_____ ЛАБОРАТОРНАЯ ____ ТЕХНИКА

УДК 621.642

УСТРОЙСТВО ДЛЯ ПРЕЦИЗИОННОГО ИЗОТЕРМИЧЕСКОГО ОТЖИГА ОБРАЗЦОВ В КАМЕРЕ УСКОРИТЕЛЯ

© 2019 г. В. Н. Рыбаков^{*a*}, А. В. Сучков^{*a*}, В. Б. Выходец^{*a*}, С. И. Обухов^{*a*,*}

^а Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН Россия, 620108, Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 18

*e-mail: obuhovsvii@imp.uran.ru Поступила в редакцию 17.07.2018 г. После доработки 17.07.2018 г. Принята к публикации 19.08.2018 г.

Разработано устройство для проведения изотермических отжигов образцов в камере ускорительной установки. Во время отжигов образцов допускается применение методики ядерных реакций. Для охлаждения и нагрева образцов используются проточный жидкий азот и резистивный нагреватель. Устройство обеспечивает проведение отжигов образцов в интервале температур 110–500 К, точность поддержания температуры составляет 1 К. Полученные характеристики удовлетворяют требованиям прецизионных экспериментов по диффузии дейтерия в твердых телах, включая криогенные температуры.

DOI: 10.1134/S0032816219010233

Ускорительная методика ядерных реакций (nuclear reaction analysis – NRA) широко применяется для измерения концентрационных профилей C(x) изотопов легких элементов в твердых телах, соответствующие исследования проводятся на широком классе объектов: поли- и монокристаллах, нанопорошках и тонких пленках. Методика NRA имеет высокие метрологические характеристики: она позволяет измерять профили C(x) до глубины несколько микрон без разрушения образца, для большинства изотопов легких элементов точность измерения концентрации составляет несколько процентов, разрешение по глубине *x* не хуже 0.1 мкм и минимальные измеряемые концентрации находятся на уровне 0.01 ат. %.

Такие характеристики обусловили применение методики для изучения диффузии атомов легких элементов в твердых телах. Как правило, диффузионные отжиги образцов проводят при высоких температурах в специальных печах, а измерения профилей C(x) с помощью методики NRA осуществляют при комнатной температуре. Такая постановка диффузионных исследований приемлема почти для всех атомов легких элементов, поскольку их скорость диффузии при комнатной температуре в твердых телах пренебрежимо мала.

Однако изотопы водорода диффундируют во многих материалах с высокой скоростью, даже при криогенных температурах. С учетом этого в работах [1, 2] для исследования диффузии дейтерия в твердых телах был предложен вариант методики NRA, когда диффузионные отжиги образцов проводят непосредственно в вакуумной камере ускорительной установки. Из-за сильной температурной зависимости коэффициентов диффузии температура в диффузионных экспериментах должна измеряться и поддерживаться постоянной с высокой точностью. Эта задача не является тривиальной, поскольку отжиги образцов должны проводиться одновременно с их облучением, измерением дозы облучения и регистрацией продуктов ядерных реакций. По этой причине условия для измерения, регулирования и поддержания температуры в камере ускорительной установки являются менее благоприятными, чем в специальных печах и криостатах, которые обычно используются для отжига образцов.

В работе [1] было предложено устройство, в котором для охлаждения и нагрева образцов в камере ускорительной установки использовали проточный жидкий азот и керамический нагреватель. Это позволило проводить отжиги образцов и измерения концентрационных профилей C(x) изотопов легких элементов с помощью методики NRA в интервале температур от 260 до 360 К. В то же время в работе [1] не была решена актуальная задача проведения диффузионных отжигов в камере ускорительной установки при криогенных температурах, кроме того, в работе не приведены данные о точности поддержания температуры. В связи с этим целью данной работы была разработка



Рис. 1. Схема устройства. *1* – планшайба; *2* – держатель образцов; *3* – резистивный нагреватель; *4* – теплообменник; *5* – винты; *6* – втулки; *7* – кольцевая шайба и винты; *8* – образец; *9* – пучок ускорителя; *10* – охлаждающая жидкость; *11* – термопара.

