомогательное отверстие для ввода сборного капилляра

## Методика проведения эксперимента

В экспериментах по ожигению изотопов водорода с последующим замораживанием использовалась протий-дейтериевая смесь ( $H_2$ , HD,  $D_2$ ), генерируемая металлгидридным источником и молекулярная протий-дейтериевая смесь ( $H_2, D_2$ ). Эксперименты проводились в экспериментальной сборке «бокс-кювета», параметры сборки: микросфера  $\varnothing 1,325$  мм, материал – полистирол,  $\varnothing$  стеклянного капилляра – 56 мкм. Этапы проведения экспериментов по намораживанию изотопов водорода:

- 1) откачка рабочего объема криостата и систем напуска рабочих газов (гелий, изотопы водорода) с помощью форвакуумного и турбомолекулярного насосов до  $10^{-3}$  Па;
- 2) охлаждение экспериментальной сборки до 30 К;
- 3) напуск теплообменного газа гелия в полость бокса;
- 4) напуск изотопов водорода в сферическую полистирольную оболочку;
- 5) охлаждение оболочки до температуры тройной точки, дозирование количества жидкости в микросфере до необходимого уровня;
- 6) небольшое понижение температуры (0,2–0,4 К) до образования «ледяной пробки» в капилляре, которая позволяет обеспечить фиксированный уровень жидкости в оболочке;
- 7) понижение температуры с заданными параметрами скорости до полного преобразования жидкой фазы в твердую. Регистрация процесса и полученных результатов на фото, видео;
- 8) в зависимости от задачи – выдерживание твердого слоя при постоянной температуре заданное время или отогрев оболочки с обратным переходом твердого слоя в жидкую фазу. При отогреве необходимо не превысить температуру, полученную в п. 6. В таком случае можно провести неограниченное количество циклов замораживания криогенного слоя при аналогичных условиях.

### Протий-дейтериевая смесь, генерируемая металлгидридным источником ( $H_2$ , HD, $D_2$ )

Для проведения экспериментов по напуску протий-дейтериевой смеси методом перегонки через капилляр в сферическую полистирольную оболочку с последующим замораживанием использовался компактный металлгидридный источник HD-смеси [3] (заказан и изготовлен в 19 отделении). Источник представляет собой стальной закрытый цилиндр, заполненный титановой дробью с размером частиц от 0,2 до 0,5 мм.

Масса засыпанной дроби составляет 35,6 г. Протий-дейтериевая смесь (25 %  $H_2$ , 50 % HD, 25 %  $D_2$ ) для насыщения источника изготавливалась методом парциальных давлений. В процессе насыщения источником было поглощено 17,5 литров газовой смеси. Принципиальная схема напуска водородной смеси, генерируемой металлгидридным источником, представлена на рис. 3 [4].

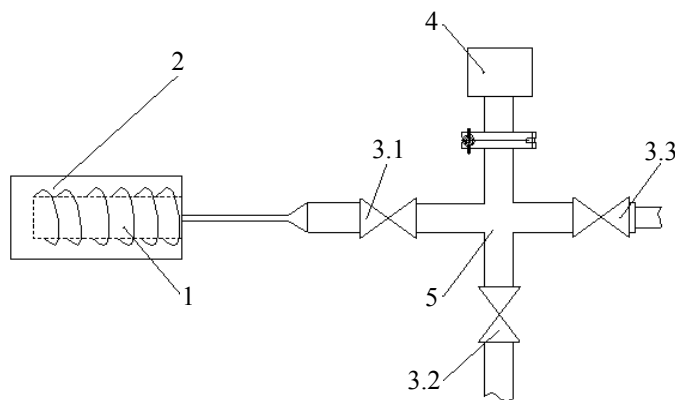


Рис. 3. Схема напуска водородной смеси, генерируемой металлгидридным источником: 1 – металлгидридный источник, 2 – нагреватель, 3.1–3.2 – вентили, 4 – датчик давления, 5 – крест

Источник (1) был установлен в стенд для экспериментальных исследований криогенных мишеней. Для напуска смеси в полистирольную оболочку необходимо нагревать источник до температур 200–300 К, для этого был смонтирован нагреватель (2), представляющий собой кварцевую трубку с асбестовым покрытием.

Температура тройной точки протий-дейтериевой смеси (HD) составляет 16,6 К, соответственно фазовые превращения происходили в районе этой температуры. На рис. 4.1 показано начало конденсации при  $T_B = 16,97$  К, с понижением температуры до 16,74 К начался процесс кристаллизации и при  $T_B = 16,6$  К вся жидкость перешла в твердую фазу (рис. 4.2, 4.3). Расчетная масса сконденсированной смеси составила  $m_{HD} = 0,025$  мг.



Рис. 4.1. Начало конденсации  
 $T_A = 16,05$  К,  $T_B = 16,97$  К



Рис. 4.2. Начало кристаллизации  
 $T_A = 15,81$  К,  $T_B = 16,74$  К



Рис. 4.3. Твердая фаза  $T_A = 15,7$  К,  
 $T_B = 16,6$  К

### Молекулярная протий-дейтериевая смесь ( $H_2$ , $D_2$ )

Для проведения экспериментов по ожижению молекулярной протий-дейтериевой смеси с последующим замораживанием в полистирольной оболочке была разработана и собрана система [4] приготовления водородной смеси, представленная на рис. 5. Принцип ее работы заключается в следующем: из баллона 1 через редуктор подается газ (протий или дейтерий) в тройник 6 с газопроводами. Затем открывается баллон для смеси 5 и в него напускается газ. Как только давление во всей системе устанавливается (в нашем случае это  $4 \cdot 10^5$  Па), перекрываются баллоны 5 и 1, открывается вентиль 4 и производится откачка системы с помощью форвакуумного насоса 3. Затем баллон 1 меняется на другой (если изначально напускали протий, то устанавливается баллон с дейтерием) и производится напуск газа через редуктор в тройник 6 и баллон 5. Если в нем изначально было  $4 \cdot 10^5$  Па, то сейчас производится напуск газа до давления  $8 \cdot 10^5$  Па. Как только устанавливается равновесие во всей системе, закрывается баллон 5. Молекулярная протий-дейтериевая смесь в приблизительном соотношении 50:50 готова.