устройства, позволяющего существенно расширить по сравнению с работой [1] интервал температур при изотермических отжигах образцов и обеспечить прецизионный уровень поддержания температуры, удовлетворяющий требованиям диффузионного эксперимента. Как и в работе [1], для нагрева и охлаждения образцов использовали резистивную печь и проточный жидкий азот. При выполнении работы источником ускоренных частиц был 2-мегавольтный ускоритель Ван де Граафа, энергия частиц первичного пучка — дейтронов — составляла 650 кэВ. Предлагаемое устройство может быть использовано на ускорителях других типов и частиц при их различных энергиях.

На рис. 1 показана схема разработанного устройства. Его монтировали на кольцевой планшайбе *1*, установленной внутри камеры ускорительной установки. Планшайба *1* была присоединена к стенке камеры с помощью винтов. Основными узлами устройства были: держатель образцов *2*, резистивный нагреватель *3*, теплообменник *4*, винты *5* и втулки *6*, соединяющие держатель *2* с теплообменником *4* и планшайбой *1*.

К одной стороне плоского металлического держателя 2 с помощью кольцевой шайбы и винтов 7 прочно прижимали образец 8, а к другой – нагреватель 3. В шайбе выполнено отверстие для пучка 9 ускорителя. Через теплообменник пропускали охлаждающую жидкость 10 – жидкий азот или воду. Проточный жидкий азот использовали, если температура образца была ниже комнатной. При температуре образца выше комнатной через теплообменник можно пропускать воду, ее температура при необходимости может быть стабилизирована. Согласно рис. 1, конструкция устройства обеспечивает непрерывное облучение образца дейтронами, его нагрев резистивной печью и охлаждение проточным жидким азотом или водой. В этом устройстве необходимым условием стабилизации температуры образца является выполнение уравнения теплового баланса для держателя образцов 2:

$$P_1 + P_2 + P_3 + P_4 = 0, (1)$$

где P_1 — мощность, которая передается держателю 2 от резистивного нагревателя 3; P_2 — тепловой поток от держателя 2 к теплообменнику 4 через стержни 5, он определяется теплопроводностью стержней; P_3 — мощность тока пучка ускорителя; P_4 — тепловой поток от всех узлов системы к держателю 2 за счет излучения.

Проиллюстрируем некоторые характеристики и принципы работы устройства на примере его эксплуатации при выключенной печи ($P_1 = 0$). В этом режиме температура держателя образцов поддерживалась постоянной с точностью ± 1 К и была всего на несколько градусов выше температуры кипения жидкого азота, а температура теплообменника практически не отличалась от температуры кипения жидкого азота. Это имело место при значительных колебаниях мощности тока пучка P_3 и изменениях теплового потока за счет излучения Р₄. Конкретно мощность тока пучка Р₃ составляла примерно 0.1 Вт, что соответствовало силе тока пучка ускорителя 100 нА и энергии частиц пучка 1 МэВ. Эти значения являются обычными при использовании методики NRA, колебания силы тока и мощности пучка составляли 20%, что типично для ускорителей Ван де Граафа. По оценкам, тепловой поток к держателю образцов за счет излучения Р₄ был примерно 0.5 Вт. При эксплуатации устройства в течение нескольких часов температура стенок камеры и узлов внутри камеры понижалась на несколько градусов, что приводило к уменьшению теплового потока P₄ примерно на 10%, т.е. на 0.05 Вт. Втулки 6 были изготовлены из капролона, имеющего низкий коэффициент теплопроводности. Это позволило уменьшить расход жидкого азота и предотвратить слишком сильное охлаждение стенок камеры. Отметим, что расход жидкого азота при всех температурах отжига образцов был приемлемым и составлял около 5 л/ч.

Результаты, полученные в режиме выключенной печи, показали, что с помощью устройства температура держателя образцов поддерживалась на необходимом уровне. Это достигалось за счет автоматического выполнения уравнения (1), т.е. неконтролируемые изменения и колебания мощности P₃ и теплового потока P₄ компенсировались за счет соответствующего изменения теплового потока P_2 . То же самое имело место при всех температурах отжига образцов, когда была включена печь и в уравнении теплового баланса (1) фигурировала мощность нагревателя P₁. Для ее поддержания примерно на постоянном уровне использовали регулируемый стабилизированный источник питания, колебания его выходного напряжения не превышали 1%. При увеличении температуры отжига мощность P_1 возрастала, ее максимальное значение составляло 20 Вт.