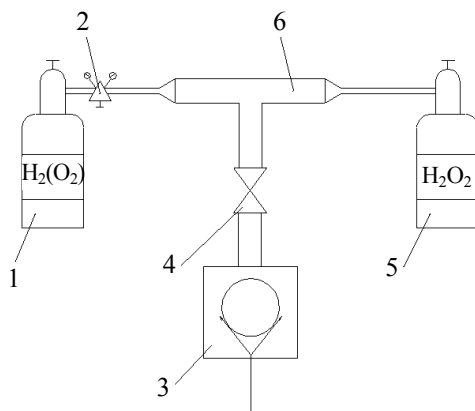


Рис. 5. Схема приготовления молекулярной протий-дейтериевой смеси:  
1 – баллон с протием (дейтерием), 2 – редуктор, 3 – форвакуумный насос,  
4 – вакуумный клапан, 5 – баллон для смеси  $H_2$ ,  $D_2$

На рис. 6.3 представлена молекулярная смесь протия и дейтерия в твердой фазе при температуре 14,5 К. Характерной особенностью процесса замораживания такой смеси является разброс температуры начала кристаллизации (от 14 до 15 К). Это связано, скорее всего, с постоянным перемешиванием протия и дейтерия в оболочке с капилляром во время циклов «замораживание-отогрев» и, как следствие, постоянным изменением их процентного соотношения. Из-за этого, процесс кристаллизации может начинаться каждый раз при различной температуре. На рис. 6.4 представлена замороженная смесь протия и дейтерия, сконденсированная на ближайшей к оптической схеме внутренней поверхности оболочки.



Рис. 6.1. Начало конденсации  
 $T_A = 16,5 \text{ К}$

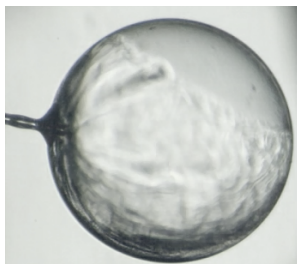


Рис. 6.2. Начало кристаллизации  
 $T_A = 14,6 \text{ К}$

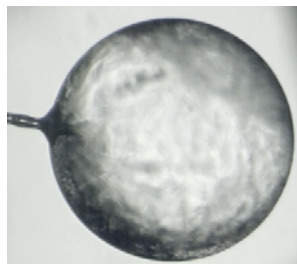


Рис. 6.3. Твердая фаза  
 $T_A = 14,5 \text{ К}$

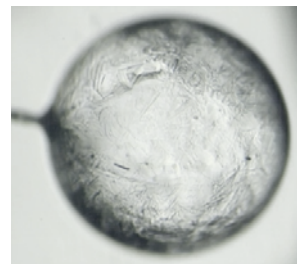


Рис. 6.4. Твердая фаза (Фокус на переднюю поверхность оболочки)  
 $T_A = 14,5 \text{ К}$

### Список литературы

1. Изгородин В. М., Соломатина Е. Ю., Пепеляев А. П., Рогожина М. А., Осетров Е. И. Технология наполнения сферической полистирольной оболочки изотопами водорода методом перегонки через капилляр с последующим замораживанием // Взаимодействие изотопов водорода с конструкционными материалами. ИИИМ'15 Junior. Сборник тезисов докладов 10 Международной Школы молодых ученых и специалистов им. А. А. Курдюмова. 28 июня – 4 июля 2015 г., г. Москва. НИЦ «Курчатовский институт», 2015. С. 150–151.
2. Тарасов Б. П., Лотоцкий М. В., Яртысь В. А. Проблема хранения водорода и перспективы использования гидридов для аккумулирования водорода. Рос. хим. ж (Ж. Рос. хим. об-ва им. Д. И. Менделеева), 2006, т. L, № 6.
3. Перевезенцев А. Н., Андреев Б. М., Капышев В. К., Ривкис Л. А., Малек М. П., Быстрицкий В. М., Столупин В. А. Гидриды интерметаллических соединений и сплавов, их свойства и применение в атомной технике. «Физика элементарных частиц и атомного ядра». 1988. Т. 19. Вып. 6.
4. Пипко А. И., Плисовский В. Я., Пенчко Е. А. Конструирование и расчет вакуумных систем. – М.: Энергия. 1970. С. 11–18.
5. Изгородин В. М., Соломатина Е. Ю., Пепеляев А. П., Кайгородова М. А., Осетров Е. И. Технология наполнения полистирольной микросферы изотопами водорода // Девятая Всероссийская школа для студентов, аспирантов, молодых ученых и специалистов по лазерной физике и лазерным технологиям: сборник докладов / Под общ. ред. С. Г. Гаранина. – Саров: ФГУП «РФЯЦ-ВНИИЭФ». 2015. С. 100–101.