Важными параметрами устройства являются масса и теплоемкость держателя образцов 2 и теплообменника 4, а также теплопроводность винтов 5. Держатель изготовлен из дюралюминия Д16Т, его масса около 20 г. Теплообменник также изготовлен из сплава Д16Т, его масса вместе с медными трубками, по которым пропускали жидкий азот или воду, составляла 300 г. Значения этих масс были выбраны достаточно большими, чтобы колебания мощностей тока пучка, нагревателя, потоков тепла и жидкого азота в системе не приводили к значимым изменениям температуры держателя образцов и теплообменника. Материал, длину и сечение стержней 5 находили с помощью стационарного уравнения теплопроводности:

$$P_2 = \lambda \frac{\Delta T}{l} S, \tag{2}$$

где λ – коэффициент теплопроводности материала винтов; ΔT – разность температур держателя образцов и теплообменника; *l* – длина винтов *5*; *S* – общее сечение этих винтов.

В соответствии с результатами тепловых расчетов были использованы два стальных винта 5 диаметром 6 и длиной 15 мм. Эти значения были оптимальными. С одной стороны, они обеспечивали достаточно высокую скорость передачи тепла от держателя образцов к теплообменнику, что необходимо для автоматического поддержания температуры держателя образцов. С другой стороны, слишком высокая теплопроводность винтов 5 привела бы к неприемлемому расходу жидкого азота и повышению мощности нагревателя P_1 .

Испытания устройства проводили в интервале температур 110—500 К. Температуру измеряли с помощью хромель-алюмелевой термопары. Она не могла быть размещена в зоне падения пучка на образец — это не совместимо с использованием методики NRA. В связи с этим термопару размещали на держателе образцов, спай термопары плотно прижимали к держателю. Расстояние от спая до облучаемой поверхности образца было не более 1 мм.

Естественно было предполагать, что температура в зоне облучения образца будет выше, чем показание термопары 11. Соответствующая разность температур ΔT_1 была определена в специальном эксперименте, в котором использовали модельный образец. К его рабочей поверхности в нескольких точках приваривали термопары, и их показания сравнивали друг с другом и с показаниями термопары 11. В отсутствие облучения показания всех термопар были практически одинаковыми, и колебания температуры при изотермическом отжиге модельного образца не превышали 1 К. Это свидетельствовало о практическом отсутствии градиента температуры в образце и удовлетворительном поддержании температуры с помощью устройства. Во время облучения образца дейтронами температура в зоне облучения была незначительно выше, чем показания термопары 11. Соответствующая разность температур ΔT_1 была прямо пропорциональна плотности тока пучка ускорителя, и ее максимальное значение составило 5 К. Отсюда следует, что измерение температуры образца с помощью термопары 11 является корректным приемом. Небольшая поправка ΔT_1 к показаниям термопары 11 легко может быть определена в эксперименте с модельным образцом.

В заключение отметим основные характеристики, принципы и назначение устройства. Оно позволяет проводить отжиги образцов непосредственно в камере ускорительной установки в интервале температур 110-500 К, который включает в себя криогенные температуры. Для охлажления и нагрева образцов в устройстве используются проточный жидкий азот и резистивная печь. Устройство допускает применение во время отжига методики ядерных реакций. Точность поддержания температуры при изотермическом отжиге образцов составляет ±1 К. Устройство предназначено для отжига образцов в камере ускорительной установки при проведении диффузионных и других исследований с помощью ускорительных метолик.

Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема "Спин") и частично поддержана РФФИ (проект 17-03-00101).

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. Kudo H., Kosaku Y., Ando Y., Hiraga M., Sekine T. // Journal of Nuclear Materials. 1998. V. 258–263. P. 622.
- Vykhodets V.B., Kurennykh T.E., Nefedova O.A., Gorelov V.P., Stroeva A.Y., Balakireva V.B., Vykhodets E.V., Obukhov S.I. // Solid State Ionics. 2014. V. 263. P. 152.